

ISSN 0919-6684
CODEN : SFHPFE

試験研究報告

平成 11 年度

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

平成11年度 福島県ハイテクプラザ試験研究報告

目 次

重点研究課題	1
--------	---

産官共同研究開発事業	
1 酸化チタン系光触媒の開発と環境浄化に関する研究	2
材料技術部 大河原薫、大堀俊一、関根義孝	
いわき技術支援センター 杉内重夫、中山誠一、安齋実	
福島技術支援センター 吉田正尚	
2 超高速切削による難削材加工技術の研究	4
生産技術部 菅原康則、吉田智、遠藤勝幸、酒井勝雄	
株式会社旭洋精工 松本克彦、佐藤敏男	
林精器製造株式会社 伊藤洋、吉田勝次	
フガク工機株式会社 中尾郁夫、大内新司	
プラストロン株式会社 永井允	
3 高精度溶接技術と後処理についての研究	6
- 溶接変形の低減と溶接部の研磨 -	
いわき技術支援センター 佐藤善久、緑川祐二	
生産技術部 藤井正沸、酒井勝雄	
材料技術部 国分寿雄	
大野ペロー工業株式会社 近藤一太、平山正一、上遠野剛	
日東金属工業株式会社 井上英行、大浦武彦	
株式会社ヨコハマ吉倉 佐藤歩	

広域共同研究開発事業	8
1 マシンビジョンのためのマルチプロセッサシステムの開発	9
応用技術部 高橋淳、大内繁男	
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	13
応用技術部 笹山淑弘、長尾伸久	

福島・山形・新潟三県公設試験研究機関共同研究事業	17
1 新規テキスタイルの開発	18
福島技術支援センター 菅野陽一、長沢 浩、伊藤哲司、佐々木ふさ子	
三浦文明、野村隆、東瀬慎	

<hr/>	
所内プロジェクト研究事業	22
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1報)	23
生産技術部 渡部一博、本田和夫、藤井正沸、酒井勝雄	
材料技術部 伊藤嘉亮	
応用技術部 笹山淑弘	
<hr/>	
R S P (可能性試験) 研究事業	27
1 製造プロセスにおける高性能評価装置の開発	28
- 大型円筒用真円度測定機の開発 -	
生産技術部 遠藤勝幸、菅原康則、酒井勝雄	
2 県産農産物を利用した機能性食品の開発	31
- 各種大豆の栽培特性と加工適性 -	
会津若松技術支援センター 遠藤浩志、大野正博	
郡山女子大学短期大学部 金子憲太郎	
福島県農業試験強場 丹治克男、二瓶直登	
協業組合郡山とうふセンター 二平光行	
<hr/>	
一般研究課題	37
<hr/>	
1 マルチメディア技術に関する研究	38
応用技術部 本田修啓、尾形直秀、高樋昌、平山和弘	
2 微生物による未利用資源の高度利用化	42
応用技術部 安川真、桑田彰、池田信也	
3 S S 構内無線の F A 利用技術に関する研究	45
応用技術部 尾形直秀、高樋昌、平山和弘、本田修啓	
4 環境を考慮しためっき技術の開発	48
- グルコン酸浴からのスズ - ビスマス合金めっき -	
材料技術部 大堀俊一、大河原薫	
いわき技術支援センター 安斎実、中山誠一	
5 カソードルミネッセンスの高度利用に関する研究	52
- 蛍光管の高輝度化の検討 -	
材料技術部 高瀬つぎ子、伊藤嘉亮	
いわき技術支援センター 斎藤宏	

6	福島県産白土の高度利用	56
	- 酸化チタン被覆によるシラスバルーンの作製 -	
	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	
	東北大学名誉教授 鈴木舜一	
7	高分子材料の成形加工及び使用雰囲気の影響する環境技術(1)	60
	- ATR-IRによる赤外吸収スペクトルの測定とDSCによる酸化開始	
	温度による劣化評価 -	
	材料技術部 三瓶義之、菊池時雄、鈴木雅千、渡部修	
8	高分子材料の成形加工及び使用雰囲気の影響する環境技術(2)	62
	- Pyro-GCMSを使った漆塗膜中の有機系添加剤の定性方法 -	
	材料技術部 渡部修、菊池時雄、鈴木雅千、三瓶義之	
9	高機能防振ゴムの開発に関する研究(第4報)	64
	生産技術部 斎藤俊郎、渡辺正幸	
	企画情報部 橋本真	
	株式会社ファインラバー研究所 高木和久、中条典明、根本雅司	
10	ポリプロピレン容器の超音波溶接技術の研究	68
	生産技術部 藤井正沸、酒井勝雄	
	材料技術部 渡部修	
	株式会社東北東海 沼田雅和	
11	微細放電加工の微細モールド金型への応用(第1報)	74
	生産技術部 本田和夫、藤井正沸、渡部一博	
	材料技術部 伊藤嘉亮、渡部修	
12	CBNホイールのドレッシング条件と研削性能	76
	生産技術部 富田道男、渡辺正幸	
13	新素材の可縫性に関する研究	80
	福島技術支援センター 三浦文明、野村隆、東瀬慎	
14	県産農作物の品質特性の把握と加工適性に関する研究	83
	- 硫黄無薫蒸による「あんば柿」の製造 -	
	会津若松技術支援センター 河野圭助、齋藤裕子	
15	HACCPにおける科学的、物理的危害防止に関する研究	87
	- 浅漬工場の衛生管理システム高度化について -	
	会津若松技術支援センター 齋藤裕子、河野圭助、大野正博、佐藤正	

1 6	機能性清酒の研究 (1)	90
	- 新規清酒酵母の醸造特性 -	
	会津若松技術支援センター 高橋幹雄、小野和広、小沼嘉美、佐藤 正	
1 7	機能性清酒の研究 (2)	92
	- 県産新酒造好適米を用いた試験醸造 -	
	会津若松技術支援センター 高橋幹雄、小野和広、小沼嘉美、佐藤 正	
1 8	C G (コンピュータグラフィックス) 画像の製品化への応用研究	96
	- C G 模様製品の試作開発 -	
	会津若松技術支援センター 竹内克己、出羽重遠、佐竹延明	
	眠夢木 岩橋正義	
	儀同漆器工房 儀同哲夫	
	静山工房 山本一広	
1 9	加飾技法を活用した洋食器の開発 (第 2 報)	100
	会津若松技術支援センター 佐藤隆、竹内克己、佐竹延明	
2 0	県産中小径広葉樹材の有効利用に関する研究	102
	会津若松技術支援センター 橋本春夫、出羽重遠、山崎智史	
2 1	含漆 U V 塗料の薄膜塗装法の研究	106
	会津若松技術支援センター 須藤靖典、出羽重遠	
<hr/>		
	事例研究	110
<hr/>		
1	中小企業向けメンテナンスフリーサーバの構築	111
	応用技術部 平山和弘	

産官共同研究開発事業

酸化チタン系光触媒の開発と環境浄化に関する研究

Investigation of Photocatalyst (Titanium Dioxide) and Purification of Environments.

材料技術部 大河原 薫 大堀 俊一 関根 義孝
いわき技術支援センター 杉内 重夫 中山 誠一 安齋 実
福島技術支援センター 吉田 正尚

特定フロンやトリクロロエタンの全廃ならびにトリクロロエチレン等の使用制限により水系洗浄への移行が進んでいる。しかし、水系洗浄では界面活性剤等が混入するため BOD 値の上昇をまねき、大きな問題になっている。そこで、クリーンで安全な光触媒を用いて排水中の有機物の除去に取り組んだ。

酸化チタン粉末にある遷移金属と助剤を添加し紫外線を照射することで、白金担持と同程度の効果を持つ複合光触媒ができた。また、陽極酸化法によりチタン合金表面に酸化膜を形成した結果、光触媒機能を有した素材の開発にも取り組み、火花放電電圧以上での陽極酸化でアナターゼ型の酸化チタン光触媒ができた。

1. 緒言

表面処理事業所では、めっき液中に含まれている光沢剤やキレート剤が工場排水中の BOD 値の発生源になる一方、有機塩素系溶剤の全廃や使用制限により水系洗浄への移行が進み、排水中に混入した界面活性剤が BOD 値上昇に輪をかけており、その対策が緊急かつ重要な問題になっている。そこで、クリーンで安全な光触媒(図1)を用いて、工場排水中の有機物の除去を目的に研究に取り組んだ。

また、アルミニウム等の表面処理に用いられている陽極酸化法でチタン合金上に酸化皮膜を形成し、光触媒機能を持った素材の開発にも取り組んだ。

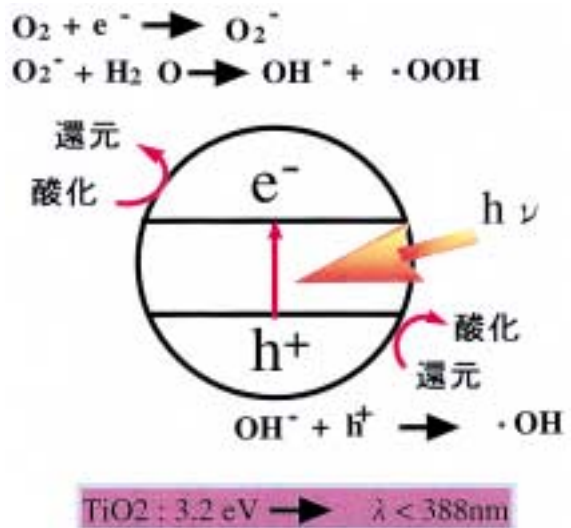


図1 光触媒のメカニズム

2. 研究内容と成果

ガラスクロス表面に酸化チタンを固定化し、フレキシブルで安価な光触媒の作製を行った。また、光触媒としての活性評価が定まっている酸化チタン粉末に貴金属担持や遷移金属添加を行いそれぞれの効果を調べるとともに、無電解ニッケルめっき水洗水を用いた実排水の分解実験を行った。

さらに、チタン板を陽極酸化することで表面に酸化皮膜を形成し、光触媒機能を持った素材の開

発を行った。

2.1. 研究内容

(1) BOD に関するアンケート調査

光触媒を用いて工場排水中の BOD 対策を行うにあたり、表面処理事業所における工場排水中の BOD 発生源、濃度、排水量、処理経費、排水処理法等の実態調査を行った。

対象企業 県内表面処理関連事業所 50社

実施方法 FAXによる

(2)ゾル・ゲル法による光触媒薄膜の作製法の検討

ガラスクロスや発泡ガラスに光触媒を担持する際のベース技術であるゾル・ゲル法について、前駆体溶液の調製条件や皮膜の焼成条件等を検討し、光触媒活性、耐久性、積層状態等を調べた。

(3)固定化した光触媒による分解実験

酸化チタンをガラスクロスや発泡ガラス等に担持して排水処理に利用可能な光触媒を作製し、めっき工場等の脱脂剤として一般的に用いられている非イオン界面活性剤(POELE)を基準汚染物質として分解実験を行った。

(4)酸化チタン粉末による光分解

光触媒としての活性評価が定まっている酸化チタン粉末に貴金属担持や遷移金属添加を行い、それぞれの相乗効果を調べた。

また、めっき排水には有機物質ばかりでなく、リン化合物や硫酸根等の無機塩類が含まれているため、光触媒反応に及ぼすこれら共存元素の影響を調べた。

(5)陽極酸化法による光触媒薄膜の作製

従来、陽極酸化には硫酸系浴やリン酸系浴が用いられている。本研究では、高活性光触媒を作製するため有機酸浴からの陽極酸化法についても検討した。

2.2. 研究成果

(1)BOD に関するアンケート調査

アンケートを集約した結果、BOD の発生源としては脱脂工程の水洗水(73%)、無電解ニッケルめっき水洗水(64%)、クロムの還元剤の影響(64%)等の回答があり、発生源がほぼ特定できた。

(2)ゾル・ゲル法による光触媒薄膜の作製法の検討

・ガラスクロスへの担持条件を検討した結果、焼成速度を緩やかにすることで密着性の向上が図られた。

・多孔質体に酸化チタンを担持し水に浮く光触媒ができた。

(3)固定化した光触媒による分解実験

・ガラスクロスに固定化した光触媒を用いて

POELE を分解した結果、鉄イオン添加し pH を 2 以下に維持することで、分解時間が大幅に短縮できた。

・発泡ガラス表面に酸化チタンを担持し、超振動攪拌や太陽光が利用可能な光触媒ができた。

(4)酸化チタン粉末による光分解

・無電解ニッケルめっき水洗水を光分解した結果、酸化チタン粉末表面に白金を担持した場合は次亜リン酸や亜リン酸が優先的に酸化されてリン酸になり、白金を担持しない時は有機物(有機酸)の分解が進む異なった分解形態を示した。

(5)陽極酸化法による光触媒薄膜の作製

・火花放電電圧以上での陽極酸化でアナターゼ型の酸化チタン光触媒ができた。

2.3. 今後の計画

(1)ゾル・ゲル法による光触媒薄膜の作製

・ガラスクロスや多孔質体を担持体にした光触媒の高活性化

(2)固定化した光触媒による分解

・超振動攪拌の活用

・太陽光の利用

(3)酸化チタン粉末による光分解

・遷移金属の添加および担持効果

・試料溶液の pH および共存物質の影響

(4)陽極酸化法による光触媒薄膜の作製

・光触媒の高活性化と処理面積の拡大

上記課題に取り組みながら、モデルプラントでの実験を行う。

3. 結言

ガラスクロスや多孔質体に酸化チタンを担持した固定化光触媒が作製できた。また、陽極酸化法により、アナターゼ型酸化チタン皮膜の作製にも成功し、現在、光触媒の活性向上に努めている。なお、詳細な内容と結果については、平成 13 年 1 月開催予定の産官共同研究事業成果普及講習会および研究成果報告書(成果普及講習会テキスト)で紹介する。

超高速切削による難削材加工技術の研究

A Study on Machining of Difficult-to-cut Materials by High-speed Milling

生産技術部 菅原康則、吉田智、遠藤勝幸、酒井勝雄
株式会社旭洋精工 松本克彦、佐藤敏男
林精器製造株式会社 伊藤洋、吉田勝次
フガク工機株式会社 中尾郁夫、大内新司
プラストロン株式会社 永井允

金型製造工程への超高速加工の導入において、工程の短縮、製造コストの低減を効果的に行うために、SKD11(58HRC)、SKD61(50HRC)、タングステン - モリブデン系合金、アルミニウム合金 (A5052) の各被削材の適正加工条件について検討している。また、共同研究参加企業ごとに加工モデルを設定して、超高速加工および従来加工で実際に加工し、加工時間、加工コストの比較を行い、超高速加工導入の効果についても検証している。

Key words : 超高速切削、難削材、型加工、加工条件

1 . 緒言

近年、工業製品の低価格化および開発サイクルの短期化がすすみ、金型の製造コストの低減と短納期化の要求が強くなっている。この対応法のひとつとして、金型製造工程への超高速加工の導入があげられる。この加工法は、工作機械の主軸回転数およびテーブル送り速度の高速化が進んだことによって可能になったもので、小径工具による加工の高速化や、加工精度・加工面粗さの向上といった利点があり、金型や精密機械部品の製造工程の短縮・省略に効果があることが報告されている¹⁾²⁾。

しかし、この超高速切削を効果的に導入するためには、加工物に対応した加工条件(工具、切削速度、送り速度など)の把握や、効率よく加工するためのツーリング、工具経路生成手法の確立など、解決すべき問題点が数多く残されている。

この研究は、これらの技術課題についての検討を行い、併せて、従来行われてきた放電加工やマシニングセンター等による切削加工工程に対し、この加工法を導入することによって、工程の短縮・製造コストの低減を図ることを目的としており、県内企業と共同で平成10年度から3年間の計画で実施している。

2 . 研究内容

本研究には県内企業4社が参加しており、各企業の分担研究課題と研究内容は以下のとおりである。

- 1) 鋳造用金型加工に関する研究
砂型用金型(アルミニウム合金)製造工程の短縮
- 2) 難削材加工の研究

精密機械部品鋳造金型(タングステン - モリブデン系合金)製造工程の短縮

- 3) 高硬度材料加工に関する研究
ゴム成形金型(SKD11 熱処理材)製造工程の短縮

- 4) 表面処理工具の効果に関する研究
表面処理による工具寿命延長効果の検証

また、ハイテクプラザでは、共同研究参加企業が加工対象として取り上げた材料について、超高速加工を行う際の適正な加工条件について検討する。

実験装置としては、(株)牧野フライス製作所製超高速加工機 HYPER5(図1)を導入した。この装置は、主軸最高回転数 32,000rpm、最大テーブル送り速度 16,000mm/min、最大工具径 6mm で、高送り時の形状ダレ補正機能(S-GI 制御)を有している。また、超高速加工用 NC データ作成には、EUKLID V4 CAD/CAM システムを使用した。



図1 超高速加工機外観

2.1. ハイテクプラザの研究内容

本研究では、超高速加工による加工工程を、荒加工と仕上げ加工の2つに分けて考え、それぞれの適正な加工条件について検討を加えることとした。

荒加工は、製品(金型)の大まかな形状を加工する工程で、加工効率が重視される。そのためには、切削速度、送り、切込みなどの加工条件を大きく設定すればよいが、これは加工機的能力と工具(機械的強度、工具摩耗の進行)によって制限される。また、仕上げ加工は、製品の最終形状を加工する工程で、ここでは、寸法精度、加工面粗さが重要であり、加工条件はこれらによって制限される。

そこで、超高速加工の適正加工条件に関する基礎実験として、荒加工条件については、切削条件(切削速度、送り、切込み、ピックフィード)による工具摩耗の進行を、また、仕上げ加工条件については、切込みと寸法誤差、ピックフィードと加工面粗さのそれぞれの関係に重点をおいて調べる。さらに、今回導入した高速加工機の特長として、主軸系の共振周波数、回転数による主軸系の伸びなどについても調べる。

2.2. 共同研究参加企業の研究内容

共同研究参加企業では、それぞれ実製品(または加工モデル)を選定して、前節の実験結果を基に、ワーク材質及び形状に適した切削条件の選定、ツーリング、工具経路等について検討を加え、実際に超高速加工を行う。さらに、従来法によるモデル加工も行い、ワークの加工精度・表面粗さ、磨きなどを含めた製造工程全体での所要時間・コストを比較して、超高速加工法の導入の効果について検討を加える。

また、超高速加工に用いるコーティング超硬工具に表面処理を施し、工具母材及びコーティング層に対する影響を調べるとともに、工具寿命延長効果の有無について検証する。

2.3. 研究成果

加工条件に関する基礎実験については、実験途中であるため、ここでは実験内容と結果の詳細は省略するが、現段階では、切削条件による工具摩耗の変化に関しては、工具半径1mmのコーティング超硬ボールエンドミルで切削条件を変えてSKD61(50HRC)の加工を行った結果、同一体積を加工した場合、切削速度、切込みによる摩耗の変化はほとんど見られず、一刃送りを大きくすると摩耗が小さくなる傾向が見られた。また、加工面粗さに関しては、ボールエンドミルによる平面加工では、ピックフィードを小さくすると表面粗さも小さくなっていき、ある程度の値(2~5 μ mRy)で収束するとい

う結果が得られている。

超高速加工によるモデル加工については、各モデルの1回目の加工実験を終了し、加工時間、コストの比較及び加工条件の見直しを行っている。この実験の結果、図2に示す精密機械部品鑄造金型(タングステン - モリブデン系合金、40HRC)の加工では、加工時間を従来の266分から74分と約1/3に短縮することができ、使用工具も12本から8本に削減するこ



図2 モデル加工例(精密機械部品鑄造金型)

とができた。また、ゴム成形型(SKD11、58 \pm 2HRC)の加工では、従来、放電加工用電極作成と放電加工に500分要していたのに対し、超高速加工による直彫りでは200分と、加工時間を半分以下に短縮することができた。ただし、使用工具本数が12本と多く、一型の加工でほぼ寿命に達するため、加工コストの比較ではほぼ同程度となっている。

表面処理工具の効果に関する研究については、現在コーティングの特性評価用試験片及び加工実験用工具の試作を行っている。

3. 結言

今後の予定としては、切削加工条件に関する基礎実験を継続してデータの収集を進めるとともに、モデル加工条件の見直しを行い、更なる工程短縮を図る。本研究は平成12年度が最終年度となるので、研究の詳細な内容と結果については、平成13年1月開催予定の産官共同研究事業成果普及講習会ならびに研究成果報告書で紹介する。

参考文献

- 1) 最近の鍛造金型製作に関する調査研究報告書，鍛造技術研究所，1997
- 2) 安斎：1999年度精密工学会春季大会，p294 他

高精度溶接技術と後処理

- 溶接変形の低減と溶接部の研磨 -

Reduction of welding deformation, and polishing surface of weld.

いわき技術支援センター 佐藤善久 緑川祐二
生産技術部 藤井正沸 酒井勝雄
材料技術部 国分寿雄
大野ペロー工業株式会社 近藤一太 平山正一 上遠野 剛
日東金属工業株式会社 井上英行 大浦武彦
株式会社ヨコハマ吉倉 佐藤 歩

溶接変形の小さい溶接技術を確立するために、プラズマ・半自動・TIG溶接法と比較しながら、オーステナイト系ステンレス鋼のレーザー(YAG・CO₂)溶接技術について検討した。溶接品質に影響を与える項目と試験片の固定治具による拘束条件と溶接変形量についても検討した。その結果、焦点ズレに対する裕度、アシストガスに安価な窒素が使用できること、溶接変形への固定治具の影響等がわかった。また、溶接部の研磨にも取り組み、レーザー溶接技術を応用した高精度溶接モデルを試作している。

Key words:溶接変形、レーザー溶接、研磨

1. 緒言

溶接を行うと、変形による品質の低下を招くことがある。溶接変形は、比較的薄物の鋼板において問題とされることが多い。また、オーステナイト系ステンレス鋼は、軟鋼と比べて熱伝導度が小さく、線膨張係数が大きいので、特に溶接変形が問題になりやすい。溶接変形を低減することのできる溶接技術は今後の高品位製品の加工技術にとって必要不可欠のものであるといえる。レーザー溶接は高速・低入熱で深い溶け込みが得られるため、溶接変形を低減することが可能である。しかし、ビームのスポット径が小さいために、ねらい位置のズレやギャップ、開先品質の影響を受けやすいといわれている。そこで、実際のレーザー溶接において溶接部に大きく影響を与えると考えられるアシストガス・焦点ズレ・開先の品質等が溶接部と溶接変形に与える影響等を検討し、高品位製品を製造するためのレーザー溶接技術の確立をめざした。

また、一般に溶接部は外観・清浄度・形状において、溶接部以外の箇所と比べて品質が劣る。溶接部を、母材部のように平滑かつ清浄にする事で、製品の付加価値を大きく高めることができる。そこで、溶接部を研磨することで、高付加価値を達成する加工技術の確立をめざした。

2. 研究内容および成果

2.1. 研究の内容

本研究は、汎用技術との比較検討を含めて行われているため、共同で次の技術について取り組んでいる。

(1) TIG溶接・プラズマ溶接・半自動アーク溶接・レーザー(YAG・CO₂)溶接におけるステンレス鋼の溶接性と溶接変形

(2) それらの溶接部におけるバフ研磨・電解研磨・電解砥粒研磨技術

2.2. レーザ溶接の主な成果

(1) 溶接変形量

SUS316L (t1.5) のI型開先突き合わせ溶接継手試験片において、溶接変形量を測定した。T

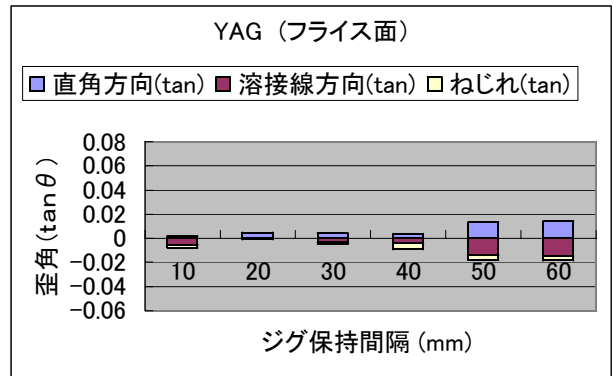
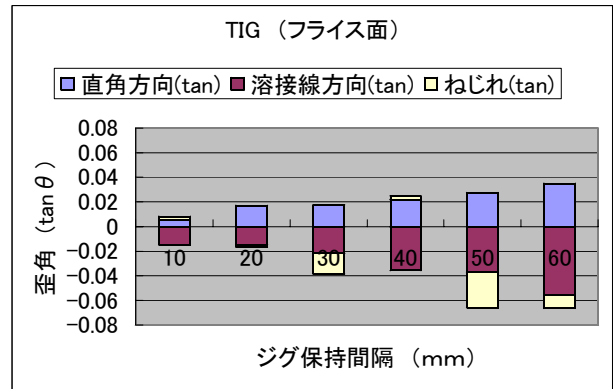


Fig.1 溶接変形量

I G、半自動、プラズマ溶接による実験を併せて行っ

た。レーザにより、無欠陥で変形量が最小の溶接加工を行うことができた。

また、拘束治具の保持間隔を10～60mmまで設定し、それらによる変形量を比較した。その結果、いずれの溶接法においても、保持間隔を小さくすることで、変形量を低減できることがわかった。

(2) 溶接速度

SUS304 (t10) を用いて、速度を変化させてビードオンプレートによる溶接実験を行った。ビード表面とマクロ観察を行い溶接金属の形状(溶け込み深さ・ビード幅)と加工条件との関連を検討した。その結果、単位照射エネルギーあたりの溶け込み深さは溶接速度が大きいほど深くなることがわかった。それとは逆に、ビード幅は、溶接速度が大きくなるほど小さくなることがわかった。

(3) デフォーカス量

溶接物の変形によるうねりや取り付け時の精度によって、集光部のパワー密度に変動を生ずることがある。

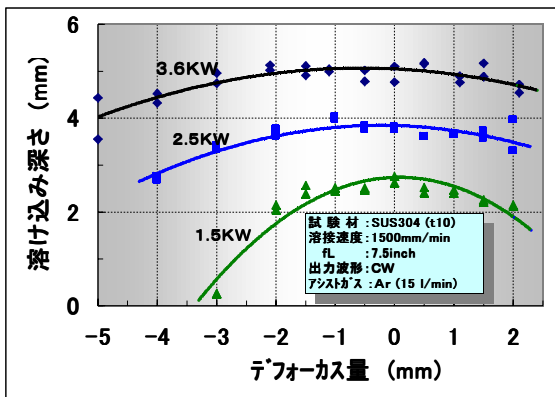


Fig.2 デフォーカス量と加工能力

通常、溶接に用いるビームは、集光光学系により集光されるため、焦点のずれはパワー密度の低下につながり、加工能力に影響が大きいと考えられる。

そこで、ビードオンプレートによる溶接加工実験を行い、レーザ溶接においてデフォーカス量がどの程度許容されるか検討した。

その結果、加工に支障がないと考えられるデフォーカス量の範囲がわかった。

(4) 集光光学系

レーザによる切断や溶接では、発振器からのビームを集光して高いパワー密度を得ている。そのために集光レンズやパラボリックミラーを用いているが、それぞれに焦点位置でのビームの性質が異なる。それらの加工能力について検討している。

(5) アシストガス

溶接部を大気から保護するためにアシストガスを用いる。通常アシストガスには、Ar・He等の不活性ガスを用いる。今回はそれらに加えて、安価なN₂ガスの適用について検討した。その結果、CO₂レーザではHeを用いた場合にArよりも深い溶け込みが得られ

ること、N₂アシストにおいてもArアシストとほぼ同等の機械的性質が得られることがわかった。

2.3. 溶接部の研磨

電解砥粒研磨装置により、溶接部の研磨を行った。測定・評価は表面粗さ計と光沢度計で行った。

研磨面の光沢度は、溶接金属の形状の影響によるバラツキがあるものの、光沢度の測定においてはBA材程度の光沢を得ることができた。

2.4. 試作品

ここまで、レーザ溶接の品質に関わる項目について検討を重ねてきた。それらを実証するために、Fig.3に示した、薄物ステンレス鋼製の全線レーザ溶接による試作品を製作した。

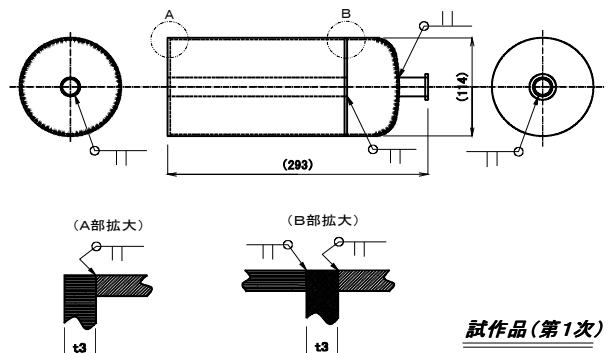


Fig.3 試作品の例

3. 今後の展開

(1) レーザ溶接

・溶接金属中のN₂含有量を測定し、N₂アシストの経済性とその課題についてまとめる。

・狙いズレと開先ギャップについてのデータ整理を行う。

・ギャップ裕度とアンダーフィルの改善に効果があるワイヤ送給装置の活用について検討する。

(2) 溶接部の研磨

溶接部を平滑に仕上げる工程を採用することで、研磨面の品質を、より向上させる。

(3) 試作品

レーザ溶接による、ステンレス鋼薄板円筒製品や薄板構造体を試作する。

4. 結言

レーザ加工装置を用いて、変形量の少ない溶接加工を行うことができた。

また、集光レンズやアシストガスが溶接部に与える影響を明らかにすることができた。

溶接部の研磨を行い、溶接の痕跡が少なく、清浄な仕上げ面を得ることができた。

なお、研究の詳細な内容と結果については、平成13年1月開催予定の産官共同研究事業成果普及講習会ならびに研究成果報告書で紹介する。

広域共同研究開発事業

マシンビジョンのためのマルチプロセッサシステムの開発

A development of multi processor system for machine vision

応用技術部 高橋 淳 大内 繁男

画像処理を応用した切削工具の欠陥検出，超小型電子部品の外観検査，カラーパターン投影法による BGA 端子の 3 次元計測などを効率よく高速に実行するためのマルチプロセッサシステムを開発した。

開発したシステムは複数のプロセッシングユニットを組み合わせるマルチプロセッサシステムを構成できる。60MFLOPS の演算能力がある 32bit 浮動小数点 DSP とデュアルポートメモリ，大容量 DRAM，共有バスの管理ユニットなどを 1 つのプロセッシングユニットとしている。プロセッシングユニットは最大 127 個まで接続できる構造になっている。

Key words:画像処理，マルチプロセッサ，DSP

1. 緒言

画像処理プログラムには、信号レベルの画像処理演算と高次の画像演算や記号処理などがある。

信号レベルの画像処理では、処理の高速化のためにシフトレジスタと専用演算回路が使われている。高次の画像演算や記号処理では、マルチプロセッサによる高速化が行われている。[1]

信号レベルの画像処理から高次の画像処理まで処理の高速化が可能なマルチプロセッサシステムの構成を検討し回路を製作した。プロセッサの個数はシステムの必要性に応じて 1 個から 127 個まで自由に選択できるようにした。マルチプロセッサシステムの構成単位はプロセッシングユニットと呼ばれ、DSP と、大容量 DRAM の共有メモリ、シフトレジスタの役目を果たすデュアルポートメモリ、パラレル通信ポートなどで構成されている。

本システムは、分割されたプログラムモジュールを複数の DSP で実行するので、構造化プログラミングで作られたプログラムを実行するのに適した構成になっている。

以下、2. では 2 種類の並列処理構造を持つマルチプロセッサシステムの構成、3. ではパイプラインバスについて、4. では共有メモリとバスアービタの構成と動作について述べる。

2. 2 種類の並列処理構造を持つマルチプロセッサシステムの構成

画像処理用マルチプロセッサシステムとして、信号レベルの画像処理演算と高次の画像処理演算を効率よく実行することができる構造について検討した。パイプライン処理で時間的並列性を高め、共有メモリでデータ転送時間の短縮と空間的並列性を高めることにより、汎用性の高い高速画像処理システムを構成した。任意のプロセッシングユニット間をパラレルインタフェースで接続してデータの交換もできる構造になっている。

2.1 プロセッシングユニットの構造

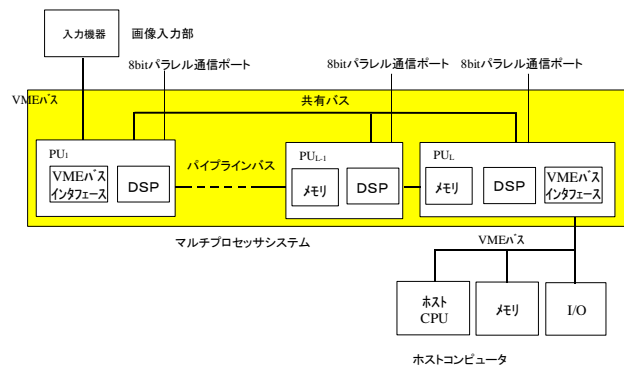


図1 マルチプロセッサシステムの構成

マルチプロセッサシステムで画像処理を高速化する場合、画像データを分割して複数のプロセッサで処理をする事によって負荷を分散する手法と、異なった機能を複数のプロセッサに受け持たせる機能を分散させる方法がある。[2]

図1 に今回製作したマルチプロセッサシステムの構成を示す。プロセッシングユニット(PU_n)を必要な数だけ多段接続してマルチプロセッサシステムを作ることができるようになっている。

図1 に示す PU₁ は VME バスインタフェースを持っているので VME バス用の画像入力機器を接続できる。PU₂ から PU_{L-1} までの中段の PU がプロセッシングユニットの基本的な構造になっている。最後段の PU_L は共有バスの調停作業を受け持つ。PU_L は、ホストコンピュータを接続する汎用インタフェースを持っている。試作したシステムでは VME バスインタフェースを組み込んだ。

PU は、DSP、ローカルメモリ、共有メモリと、デュアルポートメモリなどから成っている。PU は目的に応じて 127 個まで任意の個数を多段接続できる。PU 間を接続するのは、大容量の DRAM が接続されている共有バスとデュアルポートメモリで接続されているパイプラインバス、パラレル通信ポートの 3 つである。

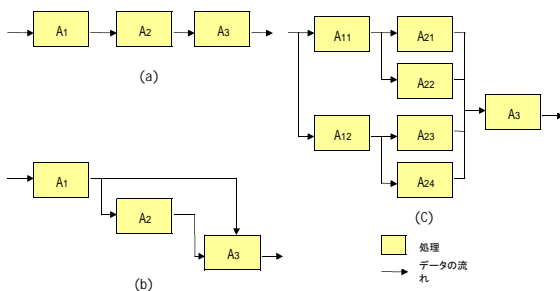


図2 プログラム実行時のデータの流れ

共有バスの制御にはバスアービタを使い、パイプラインバスの制御には割り込み信号を使用している。

パラレル通信ポートは各 PU に 6 チャンネルあり、任意の PU 間を接続できる。各バスは 32 ビットであるが、パラレル通信ポートは 8 ビットである。

共有メモリは、DSP のローカルメモリとしても使用できる。共有メモリは各 PU 内では同一のアドレスに割り付けられている。共有メモリとして使用する場合は PU_i から PU_L までの共有メモリが連続したアドレス空間に配置される。

2.2 マルチプロセッサシステムのプログラミング

画像処理プログラムを組む場合には、プログラムを機能ごとにトップダウンで分割し、独立性の高いモジュールごとに分割して階層構造化する。構造化プログラミングによってプログラムが 1 つの入り口と 1 つの出口を持つように設計すれば、データの流れは図 2 に示すような形になる。システムバスとパイプラインバスを組み合わせると (a)、(b)、(c) のような処理を実行することができる。

順次処理にはパイプライン処理、離れた PU にデータを転送する場合や大容量データを送る場合には共有メモリやパラレル通信ポートを利用できる。

3. パイプラインバス

PU には時間的並列性を高めるためにパイプライン処理を行える構造を持たせた。図 3 のデュアルポートメモリがパイプライン処理用のバッファの役目をしている。デュアルポートメモリは、DSP のクロックが 60MHz で動作している場合、1 ウェイトでアクセスできる 64k ワードの高速デュアルポートメモリを使っている。

デュアルポートメモリのバンク切り替えなどの操作は同じ PU 内の DSP が行う。メモリをはさんで隣接する DSP は、割り当てられたバンクに対して自由に

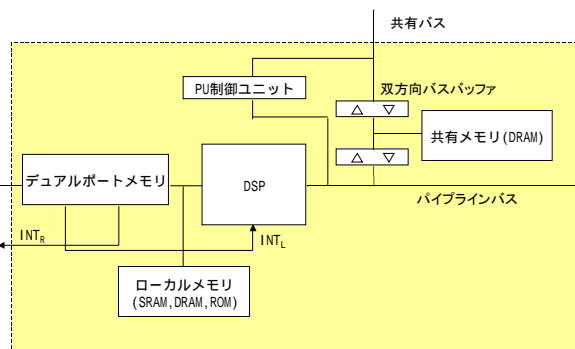
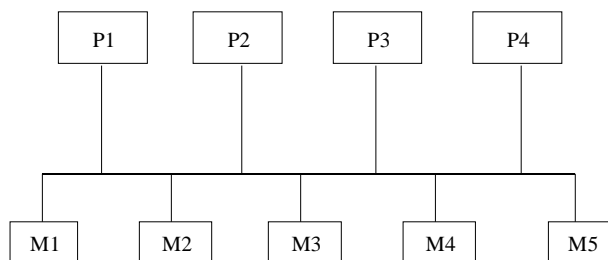


図3 中段のプロセッシングユニットの構成

データの読み書きができる。データの要求、データの準備、バンク切り替えの操作に関する内容は割り込みとメールボックスを使って通知するようにしている。デュアルポートメモリから隣接する DSP に割り込み信号 INT_L と INT_R を接続している。

マルチプロセッサシステムでは、デュアルポートメモリをシフトレジスタとして使用してパイプライン処理を実行する。



P:プロセッサ
M:共有メモリ

図4 共有メモリの構成

4. 共有バス

各 PU はデュアルポートメモリを使用したパイプラインでのデータ転送の他に、共有バスと共有メモリを使用して PU 間でのデータの転送も可能にしている。今回の設計では、

共有バスの使用权を得たプロセッサでも使用していない共有メモリまで占有しない。

PU 間の連絡を、効率の良い方法で実現する。という 2 点を基本コンセプトとして構成を考えた。

以下に、この 2 点を基に今回設計した回路構成について説明する。

4.1 共有メモリの構成

共有メモリは、通常図 4 に示すように共有バスに接続され、共有バスの使用权を取ったプロセッサのみが

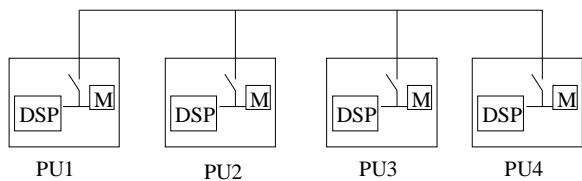


図5 マルチプロセッサシステムの共有メモリ

使用を許可される。ただし、図4に示している構成では、共有バスの使用权を取ったプロセッサからアクセスされない共有メモリまでバス使用权を持ったプロセッサに占有されてしまう。今回の設計では、バス使用权を持ったプロセッサからアクセスされない共有メモリは、他のプロセッサに解放するため、図5のような構成を考えた。バス使用权を持ったプロセッサがアクセスしない共有メモリは、それぞれの共有メモリをローカルメモリとするプロセッサに解放できる構成とした。共有バスの使用权を持つプロセッサがアクセスしようとする共有メモリ以外はローカルメモリとして使用可能である。

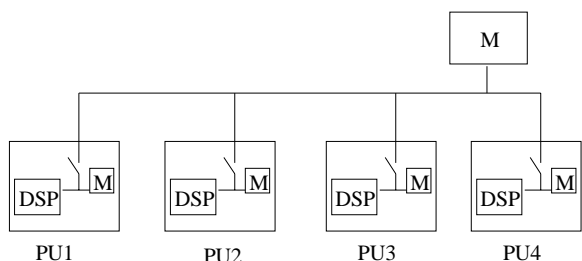


図6 共有メモリでのPU間の情報伝達

4.2 PU間の連絡

図5の構成で共有バスを経由して他のPU内にある共有メモリにアクセスするには、アクセス先のPUのDSPに同一PU内の共有メモリを使用しないように伝える必要がある。他のDSPに何らかの事柄を伝えるには、図6に示すように外部に共有メモリを設け、各PUが順番に外部に設けた共有メモリにアクセスして伝えるという方法が考えられる。この方法では他のPU内の共有メモリにアクセスするのに、少なくとも共有バスに繋がっているPU内のDSPが1回は外部の共有メモリにアクセスする必要があるが効率的ではな

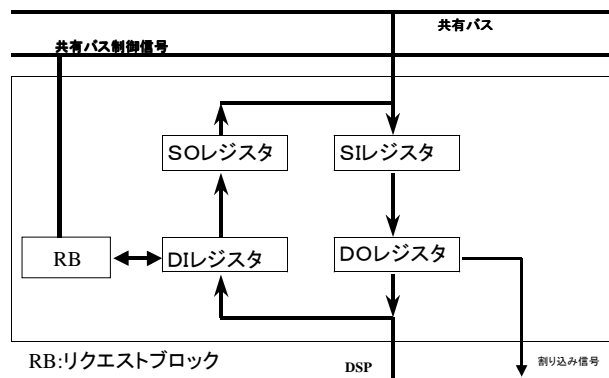


図7 Processing Control Unit

い。今回製作したマルチプロセッサシステムでは、共有メモリを介してPU間同士が情報の伝達を行うのではなく、PUのDSP同士で行う方法を採用した。DSP間で情報の伝達を行うためには図7に示すPCU (Processing Control Unit)を使用する。PCUは、共有バス側とDSP側から読み書きが可能である。内部構成は図7に示すように2組のマスターレーブと、共有バスにアクセスするためのリクエストブロックからなる。PU内からアクセスする場合は、どのPUもすべて同じアドレスであり、共有バス側からアクセスする場合は、PUごとにオフセットがかけられている。共有バスを経由してPU内のDSPに命令を伝える場合、PCUの共有バス側のレジスタに予め意味を持たせてある16ビットの命令コードを書き込む。書き込まれた命令コードは、DSP側のレジスタにコピーされ、DSPに割り込みを使ってDSP側のレジスタに命令コードがあることを知らせる。PU内のDSPから共有バス側へ何か伝える場合には、PCUのDSP側のレジスタに書き込むことによって実現できる。PCUは、異なるPUのDSP間での情報伝達を可能にしている。

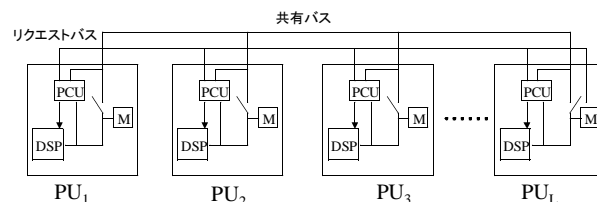


図8 マルチプロセッサシステムの共有バス

4.3 他のPUの共有メモリへのアクセス

図8に示す今回の構成で、他のPUの共有メモリへアクセスする手順を説明する。

他の PU へアクセスするには共有バスの使用权を得る必要があるので、共有バスのアービトレイトを行っている最終段の PU の DSP である DSP_L に対して、バスリクエストを出す。バスリクエストは、DSP が PCU にバスリクエストを出す命令コードを書き込む事によって行う。

DSP_L は、定期的にバスリクエストが出ているかバスリクエスト信号を監視する。バスリクエスト信号が出ていれば、ポーリングによってどの PU から出ているか調べる。

DSP_L は、バスリクエストを出している PU の中からバス使用权の最も優先順位の高い PU に対して共有バスの使用权を与える。共有バスの使用权は、共有バスの使用許可という意味を持った命令コードを使用権を与える PU の PCU に書き込む事によって行う。

共有バスの使用許可の命令コードを書き込まれた CPU は、命令コードを DSP 側のレジスタにコピーし、DSP に割り込みをかけ CPU のレジスタを読み込む事により命令コードを伝える。

バス使用权を得た DSP は共有バスを経由し、PU 内の共有メモリを共有バス側に繋げる命令コードをアクセス先の PU の CPU に書き込む事によって DSP に命令を伝える。

アクセス先の DSP が共有メモリの設定を完了後、DSP が共有メモリへアクセスを開始する。

共有メモリへのアクセス終了後、共有メモリの解放を PCU に命令コードを書き込む事によってアクセス先の PU の DSP に知らせる。

共有バスの使用が完了したら、共有バスの使用終了を表す命令コードを最終段の PCU に書き込み共有バスのアービタである DSP_L に知らせる。

以上が他の PU 内にある共有メモリへアクセスする手順である。アービタである DSP_L は、共有バスが解放されると、共有バスの使用を待っている PU の中から最も優先順位の高い PU に共有バスの使用权を与える。

5. 結言

製作したマルチプロセッサシステムの写真を図9に示す。デュアルポートメモリを使ったパイプライン処理で時間的並列性を、共有バスに接続された大容量 DRAM で空間的並列性を高め画像処理を高速化することができる。パラレル通信ポートで任意の PU 間でのデータ通信も可能である。初段の PU は VME バスインタフェース用の入出力機器を接続でき、最後段の PU には VME バスをとおしてホストコンピュータを接続できる。

製作した回路では、共有バス、パイプラインバスと

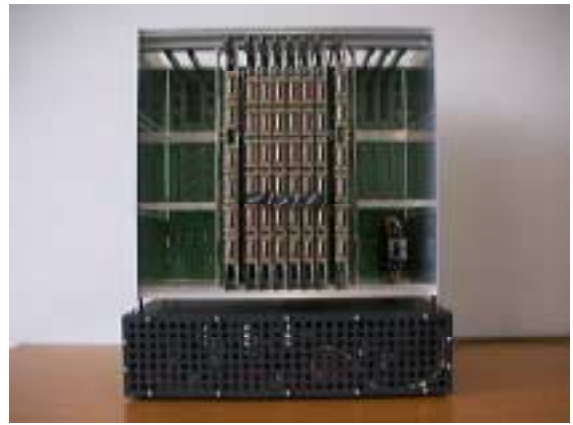


図9 製作したマルチプロセッサシステム

DSP のローカルバスに接続されるメモリ管理ユニットと、共有バスの制御を行うバスアービタを CPLD と FPGA を使って IC 化した。

本システムの特徴を生かすためには、プログラムが1つの入り口と1つの出口を持つような構造化プログラミングが有効である。分割された各プログラムモジュールをプロセッシングユニット(PU)で実行し、データをパイプラインバスまたは共有バスで交換することで時間的並列性と空間的並列性を高めて画像処理の高速化を図ることができる。

今後は、プログラムの開発を容易にする簡易なオペレーティングシステムやシステムプログラムを開発し、いろいろな検査・計測システムに組み込みやすい装置にしていく予定である。応用分野としては、画像処理を応用した切削工具の欠陥検出、超小型電子部品の外觀検査、カラーパターン投影法による BGA 端子の3次元計測装置、蒲鉾板の表面検査装置などを予定している。繰り返し処理や、動画画像処理などへの応用が適したマルチプロセッサシステムである。

6. 謝辞

広域共同研究の指導機関である電子技術総合研究所の坂上勝彦主任研究官と、客員研究員として御指導いただいた日本大学工学部情報工学科山本登教授、原靖彦教授、研究会で助言をいただいた静岡県沼津工業技術センター、石川県工業試験場、大分県産業科学技術センターのみなさんに感謝いたします。

7. 文献

- (1) 亀山,佐々木,"空間的・時間的並列構造融合型 VLSI プロセッサの最適設計",信学論,VOL.J80-A, No.3,p.499,Mar.1977
- (2) 出口,"高速画像処理装置の動向",計測制御,Vol. 22,No12,pp.28-29,昭 58 年 12 月
- (3) 亀山,藤岡,"ロボット用 VLSI プロセッサシステム",日本ロボット学会誌,Vol.14,No.1,pp.22-25,1996

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 長尾 伸久

ノイズ対策部品を使用しない電磁ノイズの対策が求められており、プリント基板のパターンデザインによるノイズ低減方法が模索されている。本研究では屈曲部を有するパターンについて、パターン形状と放射ノイズの相関を調べ、ノイズ低減技法を検討した。

その結果、近傍磁界強度、タイムドメインリフレクトメトリ測定から、パターン形状によるノイズの強弱を予測でき、またガードトレースを設置することで放射ノイズが低減できることがわかった。

keywords : ノイズ、パターンデザイン、屈曲部、ガードトレース

1. 緒言

情報技術装置の技術革新は急速に発達しており、処理能力は飛躍的に向上している。その一方、電磁ノイズによる機器相互間の電磁気的な影響、また他の電気・電子制御装置に対する誤作動が問題になり、電磁環境に対する関心が高まっている。

電磁ノイズの対策には、シールド材、フェライトビーズ、サージアブソーバー等のノイズ対策部品が使われることが多い。しかしながら、近年は製品コストの削減要求が急速に高まっており、対策部品を使わないノイズの低減が求められている。

これまでも、ノイズ対策部品によらず放射ノイズを低減するために、プリント基板のグランドパターンが放射電界特性に及ぼす影響を検討し¹⁾、さらに信号線路に併走するガードグランドによるノイズ低減効果を確認してきた²⁾。

本研究では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明らかにし、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. では結言を述べる。

2. 実験方法

2.1. 実験基板

実験に用いた基板は、250×204mm、基板厚 $t=1.6\text{mm}$ 、導体銅厚 $=35\mu\text{m}$ の基板で、情報技術装置に比較的良好に用いられる3種類の基板を用いた。

3種類の基板は表1に示したように、高精度スルーホールメッキ用のFR-4、銀スルーホール用のFR-1、汎用スルーホールメッキ用のCEM-3で、基材の違いから比誘電率がわずかに異なっている。

表1 実験に用いた基板

基板名称	基板の基材	比誘電率 ϵ_r
FR-4	ガラスエポキシ樹脂	4.7
FR-1	ガラスエポキシ樹脂	4.4
CEM-3	紙フェノール	4.2

2.2. 基板パターン

基板の表面に信号線路のパターンを配し、裏面の基板全面をGNDとして、さらに信号線路以外の銅箔を剥離することで、マイクロストリップ構造とした。

基板パターンは図1に示すように、全長200mmの直線線路を、中心部100mmのところを90°に折り曲げたパターンを基本とし、基板中央部に配置した。

信号線路の幅 w は、マイクロストリップ構造の場合、H.A.Wheelerの線路の特性インピーダンス Z_0 を算出する式³⁾より、逆算して求めることができる。

本研究では信号線路の特性インピーダンスを、測定装置のインピーダンスと整合させるため50としたので、表1に示したそれぞれの基板種ごとの比誘電率より、FR-4で $w=2.9\text{mm}$ 、FR-1で $w=3.1\text{mm}$ 、CEM-3で $w=3.2\text{mm}$ とした。

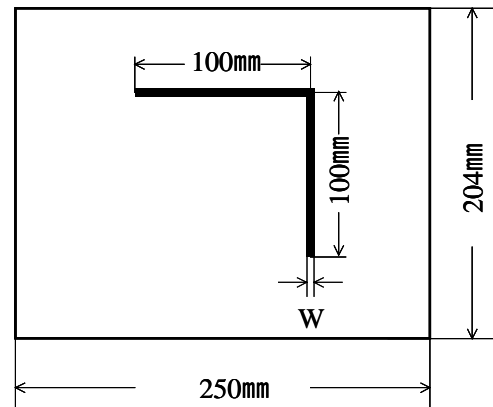


図1 実験基板

さらに、図1に示した信号線路パターンの屈曲部の形状と放射ノイズの関係を明らかにするために、図2に示すような、屈曲部を信号線路の直線部に対して45°の傾きを持つ直線で面取りしたKシリーズと、曲線で面取りしたRシリーズを作成した。

以下、90°の屈曲部を持つ図1に示したパターンをK90と呼び、図2に示した距離・半径 n が例えば5mmのものはそれぞれK45-5、R5と呼ぶ。なお、 n の値については、測定ごとに定めたので後述する。

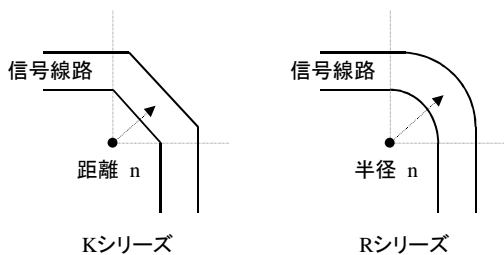


図2 信号線路の屈曲部形状

2.3. 測定項目及び方法

2.3.1. 近傍磁界強度

近傍磁界強度は電磁波妨害源探査装置（ノイズ研究所:ESV-3000）にスペクトラムアナライザ（HP:8567A）を接続して、垂直磁界用微小ループアンテナで、基板の信号線面を5mm区画ピッチで175mm×150mmの1050ポイントを、150～300MHzの周波数範囲で掃引測定した。

信号源は、DC6Vの電源を用い、発振周波数4MHzの水晶振動子出力を74HC00のNAND素子に入力する回路で構成され、その回路から出力される $V_{pp}=6V$ 、周波数=4MHzの矩形波を信号とした。

信号源からの出力は、図1に示したプリント基板の長手方向の信号線路に、SMAコネクタを介して裏面から注入し、信号線路の終端は50Ωの終端器（多摩川電子:ST-003XPA）で整合終端した。

2.3.2. タイムドメインリフレクトメトリ

タイムドメインリフレクトメトリ（TDR）は、ネットワークアナライザ（HP:8720ES）で、1ポートの反射特性測定を用い、周波数範囲100MHz～20GHzについて行った。上記と同様にプリント基板の長手方向をネットワークアナライザに接続し、50Ω終端器で終端した。

2.3.4. 放射電界強度

放射電界強度は、3m法の当所電波暗室を用い、バイコンカルアンテナ（Schwarzbeck:BBA9106）を水平に設置し、電界強度をスペクトラムアナライザ（Rohde&Schwarz:FSB）で測定した。

プリント基板は、0.8mの木製テーブルの上に信号線路パターン面を上にして、大地面と水平に設置した。

アンテナ高は2.5mとした。これは、この付近でのプリント基板からの放射電界強度が、事前のハイトパターン測定で高いことが確認できたためである。

また、ターンテーブルは回転させず、プリント基板とアンテナが、図3に示した位置関係になるよう配置した。すなわち、アンテナのバランと基板の中心間を3mとし、基板はアンテナに対して45°の角度を持って配置した。

これは、プリント基板の放射電界強度が、事前のマジマパターン測定で図3に示すような分布をしていたので、最大の電界強度を測定するためである。

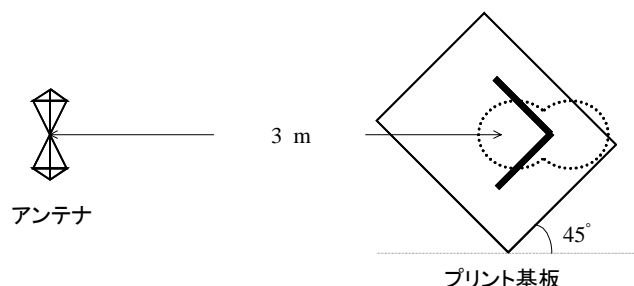


図3 電界強度測定時のプリント基板の配置

信号源は標準信号発生器（Rohde&Schwarz:SMG）を用い、 $V_{pp}=120dB\mu V$ の正弦波を30～300MHzの周波数範囲で10MHzステップで掃引し、2.3.1.と同様にプリント基板の長手方向から信号を注入し、50Ωの終端器で整合終端した。

3. 測定結果

3.1. 近傍磁界強度

磁界の発生は、すなわち電界の発生を意味するところであり、近傍磁界強度分布を面でとらえれば、パターン形状による仮想のアンテナ形状と、そこから放射される電界強度が予測できる。

FR-4基板における近傍磁界強度の測定結果を図4、5に示す。

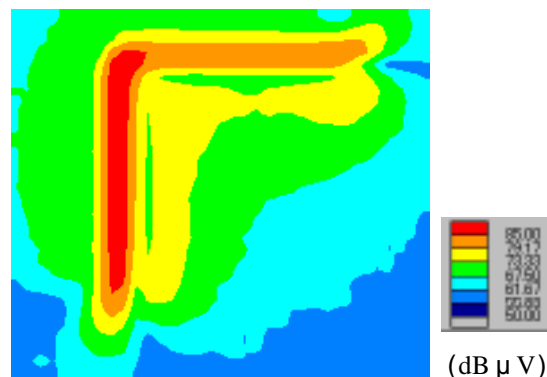


図4 FR-4基板K90の近傍磁界強度分布

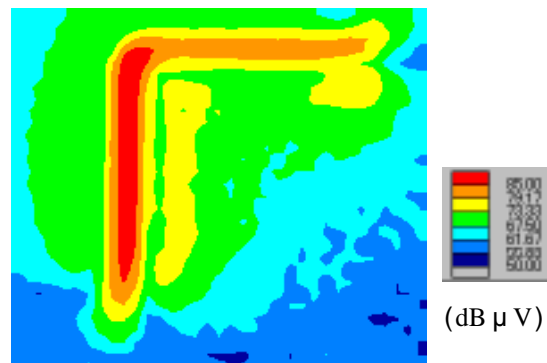


図5 FR-4基板K45-5の近傍磁界強度分布

図4、5から、K90は67.50dB μ V以上の部分がK45-5に比べて多く、一方K45-5の方が61.67dB μ V以下の部分が多いことがわかる。また、R5についてはK45-5とほぼ同様な分布を示していた。

このことからK90の方がK45-5、R5に比べて、磁界強度の大きい点が多く、遠方界における放射電界強度が大きくなると予測されるが、K45-5とR5には差がほとんどないことから、両者間の放射電界強度に大きな差はでないと推測される。

なお、FR-1、CEM-3の基板についても測定を行ったが、同様な傾向が観察された。

プリント基板上の信号線から放射する電界強度は、信号線とそのイメージ電流からなる電流を微小ループアンテナに近似することにより求められる⁴⁾。理論的には式(1)より、近傍磁界による電流値がわかれば遠方電界が計算できる。

$$|E| = \frac{131.6 \times 10^{-16} \times f^2 \times S \times |I(f)|}{r} \times \sin \theta \quad (1)$$

ただし

し、 f は周波数、 r はアンテナからの距離、 S はループの面積、 I は入力電流、 θ はループ面の中心点における法線方向とアンテナのなす角度である。

しかし実際には微小モデルに比べてパターンが長く、ループアンテナのモデルとは合致しないこと、信号源自身もノイズを出していること、電波暗室での床面反射の影響があること、パターンが屈曲しているため多くの角度成分が発生し、角度の測定誤差が計算に影響を与えること等から、ある一点での数値の合わせ込みは困難である。

今回もパターン上の任意の点における近傍磁界強度の測定結果から、(1)式による遠方界での放射電界強度の推測を試みたが、不十分な結果であった。

3.2. タイムドメインリフレクトロメトリ

放射電界強度が大きくなる様々な要因の1つに、パターンのインピーダンス不整合による反射がある。このインピーダンス不整合は、パターン幅、グランド形状の変化、パターンの曲がり等により発生する。

FR-4基板について、図1に示したパターンで、面取りの値 n を変化させTDR測定を行い、屈曲部の特性インピーダンスを測定した結果を表2に示す。

表2 屈曲部の特性インピーダンス測定結果

n	3	5	10
Kシリーズ	46.9	49.3	49.4
Rシリーズ	47.2	47.6	47.8

屈曲部が90°の形状であるK90では、インピーダンスが44.2 と、設計値の50 から大きくずれているが、

表2に示したように面取りの形状を大きくし、屈曲部をなめらかにする事で設計値の50 に近づき、インピーダンスの不整合が小さくなる事がわかる。

このことから、K90の方が、K45-5、R5に比べて遠方界における放射電界強度が大きくなると予測される。

3.3. 放射電界強度

3.3.1. パターン屈曲部形状と放射電界強度

FR-4基板について、信号線路パターンの屈曲部の形状による放射電界強度を測定した結果を図6に示す。

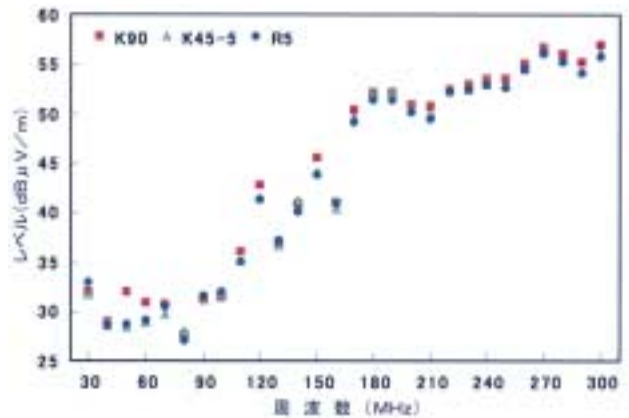


図6 FR-4基板における屈曲部形状と放射電界強度

これより、近傍磁界強度、TDR測定結果から予測されたとおり、K90の放射電界強度がK45-5、R5に比べて大きくなっている。

また、K45-5、R5の差についても、予測通りわずかなものであった。

なお、FR-1、CEM-3についても同様な測定を行ったが、図6に示したFR-4ほどは屈曲部形状による差が見られなかった。

3.3.2. 基板の種類と放射電界強度

次に信号線路のパターン形状をK90に固定し、基板の種類をかえて放射電界強度を測定した結果を、図7に示す。

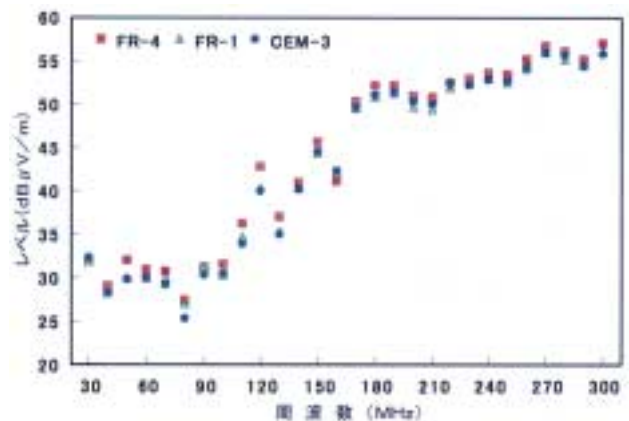


図7 K90パターンにおける基板種と放射電界強度

全体を通して、基板の比誘電率のわずかな違いからFR-4基板の放射電界強度が高くなっている。FR-1、CEM-3基板については、140MHz付近を境に、強度の上下が逆転している。この原因については、不明であるが、基板の基材の違い等による共振周波数の変化などが関係していると考えられる。

3.3.3. ガードトレースの効果

ガードトレースは信号線路とグランドプレーンの相互インダクタンスを増加させ、帰路電流ループを減少し、放射雑音の抑制が出来ることを既に報告した²⁾が、本研究ではさらにパターンに屈曲部を持つものについてその効果が認められるか確認した。

FR-4基板のK90パターンでの、ガードトレースの有無による放射電界強度の測定比較を図8に示す。

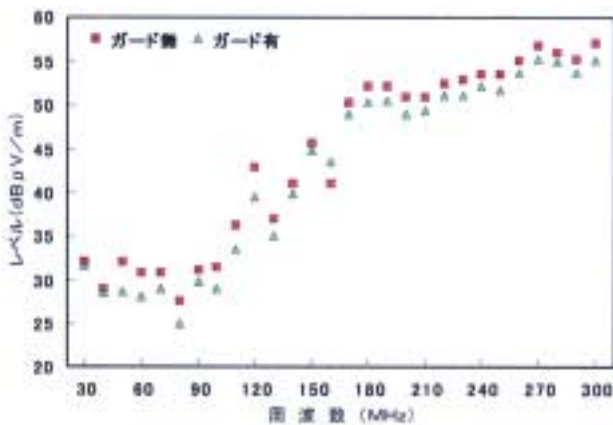


図8 ガードトレースの効果

これより、これまでの結果と同様に全周波数帯域においてガードトレースの効果が認められ、屈曲部を持つパターンに対しても、放射電界強度を低減できた。この帰路電流の変化の様子を観察するために、近傍磁界強度を測定した結果を、図9に示す。

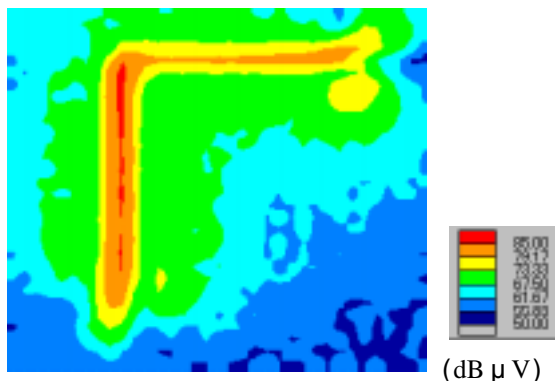


図9 ガードトレースの近傍磁界強度分布

近傍磁界強度の分布形状は、アンペールの法則に基づき、基板上的電流によって誘導される磁界の発生状況を示している。したがって、基板上的の磁界分布を見

ることで、基板上的の電流経路が推測でき、図4と図9を比べると、屈曲部内側の73.33dB μ V以上の部分がガードトレースを設置したことで減っており、帰路電流が低下したことがわかる。このことから、ガードトレースの設置により、放射電界強度が低減できたと考えられる。

また、TDR測定から、ガードトレースを設置した場合の、信号線路のインピーダンスは40数まで低下しており、線路の低インピーダンス化も放射電界強度の低減に寄与していると考えられる。

4. 結言

近傍磁界強度分布を面でとらえれば、プリントパターンの形状差による放射電界強度を、傾向的に予測することができた。

しかし、パターン上の任意の点における近傍磁界強度から、遠方界での放射電界強度の推測を試みたが、十分な一致を得られなかった。

今後は、信号源の低ノイズ化、測定精度を向上し、ループアンテナモデルとの整合を目指す。

TDR測定から、パターン屈曲部の面取り形状を大きくし、屈曲部をなめらかにすることで、屈曲部のインピーダンスの不整合が小さくなることがわかった。

この結果からも、プリントパターンの形状差による放射電界強度を系統的に予測できることを示唆した。

パターン屈曲部の面取り形状を大きくし、屈曲部をなめらかにすることで、FR-4基板では放射電界強度が低減することが確認できた。

FR-1、CEM-3基板における挙動は異なっており、基板の基材の影響について検討する必要がある。

ガードトレースの設置により、屈曲部を持つパターンに対しても、放射電界強度を低減できることが確認された。

以上の結果から、本研究の目的としたプリント基板のパターンデザインによる、ノイズの予測・低減手法が確立された。

参考文献

- 1) 須藤、長尾：「放射雑音とインピーダンスマッチングに関する研究()」福島県ハイテクプラザ試報、p.41,1997
- 2) 笹山、長尾：「プリント基板から発生する電磁界に関する研究」福島県ハイテクプラザ試報、p.27,1999
- 3) 軽部、密澤、宮下：「デジタル回路の伝送路からの放射電磁界強度のシミュレーション手法に関する研究」信学技報、EMCJ97-2、(1997-04)、p10
- 4) Henry W. Ott (出口博一訳)：実践ノイズ低減法、p.323、ジャテック出版(1990)

福島・山形・新潟三県
公設試験研究機関共同研究事業

- 三県共同研究「新素材開発による繊維製品の高付加価値化研究」 - 新規テキスタイルの開発

Development of The New Standardized Textiles.

福島技術支援センター 菅野陽一、長沢 浩、伊藤哲司、佐々木ふさ子
三浦文明、野村 隆、東瀬 慎

福島・山形・新潟の三県が共同で「新素材による繊維製品の高付加価値化研究」を進めており、当県は素材に絹糸を使った「新規テキスタイルの開発」をテーマとして、市場ニーズに応え得るニット用ストレッチシルク素材を開発しオリジナルなテキスタイル製品を提案し産地の活性化に資することを目的とした。今年度は、ストレッチシルク（絹加工系とその製造方法）の開発において絹の独特の風合いを残しながら伸度の改質改良、製糸時のくず糸を活用した絹加工系の開発、それらの生産技術の確立などを進めた。開発した糸を活用し今年度も昨年同様、県ニット工業組合加盟のニット製造業者に独自のデザインでシルクニット製品を制作、提案していただき「2000福島県ニット新作発表会」に出品し、好評を得た。

Key words: ニット、シルク、ストレッチ素材、水溶性繊維、絹加工系、絹意匠糸

1. 緒言

一般に絹糸（生糸）をニットに応用した場合、糸にストレスがかからない丸編等の編成法が用いられているが、これは、横編みによる場合、柄などの規制が大きくなってしまいうためである。

当県は横編みの産地であり生糸の産地でもあるので、素材に絹糸を使った「新規テキスタイルの開発」をテーマとして、絹糸に伸縮性を与え編成しやすいニット用シルクストレッチ素材を開発し、市場ニーズに応え得るオリジナルなテキスタイル製品の試作に取り組み、産地の活性化の一助につなげることにした。

本研究期間（三県共同研究）は、平成9年度から11年度までの3カ年で、各年度計画概要は下記の通りである。

平成9年度

ストレッチ素材の開発

ファンシーアップ・ツイスター（撚糸機）を用いて伸縮性のある素材の開発を行った。

平成10年度

シルクストレッチ素材、ストレッチ・テキスタイルの開発

シルクストレッチ素材の開発と、開発したストレッチ素材を用いて横編物（ホルガーメント）の開発を行う。

平成11年度

ストレッチ・テキスタイルの商品化

開発技術を産地企業等に移転し商品化を図る。

今年度（平成11年度）は、開発したストレッチシルク（絹加工系とその製造方法）と絹意匠糸を活

用し、県ニット工業組合加盟のニット製造企業に独自のデザインでシルクニット製品の製品試作を委託した。

2. 研究開発の進め方

研究の進め方としては昨年同様、当所と県ニット工業組合で研究開発委員会を設け、当所で素材、テキスタイルの開発を行い、それを研究開発委員会に提案選定した素材によりニット工業組合で試作（15点）加工し、東京での「2000福島県ニット新作発表会」に出品し商品化を目指した。

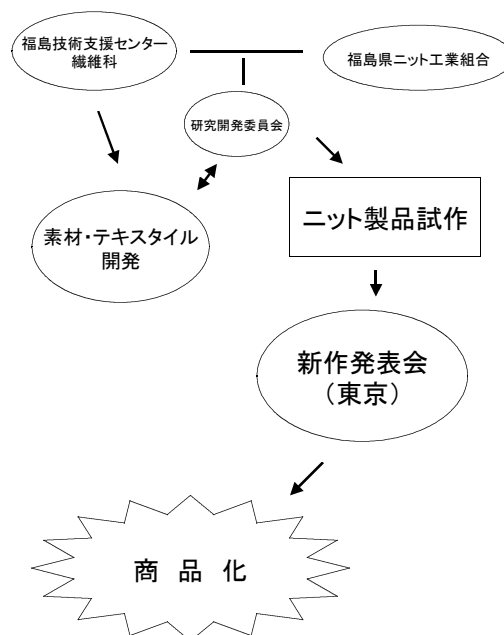


図1 研究の進め方

3.シルクストレッチ素材の開発

3.1.シルクストレッチ素材の製造方法

一般に編成に必要な伸度は10%（約4N）と言われておりその伸度を目指した。（約700(T/M)の諸糸の絹糸の場合5%であった。）

今回使用した方法は

- ・ダブルカバリング加工（図2参照）
- ・水溶性繊維
- ・チーズ精練、染色加工

の3つのポイントから開発した。まず、ダブルカバリング加工において、芯糸に水溶性繊維、鞘糸A、Bに生糸を用いダブルカバリング加工を行い、それをチーズ精練、染色加工し水溶性繊維、セリシンを除去することにより、中央部に空間が出現し、糸自体がコイル状になり伸縮性、嵩高性を持たせることができた。今回使用した撚糸機は(株)共立機械製作所の意匠撚糸機FUT-30、水溶性繊維はポリビニルアルコール系の繊維で(株)ニチビ製ソルブロン(Type SX 56D18fil)を使用した。また、チーズ状で精練染色することにより糸に余分な外力を与えずに精練染色し中央部の空間を維持できるのではないかと考えた。（特許出願済）

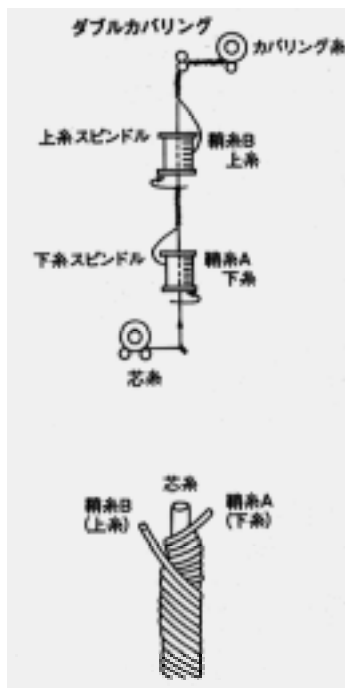


図2 ダブルカバリング加工

3.2.開発糸の外観変化と電子顕微鏡による観察

図3はカバリング加工後と精練後の糸の状態を撮影したものである。撮影は(株)キーエンス製VH61

10を用いソニー(株)製のカラービデオプリンターUP-1200Aで出力したものである。

図3(A)では鞘糸、芯糸のカバリング状態が観察できる。それを、精練処理すると芯糸部がなくなり空間が見られる。



(A) (B)

図3 絹加工糸の外観変化写真

(A)カバリング後の絹加工糸

(B)精練処理後の加工糸

図4は精練後の電子顕微鏡写真である。電子顕微鏡は日本電子(株)製JSM-5800LVを使用した。

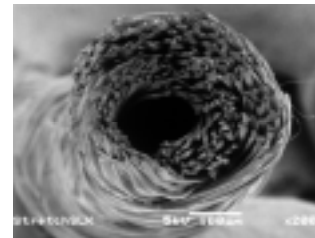


図4 精練後の加工糸の電子顕微鏡写真

電子顕微鏡写真からも中央部に空間が存在することがわかる。

4.絹加工糸の物性について

加工糸の空間が物性面においてどのような影響を与えているか、強伸度試験を行った。

4.1.強伸度試験

強伸度試験は(株)島津製作所製 AUTOGRAPH AGS-10KNG を使用して測定した。試験内容は破断（切断）までの強伸度、および0～2、4、8(N)時の伸度を測定した。測定条件は試料長250(mm)、引張速度125(mm)、初期荷重0.1(N)で行った。試料の織度は31中×8本(186d(練減り25%))で作成した。試料作成条件は表1に示す。

4.2.強伸度試験の結果と考察

試験結果を表2、3に示す。測定試料はいずれも織度、撚数はほぼ同じもので撚糸方法の異なるものを作成し比較した。No.1の糸は表2から破断までの強伸度はあまり差がないようであるが、初期のヤング率(0.9, 1.0N時)が一番小さい値を示した。これは一般的な諸糸であるNo.3の糸の半分近い値であった。また、伸度を測定する時の荷重は

実際編成されるとき荷重を想定して決定した。表3から伸度は、水溶性繊維を使用したNo.1の糸が大きい値を示した。荷重4N時の伸度は当初、我々が目指した値10%に近い値となった。図4.にそれぞれの試料のヤング率と伸度を示した。

以上のことから水溶性繊維を芯糸に用いたカバリング加工糸が他の試料の糸よりもヤング率が小さく、柔らかく、伸度の大きい糸だと言える。やはり、中央部の空間とコイル状の形態がこれに起因していると思われる。

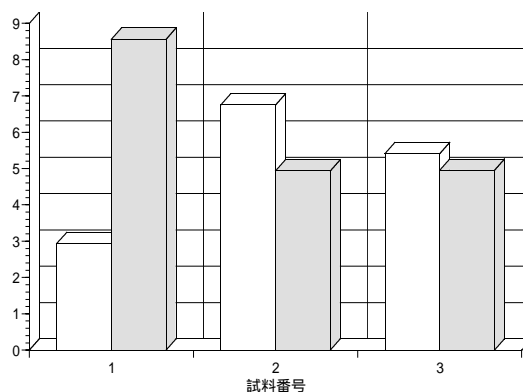


図4 それぞれの試料のヤング率と伸度

□ 0.9,1.0Nヤング率(N/Text) ▨ 4N時伸度(%)

表1 試料作成条件

試料No.	撚糸方法	織度と撚糸条件
1.	ダブルカバリング	鞘糸 31中×4本 S 793 (T/m) 31中×4本 Z 747 (T/m) 芯糸 ヲブ [®] 56D
2.	片撚り	31中×8本 Z 90 (T/m)
3.	諸撚り	下撚り (31中×4本 S 710 (T/m)) × 2 上撚り Z 556 (T/m)

表2 強伸度試験結果

試料No.	破断点荷重 (N)	破断点伸度 (%)	ヤング率(0.9N,1.0N) (N/Text)	ヤング率(5.0N,5.1N) (N/Text)
1.	8.928	26.93	2.935	1.700
2.	7.239	17.48	6.754	1.594
3.	9.346	24.82	5.414	2.071

表3 伸度 (0~2、4、8(N)時:単位(%))

試料No.	2.0N伸度	4.0N伸度	8.0N伸度
1.	3.542	8.563	20.963
2.	1.701	4.937	-----
3.	2.070	4.956	16.533

2. の8.0Nは切断し測定不能

表4 提案糸作成条件

	提案糸の種類	素材仕様	芯糸	鞘糸 (撚数(T/m))	
				S	Z
A	特許出願製法糸	シルク 100%	ヲブ [®] 56D	生糸 31中×4(653)	生糸 31中×4 (610)
B	諸糸	シルク 100%	生糸 27中×3×3	(下 S 260 上 Z 230)	
C	スパンデックス糸	芯糸 - ポリルタ 鞘糸 - シルク	オ [®] 30D ×1.5	生糸 27中×6 (378)	生糸 27中×6 (175)
D	緒糸	シルク 100%	緒糸(生皮苧)	絹紡糸 210/2(218)	絹紡糸 210/2(218)
E	意匠糸				
E-1	ループヤーン (ピンク色)	シルク 100%	絹紡糸 48/2	「B糸」	
E-2	ループヤーン (レインガ色)			柞蚕糸35×4×2(218)	
E-3	スナルヤーン (クリーム色)			柞蚕糸35×4×2(218)	
F	諸糸 [強撚糸]	シルク 100%	27中×4×4	(下 S 1500 上 Z 800)	

5. シルクニット製品試作のための提案糸

5.1. 提案糸の作成条件と特徴

今年度はシルクストレッチ素材糸、甘撚糸の他に緒糸を利用した加工糸、ループ、スナールなどの意匠糸、シャリ感のある強撚糸などを提案した。緒糸は絹紡糸の原料となるような糸だが織度、風合いともニットの原料糸となる要素を持つ。そこで今回芯糸に緒糸鞘糸に細番手の絹紡糸をダブルカバリングし毛羽立ちを押さえた糸を提案した。表4にそれぞれの作成条件を示す。

5.2. 提案糸の評価とこれからの対応策

今回の提案糸は昨年に比べ多くの種類を提案したため企業の評価は様々だった。

A糸のストレッチ絹加工糸は昨年にくらべて扱いやすい評価を得た。

C糸のスパンデックス糸は芯糸のウレタンを太く伸度を大きくしたため編成しやすくなったが淡色でのチーズ染色加工時に内外層に斑がでてしまった。

D糸の緒糸加工糸は毛羽立ちが少ないが織度斑が多く編成は難しいという評価を得た。

E糸の意匠糸は、飾りが長すぎたのと押さえ糸もシルクで作成したため飾り糸の押さえがきかなかったので編成時編成後にスリップしてしまった。

それぞれの対応策は、

A糸は糸構造的には昨年と変わらないのだがまずまずの評価を得たのは扱いが2回目であり慣れがあったと思われる。

C糸のチーズ精練染色加工における内外層差は、巻密度を小さくし柔らかくワインドするか、径の大きなボビンを利用する。

D糸の緒糸は製造元である福島蚕糸（協）が織度のばらつきのない糸を製造できたので来年はこれを利用した糸を提案していく。

E糸の意匠糸は絹100%にこだわらず、飾りの部分を小さくし押さえ糸に熱可塑性の繊維を用いた素材を提案する。

6. まとめ

今後の提案素材だが絹100%だけではなく、他素材（カシミアやナイロン）との意匠、交撚を使いドレ-プ性、洗濯性の改良、コストの安定化など絹の持つ欠点を補うような組み合わせを見つけていき、より良い素材を開発していきたい。また、平成12年度においても試作加工を行い東京で開かれる新作発表会に出展し、産地の活性化につなげていきたい。

最後に平成11年11月26日に行われた「2000福島県ニット新作発表会」での写真を示す。



素材展示コーナー



試作品展示コーナー



試作品のファッションショー

所内プロジェクト研究事業

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1報）

Establish of technology that of microprocess of organic-film and microdevices with organic-film

生産技術部 渡部一博、本田和夫、藤井正沸、酒井勝雄

材料技術部 伊藤嘉亮

応用技術部 笹山淑弘

平成8～10年度産官共同研究開発事業『金属・有機界面における膜利用技術』において作製した電子部品の構成要素として優れた特性を有する機能性有機薄膜を実用的な基板に利用できる大きさに微細化するとともに、小型化による応答性の向上を利用して、従来よりさらに応答性の高いセンサーの作製をするために、ホトリソグラフィ、電子線リソグラフィなどの微細加工プロセスを適用してシリコン基板一体型の音響センサーのパターン化を行った。

Key words: リソグラフィ、異方性エッチング、音響センサー、蒸着重合法、シリコン、芳香族ポリ尿素

1. 緒言

携帯電話等に代表される携帯電子機器の普及により、電子部品も大幅な小型化が求められており、従来のような抵抗やコンデンサなどの既存部品の組み上げではサイズ的に限界がきている。そうした中、半導体プロセス等を利用した基板一体型の小型電子部品の需要が増してきており、中小企業においても今後それら技術の導入が必至となってきた。また同時に、より競争力のある、より高付加価値な製品が求められており、材質や形状、構造など他にはない特徴が必要となっている。

これら小型電子部品の開発支援として、平成11年度ものづくり試作開発支援センター整備事業をとおして、半導体プロセスをもとにした微細加工装置の整備を行ってきた。また、平成8年度より行った産官共同研究事業において、蒸着重合法による電子機能性有機薄膜の開発に成功している¹⁾。これら電子機能性有機薄膜は、応答性や構造的柔軟性など従来の薄膜には見られない特徴があり、また製法的には多くのノウハウがあるため普及途上にあり、電子部品の構成要素として十分な競争力を有するものである。今回の研究においては、これら技術を組み合わせ、実際の部品開発に適用することにより、上記要望に応えつつ新規の電子部品の開発を行うことを目的としている。今年度の研究においては、電子機能性有機薄膜のうち最も安定して作製が行えるポリ尿素を用いて、ポリ尿素の持つ高い圧電性を効果的に利用できるものとしてシリコン基板一体型の音響センサーの開発を行った。

2. 試作プロセス

音響センサー（図1）のパターン化を図2のプロセスにより行った。以下、それぞれについて説明する。

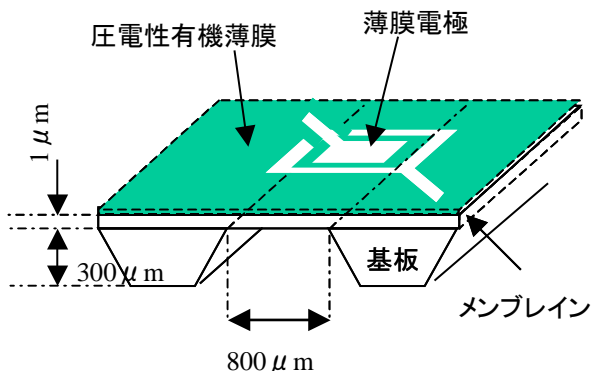


図1 音響センサー概略図

2.1. ホトマスクの作製

基板パターン用ホトマスク、電極パターン用ホトマスクを表1の条件により作製した。

それぞれのホトマスクには両面アライニングするためのレジストレーションマークを同位置に形成した。

2.2. レジストパターンの作製

このホトマスクを使って表2の条件によりレジストのパターン化を行った。

露光方式としては、ソフトコンタクト露光とハードコンタクト露光(窒素圧力0.5kg/cm²)を実施したが、後者のほうが形状保持性に優れたため、以後はハードコンタクトを主に用いた。

ポストバーク後DEKTAK2020日本真空技術株式会社によりレジストの膜厚測定を行った結果、OMR83:1.0 μm, OFPR800:1.2 μmであった。

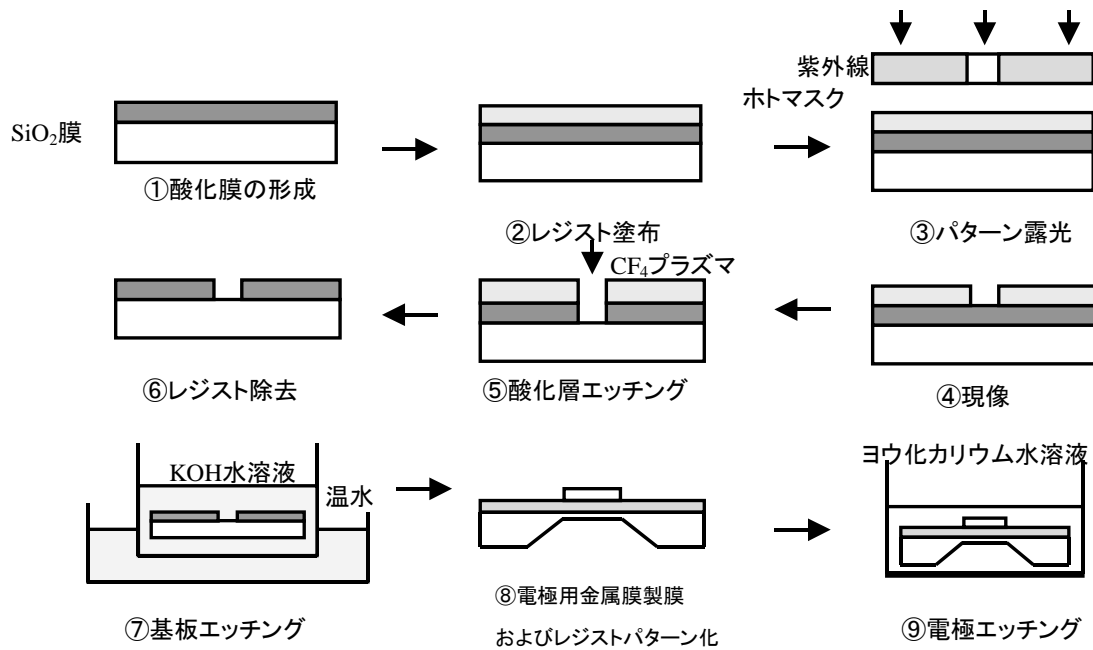


図2 素子作製プロセス

表1 電子線リソグラフィ条件

工 程	条 件
レジスト塗布 およびプリベーク	EBR-9東レ(株)膜厚0.5μm、190-120 ×15分：ブランクマス ULCOAT DUFR-4009(P)-LEB(アルバック成膜 株製)
露光	加速電圧20kV ビーム電流 1×10^{-10} A、 ドーズ量 $4 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ (電子線描画装置 ELS-3700S(株)エリ オニクス製 使用)
現像	DVL7 2分浸漬
リンス	RNS 1分浸漬
ポストベーク	恒温槽(HU5106 本田電子(株)製)115 ×30分
Cr エッチング	硝酸セリウムアンモン + 過塩素酸水 溶液 ($\text{Ce}(\text{NH}_4)_2(\text{NO}_3)_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 164g 、 HClO_4 : 22ml 、 H_2O : 500cc) にて53秒浸漬
レジスト剥離	剥離液 REM1 東レ(株) 180秒浸漬 剥離液 REM2 東レ(株) 180秒浸漬

表2 ホトリソグラフィ条件

工 程	条 件
洗浄	超純水50 超音波洗浄 5分 超純水常温 超音波洗浄 5分
レジスト塗布	ウエットエッチング用：ネガ型 OMR83 粘度60cp 東京応化工業(株) ドライエッチング用：ポジ型 OFPR800 粘度50cp 東京応化工業(株) 初速 300rpm×3秒 本速 5000rpm×20秒。 (スピニング SP-30(有)三井精機製 使用)
プリベーク	ホットプレート110 ×90秒
露光	g線 $27\text{mW}/\text{cm}^2 \times 2$ 秒 (露光機 PEM-800 ユニオン光学(株)使用)
現像	現像液 SG 60秒浸漬 NMD-3 72秒浸漬
リンス	OMR リンス 60秒浸漬 純水 30秒浸漬
ポストベーク	ホットプレート145 ×300秒 ホットプレート120 ×300秒
レジスト剥離	クリーンストリップ 90 ×3分 ストリッ プリンズ4×1分 IPA×1分 水洗

2.3.基板的パターン化

2.3.1.エッチング方法の検討

Si基板加工の方法としては、掘り込む深さが0.3mm以上あることからウエットエッチングを採用した。ウエットエッチングのなかでも横方向のダレを抑えるため、異方性エッチングを使った。Siの異方性エッチャントとしては、一般的によく知られたアルカリエッチャントである水酸化カリウム(KOH)水溶液(濃度30%)を使った。ここではSiのKOHに対する{100}面と{111}面のエッチングレートの差を利用して台形

型にSi土台を加工する。

2.3.2.エッチングマスクの検討

エッチングマスクとしては、実験当初各種レジストを用いたが、溶解や剥離が生じた。特に、有機アルカリを現像液とするノボラック系レジストでは著しかった。また、ゴム系レジストについても基板との密着性

が不十分であったため剥離したと考えられる。そこで、Si との密着性に優れる熱酸化皮膜 SiO₂ をウエハ表面に形成し (厚さ 1 μm)、これをエッチングマスクとして使った。

2.3.3. エッチングマスクのパターン化

熱酸化皮膜である SiO₂ はアモルファスであるため、結晶性を利用したウエット法による異方性エッチングができない。また、基板とのエッチング選択比からエッチャントがない。そこで、SiO₂ のパターン化には異方性に優れたイオンによるドライエッチングを用いた。

ドライエッチングは、ECR イオンシャワー装置 (株) エリオニクス EIS-200ER) により表 3 の条件で行った。

表 3 ECR エッチング条件

導入ガス流量	CF ₄ 6SCCM
加速電圧	500V
イオン電流	1.5mA/cm ²
真空度	7 × 10 ⁻³ Pa
マイクロ波	2.54GHz 100W
直流磁場	875Gauss
加速電極 - サンプル間距離	300mm
エッチング時間	30分

ここでエッチングマスクに絶縁体のレジストを使うためチャージアップを避けるようニュートラライザを使用した。

2.3.4. Si 基板の異方性ウエットエッチング

上記のように、パターン化された SiO₂ マスクを使って KOH 水溶液 (濃度 30%) 60 に基板を浸漬することにより、異方性エッチングを行い Si 土台のパターン加工をした。

2.4. 圧電性有機薄膜の形成

上記のようにパターン化された Si 基板の裏面に、圧電性有機薄膜である芳香族ポリ尿素 (PU) 薄膜を形成した。4, 4' - ジアミノジフェニルメタン (MDA) と 4, 4' - ジフェニルメタンジイソシアネート (MDI) を原料に有機薄膜形成装置 VEP1000 (日本真空技術株製) により、表 4 の条件で厚さ 0.5 μm の PU を成膜した (図 3) ¹⁾。

表 4 蒸着重合条件

モノマー蒸発温度	MDA109 ,MDI69
真空度	5 × 10 ⁻³ Pa
基板温度	常温
成膜速度	0.6nm/秒

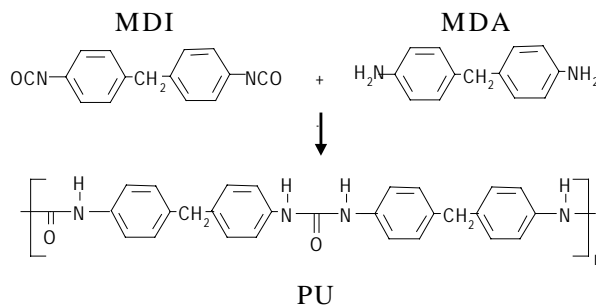


図 3 PU 生成反応

2.5. 電極薄膜の形成

電極としては、Au, Pd, Ti などの厚さ 0.1 ~ 0.2 μm の薄膜を検討した。Au, Cr, Cu, Al について当初 RF ヘリカルスパッタ (無機薄膜形成装置 VEP1000 (日本真空技術株製)) を用いたが、基板温度が低かったため薄膜と基板との密着性が不十分であり、ウエットエッチング中に薄膜が剥離することが分かった。これは、成膜後のアニールにより改善されたが、成膜速度が遅いため、以後、成膜速度の速い電子ビーム蒸着 (高真空蒸着装置 (日電アネルバ株製)) を主に用いることとした。その成膜条件を表 5 に示す。

表 5 電子ビーム蒸着条件

	Au	Ni	Pd	Ti
ビーム電流 (mA)	350	150	200	180
加速電圧 (kV)	4.0	4.0	4.0	4.0
基板温度 ()	150	150	150	170
真空度 (Pa)	10 ⁻⁴	10 ⁻⁴	10 ⁻⁴	10 ⁻⁴
成膜速度 (nm/秒)	5.0	2.5	1.0	2.0

2.6. 電極のパターン化

2.6.1. エッチング方法の検討

パターン化には、実験当初厚さ 1 μm の OFPR800 をマスクとして Ar イオンによるドライエッチングを行ったが、材料の選択比がさほど取れないため、薄膜のパターン化は困難であった。特に、Ti などのスパッタ率の低い材料に対しては厚さ 0.2 μm 以上の薄膜のパターン化は非常に困難であった。

2.6.2. 電極のウエットエッチング

そこで、表 6 に示すエッチャントとエッチング時間で各電極薄膜 (厚さ 0.2 μm) のウエットエッチングを行った。

エッチングは等方性であるが、エッチング深さとパターン寸法の比率から特に問題ないと考えた。エッチングマスクとしては厚さ 1 μm の OMR83 を用いた。

表6 電極薄膜のウエットエッチング条件

Au	ヨウ化カリウム水溶液 (KI:80g+I ₂ :20g+H ₂ O:160ml)	40 秒
Ni	Au と同じ	15 秒
Pd	塩酸硝酸酢酸混合液 (HNO ₃ :10ml+HCl:1ml+CH ₃ COOH:10ml)	33 秒
Ti	ふっ酸硝酸酢酸混合液 (HF:5ml+HNO ₃ :15ml+CH ₃ COOH:60ml)	3 秒

表7 各工程の必要時間

ホトマスクの作製	20 時間
レジストパターン作製	1 時間
基板のパターン化	40 時間
圧電性有機薄膜の形成	2 時間
電極薄膜のパターン化	3 時間

3.結果

以上のプロセスにより、単位サイズ 1mm、アレイ数 100 個の音響センサーがパターン化された(図4, 5)。

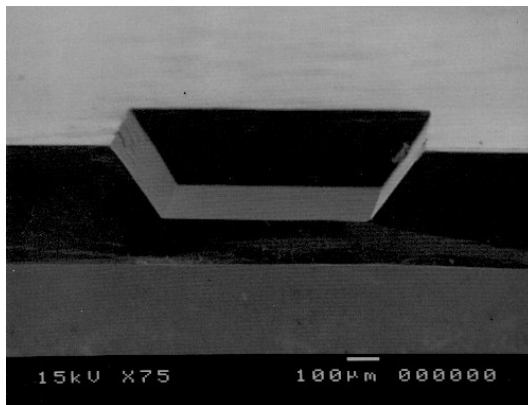


図4 パターン化されたSi基板

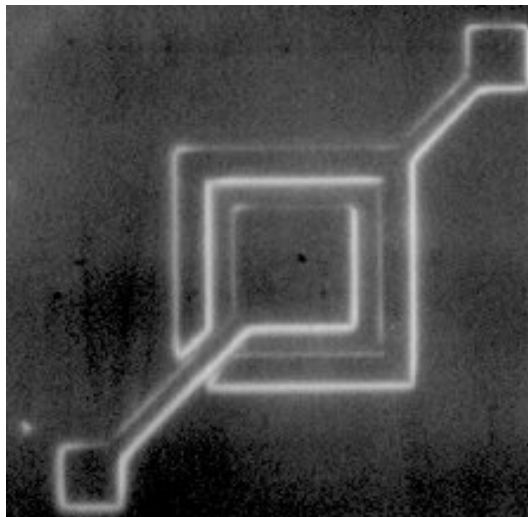


図5 両面アライニングでパターン化された電極

異方性エッチングによって形成された台形の{100}面と{111}面のなす角度は 54.7 度である。丁度、このSiの異方性エッチング終端面の反対側(裏側)に両面アライニングによって図5のような電極パターンが形成できた。

各工程を終了するのに要する時間を表7に示す。

このように、一見長時間を要するためにコスト的に不利なように受け取られがちだが、これらの組み上げを必要としない工程を確立すれば、一度に大量の素子を作製することができ、安価で高性能のセンサーなどを作製することが可能となると考える。

4.今後の課題

基板のパターン化において、長時間のエッチングや温度の高いKOHを使うとSiO₂マスクが解けることがわかった。したがって、今後センサーの試作にあたりメンブレンの薄型化を進めるためには、基板の薄肉化、エッチャントとして今回用いた無機アルカリではなく水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)水溶液などの有機アルカリを用いること、マスクとしてSiO₂ではなくSi₃N₄を用いることなどの課題が考えられる。また、エッチング終端面には音響センサーの特性を阻害する要因でRa~0.2μm程度の面荒れがあった。これは、エッチング反応で発生した泡によるものである。これに対しては、ストッパー層としてエッチングレートが非常に低いBドーブ層を使うことが考えられ、現在実験を進めている。

以上の対策により、今後音響センサーの音センシングや音発信ができるようになると思われる。

5.結言

電子線リソグラフィによる光マスクの作製、ホトリソグラフィによるパターン加工、SiO₂のECRイオンエッチング、Siの異方性エッチング、両面アライニングなどの要素技術を利用してシリコン基板一体型の音響センサーのパターン化を行った。その際、基板や薄膜のパターン化のためのエッチング方法、条件を検討し、レジストの現像特性や基板や薄膜のエッチング特性について知見を得た。

参考文献

- 1)：産官共同研究開発事業(平成8~10年度)『金属-有機界面における膜利用技術』研究成果報告書(1999)

RSP(可能性試験)研究事業

製造プロセスにおける高精度評価装置の開発

大型円筒用真円度測定機の開発

Development of High Precision Measuring Machine for Production Process

Development of Roundness Measuring Instrument for Large Sized Cylinder

生産技術部 遠藤勝幸 菅原康則 酒井勝雄

平成9～10年度に行った研究テーマ「オンマシン真円度測定機の開発」において確立された、大径長尺ワークを対象とした三点法による真円度測定法を用いて、生産現場での使用を想定した測定機の試作開発を行った。組み込みマイコンを用いた、持ち運び可能な測定機とした。試作機を用いて測定実験を行った結果、操作性、測定精度とも、生産現場での実用に耐えうるものであることを確認した。

Key words: 真円度、三点法

1. 緒言

印刷機械などに用いられる、比較的太い径で長尺のシャフト部品の真円度を測定するため、筆者らは、広く研究されている三点法¹⁾を応用した測定法について検討を行ってきた²⁾³⁾。本研究では、これらの結果を用いて、生産現場での使用を想定した測定機を開発試作することを目的とする。以下、試作した測定機の構成、機能、および測定結果等について述べる。なお、対象ワークの測定法の現状とその問題点、三点法の原理とこれを採用するに至った経緯等については、参考文献²⁾³⁾を参照されたい。

2. 試作機について

2.1. 主な仕様

本研究で主に測定対象とするワークは、以下のよう
な印刷用ロールである。

直径 60～150 mm

長さ 1,600～2,650 mm

材質 SUJ(軸受鋼)、他

硬さ 65～70HS(48.4～52.3HRC)

要求される真円度 4 μ m以下

試作機の測定範囲と測定精度は、上記を満たすものとする。ただし、上記を満たせば、測定対象は印刷用ロールに限定されない。また、その他、以下のような指針を設けた。

加工機上での使用を前提としない。理由は、真円度測定の要求があるのは円筒研削加工後であるが、円筒研削盤には十分なスペースが少なく、取り付けるには加工機に大掛かりな改造が必要であること、特定の加工機で加工したものしか測定ができなくなること、加工機上で測定しても、修

正加工を施すことは難しいため、あえて加工機上で測定する意味が少ないこと、である。

一ヶ所に固定せず、持ち運び可能なものとする。測定対象は比較的大型で、重量も大きい。これを測定機まで移動することを最小限にするため、測定機側を持ち運び可能なものとする。できるだけ小型で、重量は15kg程度以下にする。

AC100Vのみで動作し、空圧等を用いない。これも、持ち運びを容易にし、測定場所を限定しないためである。

400 kgの重量に耐える。最大のワークの重さが、この程度と見込まれるため。

JIS B 7451に準拠した真円度測定を可能とする。すなわち、LSC(最小自乗)中心定義法、および、15山、50山の2CRローパスフィルタを実装する。ただし、使用頻度が少ないと思われる機能は実装しない。

できるだけ簡単な操作方法であること。

測定結果の形状表示機能、印刷機能を持つ。

防塵、防油対策がなされていること。

2.2. 試作機概略

前節の仕様にに基づき、測定機を試作した。概略図をFig.1に、装置写真をFig.2に示す。

本装置に使用した変位センサは、最小分解能0.1 μ mのリニアスケールである。対象が熱処理を施された比較的硬い材料であるため、接触式でも傷がつくような問題が少ないと判断した。また、差動トランスによる電気マイクロメータなど、アナログ電圧を出力する変位センサでは、解析用コンピュータにデータを入力するためにADコンバータを必要とするのに対し、リニアスケールではカウンタ回路のみで入力が可能となるため、構成を簡単にすることができる。分解能にお

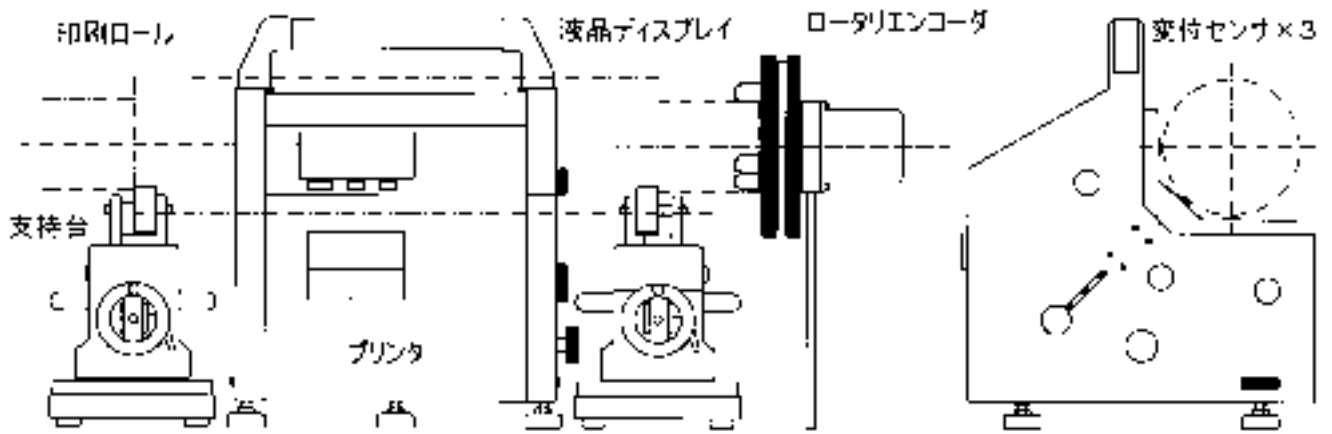


Fig.1 試作機概略



Fig.2 装置写真

いても、 $4\mu\text{m}$ の真円度を測定するのに十分であると判断した。さらに、リニアスケールは校正の必要がないため、測定機の取り扱いが容易になるという利点もある。

ワークの回転角の検出には、1回転あたり1024パルスを出力するロータリエンコーダを用いた。

ワークの回転は手動で行い、モータは用いない。小型軽量にすること、できるだけ安価にすることを旨とするためである。

計算処理部のコンピュータにはSH-4を、測定結果の表示および操作部にはV25を用いた。

本測定機的主要な仕様をまとめると、以下の表のようになる。

Table 主要な仕様

測定ワーク径	最小 50 mm ~ 最大 150 mm
測定ワーク長さ	最短 500 mm ~
測定ワーク重量	400 kg以下
センサ分解能	$0.1\mu\text{m}$
繰り返し精度	$\pm 0.1\mu\text{m}$ 程度
中心定義法	LSC(最小自乗中心)
カットオフフィルタ	15、50U/R

```

ワークNo 000-01
フィルタ 15 [U/R]
平均回数 10 [回]
真円度 2.05 [μm]
最大 1.10 [μm]
最小 -0.95 [μm]

```

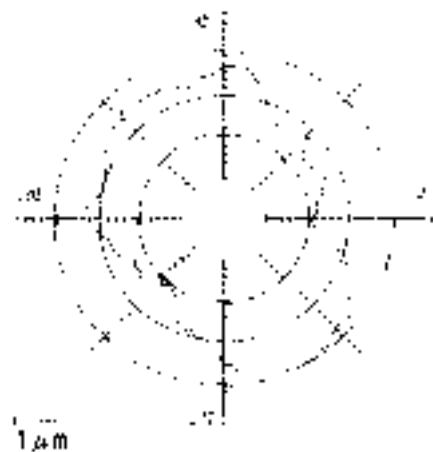


Fig.3 真円度測定結果

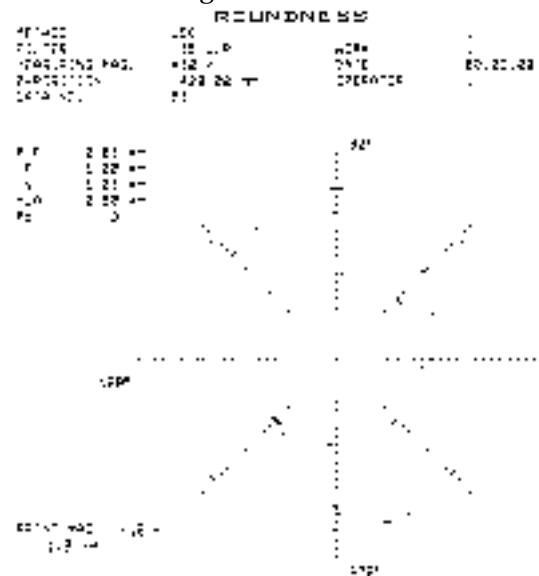


Fig.4 市販機による測定結果

3. 測定実験

本測定機の有効性を確認するため、測定実験を行った。Fig.3は、直径 50 mm、長さ 700 mmのシャフトの真円度を測定した結果である。測定条件は、カットオフフィルタが 15 山、また、繰り返し誤差を低減するため、10 回転分の測定結果の平均値を取っている。

Fig.4 は同じシャフトの同じ部分を、市販の真円度測定機で測定した結果である。測定条件は、カットオフフィルタは同じであるが、数回転分の平均値を取ることを行っておらず、一回転分の測定値である。Fig.3 と Fig.4 より、本測定機は、市販機と遜色のない測定が可能であることが示される。

Fig.5 は、実際の印刷用ロールを本測定機で測定している様子であり、Fig.6 は、その測定結果である。測定条件は、Fig.3 における測定と同じである。測定したロールは、直径 90 mm、長さ 1,600 mm、重さ約 60 kgの中実のシャフトである。測定結果より、本ロールは、要求精度である $4\mu\text{m}$ の真円度を十分に満たしていることがわかる。また、若干ではあるが、一周あたり 9 山の凹凸があることも明らかとなった。本ロールのような大型ワークに対して、切断することなくこのような測定結果を得ることは、従来は困難なことであった。

4. 結言

生産現場での実用を想定した真円度測定機の試作開発を行った。測定実験の結果、十分に使用に耐える精度を持つことが示された。今後は、実際の工場での使用をとおして、使用感、耐久性、精度などの問題点を洗い出してゆく計画である。さらに、円筒度測定の手法について検討してゆく。

参考文献

- 1) 青木、他：3点法真円度測定法の一展開、精密機械、32、12('66)、831
- 2) 遠藤、他：オンマシン真円度測定機の開発、平成9年度ハイテクプラザ試験研究報告、p.81
- 3) 遠藤、他：オンマシン真円度測定機の開発、平成10年度ハイテクプラザ試験研究報告、p.55

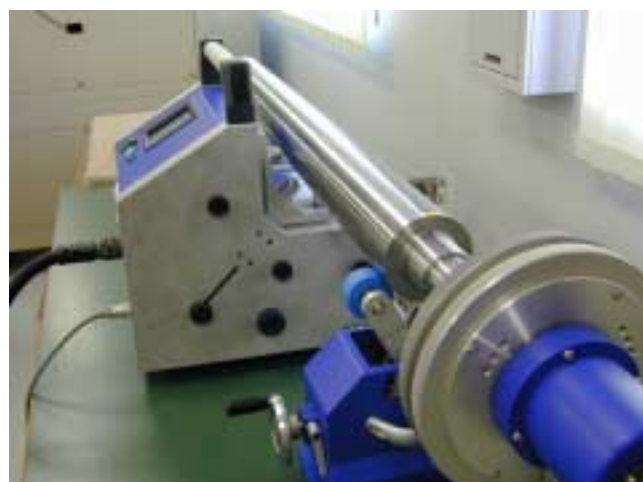


Fig.5 印刷用ロールの測定

ワークNo.	000-00
フィルタ	15 [山]
平均回数	10 [回]
真円度	0.31 [μm]
最大	0.17 [μm]
最小	-0.14 [μm]

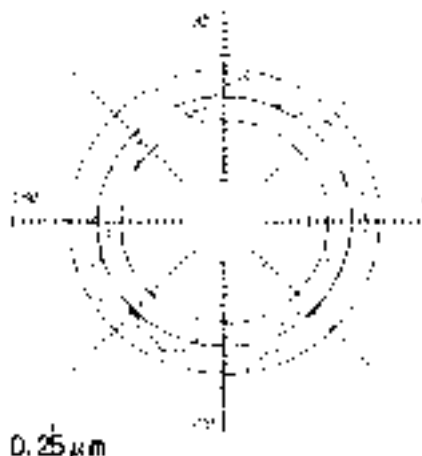


Fig.6 測定結果

県産農産物を利用した機能性食品の開発

- 各種大豆の栽培特性と加工適性 -

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

-Cultivating Characteristics and Processing Suitability about Various Soybeans-

会津若松技術支援センター 遠藤浩志 大野正博
郡山女子大学短期大学部 金子憲太郎
福島県農業試験場 丹治克男 二瓶直登
協業組合郡山とうふセンター 二平光行

県産農産物を利用した新しい機能性加工食品の開発を目的に、その原料となる各種大豆の栽培適性や加工適性、豆乳製造工程中の大豆イソフラボンの消長等について試験を行った。各種大豆を試験栽培したところ、品質・収量の点で対照と遜色なく十分可能と思われた。大豆のイソフラボン含量は、品種、産地によって大きく異なるが、特にリボキシゲナーゼ欠失大豆の一種である東北 135号は普通大豆よりも高く今後の利用が大きく期待された。豆乳中へ効率よくイソフラボンを移行させるために予め大豆を脱皮することは非常に効果的であった。

Key words:大豆、大豆加工食品、大豆イソフラボン、リボキシゲナーゼ

1. 緒言

高齢化社会の進行や生活習慣病の増加に伴い、健康食品に対する関心はこれまでに高く高まっている。こうした中、古くから日本人の重要な食糧資源として活用されてきた大豆は、脳卒中や心臓性疾患に対する予防効果、さらに最近では各種ガンに対するリスクの軽減や更年期障害の軽減など、老化防止効果¹⁾も明らかにされつつあり、栄養面のみならず生体防御機能の面から世界的に大きな注目を集めている。

本研究は、大豆の持つ機能性成分の一つであるイソフラボンに着目し、大豆や果実等の県産農産物を利用し、高齢者から若者までの広い世代の嗜好にマッチした、イソフラボン含量が高くフルーティーでヘルシーなゲル状の新しい機能性加工食品を開発し地域特産化する事を目的としている。

今年度は、その原料となる各種大豆の栽培適性や加工適性、更に、豆乳製造工程におけるイソフラボンの消長等について主に試験を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1. 各種大豆栽培適性試験

農業試験場の圃場において、スズユタカ及びタチナガハを対照とし、東北 135号（リボキシゲナーゼ全欠失大豆の一種、以下リポ欠大豆とする）、東北 139号（低アレルギー系統の一種、以下低アレルギー大豆とする）、農試保存 4（青大豆）、東北 133号（黒大豆）の6品種について、播種期5月24日、1区面積 10.5m²で栽培試験を行ない、開花及び成熟時期、外観による品質判定、子実収量などの検討を行った。

2.2. 大豆の一般成分及び豆腐のゲル強度

試験に供した大豆は栽培適性試験にて収穫したタチ

ナガハを除く5検体である。これらの大豆を実験室用小型粉碎機にて粒度を32M以下に調整し、水分、蛋白質、脂質、全糖、灰分、Caの分析に供した。また、豆腐製造試験は沼田²⁾の方法による加熱絞りの方法に従い、大豆100gを使用して6倍加水の豆乳を調製した後、グルコノデルタラクトン(GDL)0.3%でゲル化させ充填豆腐とした。調整した充填豆腐について一般成分のほか、(株)サン科学製のレオメーター COMPAC-100を使用して、プランジャーの直径10mm、テーブルスピード6cm/min、試料の高さ15mmの条件でゲル強度を測定した。

2.3. イソフラボン含量の測定

大豆及び大豆加工品について島田等³⁾の方法に従いHPLC法によりイソフラボン含量を測定した。大豆は粉碎し、大豆加工品は凍結乾燥した試料に10倍量の0.1%酢酸・70%エタノール溶液を加え、室温にて1時間抽出後、遠心分離し、その上澄みを0.45μmメンブランフィルターでろ過したものを試料液とした。試料液を日立高速液体クロマトグラフと、カラムはLiChrosorb RP-18(7μm、4×250mmガスクロ工業製)を使用し、検出波長260nm、温度40℃、流速1ml/minの条件で分析を行った。溶離液はA液として20mM磷酸ナトリウム緩衝液(pH3.0、酢酸にて調整)、B液としてアセトニトリルを使用し、分析開始の時点でB液を10%、30分後に50%になるようグラジェント溶離を行った。標準物質としてはナカライテスク(株)のダイジン、ダイゼイン、ゲニスチン、ゲニステインを用いた。マロニル型とグリコシル型の分別は、マロニル型が80%、15時間の抽出条件で加水分解を受けグリコシル型へと変換される⁴⁾ことを利用し、室温と80℃で抽出した試料のイソフラボン含量差から求めた。

2.4. 脂質過酸化度の測定

大豆加工中に生成される不快臭（n-ヘキサナール）発生の原因は、大豆子実中のリポキシゲナーゼによって生じた過酸化脂質がヒドロペルオキシドリアーゼの作用を受けて生成すると言われる。そこで、一般成分分析に用いた5種の大豆を試料とし、これを粉砕した大豆粉に20倍の蒸留水を加えてサスペンドし、60分放置後に生じた過酸化脂質と、これら5種類の大豆の豆腐を作るために調整した6倍加水豆乳中の過酸化脂質を分析し、脂質過酸化度として示した。その際の分析試料の調製と測定は、ジエチルチオバルビツール酸（DETBA）法⁵⁾に従った。

2.5. 脱皮大豆全量を利用した豆腐の試作

大豆の持つ栄養成分や数々の機能性成分、更に資源の有効利用の観点から、脱皮大豆を全量利用した工場規模での豆腐の試作試験を以下の手順で行った。

予め脱皮した大豆60kgを使用して常法によって充填豆腐用の豆乳を製造する。その際に副生されたオカラに等量の豆乳とそれぞれ0.05%のセルラーゼ（セルクラスト）とグルカナーゼ（ビスコザイム）を加え45～50 で2時間作用させた後、85 で5分間加熱して失活させた。

冷却後、マスコロイダーにて磨砕し、微粒化した磨砕オカラを、元の豆乳に対して全量及び半量を加えて混合した後、充填豆腐を試作した。

試作した充填豆腐について、ゲル強度、蛋白質、官能審査などを行った。

3. 実験結果及び考察

3.1. 各種大豆栽培適性試験

大豆の生育状況及び収穫量について表1と図1に示した。東北135号（リポ欠大豆）は中生で、子実重、

百粒重、品質ともスズユタカ並である。東北139号（低アレルゲン大豆）は中生の晩で子実重、品質はスズユタカに優り、百粒重は並であった。東北133号（黒大豆）は晩生、大粒で子実重、品質は並であった。これらの結果から、試験を行った各種大豆はいずれも栽培特性は対照区と比べ遜色はなく、県内での栽培は十分可能であり、機能性食品開発の素材として有望と考えられた。

3.2. 大豆の一般成分と豆腐のゲル強度

大豆の一般成分について表2に示した。スズユタカに比較し、低アレルゲン大豆の一種である東北139号は蛋白質が高く脂質や炭水化物は低い値である。また、青大豆、黒大豆は蛋白質はやや高く、炭水化物は同程度であり、脂質はやや低い傾向であった。これに対しリポ欠大豆の一種の東北135号は蛋白質含量がやや低く、炭水化物は高かった。

この様に、今回試験した大豆の中では、リポ欠大豆（東北135号）だけが、蛋白質において対照のスズユタカよりは若干低い値であった。しかし、同じくリポキシゲナーゼ欠失系統である“いちひめ”等の他の分析例^{2,3)}に比較すれば、特に低い値ではなく、今後の加工適性に大きな影響はないものと推定された。次に、供試した5種類の大豆について、それぞれ6倍加水の豆乳を調製した後、GDL 0.3%を加えて加熱し充填豆腐を製造し、その蛋白質含量及びゲル強度について図2に示した。豆腐の蛋白質は、対照のスズユタカに比較し青大豆で同程度、黒大豆ではやや高かったがリポ欠大豆（東北135号）はやや低く低アレルゲン大豆（東北139号）になると1.4%と、かなり低かった。豆腐のゲル強度は、対照のスズユタカよりも高い値を示したものはなかったものの、低アレルゲン大豆を除いては加熱絞りによる方法によって十分豆腐原料になりうるものと判断された。今回使用した低アレルゲン性を示す東北139号の場合、加熱絞りによる豆乳製造方法では蛋白質の抽出率やゲル形成能が低かったが、

表1 大豆の生育状況

品 種	播種期 (月 日)	開花期 (月 日)	成熟期 (月 日)	100粒重 (g)	品質 (1-7)
スズユタカ	5/24	8/3	10/18	32.0	3
好ナガハ	"	7/31	10/27	39.1	4
リポ欠大豆	"	8/4	10/21	32.7	3
低アレルゲン	"	8/3	10/26	33.2	2
青大豆	5/25	8/4	10/23	41.3	4
黒大豆	5/24	8/5	10/28	67.6	3

品質、数値の低いものほど品質がよい

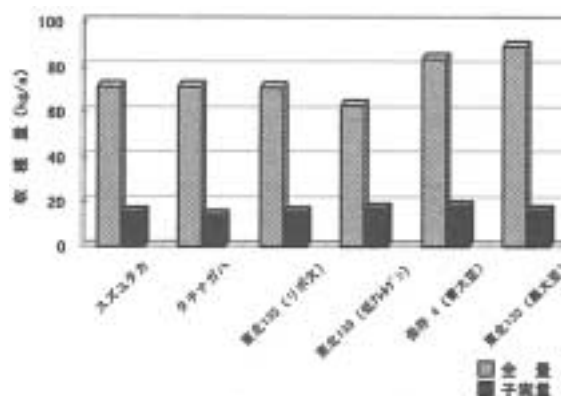


図1 各種大豆の収穫量

表2 各種大豆の成分分析結果 (乾物換算値)

成分	スズユタカ 普通大豆	東北135号 リボ欠大豆	東北139号 低アレルゲン	農試保存4 青大豆	東北133号 黒大豆
蛋白質(%)	41.8	40.9	45.8	42.2	44.9
脂質(%)	21.4	19.8	20.2	21.0	18.7
炭水化物(%)	31.1	33.7	28.4	31.1	31.0
灰分(%)	5.7	5.6	5.6	5.7	5.5
カルシウム(mg%)	241	182	345	300	186

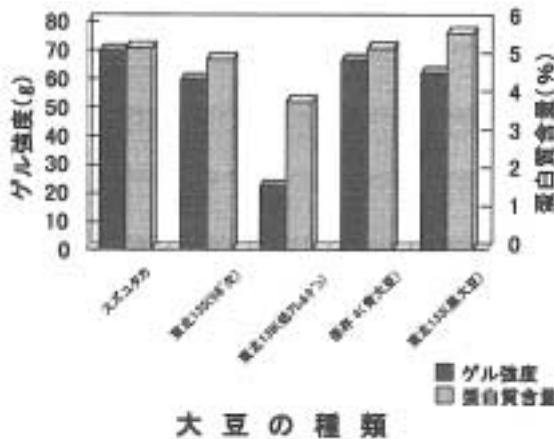


図2 豆腐のゲル強度と蛋白質含量

こうした現象は東北 139号以外⁶⁾にも見られる。今後は生絞りによる豆乳調整方法を含めた豆腐への加工法や、大豆全体を利用した豆腐以外の加工法の検討が必要と思われる。

3.3. 品種、栽培地、播種期の異なる大豆のイソフラボン含量

農業試験場において試験栽培を行った各種大豆のイソフラボン含量について図3に示した。イソフラボン含量は品種間に顕著な差が認められ、スズユタカと比べると、東北 135号(リボ欠大豆)や青大豆は高く、東北 139号(低アレルゲン大豆)や東北 133号(黒大豆)は明らかに低い値であった。ここで特に、加工時に青臭みを生成しないとされる東北 135号が高いことは今後の機能性食品素材として大きく期待される。一方、イソフラボンの多くはマロニル体(ゲニスチン主体)として存在しており、グリコシル体やアグリコンでの存在は僅かな事も明らかとなった。次に、県内5ヶ所の試験地において栽培された2品種の大豆のイソフラボン含量を図4に示した。

これを品種別に見ると、いずれの試験地においてもスズユタカの含量はタチナガハよりも高く、その値は1.1~1.7倍であった。また、産地別に見た場合においてもイソフラボン含量には、例えば同一品種で比較し

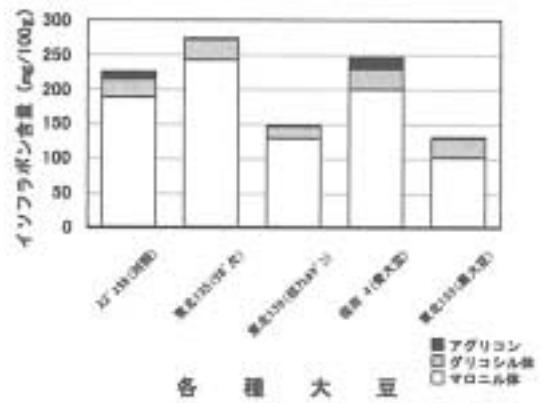


図3 各種大豆のイソフラボン含量

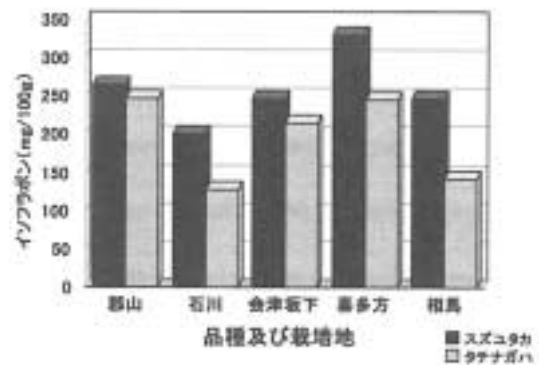


図4 品種別、栽培地別イソフラボン含量

た場合、喜多方産は最も少ない石川産の約1.6倍の値を示すように、産地間によっては顕著な差が認められた。

次に播種期の違いによる大豆イソフラボン含量について図5に示した。標準播は5月下旬に播種し、7月下旬に開花、10月中旬に成熟し、晩播は、6月下旬に播種、8月上旬に開花、11月上旬に成熟したものである。標準播と晩播のイソフラボン含量は郡山では差が認められないが、坂下ではスズユタカ、タチナガハ共に晩播の方が高かった。開花期から成熟までのいわゆる登熟期の平均気温は晩播の方が幾分低く推移しており、こうしたことが影響しているとも考えられる。

3.4. 市販豆腐、油揚げ類のイソフラボン含量

市販のオカラ炒り(オカラに野菜や水産物を混合して炒めた惣菜)、油揚げ、豆腐のイソフラボン含量について図6に示した。オカラ炒りや油揚げ類のイソフラボン含量は豆腐の半分以下でかなり低い。豆腐の中では木綿豆腐が絹ごしよりもやや高く、最も高いのはオカラを酵素処理の後、豆乳と混合してゲル化したとされる大豆まるごととうふ(商品名)であり、豆腐の約1.5倍の値であった。また、大豆中では約8割がマロニル体として存在していたイソフラボンは、加工中に加熱による分解を受け、かなりの部分がグリコシル体に変化していた。

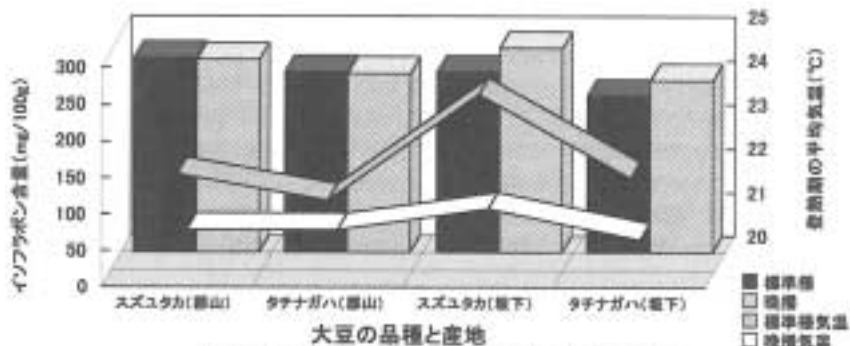


図5 播種期の違いとイソフラボン含量

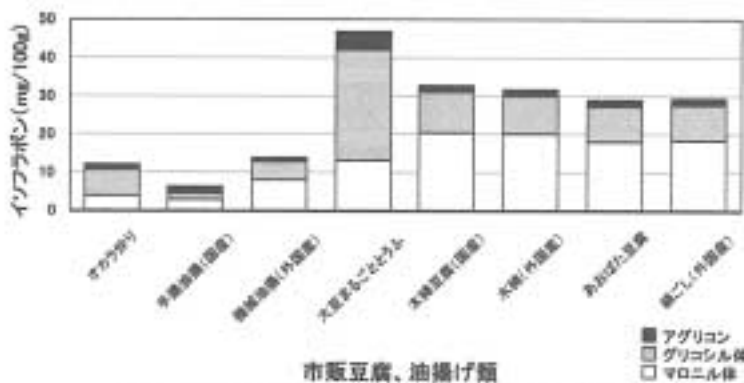


図6 市販大豆加工品のイソフラボン含量

3.5. 豆乳製造工程中のイソフラボンの消長

豆乳製造工程におけるイソフラボンの消長について、丸大豆と脱皮大豆を原料として検討し、結果を図7に示した。なお、豆乳の製造工程の最初に、大豆は洗浄され、吸水が行われるが、今回、丸大豆を使用しての洗浄水や浸漬水からはイソフラボンは検出されず、ほとんど流出はしないことを確認している。また、イソフラボンの溶出は加熱により促進される⁷⁾事が指摘されていることから、豆乳のイソフラボン濃度を高めるために、呉汁を加熱した後に豆乳とオカラの分離を行った。

加熱した呉汁を豆乳とオカラに分離する際、その生成比率を重量比で見ると、丸大豆を使用したものの豆乳が78%であるのに対し、脱皮大豆を使用すると87%に上昇した。しかもイソフラボン含量は丸大豆豆乳が24.2mg%に対し、脱皮大豆豆乳は26.2mg%とやや高い結果となり、従って呉汁から豆乳へのイソフラボン移行率は、有皮大豆使用豆乳で約7割、脱皮大豆豆乳においては約9割であることが確認された。この様に、大豆を脱皮することは、オカラの生成量を少なくし、同時に豆乳収量、豆乳のイソフラボン含量、イソフラボン抽出率の増加等、数々のメリットが生じた。

3.6. 各種大豆の脂質過酸化度

栽培試験を行った5種類の大豆を粉碎した大豆粉と

と大豆から調整した豆乳(6倍加水)について、過酸化脂質を測定し、その結果を図8に示した。

大豆粉の脂質過酸化度は、対照のスズユタカが東北135号(リポ欠大豆)の23倍の値であったのに対し、東北139号(低アレルギー大豆)は22倍、黒大豆、青大豆では25~30倍と、対照よりもいずれも高い値であった。これらの大豆も豆乳にすると1/4~1/5に低下したが、東北135号(リポ欠大豆)と比較すると依然3~5倍の値を示していた。

従って、普通大豆を使用する場合は勿論、機能性を持つ東北139号(低アレルギー大豆)、更に青大豆・黒大豆を利用し、大豆臭の少ないクセのない加工品を作る場合、その前処理として何らかの方法にてリポキシゲナーゼを不活性化させる必要がある。

3.7. 脱皮大豆全量を使用した豆腐の試作

資源の有効利用及びオリゴ糖やイソフラボン等の機能性成分保持の観点から、オカラを出さない豆腐造りについて、微塵入り豆腐⁸⁾や、呉汁をマスコロイダーで複数回処理する方法⁹⁾など種々試みがなされている。しかし、それらの多くは豆腐の製造現場事情からすれば、いずれも煩雑で品質的にも凝固性や舌触り等の点で課題が残されている。

そこでわれわれは先の実験において、脱皮大豆を利用し豆乳を調整する事によって、オカラの生成量が少

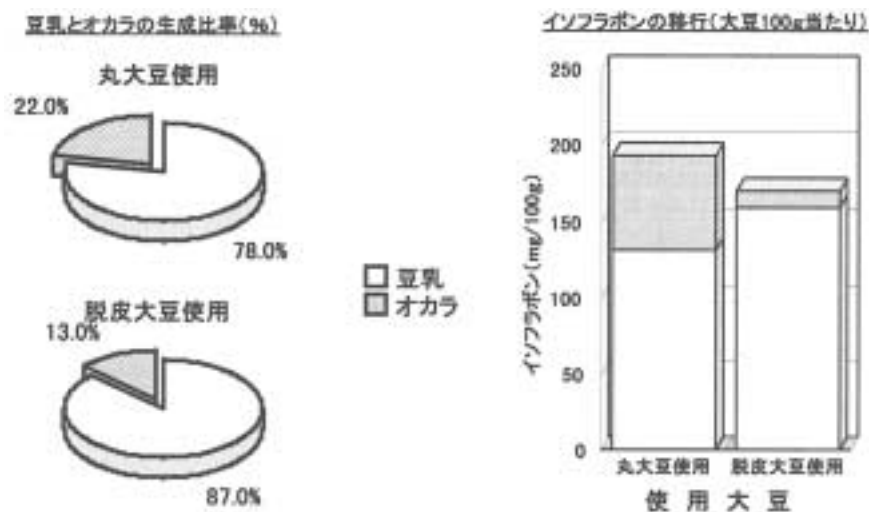


図7 イソフラボンの消長

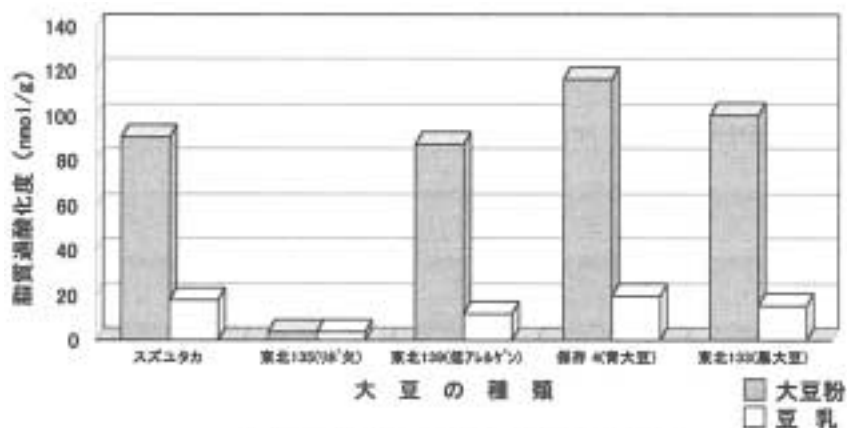


図8 各種大豆の脂質過酸化度

なく、且つ豆乳の蛋白質やイソフラボン含量が高まる結果が得られた事から、実験方法2.5.に示した方法にてオカラを利用した豆腐の試作を工場にて行ない、丸大豆や脱皮大豆から製造した絹豆腐などとゲル強度や蛋白質含量について比較した。その結果を図9に示した。

この中でオカラ入り豆腐 1は、呉汁を豆乳とオカラに分離した時のオカラを酵素処理し、その全量を再度豆乳と混合した後にゲル化したもので、オカラ入り豆腐 2は同様に酵素処理オカラの半量を混合したものである。更に、市販のオカラ入り豆腐は、丸大豆を同様に処理し、副生されたオカラを酵素処理後、その適当量を元の豆乳に混合されたものである。

豆腐の蛋白質は5～5.5%の範囲にあり、全般的にオカラ入り豆腐の方が絹ごし豆腐よりもやや高くなる傾向を示した。しかし、オカラ入り豆腐のゲル強度は、全般に絹ごし豆腐に比べて低く、且つオカラの混入割

合が高いほど低下する傾向が認められた。こうした傾向は、大豆を全量使用を目的とした試みの中では共通して認められる。今回の試験において副生されたオカラは、脱皮大豆を使用したことにより比較的滑らかで量的にも少ないため、酵素処理によってテクスチャーは改善され、凝固性低下の現象は最小限に抑えられたと考えられた。

3. 結言

大豆の持つ機能性成分の一つであるイソフラボンに着目し、大豆を主体に牛乳や果実など県産農産物を利用して新しい機能性加工食品の開発を目的として、本年度はその原料となる各種大豆の栽培適性や加工適性、更に豆乳製造工程におけるイソフラボンの消長などについて試験を行った。

その結果、東北135号(リポ欠大豆)や東北139号(低アレルゲン大豆)、それに青大豆や東北133号

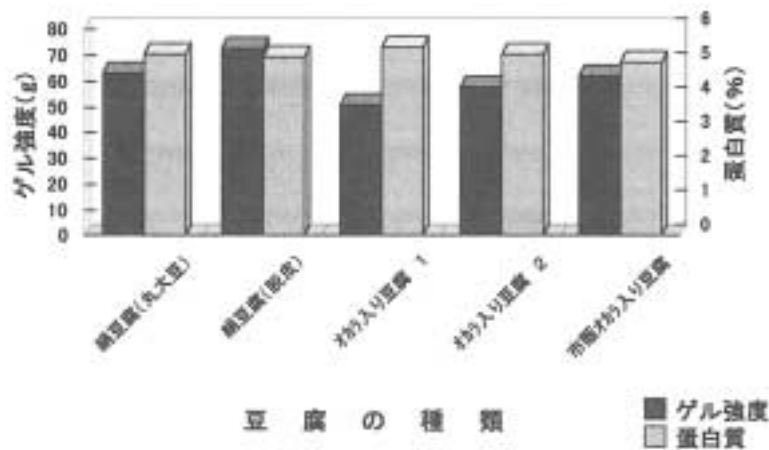


図9 試作豆腐のゲル強度と蛋白質含量

(黒大豆)等の各種大豆は、栽培試験や成分分析の結果において普通大豆と大きな違いはなかった。又、これらの大豆から充填豆腐を試作した結果、東北 135号や青大豆、黒大豆ではゲル強度が若干低い程度であったが、東北 139号(低アレルギー大豆)は豆乳への蛋白質の溶出や、ゲル形成能がかなり低下した。従って、この大豆の利用法については、生絞りによる豆腐加工を含め、豆腐以外の加工法についても再考の必要が感じられた。

大豆加工食品のイソフラボン含量を高めるために、まず各種大豆のイソフラボン含量を調査したところ、品種によっても産地によっても大きな差が認められたため、今後、品種及び栽培条件とイソフラボン含量との関係等について更なる追求が必要と思われる。各種大豆の中では、今後の幅広い利用が期待されるリポキシゲナーゼ欠失大豆の一つである東北 135号のイソフラボン含量は顕著に高く、機能性食品素材として有望と考えられた。更に、豆乳製造工程中におけるイソフラボンの消長について調べたところ、呉汁中のイソフラボンはその7割以上が豆乳中に移行し、特に脱皮大豆から調整した呉汁においては、その約9割が豆乳に移行することが確認され、イソフラボン高含有豆乳の調製を目的に、前処理として脱皮する有意性が伺えた。

栽培試験を行った各種大豆について、リポキシゲナーゼによって生成される過酸化脂質を大豆粉末及び豆乳について測定したところ、リポキシゲナーゼ欠失大豆である東北 135号以外の大豆においては有意に生成されていた。リポキシゲナーゼ欠失大豆の栽培が広く普及していない現状の下で、また、青大豆や黒大豆などの幅広い利用を展望する時、リポキシゲナーゼを不活性化する技術の開発は非常に重要且つ急務と考えられる。

参考文献

- 1) 河村幸雄, 大久保一良編: 大豆のヘルシーテクノロジー, 光琳, 東京, 1998
- 2) 沼田邦雄: 東京都立食品技術センター研究報告, 7, 21 (1998)
- 3) 島田和子, 野村寛美, 原 由美, 藤本房江, 喜多村啓介: 日食工誌, 45, 122 (1998)
- 4) 植杉岳彦, 戸田登志也, 石田均司, 辻 邦郎: 食品工業, 40, 24 (1997)
- 5) I. Suda, S. Furuta, Y. Nishiba: *Biosci. Biotech. Biochem.*, 58, 14 (1994)
- 6) 高橋浩司, 高田吉丈, 菊地彰夫, 島田尚典, 足立大山, 田淵公清: 東北農業研究, 51, 71 (1998)
- 7) 大久保一良: 日食工誌, 35, 866 (1988)
- 8) 沼田邦雄, 三枝弘育, 廣瀬理恵子: 東京都立食品技術センター研究報告, 6, 7 (1997)
- 9) 二宮順一郎, 門家重治: 愛媛工技研究報告, 36, 67 (1998)

一般研究課題

マルチメディア技術に関する研究

Research of Multimedia technology

応用技術部 本田修啓 尾形直秀 高樋 昌 平山和弘

地域 ISP が抱える大きな課題の一つに、大規模 ISP との競争に勝ち残ると言うものがある。そのためには地域 IX を基盤とした地域内ネットワークの連携によるサービスの普遍性を維持する必要がある。そこで、地域 IX(TRIX 郡山)を利用した地域 ISP の協調/連動運用の実験を行った。その結果、メールやニュースの配送などにおいて地域 IX が効率的に機能するためサービス向上が図れた。また、協調/連動運用に伴って各 ISP 間に必要になる課金モデルを提案した。

Key words:地域 IX、地域 ISP、協調/連動運用、サービス

1. 緒言

近年、ネットワーク技術の向上やネットワークの利便性のためインターネット利用者が急増している。それに伴い、地域 ISP が各地域で独自にサービスを提供し利用者の獲得を行っている。しかし、大規模 ISP が各地域にアクセスポイントを増やしてきているためそのアクセスポイントがある地域の利用者は大規模 ISP と契約する場合も多い。

こういった現状で、地域 ISP は大規模 ISP との競争のなかでいかに地域の利用者を獲得するかと言う部分で競り負けないようにしなくてはならない。このためには、大規模 ISP と同等の技術力を持ち、かつ地域に根ざしたサービスを提供するなどの特色を打ち出す必要が出てくる。地域の特徴を持ち大規模 ISP と同等の技術力を蓄えるためには、地域 ISP 間でのサーバの協調/連動運用による基礎実験が重要となってくる。

2. 実験

2.1. 地域 IX 構築

東北インターネット協議会(東北地域インターネット相互接続研究会:TRIX 仙台)、地域 ISP (共同研究企業)およびハイテクプラザネットワークを相互に接続し地域 IX (TRIX 郡山)を構築した。TRIX 郡山には地域 ISP が 3 社参加した。TRIX 仙台と TRIX 郡山間はデジタル専用線(256KBPS)で接続されており、この間の経路制御を BGP を用いることにより経路収束時間の短縮を図っている。

参加 ISP では、default の経路を本来の上流 ISP に向け、TRIX 参加組織分の経路のみ TRIX

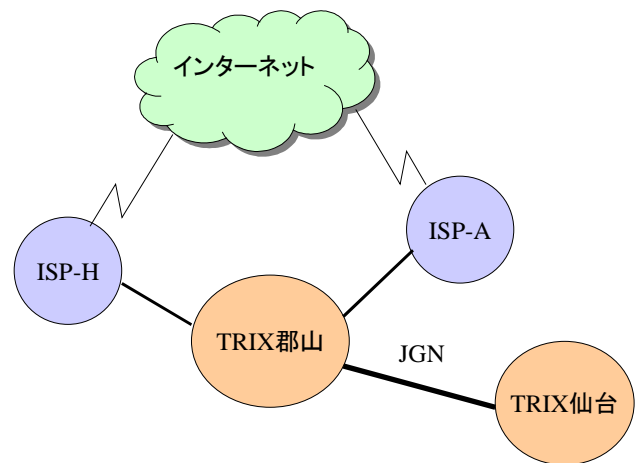


図 1 地域 IX 構成図

に向けることとなる。この方法は参加 ISP の上流からは透明であり、地域 IX の経路情報の混乱が、インターネット全体の経路情報の混乱に波及させない特徴を持っている。

2.2. IX 用サーバ設置

IX 用サーバをハイテクプラザ内に 3 台設置した。これらは、後述するメール配送バックアップ実験のために、1台は TRIX の他、商用インターネット(OCN)とのインタフェースを持ち、default 経路を OCN に向けている。これらのサーバに分散して以下のサーバ機能を持たせた。

- DNS サーバ機能(bind)
- メールサーバ機能(sendmail,smtfeed)
- ネットニュースサーバ機能(diablo)
- NTP サーバ機能
(xntpd, 古野電気 GPS 使用 stratum I)
- RealServer
- SNMP エージェント

2. 3. 電子メール配送

secondary MX および fallbackMX を設定することによりネットワークトラブル発生時のサービス低下を防いでいる。

まず secondary MX により、参加 ISP に何らかの事故が発生した場合、インターネットから代理でメールを受信し保管する。事故が上流回線の場合は直ちに、サーバの場合は回復後、メール転送を行う。

つぎに、fallbackMX を設定することで配送できない電子メールの削減を図った。これは、何らかのネットワークトラブルにより通常の配送経路ではメールが配送できない場合、fallbackMX の設定を行ったメールサーバへ配送を依頼することで配送経路を代えるものである。配送経路が代わることにより配送できないメールのいくつかは配送できるようになれば、IX の有効性を示すことにもなる。

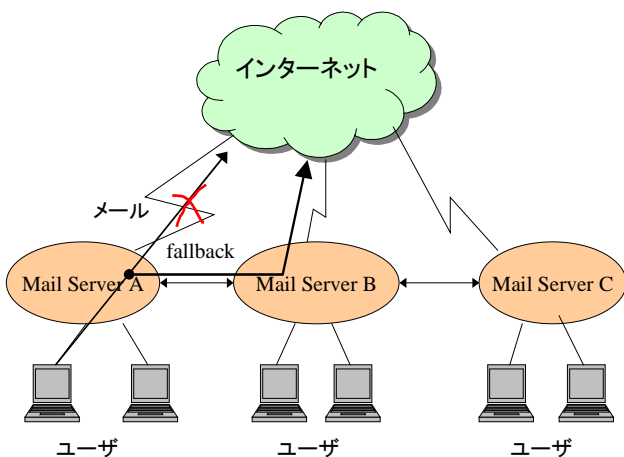


図 2 fallbackMX の設定

2. 4. ネットニュース配送

ネットニュースを TRIX 郡山で受け取り、実験に参加している地域 ISP に配送するシステムを構築している。

ネットニュースはそのデータ量(通信量)が非常に大きいため、各地域 ISP がそれぞれ独自にネットニュースのサービスを行うとデータの転送がひとつの経路に集中するためネットワーク負荷が増大し、他のサービスの低下につながる。しかし、本研究で示す様に、ネットニュースを一箇所で受け取り地域 IX の経路を用いて各 ISP に配送すれば、配送の間地域 IX の経路は負荷が増大するがもう一方の経路は影響を受けないのでその他のサービス提供に不都合は生じない。

2. 5. RealServer

福島県インターネットワーキング研究会で行われるセミナーをインターネット中継し、画像をリアルタイムで見ることのできるシステムを構築した。システムにはインターネット中継で定評のある Real Server、Real Encoder を用いた。

今後、インターネット上に動画系のマルチメディアコンテンツが続々と流れ始めるのは必至である。また、このようなコンテンツのデータ量は非常に大きいものであるため、インターネット中継を行った場合地域 ISP におけるサービス低下が懸念される。そこで、このシステムを用いた放送実験では TRIX 仙台あるいは TRIX 郡山に接続している ISP や ISP のユーザ、各都道府県の公設試において放送を受信してもらいその画質や音声の評価、WEB 閲覧などのサービスに対する影響を検証した。

2. 6. WWW Proxy server 設置

TRIX 郡山に接続している WWW Proxy server に対して sibling 設定を行い、キャッシュデータの融通性を図った。WWW Proxy server には世界的なシェアを誇り sibling、parent など柔軟な設定が可能である Squid を用いた。

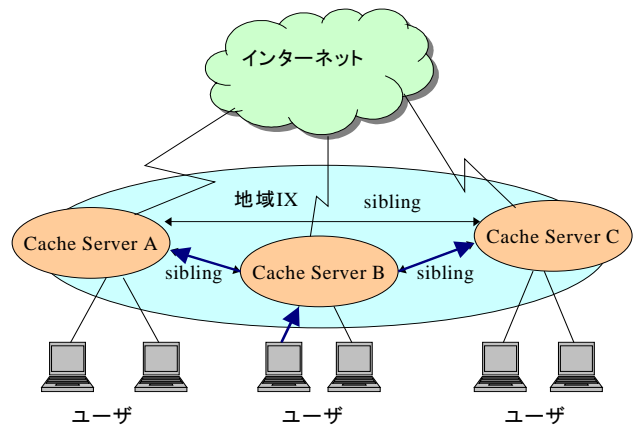


図 3 sibling の設定

通常、ユーザが WEB コンテンツを要求する場合 Proxy を使用する設定になっていれば WWW Proxy server のキャッシュデータを参照する。ここになれば直接取得する。しかし sibling 設定がなされていれば、直接取得せずに sibling 設定されている WWW Proxy server のキャッシュデータを参照する。こうすることによりコンテンツを取得する時間を短縮できネットワーク上の無駄なトラフィックも防ぐことができる。ただし、sibling 設定では sibling 設定したサーバにキャッシュデータがない場合直接取得しなくてはならない。

3. 課金モデルに向けての

実験データ採集と考察

3.1. 地域 IX 構築

構築した IX のトラフィックを計測するため、ルータおよび主要サーバの SNMP エージェント機能を用い、MRTG による計測システムを構築し計測を行った。特に Realserver 中継時のトラフィック変化、地域のトラフィック傾向についてデータ収集を行った。

当初 RIP により経路制御を行っていたが RIP は経路情報の交換に時間がかかるため本研究で用いている地域 IX 程度の規模でも経路収束までには数分以上かかる。これを PrivateAS を用いた BGP に変更し短縮を図った。

3.2. IX 用サーバ設置

DNS サーバ機能では、接続 ISP のゾーン情報のセカンダリを行っておりインターネット接続性が失われても、名前解決サービスが継続される。また、参加 ISP サーバで、ここを DNS サーバの一つとして指定することで、インターネット接続断時でも TRIX 接続組織の名前解決が行える。

NTP サーバ (Stratum I) を稼動しているため正確な時間を地域 IX 内で共有でき、ルータや各種サーバなどのネットワーク機器を正確な時間で運用できるようになった。これによりシステムのログを正確な時間で記録することができるため、不正アクセスの痕跡とシステムのログの付き合い合わせが容易になっている。

3.3. 電子メール配送

特に fallbackMX を設定したことで、何らかのネットワークトラブルにより配送できなかったメールのうち (アドレス間違いなどのエラーは除く) ほぼ 4 割をエラーなしで配送できた。これは IX の特

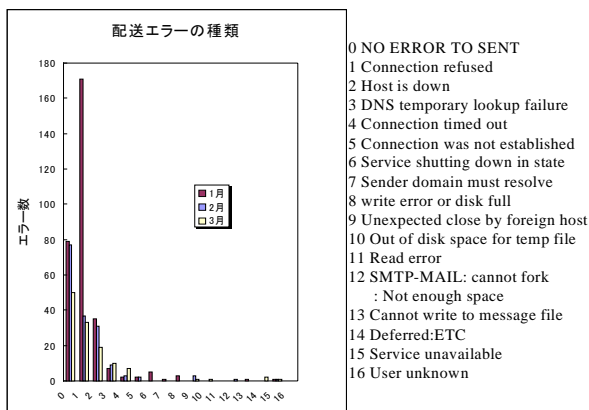


図 4 fallbackMX による最配送時エラー

徴である配送経路の変更による効果である。また、最終的に配送できたメールのうち 3 割が 5 分以内で配送されている。

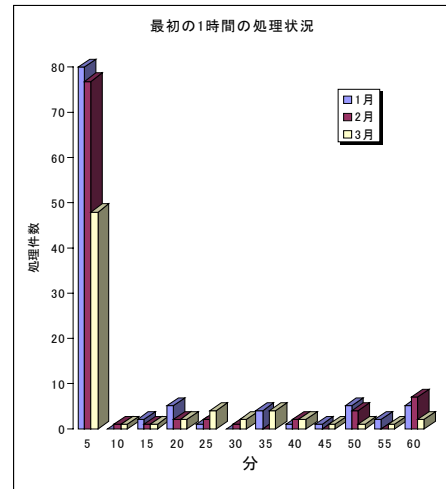


図 5 メール配送の処理時間

3.4. ネットニュース配送

TRIX 郡山に参加している ISP は 3 社ありそのうち 2 社が実際に接続実験を行っている。ネットニュースはハイテクプラザが上流サイトである会津大学から配送を受けているが、ここまでは 135M の専用線で配送されるためネットワーク負荷としては非常に小さいものである。また、ハイテクプラザから ISP までは 128k の専用線であるがネットニュース自体は ISP が独自に持っている専用線をまったく使わないで配送されるため、IX 側のネットワーク負荷が大きくなるもののユーザに対するサービス自体には影響がない。

3.5. RealServer

まず、セミナーの受信状態を受信者からのメールでの報告で見てみると、音声についてはどのユーザからもクリアであると報告されている。画像については”講師の顔がよく見える”、”プレゼンテーションの資料がよく見える”など IX 内での評価は高いものの、IX 外から中継を見ているユーザからは”画像が断片的になる”など評価は低かった。これはデータ配信を遠方まで行わなくてはならないため回線の混み具合に大きく左右されたためと思われる。

また、IX 内の各ユーザからのメールの報告は即時に届いているため、IX 内ではサービスの低下はあまりなかったと思われる。

3.6. WWW Proxy server 設置

sibling によるプロバイダとプロバイダ間あるいはプロバイダとハイテクプラザ間でのキャッシュデータのヒット率を見てみると 5% 以下の値になって

いる。TRIX 仙台内での実験によるとヒット率は数%あった。また、東北大学内部での実験では20~30%のヒット率があった。このことからTRIX 郡山ではあまり効果がないといえる。特にプロバイダ間ではキャッシュの傾向が似通っていたためヒットしなかったと考えられる。

parent の設定を行えばキャッシュデータがない場合 parent サーバがキャッシュを直接取得するため災害などの緊急時に効果が現れる。このため sibling のみの設定は行わず parent との組み合わせが有効である。また、キャッシュのヒット率を上げるには、セカンダリキャッシュサーバといった新たな手法を取り入れる必要がある。

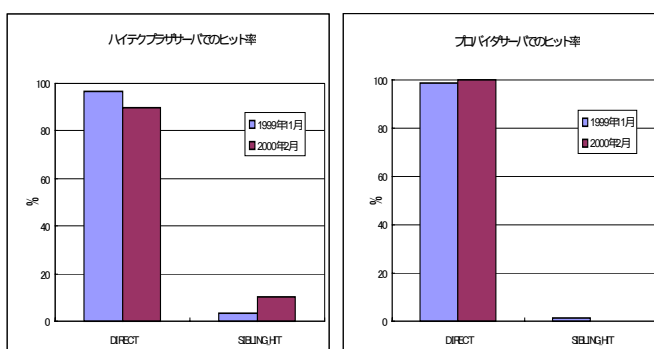


図 6 sibling におけるキャッシュのヒット率

4. 結言

各実験の結果から、地域 IX が地域 ISP に対して非常に有益であることがわかった。TRIX 郡山は現在のところ学術団体が参加する実験系のネットワークでの運用であるが、今後、商用 IX への移行も可能であることがわかった。大規模 ISP との競争にせり負けないために早期の商用 IX の立ち上げが望まれる。

この際、ISP 間での協調/連動運用をビジネスとして捕らえる必要がある。つまり、たとえばメールの fallback に対する課金モデルやニュース転送に対する課金モデルを導入しサービスに対する対価を支払うシステムを提案する必要がある。実際の課金モデルは商用 IX に参加する ISP の規模、ユーザ層、独自のサービスなどに違いがあるため協議/検討が必要になってくるが、まず課金モデルの基本となるプロトタイプを本研究の実験結果を踏まえて構築し、それをもとに実際の運用時に適用できる課金モデルを決定することが必要である。

参考文献

- 1) TRIX 研究会:1998 年度 東北地域内インターネット相互接続研究会 研究報告書
- 2) 菅野浩徳、曾根秀昭、加藤寧、樋地正浩、今野幸典、脇山俊一郎、根元義章：“Local-IX でのキャッシュサーバ連係によるトラフィックの傾向分析”，平成 11 年度電気関係学会東北支部連合大会講演論文集，pp.173, 1999
- 3) <http://www.matsusaka-u.ac.jp/~okumura/ix.html>: 地域 IX リンク集
- 4) <http://www.isc.org:bind>
- 5) <http://www.openusenet.org/diablo/:news>
- 6) <http://www.sendmail.org:sendmail>
- 7) <http://www.jp.real.com:RealServer>
- 8) <http://ucd-snmp.ucdavis.edu:SNMP> エージェント
- 9) <http://www.kyoto.wide.ad.jp/smtptfeed/:smtptfeed>
- 10) <http://www.furuno.co.jp:GPS>(古野電気)
- 11) <http://www.squid-cache.org:Squid>(WWW Proxy server)
- 12) <http://www.eecis.udel.edu/~ntp/:ntp>

微生物による未利用資源の高度利用化

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

応用技術部 安川 真・桑田 彰・池田信也

醗酵状態の異なる生ごみ処理槽において、醗酵の主体となる微生物群を調べた。コンポストサンプルから、16SrDNA-PCR法によりその中に存在する細菌類の割合と細菌の同定を行い、コンポスト中の微生物叢を特定した。安定に醗酵をしている処理槽の中には、生ごみ由来と思われる細菌群が観察され、醗酵不良を起こした処理槽には、数多くの *Bacillus* 属の細菌が存在していることがわかった。

Key words: コンポスト、微生物、16SrDNA

1. 緒言

現在、有機性廃棄物の減容化や再資源化の方法としてコンポスト化が注目されており、多くの生ごみ処理機が市販されている。しかし、微生物を用いた生分解型の処理機であるにもかかわらず、処理に深く関与すると考えられる微生物群についての情報が得られていないのが現状である。そこで、長期間安定して醗酵を行うために必要となる微生物群を同定し、醗酵条件の検討に役立てるとともに、良好・不良といった異なる醗酵状態の処理槽内でどのような細菌類がかかわっているのかを、16SrDNA-PCR法によって調べた結果、一応の知見を得たので報告する。

2. 実験方法

2.1. 試料の採取

試料は、魚・肉類を主とした調理残渣と水分調整用として同じ体積の初殻を、生ごみ処理機で醗酵させたものから採取した。その際、醗酵の良好なもの・醗酵不良なもの・醗酵不良なものが良好な状態に転ずる過渡期のものから採取し、採取後直ちに冷蔵保存し以後の実験を行った。

2.2. コンポストからの16SrDNAの調整

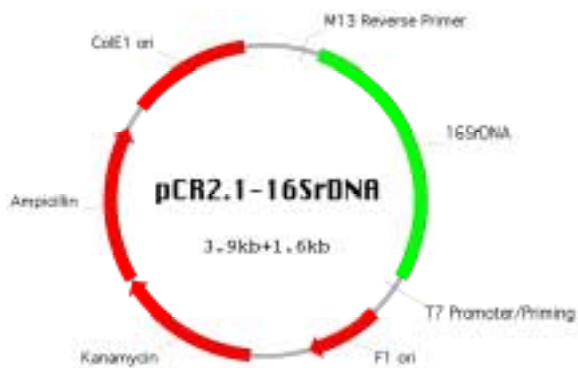


図1 pCR2.1へ組み込んだ16SrDNA

少量のコンポストを緩衝液中で懸濁し、その懸濁液からゲノムDNAの混合物を調整。それを鋳型としてPCR (Polymerase Chain Reaction)を行い、細菌類の16SrDNA混合物を得た。PCR産物をpCR2.1クローニングベクターへ組み込み(図1)、クローンを単離した。

2.3. クローニングサンプルのグループ化

pCR2.1クローニングベクターのLacZ領域内にPCRプライマーを設計し、単離したクローンの挿入部近辺のPCR産物を制限酵素Hae (GG|CC)またはMsp (C|CGG)で切断し、その断片のアガロースゲル電気泳動パターンから16SrDNAクローンのグループ化を行った。

2.4. 16SrDNAシーケンスによる細菌類の同定

クローニングされた16SrDNAの塩基配列をLIC-4200シーケンサ(ALOKA)によって決定し、MicroSeq 16SrDNA Database(PE Applid Biosystems)から細菌の同定を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1. 良好に醗酵している試料中に存在する細菌群

16SrDNAのHae またはMsp 断片の電気泳動パターンが異なるものについて塩基配列を決定し、データベース検索により細菌の同定を行った。醗酵が良好な状態にある試料から得た細菌群の電気泳動結果を図2に示す。この図からもわかるように、良好に醗酵している試料には、*Carnobacterium*属・*Alcaligenes*属など種々の菌群が存在し、これらの細菌類は食肉・魚類からの単離が認められている^{1)・2)}ものであり、処理槽に投入した生ごみが魚・肉類の調理残渣であったことから、これらの細菌が生ごみ由来のものであるのではないかと考えられる。

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12

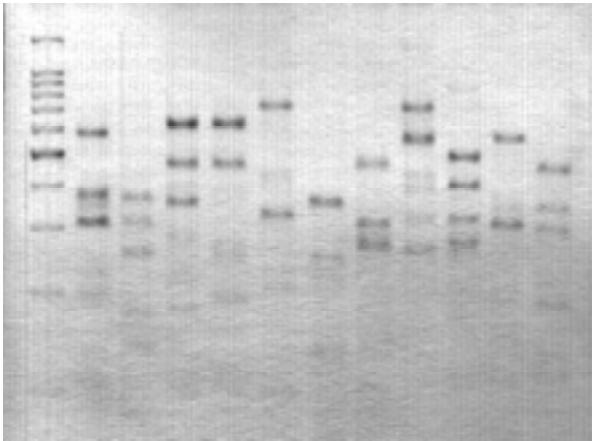


図2 良好に醗酵している試料中に存在する細菌の16SrDNA /Hae アガロースゲル電気泳動パターン

レーン1: 100base ladder 分子量マーカー レーン2~12: 16SrDNAシーケンスのデータベース検索結果より、
 2:*Carnobacterium divergens*,
 3:*Alcaligenes faecalis faecalis*,4:*Bacillus fusiformis*,
 5:*Brevibacillus borstelensis*,6:*Eubacterium dolichum*,
 7:*Alcaligenes faecalis faecalis*,8:*Micrococcus luteus*,
 9:*Paenibacillus glucanolyticus*,
 10:*Paenibacillus thiaminolyticus*,11:*Kocuria kristinae*,
 12:*Eubacterium dolichum*

また、グループ分けしたクローンの数より、それぞれの細菌の属ごとの割合を図3に示した。嫌気性の桿菌である*Carnobacterium*属が26.7%と全体の約1/4を占め、次いで好気性の短桿菌である*Alcaligenes*属が19.7%を占めている。このことからわかるように、試料中には嫌気性菌と好気性菌が存在し、この生ごみ処理機では、嫌気性菌による嫌気醗酵と、好気性菌による好気醗酵双方の相が混在することで良好な醗酵が営まれているのではないかと考えられた。

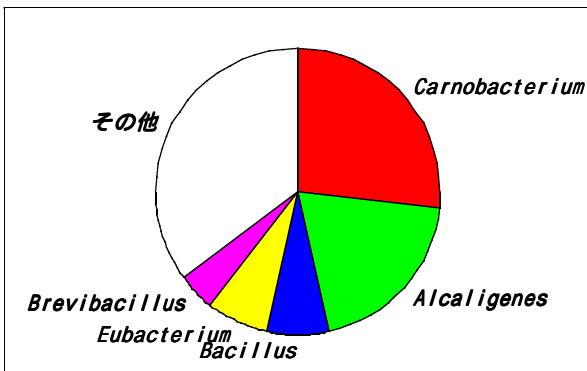


図3 良好に醗酵している試料に存在する細菌類の割合

3.2. 醗酵不良を起こした試料中の細菌群

3.1.と同様に、醗酵不良を起こした試料についても、16SrDNAのHae またはMsp 断片の電気泳動パターンが異なるものについて塩基配列を決定し、データベー

ス検索により細菌の同定を行った。(図4)

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12

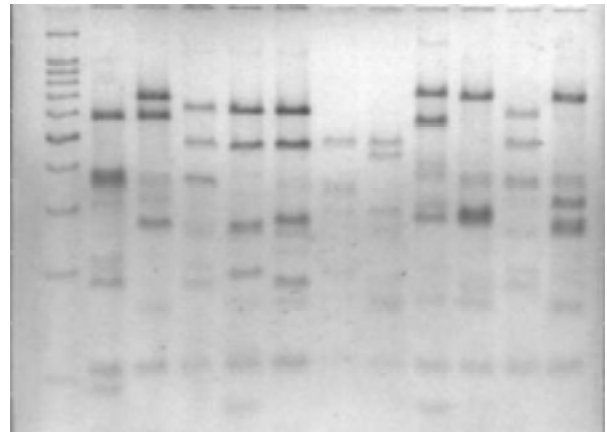


図4 醗酵不良を起こした試料中に存在する細菌の16SrDNA /Hae アガロースゲル電気泳動パターン

レーン1: 100base ladder 分子量マーカー レーン2~12: 16SrDNAシーケンスのデータベース検索結果より、
 2:*Bacillus badius*,3:*Bacillus globisporus*,
 4:*Bacillus fusiformis*,5:*Bacillus fusiformis*,
 6:*Bacillus fusiformis*,7:*Bacillus fusiformis*,
 8:*Bacillus pseudofirmus*,9:*Paenibacillus lautus*,
 10:*Bacillus globisporus*,11:*Bacillus benzoevorans*,
 12:*Bacillus globisporus*

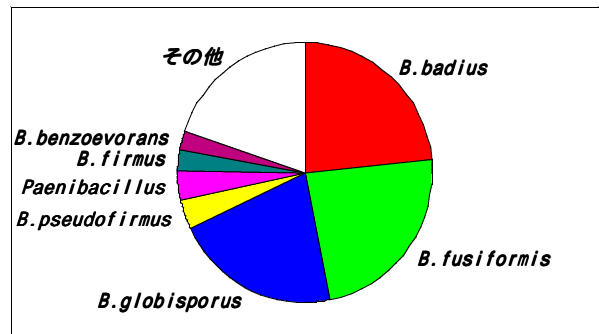


図5 醗酵不良を起こした試料に存在する細菌類の割合

図4の結果より、醗酵不良を起こした試料からは、多くの*Bacillus*属の細菌が観察され、それらの割合を求めると図5のようになった。

すなわち、醗酵不良を起こした試料中では、生育速度の速い*Bacillus*属が大半を占めており、中でも*B. badius*,*B. fusiformis*,*B. globisporus*の3種類が約20%ずつ存在していた。このように、生ごみ投入時の初期段階に醗酵不良を起こした処理槽内では、数多くの*Bacillus*属の細菌が存在しており、3.1.の結果で種々の細菌類によって安定な醗酵がすすめられていたのと比較すると、菌種が偏ってしまったために順調な醗酵が行われなかったのではないかと考えられる。

3.3. 醗酵不良を起こした状態から良好な醗酵状態に至るまでの経過

醗酵不良を起こしたものが、良好な醗酵状態に戻りつつある過渡期の段階のものをサンプリングし、16SrDNA-PCR法によってその中に存在する微生物群を調べた結果を、表1に示した。

表1 醗酵状態が良好に転ずる過渡期に存在する細菌類

Deinococcus radiophilus
Alcaligenes faecalis faecalis
Deinococcus proteolyticus
Cardiobacterium hominis
Clostridium purinolyticum
Clostridium hastiforme

表1に示される細菌類は、おもに食肉・魚類から単離が認められるもの^{1)・2)}であり、好気性球菌の*Deinococcus*属や、好気性短桿菌の*Alcaligenes*属・嫌気性桿菌の*Cardiobacterium*属・*Clostridium*属が存在していることがわかった。

また、水分調整用に添加した籾殻に付着している細菌が、醗酵に何らかの影響を与えているのではないかと考え、同様に調べたところ表2の結果を得た。

籾殻に付着していた細菌類は、おもに植物から単離が認められるものや、自然界に広く分布しているもの^{1)・2)}であった。これらの細菌類には、醗酵物中に観察された菌群に該当するものがなかったことから、籾殻に付着していた細菌類は生ごみ処理機内での醗酵に大きく関与してはいなかったと考えられる。

表2 籾殻に付着していた細菌類

Agrobacterium radiobacter
Methylobacterium fujisawaense
Pseudomonas(Burkh) phenazinium
Caulobacter henricii
Streptomyces rimosus rimosus
Bordetella bronchiseptica
Sphingomonas chlorophenolica
Acidovorax temperans
Brevundimonas diminuta
Chelatobacter heintzii

4. 結言

コンポスト中の細菌叢を特定するため、16SrDNA-PCR法により醗酵状態の異なる試料中に存在する細菌群について調べたところ、良好に醗酵している処理槽からは、生ごみ由来と思われる細菌類が観察された。しかし、それらは嫌気性菌など、生育速度の遅いものが醗酵の中心になっていたため、生ごみ投入時の醗酵初期段階で、*Bacillus*属などの増殖速度の速い細菌群に菌叢が偏ってしまい醗酵不良を起こしたものと考えられる。また、水分調整用として混入された籾殻に付着していた細菌類には、醗酵に大きく関与しているものはなかった。

今後、生ごみ処理機の醗酵方式や、pH・温度・生ごみの種類を変化させたときなど、種々の醗酵条件における微生物叢を調べ、長期安定醗酵の実現やトラブル発生時の対応に役立てていきたいと考えている。

参考文献

- 1) John G. Holt...et.al.: Brgey's Manual of Determinative Bacteriology 9th ed. , Williams & Wilkins
- 2) 山里一英ら：微生物の分離法 , R&Dプランニング

SS 構内無線の FA 利用技術に関する研究

— Research of SS wireless LAN FA system —

応用技術部 尾形直秀 高樋 昌 平山和弘 本田修啓

SS 無線は、拡散符号を利用して CDMA による多チャンネル接続が可能であるが、同一周波数帯を共用するために、他局からの干渉が他の多重接続方式に比べて大きいという性質がある。本研究では、会津大学コンピュータ理工学部林助教授の考案した相互相関が低い拡散符号系列を組み込んだ SS 無線機を実装評価し、安価に他局間干渉の少ない CDMA 無線通信機を実現する手法を県内企業へ提供したい。

key word : スペクトル拡散、構内無線、CDMA、拡散符号

1. 緒言

SS 無線は、拡散符号を使用して CDMA が可能であり、同じ周波数帯域を使って、同一時間内に多チャンネルで通信を行えるという特徴を持っている。これにより、限られた周波数帯をより有効に使用することができる。

しかし、CDMA では同一周波数帯を複数のチャンネルで共有するために、近傍の他局からの電波は大きな干渉波となり、遠方からの希望する信号が正しく受信されないという遠近問題と呼ばれる現象が発生する。

このため、実用されているものは、ダイバシティ等の設備や電波の出力制御により他局間干渉を低減し、チャンネル数の増加を図っている。相互相関値が低い符号系列を使えば、これらの設備や機能を要せず他局間干渉が低減できるが、現存の符号系列ではチャンネル数を多く得ることができない。

そこで、本研究は会津大学の林先生が考案された相互相関値が小さく、多チャンネルを得ることのできる拡散符号系列の実装評価を行い、県内企業が安価に無線システムを製作するための技術要素として提供する。

2. 研究体制

会津大学の林先生が、拡散コード系列の考案を行い、ハイテクプラザでは無線機を開発し実装評価を行うという役割分担とした。研究体制を図1に示す。研究期間は平成 11 年度～平成 12 年度までの 2 年間である。

平成 11 年度は実験システムを構築するための調査、および設計とハードウェア、ソフトウェア開発環境の整備を行った。

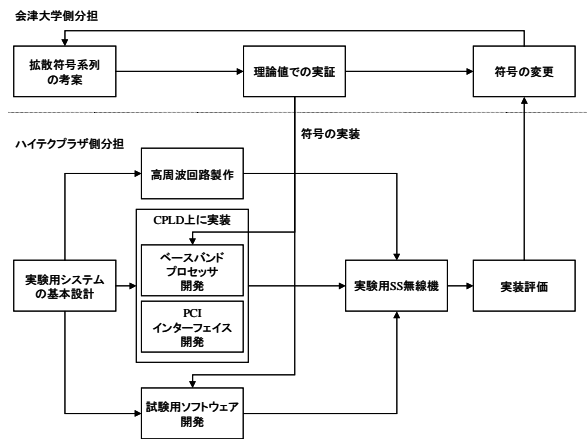


図 1 研究体制

平成 12 年度はこれに続き、実験システムの構築と、他局間干渉に関する測定評価を行う予定である。

3. 実験用無線機的设计

3.1 全体仕様

実験用無線機の最終的な仕様は以下の方針により決定することにした。

- 工場内で実用になる性能を有すること
- 使用者が無線免許の取得がいない特定小電力の規格内であること
- 将来的に国内で認可の見通しのある 2.4GHz 帯の 83MHz バンド幅を使用する(本稿作成時には認可済)
- 新しい拡散符号の優位性を示すために、市販品で実現されていない性能を持つこと

これにより、下記の仕様を決定した。

- チャンネル数 4
- 通信距離 半径 100m
- データ転送レート 10MBPS
- 特定小電力
 - 中心周波数 2.45GHz
 - 出力 10mW
 - バンド幅 83MHz
- DS方式
- 通信距離 QPSK変調

拡散方式は、外部への影響が少ないといわれる DS方式とした。デジタル変調は、データ転送レートの確保と、受信時の安定性の両立と、LSI の入手しやすさから QPSK とした。

通信半径は工場内での使用から考え 100m、データ転送レートは 10BASE-T のイーサネットと合わせて 10MBPS とし、チャンネル数4とした。

既存の拡散符号系列では相互相関値が十分に低く採れないため、他局間干渉が発生し、チャンネル数、通信半径、データ転送レートの通信性能のいずれかが犠牲となるので、これらの通信性能を同時に持ったものは、まだ実現されていない。

3. 2各部の設計

実験用無線機のハードウェアは、ホストコンピュータ、PCI カード、高周波回路ブロックの3部分で構成する。ブロック図を図2に示す。

3. 2. 1 ホストコンピュータ

ホストコンピュータとして、PC-AT 互換産業用ボード

コンピュータを使用することとした。これは、前年度までの研究における動作環境プラットフォームである「FA 用ネットワークコンピュータ」の技術資産を継承して利用できるためである。

OS には組み込みシステムでの応用を想定しリアルタイム OS を使用することにした。PC-AT 互換機のプロテクトモードで動作する μ ITRON3.0 仕様のリアルタイム OS であること、また、アプリケーション開発効率が高く、ネットワークアプリケーションの開発に対応しやすい Java を使用できることからパーソナルメディア社の JTRON 仕様 OS である J-right/V を使用することにした。

3. 2. 2 PCI カード

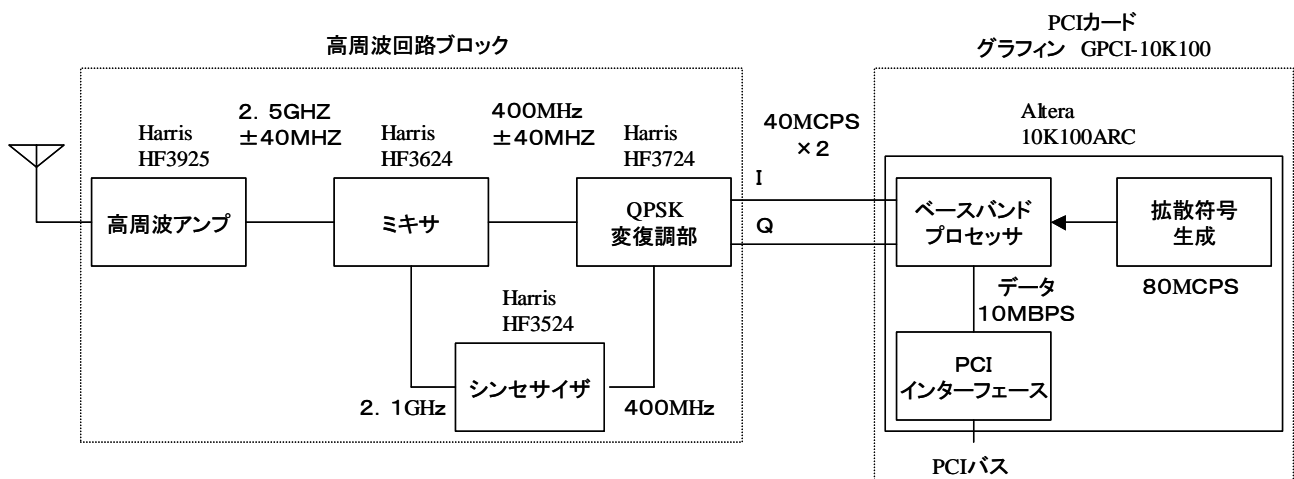
拡散符号や符号のチップ長、チップ速度を変更しながら実験するために、信号の拡散、逆拡散を行うベースバンドプロセッサは、自前で開発する必要がある。また、ホストコンピュータとのインターフェースも用意する必要があるために、この両者を同時に構築できる CPLD、または FPGA を搭載した PC-AT 互換機用の拡張カードを使用することにした。

所内に開発環境が整備されており、関連資料が豊富であることから、Altera 社の FLEX 10K100 シリーズを搭載したグラフィン社製のカードを使うことにした。

開発言語には、他の高速なチップが必要になる可能性を考慮して、標準化の進んだ VHDL を選んだ。

3. 2. 3 高周波回路ブロック

高周波回路は製作、変更が容易であることから Harris 社の 2.4GHz 帯、DS 方式の SS 無線 LAN 用 LSI



の評価ボードを組み合わせて構成することにした。

4. 開発環境の整備

実験システムを構築するために必要なハードウェア開発環境と、ソフトウェア開発環境の整備と開発手法の修得を行った。

4.1 ハードウェア開発環境

PCI カード上に、ベースバンドプロセッサ、PCI インターフェース回路を開発するために以下の準備を行った。

- VHDL 言語の学習
- MAX2PLUS を使用したサンプルファイルのコンパイルと論理合成

4.2 ソフトウェア開発環境

実験で無線送受信を行うためのホストコンピュータ用アプリケーションを開発するための準備として以下の項目を行った。ITRON と Java に関しては、以前より研究で手がけてきているものであり、今回は、J-right/V 独自の開発環境の修得と PCI に関連するアプリケーション開発が主となった。

- J-right/V のインストールと動作するまでのハードウェア調整
- Plug and Play BIOS より PCI カードへ割り当てられた資源を読み出すアプリケーションの開発
- Linux マシンへの ITRON 開発環境インストールと ITRON サンプルプログラムの作成

5. 結言

今年度は実験のための準備段階として調査や環境整備が主となり、実験システムの作成、測定評価に関しては次年度へ譲ることとなった。この間にも IEEE802.11 の策定とそれに伴う、国内の周波数割り当ての変更、廉価な無線 LAN システムの発売と半年間でのめまぐるしい動きがあり、早急に結果を残す必要性が感じられた。

参考文献

- (1) 林隆史: Synthesis of Low Peak-to-Peak Waveforms with Flat Spectra, IEICE TRANS FUNDAMENTALS, VOL.E81-A, NO.9 SEPTEMBER 1998
- (2) 山内雪路: スペクトラム拡散通信、東京電機大学出版局(1994)
- (3) 中川正雄、他: スペクトラム拡散通信技術の基礎と応用、トリケップス(1997)
- (4) ISO/IEC 8802-11 Wireless LAN Medium Access Control (MAC) and Physical Layer (PHY) specifications (1999/12/15)
- (5) IEEE Std. 802.11b-1999 Wireless LAN Medium Access Control (MAC) and Physical Layer (PHY) specifications, Higher-speed Physical Layer Extension in the 2.4 GHz Band
- (6) JTRON ホームページ(日本語版): <http://tron.is.s.u-tokyo.ac.jp/TRON/JTRON/home-j.html>
- (7) Jayaram Bhasker: VHDL 言語入門、CQ 出版(1995)
- (8) 来須川智久: 基礎からわかる PCI デバイス設計入門、インターフェース 1999 年 3 月号、CQ 出版

環境を考慮しためっき技術の開発

- グルコン酸浴からのスズ - ビスマス合金めっき -

Investigation of Plating Technology consideration to environments

-Electrodeposits of Tin-Bismuth Alloys for Gluconic acid-

材料技術部

大堀俊一 大河原薫

いわき技術支援センター 安齋 実 中山誠一

鉛フリーはんだめっきの候補のひとつであるスズ - ビスマス合金めっきについて、グルコン酸浴からの電析の可能性について検討したところ、ビスマスを数%含んだ合金めっき皮膜が得られることがわかった。

Key words: 鉛フリー - はんだめっき、Sn - Bi合金めっき、グルコン酸浴

1. 緒言

電子部品の接合に用いられているはんだには、鉛が含まれている。しかし、鉛の人体への有害性や廃棄された使用済み電子機器製品からの鉛の溶出による地下水汚染など環境への影響が問題視されてきて、鉛フリーのはんだ接合やそれに対応するめっきが要望されてきた。

そこで、鉛フリーはんだめっき候補のひとつであるスズ - ビスマス合金めっきについて、ハルセルテストによりめっき皮膜の外観に及ぼす添加剤の影響や分極曲線について検討した結果を報告する。

2. 実験方法

2.1. 基本めっき条件および析出皮膜の組成分析

グルコン酸浴を用いた場合の浴組成およびハルセル条件を表1に示す。

表1 浴組成およびハルセル条件

SnSO ₄	0.1M	Bi ₂ (SO ₄) ₃	0.005M
グルコン酸Na	0.6M	EDTA-4Na	0.01M
PEG#6000	1g/L	トリトンX	1g/L
ホルマリン	1mL/L		
総電流	0.5A	電解時間	10分
浴温	25	pH	4.3
陽極	スズ板(Pt/Ti)	陰極	銅板
攪拌	スタ-ラ-		

トリトンX: ポリオキシエチレン(10)オクテylフェニルエーテル

析出皮膜の組成は蛍光X線法により測定した。また、めっき皮膜の表面形態は走査型電子顕微鏡(SEM)によって観察した。

2.2. カソード分極曲線の測定

参照電極に飽和甘コウ電極、陽極にスズ板(ビスマスは白金めっきチタン板)、陰極に1×1cmの銅板を使用し、ポテンショスタットを用い、電位走査法(1mV/s)により測定した。

3. 結果および考察

3.1. ハルセル試験

図1に無添加浴よりのハルセルテストによるめっき皮膜のビスマス含有量分布を示す。図中には、ハルセル板上の高電流密度側から2, 5, 8cmの一次電流密度分布を示した。

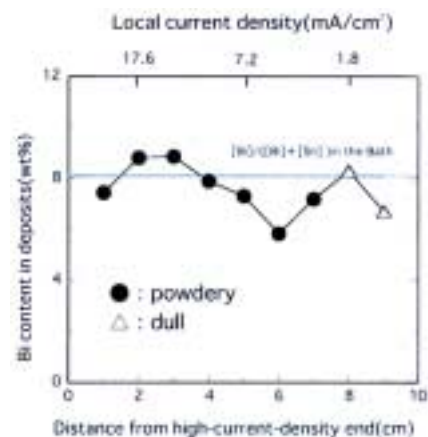


図1 ハルセルテストによるめっき被膜のBi含有量分布(無添加浴)

無添加浴では低電流密度側2cm領域を除き皮膜は粉末状になった。また、めっき皮膜のビスマス含有量は、広い電流密度範囲で浴中の金属濃度比

にほぼ等しかった。図2にPEG添加浴、図3にPEGとトリトンXとホルマリンを添加した浴からのめっき皮膜のビスマス含有量分布を示す。

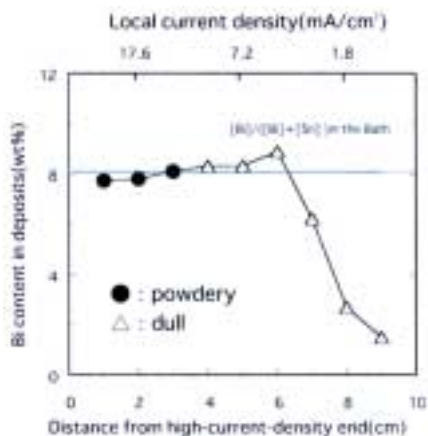


図2 ハルセルテストによるめっき被膜のBi含有量分布(PEG添加浴)

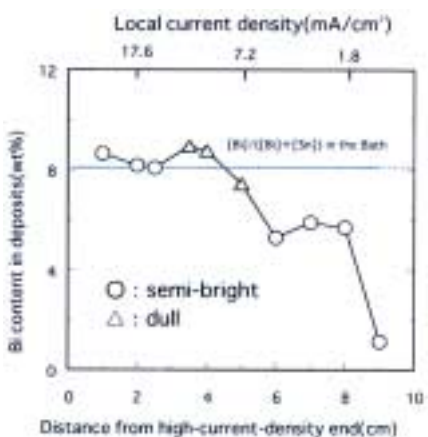


図3 ハルセルテストによるめっき被膜のBi含有量分布(3種類添加浴)

PEG添加により粉末析出領域が狭まり、低電流密度側6cmの領域で無光沢の皮膜が得られた。さらにトリトンXの添加で無光沢の領域が半光沢に変化した。ホルマリンの添加によって高電流密度側の粉末状析出が抑制され、カソード全面に無光沢または半光沢の皮膜が得られた。ビスマスはスズに比べて貴なため低電流密度でビスマスリッチな皮膜になることが予想されたが、図3に示すようにビスマス含有量は低電流密度側で減少した。

次に、ハルセルカソード中央部(高電流密度側より5cmのところ)のめっき皮膜表面のSEM写真を図4に示す。



無添加
(powdery)



PEG添加
(dull)



PEG
+
トリトン添加
(semi-bright)

図4 ハルセルカソード中央部のめっき被膜SEM写真

無添加浴ではデンドライトの電析形態を示した。PEG添加により粒状の突起な電析物が観察された。PEGとトリトンXの添加により皮膜が半光沢で緻密になった。図5に3種類の添加剤入りのSEM写真を示す。



5 cm
(7.2mA/cm²)
(dull)



3 cm
(13.0mA/cm²)
(semi-bright)

図5 3種類の添加剤が入っためっき被膜SEM写真

これより、半光沢皮膜では平滑な電析物が得られた。

3.2. カソード分極曲線

図6に単独浴と錯化剤入りの電流電位曲線を示す。

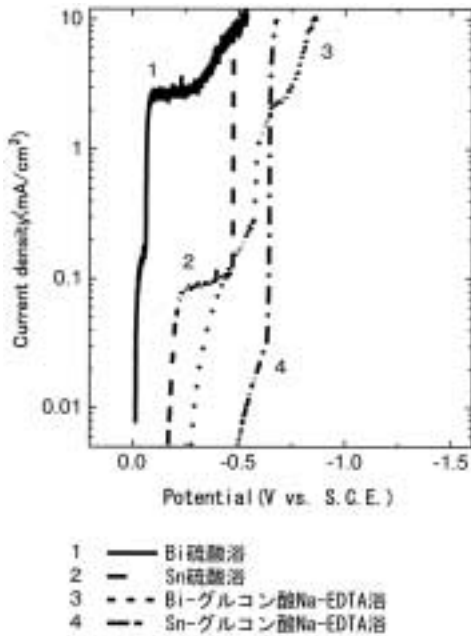


図6 電流電位曲線
(単独浴と錯化剤入り)

無添加酸性浴では、ビスマスは - 60mV付近より析出が始まる。また、スズは - 470mV付近より析出が始まり約400mVの析出電位差があるため、スズ - ビスマスの混合だけでは合金析出は起らない。しかし、この浴に表1に示した錯化剤の入ったグルコン酸 - EDTA浴ではスズ、ビスマスとも卑な電位へ移行し、析出電位がほぼ等しくなり合金析出が可能となった。

次に、スズの電析に及ぼす添加剤の影響を調べた電流電位曲線を図7に示す。これより、スズは添加剤によって電析が大きく抑制されることがわかった。

図8にビスマスの電析に及ぼす添加剤の影響を示す。これより、添加剤はビスマスの電析に影響しないことがわかった。しかし、スズと共析する場合、スズの電析が抑制されるに伴いビスマスの電析も抑制された。これは、添加剤がスズ表面に吸着するためと考えられる。その結果、めっき皮膜中のビスマス含有率が小さかったと思われる。また、3種類の添加剤を浴中に共存させることに

より、合金の析出電位はさらに卑な電位へ移行し電流の立ち上がりが緩やかであった。めっき皮膜形態が改善され、粉末にならずに半光沢皮膜が得られたことと関連していると考えられる。

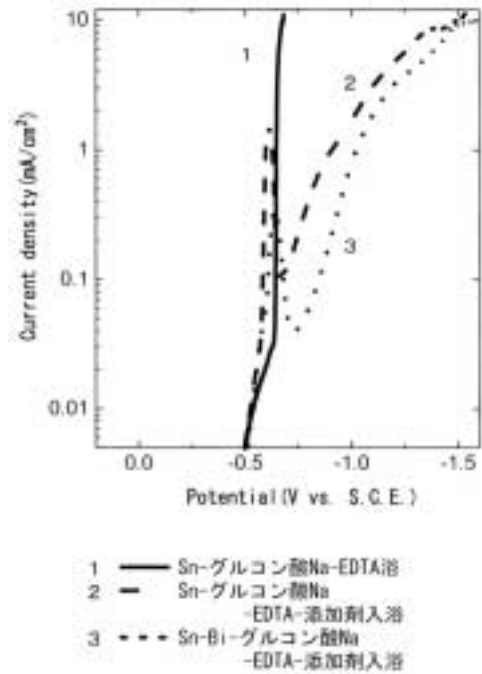


図7 電流電位曲線
(スズの電析に及ぼす添加剤の影響)

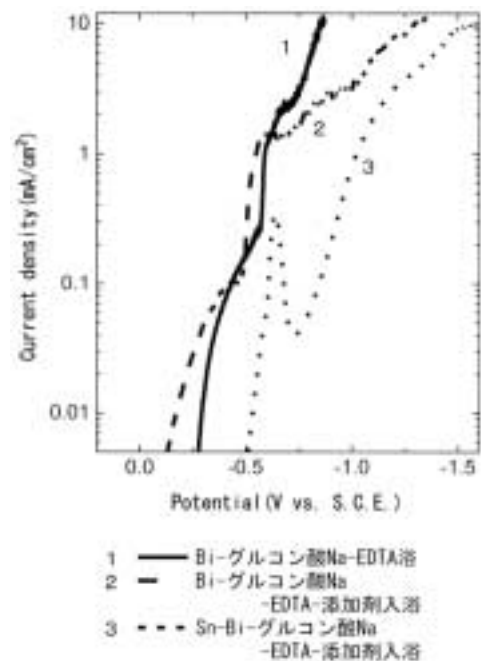


図8 電流電位曲線
(スズの電析に及ぼす添加剤の影響)

4．結言

以上のことから次のことがわかった。

- (1) グルコン酸 EDTA 浴に、3 種類の添加剤を入れるとカソード全面が無光沢または半光沢の皮膜が得られた。
- (2) 低電流密度でビスマスの析出比率が減少する傾向にあったが、ほぼ浴組成に近い電着物組成が得られた。
- (3) 錯化剤の添加により、ビスマスの析出が抑制され、スズの析出電位とほぼ同じ電位になり、合金が可能となった。さらに、添加剤を加えるとスズの電析が抑制され電流の立ち上がりが緩やかであった。

5．謝辞

本研究を遂行するにあたり、ご意見、ご指導いただいた大阪市立工業研究所の藤原裕研究主任、榎本英彦課長に深く感謝いたします。

カソードルミネッセンスの高度利用に関する研究

蛍光管の高輝度化の検討

Utilization of Cathodo luminescence Method

- Study of high luminous Fluorescent Lamp -

材料技術部 高瀬つぎ子 伊藤嘉亮
いわき技術支援センター 斎藤 宏

カソードルミネッセンス（CL）法は、半導体などに含まれる微量な不純物が、どのような状態で存在するかを評価するために非常に有効な分析手法である。今回、CL法とEPMAの複合化技術を蛍光体の分析、評価方法に応用することにより、白色蛍光体では、赤、緑、青の蛍光体が数10 μ mの微粒子を形成し（赤： Y_2O_3 緑： $LaPO_4$ 青： $(SrBaCa)_5(PO_4)_3$ ）それぞれの微粒子からの発光の合成として、白色蛍光が発生していることが解った。また、蛍光体微粒子の形状および分散形態の不均一性が、蛍光管の色度ずれに大きな影響を与えていることが明らかになった。

Key words：蛍光材料、カソードルミネッセンス、発光スペクトル

1. 緒言

近年、電子部品の小型、薄型、集積化が急速に進む中で、<剥離>、<汚れ>、<特性の劣化>といった電子部品の故障を正確に解析するため、製品評価分野での微小領域・微量物質の表面分析手法を確立することが、重要な課題になってきている。

当所では、平成8年より、製品評価分野での迅速な微小領域・微量物質の分析方法として、半導体中に含まれる極微量の不純物の状態分析手法として発展してきたカソードルミネッセンス（CL）法と微小領域の有力な組成分析手法であるEPMAを複合化して微小領域・微量物質の分析を行うことを検討してきた。

本研究では、現在、県内蛍光管メーカーの中で問題になっている<蛍光管の色度ずれ>という現象に注目し、EPMA & CL複合分析手法を用いて、この色度ずれの原因を解明することを目的として研究を行った。

色度ずれは、1本の蛍光管が均一に同じ色に発光せず、発光色に場所むらが起こる現象で、液晶ディスプレイの小型・薄型化に伴うバックライト用蛍光管の小型、細管化の進展の中で、解決すべき重要な課題になっている。従来大型蛍光管の場合には、色度計による発光色の測定とマクロな場所依存性の測定等の方法で、色度ずれの評価を行ってきたが、これらの方法では、色度ずれの原因を明らかにすることはできなかった。

そこで、本研究では、EPMA & CL複合分析を用いて、白色蛍光体粒子の形状や凝集状態と白色蛍光体からの発光との関係を明らかにすることにより、<色度ずれ>の原因を解明するための研究を行った。<色度ずれ>を解消することにより、蛍光管全体の目的波長での発光が均一し、蛍光管の高輝度が可能であると考えられる。

2. 実験

2.1 試料

蛍光体原料としては、日亜化学（株）製の赤色蛍光

体（ $Y_2O_3:Eu$ ）緑色蛍光体（ $LaPO_4:Ce, Tb$ ）、青色蛍光体（ $(SrCaBa)_5(PO_4)_3Cl:Eu$ ）を用いた。

これらの蛍光体をバインダー（ニトロセルロース/酢酸ブチル溶液）およびスラリー（日亜化学製：NASラリー）と混合した後、ガラス板に塗布し、400で1時間加熱乾燥（大気中）することにより、測定用蛍光体試料を作製した。

白色蛍光体試料としては、白色蛍光管（通常品および色ずれ品）を切断したものをを用いた。

2.2 CLの測定

EPMA & CL複合装置（島津製作所：EPMA 1500）の構成を図1に示す。この装置は、電子線ビームを試料に照射することにより、試料から放出されるX線を用いて試料の組成分析をおこなうX線検出部（波長分散型）試料からの可視部の発光（CL）を分光分析するためのCL検出部、試料からの反射電子を検出し、試料形状を観察するための反射電子検出部の3つの部分によって構成されている。

本装置では、CLの検出系に反射対物レンズを用いることにより、CL分析部とX線分析部とが互いに干

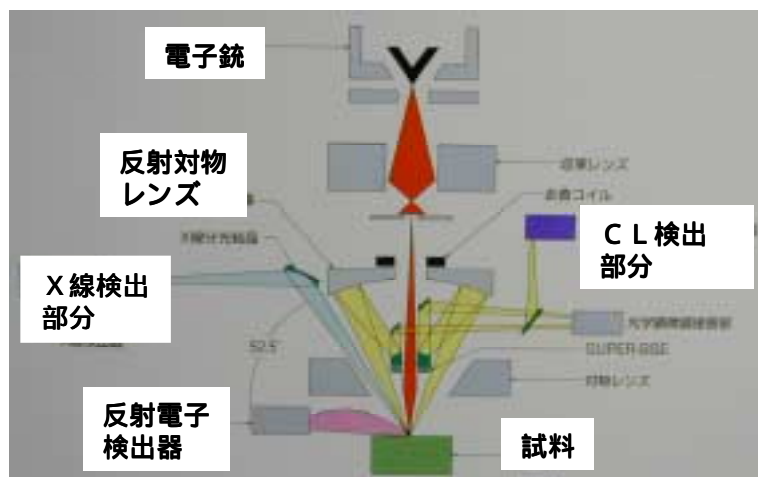


図1 EPMA & CL複合装置の構成

涉しない装置構成をとることが可能になった。このような装置構成がとることにより、E P M Aによる組成分析とC Lによる発光分析の同時測定が実現した。

また、本装置では、試料ステージをX Y方向に走査することにより、試料の組成およびC L強度の面内分布を同時に測定することができる

測定用蛍光用試料は、E P M A用試料台に固定後、白金スパッターを行うことで、導電性を確保した。また、E P M AおよびC Lの測定は加速電圧15 k V、ビーム径1または30 μ mで行った。

3. 結果および考察

3.1 PLスペクトルとCLスペクトルの比較

通常の白色蛍光管では、<放電励起 水銀蒸気の発光 蛍光体による水銀発光の吸収 蛍光体からの発光>というプロセスで発光(PL)が発生する。一方、CLの場合には、<電子線励起 蛍光体が発光>というプロセスで発光(CL)が発生する。一般に、発光プロセスの違いがある場合、発光の始状態(電子励起状態)が異なる可能性があると考えられているため、CLを用いて白色蛍光管の評価を行うためには、CLスペクトルがPLスペクトルと一致していることを確認することが必要である。

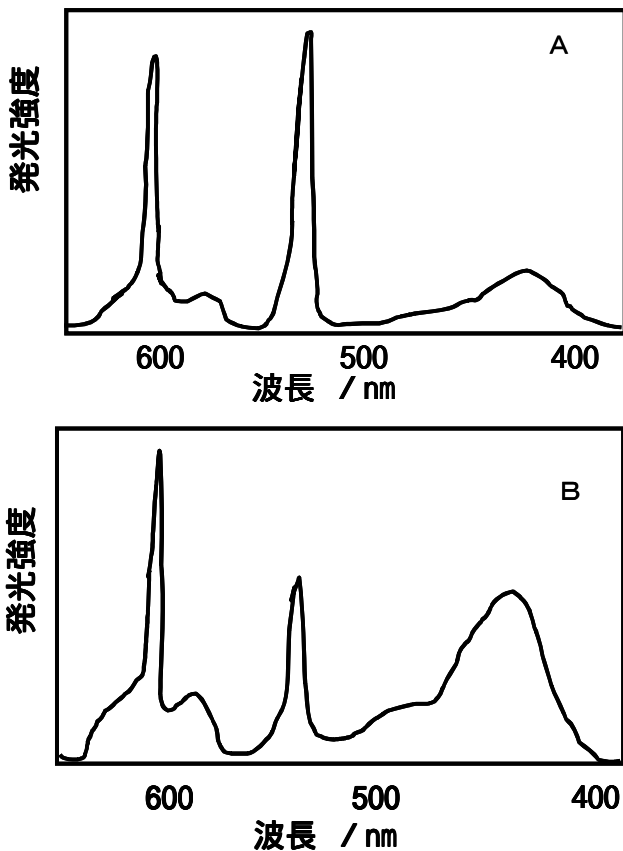


図2 白色蛍光体のPLスペクトルとCLスペクトル
A) PLスペクトル B) CLスペクトル

図2に白色蛍光体のPLスペクトルとCLスペクトル(励起電子線:ビーム径30 μ m、)を示す。両スペクトルともに、450nm、540nm、610nm に発光ピークが存在している。PLスペクトルとCLスペクトルでは、3つの発光ピークの相対強度に違いが見られるが、各発光ピークのピーク波長は一致している。

PLとCLとの発光波長が一致しているという事実は、PLおよびCL発光が蛍光体の同じ電子励起状態からの発光であることを示唆しており、蛍光体のPLとCLは、基本的に同一の発光現象と考えることができる

3.2 蛍光体の組成とCLスペクトル

一般に、白色蛍光体は、原料となる3色の蛍光体

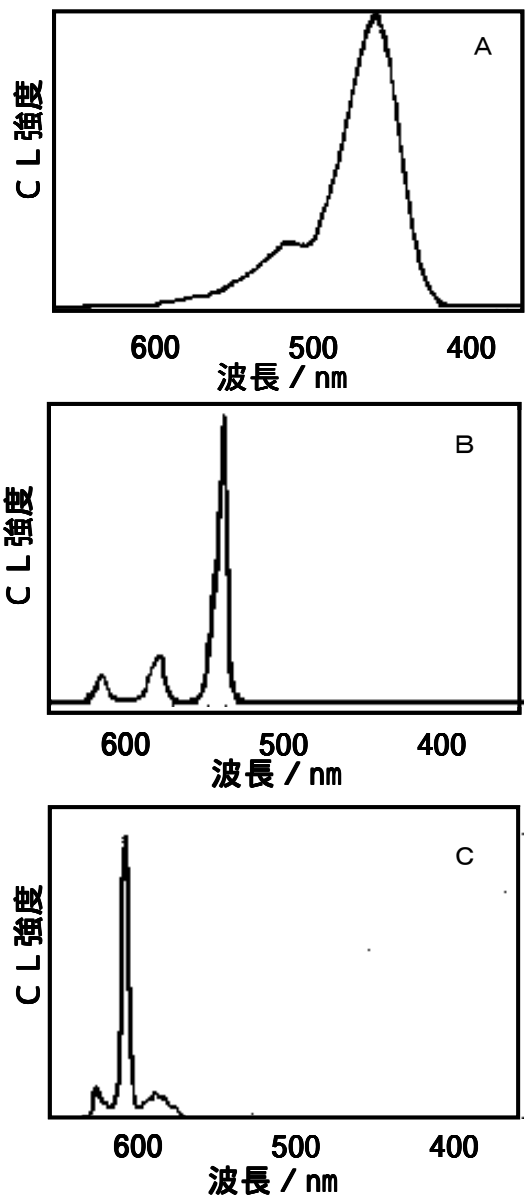


図3 蛍光体材料のCLスペクトル
A)青色蛍光体 B)緑色蛍光体 C)赤色蛍光体

(赤, 緑, 青)の粉末を適当な割合で混合することで作製される。白色蛍光体の発光プロセスを理解するためには、白色蛍光体の組成やスペクトルと、原料となる3色の蛍光体の組成、CLスペクトルを比較することが必要になってくる。

図3に、原料となる3色の蛍光体のCLスペクトルを示す。赤色蛍光体 ($Y_2O_3:Eu$) は、620nm にピークをもつシャープなCLスペクトルを示し、緑色蛍光体 ($LaPO_4:Ce, Tb$) も540nm にピークをもつシャープなCLスペクトルを示している。これに対し、青色蛍光体 ($(SrCaBa)_5(PO_4)_3Cl:Eu$) は、450nm にピークを持つブロードなCLスペクトルを示している。

これらの蛍光体のCLスペクトルは、蛍光体粒子の中に微量含まれる希土類元素 (Eu, Tb) に起因する発光であると考えられる。

図4に、細い電子線ビーム (励起電子線: ビーム径 $1\mu m$) で試料面内を走査した場合の白色蛍光体のCLスペクトルを示す。

白色蛍光体のCL発光を光学顕微鏡で観察すると、試料面内が均一に白色に発光するのではなく、場所により、大別して3種類の色 (A: 白っぽい発光, B: 赤っぽい発光, C: 青っぽい発光) に発光している様子が観察された。ここに、3つの発光色のCLスペクトルを示す

3つの発光色のCLスペクトルでは、CL発光のピーク波長 (450nm, 540nm, 610nm) は一致しており、発光色により、3つの発光ピークの相対強度だけが、変化していることが観測された。また、白色蛍光体のCLスペクトルと赤、緑、青色蛍光体のCLスペクトルとの発光波長は一致していた。

これらの事実は、

- 1) 白色蛍光体のCLスペクトルは、赤、緑、青色蛍光体のCLスペクトルの合成として表される
- 2) 白色蛍光体特有の中間色のスペクトルは存在しない
- 3) 白色蛍光体の発光色の違いは、赤、緑、青色蛍光体からの発光の相対強度の違いを反映している

ことを示唆している

発光色と蛍光体の組成との関係を明らかにするため、各発光色検出部分 (A, B, C) での蛍光体の組成を測定した (表1)

< A: 白っぽい発光 > の場合には Sr, La, Y、がほぼ同程度存在するのに対し、< B: 赤っぽい発光 > に Y が主成分であり、< C: 青っぽい発光 > には Sr が主成分になっており、観察位置での赤 (Y) 緑 (La) 青 (Sr) 蛍光体の相対比の違いが、発光色の違いに反映していると考えられる

3 - 3 CLと組成の面内分布

< 白色蛍光体の発光色の違いが赤緑青蛍光体の分布に依存していること > を確認するため、各発光色

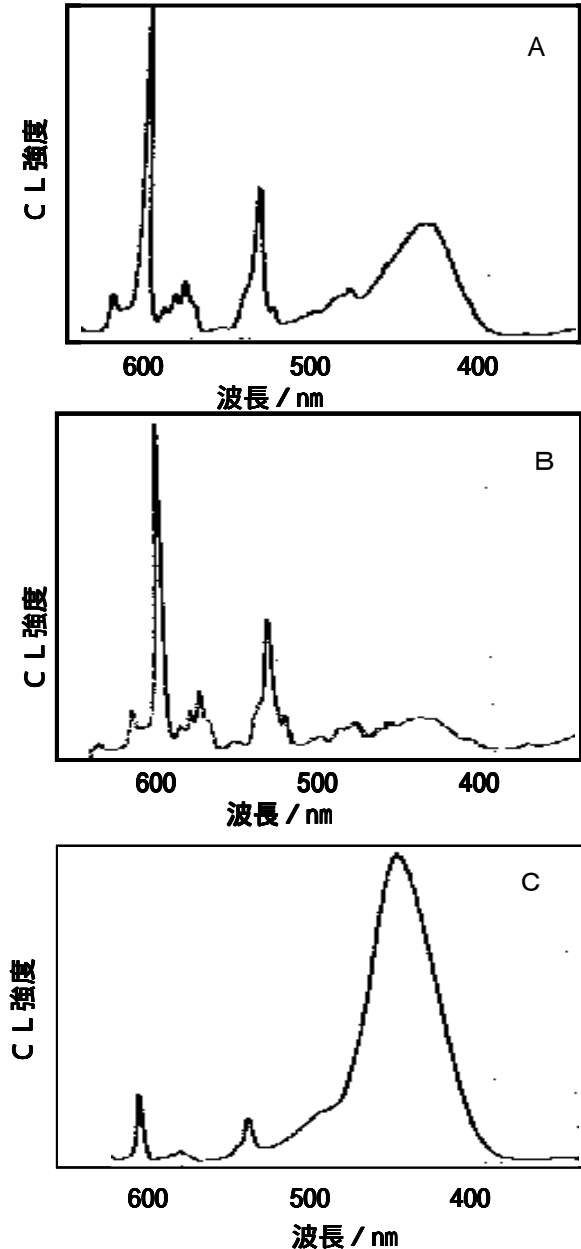


図4 白色蛍光体のCLスペクトル
発光色の違いによるCLスペクトルの変化
A) 白っぽい発光 B) 赤っぽい発光 C) 青っぽい発光

表1 白色蛍光体の発光色と組成

	A 白っぽい発光	B 赤っぽい発光	C 青っぽい発光
Sr	5	0	15
Y	9	30	0
La	4	9	0.5
O	66	39	64
P	10	18	13
Ca	2	0	3
Ba	0.5	0	1
微量成分	Ce, Tb, Eu	Eu	Eu

(450nm, 540nm, 610nm)でのCLの面内分布と元素(Y, La, Sr)の面内分布を観察した結果を図5に示す。CL発光は、面内で均一に発光しているのではなく、10~数10 μ mのクラスターから発光しており、発光色により、発光している部分が異なっていることが判る。また、450nmの発光の分布は、Sr元素の分布とほぼ一致しており、Srが多量に存在している部分、すなわち青色蛍光体が多量に存在する場所で、青色の発光が強くなっていることが判った。これらの事実は、

- 1) 白色蛍光体の発光は、10~数10 μ mの赤、緑、青色蛍光体微粒子からの発光の合成であること
- 2) 白色蛍光体の発光色の違いは、赤、緑、青色蛍光体の分布の不均一性に起因することを示唆している。

しかし、この測定では、540nmの発光分布とLa元素分布、610nmの発光分布とY元素分布の間の相関は、明らかではなかった。この原因については、今後、検討する必要がある。

図6に、<色度ずれ>が観察された白色蛍光体のCL発光の面内分布を示す。この蛍光体では、青色発光(観測波長：450nm)と赤色発光(観測波長：610nm)

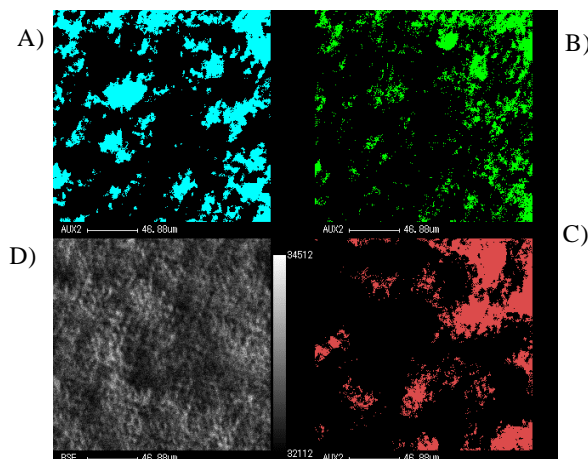


図5 - 1 CLの面内分布
A) 観測波長：450nm B) 観測波長：450nm
C) 観測波長：610nm D) BSE像

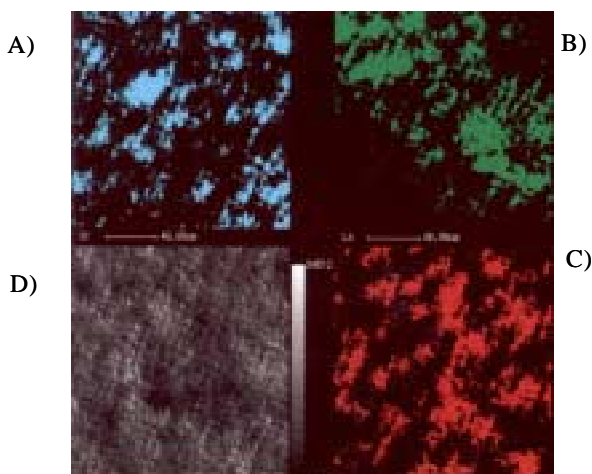


図5 - 2 蛍光体組成の面内分布
A) 検出元素：Sr B) 検出元素：La
C) 検出元素：Y D) BSE像

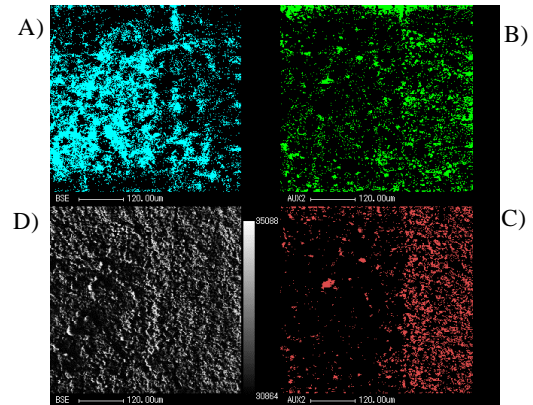


図6 CLの面内分布
(色度ズレ部分 0.3mm X 0.3mm)
A) 観測波長：450nm B) 観測波長：450nm
C) 観測波長：610nm D) BSE像

の分布が明らかに異なっていることが判る。また青色発光の分布とSrの元素分布(図示せず)は一致している。これらの事実は、<色度ずれ>という現象が、蛍光体粒子の分布の広範囲での不均一性によって起こり得ることを示唆している。

また、赤、緑、青蛍光体の成分元素の分布を詳細に測定することにより、詳細な発光スペクトルを測定することなしに、蛍光体の<色度ずれ>を評価することが可能になると考えられる

4 . 結語

E P M A & C Lの複合化技術を蛍光体の分析、評価方法に適用することにより、

- 1) 白色蛍光体では、赤、緑、青の蛍光体が数10 μ mの微粒子を形成し、それぞれの微粒子からの発光の合成として、白色蛍光が発生していること
- 2) 蛍光体微粒子の分散形態の不均一性が、蛍光管の<色度ずれ>に大きな影響を与えていることが明らかになった。

また、蛍光体の成分元素の分布を測定することにより、詳細な発光スペクトルを測定することなしに、蛍光体の<色度ずれ>を評価することが可能になると考えられる。

今後、通常品と<色度ずれ>品の蛍光体粒子の形状、分散状態を比較検討し、<色度ずれ>の原因を明確化するとともに、多成分蛍光体の均一な分散方法を検討することにより、<色度ずれ>のない高輝度蛍光管の実現に向けた研究の進展を考えている。

5 . 謝辞

本研究を行うにあたり、蛍光体試料の提供や試料作成方法についてご協力くださいました東北エレバム(株)および高分解能SEM写真の測定をしてくださりました福島県工業技術振興財団の成沢麻矢さんに、心より感謝いたします。

福島県産白土の高度利用

- 酸化チタン被覆によるシラスバルーンの作製 -

Utilization of fine volcanic glass from Fukushima Prefecture
- Preparation of TiO₂-coated Shirasuballoons-

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
東北大学名誉教授 鈴木舜一

県産資源製品であるシラスバルーンを用いて尿素加水分解法による酸化チタン被覆実験を行った。その結果チタン塩溶液の違いにより被覆状態が違っており、結晶化処理により発生する結晶型も違ってくるのがわかった。また、被覆条件を制御することにより未破壊で均一な被覆シラスバルーンを作製できた。

Key words: 白土、シラスバルーン、酸化チタン、光触媒、尿素加水分解法

1. 緒言

シラスバルーンは 1970 年に現在の九州工業技術研究所で開発された白土(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ります。当所では、平成 9 年度より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、高品質シラスバルーンの作製を行ってきたが¹⁾⁻²⁾、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りました。

今回はさらにマールライトの高付加価値化を図るため、マールライト表面に酸化チタンを被覆することにより光触媒能を持たせ、主に水中の有機物の分解を行う水処理剤の開発を目指し実験を行った。

2. 実験方法

実験に用いたシラスバルーンは、丸中白土(株)製マールライトの水浮揚物(かさ密度 0.2 ~ 0.3g/cm³、平均粒径約 45μm)である。被覆方法は均一な中和沈殿が行える尿素加水分解法を用い、チタン塩溶液としては、和光純薬工業製硫酸チタン()溶液と同じく和光純薬工業製塩化チタン()溶液を用いた。

実験は 1 L のガラスビーカーに水 200mL、2M 尿素水溶液 250mL(0.5mol)及び硫酸チタン()溶液 15mL(0.05mol)あるいは塩化チタン()溶液 5mL(0.05mol)、最後にマールライトを 2 ~ 10g を加えて、スターラー付きホットプレート上にて攪拌子で高速に攪拌(約 600rpm)しながら、80 ~ 95 で加温し、pH 試験紙が中性を示す(4h ~ 6h)まで続けた。また、攪拌速度及び攪拌時間が大の時、マールライトが破壊する恐れがあるため、沈殿反応直前の温度でマールライトを投入し、攪拌時間を 20min ~ 60min に制御する実験も併せて行った。

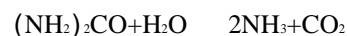
これらはこの後、常温まで放冷し、5A ろ紙で吸引

ろ過、洗浄後、通風定温乾燥機にて 80 で乾燥を行った。結晶化処理は箱形式電気炉にて、600 × 60min と 900 × 60min で行った。また、被覆状態の観察及び結晶化解析等の分析は走査型電子顕微鏡や熱分析、X線回折分析装置等を用いて行った。

3. 実験結果

3.1. 尿素加水分解処理

尿素加水分解法による水酸化チタン()の沈殿過程は、硫酸チタン()溶液の場合、次のように考えられる。



ここで水酸化チタン()の溶解度積は

$$K_{sp} = [Ti^{4+}][OH^-]^4 = 7.9 \times 10^{-54} \text{ }^{3)}$$

また、 $[H^+][OH^-] = 10^{-14}$ より

$$\log[Ti^{4+}] = 2.9 - 4pH \text{ となり、これを図示すると図 1}$$

になり、これより 0.1 M Ti(OH)₄ の沈殿生成は pH0.98 付近の強酸サイドで開始される。

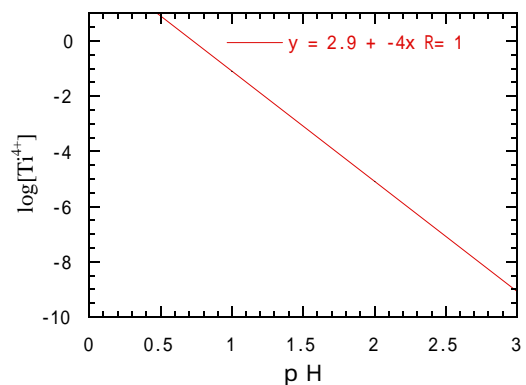


図 1 溶液中の Ti⁴⁺濃度と pH の関係

3.1.1. マールライト量の違いによる被覆

硫酸チタン()溶液及び塩化チタン()溶液を用いたマールライト量の違いによる被覆状態の SEM 像を

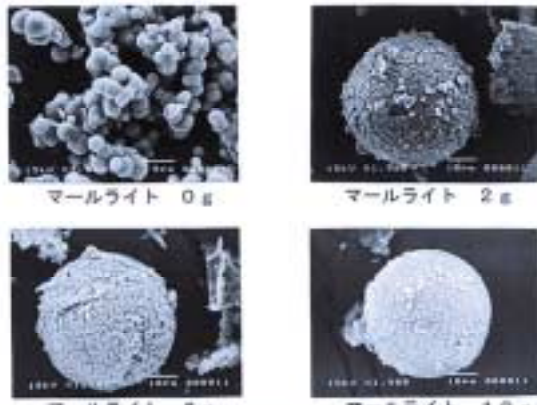


図2 マールライト量の違いによる酸化チタン(硫酸チタン)被覆 SEM 像

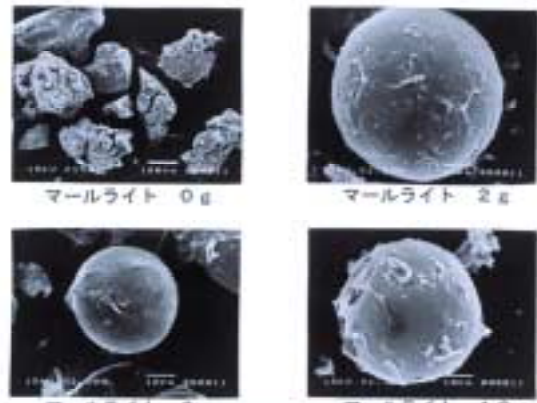


図3 マールライト量の違いによる酸化チタン(塩化チタン)被覆 SEM 像

図 2、3 に示す。まず、硫酸チタン()溶液を用いた場合、沈殿物は 5 μ m 以下の球状の生成物でマールライトへの被覆状態は粒状に形成された。次に塩化チタン()溶液を用いた場合であるが、沈殿はゲル状のものが固化した状態となっており、マールライトへの被覆状態は膜状に形成されているのがわかる。ただし、これらいずれもマールライトの軽量性のため液上に浮揚してしまい、攪拌速度を高速(約 600rpm)にしてマールライトを強制的に液中に取り込んだため、マールライト同士の衝突等の理由によりほとんど割れが発生してしまっ

た。次にこれらのX線回折像を図 4、5 に示す。それぞれブロードながらアナターゼ型の結晶形を示しており、100 近い温度で長時間攪拌し続けたため、水酸

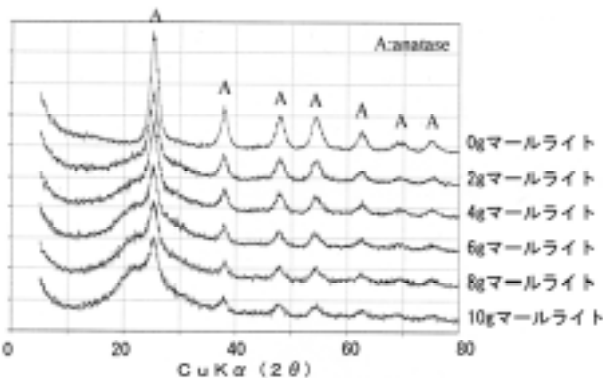


図4 マールライト量別酸化チタン被覆X線回折図
チタン溶液: Ti(SO₄)₂/攪拌時間: 4~6h/攪拌速度: 600rpm

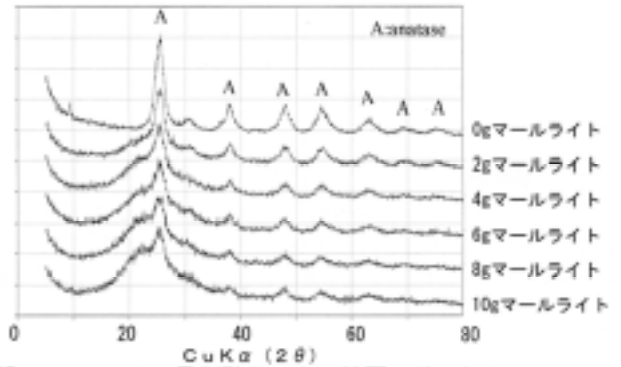


図5 マールライト量別酸化チタン被覆X線回折図
チタン溶液: TiCl₄/攪拌時間: 4~6h/攪拌速度: 600rpm

化チタンから酸化チタンの低温型であるアナターゼに変化したものと想定される。

3.1.2. 攪拌速度の違いによる被覆状態

上記の実験ではほとんどのマールライトに割れが発生したため、マールライト量を 6g に統一して、攪拌速度の違い(約 230、280、340、480、550、600rpm)による被覆状態の観察を行った。硫酸チタン()溶液及び塩化チタン()溶液を用いた攪拌速度の違いによる被覆状態の SEM 像を図 6、7 に示す。攪拌速度が低



図6 攪拌回転数の違いによる酸化チタン(硫酸チタン)被覆 SEM 像



図7 攪拌回転数の違いによる酸化チタン(塩化チタン)被覆 SEM 像

速の場合マールライトの割れがほとんど発生しなかったが、被覆されてるものとされてないものがあり、また被覆せずにそのまま沈殿したチタン水和物も多く観られた。硫酸チタン()溶液及び塩化チタン()溶液を用いて攪拌速度を低速で被覆した試料を 20 μ m の篩で選別し、それらをX線回折装置で分析した結果を図 8、9 に示す。これより 20 μ m 以上の粉体がアナターゼのピークが減少し、20 μ m 以下の粉体がアナターゼの結晶ピークが強く、ガラス特有のブロードなピークが検出されないことから被覆がほとんど行われていないことがわかった。

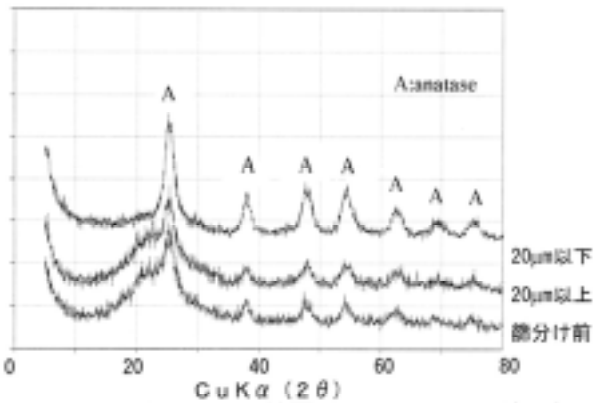


図8 篩選別酸化チタン被覆マールライトX線回折図
チタン溶液: $Ti(SO_4)_2$ /攪拌時間: 4~6h/攪拌速度: 230rpm

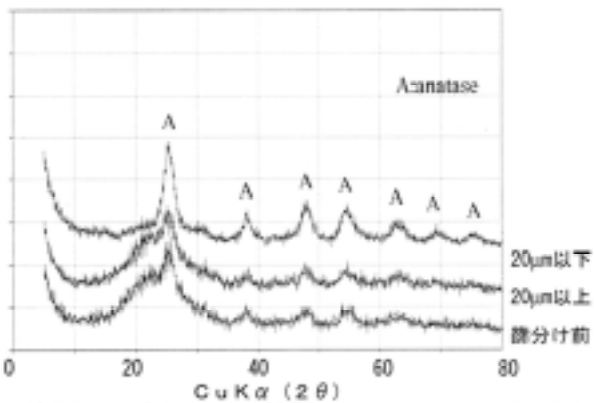


図9 篩選別酸化チタン被覆マールライトX線回折図
チタン溶液: $TiCl_4$ /攪拌時間: 4~6h/攪拌速度: 230rpm

3.1.3. 攪拌時間の違いによる被覆状態

以上よりマールライトの割れを発生させず、酸化チタンを均一に被覆させるには攪拌時間を大幅に短縮させる必要があり、水酸化チタンの生成反応直前にマールライトを投入し、被覆後すぐに攪拌を止めることとした。そこで実際どのような温度、pH 条件で水酸化チタンの生成反応が発生するか試験を行った。その結果を図 10、11 に示す。これより硫酸チタン()溶液の場合約 56、塩化チタン()溶液の場合約 50 付近で生成反応が始まり、この時、pH 値の減少が起き

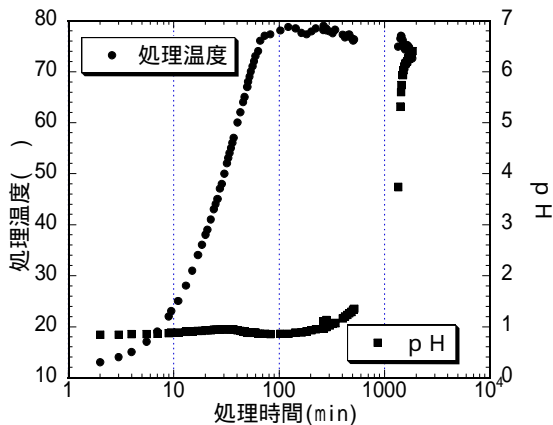


図10 均一沈殿法(硫酸チタン-尿素)による処理時間、温度及びpHの関係

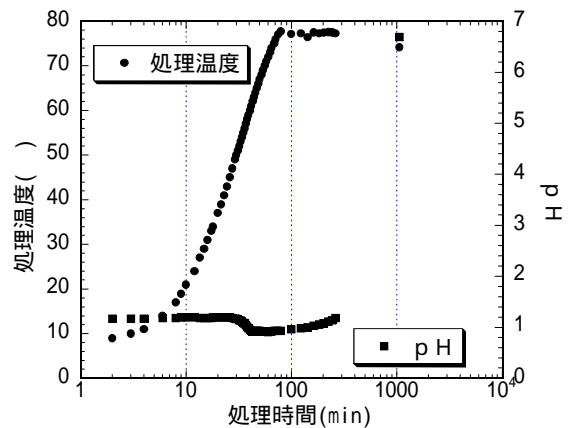


図11 均一沈殿法(四塩化チタン-尿素)による処理時間、温度及びpHの関係

る。硫酸チタン()溶液の場合、反応後 2 ~ 3min で沈殿物として生成されるが、塩化チタン()溶液の場合反応後数十分間コロイド状態が続き、沈殿物として生成されるのは 40 ~ 50min 後であった。

これより、硫酸チタン()溶液の場合約 50、塩化チタン()溶液の場合約 43 でマールライトを 6g 投入し、20 ~ 60min 攪拌被覆工程を行った。

これらの被覆状態の SEM 像を図 12、13 に示す。



図12 攪拌時間の違いによる酸化チタン(硫酸チタン)被覆 SEM 像



図13 攪拌時間の違いによる酸化チタン(塩化チタン)被覆 SEM 像

硫酸チタン()溶液の場合、いずれもすべてのマールライトにほぼ均一に被覆されており、20min 被覆処理の場合マールライトの割れもほとんど発生しなかった。しかし 60min 被覆処理の場合マールライトの割れが起きた。次に塩化チタン()溶液の場合いずれもマールライトの割れは発生しなかったが、30min 被覆処理の場合、ほとんど被覆されなかった。

3.2. 結晶化処理

結晶化処理は上記 3.1.3 の被覆処理のマールライトを用いて結晶化を行った。それぞれの結晶化処理温度の違いによる X 線回折像を図 14 ~ 図 17 に示す。これ

よりまず、硫酸チタン()溶液の場合 20min 被覆処理では無処理の場合全く結晶化しておらず、60min 被覆処理でわずかにアナターゼのピークが認められた。これらはいずれも 600 で完全なアナターゼ型、900

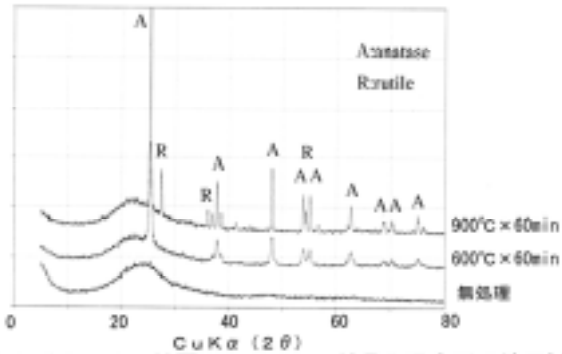


図14 酸化チタン被覆マールライト結晶化温度別X線回折図
チタン溶液: Ti(SO₄)₂/攪拌時間: 20min

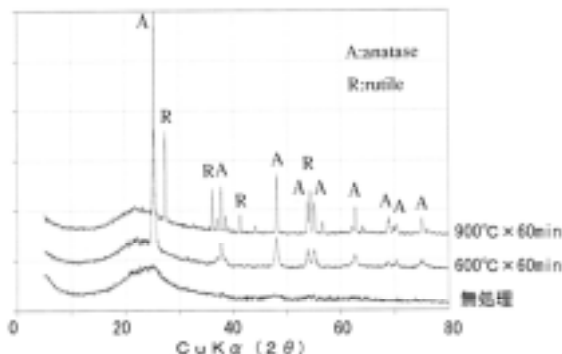


図15 酸化チタン被覆マールライト結晶化温度別X線回折図
チタン溶液: Ti(SO₄)₂/攪拌時間: 60min

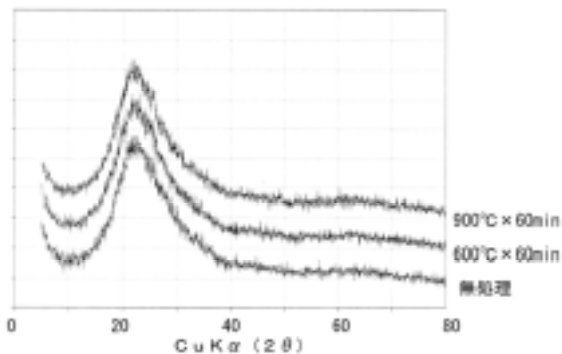


図16 酸化チタン被覆マールライト結晶化温度別X線回折図
チタン溶液: TiCl₄/攪拌時間: 30min

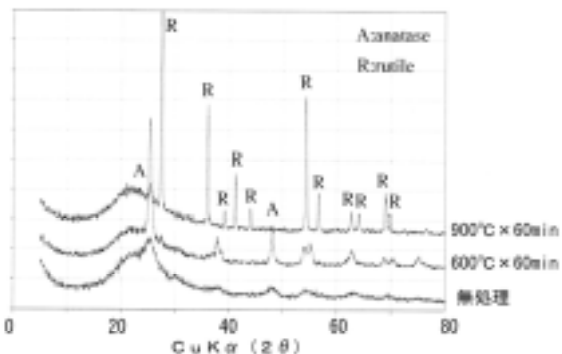


図17 酸化チタン被覆マールライト結晶化温度別X線回折図
チタン溶液: TiCl₄/攪拌時間: 60min

でわずかにルチル型が現れた。

次に塩化チタン()溶液の場合であるが、30min 被覆処理では全くガラス質のブロードなピークのみで、これからも被覆されていないことがわかる。60min 被覆処理では無処理でもアナターゼのピークがはっきり認められ、600 でアナターゼ型、900 ではアナターゼがほとんど消失し、高温型のルチル型に変化した。

最後にこれらの熱重量曲線を図 18 に示すが、硫酸チタン()溶液の場合吸着水、水酸化物の分解と想定される重量減少が認められるのに対して、塩化チタン()溶液の場合、吸着水と想定される重量減少のみであった。

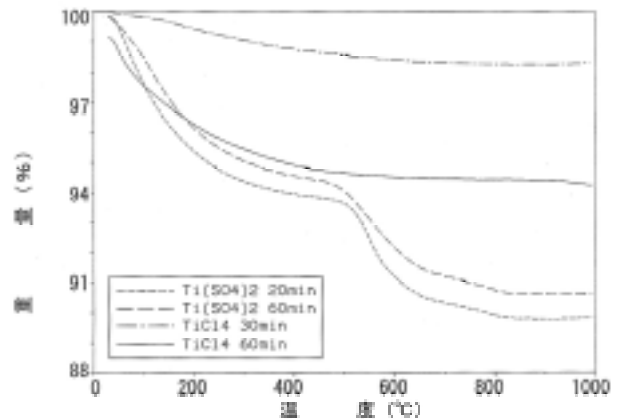


図18 攪拌時間別酸化チタン被覆マールライト熱重量曲線

以上より、チタン塩溶液の違いにより被覆される酸化チタンの形状が違ってくるほか、結晶化温度での発生する結晶型も違ってくることがわかった。

4. 結言

以上のことより次のことがわかった。

- (1) チタン塩溶液の違いにより、被覆される酸化チタンの被覆状態が違っており、結晶化処理により発生する結晶型も全く違っていた。
- (2) マールライトの軽量性のため攪拌速度が低速の場合、表面に酸化チタンが均一に被覆されず、高速の場合マールライト同士の衝突等の理由により大量の割れが発生した。
- (3) マールライトの投入時期を遅らせ、攪拌時間を大幅に短縮することにより、未破壊で均一被覆シラズバルーンの作製が行えた。

参考文献

- 1) 関根義孝他：県産非金属資源の高度利用に関する研究 平成9年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.61-64、1998
- 2) 関根義孝他：県産非金属資源の高度利用に関する研究(第2報) 平成10年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.35-38、1999
- 3) 化学便覧改訂3版基礎編、p.182

高分子材料の加工および使用雰囲気の影響する環境技術

- ATR-IR による赤外吸収スペクトルの測定と DSC による酸化開始温度による劣化評価 -

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

- Estimation of Degradation by Initial Oxidation Temperature and ATR-IR spectrum -

材料技術部 三瓶義之・菊地時雄・鈴木雅千・渡部 修

ウェザーメーターの放射照度を 60 、 $180\text{W}/\text{m}^2$ の 2 つの条件で促進暴露試験を行い、劣化評価を一点反射 ATR による赤外吸収スペクトルの測定と DSC による酸化開始温度の測定からおこなった。酸化開始温度は積算放射照度に比例して低下することがわかった。

Key words: 高分子、劣化、酸化開始温度、ATR-IR、DSC

1. 緒言

高分子材料の性能評価や寿命の予測を行う上で、劣化の定量化を行うことは実用上極めて重要である。

我々はこれまでウェザーメーターを用いた促進劣化試験を行い、表面粗さ、色差測定、赤外分光分析(以下 IR)、示差走査熱量計(以下 DSC)を用いて劣化の評価を行ってきた。

その結果ポリプロピレン(以下 PP)において、DSC を用いた酸化開始温度測定¹⁾は、IR や融点の測定では変化を観察できない初期の劣化においても極めて有効であることを報告した²⁾。

そこで、今回は劣化の程度と積算放射照度(放射照度×照射時間)の関係について IR、DSC を用いた定量化を試みたので報告する。

2. 実験

2.1. 促進暴露試験

促進暴露試験には、スーパーキセノンウェザーメーター SC-750(スガ試験機社製)を用いた。

促進暴露条件を表 1 に示す。条件 1 は、促進暴露標準試験条件であり、北緯 36 度付近の太陽光 1 日あたりのエネルギーの約 7 倍(単位時間あたり約 3.7 倍)であり、促進倍率は屋外暴露条件の約 10 倍にあたる。

表 1 促進劣化条件

	照度 (300nm-400nm)	槽内温度	槽内湿度
条件 1	$60\text{W}/\text{m}^2$	43 ± 2	$50 \pm 5\%RH$
条件 2	$180\text{W}/\text{m}^2$	63 ± 2	$50 \pm 5\%RH$

1 サイクル 2 時間(内、降雨 18 分)で、最大 2000

時間まで促進暴露を行った。

2.2. 測定条件

IR は一点反射 ATR ユニットを用いて照射を行った側を測定した。

DSC を用いた酸化開始温度の測定は 0.5mg 程度の試料を空気雰囲気下で 50 から毎分 10 の昇温速度で昇温し、分解が始まるまで測定を行った。

3. 結果

3.1. IR による測定結果

照射時間とカルボニル基の吸収強度との関係を図 1 に示した。

カルボニル基の吸収強度はそれぞれ照射時間に従い増大しているが、照射強度が $180\text{W}/\text{m}^2$ のほうが $60\text{W}/\text{m}^2$ よりもその増加の程度は大きい。

つぎにサンプルが受けたエネルギー(積算放射照度 = 照射時間×放射照度)とカルボニル基の強度との関係を図 2 に示した。

積算放射照度が同じでも放射照度が $180\text{W}/\text{m}^2$ のほうが $60\text{W}/\text{m}^2$ の場合よりもカルボニル基の強度は大きく、IR で観察できる劣化の程度は大きいことがわかった。

PP の酸化反応における三級炭素からのプロトンの引抜きおよび酸素の攻撃は、三級炭素からのプロトンの引抜き反応が律則であり、酸化反応の速度はこの反応を開始させる紫外線エネルギーに左右される。

今回の実験においても、カルボニル基の増大は放射照度に対して敏感であることがわかった。

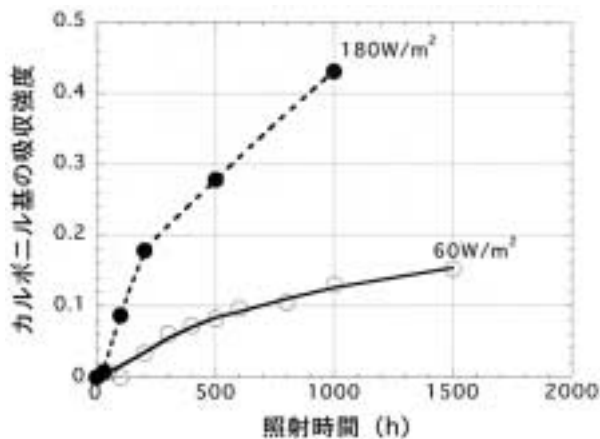


図1 照射時間とカルボニル基の吸収強度

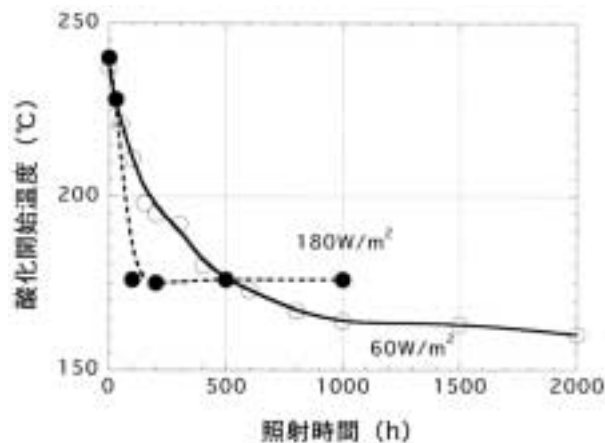


図3 照射時間と酸化開始温度

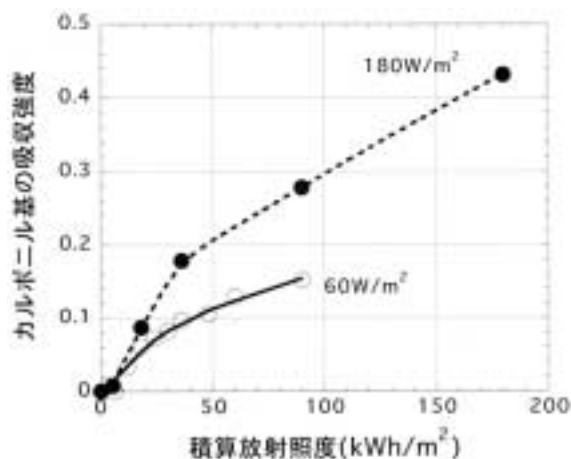


図2 積算放射照度とカルボニル基の吸収強度

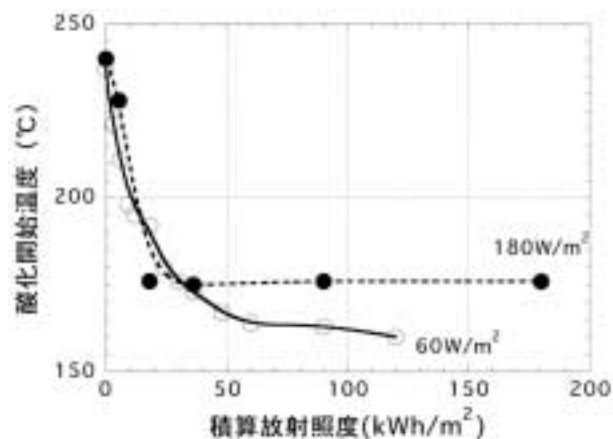


図4 積算放射照度と酸化開始温度

3.2. DSCによる酸化開始温度の測定

照射時間と酸化開始温度の測定結果を図3に示した。60W/m²では1000時間まで滑らかに酸化開始温度は低下したが、180W/m²では200時間で急激に低下した。

図4は、積算照度と酸化開始温度との関係である。40kWh/m²までは、照度60W/m²も180W/m²も同じ曲線で表すことができた。

PPの酸化開始温度の低下は、PP分子鎖の切断による分子末端の数の増加によるものと考えられ、劣化の初期における酸化開始温度の低下は、PP分子鎖の切断によって起こり、その程度は積算放射照度に影響される事が分かった。

4. 結論

異なる照射強度でのPPの促進劣化試験片のDSCによる酸化開始点の測定およびIRでの分析結果より、以下の結論が得られた。

IRによるカルボニル基の吸収強度から予測される劣化と、DSCによる酸化開始温度から予測される劣化とは劣化のメカニズム自体が違うために直接比較する事は出来ず、劣化の反応機構によって適切な評価方法を使い分ける必要が有る事が分かった。

IRの測定から予測される劣化の程度は照射強度に影響を受け、DSCの測定から予測される劣化の程度は樹脂が受けたエネルギーの総量に影響を受ける事が分かった。

参考文献

- 1) 大武義人:高分子材料の事故原因究明とPL法(アグネ技術センター)
- 2) 第13回へばなコンファランス予稿,26-27(1999)照度槽内温度 槽内湿度

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

- Pyro-GCMS を使った漆塗膜中の有機系添加剤の定性方法 -

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

-Qualitative Method on Organic Additive in Laquer Tree Paint Film Using Pyrolyzer-GCMS-

材料技術部 渡部 修・菊地時雄・鈴木雅千・三瓶義之

漆液にいろいろな有機化合物を添加し、硬化させた漆塗膜を測定試料として、その成分が塗膜硬化後に遊離するかどうか、または漆液の成分と結合しているかどうかを調べる方法を検討した。熱分解装置（パイロライザー）をGCMSに装着し、熱抽出した成分を質量分析する方法を考案した。これは通常のソックスレー抽出法などと比較して、溶媒に影響されずに直接試料を分析機器に導入できるため、簡便で精度の高い方法であることが分かった。

Key words: 漆、添加剤、GCMS、熱抽出

1. 緒言

塗膜の改質、加飾を目的として、漆には古来よりいろいろな化合物が経験的に添加されてきた。例えば、顔料や金属などの不溶物を除けば、亜麻仁油、桐油、荏油、胡麻油、松脂、卵白、膠、胆汁、などがあげられる。その中には、漆液との化学反応、あるいは塗膜の内部構造変化に深く関与していると考えられるものも多くある。しかしながらこれらとの直接の反応物は、双方が天然物原料で単一成分でないために、反応させても細かな化学構造的な情報が得にくく、塗膜自体もあらゆる溶媒に不溶であるために反応のメカニズムを考察しにくい。

我々はこれまでに、漆塗膜の硬化時におけるウルシオール逆ミセル構造の形成の提案¹⁾、それに基づいた劣化機構と視覚的な評価方法²⁾、紫外線吸収剤を添加した時の挙動の評価³⁾などを行ってきた。さらに研究を添加剤による漆塗膜の高付加価値化、耐光性の向上などの分野に発展させるためには漆成分と添加剤との反応性の有無を調べるのが必須事項となった。本研究では漆にいろいろな添加剤を加えた場合に、漆液の成分、特にウルシオールと化学的に結合しているかどうかを熱抽出による遊離成分の有無で評価する新たな試みを行った⁴⁾。

2. 実験

2.1. 試料

漆は市販の中国産透ける漆（(有)田島漆店）を用い、含有ウルシオール（平均分子量 315.6）¹⁾量に対して試薬を 1 mol % 添加し、へらにより均一に分散するように混合した。添加量については、目的による違いや、試薬により添加可能な飽和量も不明であるので最適な量は不明であるが、熱可塑性樹脂に一般的に添加される量を目安に決定した。

続いてガラス板にアプリケーション（ペーカー式）を用いて 20 μm に塗布し、恒温恒湿槽で湿度 75%RH - 温度 20 の条件で硬化させ、全て硬化終了後の塗膜を測定試料とした。塗膜は冷暗所保存を行った。

ろいろ漆は工業技術連絡会議物質工学連合部会塗装工学分科会漆工研究会編集の分析方法により組成分析を行った結果、ウルシオール 82.9%、含窒素物 4.4%、ゴム質 9.5%、水分 3.2% であった。

添加した試薬は和光純薬工業（株）、ナカライ・テスク（株）の市販品である。この報告では分析結果の例としてステアリン酸のみをあげることにするが、他に鎖長の異なる脂肪酸、同エステル、同アルコール、同アミドなども行っている。

2.2. 実験方法

添加剤の有無の確認には分子量およびそのフラグメントを用い、熱分解ガスクロマトグラフ質量分析計（GCMS）で測定した。

熱分解装置 [ダブルショット・パイロライザーPY2010D（フロンティア・ラボ（株））]を用い、「100 -3 min ~ 300 /min ~ 300 -5 min」の条件で熱脱着して得られた成分について定性分析をした。使用カラムは、金属キャピラリーカラム⁵⁻⁷⁾ [Ultra ALLOY-1, 30 m（フロンティア・ラボ（株））]、GCMS は、二重集束型質量分析計 [JMS-AX505HA（日本電子（株））]を用いた。

熱脱着法⁵⁻⁷⁾とは、ダブルショット・パイロライザーを使った分析方法の1つで、最初に熱抽出の設定温度条件に試料を曝して試料中の揮発成分を抽出、濃縮し、それを分析した後、続いて残りの試料基質を熱分解の設定温度条件で熱分解し、分解物の分析をする二段階の分析手法である。今回の実験では、第一段階の熱脱着の分析のみを行った。

3. 結果と考察

この報告では、ステアリン酸の場合についてのみ報告する。この化合物は漆の成分（特にウルシオール）とは化学的な結合はしないとされているものである。図1に無添加の漆塗膜のみとステアリン酸を添加して硬化させた漆塗膜とを比較した測定データをあげる。検出される全てのイオンを測定したトータル・イオン・クロマトグラフ（TIC）では、漆塗膜から複雑な熱抽出成分が検出されていることが分かるが、このTICチャートをステアリン酸の分子量（ $m/z=284$ ）でサーチすることにより明確なピークとして分離して確認することができる。このピークのMSおよびフラグメンテーションを調べることによりステアリン酸が遊離していることが確認できる。

これ以外の試薬についても実験を行っているが同様の良好な結果が得られている⁴⁾。

添加した試薬がマトリックスと化学結合を伴う化学反応を起こした場合、または状态的に拘束、捕獲された状態では、抽出してもその化合物は検出されないと考えられる。従って添加剤とウルシオールの結合および反応の完了の確認は、硬化塗膜からの添加剤の抽出、定性により概ね判断できると考えた。

漆塗膜は不溶性であるため抽出方法が問題になる。溶媒による抽出は、溶媒との親和性によって成分や量が変わるため、良好な溶媒選択が結果を大きく左右することになる。これに対して熱脱着を利用した熱抽出は溶媒を選ばない点や塗膜を直接分析機器にかけられる点が優れていると言える。ただし、添加剤の揮発性の有無やそのフラグメントの特徴をよく押さえておくことが必要だと考えられる。

今回の実験を通して熱脱着を利用した分析法は漆のような硬化、不溶になる化合物と添加試薬との反応性の確認に非常に有効であることが確認できた。

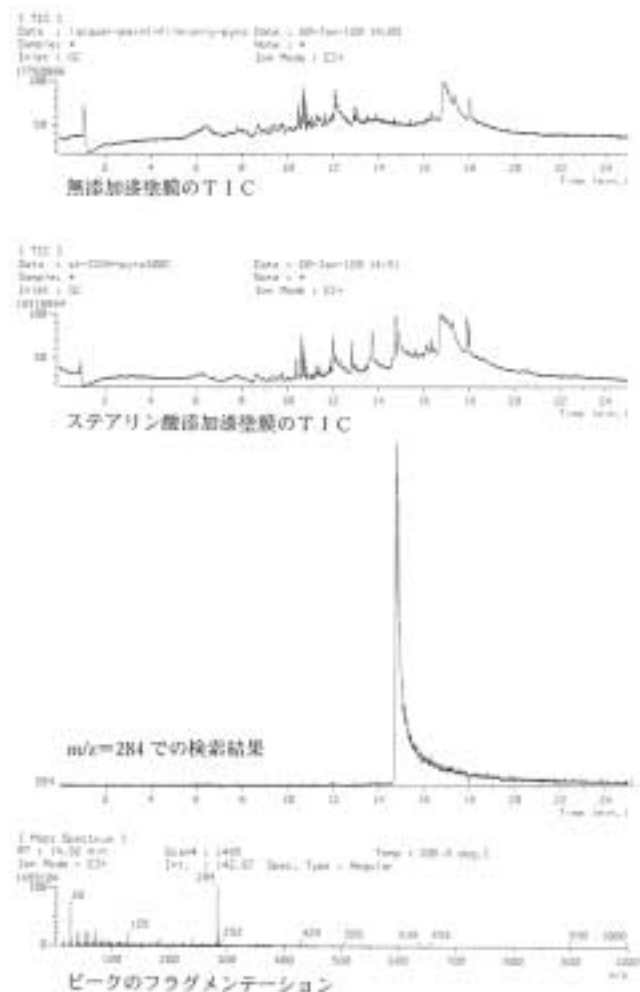


図1 Pyro-GCMSを使った分析例

参考文献

- 1) 渡部 修, 長井勝利, 日化, 113 (1999)
- 2) 渡部 修, 長井勝利, 日化, 123 (1999)
- 3) 渡部 修, 長井勝利, 日化, 691 (1999)
- 4) 渡部 修, 長井勝利, 日化, 211 (2000)
- 5) 渡辺忠一, 他, 29th.熱測定討論会資料, 342 (1993)
- 6) 渡辺忠一, 高分子, 43-2, 110 (1994)
- 7) 大谷 肇, 分析化学, 45-2, 135 (1996)

高機能防振ゴムの開発に関する研究（第4報）

A study on a method to get equipments for the vibration control high functional rubber

生産技術部 斎藤俊郎 渡辺正幸

企画情報部 橋本 真

株式会社 ファインラバー研究所 高木和久 中条典明 根本雅司

高荷重・低周波振動を有する機器に適した安価な防振ゴムの開発を目標とした。そのために、要素をゴムとすることで低コスト化をはかり、ゴム構造を硬質のゴム層と軟質のゴム層からなる多層構造として、防振特性を検討した。また、多層構造の解析に CAE を適応し、開発における CAE の有効性を検討した。その結果、硬質層は外側四方を取囲む構造よりも、サンドイッチ状の並列形とする構造が共振周波数が低いことを確認した。また、並列形の場合、CAE 解析結果と実測値がほぼ等しくなることを確認した。

Key words: 振動、防振ゴム、多層構造

1. 緒言

現代社会では、自動車、鉄道などの輸送機器や家庭電化製品など様々な機器から発生する振動を低減するため、用途に合わせた特性を持った防振機器が開発され、様々なところで使用されている。

その中で、高重量、低周波振動を有するコンプレッサーなどに用いられる防振機器は、十分な防振特性を有するために、バネやゴムなど複数の機械要素の組み合わせによって構成する必要があり、結果的に高価な機器となっている。

そこで本研究では、このような防振機器の低コスト化をはかるため、防振要素を安価なゴム単一にし、そのゴム構造を多層構造として、防振特性に及ぼす層構造の影響を検討し、高荷重、低周波振動を有する機器に適した防振ゴムの開発を目指す。

また、開発・解析手法として、層構造の検討に CAE を適応し、防振ゴムの開発工程において、評価工程の省力化についての CAE の有効性を検討する。

2. 試験方法

2.1. 試験片構造

作成した試験片は、長さ 40 mm、幅 40 mm、厚さ 12 mm とし、ゴム上面・下面には、治具固定用真ちゅうプレートを加硫接着させた。

検討する層構造は、図 1 の 2 種類である。

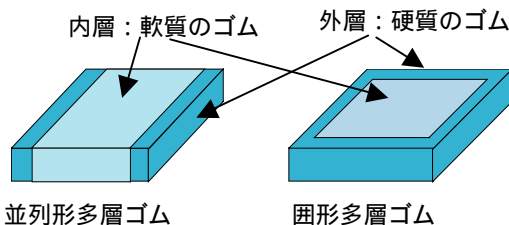


図 1 多層ゴム構造

並列形多層ゴム：外層を硬質ゴム、内層を軟質ゴムにしたサンドイッチ構造。

囲形多層ゴム：軟質である内層ゴムの外層四方を全て硬質ゴムで囲んだ構造。

また、異なる静的特性・動的特性を持つ試験片を作成するために、形状は長さ 40 mm、幅 40 mm、厚さ 12 mm で一定とし、内層と外層の幅を変化させて、試験片を作成した。

2.2. 使用材料

本試験に用いたゴム材種は、硬さの異なる 4 種類とした。その物性値は表 1 のとおりである。

表 1 物性値

ゴム種類[No]	硬さ	針入度	比重
1	A1	41	1.00
2	A2	39	1.00
3	A28	11	1.01
4	A41	8	1.09

* 硬さ試験はタイプ A デュロメータを使用。また、針入度は JIS K 2207 による針入度計を使用。

なお、下記表 2 のとおり試験片は、構造やゴムの種類を意味する記号によって表す。

表 2 試験片記号

記号	内層ゴム	外層ゴム	層構造	内層幅
例: 14P30	No1	No4	並列型	30mm
例: 23F24	No2	No3	囲型	24mm

2.3. 負荷条件

試験片への負荷質量は、およそ 47 kg のコンプレッサーを 4 個のゴムで支持するものと想定した。これより、ゴム 1 個あたり 11.75 kg の質量が負荷されることとなり、これを標準負荷とする。標準負荷でのゴムの応力は 0.0725 MPa となり、これを使用状況を想定した目標応力とした。また、ひずみ量が 10% となる変位を標準変位とし、目標応力でのひずみ量が 10% となる場合を目標となる静的強度とした。

2.4. 静的特性試験

試験装置は、図 2 のとおり、かご型圧縮試験治具を用いた引張り試験機（株島津製作所製：島津オートグラフ AG-10kNE）を使用した。

試験は、圧縮ひずみを試験片に負荷し、ひずみを一定に保持したときに発生する荷重の測定を行う緩和試験を行い、その後さらにひずみを増減させ荷重 - 変位曲線測定を行った。

各試験条件は次のとおりである。

1) 緩和試験

変位速度 2.4 mm/min にて標準変位 1.2 mm (ひずみ 10%) を加えた後、1 時間保持し、その間の荷重 - 時間曲線を記録した。測定では圧縮直後に発生する最大荷重、およびひずみ 10% を 1 時間保持した後の緩和後荷重を測定した。

2) 荷重 - 変位測定

緩和試験後、その試験状態から、変位 ± 0.3 mm (ひずみ 5%) を変位速度 1.2 mm/min にて加える試験を繰り返し 3 回行い、3 回目の荷重 - 変位曲線を記録した。これより、応力 - ひずみのヒステリシス曲線を測定した。

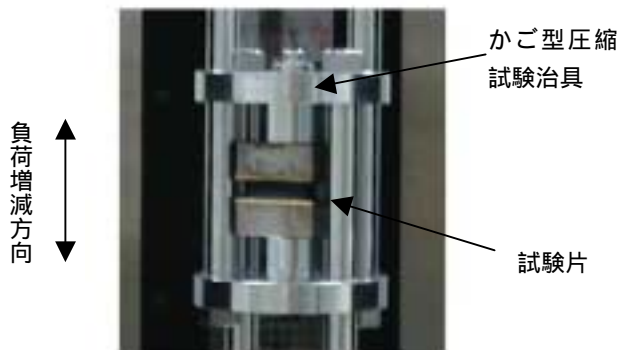


図2 静的特性試験

2.5. 動的特性試験

試験装置は、図3のとおりである。振動試験機 (エミック(株)製: 振動試験機 F2000BDH) に固定した治具を介し試験片に振動を加え、治具上の加速度ピックアップによって、加振信号と伝達信号を検出し、FFTアナライザーにて動的特性を測定した。また、試験は、振動試験機上部に接続した恒温槽内(23℃)で行った。

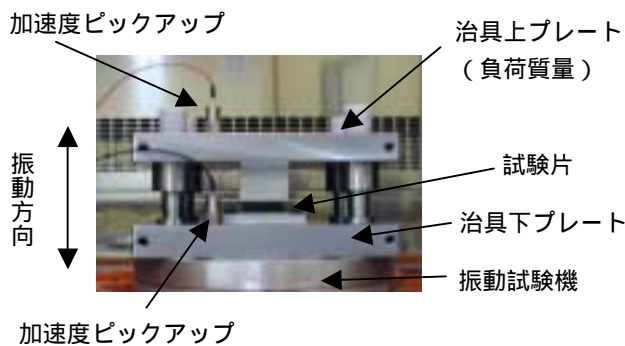


図3 動的特性試験

評価振動としては、ランダム波を用い加振条件は、防振挙動の把握に必要な周波数域 8 ~ 50 Hz、加速度スペクトル密度 (ASD) 0.005G²/Hz、とした。

これらは、標準負荷 11.75 kg に相当する静的負荷を 1 時間加えた後、上記試験条件にて 10 分間加振して周波数応答関数を計測した。これにより、共振周波数 [Hz]、共振倍率を測定した。

3. 解析方法

3.1. 解析条件

多層ゴムの静的強度について CAE を用いて解析を行った。使用した CAE ソフトは、MSC 社の MSC/PATRAN ADVANCED FEA である。

ゴムの材料特性は、線形弾性体を定義し荷重条件・拘束条件は、モデル上面にひずみ 10% の変位 (標準変位) を与えモデル下面は固定とした。解析値は、モデル下面反力を算出しこの反力からひずみ 10% 変位時の負荷応力を求めた。

3.2. 物性値

解析に用いたゴムの縦弾性係数を表3に示す。

表3 縦弾性係数

ゴム種類(No)	縦弾性係数(MPa)
1	0.0674
2	0.0963
3	0.726
4	1.28

縦弾性係数は、6 × 200 mm の形状のサンプルを作成し、静的特性試験と同様にひずみ 10% を 1 時間保持した後ひずみ 5% を加え、荷重 - 変位曲線を記録し、算出した。

4. 結果および考察

4.1. 静的特性試験

ゴム材種組み合わせとして、内層に No 1、外層に No 4 を用いた試験片を作成しその静的特性を検討した。試作はあらかじめ CAE により静的強度を解析した結果をもとに、並列形は内層厚さ 16 mm ~ 30 mm の範囲、囲形は内層厚さ 26 mm ~ 36 mm の範囲に渡りそれぞれ 5 点作成した。

図4に試作した並列形の試験片の内層厚さとひずみ 10% でのゴムの最大応力と緩和後応力を示す。

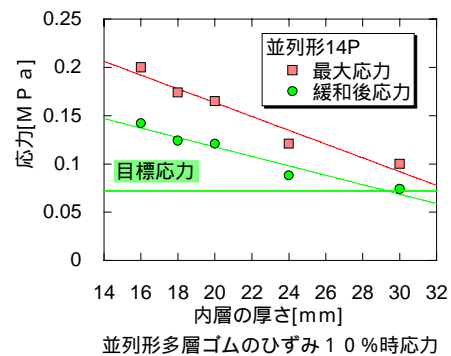


図4 静的特性

静的特性試験では、試験片は圧縮直後に最大応力を生じるがその後緩和挙動により応力は減少する。そのため長時間負荷が加わったままになるという防振ゴムの使用状況を考慮して、ここでは負荷を与えて1時間後の緩和後応力をもって静的強度を評価した。

図4に示すように並列形では内層厚さ30mmで目標応力にほぼ一致しており、標準負荷に適した多層構造のゴムを得ることができた。また円形では内層厚さ32mmで目標応力にほぼ一致した。

標準負荷に適した層構造ごとのゴムの組み合わせはつぎの表4のとおりである。

表4 標準負荷に適した試験片

層構造	記号	内層厚さ (mm)	応力 (MPa)
並列形	14P30	30	0.074
円形	14F32	32	0.071

また、応力 - ひずみヒステリシス曲線では、並列形に比べて円形はヒステリシス曲線で囲まれる面積が大きく、円形の方が粘性の効果が大きいことが確認された。

4.2. 解析

解析したゴム材種の組み合わせは前記の静的特性試験と同様に内層材種No1、外層材種No4とした。

解析例として並列形の14P30の変位についての結果を図5に示す。硬い外層に比べて、軟らかい内層が大きく膨らんでいる。

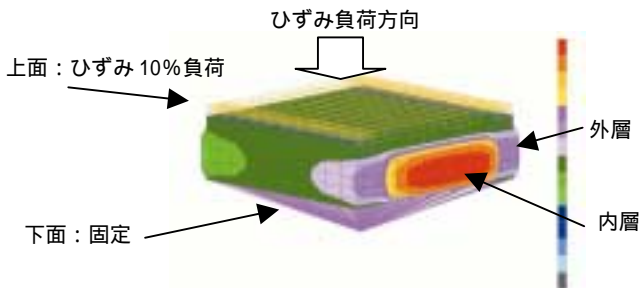


図5 解析結果(変位)

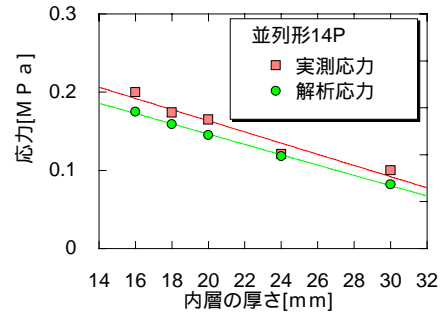
標準変位での応力について解析値(解析応力)と試験値(実測応力)との比較を図6に示す。

並列形は、解析値と試験値ともほぼ一致しており応力の増減も同じ傾向を示している。円形では応力の増減の傾向は両者で異なり、内層厚さ32mmから離れるに従い誤差が大きくなっている。

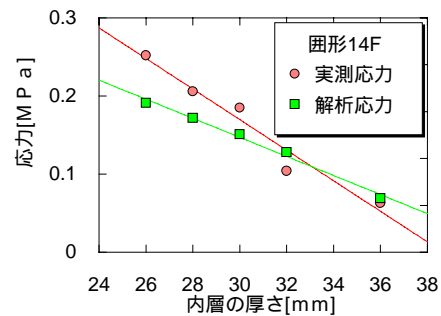
この結果より、並列形においては若干の誤差があるものの静的強度の予測が可能であると考えられる。そこで、並列形の他の材種組み合わせ(No1とNo3)(No2とNo3)(No2とNo4)について、解析結果を用いて静的強度を予測し、内層厚さが2mm異なる2点を試作し試験を行った。その結果、試作した中から目標応力に近い値を示す試験片を得ることができ、並列形では試作個数の削減にCAEが有効であると考えられ

る。

円形においては、並列形より解析値の誤差が大きくなっている。誤差の原因としては、解析用の物性値測定に用いた試料と試験片の形状が異なるため、この形状差が物性値に影響をもたらしていることが考えられる。特に、円形では応力 - ひずみ曲線のヒステリシス量が大きいため圧縮行程での物性値の変化が大きく、解析用に測定した物性値と試験での物性値との誤差がより大きくなるものと考えられる。



並列形多層ゴムのひずみ10%時応力



円形多層ゴムのひずみ10%時応力

図6 解析値と試験値の比較

4.3. 動的特性試験

4.3.1 層構造の影響

図7にゴム材種組み合わせ(No1とNo4)における並列形と円形の各試験片の共振周波数、図8に共振倍率を示す。

共振周波数に及ぼす層構造の影響については、図7に示すように、多少であるが並列形の方が低い共振周波数を示している。共振倍率については、図8に示すように円形の方が低い値となっているが、これは円形の方が応力 - ひずみヒステリシス曲線が囲む面積が大きく、粘性の効果が大きいためと考えられる。

ほぼ同じ静的強度を持つ並列形と円形を比較すると、並列形の方が共振周波数が低いことから、低周波数振動を有する機器への防振装置としては、円形より並列形の方が適していると考えられる。

円形の方が共振周波数が高い原因としては、圧縮での変形状態を考えると並列形では、外層に覆われていない面で内層が大きく膨らむことができ、外層はおも

に圧縮変形が生じるのに対し囲み形は、内層が外層によって囲まれているため外層は圧縮挙動だけではなく、内層の膨らみによるたわみの影響が大きくこれにより、粘性の効果が大きくなっているためではないかと考えられる。

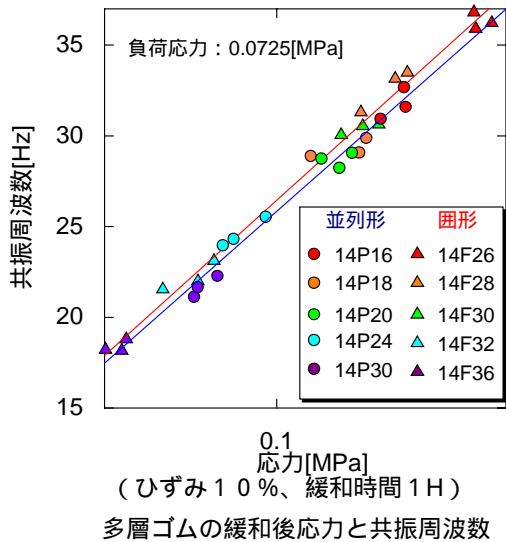


図7 共振周波数

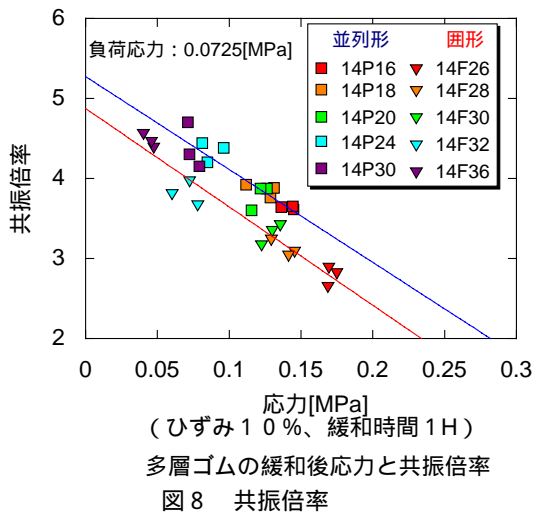


図8 共振倍率

4.3.2 材種の影響

図9に、並列形における異なる材種組み合わせでの共振周波数を示す。14P30の試験片と他を比べると、14P30より外層を柔らかい材種にして内層と外層の硬さの差を少なくした13P24は、共振周波数が低くなっているが、内層を硬くすることで内層と外層の硬さの差を少なくしている24P32では、共振周波数は高くなっている。この傾向は囲形においても同様であった。これより、共振周波数は、内層と外層の硬さの差が大きいほど低くなるのではなく、適切なゴム材種を組み合わせることによりより低い値を示すと考えられる。

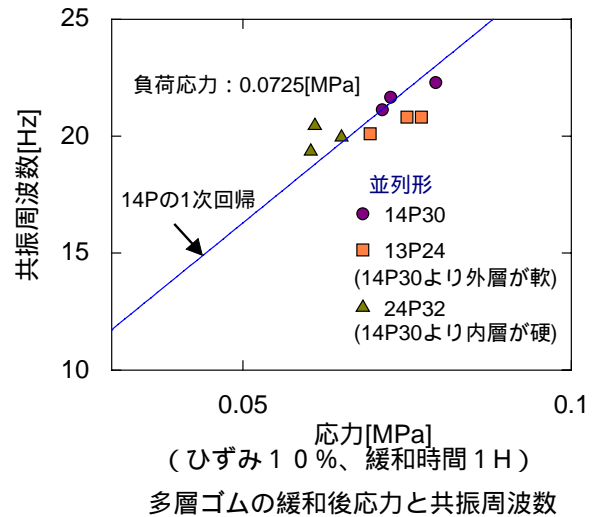


図9 異なる材種による共振周波数

5. 結言

外層に硬いゴム、内層に柔らかいゴムを用いた並列形、囲形の2種類の防振ゴムを試作し層構造の違いによる静的特性、動的特性を評価した。

その結果、目標となる静的強度を持つ試験片を作成することができた。また、並列形では、試作の過程で静的強度の評価にCAEを適用することで、評価工程の省力化が可能であることがわかった。

動的特性への層構造の影響では、並列形と囲形では同じ静的強度を有しても、共振周波数や共振倍率に違いが生じ、並列形の方が共振周波数は低くなることを確認した。これより、低周波数振動を有する機器への防振機器としては、並列形の方が適していると考えられる。

また同じ層構造でも、内層、外層のゴム材種を適切に組み合わせることにより、共振周波数は低くなることがわかった。

これらの結果を、高荷重、低周波数振動に適した防振装置の検討に役立てていく。

参考文献

- 1)角田稔 橋本真 渡辺正幸：“高機能防振ゴムの開発に関する研究”、福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.109-110、1997
- 2)橋本真 角田稔 渡辺正幸：“高機能防振ゴムの開発に関する研究”、福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.65-66、1998
- 3)橋本真 角田稔 渡辺正幸：“高機能防振ゴムの開発に関する研究”、福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.51-54、1999
- 4)村上謙吉：“レオロジー基礎論”、産業図書株式会社、1998

ポリプロピレン容器の超音波接合技術の研究

Study on Ultrasonic Welding Technique for Polypropylene Bottle

生産技術部 藤井 正沸 酒井 勝雄
材料技術部 渡部 修
(株)東北東海 沼田 雅和

超音波溶着機を用いてポリプロピレン容器を溶着するための基礎技術について研究を行った。実験では、ポリプロピレン(以下PP)以外にもアクリロニトリルスチレン共重合体(以下AS)、ポリエチレンテレフタレート(以下PET)を比較材料として、単純形状の試験片による溶着部の接合強度について調べた。いずれの材料も溶着部は母材の約50%の引張強度が得られるが、超音波の伝達と溶着部発熱を考慮した溶着物の形状が必要となる。PP容器においては超音波の伝達性が低く、強い超音波に耐えうる形状が必要と予測された。

Key words : 超音波伝達溶着、ポリプロピレン、耐圧容器、引張試験、熱画像解析

1. 緒言

プラスチックの接合技術は各種多彩な方法が実用化されている。ここでは、成形プラスチックを容易かつ迅速に溶着が可能である超音波伝達溶着法について、代表的材料の溶着性について調べた。従来、この手法では、硬く非晶質性の材料を対象に実用化が進んでいるが、より付加価値の高い製品開発を行うために、溶着が難しいと考えられていたPP材などの、結晶性で柔らかい材料を対象とした溶着技術の確立が望まれている。ここでは、PP材で成形された小型圧力容器の製造を目的として、これら材料に対する超音波伝達溶着の基礎的な実験を行い、その可能性について調べたものである。

この研究では、PP材以外に従来から成形品溶着を行っているAS材、リサイクル性が高いとされているPET材についても、溶着性を調べた。溶着性の調査においては、単純形状の溶着試験片を作製して、各種条件において超音波伝達溶着を行い、試験片の引張強度の測定を行った。また、成形容器の超音波伝達溶着を行い、溶着製品の実用性と問題点について検討を加えたものである。

実験結果において、超音波伝達溶着部の強度が母材に比べ50%程度の強度が得られることがわかった。また、超音波の伝達性が低いPP材においては、溶着に必要な超音波振動を伝達する形状を考慮することが必要と考えた。

2. 実験方法

2.1. 供試材料及び試験片形状

実験では、表1に示した特性を有する3種類の材料

表1. 供試材料の特性

性質	AS SAN-T	PET TR-A	PP PM600A
音速(m/s)	2738	2652	2946
融点(°C)	—	254	167
ガラス転位温度(°C)	105	78	-17
融解熱(J/g)	—	18.8	41.6
比熱(J/g/°C)	3.23	2.06	4.65
引張強さ(Mpa)	68.9	68.2	32.3
引張弾性率(Mpa)	4802	3969	1842

を用いた。AS材は融点の存在しない非晶質材で、PET、PP材は、結晶性で性質の異なる材料を用いて超音波伝達溶着性について調べた。これらの材料で図1に示した形状に成型した溶着試験片で溶着部の強度

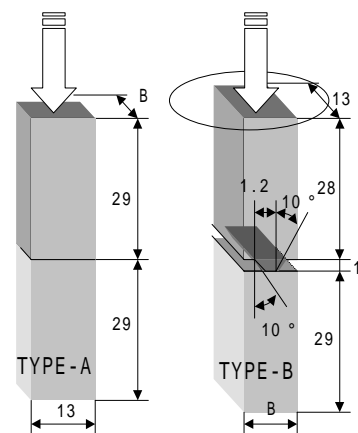


図1. 試験片形状 - 1

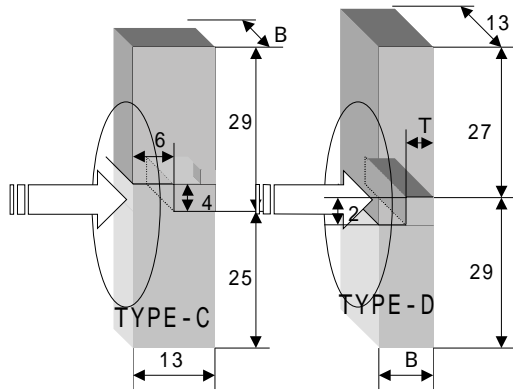


図1．試験片形状 - 2

を測定した。試験片には、超音波の伝達距離と溶着面における超音波のエネルギー・ダイレクターを変える目的で、各材質につき4種類の形状の試験片を作製した。TYPE-A,Bは、引張り強さで、TYPE-C,Dはせん断強さで溶着部の強度を評価した。これらの試験片は、成形された短冊形試験片を機械加工することによって作製した。試験片厚さBは6.2mmであるが、PP材については成形時に欠陥が発生するため、3.1mmとした(T=B/2)。

2.2. 超音波溶着機

実験に用いた超音波溶着機の構成を図2に示した。

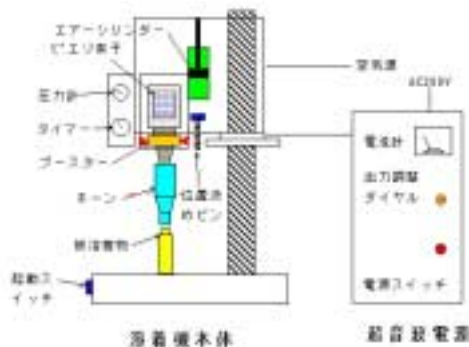


図2．超音波溶着機の構成

この島田理化学工業(株)製の溶着機は、本体(USW-63A)と自動追尾制御方式の電源(ET-120S-5)から構成され、被溶着物とホーン先端で接触して溶着が行われる。超音波は、本体内部のピエゾ素子から公称18kHz、最大1.2kWで発生され、ブースタとホーンの構造によって軸方向の振動振幅が増幅される。溶着時は、エアシリンダでホーンを被溶着物に加圧して、設定された出力(目標値)と時間で超音波が発振され、母材内部を超音波が伝達され、接合面で生じる摩擦発熱により溶着現象が生じる機構となっている。

2.3. 実験方法

図1に示した形状の試験片に対し、矢印の方向にホーンを接触させて超音波を入射し、溶着を行った。この実験では、各材料それぞれの形状について、3本の

試験片を準備し、表2に示した条件で溶着を行い、その平均強度で比較を行った。溶着時の加圧力は約

表2．試験片の溶着条件

試験片形状	TYPE-A			TYPE-B		
接合面-入射面距離(mm)	29.0			29.0		
溶着面積(mm)	80.6			80.6		
材質	AS	PET	PP	AS	PET	PP
ブースター倍率	1.3	2.4	2.7	1.3	2.4	2.7
出力ダイヤル値	100	100	80	100	100	80
最大電流値(A)	40	46	42	40	50	42
発振時間-1	0.3	0.3	1.5	0.3	0.3	1.5
発振時間-2	0.5	0.5	2	0.5	0.5	2
発振時間-3	0.7	1	3	0.7	1	3
試験片形状	TYPE-C			TYPE-D		
接合面-入射面距離(mm)	7			3.3(PPのみ1.6)		
溶着面積(mm)	24.8			26.0		
材質	AS	PET	PP	AS	PET	PP
ブースター倍率	1.3	2.4	2.7	1.3	2.4	2.7
出力ダイヤル値	20	80	60	80	80	60
最大電流値(A)	18	20	42	40	40	42
発振時間-1	0.15	0.5	0.5	0.15	0.5	0.5
発振時間-2	0.3	0.7	1	0.3	0.7	1
発振時間-3	0.5	1	2	0.5	1	2

300Nとし、各材質に合わせてブースターの選定を行い、試験片が破壊もしくはホーン接触面が溶融しない程度の最大出力をダイヤル値に設定した。最大電流値は、自動追尾制御方式で、必ずしも設定ダイヤル値と比例しない。また、溶着のための超音波の発振時間は、3段階に変えて溶着強度を比較した。

2.4. 容器の超音波伝達溶着

2.1. で用いた材料で射出成形された容器に同質材のキャップを円周接触させて同時に溶着し、その容器の耐圧を調べることで溶着容器としての実用性を調べた。容器の溶着条件は表3に示す。これには、溶着時にキ

表3．容器の溶着条件

試験片形状	TYPE-E			TYPE-F		
容器固定ジグ	無し			有り		
ホーン先端形状	平面			平面		
材質	AS	PET	PP	AS	PET	PP
ブースター倍率	1.3	2.4	2.4	1.3	2.4	2.4
出力ダイヤル値	20	80	60	20	80	60
最大電流値(A)	33	30	40	33	30	40
発振時間	0.4	0.4	0.3	0.4	0.4	0.3
試験片形状	TYPE-G			TYPE-H		
容器固定ジグ	無し			有り		
ホーン先端形状	凹面			凹面		
材質	AS	PET	PP	AS	PET	PP
ブースター倍率	1.3	2.4	2.4	1.3	2.4	2.4
出力ダイヤル値	20	80	60	20	80	60
最大電流値(A)	18	20	20	18	20	20
発振時間	0.4	0.4	0.3	0.4	0.4	0.3

キャップが破壊もしくは溶融しない最大レベルの超音波出力を設定した。キャップの構造上、必ずしも前述の試験片の溶着条件と同じではない。各材料の溶着条件を確定して、図3に示したような容器のまま溶着した場合 (TYPE-E) と容器の固定を行った場合 (TYPE-F)、それとホーンの先端に凹部を設け溶着面とホーンの接触面の間隔を近づけ、容器の固定を行わない場合 (TYPE-G) と固定した場合 (TYPE-H) について3本ずつ溶着を行い比較し、それぞれの材料についての効果を調べた。この溶着時の加圧力も約300Nとした。

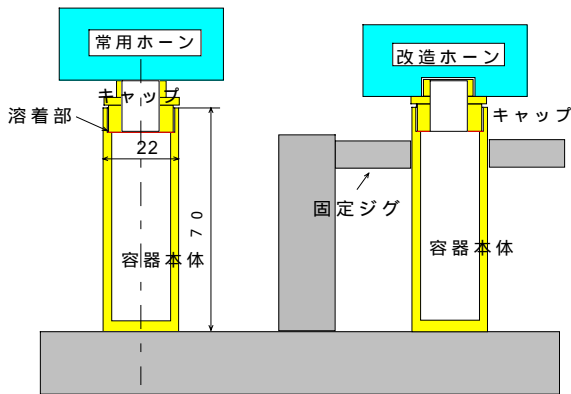


図3. 容器の溶着方法

3. 実験結果

3.1. 試験片の溶着強度

材質別に溶着された各種形状の試験片の引張強度を溶着時間で調べた結果が図4である。図4-1のAS, PETにおいては、TYPE-A, Bの試験片で高い強度の溶着部が形成できており、これらの溶着条件には適正な

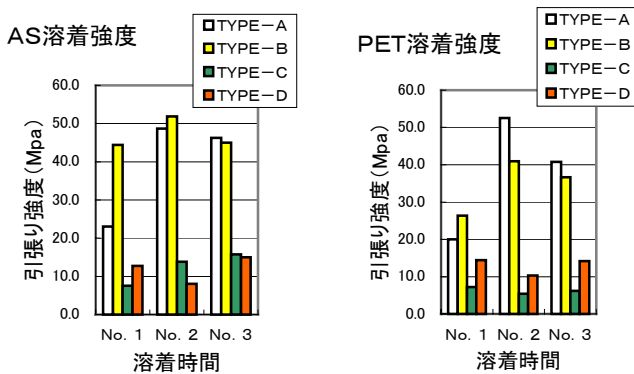


図4-1. 溶着時間と溶着強度

時間が存在し、No.1のように短時間では十分溶着が起こらず、No.3のような長時間では溶着部が過熱によって熱劣化が生じたものと推定される。TYPE-C, Dにおいては、超音波の伝達距離が短いにも関わらず、溶着部の強度は低かった。

図4-2に示したように、PPにおいてはTYPE-Cの試験片が溶着時間を長くすることで、高い強度の

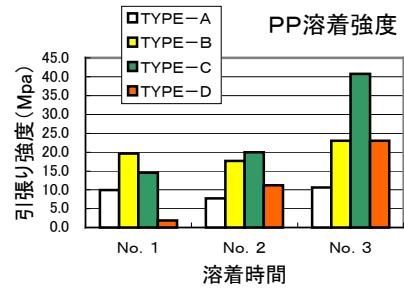


図4-2. 溶着時間と溶着強度

溶着部を形成できた。これは、超音波の伝達距離が短い方が、伝達時の損失が少ないためである。また、他の材料に比べ溶融の熱量が高く、昇温に時間を要するためにNo.3で溶着強度が高くなったと考えられる。これらの強度を、各試験片形状別に平均値を求めて形状別に母材に対し強度比で比較したのが図5である。

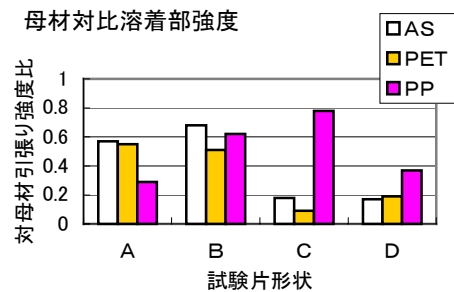


図5. 試験片形状別の母材比強度

PPを除いた材料では、TYPE-A, Bが高い強度を示した。特に、TYPE-Bの試験片形状ではいずれも、50%以上の母材比強度を有し、エネルギーダイレクターの有効性が示された。また、Cにおいては、試験片の切欠部に亀裂が生じるため、超音波振動エネルギーの伝達を抑制した結果、溶着不良となった。さらに、Dにおいては、ホーンとの接触による冷却効果が溶着性を低下させているものと予想される。PPにおいては、TYPE-Cの試験片の溶着強度が高くなった。これは、切欠の応力集中が小さい柔らかさであり、この形状における超音波伝達距離7mm程度が、冷却の影響が小さく且つ超音波の伝達に有効となる距離と考えられる。

超音波伝達溶着の溶着性については、基本的形状であるTYPE-Aにおいて、AS及びPETはPPに比べ溶着性が高い。この違いは、PPの比熱が高く溶融に多くのエネルギーを要すること、弾性率が低く超音波の伝達率が低いことが影響していると思われる。この試験片における溶着面の温度を測定した図6の結果から、何れの場合も溶融温度に達していることがわかる。また、ASやPETが0.3秒で300℃まで昇温するのに対し、PPは同じ温度になるのに1秒以上の時間が必要となっていることから、PPの溶着性が低いことが推察される。

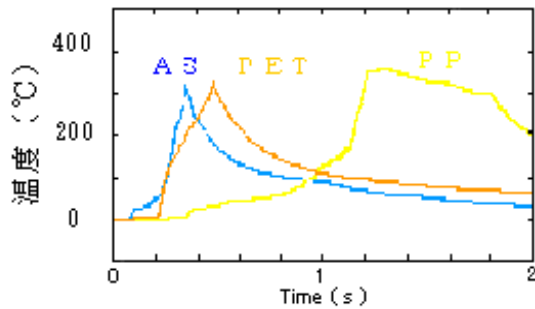


図6 溶着時の温度

3.2. 容器の溶着結果

表3に示した条件で、溶着された容器の耐圧試験の平均破壊圧力を表4に示した。この結果から見れば、

表4 容器の耐圧試験結果

破壊圧力 (Mpa)	TYPE - E	TYPE - F	TYPE - G	TYPE - H
AS	6.67	6.37	0.27	0.40
PET	0.70	1.77	0	0
PP	1.10	1.10	0.77	0.50

AS以外の容器では溶着性が低く、実用化が難しいことがわかった。溶着条件は、キャップ部の破損 (PET) とホーン接触面の熱変形 (PP) から、より高いエネルギーの入力は難しい。そこで、容器の一部を固定 (TYPE-F) したところ、PET においてのみ破壊圧力が高くなった。また、ホーンに凹部を設ける改造を加えたものは、全ての試験片で破壊圧力が低下 (PPのみ傾向が小さい) した。容器の固定は、十分な説明がされていないがあまり有効とは思われない。ホーンの改造についても、PPのように伝達性の低い材料であれば、ホーンと溶着部を近づけることで改善が期待されるが、改造に伴う超音波の不要な反射がホーン先端の振幅をより低下させるため、溶着が起きづらくなるものと思われる。超音波の反射波の影響については、本研究の中では十分な説明がなされていないが、超音波発振機の自動追尾制御方式と複雑に関係し、思わぬ溶着不良が発生していることが十分予測される。この結果だけでは、PPのような材料で超音波伝達溶着が困難と思われる形状の判断と溶着性の改善が成されない。そこで、熱画像解析装置を用いた溶着物の温度分布を計測した結果が図7である。溶着性の高いAS容器は溶着面からの発熱が良く起こっている。それに対し、PP容器はホーン接触面からの発熱が先行している。PET容器はこれらのやや中間的な発熱形態である。この手法は、溶着物の溶着可能性を調べるのに適しており、PPやPET容器の溶着を改善するためには、溶着部からの発熱を高める必要があることがわかる。それには、試験片の溶着実験から推察されるように、より高い超音波エネルギーをキャップ部で伝達す

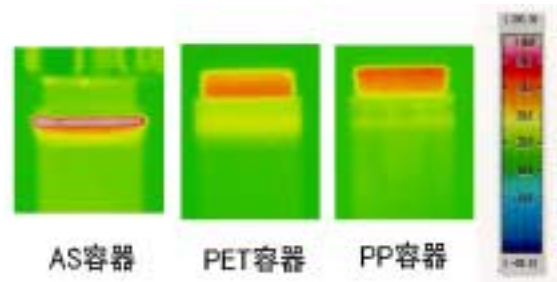


図7 容器の温度分布

るための破壊しない構造を有し、特にPP容器においては、ホーンによる冷却で接触面の変形を抑制しながら、溶着面が冷却されない程度で伝達距離を短くすることが有効と考えられる。

4. 結言

本研究では、PP容器を対象とした超音波伝達溶着の実用化について他の材料と比較検討したところ、溶融熱量が高く、超音波伝達性が低いため溶着性が低いと判断した。これを改善するには、より強い超音波で溶着することが必要と思われ、より伝達し易くかつ、強度を有する製品形状にすべきと考えられる。他にも、有効なエネルギー・ダイレクターを設計することも効果的な手法と考えられる。

試験片の溶着結果から、素材の溶着部は適正な条件を設定することで、PP材においても母材の50%以上の強度が得られる。

硬い材料では超音波伝達時の応力集中を受けやすく、超音波の伝達エネルギーが制約されるので、切欠部の少ない製品設計が必要である。また、超音波伝達溶着による製品の実用化を調べるためには、熱画像解析による溶着時の製品温度分布の計測が有効である。

材質を基礎的に検討するための超音波減衰と実機での実用化における超音波の反射が及ぼす発振出力の影響についても重要な問題ではあるが、今後の課題となった。

参考文献

- Technical Information No.32 超音波溶着, Branson
- プラスチックデータブック, 伊藤公正編

微細放電加工の微細モールド金型への応用 (第1報)

Application of Scanning-EDM to Fine Mold

生産技術部 本田和夫、藤井正沸、渡部一博

材料技術部 伊藤嘉亮、渡部 修

本研究では、0.1mmの銅パイプ電極を用いた創成放電加工によりキャピティを加工したトランスファーモールドを模した実験型を試作し、成形実験を行い微細放電加工の微細モールド金型への適応可能性について検討した。さらに微細化を目指し、直径 40 μ m以下の電極走査によるポケット加工を行った。また、被加工材質による加工面性状の違いについて調査した。

その結果、微細放電加工が微細モールド金型に適応可能であり、面粗さの向上と底面うねり等の課題を解決することにより、さらに微細なモールド金型を製作できる可能性を得た。

Key words: 微細放電加工、創成放電加工、微細モールド、トランスファーモールド、WEDG

1. 緒言

部品の小型化は、特に、電子機器において顕著であるが、近年稼働部品についても医療機器を中心に急速な小型化が求められている。能動カテーテルや脳血管手術用のマイクロクリップなどでは、半導体プロセスや放電加工の利用により数十 μ m サイズのものも出現している。これらのマイクロ部品は、ほとんどがバルク材のエッチングや電鑄などにより少数生産されているため高コストとなり、それにより製品自体の高価格化を招いている。部品自体において、強度的に樹脂材でも十分なものが多く、射出成型等による量産が望まれている部品も少なくない。また、量産に向けた金型の製作は、加工サイズが小さく機械加工が適応できないため、LIGA (Lithograph Galvanforming und Abformung) やワイヤ放電加工を用いるのが一般的であるが、LIGAの場合放射光を取り出すための特殊な設備が必要であり、ワイヤ放電加工では抜き加工しか行えないため金型の構造が複雑になるなどの問題があり、中小企業への普及が進んでいないのが現状である。

これらの問題を克服する方法のひとつとして片側支持した微細電極を走査する創成放電加工法¹⁾²⁾³⁾に注目し、平成8年よりそれらの微細加工への応用の研究を行ってきた⁴⁾。微細放電加工では、片側支持のためワイヤ放電では不可能な底面加工が可能である、電極を数 μ m サイズまで小さくできるため10 μ m以下の加工が可能である等の利点を持ち、微細部の加工には最適な加工法のひとつであるが、比較的新しい加工法であり条件設定も難しいため一般にはなかなか普及していなかった加工法である。

本研究では、これまでの研究により確立した加工法および条件により微細モールド金型を試作し、微細な樹脂成形品の成形を行うことにより微細モールド金型製造技術の確立を目標としている。

今年度は、トランスファーモールドを模した実験型

を試作して成形を行い、微細モールド金型への適応可能性について検討し、微細モールドの問題点を抽出した。次に、さらなる微細化のために直径 40 μ m以下の極微細電極の走査による形状加工、鋼材以外の材質の加工性について実験した。

2. 実験

2.1. 微細モールド実験金型の試作

実験型の構造は、図1に示すようにトランスファーモールド金型を模した単純な構造とした。キャピティは微細モールドにおける問題点を把握するため、モジュール0.1、歯数8、転位係数0.4、歯先円直径1.08mmの微細ギアとした。

キャピティ、ランナー及びゲートの加工は、三菱電機(株)製創成放電加工機EDSCAN8により外径0.1mm内径0.05mmの銅パイプ電極を用いて行った。キャピティの加工条件は、以前の研究⁴⁾より表1に示す条件とした。

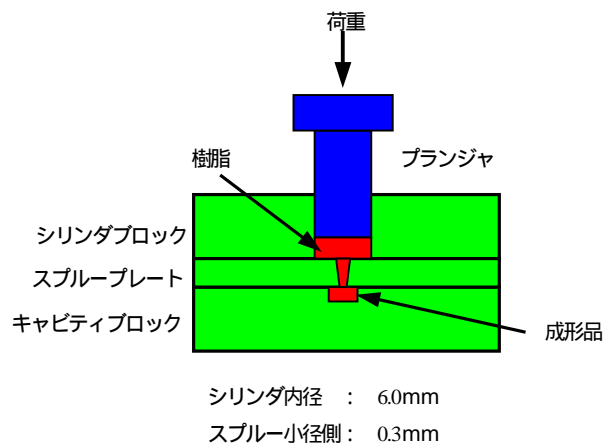


図1. 実験型の構造

表1．キャビティ加工条件

	形状仕上加工	底面仕上加工
放電電源回路	RC 放電回路	RC 放電回路
開放電圧	110V	110V
コンデンサ容量	510 pF	510 pF
Z 勾配	10 μm / 1 μm	5 μm / 1 μm
1 層加工厚さ	2.3 μm	1 μm

表2．電極成形条件

	荒加工	中仕上	仕上
開放電圧	100V	100V	70V
コンデンサ容量	3300 pF	10 pF	10 pF
加工速度	2 μm / sec	2 μm / sec	1 μm / sec
早送り速度	50 μm / sec	50 μm / sec	50 μm / sec

表3．ポケット加工実験条件

	設定条件
開放電圧	70V
コンデンサ容量	10 pF
加工速度	XY : 3 μm / sec Z : 1 μm / sec
早送り速度	XY : 50 μm / sec Z : 5 μm / sec
電極走査間隔	40 μm : 15, 20, 25, 30, 35 [μm] 20 μm : 7.5, 10, 12.5, 15, 17.5 [μm]
加工形状	120 μm × 120 μm 矩形
加工深さ	1 μm × 10 層

2.2. 成形実験

図2に成形実験の流れを示す。試作した金型をボルトナットで締結し、シリンダ内にポリアセタール樹脂ペレットを投入後プランジャを挿入した状態で、温風循環型恒温槽により220℃で30分間加熱した。その直後にプランジャを手動式油圧プレスで147MPaに加圧し、圧力を保持したまま5分間冷却した。油圧プレスによる荷重を除いてさらに10分間冷却し、金型表面温度が約40℃になったところで、先にスプループレートとキャビティブロック間、次にスプループレートとシリンダブロック間で金型を開き成形品を取出した。

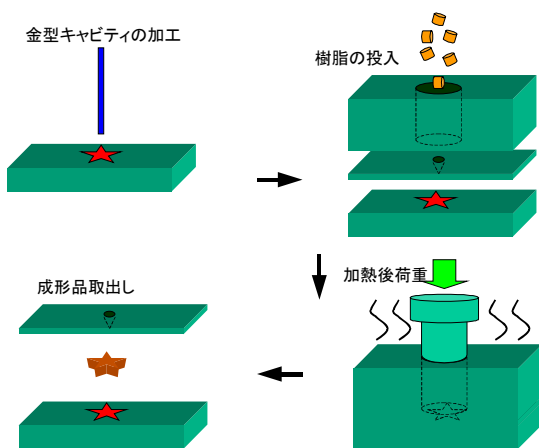


図2．成形実験の流れ

2.3. 極微細棒電極によるポケット加工

松下電器産業(株)製 超微細放電加工機 MG - ED 8 2W を用い、直径 40 μm 以下の電極によるポケット加工実験を行った。直径 0.12mm のタングステンワイヤを WEDG (Wire Electro-discharge Grinding : ワイヤ放電研削)法により、直径 40 μm、20 μm、長さ 200 μm に成形した。調質した SKD11 に対し XY 方向に電極を走査して1層加工したあと、Z (深さ) 方向に 1 μm づつ電極を送ることを繰り返すことにより四角ポケット加工を行った。表2に電極成形条件、表3に実験条件を示す。

2.4. Ni への微細放電加工

鋼材以外の加工性について、電気鋳造やメッキでモールド金型に多く使われている Ni を取り上げてポケット加工実験を行った。加工条件については SKD11 と同様とした。

3. 実験結果と考察

3.1. 微細モールド実験金型の試作

図3に試作した2個取り用金型を示す。ランナー部とギア部は深さ 0.5mm とし、ゲート形状は 0.2mm × 0.2mm とした。1個取り用では、直径 0.3mm のスプルー小径側をピンゲートとして直接キャビティに充填する構造とした。ギアのキャビティ1個に11時間30分、ゲート1個に1時間17分、ランナーに7時間50分を要し、総実加工時間は33時間24分であった。底面の角Rは30 μm 程度でレーザー顕微鏡による表面粗さは 3.0 μm Ry 前後であった。

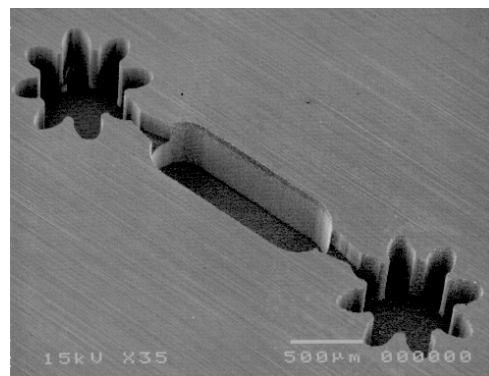


図3．試作した2個取り用金型

3.2. 成形実験

図4に1個取り金型キャビティと得られた成形品を

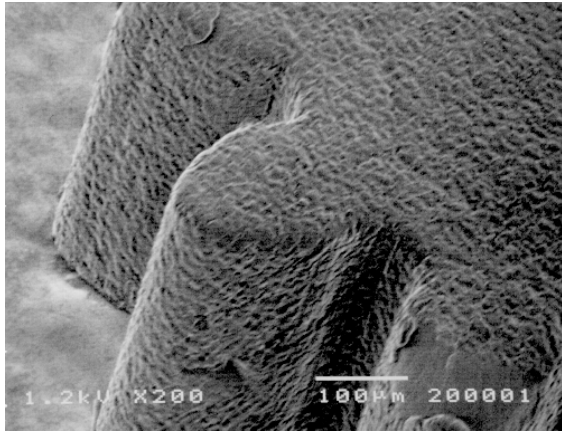
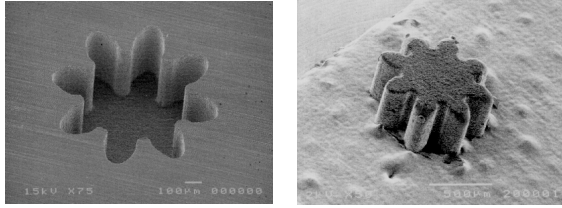


図4 . 上：金型キャピティと成形品
下：成形品拡大写真

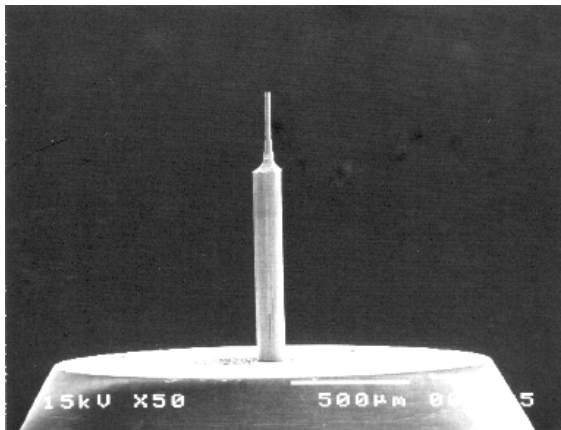


図5 . 成形した 20 μm電極

示す。樹脂が歯先まで充填されており、表面は放電加工痕による凹凸まで忠実に転写している。ただし、離型性に問題があり 歯先部分が金型に食い取られている部分が確認できる。また、2個取り用金型ではランナーは取出すことができたが、製品部が取出せなかった。表面粗さを向上し離型性を改善する必要があるが、単発放電エネルギーの低減と表面改質などにより対策可能と考えている。

これらのことから、微細放電加工により微細モールド金型の製作は十分可能であり、さらに微細な成形品の実現も可能であると思われる。

3.3. 極微細棒電極によるポケット加工

直径 125 μmのタンゲステンワイヤーを直径 40 μm、20 μm、有効長 200 μmに成形するのに要す

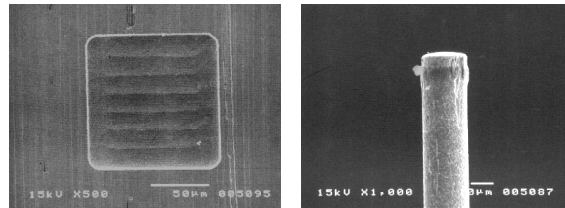


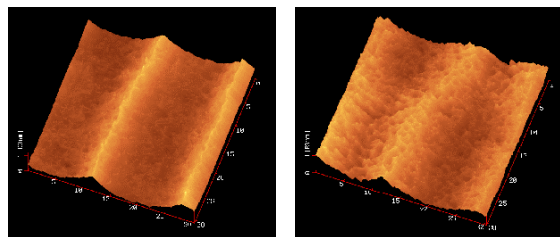
図6 . 矩形ポケット 加工後の電極

る時間はいずれも 14 分 30 秒であった。図5に成形した直径 20 μmの電極を示す。

図6 に、直径 20 μm電極で SKD11 に加工した 120 μm×120 μm深さ 10 μmの四角ポケット、図6に加工後の電極を示す。現在までに、直径 20 μm電極によるポケット加工が可能となっているが、電極底面が均等に消耗しないため加工後の底面に 3 μm程度のうねりができるという問題が残っている。今後、電極走査法を含めた加工条件の最適化が必要である。

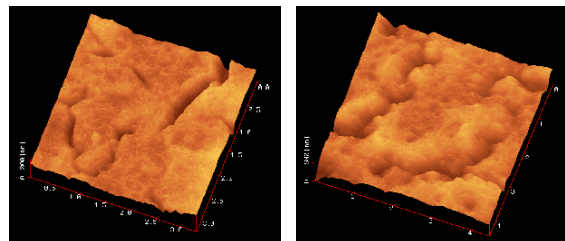
3.4. Niへの微細放電加工

図7 はSKD11、図7 はNiの加工後の原子間力顕微鏡 (AFM) による立体像である。加工に要する時間は両者とも 34 分前後とほぼ同等であった。AFMによる微視的な加工面粗さは、SKD11 が 0.23 μmRy、Niが0.32 μmRyでありNiが悪い結果となった。また、両者とも加工面にマイクロクラックが観察された。マイクロクラックの数はSKD11よりNiの方が多く、図8に示すようにクラックの形状はSKD11がシャープで深く、Niは丸みを帯びて浅い状態であった。



SKD11 Ni

図7 . 加工後のAFM立体像 (1辺30 μm)



SKD11 Ni

図8 . 加工面のマイクロクラック (1辺3 μm)

微細な金型キャビティは2次加工による加工面性状の改善が非常に困難であるため、微細放電加工のみで仕上げる事が望ましい。今後は、さらに材質と加工条件による加工面性状について調査し、最適な材質と加工条件を求める。

4. 結言

これまでの研究で、微細放電加工によりトランスファーモールド金型を模した微細金型を試作し、モジュール 0.1 歯先円直径約 1 mmの微細樹脂成形品を得ることができた。ワイヤ放電加工などこれまでの加工法と比較して単純な構造で微細モールド金型を製作できることを確認した。しかし、さらに微細化を目指すためには、表面粗さ改善による離型性の向上、底面と壁面の角 R の低減、40 μ m以下の電極による加工時の底面平坦度向上などの課題が残された。

今後は、これらを解決し金型構造についても再検討し、最終的には樹脂モールドによる断面形状が 50 μ m \times 50 μ mの光導波路や 500 μ m以下のメカ部品などの微細モールド金型と成形品の試作を目指す。

参考文献

- 1) 土屋、金子、菅野：“円筒電極による三次元制御放電加工(第2報) - 電極消耗長さ自動計測・補正による平面加工 - ”、電気加工学会誌、Vol.17、No.34、pp.1-12、1984
- 2) 余、増沢、藤野：“単純成形電極による三次元微細放電加工(第1報) ”、電気加工学会誌、Vol.31、No.66、pp.18-24、1997
- 3) 湯沢、真柄、後藤、今井、佐藤、千代：“小径電極による微細輪郭放電加工 ”、電気加工技術、Vol.19、No.63、pp.1-6、1995
- 4) 本田、渡部：“創成放電加工による微細形状加工の研究 ”、平成10年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.47-50、1999

CBNホイールのドレッシング条件と研削性能

Relation between Dressing Conditions of
CBN wheels and Grinding Characteristics

生産技術部 渡辺正幸 富田道男

カップツルア(等速)法、ブレーキドレッサ法、ロータリドレッサ法、スティック砥石法でドレッシングしたピトリファイドCBNホイールを工具として、ワークをプランジ研削し、それぞれの場合について、ワークの表面粗さ・残留応力、研削抵抗を測定するとともにホイール作業面の砥粒を観察し次の結果を得た。

- 1) ワークの表面粗さは、一般砥石、角柱ダイヤモンドの両者ともに、周速比の増加に従って、減少する傾向を示した。また、ドレッサの硬度の比較では、硬度が高い角柱ダイヤモンドは、粗さが小さく、低い一般砥石は、粗くなった。
- 2) ホイール面の観察から、カップツルア(等速)法によるホイール作業面は、砥粒先端が尖っており、その他の方式によるホイール作業面は、砥粒先端に平坦部が観察された。
- 3) 他のドレッシング方法に比較して、カップツルア(等速)法の研削抵抗は小さな値を示した。
- 4) ワーク表面の残留応力は、4種類のドレッシング方法ともに圧縮応力となり、その値はほぼ同じ値となった。

Key words: CBNホイール、ドレッシング、ロータリドレッサ、カップツルア、ブレーキドレッサ

1. 緒言

専用機の開発や自動化、無人化指向に伴い、超砥粒ホイールが盛んに使用されるようになってきた。

中でも鉄鋼材料の研削に使用されるCBNホイールの増加は著しく、特に、有気孔タイプのピトリファイドCBNホイールは、切れ味に優れツルイグ・ドレッシングが比較的容易なことから、使用量はレジノイドCBNホイールを追い越すまでに増加してきた。

しかしながら、ピトリファイドCBNホイールもレジノイドCBNホイールと同様に、研削性能はドレッシング条件に大きく左右され、いかに最適なドレッシング条件を選択するかが、その研削性能を十分に発揮させるための重要なポイントになっている。

そのため、砥粒砥石を機械加工する方法、遊離砥粒を使用する方法、電気・化学エネルギー(放電・電解・腐食)を利用する方法など、様々なドレッシング方法が提案され研究されている。これらの中から研削目的に応じた適正なドレッシング法を選択するには、それぞれの性能を統一的に評価しておくことが必要である。そこで本報告では、実用化率の高い「砥粒砥石を機械加工する方法」でピトリファイドCBNホイールをドレッシングし、合金鋼のワークを同一条件で研削実験することにより、ワークの表面粗さ・残留応力、研削抵抗を測定するとともにホイール面の変化を観察し、ドレッシング方法と研削性能との相関性を追求した結果について報告する。

2. 4種類のドレッシング方法

以下に示すドレッシング方法を採用した。

- (a) カップツルア(等速)法(以下「カップ」とする)
- (b) ブレーキドレッサ法(「ブレーキ」)
- (c) 角柱ダイヤモンドロータリドレッサ法(「ロータリ」)
- (d) スティック砥石法(「スティック」)

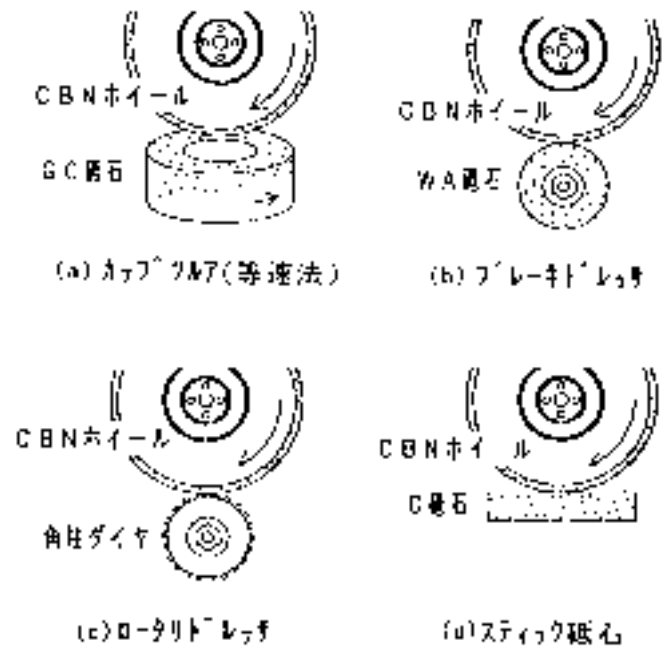


図1. 4種類のドレッシング方法

(a) 「カップ」は、研削砥石の側面を利用し、ドレス砥石側面の任意の直径部と超砥粒ホイールの周速度を同じにし、かつダウンカットでドレッシングを行う。等速条件にすることで、ツルイグ比の高い高能率なツルイグ・ドレッシングが行われる。

(b) 「ブレーキ」は、一般砥石を取り付けたブレー

キドレッシング装置を研削盤のテーブル面上に固定し、回転している超砥粒ホイールに砥石を接触させる。接触により砥石がつれ回りを始めるが、ドレッシング装置内にはブレーキ機構が設けられており、このブレーキ機構によって砥石の回転は、超砥粒ホイールと比較して低い一定の値に保持される。

このように、この方法は超砥粒ホイールを研削盤に取り付けた状態で、能率よくツルイーグ・ドレッシングできるというメリットがあるため、もっとも手軽に用いられている。

(c)「ロータリ」は、角柱ダイヤモンドを等間隔に埋め込んだドレッサホイールで、超砥粒ホイールを研削し、ツルイーグ・ドレッシングを自動的に行うものである。ダイヤモンドが磨耗しても、同一のドレッシング性能が得られる。

今回、正転、逆転が可能で、回転速度を変更できるようにドレッサ回転装置を改造し、表1記載の5種類の周速比で、ホイールをドレッシングした。

(d)「スティック」は、バイスを用いてGC砥石をテーブル面上に固定し、超砥粒ホイールで研削することによってホイールをドレッシングした。

その他のドレッシング方法として、単石・多石ダイヤモンドドレッサを用いる方法は、超砥粒ホイールのドレッシングにはあまり使用されないこと、放電加工・電解加工を利用する方法は、特殊な装置と電源が必要とされることから、今回のドレッシング方式から除外した。

ドレッサ砥石とドレッシング条件を表1に示す。

3. 研削実験

ドレッシング後、砥粒切れ刃を確認するため、倒立顕微鏡でホイール表面を観察した後に研削実験を行った。(図2) 研削実験の条件を表2に示す。

4. 実験結果

測定項目は表3の4項目とした。

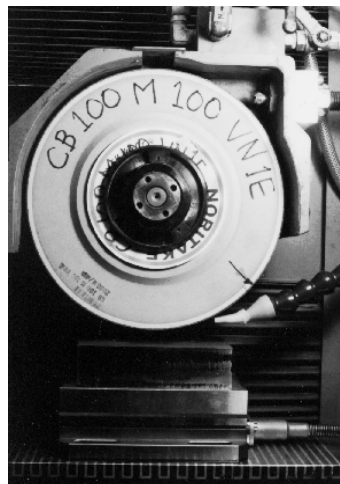


図2 研削実験

表2 研削条件

研削装置	平面研削盤(長島精工NAS420CNC)
研削方式	プランジ研削
ホイール	CB100M100VN1E(255x10x 50.8)
ワーク	SCM435(HRC48)140Lx80Wx40H
研削液	リユーブタイプ(リクサSA-02)x50倍希釈
研削速度	30m/s
テーブル速度	0.295m/s
切込量	10 μm(Up cut)
総切込量	140(ワーク長さ)x2(切込)x8回

表3 測定項目

測定項目	測定装置
4.1 ホイール作業面観察	培養倒立顕微鏡(ニコンTMS)
4.2 粗さ測定	表面粗さ測定機 (東京精密575A)
4.3 研削抵抗の測定	圧電式動力計 (日本キヤ-9257B)
4.4 残留応力の測定	X線応力測定装置 (理学電機PSPC)

表1 ドレッサの砥石とドレッシング条件

ドレッシング方法	ドレッシング条件	ドレッサの砥石と寸法
「カップ」	ホイールとドレッサの周速度が同じで、同方向 総切込み量：300 μm、1回の切込み量：10 μm	GC60H7V 125x25.4x 76
「ブレーキ」	総切込み量：600 μm、1回の切込み量：10 μm	C60M7V WA100H8V WA60K7V(75x12.7x 25
「ロータリ」	周速比(ドレッサ周速度/ホイール周速度) Up cut 1、Down cut -1.1、-0.9、-0.7、-0.4 総切込み量：60 μm、1回の切込み量：2 μm	ドレッサホイール外周上(85) に、144ヶの角柱ダイヤ (0.8x0.8x2mm)を等間隔 に埋め込み
「スティック」	総切込み量：1mm、1回の切込み量：10 μm	C60M7V・13x30x70

4.1 ホイール作業面の観察

図3、4に、それぞれ、「カップ」、「ブレーキ」でドレッシングした直後のホイール作業面の顕微鏡写真を示す。「カップ」のホイール作業面は、砥粒先端が尖っていて凹凸が大きく、多数の切れ刃が生成されているが、「カップ」以外のホイール作業面は砥粒先端に平坦部が見られた。

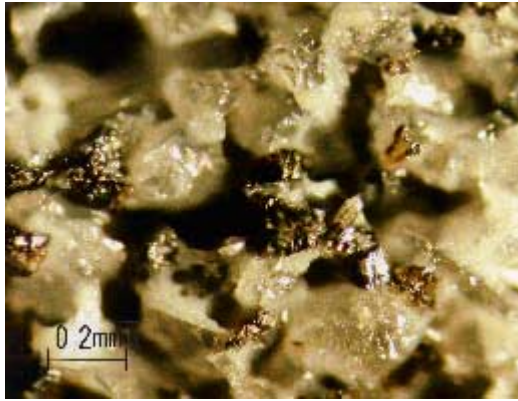


図3 . ホイール作業面の顕微鏡写真「カップ」

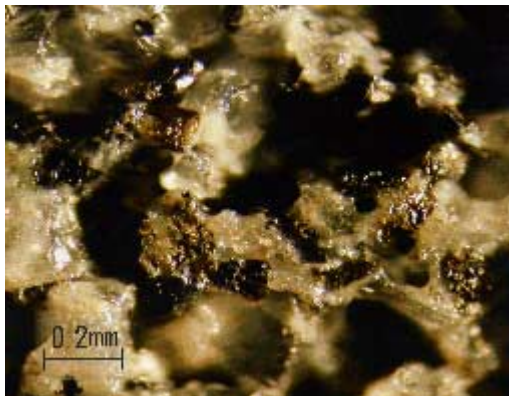


図4 . ホイール作業面の顕微鏡写真「ブレーキ」

4.2 ワークの表面粗さ

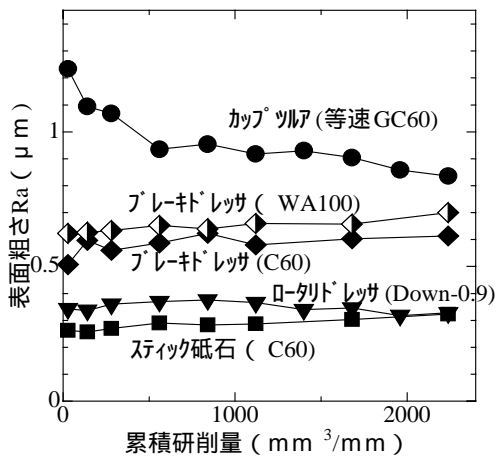


図5 . 累積研削量と表面粗さ

図5に4種類のドレッシング方法と表面粗さの関係を、図6に「ロータリ」の周速比を変えたときのワーク表面粗さを示す。横軸の累積研削量は、ワークの研削除去体積をホイール幅で除した値である。

「カップ」のワークの表面粗さは、ドレッシング直後から累積研削量 560mm³/mmまで変化するが、それ以降はほぼ安定する。その他の方法はドレッシング直後から安定する。

表面粗さは、「カップ」・「ブレーキ」の順に粗く、「ロータリ」と「スティック」は小さな値となった。

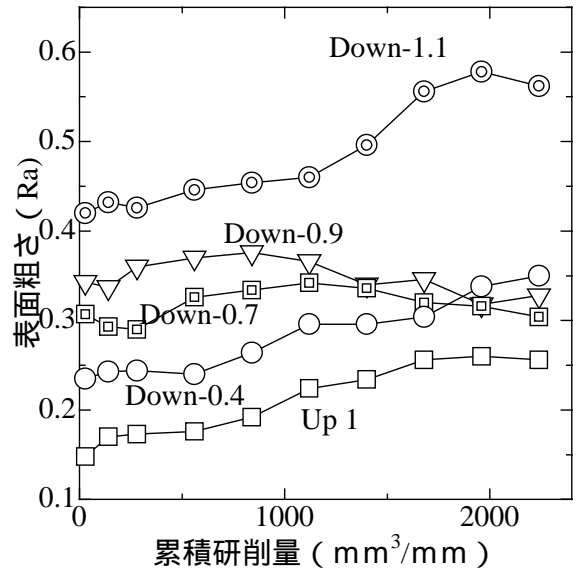


図6 . 「ロータリ」による表面粗さ

周速比の異なる「ロータリ」の実験では、ドレッシング直後の表面粗さは、周速比が低いほど(Down-1.1,-0.9)粗く、高いほど(Down-0.4,Up1)小さな値となった。また、周速比が Down-0.9,-0.7,-0.4の表面粗さは、累積研削量 1,680mm³/mm以上で、0.33(Ra)に収束する傾向となった。

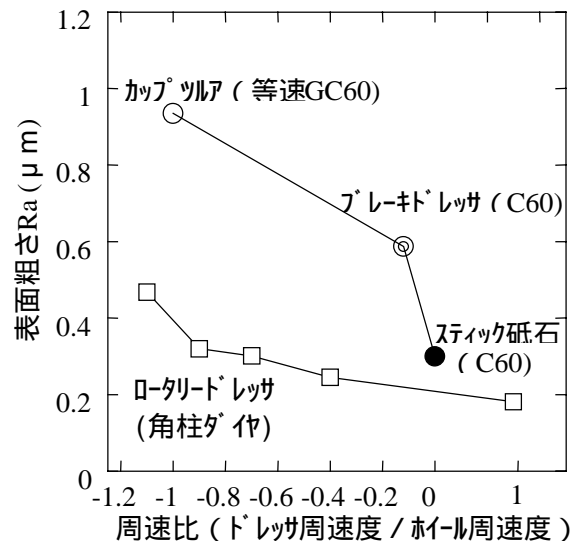


図7 . 周速比と表面粗さ

「カップ」、「ブレーキ」、「スティック」の周速比は、それぞれ -1、-0.12(実測値)、0である。この3種類のドレッシング方法と「ロータリ」について、横軸を周速比、縦軸を表面粗さ(累積研削量560mm³/mm)として、図7にまとめた。

一般砥石、角柱ダイヤモンドともに、周速比の増加に従って、表面粗さは減少する傾向を示す。

4.3 研削抵抗

ホイールの切れ味は、ホイール作業面の性状に依存し、研削抵抗によって評価される。一般的には、研削時の研削抵抗が小さい程ホイールの切れ味が良いと言われる。そこで、ここではワークを研削した時の研削抵抗について考察し、ドレッシングの良否を判定することとした。

ワークを圧電式動力計に固定してプランジ研削を行い、法線方向、接線方向の研削抵抗を測定した。図8に法線方向の研削抵抗を示す。

「カップ」の研削抵抗は、ドレッシング直後から安定して小さな値でありホイール切れ味が優れている。その他の方式は、ドレッシング直後から累積研削量 300mm³/mmまで急減し、それ以降は安定しているが「カップ」より高い値となった。

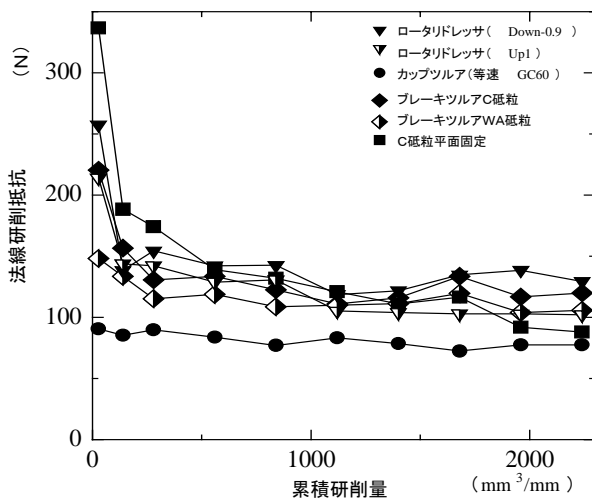


図8 . 累積研削量と研削抵抗

4.4 ワーク表面の残留応力

研削表面に存在する残留応力の大きさは、機械部品の疲労強度など破壊強度に影響するのできわめて重要である。

図9にワーク表面の残留応力を示す。

ワーク表面の残留応力は、各種ドレッシング方式ともに圧縮応力でその値はほぼ同じとなった。

このことは、ワーク表面の残留応力がホイールの切れ味の良否にあまり影響されないことを示している。

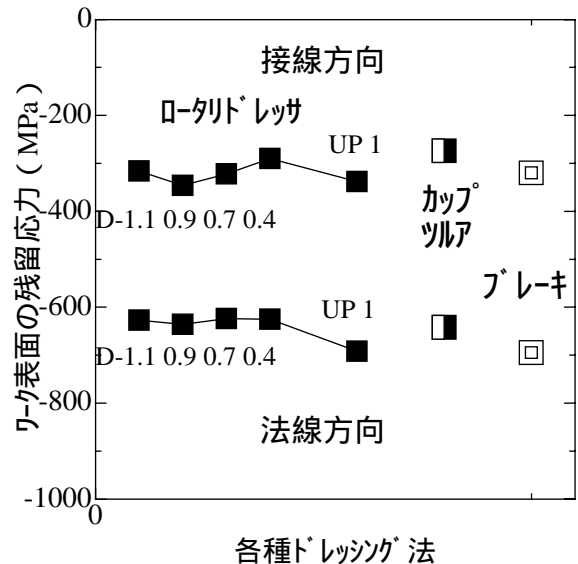


図9 . ワーク表面の残留応力

5 . まとめ

- 1) ワークの表面粗さは、一般砥石、角柱ダイヤモンドの両者とも、周速比の増加に従って、減少する傾向を示した。また、ドレッサの硬度の比較では、硬度が高い角柱ダイヤモンドは、粗さが小さく、低い一般砥石は、粗くなった。
- 2) ホイール面の観察から、「カップ」によるホイール作業面は、砥粒先端が尖っており、その他の方式によるホイール作業面は、砥粒先端に平坦部が観察された。
- 3) 他のドレッシング方法に比較して、「カップ」の研削抵抗は小さな値を示した。
- 4) ワーク表面の残留応力は、4種類のドレッシング方法ともに圧縮応力となり、その値はほぼ同じ値を示した。

参考文献

- 1) 横川和彦, 横川宗彦: CBNホイール研削加工技術, 工業調査会, (1988)62.
- 2) 海野邦昭: CBN・ダイヤモンドホイールの使い方, 工業調査会, (1991)
- 3) ビトリファイト CBNホイールのドレッシング条件と研削性能, リタケ技報, (1992)
- 4) 東江真一他: CBNホイールの総形成生に関する研究, 砥粒加工学会誌, 43, 10, (1999)452
- 5) ニノ宮進一他: EFDドレッシング法によるレジノイド CBNホイールのツルイグに関する研究, 砥粒加工学会誌, 43, 11, (1999)500

新素材の可縫性に関する研究

Study of sewability for present fabrics

福島技術支援センター 三浦文明 野村 隆 東瀬 慎

前年度までの新素材の可縫性に関する研究を踏まえ、近年縫製欠点として問題が多発してきている新素材のシームパッカリング現象について、工業用ミシンの縫糸をその可縫性能の観点からK E S的手法を用いて解析を行った。

その結果、新素材のシームパッカリング現象を縫糸の荷重 - 伸長回復ヒステリシス曲線から解析できるようになり、新素材と縫糸に対する可縫性の評価法を確立することが可能となった。

keyword : 可縫性、シームパッカリング、K E S、荷重 - 伸長回復ヒステリシス曲線

1. 緒言

新世代ウールや新合繊、ストレッチ素材等、所謂「新素材」といわれる繊維素材の可縫性に関する研究は、前年度までの研究に於いて、ほぼその解析手法を確立することができた。それは、生地の基本特性値を把握するために、風合いの客観的評価法として開発されたK E S法（引張特性、剪断特性、曲げ特性、目付等）と、縫製工程におけるプレス収縮を再現するために開発された103Aプレス収縮試験法（プレス直後、放置後、加湿直後の収縮率及び脱水率）を用いて生地の性質を数値化し、その生地を使用した場合に生産ライン上で起こる様々な現象やその製品の仕上がり具合との関連性を統計的手法によって解析することにより、製品の仕立て映えの予測や縫製欠点の予測を可能とするものである。

本年度は以上の研究を踏まえ、近年縫製欠点として問題の多くなってきた新素材のシームパッカリング（Seam puckering：縫い皺、縫いずれ）現象について、縫製工場で使用されている工業用ミシンの縫糸を可縫性能の観点からその評価法を検討し（図1）、上記K E S的手法に基づき試験解析を行った。

2. 試験方法

定速伸長型引張試験機による、縫糸の荷重 - 伸長回復試験プログラム作成にあたっての条件は次のとおりである。

- ・使用機器：AGS-10KNG 株式会社津島製作所
- ・使用ソフトウェア：SHIKIBU Ver3.10C
コントロールソフト 株式会社津島製作所
- ・試験条件：JIS L1013 L1095 L2511 準拠
縫糸長（標点距離） 250.0mm
引張及び回復速度 125.0mm/min
初期荷重 0.1N
最大荷重 2N, 4N
- ・環境条件：温度 20
湿度 65% RH

以上条件により、各縫製工場で現在使用中のポリエステル素材の縫糸を中心に、約100サンプルを試験し、それぞれに最大荷重2Nと4Nの2本の荷重 - 伸長回復のヒステリシス曲線を得た。

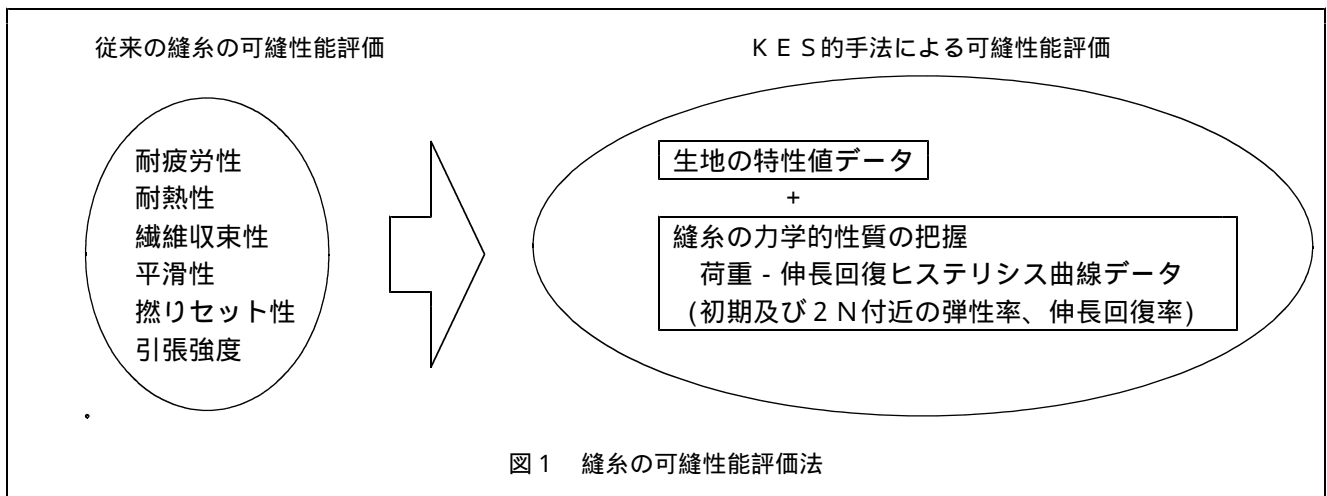


表1 シームパッカリングの発生に作用する要因

要因		要因細目
ミシンの 送りの 機構 的 要 因	糸調子	上糸張力、下糸張力
		糸取りバネ強さ、糸取りバネ作動量
		針と送りのタイミング（カマのタイミング）
	送りの機構	送り型式（ミシンの機構）
		送り歯形状、送り歯高さ、送り歯取付位置
		送りのタイミング
	針板及び針	針板の形、針穴寸法
		針の番号、針先の形状、針の仕上げ法
	押さえ機構	押さえ金の種類、押さえ金の形、押さえ金圧力
		摩擦係数（押さえ金の滑り、布×押さえ金）
その他	ミシンの機種（縫い目型式、送り型式）	
	回転数（縫い速度）	
	使用アタッチメントの形状、針目数、その他	
素材的 要 因	布の性状	厚さ、組織、繊維の種類、糸の密度と太さ
		カバーファクター、テクスチャー
		柔軟性、伸縮性、伸長弾性、圧縮性、圧縮弾性
		平滑性（摩擦係数）、収縮性（寸法安定性）
	ミシン系の性状（縫い糸）	繊維の種類、太さ、撚り構造、仕上げ法、毛羽 伸縮性、伸長弾性、ヤング率、平滑性（摩擦係数） 収縮性（寸法安定性）、曲げ剛性
付属品性状	裏地、芯地、ファスナー、テープ	
縫製 技 術 的 要 因	縫製に関する条件	製造方式、生産性、縫い目型式（ミシンの種類）
		回転数（縫速度）、縫製箇所、縫合わせ型式
		重ね合わせ枚数、縫い方向、糸張力の調整
		オイリング、アイロン、プレス
		縫製素材の選択、針の選択、針目数の選択
	アタッチメントの選択	
作業員に関する条件	熟練度、縫製やアイロンかけの手の操作 ミシンの加減速度	

「新合織の複合化とミシン」より

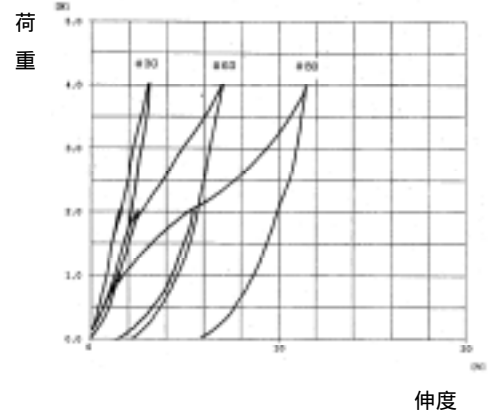


図2 ポリエステル80の荷重 - 伸長回復曲線

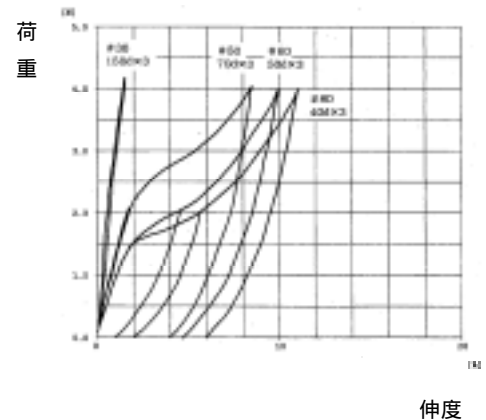


図3 ポリエステルフィラメント糸の荷重 - 伸長回復曲線

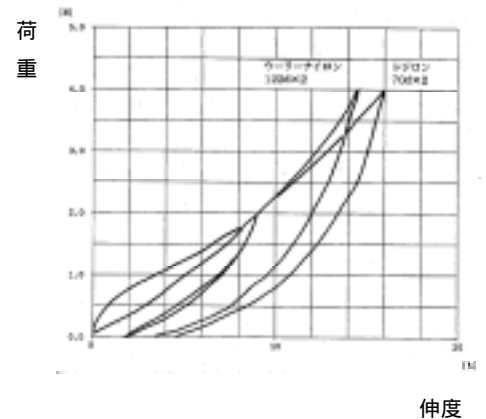


図4 ナイロン特殊糸の荷重 - 伸長回復曲線

表2 ポリエステル縫糸の品種番号と原糸織度と合系数

JIS L2511 抜粋

品種番号	ポリエステル紡績（スパン）糸			ポリエステルフィラメント糸		
	原糸番手(S)	合系数	引張強さ(N)	原糸(D)	合系数	引張強さ(N)
#80	80	3	6.4	40	3	5.7
#60	60	3	8.9	50	3	7.1
#50	50	3	10.9	70	3	10.0
#40	40	3	13.7	100	3	14.2
#30	30	3	18.8	150	3	21.2
#20	20	3	29.9	220	3	28.3

3. 試験結果と考察

従来、縫糸の可縫性能はミシン天びん運動により受ける耐疲労性、ミシン針との接触摩擦による耐熱性や繊維収束性、針穴や天びん穴・かまなどを通過する際の平滑性等の観点から論じられている場合が多く、縫糸の性質や性能といった観点から実用的データとは言い難いものであった。また、シームパッカリングの発生に作用する特性要因は表1のように、ミシンの機構的要因や素材的要因、そして縫製技術的要因が因果関係的に絡み合っている上、さらに新素材の開発が条件の複雑化を助長してきているといえる。

以上のことから各種縫糸に対して試験を行った結果、縫糸は繊維の種類や色によってそのロット数が非常に多く、品種番号(表2参照)が同じであっても、各製造メーカー間で荷重-伸長回復曲線の弾性率や伸度及び回復率に違いが見られた。これは、縫糸の製造工程における各メーカーの加工方法の違いによるものと考えられる。従って、従来の可縫性能評価法による縫糸品種番号を目安とした縫糸の選択では、新素材に対してシームパッカリングなどの問題が発生しやすくなることが理解できた。

図2, 図3は各縫製工場によく用いられているメーカーのポリエステル紡績(スパン)糸とポリエステルフィラメント糸に対する荷重-伸長回復曲線結果である。#60で比較してみると、スパン糸は曲線が紡錘形であり、伸長荷重が2N付近では弾性率の急激な変化はあまりない。また、回復曲線からその残留歪みが小さく、一般的にKESによる特性値に問題のない素材に対しては理想的といえる。しかし、最近の風合いが柔らかく軽い新素材生地(目付量でおおよそ200g/m²以下)に対してこの縫糸はパッカリングを発生させてしまう。これは、縫糸によって与えられた歪みをその生地が完全に吸収することができずに起きてしまう現象であると考えられる。それに対して、#60のフィラメント糸は、その曲線から初期弾性率(ヤング率)が高く、2N付近で弾性率が急激に減少する傾向があり、残留歪みもスパン糸より大きくパッカリングを生じにくい。これは、スパン糸が主に繊維間の摩擦力によって糸を形成しているのに対し、フィラメント糸は糸を構成している繊維素材そのものの性質が、力学的性質に大きく影響してきていると考えられる。つまり、2N付近の弾性率の低下と適度な残留歪みは、フィラメント糸特有の粘弾的性質に依存するもので、その結果として縫製時に与えられる歪みを吸収しパッカリングを発生させないものと考えられる。

また、ストレッチ素材のような生地に対しては、図4に示すナイロンの特殊縫糸が有効と考えられる

。つまり、伸縮性のある生地に対しては力学的に十分に追従できるような縫糸でなければ、パッカリングが生じてしまうことが容易に考えられる。

4. 結言

荷重-伸長回復試験は縫製時に縫糸にかかる張力と同じ荷重で試験するのが理想であるが、実際的には数多くのファクターが関係しておりその測定は困難である。また、縫製時には瞬間的に張力がかかり、今回の試験のように静的試験時の挙動とは必ずしも一致しないかもしれない。しかしながら、縫糸の荷重-伸長回復特性と生地のシームパッカリングの発生現象とは大きな相関があり、生地の基本特性値と使用する縫糸の力学的性質を把握することにより、縫製欠点を予測することが可能となった。このことにより、新素材の縫製時のトラブルと縫製能率の低下を回避できる可縫性の評価システムを確立することができた。

参考文献

- 1) 平成8~10年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告書「新素材の可縫性の研究」
- 2) 植村正治:「質の高い洋服作りのための提案」平成9年度縫製工学中期技術者研修資料
- 3) 宮越正雄:「新合繊の複合化とミシン」平成9年度縫製工学中期技術者研修資料
- 4) 縫製事典:p137-161,p629-644,p777-779
- 5) JISハンドブック繊維:JIS L2511,1996

県産農作物の品質特性の把握と加工適正に関する研究

- 硫黄無燻蒸による「あんぼ柿」の製造 -

Understanding the quality characteristics of Fukushima
prefectural crops and the research on proper food processing

-Production of dried persimmons "Anpo-gaki" without sulfur-
会津若松技術支援センター 河野 圭助 齋藤 裕子

あんぼ柿の製造工程では、黒変防止と殺菌作用による黴発生防止を目的として硫黄燻蒸処理が必要不可欠な技術となっているが、硫黄の代替え資材として、亜硫酸残留の全く無い Vitamine C (L-Ascorbic acid) 浸漬と噴霧併用による柿の黒変防止を行った。その結果、Vitamine C は柿の黒変防止に効果があり、 dL^* 、 da^* 、 db^* の測定値から Vitamine C の濃度を 0.3% 以上の溶液へ浸漬することにより黒変防止の効果があった。また、低温除湿乾燥法により Vitamine C 溶液への浸漬または噴霧を行った結果、硫黄燻蒸処理に比較し、 a^* が高く赤味を帯びた色調となった。更に製造工程で定期的に Vitamine C を噴霧したあんぼ柿は常温 1 ヶ月保存後の色調も L^* が高く、明度が保たれた。

Key words : 柿、Vitamine C、タンニン、硫黄燻蒸、乾燥、色調

1. 緒言

あんぼ柿は、本県の特産品として県北地方を中心に古くから生産されており、平成 10 年度の生産量は 2,040 t で、あんぼ柿としては全国一位の生産量がある。その製法は現在、硫黄燻蒸法が行われている。この硫黄燻蒸の目的は硫黄を燃焼させることにより、発生した亜硫酸ガスは柿の水分に溶け亜硫酸水となり、酸化酵素を不活性化し、あんぼ柿の黒変防止と保存性向上の効果がある。しかし、硫黄による燻蒸法は肝臓疾患やビタミン B₁ の欠乏など引き起こす恐れがあり、生産者や消費者の健康を害する心配がある。また、最近の自然環境に対する配慮や食品の安全性に対するニーズが高まる中で、健康食品としてのイメージが強いあんぼ柿にとって出来れば硫黄を使用しないことが望ましい。

そこで本研究では、柿の黒変のメカニズムを解明し、現在生産されているあんぼ柿と外観、品質に遜色なく、亜硫酸残留が全くない、安全性の高い「あんぼ柿」の製造技術を確認することを目的に検討し、その結果を報告する。

2. 実験方法

2.1. 供試柿

柿は J A 伊達果実と J A 高田で選果、選別した 1999 年産「蜂屋柿」と「会津身不知柿」を用いた。

2.2. Vitamine C 浸漬処理

Vitamine C (以下 V・C と略) 濃度差による柿の色調試験では、剥皮した柿を 0 から 0.5% まで 0.1% 間隔の V・C 溶液に 30 分間浸漬後、常温 (30) と

低温 (15) に放置し、色調変化を測定した。また、柿の乾燥試験では 0.3% V・C 溶液に 30 分間浸漬後、乾燥を実施した。

2.3. Vitamine C 噴霧処理

低温除湿乾燥試験区については、剥皮した柿を乾燥庫内に吊し、定期的に 1 日に 1 時間、0.3% V・C 溶液 30ml を噴霧処理を実施した。

なお、噴霧方法は V・C の分解を考慮し、熱発生が無い超音波噴霧方式の噴霧器を用いた。

2.4. 硫黄燻蒸処理

密封庫に剥皮した柿を横吊りし、硫黄を 30 g/m³、30 分間燃焼させた。燻蒸処理後、余剰硫黄を放散させるため、約 1 時間庫内を開放した後、乾燥試験を実施した。

2.5. 乾燥方法

乾燥は低温除湿乾燥方式を採用し、比較するため自然乾燥の 7 試験区を設けた (表 1)。なお、自然乾燥と V・C 噴霧の併用試験については作業工程上、無理であるため、試験区からは省いた。

2.6. 最終乾燥歩留まり

各乾燥試験区について、検体 10 個の重量を測定、その歩留まり平均値が約 37 ~ 33% (市販あんぼ柿の歩留まり) に達したところで乾燥終了とした。

2.7. 分析項目

色調

柿果実の表面色は、測色色差計 (ZE2000-日本電色工業 KK) で測り、L*、a*、b* 表色系により表した。

Vitamine C
DNP法で測定した。
タンニン

加藤らの方法¹⁾に従い、Folin-Denis 法によってカ
テキンとして算出した。

表1. 乾燥試験区

試験区	乾燥方法	処理方法と処理方法
1	自然乾燥	未処理 乾燥時期は冬季(11~12月) 乾燥は軒下(気温2~11)で 行い、横吊方式とした
2	"	硫黄燻蒸 硫黄30g/m ³ で30分間燻蒸後、乾燥
3	"	VitamineC 浸漬 0.3% V・C 溶液に剥皮柿を30分間浸漬処理後、乾燥
4	低温除湿	未処理 低温除湿乾燥機(型式 FDC2E 型 - プレパ [®] 内蔵型)、電源 AC・三相 /200V、除湿量1.4/1hr、冷凍機1.5/kw、ヒーター容量2.4kw、設定温 度15、設定除湿20%、横吊方式とした
5	"	硫黄燻蒸 硫黄30g/m ³ で30分間燻蒸後、乾燥
6	"	VitamineC 浸漬 0.3% V・C 溶液に剥皮した柿を30分間浸漬処理後、乾燥
7	"	VitamineC 浸漬 + 噴霧 V・C 処理後、定期的(30min/days)に0.3% V・C 溶液を噴霧

3. 実験結果

3.1. 供試生柿の成分

蜂屋柿と身不知柿の処理前の成分分析結果を表2に示した。タンニンについては、蜂屋柿と身不知柿が300mg/100g オーダーで差異がなかった。またV・Cについては身不知柿に比較し、蜂屋柿がやや高かった。

表2. 供試生柿の成分

供試生柿	タンニン	Vitamine C
蜂屋	310 mg/100g	13.93 mg/100g
身不知	335 mg/100g	2.65 mg/100g

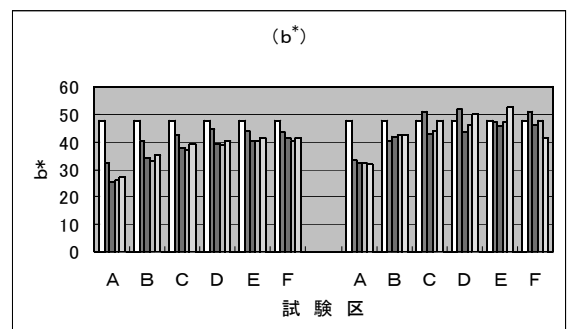
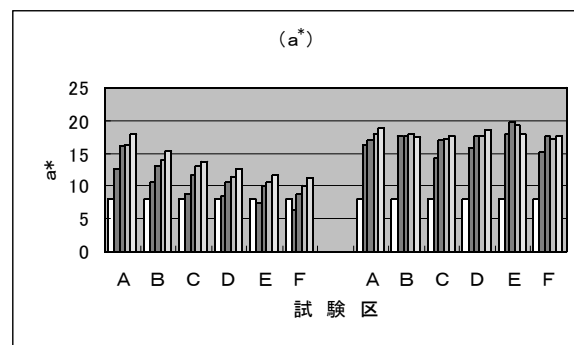
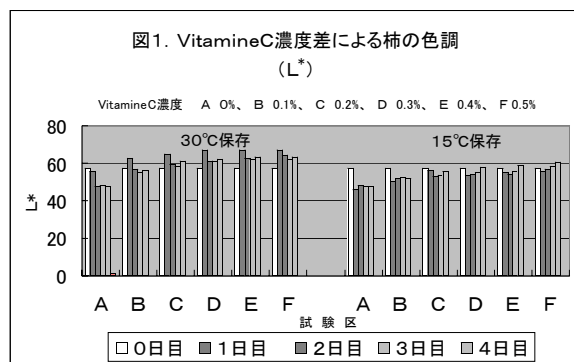
3.2. Vitamine C の濃度差による柿の色調変化

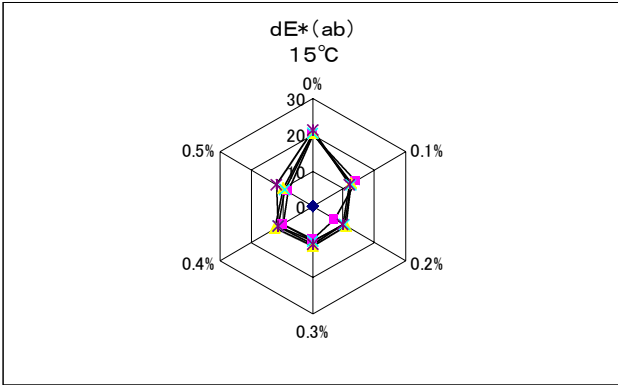
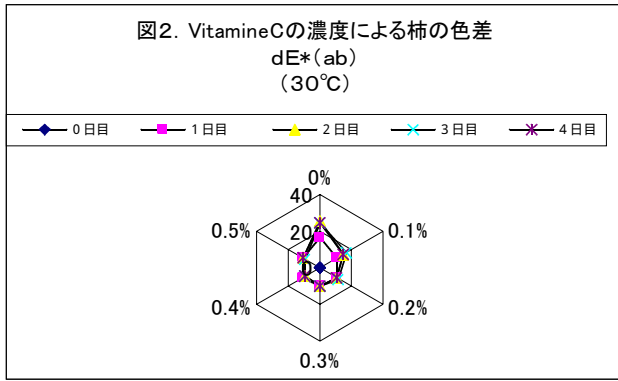
柿(蜂屋)に対するV・Cの黒変防止効果を知るため、0.1%間隔で0.5%濃度までのV・C溶液に剥皮した柿を30分間浸漬し、4日間の色調変化を見た。また同時に乾燥温度による色調変化を比較するため、15と30での色調を測定した。(図1、2)

その結果、V・C未使用区でのL*は日数の経過と共に低下し、V・C使用区についてはV・C濃度が高くなるに従いL*は徐々に上昇する傾向があった。また、a*についてはV・C濃度により差異があり、0.2%以下の濃度ではa*が高かったが、V・C 0.3%以上に浸漬することにより、色調は保持出来た。b*についてもV・C濃度が高い程、色調は保持出来たが、V・C未使用区についてはb*の低下は大きかった。一方、温度差による影響を見るため、15と30での色調変化を比較した結果、15でのL*、b*の変化は小さかったが、30と同様な色調変化であった。また、a*の30での色調は、日数の経過と共に高くなる傾向があったが、V・C濃度が高くなる程、その変化は小さかった。

以上の結果から、あんぼ柿を硫黄燻蒸処理と同等の色調に仕上げるには、V・C 0.3%以上の溶液に柿を浸

漬すると、より安定した色調が保持出来た。





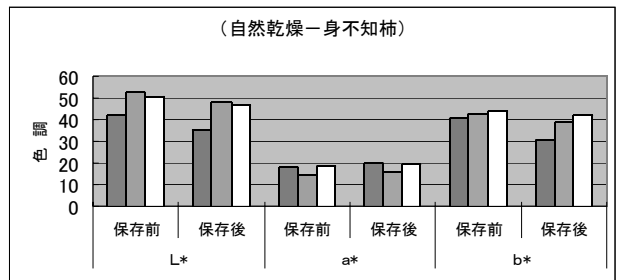
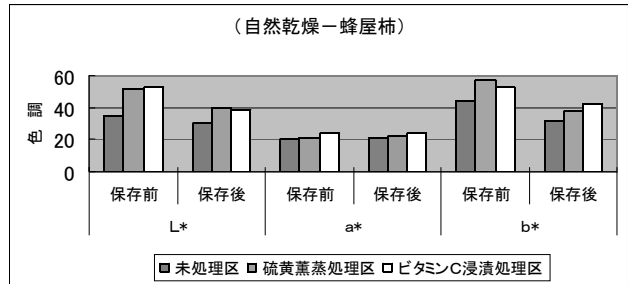
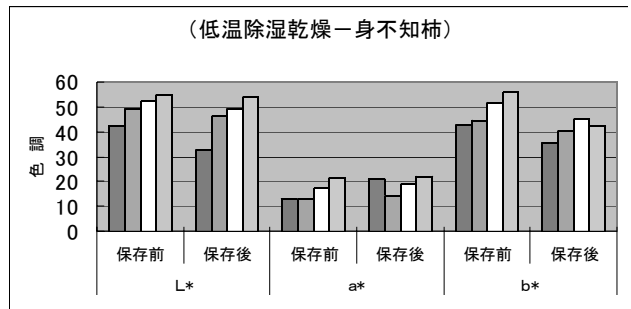
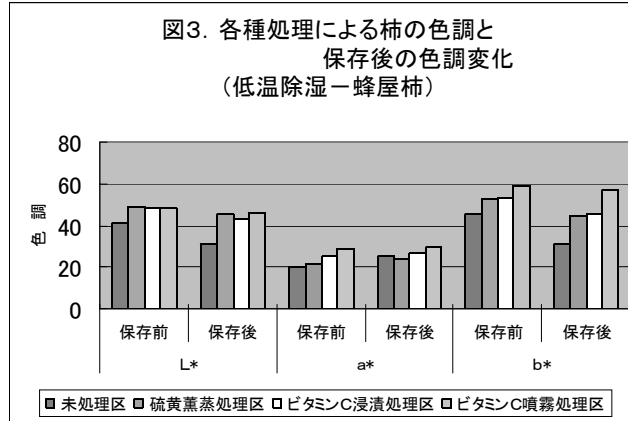
3.3. VitamineC浸漬・噴霧処理によるあんば柿の色調と保存による色調変化

自然乾燥と低温除湿乾燥による、0.3% V・C 溶液処理と未処理、硫黄燻蒸処理でのあんば柿の色調と1ヶ月間保存後の色調変化を図3と写真1に示した。

その結果、目標とした最終歩留まり37~33%に達する乾燥日数は低温除湿乾燥が8日間に対し自然乾燥は27日間の時間を要した。また、V・C 浸漬処理後、乾燥したあんば柿は従来行われている硫黄燻蒸処理と同等の色調に仕上がリ、乾燥後も変色防止効果があった。未処理区は乾燥後のL*が硫黄燻蒸、V・C 浸漬と噴霧処理区に比較し低く、1ヶ月間保存することにより、L*はさらに低下し黒変した。また、硫黄燻蒸区に比較しV・C 浸漬と噴霧処理区はa*が高く、やや赤味を帯びた明度の高い色調となった。b*については各試験区とも、日数の経過と共に低下したが、未処理区の低下は特に著しかった。

以上の結果を要約すると、剥皮した柿を0.3~0.5% V・C 溶液に浸漬後、低温除湿乾燥することにより、色調は硫黄燻蒸処理したものと同等のあんば柿を得ることが出来た。また、乾燥庫内に超音波方式の加湿器を導入し、V・C を柿表面に噴霧(30min/days)することにより、柿表面の色調は鮮やかな赤橙色のあんば柿を得ることが出来たが、保存による柿表面の糖結晶の析出が促進された。なお、最終歩留まりに達する乾燥日数は自然乾燥に比較し、低温除湿乾燥は約20日間

短縮出来た。



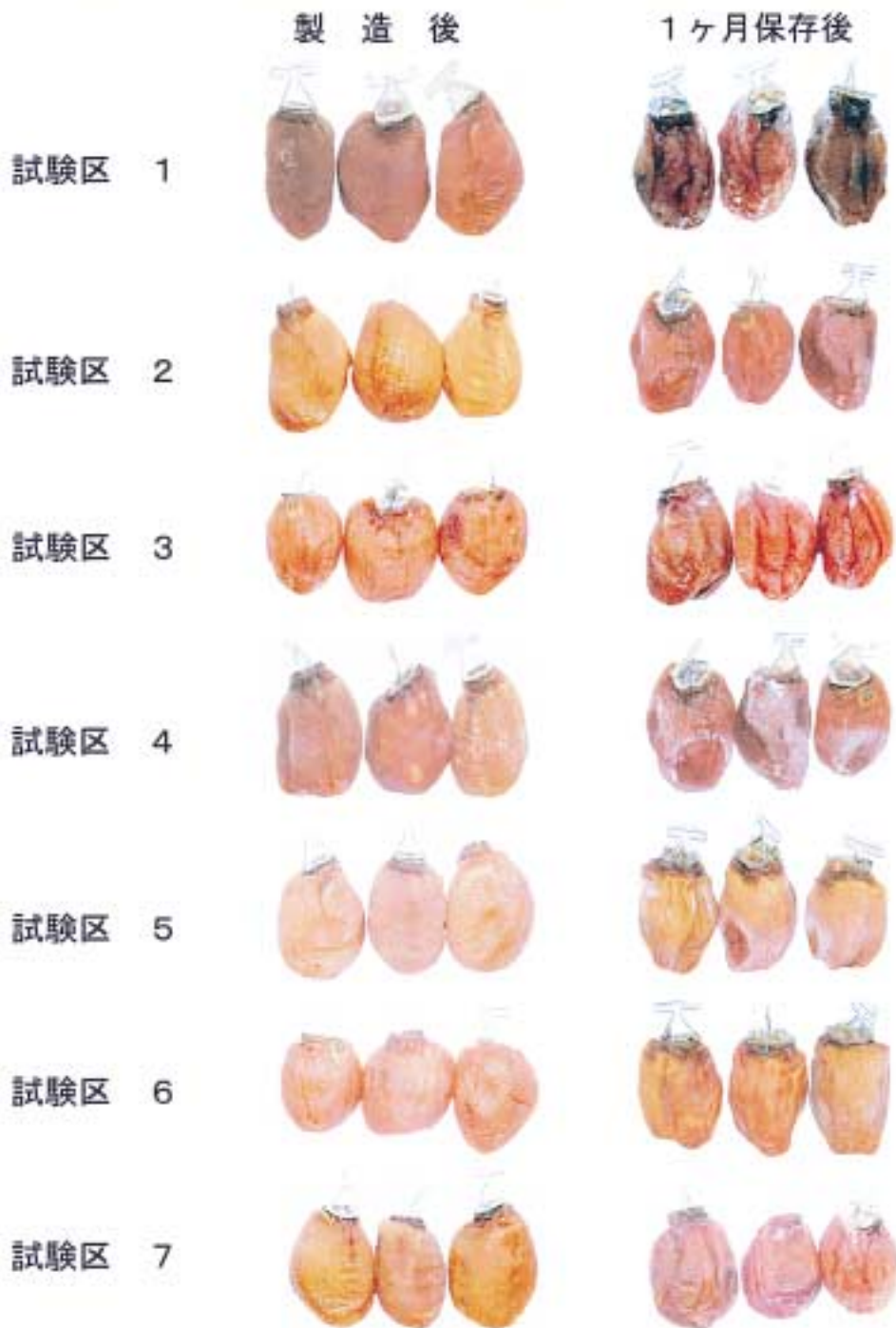
4. 結言

硫黄の代替え資材として、亜硫酸残留の全くないV・C 添加による柿の黒変防止を行ったところ、柿の色調変化の防止効果があった。特に+側で赤味の度合いを示すa*に大きな差異があった。また、V・C の添加量はdL*、da*、db*とdE*測定値から0.3%以上、また、低温除湿乾燥法によるV・C 溶液への浸漬または噴霧による柿の黒変防止を行った。その結果、硫黄燻蒸処理に比較し、ややa*が高く鮮やかな赤橙色の「あんば柿」を得ることが出来た。更に製造工程で定期的

にV・Cを噴霧した「あんぽ柿」は常温1ヶ月間保存後の色調もL*が高く、明度が保たれた。しかし、全

試験区とも保存による糖結晶の析出が促進された。

写真1 各種処理による「あんぽ柿」の色調



謝辞

本研究を遂行するにあたり、試料を提供していただいた伊達地域農業改良普及センターと会津高田町役場産業振興課に深謝致します。

参考文献

1) 食品の変色とその化学：(株)光琳書院

H A C C Pにおける科学的、物理的危険防止に関する研究

－浅漬工場の衛生管理システム高度化について－

Prevention of scientific and physical hazards in HACCP system

－Development of sanitary system in *asazuke* plant－

会津若松技術支援センター 齋藤裕子 河野圭助 大野正博 佐藤 正

浅漬製造業のモデル工場について、H A C C Pの前提である一般的衛生管理事項に関する現状調査を行い、明らかになった問題点のうち、特に、工程の洗浄・殺菌について改善方法を検討し、効果を確認した。その結果、工程からの二次汚染を防ぐ衛生管理方法が確立された。

Key words: H A C C P、一般的衛生管理事項

1. 緒言

消費者が食品の安全を求める傾向が高まっていることを受けて、食品メーカーが自主管理体制を確立し、自己責任を果たすことが求められている。

H A C C P導入はその手段として重要な位置を占めており、厚生省の承認制度の対象となっていない食品についても、流通業界からH A C C P方式による自主衛生管理を求められる動きが広がっている。

大規模メーカーでは早くから社内で行っている傾向があるが、本研究では、県内の中小規模の食品メーカーにH A C C Pを導入する手法を検討している。

平成11年度は、浅漬製造業をモデル工場としてH A C C P導入の前提である一般的衛生管理事項の問題点の把握と改善方法の確立について取り組んだ。

2. 研究内容

2. 1. H A C C Pシステムの概要

H A C C Pとは、Hazard Analysis（危害分析）とCritical Control Point（重要管理点）の監視から成る食品衛生管理手法である。従来の衛生管理では最終製品の検査に重点を置いているため、検査の結果が出た頃には製品は出荷されているという問題があるが、H A C C Pでは原材料から製造・加工の工程を経て、最終製品の出荷に至る全ての工程で、発生するおそれのある危害を予測し、その危害を制御することにより製品の安全確保を図る。従来の衛生管理に比べて危害発生の予防に重点を置いた衛生管理手法である¹⁾。

H A C C Pシステムの前提として一般的衛生管理事項（P P）がある。H A C C Pプログラムは製品の種類ごとに作成するが、P Pは製品を作る工場全体が対象である²⁾。

2. 2. 対象製品の決定

モデル工場で製造されている製品のうち、主力商品の白菜キムチ製品について取り組むこととした。

2. 3. 現状調査

一般的衛生管理事項について、漬物の衛生規範³⁾をもとにチェック表を作成し、そのチェック表に基づいてモデル工場を調査し、施設・設備・機械器具などのハード面、衛生管理・保守点検などのソフト面の問題点を洗い出した。また、白菜キムチの製造工程における問題点を調査した。

2. 4. 調査開始時点の問題点

①ハード面（施設・設備・機械器具）

- ・床：一部はがれている。→異物混入の原因になる。
水はけが悪い。
- ・冷蔵庫の温度計：自記温度計でない。
→連続した温度測定・記録ができない。
- ・作業場内の区画：明確でない。→交差汚染の恐れ

②ソフト面（衛生管理・保守点検など）

- ・工程の洗浄・殺菌方法が確立されていない。
- ・衛生管理・保守点検の標準作業手順、実施記録ができていない。
- ・原菜洗浄機の有効塩素濃度が低い。（30～50ppm）

2. 5. 製品および製造工程の特徴

白菜キムチの製造工程フロー図を図1に示す。特徴として、製造工程中に加熱殺菌工程がないことがあげられる。このことから、ラインからの二次汚染と細菌の増殖を防ぐことが重要であると考えた。そこで白菜キムチの製造ラインの衛生管理と、製造工程における温度管理について検討した。

また、白菜という葉もの野菜が原料であるため、原料に虫などの異物が入っていることがあり、製品の異物混入につながるおそれがある。そこで、原料由来の異物を除去する方法について検討した。

原料 白 菜

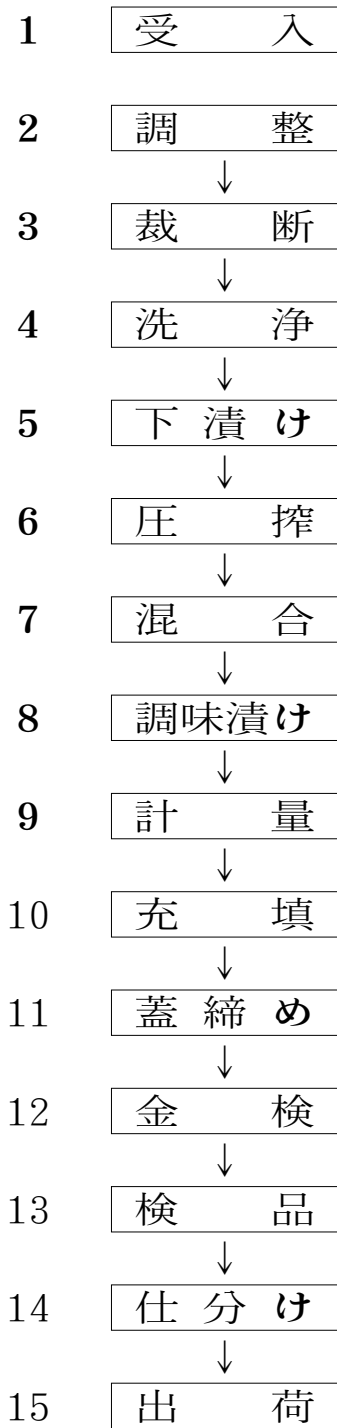


図1 製造工程フロー図
(製品名：白菜キムチ)

2. 6. 製造ラインの衛生管理

白菜キムチのラインについて、洗浄前、洗浄後の拭き取り検査を実施し、洗浄の効果を確認した。その結果を図2に示す。なお洗浄後の拭き取り検査は、洗浄した次の日の作業開始前に実施した。

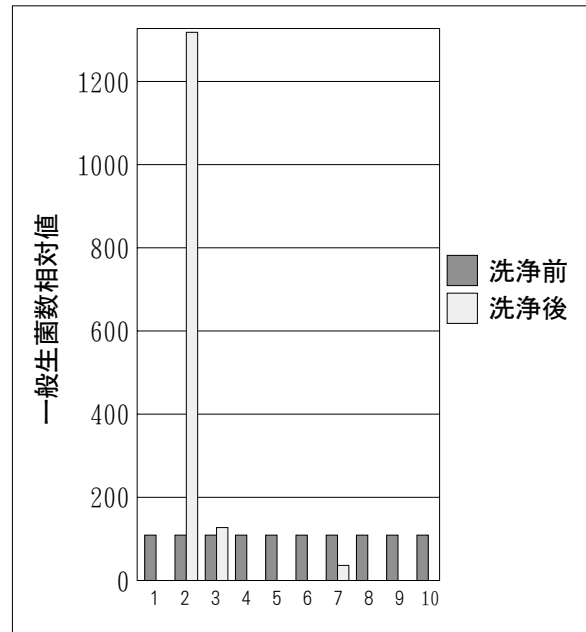


図2 第1回拭き取り検査結果(4月)

図2において、横軸の番号は拭き取り箇所を示し、縦軸は洗浄前の一般生菌数を100とした場合の相対値を示す。この時の洗浄方法は流水と弱アルカリ洗剤を用いたブラシ洗浄で、殺菌は実施していなかった。拭き取り箇所2と3は、洗浄後の方が一般生菌数が増えているが、これは洗浄が十分でなかったために残った細菌が増殖したものと考えられる。同じ方法で洗浄した別の日の拭き取り検査でも洗浄後に一般生菌数の高い箇所が認められたため、従来の方法では不十分であると考え、効果的な洗浄・殺菌方法について検討した。

まず、洗浄後にアルコール製剤を噴霧して効果を調べた。しかし、洗浄および洗浄後の乾燥が不十分であったため、十分な効果が認められなかった。次に、分解できる部分については分解してブラシ洗浄後、次亜塩素酸ナトリウム溶液や界面活性剤入り殺菌洗浄剤に浸漬後、水ですすぐ、という方法を試みた。その効果を確認した結果を表1に示す。

表1 洗浄・殺菌後の拭き取り検査結果

一般生菌数は拭き取り面積100cm²あたりの実数

拭き取り箇所	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
一般生菌数	0	30	0	0	0	0	0	90	0	0

拭き取り検査の結果から、分解洗浄・殺菌が有効であることが認められた。

機能性清酒の開発

- 新規清酒酵母の醸造特性 (第1報) -

Development of Sake with Function

-Characteristics of new Sake yeasts for Sake Brewing(Part 1)-

会津若松技術支援センター 高橋幹雄 小野和広 小沼嘉美 佐藤 正

ハイテクプラザで開発した4株の清酒酵母¹⁾を用いて、総米2kgの小仕込み試験醸造をし醸造特性について検討した。その結果、製成酒の成分の総酸度値で、試験酵母のCY-179株と52-5S-38株を使用した製成酒が、対照酵母(F7-01)の製成酒よりも0.7~1.4ml高い値を示した。また、きき酒による原酒の官能評価では、対照よりも低い評価となっが、加水酒の官能評価では、対照よりも試験酵母のE0-208株を用いたものが高い評価であった。また、CY-179株と52-5S-38株の製成酒は梅酒様の香味に特徴を有した酒質で低アルコール酒に適したように思われた。

Key words:機能性清酒、新規清酒酵母、E0-104、E0-208、CY-179、52-5S-38

1. 緒言

著者らは既報²⁻⁴⁾において、仕込配合(酒母歩合及び汲水歩合)の検討や仕込み時の酵母濃度及び高及び低麹歩合の検討をした結果、製成酒の成分及び官能評価に有意な差が認められた。

今年、ハイテクプラザで開発した4株の清酒酵母¹⁾を用いて小仕込み試験を行い、その醸造特性について検討したので報告する。

2. 実験方法

2.1. 小仕込み試験

小仕込み試験は難波ら⁵⁾の方法に準じて、6リットルのステンレス製ポットに総米2kgの仕込みを行い、ポットを恒温水槽に保ちクールユニットの温度コントローラによって品温の調節をした。品温経過は、図1に示した。

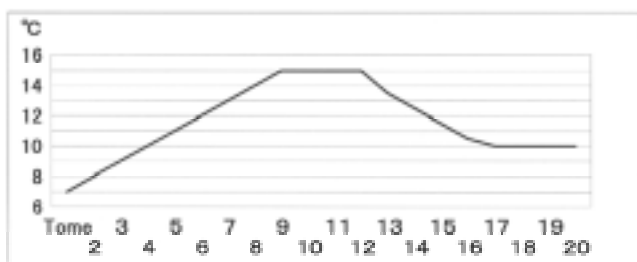


図1 小仕込み試験醪の品温経過

表1 小仕込み試験仕込配合

	水 麹	初 添	仲 添	留 添	合 計
総 米(g)	100	250	650	1000	2000
掛 米(g)		250	550	800	1600
麹 米(g)	100		100	200	400
汲 水(ml)	550		750	1300	2600
水 温()	15	15	9	7	

三段仕込(総米2kg)の仕込配合は表1にまとめて示した。留め後20日目に、遠心分離器(0,3000r

pm,30min)で固液分離を行い上槽をした。その製成酒を成分分析に供した。なお、同一仕込を2連で行い、成分分析結果をその平均値で示した。

2.2. 成分分析

国税庁所定分析法⁶⁾によった。

2.3. 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5名の当職員で行った。

3. 実験結果及び考察

3.1. 新規清酒酵母の醸造特性

小仕込み試験により得られた上槽酒の一般成分値及び官能評価の結果を表2に示した。

表2 製成酒の一般成分値及び官能評価

	酵 母				
	F7-01	E0-104	E0-208	CY-179	52-5S-38
液 量 (ml)	2179	2168	2113	1977	2080
日本酒度	-4.8	-3.0	-4.5	-4.0	-12.3
アルコール(%)	16.4	16.6	16.5	16.5	15.5
総酸度 (ml)	2.10	2.20	2.30	2.80	3.50
アミノ酸度(ml)	1.10	1.20	1.30	1.70	1.20
還元糖 (%)	1.23	1.23	1.18	1.38	2.75
官能評価 (平均点)	1.20	1.60	2.20	2.00	2.20
官能評価 (短評)	甘い、少苦味	軽快、シブイ	酸味、苦渋味	桃香、梅酒様	酸味、梅酒様

その結果、固液分離後の液量値では、対照(F7-01)と比べて、CY-179株と52-5S-38株での製成酒の液量が少なく、酒化率が劣っていた。日本酒度では、対照(F7-01)と比べて、52-5S-38株を除いて試験株のものはほぼ同値であった。一方、アルコール値では、日本酒度と同様で対照(F7-01)と比べて、52-5S-38株を除いて試験株のものはほぼ同値であった。52-5S-38株は他の試験株よりも発酵力が少々弱い

ものと思われた。総酸度値では、対照(F7-01)と比べて、CY-179株と52-5S-38株が高い値であり、酸の生成が高い性質を小仕込試験でも示した。アミノ酸度値では、CY-179株が他よりも高い値であった。還元糖では、対照(F7-01)と比べて、52-5S-38株が1.5ポイントほど高く、他の試験株はほぼ同値であった。

52-5S-38株は、他の試験株よりも発酵力が少々弱く、残糖値が高かったものと思われた。

きき酒による官能評価では、対照よりも低い評価であったが、CY-179株と52-5S-38株のものは香味に特徴を有した酒質であった。

3.2. 製成酒による加水酒の酒質の検討

5株から得られた製成酒(原酒)に最終アルコール濃度を10%になるように適宜加水し、得られた10%加水酒の一般成分値及び官能評価の結果を表3に示した。

表3 加水酒の一般成分及び官能評価

	酵 母				
	F7-01	E0-104	E0-208	CY-179	52-5S-38
日本酒度	-2.5	-1.4	-2.3	-2.0	-7.6
アルコール(%)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
総酸度 (ml)	1.28	1.32	1.39	1.70	2.26
アミノ酸度(ml)	0.67	0.72	0.79	1.03	0.77
還元糖 (%)	0.75	0.74	0.72	0.84	1.77
官能評価 (平均点)	1.60	2.80	1.40	2.60	1.60
官能評価 (短評)	ウスイ、 少シブイ	香々、 味雑	味シブイ	梅酒風、 味クドイ	梅酒風、 酸甘味

その結果、E0-208株の加水酒が、対照株や他の試験株のものより官能評価が良い結果であった。短評において、官能評価が良かったE0-208株は、水っぽくなく、少々シブ味はあるがしっかりした酒質であった。CY-179株と52-5S-38株は梅酒風味の特徴を有していたが、酸味と甘味のバランスが良かった52-5S-38株の方がCY-179株よりも官能評価で良い結果であった。

この要因については、製成酒のアミノ酸度値の多少が、酒質の面で顕著に表れ、アミノ酸度値の高いCY-179株が雑味を感じ易く官能評価が悪かったものと推察された。

高橋ら⁷⁾は、純米清酒で割水によって味の濃さの失われない原酒の条件の一つとして、原酒でアルコール分が低目(16.5~17.5%程度)であること、日本酒度が小さい、つまり甘口の酒であると報告しているが、今回の結果では、ある程度一致した。

4. 結言

ハイテクプラザで開発した4株の清酒酵母を用いて、総米2kgの小仕込み試験醸造をし醸造特性について検討した。その結果、製成酒の成分の総酸度値で、試験酵母のCY-179株と52-5S-38株を使用した製成酒が、対照酵母(F7-01)の製成酒よりも0.7~1.4ml高い値を示した。また、きき酒による原酒の官能評価では、対照よりも低い評価となっが、加水酒の官能評価では、対照よりも試験酵母のE0-208株を用いたものが高い評価であった。また、CY-179株と52-5S-38株の製成酒は梅酒様の香味に特徴を有した酒質で低アルコール酒に適したように思われた。

今後は、今回用いた酵母と最適な仕込配合との組み合わせによる小仕込み試験醸造を行い、醸造特性及び高付加価値化について検討する。

最後に本研究の遂行に当たり、分析の補助をしてくださった福島県酒造協同組合より派遣の松村清子氏に深謝します。

参考文献

- 1) 鈴木英二、桑田 彰、安川 真：福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.55-59、平成8年度
- 2) 高橋幹雄、鈴木賢二、小沼嘉美、佐藤 正：福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.161-165、平成8年度
- 3) 高橋幹雄、鈴木賢二、小沼嘉美、佐藤 正：福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.103-107、平成9年度
- 4) 高橋幹雄、小野和広、小沼嘉美、佐藤 正：福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.75-78、平成10年度
- 5) 難波康之祐ら、：醸協、73、259(1978)
- 6) 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)
- 7) 高橋康次郎ら、：醸協、77、911(1982)

機能性清酒の開発

- 県産新酒造好適米「夢の香」を用いた試験醸造（第1報） -

Development of Sake with Function

-Test brewing used new Rice Cultivar *Yumenokaori* for Sake Brewing in Fukushima Prefecture(Part 1) -

会津若松技術支援センター 高橋幹雄 小野和広 小沼嘉美 佐藤 正
農業試験場 大和田正幸 斎藤真一

総米90kg規模で新酒造好適米「夢の香」を用いて試験醸造をした。その結果、夢の香を用いて醸造した製成酒は、五百万石を用いて醸造した製成酒よりも官能評価において良い評価を受けた。夢の香と五百万石の製成酒の比較として、第一に米の硬軟の差に起因するものと思われる酒質の柔らかさの強弱の違いがあげられ、やや硬い五百万石には苦味を感じやすく、軟らかい夢の香には苦味はあるもののそれをカバーする甘味の強さが味のバランスを取っているものと思われた。

Key words:機能性清酒、新酒造好適米、夢の香、F7-01

1. 緒言

現在、福島県の酒造好適米としての奨励品種は、「五百万石」と「華吹雪」であり、県内の多くの蔵元で使用されている。しかし、両品種とも当県独自のものではなく、新しい県独自の酒造好適米の開発が県内の多くの酒造業界から望まれ、求められている。昨今、近県では、県独自の酒造好適米の開発がなされ、産地間競争が今までよりも激化し、地域性を重要視した新商品の開発がなされている。そこで、福島県農業試験場で新しい酒造好適米「夢の香」が開発され、その夢の香を使用して試験醸造を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1. 来歴

酒造好適米「夢の香」の系譜を図1に示した。

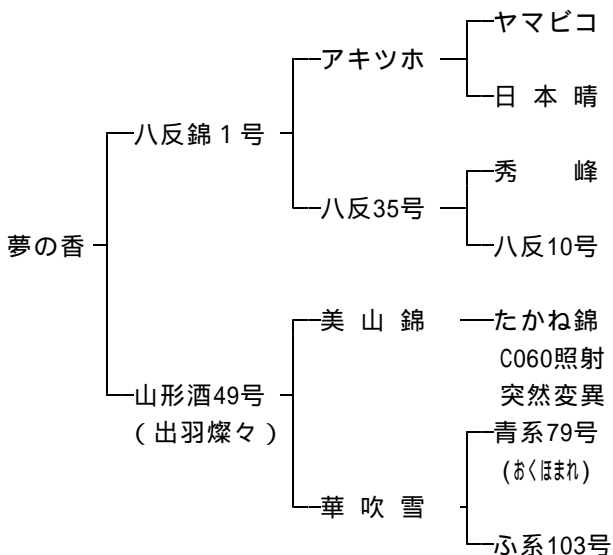


図1 夢の香の系譜

「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、平成4年までにF1~F3を温室で世代促進を行い、平成5年本田においてF4雑種集団から固体選別を行った。

その後、系統選抜、特性検定試験を行い、平成7年F6世代で「郡系酒96号」の系統番号を付与し、生産力検定試験に供試した。平成9年F8世代で「夢の香」の地方番号が付され、関係各県に配布して3年間地域適応性等を検討し、誕生に至った。

2.2. 原料米

本県産米の夢の香と五百万石(対照品種)の精米歩合50%の白米を使用した。(農業試験場より提供)

2.3. 原料処理

洗米操作はステンレス製のザルを用いて、素手で攪拌し、製成酒の酒質に悪影響を及ぼす雑味の要素となる糠成分等をよく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、原料米10kg当たり3分で洗米を完了するように行った。浸漬時の水温は6~7度、浸漬時間(表4)は吸水状態を肉眼で観察しながら適宜行った。

2.4. 製麹操作

原料米を蒸きょう後、麹室に引き込む前に一度蒸気を抜き予定品温近くになったところで麹室に引き込み、品温及び水分の調整を行ない、麹室の床上に広げ予定品温まで冷却した。以後の操作を表5に示した。種麹は白米100kg当たり20g使用し、1升盛の麹蓋法で製麹した。

2.5. 仕込方法

今回は、総米90kgの酵母仕込を行った。モロミは2本同時に仕込み、品温の調節は、各容器付帯の冷却ジャケットの水量の加減及び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2に示した。使用酵母は、モロミ2本とも当センターで開発したF7-01株を用い、活性酵母6リットル使用した。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。

表1 試験醸造の仕込配合

	水	麴	初添	仲添	留添	合計
総	米 (kg)	5	10	30	45	90
掛	米 (kg)		10	24	38	72
麴	米 (kg)	5		6	7	18
汲	水 (ℓ)	22		33	67	122
	30%アルコール(ℓ)					30
	水 温 ()	15	12	9	6	

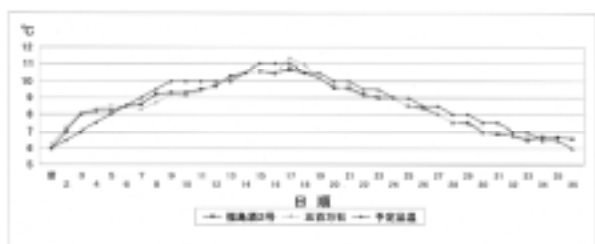


図2 醪の品温経過

2.6. 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。

2.7. 成分分析

国税庁所定分析法¹⁾によった。

2.8. 香気成分

Tekmar社のヘッドスペース-スンプラー-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²⁾に従って分析した。

2.9. 酵素力価

堀江ら³⁾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測定した。

2.10. 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。試験醸造で得られた夢の香と五百万石の製成酒のパネルは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3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。

酒造好適米の条件の一つとして、一般に心白のある大粒米であるが、当該「夢の香」は今回の対照品種である五百万石同様の心白を有し、かつ同等の大粒米であった(千粒重参照)。また、もう一つの条件として軟質米であることがあげられるが、軟質米としての性質も有し、五百万石よりも上回

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

3.2. 醸造特性試験

過去2年間の夢の香の酒米特性試験(精米歩合50%)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	12.49	34.69	35.74	103
10年産 五百万石	50	13.35	28.34	29.79	105
夢の香	50	12.44	33.35	36.43	109
11年産 五百万石	50	12.55	30.12	32.32	107

吸水率比(120/20) (20分吸水/120分吸水)*100

20分の浸漬で、吸水歩合で試験品種の夢の香が3~7ポイント高く、対照品種よりも吸水性が良く、軟らかい原料米の性状を示した。特に浸漬工程で夢の香が五百万石よりも原料処理がしやすく、蒸米は適度の吸水率を持ち、弾力性のある、サバケのよい仕上がりであった。

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	7.0	6.5	6.5	6.50
	14.0	10.5	10.5	10.5	11.38
浸漬時間(分)	16.0	13.0	13.0	13.0	13.75
	31.7	27.5	27.2	27.7	28.53
蒸し前吸水率(%)	29.2	26.5	26.2	25.9	26.95
	43.6	38.5	38.3	39.1	39.88
蒸米吸水率(%)	41.6	39.0	38.7	38.1	39.35

上段; 夢の香 下段; 五百万石

高精白度の吟醸用白米は、一般に吸水が過剰になり易く、蒸米が過軟にな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、白米調湿器等を利用して予定の吸水率に仕上げた

りしている。その意味で、浸漬時間は吟醸造りにとって非常に大事な要素であり、最終の製成酒の酒質に微妙に影響する。

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、浸漬時間を麴米で夢の香14分、五百万石16分とした。掛米は、夢の香10.5分、五百万石13分で原料処理を行った。

昨今の吟醸酒の酒質で大切なことは、香味のバランスがとれた酒質を一番に考慮しなければならないため、味を重視した麴造りに努めなければならない。そのためには、蒸し直前の吸水率の目標は、例年と同様に平均で27～28%を予定して操作を行った。その結果、夢の香の平均で28.53%、五百万石の平均で26.95%であった。ほぼ予定どおりの吸水率であった。また、蒸米吸水率の目標としては、麴米で42%、掛米で39%を予定し操作した結果、夢の香の麴米で43.6%、五百万石の麴米で41.6%であった。夢の香の掛米では38.63%（添、仲、留の平均）、五百万石の掛米では38.60%（添、仲、留の平均）であり、両品種の麴米、掛米とも、予定した結果となり、近年の味吟醸タイプの酒質に合う、仕上がり、状貌、手触りともに良好なる蒸米が得られた。

製麴工程では、例年と同様に麴米の原料を蒸した後、麴室に引き込む前にある程度蒸米の品温と水分の調節を行った。予定の引き込み品温近くになってから、直ちに麴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とし、乾湿差を7とり、品温32、水分33%を目標に蒸米の品温と水分の調節を行い、2.5時間後に種麴を白米100kg当たり20gの割合で散布し、床揉みを行った。その後の経過については表5に示したとおりである。

一般に言われている通り、盛操作は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、今回は、種刈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。以後の製麴操作においては、最終的な麴の出来上がりに差が生じないように注意して、品温操作し、麴造りを行った。今回の出麴歩合は夢の香で19.50%、五百万石で17.67%であった。

対照品種の五百万石よりも試験品種の夢の香がサバケが良く（固まり難い）また発水性に優れ、全工程で製麴操作がしやすく、理想的な麴の仕上がりであった。出来上がった麴は、五百万石よりも夢の香が破精込みの深い突き破精型の状貌で、香りもキノコ香を強く有し、満足できるものであった。

表5 製麴経過

操 作 時 刻	品 温		室 温	湿球温	
	夢の香	五百万石			
引 込	11:30	38.0	39.0	35.0	28.0
種 切	14:00	31.0	32.0	35.0	28.0
床 返	14:30	31.0	32.0	35.0	28.0
切 返	0:40	33.1	33.9	36.8	32.3
盛	10:30	34.3	34.4	35.0	31.8
仲 仕 事	16:30	36.6	36.7	35.4	31.9
積 替	18:25	38.0	39.5	34.0	28.8
積 替	19:30	37.4	37.1	36.0	25.0
仕舞仕事	22:30	40.5	40.5	41.0	30.0
積 替	1:20	41.9	42.1	37.5	30.5
積 替	4:00	41.1	42.7	40.5	30.5
積 替	7:00	42.4	43.8	43.2	32.2
積 替	9:00	42.4	44.7	44.0	33.0
積 替	11:45	42.8	42.8	43.2	35.5
積 替	14:20	44.0	44.3	42.0	30.0
出 麴	15:15	42.1	42.5	40.0	30.0
出 麴	17:00	42.0		40.0	28.0
種麴使用	20g/100kg				
出麴歩合	夢の香19.50%、五百万石17.67%				

麴の酵素力価を測定し、表6に示した。

表6 夢の香、五百万石による麴の酵素力価

	総合力価 (*1)	糖化性比 (*1)	アミノ酸比 (*1)	糖化力 (*2)	-アミラーゼ (*2)	グルコアミラーゼ (*2)
夢の香	799	1.38	0.30	196	1230	135
五百万石	776	1.39	0.30	189	1194	130

*1 堀江式の吟醸麴の品質評価法

*2 キッコーマンの測定キットによる

今回測定した麴の酵素力価は夢の香、五百万石双方ともほぼ同程度であった。

今回の吟醸麴も酵素力価の観点から見て、良好な麴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。最高ボーメ値で試験品種の夢の香が8.0、対照品種の五百万石が6.8でその差1.2ポイント夢の香の醪が高く、醪での蒸米の溶解性が良いものと思われた。

製成酒の評価（成分、官能評価）では、五百万石で醸造した醪を34日目、夢の香で醸造した醪を36日目、アルコール添加後それぞれ上槽した。

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

	夢の香	五百万石
日本酒度	+ 5.0	+ 4.0
アルコール分 (%)	17.90	17.70
総酸度(ml)	1.40	1.20
アミノ酸度(ml)	1.05	0.90
還元糖 (%)	1.52	1.67
粕歩合 (%)	48.50	49.06

表8 製成酒の香気成分値

	夢の香	五百万石
γ-DLノルボルネン(ppm)	77.68	70.06
イソボルネン(ppm)	39.71	44.79
イソアミルアルコール(ppm)	126.79	118.60
酢酸エチル(ppm)	48.29	43.71
酢酸イソブチル(ppm)	0.08	0.12
酢酸イソアミル(ppm)	3.11	2.58
カプロン酸エチル(ppm)	2.50	2.21
E/A比	2.46	2.18

1 酢酸イソアミル/イソアミルアルコール*100

一般成分値では、総酸度、アミノ酸度に差がでたが、他の成分値には大きな差はなかった。総酸度とアミノ酸度の差の要因としては、醪での蒸米の溶解性の大小によるものと思われ、夢の香が五百万石よりも醪で溶けやすく、軟らかい性質であることを試験醸造上で実証した。一方、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プロン酸エチルと酢酸イソアミルの値が五百万石よりも夢の香の値が10~20%高い値を示した。

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
夢の香	1.79	柔和、芳醇、少々ジブイ
五百万石	2.00	淡麗、軽快、ジブイ

パネル14名(1:良、2:普通、3:悪い)

対照米の五百万石を用いた製成酒の酒質は、当センターで例年製成したものと遜色ない出来映えで、淡麗で軽快なキレイな酒質に仕上がったものと思われた。試験米の夢の香を用いた製成酒の酒質は、味に膨らみと巾を持った柔らかさと芳醇な香りを兼ね備え、香りと味のバランスが良好な酒質に仕上がったものと思われた。

4. 結言

総米90kg規模での新酒造好適米「夢の香」を用いて試験醸造を行った。その結果、夢の香を用

いて醸造した製成酒は、五百万石を用いて醸造した製成酒よりも官能評価において高い評価であった。五百万石と夢の香の製成酒の比較として、第一に米の硬軟の差に起因するものと思われる酒質の柔らかさの強弱の違いがあげられ、やや硬い五百万石には苦味を感じやすく、軟らかい夢の香には苦味はあるもののそれをカバーする甘味の強さが味のバランスを取っているものと思われた。

今後は、今回用いた酒造好適米「夢の香」の酒米特性並びに醸造特性についての追試をしその再現性について検討する。

最後に本研究の遂行に当たり、分析の補助をしてくださった福島県酒造協同組合より派遣の松村清子氏に深謝します。

参考文献

- 1)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)
- 2)吉沢 淑:醸協,68,59(1973)
- 3)堀江修二ら,:醸協,87,57-61(1992)

CG (コンピュータグラフィックス) 画像の製品化への応用研究 (第2報)

- CG 模様製品の試作開発 -

Study on application of the image by computer graphics to actual production (Part 2)

-The experimental production development of the CG pattern product-

会津若松技術支援センター 竹内克己 出羽重遠 佐竹延明

共同研究者 眠夢木:岩橋正義 儀同漆工房:儀同哲夫 静山工房:山本一広

「CGによる模様の展開手法の開発」で創出されたCG模様を、会津漆器業界の職人の技術で製品化すると、どれだけ原画のイメージを再現出来るか。委託製作によって、実際の工芸品にスクリーン蒔絵で加飾を試み、CG模様の加飾を施した工芸品の試作開発をデザイン開発の手法で行いました。

Key words: CG 模様、デザイン、点、線、面、展開、回転、連続、構図、構成

1. 緒言

平成10年度に続き、CG模様を加飾した製品の実現をはかった。

製品の実現には、デザイン開発の手法を用いて、卓上の小物のなかでは比較的人気の高い「片口」をイメージした「角形注器」を、会津漆器の事業所に製作を委託して試作開発を行った。

2. デザイン開発

2.1. デザインの方向性の検討

漆器製品の大きな目標の1つに、年間を通して毎日使われる商品を開発することが上げられます。汁椀とか皿・お盆など普段使いされる商品はあるが、やはり陶器の使いやすさや価格に負けて、大部分の商品は正月商品のイメージから脱却できないでいる。

伝統的な漆器製品の中で、液体を注ぐ道具には、屠蘇器の銚子、片口、湯桶があり、注器は現代に入ってもそれらの形を踏襲したデザインでしか商品開発がなされていないため、和風のイメージの強いものになっている。

そこで、デザインの観点から、卓上で使われ人気のある「片口」をデザインイメージの原形にして、現代の生活シーンを考えて、和風洋風どちらにも合う「角形の卓上用注器」をデザインした。

形状は平成10年度に開発した「重箱」とセットになることを考え、デザインイメージを合わせて、平面で構成された形を考えた。もちろん、色々な素材の食器の中に置いても、独立性がありながら遊び心で自由にアレンジして楽しめるようデザインした。

漆工芸品の購買者の中には、自分のライフスタイルにこだわる生活者が占めてきており、婦人雑誌に掲載される工芸家や工芸品の紹介記事に興味

をもち、テレビの美術番組やグルメ番組の料理人の盛り付け方や食器使いなどに関心を示し、工芸品の鑑賞本などを愛読し、本やテレビに登場する趣味的な世界を自分自身が実際に体験し楽しむために、美術館や工芸ギャラリーあるいは有名料理人のいる店に頻繁に通い、文化的な情報を積極的に収集しようとする人が増えてきている。

伝統的な工芸品を鑑賞し理解することから、陶芸教室や鎌倉彫の教室また漆芸教室に通って、美術館で見て感動した作品に近いものを作ろうとする、体験して理解を深める教養とかわりつつある。また機能としての付加価値に、物を仲介したコミュニケーションの価値を必要としており、コミュニケーションが始まるキッカケとして、伝統的な工芸職人の技術や、デザインやファッショントレンドの傾向や流行色など「いま」を表現する要素が必要とされている。

工芸品を製造する者にも、消費者の文化情報の収集力とデザイントレンドの変化に素早く対応し、それ以上のレベルの付加価値を必要とする商品づくりが要求されている。

そこで、そのような文化的な好奇心の高い購買者に対応できる商品として、デザインの方向性を前年度に続き、次の3つの条件を必要とする商品と位置づけました。

1. インテリアとして室内に飾られる商品
2. 「和」「洋」の両方に合う商品
3. 遊び心と少し教養を必要とする商品

2.2. 形のデザインの検討

昨年の「重箱」の時にも、木地製作の作業性の良さや価格を抑えるために、平面を多用した形を考えたが、今回も平面を多用したデザインを基準にした。

最初に注器の種類に、どのような形状のバリエーションが考えられるか検討した。



図1．注器の種類

「片口」をデザインイメージの原形にして形状のデザインの方角を考え出したのだが、平面を多用するデザインを基準に考えたため、直方体に口を付ける「湯桶」と「片口」の特徴を合わせたデザイン形状になった。

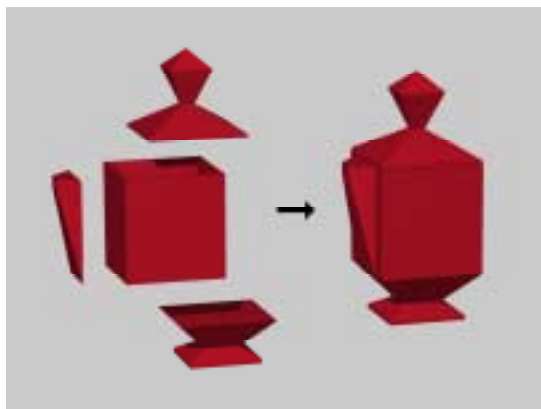


図2．CG予想図

「片口」のような注器を漆器や木製品で考えた場合、円形の椀や鉢に口を付けた形が一番多く、また機能的に液体が一番安定して口に向かって流れていく形でもある。それに比べて直方体に口を付けた場合、中の液体は四隅に向かいやすく、直方体のカドの部位を口にしたり、カドに口を付けた形が多く、カド以外を口にした場合、容器の最後に残る液体をスムーズに、口の方に流れるようにするには、流れを補助する形を付ける必要があ

る。液体の流れ方を制御して安定させるのが難しいので、四隅のカド以外に口が付いた形状のものは、木製品では今までほとんど作られていない。

色々と液体の流れを検討した結果、液体の流れをよくするために直方体のカドに三角錐の形を接着し、液の流れをよくする構造を考えた。

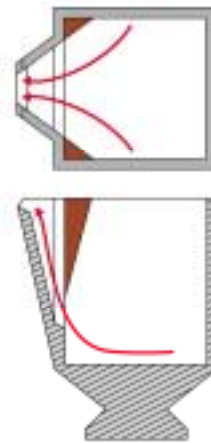


図3．液体の流れ（断面図）

商品価格をできるだけ抑えるために、スクリーン蒔絵で加飾することを第一に考え、スクリーン印刷で加飾がしやすい平面を多用した形をデザインし、前回の重箱のデザイン同様に、全体が重たいイメージにならないようにデザインした。

直方体の底が床に着いていると、重たいイメージになるのと、升の形に口を付けた和風のイメージから脱却できないので、足を付けて底が床から離れるようにした。足を付けることによって一気に、伝統的な「片口」や「湯桶」の和風のイメージから洋風なニュアンスが加わった。特に少し大きめのつまみを付けたフタを付けてみると、和風なイメージから、完全に洋風な生活に合う形に変化させることが出来き、最終的には「片口」と「湯桶」の形をミックスさせた造形になった。



図4．木地と漆塗り



図5．漆塗りのカラーバリエーション

2.3.1. 模様デザインの検討

平成8・9年に行った「CGによる模様の展開手法の開発」でえられたCG模様を利用して、注器に加飾する模様を構成配置した。

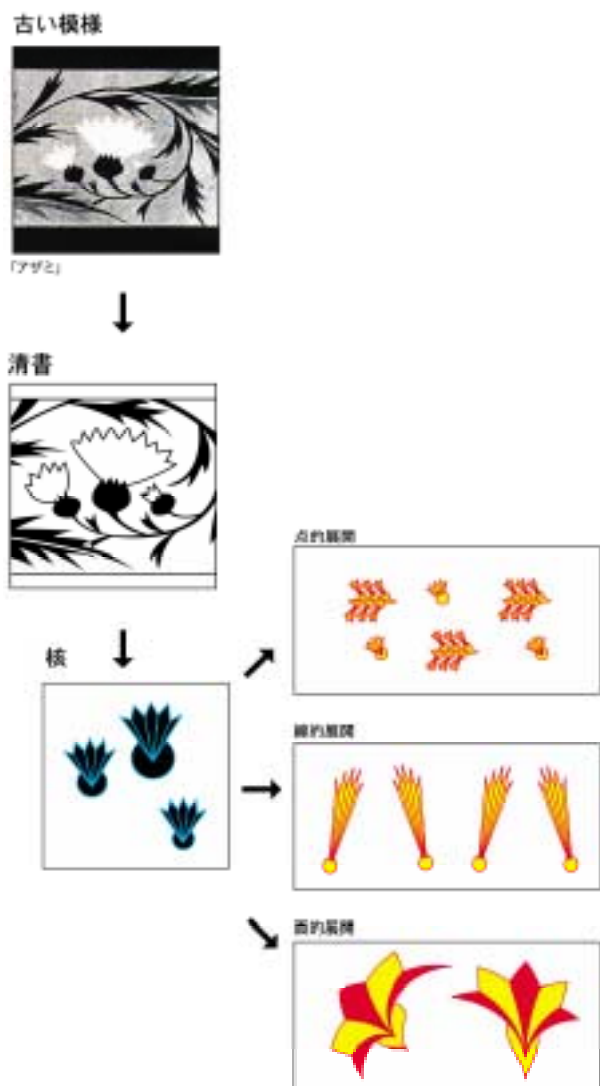


図6．模様の展開手法

2.3.2. CG模様の作成

点的展開、線的展開、面的展開で得られた形を、CG処理して、別のイメージを持つ形に変えます。今回の場合、スクリーンの版数を減らすことを前提に模様を作った。

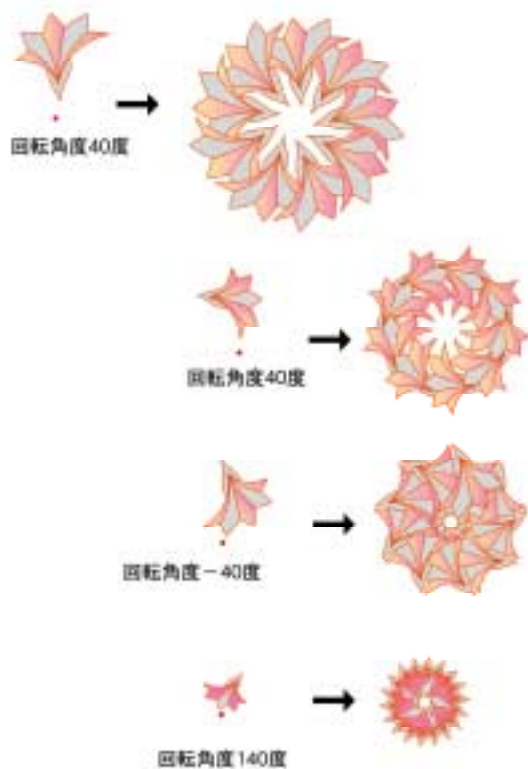


図7．CG処理（回転機能）

2.3.3. 模様の再構成

立体に模様をつける時に、注意しなければならないことは、視線が右から左に、あるいは左から右に、立体の周りを、自然に流れることを計算して、構成・配置を考えることです。今回は、スクリーン印刷を前提にしているために、極端な凹凸がある口の付く面は模様を付けないので、左右の側面と背面の3面に模様を配置します。背面を始点にして左右の側面に視線が移動し、左右に流れた視線が自然に真ん中の背面に戻るように配置した。

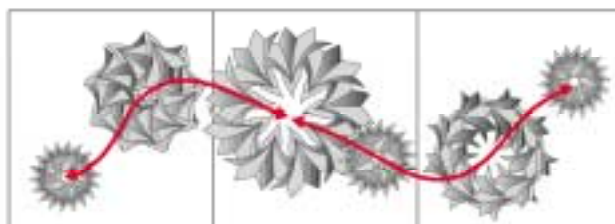


図8．視線の流れ



図9．蒔絵の下絵

2.4.1. 加飾の検討

再構成されたCG模様を、実際に加飾するとどうなるか、コンピュータ上で器物に貼り付け、実現可能な模様かどうか、検討する。



図10．完成予想図

2.4.2. スクリーン蒔絵の加飾

蒔絵の事業所に、委託製作を依頼し完成させる。



図11．スクリーン蒔絵完成

3. 結言

前年度の試作を検証した結果、CG模様を事業所の技術で製品化するには、スクリーンの版数を減らしてできるだけ版ズレをなくすようにすることと、模様を切らない工夫をすることであったが、今年度は器物の形を単純にし、模様も区切りがよい配置構成を考えたので、良い結果が得られた。

CG模様はグラフィックス印刷を応用した工芸の分野であれば、広く利用できる研究である。特に今回はスクリーン印刷の蒔絵にしか利用しなかったが、スクリーン蒔絵と手描き蒔絵を組み合わせれば、深みのあるの商品になります。

工芸の世界で模様を必要とする分野は多々ありますが、時代のトレンドで無地に近いモノが好まれたり、装飾的な模様やシンプルな模様が付いたモノが好まれたりと、色々な時代はあったが、模様が全く必要がないといわれる時代はありませんでした。風土・気候・信仰・文化・民族性が花鳥風月に無理なく自然に表現されて伝統模様として今に残されているからです。

いまや伝統工芸品の世界でも、その時代時代のトレンドに素早く反応して商品開発をするのが、当たり前前の時代になりました。これからの商品開発には、コンピュータの機能を活用する技術改革が不可欠になります。

コンピュータを鉛筆がわりに道具として使いこなせれば、伝統的な古い模様を無限に変化させ、素早い対応で、商品開発に利用することが出来るようになります。トレンド情報の収集を怠らなければ、CG模様で無限に続く商品開発の可能性が確立できると思います。

参考文献

- 1)竹内克己：「模様は変身する」昭和59年中小企業技術指導員養成課程実習報告書(1984)
- 2)竹内克己：福島県ハイクワザ試験研究報告 P85 - 91(1997)
- 3)竹内克己：福島県ハイクワザ試験研究報告 P67 - 70(1998)

加飾技法を活用した洋食器の開発(第2報)

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

前年度の化粧土を活用した加飾技法の試作の中から“イッチン”“堆花”“彫り”の三技法に絞り込み、物性試験を行いながら加飾技法の可能性について検討した。

Key words:加飾技法、イッチン、堆花

1. 緒言

多様化した最近の食生活における生活工芸品の見直しを図る事を目的に、加飾技法の活用による“普段使い”に適した洋食器の開発を検討している。

本年度は前回の基礎素地と化粧土の試験、化粧土をメインにした7種の加飾技法の試作の中から、会津塗の伝統技法との融合化を考えた開発コンセプトから、“イッチン”“堆花”“彫り”の三技法に絞り込み、基礎素地と化粧土の調合、各種技法と道具の関係、焼成呈色結果等、加飾技法をしての可能性について検討した。

2. 試験・試作

2.1. イッチン

天草陶石、蛙目粘土をメインにしたイッチン用化粧土の調合試験を行い、最終的には素地との密着、収縮、呈色効果等から、白系、黄系、黒系の3種類を選定し、試作をした。

表1 イッチン用化粧土の調合

	黄系	白系	黒系
天草陶石	30	50	
蛙目粘土	40	20	20
福島長石	10	10	10
福島珪石	20	20	
鬼板土			35
加茂川石			35

イッチン技法で不可欠な道具との関係もケーキ菓子用の絞り袋、PC製の小型油差し、ゴム製・PC製のスポイト、和紙に柿渋を塗った筒を使用し泥の濃度、口金をの関係を繰り返し行った。立描き、斜描き、肥瘦線の効果等のテクニックは、パターンの工夫と道具の慣れが課題と言える。

2.2. 堆花

5色の色化粧土と白・黒化粧土の2種について試作した。堆花技法の表現方法においては素地の効果の占める要素が大きいため、前回の素地と共に白色素地の調合試験を行い、刷毛、筆、霧吹きを使いながら施泥、塗り重ね(5層~10層)加飾試験を行った。

表2 白色素地調合

ニューラット 材リ	20
天草陶石	25
福島長石	35
蛙目粘土	20

塗り重ね回数、密着性、剥離が問題となるため素地と化粧土の収縮と完全乾燥後の施泥等が堆花技法のポイントと言える。

2.3. 彫り

従来の釉裏金彩とは別にした箔の効果表現するため、堆花素地に線彫りした箇所を箔、粉、泥を埋めた沈金の加飾技法を計画し、現在その接着、焼成温度等について検討している。

3. 結言

今日の和、洋、中の折衷化された食生活に対応するためテーブルウェアのスタイルも使われ方も単なる生活の工芸品にとどまらず素材のブランド化、ストーリー性が求められている。

会津塗の伝統技法である“鉄錆塗”と“イッチン”、“堆朱・花塗”と“堆花”、“沈金”と“彫り”加飾技法を媒体に異種材の融合化を図ることによりトータル的な地場産の商品化が期待できる。

今年度はCGによる文様のデザインの展開、型、打ち込み成形のモデリング等を行いながら具体的には“プランセット”としての箸の似合う洋食器の開発を計画している。



イッチン技法(黒)



イッチン技法(白)



堆花技法(研出)



堆花技法(彫り)

県産中小径広葉樹材の有効利用に関する研究

Beeter Utilization of Small or Medium Diameter Grown Hardwood in Fukushima

会津若松技術支援センター 橋本春夫 出羽重遠 山崎智史

中小径広葉樹材（朴の木、ぶな材）による模様集成化材料の製造技術の確立を目指し縦継ぎ及び幅継ぎにおけるバットジョイントによる接着せん断強さの検討を行った。その結果、縦継ぎ木口接着の被着材面加工方法では、超硬丸鋸チップ形状の種類により接着せん断強さに影響し、A鋸が最も効果的であった。また、水性高分子イソシアネート系接着剤へのエマルジョン改質剤の添加では、架橋剤無添加で効果が得られた。しかし、架橋剤15%における改質剤添加では効果が得られなかった。幅継ぎ柁目接着の被着材面加工方法では、超硬丸鋸チップ形状の種類と切削速度により接着せん断強さに影響し、B鋸で低速切削が最も効果的であった。

今後、エマルジョン改質剤や模様集成材接着技術の製造技術の確立に向けた開発に努めたい。

Key words: 集成材、接着強度

1. 緒言

中小径木の利用は、材料収縮率のアンバランスから生じる割れ、狂い及び多量に出現する節など材質の品質欠点が多いため、利用の減少や製造コストの増加から広く普及に至っていない。そこで、中小径木の欠点を補う技術の開発を目的とし、模様集成化などによる有効利用を目指す改良技術についての研究を実施した。

本研究では、模様集成化材料の製造技術の確立を目指し、縦継ぎ及び幅継ぎにおけるバットジョイントでの接着せん断強さの検討を行った。また、その結果から得られた製造技術を用いアジロ模様お盆のサンプル試作品製作を行った。

2. 実験方法

接着剤には、構造用集成材などに多く用いられている水性高分子イソシアネート系接着剤（性状を表1に示す。）を選定した。

被着材料には、朴の木、ぶな材（性質を表2に示す）の繊維走向0°（柁目面）と90°（木口面）を被着材面とし、加工性が容易な鋸切削面を用いた。接合構造をいも継ぎ（バットジョイント）で、超硬丸鋸（チップソー形状を表3、4に示す）の種類と切削速度の違いによる接着性能を検討した。

また、水性高分子イソシアネート系接着剤にエマルジョン改質剤（芳香族イソシアネート系水性ウレタン樹脂の性状を表5に示す）を添加し、縦継ぎ木口接着における接着性能の改良を検討した。

接着せん断強さは、JIS K 6852に準ずる接着剤の圧縮せん断接着試験方法で行い、常態接着力と耐温水接着力（試験片を60±3の温水中に3時間浸せきしたのち、室温の水中にさめるまで浸し、ぬれたままの状態ですべて試験する。）で評価した。

表1 水性高分子イソシアネート系接着剤

項目	主剤(A)	架橋剤(B)
外観	乳白色エマルジョン	暗褐色溶液
不揮発分	60 ± 2 %	98 %以上
粘度(BM型粘度計)	10,000 ~ 13,000	100 ~ 200
PH	8 ± 0.5	2 ~ 3
標準混合比	重量比でA : B = 100 : 15	
可使用時間	約60分	

表2 被着材の材質

材質区分	含水率(%)	気乾比重	年輪幅(mm)
朴の木辺材	12.43	0.50	2.64
朴の木心材	11.95	0.50	2.44
ぶな材辺材	10.24	0.68	2.99

表3 横挽丸鋸(チップソー)の形状

種類	横挽 A鋸	横挽 B鋸	横挽 C鋸
形状			
すくい角	15	15	15
外径逃げ角	15	15	15
横すくい角	10	10	10
目すり角	10	10	10
側面逃げ角	4	3	5
向心角	1.2	0.6	2.0

表4 縦挽丸鋸(チップソー)の形状

区分	材質	縦挽 A 鋸	縦挽 B 鋸
すくい角		20	20
外径逃げ角		15	15
横すくい角		0	0
目すり角		5	5
側面逃げ角		4	3
向心角		1.2	0.6

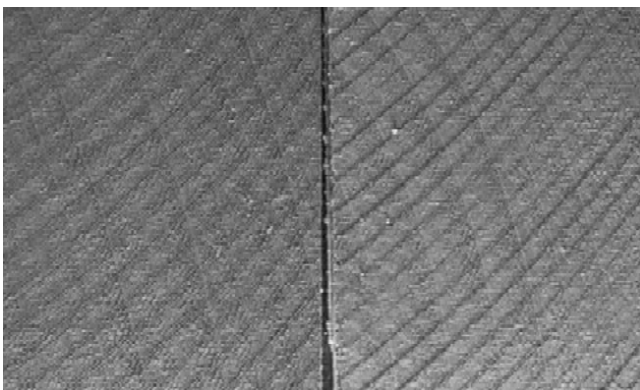
表5水性ウレタン樹脂

項目	性状
外観	乳白色溶液
不揮発分	40 ± 1 %
PH	6 ~ 8
イオン性	アニオン
平均粒径 (μ m)	0.10

3. 結果

3.1. 超硬丸鋸と切削速度との性能比較

水性高分子イソシアネート系接着剤を用い、超硬丸鋸の種類と切削速度との性能比較を行うため、被着材面に縦継ぎ木口接着の木口面と木口面(繊維走向90°)、幅継ぎ柁目接着の柁目面と柁目面(繊維走向0°)について水性高分子イソシアネート系接着剤の常態及び耐温水接着せん断強さを測定した。供試材は、朴の木の本心材を用いた。接着条件は、配合比：主剤/架橋剤 = 100部/15部、塗布量：300~350 g/m²、圧力118 N/cm²圧縮時間：60分を実施した。



切削速度 4m/min 切削速度 10m/min

図1木口被着材面の切削肌
(横挽 C鋸の切削肌)

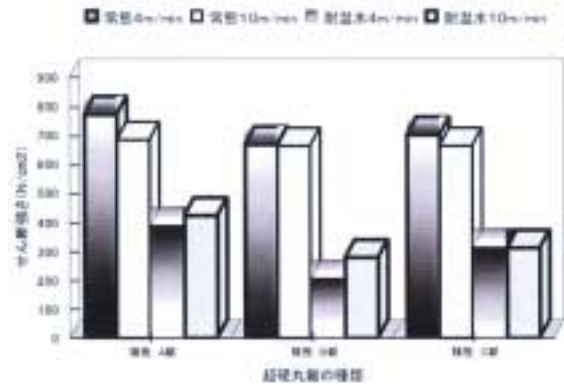


図2超硬丸鋸の種類と切削速度における木口被着材面のせん断強さ

縦継ぎ木口接着の被着材面(繊維走向90°)の切削肌を図1に示す。また、常態接着せん断強さ及び耐温水接着せん断強さの結果を図2に示す。

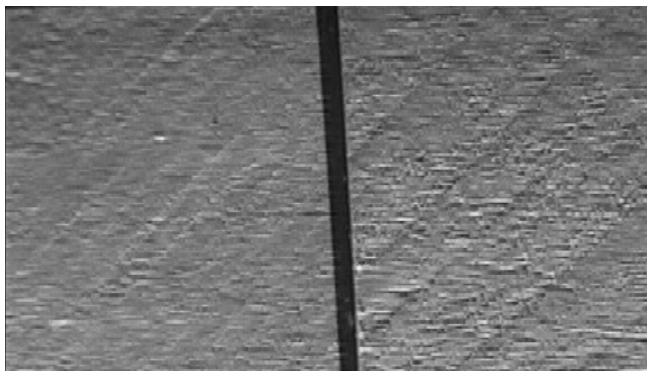
被着材面にひき跡(ツースマーク)の違いが見られたものの縦継ぎ木口接着における水性高分子イソシアネート系接着剤での常態接着せん断強さでは、686N/cm²前後の値を示し、日本工業規格(JIS)の木材接着剤の性能における酢酸ビニール樹脂エマルジョン接着剤適合1種2号基準と同等の性能を示した。

縦継ぎ木口接着の常態接着せん断強さでは、超硬丸鋸の種類間で、A鋸で735N/cm²、C鋸で686N/cm²、B鋸で666N/cm²前後の値を示し、有意差が認められた。切削速度間では有意差が認められなかったが、切削肌が粗い切削速度 10m/minにおいて減少を示した。耐温水試験接着せん断強さの超硬丸鋸種類間では、A鋸で392N/cm²、C鋸で294N/cm²、B鋸で245N/cm²前後の値を示し、有意差が認められた。切削速度間では有意差が認められなかったが、A鋸とB鋸間で、切削肌が粗い切削速度 10m/minにおいて増加傾向を示した。鋸のひき跡が何らかの影響したものと考えられる。常態及び耐温水接着せん断強さにおける木部破断率は0%であった。

幅継ぎ柁目接着の被着材面(繊維走向0°)の切削面粗さを図3に示す。また、常態接着せん断強さ及び耐温水接着せん断強さの結果を図4に示す。

被着材面にひき跡(ツースマーク)の違いが見られたものの幅継ぎ柁目接着における水性高分子イソシアネート系接着剤での常態接着せん断強さでは、1,470N/cm²前後の値を示し、日本工業規格(JIS)の木材接着剤の性能における酢酸ビニール樹脂エマルジョン接着剤適合1種1号基準以上の性能を示した。

幅継ぎ柁目接着の常態接着せん断強さでは、超硬丸鋸の種類間と切削速度間で有意差が認められた。切削速度 7m/minのB鋸で1,666N/cm²、木部破断率70%、A鋸で1,568N/cm²、木部破断率80%、程度の値を示した。切削速度 13m/minのA鋸で 1,470N/cm²、木部



切削速度 7m/min 切削速度 13m/min

図3 柱目被着材面の切削肌
(縦挽 B 鋸の切削肌)

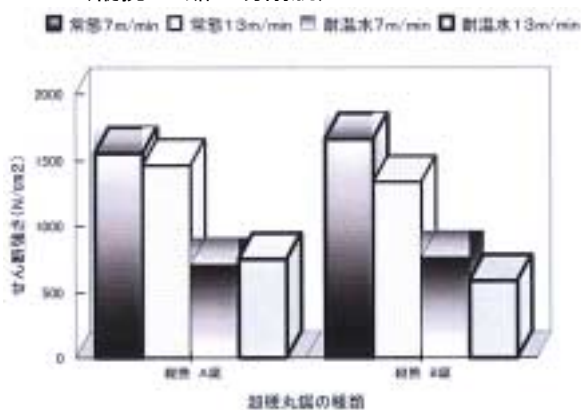


図4 超硬丸鋸の種類と切削速度における柱目被着材面の接着せん断強さ

破断率95%、B 鋸で $1,274\text{N}/\text{cm}^2$ 、木部破断率90%程度の値を示し、切削肌が粗い切削速度 $10\text{m}/\text{min}$ におけるせん断強さは減少を示したが、木部破断率では増加を示した。

耐温水試験接着せん断強さでは、超硬丸鋸の種類間で有意差が認められなかった。切削速度 $7\text{m}/\text{min}$ の B 鋸で $764\text{N}/\text{cm}^2$ 、木部破断率 10%、A 鋸で $715\text{N}/\text{cm}^2$ 木部破断率 20% 程度の値を示した。切削速度 $13\text{m}/\text{min}$ の A 鋸で $755\text{N}/\text{cm}^2$ 、木部破断率 40%、B 鋸で $588\text{N}/\text{cm}^2$ 、木部破断率35% 程度の値を示した。切削肌が粗い切削速度 $13\text{m}/\text{min}$ における A 鋸で接着せん断強さと木部破断率は増加を示した。しかし、B 鋸のせん断強さは大きく減少を示した。鋸のひき跡が何らかの影響したものと考えられる。幅継ぎ接着せん断強さにおける常態と耐温水の比較では、耐温水で約54% (切削速度 $7\text{m}/\text{min}$)、約52% (切削速度 $7\text{m}/\text{min}$)を示した。

縦継ぎ木口接着面と幅継ぎ柱目接着面とのせん断強さ比較では、木口接着面の常態及び耐温水せん断強さで約 54% (平均値) の減少率を示した。その中で、横挽 A 鋸が最も減少率が低い値を示した。

3.2. 改質剤の添加による性能比較

水性高分子イソシアネート系接着剤におけるエマルジョン改質剤 (水性ウレタン樹脂) の添加により改質性能比較を行うため、被着材面を縦継ぎ木口接着の木口面と木口面 (繊維走向 90°) を用い、改質剤 0%、5%、10%の3種類と水性高分子イソシアネート系接着剤の架橋剤を 0%、15%の2種類による6種類の組み合わせにおける常態及び耐温水接着せん断強さで性能を評価した。供試材は、朴の木の辺材及び心材とぶな材の木口面を用いた。接着条件は、塗布量: $300 \sim 350\text{g}/\text{m}^2$ 、圧力 $118\text{N}/\text{cm}^2$ 圧縮時間: 60分 で実施した。

水性高分子イソシアネート系接着剤の架橋剤添加とエマルジョン改質剤の添加による常態接着せん断強さの結果を図5に示す。また、耐温水接着せん断強さの結果を図6に示す。

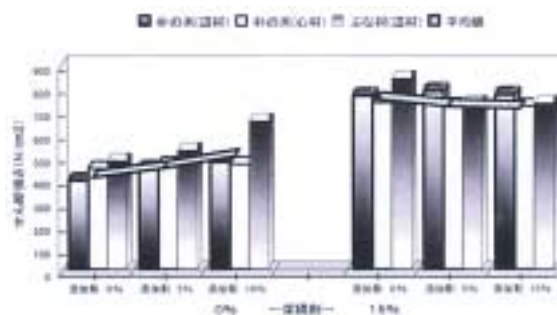


図5 改質剤の添加による常態接着せん断強さ

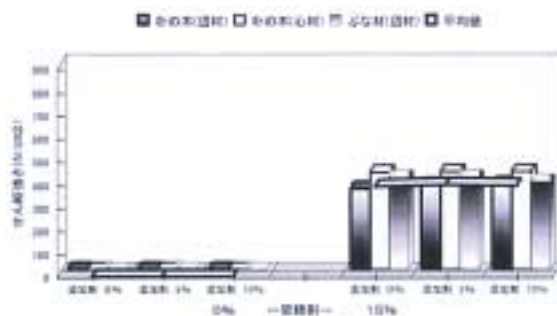


図6 改質剤の添加による耐温水接着せん断強さ

常態接着せん断強さにおける水性高分子イソシアネート系接着剤架橋剤間では、15%添加により無添加の約2倍程度の $735\text{N}/\text{cm}^2$ 前後の値を示した。また、エマルジョン改質剤間では、架橋剤無添加で上昇傾向の値を示したが、架橋剤15%添加では変化が認められなかった。

耐温水接着せん断強さにおいては、架橋剤無添加で温水中で完全にはく離した。架橋剤15%添加では、 $392\text{N}/\text{cm}^2$ 前後の値を示し、朴の木辺材が最も低い値を示した。

本研究で採用したエマルジョン改質剤では、架橋剤無添加で効果が得られた。架橋剤15%における改質剤添加では効果が得られなかった。

3.3. 模様集成材による試作

縦及び幅継ぎ接着せん断強さで最適条件の超硬丸鋸を用い、朴の木とぶな材によるアジロ模様集成材を製作し、アジロ模様お盆（300）試作品の製作を行い、製品の狂いや接着層のはく離などについて検討した。

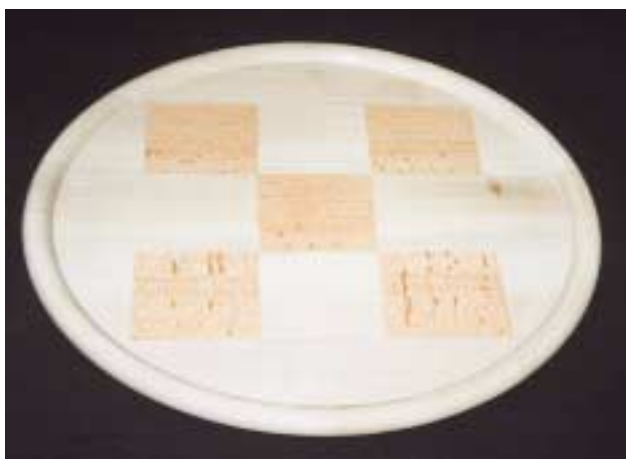


写真1アジロ模様のお盆試作品(1)



写真1アジロ模様のお盆試作品(2)

3. 結言

本研究では、各種超硬丸鋸による切削条件と水性高分子イソシアネート系接着剤へのエマルジョン改質剤の添加による常態及び耐温水接着せん断強さの評価試験について検討した結果、

(1) 縦継ぎ木口接着(バットジョイント)の被着材面加工方法では、超硬丸鋸チップ形状の種類により接着せん断強さに影響し、A鋸が最も効果的であった。また、水性高分子イソシアネート系接着剤へのエマル

ジョン改質剤の添加では、架橋剤無添加で効果が得られた。しかし、架橋剤15%における改質剤添加では効果が得られなかった。

(2) 幅継ぎ柁目接着(バットジョイント)の被着材面加工方法では、超硬丸鋸チップ形状の種類と切削速度により接着せん断強さに影響し、B鋸で低速切削が最も効果的であった。

最後に本研究を遂行するにあたり、サンプルを提供していただいた第一工業製薬株式会社並びに試作品にご協力いただいた小椋昭次朗様に深く感謝いたします。
参考文献

- 1) 成田寿一郎 著：“木工機械工作便覧”
発行所 理工学社、1971
- 2) 半井勇三 著：“木材の接着と接着剤”
発行所 森北出版株式会社、1967
- 3) 菅野蓑作 小泉勝吉 著：“集成材”
発行所 森北出版株式会社、1965

含漆 UV 塗料の薄膜塗装法の研究

Research of such coating method that makes the thin membrane by the UV coating material which urushi is included.

会津若松技術支援センター 須藤 靖典 出羽 重遠

含漆 UV 塗料の薄膜化を図るための塗装工法の確立を目指し、吹付け塗装とカーテンフローコーター塗装を想定しフィルムアプリケーターを使用した塗料の塗布と硬化塗膜の比較を行いました。その結果、カーテンフローコーター塗装を想定したフィルムアプリケーター塗装では、塗装斑や紫外線を照射した際の硬化斑の発生がほとんどないことから、実用化に向け最適な塗装方法であることが裏付けされしかも、作業の効率化と製品の高品質化への目処が付いたと同時に、時代を反映した環境に優しい塗装工法として安全性、経済性が付加されました。

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、フィルムアプリケーター、バーコーダー、ドクターブレード

1. 研究の目的と背景

1.1 塗料開発の経緯と問題点

平成 8 年度から 10 年度の 3 年間、産官共同研究において漆の欠点とされる遅乾性、耐擦傷性の改良化を目指し光重合硬化性含漆塗料(以下含漆 UV 塗料とする)の開発を行ってきた。

一般に光重合性(250~400nm)の化合物としては、分子中に二重結合を有するものが知られており、漆のフェノール性脂質(側鎖)もその範疇に入ると推定される。しかし、漆には初期の酵素反応が硬化に至る不可欠要素であり、酸素付加体になる誘導期間をいかにして短縮するかが問題となった。

そこで、UV 硬化(Ultra violet curing)に有効な既存のアクリレート化合物を混合することによって解決方法を考えた。その結果、漆と相溶性が良く硬化状況も良好なアクリルアクリレート化合物を使用し、配合比率を漆 2 : アクリルアクリレート化合物 8、漆 8 : アクリルアクリレート化合物 2 の含漆 UV 塗料の開発に成功した。

その性能は、当初の開発目標であった漆の欠点を補うに十分な性能を有しており、その活用範囲も住宅内装部材を始めとし広範囲な活用が期待されている。しかし、含漆 UV 塗料の塗装方法は従来の吹付け塗装方法を使用しているため硬化した塗膜に柚子肌(凹凸)、斑などが発生しやすく実用化を図るためには、速やかに平滑性、肉持ち感、しっとり感を表現できる塗装方法の検討が必要と

される。

1.2 問題解決の手法と方向性

吹付け塗装を使用した含漆 UV 塗料塗膜に発生する柚子肌、斑を防止し平滑性(レベリング性)を保持するための手段として、含漆 UV 塗料の改質化を図った。その際、塗料流体のレベリング性と肉持ち感には、表面張力と接触角が関与する(永瀬喜助、宮腰哲雄: 塗装工学、vol.32、No.12、512(1997))ことから接触角計(協和界面科学(株)社製 C4-X200形式)を用い、ガラス板塗着直後と塗膜硬化後の空気に対する接触角を測定し数値化した。(平成 9 年度福島県ハイテクプラザ研究報告) その際の添加剤の種類は表-1 に示す 4 種を用いて、改質効果の試験を行った。

表-1 添加剤の種類と内容

添加剤の種類	内 容	系 統
UV シンナー	含漆2-8型塗料専用シンナー	芳香族系炭化水素
酢酸ブチル	中沸点溶剤(125)	エステル系溶剤
界面活性剤	ノニルフェノール	非イオン系界面活性剤
レベリング剤	高沸点溶剤とシリコン樹脂の混合物	ケトン、エステル系

その結果、溶剤及び表面張力剤、レベリング剤の 3 種を調合した含漆 UV 塗料は、肉持ち感、レベリング性及び、塗肌も美しく、添加剤の効果が著しく現れていると判断されたが、これらの改質結果は、気温・湿度の安定したある特定の季節のみに適合するものであり、実用化を目的とし年間を通じて作業を行う目的で開発した含漆 UV 塗装には満足のゆく改質結果とは判断できないことから、

膜厚を均等に塗布できさらには、凹凸が発生しにくく、研磨と艶上げが容易な塗装方法としてカーテンフローコーター塗装機に着目した。

2. 研究の展開と実験

2.1 研究の方向性

カーテンフローコーター塗装機の塗装方式は、カーテン状の一定した塗膜を落下させ、その下をコンベアが通過し被塗物に塗料を付着させる塗装工法である。(図-1)

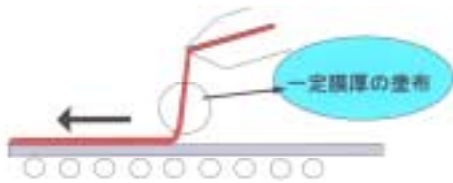


図-1 カーテンフローコーター略図

そのため、平面的な形状を有した被塗物を塗装する場合や流れ作業を行う際には、その性能を十分に発揮できる装置である。この塗装工法を含漆 UV 塗料の塗装に応用すべく本研究では、カーテンフローコーターと仕上がり感が類似するフィルムアプリーケーターを使い基礎的研究と位置づけし、含漆 UV 塗料の被膜を形成させ、その塗膜の硬化性と平滑性、風合いを検討することとした。

2.2 実験

実験に際しては、吹付け塗装とフィルムアプリーケーター(図-2)を使用した2工法の硬化塗膜肌を反射映像法と摩耗試験機を使用し、光沢値による耐擦傷性の比較を行うこととし、表-2に示す実験条件で実施した。



図-2 フィルムアプリーケーター(76 μ m)

表-2 塗膜試験条件表

塗料の種類 (素黒目配合)含漆 UV2/8型アクリルアクリレート変性塗料(透) (艶黒目配合)含漆 UV2/8型I ^ホ キアクリレート変性塗料(透) (艶黒目配合)含漆 UV2/8型I ^ホ キアクリレート変性塗料(黒)
塗料粘度調整条件 アネスト岩田 NK-2型粘度カップ使用 落下時間：標準 丸付塗料 40~50sec 1.2mm 吹付塗装ノズル口径対応 (素黒目配合)含漆 UV2/8型アクリルアクリレート変性塗料(透)50~55sec (艶黒目配合)含漆 UV2/8型I ^ホ キアクリレート変性塗料(透)50~55sec (艶黒目配合)含漆 UV2/8型I ^ホ キアクリレート変性塗料(黒)50~55sec 比較塗料 漆 60sec
紫外線照射光量 コンベアスピード 2.5m/min 積算光量942mj/cm ² ピーク90mw/cm ²
塗膜形成条件 フィルムアプリーケーター(76 μ m)使用 (素黒目配合)含漆 UV2/8型アクリルアクリレート変性塗料(透) 1回目23~30 μ m 重ね塗り(2回目)70 μ m (艶黒目配合)含漆 UV2/8型I ^ホ キアクリレート変性塗料(透) 1回目25~29 μ m 重ね塗り(2回目)60 μ m (艶黒目配合)含漆 UV2/8型I ^ホ キアクリレート変性塗料(黒) 1回目23~25 μ m 重ね塗り(2回目)50 μ m 吹付け塗装機使用(口径0.8m) (素黒目配合)含漆 UV2/8型アクリルアクリレート変性塗料(透)30~39 μ m (艶黒目配合)含漆 UV2/8型I ^ホ キアクリレート変性塗料(透)30~36 μ m (艶黒目配合)含漆 UV2/8型I ^ホ キアクリレート変性塗料(黒)44~49 μ m
塗膜評価試験法及び評価装置 実験1 反射映像法による塗膜凹凸評価 装置：スポットライト、目視評価 実験2 摩耗試験 装置：SUGA 摩耗試験機(NUS-ISO-3型) 光沢計 60 光沢値測定評価 NIPPON DENSHOKU PG-1M

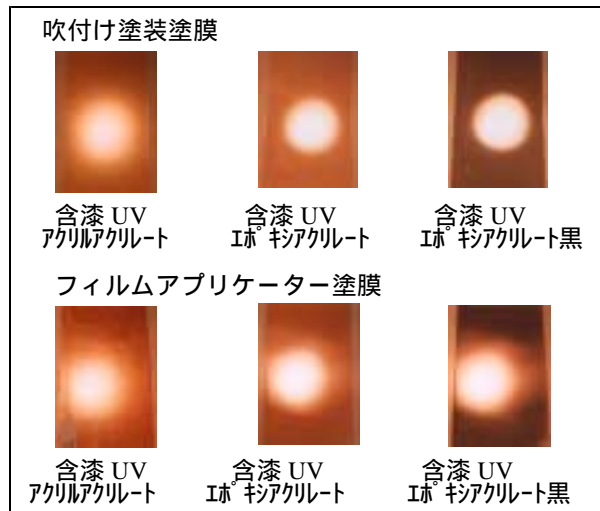


図-3 吹付け塗装塗膜とフィルムアプリーケーター塗膜の比較図

2.3 実験結果

2.3.1 反射映像法

反射映像法の実験方法は、含漆 UV 塗料を吹付け塗装及びフィルムアプリーケーターを使い、硬化した塗膜面へ垂直方向よりランプ(白熱電球)光を照射させ、そのランプ映像の反射により塗膜の凹凸、レベリングが目視できることから、その塗膜

面を碁盤目状(100)に区切り乱反射している部分を数えその残存率を光沢値(%)として表すこととした。その基準をもとに、上記塗料条件で硬化した各含漆 UV 塗料の塗膜肌は図-3の通りとなり目視判定を行った。

吹付け塗装肌はスポットライト(ランプ光)が照射されたことで、より凹凸が現れた。特に含漆 UV 2/8型アクリルアクリレート変性塗料(透)塗膜に於いてはランプの反射映像が確認できなかった。

一方、フィルムアプリーケーターを使用した塗膜は、ゴミを絡ませてしまい塗膜上に確認されるものの、含漆 UV 2/8型アクリルアクリレート変性塗膜を除きレベリング性がよくランプの反射映像が確認された。特に、含漆 UV 2/8型エポキシアクリレート変性(透)は良好な塗膜を得ることができたことは、明らかに塗装工法の違いから生じる効果と推測される。

表-3 反射映像による凹凸の比較(%)

	吹付け塗装		フィルムアプリーケーター	
	乱反射率(%)	光沢度(%)	乱反射率(%)	光沢度(%)
含漆(素黒目漆)UV2/8型アクリルアクリレート変性塗料 透	100	0	45	55
含漆(酵素重合漆)UV2/8型エポキシアクリレート変性塗料 透	80	20	10	90
含漆(酵素重合漆)UV2/8型エポキシアクリレート変性塗料 黒	70	30	40	60

2.3.2 摩耗試験

反射映像法による目視判定で、フィルムアプリーケーターによる含漆 UV 塗膜の光沢度が吹付け塗装塗膜よりも良好であるとの結果が得られたこと

を踏まえ、摩耗試験では耐水ペーパー#1200と麻布を使い塗装工法の違いによる、塗膜硬度と耐研磨性の実験を行った。その結果、下記表-4,5の通りの結果が得られた。

表-4 吹付け塗装面の摩耗試験結果表

吹付け塗装塗料	研磨材の種類		増減率(%)	麻布(200ds)		増減率(%)
	#1200耐水ペ-パ- (200ds)	研磨前		研磨後	研磨前	
素黒目漆配合含漆 UV2/8型アクリルアクリレート変性塗料(透)	94.8	25.3	- 62.5	93.4	116.5	+ 24.7
酵素重合漆配合含漆 UV2/8型エポキシアクリレート変性塗料(透)	73.4	20.1	- 63.5	74.2	110	+ 48
酵素重合漆配合含漆 UV2/8型エポキシアクリレート変性塗料(黒)	69.8	18.2	- 61.6	71.6	109.6	+ 53

表-5 フィルムアプリーケーター塗装面の摩耗試験結果表

フィルムアプリーケーター	研磨材の種類		増減率(%)	麻布(200ds)		増減率(%)
	#1200耐水ペ-パ- (200ds)	研磨前		研磨後	研磨前	
素黒目漆配合含漆 UV2/8型アクリルアクリレート変性塗料(透)	94.2	12.8	- 73.5	95.6	138.4	+ 44.7
酵素重合漆配合含漆 UV2/8型エポキシアクリレート変性塗料(透)	69.4	9.5	- 73	65.1	108	+ 65.8
酵素重合漆配合含漆 UV2/8型エポキシアクリレート変性塗料(黒)	72.8	12.3	- 59.2	70.8	115	+ 62.4

耐水ペーパー#1200を使用した摩耗試験では、吹付け塗装機を使用したことで、凹凸が生じている含漆 UV 塗膜の光沢がフィルムアプリーケーターを使用した塗膜よりも残存率(%)が高かった。この結果は、凹凸面に対して耐水ペーパーが均等に当たらず、研磨斑が生じていることが推測され、さらにはフィルムアプリーケーターに比べ薄膜であったことから、紫外線による硬化が進行したものとされる。

一方、麻布を使用した摩耗試験ではいずれの塗料塗膜も光沢値(%)が上昇している。特に、フィ

ルムアプリーケーターを使用した塗膜は、吹付け塗装を行った塗膜よりもその増加率が高く、塗膜が均一に形成されていることから生じる摩擦によって鏡面に近い状況になったものと推測される。この結果は、実用化段階で含漆 UV 塗膜の艶上げ(ポリッシング作業)を行うことを想定すれば良好な結果と思われる。

3. 今後の展開と問題点及び解決法

3.1 効果

カーテンフローコーターと仕上がり感が類似す

るフィルムアプリーケーターを使用して、含漆 UV 塗料を一定膜厚に形成しその後、紫外線を照射して硬化させた塗装肌は反射映像法による目視判断において、吹付け塗装塗肌と異なり綺麗にライト光の映像が反射されている結果となった。また、摩耗試験では塗膜が均一に塗布されていることから光沢値は吹付け塗装塗肌よりも低い結果となったが、麻布においては逆にその光沢値が高く著しく異なる結果となった。この結果を踏まえ、総合的に判断すると含漆 UV 塗料を使用した塗装方法としては、吹付け塗装よりもフローコーター塗装機を使用した塗装が適していると思われる。その期待される効果としては下記のような項目が上げられる。

塗着効率の向上	塗装斑の防止
塗膜硬度の均一化	経済性
生産性の向上	品質の向上
環境への配慮	

3.2 工法上の問題点とその解決法

3.2.1 立体物への塗装

平面的な被塗物に含漆 UV 塗料を塗布する際の塗装工法としてカーテンフローコーターは最適であると思われるが、含漆 UV 塗料を活用した製品が形状に左右されることは、活用の機会を狭める結果となる。特に、立体物への塗装は吹付け塗装に於いても、塗料のダレや溜まりなどの不良塗装に繋がる問題となることから、カーテンフローコーターでは立体物への塗装方法としては片面づつの塗装法(図-4)で対応していくことが必要となる。

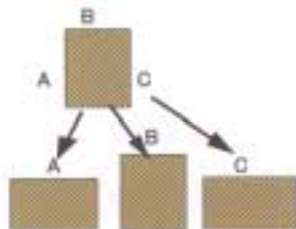


図-4 片面塗装法のイメージ図

3.2.2 塗料の改良化

本研究のテーマである「含漆 UV 塗料の薄膜塗装法の研究」では、フィルムアプリーケーターを使用することで数 μm から数十 μm までの膜厚を塗

布することができしかも、紫外線の透過性、塗膜硬度は一定になるものと推測される。しかし、今回は $20\mu\text{m}$ 程度を目安として含漆 UV 塗を塗布することとしたが、使用した含漆 UV 塗料は、吹付け塗装用に粘度調整されさらには、樹脂分その他、揮発性有機溶剤や重合禁止剤、レベリング剤、界面活性剤など様々な組成成分で構成されたため塗料を塗布した直後と有機溶剤が揮発した硬化塗膜では膜厚に大きく差が生じる結果となり塗り重ねを行ったことで含漆 UV2/8型アクリアクリレート変性塗料を塗布する際には大きな引き斑が生じてしまった。そのため揮発性有機溶剤を塗料から削除もしくは、極力微量化し樹脂分の比率を高くすることで、塗料塗布後と硬化後の塗膜厚に大きく差が生じないようにするためのハイソリッド化への改質が必要となる。ハイソリッド化は塗料業界に於いても、環境対策を重視した取り組み事項として最優先に行われている開発項目であり、含漆 UV 塗料に於いてもその例外ではない。

3.3 実用化に向けて

含漆 UV 塗料を使用した製品開発は日々継続されているが、ハイソリッド化への改質とカーテンフローコーター塗装機による塗装工法が確立されればさらに、製品開発が広範囲に展開できることが予測される。特に住宅内装部材の中でも、長尺物(床柱・襖の枠・天井材)の製品や風合いを求める装飾的機能を有する内装部材、製品塗膜に凹凸や斑を生じさせては商品価値が低下するすべての物に対して、最適な塗装システムと思われることから、平成12年度内でのハイソリッド化への改質とその塗装工法の確立を目指し実用化を図っていく予定でいる。

引用文献

- 1) 須藤靖典・出羽重遠：平成10年度産官共同研究開発事業研究成果報告書
「光重合硬化性含漆塗料の開発とその応用研究」
福島県ハイテクプラザ会津若松技術支援センター(1999)

事 例 研 究

中小企業向けメンテナンスフリーサーバの構築

The construction of the maintenance-free server for the small and medium enterprise.

応用技術部 平山和弘 尾形直秀 高樋 昌 本田修啓

企業内ネットワークの管理に人員及び資金をかけることが出来ない中小企業向けに、出来るだけメンテナンスが不要となるようなインターネットサーバの構築実験を行った。

その結果、中小規模のネットワークに適したメンテナンスフリーサーバとしての基本となる型のサーバを構築することができた。今後は得られた技術及び知識を企業のネットワークサーバ運用技術の指導に役立てていく予定である。

Key words: メンテナンスフリー、ネットワーク、サーバ、中小企業

1. 緒言

近年、県内の中小企業における LAN はもちろんインターネットへの接続を行うネットワークの普及は目覚ましいものがある。しかし、それに伴ってネットワークを経由してサーバに攻撃を仕掛けるアタックが大変多くなり、またその攻撃手段や攻撃目標となるセキュリティホールは日進月歩で新しいものが開発、発掘されてきているのが現状である。それゆえ企業内ネットワークのサーバ管理は基本的なサービスの維持だけではなく、そのようなアタックに対する防御や対策で大変な労力が必要となっている。

しかしながら、情報の交換、収集や商取引への必要性から企業でネットワークを導入してはいるものの、ネットワーク管理に人をさけない、あるいはネットワーク管理を外部に委託する資金がない、などの理由で十分に管理されていないのが中小企業の実状である。

そこで、セキュリティ的に堅牢でハードウェアトラブルにもある程度早急に対応でき、また日々のメンテナンスからできるだけ開放されるような、いわゆるメンテナンスフリーで稼働できるサーバの基本形及びその技術を企業に提供すべくメンテナンスフリーサーバの構築実験を行った。

2. ネットワークの基本構成

今回は新規にネットワークを施設したのではなく、すでに設置してある既存のネットワークに対してメンテナンスフリー化を行った。既に設置してあるネットワーク構成を図 1 に示す。

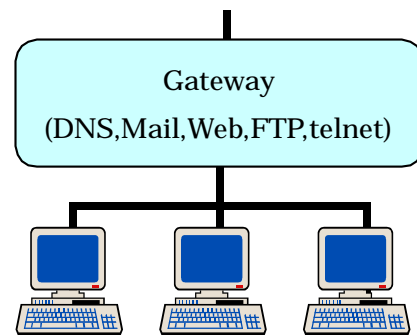


図 1 既存のネットワーク構成

このネットワークからメンテナンスが不要なサーバを構成する場合においても、企業が利用するインターネットサービスに必要な機能を削除する訳にはいかない。しかし、セキュリティの観点から FTP や Web、telnet などのサービスは好ましくない。そこで図 1 のような構成であった既存ネットワークを、機能を維持しながらメンテナンスフリー化を行うために、基本となるメンテナンスフリーサーバを設置し Mail、DNS などを行ったうえで、Web と FTP サービスを行うサーバを別途設置することとした。

(図 2)

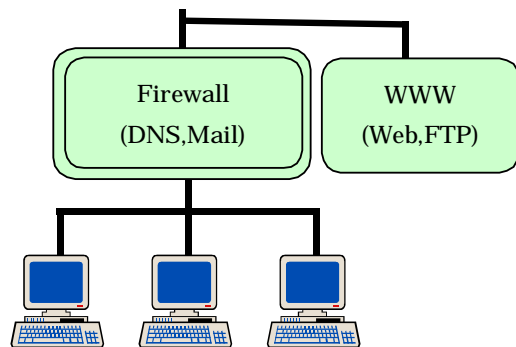


図 2 更新したネットワーク構成

以上のような構成を元に、今回のメンテナンスフリーサーバは、Firewall サーバの構築を基本として専属管理者不在の状況においても数年は連続稼動が可能であることを目指した。

3 . サーバの設定

各サーバの設定はセキュリティを向上させる関係から、実行させるサービスの数を必要最小限に留めること、そして実行するサービスもセキュリティに強いものを使用することを基本とした。それによりサービスを行うアプリケーションの変更(Mail 等)または最新版への入れ換え(DNS 等)を行った。また、Firewall サーバ側にはバックアップなどの作業を排除するために、最近安価になってきた IDE 接続のドライブによる RAID システムも導入し、また停電時や雷などによるサージ対策のために UPS システムも導入した。

以下にサーバの構成及び変更した主なサービスを示す。

Firewall サーバの構成

- OS
 - Linux kernel-2.2.13
- サービス
 - DNS bind-8.2.2Pl5
 - Mail(POPPER) qmail-1.03
 - Web Proxy squid-2.2STABLE4
 - SecureShell ssh-1.2.27
- フィルタリング
 - packet ipchains-1.3.8
 - application ucspi-tcp-0.84
- RAID システム
 - ハードウェア RAID システム
 - IDE ハードディスク用 RAID 1
- UPS システム
 - 電源管理 genpowerd-1.0.1

変更した主なサービス

- inetd tcpserver(ucspi-tcp)
- telnet ssh(今後停止予定)
- bind バージョンアップ
- sendmail qmail(tcpserver 経由)
- qppper qmail(tcpserver 経由)
- ftpd、login、shell 停止
- linuxconf 停止

4 . 稼動状況

構築したサーバはメンテナンスフリーを目指し

たサーバではあるが、今回は実験を兼ねた構築であるため、サーバの企業への設置後における稼動状況の確認テストを行った。

サーバのチェックには tripwire というファイル検査ツールを使用した。tripwire はファイルの書き換えを監視するツールであり、そのチェックにより侵入者によるファイル改竄の有無を調べることが可能である。また今回は tripwire を一定時間毎に自動実行させることで、サーバ全体の正常稼動の確認としても利用した。その結果、サーバ設置後約 3 ヶ月経った現在までの期間において、特にトラブルが発生しなかったことはもちろん、tripwire からのチェックには異常は見られず、サーバの正常稼動を確認することが出来た。

5 . 結言

今回は中小企業向けに、ネットワークサーバ管理の極力省力化を目指してメンテナンスフリーサーバの構築を行った。結果セキュリティが向上し、かつバックアップ等のメンテナンスも不要なサーバを商用の専用サーバ機と比較して安価に構成することができた。

もちろん今回作製したサーバが今後一切のメンテナンスが不要であるとは考え難いが、選出したセキュリティの高いサービス群に大きなセキュリティホールが出ないかぎり、当面は無人で運用可能なサーバであると思われる。今後は、得られた技術及び情報を県内企業のネットワークの普及およびサーバ構築運用技術の指導に役立てていく予定である。

参考文献

- 1) bind : Internet Software Consortium - BIND
<http://www.isc.org/products/BIND/>
- 2) qmail : the qmail home page
<http://cr.yip.to/qmail.html>
<http://www.jp.qmail.org/index.html>
- 3) squid : Squid Web Proxy Cache
<http://www.squid-cache.org/>
- 4) ssh : SSH Secure Shell
<http://www.ssh.org/>
- 5) ipchains : IP Firewalling Chains.
<http://www.rustcorp.com/linux/ipchains/>
- 6) tcpserver : ucspi-tcp home page
<http://cr.yip.to/ucspi-tcp.html>
- 7) tripwire : Tripwire Security Systems inc.
<http://www.tripwire.com/>