



栃木県元気ニコニコ室長
とちまるくん

ISSN 1349-2608
No. 15 (2018)

平成29（2017）年度
研 究 報 告

Reports of Industrial Technology Center of Tochigi Prefecture

— 発信します 明日を拓く 確かな技術 —

栃木県産業技術センター

目 次

I 重点共同研究 (実施：4 テーマ)

- 3Dプリンタによる金型製造技術の高度化(自動車分野) 1
- チタン合金加工における切削負荷・切削温度測定手法の開発(航空宇宙分野) 7
- ナノダイヤモンド分散めっき皮膜の開発(自動車分野) 12
- 尿素非生産性酵母の開発(フードバレーとちぎ) 17

II 共同研究 (実施：13 テーマ)

- ファインバブルクーラントが研削加工に及ぼす影響 (第1報) 21
- 転写印刷装置の印刷加工条件の最適化に関する研究 25
- 耐摩耗性に優れた高撥水ガラスの開発 28
- 酸化チタン-炭素系リチウムイオン電池負極材料の創製 31
- 歯切工具の高性能化を目指したドライコーティング技術の開発 35
- 大麦ゲルの加工食品への利用に関する研究 40
- トーションレース糸供給装置の異常張力発生リスク軽減方法の開発 44
- 抜染剤の着色抜染適性に関する研究 48

非公開：5 テーマ

III 受託研究 (実施：3 テーマ)

非公開：3 テーマ

IV 重点研究 (実施：2 テーマ)

- 液中レーザ局所改質法の開発とそれを用いた
医療用ステンレス鋼の摩擦摩耗特性の向上 (第3報) 53
- 高能率高品位加工を可能とする ELID 研削用弾性砥石の開発 (第2報) 58

V 経常研究（実施：8テーマ）

- X線CT三次元測定機による寸法測定の精度評価・・・63
- 凍結鋳型の流動性に及ぼす鋳物砂材質の影響・・・67
- アルミニウム鋳造における鋳物砂の性状と
ガス欠陥発生との相関に関する調査研究・・・71
- ハイドロゲルのいちご苗生産における実用性研究
ーナトリウムフリーゲルによる苗の生育阻害防止の試みー・・・75
- 長ネギ加工品における臭気抑制技術に関する研究・・・78
- フラクタル解析と画像処理による金属材料の破面解析の定量化・・・82
- 地機経糸に対する下拵え条件の最適化・・・86
- 陶磁器用廃石膏型の有効利用（第2報）・・・90

本研究報告における研究区分については、次により分類したものとなっています。

- I 重点共同研究：県の重点振興産業分野(自動車、航空宇宙、医療機器、光、環境産業)及びフードバレーとちぎプロジェクトの食品産業分野において、企業、大学などと課題を分担して重点的に行うもの。
- II 共同研究：企業、大学などと課題を分担して行うもの。
- III 受託研究：企業や団体などからの委託を受けて行うもの。
- IV 重点研究：県内産業の振興のため県が単独で特に重点的に行うもの。
- V 経常研究：上記以外にて実施したもの。

また、知的財産権の保護等の観点から、非公開となっている研究テーマがございますので、御了承ください。

Contents

I Selected Cooperative Research

- Advancement of Mold Manufacturing Technology with 3D Printer 1
- Measurement of Cutting Load and Temperature
in Machining of Titanium Alloys 7
- Development of Nanodiamond Composite Plating 12
- Development of Sake Yeast with Non-urea Productivity 17

II Cooperative Research

- Effect of Fine-Bubble Coolant on Grinding Characteristics (1st Report) . 21
- Study on Optimization
of Transfer Printing Machine Processing Conditions 25
- Development of Water-Repellent Glass with a High Abrasion Resistance . . 28
- Development of TiO₂-Carbon Anode Materials
for Lithium-ion Batteries (LIB) 31
- Development of Arc Ion Plated Hard Coatings
for High-Performance Hob-cutter 35
- Study on Use of Two-rowed Barley Gel for Processed Food 40
- Development of the Abnormal Tension Outbreak Risk Reduction Method
of the Yarn Feeder for Torchon Lace Machine 44
- Study on Colored Discharge Printing Suitability of Discharging Agent . . 48

III Contract Research

IV Selected Research

- Improvement of Tribology Characteristics of Stainless Steel
by Laser-Induced Locally Treatment in Wet Condition (3rd Report) . . 53
- Development of Elastic ELID Grinding Wheel
for High Efficiency and High Quality Finishing (2nd Report) 58

V Ordinary Research

- Accuracy Evaluation of Coordinate Measurement
with the Dimensional X-Ray CT System 63
- Effect of Foundry Sand Material
on Fluidity of Molten Metal in Frozen Mold 67
- Research of the Relationship between Properties
of Foundry Sand and Gas Defect in Aluminum Casting 71
- Utility Study in the Strawberry Seedling Production of Hydrogel
—Trial of the Prevention of Growth Inhibition of the Seedling with
the Sodium-free gel— 75
- Study on Odor Control Technique in Products
with Processed Welsh Onions 78
- Quantification of Fracture Modes of Metallic Materials
by Fractal Analysis and Image Processing 82
- Optimization of the Preparation Condition for the Handloom Warp 86
- Effective Utilization of Used Plaster Mold (2nd Report) 90

I 重点共同研究

Selected Cooperative Research

3D プリンタによる金型製造技術の高度化

高岩 徳寿* 荒井 辰也* 上野 司**

Advancement of Mold Manufacturing Technology with 3D Printer
Norihiisa TAKAIWA, Tatsuya ARAI and Tsukasa UENO

射出成形及び金型製造業においては工程改善によるコストカット、金型製作期間や樹脂成形サイクルの短縮による生産の効率化、ヒケや反りの低減等が求められている。本研究では、3D プリンタ（金属積層造形）を用いた 3D 冷却配管を有する金型の製造技術を確立するとともに、3D 冷却配管を有する金型を用いた射出成形実験により、射出成形サイクルにおける冷却工程の短縮効果及び射出成形品の変形の低減効果について検証した。金型内部に 3D 冷却配管を用いることで、射出成形サイクルにおける冷却工程はポリカーボネートで最大 50%、ABS で最大 25%短縮可能であり、反り変形はポリカーボネートで最大 16%、ABS で最大 15%低減できた。

Key Words: 3D プリンタ, 金属積層造形, 金型, 3D 冷却配管, 射出成形

1 はじめに

近年、自動車関連企業の海外への生産移転の拡大に伴って、射出成形や金型製造業においても国際競争が一層激しくなっている。このような企業においては、金型試作期間の短縮による試作開発サイクルの短期化や射出成形サイクルの改善に伴う生産効率の向上によるトータルコストの削減が急務となっている。また、射出成形品ではヒケや反りといった変形を伴う不良の低減やウェルドレス成形等の高精度な射出成形技術が必要となっている。

通常、射出成形では、成形品のボスやリブ、肉厚部の冷却に時間がかかるため、射出成形サイクルにおける冷却工程の占める割合は1/2から2/3程度とされている^{1),2)}。また、ヒケや反り、ウェルドラインなどの不良は、射出工程や冷却工程で金型内の温度分布が不均一になることが原因の一つとされている³⁾。

本研究では、複雑な内部構造を作製することができる 3D プリンタの特性を生かして、3D 冷却配管を有する金型を作製するとともに、射出成形実験により 3D 冷却配管を有する金型の冷却効果や射出成形品の反り変形などの低減効果を検証した。

2 研究の方法

2.1 冷却配管の断面形状の検討及び配置の検討

3D プリンタを用いた造形においては、オーバーハング形状等は造形するのが難しいとされている。そこで、最適な冷却配管の断面形状を検討するために、大きさを变化させた円形状と四角形状の横穴について、図1に示す 3D プリンタ (OPM-250L) を用いて造形した。また、金型内部に配置する 3D 冷却配管について最適な配置設計の検討を行うために、簡易の金型モデルを用いて構造解析 (SOLIDWORKS Simulation) を実施した。構造解析

により配管にかかる応力を計算し、金型表面から 3D 冷却配管までの距離及び 3D 冷却配管同士の距離の最適化を実施した。



図1 3D プリンタ

(ソディック社製 OPM-250L)

2.2 金型設計

構造解析の結果から、金型の CAD 設計 (SOLIDWORKS) を実施した。冷却配管設計は 3D 冷却配管、3D 冷却配管の内部にスパイラル状の突起をつけたもの (以下、3D+スパイラルとする)、従来冷却配管、配管無しのパターンの設計を実施した。3D 冷却配管、従来冷却配管のそれぞれの金型設計データを用いて伝熱解析 (SOLIDWORKS Simulation) を実施し、冷却時の金型の温度分布について確認した。

2.3 3D プリンタによる金型試作

金型設計データについて、3D プリンタを用いた金型の試作を実施した。3D プリンタで造形する金属はマルエージング鋼とした。造形が積層されていくベースプレートの材質は S45C とした。造形条件は、レーザスポット径 0.2mm、レーザパワー 420W、走査速度 1,000mm/sec とした。また、本研究では 3D プリンタでレー

*栃木県産業技術センター 機械電子技術部

**富士合成株式会社

ザ焼結による造形を行うと同時に、ボールエンドミルによる側面切削を実施した。試作した金型の冷却配管は、3D 冷却配管、3D 冷却配管の内部にスパイラル状の突起をつけたもの、配管無しの3パターンの設計データについて造形した。作製した金型は、ベースプレートからの切断前後で、図2に示す非接触三次元デジタイザ(ATOSIII Triple Scan)を用いて形状を評価した。また、配管無し金型については、3Dプリンタによる造形後に従来冷却配管の設計データのとおり、従来工法による穴明け加工を実施した。

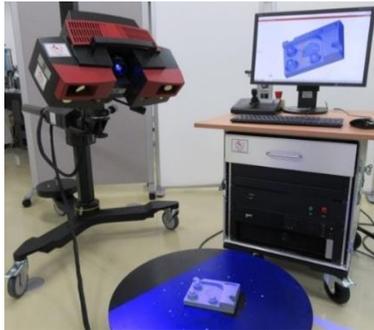


図2 非接触三次元デジタイザ
(GOM社製 ATOSIII Triple Scan)

2. 4 射出成形実験

3Dプリンタで造形した3パターンの金型について、図3に示す射出成形機(ROBOSHOT α100iA)を用いて射出成形実験を実施した。実験に使用した樹脂はポリカーボネート(三菱エンジニアリングプラスチックス社製 PCS3000R)とABS(テクノポリマー社製 テクノ ABS-F5456)とした。射出成形条件は両材料とも、射出段数を2段階、各段での射出速度を15mm/sec及び20mm/sec、最大射出圧力を120MPaとした。シリンダ温度はポリカーボネートで260~280℃程度、ABSで210~225℃とし、冷却溶媒の温度については、金型表面温度がポリカーボネートで70℃程度、ABSで62℃程度となるように調整した。



図3 射出成形機
(ファナック社製 ROBOSHOT α100iA)

2. 5 成形品の形状評価

射出成形実験において作製した成形品について、非接触三次元デジタイザによる形状測定を実施し、解析ソフト(GOM Inspect)

により測定データと成形品のCADデータとの比較を実施した。

3 結果及び考察

3. 1 冷却配管形状の検討及び配置の検討

図4及び図5に、3Dプリンタで大きさを変化させて造形した円形状と四角形状の横穴サンプルを示す。大きさは円形状については直径を0.1mmから50mmの間で、四角形状については一辺の長さを0.1mmから50mmの間で変化させて造形した。円形状では50mmまで問題なく造形可能だが、四角形状では図6のとおり15mmで天井面の大きな崩れが発生しており、30mm以上では造形自体が不可能であった。冷却配管の断面形状として四角形状を使用すると造形中に天井面が崩れるリスクがあることが分かったため、試作する金型の配管断面形状は円形状とした。



図4 円形状の横穴造形



図5 四角状の横穴造形



図6 四角状15mmの天井面崩れ

次に、冷却配管の配置設計の検討を行うために、図7に示した簡易モデルを作製し、構造解析により射出成形時に冷却配管が樹脂から受ける応力を計算した。簡易モデルについては、試作を行う金型のサイズと同程度の大きさ(90×90×30mm程度)と

し、冷却配管の径は4mmとした。構造解析は2パターン実施し、1パターン目は冷却配管を1本として金型表面からの距離を変化させながら解析を実施した。2パターン目は冷却配管を2本として、金型表面からの距離は1パターン目の結果から導いた距離に設定し、配管同士の距離を変化させて解析を実施した。金型にかかる樹脂の圧力を150MPaとして解析した結果の例を図8に、解析により導き出した冷却配管が受ける応力の最大値を表1及び表2に示す。

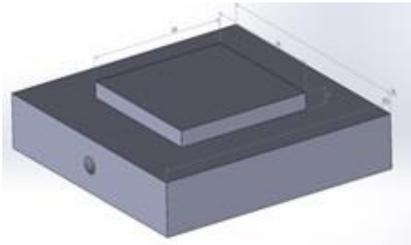


図7 構造解析計算用簡易モデル
(冷却配管と金型表面の距離を変化させたもの)

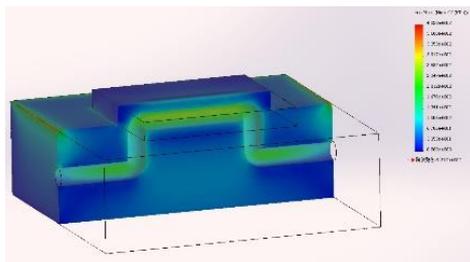


図8 構造解析計算例
(冷却配管と金型表面の距離 6mm)

表1 構造解析の結果 (冷却配管と金型表面の距離を変化)

金型表面から冷却配管の距離(mm)	配管にかかる応力の最大値 (MPa)	
	キャビティ	コア
1	488.9	432.7
2	404.6	371.1
3	373.7	324.8
4	348.8	314.3
5	326.2	304.3
6	307.2	293.7
7	304.4	294.7
8	308.3	295.0
9	267.2	299.4
10	299.9	300.3

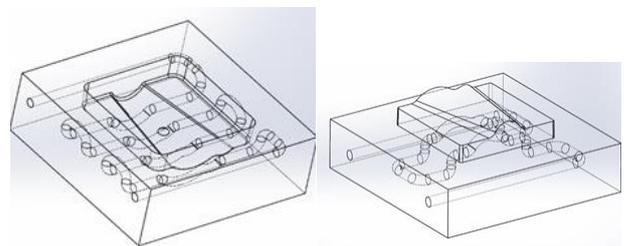
表2 構造解析の結果 (冷却配管同士の距離を変化)

配管同士の距離(mm)	配管にかかる応力の最大値 (MPa)	
	キャビティ	コア
1	530.4	521.8
2	477.7	413.5
3	422.3	366.3
4	377.1	350.4
5	336.2	353.8
6	340.1	344.5
7	323.2	319.5
8	323.9	315.3
9	320.3	315.2
10	320.2	321.4

構造解析の結果より、金型表面から冷却配管までの距離が6mm以上、冷却配管同士の距離が7mm以上になると、冷却配管が受ける応力はほぼ一定になることがわかった。そこで、3Dプリンタの試作に用いる金型では、上記の結果を設計ルールとして適用し3D冷却配管及び3D+スパイラルの金型設計を実施した。

3. 2 金型設計

図9に試作用金型の設計データを示す。成形品の外形は約55×55×15mmで厚み3mmの箱形状とし、成形品の評価のしやすさ等を考慮して中央付近に円筒形の突起物を付けた形状とした。金型の外形はキャビティ、コアともに約90×90×30mmとして設計を実施した。構造解析の結果を参考に、配管の配置のしやすさや3Dプリンタでの作成後に後加工することも考慮して、3D冷却配管と金型表面までの距離は8mm、3D冷却配管同士の距離は10mmとした。図10に3D+スパイラルの冷却配管の拡大図を示す。スパイラルの形状は、直径1mmの半円状の突起を、3D冷却配管の表面に7mm/回転のピッチとなるように配置した。



(a) キャビティ (b) コア

図9 3D冷却配管の金型設計データ

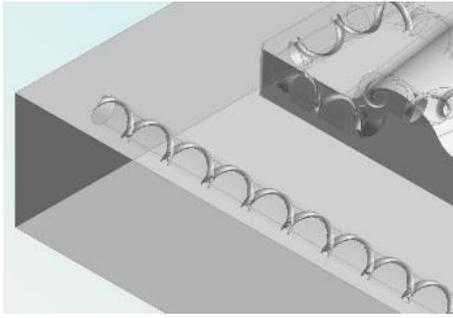


図10 3D+スパイラルの配管拡大図

3D冷却配管及び従来冷却配管の設計データについて、伝熱解析を用いて冷却効果の確認を実施した。図11、図12にそれぞれの温度分布を示す。伝熱解析のパラメータにはポリカーボネートやABSを想定して、金型表面の初期温度を255°C、冷却配管内の冷媒の温度を75°C、冷却時間は30秒として計算した。従来配管ではほとんど冷えていない箇所もあり、面内での温度のばらつきが大きいものに対して、3D冷却配管では金型の面内での温度のばらつきが小さく抑えられていることが分かった。3D+スパイラルについても3D冷却配管の解析結果と同等となった。

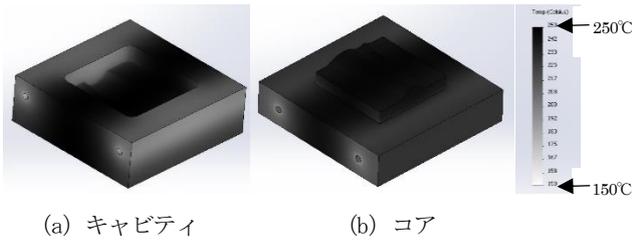


図11 従来冷却配管の伝熱解析

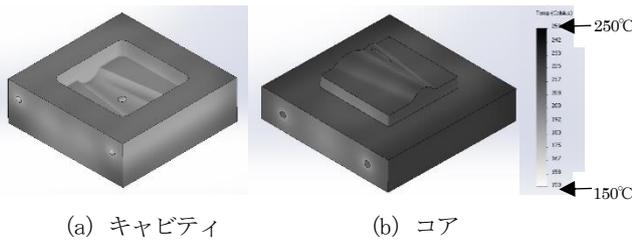


図12 3D冷却配管の伝熱解析

3.3 3Dプリンタによる金型試作

図13に3Dプリンタを用いて作製した金型の一部を示す。造形にかかる時間は、冷却配管の構造によらずキャビティが92時間、コアが80時間であった。造形した金型について、ベースプレートからの切断前後で非接触三次元デジタル計測器による測定を行い、CADデータとの形状の比較を実施した。図14、図15に従来冷却配管のベースプレート切断前後の形状を示す。金型の形状は、冷却配管の形状によらず同様の傾向を示し、ベースプレート切断前はCADデータとほぼ同一の形状であるが、切断後は四隅が持ち上がり中央が凹み、最大で0.1mm以上の形状変化と

なった。これは、ベースプレートによって抑えられていた金型内部の残留応力が、ベースプレートから切り離されたことで解放されたため金型が反ったと考えられる。本実験では、各金型の形状に差異が出ないように、後加工により形状を整えて射出成形実験に用いることとした。

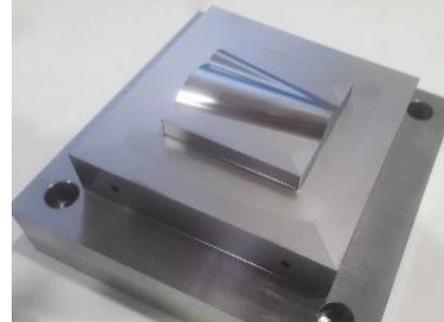


図13 3Dプリンタで造形した金型 (3D冷却配管)

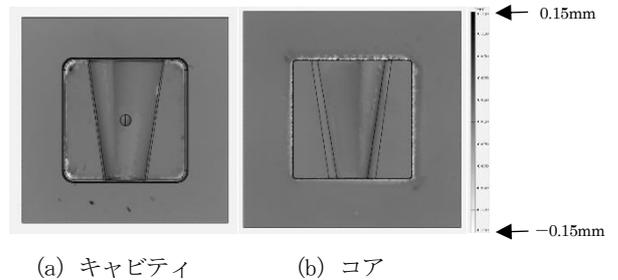


図14 金型とCADデータとの形状比較 (ベースプレート切断前、従来冷却配管)

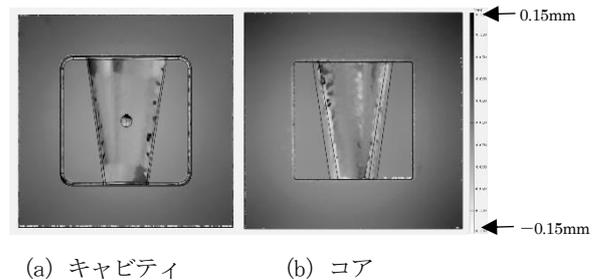


図15 金型とCADデータとの形状比較 (ベースプレート切断後、従来冷却配管)

3.4 射出成形実験

図16に作製した金型を用いた射出成形実験の様子を示す。それぞれの冷却配管について、冷却工程時間を変化させながら射出成形を行った。表3及び表4に示すように、従来冷却配管においてはポリカーボネートで冷却時間が8秒以下、ABSで冷却時間が15秒以下になると、成形品がキャビティに張り付くことで金型から取り外しができなくなる成形不良(キャビ取られ)が多発し成形が不可となった。これは、成形品の冷却が不十分な場合や冷却時に温度むらが生じた場合に、樹脂の収縮がうまく

起こらずキャビティに張り付いてしまう不良であり、従来冷却配管では3D冷却配管や3D+スパイラルに比べて冷却時間が短い場合は十分な冷却がされていないことが分かった。以上より、3D冷却配管や3D+スパイラルを用いることで、従来配管と比べて、冷却工程時間をポリカーボネートでは50%、ABSでは25%短縮可能であることが分かった。



図16 射出成形機内部

表3 ポリカーボネートの成形実験

	冷却時間 (sec)	射出成形の可否
従来冷却配管	8	×
	10	○
3D冷却配管	5	○
	8	○
	10	○
3D+スパイラル	5	○
	8	○
	10	○

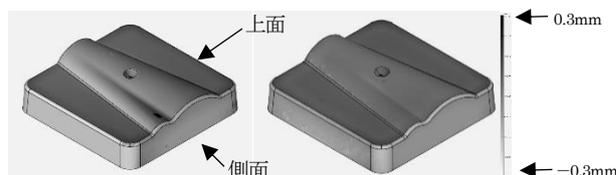
表4 ABSの成形実験

	冷却時間 (sec)	射出成形の可否
従来冷却配管	15	×
	20	○
	25	○
3D冷却配管	15	○
	20	○
	25	○
3D+スパイラル	15	○
	20	○
	25	○

3.5 成形品の形状評価

射出成形実験によって冷却時間を変化させて作製した成形品について、非接触三次元デジタイザを用いて形状の評価を実施

した。図17に、非接触三次元デジタイザによって取得した成形品の形状データと、成形品のCADデータとの寸法の差を示す。形状評価の結果より、成形品は冷却配管の形状によらず、CADに比べ側面は凹み、上面は中央が凹み外周が持ち上がる傾向があった。各条件の成形品を3個ずつ評価し、側面の最大変形量の平均値と上面の最大反り量の平均値（高低差）を算出した結果を表5～表8に示す。ポリカーボネートにおいては、従来冷却配管で冷却時間を10秒にしたものと比べて、3D冷却配管や3D+スパイラルでは冷却時間が8秒で同等の反り変形量となっており、冷却時間を10秒とすることで側面の変形量が6～10%程度、上面の反り量が3～16%程度低減することが分かった。ABSでは、従来冷却配管で冷却時間を20秒にしたものと比べて、3D冷却配管や3D+スパイラルでは側面は変形量が10～15%程度低減される傾向であったが、上面の反り量は同等もしくは若干悪化していることが分かった。今回の射出成形実験では、冷却配管に流す冷媒温度を70℃程度とし、金型温度をパーティングライン上で測定して同等となるようにした。しかし、従来配管では成形面と冷却配管が離れていることから、樹脂が射出される前は外気の影響により成形面の温度がパーティングライン上の温度より低く、3D冷却配管や3D+スパイラルでは冷却配管と成形面が近いいため従来冷却配管に比べ成形面温度が高くなっていったと考えられる。樹脂の種類によっては寸法安定性や熱収縮率などの要因により、3D冷却配管や3D+スパイラルによる対策のみでは十分な反り変形の低減効果が発揮できないことがあると考えられる。



(a) 従来冷却配管 (b) 3D冷却配管

図17 成形品とCADデータとの形状比較（冷却時間10秒）

表5 ポリカーボネートの側面の最大変形量

	冷却時間 (sec)	側面の最大変形量の平均値 (mm)	従来10秒との比 (%)
従来冷却配管	10	-0.452	—
3D冷却配管	5	-0.500	110.6
	8	-0.459	101.5
	10	-0.426	94.2
3D+スパイラル	5	-0.518	114.6
	8	-0.452	100
	10	-0.409	90.5

表6 ポリカーボネートの上面の最大反り量

	冷却時間 (sec)	上面の最大反り 量の平均値 (mm)	従来 10 秒と の比 (%)
従来冷却配管	10	0.291	—
3D 冷却 配管	5	0.456	156.7
	8	0.301	103.4
	10	0.245	84.2
3D+ スパイラル	5	0.490	168.4
	8	0.332	114.1
	10	0.284	97.5

表7 ABSの側面の最大変形量

	冷却時間 (sec)	側面の最大変形 量の平均値 (mm)	従来20秒との 比 (%)
従来冷却 配管	20	-0.452	—
	25	-0.414	91.6
3D 冷却 配管	15	-0.483	106.9
	20	-0.383	84.7
	25	-0.367	81.2
3D+ スパイラル	15	-0.581	128.5
	20	-0.407	90.0
	25	-0.374	82.7

表8 ABSの上面の最大反り量

	冷却時間 (sec)	上面の最大反り 量の平均値 (mm)	従来20秒との 比 (%)
従来冷却 配管	20	0.298	—
	25	0.211	70.8
3D 冷却 配管	15	1.028	345.0
	20	0.276	92.6
	25	0.233	75.2
3D+ スパイラル	15	1.683	564.8
	20	0.455	152.6
	25	0.268	89.9

4 おわりに

3Dプリンタによる金型製造技術の高度化を目標に、構造解析による設計ルールの策定や金型試作、射出成形実験を試み次の結論が得られた。

- (1) 四角形状の横穴では、一辺の長さが長くなると天井面崩れが発生するリスクが高まり、配管形状としては不向きである。
- (2) 構造解析により、金型表面から冷却配管までの距離及び配管同士の距離を最適化する方法を確立した。
- (3) 伝熱解析によって、配管配置の差による冷却効果を確認することができた。3D冷却配管にすることで、従来冷却配管に比べて温度分布が改善した。
- (4) 3Dプリンタにより試作した金型では、ベースプレートから切断することで金型に±0.1mm程度の反りが発生した。この反りを許容できない場合は、補正するための後加工をするか、又はベースプレートごと金型として利用する必要がある。
- (5) 射出成形実験より、3D冷却配管では、従来冷却配管に比べて冷却工程がポリカーボネートで最大50%まで、ABSで最大25%まで短縮可能である。
- (6) 射出成形品の形状評価より、3D冷却配管を用いた成形品は従来冷却配管品に比べて、ポリカーボネートで側面の変形が最大10%程度、上面の反りが最大16%程度低減できた。ABSでは3D冷却配管を用いることで側面の変形は最大15%程度低減するが、上面の反りは条件により同程度、若しくは若干悪化した。

参考文献

- 1) 山本圭一郎, 池田健一 : "福岡県工業技術センター研究報告", 25, 70-72, (2015)
- 2) 尾上宣雅, 是澤宏之 : "精密工学会学術講演会講演論文集", 2005年度精密工学会春季大会, 公益社団法人 精密工学会, 975-976, (2005)
- 3) 高橋誠 : "金型技術者のためのプラスチック射出成形技術と成形不良対策", 日刊工業新聞社



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

チタン合金加工における切削負荷・切削温度測定手法の開発

中野 佑一* 五月女 英平* 清水 暁* 八木澤 秀人* 出射 聡明**

Measurement of Cutting Load and Temperature in Machining of Titanium Alloys
Yuichi NAKANO, Hidehira SOUTOME, Akira SHIMIZU, Hideto YAGISAWA and Satoshi IDEI

航空機に多く用いられるチタン合金の切削加工においては、生産のさらなる効率化を目的に、加工条件の検討や加工状態を把握するツールの開発が求められている。本研究では、チタン合金を切削加工の対象とし、生産現場で活用可能な切削負荷及び切削温度測定を行う方法を検討した。第一に、工作機械の主軸の電力測定値から切削負荷の測定を試みた。第二に、被削材に被削材とは異なる金属線材を埋め込み、加工中に被削材と線材とで熱電対を構成する方式を用いて切削温度測定を試みた。第三に、安価なロガー等を用いて温度測定ツールを作製した。最後に、温度測定を用いた実験の一例として工具摩耗と温度の関係を示した。

Key Words: 切削加工, チタン合金, 切削負荷, 切削温度, 工具摩耗

1 はじめに

民間航空機においては LCC(ローコストキャリア)や新興国での需要拡大が見込まれており、2036 年には現在の約 1.7 倍の台数の航空機機体が運航されるとの予測もある¹⁾。近年、航空機部品の製造においては、加工コストの安い海外企業の参入等により、技術革新を含めた価格競争力の確保が必要となっている。航空機構造部品は軽量かつ高強度で耐食性に優れたチタン合金が多く用いられており、それらは切削加工により生産されているが、チタン合金は難削材とされ、生産コストの低減は難しく、各社で試行錯誤により量産に取り組んでいる。加工条件の設定や工具の選定等は、各社の経験により決められており、工具摩耗による工具費の増大や、摩耗を抑えるために低速で加工を行うと能率が下がってしまう等の課題を抱えている。そこで、加工条件の設定の検討や工具管理の適正化の指針とするために、加工現象のデータ化、特に工具欠損や摩耗に関係するとされる切削負荷や切削温度の簡便な測定手法の開発が求められている。

これまで、切削負荷の測定に関しては、一般的には圧電式の切削動力計等が用いられているが、茨木ら²⁾や柿沼ら³⁾は工作機械のモータ情報によりセンサレスで切削力の検出を可能とし、切削温度の測定に関しては、YASHIRO ら⁴⁾が工具-被削材熱電法により CFRP のエンドミル加工時の温度を示し、TANAKA ら⁵⁾はファイバー温度計を用いて、チップ交換型のエンドミルを用いた切削加工時の工具の温度を示している。しかし、それらを生産用の加工機に簡便に付加する形で活用することは未だ難しい状況にある。

そこで本研究では、通常の実用加工機に適用することを想定し、切削負荷及び切削温度の簡易的な測定方法を検討した。さらに切削温度測定ツールを作製し、温度測定の利活用の一例

として、工具摩耗と切削温度の関係を調査したので報告する。

2 研究の方法

2.1 切削負荷測定方法の検討

切削加工時には切削条件に応じて、工具や工作機主軸にかかる負荷が変動している。主軸はモータにより駆動しており、モータへの負荷によってモータの電力値が変動することが考えられる。そこで、本研究では切削時の工具の負荷を測定する方法として、加工中の電力値の変動を取得する方法を試みた。電力値の測定については、縦型三軸マシニングセンタ (YASDA YBM640 Ver. 3) の主軸の動力線(主軸モーターサーボアンプ間の配線)にクランプ電力計 (YOKOGAWA CW240) の電圧プローブを 3 つ、電流プローブを 2 つ接続し、2 電力計法により測定を行った。接続方法の概略を図 1 に示す。被削材は 50mm×50mm×6.35mm のチタン合金 (Ti-6Al-4V ASTM Gr.5) の板とし、使用した工具は表 1 に示すエンドミルを用い、側面切削実験を行った。実験の外観を図 2 に示し、加工条件を表 2 に示す。主軸の負荷を変化させるため、半径方向切込み水準を 0.1, 0.5, 1.0, 2.0mm とした。

2.2 切削温度測定方法の検討

切削温度の測定方法として、被削材-コンスタンタン間で熱電対とする方式により工具刃先周辺温度の測定を試みた。被削材をチタン合金(切削負荷測定と同形状の板材)とし、被削材内部にコンスタンタン線(φ0.2mm ポリエステル被覆)を埋め込み、温度測定用被削材とした。温度測定用の被削材の端面を切削加工により除去することで、加工中に被削材とコンスタンタン線間に接点が形成される。接点は高温となるため、計測機

*栃木県産業技術センター 機械電子技術部

**栃木航空宇宙懇話会

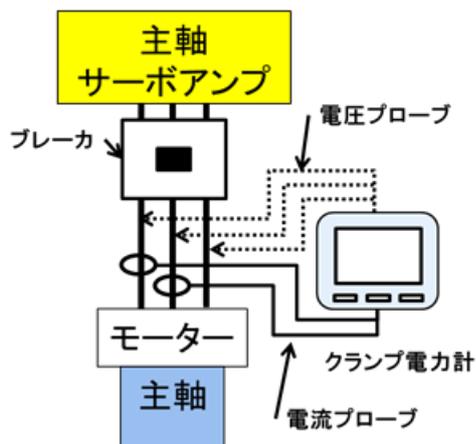


図1 電力計測接続概略

表1 エンドミル

	工具径[mm]	10
	刃数	2
	ねじれ角[°]	30
	形状	スクエア
	材質	超硬
	コーティング	無し

の接続点と温度差が生じ、ゼーバック効果により熱起電力が発生する。負荷測定と同様の工具を用い、縦型マシニングセンタを用いて温度測定用被削材の側面切削加工を行った。加工時に被削材にかかる力を測定するため、切削動力計(KISTLAR 9272B)を用い、起電力及び切削力をデータロガー(KEYENCE NR-2000)にて同時に記録した。実験の概略を図3に示す。加工条件の違いによる起電力の変化について確認を行うため、切削速度50m/min、1刃当たりの送り0.1mm/tooth、半径方向切込み0.1mm、軸方向切込み6.35mmを基準条件とし、切削速度を変更したものをパターン1、半径方向切込みを変更したものをパターン2、1刃当たりの送りを変更したものをパターン3とした。切削条件を表3に示す。

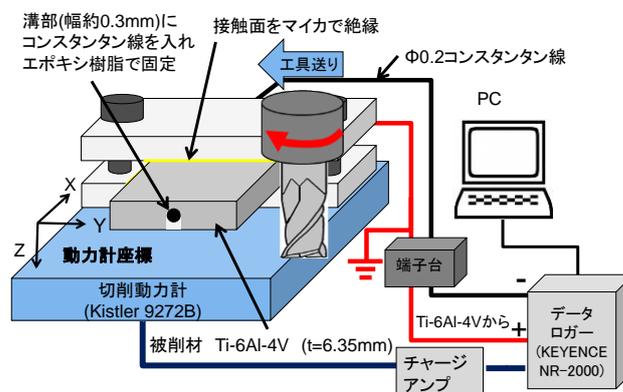


図3 熱起電力測定実験概略

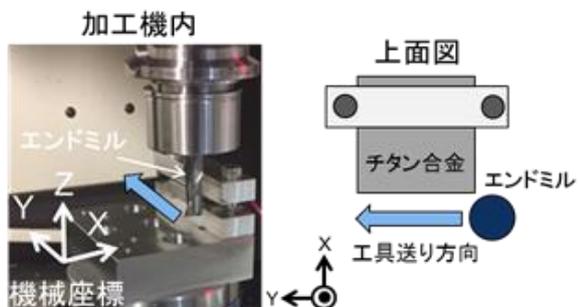


図2 負荷測定実験概略

表2 負荷測定実験 加工条件

切削速度[m/min]	50
1刃当たりの送り[mm/tooth]	0.1
半径方向切込み[mm]	0.1
	0.5
	1.0
2.0	
軸方向切込み[mm]	6.35
切削液	無し

表3 起電力測定実験 加工条件

	パターン1	パターン2	パターン3
切削速度 [m/min]	50 100 200	50	50
1刃当たりの 送り [mm/tooth]	0.1	0.1	0.1 0.5 1.0
半径方向切込み [mm]	0.1	0.1 0.5 1.0	0.1
軸方向切込み [mm]	6.35		
切削液	無し		

2. 3 被削材—コンスタンタン熱電対校正実験

起電力を温度に換算するため、被削材—コンスタンタン熱電対の校正実験を行った。校正実験の概略を図4に示す。電気炉(ADVANTEC FUW263PA)内に、チタン合金(Ti-6Al-4V)線φ0.3mmとコンスタンタン線φ0.2mmの端点を溶接したものとK型熱電対を設置し、23°Cから1,000°Cへ加熱した。加熱中のK型熱電対

の示す温度と同時に被削材-コンスタンタン熱電対の起電力を記録した。なお、データの記録には内部基準接点補償付きのデータロガー(GRAPHTEC GL-900)を使用した。

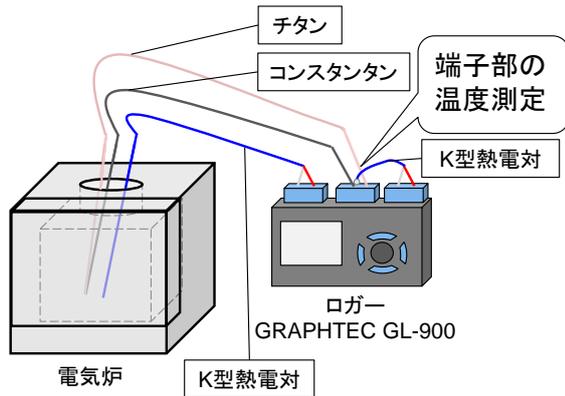


図4 温度校正実験概略

2. 4 温度測定ツールの開発

切削温度測定を生産現場で活用することを想定し、安価な AD 変換器を用い、微小な起電力を捉えるための増幅回路を有する温度測定ツールを作製した。装置及び実験時の全体像を図5に示す。本装置に合わせて図6に示すソフトウェアを開発した。ソフトウェアでは、切削条件や加工に使用した機械等の情報の保存や起電力表示、温度換算表示等が可能となっている。

本測定方式の作業性やデータの再現性の確認を目的として、研究協力企業の協力の下、起電力測定実験を行った。6名の技術者をランダムにペアとし、3グループに分けた。それぞれに加工補助、ソフトウェア操作、記録の役割を設け、各グループが必ず各作業を受け持つことができるよう、3つの役割をローテーションさせることとした。実験条件を表4に示す。

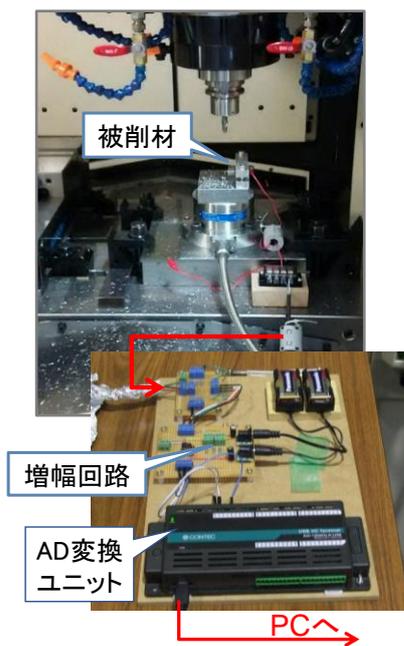


図5 温度測定ツール全体像

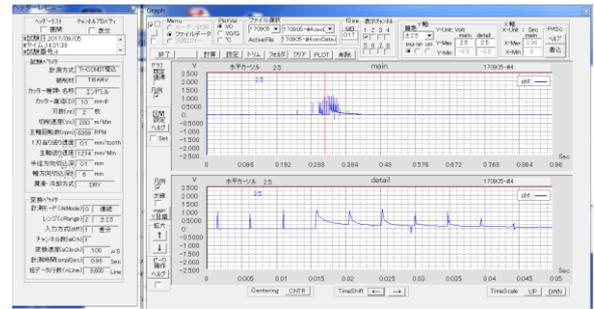


図6 ソフトウェア画面

表4 実験条件

	切削速度変更	半径方向切込み変更
切削速度 [m/min]	50 100 200	50
1刃当たりの送り [mm/tooth]	0.1	
半径方向切込み [mm]	0.1	0.5
軸方向切込み [mm]	6.35	
切削液	無し	

2. 5 温度測定を適用した工具摩耗試験

前述の温度測定方法を適用し、工具摩耗試験を行った。縦型三軸マシニングセンタを用いて、加工機内に摩耗試験用の被削材(チタン合金 100mm×100mm×40mm)を配置し、数パス加工後に、工具刃先を USB マイクロスコープにより撮影後、温度測定用の被削材を加工し、温度測定を行った。実験の外観を図7に示す。工具摩耗試験の切削条件は切削速度 200m/min, 1刃当たりの送り 0.1mm/tooth, 半径方向切込み 0.1mm, 軸方向切込み 7.0mm とし、工具はこれまでと同様の φ10mm とした。被削材は1パスで 100mm 加工する設定とし、工具摩耗及び切削温度測定の間隔については、初期摩耗時の変化を捉えるため、加工初期は 10 パス(切削距離 1m)毎とし、定常摩耗領域以降では 100 パス(切削距離 10m)毎とした。

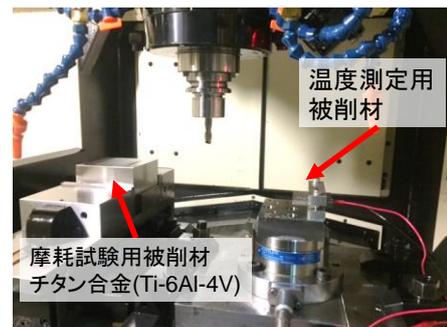


図7 実験外観

3 結果及び考察

3.1 主軸電力測定による主軸負荷の把握

電力値を測定した結果を図8に示す。本データは1秒ごとの平均値を出力したものである。今回の測定条件の場合、空転時の電力値は150W程度であり、半径方向切込みが大きくなると、より大きな電力となることが分かった。ただし、半径方向切込みが0.1mmの場合は、空転時との違いが現れなかった。1刃当たりの除去体積が小さいため、工具を回転させるトルクに対して工具への負荷が小さく、主軸の負荷が電力値の変化を与える程には至らなかったものと考えられる。

本実験により、主軸の電力値の変動に着目することで、加工時の大まかな負荷を簡易的に把握できる可能性が示唆された。

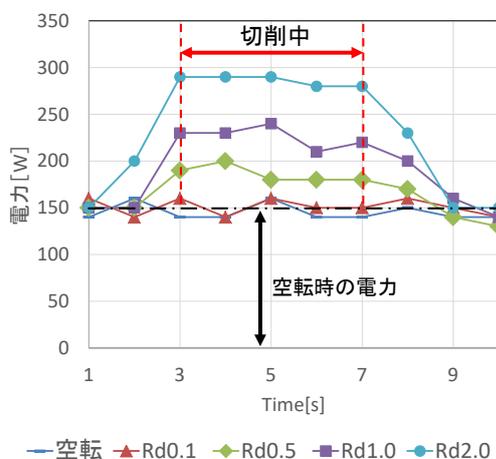


図8 電力測定実験結果

3.2 切削時の熱起電力の測定

被削材-コンスタンタン間を熱電対とする方式を用いて、各条件下で起電力を測定した結果を図9に示す。切削速度、半径方向切込み、1刃当たりの送りそれぞれについて、値が大きいほど、起電力が増加する傾向であった。

今後、測定データの再現性や条件数を増やした上で確認を行う必要はあるが、検討加工条件の変更に応じて起電力の変化が見られたため、温度測定はおおむね成功しているものと考えられる。

3.3 被削材-コンスタンタン熱電対校正実験結果

起電力を温度に変換するため、温度校正実験を行った。K型の熱電対の指示温度とチタン合金-コンスタンタン間起電力の測定結果のグラフを図10に示す。点線は測定データを元に近似曲線を描いたものである。測定結果から実験式を導出すると、式(1)となる。

$$T_1 = 0.003V^3 - 0.3481V^2 + 29.569V + T_0 \cdots (1)$$

ここで、 T_0 は測定時の室温 [°C]、 T_1 は被削材-コンスタンタン熱電対温度 [°C]、 V は被削材-コンスタンタン熱電対の起電力 [mV] である。本実験式により、加工中の熱起電力を温度に変換することが可能となった。

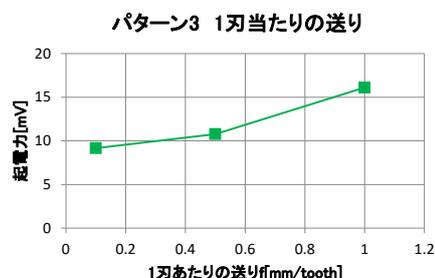
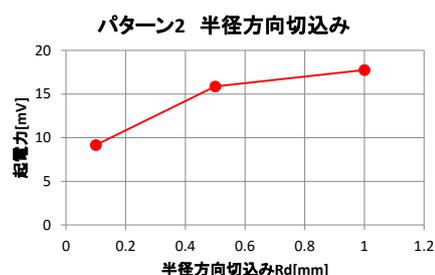


図9 熱起電力測定結果

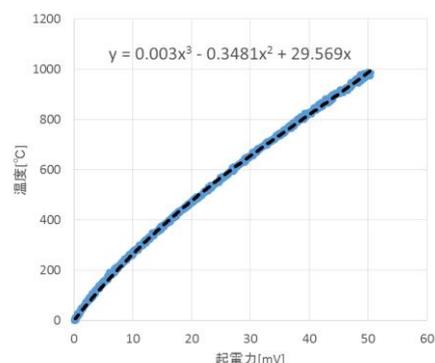


図10 温度校正実験結果

3.4 開発した温度測定ツールを用いた実験結果

協力企業との実験により得られた測定結果を図11に示す。各プロットは各グループの1回の計測データを示し、切削速度や半径方向切込みの増加に応じて温度の上昇傾向が得られ、作業者や測定のタイミングによらず安定したデータが得られた。汎用的な測定ツールとして、本方式の有用性を確認することができた。

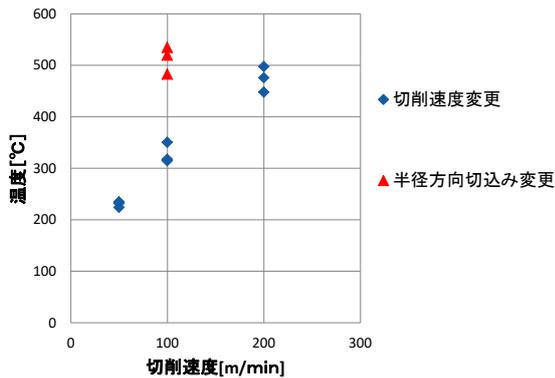
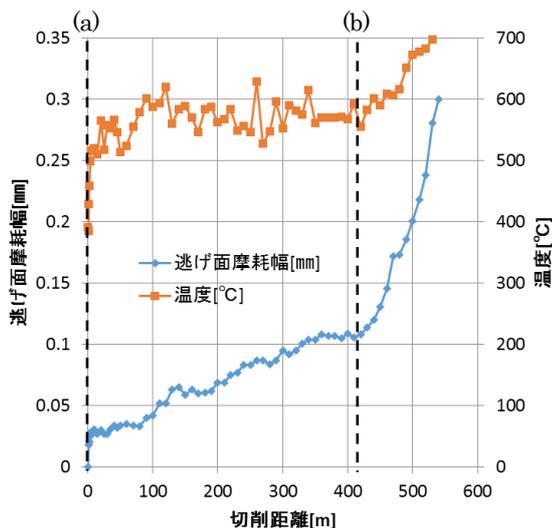


図 11 開発ツールを用いた温度測定結果

3. 5 工具摩耗と切削温度の関係

工具の逃げ面摩耗と切削温度の関係を図 12 に示す。加工開始から (a) までの初期摩耗の領域では、刃先の摩耗と共に切削温度が急激に上昇し、(a) ~ (b) までの定常摩耗の領域では、データのばらつきはあるものの切削温度は安定し、一定の割合で摩耗が進行していた。さらに、(b)以降の終期摩耗領域では急激に摩耗が進行し、切削温度も上昇している。工具摩耗により、工具逃げ面が被削材と擦過することにより、逃げ面の温度が上昇し、それにより、逃げ面摩耗の進行が急激に促進されたものと考えられる。

実際の部品加工の切削条件に合わせて、このような摩耗試験のデータを取得すれば、最適な切削条件の決定に有用なデータになると考える。



被削材:Ti-6Al-4V 工具:φ10、2枚刃、超硬

Vc=200m/min、f=0.1mm/tooth、Rd=0.1mm、Ad=6.35mm

図 12 工具の逃げ面摩耗と切削温度の関係

4 おわりに

製造現場で活用可能な切削負荷及び切削温度の測定方法を検討し、次の結論を得た。

- (1) 加工時の主軸の電力を測定することにより、大まかな負荷の把握が可能であることが示唆された。
- (2) 被削材—コンスタンタン間を熱電対とする方式により工具刃先周辺温度の測定を試み、加工条件に応じて熱起電力が変化することが確認できた。
- (3) 温度校正実験により、熱起電力を温度に換算することが可能となった。
- (4) 製造現場に設置可能な切削温度測定ツールを開発した。

謝 辞

本研究の遂行に当たり、御助言を頂いた東京農工大学 教授 笹原 弘之氏、実験に御協力いただいた栃木県産業振興センター マネージャー 高橋 哲氏、ウエサワークス(株) 小野寺 佑斗氏、棚原 貴登氏、(株)サンテクノロジー 星 雄太氏、川田 敏弘氏、東都工業(株) 小嶋 広光氏、高野 直史氏、(株)栃澤金型製作所 伊藤 健氏に感謝の意を表する。

参考文献

- 1) Boeing current market outlook
<http://www.boeing.com/commercial/market/current-market-outlook-2017/>
- 2) 茨木 創一, 坂平 昌浩, 新家 秀規, 松原 厚, 垣野 義昭: "精密工学会誌", vol. 70 No. 8, 1091-1095, (2004)
- 3) 柿沼 康弘: "精密工学会誌", vol. 83 No. 3, 210-213, (2017)
- 4) Takeshi YASHIRO, Takayuki OGAWA, Hiroyuki SASAHARA :Proceedings of International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st century vol.6, 3329, (2011)
- 5) Ryutaro TANAKA, Akira HOSOKAWA, Tatsuaki FURUMOTO, Masato OKADA, Takashi UEDA:Journal of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing vol.9 No. 5, 1-10, (2015)

KEIRIN



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

ナノダイヤモンド分散めっき皮膜の開発

大和 弘之* 渡辺 克人* 桑名 朗** 斎藤 哲男**
鈴木 幸恵** 大和 亜矢** 高野 幸男** 鈴木 昇***

Development of Nanodiamond Composite Plating
Hiroyuki YAMATO, Katsuto WATANABE, Akira KUWANA, Tetsuo SAITOH,
Sachie SUZUKI, Aya YAMATO, Yukio TAKANO and Noboru SUZUKI

無電解ニッケルリンめっきにナノダイヤモンドを共析させた摺動特性に優れためっき皮膜の作製を目的に、ナノダイヤモンドのシランカップリング処理及びめっき浴への界面活性剤添加を検討した。本研究で検討したシランカップリング処理ナノダイヤモンドを用いためっき皮膜の摩擦係数は、ナノダイヤモンドを含まない通常のめっき皮膜とほぼ同等となり、摺動特性の向上効果は得られなかった。未処理のナノダイヤモンドを用い、めっき浴に界面活性剤を添加しためっき浴で作製した皮膜で摩擦係数の低減が認められ、特に、アニオン系界面活性剤を添加することで通常の無電解ニッケルリンめっき皮膜と比較して摩擦係数を約6割低減した。

Key words: 分散めっき, ナノダイヤモンド, シランカップリング, 無電解ニッケルめっき

1 はじめに

自動車の低燃費化及び生産機器の生産性向上のため、これらに用いられる摺動部品に施されるめっき等の表面処理には従来よりも優れた摺動特性が求められるようになってきている。めっき皮膜中にナノダイヤモンドを共析させためっきは、耐摩耗性が高い上、摩擦係数が低く、摺動特性に優れることが知られている¹⁻³⁾。一方で、ナノダイヤモンドはめっき液中で凝集しやすいため、均一にナノダイヤモンドを共析しためっき皮膜を作製することは難しい。

本研究では、ナノダイヤモンドのシランカップリング剤による表面改質及びめっき液への界面活性剤の添加を検討し、摺動特性に優れたナノダイヤモンド分散めっきの作製を試みた。

2 研究の方法

2.1 ナノダイヤモンドのシランカップリング処理と評価

ナノダイヤモンドには、トーメイダイヤ(株)MD100(平均粒径 100nm)を用いた。シランカップリング処理は、ナノダイヤモンドを溶媒に超音波処理により分散させ、シランカップリング剤を加え、室温にて12時間以上反

応させた。用いたシランカップリング剤は、次のとおりである。

- ①トリメトキシ(3,3,3-トリフルオロプロピル)シラン(以下、フッ素系シランと記す)
- ②トリメトキシ(1H,1H,2H,2H-ヘプタデカフルオロデシル)シラン(以下、高フッ素系シランと記す)
- ③3-アミノプロピルトリメトキシシラン(以下、アミノ系シランと記す)
- ④3-(2-アミノエチルアミノ)プロピルトリメトキシシラン(以下、アミノアミノ系シランと記す)

ここで、①及び②はフッ素を含むもので、これによるめっき浴中でのナノダイヤモンドの分散性向上を期待した。③及び④はアミノ基を含むもので、これが金属との親和性が高いので、ナノダイヤモンド粒子の析出面での吸着性向上を期待した。溶媒には、①～③ではエタノールを、④ではヘキサンを用いた。ナノダイヤモンド表面に単分子層を形成するのに必要なシランカップリング剤の必要量は、式(1)により算出することができる。

$$\text{シランカップリング剤の必要量(g)} = \frac{\text{ナノダイヤモンドの表面積(m}^2\text{)}}{\text{シランカップリング剤の最小被覆面積(m}^2\text{/g)}} \quad (1)$$

そこでシランカップリング剤の使用量は、シランカップリング剤の最小被覆面積を式(2)⁴⁾により求め、MD100の平均粒径から理想的な球体と仮定して求めた表面積(ナノダイヤモンド MD100 の比表面積: 17.14m²/g)を被覆する量とした。

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

** 桑名商事株式会社

*** 宇都宮大学大学院工学研究科

$$\text{最小被覆面積 (m}^2\text{/g)} = \frac{78,260}{\text{シランカップリング剤の分子量}} \quad (2)$$

具体的なシランカップリング剤の原液での使用量は、MD100 1g あたりにおいて、①では 47.8mg (38 μ L)、②では 39.3mg (82 μ L)、③では 48.7mg (42 μ L)、④では 124.5mg (47 μ L)である。括弧内は、シランカップリング剤の比重より質量を体積に換算した値である。

ナノダイヤモンドのシランカップリング処理による改質の評価には、X線光電子分光装置；XPS (Shimadzu/Kratos 製 AXIS ULTRA DLD)、フーリエ変換赤外分光光度計；FT-IR ((株)島津製作所製 IRPrestige-21) 及びゼータ電位測定システム (大塚電子(株)製 ELS-Z1) を用いた。

2.2 ナノダイヤモンド分散めっき皮膜の作製

めっき浴には、桑名商事(株)の通常生産に用いている無電解ニッケルリンめっき液を用いた。めっき条件は、pH4.8 浴温 80~85 $^{\circ}$ Cとし、エアージョストとした。これに所定量の未処理ナノダイヤモンドまたはシランカップリング処理ナノダイヤモンドを添加してナノダイヤモンド分散めっき皮膜を成膜した。また、アニオン系またはノニオン系界面活性剤を所定量添加してめっき成膜を行った。めっき皮膜は、下地として鉄系素材を用い、約 5 μ mの通常は無電解めっき皮膜を成膜し、その上に約 5 μ mのナノダイヤモンド分散めっきを成膜した。

2.3 ナノダイヤモンド分散めっき皮膜の構造及び物性評価

作製しためっき皮膜を樹脂埋め後、研磨し、断面を走査型電子顕微鏡；SEM ((株)日立ハイテクノロジーズ製 S-3400N) により観察した。また、グロー放電発光分析装置；GD-OES ((株)堀場製作所製 GD-Profiler2) により深さ方向分析を行った。皮膜の硬さは、マイクロビッカース硬さ試験機 ((株)ミットヨ製 HM-103) を用いて測定した。摩擦摩耗特性は、ボールオンディスク摩擦摩耗試験機 (CSM 社製 Tribometer) を用い、相手材に ϕ 6mmのSUJ2のボール、摺動速度 10cm/sec、荷重 2Nにて摩擦係数を測定するとともに、1,000Lap後の摩耗痕をSEM観察により評価した。硬さ及び摩擦摩耗特性は、熱処理後のめっき皮膜についても実施した。熱処理条件は、大気雰囲気 300 $^{\circ}$ Cにて 2時間である。

3 結果及び考察

3.1 ナノダイヤモンドのシランカップリング処理

未処理及び各種シランカップリング処理したナノダイヤモンドの XPS 測定を行った結果を図 1 に示す。未処理のナノダイヤモンドには、主成分である炭素に由来する C1s ピークの他、O1s ピークが認められ、ナノダイヤ

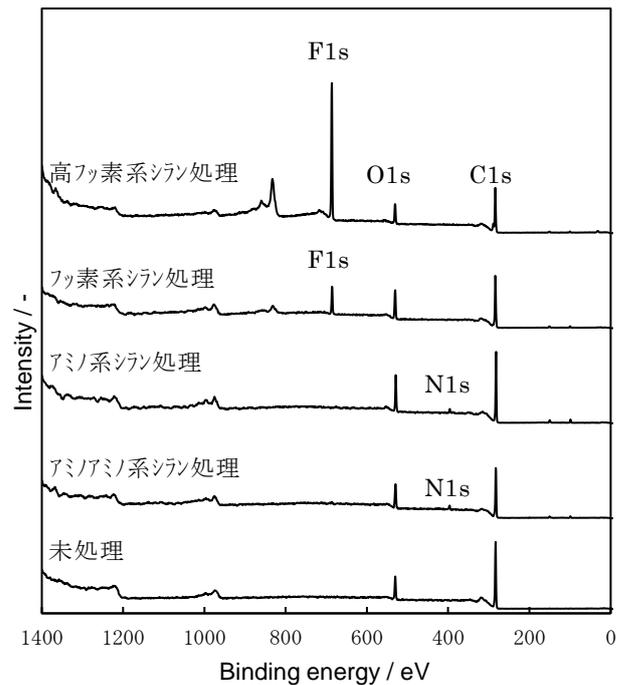


図 1 未処理及び各種シランカップリング処理ナノダイヤモンドの XPS スペクトル

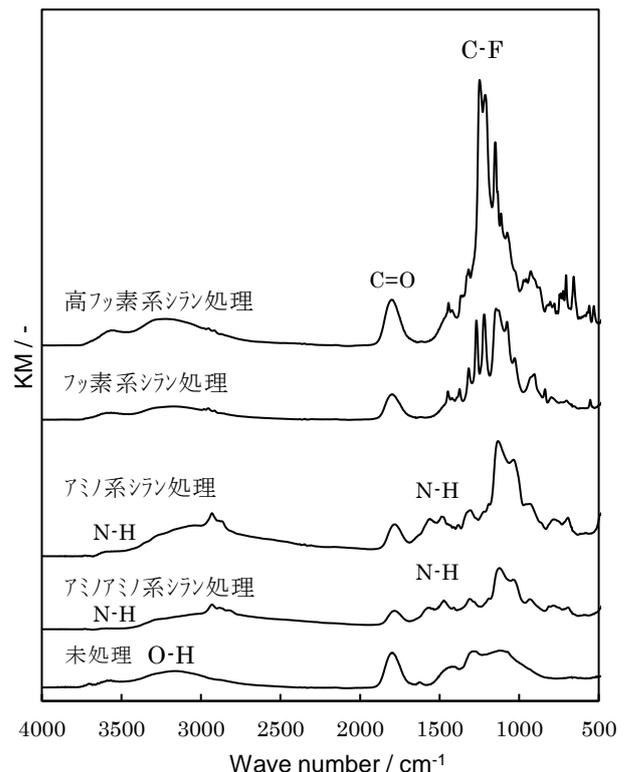


図 2 未処理及び各種シランカップリング処理ナノダイヤモンドの FT-IR 拡散反射スペクトル

モンド表面が酸化されていることが考えられる。フッ素を含むシランカップリング剤で処理したナノダイヤモンドでは F1s ピークが認められ、フッ素の多い高フッ素

系で処理したナノダイヤモンドの方がF1sピーク強度が高い。また、窒素（アミノ基）を含むシランカップリング剤で処理したナノダイヤモンドではN1sピークが認められた。図2に、未処理及び各種シランカップリング処理ナノダイヤモンドのFT-IR 拡散反射スペクトルを示す。未処理ダイヤモンドには $3,200\text{cm}^{-1}$ 付近の OH 基、 $1,700\text{cm}^{-1}$ 付近の C=O に帰属が考えられるピークが認められる。シランカップリング剤が反応する OH 基が存在していることを示している。フッ素系及び高フッ素系シランで処理したナノダイヤモンドの IR スペクトルには 1200cm^{-1} 付近の C-F に由来するピークが認められ、アミノ系及びアミノ系シランで処理したナノダイヤモンドでは $3,500\text{cm}^{-1}$ 付近に微弱なピーク及び $1,500\text{cm}^{-1}$ 付近にピークが認められ N-H に由来すると考えられる。これらナノダイヤモンドの純水中におけるゼータ電位は、未処理で約 50mV であり、フッ素系で約 -60mV 、高フッ素系で約 -40mV 、アミノ系及びアミノアミノ系で約 -20mV であった。未処理のゼータ電位からシランカップリング処理をすることでゼータ電位が変化していることから、本処理によりナノダイヤモンドの表面改質ができていていると考えられる。

3. 2 ナノダイヤモンド分散めっき皮膜の作製及び評価

めっき浴中の未処理ナノダイヤモンド量を 0.1g/L 、 1g/L 、 3g/L として作製しためっき皮膜のビッカース硬さ及び摩擦係数を表1に示す。熱処理前のめっき皮膜の硬さは、めっき浴に添加したナノダイヤモンド量の増加に伴って、僅かに上昇する傾向が見られた。熱処理後の硬さは、それぞれ熱処理前に比較して上昇が見られており、添加量によらずナノダイヤモンドを添加しためっき皮膜で上昇率が高い。一方で、熱処理前の摩擦係数は、 0.1g/L 及び 3g/L においてナノダイヤモンドを含まない通常のめっき皮膜と同等又は僅かに上昇した。 1g/L では僅かに摩擦係数が低下した。熱処理後では、全てのめっき皮膜で摩擦係数が上昇した。これは、ナノダイヤモンドを含むめっき皮膜では熱処理により硬さが上昇していることから、ナノダイヤモンドがめっき皮膜と反応し

表1 未処理ナノダイヤモンド量と硬さ及び摩擦係数

ナノダイヤモンド量	硬さ (Hv)		摩擦係数 (-)	
	熱処理前	熱処理後	熱処理前	熱処理後
なし	527	898	0.75	0.70
0.1g/L	542	967	0.75	0.83
1g/L	563	1065	0.64	0.83
3g/L	571	1072	0.79	0.79

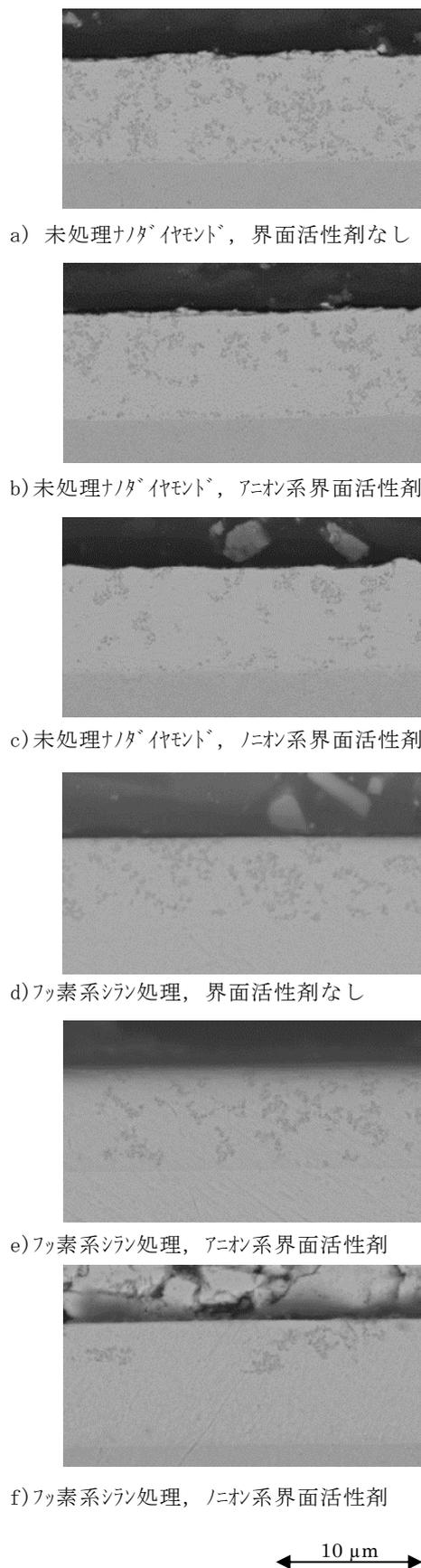


図3 めっき皮膜の断面 SEM 像

表2 ナノダイヤモンドのシランカップリング処理及び界面活性剤添加の組み合わせと硬さ及び摩擦係数

ナノダイヤモンドの シランカップリング処理	界面活性剤	硬さ (Hv)		摩擦係数 (-)	
		熱処理前	熱処理後	熱処理前	熱処理後
未処理	なし	563	1065	0.64	0.83
	アニオン系	539	1049	0.31	0.76
	ノニオン系	584	1058	0.39	0.74
フッ素系シラン	なし	550	1050	0.75	0.72
	アニオン系	553	1016	0.74	0.74
	ノニオン系	480	946	0.74	0.69
高フッ素系シラン	ノニオン系	300	543	0.71	0.72

たためと考えられる。ナノダイヤモンド添加量を摩擦係数の低下が見られた 1g/L とし以降のめっき成膜を行った。

次に、シランカップリング処理したナノダイヤモンドを用いてめっき皮膜の成膜を行った。しかし、アミノ系及びアミノアミノ系シランカップリング剤で処理したナノダイヤモンドを用いた時、めっき反応が進行しなかった。これらを除くシランカップリング処理及び未処理のナノダイヤモンドを用い、界面活性剤を変えて作製しためっき皮膜の SEM による断面観察結果を図 3 に示す。全ての皮膜中において、数 μm サイズのナノダイヤモンドが観察されており、凝集した状態で皮膜中にナノダイヤモンドが共析していることが確認された。ナノダイヤモンドの皮膜中における凝集状態は、未処理に比べてフッ素系シランカップリング剤で処理したナノダイヤモンドの方が、またシランカップリング処理の有無によらず界面活性剤の添加により凝集が少なくなった。これにより、ナノダイヤモンドの皮膜中の凝集緩和にナノダイヤモンドのフッ素系シランカップリング処理及びめっき浴への界面活性剤が有効であると考えられる。

これら皮膜の硬さ及び摩擦係数を測定した結果を表 2 に示す。ここで、高フッ素系シランで処理したナノダイヤモンドは疎水性でめっき浴への分散性が悪いため、他の条件よりも高濃度の界面活性剤を添加している。皮膜の硬さは、高フッ素系シラン処理したナノダイヤモンドを用いた場合及びフッ素系シラン処理ナノダイヤモンドのノニオン系界面活性剤を用いた場合で低い値となった。これは界面活性剤の影響により硬度が下がったと考えられる。他の皮膜では、熱処理前後ともにナノダイヤモンドを含まない通常の無電解ニッケルリンめっき皮膜 (表 1) よりも硬さは向上した。摩擦係数は、未処理のナノダイヤモンドを用い、界面活性剤を用いることで低下が認められ、アニオン系界面活性剤を用いることで最も低い 0.31 を得た。一方で、シランカップリン

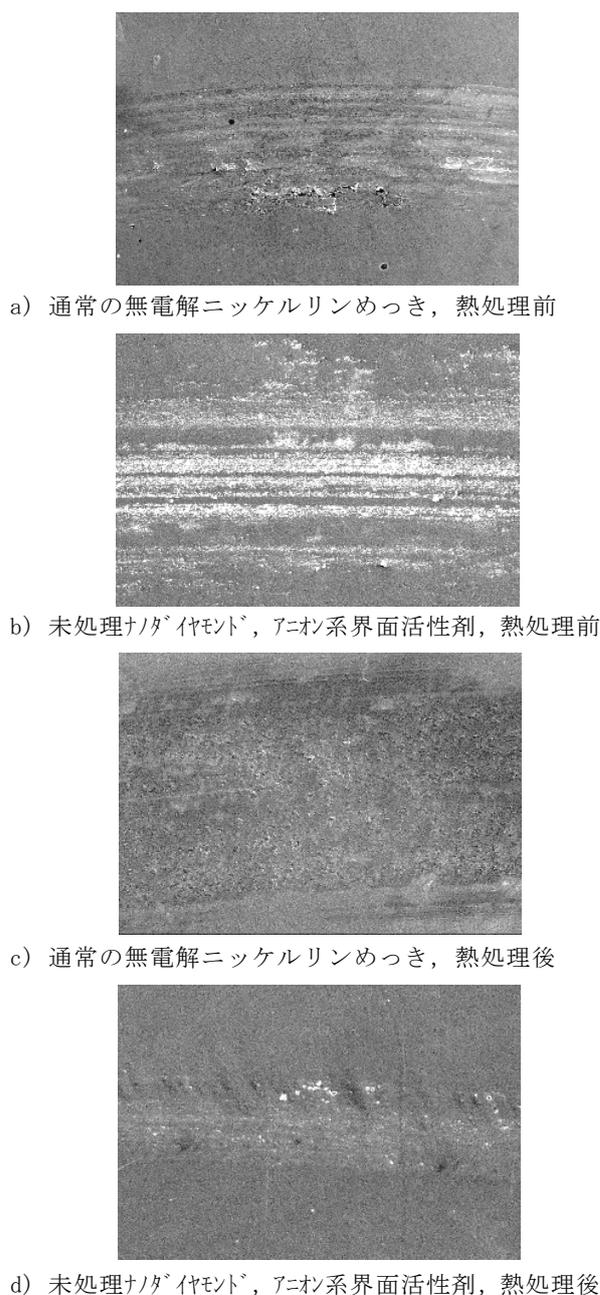


図 4 摩擦摩耗試験後の摩耗痕の SEM 像

グ処理したナノダイヤモンドでは、摩擦係数は通常の無電解ニッケルリンめっき皮膜とほぼ変わらず、摩擦係数の低減効果は得られなかった。熱処理後の摩擦係数は、いずれも上昇した。これは、ナノダイヤモンドが炭素系材料であるため耐熱性が低く、熱処理により反応したためと考えられる。

最も摩擦係数の低かった未処理のナノダイヤモンドを用いアニオン系界面活性剤を用いて作製しためっき皮膜及びナノダイヤモンドを含まない通常の無電解ニッケルリンめっきの摩擦摩耗試験後の摩耗痕をSEMにより観察した結果を図4に示す。熱処理前のめっき皮膜の摩擦摩耗試験後の摩耗痕幅は、ナノダイヤモンド分散めっきと通常のめっき皮膜で大きな差は見られないが、傷の深さはナノダイヤモンド分散めっきで少ないように見える。熱処理後では、摩擦係数に大きな差がなかったものの摩耗痕の幅はナノダイヤモンド分散めっきで減少しており、耐摩耗性が向上していると考えられる。

GD-OES による深さ方向分析を最も摩擦係数が低かった未処理ナノダイヤモンドを用い、アニオン系界面活性剤を添加して作製しためっき皮膜について行った結果を図5に示す。下地の無電解ニッケルリンめっき層に比

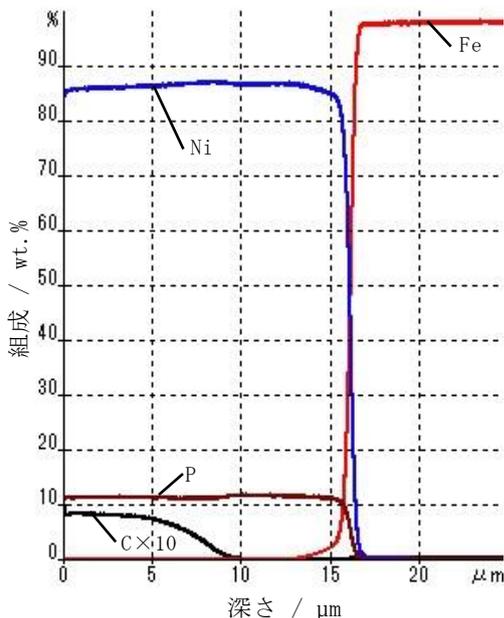


図5 GD-OESによる半定量分析結果
未処理ナノダイヤモンド，アニオン系界面活性剤

べて、ナノダイヤモンド分散めっき層では炭素 (C) の濃度が高いことからナノダイヤモンドが皮膜中に分散していると考えられる。また、その濃度が皮膜中でほぼ一定であることから、SEM 観察においてナノダイヤモンド

の凝集が認められたが、深さ方向で概ね均一に分散していると考えられる。めっき皮膜中に含まれるナノダイヤモンド量については、ナノダイヤモンドを入れず界面活性剤の添加のみでもめっき皮膜中にCが取り込まれるため、GD-OES での比較は困難であった。

4 おわりに

無電解ニッケルリンめっきにナノダイヤモンドを共析させた摺動特性に優れためっき皮膜の作製を目的に、ナノダイヤモンドのシランカップリング処理及びめっき浴への界面活性剤添加を検討した。シランカップリング処理したナノダイヤモンドのXPS, FT-IR 及びゼータ電位測定結果から、ナノダイヤモンドの表面改質が確認できた。未処理及びシランカップリング処理したナノダイヤモンドを用い、めっき浴への界面活性剤添加の効果を検討して、次の知見を得た。

(1) シランカップリング処理したナノダイヤモンドを用いて作製しためっき皮膜の摩擦係数は、ナノダイヤモンドを含まないめっき皮膜と同等であり、摩擦係数の低減効果は得られなかった。

(2) 未処理のナノダイヤモンドを用い、めっき浴に界面活性剤を添加することで摩擦係数の低下が認められた。

(3) 本研究で用いたナノダイヤモンドにおいて、ノニオン系に比べてアニオン系界面活性剤で摩擦係数低減の効果が大きく、ナノダイヤモンドを含まないめっき皮膜に比べて約6割減の摩擦係数0.31であった。

めっき皮膜中にナノダイヤモンドを共析させることで摩擦係数が低下することを確認し、この時、界面活性剤の添加が効果的であることがわかった。今後、めっき条件を詳細に検討することで、より摺動性に優れためっき皮膜の作製に取り組む予定である。

謝 辞

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

参考文献

- 1) 松原 浩：“表面科学”，30，279-286，(2009)
- 2) 小泉将治：“トライボロジスト”，56，621-626，(2011)
- 3) 松原 浩：“表面技術”，65，88-93，(2014)
- 4) 寺田千春編：“シランカップリング剤の使いこなすノウハウ集”，技術情報協会，41，(2016)



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

尿素非生産性酵母の開発

佐々木 隆浩* 石田 莉菜* 上吉原 正人** 今井 昌平*** 渡邊 英憲****

Development of Sake Yeast with Non-urea Productivity

Takahiro SASAKI, Rina ISHIDA, Masato KAMIYOSHIHARA, Shohei IMAI and Hidenori WATANABE

栃木県で育種した清酒酵母4系統において尿素非生産性株の分離・選抜を行った。CAO 培地に生育した株を Arg, Orn, YPD 培地に塗布し Arg 培地に生育せず Orn, YPD 培地に生育する株を選抜し、小仕込試験に供した。小仕込試験では純米酒を製造し、得られた生成酒について分析や官能評価を行い、親株に比べ官能評価が良好でかつ尿素が 3ppm 以下の株を吟醸小仕込試験に供した。吟醸小仕込試験では純米大吟醸酒を製造し、得られた生成酒を加速劣化させ、カルバミン酸エチルが検出されずかつ親株に比べ官能評価が良好な株を取得した。

Key Words : 尿素非生産性, 酵母, 小仕込, カルバミン酸エチル

1 はじめに

現在、人口減少や若手の飲酒離れから清酒製造数量は漸減傾向にあるが、海外輸出数量は年々増加傾向にあり、県内清酒製造企業においても輸出に関する注目度は高まりつつある。

一方、酒類に存在するカルバミン酸エチルは国ごとに基準値が設けられており、近年基準の厳しさは増してきている。カルバミン酸エチルは清酒中にも存在しており、清酒中の尿素とエタノールの化学反応により生成される。尿素は主に酵母により生成されるが、アルギニンの分解酵素であるアルギナーゼを欠損した株では尿素を生成しないことが知られており、各県等でアルギナーゼ欠損株が開発されている^{1~6)}。

県内清酒製造企業においても、今後は県酵母を用いた輸出の増加が想定されることから、カルバミン酸エチルを低減させる対策が急務である。

そこで、本研究では県酵母において尿素を生成しないアルギナーゼ欠損株を取得することで、清酒中のカルバミン酸エチルの低減を図り、県内清酒製造企業の輸出増加に資することを目的とし研究を行ったので報告する。

2 研究の方法

2.1 使用酵母及び培地

県清酒用酵母である T-ND, T-1, T-S, T-F の 4 系統を親

株として用いた。尿素非生産性酵母のコントロールとして BY19227 を酵母遺伝資源センターから購入し用いた。前培養は、YPD 培地（酵母エキス 10g/L, ポリペプトン 20g/L, グルコース 20g/L）を用い、カナバニン耐性株の選抜培地には北本ら¹⁾の CAO 培地（YNB w/o amino acids and ammonium sulfate 1.7g/L, カナバニン 20mg/L, アルギニン塩酸塩 0.17g/L, オルニチン塩酸塩 0.84g/L, グルコース 20g/L, 寒天 20g/L）のカナバニン濃度を 2 倍に調製し用いた。また、アルギナーゼ欠損株の選抜培地には Arg 培地（CAO 培地からカナバニンとオルニチン塩酸塩を除いたもの）と、Orn 培地（CAO 培地からカナバニンとアルギニン塩酸塩を除いたもの）を用いた。

2.2 アルギナーゼ欠損株の選抜

北本らの方法¹⁾を一部改変し選抜を行った。すなわち、親株を YPD 培地に 1 白金耳かきとり 30℃で 1 晩静置培養し、培養液を集菌し滅菌水で 3 回洗浄後、酵母密度が $6\sim 10\times 10^7/\text{mL}$ となるように滅菌水に懸濁し CAO 培地に 1mL 塗布し 30℃で培養した。約 1 か月後、出現した大きめのコロニーをプレートあたり 2 つずつ釣菌し、Arg, YPD 培地に塗布した。Arg 培地に生育が認めらなかった株をさらに Arg, Orn, YPD 培地にそれぞれ塗布し、Arg 培地に生育せずに Orn, YPD 培地に生育する株を小仕込試験に供した。

2.3 小仕込試験

原料米は掛米に精米歩合 70% の α 米、麴米に精米歩合 60% の乾燥麴（ともに徳島製麴(株)）を用い、総米

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

** 北関酒造株式会社 *** 宇都宮酒造株式会社

**** 渡邊酒造株式会社

150gで行った。仕込み配合を表1に示す。仕込みは酵母仕込みの3段仕込みで踊りは2日間とした。発酵温度は15℃一定とし留仕込後、経時的に重量を計量し積算減少量が45g前後に到達、もしくは発酵力の低下が生じた時に遠心分離により上槽を行い生成酒を得た。

2. 4 吟醸小仕込試験

原料米は掛米、麴米ともに精米歩合40%の県産米を用いた。仕込み配合を表2に示す。仕込み方法は前述した小仕込試験と同様に行い、発酵温度は添仕込みを10℃、仲仕込みを8℃、留仕込みを6℃とし、留仕込後1日0.5℃ずつ室温を昇温させ10℃で一定とした。

表1 小仕込試験仕込み配合

	添	仲	留	計
総米 (g)	30	50	70	150
掛米 (g)	20	40	60	120
麴米 (g)	10	10	10	30
汲水 (mL)	45	55	110	210

表2 吟醸小仕込試験仕込み配合

	添	仲	留	計
総米 (g)	30	50	70	150
掛米 (g)	20	40	60	120
麴米 (g)	10	10	10	30
汲水 (mL)	45	55	130	230

2. 5 生成酒の分析

生成酒の一般成分は国税庁所定分析法⁷⁾により、香气成分はヘッドスペースガスクロマトグラフ法により行った。尿素は、F-kit 尿素/アンモニア (Roche Diagnostics GmbH, Germany) により測定し、1ppm以下をND (不検出) とした。カルバミン酸エチルは、生成酒を70~80℃で5時間加速劣化させ、金桶の方法に準拠し測定を行い、20ppb以下をNDとした。すなわち、生成酒1 mLに0.02 M 9-キサントヒドロール/メタノール溶液0.2 mLと1.5 N塩酸0.1 mLを加えて20秒間懸濁後、12,000rpmで1分間遠心分離を行い、0.45 μmメンブレンフィルターを連結し濾過しサンプルを調製した。調製後5分以内に高速液体クロマトグラフィー (島津製作所) により分析した。また、カルバミン酸エチルの検出は蛍光検出器RF-20A (島津製作所) を用いて行った。液体クロマトグラフィーの条件を以下に示す。

カラム: YMC-Triart C18 S-5 μm, 12 nm, 250×4.6mm I.D.
 注入量: 10 μL, カラム温度: 35℃, 励起波長, 蛍光波長: 233 nm, 600 nm, 移動相 A: 水, 移動相 B: ア

セトニトリル, 溶出条件: 表3に示す。

表3 高速液体クロマトグラフィー溶出条件

時間 (分)	流速 (mL/分)	A: 水 (%)	B: アセトニトリル (%)
0	0.5	45	55
35.2	0.5	45	55
40	0.5	0	100
48	0.5	0	100
48.1	0.5	45	55
64	0.5	45	55

2. 6 官能評価

生成酒の官能評価は当センター職員4名で実施し、親株との比較 (○: 優れている, △: 同等, ×: 劣っている) を行った。

3 結果及び考察

3. 1 アルギナーゼ欠損株の分離・選抜

CA0, Arg, Orn, YPD 培地による分離結果を表4に示す。CA0 培地に親株4系統を塗布し候補株をそれぞれ60株以上分離したが、Arg 培地に生育せず Orn, YPD 培地に生育する株は7~26株となった。これら選抜株はアルギナーゼを欠損していると考えられ、小仕込試験に供した。小仕込試験に供した株はCA0 培地分離株の5~26%となり、既知の報告^{4~6)} に比べ高い確率であった。

表4 選択培地による分離株数

酵母名	CA0 培地により分離した株数	Arg 培地に生育せず Orn, YPD 培地に生育する株数
T-ND	160	8
T-1	60	8
T-S	74	7
T-F	100	26

3. 2 小仕込試験

小仕込試験酒の分析及び官能評価の結果を表5に示す。親株の尿素量は1.5~39.3ppmとばらつきが大きかった。多くの選抜株は親株に比べ尿素量が大幅に減少していたが、一部の株においては尿素の生成が認められ、選択培地による完全な選抜は困難であった。親株に比べ官能評価が優れており、尿素が3ppm以下の株 (ND-5-7, -15, T-1-2, -7, -8, S-11-21, 31, -33, F-2-34, 35, F-13-6, -13, -31) を吟醸小仕込試験に供した。

表5 小仕込試験結果

酵母	酸度 (ml)	アミノ酸 度(ml)	日本 酒度	酢酸イノア ミル(ppm)	カプロン酸 エチル ppm)	官能 評価	尿素 (ppm)
ND-5-7	2.8	1.7	+2.5	13.0	0.3	○	ND
-10	3.3	1.9	+2.5	12.4	0.0	△	12.6
-15	2.6	2.2	-0.9	16.1	0.9	△	ND
ND-5(親株)	2.5	1.9	+0.9	11.9	1.1	-	1.5
T-1-1	2.6	2.4	+6.1	5.3	1.4	×	1.9
-2	3.2	2.0	+2.9	7.3	0.4	○	
-3	3.2	2.2	-9	6.9	0.3	△○	
-4	2.5	2.4	+5.9	4.7	1.4	×	ND
-6	3.4	1.5	+3.2	5.9	0.3	×	
-7	2.0	2.1	+4.9	6.0	0.4	○	
-8	3.4	1.7	-2.4	8.9	0.2	○	1.2
-9	2.7	2.0	+4.5	4.1	1.5	△○	ND
T-1(親株)	2.7	1.9	+10.8	4.9	1.7	-	39.3
S-11-21	2.4	2.1	+2.5	19.4	2.2	○	
-31	2.4	2.1	+4.1	14.8	0.9	△	ND
-33	3.7	2.2	+0.6	15.5	0.9	△	
S-11(親株)	2.9	1.8	+2.2	4.7	3.5	-	6.6
F-2-26	8.3	2.5	+2.5	6.9	4.0	×	8.1
-34	2.3	2.0	+0.4	6.3	4.3	△	1.1
-35	2.6	2.3	+0.3	10.6	4.4	○	ND
-43	2.6	1.7	+3	9.0	4.4	△	5.5
F-2(親株)	2.9	1.9	+1.6	3.9	3.3	-	4.0
F-13-5	2.7	1.7	+3.3	6.3	3.8	△	3.4
-6	2.7	1.7	+0.7	6.5	4.9	○	
-13	2.4	2.3	-3.9	2.0	2.8	△	ND
-31	2.5	2.0	+0.6	6.4	2.1	△	
-38	3.2	1.8	-0.7	8.4	0.4	△	4.2
F-13(親株)	2.7	2.3	+0.9	10.3	0.5	-	1.9
BY19227 (尿素非生産株)	3.5	2.8	-43	0.4	1.1	-	2.2

3. 3 吟醸小仕込試験

吟醸小仕込試験酒の分析及び官能評価の結果を表6に示す。親株の尿素量は9.6~19.6ppmの範囲で検出されたが、小仕込試験と同様に、多くの選抜株は親株に比べ尿素量が大幅に減少しており、発酵温度に関係なく尿素量は減少することが明らかとなった。

また、加速劣化試験では、親株のカルバミン酸エチルが309~519ppbであったのに対し、一部の株を除き選抜株のカルバミン酸エチルはほとんど不検出となり、酵母における尿素の非生産性を確認した。親株に比べ官能評価が優れており、カルバミン酸エチルが不検出の4株(ND-5-7, S-11-31, F-2-35, F-13-6)を尿素非生産性酵母として選抜した。

表6 吟醸小仕込試験結果

酵母	酸度 (ml)	アミノ酸 度(ml)	日本 酒度	アルコール分 (%)	酢酸イノア ミル(ppm)	カプロン酸 エチル ppm)	官能 評価	尿素 (ppm)	カルバミン酸 エチル(ppb)
ND-5-7	2.6	1.2	+15.5	17.4	5.5	1.1	○	2.9	ND
-15	1.9	1.2	+3.5	15.3	5.9	1.3	△	ND	ND
ND-5(親株)	2.4	1.2	+12.4	15.8	3.6	0.7	-	9.6	309
T-1-2	2.7	1.1	+0.7	15.3	3.3	2.6	○	15.6	294
-8	3.5	1.0	-2.9	14.5	3.8	0.3	△×	2.8	-
-9	3.3	1.2	-19.0	12.9	1.8	1.8	×	1.5	-
T-1(親株)	2.6	1.1	+3.8	14.5	4.1	3.1	-	19.6	519
S-11-21	1.9	1.4	+15.3	17.6	3.9	2.0	△	ND	ND
-31	2.2	1.3	+14.1	16.9	5.2	1.6	○	ND	41.2
-33	1.7	1.3	+13.7	16.2	3.8	2.1	△×	-	-
S-11(親株)	1.9	1.1	+12.4	16.7	4.8	1.3	-	19.1	511
F-2-34	9.3	2.1	-82	5.7	0.6	0.0	×	-	-
-35	2.0	1.4	+1.9	15.9	1.2	9.8	○	ND	ND
F-2(親株)	2.1	1.7	-1.9	15.4	1.1	8.5	-	17.4	381
F-13-6	2.2	1.5	+1.4	14.8	2.1	9.0	○	1.7	ND
-13	2.0	1.8	-3	14.8	2.8	4.0	×	-	-
-31	1.8	1.9	-8.2	11.6	1.2	3.6	×	-	-
F-13(親株)	2.2	1.7	-2.4	14.9	1.0	8.6	-	19.3	402
BY19227 (尿素非生産性株)	2.8	2.1	-75	6.7	0.4	0.3	-	ND	ND

4 おわりに

栃木県で育種した清酒酵母4系統において尿素非生産性株の分離・選抜を行った。CA0培地に生育した株をArg, Orn, YPD培地に塗布しArg培地に生育せずOrn, YPD培地に生育する株を選抜し、小仕込試験に供した。小仕込試験では純米酒を製造し、得られた生成酒について分析や官能評価を行い、親株に比べ官能評価が良好でかつ尿素が3ppm以下の株を吟醸小仕込試験に供した。吟醸小仕込試験では純米大吟醸酒を製造し、得られた生成酒を加速劣化させ、カルバミン酸エチルが検出されずかつ親株に比べ官能評価が良好な株を取得した。次年度は、選抜株を用いたスケールアップ試験を行い、取得株の現場での実用性について検討を行う予定である。

謝 辞

本研究において御助言をいただいた新潟県醸造試験場の金桶場長、栗林主任研究員、群馬県立群馬産業技術センターの渡部主任、愛媛県産業技術研究所の宮岡技術支援室長に深謝します。

参考文献

- 1) 北本ら：“日本醸造協会誌”，87-8，598-601，(1992)
- 2) 福田ら：“日本醸造協会誌”，88-8，633-638，(1993)
- 3) 谷本ら：“愛媛大学教育学部紀要”，56，269-276，(2009)
- 4) 宮岡ら：“愛媛県産業技術研究所報告”，49，6-9，(2011)
- 5) 渡部ら：“群馬県立産業技術センター研究報告”，11-14，(2016)
- 6) 佐藤ら：“岩手県工業技術センター研究報告”，19，54-57，(2017)
- 7) 石川ら：“増補改訂 清酒製造技術”，財団法人 日本醸造協会，(1999)

II 共同研究

Cooperative Research

ファインバブルクーラントが研削加工に及ぼす影響（第1報）

稲澤 勝史* 江面 篤志* 高岩 徳寿*
加藤 克紀** 篠原 尚也**

Effect of Fine-Bubble Coolant on Grinding Characteristics (1st Report)

Katsufumi INAZAWA, Atsushi EZURA, Norihisa TAKAIWA

Katsunori KATOH and Naoya SHINOHARA

近年、研削加工における加工能率の向上を目的として、ファインバブルを用いた研削加工が注目されている。大生工業株式会社で開発したファインバブル発生ノズルは、各種洗浄効果を期待したものであるが、前述したことから、加工分野への適用が望まれている。そこで本研究では、開発したファインバブル発生ノズルを用いて研削加工を行い、ファインバブルが研削加工に及ぼす影響の検討を行った。結果として、吸気量が2.0 L/minのファインバブルクーラントを用いた研削では、吸気無しに比べて砥石目詰まりの抑制に効果があり、表面粗さの低減が可能であることがわかった。加えて、砥石摩耗の抑制にも効果があり、研削比の16.9%向上を実現した。

Key words: ファインバブル, 目詰まり, 研削抵抗, 研削比, 表面粗さ

1 はじめに

研削加工における加工能率は、製品のコストに直結する問題であり、かねてから高能率化が要求されている。

研削加工の高能率化に向けては、砥石の開発、ELID研削法¹⁾等の加工法の開発など多岐にわたり研究されており、近年では、クーラントの面から、100 μm以下の気泡径を持つファインバブル（以下、FB）が注目され、FBノズルを搭載した加工機も実用化²⁾され始めている。

FBクーラントにおいては、冷却効果や切り屑の排出・洗浄効果ならびにこれらの相乗効果による加工性能の向上などが期待されており、先行研究では、FBクーラントにより加工面粗さ及び砥石摩耗の低減が報告されている³⁾。

大生工業株式会社では、オイルフィルター等の既存事業に関連する流体力学技術を応用し、FBを発生させるノズルを開発している⁴⁾。このノズルは、各種洗浄効果を期待したものであったが、前述した背景から、研削加工への応用が望まれている。

当該ノズルにおいては、空気吸気量の調整及び空気以外の気体を注入できる特徴があるため、加工に最適なバブル条件や加工雰囲気を作り出し、高能率加工を実現できると推察できる。しかし、現行のノズルとはFBの発

生方法が異なるため、加工に対し適用できるか不明である。

そこで本研究では、加工能率の向上を目標とし、大生工業株式会社が開発したFBノズルにて生成した「FBクーラント」を用いて研削加工を行い、FBが加工に及ぼす影響を検討したので報告する。

2 研究の方法

2.1 FBクーラントを用いた加工システムの構築

大生工業株式会社で開発したFB発生ノズルは、圧力水を噴射するとノズル周囲から気体を吸引し、旋回しながら混合部で強いせん断力と加圧により気体を微細化し、FBを含むバブルジェットを流出する⁵⁾。これにより、圧力水を発生させるポンプの先端にノズルを設置し、平面研削盤（岡本工作機械製作所 PSG-63DXNC）に取り付けることで、図1に示す加工システムを構築した。ノズルから吐出されたクーラントは、平面研削盤のステージからタンクに戻り、ポンプにより循環するシステムとなっている。

なお、図1中の点線で示すノズルの吸気部の先端にはフローメータを設置し、その間に空気の吸気量を調整するための絞りを設けることで、吸気量の調整及び測定ができる構造とした。

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 大生工業株式会社 FB事業部

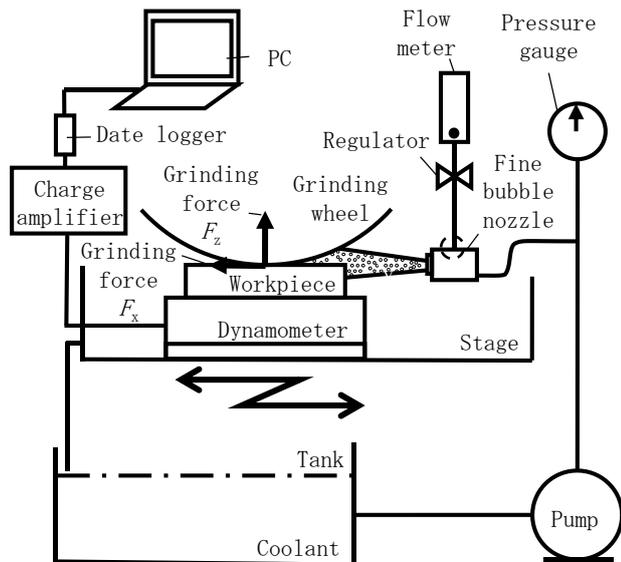


図1 加工システム概略図

表1 加工条件

砥石周速 [m/s]	126
送り [m/min]	2
切込み [μm]	1
吸気量 [L/min]	0, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0

ここで、本ノズルの使用方法としては、砥石近傍に設置し直接加工点に供給させる方法と、加工機のタンクに設置しタンク内で循環させる方法がある。前者は、ノズルで発生した直後のファンバブルクーラントを直接供給できるため、バブル条件の変化を顕著に検証できると考える。一方後者は、タンク内で循環させるため、大きなバブルを液面へと上昇させ、微小なバブルを多く含むクーラントを用いることが可能である。また、ファインバブルクーラントを加工機付随のポンプを用いて加工点に供給できるため、実使用においては簡便に利用できる方法である。どちらの方法も検討すべきと考えるが、本研究ではクーラントの流量をそろえ、バブル条件が研削加工に及ぼす影響を検討するため、まずは前者の方法を採用し、加工機付随のポンプは用いずに当該システムのポンプを用い、吸気量を0.0 L/minとしたクーラントを通常研削（以下、吸気無し）として実験を行った。

2.2 FBクーラントを用いた研削加工

前述したとおり、当該加工システムにおいては、気体の吸気量の異なるFBクーラントを用いた加工が可能である。吸気量の増減により、FBの状態も変化するた

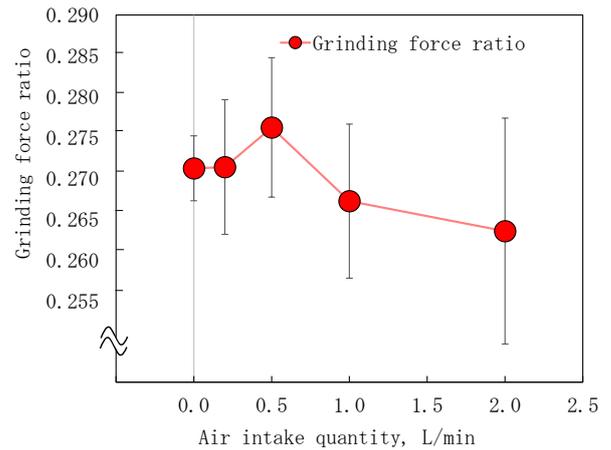


図2 吸気量と研削抵抗比の関係

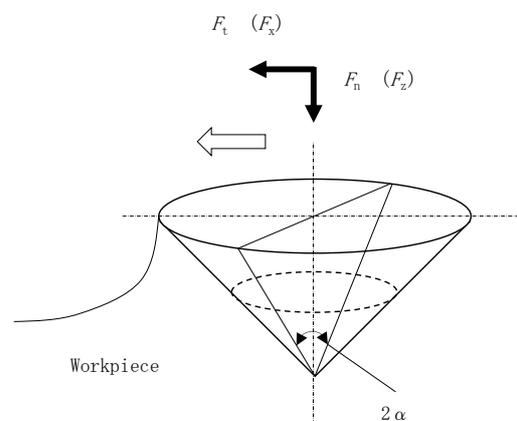


図3 砥粒切れ刃の研削モデル

め、加工に適した吸気量の条件を検討する必要がある。

また、FBクーラントにおいては、砥石の目詰まり抑制、研削比の向上が期待できることから、目詰まり状態、研削抵抗、研削比、表面粗さの4点に着目し、当該クーラントがこれらの加工特性に及ぼす影響を検討した。

なお、被削材にはSUS304、砥石には幅10mmのSD325メタルボンド砥石を、研削液には水道水にて50倍希釈した弱導電性研削液（東洋工学㈱ CG-7）を用いて加工を行った。また、研削抵抗については切削抵抗測定装置（日本キスラー 9265B）を、表面粗さの測定には表面粗さ測定システム（アメテック㈱ PGI840）を用いて評価した。

3 結果及び考察

3.1 空気の吸気量が研削抵抗比に及ぼす影響

空気の吸気量が研削抵抗に及ぼす影響を調査するため、表1に示す加工条件にて研削加工を行った。

研削抵抗 F_x を F_z で除した値である研削抵抗比に着目し、切削抵抗測定装置にて求めた研削抵抗より算出した。吸気量と研削抵抗比の関係を図2に示す。同図より、

空気の吸気量の増加に伴い、研削抵抗比の値が低下する傾向があることがわかる。

従来、研削抵抗比は砥石の研削性能を表すことが知られている。ここで、平均的な砥粒切れ刃を先端角 2α の円錐と仮定し、切削中の切れ刃を図3に示すように考える⁶⁾。このとき、研削抵抗比は次式(1)で表すことができる。

$$F_t / F_n = 2 / \pi \cot \alpha + \mu \quad \dots (1)$$

一方、砥粒切れ刃の先端角が一定と仮定すると、研削抵抗比は摩擦係数に依存することがわかる。よって図2より、吸気量を増加させることで、研削抵抗比の値が低下することは、摩擦係数が低下していることを示唆している。

表2 加工条件

砥石周速 [m/min]	628
送り [m/min]	5
切込み [μm]	5
吸気量 [L/min]	0, 2.0

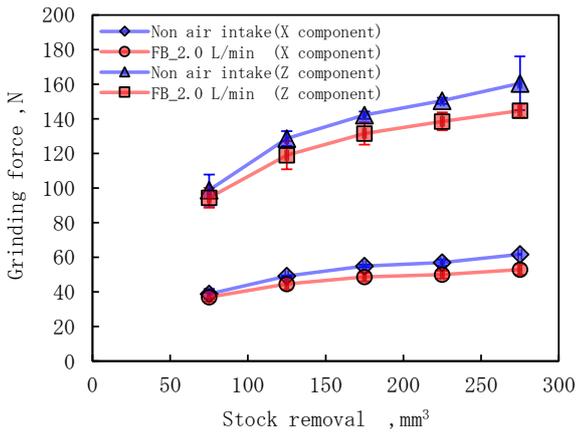


図4 研削量と研削抵抗との関係

摩擦係数の低下は、加工中の摩擦熱の低減による砥石摩耗や研削焼け等の抑制への効果が期待できる。

3. 2 FBが研削加工に及ぼす影響の調査

当該ノズルにて生成されたFBクーラントは、バブルを発生しない場合に比べ、壁面に衝突した際の衝突圧力が増大することが知られている⁵⁾。このことは、砥石の目詰まりに効果的であると考えられるため、長期的な加工を行い、FBの効果を確認した。具体的には、長さ100×幅50mmの被削材に対し、表2に示す加工条件にて研削加工を行った。

なお、前項の実験にて、吸気量を増やすことで摩擦係数の低減が期待できることから、FBクーラントの吸気量は2.0 L/minに設定し、各条件にて4回の加工を行った。また、比較対象として吸気無しによる研削加工も行った。

図4に、研削量と研削抵抗との関係を示す。同図より、FBを用いた研削では、吸気無しに比べ、除去量による研削抵抗の増分が小さくなる傾向が見られた。また、図5に研削加工後の砥石表面写真を示す。同図より、吸気無しにおいては、砥石表面に黒い物質が付着する傾向が見られた。以上より、図4及び図5の結果は、目詰まりの発生により砥石の切れ味が低下したことに起因すると思われる。

図6に加工後被削材の表面粗さを、図7に加工後被削材の表面観察結果を示す。図6より、FBを用いた研削では、吸気無しに比べRa、Rzともに低減する結果となった。これは図7に示すとおり、吸気無しでは目詰まりによる研削焼け等が発生し、表面粗さが大きくなったためと推察できる。

また、加工後の砥石摩耗量及び被削材の除去体積を測定し、研削比を算出した結果を図8に示す。

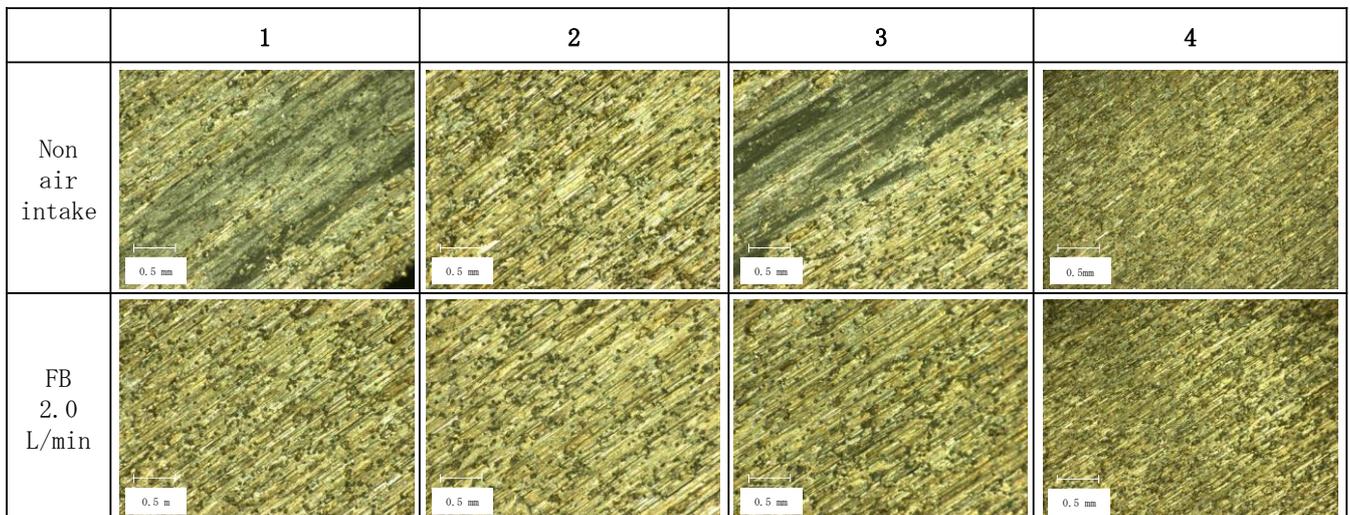


図5 加工後の砥石表面

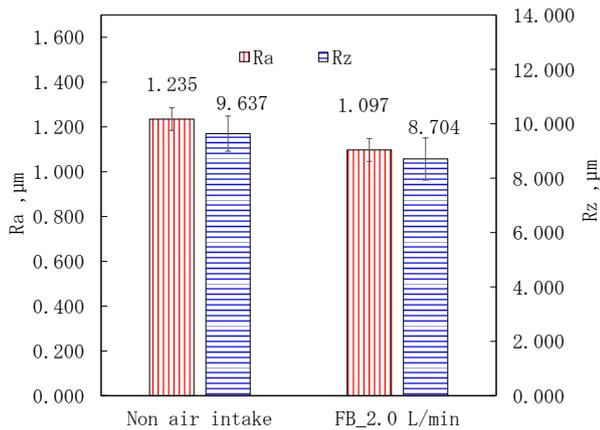


図6 表面粗さ (Ra, Rz)



(a) 吸気無し研削後



(b) F B_2.0 L/min 研削後

図7 加工後の被削材表面観察結果

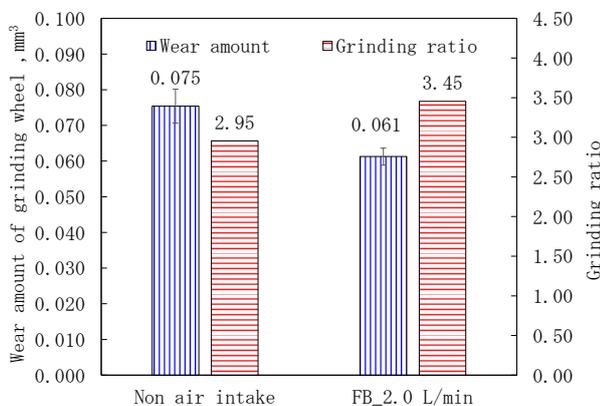


図8 砥石摩耗及び研削比

なお、研削比は被削材の除去量を砥石の摩耗量で除した値である。

同図より、F Bクーラントを用いた研削加工においては、砥石摩耗が低減でき、研削比においては16.9%向上を達成できることがわかった。

これは、目詰まりの抑制及びF Bにより砥石と被削材との間の摩擦抵抗が減少し、摩擦による加工中の熱が低減できたためと推察する。

4 おわりに

本研究では、F Bクーラントを用いた加工システムを構築した。このシステムにより、研削液にF Bを含有したクーラントを用いてS U S 3 0 4 に対して研削加工実験を行い、以下の知見を得た。

- (1) 吸気量 2.0 L/min の F Bクーラントを用いた研削では、吸気無しに比べて目詰まりが起きにくい。
- (2) 吸気量 2.0 L/min の F Bクーラントを用いた研削では、吸気無しに比べて Ra, Rz とともに低減する結果となった。これは、吸気無しでは目詰まりによる研削焼け等により、表面粗さが大きくなったことによる。
- (3) 吸気量 2.0 L/min の F Bクーラントを用いた研削では、吸気無しに比べて研削比が 16.9%向上することが明らかとなった。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、茨城大学工学部 伊藤 伸英教授には、有益な御助言・御協力を賜りました。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 大森 整ら：“精密工学会誌”，79(4)，278-286，(2013)
- 2) 吉田 裕：“型技術”，2，54-55，(2017)
- 3) 岩井 学ら：“2007年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集”，671-672，(2007)
- 4) 大生工業(株)HPより：<http://www.taiseikogyo-fb.jp/>
- 5) 青木 克巳ら：“2015年度日本機械学会流体工学部門講演会講演論文集”，(2015)
- 6) 庄司 克維：“研削加工学”，養賢堂，(2004)

転写印刷装置の印刷加工条件の最適化に関する研究

枝野 龍之* 上野 貴明* 納口 通夫**

Study on Optimization of Transfer Printing Machine Processing Conditions
Tatsuyuki EDANO, Takaaki UENO and Michio NOUGUCHI

筆記用具等の文具では、テーパ状、太鼓状等複雑形状の素材への転写印刷でしわ不良の発生が課題となっている。そこで小径小テーパのワークにおける転写印刷条件について、バックテンション 6.5V、転写位置 92.5mm、揺動終了角度 4° をしわ不良の無い原点条件とし、各パラメータ値を変えながら試作を行い、しわの発生条件を評価した結果、しわの増加、発生位置等の不良を確認し、それらを分析することで、適正な印刷条件を効率よく導き出す方法を確立した。

Key words: 熱転写印刷, 転写フィルム, バックテンション, 揺動

1 はじめに

筆記用具等の文具として新デザイン、新アイデアを盛り込んだ製品の市場は拡大している。一方、素材の形状がテーパ状や太鼓状等複雑化の傾向がある上、多品種少量生産、短納期、低コスト化への対応も求められている。転写印刷工程では、転写フィルムをワークに巻き付ける際に発生するフィルムのしわ不良を防止し、迅速に適切な印刷加工条件を設定することが課題となっている。しかし、現状では技術者の経験や勘で作業を行っており素早い対応が困難である。

そこで、試作時の印刷条件と印刷結果をデータベース化して蓄積し、それらを分析することでしわ発生との相関を探り、適正な印刷条件を効率よく導き出す方法を確立する。

2 研究の方法

2.1 試作における印刷条件の検討

図1に試作に使用した転写印刷装置を示す。しわ不良はテーパ形状等に見られる径の異なる部分を持つワークへの熱転写時に円周差による転写フィルムのひずみで発生すると想定される。そこで始めに転写印刷装置に設定する転写温度やフィルム送り速度等の諸条件の整理を行い、どの条件に注目して試作を行うのか検討した。その上でしわ不良に関係が深いと思われる「バックテンション」、「転写位置」、「揺動角度」の3つのパラメータに絞り試作を行うこととした。バックテン



図1 試作に使用した転写印刷装置

ション、転写位置、揺動角度の各パラメータの水準を変えて印刷した結果について、しわの発生位置と数、しわの長さ及び不良率を検討した。

ここで、「バックテンション」とは、転写フィルムの巻取方向とは逆方向にフィルムを引張る力であり、数値が大きい程引張力が強くなる（単位はボルト [V]）。「転写位置」とは、ワークを乗せた転写台が熱ロール方向に上昇する距離であり、転写する時の押し圧力になる（単位はミリメートル [mm]）。「揺動角度」は、転写台を左右に振る角度であり、作業台手前から見て右方向はマイナス、左方向はプラスで表され揺動の開始角度と終了角度をそれぞれ設定する（単位は度 [°]）。（図2参照）

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 株式会社万蔵

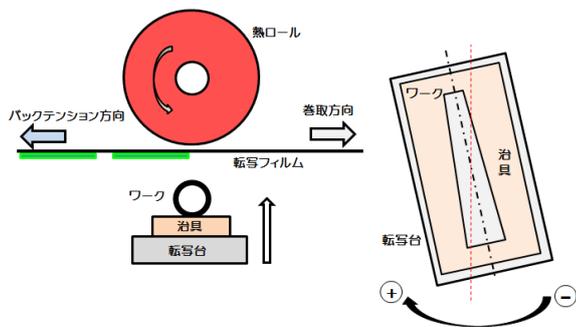


図2 転写機構の概略図

(左図は転写部の横方向手前の図、右図は転写台の上からの図)

2. 2 試作運転での印刷データ等の蓄積

2. 1で検討した印刷条件を相互に変更し、試作を繰り返しながらしわ発生の無い条件を探り、それらの転写時の設定値及び転写後の結果をデータベース化しデータの蓄積を行った。

2. 3 データ解析と適正印刷条件のまとめ

しわ不良の無い適正な印刷条件（以下「原点条件」という）の転写結果と、しわが発生する条件の結果を相互に照らし合わせ、しわの発生との相関を求めることで、適正な印刷条件を導く手法を探った。

3 結果及び考察

3. 1 試作印刷条件の検討結果

転写印刷を行う際に設定するパラメータ及び印刷対象となるワークの分類を行った。印刷条件では、基本設定の他、転写台関連、熱ロール関連、フィルムユニット関連の設定に分類され、全部で44項目であった。ワーク分類では大径製品（φ100以上）、中径製品（φ30～100）、小径製品（φ30以下）に分類した。

3. 2 試作運転での印刷データ等の蓄積

試作での原点条件ではバックテンションが6.5V、転写位置が92.5mm、揺動終了角度が4°であった。原点条件のうち3つのパラメータ値の一つだけ変える設定でそれぞれ10本程度印刷を行い、しわ発生状態の結果と合わせデータベースを作成した（Microsoft Accessを使用。図3）。なお、揺動開始角度は-1.8°として試作を実施した。

3. 3 データ解析と適正印刷条件のまとめ

試作したサンプルごとにしわの数、発生位置、長さの特定を行い、それらの解析や3. 2のデータベースにデータの保存を行った。ここで、しわの発生位置はワーク印刷部の細い方から4mmまでを「クビ」、その反対側の端から4mmまでを「スソ」とし残りを3等分し図4の通りとした。また、しわの長さは円周方向で1/4周までを「1」、2/4周までを「2」、3/4周までを「3」、それ以上を「4」とした。

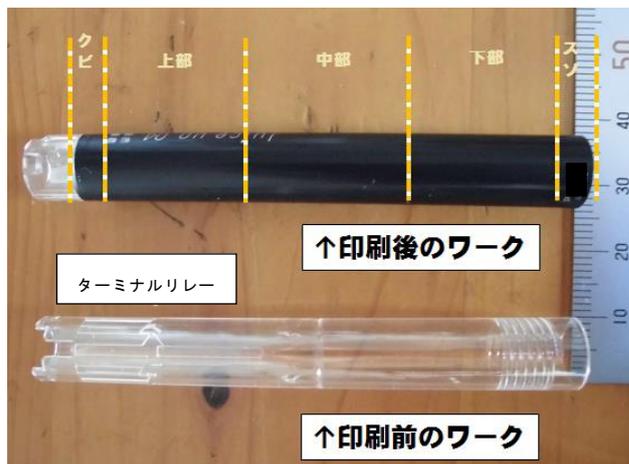


図4 試作用のワーク

F SD印刷条件

ワークCD SS001

印刷条件No RA20 シワ数 2

ロール温度[°C] 240 箔送速度[sec] 1.6 転写速度[sec] 1.51 箔送遅延[sec] 0.03 早送時間[sec] 5 上昇速度[sec] 150 揺動速度[mm/s] 2 ロール角度[°] -1.7 バックテンション太[V] 6.5 揺動開始角度[°] -1.8 転写位置[mm] 92.5	クビ 1.7 上部 0.1 中部 0.2 下部 0 スソ 0 シワ長 2.8 不良率 1 バックテンション細[V] 4 揺動終了角度[°] 2
--	---

状態 10本印刷中、クビは全数、上部に1本、中部に2本発生。

図3 データベース画面

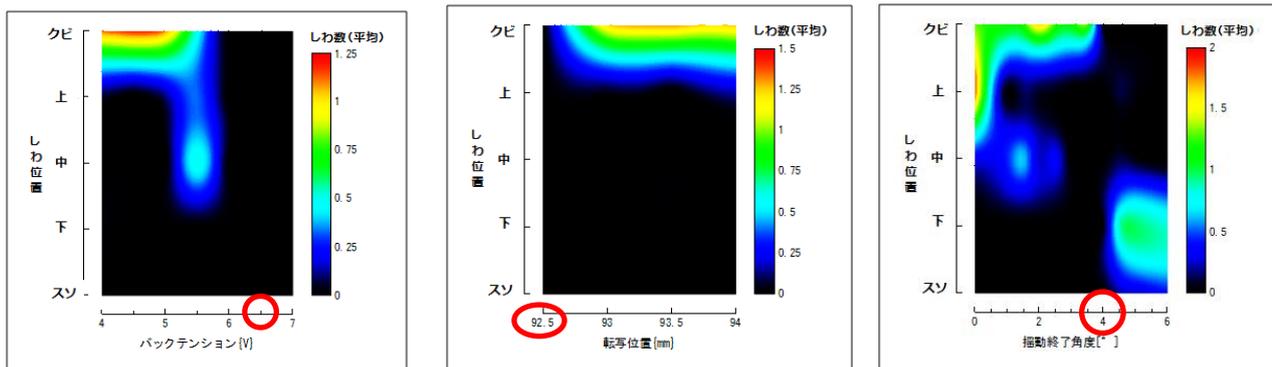


図5 各パラメータにおけるしわ位置としわ数(平均)の関係 (図中の丸で囲まれた所は原点条件値)

表1に試作サンプルのバックテンション、転写位置、揺動終了角度の水準を変えた時に発生したしわの数及び長さをまとめ、各パラメータのしわ発生状況をグラフ化したものを図5に示す。

バックテンションでは4V以下であると転写フィルムがたわんで転写自体がうまく行われず、5.5Vからしわ不良のサンプルが減少し、6V以上でしわが見られなくなった。しかし、7Vでは転写フィルムの絵柄が切れる不良が発生していた。しわの発生位置はどのサンプルもクビから上部側に見られた。

転写位置では原点条件の値に達しないと熱ロールまでの距離が不足して転写できず、92.5mmでしわ不良が無くなり、93mm以上になるとクビから上部側にしわが発生した。(表1、図5参照)

揺動角度では原点条件に比し揺動角度が広い場合ではワーク下部側にしわが発生し、狭い場合では上、中部側に発生している。対象のサンプルでは、揺動終了角度4°の場合振り角が5.8°であるが、ワーク寸法より求めた展開角($\theta \approx 1.16^\circ$)との関係が5倍で揺動角度と一致した。

4 おわりに

小径小テーパのワークにおいて、ワークの転写印刷条件としわ発生状況について、データベース化と解析を可能とし、適正条件を導く方法を確立した。

この方法を利用し、ワーク寸法から展開角を計算し、揺動角度の適正値を求めてから、バックテンションや転写位置のパラメータを変えながら試作を行い、しわ位置や数の状況をグラフ化して原点条件を視覚的に求めることで、適格な判定が可能となり、試作時間の短縮につながると考えられる。ただし、今回検討したワークは一種類だけのため、精度を上げるためには、更に数多くのサンプルを試して、データの蓄積と解析を行う必要がある。

また、今回作成したデータベースに今後試作を行ったデータを追加して利用することで、現場のノウハウの蓄積やしわ不良防止の解決につながるものと思われる。

表1 試作サンプルのしわに関する印刷結果

		しわ数(1本あたりの平均数)						しわ長(平均)	不良率
		全体	クビ	上部	中部	下部	スノ		
バックテンション(V)	7	0	0	0	0	0	0	0	—
	6	0	0	0	0	0	0	0	0
	5.5	1.33	0.5	0.33	0.5	0	0	2.83	0.35
	5	1.22	1.11	0.11	0	0	0	2.89	1
	4.5	1.21	1.21	0	0	0	0	3.79	1
転写位置(mm)	94	1.45	1.27	0.18	0	0	0	2.09	1
	93.5	1.33	1.33	0	0	0	0	2.22	0.9
	93	1.27	1.23	0.06	0	0	0	2	0.73
揺動終了角度(°)	5.6	1.22	0	0	0	0.89	0.33	1.11	0.9
	5	1.26	0	0.06	0.06	0.95	0.24	1.17	0.95
	4.5	1.43	0	0.14	0.14	0.93	0.21	1.21	0.7
	3.5	1.43	1.43	0	0	0	0	2.43	0.78
	3	1.14	1.14	0	0	0	0	1.57	0.88
	2.5	1.75	1.25	0.08	0.42	0	0	2.83	1
	2	2	1.7	0.1	0.2	0	0	2.8	1
	1.5	2.1	1.2	0.2	0.7	0	0	3.4	1
	1	1.6	1.2	0	0.4	0	0	3.1	1
0	3.5	1.3	1.85	0.35	0	0	2	1	
揺動なし	—	6.2	0	1.4	4.1	0	0	3.7	1
原点条件		・バックテンション：6.5V ・転写位置：92.5mm ・揺動終了角度：4°							

参考文献

- 1) 株式会社小林技研：“デジタル転写機取扱説明書”，(2016)

耐摩耗性に優れた高撥水ガラスの開発

佐伯 和彦* 竹澤 信隆* 飯塚 一智* 望月 章** 小林 俊一**

Development of Water-Repellent Glass with a High Abrasion Resistance

Kazuhiko SAEKI, Nobutaka TAKEZAWA, Kazutomo IIZUKA, Akira MOCHIZUKI and Toshikazu KOBAYASHI

ガラス基材に反射防止膜(AR)を成膜する際に、IAD法(イオンビームアシストデポジション)にアルゴンと酸素の混合ガスを用いることにより、平滑で緻密な膜を得た。このAR膜上に撥水剤をコーティングしたガラスは透明性及び高撥水性を有していた。この撥水剤コートガラスは、往復摩耗試験を行った後も撥水性及び透明性はほとんど変化せず耐摩耗性を有していた。また、防汚性にも優れた撥水性ガラスであることが明らかとなった。

Key Words: 撥水, ガラス, 耐摩耗, 電子ビーム蒸着

1 はじめに

光学ガラスは、デジタルカメラ及び液晶プロジェクター等のデジタル関連機器、スマートフォン・タブレット端末、監視カメラ、車載カメラ、顕微鏡・天体望遠鏡などの光学機器に使用されている。光学関連機器の市場の増加に伴い光学ガラスの需要も増加が期待されている。しかし、新興国の台頭による価格競争の激化など厳しい状況が続くことが予測される。これらのことから、高機能な製品の開発等による競争力強化が課題となっている。

高機能化のために、ガラス表面に機能性を付与することが行われている。その一つとして、ガラス表面に防曇性や防汚性の機能を持たせ、視認性の向上や汚れ防止の効果を有したガラスの開発が行われている^{1)~3)}。これらの機能を持たせるために、フッ素化合物を原料に用いて、撥水性を示すガラスの表面処理が行われている。

しかし、特に屋外での実用化には、撥水性の持続性も必要である⁴⁾。そこで、本研究では、屋外での使用も可能な耐摩耗性に優れた撥水ガラスの開発を行った。

2 研究の方法

2.1 反射防止膜の成膜と評価

ガラス基材に反射防止(AR)膜の成膜を行った。AR膜は電子ビーム(EB)蒸着装置を用いて成膜し、最上層はシリカ(SiO₂)膜とした。EB蒸着する際に、IAD(イオンビームアシストデポジション)を併せて用いた成膜も行い、IADを用いない結果と比較した。以降、IADを用いないAR膜をn-ARと表記する。IADには、アル

ゴン(Ar)、酸素(O₂)、及びアルゴンと酸素の混合ガス(Ar+O₂)の3種類のガスを用いた。以降、それぞれのAR膜をAr-AR、O₂-AR、(Ar+O₂)-ARと表記する。

得られた膜について表面形状をプローブ顕微鏡(SII製SPI3800N)で観察した。観察は5μm四方の観察を行い、表面粗さRa値を求めた。

AR膜の硬さは、超微小押し込み硬さ試験機(エリオニクス製ENT-1100a)を用いたナノインデンテーション試験により求めた。測定は、ダイヤモンド製三角すい圧子(バーコビッチ圧子)を用い、荷重1mNで行った。

2.2 撥水膜コーティングと耐摩耗性の評価

撥水材のコーティングは、AR膜上にEB蒸着装置を用いて行った。コーティング後の評価は透明性を外観観察で評価し、水接触角は接触角計(協和界面科学製DMS-400YS)で評価した。また、撥水膜の表面観察は、プローブ顕微鏡を用いて行った。

摩耗試験は往復型摩擦摩耗試験機(新東科学製HEIDON)を用いて、シルボン紙に500gの荷重をかけ、往復スピード30mm/分、移動距離30mm、往復3,000回表面を擦ることにより行った。この摩耗試験後のガラスの透過率と水接触角を摩耗試験前と比較することにより耐摩耗性を評価した。また、摩耗試験後のサンプルの摩耗部を油性マジックのインクを付着させた後、布でふき取ることにより、撥水膜の防汚性に関する耐摩耗性評価も行った。

3 結果及び考察

3.1 反射防止膜の表面特性

図1にAR膜のプローブ顕微鏡観察結果を示した。IAD無しのn-AR(a)では、小さな粒状のシリカ微粒子が観察される。IAD有りの試料(b)、(c)、(d)では、(d)の(Ar+O₂)混合ガスを用いた結果が、IAD無も含めて最もドロップレットが少なく、Ra値が

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

** 株式会社大正光学

1.3nm と最も平滑な膜が得られた。よって以降は、試料(d)を最適な試料とし試験に用いた。

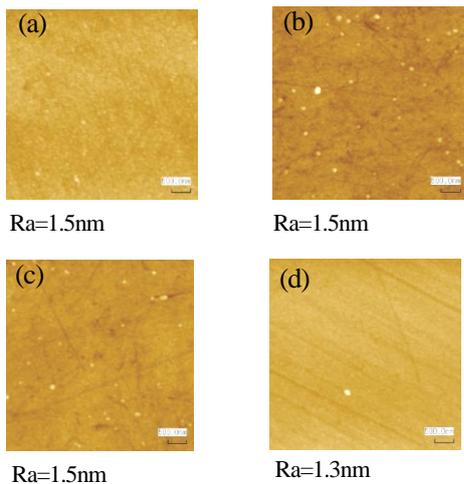


図1 シリカ膜のプロープ顕微鏡観察結果
(a) n-AR, (b) O₂-AR, (c) Ar-AR, (d) (Ar+O₂)-AR

図2に(Ar+O₂)混合ガスを用いた(Ar+O₂)-ARのナノインデンテーション試験の結果をIAD処理無しのn-ARの結果とともに示した。n-ARと(Ar+O₂)-ARの押し込み硬さはそれぞれ、6.5GPa, 8.6GPaであった。IADによりAR膜の硬さが硬くなり、プロープ顕微鏡観察の結果と同様に、膜は緻密になったことが確認できた。

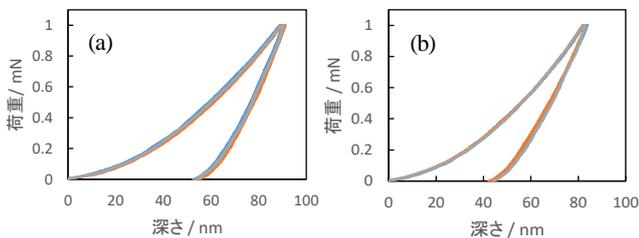


図2 シリカ膜のナノインデンテーション試験結果
(a) n-AR, (b) (Ar+O₂)-AR

3.2 撥水膜コーティングと耐摩耗性

図3に(Ar+O₂)-ARに撥水剤をコーティングした前後のプロープ顕微鏡観察の結果を示した。以降、撥水剤コーティング後のAR膜を(Ar+O₂)-AR-Fと表記する。コーティング後(b)では撥水

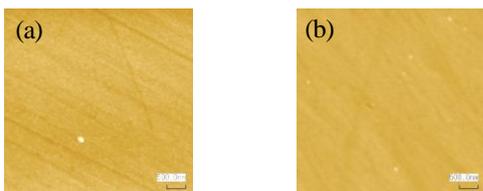


図3 撥水材コーティング前後のプロープ顕微鏡観察結果
(a) (Ar+O₂)-AR, (b) (Ar+O₂)-AR-F

剤の凝集がなく平滑な表面が観察される。また、撥水膜がコートされた後もコーティング前(a)の表面と同様な表面状態が観

察されていることから、撥水膜はごく薄く(約数十nm以下)成膜されていると考えられる。

図4に、図3で示した試料に撥水剤をコーティングした前後の接触角測定の結果を示した。コーティング前の膜(a)の最表面はSiO₂膜であるため、接触角27°の親水性を示した。コーティング後(b)では、接触角115°となり高撥水性が得られたことが確認できる。

図5に撥水剤コーティング後(a)の(Ar+O₂)-AR-Fとこの試料の摩耗試験を行った後(b)の接触角測定結果を示した。以降、摩耗試験後の試料を(Ar+O₂)-AR-F-Aと表記する。摩耗試験前は接触角115°であり、摩耗試験後は113°と接触角はわずか2°の低下であることから、撥水膜は耐摩耗性を有していることが確認できた。

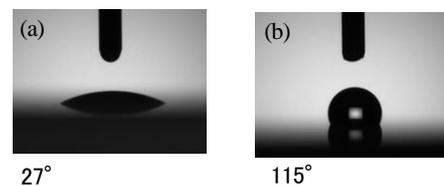


図4 撥水剤コーティング前後の接触角測定結果
(a) (Ar+O₂)-AR, (b) (Ar+O₂)-AR-F

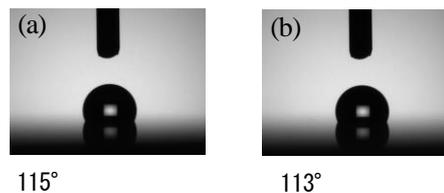


図5 摩耗試験前後の接触角測定結果
(a) (Ar+O₂)-AR-F, (b) (Ar+O₂)-AR-F-A

次に、光透過性の評価として、摩耗試験前(b)と後(c)の光透過度の変化を調べた。図6に撥水剤をコーティングする前(a)の(Ar+O₂)-ARの測定結果と併せて示した。撥水剤コーティング前

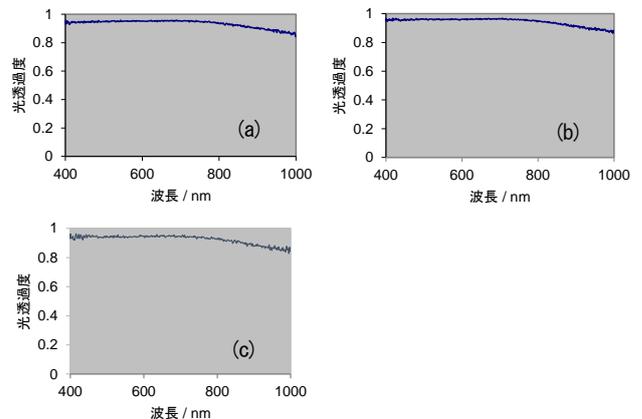


図6 撥水剤コーティング前後及び摩耗試験後の透過度測定結果
(a) (Ar+O₂)-AR, (b) (Ar+O₂)-AR-F, (c) (Ar+O₂)-AR-F-A

後の試料(a)と(b)の光透過度は、ほぼ同じであることから撥水剤は薄く均一にコーティングされたことが確認できた。摩耗試

験後の試料(c)も摩耗試験前(b)とほぼ同じであることから、光を乱発射するような表面の荒れがないことを示しており、撥水膜は耐摩耗性を有していることが確認できた。

図7に(Ar+O₂)-AR-F-Aの撥水膜の防汚性評価を行った結果を示した。摩耗試験を行っていない非摩耗部は、油性マジックのインクをはじき、拭き取りによりきれいに拭き取れた。摩耗試験を行った摩耗部についても非摩耗部の場合と同じく、インクをはじき、拭き取りによりきれいに拭き取ることが可能であったことから、この試験においても耐摩耗性を有した撥水膜であることを確認できた。

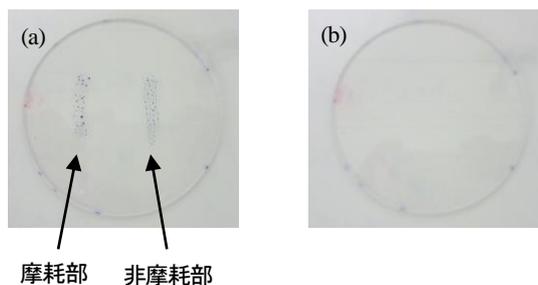


図7 (Ar+O₂)-AR-F-Aの防汚性評価の結果
(a)拭き取り前, (b)拭き取り後

4 おわりに

本研究では、耐摩耗性を有する撥水ガラスの開発を目的に、AR膜の成膜条件と膜特性及び撥水剤のコーティング条件と撥水性並びに耐摩耗性について検討した結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) アルゴンと酸素の混合ガスを用いたIADにより平滑で緻密なAR膜が得られた。
- (2) 撥水剤をコーティングしたガラスは、透明で接触角115°の高い撥水性を有している。
- (3) 撥水剤をコーティングしたガラスは、摩耗試験後においても透明性及び撥水性の低下はほとんどおこらず、耐摩耗性を有している。
- (4) 摩擦試験後に付着させた油性インクの拭き取り試験の結果、防汚性にも優れている。

参考文献

- 1) 赤松佳則: "NEW GLASS", 21(3), 27, (2006)
- 2) 牧田研介, 赤松佳則: J. Ceram Soc. Japan, 105, 1012, (1997)
- 3) 竹厚流, 櫻井彩香: "表面技術", 67, 485, (2016)
- 4) 林泰夫, 松本潔: J. Ceram Soc. Japan, 102, 206, (1994)

酸化チタン-炭素系リチウムイオン電池負極材料の創製

竹澤 信隆* 佐伯 和彦* 山畑 雅之* 松本 泰治* 関根 靖由** 奥山 杏子**
郡司 進** 仙名 保*** 折田 大助**** 鈴木 昇****

Development of TiO₂-Carbon Anode Materials for Lithium-ion Batteries (LIB)
Nobutaka TAKEZAWA, Kazuhiko SAEKI, Masayuki YAMAHATA, Taiji MATSUMOTO, Yasuyoshi SEKINE,
Kyoko OKUYAMA, Susumu GUNJI, Mamoru SENNA, Daisuke ORITA and Noboru SUZUKI

リチウムイオン電池 (LIB) は高性能2次電池の主流であり、モバイル機器をはじめ、自動車や航空機、家庭用蓄電池用途として幅広く利用されている。しかしながら、稼働時間や発火のリスクに課題があり、電池の大容量化や安全性の確保が急務とされている。我々は、現行の負極用電極材料 (以下、負極材料) であるグラファイト系の材料と比較して、発火のリスクが極めて低い素材である酸化チタンを LIB 用負極材料として提案している。酸化チタンを負極材料として用いる場合、酸化チタンに酸素欠陥を導入することで、電池性能が向上することが報告されており、我々は、従来よりも環境低負荷な技術であるメカノケミカル反応を用いて酸化チタンと炭素材料とを混合粉碎することで、酸化チタン表面へ酸素欠陥を導入した負極材料を開発した。また、この負極材料は、酸化チタン粒子がカーボンでコーティングされたコアシェル構造を有していた。開発した負極材料はリチウムイオン電池用電極材料として優れた性能を示すことが期待された。

Key Words: LIB, リチウムイオン, 電極材料, 酸化チタン, メカノケミカル反応

1 はじめに

リチウムイオン電池 (LIB) は、高性能二次電池として実用化が進み、電気自動車や航空機にも搭載されている。しかしながら、その性能は未だ市場要求を満足させるものではなく、電気自動車においては、500km 程度の航行距離実現に向けて、容量について現行比2倍以上の高密度化が求められている。一方、航空業界においては、電気推進化が進行しており、容量の高密度化へのニーズは、現行比5倍程度とされている。現行の LIB 用負極材料はグラファイト系の材料であるが、将来的に高密度なキャパシタ (電解質) が実用化される際は、あわせて急速充電へ耐えうる新たな電極材料が必要となる。このような負極材料として、化学的に安定で、発火のリスクが極めて低い酸化チタン (TiO₂) が候補の一つとされている。酸化チタンを負極材料として用いる場合、酸化チタンに酸素欠陥を導入する表面処理により、電池性能が向上することが報告¹⁾されている。我々は、簡便かつ環境に優しい表面処理技術として、ボールミルを基本としたメカノケミカル反応を用いる手法²⁾を提案している。メカノケミカル反応とは、固体物質の粉碎過程での摩擦、圧縮等の機械的エネルギーにより局部的に生じる高いエネルギーを利用する化学反応のことである。遊星型ボールミルは、ボールミルの中でも、ポットが同時に自転公転するため、より大きな遠心力を与えることが可能であり、試料に投入できるエネルギーが多く、高いメカノケミカル効果が期待できる。また、ア

ム式ボールミル (日本コークス工業㈱ 商品名「アルケミ」) は、アームがボールと試料を複雑かつ均質に攪拌粉碎するため、メカノケミカル効果が高いながらも工場生産レベルへのスケールアップが容易な粉碎装置である。これらの装置を用いたメカノケミカル反応を活用する表面処理手法は、高温や、薬品を使用した還元処理ではないため、廃液処理が不要であり、省エネルギーに直結する表面処理技術として期待できる。

そこで本研究では、新規電極材料として酸化チタンの中でも特に電子の受容に優れるとされる酸素欠損型酸化チタン・カーボンコンポジット (TiO_{2-x}:C, 以下, TCN) に着目し、その製造方法を確立することを目的とした。具体的には、原料に一般的な素材である酸化チタンの粉末、還元剤に炭素材料を用い、メカノケミカル反応により、低コストで TCN を作製する手法を検討した。

2 研究の方法

2.1 試料

原料にはアナターゼ型光触媒用酸化チタン (TiO₂(T): 比表面積値 50m²/g, or TiO₂(S): 比表面積値 65m²/g (昭和電工 FP-6A)) を用いた。還元剤となる炭素源として、炭化水素ポリマーであるポリプロピレン (セイシン企業 PPW-5) (以下, PP) を用いた。また、導電性を改善する添加剤として、アセチ

*栃木県産業技術センター, **日本コークス工業株式会社,

静岡大学, *宇都宮大学

レンブラック（以下、AB）あるいは、キッチンブラック（以下、CB）を用いた。

2. 2 試料の混合粉碎

試料の混合粉碎は、2つの装置で実験を行った。まず、遊星型ボールミル（株式会社セイシン企業：PM1200）を用いて、メカノケミカル反応を起こす粉碎条件を確立した。還元を引き起こすための粉碎処理として、TiO₂に対してPPを1~10%（特にことわらない限り、mass%）とした。導電性を与える実験においては、TiO₂に対してAB（あるいはCB）を約10%とした。また、スケールアップが可能な生産機であるアーム式ボールミル（日本コークス工業株式会社 アルケミ AL-01）においても、メカノケミカル反応を伴う混合粉碎条件を検討した。

2. 3 評価

調製した試料は、X線回折装置（以下、XRD）（リガク RINT 2550H）、ESRスペクトロメーター（ブルカー ELEXSYS E850）により、構造を評価した。また、分光光度計（JASCO V-670）により紫外可視光拡散反射スペクトル（DRS）を測定した。また、透過型電子顕微鏡（日本電子 JEM-2010）（以下、TEM）により、微細構造を評価した。

3 結果及び考察

3. 1 混合粉碎条件の確立

3. 1. 1 メカノケミカル効果

図1に、酸化チタンへPPを1~10%添加し、遊星型ボールミルを用いて混合粉碎した試料のXRD測定結果を示す。アナターゼ型の酸化チタンは、混合粉碎によるメカノケミカル反応によってルチル型へ変換するため³⁾、非ルチル構造に帰属されるピークの面積（S1）とルチル構造に帰属されるピークの面積（S2）との比（ $S=S1/S2$ ）により、メカノケミカル効果を評価した。その結果、PPとの3時間の粉碎において、PPの量が多い粉碎条件ほど、非ルチル構造が多く残存しており、PPは量が多いと粉碎時に緩衝材として働くため、メカノケミカル効果が弱まることを確認した。

これらの試料について、DRSの測定結果を図2に示す。酸化チタンは、PPの量が少ない粉碎条件ほど可視光の吸収が増大しており、着色の度合いが増加した。着色は、PPの分解によって生成したカーボンと、酸化チタンへの酸素欠陥生成の寄与⁴⁾によるものであり、PPの量が少ない粉碎条件ほどメカノケミカル反応が進行したことを示すXRDの結果と一致している。

また、PPの量を10%とした混合粉碎処理試料の吸収端は、僅かに低波長側にシフトしていた。これは、アナターゼ型の酸化チタンは、ルチル型よりも低波長側における吸収がないことによる。

3. 1. 2 酸素欠陥の導入

図3に、酸化チタンへPPを1~5%添加し、遊星型ボールミルを用いて混合粉碎した試料の液体窒素温度（77K）におけるESR

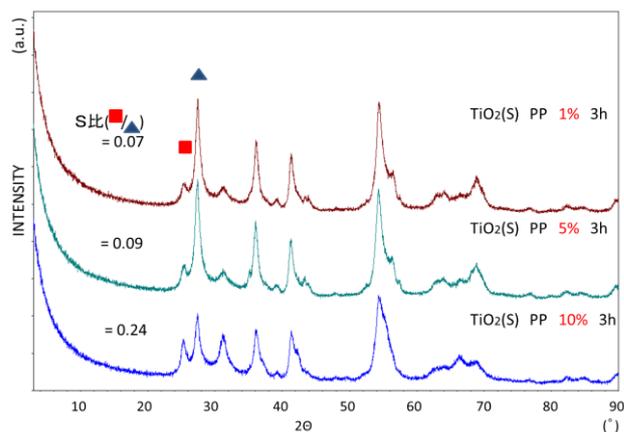


図1 PPと混合粉碎した試料のXRDパターン

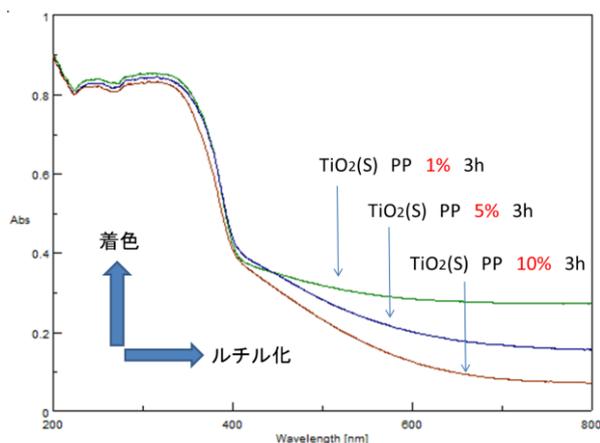


図2 PPと混合粉碎した試料のDRS測定結果

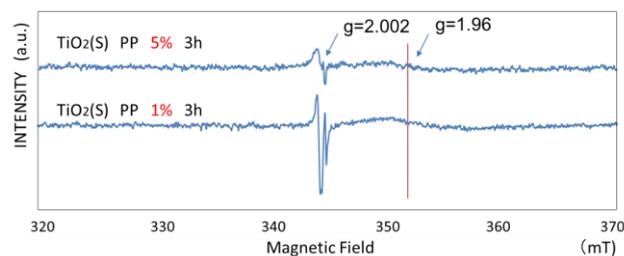


図3 混合粉碎した試料のESRスペクトル

測定結果を示す。ESRスペクトルには、鋭いピーク（ g 値:2.002）と、ブロードなピーク（ g 値:1.96）が確認できた。 g 値が2.002の鋭いピークは、カーボンのダングリングボンドと、 sp^2 の構造に由来する π 結合に帰属される⁵⁾。これらは、メカノケミカル反応により、PPが非晶質のカーボンに変質する際に生成したものと考えられる。また、PPの量が少ない粉碎条件におけるピークが大きく、PPの構造が変化する量についても、PPの量を少なくすることで大きいメカノケミカル効果が効果を得られることが分かった。

一方、 g 値が1.96のピークは、 Ti^{3+} に帰属される⁶⁾。酸化チタン（TiO₂）中のチタンは Ti^{4+} であることから、チタンの一部が還元され、酸化チタン中に酸素欠陥が導入されていることが証明された。 g 値が1.96のピークについても、 g 値が2.002のピークと同様に、PPの量が少ない試料において大きく、カーボンのダ

ングリングボンドの量とともに、酸素欠陥の量も増えていた。このことから、カーボンのダングリングボンドにより、酸化チタン中の酸素が引き抜かれたと考えられた。

3. 2 電極材料の評価

3. 2. 1 導電性の付与

導電性の付与を目的とし、酸化チタンにABを10%添加して遊星型ボールミルを用いた混合粉碎により作製した試料のTEM観察の結果を図4に示す。TEM写真から、酸化チタン粒子の周囲を層状の物質がコーティングしている様子が確認できる。これは、混合粉碎によるメカノケミカル効果により、ABの一部が酸化チタンとの界面においてグラフェンもしくはグラファイト状に結晶化したことを示唆する。

3. 2. 2 電池特性の評価

この試料を負極材料としてリチウムイオン電池を組み、電池特性を評価した結果を図5に示す。試作した電極材料は50サイクル以上の充電放電が可能であり、リチウムイオン電池用負極材料として正常に作動した。また、充放電時のエネルギー損失がなく、208mAh/gと高い値で安定し、電極材料の性能は良好であった。

3. 3 酸素欠損型酸化チタン・カーボンコンポジット (TCN) の作製

3. 3. 1 導電特性の向上

酸素欠陥の導入と良好な導電性を両立する電極材料 (TCN) の作製を目指し、酸化チタンと混合粉碎する最適な添加剤の種類と量を調整した。具体的には、混合する導電材の一部を還元剤 (PP) に置換することとした。また、導電材は、ABと同じ炭素系であり、ABよりも電池材料に適しているとして市場で採用されているケッチェンブラック (CB) とした。試作したTCNの導電性は良好であり、PPとCBを混合粉碎することの有効性が確認できた。

3. 3. 2 アーム式ボールミルを用いたTCNの試作

遊星型ボールミルの粉碎条件をベースとして、生産機モデルであるアーム式ボールミルに適した粉碎条件を決定 (ボール: ジルコニア製10mm径, 60vol%量, 回転速度: 400rpm, 試料量: 6g) した。試料の混合組成は前項 (酸化チタン (S) + PP + CB) のとおりとした。

図6に、XRDによる測定結果を示す。その結果、酸化チタンの構造は、3hの粉碎により、粉碎前のアナターゼ型及び準安定相として生成されたブルッカイト型は、全てルチル型に変換しており、TCNはメカノケミカル反応を伴う混合粉碎処理により作製できていることが確認できた。また、アーム式ボールミルを用いた混合粉碎により得られたメカノケミカル効果は、構造変化に関する限り、遊星型ボールによる効果 (図1) を上回るものであった。

また、この混合粉碎試料 (TCN) は、リチウムイオン電池用負極材料として順調に作動することが確認できた。

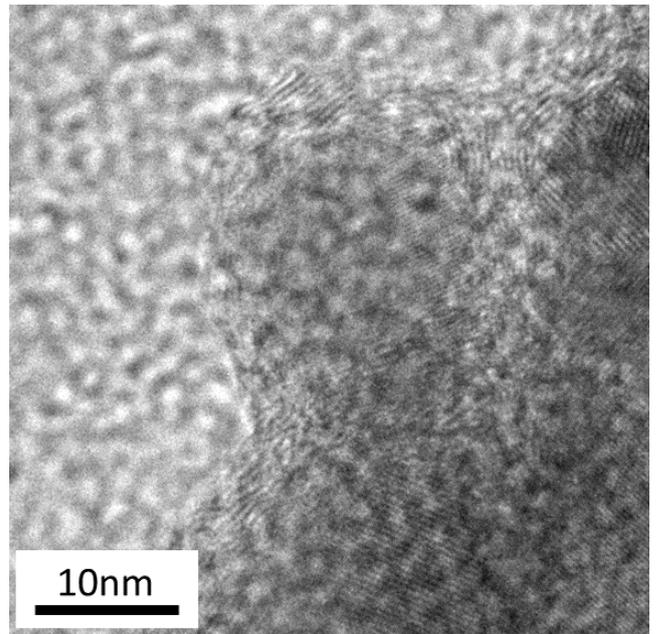


図4 ABと混合粉碎処理した試料のTEM写真

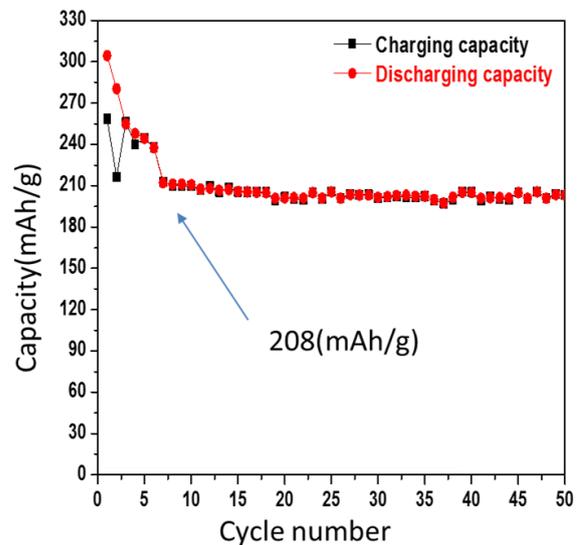


図5 ABと混合粉碎した試料の電池特性

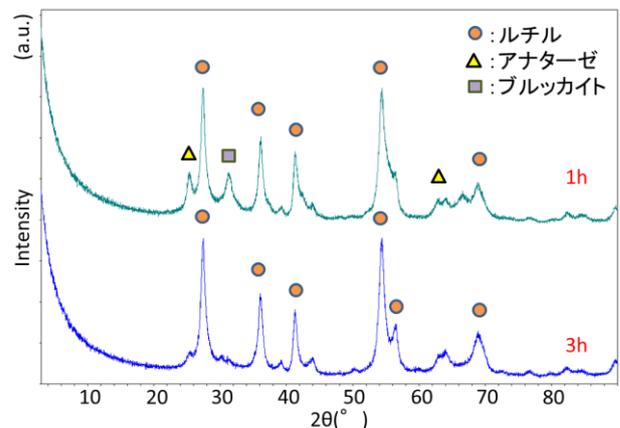


図6 アーム式ボールミルを用いて混合粉碎した試料 (酸化チタン+PP +CB) のXRDパターン

電池特性については引き続き評価中であり、TCN には Ti^{3+} が導入されていることから、AB10%と混合粉碎して作製した先の電極材料（図5）と比較して電池容量や応答性が向上することが期待される。

4 おわりに

発火リスクがなく比較的安価な素材である酸化チタン粉末と炭素材料を用い、メカノケミカル反応とその後の還元焼成により、低コストでTCN を作製する手法を検討し、次のような成果が得られた。

- 1) 酸化チタンはPPとのメカノケミカル反応を用いた混合粉碎により、酸化チタンの部分還元を実現できることがDRS測定やESR測定により明らかになった。
- 2) 酸化チタンはABとのメカノケミカル反応を用いた混合粉碎することで、酸化チタンがカーボンでコーティングされたコアシェル構造をとることがTEM観察により分かった。

3) 開発した電極材料は、リチウムイオン電池の負極材料として作動することが確認できた。

4) スケールアップが可能な生産機モデルであるアーム式ボールミルにおいて、酸素欠損型酸化チタン・カーボンコンポジット（TCN）を試作し、TCNはリチウムイオン電池用負極材料として順調に作動することを確認した。TCNには Ti^{3+} が導入されていることから、電池容量や応答性が向上することが期待される。

参考文献

- 1) Yaqi Ren, et al. : *Electrochim Acta*, 138, 41-47, (2014)
- 2) Mamoru Senna, et al. : *J. Solid State Chem.*, 187, 51-57, (2012)
- 3) 竹澤信隆ら : “栃木県産業技術センター研究報告”, 14, 26-28, (2017)
- 4) Edgar Ventosa, et al. : *Chem Sus Chem*, 7, 2584-2589, (2014)
- 5) 松原恵子: “炭素”, 181, 41-43, (1998)
- 6) Mario chiesa et al. : *Angew. Chem. Int. Ed.*, 56, 2604-2607, (2017)

歯切工具の高性能化を目指したドライコーティング技術の開発

竹澤 信隆* 伏木 徹* 佐伯 和彦* 五月女 英平* 中野 佑一*
加藤 秀夫** 坂本 直紀** 井上 至** 岩崎 光洋** 杉山 裕一** 中尾 敬治*** 今田 吉一*** 藤崎 光生***

Development of Arc Ion Plated Hard Coatings for High-Performance Hob-cutter
Nobutaka TAKEZAWA, Toru FUSEGI, Kazuhiko SAEKI, Hidehira SOUTOME,
Yuichi NAKANO, Hideo KATO, Naoki SAKAMOTO, Itaru INOUE, Mitsuhiro IWAZAKI, Yuichi SUGIYAMA
Keiji NAKAO, Yoshikazu KONTA and Mitsuo FUJISAKI

歯切工具（ホブ）にコーティングされている機能性膜の密着性・表面性状・硬度等を向上させ、従来の2.5倍の切削寿命をもつ新たなコーティング技術を開発することを目的とし、AlCrN膜をベースとして、4種類の新規コーティング膜（AlCr-New改, α , β , γ ）を試作した。これらのコーティング膜は、当初の開発目標とした密着性：HF1, 表面粗さ Ra: $<0.1 \mu\text{m}$, Rz: $<1.5 \mu\text{m}$, 動的摩擦係数： <0.5 , 硬さ： $>21 \text{GPa}$, をいずれも上回る性能を有していた。特に、 γ は、しゅう動距離60mまで低い摩擦係数（0.2以下）を維持し、摩擦特性において優れた特徴を示した。また、 γ は、切削性試験においても最も優れた性能を示したことから、 γ をホブ用コーティング膜として選定した。なお、 γ の靱性を圧子圧入法で評価した結果、亀裂は生じず、十分な靱性値を有していた。さらに耐熱性を試験した結果、 γ は大気雰囲気において1,000°Cの熱処理後も密着性を維持していることを確認した。 γ をコーティングしたホブで実際に歯車を切削加工した結果、目標を上回る従来の4.7倍の長寿命化を実現した。

Key Words: AIP, ホブ, AlCrN, 耐摩耗性, 逃げ面摩耗

1 はじめに

金属材料の加工に使用される工具は、被削材との激しい接触しゅう動環境下で使用されるため、優れた耐摩耗性が要求されている。切削加工中の工具摩耗は、一般的に最表面から内部に向けて進行する。現在の工具は、最表面のみを耐摩耗性に優れた物質に置換するコーティングと呼ばれる手法により製造されるものが性能及びコスト面ともに優れることから主流となり、広く用いられている。また、切削性能が低下した際には、再コーティングを施すことにより、新品同様の性能を発揮できることも大きな魅力である。

歯車作製の専用工具である歯切工具（ホブ）は、被削材の材質がクロム・モリブデン鋼鋼材に代表される硬い難削材であることから、一層の高性能化が求められている。現在、工具メーカーによるホブ用コーティング膜は、いずれもアークイオンプレーティング（以下、AIP）法で成膜されたTiN膜、あるいは耐摩耗グレードとしてのAlTiN膜である。㈱アイ・シー・エスによるホブ用コーティング膜は、同じくAIP法を用いるものの、独自の改良を加えたAlCrN膜を採用している。いずれも密着性や表面性状に課題があり、長寿命化を実現する新しいコーティング膜の開発が期待されている。

そこで本研究では、ホブにコーティングされている機能性膜の密着性・表面性状・硬度等を向上させ、従来の2.5倍の切削寿命をもつ新たなコーティング技術の開発を最終目標としている。その中で、従来のAlCrN膜をベース材料として開発した4種類の新規コーティング膜から、ホブに最適な膜を選定するとともに、実際にホブにコーティングを施し、その切削性を評価することを目的とした。

2 研究の方法

2.1 コーティング膜

従来のAlCrN膜をベースとして、AlCr-New改（従来の膜組成で成膜条件を改良）、 α （アルミ量増加による耐熱性向上）、 β （異元素ドーピングによる高強度化）、 γ （ α と β のナノ多層膜）の4種のコーティング膜を試作した。特性評価用のテストピース（ $\phi 50\text{mm} \times 4\text{mm}$ ）は、材質を実際の工具材と成分構成が近いDEX40とし、4種の膜をいずれも新規AIP装置（神戸製鋼）を用いてPVDコーティングにより作製した。なお、耐熱性評価用のテストピースは、高耐熱性材料であるインコネル614（ $20\text{mm} \times 20\text{mm}$ ）とした。切削性評価用のテスト工具は、ホブを模した形状で設計（後述）し、テストピースと同条件にてコー

*栃木県産業技術センター, **株式会社アイ・シー・エス,

***大久保歯車工業株式会社

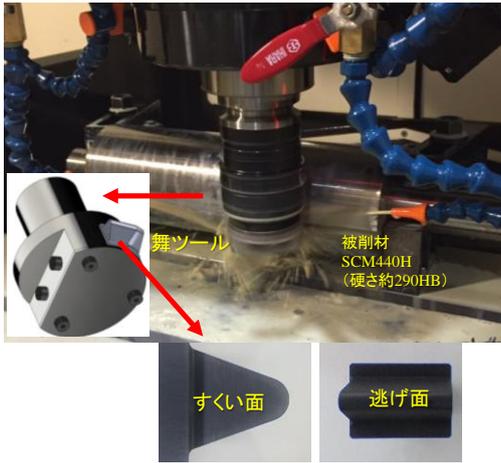


図1 工具摩耗試験

表1 切削条件

切削速度	120 m/min (477 rpm)
送り速度	0.125 mm/tooth
切込深さ	8.5 mm
切削液	水溶性
切削方向	ダウンカット

ティング処理を施した。また、いずれの膜にも、ホブ自動ラッピング装置（日本スピードショア株式会社）を用いて仕上げ処理を施した。

2.2 コーティング膜の特性評価

コーティング膜の表面粗さは、ハイブリッド顕微鏡(キーエンス VN-8000)により測定した。摩擦摩耗特性は、ピンオンディスク型摩擦摩耗試験機(新東科学 HEIDON TIPE:20)により、ぬれ性は、接触角計(協和界面科学 DMS-400YS)により、硬さ特性は、ナノインデント(エリオニクス ENT-1100a)により評価した。また、膜の密着性は、スクラッチ試験機(レスカ CSR-5000)で評価した。膜の構造は、X線回折装置(以下、XRD)(リガク RINT2550H)を用いて評価した。靱性は、マイクロピッカース硬さ試験機(フューチュアテック FM-ARS10K)

表2 膜特性の評価結果

	AlCr(従来膜) (多層)	AlCr-New改 (多層)	α (単層)	β (多層)	γ (積層)	目標値
密着性 (N:2)	44.3N ◎	43.3N ◎	26.4N ○	24.9N ○	36.7N ◎	HF1 (24.9N)
表面粗さ	Ra:0.15 μ m Rz: 2.1 μ m x	Ra:0.02 μ m Rz: 0.4 μ m ◎	Ra:0.03 μ m Rz: 0.4 μ m ◎	Ra:0.02 μ m Rz: 0.5 μ m ◎	Ra:0.02 μ m Rz: 0.4 μ m ◎	Ra: < 0.1 μ m Rz: < 1.5 μ m
動的摩擦係数 (vs S U J 2)	0.3(<10m) ○	0.2(<10m) ○	0.2(<10m) ○	0.2(<10m) ○	0.2(<60m) ◎	< 0.5
ぬれ性 (出光 HS-32) (N:10)	接触角 18° ◎	接触角 20° ◎	接触角 17° ◎	接触角 18° ◎	接触角 20° ◎	—
硬さ (N:3)	24 GPa ○	33 GPa ◎	30 GPa ○	38 GPa ◎	34 GPa ◎	21 GPa (HVc:2000)

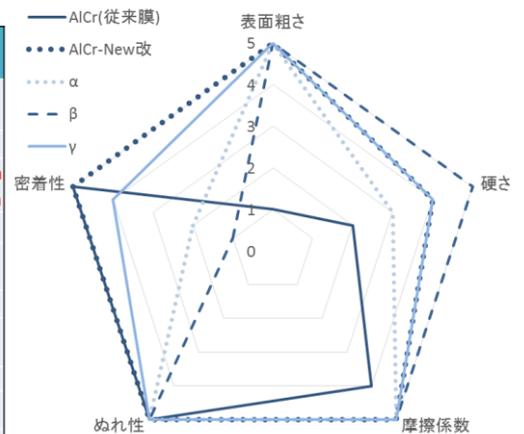


図2 膜特性のレーダーチャート

及びナノインデント(前述)により評価した。

2.3 切削性の評価

コーティング膜種の異なる舞ツールを用い、クロム・モリブデン鋼 (SCM440H JIS) を切削したときの工具摩耗について調べた。ただし、図1に示す舞ツールの母材および形状は、歯切り用の高速度鋼製ホブカッターの形状に基づき、同材種ですくい角 6°、逃げ角 12°、ノーズ半径 2mm とした。舞ツールの刃先回転半径は 40.06 mm である。三軸縦型マシニングセンタ (YASDA YBM640 Ver. 3) の主軸にツールホルダを介して舞ツールを把持し、表1の切削条件で直径 150 mm、長さ 300 mm のクロム・モリブデン鋼を切削した。切削距離に対する逃げ面摩耗幅をデジタル顕微鏡(キーエンス VHX-100)にて測定した。

3 結果及び考察

3.1 コーティング膜の選定

3.1.1 特性評価結果

表2に、開発したコーティング膜及び、従来のコーティング膜の特性を評価した結果と開発目標値を示す。開発した4種類の膜は、いずれも評価項目において目標値を超えた。

密着性は、従来膜よりも低い値となっているが、これは前処理の際、3次元形状における密着性を改善することを目的として、プラズマを薄く広げてボンバード処理を施したことによるものである。ここでは示さなかったが、製品全体に均一にボンバード処理を施せるようになったことで、フラットなテストピースにおける密着性はやや低下したものの、凹部においても十分な密着性を発現できるようになっている。

開発膜は、従来膜の切削油との良好なぬれ性を維持したまま、表面性状に優れ、硬質な膜を実現できている。

一般的に、接触角はWenzelらによる次式(1)に従うことが知られている¹⁾。

$$r = \cos \theta' / \cos \theta \quad (1)$$

ここで r は粗度 (= 粗面の表面積/見かけ(平坦面)の表面積, 1

以上), θ' は見かけの接触角, θ は粗面上の接触角である。

ぬれ性がよい $\theta < 90^\circ$ のときには, $\theta' < \theta$ であり, r が大きくなるほど, θ' は小さくなる。つまり, (1) 式は, 表面粗さが粗くなるほど, よりぬれやすくなる性質を示す。

新規コーティング膜は, 耐摩耗性を向上するためにドロップレットの低減を図ったことで表面粗さを改善しており, 理論上はぬれにくくなると想定される。しかしながら, 仕上げ工程のラッピング処理により新たに微細なくぼみを生成し, 適度な凹凸 ($R_a : 0.02 \mu\text{m}$, $R_z : 0.4 \sim 0.5 \mu\text{m}$) に制御したことで表面粗度を維持することができ, 良好なぬれ性を示したと考えられる。

先程の5項目の評価結果を, 5段階のレーダーチャートで評価した結果を図2に示す。レーダーチャートは, 各評価項目のバランスを視覚的に把握し, 特徴を理解し易くする手法として知られている。

いずれも目標値を上回る4種の開発膜について, α 及び β の膜は, 従来膜と同様にいびつな形状を示した。一方, AlCr-New改及び γ は, きれいな五角形の形状を示し, 特性のバランスが良い膜であることが分かり, この2種の開発膜をホブ用コーティング膜の候補とした。

続いて, この2種類の膜について, 摩擦特性を評価した結果を図3に示す。摩耗試験初期の摩擦係数は, AlCr-New改, γ ともに0.2と低く, 目標値の0.5を下回ったが, γ は, 低い摩擦係数の状態を, AlCr-New改と比較して, 6倍以上のしゅう動距離において維持した。

このことは, AlCr-New改の摩耗が, γ と比較して早い段階で進むことを示している。切削工具の摩耗は, 機械的摩耗 (アブレシブ, 疲労) と化学的摩耗 (酸化, 凝着, 拡散など) が複

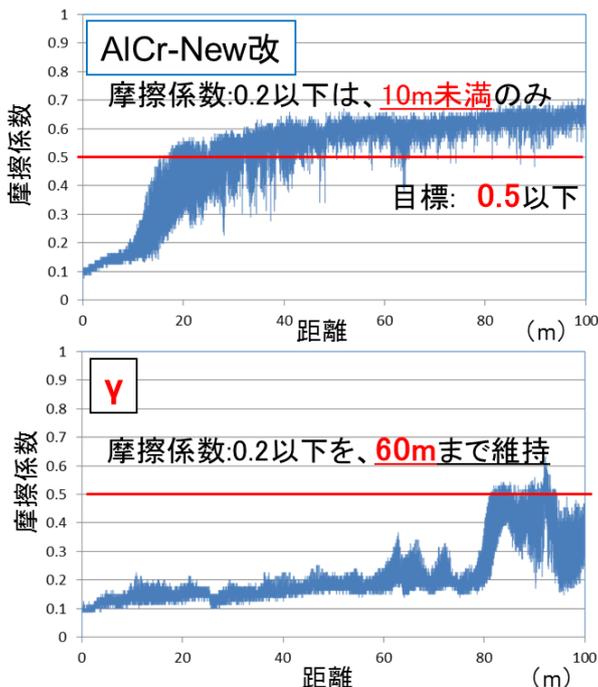


図3 ピンオンディスク型摩擦摩耗試験結果

合した形で進行し, 機械的な摩耗の代表であるアブレシブ摩耗は, 表面の突起同士の衝突による突起の脱落, あるいは界面に存在する硬質粒子の掘り起こし作用によるものとされている²⁾。しかしながら, AlCr-New改と γ は同等の表面粗さを有するため, 両者間の摩耗量の差は, 化学的摩耗に起因することも検討が必要であり, このメカニズムについては, 次項以降で改めて議論する。

γ の摩擦特性が AlCr-New改を上回るとは, γ をコーティングした工具を用いた切削において, 切削抵抗の低下が見込めるため, γ は AlCr-New改よりも, 優れた切削性能を示すことが期待される。

3. 1. 2 切削性評価結果

図4に切削距離に対する逃げ面の摩耗観察結果を示す。 α の場合, 2.0mから3.0mにおいて小さな欠けが多数生じ, 3.51mの時点で大きな欠け及び大きな刃先後退が観察できた。 β の場合, 1.0mの時点で小さな欠けが多数生じており, 4.0mにおいて大きな欠け及び大きな刃先後退が観察できた。AlCr-New改及び γ の場合, 5.0mから6.0mにおいて一部に大きな欠けが生じたが, 大きな刃先後退は観察できなかった。

図5に切削距離に対する逃げ面摩耗幅の経過を示す。 γ 及び AlCr-New改は, α 及び β に比べ, 初期摩耗後の逃げ面摩耗幅の傾きが緩やであり, 摩耗が少ないことが分かった。 γ 及

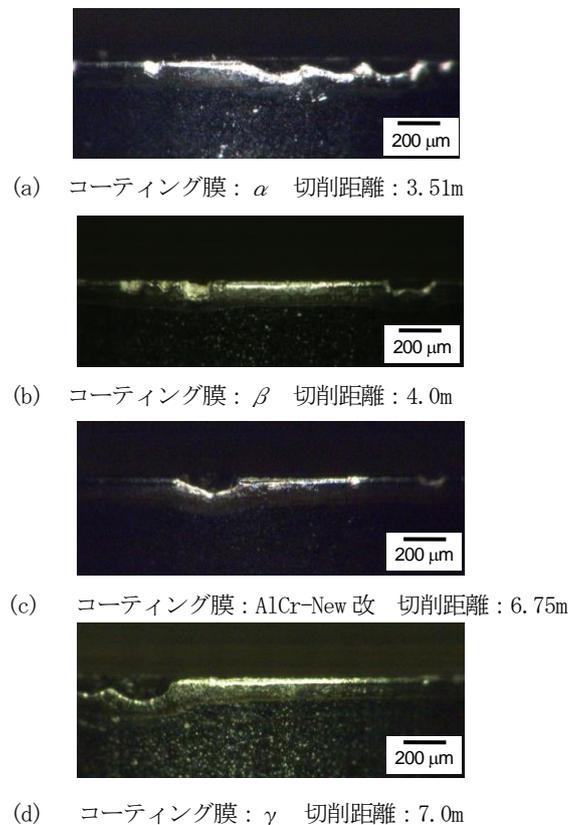


図4 工具逃げ面摩耗

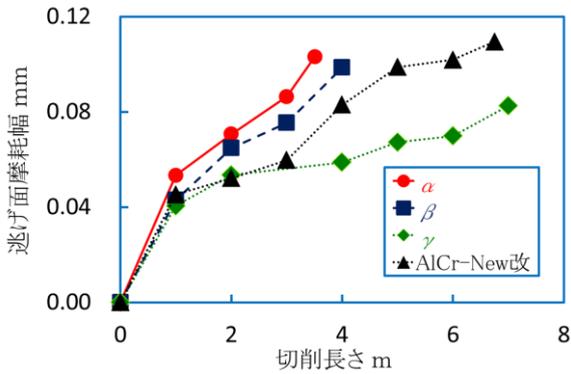


図5 逃げ面摩耗経過曲線

びAlCr-New改は、 α 及び β より長い距離を切削できたことから、 α 及び β よりも工具寿命が長く、切削性に優れることが示された。 α 及び β は、 γ 及びAlCr-New改に比べ、密着性能が低いので、切削中に膜が偶発的に剥離したと考えられる。さらに、本実験で適用した切削速度120m/minは、工具材種である高速度鋼に対して、大きい値である。そのため、一度コーティング膜が剥離すると、剥離した箇所ですぐに摩耗が進行したことが考えられる。また、チッピング（工具材エッジの小さい欠け）の発生は、力学的負荷及び工具面への被削材付着（凝着による化学的摩耗）などに影響される³⁾。 γ は、しゅう動距離60mまで低い摩擦係数を維持するため、工具面への被削材への付着が抑えられることで耐チッピング性が向上し、逃げ面摩耗が少なくなった可能性が考えられる。このため、4種類のコーティング膜の中で γ の逃げ面摩耗幅が一番小さくなり、開発膜特性評価における摩擦係数の評価結果と同じ傾向を示した。

以上の結果から、ホブ用コーティング膜として“ γ ”を選定した。

3.2 選定膜の性能評価

3.2.1 靱性

セラミックの靱性は、JIS R1607で規格化されている圧子圧入法（通称IF法）による評価方法が良く知られている。この手法は、マイクロビッカース硬さ試験機を用いるもので、圧痕に発生する亀裂の長さから、式（2）に従って靱性値を算出する。

$$Kc = 0.018 (E / Hv)^{1/2} (P/C^{3/2}) \quad (2)$$

Kc:破壊靱性値(MPa・m^{1/2})、E:弾性率(Pa)
 Hv:ビッカース硬さ(Pa)、P:押し込み荷重(N)
 C:き裂長さの平均の半分(m)、
 a:圧こんの対角線長さの平均の半分(m)

図6a)に、ホブ用コーティング膜として選定した γ について、IF法により靱性を評価した結果を示す。 γ には亀裂は発生せず、十分な靱性をもつことが確認できた。しかしながら、試験後の圧痕の大きさから、最小の押し込み荷重(9.807N)で試験を実施したものの、圧子の押し込み深さは6.2 μ mと算出さ

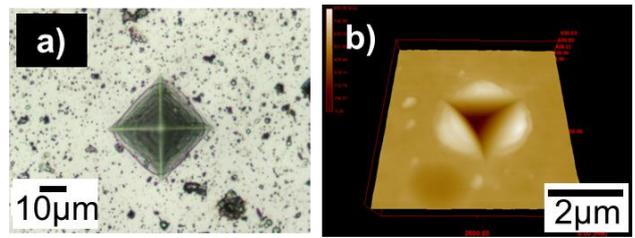


図6 IF法による靱性試験後の圧痕形状
 (a:マイクロビッカース試験器によるもの(光学顕微鏡像)、b:ナノインデンターによるもの(AFM像))



図7 耐熱性試験テストピースの外観写真
 (左:未処理、右:熱処理後) (b)テストピース(熱処理後)のカロテスト痕

図7 耐熱性試験テストピースの外観写真

れ、膜厚が3.5 μ mである γ は貫通されていたことが分かった。このため、より信頼性のある靱性の評価結果とすべく、圧子の押し込み深さを膜厚以下に制御した試験の適用を試みた。

具体的には、IF法にナノインデンターを用いて靱性を評価した。ナノインデンターは、JIS R1607規定外の試験機であるが、マイクロビッカース試験機よりも小さな荷重(0.1N)で測定可能であり、圧子の押し込みが膜のみとなることが期待できる。

実際に、ナノインデンターで試験したところ、押し込み深さは、834nmであり、 γ の膜厚と比較して十分に浅い領域であった。また、発生する亀裂は微細な形状変化となることが想定されたため、試験後の圧痕はAFMによって評価した。その結果、ナノインデンターによる試験でも、図6b)に示すとおり、圧痕に亀裂は発生せず、開発膜 γ は十分な靱性をもつことが確認できた。

3.2.2 耐熱性

ホブ用コーティング膜として選定した γ は、耐熱性グレードとして開発した膜種であり、性能確認のために1,000 $^{\circ}$ Cの耐熱性試験を実施した。

耐熱性の素材であるインコネルに γ をコーティングしてテストピースとし、電気炉を用いて、大気雰囲気中1,000 $^{\circ}$ Cで、30min保持後、カロテストにより膜厚を、スクラッチ試験装置により膜の密着力を評価した。

γ は、1,000 $^{\circ}$ Cの熱処理によってクラックやはく離は発生しなかった(図7a))が、灰色から赤紫色の干渉色へ外観が変化した。これは、 γ の表層における構造が、熱と大気中の酸素により変質したことによるものと考えている。また、カロテストの結果から、膜厚は24%減少したものの、スクラッチ試験機による測定の結果、膜と基板との密着力の低下は僅か(8%減)であ

り、1,000°C大気加熱後においても、実用上十分な密着力を維持していることが確認できた。

また、 γ と、比較試料として一般グレードの膜である AlCr-New 改について、熱処理に伴う構造の変化を XRD により評価した。Cr-Al-N で構成される膜は、熱により立方晶から六方晶に構造が変化することが報告⁴⁾されている。AlCr-New 改、 γ ともに基本構造は Cr-Al-N 系であることから、1,000°Cの熱処理後は、立方晶から六方晶に構造が変化した。

耐熱性を付与する手法として、酸素の膜内部への侵入を抑制する膜設計⁵⁾が主流であり、 γ については、膜表面にアルミナ層を形成することで、膜全体の酸化を防ぐ設計としている。

AlCr-New 改には熱処理後にクロムの酸化物 (Cr_2O_3) が生成されることが確認されたが、耐熱性グレードである γ にはクロムの酸化物は存在せず、アルミナ (Al_2O_3) が生成されることが分かった。このことは、 γ が1,000°Cの大気中熱処理時において、設計どおりの挙動をとれたことを示す。

また、これらの構造変化は、切削時に局所的な高熱状態に曝される膜の最表面においても、同様の挙動をとると予測され、アルミナはクロム酸化物よりも硬質であることから、 γ の切削特性が AlCr-New 改よりも優れた先の結果を説明できる。

3. 2. 3 ホブにおける実性能評価

選定した γ をホブに成膜し、実性能を評価した結果を図8に示す。 γ の歯車切削寿命は、1,427 個/Reg であり、目標の1.7倍、事業開始時基準の4.7倍の長寿命を実現することに成功した。

また、ホブにおける実性能評価として実施した歯車切削寿命測定の結果と、これまでのテストピースにおける評価結果が全てにおいて同様の傾向を示しており、開発における評価手法が適切であったことを証明するものとなった。

以上の結果から、 γ を新規ホブ用皮膜として決定した。 γ は開発時の呼称であり、今後は商品名を Hi-coat “ γ ” として早期の市場導入を予定している。Hi-coat “ γ ” は他の難削材についても切削性を飛躍的に改善する可能性があり、他用途への展開も期待している。

4 おわりに

我々は、ホブにコーティングされている機能性膜の密着性・表面性状・硬度等を向上させ、従来の2.5倍の切削寿命をもつ新たなコーティング技術を開発することを最終目標に掲げてきた。従来の歯切工具用コーティング膜 (AlCrN 膜) をベースに4種の新規コーティング膜を試作し、評価したところ、次のような成果が得られた。

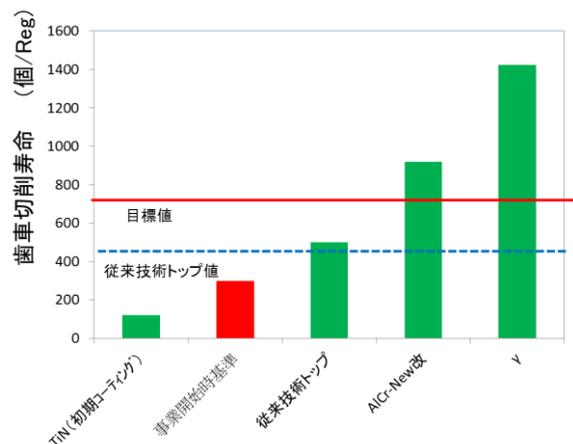


図8 開発膜の歯車切削寿命測定の結果

- 1) 開発した4種の膜 (AlCr-New 改, α , β , γ) についてテストピースによる物性を評価し、AlCr-New 改と γ が特性のバランスが良い膜であり、特に γ は摩擦特性に優れた膜であることが分かった。
- 2) ホブの歯形状を模した工具を用いて加工実験を行い、加工性を評価した結果、摩擦係数が低い γ の逃げ面摩耗幅が一番小さいことが分かった。
- 3) 加工性の評価結果と物性の評価結果が一致したことから、ホブ用コーティング膜として“ γ ”を選定した。
- 4) γ をコーティングしたホブで実際に歯車を切削加工した結果、目標の1.7倍の長寿命化を実現した。
- 5) γ はマイクロピカース試験機及び、ナノインデント試験機による圧子圧入試験 (JIS R1607) において亀裂は生じず、十分な靱性を有していた。
- 6) γ は、1,000°Cの熱処理後も密着性を維持し、十分な耐熱性を有していた。

参考文献

- 1) 河合晃：“欠陥を出さない！良い塗布膜を得るためのコントロール技術”，サイエンス&テクノロジー，(2012)
- 2) 山本兼司，久次米進：“KOBEL STEEL ENGINEERING REPORTS”，59，No. 1，(2009)
- 3) 社団法人精密工学会：“新版 精密工作便覧”，コロナ社，(1992)
- 4) 長谷川裕之：“高温学会誌”，33，No. 2，(2007)
- 5) 山本兼司：“高温学会誌”，33，No. 2，(2007)

本研究は、平成29年度戦略的基盤技術高度化支援事業「歯切工具の高性能化を目指したドライコーティング技術の開発」として実施した共同研究である。

大麦ゲルの加工食品への利用に関する研究

星 佳宏* 太田 英佑* 小林 容子** 上武 裕**

Study on Use of Two-rowed Barley Gel for Processed Food
Yoshihiro HOSHI, Eisuke OTA, Yoko KOBAYASHI and Yutaka UETAKE

β -グルカンを豊富に含む二条大麦品種ビューファイバーの機能性を生かした菓子等の加工食品を製造するため、ダイレクト Gel 転換技術によりビューファイバーを原料として作製したゲルの物性、色差及び水分率を測定した。測定の結果から大麦グラノーラサンド用ビューファイバー大麦ゲル製造の際の加水条件を4倍加水とした。4倍加水ゲルを用いた大麦グラノーラサンドを試作し、 β -グルカン測定と官能評価を行った。ビューファイバー大麦ゲルを用いた試作品は既存品と比べて、 β -グルカン量が約2倍となり、固い生地となることが分かった。

Key words: 大麦, ゲル, ダイレクト Gel 転換, 菓子

1 はじめに

平成 28 年度栃木県産二条大麦の収穫量は日本一で、全国の 32%、34,000t の収穫量があった。また、大麦は近年その健康効果に注目が集まっており、特に大麦特有の食物繊維である β -グルカンは、食後血糖値上昇抑制効果や血中コレステロール正常化作用などがあり、アメリカやカナダ、EU、オーストラリア、韓国では健康強調表示（ヘルスクレーム）が認められている。このため、現在大麦の用途としてはビールや麦茶、大麦ご飯などが主であるが、 β -グルカンの機能性に着目して、様々な加工品への利用がさらに進むと考えられる。

国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構にて開発されたビューファイバーは従来の大麦の 2~3 倍の β -グルカンを含有した機能性大麦として知られている。しかし、ビューファイバーは非常に硬いために粉砕に時間がかかる等、加工性に問題があるため、従来よりもコストが高くなり、現在ビューファイバーを利用した商品は限られている。

これまで栃木県産業技術センターでは、国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構で開発された高アミロース米のダイレクト Gel 転換技術^{1) 2)}を大麦にも適用し、平成 27~28 年度に「大麦のダイレクト Gel 転換による高付加価値加工技術の開発」^{3) 4)}の研究を行った。この研究では、炊飯した大麦に水を加え高速せん断することにより、大麦をゲル化でき、これをパン等へ利用することが可能であることを明らかにした。大麦ゲル

は素材として菓子、総菜等幅広い用途が考えられる。

しかし、大麦ゲルを用いた食品の製造は、既存レシピの原料を置き換えるだけでは加工が難しく、加水率やせん断時間等を検討しその食品に適したゲル製造条件を確認することが必要である。

そこで、本研究では β -グルカンを豊富に含むビューファイバーの機能性を生かした菓子等の食品を製造するために、大麦ゲルの製造条件の検討及び大麦ゲルの物性評価・分析を行った。また、その結果を基にビューファイバー大麦ゲルを用いた菓子の試作、さらに試作品の β -グルカン測定と官能評価を行った。

2 研究の方法

2. 1 試料大麦

平成 29 年度産ビューファイバーを用いた。

2. 2 大麦ゲル調製方法

大麦粒に表 1 のように全重量が 900g となるように水を添加し、16 時間浸漬させた後、炊飯器（象印マホービン（株）、NP-NA10）にて玄米モードで大麦を炊飯した。炊飯大麦を、カッターミキサー（（株）エフ・エム・アイ、Robot Coupe Blixer-5Plus）を用いて 3,000rpm 3 分間せん断した後、室温まで冷却し大麦ゲルを調製した。

また、各加水比のゲルを円柱状（高さ 1.0cm、直径 3.5cm）に成形し、物性評価、色差測定、水分率測定用サンプルとした。

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

** 株式会社 大麦工房ロア

表 1 炊飯時の大麦粒，水の量

	2 倍加水	3 倍加水	4 倍加水
大麦 (g)	300	225	180
水 (g)	600	675	720

2. 3 硬さ測定

ゲル調整後冷蔵保存した試料をテクスチャー測定装置 (TA.XT.plus, Stable Micro Systems 製) を用いて硬さを測定した。1/2 インチ φ シリンダープローブで速度 1.0 mm/s, 5.0 mm 圧縮時の最大応力を大麦ゲルの硬さとした。

2. 4 粘弾性評価

粘弾性測定装置 (HAAKE RheoStress RS600) により, 測定温度 20℃, 周波数 1.0Hz, せん断応力 1.0 Pa の条件でコンプレート (直径 35mm, 傾斜角度 1°) を用いて貯蔵弾性率 G' , 損失弾性率 G'' を測定した。

粘弾性測定は, 特定周波数の正弦波により試料に歪振幅が一定となるよう, 応力が与えられる。その応力と試料の歪みから, 試料の弾性 (固体的な性質), 粘性 (液体的な性質) を分析する測定方法である。 G' が弾性特性, G'' が粘性特性の大きさを示す値であり, 複素弾性率 ($G^* = G' + iG''$) の値が大きい物質ほど, 硬い物質であることを示す。

2. 5 色差測定

分光測色計 (コニカミノルタ (株), CM-5) を用いて評価した。

2. 6 水分率測定

ゲル調整後 1 日冷蔵保存した試料を 105 °C の送風定温乾燥器中で 24 時間程度加熱乾燥した。加熱乾燥中所定時間毎にゲルの重量 (W_s) を電子天秤で測定し, 重量変化が無くなった 24 時間後の重量 (W_{dry}) を用い次式により当該時点の水分率を算出した。

$$\text{水分率 (\%)} = (W_s - W_{dry}) / W_{dry} \times 100$$

2. 7 β -グルカン量の測定

Megazyme 社製 BETA-GLUCAN assay kit を用い測定した。

2. 8 官能評価

食品製造関係者による自由記述アンケート形式で行った。

3 結果及び考察

3. 1 加水比が大麦ゲル物性に及ぼす影響

各加水比で調製した大麦ゲルの硬さ測定結果を図 1, 粘弾性測定結果を図 2 に示す。

硬さ測定の結果, 2 倍加水ゲルは 4 倍加水大麦ゲルの 10 倍程度最大応力が大きく, ハンドリング性の悪い硬い

ゲルであることが分かった。また 2 週間の冷蔵中に大麦ゲルは経時的に硬くなることも分かった。

また, 粘弾性測定の結果, 加水量を増すにつれ貯蔵弾性率と損失弾性率が低くなり, ゲルが柔らかくなることが明らかとなった。加水比を調節することで幅広い物性のゲルが調製可能であることが明らかとなった。

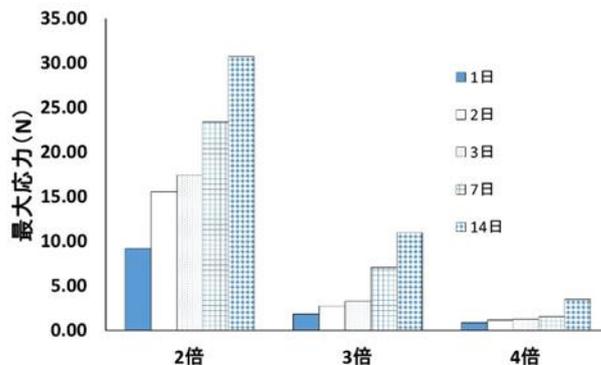


図 1 各加水比における大麦ゲルの硬さ測定結果

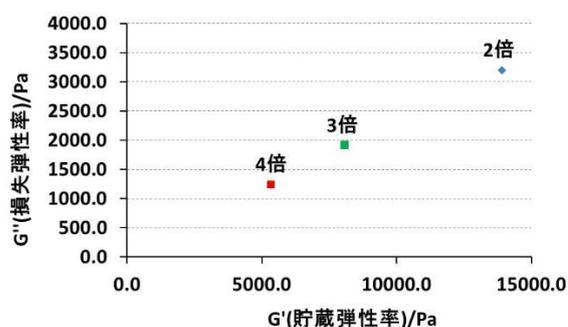


図 2 各加水比における大麦ゲルの粘弾性測定結果

3. 2 大麦ゲルの色差測定結果

大麦ゲルの色調を評価した結果を表 2 に示す。

各加水比について, 色度 a^* , b^* の値に大きな違いはなかったが, 加水が増すにつれて L^* (明度) が高くなり, ゲルの明るさが増す傾向が明らかになった。

表 2 大麦ゲルの色差測定結果

加水比	L^*	a^*	b^*
2 倍	61.58	3.45	18.31
3 倍	64.35	2.98	17.91
4 倍	66.22	2.48	17.84

3. 3 大麦ゲルの水分率測定結果

各加水比で調製した大麦ゲルの水分率測定結果を図 3 に示す。

4 倍加水は 2 倍加水に比べ水分率減少が大きかったことから, 加水量が多いゲルは水分が減少しやすい傾向が明らかになった。

このことは、加水比が低い大麦ゲルは単位体積当たりの大麦の量が多いため（例 2倍ゲル=大麦1：水2，4倍ゲル=大麦1：水4），水溶性食物繊維が多い大麦の割合が高いゲルは水分減少しにくかったと考えられた。

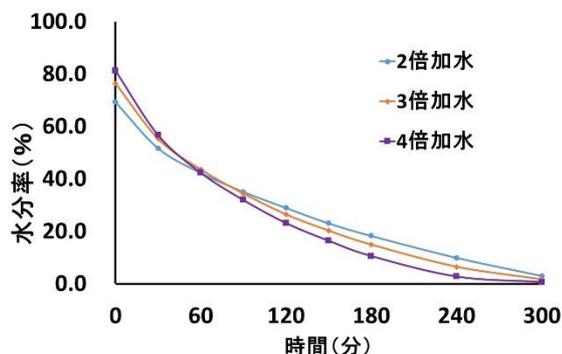


図3 大麦ゲルの水分率測定結果

3.4 ビューファイバー大麦ゲルを用いた菓子の試作

これまでの測定結果から製造時に扱いやすいゲル製造条件（ハンドリング性がよく，柔らかく，生地が明るい）であった4倍加水大麦ゲルを用いて大麦グラノーラサンドを試作し，β-グルカン量測定と官能評価を行った。既存の大麦グラノーラサンドはビューファイバー大麦粉を使用しているが，穀物原料にビューファイバー大麦粉を全量使うと既存品に比べて膨らみにくくなるという課題がある。

そこで，今回の試作では既存品原料配合を参考にし，表3に示すとおり原料配合で穀物原料を全てビューファイバー大麦ゲルに置き換えた大麦グラノーラサンドを試作した。試作品のβ-グルカン量測定の結果を表4に示す。ビューファイバー大麦ゲルを使用した試作品はβ-グルカン量が3.9 g/100gとビューファイバー大麦粉使用の既存品の2.3倍であった。

また，試作品のうちで官能評価に用いたものの外観を図4に示す。官能評価の結果，試作品は既存品に比べ，固い生地であるという評価が得られた。

大麦ゲルを用いた大麦グラノーラサンド試作品のβ-グルカン量がビューファイバー大麦粉を用いた既存品より増加した要因については下記のように考察した。

表5に示すように，ビューファイバー大麦粉は原料大麦粒に比べβ-グルカン量が少ない。

これは，ビューファイバーは非常に固いため，大麦粒を全て粉とすることができず，大麦粒表面部が主として製粉されるためである。

ビューファイバーのβ-グルカン分布は塔野岡⁵⁾によると，糊粉層（胚乳の周りの層）に少なく，胚乳部に多い。また，今回原料として使用したビューファイバー

表3 ビューファイバー大麦ゲルを使用した大麦グラノーラサンド試作品の原料配合

材料	重量 (g)
4倍加水大麦ゲル (※ビューファイバー)	1450 (290)
(水)	(1160)
ショートニング	85
マーガリン	38
グラニュー糖	102
水飴	13
食塩	2
全卵	26

表4 試作品のβ-グルカン量測定結果

サンプル名	β-グルカン量 (g/100g)
大麦グラノーラサンド (既存品)	1.8
大麦グラノーラサンド (試作品)	3.9



図4 ビューファイバー大麦ゲルを使用した大麦グラノーラサンド試作品

表5 大麦原料のβ-グルカン量測定結果

サンプル名	β-グルカン量 (g/100g)
ビューファイバー原料粉	5.0
ビューファイバー大麦粒 (精麦歩合80%) ※ゲル原料大麦	9.6
ビューファイバー大麦粒 (精麦歩合70%)	10.3
ビューファイバー大麦粒 (精麦歩合60%)	11.0

についても，表5に示すように精麦歩合が低くなるにつれ，つまり大麦を削るほどβ-グルカン量が増えている。

これらのことから，ビューファイバー大麦ゲルを用いた試作品は，β-グルカンの多い胚乳までゲル化できたためβ-グルカンが増加したと推察された。

4 おわりに

β -グルカンを豊富に含むビューファイバーの機能性を生かした菓子等の加工食品を製造するため、ダイレクト Gel 転換技術によりビューファイバーを原料として作製した大麦ゲルの物性評価、色差測定及び水分率測定を行った。

また、4 倍加水ビューファイバー大麦ゲルを用いて大麦グラノーラサンドの試作を行い、 β -グルカン測定と官能評価を行った。

その結果、下記の知見が得られた。

- (1) 硬さ測定の結果、2 倍加水ゲルは 4 倍加水ゲルの 10 倍程度最大応力が大きく、ハンドリング性の悪い硬いゲルであることが分かった。
- (2) 粘弾性測定の結果、加水比を増やすことで、調製される大麦ゲルは柔らかくなることが明らかとなった。また、加水比を変化させることで、調整される大麦ゲルの動的粘弾性値が大きく変化する、幅広い物性の大麦ゲルの調製が可能であることが明らかとなった。
- (3) 色差測定の結果、加水量を増すにつれ明度の高いゲルを調製できることが分かった。
- (4) 水分率測定の結果、加水量が多いゲルは水分減少しやすい傾向が明らかになった。
- (5) ビューファイバー大麦ゲルを用いた試作品の β -グルカン量測定の結果、3.9 g/100 g とビューファイバー大麦粉を使用した既存品の 2.3 倍であった。

(6) ビューファイバー大麦ゲルを用いた大麦グラノーラサンド試作品の官能評価の結果、既存品に比べ、固い生地であった。

このことから、ビューファイバーを大麦ゲルにすることにより、 β -グルカン高含有食品素材にすることができ、かつ β -グルカン高含有の食品製造に活用可能であることが分かった。

今後、 β -グルカン高含有であるビューファイバーを原料とした大麦ゲルを用い、加工食品のさらなる高付加価値化や高機能化を図りたい。

参考文献

- 1) 柴田真理朗, 杉山純一, 藤田かおり, 葛瑞樹, 吉村正俊, 粉川美踏, 荒木徹也: "日本食品科学工学会誌", 59(5), 220-224, (2012)
- 2) 松山信悟, 柴田真理朗, 杉山純一, 藤田かおり, 葛瑞樹, 吉村正俊, 粉川美踏, 平野由香里, 荒木徹也, 鍋谷浩志: "日本食品科学工学会誌", 61(3), 127-133, (2014)
- 3) 福嶋瞬, 渡邊恒夫, 杉山純一, 葛瑞樹: "栃木県産業技術センター研究報告", 13, 36-38, (2016)
- 4) 阿久津智美, 星佳宏, 木村 阿沙美, 田村 匡嗣, 齋藤高弘, 大美賀 みどり: "栃木県産業技術センター研究報告", 14, 13-18, (2017)
- 5) 塔野岡卓司, 吉岡藤治, 青木恵美子, 小前幸三, 一ノ瀬靖則, 金子成延, 河田尚之, 吉田めぐみ: "機能性多糖を多く含有する裸性オオムギ品種「ビューファイバー」の育成", 育種学研究, 13, 74-79, (2011)

トーションレース糸供給装置の異常張力発生リスク軽減方法の開発

佐瀬 文彦* 荒山 薫* 丸 弘樹* 吉田 素之**

Development of the Abnormal Tension Outbreak Risk Reduction Method of the Yarn Feeder for Torchon Lace Machine
Fumihiko SASE, Kaoru ARAYAMA, Hiroki MARU and Motoyuki YOSHIDA

トーションレースを編成する際に時折発生する、糸切れ等の原因となる糸供給装置に起因すると思われる異常張力について、発生リスクを軽減する検討を行った。糸供給装置を構成するボビン及びスピンドルについて改良試作を行うと共に、専用の糸張力測定装置を制作し、これを用いた張力測定を行った。また、これを基に最も効果が期待される形状のボビンについて実編試験も実施した。その結果、上下端にR形状を付与したボビンには異常張力の発生リスクを軽減する効果があることが示唆された。

Key words: トーションレース, 異常張力, リスク軽減, ボビン形状

1 はじめに

トーションレース業界では、定番品と言われる服飾付属レースが海外製品の低価格化に苦戦しており、生産性の向上や品質での優位性をより一層確立していきたい状況である。トーションレースの編成は、図1のような独自形状の、多数の小型ボビンを含む糸供給装置が、隣接する糸供給装置との入れ替わりを繰り返しながら、ボビンから解除される糸によって行われる。編成運動に係る糸張力挙動については、小坂ら¹⁾が報告をしているが、ボビンとボビンからの糸取り出し口との位置関係は、糸の解除に伴って糸の解除部がボビンの上下に移動するため変化する。これによりボビン上下端においては、時折解除の滞り等に起因すると思われる異常に強い張力が発生し、糸切れやレースの仕上がりに悪影響を与える場合がある。そこで本研究では糸供給装置に起因する異常張力発生リスクを軽減する方法について検討を行ったので報告する。



図1 トーションレース機(左)と糸供給装置(右)

* 栃木県産業技術センター繊維技術支援センター

** 有限会社吉田トーション

2 研究の方法

2.1 糸供給装置の改良

トーションレースの編成時にボビン上下端では図2に示すようにボビンと糸引き出し口の位置関係から、糸の解除に従って引き出し角が、繰り返して変化する。そこでこれを抑制するための改良について検討した。

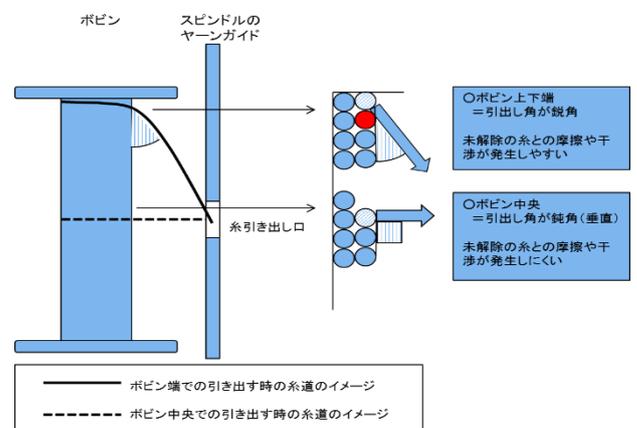


図2 ボビン中央と上端での引き出し角の違い

2.1.1 ボビンの改良

図3に示すように、ボビン上下端にR形状を付与することで、ボビン上下端の相対的な引き出し角度を鈍化させ、未解除の糸との干渉や摩擦の抑制効果を狙った。ボビンは既存のものを加工して改良ボビンとして試作した。

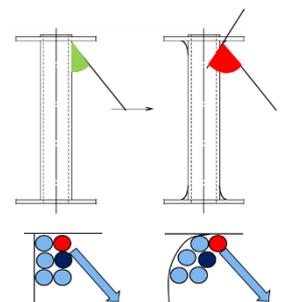


図3 ボビンの改良案

2. 1. 2 スピンドルの改良

糸供給装置のうち、ポビン以外の部分で糸解除時に発生する張力変動軽減方法について検討した。具体的には、図4に示すように、スピンドルの糸引き出し口までの距離を延長することでポビン上下端の相対的な引き出し角度を鈍化させ、ポビン改良と同様の効果を狙う。スピンドルの糸引き出し口は実際には直線的な延長は不可能な（トーションレース機にセットできない）ため、スピンドル外周を引き回してから引き出し口部分に導くような糸道となるように改良を行った。

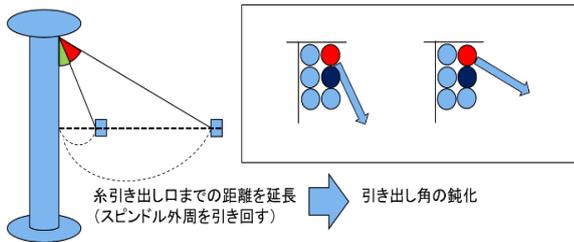


図4 スピンドル改良案

2. 2 張力測定方法の確立

糸供給装置の改良と併せて、改良による効果を検証するための糸張力測定方法を確立し、本研究終了以降もトーションレースに係る糸の張力測定にも利用可能な専用の糸張力測定装置を製作した。

2. 3 評価試験

改良案の実効性を確認するため、2.2で製作した装置により張力変化に関する高速度試験を行った。またこれによる張力抑制効果の期待できる試作品について、製造現場における使用条件下での編成試験を実施した。

3 結果及び考察

3. 1 糸供給装置の改良

3. 1. 1 ポビンの改良

ポビンの改良については、当初スピンドルにセット可能な範囲で、図5に示すような(1)上下端部にみに円弧状にR形状を付与(2)ポビン中央部付近から楕円弧状にR形状を付与する2系統で計6パターン程度の試作を行ったが、ポビンに糸を巻き付けるための管巻機に

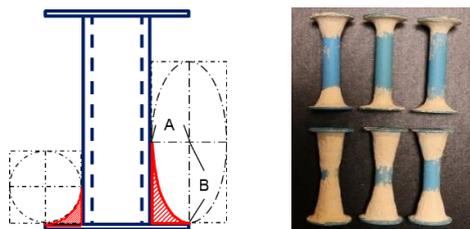


図5 円弧及び楕円弧状の改良案と試作ポビン
(円弧は図中楕円形状でA(短径)=B(長径)の場合でA及びB(主にB)を変化させて検討)

よる形状の制約があり、最終的には図6のような円弧状のR形状の角丸系と楕円のR形状が殆ど直線的となってしまうストレート系の2種類の改良型ポビンが完成した。なお材料には初期検討時は後加工による成形が容易な木工用パテ(セメダイン製木工用パテA)、試作段階では管巻機等での使用条件等を勘案してプラスチック用エポキシパテ(セメダイン製エポキシパテプラ用)を使用した。

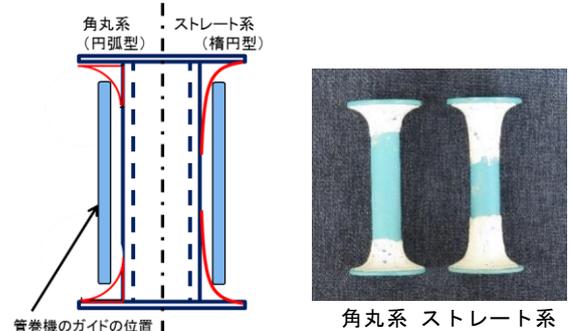


図6 ポビン形状の制約と評価用ポビン

(管巻機の金属製ガイドに干渉しない範囲で加工(楕円形状により大きな制約がかかった))

3. 1. 2 スピンドルの改良

スピンドルの糸引き出し口とポビンのとの距離延長のため、ポビン及びトーションレース機上で他のスピンドルと干渉しない狭い範囲で、ポビン周りを約1周した後に糸引き出し口側に糸を導くよう、図7のような構造のクレードルを設計製作した。素材はステンレス(SUS304)製の丸棒(φ1.8mm, 長さ90及び85mm)及び円板(φ45.0mm, 厚さ1.0mm)を使用し、摩擦点となる丸棒数を最小限にしながら引き回される糸がポビンの糸と干渉しないよう、支柱となる棒は5本(スピンドルのヤーンガイドと合わせて六角形の配置)として円盤に穴明けを行って接着した。なお丸棒及び底板となる円盤の表面(ポビンが乗る面)はステンレス用コンパウンド及び15,000番の研磨フィルムを用いて表面をあらかじめ



図7 クレードルの設計製作

鏡面状に研磨した後で使用した。

3. 2 張力測定方法の確立

糸張力の測定にあたり、既存の糸張力専用の計測器ではアナログ直読式で刻々と変化する張力が記録できないことから、パソコンへのデータ出力が可能な、汎用フォースメーター（IMADA 製 DPS-05）を使用した張力測定方法について検討した（図 8）。糸供給装置から引き出された糸を一定速度で巻き上げ、糸経路上でフォースメーターを用いて糸にかかる張力の一部を測定するもので、値はそのまま相対的に比較を行う。装置土台に固定したスピンドル等の糸の出口に対して、フォースメーターと糸の巻取部の高さは調整可能とすることで、実機での糸の引き出し角度に合わせられるなど、トーシヨンレース糸供給装置に係る各種条件下における測定も考慮して設計を行った。巻き取りについては、出力 25W の AC サーボモーター（リエンタルモーター製スピードコントロールモーター US2-425）を、減速機やカップリングを介して取付け、設定した一定の速度で駆動できるものとした。測定する場合は、一定速度で駆動中にフォースメーターに接続したパソコンにインストールされた専用ソフトにより、選択したサンプリング周期で任意の時間データのロギング及びデジタル値の直読により行った。

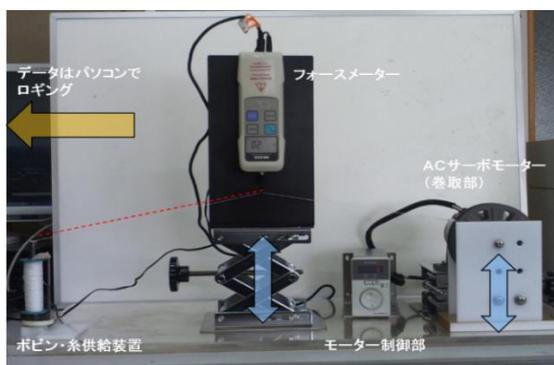


図 8 張力測定装置

（破線は機上を想定した測定を行う場合の糸道）

3. 3 評価試験

3. 3. 1 ボビンの評価

3. 1. 1 で試作したボビンを 3. 2 で製作した張力測定装置を使用して評価試験を実施した。使用糸は綿 20S/3 で糸巻量 35m 回転数 200rpm（約 6.8m/min）とした。試験結果を図 9 に示す。張力については、それぞれのボビンで 2 つの極大値があるが、高い方がボビン上端、低い方が下端で、極小値はボビン中央付近で観測された。ノーマル状態のボビンでは、ボビン上下端の極大値①、①' が鋭く立ち上がるのに対して、改良ボビンはボビン上下端での張力の立ち上がりが抑制されており、最大値となるボビン上端では特に角丸系の方が抑制効

果が高く、ノーマル状態と比較して約 25% 程度の差が観測された。ストレート系と角丸系のボビン上端における差は、ストレート系はボビン端付近である程度変形している事から、図 3 で見込むような糸のずれが相対的に少ない事によるものと推察される。なお、角丸系ボビンの場合、図 6 左に示すようなボビン断面形状の変化から試算すると最大糸巻量は 6% 程度減少する事になるが実際の生産で支障となる事は殆どない。

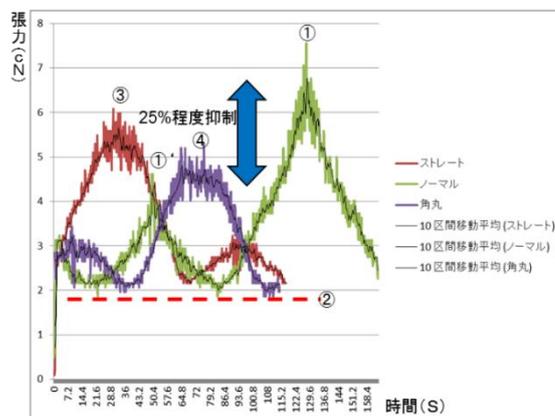


図 9 ノーマルボビンと改良ボビンの比較

- ・極大値①のグラフがノーマル状態のボビン
- ・極大値③のグラフがストレート系ボビン
- ・極大値④のグラフが角丸系のボビン

（それぞれボビンの中央からボビンの上端または下端を経て中央付近に戻る約 1 周期程度を切り出し、比較のため最大値部分をシフトして表記している）

また、3. 3. 1 でより多くの効果が観測された角丸系のボビンを 20 個試作し、製造現場で編成試験を行った。トーシヨンレース機にセットする供給装置のうち、試作ボビンの糸供給装置 20 個に対して、これと同一の糸を使用し編成時に同じ動きをするノーマル状態のボビン 20 個を割り当て、糸切れ回数を比較した。編成した柄は合計 9 種類で、糸巻量は 1 本あたり計 1,550m となり、素材も絹、綿、ポリエステル及びラメ糸を使用するなど実生産における多くの状況を想定して実施した。結果を表 1 に、編成した生地写真を図 10 に示す。これによると、全体的な糸切れ回数の発生が少なく、糸切れ回数はノーマル状態（従来）ボビンの 5 回に対して改良ボビンは 1 回（上下端以外での糸切れ）と僅差だが差が確認された。リスクが高いと思われる素材や柄等を選定しているものの、生産現場での実編成条件だったため、従来ボビンでも糸切れが発生しにくかったと推察されるが、新しい難編素材や高速度での試作等のチャレンジを行う際には顕著な差となる可能性も考えられる。また、ボビンについてもパテ盛りによる加工品であり、例えば NC 工作機械を使用して樹脂から削り出す等寸法

表1 改良ボビン（角丸系）による実地編成試験結果

No.	使用糸	糸巻量 (m)/本	使用場所	停止(糸切れ)回数				備考
				従来ボビン		改良ボビン(角丸)		
				うち上端	うち下端	うち上端	うち下端	
①	シルク21/8	30	地糸(65g)	0	0	0	0	
②	綿60/2 2本引き揃え	250	地糸(86g)	2	1	1	0	両端以外でも糸切れあり
③	130切 羽衣ラメ 1本	30	地糸(86g)、芯糸(120g)	0	0	0	0	
④	綿80/3	50	柄糸(65g)	2	2	0	0	
⑤	綿80/3	30	地糸(86g)、柄糸(120g)	1	1	0	0	
⑥	綿80/3	30	地糸(86g)、芯糸(120g)	0	0	0	0	
⑦	ポリエステル60、綿ネップ	30	地糸(86g)、柄糸(120g)	0	0	0	0	
⑧	綿 20/2	500	地糸(86g)、柄糸(86g)、芯糸(220g)	0	0	0	0	
⑨	130切 羽衣ラメ 4本引き揃え	600	地糸(86g)	0	0	0	0	
計		1,550		5	4	1	0	

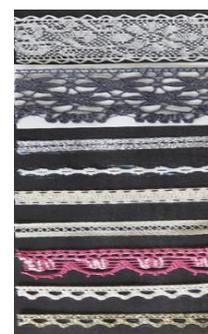


図10 実地編成生地
(上から、表1の①～⑨
の編成結果が並ぶ)

精度の高いものを使用する等によっても差が生じる可能性がある。

3. 3. 2 スピンドルの評価

3. 1. 2で試作したクレードルを組み込む等の改良を施したスピンドルの評価を行った。クレードルを使用することによる糸引き出し角度の変化について参考写真を図11に示す。分度器を使用した簡易測定ではあるがクレードル無しと比較してボビン上端部で20°程度引き出し角度を鈍角化させることができた。また、クレードルを使用した場合は解除された糸がすぐにボビンの糸巻き面から離れるため、解除中の糸が未解除の糸を擦る長さが大幅に短縮できることが判明した。

次に張力変化についてボビンと同様の条件でノーマル状態のボビンを使用して測定を行った。結果を図12

に示す。これによると、クレードルを使用する事で、張力のピークが抑制され、グラフの山がなだらかになっていくように感じられるが、クレードルの5本の支柱による摩擦点が増えたことで、張力そのものは一様に増加した。また張力変動幅(最大値と最小値の差)は細かい張力変動があるため、明確な差は確認できなかったが、素材や機構等の見直しで張力増加等が改善されればクレードルの効果が発揮できる可能性がある。なお、クレードルについては明確な効果が未確認である事と編成時の振動等で万が一クレードルが分解するなどした場合に、装置に甚大な被害が生じる可能性があるため実編成試験は実施していない。張力試験で効果が確認できれば、部材を溶接するなどした後に振動試験等により安全性を認めた上で実編成試験が可能と考えられる。

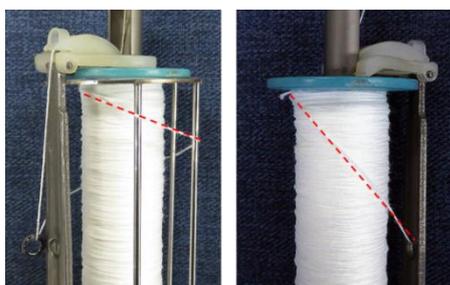


図11 クレードルの有無による引き出し角の変化
(左:クレードル有り 右:クレードル無し)

4 おわりに

トーションレースの糸供給装置について、異常張力発生リスクを軽減するための検討を行った結果、以下の結論を得た。

- (1) ボビン形状については、上下端付近に適度なR形状を付与する事により、糸解除に伴い尖塔的に発生する張力ピーク及び張力変動幅を抑制できる事が一定条件下ながら判明した。
- (2) 汎用フォースメーターを使用した張力測定方法の確立及び張力測定装置を製作した。
- (3) 改良ボビンにおける実編成において、僅差ながら糸切れリスクが減少することを確認した。
- (4) スピンドル部の糸供給機構の改良では、クレードル使用によって、解除時の引き出し角の鈍角化には成功したが、張力の抑制効果については未確認となった。

参考文献

- 1)小坂ら: "栃木県工業試験研究機関研究集録平成8年度", 122-126, (1997)

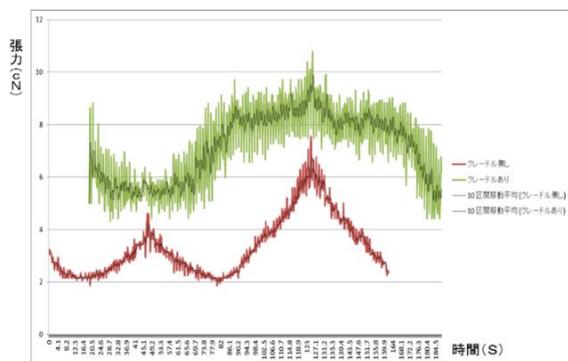


図12 クレードル有無による張力変化
(上:クレードル有り 下:クレードル無し)

抜染剤の着色抜染適性に関する研究

井田 恵司* 丸 弘樹* 田邊 雅敏** 三俣 政勝**

Study on Colored Discharge Printing Suitability of Discharging Agent
Keiji IDA, Hiroki MARU, Masatoshi TANABE and Masakatsu MITSUMATA

LANASET シリーズを差し色染料として用いて種々抜染剤の着色抜染適性を評価した。酸性染料で地染めした毛及び絹生地に、抜染剤と差し色染料を含む抜染糊をプリントした後、熱処理を行った。この手法で得られた生地を測色し、地染め染料の脱色と差し色染料の発色状態を評価することで、各抜染剤の着色抜染適性を調べた。その結果、3種の抜染剤が着色抜染に適していることが明らかになった。特に、2種の抜染剤を配合した配合抜染剤は、抜染剤の使用量を減らすとともに、抜染加工による絹生地の強度低下を抑制できることが分かった。

Key Words : 抜染剤, 酸性染料, 着色抜染, 二酸化チオ尿素

1 はじめに

抜染は、濃色の地染め生地上に淡色をプリントする際、色が混ざること防止するため、淡色にプリントする部分に存在する地染め染料を脱色する技法であり、シャープな柄表現が可能であると共に、顔料プリントのように風合いが堅くならないというメリットがある。そのため、デザイナーの感性をそのままに表現したような、ビビッドなカラー、大胆かつ繊細な色使いの高級ブランド品(毛や絹製の婦人服・スカーフ、ネクタイ等)の染色に古くから用いられてきた¹⁾²⁾。しかし、地染め部分から滲みが出やすい、時間が経過すると脱色した色が復色するというデメリットがあり、品質の向上が強く求められるにつれ敬遠されるようになった技法である。

近年、ますます高度な色表現が求められる中で、安全でトラブルの少ない抜染技術の開発が不可欠となってきたことから、筆者らは、新規な抜染法として、容易に入手できる上に繊維や人体に対する安全性が高い薬剤を用いたウール生地の抜染法を報告した³⁾。

さらに代表的な酸性染料を選び、当該抜染法で白色抜染及び着色抜染が可能な銘柄を明らかにした⁴⁾。

しかし、着色抜染が可能な銘柄が少数に限られたことから、本研究では、毛や絹の着色抜染のカラーバリエーションを豊富にするため、着色抜染に使用可能な抜染剤と差し色染料の組み合わせについて検討を行ったので報告する。

2 研究の方法

2.1 試料等

毛生地は、既報³⁾と同様ウールモスリンを使用した。

*栃木県産業技術センター 繊維技術支援センター

**朝日染色株式会社

絹生地は、14匁の絹綾生地を使用した。抜染剤は還元抜染剤から、ロンガリットC(以下、抜染剤A)、ハイドロサルファイト類の抜染剤2種(以下、抜染剤B、抜染剤C)、二酸化チオ尿素(以下、抜染剤D)及び抜染剤A~Dから2種を所定濃度で配合した配合抜染剤(以下、抜染剤E)を使用した。

糊剤は、抜染剤Bを使用した場合のみキプロガム(P-20D)を用い、他の抜染剤を使用した場合は、アルギン酸ナトリウム(スノーアルギンM)を使用した。助剤として尿素、染料溶解剤(グリエシンA)、酸(必要に応じて使用)を使用した。

酸性染料(差し色染料)は鮮明な色調を有するチバ・スペシャリティ・ケミカルズ(株)製LANASETシリーズの16銘柄(Yellow 4GN, Orange RN, Yellow 2R, Red 2B, Red G, Violet B, Bordeaux B, Blue 2R, Navy R, Blue 2RA, Blue 5G, Green B, Brown B, Grey G, Brown G, Black B)を選定した。

当該染料を差し色染料として用いる場合の染料濃度は、2%o.w.pとした。また、着色抜染に供する試料の地染めは、既報³⁾⁴⁾と同様とした。

2.2 抜染方法

抜染剤、差し色染料、染色助剤、糊剤、水等を配合し適切な粘度に調整した着色抜染糊を試験用スクリーン捺染機(有シンワキカイ #ST-800E)で、あらかじめ赤、青、黄、黒に地染めした毛及び絹生地に印捺した。着色抜染糊の配合処方既報⁴⁾と同じ比率であるが、抜染剤の濃度に関して、抜染剤A、B、Dについては、地染め染料濃度に応じて10%か20%、抜染剤Cについては40%、抜染剤Eについては、所定濃度とした。

印捺した生地は、乾燥後、蒸し箱(梶島精機製作所SSB0708)で30分間熱処理を行った。熱処理後は、水洗、中和処理を経て、ソーピング、水洗、酸通しを行った。

2. 3 評価

着色抜染した生地は目視及び測色システム(コニカミノルタ 株式会社 CM-3700d)により、抜染性の評価を行った。着色抜染性は、抜染剤 A~E を加えた各処方では着色抜染した試料色を測色した結果 (L^*_1, a^*_1, b^*_1) と白生地に抜染剤を含まない捺染糊でプリントした試料(ブランク)色を測色した結果 (L^*_2, a^*_2, b^*_2) から、次式で示す色差式で色差を計算した⁵⁾。

$$\Delta E^*ab = [(L^*_1 - L^*_2)^2 + (a^*_1 - a^*_2)^2 + (b^*_1 - b^*_2)^2]^{1/2} \quad (1)$$

破裂試験は、JIS L 1096 破裂強さ A 法(ミューレン形法)で評価した。

色なき試験は、既報⁴⁾と同様に「大丸法」を実施した。

耐光試験は、JIS L 0842 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で評価した。

3 結果及び考察

3. 1 種々抜染剤による着色抜染性の評価

LANASET シリーズ全 16 銘柄を差し色染料として、無色生地と赤・青・黄・黒に地染めした生地に対して、種々抜染剤で着色抜染を行った。抜染性評価は、測色システムによる色差測定を行った。測定の例として、表 1 に Blue 5G で着色抜染した結果を示す。

表 1 LANASET Blue 5G の色差測定による着色抜染性評価例

	素材	抜染剤	通常プリント時との色差 (ΔE^*ab)				
			無	赤	青	黄	黒
Blue 5G	毛	A	8.45	11.66	12.17	9.96	20.10
		B	25.39	23.88	26.59	25.72	40.84
		C	12.79	16.78	14.62	16.99	19.23
		D	18.26	20.01	16.55	20.81	27.96
		E	4.59	11.60	5.10	10.85	29.64
	絹	A	15.07	22.0	14.55	19.28	33.53
		B	27.56	33.01	29.17	39.62	59.16
		C	13.14	15.02	16.75	24.52	24.06
		D	25.28	28.10	25.88	30.32	40.74
		E	20.39	14.29	21.76	15.55	19.95

表 1 に示した結果と目視による評価を合わせると、抜染剤 A、抜染剤 C、抜染剤 E が着色抜染可能であった。特に、抜染剤 E は、絹素材に対して、地染め濃度が高い黒に地染めしたものでも、良好な抜染結果が得られた。また、素材が毛の場合は、黒に地染めしたものに限り、色差 (ΔE^*ab) が 29.64 で、不十分な抜染結果(差し色染料は良好に発色しているが、地染め色が残った状態)であったが、地染め色が淡色の場合は良好な着色抜染結果が得られた。一方、抜染剤 B 及び抜染剤 D は、通常発色したブランクとの色差が大きいがわかる。試験試料を確認したところ、地色は脱色しているが、差し色染料の色変化の

影響が大きいことが分かった。

このようにして全 16 銘柄の LANASET シリーズの着色抜染性の色差と目視による評価を行った結果を表 2 及び表 3 に示す。

表 2 種々抜染剤における着色抜染性(素材:毛)

染料	抜染剤				
	A	B	C	D	E
Yellow 4GN	○	○	○	×	○
Orange RN	○	×	×	×	○
Yellow 2R	◎	◎	◎	×	○
Red 2B	×	×	×	×	○
Red G	◎	○	◎	◎	○
Violet B	○	○	◎	○	○
Bordeaux B	◎	○	◎	◎	○
Blue 2R	○	○	○	×	○
Navy R	◎	×	×	×	○
Blue 2RA	◎	×	◎	×	○
Blue 5G	◎	×	◎	×	○
Green B	◎	○	◎	◎	○
Brown B	◎	○	◎	×	○
Grey G	×	×	×	×	◎
Brown G	◎	○	◎	×	○
Black B	◎	×	×	×	◎
抜染可能数	14/16	9/16	11/16	4/16	16/16

表 3 種々抜染剤における着色抜染性(素材:絹)

染料	抜染剤				
	A	B	C	D	E
Yellow 4GN	◎	◎	◎	×	◎
Orange RN	◎	×	×	×	◎
Yellow 2R	◎	○	◎	×	◎
Red 2B	×	×	×	×	◎
Red G	◎	×	×	×	◎
Violet B	○	×	○	×	◎
Bordeaux B	◎	○	◎	◎	◎
Blue 2R	○	○	○	×	◎
Navy R	◎	×	×	×	◎
Blue 2RA	◎	×	◎	×	◎
Blue 5G	○	×	○	×	◎
Green B	○	×	◎	×	◎
Brown B	◎	○	×	×	◎
Grey G	×	×	×	×	◎
Brown G	◎	×	◎	×	◎
Black B	○	○	○	○	◎
抜染可能数	14/16	6/16	10/16	2/16	16/16

表2及び表3において、「◎」は、濃色地染め(黒)及び淡色地染め(赤・青・黄)の生地に対する着色抜染で良好な結果(色差による数値評価及び目視評価による)が得られたもの、「○」は淡色地染めの生地における着色抜染で良好な結果が得られたもの、「×」は着色抜染不可であったものを示している。「×」の多くが差し色染料に色ブレを起こさせるなど、差し色染料そのものに影響を与えている。

抜染剤別に見ると、抜染剤Aは毛素材及び絹素材とも14銘柄の着色抜染が可能であった。素材や地染め濃度によらず、安定した抜染結果が得られた。特に、濃色地染めを抜染する際の抜染剤濃度(20%)でも、比較的差し色染料への影響が抑えられていることから、着色抜染に有効な抜染剤であると評価できる。

抜染剤Bに関しては、毛素材で9銘柄、絹素材で6銘柄の着色抜染が可能であった。抜染可能と評価した銘柄においても、多くが淡色地染めにのみ有効であった。(表2及び表3で○のものが該当)濃色地染めの抜染を試みた際、地染め色は脱色しているものの、差し色染料も同様に脱色される傾向が顕著であったことから、濃色地染めを抜染するには抜染剤濃度を下げる等、詳細な検討が必要である。

他の抜染剤よりも高濃度で用いた抜染剤Cに関しては、毛素材で11銘柄・絹素材で10銘柄の着色抜染が可能であった。抜染剤Aと同様に、地染め濃度に関わらず良好な抜染結果が得られている。このことから、抜染剤Cは、差し色染料へ与えるダメージが少ない抜染剤であると評価できる。他の抜染剤と比べると、抜染剤使用量は増加するが、着色抜染に有効な抜染剤であると考えられる。

抜染剤Dは、毛素材で4銘柄、絹素材で2銘柄の着色抜染に適用可能であるに留まった。今回の検討では、最も着色抜染適性は劣った結果である。多くが、差し色染料の淡色化が生じており、地染め染料の脱色に加え、差し色染料も脱色できる程度の強い還元力を有していることが推察できる。

抜染剤Eは、表2及び表3から毛素材絹素材とも16銘柄すべてで着色抜染が可能である。毛素材の淡色地染めの場合、表1からも確認できるように、他の抜染剤と比較しても、同等以上の着色抜染結果が得られた。しかし、濃色地染めの場合には十分に脱色できない。この点に関しては、抜染剤濃度を高めて(所定濃度の1.2倍、2.4倍)検討を行った。その結果、濃色地染めに対しても、適用可能な銘柄を数銘柄確認した。しかし、その場合、淡色地染め生地において、差し色染料へのダメージが見られるので、地染め濃度に応じて抜染剤濃度を決定するなど、十分な配慮が必要である。一方、絹素材の場合は、抜染剤Eですべての銘柄の着色抜染が可能であった。表1からも、他の抜染剤と比較しても同等以上の着色抜染結果が得られることがわかる。

以上のことから、LANASETシリーズを用いた本実験条件では、

最も着色抜染適性がある抜染剤は抜染剤Eであり、素材と地染め濃度に応じて、抜染剤A及び抜染剤Cを適用させていくことで、すべての銘柄の着色抜染が可能であることが明らかになった。

3. 2 抜染生地の性能評価

3.1で着色抜染適性があると評価した抜染剤A、C及びEで処理した生地(毛及び絹)について破裂試験を行った。その結果を図1に示す。

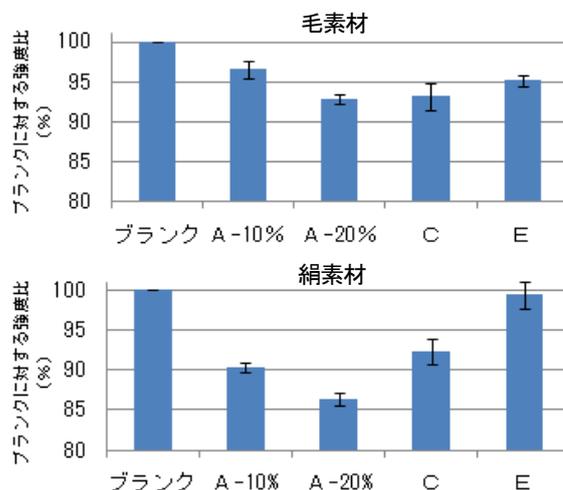


図1 抜染した生地の破裂試験結果(それぞれn=5)

図1におけるBlankは、抜染剤のみを加えていない捺染糊を毛及び絹素材の生地プリントし、通常の抜染処理と同様の熱処理等を施した試料である。縦軸は、Blankの破裂強度を100とした時の各抜染剤で処理した生地の強度を示している。

図1から、毛素材に対してはいずれの抜染剤でも、Blankの強度と比較して3~7%程度の強度低下が確認できる。しかし、抜染剤A、C、Eを比べるとBlankに対する強度比に大きな差が見られなかった。一方、絹素材の場合、Blankと比べて抜染剤Aで10~14%、抜染剤Cで8%程度の強度低下が確認できるが、抜染剤Eはほとんど強度低下が見られなかった。絹素材の強度低下の理由の一つとして、捺染糊のpHの影響が考えられる。抜染剤Aを含む捺染糊のpHは約10、抜染剤Cを含む捺染糊のpHが約10~11に対して、抜染剤Eを含む捺染糊のpHは約8であった。各素材は、処理されるpH条件で、30分間のスチーミング処理を施しており、pHが高い捺染糊を用いた場合、アルカリの影響で生地の強度低下が引き起こされたものであると推察できる。

今回の報告では、毛素材及び絹素材ともに、1種類の生地でも評価した上に、物性試験も破裂試験のみを実施しているため、他の試験を実施した結果を含めた詳細な検討が必要であるものの、抜染剤Eは、抜染による素材強度低下の少ない着色抜染処方であることが示唆された。

色なき試験は各条件で抜染した試料を所定濃度の非イオン界面活性剤液に浸漬した後、乾燥を経て目視で色なきの有無を確

認した。その結果、抜染剤の種類や地染め色に関わらず、全ての試料で色なきは認められなかった。

耐光堅ろう度試験は、抜染した部分に紫外線を照射することにより、地染め色の復色や黄変の発生有無を調べた。

その結果、Yellow 4GN, Yellow 2R, Blue 5G の3 銘柄について、「JIS L0842 第3 露光法」の結果「3 級未満」に相当する変色を確認した。変色の状況は、何れも地染めが青の生地で着色抜染部分における地染め色の復色である。原因は調査中であるが、青以外の地染め生地の場合、「3 級以上」であることから、地染め染料の影響を受けていることも考えられる。なお、他の13 銘柄に関しては、すべて「3 級以上」であった。

このことから、本研究で用いた抜染剤（抜染剤A、抜染剤C及び抜染剤E）は、差し色染料の性能に影響を及ぼさず、差し色染料は通常染色時と同等の耐光堅ろう度を維持していると考えられる。

3. 3 差し色染料に適した抜染条件

3. 1及び3. 2の結果を踏まえて、各染料銘柄で最適と判断した抜染条件（抜染剤の種類と濃度）を表4に示す。

表4 LANASET シリーズを用いた際の最適着色抜染条件

染料	毛素材		絹素材	
	淡色 地染め	濃色 地染め	淡色 地染め	濃色 地染め
Yellow 4GN	抜染剤 E	抜染剤 C	抜染剤 E	抜染剤 E
Orange RN		抜染剤 E		
Yellow 2R		抜染剤 C		
Red 2B		抜染剤 E'		
Red G		抜染剤 E''		
Violet B		抜染剤 C		
Bordeaux B		抜染剤 A		
Blue 2R		抜染剤 C		
Navy R		抜染剤 E'		
Blue 2RA		抜染剤 A		
Blue 5G		抜染剤 C		
Green B		抜染剤 C		
Brown B		抜染剤 E'		
Grey G		抜染剤 E		
Brown G		抜染剤 A		
Black B	抜染剤 E			

※抜染剤 E' …抜染剤 E の抜染剤濃度に対して 1.2 倍量の抜染剤

抜染剤 E'' …抜染剤 E の抜染剤濃度に対して 2.4 倍量の抜染剤

表4から、絹素材のすべての地染め条件と毛素材の淡色地染め条件の場合は、抜染剤Eを用いた着色抜染処方是最も有効であることが分かる。毛素材の濃色地染めの着色抜染を行う際に限り、抜染剤濃度を高めた配合抜染剤を用いるか、抜染剤A及びCを用いる必要がある。

カラーニーズが厳しい状況の中で、差し色染料として一つの銘柄のみを使用することはまれであり、複数の染料銘柄を混色することが一般的となっている。このような状況では、着色抜染の条件が異なる染料を混色すると、抜染の進行に差が生じてしまい、結果として色違いの原因となる。その点、本研究で得られた抜染条件を用いることで、LANASET 染料同士を混色した際は、通常の濃度で染色された地色は脱色しつつ差し色にはダメージを与えない状態で着色抜染が可能になると考えられる。

4 おわりに

酸性差し色染料を用いて、種々抜染剤の着色抜染適性を評価した。酸性染料で地染めした毛及び絹生地に、抜染剤と差し色染料を含む抜染糊をプリントした後、熱処理を行った。この手法で得られた生地を測色し、地染め染料の脱色と差し色染料の発色状態を評価し、次のような結果が得られた。

- (1) LANASET シリーズを差し色染料として用いた毛及び絹素材の生地の着色抜染では、抜染剤A（ロンガリットC）、抜染剤C（ハイドロサルファイト類の抜染剤）及び抜染剤E（配合抜染剤）が適した抜染剤であることが分かった。
- (2) (1)の抜染剤を用いて、着色抜染を行った生地の性能評価を行った。絹生地の破裂試験では、アルカリ性が強い抜染剤では生地強度低下が見られる中、配合抜染剤は、抜染による生地強度低下を抑制できることが推察された。
- (3) 着色抜染に適した抜染剤の中でも、配合抜染剤を用いた抜染処方では、絹素材の場合、試験を行ったLANASET シリーズ全銘柄の着色抜染が可能であった。さらに、毛素材の場合でも、地染め濃度が極端に高い場合を除き、同様にLANASET シリーズ全銘柄の着色抜染が可能であった。

謝 辞

本研究を実施するにあたり多大なる御指導と御助言をいただきました三共生興ファッションサービス(株) 清家 志郎様に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 富原健之：“加工技術”，32, 3, 213, (1997)
- 2) 松井誠，星野泰造，平野紀正：“加工技術”，26, 8, 518, (1991)
- 3) 井田恵司，高岩徳寿，田邊雅敏：“栃木県産業技術センター研究報告”，13, 43-48, (2016)
- 4) 井田恵司，嶋田和正，田邊雅敏，三俣政勝：“栃木県産業技術センター研究報告”，14, 48-52, (2017)
- 5) 日本繊維工業教育研究会：“カラーリング技術”，実教出版

IV 重点研究

Selected Research

液中レーザー局所改質法の開発とそれを用いた医療用ステンレス鋼の 摩擦摩耗特性の向上（第3報）

江面 篤志*, 相馬 宏之*

Improvement of Tribology Characteristics of Stainless Steel
by Laser-Induced Locally Treatment in Wet Condition (3rd Report)
Atsushi EZURA and Hiroyuki SOMA

医療用ステンレス鋼の摩擦摩耗特性向上のため、レーザーを用いた新しい表面改質手法である液中レーザー局所改質法の開発を行った。本報では、複雑形状に対する処理を想定し、レーザー照射角が形成される改質層に及ぼす影響について明らかにした。その結果、レーザー照射角の減少とともに被処理面の表面粗さが低下することがわかった。これは、レーザー照射角の減少により、レーザーの吸収率が低下し、被処理領域への入熱量が減少したためであると考えられる。さらに円筒面に対して均質な改質層を形成させるため、照射角の変化に合わせてデフォーカス量を調整する手法について検討を行った。その結果、この手法を用いることにより、円筒面に対して均質な改質層を形成可能であることを明らかにした。

Key words : レーザ, 表面改質, 微細加工, オーステナイト系ステンレス鋼

1 はじめに

近年、内視鏡を用いた腹腔鏡下手術では、さらなる患者の負担軽減のために体にあける孔の小径化が進んでおり、それに伴い、挿入する鉗子などの手術器具の細径化が進んでいる。組織の把持、切断、縫合といった作業を行うため、鉗子は、曲げやひねりなどの運動機能が必要である。これらの機能を付加するため、鉗子には微小歯車が使用されており、その摺動面には高い耐摩耗性が求められている。鉗子の長寿命化のため、摺動面には各種コーティングや熱処理などの表面改質を施す必要がある。しかし、小型鉗子に用いられる微小歯車は高精度形状が要求されるため、基材全体を対象とした表面改質法では、要求精度を満たすことが難しい。そのため、歯車の形状変化を最小限に抑えたままで、表面改質処理を可能とする局所改質法が求められている。

局所領域を対象とした表面改質には、局所加熱が行えるレーザーを用いたものがある^{1),2)}。例えば、川澄ら³⁾はS45C材に対しレーザーによる焼入れ処理を行い、入熱量と焼入れ深さの関係について明らかにしている。また、山口ら⁴⁾

は、窒素雰囲気中で純Ti材に対しレーザー照射による窒化処理を行い、表面硬度が向上すること示した。しかし、これらの研究事例で使用しているレーザーは出力が大きく、形成される改質層の厚さは数100 μm ～数 mmのオーダーであるため、細径鉗子に用いられる歯車にとっては、過大な処理となってしまう。このため、より局所的な表面改質法の確立が必要である。100 μm 以下の領域の表面改質には低出力レーザーを用いる必要があるが、低出力レーザーによる表面改質では、改質層を形成する拡散成分の供給法が課題である。レーザーによる窒化処理では、窒素ガス雰囲気が必要となり、また、粉末やめっきなど、固体の状態での供給では基材表面まで十分に加熱することができない。そのため、本研究では、拡散成分を溶液中に溶解させて供給する湿式法について検討した。

本研究では、細径鉗子などの医療機器に用いられるオーステナイト系ステンレス鋼SUS316L材の表面改質を行う。オーステナイト系ステンレス鋼は、焼入れによる表面硬化及び耐摩耗性の向上が望めないため、異元素拡散による表面改質処理が行われている。これまでに、Al(NO₃)₃水溶液に浸漬させたSUS316L材に対し、レーザー照射を行う

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

ことで、Al成分を拡散させる液中レーザ局所改質法の開発を目的として基礎実験を行った^{4),5)}。その結果、硝酸アルミニウム溶液に含まれるAl及びO成分を含有する改質層が形成され、その改質層はデフォーカス量の増大とともに薄くなることがわかった。形成された改質面に対して、摩擦摩耗試験を実施した結果、処理を施していない試験片と比較して、表面粗さが小さい改質面が形成され試験片の摩耗量の低減が認められた。さらに被処理面の縦断面に対してビッカース硬さ試験を実施した結果、改質層の硬さは母材と比較して上昇していることがわかった。これらのことにより、液中レーザ表面改質法を用いることでSUS316Lの摩擦摩耗特性を向上させることが可能であることがわかった。本研究では、実製品への適用のため、複雑形状に対して処理を施すことを想定し、レーザ照射角が被処理面に及ぼす影響について検討し、その後、円筒面へのレーザ照射処理を行った。

2 研究の方法

2.1 傾斜面に対するレーザ照射実験

本研究では、供試材として表1に示す組成のオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS316L) を用いた。同材をφ15 mm×4 mmの形状に機械加工した後、一方の端面をSiC研磨紙及び平均粒径9 μm並びに3 μmのダイヤモンド懸濁液を用いて研磨することにより鏡面状に仕上げた。

このようにして準備した試験片を図1のように処理システムの傾斜治具に取り付け、10 wt%Al(NO₃)₃水溶液に浸漬させた状態でレーザ照射を施した。レーザ照射角が90, 80, 70, 45 degとなるよう、0, 10, 20, 45 degの傾斜治具を金属3Dプリンタ (Sodick, OPM250L) により作製した。作製した治具の外観を図2に示す。低出力のパルス発振ファイバレーザユニット (IPG.co, YLP-1) から波長1064 nm, パルス幅100 nsのレーザが照射され、焦点距離30 mmの対物レンズにより直径約20 μmに集光される。このレーザユニットを超精密加工機 (東洋工学 LINIMAX) に取り付け、図3に示すようなパターンで走査した。なお、この際のレーザ照射条件を表2に示す。また、デフォーカスは、図4に示す方向に行い、デフォーカス量が改質面に及ぼす影響について検討するため、0.25~1.2 mmまでデフォーカス量を変化させてレーザ照射を施した。

2.2 円筒面に対するレーザ照射実験

φ15 mmの円柱形状のSUS316L材を切り出し、図5に示すように液中処理システムに固定した。図6に示すレーザ走査パターンにてレーザ照射を行い、処理面の表面粗さの評価を行った。レーザ照射条件については前項表2に示すものと同様の条件を用いた。

表1 供試材の組成

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
0.018	0.28	1.25	0.037	0.023	12.0	16.25	2.00	Bal.



図1 傾斜面へのレーザ照射実験の外観

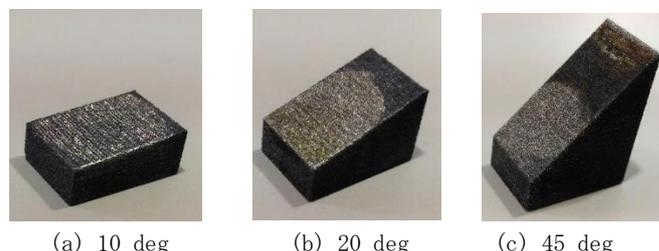


図2 傾斜治具の外観

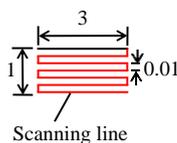


図3 レーザ走査パターン

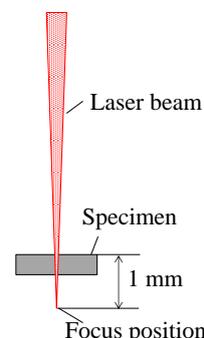


図4 デフォーカス方向 (レーザ照射角:90 deg)

表2 レーザ照射条件

Wavelength	1064 nm
Pulse width	100 ns
Repetition frequency	35kHz
Power	9 W
Scan rate	50 mm/min
Focal distance	30 mm



図5 円筒面へのレーザー照射実験の外観

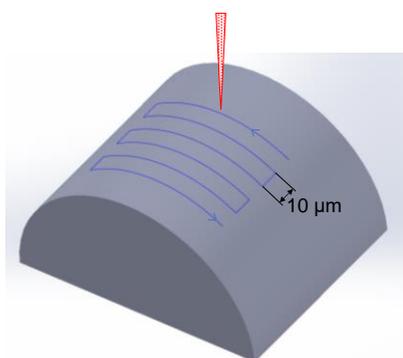


図6 円筒面に対するレーザー走査パターン

3 結果および考察

3.1 傾斜面へのレーザー照射実験結果

傾斜治具を用いて、試験片表面に対するレーザー照射角を90, 80, 70, 45 deg, デフォーカス量0.25 mmとして、硝酸アルミニウム水溶液に浸漬させた SUS316L 試験片に対してレーザー照射を施した。レーザー照射後の被処理面の表面を調べるため、それぞれの試験片に対して SEM を用いて観察を行った。その結果を図7に示す。同図より、レーザー照射角の減少とともに被処理面に形成される凹凸の幅が大きくなり、照射角が45 degのときの被処理面はなめらかであることがわかる。それぞれの試験片の凹凸の大きさを調べるため、表面粗さ測定機を用いて、被処理面の粗さ測定を行った。その結果を表3に示す。同表より、照射角が減少するにつれて R_a , R_z ともに小さくなること

反射率が増大し、試験片表面へのレーザーの吸収率が低下し、試験片の溶融が抑制されるためであると考えられる。

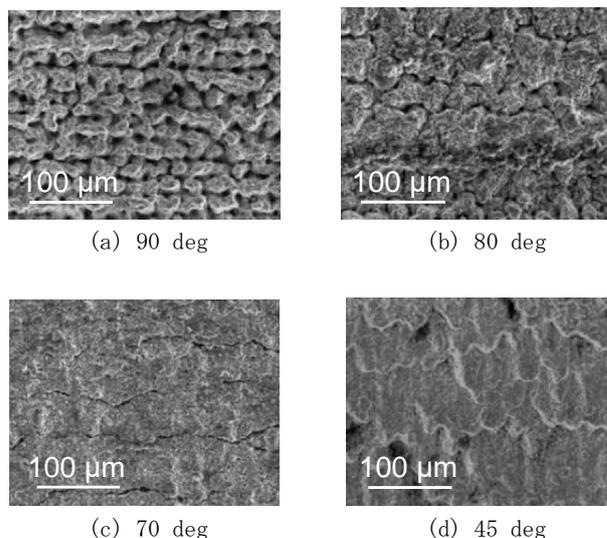


図7 被処理面のSEM観察結果

表3 被処理面の表面粗さ測定結果

	90 deg	80 deg	70 deg	45 deg
R_a (μm)	3.243	2.577	2.264	1.217
R_z (μm)	20.051	14.719	11.574	5.455

次に各レーザー照射角度におけるデフォーカス量の影響について検討するため、デフォーカス量を0.25から1.2まで変化させてレーザー照射を施した。レーザー照射領域の算術平均粗さ R_a を測定した結果を図8に示す。同図より、全ての照射角においてデフォーカス量の増大に伴い被処理面の表面粗さが低下することがわかる。これはデフォーカス量の低下により、レーザースポット内のエネルギー

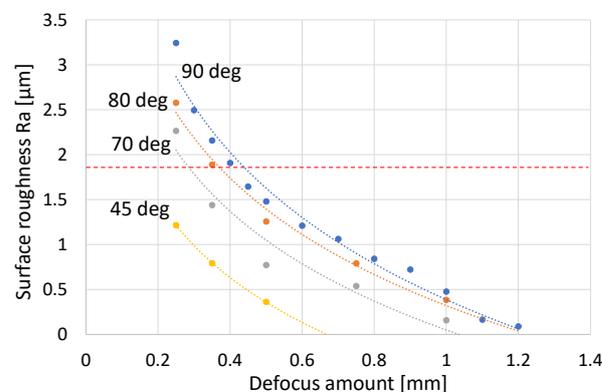


図8 各傾斜角におけるデフォーカス量が表面粗さに及ぼす影響

密度が低下し、試験片表面への入熱量が減少したためであると考えられる。

前報⁵⁾では、レーザー照射条件を変化させ、レーザースポット内のエネルギー密度を低下させることで、形成される改質層の厚さが減少することを明らかにしている。このとき、エネルギー密度の低下に伴い、被処理面の表面粗さも低下した。レーザー照射角を変化させてレーザー照射を施した被処理面の表面粗さも低下しており、形成された改質層の厚さについても低下していることが推測される。レーザー照射角が連続的かつ不規則に変化するような複雑形状を有する被処理物に対して、液中レーザー表面改質法を適用し、均質な改質層の形成を試みる場合には、照射角とともに変化するレーザー吸収率の変化に合わせ、試験片表面に入力されるエネルギー量を均一に保つ手法が必要である。デフォーカス量と形成される被処理面の表面粗さの相関を示した図8から、同様の表面粗さの被処理面を形成可能なデフォーカス量を読み取ることができる。図9に被処理面の算術平均粗さが0.8 μm程度となるデフォーカス量をプロットした結果及びそれらのプロット点から求められる近似曲線を点線で示す。同図より、レーザー照射角の減少とともに、設定されるデフォーカス量も指数関数的に減少していることがわかる。求められた近似曲線の方程式を式(1)に示す。

$$D = 0.0003\theta^2 - 0.0244\theta + 0.9191 \quad (1)$$

D : デフォーカス量 θ : 照射角

複雑形状に対応する場合には、レーザーが照射される箇所の照射角 θ を式(1)に代入することで求められるデフォーカス量 D となるようレーザーの焦点位置を調整しながら処理を施すことで、均質な改質層を形成することができると考えられる。次項では、円筒面に対して均質な改質層の形成のため、式(1)により求められるデフォーカス量となるよう、レーザー走査経路を補正してレーザー照射を施した結果について報告する。

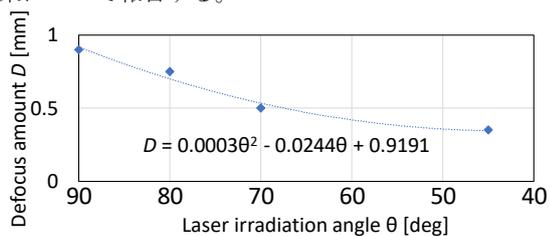
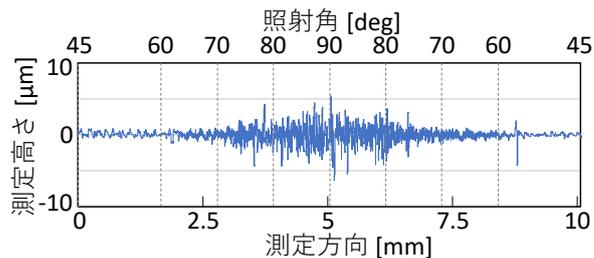


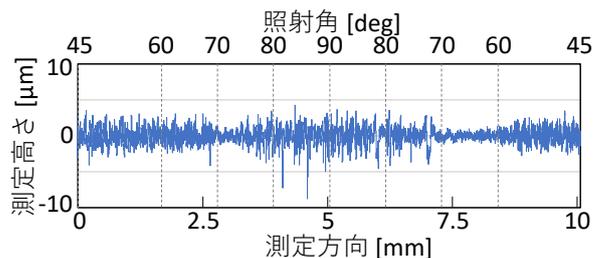
図9 算術平均粗さが0.8 μm程度の改質面が形成される各照射角におけるデフォーカス量

3. 2 円筒面に対する改質処理

図5に示す硝酸アルミニウム水溶液に浸漬させた円筒形状を有するSUS316L材に対して、前項で求めた補正式により求められるデフォーカス量になるようレーザー走査経路を補正してレーザー照射を施した。図10にレーザー照射後の被処理面に対して表面粗さ測定を行った結果を示す。なお、同図には、補正を行わず、一定のデフォーカス量でレーザー照射を施した結果についても示した。同図(a)より、補正を行っていない試験片の表面粗さは均一ではなく、レーザー照射角が90degとなる円筒の頂点付近で最も大きく、頂点から離れ、レーザー照射角が減少する部位では、表面粗さも低減していることがわかる。これは、レーザー照射角の減少とともにレーザー吸収率が低下したためであると考えられる。一方、図10(b)より、デフォーカス量の補正を行ってレーザー照射を施した試験片の被処理面は比較的均一な表面粗さが得られており、補正の効果が見られる。しかし、一部に表面粗さが低減している箇所が見られ、補正方法の検討が必要である。



(a) 補正なし



(b) 補正あり

図10 円筒面上に形成された改質面の表面粗さ測定結果

図10(b)中の表面粗さが低減している箇所は、レーザー照射角が60 deg付近であることがわかる。前項では、レーザー照射角を60 degとしたレーザー照射実験は行

っていないため、この傾斜角近傍でのデフォーカス補正量に誤差が生じていることが考えられる。そこで、レーザー照射角を 60 deg として、SUS316L 試験片に対してレーザー照射実験を行った。前項と同様に、デフォーカス量が被処理面の表面粗さに及ぼす影響を検討するため、デフォーカス量を 0.25~0.75 mm まで変化させてレーザー照射を施した。その結果を図 1 1 に示す。同図より、算術平均粗さ Ra が $0.8 \mu\text{m}$ 程度となるデフォーカス量は、0.5 mm であることがわかる。

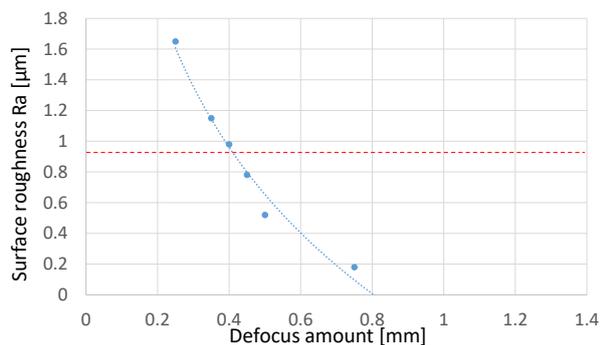


図 1 1 傾斜角が 60 deg とした際のデフォーカス量が表面粗さに及ぼす影響

次にレーザー照射角が 60 deg となる箇所におけるデフォーカス量が 0.5 mm となるようレーザー走査経路を再補正してレーザー照射処理を施した。レーザー照射後の被処理面に対して表面粗さ測定を行った結果を図 1 2 に示す。図 1 0 (b) に示した結果と比較して、図 1 2 に示した再補正後の被処理面は、より均一な粗さ分布であることがわかる。このことにより、レーザー照射角に合わせてデフォーカス量を適切に設定することで、均質な被処理面を形成できることが示された。

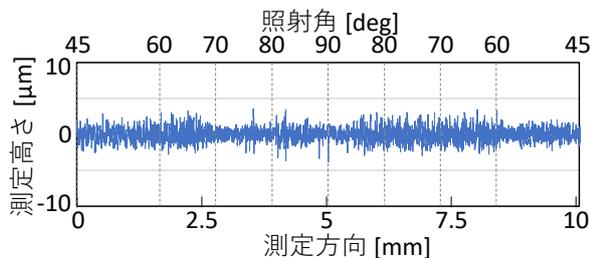


図 1 2 再補正後の円筒面上に形成された改質面の表面粗さ測定結果

4 おわりに

複雑形状を有する医療用オーステナイト系ステンレス鋼に対し、耐摩耗性を向上させることが可能な液中レーザー表面改質法を適用するため、レーザー照射角の変化に伴いデフォーカス量を調整しながら処理を施す補正法の検討を行った。また、検討した補正法を用いて、連続的に照射角が変化する円筒形状を有する試験片に対してレーザー照射処理を施した。以下に得られた知見を示す。

- (1) レーザー照射角の減少とともに被処理面の表面粗さが減少することが明らかとなった。
- (2) 円筒形状を有する試験片に対してレーザー照射処理を施した場合には、照射角の変化により不均質な改質面が形成されることが明らかとなった。
- (3) レーザー照射領域の照射角に応じてデフォーカス量を調整するようにレーザー走査経路を補正することで円筒面に対して均質な改質層の形成が可能であった。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、慶應義塾大学 小茂鳥教授、国立研究開発法人理化学研究所 大森先生、片平先生には有益な御助言を賜りました。また、本研究は(公財)天田財団の支援を受けて実施いたしました。ここに記して感謝いたします。

参考文献

- 1) H.Niino and A.Yabe : Surface modification and metallization of fluorocarbon polymers by excimer laser processing, Appl. Phys. Lett. 63, 3527, (1993)
- 2) 田辺郁男, 山口直也, 水谷淳之介, 渡辺哲也, 板垣薫: YVO₄ レーザ加工機を用いたステンレス鋼とチタンへの発色加工, "日本機械学会論文集(C編)", 69, 685, 2470, (2003)
- 3) 川澄博通, 新井武二 : レーザを用いた表面硬化における熱源の影響(第一報), "精密機械", 47, 6, 669, (1981)
- 4) 江面篤志, 渡部篤彦 : 液中レーザー局所改質法の開発とそれを用いた医療用ステンレス鋼の摩擦摩耗特性の向上(第1報), "栃木県産業技術センター研究報告", 12, 71, (2016)
- 5) 江面篤志, 渡部篤彦 : 液中レーザー局所改質法の開発とそれを用いた医療用ステンレス鋼の摩擦摩耗特性の向上(第2報), "栃木県産業技術センター研究報告", 13, 67, (2017)

高能率高品位加工を可能とする ELID 研削用弾性砥石の開発（第 2 報）

稲澤 勝史* 江面 篤志* 荒井 辰也*

Development of Elastic ELID Grinding Wheel for High Efficiency and High Quality Finishing
(2nd Report)

Katsufumi INAZAWA, Atsushi EZURA and Tatsuya ARAI

プラスチックレンズ金型には高品位な仕上げ加工が求められており、一般に職人による手磨きにより行なわれている。一方、熟練技能者不足、形状精度の低下、低い加工能率などの課題から、自動化による鏡面仕上げ加工が期待されている。本研究では、職人による手磨きの代替加工法として、弾性砥石を適用した ELID 研削法を提案している。前報では砥石のボンド材におけるゴム材料選定及び適切な硬さの検討を行うことで、機械加工における高能率高品位加工が可能な砥石を開発した。本報では、開発砥石を用いた ELID 研削により、レンズ金型を模擬した凹球面形状の SUS420J2 に対する仕上げ加工を行った。開発砥石を用いた機械加工では、端面が矩形の形状であっても、凹球面全面を加工することが可能であり、形状精度 5 μm 以下、表面粗さ 10 nm 以下の加工が可能であることがわかった。

Key words: 弾性砥石, ELID 研削法, 表面粗さ, 除去能率, 高品位加工

1 はじめに

プラスチックレンズ金型をはじめとする射出成形用の金型には、成形品の離型性及び意匠性の向上、金型の疲労強度の向上等の観点から、高品位な仕上げ加工が求められている。仕上げ加工は、一般に職人による手研磨加工が行なわれているが、熟練技術を必要とし、かつ形状精度の低下や加工能率が低いといった課題があり、代替加工法として、自動化がしやすい固定砥粒加工による鏡面仕上げが期待されている。

固定砥粒加工は一般には高硬度な砥石が用いられるが、金型等の複雑表面形状への追従加工は容易ではない。これに対し、弾性変形を利用して磨き加工を行うゴム砥石が実用化されているが、砥粒の保持力が弱いため研削能率が低いことが問題となっている。

炭素の微粒子であるカーボンブラックにより導電性を付与した導電性ラバーボンド砥石は、ELID (Electrolytic In-process Dressing) 研削法¹⁾の適用により砥石表面のゴムが酸化架橋反応を起こし、適度に硬化・脆化することで、砥粒の保持力及び自生作用の向上が期待できる。また同時に、砥石の導電性を確保しているカーボンブラックが酸素と反応して減少し砥石表面の電気抵抗が上昇することで、過度な硬化・脆化の抑制が期待できる^{2),3)}。

そこで本研究では、最も高品位加工が要求されるプラスチックレンズ金型の仕上げ加工を想定し、導電性ラバーボンド砥石を用いた熟練技能を必要としない研磨レス加工の実現を図る。

これまでの導電性ラバーボンド砥石では、ELID 時の酸化架橋反応により、砥石表面の硬化・脆化層が多く、摩耗が多いことが問題となっていた⁴⁾。このことは、砥石形状の崩れに加え、脱落した砥粒により加工面性状に悪影響を及ぼす。これに対し、前報ではゴム材料及び硬さの影響を検討することで、現行の導電性ラバーボンド砥石と比較し、加工時の砥石摩耗を低減し、高能率高品位加工を可能とする ELID 研削用弾性砥石を開発した⁵⁾。

本報告では、開発砥石を用いた ELID 研削により、レンズ金型を模擬した凹球面形状の SUS420J2 に対する仕上げ加工を行ったので報告する。

2 研究の方法

2.1 CAD/CAM を用いた加工パスの検討

砥石半径と凹球面との半径（以下、SR）の比率が変わることで、砥石と被削材との接触面積が変化するため、加工特性に影響を及ぼすことが想定される。よって、本研究では、加工に用いる弾性砥石の公称直径を $\phi 25$ mm とし、砥石半径に対する比率が 1 (SR=12.5 mm), 1.2 (SR=15.0 mm), 1.6 (SR=20.0 mm) の凹球面形状の被削材を用意した。図 1 に被削材の概観を示す。

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

なお、用意した被削材については、材質を金型鋼 (SUS420J2) とし、超精密加工機 (東洋工学㈱ LINIMAX) を用いた切削加工にて、凹球面形状の形状精度 $5 \mu\text{m}$ 以下、算術平均表面粗さ (以下, Ra) $0.3 \mu\text{m}$ 程度となるよう、粗加工を実施したものである。

図 2 に、CAM による加工パス作成の流れを示す。

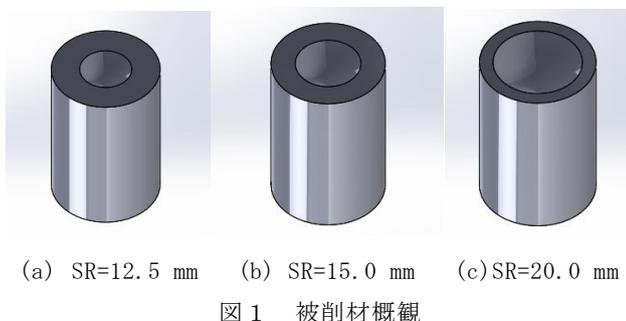


図 1 被削材概観

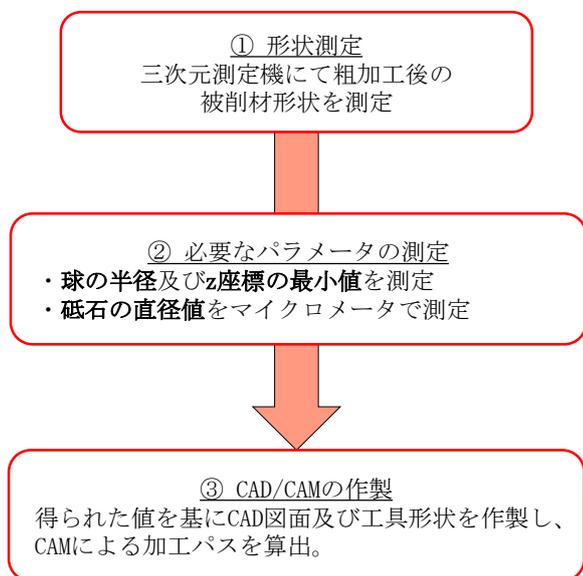


図 2 加工パス作成の流れ

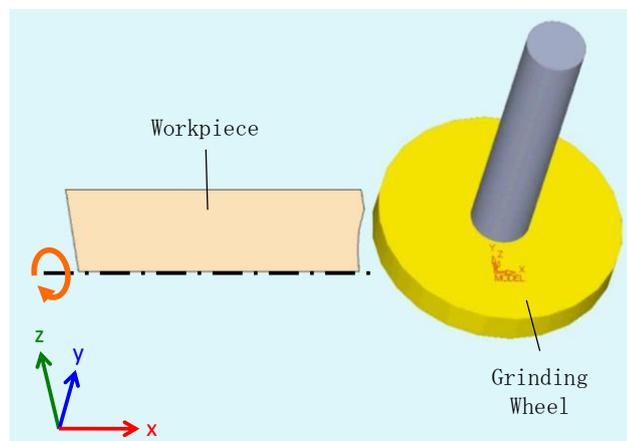


図 3 CAD/CAM を用いた加工パスの作成

まず、作製した凹球面形状の被削材に対して、三次元座標測定機 (㈱ミットヨ LEGEX9106) を用いて断面形状を測定し、球面の半径及びz座標の最小値を算出した。また、砥石直径値をマイクロメータにて測定した。

次に、得られた凹球面形状の半径値、z座標の最小値及び砥石直径値を用い、3DCAD/DAM システム (3D Systems CimatronE) にて図 3 に示す CAD モデルを作成し、先に測定した砥石直径値を工具に適用することで、加工パスを作成した。

なお、軸対称の凹球面の加工においては、図 3 に示す被削材を X 軸中心に回転させ、XY 平面上で砥石を動かすことで凹球面を満足する加工が可能である。よって CAD の形状は、凹球面を加工する上で最低限の加工パスを算出するため、同図に示す形状とした。

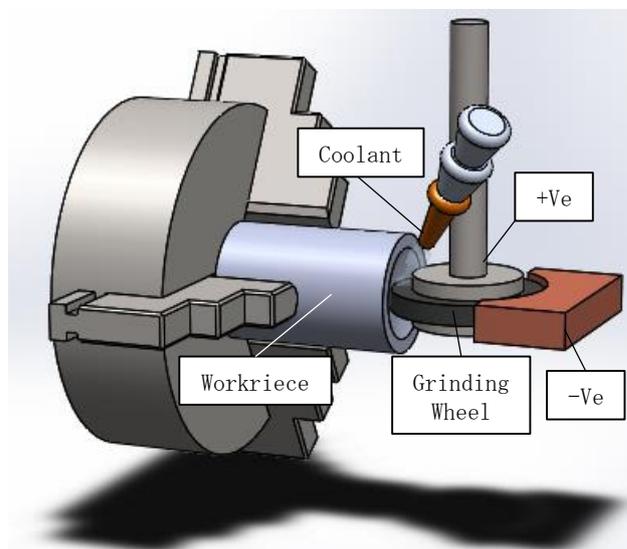


図 4 加工時の概観

表 1 加工条件

砥石	WA1200 導電性ラバーボンド砥石 (ブチルゴム)	
砥石硬さ	デュロメータ硬さ A 91	
砥石幅	3.3 mm	
砥石周速	65.6 m/min	
送り	5 mm/min	
切込み	100 μm (スパークアウト×100)	
被削材	SUS420J2	
被削材回転数	50 rpm	
研削液	弱導電性研削液 CG-7 (水道水で 50 倍希釈)	
電解条件	無負荷電圧値	30 V
	最大電流値	6 A
ELID 電源	東洋工学㈱ ED905	

2. 2 超精密加工機を用いた球面形状の加工

作成した加工パスを用い、超精密加工機による仕上げ加工を行った。加工時の概観を図4に示す。

なお、加工に際しては、昨年度開発した弾性砥石のうち、最も高能率高品位加工を実現した砥石である、ボンド材がブチルゴムのWA1200ラバーボンド砥石（デュロメータ硬さ91）を用い、表1の加工条件にてELID研削を行った。

また、通常、研削加工にて凹球面を加工する際は、V型砥石を用いて加工を行うことが一般的であるが、本研究では、最も成形が簡単である端面がフラットな円筒形状の砥石とした。

加工後の被削材については、表面粗さ測定システム（アメテック㈱ PGI840）及び三次元座標測定機を用い、加工前後の表面粗さ及び形状精度を評価した。

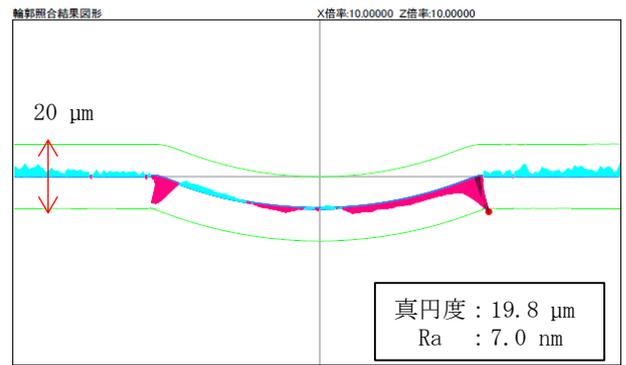
3 結果及び考察

図5に加工後の被削材外観を示す。同図より、砥石半径に対する比率が1（SR=12.5 mm）、1.2（SR=15.0 mm）、1.6（SR=20.0 mm）の全ての被削材について、加工面は鏡面となっており、高品位な加工を実現していることがわかる。

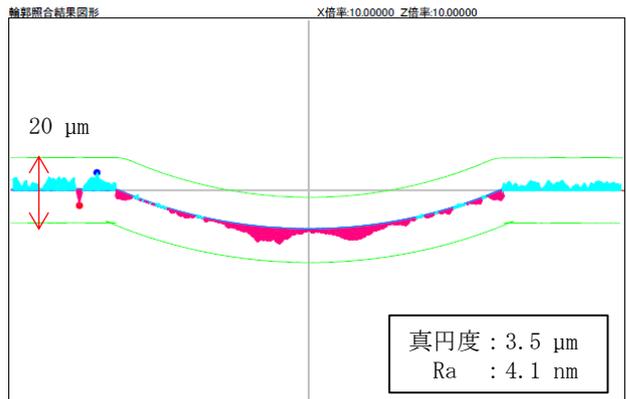
図6に加工前と加工後の形状偏差及び加工後の形状精度・表面粗さの値を示す。同図は、加工前の形状を基準とし、加工後の形状がどれだけ変化したかを示した図である。これより、加工前後での形状変化がほとんどないことから、本研究で開発した砥石は、形状を崩すことなく粗さ成分の凸部分をなだらかにするような加工が可能であると考えられる。また、砥石半径に対する比率が1.2（SR=15.0 mm）、1.6（SR=20.0 mm）の凹球面形状の被削材については、目標値である形状精度5 μ m、表面粗さ10 nmを達成していることがわかった。一方、砥石半径に対する比率が1.0（SR=12.5 mm）の被削材についてはエッジ部にダレが生じてしまい、形状精度が悪化していることがわかった。



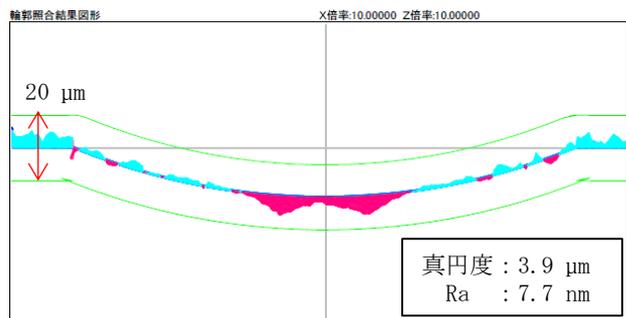
図5 加工後の被削材外観



(a) SR=12.5 mm



(b) SR=15.0 mm



(c) SR=20.0 mm

図6 加工前後の形状比較

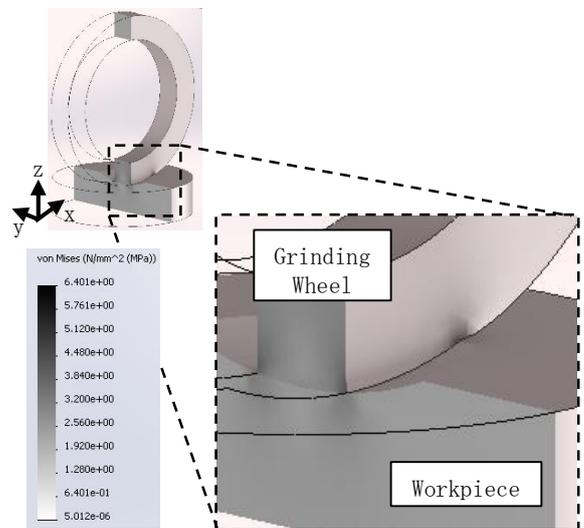


図7 砥石の応力分布

前述したように、凹球面の研削加工においては、V型砥石を用い、サブミクロン～数 μm の超精密な切込みにて加工を行うことが一般的である。しかし、砥石の成形が困難であるとともに、砥石摩耗等の要因により補正加工が必須である。

なお、補正加工においては、被削材を取り外すことができないため、高価な机上測定機を用いた形状測定が必須となる。

しかしながら、本研究で用いた砥石は、最も成形が簡単である端面がフラットな円筒形状の砥石としたが、弾性変形を利用することで、凹球面の仕上げ加工が可能であることがわかった。また、本研究では加工パスの作成のため、粗加工後の被削材を取り外し、形状測定を行った。これにより、段取り替えによる被削材姿勢のズレが生じたと考えられるが、100 μm という大きな切込みを与え、弾性変形により形状精度を悪化させることなく加工できたことから、姿勢のズレが生じたとしても、本加工法においては砥石の弾性により加工結果には影響を及ぼさないとはいえる。

一方、図6(a)に示すとおり、砥石半径に対する比率が1.0(SR=12.5 mm)の被削材については、エッジ部で大きく形状が崩れていることがわかる。この原因を考察するため、3D CAD(Dassault Systèmes SolidWorks Corporation SOLIDWORKS)のSolidworks Simulation機能を用い、SR=12.5 mmの凹球面形状を持つ相手材に対し、 $\phi 25$ mmの砥石を押し付けた場合の応力状態について解析を行った。

なお、凹球面のz座標の最小点に砥石が接触するz値を基準とし、その基準値から-z方向に100 μm 押し込んだ場合について解析を行った。その結果を図7に示す。同図より、エッジ部で多大な圧力が生じていることがわかる。これにより、エッジ部分が相手材に強く接触し、その部分が選択的に削られたことで、ダレが生じてしまったと考えられる。よって、砥石幅を小さくする、あるいは砥石のエッジ部を面取りすることで、この現象は改善できると考える。当該砥石においては、前述の面取りについても、切込み量の観点からV型砥石ほど精密な成

形は不要である。

以上より、本研究で開発した砥石及び加工技術は、精密な砥石成形が要求されるV型砥石による研削加工や、被削材及び加工機の精密な位置決め精度を要するダイヤモンドバイトによる切削といった既存の加工法に比べ簡便であり、熟練技能を必要としない研磨レス加工に寄与する技術であると考えられる。

4 おわりに

本研究では、金型鋼のSUS420J2に対し、CAD/CAMにより弾性砥石の加工パスを算出し加工を行うことで、以下の知見を得た。

- (1) CAMにより算出した加工パスにて、開発砥石を用いた仕上げ加工を行うことで、形状を崩さずに粗さの低減が可能である。
- (2) 最も成形が簡単な砥石形状にて、砥石半径に対する比率が1.2(SR=15.0 mm)以上の形状に対し、目標値である形状精度5 μm 以下、Ra10 nm以下を達成した。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、茨城大学工学部 伊藤先生、特定国立研究開発法人理化学研究所 大森素形材工学研究室 大森先生、上原先生、並びにキーパー(株)の皆様には、有益な御助言・御協力を賜りました。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 大森 整ら：“精密工学会誌”，79(4)，278-286，(2013)
- 2) 塚越 広光ら：“砥粒加工学会誌”，52(6)，339-342，(2008)
- 3) 伊藤 伸英ら：“砥粒加工学会誌”，54(2)，101-104，(2010)
- 4) 長谷川 勇治ら：“砥粒加工学会誌”，50(1)，30-33，(2006)
- 5) 稲澤 勝史ら：“栃木県産業技術センター研究報告”，14，73-76，(2017)

V 經常研究

Ordinary Research

X線CT三次元測定機による寸法測定の精度評価

荒井 辰也*, 相馬 宏之*, 稲澤 勝史*

Accuracy Evaluation of Coordinate Measurement with the Dimensional X-Ray CT System
Tatsuya ARAI, Hiroyuki SOMA and Katsufumi INAZAWA

X線CT三次元測定機を用いた測定の精度評価を目的として、アルミニウム合金及びチタン合金製基準器の撮影及び測定を行った。管電圧等の撮影条件が測定精度に及ぼす影響の評価を行った結果、測定精度にはビームハードニングアーチファクトの影響が大きく、フィルタや管電圧を適切に設定してその影響を低減することにより測定精度を満たすことを確認した。また、ビームハードニング補正機能を適切に用いることで精度の向上が見込まれることが分かった。

Key words :X線CT, 非破壊検査, 精密測定, ビームハードニング

1 はじめに

X線CTスキャンは、製品の内外形状を非破壊で三次元的に観察することが可能であるため、品質管理や新製品開発等、ものづくりの様々な場面において利用されている。また、近年では、規格により精度保証された計測用X線CTスキャン（以下、X線CT三次元測定機）の開発が進み、ドイツではVDI/VDEガイドラインといった寸法測定精度評価法に関する規格が作成されるなど、測定機としての期待が高まっている。

X線CT三次元測定機による寸法測定は、従来の測定機と比較して、内部形状が取得できることに加え、セッティングなどの作業が簡便であること、被測定物の硬質軟質など材質の制限を受けないことなどの利点を持つ。

一方で、被測定物の材質や形状に応じて管電圧やフィルタ等の撮影条件を変更する必要があるが、撮影条件によっては、アーチファクト等が発生し測定誤差を生じる要因となる。このため、高精度測定においては、アーチファクト等が寸法測定精度に及ぼす影響について十分に把握した上で撮影条件を設定することが重要となる。

そこで本研究では、航空機部材として多用されるアルミニウム合金とチタン合金の2種類の材料を用いて測定精度評価用基準器（以下、基準器とする）を作製し、三次元座標測定機により値付けした寸法とX線CT三次元測定機で測定した寸法を比較することにより、管電圧やフ

ィルタによる撮影条件の違いがアーチファクトの有無や測定精度に与える影響について検証した。

2 研究の方法

2.1 測定精度評価用基準器の作製及び基準値の測定

本研究では、図1に示すステップシリンダを基準器として用いた。外径は上から10 mm, 15 mm, 20 mm, 25 mm, 30 mmであり、内径は5 mmである。材質はアルミニウム合金、チタン合金の2種類とした。各段における外径及び内径を、三次元座標測定機（株ミットヨ LEGEX9106）を用いて測定し、寸法を評価する際の基準値とした。

2.2 X線CT三次元測定機による撮影、寸法評価

撮影に使用したX線CT三次元測定機を図2に示し、仕様を表1に示す。

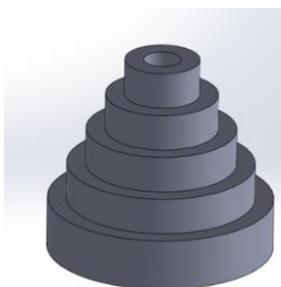


図1 ステップシリンダ



図2 X線CT三次元測定機

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

表1 装置仕様

装置名	(株)ニコン MCT225
定格出力	225 W
検出器	16 bit フラットパネル
測定精度	9+L/50 μm

アルミニウム合金製基準器の撮影条件は、管電圧を 140 kV, 160 kV, 180 kV, 200 kV の 4 条件、管電流を 140 μA , 180 μA の 2 条件とし、露光時間は 708 ms とした。また、フィルタは、なし、Cu : 0.1 mm, 0.25 mm, 0.5 mm の 4 条件とした。各条件は、基準器を X 線透視撮影した際の輝度ヒストグラム分布が 10000 以上、60000 以下程度の範囲に収まるように組み合わせた。

チタン合金製基準器の撮影条件は、管電圧 210 kV, 225 kV の 2 条件、管電流 240 μA , 260 μA , 300 μA , 340 μA の 4 条件、露光時間は 1000 ms とした。また、フィルタは Cu : 1.5 mm, 2 mm, 2.5 mm, 3 mm の 4 条件とした。各条件は、基準器を X 線透視撮影した際の輝度ヒストグラム分布が 8000 以上、60000 以下程度の範囲に収まるように組み合わせた。

撮影したデータを用いて、ボリュームグラフィックス製 VG Studio MAX による測定を行った。測定内容は、基準値の測定と同様、各段における外径及び内径である。

3 結果および考察

3.1 アルミニウム合金製基準器

アルミニウム合金製基準器を測定した場合における測定値の基準値からの偏差を示した結果を図3に示す。

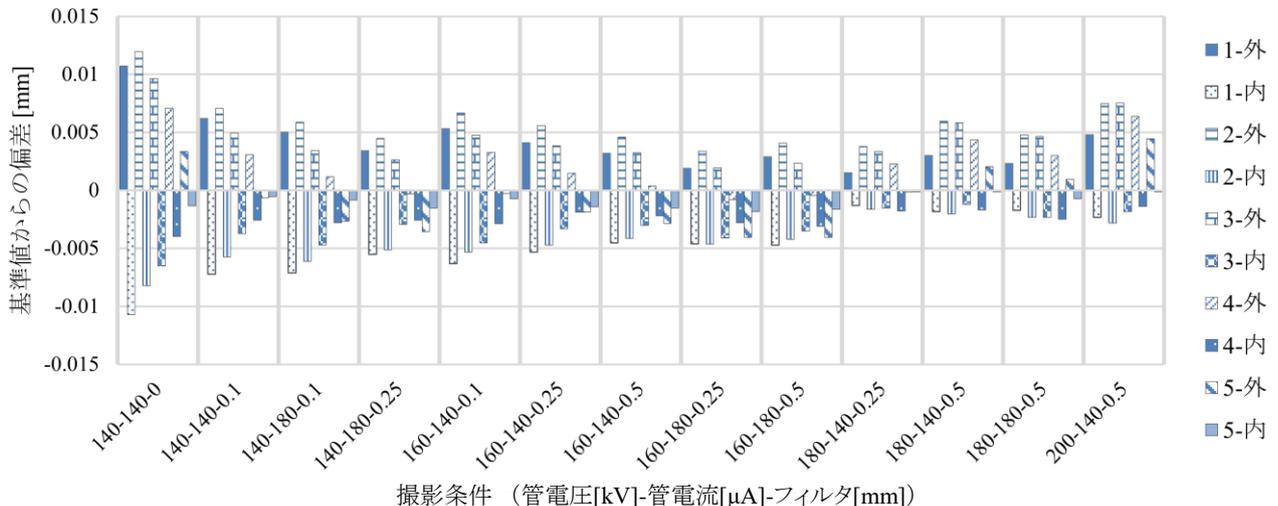


図3 アルミニウム合金製基準器の測定結果

図3より、外径は基準値よりも大きくなり、内径は基準値よりも小さくなる傾向があることが分かった。これは、ビームハードニングが生じたことが原因であると考えられる。ビームハードニングとは、X線が物質を透過する際、低エネルギー域がより多く吸収されるため、X線のエネルギー分布が高エネルギー側へシフトすることをいう。これにより、基準器内部の輝度が低下したことから、測定物と空気を区別する閾値が小さくなり、測定値が実際よりも大きくなったと考えられる。

160 kV-140 μA で撮影した、フィルタの厚さが異なる3条件における測定結果を比較すると、フィルタが厚いほど測定精度が良いことが分かった。これは、フィルタにより X 線の低エネルギー域が吸収され、ビームハードニングが生じにくくなったためであると考えられる。

測定精度については、140 kV-140 μA -フィルタなしの条件を除く全ての撮影条件において、装置の測定精度 (9+L/50) μm を満たしており、外径、内径ともに基準値からの偏差が小さかったのは 180 kV-140 μA -Cu0.25 mm であった。140 kV-140 μA -フィルタなしの条件においては、ビームハードニングが顕著に見られたため、精度が悪くなったと考えられる。また、管電圧の高い 200 kV-140 μA -Cu0.5 mm の条件においては、多少誤差が大きくなっているが、これは出力の上昇による X 線焦点サイズの拡大が原因であると考えられる。

これらのことから、アルミニウム合金製基準器においては、管電圧 160 kV~180 kV 程度、Cu フィルタ 0.25 mm ~0.5 mm の撮影条件が適当であり、5 断目の透厚 25 mm まで高精度測定を行うことが可能であると言える。

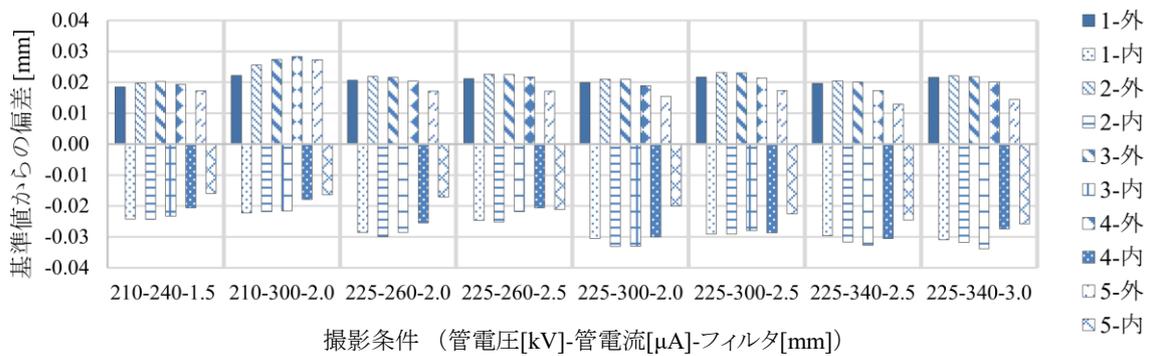


図4 チタン合金製基準器の測定結果

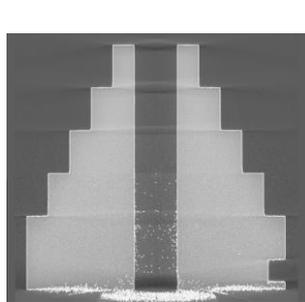


図5 断面観察

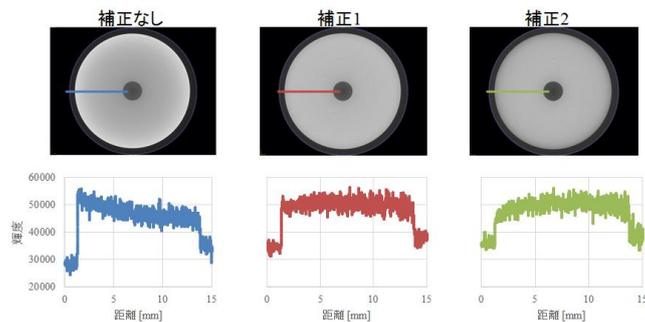


図6 ビームハードニング補正

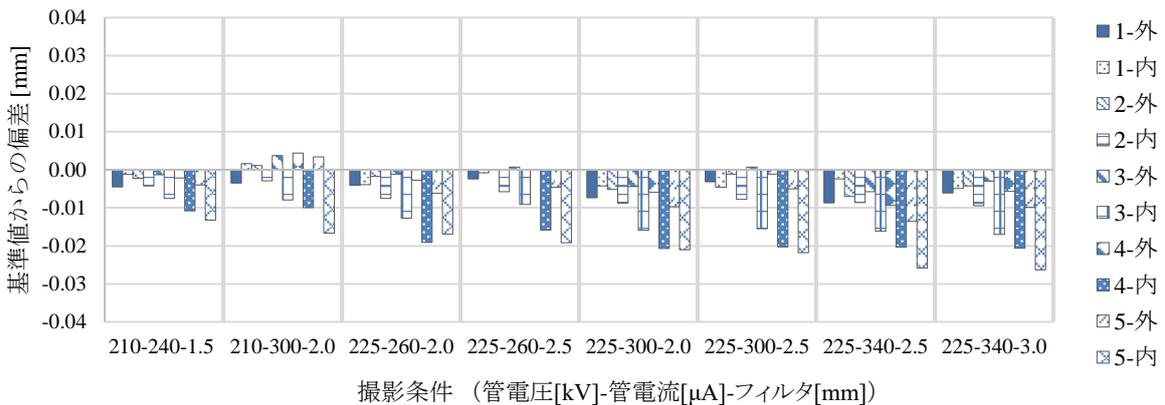


図7 ビームハードニング補正後の測定結果

3. 2 チタン合金製基準器

チタン合金製基準器を測定した場合における測定値の基準値からの偏差を示した結果を図4に示す。

図4より、チタン合金においてもアルミニウム合金と同様、外径は基準値よりも大きく、内径は基準値より小さくなる傾向があることが分かった。また、チタン合金においては、測定精度 $(9+L/50) \mu\text{m}$ を満たしていない。図5に示すように、透過厚の大きな4段階目や5段階目において内径穴部分にノイズが見られることや、ビームハードニングが顕著にみられることから、X線のエネルギー

が不足していると考えられる。

しかし、本装置は管電圧の最大値が225 kVであることから、撮影条件の検討だけでは測定精度の向上は難しいと考え、本体付属ソフトウェアのビームハードニング補正機能を用いて検討することとした。本研究では、プリセットされている5段階の補正強度のうち、1段階目と2段階目（以下、補正1、補正2とする）によるビームハードニング補正効果を検証した。

図6に、225 kV-300 μA -1000 ms-Cu 2mmの条件における5段階目の輝度の断面プロファイルを示す。図6より、

補正前は外周部から中心に向かうにつれて輝度が低下しているのに対し、補正 1 ではほぼ等輝度である。また、補正 2 では、外縁部の輝度が低下し丸みを帯びている一方、中心部付近では輝度が上昇していることが分かる。

このことから、補正 2 は補正過多となっており、補正の強度としては補正 1 が適していると考えられる。

補正 1 を使用し、寸法測定した結果を図 7 に示す。補正後では、1~3 段目程度までは寸法精度の範囲内であるが、透過厚が厚くなるにつれ、特に内径の測定精度が悪くなる。図 6 でノイズが見られたことから、透過厚に対して X 線のエネルギーが十分でなかったためであると考えられる。したがって、チタン合金製基準器においては、3 段目の透過厚 15 mm 程度までであれば、適切な補正処理を施すことによって高精度測定を行うことができると考えられる。

4 まとめ

アルミニウム合金及びチタン合金製の測定精度評価用基準器を用いて、X 線 CT 三次元測定機の測定精度を検証した結果、以下の結論を得た。

- (1) どちらの材質においても、ビームハードニングアーチファクトが測定精度に影響を及ぼすことが確認された。
- (2) アルミニウム合金においては、おおむね測定精度内での寸法測定を行うことができることを確認した。
- (3) チタン合金においては、補正処理を施す等の対策をすることにより、透過厚 15 mm 程度までは高精度測定が可能であることを確認した。

謝 辞

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

KEIRIN



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

凍結鑄型の流動性に及ぼす鑄物砂材質の影響

石川 信幸* 関口 康弘* 小池 宏侑*

Effect of Foundry Sand Material on Fluidity of Molten Metal in Frozen Mold
Nobuyuki ISHIKAWA, Yasuhiro SEKIGUCHI and Hiroyuki KOIKE

熱伝導率の異なる4種類の鑄物砂を用いて凍結鑄型を作製し、凍結条件や流動性及び金属組織の評価を行った。鑄物砂の熱伝導率によらず、鑄型の凍結時間は2時間以上で作製可能なことが分かった。流動性は鑄物砂の熱伝導率の影響を受けないことが分かった。金属組織は、鑄物砂の違いが最表面の組織の冷却速度に影響を及ぼすことが示唆された。

Key Words : 凍結鑄型, 熱伝導率, 流動性.

1 はじめに

平成 26 年度経常研究「凍結鑄型における球状黒鉛鑄鉄の流動性に関する研究」において、けい砂で作製した凍結鑄型を用いて流動性試験を実施し、凍結鑄型がCO₂鑄型に比べ流動性に優れることを確認した¹⁾。今後、凍結鑄型を企業へ提案するために、企業で使用されている鑄物砂を使用した凍結鑄型の作製条件や流動性等の基礎的データを蓄積することが重要である。

凍結鑄型の流動性は、鑄型に使用する鑄物砂の材質の影響を受けると考えられ、鑄物砂の材質と流動性の関係を明確にすることで鑄造する製品に適した凍結鑄型を作製することが可能と考える。更に、内部の金属組織は、鑄型の冷却挙動と密接な関係がある^{2), 3)}と考えられるため、冷却挙動を把握することも重要である。

そこで、本研究では、高さ2mm幅10mm全長233mmの流動性試験片を用い、けい砂、アルミナサンド、オリビンサンド、セラビーズ4種の鑄物砂を用いて作製した凍結鑄型で鑄造を行い、鑄物砂と流動性の関係及び金属組織の関係について調べた。

2 研究の方法

2.1 鑄物砂の分析

けい砂、アルミナサンド、オリビンサンド、セラビーズの4種の鑄物砂とフェノール樹脂をそれぞれ体積比6:4で混合⁴⁾し加熱プレスで成形した。成形体は、迅速熱伝導率計(アルバック理工 GH-1S)を用いて各3個の室温から100℃までの熱伝導率を測定した。各鑄物砂は、X線回折装置(以下XRD)(リガク RINT2550H)

を用いて構造を評価した。また、デジタル顕微鏡(ハイロックス KH-8700)を用い砂の外観を、走査型電子顕微鏡(以下SEM)(日本電子 JSM-5600LV)を用いて内部構造の観察をそれぞれ行った。

2.2 凍結鑄型の作製

各鑄物砂に体積比で水分量が8.5%になるように水を添加し混練機で3分混練した。混練した砂を、図1に示す流動性試験型(高さ40mm幅90mm長さ180mm)に充填し2枠造型した。造型した鑄型は乾燥を防ぐためビニール袋に包み、-30℃設定の冷凍庫で1.5, 2, 3時間凍結させた。所定の時間凍結後、抜型して鑄型の強度や破損を目視で観察し凍結状態を評価した。

2.3 流動性試験

流動性試験は、各鑄物砂に体積比8.5%の水を添加し作製した図1に示す流動性試験型を用いた。流動性試験型への注湯は次のとおり行った。底部にφ20mmの穴を有する注湯用のCO₂型をブロックの上に置き、作製した流動性試験型は注湯用CO₂型の穴の直下に鑄型の注湯口が来るように配置した(図2)。球状黒鉛鑄鉄は、目標組成C3.50%, Si2.70%になるよう配合を調整した。溶解は高周波溶解炉で黒鉛るつぼを用いて行い、1,550℃で出湯後球状化処理を行った。溶湯温度が1,280℃になったところで注湯用CO₂型に注湯し底部の穴に挿入した黒鉛棒のストッパを引抜き注湯した。

2.4 金属組織観察

各段の厚さが2, 4, 6, 8mmの階段状試験片型(図3)を用い、流動性試験と同条件で各鑄物砂の凍結鑄型を作製した。目標組成C3.50%, Si3.40%, Mg0.035%になるよう配合を調整した。高周波溶解炉で溶解し1,600℃で出湯後球状化処理を行った。各鑄型には1,410℃

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

で同一の溶湯を注湯した。鑄込んだ階段状試験片から試料を切出し、光学顕微鏡（オリンパス GX71）を用いて、チル組織（急冷組織）の有無を観察した。さらに、画像処理ソフトを用いて、各試料の上型表面近傍の任意の5視野について、直径15 μ m以上の黒鉛粒数を測定し冷却速度を推測した⁵⁾。

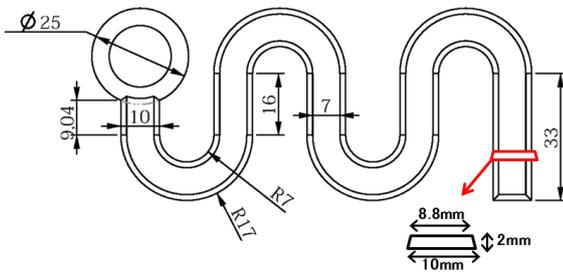


図1 流動性試験型

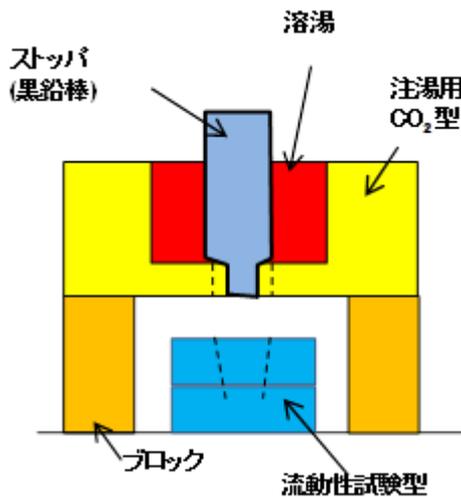


図2 流動性試験型配置

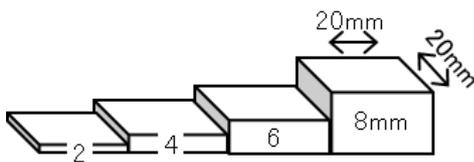


図3 階段状試験片型

3 結果及び考察

3.1 鑄物砂の構造と物性

各鑄物砂のXRD測定を行った結果、けい砂はSiO₂、オリビンサンドはフォルステライト(2MgO・SiO₂)、アルミナサンド、セラビーズはムライト(3Al₂O₃・2SiO₂)で主に構成されることが分かった。

鑄物砂と樹脂の成形体の熱伝導率を測定した結果を表1に示す。アルミナサンドとセラビーズの人工砂が、けい砂やオリビンサンドに比べやや低い値を示した。

デジタル顕微鏡と走査型電子顕微鏡で砂の形状及び断面を観察した結果を図4に示す。人工砂のアルミナサンドとセラビーズは球形、けい砂及びオリビンサンドは、角張った形状であった。また、SEM観察からセラビーズ内部には、他の砂より大きな空隙が確認された。

表1 鑄物砂熱伝導率測定結果

	けい砂	アルミナ サンド	オリビン サンド	セラビーズ
熱伝導率 (W/m・K)	0.75	0.53	0.78	0.49

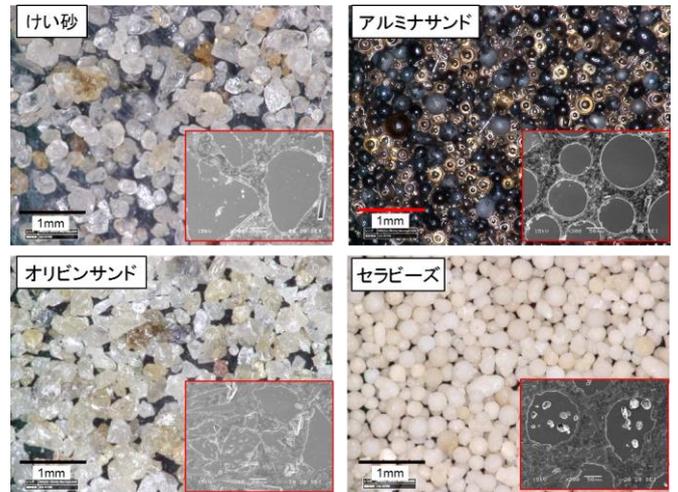


図4 砂の形状及び断面観察結果

3.2 鑄型の凍結

所定時間凍結後の鑄型の抜型時の強度や破損を目視にて観察した結果を表2に示す。凍結時間1.5時間では凍結が不十分でけい砂とセラビーズの鑄型の1枠は壊れた。凍結時間2時間以上では全ての鑄型で鑄造に使用可能な強度が得られることが分かった。鑄物砂の熱伝導率によらず、本研究で使用した砂と型の組合せでは、同条件で凍結鑄型を作製可能なことが分かった。

表 2 凍結時間と鑄型の強度

	凍結時間 (h)		
	1.5	2	3
けい砂	△	○	○
アルミナサンド	×	○	○
オリビンサンド	×	○	○
セラビーズ	△	○	○

× : 2 枠共破損 △ : 1 枠破損 ○ : 破損無し

3. 3 流動性試験

鑄造した試験片の流動長と砂の熱伝導率の関係を図 5 に示す。砂の熱伝導率と流動長に相関は確認されなかった。そのため、凍結鑄型における溶湯の流動性に及ぼす鑄物砂の熱伝導率の影響は小さいと考えられる。また、溶湯 C 量と流動長の関係を図 6 に示す。溶湯 C 量が増えるに伴い、流動長が伸びる傾向が得られた。溶湯 C 量によらずアルミナサンドは、他の砂に比べ流動性が劣る傾向を示した。

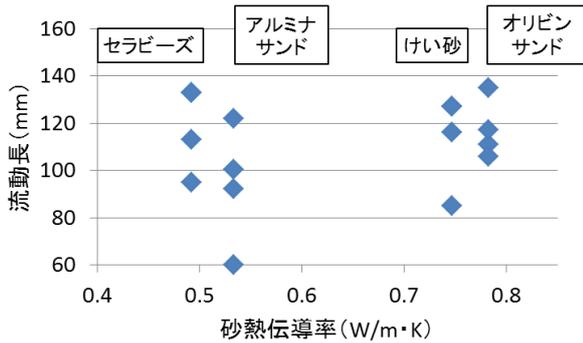


図 5 鑄物砂熱伝導率と流動長の関係

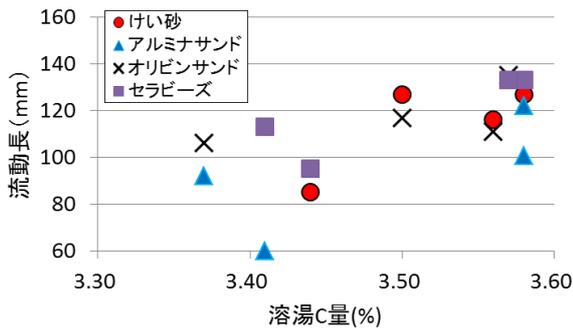


図 6 溶湯 C 量と流動長の関係

3. 4 金属組織

階段状試験片表面のチル組織の有無を観察した結果を表 3 に示す。肉厚 2mm は、オリビンサンドのみチル組織が無く、セラビーズは僅かに観察される程度であった。けい砂の上型表面、アルミナサンドの上下型の

表面にはチル組織が観察され、各鑄物砂によって表面の冷却速度に差があると考えられる。

鑄造した階段状試験片の熱伝導率と各段上型表面近傍の黒鉛粒数を測定した結果を図 7 に示す。アルミナサンドを除き、砂の熱伝導率によらず黒鉛粒数は各肉厚において同程度のため表面近傍の冷却速度は変わらないと推測できる。アルミナサンドは他の砂に比べ黒鉛粒数が多く、他の砂より冷却速度が速いことが推測される。しかし、肉厚 2mm で黒鉛粒数が減少しているが、これはチル組織の生成に C が使用されたためと推測される

図 8 に肉厚 8mm の上型表面の金属組織を示す。肉厚 8mm の最表面組織は、けい砂、アルミナサンドはパーライト、セラビーズとオリビンサンドはフェライトが観察された。このことから、凍結鑄型に使用する鑄物砂の違いが最表面の冷却速度に影響を及ぼすことが示唆された。

表 3 試料表面チル組織観察結果

		8mm	6mm	4mm	2mm
		けい砂	上型面		
	下型面				×
アルミナサンド	上型面			△	×
	下型面				×
オリビンサンド	上型面				
	下型面				
セラビーズ	上型面				△
	下型面				△

無印:チル無し △:チル少 ×チル多

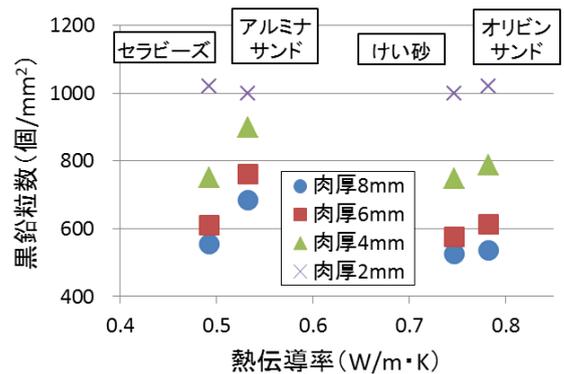


図 7 砂熱伝導率と黒鉛粒数の関係

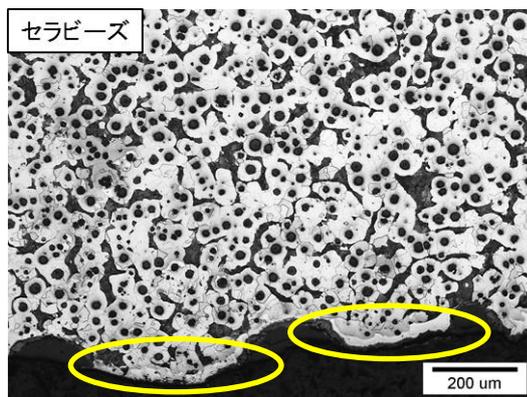
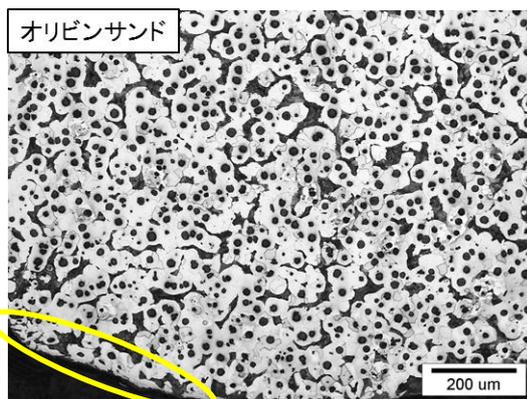
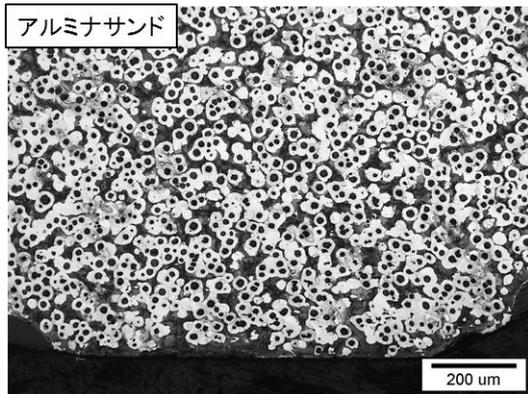
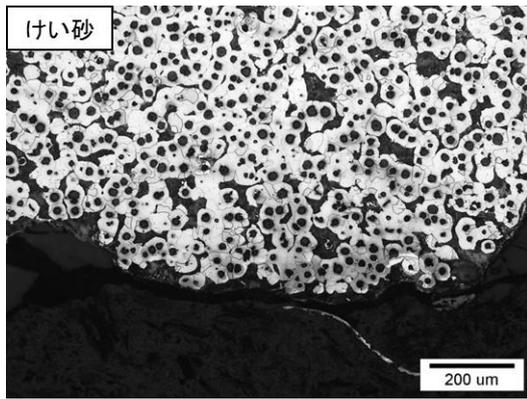


図8 肉厚 8mm 上型表面の金属組織

4 おわりに

4種の鋳物砂で作製した凍結鋳型を用いて、鋳物砂の熱伝導率と流動性及び金属組織との関係を調べた結果、以下のことが得られた。

- 1) 熱伝導率の異なる鋳物砂を使用して同一条件で凍結鋳型を作製できることが分かった。
- 2) 凍結鋳型の流動性は、鋳物砂の熱伝導率の影響を受けないことが分かった。
- 3) 金属組織は、鋳物砂の違いが最表面の冷却速度に影響を及ぼすことが示唆された。

参考文献

- 1) 石川信幸, 相馬宏之, 樋山里美: "栃木県産業技術センター研究報告", 12, 91-94, (2015)
- 2) 中山博行, 多田周二, 西尾敏幸, 小林慶三: "鋳造工学", 81(8), 373-376, (2009)
- 3) 多田周二, 中山博行, 西尾敏幸, 小林慶三: "鋳造工学", 82(2), 93-96, (2010)
- 4) 太田弘道, 友田陽: "日本金属学会会報", 29(3), 148, (1990)
- 5) 堀江皓, 小綿利憲, 阿部喜佐男, 千田昭夫: "鋳物", 58, 23-24, (1986)



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

アルミニウム鑄造における鑄物砂の性状とガス欠陥発生との相関に関する 調査研究

関口 康弘* 石川 信幸* 内藤 恭平*

Research of the Relationship between Properties of Foundry Sand and Gas Defect in Aluminum Casting

Yasuhiro SEKIGUCHI, Nobuyuki ISHIKAWA and Kyohei NAITO

アルミ鑄造現場で使用した鑄物砂の水分量及び樹脂量が、鑄物の欠陥に及ぼす影響について調べた。その結果、鑄物砂水分量 (2.18%以下) や強熱減量 (1.97%以下) が砂型試験片採取用供試材の内部欠陥に及ぼす影響が少ないことが明らかとなった。

Key words: アルミニウム鑄造, 鑄物砂, ガス欠陥

1 はじめに

アルミ鑄物に発生する欠陥は、溶湯処理、鑄型材料、鑄造法案、鑄造条件などの様々な要因が指摘され、対策¹⁾が行われている。しかしながら、個々の事案で欠陥の根本的な原因が特定できないケースが多く、繰り返し発生しているのが現状である。

鑄造現場では、梅雨時などの多湿な時季や鑄物砂の再生使用頻度が高い場合に発生しやすいことが経験上知られている。原因としては、鑄物砂に含まれる水分や付着した有機物が、溶湯の熱により気化し、発生するガスが鑄物内部に混入してガス欠陥となることなどが考えられる。しかし、鑄物砂の水分量や有機物の付着量と、ガス欠陥の相関については明確になっていない。

一般的にアルミ合金の鑄造には、樹脂をバインダとして鑄物砂を固める自硬性鑄型を用いることが多い。一度使用した自硬性鑄型は、鑄物砂再生装置にかけ、樹脂と鑄物砂を分離した後に鑄物砂のみを再利用している。鑄物砂と樹脂は完全に分離することは困難で、再利用を重ねるうちに樹脂残さが増え、ガス欠陥発生のリスクが増大する。

本研究では、実際のアルミ鑄造現場で使用した鑄物砂と鑄物について、鑄物砂の水分量や樹脂量と鑄物の欠陥との関係について調べ、ガス欠陥の低減を図ることを目的とする。

2 研究の方法

2.1 協力者及び調査に用いた鑄物・鑄物砂

鑄物砂8点と供試体16点 (JIS H 5202 砂型試験片採取用供試材) の鑄物は、(株)レオンアルミから提供されたものを使用した。表1に(株)レオンアルミの製造設備等を参考

に示す。

表1 (株)レオンアルミの製造設備等

設備	砂再生設備 (タワー型有機自硬性砂リサイクル設備) 自硬性連続式混練機 (水溶性アルカリフェノール樹脂)
溶解炉	るつぼ炉燃焼型 (燃料はプロパンガス)
原材料	AC2B(Al-Cu-Si系)、AC4C(Al-Si-Mg系)
鑄物砂	けい砂 (オーストラリア産アルバニー#90)

2.2 造型及び溶湯処理

供試体の造型方法は、砂型試験片採取用供試材製造鑄型 (木型) に連続式混練機で作られた鑄物砂を手込めした。力加減が変わらないよう同じ社員 (職歴4年) に作業をお願いした。手込め後、30分程経ってから、木型を取り外す抜型作業を行い、その後鑄型を、アルミニウムの溶湯処理が出来上がるまで放置した (造型から注湯まで、およそ2~3時間経過)。

溶湯処理は、まず、溶解炉に原材料を投入、加熱、溶解した状態でのアルミニウムは汚れている (溶湯の中に多量の介在物や酸化物がある状態) ため、非鉄金属用溶湯処理剤 (フラックス) を使い、溶解用器具 (あかとり) で注ぎ、溶湯中に浮上分離された介在物や酸化物をあかとりで取り除いた。次に、溶湯中のアルミニウムは高温 (750℃以上) であり、大気中等の水分がアルミニウムと反応して水素ガスとして溶湯中に溶け込むため、回転脱ガス装置を使い、アルゴンガスを溶湯中へ吹き込み、気泡に水素ガスを拡散させ除去した。装置は6分間運転し、3回繰り返した。作業は全て同じ作業者が行った。

注湯作業は、溶湯処理後、溶解用器具 (湯汲み) を使い、溶解炉からアルミニウムを汲み出し、鑄型に注いだ。作業は全て同じ作業者が行った。

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

2. 3 鋳物砂の水分量と強熱減量の測定

試験方法は、JIS Z2601 鋳物砂の試験方法の試験項目にある水分（付属書5による）、強熱減量（付属書6による）の規定により測定した。この規格は、生型（鋳物砂を粘土岩と水で固めた鋳型）で使用する鋳物砂の性質を測定する試験方法であるが、今回実験する自硬性鋳型（鋳物砂をフェノール樹脂で固めた鋳型）の鋳物砂の試験方法が規定されていない理由からこの試験方法を取り入れた。

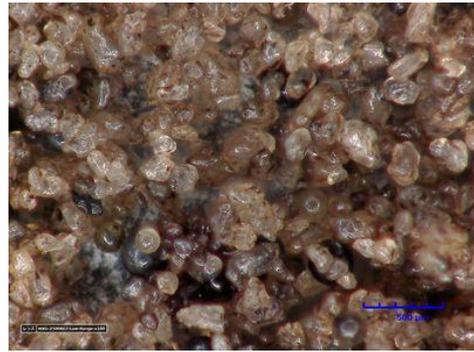
2. 4 供試体の評価

供試体の内部観察は、X線CTスキャン（株島津製作所製 SMX-225CT/SV）を用いた。その際、撮影箇所は、砂型試験片の平行部中心付近（φ14mm×35mm）とした。金属組織の観察は、砂型試験片の平行部中央を切断し、鏡面研磨後、金属顕微鏡（オリンパス製 GX-71）で行った。さらに、撮影した画像を元に画像解析ソフトによる二値化の画像処理を行い、欠陥の割合を面積で数値化した。押し湯断面のマクロ観察は、長手方向に切断し、耐水研磨紙#220で湿式研磨後、微小な空隙を明確にするカラーチェックにより着色し、目視観察にて評価を行った。引張試験は、引張試験機（株島津製作所製 AG-50kNI M2）を用いて、ひずみ速度 2mm/minで行った。硬さ試験は、ブリネル硬さ試験機（株アカシ製 ABK-1）を用いて行った。

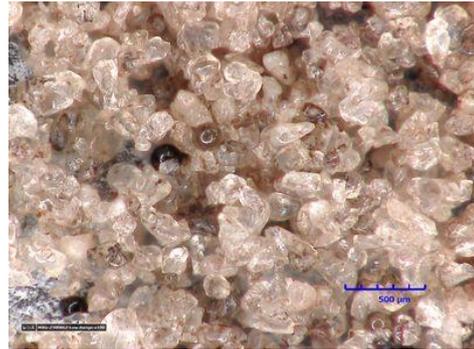
3 結果及び考察

3. 1 鋳物砂の水分量と強熱減量

鋳物砂及び供試体の測定結果を表2に示す。鋳物砂は再生装置にかけられて、樹脂と鋳物砂を分離した後に鋳物砂のみを再利用しているが、再生装置により鋳物砂が微粉化して鋳物砂量が減った時や、鋳物砂の強熱減量の値が増加した時、新砂を投入している。鋳物砂 No. A は、新砂の投入前であり、強熱減量は最も高い値となった。また、鋳物砂 No. B は、新砂の投入後であり、強熱減量は最も低い値となった。鋳物砂 No. D は、砂の水分の影響を検討するため、手込めする前の鋳物砂に蒸留水を吹き付けたものであり、砂の水分は最も高い値となった。



鋳物砂 No. A（強熱減量 1.97%）



鋳物砂 No. B（強熱減量 1.06%）

図1 鋳物砂の外観写真

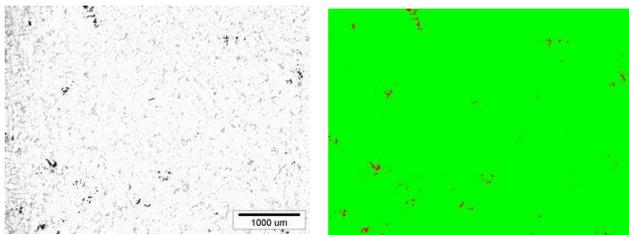
鋳物砂の観察画像を図1に示す。再利用の回数により表面の色の違いがでていたものの、未使用鋳物砂と比べて、形状、大きさに明確な差は見られなかった。また、再利用した鋳物砂には、溶融アルミナと思われる丸い形状の微粉が多数見られた。

3. 2 鋳物製品の金属顕微鏡観察

金属顕微鏡で撮影した画像を図2に示す。黒いコントラストで微小な空隙欠陥が観察された。この欠陥の割合を面積で数値化し、鋳物砂水分量や強熱減量に対する欠陥面積との関係を調べた。鋳物砂水分量と欠陥面積の関係を図3、強熱減量と欠陥面積の関係を図4に示す。今回の鋳造実験は、鋳造現場での作業の合間に供試体を鋳造したため、鋳造条件がばらついていることから、同一条件に近い範囲の

表2 鋳物砂の水分量と強熱減量、供試体の欠陥面積と物性及び鋳造条件

鋳物砂			供試体				鋳造条件		
鋳物砂No.	砂の水分 (%)	強熱減量 (%)	供試体No.	欠陥面積 (%)	引張強さ (MPa)	硬さ	溶解温度 (°C)	溶湯処理 (回数)	原材料
A	0.83	1.97	1	0.04	170	60	750	3	AC4C
B	0.88	1.06	2	0.00	172	59			AC4C
C	0.89	1.83	3	0.02	169	57	738	3	AC4C
			4	0.06	170	57			AC4C
D	2.18	1.43	5	0.04	221	76	745	3	AC2B
E	-	1.81	6	0.33	208	75	750	0	AC2B
			7	0.79	211	75		1	AC2B
			8	0.76	212	72		2	AC2B
			9	0.15	211	77		3	AC2B
F	1.00	1.64	10	0.06	212	76	756	3	AC2B
			11	0.05	214	75	720		AC2B
G	0.86	1.66	12	0.18	197	75	700	3	AC2B
			13	0.36	209	80	740		AC2B
			14	0.28	213	77	780		AC2B
H	0.70	1.76	15	0.38	179	65	776	3	AC4C
			16	0.44	179	66			AC4C



研磨後の画像 二値化処理の画像

図2 断面の金属顕微鏡観察（供試体 No.13）

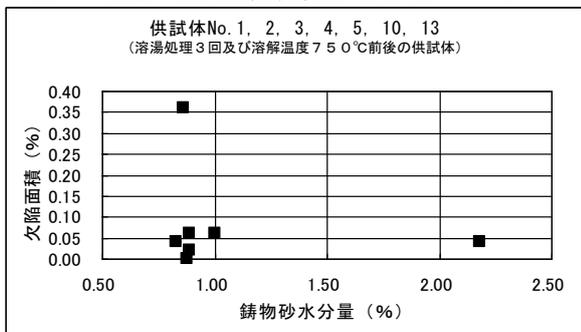


図3 鑄物砂水分量と欠陥面積の関係

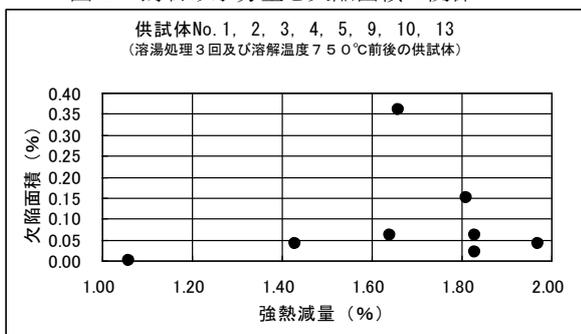


図4 強熱減量と欠陥面積の関係

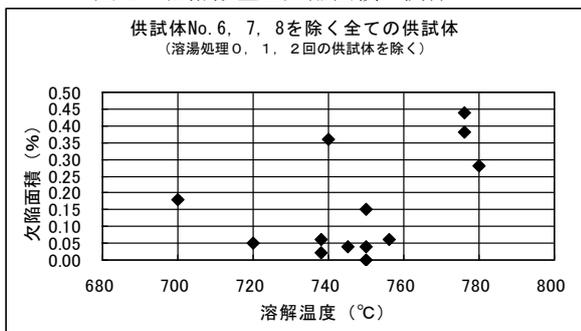


図5 溶解温度と欠陥面積の関係

供試体を抽出する必要があると考えた。原材料の違いによる欠陥への影響は、機械的性質や化学的性質に違いがあるものの、流動性や凝固収縮の性質に差がないと考えられるため無視することとした。また、溶解温度のばらつきによる欠陥への影響は、温度の違いで水素の溶解度が変化するため無視できないと考え、一般的に鑄造現場で溶解している750℃前後の供試体を溶湯処理3回のものから抽出した。図3、図4から鑄物砂水分量、強熱減量と欠陥面積との関係に相関は見られない。このことから、欠陥面積に対する鑄物砂水分量や強熱減量の影響は少ないと考えられる。

鑄物砂水分量、強熱減量と欠陥面積との関係に相関は見られないことから、溶解温度に着目し、溶湯処理3回の供試体についての溶解温度と欠陥面積の関係を図5に示す。溶解温度が約780℃になると、全ての供試体の欠陥面積は、0.28%以上となり、溶解温度の影響は、欠陥発生に対して無視できない要因となる可能性があることがわかった。

3.3 鑄物製品のX線透視観察

X線CTスキャンで撮影した画像を図6に示す。黒いコントラストで見えるのが内部欠陥であり、平行部全体で均一に見られた。CTの分解能は、ピクセル当最長(mm/pixel)0.095であり、コントラストで確認できるpixelが2~3程度であることから、内部欠陥の検出限界は約0.2mm以上の大きさであると考えられる。ばらついた水分量、強熱減量による鑄物砂で鑄造した砂型試験片を観察したが、試験片内部の欠陥は全般的に少なく、内部欠陥の発生量に明確な差がないことがわかった。

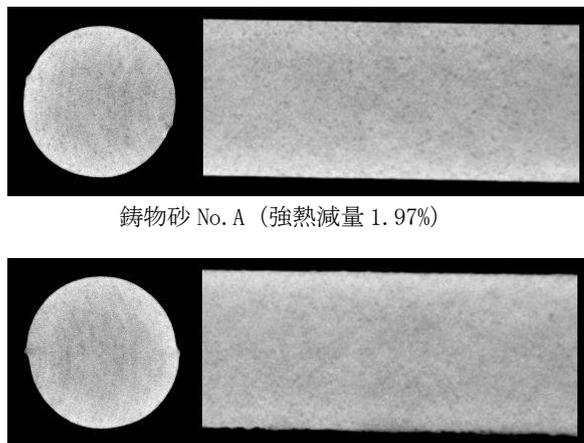


図6 砂型試験片平行部のX線透視観察

3.4 押し湯の断面マクロ観察

鑄物製品の品質と関係の深い押し湯内部の欠陥状態を確認するため、断面マクロ観察を行った結果を図7に示す。押し湯は、鑄物製品の凝固収縮による空隙を防ぐため溶けたアルミニウムを鑄物製品に補給するために設けられたものである。どちらの押し湯も着色し、空隙が観察される。色濃く着色されている断面中央部付近の空隙は、溶けたアルミニウムが凝固するときの凝固収縮によって空隙が集中しているためであり、この付近が最後に凝固したと考えられる。一方、断面全体に発生している微小な空隙は、収縮やガスによるものではないかと考え、本研究では、断面全体に発生している微小な空隙の発生状態に着目し観察した。この観察により、鑄物砂水分量、強熱減量のばらつきに対して、明確な差がないことがわかった。また、溶湯処理の回数を減らすと、微小な空隙の発生量が増加することがわかり、溶湯処理の影響は、欠陥発生に対して無視で

きない要因となる可能性があることがわかった。



鋳物砂 No. A (強熱減量 1.97%)



鋳物砂 No. B (強熱減量 1.06%)

図7 押し湯の断面マクロ観察

3.5 引張強さと硬さ

引張試験と硬さ試験の結果を図8に示す。原材料の違いにより引張強さ、硬さの値に違いが出ているものの、全ての砂型試験片でJISの規定値以上の値を示しており、今回の鋳造条件で発生した鋳造欠陥は、実用上問題のない欠陥であった。また、欠陥面積と引張強さ、硬さに明確な関係は見られなかった。

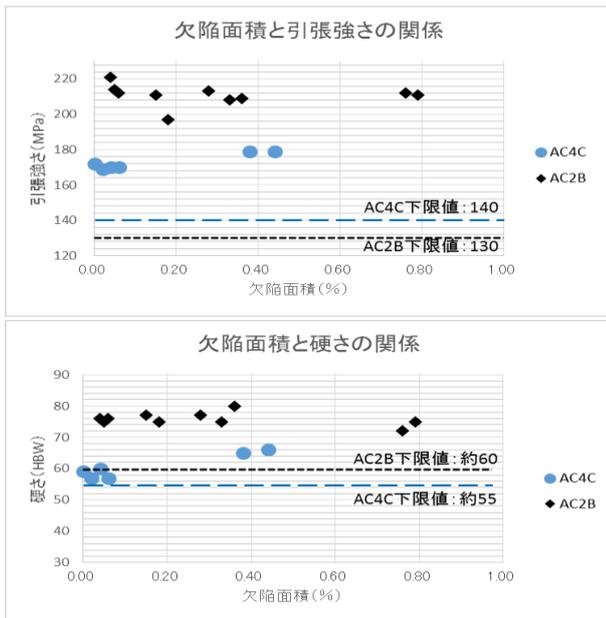


図8 欠陥面積に対する引張強さと硬さ

4 おわりに

アルミ鋳造現場で使用した鋳物砂と鋳物について、鋳物砂の水分量や樹脂量と鋳物の欠陥との関係について調べ、以下の結果が得られた。

- (1) 鋳物砂水分量 (2.18%以下), 強熱減量 (1.97%以下) による鋳物砂で鋳造した砂型試験片をX線CTスキャンや金属顕微鏡により観察し、内部欠陥や欠陥面積に大きな差が見られず、鋳物砂水分量や強熱減量が内部欠陥に及ぼす影響は少ないことがわかった。
- (2) 鋳物砂水分量 (2.18%以下), 強熱減量 (1.97%以下) による鋳物砂で鋳造した押し湯の断面マクロを観察し、断面全体に発生している微小な空隙の発生状態に大きな差が見られず、鋳物砂水分量や強熱減量が微小な空隙発生に及ぼす影響は少ないことがわかった。
- (3) すべての砂型試験片でJISの規定値以上の値を示しており、今回の鋳造条件で発生した鋳造欠陥は、実用上問題のない欠陥であった。また、欠陥面積と引張強さ、硬さに明確な関係は見られなかった。

謝 辞

本研究を実施するにあたり鋳物砂と供試体を提供していただいた株式会社レオンアルミに深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 軽合金の生産技術教本編集部会: "軽合金鋳物・ダイカストの生産技術", 財団法人素形材センター, 181, (1993)



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

ハイドロゲルのいちご苗生産における実用性研究

—ナトリウムフリーゲルによる苗の生育阻害防止の試み—

中田 あゆ美* 大和 弘之* 小林 愛雲** 小島 夏実*** 大橋 隆***

Utility Study in the Strawberry Seedling Production of Hydrogel
—Trial of the Prevention of Growth Inhibition of the Seedling with
the Sodium-free gel—

Ayumi NAKADA, Hiroyuki YAMATO, Azumi KOBAYASHI, Natsumi KOJIMA and Takashi OHASHI

HEC水溶液をEGDEで架橋することによりハイドロゲル(Na⁺フリーゲル)を調製した。調製したゲル及び比較のためのNa⁺入りゲルを2mm角に切断し、それぞれ10、20vol%の割合でいちご育苗における慣行培地に混合した。これら培地を温度条件40℃で8時間保持し、続けて25℃で16時間保持した時の体積変動を評価した。ゲル混合培地の体積変動は慣行培地と同等以下であり、僅かであった。これらのゲル混合培地を用いて、いちごの育苗試験を行った。育苗試験を実施したすべての条件において、苗の活着率は100%であり、花芽の生育にNa⁺による遅れは見られなかった。

Key words: ゲル, いちご, 育苗, 保水材, 灌水省力化

1 はじめに

いちごの育苗においては、土壤病害の発生が課題となっている。高温多湿条件で発生する炭疽病や高温乾燥条件で発生する萎黄病は特効性の化学農薬がなく、蔓延すると苗が全滅する恐れがある。土壤病害の発生を予防するためには育苗培地の水分管理が重要である。水分管理は作業者の経験に基づく1日2~3回の灌水作業により行っているが作業の負担が大きく省力化、効率化が求められている。

ハイドロゲル(以下ゲル)は、高分子が架橋されて三次元の網目を作り、水を吸収して膨潤したものである^{1, 2)}。ゲルは自重の数十倍から数百倍の水を吸収、保持することができ、紙おむつの吸水体やコンタクトレンズ等として使われている。高い保水性を有するゲルを育苗培地に混合することで培地の保水性を高め、灌水作業の省力化が期待されている³⁾。そこで平成27年度の研究⁴⁾においてゲルを慣行培地に混合し、いちご苗生産での実用性を検討したところ、ゲルのサイズや混合割合等が育苗期間中の培地の体積減少を引き起こし、苗の生育に悪影響(活着率の低下)を及ぼすことが示唆された。平成28年度の研究⁵⁾では、ゲル混合培地の体積変動を緩和するために、膨潤復元の速いゲルを調製し、培地に混合するゲルのサイズを慣行培地と同

じ2mmにすることで、苗の活着率が100%となった。しかし、ゲルの混合割合が高いほど花芽の生育が遅れる傾向が見られた。植物の生育にナトリウムイオン(Na⁺)が悪影響を及ぼすことが知られていることから、調製したゲルの原料に含まれるNa⁺による影響と推察された。そこで本研究では、Na⁺を含まないゲル(Na⁺フリーゲル)を調製し、ゲルの原料や培地への混合割合を検討し、いちご苗への影響を調査することで、いちご苗生産に対するゲルの実用性を検討する。

2 研究の方法

2.1 ゲルの調製

用いたポリマーは、Na⁺を含有しない2-ヒドロキシエチルセルロース(HEC)(ALDRICH, average Mw=90,000, 250,000, 720,000, 1,300,000)である。ポリマーの平均分子量及び濃度、架橋剤の濃度を変化させ、各種ゲルを調製した(Na⁺フリーゲル)。また、比較対象としてカルボキシメチルセルロースナトリウム塩(CMC)(ACROS ORGANICS, Mw=250,000, DS=0.9)を用い、昨年度と同様の条件(5wt% HEC(Mw=250,000)/2wt% CMC・10wt% EGDE)でNa⁺入りゲルも調製した。ポリマーを蒸留水に溶解し、水溶液を調製した。調製したポリマー水溶液にエチレングリコールジグリシジルエーテル(EGDE)(東京化成)と5M水酸化カリウム(KOH)水溶液を加えpH=12.8のプレゲル溶液を調製

* 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 県南技術支援センター

*** 栃木県農業試験場 いちご研究所

した。調製したプレゲル溶液を 60°C で 24 時間反応させることで各種ゲルを調製した。調製したゲルを多量の 50 wt% イソプロピルアルコール (IPA) 水溶液に浸漬することで未反応の EGDE を除去した。IPA 浸漬後のゲルを多量の水道水に浸漬することで洗浄した。

2. 2 ゲルの膨潤度測定

ゲルを 10 mm 角に切断し、22°C で 2 日間乾燥した。この乾燥ゲルを蒸留水 (22°C) に浸漬した。15 分後、ゲルの重量 (湿重量: W_{wet}) を測定し、再び蒸留水に浸漬した。この操作を繰り返し行うことで、膨潤度の経時変化を測定した。ゲルを送風定温乾燥機を用いて 60°C で予備乾燥した後、105°C で 24 時間程度加熱乾燥した。このときの重量を乾燥重量 (W_{dry}) とし、次式 (1) によりゲルの膨潤度 Q を算出した。

$$Q = W_{wet} / W_{dry} \quad (1)$$

2. 3 ゲル混合培地の体積変動評価

ゲル混合培地は、いちご育苗における慣行培地 (鹿沼土: くん炭=2:1 混合培地) に、調製したゲルの混合割合を変えて調製した。ゲルのサイズは 2 mm 角とし、混合割合はそれぞれ 10, 20 vol% とした。調製したゲル混合培地を、いちご育苗用 24 穴セルトレイ (容量: 1 穴あたり約 175 cm³) に充填した。同様に慣行培地をセルトレイに充填した。充填した培地に灌水 (1 穴あたり約 100 ml) し、セルトレイの淵から培地までの高さ (充填初期高さ: h_0) を測定した (図 1)。測定後のセルトレイを送風定温乾燥機で乾燥した。乾燥機の温度条件は、育苗時の環境を想定し 40°C で 8 時間の後、25°C で 16 時間とした。所定時間経過後、セルトレイを取り出し、セルトレイの淵から培地までの高さ (時間 t における高さ: h_t) を測定した後、再度乾燥機に入れた。この操作を繰り返し行い、培地の高さ変動 (体積変動) を次式 (2) により算出した。

$$\Delta h = h_0 - h_t \quad (2)$$

灌水は、体積変動評価開始時 ($t=0$)、及び 24 時間経過後 ($t=24$) の高さ測定前に行った。

2. 4 ゲル混合培地を用いたいちご育苗試験

慣行培地 (鹿沼土: くん炭=2:1 混合培地) に混合するゲルの種類 (Na⁺フリーゲルまたは Na⁺入りゲル) と混合割合 (10 または 20 vol%) を組合せ、ゲル混合培地 4 処理区 (Na⁺フリーゲル 10 % 区及び 20 % 区, Na⁺入りゲル 10 % 区及び 20 % 区) を調製した。供試品種は栃木 i27 号 (スカイベ

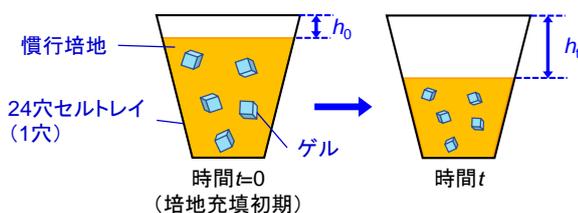


図1 ゲル混合培地の体積変動評価の模式図

リー) とし、2017 年 7 月 4 日に採苗し、ゲル混合培地及び慣行培地を充填した 24 穴セルトレイに仮植した。灌水回数は、仮植後 27 日 (7 月 31 日) までは苗の生育に応じて 1 日数回行い、以降はゲル混合区が午前 1 回、慣行区は午前と午後の 2 回行い、培地の乾燥が進んだ場合には適宜追加で灌水した。定植は 9 月 19 日に行った。調査項目は、仮植後 1 ヶ月後の生育 (葉長及び活着率)、育苗終了時の生育 (葉長及び枯死株率)、1 日あたりの灌水回数、定植時の苗質 (クラウン径、地上部重、地下部重、花芽分化指数、内生葉数)、頂花房の開花日とした。

3 結果及び考察

3. 1 ハイドロゲルの膨潤復元性

調製したゲルの 15 分膨潤度を表 1 に示す。調製したゲルの内、膨潤度が 10 を超えると水中で形を留めず、数日から数週間で溶解してしまう現象が起こった。3wt%HEC (Mw=1,300,000)・2wt%EGDE の条件で調製したゲルが扱いが容易で膨潤度が高いため、このゲルを以後の研究に用いることとした。

表1 Na⁺フリーゲル (10mm 角, 22°C 乾燥) を 15 分間蒸留水に浸漬した際の膨潤度 ($Q = W_{wet} / W_{dry}$)

HEC		EGDE wt%				
分子量	wt%	5	4	3	2	1
90,000	7	6.7				
250,000	7	3.9				
720,000	7	3.3				
"	5	3.6				
"	3	8.5	8.6	10.5	×	×
"	2	17.5				
"	1	×				
1,300,000	7	3.4				
"	5	3.5				
"	3	7.5	5.7	6.5	9.2	11.6
"	2	10.3				
"	1	×				

* 表中「×」は扱いが困難で膨潤度測定不可能

3. 2 ゲル混合培地の体積変動

Na⁺フリーゲル (3wt%HEC (Mw=1,300,000)・2wt%EGDE) 及び Na⁺入りゲル (5 wt% HEC (Mw=250,000) / 2 wt% CMC・10 wt% EGDE) 混合培地並びに慣行培地の高さ変動 (体積変動) を図 2 に示す。Na⁺フリーゲル混合培地の体積変動は慣行培地と同等以下であり、僅かであった。

3. 3 いちご育苗試験結果

仮植後 28 日の生育を表 2 に示す。生育は、慣行に比べ、Na⁺フリーゲル 20% 区で葉長が大きく、Na⁺フリーゲル 10% 区で葉柄長及び葉身長が小さい傾向が見られた。活着率は、いずれの処理区も 100% であった。育苗終了時の生育及び 1 日あたりの灌水回数を表 3 に示す。生育は、葉柄長、葉身長及び葉幅のいずれにおいても Na⁺フリーゲル 20% 区が最

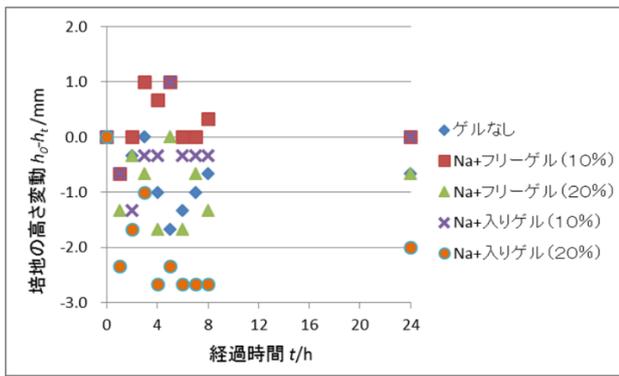


図2 培地の高さ変動
(試験条件：40℃，8時間→25℃，16時間)

も大きく、慣行区で最も小さかった。

混合割合別では、慣行区に比べ葉柄長が10%、20%の順に大きかった。育苗終了時の枯死株率は、処理区間で大きな差は見られなかった。1日あたりの灌水回数は、慣行区に比べゲル混合区で同等に少なかった。育苗終了時の苗質を表4に示す。地上部重はNa⁺フリーゲル20%区で慣行区よりも大きかった。地下部重は慣行区に比べ、ゲル混合区で大きかった。また、ゲルの種類別では、地上部重が慣行区に比べNa⁺フリーゲルで大きかった。花芽分化指数は、処理区間で明らかな違いはなかった。内生葉数は慣行区に比べ、Na⁺入りゲル20%区を除いたゲル混合区で少ない傾向が見られた。頂花房の平均開花日を表5に示す。いずれの処理区も同程度だった。以上の結果から今回供試した育苗培地の中ではNa⁺フリーゲル20%区が適していると考えられた。

表2 仮植後28日の生育及び活着率

ゲルの種類	混合割合	葉柄長 (cm)	葉身長 (cm)	葉幅 (cm)	活着率 (%)
Na ⁺ 入りゲル	10%	9.0	5.6	4.0	100
	20%	9.1	5.8	4.2	100
Na ⁺ フリーゲル	10%	8.0	5.4	4.0	100
	20%	9.2	6.1	4.5	100
慣行	0%	8.7	5.7	3.9	100
Na ⁺ 入りゲル		9.1	5.7	4.1	100
Na ⁺ フリーゲル		8.6	5.8	4.3	100
	10%	8.5	5.5	4.0	100
	20%	9.2	6.0	4.4	100

* 生育は、展開第2葉を調査した。

表3 育苗終了時の生育及び1日あたりの灌水回数

ゲルの種類	混合割合	葉柄長 (cm)	葉身長 (cm)	葉幅 (cm)	枯死株率 (%)	灌水回数 (回/日)
Na ⁺ 入りゲル	10%	16.6	9.0	5.5	0.0	1.1
	20%	17.7	9.0	5.5	2.1	1.1
Na ⁺ フリーゲル	10%	16.6	9.0	5.5	0.0	1.1
	20%	18.2	9.2	5.7	0.0	1.1
慣行	0%	15.5	8.5	5.3	2.1	2.0
Na ⁺ 入りゲル		17.2	9.0	5.5	1.0	1.1
Na ⁺ フリーゲル		17.4	9.1	5.6	0.0	1.1
	10%	16.6	9.0	5.5	1.0	1.1
	20%	18.0	9.1	5.6	0.0	1.1

* 生育は、展開第3葉を調査した。

表4 定植時の苗質

ゲルの種類	混合割合	クラウン径 (mm)	地上部重 (g)	地下部重 (g)	花芽分化指数	内生葉数 (枚)
Na ⁺ 入りゲル	10%	7.3	8.1	5.3	3.0	3.0
	20%	8.7	9.4	4.9	3.2	3.6
Na ⁺ フリーゲル	10%	8.5	9.3	5.1	2.8	3.0
	20%	7.7	10.1	5.4	2.4	3.0
慣行	0%	8.5	8.6	4.6	3.2	3.8
Na ⁺ 入りゲル		8.0	8.7	5.1	3.1	3.3
Na ⁺ フリーゲル		8.1	9.7	5.3	2.6	3.0
	10%	7.9	8.7	5.2	2.9	3.0
	20%	8.2	9.8	5.2	2.8	3.3

* 花芽分化指数：0；未分化、1；肥厚期、2；分化期、3；花房分化期、4；ガク片形成期

表5 頂花房の開花日

ゲルの種類	混合割合	開花日 (月/日)	標準偏差
Na ⁺ 入りゲル	10%	11/4	2.8
	20%	11/5	2.4
Na ⁺ フリーゲル	10%	11/5	1.5
	20%	11/5	2.4
慣行	0%	11/4	2.5

* 開花日は調査区の株全ての開花日の平均とする。

4 おわりに

Na⁺フリーゲルを調整し、ゲルの原料や培地への混合割合を検討した。調製したゲル混合培地を用いて、いちごの育苗を行った。その結果、以下の知見を得た。

- (1) 体積変動は慣行培地と同等以下であるNa⁺フリーゲル(3wt%HEC(Mw=1,300,000)・2wt%EGDE)ゲルを調製できた。
- (2) 仮植後28日の活着率及び定植前までの枯死株率は、処理区間で大きな差はなかった。
- (3) 1日あたりの灌水回数の削減効果及び地下部重は各ゲル培地で同等に優れ、地上部の生育はNa⁺フリーゲル20%区で優れた。
- (4) Na⁺による花芽の生育の遅れはなく、平均開花日は処理区間で大きな差は見られなかった。

参考文献

- 1) 山内愛造，廣川能嗣：“高分子素材 One Point-24「機能性ゲル」”，共立出版，(1990)
- 2) 荻野一善，長田義仁，伏見隆夫，山内愛造：“ゲルソフトマテリアルの基礎と応用-”，産業図書，(1991)
- 3) 龍勝利，井手治，森山友幸，奥幸一郎：“福岡県農業総合試験場研究報告”，27，59-63，(2008)
- 4) 仁平淳史，小林愛雲，大橋隆，鶴見理沙：“栃木県産業技術センター研究報告”，13，78-80，(2016)
- 5) 小林愛雲，大和弘之，小島夏実，大橋隆：“栃木県産業技術センター研究報告”，14，87-90，(2017)

長ネギ加工品における臭気抑制技術に関する研究

金井 悠輔* 太田 英佑*

Study on Odor Control Technique in Products with Processed Welsh Onions
Yusuke KANAI and Eisuke OTA

本研究では、シクロデキストリン (CD) のにおいのマスキング効果に着目し、生ネギ本来の食感・風味を損なわずに長ネギの臭気を抑制する手法を検討した。本県の特徴的な長ネギについて臭気成分分析を行い、主な臭気物質として4種類のスルフィド化合物を選定した。長ネギに α 、 β 、 γ の各CD溶液を添加したところ、 α -CDが最も効果的に臭気を抑制した。 α -CDによる臭気抑制効果を官能評価により検証した結果、添加溶液の濃度が高くなるに従って臭気が弱く感じられる傾向が見られ、長ネギとCD溶液との固液比が1:2の場合、10g/L以上のCD溶液を添加することで有意に臭気の強さが低下した ($p < 0.05$)。

Key words: 長ネギ, シクロデキストリン, 臭気成分, マスキング, スルフィド

1 はじめに

平成27年度の栃木県の長ネギ出荷量は8,870tで全国11位であり、本県の主要な農産物の一つである。特に、遮光資材を用いて軟白部を伸ばす特殊な方法で栽培される「那須の白美人ねぎ」や、江戸時代末期から伝わる品種と栽培法により軟白部が弓形に曲がり、柔らかく甘みが強いとして平成29年5月に地理的表示保護制度に登録された「新里ねぎ」、栃木市を中心に栽培される軟白部が太く短い「宮ねぎ」といった特徴ある長ネギが豊富に生産されている。

県内の加工食品メーカーでは、これらを活用した漬物等の加工食品の開発に取り組んでいるが、特有のネギの臭気が課題となり、製品化を断念するケースが発生している。適度なネギのにおいは必要であるが、強すぎるにおいは消費者から敬遠される原因となる。ネギの臭気を低減するためには加熱が効果的だが、生ネギ本来の食感や風味が損なわれてしまうため、加熱せずにネギの臭気を抑制する方法が求められている。

一方、食品添加物の一つであるシクロデキストリン(以下、CD)は、自身の内部空洞にさまざまな分子を取り込む機能を有することから、食品素材の臭みや苦味のマスキング、不安定な物質の安定化等に広く活用されている。そこで本研究では、CDを活用し、生の長ネギの物性や外観を損なうことなく、特有の臭気を抑制する手法について検討した。

2 研究の方法

2.1 原料

栃木県産長ネギの臭気成分を調査するため、特徴的な品種である「新里ねぎ」「宮ねぎ」「那須の白美人ねぎ」の3種類を試料に用いた。また、後述する臭気抑制効果の検証及び官能評価のためには、時期を問わず入手が容易である市販の栃木県産長ネギを試料に用いた。

2.2 臭気成分分析

2.2.1 試料の調製

試料の調製方法を図1に示す。各種ネギの軟白部を、スライサーを用いて約1mmの厚みにスライスした後、包丁で縦に4分割したものを試料とした。

なお、予備実験の結果、長ネギの臭気成分生成量はスライスしてからの時間経過により変動することが確認されたため、実験の直前に調製したものを臭気成分分析に供した。

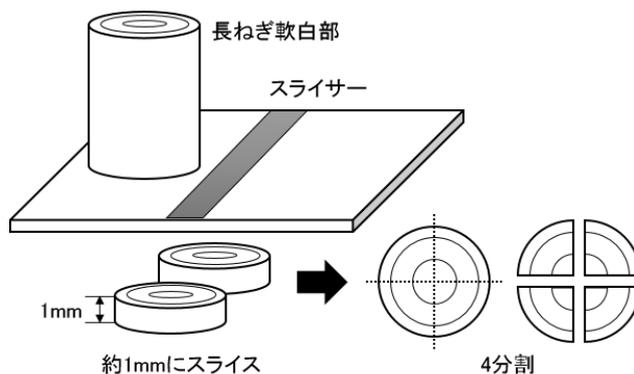


図1 試料調製方法

2. 2. 2 臭気成分の捕集

臭気成分の捕集方法を図2に示す。長ネギ各品種の臭気成分の調査では、20mL容量のバイアル瓶に試料1gを入れ、ヘッドスペースににおい吸着剤を設置し密封した状態で、40°C 60分の吸着を行った。吸着剤はジーエルサイエンス(株)製 MonoTrap® RGC18 TDを用いた。

CD添加による臭気抑制効果の検討では、20mLバイアル瓶に試料1g、各CD溶液または対照として水2mLを入れ、上記と同様に吸着を行った。添加したCD溶液の種類・濃度を表1に示す。吸着剤はジーエルサイエンス(株)製 MonoTrap® RSC18 TDを用いた。

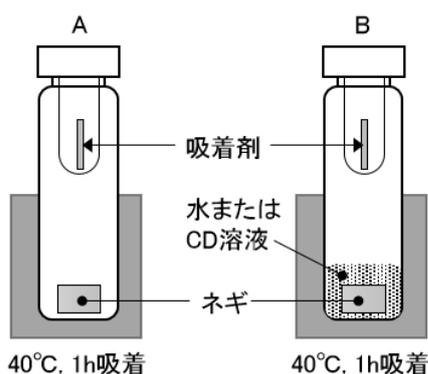


図2 臭気成分捕集方法

A:各品種の臭気成分の把握 B:臭気抑制効果の検証

表1 添加したCD溶液の種類・濃度

CD組合せ		溶液濃度(g/L)						
単独	α	1	2	5	10	20	50	100
	β	1	2	5	10	-	-	-
	γ	1	2	5	10	20	50	100
複合	$\alpha:\beta=1:1$	1	2	5	10	20	-	-
	$\beta:\gamma=1:1$	1	2	5	10	20	-	-
	$\alpha:\gamma=1:1$	1	2	5	10	20	50	100
	$\alpha:\beta:\gamma=1:1:1$	1	2	5	10	20	-	-

2. 2. 3 分析条件

臭気成分の分析は加熱脱着装置付きガスクロマトグラフ質量分析計を用いて測定を行った。分析条件を表2に示す。

2. 3 官能評価

機器分析により臭気抑制効果が確認されたCDを用い、実際にヒトの嗅覚でも効果を感じることができるかを官能評価により検討した。官能評価は青木らの方法¹⁾を参考にした。50mL蓋付きガラス容器に約1mmの厚みにスライスした長ネギ10gを入れ、1~20g/Lの各濃度に調製した α -CD溶液を20mL加えよく攪拌したものを評価試料とした。同様に、スライスした長ネギに純水を加えて

表2 臭気成分分析条件

加熱脱着装置	TDS : Gerstel 社製
TDS 条件	20°C (1min) → 60°C/min → 210°C (4min)
CIS 条件	-150°C (0.01min) → 12°C/sec → 210°C (5min)
GC/MS	GC6890N, MS5973 : Agilent Technologies 社製
カラム	Inertcap pure WAX 30m, 0.25mm, 0.25 μ m : GL Sciences 社製
オープン温度	40°C (3min) → 10°C/min-150°C → 20°C/min-250°C (5min)
キャリアガス	ヘリウム 1mL/min
トランスファーライン温度	250°C
イオン源温度	230°C
イオン化モード	EI
イオン化電圧	70eV

よく攪拌したものを対照試料とした。パネルは、評価試料、対照試料の順ににおいを嗅ぎ、対照試料のネギの臭気の強さを0とした時の評価試料の臭気の強さを-2~+2の5段階評点法により採点した。評価結果については、1標本のt検定により評価試料の臭気の強さ評点と定数0との差を解析した。パネルは、栃木県産業技術センター食品技術部員9名(20代~50代、男性6名 女性3名)とした。

3 結果及び考察

3. 1 各品種の臭気成分の把握

長ネギの臭気抑制技術を検討するにあたり、本県産長ネギの臭気成分について把握するため各品種の臭気成分分析を行った。一般的に、ネギの主なおい成分として知られている含硫化合物²⁾を中心に探索を行ったところ、Methyl Propyl Disulfide (以下MPDS)、Dipropyl Disulfide (以下DPDS)、Allyl Propyl Disulfide (以下APDS)、Dipropyl Trisulfide (以下DPTS)の4種類のスルフィドが強く検出された。これらの物質について標準試料によりにおいの質を確認したところ、いずれの物質からもネギやニンニクを連想させる強い刺激臭が

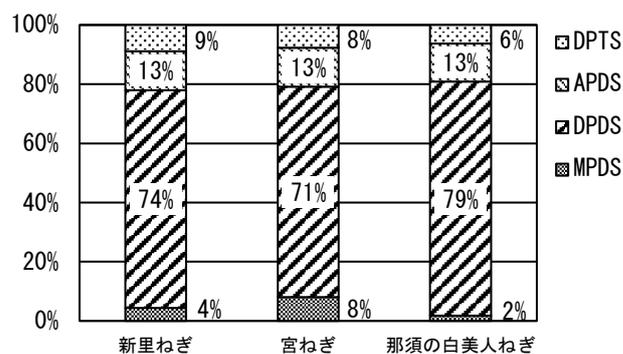


図3 長ネギ品種ごとの臭気成分面積比

感じられたため、本研究ではこの4物質を抑制対象物質として選定した。図3に、各品種におけるスルフィド類のピーク面積値の割合を示す。この結果から、MPDSのみ品種間のばらつきが確認されたが、全体としては臭気成分の構成に大きな差はなく、いずれの品種においてもDPDSが最も強く検出された。

3.2 臭気抑制効果の検証

臭気抑制効果は、3.1で選定した4種類のスルフィド化合物のピーク面積値の合計を比較することで評価を行った。長ネギに α -CD、 β -CD、 γ -CDそれぞれ単独の水溶液を添加した際のヘッドスペース部の臭気成分分析結果を図4に示す。いずれのCD水溶液を添加した場合でも臭気成分が減少する傾向が見られたが、その傾向は α -CDが最も強く、10g/L水溶液を添加した時のピーク面積値の合計は対照と比較して53%減少した。また、より高濃度の水溶液を添加することで臭気成分はさらに減少し、濃度100g/Lの場合は対照と比較して91%減少した。一方、 γ -CDにおいては、5g/L水溶液を添加することで臭気成分が30%低減したが、より高濃度の水溶液を添加しても臭気抑制効果に大きな変化はなかった。

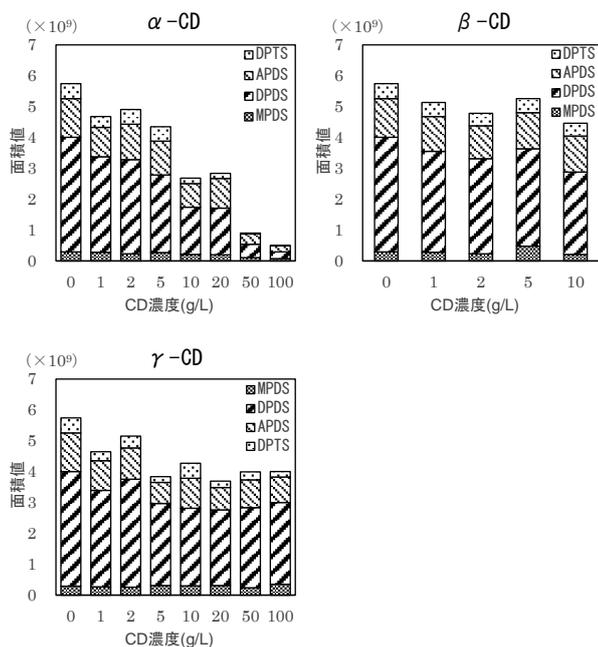


図4 各CD単独水溶液の臭気分析結果

次に、各CDを同量ずつ複合せた場合の臭気抑制効果と同様に検討した。臭気成分分析結果を図5に示す。 α : γ =1:1においては、濃度10g/L以上の水溶液を添加することで臭気成分が減少する傾向が見られ、最も濃度が高い100g/Lを添加した場合は、対象と比較して臭気成分が76%減少した。しかし、 α -CD単独水溶液の結果と比べると臭気抑制効果が低い結果となった。他のCD

の組み合わせでは、 α : β =1:1において臭気成分が減少する傾向がわずかに見られたが、それ以外の組み合わせでは明確な効果が認められなかった。

以上の結果から、長ネギ由来のスルフィド化合物は、 α -CDにより最も効果的に包接され、揮発を抑制できることが示唆された。ただし、 α -CD水溶液は濃度が20g/L以上になると白い懸濁が発生するため、適用する食品によっては10g/L以下の濃度で使用する事が望ましいと考えられた。

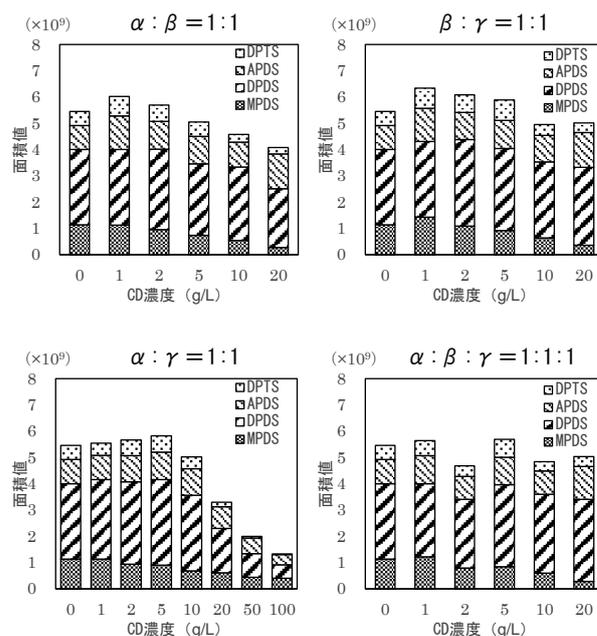


図5 CD複合水溶液の臭気分析結果

3.3 官能評価

機器分析での検証により、長ネギの臭気抑制には α -CDが最も効果的であるとの結果が得られたため、実際に α -CDによるネギの臭気抑制効果がヒトの嗅覚で感じられるかを官能評価にて検証した。対照試料(ネギ10gに対し純水20mLを加えたもの)の臭気の強さを0としたときの α -CD溶液添加試料の臭気の強さの評点の平均点を図6に示す。添加溶液の濃度が高くなるにつれて臭気が弱く感じられる傾向が見られ、10g/L以上の濃度の α -CD溶液を添加することで、対照試料と比較して有意に臭気の強さが低下した($p < 0.05$)。特に、20g/L溶液添加試料では、全てのパネルが評点-2または-1と回答した。この結果から、生ネギへの α -CD溶液の添加による臭気抑制効果が、ヒトの嗅覚に対しても有効であることが明らかとなった。

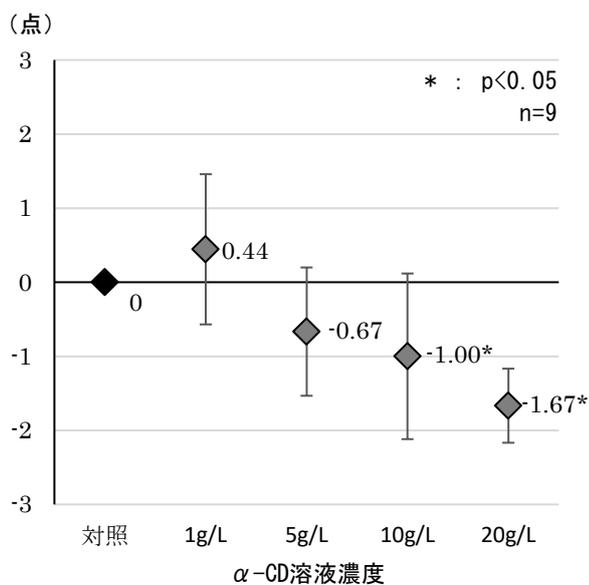


図6 官能評価結果

エラーバーは標準偏差を示している。

4 おわりに

長ネギ加工品におけるネギ特有の臭気を抑制することを目的として、シクロデキストリンを活用した臭気抑

制技術について検討し、以下の知見を得た。

- (1) 長ネギの主な臭気物質として、Dipropyl Disulfide を含む 4 種類のスルフィド化合物を選定した。これらの物質の構成比率は品種間によって大きな差は無かった。
- (2) 長ネギに対する各 CD の臭気抑制効果は、 α -CD が最も効果的であり、長ネギと CD 溶液との固液比が 1:2 の場合、10g/L の α -CD 溶液を添加することで臭気が半減した。
- (3) α -CD による臭気抑制効果を官能評価により検証した結果、添加する CD 溶液の濃度が高くなるに従って臭気が弱く感じられる傾向があり、長ネギと CD 溶液との固液比が 1:2 の場合、10g/L 以上の CD 溶液を添加することで対照試料と比較して有意に臭気の強さが低下した ($p < 0.05$)。

参考文献

- 1) 青木里紗, 長尾慶子, 佐藤吉朗: “日本食品科学工学会誌”, 64 (12), 559-566, (2017)
- 2) 日本香料協会: “[食べ物]香り百科事典”, 朝倉書店, 412-413, (2006)

フラクタル解析と画像処理による金属材料の破面解析の定量化

植竹 大輔* 阿部 雅* 小池 宏侑**

Quantification of Fracture Modes of Metallic Materials by Fractal Analysis and Image Processing

Daisuke UETAKE, Masashi ABE and Hiroyuki KOIKE

金属製品の破面解析は目視で定性的に行われることが一般的だが、フラクタル次元と機械学習を用いて破面の定量化のための分類を行った。機械構造用合金鋼 (SCM440) の脆性及び延性破壊、並びにオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304) の延性破壊及び応力腐食割れの破面を作製し、破面を3次元データとしフラクタル解析と機械学習それぞれの手法により分類を試みたところ、明瞭な差を見いだすことが出来た。

Key Words : 破面解析, フラクタル次元, 脆性破面, 延性破面, 機械学習

1 はじめに

金属製品製造業にとって、破面解析は非常に重要である。破壊事故の際の原因究明と再発防止の観点から破面解析は行われ、製品の品質向上に大きく貢献している。従来の破面解析は、ルーペや走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いた破面形状から、目視による定性的な判断を行うのが一般的であるが、より詳細で確実な解析を行うためには、破面解析の定量化が期待されている。その手法としては様々なものが考えられているが、フラクタル解析や画像処理による分類などが注目されている。

フラクタル解析とは、金属破面のような複雑な図形の構造や形状へフラクタルの概念を適用させる解析手法である。フラクタルを定量的に表す量としてフラクタル次元があり、破面解析に有効であることが示されている。栃木県産業技術センターにおいても平成 26 年度に機械構造用炭素鋼 (S55C) の破面を対象として、フラクタル次元による破面の定量化について検討を行っている¹⁾。

一方で、CPU の高速化、メモリ量の増加など、コンピュータの性能が向上し、また、GPU の演算資源の活用も進み、機械学習による画像処理など、従来は計算量の問題から困難とされてきた解析も、ここ最近のオープンソースのライブラリの充実も進み、安価なパソコンで可能になってきており注目されている。画像の分類は様々な分野で進んでおり、破面も破壊形態ごとに特徴的な視覚パターンを持つので、機械学習による分類も可能ではないかと期待できる。

そこで、本研究では、機械構造用合金鋼 (SCM440) の脆性及び延性破壊、並びにオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304) の延性破壊及び応力腐食割れの破面を作製し、ボックスカウンティング法と球拡張法によるフラクタル解析の手法を適用することで、また、機械学習による画像分類を行うことで、金属材料の破壊形態ごとの破面の分類を試みた。

2 研究の方法

2. 1 金属材料による破面の作製

SCM440 の脆性破面は未熱処理の直径 16mm の丸棒に切欠を設け、延性破面は切欠無しの同一材を、引張試験を行い作製した。

SUS304 の延性破面は固溶化熱処理済みの直径 16mm の丸棒を、引張試験を行い作製し、応力腐食割れ破面は未熱処理の直径 14mm の丸棒に切欠を設け、塩化マグネシウム水溶液を用いた応力腐食割れ試験を行い作製した。

なお、引張試験は万能材料試験機 (榊東京衡機試験機 YU-500SIV) 、応力腐食割れ試験は応力腐食割れ試験機 (東伸工業㈱ICRT-20) を使用した。

結果、SCM440 と SUS304 における、脆性破面にみられるリバーパターン、延性破面にみられる無数のディンプル、応力腐食割れ破面にみられる粒界割れ、それぞれの破壊要因ごとの典型的な破面を得ることができた。材質と破壊要因ごとのそれぞれの破面の SEM 像を図 1 から図 4 に示す。

* 栃木県産業技術センター 県南技術支援センター

** 栃木県産業技術センター 材料技術部

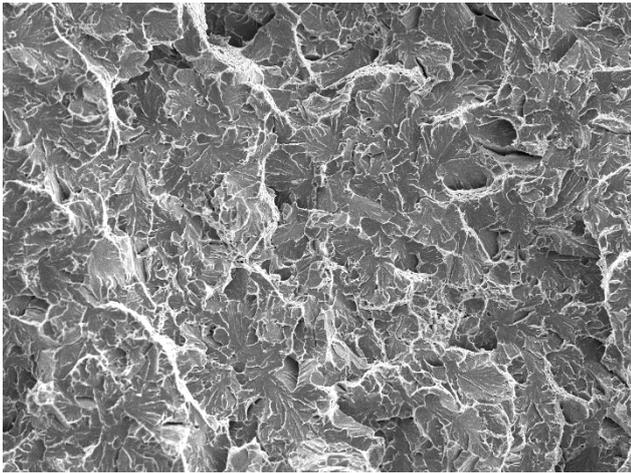


図1 SCM440脆性破面のSEM像

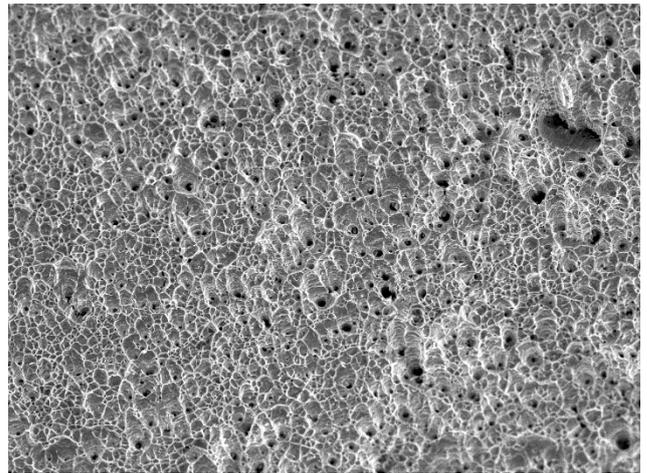


図4 SUS304延性破面のSEM像

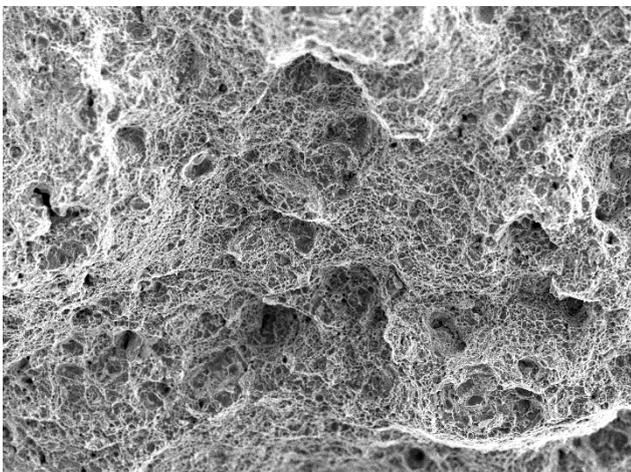


図2 SCM440延性破面のSEM像

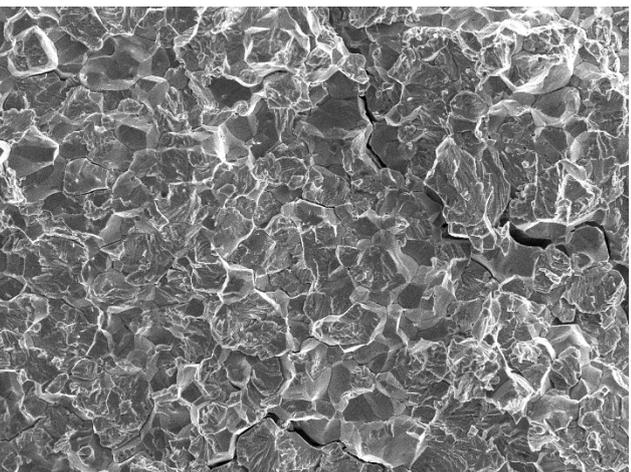


図3 SUS304応力腐食割れ破面のSEM像

2. 2 3次元形状データの測定

作製した破面の3次元形状をSEM（日本電子株式会社JSM-6510LA）と万能投影機（株式会社ミットヨ QVH250-PRO）のレーザプロブにより測定した。

SEMによる測定では、撮影データは1280x960ピクセルの256階調グレースケールビットマップで得られ、各画素を0から255の数値データに変換できる。平成26年度に実施したS55Cに対する研究と同様に、 i 行 j 列目の数値データを Z_{ij} として、離散的な3次の状態量（ i, j, Z_{ij} ）を3次元形状データとした。SEMによる測定条件を表1に示す。

表1 SEMによる3次元形状の測定条件

	条件 S1	条件 S2	条件 S3
撮影倍率	×100	×500	×1000

また、レーザプロブによる測定は、図5のとおり経路で測定対象の走査を行う。測定値は2次元座標と高さで得られるため、そのまま (x_i, y_i, z_i) ($i=1, 2, \dots, n$)の3次元データとして用いた。測定条件を表2に示す。測定条件L1, L2, L3はSEMによる撮影の条件と同等の範囲として設定した。こちらも平成26年の研究で用いた条件と同一である。

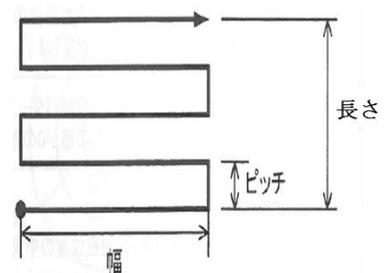


図5 レーザプロブによる測定の走査経路

表2 レーザプローブによる3次元形状の測定条件

	条件 L1	条件 L2	条件 L3
幅 (mm)	1.300	0.260	0.130
長さ (mm)	1.000	0.200	0.100
ピッチ (mm)	0.070	0.008	0.002
データ数 (n)	約 4000	約 10000	約 10000

2.3 フラクタル次元解析プログラムの構築

2.3.1 球拡張法

3次元空間の形状データを点群として、任意の中心 (G_x, G_y, G_z) の半径 r の球に含まれる点の総数を $M(r)$ とする。その条件において、

$$M(r) \propto r^{D_s} \dots (1)$$

の関係を満たすときの D_s が球拡張法におけるフラクタル次元である。実際の3次元データに対する算出法としては、半径 r_k ($k = 1, 2, \dots, K$) の球の中に含まれるデータの数を求め、フラクタル次元 D_s を計算した。 r_k は式(1)が成立する範囲で任意に設定した。

球の中心座標 (G_x, G_y, G_z) は3次元データの重心位置とした。SEMを用いて測定した3次元形状データ(1280x960のビットマップ)では、

$$G_x = 640, G_y = 480, G_z = \frac{\sum_{i=0}^n \sum_{j=0}^m z_{ij}}{nm} \dots (2)$$

とし、レーザプローブを用いて測定した3次元形状データでは、

$$G_x = \frac{\sum_{i=0}^n x_i}{n}, G_y = \frac{\sum_{i=0}^n y_i}{n}, G_z = \frac{\sum_{i=0}^n z_i}{n} \dots (3)$$

とした。

2.3.2 ボックスカウンティング法

球拡張法と同様に、3次元空間の形状データを点群として、一辺 L の立方体を隙間なく並べた時に、少なくとも一つの点を含む立方体の個数を $M(L)$ とした場合、

$$M(L) \propto L^{-D_b} \dots (4)$$

の関係を満たすときの D_b がボックスカウンティング法におけるフラクタル次元である。実際のデータに対する算出方法としては、一辺の長さを L_k ($k = 1, 2, \dots, K$) とし、データを一つ以上含む立方体の個数 $M(L_k)$ を数えることによるフラクタル次元 D_b を算出した。 L_k は式(4)が成り立つ範囲で任意に設定した。

2.4 機械学習による破面の分類

Google社の機械学習ライブラリ Tensorflow とオープンソースのニューラルネットワークライブラリである Keras を使い、画像処理・画像分類では定番となっている畳み込みニューラルネットワーク (Convolutional Neural Network) による破面の分類を行った。学習用データとして今回作製した破面の SEM 像(1280x960 ピクセル)

を 128x128 の画像に分割して用いた。

3 結果及び考察

3.1 球拡張法

表3に示す計算条件により、球拡張法を用いて SCM440 の脆性及び延性破面, SUS304 の応力腐食割れ破面及び延性破面に対し、測定条件ごとにフラクタル次元を算出した。計算条件は、平成26年度の条件と合わせた。結果、球拡張法によるフラクタル次元に差異を見出すことはできなかった。算出結果として、標準偏差が大きくなる、つまりは求めたフラクタル次元の値が大きく外れる値が入り込んでしまう傾向があった。

表3 計算条件(球拡張法)

条件	r_k	K
条件 S1	$10 \cdot 2^{k-1}$	7
条件 S2	$10 \cdot 2^{k-1}$	7
条件 S3	$10 \cdot 2^{k-1}$	7
条件 L1	$0.30 + 0.05(k-1)$	7
条件 L2	$0.02 + 0.01(k-1)$	9
条件 L3	$0.02 + 0.01(k-1)$	9

3.2 ボックスカウンティング法

表4に示す計算条件によるボックスカウンティング法を用いて、作製した四種類の破面のフラクタル次元を算出した。こちらの計算条件も前回の研究と同一である。その結果、条件 S2, S3 において各破面のフラクタル次元の値に差が現れた。図6, 7に条件 S2, S3 における SCM440, 図8, 9に条件 S2, S3 における SUS304 それぞれの各破面とフラクタル次元の関係を示す。

表4 計算条件(ボックスカウンティング法)

条件	L_k	K
条件 S1	$10 + 10(k-1)$	15
条件 S2	$10 + 10(k-1)$	15
条件 S3	$10 + 10(k-1)$	15
条件 L1	$0.1 \cdot 2^{k-1}$	4
条件 L2	$0.04 \cdot 2^{k-1}$	3
条件 L3	$0.02 \cdot 2^{k-1}$	3

算出結果のフラクタル次元に差異がみられた条件を表5に示す。条件 S2, S3 以外では各破面のフラクタル次元の値に違いは現れなかった。これは、平成26年度に S55C の破面に対してボックスカウンティング法でフラクタル解析を行い、差を見出せた条件と同じである。

SCM440 と SUS304 について延性破面同士でも平均値に差があるため、同一材質の比較に限るが、適切に測定条件を揃えることにより、フラクタル次元の比較による破面分類が可能であることがわかった。

表5 ボックスカウンティング法によるフラクタル次元

	条件 S2		条件 S3	
	平均値	標準偏差	平均値	標準偏差
SCM440 脆性	2.39	0.01	2.35	0.02
SCM440 延性	2.47	0.02	2.45	0.01
SUS304応力腐食割れ	2.37	0.01	2.34	0.01
SUS304 延性	2.42	0.02	2.4	0.01

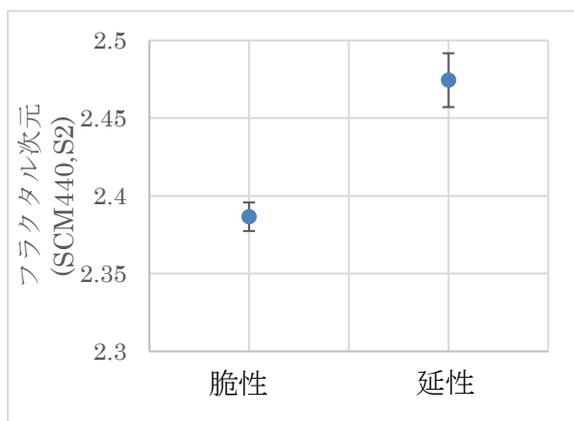


図6 各破面とフラクタル次元の関係
(ボックスカウンティング法, SCM440, S2)

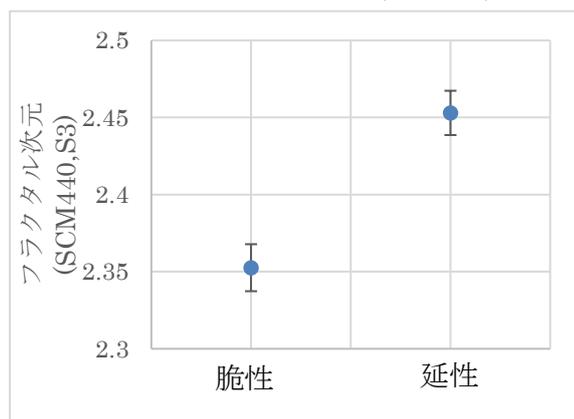


図7 各破面とフラクタル次元の関係
(ボックスカウンティング法, SCM440, S3)

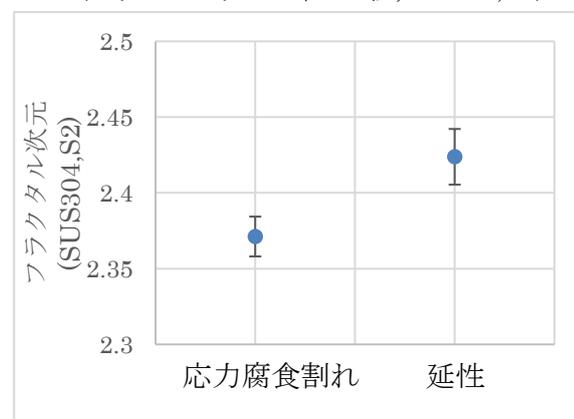


図8 各破面とフラクタル次元の関係
(ボックスカウンティング法, SUS304, S2)

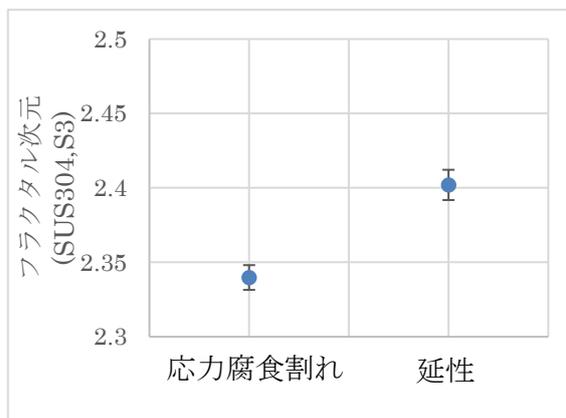


図9 各破面とフラクタル次元の関係
(ボックスカウンティング法, SUS304, S3)

3. 3 機械学習による破面の分類

Tensorflow+keras の構成で、畳み込みニューラルネットワーク (CNN) を構築し、学習を行い、分類対象の任意の SEM 像を 2 種に分類するプログラムを Python で開発した。学習用データは、今回作製した SEM 像を 128x128 ピクセルに分割したものであり、学習データの数は 10(横)x7(縦)x5(画像数)x2(破壊原因数)で 700 枚とし、同じく 128x128 ピクセルの各破面画像を判断させた。結果として同じく 128x128 ピクセルの破面画像を 70 枚分類させてみたところ、同一材質の 2 種の分類ではあるものの、すべて間違いなく分類できた。この手法においても、破面の分類が可能であることを示すことができた。

4 おわりに

金属材料 (SCM440, SUS304) の破面を定量化する手法を検討した。SEM による撮影条件を適切に設定し、ボックスカウンティング法によるフラクタル解析を行うことで、求めたフラクタル次元から各破面の定量化が可能であることが分かった。一方、機械学習によっても破面の分類が可能であることが示せた。128x128 ピクセルに分割したのは学習データ数を増やすことと、演算規模を抑えることが主眼であったが、さらに小さく分類することで同一視野に複数の破壊要因が含まれる画像の領域単位の塗り分けなどの応用も可能であると考えられる。

参考文献

- 1) 小池宏祐ら：「栃木県産業技術センター研究報告」, 12, 108-111, (2015)



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

地機経糸に対する下拵え条件の最適化

堀江 昭次* 太田 仁美* 石井 優利奈*

Optimization of the Preparation Condition for the Handloom Warp
Shoji HORIE, Hitomi OTA and Yurina ISHII

結城紬に使われる手つむぎ糸は、その製織性を改善するための下拵えとして小麦粉を利用した糊付けを行っているが、最適な糊付けの条件を選定するために4種類の糊付け方法（当センターの小麦粉使用の方法、織元の小麦粉使用の方法、布海苔と生麩糊を併せて使用する方法、ポリビニルアルコール系糊材を使用する方法）で糊付けを行い、その物性値（引張強さ、摩擦力）、糊の付着量、SEMの画像で評価を行った。その結果、手つむぎ糸の糊付けには小麦粉使用の方法が最も効果的であることがわかった。

Key Words : 結城紬, 手つむぎ糸, 糊付け, 小麦粉

1 はじめに

結城紬は栃木県、茨城県で生産され、地域の伝統的な産業として現在も地機による製織が行われている。糸は、真綿から手でつむいだ糸（以下、手つむぎ糸）が使用されている。手つむぎ糸は、無撚糸であるため、引張や摩擦などに弱く、製織する前には、その点をカバーするために小麦粉を糊材として使用する方法で糊付けが行われている。

本研究では糊付けの効果を数値的に検証することを目的とし、従来の小麦粉を使用した糊付け方法とその他の糊材を使用した糊付け方法を選定して糊付けを行い、その効果について、実際の製織時に糸にかかる力を適切に評価できる試験方法を選定し、それぞれの糊付け効果を検証した。

2 研究の方法

2.1 糊付け方法の選定

手つむぎ糸の糊付けには、糊材として小麦粉が使用されている。糊付け条件として、小麦粉の濃度、浴比、溶解温度、糊付けの回数等があるが、それらは各織元で独自の条件となっている。また、当支援センターは、平成20年度の研究において、下拵えに限定した最適条件の研究を行い、その成果を当支援センターでの糊付けに生かしている¹⁾。

これらのことを踏まえ、本研究では、小麦粉を使用

する方法として、実際に織元で実施している条件（以下、織元メソッド）と当支援センターで実施している条件（以下、センターメソッド）の2つの方法を、小麦粉以外の糊剤を使用する方法として、生糸の糊付けに使用されている布海苔と毛羽立ちの多い糸に使われる生麩糊を併せて使用する方法（以下布海苔＋生麩糊）²⁾、結城紬を製織するときに引き糊として使われているポリビニルアルコール系糊材（以下、PVA系糊材）を使用する方法の2つの方法を選定し、合わせて4つの方法で糊付けを行うこととした。

2.2 評価試験方法

糊の付着量の評価として、糊付け前後の織度測定を行い(tex)、織度差から単位長さあたりの糊の付着量を判断した。製織時に糸にかかる力として、引張力があり、糸切れの大きな要因として考えられる。また、製織時に摩擦による力もかかると考えられるので、万能材料試験機(インストロン 5569型)

表1 測定条件

引張強さ測定	摩擦力測定
万能材料試験機（インストロン 5569型）使用 つかみ間隔：100 mm 試料長さ：200 mm 引張速度：100 mm/min 測定回数：60 回程度	万能材料試験機（インストロン 5569型）使用 糸同士の摩擦力測定 引張速度：100 mm/min 測定回数：60 回程度 動摩擦力の測定

* 栃木県産業技術センター紬織物技術支援センター

で引張強さと摩擦力の測定を行うこととした。表1に引張強さと摩擦力の測定条件を示す。さらに、糊の付き方を確認するために、走査型電子顕微鏡(以下SEM)による観察を行った。

3 結果及び考察

3.1 糊付けの実施

2.1で示した4種類の 방법으로糊付けを行った。いずれも、使用した手つむぎ糸は糊付け前に精練を施している。それぞれの糊付け条件を表2に示す。糊付け後の絞り率を230%とし、十分にさばいてから室内干しで乾燥させた。

表2 糊付け条件

センターメソッド	① 下糊付け 小麦粉量：糸量の30% 100℃まで加熱 浴比→1:20 回数→2回 ② 本糊付け 小麦粉量：糸量の40% 80℃まで加熱 浴比→1:12.5 回数→1回
織元メソッド	① 下糊付け1 小麦粉量：糸量の15% 80℃まで加熱 浴比→1:20 回数→2回 ② 下糊付け2 小麦粉量：糸量の20% 80℃まで加熱 浴比→1:20 回数→1回 ③ 本糊付け 小麦粉量：糸量の40% 80℃まで加熱 浴比→1:16 回数→1回
布海苔+生麩糊	① 1回目糊付け 布海苔量：糸量の5% 生麩糊量：糸量の2% 70℃まで加熱 浴比→1:10 3時間放置 ② 2回目糊付け 布海苔量：糸量の10% 生麩糊量：糸量の5% 70℃まで加熱 浴比→1:10 3時間放置
PVA系糊材	○糊付け 1%溶液に10分間浸す

3.2 糊の付着量

糊付け前後の織度測定を行い、その差から単位長さあたりの糊の付着量を計算した。その結果を表3に示す。

表3 糊の付着量

糊付け方法	糊付け前 織度	糊付け後 織度	糊の付着量
センターメソッド	19.2	21.9	2.7×10^{-3}
織元メソッド	19.2	22.7	3.5×10^{-3}
布海苔+生麩糊	19.2	19.4	0.2×10^{-3}
PVA系糊材	19.7	20.0	0.3×10^{-3}

(単位 織度：tex 付着量g/m)

この結果から、布海苔+生麩糊及びPVA系糊材を使った方法では、ほとんど糊の付着がない結果となった。小麦粉を使用した方法では、二つとも糊の付着量が多い結果となった。また、小麦粉の糊付けの比較では、織元メソッドの方が付着量の多い結果となった。これらの結果から、糊の付着量の面からは、小麦粉が糊材として手つむぎ糸に向いていると考えられる。また、織元メソッドとセンターメソッドでは、表2に示すとおり、回数、水温、濃度、浴比等に違いがある。過去の研究では、付着量は濃度と浴比に比例し、80℃までの加熱が最も糊の付きが良い、という結果が出ているが⁷⁾、工程全体で使用した糊の量は糸重量に対してセンターメソッドでは100%、織元メソッドでは90%であり、浴比に関しては、ほぼ同程度で最後の本糊付け時にセンターメソッドの方が小さい浴比となっている。それでも織元メソッドの方が多い糊の付着量となったのは糊付けの回数が影響しているのではないかと考えられる。

3.3 引張強さ

表1に示す条件で引張強さの測定を行った試験結果を表4に示す。センターメソッドが最も強い結果となり、糊付け前糸の3.02倍、織元メソッドが2.71倍、布海苔+生麩糊が1.30倍、PVA系糊材が2.08倍となっている。

表4 引張試験結果(糸1本あたり)

糸種類	破断荷重(N)
糊付け前	1.55
センターメソッド	4.68
織元メソッド	4.20
布海苔+生麩糊	2.02
PVA系糊材	3.23

布海苔+生麩糊とPVA系糊材は、付着量が少なかったため糸強化の効果が小さかったと考えられる。センターメソッドよりも付着量が多かった織元メソッドの方が0.48N小さい引張強さとなった。これは、糊の付き過ぎが要因であると考えられる。

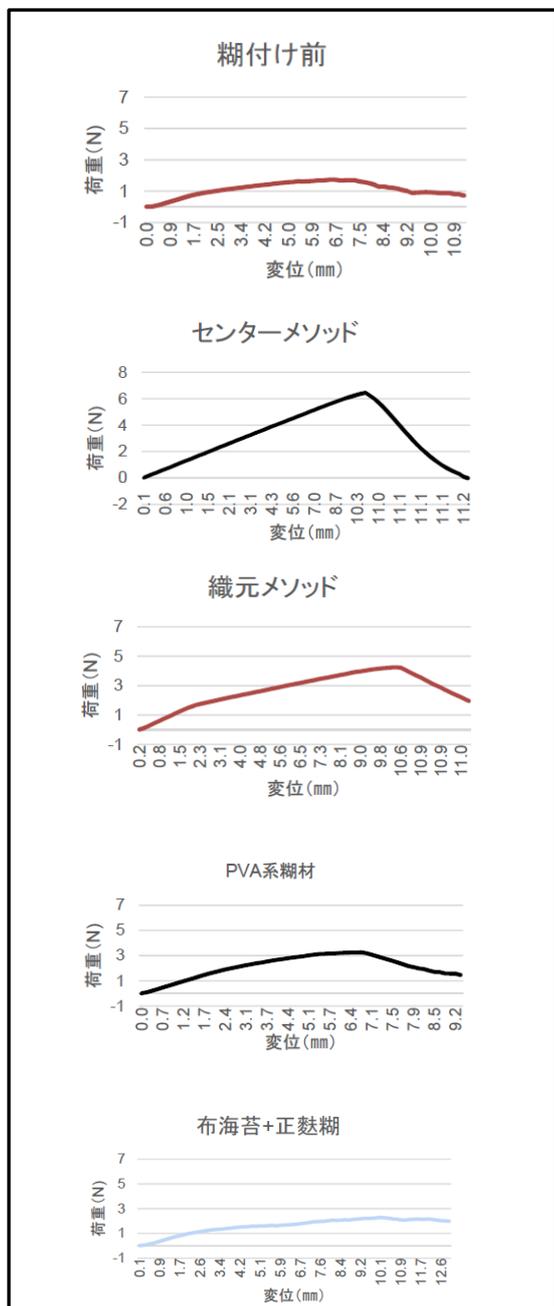


図1 荷重-変位曲線

荷重-変位曲線を図1に示す。糊付け前では、ふわっと抜けるような切断になり、グラフでもはっきりとしたピークの見られない曲線となっている。布海苔+正麩糊でも同じような曲線になっていて糊付け効果の見られない結果となっていることから、手つむぎ糸に向かない糊付け方法であると判断される結果となっている。PVA系糊材では、ややピークの見ら

れる曲線となっているので、多少の糊付け効果が確認できる。小麦粉使用の場合は、はっきりとしたピークが確認でき、手つむぎ糸の糊付けへの有効性が確認できる結果となった。

3.4 摩擦力

摩擦力の測定は図2の方法で行った。実際の様子を図3に示す。測定結果を表5に示す。布海苔+生麩糊が最も小さい値となり、糊付け前の糸がそれに続く小さい値となった。糊付け前の柔らかい状態及び糊付けによる引張強さの補強効果が少ないものが小さい摩擦となり、小麦粉の糊付けによる引張強さの補強効果の大きい糸が大きな摩擦力を示す結果とな



図2 摩擦力測定

表5 摩擦力測定結果

糸種類	摩擦力 (N)
糊付け前	0.072
センターメソッド	0.115
織元メソッド	0.149
布海苔+生麩糊	0.066
PVA系糊材	0.089

ったと考えられる。このことから、産地では従来から本糊付け時にロウの添加を行っていることが多いが、糸の滑りをよくするという面で必要であると考察される。

3.5 SEMによる観察

糊付け前と4種類の糊付け後の状態をSEMにより観察した。画像を図4に示す。布海苔+生麩糊では、糊付け前とあまり違いがなく、糊付け効果が少なかったことが確認できる。手つむぎ糸の糊付けには小麦粉のタンパク質成分が関与すると考えられており³⁾、多糖類と澱粉のみで構成される糊材は向かないと考察される。PVA系糊材は、普段は製織時の引き糊として使われているが、表面コーティングの効果が確認でき、今の使用方法が最も効果的であると考えられる。

織元メソッドとセンターメソッドについて、付着

量の多さが引張強さに反映していない結果となったが、この画像からセンターメソッドが糸に均一に糊が付着しているのに対し、織元メソッドでは糊の付き方が不均一で、塊になっている箇所が見られる。また、糸の傷みも見られる。この糊の付き方及び糸の傷みが引張強さに影響していると考えられる。糊付けの回数を多くすることは、糊の付着量を多くする効果がある反面、糸を傷めると考えられる。

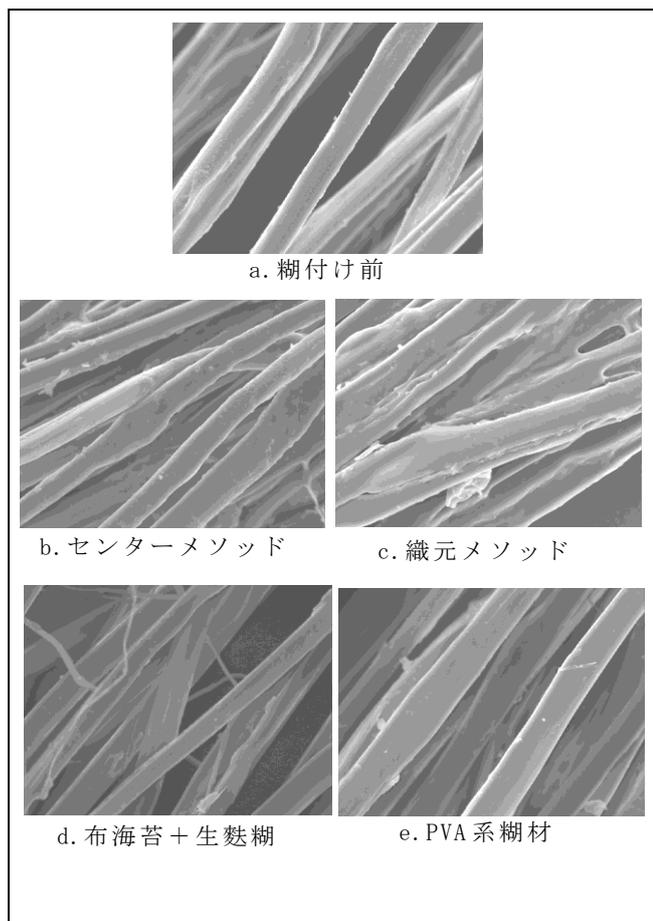


図4 SEM画像

4 おわりに

地機経糸に対する下拵えとして、糊付け方法の検討を行い、次の結果を得ることができた。

- 1) 4種類の糊付け方法を選定し、糊付けを行った糸について、引張強さと摩擦力の測定を行った結果、小麦粉を使用した方法で糊付けの効果が大きいことを確認することができた。
- 2) SEMにより、糊付け状態の観察を行った結果、これまで、糊の付着量により効果を検証してきたが¹⁾、糊の付き方にも注意が必要であることがわかった。

今年度の研究では、染色していない手つむぎ糸で糊付けを行ったが、染色する色の違いにより糊付けの効果に差があると言われている。来年度以降、小麦粉による糊付けの最適条件を検証するとともに、染める色の違いによる糊付け効果の違いや物性値と製織性との関係についても検証していく必要がある。

参考文献

- 1) 嶋田和正, 金子優, 永田順子: "栃木県産業技術センター研究報告", 6, 118-120, (2009)
- 2) 小竹晴子: HARU織物倶楽部HP
- 3) 栗原章, 沖泰: "栃木県工業試験研究機関研究集録", 341-345, (1991)

陶磁器用廃石膏型の有効利用（第2報）

吉葉 光雄* 山ノ井 翼* 塚本 準一*

Effective Utilization of Used Plaster Mold (2nd Report)

Mitsuo YOSHIBA, Tsubasa YAMANOI and Junichi Tsukamoto

石膏型は陶磁器の成形において昔から幅広く用いられている。しかし、その耐久性には限りがあり使用済み石膏型は多くが産業廃棄物として廃棄されている。特に益子焼業界においては、リサイクルは見られず、その技術開発が望まれている。

そこで、本研究では陶磁器用廃石膏型を有効利用する技術の開発を行い、廃石膏型から再生石膏型を製作し、有効利用する方法について知見を得た。

Key words: 再生石膏, 陶磁器, 石膏型, 曲げ強度, 耐摩耗性

1 はじめに

栃木県益子町は日本でも有数の陶器の産地として有名であり、普段使いの食器から芸術的価値の高い作品まで様々な陶器が日々作られている。中でも一定の形状を有し、大量に生産する必要がある製品については石膏型が用いられるが、長期間の使用により消耗し、形状や寸法精度が低下する。こうした石膏型は一部に再利用されるものもあるが、特に益子焼業界ではほとんどが産業廃棄物となっているのが現状であり、有効な利用方法の開発が求められている。

これらの廃石膏型（図1）を有効に利用するため、前報では廃石膏を再生処理し、再び石膏型にするための使用条件を確認した¹⁾。本報では繰り返し使用の可能性を検討するため、再生処理を3回まで実施した場合の物性等の変化を確認したほか、石膏型の試作を行い、実用に耐えられるか検討を行った。

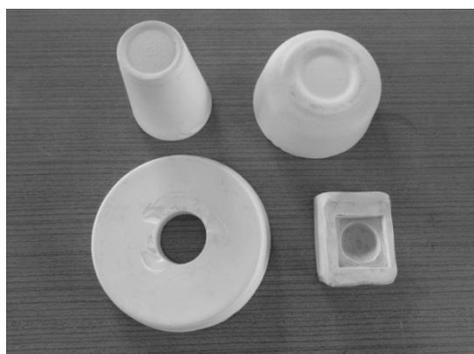


図1 廃石膏型

2 研究の方法

2.1 再生石膏粉末の作製

石膏型からの再生処理手順は、昨年度の方法を基に処理時間の短縮、再生コストの低減を目的として、微粉碎機による処理を追加し、ポットミルでの処理時間を前報の半分の12時間として簡便化した（図2、3）。



(a) ジョウクラッシャー (b) 微粉碎機

図2 粉碎に用いた機器

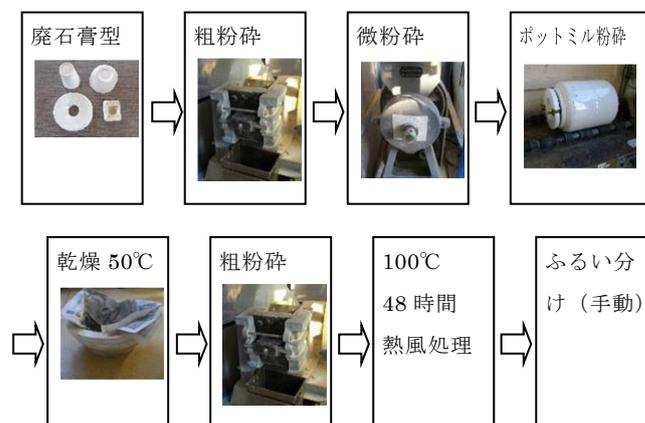


図3 石膏再生処理フローチャート

* 栃木県産業技術センター窯業技術支援センター

ポットミルで処理後、スラリー状態の石膏は、乾燥用石膏容器に入れ50℃で乾燥後、ジョークラッシャーで粗粉碎してから100℃で48時間処理し、ふるい分けして再生石膏を得た。この再生石膏については、X線回折装置（マックサイエンス社製MXP-3）により測定を行い、半水石膏を得られたか確認を行った。

繰返し再生処理に際しては、できるだけ再生石膏の使用量を多くするため、前報の結果を基に、再生石膏と未使用石膏粉末（吉野石膏製特級石膏）を、重量比1：2で混合し、再生1回目の混合石膏材料とした。

図4に示すようにこの混合石膏材料を用いて固化体を作製し、再び粉碎～篩分までのサイクルを行った石膏を、再生2回目、さらにもう1サイクル処理した石膏を再生3回目の繰返し再生石膏とした。

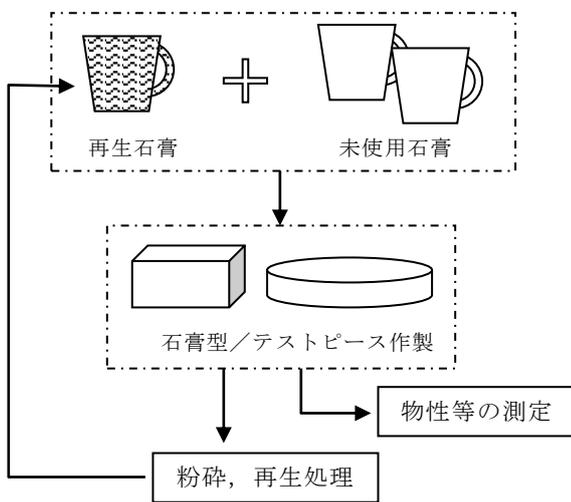


図4 再生2回目、3回目のフローチャート

2.2 再生石膏と未使用石膏との混合粉末で作製したテストピースの物性測定

再生石膏を陶磁器の用途として用いるには、硬化体の強度、耐摩耗性等が求められる²⁾。曲げ強度については昨年度と同様に平板状のテストピースを作製し評価を行った。また耐摩耗性については、円盤状のテストピースを作製しテーバー式摩耗試験機による試験を行った。それぞれの試験の条件は以下のとおりとした。3点曲げ試験は曲げ試験機（前川試験製作所MAG-1-PB）を用い、スパン84mm、ドライブスピード：2.5mm/minの条件で実施した。

また、摩耗試験については、摩耗輪の種類 H-22 を用い、荷重：250g（左右ともに追加錘なし）、回転速度：60rpm、回数：500回の条件で実施した。

2.3 再生石膏と未使用石膏の混合石膏による石膏型の試作

再生した石膏と未使用石膏粉末を混合した混合石膏の実用性を確認するため、やや大きいサイズの石膏型を作製することとした。

3 結果及び考察

3.1 粉末X線回折による測定

2.1で作製した石膏の粉末X線回折測定結果を図5に示す。再生石膏についても未使用石膏粉末と同様にほぼ半水石膏のピークを示しており、今回の再生条件ではほぼ半水石膏になったものと考えられる。

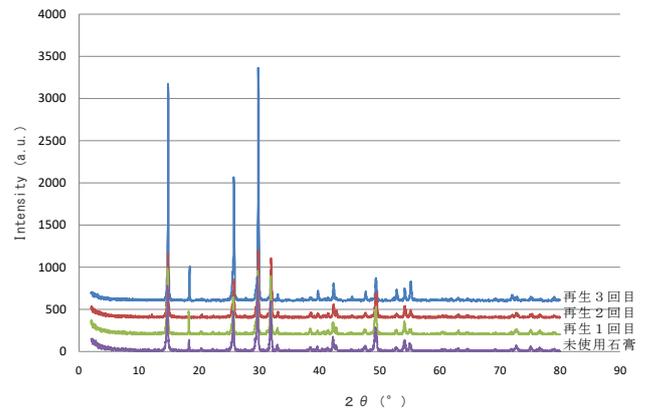


図5 再生処理した石膏のX線回折測定結果

3.2 繰返し再生と曲げ強度、摩耗評価

2.1で示した方法で作製した石膏を用い、曲げ強度を測定した（図6）。再生石膏を添加した系では、再生回数が増えるに従い強度が低下する傾向がみられた。

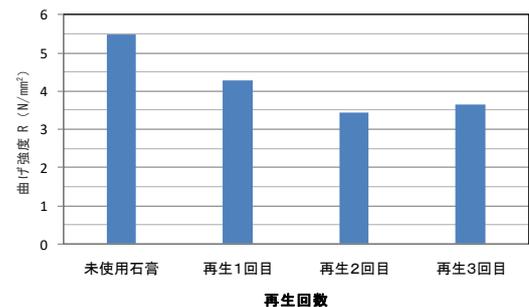


図6 曲げ試験測定結果

3.3 耐摩耗性の評価

テーバー式摩耗試験機による摩耗試験の様子を図7、結果を図8に示した。試験中転削した石膏が摩耗輪に付着するため、ブラシで付着した石膏を除去しながら試験を実施したが、非常にばらつきが大きく、繰返し再生回数と摩耗耐久性の相関を確認することはできなかった。



図7 テーパー敷摩耗試験機による摩耗試験の様子

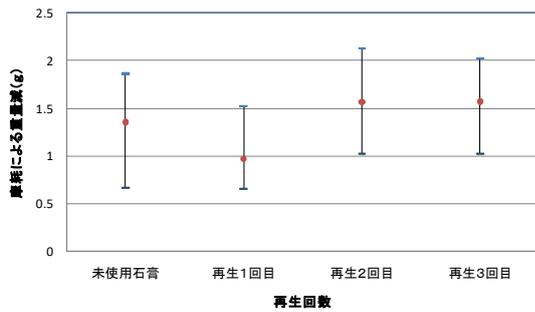
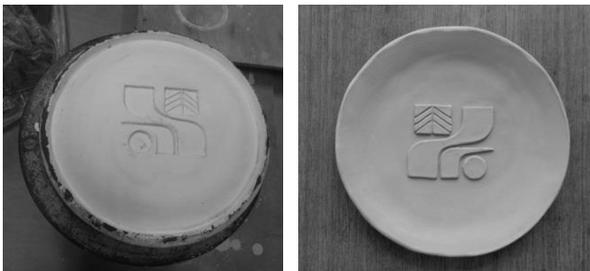


図8 摩耗試験結果

3.4 再生石膏型の試作

再生石膏と未使用石膏を1：2で混合した石膏を使用して、石膏型の試作を行った（図9）。この石膏型で粘土皿を成型し、実際に使用できることを確認した。なお通常の石膏型に比較して表面が柔らかいことから、特に耐久性を要する用途よりも、使用回数の少ないもの、1回の使用で破棄する用途が適すると思われる。



(a) 試作した石膏型 (b) 粘土皿

図9 作製した石膏型と粘土皿

4 おわりに

廃棄される石膏型の有効利用、廃棄量抑制を図るため、廃石膏型から石膏を再生させ、未使用の石膏と混合して再び石膏型の材料として使用することを目的とした。当初の目標としては、再生石膏と未使用石膏の混合割合を1：1としたが、前年度の研究結果を踏まえて一般の石膏と同様に使用できる最大の範囲である再生石膏1：未使用石膏2の混合割合で本年度研究を行った結果、以下の知見を得た。

- (1) テストピースを作製して再生回数と物性の比較を行った結果、再生回数の増加とともに曲げ強度の低下が確認され、再生を行うごとに不純物の増加等で性能が劣化していく。このことから、当初5回の再生を目標としていたが、再生石膏の割合を下げる、再生回数を限定する、又は1サイクルの用途にする等の対応が必要であることがわかった。
- (2) 再生石膏粉末の調整にあたっては微粉碎機の処理を追加することで作業時間、コストの低減を図った。
- (3) 再生石膏混合粉末から作製した石膏型を使用して粘土で皿を作製し、型として機能することを確認した。使用回数や用途については考慮が必要であるが、再生石膏の利用方法として一定の方向性は見られたものと思われる。

参考文献

- 1) 興野雄亮, 山ノ井翼: “栃木県産業技術センター研究報告”, 14, 102-103, (2017)
- 2) 石膏石灰学会: “石膏石灰ハンドブック”, 87, (1986)



平成29（2017）年度

栃木県産業技術センター研究報告

第15号

Reports of Industrial Technology Center of Tochigi Prefecture

No. 15 (2018)

発行 平成30（2018）年8月

発行所 栃木県産業技術センター

〒321-3226 栃木県宇都宮市ゆいの杜 1-5-20

TEL (028) 670-3391

FAX (028) 667-9430

VERY 
GOOD
LOCAL

とちぎ



古紙パルプ配合率80%再生紙を使用