

ISSN 1883-2350 (Print)

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE
No.7 MARCH 2015

静岡県工業技術研究所研究報告

第 7 号
平成27年 3 月

静岡県工業技術研究所
静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE
2078 Makigaya, Aoi-ku, Shizuoka city, Shizuoka, 421-1298 Japan

目次

静岡県工業技術研究所（静岡）

I 報 告

- 1 コーヒー飲料残渣の利活用を目的とした燃料ペレットの開発
.....櫻川智史、菊池圭祐、山下里恵、池ヶ谷 明 1
- 2 ダイダイ果皮油に含まれる香気成分組成の制御
.....山下里恵、菊池圭祐、櫻川智史 6
- 3 レーザーによる高機能皮膜作製技術の開発（第2報）
.....増井裕久、鈴木洋光、青嶋松寿、渡邊 通 11
- 4 環境調和型めっき技術の開発（第2報）
ー耐摩耗性付与を目的とした鉄合金めっきの検討ー
.....綿野哲寛、本間信行、古本修一、篠原恵吾 15
- 5 オゾンを利用した化学系小規模排水処理装置の開発
.....岡本哲志、正宗達樹、酒井浩士、伊藤聖孝 19
- 6 屋根用遮熱塗料の遮熱および遮音効果と滑り止め塗料への応用
.....赤堀 篤、佐野禎彦、深谷謙一、名倉孝次 23

II 研究ノート

- 1 計算機シミュレーションによる次世代太陽電池用色素の設計
.....田中翔悟、田村克浩 27
- 2 透明樹脂内部ひずみの複屈折位相差測定による評価
.....志智 亘、鈴木敬明 29
- 3 分光特性を制御可能な照明のまぶしさ評価システムの構築
.....豊田敏裕、鈴木敬明 31
- 4 負荷検知型方式による車椅子の走行補助装置の開発（第2報）
.....長澤 正、竹居 翼、長谷川和宏、橋本裕司、大城徳彦 33
- 5 茶葉ポリフェノールオキシダーゼ活性の評価
.....袴田雅俊、高木啓詞、浅沼俊倫 35
- 6 テアフラビン類高含有紅茶葉の製造法の開発
.....高木啓詞、袴田雅俊、浅沼俊倫 37
- 7 現場でのアスベスト迅速定性・定量手法の確立
.....太田良和弘 39

8 簡単で使いやすいデジタルオーディオプレイヤーの開発 (第2報)
.....小松 剛、易 強、多々良哲也、薩川芳之 41

Ⅲ 再 報

1 水蒸気賦活したコーヒー抽出残さ活性炭を用いた電気二重層キャパシタ
.....菊池圭祐、山下里恵、櫻川智史、安江智弘、須藤雅夫、板垣昌幸 43

Ⅳ 抄 録

1 水酸化カリウム (KOH) 賦活したコーヒー抽出残さの電気二重層特性
.....菊池圭祐、山下里恵、櫻川智史、安江智弘、須藤雅夫、板垣昌幸 44

2 変角分光測色データに基づく分光レンダリング画像を用いた異なる照明下での色視認性の評価
ー浴室手すりを対象とした反応時間評価ー
.....鈴木敬明、篠森敬三、村井直樹、尾崎裕司、中内茂樹 45

3 静岡県工業技術研究所における薄膜の分析依頼試験
.....真野 毅、高木 誠、田中翔悟 46

4 脳卒中嚥下障害の新規動物モデル
.....杉山直人、大川勝正、長澤 正、結城 茜、西山英児、西川幸俊、笹村 崇、中出眞嗣 47

沼津工業技術支援センター

I 報 告

- 1 自然界からの新たな香味を有する清酒醸造用酵母の開発（第2報）
－分離株による清酒小仕込試験－
.....勝山 聡、天野祥吾、岩原健二 49

II 研究ノート

- 1 テングサから新規発酵食品の開発
.....岩原健二、勝山 聡 54
- 2 手術支援ロボットの要素技術の研究開発(第1報)
－手術支援ロボットの先行技術調査と医療現場のニーズ調査－
.....鬼久保郁雄、本多正計、細野美奈子、竹居 翼 56

III 抄 録

- 1 イムノクロマトグラフ試験キットのための抗ノロウイルス一本鎖抗体の開発
.....中野道彦、室伏敬太、太田俊也、渡部 聡 58

富士工業技術支援センター

I 報 告

- 1 トイレットペーパーのクレープ形状の評価法の確立
.....鈴木悠介、堤 真一、深沢博之、木野浩成 59

- 2 紙に含まれる木材パルプの複合的評価手法の開発 (第1報)
ー紙のLBKPとNBKPの定性・定量分析、ろ水度の評価ー
.....河部千香、深沢博之 65

- 3 ドライトナー印刷物のリサイクル適性評価
.....深沢博之、鈴木悠介 72

- 4 高耐久コーティングの応用展開
ードロップレット削減のための品質工学によるPVDプロセスの最適化ー
.....高木 誠、望月紀寿、遠藤浩久、田中隆義 79

II 研究ノート

- 1 原質工程における古紙原料の品質の変動について
.....堤 真一 83

- 2 機密書類溶解システムで得られた古紙原料の特徴について
.....堤 真一 85

浜松工業技術支援センター

I 報 告

- | | | | |
|---|---|--------------------------|-----|
| 1 | 絶縁性金属材料による電子部品検査用部品の開発
..... | 杉森正康、山田浩文、長谷川 茂、河合 淳 | 87 |
| 2 | チタン合金のエンドミル加工における形状精度に関する研究（第2報）
..... | 大澤洋文、是永宗祐、植松俊明、伊藤芳典、長津義之 | 90 |
| 3 | チタン合金のエンドミル加工における切削雰囲気の影響
..... | 植松俊明、是永宗祐、伊藤芳典、長津義之、大澤洋文 | 95 |
| 4 | チタン合金の切削性に及ぼす加工機の影響
..... | 是永宗祐、植松俊明、長津義之、伊藤芳典、大澤洋文 | 101 |

II 研究ノート

- | | | | |
|----|--|---------------------------|-----|
| 1 | フェムト秒レーザーピーンフォーミングによる微細部品加工
..... | 鷺坂芳弘 | 106 |
| 2 | シャックハルトマン波面センサを用いた透明樹脂内部の屈折率分布推定
..... | 中野雅晴、太田幸宏 | 108 |
| 3 | レーザーによる焼結ダイヤモンドの切削
..... | 山下清光、内山文宏 | 110 |
| 4 | 被測定物の材質がレーザー式三次元測定機の測定精度に及ぼす影響
..... | 柳原 亘、太田幸宏 | 112 |
| 5 | 電波識別技術の実用化開発（第1報） —評価基準の構築と識別実験—
..... | 杉森正康、山田浩文、長谷川 茂、田内正治、犬塚 博 | 114 |
| 6 | CFRPのエンドミル加工における工具材種の影響
..... | 大澤洋文、是永宗祐、植松俊明、伊藤芳典、長津義之 | 116 |
| 7 | コールセンターの着信予測 —MTシステムを用いたビッグデータ解析—
..... | 針幸達也 | 118 |
| 8 | ハイテン材の曲げシミュレーションおよび制御
..... | 長津義之、是永宗祐、植松俊明、伊藤芳典、大澤洋文 | 120 |
| 9 | チタンの陽極酸化処理における色調の評価方法について
..... | 田光伸也 | 122 |
| 10 | チタン合金の切削性に及ぼす工具刃数の影響
..... | 是永宗祐、植松俊明、長津義之、伊藤芳典、大澤洋文 | 124 |

11 製織技術を生かした振動特性に優れたハイブリッド繊維複合素材の開発 (第1報)	
.....鈴木重好、山崎利樹、伊藤 彰、木下道広、平山章子、鈴木一之	126

12 耐震補強用アラミド多軸織物の表面処理加工による繊維/樹脂界面特性の改善	
.....伊藤 彰、鈴木一之、木野浩成	128

Ⅲ 抄 録

1 フェムト秒レーザーピーンフォーミングによる薄板曲げの曲げ精度向上	
.....鷺坂芳弘、神谷真好、松田 稔、太田幸宏	130

2 MIMによる各種チタン合金の創製	
.....伊藤芳典	131

分野別目次

バイオ分野

I 報告

- 1 自然界からの新たな香味を有する清酒醸造用酵母の開発(第2報)
 ー分離株による清酒小仕込試験ー
勝山 聡、天野祥吾、岩原健二 49

II 研究ノート

- 1 テングサから新規発酵食品の開発
岩原健二、勝山 聡 54

III 抄録

- 1 イムノクロマトグラフ試験キットのための抗ノロウイルス一本鎖抗体の開発
中野道彦、室伏敬太、太田俊也、渡部 聡 58

食品分野

I 研究ノート

- 1 茶葉ポリフェノールオキシダーゼ活性の評価
袴田雅俊、高木啓詞、浅沼俊倫 35
- 2 テアフラビン類高含有紅茶葉の製造法の開発
高木啓詞、袴田雅俊、浅沼俊倫 37

II 抄録

- 1 脳卒中嚥下障害の新規動物モデル
杉山直人、大川勝正、長澤 正、結城 茜、西山英児、西川幸俊、笹村 崇、中出眞嗣 47

環境分野

I 報告

- 1 オゾンを利用した化学系小規模排水処理装置の開発
岡本哲志、正宗達樹、酒井浩士、伊藤聖孝 19

II 研究ノート

- 1 現場でのアスベスト迅速定性・定量手法の確立
太田良和弘 39

光分野

I 研究ノート

- フェムト秒レーザーピーンフォーミングによる微細部品加工
鷺坂芳弘 106

2	シャックハルトマン波面センサを用いた透明樹脂内部の屈折率分布推定	中野雅晴、太田幸宏	108
3	レーザーによる焼結ダイヤモンドの切削	山下清光、内山文宏	110
4	被測定物の材質がレーザー式三次元測定機の測定精度に及ぼす影響	柳原 亘、太田幸宏	112

II 抄 録

1	フェムト秒レーザーピーンフォーミングによる薄板曲げの曲げ精度向上	鷺坂芳弘、神谷真好、松田 稔、太田幸宏	130
---	---	---------------------	-----

材料分野

I 報 告

1	レーザーによる高機能皮膜作製技術の開発 (第2報)	増井裕久、鈴木洋光、青嶋松寿、渡邊 通	11
2	環境調和型めっき技術の開発 (第2報) ー耐摩耗性付与を目的とした鉄合金めっきの検討ー	綿野哲寛、本間信行、古本修一、篠原恵吾	15
3	チタン合金のエンドミル加工における切削雰囲気の影響	植松俊明、是永宗祐、伊藤芳典、長津義之、大澤洋文	95
4	チタン合金の切削性に及ぼす加工機の影響	是永宗祐、植松俊明、長津義之、伊藤芳典、大澤洋文	101

II 研究ノート

1	計算機シミュレーションによる次世代太陽電池用色素の設計	田中翔悟、田村克浩	27
2	ハイテン材の曲げシミュレーションおよび制御	長津義之、是永宗祐、植松俊明、伊藤芳典、大澤洋文	120
3	チタンの陽極酸化処理における色調の評価方法について	田光伸也	122
4	チタン合金の切削性に及ぼす工具刃数の影響	是永宗祐、植松俊明、長津義之、伊藤芳典、大澤洋文	124

Ⅲ 抄 録

- 1 MIMによる各種チタン合金の創製
伊藤芳典 131

機械電子分野

I 報 告

- 1 高耐久コーティングの応用展開
 ードロップレット削減のための品質工学によるPVDプロセスの最適化ー
高木 誠、望月紀寿、遠藤浩久、田中隆義 79
- 2 絶縁性金属材料による電子部品検査用部品の開発
杉森正康、山田浩文、長谷川 茂、河合 淳 87
- 3 チタン合金のエンドミル加工における形状精度に関する研究（第2報）
大澤洋文、是永宗祐、植松俊明、伊藤芳典、長津義之 90

II 研究ノート

- 1 透明樹脂内部ひずみの複屈折位相差測定による評価
志智 亘、鈴木敬明 29
- 2 分光特性を制御可能な照明のまぶしさ評価システムの構築
豊田敏裕、鈴木敬明 31
- 3 負荷検知型方式による車椅子の走行補助装置の開発（第2報）
長澤 正、竹居 翼、長谷川和宏、橋本裕司、大城徳彦 33
- 4 手術支援ロボットの要素技術の研究開発（第1報）
 ー手術支援ロボットの先行技術調査と医療現場のニーズ調査ー
鬼久保郁雄、本多正計、細野美奈子、竹居 翼 56
- 5 電波識別技術の実用化開発（第1報） ー評価基準の構築と識別実験ー
杉森正康、山田浩文、長谷川 茂、田内正治、犬塚 博 114
- 6 CFRPのエンドミル加工における工具材種の影響
大澤洋文、是永宗祐、植松俊明、伊藤芳典、長津義之 116
- 7 コールセンターの着信予測 ーMTシステムを用いたビッグデータ解析ー
針幸達也 118

Ⅲ 抄 録

- 1 変角分光測色データに基づく分光レンダリング画像を用いた異なる照明下での色視認性の評価
 ー浴室手すりを対象とした反応時間評価ー
鈴木敬明、篠森敬三、村井直樹、尾崎裕司、中内茂樹 45

2 静岡県工業技術研究所における薄膜の分析依頼試験	真野 毅、高木 誠、田中翔悟	46
------------------------------------	----------------	----

製紙分野

I 報 告

1 トイレットペーパーのクレープ形状の評価法の確立	鈴木悠介、堤 真一、深沢博之、木野浩成	59
2 紙に含まれる木材パルプの複合的評価手法の開発 (第1報) ー紙のLBKPとNBKPの定性・定量分析、ろ水度の評価ー	河部千香、深沢博之	65
3 ドライトナー印刷物のリサイクル適性評価	深沢博之、鈴木悠介	72

II 研究ノート

1 原質工程における古紙原料の品質の変動について	堤 真一	83
2 機密書類溶解システムで得られた古紙原料の特徴について	堤 真一	85

繊維高分子材料分野

I 研究ノート

1 製織技術を生かした振動特性に優れるハイブリッド繊維複合素材の開発 (第1報)	鈴木重好、山崎利樹、伊藤 彰、木下道広、平山章子、鈴木一之	126
2 耐震補強用アラミド多軸織物の表面処理加工による繊維/樹脂界面特性の改善	伊藤 彰、鈴木一之、木野浩成	128

ユニバーサルデザイン・工芸分野

I 報 告

1 コーヒー飲料残渣の利活用を目的とした燃料ペレットの開発	櫻川智史、菊池圭祐、山下里恵、池ヶ谷 明	1
2 ダイダイ果皮油に含まれる香気成分組成の制御	山下里恵、菊池圭祐、櫻川智史	6
3 屋根用遮熱塗料の遮熱および遮音効果と滑り止め塗料への応用	赤堀 篤、佐野禎彦、深谷謙一、名倉孝次	23

II 研究ノート

- 1 簡単で使いやすいデジタルオーディオプレイヤーの開発 (第2報)
.....小松 剛、易 強、多々良哲也、薩川芳之 41

III 再 報

- 1 水蒸気賦活したコーヒー抽出残さ活性炭を用いた電気二重層キャパシタ
.....菊池圭祐、山下里恵、櫻川智史、安江智弘、須藤雅夫、板垣昌幸 43

IV 抄 録

- 1 水酸化カリウム (KOH) 賦活したコーヒー抽出残さの電気二重層特性
.....菊池圭祐、山下里恵、櫻川智史、安江智弘、須藤雅夫、板垣昌幸 44

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE

静岡県工業技術研究所研究報告

静岡県工業技術研究所
静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE
2078 Makigaya, Aoi-ku, Shizuoka city, Shizuoka, 421-1298 Japan

コーヒー飲料残渣の利活用を目的とした燃料ペレットの開発

バイオマス循環プロジェクトスタッフ 櫻川智史* 菊池圭祐* 山下里恵*
静岡油化工業株式会社 池ヶ谷 明

Development of fuel pellets for the effective utilization of spent coffee grounds.

Satoshi SAKURAGAWA, Keisuke KIKUCHI, Rie YAMASHITA and Akira IKEGAYA

This study focuses on the large amounts of spent coffee grounds that are generated by beverage manufacturers, and aims to investigate the potential for their use as fuel. First, fuel pellets were produced after the conditions under which they solidify had been determined using a wood material pelletizer. Next, the fuel pellet samples were measured to ascertain their physical characteristics, and a combustion test was conducted on them. Finally, their combustion performance was compared with that of wood pellets, which are the most commonly used type of fuel pellet currently in use.

The results of the study revealed the following:

- 1) It was possible to make fuel pellets from spent coffee grounds by using a wood material pelletizer.
- 2) The quality of fuel pellets made from spent coffee grounds satisfied the quality standards stipulated for wood pellets. Of particular interest was the high calorific value, which indicates that these fuel pellets would provide an effective means of generating energy.
- 3) In the combustion experiment, which was performed using a pellet stove, the fuel pellets exhibited good ignition and combustion performance equivalent to or better than that of wood pellets. Also, combustion continued for more than four hours.
- 4) The amounts of heavy metals contained in the combustion ash met the standards required, as they were equivalent to those found in the combustion ash of wood pellets. The combustion ash also contained abundant amounts of nitrogen and phosphoric acid, indicating that the ash has the potential to be used as fertilizer.

Keywords : fuel, pellet, coffee, biomass

キーワード：燃料、ペレット、コーヒー、バイオマス

1 はじめに

バイオマスの活用の推進に関する施策を総合的かつ計画的に推進することを目的として、平成21年にバイオマス活用推進基本法が制定され、続いてバイオマス活用推進基本計画が、この基本法に基づき、バイオマスの活用の推進に関する施策の基本となる事項を定めるものとして、平成22年に策定された¹⁾。基本計画の資料によると、食品廃棄物は年間1,900万トンあり、そのうち利用される割合は肥料や飼料としての27%のみで、残りの大部分は単に処分されている(表1)。

これら食品廃棄物は水分が多いことから、乾燥等に多くのエネルギーを費やすため、現状ではその大半が有効利用されていない。しかし、燃料化することで焼

却処理とともに熱回収することが可能となり、乾燥や製造過程における熱源として利用できる。さらに、最終残留物である燃焼灰も肥料として農地に還元することが期待できる。

また、本県の飲料等の製造業における出荷額は全国1位(H24工業統計)であり、多くの企業が静岡に集約している。これら飲料製造においても、大量の加工残渣が発生しており、中でも缶コーヒー飲料の抽出残渣は、年間を通じて大量に排出されている(全国で約16万トン/年)。その処分費は5千円~1万円/トンもかかり、企業経営を圧迫している要因の一つとなっている。

本研究では、缶飲料工場において発生するコーヒー

*) 現 工芸科

表1 バイオマスの発生量と利用率¹⁾

バイオマスの種類	年間発生量	利用率
家畜排せつ物	約 8,800 万トン/年	約 90%
食品廃棄物	約 1,900 万トン/年	約 27%
製材工場等残材	約 340 万トン/年	約 95%
建築発生木材	約 410 万トン/年	約 90%
下水汚泥	約 7,800 万トン/年	約 77%
林地残材	約 800 万トン/年	ほとんど未利用

残渣に着目し、それらを燃料として有効利用することを目的とした。はじめに、木質用ペレタイザーを用いて固化条件について検討し、コーヒー残渣の燃料ペレットを試作した。次に、試作した燃料ペレットの物性試験、燃料試験を行い、実用化されている代表的な燃料ペレットである木質ペレットと比較検討した。

2 方法

コーヒー缶飲料の抽出残渣は、抽出後保管されている状態（含水率60～70%）のもの入手し、熱風乾燥により、含水率10%程度まで乾燥処理を行った。乾燥後、少量のカルボキシメチルセルロースを添加した水道水をハンドスプレーにより均一に加水し、含水率13～15%に調整した。含水率は、赤外線水分計（株式会社科学研究所製：FD-600）で測定した。

含水率調整したコーヒー残渣を原料とし、フラットダイ型ペレタイザー（株式会社土佐テック製：TS-55）により燃料ペレットを製造した（写真1）。ダイの穴直径は6mm、厚み40mm、供給速度120kg/hで成形した。



写真1 コーヒー飲料残渣のペレット成形機の様子

ペレタイザーによる成形後、（一社）日本木質ペレット協会が制定した木質ペレット品質規格²⁾に準じて、寸法（直径/長さ）、かさ密度、含水率、機械的耐久性、

高位発熱量、灰分の測定を行った。

成形したコーヒー残渣燃料ペレットの燃焼特性については、ペレットストーブ（株式会社いしかい産業製：SS-1）を用いて4時間以上の連続運転を行い（写真2）、燃焼時、消火時における炉内温度（3ヶ所）と温風吹出温度を測定した（図1）。



写真2 燃焼試験に用いたペレットストーブ



図1 燃焼試験における温度測定箇所
 ch1：燃焼ポット底部、ch2：燃焼ポット上部、
 ch3：燃焼炉中央、ch4：温風吹き出し口手前

表2 木質ペレット品質規格における試作ペレットの品質基準比較

品質項目	単位	品質基準 ²⁾	コーヒー残渣ペレット
直径の呼び寸法	mm	6、(7)、8	6 (6, 18±0.06mm)
長さ	mm	L≤30 が95%以上 L>40 が無いこと	≤L 25 100% L>40 は無い
かさ密度	kg/m ³	650以上750以下	720
含水率	%	10以下	8.9
機械的耐久性	%	97.5以上	99.2
高位発熱量	MJ/kg	17.6以上	23.4
灰分	%	5以下	1.1

尚、品質規格及び燃焼特性の測定には木質ペレット（市販品ホワイトペレット：岡山県産）を比較対象として用いた。

また、ペレット燃焼時の排ガス成分の分析として、窒素酸化物濃度（JIS K 0104 化学発光法）、一酸化炭素濃度（JIS K 0098 NDIR法）、硫黄酸化物排出量及び塩化水素濃度（JIS K 0103 イオンクロマトグラフ法）を測定した。

更に、灰分中の成分として、鉛、カドミウム、クロム、砒素、セレン、pH及び熱灼減量の測定と、燃料灰を肥料として有効活用することを考慮して、窒素、リン酸及びカリウムの分析を行った。

3 結果および考察

コーヒー残渣燃料ペレットの寸法（直径/長さ）、かさ密度、含水率、機械的耐久性、高位発熱量、灰分の測定結果を表2に示す。木質ペレット品質規格において、発熱量は高位発熱量で17.6MJ/Kg（4,200 kcal/kg）以上とされている。コーヒー残渣燃料ペレットは、高位発熱量で23.4MJ/kg（5,584kcal/kg）と高い値を示した。これは、コーヒー残渣に脂肪が14.7%含まれていることや、焙煎により半炭化されることで高カロリー化されていること等に起因するものと考えられる³⁾。また、含水率は8.9%、灰分は1.1%、かさ密度は720 kg/m³、といずれの項目においても基準を満たした。機械的耐久性については、コーヒー残渣単独で成形すると94.4%と基準に達せず崩れやすかったが、カルボキシメチルセルロースを添加することで99.2%の値となり、基準を満たした。

これら、コーヒー残渣を原料とした燃料ペレットの成形技術は、下水処理汚泥、剪定枝、放置竹林材、製紙スラッジ等、多岐に渡るバイオマス利活用に関して

要望が多く、応用範囲が広い。原料となるバイオマスの構成成分による成形状態の違いなど、ペレット成形のメカニズムも含め、今後更なる検討が必要と考えられる。

コーヒー残渣燃料ペレットの着火後30分間の燃焼温度を図2に、比較対照として市販木質ペレットの燃焼温度を図3に示す。コーヒー残渣燃料ペレットは、着

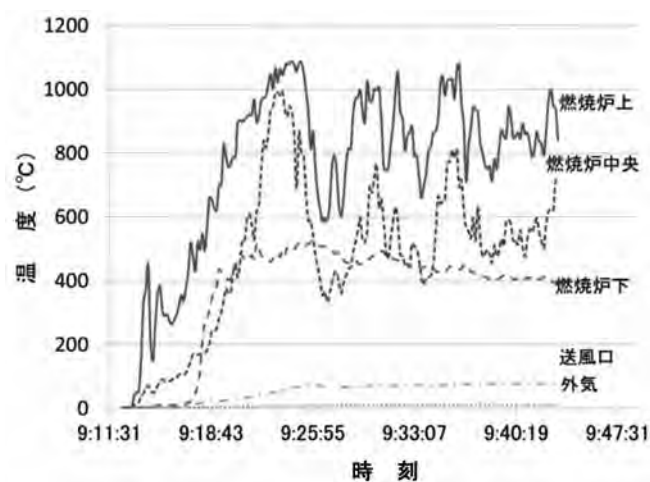


図2 コーヒー残渣燃料ペレットの着火後の温度変化

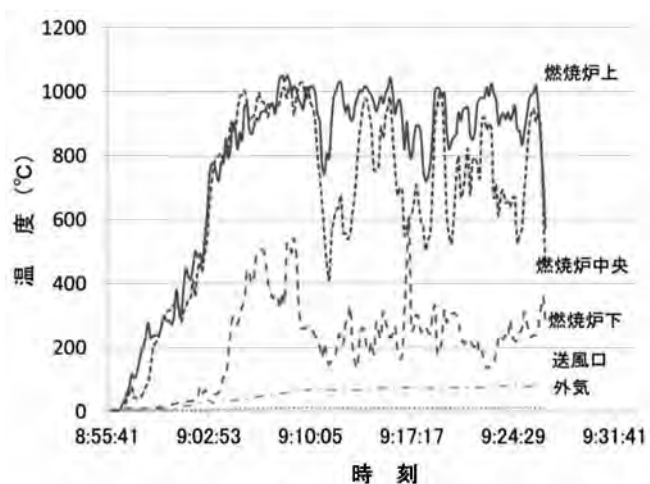


図3 木質ペレットの着火後の温度変化

火性、到達温度共に木質ペレットと同等以上の性能を示した。実験に使用したペレットストーブは木質ペレット用であることから、燃焼カロリーの高いコーヒー残渣燃料ペレットでは火力調節により、火力を抑える必要があった。火力調節のコントロールはダイヤルにより手動で行ったため、燃焼温度が不安定となったが、4時間以上の連続運転が可能であった。燃料消費量についても木質ペレットと同等であった。

コーヒー残渣燃料ペレット及び木質ペレットの消火後10分間の燃焼温度を図4、図5に示す。コーヒー残渣燃料ペレットは木質ペレットと比較して、火持ちが良く、消火後の温度低下に時間がかかった。燃焼温度が高く、消火時間が長いことを考慮したコーヒー残渣燃料ペレット用の火力調節を検討することで、さらに効率的な燃焼システムが構築できると考えられる。

コーヒー残渣燃料ペレット及び木質ペレットの燃焼時における排ガス成分を表3に示す。コーヒー残渣燃料ペレットの燃焼時の排ガスは、窒素酸化物、硫黄酸化物、一酸化炭素の濃度が高かった。これは、原料であるコーヒー残渣自体が、木質ペレットの原料となる木屑と比較して窒素分が多いことや、また、木質ペレット用ストーブを用いたため、不完全燃焼（熱灼減量が多い）であったことなどが原因であると考えられる。

コーヒー残渣燃料ペレット及び木質ペレットの燃焼灰成分（重金属類）を表4に示す。コーヒー残渣燃料

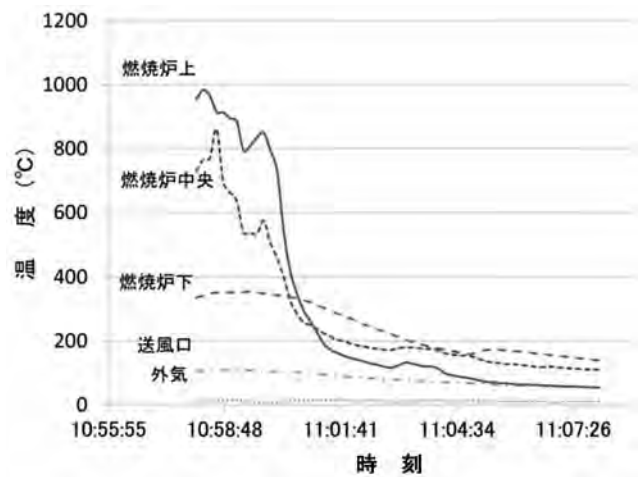


図4 コーヒー残渣燃料ペレットの消火後の温度変化

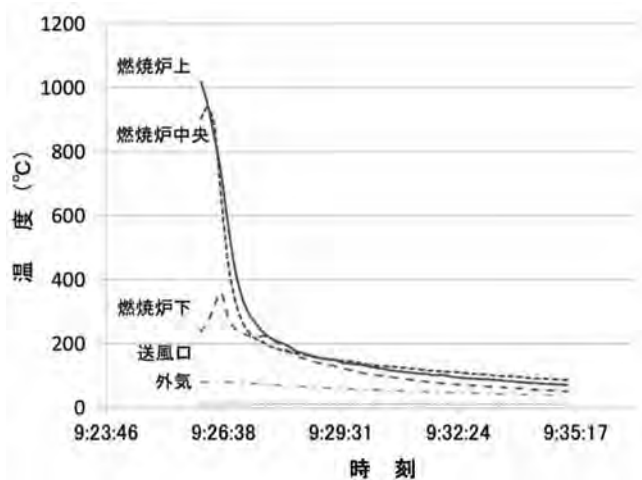


図5 木質ペレットの消火後の温度変化

表3 コーヒー残渣燃料ペレット及び木質ペレット燃焼時の排ガス成分

試料名	窒素酸化物 ($\text{cm}^3/\text{m}^3\text{N}$)	硫黄酸化物 (ppm)	塩化水素 ($\text{cm}^3/\text{m}^3\text{N}$)	一酸化炭素 (ppm)	熱灼減量 (%)
コーヒー残渣燃料ペレット	310	24	5 未満	790	12.6
木質ペレット	26	5 未満	5 未満	680	5.0

表4 コーヒー残渣燃料ペレット及び木質ペレット燃焼灰中の成分

試料名	pH	Cd (mg/l)	Pb (mg/l)	Se (mg/l)	Cr (mg/l)	As (mg/l)	熱灼減量 (%)
コーヒー残渣燃料ペレット	12.5	<0.01	<0.01	<0.01	0.29	<0.01	12.6
木質ペレット	13.1	<0.01	0.01	<0.01	0.69	<0.01	5.0
産業廃棄物に係る判定基準		<0.3	<0.3	<0.3	<1.5	<0.3	

表5 コーヒー残渣燃料ペレット及び木質ペレット燃焼灰中の成分分析

試料名	T-N(%)	K ₂ O(%)	P ₂ O ₅ (%)
コーヒー残渣燃料ペレット	0.8	2.7	12.0
木質ペレット	0.1	2.6	2.5

ペレットの燃焼灰中の重金属類は、木質ペレットと同程度の値を示し、基準⁴⁾を満たした。

コーヒー残渣燃料ペレット及び木質ペレットの燃焼灰中の肥料成分（窒素・りん酸・カリウム）の値を表5に示す。コーヒー残渣燃料ペレットを燃焼しエネルギー利用した後の燃焼灰中には、木質ペレットと比べ、窒素、りん酸が多く含まれ、肥料等としての有効利用が期待できる。

4 まとめ

飲料工場において大量に発生するコーヒー残渣に着目し、それらを燃料として有効利用することを目的とした。はじめに、木質用ペレタイザーを用いて固形化条件を検討し、燃料ペレットを試作した。次に、試作した燃料ペレットの物性試験、燃料性試験を行い、それらの性能を実用化されている代表的な燃料ペレットである木質ペレットと比較検討した。

その結果、以下のことが明らかとなった。

- 1) コーヒー残渣を原料とした燃料ペレットは、既存の木質用ペレタイザーを用いて製造することができた。
- 2) 試作した燃料ペレットの品質は、木質ペレットの品

質基準を満たした。特に発熱量は高く、エネルギー利用の有用性が示された。

- 3) ペレットストーブを用いた燃焼実験では、着火性、燃焼温度とも木質ペレットと比べ遜色なく、4時間以上の連続運転が可能であった。
- 4) コーヒー残渣燃料ペレットの燃焼灰中の重金属は、木質ペレットと同等の値を示し、基準を満たした。また、燃焼灰中には、窒素、りん酸が多く含まれ、肥料等の有効活用が期待される。

参考文献

- 1) 農林水産省：バイオマス活用推進基本計画（2010.12.17公表）
- 2) (一社)日本木質ペレット協会：木質ペレット品質規格（2011.3.11公表）
- 3) 石村健志 他：半炭化固形化技術による木質バイオマスの熱エネルギー特性の向上，高温学会誌，33(1)，38-42（2007）.
- 4) 総理府：金属等を含む産業廃棄物に係る判定基準を定める省令総理府令第5号（1973.2.17公表）

ダイダイ果皮油に含まれる香気成分組成の制御

バイオマス循環プロジェクトスタッフ 山下里恵* 菊池圭祐* 櫻川智史*

Control of flavor components contained in Daidai (*Citrus aurantium* L.) peel oil

Rie YAMASHITA, Keisuke KIKUCHI and Satoshi SAKURAGAWA

A specialty of Shizuoka Prefecture, Daidai (*Citrus aurantium* L.) is a citrus fruit that is full of flavor. Because Daidai has a refreshing flavor, we aim to develop chemical products that utilize this flavor. At about 95%, the main component of Daidai peel oil is limonene. Chemical products containing a lot of terpenes such as limonene have some problems in stability. Therefore we studied the effect of reducing the amount of limonene in Daidai peel oil and of concentrating the oxygenated components that contribute to the unique flavor of Daidai by using a solid phase fractionation technique. As a result, through a solid phase fractionation treatment using silica gel, we were able to reduce the amount of limonene in the oil by about 74%, and obtain Daidai flavored sample with the following concentrated oxygenated components: octanal with a concentration rate of 2.1; linalool with a rate of 3.2; and linalyl acetate with a rate of 1.1.

Keywords : biomass, Daidai (*Citrus aurantium* L.), essential oilキーワード : バイオマス、ダイダイ (*Citrus aurantium* L.)、精油

1 はじめに

ダイダイは、静岡県の東部・伊豆地域特産の香酸カンキツである¹⁾。県下では、正月用の縁起物のお飾りの他、年間約200–250tのダイダイ果実が集荷・搾汁加工され、強い酸味と芳香を持つ本格ぼんずや果汁飲料等の原料になっている。一方、搾汁後の残さは、原料の8割に上り、その殆どが産業廃棄物として処分されている。この残さのおよそ3割を占める果皮部には、カンキツの香り成分である果皮油が蓄積している。ダイダイ果皮油は、特有の爽やかな香りを有することから、我々は、この香りを活かした化成品の開発を目指している。

我々は、これまでに、カンキツ果皮油の採取法を検討し、有機溶剤を使用せず、また、成分の変質を避ける方法として、減圧・低温下での水蒸気蒸留法を採用し、香りの良好なダイダイ果皮油の採取条件を見出した²⁾。一方、ダイダイの搾汁加工工場においては、圧搾時に果汁に混入した果皮油が、遠心分離機による果汁の清澄化工程において残さパルプと共に排出され、これを分離することで、圧搾油と呼ばれる果皮油が得られる。この圧搾油も、ダイダイ果実の香りをよりよく反映し、フレグランス素材として有望である。

いずれの採取法においても、ダイダイ果皮油には、Limoneneが主成分（およそ95%）として含まれている。Limoneneをはじめとするテルペン類は、①酸化劣化、②親水性溶媒への溶解度の低下、③樹脂化による澱（オリ）の生成や着色及び④香りへの寄与が低い等の理由から³⁾、柑橘の果皮油の化成品利用におけるLimoneneの除去は、一つの課題となっている。

そこで、本報では、極性系固相を用いたカラムクロマトグラフィーにて、ダイダイ果皮油中のLimoneneを低減すると共に、ダイダイの香りに寄与する含酸素化合物のうち、Octanal、LinaloolおよびLinalyl acetate^{4, 5)}を指標成分として、これら成分を損なうことなく分画濃縮する条件を検討した。

2 実験方法

2.1 ダイダイ果皮油の調製

ぼんず生産ラインで搾汁される果汁の清澄化工程にて得られる圧搾油を、ダイダイ果皮油試料に用いた。試料は、試験前に−18℃の低温にし、果皮油中に含有する水分によって生成した氷結晶やワックス等の澱を除去したものを、試験に供した。

*) 現 工芸科

2.2 ガスクロマトグラフ質量分析計による香気成分分析

ガスクロマトグラフ質量分析計（以下、GC/MS）ClarusGC/MS500（PerkinElmer社製）を用いて、試験対象としたダイダイ果皮油の香気成分の構成割合を調べた。また、分画試験では、低減対象となるLimoneneと香りの分画濃縮の指標成分としたLinalool、OctanalおよびLinalyl acetateを測定した。分離カラムには、キャピラリーカラムHP-5ms（60m×0.25mm i.d., 膜厚0.25 μm）（Agilent Technologies社製）を用いた。キャリアーガスにはヘリウムを用い、注入口のスプリット比は1:20、カラム流量は1 ml/minとした。質量分析でのイオン化電圧は70eV、イオン源温度は220℃とした。分析中のカラム温度は、40℃にて4 min保持、40℃から280℃まで4℃/minで昇温、280℃にて5 min保持した。試料は、各成分のピーク面積値の比較のため、1-Dodecanolを内部標準物質として用い、適宜エタノール溶媒で希釈後、1 μlを注入して分析した。

検出成分の定性は、GC/MSに付属のNistライブラリーでの検索結果および文献のAI (arithmetic index)⁶⁾ データを参照して行った。AIは、C5～C25の一連のn-アルカン標準試料の保持時間を用いて算出した⁷⁾。

2.3 極性系固相によるダイダイ果皮油の分画試験

3種類の極性系固相を用いた分画試験を行い、ダイダイ果皮油中のLimoneneを低減すると共に、ダイダイの香りに寄与する指標成分の濃縮を検討した。

分画用の固相カラムには、シリカゲルInertSep SlimJ SI（以下、Si-OH）、ジオール基導入シリカゲルInertSep SlimJ 2OH（以下、Si-2OH）および合成ケイ酸マグネシウムのフロリジルInertSep SlimJ FL（以下、Si-FL）が各500mg充填された3種類の固相抽出用カートリッジ（ジーエルサイエンス⁸⁾製）を用いた。

分画操作では、固相カラムに所定量の試料をおよそ1ml/minの速さで展開した。固相カラムの残液を空気で押し出した後、溶媒による洗浄や固相に保持した成分の溶出も同様に行った。

果皮油試料の展開や溶媒による洗浄時の分画試料は、適宜希釈してGC/MS分析に供し、分画前のダイダイ果皮油に対するLimoneneおよび各指標成分の濃度比を算出した。また、固相カラムに保持された成分のアセトン溶媒による溶出では、溶出液を50℃の湯せんにて0.5mlまで減容したものを指標成分の分画濃縮試料として、分画前の果皮油試料に対するLimoneneおよび各指標成分の濃度比を算出した。エタノール溶媒による溶出では、1.5mlのエタノールを通液して得ら

れる初期0.5mlの溶出液を試料とした。

3 結果および考察

3.1 ダイダイ果皮油の香気成分^{4, 5, 8)}

表1にダイダイ果皮油の香気成分のGC/MS分析結果を、同定された各香気成分のピーク面積率で示した。ダイダイ果皮油の香気成分において、モノテルペン炭化水素（7成分）およびセスキテルペン炭化水素（1成分）が約97.5%を占めた。特に、モノテルペン炭化水素のLimoneneは約94.7%およびMyrceneは約1.5%と割合が高かった。アルコール（4成分）約0.5

表1 ダイダイ果皮油の香気成分組織

成分	RI ^{*1}	ピーク面積 ^{**2} 率(%)
モノテルペン炭化水素		
<i>α</i> -Pinene	937	0.48
Sabinene	976	0.15
<i>β</i> -Pinene	980	0.58
Myrcene	992	1.49
<i>α</i> -Pherandrene	1007	0.01
Limoene	1034	94.73
trans- <i>β</i> -Ocimene	1050	tr
セスキテルペン炭化水素		
Germacrene D	1493	0.02
アルコール		
Octanol	1072	0.23
Linalool	1101	0.25
<i>α</i> -Terpineol	1197	tr
trans-Nerolidol	1566	0.00
アルデヒド		
Octanal	1004	0.11
Nonanal	1106	0.01
Decanal	1208	0.05
Neral	1246	tr
Geranial	1275	0.01
エステル		
Octyl acetate	1212	0.07
Linalyl acetate	1258	1.28
Geranyl acetate	1385	0.02
Decyl acetate	1410	0.01
合計		99.48

tr : <0.01%

※1 : HP-5ms カラムでのAI値による保持指標

※2 : GC/MSでの各トータルイオンクロマトグラムのピーク面積

%のうちユズやベルガモットに比較的多く含まれるフレッシュな甘さの芳香を持つLinaloolが約0.3%、アルデヒド(5成分)のうちダイダイ様の甘い香りを持つOctanalが約0.1%、およびエステル(4成分)のうちベルガモットに比較的多く含まれダイダイ様の芳香を持つLinalyl acetateが約1.3%とそれぞれの化合物群の中で高い割合を示した。これらLinalool、OctanalおよびLinalyl acetateは、いずれもダイダイの香りへの寄与が高い成分であることから、ダイダイ果皮油中のLimoneneを低減すると共に、ダイダイの香りを損なうことなく濃縮するカラムクロマトによる以下の分画試験の評価指標にできることが確認された。

3.2 極性系固相によるダイダイ果皮油の分画

(1) 各極性系固相の分画挙動の比較

3種の極性系充填剤の中で最適なものを選択するため、ダイダイ果皮油成分の分画挙動を比較した。Si-OH、Si-2OHおよびSi-FLそれぞれに果皮油を1~3ml負荷し、1ml負荷毎に分画試料を採取した。各試料はそれぞれエタノール溶媒で希釈してGC/MS分析により香気成分組成を調べた。図1のa)~c)に、各充填剤による果皮油成分の分画挙動を、果皮油に対する各分画試料中の指標成分の濃度比として示す。Si-OHでは、試料負荷1mlにおいては、すべての成分が流出することなく固相に吸着された。2ml以上ではLinaloolは保持したが、OctanalおよびLinalyl acetateは徐々に流出した。Si-2OHでは、試料負荷1mlにおいて既にLinalyl acetateの流出があり、2ml以降でOctanal、3mlでLinaloolが流出した。Si-FLでは、試料負荷1mlにおいて既にOctanalおよびLinalyl acetateの流出があり、2ml以降でLinaloolも流出した。Si-OHはシラノール基による極性化合物との強い極性相互作用から、特にアルコールのLinaloolの保持に適していた。ジオール基をエステル結合したSi-2OH、合成ケイ酸マグネシウムのSi-FLの順に、極性化合物の保持能力は弱まり、Linalool、Octanal、Linalyl acetateの順に保持能力が低下することが分かった。

(2) 試料負荷後のn-ヘキサン洗浄の影響

試験に供した極性系充填剤のうち、最も保持力の強かったSi-OHの固相カラムに、ダイダイ果皮油を1ml負荷後、固相中の残液に含まれるLimoneneを除くために、n-ヘキサンを1~4ml流した時の、1ml毎の香気成分組成を調べた。果皮油に対するn-ヘキサン洗浄時の各流出液中のLimoneneと各指標成分の濃度比を図2のa)およびb)に示す。その結果、Limoneneは、

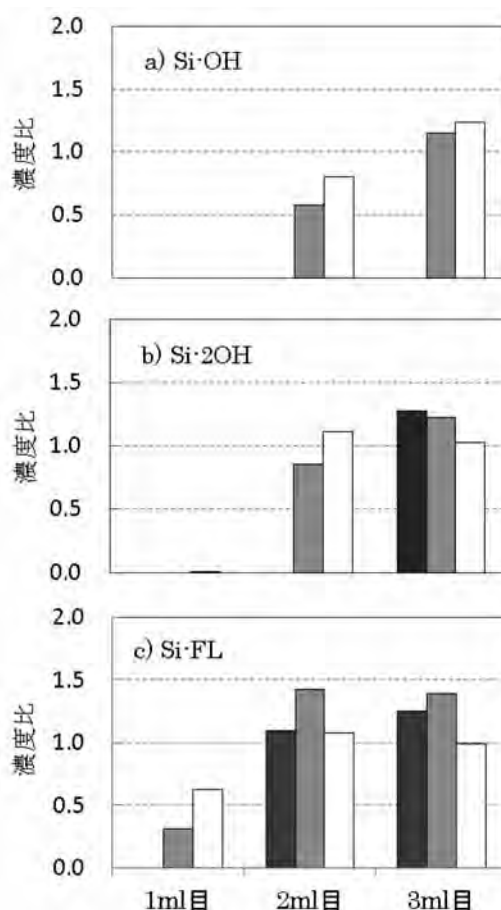


図1 固相カラムクロマトグラフィーにおける果皮油に対する各分画中の指標成分の濃度比

■ Linalool ■ Octanal □ Linalyl acetate

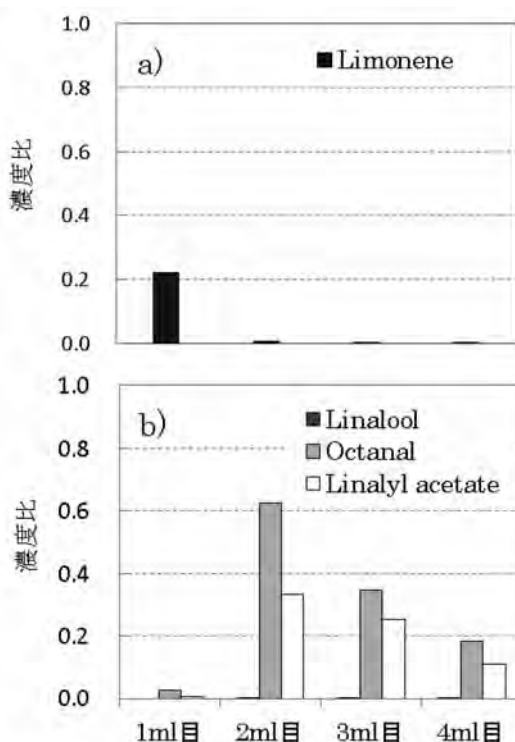


図2 Si-OHカラムクロマトグラフィーにおける果皮油に対するn-ヘキサン洗浄分画中の a) Limonene及び b) 指標成分の濃度比

【報告】

洗浄 1 ml では、濃度比で 0.2 程度の残留が認められ、その後の洗浄 2 ml 以降では、1 % 以下に低減した。指標成分の Linalool は n-ヘキサン洗浄による流出が殆ど認められなかった。一方、洗浄 1 ml から Octanal、次いで 2 ml 以降では Linalyl acetate の流出が確認された。

固相カラムに保持された成分のアセトン溶出試料の Limonene および指標成分の果皮油に対する濃度比を図 3 に示す。Limonene は、1 % 以下に低減することができた。一方、指標成分は、果皮油試料 1 ml を 0.5 ml のアセトン溶液にしたことから最大 2 倍の濃縮が期待されるが、図 3 に示すように、Linalool はおよそ 2 倍に濃縮されたものの、Octanal と Linalyl acetate は濃縮されず、Octanal は果皮油よりも低値となった。

以上の結果から、Si-OH によって Linalool は n-ヘキサン洗浄時も固相に保持されるが、Octanal および Linalyl acetate は流出した。特に Octanal にその傾向が強かった。このことは C 6 の直鎖を持つ n-ヘキサンと C 9 の直鎖を持つ Octanal の構造類似性による親和性によって、固相から n-ヘキサン溶媒への分配傾向が Octanal において強かったものと考えられる。また、洗浄に用いた n-ヘキサン溶媒の残留も懸念されることから、固相カラム中の試料残液の無極性溶媒による洗浄は、更に検討を要するといえる。

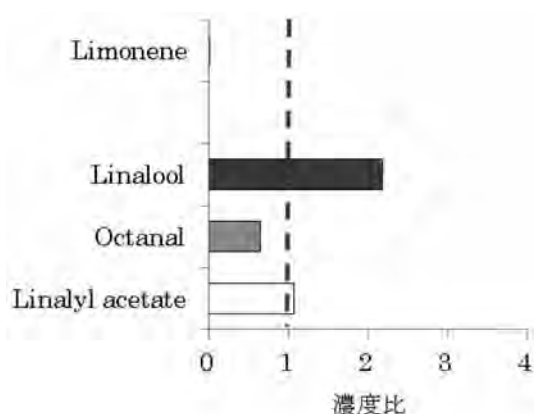


図 3 Si-OHカラムクロマトグラフィーにおける果皮油とn-ヘキサン洗浄後のアセトン溶出画分中の指標成分の濃度比

(3) Si-OHの固相カラムによる分画濃縮効果

Si-OHの固相カラムに、ダイダイ果皮油を負荷し、固相カラムに保持された成分をエタノールで溶出した試料の香気成分の濃縮効果を、果皮油に対する指標成分の濃度比として、図 4 に示す。Limonene は、およそ 26% まで低減することができた。指標成分については、果皮油 1.5 ml を 0.5 ml のエタノール溶液にしたことから最

大で 3 倍の濃縮が期待される。図 4 に示すように、Octanal で 2.1 倍、Linalool で 3.2 倍および Linalyl acetate で 1.1 倍となり、ダイダイの香りの濃縮試料を、化成品にそのまま添加可能なエタノール溶液として得ることができた。

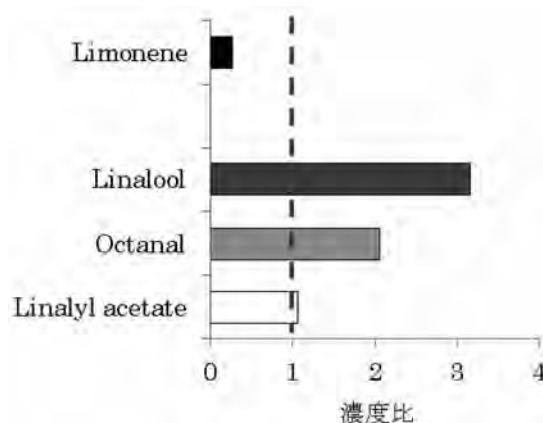


図 4 Si-OHカラムクロマトグラフィーにおける果皮油とエタノール溶出画分中の指標成分の濃度比

4 まとめ

我々は、ダイダイ果皮油のカンキツ特有の爽やかな香りを活かした化成品素材の開発を目指している。今回、極性系固相による分画手法を用いて、ダイダイ果皮油中の Limonene を低減し、ダイダイ特有の香りに寄与する指標成分の濃縮を検討したところ、以下の結果を得た。

- (1) ダイダイの香りに寄与する指標成分の保持能力は、Si-OH > Si-2OH > FL の順に高かった。
- (2) Si-OH にて指標成分を保持後、n-ヘキサンにて Limonene を洗浄除去する過程において、エステル類の Linalyl acetate やアルデヒド類の Octanal が溶脱した。
- (3) そこで、洗浄操作を行わずに固相を通気乾燥し、エタノール溶媒にて指標成分を溶出したところ、Limonene をおよそ 26% まで低減し、かつ、香りに寄与する指標成分を Octanal で 2.1 倍、Linalool で 3.2 倍および Linalyl acetate で 1.1 倍に濃縮したダイダイの香り試料を得ることができた。

謝辞

本研究は、平成 23-25 年度の静岡県新成長戦略研究「飲料残さの資源化による地域ゼロエミッションシステムの開発」のうち、カンキツ搾汁残さのケミカルリサイクルとして香り抽出成分を活用した化成品開発の一

環において実施した。研究の実施にあたり、ダイダイに関する情報やダイダイ果実および果皮の圧搾油を快くご提供して頂きました多田食品有限会社の多田清吾氏及び株式会社福泉産業の瀬尾祥平氏に深謝します。

参考文献

- 1) 農林水産省：平成23年産特産果樹生産動態調査 (2013.11.20公表)
- 2) 山下里恵 他：ダイダイ果皮精油の抽出法の検討. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第6号, 25-26 (2014).
- 3) 板倉啓祐：香料フレーバーの分離・精製法. 分離技術, 29 (6), 346-351 (1999).
- 4) Njoroge S.M. et al.: Volatile components of the essential oils from Kabosu, Daidai, and Yuko, Japanese sour citrus fruits. *Flavour and Fragrance Journal*, 9, 289-297 (1994).
- 5) Song H.S. et al.: Quantitative determination and characteristic Havour of daidai (*Citrus aurantium* L. var. *cyathifera* Y. Tanaka) peel oil. *Flavour and Fragrance Journal*, 15, 323-328 (2000).
- 6) Adams R.P.: Mass Spectra and Structures of Compounds Listed in Order of Their Retention Time/Arithmetic Index on DB-5, In "Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/ Mass Spectrometry", 4th ed. (Allured Publishing Co.), eds. Adams R.P., pp.53-788 (2007).
- 7) Dool V. and Kratz D.P.: A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition chromatography. *Journal of chromatography A*, 11, 463-471 (1963).
- 8) Sawamura M. et al.: COMPOSITIONAL ANALYSIS, In "Citrus Essential Oils: Flavor and Fragrance", 1st ed. (Jhon Wiley & Sons,Inc.), eds. Sawamura M., pp.37-163 (2010).

レーザーによる高機能皮膜作製技術の開発（第2報）

金属材料科 増井裕久 鈴木洋光
テクノコート株式会社 青嶋松寿 渡邊 通

Development of Laser Sintering Method for Fabricating High Functionality Coat (2nd Report)

Hirohisa MASUI, Hiromitsu SUZUKI, Shoju AOSHIMA and Toru WATANABE

The metallic molds are used for various manufacturing industries. In particular, with aim of saving the fuel consumption, increasing productivity and safety, the use of lightweight and high strength materials, also a high cycle time of production lead to reduce the endurance of metallic molds. For this reason, high performance coating treatment techniques having high strength and fusion resistance for applying to metallic molds have been required. However, only the materials in wire form can be used in repairing by laser sintering, namely, available materials for laser sintering are limited. If some powders of metal materials can be possible for laser sintering, various combination of powder materials can be fabricated for repairing metallic molds. In this study, we examined coating technique by laser sintering process with metal powder. The result shows that the laser sintering using the sheet films of material with metal powder are favorable for repairing a metallic molds. The coat mixed Stellite No.6 with WC was soundness without defects such as crack, its surface was in hardness 870HV. The developed method was a safe and efficient method in repair of metallic molds.

Keywords : Laser Sintering, Powder Sintering, High Functionality Coat

キーワード : レーザー焼結、粉末焼結法、高機能皮膜

1 はじめに

自動車製造分野では、燃費改善や安全性向上を目的とした高張力鋼やアルミ合金の利用増加、生産性向上のためのスピード化などにより、プレスやアルミダイカストなどで使用される金型に、より高い耐久性が求められるようになった。このような状況から、強度、耐焼付き性、耐摩耗性等を向上させる金型への高機能皮膜処理に対する要望は高い。しかし、一般的に使われているレーザー皮膜作製装置で利用できる材料は、ワイヤー形状に加工できる材料に限定され、選択の自由度が低いという現状がある。

この様な中、粉末原料の使用が可能となれば、これまで使用できなかった材料や複数の材料を混合した複合皮膜など新たな機能性皮膜の作製や、ワイヤーが入らないような複雑な形状への皮膜作製が可能になる。そこで本研究では、シート状に加工した粉末原料を用いたレーザーによる皮膜作製技術について検討を行った。

2 実験方法

粉末原料は、耐摩耗性材料であるステライトNo. 6（表1）、高硬度材料であるタングステンカーバイト（WC-12Co）を使用した。

表1 ステライトNo. 6の組成（重量%）

Co	Cr	W	C
Bal.	28	4	1

原料粉末とバインダーであるポリビニルアルコール（PVA）を混合・攪拌した後、所定の厚さの型枠に流し込み、40℃のホットプレート上で乾燥させることにより、レーザー照射用のシート材を作製した。厚さは、170～180μmとした。

皮膜は、基材となるS45C鋼にシート材を貼り付け、レーザーを照射することにより作製した。使用した皮膜作製装置は、スマートレーザーTL-150LD（テクノコート㈱製）を用いた。本装置のレーザー媒質はYb（波長：1,070nm）、レーザー出力は最大150W/msである。試料として、皮膜を1回付けたもの、作製した皮膜上

に更にシート材を貼り付けレーザー照射を行い、皮膜の積層を行ったものを作製した。積層回数は、最大5回とした。

作製した皮膜は、走査型電子顕微鏡 (SEM : 株式会社日立ハイテクノロジーズ製S-3700) による表面観察、エネルギー分散型X線分析装置 (EDX : 株式会社堀場製作所製 EMAX ENERGY EX-350) による元素分析を行った。その後、マイクロビッカース硬度計 (株式会社明石製作所製 MVK-E) により、試験力0.98Nで皮膜断面の硬度測定を行った。

3 結果および考察

3.1 シート材を用いた皮膜作製の基本特性

皮膜の組成を表2に示す。皮膜からステライトNo.6に含まれない鉄が検出されることから、基材を巻き込んで皮膜が形成されていることが分かる。そこで皮膜厚は、ステライトNo.6の主成分であるコバルトが検出される厚みとし、肉盛厚は基材表面と皮膜表面の高さの差として計測した。皮膜作製における積層回数と皮膜厚、肉盛厚の変化を図1に示す。皮膜厚はおおよそ100 μm /回、肉盛厚はおおよそ70 μm /回とニアに膜厚を増加させていることがわかる。表2に示すように、積層回数が増えて厚みが増加するとともに皮膜硬度も、基材S45C鋼の硬度211HVから上昇し、5回積層後には硬度684HVとなった。一方、皮膜組成をみると、積層回数が増えるごとにステライトNo.6の主成分であるコバルトが増加し、逆に基材成分である鉄が低下することがわかった。これらの結果から、1層目の皮膜作製時は、レーザーにより溶解した基材が皮膜へ巻き込まれるものの、2層目以降は基材の巻き込みは生じず、形成された皮膜内で溶融・混合拡散が生じるものと考えられた。

次に皮膜に与えるバインダー (PVA) の影響について検討を行った。図2、表3にバインダーの添加量のみを変えてシート材を作製し、2回積層で作製した皮膜の硬度及び組成を示す。図2に示される高い添加量による硬度の低下は、皮膜中の鉄の増加に起因していると考えられた。(表3)つまり、バインダーの増加によりシート材の金属密度が低下したことで、基材が受けるレーザーの影響が大きくなり、基材の巻き込み量が増加したためと思われる。

3.2 複合皮膜の作製

本研究では、高硬度皮膜の作製を念頭に、ステライトNo.6とWC-12Coの混合皮膜の作製を行った。各粉

表2 ステライトNo.6皮膜の積層回数と組成

積層回数	1回	2回	3回	5回	
組成 (重量%)	C	2.65	2.7	2.51	2.98
	O	1.36	0.95	1.23	0.77
	Si	1.00	1.17	1.00	1.33
	Cr	12.53	20.89	21.51	26.21
	Fe	51.46	26.47	24.54	8.68
	Co	27.75	43.51	44.58	54.89
	W	3.26	4.3	4.63	5.14
硬度 (HV)	388	540	649	684	

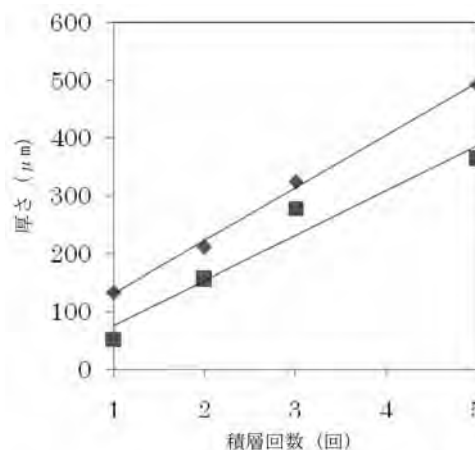


図1 皮膜積層回数と厚さ、肉盛量の関係
◆ : 皮膜厚、■ : 肉盛厚

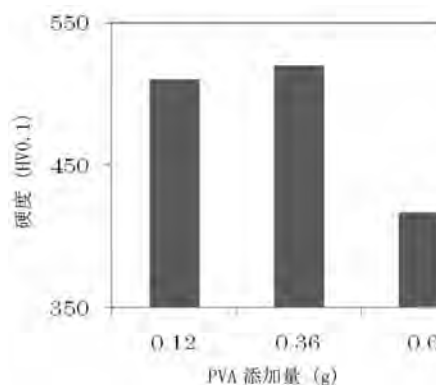


図2 バインダー添加量と皮膜硬度の関係

表3 ステライトNo.6皮膜の積層回数と組成

PVA添加量 (g)	0.12	0.36	0.60	
組成 (重量%)	C	2.7	2.63	2.50
	O	0.95	0.78	0.80
	Si	1.17	1.08	0.86
	Cr	20.89	20.98	15.43
	Fe	26.47	25.85	42.27
	Co	43.51	44.17	34.15
	W	4.3	4.51	3.99
硬度 (HV)	510	520	417	

【報告】

末を重量比 1 : 1 で混合し、バインダーとしてPVAを加えシート材を作製した。作製したシート材のSEM写真を図3に示す。若干白く見える粒子がWC-12Coである。粉末の密度が異なるが、ほぼ均一に混合されたシート材が作製できた。

本シート材を用いて作製した皮膜の断面写真を図4に、皮膜の組成を表4に示す。ステライトNo. 6とWC-12Coの主成分であるタングステン、コバルトの濃度が、粉末シートと大きくずれていないこと、ビッカース硬度

が1309HVとステライトNo. 6と比較して非常に高い値であることから、混合皮膜が作製できたと考えられる。しかし、非常に多くのき裂が確認された。き裂の発生要因を急熱急冷によるものと考え、皮膜作製後に連続波(平均出力250W)によるレーザー照射を試みた。その結果、図5に示す通り、き裂を大きく低減することができた。これは処理後のビッカース硬度が870HVと大きく低下したことも要因の一つと考えられるが、硬度が同程度の連続波処理を行わない混合皮膜と比較しても、き

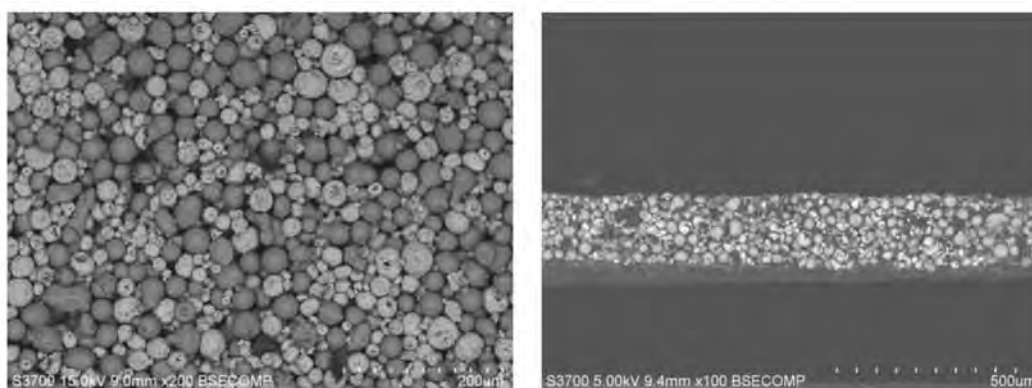


図3 粉末シートのSEM写真
(ステライトNo. 6 : WC-12Co=1 : 1、左 : 表面、右 : 断面)

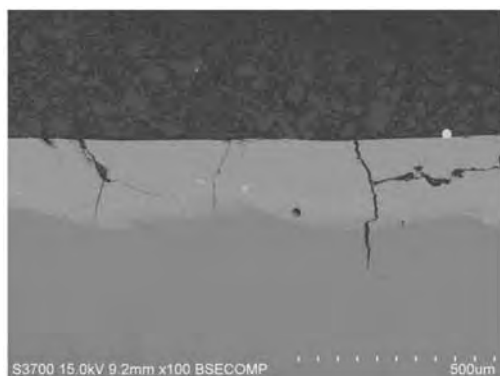


図4 ステライトNo. 6・WC-12Co
混合皮膜のSEM写真

表4 ステライトNo. 6、WC-12Co混合皮膜の硬度と組成

	粉末 シート	ST/WC 皮膜 連続波処理		
		なし	あり	
組成 (重量%)	C	18.98	6.08	3.49
	O	5.87	0.98	-
	Cr	11.36	9.79	9.75
	Fe	0.70	26.85	32.80
	Co	25.33	24.97	23.67
	W	37.75	31.33	30.29
硬度 (HV)	-	1309	872.6	

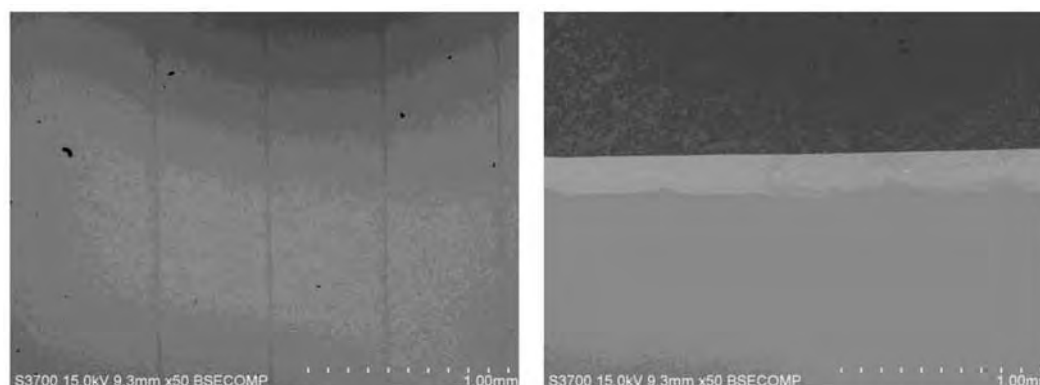


図5 ステライトNo. 6・WC-12Co混合皮膜(連続波処理後)のSEM写真

裂が少なかった。よって連続波処理は、き裂低減に効果があると考えられた。連続波処理による硬度低下については、表4に示すように、若干鉄の濃度が上がっているものの、処理前後の組成変化がほとんどないことから、熱による影響と考えられたが、詳細な解析は、今後の課題である。

4 まとめ

レーザー皮膜作製の粉末原料によるシート材を開発し、安全で効率的なレーザー皮膜の作製が可能となった。これにより、これまでのワイヤー加工が可能な材料という材料選択の制約を取り除き、各種材料やその混合材など、新たな材料による皮膜作製を可能にした。また、皮膜作製後の連続波処理が皮膜のき裂低減に有効であることを示した。

環境調和型めっき技術の開発（第2報）

— 耐摩耗性付与を目的とした鉄合金めっきの検討 —

金属材料科 綿野哲寛 本間信行*
丸長鍍金株式会社 古本修一 篠原恵吾

Development of electroplated platings as an environmentally benign technology
(2nd report)

— Improvement of wear resistance by iron-based plating —

Tetsuhiro WATANO, Nobuyuki HONMA, Shuichi KOMOTO and Keigo SHINOHARA

From environmental and economical viewpoints, development of hard chromium replacement is quite important. Iron-based plating, such as Fe-W or Fe-Cr, have been studied as alternative plating materials. In this research, we evaluated Fe-Mo alloy as a plating materials. As a result, we found that hardness and corrosion resistance of Fe-Mo alloy plating was considerably improved after post-heat-treatment. Although there still remains lots of problem to solve, the result indicated that Fe-Mo alloy has potentials as substitute for hard chromium.

Keywords : Fe-Mo alloy plating, wear resistance, corrosion resistance, environmentally benign technology

キーワード : Fe-Mo合金めっき、耐摩耗性、耐食性、環境負荷低減

1 はじめに

県内のめっき事業者は、自動車、オートバイ、電子機器部品と幅広い分野に対応するため様々な表面処理に取り組んでいる。しかし、ニッケル・クロム等レアメタルの価格高騰や世界的な環境規制の影響を強く受け、近年、厳しい企業経営に立たされている。

鉄めっきは資源が豊富で環境に優しい表面処理技術として期待されているが、めっき液の浴寿命が他のめっき液に比べ非常に短く、生産性が悪いという課題がある。そのため、鉄めっきの現在の市場規模は小さく、電鍍、肉盛り等の使用に限定されている。

本研究では耐摩耗性付与を目的としたFe-Mo合金めっきの検討およびめっき浴の安定化を行うことにより新たな表面処理技術の開発を目指した。

2 方法

2.1 試料作製

第1報¹⁾で検討した図1のめっき浴aにあらたに尿素を添加した。尿素は窒素等を皮膜に供給して硬化させる作用があると共に、高いpH緩衝作用や金属イオン

の安定化作用を持つこと²⁾が知られている。表1に尿素の配合比を示す。めっき浴は水酸化ナトリウムと硫酸

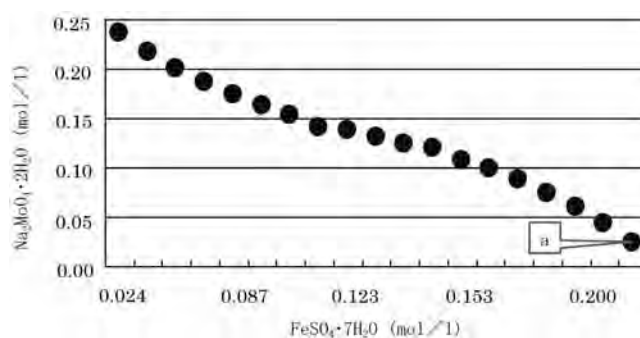


図1 Fe-Mo合金めっきの浴組成

(めっき浴aを基本浴とした。Na₃C₆H₅O₇·2H₂Oは0.26 (mol/l) 添加した。)

表1 尿素の配合比

	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)
FeSO ₄ ·7H ₂ O (mmol/l)	236	236	236	236	236	236	236	236
NH ₂ CONH ₂ (mmol/l)	0	2.36	11.8	23.6	70.8	118	165	236
NH ₂ CONH ₂ (配合比)	プランタ	0.01	0.05	0.10	0.30	0.50	0.70	1.00

*) 現 環境衛生科学研究所

を用いてpH (3~10) に調整した。電解条件は温度35℃、電流密度 (2.4、4.8、7.1、9.5、11.9、14.3 A/dm²) とした。直流電源は、(株)山本鍍金試験器製のハルセル/筆めっき用直流電源3A2型を使用した。陽極板は(株)山本鍍金試験器製のチタン・白金電極を使用した。

2.2 熱処理

電気炉内を真空脱気して、N₂ガスを充填させた雰囲気中で、一定温度 (300、400℃) にて2時間保持後、24時間空冷した。

2.3 評価

めっき表面を金蒸着した後、走査型電子顕微鏡 (SEM ; (株)日立ハイテクノロジー製S-3700)、エネルギー分散型X線分析装置 (EDX ; (株)堀場製作所製EMAX ENERGY EX-350) でSEM観察および元素分析を行った。耐食性試験はJIS Z 2371に準じて、スガ試験機(株)製のST-ISO-3型 HJ796053により試験した。

3 結果および考察

3.1 めっき浴組成

図1のめっき浴aに尿素を2.36mmol/l (表1(b)) 添加することでめっき皮膜から縞状模様が消えて光沢のあるめっき皮膜を作製することができた。更に、電解後のめっき浴からも、これまで発生していた沈殿物が少なくなったことを確認した。

以上の結果より、めっき浴中においてFe²⁺→Fe³⁺の酸化が抑えられたことで、めっき皮膜に取り込まれる不純物が減少し、外観が向上したと考えられる。

3.2 電解条件によるめっき外観の変化

めっき浴のpHと電流密度を変えた電解条件によるめっき外観の変化を図2に示す。めっき浴をアルカリ性に、電流密度を高くすることで光沢のあるめっき (図2 領域I : ①~④) を作製することができた。図2の領域IはFe²⁺の安定領域であると同時に水の電気分解が発生しにくい領域であると考えられる。

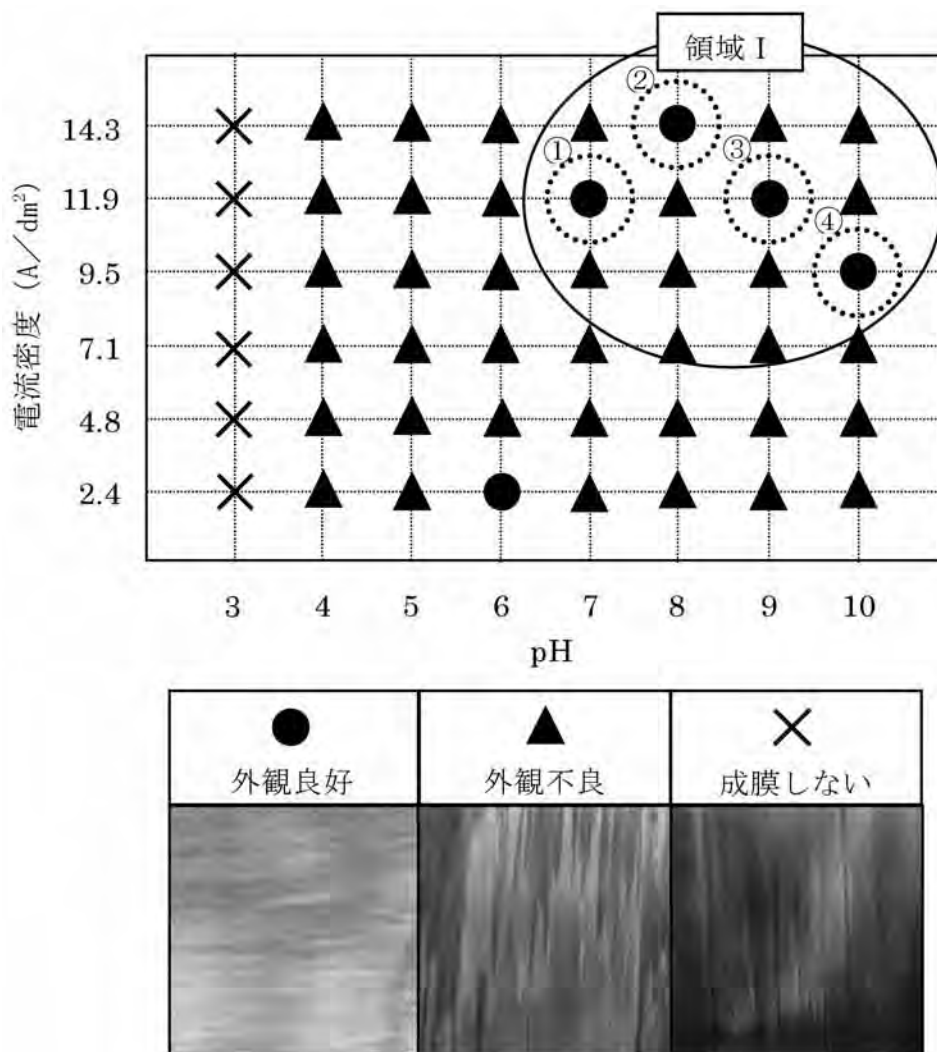


図2 電解条件によるめっき外観の変化

図2の領域Iにある4試料について、目視による外観評価を行った結果は④>③>②>①。

3.3 電解条件によるモリブデン含有率の変化

めっき浴のpHと電流密度を変えた電解条件によるめっき皮膜中のモリブデン含有率を図3に示す。めっき浴をアルカリ性に、電流密度を高くすることで単独析出できないモリブデンの誘起共析が増加することが分かった。また、モリブデン含有率は電解条件により6～68%まで調整できることが分かった。

3.4 電解条件による電流効率の変化

めっき浴のpHと電流密度を変えた電解条件によるめっきの電流効率を図4に示す。めっき浴をアルカリ性にするるとモリブデン含有率が増加するため、電流効率は減少した。また、めっき浴を酸性にするるとモリブデン含有率が減少するため、電流効率は増加することが分かった。

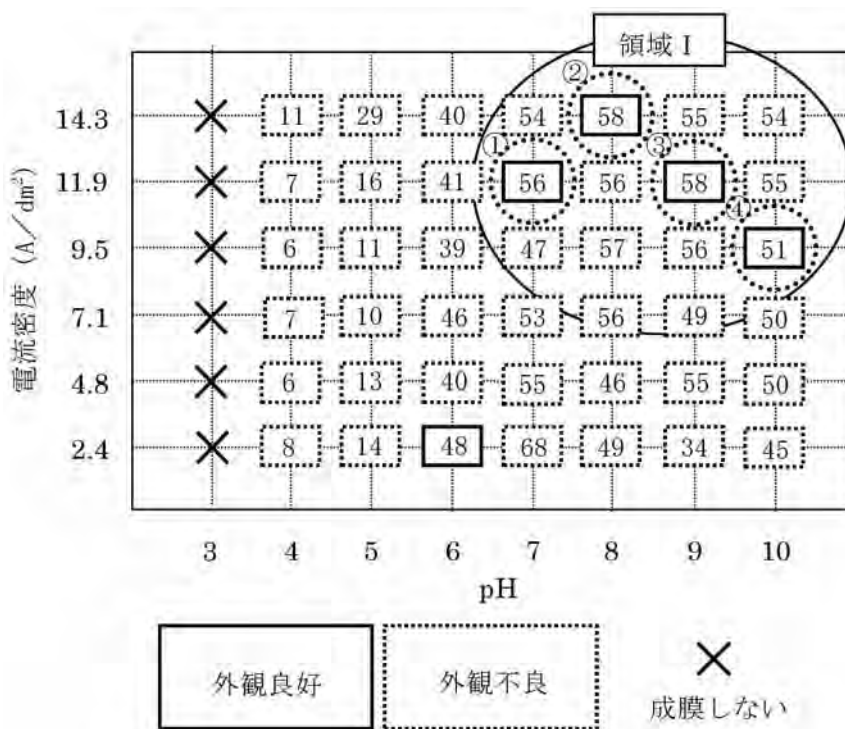


図3 電解条件によるモリブデン含有率 (%) の変化

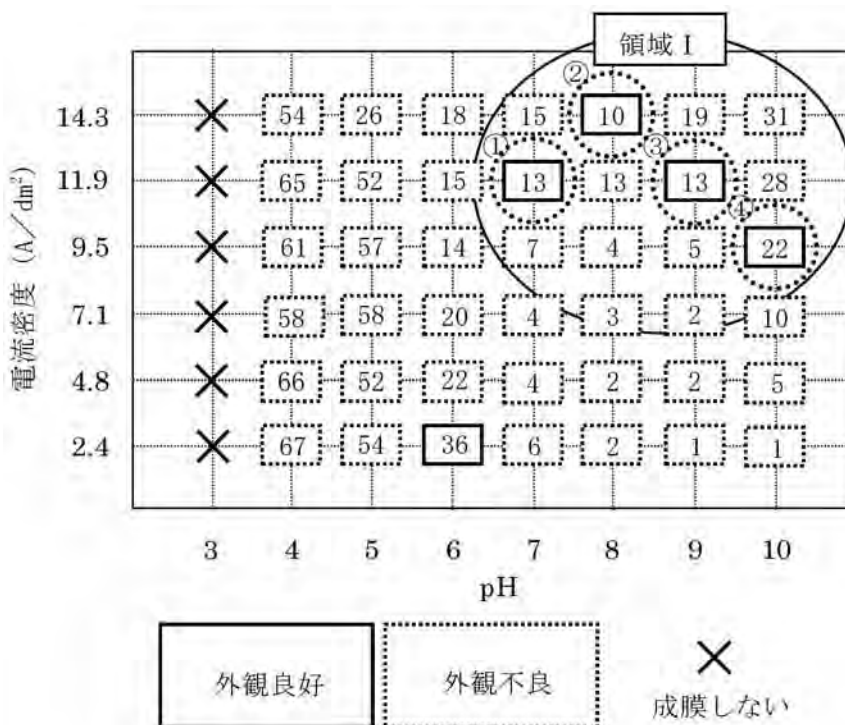


図4 電解条件による電流効率 (%) の変化

3.5 熱処理による耐食性の変化

図2の領域Iにある4試料(①~④)について、熱処理後に耐食性試験を実施した。

図5に熱処理前後における顕著な耐食性変化が確認された図2の④(以下、④と略す。)の塩水噴霧試験結果を示す。300℃で熱処理した試料の耐食性は熱処理前と変わらないが、400℃で熱処理した試料の耐食性は改善していることが分かる。

図6に④の熱処理前後の表面SEM写真を示す。熱処理(300、400℃)によるめっき皮膜の硬度上昇²⁾が要因で微細なマイクロクラックが発生していることが分かる。

以上の結果から、熱処理により発生した微細なマイクロクラックがめっきの耐食性変化にどのような影響を与えているか不明だが、400℃で熱処理した試料④の耐食性向上を確認することができた。

4 まとめ

- (1) 尿素を添加することによりめっき浴が安定化し、めっきの外観が向上した。
- (2) めっき浴をアルカリ性に、電流密度を高くすることで光沢のあるめっきを作製することができた。
- (3) 400℃で熱処理した試料④の耐食性向上を確認した。
- (4) 今後、実用化を目指した耐食性向上とめっき浴の安定化を検討する必要があるため、以下の2つの課題が挙げられる。
 - ・熱処理がめっきの耐食性向上にどのような影響を与えているのか調査する。
 - ・電気化学測定によりめっきの分極曲線を作成し、電位とpHにおけるFe²⁺の安定領域および水の電気分解が発生しない領域について検討する必要がある。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、ご協力いただいた信州大学工学部物質工学科の新井進教授に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 綿野哲寛 他：環境調和型めっき技術の開発. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第6号, 6-9 (2014).
- 2) 梶野正樹 他：アルミニウム合金への高速・耐摩耗Feめっき. 豊田中央研究所R&Dレビュー, Vol. 33, No. 4, 51-58 (1998).

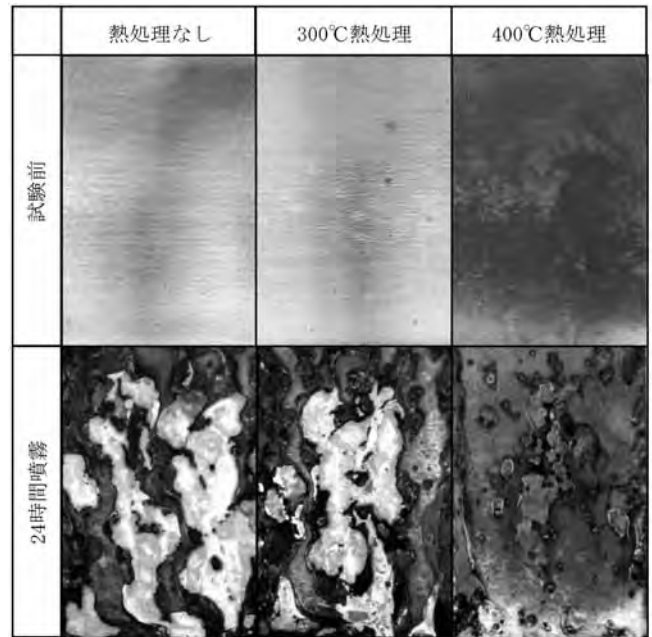


図5 塩水噴霧試験(試料④)

3.5で検討した耐食性試験では図2の④を400℃で熱処理した試料が特に優れていた。

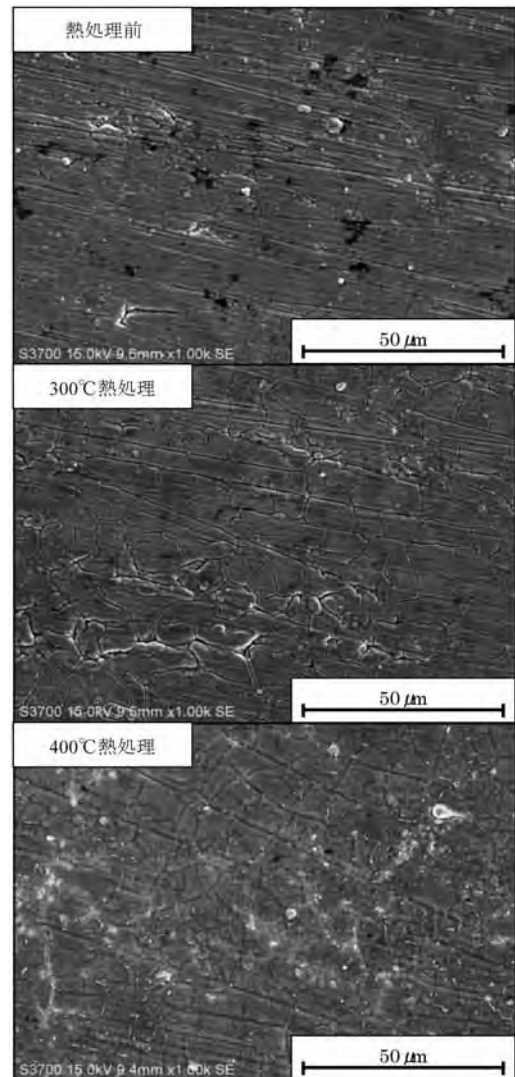


図6 SEM画像(試料④)

オゾンを利用した化学系小規模排水処理装置の開発

環境科 岡本哲志
株式会社ハマネツ 正宗達樹 酒井浩士 伊藤聖孝

Development of Small-scale Chemical Wastewater Treatment System Using Ozone

Tetsuji OKAMOTO, Tatsuki MASAMUNE, Hiroshi SAKAI and Masataka ITO

We developed the small-scale waste water treatment system for chemical drainage by applying the effluent treatment technology using ozone which we had so far accumulated based on efficient ozone water production technology. We applied the system made as an experiment to processing of two kinds of real drainage (main components : organic pigments and water-soluble macromolecule) emitted by the group company of the chemical manufacturer in Shizuoka Prefecture, and examined the removal effect of the organic contamination substances in the drainage. The results were as follows.

- 1) By ozonation, the treated waters of standard water quality were obtained for two kinds of the chemical drainage.
- 2) The degradation of organic matter in the water-soluble macromolecule drainage was promoted 1.6 times by advanced oxidation process (ozone + iron salt).
- 3) The trial calculation of economical efficiency was made at the time of processing the drainage of 10 tons per month, and the initial cost of 18 million yen was required for refund in 9.6 years.

Keywords : ozone, small-scale wastewater treatment, organic pigment, water-soluble macromolecule, advanced oxidation process

キーワード : オゾン、小規模排水処理、有機性色素、水溶性高分子、促進酸化処理

1 はじめに

本研究では、高効率なオゾン水製造技術を基に、これまで蓄積してきたオゾンによる排水処理技術¹⁾を応用することで、小型で安価な化学排水処理装置を開発することを目的とした。同装置では、未溶解オゾンガスは気液分離タンクにて分離され、新たに供給した酸素と共に、再びオゾン発生器で再オゾン化され循環する（オゾンガス循環方式、図1）。このようにオゾンを効率良く排水に溶解させることで、未溶解のオゾンを捨ててしまう従来の方式（ワンパス方式）に比べ、処

理コストの低減を実現している。

本稿では、試作した同装置を県内化学メーカーのグループ会社（以下、研究協力企業）から発生する排水の処理に適用した時の、排水中の有機性汚濁物質の除去効果について報告する。

2 方法

2.1 試験方法

試験排水として、研究協力企業から発生する水溶性高分子、有機性色素各々を主成分とする2種類の実排水を使用した。

排水処理方式は、オゾンガス循環方式を基本としたが、処理条件の検討を目的として、事前に少量の排水で試験する場合は、ワンパス方式（従来方式）で検討を行った。

(1) オゾンガス循環方式

オゾンガス循環方式による排水処理装置は、オゾン水製造装置（㈱ハマネツ製、HOW-1）を基に試作した（写真1）。処理操作では、貯水槽内の排水をマグネットポンプでオゾン水製造装置に供給し（循環速度：

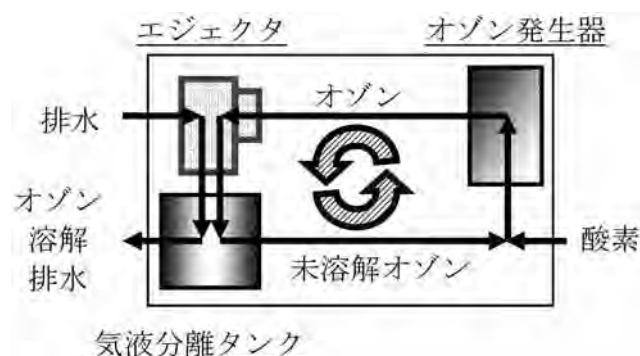


図1 排水へのオゾン溶解フロー

18L/分)、排水中にオゾンガスを溶解させた後、再び貯水槽に返送する操作を所定の時間繰り返した。

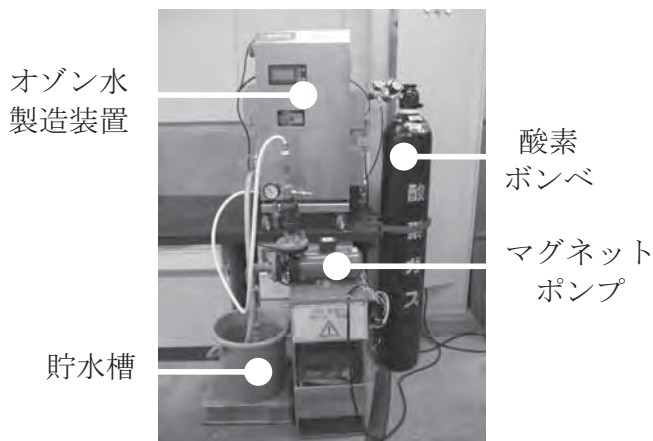


写真1 排水処理装置 (試作機)

(2) ワンパス方式

実排水 (0.1L) をガラス管 (直径 : 30mm、長さ : 275mm) に添加し、オゾンガス (0.1L/分) を吹き込んだ (図2、写真2)。なお、本条件で蒸留水0.1Lに吹き込んだ時の水中のオゾン濃度は3mg/Lでほぼ一定であった。

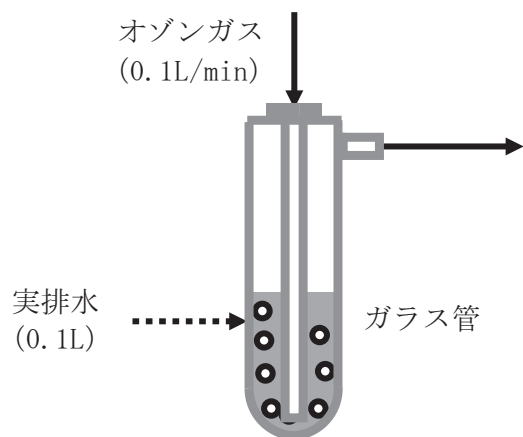


図2 オゾン処理試験装置 (ワンパス方式)



写真2 オゾン処理試験装置 (ワンパス方式)

2.2 評価方法

(1) 排水中の有機性汚濁物質の除去効果

排水中の有機性汚濁物質の指標として全有機体炭素 (TOC) または化学的酸素要求量 (COD) を使用し、所定の水質 (TOC : 50mg/L以下またはCOD : 160mg/L以下) の処理水を得ることを目指した。

TOCはTOC分析計 (株島津製作所製、TOC-5000A) で定量し、CODの測定はJIS規格 (JIS K0102:2013 (工場排水試験方法) の17 (100℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量 (COD_{Mn}))) に従った。

(2) オゾン処理における経済性の試算

所定量の試験排水をオゾンガス循環方式の排水処理装置で処理した時の経済性を試算した。具体的には、産廃処理 (外部委託) の代わりに、同装置で処理を行った場合の処理費の差額で、初期費用 (排水処理装置の設置費用) を何年で償却できるかを求めた。処分費は、一般的なコストとして2万円/トンとした。なお、オゾン処理費は、オゾン水製造コスト (5 mg/Lのオゾン水 1 m³ (1,000L) を作るのに8円) を参考に、排水 1 m³ をオゾン水製造装置内で循環させた時の処理コストを8円とした。また、薬品費は試薬ベースのカタログ単価を基に計算した。

3 結果および考察

3.1 オゾン単独処理による排水中の有機物の分解

2種類の排水12Lについて、試作機によりオゾン単独処理で試験を行った。その結果、有機性色素排水 (TOC : 410mg/L) は7時間、水溶性高分子排水 (TOC : 350mg/L) は9時間処理を行うことで、所定の水質の処理水が得られた (図3)。また、この時の有機性色素排水は、色がほぼ消失していた (写真3)。一方、本条件の運転コストを試算した結果、有機性色素排水は6.7円/kg、水溶性高分子排水は8.6円/kgとなり、想定する産廃処分費 (20円/kg) を下回った。そこで、排水中の有機物の分解を促進させ、さらに運転コストを下げる目的で、金属塩の添加を検討した。試験排水は、研究協力企業で排出量が最も多い水溶性高分子排水を使用した。



写真3 有機性色素排水のオゾン処理による色の変化（左から0～7時間後）

3.2 促進酸化処理による排水中の有機物の分解促進

最初に、少量（0.1L）の排水処理が可能なワンパス方式でオゾン処理における金属塩の添加効果を確認した後、オゾンガス循環方式で検証を行った。

(1) ワンパス方式

水溶性高分子排水（COD：1,950mg/L）に対し、金属塩の添加によるCODの除去効果を検討した。最初に、銅を、濃度が10mg/Lまたは1,000mg/Lとなるよう、硫酸銅（Ⅱ）五水和物として添加した。6時間処理した結果、オゾン単独処理に比べ排水中の銅濃度が高くなると、CODの除去効果も高まった（図4）。

一方、排水中の銅は規制されているため（許容濃度：3mg/L）、相対的に規制値の高い鉄（許容濃度：10mg/L）の添加を検討した。鉄は濃度が10mg/Lとなるよう、硫酸鉄（Ⅱ）七水和物として添加した。その結果、同濃度の銅に近い促進効果が確認された（図4）。

(2) オゾンガス循環方式

ワンパス方式でのオゾン処理の結果を受け、処理量を12Lに増やし、オゾンガス循環方式による促進酸化を検討した（排水のCODは880mg/L）。金属塩として、鉄の濃度が10mg/Lとなるよう硫酸鉄（Ⅱ）七水和物を添加した。その結果、オゾン単独処理に比べ処理速度が1.6倍となった（図5）。

3.3 オゾン処理における経済性の試算

水溶性高分子排水（10トン/月）に対し、促進酸化処理（オゾン＋鉄塩）を行った場合の経済性を試算した。

その結果、初期コスト1,800万円（50L/日の試作機10台分の性能）の装置であれば、運転コストの削減分により償却に9.6年必要であることが分かった（表1）。

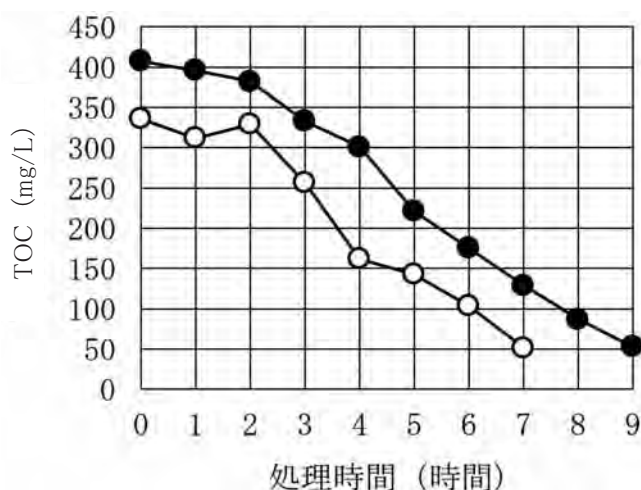


図3 化学系排水のオゾン処理における排水中のTOCの経時変化

●水溶性高分子排水 ○有機性色素排水

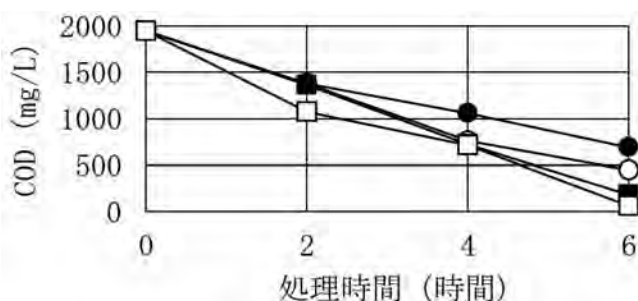


図4 ワンパス方式による水溶性高分子排水の促進酸化処理（オゾン＋金属塩）

●無添加 ○Fe (10mg/L) ■Cu (10mg/L) □Cu (1000mg/L)

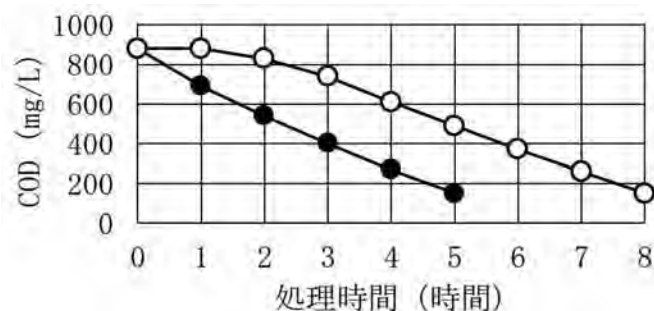


図5 オゾンガス循環方式による水溶性高分子排水の促進酸化処理（オゾン＋鉄塩）

○無添加 ●Fe (10mg/L)

表1 水溶性高分子排水（10トン／月）を処理した場合の経済性の試算

方法	項目	費用
<現状>	処分費	
産廃処分（外部委託）	（2.0万円/トン）	20.0万円/月
(1) 合 計		20.0万円/月
<新技術導入後>	オゾン処理費	
オゾン処理＋金属塩	（電気代・酸素代を含む）	4.2万円/月
	薬品（金属塩）費	0.2万円/月
(2) 合 計		4.4万円/月
月間のコストメリット：(1)－(2)		15.6万円/月
年間のコストメリット：((1)－(2))×12		187.2万円/年

4 まとめ

高効率なオゾン水製造技術を基に、これまで蓄積してきたオゾンによる排水処理技術を応用することで、化学排水を対象とした小規模排水処理装置を開発した。

試作した装置を、県内化学メーカーのグループ会社で発生する2種類の化学排水（有機性色素排水・水溶性高分子排水）の処理に適用し、排水中の有機性汚濁物質の除去効果について検討した。その結果、以下のことがわかった。

1)オゾン単独処理により、2種類の化学排水に対し所定の水質の処理水が得られた。

2)促進酸化処理（オゾン＋鉄塩）により、水溶性高分子排水中の有機物の分解が1.6倍促進された。

3)同排水を月10トン処理した場合の経済性を試算し、初期コストが1,800万円であれば償却に9.6年必要であった。

参考文献

1)岡本哲志 他：オゾンを利用した小規模酪農用排水処理装置の開発（第1報）. 静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，32-36（2011）.

屋根用遮熱塗料の遮熱および遮音効果と滑り止め塗料への応用

工芸科 赤堀 篤 佐野禎彦* 深谷謙一
株式会社名倉ルーフ 名倉孝次

The effect of cool roof paint reduced heat and the roof noise, and applied it to Non-Slip Paint.

Atsushi AKAHORI, Yoshihiko SANNO, Kenichi FUKAYA and Kouji NAGURA

We inspected the effect that cool roof paint reduced heat and the roof noise transmission. Two steel warehouses were prepared, one roof was painted by cool roof paint "Ekokapara" (Munsell value N=6) and the other was painted same color by Acrylic lacquer paint. We measured temperature and the volume of rain drop noise in both. By the summer experiment, the temperature of the roof decreased, but the room temperature did not fall. By the winter experiment that covered the wall with an aluminum insulation sheet, 1~2 °C fell down to the room. The raindrop noise fell more than 10dB like 78.7dB fell down to 68.1dB, 89.8dB fell down to 76.2dB. In addition, for the purpose of application to Non-slip paint, we performed an abrasion resistant examination. By the wear resistance, superior performance to be less than 1/3 of the JIS standard value was provided.

Keywords : Cool Roof Paint, Non-Slip Paint.

キーワード：遮熱塗料、滑り止め塗料

1 はじめに

1997年の京都議定書締結以降、地球温暖化対策に向けて様々な取り組みが進められている。また、福島第一原発の事故以降、電力不足も深刻化し、省エネ高効率空調住宅の開発は喫緊の課題となっている。当所では、リサイクル骨材を用いた遮熱塗料の研究、改良を続けてきた。今回、遮熱・雨音の低減効果の検証、また、新たな用途開発に向け、滑り止め塗料を目指した耐摩耗性の評価を行ったので報告する。

2 実験方法

2.1 遮熱処理の効果の検証（温度比較）^{1, 2)}

鋼製物置（W=2,200、D=800、H=2,100mm）2棟を研究所内の敷地に設置し、1棟の屋根に開発した遮熱塗料（商品名「エコカパラ」骨材：瓦粉砕物、マンセル値：N=6）を塗工（以下、遮熱処理）し、対照として、残りの1棟を同色のアクリルラッカーで塗工した。

温度は、①屋根表面、②屋根裏面、③北東面、④南東面、⑤南西面、⑥北東扉それぞれの内側中央付近、および、⑦室内中央部の合計7か所を熱電対用

いて計測した（図1）。

計測期間は、夏季（平成25年8月9日～9月18日）、冬季（平成25年11月12日～12月16日）とした。夏季では、換気効果の確認を目的に、日中の8時間、北東面の扉を20cm開放した状態での計測も行った。また、



図1 鋼製物置と温度計測箇所

- ①：屋根表面中央 ②：屋根裏面中央
③：北東面内側中央 ④：南東面内側中央
⑤：南西面内側中央 ⑥：北西扉裏側中央
⑦：室内空間中心

*) 現 研究調整監

【報告】

夏季の実験結果から壁面からの熱の影響が予想以上に大きいことがわかったため、冬季途中から、③北東、④南東、⑤北西面に断熱アルミシートを貼り（図2）、シート貼り前後の温度差を比較した。



図2 冬季比較実験（アルミシート施工後）

2.2 雨音低減効果の検証（雨音騒音比較）

平成25年10月1日、16日の雨天時に屋根裏面中央下1mの位置に普通騒音計S-1（リオン製）を置き、同時に録音したデータを解析した。

2.3 耐摩耗性試験

ロータリーアブレーションテストAB-101（テスター産業製）を用い、JIS K 5970：2003 建物用床塗料 7.8 耐摩耗性に準じ、摩耗輪CS-17、片側の摩耗輪への負荷4.9N、回転速度60rpmおよび、JIS K 5665：2008 路面標示用塗料 8.17 耐摩耗性に準じ、研磨紙#180、片側の摩耗輪への負荷4.9N、回転速度60rpmの2種類で行った。

3 結果および考察

3.1 遮熱処理による温度低減効果

夏季室内温度推移を図3に、そこから8月17～20日のデータを取り出したものを図4、5に示す。

換気により、日中の温度は低下したが、遮熱処理の有無による差は1℃以下であり、効果は認められなかった。しかしながら、図6、7に示したように、屋根の表裏面最高温度は遮熱処理側が5～6℃低下していた。

このことから、今回用いた鋼製物置の場合、屋根からだけでなく、壁面からの熱の入射も考慮する必要があることが分かった。

冬季、アルミ断熱シート施工の有無による室内温度の比較結果を図8、9に示す。施工前は遮熱処理の

効果が見られなかったが、施工後は、2℃以上の低下が認められた。したがって、今回用いた鋼製物置のように、屋根面積に対し、壁面が大きい場合は、壁面からの熱を減らす工夫が必要であること、また、実際の建物でも、屋根に加えて、壁面へも遮熱対策が必要なが示唆された。

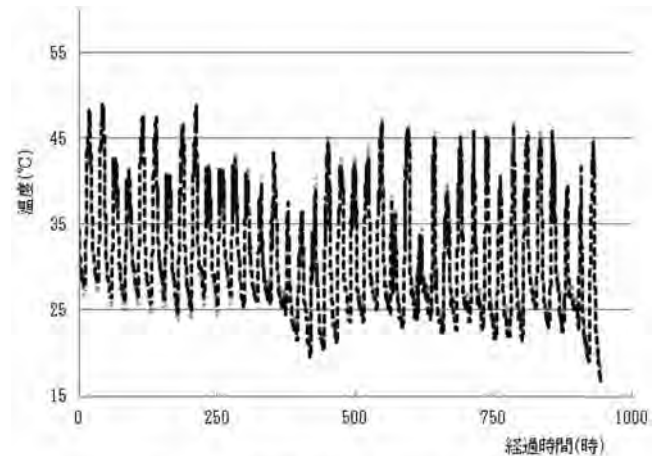


図3 室内温度推移（平成25年8月9日～9月18日）
---- 無処理 遮熱処理

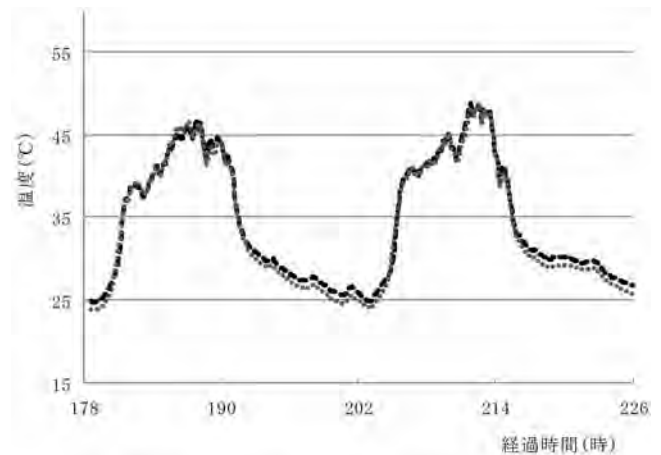


図4 室内温度推移（平成25年8月17日～18日）換気なし
---- 無処理 遮熱処理

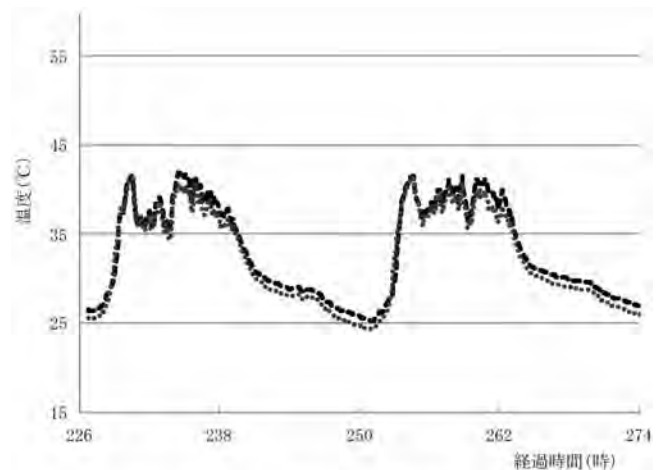


図5 室内温度推移（平成25年8月19日～20日）換気あり
---- 無処理 遮熱処理

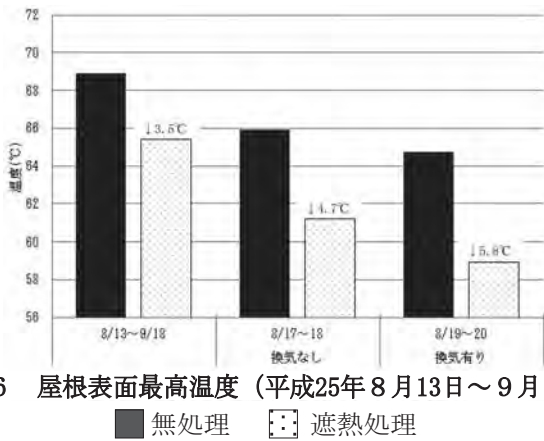


図6 屋根表面最高温度 (平成25年8月13日～9月18日)
■ 無処理 □ 遮熱処理

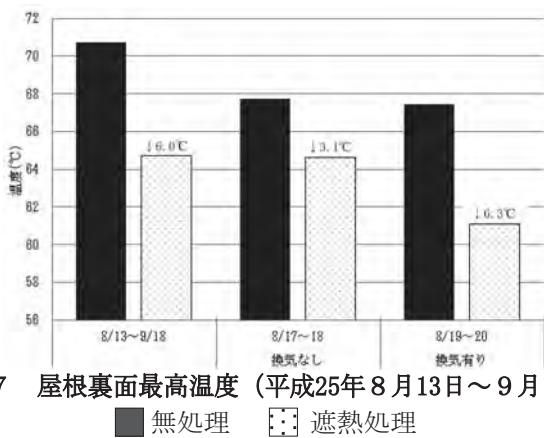


図7 屋根裏面最高温度 (平成25年8月13日～9月18日)
■ 無処理 □ 遮熱処理

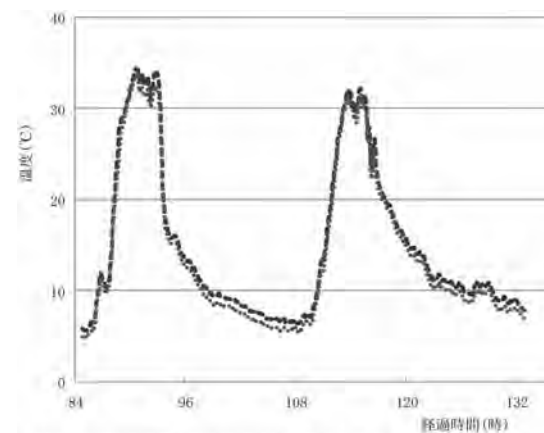


図8 室内温度推移 (平成25年11月16日～17日) アルミシートなし
---- 無処理 遮熱処理

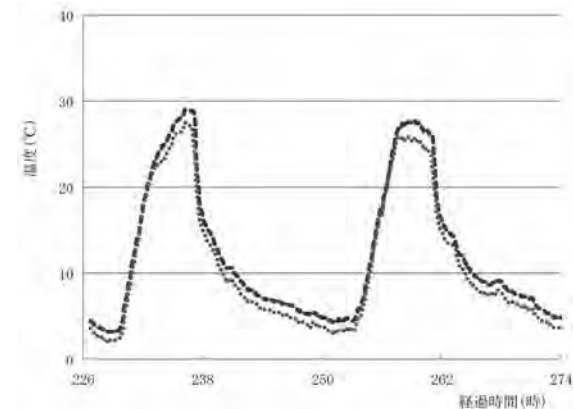


図9 室内温度推移 (平成25年11月22日～23日) アルミシート貼り後
---- 無処理 遮熱処理

3.2 遮熱処理による雨音低減効果

雨音騒音計測結果を図10に示す。降水量の増加に伴い、遮熱処理による差は大きくなった。その差は、降水量10mmの場合、10.6db、降水量15mmでは、13.6dbとなった。これは、骨材による表面の凹凸と、遮熱処理による屋根質量の増加（質量効果）の両方が寄与したと考えられた。

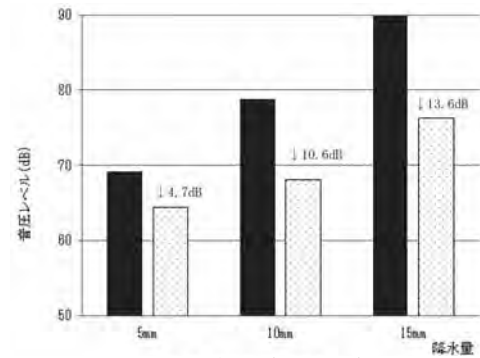


図10 室内雨音計測結果
■ 無処理 □ 遮熱処理

3.3 耐摩耗性試験結果

結果を図11、12に示す。JIS K 5970建築用床塗料の基準値は、100回転当たりの摩耗減量が、30mgであり、JIS K 5665路面標示用塗料の基準値は200mgである。骨材の種類や施工方法の工夫により、前者で $10.3 \pm 1.0\text{mg}$ （基準値の1/2以下）、後者で $30.6 \pm 6.1\text{mg}$ （基準値の1/6以下）となった。

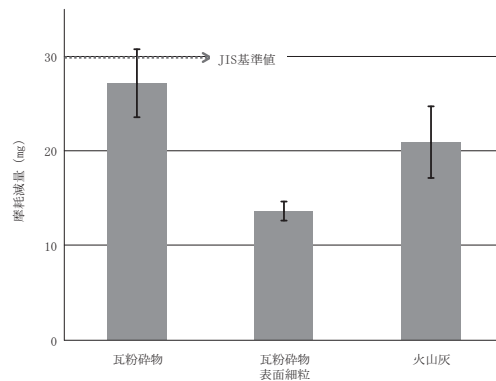


図11 耐摩耗性試験結果 (JIS K 5970 建築用床塗料)

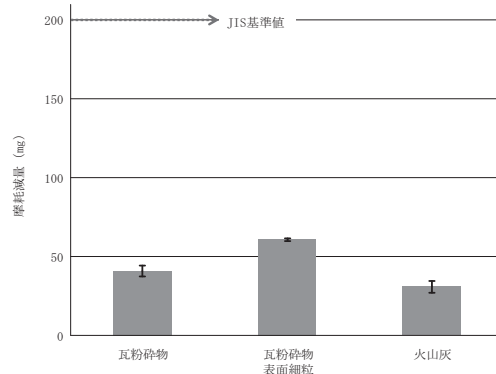


図12 耐摩耗性試験結果 (JIS K 5665 路面標示用塗料)

【報告】

4 まとめ

- (1) 夏季の温度計測では、室内温度は、遮熱処理による効果が見られなかったが、屋根表裏面温度は低下していた。これは、壁面からの熱の影響と予想し、冬季は壁面にアルミ断熱シートを施工することで、室内温度が低下することが確認できた。このことから、実際の建物でも、屋根に加え、壁面へも遮熱対策が必要なことが示唆された。
- (2) 雨音騒音は遮熱処理により低減した。これは、骨材による表面の凹凸と、遮熱処理による屋根質量の増加（質量効果）の両方の効果と考えられた。
- (3) 耐摩耗性はJISの基準値よりも優れた性質を示した。

(株)名倉ルーフでは、浜松市を中心に屋根用遮熱塗料の施工実績を伸ばしているほか、滑り止め塗料としてもJR浜松駅バスターミナル乗車口などに施工実績を上げつつある。引き続き、企業からの相談に応じ、改良を続けていく。

参考文献

- 1) 清水亮作：太陽熱高反射塗料の性能評価（第12報）. 日塗検ニュース, No.132, 6-9 (2013).
- 2) 清水亮作 他：太陽熱高反射塗料の性能評価（第13報）. 日塗検ニュース, No.133, 2-9 (2013).

計算機シミュレーションによる次世代太陽電池用色素の設計

化学材料科 田中翔悟 田村克浩

Design of dyes for dye-sensitized solar cells using computer simulation

Shogo TANAKA and Katsuhiko TAMURA

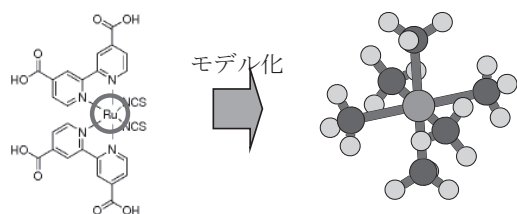
キーワード：色素増感太陽電池、計算機シミュレーション、ルテニウム錯体、遷移金属

1 はじめに

再生可能エネルギーとして太陽光発電が注目されているが、シリコン系太陽電池は製造コストが高く、従来の火力、原子力発電の代替は困難である。色素増感太陽電池（DSC）は、構造が簡単なことから低コストで製造可能な太陽電池として注目されているが、発電効率のカギとなる色素原料が高価であることから普及は進んでいない。このため、太陽光の変換効率が高い既存の色素であるRu系金属錯体を、比較的入手が容易な遷移金属の錯体で代替することが求められている。本研究では、簡略化した錯体構造について中心金属を変えて計算を行い、色素錯体とした時の特性がRuに近い遷移金属の候補を選定した。

2 方法

検討するモデル構造は、窒素で配位する六配位錯体である現行色素の構造を単純化し、ヘキサアンミン金属錯体 ($M(NH_3)_6$) とした (図1)。分子シミュレーションソフトウェアGaussian03を使用し、Ru及び遷移金属5種 (Ru、Cr、Mn、Fe、Co、Ni) を中心金属として分子軌道計算を行った。



DSC 用ルテニウム錯体色素

$M(NH_3)_6^{n+}$ 錯体
(中心：M、濃灰：N、灰：H)
M：Ru, Cr, Mn, Fe, Co, Ni

図1 Ru錯体及びモデル錯体の構造

2.1 HOMO-LUMOエネルギーの解析

計算方法B3LYP、基底関数LANL2DZにより構造最適化を実施し、得られた構造について、HOMO、LUMOのエネルギー準位を比較した。

2.2 励起エネルギーおよび振動子強度の計算

2.1と同様の構造について、(1)TD-B3LYP、(2)CISの2種の計算方法により励起エネルギー(E)、振動子強度(f)を計算した。fが正の値を持つEの値をRuと他の遷移金属で比較した。

2.3 計算結果のクラスター分析

2.1、2.2により得られたデータについて、Ru錯体と他の遷移金属錯体の類似度を検討するため、ワード法によるクラスター分析を行った。距離行列にはユークリッド平方距離を用い、各種解析データは対数にして、Ruの値に対する比をとることによって相対比較を行った。

3 結果

3.1 HOMO-LUMOエネルギーの解析

計算により得られたHOMO-LUMOエネルギーを図2に示す。HOMOエネルギー値がRuに最も近いのはNiであり、LUMO及びHOMO-LUMOエネルギー準位の間隔の大きさがRuに最も近いのはFeであった。

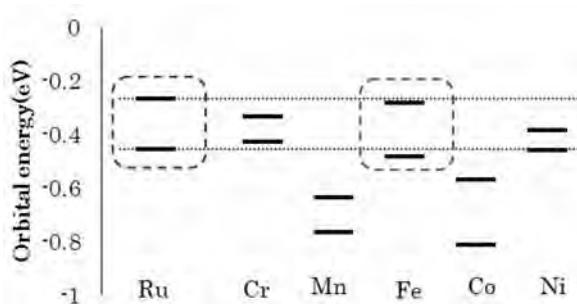


図2 $M(NH_3)_6^{n+}$ 錯体のHOMO-LUMOエネルギー (下：HOMO、上：LUMO)

3.2 励起エネルギーおよび振動子強度の計算

(1) TD-B3LYPによる計算の結果、fが最大となるEがRuと最も近いのはCrであった。

(2) CISによる計算の結果、fが最大となるEがRuと最も近いのはCoであった。

なお、各パラメータの相対比較が目的であったため、E、fの絶対値については記載を省略した。

表 1 Ruを基準に相対比較した各種解析データ

	HOMO	LUMO	Gap energy	TD_E-1	TD_E-2	TD_E-3	CIS_E-1	CIS_E-2	CIS_E-3
Ru	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
Cr	0.94	1.26	0.50	0.87	0.84	0.84	1.14	1.04	1.05
Mn	1.68	2.40	0.68	0.80	0.78	0.78	1.15	1.15	0.92
Fe	1.06	1.05	1.08	1.16	1.16	1.16	1.19	1.19	1.19
Co	1.78	2.14	1.28	1.49	1.48	1.48	1.09	1.09	1.09
Ni	1.00	1.45	0.38	1.30	1.02	1.02	1.20	1.28	1.28

3.3 計算結果のクラスター分析

3.1の結果からHOMO、LUMOエネルギーおよびエネルギーギャップ (Gap energy) を、3.2の結果のうち、Eをfの大きい順に3つ (TD_E-1~E-3、CIS_E-1~E-3)、抜き出して比較した (表 1)。クラスター分析を行った結果、Feが最もRuに近く分類された。Ruに代わるDSC用色素錯体の中心金属としてFeを使用出来る可能性がある (図 3)。

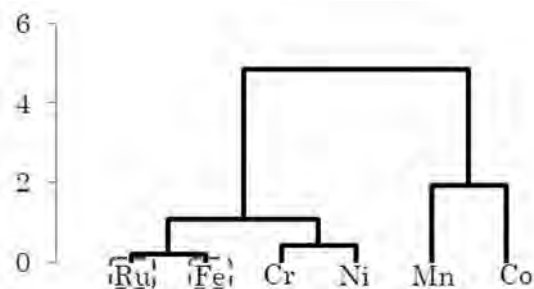


図 3 クラスター分析の結果

4 まとめ

錯体色素をモデル化して計算機シミュレーションにより電子的性質を求め、Ruと代替候補の遷移金属を比較した。クラスター分析によって各パラメーターを総合した類似度の評価を行った結果、検討した5種の遷移金属のうちで最もRuに特性に近いのはFeであることがわかった。今後は、現行色素の中心金属をFeとした色素を合成し、吸光スペクトル測定及びDSCセル性能の評価を行うとともに、現行配位子に近い特性を持ち、より構造が単純な配位子をシミュレーションにより探索する。

透明樹脂内部ひずみの複屈折位相差測定による評価

機械科 志智 亘 鈴木敬明

Evaluation of internal strain in transparent plastics by a birefringence measurement

Wataru SHICHI and Taka-aki SUZUKI

Keywords : Transparent plastics, strain, solvent cracking, birefringence.

キーワード：透明樹脂、内部ひずみ、ソルベントクラック、複屈折位相差

1 はじめに

近年、LED光源の普及とともに、これを用いた照明モジュールの光学部品として、ガラスより軽く設計自由度の高い透明樹脂が利用され始めている。しかしながら樹脂は成形や加工によって内部にひずみが発生し、これが変形や破損といった不具合の原因となることが知られている。したがって樹脂内部のひずみ情報を把握することは品質管理上非常に重要な項目である。我々は、透明樹脂内部ひずみを可視化する光学的手法の一つである複屈折位相差測定に着目している。平成24年度にはメタクリル樹脂（PMMA）試験片の引張試験を行い、複屈折位相差測定とひずみゲージ測定の結果を比較・評価した¹⁾。そこで今回は、内部ひずみによる不具合の予測を目的とし、溶剤による亀裂発生（ソルベントクラック）を複屈折位相差測定により評価し

たので報告する。

2 方法

複屈折位相差は透明樹脂を透過した光の偏光状態を解析することにより求めることができる²⁾。

測定試料として同じPMMA板からレーザー切断加工した厚さ2 mmのPMMA板を2枚用意した（以後、試料1、試料2と呼ぶ）。試料2は熱処理（100℃、3時間の後、室温中で冷却）を行った。これらをアセトンで30秒浸漬し、浸漬前後の複屈折位相差を測定した。測定器はフォトニクスラティス社のWPA-100PROを使用した。

3 結果および考察

図1に各試料におけるアセトン浸漬前後の観察画像

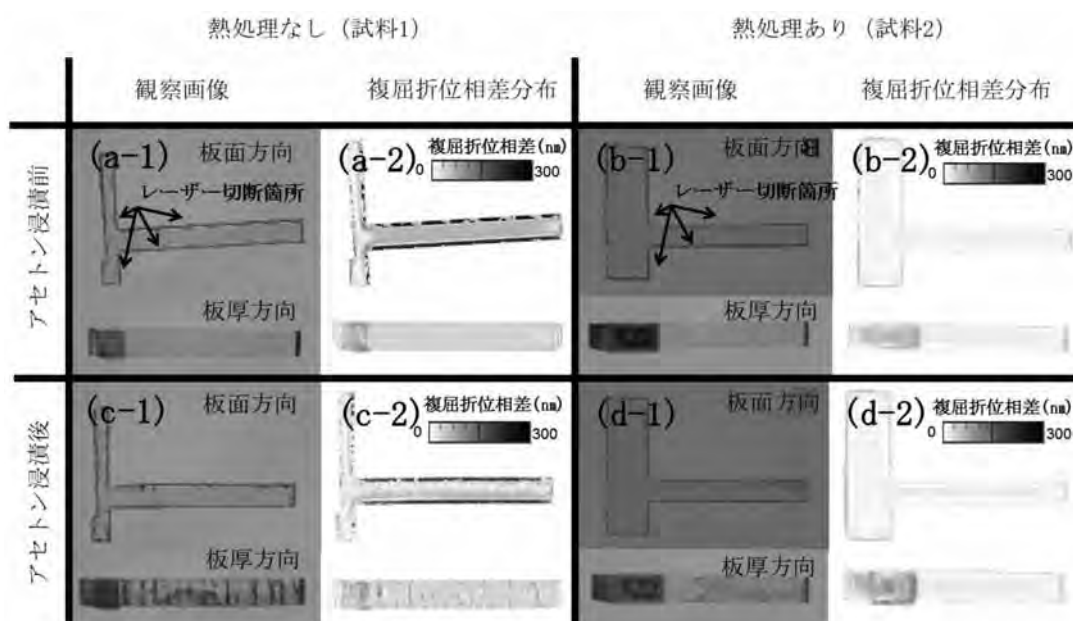


図1 アセトン浸漬前後の観察画像と複屈折位相差分布

(a-1,2)、(c-1,2)は熱処理なしの試料、(b-1,2)、(d-1,2)は熱処理をした試料の観察画像と複屈折位相差分布。(a,b-1)はアセトン浸漬前の、(c,d-1)は浸漬後の測定試料の板面方向と板厚方向の観察画像。(a,b-2)はアセトン浸漬前の、(c,d-2)はアセトン浸漬後の板面方向と板厚方向の複屈折位相差分布。複屈折位相差の大きさは白黒の濃淡で示している。(a,b-1)の板面方向の観察画像の矢印はレーザー切断箇所を示している。

および複屈折位相差分布を示す。試料1のアセトン浸漬後の観察画像(c-1)では、アセトン浸漬前の(a-2)にみられる複屈折位相差が高い部分に対応して複数の亀裂が確認できる。複屈折位相差が高い部分はレーザー切断部分と一致する。また、(c-2)よりこれらの部分はアセトン浸漬により複屈折位相差が減少していることがわかる。一方、試料2の観察画像(d-1)からはアセトン浸漬によるき裂の発生は見られず、複屈折位相差分布もアセトン浸漬前後で変化は見られなかった((b-2)および(d-2))。これは、熱処理により樹脂の内部ひずみが解放されたためと思われる。これらの結果より、アセトン浸漬によるき裂発生は複屈折位相差の高い部分で発生することがわかる。すなわち、レーザー加工で生じた内部ひずみが、アセトン浸漬によりソルベントクラックを誘発したものと考えられる。

4 まとめ

透明樹脂(PMMA)をアセトンに浸漬した前後の複屈折位相差を測定した結果、複屈折位相差が高い部分にソルベントクラックが発生することを確認した。複屈折測定は、樹脂内部のひずみに起因する不具合を予測するための有用な情報となりえると考えられる。

参考文献

- 1) 志智 亘 他：PMMAの引張試験における複屈折と主応力の比較. 静岡県工業技術研究所報告, 第6号, 116-117 (2013).
- 2) 多田邦夫 他：第1章 電磁波論, 「ヤリーヴ 光エレクトロニクス 基礎編」, 原書第5版(丸善(株), 東京), pp.17-30 (2002).

分光特性を制御可能な照明のまぶしさ評価システムの構築

機械科 豊田敏裕 鈴木敬明

Glare evaluation system using a spectral tunable illuminant

Toshihiro TOYOTA and Taka-aki SUZUKI

Keywords : Glare, Spectral distribution, Illuminant, LED, Visibility

キーワード : グレア、分光特性、照明、LED、視認性評価

1 はじめに

近年、省エネルギー意識の高まりや環境保護等の観点から、照明器具の光源は、白熱電球や蛍光灯から、LEDに代表される次世代光源への置き換えが急速に加速している。その一方で、LEDに対してまぶしさを訴える消費者も少なくない。次世代光源と従来光源との大きな物理特性の違いに分光特性が挙げられる。現在、LEDのみならず有機ELやレーザーなど、様々な種類の光源が開発されており、分光特性の観点からのまぶしさ評価は重要である。

そこで本研究では、まぶしさに関係すると考えられる要因のうち、「分光特性」、「提示時間」、「光源サイズ」、「発光強度」が制御可能なシステムを構築した。

2 方法

本研究では、光生成部、光出力部（光学系）、制御部（PC）の3つに大別してシステムを構築した。

2.1 光生成部（光源）

分光特性の制御には、多波長可変光源（OneLight社）を用いた。本光源は、キセノン光源を分光し、所望の波長成分のみを抽出・合成することが可能であり、分光特性と出力強度を調整できる。

2.2 光出力部（光学系）

図1に、光出力部のモデル図を示す。光源部から出力された光はライトガイドを介してコリメーターレンズに入力され、直径約30mmのスポット光に変換される。また、コリメーターレンズと後述の電動シャッター間にはCマウントサイズのレチクルマウントが装着可能とし、直径21mm、厚さ0.75～3mmの光学素子を用いて、開口の小径化や各種光学フィルターの装着に対応可能とした。なお、この際のスポット光の最大直径は18mmに制限される。提示時間は、電動シャッターにより制御できる。電動シャッターは最大で30Hzでの連続開閉操作が可能であり、スポット光の短時間提示や点滅なども可能

である。

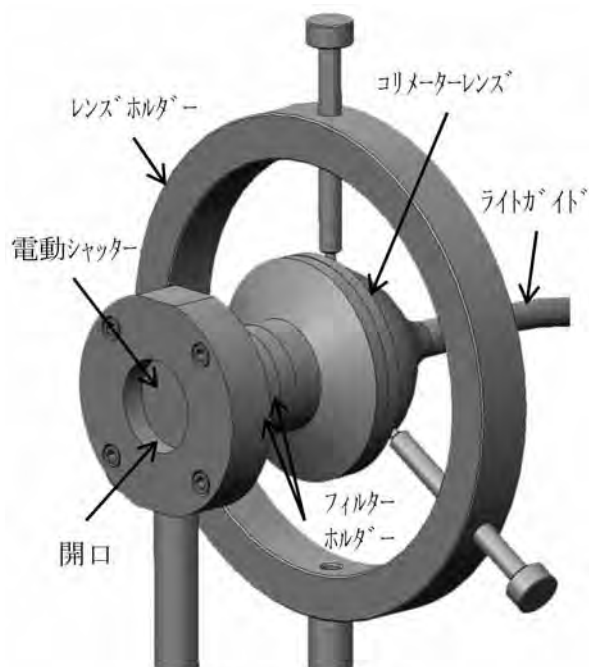


図1 開発したシステムの光出力部概要

2.3 制御部（PC）

光生成部は、専用ソフトウェアおよび数値計算言語MATLAB[®]（MathWorks社）で制御する。その際、分光特性のフィードバック制御も可能であることからより正確に分光特性を再現可能である。また、電動シャッターの開閉は、前述のマイコンボードをUSB接続し、MATLABから操作可能とした。

3 まとめ

本研究では、照明のまぶしさを評価するため、分光特性、提示時間、光源サイズ、発光強度を制御可能なシステムを構築し、光の生成・出力から評価値の取得・解析に至る一連の作業を効率的に行うことが可能となった。本システムは、図2に示すように、任意の分光特性を高精度に再現可能であり、現在、LEDと

蛍光灯のような、見た目には同じ白色に見えるが、その分光特性が異なる光を対象として、まぶしさの波長依存性について調査を進めている¹⁾。本システムは、まぶしさ評価に限らず、色再現性評価など、広く一般の視認性評価に活用できる。

参考文献

- 1) 豊田敏裕 他：照明光の分光学的特徴が不快グレアに与える影響－等色照明下でのグレア評価－，平成25年度（第46回）照明学会全国大会講演論文集，p.8-36，愛知（2013）。

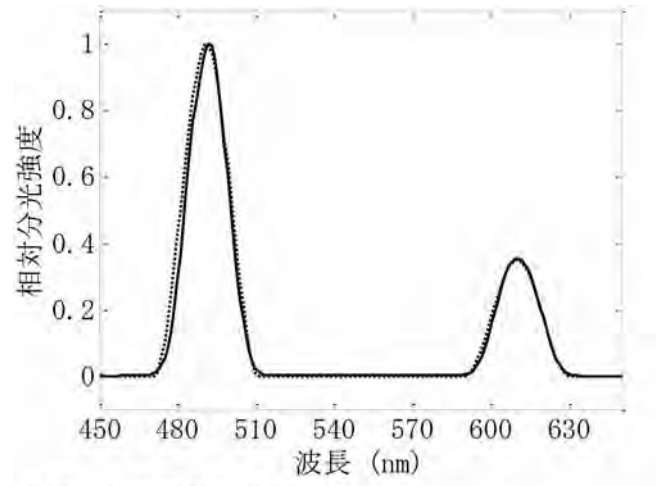


図2 分光特性の再現結果
—：実測した分光特性、…：入力した分光特性

負荷検知型方式による車椅子の走行補助装置の開発（第2報）

電子科 長澤 正 竹居 翼 長谷川和宏
橋本エンジニアリング株式会社 橋本裕司 大城徳彦

Development of a equipment to assist the operation of wheelchair (2nd Report)

Tadashi NAGASAWA, Tasuku TAKEI, Kazuhiro HASEGAWA, Yuji HASHIMOTO
and Norihiko OHSHIRO

Keywords : Wheelchair, assist, strain gauge, helper

キーワード：車椅子、アシスト、ひずみゲージ、介助者

1 はじめに

超高齢社会を迎えている中、単身老人や障害者が自立して行動でき、介護者の負担低減に寄与できる車椅子について研究開発を行った。

平成24年度には、着脱可能な補助車輪機構、走行する力のセンシング回路、モータ制御回路を製作し、市販の車椅子に取り付けて走行テストを行った¹⁾。

平成25年度の内容は、各部の改良、介助者用アシスト機構の追加、使用環境（傾斜）に対応するための角度測定回路の製作である。

2 方法

2.1 力の検出回路のバランス調整

車輪を駆動しようとする力を検出するために、ひずみゲージをハンドリム（車輪の外側に取り付けられた環状の持ち手：図5参照）に貼付して差動増幅器で信号を取り出し、センサのバランス調整には、デジタルポテンショメータを使用した回路を製作した（図1）。この調整は、電源投入時および使用中でバランスが崩れたときに行う必要がある。バランスの崩れは、走行時のハンドリムに加わる力の持続時間を測定し、この最長時間以上に出力があったときに自動で調整を行う設計とした。

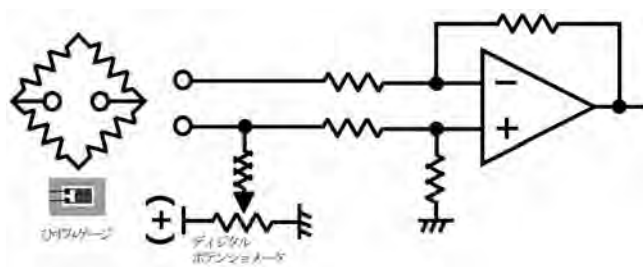


図1 ひずみゲージ検出回路とオフセット調整回路

2.2 介助者用のアシスト機構

介助者が操作する力を検出するセンサには、搭乗者用と同じひずみゲージを用い、本体フレームの5箇所（図2）に貼付して（図2）、操作するときのひずみ出力を調査した。最適な位置を選択して力の検出回路を設計し、モータ制御回路は搭乗者用と共用した。このアシスト機構の評価は、モニターによる使用テストで行った。

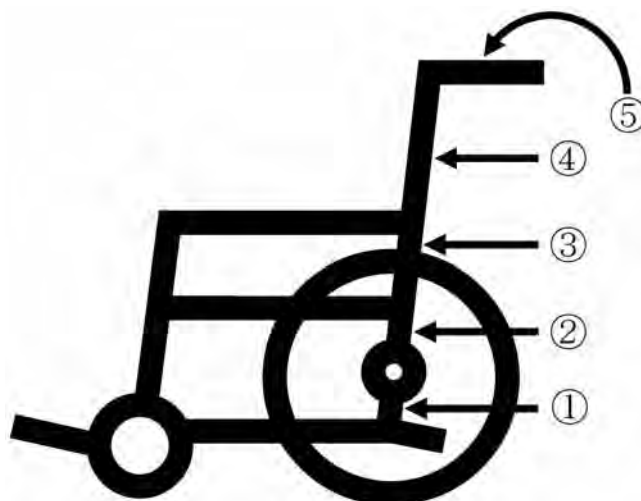


図2 介助操作時に本体フレームに加わる力の検出位置

2.3 傾斜対応

走行面の角度に合わせてアシスト力を変更するために、3軸加速度センサを使用して各軸の加速度をマイコンで取得し、三角関数演算で角度を求めた（図3）。走行面の凹凸が、加速度変動として影響するため、フィルタリング処理により影響の軽減を試みた。

また、アシスト量を任意に変更できる回路を製作し、傾斜地におけるアシスト量と操作性の調査を行った。

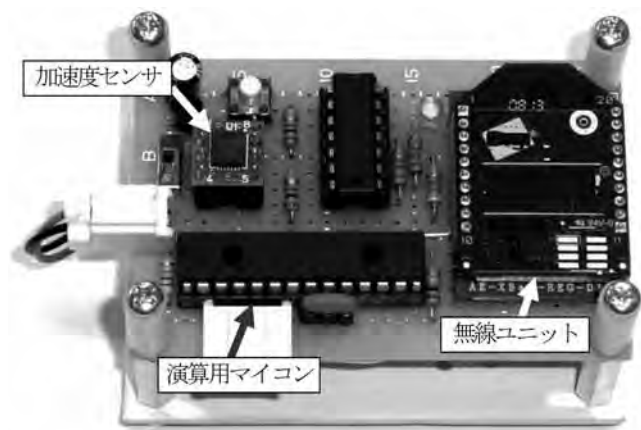


図3 傾斜センサ回路

3 結果

3.1 力の検出回路のバランス調整

走行時にハンドリムに連続して加わる時間は3秒以内であった。そこで、3秒以上のときバランス調整を行う設定にした結果、長時間の連続使用においても走行する力を正常に検出することが可能となった。

3.2 介助者用のアシスト機構

車椅子を操作する力は、図2の①～⑤の全てで検出可能であるが、①～④では、搭乗者の姿勢変更のときにも検出するため⑤を選択し、検出回路を製作した。

展示会の来訪者での使用テスト（アシストの有無を切り替えた介助操作による印象の調査）の結果は、6割が今回開発のアシスト機構を使用したいなどの好印象であった。

3.3 傾斜対応

平坦地から斜面へ移動したときの測定角度の時間変化を図4に示す。車椅子全体が斜面に入ったグラフの右半分では、ほぼ一定な出力となり、斜面を走行していることが確認できた。

平坦地でのアシスト量の設定値に対して、傾斜5度で2～3倍を設定すれば、操作性が向上することが確かめられた。

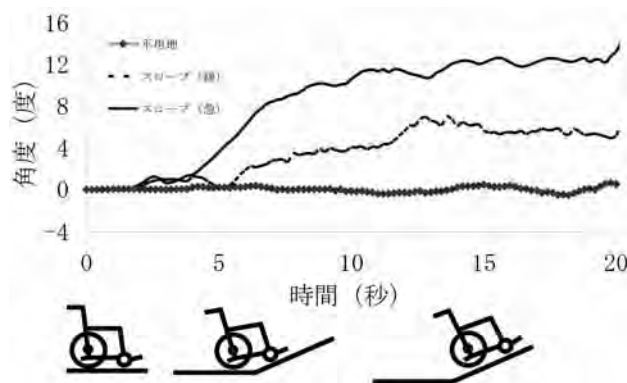


図4 平坦地から斜面へ運転したときの傾斜センサ出力
平坦地では角度出力0度、斜面に前車輪が入ると次第に角度が大きくなり、斜面に車椅子全体が入ると（10秒経過付近以降）ほぼ一定の角度を検出している。

4 まとめ

平成24年度に開発した試作機に電子回路等の改良を加えて、介助者用のアシスト機構を付加したことで、使用対象者の範囲を広げることができた（図5）。



図5 搭乗・介助両用アシスト車椅子

参考文献

- 1) 長澤正 他：負荷検知型方式による車椅子の走行補助装置の開発．静岡県工業技術研究所研究報告，第6号，33-34 (2014)．

茶葉ポリフェノールオキシダーゼ活性の評価

食品科 袴田雅俊 高木啓詞 浅沼俊倫

Evaluation of polyphenol oxidase activity in tea leaves

Masatoshi HAKAMATA, Hiroshi TAKAGI and Toshimichi ASANUMA

キーワード：テアフラビン、紅茶、ポリフェノールオキシダーゼ

1 はじめに

緑茶や烏龍茶の機能性が注目される一方で、紅茶の機能性はあまり知られていない。そこで地域結集型研究開発プログラム「静岡発 世界を結ぶ新世代茶飲料と素材の開発」のテーマの一つとして、紅茶中のポリフェノールであるテアフラビン類 (TFs) に注目した研究が行われてきた。TFsはエピガロカテキン (EGC) 又はエピガロカテキンガレート (EGCg) と、エピカテキン (EC) 又はエピカテキンガレート (ECg) が茶葉のPPOという酸化酵素により酸化・重合した物質である (図1)。機能性では脂肪吸収抑制、抗インフルエンザウイルス活性、血流改善効果等が報告されている^{1, 2)}。このTFsを高濃度に含む新規紅茶飲料の開発のためには、TFs量の予測・制御が必要である。この予測・制御に有用となる、簡易的かつ生葉に近い状

態でのPPO活性評価法の開発を目的とした。

2 方法

粉碎した凍結茶生葉 7 mg (乾燥重量) を容器に入れ、冷水15mLを加え転倒混和し、遠心分離後に上清を除いた。もう一度同様の処理を行い、茶葉を洗浄した。この茶葉を水 3 mLとともに反応容器に移し、0.5 mMリン酸-クエン酸緩衝液 (pH5.0) を 1 mL加えて40℃に平衡化した後、基質であるECとEGCを同時に加えて反応を開始した。基質添加前と反応開始後 2 分でサンプリングし、テアフラビン (TF1) 生成量を超高速液体クロマトグラフィーで測定した。1 分間にTF1を 1 mol生成するPPO活性を 1 Uと定義し、茶葉の乾燥重量あたりの酵素活性U/gで表記した。

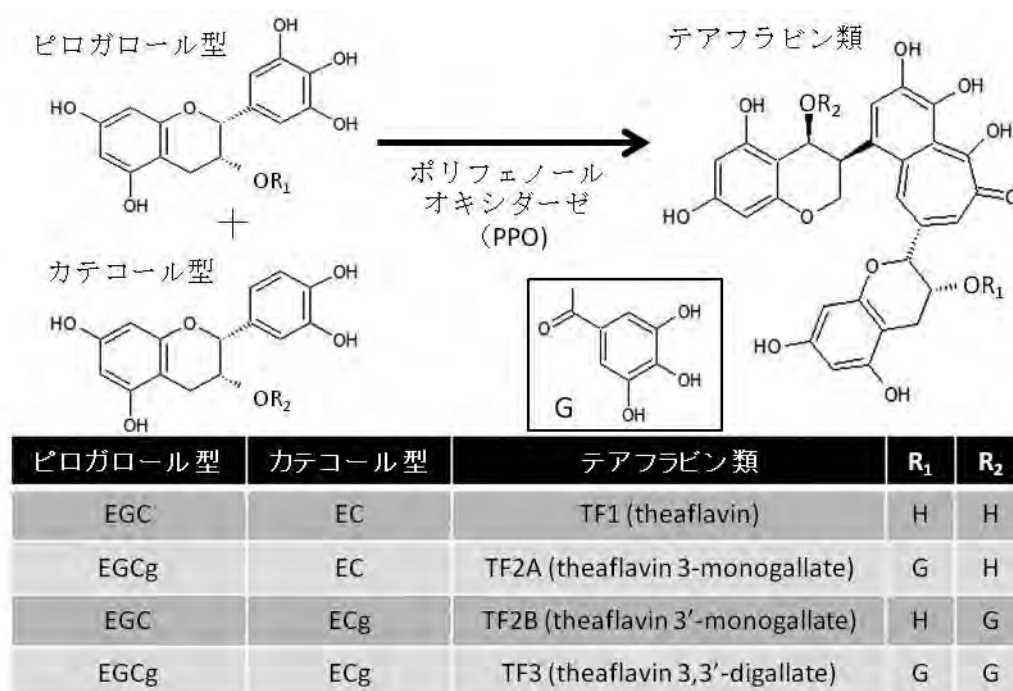


図1 テアフラビン類の構造

テアフラビン類はEGCまたはEGCgと、ECまたはECgとがPPOに酸化され重合した化合物である。

3 結果および考察

すでに報告のある活性測定法^{3, 4)}よりも簡易かつ生葉に近い形でPPO活性を測定するために、酵素調製法として、茶葉の洗浄を検討した。その結果、PPOの活性測定に影響する茶葉中の主要カテキン4種類(EC、ECg、EGC、EGCg)は、2回の水洗いで生葉中の成分量の5%以下まで除去できた(図2)。次にPPOの至適pHと至適温度を測定したところ、pH4.5~5.0、温度40~45℃で活性が最大となった(図3)。このことからPPO活性の測定はpH5.0、温度40℃で行うことが適当と判断した。次に、実際にこの方法を用いて、6品種の平成25年二番茶茶葉のPPO活性を測定したところ、紅茶や烏龍茶に向けた品種でも、PPO活性が優位に高いわけではなかった。また栽培条件が異なるやぶきたを比べても活性に違いが見られた(図4)。

今後はこの評価法を、新規紅茶飲料の製造へ応用していく予定である。

4 まとめ

生葉に近い形での簡易なPPO活性測定法を開発でき、栽培条件や品種の違いによる活性の違いを測定・比較することができた。

謝辞

茶葉を提供していただいた、独立行政法人農業・食品産業技術総合研究機構野菜茶業研究所及び静岡県農林技術研究所茶業研究センターに感謝いたします。

参考文献

- 1) Kobayashi M. et al. : Black-tea polyphenols suppress postprandial hypertriglyceridemia by suppressing lymphatic transport of dietary fat in rats. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(15), 7131-7136 (2009).
- 2) 越阪部奈緒美 他 : 静岡県・静岡市地域結集型研究開発プログラム 事業終了報告書, 95-107 (2014.1.15公表)
- 3) 竹尾忠一 : 紅茶製造を中心においた茶葉ポリフェノールオキシダーゼの研究. 茶業試験場研究報告, 5, 1-73 (1969).
- 4) Bonnelly S. et al. : A model oxidation system to study oxidized phenolic compounds present in black tea. *Food Chemistry*, 83(4), 485-492 (2003).

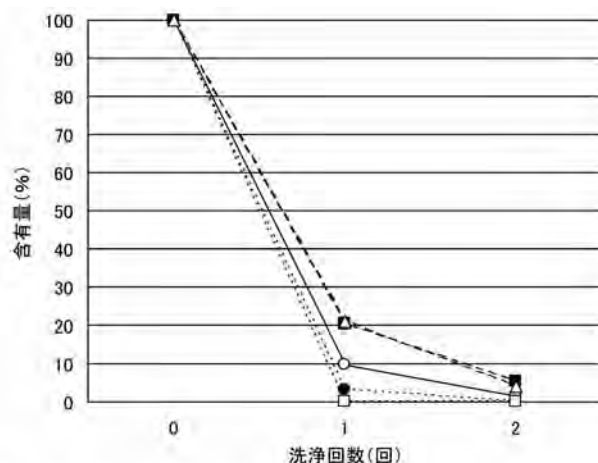


図2 洗浄による基質の除去

茶葉を粉碎後、冷水で洗浄することにより、生葉中のカフェインおよび主要カテキンの量が5%以下まで低減した。

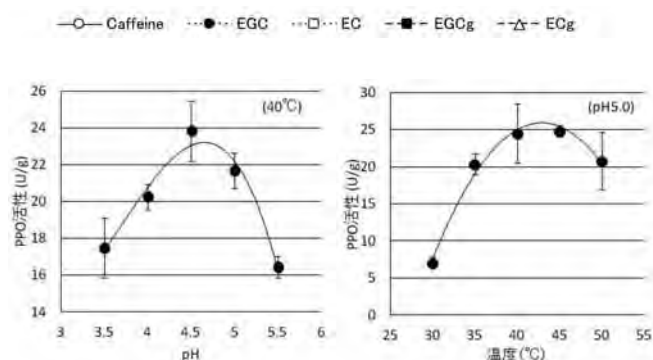


図3 PPO活性の至適pH至適温度の測定

異なるpHおよび温度でPPO活性を測定したところ、pH4.5~pH5.0、温度40~45℃で活性が最大となった。

エラーバー：平均値±標準偏差, n=3

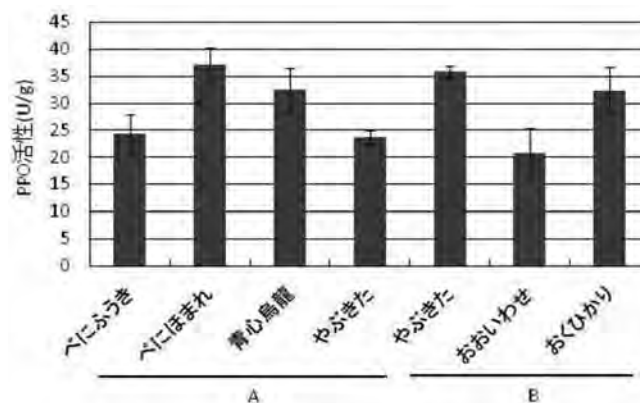


図4 品種及び栽培条件によるPPO活性の比較

平成25年の二番茶について、茶畑Aと茶畑Bの二カ所から6品種を収穫し、PPO活性を測定した。この方法により、活性の違いが評価・比較できた。

エラーバー：平均値±標準偏差, n=3

テアフラビン類高含有紅茶葉の製造法の開発

食品科 高木啓詞 袴田雅俊 浅沼俊倫

Development of manufacturing method of theaflavins-rich black tea leaf

Hiroshi TAKAGI, Masatoshi HAKAMATA and Toshimichi ASANUMA

キーワード：紅茶、テアフラビン、ポリフェノールオキシダーゼ

1 はじめに

本研究は地域結集型研究開発プログラム「静岡発 世界を結ぶ新世代茶飲料と素材の開発」の一環として行った。テアフラビン類 (TFs) はカテキン類をポリフェノールオキシダーゼ (PPO) によって酸化することで生成することが知られている¹⁾。そこで、PPO活性を指標としたTFs高含有紅茶の製造に適した原料の選抜について検討した。また、TFs高含有紅茶製造において重要な工程である発酵と乾燥の条件を検討した。

2 方法

2.1 PPO活性の測定

茶期別の茶生葉のPPO活性を袴田らの方法²⁾を用いて測定した。

2.2 発酵条件の検討

冷凍保存した茶生葉 (やぶきた、二番茶) を室温で解凍し、小型CTC茶製造装置で破碎後、直ちに25~40℃、湿度90%の条件で180分間発酵させた。20分毎に発酵茶葉をサンプリングし、発酵が進まないよう25℃で保存した。発酵茶葉中のTFs量は、凍結粉碎した茶葉をメタノール抽出し、超高速液体クロマトグラフィーで分析した。また、茶期別の茶生葉を温度25℃、湿度90%で発酵させた際のTFs量の変化とPPO活性との関係を調査した。

2.3 乾燥条件の検討

温度25℃、湿度90%で40分間発酵させた茶葉を表1の条件で乾燥し、乾燥前後でのTFs量の変化を調査した。TFs量の分析は2.2と同様の方法で行った。

3 結果および考察

3.1 発酵条件

発酵温度別の茶葉中のTFs量の時間変化を図1に示す。TFsは発酵後40分まで急速に生成したが、その後は、発酵温度が高い場合、著しい減少が見られた。これは、発酵温度が高いと酸化重合がさらに進み、

表1 茶葉の乾燥条件

乾燥方法	乾燥温度(℃)	乾燥時間 ^{※4} (min)
棚式乾燥 ^{※1}	50	220
棚式乾燥 ^{※1}	120	70
流動層乾燥 ^{※2}	50	30
流動層乾燥 ^{※2}	120	10
減圧乾燥 ^{※3}	50	160

※1 ETAC製 HT320

※2 Sherwood Scientific製 Tornado Model 501

※3 ㈱東洋製作所製 DRV422DC

※4 水分が10%以下になった時間を乾燥時間とした

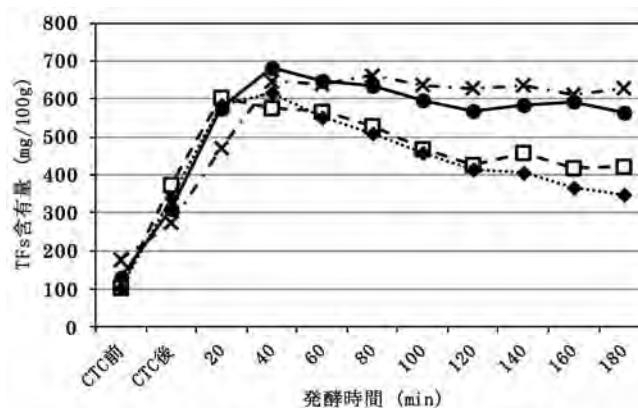


図1 発酵温度別の茶葉中のTFs量の時間変化

● 25℃ -×- 30℃ -□- 35℃ ◆ 40℃

TFsがテアルビジンに変化したためと考えられる。このことから、TFs高含有紅茶の製造には25~30℃程度の低い温度で40~60分発酵させ、TFsの減少を少なくすることが求められる。

3.2 PPO活性との関係

茶期別の茶葉を発酵させた際のTFs量の時間変化を図2に示す。また、原料のPPO活性の測定結果を図3に示す。図2、3からPPO活性の大きい原料ほど、TFsの最大生成量が大きかった。このことから、茶生葉のPPO活性を調査することで、TFs高含有紅茶の原料の選定を行える可能性が示唆された。

【ノート】

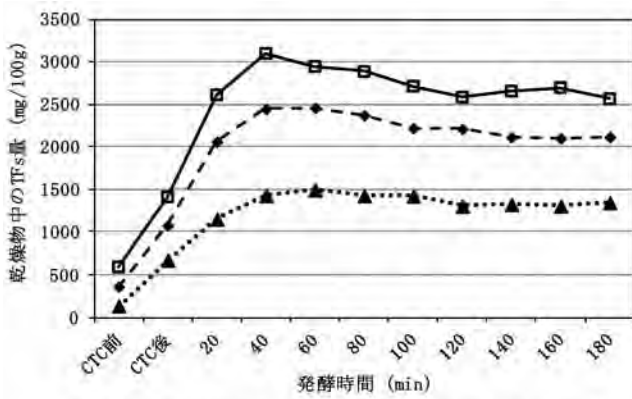


図2 茶期別茶葉を用いた発酵によるTFs量の時間変化

—◆— 一番茶 —■— 二番茶 —▲— 秋冬番茶

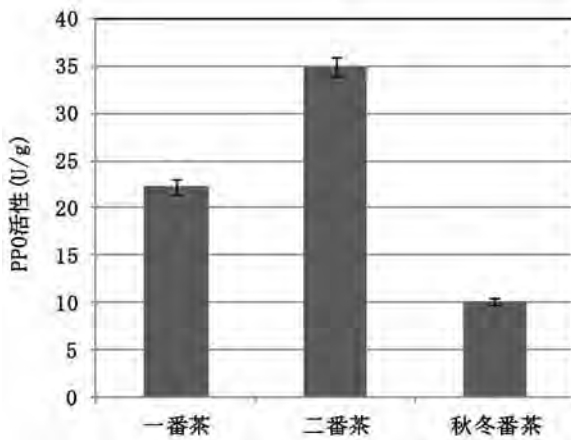


図3 茶期別のPPO活性 (平均値±標準偏差、n=3)

3.3 乾燥条件

各乾燥条件で得られた乾燥茶葉中のTFs量を乾燥前と比較した結果を図4に示す。この図から、減圧乾燥と流動層乾燥を設定温度50℃で使用すると、TFsの減少量が少ないことがわかった。また、乾燥温度が高

い条件や、乾燥時間が長い条件ではTFsの減少量が多いことから、TFsが熱に対して不安定であることが示唆された。減圧乾燥で乾燥した紅茶は2%以上のTFsを含有していた。

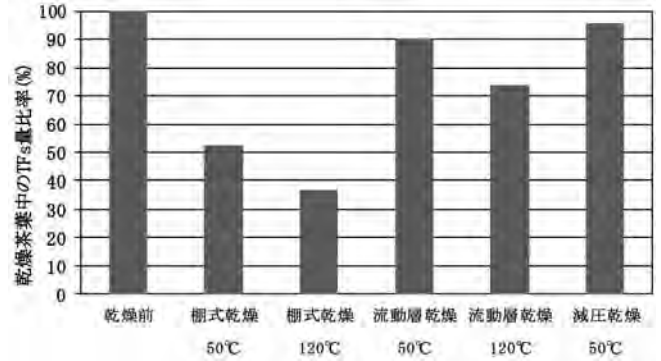


図4 乾燥前後での茶葉中のTFs量比率

4 まとめ

TFs高含有紅茶の製造において重要な工程となる発酵と乾燥の条件を検討し、発酵や乾燥の温度や時間がTFs量に及ぼす影響について明らかにした。また、PPO活性を測定することで、TFs高含有紅茶の製造に適している原料の選定を行える可能性を示した。

参考文献

- 1) 中川致之：茶の化学，「茶の科学」，初版 ((株)朝倉書店，東京)，村松敬一郎 編集，p.109 (1991)。
- 2) 袴田雅俊 他：茶葉ポリフェノールオキシダーゼ活性の評価，静岡県工業技術研究所研究報告，第7号，35-36 (2015)。

現場でのアスベスト迅速定性・定量手法の確立

環境科 太田良和弘

Study on rapid determination of Asbestos in on-site atmospheric dust

Kazuhiro OHTARA

キーワード：アスベスト、繊維状粒子自動測定器、蛍光顕微鏡、バックアップフィルター、作業環境

1 はじめに

大気中アスベストの現場等環境測定は大気汚染防止法等で定められているが、作業への規制を伴う性格上、一定レベルの測定精度が要求され迅速な対応が難しい。しかし、飛散防止規制の強化や災害などの非常時における対応の必要性から、現場における迅速な対応が不可欠である。今回、従来法とある程度整合性が確保され、現場で迅速に測定可能な定性・定量手法を検討した。

2 方法

基礎試験装置の概要を図1に示す。市販のグローブボックス内に、粒子発生槽（200mLガラス製インピンジャー：ガラスビーズ20gと対象粒子を封入）と調整槽（5Lガラス製三角フラスコ）を設けた。発生槽へ除じんフィルターで清浄化した空気を約4L/min吹込み、

発生槽を市販の渦動攪拌器にて振動し試料ガスを発生させ、調整槽を経て二流路に各2L/minで試料ガスを分配した。

従来法は、市販のアスベスト作業環境測定用25mmオープンフェース型カートリッジ（日本ミリポア㈱製）により試料ガスをポンプで吸引採取し、カートリッジ内に装着されたメンブレンフィルターを走査電子顕微鏡法によりアスベストを定性・定量した。

簡易法は、市販の繊維状粒子自動測定器（アエモテック㈱製）で、1分毎に得られる連続データを算術平均して測定値とした。

新提案法は、簡易法の測定器を用い、内蔵バックアップフィルターに採取した試料中のアスベストを蛍光顕微鏡法で定量した。

なお、走査電子顕微鏡法及び蛍光顕微鏡法はJIS K3850-1及びアスベストモニタリングマニュアル第4.0

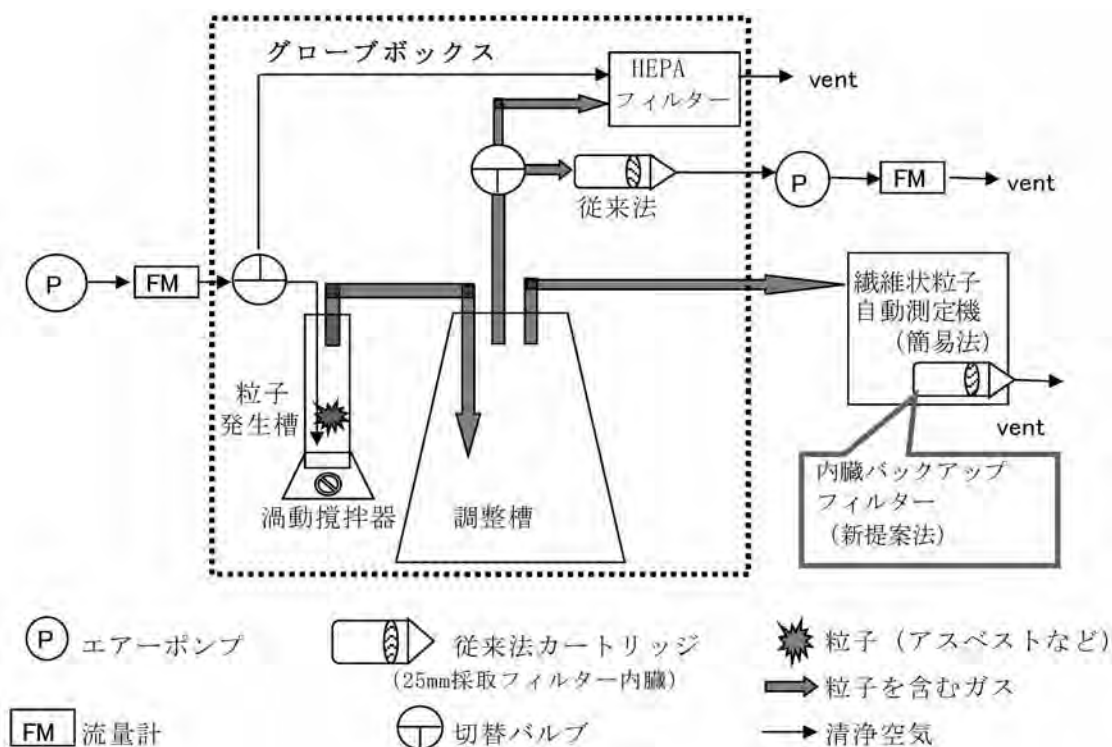


図1 アスベスト基礎試験装置概要

版¹⁾に準拠した。

3 結果および考察

アスベスト標準物質による従来法と簡易法の比較評価結果を図2に示す。簡易法の従来法に対する相対濃度は0.93、相関 ($R^2_{n=5}=0.81$) で高い類似性が確認された。

アスベスト標準物質による従来法と新提案法の比較評価結果を図3に示す。新提案法の従来法に対する相対濃度は0.22、相関 ($R^2_{n=5}=0.74$) で、相関性は高いものの新提案法は明らかに低めの数値となった。乖離の原因の一つとして、試料ガスが採取フィルターに捕集されるまでの移動距離の違いによる物理吸着などが推察された。

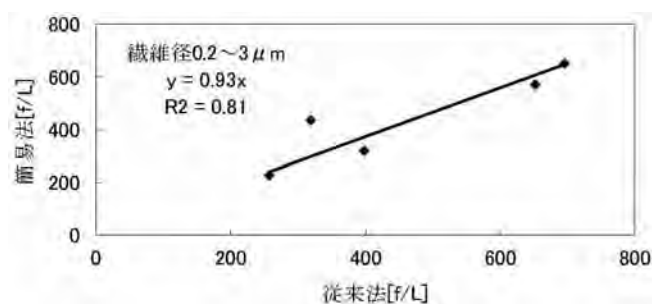


図2 簡易法と従来法の濃度比較

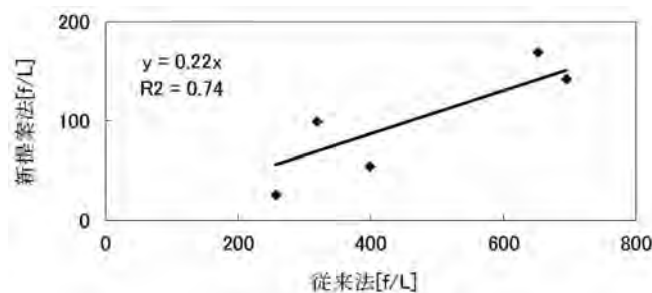


図3 新提案法と従来法の濃度比較

4 まとめ

簡易法は従来法と高い類似性が確認されたこと、従来法が試料採取現場で定量結果が得られないのに対し、簡易法はオンサイトで結果を計測できることから、アスベストが高濃度に漏洩する現場では、簡易法は従来法より迅速に半定量分析が行えると考えられた。また、簡易法で高濃度のアスベストが懸念された場合には、バックアップフィルターを用いて定性分析が可能である。

一方、バックアップフィルターを定量分析に用いる場合には、濃度補正係数を考慮すれば、実用化できる可能性がある。

謝辞

本研究を実施するにあたり、静岡県環境衛生科学研究所より実験機材の提供等、多大な協力をいただいた。ここに謝意を表す。

参考文献

- 1) 環境省水・大気環境局大気環境課：アスベストモニタリングマニュアル（第4.0版），22-71（2010.6.10公表）

簡単で使いやすいデジタルオーディオプレイヤーの開発（第2報）

ユニバーサルデザイン科 小松 剛 易 強 多々良哲也
株式会社ニッケー工業 薩川芳之

Development of the easy-to-use digital audio player (2nd report)

Takeshi KOMATSU, Tsuyoshi Yi YOTO, Tetsuya TATARA and Yoshiyuki SATSUKAWA

キーワード：デジタルオーディオプレイヤー、音楽、高齢者、贈り物、伝統工芸

1 はじめに

音楽好きな高齢者は多いが、デジタルオーディオプレイヤーを使用している人はそれほど多くない。2011年に当研究所が音楽好きな高齢者を対象に実施した調査においても、1/4程度が所有しているのみだった¹⁾。使用しない主要因は「複雑な操作」と「多すぎる機能」であり、使用していない人の中には「簡単ならば使用してみたい」と考えている人が多いことも分かった。

そこで共同研究者とともに、デジタル機器の扱いに慣れていない高齢者を主対象に「簡単で使いやすいデジタルオーディオプレイヤー」の開発に取り組んだ。

2 方法

前述の調査結果から、高齢者ユーザーが望んでいる具体的な仕様として、「乾電池で駆動」、「スイッチは、押したことが感じられる様にクリック感のあるボタン」、「表示は最低限必要とされる曲順のみを大きく表示」、「カセットテープの時と同様に、曲の入れ替えは記録メディアを物理的に交換」を目指すことにした。この仕様を実現する試作品を製作し、高齢者の方々に評価していただいた。

3 結果および考察

仕様に合わせて、一次試作品（写真1）を製作した。しかし、この試作品に対する高齢者への聞き取り調査では、「イヤフォンは使いたくない」という意見が多数だった。

一方で、高齢者に「贈り物」をすると想定される年代の意見を聞くために、静岡県立科学技術高等学校の建築デザイン科生徒19名に「祖父母に贈りたい音楽プレイヤー」を題材にアイデアスケッチを描いてもらった。その結果、外出中に携帯してイヤフォンで聴くものではなく、家の中で持ち歩いて聴くスピーカー内蔵の置物型プレイヤーが多数だった。その中から、静岡県

らしさや実現可能なデザインかを考慮して「湯呑み茶碗」をモチーフとしたデザインで再度試作を行うことにした。



写真1 一次試作品（木製筐体の携帯型）

試作品の筐体は、3D-CAD（SolidWorks®）で設計（図1）し、3Dプロッタにより試作した。最終試作品は、静岡の伝統工芸技術である「挽物と漆塗」で高級感のあるもの（写真2）を製作した。

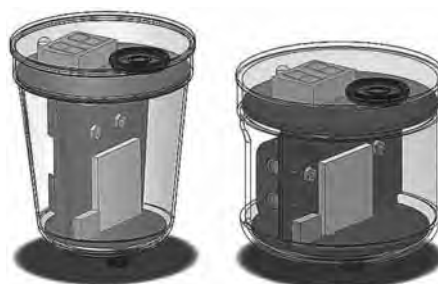


図1 3D-CADによる内部の設計



写真2 最終試作品

表面に曲番号と電池寿命を知らせるLED表示があり、底面に「電源スイッチ」、「スリープタイマースイッチ」、「音量つまみ」の3つの操作系がある簡単な仕様にした。基本操作は、SDカードを入れて、電源スイッチを押すだけである。本体を傾げる操作で曲順を進行または後退することができ、逆さにする操作で一時停止になる機能を追加してある。一時停止が1分程度続くと自動的に電源オフになる。

湯呑み茶碗型の試作品を、生涯学習センターに通う高齢者48名を対象にアンケートと聞き取り調査を行った(写真3)。主な調査結果は図2のとおりである。概ね好評で、「操作が簡単」、「親しみやすい」、「高級感がある」と、デザインに込めた意図が伝わったと考えられる回答が得られた。



写真3 聞き取り調査の様子

4 まとめ

操作が簡単で使いやすいオーディオプレイヤーを置物型として開発した。開発品は「工業製品」としてではなく伝統工芸芸術を使った「贈り物」として展開し、音楽好きな高齢者のQOL向上に貢献したい。今後も伝統工芸技術を新しい開発に応用していきたい。

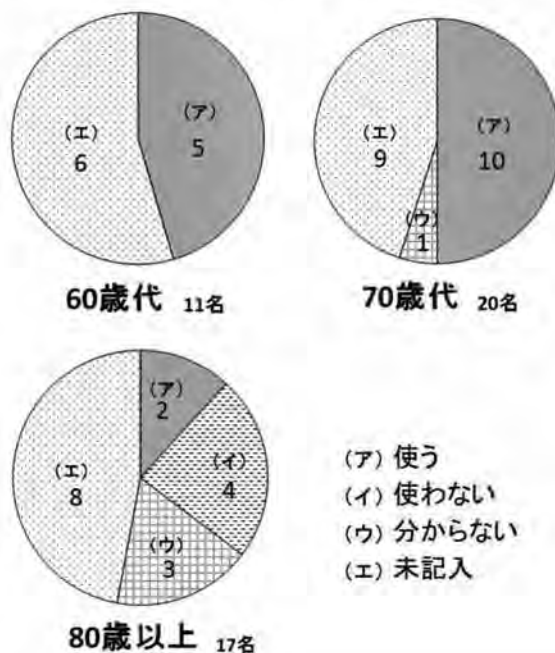
謝辞

本開発を行うにあたり、デザイン協力をしていただいた静岡県立科学技術高等学校、建築デザイン科の梶原宏真先生並びに生徒達に感謝する。

参考文献

- 1) 小松剛 他：簡単で使いやすいデジタルオーディオプレイヤーの開発 (第1報). 静岡県工業技術研究所研究報告, 第6号, 43-44 (2013).

Q. プレゼントされたら使いたいですか？



主な意見

①スピーカー	複数で聞くこともあるので良い。 音をもっと大きくしたい。
②操作・機能	スイッチが少なく、分かりやすい。 スリープタイマーは便利。
③形状	ラジカセより小さくて良い。 もっと可愛く、明るく、おしゃれにしたい。 滑らないような形状がいい。 湯呑み型は面白い。 コーヒーカップや花瓶型も面白い。
④使用シーン	手仕事中、食事中、寝るときに聴きたい。 贈り物として「名前」や「メッセージ」を入れたい。

図2 アンケートと聞き取り調査の結果

Electric Double Layer Capacitor Using Spent Coffee Grounds-Derived Activated Carbon Prepared by Steam Activation

Keisuke Kikuchi, Tomohiro Yasue, Rie Yamashita, Satoshi Sakuragawa, Masao Sudoh
and Masayuki Itagaki

水蒸気賦活したコーヒー抽出残さ活性炭を用いた電気二重層キャパシタ

静岡県工業技術研究所
静岡大学大学院工学研究科
東京理科大学理工学部工業化学科

菊池圭祐 山下里恵 櫻川智史
安江智広 須藤雅夫
板垣昌幸

Proceedings of 11th International Conference on Ecomaterials, 55-58 (2013) から
要約したものを転載

Keywords : Spent coffee grounds, Steam activation, EDLC

キーワード : コーヒー抽出残さ、水蒸気賦活、電気二重層キャパシタ

世界では、年間数百万トンものコーヒー豆が使用されている。それに伴い、大量のコーヒー抽出残さ (SCG) が排出されているが、それらの大部分は焼却処分されている。しかし、今後は環境保護の観点から、SCGを再利用することが望ましい。本研究では、水蒸気賦活SCG活性炭を開発し、電気二重層キャパシタ (EDLC) としての性能を評価した。水蒸気賦活は、水蒸気のみを用いるため、その工程はKOH賦活よりも危険が少なく簡易である。チューブ炉を用いて、800°Cにおいて40分間 (H40) および50分間 (H50) の水蒸

気賦活を行い、水蒸気賦活SCG活性炭を焼成した。窒素吸着測定を行い、t-plotから算出した比表面積は、H40、H50でそれぞれ1,215m²/g、1,418m²/gを示した。EDLC性能は、定電流充放電試験により評価した。H50は、ほぼ全てのパワー密度において、2MのKOH濃度で賦活したKOH賦活SCG活性炭よりも高いエネルギー密度を示した。安全で安価な水蒸気賦活を応用することで、低コストで高性能な水蒸気賦活SCG活性炭を開発した。

Double Layer Properties of Spent Coffee Grounds-derived Carbon Activated with Potassium Hydroxide (KOH)

Keisuke KIKUCHI, Tomohiro YASUE, Rie YAMASHITA, Satoshi SAKURAGAWA, Masao SUDO
and Masayuki ITAGAKI

水酸化カリウム (KOH) 賦活したコーヒー抽出残さの電気二重層特性

静岡県工業技術研究所	菊池圭祐	山下里恵	櫻川智史
静岡大学大学院工学研究科	安江智広	須藤雅夫	
東京理科大学理工学部工業化学科	板垣昌幸		

Electrochemistry, Vol.81, No.10, 828-832 (2013)

Keywords : EDLC, Coffee grounds, Activated carbon, KOH activation

キーワード : 電気二重層キャパシタ、コーヒー抽出残さ、活性炭、KOH賦活

コーヒー抽出残さ (SCG) は世界中で大量に廃棄されており、焼却や埋立による環境汚染が問題となっている。SCGは、炭素分を多く含んでいることや、元々多孔質構造であることから、我々はこのSCGを有用資源とみなし、炭素化することで有効活用する研究を行っている。本研究では、KOH賦活したSCG活性炭を用いて電気二重層キャパシタ (EDLC) を作製し、高性能EDLC用フェノール樹脂活性炭 (MSP-20、関西熱化学(株)製) との性能比較を行った。活性炭を導電助剤、バインダーと混練して圧延電極を作製し、コイン型

セルを組み立て、充放電試験を行った。その結果、KOH賦活により焼成したSCG活性炭を用いたEDLCは、低パワー密度ではMSP-20より低いエネルギー密度を示し性能が劣るものの、高パワー密度ではMSP-20を凌ぐエネルギー密度を達成した。細孔構造解析や交流インピーダンス測定により、KOH賦活したコーヒー抽出残さ活性炭は、マイクロ孔とメソ孔のバランスが良く、電解質イオンが活性炭表面に吸着する時に細孔内へ出入りしやすいことが要因と考えられた。廃棄されるSCGから高性能なEDLCを開発することに成功した。

Evaluation of visibility of color under a range of spectral illumination using physically based spectral rendering images

— Comparison of reaction times for colored handrail in the bathroom —

Taka-aki SUZUKI, Keizo SHINOMORI, Naoki MURAI, Yuji OZAKI and Shigeki NAKAUCHI

変角分光測色データに基づく分光レンダリング画像を用いた異なる照明下での色視認性の評価

— 浴室手すりを対象とした反応時間評価 —

機械科

高知工科大学情報学群

アロン化成株式会社

豊橋技術科学大学情報・知能工学系

鈴木敬明

篠森敬三

村井直樹 尾崎裕司

中内茂樹

Proceedings of 12th Congress of the International Colour Association (AIC 2013), 135-137 (2013)

Keywords : Evaluation of visibility, Noticeable color, Reaction time, Computer graphics, Physically based spectral rendering images

キーワード：視認性評価、色の目立ち、反応時間、コンピュータグラフィックス、物理データに基づくレンダリング

浴室の手すりの配色には、それを素早く認識し、素早くつかむために視認性に優れた配色が要求される。また、白熱電球、蛍光灯、LED照明といった波長成分が異なる光源下でも視認性がよい配色が望ましい。このように照明と配色に多くの組み合わせがある場合、製品を実際に用いて実験的に評価することは、実験の準備や被験者の負担が大きく現実的でない。そこで、本研究では、波長成分が異なる光源下での製品の視認性を評価する方法として、実測した分光データ（色材の変角分光反射率、光源の分光分布）に基づき波長ベースの光線追跡法でレンダリングしたCG画像を作成し、そのCG画像を刺激とした反応時間を計測すること、配色の視認性を評価する方法を提案する。CG画像を用いたこの評価手法は、試作の工数と評価実験の被験者の負担を軽減するだけでなく、科学的根拠に基づいた設計プロセスを実現するものである。

LCDディスプレイ上に色のついた手すり画像を提示し、被験者の反応時間を測定した。刺激画像には、

色温度5,000 Kの蛍光灯（FL_D条件）と色温度3,200 K、5,000 KのLED照明（LED_AとLED_D条件）の下で、実測した手すりの色の分光反射率を用いて分光レンダリングしたCG画像を用いた。被験者は、17名の高齢者（64～84歳、平均年齢：72.2歳）であった。3つの照明光源の結果から、青とオレンジのLED_A条件における反応時間は、それぞれ青のLED_D条件下での反応時間とFL_D条件下でのオレンジの反応時間より有意に長いことが示された。また、オレンジ色の手すりの反応時間は、FL_D条件下でピンクと赤色よりも有意に遅くはなかったが、LED_AとLED_D条件では有意に遅かった。今回の結果から、この評価手法は、様々な照明（例えば、蛍光灯やLEDなど）の下でのカラーデザインの視認性を評価するのに有効であると考えられる。また、この反応時間測定と主観的評価の両方を使用した、機能指向のカラーデザインアプローチも提案している。

静岡県工業技術研究所における薄膜の分析依頼試験

静岡県工業技術研究所 真野 毅
富士工業技術支援センター 高木 誠
静岡県工業技術研究所 田中翔悟

Analysis services of thin films in Shizuoka prefectural industrial research institute

Tsuyoshi MANO, Makoto TAKAGI and Shogo TANAKA

表面技術, 第64巻, 第6号, 343-346 (2013)

Keywords : Analysis Service, Thin Film, PVD

キーワード : 分析試験、薄膜、PVD

静岡県工業技術研究所は、地域企業に密接した技術支援機関として、研究開発と共に技術相談や依頼試験・設備使用等を通じて中小企業の技術力向上を支援している。本稿では、静岡県工業技術研究所の概要紹介と共に、薄膜に関する分析依頼試験および研究開発の取組みについて紹介した。

製品に機能や性能を付与し、品質向上にも貢献する薄膜やめっきなどの表面技術に関する企業からの技術相談は、ここ数年で増加傾向にある。特に、物理気相蒸着（PVD）法による薄膜技術は、素材への高付加価値化が期待され、製品の信頼性・安全性、環境負荷の観点からも企業からの相談ニーズが高まってい

る。当研究所では、これまでに企業から薄膜技術に関する多数の技術相談に対応して指導を行うと共に、新成長戦略研究「高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発」により新たな薄膜の利活用技術の開発を行ってきた。

地域企業の技術的支援を行ってきた工業技術研究所の役割は、近年大きく変化している。本稿で紹介した技術相談や依頼試験、研究開発だけに留まらず、企業や大学等とのコーディネートなどニーズが多様化している。今後も、地域企業に最も近い技術支援機関としての立場を活かして、ものづくりを行う企業の技術開発や課題解決を支援していく。

A Novel Animal Model of Dysphagia Following Stroke

Naoto SUGIYAMA, Eiji NISHIYAMA, Yukitoshi NISHIKAWA, Takashi SASAMURA, Shinji NAKADE,
Katsumasa OKAWA, Tadashi NAGASAWA and Akane YUKI

脳卒中嚥下障害の新規動物モデル

静岡県工業技術研究所 杉山直人 大川勝正 長澤 正 結城 茜
小野薬品工業株式会社 西山英児 西川幸俊 笹村 崇 中出眞嗣

Dysphagia, 29(1), 61-7(2014)

Keywords : Transient middle cerebral artery occlusion, Cerebral ischemia, Stroke, Dysphagia, Deglutition

キーワード : 一過性中大脳動脈閉塞、脳虚血、脳卒中、嚥下障害、嚥下

嚥下障害により生じる誤嚥は肺炎発症の危険性を高める。そのため、嚥下障害の有効な治療方法の探索に利用できる嚥下障害の新規な動物モデルの開発が求められている。そこで、嚥下障害の新規な動物モデルの開発を目的に、この研究では、脳梗塞が嚥下障害の主要因であることに着目し、脳梗塞の代表的な動物モデルである一過性中大脳動脈閉塞 (tMCAO) ラットを作成し、その嚥下反射を評価した。嚥下反射は、tMCAOラットの咽喉頭に蒸留水を10秒間注入し、その間に生じる顎舌骨筋の筋活動から測定した。手術後1～3週間後のtMCAOラットの嚥下反射を評価した結果、偽手術を施した対象に比較し、手術後2週間で嚥下

反射の回数は有意に低下し、潜時は延長し、嚥下機能の低下が認められた。一方、クエン酸やカプサイシン水溶液を注入した場合は、蒸留水に比べて嚥下反射の回数は有意な増加を示した。咽喉頭の化学刺激は、ヒト嚥下障害患者に見られる咽頭期嚥下の機能低下を改善することが知られており、この結果は、tMCAOラットはヒトで見られる脳卒中後の咽頭期嚥下の障害の特徴（惹起遅延と閾値上昇）を表していることを示している。これらのことから、tMCAOラットは嚥下障害を治療するための有効な方法を探索するのに適した動物モデルとしてのポテンシャルを有していると考えられた。

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE, NUMAZU

静岡県工業技術研究所
沼津工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所
沼津工業技術支援センター
沼津市大岡3981番地1

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE, NUMAZU
3981-1 Ooka, Numazu city, Shizuoka, 410-0022 Japan

自然界からの新たな香味を有する清酒醸造用酵母の開発（第2報）

— 分離株による清酒小仕込試験 —

バイオ科 勝山 聡 天野祥吾 岩原健二

Development of the *sake* yeast which produces new flavors from natural environment
(2nd Report)— Small scale *sake* brewing test with isolated yeast —

Satoshi KATSUYAMA, Shogo AMANO and Kenji IWAHARA

In recent years, the *sake* manufacturing industry has still been in severe situation. Since, the differentiation of *jizake* (local *sake*) has been strongly required from shizuoka *sake* manufacturers. Recently, new type of yeasts, which play an important role for *sake* brewing, has been isolated from natural environment. These yeasts contribute to the development for products which have regional and topical characteristics. In this study, the novel yeasts suitable for *sake* brewing has screened from shizuoka prefectural natural environment. Isolation of yeast has been selected by four-step enrichment culturing. About two thousands of natural samples (flowers, fruits etc.) had been collected from various regions. As a result, three samples were same level of fermentation ability compared with shizuoka prefectural original *sake* yeast HD-1. The twenty four strains isolated from three samples and were predicted *Saccharomyces cerevisiae* by these colony formations. The nine strains selected randomly from the twenty four strains were applied for new small-scale three-stage (hatsuzoe, nakazoe, tomezoe) *sake* brewing test, which considered on concentration of alcohol taking from shubo at hatsuzoe. The *sake* brewed with nine strains showed different quality from HD-1 in the point of low alcohol content and sweet-sour taste. The fermentation ability of nine strains were lower than HD-1 at early stage of brewing. The low tolerance toward lactic acid may be responsible for these characters.

Keywords : *sake*, *Saccharomyces cerevisiae*, isolation, small-scale brewing testキーワード：清酒、*Saccharomyces cerevisiae*、分離、小仕込試験

1 はじめに

近年、清酒業界は厳しい状況が続き、平成23年における全国の清酒製造数量は、平成元年の半分以下となっている¹⁾。このような状況は本県においても同様であり、清酒製造数量も、全国と比較すると緩やかではあるが、年々微減の状況が続いている²⁾。この原因として、消費者の嗜好の多様化や若年層の酒離れ等が考えられる。そのため、このような状況に対応し、かつ本県の清酒製造数量を増加させるために、本県酒造業界より地酒のさらなる差別化及び商品幅の拡大を図りたいとの要望が寄せられている。

清酒は、米及び米麴等を原料に、麴菌及び酵母の2種の微生物の働きによって造られる。まず、麴菌が米のデンプン及びタンパク質をグルコース及びアミノ酸

に分解する。これら分解物を酵母がアルコール及び香味成分へと変換することで清酒となる。つまり、清酒の香味形成には、清酒醸造用酵母（以下、清酒酵母）が重要な役割を果たしている。清酒酵母には、公益財団法人日本醸造協会が頒布する「きょうかい酵母」の他、各地方自治体や酒造メーカー等にて開発された酵母等が存在し清酒製造に使用されている。本県でも、HD-1をはじめとする本県独自の清酒酵母「静岡酵母」が県内酒蔵にのみ頒布され、商業的に使用されている。

これら清酒酵母はかつて、香味が良好な清酒醪から単離される等して開発されてきた。また、バイオテクノロジーの発展とともに、既存の清酒酵母に対して遺伝子変異処理を行うことにより、意図的に特定の香氣成分のみを高生産する酵母等が多く開発されている。こ

のような酵母で仕込まれた清酒は、清酒の香りの高さ等が重要な評価項目となる全国新酒鑑評会において優秀な成績を修めている³⁾。しかし、その一方で、全体的な香味バランスや遺伝子変異処理の弊害として生じる酵母の発酵力低下等が短所とされる場合もあり、製造現場において工夫が要求される。

近年、清酒酵母である *Saccharomyces cerevisiae* (以下、*S. cerevisiae*) は、自然界にも広く存在する酵母であることから、その土地に咲く花等から清酒醸造に適した分離が行われている^{4, 5)}。この方法によって見出された酵母はその分離源の持つイメージから地域性及び話題性のある商品開発に使用され、地酒の差別化にも貢献している。本県は、富士山をはじめとする豊かな自然やお茶やみかん等の多くの特産品を有している。そこで本研究では、静岡県地酒の更なる差別化及び商品幅の拡大を図るために、これら本県の豊かな自然を活用し、本県独自の清酒酵母を開発することとした。今回、自然界試料からの酵母分離及び分離株による清酒小仕込試験を行ったので報告する。

2 方法

2.1 試験試料

分離源として用いた自然界試料を表1に示す。採取方法等は前報⁶⁾に従った。なお、各試料を適量ずつ採取した試験用チューブ1本を1試験区とし、試験に供した試験区数及び各選抜試験を通過した試験区数等を集計した。

表1 自然界試料

試料名	採取場所	試験区数
お茶(花)	島田市、菊川市	825
みかん(花)	東伊豆町、浜松市	268
わさび(花)	伊豆市	20
いちご(花)	磐田市	34
メロン(花)	磐田市	62
河津桜	南伊豆町	104
ツツジ	沼津市	16
キンモクセイ	沼津市	105
その他	-	998
合計		2,432

2.2 酵母選抜試験

1次から3次選抜試験までは前報⁶⁾に従い、1試験の容量は10mlにて行った。4次選抜試験は、乾燥

麹(G-50、徳島製麹(株)製)及びα化米(AA-50、徳島製麹(株)製)を使用した清酒醪様培地における発酵試験を行った。清酒醪様培地には、横堀ら⁷⁾の総米55g、一段仕込みによる方法を改変し、これに3次選抜試験までの選抜条件を継続させるためにエタノールを添加した培地を用いた。乾燥麹10gに汲水77ml及び乾燥麹補填水2.5ml、乳酸0.04ml、エタノール4mlを加えた。これに3次選抜培養液9mlを添加し、水麴時間として15℃にて24時間、静置培養した。その後、α化米45g及びα化米補填水14.5mlを添加し、試験開始とした。品温は、初日から3日間は10℃、その後15℃とし、約30日目で終了とした。期間中、経時的に培地の重量を測定し、その重量減少量をアルコール発酵に伴う二酸化炭素の放出量として発酵進度の指標とした。

2.3 分離株の取得及び簡易同定試験

4次選抜試験終了後の培地を採取し、滅菌水にて適宜希釈した後、栄養寒天培地YPDに塗布した。これを30℃にて2日間培養後、検出されるコロニーを取得し分離株とした。分離株は、培養同定真菌キットID32 Cアピ(シスメックス・ビオメリュー(株)製)を用いて簡易同定試験を行った。

2.4 清酒小仕込試験

仕込配合を表2に示す。麴米として乾燥麹G-50、掛米としてα化米AA-50を使用し、実際の清酒醸造条件に合わせるため初添時に初添全量に対して約4%のエタノールを添加した。水麴時間は、初添では24時間、仲添及び留添では3~4時間とした。品温は、初添を12℃、仲添を8℃、留添を6℃とし、留添後は最高品温11℃まで1日0.5℃ずつ昇温した。また、初添の翌日は、12℃にて24時間、踊期間とした。醪

表2 仕込み配合

	初添	仲添	留添	計
総米(g)	35	70	90	200
麴米*(g)	10	14	16	40
掛米** (g)	25	56	79	160
汲水(ml)	50	80	150	280
乳酸(ml)	0.2			0.2
エタノール(ml)	4			4
酵母*** (ml)	35			35

*) 50%精米。使用時に重量の25%の補填水を添加。

**) 50%精米。使用時に重量の33%の補填水を添加。

***) YPD液体培地35mlにて30℃、2日間培養したものを集菌後、汲水に懸濁して添加。推定生菌数=7×10⁸ cells。

は経時的に重量を測定し、その重量減少量をアルコール発酵に伴う二酸化炭素の放出量として発酵進度の指標とした。醪は、発酵が緩慢となった約30日後に、遠心分離(9,000rpm, 4℃, 15min)にて上槽し、製成酒とした。

製成酒の成分分析として、アルコール分はアルコメイトAL-3(理研計器(株)製)にて測定し、日本酒度及び酸度は国税庁所定分析法⁸⁾に従い測定した。

2.5 米麴糖化培地による乳酸耐性試験

乾燥麴4.0gに汲水6mlを加え、55℃にて約6時間糖化を行った後、汲水10ml及び乳酸66 μ lを添加し、30℃以下まで急冷した。これにYPD液体培地にて30℃、2日間培養した酵母培養液1mlを添加し、30℃にて24時間培養した。培養後のアルコール生成量をアルコメイトAL-3にて測定した。

3 結果および考察

3.1 自然界からの清酒醸造用酵母の分離

県内に咲く季節の花及び特産品の花等を中心に、県内各地より自然界試料を約2,400試験区採取した(表1)。このうち、約2,000試験区について前報⁶⁾に従った1次から3次までの集積培養による選抜試験を行った。この結果、約100試験区が3次選抜まで通過した。これら3次選抜を通過した試験区の集積培養液中には、各選抜条件から清酒醸造に必要な高糖度耐性及び高アルコール度耐性、乳酸酸性耐性、低温耐性等を有する酵母が存在すると考えられた。また、Urbanczykらによると、清酒酵母は、実験室酵母と異なり、細胞増殖を終了しても休止期に入らない⁹⁾。そのため、3次培養液は、14日間の長期培養を行った集積培養液であるが、その培養液中に存在する酵母のうち、清酒醸造に適さない酵母は休止期に入り代謝活性が低い状態に、一方で、清酒醸造に適する酵母は休止期に入らず活性を維持した状態にあると考えられた。

そこで次に、この3次培養液をスターターとして用いた4次選抜試験を行った。1次から3次選抜試験では、人工合成培地を使用し酵母の増殖等を観察していた。しかし、実際の清酒醸造では、前培養として合成培地が使用されることはあるものの、主に、米及び米麴を用いた酒母及び醪中にて酵母の増殖が図られる。このため、清酒酵母には、米及び米麴等の原料による物理的ストレスに対する耐性や麴菌による糖化が同時に進む並行複発酵環境下での生育能が必要とな

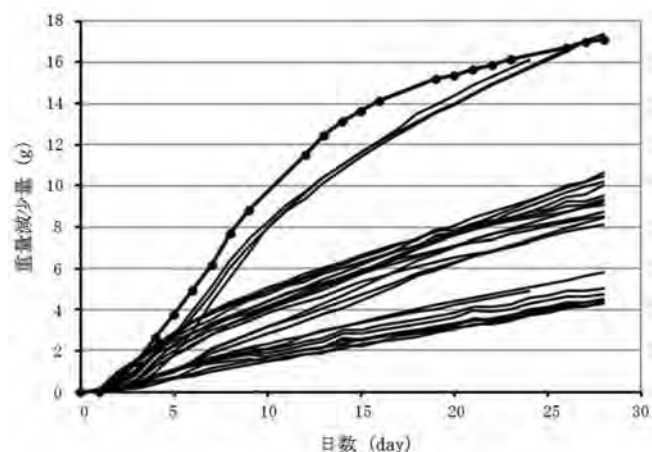


図1 4次選抜試験における培地の重量減少

● : HD-1、— : 3次選抜試験を通過した25試験区

る。そこで、4次選抜試験では、乾燥麴及び α 化米を使用した清酒醪様培地を作製し発酵試験を行った。3次選抜を通過した試験区のうち特に発泡性や増殖性が良好であった25試験区について試験したところ、3試験区が既存の清酒酵母である静岡酵母HD-1と同等の発酵力を示した(図1)。よって、これら3試験区の集積培養液中には清酒醸造に必要な諸性質を有する酵母が存在すると考えられ、これら培地から1試験区につき8株ずつ合計24株(A-1~8及びB-1~8、C-1~8)の分離株を取得した。分離株はいずれも白色からクリーム色で、平滑かつ湿性のコロニー形態を示した。なお、これら分離株の分離源は、いずれも同じ花であり採取時期及び場所も同じであったため、同じ酵母である可能性が高い。

そこで、分離株24株のうち任意の1株について簡易同定試験を行った。この結果、判定率99.7%で *S. cerevisiae* と判定され、他の23株も同様であると推察した。よって、本研究において設定した4段階の酵母選抜試験により自然界から清酒醸造に適した性質を有する *S. cerevisiae* を分離することができたと考えられた。

3.2 分離株を用いた清酒小仕込試験

取得した分離株24株のうち任意の9株(A-1~3及びB-1~3、C-1~3)を用いて清酒小仕込試験を行った。対照として、HD-1及び静岡酵母5MT-14を用いた。発酵に伴う醪の重量減少を図2に、製成酒成分を表3に示す。試験に用いたいずれの分離株も発酵経過はほとんど同様であり、最終重量減少量はHD-1よりは少ないものの5MT-14よりやや多かった(図2)。また製成酒は、アルコール度数が約12%であり、酸度はHD-1と比較すると約1.5倍高かった(表3)。このことか

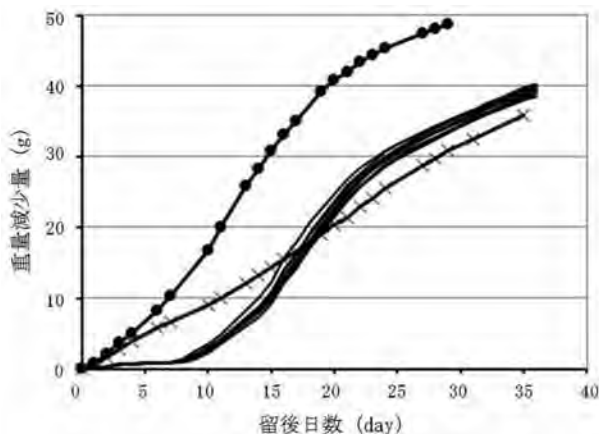


図2 分離株を用いた清酒小仕込試験における醪の重量減少

● : HD-1、× : 5MT-14
 — : 分離株A-1~3及びB-1~3、C-1~3

表3 製成酒成分

酵母	アルコール分(%)	日本酒度	酸度
HD-1	14.7	-27	2.7
5MT-14	11.0	-	2.7
A-1	11.5	-57	3.6
-2	11.2	-58	3.7
-3	11.5	-58	3.6
B-1	11.2	-59	4.0
-2	11.6	-58	3.8
-3	11.6	-55	3.9
C-1	11.3	-58	3.8
-2	11.0	-59	3.7
-3	11.5	-58	4.2

ら、今回取得した分離株は従来の静岡酵母とは異なる、「低アルコール度数で甘酸っぱい」酒質を示す清酒酵母であることがわかった。

また今回の清酒小仕込試験において、既存の清酒酵母であるHD-1と5MT-14の醪重量減少量に大きな差が生じた(図2)。この両株の発酵力については、実際の製造現場において、「HD-1は良好だが、5MT-14はそれと比較して緩慢」と評価されており、今回の結果はこれを支持していた。一方で、この両株について今回とは異なる仕込配合で清酒小仕込試験を行った既報^{10, 11)}では、発酵力の差は僅かしか確認できなかった。一般的に、ラボスケールでの清酒醸造試験である清酒小仕込試験は、既報^{10, 11)}や難波ら¹²⁾の方法(以下、

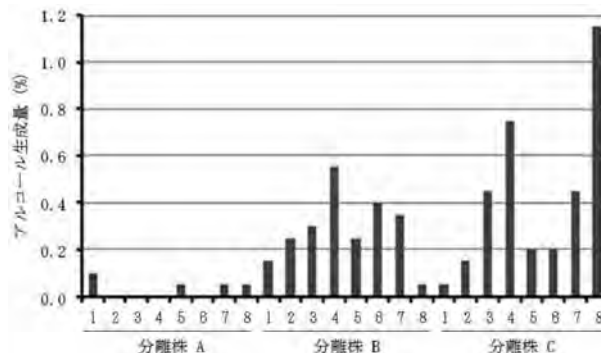


図3 各分離株の米麴糖化培地におけるアルコール生成量

従来法)にて行われる。この従来法と今回の清酒小仕込試験法の大きな違いは、初添時におけるエタノール添加の有無である。実際の清酒醸造では、初添時にエタノールの添加は行わないものの、その代わりにアルコール度数が約12%になる酒母が酵母の拡大培養液として添加される¹³⁾。そのため、初添時には、これが他の初添原料によって希釈され、初添全量に対して約4%のアルコールが酒母からの持ち込みとして含まれることになる。この実際の清酒醸造条件と従来法を比較すると、従来法は温和な条件であり、そのために酵母間の発酵力の強弱を判別しにくかったと考えられた。またそれに対して、今回の清酒小仕込試験は、実際の清酒醸造条件に近く、発酵力の強弱を明確に判別することが可能となったと考えられた。すなわち、今回の清酒小仕込試験は、既存の清酒酵母に対して発酵力の差を確認できる有効な試験法であるとともに、分離株に対しても実用化に向けて実際の清酒醸造における発酵力が良好な酵母を選択する有効な試験法であると考えられた。

3.3 米麴糖化培地を用いた分離株の乳酸耐性試験

清酒小仕込試験において、試験に供したいずれの分離株も最終重量減少量は、HD-1程ではなかったものの、5MT-14と同等またはそれ以上であった。しかし、留後7日目までの醪初期における重量減少は、これら既存の清酒酵母と比較し緩慢であった(図2)。清酒小仕込試験と同様に米及び米麴を使用した清酒醪様培地における4次選抜試験では、スターターが単離株か集積培養液かの違いはあるものの、分離株の分離源である3試験区は、試験初期における重量減少について既存清酒酵母と同等であった(図1)。この4次選抜試験と清酒小仕込試験との初期における重量減少の違いについて、両培地(または醪)における初発の乳酸濃度の違いが原因として考えられた。つま

り、分離株は4次選抜試験において既存の清酒酵母と同等の発酵力を示した試験区から分離されたが、4次選抜試験の初発乳酸濃度が清酒小仕込試験と比較し低いために、既存の清酒酵母より乳酸耐性能の弱い株も同時に分離され、結果的にそれら酵母を用いた清酒小仕込試験では初発乳酸濃度の高さから醪初期の発酵が緩慢になってしまった可能性が考えられた。そこで、取得した全ての分離株について乳酸耐性能を評価した。乳酸濃度が約0.3%の米麴糖化培地を作製し、この培地におけるアルコール生成量を測定したところ、同じ分離源由来の分離株であっても株ごとにアルコール生成量に差が生じた(図3)。さらに、今回の清酒小仕込試験に使用した分離株(A-1~3、B-1~3、C-1~3)よりもアルコール生成量が多い分離株も存在していた(図3)。よって、これらアルコール生成量が多かった分離株は、他の分離株よりも乳酸耐性能が高いと考えられた。そのため、これら分離株を用いることで醪初期における発酵力の弱さを克服することができ、さらに違った酒質の酒となる可能性が考えられた。

4 まとめ

本研究において、静岡県の豊かな自然から、清酒醸造に適した性質を有し、かつ*S. cerevisiae*と考えられる酵母を計24株分離した。分離は、清酒醸造に必要な諸性質を組み合わせた4段階の集積培養による選抜試験を設定し行った。この4段階の選抜試験を通過した試験区から酵母を分離し、そのうちの一部の分離株を用いて清酒小仕込試験を行ったところ、既存の静岡酵母とは異なる「低アルコール度数かつ甘酸っぱい」酒質を示した。また、取得した分離株の中には、乳酸耐性能の違いから更に異なる酒質を示すと考えられる酵母も存在した。

謝辞

本研究を行うにあたり、御指導いただきました東京農業大学応用生物科学部醸造科学科 進藤斉准教授に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 国税庁課税部酒税課：酒のしおり（平成25年3月公表）.
- 2) 国税庁：清酒製造業の概況（平成24年度調査分）（平成26年1月公表）.
- 3) 松丸克己 他：平成22酒造年度全国新酒鑑評会出品酒の分析について. 酒類総合研究所報告, 184, 1-15（2012）.
- 4) 柏木亨：桜から分離した酵母による清酒の商品化. 日本醸造協会誌, 97, 2-6（2002）.
- 5) 大橋正孝 他：ナラノヤエザクラの花から有用な酵母の分離とそれを使った清酒の開発. 奈良県工業技術センター研究報告, 35, 35-38（2009）.
- 6) 勝山聡 他：自然界からの新たな香味を有する清酒醸造用酵母の開発(第1報). 静岡県工業技術研究所研究報告, 第6号, 61-62（2014）.
- 7) 横堀正敏 他：微生物利用技術に関する研究 - 新規酵母の分離と食品への応用 -. 埼玉県産業技術総合センター研究報告, 5, 58-61（2007）.
- 8) (財)日本醸造協会：清酒、合成清酒, 「第四回改正国税庁所定分析法注解」, 第四回改正版 ((財)日本醸造協会, 東京), 注解編集委員会 編集, pp.7-33（1993）.
- 9) Urbanczyk H. et al. : Sake yeast strains have difficulty in entering a quiescent state after cell growth cessation. Journal of Bioscience and Bioengineering, 112(1), 44-48（2011）.
- 10) 平岡一世 他：新しい機能性酵母の開発(第5報)トリプトファンアナログ耐性株の育種. 静岡県沼津工業技術センター研究報告, 8, 1-4（2000）.
- 11) 石川晶子 他：5MT14株（トリプトファンアナログ耐性株）の改良 - 発酵性の増強について -. 静岡県沼津工業技術センター研究報告, 13, 5-8（2005）.
- 12) 難波康之祐 他：小仕込試験法の設定. 日本醸造協会雑誌, 73（4）, 295-300（1978）.
- 13) (財)日本醸造協会：酒母, 「増補改訂清酒製造技術」, 増補改訂新版 ((財)日本醸造協会, 東京), 石川雄章 他 編集, pp.167-210（2009）.

テングサから新規発酵食品の開発

バイオ科 岩原健二 勝山 聡

Development of novel fermented food from *Gelidium crinale*

Kenji IWAHARA and Satoshi KATSUYAMA

キーワード：テングサ、耐塩性酵母、発酵。

1 はじめに

静岡県における海藻の年間生産量は、テングサが約150トンと日本一であり、ヒジキ、ワカメなどの他海藻が約50トンである。テングサは、ところてん、寒天への加工、その他海藻は直接的な食用が主で発酵食品への利用はほぼない。

本研究では、テングサに含まれる多糖類を食品製造用の麹菌で単糖やオリゴ糖類に分解させ、それらを酵母で発酵させて風味を加え、海藻風味の豊かな静岡県の特産品となる新規なペースト状発酵食品の開発を目的とした。

2 方法

2.1 使用菌株

麹菌は、醤油用種麹、本醸造酒用、焼酎用K型菌、麦用専用菌、焼酎用黄麹菌及び泡盛黒麹菌（株ビオック）、テンペ菌（秋田今野商店）、酵母は、味噌・醤油醸造場から分離した耐塩性酵母を用いた¹⁾。

2.2 テングサ

マクサ (*Gelidium crinale*) はモロッコ産、水分3%程度ものを用いた。

2.3 麹菌によるテングサの発酵

テングサ重量に対して1.3倍量の水を加えて調整。オートクレーブにより殺菌、冷却後、麹菌胞子を数mg接種し、30℃で7日間培養した。

2.4 酵母による発酵

麹菌による発酵後、水と食塩、米麹を加えて60℃、60分間糖化を行った。冷却後、耐塩性酵母を 1×10^6 cell/mlになるように添加した。発酵熟成は、30℃で3日間行った。

2.5 抽出成分の分子量分布の分析

分子量標準物質としてプルラン、ラフィノース、ショ糖、グルコースを用いて高速液体クロマトグラフィーにより分析した。溶出は水、検出は示差屈折計により行った。

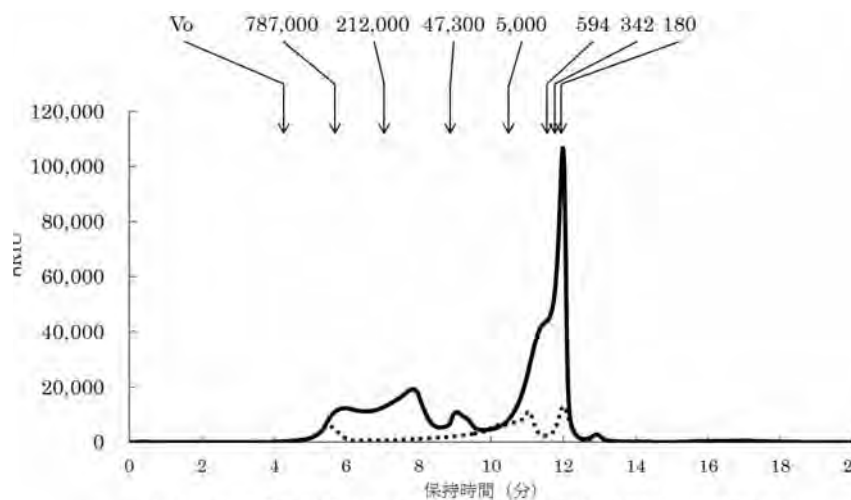


図1 前処理の有無における麹菌によるテングサの多糖類の低分子化 (ゲル濾過クロマトグラフィー分子量分布) 分子量マーカー：プルラン(787,000、212,000、47,300、5,000)、ラフィノース(594)、ショ糖(342)、グルコース(180)

.....前処理なし+麹菌 —前処理あり+麹菌

カラム：TSK-GEL G5000PWXL(300mm×7.8mm、排除限界分子量2,500,000、TOSOH社製)、流速：1 ml/min、検出：示差屈折、溶出液：水

【ノート】



写真1 麴菌処理後テングサに米麴を加えた後の耐塩性酵母による発酵

3 結果と考察

テングサの糖化に用いた麴菌の中では、黄焼耐麴の生育が最も良かった。しかし、糖化の目安となるブリックス糖度は、ほとんど上昇しなかったため、前処理の方法を検討した。食品添加物用乳酸0.5%水溶液で洗浄し水分調整後、麴菌の生育面積を拡大するために数mm程度に細断、加熱処理をした後、麴菌を接種して生育させた。その結果、テングサの水抽出多糖量の増加及び低分子化が促進された。(図1)。しかしながら、酵母が十分に発酵可能な量の糖類は生成されな

かった。そこで、発酵補助剤として米麴を加えたところ、麴菌の生成物や海藻の抽出成分による阻害は受けずに発酵が進むことが確認できた。

4 まとめ

テングサに麴菌を生育させることで、海藻の熱水抽出成分の低分子化を図ることができた。また、海藻を比較的低い濃度の乳酸で処理することも、抽出成分の低分子化に寄与した。また、麴菌処理後、塩及び米麴を加えて酵母による発酵を進めペースト状の発酵調味料原料を得ることができた。海藻成分等による酵母発酵の阻害は確認されなかった。

謝辞

本研究を進めるにあたり、御指導・御助言いただきました東京農業大学 進藤斉准教授に感謝いたします。また、テングサ試料を御提供頂きました株式会社鈴与総合研究所に感謝いたします。

参考文献

- 1) 大石一男 他：微生物を利用した新規調味料の開発．静岡県沼津工業技術センター研究報告，第8号，5-8 (2000)．

手術支援ロボットの要素技術の研究開発 (第1報)

— 手術支援ロボットの先行技術調査と医療現場のニーズ調査 —

機械電子科 鬼久保郁雄 本多正計 細野美奈子
工業技術研究所電子科 竹居 翼

Development of base technology for medical robotic device (1st Report)

— Reports of investigation on robotic technology in surgery and demands for robotic devices of medical service workers —

Ikuo ONIKUBO, Masakazu HONDA, Minako HOSONO and Tasuku TAKEI

Keywords : Research report, needs of medical service workers, surgical assist robot
キーワード : 調査報告、医療現場ニーズ、手術支援ロボット。

1 はじめに

ファルマバレープロジェクトを推進するため、医療現場のニーズを踏まえて、手術室・病室のロボット化に応用できる要素技術について研究開発を行っている。

平成25年度は、手術支援ロボットの要素技術についての先行技術調査と医療現場のロボット化に対するニーズ調査を行った。

2 方法

2.1 手術支援ロボットの先行技術調査

(1) 特許電子図書館での特許出願状況の調査

手術支援ロボットの要素技術として、主従形マニプレータに関する出願特許について調査した。

(2) 展示会等での調査

手術支援ロボットの開発状況について、大学等の研究機関と「国際モダンホスピタルショー2013」等の展示会、及び文献を調査した。

2.2 医療現場のニーズ調査

医療従事者から直接ニーズを収集するために、医療現場で意見交換を行った。また、一部の機関ではアンケートによる調査も実施した。なお、調査は静岡県立静岡がんセンター、沼津市立病院、静岡県立こども病院、東京大学医学部附属病院、新潟労災病院、札幌医科大学にて行った。

3 結果および考察

3.1 手術支援ロボットの先行技術調査

(1) 手術支援ロボットの要素技術の出願特許状況

特許電子図書館において、FI「手術用鉗子」、及びFI「手術または診断のための補助具」でかつFI「主従形マニプレータ」に分類された公開特許公報の年別の公開件数を図1に示す。2000年以降に手術支援ロボットの研究開発が進み、増加していることが分かった。

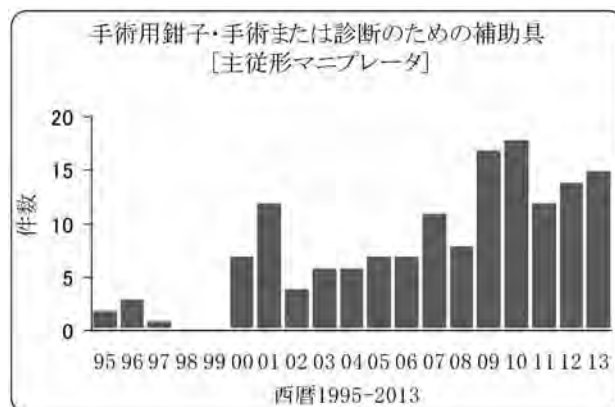


図1 特許電子図書館分類検索結果

(検索範囲1995-2013年)

FI「手術用鉗子」及びFI「手術または診断のための補助具」で、かつFI「主従型マニプレータ」に分類される公開特許公報の公開年別件数
(検索日：2014年1月9日)

(2) 展示会等での調査

手術用鉗子の先端部の力を術者に伝える機能を有した手術支援ロボットが、実用化段階にあり、この分野において先行技術の優位性を確認した。次に2件の先行開発を示す。

【ノート】

①NEDO（(独法)新エネルギー・産業技術総合開発機構）：「内視鏡下手術支援システムの研究開発」¹⁾

②東京工業大学・東京医科歯科大学：手術支援ロボットシステム「IBIS」

また、これら研究開発に関連した鉗子先端の力検出技術に関する主な出願特許を、表1、表2に示す。

表1 NEDO「内視鏡下手術支援システムの研究開発」の関連出願特許

出願人	力検出に係る主な出願特許
オリンパス株式会社	・術具装置，特願2011-107559（出願日2011.5.12）

表2 東京工業大学・東京医科歯科大学「IBIS」の関連出願特許

出願人	力検出に係る主な出願特許
国立大学法人 東京工業大学	・力算出システム，特願2011-98178（出願日2011.4.26）
国立大学法人 東京工業大学	・外力算出方法，特願2012-95039（出願日2012.4.18）

3.2 医療現場ニーズ調査

静岡がんセンターを含む6医療機関におけるニーズ調査結果のうち、主に手術室内におけるニーズを表3に、それ以外のニーズを表4に示す。

表3 手術室内におけるニーズ調査で得られた主なニーズ

・医療関連機器圧迫創傷の予防 （長時間における特殊体位手術時、チューブ・酸素マスク装着）
・カテーテルのナビゲーション
・医療機器配線の簡素化
・手術器具のカウント
・呼吸器回路の結露防止

表4 手術室以外におけるニーズ調査で得られた主なニーズ

・コードレスベッドサイドモニター （電子カルテまで心電図・尿測機等のデータをとばす）
・チューブが柔らかい・静かな・管が倒れても薬液がこぼれず噴霧可能な ネブライザー（噴霧器）
・子供が喜ぶ音が出る体温計や血圧計
・点滴漏れ早期発見システム
・リハビリ時の把持力測定
・遠隔検知可能な離床センシング
・末梢静脈留置針の自己抜去予防・保護用ジグ （ただし、夜間の針刺入部確認が容易なデザイン）
・点滴ルートや電極配線を絡まないようにするジグ
・中心静脈内鎖骨下穿刺挿入したカテーテルのルートをしめるチョッキ、カバー
・スケルトンで着脱容易なベッド柵のカバー（玩具落下防止ネット）

4 まとめ

国内において、触覚付加の手術支援ロボット開発が実用化段階にあり、先行技術の優位性を確認した。また、医療現場において、「医療関連機器圧迫創傷予防」が喫緊の課題であることが分かった。

謝辞

調査に御協力いただいた、静岡がんセンター、沼津市立病院、静岡県立こども病院、東京大学医学部附属病院、新潟労災病院、札幌医科大学、知財総合支援窓口沼津支所並びに東部地域イノベーションセンターの関係各位に感謝いたします。

参考文献

- 1) (独法)新エネルギー・産業技術総合研究開発機構 バイオテクノロジー・医療技術開発部：「内視鏡下手術支援システムの研究開発」事業原簿(公開版) (2012.9.13公表)。

Development of an anti-Norovirus single-chain Fv for immunochromatographic test kit

Michihiko NAKANO, Keita MUROFUSHI, Satoshi WATABE and Toshiya OHTA

イムノクロマトグラフ試験キットのための抗ノロウイルス一本鎖抗体の開発

九州大学工学系大学院	中野道彦
沼津工業技術支援センター	室伏敬太 太田俊也
株式会社ビーエル	渡部 聡

Journal of the Association for Rapid Method and Automation in Microbiology,
第23巻, 第2号, 69-73 (2013)

Keywords : Norwalk virus, scFv, wide reactivity, Immunochromatography
キーワード : ノロウイルス、単鎖抗体、広い反応性、免疫クロマトグラフィー

ファージディスプレイ法とバイオパンニング法を用いることで、イムノクロマト法試験キットのための抗ノロウイルス一本鎖抗体 (scFv) を開発した。ノロウイルス遺伝子型に広い反応性を持つscFvを獲得するために、11種類のノロウイルス遺伝子型を含む組換え型のノロウイルスカプシドタンパク質の混合物を用いてバイオパンニングを実施した。そして、ノロウイルスの遺伝子群の

GIとGIIの両方を認識する1つの抗ノロウイルスscFv抗体が確認された。イムノクロマトグラフィー試験片は、このscFvを使用することで作製し、糞便試料中のノロウイルスを検出した。このイムノクロマトグラフィー試験片はいくつかのモノクローナル抗体が含まれている商業的に利用可能な品と同様の感度を示した。

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE, FUJI

静岡県工業技術研究所
富士工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所
富士工業技術支援センター
静岡県富士市大淵2590番地1

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE, FUJI
2590-1 Obuchi, Fuji city, Shizuoka, 417-8550 Japan

トイレットペーパーのクレープ形状の評価法の確立

製紙科 鈴木悠介 堤 真一* 深沢博之 木野浩成

The method for assessment of figure of crepe on the toilet paper

Yusuke SUZUKI, Shinichi TSUTSUMI, Hiroyuki FUKASAWA and Hironari KINO

There are many toilet paper mills that make toilet paper from waste paper in Shizuoka Prefecture. These toilet paper mills want to improve product quality. The softness is the most important quality of toilet paper. The softness of toilet paper is very influenced by surface micro asperity that says crepe. In this study, we aimed to reveal the influence of crepe on softness of toilet paper. We examined method for assessment the figure of crepe in this year. As a result, we found the following.

- (1) The percentage of amount of crepe on the toilet paper is nearly equal to the percentage of elongation after soaking toilet paper in water.
- (2) We could measure width and height of the crepe by observing cross-section of toilet roll under a microscope.
- (3) The surface roughness tester has the potential to measure surface figure of the crepe.

Keywords : Toilet paper, softness, figure of crepe

キーワード：トイレットペーパー、クレープ、柔らかさ

1 はじめに

富士地域における製紙産業の特徴は、古紙を原料とした家庭紙メーカーが集積していることである。近年、古紙利用率の上昇に伴い、原料古紙の品質低下といった変化が起きている¹⁾。このような状況の中、大手製紙会社が製造するフレッシュパルプ製トイレットペーパーや中国等からの輸入品トイレットペーパーとの競争に打ち勝つために、価格面だけでなく、品質面で優位性を確保したい、という要望が県内家庭紙メーカーから上げられてきている。トイレットペーパーの品質で最も重要とされているのは、柔らかさである。柔らかさには、原料、厚さ、重ね枚数、加工法など多くの要因が影響している。その中で、本研究では、最も影響が大きいといわれているクレープに注目した。

クレープとは、抄紙機のドライヤーに付けられたクレーピングドクターという刃を当てることで加工されるトイレットペーパー表面の細かなシワである。クレープの形状(幅、高さ、均一性など)は、柔らかさに大きな影響を与えられている。しかし、クレープの形状は、クレーピングドクターの刃の角度や素材、ヤンキードライヤーの表面の状態などにより異なるため、複雑である。

製造現場でクレープ加工は、主にクレープ率によって管理されている。クレープ率とは、トイレットペーパーの全長にかけられたクレープ分の長さの割合である。例えば、全長110mの平坦な紙にクレープ加工を施し、全長100mになった場合、10m分がシワとなっており、クレープ率10%と表現される。実際の製造工程では、クレープ率をドライヤーの速度とリールによる巻取り速度の比を用いて①式からクレープ率を求め、原紙の状態で管理している。

$$A = (B - C) / C \times 100 \cdots \textcircled{1}$$

A : 抄紙機の設定から求めるクレープ率 (%)

B : ドライヤーの速度 (m/min)

C : リールの速度 (m/min)

現在、クレープについては、抄紙機の設定から求めるクレープ率や手触りなどの感覚評価がほとんどで、詳細なクレープの形状については分かっていない。そこで、本研究では、クレープ形状の評価法を確立することを目標とした。

*) 現 東部農林事務所

2 方法

2.1 水中伸び率の測定

リールで巻き取った直後のトイレットペーパー原紙 (a、b、c) を打抜き器により、一定の大きさ (152.4mm×15 mm) に切り出し、1 分間水に浸漬させた後の水中伸び率を測定した。製造現場で抄紙機の設定を確認し、抄紙機の設定から①式で求めたクレープ率の値と水中伸び率の値を比較した。また、水中伸び率は②式で求めた。

$$D = (E - F) / F \times 100 \dots \textcircled{2}$$

D : 水中伸び率 (%)

E : 水に浸漬後の長さ (mm)

F : 水に浸漬前の長さ (mm)

2.2 クレープの形状の断面観察

デジタルマイクロSCOPE (キーエンス(株)製VHX-100) を用いてトイレットペーパーをロールの断面方向から観察した。撮影した観察画像についてIMAGE-J (アメリカ国立衛生研究所開発によるオープンソースソフト) により明るさ・コントラストを調整し、個々のクレープについて幅と高さを計測した。試料は、3種類の市販のトイレットペーパーを用いた。試料の坪量、厚さ (10枚重ね時)、水中伸び率を表1に示す。

2.3 自動化表面試験機によるトイレットペーパー表面の形状測定

2.2で用いた市販のトイレットペーパーをロールからほどいた状態で、自動化表面試験機 (カトーテック(株)製KES-FB4-AUTO-A型) を用いて表面粗さを測定した。試料は、錘により試料幅114mmに対し、50gfの張力を加えた状態で、試料台に固定した。表面粗さは、φ0.5mmのピアノ線をホッチキスの針の様な形状にした接触子が10gfの力で試料表面をなぞった時に検出される

凹凸から求めた。

2.4 触針式表面粗さ試験機によるトイレットペーパー表面の形状測定

2.2で用いた市販のトイレットペーパーをロールからほどいた状態で、触針式表面粗さ試験機 (テーラーホブソン(株)製フォームタリサーフS4C) を用いて表面の断面曲線を測定した。試料は、平滑なガラス板の上に両面テープを用いて周囲を固定した。表面粗さは、接触半径0.002mmの接触子が0.07~0.1gfの力で試料表面をなぞった時に検出される凹凸から求めた。

3 結果および考察

3.1 クレープ率の測定

トイレットペーパー原紙について抄紙機の設定から①式で求めたクレープ率と水中伸び率を測定した結果を表2に示す。抄紙機の設定から①式で求めたクレープ率と②式で求めた水中伸び率を比較すると、概ね近い値となっていることから、水中伸び率からクレープ率を推定できる可能性があることが分かった。

3.2 クレープの形状観察結果

クレープの観察画像の一例を写真1に示した。観察画像から、各試料について1,000個のクレープにおける幅と高さを計測して分布を調べた結果を図1に示す。図1より、試料によってクレープの大きさの分布が異なっていることが分かった。各試料の水中伸び率と1,000個のクレープにおける幅と高さの平均値と80% (800個) 以上のクレープが存在している分布の範囲を表3に示す。3種類の試料においてクレープの高さに大きな差は見られないが、クレープの幅は、水中伸び率が大きな試料ほど短くなっていることが分かった。

表1 クレープ形状を測定したサンプルの物性値

試料	坪量(g/m ²)	厚さ(mm/10枚)	水中伸び率(%)
A	18.3	1.028	7.6
B	18.5	1.050	10.0
C	19.2	1.144	28.9

表2 抄紙機の設定から求めたクレープ率と水中伸び率

試料	抄紙機の設定から求めるクレープ率(%)	水中伸び率(%)
a	13.1	11.8
b	16.8	15.8
c	15.0	13.8



写真1 トイレットロールの断面方向からの観察画像（175倍）

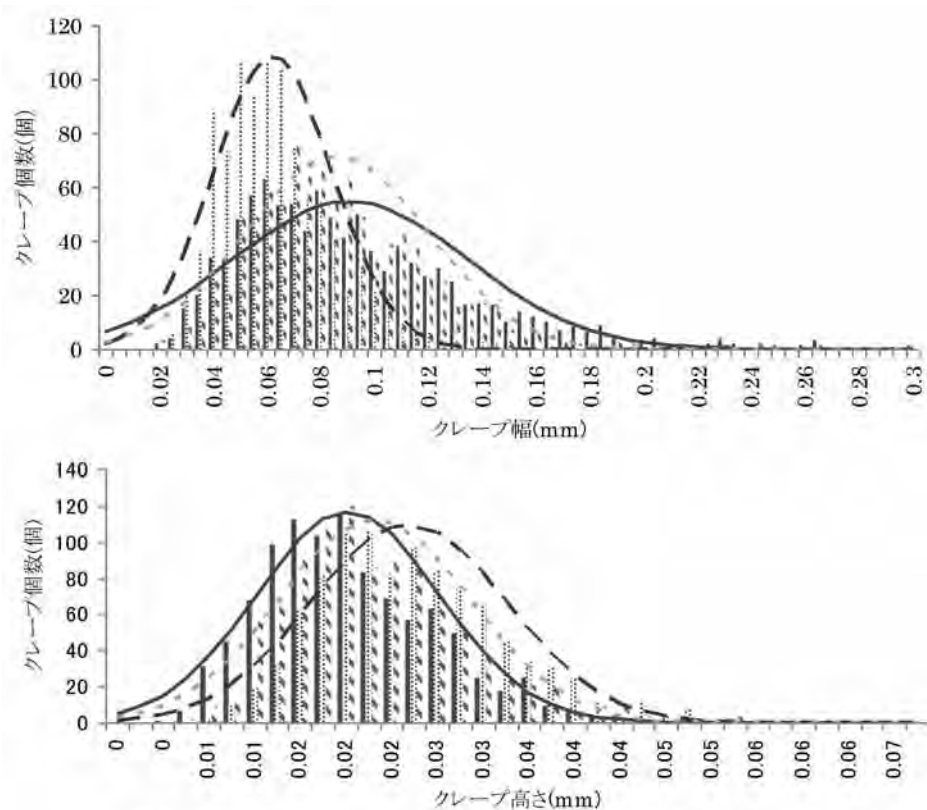


図1 クレープの大きさの分布（上図：クレープ幅、下図：クレープ高さ）

A
 B
 C
 A(近似曲線)
 B(近似曲線)
 C(近似曲線)

表3 各試料の水中伸び率と幅と高さの分布

試料名	水中伸び率 (%)	平均値		80%以上のクレープの範囲	
		幅(mm)	高さ(mm)	幅(mm)	高さ(mm)
A	7.6	0.091	0.020	0.040~0.130	0.012~0.030
B	10.0	0.086	0.023	0.040~0.115	0.012~0.030
C	28.9	0.062	0.026	0.040~0.085	0.016~0.034

3.3 表面粗さ測定結果

自動化表面試験機により測定した粗さ曲線を図2、触針式表面粗さ試験機により測定した断面曲線を図3に示す。図2、図3には、ロールを断面方向から観察し、計測したクレープの幅と高さの平均値を用いてクレープ形状を均一な正弦波と仮定した波形を破線で示した。自動化表面試験機で測定した粗さ曲線は、はっきりとした凹凸が見られなかった。自動化表面試験機における接触子は、φ0.5mmであり、クレープの大きさよりも大きいことや測定時に試料に加えられる10gfの接触圧が強すぎてクレープの山を潰していると考えられる。このことから自動化表面試験機による表面粗さ測定はクレープ形状の測定には適さないことが分かった。

触針式表面粗さ試験機の断面曲線は、大きな凹凸波形と小さな凹凸波形を繰り返し測定できた。触針式表面粗さ試験機の接触子の半径は0.002mmと非常に小さく、測定時に試料に加えられる接触圧も0.07~0.1gfと小さいため、自動化表面試験機よりも詳細に表面の形状を測定できたと考えられる。そこで、得られた断面曲線から、粗さ曲線用のカットオフ値を設定し、設定

値(0.25mm、0.8mm、2.5mm)以上の周期の波をカットした時の十点平均粗さ(Rz値)と凹凸の平均距離(Sm値)を求めた。測定したRz値とSm値、ロールの断面乾観察から計測したクレープの幅と高さの平均値を表4に示す。Rz値はC>B>Aの順になっており、Sm値はB>A>Cの順であり、試料ごとに値の差が見られた。Rz値とロールの断面観察から計測したクレープの高さを比較すると、Rz値の方が大きな値となっていた。これは、Rz値は高い山5点と深い谷5点の平均値であり、大きなクレープの値のみで算出しているためと考えられる。Sm値とロールの断面観察から計測したクレープの幅を比較すると、Sm値の方が大きな値となっていた。これは、Sm値が基準線(図3のX軸)と凹凸が交わる交点の平均距離であるため、基準線を超えないような小さな凹凸は計算に含んでいないため、大きな値となっていると考えられる。断面曲線を見ると小さな凹凸についても計測ができているため、触針式表面粗さ試験機を用いてほどこいた状態のクレープ形状を測定できる可能性があると考えられる。今後、測定条件や粗さパラメータの解析条件をより詳細に検討したい。

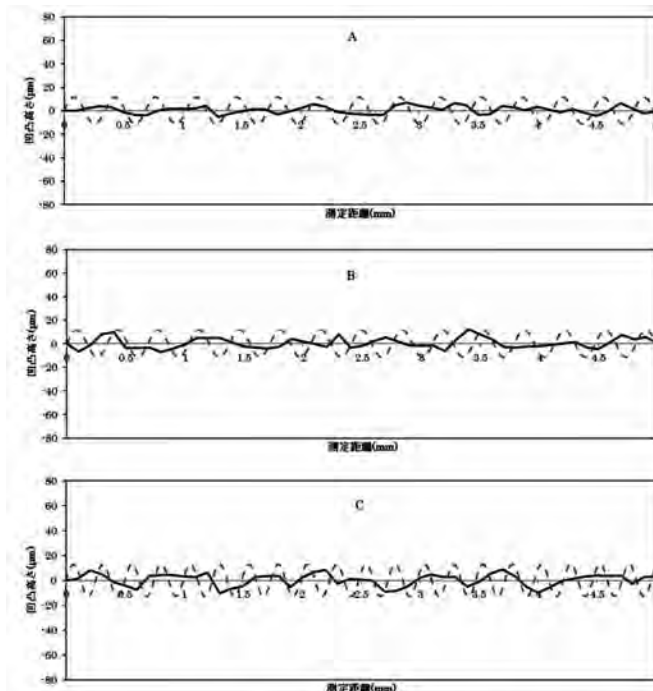


図2 自動化表面試験機で測定したクレープ形状
—実測 — 観察

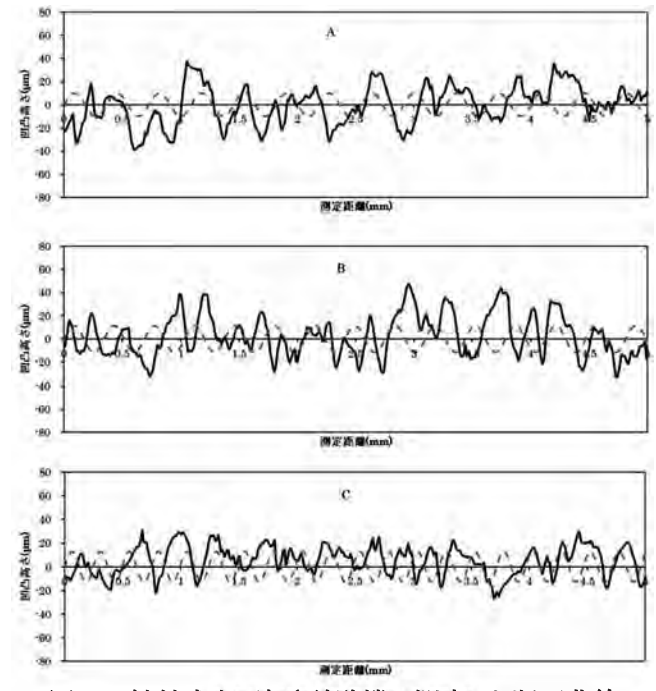


図3 触針式表面粗さ試験機で測定した断面曲線
—実測 — 観察

表4 粗さパラメーターとロールの断面観察から計測したクレープの幅と高さ

試料	カットオフ値	粗さパラメーター(mm)		ロールの断面観察による計測(mm)	
		Rz	Sm	高さ	幅
A	0.25	0.024	0.073	0.020	0.091
	0.8	0.048	0.152		
	2.5	0.065	0.256		
B	0.25	0.027	0.081	0.023	0.086
	0.8	0.060	0.196		
	2.5	0.079	0.296		
C	0.25	0.035	0.081	0.026	0.062
	0.8	0.069	0.145		
	2.5	0.093	0.225		

3.4 簡易的なクレープ形状モデルを用いたクレープ率の計算

ロールで巻き取った直後のトイレトペーパー原紙では、抄紙機の設定から計算で求めたクレープ率と水中伸び率が近い値を示していた。このことから、クレープ率は、水中伸び率から推定できることがわかった。2.2で用いた市販のトイレトペーパーについてロールの断面方向から計測したクレープの幅と高さの平均値からクレープ率を推定し、水中伸び率と比較した。ここでのクレープ率の推定は、均一な三角形波の繰り返しである簡易的なクレープ形状モデルを想定した。想定した簡易的なクレープ形状モデルを図4に示す。簡易的なクレープ形状モデルの幅と高さは、ロールの断面方向から計測した1,000個のクレープにおける平均値を用いた。この時、簡易的なクレープ形状モデルのクレープ分の長さは、三角形における斜辺の長さに相当すると考え、水中伸び率を求める②式を参考に③式で簡易的なクレープ形状モデルのクレープ率を計算した。

$$G = (2H - I) / I \cdots \textcircled{3}$$

G : 簡易的なクレープモデルのクレープ率 (%)

H : 簡易的なクレープモデルの斜辺の長さ (mm)

I : 簡易的なクレープモデルの幅の長さ (mm)

水中伸び率と簡易的なクレープ形状モデルに用いた幅と高さ、③式で求めた簡易的なクレープ形状モデルのクレープ率を表5に示す。水中伸び率と簡易的なクレープ形状モデルのクレープ率は、近い値であったため、ロールの断面方向から計測したクレープの幅と高さは、概ね正確であったと考えられる。この時、簡易的なクレープ形状モデルにおけるクレープ率の方が大きな値となっていた。これは、観察した実際のクレープ形状は、均一な凹凸の繰り返しではなく、凹凸がある部分と凹凸がない部分があったのに対し、簡易的なクレープ形状モデルでは、全長にわたって均一な凹凸があることを想定しているため、誤差が生じたと考えられる。今後、やわらかさとの関係を検討する上で、クレープの幅や高さだけでなく、一定距離におけるクレープの個数などの均一性についても評価が必要となる可能性があると考えられる。

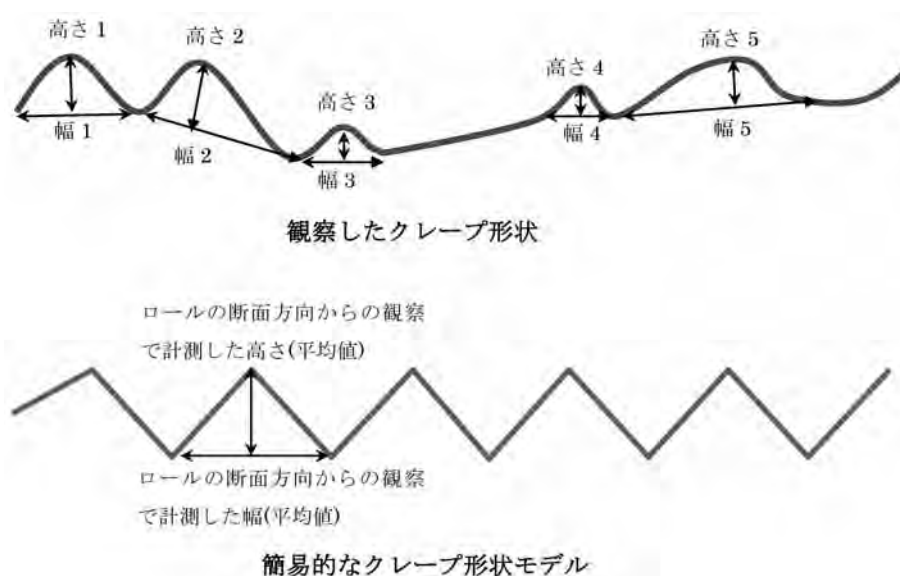


図4 想定した簡易的なクレープ形状モデル

表5 水中伸び率と簡易的なクレープ形状から計算で求めたクレープ率

試料	水中伸び率 (%)	簡易的なクレープ形状モデル		
		幅(mm)	高さ(mm)	クレープ率(%)
A	7.6	0.091	0.020	9.9
B	10.0	0.086	0.023	12.9
C	28.9	0.062	0.026	30.5

4 まとめ

- (1) トイレtp紙を水に浸漬させた時の伸びから、製造工程でドライヤーとリールによる巻取り速度の比で管理されているクレープ率を推測できることが分かった。
- (2) トイレtp紙をロールの断面方向からデジタルマイクロスコープを用いて観察し、クレープの幅と高さを計測した。ここで計測した幅と高さから簡易的なクレープ形状モデルを想定し、計算したところ、水中伸び率と近いクレープ率の値が得られた。
- (3) 自動化表面試験機による表面粗さ測定は、クレープ形状を正確に測定できないことが分かった。
- (4) 触針式表面粗さ試験機を用いてトイレtp紙

をロールからほどいた状態でクレープの幅や高さを測定できる可能性があり、より詳細に検討する必要がある。

謝辞

本研究を行うにあたりトイレtp紙原紙および製品の提供に御協力いただいた県内家庭紙メーカーの皆様に深く感謝する。

参考文献

- 1) (公財) 古紙再生促進センター：古紙の品質を守るために異物混入の現状と対策 (2013.5公表)。

紙に含まれる木材パルプの複合的評価手法の開発（第1報）

— 紙のLBKPとNBKPの定性・定量分析、ろ水度の評価 —

製紙科 河部千香 深沢博之

The Research about the New Evaluation Method of Wood Pulp in Paper
(1st Report)

— Qualitative and quantitative analysis of LBKP and NBKP, and evaluation of drainability —

Chika KAWABE and Hiroyuki FUKASAWA

NIRS (Near Infrared Spectroscopy) has been applied in some fields such as medicines, chemicals and agricultural products. In this report, NIRS was applied to paper sheets to analyze the contained pulp (LBKP (Laubholz Bleached Kraft Pulp) and NBKP (Nadelholz Bleached Kraft Pulp)) qualitatively and quantitatively and to evaluate the drainability. Fiber identification of LBKP and NBKP could be achieved by PCA (Principal Component Analysis) of NIR (Near Infrared) spectra. The content of LBKP in the mixture of LBKP and NBKP could be determined by PLSR (Partial Least Squares Regression) of IR (Infrared) spectra or NIR spectra within relative errors of 7.7%, and NIRS could estimate more precisely than IR spectroscopy. The NIR technique is faster than staining techniques, and does not require special training. NIRS could also be used to estimate the drainability of LBKP; that is, the predicted value was very close to the measured value. If we could have tested a wider variety of samples, if we had more time, and if we could have optimized the analysis condition, it would be possible to estimate more precisely.

Keywords : NIRS, PCA, Kraft Pulp, qualitative and quantitative analysis, drainability.

キーワード：近赤外分光法、主成分分析、クラフトパルプ、定性・定量分析、ろ水度

1 はじめに

静岡県内の製紙工場で消費する製紙原料の約8割が古紙である¹⁾。各工場に収集される古紙は、使用された目的・回数などによってパルプ繊維の種類や紙の劣化度合いなどが様々である。従来、製造現場の長年の経験や勘によりパルプ繊維の種類や劣化度合いを判断しているが、客観的に判断できればより安定した原料の供給につながる。そこで本研究では、近赤外分光法 (Near Infrared Spectroscopy; NIRS) を用いて紙に含まれる木材パルプを複合的に評価する新たな手法の開発を目指すこととした。

NIRSはすでに食品²⁻⁴⁾・薬品・化学工業などの分野で実用化されており、正確性や簡便性から多くの注目を集めている。製紙分野でもオンライン水分計などとして多くの工場で利用されており、パルプの成分分析⁵⁾や広葉樹パルプと針葉樹パルプの定性・定量分析⁶⁾など多くの研究がなされている。しかし、水分計以外の用途について、まだまだ製紙業界に浸透している

とは言い難い。

平成25年度は、広葉樹漂白クラフトパルプ(LBKP)と針葉樹漂白クラフトパルプ (NBKP) から作製した紙のLBKPとNBKPの定性・定量分析、パルプのろ水度の評価を行ったので報告する。

2 方法

2.1 LBKPとNBKPの定性・定量分析

(1) 原料

市販のLBKP (A~Hの計8種) とNBKP(I~Kの計3種) のパルプシートを用いた。A~Kの未叩解時のろ水度はそれぞれ674、606、613、643、629、614、654、572、722、709、775 mL CSFであった。

(2) 試料の作製

原料をそれぞれ熊谷理機工業(株)製大型パルプ離解機 (30 L) を用いて原料濃度3%で離解し、JIS P 8221-1に規定されているビーターでろ水度400 mL CSFとなるように原料濃度2.6%で叩解した。LBKPの配合

率が0、20、40、60、80、100%になるようにLBKPとNBKPを混合し、計51種類のスラリーを調製した。その後、JIS P 8222 7.1-7.3に準じて湿紙を作製し、回転ドライヤーにより110℃で2分間乾燥した。

(3) 染色法による繊維組成試験

JIS P 8120のC染色液により染色し、定性・定量分析を行った。ただし、重み係数はJIS P 8120附属書3表1を参考に、LBKPは0.45、NBKPは0.9とした。

(4) 赤外スペクトル測定

23℃±1℃、(50±2)%r.h.の環境下で24時間以上放置した試料について、同環境の下で測定を行った。日本分光(株)製FT/IR-6100を用い、一回反射ATR法により波数領域4,000-400 cm⁻¹を測定した(分解能4 cm⁻¹)。試料の不均一性を考慮し、2 cm角の試料5枚をそれぞれ2回ずつ測定し、計10回の測定を行った。

(5) 赤外スペクトル解析

スペクトルの測定結果の解析には、CAMO社製 The Unscrambler® X ver.10.3を使用した。得られたスペクトルはSNV標準正規化および平滑化または二次微分を行った後、4,000-800 cm⁻¹の範囲内で主成分分析(Principal Component Analysis; PCA)およびPLS(Partial Least Squares)回帰分析を行った。

(6) 近赤外スペクトル測定

約20℃、約50%r.h.の環境下で24時間以上放置した試料を、室温ですばやく測定した。測定はBruker社製matrix-Fを用いて行い、拡散反射法により波長領域10,000-4,000 cm⁻¹を測定した(分解能8 cm⁻¹)。試料は、1 cm角に裁断した試料を5枚重ねて5回ずつ測定した。

(7) 近赤外スペクトル解析

スペクトルの測定結果の解析には、The Unscrambler® X ver.10.3を使用した。得られたスペクトルは二次微分を行った後、8,130-4,050 cm⁻¹の範囲内でPCAおよびPLS回帰分析を行った。

2.2 ろ水度の評価

(1) 原料

市販のLBKPのパルプシートを用いた。ただし、未叩解時のろ水度は674 mL CSFであった。

(2) 試料の作製

原料を熊谷理機工業(株)製大型パルプ離解機(30 L)を用いて原料濃度3%で離解し、JIS P 8221-1に規定されているビーターで原料濃度2.6%で0、20、40、80、120分間叩解した。その後、それぞれJIS P 8222

7.1-7.3に準じて湿紙を作製し、回転ドライヤーにより110℃で2分間乾燥した。

(3) 近赤外スペクトル測定

2.1 (6)と同様の方法で行った。

(4) 近赤外スペクトル解析

スペクトルの測定結果の解析にはThe Unscrambler® X ver.10.3を使用した。得られたスペクトルは二次微分を行った後、全波数領域でPCAおよびPLS回帰分析を行った。

3 結果および考察

3.1 LBKPとNBKPの定性分析

(1) 赤外スペクトルの観察

まず、LBKPとNBKPのそれぞれのスペクトルの特徴を把握することとした。LBKPとNBKPのサンプルのスペクトルを比較すると共に主成分がセルロースであり、スペクトルは非常に類似していた。詳細を比較すると、1,453-811 cm⁻¹にLBKPとNBKPで吸収の強度が大きく異なるいくつかのバンドが観測された(図1)。

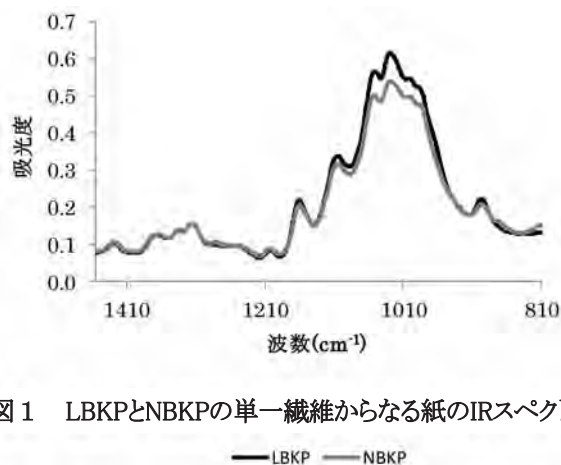


図1 LBKPとNBKPの単一繊維からなる紙のIRスペクトル

LBKPよりもNBKPの方が強い吸収を示したバンドはそれぞれホロセルロースやリグニン由来の振動の結合音あるいは倍音に帰属できた⁷⁾。セルロースやリグニンが広葉樹に比べて針葉樹の方が多く知られており、多くのバンドでNBKPの吸収の方が強かったことと一致する。特に811 cm⁻¹のバンドもLBKPよりもNBKPの吸収が強く、このバンドはグルコマンナン由来のバンドであると帰属できた。グルコマンナンは針葉樹に多く含まれていることが知られており⁸⁾、LBKPよりNBKPの吸収が強いことの説明が見つかる。

NBKPよりもLBKPの吸収の方が強いバンドについて詳細を比較するために、1,200-850 cm⁻¹の領域内で二次微分を行った(図2)。1,182-870 cm⁻¹の領域内

に14個のバンドが観測され、1個のバンドで両方の吸収がほぼ等しかったが、7個のバンドでNBKPの吸収の方が強く、6個のバンドでLBKPの吸収の方が強かった。この領域ではLBKPまたはNBKPのそれぞれに特有のヘミセルロースのほか、紙中のセルロース、ヘミセルロース、リグニンなどが分子間で互いに相互作用して、バンドが複雑に重なり合っていると推測する。そのため、いくつかのバンドは帰属できなかった。

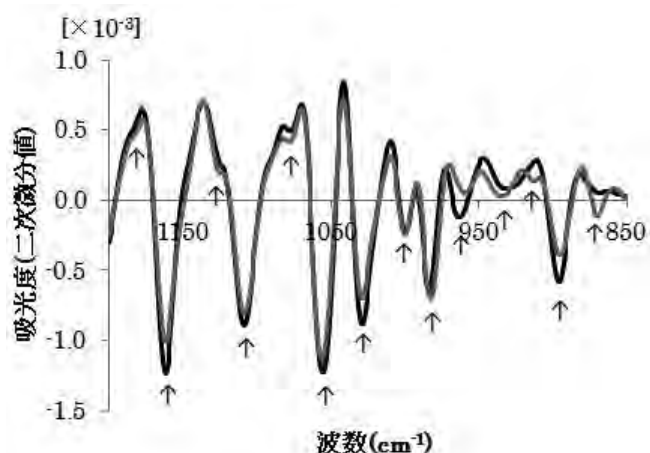


図2 LBKPとNBKPの単一繊維からなる紙の二次微分スペクトル

(2) 赤外スペクトルのPCAによる繊維鑑別

はじめに、PCAにより単一繊維からなる試料の繊維鑑別を行った。その結果(第1主成分(PC1)対第2主成分(PC2)の主成分スコアプロット)を図3に示す。LBKPの1種類については比較的他のLBKPと離れてはいるものの、PC2に注目すると、LBKPとNBKPのプロットが明確に分離しているのがわかる。このことから、赤外分光法により定性分析が可能であることが分かる。

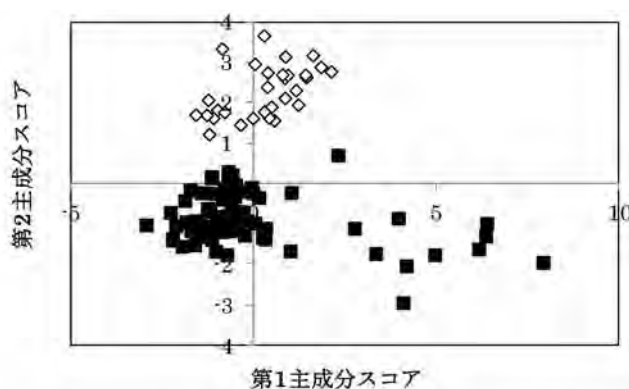


図3 IRスペクトルのPCAから得られたLBKPとNBKPの単一繊維からなる紙のPCAスコアプロット
■ : LBKP、◇ : NBKP

(3) 近赤外スペクトルの観察

まずLBKPとNBKPのそれぞれのスペクトルの特徴を観察した。図4に各々のサンプルの前処理後のスペクトルをLBKP、NBKPのそれぞれについて平均化したスペクトル(8,000-4,000 cm^{-1})を示す。LBKPとNBKPが明確に分離できたバンドが11個観測され、それらのバンドの帰属⁹⁾を表1にまとめる。セルロース由来であると帰属された5個のバンドは、比較的目立ったバンドとして観測された。この他、リグニン、ヘミセルロース由来であると帰属されるバンドも観測され、ほぼ全てのバンドでLBKPに比べてNBKPの吸収が強い結果が得られた。セルロースやリグニンの量は広葉樹に比べて針葉樹の方が多く、LBKPに比べてNBKPの吸収が強いことの説明がつく。また、6,707 cm^{-1} のバンドはグルコマンナン由来であると帰属され、LBKPに比べてNBKPの吸収が強いことと一致している。5,817 cm^{-1} の吸収バンドはNBKPに比べてLBKPが強かった。セルロース、ヘミセルロース、リグニン由来の11個のバンドによりLBKPとNBKPが明確に区別できることが期待できる。

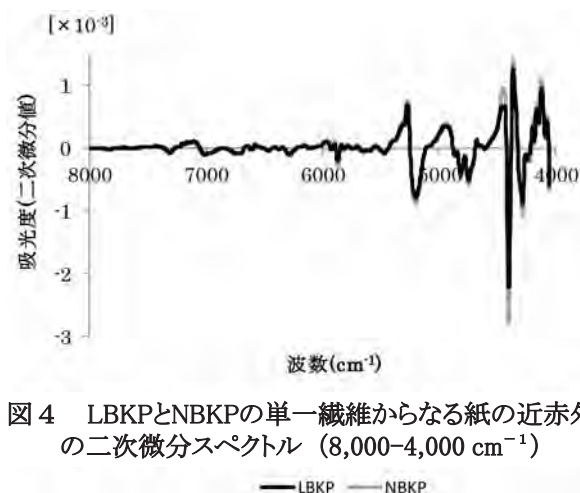


図4 LBKPとNBKPの単一繊維からなる紙の近赤外領域の二次微分スペクトル(8,000-4,000 cm^{-1})

(4) 近赤外スペクトルのPCAによる繊維鑑別

PCAにより単一繊維からなる試料の繊維鑑別を行った。その結果(PC1対PC2の主成分スコアプロット)を図5に示す。PC1に注目すると、LBKPとNBKPのプロットが明確に分離している。つまり、ここで得られたPC1スコアにより定性分析が可能であることが分かる。

表1 NIRスペクトルにおいてLBKPとNBKPで強度の異なるバンドの帰属

波数(cm ⁻¹)	成分	振動	備考
7309	ヘミセルロースなど	C-H伸縮第一倍音+C-H変角基本音	
6753	セルロース	O-H伸縮第一倍音	セミクリスタル領域
6707	ヘミセルロース	O-H伸縮第一倍音	グルコマンナン の分子内水素結合
6472	セルロース	O-H伸縮第一倍音	セルロースの分子 内水素結合
6287	セルロース	O-H伸縮第一倍音	セルロース I _β の水 素結合
5867	ヘミセルロース	C-H伸縮第一倍音	CH ₂ 基
5817	リグニン、ヘミセル ロース、セルロース	C-H伸縮第一倍音	CH ₃ 基
5469	セルロース	O-H伸縮基本音+C-O伸縮第二倍音	
4810	セルロース	O-H伸縮基本音+C-H変角基本音	
4744	セルロース	O-H変角基本音+O-H伸縮基本音	
4281	セルロース、ヘミセ ルロース、リグニン	C-H伸縮基本音+C-H変角基本音 または C-H伸縮基本音+C-H ₂ 変角基本音	

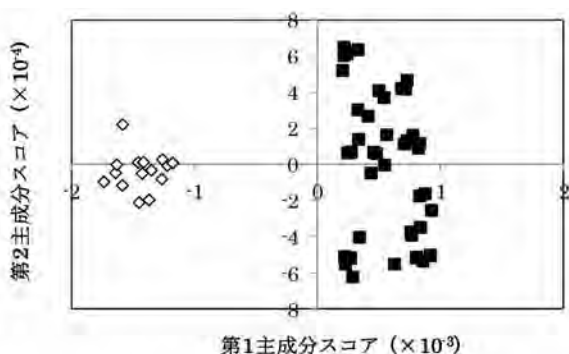


図5 NIRスペクトルから得られたLBKPとNBKPの単一繊維からなる紙のスコアプロット
■ : LBKP、◇ : NBKP

3.2 LBKPとNBKPの定量分析

(1) 染色法による定量分析

従来通り、C染色液を用いた染色法により繊維鑑別を行った。この手法はヘミセルロースにヨウ素が吸着し、吸着量の違いにより色の違いが発現するというものである¹⁰⁾。吸着量はリグニンの量にも影響を受ける。今回扱ったLBKPとNBKPはどちらも主成分がセルロースであり、できる限りリグニンを取り除いた試料であるため、色の判別は難しい。繊維鑑別の結果について、横軸に基準値、縦軸に測定値をとり図6に示す。その結果、R²決定係数が1.0に極めて近く、精度よく定量分析可能であると言える。JIS規格の試験法では判定した繊維

の総数が600本以上になるまで計測すると定められているが、さらに多くの繊維を計測することや、試料の不均一性を考慮し、試験回数を増やすことにより、測定値の誤差は小さくなり、真の値に近づくと考えられる。また、今回重み係数を固定して行ったが、繊維粗度から正確に重み係数を算出することで値の正確さが向上する。ただし、経験にもよると思われるが、試験1回分の染色およびスライドの調製、繊維の計測だけでも約1時間要したうえに、染色液の調製にも時間を要した。数回のスペクトル測定が数分でできる赤外・近赤外分光法と比較して、染色法にはかなり長い時間が必要であると言える。

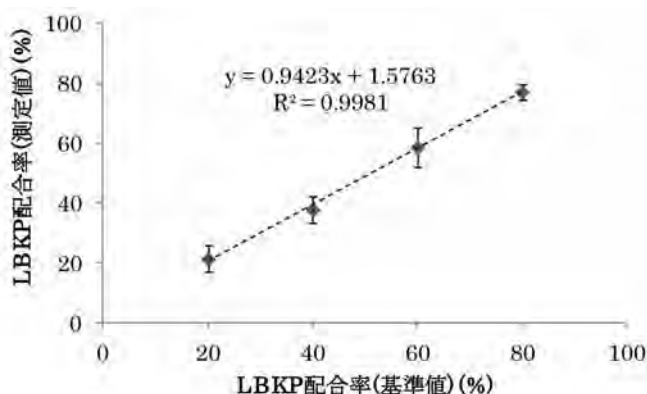


図6 染色法による定量分析におけるLBKP配合率の基準値に対する測定値 (エラーバーはそれぞれLBKP配合率20, 40, 80% (n=8)、60% (n=7)の95%信頼区間を示す)

【報告】

(2) 赤外スペクトルのPLS回帰分析による繊維鑑別

PCAの結果からLBKPとNBKPが明確に分離され、定量的に分析できることが期待できた。そこでPLS回帰分析を行った。まず、PC1対PC2の主成分スコアプロットを図7に示す。PC1に注目した場合、スコアが大きくなるにつれて、LBKPの配合率が高くなっていることが分かる。PC1のローディング結果はPCAの結果におけるPC2と非常に似ており、この定量分析において、説明変数をセルロース・ヘミセルロース・リグニンの割合としてLBKP配合率を算出できると言える。PLS回帰分析の結果を図8に示すが、成分数を7つとした時、 R^2 決定係数0.95、モデル構築用試料の推定濃度誤差の標準偏差 (Root Mean Square Error of Calibration; RMSEC) 7.67であった。ただし、RMSECは次式により計算した。

$$RMSEC = (\sum (X - Y)^2 / n)^{1/2}$$

ここで、XはLBKP配合率 (基準値) (%)、Yは

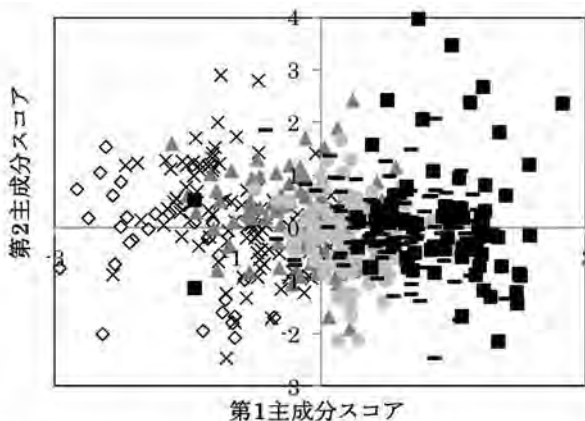


図7 IRスペクトルのPLS回帰分析から得られたLBKPとNBKPを混合した紙のスコアプロット

◇ : 0%、× : 20%、▲ : 40%、● : 60%、
- : 80%、■ : 100% (LBKP配合率)。

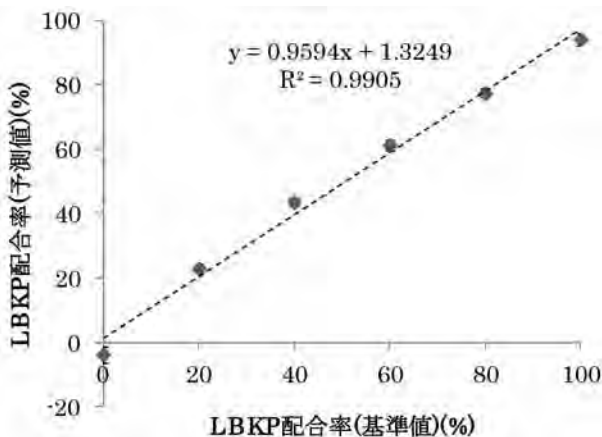


図8 LBKP配合率 (基準値) に対するIRスペクトルのPLS回帰分析から得られたLBKP配合率 (予測値) (エラーバーはそれぞれLBKP配合率0% (n=30)、20-80% (n=100)、100% (n=80)の95%信頼区間を示す)

LBKP配合率 (PLS回帰分析により求めた予測値) (%), nはサンプル数を示す。

(3) 近赤外スペクトルのPLS回帰分析による繊維鑑別

PCAの結果からLBKPとNBKPが明確に分離され、定量的に分析できることが期待できる。そこでPLS回帰分析を行った。PC1対PC2の主成分スコアプロットを図9に示す。PC1に注目すると、LBKP配合率が高くなるに従ってスコアが大きくなった。ただし、サンプルEに関しては他と挙動が異なっていたため、データを除外してあり、他のサンプルと挙動が異なる原因を追究する必要がある。PC1に分類された説明変数は、PCAの解析時と同様、セルロース・ヘミセルロース・リグニンを示した。LBKPを配合した割合とPC1スコアの間関係を見ると直線関係を示し、 R^2 決定係数が0.90と相関が高かった。最適な成分の数として成分数を3つとしたPLS回帰分析による予測の結果を図10に示すが、 R^2 決定係数が0.93、RMSECが7.74と精度よく、予測可能であることが分かった。

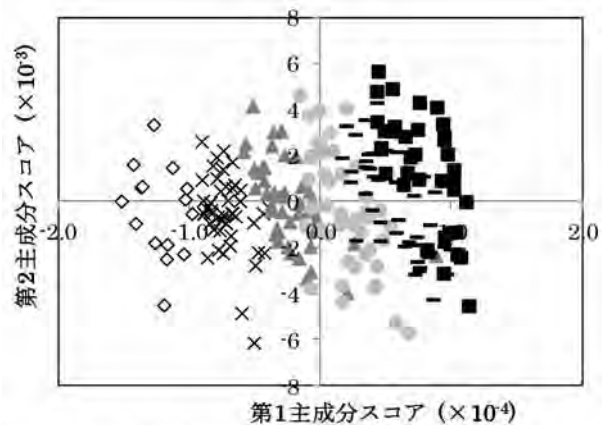


図9 NIRスペクトルのPLS回帰分析から得られたLBKPとNBKPを混合した紙のスコアプロット

◇ : 0%、× : 20%、▲ : 40%、● : 60%、
- : 80%、■ : 100% (LBKP配合率)。

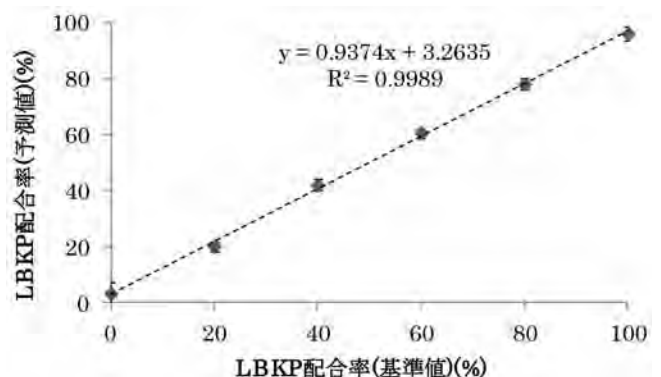


図10 LBKP配合率 (基準値) に対するNIRスペクトルのPLS回帰分析から得られたLBKP配合率 (予測値) (エラーバーはそれぞれLBKP配合率0% (n=15)、20% (n=45)、40% (n=44)、60% (n=44)、80% (n=45)、100% (n=35)の95%信頼区間を示す)

3.3 ろ水度の評価

(1) 近赤外スペクトルの観察

まず赤外スペクトルの観察を行ったが、傾向をもった変化を示さず、赤外スペクトルの解析では評価が困難であると言える。これは赤外スペクトルでは1つの吸収帯に複数のバンドが重なり分離できなかったことによると考えられる。そこで近赤外スペクトルの測定を行った。それぞれのスペクトルの特徴を把握することとする。スペクトルは $5,200\text{ cm}^{-1}$ (水のO-H逆対称伸縮基本音+O-H変角、図11) と $7,010\text{ cm}^{-1}$ (非晶領域のセルロースまたは水のO-H対称伸縮基本音+O-H逆対称伸縮基本音) にろ水度により変化する特徴的なピークが観測された。このことから、叩解を進めるに従って紙中の水分は多くなり、セルロースはより非晶化していると考えられる。

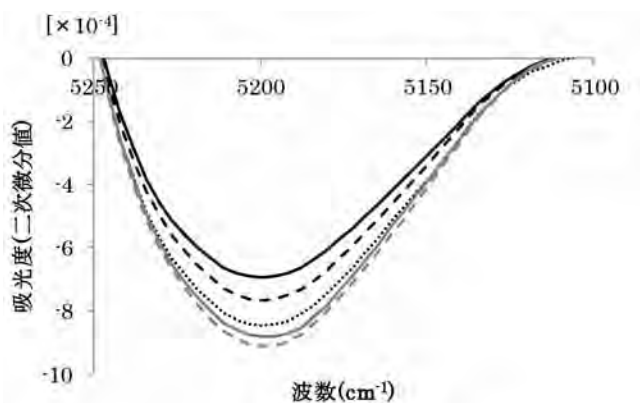


図11 叩解に伴う近赤外領域の吸光度の二次微分スペクトルの変化 ($5,250\text{--}5,100\text{ cm}^{-1}$)

— 674 mL CSF - - - 576 mL CSF 399 mL CSF
 — 130 mL CSF - - - 72 mL CSF

(2) 近赤外スペクトルのPLS回帰分析によるろ水度の評価

近赤外スペクトルのPLS回帰分析を行った。スペクトルの観察において注目した $5,200\text{ cm}^{-1}$ と $7,010\text{ cm}^{-1}$ のバンドはPC1として分類され、PC1のスペクトルへの寄与率は91%と大変高い値を示した。ろ水度に対するPC1スコアの関係を見ると、 R^2 決定係数が0.94と相関が高いことが示された。図12にJIS法により測定したろ水度に対するNIRSにより求めた予測値を示す。 R^2 決定係数が0.91、RMSECは74と精度よくろ水度が評価できることが分かった。

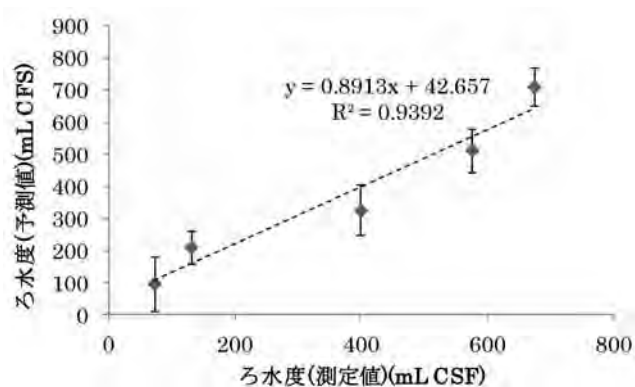


図12 JIS法により測定したろ水度に対するNIRSスペクトルのPLS回帰分析から得られたろ水度 (予測値) (エラーバーはそれぞれ95%信頼区間を示す (n=5))

4 まとめ

今回、赤外・近赤外分光法を用いてLBKPとNBKPの定性・定量分析、ろ水度の評価を行った。

- (1) LBKPとNBKPの定性・定量分析について、赤外・近赤外分光法のどちらを採用しても、定性・定量分析が可能であることが分かった。
- (2) LBKPとNBKPの定性・定量分析について、JISに記載されている染色法と比較して圧倒的に短時間で測定が可能で、経験を積まなくても簡便に測定が行えた。
- (3) LBKPとNBKPの定量分析に関しては、PLS回帰分析の結果から、赤外・近赤外分光法のどちらも R^2 決定係数が0.94程度、RMSECが7.7程度と高い値を示したが、赤外スペクトルと比較して近赤外スペクトルの方が精度よく定量分析が可能であることが分かった。
- (4) ろ水度の評価について、PLS回帰分析の結果から、 R^2 決定係数が0.91、RMSECが74と高い値を示し、精度よく評価可能であることが分かった。
- (5) 今回検討した近赤外分光法による評価手法は水準や測定回数の増加や説明変数に用いる波数帯の最適化、異なる回帰手法の適用などにより、さらに精度が向上できると考えられる。近赤外分光法が繊維組成試験やろ水度の評価の有効な解析法の一つになりうるものと期待される。

謝辞

本研究を進めるにあたりご協力いただいた、名古屋大学大学院生命農学研究科 土川 覚 教授、稲垣 哲也 助教、株式会社カモソフトウェアジャパン、富士共和製紙株式会社、日本製紙クレシア株式会社興陽工場に深謝いたします。

参考文献

- 1) ㈱日刊紙業通信社：静岡の紙・パルプ (2009.11.13発行).
- 2) 竹山舞子 他：ポータブル近赤外分光分析装置を用いる米菓の水分測定. 分析化学, 60(1), 33-38 (2011).
- 3) 後藤正 他：近赤外法による茶の総繊維の定量分析. 茶業研究報告, 70, 67-80 (1989).
- 4) 吉田彰 他：小型近赤外測定機により測定した静岡県近海におけるゴマサバ成魚の脂肪含量. 静岡県水産技術研究所研究報告, 46, 109-112 (2014).
- 5) Lars Wallbacks et al. : Multivariate characterization of pulp using solid-state ^{13}C NMR, FTIR, and NIR. Tappi Journal, 74, 201-206 (1991).
- 6) Dwight B. Easty et al. : Near-infrared spectroscopy for the analysis of wood pulp: quantifying hardwood-softwood mixtures and estimating lignin content. Tappi Journal, 73, 257-261 (1990).
- 7) M. Schwanninger et al. : Effects of short-time vibratory ball milling on the shape of FT-IR spectra of wood and cellulose. Vibrational Spectroscopy, 36, 23-40 (2004).
- 8) 臼田誠人 他：パルプの原料, 「パルプおよび紙」, 初版 (文永堂出版(株), 東京), 日本木材学会 編集, pp. 9-15 (1991).
- 9) M. Schwanninger et al. : A review of band assignments in near infrared spectra of wood and wood components. Journal of Near Infrared Spectroscopy, 19, 287-308 (2011).
- 10) James P. Casey et al. : 繊維の分析, 「紙およびパルプ 製紙の化学と技術 第3巻」, 初版 (有中外産業調査会, 東京), 大江礼三郎 翻訳監修, pp.481-494 (1983).

ドライトナー印刷物のリサイクル適性評価

製紙科 深沢博之 鈴木悠介

Assessing the recyclability of dry toner printings

Hiroyuki FUKASAWA and Yusuke SUZUKI

The ratio of digital printings, which include toner and inkjet printings, in commercial printing market have increased in recent years. It is inevitable that the share of digital printings in recovered paper will be raised in the near future. There are fears that increase the amount of digital printings in recovered paper causes trouble, e.g. growth of effluent load, increase of dirt and low brightness for recycled paper, to recycling process in paper mill. In this report, we tried to assess the recyclability of dry toner printings. The method for the assessment of deinkability of dry toner printings was established and the evaluation criteria for paper recyclability were decided. Moreover, we considered the mechanism of deinking process for dry toner printings in recycling process.

Keywords : Digital printing, recyclability, deinkability, dry toner

キーワード : デジタル印刷、リサイクル、脱インキ、ドライトナー

1 はじめに

循環型社会形成に向けて各種取り組みが進む中、日本製紙連合会は2015年度の古紙利用率目標を64%とし、さらなる古紙利用拡大を目指している¹⁾。しかし、雑誌古紙や印刷工場から発生する損紙などの古紙は、粘着物や特殊インキなど古紙利用時の阻害となるものが含まれることがあり、製品品質に対する要求の高い印刷・情報用紙へのリサイクルが十分に進んでいるとは言い難い²⁾。古紙利用率向上のためには印刷資材のリサイクル性向上が必要であり、(公財)古紙再生促進センターと(一社)日本印刷産業連合会は、平成11年度から様々な印刷資材の紙へのリサイクル適性向上を目指して検討を行っている。この取り組みは当センターの他に製紙、印刷、インキ製造、出版など各社が参画し、業界全体でリサイクル性向上のための仕組み作りを行なっている。これまでに、接着剤や特殊インキなどについて、リサイクル性を評価するための標準試験法の開発や紙へのリサイクル可否を判断するための評価基準を定めて、リサイクル性の高い製品作りに寄与するなど成果があがっている³⁾。

近年、オンデマンド印刷のニーズが高まり、従来、オフセット印刷が多数を占めていた商業印刷分野において、トナー印刷やインクジェット印刷といったデジタル印刷が増えている。必然的に、古紙原料の中でデジタル印刷物が占める割合の増加も予想される。製紙工場の古紙処理工程は、主にオフセット印刷物の処理を

考えて設備されており、デジタル印刷物の混入は排水負荷の増加や再生紙の品質低下などを引き起こす可能性がある。

そこで我々は、(公財)古紙再生促進センター、(一社)日本印刷産業連合会と協力して、デジタル印刷物が印刷・情報用紙の原料である古紙に混入したときの影響を小さくし、リサイクル性の高い印刷システムの開発を促進することを目的として、デジタル印刷物のリサイクル適性評価試験法の開発と、リサイクル適性の有無を判断する評価基準を決めることとした。本報告では、これらの取り組みのうち、ドライトナー印刷物の検討結果について報告する。

2 方法

2.1 印刷試料

印刷の図柄は、各色のトナーによってリサイクル性が異なる可能性があることを考慮してカラー印刷とし、(一社)日本印刷産業機械工業会「枚葉印刷用ジャパンカラー2007」の「JCS2007チャート」より、ISO12642チャートの部分を100%の大ききでA4サイズの紙に印刷することとした。印刷用紙として、同一ロットの上質紙(王子製紙(株)製OKプリンス、坪量64.0g/m²)とコート紙(日本製紙(株)製オーロラコート、坪量104.7g/m²)を国内ドライトナー印刷機メーカー4社に配布し、各社のドライトナー印刷機で印刷した。このとき、印刷条件などは特に定めず、予め比較用として同図柄をそれぞれの

表1 ドライトナー印刷物の脱インキ試験手順

	上質紙	コート紙
(試料)	印刷済みA4試料14枚を30×30mmに裁断する。	印刷済みA4試料12枚を30×30mmに裁断する。
①離解	JIS P8220-1附属書Aに規定される標準離解機を用いて、30±2℃の水1500mLに3.75%水酸化ナトリウム水溶液を7±0.1mL添加・攪拌した後、1.5%脱墨剤（花王DI-7020相当）を7±0.1mL添加・攪拌し、試料を投入する。試料投入から1分後に離解を開始し、20分間離解する。	JIS P8220-1附属書Aに規定される標準離解機を用いて、30±2℃の水1500mLに3.75%水酸化ナトリウム水溶液を10±0.1mL添加・攪拌した後、1.5%脱墨剤（花王DI-7020相当）を10±0.1mL添加・攪拌し、試料を投入する。試料投入から1分後に離解を開始し、20分間離解する。
②洗浄・脱水	目開き106μmの篩で625gまで手絞りする。	目開き106μmの篩で650gまで手絞りする。
③希釈	常温の水を1350mL加えて標準離解機を用いて1分間再離解し、30±2℃の水で5.4kgまで希釈した後、4.3kgを分取する。	常温の水を1325mL加えて標準離解機を用いて1分間再離解し、30±2℃の水で7.5kgまで希釈した後、4.3kgを分取する。
④フローテーション	J TAPPI No.39に定めるフローテータで10分間脱インキ処理する。スクルー回転数1500rpm、空気供給量4±0.2L/minとし、30秒を超えない範囲で満遍なくフロスをかき取る。	
⑤希釈・pH調整	常温の水で8kgまで希釈し、硫酸アルミニウム水溶液でpH5.0～5.6に調整する。	
⑥抄紙	JIS P8222に規定された手すき機で手すき紙を10枚以上作製する。このとき抄紙用ワイヤーは目開き106μm、坪量60±3g/m ² とし、410±10kPaで5分間プレスした後に回転ドライヤーで90±5℃、4分乾燥する。	

紙にオフセット印刷した試料を配布し、目視によってできるだけ同じ色になるように印刷した。4社の印刷機で印刷した試料と比較用としてオフセット印刷した試料を、23℃、50%r.h.で24時間以上調湿したものを実験に供した。

2.2 ドライトナー印刷物の脱インキ試験

ドライトナー印刷物の古紙処理工程としては、漂白などは必要なく、脱インキを主目的とした洗浄やフローテーションが効果的と考えられる。事前の検討⁴⁾などから、表1に示した、①離解、②洗浄・脱水、③希釈、④フローテーション、⑤希釈・pH調整、⑥抄紙という手順を試験法の原案として検討を行った。

2.3 手すき紙の評価

2.2の手順で作製した手すき紙について、きょう雑物、白色度、色を測定した。きょう雑物は、ダートカウンター(Apogee Systems, Inc製SpecScan2000)を用いて測定した。きょう雑物の測定は1枚の手すき紙に対して3回測定した平均値を測定値とし、5枚の手すき紙について測定した。白色度及び色は、technidyne社製Color Touch PCを用いてJIS P8148の方法でISO白色度を、JIS P8150の方法でL*a*b*を測定した。

2.4 インキ片の観察

脱インキ試験におけるインキ片は、2.2の試験方法におけるフローテーション前後で、水に分散した試料をス

ポイトで採取し、数滴をろ紙の上に滴下して常温で乾燥させた後、(株)キーエンス製デジタルマイクロスコープVHX-100で観察した。インキ片の面積は、デジタルマイクロスコープの画像から、インキ片を画像処理ソフトImageJ（アメリカ国立衛生研究所開発によるオープンソースソフト）により円換算して求めた。

3 結果および考察

3.1 ドライトナー印刷物の脱インキ試験結果

オフセット印刷物及びドライトナー印刷物から2.2の手順で作製した手すき紙についてきょう雑物を測定した。上質紙に印刷した場合のきょう雑物面積を表2に、コート紙に印刷した場合のきょう雑物面積を表3に示した。手すき紙のきょう雑物を測定する場合、リサイクル対応型UVインキ標準試験法⁵⁾のように0.05mm²以上のきょう雑物を対象とする場合と、JIS P8230のように0.04mm²以上のきょう雑物を対象とする場合などがある。表2、3には、0.03mm²以上、0.04mm²以上、0.05mm²以上の測定結果を示したが、各試料間できょう雑物面積の大小関係を見ると、0.04mm²以上の場合と0.05mm²以上の場合で大小関係の傾向に大きな差はないと言え、今回の検討では試験方法をJISと整合させるためにも0.04mm²以上のきょう雑物面積で議論することとした。また、0.3mm²以上のきょう雑物は粗大きょう

表2 オフセット印刷物、ドライトナー印刷物（上質紙）から作成した手すき紙のきょう雑物面積

きょう雑物の大きさ	きょう雑物面積 (mm ² /m ²)				
	オフセット印刷	A社 ドライトナー印刷	B社 ドライトナー印刷	C社 ドライトナー印刷	D社 ドライトナー印刷
0.05mm ² 以上	114.7	22.0	13.7	5.5	28.0
0.04mm ² 以上	140.0	41.3	18.9	8.3	39.3
0.03mm ² 以上	184.9	91.1	35.9	22.0	61.4

表3 オフセット印刷物、ドライトナー印刷物（コート紙）から作成した手すき紙のきょう雑物面積

きょう雑物の大きさ	きょう雑物面積 (mm ² /m ²)				
	オフセット印刷	A社 ドライトナー印刷	B社 ドライトナー印刷	C社 ドライトナー印刷	D社 ドライトナー印刷
0.05mm ² 以上	2.5	40.2	26.3	47.6	4.0
0.04mm ² 以上	7.3	45.3	32.3	69.2	5.6
0.03mm ² 以上	19.2	50.4	40.3	97.3	9.2

雑物と呼ばれ、数が少なくても大きな欠陥になると言われているが、今回の測定では、いずれの試料においても観察されなかった。

表2、3より、上質紙に印刷したドライトナー印刷物は、オフセット印刷物に比べてきょう雑物面積は小さいことがわかる。手すき紙で観察されるきょう雑物は、古紙処理過程で除去できなかったインキ成分であるので、きょう雑物面積が小さい方が脱インキ性は良好と言える。一方、コート紙に印刷したドライトナー印刷物は、A、B、C社ではオフセット印刷物よりもきょう雑物面積が大きく、D社ではオフセット印刷物と同程度であることがわかる。すべての試料の中できょう雑物面積が最も大きいのは上質紙にオフセット印刷した場合である。オフセット印刷物は、上質紙、コート紙を問わず現状の製紙会社の古紙処理工程で問題が発生しないことから、ドライトナー印刷物もきょう雑物に関しては大きな問題は発生しないことが予想できる。

また、オフセット印刷物では上質紙の方がコート紙よりもきょう雑物面積が大きいのに対し、ドライトナー印刷物A、B、Cではコート紙が上質紙と同等か大きいことがわかる。オフセット印刷物の古紙処理では、上質紙よりもコート紙の方が脱インキ性は非常に良いことが知られており、ドライトナー印刷物におけるこの挙動は非常に興味深い。これに関しては3.2で考察する。

表4、5にはオフセット印刷物及びドライトナー印刷物から作製した手すき紙について白色度、色(L*、

a*、b*)を測定した結果を示した。この結果からドライトナー印刷物では、いずれの場合も白色度はオフセット印刷物よりも高い値を示し、問題はないと考えられる。また、a*、b*も数値の絶対値は小さいことから、着色による問題もないと考えられる。

ドライトナー印刷物から作製した手すき紙のきょう雑物、白色度などを見ると、洗浄とフローテーションで、オフセット印刷と同等以上にインキが除去されており、2.2で示した試験方法は、製紙工場の古紙処理工程から脱インキに効果的な工程を選んで実験室で再現する、という観点から試験方法として妥当と判断した。

日本製紙連合会の協力の下、実務経験者による手すき紙の目視評価と、表2～5の測定結果を照らし合わせた結果、実際の工場でも大きな問題は発生しないという観点から、ドライトナー印刷物のリサイクル適性の有無を判断する評価基準として、手すき紙の0.04mm²以上のきょう雑物面積が100mm²/m²以下であり、粗大きょう雑物と呼ばれる0.3mm²以上のきょう雑物が観測されなければ、リサイクル適性があると判断して問題ないという結論に至った。

表4 オフセット印刷物、ドライトナー印刷物（上質紙）から作成した手すき紙の白色度、L*、a*、b*

	オフセット印刷	A社 ドライトナー印刷	B社 ドライトナー印刷	C社 ドライトナー印刷	D社 ドライトナー印刷
白色度(%)	66.70	79.40	79.30	77.30	79.40
L*	85.85	92.50	92.50	91.35	92.60
a*	-0.25	0.20	0.15	0.35	0.30
b*	1.00	2.15	1.25	1.75	2.30

表5 オフセット印刷物、ドライトナー印刷物（コート紙）から作成した手すき紙の白色度、L*、a*、b*

	オフセット印刷	A社 ドライトナー印刷	B社 ドライトナー印刷	C社 ドライトナー印刷	D社 ドライトナー印刷
白色度(%)	85.20	86.45	86.25	86.80	86.20
L*	94.30	94.75	94.75	94.75	94.60
a*	0.35	0.40	0.35	0.45	0.35
b*	0.75	0.55	0.70	0.30	0.50

3.2 ドライトナーの脱インキ挙動

オフセット印刷物の脱インキ処理では、一般的に上質紙に印刷した場合よりもコート紙に印刷した場合の方が脱インキ性は良好であることが知られている。その理由は、コート紙では塗工層の上にインキ皮膜が形成され、パルプ層に到達していないため、離解工程での印刷物からのインキ剥離が容易であるためと考えられている⁶⁾。実際に、表2、3のオフセット印刷物のきょう雑物面積を見ると、明らかにコート紙の場合が低い値となっていることがわかる。一方、ドライトナー印刷物を見ると、A社、B社、C社でコート紙のきょう雑物面積が

上質紙と同等か高い値となっており、ドライトナーの脱インキ挙動は、オフセットインキと異なっていることが推察される。

ドライトナーの脱インキ挙動について考察するために、B社のドライトナー印刷物を用いてフローテーション前後でのインキ片の大きさを比較した。結果を図1～4に示した。フローテーションではすべての大きさのインキ片が除去されるのではなく、粒径5～30μm程度が最も効率よく除去できる範囲とされており⁷⁾、インキ片が大きすぎても小さすぎても除去効率が落ちると考えられる。図1～4におけるインキ片の大きさは、厚さを考慮せ

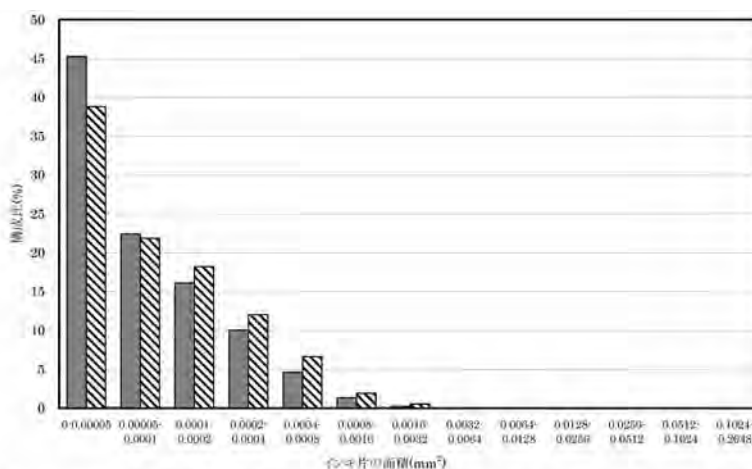


図1 オフセット印刷物（上質紙）のフローテーション前後でのインキ片の大きさと構成比*

*計測したインキ片の総数はフローテーション前は9,441個、フローテーション後は2,443個で、インキ片の面積は円換算で求めた。

■ フローテーション前 ▨ フローテーション後

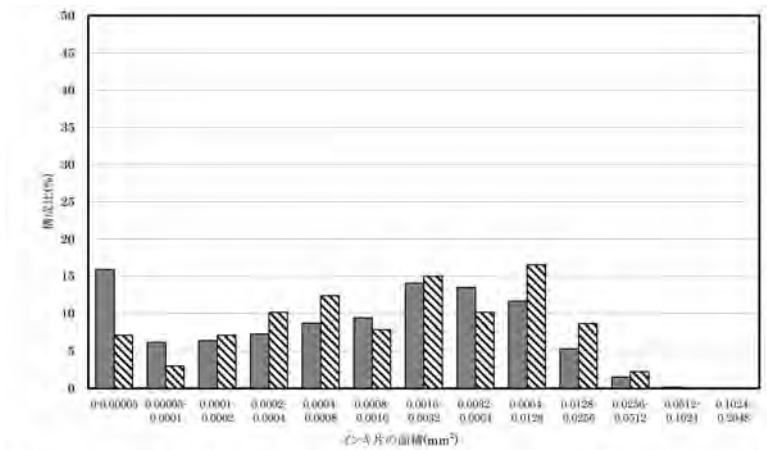


図2 オフセット印刷物（コート紙）のフローテーション前後でのインキ粒子の大きさ構成比*
*計測したインキ粒子の総数はフローテーション前は1373個、フローテーション後は267個で、インキ粒子の面積は円換算で求めた。

■ フローテーション前 ▨ フローテーション後

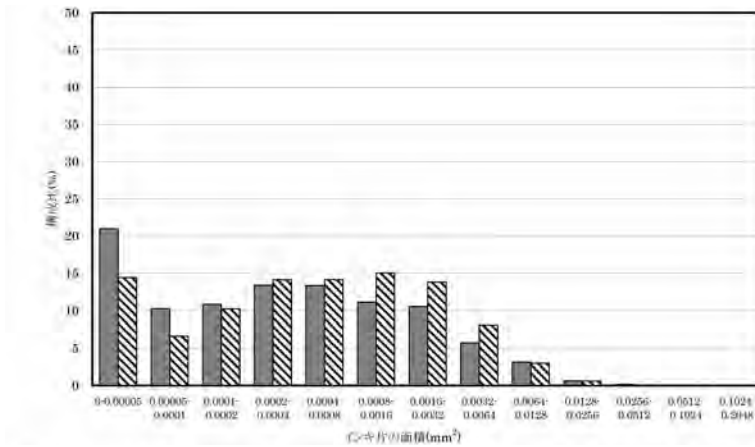


図3 ドライトナー印刷物（上質紙）のフローテーション前後でのインキ粒子の大きさ構成比*
*計測したインキ粒子の総数はフローテーション前は2900個、フローテーション後は333個で、インキ粒子の面積は円換算で求めた。

■ フローテーション前 ▨ フローテーション後

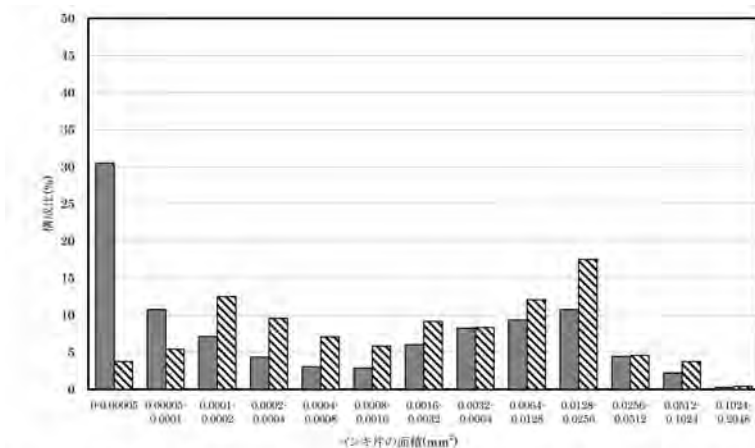


図4 ドライトナー印刷物（コート紙）のフローテーション前後でのインキ粒子の大きさ構成比*
*計測したインキ粒子の総数はフローテーション前は1079個、フローテーション後は240個で、インキ粒子の面積は円換算で求めた。

■ フローテーション前 ▨ フローテーション後

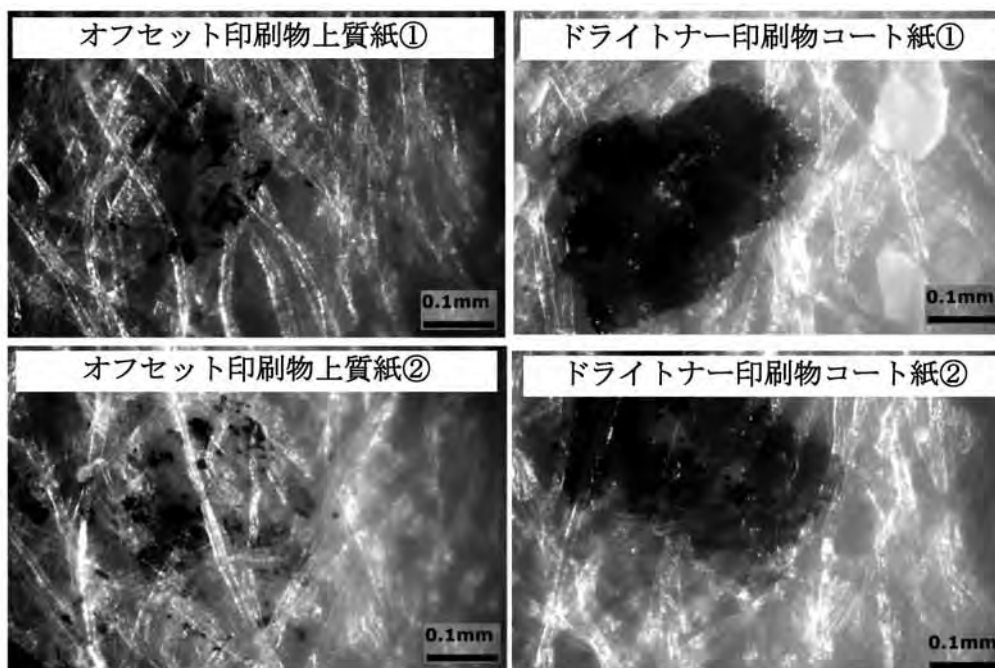


写真1 オフセット印刷物及びドライトナー印刷物から作製した手すき紙のきょう雑物

ずに投影面積を円換算して求めているので、単純に粒径と数値を比較することはできないが、フローテーション前を見ると、オフセット印刷物では上質紙は小さなインキ片が多く、コート紙では広い範囲に渡って分布しているのに対し、ドライトナー印刷物では上質紙、コート紙ともに広い範囲に渡って分布している。さらに、ドライトナー印刷物のコート紙では非常に大きなインキ片も存在することがわかる。表3に示したとおり、コート紙のオフセット印刷物では、古紙処理後の手すき紙のきょう雑物面積が小さいことから、図2の面積分布の範囲にある多くのインキ片は効率良く除去できていると言える。図2と図3のインキ片の面積分布は似ており、上質紙のドライトナー印刷物でもインキ片は効率良く除去できると考えられる。上質紙のオフセット印刷物は非常に小さなインキ片が多いため、また、コート紙のドライトナー印刷物は非常に大きなインキ片が存在するため、フローテーションの最適範囲から外れて脱インキが不良となり、きょう雑物面積が大きくなったと考えた。

今回の実験は、きょう雑物面積が 0.04mm^2 以上の大きさのものを測定しており、上質紙のオフセット印刷物のように非常に小さなインキ片は測定から外れて、きょう雑物面積が小さくなるのが予測されるが実際は大きな値となった。そこで、きょう雑物面積を測定した手すき紙のきょう雑物のうち、肉眼でははっきりと確認できるものを実体顕微鏡で拡大観察した。上質紙のオフセット印刷物からの手すき紙と、コート紙のドライトナー印刷物からの手すき紙の観察像の例を写真1に示した。写

真1のオフセット印刷物から作製した手すき紙のきょう雑物は、小さなインキ片が一箇所に集まっていることがわかる。そのため、肉眼で観察すると一つのきょう雑物に見え、ダートカウンター測定においても 0.04mm^2 以上と認識されてきょう雑物面積が大きくなったと考えられる。一方、コート紙に印刷したドライトナー印刷物の場合は、きょう雑物は大きな一片のインキであった。顕微鏡観察からインキ片の大きさを評価すると、(上質紙オフセット印刷) < (コート紙オフセット印刷) ≒ (上質紙ドライトナー印刷) < (コート紙ドライトナー印刷)、となっており、図1～4のフローテーション前後のインキ片の大きさ分布からの考察と同様に、フローテーションで効率良く除去できるインキ片の大きさから外れた、非常に小さなインキ片と非常に大きなインキ片が手すき紙のきょう雑物として計測されたと考えられる。ドライトナーはオフセットインキよりも大きなインキ片となる傾向があること、また、ドライトナーとコート紙の塗工層の間で何かしらの相互作用が働いていることが示唆される結果であるが、詳細については不明である。

4 まとめ

ドライトナー印刷物のリサイクル適性評価試験法として、製紙工場の古紙処理工程からドライトナー除去に有効と思われる工程を選択し、実験室レベルで行なえる方法を考案した。国内ドライトナー印刷機メーカー4社で印刷されたドライトナー印刷物から、この試験方法によって評価用手すき紙を作製し白色度、色、きょう

雑物を測定した結果、本試験方法の妥当性が確認できた。日本製紙連合会の協力の下、手すき紙の測定結果と目視評価から、ドライナー印刷物のリサイクル適性を判断するための評価基準を決定した。

ドライナー印刷物は、オフセット印刷物で一般に知られているのとは逆に、コート紙に印刷した方が上質紙に印刷した場合よりも脱インキ性が悪かった。この原因を考察したところ、インキ片の大きさがフローテーションで効率的に除去できる範囲から外れることが主要因と考えられた。上質紙に印刷したドライナー印刷物では、脱インキ性は良好であり、コート紙に印刷した場合でも適切な大きさのインキ片に離解処理が可能になれば、さらなるリサイクル適性の向上が見込める。今回の結果から、よりリサイクル性の高いドライナー印刷システムの開発が促進されることを期待したい。

謝辞

本研究は、公益財団法人古紙再生促進センターと一般社団法人日本印刷産業連合会の協力により行ったものであり、関係者の皆様に感謝いたします。また、試料を提供頂いたデジタル印刷機メーカー、有意義な議論を頂いた日本製紙連合会の皆様に感謝いたします。

参考文献

- 1) 日本製紙連合会：環境行動計画 (2012.4.1公表)
- 2) (公財)古紙再生促進センター：古紙の品質を守るために (第3版) (2012.4公表)
- 3) (公財)古紙再生促進センター：古紙ハンドブック 2012 (2013.3公表)
- 4) 鈴木悠介 他：デジタル印刷物のリサイクル適性評価法の開発と古紙原料への混入の影響評価. 静岡県工業技術研究所報告, 第6号, 77-80 (2014).
- 5) (社)日本印刷産業連合会・(公財)古紙再生促進センター：リサイクル対応型UVインキ標準試験法及びデジタル印刷物のリサイクル適性に関する調査報告書 (2012.3公表)
- 6) 磯野陽一郎 他：古紙処理技術, 「紙パルプ製造技術シリーズ④古紙パルプ」, 初版 (紙パルプ技術協会, 東京), 紙パルプ技術協会編集, pp.97-102 (2005).
- 7) 入夏裕一：古紙パルプ脱墨技術の基礎. 紙パ技術誌, 56 (7), 30-38 (2002).

高耐久コーティングの応用展開

— ドロップレット削減のための品質工学によるPVDプロセスの最適化 —

機械電子科 高木 誠 望月紀寿*
 ビヨonz株式会社 遠藤浩久 田中隆義

Developments of advanced coating technologies

— Optimization of PVD process for reduction droplets by Taguchi method —

Makoto TAKAGI, Kazutoshi MOCHIZUKI, Hirohisa ENDO and Takayoshi TANAKA

PVD(Physical Vapor Deposition) coatings often are used to die-molds and machining tools for improving hardness, corrosion resistance and wear resistance.

Last year, we reported that a chrome metals bombardment compared to titan metals bombardment of pre-process of PVD was possible for decreasing the droplets induced defects of coating thin films.

Then, we tried to reduce the droplets by optimizing the PVD process conditions, such as chambers pressures, arc discharges currents and applying bias voltages.

The optimization of PVD conditions for reduction in droplets are performed in terms of analyzing the surfaces of films deposited with 9 PVD conditions using Taguchi method.

Keywords : PVD, AIP, droplets, coating, Taguchimethod

キーワード : PVD、AIP、ドロップレット、コーティング、品質工学

1 はじめに

富士工業技術支援センターで平成21年度から3年間行なわれた静岡県の新成長戦略研究「高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発」(以下、コーティングプロと記す)において、アルミダイカスト金型と樹脂成型金型の耐久性向上のためのコーティング技術開発に取り組んだ。アルミダイカスト金型は、熔融アルミを高速・高圧で注入して成型するため、耐熱性、耐食性、熱疲労耐性が要求される。また、樹脂成型金型は熔融樹脂の貼り付きや異物付着による成形不良を防止する非粘着性が望まれている。コーティングプロにおいてはこれらの課題解決に取り組み、アルミダイカスト金型用、樹脂成型金型用のいずれも、従来の耐久性向上技術を凌ぐ性能を持つコーティング技術の開発に成功した^{1, 2)}。

アルミダイカスト・樹脂成型金型用コーティング技術の両者とも性能を向上させる上での重要な要素であると判明したのが、アークイオンプレーティング(AIP)コーティング表面の平滑性である。

AIPは物理気相蒸着法(PVD)の一種で、真空チャンバー内で金属陰極(ターゲット)に真空アーク放電を起こし、放電で生じた金属蒸気をイオン化して対象物に照射する事で成膜する技術である。様々な金属が利用できる事と、多種の金属化合物薄膜が作成可能で、さらに被膜が比較的低温でも高い密着性を持たせられる事から、切削工具や金型など主として産業用途の部材へ利用されている。現在では自動車用エンジン各部品や腕時計等の装飾品などにも利用されるようになった。AIPで良く成膜されるものとして、窒化チタン(TiN)、窒化チタンアルミ(TiAlN)、窒化クロム(CrN)、ダイヤモンドライクカーボン(DLC)などがある。

AIPは多くの優れた特徴を持つ成膜法であるが、ドロップレットによる平滑性低下の問題を抱えている。ドロップレットとは成膜時にコーティング対象物に付着する粒子のことで、アーク放電で十分にイオン化されなかった熔融金属が対象物に付着すると考えられている。ドロップレットが摩耗異物として表面損傷の原因となる他、ドロップレットの脱落欠損による孔も平滑性を落とす。樹

*) 現 静岡県工業技術研究所 金属材料科

脂成型用金型では樹脂製品の転写性を落として製品の仕上がりを悪くしたり、アルミダイカスト金型ではドロップレット脱落部が溶融アルミによる浸食を誘発し、溶損の原因となることが分かっている³⁾。

このため、コーティングプロにおいては、アルミダイカスト金型用コーティングとして、多層膜化技術を開発した。これは、多層化したコーティング膜の層間で応力緩和する事で膜の剥離を防ぐと共に、ドロップレットによる影響を上下層間で減少させる技術である⁴⁾。この技術を用いたコーティングは、共同研究企業から提供されている。

2 方法

多層膜などの改良技術によってドロップレットの影響を減少させる事は可能だが、AIPのプロセスにおいてドロップレットを減少させる技術はなお強く望まれている。コーティング業界では、アーク電流をパルス状に制御する電源技術⁵⁾、ドロップレットを取り除くフィルター技術⁶⁾など、新規技術の開発も進められている。

しかし、それらは試験途上の技術であると同時に、極めて高額な設備投資が必要なため、多くのコーティングサービスを行なっている企業にとって利用できる技術ではない。

このため、新規設備導入をせずにドロップレットを減少できるか検討した。

AIP成膜の密着性を向上させるための前処理である金属イオンを高電圧で照射して表面を清浄化するメタルボンバード処理では、チタン (Ti) よりもクロム (Cr) を利用する方が表面にドロップレットの付着が少なく、平滑性が高い事が判明している⁷⁾。CrとTiには融点と沸点の差があるが、その差でドロップレット数が大きく異なることは、AIPによるコーティング時の状態差によってドロップレットが影響される事を示唆している。このことから、コーティング時の諸条件を適切な値に制御すれば、ドロップレットの減少が可能ではないかと推測した。

AIP成膜時に制御される条件は、アーク電流値、チャンバー内圧力 (真空度)、イオン加速電圧 (バイアス電圧)、チャンバー内ガス組成などがある。成膜装置のメーカーからは、これら諸条件の推奨値が提示されており、今回の実験で用いた装置の場合、アーク電流値100A、チャンバー内圧力2.6Pa、イオン加速電圧50Vである。この推奨条件は成膜速度を落とさない事が前提となっている。このため、ドロップレット削減に条件

を絞った場合、メーカー推奨の条件とは異なる条件となることが考えられた。

アーク電流値、チャンバー内圧力、イオン加速電圧、チャンバー内ガス組成の各条件を総当たりで検証することは困難であるため、品質工学に基づいて検証を行なう事とした。品質工学はこのような多数のパラメータ設計が必要な場合に極めて有効な手法であり、提唱者の名前をとって、タグチメソッドとして知られている⁸⁾。複数の条件が広い範囲の値を持ちうる場合に、ある値 (水準と呼ぶ) に割り付け、比較的少ない回数の実験で、目的とするパラメータの設計を可能とする。

PVDに関しても、既に品質工学によるパラメータ設計が試みられているが、それらは膜の硬度や結晶性に対する最適化であり、ドロップレット削減ではない⁹⁾。今回の4つの条件を表1に示すように、それぞれ3水準で設定した。これをL9直交表と呼ばれる行列表に割り付け、9回の実験条件を求めた (表2)。これらの実験を行い、その結果を解析することで、4つの条件を最適化する事が出来る。実際の生産に用いる設備で、生産の合間に行う実験であることを考えれば、9回の実験で最適化出来る事は効率的である。表2にある各条件は、影響が判別しやすいようかなり大きく異なるように割りつけてある。この表でAr比率の欄にあるのは、アルゴン (Ar) と窒素 (N₂) の混合比である。窒化物膜を成膜するにはN₂をチャンバー内に導入するが、Arは必要ではない。しかし、Arは真空放電での導入ガスとして優れているために良く利用され、他のPVDであるスパッタ法などで利用される。アーク放電によるイオン化や電子密度などがドロップレットへ影響を与える

表1 直交表に割り付けたAIPの条件

	炉内圧力(Pa)	アーク電流(A)	バイアス電圧(V)	Ar比率(%)
第1水準	2	30	20	0
第2水準	10 (1)	60	100	7
第3水準	50(5)	120	500	50

注：炉内圧力の第2、第3水準値は、カッコ内の値に変更した

表2 直交表で導出された9条件

	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6	No.7	No.8	No.9
炉内圧力(Pa)	2	2	2	1	1	1	5	5	5
アーク電流(A)	30	60	120	30	60	120	30	60	120
バイアス電圧(V)	20	100	500	100	500	20	500	20	100
Ar比率(%)	0	7	50	50	0	7	7	50	0

注：炉内圧力は変更後の値

【報告】

のであれば、Arを混合することでドロップレットが増減する可能性がある。また、チャンバー内圧力は、それぞれ2 Pa、10Pa、50Paで行なう事になっていたが、No.4の実験段階で、このチャンバー内圧力では装置の稼働領域を超えるために動作しない事が判り、10Pa、50Paの条件を、途中から1 Pa、5 Paへと変更した。

3 結果

共著者らが保有し、実生産に利用している日新電機製マルチアーク成膜装置 M500C-033で実験を行った。コーティングサンプルには研磨した超硬合金を利用した。TiAlNはCrNよりもドロップレットが出やすい事が知られており、影響が鮮明に出る事を期待してTiAlNコーティングを選択した。表2の条件でコーティング後、電子顕微鏡で表面観察と組成分析を行ない、ドロップレットの数や表面状態、膜組成や大まかな厚さを評価した。表面観察した結果を写真1に示す。電子顕微鏡で加速電圧10kV、1,000倍で観察したもので、表面の凹凸が鮮明に出ている。表面にはドロップレットだけでなく、サンプルである超硬合金や、それを覆うTiAlNの膜の凹凸があり、さらに膜厚の違いによる影響もあるため、機械的にドロップレット数による優劣を求める事は出来ておらず、現在も定量的解析に取り組んでいる。

全体的な傾向としては、No. 3、No. 5、No. 6はドロップレットが多く、No. 2、No. 4、No. 7はドロップレットが少ない、No. 1、No. 8、No. 9はその中間となった。

蛍光X線分析による組成分析でコーティング膜の厚さは、下地まで電子ビームが到達し固有元素のX線が放出される程度の膜厚（ $\sim 1 \mu\text{m}$ ）であることが判っている。従って超硬合金組成であるタングステン（W）やコバルト（Co）の組成比が少ないほど膜が厚く、組成比が多いほど膜が薄いと考えられる。コーティング膜の組成を表3に示す。ここから、No. 1、No. 4、No. 7は膜厚が薄く、No. 3、No. 6、No. 9は膜厚が厚い、No. 2、No. 5、No. 8はその中間と判断される。

表3 9つの条件によるコーティングの組成比

	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6	No.7	No.8	No.9
Ti	5.1	10.8	23.5	6.9	11.8	15.4	6	8.3	13.4
Al	9.7	14	18.8	13.4	14	30	7.3	11	17.9
N	-	40.1	41.3	21.5	51.9	45.3	-	35.4	44.9
O	49.4	20.1	6.8	29.8	3.8	3.8	37.8	21.5	15.9
W	20.3	9.6	4.8	16.7	10.0	3.1	26	14	5
C	12.3	5.1	4.9	9.8	7.5	3	17.7	8.2	3.6

注：EDSにて分析 組成比は原子数比、総和は100%にはならない

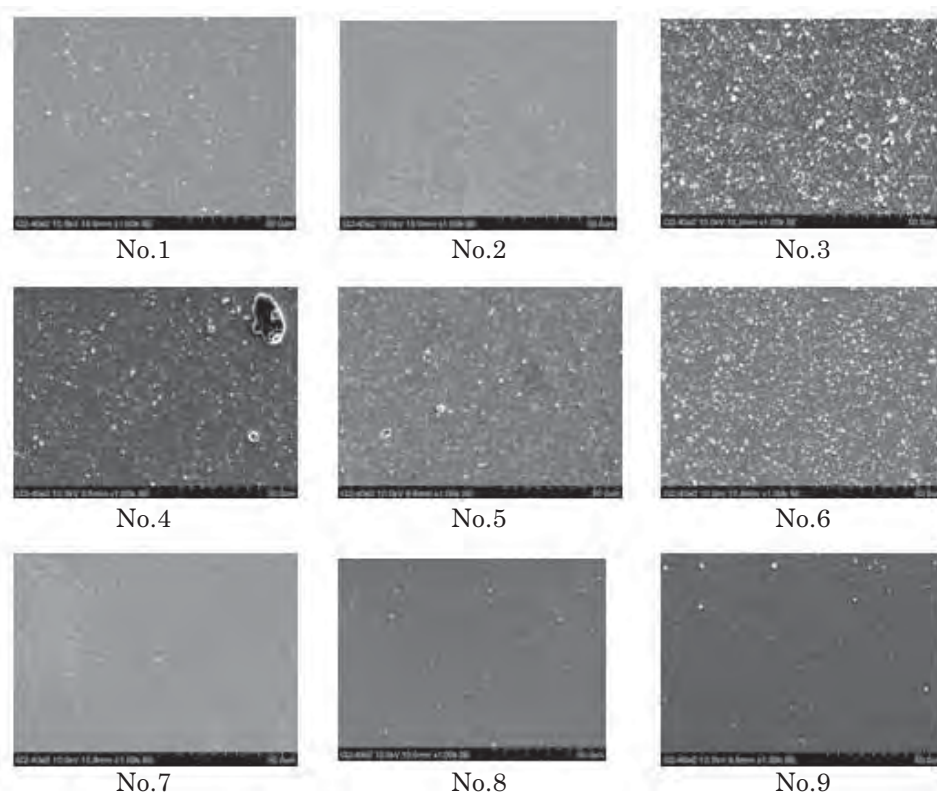


写真1 実験サンプル表面の電子顕微鏡観察写真
左上がNo.1 右下がNo.9 (1,000倍 10kV)

4 考察

それぞれの結果から推測されたのは、

- ・チャンバー内圧力が高い方がドロップレットが少ない。
- ・アーク電流値が小さい方がドロップレットが少なく、膜厚が薄い。Ar比率はドロップレットと膜厚に明確な影響を与えない。
- ・イオン加速電圧は20Vや500Vでは表面が良好ではないが、100Vでは良好。

という事である。

これらの推測が正しいなら、メーカー推奨条件に対してチャンバー内圧力を上げ、アーク電流値を減少させ、イオン加速電圧を上げる事が望ましい。最もドロップレット抑制に効果的と思われるチャンバー内圧力であるが、一般的にはチャンバー内圧力が低い方がPVDコーティング抑制には好影響だと考えられている。これは、放電で生じたイオンの散乱確率が低下した方が成膜に好影響だとされているためであり、真空成膜技術では如何に真空度を向上させて成膜できるか、という面での研究が進んできた。だが、AIPでのドロップレット抑制、という点では、チャンバー内圧力が高い方が良い、という結果となった。

高速度成膜が可能でもドロップレットが多いと、アルミダイカストの耐溶損性や表面平滑性は向上しないことから、成膜速度が低下しても、ドロップレットが少ない方が望ましいケースも存在すると考えられる。

チャンバー内圧力が高い方がドロップレット抑制に効果的な原因については、現在のところ不明である。しかし、PVDで利用される圧力範囲、0.1Paから数10Paの領域ではプラズマの性質が大きく変化する事が知られている¹⁰⁾。この領域では真空放電で生じるイオンと電子の温度の平衡状態が変わりやすい。特に異常グロー放電やアーク放電はプラズマ密度が高いため、イオン・電子温度変化がイオン化やイオン照射に影響を与える事は十分に考えられる。同様にその条件下でのアーク電流値やイオン加速電圧もイオン化やイオン照射に影響があると考えられる。

今後は他の素材、TiN、CrN、窒化アルミクロム(AlCrN)、また、最もドロップレット生成が問題になるDLCなどに関しても検証を行っていく事を考えている。今回算出された最適条件は実験に用いた装置固有の値であり、他のPVD装置や素材に適用出来るわけではないが、品質工学的分析による最適化はそれぞれの設備においても有効な改善方法だと考えられる。

5 まとめ

PVDコーティングプロセスにおけるドロップレット発生を抑制するため、プロセス条件に対して品質工学を用いた最適化を行なった。

ドロップレットの数は、プロセス条件の違いによって大きく変化する事が判った。特に、チャンバー内圧力が高い条件で、ドロップレット数が減少する。

これによって、新規技術や新規設備を導入しなくても、ある程度ドロップレットを減少させる事が可能である事を示した。

参考文献

- 1) 田中翔悟 他：ダイカスト金型用高耐久コーティングの開発. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第5号, 109-112 (2012).
- 2) 高木誠 他：高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発 - プラスチック金型へのコーティング技術-. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第5号, 105-108 (2012).
- 3) Tanaka S. et al. : Development of Advanced Coating Techniques for Highly-durable Casting Dies, Journal of Physics D, 417, 1-5 (2012).
- 4) 田中翔悟 他：高耐久コーティング技術によるダイカスト金型の長寿命化.メカニカル・サーフェス・テック, (7), 18-20 (2012).
- 5) 木村圭作 他：パルス電流真空アークの放電特性とドロップレット抑制効果. プラズマ応用科学, (7), 3-10 (1997).
- 6) 滝川浩史：フィルタードアークイオンプレーティングによるドロップレットフリー高品位DLC膜成膜技術. 表面技術, 58 (10), 572-577 (2007).
- 7) 高木誠 他：高耐久コーティング技術の応用展開. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第6号, 89-90 (2014).
- 8) 田口玄一：第6章, 「実験計画法 上 復刻版」, 第3版, (丸善(株), 東京), (2010).
- 9) Donghai Yu, et al. : Optimization of hybrid PVD process of TiAlN coating by Taguchi method, Applied Surface Science, 255, Issue5, Part1, 1865-1869 (2008).
- 10) 麻蒔立男：第4章, 「トコトンやさしい真空の本」, (日刊工業新聞社, 東京), 70-80 (2002).

原質工程における古紙原料の品質の変動について

製紙科 堤 真一*

Quality Change of Used Papers as Material in the Recycled Pulp Manufacturing Process

Shinichi TSUTSUMI

キーワード：再生紙、原料

1 はじめに

多くの県内製紙工場では、再生紙の原料に古紙を使用している。円安の影響で古紙輸出が堅調なため、国内で流通する良質な古紙の不足や品質の低下が言われていた。

そこで再生紙の品質の確保と維持を図るため、古紙パルプ製造過程の原料に関する品質の変動について調査を行った。

2 方法

県内の再生紙製造企業8社の古紙原料を対象とした。古紙原料の採取は、離解工程後、原料を洗浄する前とし、(可能であれば)粗選工程を通過した箇所とした。古紙原料の品質を評価するため、濃度・ろ水度・繊維長・篩分度・灰分の5項目について試験した(表1)。古紙原料の時期による品質の変動は、4月から12月の9ヶ月間を第1期(4~5月)、第2期(6~9月)、第3期(10~12月)にわけて測定を行った。

表1 試験項目と方法

試験項目	試験方法
濃度	JIS P 8225 に準じる
ろ水度	JIS P 8121 に準じる
繊維長	HiRes" FQA" を使用
篩分	JIS P8207 に準じる
灰分	JIS P8251 に準じる

3 結果及び考察

濃度・ろ水度・繊維長・篩分度・灰分の5項目について、試験結果を表2に示す。古紙パルプを製造する処理設備が企業毎に異なるため、採取した原料濃度は2.84~3.09%の範囲にあり、8社の平均値は約3%であった。ろ水度および長さ加重平均繊維長の8社の平均値は、それぞれ約500mLCSF、約0.78mmであった。

8社の篩分度の平均値は、目開き寸法の大きい1槽から4槽まで順に4~8%、約24%、24~26%、

表2 採取原料の試験結果

試験項目	企業数	第1期 ^{※1}		第2期		第3期		
		平均値	標準偏差	平均値	標準偏差	平均値	標準偏差	
原料濃度(%)	8	3.09	0.725	2.84	0.957	3	0.76	
ろ水度(mLCSF)	8	507	71.3	508	67.3	490	65	
長さ加重平均繊維長(mm)	8(6)	0.78	0.023	0.787	0.0345	0.769	0.0249	
篩分度(%)	第1槽(710 μ m)	8	7.9	2.51	5.5	4.45	4.4	4.13
	第2槽(350 μ m)	8	23.9	5.32	24.4	2.99	24	4.09
	第3槽(177 μ m)	8	24.1	4.06	26.3	2.64	27.2	5.37
	第4槽(105 μ m)	8	7.3	0.76	8.4	0.88	8.3	1.43
	槽外	8	35.3	9.78	35.4	8.05	36.2	8.23
原料中の灰分(%)	8	20.2	6.88	18.3	7.11	19.9	7.83	

※1 長さ加重平均繊維長において第1期の対象企業は6社

*) 現 東部農林事務所

約8%となり槽外で約35%となった。8社の灰分の平均値は、約20%であった。9ヶ月間の調査期間において、濃度・ろ水度・繊維長・灰分について8社の平均値に大きな差が見られないことから、古紙原料の品質は安定していることが推察された。篩分度は、採取時期が変わっても槽毎に大きな差が認められなかった。

篩分度の槽外値と灰分値は、(個別企業のデータは省略)各期を通じ相関係数が0.96以上となり高い関係性を示した(表3)。篩分度の槽外値は、原料中の灰分の影響を強く受ける。この事は、灰分値を除いた値が一定の値を示すことになるため、篩分試験から原料中の灰分を推定することが可能となる。

表3 篩分度の槽外と原料中の灰分の関連性

第1期(4月～5月)	灰分	槽外
灰分(原料中)	1	0.963
槽外(篩分度)		1
第2期(6月～9月)	灰分	槽外
灰分(原料中)	1	0.98
槽外(篩分度)		1
第3期(10月～12月)	灰分	槽外
灰分(原料中)	1	0.976
槽外(篩分度)		1

4 まとめ

円安による影響で古紙輸出が堅調なため、国内で流通する良質な古紙が不足していると言われていた。県内の再生紙製造企業8社について、古紙原料の品質の低下や期間毎の品質に大きな変動は見られなかった。

さらに製造時におけるトラブルを減少させるには、製造時の紙切れや毛布汚れの原因となる粘着物やプラスチックなど、古紙原料に含まれる異物に関する調査が必要となる。

機密書類溶解システムで得られた古紙原料のきょう雑物の特徴について

製紙科 堤 真一*

Feature of the Recycled Materials obtained from Confidential Document Dissolution System

Shinichi TSUTSUMI

キーワード：機密書類、古紙、きょう雑物

1 はじめに

機密文書の処理には、「セキュリティの確保」と「紙資源の循環」が要求される。本県の機密書類溶解システムは、庁舎内で処理されるため「セキュリティの確保」は実現されている。また「紙資源の循環」は、機密文書を溶解処理し、古紙原料として再利用する方法で実現されている。本研究では、機密書類溶解システムで処理した文書を古紙原料として手抄きシートを作製し、きょう雑物について調査した。

2 方法

県庁用度課所管の機密書類溶解システムで処理した文書古紙を、有り姿で数kg採取して、試料とした(写真1)。

離解前の試料に含まる水分は、44.7%であった。

離解は、標準離解機を用いて、パルプ濃度3%で5分間行った。離解後の試料を濃度1%に加水希釈し、ホチキスの金属針などの粗大異物を除去するため、水量10L/min、処理時間5minでフラットスクリーン処理した。10cutスクリーンプレートを通過したパルプ繊維を目開き106 μ mの金網で回収し、手抄きシートの原料とした。JIS P 8223に準じ83メッシュの金網を用いて坪量60g/m²で手抄きシートを作製し、きょう雑物の個数および面積を調べた。

離解後の試料について、繊維長分布測定装置HiRes“FQA”(野村商事(株)製)を用いて繊維長を測定した。また、きょう雑物測定装置SpecScan2000(野村商事(株)製)を用いて、手抄きシート5枚の表面のきょう雑物の個数と面積を測定した。

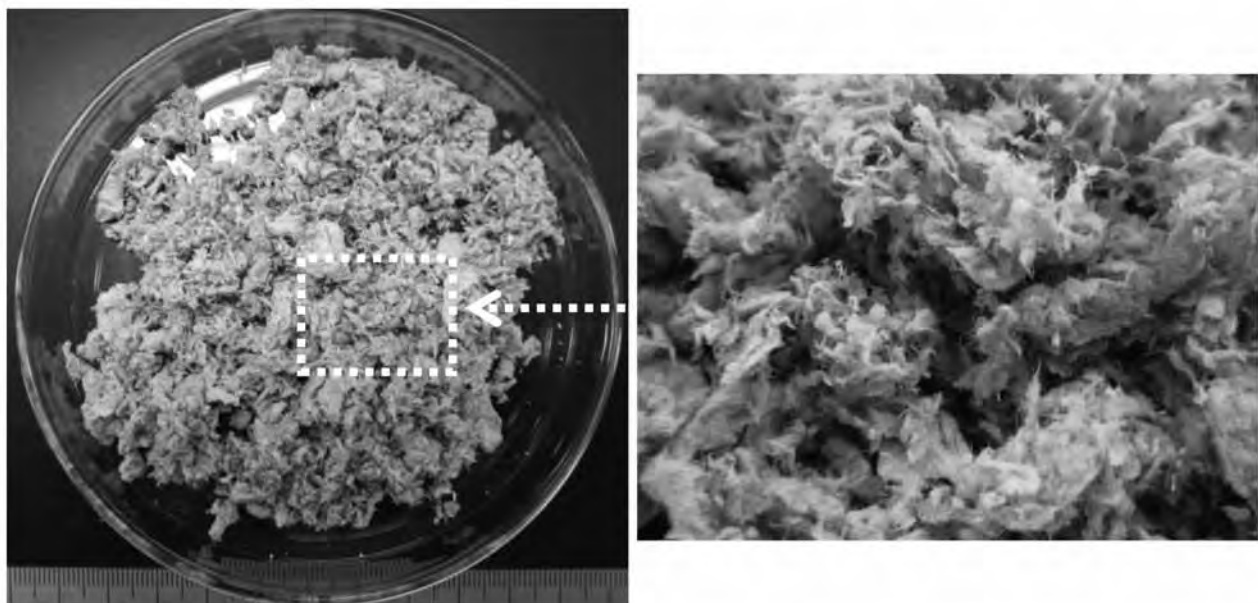


写真1 県庁用度課所管の機密書類溶解システムで処理された古紙
左：乾燥質量で5g相当 右：乾燥したものを拡大

*) 現 東部農林事務所

表1 きょう雑物の大きさが0.04mm²以上の個数及び面積 (シート1枚/167.4cm²)

	測定回数	平均値	最大値	最小値	標準偏差
個数	5	6.5	8.0	5.0	1.07
面積(mm ²)	5	0.51	0.75	0.39	0.144

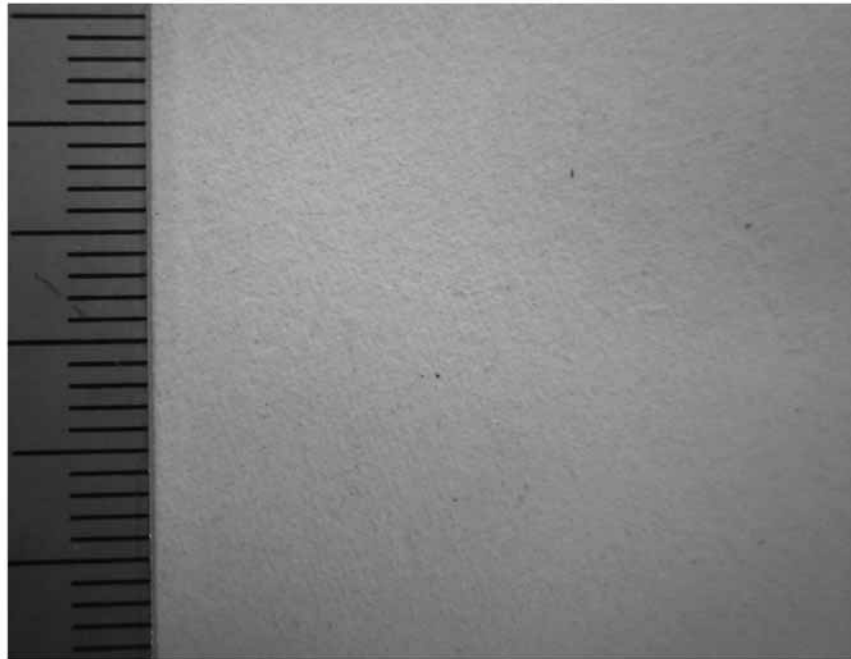


写真2 機密書類溶解システムで処理された古紙から作製したシート

3 結果および考察

離解後の試料の長さ加重平均繊維長は、0.742mmであった。

きょう雑物とは、パルプ以外の異物の総称で、主な原因物質として印刷インキが考えられる。きょう雑物1個当たりの面積が、0.04mm²より大きな場合には肉眼で確認できると言われている。きょう雑物面積0.04mm²以上の個数及び総面積の測定結果を、表1に示す。手抄きシート1枚当たり平均6.5個、総面積0.51mm²であった。参考にシュレッター処理された文書古紙を原料として、パルパーで離解し手抄きシートを作製した場合、手抄きシート1枚当たりのきょう雑物は平均642個、総面積55mm²であった。機密書類溶解システムで処理した古紙を原料として使用した場合、手抄きシート中のきょう雑物は極めて少なかった(写真2)。きょう雑物の個数が少ない理由として、機密書類溶解システム内の処理される段階で、通常のニーディングより高い原料濃度で処理されるため、インキ粒子の微細化が促進

されたことや、次のフラットスクリーン処理の洗浄効果によって、インキ粒子が系外に排出されたためと考えられる。

4 まとめ

機密書類溶解システムで処理した文書を古紙原料として作製した手抄きシートとシュレッター処理した文書を古紙原料として作製した手抄きシートを比較した。機密書類溶解システムで処理した場合の方が、印刷インキ粒子の微細化が進んでいると考えられた。これにより機密書類溶解システムで処理した文書を古紙原料とする場合には、再生紙製造工程の省力化を図れる可能性があることが判明した。

参考文献

- 1) (公財)古紙再生促進センター機密文書処理プロジェクトチーム：リサイクル対応型機密文書処理ガイドライン(案)(2013.10公表)

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE, HAMAMATSU

静岡県工業技術研究所
浜松工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所
浜松工業技術支援センター
浜松市北区新都田1丁目3番3号

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE, HAMAMATSU
1-3-3 Shinmiyakoda, Kita-ku, Hamamatsu city, Shizuoka, 431-2103 Japan

絶縁性金属材料による電子部品検査用部品の開発

電子科 杉森正康 山田浩文 長谷川 茂*

Development of a test jig for electronic devices inspection using an insulated metal material

Masayasu SUGIMORI, Hirofumi YAMADA and Shigeru HASEGAWA

We measured and evaluated the noise reduction performance, especially, pin to pin crosstalk properties for IC sockets constructed by insulated metal material (KCF). As a result, the IC socket itself showed the noise proof property when the base material of KCF connected to the ground appropriately. In the 16 pin DIP type IC socket, the frequency of 200 MHz or less showed the noise rejection performance of 10 dB or more.

Keywords : noise reduction, crosstalk

キーワード : ノイズ除去、クロストーク

1 はじめに

半導体などの電子部品の利用範囲は、コンピュータなどだけではなく、自動車、家庭用電化製品をはじめ様々な機器に広がっている。このため、近年、電子部品に対する要求が高まり、高密度化や高速化が進み、電子部品の発熱・熱暴走などの問題が発生している。また、この問題の解決策として電子部品の低電圧化も進んでいるが、これに伴いノイズ耐性の低下などが問題となっている。

電子部品の検査用部品（検査ソケット）の材質は、絶縁性の優れた樹脂製が大半である。また、耐久性や耐熱性などが要求される場合には、アルミナ（ Al_2O_3 ）などのセラミックス製のものも用いられている。

しかしながら、樹脂製のものでは耐熱性や機械的強度・耐久性が劣っていたり、セラミックス製のものでは衝撃に弱く、機械加工も難しいといった問題がある。

受託研究の申請者である中野ハガネ㈱では、絶縁性金属材料（当該会社での呼称: KCF）の開発を行っている。この素材は、一般の金属と同様に電氣的導電性を持ち、機械加工ができ、機械加工後に表面改質を行うことにより、表面部分のみ電氣的絶縁性の組成に改質したものである。

この素材を電子部品の検査用部品に用いれば、耐熱性や機械的強度・耐久性の問題や、衝撃に弱く、機械加工も難しいといった問題も解決できる可能性がある。さらに、母材の導電性と表面の絶縁性を利用す

ることにより、ノイズ耐性の向上も期待できる。

本研究では、同社が絶縁性金属材料で試作したICソケットについて、ノイズ除去性能、特にピン間クロストーク特性に関する評価を行った。

2 方法

2.1 評価対象

評価したICソケットは、中野ハガネ㈱が絶縁性金属材料（KCF）を用いて試作した次の2種類の16ピンDIP（Dual Inline Package）型ICソケットと従来の樹脂製のICソケットである。

- (1) 試作Aタイプ: KCF製DIP型16ピンICソケット
- (2) 試作Bタイプ: KCF製DIP型16ピンICソケット
- (3) 従来タイプ: 樹脂製DIP型16ピンICソケット

ICソケットの形状は、汎用ロジックICなどで一般的に用いられている16ピンDIP型とした。試作品では、ソケット側面にビス穴を設け、母材の金属部分を基準電位（GND電位）に直接接続できるように設計した。また、8番ピンを母材と直接導通させたAタイプ(1)と、他のピンと同様母材とは絶縁したBタイプ(2)の2種類を設計した。これは、16ピンDIP-ICでは多くの場合、8番ピンがICのGND端子であり、その端子を利用して最短経路で母材をGND電位に接続した場合とそうでない場合の特性を比較するためである。

また、測定結果の比較のために、樹脂製の従来タイプ(3)のICソケットに対しても同様の評価を行った。

*) 現 富士工業技術支援センター 機械電子科

写真1は、評価に用いたICソケットで、左から試作Aタイプ、試作Bタイプ、従来タイプである。試作Aタイプは、8番ピンに金メッキコンタクトを使用している。

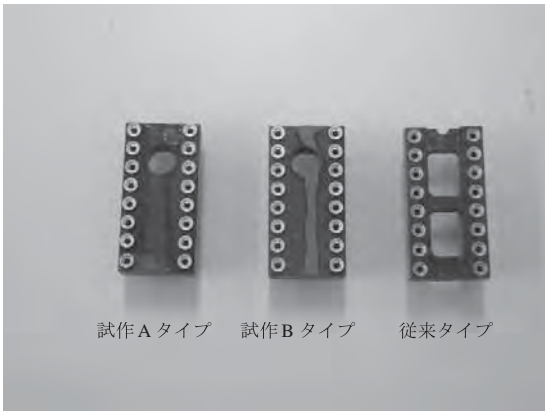


写真1 評価に用いたICソケット

2.2 測定方法

図1は、今回の測定における基本的な原理を示したものである。

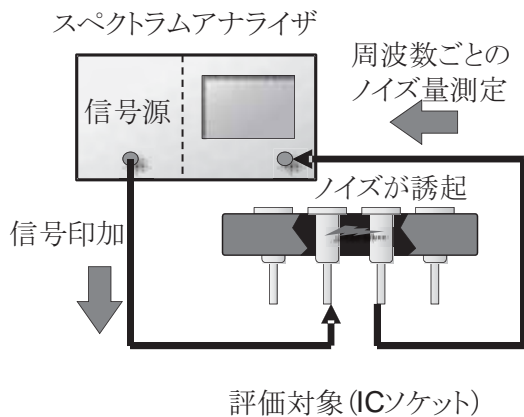


図1 測定の基本的な原理

測定器は、トラッキングジェネレータ機能付スペクトラムアナライザを用いた。これは、内部に信号源を持ち、周波数を掃引しながら評価対象に信号を加え、それぞれの周波数における応答を測定することができる。

ここでは、評価対象であるICソケットの特定のピン(12番ピン)に信号を加え、隣接するピン(11番ピン)に誘起するノイズ量を測定することで、ピン間クロストーク特性を評価した。

3種類のICソケットをできるだけ同一の条件で測定するために、プリント基板で測定用ジグを製作した。

写真2、写真3は測定用ジグの形状を示す。

測定周波数範囲の上限を2GHzとしたため、測定用ケーブルとの接続にはSMAコネクタを用いて、配線パターンはできるだけ短く、かつパターン同士はできるだ

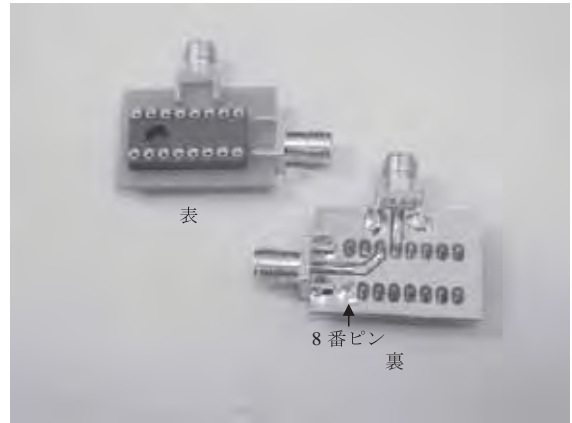


写真2 測定用ジグの形状(表裏)

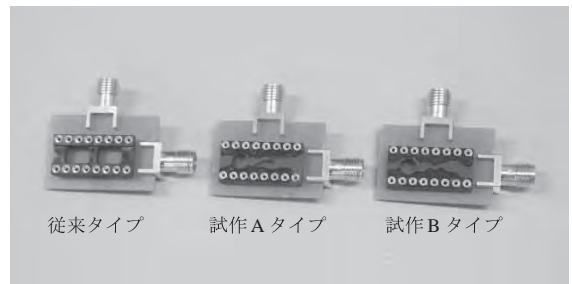


写真3 測定用ジグの形状

け離れた。また、測定ピンへの影響をできる限り少なくするために、8番ピンはプリント基板上のGND電位に直結とし、測定に使用する11番ピン、12番ピン以外のピンは、信号引き出しのためのパターンを設けずにハンダ付け用ランドのみとした。

測定用ジグに用いたプリント基板は、同一特性のものを複数枚用意する必要があるため、切削加工機を用いて製作した。

写真4は、測定を実施している様子である。測定には、(株)アドバンテスト製のトラッキングジェネレータ付スペクトラムアナライザR3361Cを用いた。また、トラッキングジェネレータの出力レベルは、0dBmとした。



写真4 測定の様子

【報告】

3 結果および考察

図2 と図3 にクロストークの周波数依存性を示す。図2 は周波数範囲が200MHzまで、図3 は周波数範囲が2GHzまでのものである。クロストークは、測定ケーブルを直結して出力信号を直接入力側に接続した状態で測定値が0dBとなるように校正した。また、グラフ上のプロットが、下にいくほど隣接するピンに誘起するノイズ量が少ない、言い換えれば、ピン間クロストークが小さいことを示している。

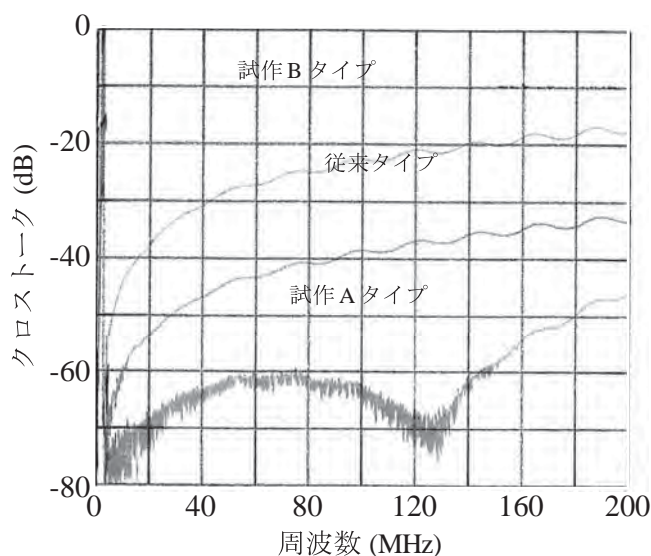


図2 クロストークの周波数依存性（～200MHz）

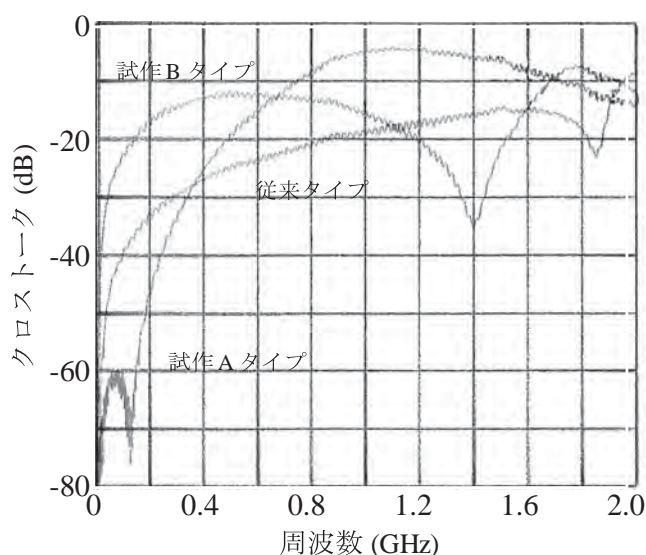


図3 クロストークの周波数依存性（～2GHz）

200MHz以下の周波数では、試作Aタイプは従来タイプに比べてクロストーク量が小さくなった。その量は、ノイズが急激に減少する100MHz～140MHzでは24dB以上、それ以外の周波数でも10dB以上であった。一方、試作Bタイプは、200MHzまでの全周波数において、逆に従来タイプよりノイズ量が15dB以上大きくなった。

試作Aタイプは、200MHz以上では周波数が高くなるに従ってクロストーク量が増加し、400MHzで従来タイプより高くなった。なお、このクロストーク量が従来タイプと逆転する周波数は、母材のGNDへの接続方法、即ち、プリント基板上での実装および配線方法に依存していると考えられる。言い換えれば、電子回路で取り扱う周波数に応じてKCF製ICソケットの母材を適切な方法でGNDに接続する必要があり、実用上注意を要する部分であると言える。

4 まとめ

KCF製ICソケットの耐ノイズ性に関して、以下のことがわかった。

- (1) KCFの母材を適切にGNDに接続することで、ICソケットそのものに耐ノイズ性を持たせることができる。
- (2) 16ピンDIP型ICソケットにおいて、母材と電氣的に接触した8番ピンを直接プリント基板のベタGNDに接続した場合、200MHz以下の周波数において10dB以上、周波数によっては20dB以上のノイズ低減効果を示した。
- (3) 特定の周波数以上においては、ピン間の結合度が増し、従来の樹脂製ICソケットよりもノイズが増加する。
- (4) この特定の周波数は、KCF母材のGNDへの接続方法に依存する可能性があり、今回の例では概ね400MHzであった。
- (5) また、母材をGNDから浮かせた場合は、1.1GHz以下の周波数では従来品よりもノイズが増加する。

本研究は、平成25年度受託研究「絶縁性金属材料による電子部品検査用部品の開発」（申請者：中野ハガネ(株)）によるものである。

チタン合金のエンドミル加工における形状精度に関する研究 (第2報)

機械科 大澤洋文

材料科 是永宗祐 植松俊明 伊藤芳典 長津義之

The effect of cutting force on accuracy of shape for titanium alloy (2nd Report)

Hirofumi OOSAWA, Sosuke KORENAGA, Toshiaki UEMATSU, Yoshinori ITOH
and Yoshiyuki NAGATSU

Titanium and its alloys are very useful industrial materials because of their superior properties of light-weight, high strength and corrosion resistance, etc. However, the other mechanical and chemical properties, such as low elastic modulus, high chemical activity at high temperature and low thermal conductivity, bring difficulty in precision machining.

In this study, in the end mill cutting of Ti-6Al-4V alloy for rib, the effect of stiffness on the accuracy of shape profile was investigated.

The main points of results are as follows:

In the case of machining the workpiece rich in rigidity, the roughness of finished surface and the deviation from the tolerance of straightness was decreased with decreasing cutting force, because of decreasing the deflection of cutting tool.

Keywords : Ti-6Al-4V alloy, end milling, rib, accuracy of shape, cutting force

キーワード : Ti-6Al-4V合金、エンドミル加工、リブ形状、形状精度、切削抵抗

1 はじめに

チタンおよびチタン合金は、軽量、高強度、高耐食性、高生体適合性などの優れた特性を有することから輸送機器、航空宇宙、医療など幅広い分野で利用されている¹⁾。

一方、これらの材料は鉄鋼材料と比較して弾性率が低い、高温での化学的活性が高い、熱伝導率が低いなどの切削加工で支障となる特性も有することから、機械加工では高精度な加工が難しく、さらに工具寿命が短くなるという難点がある。加工精度や工具寿命は、被削材に加わる負荷（切削抵抗）や、使用する加工機の剛性、クーラントの種類や量などに大きく影響されるとされ、一般的にはチタンの切削加工には、大量のクーラントを供給でき、高剛性の加工機を使用することが推奨されている²⁾。しかし近年、切削加工では自然環境への配慮、作業環境の改善や加工コストの低減などの要求から、クーラントを使用しないドライ加工や微量のクーラントを使用した極微量潤滑（MQL）加工のニーズが高まっている。

現状では、クーラントの有無によらず、被削材に作用する切削抵抗が被削材の加工面品位や寸法、形状

精度に及ぼす影響について詳細な報告はほとんどない。そこで前報³⁾では、代表的なチタン合金であるTi-6Al-4V合金（以下、Ti-6Al-4V）に対してエンドミルによる単純直線加工における切削抵抗と加工面品位の関係を調査した。

実際の製造現場では、部品の加工面品位だけでなく寸法精度や形状精度の向上も求められており、本研究では、Ti-6Al-4Vに対して厚さの異なるリブから形成された試験片へ切削加工を行い、切削抵抗が寸法精度や形状精度に及ぼす影響について検討した。

2 方法

2.1 被削材

被削材は、Ti-6Al-4Vを用いた。68×40×35mmの直方体形状から、図1に示す高さが20mmで厚さが2mm、5mm、14mmのリブからなる形状に対して仕上げ代1mmまで荒加工をしたものを用意した。

【報告】

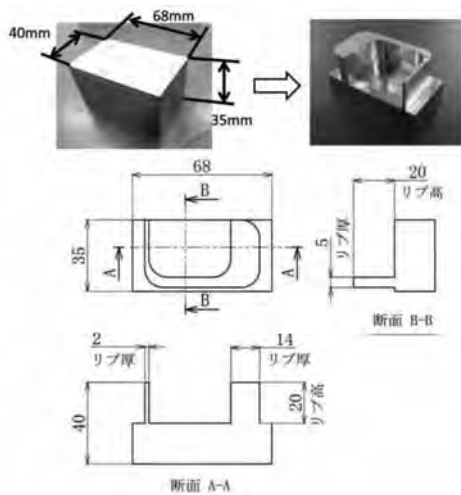


図1 被削材

2.2 切削条件

仕上げ代 1mm に対して、表 1 に示す条件で加工した。加工方向は一般的に工具摩耗が軽減するとされるダウンカットを採用し⁴⁾、切削油剤を用いないドライカットで、径方向の加工と軸方向の加工を交互に繰り返しながら目標の形状まで加工した。

加工機には、立形マシニングセンタ（エンシュウ(株)製EV-450T）を、工具には超合金製で表面にTiAlN系コーティングを施したソリッドタイプで径12mmのエンドミルを用いた。

表 1 切削条件

切削速度	56.5m/min
一刃送り	0.04mm/tooth
径切込み	0.5mm、1.0mm
軸切込み	10mm
工具突出し量	45mm
切削方向	ダウンカット
切削油剤	なし

2.3 評価

加工後の被削材に対して、リブの厚さ、リブの輪郭度、壁面の真直度、壁面の倒れ角、壁面の表面粗さを評価した。

リブの厚さおよび輪郭度は、三次元測定機（カールツァイス製UPMC850CARAT）を用いて測定した。厚さの測定は、図 2 のようにそれぞれの平行部の両端と中心の 3 か所において、工作物の上面から 1mm の位置で実施した。輪郭度は、工作物の上面から 1mm の高さで 17.5mm の高さにおいてプローブによるならい測定を

行い、形状プロファイルの目標値に対する最大値と最小値の差として求めた。

壁面の倒れ角および真直度は、図 3 のように被削材を輪郭測定器（株ミトヨ製CV-4100/H8）の載物台に斜めに設置し、測定スタイラスで加工面上をなぞり、得られた座標から算出した。測定は、2mm、5mm、14mmのリブの中央部分に対して表裏から実施し、それぞれ平均値を求めた。

壁面の表面粗さは、触針式表面粗さ測定器（テラーホブソン製フォームタリサーフS4C）を用いて測定した。測定は、JIS B 0601-1994⁵⁾ に準じ、図 4 に示すリブ先端付近および根元付近でそれぞれ 3 か所行い、最大粗さ高さRy (μm) は 3 点の平均値とした。

使用後の工具の摩耗量は、デジタルマイクロスコープ（株キーエンス製VHX-1000）を用いて、最大逃げ面摩耗幅を計測した。

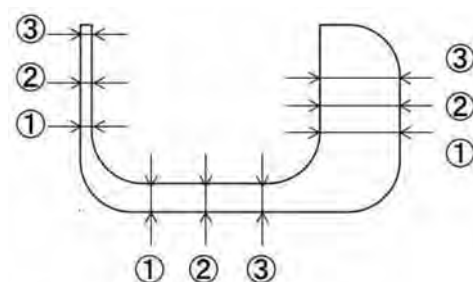


図 2 リブ厚さ測定位置

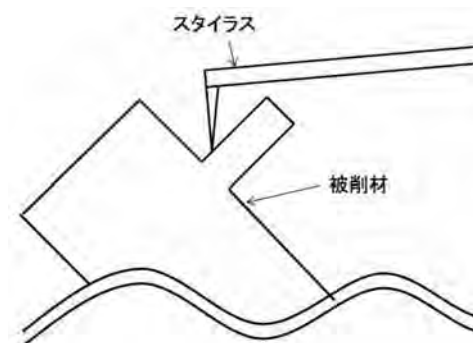


図 3 形状測定

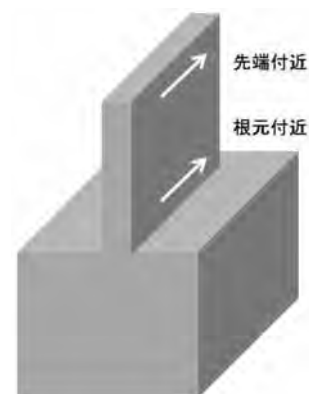


図 4 粗さ測定位置

2.4 切削抵抗

今回の仕上げ加工では、1回の加工中に切削送りの方向がX、Y、曲線と変化するため、各軸方向にかかる切削抵抗を把握することが困難である。そこで予備試験として同一材質を被削材として表1の切削条件において、単純直線加工を実施し、切削中に被削材の切込み方向にかかる切削抵抗、送り方向にかかる切削抵抗、工具軸方向にかかる切削抵抗を測定した。切削抵抗の評価には、予備試験の値を用いた。

3 結果および考察

3.1 リブ厚さに対する寸法精度

図5に工作物の上面から1mmの高さにおける、径方向の切込みを0.5mmで加工したときの工作物の形状を示す。目標値からの誤差を拡大して表した。ここで、加工開始位置をaとし、経路をb～hで表記した。リブ厚さ2mmを目標とする加工面bcでは、加工がbからcへと進行するとともに厚さが増加し、加工位置cでは目標の2mmよりも22 μ m程度厚くなっていた。2mm、5mm、14mmのリブにおける厚さの変化を図6に示す。それぞれのリブでの最大変化量は、2mmで13 μ m、5mmで4 μ m、14mmで1 μ mであった。2mmのリブで厚さが大きく変化した要因のひとつとして、被削材が工具によって切込み方向に抵抗を受け、リブがたわんだことが挙げられる。2mmの場合、リブがリブ底と加工位置bでしか拘束されていない。加工がbからcへと進行するとともにたわみが増加し、切残しが多くなったことで、厚さも増加したと考えられる。また14mmのリブでは、2mmのリブよりも厚く、断面2次モーメントが大きいことため変化量は1 μ mと小さかった。5mmのリブでは、2mmのリブと14mmのリブに挟まれたことで剛性が向上し、変化量が4 μ mになったと推定される。

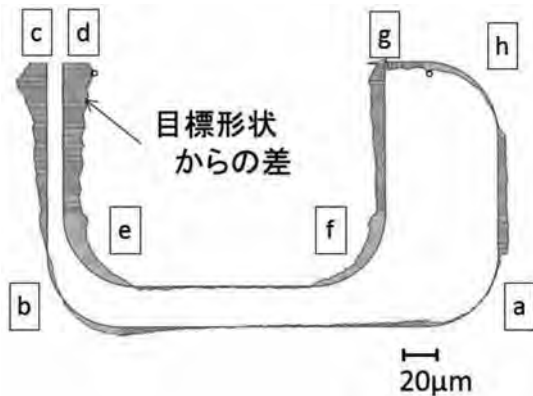


図5 工作物の形状
(測定位置：上面から1mm)

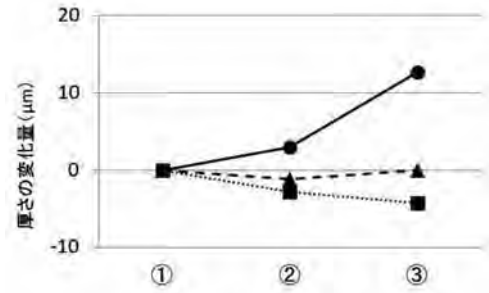
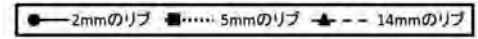


図6 リブ厚さの変化



3.2 リブ壁面の加工面品位

次にリブの高さ方向の形状プロファイルを図7に示す。リブの高さ方向の形状は厚さや切削条件によらず、うねりを伴う傾斜した形状であった。図8に示すとおり、切込みが0.5mmの場合、目標リブ厚さごとの倒れ角は2mmで0.10°、5mmで0.12°、14mmで0.14°であったが、切込みが1mmの場合には、それぞれ、0.15°、0.15°、0.18°で、いずれのリブでも切込み量の増加とともに倒れ角が増加した。切込み1mmで被削材にかかる切込み方向の切削抵抗は、図9に示すとおり290N程度で、切込み0.5mmのときよりも1.5倍程度に増加している。切込みが大きくなることで切込み方向の切削抵抗が増加して工具の曲りが大きくなったことにより、倒れ角が増加したといえる。



図7 リブの高さ方向の形状プロファイル

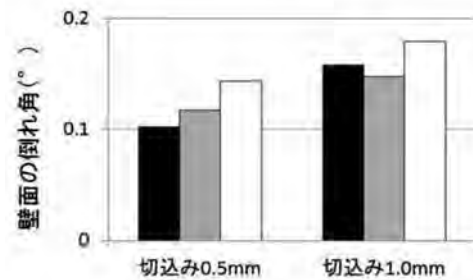
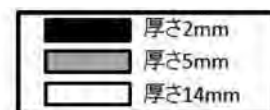


図8 壁面の倒れ角



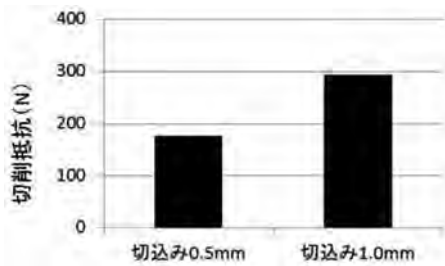


図9 予備試験における壁面方向の切削抵抗

次に、壁面の真直度を測定した結果を図10に示す。2 mmのリップの壁面の真直度は切込みを0.5mmから1 mmに増加することで28 μ mから35 μ mに悪化した。この傾向はほかのリップでも同様であった。壁面の真直度は図11に示すように断面形状を最小二乗法で直線近似し、形状プロファイルをその平行二直線で挟み込んだ時の幅であることから、リップの高さ方向の形状にうねりが生じることで悪化する。工具摩耗量を図12に示す。切込みを0.5mmから1 mmに増加しても工具の逃げ面摩耗幅に大きな変化はなかった。前報³⁾で壁面の真直度が悪化する要因として工具の摩耗による切れ刃の鈍化を挙げたが、今回の加工条件では、この影響は小さいと考えられる。エンドミル加工における切削抵抗は切削長(被削材と切れ刃が接触している長さ)が大きくなることで図13に示すように変動する。そのため、切削中の工具は被削材から受ける抵抗と、その作用する位置が変化し、時間の経過とともに曲げの変形量が増減したことで複雑なうねり形状を形成したと考えられる。切込み1 mmでは作用する抵抗が切込み0.5mmよりも増加したため、曲げの変形量が増加し、うねりが大きくなり真直度は悪化したと考えられる。

次に最大粗さ高さの測定結果を図14に示す。今回の切削条件において、切込み0.5mmから1.0mm増加し、切削抵抗が大きくなったにもかかわらず、どのリップ厚さでも最大粗さ高さが2 μ m以下と加工面粗さは良好であった。

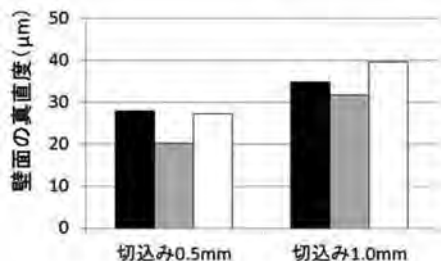


図10 壁面の真直度

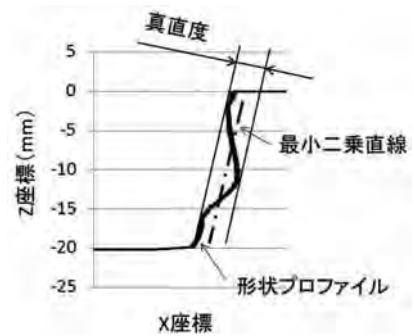
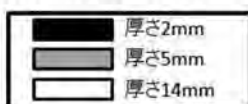


図11 真直度概念図

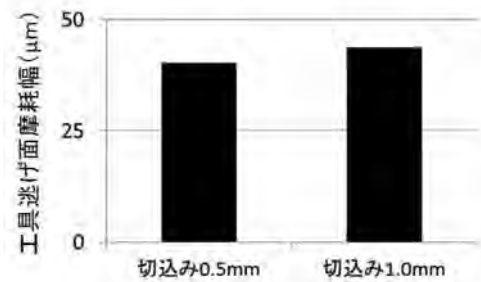


図12 工具摩耗量

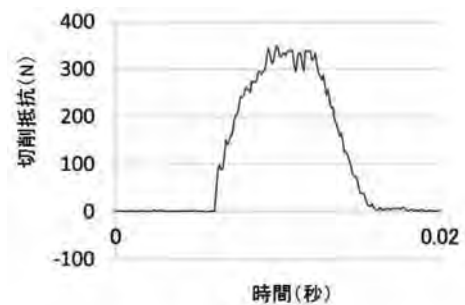
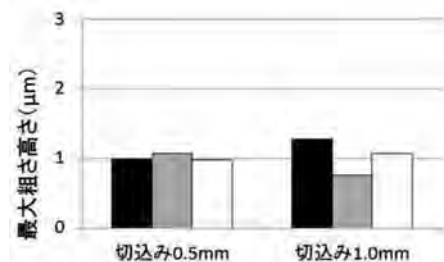
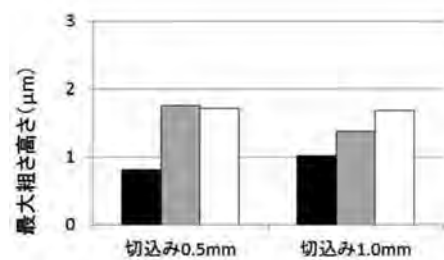


図13 切削抵抗波形例

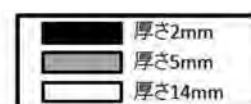


(a) 先端付近



(b) 根元付近

図14 壁面の最大粗さ高さ



3.3 工作物の輪郭度

図15に上面からリブの深さ方向に17.5mmの位置で測定した、切込み0.5mmと1.0mmのときの工作物の形状を示す。目標値からの誤差を拡大して表した。設計上加工代のない加工面ghを除いて、全周において目標形状に対して形状が大きくなるアンダーカットが発生した。この傾向はリブ厚さによらず同様であった。図16に示すように、切込み0.5mmでは輪郭度が76 μ mであつ

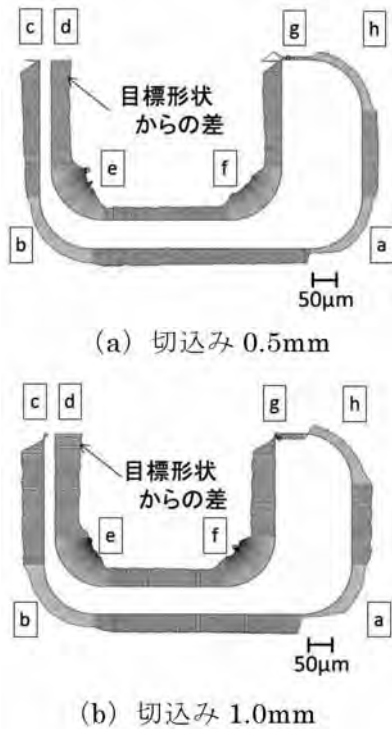


図15 工作物の形状
(測定位置：上面から17.5mm)

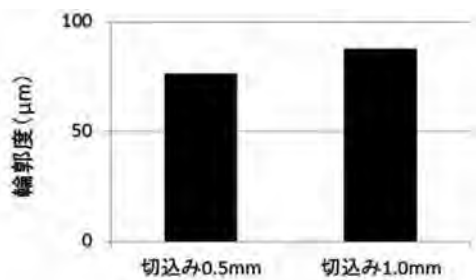


図16 工作物の輪郭度

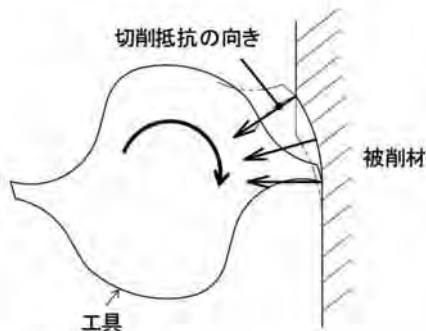


図17 切削モデル

たが、切込み1.0mmでは輪郭度が95 μ mと悪化していた。本研究では切削条件をダウンカットとしたため、切削抵抗は図17に示すように常に被削材の内側にかかり、工具を外側に曲げる力が発生した。そのため切削抵抗が大きい切込み1.0mmでは、加工中の工具の曲げが増大し、輪郭度の悪化につながったと考えられる。

4 まとめ

Ti-6Al-4V製の、厚さの異なるリブから形成される試験片にエンドミルで仕上げ加工を行い、加工面の寸法精度および形状精度を評価して以下の結果を得た。

- (1) Ti-6Al-4Vはヤング率が低いため、切削抵抗により被削材にたわみが発生し、寸法精度が悪化した。特に高さに対して薄いリブでは、その影響が顕著となるので注意が必要となる。薄いリブ形状の工作物を加工する際には、リブ剛性が高い状態とすることが重要となるため、リブの両端を支持する形状に加工したのち、支持部を除去する等の工夫が必要である。
- (2) 切削抵抗が大きい条件では、切削抵抗の変動により、リブ高さ方向の傾きや真直度が悪化した。
- (3) ダウンカットでは、切削抵抗が大きい条件ほど工具は被削材の外側に力を受けるため、アンダーカットが発生し、輪郭度が悪化した。
- (4) 工作物の形状精度を向上させるためには、仕上げ加工で切削抵抗が小さい条件を選択する必要がある。

参考文献

- 1) 新家光雄 他：応用、「チタンの基礎・加工と最新応用技術」, 第1版 (株シーエムシー出版, 東京), 新家光雄 監修, pp.144-341 (2009).
- 2) 狩野勝吉：チタンとチタン合金, 「難削材・新素材の切削加工ハンドブック」, 第1版 (森出版(株), 東京), pp.287-322 (2011).
- 3) 大澤洋文 他：チタン合金のエンドミル加工における形状精度に関する研究. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第6号, 98-102 (2014).
- 4) 小坂弘道：ソリッドエンドミル、その他, 「切削加工の基本知識」, 初版 (日本工業新聞社, 東京), pp.145-160 (2007).
- 5) 奈良治郎 他：最大高さ (Ry) の定義及び表示, 「表面粗さ—定義及び表示JIS B0601-1994」, 第3版 (財)日本規格協会, 東京), 福原元一 編集, pp.5-7 (1995).

チタン合金のエンドミル加工における切削雰囲気の影響

材料科 植松俊明 是永宗祐 伊藤芳典 長津義之
機械科 大澤洋文

Effect of cutting process on machinability of Ti-6Al-4V alloy in end milling

Toshiaki UEMATSU, Sosuke KORENAGA, Yoshinori ITOH, Yoshiyuki NAGATSU
and Hirofumi OOSAWA

Titanium and its alloys are well known as typical difficult-to-cut material which has high strength, low coefficient of thermal conductivity, and high chemical activity at high temperature etc. Therefore, the cutting of Titanium and its alloys have been used a large amount of cutting fluid for lubrication, cooling and chip disposal. However, the environmental problem and increase of processing cost were caused by using cutting fluid.

In this study, the effect on the cutting process by using minimum quantity lubrication (MQL) cutting or removed the cutting fluids (cooling air cutting, dry cutting) in end milling of Ti-6Al-4V alloy with several type of cemented carbide was investigated. The effect is mainly evaluated by the machinability, such as a cutting force, chip flow and surface quality. As the result, the machinability of MQL cutting with TiN coated carbide tool is superior to other process because the cutting force was not increased by supplying oil mist. In dry cutting that was not obtained cooling effect, it is necessary to adopt a cutting tool having high oxidation resistance or the cutting condition with low cutting force.

Keywords : end milling, Ti-6Al-4V alloy, dry cutting, MQL cutting, cooling air cutting

キーワード : エンドミル加工、チタン合金、乾式切削、冷風切削、MQL切削

1 はじめに

チタンおよびチタン合金は軽量かつ高強度であり、耐食性や生体適合性などに優れているため、航空機産業や化学プラント、医療分野などで多く使用され、今後も各種成長分野での利用拡大が期待されている。現在、航空機部品や医療部品などの多くは、素材から削り出して製造されている。切削加工は、あらゆる分野で必要とされる基本的な加工技術であり、応用範囲が広い。そこで、チタンの物性や切削性を十分に理解し、切削加工技術を高度化することは重要である。

チタンは熱伝導率や比熱が小さいため、切削加工では工具温度が上昇し、凝着や工具摩耗が促進され、工具損傷や加工精度の低下が問題となる。そのため、切削加工における注意点として加工時に発生する熱を極力抑えることが挙げられ、一般的には大量の切削油を用いた加工が推奨されている。しかし、切削油の使用は油中の添加物が作業環境を悪化させるだけでなく、切削油の処理や製品などの洗浄にさらなる費用を要するので使用量の抑制が求められている。そこで、切削油を全く使用しない乾式切削、切削油の代わりに冷風

を吹き付けることで冷却作用を付与した冷風切削や微量な切削油をミスト状にして高圧エアとともに加工部に供給し、潤滑作用を付与したMQL (Minimal Quantity Lubrication) 切削などの切削加工が検討されている¹⁻³⁾。

本研究では被削材をチタン合金とし、乾式切削、冷風切削、MQL切削の3種類の低環境負荷加工でエンドミルによる端面加工を行った。評価には高速度カメラ、切削動力計などを用い、それぞれの切りくず排出性や切削抵抗などの切削性について評価し、各加工法の有効性について詳細に検討した。

2 方法

実験装置の概略図を図1に示す。被削材は代表的なチタン合金であるTi-6Al-4V合金で、図2に示すように等軸 α 相と針状 α 相を含む β 相の2層からなり、硬さが34HRCの材料を用いた。エンドミル加工はCNCフライス盤(大隈豊和機械(株) 2V-NC)に下に記す $\phi 12$ のエンドミルをコレットチャックの端面から40mm突出して取り付け、表1に示す切削条件で乾式、冷風、MQL

【報告】

の3種類の雰囲気中で端面加工を行った。加工は1パス90mmとし、最大で540mm加工した。使用したエンドミルは母材が超硬で表面にTiNコーティング、TiAlN系コーティングを施したものとコーティングなし（以下、TiN工具、TiAlN工具、超硬工具）の3種類である。冷風切削およびMQL切削では冷風供給用ノズル、MQL供給用ノズルを加工機の主軸近傍にそれぞれ2本取り付け、被削材の送り方向に対して直角方向と平行方向から工具刃先に冷風または微量の切削油をミスト状にして供給した。冷風は市販の簡易冷風発生装置を用いて冷風温度約263K、供給圧0.4MPaとした。MQLのオイルミストは植物性の切削油を圧縮空気によってミスト状にし、切削油の供給量を約5ml/h、圧縮空気の供給圧を0.5MPaとした。

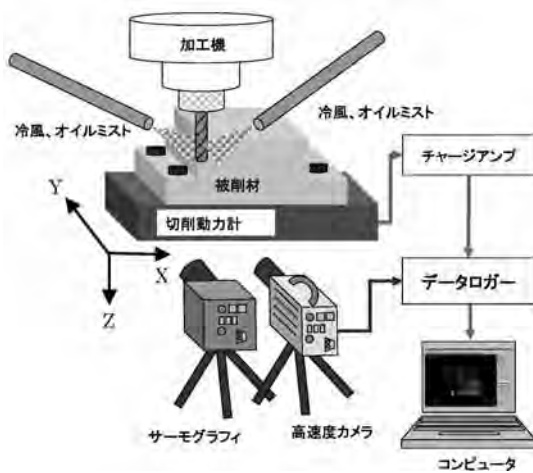


図1 実験装置の概略図

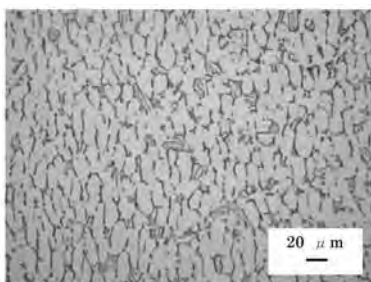


図2 被削材の金属組織

表1 切削条件

被削材	Ti-6Al-4V
切削雰囲気	乾式 冷風 (供給圧 $p=0.4\text{MPa}$) MQL (供給量 $q=5\text{ml/h}$, 供給圧 $p=0.5\text{MPa}$)
切削速度	75m/min
送り	0.08mm/tooth
軸方向切り込み	10mm
径方向切り込み	0.6mm
切削方向	ダウンカット

切削性は切りくず排出性、切削抵抗、工具損傷、被削材の加工面品位などで評価した。切りくず排出性および切削抵抗は切削動力計（日本キスラー(株) type 9129AA）、高速度カメラ（(株)フォトロン FASTCAM-SA4）を用いて評価した。切削動力計は加工機のテーブル上にクランプで固定した。切削距離90mmが確保できるように凸型形状に加工した被削材を切削動力計にボルトで固定して加工時にかかる切削抵抗を測定した。切削動力計の信号と加工機正面に設置した高速度カメラの同期信号をデータロガーに入力することで、切削抵抗と高速度カメラ像を同期して記録した。切削動力計は工具の径方向をX軸方向、送り方向をY軸方向、軸方向をZ軸方向とした。また、加工機正面にサーモグラフィ（JENOPTIK社製VarioCAM HiRes research 1.2Mega）を設置し、図3の斜線部で示す刃先近傍の温度を測定した。温度は、加工開始の1秒後から3秒間測定し、上位3点の平均値を求めた。測定周期は10回/秒とした。

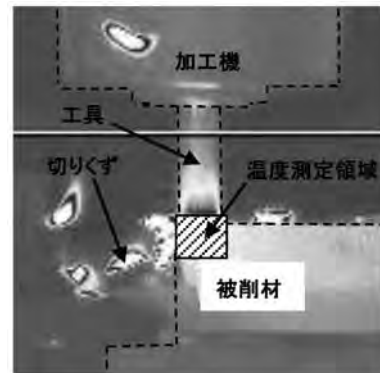


図3 温度測定領域

工具の損傷状況は工具逃げ面をマイクロ스코ープ（キーエンス(株)製VHX-1000）で観察し、被削材の凝着状態や工具の損傷状態の評価を行った。

被削材の加工面品位は最大粗さ高さと壁面の真直度で評価した。最大粗さ高さの測定には触針式の表面粗さ測定機（Taylor Hobson製フォームタリサーフS4C）を用い、測定方法はJIS B 0601-1994⁴⁾に準じた。壁面の真直度は、図4に示すように被削材を輪郭測定器（(株)ミツトヨ製CV-4100/H8）の載物台に斜めに設置し、2μmピッチで測定した座標位置から壁面の真直度を求めた。最大粗さ高さや壁面の真直度は切削距離540mm加工後の加工面で測定し、加工開始側から25mm、45mm、65mmの位置の平均値を求めた。また、被削材の壁面の断面形状および倒れ角を輪郭測定器で測定した。

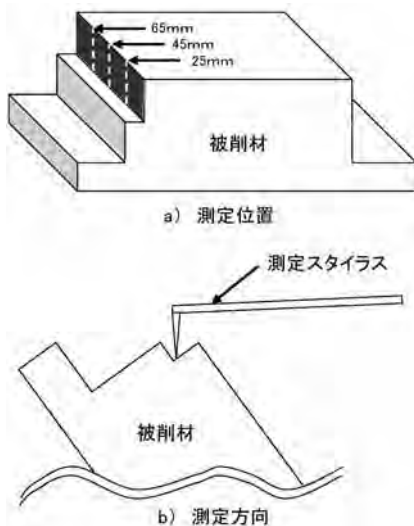


図4 加工面品位の測定方法

3 結果および考察

3.1 TiNコーティング工具における切削雰囲気の影響

図5に各切削雰囲気中でTiN工具によりエンドミル加工を行った際の切りくず排出状況と切りくず外観を示す。高速度カメラ像からわかるように切削距離540mmにおける冷風切削およびMQL切削の切りくずは工具刃部が被削材から抜けるとともに排出されたが、乾式切削では1回転あたりの切削が終了し、空転時であっても切りくずが刃部に凝着したままであった。また、冷風切削では図中の矢印で示した切りくずの上部に凝着が見られ、MQL切削と比較すると切りくずの排出が僅かに遅れていた。次に切削距離90mmと540mm時に生成した切りくずを比較した。切削距離90mmではいずれの雰囲気でも切りくずはカールし、良好な形状であった。切削距離540mmではMQL切削のみが良好な形状を維持していたが、乾式切削では切りくずの噛み込み等によって不定形状の切りくずとなり、冷風切削では切りくずの刃部と接する部分にむしれが見られた。切削距離が伸長するとともに、乾式切削と冷風切削では切りくずの形状は悪化した。ここで、切削距離540mmにおける工具逃げ面の損傷状況を図6に示す。MQL切削では凝着および損傷は見られないが、乾式切削では切れ刃と逃げ面に多くの凝着、冷風切削では切れ刃の損傷と逃げ面に少量の凝着が見られた。図7に切削距離360mmから450mmの各切削雰囲気における切削中の刃先近傍の温度を測定した結果を示す。刃先近傍の温度は乾式切削が500K程度と最も高く、冷風切削では450K程度、MQL切削では420K程度であった。

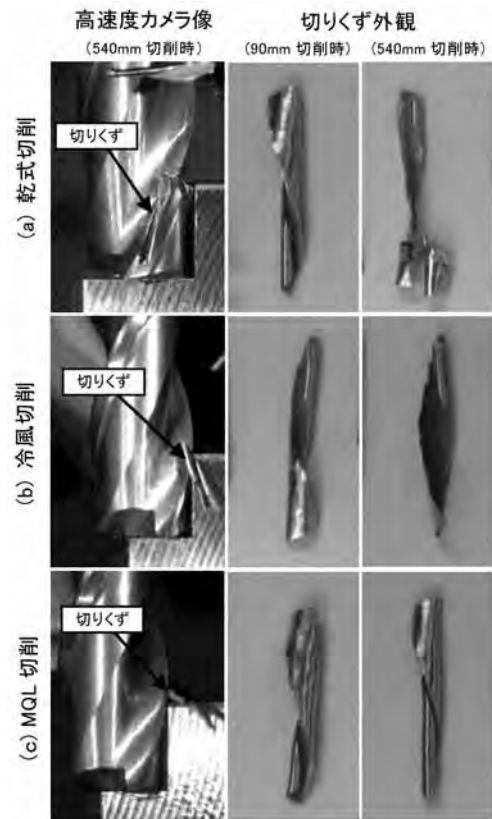


図5 切削雰囲気による切りくず排出性及び切りくず形状

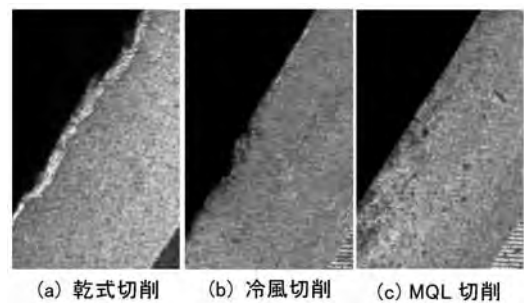


図6 切削距離540mmにおける工具逃げ面の状況

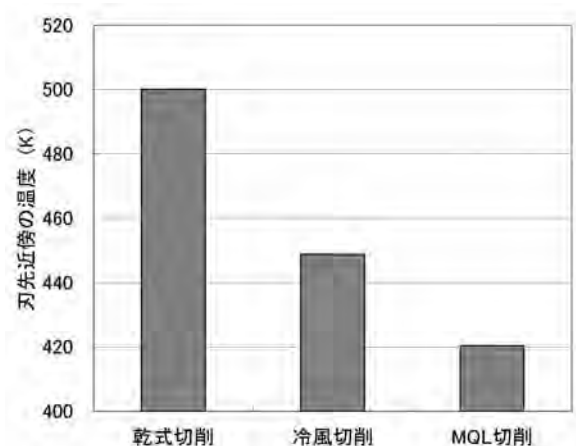


図7 切削雰囲気の違いによる刃先近傍の温度

【報告】

冷風切削が乾式切削と比較して切りくず排出性および切りくず形状が良好であったことは次のように考えられる。乾式切削では空転時にも十分な冷却が行えず、切削距離の伸長とともに切削時に発生した熱が刃部に蓄積することで工具と切りくずの反応が促進し、多くの凝着が発生した。冷風切削では室温よりも30K程度低い圧縮空気を加工点に供給することによって冷却作用が向上し、空転時に刃先が冷却されたことで工具と切りくずの反応が抑制された。そのため、乾式切削と比較して刃部の凝着を減少させることができた。また、冷風切削では加工点に2方向から圧縮空気を供給したことによって、切りくずが刃部に僅かに凝着した状態であっても切りくずを強制的に排出でき、噛み込み等の不具合を抑制した。

MQL切削では乾式切削よりも刃先近傍の温度が80K程度低下し、室温の圧縮空気を供給しているにもかかわらず、冷風切削よりも30K程度低下させることができた。測定した刃先近傍の温度は加工機正面から測定した値であることから、切りくずの温度と同じと考えることができる。切りくずを生成するためには被削材から切りくずを分離するためのせん断力、工具すくい面および逃げ面での摩擦力などを積算したエネルギーが必要となる⁵⁾。このエネルギーは単位時間当たりの仕事量である切削動力として求められ、切削加工の場合は切削抵抗の主成分と切削速度の積となる。また、このエネルギーのほとんどは熱エネルギーに変換される。本研究では切削雰囲気以外の切削条件は同一であるため、切削抵抗の大きさによって切りくずの温度に差異が生じると考えられる。

図8に各切削雰囲気での切削距離540mmまで加工したときのX軸方向の最大切削抵抗の変化を示す。乾式切削は切削距離90mmから270mmまでは急激に切削抵抗が増加し、430N程度から635N程度となったが、それ以降はほぼ一定の値を示した。冷風切削も乾式切削と同様に加工の初期段階で切削抵抗が大きく変化し、切削距離360mmまでに410N程度から490N程度まで増加したが、それ以降でほぼ一定の値となった。MQL切削では切削距離を伸長することで切削抵抗は増加傾向を示すものの、切削距離540mmまでの変化量は10N程度と小さかった。また、MQL切削では切削距離540mm時の切削抵抗が乾式切削、冷風切削と比較して、それぞれ270N程度、125N程度低い値であった。よって、MQL切削では少量の切削油であっても十分に潤滑作用が働き、工具すくい面および逃げ面の摩擦抵抗を減

小さくしたことや工具と切りくずの反応を抑制したことで、切削抵抗を低く抑えることができたと考えられる。このため、MQL切削では切りくずを生成するためのエネルギーが他の雰囲気よりも小さくなり、切りくずの温度も低く抑えられたと考えられる。

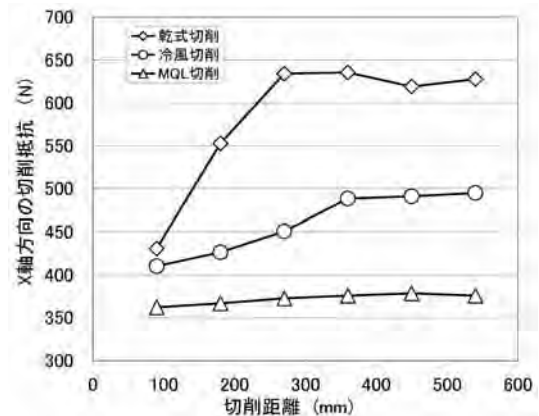


図8 各切削雰囲気における切削距離と切削抵抗の関係

以上のことから、263K程度の冷風で刃先を冷却し、切りくずと工具との反応を抑制するよりも、微量の切削油を供給し潤滑作用を高めた方が切削抵抗の低減と切りくず排出性の向上が期待できると言える。

次に各雰囲気加工した被削材の最大粗さ高さを図9に、壁面の真直度を図10に示す。最大粗さ高さはMQL切削が最も小さく、冷風切削ではMQL切削よりも僅かに大きな値となったが、いずれも4 μ m程度であった。乾式切削は他の雰囲気よりも大きな値を示し、7 μ m程度であった。壁面の真直度もMQL切削が最も良好な値を示し、続いて冷風切削、乾式切削となった。これは前報⁶⁾で報告したとおり、加工面品位は切れ刃の状態によって大きく影響を受けるため、乾式切削や冷風切削のように刃部に凝着や損傷が生じると切れ刃が鈍化し、形状も変化することから、加工面品位の悪化を招いたと考えられる。

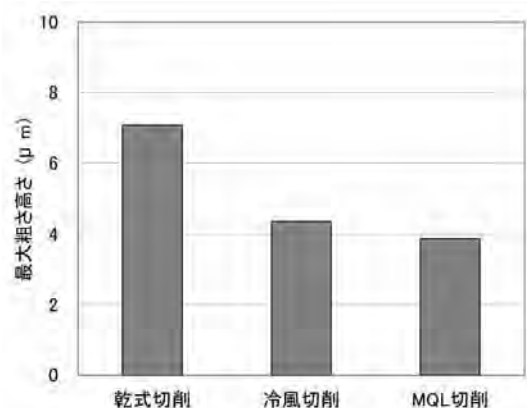


図9 被削材の最大粗さ高さ

【報告】

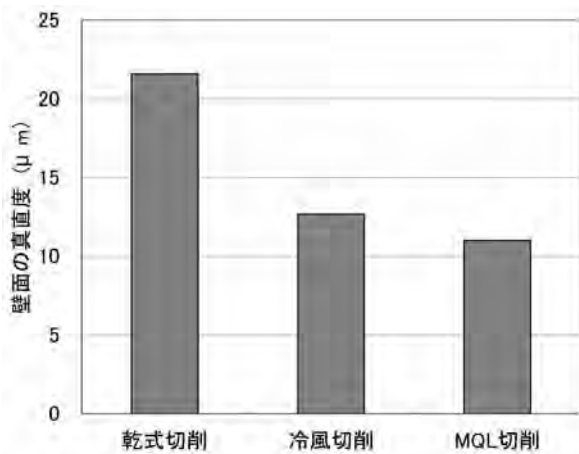


図10 被削材の壁面の真直度

また、被削材壁面の断面形状は図11に示すように、倒れ角は乾式切削で 0.46° 、冷風切削で 0.35° 、MQL切削で 0.31° であり、いずれの切削雰囲気でも屈曲した形状であった。このような断面形状の場合、切れ刃の状態によらず、壁面の真直度は悪化する傾向になる。壁面形状が屈曲する要因を検討するために、まず、高速度カメラにより加工中の工具および被削材の挙動を確認したところ、被削材は加工中にZ軸方向に微小に動いていることがわかった。壁面の真直度は工具の倒れや被削材の挙動に影響を受けていることが推察される。切削抵抗のX軸方向とZ軸方向の合力と壁面の真直度の関係を図12に示す。壁面の真直度は切削抵抗が増加するとともに悪化する傾向であった。このことから、切削長が短いときには切削抵抗が小さいため、工具の変形量は小さく、被削材の壁面をほぼ垂直に加工していたが、加工が進み、切削長が増加すると

X軸方向およびZ軸方向の切削抵抗が大きくなり、工具の変形と被削材の上方向への移動により加工面が傾斜し、断面形状が屈曲すると考えられる。また、切削抵抗の大きいものほど傾斜が大きくなるため、壁面の真直度を悪化させたと考えられる。

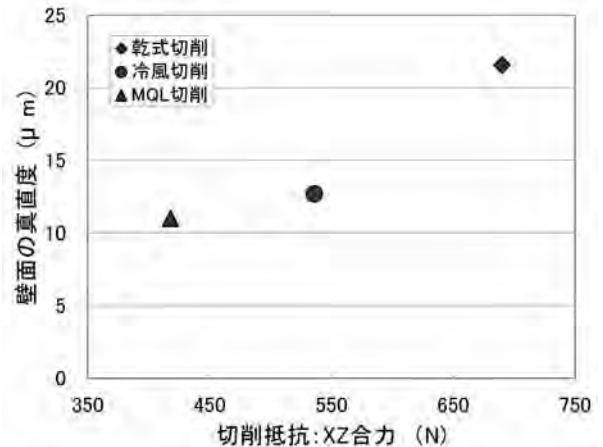


図12 切削抵抗と壁面の真直度の関係

3.2 乾式切削における工具種類の影響

図13にTiN工具、TiAlN工具、超硬工具の3種類を用いて乾式切削で切削距離540mmまで加工したときのX軸方向の最大切削抵抗の変化を示す。TiN工具では、既に述べたとおり、切削距離の伸長とともに切削抵抗は200N程度増加したが、TiAlN工具では20N程度の増加、超硬工具ではほとんど変化しなかった。また、TiAlN工具および超硬工具では図14に示すように切削距離540mmまで加工しても切りくずの形状や切りくず排出性も良好であった。このように乾式切削を行う場合には使用する工具によって切削性が大きく異なる。この要因

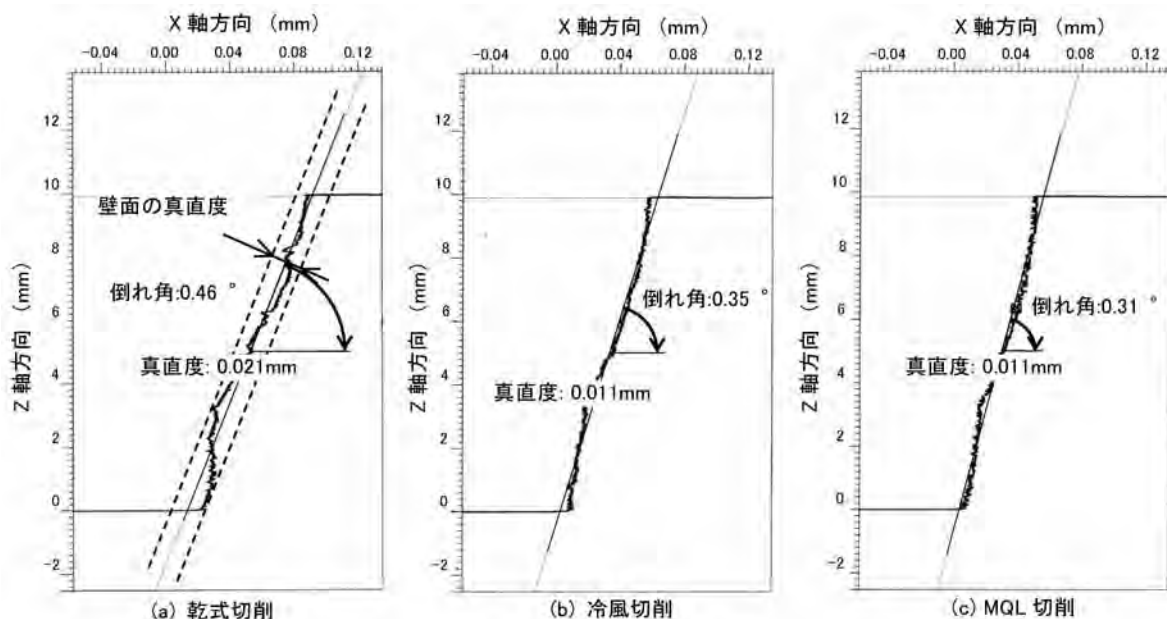


図11 被削材の壁面の断面形状

【報告】

の一つとしてコーティング膜の耐熱性が挙げられ、今回使用したコーティング膜の酸化開始温度はTiN膜よりもTiAlN膜の方が数百度高い⁷⁾。切削距離が短い場合、発生した切削熱は切削距離90mm時の各工具の切削抵抗から考えると同程度であると推測できる。このため、TiN工具では切削熱によってコーティング膜と被削材との反応が促進されたが、TiAlN工具や超硬工具では発生した切削熱はそれぞれの使用温度域内であったと推測され、切削距離を540mmまで伸長しても切りくずの凝着や工具損傷に至らずに良好な切削ができたと考えられる。よって、乾式切削では冷却作用が低いために耐熱性の高い工具を選択する、もしくは軽負荷の加工となるように切削条件を選択し切削熱を抑制することが重要であると考えられる。

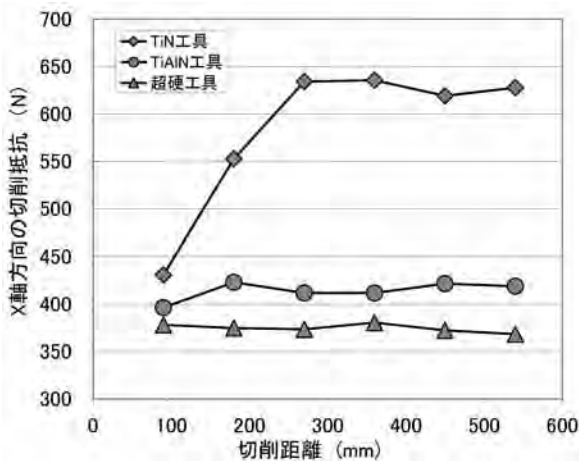


図13 各切削工具における切削距離と切削抵抗の関係

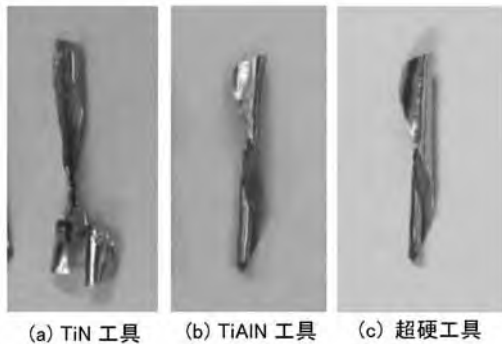


図14 切削工具の違いによる切りくず形状 (切削距離540mm)

4 まとめ

Ti-6Al-4V合金を乾式切削、冷風切削、MQL切削

の3種類の低環境負荷加工でエンドミルによる端面加工を行い、種々の切削性について検討した結果、以下のことがわかった。

- (1) TiNコーティングを施した工具を使用した場合、MQL切削が3種類の加工方法の中で最も良い切削性を示した。MQL切削では微量の切削油であっても十分な潤滑作用を付与することによって、切削抵抗の低減と切りくず排出性の向上が期待できる。また、冷風切削では263K程度の冷風であっても冷却作用によって工具と被削材の反応を抑制し、乾式切削よりも切削性が向上する。
- (2) 乾式切削を行う場合には、冷却作用が低いために耐熱性の高い工具を選択する、もしくは軽負荷の加工となるように切削条件を選択する必要がある。
- (3) 被削材の加工面品位は切れ刃の状態だけでなく、工具の変形などによって加工面が傾斜することで悪化する。

参考文献

- 1) 山崎隆夫 他：Ti-6Al-4V合金の冷風切削．軽金属，53 (10)，416-420 (2003)．
- 2) 岡田将人 他：低熱伝導率難削材のエンドミル加工におけるMQLの工具温度への影響．日本機械学会論文集 (C編)，78 (792)，3093-3103 (2012)．
- 3) 奥村成史 他：公害防止のための切削油剤を用いない冷風旋削の研究．日本機械学会論文集 (C編)，66 (643)，1037-1042 (2000)．
- 4) 奈良治郎 他：最大高さ (Ry) の定義及び表示，「表面粗さ—定義及び表示JIS B0601-1994」，第3版 (財)日本規格協会，東京)，(福原元一 編)，pp. 5-7 (1995)．
- 5) 新井実：切りくずの基礎を学ぶ，「絵とき切りくず処理基礎のきそ」，初版 (日刊工業新聞社，東京)，pp. 10-11 (2009)．
- 6) 大澤洋文 他：チタン合金のエンドミル加工における形状精度に関する研究．静岡県工業技術研究所研究報告，6，98-102 (2014)．
- 7) 瀬戸山誠 他：最近の切削工具用PVDコーティング膜．高温学会誌，33 (2)，90-94 (2007)．

チタン合金の切削性に及ぼす加工機の影響

材料科 是永宗祐 植松俊明 長津義之 伊藤芳典
機械科 大澤洋文

Machinability of Ti-6Al-4V alloy with several kinds of machining centers

Sosuke KORENAGA, Hirofumi OOSAWA, Toshiaki UEMATSU, Yoshiyuki NAGATSU
and Yoshinori ITOH

Titanium and its alloys are applied in various industrial applications due to their high specific strength and corrosion resistance. However, these alloys are well known as poor machinability materials compared with carbon steel. These alloys have low elastic modulus and shear type chips are tend to be formed, these properties cause vibration during end milling when machine tool doesn't have enough stiffness, which induces sever tool wear. Machinabilities of Ti-6Al-4V alloy with three kinds of machining centers were investigated in this study.

When Ti-6Al-4V alloy was machined in low cutting resistance, there was little difference between machining centers, and it showed better machinability. On the other hand, influence of machining centers on machinability was increased with increasing cutting resistance. In case of high cutting resistance, vibration during end milling was prevented by suitable machining center, which led to less tool wear and better chipping properties. When cutting condition is modified, it is important for better productivity to take machine tools into consideration.

Keywords : End milling, Ti-6Al-4V alloy, machining center

キーワード : エンドミル加工、チタン合金、マシニングセンタ

1 はじめに

チタンおよびチタン合金は、高比強度、高耐熱性、高耐食性、高生体適合性などの優れた特性を有しており、航空機や医療など多くの成長分野で利用拡大が期待されている¹⁾。しかし、チタン合金は精錬のコストが高い上に、加工が困難なため²⁾、チタン合金に適した加工条件を把握することが重要である。

切削加工では、チタン合金の高比強度、低熱伝導性、高反応性、低弾性率などの材料特性が工具刃先温度の上昇、工具への切りくず溶着、加工中の振動を招き、工具の磨耗や加工精度の低下につながる³⁾。さらに、生成される切りくずの形状はせん断型となり、厚みが周期的に変動することで切削抵抗も変動し、加工中の振動がより助長され、工具寿命に悪影響を及ぼす³⁾。

工具刃先温度や加工中の振動を抑制する対策として、一般的には加工効率を下げて加工中の負荷を低減させることや、高剛性の加工機を用いることが挙げられる^{4, 5)}。しかし、高剛性の新規設備の導入や加工効率の低減は、加工コストの増加につながるため、現有の

加工機で、工具寿命や切りくず排出性などの切削性を良好に維持したまま、可能な限り加工効率を向上できる切削条件を見出すことが重要である。

そこで本研究では、工具シャンクの形式などの仕様が異なる3種類のマシニングセンタでチタン合金のエンドミル加工を行い、高速度カメラや切削動力計などを用いることで、加工機が切りくず排出性や工具磨耗などの切削性に及ぼす影響について詳細に検討した。

2 方法

被削材には、航空機などに用いられる代表的なチタン合金であるTi-6Al-4V合金（以下、チタン合金）を用いた。加工機には、図1に示すように工具シャンクの形式などの仕様が異なる3種類のマシニングセンタ（以下、加工機A、B、C）を用いた。加工機Aの工具シャンク形式は、もっとも多く採用されているBT40で、シャンクのテーパ部で加工機主軸に拘束される。加工機BはHSKシャンクであり、シャンクのテーパ部と主軸端面の二面で拘束されることから、締結力が高い⁶⁾。加工機Cの工具シャンクはBT50で、加工機AおよびBと

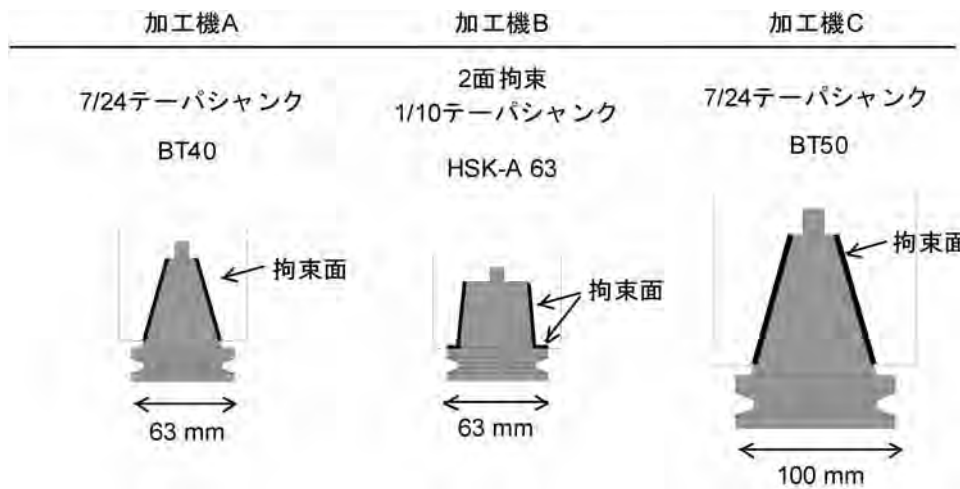


図1 加工機の工具シャンク形式

比較して工具シャンク径が大きく、高剛性である⁷⁾。

つづいて、実験装置の概略を図2に示す。被削材は加工機テーブル上に設置した多成分動力計（日本キスラー(株) type9129AA) にボルトで固定し、多成分動力計は加工機テーブル上にクランプで固定した。高速度カメラ（(株)フォトロン FASTCAM-SA4) は加工機正面に設置した。表1に示すように、工具や単位時間当たりの切りくず排出量などが異なる3種類の切削条件でチタン合金を端面加工した。

切りくず排出状況は高速度カメラを用いて観察し、被削材に作用する3成分の切削抵抗は多成分動力計で測定した。切削抵抗の評価は、測定した3成分の切削抵抗から算出した合力の最大値で行った。加工後の工具逃げ面の最大磨耗幅は、デジタルマイクロ

コープ（(株)キーエンス VHX-1000）で測定した。切りくず形状は、デジタルカメラおよび金属顕微鏡（オリンパス(株) GX-71）で観察した。

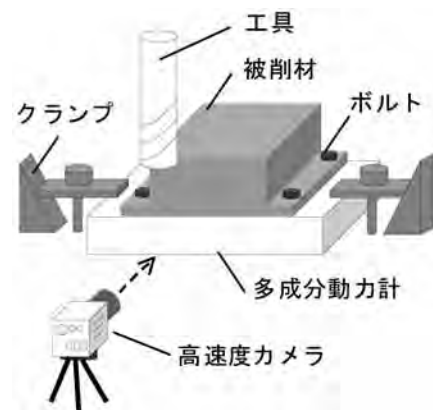


図2 実験装置概略

表1 切削条件

	切削条件I	切削条件II	切削条件III
工具	ソリッド エンドミル	ソリッド エンドミル	スローアウェイ エンドミル
切りくず排出量 [mm ³ /min]	600	1,200	4,000
切削速度 [m/min]	57	57	113
工具径方向の切込み [mm]	0.5	1	5
工具軸方向の切込み [mm]	10	10	2.5
一刃当たりの送り [mm/tooth]	0.04	0.04	0.08
切削方向	ダウンカット		
切削雰囲気	乾式		
切削距離 [mm]	270 (90mm × 3path)		

3 結果および考察

表1の条件でチタン合金をエンドミル加工した後の工具逃げ面磨耗幅と切削抵抗の関係を図3に示す。工具逃げ面磨耗幅は、切削抵抗が500N以下の切削条件IおよびIIでは、いずれの加工機を用いても0.06mm以下で、違いはほとんど見られなかった。

切削条件IIIでは、切削抵抗は加工機A、B、Cでそれぞれ約1,300N、約1,190N、約790Nとなり、工具逃げ面磨耗幅は、切削抵抗の低下に伴って減少し、加工機A、B、Cでそれぞれ約0.27mm、約0.24mm、約0.06mmとなった。

つぎに、それぞれの条件で加工したときの切りくずの形状を観察した結果を図4に示す。切削条件IおよびII

では、加工機による差はほとんどなく、断続切削となるエンドミル加工で一般的に見られる分断された切りくずとなった。一方、切削条件IIIでは、加工機Cで分断された切りくずが排出されたものの、加工機A、Bでは連続した切りくずとなった。このときの切りくず排出状況を高速度カメラで観察した結果を図5に示す。加工機Cでは、工具刃先が被削材から抜け出すと同時に切りくずが工具から排出された。加工機AおよびBでは、切りくずが工具に溶着しており、溶着した切りくずが工具から排出されないまま数回切削を繰り返したことで、連続した切りくずを生成した。さらに、切削を繰り返す過程で、連続した切りくずが工具と被削材の間に噛み込んでいる様子も観察された。

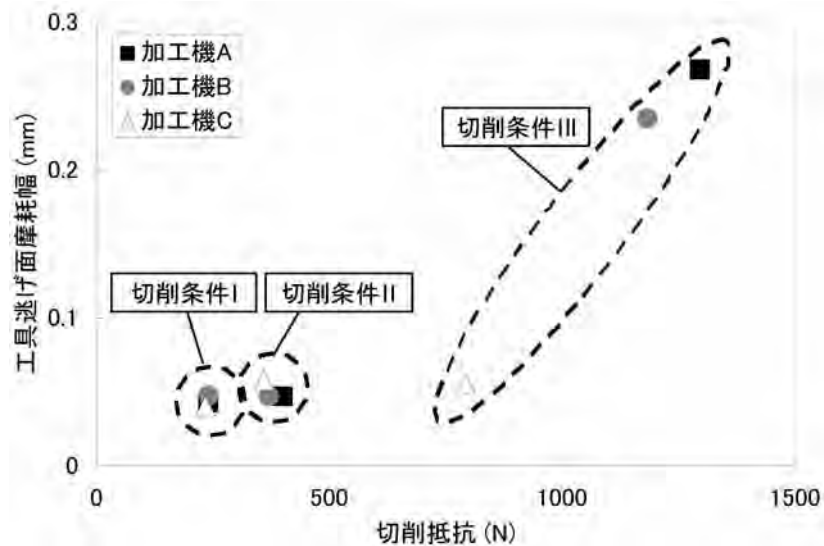


図3 工具磨耗と切削抵抗の関係

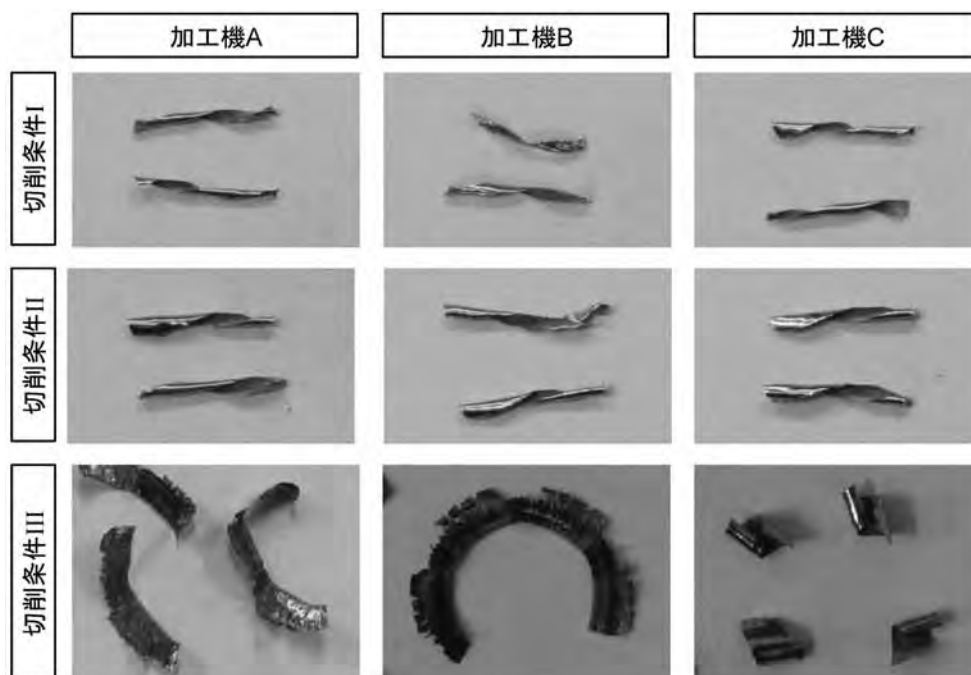


図4 切りくず形状に及ぼす加工機の影響

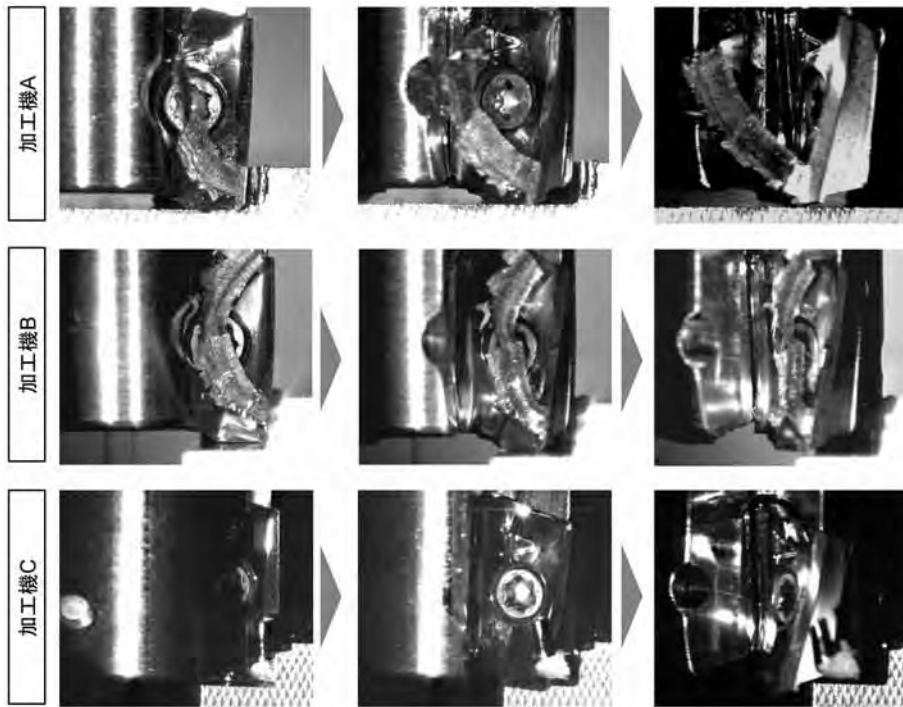


図5 切りくず排出状況

ここで、切削条件IIIで加工したときの切りくずの断面形状を観察すると、図6に示すように、いずれの加工機でも切りくずの厚みが周期的に変動しており、一般的なチタン合金の切りくず形状であるせん断型であることがわかる。しかし、切りくず厚みの変動幅は加工機によって異なり、加工機AおよびBでは切りくず厚みが大きく変動したのに対し、加工機Cではほとんど変化しなかった。

つぎに、工具軸方向の切削抵抗を測定した結果を

図7に示す。工具が被削材に進入すると工具軸方向に切削抵抗が作用し、工具が被削材から抜け出すと切削抵抗はゼロに戻る。加工機Cでは被削材を上方向に持ち上げる力（正方向の切削抵抗）が作用し、これは、使用している工具の刃先が軸方向に19°傾いており、工具が斜め上に向かって被削材に進入することと一致する。一方で、加工機AおよびBの切削抵抗は、切削中に正および負方向に周期的に変動しており、変動幅も大きかった。

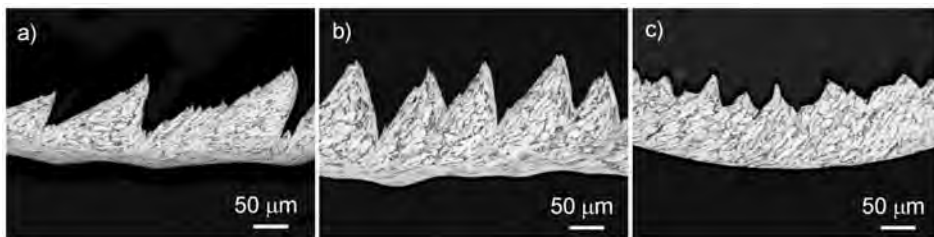


図6 切りくずの断面形状
a)加工機A, b)加工機B, c)加工機C

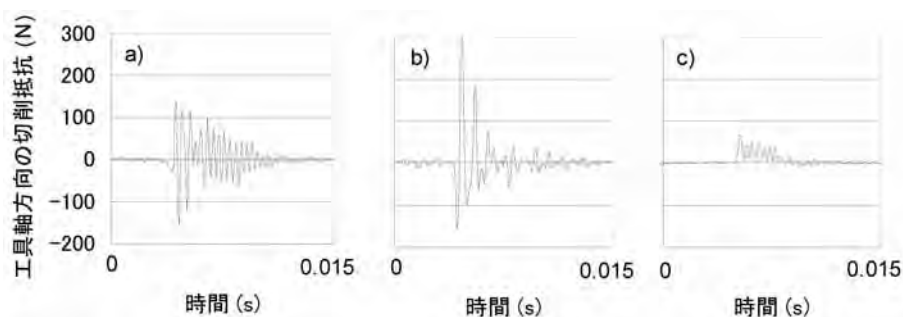


図7 工具軸方向の切削抵抗
a)加工機A, b)加工機B, c)加工機C

以上の結果から、加工機AおよびBでは、切削時に何らかの振動が生じたと考えられる。これにより、工具磨耗が進行しやすくなり、工具刃先の鈍化及び切削抵抗が増加したことで、刃先温度の上昇を招き、工具への切りくず溶着につながったと推察される。そのため、エンドミル加工が断続切削にもかかわらず連続した切りくずが生成され、切りくずが工具と被削材の間に噛み込んだことで、さらに著しい工具磨耗を引き起こしたと考えられる。一方で、加工機Cでは、切削抵抗が大きい条件でも加工中の振動が少ないことから、工具磨耗が少なく、良好に切りくずが排出されたものと考えられる。

4 まとめ

本研究では、3種類の加工機を用いてチタン合金のエンドミル加工を行い、チタン合金の切削性に及ぼす加工機の影響について検討した。切削抵抗が小さい条件で加工した場合は、加工機による違いはほとんどなかったが、切削抵抗が大きくなると、同じ切削条件であっても加工機によって工具磨耗や切りくず排出性などの切削性が大きく異なった。これらの結果より、それぞれの加工機における切削性を詳細に把握し、各々の加工機に適した切削条件を見出すことが重要である

と考えられる。

参考文献

- 1) 相田収平 他：製品例，「チタンの基礎と加工」，初版（㈱コロナ社，東京），pp.202-214（2008）。
- 2) 江村聡 他：元素戦略，「チタンの基礎・加工と最新応用技術」，第1版（㈱シーエムシー出版，東京），新家光雄 監修，pp.1-6（2009）。
- 3) 本西英 他：機械加工，「チタンの加工技術」，初版（㈱日刊工業新聞社，東京），（社）日本チタン協会 編集，pp.19-26（1992）。
- 4) 星鐵太郎：フライス加工における振動，「機械加工の振動解析」，初版（㈱工業調査会，東京），編集，pp.85-94（1990）。
- 5) 狩野勝吉：チタンとチタン合金，「難削材・新素材の切削加工ハンドブック」，第1版（森北出版㈱，東京），pp.213-314（2011）。
- 6) 清水伸二：2面拘束ツールシャンクに期待される性能と具備すべき構造．機械の研究，50（1），176-182（1998）。
- 7) 杉山哲男：導入からシステム化まで．機械技術，44（11），24-52（1994）。

フェムト秒レーザーピーンフォーミングによる微細部品加工

光科 鷺坂芳弘

Micro parts forming by femtosecond laser peen forming

Yoshihiro SAGISAKA

キーワード：微細部品、フェムト秒レーザー、レーザーピーンフォーミング

1 はじめに

フェムト秒 (fs) レーザーは超短パルスレーザーの一種で、被加工物に熱を与えない非熱的加工が可能である。集光したfsレーザーを薄板表面に走査させると、レーザー誘起衝撃波によって、照射面を凸とする曲げ変形が生じる。この現象を利用した板材成形法がレーザーピーンフォーミングであり、著者はこれを薄板の曲げ加工に応用した¹⁾。本法は加工原理上スプリングバックが発生しないので、通常のプレス加工などでは成形困難なバネ材薄板の曲げにも有効である。また、非接触なダイレス曲げであるため、多品種少量生産に適している。

一方、本法にはレーザーの走査に要する時間が長いという欠点もあるが、加工対象が小さいほど走査面積が小さくなって欠点を解消できるため、応用先として微細部品は望ましいといえる。そこで医療、バイオ機器、電子機器への応用を目的として、本法を微細部品の成形に適用し、本法での微細部品製造の可能性およびその精度向上手法について検討した。

2 方法

実験装置は既報¹⁾に同じである。図1に実験方法の概略を示す。試験片には板厚 $50\mu\text{m}$ の純チタン薄板を用いた。クランプにて片持ち支持した試験片をレーザーにてフォーク状に切断した後、表裏面に交互にピッチ p

$10\mu\text{m}$ でレーザーを走査させ、S字曲げを行った。写真1に成形した微細部品の例を示す。隣の米粒と同程度の大きさの部品が得られた。また純チタンはバネ性の強い材料だが、自己接触寸前までS字曲げを実現でき、スプリングバックがないという本法の特徴が発揮されている。しかし、写真2のように三又になった先端の形状ばらつきが大きく、この方法では精度面で不十分であった。



写真1 微細部品の例



写真2 自由端の形状ばらつき

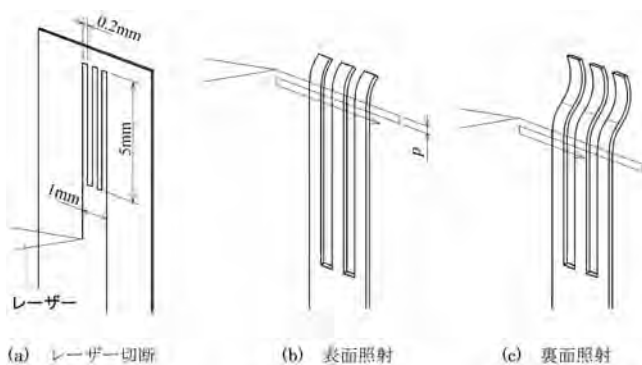


図1 微細部品成形方法

3 結果および考察

図2のように自由端につなぎ部を残した形にレーザー切断し、曲げ加工後につなぎ部をトリミングする方法で、

先端のばらつきの抑制を試みた。写真3はこの方法で得られた微細部品の例である。自由端がつなぎ部で拘束されたことで先端ばらつきが大幅に抑制できた。

次に前述の形状を3つ同時に成形した。つなぎ部がないと写真4のように大きな形状ばらつきとなるが、つなぎ部を設けたことで写真5のようにばらつきを大幅に低減することができた。

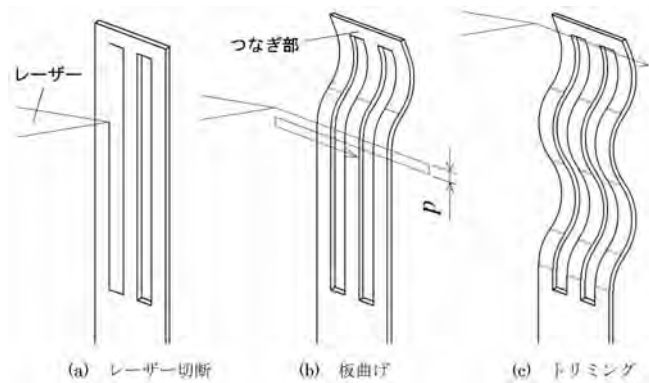


図2 自由端形状ばらつきの抑制



写真3 つなぎ部による形状ばらつきの抑制



写真4 3連成形での自由端形状ばらつき



写真5 3連成形での形状ばらつきの抑制

4 まとめ

レーザー切断と板曲げの複合加工で純チタン薄板の微細部品の成形を行った。自由端につなぎ部を設けることで形状ばらつきを抑制できることが分かった。

謝辞

本研究は独立行政法人科学技術振興機構平成24年度A-STEP FSステージ探索タイプの助成を受けて行われたものである。関係各位に深く感謝します。

参考文献

- 1) 鷺坂芳弘 他：フェムト秒レーザーを用いたレーザーピーンフォーミングによる薄板の曲げ加工．塑性と加工，50 (584)，868-872 (2009)．

シャックハルトマン波面センサを用いた透明樹脂内部の屈折率分布推定

光科 中野雅晴 太田幸宏

Estimating the refractive index distribution of transparent plastics using a Shack-Hartmann wavefront sensor

Masaharu NAKANO and Yukihiro OHTA

Keywords : Wavefront measurement, Refractive index distribution, Transparent plastics

キーワード : 波面計測、屈折率分布、透明プラスチック

1 はじめに

樹脂光学部品は、ガラスに比べて軽量で安価に製造できる特長がある。しかし、成形加工の際に発生する内部ひずみが大きく屈折率分布に乱れが生じやすい。不均質な屈折率分布は光学特性を悪化させるため、分布を可視化することが望まれている。本研究では、部品を透過する光の波面と部品形状を測定することで、屈折率分布を可視化する装置を開発した。光波面とは、電磁波である光の位相が揃った面であり、光の進行方向を表す光線と直交する。屈折率の乱れは光の位相を変化させるので、透過光波面を測定することにより測定対象の屈折率分布を推定できる。樹脂平板にレーザーを照射して局部的に屈折率を変化させた試料を作製し、屈折率分布を測定した。

2 方法

図1に光波面計測装置の光学系を示す。光波面計測には、小型で振動や温度の影響を受けにくいシャックハルトマン波面センサを用いた。波面センサはマイクロレンズアレイとカメラで構成されている。入射光はマイクロレンズの大きさと領域分割されカメラ上に焦点を結ぶ。傾いた光波面が入射すると、傾き量に応じて焦点がカメラの面内方向に位置ずれする。波面センサで検出した焦点の位置ずれ量からSouthwellの演算法により光波面を再構築した¹⁾。

測定対象を透過した光は、部品形状と屈折率分布の乱れにより光波面が変化している。そこで、部品形状を測定し、透過光波面から形状による光波面変化量を除くことで内部の屈折率分布を推定した。

3 結果および考察

図2に、厚さ3mmの亚克力樹脂平板に炭酸ガスレーザーで円形模様を加工して屈折率を変化させた試料の

透過光波面を計測した結果を示す。レーザーを照射した部分で局部的に光波面が変化している。

図3(a)に、作製した試料を接触式表面粗さ測定機で測定した表面形状を示す。表面に0.5μm程度の凹凸が形成されている。図3(b)は、図2の透過光波面

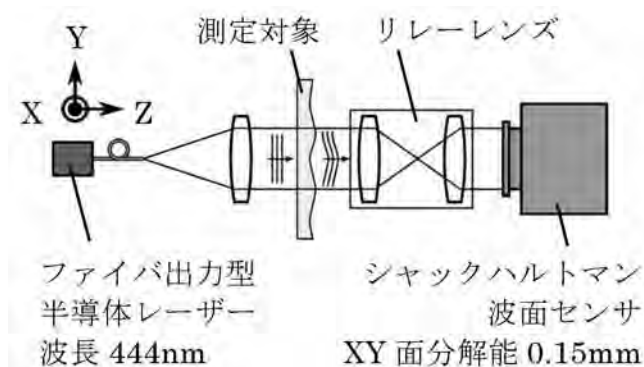


図1 光波面計測装置の光学系

波長444nmのレーザー光は平行光で測定対象に入射する。局部的な光波面変化を正確に測定するために、透過光波面をリレーレンズで波面センサに結像した。さらに、光波面を波面センサで検出できる面積で分割計測して、後で全てをつなぎ合わせるにより、空間分解能を低下させることなく測定範囲を拡大した。

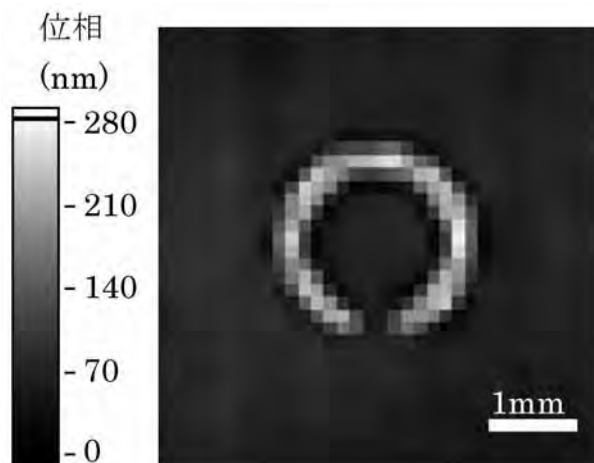


図2 透過光波面計測結果

【ノート】

と図3(a)の部品形状から推定した屈折率分布である。レーザー照射により膨らんだ部分では、屈折率が低下している。これは、膨張して密度が低下したためだと考える。一方、凹んだ部分では、圧縮する方向に力が加わり密度が増加したため、屈折率が増加している。

4 まとめ

測定対象の透過光波面と部品形状から、屈折率分布を推定する装置を開発した。アクリル樹脂平板にレーザーを照射して屈折率変化を形成した試料を測定し、微小な屈折率変化を可視化することができることを確認した。本装置での評価結果は、成形条件に反映するなど光学部品製造における不具合解析に利用できる。

参考文献

- 1) Southwell W. H.: Wave-front estimation from wave-front slope measurements. Journal of the Optical Society of America, 70 (8), 998-1006 (1980).

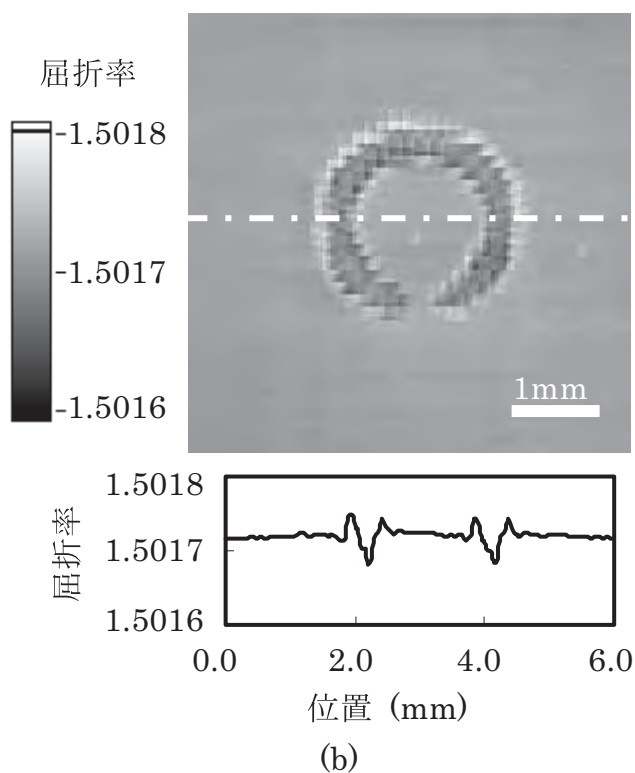
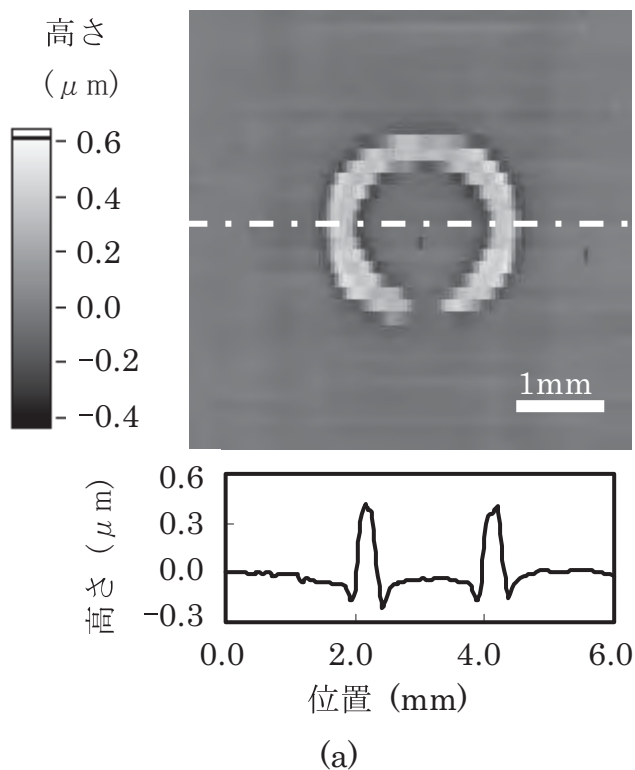


図3 (a)形状測定結果、(b)透過光波面と形状から求めた屈折率分布

レーザーによる焼結ダイヤモンドの切削

光科 山下清光
株式会社内山刃物 内山文宏

Laser processing of polycrystalline diamond using picosecond laser pulses

Kiyomitsu YAMASHITA and Fumihiko UCHIYAMA

キーワード：レーザー、焼結ダイヤモンド、ガラス、樹脂

1 はじめに

スマートフォン等の情報端末のタッチパネルには、主にガラスが使用されている。最近、ガラス層と樹脂層を交互に積層した新しいタイプの素材が開発されている¹⁾が、これらの素材を従来の工具で成形するには作業工程数が多くなる上に歩留まりも低く、専用工具の開発が求められている。

専用の工具には、先端部の微小面積に多数の刃を形成する必要があるが、従来技術の放電加工では電極の変形や干渉が問題となり、微細刃形を作り込むことが出来ない。そこで、非接触で微細な加工ができるピコ秒レーザーに着目した。

焼結ダイヤモンドを工具のチップの形にするには、図1に示すようにすくい面と逃げ面を形成する必要がある。今回は、すくい面を形成するレーザーの照射条件出しを行ったのでその結果を報告する。

2 方法

図2に示すように実験系を構築した。レーザーは非熱的加工が可能で微細加工に適しているピコ秒レーザー（DUETTINO：Time-Bandwidth社製）を使用した。その仕様を表1に示す。今回は、1パルス当たりのエネルギーが最大となる、1.26kHzの繰返し周波数で照射実験を行った。刃先の素材には切削工具でよく使用されている焼結ダイヤモンドを選定した。レーザーの焦点を焼結ダイヤモンドの上面に合わせ、面に対して垂直にレーザーを照射し、従来方法の放電加工と同程度の表面粗さ（Ra）0.4 μ m以下になる走査速度と走査ピッチの照射条件を求めた。

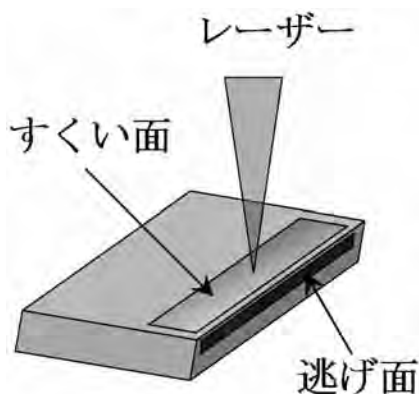


図1 焼結ダイヤモンドのチップ

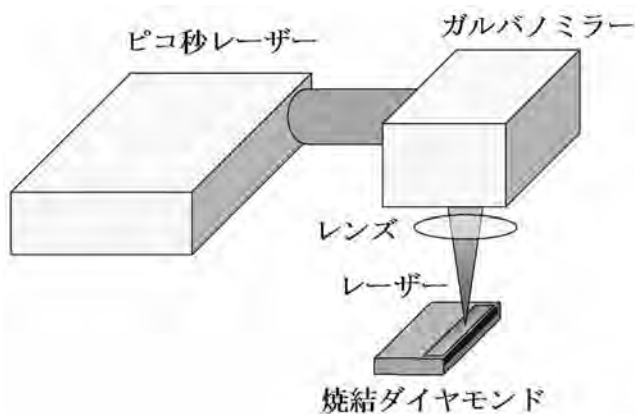


図2 実験系

表1 レーザー仕様

中心波長	1064nm
繰返し周波数	1.26kHz~8.2MHz
平均出力	0.2W (1.26kHz) ~5W (8.2MHz)
パルス幅	10ps

3 結果および考察

ピコ秒レーザーの焦点位置での集光径は、焦点距離100mmのレンズを使用した場合に $33\mu\text{m}$ であった。図3は走査速度を変えて同一箇所を複数回レーザー照射した時の溝深さを測定した結果である。走査回数1,000回までは走査回数に比例して加工深さが深くなることがわかった。また、走査速度500mm/s以下では、速度が遅いほど溝は深く掘れ、500mm/s以上では溝深さは速度の依存性が小さいことがわかった。工具成形には、 $10\mu\text{m}$ 以上の切削深さが必要であるため、走査速度を100mm/sとし走査ピッチに対する表面粗さ(Ra)の測定を行った。その結果を図4に示す。これから表面粗さ(Ra) $0.4\mu\text{m}$ 以下にするためには、走査ピッチを $20\mu\text{m}$ 以下にすればよいことがわかった。

4 まとめ

ガラスと樹脂の積層材を切削する専用工具を開発するために、レーザーで焼結ダイヤモンドを微細な刃に成形する研究を行っている。今回、工具チップのすくい面をピコ秒レーザーを照射して表面加工した結果、走査速度100mm/sのとき走査ピッチ $20\mu\text{m}$ 以下で表面粗さ(Ra)を目標値の0.4以下にすることができた。

参考文献

- 1)大森 敏行：ガラスに挑む樹脂，「日経エレクトロニクス」，第1103号（2013年3月4日号）（㈱日経BP，東京），pp.53-59（2013）.

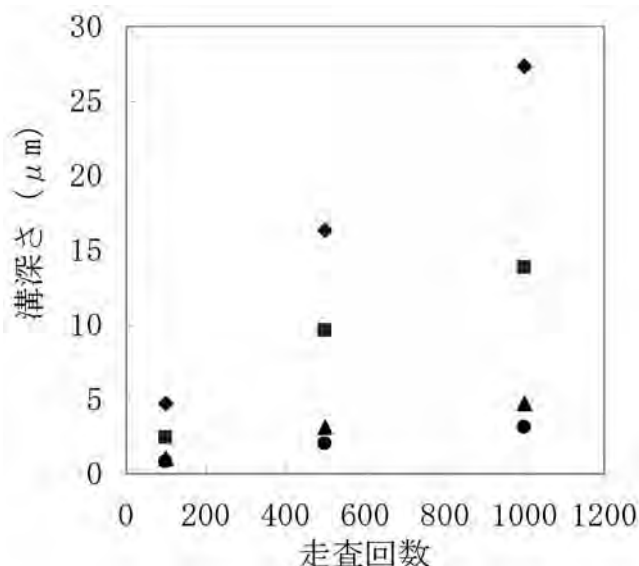


図3 走査回数と溝深さ

◆:50mm/s、■:100mm/s、▲:500mm/s、●:1000mm/s

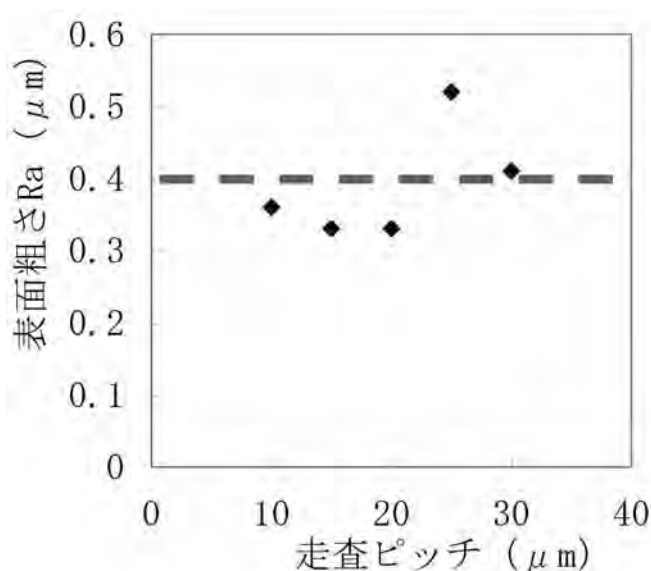


図4 走査ピッチと表面粗さ
走査速度100mm/s時

被測定物の材質がレーザー式三次元測定機の測定精度に及ぼす影響

光科 柳原 亘 太田幸宏

Evaluation of the laser light spots projected on different types of materials in the laser probing system of a three-dimensional measuring machine

Wataru YANAGIHARA and Yukihiro OHTA

Keywords : material types, laser light spot, measurement accuracy, estimating measurement point

キーワード : 材質、レーザー光のスポット形状、測定精度、計測点

1 はじめに

非接触で物の形状を測定するレーザー式三次元測定機（写真1）は短時間で大量のデータ取得が可能であり、三次元データの作成も容易であるため、近年利用が増えている。一方で、レーザー式三次元測定機は光学的手法を用いることから、被測定物の材質によって反射特性が異なるため測定精度に影響するといわれている。測定の信頼性を高めるためには材質により測定精度が異なる原因を調査する必要がある。本研究では、JIS規格に沿った実験系を組んで材質ごとのレーザー光計測を試みたので報告する。

テーブル上に固定した被測定物にレーザーを照射し、照射部をカメラで画像測定した。この時回転テーブルを用いて被測定物の姿勢角度も変えた。測定画像は光強度データで構成されており、数値に変換してレーザー光のスポット形状を3次元グラフ化した（図1）。

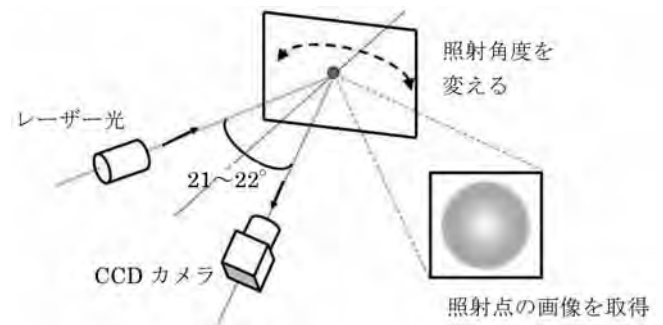
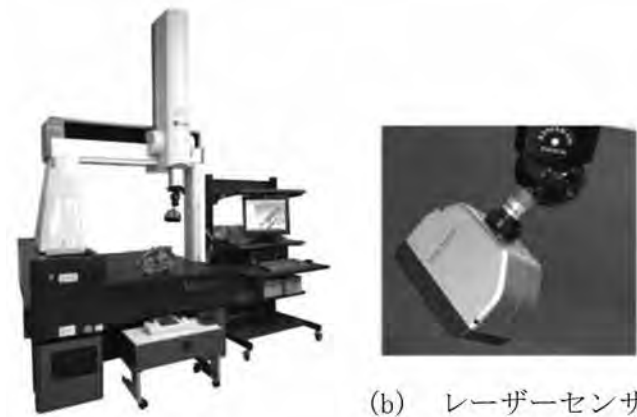


図1 レーザー光測定の概要



(a) 測定機本体

(b) レーザーセンサ

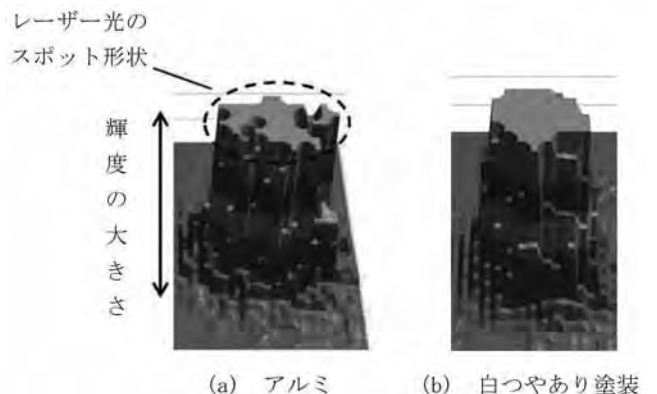
写真1 レーザー式三次元測定機

3 結果および考察

例として2種類の材質のレーザー光のスポット形状を図2に示す。全体的な傾向として、金属の形状は歪んでおり、表面処理品の形状は円に近かった。形状が異なる主な理由として、表面性状（粗さ、うねり、素地形状等）が考えられる。理由の解明については今後さらに検討していく。一方で姿勢角度を振ると、どの

2 方法

半導体レーザー（波長690nm）、CCDカメラ、回転テーブルを用いて実験系を組んだ。被測定物に対するレーザーとカメラの位置関係は実際の測定機に倣い固定した。被測定物は金属（アルミ、銅、チタン）、アルミの表面処理品（白つやあり塗装、白つやなし塗装、黒つやあり塗装、梨地処理）、木材とした。回転



(a) アルミ

(b) 白つやあり塗装

図2 レーザー光のスポット形状（姿勢角度同じ）

材質も楕円形の形状になったが、各材質によって形状変化の度合いが異なった。表面性状の違いが原因と考えられる。

レーザー式三次元測定機の測定原理は、被測定物に照射したレーザー光を測定機内のCCDセンサに結像させ、その結像位置によって被測定物までの距離を測っている¹⁾。実際には、ラインCCD上の反射光の端と端から中心を算出し計測点としている。計測点と反射光の光強度の最大点が一致すれば誤差は生じない。今回の実験より材質と姿勢角度ごとにレーザー光のスポット形状が異なることから計測点と光強度の最大点の間にずれが生じ、それが誤差の要因となり測定精度に影響していることが推測できた(図3)。

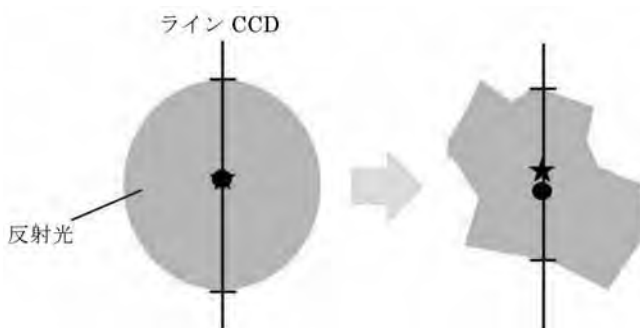


図3 反射光形状による計測点と輝度の最高点のずれ
●：輝度の最高点、★：計測点

4 まとめ

実験系を組み、様々な材質のレーザー光のスポット形状を測定した結果、材質ごとに形状が異なり、それが測定精度の異なる原因になることが推測できた。他の材質や粗さの違い等によるレーザー光のスポット形状の傾向が分かれば、そこから新たな計測点の算出法を提案できる可能性もあるため、今後も調査を行っていく。

謝辞

本研究にあたり、機器の提供や実験の助言等、様々なご支援をいただいたパルステック工業株式会社の皆様に深く感謝します。

参考文献

- 1) 鈴木 敏：ポイント光走査方式，「最新 光三次元計測」，初版（朝倉書店，東京），吉澤徹 編著，p.13 (2010)．

電波識別技術の実用化開発 (第1報)

— 評価基準の構築と識別実験 —

電子科 杉森正康 山田浩文 長谷川 茂*
 アールエフネットワーク株式会社 田内正治
 静岡大学大学院工学研究科 犬塚 博

Development of Radio Wave Identification Technology for Practical Use (1st Report)

— Construction of Evaluation Environment and Experiment of Identification —

Masayasu SUGIMORI, Hirofumi YAMADA, Shigeru HASEGAWA, Masaharu TANAI
 and Hiroshi INUZUKA

キーワード：電波識別、評価基準、識別アルゴリズム

1 はじめに

アールエフネットワーク(株)と静岡大学は、空間中を飛び交う様々な電波の種類を簡易な方法で識別する電波識別装置を開発してきた。同装置の外観を写真1に示



写真1 電波識別装置

す。これは、電波信号を入力すると、搭載された識別アルゴリズムに従って種々の識別パラメータを抽出、演算することで、電波の種類を識別するものである。しかし、これまでは識別性能を評価する基準がなく、装置の性能を客観的に評価できなかった。そこで今回、識別性能の評価基準を定めるとともに、それに則って電波識別装置の評価を行った。

2 方法

2.1 評価基準の制定

電波識別装置の性能を表す指標として、表1に示す3つの特性値を定義した。正答率は、ある信号を入力した時に正しく判定される確率を、正解率は、ある信号と判定された時にそれが正解である確率を表す。似ているが、誤判定時のふるまいが異なる。識別率は、それらをまとめた総合的な性能を表す特性値である。

表1 識別性能を示す3つの特性値

特性値	定 義
正答率	既知の信号を入力して、正しく判定する確率 $= (\text{対象信号を入力して正しく答えた回数}) / (\text{対象信号の試験回数})$
正解率	評価対象の信号名として判定されたとき、それが正解である確率 $= (\text{分母のうち、それが正解であった回数}) / (\text{対象信号と判定された回数})$
識別率	未知の信号に対して、正しく判定する確率 $= (\text{正しく判定された回数}) / (\text{全体の試験回数})$

*) 現 富士工業技術支援センター 機械電子科

【ノート】

2.2 既知の信号による評価

従来は、実際に無線通信が行われている環境下で、現用電波を使って識別性能の評価を行ってきた。しかしこの方法では、何が正解か厳密にはわからないこと、現用で使われない信号フォーマットは評価されないこと、再現性が乏しいこと等の問題があった。そこで今回は、様々な無線規格に対応したデジタル信号発生器の出力を、電波識別装置のアンテナ入力端子に同軸ケーブルで直接入力することで、定量的かつ再現性の高い評価を実施した。評価に使用したデジタル信号発生器は、アンリツ製MG3700Aである。

3 結果

評価結果を表2に示す。これは、電波識別装置の識別性能を、前記3つの特性値を用いて評価した結果であり、旧版と新版は識別アルゴリズムの改良前後の結果である。旧版では、ビーコン信号であるPilotの正答率が99%と高いのに対し、正解率は75%とやや低

い。このことから、旧版の識別アルゴリズムが、判定の難しい信号に対してPilotと判定する傾向があることがわかる。逆に、Bluetoothは、正解率100%に対して正答率は26%と低い。これは、曖昧なものは他の信号と判定し、確度の高いもののみBluetoothと判定していることがわかる。このように、3つの特性値を使うことで識別アルゴリズムの癖を顕在化でき、識別性能改善のための手がかりを得ることができた。以上の結果を元に、識別アルゴリズムの改良を行い、評価し直した結果が表2の新版である。改良前後の特性値を比較することで、改良による識別性能の効果を定量的に把握できるようになった。

4 まとめ

電波識別装置の識別性能評価基準を制定し、実際に評価を実施した。その結果、電波識別装置の識別性能を定量的に把握するとともに、今後の性能改善に向けた基盤を構築することができた。

表2 新評価基準に基づく識別性能評価結果

試験信号	旧版			新版		
	正答率	正解率	識別率	正答率	正解率	識別率
pilot	99.0%	75.0%		97.0%	90.7%	
WLAN 802.11b	56.5%	24.1%	59.5%	87.0%	88.3%	95.9%
802.11g	54.6%	98.9%		97.4%	100.0%	
Bluetooth	26.0%	100.0%		100.0%	100.0%	

CFRPのエンドミル加工における工具材種の影響

機械科 大澤洋文

材料科 是永宗祐 植松俊明 伊藤芳典 長津義之

The effect of hardness of cutting tools for machinability on CFRP

Hirofumi OOSAWA, Sosuke KORENAGA, Toshiaki UEMATSU, Yoshinori ITOH
and Yoshiyuki NAGATSU

キーワード：CFRP、工具種類、工具摩耗、加工面品位

1 はじめに

炭素繊維強化樹脂（以下、CFRP）は、軽量かつ高強度の優れた材料特性を有するため、航空機産業をはじめ様々な分野での利用が拡大している。特に自動車産業では、車体の軽量化が燃費の向上につながることから、各種車体部品への適用が検討されている。CFRPで部品を作製するには、トリミング加工や穴あけ加工が必要となるが、それらを切削加工で行う場合、工具寿命が短くなることや繊維の抜け、層間剥離等による加工面品位の悪化が問題となる。

本研究では、CFRPに対して数種類の工具を用いてエンドミル加工を行い、工具材質と摩耗量および加工面品位の関係を調査した。

2 方法

被削材は、熱硬化性樹脂を炭素繊維に含浸させた一方向プリプレグを図1に示すように積層した70mm×200mm×2mmの疑似等方性CFRP板を用いた。

使用した工具はソリッドエンドミルで、表1に示す材質および表面処理の異なる6種類を用いた。

実験装置の概要を図2に示す。立形マシニングセンタ（エンシュウ製EV-450T）を用い、切削油剤を用いないドライ加工とした。加工機のテーブル上に被削材を固定し、表2に示す切削条件で端面加工した。

工具の摩耗量は、デジタルマイクロスコープ（株）キーエンス製VHX-1000）を用いて、図3に示すように最大逃げ面摩耗幅を計測した。加工面品位は、触針式表面粗さ測定機（テーラーホブソン製フォームタリサーフS4C）で測定した最大粗さ高さで評価した。

3 結果および考察

工具ごとの最大逃げ面摩耗幅を図4に示す。材質にハイスを使用した工具A、Bでは200μm以上摩耗し

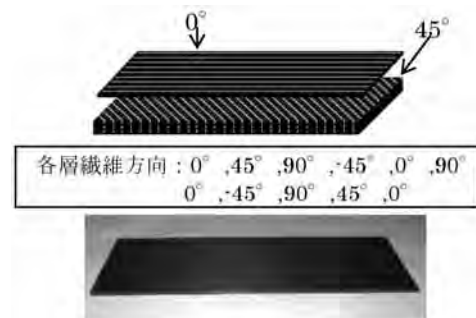


図1 被削材

表1 使用工具

	材質	表面処理	硬さ(HV)
工具A	コバルトハイス	なし	860
工具B	コバルトハイス	TiN系	2000
工具C	超硬合金	なし	1700
工具D	超硬合金	Cr系	3100
工具E	超硬合金	DLC	6000
工具F	超硬合金	微結晶ダイヤモンド	9000

※硬さはメーカー公表値

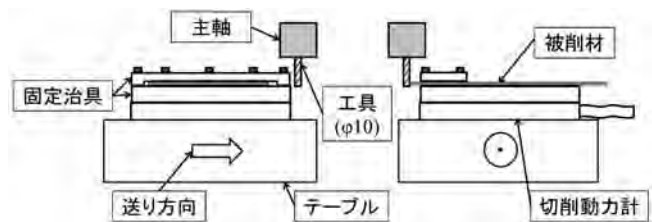


図2 加工試験方法概念図（左：側面、右：正面）

表2 切削条件

切削速度	157m/min
送り	0.2mm/tooth
切込み	1mm
工具突出し量	40mm
ワーク突出し量	10mm
工具径	φ10mm
切削方向	ダウンカット
切削距離	ハイス工具: 70mm×10パス 超硬工具: 70mm×15パス

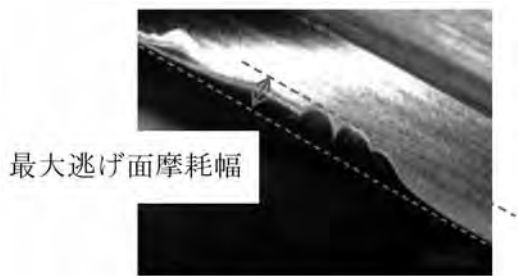


図3 工具摩耗幅観察

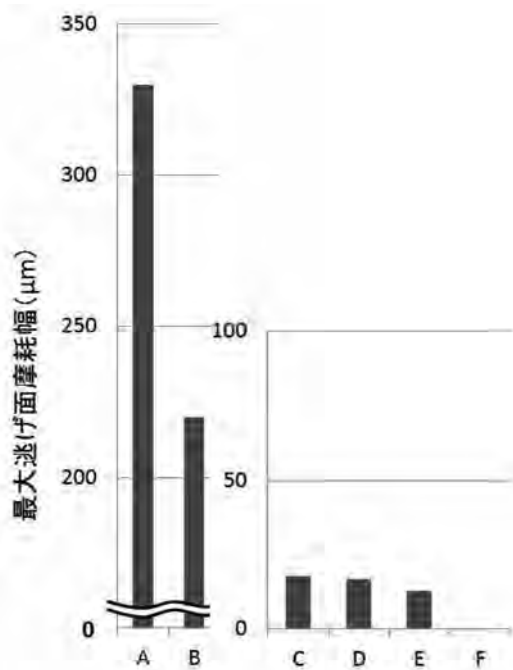


図4 工具種類と最大逃げ面摩耗幅

たが、超硬を使用した工具C、D、Eではそれぞれ18 μm、17 μm、13 μm程度、工具Fはマイクロスコープで摩耗を観察できなかった。超硬の硬さは1,700HV程度でハイスと比較して2倍以上の硬さであることから、摩耗は工具材質が硬いほど抑制することができたと考えられる。また、工具材質が同一の場合には、コーティング皮膜が硬いものほど摩耗を抑制する傾向を示した。さらに超硬の工具摩耗量を検証するため追加加工を行い、工具C、D、Eは2,100mm、工具Fは4,500mmまで切削距離を伸長し、工具摩耗量を計測した。結果を図5に示す。工具C、D、Eでは追加加工によって摩耗量がいずれも8 μm程度増加した。これは図6に示すように初期加工時にそれぞれのコーティングが摩耗し、追加加工では超硬そのものが摩耗したため同程度の値を示したと考えられる。工具Fでは切削距離を伸長しても摩耗を観察できなかった。

次に工具の摩耗量と最大粗さ高さの関係を図7に示す。工具材質やコーティングの種類によらず最大粗さ高さは摩耗量の増加とともに増加した。

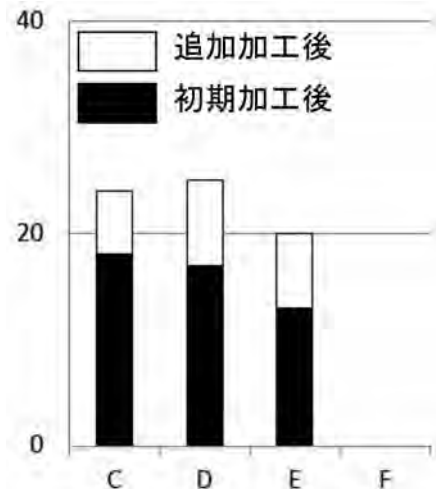


図5 超硬工具の摩耗進行

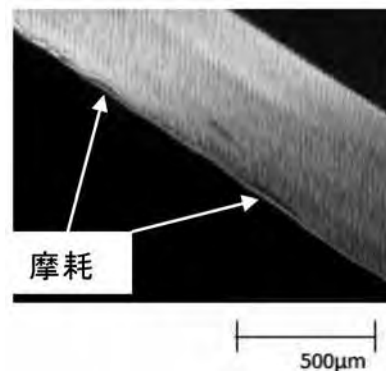


図6 初期加工後の工具写真 (工具E)

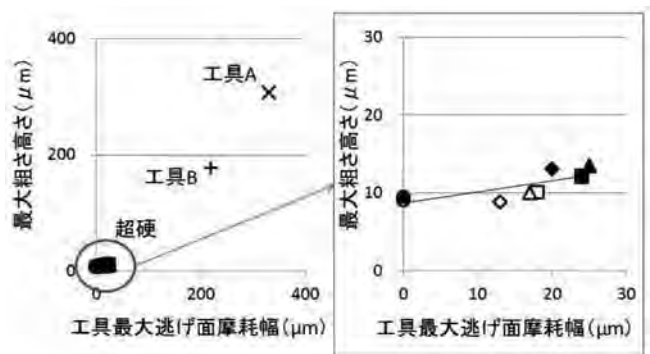


図7 工具摩耗と表面粗さの関係

■ 工具C 切削距離2100mm	▲ 工具D 切削距離4500mm
□ 工具C 切削距離1050mm	△ 工具D 切削距離1050mm
◆ 工具E 切削距離2100mm	● 工具F 切削距離4500mm
◇ 工具E 切削距離1050mm	○ 工具F 切削距離1050mm

4 まとめ

CFRPに対して、数種類の工具で端面加工を行い、工具摩耗と加工面粗さを比較した。工具の摩耗量は材質と表面処理膜の両方の硬さが影響した。高硬度の工具ほど摩耗が抑制され、加工面品位を向上できた。

コールセンターの着信予測

— MTシステムを用いたビッグデータ解析 —

機械科 針幸達也

Prediction of Telephone Call at Callcenter

— Analysis of Bigdata by MTsystem —

Tatsuya HARIKOU

Keywords : Bigdata, MTsystem, Prediction

キーワード：ビッグデータ、予測、MTシステム

1 はじめに

ビッグデータは新しい価値を生み出すものとして注目されている。今回我々はビッグデータを用い電話の着信数予測を行った。

近年顧客に対するサービスとしてコールセンターを置く企業が増えている。コールセンターには毎日多くの電話がかけられてくる。その電話は専属のオペレーターによって処理されるが、かかってくる電話の着信数に対し、オペレーターの人数が少ないとなかなか電話がつかず、顧客を待たせることとなる。一方着信数に対しオペレーターの数が多い場合、電話はすぐにつながるが、仕事をしないオペレーターが現われ人件費が無

駄になる。企業イメージを保つためにも、コスト削減のためにもコールセンターにかかってくる着信数を予測し、適切な人数のオペレーターを配置する必要がある。

2 方法

今回着信数の予測にはMTシステムのT法を用いた。MTシステムは品質工学の手法でパターン認識の方法である。中でもT法は予測のための方法で、特徴量である複数の項目のパターンを数値化し、基準となる単位空間データのパターンとの違いから真値を予測する(図1)。このT法を用い、2012年度に蓄えられた毎日の着信数の実データから着信数を予測できるか検討し

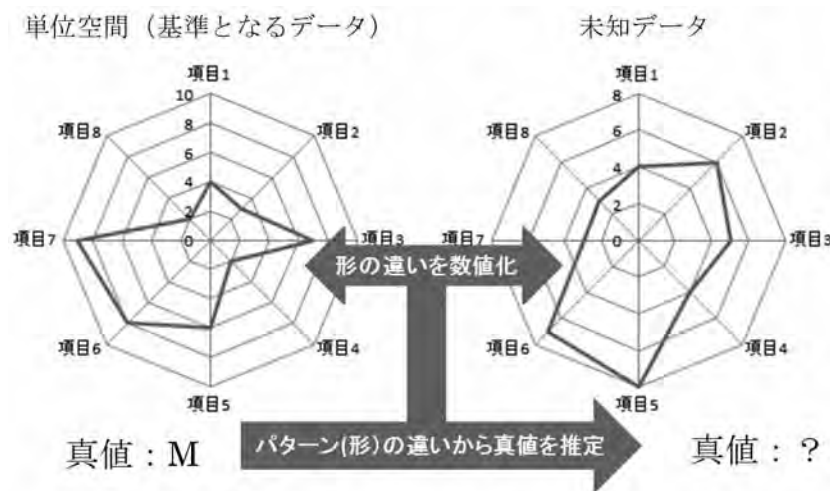


図1 T法のコンセプト

$$M_i = \frac{\eta_1 \times w_{i1} \beta_1 + \eta_2 \times w_{i2} \beta_2 + \eta_3 \times w_{i3} \beta_3 + \dots + \eta_k \times w_{ik} \beta_k}{\eta_1 + \eta_2 + \eta_3 + \dots + \eta_k}$$

式1 T法の推定式

【ノート】

た。このデータは着信数の予測を行うために集められたデータではなく、日々の記録として残っていたビッグデータである。

今回、真値は予測したい着信数とし、項目は月、日、曜日、直前の連休の日数とした。基準となる単位空間は、毎月の奇数週のデータとした。この際、曜日は数値データではなく質的変数であるため、仮に月曜日から順番に1、2、3、・・・7と割り付けた。これを元に予測の精度を調べるために2012年の毎月の第4週を推定した。

3 結果

実際の着信数と推定値の散布図を図2に示す。重

相関係数 R^2 は0.87となり高い精度で推定することができた。

さらにダイレクトメール発送後の日数など項目を増やすことで予測制度が向上できると考えられる。

4 まとめ

今回コールセンターにかかってくる着信数を過去に蓄積されたビッグデータからT法を用い高い精度で予測することができた。この方法で2013年度の着信数を予測し適切な人員配置を行う方法を継続して検証中である。

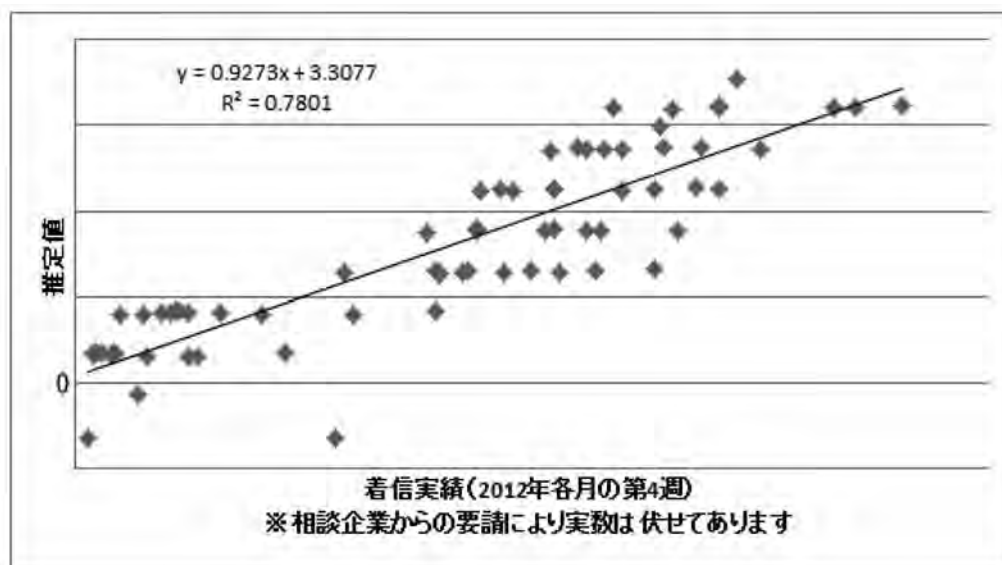


図2 2012年度各月第4週の着信実績と予測値

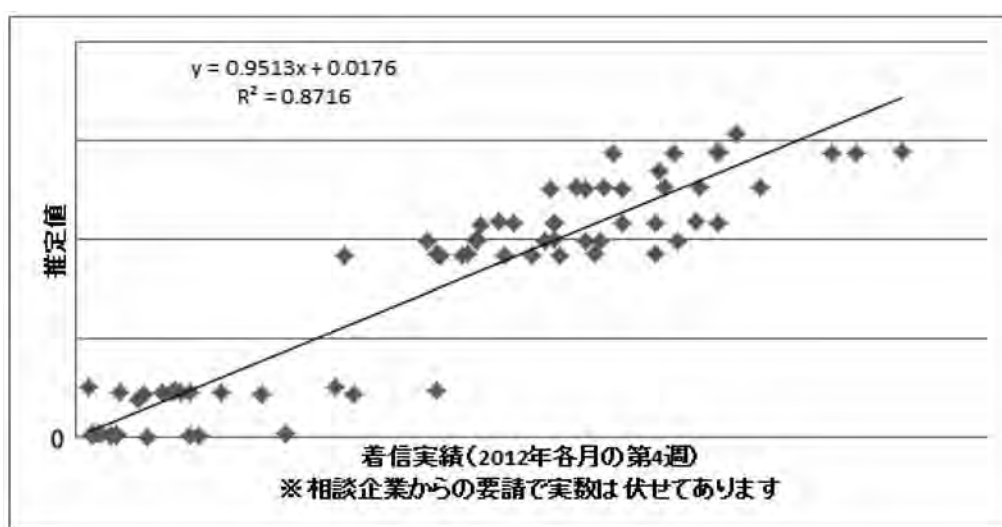


図2 項目の値変更後の着信実績と予測値

ハイテン材の曲げシミュレーションおよび制御

材料科 長津義之 是永宗祐 植松俊明 伊藤芳典
 機械科 大澤洋文

Prediction and Control of bending for high tensile strength steel sheets with FEM simulation

Yoshiyuki NAGATSU, Sosuke KORENAGA, Toshiaki UEMATSU, Yoshinori ITOH
 and Hirofumi OOSAWA

Keywords : High tensile strength steel sheet, sheet metal bending, sheet forming simulation.

キーワード : ハイテン材、板曲げ加工、成形シミュレーション

1 はじめに

自動車の軽量化を目的としてさらにハイテン材の高強度化が進んでいる。ハイテン材は、プレス成形において、割れやすくスプリングバックが大きい難加工材であり、成形予測のために計算機による成形シミュレーションの利用が進んでいる。

加工現場で用いられるハイテン材は、国内外の鉄鋼メーカーで用途にあわせ様々な工夫がされており、引張強度は同等であっても、材料特性はシミュレーションソフト等の材料データベースに登録されたものと大きく異なるケースがみられる。

ここでは、ハイテン材の材料特性がV曲げ角度へ及ぼす影響を調査した結果を報告する。

2 方法

2.1 材料特性計測

対象材は590MPa、780MPa、980MPa（厚さ1.2mm）及び1,180MPa（厚さ1.4mm）級ハイテンとした。各材料を切削して作成したJIS5号引張試験片を精密万能材料試験機（榊島津製作所AG-IS 50kN）で引張り、応力-歪み特性を求めた。

2.2 V曲げ加工

精密万能材料試験機に90度V曲げ加工用の金型（図1）を取り付け、パンチを準静的に動作させて曲げた。材料サイズは100×30mmである。

2.3 成形解析

成形シミュレーションソフトとして榊先端力学シミュレーション研究所のASU/P-form（ver7.0.1）を用いた。材料の応力-歪みモデルはswift式とし、応力の実測値とモデルの値の差の自乗和が最小となる3個のパラメータを用いた。

材料モデルはシェル四辺形で、メッシュ間隔はパンチ先端が接触する中央部幅10mmの範囲で0.25mm、その他は1mmとした。

3 結果および考察

図2に、各ハイテンのV曲げ角の実加工と測定した応力-歪み特性を用いた解析結果を示す。780MPa級以下のハイテンでは、下死点でのクリアランスが0.3以下であれば実加工と解析の差は±1度以内となった。

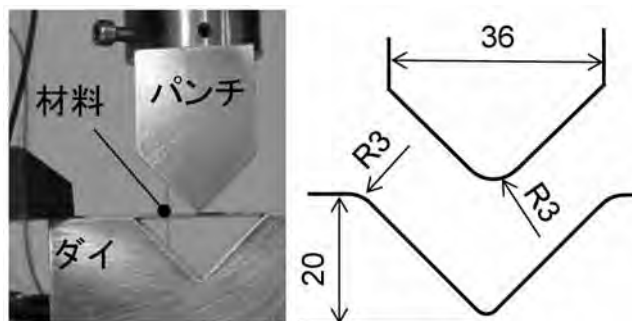


図1 V曲げ金型

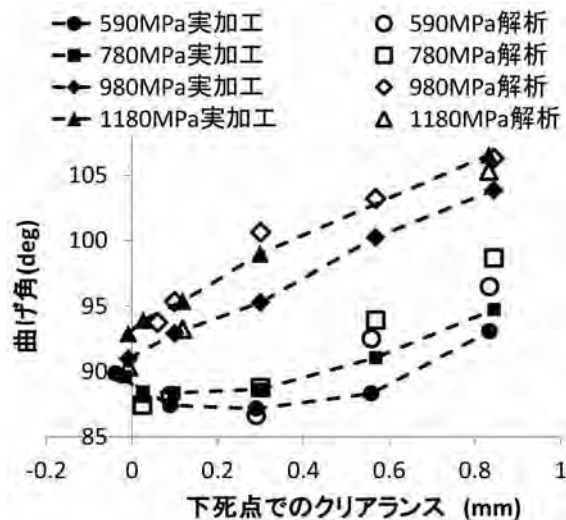


図2 各ハイテン材のV曲げ試験結果

それ以上のクリアランスでは両者の差が拡大したが、その原因の一つとして、実際の材料特性とそのモデルとの差が挙げられる。

また、対象材料を590Mpa級とし、測定した応力-歪み特性と、シミュレーションソフト付属の材料データベースに収録された同強度の2種類のハイテンの特性（図3）を用いてV曲げ角を解析した結果を図4に示す。下死点でのクリアランスが0に近い場合、既存の材料データベースの応力-歪み特性を用いても実加工と解析の曲げ角の差異は小さいが、クリアランスが増大すると差が拡大する結果となった。

4 まとめ

ハイテン材の材料特性がV曲げ角に与える影響について実加工及び解析を行った。その結果、特に下死点でのクリアランスが大きい領域において、実測した材料特性を用いた解析結果がより実加工に近くなることが示された。

謝辞

ASU-P/form (ver7.0.1) を貸していただきました株式会社先端力学シミュレーション研究所に深く感謝します。

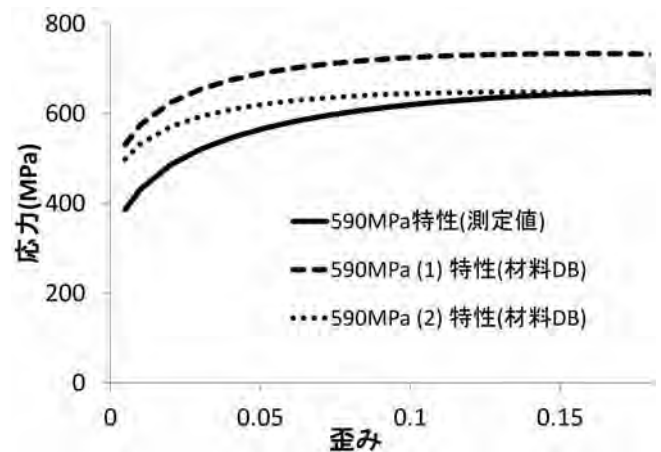


図3 各590MPa級ハイテン材の応力-歪み特性

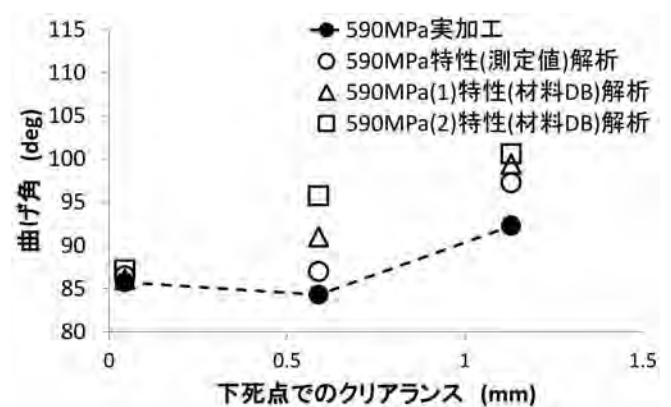


図4 各590MPa級ハイテン材V曲げ解析

チタンの陽極酸化処理における色調の評価方法について

材料科 田光伸也

Evaluation method of color tone for anode oxidation film of titanium

Shinya TAKO

キーワード：チタン、陽極酸化、色調

1 はじめに

チタンは一般的には無塗装で使用されるが、意匠性や部品の選別のために着色が必要な場合、陽極酸化処理を行い、透明な酸化皮膜を形成し、皮膜の厚さによる光の干渉作用で着色したように見せている。しかし、強固な自然酸化膜が陽極酸化処理に悪影響を及ぼすため、安定的に発色させる事が難しく商品価値の低下を招いている¹⁾。ここでは、チタンの陽極酸化皮膜の色調を安定化させる前段階として、色調の評価方法について検討した結果を報告する。

2 方法

2.1 機器分析による評価

目視で観察したときの色調が異なるよう設定した2種類の形成条件で、それぞれについて処理電圧を10V、30V、50V、70V、90Vとした試料を作成し、電子線マイクロアナライザ (EPMA) (EPMA-1720 株式会社島津製作所製) により酸素 (O) およびチタン (Ti) の特性X線強度を測定した。

2.2 分光測色計による評価

目視で観察したときの色調が異なるよう設定した3種類の形成条件で、それぞれについて処理電圧を10V、20V、30V、40V、50Vとした試料を作成し、分光測色計 (日本分光株式会社製) によりL*a*b*表色系による評価を行い、L*、a*、b*、c*を得た。これらの記号の意味を表に示す。

表 L*a*b*表色系で使用される記号の意味

記号	意味
L*	明度 明るさを示す
a*	正方向は赤味が、負方向は緑味が強いことを示す
b*	正方向は黄味が、負方向は青味が強いことを示す
c*	彩度 鮮やかさを示す $C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2}$

3 結果および考察

3.1 機器分析による評価

EPMAによるO、Tiの特性X線プロファイルを図1、2に示す。図1は目視で見ると鮮やかな色調の試料を、図2は曇った色調の試料についての測定結果である。

これらより、処理電圧が高いほどOの強度は高い値を示し皮膜が厚くなっていることが分かるが、同系色の発色をしている試料では鮮やかさが異なってもOの強度に大きな違いは認められなかった。EPMAによる元素分析は膜厚を検証する手法として有効だが、これだけでは色調の評価することはできない事が分かった。

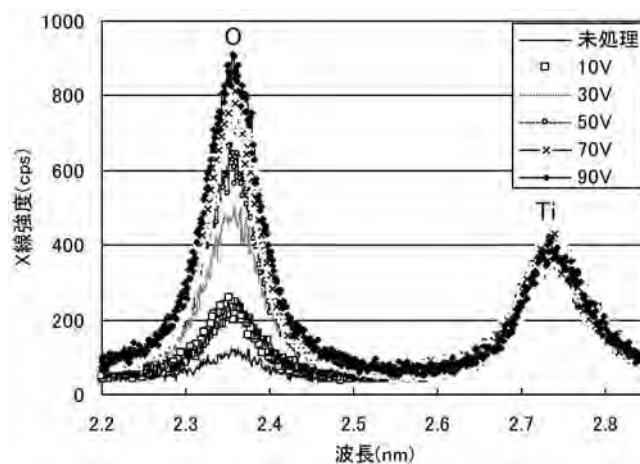


図1 O、Tiの特性X線強度プロファイル (鮮やかな試料)

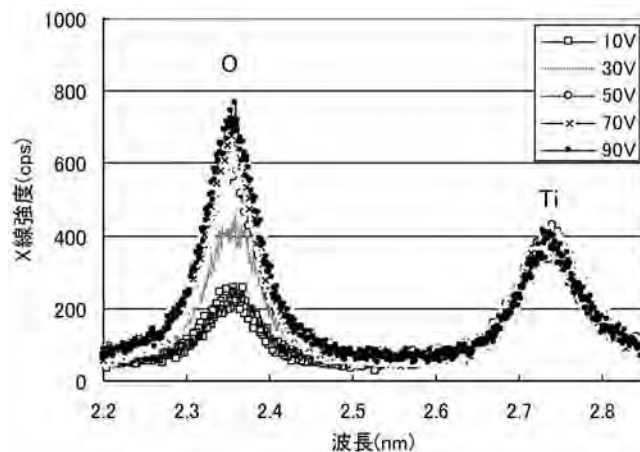


図2 O、Tiの特性X線強度プロファイル (鮮やかでない試料)

3.2 分光測色計による評価

a^*b^* のプロットを図3に、 L^*c^* のプロットを図4に示す。図3では、試料の見た目が鮮やかなほど、各処理電圧における a^*b^* 値をつないだ半円の面積が大きくなっていた。この半円の面積は各処理電圧間の色調のメリハリを表しており、陽極酸化により表現できる色数に関係する重要な指標であることが確認できた。また図4において、処理電圧が同じ場合、各試料における L^* の値は大きく変化せず、処理電圧毎の色調評価には c^* に注目すべきであることが分かった。

4 まとめ

O、Tiの特性X線強度だけでは色調の評価は難しい。分光測色計を用いた $L^*a^*b^*$ 表色系による評価では、 a^*b^* プロットは面積を数値化することで発色の点数化ができるため発色の安定化を総合的に評価する指標として利用しやすく、 c^* は数値の大小による単純な比較が可能であるため処理電圧が同じ系での評価において活用しやすいことが分かった。今後はこれらの指標を使い分けることで、適切な色調評価に役立てることができる。

参考文献

- 1) 伊藤征司郎：チタンの着色. 色材協会誌, 62 (9), 536-542 (1989).

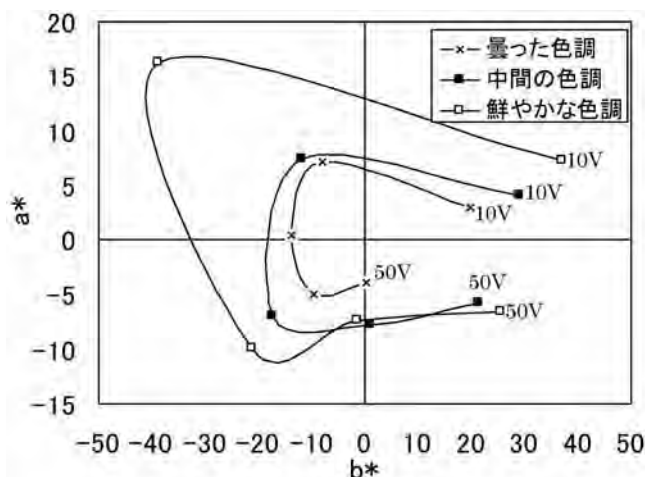


図3 $L^*a^*b^*$ 表色系における a^*b^* プロット

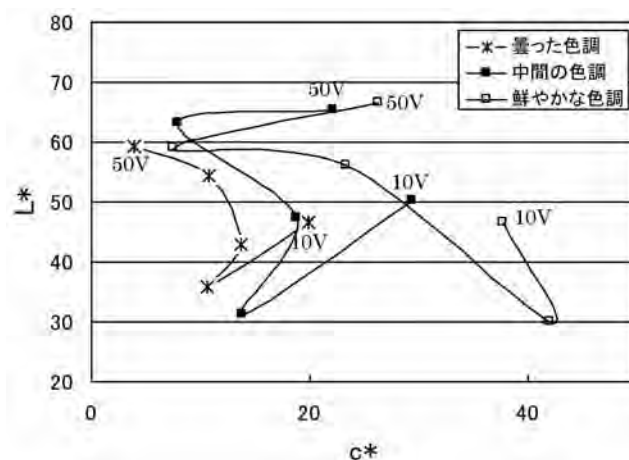


図4 $L^*a^*b^*$ 表色系における L^*c^* プロット

チタン合金の切削性に及ぼす工具刃数の影響

材料科 是永宗祐 植松俊明 長津義之 伊藤芳典
 機械科 大澤洋文

Machinability of Ti-6Al-4V alloy with two or four-flute end mill

Sosuke KORENAGA, Hirofumi OOSAWA, Toshiaki UEMATSU, Yoshiyuki NAGATSU
 and Yoshinori ITOH

キーワード：チタン合金、エンドミル加工、工具刃数

1 はじめに

チタン合金は、高比強度、高生体適合性などの優れた特長があり、航空機や医療などの成長分野で利用拡大が期待されている。一方、チタン合金は難加工材として知られており、切削加工においては工具寿命が短いことが問題となっている。一般的な鉄鋼材料では、4枚刃など刃数が多いエンドミルを用いることで、工具寿命を向上できると言われている。これは、一刃当たりの送りと同じ条件で同じ距離を切削したとき、刃数が多いほど一刃当たりの切削距離が短くなるためである。

しかしながら、チタン合金は反応性が高いため、切りくずが工具に溶着することで、切りくず排出性が低下する。それゆえ、チップポケットが大きい2枚刃エンドミルを用いた方が、切りくずを排出するスペースが確保でき、切削性の向上が期待される。

そこで本研究では、チタン合金の切削性に及ぼす工具刃数の影響について検討した。

2 方法

実験装置の概略を図1に示す。加工機は縦型マシニングセンタ（オークマ(株) MB-46VA）を用いた。工具には、径が12mmで刃数が2および4枚のエンドミルを用い、表1の条件でTi-6Al-4V合金（以下、チタン合金）を端面加工した。切削性の評価は、高速度カメラ（㈱フォトロン FASTCAM-SA4）による切りくず排出状況の観察とデジタルマイクロスコープ（㈱キーエンス VHX-1000）による工具摩耗の観察で行った。

3 結果および考察

工具逃げ面の摩耗状況を観察した結果を図2に示す。2枚刃では工具の逃げ面が一様に摩耗したのに対し、4枚刃では局所的に摩耗が大きい部分が存在した。工具逃げ面の最大摩耗幅は2枚刃で約0.06mm、

4枚刃で約0.11mmであった。本実験では一刃当たりの送りが同じ条件で同じ距離を切削しているため、4枚刃では一刃当たりの切削距離が2枚刃の1/2であるにもかかわらず、工具摩耗が大きくなった。

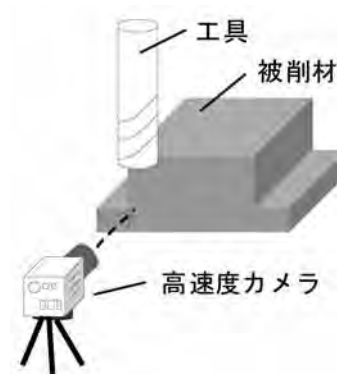


図1 実験装置概略

表1 切削条件

切削速度	113 m/min
切込み	工具径方向 0.6 mm
	工具軸方向 6 mm
送り	0.08 mm/tooth
切削方向	ダウンカット
切削雰囲気	乾式
切削距離	270 mm (90 mm x 3 path)

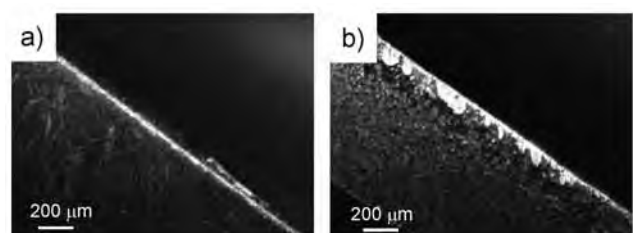


図2 工具の摩耗状況
 a) 2枚刃, b) 4枚刃

【ノート】

図3に、切りくず排出状況を観察した結果を示す。切りくずは刃数によらず工具刃先に溶着していた。2枚刃では、溶着した切りくずが次の切削の過程でチップポケットから排出されたのに対し、4枚刃では、切りくずがチップポケットから排出されないまま切削を繰り返した。切りくずが排出されないまま加工を続けると、切りくずが工具と被削材の間に噛み込みやすくなり、著しい工具摩耗の原因となる。4枚刃のチップポケットは2枚刃と比較して狭く、切りくずが排出される空間が制限

されることで、切りくず排出性が低下したと考えられる。

4 まとめ

本研究では、チタン合金の切削性に及ぼす工具刃数の影響について検討した。2枚刃エンドミルでは、4枚刃エンドミルと比較して切りくず排出性は良好で、工具摩耗も小さかった。2枚刃ではチップポケットが大きいため、切りくず排出性が向上し、工具摩耗の低減につながったと考えられる。



図3 切りくず排出状況

製織技術を生かした振動特性に優れたハイブリッド繊維複合素材の開発 (第1報)

繊維高分子材料科 鈴木重好 山崎利樹 伊藤 彰*
木下道広 平山章子 鈴木一之

Development of hybrid woven composites controlled vibration property

Shigeyoshi SUZUKI, Toshiki YAMAZAKI, Akira ITO, Michihiro KISHITA, Shoko HIRAYAMA
and Kazuyuki SUZUKI

キーワード：繊維、製織、振動、複合材料

1 はじめに

本研究開発では、県西部地域が得意とする製織技術を活用することで炭素繊維 (CF) やアラミド繊維 (AF) の特性と織物独特の異方性を利用した振動特性を有する繊維強化複合材料 (FRP) を開発し、地域の音響機器関連部材等への展開を図ることを目的としている。

本報では、CFなどの難製織繊維を多様な組み合わせで自由に製織するために県西部地域に古くからある既存織機の改良を試みた。また、その織物を用いた複合材料について基本的な振動特性を評価した。

2 方法

本研究で使用した小幅織機は、昭和40年代には10,000台以上が本県西部地域で稼働していた¹⁾が、現在はわずか300台程度であり、多くが未稼働のまま機織業者や機料店に置かれている。

このような綿織物用の小幅織機について以下のような改良を行った。改良後の織機を写真1に示す。

2.1 たて糸の張力管理

大掛かりで難しい整経工程を経ることなく、製織時にたて糸一本一本に独立した錘をつけ、すべてのたて糸を個別に張力管理することとした。

2.2 よこ糸の挿入方法

よこ糸は通常小さな管に巻きつけられ、杼 (シャトル) の中に納められているが、CFが折れたり撚りがかかるなど多くの不具合を生じるため、糸端をつかんで運ぶレピア方式へ改造した。

2.3 織組織の多様化

平織のみのタペット式からドビー式を導入することで、複雑な織模様へ対応した。

2.4 その他生産性向上のための改良

よこ糸切断の自動化、耳糸用の絡み組織の導入や、よこ糸の自動送り機構などを設け、製織速度向上と作業者の労力削減を実現した。

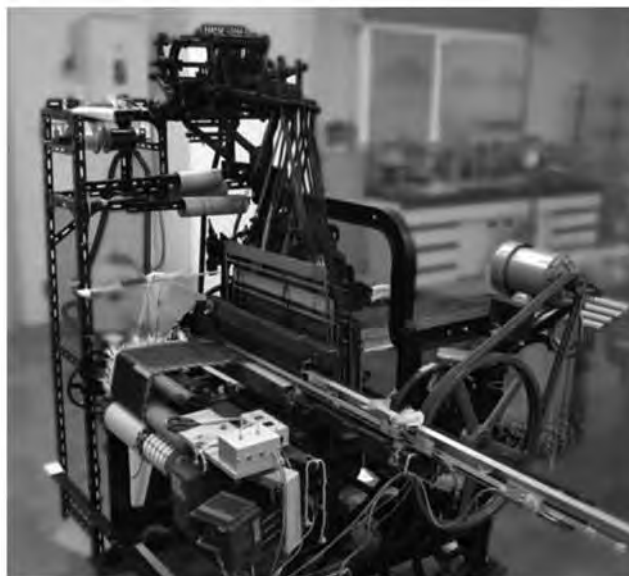


写真1 改良した小幅織機

改良織機は以下の3点の特徴を持つ

- I. CFやAFなどの高強度、高弾性繊維や紙、針金などの超低伸度繊維に対応
- II. 異種繊維の自由な組み合わせの交織が可能
- III. 小ロット用で自由度の高い設計

3 結果

作製した織物を任意の積層順で5層重ね、エポキシ樹脂を用いてハイブリッド複合材を作製した。振動試験は、JIS G0602 制振鋼板の振動減衰特性試験方法により行った。

図1に示すようにハイブリッド複合材の固有振動数は音速 (= (弾性率/密度)^{1/2}) と相関性が認められた。

*) 現 環境衛生科学研究所

弾性率は簡単な組合せ梁の理論から得られる計算値とよく一致することがわかっており²⁾、材料の密度は構成比率より求められる。CF、AFの配置から固有振動数が比較的精度良く計算により予測できることがわかった。

図2にCF/AF比を変えて作製した試料の振動減衰の時間波形と対数減衰率を示す。AFの割合の増加に伴って減衰率が増加した。その他の積層構成の複合材料についても同様の傾向が見られ、CF/AF比や積層順を様々に変えることで、対数減衰率の制御が可能であることが示された。

4 まとめ

既存の小幅織機を改良し、製織が難しいCFやAFを自由な組み合わせで織物とすることができるようにした。作製した織物を用いて、振動特性を制御した複合素材を作製することができた。

謝辞

本研究を進めるにあたり御協力いただいた、ヤマハ株式会社、有限会社宮下機料に深謝致します。

参考文献

- 1) 静岡県繊維工業試験場：静岡県の繊維工業 (1977公表)
- 2) 鈴木重好 他：炭素／アラミドハイブリッド複合材料の機械特性. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第5号, 160-163 (2012).

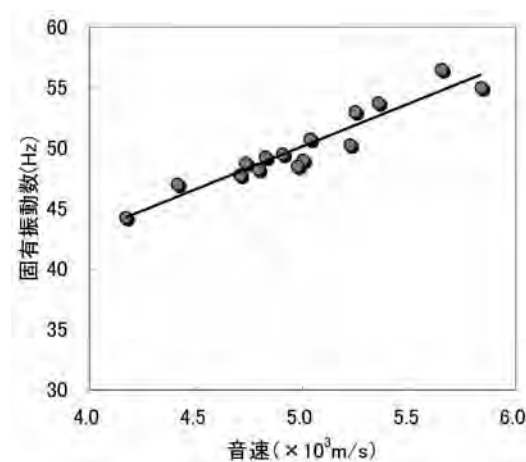


図1 音速と固有振動数の関係
CF、AFの配置を様々に変えて作製したハイブリッド複合材の一次固有振動数と音速 (= (弾性率/密度)^{1/2}) の関係

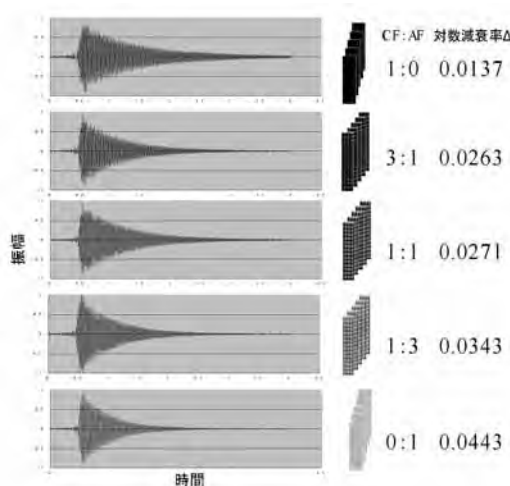


図2 CF/AF比と対数減衰率

耐震補強用アラミド多軸織物の表面処理加工による繊維／樹脂界面特性の改善

繊維高分子材料科 伊藤 彰* 鈴木一之
 富士工業技術支援センター 製紙科 木野浩成

Surface treatment of multiaxial woven fabric aramid for seismic strengthening

Akira ITO, Kazuyuki SUZUKI and Hironari KINO

キーワード：アラミド繊維、多軸織物、耐震補強

1 はじめに

アラミド繊維等の強化繊維による補修工法は、従来からトンネル、橋梁等に用いられている。アラミド繊維を構造物に固定する際は、エポキシ樹脂で接着するため、繊維と樹脂の界面強度が重要になる。本研究では、補強材としてコストや縦、横、斜め方向に強度を発揮するアラミド多軸織物を用い、この織物に前処理を行うことにより、接着樹脂であるエポキシとの界面を強化し、耐震補強性能を向上させることを検討した。

2 方法

2.1 供試材料

種々の前処理剤をアラミド繊維に処理し、1軸繊維強化複合材料 (FRP) で引張、曲げ試験を行ったところ、機械特性に違いがでることが確認された。検討した前処理剤より、強度特性に変化が見られたビスフェノールA型エポキシエマルジョン (ユカレジンNE-002 吉村油化学(株)) とウレタンバインダ (ケミチレンGA-500 三洋化成工業(株)) の2種類を選定し、ケブラー493160dtex (東レデュボン(株)) で織られた多軸織物 (図1) に処理した。

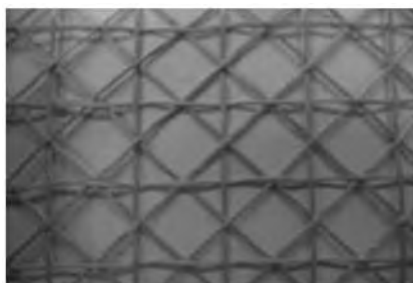


図1 アラミド多軸織物

2.2 多軸織物への前処理方法

織物をアセトンに数分間浸漬して風乾し、パッド

で固形分濃度10%に調製した前処理剤溶液に多軸織物を浸漬させながら、圧力1 kg/cm²で絞り、乾燥機で乾燥 (90°C、1.5時間) させた。

2.3 多軸アラミドFRPの成形

マトリックス樹脂にビスフェノールA型エポキシ樹脂ポンドE2500S (コニシ(株)) を使用して、前処理を施したアラミド多軸織物をFRPに成形し、引張や曲げ強度等の機械特性を測定した。

2.4 押抜き試験片の作製

中央部を円筒形にくり抜いたコンクリートの片面に織物をエポキシ樹脂で塗り固め、試験片とした (図2)。1週間、室温で養生させ、エポキシが完全に固化した後、試験に供した (図3)。

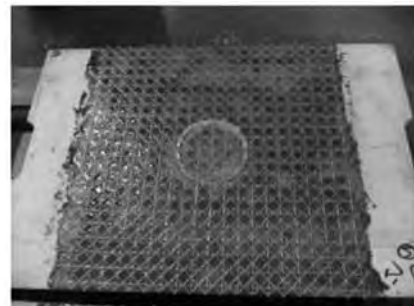


図2 押抜き試験片



図3 押抜き試験 (JHS424規格) 万能試験機 (TOYO BALDWIN CO. LTD. テンシロンUTM-5T) 試験速度 1 mm/min.

*) 現 環境衛生科学研究所

3 結果

3.1 前処理剤付着量の確認

前処理前後の重量を測定し、前処理剤の付着量を算出した。重量比でエポキシ処理は9.59%、ウレタン処理では7.94%付着していることが確認された。

3.2 引張試験、曲げ試験結果

引張試験結果を図4に示す。未処理とエポキシ処理の引張強度はほとんど同じとなったが、ウレタン処理では10%程度の強度低下が確認された。曲げ試験結果を図5に示す。エポキシ及びウレタンで前処理したことでFRPの強度は低下した。しかし、ウレタン処理した試料は最大荷重に達した後も急激に荷重が減少することなく、破壊までの変形量が増加していくことが確認された。

3.3 押抜き試験結果

試験結果を表1に示す。エポキシ処理では未処理品よりも押抜き最大荷重が低下したが、ウレタン処理品は、未処理よりも最大荷重が30%程度向上した。

4 まとめ

多軸アラミド織物に前処理を行ったところ、ウレタン処理品で繊維/樹脂界面強度が変化し、曲げ試験では、強度が低下したが、未処理に比べ粘り強さが確認された。押抜き試験では、押抜き最大荷重が向上していたため、剥落防止性能の向上が見込まれる。

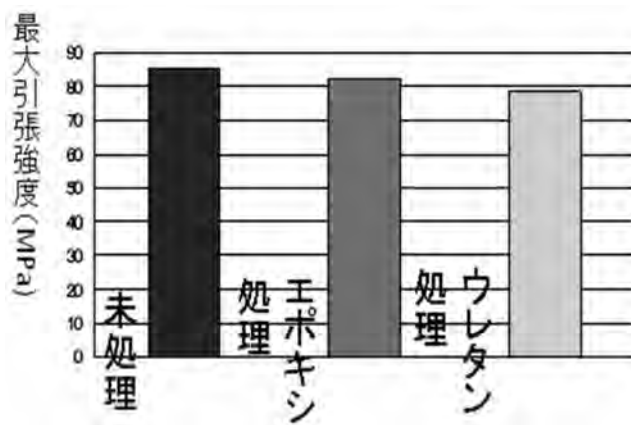


図4 引張試験結果
全長250mm、幅25mm、厚さ2mm短冊状試験片
精密万能試験機 (榊島津製作所AG-IS)
つかみ具間距離150mm、試験速度1mm/min.

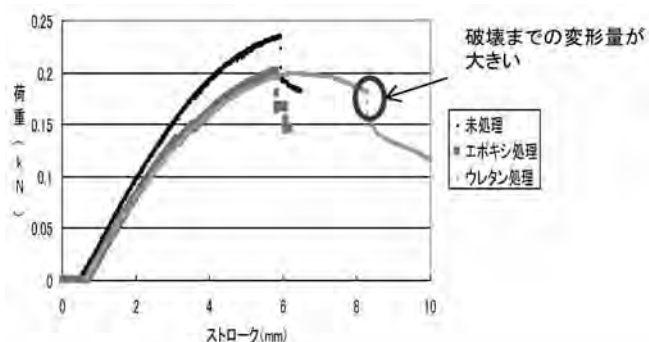


図5 曲げ試験荷重曲線
全長60mm、幅25mm、厚さ2mm短冊状試験片
精密万能試験機 (榊島津製作所AG-IS)
支点間距離40mm、試験速度3mm/min.

表1 押抜き試験結果

	押抜き最大荷重 (kN)
未処理	4.0
エポキシ処理	3.6
ウレタン処理	5.3

フェムト秒レーザーピーンフォーミングによる薄板曲げの曲げ精度向上

浜松工業技術支援センター 鷺坂芳弘
富士工業技術支援センター 神谷真好
公益財団法人静岡県産業振興財団 松田 稔
浜松工業技術支援センター 太田幸宏

Improvement of Accuracy of Thin-Sheet-Metal Bending by Femtosecond Laser Peen Forming

Yoshihiro SAGISAKA, Masayoshi KAMIYA, Minoru MATSUDA, Yukihiro OHTA

塑性と加工, Vol.54, No. 630, 623-627 (2013)

Keywords : laser peen forming, thin-sheet-metal, laser induced shock wave, femtosecond laser
キーワード : レーザーピーンフォーミング、金属薄板、レーザー誘起衝撃波、フェムト秒レーザー

フェムト秒レーザーはパルスレーザーの一種である。集光されたフェムト秒レーザーのパルスは被照射物の表面に衝撃波を誘起できる。レーザーピーンフォーミングはその衝撃波によって生じる塑性変形を利用した板材成形法の一つである。著者らはフェムト秒レーザーを用いたレーザーピーンフォーミングを薄板の曲げ加工に応用し、その変形特性を調べてきた。しかし、本法は不安定な変形特性を有しており、照射条件およびフェムト秒レーザーの不安定なビーム特性に敏感で変形量がばらつきやすい。そこで著者らは本法を高精度曲げとするべく、ごく簡単な位置検出装置を考案、採用し、曲げ角の精度向上を試みた。この装置は試験片の自由端が検出端子に接触したところで電流が流れ

て自由端が所定の位置に来たことを知らせるものである。通電が検知されたところでレーザー照射を停止させることで所望の曲げ角を得ることを試みた。また走査経路も曲げ角に影響することが判明し、検出装置のみでは所定の曲げ角が得られないことが分かった。そこで走査経路を大幅に改良した。また試験片の品質も曲げ角に影響したため、固定ジグを改良するとともに加工前の試験片から真直度の高いものを選別して加工した。複数の材料について曲げ加工を行い、曲げ角の標準偏差を評価した。いずれの材料についても、これらの対策によって曲げ角を安定化させ、曲げ精度を向上させることができた。

MIMによる各種チタン合金の創製

材料科 伊藤芳典

Fabrication of Various Titanium Alloys by Metal Injection Molding

Yoshinori ITOH

素形材, 第54巻, 第10号, 22-27 (2013)

Keywords : metal injection molding, titanium alloy, mixed powder, mechanical properties

キーワード : 金属粉末射出成形法、チタン合金、混合粉末、機械的特性

チタン (Ti) およびTi合金は、軽量高強度、高い耐食性、生体適合性など優れた特徴を有するが、材料コストに加え、加工コストが高いという欠点を持つ。ゆえに、小型複雑形状の金属部品を高い寸法精度で量産できる金属射出成形法 (MIM) を適用することで、TiおよびTi合金部品の製造コストを大幅に低減できることが期待される。さらに、粉末冶金法の一つであるMIMのもうひとつの特徴として、原料粉末に種々の金属粉末や合金粉末を添加、混合することで、高性能なTi合金の創製が期待できる。

本研究では、難加工材であるTi合金をMIMの特徴を有効に用いて高強度化、低コスト化する手法について検討することを目的とし、生体用合金として開発されたTi-6Al-7Nb合金 (6質量%のアルミニウム (Al) と7質量%のニオブ (Nb) を含むTi合金 : 以下同様) について、種々の混合粉末を用いて、焼結挙動と機械的特性との関連を調べた結果を報告し、種々のTi合金

へ応用した結果についても述べる。

Al-53.8Nb合金粉末を用いることで、比較的低温の焼結でも高密度で良好な機械的特性を有するTi-6Al-7Nb合金焼結体を得ることができた。素粉末混合法でも、微細なAl粉末を用い、焼結温度を高くすることで、高密度で良好な機械的特性を有するTi-6Al-7Nb合金焼結体を得ることができた。Al粗粉末では、粗大なAl粉末が焼結初期段階で熔融して生成した流出孔が縮小せず残留し、多数の粗大な気孔が金属組織中に観察され、相対密度、機械的特性とも低い値となった。Nbを十分に拡散させるためには1423K以上の焼結温度が必要であった。

粉末の種類、粒度などを適切に選択すれば、優れた機械的特性を有する様々なTi合金の創製が可能であり、MIMの形状自由度の高さ、優れた量産性、十分な機械的特性、さらには各種Ti合金への適用拡大などにより、さらなる応用の拡大が期待される。

静岡県工業技術研究所研究報告 第7号

平成27年3月（2015年）

編集・発行 静岡県工業技術研究所

企画調整部・編集委員会

〒421-1298 静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

電話（054）278-3028

FAX（054）278-3066