ISSN 1349-2608
No.6（2009）

平成 20 年度

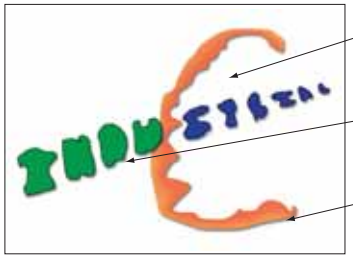
研　究　報　告

Reports of Industrial Technology Center of Tochigi Prefecture

— 発信します　明日を拓く　確かな技術 —

栃木県産業技術センター

表紙デザイン（元栃木県産業技術センター　高津戸光雄）



栃木県　（栃木県地図の左半分）

産　業　（INDUSTRIAL）

技術センター　（センターのC）

目　　次

Ⅰ　共同研究

無線ネットワークによる就寝時異常検知システムの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 1
画像による加工検査システムの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 3
混在する音の中から救急車のサイレン音を抽出するシステムの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・ 7
マイクロ波照射を利用したゼオライト連続合成方法と反応装置の開発 ・・・・・・・・・・・・・・・ 11
セラミックスのき裂治癒挙動に関する研究 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 14
液相反応を利用する機能性ナノコンポジットの合成に関する研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 17
基板界面における機能性ナノ構造体形成のための自己組織化技術の開発（第２報）・・・・・・・ 20
スギ樹皮を原料とするバイオエタノール製造に関する研究（第１報）・・・・・・・・・・・・・・・・ 25
花酵母清酒の開発 ・・ 29
清酒酵母保存中の形質安定化 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 32
漬物のテクスチャーコントロール因子に関する検討 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 34
付加価値の高いトーションレースの開発（第２報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 38
県産資源を活用した草木染めの研究 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 42

非公開１３テーマ

Ⅱ　受託研究

非公開　８テーマ

Ⅲ　重点研究

複数自律型ロボットの協調動作による情報収集と活用（第３報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 47
多孔質無機化合物の細孔内を反応場とする金属ナノ粒子の作製（第３報）・・・・・・・・・・・・・ 52
新規な清酒劣化防止技術の開発（第１報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 56
高齢者用食品の改良開発と機能性評価（第２報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 59
―若年者と高齢者の漬物咀嚼特性解析―

Ⅳ　経常研究

微細電極による曲面加工技術（第１報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 65
難削材切削技術の高度化（第２報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 68
金属プレス加工における難加工材の成形技術・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 74
―規格鋼板の機械的特性と成形性―
X 線 CT スキャンの測定技術の高速高精度化（第２報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 77
―受光管による測定値の影響について―
非接触三次元測定機の高精度測定技術の開発　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 80
画像計測三次元測定機による計測技術の向上・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 83
魚類ブランド化機器の開発（第２報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 87
超音波肉質診断画像のコンピュータ解析による脂肪交雑推定システムの開発 ・・・・・・・・・・ 91
外装用木質建材の耐久性に関する調査　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 95
新規酒造好適米の開発に関する研究（第１報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 99
織物生地の試作開発（第２報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 101
スラブヤーンによる編地表面効果の解析 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 103
よこ糸挿入ニット生地の試作・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 106
フルカラーゴブラン織物の試作開発（第２報）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 110
織物構造による繊維強化複合材料の熱膨張制御 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 113
紬織物の糊付工程改善による製織性向上 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 118
新規地域から採掘された粘土の性状と各種製品への適用（第１報）・・・・・・・・・・・・・・・・ 121
非公開　１テーマ

本研究報告における研究区分については、次により分類したものとなっております。

※　研究区分

Ⅰ　共同研究

企業、大学等と課題を分担して行うもの。

Ⅱ　受託研究

企業や団体等からの委託を受けて行うもの。

Ⅲ　重点研究

県内産業の振興のため県が単独で特に重点的に行うもの。

Ⅳ　経常研究

上記以外にて実施したもの。

Contents

Ⅰ Cooperative Research

Development of events occurring while asleep monitoring system using IEEE802.15.4 ・・・・・・・・・・ 1

Development of Processing Inspection System By Image. ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 3

Development of Filtering System for extracting ambulance siren from noisy signal ・・・・・・・・・・・・・ 7

Development of Continuous Synthesis Method and Reactor of Zeolite using Microwave Irradiation ・・・・・ 11

Crack-healing behaviour of Zirconia/SiC composite ceramics ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 14

Preparation of Functional Nanocomposites by Liquid-Phase Reaction Method・・・・・・・・・・・・・・・・ 17

Development of Self-Assembly Systems to construct Functional- Nanostructures on Surface (2nd Report)・・ 20

Study on Production of Bioethanol from Bark of Cedar (1st Report) ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 25

Development of Sake Using Flower Yeast ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 29

Stability of Sake Yeast Character during Storage ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 32

Study of the Texture Control Factor of Pickles ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 34

The Development of Value-added expensive Torcho Lace ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 38

Preparation of Natural Dyeing by using Plants of Tochigi for Yuki-Tsumugi・・・・・・・・・・・・・・・・ 42

Ⅱ Contract Research

Ⅲ Selected Research

Acquisition and Utilization of Information among Cooperating Multiple Autonomous Robots (3rd Report)・・ 47

Preparation of Metal Nano-particles in the Pore of Porous Inorganic Compounds (3rd Report) ・・・・・・・ 52

Development of New Preserve Technique of Sake (1st Report) ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 56

Improvement, Development and Functional Study of the Food for the Elderly (2nd Report) ・・・・・・・・・ 59

-Electromyography Study of Mastication of Pickles by Young and Elderly People-

Ⅳ General Research

Curved surface processing technology with minute electrode (1st Report) ・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 65
Advancement of Milling-Technology for Hard-to-Cut Materials (2nd Report) ・・・・・・・・・・・・・・・・・ 68
Press forming technique of the difficult to form materials ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 74
- Mechanical properties and formability of standardized rolled steels -
Development of the Measurement on X-ray CT scan for high-speed high-precision (2nd Report) ・・・・・・ 77
-Effect of mesurements by X-ray detector-
Development of Precision Measurement Technique
for Coordinate Measuring Machineswith Non-Contacting Probing System ・・・・・・・・・・・・・ 80
Improvement of Measuring Technique with Vision-Measuring-System ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 83
Development of Mechanism to Add High Value to Fish (2nd Report) ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 87
Development of system that is estimating marbling score
by computer analysis of ultrasound diagnosis image ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 91
Evaluation of Exterior Paint film by the Weathering Tests in Utsunomiya ・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 95
Development of New Sake Rice of Tochigi (1st Report) ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 99
Trial Production of Multi ply cloth (2nd Report) ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 101
- Development of New Products –
Analysis of the knitting cloth using slab yarn ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 103
Trial manufacture of knitting cloth containing horizontal thread ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 106
Trial Production of Full-color Gobelins (2nd Report) ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 110
Control of Thermal Expansion of CFRP by Fabric Structure ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 113
Improvement of Sizing Process for Yuki-Tsumugi Weaving Performance ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 118
Characterization and forming performance of unused clay in Mashiko (1st Report) ・・・・・・・・・・・・・ 121

Ⅰ　共同研究

共同研究

無線ネットワークによる就寝時異常検知システムの開発

清水　暁*　岡　英雄*　日里　勝利**　斉藤　和男**　市原　隆行***

Development of events occurring while asleep monitoring system using IEEE802.15.4

Akira SHIMIZU, Hideo OKA, Katsutoshi NISSATO, Kazuo SAITO and Takayuki ICHIHARA

老人介護等のサービスにおいて夜間の人手不足が問題となっている。少子高齢化の進展とともに問題はさらに深刻になっていくことが予想される。この問題を解決するために就寝時の体動，呼気拍，脈拍の検出に関する検討を行ったので報告する。

Key Words ： ZigBee,RFID,IEEE802.15.4,感圧センサ，脈拍

1　はじめに

高齢化ならびに人口減少の進展に伴い，適切な老人介護サービスを如何にして提供していくかという課題を解決するべく，人体の体位，体温，脈拍等の生体情報を感知できるセンサ内蔵型RFIDを開発し，効率的かつ適切なサービス提供を行うシステムの開発を行った 1)。

このシステムはセンサータグを装着することでリアルタイムの生体情報収集が可能となる。一方，開発を進めていくなかで，非拘束型センサーや夜間モニターが重要であることがわかった。そこで本研究開発では，図1のような就寝時の呼気拍，脈拍，体動を検出する技術について検討する。

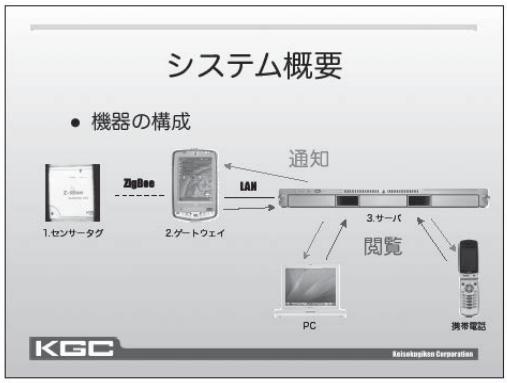


図１　システム図

2　研究の方法

２．１ 信号検出

就寝中の生体信号を取得するためのセンサとして多孔性ポリプロピレンシートを使用した。このセンサを就寝中の被験者の下に敷き，就寝中の振動を検出する。

感圧センサからの出力をオペアンプで700倍に増幅した後，100Hz でサンプリングした。この後，商用電源からのノイズを除去するために 12Hz の低域通過フィルタ処理を行い，25Hz でダウンサンプリングを行った。

また，感圧センサからの出力は呼気，体動，脈拍等の信号が重畳したものであるため，脈拍を同定するために光電脈波センサにより脈波の同時サンプリングを行った。得られた結果を図２に示す。また 4096 ポイント毎に FFT 処理を行った結果を図３に示す。これらの結果から，呼吸はおよそ 0.5Hz 程度，心拍は 1Hz 程度の周期であることがわかる。

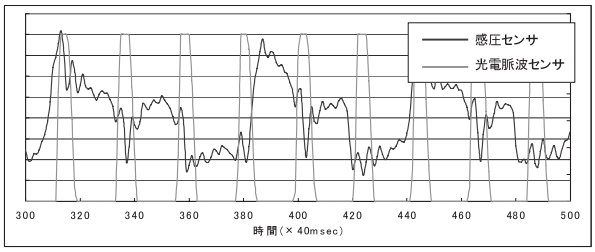


図２　感圧センサおよび光電脈波信号

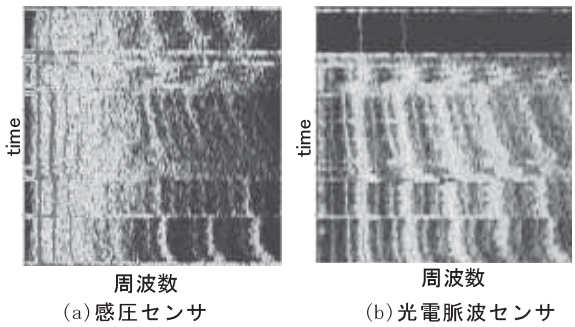


図３　FFT 処理結果

２．２ 呼気拍，脈拍，体動の検出

感圧センサと光電脈波センサとの比較から呼気拍および脈拍をカウントするための信号処理方法について検討した。処理フローを図４に示す。

25Hzのサンプリングレートで信号を取得した後，呼気

*　栃木県産業技術センター　機械電子技術部
**　株式会社計測技研
***有限会社ダガ・グラフィックス

拍については周期が1Hz以下であることからさらに12.5Hzまでダウンサンプリングを行った。その後，0.1Hzから3Hzの通過域を持つバンドパスフィルタにより呼気成分の抽出を行った。脈拍検出は0.5Hzから5Hzまで緩やかに減衰する高域通過フィルタにより呼気成分を減衰させた後，全波整流処理を行った。また，体動等による誤検知の影響を抑えるために脈拍検出後は0.3秒間の不感時間を設定した。体動の検出は設定したしきい値を超えた場合にカウントを行った。また，実際の信号処理はMicroChip社のdsPIC30F2012を用いて行った。

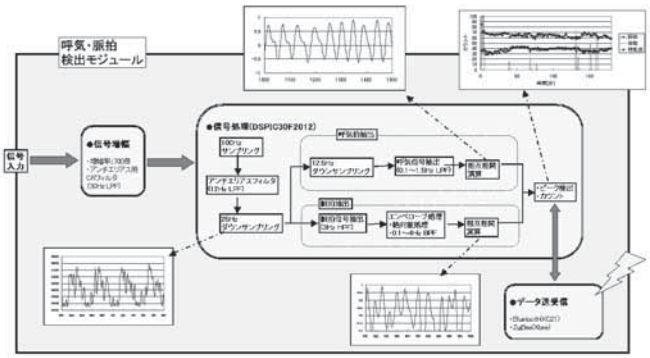


図４　信号検出フロー

２．３ 無線通信部

検出された心拍，呼気拍，体動の情報は1分間カウントした後，IEEE802.15.4規格によりパソコンに送信される。今後の製品展開を容易に行うため，㈱計測技研でIEEE802.15.4のモジュールの技術適合認証を取得した。写真を図５に示す。

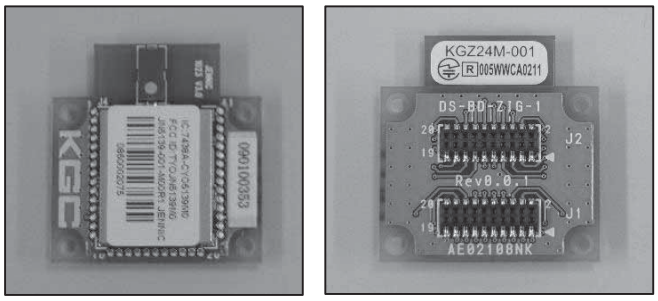


図５　IEEE802.15.4モジュール

３　結果および考察

取得した就寝中の体動，呼気拍，脈拍の結果を図６に示す。

光電脈波センサと感圧センサから得られた脈拍を比較すると良く一致しており，本手法により脈拍の検出が可能であることがわかった。

図３を見ると呼気による信号は４次高調波成分が脈波の基本周波数の成分と同程度まで含まれていることが分かる。このため今回開発した手法では脈波検出のために0.5Hzから5Hzまで緩やかに減衰する高域通過フィルタを使用している。この手法では呼気成分を減衰させるために脈波の基本周波数成分も減衰させることとなるため，脈波に対する感度を高めることが今後の課題である。

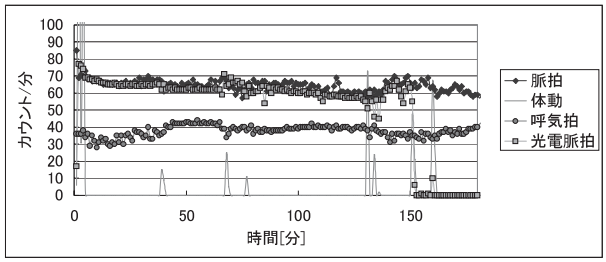


図６　測定結果

４　まとめ

感圧センサにより就寝中の体動，呼気拍，脈拍を検出し，無線によりデータを収集するシステムを開発した。同時に光電脈波センサにより取得した脈拍と比較したところ良く一致することが分かった。今後は適応フィルタ等を用いることでより高感度な脈拍検出の検討していきたい。

謝　辞

本研究を実施するにあたって，多大なるご支援ならびに貴重なアドバイスをいただいたコンソーシアムのメンバーである，㈱計測技研，宇都宮大学，また，管理法人である栃木県産業振興センターの方々に深く感謝いたします。

なお，本研究は経済産業省の平成17,18年度地域新生コンソーシアム研究開発事業による『体位等感知省エネ型 IC タグと老人用危機管理システムの実用化開発』の継続として行われた研究である。

参考文献

１）成果報告書：“体位等感知省エネ型ICタグと老人用危機管理システムの実用化開発”　関東経済産業局

共同研究

画像による加工検査システムの開発

岡　英雄*　枝野　龍之*　渡邊　孝之**　荒川　吉朗**

Development of Processing Inspection System By Image

Hideo OKA，Tatsuyuki EDANO，Takayuki WATANABE and Yoshirou ARAKAWA

タレットパンチプレスやレーザー加工機などの精密板金加工では，製品の加工精度を確認する検査作業が必要であり，その検査は，抜き取り検査などにより抽出した製品を，人の手で検査項目ごとに一箇所ずつ確認する方法がとられている。しかし，製品によっては検査箇所が数百にもなり，その検査が被検査数分繰り返されるため，検査担当者には多くの時間と労力がかかっており，測定間違い・見間違いなどのヒューマンエラー発生する要因にもなっている。そこで，本研究では，精密板金加工の製品検査において，画像処理を活用し，確認済みの合格製品と未検査の製品画像を比較することで，製品の合否判定をサポートし，品質検査の効率化を図るシステムの開発を行った。

本システムによる製品画像を取得する環境の光源の改善，画像比較ソフトウェアの開発により，相互画像の比較精度向上と，板金加工品の品質検査の効率化が図れた。

Key Words：ヒューマンエラー，画像処理，品質検査，効率化

1　はじめに

中小企業製造業の現場では，かつての少品種大量生産から多品種少量生産へとシフトし，製品のライフサイクルの短縮化，流通経路の簡素化などから納期の短縮を迫られている。その為，製造ラインでは，ＩＴ技術の活用により情報化を進展させ，ファクトリーオートメーションによる製品製造の効率化が図られている。

一方，製造製品の品質検査においては，現在でも熟練検査技師による，デジタルノギスやデジタルマイクロメーターを使用した手動検査が主流であり，ＩＴの活用は，手動検査データのデータベース化などに限られている。

そういった品質検査の分野においても，タレットパンチプレスやレーザー加工機などを使用した，精密板金加工の製品検査においては，加工後の製品形状が板状になるため，カメラなど画像による検査が可能となっており，実際にカメラを使用した画像による検査法も考案されている。しかし，システムとしては非常に高価であり，システムの規模が被検査製品サイズ以上となる設計である為，システム全体の規模が大きく，中小企業の製造現場において導入の敷居が高いことがわかっている。

そこで，本研究では，精密板金加工の製品検査において，近年，安価に使用できるデジタルカメラやＵＳＢカメラを使用した画像処理を活用し，検査技師による検査合格済みの合格製品画像と未検査の製品画像を比較することで，複数製品の品質検査における合否判定をサポートし，品質検査の効率化を図るシステムを開発する。

2　研究の方法

２．１　撮影環境の光源

本システムは，品質検査の現場での使用を考えており，検査する環境によって，太陽光や蛍光灯などの光による影響が大きい事が確認されていた。特にＵＳＢカメラは，デジタルカメラのようにカメラ側で光の調整を行えないため，撮影環境の光源を調節しないと，画像を正確に取得し，比較することができない。

旧来の画像取得方法は，カメラと被検査製品を載せる台という簡単な環境を想定していたため，その撮影画像には，室内の蛍光灯による光の反射や，製品のエッジに影が映りこんでしまい，精度良く画像を取得することができなかった。

そこで，撮影環境に使用する光源，及び撮影方法について検討し，撮影画像の合否判定率の向上を図る。合否判定率の算出には，画像間の類似度を表す尺度の一つであるＳＡＤ(Sum of Absolute Difference)を使用する。

画像の合否判定率は，製品を合格画像として撮影，その後，同じ製品を時間だけを数秒ずらして検査製品画像として撮影し，時間による画像の変化量をＳＡＤにより算出する。さらに，画像全体で算出すると，局所的な変化が確認

＊　栃木県産業技術センター　機械電子技術部
＊＊ アークテック株式会社

しにくいため，本研究では取得画像の３０×４０の６４領域において算出を行う。

２．２　画像の比較誤差

まず，取得画像のサイズと撮影領域から，画素１ピクセルの解像度を算出し，画像の比較による誤差を算出する。取得画像のサイズとしては，デジタルカメラによる検査ではＶＧＡ画像（６４０×４８０），ＵＳＢカメラによる検査ではＱＶＧＡ（３２０×２４０）を想定しており，カメラと被検査物までの距離によって撮影領域は変動するため，撮影領域を一般的な用紙サイズに置き換えて，それぞれの取得画像における画像の精度について検討する。

次に，合格製品の撮影画像と，被検査製品の撮影画像の特徴点同士のユークリッド距離を算出し，画像比較における水平・垂直方向での比較誤差（比較精度）について検討する。比較する特徴点は，画像中の任意の数箇所抽出可能であるが，今回は６４箇所抽出する。

３　結果及び考察

今回開発した画像による加工検査システムのシステム構成図を図１に示す。画像取得には，ＵＳＢカメラ（SANWA SUPPLY PC CAMERA 0-1-0）とデジタルカメラを使用した。

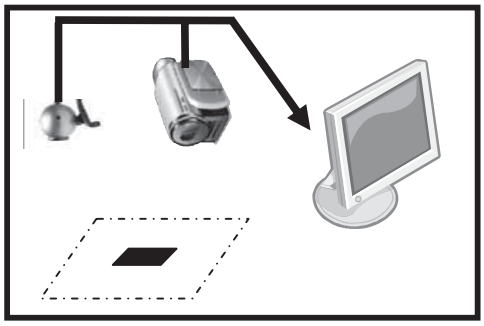


図１　加工検査システムの構成図

まず，撮影環境の光源について，旧来法の取得画像を図２－１に，本システムによる取得画像を比較したものを図２－２に示す。

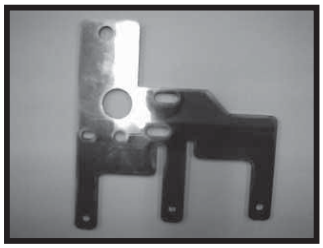


図2-1　旧環境

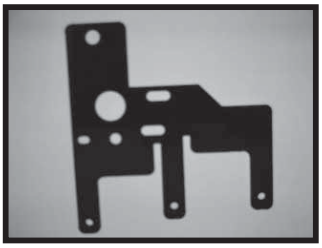


図2-1　新環境

旧環境では，反射やエッジの影が確認できるが，新環境では確認できない，よって見た目にも取得画像が改善されていることが確認できる。

それぞれの画像においてＳＡＤを算出し，画像の撮影環境による合否判定率を比較した。以下に，ＳＡＤの導出式，及び本システムによる，合否判定率を表１に，ＳＡＤの平均値を図３に示す。

$$SAD = \sum_{j=0}^{N-1} \sum_{i=0}^{M-1} | I(i, j) - T(i, j) |$$

表１　合否判定率の最大値

	判定率（%）
検査品１	５０
検査品２	３３
検査品３	４２
検査品４	３６

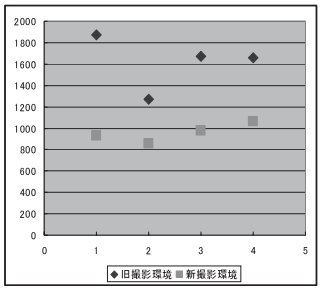


図３　ＳＡＤ平均値

ＳＡＤの算出結果より，合否判定率は局所的に最大５０％向上し，ＳＡＤ平均値より，画像全体も改善されていることが確認できる。

次に，画像解像度の算出は，製品サイズがＡ４サイズ～Ａ１２サイズ，それぞれＶＧＡ，ＱＶＧＡでの撮影に対して算出した理想的な解像度を図４に示す。

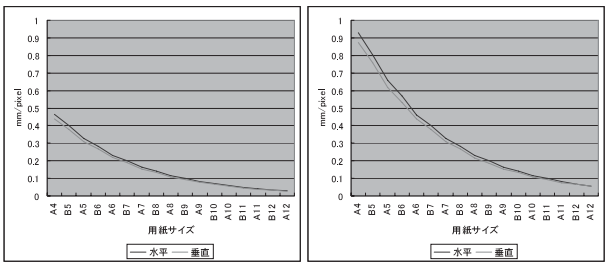


図４　ＶＧＡ（左）とＱＶＧＡ（右）の解像度

今回開発したソフトウェアの画面と，検査する製品（およそＡ７サイズ＋余白）を撮影した場合の解像度をまとめる。デジタルカメラによる静止画像検査ソフトウェア画面を図５に，ＵＳＢカメラによる動画像検査ソフトウェア画面を図６に示す。

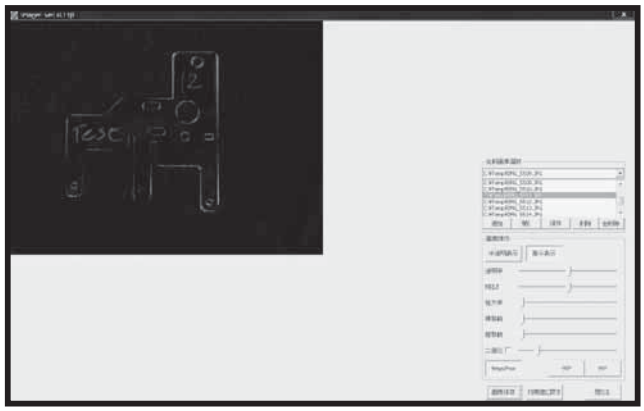


図５　静止画像検査ソフトウェア

図６　動画像検査ソフトウェア

各ソフトウェアの解像度を表２にまとめる。

表２　画像解像度(単位：mm/pixel)

	静止画像検査	動画像検査
水平方向	0.23	0.4375
垂直方向	0.24	0.4375

それぞれのソフトウェアによる解像度は，約Ａ７サイズの検査を製品する場合に，図４に示した理想的な解像度にほぼ近いことが確認できる。この解像度から，合格画像と検査対象画像の特徴点を比較し，検査誤差を算出した。静止画像検査ソフト，動画像検査ソフト，それぞれの検査誤差を表３(a)，(b)にまとめる。

表３(a)　静止画像の検査誤差

	検査品１	検査品２	検査品３
水平誤差	0.2344	0.4688	0.2344
垂直誤差	0.2396	0.2396	0.4792

(b)　動画像の検査誤差

	検査品１	検査品２	検査品３
水平誤差	0.4375	0.4375	0.875
垂直誤差	0.4375	0.875	0.4375

静止画像，動画像ともに検査誤差が±１mm以下であることが確認できた。

さらに，検査効率を向上させるため，静止画像検査ソフトウェアでは現状手法では２枚比較だったところを，最大６枚まで画像を保持させ，相互に比較可能にした。この手法により検査効率が，３倍に改善された。

最後に，本システムでは，検査の合否判定を，人によりわかりやすく伝える方法として，合格製品画像と検査品画像の良画像の相違量をカラーサーフェイスで表示する方法を検討した。合格画像，検査品の画像，合否判定カラーサーフェイス画像を，検査対象３サンプルに対して順に示す。

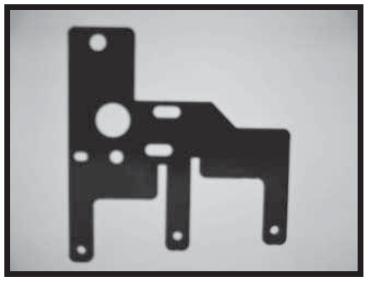


図７　合格製品画像

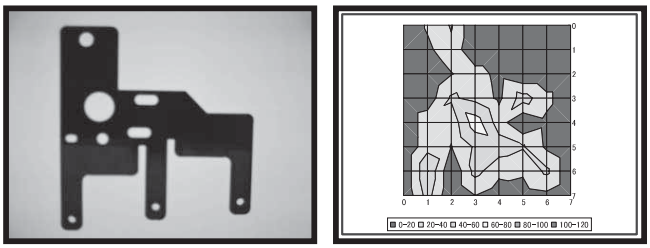


図８　検査品１（左）と合否判定画像（右）

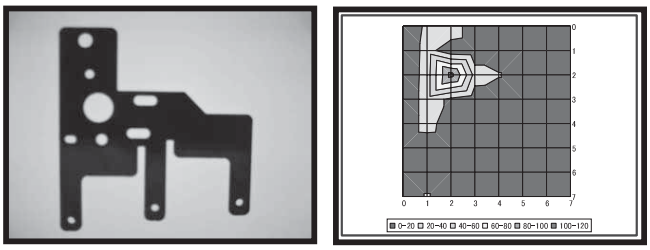


図９　検査品２（左）と合否判定画像（右）

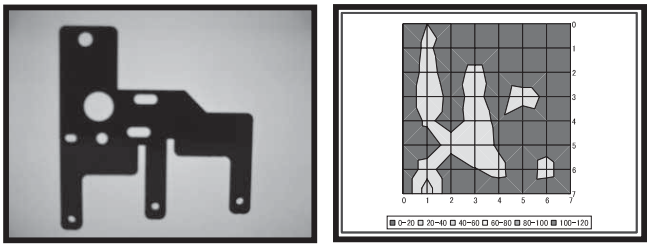


図１０　検査品３（左）と合否判定画像（右）

図８，９，１０より，それぞれの検査品の合格との相違量を明示的に示すことが出来るようになった。図８，１０では，画像の相違量が６０以下になっていることが確認でき，図９では，画像の相違量が１００近くまでなっていることが確認できる。これより，検査品２が合格品には無い余計な穴が空けられていることがわかる。よって検査品２は不合格品であると判別し易くなる。

４　おわりに

本研究では，製品の品質検査に画像処理を用い，検査の効率化を図るシステムを開発し，実際に品質検査の現場で実証を行った。本システムの開発によって，県内中小企業に今まで導入の敷居が高かった画像処理による品質検査システムを比較的安価に，かつ省スペースに設置することができ，製品画像を検査時に保存できる為，製品トレーサビリティの面においても活用できる可能性がある。

参考文献

１）奈良先端科学技術大学院大学：“OpenCVプログラミングブック”毎日コミュニケーションズ(2007)
２）石井健一郎 他：“わかりやすいパターン認識”オーム社(1998)
３）酒井幸市：“ディジタル画像処理の基礎と応用”CQ出版(2007)
４）土井滋貴：“はじめての動画処理プログラミング”CQ出版(2007)
５）酒井幸市：“デジタル画像処理入門”CQ出版(2002)

共同研究

混在する音の中から救急車のサイレン音を抽出するシステムの開発

上野　貴明*　　植竹　大輔*　　藤川　卓哉**

Development of Filtering System for extracting ambulance siren from noisy signal

Takaaki UENO, Daisuke UETAKE, Takuya FUJIKAWA

緊急自動車が接近してきた場合、道路交通法により車両は進路を譲らなければならない。本研究はDSPの開発環境を利用し、救急車のサイレン音を検知してその存在を伝達するシステムの開発を行った。救急車サイレンの周期的な音の長さを判定要素とする。また、ドップラー効果によりサイレン周波数が遷移してしまうため、その影響を判定要素に加味した。救急車の方向検出はマイク3入力の音圧差を用いて検出する。伝達システムとしてLEDで視覚的に伝達する方法を検討したので、この結果を報告する。

Key Words : DSP, FFT, 適応フィルタ, 救急車, サイレン

1　はじめに

緊急自動車が接近してきた場合、車両は道路の左側に寄り進路を譲らなければならないことが道路交通法により定められている。しかし、車内のオーディオ及び車外の騒音によりその察知が遅れ、運転ミスに繋がる可能性もある。そこで本研究ではターゲットを救急車に絞り、車載機器用に救急車の存在を検知するシステムを開発する。

このような緊急自動車の存在を運転手に伝達するシステムは、一般的に無線を傍受して検知しているものが多い。しかし、本研究では緊急自動車のサイレン音に注目し、3つのマイク入力からの信号をDSPで信号処理することで検知することとした。

電波法により周波数帯が整備されている無線と違い、音の入力には雑音が多い。この雑音を取り除くフィルタを作製することが必要となる。

開発モジュール（図1）はTIのTMS320C6713DSKと無指向性マイク×3、マイクアンプ、A/D変換ボードから構成されている。また、視覚的に伝達するためLEDのモジュールを作製した。DSPの性能は最大1350MFLOPS、A/D変換のサンプリング周波数は最大200kHzである。

救急車のサイレン音は、960Hzの高音が0.65s、770Hzの低音が0.65s流れるパターンとして規格にある。しかしドップラー効果により、車と救急車が近づく場合はサイレン周波数が規格の周波数より高く、遠ざかる場合は規格の周波数より低くなることが問題となるため、判定する周波数範囲を検討する。

また、マイクを3つ使用することで各マイクの音圧差から音の方向を検出し、視覚的に伝達する方法を検討することが課題である。

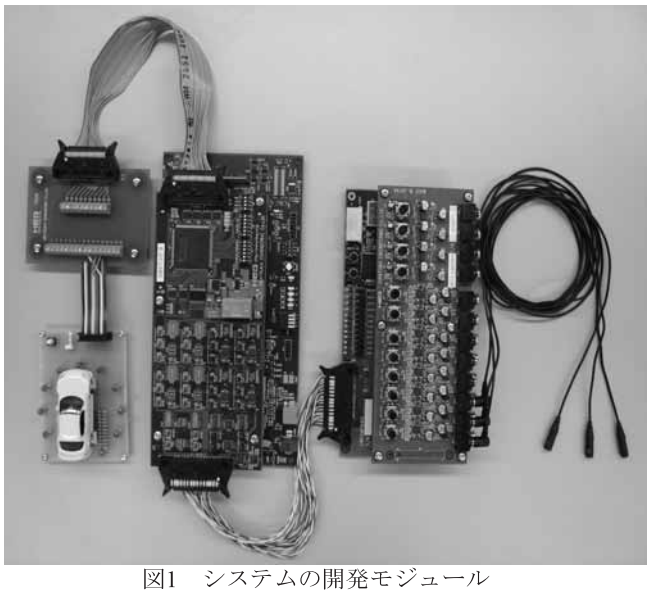


図1　システムの開発モジュール

2　研究の方法

2．1　各マイクの距離減衰と指向特性の比較

本研究で使用する3個のマイクをマイク１、２、３とし、周波数特性と指向特性に相違があるのかを同一のスピーカーを用いて比較検証する。スピーカーの出力は1Wとし、半無響室内で測定する。

スピーカーとマイクを直線上に設置し、距離Lを0.1mから2mまで0.1m間隔で離してゆき、その周波数特性を測定する。（図2）

またスピーカーとマイクとの距離を1mとし、水平角度θを0°から330°まで30°間隔で周波数特性を測定することで、各マイクの指向特性を検証する。（図3）

*　栃木県産業技術センター　機械電子技術部
**　ハートランドデータ株式会社

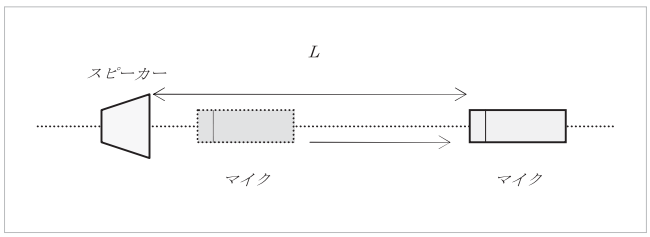


図2　マイク距離減衰の比較測定

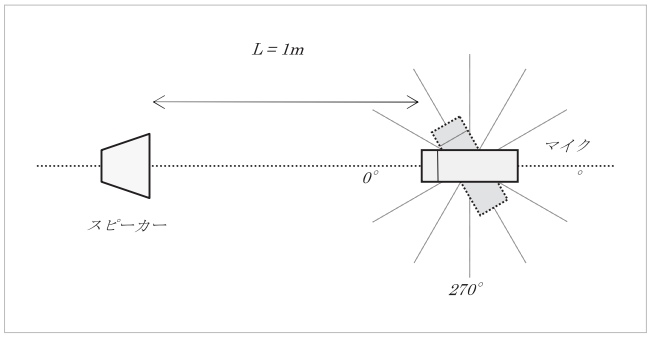


図3　マイク指向特性の比較測定

２．２　救急車のサイレン検出システム

DSPの開発環境を使用してサイレン検出システムを構築する。

サンプリング周波数は10kHz、DMAを利用して3チャンネルでA/D変換データを取得する。

救急車であると判定する基準は、サイレンの基本周波数が高音960Hzで0.65s、低音770Hzで0.65s発信されることに注目し、音の周波数のパターンと長さを利用した。

マイクからの入力信号をFFTのアルゴリズムを用いて変換し、各周波数と信号の長さをリングバッファに格納して判定する。

ドップラー効果による影響は一般的に知られたもので、[周波数]×[音速－観測者の速度]／[音速－音源の速度]で与えられる。救急車の基本周波数を観測者（運転手）が速度0～100km/h、音源（救急車）が速度0～100km/hで移動した場合を想定し、その影響を検討する。

救急車の方向は、マイク3入力の音圧差で計算する。音源の方向から±30°を誤差範囲とし、視覚的に伝達する方法としてLEDを使用する。

２．３　適応フィルタの性能評価

雑音を取り除くためにアクティブノイズフィルタを使用した。LMS法を用いて期待値の計算を省略することで負荷を小さくする。

フィルタの性能評価としてホワイトノイズ58dB、サイレン信号を各68dB、58dBとした場合の2パターンを入力し、出力信号の減衰を検討する。

３　結果及び考察

３．１　各マイクの比較測定結果

マイク１、２、３をスピーカーとの距離1mで測定した周波数特性の比較結果を図4に、マイク１をスピーカーとの距離L=0.1m、0.5m、1m、2mで測定した音圧の距離減衰を図5に、マイク１をスピーカーとの角度θ=0°、60°、120°、180°で測定した指向特性を図6に示す。

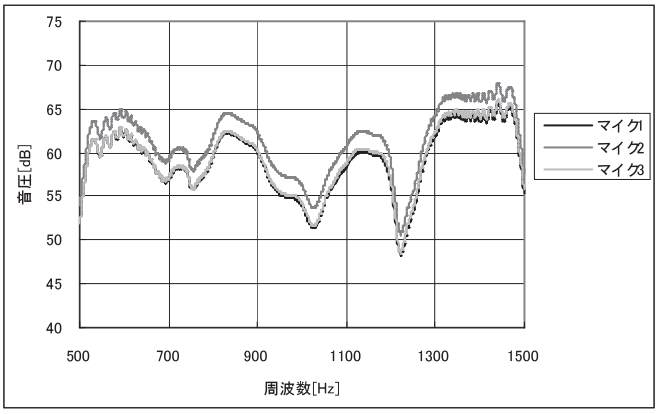


図4　マイク周波数特性の比較測定

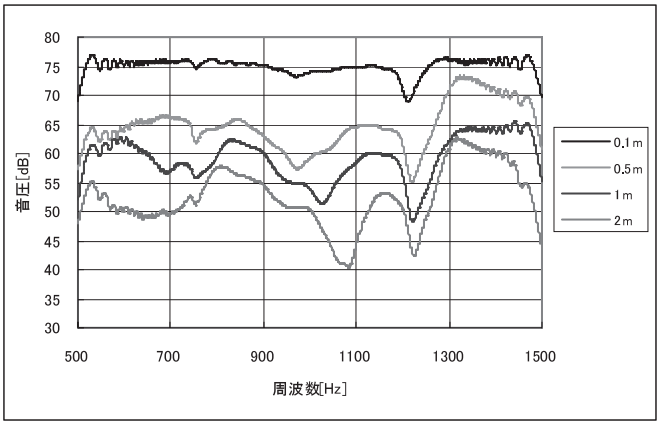


図5　マイク１の距離減衰

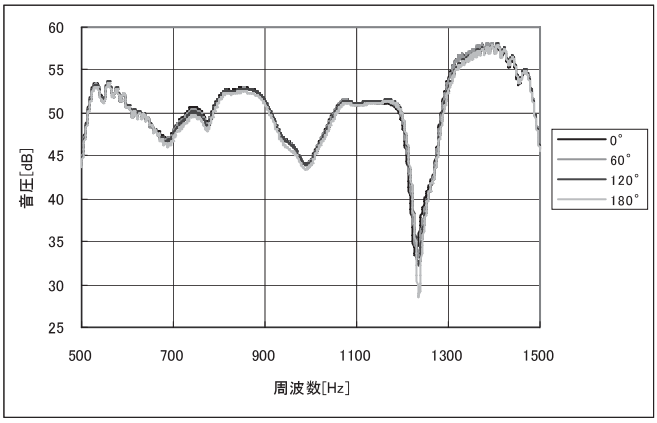


図6　マイク１の指向特性

図4の各マイクの比較測定結果から、周波数特性波形にはほぼ差異がないことが認められた。しかし音圧差を比較した場合、マイク２がマイク１、３と比較して3dB高いことから、入力信号に対してアンプでの調整が必要となる。

自由空間において音響エネルギー密度は、点音源からの距離の二乗に反比例する。これは音圧レベルに換算すると、距離Lが2倍で6dB減衰することになる。これは図5の距離減衰測定結果と一致する。

指向特性においては、角度θにより1230Hz～1240Hz付近での音圧の減衰が最大となることが確認された。しかし、本研究で扱う周波数を1200Hz以下とすることで影響は無視できる。

３．２　サイレン検出システムの構築

音源（救急車）と観測者（運転手）の移動速度を最大100km/hとし、基本周波数960Hz（高音）、770Hz（低音）でのドップラー効果の影響を計算した。このときの音速は340m/sとする。図7は音源と観測者が遠ざかる場合、図8は近づく場合の計算結果である。

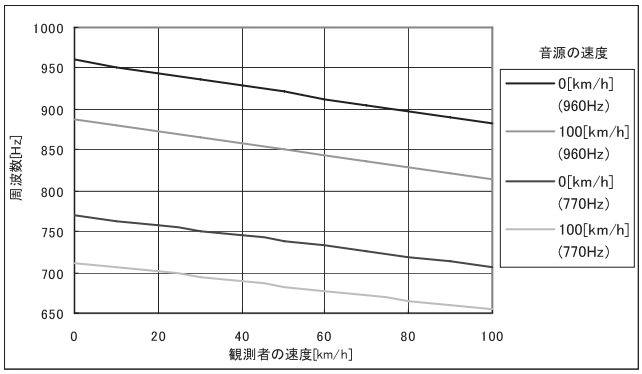


図7　ドップラー効果（音源と観測者が遠ざかる場合）

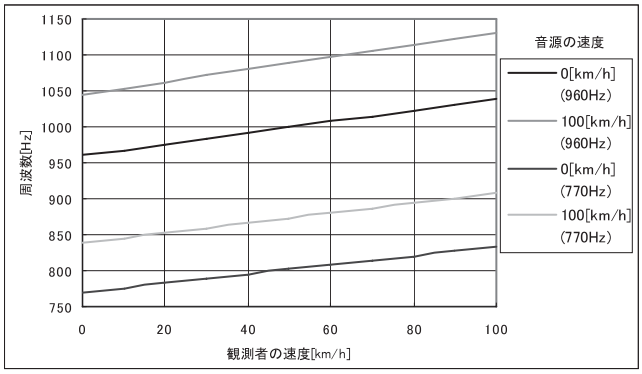


図8　ドップラー効果（音源と観測者が近づく場合）

ドップラー効果の影響で、高音は1131Hz～815Hzまで、低音は907Hz～654Hzまで変化する。この変化量を周波数パターンに予め加味することで、ドップラー効果の影響を無視することができる。

視覚的に救急車の方向を伝達する方法として、LEDを利用したモジュールを開発した（図9）。車の模型の周囲に12個のLEDを設置し、音源方向から±30°の角度で捉えられる様にLEDが3個点灯する。

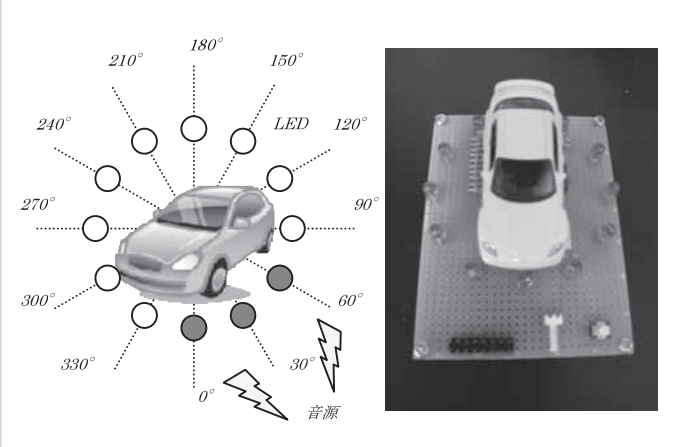


図9　方向検出モジュール

救急車サイレンは、サイレン音の長さ0.65sと高音、低音の周波数間隔を利用することで検出が可能となった。しかし音の周波数を利用していることから、類似音に対しても誤検出してしまうことが欠点である。

図5での結果より各マイクを図10の様に配置し、音圧による方向検出を行った。

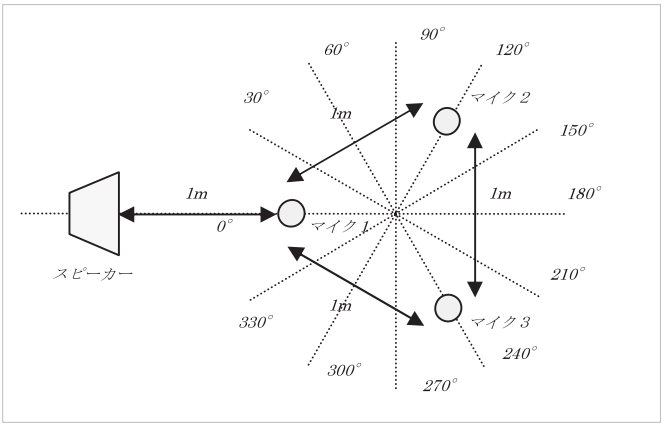


図10　方向検出時のマイク配置

スピーカーとマイクの距離が1mであれば、距離減衰が起きても各マイク間の減衰差は最大6dBと余裕が取れる。しかし、スピーカーとの距離が遠くなるにつれて音圧差が減少し、各マイク間の比較が困難となった。

実験ではスピーカーとマイクの距離が1m以下であれば方向検出が可能であるが、1m以上の場合の検出は難しい。今後、新たな手法を検討する必要がある。

３．３　適応フィルタによるノイズ除去測定結果

適応フィルタでリアルタイムにフィルタ係数を演算し、特徴音のみを抽出した。ホワイトノイズにサイレン信号を混入した信号を入力し、その効果を図11に示す。

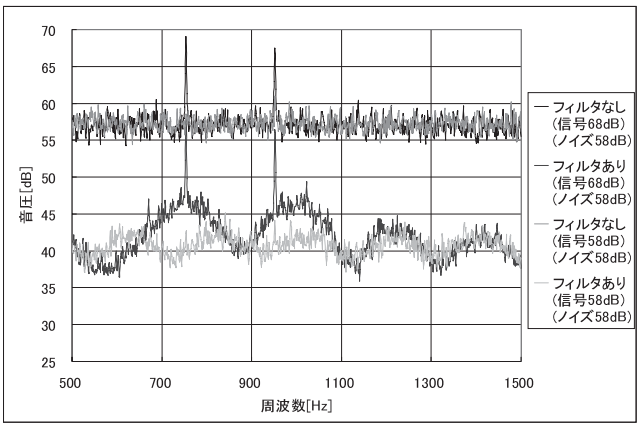


図11　適応フィルタの効果

ホワイトノイズより高いレベルのサイレン信号を入力した場合、サイレン信号以外のレベルを下げる効果が確認できた。ただし、ノイズの減衰より小さいがサイレン信号も減衰している。

ホワイトノイズと同じ、またはホワイトノイズ以下の信号を入力した場合、ノイズに信号が埋もれてしまい信号の検出は不可能である。

よって、信号に特徴点の存在する信号を強調する場合に適応フィルタは有効であることがわかる。

４　おわりに

救急車のサイレン音を利用して、救急車を検出するシステムと方向検出をするシステムを検討した。

救急車サイレン音の長さと周波数間隔を検討することにより、フィルタ効果を含めたサイレン検出システムとなった。また方向検出については、音圧差での検討をおこなったが長い距離には不適当であることから、手法を変える必要がある。

今後、検出システムと適応フィルタを組み合わせることで検出精度を向上させる。また、長距離に対する方向検出の機能を実現することが検討課題となる。

参考文献

1)　子安　勝　：　日本音響学会編　音響高額講座４　“騒音・振動（上）”　コロナ社
2)　三上　直樹　：　“はじめて学ぶディジタル・フィルタと高速フーリエ変換”　CQ 出版社

共同研究

マイクロ波照射を利用したゼオライト連続合成方法と反応装置の開発

金田健*　飯塚一智*　松本泰治*　佐藤泰夫**　安田昌弘**　坂本匡士**　小田島博道**

Development of Continuous Synthesis Method and Reactor of Zeolite using Microwave Irradiation

Takeshi KANEDA，Kazutomo IIZUKA，Taiji MATSUMOTO,
Yasuo SATOH, Masahiro YASUDA，Tadashi SAKAMOTO and Hiromiti ODASHIMA

マイクロ波は被照射物を内部から直接加熱できることから温度上昇が極めて速く，また選択的な加熱が可能なため，従来のプロセスでは実現できなかった新素材開発，高効率生産への応用が期待されている。そこで本研究では，マイクロ波加熱の特性を生かし Li_2O-Al_2O_3-SiO_2-H_2O 系 EDI 型ゼオライト[1](Li-EDI)の連続合成方法と反応装置の検討を行った。原料ゲルに 10 分程度のマイクロ波照射を施した結果，連続合成においても Li-EDI の合成に成功し，Li-EDI 以外の物質の生成は認められなかった。また，反応時間も大幅に短縮することができた。

Key Words ： ゼオライト，マイクロ波，連続合成

1　はじめに

近年，マイクロ波を用いた有機合成反応についての報告が急増している。マイクロ波を照射した環境での反応は，電磁波による分子レベルの迅速な昇温だけでなく，極性分子の分子間相互作用を増感させる触媒的効果が明らかになり，従来のプロセスでは実現できなかった新素材開発，高効率生産への応用が期待されている。

また，ゼオライトは主にバッチ法で合成されている。バッチ法は，一回の反応容量が大きいほど，反応時間が長くなる，不純物が生成しやすくなる欠点があり，ゼオライトの種類によっては，大容量の合成が困難という課題がある。この課題は，ゼオライトの連続合成が可能となれば解決されるが，これまでにゼオライトの連続合成方法は実用化されていない。そこで本研究ではマイクロ波照射によるゼオライト連続合成条件の確立とフロー反応系でのマイクロ波照射ゼオライト連続合成装置の検討を行った。

2　研究の方法

2．1　試料

ゼオライト種としては Li_2O-Al_2O_3-SiO_2-H_2O 系 EDI 型ゼオライト[1](Li-EDI)を選んだ。Li-EDI はコンクリートアルカリシリカ反応抑制効果が高いことが報告されており[2]，大量の利用が見込まれている。しかし，Li-EDI の合成をスケールアップすると Li-EDI 以外の物質が生成し，Li-EDI は全く生成しないことが課題となっている。

出発物質であるアルミナ-シリカ混合ゾルは，アルミナゾル（日産化学（株），アルミソル 200）とシリカゾル（日産化学（株），スノーテックス-0）を所定量混合した。この混合ゾルに水酸化リチウム水溶液を撹拌しながら徐々に加え，反応ゲルを調製した。反応ゲルのモル比は SiO_2/Al_2O_3=2，Li_2O/Al_2O_3=2.5 or 5，H_2O/Al_2O_3 =275 とし，反応温度は 90℃とした。加熱反応後の試料はメンブランフィルターを用いてろ過，洗浄を行い，45℃に保持した乾燥機により乾燥させた。

2．2　試料の評価

試料の結晶構造は粉末 X 線回折法（XRD）（理学電機㈱製，RINT-2550H）により調べた。また，形態観察は電界放射型走査型電子顕微鏡（FE-SEM）（JEOL 製，JSM-7400F）により行った。試料は導電性を付与するため Pt コーティングし，加速電圧 5kV にて観察した。

2．3　マイクロ波による Li-EDI 合成

2．3．1　マイクロ波による Li-EDI バッチ合成

連続合成を行う前に，マイクロ波化学反応装置「グリーン・モチーフ Ib」（㈱IDX 製）によるマイクロ波加熱によるゼオライトのバッチ合成を行った。グリーン・モチーフ Ib（図 1）は均一なマイクロ波場を与えるようシングルモード導波路管を採用し，マイクロ波出力は反応温度測定用熱電対により設定温度を保つよう制御される。

原料ゲル 10ml を入れた PTFE 試験管（内径 14mm）を反応部に挿入し，設定温度 90℃，最大出力 300W でマイク

*　栃木県産業技術センター　材料技術部
**　株式会社 IDX

ロ波処理した。また比較のため，恒温装置を用いた外部加熱による合成も合成温度 90℃で行った。

２．３．２　マイクロ波によるLi-EDI 連続合成

連続的に原料ゲルを流通できるようグリーン・モチーフ Ib の導波管を変更したゼオライト連続合成装置を図２に示す。原料ゲルは送液ポンプによりタイゴンチューブ(Φ4mm)をとおり，導波管内部の反応管(PTFE 製：内径 14mm)に下部より導入される。反応管中で原料ゲルはマイクロ波照射され，生成物は反応管上部より PFA チューブ(Φ10mm)を経て，大過剰の水へと投入し反応を停止させた。

３　結果及び考察

３．１　マイクロ波によるLi-EDI バッチ合成

図３に原料ゲル組成 Li_2O/Al_2O_3=5 のとき得られた生成物の XRD を示す。マイクロ波照射時間が 3 分と極めて短くても Li-EDI が生成していることが分かる。しかし合成時間が増大しても Li-EDI の生成量はほとんど増加せず，非晶質成分が残存していることが分かった。原料ゲル組成 Li_2O/Al_2O_3=2.5 での結果を図 4 に示す。この結果からも分単位の短い時間で Li-EDI が生成していることが分かる。また，結晶度も比較的よく，恒温装置を用い 1 時間加熱した試料よりも，より結晶化した Li-EDI を得ることができた。以上の結果より，バッチ法において 90℃, 10 分程度のマイクロ波照射による加熱によってゼオライトが合成可能なこと，つまり従来の加熱よりも迅速に合成できることを確認した。また，連続合成には原料ゲル組成 Li_2O/Al_2O_3=2.5 を用いることとした。

既往の研究では，Li 濃度が高くなるほど結晶化速度は速く，得られる Li-EDI の結晶度も改善される報告されている[3)]。Li イオンは水和エネルギーが強く，マイクロ波加熱に影響を与えた可能性があり，今後，原料ゲルの誘電特性を測定する必要がある。

３．２　マイクロ波によるLi-EDI 連続合成

試作したゼオライト連続合成装置に原料ゲル(組成 Li_2O/Al_2O_3=2.5)を流通させ，連続合成を行った。なお，反応管上部をリボンヒーターで 90℃に保温することで反応管内の安定を図った。また流出量から求めた平均滞留時間は τ =10.3min であった。

得られた生成物の XRD を図５，SEM 画像を図６に示す。XRD，SEM 画像ともに Li-EDI の生成を示しており，連続合成においても Li-EDI が生成し，連続的に Li-EDI を得ることに成功したといえる。また，Li-EDI 以外の物質の生成は見られず，結晶度も恒温装置を用い 90℃，1 時間で生成した Li-EDI よりもよく，大幅な時間の短縮をすることができた。

図１　マイクロ波化学反応装置
「グリーン・モチーフ Ib」

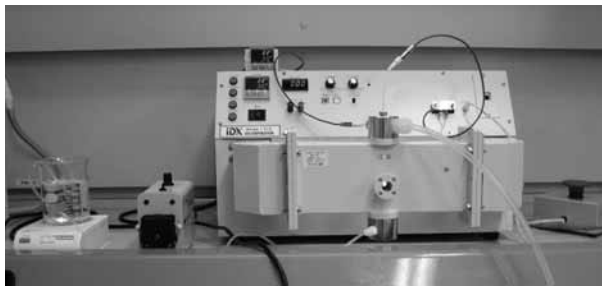


図２　試作したゼオライト連続合成装置

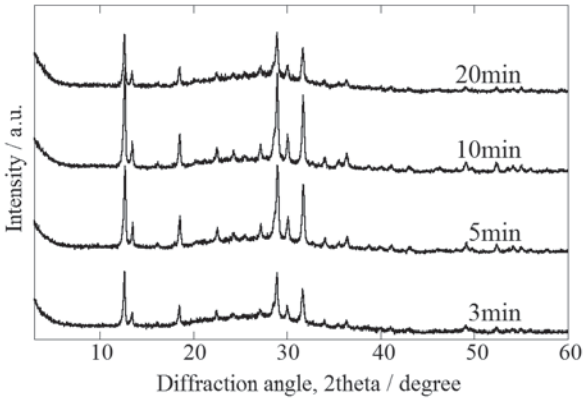


図３　マイクロ波加熱で得られた生成物の XRD
（ゲル組成：Li_2O/Al_2O_3=5）

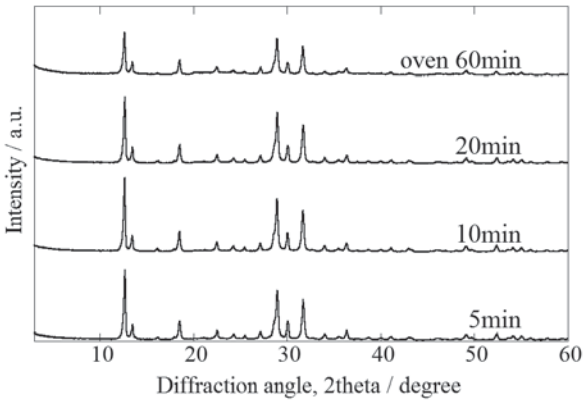


図４　マイクロ波加熱で得られた生成物
(5, 10, 20min) と外部加熱で得られた生成物
(oven60min)の XRD

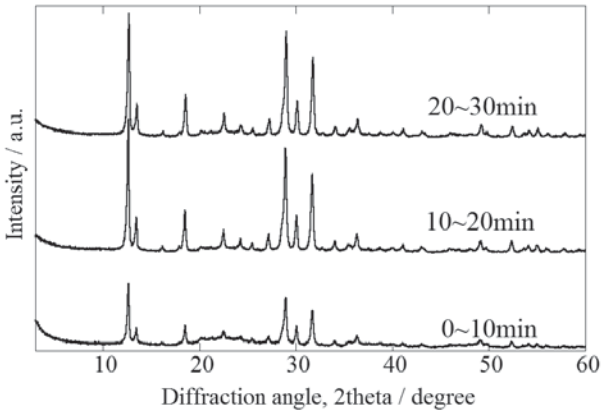


図５　ゼオライト連続合成装置で得られた生成物の XRD

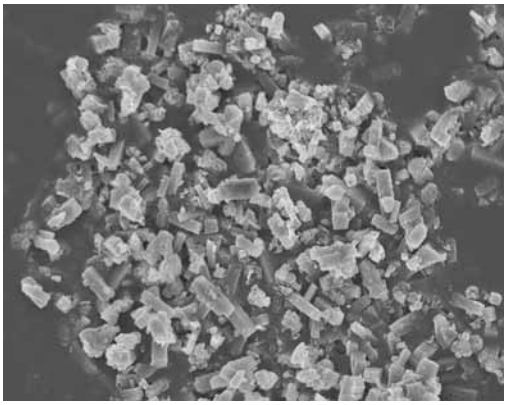


図６　ゼオライト連続合成装置で得られた生成物の SEM 画像

４　おわりに

マイクロ波の迅速加熱を用いたゼオライト連続合成方法の検討と連続合成装置の開発を行った。マイクロ波照射によって短時間で Li-EDI が生成することを示し，Li 組成比の結晶化に及ぼす影響がマイクロ波加熱と外部加熱で異なることを明らかにした。また，作製したゼオライト連続合成装置を用い, 連続的な Li-EDI の生成を確認した。

謝　　辞

本研究を実施するにあたり多大なるご指導とご助言をいただきました（独）産業技術総合研究所　環境化学技術研究部門　杉山 順一 氏，株式会社アドテックプラズマテクノロジー　岡本　正氏，龍谷大学理工学部　後藤義昭教授に深く感謝いたします。

参考文献

1) T. Matsumoto, T. Miyazaki and Y. Goto, *J. Euro. Ceram. Soc.*, **26**, 455 (2006)

2) 上原，水野，松本，後藤，無機マテリアル学会第 117 回学術講演会講演要旨集 p128 (2008)

3) 松本，宮崎，後藤，第 20 回ゼオライト研究発表会講演予稿集 p22 (2004)

共同研究

セラミックスのき裂治癒挙動に関する研究

伏木　徹*　北條　恵司**

Crack-healing behaviour of Zirconia/SiC composite ceramics

Toru FUSEGI,　Keiji HOUJOU

酸化物系セラミックスの一つである，ジルコニアを基材とするセラミックス材料に，き裂治癒能力を付与することができるか検討した。ジルコニア粉末を焼結して切り出した試料に，き裂を導入し熱処理を行った後，３点曲げ試験を行い，き裂治癒を判定した。ジルコニアを基材とするセラミックス材料は，これまでに知られているセラミックス材料と比較して，低温でのき裂治癒を実現した。き裂治癒挙動を検討するために，Ｘ線回折の測定を行った結果，正方晶成分の一部が単斜晶に変態していることがわかった。

Key Words:セラミックス，ジルコニア，熱処理，き裂治癒

１　はじめに

構造用セラミックスは，耐熱性，耐摩耗性，耐食性に優れており，硬さや耐熱性などに優れ，応用が進みつつある。しかし，一般に破壊靭性値が低く，信頼性に乏しい。また，加工性，保全性に問題があり，製品化の障害となっている。破壊靭性値の改善方法として，ウィスカー分散材料，金属との複合材料，傾斜機能材料などが提案されている。また，焼結の段階でシリコンカーバイドを混合してあるセラミックス材料では，熱処理によって二酸化ケイ素に変化することなどを利用して，破壊靭性値が回復する，き裂治癒現象が報告されている。ただし，窒化ケイ素などの非酸化物系セラミックス材料では，焼結温度が高く，き裂治癒に必要な熱処理温度が，１０００℃以上の高温である。そこで，本研究では，酸化物系セラミックスの一つで，焼結温度が低く，破壊靭性値が高く構造用材料に適したジルコニアを基材とするセラミックスに，き裂治癒能力が付与できるか検討した。あわせて，き裂治癒挙動についても検討した。

２　研究の方法

２．１　供試材

焼結用の粉末は，東ソー㈱製ジルコニアパウダーTZ-3Y-E(Y_2O_3を3mol%含む)を用いた。これに，スーペリアグラファイト社製の SiC パウダーHSC059N を２０％複合した。

これらを，ボールミルを用いてエタノール中で２２時間混合した後，真空乾燥して混合粉末とした。グラファイト製モールドを用いて，得られた混合粉末をホットプレスにより，真空下で，１４５０℃，１時間，３０MPaの条件で焼結を行った。得られた焼結体から３×４×２２mmの寸法に切り出し，表面粗さ Ra=0.05μm まで鏡面研磨を行い，これを受納材とした。受納材の研磨面にビッカース圧子により，荷重 29.4N，荷重保持時間 20 秒の条件で予き裂を導入した。図１にビッカース圧子によってできた圧痕の顕微鏡写真を示す。予き裂は，圧痕の頂点の４カ所からそれぞれ伸びており，き裂長さは約１００μmであった。

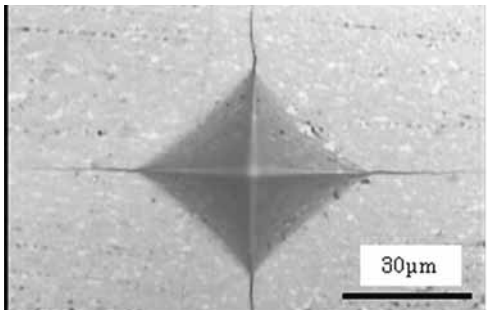


図１　予き裂の電子顕微鏡写真

* 栃木県産業技術センター　材料技術部
** 小山工業高等専門学校　機械工学科

２．２　実験法

予き裂を導入した試験片に，電気炉を用いて，大気雰囲気下で，６００～１３００℃，１～２００時間の条件で熱処理を行った。熱処理後，室温大気中で JIS R1601 に準じて３点曲げ試験を行い，曲げ強さの値が受納材と同等であること，かつ，試料の破断が予き裂以外から起きている場合，き裂治癒していると判定した。さらに，熱処理後の試料を用いてＸ線回折の測定により，試料中の成分の同定を行った。あわせて，予き裂部付近の電子顕微鏡観察を行った。

３　結果及び考察

３．１　供試材の基本的物性

き裂治癒試験に先立ち，本供試材の特性を調査したところ，破壊靭性値 K_{1c}=6.5～7[MPa･m$^{1/2}$](IF 法)，平均曲げ強度 σ_B=1040[MPa]であった。

３．２　き裂治癒挙動

長さ約１００μｍの予き裂を導入した試験片について，６００℃～１３００℃の大気中で熱処理した後,室温，大気中で，JIS R1601 に準拠した方法で３点曲げ試験を行った。図２に熱処理温度が７００℃と８００℃での，熱処理時間に対する曲げ強さの値を示す。比較のために，受納材強度(○)および予き裂を加えたき裂材の強度(△)を左側に示してある。図中の(＊)印は，き裂治癒していると判定したものである。

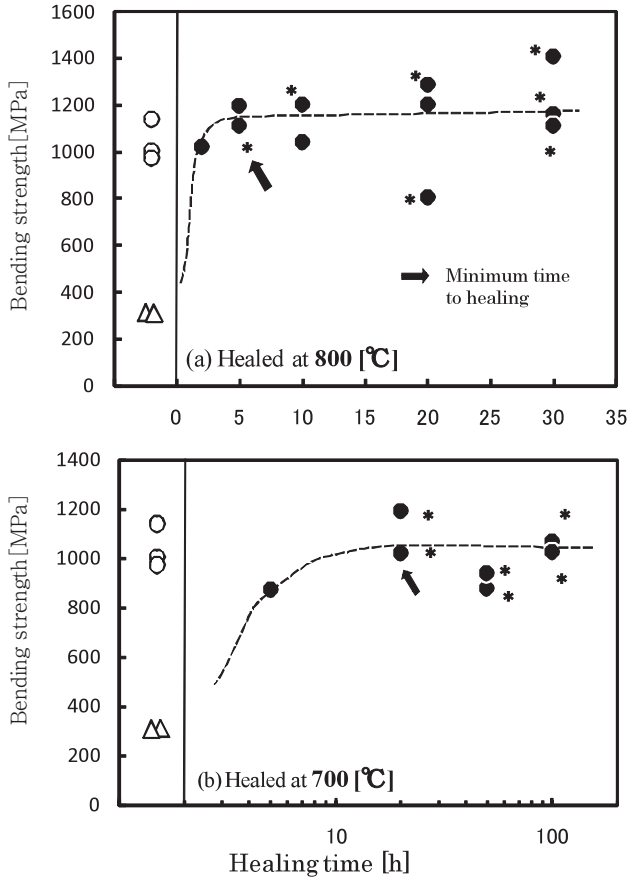


図２　き裂治癒処理後の曲げ強さ(a) 800℃で処理 (b) 700℃で処理.

受納材の曲げ強さは，１０４０MPa 程度であるが，き裂材の曲げ強さは，３００MPa 程度に低下した。き裂材を８００℃で熱処理したところ，５時関以上熱処理したものは，曲げ強さの値が受納材と同等で，破壊の起点は予き裂以外であったことから，き裂が治癒した。７００℃で熱処理したものは，２０時間以上の熱処理により，８００℃で熱処理したものと同様に，き裂治癒することができた。また，熱処理温度が高いほど，き裂治癒に必要な時間は短いことがわかった。

また，曲げ強さの値は，熱処理温度が８００℃では受納材と同程度，７００℃では，約１０００MPa，６００℃では約８００MPa となり,熱処理温度に依存し，熱処理温度が高いほど，曲げ強さの値が大きく，回復の度合いが大きいこともわかった。

き裂治癒挙動を検討するために行ったＸ線回折測定の結果を図３に示す。

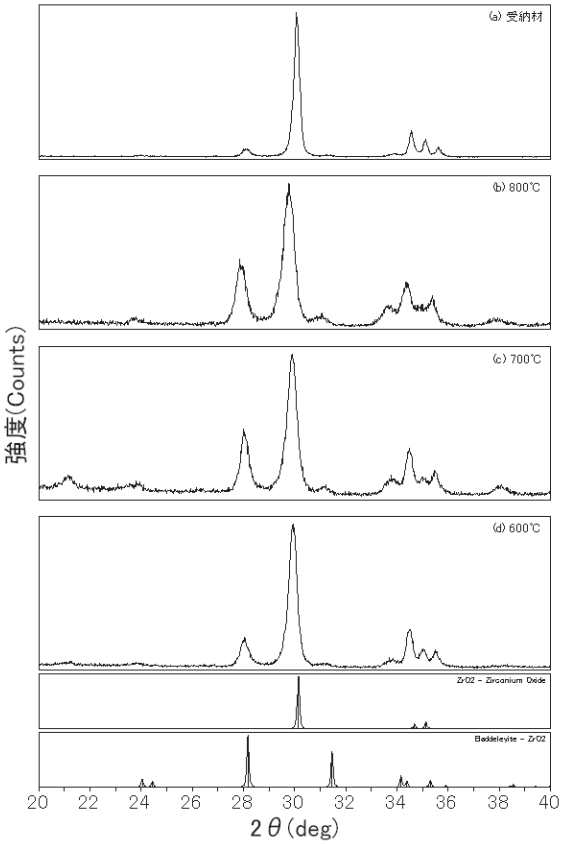
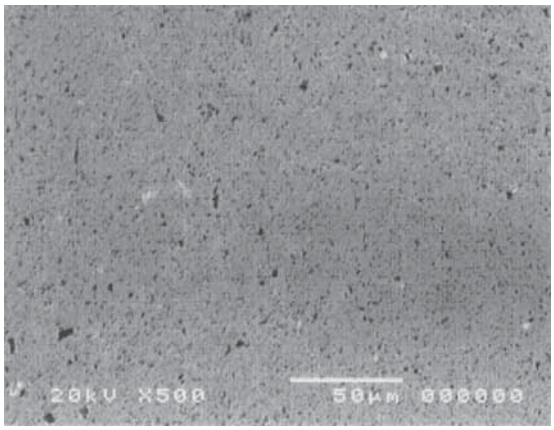


図３　試料表面のＸ線回折プロファイル

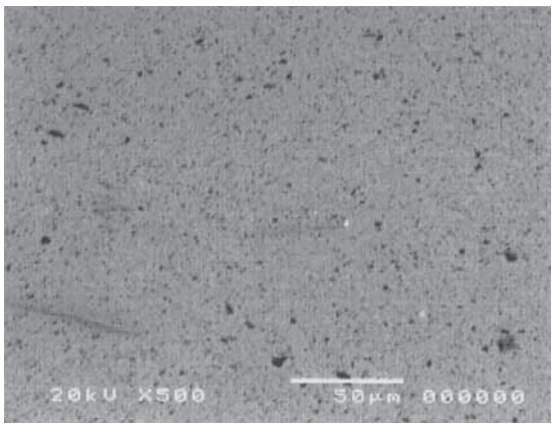
測定は，線源 Cu-Kα1，管電圧４０kV，管電流３０mA の条件で行った。受納材の回折プロファイルでは，

2θ＝３０°付近に特徴的なピークが見られ，ジルコニアの成分はほとんどが正方晶をとっている。熱処理の温度が高くなるにしたがい，正方晶に由来する 2θ＝３０°付近のピーク強度が減少し，単斜晶のジルコニアに由来する 2θ＝２８°付近のピークが相対的に強くなることから，徐々に単斜晶成分が増加している。ここから，き裂治癒には，ジルコニアの晶系の変化を伴っていることがわかった。

受納材とき裂治癒材の電子顕微鏡写真を図４に示す。受納材とき裂治癒材との間に特徴的な差は見られなかった。



(a)受納材



(b)８００℃で処理したき裂治癒材

図４　熱処理を行った試料の電子顕微鏡写真

４　おわりに

酸化物系セラミックスの一つであるジルコニアを基材とするセラミックス材料に，き裂治癒能力を付与することができた。また，これまでに報告されているセラミックス材料のき裂治癒温度と比較して，本材料のき裂治癒は，より低温で起きることがわかった。Ｘ線回折の測定から，受納材中のジルコニアはほとんどが正方晶をとっているが，き裂治癒材は，正方晶成分の一部が単斜晶に変態していることがわかった。

参考文献

1)　杉田忠彰："セラミックスの機械加工"　㈱養賢堂，(1985)
2)　K.Ando et al: Journal of the European Ceramic Society, 22, 1339-1346, (2002)
3)　K.Houjou et al: Journal of the European Ceramic Society, 24, 2329-2338, (2004)
4)　K.Ando et al: Journal of the European Ceramic Society, 25, 549-558, (2005)

共同研究

液相反応を利用する機能性ナノコンポジットの合成に関する研究

佐伯　和彦*　　小沢　清**

Preparation of Functional Nanocomposites by Liquid-Phase Reaction Method

Kazuhiko SAEKI and Kiyoshi OZAWA

液相中の反応を利用した機能性を有するナノコンポジットを作製した。酸化チタンナノコンポジットを得るために，はじめに層状複水酸化物の層間に水溶性チタン錯体をインターカレーションすることで前駆体を作製した。水溶性チタン錯体は層間に１分子で長軸方向を基本層に平行にインターカレーションされることが明らかとなった。また，この前駆体の熱特性について検討した。

Key Words：層状複水酸化物，水溶性チタン錯体，インターカレーション

1　はじめに

機能性を有した材料のナノコンポジットは，基礎研究のみならず触媒，電池といった応用の分野でも重要な研究対象である。

合成は気相または液相中で行われるが，液相中における合成は，粒子同士の凝集を回避でき，粒子サイズのコントロールが比較的容易であり，さらに合成方法が簡易であるため大量生産に適した手法等の様々な利点をもつ。本研究においてもこの液相反応の利点を利用したナノコンポジットの開発を行う。本研究では酸化チタンナノコンポジットを得るために液相合成を試みた。

酸化チタンは光触媒機能を有するため [1]，この特性を利用した環境浄化材料に利用されている [2]。光触媒の高効率化のために，可視光の有効利用 [3]，及び微粒子化による表面積の増大等の検討が行われている。

本研究ではチタン源として，水溶液中で安定な水溶性チタン錯体を用いることにより特別な環境を必要としない水溶液中での合成を行った。

一方，層状複水酸化物 [4] は層間にイオン交換可能な陰イオンを有しており，有害イオンの除去，及び機能性物質の担体とした検討が行われている。本研究では，層状複水化合物の層間に水溶性チタン錯体のインターカレーションを行った。

2　研究の方法

酸化チタンナノコンポジットの作製は，はじめに層状化合物の層間に酸化チタンの原料を取込んだ前駆体を作製し，これを焼成することにより得た。層状化合物には，陰イオン交換能を有する層状複水酸化物(LDH)を用いた。また，酸化チタンの原料には，ペルオキソクエン酸チタン錯体(TC)を用いた。LDH は，1M $Zn(NO_3)_2$-及び 0.33M $Al(NO_3)_3$ 混合水溶液を亜鉛とアルミニウムの比率が Zn/Al=3 となるように調製した。この溶液を 0.5M の TC 水溶液に滴下した。合成は溶液温度 40℃とし，溶液の pH を LDH が生成し，かつ TC が安定な pH 領域である pH6～9 になるようアンモニア水により調製した。滴下終了後，熟成を 12 時間行った。生成物は吸引ろ過により分離し，純水で洗浄した後，60℃で 24 時間乾燥して生成物を得た。

LDH の層間に取込まれた TC の脱離を炭酸イオンとのイオン交換反応により確認した。脱離操作は，生成物を 0.5M の炭酸ナトリウム水溶液中に投入しイオン交換反応法によって行った。

得られた生成物の評価を粉末 X 線回折測定，フーリエ変換赤外分光分析，及び熱分析によって行った。水溶性チタンの取り込み率の評価は，生成物を酸分解し ICP 測定によって行った。

3　結果及び考察

3.1　TC/LDH のキャラクタリゼーション

図１に溶液の各 pH によって得られた生成物の XRD パターンを示した。また，硝酸イオンを層間陰イオンとした LDH (NO_3/LDH) を比較として示した。NO_3/LDH のように LDH は層状構造の XRD パターンを示す。調製した TC/LDH において，pH6 では LDH の結晶を示すパターンは得られず，その他の pH7～9 において LDH の回折パターンを示した。この中で pH8 の場合が最も結晶性の高い TC/LDH が得られた。そのため以降では，pH8 で得られ TC/LDH について評価を行った。

図２に TC，層間陰イオンが硝酸イオンの NO_3/LDH，及び TC を層間にインターカレーションした TC/LDH の FT-IR スペクトルを示した。NO_3/LDH では，1384cm^{-1} に N-O 伸縮振動の強い吸収がみられる。一方，TC/LDH では，1384cm^{-1} の吸収が消失し，1600cm^{-1} に C=O 伸縮振動，1400cm^{-1} に C-H の変角振動の吸収がみられる。これらの結果から，TC が LDH と複合体を形成していることがわ

＊　栃木県産業技術センター　県南技術支援センター
＊＊（独）物質・材料研究機構

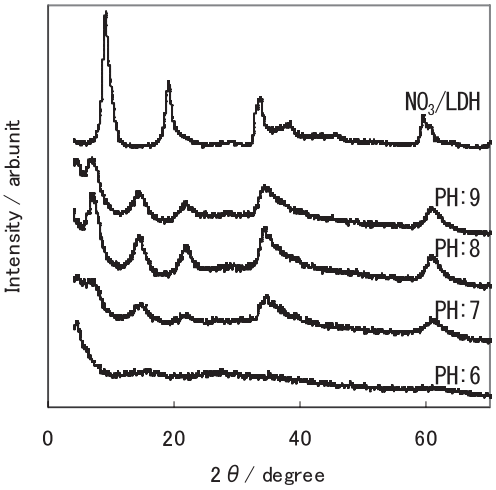


図１　生成物の pH と XRD パターンの関係

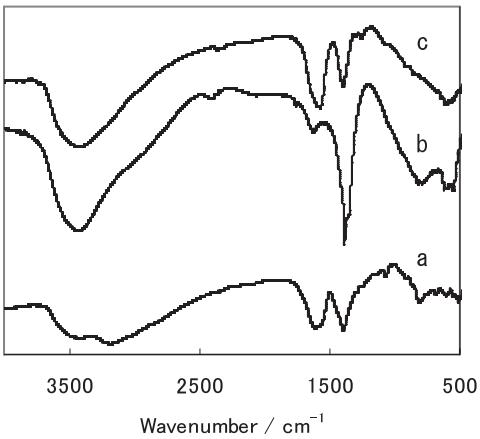


図２　生成物の IR スペクトル

a：TC，b：NO_3/LDH，c：TC/LDH

かった。

図３に pH8 で得られた TC/LDH，及び NO_3/LDH の XRD パターンを示した。NO_3/LDH の面間隔 d_{003} は 0.88nm である。また，TC/LDH の面間隔 d_{003} は 1.15nm であることから，層間に TC がインターカレーションされて面間隔が増大したことが確認できる。マグネシウムとアルミニウムを８面体の中心とした基本層の厚さは，0.48nm であるため，層間距離は 0.68nm となる。この層間距離は，TC が１分子で長軸方向を基本層に平行にして取り込まれた場合の大きさに等しいことが分かる。

次に，TC/LDH の層間に取り込まれた TC の炭酸イオンによる脱離について検討した。脱離操作をして得られた生成物の XRD パターンを図４に示した。XRD パターンは LDH のパターンを示し，面間隔 d_{003} は 0.78nm である。この値は，炭酸イオンを層間陰イオンとした LDH の面間隔値と同じであり，層間の TC が脱離し，炭酸イオンとイオン交換されたことが分かった。この結果により LDH の層間に TC がインターカレーションされていたことが示唆される。

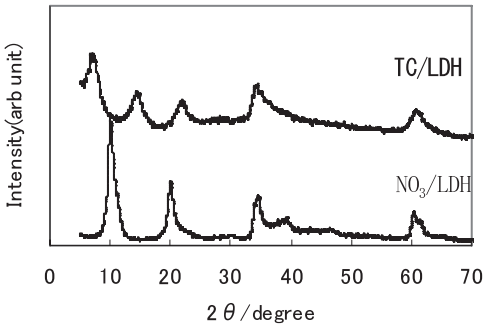


図３　LDH の XRD パターン図

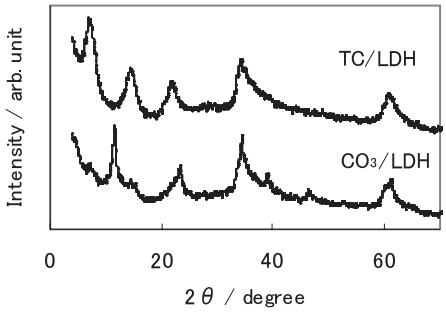


図４　TC の脱離前後の XRD パターン

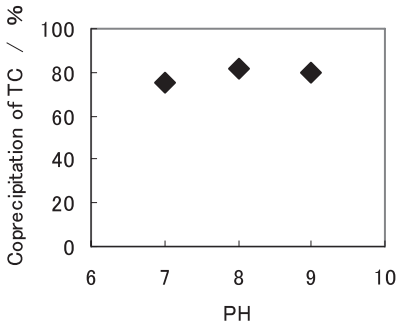


図５　pH と TC 取り込み率の関係

3.2　TC の取り込み率

LDH は基本層と層間陰イオンとの電荷バランスが保った構造をしている。Mg が Al に１個置き換わるにつれて正電荷が１個増える。この結果，層間の電荷バランスを保つために陰イオンが

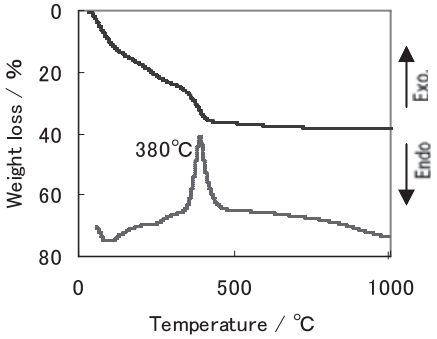


図６　TC/LDH の熱分析結果

取り込まれる。TC は８価の陰イオンであるため，Al：TC＝1：1/8

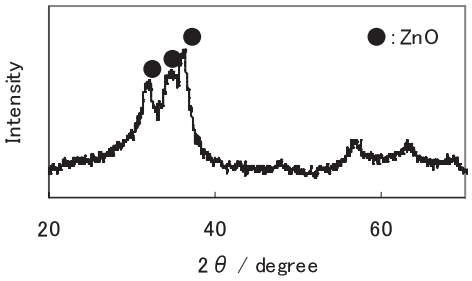


図7　TC/LDHの450℃熱処理生成物のXRDパターン

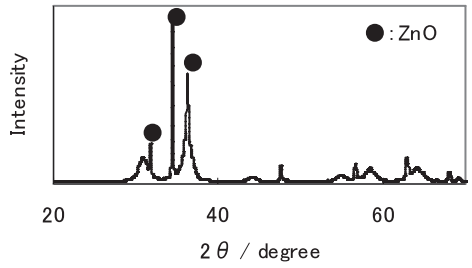


図8　TC/LDHの650℃熱処理生成物のXRDパターン

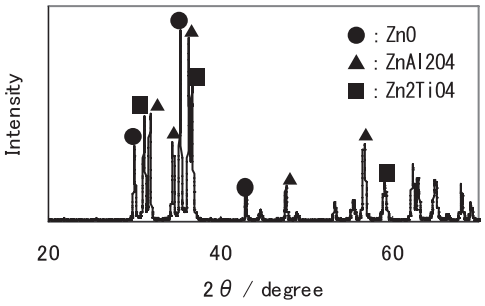


図9　TC/LDHの1000℃熱処理生成物のXRDパターン

の場合に電荷のバランスが成立する。したがって，この比の場合を取り込み率100%とした。図5に各pHにおける取り込み率の関係を示した。

各pHにおいてTCの取り込み率はほぼ同じ約80%であり，NO_3/LDHのXRD分析において結晶性に差が認められたが，取り込み率においてpH依存性はなかった。

3.3　TC/LDHの熱特性

図6にTC/LDHの熱分析結果を示した。100℃前後より吸着水及び層間水の脱離が始まり，約300℃からは構造水の脱離が始まる。380℃でTCの熱分解による発熱ピークが確認できる。図7～9に各焼成温度におけるXRDパターンを示した。図7の450℃では，結晶性の低いZnOが確認できる。LDHの構造水の脱離が始まるにつれて基本層が崩壊し，アモルファスな状態からZnOへ生成していくことが分かる。図8の650℃では，結晶性の高いZnOの生成を確認できる。さらに，図9の1000℃では，ZnOの他に，高温生成物であるZn_2TiO_4と$ZnAl_2O_4$が生成することが分った。

4　おわりに

液相反応を利用した機能性ナノコンポジットの作製において，水溶性チタン錯体及び層状複水酸化物を用いて検討した。

水溶性チタン錯体は層状複水酸化物の層間にインターカレーションされた。また，水溶性チタンは，1分子で長軸を基本層に平行に配向することが明らかとなった。

熱特性は，層状複水酸化物の基本層が崩れてアモルファスな状態から，ZnOが生成・成長する。高温ではZn_2TiO_4と$ZnAl_2O_4$が生成することが明らかとなった。

参考文献

1）A.Fujishima，K.Honnda，*Science*. 238，37(1972)
2）T.Inoue，A.Fujishima，S.Konishi，H.Honda，*Nature*. 277，633(1979)
3）S.Sato，*Chem. Phys Lett*. 123，126（1986）
4）S.Tomita，*Gypsum and Lime*，187，47(1983)

共同研究

基板界面における機能性ナノ構造体形成のための自己組織化技術の開発（第２報）

大森　和宏*　　徳久　英雄**　　金里　雅敏**

Development of Self-Assembly Systems to construct Functional-Nanostructures on Surface (2nd Report)

Kazuhiro OMORI,　Hideo TOKUHISA and Masatoshi KANESATO

ビスピリジン配位子をデンドロン被覆分子のフォーカルポイントにもつデンドリマーと金属を用いて，分子定規法による分子ナノワイヤの基板上成長並びに分子ワイヤの長さの制御を行った。基板を分子と金属の溶液に交互に浸すことにより，基板上で分子ワイヤが成長することが AFM により確認された。また，その分子ワイヤは金属と分子の配位結合により繋がっていることが XPS により明らかになった。

Key Words: 自己組織化，配位高分子，分子ワイヤ，分子定規法，AFM

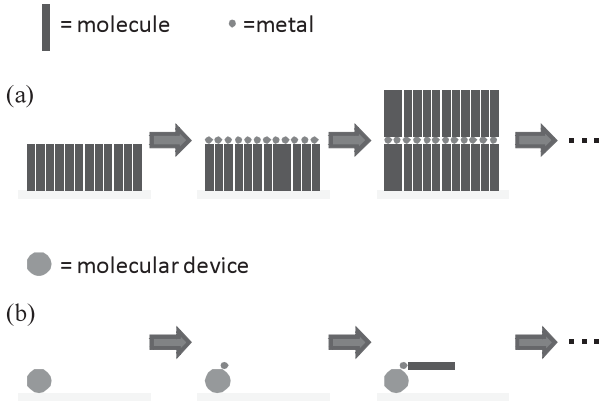
１　はじめに

分子エレクトロニクスの分野では，これまでに分子トランジスター，分子スイッチ，分子ワイヤ等の電子回路の部品としての単一分子挙動が見出されている [1)]。さらに複雑なデバイスを構築するためには，分子レベルで基板上に固定化されたナノオーダーの分子素子間を，自己組織化により繋ぐ配線技術が必要とされている。著者らはこれまでに，溶解性の乏しい配位高分子に対し，嵩高いデンドロンを被覆したビスピリジン分子を用いることによって,溶媒中で安定に存在する分子ワイヤを作製し，基板上で単一分子ワイヤとして存在できる条件の検討及び，ナノギャップ電極を用いた電気伝導測定を行ってきた [2,3)]。π共役系と金属からなる配位高分子は導電性があることが確認され，導電性ナノワイヤとしての応用が期待されている [3,4)]。

著者らが作製した配位高分子は，分子と金属を 1:1 で混合することにより，溶媒中で自己組織化的に組み上がる。その性質により，重合度は一定ではなく，基板上で数 nm～50nm 程度の長さの配位高分子がプローブ顕微鏡（AFM）観察により確認されている [3)]。しかし，分子配線は，分子素子間を直線的に最短距離で配線することが好ましく，配位高分子の長さのコントロールが一つの大きな課題になると考えられる。

一方，有機薄膜の分野では，分子定規法による精密なナノ構造制御の研究が盛んに行われている [4-9)]。分子定規法の簡略図を Scheme 1a に示す。分子定規は，有機分子と金属を交互に積層させて得られた自己組織化多層膜であり，膜の成長は，分子が選択的にかつ垂直に成長する性質を利用している。そのため，膜厚は分子長と層数によって決定し,ナノオーダーの膜厚制御が可能である。分子定規法を用いることによる，超精密レジストの作製 [4-8)] やナノギャップ電極のギャップ調整 [9)] 等へ応用研究が数多く報告されている。

分子定規法により作製された配位高分子は，第一層目の自己組織化膜が分子間相互作用によって基板に対して



Scheme1 Molecular ruler methods. (a)traditional method and (b)novel method

＊　栃木県産業技術センター　材料技術部
** 産業技術総合研究所　光技術部門　分子スケールデバイスグループ

均一に縦方向に並ぶことから，一本鎖として取り扱うことは困難であると考えられる。そこで我々は，嵩高いデンドロンを被覆した分子を用いることにより，その立体障害によりランダムな吸着を抑え，単一分子ワイヤの成長が可能であると考えた(Scheme 1b)。

本研究では，ビスピリジンをフォーカルポイントに持つデンドリマーと，パラジウムを交互に塗布することにより，金属錯体形成によるデンドリマー分子ワイヤの基板上での作製を行った。分子定規法によるデンドリマー分子ワイヤの成長過程をプローブ顕微鏡（以下，AFM）により観察した。また，ビスピリジンの窒素とパラジウムの配位をX線光電子分光装置（以下，XPS）により評価した。

2　研究の方法

2．1　試料調整

2．1．1　試料の調整

本実験に使用した Polyamideamine dendrimer generation 4(以下，PAMAM)，LBPy31Ar 及び Dichlorobis(acetonitrile)palladium（以下，Pd）を Fig.1 に示す。PAMAM はメタノールで 10^{-8}M に希釈調整した。LBPy31Ar 及び Pd をジクロロエタン溶液に溶解させ，サンプル溶液とした。濃度は 10^{-8}～10^{-18}M で調整した。

2．1．2　基板の処理

劈開したマイカに PAMAM の 10^{-8}M メタノール溶液を一滴滴下し，即座に窒素ガスを吹き付けることにより溶媒を乾燥させたものを基板として用いた。

Au 基板は使用直前にピラニア溶液（H_2SO_4:H_2O_2=3:1）で洗浄し，有機物を除去したものを用いた。

2．1．3　分子定規法による分子ワイヤの作製

2．1．3．1　マイカ基板上への分子ワイヤの作製

PAMAM を吸着させたマイカ基板を Pd 溶液に浸漬し，取り出し後ジクロロエタンでリンスを行った。次いで，LBPy31Ar 溶液に浸漬し，取り出し後ジクロロエタンでリンスを行った。浸漬時間は数秒～15 分間で行い，最終工程の後即座に窒素ガスを吹き付け，基板を乾燥させた。

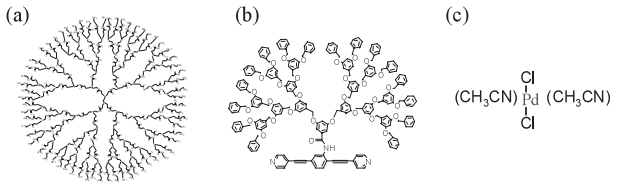


Fig.1 Chemical structure of (a)PAMAM G4, (b)LBPy31Ar, and (c)Pd.

2．1．3．2　Au 基板上での N-Pd 配位

Au 基板を PAMAM10^{-8}M メタノール溶液に 3 時間浸漬し，取り出し後メタノールでリンスを行った。次いで Pd10^{-8}M ジクロロエタン溶液に浸漬し，取り出し後ジクロロエタンでリンスを行った。

同様に，Au 基板を LBPy31Ar10^{-8}M ジクロロエタン溶液に浸漬し，取り出し後，ジクロロエタンでリンスを行った。次いで Pd10^{-8}M ジクロロエタン溶液に浸漬し，取り出し後ジクロロエタンでリンスを行った。この操作を 2 回繰り返した。Pd 及び LBPy31Ar の浸漬時間は数秒～15 分間で行い，最終工程の後即座に窒素ガスを吹き付け，基板を乾燥させた。

2．2　評価

作製した LBPy31Ar-Pd ワイヤについて，AFM（エスアイアイ・ナノテクノロジー㈱製，SPI-3800）により基板上での成長過程を観察した。また，成長過程でのピリジンの窒素と Pd の配位を XPS（KRATOS AXIS-ULTRA-DLD）により評価した。

3　結果及び考察

3．1　LBPy31Ar-Pd の AFM 評価

Fig.1a に PAMAM G4 の化学構造を示す。PAMAM は末端にアミノ基を 64 個持つデンドリマーであり，この分子を用いることにより以下のことが期待される；(1)末端アミノ基により親水性を示すため，マイカに単一分子として吸着する。また，末端アミノ基が Pd と配位することができるため，分子定規のスタートとして利用できる。(2)親水性のデンドリマーであるため，ジクロロエタンに溶け込むことがない。そのため，LBPy31Ar 及び Pd を含むジクロロエタン溶液に浸した際にも安定に基板に吸着している状態を保つ。(3)AFM 観察において識別できる十分な大きさを持つ[2)]。

マイカ基板上に吸着させた PAMAM の AFM 像を Fig.2 に示す。マイカ基板上に単一分子として吸着した PAMAM が確認された。ここで，PAMAM の基板上での高さを AFM 観察結果から見積もると，約 0.5nm 程度であった。一方，PAMAM の直径は 4.5nm であり，AFM 観察による値と大きな差があった。これは，デンドリマーは中心部に空間を多く持つため，基板に潰れる形で吸着していると考えられる。

分子定規法による LBPy31Ar-Pd ワイヤの作製のため，

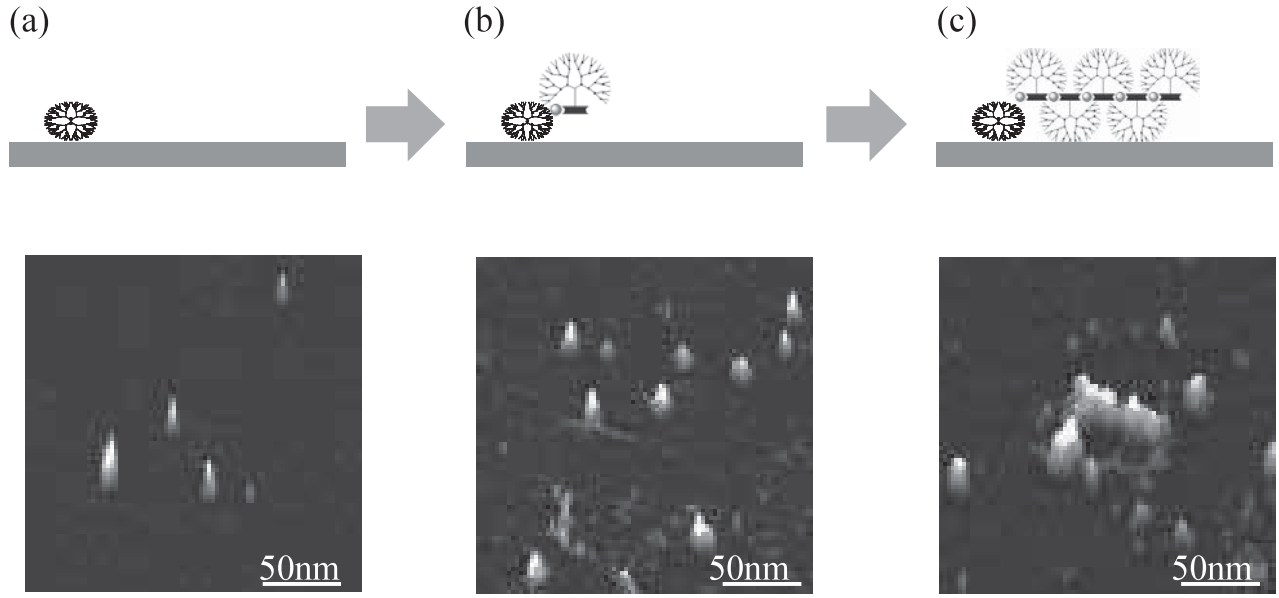


Fig.2 TM-AFM images of (a)PAMAM, (b)PAMAM-Pd-LBPy31Ar, (c)PAMAM-Pd-LBPy31Ar wires (repeated 5 times) on mica.

Pd及びLBPy31Arの配位条件の検討を行った。Pdのピリジン窒素への配位は非常に早い一方で，マイカ基板へのPd自身の物理吸着が問題となる。そのため，Pd溶液への浸漬時間は短時間で低濃度であることが望まれる。Pd溶液濃度及び浸漬時間を変化させ，基板への吸着状態をAFMにより観察したところ，10^{-18}Mという非常に低濃度の溶液に数秒浸漬することで十分であることが分かった。一方，LBPy31Arの配位に関しては，嵩高いデンドロンの影響により，配位に要する時間は長く，濃度もPdより高い濃度が望まれると考えられる。Pdと同様に，LBPy31Ar濃度及び浸漬時間を変化させ， PAMAM-Pdへの配位状態及びマイカ基板への物理吸着状態をAFMにより観察したところ，10^{-10}M溶液に5分間浸漬することが最適条件であることがわかった。PAMAMにPdを配位させ，次いでLBPy31ArをPdに配位させた時のAFM像をFig.2bに示す。Fig.2aと比較すると，観察されているドットが大きくなっていることが確認できる。ここで高さプロファイルを確認すると，0.5nm程度の高さのドットの隣に1nm程度の高さのドットが隣接している状態が確認された。これまでの予備実験により，LBPy31Arの基板上での高さは約1nm程度であることが確認されており，その値と一致している。なお，LBPy31Arの高さの理論値は5nm程度であり，PAMAMの場合と同様に，基板上に潰れる形で吸着していることが考えられる。

さらに，分子ワイヤの成長のため，Pd及びLBPy31Arの塗布を，交互に5回繰り返した。Fig.2cに基板上で成長したLBPy31Ar-PdのAFM像を示す。観察された分子ワイヤの長さは約25nm程度であった。ビスピリジンリガンドの長さは約1.6nm，Pdの直径は0.3nm，LBPy31Arの直径は約5nmであるため，PAMAM-LBPy31Ar-Pd(5)の理論長さは約16nmである。理論値と実測値の差は以下のように推察できる。(1)AFM像はカンチレバーの曲率半径に依存する。そのため，高さ方向の値は正確であるが，二次元方向の値は大きく見積もられる。(2)前述したとおり，デンドロンの基板上での形状は潰れた状態になっていると考えられるため，理想的な球状ではなく楕円形の形状をとっていると考えられる。(3)2つのPAMAM間の距離が近い場合，それぞれ成長したLBPy31Ar-Pdワイヤが結合する可能性がある。また，LBPy31ArのPAMAM-Pdへの配位位置によっては，1つのPAMAMから反対方向に2本のLBPy31Ar-Pdが成長していく可能性がある。

上記の(3)に対しては，今後，成長方向の制御やPAMAMとLBPy31Arのデンドロンサイズの変更による1:1の配位を検討する必要があると思われるが，分子定規法によりLBPy31Ar-Pd単一分子ワイヤの基板上成長が可能であることが明らかになった。

３．２　N-Pd配位のXPSによる検討

PAMAMの末端アミンの窒素及びLBPy31Arのビスピリジンリガンドの窒素とPdの配位を確認するために，XPSによる検討を行った。基板にはAu基板を用いた。Au基板は有機物を吸着し，PAMAM溶液に浸漬した場合，表面にPAMAMのモノレイヤーを作ることが予備実験により確認されている。PAMAMを吸着させたAu基板をPd溶液に浸

漬し，N-Pd 配位を XPS 測定による N 1s のケミカルシフトの確認により検討を行った。なお，XPS 測定における Pd 及び LBPy31Ar の浸漬時間は３．１と同様である。

Fig.3 に Au 基板上の PAMAM 及び PAMAM-Pd の XPS 結果（N 1s）を示す。PAMAM が吸着した Au 基板では，399.5eV にピークが確認された（Fig.3a）。一方，PAMAM を吸着させた基板を Pd 溶液に浸漬させた場合は，Fig.3a と同様に 399.5eV のピークが確認され，また新たに 401.5eV にピークが確認された（Fig.3b）。これは，PAMAM 末端アミノ基に Pd が配位し，シフトしたと考えられる。一方，399.5eV のピークは，PAMAM は Fig.1a に示すとおり，内部に第二級及び第三級アミンを持つ分子であり，それらの Pd と配位しないピークが確認されていると考えられる。

また，Au 基板上で LBPy31Ar のピリジン窒素と Pd の配位の確認を XPS 測定により行った。Fig.4 に Au 基板上の LBPy31Ar 及び Pd の交互塗布における XPS 結果（N 1s）を示す。LBPy31Ar が吸着した基板では，399.0eV 付近にピークが確認された（Fig.4a）。LBPy31Ar はピリジン及びアミド結合部に窒素を持つため，それらのピークが確認されていると考えられる。この基板を Pd 溶液に浸漬すると，401.0eV 付近に新たなピークが確認された（Fig.4b）。これにより，LBPy31Ar のピリジン窒素に Pd が配位したと考えられる。さらに，この基板を LBPy31Ar 溶液に浸漬させると，399.0eV 付近のピーク強度が増加し，401.0eV 付近のピーク強度が減少した（Fig.4c）。また，この基板を Pd 溶液に浸漬させると，399.0eV 付近のピーク強度が減少し，401.0eV 付近のピーク強度が増加した（Fig.4d）。この結果により，LBPy31Ar 及び Pd の交互塗布により，ピリジン窒素と Pd，及び Pd とピリジン窒素が配位してワイヤが成長していることが示唆された。

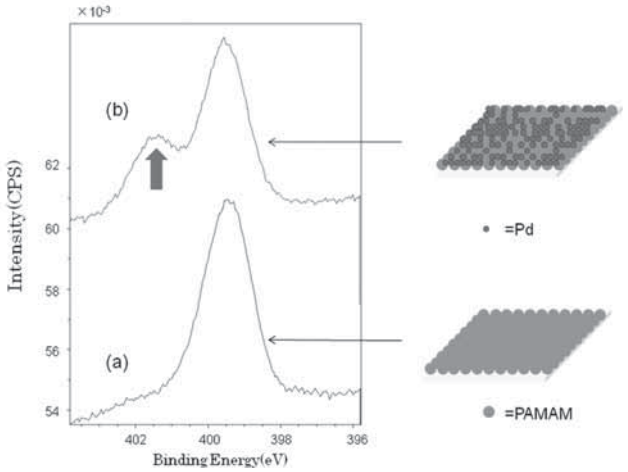


Fig.3 XPS spectra of (a)PAMAM and (b)PAMAM-Pd on Au substrate.

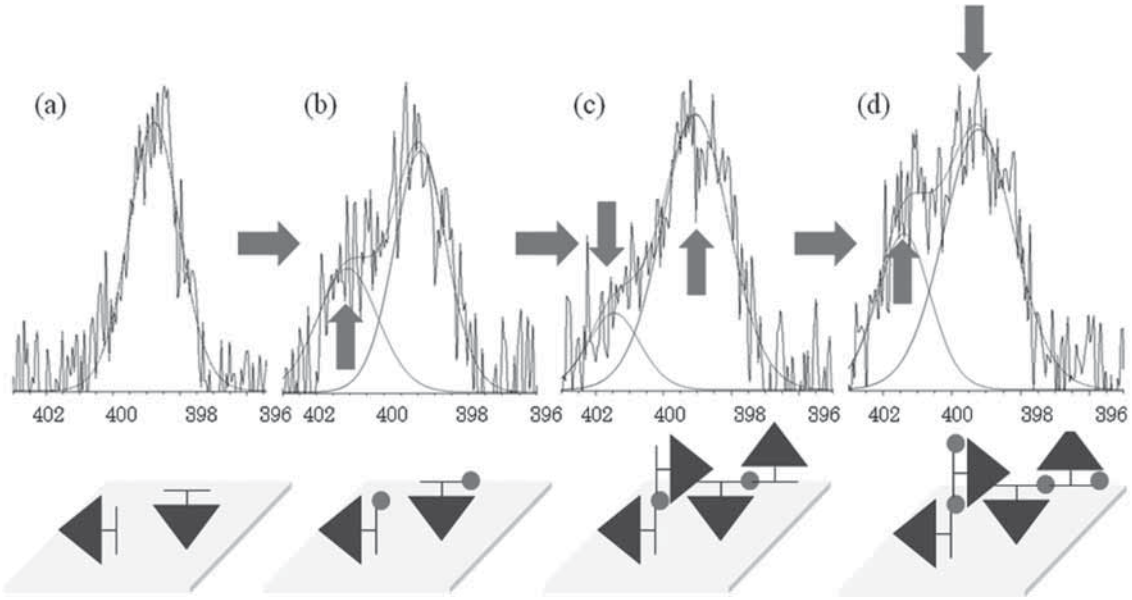


Fig.4 XPS spectra of (a)LBPy31Ar, (b)LBPy31Ar-Pd, (c)LBPy31Ar-Pd-LBPy31Ar, and (d) LBPy31Ar-Pd-LBPy31Ar-Pd on Au substrate.

4　おわりに

基板上において，分子定規法による分子ワイヤを基板上で作製し，評価を行った。

1)ビスピリジンリガンドにデンドロンを被覆させた分子及び，パラジウムの交互塗布により分子ワイヤを作製した。ステップ数による分子ワイヤの成長がAFM観察により確認された。

2)PAMAMのアミノ基とPdの配位がXPS測定により確認された。また，基板上でのLBPy31Arのピリジン窒素とPd，及びPdとLBPy31Arのピリジン窒素の配位がXPS測定により確認された。このことから，基板上で分子ワイヤを成長させる場合においても，N-Pd配位による結合状態を作りながら成長すると考えられる。

謝　辞

本研究を実施するにあたって，宇都宮大学工学部平谷教授には多大なる支援を受けたので，ここに感謝の意を表する。

参考文献

1)　″ナノ領域の自己組織化技術″，東レリサーチセンター，179-193，(2005).

2) H.Tokuhisa, and M.Kanesato: *Langmuir*, **21**, 9728-9732, (2005).

3)大森和宏，徳久英雄，金里雅敏，平成19年度栃木県産業技術センター報告書，No.**5**，46-50，(2008)

4) N.Tuccitto, V.Ferri, M.Cavazzini, S.Quici, G.Zhavnerko, A.Licciardello, and M.A.Rampi: *Nature Materials*, **8**, 41-46, (2009).

5) E.H.Kang, T.Bu, P.Jin, J.Sun, Y.Yang, and J.Shen: *Langmuir*, **23**, 7594-7601, (2007).

6) O.Shekhah, H.Wang, T.Strunskus, P.Cyganik, D.Zacher, R.Fischer and C.Woll: *Langmuir*, **23**, 7440-7442, (2007).

7) P.Podsiadlo, L.Sui, Y.Elkasabi, P.Burgardt, J.Lee, A.Miryala, W.Kusumaatmaja, M.R.Carman, M.Shtein, J.Kieffer, J.Lahann, and N.A.Kotov: *Langmuir*, **23**, 7901-7906, (2007).

8) M.Altman, A.D.Shukla, T.Zubkov, G.Evmenenko, P.Dutta, and M.E.v.d.Boom: *J. Am. Chem. Soc.*, **128**, 7374-7382, (2006)

9) R.Negishi, T.Hasegawa, K.Terabe, M.Aono, H.Tanaka, T.Ogawa, H.Ozawa: *Appl. Phys. Lett.*, **90,** 223112-1-223112-3, (2007)

共同研究

スギ樹皮を原料とするバイオエタノール製造に関する研究（第１報）

金井 悠輔*　伊藤 繁則*　佐々木 隆浩**　池田 努***　真柄 謙吾***　野尻 昌信***　大原 誠資***

Study on Production of Bioethanol from Bark of Cedar (1st Report)

Yusuke KANAI, Shigenori ITO, Takahiro SASAKI, Tsutomu IKEDA,
Kengo MAGARA, Masanobu NOJIRI and Seiji OHARA

スギの樹皮を原料としたバイオエタノール製造の有効性の検討を行った。スギ樹皮の構成を分析した結果，リグニンの割合はスギ材[1)]と比べて15wt%程度高かった。また，構成糖分析により，含有する糖類のうち約92%が通常の酵母で発酵可能であるヘキソースであることが確認できた。各種条件でアルカリ蒸解処理を行った結果，170℃，3時間以上の処理で得られたパルプ中のクラーソンリグニン量を25%程度にまで減少させることが可能であることが確認された。

Key Words：バイオエタノール，エネルギー，アルカリ蒸解，パルプ

１　はじめに

二酸化炭素排出削減が国際的に大きくクローズアップされる中，化石燃料代替としてバイオエタノールが注目されている。現在，バイオエタノールは，サトウキビ，トウモロコシなどの糖質・デンプン質を原料としての生産が南米を中心に商業ベースで行われている。しかし，これらの生産は，食物需給と競合するため，世界的な穀物価格の高騰を招き，将来の食糧危機が懸念されている。

そうした中，食糧自給率が低い日本においては，食糧需給との競合を避けるため，セルロース系のバイオマスを原料としたバイオエタノール生産技術の開発が重点的に行われている。

一方，栃木県では，豊かな森林資源を背景に，スギやヒノキ等の針葉樹を材料とした製材工業，家具製造業等の産業が盛んで，年間出荷額は1200億円となっている[2)]。しかし，加工により生じる未利用部分は25万m^3と推計されており，このうち，オガ粉や背板等は，一部がパルプ原料や堆肥，畜産用敷材として利用されているものの，樹皮については殆どが焼却処分（廃熱を乾燥等の熱源として一部利用）されているのが現状である。

そこで本研究では，未利用資源の有効活用を図る目的で，スギ樹皮を原料としたバイオエタノール製造について，脱リグニン・酵素糖化・酵母発酵の各プロセスにおける最適処理条件を見出し，エネルギー収支・生産コストの面からスギ樹皮のバイオエタノール原料としての有効性を検討する。これまで，木質系バイオマスからのエタノール生産の前処理として主に硫酸加水分解法が用いられてきたが，使用済み硫酸の処理が問題となっている。このため，今回は使用する水酸化ナトリウムが繰り返し利用可能であることから，硫酸加水分解法と比べて廃液処理及びコストの両面で優位と考えられるアルカリ蒸解法を採用した。

２　研究の方法

２．１　リグニン量および構成糖分析

原料のスギ樹皮は，粉砕した後に孔径355μmのふるいにかけ，通過画分を分析に供した。アルカリ蒸解により得られたパルプについては，乾燥後に軽く粉砕したものを用いた。

上記処理により得られた樹皮およびパルプ1.0gに72%硫酸を15ml加え，室温にて4時間攪拌した。その後，水を560g加え，硫酸濃度を3%に調整してオートクレーブにて120℃，1時間の加水分解処理を行った。放冷後，ガラスフィルターにてろ過し，残渣を乾燥させた後その重量を測定し，クラーソンリグニン量とした。

構成糖分析は，ろ過後のろ液を用いて，アルジトール・アセテート法により行った。ろ液に内部標準として30g/lイノシトール水溶液3mlを加え，全容量の1/4をビーカーに移し，水酸化バリウムを用いてpH5.5～

*　栃木県産業技術センター　材料技術部
**　栃木県産業技術センター　食品技術部
***　森林総合研究所

図１　アルカリ蒸解処理の全景

6.0 に調整した。遠心分離した後に上澄み液をナスフラスコに移して減圧濃縮し，1N 水酸化ナトリウム水溶液 3ml, 水素化ホウ素ナトリウム 100mg を加えて室温にて 2 時間攪拌した。減圧乾固した後，ピリジン 2ml，無水酢酸 5ml を加え，オイルバスにて 120℃，3 時間反応させた。減圧乾固後，メタノール 10ml に溶解させたものをガスクロマトグラフィーにて分析した。

２．２　アルカリ蒸解条件の評価

アルカリ蒸解では，2cm 程度に切断した樹皮を分析に用いた。ステンレス製耐圧容器に，スギ樹皮を絶乾重量 20g，水酸化ナトリウム水溶液 120g（NaOH 添加量 25.8wt%on wood，液比 1:6）を加え，オイルバスにより 150℃～170℃，1～5 時間で蒸解を行った（図１）。

アルカリ蒸解により得られたパルプを約 40℃の温水 400ml で 5 回洗浄し, 乾燥させた後に重量を測定してパルプ収率を求めた。また２．１による方法でパルプ中のクラーソンリグニン量を求めた。

３　結果及び考察

木質バイオマスからエタノールを生産するためには，木材に含まれるセルロース，ヘミセルロースなどの多糖類を酵素により単糖化しなければならないが，その際，共存するリグニンが酵素糖化を阻害するため，前処理として脱リグニン工程が必要になる。より多くのエタノールを生産するためには，十分にリグニンを取り除かなければならないが，この工程が最もエネルギーを消費する工程と考えられるため，よりエネルギー消費を抑えた上で十分にリグニンを除去する必要がある。本研究では，原料のクラーソンリグニン量，構成する糖の比率を解明するとともに，アルカリ蒸解温度・処理時間と得られたパルプの収率・クラーソンリグニン量との関係を調査した。

３．１　スギ樹皮中のリグニン量

原料となるスギ樹皮についてクラーソンリグニン量を求めた結果，47.5wt%であり，スギ材の 31.5wt%[1)]に比べて 16%高いことが確認された。リグニンは，木材の骨格となるセルロースを補強し，また微生物による分解を阻害して木材に耐腐朽性を持たせる機能があるため，材部よりも樹皮部に多く存在するものと考えられる。リグニンは酵素糖化を阻害する物質でもあるが，アルカリ蒸解後に回収が可能であり，燃焼することでエネルギーとして利用できる。

３．２　スギ樹皮およびパルプの構成糖分析

原料のスギ樹皮及び，170℃，4 時間のアルカリ蒸解処理により得られたスギ樹皮のパルプについて構成糖分析を行った結果を表 1 に示す。スギ樹皮では，ヘキソース（六炭糖）であるマンノース，ガラクトース，グルコースの合計が約 92%であり，材部の構成比率[1)]と比べて大きな差はなかった。通常の酵母はヘキソースのみをエタノールへ発酵することができるため，スギ樹皮に含まれる糖のうち 9 割以上がバイオエタノールの原料として利用可能であることが確認された。

一方パルプでは，未処理の樹皮と比べてヘキソースの割合がわずかに増加し，約 94%になることが確認された。ペントース（五炭糖）は主に木材中のヘミセルロースに含まれるが，ヘミセルロースはセルロースと違い，比較的温和な条件での加水分解でもオリゴ糖や単糖に分解される。このため，アルカリ蒸解処理によりペントースが溶出し，結果としてヘキソースの比率が増加したものと考えられた。

表１　構成糖分析結果

	糖組成（wt%）				
	ペントース		ヘキソース		
	アラビノース	キシロース	マンノース	ガラクトース	グルコース
スギ材[1)]	3.3	8.2	11.5	2.3	74.7
スギ樹皮	1.1	7.2	8.0	2.2	81.5
パルプ※	0.7	5.3	4.1	0.9	89.0

※　スギ樹皮を 170℃，4 時間アルカリ蒸解処理したもの。

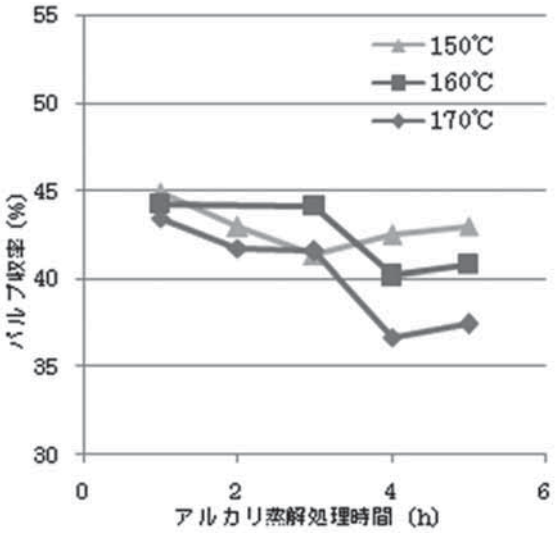


図２　処理温度及び時間がパルプ収率に及ぼす影響

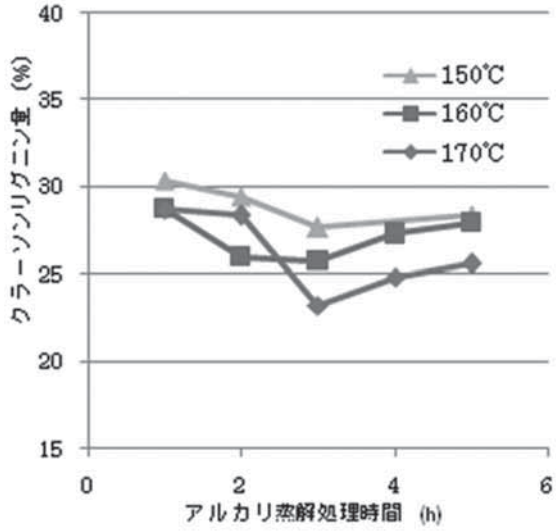


図３　処理温度及び時間がクラーソンリグニン量に及ぼす影響

３．３　アルカリ蒸解の最適処理条件の検討

アルカリ蒸解処理後のパルプ収率を図２に示す。160℃・170℃で行った場合，4 時間以上処理すると収率が低くなることが確認された（図２）。しかし 150℃で処理した場合，長時間アルカリ蒸解を行っても収率に大きな変化は現れなかった。またいずれの温度においても，1 時間の処理のみで収率が 45%程度であり，この時点で原料中の半分以上の重量が蒸解処理により取り除かれていることが確認された。

各条件でのアルカリ蒸解処理により得られたパルプについてクラーソンリグニン量を求めた結果を図３に示す。170℃，3 時間以上の蒸解処理により 25%程度に減少することが確認された(図３)。しかし 150℃・160℃でアルカリ蒸解処理したものについては，処理時間とクラーソンリグニン量の間に関係性を確認することが出来なかった。

図４　原料のスギ樹皮の外観

各条件におけるパルプ収率とクラーソンリグニン量を比較すると，パルプ収率が少ない場合に必ずしもクラーソンリグニン量が減少しているわけではなく，両者の間に相関は見出せなかった。原料として用いた樹皮は内樹皮と外樹皮に区分され，それぞれ成分に違いがあり，さらに，図４に示すように様々な形状をしているために同じ蒸解処理を行っても得られるパルプの性質が一定になりにくいことから，整合性のない結果になったと考えられる。

４　おわりに

製材工業において発生する未利用資源の有効活用を図る目的で，スギ樹皮を原料としてバイオエタノールを製造するための前処理であるアルカリ蒸解について，効率的な処理条件を求めるべく様々な条件で蒸解を行った。また，樹皮に含まれるリグニン量と構成糖分析を行った。

スギ樹皮のクラーソンリグニン量は，スギ材部と比べて 16%ほど高かった。しかし構成糖分析の結果，樹皮中に含まれる糖のうち 92%がヘキソースであることが確認された。また，アルカリ蒸解処理により得られたパルプ中では，ヘキソースの割合が 94%であった。

様々な条件でアルカリ蒸解処理を行った結果，170℃にて 3 時間以上の処理を行うと，クラーソンリグニン量が 25%程度にまで減少した。しかし，今回得られたパルプの収率とクラーソンリグニン量の間に相関が確認できず，整合性のない結果となった。

今後は，再現性を含め，より正確なアルカリ蒸解条件の評価方法を確立し，スギ樹皮のバイオエタノール原料としての有効性を，経済性及びエネルギー収支の両面から検討する。

謝　　辞

本研究を実施するにあたり，スギの樹皮をご提供いただきました栃木県林業センターに対し，厚くお礼申し上げます。

参考文献

1）池田　努ら: 紙パ技協誌, 61(9), 62-67, (2007)
2）栃木県:平成 18 年工業統計調査結果報告書(2008)

共同研究

花酵母清酒の開発

佐々木　隆浩*　　岡本　竹己*　　大木　高之**

Development of Sake Using Flower Yeast

Takahiro SASAKI, Takemi OKAMOTO, Takayuki OKI

栃木農業高等学校の「寒緋桜の花」と「ももの花」から分離した花酵母に関する研究を行った。花酵母のDNA解析，小仕込試験を数回行い安全性の高い酵母であることを確認した。寒緋桜から分離した花酵母ととちぎ酒１４を用いて実地醸造試験を行い「とちのう　夢のしずく」が誕生し，特徴のある清酒に仕上がった。

Key Words ： 花酵母，DNA解析，*Saccharomyces cerevisiae*

１　はじめに

栃木農業高等学校では数年前から学生の課外活動で校内の花から食品製造に有用な微生物を分離してきた。これまで桜酵母の商品化やその酵母を用いての「桜あんパン」製品化の実績があるが，今回寒緋桜とももから分離された酵母はアルコール発酵に優れていることが示唆された。そこで本研究ではこの酵母が安全性の面で清酒製造への利用が可能かどうかの確認および高品質な清酒を醸造するための製造技術の検討を行った。

２　研究の方法

２．１　ＤＮＡ解析による酵母の同定

２６ＳｒＲＮＡ遺伝子配列を解析することで酵母を同定した。ＤＮＡの抽出，増幅及び塩基配列決定は常法[1)]にて行いＢＬＡＳＴ検索を行った。

２．２　小仕込試験

掛米にとちぎ酒１４，麹米に五百万石を用い精米歩合６０％，総米１５０ｇで小仕込試験を行った。酒母省略の酵母仕込法に準じ，酵母はスラントから一白金耳で麹エキス（Ｂｒｉｘ１０）５ｍｌに接種し２０℃で３日間静置培養したものを０．２ｍｌ添加した。発酵温度は１５℃一定で重量減少量４５ｇを目安に遠心分離にて上槽した。分析は国税庁所定分析法[2)]に従った。

２．３　吟醸小仕込試験

掛米に山田錦（精米歩合４０％）麹米にＴ酒１７（精米歩合５０％）を用い，総米１５０ｇで吟醸小仕込試験を行った。酵母の添加量は２．２小仕込試験と同様に培養したものを０．５ｍｌ添加した。添仕込１２℃，仲仕込８℃，留仕込６℃で仕込み，毎日０．５℃ずつあげていき，最高温度１０℃になった時点で温度一定とした。発酵による重量減少量４５ｇを目安に遠心分離にて上槽した。一般成分は国税庁所定分析法[2)]に，香気成分はヘッドスペース法により測定した。

２．４　実地醸造試験

寒緋桜から分離した酵母を用いて北関酒造株式会社において実地醸造試験を行った。米は「とちぎ酒１４」を用い速醸法により酒母を育成し精米歩合５８％，総米６０９ｋｇの純米吟醸酒を醸造した。酒母の使用前の成分及び仕込配合をそれぞれ表１，２に示す。

表１　酒母の使用前の成分

ボーメ	７．２
酸度(ｍｌ)	５．７
アルコール（％）	９．５

表２　仕込配合

	酒母	添仕込	仲仕込	留仕込	合計
総米（ｋｇ）	４５	１００	１８０	２８４	６０９
掛米（ｋｇ）	３０	７０	１４５	２４４	４８９
麹米（ｋｇ）	１５	３０	３５	４０	１２０
汲水（Ｌ）	５０	１１０	２４０	３９０	７９０

３　結果及び考察

３．１　花酵母の同定

同定試験の対照にきょうかい７０１号（Ｋ７０１）及び，きょうかい９０１号（Ｋ９０１）を用いた。ＤＮＡ

＊　栃木県産業技術センター　食品技術部
＊＊　栃木県立栃木農業高等学校

解析の結果，寒緋桜とももから分離した花酵母はどちらも *Saccharomyces cerevisiae* であると同定した。また，５００ｂｐ付近にバンドが確認されたこととＣＬＵＳＴＡＬＷで解析した結果，寒緋とももものＤ１/Ｄ２領域は５２７塩基であることが明らかとなった。ＰＣＲ産物の電気泳動の結果を図１に示す。

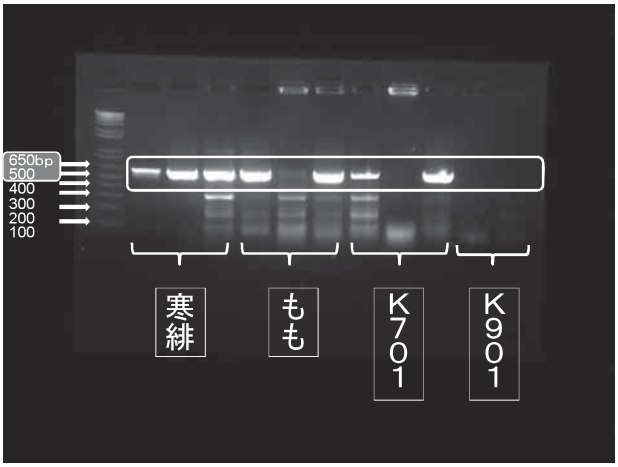


図１　ＰＣＲ産物の電気泳動

３．２　小仕込試験

小仕込試験の発酵経過及び一般成分をそれぞれ図２，表３に示す。小仕込試験より花酵母は泡あり酵母であることが明らかとなり，協会酵母と違った粘性のある高泡が確認された。また図２より順調な発酵経過を示し清酒製造における実用化の可能性が高いことが示唆された。

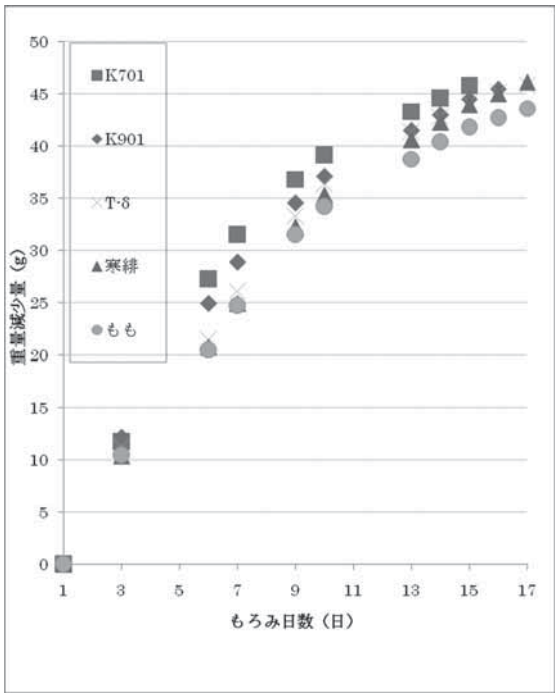


図２　発酵経過

表３　小仕込試験の一般成分

	酸度（ml）	アミノ酸度（ml）	日本酒度	アルコール（%）
K701	2.7	1.3	+10.9	19.4
K901	3.0	1.2	+6.8	19.2
T-δ（9号系）	3.8	1.7	+9.2	18.6
寒緋	3.5	1.4	+10.1	19.0
もも	3.4	1.5	+14.8	18.6

３．３　吟醸小仕込試験

表４に生成酒の一般成分と香気成分を示した。表４より花酵母の香気成分は酢酸イソアミル主体のすっきりとしたさわやかな香りであることが明らかとなった。また，低温においても発酵力が優れていたことから花酵母は清酒製造に適した酵母であり吟醸造りに利用可能であることが確認された。

表４　吟醸小仕込試験の一般成分及び香気成分

	酸度（ml）	アミノ酸度（ml）	日本酒度	アルコール（%）	酢酸イソアミル（ppm）	カプロン酸エチル（ppm）
T-S（10号系）	2.3	1.1	+9.0	17.7	3.7	1.9
T-δ（9号系）	2.5	1.2	+5.0	17.3	2.4	1.4
寒緋	2.3	1.3	+7.3	17.5	2.5	1.3
もも	2.3	1.2	+6.6	17.3	2.4	1.7

３．４　寒緋桜の花より分離した酵母を用いた実地醸造試験

北関酒造株式会社において実地醸造試験を行った。もろみ経過及び生成酒の一般成分，８月に行われた初呑切の審査員のコメントをそれぞれ図３，表５，６に示す。もろみ日数が３９日と長くなったせいかやや酸度が高くなった。そのためやや日本酒度を残して甘めに上槽し，アルコールも低めでソフトなワインのような清酒に仕上がった。また，審査員からも酸味のきいたインパクトのある清酒であると評価され，特徴のある清酒が醸造された。

栃木農業高等学校生徒も実地醸造試験の仕込及び上槽に参加し，製品のラベルや瓶，商品名の提案を行い「とちのう　夢のしずく」が誕生した。

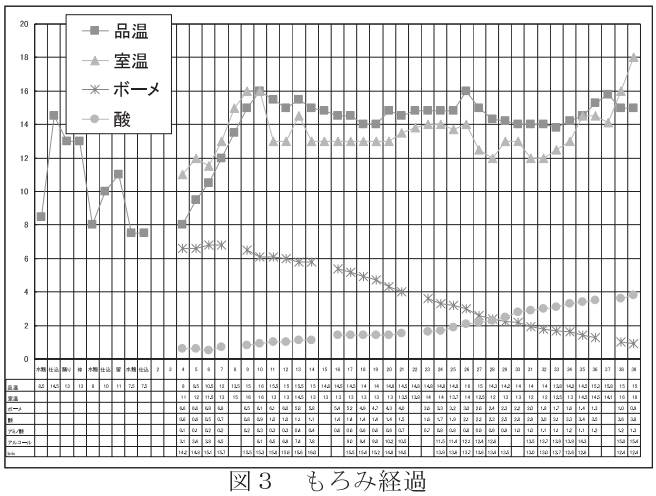


図３　もろみ経過

表５　生成酒の一般成分

日本酒度	－８．０
酸度（ｍｌ）	３．８
アミノ酸度（ｍｌ）	１．３
アルコール（%）	１５．３
グルコース（ｇ/Ｌ）	０．４４

表６　審査員のコメント

華やか，酸多い
面白いがやや酸が多すぎる
すっぱくてインパクト強い

４　おわりに

今回は栃木農業高等学校で分離された花酵母を用いて清酒を醸造した。今後このような地域資源を発掘し利用することで地域活性化が促進される機会が増えていくであろう。

謝　　辞

花酵母のＤＮＡ解析でご指導，ご協力頂いた宇都宮大学　飯郷雅之准教授及び生物有機化学研究室，実地醸造試験を行っていただいた北関酒造株式会社に心より感謝いたします。

参考文献

1）関口ら：日本醸造協会誌　103，２，125-134（2008）
2）注解編集委員会編：“第四回改正国税庁所定分析法注解”財団法人　日本醸造協会(1993)

共同研究

清酒酵母保存中の形質安定化

今井　昌平*　　佐々木　隆浩**　　岡本　竹己**

Stability of Sake Yeast Character during Storage

Shouhei IMAI ,　Takahiro SASAKI　and　Takemi OKAMOTO

酵母の長期保存中の形質変化について検討を行った。セルレニン耐性株を用いYPD寒天培地で３０回の継代培養を行った株は，小仕込試験による発酵性の向上や生成酒の一般成分の一部に小さな変化が認められ，継代培養を繰り返すことにより酵母の形質に微妙な変化が生じる可能性が示唆された。また，育種時に付与したマーカーであるセルレニン耐性については継代培養による変化は認められず，選択圧がかからない培地での長期の継代培養においても本耐性マーカーは安定的であると考えられた。

Key Words : 酵母，保存，培養，セルレニン

１　はじめに

栃木県産業技術センターでは，これまでに清酒酵母育種の研究により優れた特性を持つ清酒酵母を分離，育種し多くの県内酒造メーカーで使用されている[1),2)]。近年は，酵母の拡大培養や保存が行える設備を持つ酒造場も増加しつつあり，これらのメーカーでは独自の酵母の分離なども積極的に行っている。

しかし，これら独自の性質を持った酵母を用いて製造される製品は，変異処理を行って育種した酵母を中心に各年ごとに品質が異なる事も多く，原料米の年度差や製造技術以外に酵母の長期継代保存中の変化が関与していることも予想される。

そこで本研究では継代培養による酵母の形質変化に関する検討を行い，その安定化技術を模索し製品の安定化及び品質向上を図ることを目的とした。

２　研究の方法

２．１　加速継代培養試験

変異処理によりセルレニン耐性を付与し育種した県酵母T-1,T-Fの２種類の株を用い，YPD寒天斜面培地を用い５～７日ごとに３０回継代培養を行った。培養温度は３０℃とした。

２．２　小仕込試験

継代培養による生成酒への影響の比較のため総米150gの小仕込試験を実施した。通常通り冷蔵保存（５℃）しておいたものを対象とし,酵母仕込による三段仕込み,発酵温度は１５℃一定とし，各３連で実施した。

２．３　分析等

一般成分は国税庁所定分析法により分析を行った。

香気成分の測定はヘッドスペースガスクロマトグラフ法により行った。

２．４　セルレニン耐性の確認

本酵母の薬剤耐性マーカーであるセルレニンを含むＹＰＤ寒天培地にて３０℃，５日間培養し生育の有無を確認した。比較には凍結乾燥保存しておいた育種時のプロトタイプ株を用いた。

３　結果及び考察

小仕込試験による発酵経過の一例として，T-Fの加速継代培養を行った株（以後「加速継代株」）の発酵中の重量減量経過を図に，上槽酒の成分分析結果を表１に示した。成分分析値は各々３仕込みの平均値で示した。比較株（以後「基準株」）には通常取り６ヶ月に一度の継代培養により保存したT-F株を用いた。

両株とも発酵は順調であったが６日目頃から加速継代株の重量減量が基準株を上回り，最終的に目標の４５ｇ減量までのもろみ日数は２日短くなった。全てのデータは示さなかったがT-1,T-Fとも，加速継代株のもろみ日数の短期化傾向が見られ継代培養を繰り返すことにより発酵性が向上する可能性が示唆された。成分についてはT-1の加速継代株で酸度がやや高くなり，吟醸香主成分に差が示された。また官能試験では加速継代株の香りがややおとなしく感じられた（データ非表示）。

以上より継代培養を繰り返すことにより酵母の発酵性や香気生成能に微妙な変化が生じることが示唆された。

*　宇都宮酒造㈱
**栃木県産業技術センター

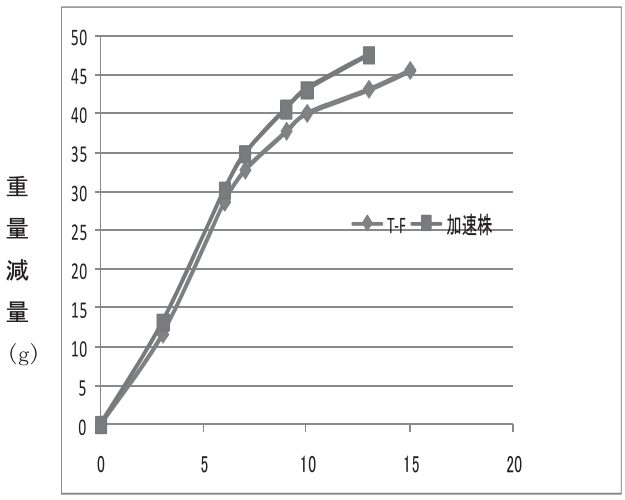


図　比較発酵試験結果

表１　成分分析結果

	発酵日数（日）	アルコール分（%）	日本酒度	酸度（ml）	アミノ酸度（ml）	カプロン酸エチル（ppm）	酢酸イソアミル（ppm）
T−1	15	18.1	+2	2.6	1.5	2.8	1.0
T-1加速株	14	17.9	−2	3.1	1.8	2.6	1.1
T−F	15	17.8	+2	2.2	1.9	5.1	1.2
T-F加速株	14	17.9	+5	2.1	1.7	4.2	0.8

両株とも突然変異処理によりセルレニン耐性が付与されているため，マーカーの選択圧がかからない培地での継代培養における耐性マーカーの変化の有無について確認を行った。結果を表２に示す。

この結果より，育種時のプロトタイプ株と比較しても耐性の低下は認められず，突然変異により付与された形質であるセルレニン耐性に関しては，選択圧がかからない培地における継代培養においても，耐性低下などの変化は生じないことが示された。

製造現場においてはセルレニン耐性株で仕込んだ生成酒の香気が育種時より低くなってきたという声を聞くことも少なくないが，本結果より薬剤耐性以外の要因の関与が大きいのではないかと考えられる。

表２　薬剤耐性マーカーの変化

セルレニン濃度(μM/ml)	0	5	8	10	12	14	16
T−デルタ　（原株）	+	−	−	−	−	−	−
T−１（育種プロトタイプ）	+	+	+	+	+	±	−
T−１（世代交代加速株）	+	+	+	+	±	±	−
T−S　（原株）	+	−	−	−	−	−	−
T−F（育種プロトタイプ）	+	+	+	+	+	+	−
T−F（世代交代加速株）	+	+	+	+	+	±	−

４　おわりに

今回の検討の結果，継代培養を繰り返すことによる世代交代によりセルレニン耐性は失われないものの，発酵性や香気生産性などの清酒酵母が製品品質に大きな影響を与える重要な形質に微妙な変化が生じる可能性が示唆された。現在，世代交代を抑える酵母の保存法としてＬ−乾燥法[3]，グリセールストックの有効性について検討中であり，生存率が高いグリセロールストックが有効であることを確認しており，今後育種酵母の保存に積極的に利用していく予定である。

参考文献

1) 榊原ら：栃木県食品工業指導所研究報告　No.4，17-19(1990)
2) 岡本ら：栃木県食品工業指導所研究報告　No.5，51-55(1991)　No.6，1-4(1992)　No.7，1-8(1993)　No.8，1-4(1994)
3) 池澤ら：栃木県食品工業指導所研究報告　No.10，4-6(1996)

共同研究

漬物のテクスチャーコントロール因子に関する検討

大山　高裕*　阿久津　智美*　伊藤　和子*　渡邊　恒夫*　釜井　康夫**

Study of the Texture Control Factor of Pickles

Takahiro OOYAMA, Satomi AKUTSU, Kazuko ITO, Tsuneo WATANABE, Yasuo KAMAI

産地の異なる４種のらっきょうの「歯切れ感」について，官能評価，機器測定，咀嚼筋筋電位計測により検討を行った。官能評価の結果，国産で最も「歯切れ感」の官能評価スコアが高かった。機器測定で破断応力，ヤング率等の力学特性値を測定したところ，国産と他産地で違いが見られた。また，得られた機器測定値にWeber-Fechnerの法則を適用し，「歯切れ感」の官能評価スコアとの関係を検討したところ，破断応力やヤング率の対数値と「歯切れ感」の官能評価スコアは比例関係にあり，強い負の相関が認められた。一方，咀嚼筋筋電位計測では，産地間の有意な差が見られず，本計測が得意とする動的なテクスチャーよりも，機器測定で測定可能な静的なテクスチャーが，より適切に「歯切れ感」を表現できる可能性が示唆された。

Key Words：らっきょう，官能評価，機器測定，筋電位，テクスチャー

１　はじめに

多種多様な製品の流通により，消費者は自らの嗜好にあった製品を自由に選択しやすい時代になった。一方，生産者サイドにおいては，従来までの生産者起点の一方通行的な製品開発ではなく，消費者が起点となった，消費者ニーズに合わせた商品開発が求められるようになった。食品業界も例に漏れず，それぞれの商品コンセプトを明確にし，どのような購買層をターゲットとするのかを明確にした商品開発が求められている。

漬物は，その特徴的なテクスチャーが品質の良さに大きな影響を与えており，特に「歯切れ感」は商品価値に大きく関わる。消費者を起点とした漬物商品の開発にあたっては，どのような因子を変化させることで，目的とする「歯切れ感」をもつ製品を作り出せるかを把握することが重要である。しかし，原料の産地，収穫時期，微生物の生育状況など様々な要因によって最終製品の品質に差が生じるため，科学的な検証を行うことが難しかった。

近年，テクスチャーの測定は食物の側，ヒトの側からアプローチが進められ，従来までの手法では知ることのできなかった知見が得られつつある[1,2]。

そこで本研究では，それらのテクスチャー計測技術を漬物に応用し，要因の違いによって生じる「歯切れ感」の違いを科学的に明らかにすることとした。

*　栃木県産業技術センター　食品技術部
**　岩下食品株式会社　製造部門　開発技術部

２　研究の方法

２．１　試料

産地による漬物製品のテクスチャーの違いを検証するため，国産品１種（以降，国産とする。），中国産品３種，計４種のらっきょう製品を試料とした。中国産品３種は，岩下食品株式会社の現地工場３地点で製造したもので，それぞれ江西，湘陰，津市と命名し，これを産地名として扱うこととした。産地ごとに6.00±0.25(g)の重量を満たすものを選択し，以降の実験に試料として供した。本実験で用いた試料は，産地により密度に有意な差は見られなかった。表１には，各産地の化学分析値を示す。

２．２　官能評価

各産地のらっきょうの「歯切れ感」について，日常的にらっきょう製品の製造に携わる専門家パネル６名（平均年齢29.7才，男性６名）により官能評価を行っ

表１　漬物の化学分析値

産地	塩分(%)	酸度(%)	pH	屈折糖度(%)
国産	3.7	0.62	3.24	27.0
江西	2.3	0.58	3.47	29.0
湘陰	2.7	0.56	3.51	30.4
津市	2.5	0.45	3.58	28.0

※酸度はクエン酸換算

た。産地ごとに４粒のらっきょう試料をとり，４産地同時に被験者へ提示した。被験者は予め指定された順番で試食をするが，被験者ごとの試食順序はランダムとした。一度指定された順序で試食を行った後，再試食を行う場合の順序は自由とした。評価項目は「歯切れ感」のみとし，被験者は試食を行ったらっきょうの「歯切れ感」を１点（非常に悪い）から７点（非常によい）までが記述された直線上に評価した。

２．３　機器測定

テクスチャーアナライザ（Stable Micro Systems 社製 TA.XT.plus，以降，T.A.とする。）を用いて，産地ごとの破断特性を測定した。各産地の測定点数は 25 点以上になるようにした。直径 3(mm)の円筒状プランジャーを用い，1(mm/s)で初期試料厚さの 70%まで等速圧縮した。図１に T.A.の波形例を示す。波形より，破断応力，破断歪み，ヤング率等の値を得た。

２．４　咀嚼筋筋電位計測

咀嚼に障害のない者 10 名（平均年齢 34.7 才，男性 9 名，女性 1 名）を被験者とした。閉口筋である咬筋付近に皮膚表面から電極を貼り付け[3,4]，通常咀嚼時の筋電位を収集した。試料は，産地ごとに１粒ずつ提示し，試食順序は被験者ごとにランダムになるように設定した。繰り返し回数は２回とした。発生した筋電位は BIOPAC 社製 MP-100 システムにより PC に取り込んだ。得られた筋電位データを，AcqKnowledge ver.3.7.3（BIOPAC 社製）で波形処理し，咀嚼回数，咀嚼時間，咀嚼周期，筋活動時間，筋電位振幅，筋活動量等の特性値を得た[5,6]。咀嚼周期，筋活動時間，筋電位振幅，筋活動量については，より食物の特徴が反映されやすい咀嚼初期５回の平均値を用いた[7]。図２には，筋電位波形例と各種咀嚼特性値を示す。

２．５　統計処理

上記実験で得られた測定結果について，JMP6.03J (SAS Institute JAPAN 社製)を用いて統計処理を行った。官能評価，咀嚼筋筋電位計測の結果については，要因として，人，産地を挙げ，二元配置の分散分析を行った。また，有意な差が見られた要因については，Tukey の HSD 検定により要因内の検証を行った。機器測定については，産地を要因とし，Tukey の HSD 検定を行った。いずれの処理も，有意水準は 5%とした。

３　結果及び考察

表２に，各産地の官能評価スコアを示す。結果より，国産は他の産地に比べて評価が高い傾向が見られた。また，統計処理の結果，国産と湘陰との間には有意な差が認められた。これまでにも，経験的に，産地が「歯切れ感」に影響を与えることが知られていたが，今回の官能評価においてもその事実が確認された。また，分散分析表から，今回設定した２要因で説明できる情報量について検討を行ったところ，人の要因で説明できる情報量は非常に少なく，個人の差がほとんど関与しないことがわかった。

図３，図４に，T.A.の測定で得られた破断応力，ヤ

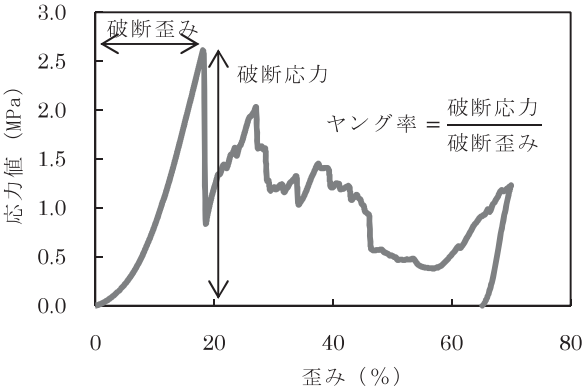


図１　T.A.の波形と各種破断特性値

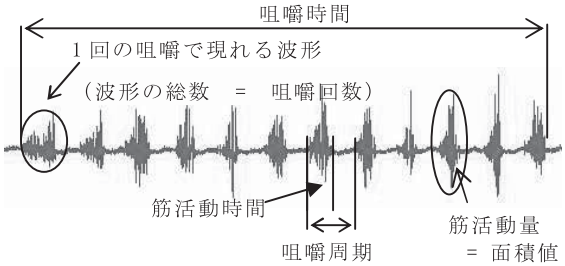


図２　筋電位波形例と各種咀嚼特性値

表２　各産地の官能評価スコア

産地	評価スコア
国産	5.1±1.6[a]
江西	3.4±1.0[ab]
湘陰	3.0±0.9[b]
津市	4.1±0.8[ab]

※各値は，平均値±標準偏差で示す。
数字の横のアルファベットは異なる文字間で有意に異なることを示す。($p<0.05$)

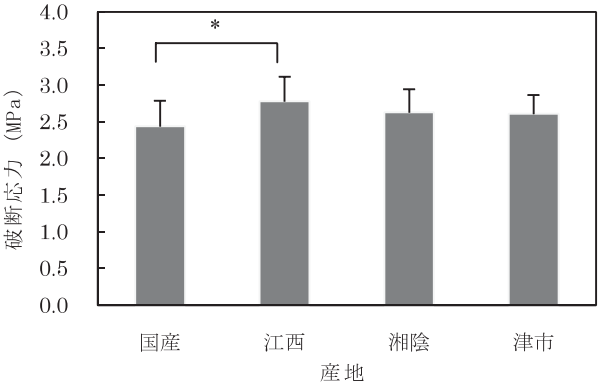


図３　T.A.による破断応力測定結果
*：直線で結んだ水準で有意に異なる。($p<0.05$)

ング率の測定結果を示す。破断応力は，江西で最も大きな値となり，国産で最も低い値となった。加えて，江西と国産との間には有意な差が認められた。また，ヤング率は破断応力と同様の傾向が見られたが，破断歪みについては,試料間で有意な差がみられなかった。測定した力学特性値の中に，官能評価スコアと同様の傾向を示す測定値は存在しなかった。

ヒトの感じる「かたさ」は，機器測定における破断強度と正の相関が強いことが指摘されている[8,9]。一方，精神物理学の基本法則として，Weber-Fechner の法則が知られている。Fechner は，ヒトの各種感覚値が外界からの刺激の対数値に比例するとした。この法則は,ヒトの五感すべてに適用することが可能とされ，テクスチャーにおいても機器測定値との関係を知るために非常に有用とされる[8,10]。そこで今回の結果について，破断応力やヤング率の対数値と，ヒトの感じる「歯切れ感」の官能評価スコアとの関係を調べた。図5には，破断応力の対数値と「歯切れ感」の官能評価スコアの関係を示す。両者には比例関係が見られ，相関について検討したところ，「歯切れ感」の官能評価スコアと強い負の相関をもつことが明らかになった。同様の傾向はヤング率においても認められた。これらのことから，破断応力やヤング率はヒトの感じる「歯切れ感」に影響を与えていると推察された。また，破断歪みについては，各産地で有意な差が見られなかったため，相関の検討は行わなかったが，同様の手法により比例関係を確認した。破断に関する官能スコアと，破断応力，破断歪み，ヤング率などの力学特性値には密接な関係があることを指摘した研究例は少なくない[8,9,11]。検討した試料の数が少ないため，詳細については今後も検討を続ける必要がある。

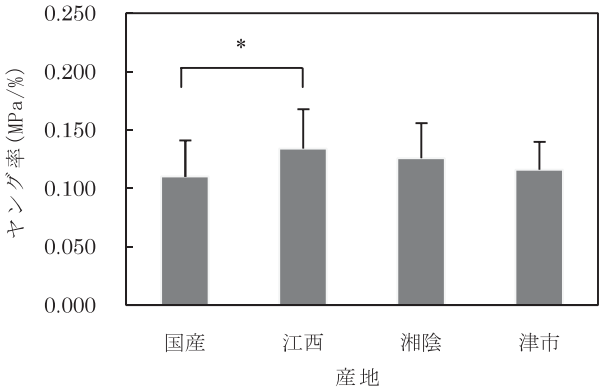


図4　T.A.によるヤング率測定結果

*：直線で結んだ水準で有意に異なる。($p<0.05$)

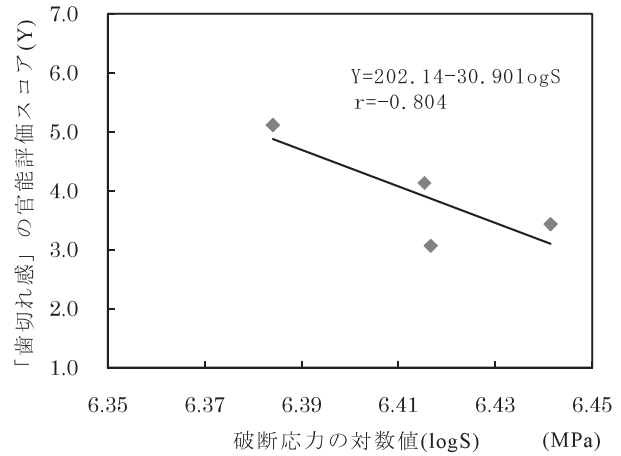


図5　破断応力の対数値(logS)と「歯切れ感」の官能評価スコア(Y)との関係

T.A.で測定している特徴は，食物側の性質，いわゆる静的なテクスチャーであり，実際にヒトが摂食する際の感覚を表現しているとは限らない。咀嚼筋筋電位計測は，食物摂食時の閉口筋活動を計測する点で，よりヒトの咀嚼感覚に近い出力が期待される手法である。また，食物ごとの咀嚼特性値を数値で比較可能であり[12-21]，全咀嚼過程を通じた動的なテクスチャーの追跡にも非常に有効と考えられる[22]。そこで，よりヒトの側に近い「歯切れ感」の計測を目的として，らっきょう摂食時の咀嚼筋の筋電位を計測し，各種咀嚼特性値の解析を行った。結果について，表3に示す。各特性値について統計的な処理結果を検討すると，産地ごとに有意な差は見られなかった。また，分散分析表について検討したところ，人で説明される情報量は非常に大きく，咀嚼の個人差が各値に影響を与えている

表3　咀嚼筋筋電位計測で測定した各種咀嚼特性値

初期咀嚼特性値	国産	江西	湘陰	津市
咀嚼回数（回）	47.3±13.8	46.9±14.0	49.5±15.0	50.1±15.5
咀嚼時間（s）	28.3±6.1	27.7±6.7	29.2±6.0	29.1±6.3
咀嚼周期（s）	0.567±0.068	0.555±0.068	0.574±0.078	0.555±0.077
筋活動時間（s）	0.338±0.051	0.338±0.048	0.353±0.065	0.339±0.046
筋電位振幅（mV）	1.484±0.612	1.635±0.745	1.549±0.778	1.539±0.698
筋活動量（mV・s）	0.0406±0.0167	0.0437±0.0203	0.0447±0.0232	0.0438±0.0211

各値は平均値±標準偏差で示す。

と考えられたが，産地によって説明される情報量は極めて少なかった。このことから，産地によって大きく咀嚼方法が異ならないと考えられた。

一方，筋電位振幅とヒトの感じる「かたさ」，筋活動量とヒトの感じる「かみごたえ」が密接に関連していることが知られている[8]。今回得られた筋電位振幅，筋活動量の値は，いずれの産地間でも有意な差こそ見られなかったが，4種で異なる傾向を示した。特に筋電位振幅の序列は，機器測定における破断応力の序列と同様となり，両者には何らかの関係があることが推察された。

これらのことから,対象とする食物がらっきょうで,産地を要因として「歯切れ感」の差を議論する場合，咀嚼筋筋電位計測の得意とするテクスチャーの測定よりも，機器測定で計測が可能な静的なテクスチャーの測定が適していると考えられた。また，ヒトの感覚を細分化し，「歯切れ感」のような形で対象を限定すれば，機器測定の値から傾向を探索できる可能性があることが示唆された。

4　おわりに

らっきょうの総合的なおいしさを測り，その制御因子を明らかにするためには，「歯切れ感」のみではなく，対象とするヒトの感覚を広げていかなくてはならない。一般に，機器測定の値は，ヒトの感覚と直接結びつけて議論することが難しいとされ[23]，機器測定値やヒトの感覚にも階層や二次パラメータの存在，非線形関係等も考えられる[24]。機器測定値側とヒトの感覚側，それぞれからアプローチを進め，可能な限り隔たりの少ないところで両者の値を結び付けることが，今後の課題である。

謝　辞

独立行政法人　農業・食品産業技術総合研究機構　食品総合研究所　食品物性ユニット長　神山かおる氏には，本研究を進めるにあたって多大なご協力をいただいた。ここにお礼申し上げる。

参考文献

1)神山かおる：日本食品科学工学会誌，**47**，341-346，(2000)
2)川端晶子編：″食品とテクスチャー″ 光琳，87-184，(2003)
3)神山かおる，畠山英子，小林知子，関哲哉，滝口俊男，鈴木建夫：日本咀嚼学会雑誌，**10**，41-49，(2000)
4) Kohyama, K., Kobayashi S., Hatakeyama E., Suzuki T.：*J. Texture Stud.*，**31**，577-590，(2000)
5)神山かおる，中山裕子，佐々木朋子，福島富士子，：日本咀嚼学会雑誌，**12**，75-81，(2003)
6) 中山裕子，神山かおる：日本咀嚼学会雑誌，**14**，43-49，(2004)
7)神山かおる，中山裕子，福田節子，壇はるか，佐々木朋子：日本食品科学工学会誌，**50**，339-343，(2003)
8)日本咀嚼学会：″サイコレオロジーと咀嚼″，建帛社，151-169，(1995)
9)日本咀嚼学会：″サイコレオロジーと咀嚼″，建帛社，170-193，(1995)
10)日本咀嚼学会：″サイコレオロジーと咀嚼″，建帛社，20-35，(1995)
11)高橋淳子，中沢文子：家政誌，**40**，489-495，(1989)
12)神山かおる，早川文代：日本咀嚼学会雑誌，**17**，35-44，(2007)
13)神山かおる：ジャパンフードサイエンス，**42**，69-74，(2003)
14)Kohyama, K., Mioche, L. and Martin, J.F.：*J. Texture Stud.*，**33**，269-283，(2002)
15)Kohyama, K., Mioche, L. and Bourdiol P.：*Gerodontology*，**20**，15-23，(2003)
16)Kohyama, K. and Mioche, L.：*J. Texture Stud.*，**35**，395-414，(2004)
17)中沢文子：*New Food Industry*，**41**，40-46，(1999)
18)柳沢幸江：*New Food Industry*，**33**(7)，67-81，(1991)
19)Mioche, L., Bourdiol, P., Monier, S., Martin, J.F., and Cornier, D.：*Physiol. Behav.*，**82**，621-627，(2004)
20)Mioche, L.：*J. Texture Stud.*，**35**，145-158，(2004)
21)Bourdiol, P., Mioche, L., Monier, S.：*Journal of Oral Rehabilitation*，**31**，445-452，(2004)
22)西成勝好，大越ひろ，神山かおる，山本隆編：″食感創造ハンドブック″，サイエンスフォーラム，251-258，(2005)
23)西成勝好，大越ひろ，神山かおる，山本隆編：″食感創造ハンドブック″，サイエンスフォーラム，185-191，(2005)
24)池田岳郎，相良泰行：冷凍，**79**，59-63，(2004)

共同研究

付加価値の高いトーションレースの開発（第２報）

堀江　昭次*　　和田　光永**　　植木　恵**

The Development of Value-added expensive Torchon Lace (2nd Report)

Shouji HORIE, Kouei WADA and Megumi UEKI

昨年度設計した糸引上装置[1)]の製作を行い，ほぼ設計どおりに製作することができた。なお，モータ駆動の箇所は手動にして，引き上げ機構の原理を示すものとした。手作業によるレースの試作では，昨年度，レース組織に乱れが生じたことを考慮して，外部から糸を挿入する際にレースの乱れを起こさないような組織を設計して糸挿入を行い，糸乱れの少ないレースを試作することができた。また，外部からの糸挿入を自動化する装置について，その機構を設計することができた。

Key Words ： トーションレース，外部糸供給装置

１　はじめに

繊維産業を取り巻く環境は厳しいものがあり，ある程度の好調を維持してきているトーションレースも例外ではなく，新しい高付加価値製品が求められている。トーションレース機の外部に糸供給装置を設置して従来のトーションレースにはなかった外部糸挿入をさせて編成することができれば，今までにないトーションレースを編成することができ，高付加価値なトーションレースになると考えられる。本研究では，外部糸挿入のための糸引上装置の製作と外部からの糸供給原理の確立を目的として研究を行った。

２　研究の方法

２．１　糸引上装置の製作

平成１９年度に設計した糸引き上げ機構を具体化して装置を製作した。さらに製作した装置を使って糸引き上げテストを行った。

２．２　糸挿入装置の設計

糸を引き上げた後に外部から糸を挿入する方法について，その装置の設計を行った。

２．３　外部糸挿入のためのレース組織の確認

平成１９年度の研究結果から，通常のレース組織に外部から糸を挿入するとレース組織に乱れが生じることが明らかになったので，外部から糸を挿入しても乱れが生じないレース組織を考案する。

なお，本研究には当支援センター所有のトーションレース機日本マイヤー㈱製ＳＫＭ－９６／４５－ＮＣを使用した。

３　結果及び考察

３．１　糸引上装置の製作

３．１．１　糸引上装置

平成１９年度に設計した糸引き上げ機構を図１，３に，実際に製作した物を図２，４に示す。糸を１本置きに８本引き上げることができる構造になっている。

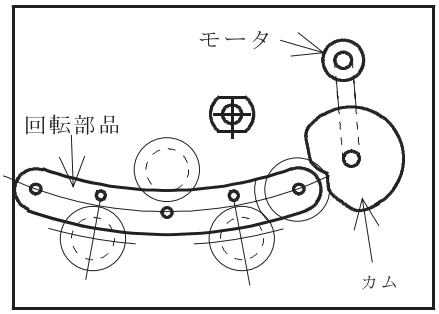


図１　糸引き上げ機構設計図

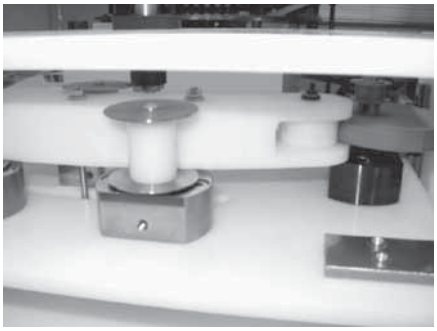


図２　糸引き上げ機構

*　　栃木県産業技術センター 繊維技術支援センター
**　　有限会社　ワダノブテックス

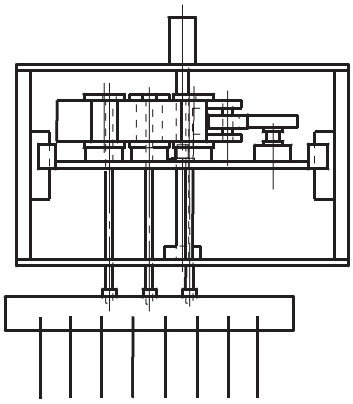


図３　正面図

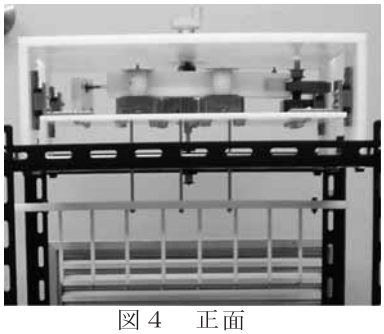


図４　正面

３．１．２　糸引き上げテスト

図５に実際にトーションレース機にセットした状態を示す。この状態で糸引き上げテストを行った。その

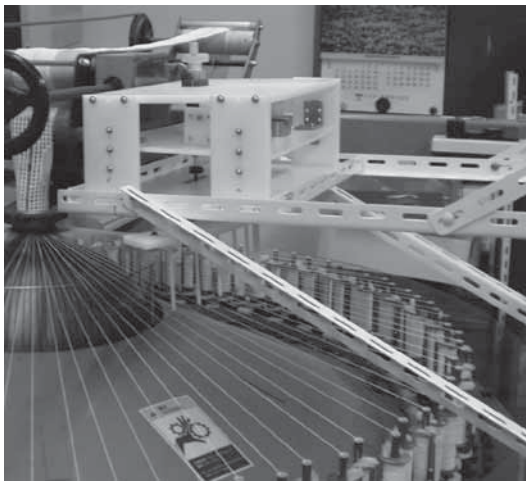


図５　セット状態

結果を図６に示す。動作の順序として，①上端にセット状態，②引き上げ位置まで下降した状態，③糸に針を掛けられる位置まで回転した状態，④糸を引き上げて糸口を作った状態となっている。このテストでは，８本の糸に対しては良好な状態で糸を引き上げて外部から糸を挿入する糸口を作ることができた。問題点として，スピンドルの停止位置が必ずしも等角度にならないということがある。レース組織の工夫である程度の対処はできると思われるが，実際に生産に使用する装置を考えると，センサ等による微妙な位置修正を行

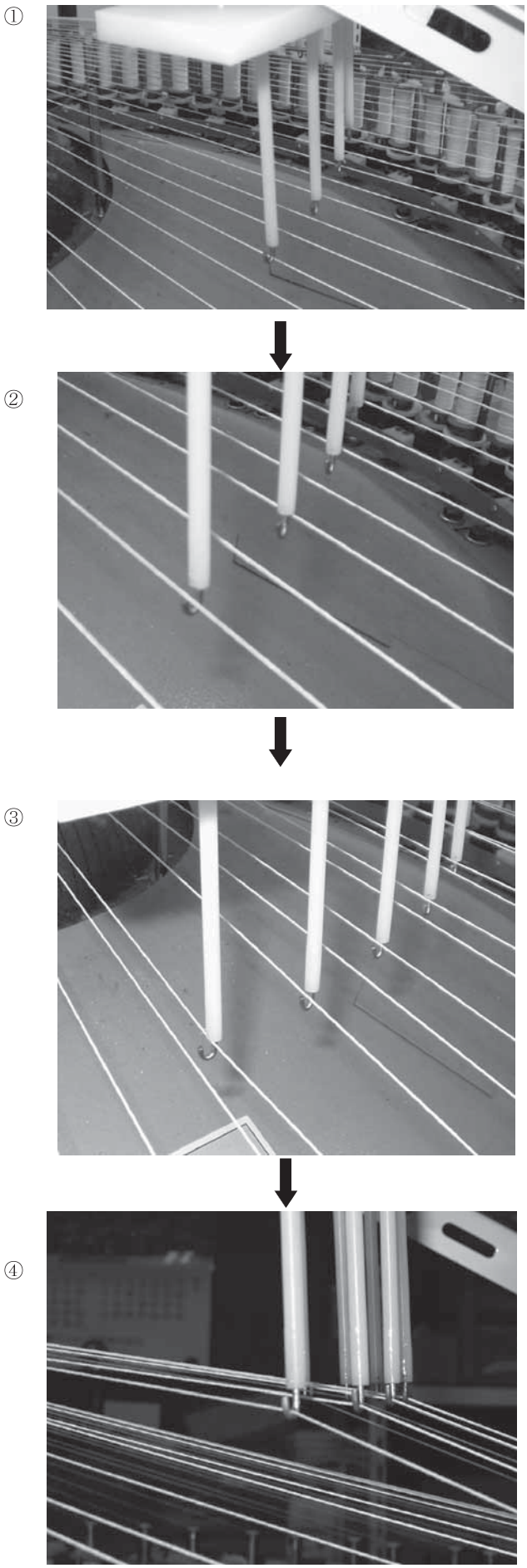


図６　引き上げテスト

えるようにする必要があると思われる。今回製作した装置では，８本の糸を引き上げられるが，理想的には９６本の糸全ての引き上げが可能であることが望ましい。今回製作した装置の原理を応用することにより，９６本引き上げ可能な装置の開発も可能であると考えている。

３．２　糸挿入機構

手作業により外部から糸を挿入させると外部糸挿入を自動化するために必要な要素を抽出することができる。それらのことを考慮して外部から糸を挿入させる機構を考案してみた。考案した糸挿入機構を図７に示す。この機構では，装置本体の前後の動きと回転動作にはモータ駆動を，糸口の掴み動作とジャバラ部分を押し出す動作には空圧による駆動を想定している。そのほか，糸をブッシュに巻き付けるときに糸を上に多少持ち上げ気味にする動作が必要になる。このような機構に関して，手作業による外部からの糸挿入実験を行った結果では，糸の挿入には微妙な動きと力の制御が必要であり，それを装置で行うにはかなり複雑で微妙な力と動作の制御が必要になると考えられる。糸素材の違いによる強度差や糸同士の摩擦係数の違いにも対応できるような装置が望ましい。これらのことを考慮すると，糸挿入の自動化には糸素材の物性データも考慮したシステム設計が必要となってくる。

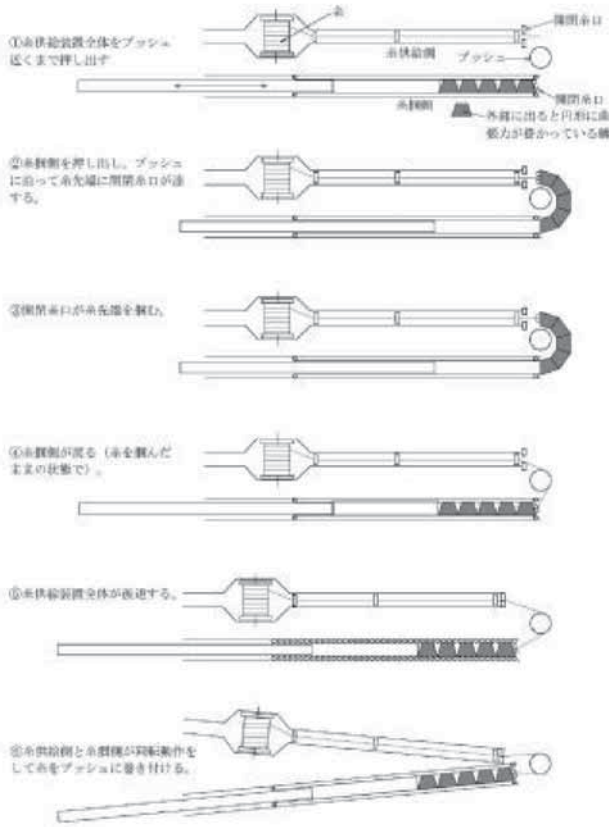


図７　糸挿入原理

３．３　手作業による外部糸挿入実験

手作業による外部糸挿入実験を昨年度に引き続き行った。昨年度は県マークのレースに対する外部糸挿入を行ったが，従来のレースそのままの組織でこの作業を行うと基のレースに組織の乱れがかなり生じてしまう（図８）。外部糸挿入を行う場合，挿入時にブッシュへの巻き付けにかなりの力が必要で，しっかりと巻き付けなければリードナイフにはじかれてしまう。このためにレース組織の密度が高いと糸同士の摩擦作用によりレースの地組織を乱してしまうことがある。また，レース巾の全てに外部糸を挿入させることにより，レース端の組織にかなりの乱れを起こしている。この問題に対処するためにレース組織の修正を行い，外部糸挿入用の組織を設計した。従来の組織の組織図を図９に，今回設計した組織図を図１０に示す。また，外部糸を挿入させる場所についても検討を行い，糸が交錯していない箇所及び外部糸により柄を形成させるために外部糸を保持するために必要最低限の箇所に糸を挿入することとした。その結果，図１１に示すとおり組織の乱れの少ないレースを編成することができた。

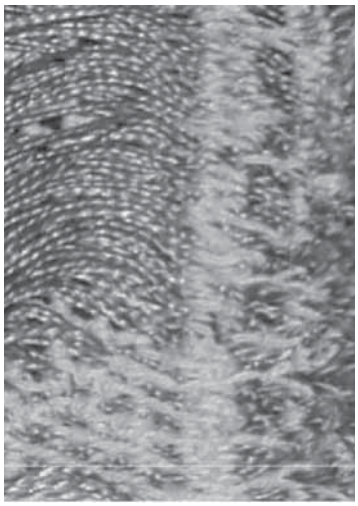


図８　組織の乱れ

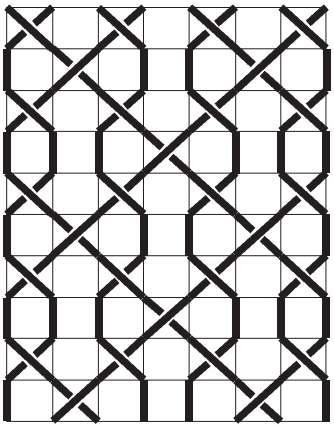


図９　昨年度組織図

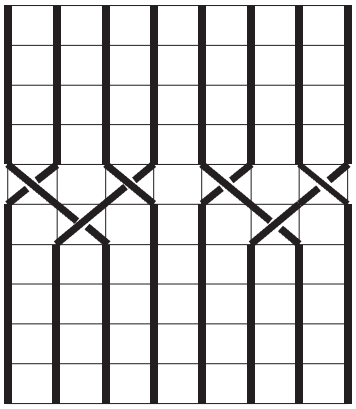


図１０　今年度組織図

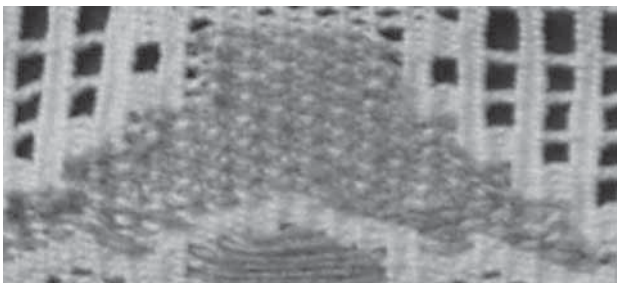


図１１　編成組織

４　おわりに

付加価値の高いトーションレースの開発のために外部糸供給装置の研究を行ったが，今回の研究成果により外部から糸挿入するための糸口を作る機構を示すことができた。また，糸挿入方法装置の機構を設計することができた。さらに，手作業による外部糸挿入実験では従来の組織の交錯箇所を減らすことにより，組織の乱れが起こりにくいレースを設計することができた。実際の生産に使用できる装置にするには，９６本全ての糸を持ち上げることのできる装置であること，９６本それぞれの針に回転機能をつけて持ち上げる糸と持ち上げない糸を区別することができること，トーションレース機のＮＣ装置と交信して制御すること等が必要となってくる。今回の研究成果で動きの原理は示してあるので，これらの課題を解決していくことが実際の生産で使用できる装置を作るために必要となってくる。

参考文献

1)　堀江昭次：付加価値の高いトーションレースの開発,栃木県産業技術センター研究報告,№5（2008）

共同研究

県産資源を活用した草木染めの研究

金子　優*　嶋田　和正*　永田　順子*　渡辺　智文**

Preparation of Natural Dyeing by using Plants of Tochigi for Yuki-Tsumugi

Masaru KANEKO, Kazumasa SHIMADA, Junko NAGATA and Toshinori WATANABE

栃木県産の未利用草木を結城紬の染色材料として活用するため、煮出し条件や染色堅ろう度などについて検討した。その結果，「サツキ」と「シロヤシオ」が利用可能であることがわかった。これらの草木から染色色素を抽出し，媒染剤で染料を固着させる加工を行い，発現する色彩や耐光堅ろう度などを評価し，結城紬の新たな草木染め材料を見出した。

Key Words：結城紬，草木染，県産資源，染色，媒染剤

1　はじめに

現在，結城紬の染色加工には化学染料が主に使われている。しかし，消費者の天然・自然志向の高まりもあり,産地では草木染めに対する関心が高まっている。

草木染めは，植物の枝，葉，茎，樹皮などに含まれている複数の自然の色素を抽出して，繊維を染めるものである。植物染料によって糸を染め，手織りの紬織物を農家の副業として復興する運動を始めた山崎斌は,1930年に第1回手織紬復興展覧会を開催した際に，化学染料と区別するために植物染料など天然染料だけを使った染色法を「草木染」と命名した[1)-5)]。草木からの抽出液には，複数の色素が含まれており，触媒となる媒染剤を変えることで化学染料とは異なる独特の色合いを表現することができるため，近年関心が高まっている。

結城紬を対象とし，天然染料を活用した染色加工に関する研究は，本県及び茨城県の公設試で幾つか行われている[6)-8)]。本研究では,栃木県産の草木を用いて，結城紬に適した草木染めの染色処方を開発するとともに，新たな結城紬着尺や小物製品を製作し，「本場結城紬」の地域ブランドとしての魅力を高めることを目的とした。草木染めでは，耐光性をいかに高めるかが課題となるが,結城紬は手つむぎ糸を用いているため,独特の風合いを持つ。この風合いを損なうことなく耐光性を高める必要がある。

2　研究の方法

2．1　草木の最適抽出濃度の検定

天然染料に含まれる色素の種類・含有量は様々であり,植物の種類が異なれば当然含有量も異なってくる。手つむぎ糸重量に対して，最適抽出濃度を何%にするかを決めるためには，染色材料となる草木の最高濃度を知る必要がある。

そこで，天然染料の濃度検定法である「比色検定法」により，100%刻みで0－500% o.w.fの濃度で染色・比色を行い，草木の最適抽出濃度を決定する[9),10)]こととした。なお，各濃度で染色したサンプルの明度は，測色計（ｺﾆｶﾐﾉﾙﾀ㈱製CM-1000）で測定して，検量線により明度が最低となる濃度を最適抽出濃度とした。

2．2　草木の材料の選定と染色液の抽出

結城紬の染色材料としては未利用である「トチノキ」，「シロヤシオ」，「サツキ」などの県産草木を収集して，細かく砕いて不織布に入れて，染色液の抽出を行った。そして，2．1で求めた最適抽出濃度(200-400%o.w.f)に相当する重量の草木を表1の条件で水で2回煮出して抽出し，ろ過後合わせたものを染色液とした。

表1　染色液の抽出方法

抽出条件	85～95℃で30分間加熱
抽出回数	2回
浴　　比	30：1

2．3　染色の方法

2．1で求めた濃度で抽出した液を手紡糸及び手つむぎ糸に対して浴比50：1の量を用いて，表2の条件で染色した。また，耐光堅ろう度を改善する目的で，天然染料用フィックス剤「スペシャルフィックス」（㈱

*紬織物技術支援センター　**渡辺染色店

藍熊染料製）を用いて後処理を行った。

表２　染色方法

染　色　工　程	
染色(85-95℃，30分）→ 水洗い→ 媒染（常温，20分）　→ 水洗い→ 染色(85-95℃，30分）→ 放冷(30分）　→ 水洗い　→　ｽﾍﾟｼｬﾙﾌｨｯｸｽ剤(50℃，5分）→ 脱水　　→　乾燥	
媒染剤	チタン媒染液　　40%o.w.f
	おはぐろ(鉄系)媒染液　40%o.w.f
	椿灰汁(ｱﾙｶﾘ＋ｱﾙﾐ系)(椿灰100ｇに対して湯4ℓ を加えて上澄み液を使用)
	みょうばん（ｱﾙﾐ系）　　10%o.w.f

２．４　染色の分析評価

染色後の糸を測色計（コニカミノルタ㈱製CM-1000）を用いて測定した。また，染色した糸の耐光性能を，JIS L 0842 :2004（紫外線カーボンアーク灯光に対する染色堅ろう度試験方法）第3露光法により評価した。

２．５　製織条件

染色した手つむぎ糸を用いて，次の条件で地機により製織を行った。

筬密度：　63羽／寸
通　幅：　10.8寸
羽数　：　680羽
整経長：　38尺

３　結果及び考察

３．１　草木の選定と最適抽出濃度

図1にシロヤシオの最適抽出濃度，図2にサツキの最適抽出濃度を示した。シロヤシオは，300%のとき，サツキは400%のとき濃度がほぼ最大に達することがわかった。同様に求めた栗の樹皮等の最適抽出濃度を表3に示した。

３．２　染色処方と耐光堅ろう度

シロヤシオに，チタン系媒染剤を用い，染色後に植物染料用スペシャルフィックス剤（藍熊染料㈱製）で50－60℃の条件で5分間処理したところ，耐光堅ろう度が3級以上から4級以上に改善した。そこで，その他の草木材料についても，染色後にスペシャルフィックス剤で後処理を行うこととした。そして，３．１で抽出した染色液を用いて，表２の条件で染色したところ，天然染料の耐光堅ろう度で良好とされる4級以上を満たしたのは，シロヤシオとサツキで，媒染剤がチタン又は椿灰汁の組み合わせなど7通りであった。その結果を表4に示す。

なお，トチノキは4級未満であった。媒染剤としては，チタン，椿灰汁の順に良好な傾向を示した。

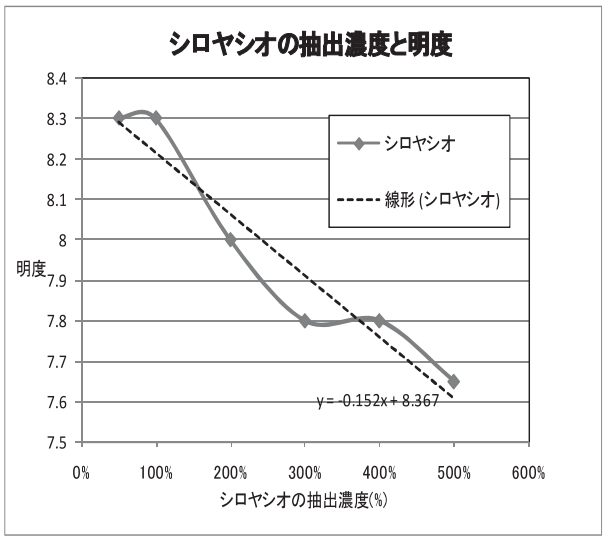


図１　シロヤシオの抽出濃度と明度

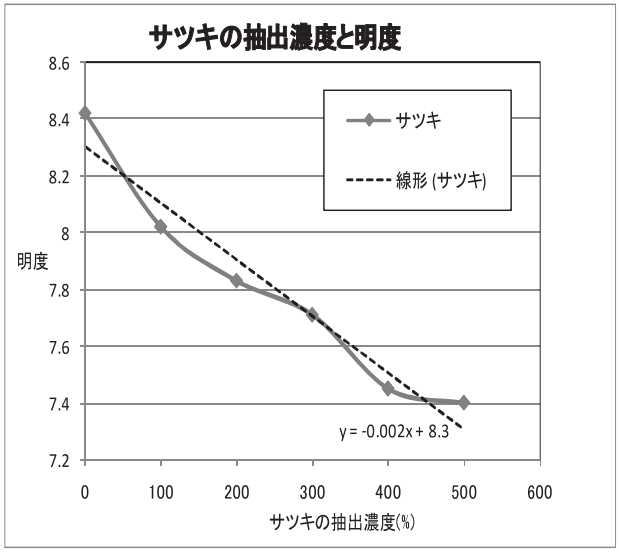


図２　サツキの抽出濃度と明度

表３　県産草木と最適抽出濃度

原材料	材料の部位	最適抽出濃度(草木材料の重量／糸の重量)
シロヤシオ	枝・樹皮	３００％
サツキ	枝	４００％
栗	樹皮	２００％
栗	イガ	３００％
とちのき	葉	２００％

表４　染色処方と耐光堅ろう度結果

原材料	材料の部位	媒染剤	染液抽出濃度	耐光堅ろう度
シロヤシオ	枝	チタン	３００％	４級以上
シロヤシオ	枝	椿灰汁	３００％	４級以上
栗	樹皮	チタン	２００％	４級以上
栗	イガ	みょうばん	２００％	４級以上
栗	イガ	チタン	２００％	４級以上
サツキ	枝	椿灰汁	４００％	４級以上
サツキ	枝	チタン	４００％	４級以上

表５　草木染め結城紬の染色結果

	原材料	媒染剤	色目	色彩（マンセル表色系）	耐光堅ろう度
たて糸	シロヤシオ	チタン	ベージュ系	8.5YR　7.5　3.6	４級以上
たて糸	栗の樹皮	チタン	黄土色系	9.9YR　5.4　6.9	４級以上
たて糸	シロヤシオ	椿灰汁（ｱﾙｶﾘ+ｱﾙﾐ）	薄ピンク系	5.2YR　7.6　2.7	４級以上
よこ糸	サツキ	チタン	オレンジ系	0.3Y　6.2　5.6	４級以上

３．３　草木染め結城紬の試作

今回，製織した着尺は図3のようなデザインとした。耐光堅ろう度試験結果や色彩デザインを考慮して，たて糸にはシロヤシオと栗の樹皮を，よこ糸にはサツキで染色したものを採用した。なお，使用した媒染剤と色彩等の関係を表5に示した。

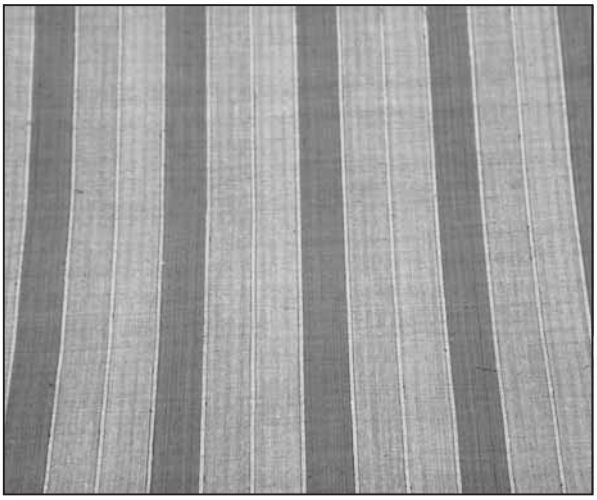


図３　草木染め結城紬の製織生地

４　おわりに

今まで結城紬に未利用であった県産草木を用いて，染色色素の最適抽出条件や媒染条件を把握し，結城紬の新たな草木染め用材料を開発することができた。草木染めの場合，同じ草木であっても，採取時期，染料の煮出し条件，媒染条件などが異なれば，色目が変わることがあり，研究の発展が期待できる。また，街路樹の剪定等で排出される草木を原料として利用できるため，環境対応型技術でもある。

今後は，媒染剤や染色条件等についてさらに検討し，染色堅ろう度の良い結城紬草木染め手法を確立していきたい。

謝　辞

本研究を進めるにあたって，御助言をくださった宇都宮大学教育学部の清水裕子教授，佐々木和也准教授に深く感謝いたします。

参考文献

1)　山崎和樹：自然の色を楽しむ　やさしい草木染，日本放送出版協会，(2003)
2)　山崎和樹：草木染　四季の自然を染める，山と渓谷社，(1997)
3)　山崎青樹：草木染染料植物図鑑，美術出版社，(1985)
4)　山崎青樹：続草木染染料植物図鑑，美術出版社，(1987)
5)　山崎青樹：続々草木染染料植物図鑑，美術出版社，(1996)
6)　金子優，嶋田和正，永田順子，吉田明美：栃木県

産業技術センター研究報告，129-132,**1**,(2004)
7)　小嶋一夫，金子優，永田順子，渡辺智文：栃木県産業技術センター研究報告，57-60,**2**,(2005)
8)　中野睦子，石川章弘，本庄恵美，大塚弘之：茨城県工業技術センター研究報告，78-80,**33**,(2005)
9)　北澤勇二：染色α,染織と生活社，64-67,**10**,**187**(1996)
10)　北澤勇二：染太郎の口伝帳　天然染料の巻，クラフトふう，258-259,(2003)
11)　吉岡幸雄,福田伝士 監修:家庭でできる植物染,紫紅社,(1996)
12)　淡交社編集局；草木染めをしてみませんか　工房で，キッチンで，(2003)

Ⅱ　受託研究

Ⅲ　重点研究

重点研究

複数自律型ロボットの協調動作による情報収集と活用（第３報）

鹿内　佳人*　植竹　大輔*

Acquisition and Utilization of Information among Cooperating Multiple Autonomous Robots (3rd Report)

Yoshihito SHIKANAI,　Daisuke UETAKE

ロボットは，産業用ロボットの時代から汎用ロボットの時代へと進化し，人件費削減や衛生管理，また作業における安全性の確保等から，様々な分野へロボットが応用されようとしている。しかし，一台のロボットで要求される全ての作業を遂行することは，作業効率の面から現実的ではない。したがって，複数のロボットを協調的に用いることによって，効率的かつ柔軟に様々な作業を実現することができる。これまで本研究では，複数の自律型ロボットが協調動作するための通信システムを開発してきたが，互いの認識や回避行動に通信を使用した場合，回避行動が間に合わない事態も想定される。そこで，移動時における衝突回避を個々の自律した判断および行動によって行うことで，互いの譲り合い動作による協調動作を行うこととし，自律型移動ロボットを開発し，協調アルゴリズムを実装することによってその動作確認を行った。

Key Words ：自律型ロボット，協調，センシング

１　はじめに

現在，人件費削減や衛生管理，また作業における安全性の確保等から，様々な分野へロボットが応用されようとしている。ロボットは究極の汎用機であり，様々な作業を行うことが求められている。しかし，一台のロボットで全ての作業を遂行することは，作業効率の面から現実的ではない。したがって，複数のロボットを協調的に用いることによって，効率的かつ柔軟に様々な作業を実現することができる。複数のロボットを強調的に用いる場合には，ロボット間の関係から大きく二つに分類できる。一つは，各ロボットが力学的に干渉する場合であり，物体の協調ハンドリング等における協調制御問題である。二つ目は，施設の保守・点検や未知環境の探索等を，いかに効率的に行うかといった運動計画問題である。本研究では，後者の運動計画問題について着目した。

本研究は研究対象として倉庫，工場内における無人搬送システムの開発を目的とし，複数のロボットが自律的に動作することで，全体として協調したシステムを為すための手法である群ロボットシステムによる分散協調動作を適用する。開発する無人搬送システムの作業空間は工場内を想定し，工場内の設備間における搬送物の受け渡しを複数台の自律移動ロボットによって実現する。無人搬送システムを想定した場合，ロボットの作業は，パレットへのアクセス機能，製品の格納機能，場内の高速移動機能，場内の監視機能が要求される。しかし，必要となる作業個所の全てにロボットを配置することは現実的に不可能であるため，ロボットの台数を最小限に抑える必要がある。そこで，先に述べた作業を複数台のロボットやセンサ等へ分散し，パレットへアクセスし搬送物の入庫及び出庫，目的地までの搬送，倉庫全体の監視といった作業をそれぞれのロボットに分担させることで，必要最小限のロボットを配置することが可能となる。

*栃木県産業技術センター　機械電子技術部

２　研究方法

２．１　研究目的

本研究は，これまで複数の作業ロボットにおける協調行動・作業中に共有される情報や情報の枠組み，作業の依頼方法などの通信面からみたロボット間の作業の協調について研究[1,2]を行ってきた。しかし，限られた作業空間で複数の作業ロボットが動作を行う際には，互いが妨害することなく，円滑に作業や行動が行われるように，周辺環境の認識や移動体における衝突回避などの行動面における協調も必要と

なる。このとき，互いの認識および回避行動に通信を使用した場合，回避行動が間に合わない事態が考えられる。そのため，通信に頼らないそれぞれの自律した行動による協調も併せて必要となる。

本研究では，このような行動による協調を実現することを目的とし，自律型移動ロボットを製作し，移動時における衝突回避を個々の自律した判断および行動によって行うことで，互いの譲り合い動作による協調動作を行った。

２．２　自律型移動ロボットの設計

本研究では，行動による協調動作の実装および確認を行うために，実際に自律型移動ロボットを設計・製作し実験を行うことによってその効果を確認した。

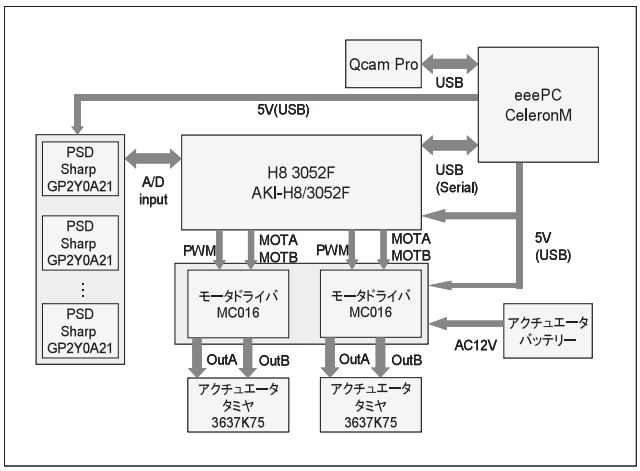


図１　移動ロボットのシステム構成図

図１に製作した移動ロボットのシステム構成図を示す。ロボットは大きく分けて制御部と走行部に分けられる。走行部は，H8 マイコンによって PSD センサからの距離情報の取得や車輪の駆動を行っている。制御部は，取り込まれたセンサ情報から周辺状況を把握することで，ロボットの行動を決定し駆動部へ指令を送信する。制御部と走行部は RS-232C によって接続され，シリアル通信によって，互いの情報を受け渡している。

自律型移動ロボットの概観と底面を図 2,3 に示す。ロボットの走行部は，左右独立したアクチュエータによって駆動する二軸駆動方式となっており，前進・後退・旋回動作が可能となっている。また，PSD センサを前方 3 箇所，側面に 4 箇所搭載し，赤外線によって障害物や他のロボットとの距離を検出している。車体フレームは 3 次元 CAD で設計したものを光造型機で作製した。3 次元 CAD によるフレーム設計および作製したフレームを図 4,5 に示す。

ロボットの判断，および動作決定は上部に搭載した制御用コンピュータによって行っており，容易にプログラムの作成･変更が可能となっている。また，制御コンピュータに搭載された無線 LAN により，ロボット間，および監視用端末間の通信が可能となっている。

図２　ロボット概観

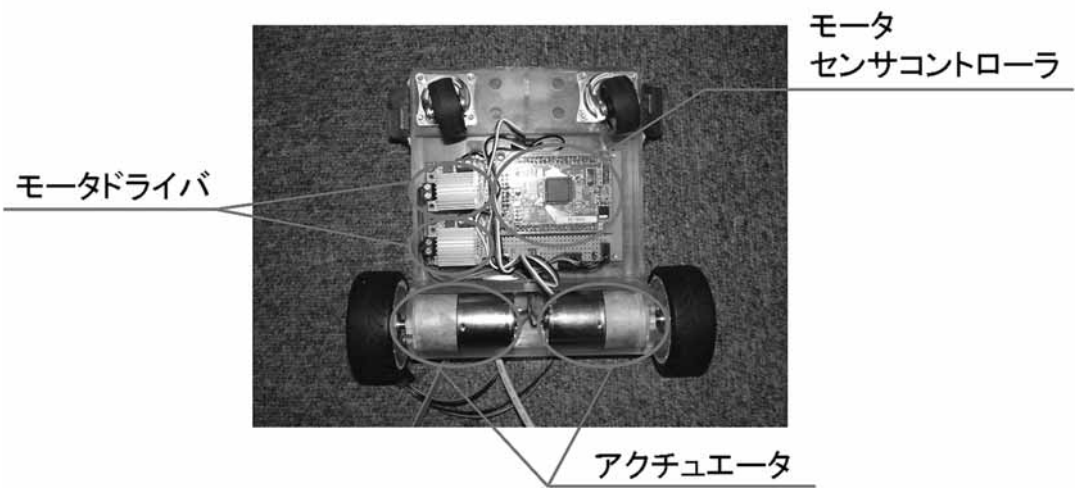


図 3 ロボット底面

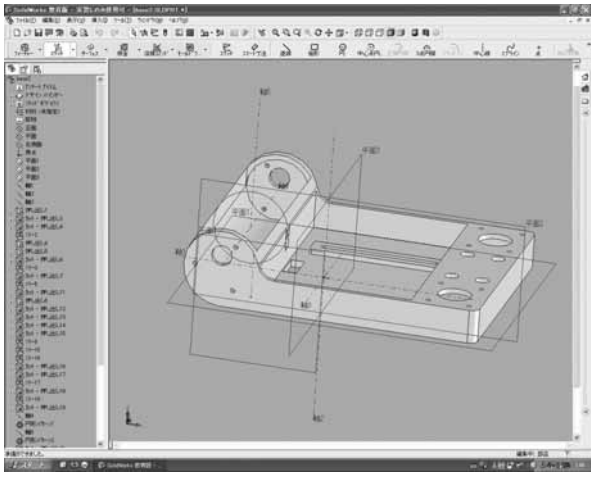


図 4　3 次元 CAD による設計

図 5　製作したフレーム

２．３　行動による協調アルゴリズムの開発

協調動作の検証として 3 台の自律型移動ロボットにより実験を行った。実験における各移動ロボットの動作アルゴリズムは基本動作を前進とし，ロボット同士の経路が重なり回避する必要が生じる際には，前方に放射状に配置した PSD センサにより，互いに空いている空間へ移動することにより，自律的に互いの進路を譲り合う。また，左右側面にそれぞれ 2 箇所ずつ搭載した PSD センサにより，側面に障害物および他のロボットを避ける様に動作するとともに，通路走行の際には PID 制御により壁面に沿って走行する。また，ロボットにおいて，無線 LAN による通信をカメラ画像の取得，およびロボットの動作開始・停止命令に使用することにより，遠隔による監視・操作が可能となっている。

３　評価実験

３．１　実験環境

製作した自律型移動ロボットによる協調動作の作業空間として 200cm×200cm 四方の実験環境を設定した。図 6 に実験環境の概観を示す。この実験環境内で 3 台の自律型移動ロボットを同時に動作させることにより，衝突回避をするための譲り合い動作による協調動作を確認した。

３．２　実験結果

回避行動は，PSD センサが 20cm 以内に物体を検知した際に，ロボット自身が状況に応じて判断し衝突回避を行うため，ロボットの採る経路はその時の状

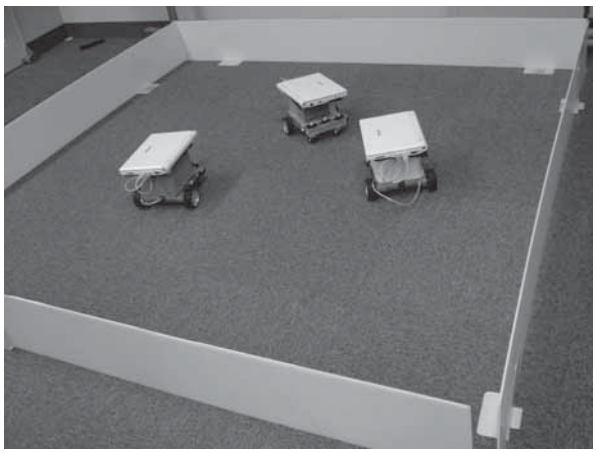


図6　実験環境

況によって異なる。譲り合い動作による回避行動中の自律移動ロボットの様子を図7に示す。ロボット周辺が壁や障害物で塞がれている状況など，周囲に余裕が無い状態でも約20×20cmの大きさのロボットに対し約3cmのクリアランスで回避動作が可能であった。これは，実際の搬送用ロボットの大きさを150cm×100cm程度と考え，スケール換算すると20～30cm程度のクリアランスとなり，十分であるといえる。

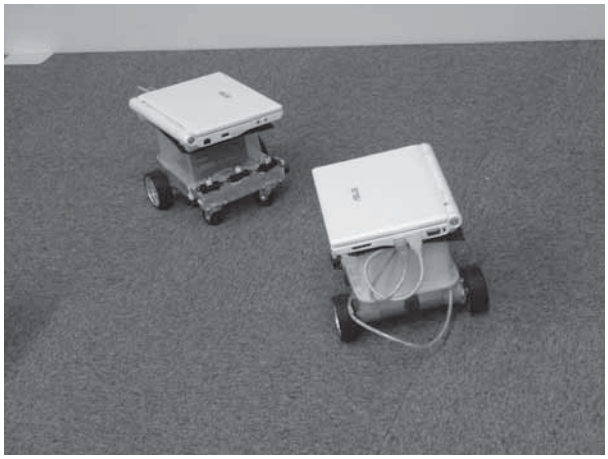


図7　回避行動

３．３　考察

自律型移動ロボットを開発し，実験環境内で３台同時に走行させつつ互いに衝突回避することで，行動による協調を実現した。衝突回避中における経路は周囲の状況によって異なるが，最小2cmのクリアランスで行うことが可能であった。これは，全長1～2mの搬送用ロボットのスケールに換算すると20～30cmとなり，実際の衝突回避行動において物が密集した環境にも耐えうる精度となっている。現在，移動ロボットの周辺を測距するセンサは赤外線もしくはレーザーによるラインスキャナを使用している例が非常に多い。これは回転する機構を持つため，耐久性に問題があり，センサ自体のコストも高い。本研究では，コストの低いPSDセンサをロボットの周囲に複数配置することによりセンサ自体に掛かるコストも削減している。また，通信によるカメラ画像の取得，動作開始・停止命令といった遠隔監視・操作に必要な基本的な機能を有している。

一般的なロボットには周辺の物体の認識にラインセンサ[3)]が使用されているが，一台10数万円といった高価なものである。本ロボットで使用したセンサは，一台数百円程度であり，複数台配置しても安価なものとなっている。また，一般的に用いられるラインセンサは回転式の駆動部[4)]を有している。そのため，長期間の稼働により駆動部の磨耗による故障といった信頼性の問題があるのに対し，PSDセンサは単純な構造で駆動部を持たないため，長期間の稼働にも十分耐えうるものとなっている。

本研究では，移動ロボットによる自律的な行動による衝突回避行動や障害物回避行動といった制御技術のみならず，実際にロボットを製作し開発することによってロボティクス分野の基礎技術全般を獲得したことから，県内のロボット産業の育成，センサ，アクチュエータ，及びマイコン応用技術などを活用した，総合的な産業に対する支援の整備が期待できる。また，製作した移動ロボットは比較的小型で安価な車体であることと，走行部と制御部を分離させ容易に構成を変更できる構造であることから，ロボティクス分野および制御における講習などの教材としての活用も見出せる。

４　おわりに

本研究で開発，解決した事項を以下に挙げる。

（１）行動による協調を実現するために，自律型移動ロボットを開発し，設計に基づき３台のロボットを製作した。また，実験環境内で同時に走行させ互いに衝突回避することにより行動による協調動作を

確認した。

（２）開発した移動ロボットの周辺環境の認識用センサとして，一般的な移動ロボットに用いられている回転式のラインスキャナではなく，複数のPSDセンサを使用することにより耐久性の向上およびコストの低減を実現した。

謝　辞

この研究にあたり，群ロボットシステム等について，ご指導いただいた宇都宮大学工学研究科准教授の尾崎功一氏に深く感謝いたします。

参考文献

1) 鹿内佳人，島田智，複数自律型ロボットの協調動作による情報収集と活用（第１報），栃木県産業技術センター平成18年度研究報告，pp. 81-84，(2007)

2) 鹿内佳人，島田智，複数自律型ロボットの協調動作による情報収集と活用（第２報），栃木県産業技術センター平成19年度研究報告，pp. 75-79，(2008)

3) 栃木県産業技術センター 平成16，17年度研究報告書

4) 北陽電機 スキャナ式レンジセンサ，http://www.hokuyo-aut.co.jp/02sensor/07scanner/pbs.html

重点研究

多孔質無機化合物の細孔内を反応場とする金属ナノ粒子の作製（第３報）

松本　泰治*　大森　和宏*

Preparation of Metal Nano-particles in the Pore of Porous Inorganic Compounds (3rd Report)

Taiji MATSUMOTO and Kazuhiro OMORI

多孔質無機化合物としてゼオライトＸを用い，コバルトナノ粒子及び酸化コバルトナノ粒子を作製した。陽イオン交換法によりコバルトイオンとアンモニウムイオンをゼオライトＸの細孔内に分散させた。このイオン交換ゼオライトＸを大気中，300℃で加熱し，アンモニウムイオンから脱離するアンモニアを還元剤として，コバルトイオンを還元し，金属コバルトナノ粒子及び酸化コバルトナノ粒子の作製に成功した。電界放射型走査型電子顕微鏡および透過型電子顕微鏡観察により，コバルト粒子及び酸化コバルト粒子はゼオライトＸの細孔内および結晶表面において生成しており，その大きさは 1～10nm であることが分かった。

Key Words: コバルトナノ粒子，ゼオライト，アンモニア還元，イオン交換

１　はじめに

金属のナノサイズ粒子は，単にその表面積が大きいだけでなく，バルク金属には無い，電気的，光学的，触媒等の特性を発現することが知られている。コバルト(Co)ナノ粒子についても，多くの作製方法が試みられている[1~6]。しかしながら，得られたコバルトナノ粒子が凝集し易い，ハンドリングが悪い等の欠点がある。

著者らは，ゼオライトの細孔内を反応場とする，金属ナノ粒子の作製を試み，金属銀ナノ粒子及び金属ニッケルナノの作製に成功し報告している[7,8]。この方法は，還元剤の前駆物質として，ゼオライト中に保持されたアンモニウムイオン(NH_4^+)を用いることに特徴がある。イオン交換によって，ゼオライト中に銀イオンとNH_4^+の両方が存在したゼオライトを調製し，その大気中加熱によってゼオライト細孔内に還元力の極めて強いNH_3を発生させることで1～5nmの金属銀ナノ粒子及び金属ニッケルナノ粒子を作製した。この還元方法は，アンモニア(NH_3)がゼオライト細孔内に均一に生じることから，金属イオンの還元反応が均一に起こり，かつゼオライトのもつ均一でナノサイズの細孔によって，生成する金属粒子の成長が抑制され，均一な金属ナノ粒子が得られる。また，大気中加熱による還元反応であることから，還元雰囲気を必要としない優位性もある。本報では，このアンモニウムイオン加熱分解還元法を用いた，ゼオライト細孔内でのコバルトナノ粒子の調製について報告する。

＊栃木県産業技術センター　材料技術部

２　研究の方法

２．１　試料

ゼオライト種としては，前報と同じゼオライト X〔$Na_{86}(Al_{86}Si_{106}O_{384})\cdot 264H_2O$〕（東ソー㈱：ゼオラム F-9）を用いた。

はじめに，ゼオライト X の交換性陽イオンであるナトリウムイオン(Na^+)の NH_4^+への交換処理を次のように行った。ゼオライト X 100ｇに対して，１M の酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)溶液 1000ml を加え，室温で 24h イオン交換処理を行った。交換処理後の試料はメンブランフィルターを用いて，ろ過，洗浄を行い，溶液を交換し，合計５回イオン交換処理を行った後，風乾し，NH_4^+交換ゼオライト X（以後，NH_4-X）を得た。

次に，得られたNH_4-X にコバルトイオン(Co^{2+})交換処理を行い，Co^{2+}の含有量の異なる試料を調製した。Co^{2+}交換は，NH_4-X 10g に 0.01M,0.03M,0.05M の塩化コバルト($CoCl_2$)溶液を 1000ml 加え，室温で 24h 処理した。交換処理試料は，Cl^-イオンが検出されなくなるまで水洗後，風乾した。３種類の異なる濃度の塩化ニッケル溶液から得られた，Co^{2+}とNH_4^+の両方を含むゼオライト X を，それぞれ 0.01M-Co,NH_4-X，0.03M-Co,NH_4-X，0.05M-Co,NH_4-X と表す。

２．２ 試料の化学分析

試料 0.1g に 1M 硝酸(HNO_3)100ml を加え，室温で 5h 撹拌し，ゼオライト中の陽イオンを溶出させた。この溶液を 4000rpm,30min 遠心分離し，上澄み液を採取し，Na,Co,NH_4を定量した。分析方法は，Co に対しては原子吸光光度法，NH_4に対してはインドフェノール青吸光光度法，Na に対しては炎光光度法

を，それぞれ用いた。

２．３ Co^{2+}の還元

還元加熱温度を決定するために，熱重量示差熱分析(TG-DTA)(㈱マック・サイエンス製，TG-DTA2000S)を行った。測定は，昇温速度10℃/min，空気流通下にて行った。

還元処理は，Co,NH_4-X 試料を磁性るつぼに入れ，電気炉を用いて大気中で加熱した。加熱は，昇温速度10℃/minにて所定温度まで昇温後，所定時間保持し，炉内放冷した。

２．４ 加熱還元試料の評価

試料の結晶構造は粉末 X 線回折法(XRD)(理学電機㈱製，RINT-2550H)により調べた。また，NH_4^+の存在状態を赤外線吸収スペクトル(FT-IR)(日本分光㈱製，FT-IR-5000)により調べた。測定はKBr錠剤法にて行った。

形態観察は，表面を電界放射型走査型電子顕微鏡（FE-SEM)(JEOL 製，JSM-6301F)により，内部を透過型電子顕微鏡(TEM)(JEOL 製，JEM-2100EX)により行った。FE-SEM 観察は，試料に導電性を付与するため，Pt コーティングした。TEM 観察では，試料粒子内部を観察するために，めのう乳鉢で試料を粉砕後，観察した。TEM 観察は加速電圧200kV にて行った。

３　結果及び考察

３．１ Co,NH_4-X の化学組成

Table 1 Chemical analysis of Co and NH_4-exchanged zeolite X.

sample	Co sol. (mol/l)	NH_4 (eq %)	Co (eq %)	Na (eq %)	Co/NH_4 (eq. ratio)
0.01M-Co,NH_4-X	0.01	47.0	49.3	3.8	1.05
0.03M-Co,NH_4-X	0.03	37.6	60.4	2.1	1.61
0.05M-Co,NH_4-X	0.05	33.8	64.1	2.1	1.90

Ni,NH_4-X 中の交換性陽イオンである NH_4，Co，Na の含有量を Table 1 に示す。Co /NH_4 の等量比は 0.01M-Co,NH_4-X では 1.05，0.03M-Co,NH_4-X では 1.61，0.05M-Co,NH_4-X では 1.90 である。塩化コバルト交換溶液の濃度が高くなるにしたがい，コバルト含有量は増大する。しかし，その増大量は濃度の増大比と比較するとわずかである。これは，ゼオライト X における，Co^{2+}とNH_4^+に対する陽イオン交換選択性が NH_4^+に対して大きいためと推察される。

３．２ NH_4^+の分解過程

Fig.1 に Co,NH_4-X の TG-DTA 曲線を示す。70℃付近の重量減少を伴う吸熱ピークは，物理吸着水の脱離に帰属される。また，200℃付近に同様に重量減少を伴う吸熱ピークが，すべての試料において認められた。これは，陽イオンに強く配位した沸石水の脱離によるものと，NH_4^+の分解により生成したNH_3の脱離に起因している。さらに，300℃付近に重量減少を伴う発熱ピークが認められる。これは発熱反応であることとから，NH_3の燃焼によるものである。800℃と950℃付近に，すべての試料に発熱ピークが認められる。これは，ゼオライト構造の破壊と非ゼオライト構造物質の結晶化に帰属できるが，その反応は本研究の目的には関係しないことから，詳細については，ここでは述べない。TG-DTA の結果から，Co^{2+}の還元剤としてのNH_3がNH_4^+の分解によって得られる温度は，160℃～300℃の間であることが明らかとなった。

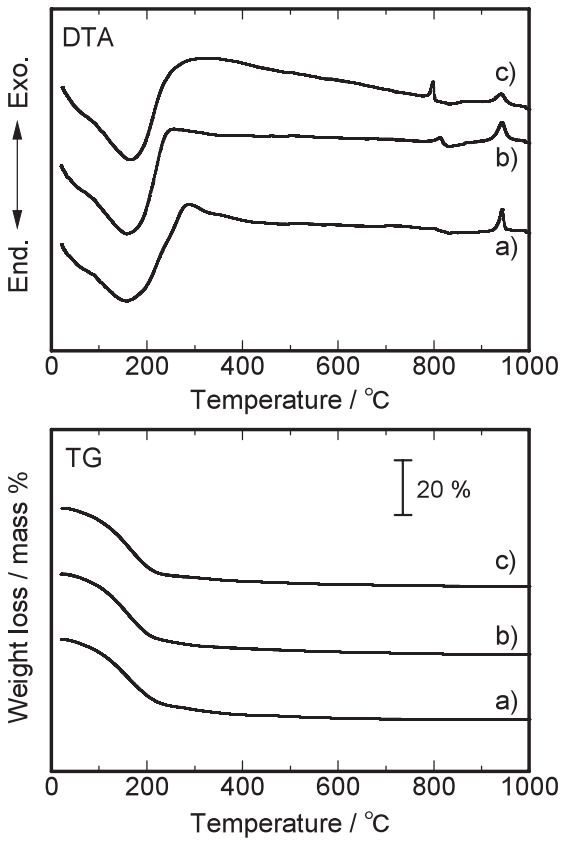


Fig.1 DTA and TG curves of Co and NH_4-exchanged zeolite X.
a)：0.01M-Co, NH_4-X, b): 0.03M-Co, NH_4-X, c): 0.05M-Co, NH_4-X

0.05M-Co,NH_4-X の未加熱試料と 200℃加熱試料の赤外線吸収スペクトルを Fig.2 に示す。未加熱試料には，NH_4^+に起因する吸

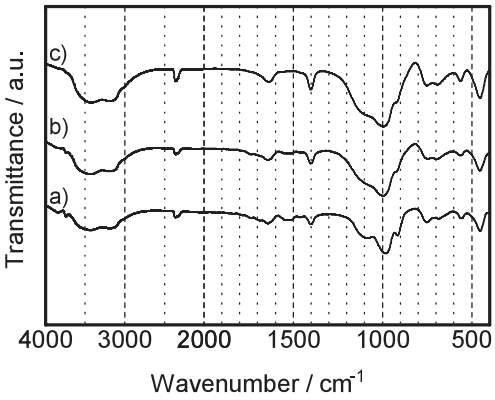


Fig.2 IR spectra of Ni and NH_4-exchanged zeolite X (0.05M-Ni, NH_4-X).
a): as-cation exchanged, b): heated at 200℃ for 1h,
c): heated at 200℃ for 4h

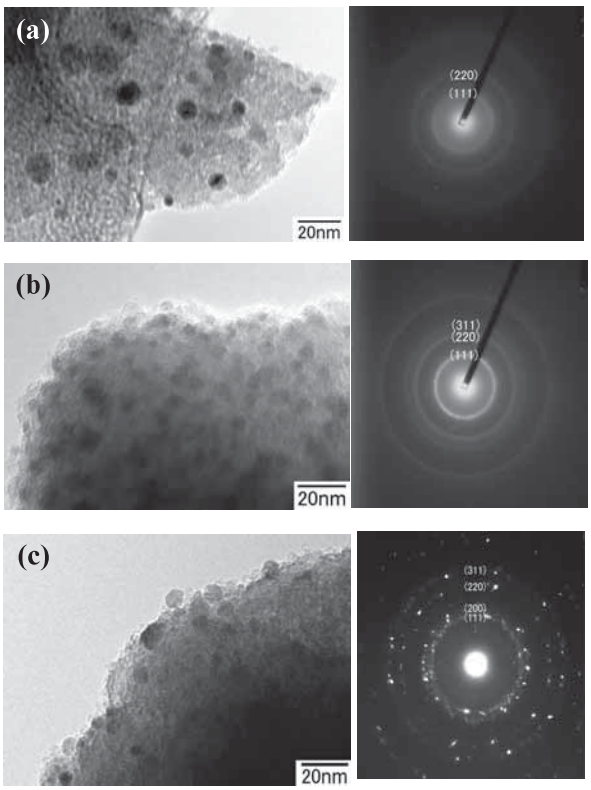


Fig.3 TEM images and SAD patterns Co and NH_4-exchanged zeolite X at 200℃ for 1h.
a): 0.01M-Co, NH_4-X, b): 0.031M-Co, NH_4-X, c): 0.031M-Co, NH_4-X

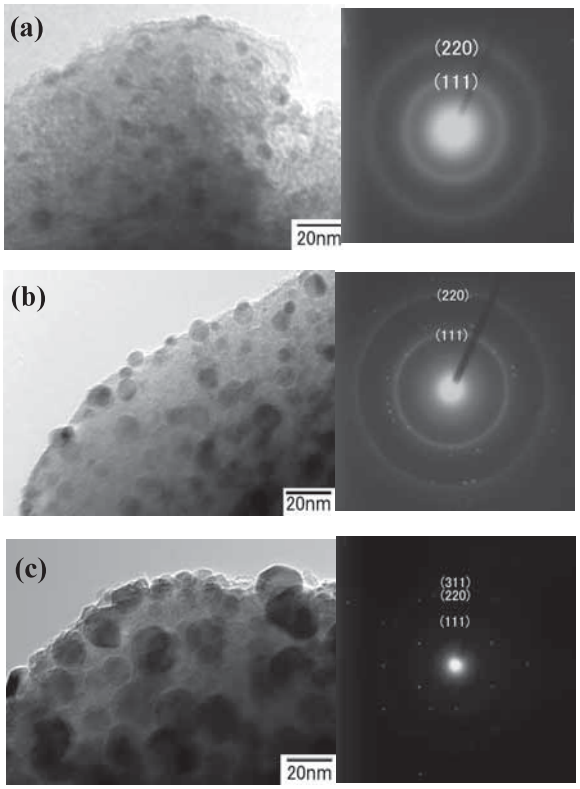


Fig.4 TEM images and SAD patterns Co and NH_4-exchanged zeolite X at 300℃ for 1h.
a): 0.01M-Co, NH_4-X, b): 0.031M-Co, NH_4-X, c): 0.031M-Co, NH_4-X

収として，N-H の伸縮振動が 3200cm^{-1} に，N-H の変角振動が

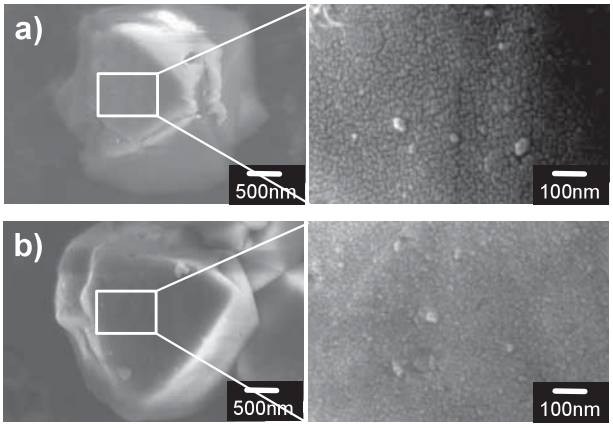


Fig.5 SEM images of Co and NH_4-exchanged zeolite X (0.05M-Ni, NH_4-X).
a): heated at 200℃ for 1h,　b): heated at 300℃ for 1h

1450cm^{-1} に認められる。これらのピークは 200℃の加熱試料においても，吸収強度の減少が認められるものの確認できる。これは，200℃の加熱においては，NH_4^+の一部は分解するが NH_4^+が残存しているためと推察される。これらの結果から，加熱分解還元反応の条件を 300℃以下，4h 以内とした。

３．３ ゼオライトＸ中におけるコバルト粒子の生成状態

Co, NH_4-X を大気中で 200℃, 1h 及び 300℃，1h 加熱した試料の TEM 像及び制限視野回折パターンを Fig.3 及び Fig.4 に，FE-SEM 観察像を Fig.5 示す。示す。200℃，1h 加熱試料において，Fig.3 に示すようにゼオライト粒子内に１～10nm 程度の粒子が観察され，電子線回折の結果から，これらのナノ粒子は立方晶の金属ニッケルであることが分かった。コバルトナノ粒子は，ゼオライト粒子内に均一に分布しており，還元反応が均一に生じたことを示している。これは NH_4^+の分解によってゼオライト細孔内において NH_3 が均一に生じるためと，ゼオライトの細孔壁によってコバルトの結晶成長が制限されたためと考えられる。しかしながら，ゼオライト X のスーパーケージの直径は 1.3nm であるにもかかわらず，生成したニッケルの粒子は最大で 10nm まで成長している。このことは，ニッケル粒子がゼオライトのフレーム構造壁を越えて成長していることを示している。

また，Fig.5 に示すように，0.05M-Co, NH_4-X の 200℃, 1h 加熱試料の粒子の形骸は，ゼオライト X 特有の正八面体を維持しており，その表面に球状粒子が多数観察される。この粒子はコバルトナノ粒子と考えられ，Co の還元反応はゼオライトの細孔内のみではなく，ゼオライト表面においても起こることが分かった。

300℃, 1h 加熱試料の TEM 像 (Fig.4) においても 1～20nm のナノ粒子が観察され，電子線回折の結果から，六方晶の金属コバルトであることが分かった。これは，200℃で生成した準安定な立方晶金属コバルトが，より高温の 300℃で加熱されたことによって安定な六方晶へ変化したと推察される。また，Co 含有量が多いほど生成するコバルトナノ粒子の粒径が大きくなることが

Table 2 Summary on phase and particle size of products obtained from Co and NH_4-exchanged zeolite X.

Specimen	Heating		Phase of particle	Particle size (nm)	
	Temp.(℃)	Time(h)		TEM	SEM
0.05M(Co,NH_4)-X	200	1	cobalt(c)	1～10	18.0±5.4
	200	4	cobalt (c), CoO	1～15	17.1±4.2
	300	1	cobalt(h)	1～20	18.7±4.3
	300	4	cobalt (h), CoO	4～20	18.0±4.3
0.03M(Co,NH_4)-X	200	1	cobalt(c)	1～7	15.2±3.9
	200	4	cobalt(h)	1～9	15.8±2.7
	300	1	cobalt(h)	4～16	12.9±1.6
	300	4	cobalt(h)	6～16	12.8±2.1
0.01M(Co,NH_4)-X	200	1	cobalt(c)	1～5	10.7±1.5
	200	4	cobalt(h)	1～5	9.8±1.6
	300	1	cobalt(h)	2～10	9.7±1.6
	300	4	cobalt(h)	4～12	9.6±1.4

c : cubic　h : hexagonal

分かった。FE-SEM 像（Fig. 5b)）にも，200℃, 1h 加熱試料と同様に，ナノ粒子が観察される。

Table 2 に生成したナノ粒子の結晶相と粒径を示す。コバルト含有量の違いについて見ると加熱温度と時間が同じであれば，コバルト量が多いほど粒径は大きくなる傾向にある。また加熱温度の違いは，200℃ではナノ粒子の生成しない試料や，不安定な立方晶コバルトが生成するがある。一方，300℃の加熱試料は一部酸化しているものの，安定な六方晶のコバルトが生成し易い傾向にある。この結果から，安定な六方晶コバルトを得るためには，加熱温度は 200℃よりも 300℃が適していることが分かった。

4　おわりに

ゼオライト X の細孔内を反応場として，Co^{2+}の NH_4^+加熱分解還元よるコバルトナノ粒子の作製を行った結果，粒径 1 ～20nm のコバルトナノ粒子の作製に成功した。この方法は大気中において Co^{2+}を還元できる新規な還元方法である。

コバルトナノ粒子はゼオライト細孔内及びゼオライト粒子表面において生成した。生成するコバルトナノ粒子のほとんどは，ゼオライト X の直径 1.3nm のスーパーケージより大きく，ゼオライトのフレーム構造を破壊あるいは取り込んで結晶成長していると考えられる。

NH_4^+の分解過程は，TG-DTA 及び加熱試料の IR スペクトルから 200℃付近における NH_3 の生成後，300℃付近で NH_4^+あるいは NH_3 が燃焼することが明らかとなった。このことから，NH_4^+加熱分解還元における，最適加熱温度が 300℃であることが分かった。

発　表

この研究の一部を，第 47 回セラミックス基礎科学討論会（大阪）において発表した。

謝　辞

本研究の遂行にあたり，終始ご指導とご助言をいただいた龍谷大学理工学部 後藤義昭 教授に感謝の意を表します。

参考文献

1) Q. Tang, Y. Wang, P. Wang, Q. Zhang and H. Wan: *Studies Sur. Sci. Catal.*, **147**, 325-330, (2004)

2) J. Haskouri, S. Cabrea, C. Gomez-Garcia, C. Guillem, J. Latorre, A. Beltran, D. Beltran, M. Marcos and P. Amoros: *Chem. Mater.*, **16**, 2805-2813, (2004)

3) Q. Tang, Q. Zhang, P. Wang, Y. Wang and H. Wan: *Chem. Mater.*, **16**, 1967-1976, (2004)

4) S. Ciocilteu, M. Salou, Y. Kiyozumi, S. Niwa, F. Mizukami and M. Haneda: *J. Mater. Chem.*, **13**, 602-607, (2003)

5) C. Petit and M. Pileni: *Appl. Sur. Sci.*, **162-163**, 519-528, (2000)

6) O. Platonova, L. Bronstein, S. Solodovnikov, L. Yanovskaya, E. Obolonkova, P. Valetsky, E. Wenz and M. Antonietti: *Colloid Polym. Sci.*, **275**, 426-431, (1997)

7) 松本泰治，大森和宏，栃木県産業技術センター研究報告，**No.4**, 85-89, (2007)

8) 松本泰治，大森和宏，栃木県産業技術センター研究報告，**No.5**, 80-83, (2008)

重点研究

新規な清酒劣化防止技術の開発（第１報）

岡本　竹己*　　佐々木　隆浩*

Development of New Preserve Technique of Sake (1st Report)

Takemi OKAMOTO　and　Takahiro SASAKI

保存試験により吟醸酒の変化について検討を行った。カプロン酸エチルは火入処理や保存中に減少し易く，これに比べカプロン酸は変化が小さい結果が示された。また，セルレニン耐性により育種したカプロン酸エチル高生産性酵母による吟醸酒は酸化し易いことが示された。

Key Words ： 吟醸酒，保存，劣化，酸化

１　はじめに

清酒業界においては新規な酒米や微生物の育種，全国新酒鑑評会を頂点とした酒造技術研鑽を目的とした鑑評会の開催などにより,吟醸酒を中心に品質向上が著しく，市販酒においても香気の華やかな特徴を有する優れた製品が増加している。しかし一方では従来と異なる過熟，劣化が感じられる製品も散見されている。

本研究では高級酒を中心とした品質低下（劣化，過熟）の要因を探ると共に，これらの劣化が生じにくい新たな清酒製造技術の開発を模索することを目的とする。

２　研究の方法

２．１　市販吟醸酒試料

県酒造組合主催の市販酒研究会（H16 開催）で使用し，－３５℃で凍結保存された栃木県産吟醸酒３３点，比較のために購入した県外産吟醸酒６点に，県内酒造場より随時提供を受けた県内外産の吟醸酒２７点を加えた合計６６点の市販吟醸酒を供した。

２．２　鑑評会出品酒試料

平成 18 酒造年度に栃木県内で製造され，春季（平成１９年３月）開催の県新酒鑑評会，秋季（平成１９年９月）開催の県清酒鑑評会の両方に同一ロットより出品されたことが履歴により確認できた大吟醸酒各１３点を用いた。

２．３　保存試験用試料

精米歩合４０％の山田錦を用い，本県で育種したセルレニン耐性を付与した高香気生産性酵母，K1401 酵母の２種類の酵母により製造した清酒を適宜用いた。製造は県内酒造メーカーにおいて行い，両酒とも鑑評会出品を目標とした製造であり，原料処理，もろみ経過などの製造条件はほぼ同様であった。上槽酒はオリ引きを２度行いＲ瓶（500ml）に満量入れ密栓し３０℃の暗所に保存した。火入は保存試験開始時に６５℃でＲ瓶のまま行った。試料はあらかじめ分析回数分を準備し，各分析毎に使い切りとし常に満量のものを新規に開栓し分析に用いた。

２．４　分析等

エステル，高級アルコール等の香気成分はヘッドスペース，あるいは固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）によるガスクロマトグラフ法により定量した。

一般成分は国税庁所定分析法により分析を行った。

化学発光によるＸ発光の測定は前報[1)]により行った。

３　結果及び考察

市販吟醸酒のカプロン酸エチル含量とカプロン酸含量の関係を図１に示す。本結果よりカプロン酸エチルとカプロン酸には相関関係があることが示された。

平成１８酒造年度に県内で製造され春，秋の両鑑評会に出品された同一ロットの大吟醸酒１３点のカプロン酸エチルとカプロン酸の香気バランス関係を図２に示す。これより春から秋にかけてカプロン酸には大きな変化はないもののカプロン酸エチルはやや減少するという傾向が示された。秋の鑑評会では１３点全てが火入酒であったが，春の新酒鑑評会においては１３点中１０点が生酒での出品であり，火入操作や保存中によるこれらの香気バランスの変化が関係しているものと考えられた。

*　栃木県産業技術センター

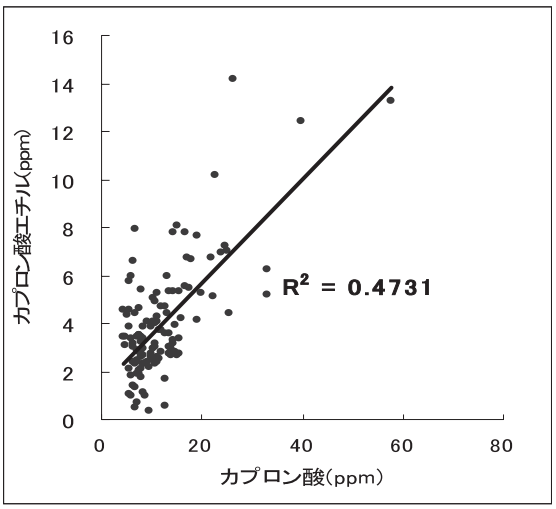


図１　市販吟醸酒のｶﾌﾟﾛﾝ酸ｴﾁﾙとｶﾌﾟﾛﾝ酸

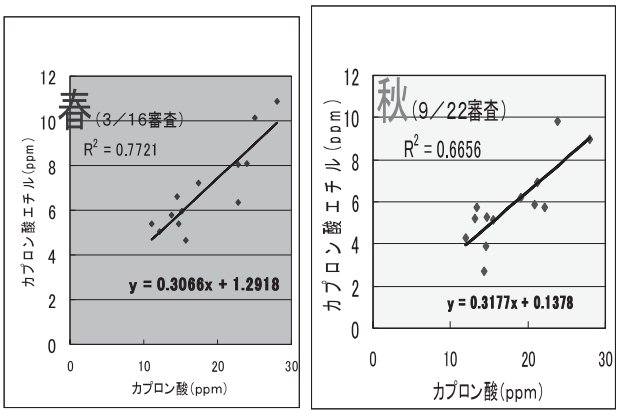


図２　鑑評会出品酒の香気バランス

そこで大吟醸酒を用いた保存試験を実施した。用いた試料の香気成分，一般成分の分析結果を表１に示す。

高香気生産性酵母により製造されたＡ酒は対照のＣ酒よりカプロン酸，カプロン酸エチルなどの脂肪酸，脂肪酸エチルエステルが高い数値であった。またアミノ酸度もやや高い値であった。

表１　供試酒の成分

	ｶﾌﾟﾛﾝ酸	ｶﾌﾟﾛﾝ酸エチル	ｶﾌﾟﾘﾙ酸	ｶﾌﾟﾘﾙ酸エチル	ｶﾌﾟﾘﾝ酸	ｶﾌﾟﾘﾝ酸エチル
Ａ酒	32.8	9.1	3.7	1.4	1.0	0.4
Ｃ酒	2.7	2.4	0.7	0.2	0.4	0.1

単位は ppm

	ｱﾙｺｰﾙ分（%）	日本酒度	酸　度（ml）	ｱﾐﾉ酸度（ml）
Ａ酒	17.80	＋4.0	1.5	1.2
Ｃ酒	17.85	＋4.0	1.6	0.9

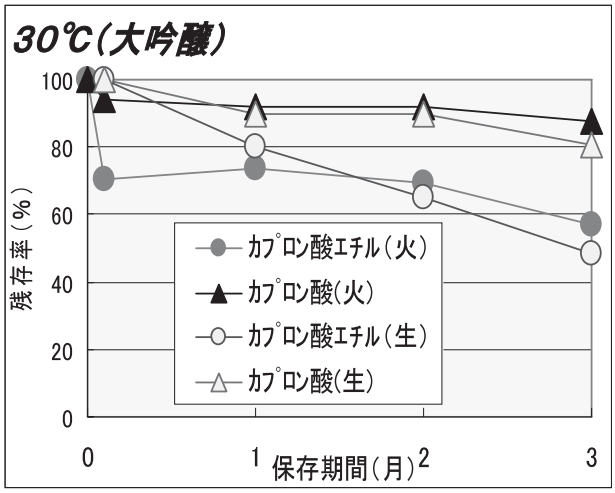


図３　保存中の香気変化

３０℃，３ヶ月間の保存試験におけるＡ酒のカプロン酸，カプロン酸エチルの変化を図３に示す。

これよりカプロン酸に比べカプロン酸エチルは保存中に減少しやすいこと，カプロン酸エチルの減少は生酒が経時的であり，火入酒では火入時に大きくその後の保存中の減少は緩やかであるという結果が示された。この結果は鑑評会出品酒の春から秋にかけての香気変化を説明付けるものであった。このような変化が起こる要因については今後の検討が必要であるが筆者らは空がある状態での放置中のカプロン酸エチルがカプロン酸に比べ減少（飛散）し易い結果を得ており[2)]，同様の変化がメーカーにおける貯蔵中に起きていることが予想される。

３０℃，２ヶ月保存後の酸化物質の増加をＸ発光によりフォトン量として測定した結果を図４に示す。

Ａ酒の生酒，火入酒ともＢ酒より増加量が大きい結果が示され，高香気生産性酵母による清酒は酸化が生じ易いことが示された。

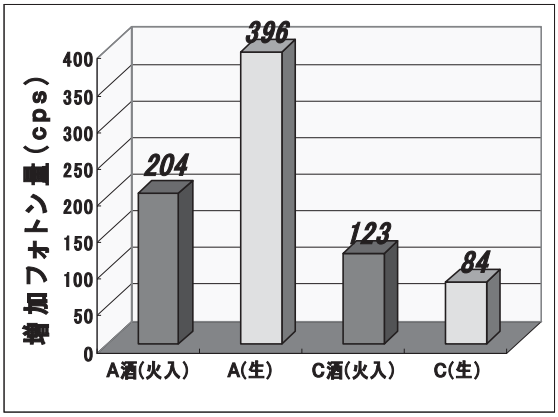


図４　３０℃，２ヶ月保存後のＸ発光の増加量

4　おわりに

カプロン酸エチルは，吟醸香の主要成分として官能評価と相関が高いとされる成分であり，そのほとんどが発酵中に酵母が生成するカプロン酸を基質として生成される。近年多くのカプロン酸エチル高生産酵母が各地で開発され吟醸酒などの高級酒に使用されており，本県においてもセルレニン耐性株より分離したカプロン酸エチル高生産性酵母が吟醸酒を中心に使用されている。

今回の検討の結果，保存中にカプロン酸エチルは減少し易い結果が示された。これに対し，減少が少なかったカプロン酸は脂肪酸の一種であり油臭，汗臭いなどと表現される好ましくない香りの特徴を持つ成分でもあり，一部の市販品において見られる品質低下は香気バランスが崩れることによりこのオフフレーバーが強く感じられることによる可能性が考えられ，これが高香気清酒独特の品質低下に関係があることも予想される。

また，酸化が生じやすい可能性も併せて示され，セルレニン耐性による，高香気生産性酵母により製造された清酒の品質管理の重要性が確認された。

参考文献

1）齋藤ら：栃木県産業技術センター研究報告 No.4, 58-59（2007）

2)　岡本：第 12 回(社)日本醸友会関東信越支部講演会講演集，48(2007)

重点研究

高齢者用食品の改良開発と機能性評価（第２報）
-若年者と高齢者の漬物咀嚼特性解析-

大山　高裕*　阿久津　智美*　伊藤　和子*　渡邊　恒夫*　神山　かおる**

Improvement, Development and Functional Study of the Food for the Elderly (2nd Report)
-Electromyography Study of Mastication of Pickles by Young and Elderly People-

Takahiro OOYAMA, Satomi AKUTSU, Kazuko ITO, Tsuneo WATANABE, Kaoru KOHYAMA

加齢および食品の特徴の差異によって生じる咀嚼過程の違いを調べるために，若年者と高齢者が漬物を通常通り咀嚼したときの咀嚼パターンについて筋電位計測，咀嚼音計測を用いて検討した。4種の漬物（たくあん，らっきょう甘酢漬，しょうが酢漬，なす浅漬）を試料として選択した。咀嚼回数，咀嚼時間では若年者よりも高齢者のほうが有意に大きな値を示した。一方，咀嚼周期，筋電位振幅，筋活動量，咀嚼音では若年者が有意に大きな値を示した。次に，漬物の種類の違いによる咀嚼特性値の違いを比較検討した。その結果，たくあんやらっきょうは，なすやしょうがと比較して筋電位振幅や筋活動量，咀嚼音が有意に大きな値を示すことから，咀嚼に負担のかかる漬物であることが考えられた。また，たくあん摂食時の筋活動量，咀嚼音の経時的な変化を検討したところ，若年者は咀嚼初期から後期にかけて劇的な変化の下で咀嚼が進むが，高齢者では若年者のようには咀嚼が行われていなかった。これらのことから，若年者は摂食の際に食物のテクスチャーに合わせた咀嚼を行っていることが考えられた。

Key Words：咀嚼音，高齢者，筋電位，咀嚼，漬物

1　はじめに

2008年の総務省統計局の「日本の統計」[1]によれば，65歳以上の老年人口は全国でおよそ2660万人であり，社会の高齢化は加速度的に進行している。そのため，新たな社会構造を考慮した様々な取り組みが各種分野で行われているが，食は人間に欠くことができない営みの１つであることから，食品分野の果たすべき役割は非常に大きなものである。一般に高齢者は若年者と比較して，様々な身体能力が低下していることが知られているが，そのような能力の一つに咀嚼能力が挙げられる[2]。咀嚼能力は高齢者の生活の質とも密接に関わる重要な能力である。咀嚼能力が低下すると，咀嚼しにくい食品，あるいは咀嚼できない食品が現れ，食事の種類が大きく制限されたものとなってくる[3]。実際の介護の場においては，咀嚼困難な高齢者に対する様々な工夫をした調理が行われている。しかし，食品本来の特徴という点においては，刻んだり，すり潰したりすることにより，食べる人が期待している食品の特徴が維持されない場合もあり，食の楽しみを必ずしも満足させているとは言えない。また，咀嚼困難な高齢者に限らず，健常な高齢者であっても若年者と比較した場合には，咀嚼しにくい食品があって，食の楽しみが制限されていることも考えられる。摂食困難な食品をもつ高齢者に対しても，望む食品をその本来の特徴を可能な限り維持して提供していくことが，大きな課題である。

そこで重要になるのは，高齢者が食品ごとにどのような咀嚼をするのか，特徴を適切に把握し，食べにくい食品ではどのような現象が確認されるのかを科学的に検証していくことである。食品の咀嚼に大きな影響を与える因子はテクスチャーである。テクスチャーは，食品のおいしさを表現する主要素であり[4, 5]，食品開発において非常に重要な情報のひとつであることから，これまでその測定の方法がいろいろと模索されてきた。しかし，ヒトの口腔内で起こっている複雑な咀嚼現象について直接知見を得ることは難しかった。近年導入された咀嚼筋の筋電位計測は，実際のヒ

*　栃木県産業技術センター　食品技術部
**　独立行政法人　農業・食品産業技術総合研究機構　食品総合研究所

トの出力による評価が可能であることに加え，得られる筋電位波形を利用して数値比較を行うことも可能な評価手法のひとつである[6, 7]。特に，顔表面から測定した咬筋，側頭筋等の閉口筋の筋電位は，咀嚼運動量，咀嚼力と密接な関係があることが知られている[8]。これまでに，神山ら[9-16]や中沢[17]，柳沢[18]，中山・神山[19]，Mioche ら[20,21]，Bourdiol ら[22]の報告など，様々な食品への応用がなされている。一方，食品咀嚼時に発生する特徴的な音は筋電位計測と同様，食感の評価等に利用されている[23-26]。咀嚼音は，咀嚼過程のどの部分に注目するかで得られる情報が異なる[27]。咀嚼前期における咀嚼音は，食品ごとの特徴が大きく反映されるが，後期は食品ごとの特徴が少なくなり，咀嚼音は減少していく[27]ので，試料の咀嚼特性の変化を経時的に追跡できる可能性がある。

阿久津ら[28]によれば，高齢者では若年者よりも漬物の嗜好が高かった。その一方で高齢者は，たくあんを食べにくい漬物の一例として挙げ，その理由には，かたい，噛み切りにくいなどテクスチャーに関するものが多かった。また，柳沢[18]はたくあんやらっきょう甘酢漬などの漬物を咀嚼筋活動量の大きな食品として挙げている。これらの報告でも，たくあんが高齢者で食べにくい漬物となっていることを示唆している。加えて阿久津ら[28]は，4 種の漬物試料（たくあん，らっきょう甘酢漬，しょうが酢漬，なす浅漬）について圧縮破断試験を行い，破断強度，破壊歪みを報告した。それによれば，たくあん，らっきょう甘酢漬は破断強度が大きく，なす浅漬は最も小さかった。また，破壊歪みについては，なす浅漬が最も大きな値を示し，次いでたくあんが大きな値を示した。これらの物性の違いは咀嚼活動にも影響を与えると考えられる。

そこで本研究では，高齢者の嗜好が高い一方で，食べにくいとされる漬物を対象に，若年者と高齢者の咀嚼特性の違いを咀嚼筋筋電位計測，咀嚼音測定により検討した。

2　研究の方法

2．1　測定試料

実験では，咀嚼しにくい漬物の例としてたくあん，らっきょう甘酢漬を選択した。たくあんは，㈱アキモから提供をうけた一般的なテクスチャーをもつ塩押したくあんを用いた。らっきょう甘酢漬は，岩下食品㈱製（製品名：生活良好　熟成甘らっきょう）を用いた。また，阿久津らの報告[28]をもとに，これらとは違う物性値をもつ漬物として，なす浅漬，しょうが酢漬を選択した。なす浅漬は，荒井食品㈱製（製品名：荒井の長なす）を，しょうが酢漬は岩下食品㈱製（製品名：岩下の新生姜）を用いた。（以下，各試料の名称をたくあん，らっきょう，なす，しょうがとする。）それぞれの漬物について，らっきょう 1 個分の重量 5±0.25g を基準とした。表 1 に各試料の形状の詳細について示す。試料形状については，実際に漬物を食べる際に不自然ではない厚さ，形状を予備試験により決定した。

表 1　各漬物の試料形状

試料名	試料形状等
しょうが	3mmの厚さに輪切りにしたものを複数枚取り5±0.25gにする。
たくあん	試料両端から50mmを廃棄、残りの部分を8mmの厚さに輪切りにする。さらにそれを4分の1の扇形状に切り、5±0.25gにする。
なす	ヘタ部50mm、下部30mmを除き、残りの部分を5mm程度の厚さに輪切りにし、重量は5±0.25gにする。
らっきょう	5±0.25gのらっきょうをそのままの状態で試料とする。

2．2　筋電位測定

若年者 11 名（男性 5 名，女性 6 名：平均年齢 30.6 歳），高齢者 11 名（男性 6 名，女性 5 名：平均年齢 61.1 歳）を被験者とし，独立行政法人農業・食品産業技術総合研究機構食品総合研究所において行った。高齢被験者は総義歯使用者が 1 名，部分義歯使用者が 2 名，義歯を使用していないものが 8 名であった。実験計画は，独立行政法人農業・食品産業技術総合研究機構食品総合研究所の人間を対象とする生物医学的研究に関する倫理委員会の承認を得た。試料については，順番効果を考慮し，4 種類の漬物試料をランダムで提示することとした。被験者の左右咬筋，左右側頭筋の計 4 箇所に皮膚表面から電極を貼り付け[12, 16]，通常咀嚼時の咀嚼筋筋電位の測定を行った。反復回数は 2 回とした。筋電位は，生体用アンプ（日本光電製 MEG-6108 に筋電用アンプユニット AB-610J を装着）で 1000 倍に増幅した後，BIOPAC 社製 MP150 システムを介してパソコンに保存した。図 1 には筋電図波形の一例を示す。記録した波形データについて，BIOPAC 社製解析用ソフトウェア AcqKnowledge（V3.7.3）を用いて，咀嚼回数，咀嚼時間，咀嚼周期，筋電位振幅，筋活動時間，筋活動量（筋電位の時間積分値）の各咀嚼特性値を求めた[11, 19]。咀嚼周期，筋電位振幅，筋活動時間，筋活動量の各値については，測定筋ごとに咀嚼開始から終わりま

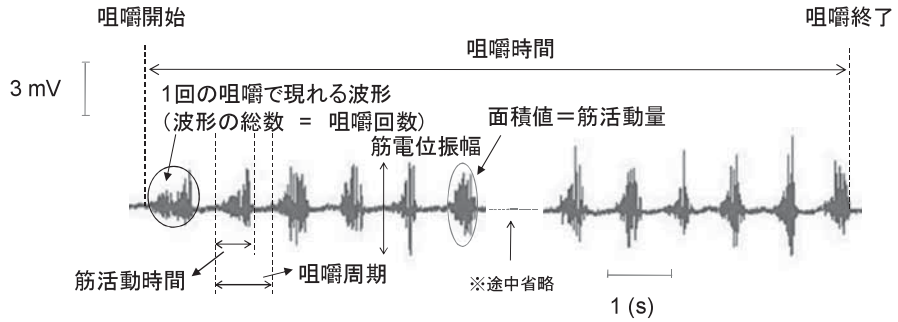


図１　筋電位波形の例と各種咀嚼特性値

での和を求め，それらを咀嚼回数で除して咀嚼１回あたりの値を算出し，この値をさらに４筋の平均値としたものを用いた。

咀嚼音測定では，接触面を伝わる音を集音するコンタクトマイク（小野測器製 JM-0116）を眼窩下部に装着した。アンプ(小野測器製 SR-2200)を用いて電圧に変換しBIOPAC社製MP150システムにより筋電位と同時にパソコンに記録した。得られた測定結果について，咀嚼初めから最後までの咀嚼音の値を積算し，その値を咀嚼回数で除して咀嚼１回あたりの値を求めた。

また，高齢者で食べにくい漬物とされるたくあんについて，咀嚼の進行に伴う筋活動量，咀嚼音の変化を追跡するために，咀嚼過程の初期（2～6回），中期，後期（嚥下直前の５回）[16]の積算値を５で除して咀嚼１回あたりの値を求めた。それらを初期，中期，後期の筋活動量と咀嚼音の値とした。

２．３　統計処理方法

統計解析には，SAS Institute JAPAN 社製 JMP6.0J を用いた。全ての計算で，有意水準は5%とした。

まず，若年者と高齢者の咀嚼特性の違い，漬物の違いによる咀嚼特性の違いを調べるため，分散分析の要因は，世代，個人，試料とし，個人と世代との間に枝分かれ効果[29]を考慮した。分散分析の結果，有意な差が認められた要因については，要因ごとに検定を行った。世代で有意な差が認められた場合には，若年者と高齢者の間でｔ検定を，試料で有意な差が認められた場合には，Tukey の HSD 検定を用いた。

また，若年者と高齢者のたくあん摂食過程における筋活動量，咀嚼音の経時的な変化を調べるために，分散分析の要因として，世代，個人，区間とし，個人と世代に枝分かれ効果を考慮した。また，世代と区間の間に交互作用を考慮した。区間において有意差が認められた場合，Tukey の HSD 検定を行った。

３　結果

表２　若年者と高齢者の各種咀嚼特性値の比較

	若年者		高齢者	
咀嚼回数	37.0±19.3		53.9±47.6	＊
咀嚼時間(s)	25.2±12.6		34.5±27.4	＊
咀嚼周期(s)	0.624±0.067	＊	0.576±0.070	
筋電位振幅(mV)	1.070±0.554	＊	0.921±0.357	
筋活動量(mV･s)	0.0297±0.0135	＊	0.0285±0.0086	
咀嚼音(V･s)	0.0264±0.0107	＊	0.0202±0.0205	

各値は平均値±標準偏差で表す。
数字の横の*は同一行における他の値よりも有意に高いことを示す。($p<0.05$)

若年者と高齢者の咀嚼特性の違い，漬物の違いによる咀嚼特性の違いについて分散分析で検討を行なったところ，筋活動時間を除くすべての特性値で，世代，個人，試料で有意な差がみられた。世代と試料の間については，いずれの特性値も交互作用はみられなかった。筋活動時間については，世代で有意な差が見られなかった。

表２には，筋活動時間以外の特性値を世代別にｔ検定した結果を示す。若年者と比較して高齢者では咀嚼回数は有意に増加し，咀嚼時間は有意に長くなった。一方，咀嚼周期，筋電位振幅，筋活動量，咀嚼音については，若年者の方が有意に大きな値を示した。

表３に，漬物試料ごとの咀嚼特性値を示す。咀嚼回数，咀嚼時間については，たくあんがその他の試料に対して有意に大きな値を示した。咀嚼周期については，なすがたくあんに対して，有意に大きな値を示した。筋電位振幅，筋活動量については，たくあんとらっきょうがなす，しょうがに対して有意に大きな値を示した。筋活動時間については，たくあんがなすとしょうがより有意に大きいことが認められた。咀嚼音については，たくあんがしょうがとなすより，また，らっきょうがなすより有意に大きいことがみられた。

次に，咀嚼に負担がかかる食品を摂食した際に若年者，高齢者の咀嚼の特徴が経時的にどのように現れるかを，たくあんの摂食過程に注目して検討を行った。分散分析を行ったところ，筋活動量では，個人，区間，

表３　漬物試料ごとの咀嚼特性値

	しょうが	たくあん	なす	らっきょう
咀嚼回数	38.7±23.3[b]	64.0±60.0[a]	36.0±22.5[b]	43.2±23.3[b]
咀嚼時間(s)	25.6±13.0[b]	40.2±34.7[a]	24.7±14.8[b]	28.7±14.2[b]
咀嚼周期(s)	0.598±0.076[ab]	0.585±0.067[b]	0.613±0.070[a]	0.603±0.076[ab]
筋電位振幅(mV)	0.955±0.470[b]	1.057±0.053[a]	0.938±0.423[b]	1.033±0.475[a]
筋活動時間(s)	0.302±0.048[b]	0.324±0.062[a]	0.300±0.049[b]	0.315±0.052[ab]
筋活動量(mV･s)	0.0277±0.0111[b]	0.0309±0.0124[a]	0.0275±0.0107[b]	0.0303±0.0110[a]
咀嚼音(V･s)	0.0221±0.0156[bc]	0.0267±0.0183[a]	0.0196±0.0141[c]	0.0250±0.0180[ab]

各値は平均値±標準偏差で表す。
値の横のアルファベットは，同一行において異なる文字間で有意に異なることを示す。($p<0.05$)

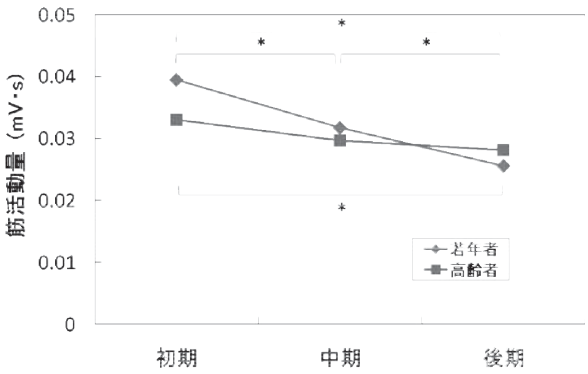


図２　たくあん咀嚼時の世代ごとの筋活動量平均値の変化

水平な線で結んだ区間は有意に差がある(*：$p<0.05$)。

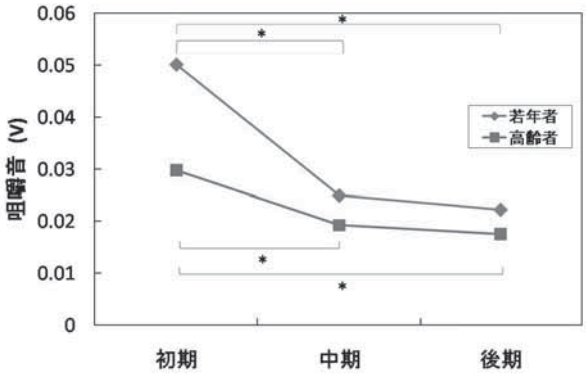


図３　たくあん咀嚼時の世代ごとの咀嚼音平均値の変化

水平な線で結んだ区間は有意に差がある(*：$p<0.05$)。

世代と区間の交互作用において有意な差がみられた。また，咀嚼音では今回設定したすべての要因で有意な差がみられた。２つの咀嚼特性値でともに交互作用が有意であったため，それぞれ世代別で区間に注目し検討を行った。若年者では，咀嚼初期，中期，後期のすべての区間の筋活動量の値で有意な差がみられた。また，咀嚼音については，咀嚼初期の値が中期，後期の値に対して有意に大きな値を示した。それに対して高齢者では，筋活動量では咀嚼初期と後期の値に有意な差がみられるのみであった。咀嚼音については，若年者と類似した傾向がみられ,咀嚼初期の値と咀嚼中期，後期の値との間に有意な差がみられた。筋活動量，咀嚼音の平均値の変化について図２，３に示す。

４　考察

表２に示した各特性値の世代別比較結果より，若年者と比較して高齢者は咀嚼回数,咀嚼時間の値が多く，筋電位振幅，筋活動量の値が小さかった。これは，神山ら[13, 14]やMiocheらの報告[20, 21]でも指摘されていることであり，高齢者は筋力が弱いことを咀嚼の回数や時間を増やすことで対応していると考えられる。本実験における高齢被験者は，高齢者で食べにくい食品の代表例であるたくあんを摂食することが可能であったことから，咀嚼にはそれほど不自由を感じていない被験者層であると考えられた。そのような被験者であっても若年者の咀嚼特性値とは違いが見られたことで，健常な高齢者であっても咀嚼には変化が現れていると考えられる。

表３の各特性値からは，漬物の咀嚼特性による分類ができる。試料形状に違いがみられるため，今回用いた試料の物性値とは違いがあるはずであるが，阿久津ら[28]が報告した漬物試料の破断強度の序列は今回測定した咀嚼回数，咀嚼時間，筋電位振幅，筋活動時間，筋活動量，咀嚼音の序列と同様であった。咀嚼の特徴としては，なすはたくあんと比較して周期の長い咀嚼が行われていることがわかった。また，たくあんは，なすやしょうがよりも,筋活動時間を要することから，長い時間噛みしめて摂食される漬物であることがわかった。たくあんやらっきょうは，なすやしょうがと比べて咀嚼回数，咀嚼時間，筋電位振幅や筋活動量が大きな値を示す漬物であったことから，咀嚼負担の大きい漬物であると考えられる。特にたくあんは，筋活動

時間が長く，らっきょうと比較しても咀嚼回数，時間を必要とする漬物であるため，その負担はさらに大きい。阿久津ら[28]の報告によれば，漬物の圧縮破断試験において，たくあんとらっきょうの破断強度は近い値を示したが，破壊歪みはたくあんの方が大きかった。これより，破断までに要する仕事量は，たくあんの方がらっきょうより大きいと考えられる。これは，本実験の咀嚼筋筋電位測定の傾向と一致した。

今回の個人差に関する検討結果から，個人間の咀嚼特性の差は若年者，高齢者問わずに生じていた。各特性値におけるデータの標準偏差をみると，咀嚼回数や咀嚼時間，咀嚼周期，咀嚼音では，若年者よりも高齢者で標準偏差が大きかった。筋電位振幅，筋活動量，筋活動時間については，若年者で標準偏差が大きかった。たくあんが咀嚼能力の低下した高齢者で食べにくいとされる食品の代表例であるのは，もともと咀嚼しにくい特徴であることに加えて，これら個人差の現れ方の違いが関与することが想像される。つまり，若年者では個人的な咀嚼能力の差が摂食に影響を与えない部分で広く分布しているのに対し，高齢者では咀嚼能力の分布は狭いが，摂食に影響を与える限界に近い範囲に分布しているのではないか。

阿久津ら[28]は高齢者の漬物官能評価の結果として，若年者よりも高齢者のほうがなすをかたいと評価したことを報告した。今回の咀嚼筋筋電位計測で用いた試料形状は，阿久津ら[28]の用いたものとは異なるが，咀嚼筋筋電位計測の結果から，なすは他の漬物と比較して咀嚼周期が有意に長かったことのほかは，いずれの咀嚼特性値も小さな値となった。つまり，咀嚼の負担は今回用いた漬物試料の中でより小さなものであることが考えられた。このような中で，阿久津ら[28]の述べる高齢者の評価があったことも，個人の咀嚼能力が影響している可能性がある。総義歯の高齢被験者は，他の高齢被験者と比較して，明らかに咀嚼回数，時間が多かった。歯牙状態が，咀嚼能力の個人差に大きな影響を与えている可能性があるが，本実験では被験者を歯牙状態で分類するためには人数が不足している。それらの検証を行っていくことは今後の課題である。

たくあん咀嚼時の筋活動量，咀嚼音の経時的な変化の検討結果からは，若年者と高齢者の咀嚼状態の違いをみることができる。若年者では，咀嚼初期から後期にかけて筋活動量の減少が大きいが，高齢者では若年者ほどの変化は起こらなかった。つまり，若年者は咀嚼初期の食品の特徴の残る段階では強い力を用いた咀嚼を，咀嚼が進行してその特徴が失われてくると次第に弱い咀嚼を行い，食物テクスチャーの状態に合わせた咀嚼活動を行うことが示唆された。その一方で，高齢者では咀嚼初期から嚥下まで強弱の変化が少ない咀嚼活動を行っており，若年者ほど食物のテクスチャー変化に対応した咀嚼活動を行っていないと考えられる。Kohyama・Mioche[15]は，異なるテクスチャーをもつ5つの食品を摂食した際の若年者と高齢者の咀嚼特性を，経時的に6つの咀嚼ステージに分けてその特徴を検討している。それによれば，若年者は各ステージで最大筋電位が変化するのに対し，高齢者ではそのような変化がみられなかった。これは，今回観察された若年者と高齢者の咀嚼の特徴の違いにも共通するものと考えられる。Mioche ら[20]は，異なるテクスチャーをもつ肉を摂食した際，高齢者では初期咀嚼において若年者ほど食物の特徴に合わせた咀嚼を行っていないことを報告している。

咀嚼音の経時的変化に関しては，若年者よりも高齢者のほうが有意に小さな値を示した。これらは口腔内の食物の状態変化が両者で異なることを表しているものと考えられる。Krishan[30]は，天然歯の被験者は，義歯を装着した被験者よりも発生する咀嚼音が大きいことや，義歯使用者よりも咀嚼の進行に伴う咀嚼音の変化が大きいことを報告している。今回の結果から，若年者，高齢者という分類で考えた場合にも類似した傾向をみることができ，筋活動量の経時的な変化にも近い変化を示すことから，両者の咀嚼活動の違いを表していると考えられた。

Bourdiol ら[22]は，高齢者がテクスチャーの異なる肉を咀嚼した際，若年者よりも咀嚼時間が長くなるにもかかわらず，食塊に含まれる唾液量は変わらないことを報告している。また，咀嚼が高齢者の健康状態にまで影響を与えるという報告もある[31]。一つの能力の低下が別の能力の変化を連鎖的に引き起こすことが考えられる中で，対象者の咀嚼活動を適切に把握することは，高齢者を対象とした製品の開発において，その入り口の部分ともいえる重要な過程であると考察された。

5　おわりに

若年者と高齢者の漬物咀嚼の違いについて，咀嚼筋筋電位計測により検討を行った。その結果，若年者と高齢者では咀嚼回数，咀嚼時間，咀嚼周期，筋電位振幅，筋活動量，咀嚼音で違いが認められ，両者の咀嚼に違いがみられることが示唆された。また，各漬物試料の咀嚼特性値を比較し，漬物の咀嚼特性の違いを確認した。中でもたくあんは特に咀嚼負担のかかる漬物であることがわかった。筋活動量の経時的な変化に関する検討結果からは，若年者では初期から後期にかけ

て咀嚼の変化が起きていたが，高齢者では若年者ほどの筋活動量の急激な変化はみられず，若年者と高齢者で咀嚼過程に違いがあることが示唆された。また，咀嚼音の経時変化は筋活動量の変化と近い変化を示し，若年者と高齢者の咀嚼活動の違いを表していると考えられた。

謝　　辞

研究を進めるにあたり，漬物試料を無償で提供していただいた各社に深謝する。

参考文献

1) 総務省統計研修所編：″日本の統計 2008″，総務省統計局，8-31，(2008)
2) 西成勝好，大越ひろ，神山かおる，山本　隆編：″食感創造ハンドブック″，サイエンスフォーラム，111-118，(2005)
3) 西成勝好，大越ひろ，神山かおる，山本　隆編：″食感創造ハンドブック″，サイエンスフォーラム，119-123，(2005)
4) 西成勝好，大越ひろ，神山かおる，山本　隆編：″食感創造ハンドブック″，サイエンスフォーラム，25-30，(2005)
5) 川端晶子編：″食品とテクスチャー″光琳，87-184，(2003)
6) 神山かおる：食品工業，44（20），18-24（2001）
7) 神山かおる：日本食品科学工学会誌，47，341-346，(2000)
8) 西成勝好，大越ひろ，神山かおる，山本　隆編：″食感創造ハンドブック″，サイエンスフォーラム，251-258，(2005)
9) 神山かおる，早川文代：日本咀嚼学会雑誌，17，35-44，(2007)
10) 神山かおる：ジャパンフードサイエンス，42，69-74，(2003)
11) 神山かおる，中山裕子，佐々木朋子，福島富士子：日本咀嚼学会雑誌，12，75-81，(2003)
12) 神山かおる，畠山英子，小林知子，関　哲哉，滝口俊男，鈴木建夫：日本咀嚼学会雑誌，10，41-49，(2000)
13) Kohyama, K., Mioche, L. and Martin, J.F.：*J. Texture Stud.*, 33, 269-283, (2002)
14) Kohyama, K., Mioche, L. and Bourdiol P.：*Gerodontology*, 20, 15-23, (2003)
15) Kohyama, K. and Mioche, L.：*J. Texture Stud.*, 35, 395-414, (2004)
16) Kohyama, K., Kobayashi S., Hatakeyama E., Suzuki T.：*J. Texture Stud.*, 31, 577-590, (2000)
17) 中沢文子：*New Food Industry*, 41, 40-46, (1999)
18) 柳沢幸江：*New Food Industry*, 33(7), 67-81, (1991)
19) 中山裕子，神山かおる：日本咀嚼学会雑誌，14，43-49，(2004)
20) Mioche, L., Bourdiol, P., Monier, S., Martin, J.F., and Cornier, D.：*Physiol. Behav.*, 82, 621-627, (2004)
21) Mioche, L.：*J. Texture Stud.*, 35, 145-158, (2004)
22) Bourdiol, P., Mioche, L., Monier, S.：*Journal of Oral Rehabilitation*, 31, 445-452, (2004)
23) 相良孝昭，佐伯　剛，山口　誠：日本食品工業学会誌，16，350-354，(1969)
24) 豊島　尊，土屋欣也，佐藤文明，橘　秀樹：日本食品科学工学会誌，51，388-394，(2004)
25) Lee, W.E.Ⅲ, Schweitzer, M.A., Morgan, G.M., Shepherd, D.C.：*J. Texture Stud.*, 21, 165-178, (1990)
26) Vickers, Z.M., Christensen, C.M.：*J. Texture Stud.*, 11, 291-307, (1980)
27) 西成勝好，大越ひろ，神山かおる，山本　隆編：″食感創造ハンドブック″，サイエンスフォーラム，231-243，(2005)
28) 阿久津智美，大山高裕，伊藤和子，渡邊恒夫：栃木県産業技術センター研究報告，3，94-99，(2006)
29) SAS Institute Inc.：″JMP 統計およびグラフ機能ガイド バージョン 6″，SAS Institute Inc.，885-913，(2005)
30) Krishan K. K.：*J. Texture Stud.*, 28, 50-61, (1971)
31) 寺岡加代，岡田昭五郎，永井晴美，柴田　博，竹内孝仁：口腔衛生学会雑誌，42，2-6，(1992)

本報告内容は，日本食品科学工学会誌 第 56 巻 第 1 号 14-19 頁に掲載された「筋電位計測による若年者と高齢者の漬物咀嚼特性解析」を（社）日本食品科学工学会の許可を得て再掲載したものである。

Ⅳ　経常研究

経常研究

微細電極による曲面加工技術（第１報）

柏 崎 親 彦 *

Curved surface processing technology with minute electrode　(1st Report)

Chikahiko KASHIWAZAKI

近年，機械や電子・電気産業を中心に自動車部品，電子部品等の高機能化・高精度化が進み，微細穴や微細形状部品の加工技術の要求が増大している。また，放電加工機の放電発生に使用される電源装置の技術開発により，放電パルス幅がマイクロ秒以下で制御できるようになり，放電加工機による微細加工が可能となっている。本研究では，総型電極の代わりに小径のパイプ電極を使用し，そのパイプ電極と工作物間にマイクロ放電を発生させ，微細な曲面加工に必要な加工方法等の検討を行ったので，この結果を報告する。

Key words : 放電加工，微細加工，穴加工

１　はじめに

近年，機械や電子・電気産業を中心に自動車部品，電子部品等の高機能化・高精度化が進み，微細穴や微細形状部品の加工技術の要求が増大している。また，放電加工機の放電発生に使用される電源装置の技術開発により，放電パルス幅がマイクロ秒以下で制御できるようになり，放電加工機による微細加工が可能となっている。

放電加工は，電極と工作物間の放電現象を利用して素材の除去加工を行うことから，切削加工では難しい工具鋼や超鋼合金等の高硬度材の加工に使用され，金型の加工には必要不可欠な加工方法である。

従来から行われている型彫放電加工は，最終製品形状を反転した形状の総型電極をマシニングセンタ等で加工し，その形状を工作物に転写する加工方法として利用されている。

本研究では，総型電極の代わりに小径のパイプ電極を使用し，そのパイプ電極と工作物間にマイクロ放電を発生させ，微細な曲面加工に必要な加工方法等の検討を行う。

２　研究の方法

２．１　放電加工機

この研究で使用する放電加工機は，金型加工用の型彫放電加工機（ｿﾃﾞｨｯｸ社：AQ55L）である。図１に概要を示している。この加工機の特徴は，Ｘ，Ｙ，Ｚの各軸にリニアモータを装備し，高速ジャンプ・高精度位置決めが可能である。仕様を表１に示している。

図１　型彫放電加工機概要

表１　型彫放電加工機仕様

テーブル寸法	750×550㎜
各軸ストローク	550×400×350㎜
最大加工物重量	1000kg
最大懸垂重量	50kg
総電気容量	8kV-A

＊ 栃木県産業技術センター　機械電子技術部

２．２　細穴加工機

この型彫放電加工機には，付属装置である細穴加工機（ｿﾃﾞｨｯｸ社：SHAD2000L）を主軸に取付け，微小径のパイプ電極を用いた微細加工をすることが可能である。図２に概要を示している。パイプ電極を旋回させる専用モーターと加工液を高圧でパイプ電極に供給し，噴流を発生させるポンプユニットを装備し，この旋回・噴流に加えて，振れ防止のため，パイプ電極の中間部を支持するガイドにより，パイプ電極の位置決めを安定させ，高精度の細穴微細加工が可能である。仕様を表２に示している。

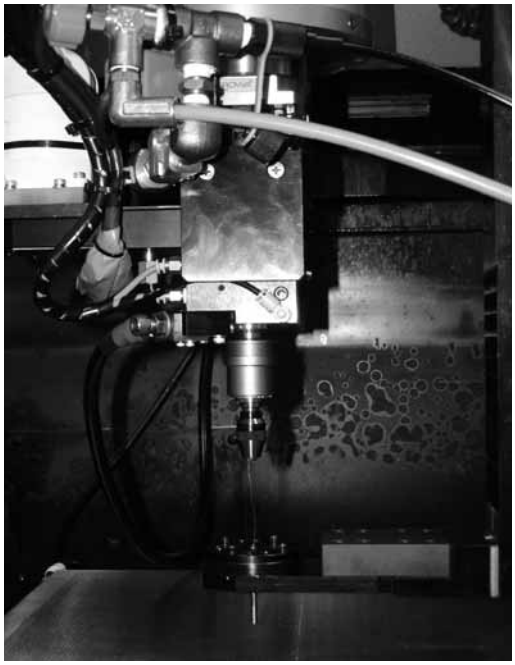


図２　細穴加工機概要

表２　細穴加工機仕様

高圧ポンプ最大油圧	8MPa
電極径	0.1～2.3㎜
回転数	100～3000rpm

３　結果及び考察

３．１　φ0.2㎜パイプ電極による加工試験

□1.0㎜，深さ0.2㎜の矩形形状を加工するパスを作成した。作成した加工パスを図３に示している。このパスにより，φ0.2㎜の単穴銅パイプ電極を用いて，加工を行った。

３．１．１　パイプ電極

ドリルチャックに取り付けた単穴パイプ電極の外観を図４に，電極の詳細を表３に示している。

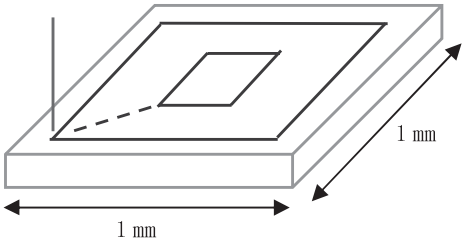


図３　加工パス

図４　パイプ電極外観

表３　電極詳細

外径	0.20㎜
内径	0.10㎜
長さ	200㎜
パイプ形状	単丸穴
材質	Cu

３．１．２　加工結果

図５に示している加工条件で加工した。その時の加工状況を図６に示している。パイプ電極の先端部の消耗により，加工が途中で終了した。

- 電極回転数：1200rpm
- 液圧：3MPa
- 電極ガイド：内径φ0.205㎜エクステンションガイド
- 電極の極性：－（マイナス）
- 1パルスのON時間：2μsec
- 1パルスのOFF時間：12μsec
- 放電電流ピーク値：14.0A
- サーボ基準電圧：50V
- 主電源電圧：120V
- SVC電源電圧：120V
- コンデンサ容量：0.022μF

図５　加工条件

図６　加工状況

図８　電極長補正プログラム

３．２　電極長補正機能

電極が消耗し，加工途中で終了したために電極補正機能について，検討した。そのイメージを図７に示している。指定距離の加工後に，基準面を使用して消耗量を測定し，その消耗量分のみ電極長を補正する。作成したＮＣプログラムの処理イメージを図８に示している。

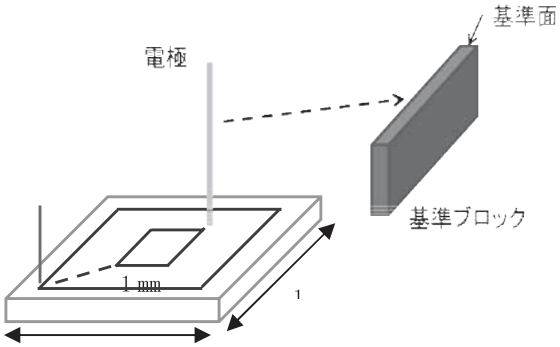


図７　電極長補正

４　おわりに

φ0.2㎜の単穴パイプ電極を用いて，ステンレス（SUS304）に□1.0㎜，深さ0.2㎜の矩形形状の曲面加工を行い，以下の点が明らかとなった。

(1)　曲面加工には，電極消耗分を補正する必要性があることがわかった。

(2)　基準面を利用して電極を補正できることがわかった。

参考文献

1）柏崎親彦：放電加工を利用した微細加工技術　栃木県産業技術センター（2007）

KEIRIN
この事業は，競輪の補助金を受けて実施したものです。

経常研究

難削材切削技術の高度化（第２報）

赤羽　輝夫*　　大橋　利仙*

Advancement of Milling-Technology for Hard-to-Cut Materials (2nd Report)

Teruo AKABA and Toshinori OHASHI

ステンレス鋼のSUS630は，優れた機械的性質や耐食性等を有する高付加価値の金属材料である。一方，その切削加工においては難削性が高いために高度な加工技術を必要とする。第1報ではSUS630を被削材として高速切削における切削抵抗試験及び測定・分析を行い，切削特性を明らかにするとともに切削条件の最適化を行い，さらにボーダーライン切込法[1]を考案した。第2報では，熱電対を用いて切削点温度を直接測定し，切削条件が切削熱，切削抵抗，及び工具摩耗に及ぼす影響について検討した。

Key Words ： 難削，SUS630，切削抵抗，ボーダーライン切込法，切削熱

１　はじめに

ステンレス鋼は機械的性質，耐熱，耐食性に優れ，美しい材料でもあり，生活用品や機械設備の部品等として極めて広範囲に利用されている。日本規格協会では，オーステナイト系，フェライト系，マルテンサイト系，析出硬化系など多種規格化している[2]。

中でも析出硬化系のSUS630は，磁性を有し，析出硬化熱処理を加えることで硬度と靭性をコントロールできるなど付加価値が高い。優れた特徴を有する一方，切削加工においては熱伝導率が低い特性等により難削性が高い[3]。SUS630の用途は，腐食環境下でのベアリング，タービン部品，建築構造用高力ボルト，医療器，軍用品等である。SUS630の切削に関する文献は少なく，加工条件は十分に明らかにされていない。

近年，機械加工関連企業においては，加工の高効率化，高付加価値製品への対応に迫られている。このため，難削材切削技術の高度化が望まれている。

県内にはSUS630製品を生産し，加工技術の高度化を目指している企業がある。我々もこれまでに，「難削材の高能率切削」等の研究により，高速スピンドルを使用してモネル及びチタン合金の高速切削加工について検討してきた。

本研究では，難削材切削技術の高度化をはかるため，SUS630を対象とし，高速切削加工における切削条件の最適化を目指した。昨年度の切削抵抗と工具摩耗に，本年度は切削熱を加えて総合的な検討を行った。

＊　栃木県産業技術センター　機械電子技術部

２　研究の方法

２．１　試験設備

工作機械は5軸制御横型マシニングセンタ（㈱牧野フライス製作所MC56-5XA）を使用し，高速切削を補助するために高速スピンドル（㈱ナカニシHES500）を使用した。図1に切削試験の写真を示す。

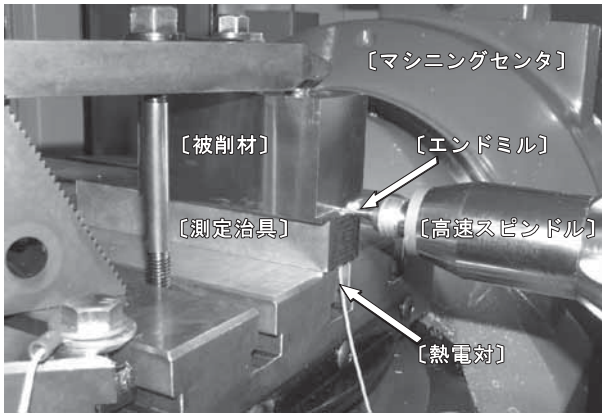


図１　切削風景（試験Ｃ）

２．２　被削材及び試験治具

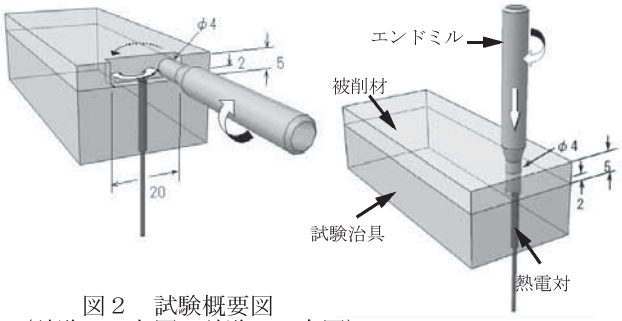


図２　試験概要図
（試験Ａ：左図、試験Ｂ：右図）

本研究では，析出硬化熱処理を施したSUS630H900を被削材及び試験治具とした。フライス加工及び研削加工により試験A，Bの被削材を150×30×5mm，試験Cの被削材を100×50×50mm，試験治具を150×30×23mmに調製した。これらを図2のように重ね合わせ，被削材のみを切削し，試験の都度に被削材の交換を含めたセッティングを行った。

試験治具への熱電対の取付方法は，図3のようにφ2mmの貫通穴に，表面に絶縁被覆を付与した熱電対を挿入し，先端と試験治具上面を一致させ，熱可塑性樹脂で固定し，試験治具上面を平滑にし，さらに絶縁皮膜を付与した。

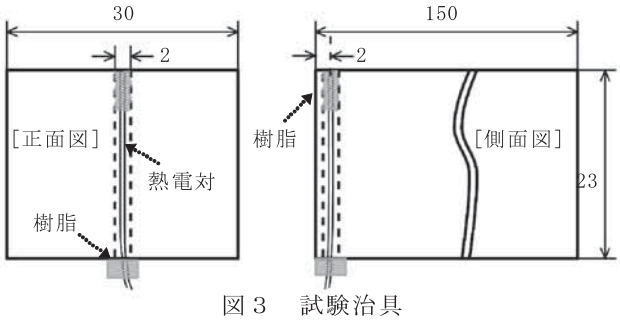


図３　試験治具

２．３　切削試験

表１　切削条件

試験	工具	切込Ad mm	切削速度 m/min	回転数 min^{-1}	送り速度 mm/min	1刃送り mm/t	切削液
A-1	Ⅰ	3.0	35	2800	450	0.04	水溶性
A-2							ドライ
A-3			100	4000	975	0.06	水溶性
B-1	Ⅱ	－	－	2800	30	－	水溶性
B-2							ドライ
C	Ⅲ	2.75	122	19500	2280	0.029	水溶性

試験A～Cの切削試験に用いた切削条件を表1に示す。全ての試験に共通して，切込Rdを0.1mm，切削方向を下向削りとした。なお試験Cについては，高速スピンドルを使用することで高速切削とした。

試験AはN社製スクエアエンドミルⅠ（φ4mm，超硬ソリッド，TiAlNコーティング，4枚刃，ねじれ角45°）による側面切削とし，切削条件と切削熱の発生及び切削抵抗との関係把握を目的とした。試験A-1を標準的な切削条件，試験A-2をドライ切削条件，試験A-3を高速切削条件とした。

試験BはN社製のスクエアエンドミルⅡ（φ4mm，超硬ソリッド，TiAlNコーティング，3枚刃，ねじれ角45°）による突込切削とし，切削条件と切削熱の発生及び切削抵抗との関係把握を目的とした。

試験Cは，M社製のスクエアエンドミルⅢ（φ2mm，超硬ソリッド，TiAlNコーティング，4枚刃，ねじれ角30°）による側面切削とし，昨年度の研究で得られた最適切削条件[1]によるエンドミル逃げ面摩耗量と切削熱の関係把握を目的とした。

２．４　切削抵抗測定

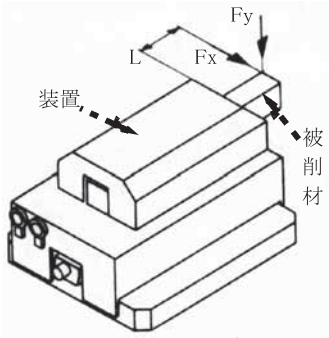


図４　切削抵抗方向

図4に示す切削抵抗測定装置（日本キスラー㈱9265B型）で測定した電圧データを，アンプ及びデータロガーを介して切削抵抗値に変換し，パソコンに取り込んだ。サンプリング周期は試験A及びBを1ms(1kHz)とし，試験Cを5ms(200Hz)とした。

図4に切削抵抗の分力方向を示す。試験A及びCでは径方向をFy，送り方向をFxとし，試験Bではマシニングセンタのテーブルを回転させて径方向をFx，突込方向をFyとした。Lは被削材の突き出し長さで試験A及びCを40mmとし，試験Bを30mmとした。

２．５　切削点温度測定

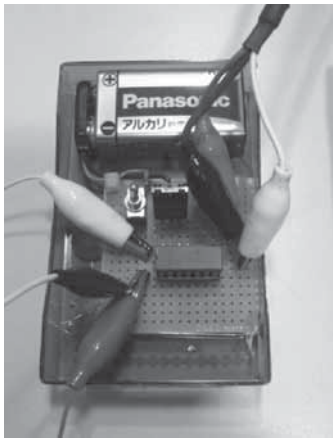


図５　温度測定装置

熱電対は八光製HTK3001（Kタイプ，常用限度200℃，φ0.2mm単線）を使用した。

熱電対で発生した熱起電力を自主製作した温度測定装置(図5に示す。)を介してデータロガーに出力した。本装置に使用したアンプはアナログ・デバイセズ社製AD594Aで，ワンチップ型のＩＣで熱電対の計測・校正・ノイズ除去を可能としたものである。使用に際し，熱電対を絶縁被覆して熱起電力の校正を行った。

２．６　工具摩耗測定

試験Cのエンドミルの逃げ面摩耗量の測定は，エンドミル先端から0.15mm付近の逃げ面摩耗幅をデジタル顕微鏡で測定した。摩耗の測定は切削距離が24.3m及び94.3mの時とし，4枚刃の測定値を平均した。

３　結果及び考察

３．１　熱電対の特性

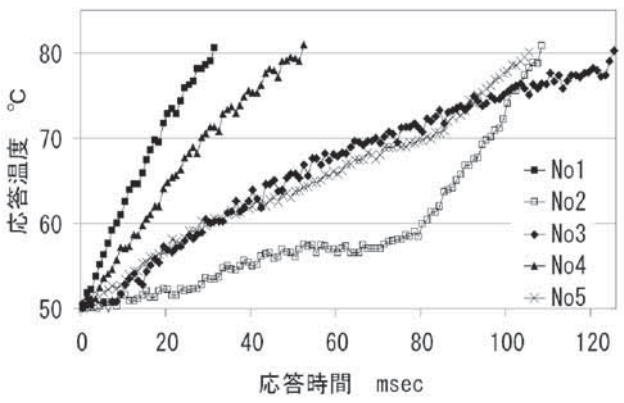


図６　熱電対の応答速度

絶縁被覆した5本の熱電対を気温から沸騰水に瞬間的に浸したときの温度変化をサンプリングした。このときの温度区間50～80℃の変化を図6に示す。熱電対の応答速度に個体差があるが，この範囲では温度上昇に直線性を示した。

図6のデータから，60℃から70℃までの温度区間で応答速度を比較した結果が表２である。最も応答速度の早い熱電対No.1が10.6msec/60-70℃であった。これらの結果から切削点温度の正確な値を瞬時に捉えることは難しく，数十msec程度の遅延を生じた。このため，測定精度の向上，及び熱電対の個体差を考慮して，No1を使用した。

表２　熱電対応答速度

熱電対No	1	2	3	4	5
応答速度msec/60-70℃	10.6	15.7	40.8	13.6	51.1

３．２　電気ノイズ対策

AD594Aのノイズ除去回路では完全に除去できず，また切削時の熱電対への加圧や絶縁膜の温度上昇等が原因となり絶縁が破れるなどの問題が発生した。このため，さらにマシニングセンタ・パソコン・測定治具の電気ノイズ除去対策を講じた。測定治具の対策として，熱電対表面だけでなく，被削材と試験治具の間に絶縁皮膜を付与した。

３．３　試験Ａ

３．３．１　センシング状況

図7に，試験A-2の切込量0mmから20mmまでの21パスについて，切削点温度と径方向切削抵抗を示す。

グラフから切削抵抗は21パスを通して安定していることが分かり，切削熱はセンシングポイントと切削点の間隔に対応して変動している。なお，ドライ切削であるのに極小値が温度40℃付近の水平漸近線を示した理由は，発生する切削熱が低いためSUS630H900からの放熱が十分に作用できたためと考える。SUS630H900の

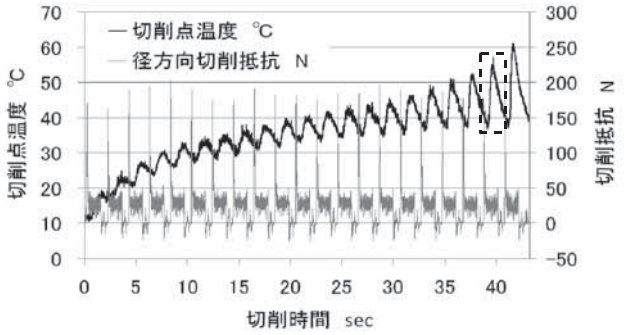
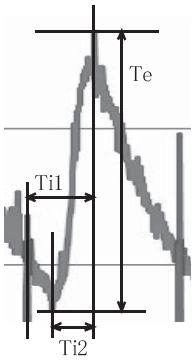


図７　センシング状況（試験Ａ－２）



＜凡例＞
Ti1：切削開始点から温度ピークに達するまでの時間
Ti2：温度上昇点から温度ピークに達するまでの時間
Te　：温度上昇点から温度ピークまでの温度上昇量

図８ パラメータ

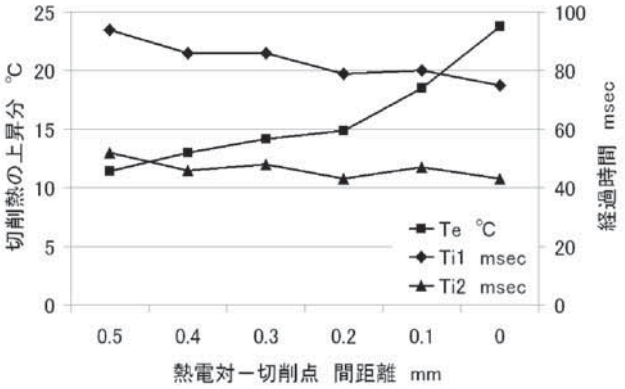


図９　熱電対－切削点間熱伝導特性

熱伝導率は17.6W/(m・K)と低く，エンドミルの刃先付近に蓄熱され増加すると推測する。これに対して極大値は途中までは水平漸近線を有するかのように温度上昇が収束したが，切削点に近づくにつれて再び上昇に転じた。

図7の最終から6パス相当のデータから，図8に示すパラメータを抽出し，熱電対と切削点間に作用した熱伝導特性を図9に示す。

図9のTeから，21パスの切削熱の上昇量は熱電対と切削点が接近するに従って上昇し，切削点に近い程切削熱を正確に捉える傾向が分かる。これらにより，熱電対と切削点が一致した点では，高感度の測定ができて

いると考える。図9のTi1とTi2から，21パスの切削熱の応答速度は熱電対と切削点が接近するに従って短縮されていることが分かる。熱電対と切削点間距離が0.5mmから0mmの応答速度の減少率はTi1が80%，Ti2が83%であり，レスポンスが向上することが分かる。レスポンスに影響する要因として，SUS630の熱伝導率，K型熱電対の応答性，補償導線の長さ，絶縁皮膜の介在，切削熱の蓄熱等が考えられるが，ここでは熱電対と切削点間距離の違いによる熱伝導速度の差と考える。熱電対と切削点が一致した点では，60-70℃の熱電対単体の応答速度に即応してレスポンスの高い測定ができた。

３．３．２　切削条件による切削点温度と切削抵抗の関係

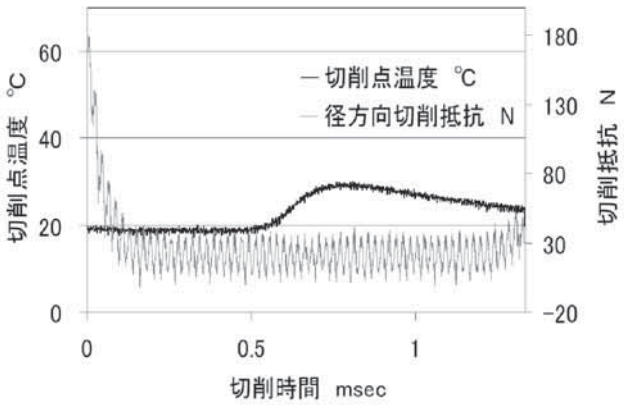


図１０　標準切削条件（切削点）

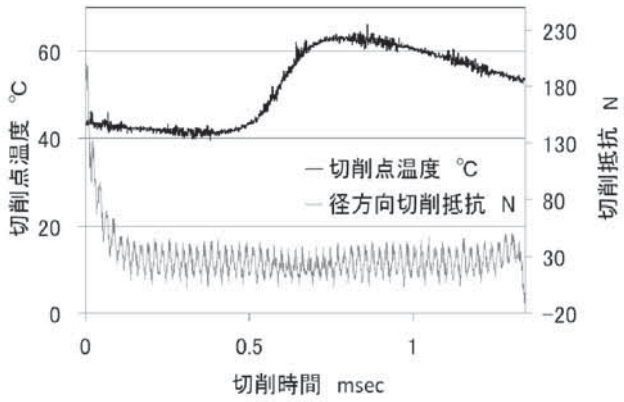


図１１　ドライ切削条件（切削点）

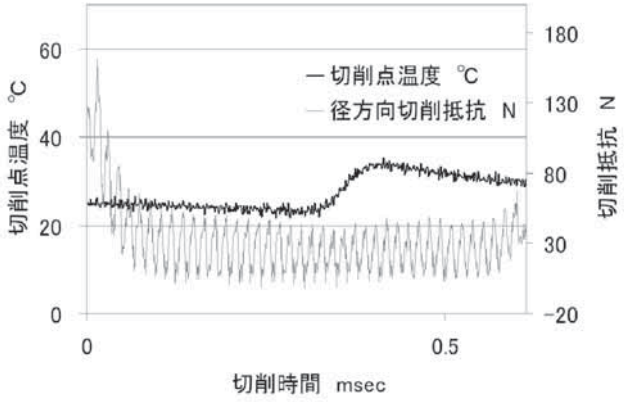


図１２　高速切削条件（切削点）

図10～12に標準，ドライ，及び高速切削条件の最終パスの切削点温度と径方向切削抵抗をグラフで表す。ドライ切削条件の切削点温度の周期的なノイズは，パソコン側から混入したと考える。

各試験の径方向切削抵抗は切削開始直後に最大となるが，この原因は一瞬溝加工になるためと考える。以後直ちに低位で振れる原因は，エンドミルの切れ刃と被削材が接触と非接触を交互するためと考える。切削抵抗が中央付近でやや緩やかになっている理由は，測定治具の穴部の強度が弱く切削抵抗が吸収されたためと考える。

標準及びドライ切削条件の切削送り速度は7.5mm/secであることから切削パスの距離10mmに要する時間は1.33secとなる。理論上のセンシングポイントは中間点の666msec付近ということになるが，グラフの温度ピークは中間点より後ろにずれている。これは，熱電対は厳密な切削点から若干遅れてセンシングしていることを示している。このため真の切削熱より低い値になると考えられる。これらは，試験に使用する温度測定装置の機能性及び測定治具のセッティング上の問題によるものである。しかし，ロスした値は小さいため温度特性の評価に支障がないと考える。

表３　試験Ａの測定値（切削点）

切削条件	切削抵抗 N（径方向）	切削点温度 ℃	
		最大値	上昇値
標　準(A-1)	0～40	30	10
ドライ(A-2)	0～50	65	23
高　速(A-3)	5～45	35	11

表3に試験Aの各切削条件おける切削点の切削抵抗及び切削点温度を示す。

標準切削条件では切削抵抗及び切削点温度が低いのに対し，ドライ切削時は切削点温度の上昇が2倍以上で切削抵抗が2割増となり，悪い条件であることが明確になった。しかし，ドライ切削時の最大切削点温度が65℃であり，一般的な金属切削で発生する切削熱に比較して低い結果である。このことから小径エンドミルによる側面切削では切削熱を抑制できることが分かった。

高速切削条件では切屑排出量が標準時の2倍であるが切削抵抗と切削点温度に差異がなく，切削効率に優位な結果となった。また，高速切削時は回転数が2800min^{-1}から4000min^{-1}に増加することに伴う切れ刃の摩擦回数の増加がマイナス要素である。一方，送り速度が450mm/minから975mm/minに増加することに伴い切削

時間が半減し，総摩擦回数が減少するために工具摩耗を抑制できることになる。これらのことから，高速切削条件が最も優位であると考える。

３．４　試験Ｂ

切削液使用の有無による，切削点温度と突込切削抵抗をセンシングしたグラフを図13，14に示す。各試験とも突込深さ2mm，切削送り速度は30mm/minであり，切削試験に要する時間は4secである。

図14の切削点温度のグラフで切削終了直前に切削点温度が低下し，終了時に回復している。この理由は，エンドミルの軸方向切削力による絶縁皮膜の損傷等により熱起電力に乱れを生じたためと考える。

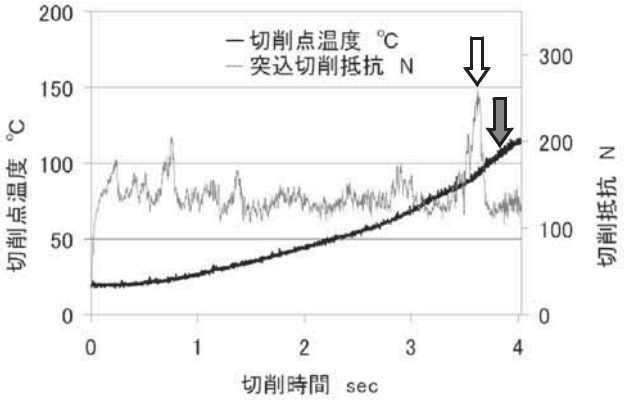


図１３　切削液使用

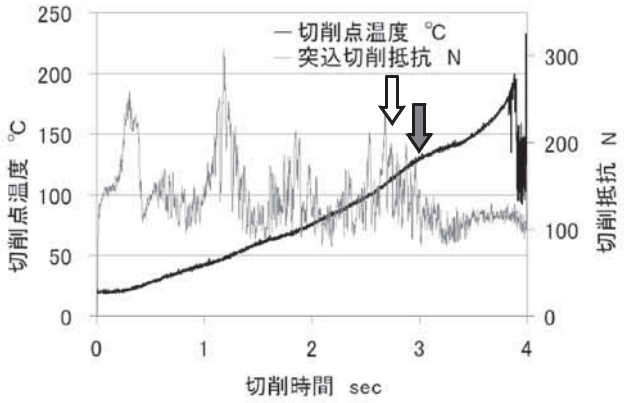


図１４　ドライ切削

表4に試験Bの切削点温度と突込切削抵抗を示す。

側面切削に比較して突込切削では切削熱の蓄熱作用による上昇が顕著となった。側面切削は切れ刃と被削材の接触が断続するのに対して突込切削では連続すること，切屑の形状及び排出性が異なること，及び切削条件が異なること等により差異を生じたと考える。

両切削条件を比較すると，切削点温度から切削液による冷却効果，及び突込切削抵抗から切削液の潤滑効果により切削抵抗が安定することが分かった。

図13，14の白色矢印に切削抵抗の上昇した箇所を，灰色矢印に切削点温度の増加した箇所を示す。これらから，切削抵抗が上昇した直後に切削熱も増加することが分かった。このことは冷却の有無にかかわらず，切削抵抗は切削熱に強く影響することを示している。

表４　試験Ｂの結果

切削条件	切削点温度 ℃	突込切削抵抗 N
水溶性切削液 (B-1)	120 冷却効果	120～250 安定
ドライ切削 (B-2)	230 蓄熱作用	90～300 不安定

３．５　試験Ｃ

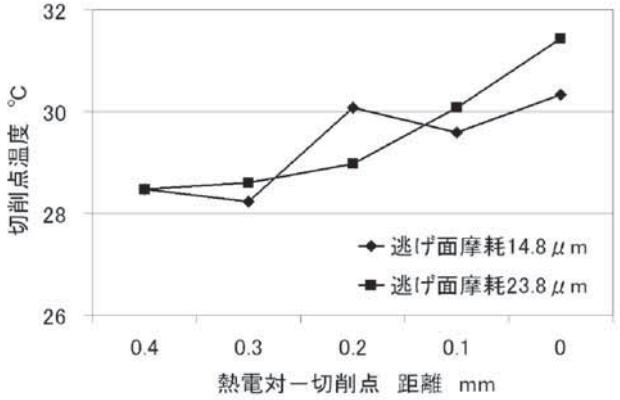


図15　最適切削条件の工具摩耗と切削点温度

試験Cでは，切削距離に対するエンドミルの逃げ面摩耗量の測定及び切削点温度のサンプリングを行ったが，マシニングセンタの電気ノイズの影響を受けてサンプリング精度が低下した。比較的電気ノイズが少なかった逃げ面摩耗距離14.8μm及び23.8μm（切削距離は24.3m及び94.3mに対応）のケースについて熱電対と切削点間の距離が0～0.4mmの範囲における切削点温度のグラフを図15に示す。また，熱電対と切削点が一致した位置の切削点温度を表5に示す。

表５　試験Ｃ（一致点）の結果

切削距離　m	逃げ面摩耗　μm	切削点温度 ℃
24.3	14.8	30.3
94.3	28.3	31.4

逃げ面摩耗14.8μmのグラフは電気ノイズの影響を受けて不安定ではあるが，切削点における切削点温度は逃げ面摩耗23.8μmが高い結果となった。このことから，逃げ面摩耗の進行に伴う切れ刃形状の崩壊による摩擦熱の増加により，切削点温度が上昇したと推測できる。また，試験Aのエンドミルφ4mmの切削点温度35℃と比較して，φ2mmの場合は30℃でさらに温度が低

かった。

これらのことから，SUS630H900，小径エンドミル（超硬ソリッド，TiAlNコーティング），高速切削，側面切削，最適切削条件（ボーダーライン切込法を含む）による切削では，切削熱の上昇は数十度に抑制できることが分かった。この理由として，次の点が考えられる。

・小径エンドミル（φ4～2mm程度）の場合は切屑の変形に伴う発熱が小さい。
・切込Rdが0.1mm程度の場合は切屑の変形に伴う発熱が小さい。
・高速切削の場合は発生した切削熱が切屑と共に排出されやすい。
・側面切削の場合は切刃と被削材の接触が断続的で放熱しやすい。
・SUS630H900の最適切削条件（切込Rdが0.1mm，切込Adが2.7mm，回転数19426min^{-1}，送り速度2280 mm/min，下向き削り，水溶性切削液使用）の場合は工具摩耗の進行が遅く，摩擦熱の上昇を抑制できる。
・ボーダライン切込法は切削抵抗の安定，工具振動の抑制効果により，摩擦熱の発生を抑制できる。

4　おわりに

小径のスクエアエンドミルによる難削材（SUS630H900）の切削において，切削条件，切削抵抗，切削熱及び工具摩耗に関する検討から次の結果を得た。

1　自作した温度測定装置及び熱電対温度測定治具により，正確な切削点で応答性の高い温度測定技術を取得した。
2　切削抵抗と切削点温度を同一時間軸で測定した結果，相互の値上昇が連動することを確かめた。
3　小径エンドミル，切込Rdが小さい側面切削では切屑の変形にともなう発熱が少なく，切削点温度を抑制できることを確かめた。
4　最適切削条件では逃げ面摩耗の進行を遅らせ，切削熱の上昇を抑制できることを確かめた。（工具のコストダウンに繋がる。）
5　ボーダライン切込法は切削抵抗の安定等により切削熱の発生を抑制できることを確かめた。（切削効率の向上に繋がる。）

参考文献

1）赤羽輝夫他：″難削材切削技術の高度化″栃木県産業技術センター研究報告，128-132，(2008)
2）日本規格協会：″JISハンドブック鉄鋼Ⅰ″日本規格協会，(2006)
3）狩野勝吉：″難削材・新素材の切削加工ハンドブック″工業調査会，181-228，(2002)
4）赤羽輝夫他：″難削材の高速切削加工技術″栃木県産業技術センター研究報告，105-109，(2007)

KEIRIN
この事業は、競輪の補助金を受けて実施したものです。

経常研究

金属プレス加工における難加工材の成形技術
ー 規格鋼板の機械的特性と成形性 ー

渡部　篤彦*　相馬　宏之*　石川　信幸*

Press forming technique of the difficult to form materials
- Mechanical properties and formability of standardized rolled steels -

Atsuhiko WATANABE, Hiroyuki SOUMA, Nobuyuki ISHIKAWA

同じ規格材料であるが，同一金型，成形条件のもとのプレス加工で成形不良が発生するという事例がある。これは，その材料規格に定められる項目では判別できない材料特性の差異が成形性に影響を与えているものと考えられる。そこで，加工現場において成形性に違いがあると推定された自動車構造用熱間圧延鋼板・SAPH440 を用い，引張試験よりランクフォード値，加工硬化指数などの機械的特性値を算出，比較した。これらと成形性試験結果を照合したところ，加工硬化指数は張出し成形性及び局部伸びの発生を判断する指標として有効であることを確認し，材料特性の違いを判断できることがわかった。

Key Words: SAPH440, ランクフォード値，加工硬化指数

１　はじめに

プレス加工は，金型，プレス機械，潤滑，材料特性など，目的とする加工を実現するために多様な条件を設定する必要がある。条件は主に試作段階で設定，確認され，量産へと移行するが，何らかの理由により成形不良が発生し始める，という事例がある。プレス成形では不良発生を１つに特定することは困難な場合が多いが，材料ロットや納入先が変わった後に症状が出る場合には，材料特性に原因があるとことも少なくないと考えられる。

加工現場で行う材質確認などの作業は，できるだけ簡便な試験で実施できることが望ましい。引張試験は一般的な試験であり，これによりある程度の成形性の判断が可能であれば効率的である。

そこで本研究では，同一規格材ではあるが成形性に差が認められた鋼板２種について，引張試験から得た機械的特性値の違いを成形性試験と照合することで，機械的特性値が成形性の判断にどの程度適用できるのかを検証することとした。

２　研究の方法

２．１　試験片作製と試験装置

材料は，加工現場から提供を受けた自動車構造用熱間圧延鋼板・SAPH440 の２種である。ともに同一製品を加工するために用意されたものである。順送プレスで使用するコイル供給材，幅約 140mm，公称厚さ t=4mm をレベラー処理したものを使用した。

引張試験片は JIS５号試験片であり，圧延方向に対し 0°（圧延方向），45°，90°となるようレーザー加工機で切断し，平行部の熱影響部を機械仕上げ（片側 0.5mm）で除去した。その他試験に使用する試験片は，機械切断により作製した。

引張試験は，オートグラフ（AG-M1 島津製作所）及び差動トランス式伸び計を使用した。伸び計の仕様により破断までの計測は行わなかった。

２．２　機械的特性値の算出

機械的特性値として，真応力ー真ひずみ線図，ランクフォード値（以後ｒ値），加工硬化指数（以後ｎ値），その他を算出した。

ｒ値は JIS Z 2254 に従い，塑性変形の前後での容積一定の法則に基づき伸び計による標点伸びと平行部幅から算出する。付加ひずみは 15%（標点間距離 57.5mm）とし，試験を一時停止し平行部幅３箇所をマイクロメータで測定した平均値を計算に用いた。

ｎ値は JIS Z 2253 に従い，真応力ー真ひずみ線図でひずみ 5% から 20%の領域データを取り出し，対数変換した線図から算出する。試験片角度による違いを確認するため，３方向の試験片全てで算出した。

２．３　成形性試験及び金属組織観察

金属板の成形性試験として一般的に利用されるエリクセン試験，コニカルカップ試験は，それぞれ板厚 2.0mm，1.6mm 以下を上限に規定されており，可能な試験は 180°曲げ試験に限定された。そこで曲げ試験片の曲率部におけるビッカース硬さ推移曲線を作成し，機械的特性値との関連を調べた。しかしながら，曲げ試験のみでは成形性の評価には不十分であると判断し，JIS 規格には適合しないが機械能力としては試験可能であるポンチ

*産業技術センター　県南技術支援センター

直径 50㎜, 締付け荷重 10kN によるエリクセン試験を実施することとした。

材料の特性差は, 金属組織で判別できる場合も多い。今回は, 機械的特性と成形性試験結果を裏付ける目的で金属組織を観察することとした。

3　結果及び考察

3．1　JIS 規格との適合及び機械的特性値

引張試験，曲げ試験から得られたデータ及び化学成分は表１のとおりである。両試料ともに規格値を満足していた。

図１に真応力ー真ひずみ線図は示す。圧延方向に対する試験片角度（0→45→90°）順に表示した。大きな違いは，試料Ａには降伏現象が見られず，同時に耐力点が高いことである。降伏比で試料Ａ=0.74，Ｂ=0.70 となった。両試料ともに圧延方向での強度が小さい傾向があった。また，試料Ａはくびれの開始が早いことも確認された。

180°曲げ試験において，両試料ともに良好な曲げ性を示し，割れ等の発生は全くなかった。化学成分Ｐ，Ｓについても同等であった。

3．2　ｒ値，ｎ値の算出及び異方性

塑性変形域における成形性指標・ｒ値及びｎ値の算出結果を図２に示す。

ｒ値はともに１程度であり，一般的な成形性であった。圧延方向での値が小さい傾向は同じであるが，試料Ａは他方向との差が大きく，板内での異方性が大きいことが確認された。測定値の標準偏差も大きく，材質の偏りも推察される。

ｎ値については，試料Ｂが約 0.18 となりＡ（0.15 以下）に較べ大きな値を示し，また試験片方向に対する異方性もなかった。試料ＢはＡに較べ，板面に渡り均一で良好な成形性を持つであろうことが推定された。

3．3　成形性試験との照合

3．3．1　曲げ試験及び硬さ推移曲線

180°曲げ試験の外観検査において差は見られなかった。そこで試験後の試験片を板幅中央で切断し，曲げ変形部 180°の範囲を，曲げ内側（表面より 0.5㎜），中央，外側（表面より 0.5㎜）の３領域について 5°ピッチでビッカース硬さを測定した（図３）。

板厚中央の硬さ値は，母材の硬さに相当する。図中の曲線は点群を関数近似したものである。曲線ピーク部が曲げ底位置に相当する。

傾向は同様であるが，試料Ｂは中央（≒母材）での硬さ値が約 20 低く，曲げ内側及び外側での値はほぼ同等である。ピーク部での硬さ比は，ほぼ降伏比に一致した。これは試料Ｂの塑性

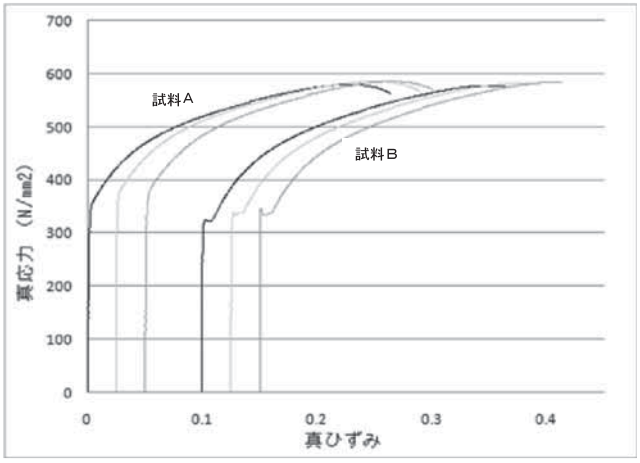


図１　真応力ー真ひずみ線図

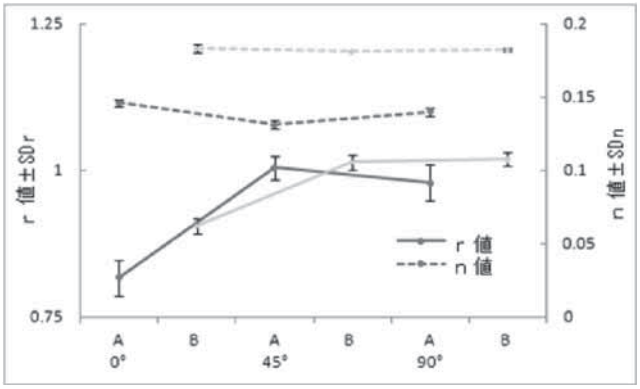


図２　ｒ値及びｎ値±標準偏差

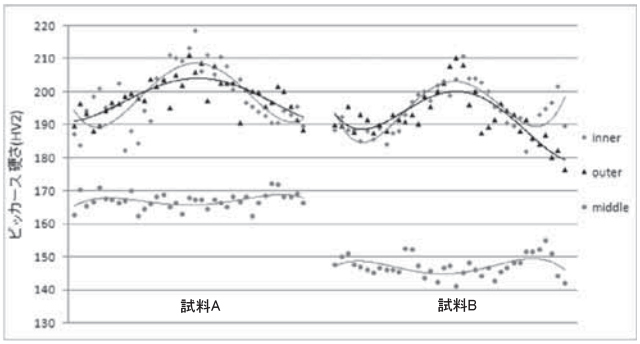


図３　曲げ部のビッカース硬さ推移曲線

表１　JIS 規格と試験結果との比較

自動車構造用熱間圧延鋼板及び鋼帯ー機械的性質及び化学成分

SAPH440	引張強さ N/mm2	降伏点又は耐力 N/mm2	伸び %	引張試験片	曲げ性 曲げ角度	内側半径	曲げ試験片	化学成分	P(%)	S(%)	C(%)
	440以上	厚さ6mm未満 305以上	厚さ6.3mm未満 34以上	5号試験片 圧延方向	180°	厚さ2mm以上 6mm	3号試験片 圧延方向に直角	SAPH440	0.040以下	0.040以下	参考値
（n＝3）											
試料A	476	354	36.4	5号試験片	180°	割れ等なし	3号試験片	試料A	0.0137	0.0211	0.099
試料B	446	313	39.3	圧延方向		割れ等なし	圧延方向に直角	試料B	0.0118	0.0271	0.107

変形領域の広さを示すとともに，変形後は十分な加工硬化で形状凍結性も良好であることを示すと考えられる。

３．３．２　エリクセン試験

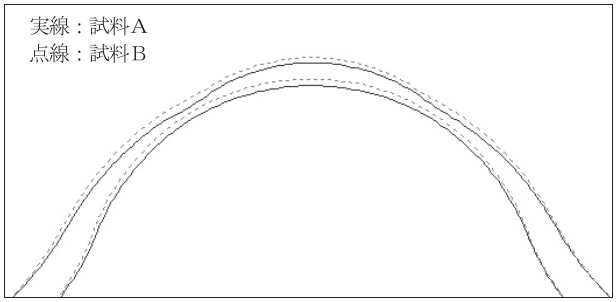
試験結果は，表２のとおりである。板厚が大きいため大差はないが，試料Ｂの張出し性が良好であることが確認できた。亀裂方向は全ての試験片で圧延方向であった。ｒ値が低い方位で破断したと考えられる。

図４は，試験後のテストピースについてポンチ球頭部付近の内側及び外側断面を三次元測定機（ミツトヨ LEGEX910）で測定したものである。高さの差は，張出し高さの差に相当する。

くびれは試料Ａで目立ち，局部的に変形が進みやすい様子が観察された。試料Ｂは同部位での板厚減少は少ないが，逆に球頭部では板厚が減少しており，均一な伸びが得られていることを示した。これは，ｎ値の差が反映されたものと考えられる。

表２　エリクセン試験結果

試料（n=4）	ポンチ荷重（kN）	ポンチ高さ（mm）	ポンチ高さ標準偏差
A	219.6	27.3	0.2
B	222.0	28.6	0.7



試料	元板厚	くびれ部	減少率	頂部	減少率
A	3.98	1.22	69.3%	2.47	37.9%
B	4.09	1.35	67.0%	2.34	42.8%

図４　ポンチ球頭部の板厚変化

３．４　金属組織の観察

図１に見られる降伏点の有無，図３に示した硬さの相違などから，金属組織に違いがあるだろうことが想定された。

図５に走査型電子顕微鏡写真を示す。結晶粒径に大きな差は認められなかった。試料Ｂはフェライトーパーライト組織であった。Ａは，蛍光Ｘ線分析により Mn 含有量が多いことが確認され，フェライトと残留オーステナイト組織であると推定される。

熱間圧延で比較的自由に制御できる材質制御手段は温度であり，仕上げ圧延及び巻き取り冷却の温度制御により組織制御を行う場合が多い[1)]。２種の試料について機械的特性を含む材質の差異は，金属組織の差異によるものと推定され，これは Mn 添加量及び圧延仕上げ温度や巻き取り温度の差異などに起因すると考えられる。

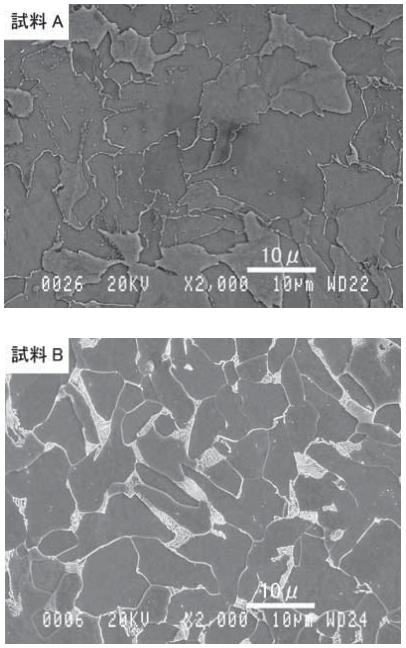


図５　金属組織の SEM 観察像

４　おわりに

同じ規格鋼材とされた鋼板・SAPH440 の２種について，引張試験を行い，算出した機械的特性に差があることを確認した。

ｎ値は，エリクセン試験，板厚減少の傾向等から特に張出し成形性及び局部伸びの発生を判断する指標として有効であることを確認した。ｒ値は，適切な成形性試験を実施できなかったため，異方性の確認に止まり，成形性の検証までは至らなかった。

実験に供した鋼材には金属組織の差があることがわかり，よって機械的性質にも差が生じることは当然だったと言える。しかし，金属組織判定のみで成形性を判断することも困難であり，機械的特性値による裏付けを行うことが有効なデータの蓄積に繋がっていくと考えられる。これら機械的特性値は，引張試験から比較的簡便に求めることができ，加工現場での材料管理にも有効である。我々としても同様の事例に対して，今後ともデータの蓄積を図っていきたい。

謝　辞

本研究を実施するにあたり，材料の提供並びにご助言をいただきましたオグラ金属株式会社品質保証部の皆様に深く感謝いたします。

参考文献

1）日本塑性加工学会："塑性加工便覧" コロナ社，64-65，(2006)

経常研究

Ｘ線ＣＴスキャンの測定技術の高速高精度化（第２報）
－受光管による測定値の影響について－

近藤　弘康*　　田村　昌一*　　江面　篤志*

Development of the Measurement on X-ray CT scan
for high-speed high-precision（2nd Report）
-Effect of mesurements by X-ray detector-

Hiroyasu KONDO，Shoichi TAMURA and Atsushi EZURA

Ｘ線ＣＴスキャンを用いて，三次元測定機で値付けされた２つのボール中心間距離の測定を対象とし，受光管距離・受光管サイズが中心間距離の測定値に及ぼす影響について調査した。その結果，受光管距離が長くなるほどほど誤差は小さくなり，最大サイズである 9inch の受光管を用いた場合，他のサイズに比べ誤差は大きくなる傾向が確認できた。

Key Words ： Ｘ線ＣＴスキャン，イメージインテンシファイア，三次元測定機

１　はじめに

近年，工業製品の微細化が進み，その品質管理における寸法測定では，三次元測定機や画像測定機，非接触レーザ測定機等で測定されることが増えている。しかしながら,プローブの干渉やレーザが届かないなど,寸法測定が困難な場合がある。それらの測定機に対し，Ｘ線ＣＴスキャンは内部形状を透視することができるため，通常の非破壊検査装置としての使い方だけではなく，寸法測定機としても期待が大きい。しかしながら，Ｘ線ＣＴスキャンは理論的に測定分解能の算出ができるが，測定精度については不明な点が多い。また透視観察するときに視野内の外側では透視像が歪むことが知られている[1)]。そのためＣＴスキャンではこの歪みを補正して３次元化しているが，どの程度補正されているか不明である。

以上の背景を踏まえ，本研究では実際の使用環境下でＸ線ＣＴスキャンの測定精度を調査し適切な測定条件を把握することで，複数の測定物の同時撮影を可能にし，測定の高速化を図ることを目的としている。昨年度の報告では，撮影視野内の測定物の位置の違いによる測定位置への影響を把握した。しかし，測定誤差の要因は測定環境や測定物の材質，機器の条件など他にも存在する。その中でも条件の一つである受光管の位置・大きさについては環境・測定対象によらず変更可能なため,測定者による差が出やすいと考えられる。そのため本報告では受光管に着目し，受光管距離・受光管サイズが測定値に及ぼす影響について調査した。各条件１回ずつの測定であるが，測定値の傾向を掴めたので報告する。

２　研究の方法

２．１　測定対象

４つのベアリング球を十字に固定し（図１），上下の球中心間距離 Lc(z) と左右の球中心間距離 Lc(x) を測定対象とした。測定に用いたベアリング球は，直径 4mm，等級 G10 の玉軸受用鋼球（JIS B1501）である。この球の真球度は 0.25μm であり，三次元測定機の精度やＸ線ＣＴの分解能よりも小さく，各球の個体差による影響は無視できると考えられる。

２．２　測定位置

昨年度の報告[2)] と同様に，撮影視野を９つに分割し

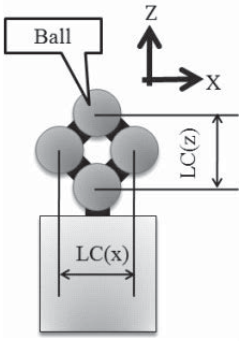


図１　測定対象

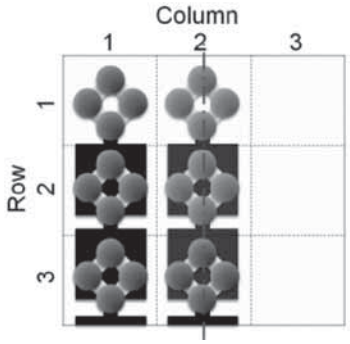


図２　測定位置

＊　栃木県産業技術センター　機械電子技術部

1列・2列の6箇所で測定を行った。X線CTスキャンでは図2に示す回転テーブルの中心軸周りに360°回転して測定する。そのため1列と3列では測定結果が同じになるので，6箇所での測定となる。

2．3　測定条件

受光管距離については，撮影倍率が受光管距離に依存するため，すべての条件において同じ倍率で測定を行える720～920mmにて条件を3種類設定した。また受光管サイズは，当センター所有のX線CT装置（SMX-225CT/SV島津製作所）に付属する4種類を用いた。そのため，3×4の合計12条件で測定を行っている。測定条件の詳細を表1に示す。

表1　X線CTスキャン測定条件

受光管距離	720, 820, 920mm
受光管サイズ	4.5, 6.0, 7.5, 9.0inch
分解能	0.078mm
撮影枚数	600枚

2．4　評価方法

X線CTスキャンの分解能よりも高精度に測定できる三次元測定機（H503 Mitutoyo）を用いて各中心間距離の基準値の値付けを行い，X線CTスキャンによる値と比較することで測定誤差の評価を行った。三次元測定機による基準値を表2に示す。

表2　三次元測定機による基準値

上下の球中心間距離 $Lc(z)_{CMM}$	5.990mm
左右の球中心間距離 $Lc(x)_{CMM}$	6.102mm

3　結果及び考察

3．1　上下の球中心間距離

三次元測定機による基準値との誤差 $Lc(z)_{CT}$-$Lc(z)_{CMM}$ を算出し，測定位置6箇所の平均値を各条件ごとにプロットしたグラフを図3に示す。まず受光管距離に着目すると，920mmでは0.02mm程度の誤差であるが，820mm，720mmと距離が短くなるにつれて誤差が大きくなることが確認できる。これは，受光管がX線源に近づくことで，受光管に入るX線のコーンビーム角が大きくなることによる影響と考えられる（図4）。また，受光管サイズに着目すると，全ての受光管距離において6inchの受光管の誤差が最も小さく，受光管サイズが6inchから離れるにつれて誤差が大きくなることが分かる。受光管サイズを大きくすることでコーンビーム角は大きくなるため，この結果もコーンビーム角の影響と考えられる。しかし，4.5inchの受光管の誤差が大きくなることを説明できないため，他の要因が存在していると考えられる。

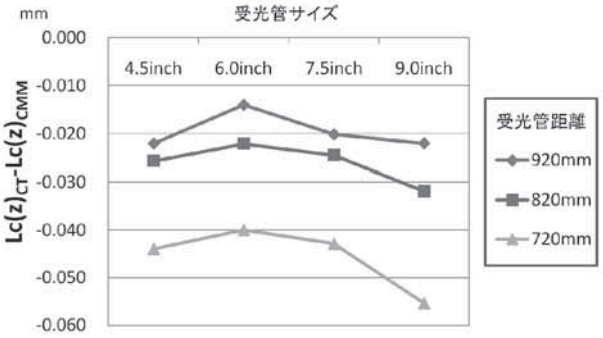


図3　上下の球中心間距離の誤差

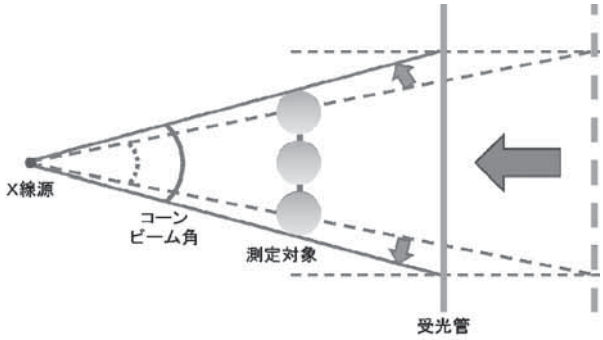


図4　コーンビーム角と受光管位置の関係

受光管が近づくとコーンビーム角は大きくなる

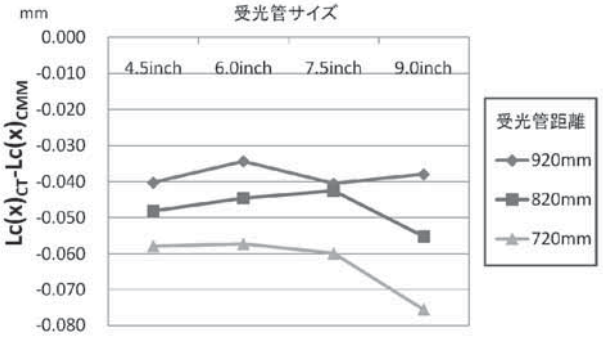


図5　左右の球中心間距離の誤差

3．2　左右の球中心間距離

三次元測定機による基準値との誤差 $Lc(x)_{CT}$-$Lc(x)_{CMM}$ を算出し，測定位置6箇所の平均値を各条件ごとにプロットしたグラフを図5に示す。すると上下の球の場合と同様に，受光管距離が短くなるにつれて誤差が大きくなることが確認できる。また受光管サイズについては，920mmでは差異が見られず，820mm，720mmでは9inchの受光管の誤差が大きくなることが分かる。これらは上下の球の場合と同様に，コーンビーム角の影響と考えられる。

また，受光管サイズと受光管位置の誤差に与える影響を比較すると，受光管サイズを変更するよりも受光管距離を変更した方が誤差は大きく変化した。そのため，測定誤差における受光管距離要因の占める割合は大きいと考えられる。以上の結果より，受光管における適切な測定条件は，受光管距離はなるべく遠くし，

受光管サイズは最大サイズ(9inch)以外を用いるのが望ましいと言える。

4　おわりに

Ｘ線ＣＴスキャンを用いて，受光管条件を変更して十字に固定した４つのベアリング球の中心間距離を測定した結果，以下の結論を得た。

1)　測定誤差における受光管距離要因の占める割合は大きいことが確認できた。

2)　最大サイズの受光管を用いた場合，他のサイズに比べ測定誤差は大きくなることが確認できた。

3)　受光管距離が長くなるにつれて測定誤差は小さくなることが確認できた。

また，各条件１回ずつの測定であるため，今後繰り返し誤差を調査し，本研究の結論として挙げた適切な測定条件の信頼性を評価する必要がある。

参考文献

1）田松裕一："歯科学報" 101 7 622-627，(2001)

2）田村昌一, 本田竜未, 江面篤志："栃木県産業技術センター研究報告" 133-134，(2008)

この事業は，競輪の補助金を受けて実施したものです。

経常研究

非接触三次元測定機の高精度測定技術の開発

大橋　利仙*　　田村　昌一*

Development of Precision Measurement Technique for Coordinate Measuring Machineswith Non-Contacting Probing System

Toshinori OHASHI and Shoichi TAMURA

非接触三次元測定機の測定精度を評価するための基準器としてダブルボールバーを製作し，球間距離の値付けを行った。その基準器を使用して直交３軸門移動形の測定機の精度評価を行った結果，各軸方向のスケーリング誤差や直角誤差など幾何学的誤差評価に対する有効性が確認できたことを報告する。

Key Words ： 非接触，三次元測定機，ボールバー，精度，検査

１　はじめに

製造分野におけるデジタル技術の発達に伴ない，高密度な測定データを高速に得ることが可能な非接触三次元測定技術へのニーズが高まっている。国内外各社から様々な方式の光学式非接触三次元測定機（以下，非接触CMM）が商品化されて急速に普及した。しかし，測定機であるにもかかわらず，その測定精度を保証するための共通的な評価法が存在していないため，(独)産業技術総合研究所（以下，産総研）が中心となった光学式非接触三次元測定機精度評価法標準化コンソーシアムにおいて，ISOやJIS規格化のための取組みがなされているところである[1,2]。その中では，現時点で非接触CMMに関する世界で唯一の評価法を記述したドイツ技術者協会の定めるガイドラインVDI/VDEを参考にして，測定機精度の評価項目や使用される基準器について検討されている。

これらの状況を踏まえ，本研究では，標準的な精度評価法の普及により，県内企業における非接触三次元測定の信頼性向上を目的として，上記コンソーシアムの研究成果を参考にトレーサビリティを確保するための基準器を製作し，測定機の精度評価を行った。基準器への値付けでは，高精度な測定が可能な接触式の三次元測定機を用いて上位の基準器と比較測定し，不確かさを求めることにより，信頼性の高い校正値を得ることを目標とした。

２　研究の方法

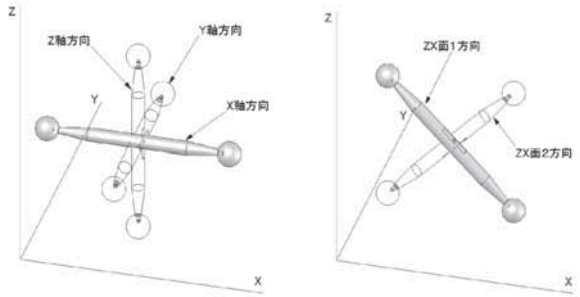
２．１　基準器の製作と校正

基準器として２個の球間距離が正確に値付けされたダブルボールバーを製作した。球間距離は約300 mmとし，球はφ38.1 mmの玉軸受用鋼球(JIS B 1501)を使用した。非接触CMMの多くは，測定物に光を投影して拡散反射した光を検出するセンサーにより測定を行っているため，球表面は光学的拡散面とすることが望ましい。また，接触式で値付けすることや経時変化も考慮し，ブラスト処理の後にTiNコーティングを施した。球間距離の値付けでは，産総研幾何標準研究室の三次元測定機（Leitz製PMM12 10 6）により，光波干渉測定された300 mmのブロックゲージ(以下，BG)と比較測定を行った。使用した三次元測定機の最大許容指示誤差は，U1=0.6+L/600 μmである。

２．２　球間距離による精度評価

精度評価を行った非接触CMMは，直交３軸門移動形の本体にラインレーザプローブを取り付けた測定機で，測定範囲は X600 Y750 Z400 mmである。

図１(a)に示すように，ボールバーを測定範囲のほぼ中央でX,Y,Z各軸に平行な３方向と，(b)のようにZX面内の測定領域の対角２方向，同様にYZ面内２方向，XY面内２方向の合計９方向に設置して，球間距離を測定



(a) X,Y,Z 各軸方向　　(b) ZX 面内対角方向

図１　ダブルボールバーの設置方向

＊　栃木県産業技術センター　機械電子技術部

し校正値との差を求めた。測定精度のメーカー仕様においても，球直径がφ25.4 mmと違っているものの，同様の測定が行われている。許容値は，球間距離のばらつきで，30 μm以内となっている。測定機受入時の５年前に測定した記録があるため，今回の測定結果と比較検討した。測定時のボールバーの温度は，19.9～20.2 ℃であったため熱膨張の補正は行わなかった。測定ピッチを0.1 mmとし１個の球について約10万点の点群を得て，最小自乗球を当てはめて球間距離を求めた。

さらに，これらの結果から各軸のスケーリング誤差や直交する２軸間の直角誤差などの幾何学的な誤差を評価した。直角誤差については，測定機のヘッドに電気マイクロメータを取付けて直角マスタ（直角度1 μm以下）を測定することにより求めた直角度誤差と比較した。

３　結果及び考察

３．１　基準器の製作と校正

製作したダブルボールバーの外観を図２に示す。非接触CMMで球形状を測定した結果，ノイズの少ない測定点群が得られることが確認できた。接触式の三次元測定機で値付けした結果，球間距離300.4824 mmであり，その不確かさは0.6 μm（包含係数k=2）となった。表１に示すバジェット表により不確かさを求めた。不確かさについては，測定機の精度仕様に比較して1/50程度と小さく，基準器として十分な精度を有していると考えられる。

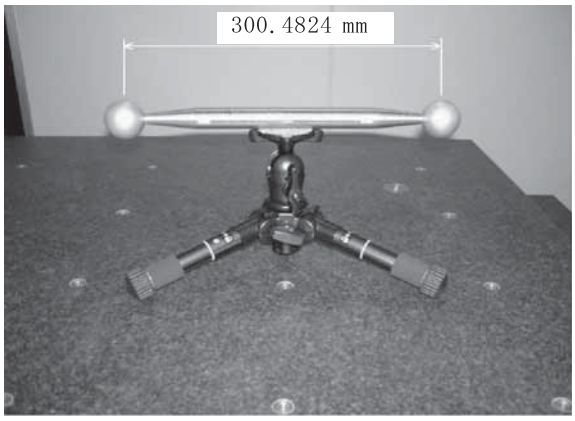


図２　ダブルボールバー

表１　球間距離校正の不確かさ

不確かさ要因	標準不確かさ(μm)	タイプ	備考
BGの校正不確かさ	0.02	B	校正証明書
BG測定のばらつき	0.14	A	10回測定
測定のばらつき	0.05	A	18回測定
熱膨張係数の不確かさ	0.13	B	熱膨張係数の10%
温度測定の不確かさ	0.02	B	温度計校正記録
BGと測定対象の形式差	0.18	A	測定球の真球度
合成標準不確かさ	0.27		
拡張不確かさ	0.6		

３．２　球間距離による精度評価

非接触CMMにより球間距離を測定した結果を図３に示す。校正値からの差は－16 μm～＋4 μmであり，それらのばらつきは30 μm以内となり測定機の精度仕様を満足していることが確認できた。しかし，受入検査時と比較すると，全体的にマイナス傾向の変化が確認でき，経年的な精度の変化を継続的に観察していく必要性が認められる。

X・Y各軸方向の誤差については，ボールバーの位置を各軸方向に平行移動して測定した結果も同様な傾向を示すことから，その主な要因は各軸のスケーリング誤差と考えることができる。表２に各軸のスケーリング誤差を示す。X軸方向の誤差は，受入検査時と同程度となったが，Y軸方向では，大きな変化が確認できた。経年変化により測定機の構造部材（スチール製）に直接貼り付けしたテープスケールが伸びたことが原因と思われる。Z軸方向については，受入検査時に測定していないため比較できなかった。

ZX面内の例により，対角方向球間距離の誤差から２

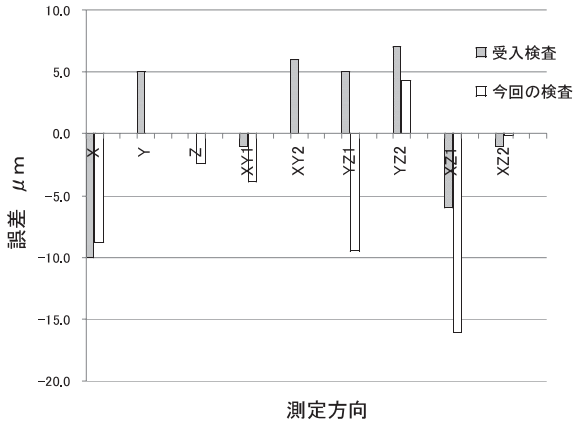


図３　球間距離測定結果

表２　各軸のスケーリング誤差

	受入検査	今回の検査
X	0.999967	0.999971
Y	1.000017	1.000000
Z	―	0.999992

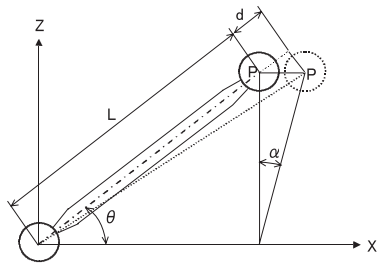


図４　２軸間の直角誤差の求め方（ZX面内）

軸間の直角誤差を求める方法を図４に示す。Z軸の直角誤差αにより，球の中心PはP'に見かけ上移動する。これにより，元の球間距離LはdLだけ長く測定される。したがって，直角誤差αは式(1)により算出することができる。

$$\alpha = \frac{dL}{L \sin\theta \cos\theta} \qquad (1)$$

ここで，θはボールバー設置時のX軸からの角度であり，ZX面内では35°であった。XY・YZ面内でも同様に直角誤差を求めることができる。ただし，各軸方向のスケール誤差は，この計算の前に補正しておく必要がある。

ZX面内において交差する２方向の球間距離の誤差から求めた直角誤差の平均値と直角マスタで求めた直角度誤差を比較した結果を図５に示す。X軸に対するZ軸の直角度誤差は14 μm／280 mmとなった。そのグラフにボールバーで求めた直角誤差（点線）を重ねて作図すると，両結果が良く一致していることが分かる。

YZ面内及びXY面内の直角度誤差を図６及び図７に示す。ボールバーによる直角誤差からの乖離が認められ，各移動軸の真直度誤差などが影響していると考えられる。しかし，グラフの傾斜は，ほぼ一致している。これらのことから，ボールバー測定は，２軸間の直角誤差の評価にも有効であると考えられる。

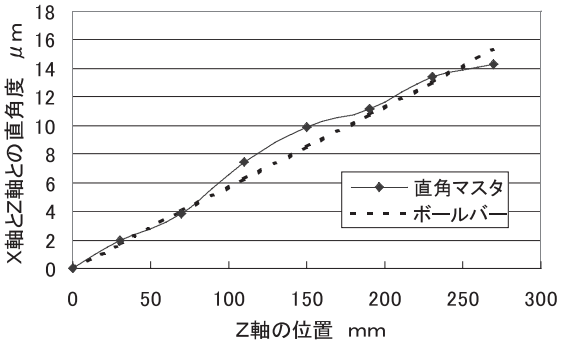


図５　Ｘ軸とＺ軸の直角度誤差の比較

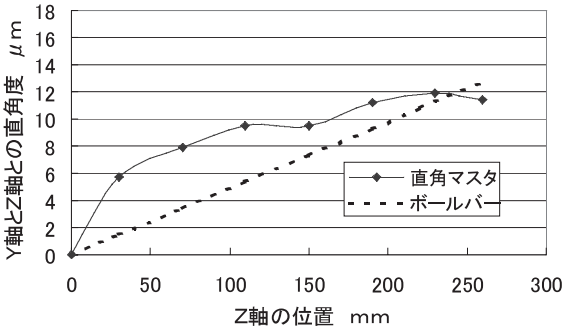


図６　Ｙ軸とＺ軸の直角度誤差の比較

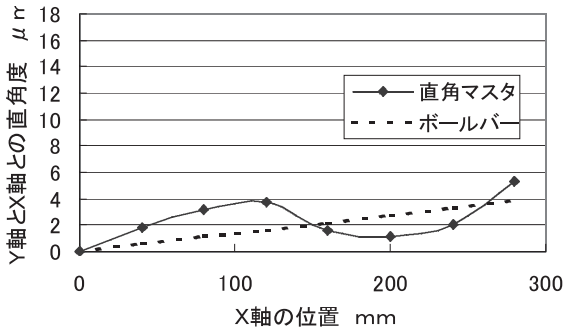


図７　Ｙ軸とＸ軸の直角度誤差の比較

４　おわりに

非接触三次元測定機用の基準器としてダブルボールバーを製作し，それを用いた精度評価実験を行い，以下の結論を得た。

1)　製作したダブルボールバーの球中心間距離の値付けと不確かさの計算を行い，基準器として十分な精度であることが確認できた。

2)　当所の非接触三次元測定機の精度検査を行い，スケーリング誤差や各軸間の直角誤差の評価に有効であることが確認できた。

3)　受入時検査と比較した結果，球間距離の測定結果の傾向の変化が確認できた。

謝　　辞

本研究を実施するにあたって，(独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門 長さ計測科 幾何標準研究室 大澤尊光様及び佐藤理様には多大なる支援を受けたので，ここに感謝の意を表する。

参考文献

1) 大澤 尊光，佐藤理： 計測標準と計量管理，57,2,(2007),2-6

2) 大澤 尊光： 型技術，22，9,(2007),016-019

経常研究

画像計測三次元測定機による計測技術の向上

江面篤志*　大橋利仙*

Improvement of Measuring Technique with Vision-Measuring-System

Atsushi EZURA, Toshinori OHASHI

工業製品の精密化に伴い，高精度な加工が求められている。製品の高精度化を実現するためには，高精度な加工機はもちろん，高精度な測定機が必要不可欠である。そこで，画像計測三次元測定機などの非接触式の測定機が頻繁に用いられる。本研究では，画像測定機を用いた測定に付随する不確かさを算出するとともに測定技術の向上を目指した。

Key words：画像計測三次元測定機，精密測定，不確かさ，温度補正

1　はじめに

近年，製品の高精度化・複雑化が進み，自社内で，加工精度確認や保証を行えない中小企業も少なくない。そこで，公設試に対する測定への要求が増してきている。

代表的な高精度測定機として，接触式の三次元座標測定機が挙げられるが，接触子が入らない複雑な形状や2次元プリントなどの接触することが不可能な製品の測定をすることはできない。そこで，画像計測三次元測定機や三次元レーザデジタイザなどの非接触式の測定機の活躍の場が増えている。しかしながら，加工製品が高精度であるため，公設試の測定機でも精度保証が困難な場合がある。

そこで，(独)産業技術総合研究所（以下，産総研）では，測定機の公称精度以上の測定ができる手法を提唱し，セミナーの開催や，全国の公設試で同じワークを測定し結果を比較する持ち回り測定を実施して，その効果の検証や公設試の技術力の向上に力を入れている。

また，今後，国際的な商取引での品質保証を行う中で必須事項となってくるものの中に不確かさがある。不確かさとは，測定の質を表わすパラメータであり，測定結果に含めることで，測定の信頼性の統一化に繋がる[1)2)]。今後，公設試が発行する成績書などにも記載が求められる可能性がある。

本研究では，産総研が中心となっている知的基盤部会計測分科会形状研究会が主催する２次元マスクパターンの持ち回り測定に参加し，反転法を用いた２次元マスクパターンの測定結果と，測定時の不確かさ要因とその大きさの見積もりを行った。さらに，不確かさを可能な限り小さくできるような測定方法を検討した。

＊　栃木県産業技術センター　機械電子技術部

2　研究の方法

2．1　画像計測三次元測定機の概要

当センターで所有している画像計測三次元測定機は，㈱ミツトヨ製のSQV202PROである。外観図を図１に示す。仕様は表１のとおりで，大幅な改造は行っていない。最終校正日は，2007年10月12日である。

図１　画像計測三次元測定機

表１　画像計測三次元測定機の主な仕様

メーカー名	㈱ミツトヨ
型式	SQV202PRO
データ処理部	QVPAK Ver.2
測定範囲(mm)	X 200　Y 200　Z 150
指示誤差(μm)	U_1=(3+4L/1000)

２．２　ワーク（二次元マスクパターン）

持ち回り測定において用いられたワークは図２のように二次元マスクパターンをガラス基板で挟み込んだものである。実際の測定対象は，この二次元に配列された円形体の中心座標である。

ワークの固定は専用ジグを用いて，図３のように測定機に設置した。

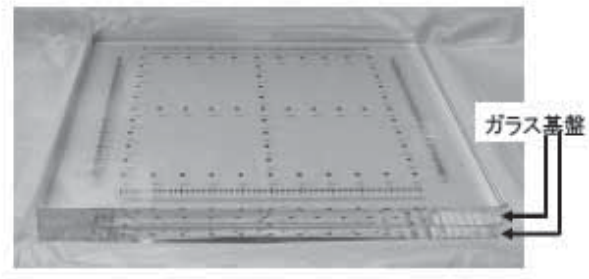


図２　ワーク外観

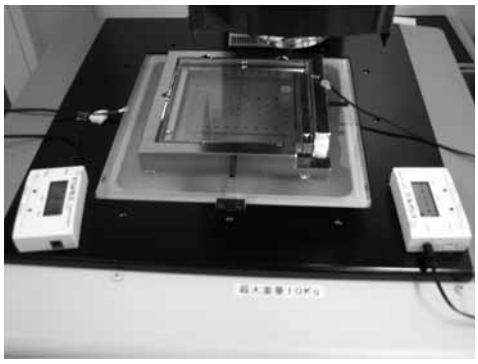


図３　ワーク固定方法

２．３　測定方法

二次元マスクパターンの測定物座標系は図４のようにマスクパターンの円1を原点とし円11をX軸の方向とすると測定プロトコルで指示されていた。今回の測定では，測定機の幾何学的な要因に起因する誤差を軽減するため，座標系の設定を測定前にはせず，測定後に座標系を平行移動・回転し，プロトコルで指示された座標系に変換した。

マスクパターンの測定順序は，図５に示すとおり，最初は円1から円11の方向へ測定し，次に円11から円57の方向，次に円57から円47の方向，さらに円47から円12へ，次に円13から円45，最後に円25から円33へと反時計まわり方向へ渦巻き状に測定した。続けて逆の順序で測定し，各円の中心座標の測定値が2個ずつ得られる。

さらに，系統的な要因による不確かさを圧縮するために反転法という手法を用いた[3)]。反転法とは，一度測定したワークを180°回転させてもう一度測定する手法[4)]で，測定機の運動誤差を低減することができる。今回は，ワークを図６のように4つのポジションに設置し測定することで従来の2回の反転ではなく4回反転させるので，より幾何学誤差をさらに低減させることができる。

また，ワークは反転法を行うことを前提に作られており，同じ厚さで同じ屈折率を持ったガラス基板で二次元パターンを挟み，表面と裏面のどちらを上に向けても測定ができるようになっている。

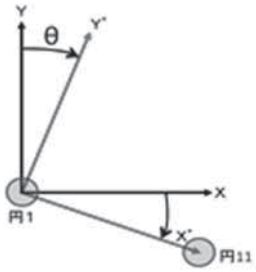


図４　測定物座標系

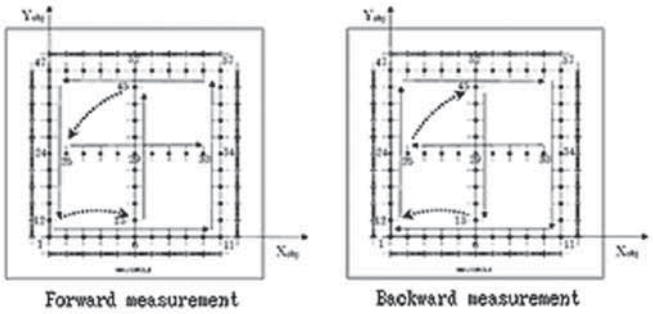


図５　測定順序

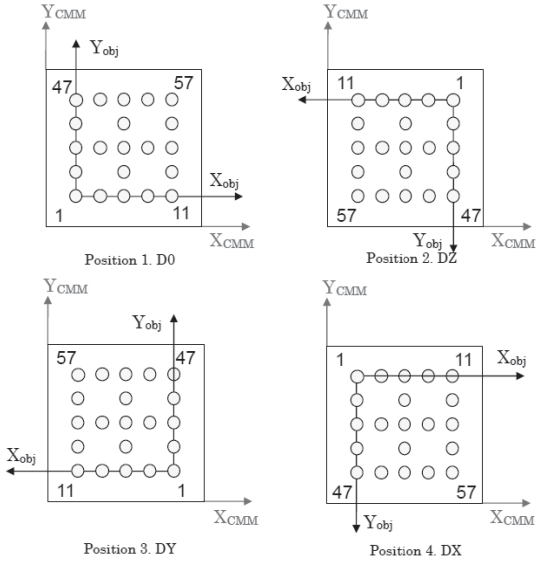


図６　反転法のためのワークポジション

２．４　温度測定

測定中の温度ドリフトを測定するために，図３のように２個の温度計を用いて，ワーク温度と測定機テーブル上の温度を測定した。ワーク温度は，ワーク本体ではなく専用ゲージにサーモレコーダーのセンサを取り付け，測定した。また，同時に測定中の雰囲気の温度として，測定機のテーブル上の温度を測定した。測定機のスケールの温度は，測定終了後に測定した。温度センサは，スケール自体に取り付けることができなかったため，可能な限りスケールに近い位置に取り付け，測定した。

使用した温度計は，エスペック ミック㈱製サーモレコーダーRT-11である。温度センサはサーモレコーダー用標準温度センサRTH-1010を使用した。主な仕様を表２に示す。

２．５　不確かさ見積もり

測定の不確かさは，ISO発行のGuide to the expression of uncertainty in measurement(GUM)の手法に従った。GUMは日本語に翻訳され[1)]，不確かさを評価する手法の標準となっている。

３　測定及び考察

３．１　温度測定結果

測定中のワークの温度測定結果を図７に示す。測定中のゲージ温度の平均は22.299℃であり，測定室の平均室温20℃から大きく上昇していることがわかる。また，不確かさを算出する上で必要なゲージの温度ドリフトは0.081℃である。平均温度が20℃から大きく外れているのは，測定機から発生する熱による影響が大きいと考えられる。

３．２　不確かさ見積もり

測定における不確かさを，長さに依存しない要因と長さに依存する要因とに分け，表３・表４のとおりに見積もった。各要因の二乗和を取ると，長さに依存する要因のそれぞれの標準不確かさの大きさが求められる。それによると，長さに依存しない要因の標準不確かさは361nm，長さに依存する要因の標準不確かさは747nm/mと算出される。さらに，それらの標準不確かさから拡張不確かさを求めることができる。求めた拡張不確かさUを式①に示す。

$$U = 2 \cdot \sqrt{0.36^2 + (0.75L)^2} \qquad ①$$

Lは測定長さで，単位はmである。

表２　温度計の主な仕様

メーカー名	エスペック ミック㈱
型式	RS-11
測定範囲	-20～80℃
測定精度	±0.3℃
測定・表示分解能	0.1℃
温度センサ型式	RTH-1010
温度センサ材質	サーミスタ

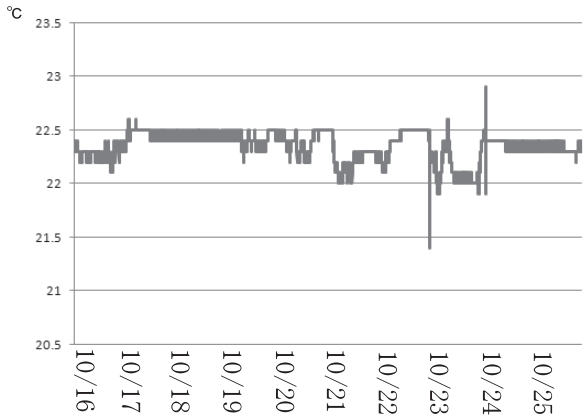


図７　測定温度

表３　長さに依存しない不確かさ要因

不確かさ要因	標準不確かさ
短期的な再現性（ゲージ測定時）	255 nm
短期的な再現性（標準尺測定時）	217 nm
マスクパターンの形状誤差	125 nm
標準尺の校正の不確かさ	50 nm

表４　長さに依存する不確かさ要因

不確かさ要因	大きさ	感度係数	標準不確かさ (nm/m)
ゲージの温度ドリフト（測定中）（温度計誤差）	191mK (81mK) (173mK)	0.51×10^{-6}/K	97
CMMスケールの温度ドリフト(ゲージ測定時)	65mK	8×10^{-6}/K	520
CMMスケールの温度ドリフト(標準尺測定時)	65mK	8×10^{-6}/K	520
ゲージの線膨張係数の不確かさ	0.051×10^{-6}/K	2.299K	68
標準尺の校正の不確かさ			60

３．３　温度補正

表３，表４の不確かさの算出結果を見ると，温度ドリフトによる要因が大きくなっていることがわかる。今回の不確かさ見積もりでは，温度変化による測定機のスケールの伸縮とワークの伸縮が相関なく起こっているものとしている。しかし，実際には，片方の温度が上がり膨張した場合には，もう一方も温度上昇し膨張していると予想される。そのため，それぞれの温度を同時に測定し，熱膨張を補正することにより，温度ドリフトによる測定の不確かさを圧縮することが可能であると考えられる。

４　おわりに

測定の不確かさを見積もった結果，CMMの温度ドリフトに伴う測定機のスケールの熱膨張に起因する不確かさが大きく，繰り返し測定によって求められる短期的な再現性による不確かさと同様に大きな影響を与えていることと推測される。しかし，今回行った不確かさの見積もりは，手探り状態であったこともあり，過大に見積もられていると考えられる。今後，温度補正を施すことで，さらに高精度な測定が可能になることがわかった。

謝　辞

本研究を遂行するにあたり，多大なるご指導をいただきました(独)産業技術総合研究所 幾何標準研究室 大澤尊光氏を始めとする知的基盤部会計測分科会形状研究会に参加の皆様に心より感謝いたします。

参考文献

１）日本規格協会編：計測における不確かさの表現のガイド
２）日本規格協会編：計測の信頼性評価
３）大澤尊光，高辻利之，黒澤富蔵，梅津健太：産総研計量標準モノグラフ 第８号(2005)
４）大澤尊光：座標測定機による３次元形状の高精度測定技術,産総研 TODAY Vol.7(2007)，31

経常研究（横断的共同研究）

魚類ブランド化機器の開発（第２報）

江面篤志*　柏崎親彦*　渡邊長生**

Development of Mechanism to Add High Value to Fish　(2nd Report)

Atsushi EZURA, Chikahiko KASHIWAZAKI and Takeo WATANABE

栃木県の地域特産魚として期待されるヤシオマスのブランド化のためには，品質向上が必須である。特にヤシオマスは大型であるために，高い鮮度を長時間維持できる新しい活けしめ装置の開発が求められている。そこで本研究では，電気ショックにより，魚を気絶・沈静化させ，その後活けしめ作業を行う手法を実現させるための装置の作製を行った。また，活けしめ後の鮮度を評価する指数である硬直指数は，魚の死後硬直の進行状況を指数化したものである。しかし，硬直指数の従来の測定方法は，作業者間のばらつきが大きいことが問題となっている。そこで本研究では，ばらつきの少ない硬直指数測定装置の開発を行った。

Key words：ヤシオマス，活けしめ，鮮度，電気ショック，硬直指数

1　はじめに

ヤシオマスは栃木県水産試験場で開発された全雌三倍体ニジマスである。卵を持たないために年間を通じて品質が安定しているヤシオマスは，県の地域特産ブランドとしての期待が高く，釣り堀などでの利用も広がっているが，食用としての利用は未だ少ない。食用への利用促進のためには，高品質化・高付加価値化によるヤシオマスのブランド化が必要である。特に，魚類において高い品質，すなわち，鮮度を長時間保つためには，ストレスや疲労を与えずに即殺する活けしめ脱血作業が不可欠である[1)]。しかし，現状ではヤシオマスのような体長60cmにも達する大型魚を活けしめするためには，大変な労力が必要であるため，養殖業者は活けしめを行わず出荷している。

そこで，第１報では，活けしめ作業の軽労化を図るため，活けしめ前に沈静化させる手法を提案，開発した[2)]。開発した手法は，まず水槽内に２つの電極を設置し，電極間に電流を発生させ，ヤシオマスを気絶させる。その後，気絶し沈静化したヤシオマスの延髄を破壊し，即殺するというものである。本研究では，前述の手法を実現できる装置を作製し，その効果を実証する。

また，魚体の鮮度を評価し，活けしめの効果を比較する方法として，魚体を触診し活けしめ後の死後硬直の様子を判断する方法が取られてきた。しかし，この方法は，勘所に依るところが大きいことから，死後硬直を定量的に評価する指標として硬直指数が提案されている。硬直指数とは，次式（１）により定義される。

$$R(t) = \frac{L - L'(t)}{L} \times 100 \qquad (1)$$

ここでLは，活けしめ直後において，図１のように魚体の上半分を台上に置き，尾の垂れ下った距離を測定することにより求める。L’(t)は，活けしめ後，t時間経過した時の尾の垂れ下り距離である。この硬直指数の経時変化を見ることにより，ヤシオマスの鮮度状態を知ることができる。

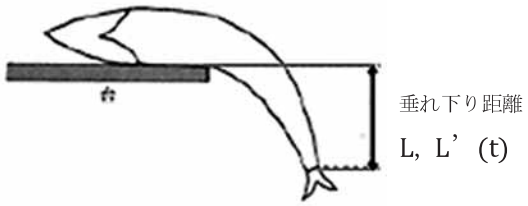


図１　硬直指数測定位置

しかし、硬直指数を測定するための専用機は存在していないのが現状である。そこで，県水産試験場では，活けしめ後の鮮度保持の調査研究のために，図２の硬直指数測定装置を試作した。

＊　栃木県産業技術センター　機械電子技術部
＊＊　栃木県水産試験場　水産技術部

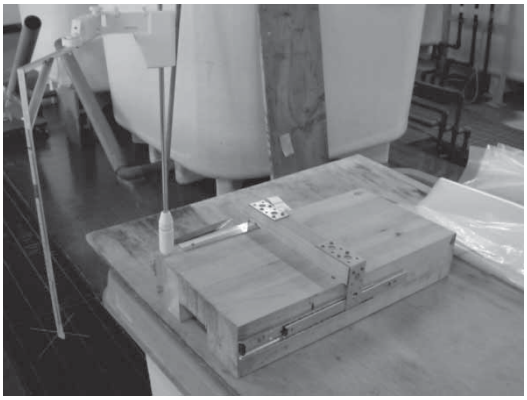


図２　硬直指数測定装置の試作機

上記の装置の問題点として，測定のばらつきの大きさが挙げられ，主な原因としては，測定方式が考えられる。本装置は，針金をスケール先端に設置し，尾鰭に直接接触させ，長さを測るものである。しかし，目線の高さや，針金のたわみなどの影響が大きく，測定者間での大きい測定誤差が発生している。

そこで，本研究では，デジタル角度計を用いて，尾の垂れ下り距離を測定する手法を用いた測定装置を開発する。デジタル角度計を用いることで，測定のばらつきの抑制を図り，測定結果をすばやくPCに転送することができるようになる。

２　研究の方法

２．１　活けしめ用気絶装置の開発

本研究では，図３のような電気回路を用いた二電極式の気絶装置を開発する。

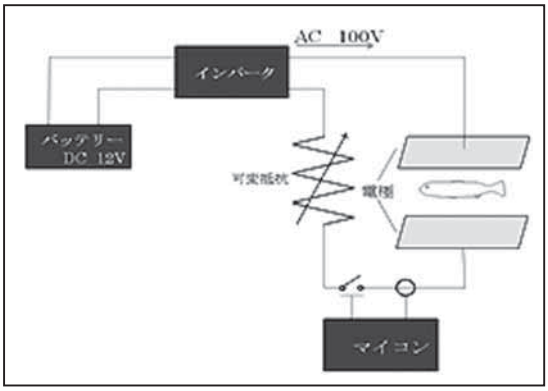


図３　活けしめ用気絶装置の回路図

本装置は，マイコンによって電気ショックの印加を任意に制御することができる。例えば，図４の様に電流をt_1秒印加し，t_2秒インターバルを設けるというサイクルを作成し，4サイクル実施するといったことも可能である。

図４　電流のマイコン制御例

装置の試作にあたり，まず，電極間の距離が電流の強さに及ぼす影響を調べる。その後，体長10cm程度の小魚に装置を適用し，気絶の最適条件を求める。その後，体長60cm級のヤシオマスを用いて，装置の評価を行う。

２．２　硬直指数測定装置の開発

本研究で開発する硬直指数測定装置は，デジタル角度計を用いて，図５のように角度θを測定し，尾の垂れ下り距離を計算する。

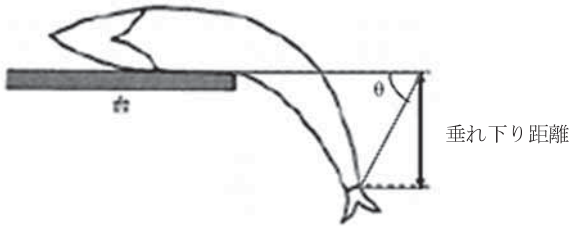


図５　角度計を用いた尾の垂れ下り距離測定

製作した装置は，活けしめしたヤシオマスを用いて，複数の測定者に2回ずつ，合計12回の測定を行った時の測定のばらつきを評価する。

３　結果及び考察

３．１　電極間距離を変化させる導通実験

横幅60cm，容積72ℓの水槽中に二枚の電極を入れ，電極間の距離を5cmから，57cmまで変化させる導通実験を行った。まず，最初に，電極同士を接触させ，完全に導通がとれている時の電流値を20mA，40mA，60mA，80mAに，可変抵抗を用いて設定する。図６はその結果である。

導通実験の結果，高い電流値を設定しても，電極間の距離を離すことで，水槽内に流れる電流値はほとんど変わらなくなっていることがわかった。

次に，水槽内を流れる電流値を大きくするために，水槽中に5グラムと10グラムの塩を溶かし完全導通時の電流を20mAに設定し，同様の実験を行った。その結果を図７に示す。

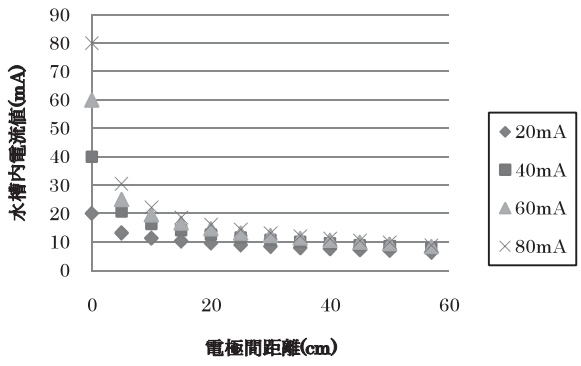


図６　導通試験結果

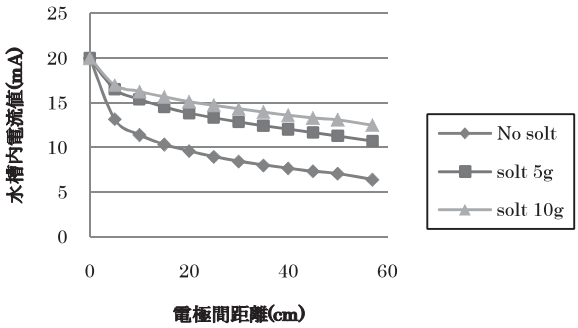


図７　塩を加えた時の導通実験結果

5グラム，つまり約70ppmというごく少ない塩を加えた結果，塩を加える前に比べて水槽内の電流値が大きくなっていることが分かった。

３．２　活けしめ用気絶装置の作製と最適条件

活けしめ用気絶装置を作製した。外観図を図８に示す。

この装置を用いて，ヤシオマスを気絶させるための最適条件を求めるため，体長約13～15cmのニジマスの稚魚を用いて気絶実験を行った。

実験を行った結果，完全導通時の電流値を170mA，電流印加時間t_1を1秒，インターバル時間t_2を0.5秒としたサイクルを10回与えたところ，小魚は，安定して気絶することがわかった。

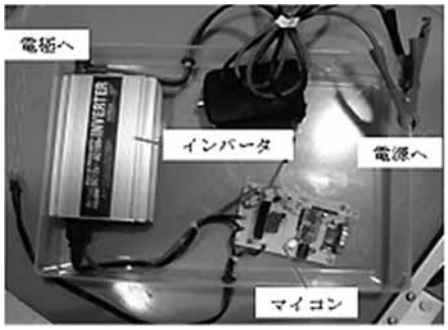


図８　活けしめ用気絶装置外観

３．３　活けしめ用気絶装置の効果実証

ヤシオマスを気絶させるための最適条件を求めるために，活けしめ用気絶装置をヤシオマスに対し適用する実験を行った。その実験装置を図９に，実験条件を表１に示す。

今回の実験では，小魚を用いた実験の時よりも水槽が大きくなるため，電流値を大きくした。また，電極にアルミテープを用い，水槽に直接張り付けた。

この結果，サイクル回数が5回の時には，約3分間の鎮静化が見られた。サイクル回数10回の時は，5分以上の鎮静化時間が得られたが，25回にした時には，ヤシオマスは絶命してしまった。5分間気絶させることにより，一度に10尾程度のヤシオマスを活けしめすることができ，養殖場などの現場に転用された場合，作業効率を著しく向上させることが可能になる。

よって，本研究で作製した活けしめ用気絶装置の最適サイクル回数を10回とした。

図９　ヤシオマス適用実験の様子

表１　ヤシオマス適用実験条件

完全導通時の電流値	530mA
電流印加時間t_1	1sec
インターバル時間t_2	0.5sec
サイクル回数	5～25
電極間距離	80cm

３．４　硬直指数測定装置の開発

本研究で，作製した硬直指数測定装置の外観図を図１０に示す。

本装置の測定手法について説明する。まず，図１０で示すようなθをデジタル角度計によって測定し，測定したθを，次の式（２）に代入することで，尾の垂れ下り距離を算出する。

$$L(t) = \beta\sin\theta + \alpha \qquad (2)$$

図１１中の，テーブルと角度計の高低差オフセット量αとデジタル角度計のブレード長βは，三次元座標測定機（㈱ミツトヨ　H503）で校正したスコヤや，直角定規を測定し，補正量として求めた。

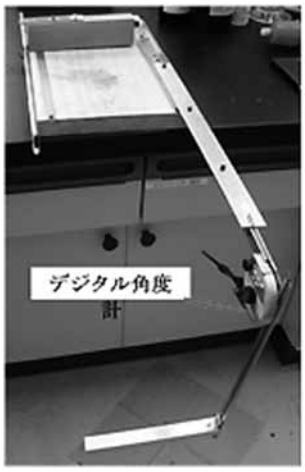


図１０　硬直指数測定装置の外観

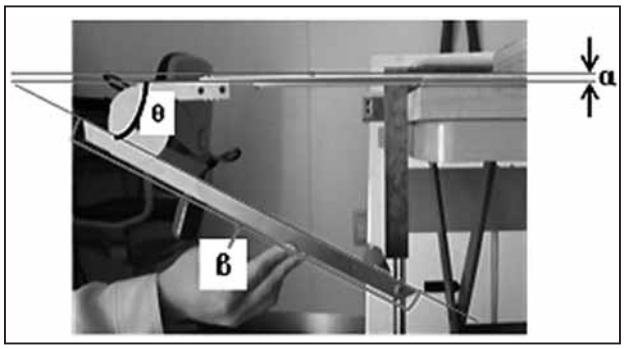


図１１　硬直指数測定装置の測定手法

３．４　硬直指数測定装置の精度評価

作製した硬直指数測定装置（図１０）を用いて活けしめ後のヤシオマスの尾の垂れ下り距離を測定し，測定装置の精度を評価する実験を行った。

測定方法は，図１２のように魚体を測定装置上に置き，アルミ製の角パイプを尾鰭に接触させ，その時のデジタル角度計の示す値θをPCに転送し，式１より垂れ下り距離Lを求める。

今回の実験では，6人の測定者が2回ずつ測定を行い，合計12回の測定を行った。その結果を表２に示す。

測定実験の結果，測定のばらつきを表わす標準偏差が4.7mmと非常に小さくなっていた。測定者間のばらつきが小さい測定装置であると言える。

図１２　ヤシオマス硬直指数測定時の様子

表２　ヤシオマス硬直指数測定結果

角度（θ）測定の平均値	140.9°
計算値(L)の平均値	192.6mm
計算値(L)の標準偏差	4.7mm

４　おわりに

電気ショックにより，即殺前にヤシオマスを気絶させ，沈静化させる新しい活けしめ用気絶装置を開発し，ヤシオマスを5分間気絶させることに成功した。本装置を現場に転用することにより，作業効率が上がり，活けしめを施してからの出荷の増加を促すことに繋がると考えられ，市場に流通するヤシオマスの品質向上が見込まれる。

また，安定した精度を誇る硬直指数測定装置の開発により，ヤシオマスの鮮度向上に関する研究開発に大いに役立つと考えられる。

参考文献

１）茨城県水産試験場編:”水産の窓”No.15-3,35,51, No.16-10

２）江面篤志，柏崎親彦，渡邊長生：栃木県産業技術センター研究報告，5，135-137(2008)

経常研究（横断的共同研究）

超音波肉質診断画像のコンピュータ解析による脂肪交雑推定システムの開発

枝野　龍之*　岡　英雄*　川田　智弘**

Development of system that is estimating marbling score by computer analysis of ultrasound diagnosis image

Tatsuyuki EDANO, Hideo OKA, Tomohiro KAWADA

超音波肉質診断は，超音波が家畜の体内を伝播する際に物理的特性の異なる筋肉組織，脂肪組織等の境界面で反射される特性を利用し，この反射波を測定して体内の状態を非破壊的に把握する技術である。県畜産試験場ではこの技術を肉牛に応用し，筋肉の発達や脂肪の厚さ，脂肪交雑(霜降り)の状態を生きたまま観察することにより肥育農家の指導を行っている。本研究では，畜産試験場と共同で超音波肉質診断画像から画像解析を行い，客観的な脂肪交雑の推定をするアプリケーション開発を行ったので報告する。

Key Words ： 超音波診断，画像解析，脂肪交雑

１　はじめに

県畜産試験場では現在，超音波診断技術を利用した生体における肥育牛の脂肪交雑推定の研究を行っているところである。超音波画像から脂肪交雑を推定することは，技術者の熟練度合いによって精度が大きく左右されるという問題が生じている。さらに画像解析には汎用のアプリケーションを使用しているため操作が煩雑となり，効率的な活用ができていない現状がある。

脂肪交雑とは肉牛の霜降り度合いを１２段階に分けＢＭＳナンバーで表示しており（数字が大きいほど霜降り度合いが高い。図１），生体での脂肪交雑推定が行えれば，経時的な診断により肥育農家にとっての飼養技術向上や牛肉のブランド化に有効な手段となる。そのため，簡素な操作で客観的に脂肪交雑を推定することに特化したアプリケーションの必要性があり，本課題では上述のものを実現するためのアプリケーション開発を目的とするものである。

２　研究の方法

畜産試験場が行っている，超音波診断画像による脂肪交雑の推定手順は，超音波測定装置を現場に持ち込み，肉牛の対象とする部位付近にプローブを当て，装置の画像をビデオ端子に接続したデジタルビデオカメラで動画撮影し録画している。その後，事務所で録画画像をパソコンに取込み再生しながら最適な画像のところを静止画画像ファイルとして保存する。（画像ファイルは白黒のビットマップ形式である。）

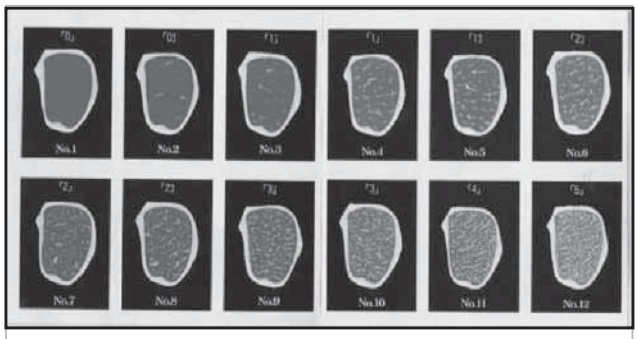


図１　BMSのサンプル

左上のものがNo.1で右に行くほど等級が上がる。左下のものがNo.7で同様に右に行くほど等級が上がり，右下のものがNo.12で最高位。

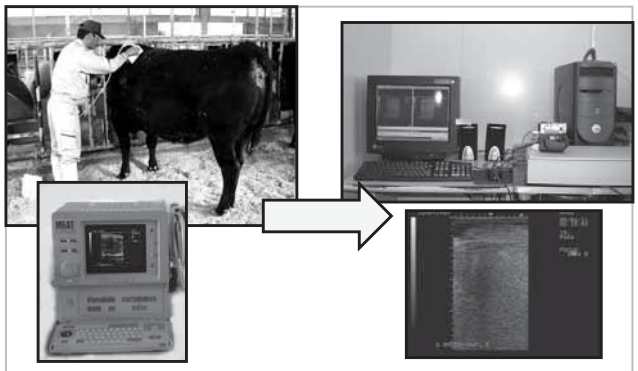


図２　現在の診断状況

現場において超音波装置により画像を録画し，録画したものを事務所にて再生し最適箇所を静止画保存して脂肪交雑の推定を行う。

*　栃木県産業技術センター　機械電子技術部
**　栃木県畜産試験場　畜産技術部

保存された画像ファイルは汎用の計測ソフトや解析ソフトにより，ロース芯面積，背脂肪厚さ等の計測や画像解析を行い推定している。

本課題を進めるにあたり，畜産試験場との打合せにより比較的取りかかりやすい濃淡ヒストグラムの解析により行うこととした。産業技術センター分担として，ヒストグラム解析から脂肪交雑の推定を行うアプリケーションを開発するため，

① 任意の画像ファイルを表示することができる。
② 画像中で任意の３点を指定することができる。
③ その指定場所の濃淡ヒストグラムの表示とヒストグラムデータを保存することができる。
④ ヒストグラムから求められるものとして，平均，分散歪度，尖度の各特徴量が自動計算できる。

といった仕様のもののプログラムを行った。

②の３点とは，表示画像内において任意の場所に１ポイント５０×５０ピクセルの領域として，３つまでアプリケーションを操作する者が指定できるようにすることである。

④の特徴量は，平均は濃度レベルの平均を表す。分散は母集団の広がりを示し，平均値から離れた画素が多く存在すれば大きな値となる。歪度，尖度ともデータの分布が正規分布からどの程度逸脱しているかを示すものである。計算式は以下に記述する。

［平均］ $\mu = \Sigma i * P(i)$ ・・・・・・・・・・・(1)

［分散］ $\sigma^2 = \Sigma (i-\mu)^2 * P(i)$ ・・・・(2)

［歪度］ $s = \Sigma (i-\mu)^3 * P(i) / \sigma^3$ ・・(3)

（>0：右裾広がり　=0：正規分布　<0：左裾広がり）

［尖度］ $k = \Sigma (i-\mu)^4 * P(i) / \sigma^4$ ・・(4)

（>3：強い裾広がり　=3：正規分布　<3：裾が途切れる）

※　i：0～255,　P(i)：正規化したもの

以上，作製したアプリケーションを利用し，畜産試験場側において脂肪交雑が既にわかっているものの画像データについて解析を行った。

ここで，１つの画像につき５０×５０ピクセルで示す３つの領域についてヒストグラム解析を行うことになるが，枝肉格付時の脂肪交雑判定が胸最長筋（ロース），背半棘筋，頭半棘筋内の脂肪交雑程度により行われることから，胸最長筋を関心領域（図４中ではａ）とし，その周辺部分を比較領域とし一つは胸最長筋の上部における僧帽筋（図４中ではｂ），もう一つは胸最長筋の右上付近にある背半棘筋（図４中ではｃ）を指定する必要がある。（サンプル数はBMS No.3～No.11の１９サンプルについて行った。）

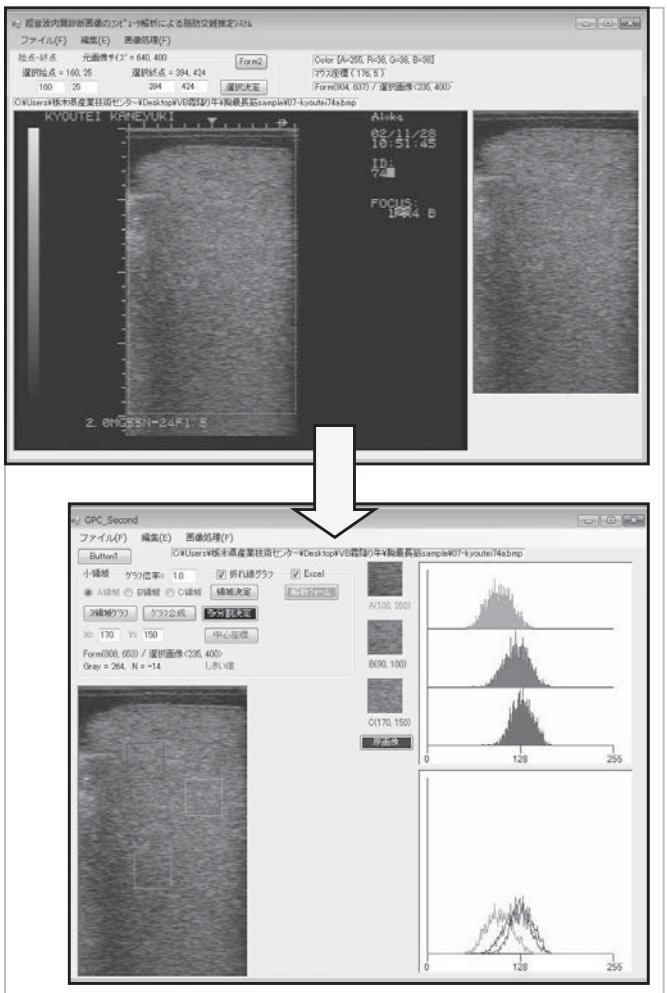


図３　システムイメージ

Form1(上図)で画像データの呼び出しを行い，Form2(下図)でヒストグラム解析およびデータの表示や保存を行う。

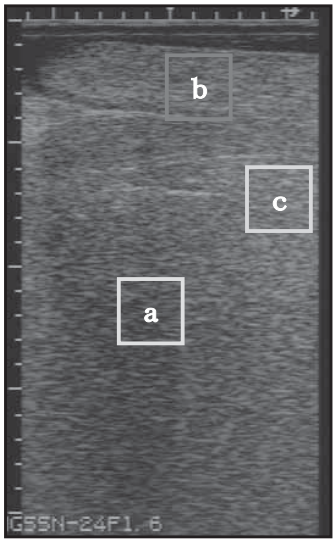


図４　超音波診断画像

Form2のシステムに表示された超音波画像中から，胸最長筋部（ａ），僧帽筋（ｂ），背半棘筋（ｃ）の位置をそれぞれ指定し，ヒストグラム解析を行う。指定されている領域は50×50ピクセルの正方形が対象領域となる。

３　結果及び考察

各脂肪交雑のヒストグラムを図５に，平均などの計算値の結果を図６に示す。これらの結果から脂肪交雑が高いものでは比較的３つの山が重なっており，脂肪交雑が低いものではロース部分の山（青線のグラフ）に対してあとの２つの山が離れている傾向が見て取れる。しかし，１２等級の脂肪交雑に分類するための特徴を見出すには，ヒストグラム解析では不十分であることがわかる。

ここで畜産試験場から，BMS No.８とNo.７を境にして８以上を「高脂肪交雑」，７以下を「低脂肪交雑」というグループとし，その振り分けが推定できるシステムでもそれなりに有用なものであるという意見があった。

通常，肉の格付けにおいて，生体から取れる枝肉の割合がどのくらい多いかで等級分けをする「歩留等級（Ａ，Ｂ，Ｃで分けられＡが一番良い）」と，“脂肪交雑”，“肉の色沢”，“肉のしまりとキメ”，“脂肪の色沢と質”の４項目をそれぞれ５段階評価し等級を決める「肉質等級（数字が大きいほど良い）」がありその組合せで，例えばＡ５，Ａ３，Ｂ４などと表記がなされ格付けされる。

対象としている脂肪交雑に限っていえば，肉質等級５がBMS No.8～12，４等級がNo.5～7，３等級がNo.3～4，２等級がNo.2，１等級がNo.1というように区分されている。一般的に和牛はＡランクの評価がほとんどということなので，BMS No.8以上とNo.7以下で区切れれば「Ａ５＝高脂肪交雑グループ」，「Ａ４以下＝低脂肪交雑グループ」の分類を行いそれらを推定する，というシステムを組めばよいこととなる。

上述のように高脂肪交雑のものの方が，３つの指定領域のヒストグラムが重なっているのは，全体的として均一に脂肪が散らばっている方が高脂肪交雑（いわゆる霜が降っている状態の肉）であるため，３つのどの領域のヒストグラムをとっても，お互いにほぼ同じ様な山の形になると考えられる。

そこで，「平均」，「分散」，「歪度」，「尖度」の計算値を，それぞれのサンプルごとの計算値ごとに

ｂ（僧 帽 筋）－ａ（ロース芯）　・・・・・・(5)

ｃ（背半棘筋）－ａ（ロース芯）　・・・・・・(6)

を計算してプロットしたものを図７に示す。

ここから，図７の「平均」によるもののグラフにおいて，ｂ－ａ＝１０，　ｃ－ａ＝２０のラインを境として”高脂肪”，“低脂肪”を分けるための差異を見ることができた。特に，ｃ－ａにおいてはそれなりに二極化しているのが見て取れる。現時点においては，ｃ－ａ＝２０を条件としてそれ以上なら「低脂肪交雑」，２０より小さければ「高脂肪交雑」という判断のプログラムをシステムに組み込んだ。

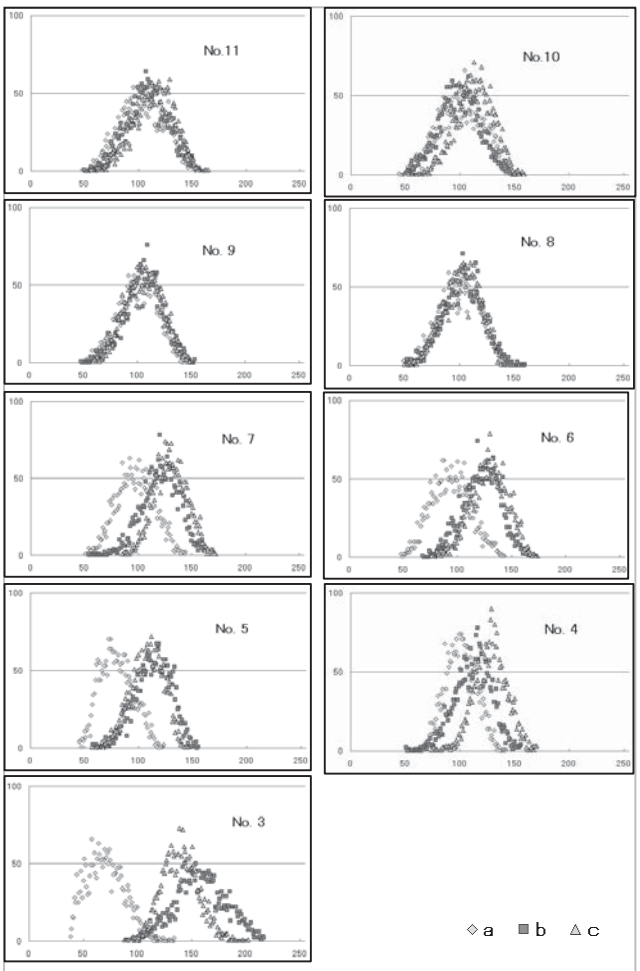


図５　ヒストグラム表示

ａ：ロース芯部，ｂ:僧帽筋部，ｃ:背半棘筋部
横軸:輝度(0：黒～255：白)　縦軸:度数

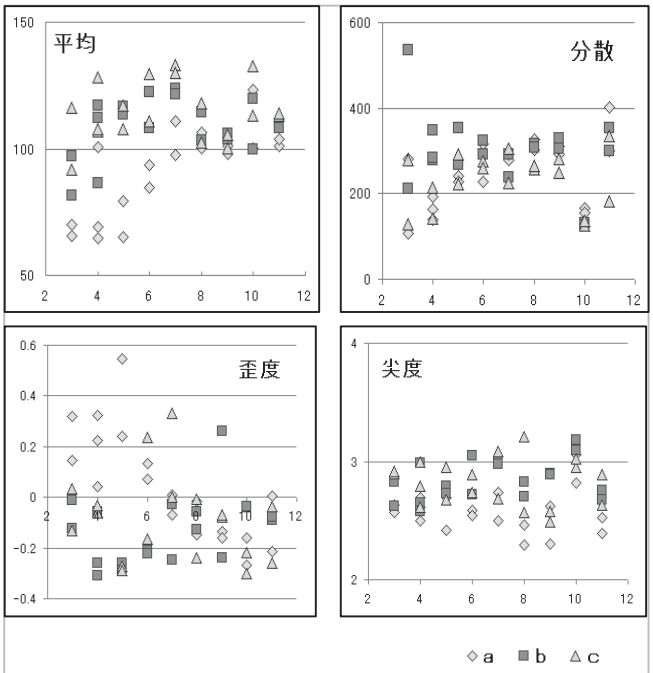


図６　ヒストグラムからの特徴量

ａ：ロース芯部，ｂ:僧帽筋部，ｃ:背半棘筋部
横軸:脂肪交雑(BMS No.)。縦軸：それぞれの計算地

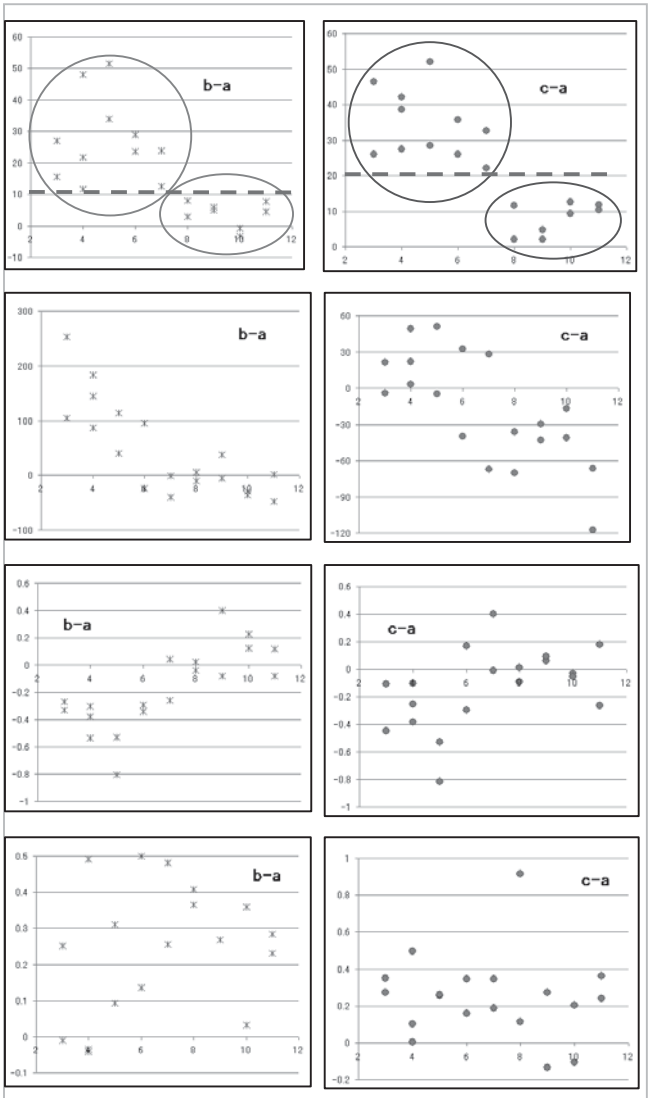


図7　３領域の差異のグラフ

図は上から「平均」，「分散」，「歪度」，「尖度」の順に示した。
横軸:輝度(0：黒～255：白)。縦軸：それぞれの計算地
ａ：ロース芯部，ｂ:僧帽筋部，ｃ:背半棘筋部

４　まとめ

今年度研究の成果物として，超音波画像データの表示と任意の領域を３点指定し，その部分のヒストグラム解析を行い，その表示とテキストあるいはエクセルにデータを保存できるアプリケーションを作製した。さらに検討結果より，「高脂肪交雑」か「低脂肪交雑」程度は判別できそうな結果となったので，それらの推定を行うシステムとした。

ただし，サンプル数が１９と必ずしも多くなく，試用試験も行っていないため，どのくらいの精度があるのかも出せていないのが現状である。

今回はヒストグラム解析のみの試みであったが，本来の目的である１２等級ある脂肪交雑の推定に関しては，それ以外の解析手法を導入し検討しなければならない。また，推定精度を上げるためには，数多くのサンプルを解析してその結果をフィードバックしていき脂肪交雑推定の検討をする必要がある。

今後は上記の検討事項を踏まえ，現場での運用試験も行い，脂肪交雑を判定する業務の支援ができる，使いやすいシステムの開発をしていきたい。

参考文献

1)「テクスチャー解析による超音波診断画像評価に基づいた肉牛生体の脂肪交雑基準値の客観的推定について」
日本畜産学会報　第79巻　第2号　別刷

2)「新編　画像解析ハンドブック」
高木幹雄，下田陽久　監修
(財)東京大学出版　発行

3)「ディジタル画像処理の基礎と応用」
酒井幸市著　CQ出版社

経常研究

外装用木質建材の耐久性に関する調査

常盤　茂*　　伊澤光晴*

Evaluation of Exterior Paint film by the Weathering Tests in Utsunomiya

Shigeru TOKIWA, Mitsuharu IZAWA*

外装用建材の施工時に使用される木材保護着色塗料は環境配慮型への転換が進みつつある。県内の気象環境での性能を評価するため，屋外暴露試験を行うとともに，促進耐候試験を行い，変色や白色化，耐水性，割れやはがれの程度などを観察し，比較対照しながら塗膜性能の評価を進めた。冬季の暴露試験と促進耐候試験を行った結果，1）冬季の屋外暴露による劣化は，はっ水度，色差とも変化は少ない，2）促進試験では，含浸，半造膜で色の劣化が進行し，無塗装では時間経過の初期から白色化が進行した。

Key Words 木材保護着色塗料，環境配慮型，屋外暴露耐候性，促進耐候性

1　はじめに

屋外で使用される木質材料の表面処理には，木材用保護塗料が用いられる。従来と異なり，健康被害に配慮した低ＶＯＣ化が求められているが，効果の持続に誇大な表現も見られトラブルの原因になっている。外装用木質建材の長寿命化は，木材の需要拡大に有効であり，廃棄物の抑制や二酸化炭素の固定にも寄与することが期待されるが，耐久性の客観的な評価情報に乏しい。そこで，屋外で使用される木質材料を，実環境下での耐久性能と人工促進劣化試験による耐久性能の対応関係で検証するとともに，環境配慮型塗料の性能を示すデータの蓄積を図ることとした。

2　研究の方法

２．１　供試材料

２．１．１　塗装基材

乾燥したヒノキ（*Chamaecyparis obtusa*）柾目試験片を用いた。促進試験用試験片の寸法は70(R)×150(L)×9.5(T)mm，屋外暴露用は100(R)×270(L)×14.5(T)mmとした。

２．１．２　木材保護着色塗料

表１に示す市販品８種類（造膜型，半造膜型，含浸型）を用いた。色調は木理の見える半透明の黄色系（パイン系）を用いた。

表１　木材保護着色塗料

塗料番号	塗膜タイプ	希釈剤	塗装	環境性
A	造膜型	水性エマルジョン	1液型・2回塗り	F☆☆☆☆
B	半造膜型	水性	1液型・2回塗り	F☆☆☆☆
C	半造膜型	植物・油性	1液型・2回塗り	―
D	半造膜型	植物・油性	1液型・2回塗り	F☆☆☆☆
E	半造膜型	油性	1液型・2回塗り	―
F	含浸型	油性	1液型・2回塗り	F☆☆☆☆
G	含浸型	油性	1液型・2回塗り	―
H	半造膜型	油性	下塗り剤＋中塗り剤	―
I	ヒノキ素材　無塗装コントロール			

２．１．３　塗装

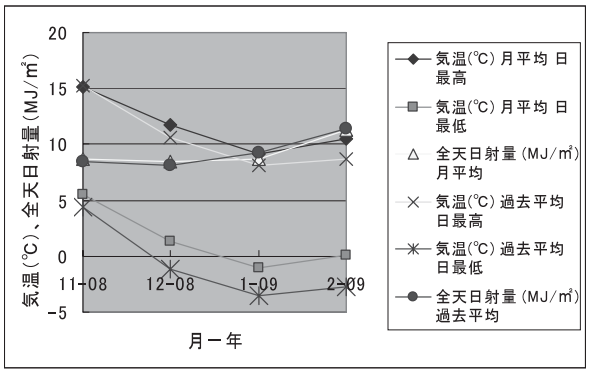
各塗料の仕様書に従った。塗装後暴露裏面は浸透タイプのアルキド樹脂を塗布した。木口面は促進試験片については塗装後アルミ粘着テープで被覆，屋外試験片については養生テープ巻き後ステンレス粘着テープで被覆した。各塗料につき５片ずつ塗装を行い，試料とした。

２．２　暴露試験

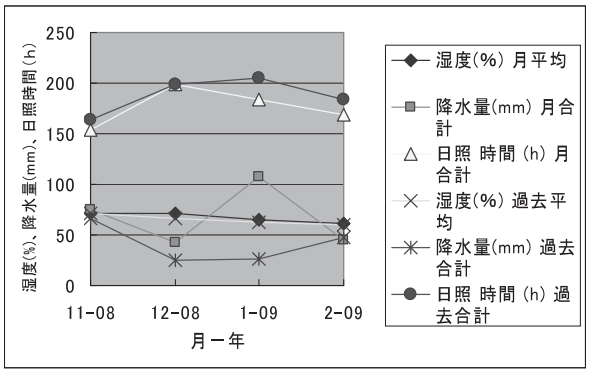
２．２．１　屋外暴露試験

JIS　K5400の屋外暴露試験方法に基づき，栃木県宇都宮市の産業技術センター屋上に暴露架台を設置した。塗装試験片を南面30度の傾斜暴露架台に取り付け，2008年11月より暴露試験を行った。試験期間の暴露地近くの気象観測値（宇都宮気象台調べ）を図１に，試験に使用した暴露架台を図２に示す。

*　栃木県産業技術センター　材料技術部



気温（最高，最低），日射量



湿度，降水量，日照時間

図１　気象観測値

図２　暴露架台

２．２．２　促進試験

JIS　K5400の促進試験方法に基づき，スガ試験機㈱製のキセノンウェザーメータSX-75により，照射120分間中18分散水の間隔で繰り返した。ブラックパネル温度65℃の条件で行った。用いた装置を図３に，試験条件を表２に示す。

図３　使用したウェザーメータ

表２　促進試験条件

放射照度	0.50W／m²(at340nm)　550W／m²(290～800nm)
ブラックパネル温度	65℃
湿潤サイクル試験	連続運転　120分サイクル
	湿潤時間　18分　（イオン交換水スプレー）
	乾燥時間　102分
	相対湿度　65%
規　格	JIS K 5600-7-7 塗料一般試験方法（キセノンランプ法）

２．３　劣化評価

木材用保護塗料の耐候性を評価するための測定項目については，規格化されているものはない。塗料製品に用いられる評価項目から以下の項目を取り上げて評価した。

２．３．１　色差

色差は，日本電色工業㈱製分光測色計SZーシグマ90により，JIS　K　5600-4-4～4-6に規定される方法で暴露試験前と後の色調の差を測定した。国際照明委員会のCIELab表色系によるL*a*b*値から計算されるΔE*値で評価した。

２．３．２　はっ水度

はっ水度：森林総研法により算出した。試験片を上皿天秤に乗せ，塗装面に水を約１ｇ滴下し秤量する。滴下周辺に蓋をかぶせて１分間放置した後，吸い取り紙で試験片上の水分を拭き取り，重量を測定する。基材中に浸透した水分量を求め，次式による計算値をはっ水度とした。

はっ水度＝100－（浸透した水分量／滴下した水分量）×100

２．３．３　目視

塗装面の割れ，はがれ，生物汚染などの劣化について目視評価を行い，写真撮影により記録した。

３　結果及び考察

塗膜の耐候性に関しては，規格はあるものの，耐候性能についての統一した規格は示されていない。

屋外暴露試験と促進試験から得られる保護表面の劣化を，色差変化と吸水による変化に着目して，経過を調べた。

３．１　色差変化

図４に屋外暴露試験における色差変化を示す。屋外暴露試験では夏季の色差の増加が大きいと言われている。今回は秋からの開始であったため，時期的には冬季の劣化で，色差も３～８と変化は小さい。塗料別にも４ヶ月間では大きな変化は認められない。これは，冬季のためカビや大気中の浮遊物の付着による暗色化が進んでいないためと見られる。

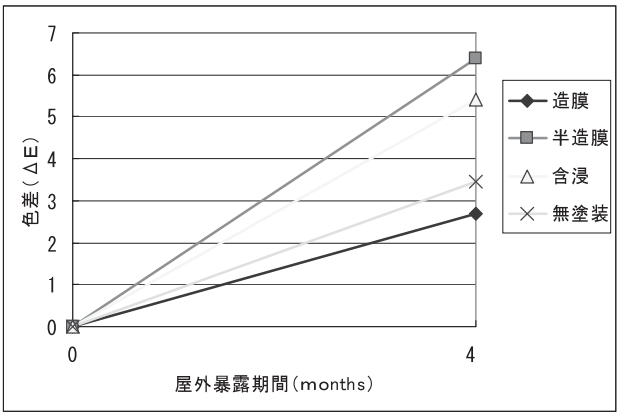


図４　屋外暴露試験の色差変化

図５に促進耐候試験による塗料タイプ別色差変化を示す。無塗装は表面が白色化し，照射初期から色差変化が現れる。図６に照射前と白色化したサンプルの例を示す。

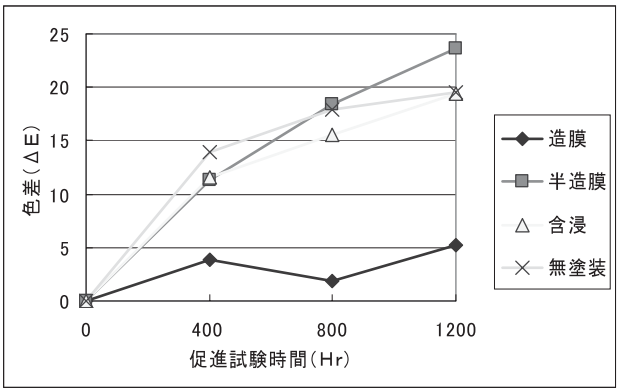


図５　塗料タイプ別色差変化

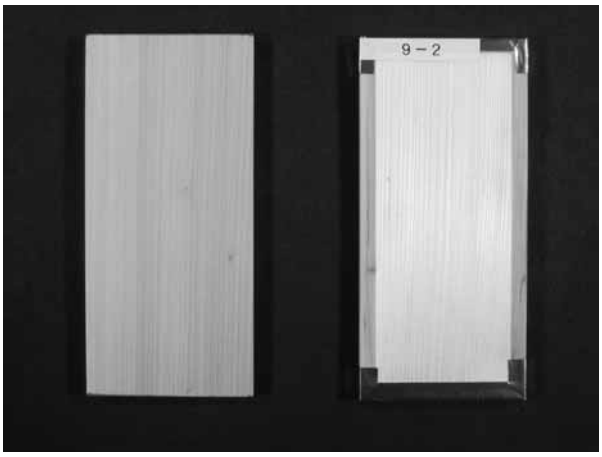


図６　無塗装表面の白色化（８００Ｈｒ）

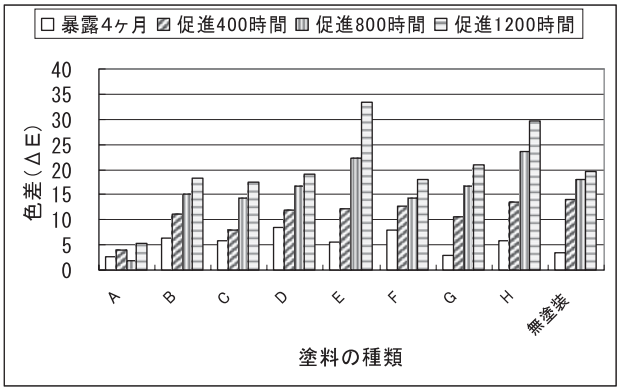


図７　屋外暴露と促進試験による色差変化

屋外暴露試験と促進耐候試験による色差変化を図７に示す。両者を比較すると，４ヶ月の屋外暴露による変化よりも，400時間の促進耐候試験による色差の方が大きく，時間経過とともに増加する。これは，促進耐候試験では，0.5W／m^{2}一定で放射光が当てられるため，時間経過に従った増加傾向を示すのに対し，屋外暴露では気象による不規則で季節による差も加わるためと見られる。

含浸型，半造膜型ともに試験初期に色差変化が進行する。一般に10以上の差は大いに目立つ色変化といえるため，紫外線による退色は，塗装後早い時期に現れると見られる。

３．２　はっ水度

屋外暴露試験によるはっ水度変化を図８に，促進耐候試験によるはっ水度変化を図９に示す。無塗装試験片は，最初からわずかに吸水するが，保護塗装したものは全く吸水しない。これは，はっ水剤が含まれているためで，はっ水剤の溶脱が起こらない内は，良好な表面を保っている。

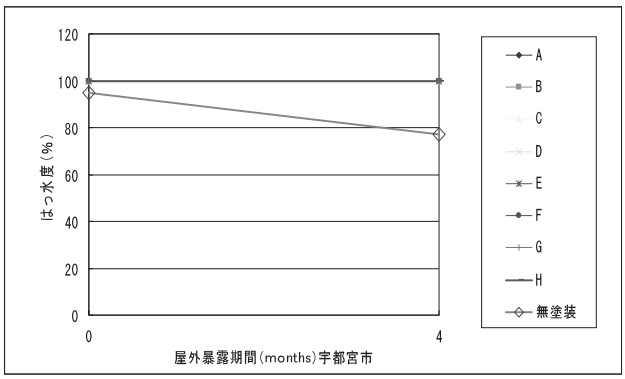


図８　屋外暴露試験によるはっ水度変化

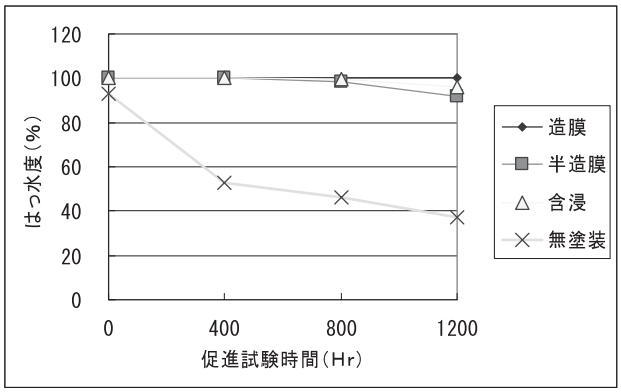


図９　促進耐候試験によるはっ水度変化

無塗装試験片は，促進時間の経過とともにはっ水性能の劣化が進み，400時間を過ぎると50%を下回るはっ水度となった。含浸型塗料，半造膜型塗料とも急激なはっ水度の低下は見られないが，800時間前後から，塗膜によっては浸透が始まる傾向が見られた。これは，塗料の溶脱により木目の形状が明瞭となる程度に薄くなるためと見られ，塗料による差が生じる。造膜型塗料は，1200時間経過時点でも100%のはっ水度を保っている。

屋外暴露による試験では，無塗装試験片以外は100%のはっ水度を保った。

4　おわりに

保護着色塗料を使用するときには，どのくらいの期間効果が続くか，再度塗り替えるのはいつ頃か，といった目安は明らかにされていないと使いにくい。今回，促進耐候試験を行い，変色や白色化，耐水性，割れやはがれの程度などを観察し，合わせて屋外暴露試験を行って比較対照しながら，塗膜性能の評価を進めた。低ＶＯＣ化保護塗料や水性塗料が商品化される中で，選択の目安となるデータの蓄積を行うことは，保護着色塗料についての理解を深め，環境負荷の低減を進める上で有効である。

参考文献

１）木口：第１回木材高度加工技術交流会資料（木材の機能性向上のための耐久性付与技術），栃木県産業技術センター，2005.7.28

２）木口，鈴木，木下，川村：木材保護着色塗料の新しい塗り替え基準による耐候性評価．木材工業，Vol.52，No.12，1997

３）屋我嗣良他編：木材科学講座12　保存・耐久性，海青社(1997)

４）（財）日本規格協会：”ＪＩＳハンドブック　塗料”，(2003)

経常研究

新規酒造好適米の開発に関する研究（第１報）

佐々木　隆浩*　　岡本　竹己*

Development of New Sake Rice of Tochigi (1st Report)

Takahiro SASAKI，Takemi OKAMOTO

大吟醸に適した栃木県オリジナルの新規酒造好適米に関する研究を行った。農業試験場で育成試験中の２４種類の試料提供を受け，みかけ精米歩合５０％まで精米し高精白に適した５種類の試料を選抜し次年度試験に繋げた。

Key Words ： 新規酒造好適米，精米試験

１　はじめに

近年，地産地消の流れから県産米を用いた酒造りが増加しており，栃木県オリジナル酒造好適米に対する酒造企業の声も年々高まっている。その中，新酒造好適米「とちぎ酒１４」が栃木県の産地品種銘柄に指定され，県内各地で栽培されるようになった。しかし原料米を５０％以上精米する大吟醸酒において，とちぎ酒１４は高精白に耐えられず不適な米である。そこで本研究では酒造メーカーが待ち望んでいる高精白が可能な新規酒造好適米の開発を目的に，次候補酒米の精米適正評価を行い品種の選抜を行った。

２　研究の方法

２．１　次候補酒米

試料として農業試験場の圃場で栽培された平成１９年産の新品種酒造好適米候補２４品種を使用した。また，対照試験のため同圃場の美里錦，若水，五百万石，とちぎ酒１４，山田錦を用いた。

２．２　精米条件

精米機はＳＡＴＡＫＥ製のテストミル（ＴＭ０５Ｃ）を使用し玄米試料５０ｇを精米試験に供した。精米条件を表１に示す。

表１　精米条件

メーカー	ＳＡＴＡＫＥ
型番	ＴＭ０５Ｃ
ロール	＃６０
電圧	３０Ｖ

２．３　次候補酒米の評価方法

精米試験後のみかけ精米歩合[1)]，真精米歩合，無効精米歩合は表２のとおり算出した。また，本研究ではみかけ精米歩合５０％程度における，精米試験後の白米の無効精米歩合５％未満を○，５％以上１０％未満のものは△，１０％以上を×と評価し，評価が○と△のものについては次年度試験に進めることとした。

表２

みかけ精米歩合(%)＝白米重量(g)/玄米重量(g)×100
真精米歩合(%)＝白米千粒重(g)/玄米千粒重(g)×100
無効精米歩合(%)＝真精米歩合(%)－みかけ精米歩合(%)

３　結果及び考察

３．１　次候補酒米の評価と選抜

表３に精米試験の結果を示した。２４品種の次候補酒米試料のうち，精米適性の良好な○と△の評価を受けた試料から，対照米を除いた８品種の試料を選抜した。さらにその中から栽培適性等考慮した５品種の試料Ｓ２２２，Ｓ２２１，Ｓ２１６，Ｓ２１４，Ｓ２１１をそれぞれＴ酒２６，Ｔ酒２８，Ｔ酒２９，Ｔ酒３０，Ｔ酒３１とし次年度試験に進めることとした。

＊　栃木県産業技術センター　食品技術部

表３　次候補酒米の精米試験結果

評価	試料名	みかけ精米歩合（%）	真精米歩合（%）	無効精米歩合（%）
○	Ｓ２１１	49.1	50.3	1.2
○	Ｓ２１５ とちぎ酒１４	48.1	51.5	3.4
○	Ｓ２１４	48.6	52.6	4.0
○	１４６ 山田錦	50.7	54.8	4.1
○	１８１ 美里錦	49.3	54.2	4.8
△	２００	47.2	53.4	6.2
△	Ｓ２１６	44.9	51.8	6.9
△	Ｓ２２３ 山田錦	43.6	51.6	8.0
△	Ｓ２０９ 山田錦	46.6	54.9	8.4
△	Ｓ２２２	49.1	58.5	9.4
△	Ｓ２１７	45.2	54.8	9.7
△	１９２	48.2	57.9	9.7
△	Ｓ２２１	47.0	56.9	9.9
×	１９９	45.5	56.7	11.1
×	Ｓ２１２	47.9	59.3	11.3
×	１９５	49.2	62.0	12.8
×	１４５ 若水	47.0	60.1	13.1
×	１８７	47.5	62.2	14.7
×	Ｓ２０４	46.8	61.9	15.2
×	１８５	43.9	59.5	15.6
×	Ｓ２１８	41.0	56.7	15.7
×	Ｓ２０５	49.9	66.4	16.5
×	Ｓ２２０	46.2	64.5	18.3
×	Ｓ２１９ 五百万石	45.5	64.8	19.3
×	Ｓ２１３	47.4	69.9	22.4
×	Ｓ２０２	44.0	66.9	22.9
×	Ｓ２０８ とちぎ酒１４	36.3	61.7	25.4
×	１４４ 五百万石	29.5	56.5	27.0
×	Ｓ２０１ 五百万石	30.9	59.0	28.1
×	Ｓ２０７	31.9	60.5	28.6
×	Ｓ２１０	27.8	57.0	29.1
×	Ｓ２０３	23.3	56.5	33.3
×	Ｓ２０６	25.8	60.6	34.7
×	１８２	54	－	－

※精米試験で粉々に砕け測定不能な試料は－で示した

４　おわりに

今後も，高精白に適した栃木県オリジナル新規酒造好適米の選抜を継続して行っていく予定である。なおＴ酒２６，Ｔ酒２８，Ｔ酒２９について来年度十分な量の玄米の収穫が見込めることから製麹試験を行う予定である。

参考文献

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

経常研究

織物生地の試作開発（第２報）

栗原　幸一*

Trial Production of Multi ply cloth (2nd Report)
- Development of New Products -

Koichi KURIBARA

経縞柄に朱子織を重ねた多層織物生地の製織について検討した。多層織物は布が重層した構造のため各層の織り方が遮光性，通気性などに影響を及ぼすことが確認できた。ノット-ノット間隔17.5cm,ノット長3.8cmの絣ノット糸は上層に製織する織物組織にした。

Key Words ： 多層織物,絣ノット糸

１　はじめに

多層織物は織物組織を重層した生地で,機械的強度が大きく，厚い織物である。各層の繊維素材の組合せ方や各層の接結方式及び後加工等を変化させることにより多様な織物[1)]に発展する。当業界では製織技術の活用により機能性を高めた製品開発が求められている。ここではドビーによる開口方式の織機により,明治時代に製作されたデザインの雲井織の縞を活用し，絣意匠糸，ポリエステルなどを３層に重ねたインテリア生地の製織を検討するとともに遮光性と通気性,絣糸ノット撚糸の作製方法について検討した。

２　研究の方法

２．１　素材

綿糸(80/2/3(44tex))，絣ノット糸(220tex)，ポリエステル加工糸(300d(33tex))，ステンレス鋼線(35μSUS304, SUB)を使用した。

２．２　経糸試作条件

２．２．１　絣ノット糸

カバーリング撚糸機の電磁クラッチ指令装置を活用し，芯糸(80/2/3//2)に絣糸(16/2解燃糸，絣間隔9.7cm)をカバーリング(右撚り，450回/m)した絣ノット糸を作製した。

絣ノット糸のノット-ノット間隔は17.5cm，ノット長3.8cmであった。

また，絣糸の解撚した糸の撚数は10～11回/mであり，糸は引揃え状態の外観を示した。

作製した絣ノット糸を写真１に示す。

２．２．２　ステンレス鋼線交撚糸

前報[2)]と同様に行った。

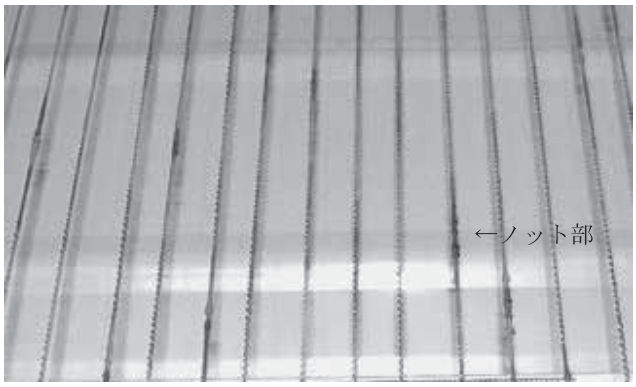


写真１　絣ノット糸

２．３　整経

経糸とした絣ノット糸は引張強さ17N,伸び率8.5%であった。整経時の経糸選択時にノットの影響により糸相互が絡み合いやすかったため，整経速度は低速で行った。また，整経時の経糸間隔は2cmに設定した。

ステンレス鋼線交撚糸の整経は前報の方法により糸速度30m/分で行った。

２．４　織物組織・製織

ドビー織機により３層織物組織で製織した。

今回の３層織物組織を図１に示す。

図１　３層織物組織

また，経糸，緯糸の使用糸及び筬密度等は次のとおりである。

＊栃木県産業技術センター　繊維技術支援センター

経糸：

・上層経糸　綿糸（80/2/3），絣ノット糸（220tex）

・中層経糸　ステンレス鋼線交撚糸

・下層経糸　ポリエステル加工糸（300d）

緯糸：

ポリエステル加工糸

筬密度，通幅：5.8羽／ｃｍ，89.2ｃｍ

経糸の綿糸,ポリエステル加工糸,ステンレス鋼線交撚糸,絣ノット糸は個々の引張強さ及び伸び率が異なるため，経糸送出しビームは４種類により行った。

また，静電吸着による汚れの低減を図るため，2.9本/ｃｍの密度でステンレス鋼線交撚糸を経糸に用いた。

３　結果及び考察

表１　３層織物の遮光性

織物組織	素材	遮光率(%)	通気量(cm3/cm2/sec)	重量(g/m2)
ｼﾞｬｶｰﾄﾞ織物	絹	99.98	1.7	410
３層織	綿 ｱｸﾘﾙ	99.91	23.5	650
３層織	綿	99.40	35.2	547
経２重織	ﾎﾟﾘｴｽﾃﾙ他	99.69	23.0	200

カーテンの遮光性試験方法　JIS L 1055

光源：100V　500Wハロゲンランプ　色温度：3200° K

測定照度：50000 lx

試作では上層の経糸により下層の緯糸を接結する組織とした。また，上層に絣ノット糸（ノット間隔は17.5cm，ノット長3.8cm）を2cm間隔で配置し，製織する組織とした。

カバーリング撚糸機によるノット糸作製は,糸が硬くならないようにするため絣糸の解燃糸を絡み糸としたが,安定した撚糸ができた。

表１に多層織物等の遮光性を示す。

多層織物等の通気量と遮光率の関係をみると,通気量が小さい生地は遮光率が大きくなっている。３層織物（綿）は経２重織より遮光率は小さく，通気量は大きかった。これは，織物組織，素材，経緯糸密度が影響していると考えられる。

４　おわりに

今回の結果を基に,素材や色柄デザイン等での工夫を重ね，より実用的な遮光カーテンの開発を行い，業界への技術移転につなげていきたい。

参考文献

1)例えば　樋口ら：金属繊維を活用した立体構造織物の開発,東京都立産業技術研究所研究報告,Vol.7(2004)

2)栗原：栃木県産業技術センター研究報告№5,156(2008)

経常研究

スラブヤーンによる編地表面効果の解析

田中　武*

Analysis of the knitting cloth using slab yarn

Takeshi TANAKA

スラブヤーン作製機能を持った綿紡績機を用い，スラブが適当に配置されたスラブヤーンを作製し，ニット生地の編目長をコントロールしながら製編することにより，スラブがどのような形で編地上に発現するのか，スラブ模様と編成条件との関係を検討した。

その結果，スラブヤーンの作製設定条件によりスラブ部分だけによる柄模様を表現することが可能になり今までとは異なる柄の作製方法を見いだした。

key words ：ニット生地，スラブヤーン，表面効果

1　はじめに

繊維業界を取り巻く経営環境が，国内の産地間競争や海外からの輸入攻勢の激化など，一段と厳しい状況にある中で，繊維関連中小企業では生き残りをかけて新製品開発に取り組んでおり，こうした企業を支援するため，新しい素材や技術を活かしたものづくりをする必要性がある。

今回はスラブヤーンの特長である紡錘状の柔らかい節を効果的に表現した新たな編地を開発するため，スラブの入れ方や長さなどのスラブヤーン作製条件と編地にしたときの表面効果の関係について検討した。糸の設計により編地上に配置されるスラブの特徴をパターン化することが可能になれば,今までのように柄出しをプログラムすることよって表現するのではなく，糸の設計段階である種の柄模様を作製することが可能になり今までとは異なる柄の作製方法が考えられる。

2　研究の方法

編地上でのスラブによる柄表現は，スラブヤーンの設計はもちろんのこと編機のゲージ，編目長，編機の針本数など様々な条件によって異なってくる。そこで，今回はスラブヤーンの設計条件のみを変えることによって編地上に配置されるスラブ部分だけによる，柄の表現が可能であるか検討した。

＊栃木県産業技術センター　繊維技術支援センター

2．1　スラブヤーンの設計

2．1．1　スラブヤーンの構造

図１にスラブヤーンの構造を示す。

スラブピッチ(mm) ---- 200mm ～ 3000mm

スラブの長さ(mm) ---- 50mm

スラブの太さ(%) ---- ノーマル部の200%～300%

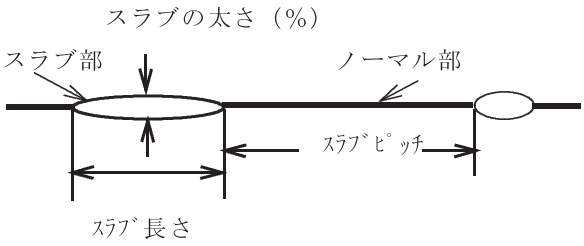


図１　スラブヤーンの構造

表１はスラブヤーンを設計するにあたって必要なノーマル部とスラブ部の各入力データを示したものである。データの内容は写真３のストライプ柄１のスラブヤーン設計データを表したものである。

表１　スラブヤーン作製の設計データ

データ数	ノーマルヤーン部の糸条件			スラブ部の糸条件		
	番手	トータルドラフト	撚数(t/inch)	スラブピッチ	長さ(mm)	太さ(%)
データ1	20	17.61	15.24	3000	50	300

スラブヤーンの設計に当たっては，作製したスラブヤーンを編成する編立性試験機（ＦＡＫ）のゲージや編込み糸量などの編成条件を設定した上で設計した。

スラブヤーンの作製は，ノーマル部のデータとスラブ部のデータを入力するが，基本的にはノーマル部のデータは変えないこととした。また，スラブ部の入力データはスラブピッチ（㎜）が重要な要素であり，スラブの太さデータ（％）とスラブ長さ（ｍｍ）はスラブピッチの変化によって表現された柄模様のバリエーションを増やすためのデータであると考えてもよいと思われる。

２．１．２　編機の選定

編機については編立性試験機(写真１　ＦＡＫ）を用いた。丸編機のように多給糸口の編機の場合，すべての糸のスタート位置をコントロールすることは不可能である。また，横編機は１給糸口でも製編可能であるが，編成糸は左右の往復運動であるためスラブヤーンの設計によってはスタート位置の違いによりスラブ模様が変化すると考えられる。それに対してＦＡＫでは１給糸口で製編可能であることに加え，編径の制約はあるが一方向の回転運動であるためスタート位置はスラブ模様に影響しない。

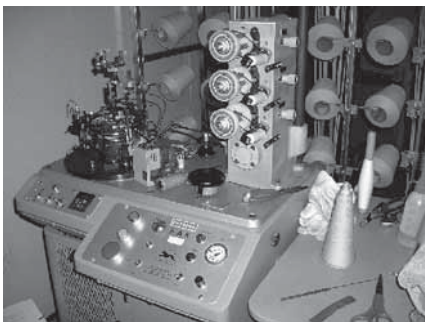


写真１　編立性試験機

２．２　スラブヤーンによる基本的柄模様

編地に出す柄模様として基本的に下記の３種類の柄を考え，それぞれの柄に対応するようなスラブヤーンを設計した。

①たてのストライプ柄

②斜め柄

③たて方向のジグザグ柄

なお，編立性試験機（ＦＡＫ）の編成条件等は下記のように設定した。ただし，編込み糸量についてはスラブヤーンの場合，普通糸とは異なり紡錘状の節があるために正確に編込み糸量をコントロールできないので調整を行い編成した。

【編成条件】

ゲージ：１８Ｇ

針本数：２２０本

編込み糸量：100㎝／回転

２．３　スラブヤーンの丸編機への応用

作製したスラブヤーンについてシングル丸編機に応用できるか検討した。シングル丸編機に応用するには，スラブヤーンを設計するときに編立性試験機（ＦＡＫ）で編成条件を設定した時と同様にシングル丸編機のゲージや編機１回転における編込み糸量などを知る必要がある。

また，ＦＡＫで編成する場合は基本的に１本のスラブヤーンで編成することで編地に表面効果をもたらしているので，シングル丸編機のように多給糸口の編機によって編成する場合，スラブヤーンをどのように使用するのが効果的であるか検討した。なお，シングル丸編機の編成条件を次のように設定した。

【シングル丸編機の編成条件】

編機：シングル丸編機　ＳＥＣ－２４Ｙ(写真２)

ゲージ：２０Ｇ

給糸口数：２４口

針本数：１６００本

編込み糸量：６７０ｃｍ／回転

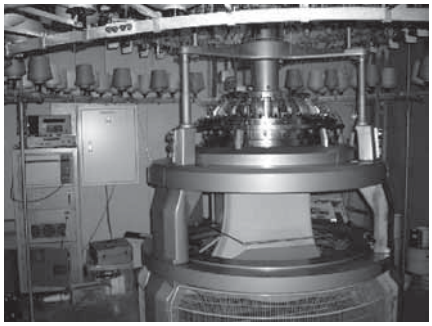


写真２　シングル丸編機

３　結果及び考察

３．１　スラブヤーンによる基本的柄模様

それぞれ作製したスラブヤーンを用いて，たてのストライプ柄（２点），斜め柄（２点），たて方向のジグザグ柄（２点）の計６点を基本的柄模様の編地として試作した。

３．１．１　たてのストライプ柄

写真３は筒状編地の３コースに１個の割合でスラブを入れ軽い感じのストライプ柄を表現した。写真４は筒状編地の毎コースごとにスラブを入れることにより凹凸感のあるストライプ柄を表現したものである。

ただ，スラブヤーンのノーマル部とスラブ部の設定長さの精度や編込み糸量のコントロールが十分でないと，まっすぐできれいなストライプ柄を得ることは難しいと思われる。写真３，写真４ともにスラブ部の糸設計条件のデータ数は１である。

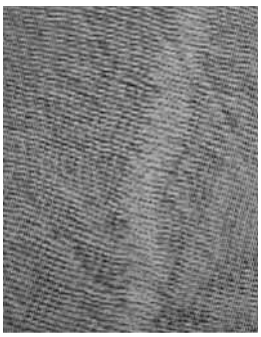


写真３　ストライプ柄１

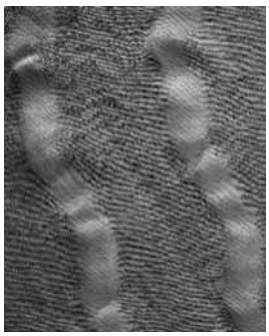


写真４　ストライプ柄２

３．１．２　斜め柄

写真５は角度の浅い斜め柄を表現した。写真６は角度の深い斜め柄を表現した。写真５，写真６ともにスラブ部の糸設計条件のデータ数は１である。

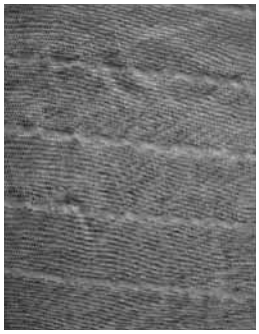


写真５　斜め柄１

写真６　斜め柄２

３．１．３　たて方向のジグザグ柄

写真７は角度の小さいジグザグ柄でスラブ部の糸設計条件のデータ数は８である。写真８は角度の大きいジグザグ柄でスラブ部の糸設計条件のデータ数は１２である。

写真７　ジグザグ柄１

写真８　ジグザグ柄２

３．２　スラブヤーンの丸編機への応用

編機のゲージや編目の大きさが変わった場合でも基本的には，編機を一回転編成するためにどれくらいの糸量が必要なのかがわかれば，それに従ってスラブヤーンの設定を変えることで単純な幾何学的な模様の編地を得ることができるはずである。

写真９は作製したスラブヤーンをシングル丸編機に応用したときの表面の状態を示したものである。24給糸口に対して1本のスラブヤーンを入れて編成したものである。スラブ部によって波状の絵柄が表現されている。糸設計条件のデータ数は１２でジグザグ柄を想定して作製したものである。

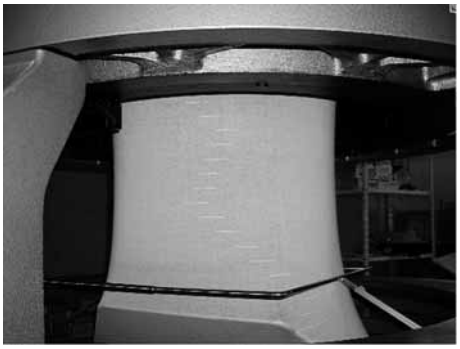


写真９　シングル丸編機における表面効果

４　おわりに

ある条件下ではあるが，糸の設計により編地上に配置されるスラブヤーンによる柄の特徴をパターン化することが可能であることが判明した。さらにスラブ部分が連続して柄を構成した場合と連続しない場合とでは，表面の凹凸感など，まったく表情の異なる編地を得ることが可能であることも確認できた。

ただ，編成時において完全に編込み糸量をコントロールして編成しているわけではないので，スラブヤーンの設計のみでストライプ柄やジグザグ柄をきれいな形状で表わすことは難しいように思われる。また，丸編機のように多給糸口の編機の場合，スラブヤーンの設計には個々の編機の編成条件を考慮する必要がある。今後は，編機のタイプや編成条件との関係を解析することにより，編地の表面に現れるスラブの発現の状態をより正確に把握する必要がある。

これにより，糸の段階から設計することで，今までとは異なる柄の作製方法が考えられる。今までの，組織柄やジャカード柄とは異なる編地の表現方法が可能になると思われる。

参考文献

1) 田中，ほか：素材の企画設計技術に関する研究，栃木県繊維工業試験場研究報告（2001）
2) テキスタイルエンジニアリング(1)原料から糸へ，繊維工業構造改善事業協会
3) 繊維工学Ⅰ紡績，日本繊維工業教育研究会

経常研究

よこ糸挿入ニット生地の試作

田中　武*

Trial manufacture of knitting cloth containing horizontal thread

Takeshi TANAKA

消費者ニーズの個性化・多様化に伴い，繊維製品のファッション性や機能性など付加価値の高い製品が求められている。これらのことを踏まえ，弾性糸を利用し伸縮性のあるカバリング糸を作製，よこ編ニット生地に挿入することにより従来とは異なったフィット感を持ったニット生地素材の開発を行った。

その結果，ストレッチ性のある素材１００％で製編したニット生地や弾性糸との編込み生地とは異なる編地構造のストレッチ効果を備えた差別化素材を開発できた。

key words ：ニット，ストレッチ性，よこ糸挿入

１　はじめに

長らく続いてきた日本経済の景気拡大も終息しつつある中で，原油，原材料価格の高騰が繊維業界の企業収益を悪化させる一因となり，さらに厳しい状況が続いている。国内の産地間競争や海外からの輸入攻勢が激化する中で，繊維関連企業では生き残りをかけた新製品開発が進められている。こうした中で，新しい素材や技術を活かした試作品の提案は企業の支援を図るためには必要なことである。

本研究は従来のテキスタイルにはない，新規素材の使用や新しい編成技術の活用及びデザイン開発などにより高機能性，高付加価値繊維製品を試作し，関係業界における製品開発のための技術資料等に供することを目的とするものである。

今回は，ストレッチ性を付与した素材を用い，よこ糸挿入ニット生地を作製し衣料用としての可能性を検討した。また，挿入するカバリング糸の鞘糸として表面に毛羽立ちのあるネットロウシルクを用い，表面変化に富んだ生地の開発を試みた。

２　研究の方法

比較的繊度の大きい意匠撚糸や伸びの少ない糸，あるいは毛足の長い糸など，直接編み糸として使用することが難しい素材については，その素材を編地の挿入糸として使用することによって，その素材の特長を活かすことはひとつの方法である。本来，ニット生地はよこ方向に良く伸びる生地であるので，一般的には挿入糸を用いる主たる目的として，よこ方向の伸びを止め，織物的な生地にすることである。

今回は織物的な生地を得ることではなく，挿入糸にストレッチ性を付与し，よこ方向の伸びを押さえることなく挿入糸の特長を活かした差別化素材の開発を検討した。ＦＴＹ繊維（フィラメント・ツイステッドヤーン）を芯糸，かさ高性があり毛羽立ちのある素材であるネットロウシルクを鞘糸として用い，挿入糸を作製し，表面変化に富んだ編地の開発を試みた。

２．１　よこ糸挿入ニット生地の作製

試作品開発までの流れは下記のとおりである。

挿入糸の検討及び作製
↓
編組織の検討及び地糸の選定
↓
よこ糸挿入ニット生地の製編

２．１．１　ダブルカバリングマシンによる挿入糸の作製

挿入糸はダブルカバリングマシンを用いて作製した。作製したカバリング糸の作製条件は下記のとおりである。なお，使用したダブルカバリングマシンは片岡機械工業製PF-D-230（写真１）である。

【カバリング糸の作製条件】

芯　糸：ＦＴＹ繊維
　　ポリウレタン／ナイロン（44dtex／78dtex）

鞘　糸：ネットロウシルク（333dtex）

＊栃木県産業技術センター　繊維技術支援センター

カバリング法：シングルカバリング（Ｚ撚り）
撚り数：２９０ｔ／ｍ
カバリングの撚り数は比較的少なく２９０ｔ／ｍとした。これは撚り数を多くすると芯糸であるＦＴＹ糸の伸びが抑えられることを防ぐためである。

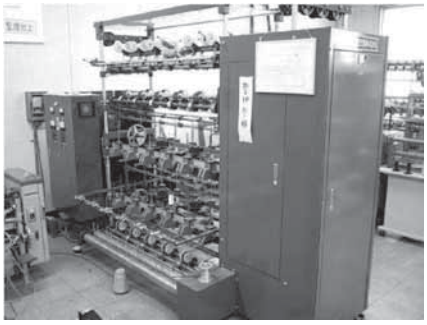


写真１　ダブルカバリングマシン

２．１．２　編組織の検討及び地糸の検討

編組織は横編機の特長である目移し機構を利用し，挿入糸を入れた後に編目を反対側に移すことにより挿入糸を挟みこむような組織を検討，作製した。
編糸については挿入糸の特長を出すため，地糸にﾅｲﾛﾝﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄ135dtex（ｸﾘｱﾀｲﾌﾟ）を用いた。

２．１．３　よこ糸挿入ニット生地の製編

編機は（株）島精機製作所製コンピュータ横編機（SES-122FF　8G）（写真２）を使用した。

写真２　コンピュータ横編機　SES-122FF

編成条件は下記のとおりである。
【横編機の編成条件】
1)組　　織：よこ糸挿入組織（シングル組織）
2)糸使い　：地　　糸ーﾅｲﾛﾝﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄ(ｸﾘｱﾀｲﾌﾟ)
135dtex
挿　入　糸ーストレッチ性カバリング糸
（ＦＴＹ繊維×ネットロウシルク）
3)度　　目：４５（設定値）
4)編地幅　：１００目（１００針）

２．２　よこ糸挿入ニット生地の評価

２．２．１　ストレッチ性を付与した挿入糸の編地効果

ストレッチ性を付与した挿入糸を使用することによって編地にどのような効果をもたらすかを確認するため，下記の３種類の編地を編成し，編成後の編地幅，伸長率，伸長回復率を比較した。
①挿入糸を入れないで地糸であるﾅｲﾛﾝﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄだけで編成
②ストレッチ性のないレギュラーな糸であるアクリル・ウール(2/27)を挿入糸として編成
③ストレッチ性挿入糸を用いて編成

【編地幅】
製編する編地幅は１００目（１００針）
編機におけるベッド幅は３１．８ｃｍ
【伸長率の試験法】
試験法：JIS L1018　ニット生地試験方法
6.18　定荷重時伸長率
荷重：30gf/cm
【伸長回復率の試験法】
試験法：JIS L1018　ニット生地試験方法
6.19　伸長回復率　Ｂ法(定荷重法)
荷重：30gf/cm

２．２．２　よこ糸挿入ニット生地の編成性

ストレッチ性の糸は非常に扱いにくい糸のひとつであり，特に挿入糸として使用する場合は各コースとも糸長が均一に編み込まれているかが重要である。そこで各コースの挿入糸の編込み糸長を測定した。

２．２．３　よこ糸挿入ニット生地の表面形状

挿入糸にストレッチ性を付与したことに加え，毛羽立ちがあり凹凸形状のあるネットロウシルクを用いることにより表面変化に富んだ編地を試作した。

３　結果及び考察

３．１　よこ糸挿入ニット生地の評価

３．１．１　ストレッチ性を付与した挿入糸の編地効果

表１は各編地の横編機上のベッド幅に対して実際に製編した編地の編地幅とその割合を示したものである。
地糸であるﾅｲﾛﾝﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄだけで編んだものは編機上のベッド幅(31.8cm)よりも編地の幅が大きかった。これは横編機の場合，編地編成時に巻き下げローラーが

作用するが，丸編機のように編地幅を均一にするような巻き取り装置がついていないため，編地端（編み始め部分）がフリーの状態になってしまい，このような結果になったものと思われる。ストレッチ性のない挿入糸を入れた編地は編機上のベッド幅(31.8cm)に対して９４．０％で編まれており，よこ糸挿入糸により安定的な編地幅を確保していた。ストレッチ性挿入糸を入れた生地については編機上のベッド幅(31.8cm)に対して６３．８％に縮んでいた。これは挿入糸に編成時に張力がかかり編地幅に影響を与えていることを示している。

表１　各編地の編地幅

各種生地		編地幅(cm)	編機上のベッド幅(cm)	編地幅／編機上のベッド幅(%)
1	挿入糸なし	39.0	31.8	122.6
2	ストレッチ性のない挿入糸使用	29.9	31.8	94.0
3	ストレッチ性挿入糸使用	20.3	31.8	63.8

表２については各編地の伸長率と身長回復率を示したものである。

伸長率については，よこ糸挿入ニット生地の地糸にはストレッチ性素材を使用していないので荷重がかかったときに，円形状の編目が直線的になったところが伸びの限界となることである。

ストレッチ性挿入糸を使用した場合，伸長率４１．９％と挿入糸なしの編地に比べ９．６％少なかった。また，ストレッチ性のない挿入糸を使用した編地の伸長率は３．４％と織物のようであった。

伸長回復率についてはストレッチ性挿入糸を用いたほうが挿入糸を入れない編地に比べ６．３％改善された。

表２　各編地の伸長率と伸長回復率

各種生地		伸長率 (%)	伸長回復率 (%)
1	挿入糸なし	51.5	29.4
2	ストレッチ性のない挿入糸使用	3.4	70.0
3	ストレッチ性挿入糸使用	41.9	35.7

３．１．２　よこ糸挿入ニット生地の編成性

ストレッチ性素材を挿入糸として用いる場合，最も注意を払わなければならないことは編成時の挿入糸の編込み糸量をコントロールすることである。できるだけ張力をかけずに挿入糸を入れ込むことが重要であり，挿入糸の編込み糸長が編地幅と同じになることが最適な状態といえる。ストレッチ性素材は直接編目を作らなくても張力がかけられた状態で挿入されると必然的に編地本体にストレッチ性が付与されてしまう。

図１はストレッチ性挿入糸の編込み糸長を表したものである。ストレッチ性挿入糸の編込み糸長の平均は２８．５ｃｍ，最大値は２９．３ｃｍ，最小値は２７．８ｃｍであった。ストレッチ性挿入糸の編込み糸長の変動幅は－２．５％～＋２．８％と非常に安定していた。

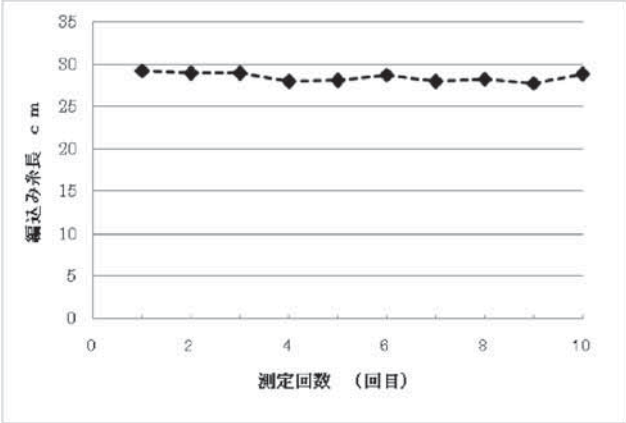


図１　ストレッチ性挿入糸の編込み糸長

今回作製したストレッチ性挿入糸はかさ高性があり毛羽立ちのあるネットロウシルクを鞘糸に用いたことにより，多少凹凸感のある糸になってしまった。そのため編成時に糸の摩擦抵抗が発生し張力がかかってしまい，無張力での挿入は無理であったが，横編機のＤＳＣＳ(ﾃﾞｼﾞﾀﾙｽﾃｯﾁｺﾝﾄﾛｰﾙｼｽﾃﾑ)機能を利用し挿入糸を半積極送りすることにより編込み糸長はある程度コントロールすることができた。しかしながら，横編機の給糸口(キャリア)の穴の大きさに対して挿入糸の見かけ上の繊度が太い場合には編成に問題が発生するものと思われる。さらにストレッチ性を保持するために鞘糸であるネットロウシルクの撚り数を甘くしたため部分的に見かけ上の糸の太さが太くなり，編機キャリアの給糸口を挿入糸が通過するときに挿入糸自体に張力がかかってしまい均一に挿入糸を入れることが難しくなることが問題であると思われる。

３．２　よこ糸挿入ニット編地の表面形状

写真３は製編したよこ糸挿入ニット生地の表面形状を表したものである。

地糸にﾅｲﾛﾝﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄを用い，挿入糸としてネットロウシルクを配したのでﾅｲﾛﾝﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄの透明感がネットロウシルクをより引き立たせ表面効果に富んだ編地を得ることができた。

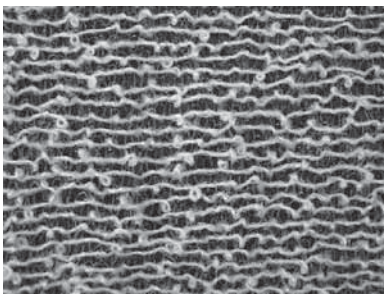


写真３　地糸(ﾅｲﾛﾝﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄ 135dtex)×挿入糸

４　おわりに

今回は，基本となる地糸に透明性のあるﾅｲﾛﾝﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄを使用すると同時に，挿入糸にストレッチ素材を使用した。直接製編することが難しい素材でも挿入糸などのような使い方をすることにより，素材のもつ特長を十分活かすことが可能であることが確認できた。また，衣服の着心地を決める重要な因子のひとつに衣服圧があるが，よこ糸挿入糸にストレッチ性を付与した製品はあまりみない。従来の編地構造とは異なるストレッチ性編地を得ることにより，将来的に快適な衣服圧を持った製品の開発につながるものと考えられる。

参考文献

1)田中：マルチヤーンによる綿素材を中心としたニット生地の開発，栃木県産業技術センター研究報告,№4(2007)
2)(株)島精機製作所，ニッティングマニュアル

経常研究

フルカラーゴブラン織物の試作開発（第２報）

松本　公巳子*

Trial Production of Full-color Gobelins (2nd Report)

Kumiko MATSUMOTO

多品種小ロット，高付加価値化繊維製品の開発として，当センターではこれまでにフルカラーゴブラン織物の研究開発を行ってきた。本年度は，その製織技術を活かして製織し，縫製加工よりゴブラン織物の産業資材用インテリアとして自動車向けカーシートの試作を行い，評価を行った。

key words ：フルカラーゴブラン織物，産業資材，縫製加工

１　はじめに

近年，衣服繊維事業が伸び悩み，繊維業界では非衣服・産業繊維事業への転換が図れている。そこで，フルカラーゴブラン織物を用いた産業資材の製品展開として，自動車向けカーシートの試作を行った。

現在のカーシート表皮材は，織物や編物，不織布，皮革など車種やグレードによって様々な生地が使われているが，デザインは一貫して落ち着いたものや単色使いが多い。そこで，消費者の好みの写真やイラストなどの柄を織物にできるフルカラーゴブラン織物を用い，他にはない一品もののオリジナル製品を作ることを提案する。

当センター保有の電子ジャカード織機の規格は，１柄の最大織り幅が約２２cmで，同柄が横並びに４枚連続した織物が製織されるため幅広い柄の織物が作製できない。そこで幾何学模様の柄を検討し，４枚横並びに連続した織物が幅広い１枚の柄に見える様なデザインにした。製織後，立体裁断により型紙をおこし，カーシートの縫製加工を行い，試作した生地の耐久性評価を実施した。

２　研究の方法

２．１　規格

フルカラーゴブラン織物は，写真やイラストを基に専用の織物自動設計支援ソフト[1)]を用いて製織データを作製し，多色のたて糸よこ糸を平織り組織で製織したもので，色彩豊かな高級感のある織物である。

本研究で用いた製織規格を表１に示す。自動車内装材として用いるには，耐熱性，耐光性，耐摩耗性などが重要であり[2)]，比較的耐久性に優れているポリエステル糸を用いた。また，製品の作りやすさを考慮し，前報[3)]よりたて糸・よこ糸の繊度を細くして，生地の厚みを減らすことを試みた。

表１　製織規格

素　材	たて糸	ﾎﾟﾘｴｽﾃﾙ	繊度50d/2　撚り数800(s)/650(z)
	よこ糸	ﾎﾟﾘｴｽﾃﾙ	100d/2　480(z)/400(s)
	押え糸	ﾅｲﾛﾝ	50d(ﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄ)
色　数	たて糸	8色(赤，黄，黄緑，青緑，青，赤紫，黒，白)	
	よこ糸	5色(橙，緑，紫，黒，白)＋押え糸(透明)	
密　度	たて糸	256本/inch（筬密度 32羽/inch，8本/羽）	
	よこ糸	190本/inch	
織　機		津田駒工業㈱　ﾊﾞﾝﾄﾞﾚﾋﾟｱ	
架　物		ｶﾔﾊﾞ工業㈱　電子ｼﾞｬｶｰﾄﾞ(2600口規格)	
		紋口数　288口×4釜＋耳組織他	

２．２　製作工程

フルカラーゴブラン織物の柄色の混色は，並置混色方法によるものである。たて糸とよこ糸に複数の色糸を用い，様々な糸の組み合わせにより，織物表面の配色をコントロールすることでフルカラーを実現している。

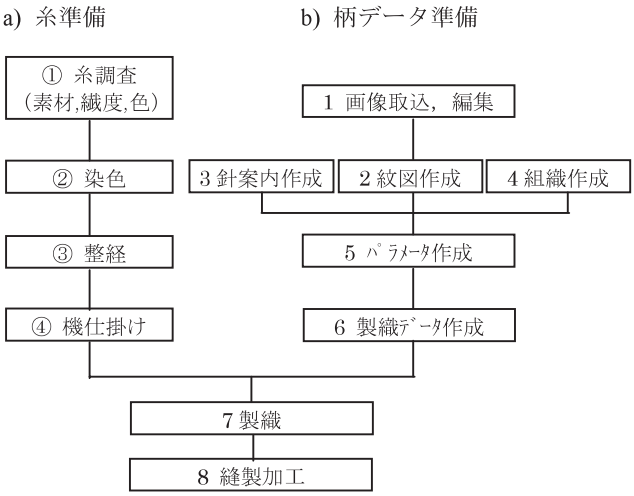


図１　製作工程

* 栃木県産業技術センター　繊維技術支援センター

製作工程を図１に示す。工程１において，写真やイラストを画像ソフトAdobe Photoshopで色まとめを行った。工程２～６は，画像から製織データにするためのものである。従来この作業は，高度な専門技術を要するものであるが，針案内，織組織，紋図を事前に作成し，システムに登録することで，自動的に製織データに変換するソフト「フルカラーゴブラン織物自動設計支援ソフト」が開発されている[4)]。工程７・８は，当センター設備を用いて行った。

２．３　生地の性能評価試験

製品作りの際に，生地が厚く曲げかたいと縫製が難しい。そこで前報より繊度をそれぞれ2/3倍（たて糸：75d/2→50d/2，よこ糸：150d/2→100d/2）の糸で，製織を行った。

製織した生地に対し，圧縮弾性率試験機（株式会社大栄科学精器製作所）を使用し織物の厚さを測定した。また，生地の剛軟性試験（JIS L 1096 A法）を行い，比較をした。

更に，車のシートとして活用するには，気温や紫外線，人間の乗降による摩擦など様々な要因によって生地の劣化や色落ちしてしまうため，生地の耐久性が必要である。そこで，紫外線カーボンアーク灯光に対する染色堅ろう度試験（JIS L 0842）と摩擦強さ試験（JIS L 1096 A法）[7)]で生地の性能評価を行った。

３　結果及び考察

３．１　縫製加工

カーシートの試作の際に，以下の２点に注意して行った。

①立体裁断

図２は，市販の平面裁断の型紙を用いて試作を行ったものである。車種によってシートの形が異なるため，市販の平面裁断の型紙から作製したものでは背もたれ部分が弛んでいる。

図２　平面裁断で作製したシート

図３　立体裁断の様子

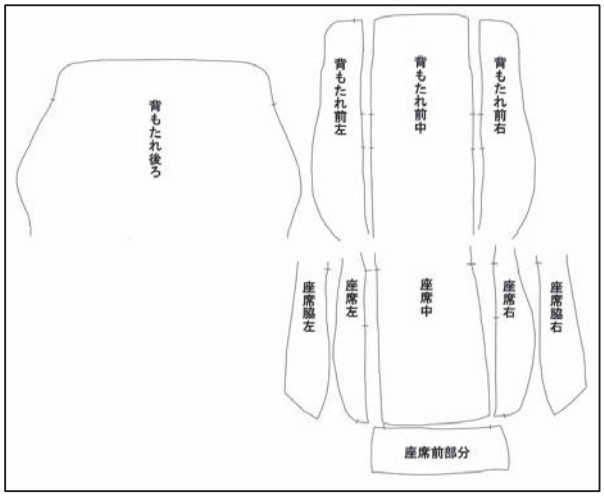


図４　立体裁断で作製した型

図５　立体裁断で作製したシート

そこで，図３のようにシート上でシーチング生地をピンで留めながら形を作り，その生地から型紙をおこす立体裁断（ドレーピング）[5)6)]を行った。その型紙を用いてシートを作製することにより，図５のフィット感が出て美しいシルエットを作り出すことができた。

②柄あわせ

今回作製したデザインの一つとして，様々な家紋を組み合わせた幾何学模様とした。柄の織物のため，図６のように縫い合わせの箇所が連続した模様となるように柄を配置する柄合わせを行った。柄の場所や組み合わせにより印象が変わってしまう。

図６　柄合わせ

以上を考慮して，シートの作製を行った。

図７　フルカラーゴブラン織物を用いたカーシート

３．２　生地の性能評価

昨年度より糸の繊度を細くして製織し，生地の厚さと剛軟度を測定し，比較を行った。繊度を表２に示す。

表２　使用した糸の繊度

繊度	織物①（昨年度）	織物②（今年度）
たて糸	75d/2	50d/2
よこ糸	150d/2	100d/2

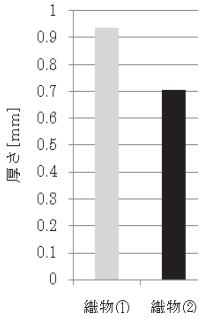


図８　厚さ

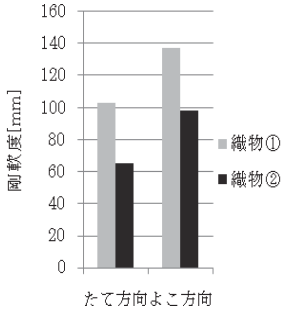


図９　剛軟性

図８より織物の厚みは，24.8%減少した。図９の剛軟度は，値が小さいほど生地が軟らかいことを表している。織物①と織物②では，たて方向38mm，よこ方向39mm剛軟度の値が小さくなり，生地が柔らかくなったことが確認できた。また織物②において，たて方向よりよこ方向の値の方が大きいのは，繊度と織密度の関係により影響が出ているためである。

生地の耐久性を測るため紫外線カーボンアーク灯光試験（第３露光法）を行い，結果４級以上であった。また，生地の平面摩耗を評価する摩擦強さ試験を行い，444回であった。カーシートの耐久性を示す基準値は自動車会社によって，また車種によって様々な規格や厳しい条件があるが情報は公開されていない。

４　おわりに

ゴブラン織物は，生地が厚く，多色使いで高級感のある特徴を活かしたタペストリや緞帳，バックなど建築用インテリアや小物に用いられることが多い。そこで今回，フルカラーゴブラン織物を用いたカーシートを作製し，新たな用途開発を行った。しかし，実用化するには様々な規格や条件を満たさなければならない。それらの課題解決を図り，多岐分野においてフルカラーゴブラン織物の高付加価値化製品開発を行い，織物製造業への技術移転につなげていきたいと考えている。

参考文献

1）赤羽ら：”インテリア織物の高付加価値化に関する研究”栃木県繊維工業試験場,(H6～H14)
2）繊維学会誌：”これからの自動車に求められる繊維材料”,(2008 Vol.64 No.9)
3）松本：”フルカラーゴブラン織物の試作開発”栃木県産業技術センター研究報告,(2008)
4）両毛システム㈱：”CAD-J/Winマニュアル”
5）大野順之助：”最新立体裁断”恒文社
6）小池千枝：”新・立体裁断”文化出版局
7）日本規格協会：”JISハンドブック繊維”,(2008)

経常研究

織物構造による繊維強化複合材料の熱膨張制御

諏訪　浩史*

Control of Thermal Expansion of CFRP by Fabric Structure

Hiroshi SUWA

織物構造の異なる５種の多重織物と平織物をピッチ系炭素繊維で製織した。その織物とエポキシ樹脂を複合化し CFRP を調製した。これら CFRP の線膨張率・体膨張率を測定し，織物構造および繊維体積含有率が熱膨張特性に及ぼす影響について検討した。結果は以下のとおりである。直線的に配置されたたて糸と，厚さ方向に貫通したたて糸を併せ持った多重構造の CFRP は，たて糸方向および厚さ方向の線膨張率が小さくなり，これにより体膨張率も小さくなることが示された。また多重構造の CFRP のよこ糸方向の線膨張率は積層構造のものよりも大きいことが明らかとなった。さらにこの材料の体膨張率は，厚さ方向の線膨張率を小さくすることで，効果的に小さくなることが示された。

Key Words :多重織物，CFRP，線膨張率，体膨張率，炭素繊維

１　はじめに

機械部品の高性能化・高機能化に伴い耐熱性を有する軽量な高分子材料が，様々な分野で利用され始めている。一般的に高分子材料は，熱伝導性が低く，材料が局部的に加熱される状況では，その部分の温度上昇が顕著となり，耐久性が低下する。例えば，すべり軸受けに高分子材料を使用する場合，摩擦熱の滞留による摺動性の低下が問題となる場合がある。

一方，炭素繊維は軽量で高強度・高弾性率を持つ強化材として，その多くが炭素繊維強化プラスチック（CFRP）に使用されている。さらに高い熱伝導性や自己潤滑性等を有することも知られている。しかし炭素繊維は繊維方向には優れた機械的特性や熱伝導性を示すが，繊維に垂直方向のこれら特性は高くない。そのため，平織りや一方向材を積層した CFRP は，面方向と厚さ方向で特性の大きく異なる異方性を示す。

我々はこれまでに，多重織物を CFRP の強化材に使用することで，CFRP の機械的特性の異方性改善[1-6]並びに熱伝導性が大幅に向上[7]することを明らかにした。そこで，この優れた熱伝導性を高分子系摺動材料に応用するための検討を行ったところ，多重織物 CFRP は，優れた熱伝導性と自己潤滑性を示し，高い摺動性を持つことを明らかにした[8-9]。この材料を軸受けやシール材に利用する際には，耐熱性や摺動性に加え，温度上昇によるクリアランス変化の小さい熱寸法安定性も要求される。積層構造の CFRP は熱膨張特性においても異方性を示し[10-13]，繊維が配置された面方向の熱膨張は小さいが，厚さ方向の熱膨張は比較的大きい。この熱膨張の異方性が織物構造によって改善できる可能性がある。

本研究は，熱寸法安定性に優れた CFRP を開発するために，多重織物を基材とした材料の熱膨張特性に，織物構造および繊維体積含有率が及ぼす影響について検討したので報告する。

２　研究の方法

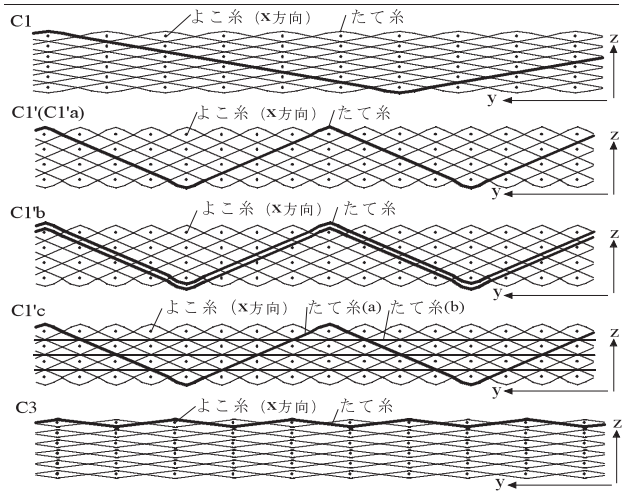
２．１　試料

試料の調製に使用した材料の特性を表１に示す。基材織物にはピッチ系炭素繊維（XN-50，日本グラファイトファイバー）を使用した。繊維の線膨張率（繊維方向）は-1.4×10^{-6} /K である。なお，繊維に直角方向の値は明らかにされていない。樹脂にはビスフェノールＡ型エポキシ樹脂（エピコート 828，ジャパン・エポキシレジン），酸無水物系硬化剤（KH-MCD，日本化薬）と反応促進剤（*N,N*－ジメチルベンジルアミン）を 100：85：1 の割合で混合して使用した。硬化後の

＊　栃木県産業技術センター　繊維技術支援センター

表１　試料の調製に使用した材料の特性

繊維	ピッチ系炭素繊維（XN -50，日本グラファイトファイバー） 引張強度(MPa)：3,380 引張弾性率(GPa)：524 フィラメント数: 3,000 線膨張率(/K)：-1.4×10^{-6}
樹脂	エポキシ樹脂（エピコート828，ジャパン・エポキシレジン） 硬化剤（KH-MCD，日本化薬） 反応促進剤（*N, N* -ジメチルベンジルアミン） 硬化条件 130℃×2h 線膨張率(/K)：7.9×10^{-5}



	C1	C1'	C1'a	C1'b	C1'c	C3
たて糸密度(本/cm)	19	19	28	28	28(a:14,b:14)	19
よこ糸密度(本/cm)	18	19	17	24	23	18

図１　基材織物の構造

表２　試料の体積繊維含有率と厚さ

	繊維体積含有率(%) [x y z]	厚さ(mm)
C1	33.2 [16.2 14.5 2.5]	2.68
C1'	37.0 [18.2 14.4 4.4]	2.46
C1'a	32.4 [11.5 15.5 5.4]	3.36
C1'b	46.1 [19.8 18.8 7.5]	2.75
C1'c	37.8 [16.5 17.8 3.5]	3.25
C3_l	25.5 [12.5 13.0 0]	3.44
C3_m	37.7 [18.4 19.3 0]	2.31
C3_h	46.1 [22.5 23.6 0]	1.90

エポキシ樹脂の線膨張率は 7.9×10^{-5} /K である。実験に使用した基材織物の構造を図１に示す。C1，C1'，C1'a，および C1'b は全てのたて糸が厚さ(z)方向に貫通した構造の多重織物である。C1'と C1'a は同じ構造で，たて糸密度（単位長さあたりの糸本数）とよこ糸密度を変えたものである。

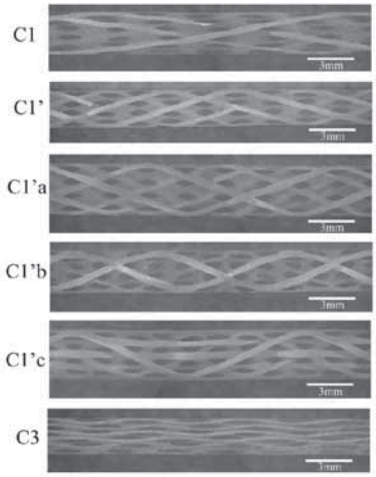


図２　試料の断面写真

C1'b は C1'a のたて糸を２本引き揃えとすることでよこ糸密度を高めた構造の織物である。C1'c はたて糸の半数を y 方向に直線的に配置し，残りの半数を厚さ方向に貫通したもので，他の多重織物に対して基本的な構造が異なる。C3 は平織りを６枚積層した構造の織物である。これらの織物を離型シートを貼り付けたガラス板にスペーサーと共に挟み，その中に樹脂を流し込み，真空乾燥器中で減圧し含浸した。その後 130℃で２時間加熱し硬化した。

なお C3 は，成形する際のスペーサーの厚みを変えることで，試料の厚さを変化させ繊維体積含有率(Vf)を調節した。Vf の低い試料を C3_l，中程度の試料を C3_m，高い試料を C3_h とした。他の試料は，基材織物と同程度の厚さとなるよう調節した。表２には試料の Vf と厚さを，図２に試料の断面写真を示した。表中には試料全体の Vf に加え，x 方向の Vf を Vf[x]，y 方向の Vf を Vf[y]，z 方向の Vf を Vf[z]として示した。

２．２　線膨張率・体膨張率

試料の x，y，z 方向の線膨張率をマックサイエンス TD5000S を用い熱機械分析(TMA)[14]により測定した。測定条件は，標準試料にアルミナを用い，ヘリウム雰囲気中で，荷重 10gf，昇温速度 5 ℃/min，測定温度範囲 30 ℃～ 120 ℃とした。x 方向を測定するための試験片形状は 20mm(x)× 6mm(y)，y 方向は 6mm(x)× 20mm(y)，z 方向は 6mm(x)× 9mm(y)とした。なお試料の z の寸法は，表２に示した各試料の厚さがこれにあたる。試験片数は 3 とした。また体膨張率を得られた x，y，z 方向の線膨張率から次式により算出した。

$$\alpha v = (1 + \alpha x) \times (1 + \alpha y) \times (1 + \alpha z) - 1 \qquad (式)$$

αv：体膨張率

αx：x 方向の線膨張率

αy：y 方向の線膨張率

αz：z 方向の線膨張率

3　結果及び考察

3．1　織物構造の影響

表３に各試料の x，y，z 方向の線膨張率と体膨張率を示す。各試料とも x，y 方向の線膨張率は小さく優れた寸法安定性を示した。ただし，z 方向の線膨張率は C1'b を除きエポキシ樹脂より大きな値を示した。これは炭素繊維の繊維軸方向の線膨張率が負であるため，温度上昇によって繊維軸方向に縮む際に，繊維の直角方向は伸びるためである[15]。本研究で使用した炭素繊維の直角方向の線膨張率は，前述したとおり明らかにされていないが，正であり比較的大きいと言える。

表３　線膨張率と体膨張率

	線膨張率($\times 10^{-6}$/K) [x y z]			体膨張率($\times 10^{-4}$/K)
C1	[8.40	8.40	103]	1.20
C1'	[8.18	1.24	103]	1.12
C1'a	[8.66	-2.76	98.4]	1.04
C1'b	[5.57	-1.32	77.9]	0.82
C1'c	[8.24	2.88	87.5]	0.99
C3_l	[7.75	6.47	113]	1.27
C3_m	[4.21	4.54	103]	1.12
C3_h	[2.25	1.94	96.0]	1.00

試料の織物構造は大きく３種に分けられる。すなわち，平織り積層構造の C3 と，全てのたて糸が材料の厚さ（z）方向に貫通する構造の C1，C1'，C1'a および C1'b と，たて糸の半数を y 方向に直線に配置し，残りの半数を厚さ方向に貫通した構造の C1'c である。これら試料の x，y，z 方向の線膨張率は，その構造ごとに特徴ある傾向を示した。

各構造を代表する例として Vf が 37 %台とほぼ同一な C3_m，C1'，および C1'c の線膨張率をそれぞれ図３，４および５に示す。C3_m の線膨張率は x 方向と y 方向がほぼ同じであるのに対し C1'および C1'c は x 方向が y 方向に比較し大きい値を示した。次に３試料間で各方向の線膨張率を比較すると，x 方向は C1'，C1'c ＞ C3_m と多重構造の材料が積層構造の試料と比較し

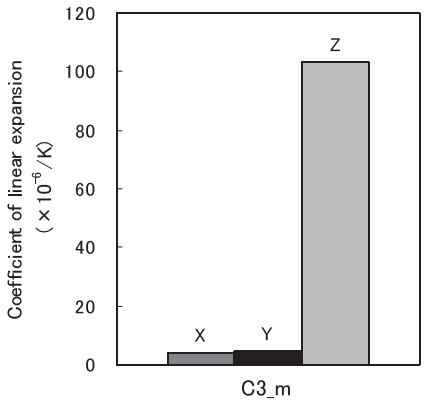


図３　C3_m の x，y，z 方向の線膨張率

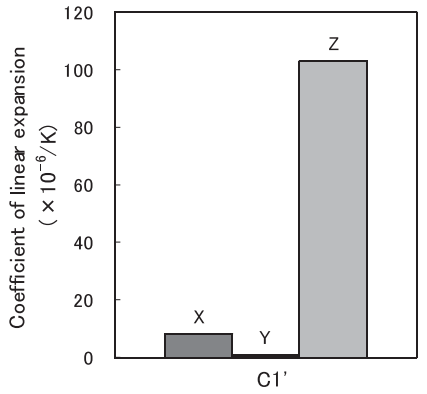


図４　C1'の x，y，z 方向の線膨張率

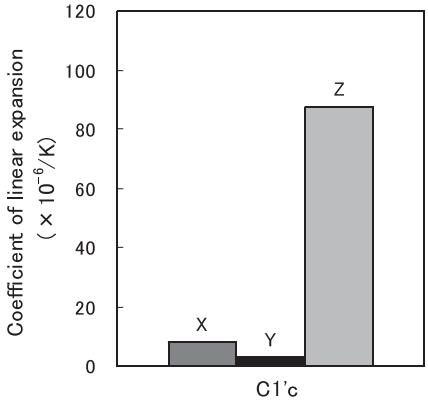


図５　C1'c の x，y，z 方向の線膨張率

大きい値を示した。y 方向は逆に C1' ＜ C1'c ＜C3_m と多重構造の試料が小さな線膨張率を示した。z 方向は C1'，C3_m ＞ C1'c と直線に配置されたたて糸を持った多重構造の材料が小さな線膨張率を示した。これらの結果は，織物構造による影響と考えられる。

積層構造の C3_m は y 方向と x 方向で線膨張率に差がないが，多重構造の C1'および C1'c の線膨張率は x ＞ y との関係を示した。これは多重構造の場合，たて糸が厚さ方向に貫通し，近接したたて糸が相互に交錯した構造であり，密に接触しているため，繊維（たて糸）の直角方向の大きい線膨張率の影響により，x 方向の繊維（よこ糸）の収縮が制限されたためと考えられる。

さらに，C1'は，たて糸のクリンプが大きく直線的に配置されていないため，y 方向には比較的変形しやすい。そのために x 方向への収縮が制限されたひずみが y 方向の大きな収縮となって現れたと考えられる。

C1'c は y 方向に直線的に配置されたたて糸と，厚さ方向に貫通したたて糸を併せ持った構造であるために，y 方向の収縮が制限され，この影響で z 方向の線膨張率が小さな値を示したと考えられる。C1'c の構造は，材料の異方性を小さくすることが可能であり，繊維含有率が同一でも効果的に体膨張率（表３）が C1'(1.12)，C3_m(1.12) ＞ C1'c(0.99)と小さくなることが示された。

３．２　繊維体積含有率と線膨張率・体膨張率

図６に x 方向の線膨張率と Vf[x]の関係，図７に y 方向の線膨張率と Vf[y]の関係，図８に z 方向の線膨張率と Vf[z]の関係を示す。平織り積層構造の C3 は x 方向および y 方向の線膨張率と各方向の Vf に高い相関を示した。多重織物構造の試料は y 方向の線膨張率と Vf[y]には相関が見られなかった。さらに x 方向の線膨張率と Vf[x]，および z 方向の線膨張率と Vf[z]では Vf[x]および Vf[z]の増加に伴い線膨張率が低下する傾向は見られたが相関があるとは言えない。多重構造の試料の線膨張率は各方向の Vf との関係が低いことが明らかとなった。

図９に体膨張率と z 方向の線膨張率の関係を示す。体膨張率は z 方向の線膨張率と高い相関を示した。これは試料の z 方向の線膨張率が x，y 方向の値に比べ大きいため，体膨張率に大きく影響するためと考えられる。すなわち多重構造の試料を含め CFRP の体膨張率は z 方向の線膨張率により効率的に制御出来ることとなる。z 方向の線膨張率を繊維含有率に依存せず構造によって制御可能な多重織物基材の新たな可能性が示された。

図１０に体膨張率と試料全体の Vf の関係を示す。この図から試料の体膨張率は C3，C1 および C1'が示す関係と C1'a，C1'b および C1'c が示す２つの傾向を示した。C1'c が低い体膨張率を示したのは，前節で述べたとおり，直線的に配置されたたて糸の影響で y 方向の変形が拘束され，z 方向の線膨張率が小さくなったためである。一方 C1'a および C1'b が低い体膨張率を示したのは，両試料とも z 方向に加え y 方向の線膨張率も負と小さく，この２つの方向はたて糸で拘束されており，その影響を強く受けている。つまり，他の試料に比べたて糸本数がよこ糸に比べ多いことの影響や，材料中のたて糸が厚さ方向に貫通する角度の違いの影響等が考えられるが，現段階でその詳細は明らかでなく検討は別報に譲ることとする。

いずれにせよ，多重織物で強化した繊維強化複合材料の熱膨張特性が実験により具体的に示された。今後，多重織物基材の活用が期待される。

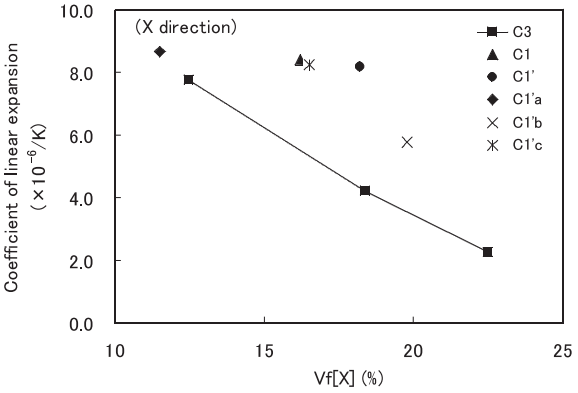


図６　x 方向の線膨張率と Vf[x]の関係

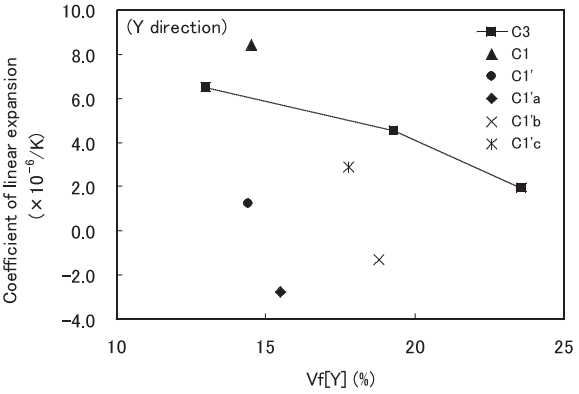


図７　y 方向の線膨張率と Vf[y]の関係

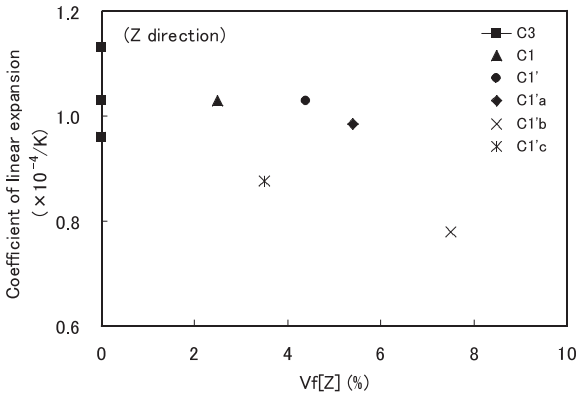


図８　z 方向の線膨張率と Vf[z]の関係

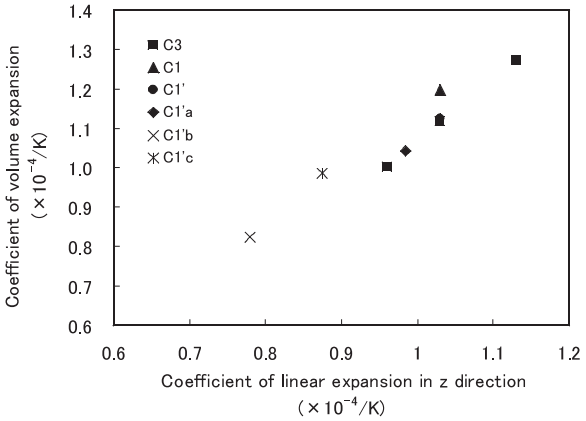


図９　体膨張率と z 方向の線膨張率の関係

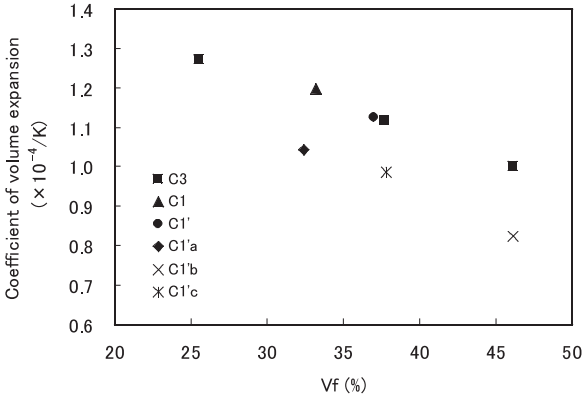


図１０　体膨張率と試料全体の Vf の関係

４　おわりに

多重織物を基材とした繊維強化複合材料の熱膨張特性を明らかにするため，線膨張率，体膨張率を測定し，織物構造および繊維体積含有率（Vf）が材料の熱膨特性に及ぼす影響について検討した。結果は以下のとおりである。

直線的に配置されたたて糸と，厚さ方向に貫通したたて糸を併せ持った多重構造の CFRP は，たて糸(y)方向および厚さ(z)方向の線膨張率が小さくなり，さらに体膨張率も小さくなることが示された。また多重構造の CFRP のよこ糸(x)方向の線膨張率は積層構造のものよりも大きいことが明らかとなった。さらに，この材料の体膨張率は，厚さ方向の線膨張率を織物構造等によって制御することで，効果的に小さくなることが示された。

参考文献

1) 諏訪浩史，小嶋一夫，早乙女康人，大谷杉郎：炭素，No.154（1992），238-243
2) 諏訪浩史：繊維機械学会，Vol.47，（1994），203-206
3) 星井進介，小島昭，大井宏志，諏訪浩史，大谷杉郎：炭素，No.168（1995），164-168
4) 諏訪浩史，沖泰，赤羽輝夫，廣田昇，鶴谷勝正，大谷杉郎：炭素，No.172（1996），71-76
5) 諏訪浩史，高橋淳，剱持潔：日本複合材料学会誌，Vol.25，No.6（1999），219-224
6) 諏訪浩史，剱持潔：日本複合材料学会誌，Vol.27，No.3（2001），155-160
7) 諏訪浩史，小島昭，石川信幸，太田道也：繊維学会誌，Vol.61，No.10（2005），276-281
8) 諏訪浩史，小島昭：平成１７栃木県産業技術センター研究報告，（2006），55-59
9) 諏訪浩史，石川信幸，小島昭：平成１８年度栃木県産業技術センター研究報告，（2007），44-48
10) 石川隆司，小林繁夫：第１回複合材料シンポジュウム予稿集，（1975），24-27
11) 森田幹郎，日本複合材料学会誌：Vol.11，No.5（1985），244-249
12) 若島健司，精密工学会誌：Vol.60，No.6（1994），759-763
13) 日本複合材学会編，複合材料ハンドブック：（1989），345-350
14) JIS K 7197（1991）
15) 炭素材料学会編，新炭素材料入門：（1998），97

経常研究

紬織物の糊付工程改善による製織性向上

嶋田　和正*　　金子　優*　　永田　順子*

Improvement of Sizing Process for *Yuki-Tsumugi* Weaving Performance

Kazumasa SHIMADA，Masaru KANEKO and Junko NAGATA

結城紬の品質や製織時の作業能率に大きな影響を与える手つむぎ糸の糊付け条件と糸質，染色材料，染色条件等との関係について検討した。その結果，糸質が「硬い」，「普通」の手つむぎ糸の最適糊付け条件を見いだすことができた。

Key Words ： 結城紬，糊付け

１　はじめに

本場結城紬は軽く柔らかく暖かいという特徴を有している。こうした性質を示す最も大きな要因として手つむぎ糸を使用していることが挙げられる。本場結城紬で使われる手つむぎ糸は真綿から引き出し，軽くひねって唾で固定されているだけであり，全く撚りが掛けられていない。このため，経糸は下糸の開口時の摩擦等により，製織時に糸切れや毛羽立ちが起こり易く，作業性を低下させている。これを改善するため染色後の下拵えの工程で経糸に糊付けを行っている。この糊付けの良し悪しが本場結城紬の品質や製織時の作業能率に大きな影響を与えている。

本場結城紬の産地では，手つむぎ糸の糸質や色目が糊付けの効果に大きく影響すると言われており，本研究では，手つむぎ糸の糸質や色目と糊付け条件の関係について検討を行い，同工程の見直しを行うことで製織性及び品質の向上を図った。

２　研究の方法

２．１　織元における糊付け実態調査

産地の織元が行っている糊付け条件について面談による聞き取り調査を行った。調査対象の織元は栃木県本場結城紬織物協同組合員で年間生産反数が２０反以上の14社とした。

本場結城紬では経糸糊付け工程には，下糊付けと本糊付けの２工程がある。織元では下糊付けが基本であり，下糊付けの状況によって本糊付けの条件を変えている。今回は下糊付けについて調査を行った。

調査した項目は使用糊材，糊作製手順，糊液濃度，浴比，糊浸漬温度，時間，糊付け回数，絞り方法，乾燥方法である。

２．２　糊付け

２．２．１　使用糸

本場結城紬で使用されている手つむぎ糸は，糸をつむぐ人によって太さや引張強さはもちろんのこと，糸の硬さ，柔らかさ，といった糸質が大きく異なる。産地ではこの手つむぎ糸の糸質について，一般的に糸が硬い（糸に撚りがかった様な感じでばらけ難い），普通，柔らかい（糸がふんわりしていてばらけ易い）と表現し区別している。本研究では糸質の異なる次の３種の糸について糊付けを行った。

硬い手紬糸（絹）　　135～166ﾃﾞﾆｰﾙ
普通手紬糸（絹）　　168～187ﾃﾞﾆｰﾙ
柔らかい手紬糸（絹）168～181ﾃﾞﾆｰﾙ

２．２．２　染色

産地では経験から紺色系は糊の効きが良く，ベージュ系は糊の効きがあまり良くないと言う織元が多い。そこで，産地で用いられている紺色，ベージュ，今後受注が増えると予想される草木染め（使用染材：シロヤシオ，媒染剤：椿灰汁）で染色した手つむぎ糸を用いて，その糊付け効果について検討した。本場結城紬の染色は一般に酸性染料が用いられており，その染色処方を表1，草木染めの染色処方を表2に示す。

表１　酸性染料の染色方法（%はo.w.f）

色名	染料	染色方法
紺	ｲﾝﾄﾞｶｰﾎﾞﾝCLX 20%	浴比　1：50 染色　90℃　30分
ベージュ	ﾗﾆｰﾙｶｰｷ0.16% ﾗﾅﾌﾞﾛﾝ0.08% ｲﾙｶﾞﾗﾝｲｴﾛｰ0.04%	

＊　栃木県産業技術センター　紬織物技術支援センター

表2　草木染めの染色方法（%はo.w.f）

色目	染材・媒染剤	染色方法
薄ピンク	ｼﾛﾔｼｵ（300%）	染色　85-95℃ 30分　水洗
	椿灰汁（40%）	媒染　常温 20分　水洗
		染色　85-95℃ 30分　水洗

なお，草木染めでは発色を良くするため，染色したのち媒染し，2度染色を行った。

２．２．３　糊付け

糊付けは小麦粉の中力粉を使用糊材として，下記の条件で行った。

糊濃度(o.w.f)　10%　及び　30%
煮糊温度　100℃　及び　80℃
浴　比　1:10　及び　1:20
浸漬時間　20分
糊付温度　40℃
絞り率(o.w.f)　250～266%（手絞り）
乾燥方法　自然乾燥

糊付けは糸質（硬い，普通，柔らかい）と色目（紺，ベージュ，草木染め）の異なる手つむぎ糸を組み合わせて行った。

２．２．４　糊付け効果の評価方法

本場結城紬で使用される手つむぎ糸は手で真綿から引き出して作られるため太さなどに斑があり，引張強伸度試験や摩擦抱合力試験等の物理的な方法では評価できない。そこで，本研究では熟練作業者4名による手触り感で糊付け効果を評価した。評価は糊の効きが特に良いを3点，糊が効いて製織できるを2点，糊の効きが悪いを１点とし4名の平均点で判定した。

３　結果及び考察

３．１　調査結果

聞取り調査した結果，本場結城紬の織元は，長年の経験から独自の方法で糊付けを行っており，同じ条件で作業をしている織元は無かった。

産地で行われている糊付け方法大きくまとめると，小麦粉の中力粉（糊材）を水で溶き，80℃まで加熱し，その後水等で冷やして糊液を作る。浴比１：１０で常温で2回糊付けを行い，絞り台で手絞りで固く絞り，自然乾燥する方法をとっている。

今回調査した糊付け条件の要約を表3に示す。

糊浸漬時間は，2～3分の織元もいれば60分浸すという織元もいてまちまちである。乾燥は天候によって屋外か室内かになるが，全ての織元が自然乾燥で行っている。

表3　全糊付け条件の平均評価点

調査項目	回答内容	織元数
小麦粉種類	中力粉	１２
	薄力粉	1
	強力粉	1
糊作成方法	水に溶かし加熱	１０
	水に溶かし熱湯を加える	3
	上記の両方	1
糊作製温度	８０℃	8
	１００℃（沸騰）	3
	かき糊※)	2
	その他	1
糊濃度	３０％	2
	１０％	2
	その他	１０
浴比	１：１０	6
	１：２０	3
	１：１２	2
	その他	1
糊付け回数	２回	9
	１回	4
	３回	1
糊付け時温度	常温	１２
	暖かめ	2
絞り方法	絞り台	１３
	洗濯機の脱水機	1

※) かき糊とは水にといた小麦粉に熱湯を加えて糊を作成する方法

３．２　糊付け結果

３．２．１　糸質及び色目による差

全糊付け条件における糸質，色目ごとの手触りによる糊付け効果の平均評価点を表4に示す。

表4　糸質，色目ごとの平均評価点

色目	糸質		
	硬い	普通	柔らかい
紺	2.4	2.4	1.4
ベージュ	2.2	2.4	1.4
草木染め	2.3	2.3	1.6

これによると，手つむぎ糸の糸質が硬いものと普通のものはいずれの条件においても糊の効きが良く，糊付け効果があるという評価であった。しかし，柔らかい糸質のものは糊付けの効果が少なく，製織し難いという評価結果となった。

また，色目による糊付け効果の差は産地で言われているほど見られなかった。これは堀江らが行った研究[1]で色相や色の濃淡による糊の付着率への影響が無いことと一致している。すなわち，シロヤシオ（椿灰汁媒染）で染めた手つむぎ糸でも，化学染料と同様な糊付け条件で対応できることがわかった。

３．２．２　糊付け条件と糊付着量，糊付着率

糊付け効果は手つむぎ糸への糊の付着量によって左右されると考えられるので，糊付着量と糊濃度及び浴比の関係について検討を行った。なお，糊付け後の絞りは産地と同様に手絞りで，絞り率を250～266%で行った。

図1に100℃で糊を作製し，浴比を1：10及び1：20で糊付けを行った時の糊濃度と糊付着率を示す。

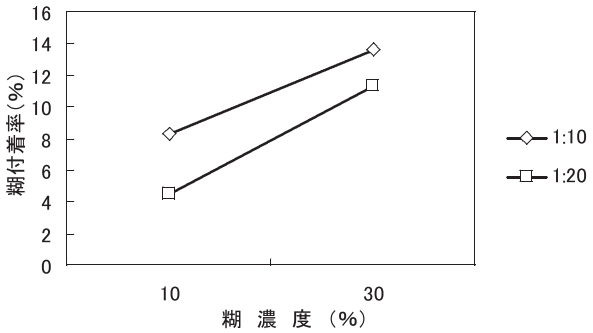


図1　糊濃度と糊付着量

図2に100℃で糊を作製し，糊濃度10%及び30%で糊付けを行った時の糊濃度と糊付着率を示す。

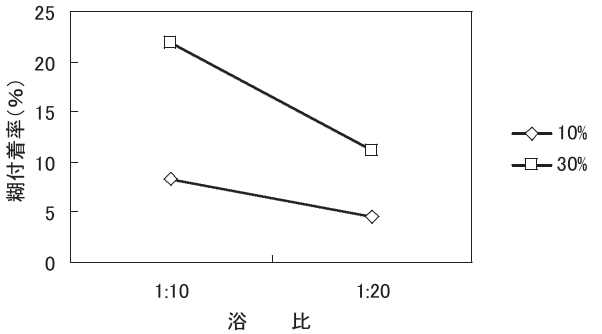


図2　浴比と糊付着率

これらから，糊付着量は糊の濃度に比例して増え，浴比が大きくなると低下することがわかった。

３．２．３　最適な糊付け条件

最も良い評価を得た糊付け条件は糊作製温度80℃，浴比1：10，糊濃度30%の場合であった。このときの評価結果を表5に示す。

表5　糊作製温度80℃，浴比1：10，糊濃度30%おける平均評価点

色目	糸質		
	硬い	普通	柔らかい
紺	2.5	3.0	1.8
ベージュ	2.8	2.8	1.5
草木染め	2.8	2.8	2.5

この条件において，糊付着量が最も多くなり，手触り感による評価も高く，効果的であった。

しかし，手つむぎ糸を1本づつ解すさばき工程での作業性には難があった。

４　おわりに

今回の聞取り調査によって，産地のそれぞれの織元が行っている浴比，糊濃度等の糊付け条件を把握できた。

糊付け条件の違いによる糊付着量，糊付着率の関係を検討し，最適糊付け条件を見出すことができた。

色目による糊付けの効き差は少なく，シロヤシオ（草木染）で染めた手紬糸でも，化学染料と同様な糊付条件で対応できることがわかった。

参考文献

1)　堀江宣男，栗原　章，篠崎ヨネ：栃木県工業試験研究機関研究収録，226，(1987)

経常研究

新規地域から採掘された粘土の性状と各種製品への適用（第1報）

仁平　淳史*　　小口　武雄*　　村沢　清*　　塚本　準一*　　見目　誠造*

Characterization and forming performance of unused clay in Mashiko (1st Report)

Atsushi NIHEI, Takeo KOGUCHI, Kiyoshi MURASAWA, Junichi TSUKAMOTO and Seizou KENMOKU

益子町内から新たに採掘された原土を利用し，坏土調整時の添加原料をできるだけ少なくし，かつロクロ成形能に優れる新規坏土の開発を行った。採掘した原土は可塑性・耐火性が低いという性質を有するため，木節粘土や長石を添加し，その効果について評価・検討を行った。その結果，原料配合比や調整法別にロクロ成形に適した3種の坏土を開発した。開発した坏土は従来坏土(益子水簸土)に比べ，吸水率が25%以上低く，かつ曲げ強度が約20～40%増大する結果が得られた。

Key Words：益子焼，原土，粘土，耐火度，熱膨張

1　はじめに

益子焼に使用する粘土(以下，坏土という。)には，いくつかのクリアしなければならない条件がある。例えば適度な可塑性がありロクロ成形が容易であること，高温焼成に耐えられる耐火性を有すること，焼成後に一定の強度を有し吸水性が低いことなどである。採掘される原土は天然物であり，採掘場所ごとにその性質は一定ではない。このような原土から益子焼に適した坏土を調整するためには，数種類の粘土質原料や珪石質・長石質原料等を添加し，性質を安定化させるのが一般的である。しかしながら良質な窯業原料は全国的に枯渇化の傾向にあり，永続的な原料の確保と安定した坏土の供給に懸念や不安が広がっている。益子焼業界においても，住宅地の開発や道路整備などに伴い採掘可能なエリアが減少しており，良質原土の確保が厳しくなっている。そのような中，益子焼協同組合との協力により益子町北郷谷地区の新規エリアから原土約3,000トンを採掘することに成功した(写真1)【採掘は益子焼協同組合による】。

そこで本研究では，新しく採掘した原土から従来坏土(益子水簸土)と同等以上の性質を有する坏土を開発し，新規坏土の早期普及を目指し研究を行った。また添加原料をできるだけ少なくし，かつ永続的な安定供給が期待できる原料を選定し，より簡便な方法で坏土の調整ができるよう検討を行ったので報告する。

*栃木県産業技術センター窯業技術支援センター

写真１　採掘した原土

2　研究の方法

２．１　原土の採取

採掘した原土を見てみると，主に白色粘土部分(KW)・赤色粘土部分(KR)・砂質粘土部分(GJ)の3つが確認された。そこで種類別に10地点・10kgずつの計100kgを採取し，合計300kgの原土を採取した。

２．２　原土の化学組成と鉱物組成

原土の化学組成を調査するために，試料のガラスビードを作成し蛍光Ｘ線分析装置3270E（株式会社リガク)を用いて分析を行った。試料0.5 gと四ホウ酸リチウム5.0 g を均一に混合し，ビードサンプラーにて1200℃で溶融・ガラス化した後，管電圧50 kV，管電流50 mAで測定を行った。また得られた化学分析値よりノルム計算を行い，原土の鉱物組成を概算した。

２．３　原土の水簸及び坏土の調整

採取した原土を水に浸し1日静置後，10分間ポットミルを用いて湿式攪拌した。攪拌した原土をミルから出し，40メッシュ(425μm)のふるいを通過させ，石膏型にて脱水し原土試料とした。3種混合原土(3KG)は，3種の自然乾燥原土(KW・KR・GJ)を等重量で混合し，上記と同様の手順で調整した。また使用する添加原料には，安定的な供給が見込まれる木節粘土(山ツ木節粘土)(K)及び長石(福島長石)(F)を選択し，所定の乾燥重量比(K:10～25%，F:3～7%)で添加配合した。なお，長石の配合については外率配合で行った。

さらに坏土をボールミルで所定時間(1～9時間)粉砕した時の物性値の変化についても検討を行った。

２．４　原土及び坏土の耐火度試験

原土及び坏土の耐火性を調査するために，耐火度試験を行った。測定は東工試式耐火度測定用酸素プロパン炉(株式会社高田商会)を用いて，JIS R2204[1999]「耐火物及び耐火物原料の耐火度試験方法」に準じて行った。

２．５　収縮率・吸水率・曲げ強度の測定

60×30×7 mmの金型を用いて各種試験体を作製した。

収縮率は試験体各種5個について乾燥収縮率（成形直後から乾燥後の収縮），全収縮率（成形直後から焼成後の収縮）を測定し，その平均値とした。

吸水率はJIS A1509-3[2008]「陶磁器質タイル試験方法－第3部：吸水率・見掛け気孔率及びかさ密度の測定方法」に準拠し，焼成試験体5個についてその平均値を求めた。

曲げ強度はJIS A5209[1994]「陶磁器質タイル」に準拠し，スパンを45mmとし，焼成試験体5個についてその平均値を求めた。

なお，試験体の焼成には超高速昇温電気炉SH-2035D(株式会社モトヤマ）及びガス炉(中濃窯業株式会社)を使用し，1280℃で焼成した。

２．６　坏土の粒度分布測定

坏土の粒度分布測定は，湿式ふるい分け法により行った。

２．７　坏土の熱膨張測定

坏土の熱膨張率及び線熱膨張係数は，試験体を直径5mm×長さ15 mmの円柱状に成型し，室温～900℃間を昇温速度10℃/minで測定した。なお測定には，熱分析装置MTC-1000S,TD-5000S(ブルカー・エイエックスエス株式会社)を使用し，上記２．５と同様の焼成炉及び温度で試験体を作製した。

２．８　坏土の焼成呈色の検討

開発坏土ならびに従来坏土を，1280℃の同雰囲気下(酸化・還元)で焼成を行い，その時の焼成呈色を比較・検討した。

２．９　開発坏土の外部評価の実施

開発した坏土の可塑性や成形性・素地の風合い等を評価するために，益子町内の陶芸家17名に開発した坏土を提供し，坏土に関しての感想や意見を依頼した。

３　結果及び考察

３．１　原土の性質

採掘した原土の化学組成及び鉱物組成を表１・表２に，また収縮率・吸水率・曲げ強度・耐火度・可塑性といった物性評価値を表３に示す。表３より採掘した原土は従来坏土に比べ全収縮率・吸水率が小さいものの，耐火度についてはSK18～20程度であり，単体で使用するには耐火性が不十分であることが分かった。また，原土単体の可塑性ではロクロ成形には不十分であることも分かった。これらの理由としては，可塑性粘土鉱物及び耐火性粘土鉱物の含有不足が考えられる。表２のノルム計算値を見てみると原土の粘土分は従来坏土に比べ20%～35%ほど少なく，逆に媒溶剤として働く長石分は多くなっている。したがって，このような鉱物組成が低耐火度の要因と考え，耐火性と可塑性に優れる粘土質原料の添加が不可欠であると推察する。

表１　原土の化学組成(wt%)

	KW	KR	GJ	3KG	従来坏土
SiO_2	71.60	74.32	74.93	73.26	70.32
Al_2O_3	15.77	13.57	13.31	14.50	16.34
TiO_2	0.77	0.66	0.63	0.75	0.76
Fe_2O_3	1.54	2.11	1.73	1.80	1.81
CaO	0.39	0.30	0.33	0.33	0.37
MgO	0.71	0.65	0.69	0.68	0.57
K_2O	3.16	3.03	3.19	3.09	2.22
Na_2O	0.41	0.29	0.43	0.40	0.46
other	1.25	1.34	1.20	1.20	1.03
Ig.loss	4.40	3.73	3.56	3.99	6.12

表２　原土の鉱物組成（ノルム計算値）(%)

	KW	KR	GJ	3KG	従来坏土
長石分	24.1	21.8	24.1	23.3	17.8
粘土分	27.8	23.5	21.7	25.1	34.3
珪石分	43.4	49.5	49.4	46.7	42.2
その他	4.7	5.2	4.8	4.9	5.7

表３　原土の物性値

	KW	KR	GJ	3KG	従来坏土
全収縮率	11.45	9.94	9.62	10.82	11.76
吸水率	3.34	6.32	5.73	4.44	6.56
曲げ強度	29.74	19.53	19.47	25.39	21.24
耐火度	19-20	18-19	18-19	19	27
可塑性	○	△(-)	△(-)	△(-)	◎

単位：収縮率(%),吸水率(%),曲げ強度(MPa),耐火度(SK)
焼成条件：1280℃酸化焼成

３．２　坏土の調整

原土に耐火性と可塑性を付与するために，木節粘土(K)の添加効果を検討した。原土には3種混合の3KG原土を選択した。これはストックヤードの原土を機械的に粘土質ごとに分離・使用するのは難しいと判断したためである。表４に3KG原土への木節粘土添加効果を示す。木節粘土を添加することにより耐火性が大幅に向上し，15%の添加で従来坏土と同等の耐火度を示した。坏土の可塑性については木節粘土量が15%以下では不足気味[△(-)]であり，25%では若干粘りが強い印象[△(+)]だが，ロクロ成形は可能であった。検討の結果，原土／木節粘土による2成分配合での最適条件は3KG80/K20と判断する。

次に素地の吸水性をより低下させるために，長石の添加効果について検討を行った。表４でK20及びK25配合物に，長石を外率添加した時の坏土の物性値を表５，表６にそれぞれ示す。3KG80/K20坏土への長石添加では，添加量が増加するにつれて吸水率が低下し，全収縮率・曲げ強度が増大する傾向が得られた。これは媒溶剤として働く長石量が増加することによって素地中のガラス質が増加するためと考えられる。しかしながら，長石を7%以上添加すると坏土の可塑性が不足気味となり，ロクロ成形には不適であった。

一方，3KG75/K25坏土についても同様の傾向が得られた。最もロクロ成形に適した条件は3KG75/K25/F7の条件であり，これ以上長石を添加すると可塑性は再び低下傾向となった。ロクロ成形性（可塑性）を重視してK20とK25坏土を比較すると，3KG80/K20/F5坏土は吸水率が4.17%と最も小さいものの，3KG75/K25/F7坏土では吸水率がほぼ同レベルであり，かつ曲げ強度及び耐火度において有利である。したがって，原土／木節粘土／長石による3成分配合での最適条件は3KG75/K25/F7と判断する。

次に吸水率と曲げ強度をさらに改善させるために，坏土の粉砕効果について検討を行った。これまでの配合条件において，吸水率と曲げ強度値に最も優れる3KG75/K25/F7坏土を使用し，ボールミルで所定時間粉砕した時の物性値の変化を表７に示す。粉砕時間が長くなるにつれて吸水率は大幅に低下し，曲げ強度値が向上した。しかしながら粗粒子粉砕による焼成体の緻密化により，全収縮率が増加し坏土の可塑性も低下(引き腰がない)した。さらに粉砕時間が6時間以上になると焼成時に素地の「ふくれ」が観察された。

そこで未粉砕坏土と粉砕坏土を混合し，その粒度分布を従来坏土と同様に調整することで，素地の質感を保持した吸水性と曲げ強度に優れる坏土が調整できないかと考え検討を行った。1,3時間粉砕した3KG75/K25/F7坏土を未粉砕の3KG75/K25/F7坏土と混合し，その時の粒度分布を調査した結果，未粉砕3KG75/K25/F7：1h粉砕3KG75/K25/F7=50：50の条件において従来坏土とほぼ同様の粒度分布を示すことが分かった(表８)。表９にこの配合条件における坏土の物性値を示す。その結果調整した坏土は従来坏土の質感をほぼ維持しており，吸水率も2.91%(酸化焼成)まで低下し，ロクロ成形性も良好であった。

表１０に還元焼成を加えた開発坏土の物性値をまとめる。全収縮率及び曲げ強度は焼成雰囲気によらず同程度であるが，還元焼成により吸水率が１%台にまで低下する結果が得られた。

表４　3KG原土への木節粘土添加効果

	3KG90/K10	3KG85/K15	3KG80/K20	3KG75/K25
全収縮率	10.65	10.73	11.33	11.82
吸水率	5.63	5.44	4.99	4.83
曲げ強度	23.80	25.63	25.13	25.05
耐火度	26	26-27	28	28-29
可塑性	△(－)	△(－)	○	△(＋)

単位：収縮率(%),吸水率(%),曲げ強度(MPa),耐火度(SK)
焼成条件：1280℃酸化焼成

表５　3KG80/K20坏土への長石添加効果

	3KG80/K20/F3	3KG80/K20/F5	3KG80/K20/F7
全収縮率	11.39	11.43	11.53
吸水率	4.68	4.17	4.09
曲げ強度	25.89	25.92	26.26
耐火度	27	26	26
可塑性	○	○	△(－)

単位：収縮率(%),吸水率(%),曲げ強度(MPa),耐火度(SK)
焼成条件：1280℃酸化焼成

表６　3KG75/K25坏土への長石添加効果

	3KG75/K25/F3	3KG75/K25/F5	3KG75/K25/F7
全収縮率	11.49	11.72	12.11
吸水率	5.42	4.94	4.22
曲げ強度	24.88	25.47	28.15
耐火度	28	27-28	27-28
可塑性	△(＋)	○	◎

単位：収縮率(%),吸水率(%),曲げ強度(MPa),耐火度(SK)
焼成条件：1280℃酸化焼成

表７　3KG75/K25/F7坏土物性値の粉砕効果

粉砕時間	1時間	3時間	6時間	9時間
全収縮率	12.94	12.91	13.75	13.76
吸水率/OF	1.75	1.27	0.09	0.09
曲げ強度/OF	33.97	41.50	63.38	66.15
可塑性	△	△	×	×

単位：収縮率(%),吸水率(%),曲げ強度(MPa),耐火度(SK)
焼成条件：1280℃酸化焼成

表８　坏土の粒度分布

粒径(μm)	3KG75/K25/F7	3KG75/K25/F7 (未粉砕50%+1h粉砕50%)	従来坏土
250 ＜	7.4	3.6	3.3
149～250	13.4	6.0	10.9
105～149	5.8	8.3	7.2
53～105	6.5	9.7	8.6
＜ 53	66.9	72.4	70.0

粒度分布：%

表９　3KG75/K25/F7坏土(未粉砕50%＋1h粉砕50%)の物性値

全収縮率	12.34
吸水率	2.91
曲げ強度	29.40
耐火度	26-27
可塑性	○

単位：収縮率(%),吸水率(%),曲げ強度(MPa),耐火度(SK)
焼成条件：1280℃酸化焼成

表１０　開発坏土の物性値

	3KG80/K20	3KG75/K25/F7	3KG75/K25/F7 (未粉砕50%+1h粉砕50%)	従来坏土
酸化焼成				
全収縮率	11.33	12.11	12.34	11.76
吸水率	4.99	4.22	2.91	6.56
曲げ強度	25.13	28.15	29.40	21.24
還元焼成				
全収縮率	11.23	12.37	12.16	12.18
吸水率	3.25	1.93	1.10	5.40
曲げ強度	25.71	28.02	30.22	21.51
耐火度	28	27-28	26-27	27
可塑性	○	◎	○	◎

単位：収縮率(%),吸水率(%),曲げ強度(MPa),耐火度(SK)
焼成条件：1280℃酸化・還元焼成

３．３　坏土の熱膨張

3種の開発坏土の熱膨張特性について検討を行った。1280℃酸化焼成における坏土の線熱膨張曲線を図１に，1280℃還元焼成における坏土の線熱膨張曲線を図２に，35～500℃間における坏土の線熱膨張係数を表１１にそれぞれ示す。比較対象として線熱膨張係数が極端に大きく，「冷め割れ」の欠陥を引き起こしやすいW粘土のデータもあわせて示す。

W粘土の線熱膨張曲線を見てみると，熱膨張率の変化量が大きいことが分かる。特に220℃前後における異常熱膨張は，含有石英分のクリストバライト化に起因するものであり，冷め割れの要因とされるものである。一方で調整した3種坏土の線熱膨張曲線はどれも緩やかであり，220℃前後の異常熱膨張は確認されなかった。

次に線熱膨張係数を見てみるとW粘土の値は9.66×10^{-6}/℃（酸化焼成）・13.6×10^{-6} /℃（還元焼成）と非常に大きい。しかしながら開発した3種坏土の熱膨張係数は3.43×10^{-6}～3.81×10^{-6}/℃（酸化焼成）・3.38×10^{-6}～3.78×10^{-6}/℃（還元焼成）と従来坏土の値[3.60×10^{-6}/℃（酸化焼成）・3.98×10^{-6}/℃（還元焼成）]とほぼ同程度であり，W粘土の約3分の1以下の値である。したがって開発した3種坏土の利用により，冷め割れによる製品欠陥の起きる可能性は低いと推察する。

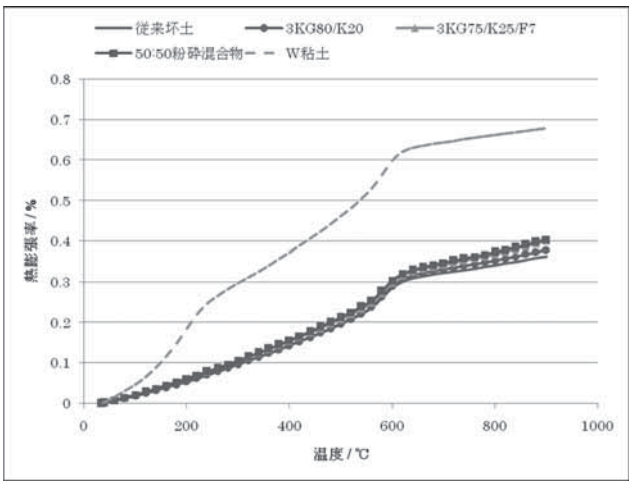


図１　1280℃酸化焼成における坏土の線熱膨張曲線

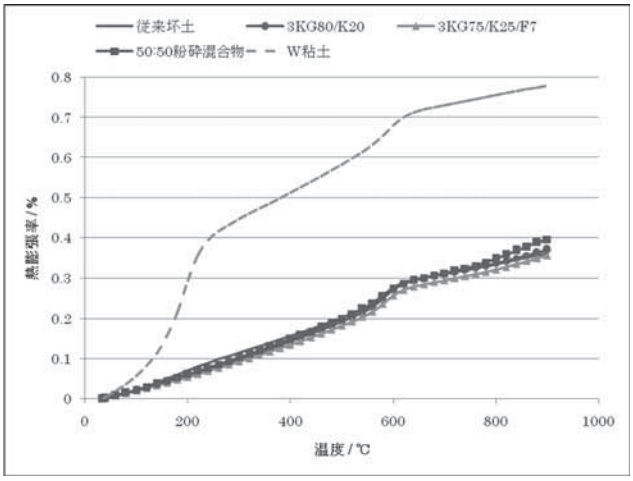


図２　1280℃還元焼成における坏土の線熱膨張曲線

表１１　開発坏土の線熱膨張係数（35～500℃）

	酸化焼成	還元焼成
3KG80/K20	3.43	3.66
3KG75/K25/F7	3.81	3.38
3KG75/K25/F7（未粉砕50%+1h粉砕50%）	3.79	3.78
従来坏土	3.60	3.98
W粘土	9.66	13.6

線熱膨張係数：$\times 10^{-6}$ /℃

３．４　坏土の焼成呈色

開発坏土の焼成呈色を写真２，３に示す。酸化焼成呈色は従来坏土とほぼ同色であった。還元焼成呈色については従来坏土よりも色が薄いため，釉のバリエーションと釉発色の向上が期待できると考えられる。

写真２　開発坏土の焼成呈色（1280℃酸化焼成）

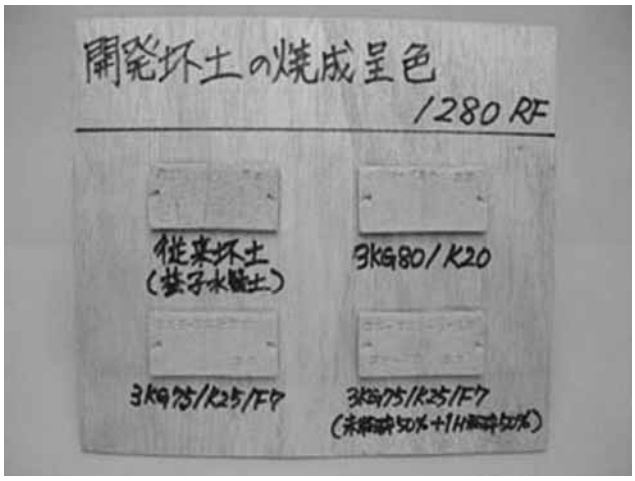


写真３　開発坏土の焼成呈色（1280℃還元焼成）

３．５　坏土の外部評価結果

開発した3種坏土を17名の陶芸家に提供し，可塑性やロクロの引きやすさ・焼成素地の風合い等について感想を依頼し，下記の意見を頂いた。指摘された点については，今後の検討課題とする。

①ひき味は不便なく，とても引きやすい。
②約20種類の陶器を制作したが，底割れ・乾燥割れ・冷め割れ等は発生しなかった。
③風合いは良好で，古い益子の粘土のようにザックリとした感じがある。
④鉄分による黒点が若干気になるが，脱鉄処理で解決できるのではないか。
⑤白釉での黒点が人によっては気になるのではないか。

４　おわりに

新しく採掘された原土を用いてロクロ成形に適した3種の坏土を開発した。開発した坏土は，坏土調整時

の配合原料が3種以下であり，ミルを用いた粒度コントロールにより調整可能である。また従来坏土よりも焼成色が薄く，異常熱膨張も確認されなかった。従来坏土よりも吸水性が25～55%(OF)・40～80%(RF)低く，曲げ強度が18～38%(OF)，20～40%(RF)高くなることが分かった。

謝　　辞

本研究を実施するにあたり，原土を快く提供してくださった益子焼協同組合の神谷様・薄田様，また開発坏土の感想依頼をお受けしていただいた17名の陶芸家の皆様に対し，厚くお礼申し上げます。

参考文献

1) 小口武雄,村沢 清,塚本準一,仁平淳史,片見通夫：栃木県産業技術センター研究報告，3，51-54，（2006）

2) 高嶋廣夫：実践陶磁器の科学，内田老鶴圃,(1996)

3) 浜野健也ら：窯業の事典，朝倉書店，(1997)

平成20年度

栃木県産業技術センター研究報告

第6号

Reports of Industrial Technology Center of Tochigi Prefecture

No.6（2009）

発　行　平成21年7月

発行所　栃木県産業技術センター

〒321-3224　栃木県宇都宮市刈沼町367-1

ＴＥＬ（028）670－3391

ＦＡＸ（028）667－9430

古紙配合率100%再生紙を使用しています