

ISSN 0919-6676
CODEN : SFHPFE

試験研究報告

平成15年度

福島県
ノンテクノロジーセンター[○]
FUKUSHIMA TECHNOLOGY CENTRE

平成15年度 福島県ハイテクプラザ試験研究報告

目 次

産官共同研究開発事業

1 亜鉛めっきのクロムフリー化成処理技術	1
－黒色・クロムフリー化成処理皮膜の開発－	
材料技術部 宇津木隆宏 大堀俊一 鈴木雅千 渡部修 大河原薰	
株式会社サンピックス 室井良一	
郡山チップ工業株式会社 斎藤敏雄	
2 有機赤外線センサーを利用したマイクロデバイスの開発（第2報）	5
材料技術部 伊藤嘉亮 三瓶義之	
生産技術部 本田和夫	
応用技術部 高橋 淳 大内繁男	
株式会社コンド電機 小林好之	
株式会社ホロニック 斎藤 宏	
3 スーパー繊維を活用した産業資材の開発	9
福島技術支援センター 菅野陽一 三浦文明 長沢浩	
伊藤哲司 吉田正尚 東瀬慎 佐々木ふさ子	
株式会社ニースプロダクト	
株式会社シラカワ二本松工場	
電材産業協同組合	
日本素材株式会社	
4 次世代プラスチックの製造技術の開発（第2報）	13
－ナノコンポジットによる剛性向上－	
材料技術部 長谷川隆 菊地時雄 高瀬つぎ子	
クニミネ工業株式会社 榎戸洋之	
宇部樹脂加工株式会社 秋山恵司	

受託研究事業

- 1 組込みシステム・オープンプラットホームの構築とその実用化開発17
－組込みシステムのソフトウェア部品の開発－
応用技術部 尾形直秀 高樋 昌 本田修啓
財団法人みやぎ産業振興機構
株式会社日立国際電気八木記念情報通信システム研究所
株式会社中央製作所仙台設計事務所
有限会社品川通信計装サービス
有限会社エグゼキュートシステム
株式会社北斗電子
株式会社ヴィッツ
名古屋大学
豊橋技術科学大学
仙台電波工業高等専門学校
苫小牧工業高等専門学校
北海道立工業試験場
名古屋市工業研究所
宮城県産業技術総合センター
- 2 生分解性プラスチックの適正使用のための
分解菌データベース作成に関する研究21
応用技術部 桑田 彰 池田信也 鈴木英二 渡邊 真
- 3 ホームケアサービス支援システムにおける
セキュア・モバイルインターネットに関する研究（2）23
応用技術部 浜尾和秀 太田 悟 宮本武司
会津大学 魏大名
サクシード株式会社 松浦将文
有限会社ジークルー 佐々木 陽
- 4 光重合性含漆合成樹脂組成物を応用した宗教用具への装飾技術の確立と
新規デザインによる機能性付与の研究（第2報）27
会津若松技術支援センター 須藤靖典 出羽重遠 福田寿寛
株式会社小野屋漆器店 小野光典 赤城真弓 橘みゆき 弥勒典男
伊坂重春（伊坂デザイン工房主宰）
-

福島・山形・新潟三県公設試験研究機関共同研究事業

- 1 スギ等針葉樹材への機能性付与による新用途開発31
－樹脂コーティング処理による機能性付与技術の開発（1）－
会津若松技術支援センター 佐竹延明 橋本春夫
- 2 スギ等針葉樹材への機能性付与による新用途開発35
－表面圧密処理技術の開発（1）－
林業研究センター 遠藤啓二郎 青砥裕輝 高信則男 安田茂隆 水野俊一
会津若松技術支援センター 橋本春夫

試験研究機関ネットワーク共同研究事業

1 県農林水産物の高次活用による健康維持・増進食品に向けた 素材化技術および食品加工技術の開発	39
会津若松技術支援センター	齊藤裕子 河野圭助 小野和広
衛生研究所	
農業試験場	
果樹試験場	
蚕業試験場	
林業研究センター	
水産試験場	
2 小規模プラントにおける有機質廃棄物の高速発酵処理技術の開発と 発酵生成物の製品開発について（第2報）	42
応用技術部	桑田 彰 池田信也 鈴木英二 渡邊 真
農業試験場	
たばこ試験場	
畜産試験場	
養鶏試験場	
林業研究センター	
水産試験場	
3 自然浄化作用のある水生植物と太陽光によって有機物を分解できる 酸化チタン光触媒を併用した水質保全技術の開発	46
材料技術部	大堀俊一 杉内重夫 大河原薰
農業試験場	中村孝志
環境センター	小野 延 八巻孝幸 町田充弥

ニーズ対応型研究開発事業

1 環境材料の利用技術	49
生産技術部	佐藤善久 橋本政靖
材料技術部	杉内重夫
応用技術部	渡邊 真
いわき技術支援センター	藤井正沸
2 微細構造の寸法・形状評価技術の確立に関する研究	53
生産技術部	菅原康則 吉田智 富田大輔
3 大径・長尺ワーク用円筒度測定機の開発	57
生産技術部	遠藤勝幸 菅原康則 吉田智

4 電解砥粒研磨技術によるシャフトの仕上げ技術	59
いわき技術支援センター	緑川祐二　藤井正沸　安藤久人
東洋シャフト株式会社	奥田要一
5 福島県産ブランド清酒の開発	63
-山廃醸用微生物の検索と山廃醸および純米大吟醸酒の試験醸造-	
会津若松技術支援センター	鈴木賢二　高橋幹雄　根本　彩　佐藤寿昭
	根本秀夫　佐藤　正
6 伝統産業における製造技術の開発と新商品の開発	67
-大堀相馬焼の素地強度向上に関する研究-	
会津若松技術支援センター	佐竹延明　丸山泰仁　水野善幸

公募型ものづくり短期研究開発事業

1 アルミニウム合金鋳物A C 2 Aへの陽極酸化処理	70
いわき技術支援センター	齋藤 宏
株式会社鈴中電気化学研究所	酒井克幸
2 ステンレス材バフ研磨装置の開発	73
いわき技術支援センター	安藤久人　藤井正沸　緑川祐二
生産技術部	遠藤勝幸
日東金属工業株式会社	井上英行
3 プラスチック中に含まれるカドミウム、鉛の分析	76
いわき技術支援センター	中山誠一
材料技術部	大堀俊一　杉内重夫　宇津木隆宏
株式会社クレハ分析センター	柏館 健　田中英世　渡辺健一
4 通電加熱を利用した味噌漬け製造工程の微生物制御	79
会津若松技術支援センター	根本 彩　遠藤浩志
会津天宝醸造株式会社	渡部義則　新室裕子
5 双方向通信による酒造データの共有活用について	82
応用技術部	桑田 彰　高樋 昌
会津若松技術支援センター	佐藤 正　高橋幹雄　鈴木賢二
福島県酒造組合連合会	阿部 淳
6 小型ねじ精度測定機	85
生産技術部	遠藤勝幸　菅原康則
東洋シャフト株式会社	奥田要一

調査研究開発事業

1 音響解析による清酒もろみの発酵状態の判定	87
応用技術部 須藤尚子 高樋 昌	
会津若松支援センター 佐藤 正 高橋幹雄 鈴木賢二	
2 歯科材料粉体の開発	90
材料技術部 関根義孝 加藤和裕	
3 産業工芸分野におけるユニバーサルデザイン技術の研究	92
-木製漆塗りスプーンの開発-	
会津若松技術支援センター 出羽重遠 福田寿寛	

事例研究

1 在宅看護用昇降ベットの開発	94
-背上げ・足上げ機構部の開発-	
生産技術部 角田稔 斎藤俊郎 工藤弘行 安齋弘樹	

研修報告書（6ヵ月）

1 公開鍵を用いたセキュアなXMLデータベースの有効性と性能	98
応用技術部 太田 悟	
会津大学 林 隆史	

ニーズ対応型研究開発事業

環境材料の利用技術

Use technology of Antibacterial stainless steel

生産技術部 佐藤善久・橋本政靖

材料技術部 杉内重夫

応用技術部 渡邊 真

いわき技術支援センター 藤井正沸

抗菌ステンレス鋼の応用製品を開発するため、抗菌ステンレス鋼の抗菌・耐食・加工に関する各特性を検討した。大腸菌を用いた抗菌性試験（JIS Z 2801）により、抗菌性を確認した。また、乳酸水溶液中での分極曲線により、耐食性を確認した。引張り試験、溶接方法確認試験、コニカルカップ試験により加工性を確認した。養魚水槽と防火水槽を用いたフィールド試験を行い、その効果を検証した。これらの結果を用いて製品を試作し、技術的事項を整理した。

Key words: 抗菌ステンレス鋼、抗菌性、抗菌性試験、耐食性、加工性、フィールド試験、抗菌水切り台

1. 緒言

日本人は比較的に清潔志向の高い国民だといわれている。日常生活でも、台所用品、文房具等で“抗菌”を唱った商品が多数出回っており、日本人の抗菌製品に対する関心の高さが伺える。また、一部で環境ホルモン等の問題が指摘されてはいるが、すでに国内では有機系を中心に抗菌剤や抗菌加工製品が年間8,000億円を超える市場を形成している^{1) 2)}。一方、病原性大腸菌 O-157 や鳥インフルエンザをはじめとした微生物介在型の事故は大きな社会不安を引き起こしており、加えて、最近の地球温暖化現象はそれら有害な微生物の活動を活発化させると考えられている。これらを背景として、人体にほとんど無害で抗菌性を有する金属元素を添加した、抗菌ステンレス鋼が市場に登場した。

平成14年度に行われた県内企業等約40箇所へのアンケート結果では、抗菌ステンレス鋼を用いた製品開発および、その性質や抗菌性に関する情報提供への期待の高さが明らかになった。抗菌ステンレス鋼の活用には加工特性や抗菌性を明らかにすることが不可欠である。

そこで本研究では、抗菌ステンレス鋼の抗菌性試験・物性試験・フィールド試験等を行った。また、それらの結果を提供することで企業の抗菌ステンレス鋼を利用した製品開発を支援したので報告する。

2. 実験

2. 1. 供試材料

供試材料としてオーステナイト系とフェライト系の抗菌ステンレス鋼と一般のステンレス鋼を用いた。

抗菌ステンレス鋼として、銀を添加して抗菌効果を発揮したとされる JFE スチール（株）製の R-304AB（オーステナイト系）および、銅を添加した日新製鋼（株）製の NSS AM-3（オーステナイト系）と NSS AM-1（フェライト系）を用いた。

比較のために、用いた一般のステンレス鋼は SUS304 と SUS430 である。

表1に供試材料の公称板厚と化学成分を示す。

表1 供試材料の公称板厚と化学成分

項目 材料	公称板厚 (mm)	化学成分 (mass %)		
		C	Si	Mn
R304-AB	1.0	0.06	0.37	1.00
NSS AM-3	1.2	0.03	0.30	1.83
SUS304	1.0	0.08	0.45	0.81
NSS AM-1	1.0	0.01	0.29	0.16
SUS430	1.0	0.08	0.29	0.48

化学成分 (mass %)					
P	S	Cr	Ni	Ag	Cu
0.030	0.01 以下	18.49	8.18	0.041	0.3
0.032		18.47	9.87	-	3.8
0.029		18.41	7.85	-	0.1
0.030		16.70	0.14	-	1.3
0.021	↓	9.72	0.06	-	-

2. 2. 抗菌性試験

抗菌ステンレス鋼の抗菌効果を確認するために、抗菌性試験を行った。

図1に試験手順を示す。

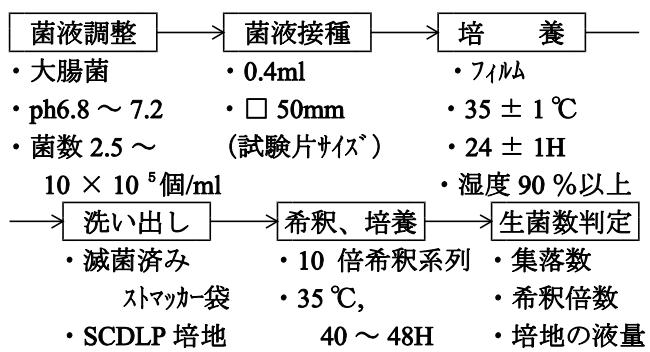


図1 抗菌性試験手順

また、抗菌効果の指標である抗菌活性値を次のように求めた。

$$R = 10g \ (B/C)$$

R : 抗菌活性値

B : 一般のステンレス鋼の

24時間後の生菌数の平均値 (個)

C : 抗菌ステンレス鋼の

24時間後の生菌数の平均値 (個)

なお、JISに則り、抗菌活性値が2.0以上の場合に試験片には抗菌効果があると判断した。

2.3. 耐食性試験

耐食性を比較するため、1% (mass.) 乳酸 + 0.1 mol 硫酸ナトリウム水溶液におけるアノード分極曲線を測定した。

2.4. 加工性に関する試験

機械的特性を比較するため、JISの5号試験片を用いて引張り試験を行った。

TIG溶接法によるI開先突き合わせ溶接を行い、溶接方法確認試験を行った。

また、プレス成形性を確認するため、コニカルカップ試験を行った。

図2にコニカルカップ試験を示す。

2.5. フィールド試験

抗菌加工製品は多数販売されており、それらは日常生活で用いられるものが多い。日常生活には雑多な微生物や汚れが存在しているから、抗菌性試験だけによる抗菌効果の評価だけでは不十分と考えた。そこで、1)養魚水槽と2)防火水槽に抗菌ステンレス鋼の試験片を設置してフィールド

試験を行い、試験片の表面に砂や汚れが付着するなど、実際の使用に近い環境下での効果や菌の付着を観察した。

養魚水槽は2つ設置した。同じ寸法の水槽には自動給餌器とエアーポンプを装着して鯉を投入し、それらを南側の窓際に並べて配置した。水量などの条件は同じであるが、その一方にだけ、槽の底に底部とほぼ同じ大きさのR304-ABを設置した。

防火水槽は付近の山からの流水が常時流れ込み、水中には多量の藻と金魚など小型の淡水魚が生息している。その水面から約30cmの深さに□50mmの試

験片を糸につり下げて設置した。1~4週間放置の後、試験片を回収して歯科診療用の菌染色液(赤色)に浸漬・洗浄して菌の付着状況を観察した。同様に、染色蛍光像による観察を行った。

図3に試験を行った防火水槽の様子を示す。

2.6. 製品試作

今回得られた抗菌ステンレス鋼に関する知見を企業に提供し、新製品開発のための試作を行った。試作は他の量産品と同様に、工場において手作業で行われ、切断・曲げ・溶接に関して一般のステンレス鋼と比較した。



図3 フィールド試験
(防火水槽)



図2 コニカルカップ試験

3. 結果

3.1. 抗菌効果

R304-AB、NSS AM-3の1回目の抗菌性試験による抗菌活性値は共に4.9を示した。抗菌効果の基準である2.0を大きく上回り、抗菌効果のあることが確認できた。しかし、オートクレーブによる加熱・加圧滅菌を行い、抗菌性試験を数回繰り返したところ、抗菌活性値は減少する傾向を示した。原因には、大きく次の2つが推測される。

- 1) 試験片表面からの抗菌性元素が欠乏した。
- 2) 加熱・加圧滅菌時に汚れが強く付着し、その後に洗浄を行っても汚れが残存した。

現在、洗浄工程と滅菌工程を見直し、その原因を検討している。

3.2. 耐食性

図4にアノード分極曲線を示す。

アノード分極曲線は全ての供試材料がほとんど同じ曲線を描いた。抗菌ステンレス鋼は一般のステンレス鋼とほぼ同等の耐食性のあることがわかった。

3.3. 加工性

表2に引張り試験と図5にコニカルカップ試験、表

3に溶接方法確認試験結果を示す。

引張り強さ、伸び、耐力およびプレス成形性共に抗菌ステンレス鋼は一般のステンレス鋼と同等の性能を示すことがわかった。

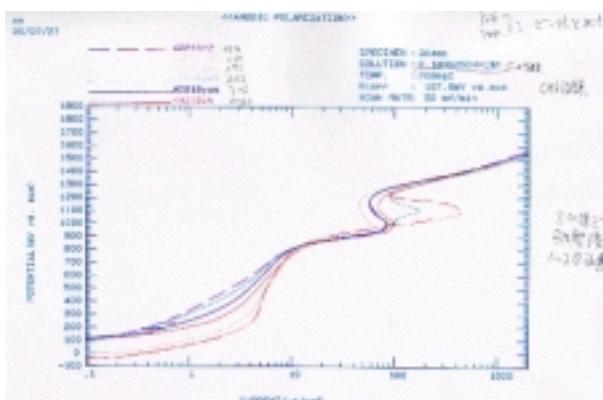


図4 分極曲線

表2 引張り試験結果

項目 材料	板厚 (mm)	耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	伸び (%)
R304-AB	1.0	314.5	710.8	57.5
NSS AM-3	1.3	308.2	573.6	44.5
SUS304	1.0	286.2	670.7	50.5
NSS AM-1	1.0	349.3	470.2	41.0
SUS430	1.0	354.9	515.9	27.8

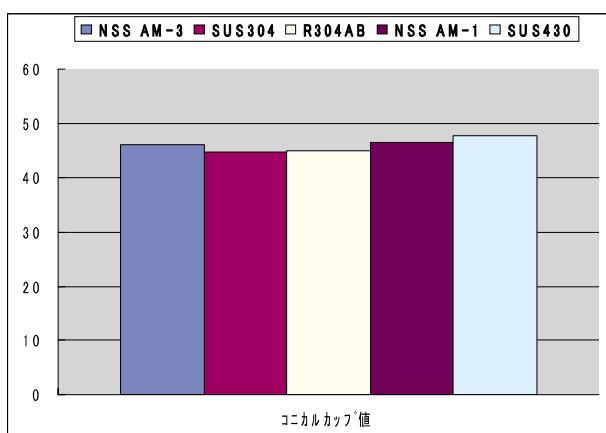


図5 コニカルカップ試験結果

表3 溶接方法確認試験結果

項目 材料	引張り強さ (MPa)	破断箇所	曲げ試験 (密着 180°)
R304-AB	691.9		
NSS AM-3	576.6	溶接部	
NSS AM-1	480.6		無し

同様に、TIG溶接法による溶接方法確認試験にお

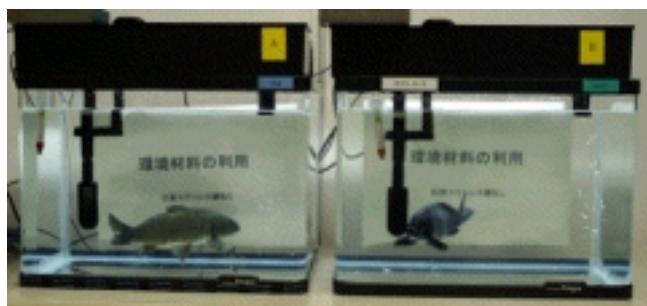
いて、引張り試験は抗菌ステンレス鋼も溶接部で破断したが、母材部と同等の引張り強さを示した。また、180°および密着曲げ試験において割れ等の欠陥は見られず、延性のある優れた溶接部が得られた。

同様に、TIG溶接法による溶接方法確認試験において、引張り試験は抗菌ステンレス鋼も溶接部で破断したが、母材部と同等の引張り強さを示した。また、180°および密着曲げ試験において割れ等の欠陥は見られず、延性のある優れた溶接部が得られた。

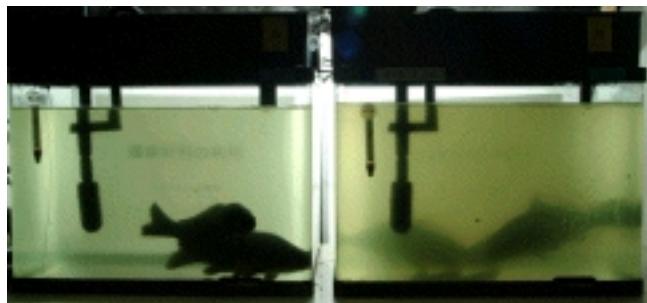
3.4. フィールド試験

図6に養魚水槽、図7に防火水槽によるフィールド試験結果の例を示す。

○試験開始時



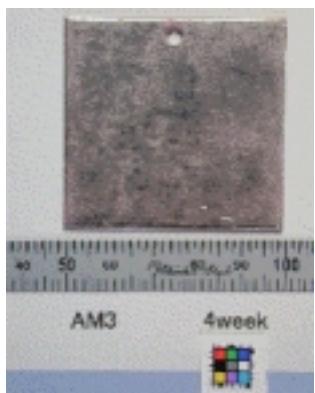
(抗菌ステンレス鋼設置) (抗菌ステンレス鋼なし)
○8日目



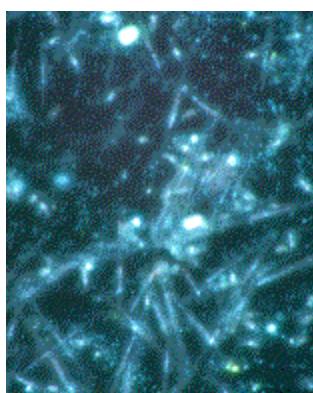
(抗菌ステンレス鋼設置) (抗菌ステンレス鋼なし)
図6 フィールド試験結果(養魚水槽)

養魚水槽による試験では、両方の水槽ともに日数を経るごとに水の濁りの度合いは増加した。しかし、試験開始後8日目には濁りの度合いに明らかな差が表れた。抗菌ステンレス鋼を設置した水槽にも濁りはあるが、水槽を通して文字を判読することができた。しかし、抗菌ステンレス鋼を設置しなかった水槽は緑色に濁り、水槽を通して文字の判読はまったくできない状態だった。

水中の微生物や藻が同定されていないので、影響を受けたそれらを特定はできない。しかし、今回観察された濁りの差は、抗菌ステンレス鋼の効果で微生物や藻の増殖が抑制されたことが原因と考えられる。



(菌染色液による)



(染色蛍光像)

図7 フィールド試験結果(防火水槽)の例

防火水槽による試験では、4週間浸漬した全ての試験片の表面全体に砂や藻の付着が見られ、その量や付き方に差は見られなかった。染色蛍光像観察でも全ての試験片に微生物や藻の付着が確認できた。

抗菌効果の有無にかかわらず、表面には砂や藻そして微生物が付着し、抗菌効果による差は現れていないかった。原因は大きく次の2つが考えられる。

抗菌効果を持たない砂や埃が試験片の表面を覆うことで、

- 1) 水中へ抗菌性元素の露出が阻害された。
- 2) 微生物が取り付きやすい凹凸が形成された。

3. 5. 製品試作

図8に今回製作した”抗菌水切り台”と図9に甲板周りの溶接例（研磨仕上げ前）を示す。



図8 抗菌水切り台((有)浅川製作所)

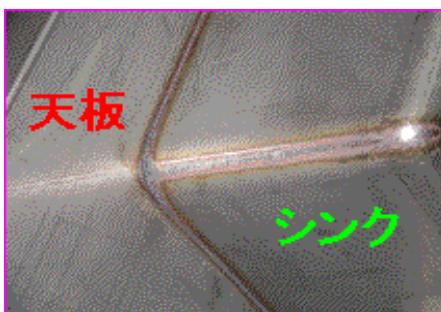
試作品の主な部品である甲板にはR304-ABを用いた。甲板は次の4工程で製作した。

- 1) 切断（タレットパンチプレス）
- 2) 成型（パンチプレス）

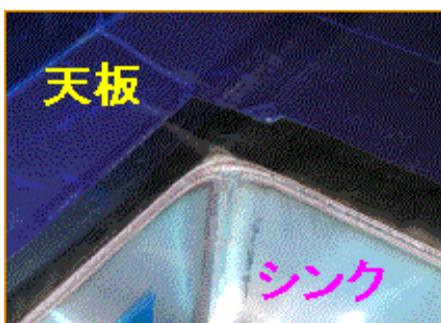
3) 接合（TIG溶接） 4) 研磨

溶接電流を10%程度高めに設定することで溶け込みや溶融池の流れもよくなり、一般のステンレス鋼と同等の溶接ができたことを含めて、工数を増大させるほどの問題はなかった。

試作を行った企業は大型のプレス成型機を用いて大量生産される規格品以外の特別注文製品（学校給食用の厨房機器等）を手掛けることが多い。抗菌性試験等の結果を併せ、今回の試作を行ったことで、製品製作に必要な技術的事項が整理され、新製品として展開できることが確認できた。



シンク及び天板とシンクの
溶接部
(製品裏側から観察)



同上
(製品裏側から観察)

図9 溶接例

4. 結言

抗菌ステンレス鋼の特性を確認するための実験を行い以下の成果が得られた。

- 1) 大腸菌を用いた抗菌性試験により、抗菌効果があることがわかった。
- 2) 一般のステンレス鋼と差のない機械的特性と加工性及び耐食性を有することがわかった。
- 3) 表面に埃や砂が付着した状態では、藻や菌の付着に対して一般のステンレス鋼と差のないことがわかった。
- 4) 製品を試作し、技術的事項を整理した。

参考文献

- 1) 経済産業省：生活関連新機能加工製品懇談会報告書（抗菌加工製品）、1998
- 2) 丹野浩一：抗菌・抗カビ・消臭材料開発研究会講演資料、2002

微細構造の寸法・形状評価技術の確立に関する研究

Research on establishment of measurement and form evaluation technology of detailed structure

生産技術部 菅原康則・吉田智・富田大輔

非接触型の微細形状測定機による評価技術確立のため、現在メーカーで製造されている測定機3種類の特性の比較を行った。各測定機は測定原理が全く異なり、同じ視野範囲でも測定可能な対象物や測定誤差が大きく異なるので、測定対象物や測定の目的によって測定機を使い分けるなどの工夫により測定評価技術を蓄積し、適切な技術指導の指針を得ることができた。

Key words:走査型レーザー顕微鏡、非接触3次元表面構造解析顕微鏡、非接触3次元測定装置

1. 緒言

近年、情報通信機器の小型・高精度化に伴ってその構成要素である電子部品や各種センサの小型化が進み、県内企業でもこれらの小型精密部品の開発・製造に着手する企業が増えている。同時にこれらの小型精密部品の検査や性能評価を行うために、表面形状を非接触かつ $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下精度で測定したいという要求が増えている。また小型精密部品に限らず一般の部品でも表面形状の測定や測定精度の向上の要求が増えており、今後この傾向はさらに強まると考えられる。

現在、種々の非接触型の微細形状測定機が各メーカーで製造・販売されているが、多様な測定原理が採用されており測定可能な対象や精度が異なるため、企業で希望するデータを得るためにそれぞれの測定機の特性を把握し、より正確な測定手法について検討することが必要である。

そこで、この研究では県内企業における小型精密部品の製造・開発などの支援を目的とした微細形状評価の基盤技術を確立するため、3種類の非接触型微細形状測定装置で段差標準片などの測定実験を行い、特性の把握を行った。

2. 実験で用いた測定機と測定原理

本研究では最も企業から測定の要求の多い、非接触式、Z軸方向の分解能が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下、XY軸方向の測定範囲が $0\text{. }1\text{ mm}\sim 1\text{. }0\text{ mm}$ 程度の性能を持つ次の3機種について特性の把握を行った。

①走査型レーザー顕微鏡

(島津製作所㈱) OLS1100

②非接触3次元表面構造解析顕微鏡

(ZYGO社) NEWVIEW5000

③非接触3次元測定装置

(三鷹光器㈱) NH-3SP

以下にそれぞれの測定機の測定原理を示す。

2. 1. 走査型レーザー顕微鏡

この装置は当所で所有しているものであり、高さデータの測定原理は図1に示すように共焦点型光学系を利用している。共焦点型光学系とは、検出器の前にピンホールを配置することにより、焦点外の光を大幅にカットし、焦点にあった光のみを通過させる光学系であり、焦点の合った位置で輝度が最大となることを利用して高さ方向のデータを取得している。1視野分のデータはレーザーをXY方向に走査して一度に取得し、これをZ軸方向に動かしながらデータを積層して三次元画像を形成している。

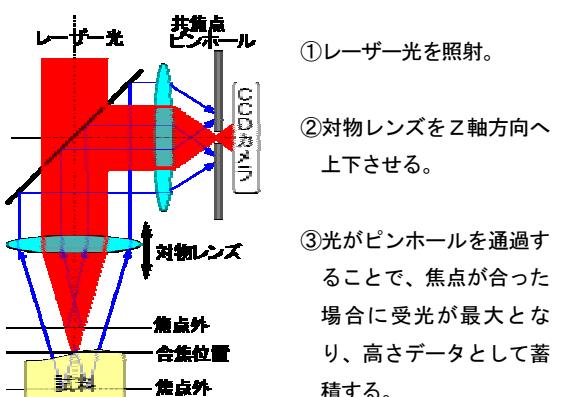
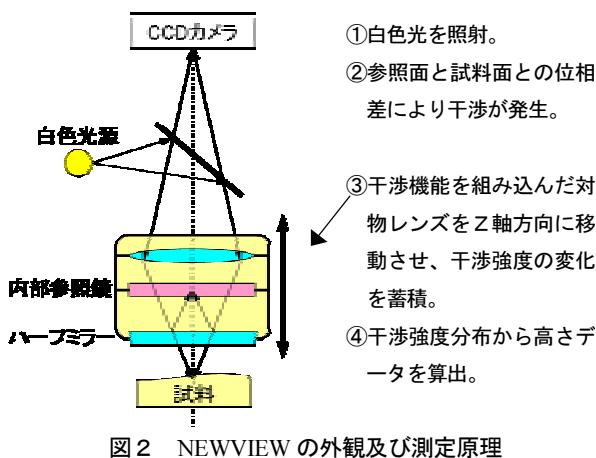


図1 OLS1100 の外観及び測定原理

2. 2. 非接触3次元表面構造解析顕微鏡

この装置の測定原理は図2に示すように、白色光を光源とし、内部参照鏡と試料面との反射光の位相差による干渉を利用している。Z軸方向に対物レンズを動かしていくと波長の $1/2$ の光路差ごとに明暗の縞が観測され、参照面と試料面からの反射光の距離差がゼロ

の時にコントラストが最大値となるので、その位置を検出することにより高さデータを取得している。



2. 3. 非接触3次元測定装置

この装置は三角測量の原理を応用しており、レーザー光が図3に示すような経路を通って光軸中心の試料表面で反射し、その反射光をセンサで検知している。反射光が光軸中心からズレていた場合その位置変化をセンサーが検知し、再び光が光軸中心位置を通り対物レンズを位置決めする。その時の対物レンズの位置変化により座標値を取得する。

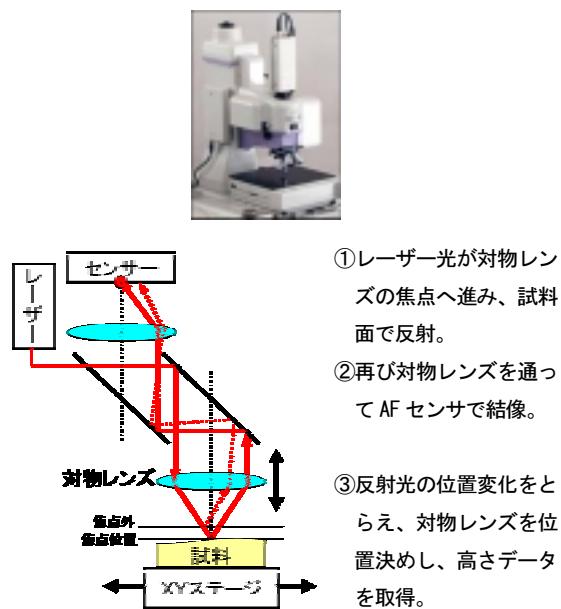


図3 NH-3SPの外観及び測定原理

NH-3SPの場合、ステージを動かして走査するため基本的にはステージの可動範囲全域で測定が可能である。

3. 実験内容

今回は、①Z軸方向の精度、②2軸同時方向の精度、③角度追従性を検証するため、段差標準片、スタイルス、溝状試験片の各試料を測定し、全てにおいて各測定機の最高倍率の対物レンズ（ $\times 50 \sim \times 100$ ）を用い、測定回数を繰り返し測定3回×反復測定2回として実験を行った。

3. 1. Z軸方向の精度

各測定機のZ軸（高さ）方向の精度及び再現性を調べるため、表1の段差標準片（VLSIスタンダード社製）3種類について図4で示した箇所の段差を測定した。

表1 段差標準片の校正值

	校正值 (μm)	拡張不確かさ※ (μm)
SHS-4500	0.4609	0.0027
SHS-1.8	1.864	0.011
SHS-8.0	7.851	0.064

※拡張不確かさは 2σ （信頼水準95%）とする。

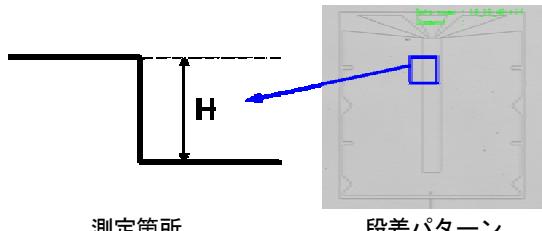


図4 段差標準片

測定結果についてはJISZ9090¹⁾で定められている「校正方式の求め方及び測定にかかる誤差の大きさの求め方」の1次式校正を利用して評価を行った。

JISZ9090で定められている校正式(1)を線形性の評価をするために変形したのが式(2)である。この式に各測定機で段差標準片を測定した結果をあてはめて、読みYと測定値の推定値Mについて線形性とバラツキを調べ、Z軸方向の精度と再現性について検証した。

$$M = Ma + (Y - Ya)/\beta \quad \cdots (1)$$

$$M = aY + b \quad \cdots (2)$$

M:測定値の推定値 Y:読み Ma:標準の平均
Ya:読みの平均 β :感度係数

3. 2. 2軸同時方向の精度

Z軸方向のみではなくX軸方向も加えた2軸同時の方向、すなわち断面形状がどの程度正確に測定できるかを調べた。これには3次元座標測定機（カールツァ

イス社製 UPMC550CARAT) 用のφ0.5(mm)のスタイルス (600342-8251) を用い、図5に示すように、先端のルビー球の断面形状を測定し、その形状から半径と真円度を測定した。なお、OLS1100には断面形状から半径や真円度を求める機能がないため、株ミツトヨ製非接触三次元CNC画像測定機QuickVisionに付属している輪郭形状解析プログラムFORMPAK-QVを用いて計算を行った。

測定結果を評価するため、基準値として半径を粗さ測定機で、真円度を真円度測定機で測定し、その値との比較を行った。測定した基準値と測定に用いた測定機を表2に示す。

表2 基準値と使用測定機

	基準値	使用測定機
半径 (μm)	250.01	テーラーホブソン株製 超精密表面形状・粗さ測定機 フォームタリサーフ PGI1240
真円度 (μm)	0.06	株東京精密製 真円度測定機 RONDCOM52B-550

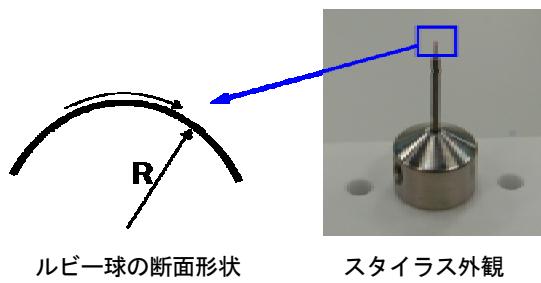


図5 3次元座標測定機用スタイルス

3. 3. 角度追従性

今回の実験で用いた各測定機は光学式であり、試料の傾きの影響を大きく受けるため、高さ方向のデータが取得できないことがある。そこで、それぞれの測定機についてどの程度の角度までデータを取得できるのか検証するために、半径50(μm)、深さが35(μm)で最大傾斜角が72.5度の円形の溝を加工した試験片の断面の形状を測定し、データが欠落する検出限界の位置の接線角度を求めた。

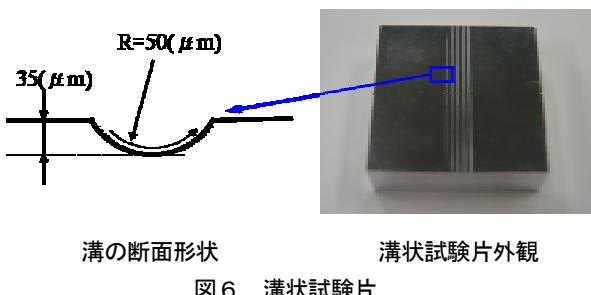


図6 溝状試験片

4. 実験結果

4. 1. Z軸方向の精度

図7は段差標準片の測定結果の例であり、表3は測定結果について、校正式を用いて線形性やバラツキを計算したものである。

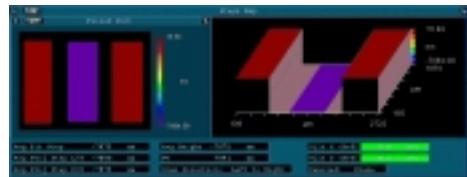


図7 段差標準片測定例 (NEWVIEW)

表3 段差標準片の測定結果

	OLS1100	NEWVIEW	NH-3SP
a	1.00876	0.99657	0.99432
b(μm)	0.01683	0.00978	0.00701
$\sigma c^2(\mu m^2)$	0.00408	0.00008	0.00013
$\sigma c(\mu m)$	0.06389	0.00886	0.01120

係数aとbの値を見ると、aが1に、またbが0に近い程、読みYと測定値Mの線形性に関しては十分とれていると見ることができる。

次に、JISZ9090で定められている手順で誤差の大きさを計算したものが σc である。NEWVIEWは誤差の大きさが非常に小さく、再現性が良いことがわかる。誤差の小さい理由として、NEWVIEWは光の干渉を利用しておらず、蓄積した干渉強度データを全て利用して演算をすることでステージ移動の分解能を超えた精度での測定位置を確定できるためと考えられる。

4. 2. 2軸同時方向の精度

断面形状をNH-3SPで測定した例が図8であり、それらのデータから測定機ごとに半径と真円度を計算で求め、基準値との比較を行った結果が表4である。

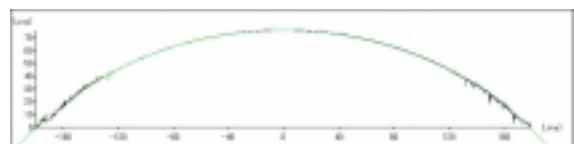


図8 断面形状測定例 (NH-3SP)

表4 断面形状から求めた半径と真円度

	基準値	OLS1100	NEWVIEW	NH-3SP
半径平均 (μm)	250.01	245.55	250.64	249.72
真円度 (μm)	0.06	0.218	0.025	0.321

半径値に関してはNEWVIEW及びNH-3SPが基準値に近い値を示した。

真円度についてはNEWVIEWが基準値以上の小さな値となった。その理由としては、NEWVIEWはXY方向の解像度が低いために細かい凹凸が検出できていないことが考えられ、逆に他の2機種についてはノイズなどの影響でバラツキが大きくなつたと考えられる。

4. 3. 角度追従性

各測定機で測定した溝状試験片の断面形状は図9～図11のとおりとなつた。

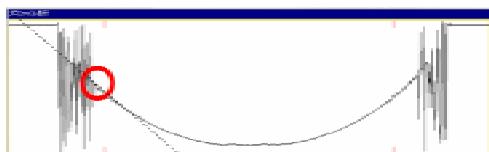


図9 測定結果（OLS1100）

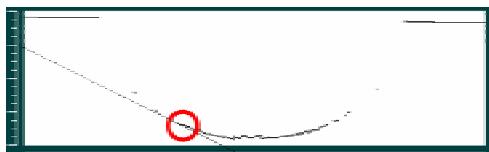


図10 測定結果（NEWVIEW）

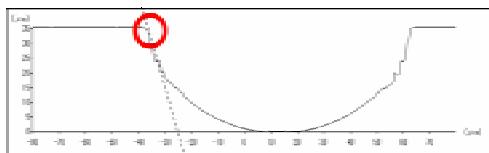


図11 測定結果（NH-3SP）

赤丸で示した位置が各測定機の検出限界位置であり、この位置を基準として接線の角度を求めた結果を表5に示す。

表5 検出限界角度

	OLS1100	NEWVIEW	NH-3SP
検出限界角度平均（度）	49.9	23.5	72.5 以上

検出限界値に関しては各測定機で顕著な差が見られた。NEWVIEWは検出限界角度が23.5度と最も小さく、それ以上の角度になるとデータが完全に欠落してしまつていて。これは、光の干渉を利用した測定なので、Z方向の変化が急になると干渉強度の変化も密になつてしまい、データの変化が拾いきれなくなるためと思われる。

逆にNH-3SPは、ほぼ試料の全範囲で測定が可能であった。この測定機の場合、原理的には試料からの反射率が1%でもあれば検出可能であり、この試料に関しては検出できないところがほとんどなかつたと思われる。

検出限界角度については、試料の反射率、粗さ、色などの表面状態の影響によっても結果が異なつてくるので厳密な角度測定は困難である。今回の結果は同じ試料に対する各測定機の相対的な比較であり、角度追従性の目安として考えることとする。

5. 結言

これらの実験結果を受けて、各測定機の特性とその特性が有効に活用できると思われる試料例を表6に示す。

表6 各測定機器の特性及び試料例

OLS1100	特性	・焦点深度の深い画像を得られる ・試料の反射率の影響が大きい
	試料例	→高精度を要求せず、簡単に3次元形状を得たい場合に向いている。 例：紙 表面の傷、異物 など
NEWVIEW	特性	・測定の誤差が非常に小さい ・角度の付いた試料の測定は困難
	試料例	→試料が平面に近く、高精度が必要な場合に向いている。 例：レンズ 水晶発振子 など
NH-3SP	特性	・広範囲の測定が可能 ・複雑な形状でも追従できる
	試料例	→測定面の角度変化が大きい形状で、広範囲に渡って測定したい場合に向いている。 例：歯車 ネジ山 など

各測定機器は測定原理が異なるため、測定結果についてもそれぞれの測定機器で特性が大きく異なつた。各機器の測定原理を理解した上で、特徴を活かしながら形状測定を行えば、今まで測定が困難とされていたものでも他の視点からの観察を検討することができる。

これらの結果、微細構造の寸法・形状に関して測定評価技術の蓄積を行うことができ、適切な技術指導を行う上での指針を得ることができた。

今後は、継続的に測定評価技術を蓄積することで、県内企業の小型精密部品の製造・開発や、様々なニーズに応えた微細形状測定について支援していくこととしたい。

6. 謝辞

本研究を行うにあたり試験等に御協力いただいた、日本大学工学部情報工学科 小林義和専任講師、㈱菱光社、三鷹光器㈱に謝意を表します。

参考文献

- JIS Z 9090-1991 「測定一校正方式通則」 日本規格協会

大径・長尺ワーク用円筒度測定機の開発

Development of Cylindrical Figure Measuring Instrument for Large Sized Cylinder

生産技術部 遠藤勝幸、菅原康則、吉田智

市販の真円度測定機では測定が難しい、比較的大型の円筒形状機械加工物を対象とした、円筒形状測定機の開発を行う。この測定機は、新しく提案する 6 本の変位プローブとコンピュータによる演算処理を用いた、いわゆる多点法によって測定を行うため、高精度な回転機構や送り機構などが不要なところに特徴がある。この測定法により、大型円筒の断面形状、テーパなどの軸方向の径変化、中心軸の曲がりの一括測定が可能となった。

Key words: 円筒度、多点法

1. 緒言

本研究では、一般に市販されている真円度測定機では測定が困難な、比較的大型の印刷機械用のロールや圧延ロールなどを対象とした円筒形状測定機の開発を目的とする。測定機の低い運動精度を、複数の変位プローブとコンピュータ演算によって補うことによって、測定結果の高精度化を図る。

これまで、円筒の表面を 5 本の変位プローブでらせん状に走査することによる全体形状測定を試みてきた。しかし、この方法では断面の断面形状は測定可能であったが、軸方向の径変化と中心軸の曲がりの測定は困難であった¹⁾。

そこで、新たに 6 本の変位プローブによる測定法を提案する。本報告では、この測定法の原理と、この方法を用いた測定結果について報告する。

2. 測定原理

本測定法の原理を図 1 に示す。まず、円筒ワーク上の、間隔が d だけ離れた 3 断面に、変位プローブ 1~6 をそれぞれ 3 本、2 本、1 本ずつ配置する。各プローブの配置角は、それぞれ $\varphi_1 \sim \varphi_6$ とする。この状態でワークを回転させ、各プローブの出力値をサンプリングする。サンプリングが終了したのち、各プローブの相対位置

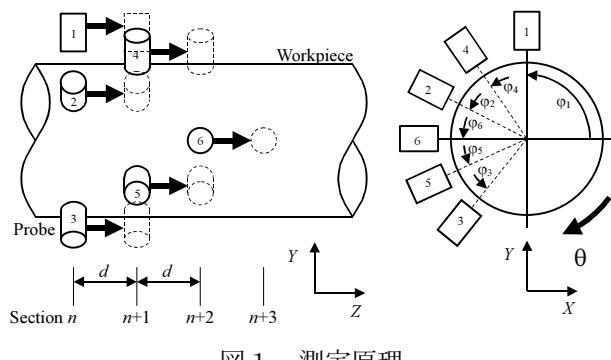


図 1 測定原理

を保ったまま、プローブ群を軸方向に d だけ移動させる。この位置で再びワークを回転させ、プローブの出力値のサンプリングを行う。この手順を、円筒ワークの全測定域にわたって繰り返す。

このようにして得られたプローブの出力値には、測定に必要な円筒ワーク表面の凹凸（断面形状）と中心軸の曲がりに相当する各断面の偏心ばかりでなく、回転軸の振れまわりや、プローブの取り付けであるステージの傾きなどの運動誤差も混入されている。そこで、得られたプローブの出力値に対してコンピュータ内で演算処理を行い、混入した運動誤差を除去する。

プローブ 1~3 が断面 n にあるとき、プローブ 4,5 は断面 $n+1$ に、プローブ 6 は断面 $n+2$ にある。このとき各プローブの出力値 $m_{n1}(\theta) \sim m_{n6}(\theta)$ は次のようにになる。

$$\begin{aligned} \begin{pmatrix} m_{n1}(\theta) \\ m_{n2}(\theta) \\ m_{n3}(\theta) \\ m_{n4}(\theta) \\ m_{n5}(\theta) \\ m_{n6}(\theta) \end{pmatrix} &= \begin{pmatrix} r_{an} + r_n(\theta + \varphi_1) \\ r_{an} + r_n(\theta + \varphi_2) \\ r_{an} + r_n(\theta + \varphi_3) \\ r_{a(n+1)} + r_{n+1}(\theta + \varphi_4) \\ r_{a(n+1)} + r_{n+1}(\theta + \varphi_5) \\ r_{a(n+2)} + r_{n+2}(\theta + \varphi_6) \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} h_{nx} \cos(\theta + \varphi_1) + h_{ny} \sin(\theta + \varphi_1) \\ h_{nx} \cos(\theta + \varphi_2) + h_{ny} \sin(\theta + \varphi_2) \\ h_{nx} \cos(\theta + \varphi_3) + h_{ny} \sin(\theta + \varphi_3) \\ h_{(n+1)x} \cos(\theta + \varphi_4) + h_{(n+1)y} \sin(\theta + \varphi_4) \\ h_{(n+1)x} \cos(\theta + \varphi_5) + h_{(n+1)y} \sin(\theta + \varphi_5) \\ h_{(n+2)x} \cos(\theta + \varphi_6) + h_{(n+2)y} \sin(\theta + \varphi_6) \end{pmatrix} \quad (1) \\ &+ \begin{pmatrix} 0 & 0 & \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 \\ 0 & 0 & \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 \\ 0 & 0 & \cos \varphi_3 & \sin \varphi_3 \\ \cos \varphi_4 & \sin \varphi_4 & \cos \varphi_4 & \sin \varphi_4 \\ \cos \varphi_5 & \sin \varphi_5 & \cos \varphi_5 & \sin \varphi_5 \\ 2 \cos \varphi_6 & 2 \sin \varphi_6 & \cos \varphi_6 & \sin \varphi_6 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} e_1 d \\ e_2 d \\ e_3 \\ e_4 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} m_{01} \\ m_{02} \\ m_{03} \\ m_{04} \\ m_{05} \\ m_{06} \end{pmatrix} \end{aligned}$$

式(1)で、例えば r_{an} は断面 n の半径のある基準値からの差を、 $r_n(\theta)$ は断面 n の断面形状を、 h_{nx} と h_{ny} は断面 n の偏心量をそれぞれ表す。また、 m_{01} はプローブ 1 が 0μm を出力する位置である。添え字が異なる他の変数も同様である。 $e_1 \sim e_4$ は、混入する運動誤差を表す。

この r_{an} と $r_n(\theta)$ は、プローブ 1~3 の出力から 3 点法²⁾によって算出する。得られた r_{an} と $r_n(\theta)$ を $m_{n1}(\theta) \sim m_{n6}(\theta)$ から除き、その結果に式(2)によって得られる重み $a_1 \sim a_6$ を乗算して加算すれば、式(3)が得られる。式

$$(3) \text{ から定数成分 } \sum_{i=1}^6 a_i m_{0i} \text{ を除いた結果である } \tilde{g}_n(\theta) \text{ の、}$$

\cos 項の係数と \sin 項の係数を式(4)によって取り出し、数値積分を行えば、中心軸の曲がり h_{nx} , h_{ny} が得られる。

$$\begin{pmatrix} a_1 \\ \vdots \\ a_6 \end{pmatrix}^T = \begin{pmatrix} 1 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 \\ 0 & 1 & 0 & 0 & \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \cos \varphi_3 & \sin \varphi_3 \\ 0 & 0 & \cos \varphi_4 & \sin \varphi_4 & \cos \varphi_4 & \sin \varphi_4 \\ 0 & 0 & \cos \varphi_5 & \sin \varphi_5 & \cos \varphi_5 & \sin \varphi_5 \\ 0 & 0 & 2 \cos \varphi_6 & 2 \sin \varphi_6 & 2 \cos \varphi_6 & \sin \varphi_6 \end{pmatrix}^{-1} \quad (2)$$

$$g_n(\theta) = \left\{ h_{(n+2)x} - 2h_{(n+1)x} + h_{nx} \right\} a_6 \cos(\theta + \varphi_6) + \left\{ h_{(n+2)y} - 2h_{(n+1)y} + h_{ny} \right\} a_6 \sin(\theta + \varphi_6) + \sum_{i=1}^6 a_i m_{0i} \quad (3)$$

$$\begin{pmatrix} h_{(n+2)x} - 2h_{(n+1)x} + h_{nx} \\ h_{(n+2)y} - 2h_{(n+1)y} + h_{ny} \end{pmatrix} \quad (4)$$

$$= \frac{1}{4a_6} \begin{pmatrix} \cos \varphi_6 & -\sin \varphi_6 \\ \sin \varphi_6 & \cos \varphi_6 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & -1 \\ 1 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \int_0^{\pi/2} \tilde{g}_n(\theta) d\theta - \int_{\pi/2}^{3\pi/2} \tilde{g}_n(\theta) d\theta \\ \int_{\pi/2}^{\pi} \tilde{g}_n(\theta) d\theta - \int_{3\pi/2}^{2\pi} \tilde{g}_n(\theta) d\theta \end{pmatrix}$$

3. 測定実験

本測定原理を用いて、測定実験を行った。実験に用いた装置や変位プローブ等は、参考文献¹⁾と同じものであるため説明を省略する。測定に用いた円筒ワークは直径φ50mm、長さ 700mm の、表面に硬質クロムめっき処理が施されたシャフトである。比較的小型のワークを用いたのは、市販の真円度測定機と測定結果を比較するためである。測定断面の間隔 d は 50mm としたが、軸方向の横分解能を向上させるため、開始位置をずらして測定した複数の結果を最小自乗的に合成し、横分解能を 10mm とした。

図 2~4 に測定結果を示す。これらのグラフにおいて、青線が本測定法による結果であり、赤線が市販の真円度測定機で測定した結果である。半径変化において最大約 0.2μm 程度の違いが見られるが、両者はほぼよい一致を示していると考えられる。図 5 には、図 2~4 の結果から合成した全体形状を 3 次元的に表示した結果を示す。赤が凸部を、青が凹部を表す。

4. 結言

プローブを 6 本用いる新しい測定法を提案し、有効性を確認した。本測定法を用いれば、運動誤差を伴う低精度な装置でも、高精度に円筒形状を測定することが可能となる。大型の円筒ワークばかりでなく、小型のワークに対しても、測定の低コスト化に有効である。

参考文献

- 1) 遠藤、他：大径・長尺ワーク用円筒度測定機の開発、平成 13 年度ハイテクプラザ試験研究報告、p.53
- 2) 遠藤、他：製造プロセスにおける高精度評価装置の開発—大型円筒用真円度測定機の開発—、平成 11 年度ハイテクプラザ試験研究報告、p.23

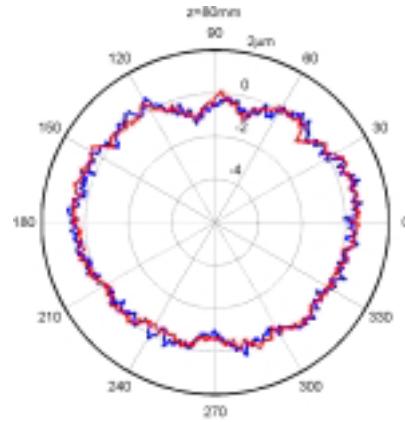


図 2 断面形状の測定結果例

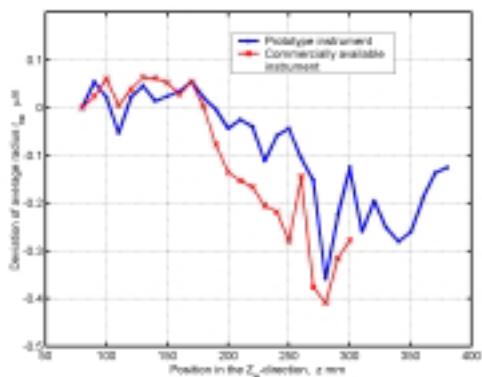


図 3 半径変化の測定結果

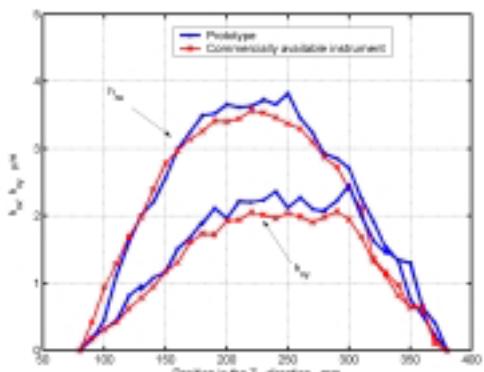


図 4 軸の曲がりの測定結果

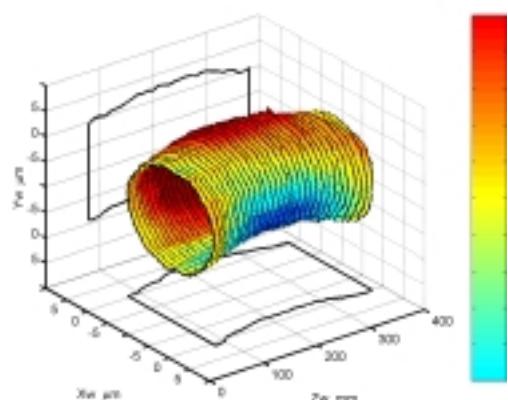


図 5 全体形状

電解砥粒研磨技術によるシャフトの仕上げ技術

A Study of Electro-abrasive Polishing for Steel shaft

いわき技術支援センター 緑川祐二 藤井正沸 安藤久人
東洋シャフト株式会社 奥田要一

シャフト（外径 $\phi 30\text{mm}$ 、長さ 180mm ）の外面を研磨するために電極工具とシャフトを回転させる機構及び電極工具を揺動させる機構を試作した。電解砥粒研磨技術により研磨した結果、SUS440C相当品の場合、表面粗さが $0.3 \mu\text{m Ry}$ で、研磨焼けなどがない光沢のあるシャフトを仕上げることができた。しかし、SUJ2の場合、表面粗さが $0.3 \mu\text{m Ry}$ まで研磨できたが、電解作用によると思われる組織のエッチングのため部分的に黒色に変色した。

Key words: 電解砥粒研磨、電解研磨、シャフト

1. 緒言

プレス機や射出成型機の金型をガイドするシャフト、搬送機や測定機用のリニアガイド、送風機等の回転機の回転軸、印刷機用のロールなどに用いられているシャフトは、表面粗さが約 $0.8 \mu\text{m Ry}$ （最大高さ）以下に細かく仕上げた部品を使用している。この表面粗さが粗い場合、摺動面に振動、騒音、発熱が発生し、摩耗が進行してしまう。

近年、マイクロマシン、省電力部品、半導体工場向け用のシャフトには、さらに摺動抵抗が少なく表面粗さが細かいきれいなシャフトが要求されている。

そこで、本研究では、研磨面の品質を損なうことなく、機械的な研磨と電解研磨を同時に使う電解砥粒研磨技術での加工を検討した。そして、現在、バフ研磨で、表面粗さを約 $0.8 \mu\text{m Ry}$ 以下まで仕上げている工程を電解砥粒研磨の工程に代替し、表面粗さが現状の半分である約 $0.4 \mu\text{m Ry}$ と細かくきれいな面に仕上げることを目的とした。以下にその結果を報告する。

2. 実験方法

2. 1. 試験片

図1に、実験に用いたシャフトを示す。このシャフトは、外径が $\phi 30\text{mm}$ 、長さが 180mm で、材質は、マルテンサイト系ステンレス鋼（SUS440C相当品）と高炭素クロム軸受鋼（SUJ2）の高周波焼き入れをした材料



図1 研磨前のシャフト（SUS440C相当品）

を使用した。表1に研磨前の物性値を示す。

表1 シャフトの物性値（研磨前）

	表面硬度 (HV0.5)	表面粗さ $Ry (\mu\text{m})$
SUS440 C相当品	700	2.0、(0.9、0.6)
SUJ2	770	2.0

2. 2. 電解砥粒研磨方法

図2に電解砥粒研磨装置（株式会社杉山商事製PIEP-10）を示す。電解砥粒研磨技術とは、被削材を陽極とし、砥粒入り不織布を取り付けた電極工具を陰極とする。電極工具は、回転しながら被削材に押しつけて研磨する。その際、研磨面へ電解液（20wt%硝酸ナトリウム水溶液）を供給する。砥粒擦過の確率は、凸部が凹部よりも大きいため、凸部に対し優先的に機械的な研磨を行う。同時に、金属素地が露出したところを効率よく電解研磨を行う。このように機械的な研磨と電解研磨の相乗効果により凸部が急速に除去される。この結果、効率的な平滑面が得られることになる。¹⁾



図2 電解砥粒研磨装置

2. 3. 電極工具の試作

図3に試作した電極工具を示す。電極工具は、シャフト外径より、若干大きい内径 $\phi 43\text{mm}$ 程度のパイプを半分に切断し、その内側に研磨材を取り付けることにより、広範囲の研磨面積を確保した。また、研磨圧力を加えるために 0.4 kg の重りを4個まで取り付けることが可能な構造とした。電解液は、ホースから供給し、電極工具の裏側にある通過穴を通り研磨面へ供給するような電極工具を試作した。

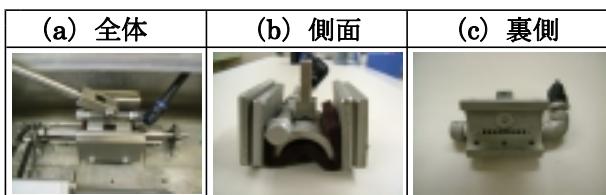


図3 試作した電極工具

2. 4. 研磨機構の試作

図4-(a)に電極工具を揺動させる操作盤、図4-(b)にシャフトを回転させる操作盤、図4-(c)に試作した研磨機構を示す。電極工具を揺動させるために電解砥粒研磨装置の側面に防水型モータを取り付けた。モータ軸から偏芯させて伝達シャフトを取り付けることによりクランク運動を利用して、回転運動から直線運動へ変換した。また、シャフトを回転させるために電解槽の底部に防水型モータを固定し、タイミングベルトを用いて駆動した。電極工具の揺動周波数は、 $0 \sim 8\text{ Hz}$ 、シャフト回転数は、 $0 \sim 900\text{ rpm}$ の任意の速度で設定することができる研磨機構を試作した。

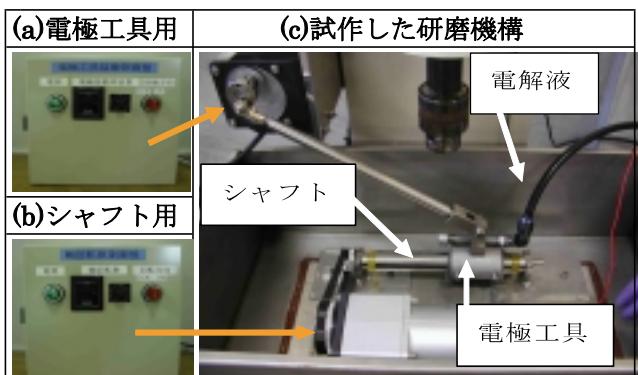


図4 試作した操作盤と研磨機構

2. 5. 実験方法

試作した電極工具及び研磨機構を用いて、シャフト外面を電解砥粒研磨技術により研磨し、現状の研磨工程品と比較検討した。研磨方法は、電極工具をシャフト外面にかぶせて、搖

動を加えながらシャフトを回転させた。その際、電極工具を陰極とし、シャフトを陽極として研磨した。

なお、シャフト外面の研磨面の仕上げ目標は、現状の半分である約 $0.4\mu\text{m Ry}$ 以下で、研磨焼けなどがないことである。

評価に用いた機種は、表面粗さ測定機（㈱ミツトヨ製サーフテスト SV 624）、真円度測定機（㈱ミツトヨ製ラウンドテスト R A 736）、金属顕微鏡（オリンパス光学工業㈱製 P M G 3）、金属摩耗試験機（㈱島津製作所製西原式2形）である。

3. 実験結果及び考察

3. 1. マルテンサイト系ステンレス鋼（SUS 440C相当品）の検討

3. 1. 1. 研磨条件の検討

図5に電流密度の違いによる研磨材と表面粗さの関係を、図6に各番手（#400、#800、#1500、#3000）で5分、合計20分間研磨した最終研磨面の金属顕微鏡写真を示す。電流密度が 0A/cm^2 の場合、表面粗さが改善されておらず、研削時の研削痕が除去しきれていない。これは、表面硬度が 700 HV 0.5 と固いため砥粒による機械的な研磨だけでは、表面粗さが細かくならなかったためと思われる。また、 0.15A/cm^2 及び 0.3A/cm^2 の場合、表面粗さが細かくなり、研削痕が除去されていることがわかる。一方、 0.45A/cm^2 の場合、表面粗さが不安定になり、金属顕微鏡写真では、過電流による電解ピットが発生していることがわかる。

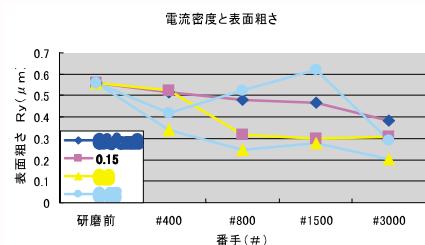


図5 電流密度の違いによる研磨材と表面粗さ

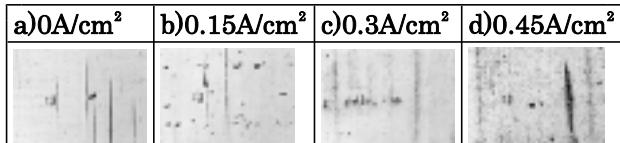


図6 電流密度の違いによる金属顕微鏡写真

研磨速度について、 24 、 48 、 72m/min の3種類の条件で検討した結果、研磨速度が高くなるに従って、表面粗さは、細くなることがわかった。

つぎに、電極工具の揺動周波数について、 0 、 0.5 、 2Hz の3種類の条件で検討した結果、揺動

周波数が0 Hz の場合、表面粗さが改善されなかった。これは、研磨材の砥粒が、シャフトの同じ円周上を擦ることにより、大きな傷を作つて表面粗さが細かくならなかつたためと考えられる。また、0.5 Hz 及び 2 Hz の場合、研磨材の砥粒がシャフト外面を移動することにより、表面粗さが改善された。

さらに、研磨圧力について、3、7、10kPa の 3 種類の条件で検討した結果、研磨圧力が高くなるに従つて、表面粗さは、細かくなることがわかつた。これは、研磨圧力が高いと研磨材に含まれている砥粒の個数が、研磨面へより多く当たるため研磨効率が向上したと考えられる。

図 7 に研磨材の番手と表面粗さの関係を示す。番手が # 120 の場合、研磨時間が 8 分で表面粗さが $0.4 \mu\text{m Ry}$ に達した。また、# 220 の場合、研磨時間が 6 分で $0.4 \mu\text{m Ry}$ 、8 分で $0.3 \mu\text{m Ry}$ に達した。これは、# 120 と比較して # 220 の砥粒は、細かいため表面粗さが細かくなつたと考えられる。一方、# 400 の場合、表面粗さが $0.4 \mu\text{m Ry}$ に達するのに研磨時間が 12 分かかった。これは、# 400 の砥粒が細かいため、研磨除去率が低いためであるが、研磨時間を延長した場合、表面粗さは、より細かくなると予想される。

以上の最適な研磨条件を表 2 に、この条件で研磨

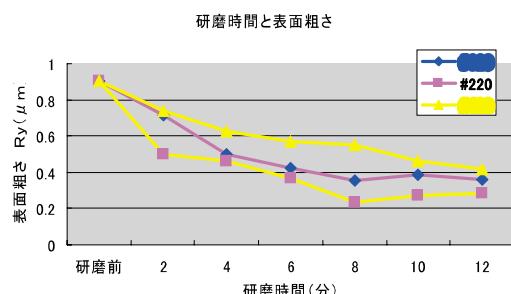


図 7 研磨材の番手と表面粗さ

表 2 最適な研磨条件

電流密度 (A/cm ²)	0.3
研磨材番手 (#)	220
研磨速度 (m/min)	72
電極振動の周波数 (Hz)	0.5
研磨圧力 (kPa)	10

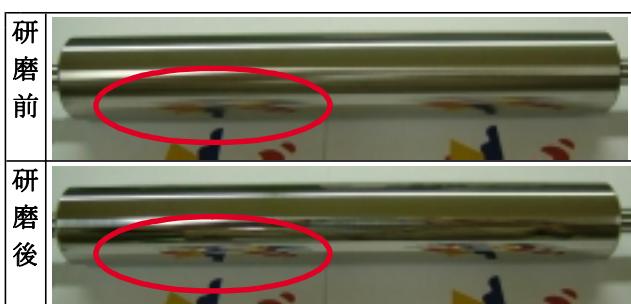


図 8 研磨前後の写真

した研磨前後のシャフトの写真を図 8 に示す。表面粗さは、研磨前には $0.9 \mu\text{m Ry}$ あったものが、研磨後には、 $0.3 \mu\text{m Ry}$ まで細かくすることができた。また、「うつくしまふくしま」マークを研磨面に反射させているが、研磨後の場合、表面粗さが細かいためにきれいに写し出されて、光沢があることがわかる。

3. 1. 2. 研磨前後の評価

図 9 に研磨前後のシャフトを最小領域中心法で、150 山のカットオフ値で測定した真円度及び円筒度の結果を示す。横軸には、真円度を測定したシャフトの位置と円筒度を示し、縦軸には、その測定値を示す。測定の結果、研磨前後では、ほぼ同じような値が得られ、研磨することにより真円度及び円筒度が損なわれないということが確認された。これは、今回の研磨条件においては、表面粗さのような細かい粗さ成分を加工するが、形状に影響するような大きな加工は行われないためと考えられる。

図 10 に摩耗試験で用いた試験片を示す。研磨前と後のシャフトからそれぞれ一組、切り出した試験片の外周を擦りあわせることで摩耗させる。試験方法は、片方のリング型試験片を 800 rpm で回転させ、もう 1 個の試験片はすべり率 10 % を与え 720 rpm で回転させる。その際、2 個の試験片に 1200 N の荷重を加えることにより、圧縮応力は、 800 N/mm^2 で試験を実施した。

図 11 に潤滑油なしの場合の研磨前後の摩耗試験結果を示す。摩耗試験が 2 時間 (96,000 回転) 後の摩耗減量は、研磨後の試験片の方が摩耗しやすかつた。これは、研磨後 ($0.3 \mu\text{m Ry}$) は、研磨前 ($0.9 \mu\text{m Ry}$) と比較すると表面粗さが細かいため表面がより密着したことにより、摩耗減量が増加したと思

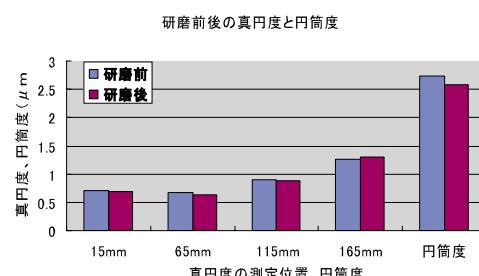


図 9 真円度及び円筒度測定結果



図 10 摩耗試験片

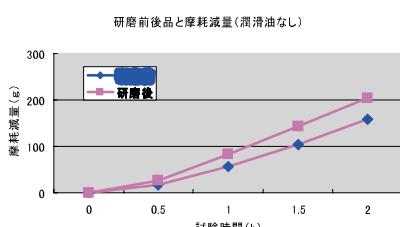


図 11 潤滑油なし摩耗試験結果

われる。

潤滑油を 5 ml/m in 加えた場合の研磨前後の摩耗試験では、摩耗試験が 40 時間 (1,920,000 回転) 後の摩耗減量はなく、また、研磨前後でも有意差がなかった。

3. 2. 高炭素クロム軸受鋼 (S U J 2) の検討

図 12 に電流密度の違いによる研磨材と表面粗さの関係を、図 13 に各番手で 5 分、合計 20 分間研磨した最終研磨面の金属顕微鏡写真を示す。電流密度が 0 A/cm^2 の場合、表面粗さが改善されておらず、研削時の研削痕が除去しきれていない。これは、前述したマルテンサイト系ステンレス鋼 (SUS 440C 相当品) と同様に表面硬度が 770 HV 0.5 と固いため砥粒による機械的な研磨だけでは、表面粗さが細かくならなかつたためと思われる。また、 0.06 A/cm^2 、 0.12 A/cm^2 及び 0.18 A/cm^2 と電流密度値を高く加えるほど、表面粗さが細かくなり、研削時の研削痕が除去されていることがわかる。しかし、 0.12 A/cm^2 及び 0.18 A/cm^2 の場合、金属顕微鏡写真では、電解作用によると思われる組織のエッチングのため黒色に変色した。

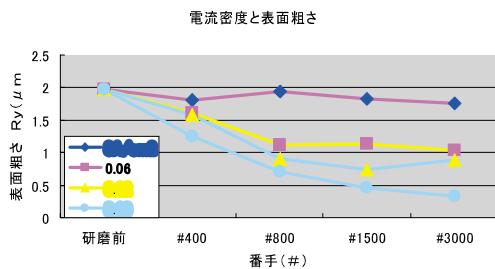


図 12 電流密度の違いによる研磨材と表面粗さ

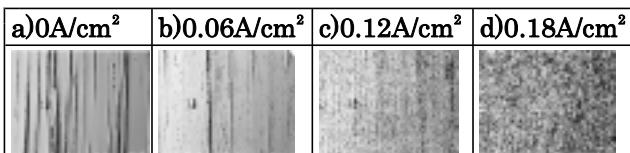


図 13 電流密度の違いによる金属顕微鏡写真

このため、エッチングによる影響をあまり受けていない 0.06 A/cm^2 について研磨材の番手を検討した。<# 220 の場合、研磨時間が 12 分で $1.0 \mu \text{m Ry}$ 程度に達した。

そこで、# 220 の番手で電流密度を変えて研磨した結果を図 14 に、研磨前後のシャフト写真を図 15 に示す。電流密度が、 0.12 A/cm^2 の場合、20 分の研磨時間で表面粗さは、 $0.4 \mu \text{m Ry}$ 程度、また、 0.18 A/cm^2 の場合、16 分の研磨時間で表面粗さは、 $0.3 \mu \text{m Ry}$ 程度まで達し、光沢が得られた。しかし、金属顕微鏡写真では、 0.12 A/cm^2 及び 0.18 A/cm^2 とも過電流による電解ピットが発生してお

り、加工面の品質に課題が残された。今後、研磨条件の検討が必要である。

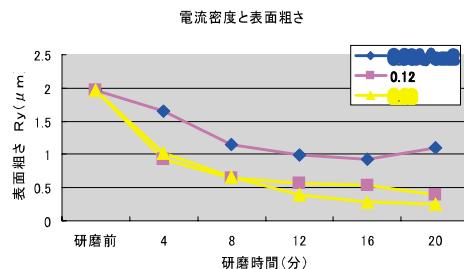


図 14 # 220 での研磨時間と表面粗さ

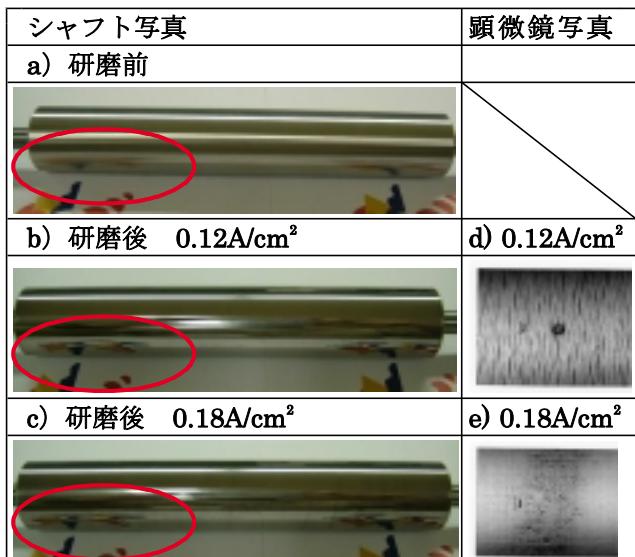


図 15 研磨前後のシャフト写真

4. 結言

今回の実験の結果から、次のことを確認した。

- 1) シャフト外面を研磨するために電極工具とシャフトを回転させる機構及び電極工具を揺動させる機構を試作した。
- 2) SUS 440 C 相当品の場合、表面粗さが $0.3 \mu \text{m Ry}$ で、研磨焼けなどがない光沢のあるシャフトを仕上げることができた。
- 3) SUJ 2 の場合、表面粗さが $0.3 \mu \text{m Ry}$ まで達したが、部分的に黒色に変色した。

謝辞

本研究の遂行に当たり、ご指導、ご協力頂きました独立行政法人産業技術総合研究所の清宮紘一先生に感謝いたします。

参考文献

- 1) 清宮紘一：“小径ステンレス鋼管内面の電解砥粒研磨仕上げ”、真空 第 40 卷 第 6 号 pp.19-24, 1997

福島県産ブランド清酒の開発

—山廃醸用微生物の検索と山廃醸および純米大吟醸酒の試験醸造—

Development of branded sake in Fukushima prefecture

-Reference of microbe for Yamahaimoto and Experiment brewing of Jyunmaiginjousyu-
会津若松技術支援センター 鈴木賢二・高橋幹雄・根本彩・佐藤寿昭・根本秀夫・佐藤正

本県のオリジナル性を強調した清酒の開発を目的として、山廃醸の試作ならびに純米大吟醸酒の試験醸造を行った。今回山廃醸を試作するにあたり、優良微生物の添加を試み硝酸還元菌、乳酸菌の分離を行い、優良と思われる菌株を取得し、山廃醸に添加して試験醸造を行ったところ、良好な山廃醸を得ることが可能であった。さらにその醸を用いて、純米大吟醸酒の試験醸造を行ったところ、良好な酒質を得ることが可能であった。

Key words: 山廃醸 硝酸還元菌 乳酸菌 夢の香 純米吟醸酒

1. 緒言

福島県産ブランド清酒として本県のオリジナル性を強調した清酒の開発を目的として、昨年度は本県初の酒造好適米「夢の香」を用いた大吟醸酒ならびに純米大吟醸酒の試験醸造について報告した。今年度はさらにオリジナル性を強調させる見地から、山廃醸の使用を試みた。山廃醸は様々な微生物が関与する事から、使用する微生物により様々な風味が得られるが、安定して造るのが比較的困難であるという欠点がある。そこで、今回は優良な微生物を検索し、取得した微生物を使用して山廃醸の試験醸造ならびに純米大吟醸酒の試験醸造を行い、安定した醸の作製ならびに優良な純米大吟醸酒の製造が可能と考えられたので報告する。

2. 試験方法

2. 1. 硝酸還元菌の取得法

硝酸還元菌の取得法について図1に示す。硝酸還元菌は仕込み水及び麹から酒母に入ると報告されているため、天然清水2種類、麹5種類の計10試験区からの分離を行った。最終的にIDTEST「NF-18」(ニッスイ)で同定を行った。

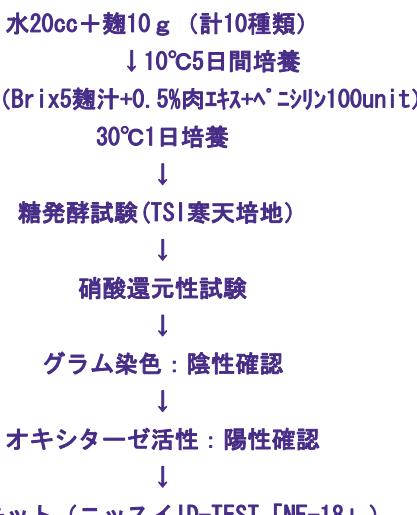


図1 硝酸還元菌の分離取得法

2. 2. 乳酸菌の取得法

乳酸菌の取得法について図2に示す。乳酸菌は、山廃、生醸を作製している醸から3点、また、それらに使用する櫛等の道具類数点から分離を行った。

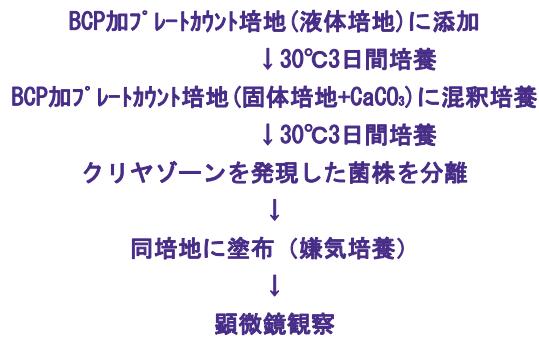


図2 乳酸菌の分離取得法

2. 3. 山廃醸小仕込み試験

分離した硝酸還元菌を選択することを目的に、総米200gで山廃醸を仕込み、試験を行った。配合を図3に示した。途中亜硝酸反応は、試薬により定性で行った。さらによく出来上がった醸の酵母数を確認し、TTC染色法により、酵母の汚染度を測定した。

仕込総量: 総米200g (掛米140g、麹米60g)

汲水: 精製水220ml

NaCl: 100ppm

KH₂PO₄: 250ppm

MgSO₄·7H₂O: 10ppm

KNO₃: 100ppm

乳酸菌(桿菌): 10⁴/ml添加

硝酸還元菌: 10⁵/ml添加 (12菌株)

図3 山廃醸仕込配合

2. 4. 分離乳酸菌の耐亜硝酸試験

分離した乳酸菌の亜硝酸耐性を確認するために亜硝酸を5,10,20ppm添加したCaCO₃添加乳酸菌培地に塗菌し、ガスパック嫌気システム(BBL社製)により15°C 7日間培養し、クリヤゾーン形成の大きさで亜硝酸耐性を比較した。

2. 5. 試験醸造

選択した硝酸還元菌、乳酸菌を用いて、山廃醸を作製し、さらに速醸醸を対照として、総米90kgの純米

大吟醸酒の試験醸造を行った。原料米は平成15年産会津若松市内産「夢の香」2等米を精米50%にして用いた。精米は、㈱チヨダ製HS-20 II CNCを用いて行った。

2.6. 製麹操作

麹米の原料を蒸きょう後、約40℃になるまで放冷し、その後、麹室に引き込み、床全体に広げて約1~2時間時々返しながら放冷した。品温が約35℃まで下がるのを待ってから種麹として㈱秋田今野商店製吟醸グルコ菌を100kgあたり10gを完全に振り切った。品温が30℃まで下がってから包み、約14時間後、切り返しを行い、盛の操作から天幕式半自動製麹機に移して製麹を行った。なお、温度経過を図4に示した。

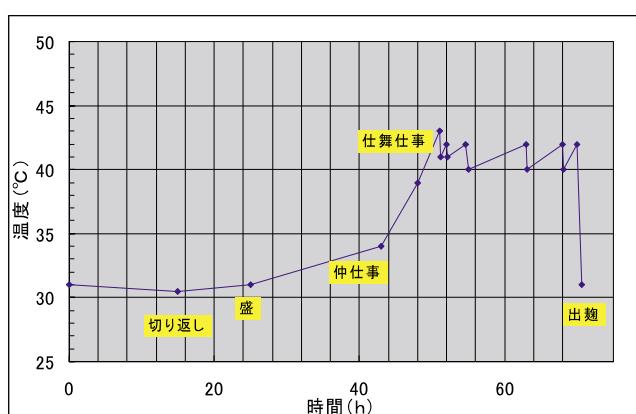


図4 製麹経過

また、出来上がった麹の酵素力価を㈱キッコーマン製の測定キットで測定した。

2.7. 酢および醪の作製

総米90kg仕込で試験醸造を行った。総米の内7.5kgを山廃醸及び速醸醸の仕込に使用した。仕込み配合を表1に示す。山廃醸には有用微生物として硝酸還元菌No.5株を10⁶/ml、乳酸菌M-6株を同様に10⁶/ml程仕込み水に添加した。打瀬を5日間取った後、初暖気を入れ、その後、毎日約2℃上昇するよう暖気入れを行った。さらに亜硝酸反応が消失しかかる頃に活性酵母として当所オリジナル吟醸酵母(F7-86株)1lを添加し、その後、徐々に品温を上げ、十分に湧き付かせた後、枯らし期間を3日以上取った後、最終的に山廃醸は28日目、速醸醸は14日目で使用した。

表1 酢および醪仕込配合

	醸	初添	仲添	留添	総量
総米(kg)	7.5	12	27.5	43	90
掛米(kg)	5	8	22	37	72
麹米(kg)	2.5	4	5.5	6	18
水(l)	8.3	16	37	64	125.3
汲水歩合(%)	110.7	133.3	134.5	148.8	139.2

仕込は従来通り三段仕込みの前急型とし、汲水歩合は留添えまで、約140%とした。

2.8. 製成酒成分分析

一般成分の分析は国税庁所定分析法により行い、香

氣成分はTekmar社のヘッドスペースオートサンプラー7050装備のGLサイエンス社製ガスクロマトグラフで行った。さらにアミノ酸組成は、㈱日本電子製アミノ酸アナライザー(JLC-500)で分析した。

2.9. 官能検査

きき猪口を用い、評価を5点法(1:優 2:良 3:普通 4:やや難 5:難)で行った。なお、パネラーは県内酒造業従事者8名ならびに当所職員3名の計11名で行った。

3. 試験結果及び考察

3.1. 硝酸還元菌の取得結果

10種類の試験区から選択培地によりコロニー形状の違うものを20菌株分離した。その後、試験により12株がPsudomonas属と想定され、同定の結果、4種類のPsudomonas属であることが確認された。

3.2. 乳酸菌の取得結果

県内酒造メーカーの生酛系酒母3点、及びその道具類3点より、最終的に25菌株を分離した。さらに検鏡により確認したところ、桿菌が20株、球菌が5株であった。最終的に乳酸産成試験を行い、酸度の最も高いD-3株を選択した。

3.3. 山廃醸小仕込み試験結果

得られた硝酸還元菌の中から、風味の良い硝酸還元菌を取得することを目的として、12試験区の山廃醸を作製した。しかし、亜硝酸反応が出た区は、途中から乳酸の生成が遅れる結果となり、また、亜硝酸反応の出なかった区は、順調に酸が生産されるものの、どちらも野生酵母を淘汰できず、最終的に野生酵母や産膜酵母の汚染を受ける結果となった。醸の酸度の推移を図5に、微生物測定結果を表6に示す。しかし、幸いに亜硝酸反応が出た中で、野生酵母に汚染されない試験区が1点程あったため、今回は、有用硝酸還元菌としてその試験区に使用したNo.5株を選択した。

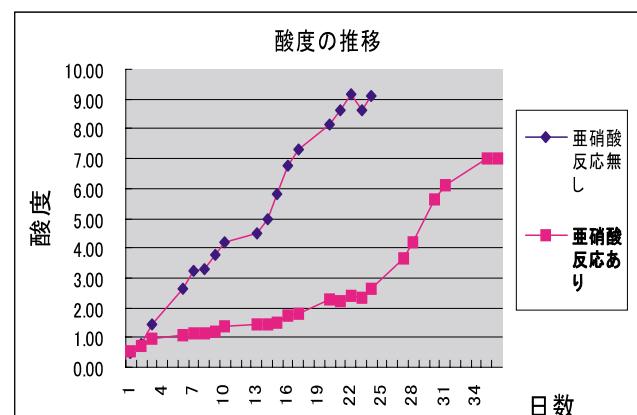


図5 亜硝酸反応の有無による酸度の推移の違い

表2 酪の微生物測定結果

	TTC赤 (優良酵母)	TTC白 (野生酵母)	産膜酵母
亜硝酸反応無し (計3点)	6.5×10^7	1.0×10^6	
亜硝酸反応あり (計10点)	6.5×10^7	3.0×10^6	2.0×10^6

(単位: CFU/g)

3. 4. 亜硝酸耐性乳酸菌の選択

今回、行った小仕込み試験が順調に行かなかつた理由として、添加した乳酸菌の亜硝酸耐性が弱いことが示唆された。そこで、分離した乳酸菌の亜硝酸耐性について試験を行つた。0.5%炭酸カルシウムを添加したBCP加プロートカウント培地に、亜硝酸ナトリウムを亜硝酸量で5,10,20ppmずつ添加した。その培地に、菌を塗布し、生育の良悪を、クリヤゾーン形成の大きさで判断した。その結果、25菌株中4菌株が亜硝酸耐性が強いと判断され、その中でも最も酸生成能の高いM-6株を選択した。

3. 5. 製麹結果

今回、製造した麹は、予定したよりも破精が廻った感じとなつたが、香りは栗香が高く、旨味、甘味ともに高く、比較的良好な出来具合であった。酵素力価を表3に示した。この結果、通常の吟醸麹よりも酵素力が高いことが示された。

表3 麹の酵素力価

測定項目	酵素力価(U/g)
α -アミラーゼ	1082
グルコアミラーゼ	240
酸性カルボキシペプチダーゼ	2305

3. 6. 酪経過

酪の温度経過について図6に示す。山廃酪は、打瀬中はそんなに変化が無かったものの、初暖気後、酸臭を生じ、酵母添加時には強いダイアセチル臭を発生した。山廃酪、速醸酪とも仕込みが小さいためか、湧き付いても暖気入れしないと温度が保持できないようであった。使用時の分析値を表4に示した。山廃酪は、

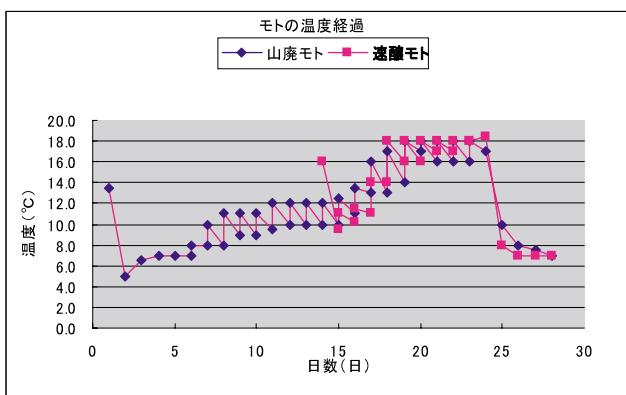


図6 酪の温度経過

酸度、アミノ酸度がともに高く、特徴が表れた結果となつた。また、官能した結果は、味は、山廃酪の方が

旨味があつて良く、香りは速醸の方が酢酸イソアミル系の香りがあつて良好という結果となつた。

表4 酪の分析結果(使用時)

	山廃酪	速醸酪
酸 度	10.6	6.9
アミノ酸度	1.74	0.72
ボーメ	4.5	4.7
アルコール(%)	13.5	13.2
直 糖(%)	9.2	8.75
官能検査結果	酸臭、ツワリ香 旨味あり	エステル香 香り良好

3. 7. 酪経過

酪の温度経過について図7に、ボーメの経過について図8に示す。一般に山廃酪は、速醸酪と比較して、仕込み直後の湧きが遅く、後半のキレは良好なことが知られている。これについては、酵母の細胞膜の脂肪酸組成が異なることに起因しているが、今回の試験でも同様な結果が得られた。また今回も前年同様「夢の香」を使用したため、酪では大変溶ける傾向となり、そのため、こまめに追い水を打ち、最終的に汲水歩合は両試験区とも168%まで伸びる結果となつた。後半はキレが良く、生酛系酒母の特徴が表れた結果となつた。

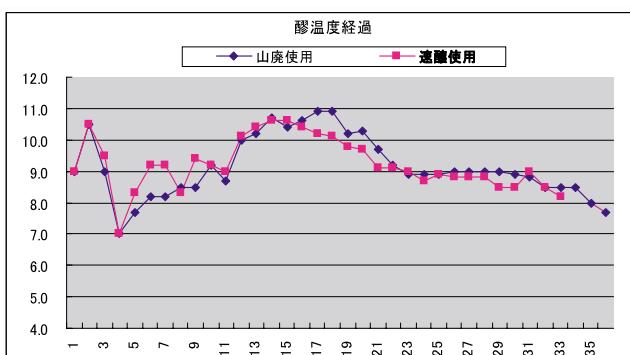


図7 酪温度経過

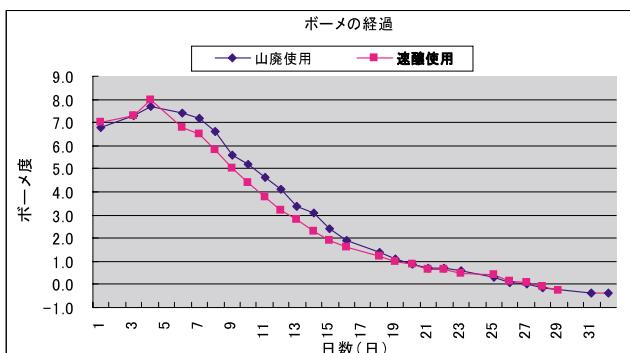


図8 ボーメの経過

3. 8. 製成酒分析結果

製成酒の一般成分分析結果を表5に、アミノ酸組成を表6に、香気性分析結果を表7に示す。成分的には酸が1.8と予定より高くなつてしまつた他は、ほぼ予定通りの酒質を得ることが可能であった。また、アミ

ノ酸度については、山廃醸使用の方が高くなり、一般的な傾向を示した。また、アミノ酸組成については、ほとんどのアミノ酸が、山廃醸を使用した区が速醸醸を使用した区を上回り、全体平均でも約1.4倍程高い結果となった。

表5 製成酒の一般成分

	山廃醸使用	速醸醸使用
酸 度	1.80	1.82
アミノ酸度	1.20	1.10
日本酒度	+5.5	+3.0
アルコール(%)	17.5	17.2
直 糖(%)	1.52	1.75

表6 製成酒のアミノ酸組成

	山廃醸使用 (単位: mg/100ml)	速醸醸使用	山廃/ 速醸比
Asp	2.51	1.65	1.52
Thr	1.23	0.81	1.52
Ser	2.33	1.59	1.47
Asn	4.49	3.57	1.26
Glu	9.46	7.53	1.26
Gln	4.16	3.28	1.27
Gly	6.24	5.77	1.08
Ala	12.66	9.81	1.29
Val	3.37	2.58	1.31
Cys	0.66	0.74	0.90
Met	0.43	0.21	2.06
Ile	2.23	1.46	1.53
Leu	5.38	3.98	1.35
Tyr	4.02	3.46	1.16
Phe	2.83	2.22	1.27
His	1.78	1.16	1.53
Lys	2.78	1.70	1.64
Trp	0.24	0.19	1.23
Arg	9.43	6.19	1.52
Pro	6.67	6.82	0.98
計	82.90	64.73	1.36

今回の製成酒の香気成分を比較したところ、ノルマルブロピルアルコールやイソアミルアルコールは、山廃醸使用の方が高い結果となったが、吟醸香の主成分となる酢酸イソアミル、カプロン酸エチルは、両試験区間には差が得られなかった。

表7 製成酒の香気成分分析結果

香気成分	山廃醸使用	速醸醸使用
ノルマルブロピルアルコール(n-PrOH)	181.81	163.43
イソブチルアルコール(i-BuOH)	131.02	130.29
イソアミルアルコール(i-AmOH)	263.26	243.48
酢酸エチル(EtOAc)	51.49	54.03
酢酸イソブチル(i-BuOAc)	0.11	0.11
酢酸イソアミル(i-AmOAc)	3.03	3.12
カプロン酸エチル(EtOCap)	4.30	4.32

(単位はすべてppm)

3. 9. 官能試験結果

官能評価結果を表8に示す。その結果、両試験区ともまずまずの評価であったが、山廃醸を使用した区の方が高い評価を示した。審査員11名のうち、山廃醸の試験区の方が評価の良かった審査員が5名であり、速醸醸の方が良いとした審査員は2名で、同等が4名

という結果となった。

表8 製成酒の官能評価結果

	平均点(5点法)	寸評
山廃醸使用	2.45	味濃い、コクあり、酸ウク、酸臭
速醸醸使用	2.72	調和、酸ウク、味ウスイ、香り程良い

4. 結言

本県のオリジナル性を強調した清酒の開発を目的として、本県初のオリジナル酒造好適米「夢の香」を用いて、山廃醸の試作ならびに純米吟醸酒の試験醸造を行った。今回山廃醸を試作するにあたって、品質的に安定した醸の製造を目的とし、優良な硝酸還元菌ならびに優良な乳酸菌の分離を試みたところ、優良と思われる菌株を取得することができた。さらに分離した菌株を山廃醸に添加して試験醸造を行ったところ、良好な山廃醸を得ることが可能であった。さらにその醸を用いて、純米大吟醸酒の試験醸造を行ったところ、良好な酒質を得られ、対照区の速醸醸を使用した区よりも官能評価では良好な結果を得る事ができた。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、山廃醸の微生物検索についてご助言いただきました元会津短期大学教授、芦沢長先生に深謝いたします。また、生醸系酒母をご提供くださいました県内酒造会社三社、官能検査にご協力いただきました清酒アカデミー11期生に深謝いたします。

参考文献

- 原昌道：温故知新第37巻 株式会社秋田今野商店 発刊 pp.1 (2000)
- 芦沢長：醸造協会誌 57, 5, pp.78 (1962)
- 山本奈美：醸造協会誌 84, 2, pp.118 (1989)
- 西谷尚道監修：第4回改正国税庁所定分析法注解
- 鈴木賢二、高橋幹雄、佐藤寿昭、塩原富雄、佐藤正福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.46-49 (2002)

伝統産業における製造技術の開発と新商品の開発

Study on development of manufacturing technology and new item production in traditional industry

－大堀相馬焼の強度向上に関する研究－

Study on strength improvement of OHBORI-SOMA YAKI Porcelain

会津若松技術支援センター 産業工芸科 佐竹 延明・丸山 泰仁・水野 善幸

大堀相馬焼に用いられる釉薬を改善し、地元で産出する砥山石を主体にしながら表面性状・曲げ強度とも従来のものを上回る釉薬調合を確定した。碍子坏土を配合した昨年度の素地に施釉し、従来の施釉素地強度に対し最大3倍の強度を得た。割烹用品・強化食器等の新しい用途が期待できる。

Key words : 伝統的工芸品、陶磁器、強化食器、釉薬

1. 緒言

大堀相馬焼は“走り駒”の絵付けと“青ひび”と呼ばれる貫入緑色釉を特徴とする陶磁器で、国指定の伝統的工芸品である。しかし、碗の縁・取手・注口など薄手部分の強度が低いこともあって、以前から業務用には殆ど出荷されていなかった。出荷・販売量を拡大するには、業務用食器への展開が迫られており、素地強度の向上が必要とされている。そのため、平成14年度には現在使用されている素地坏土に強化用原料を添加することによって素地強度の向上を図り、伝統工芸品としての“大堀相馬焼の土味(つちあじ)”を犠牲にすることなく、現在使用されている大堀杯土に比較して、最大1.5倍の曲げ強度を実現できた。今年度は施釉状態での強度向上を可能とする釉薬の開発に取り組んだ。大堀相馬焼の各窯元では町内で産出する“砥山石”にそれぞれ独自の灰釉を添加し使用している。焼成後の色味は緑青色で深い貫入が入るのが特徴である。昨年度開発の素地に施釉し大堀相馬焼としての特色(釉薬の色味等)を失うことなく、現状に比較して強度向上が実現できる釉薬を開発することを目指した。

2. 実験方法

2. 1. 使用原料

基本方針として、現在用いられている地元の浪江町大堀字焼築地区で産出する砥山石を主体とした釉薬とすることとした。前述の通り、業界では砥山石に天然土灰等を添加し“青ひび釉”としているが、今回は砥山石に長石・石灰・カオリンを添加する4元調合とした。それぞれ、県内で容易に入手できる原材料である。

また、施釉する素地は昨年開発した杯土のうち強化素地NK15(碍子杯土50%、大堀杯土40%、鹿島粘土10%)とした。

今回の釉薬研究にあたっては、平成15年3月に発行された(財)電源地域振興センターによる調査書「浪

江町伝統工芸品産業活性化方策基礎調査」に記載されている要望事項等を釉薬の性状に反映させることとした。調査書では大堀相馬焼の一般商品の低い強度は勿論のこと、従来の釉薬についても貫入・色味とも現代生活にマッチしているとは言い難いことが指摘されている。そこで、今回の研究にあたっては、①貫入については従来の墨入り貫入は排除すること、②色味については伝統的だが重苦しい暗い緑青色から現代生活にマッチしていると言われている明るい青緑色へ転換すること、そして③強度を向上させることを目的とした。

また、アルカリ土類金属添加による釉薬性状改善を確認するためMg、Ba、Znの効果について検討した。

2. 2. 使用原料の調製と試験

素地は昨年同様、大堀坏土・鹿島粘土及び碍子坏土を乾燥後、解碎し試料とした。釉薬原料は乳鉢で解碎し規定配合率で調合した。

曲げ試験用試験片は石膏型による泥漿鑄込み成形により製作した。調合した乾燥試料に重量比50%の水と解膠剤として重量比0.4%の水ガラスを加え2Lポリ瓶で2時間混合し、6mm×8mm×65mmの試験片とした。施釉は3面浸しがけとした。

焼成条件は最高温度1250°C・保持時間30分、930~1230°C間を還元雰囲気とした(一般的な大堀相馬焼きの焼成条件と同一条件)。

曲げ強度は3点曲げ試験により測定した。スパン35mm、ヘッドスピード5mm/minとし、試験体の歪みを補正するため、ゴム板を挟んで測定した。(株)島津製作所万能試験機オートグラフAG-2000Eを使用した。

色彩分析は曲げ試験片を使用し、日本電色工業(株)変角色彩計DDC-3000により行った。

熱分析は(株)リガク熱分析装置TMA-8310(熱機械的特性測定装置)により行った。

2. 2. 1. 1次配合試験

砥山石/石灰/長石の3元調合により石灰の最適配合量を確認した。評価は釉薬の溶融状態・貫入の有無により行った。

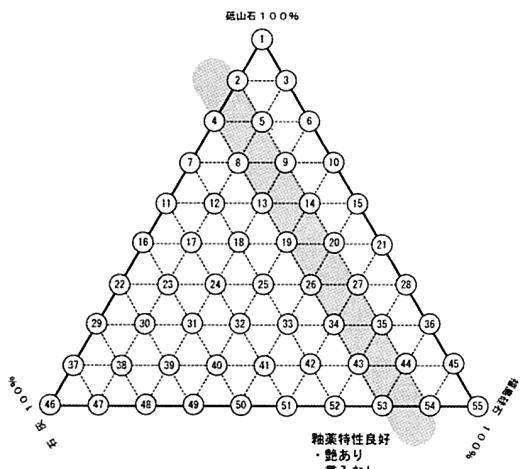
2. 2. 2. 2次配合試験

1次配合試験により把握できた石灰量を外割添加量として固定し、その他の3成分の最適配合量を確認した。この試験では、色味・貫入の有無を第1評価基準とし、大堀相馬焼協同組合において評価を頂くこととした。その他の物性値については2次的に評価項目として測定することとした。

3. 実験結果および考察

3. 1. 1次配合試験

石灰 10~20%の配合領域で釉薬の不溶や貫入が認められず、表面性状が良好であることを確認した(図・1, 2)。従って石灰量については内割 15% (外割で約 20%) の添加とした。



図・1 1次配合での良好な釉薬性状域

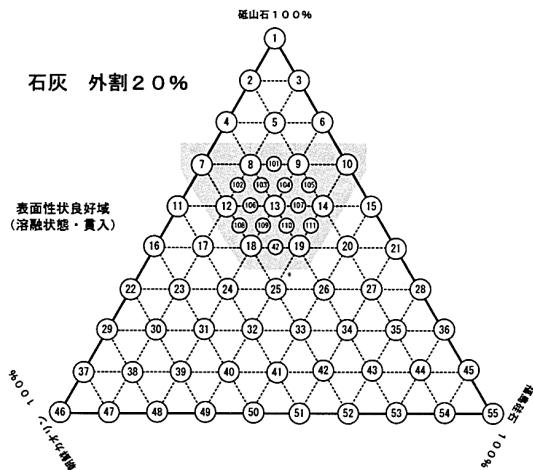


図・2 1次配合での良好な釉薬性状域

3. 1. 2次配合試験

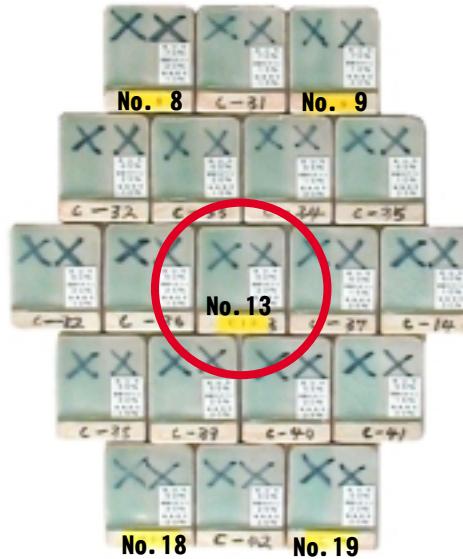
2次配合による不溶や貫入が認められなかつた表面

性状の良好な配合領域を図・3に示す。



図・3 表面性状良好域 (2次配合)

数値的には砥山石 50~70% / カオリン 10~30% / 福島珪石 10~30% / 石灰約 15% の配合割合で不溶・貫入のない焼成が可能であることを確認した。また、色味について大堀相馬焼協同組合に焼成色を確認して頂き、No.13 (砥山石 60% / カオリン 20% / 硅石 20%) 近辺の配合領域が適当との評価を得た (図・4 参照)。

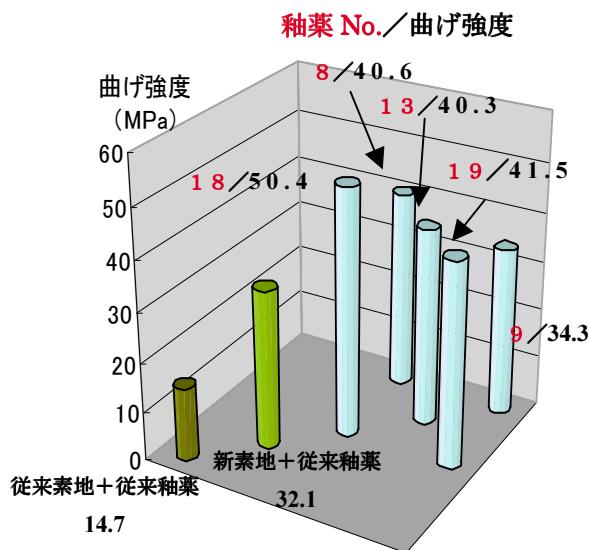


図・4 焼成呈色

曲げ強度試験結果を図・5に示す。

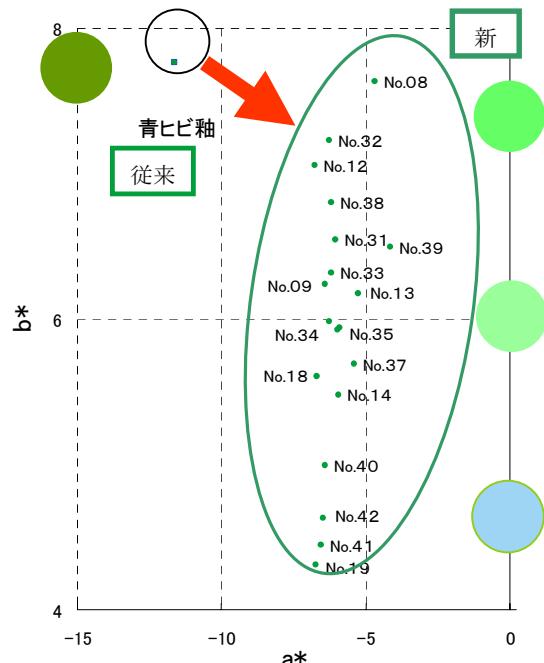
この結果から今回開発した釉薬と昨年度開発した素地の組み合わせにより、従来に比較して最大 3.4 倍の強度向上が確認できた [(No. 18+NK15) 強度 / (従来素地 + 従来釉薬) 強度 = 50.4Pa / 14.7Pa = 3.43 (倍)]。

また、No. 13 でも約 3 倍の強度を実現していることが確認できた。強度向上の傾向からカオリン量と強度に相対的な関係が伺われるが、今後追実験等で十分に確認したい。



図・5 曲げ強度試験結果（2次配合）

2次配合試験片の色彩分析結果を図・6に示す。

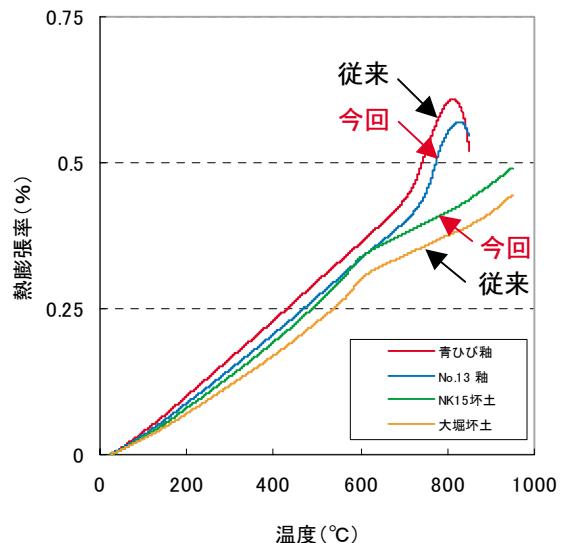


図・6 2次配合色彩分析結果

この結果から新たに開発した釉薬は、従来の釉薬に比較し青系の明るい感じであることが確認でき、現代生活にマッチすることが期待され、今後の商品開発に有効であるものと思われる。

熱分析の結果を図・7に示す。この結果から、今回開発した釉薬の熱膨張率は青ひび釉に比較して小さく、昨年開発した素地（NK15）の熱膨張率が従来の大堀杯土に比較して大きいことも相まって貫入が入りにくいうことが確認できた。

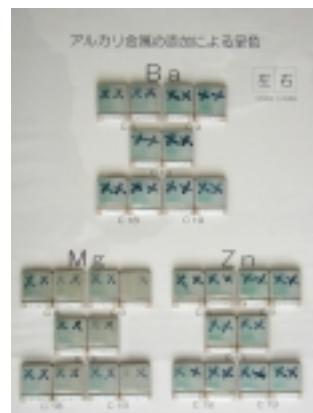
アルカリ土類金属の表面性状改善効果についての結



図・7 热分析結果（熱膨張率）

果を図・8に示す。

添加したアルカリ金属等のうち強度低下も認められず、釉薬性状（色味・貫入）の改善効果も大きく、毒性のないMgを少量（5%以下）添加することとした。



図・8 アルカリ金属の効果

4. 結言

大堀相馬焼の強度向上を目的に、伝統的に用いられる主原料（砥山石）を主体にしながら、総体的な強度を向上できる釉薬組成を確定した（砥山石：50～70%、カオリン：10～30%、珪石：10～30%、炭酸マグネシウム：外割5%以下、石灰：外割20%）。曲げ強度は最大で約3.4倍に向上する。また、その配合域では表面性状も良好（貫入ではなく、色味も従来に比較して明るく鮮やかな色を呈する）なことも確認できた。

5. 今後の方針

次年度は昨年度成果の高強度素地と今年度成果の開発釉薬を活用し、割烹用強化食器のデザイン開発（製作）を実施する。また、県内小中学校の給食用食器への展開も検討したい。

公募型ものづくり短期研究開発事業

アルミニウム合金鋳物AC2Aへの陽極酸化処理

Anodic oxidation treating of cast aluminium AC2A

いわき技術支援センター 斎藤 宏
株式会社鈴中電気化学研究所 酒井克幸

難アルマイド材と言われるアルミニウム合金鋳物AC2Aの表面へ、前処理液に $\text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{CH}_3\text{COOH}$ の混酸を用いることにより、厚さ $10 \mu\text{m}$ 以上の均一な黒色陽極酸化皮膜を作製することができた。また、中性塩水噴霧試験の結果、良好な皮膜であることも確認できた。

Key words: 陽極酸化、アルマイド、封孔処理、黒染処理

1. 緒言

アルミニウム合金鋳物は機械部品などに使用されており、福島県内においても鋳造されている。鋳造後の製品には耐食性あるいは耐摩耗性が要求されるため、表面処理が不可欠である。その処理法の中では陽極酸化処理または、アルマイド処理とよばれる手法が一般的である。

アルミニウム合金鋳物の中でAC2Aは、Al-Cu系合金に鋳造性を改善するためにSiが添加された、機械的性質の優れた鋳物である。そのため、機械部品として利用が検討される場合が多いが、表1のとおりSi、Cuがともに多量に含まれているため、この鋳物は陽極酸化処理の難しい材料で、難アルマイド材のひとつとされている。今回、AC2Aについて均一な酸化皮膜の作製を企業から相談されたことから、試作を試みた。なお、酸化皮膜の厚さは $10 \mu\text{m}$ 以上を目標とした。

表1 アルミニウム合金鋳物の成分

(単位: %)

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	/	残部
AC2A	4.0 ~ 6.0	0.8	3.0 ~ 4.5	0.55	0.25	/	A1
AC5A	0.6	0.8	3.5 ~ 4.5	0.35	1.2 ~ 1.8	/	A1
AC8A	11.0 ~ 13.0	0.8	0.8 ~ 1.3	0.15	3.5 ~ 5.5	/	A1
AC7A	0.20	0.30	0.10	0.6	0.7 ~ 1.3	/	A1

2. 実験方法

2. 1. 試料

砂型で鋳造したAC2Aで、熱処理は行っていないものを湿式高速試料切断機により $15 \times 25 \times 5 \text{mm}$ 程度の大きさに切り出して試料とした。

2. 2. 前処理条件

以下のような工程で前処理を行った。

脱脂 → 水洗 → アルカリエッティング → 水洗 → スマット除去 → 水洗

まず、試料切断後の表面に付着した汚れを落とすために、アセトンで脱脂を行った。アルカリエッティングでは、 NaOH 水溶液を 0.5mol/l に調整し、ホットプレートで 70°C に加温して 1 分間浸漬した。スマット除去では、 HNO_3 水溶液と HF 水溶液を体積比 2 : 1 の割合で混合した混酸を用いた。また試みとして、混酸に CH_3COOH 水溶液を体積比 2 : 1 : 1 の割合で添加したものも実験した。¹⁾

2. 3. 陽極酸化条件

条件は表2のとおりである。

表2 陽極酸化条件

電解浴	硫酸 15wt% 室温
電解法	定電流電解(直流)
陰極材	AC2A
極間距離	40mm
電流密度	3.0 ~ 5.0 A/dm ²
電解時間	30 分間

電源は菊水電子工業株式会社製の可変直流定電圧・定電流電源 PAD250-8L を用いた。

電流密度は、マイクロメータにより測定した試料接液部の幅、長さ、厚さから表面積を計算し、電流値で除した値とした。実験では一般的な陽極酸化条件での値である、 $3.0 \sim 5.0 \text{ A/dm}^2$ を参考にしたが、1.5、5.8、7.3 A/dm² の値についても検討した。

皮膜厚さは、定電流電解法を用いているので下式のとおり電流密度と電解時間に比例する。

$$L (\mu\text{m}) = 0.3 \times j (\text{A/dm}^2) \times t (\text{min})$$

目標の皮膜 $10 \mu\text{m}$ 以上を作製するのに、電流密度 3.0 A/dm^2 の場合では、電解時間が約 11.2 分で到達する計算になるが、実際は 30 分程度必要であった。これは、試料表面に凹凸があるので、実際は計算値より表面積が

大きくなるため電流密度が低くなることが、主な原因であると思われる。

2. 4. 後処理条件

皮膜の黒色化には、下記のとおり黒染処理を行った。
染色→自然乾燥→封孔処理→水洗→自然乾燥
染色には奥野製薬工業株式会社製の TACBLACK-SLH ブラック 415 の水溶性染料を用いた。染料は蒸留水で 10g/l に調整し、ホットプレートにより 60°C に加温して 20 分間浸漬した。封孔処理では奥野製薬工業株式会社製の酢酸ニッケル系封孔処理剤、トップシール H-298 を用いた。処理剤は蒸留水で 40ml/l に調整し、ホットプレートにより 80°C 以上に加温して 20 分間浸漬した。

2. 5. 皮膜の評価

皮膜の確認は金属顕微鏡による顕微鏡断面測定法を行った。そのため試料は樹脂包埋後、鏡面研磨した。また、電解時間による電解電圧の変化($V-t$ 曲線)についても調べた。最後に、作製した皮膜の耐食性を評価するために中性塩水噴霧試験を行った。

3. 実験結果及び考察

3. 1. 断面観察

通常の陽極酸化処理を行った A C 2 A の酸化皮膜の断面写真を示す。図 1 のとおり均一な皮膜は形成されなかった。そこで、铸肌表層部の断面観察を行ったところ、図 2 のとおり、表層約 15 μm くらいに合金成分が濃縮されていることが確認できた。角状物は S i 、針状物は Cu Al₂ 合金であることがわかつており、これらは、陽極酸化した場合に S i は溶けず、Cu Al₂ 合金は溶出する。そのため、皮膜には凹凸が生じるため不均一となった。

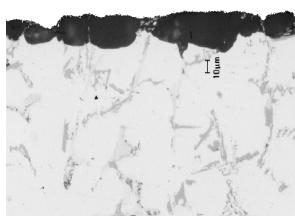


図 1 通常の陽極酸化処理した皮膜断面

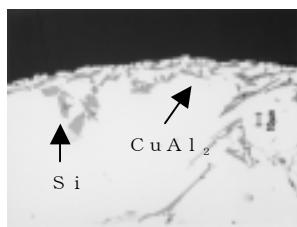


図 2 铸肌表層部の断面

前処理後の表層部の断面観察を行ったところ、図 3 のとおり表層の合金濃縮部は取り除かれたことが確認できた。その後、陽極酸化した結果は図 4 のとおりである。ただし、均一な皮膜は形成されたが、皮膜に大

きなくぼみが確認された。これは、スマット除去に用いた HF が素地に損傷を与えたものと思われる。そこで、スマット除去で用いた混酸に CH₃COOH を添加した。その結果、図 5 のとおり素地への損傷は軽減された。これは、CH₃COOH を添加したことにより HF の影響が弱まつたものと思われる。他の試薬について検討していないので、CH₃COOH 特有の効果なのかはわからないが、HF への緩衝作用があることが予想された。図 5 铸肌部の皮膜中に金属光沢のある粒子が確認されたが、これは合金成分、主に S i が皮膜中に取り込まれたものである。



図 3 前処理後の铸肌表層部

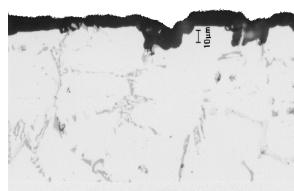


図 4 CH₃COOH 無添加

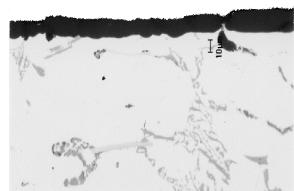
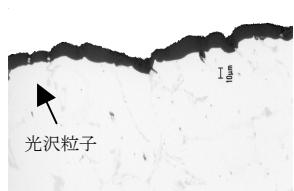


図 5 CH₃COOH 添加(右は铸肌部)



電流密度を変化させた場合の皮膜の性状についても調べた。1.5、7.3 A/dm²での皮膜断面を図 6、7 に示す。1.5 A/dm² の場合皮膜は薄く、写真中央付近では皮膜が確認されなかった。これはやはり電流量が不足していることによるものである。7.3 A/dm² では全体的に皮膜は厚くなるが、皮膜の成長が悪い箇所が生じた。これは、高電流密度になると酸化皮膜を生成する反応速度は上がるものの、反応の均一性は悪くなるためと予想される。



図 6 1.5 A/dm² での皮膜断面

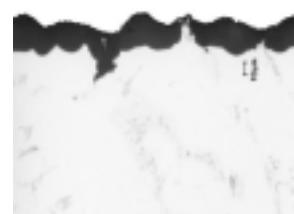


図 7 7.3 A/dm² での皮膜断面

3. 2. 電解電圧の測定($V-t$ 曲線)

前処理の有無により、電解電圧がどのように変化するのかを調べた。また、電流密度による電解電圧の変化も調べた。

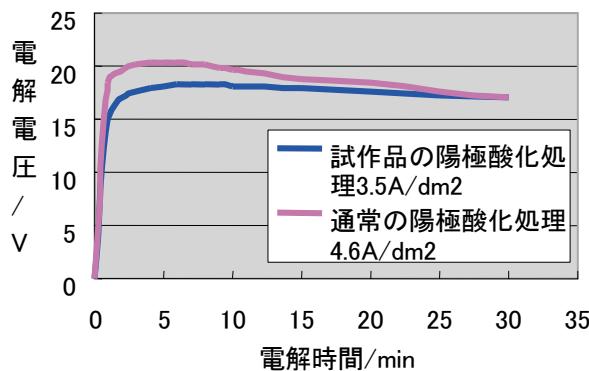


図8 前処理の違いによる電圧変化

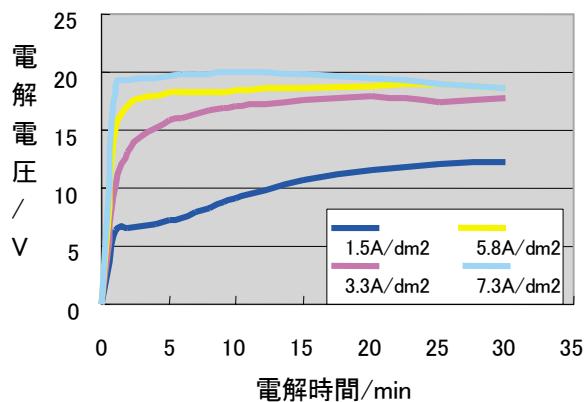


図9 電流密度の違いによる電圧変化

図8より、試作品では3分で18Vに達し、その後は一定電圧で電解されることがわかった。それに比べて、通常の陽極酸化処理では立ち上がりは5分で20Vに達し、10分後くらいから電圧値が降下することがわかった。通常処理品の最大電圧値が高いのは、電流密度が試作品に比べて高いためと思われる。なお、試作品の電流密度は3.5 A/dm²、通常処理品は4.6 A/dm²である。皮膜構造は電圧に依存するため、最大電圧値への到達は速やかで、その後は一定の電圧値を維持した電解が均一な皮膜生成には必要であると思われる。

図9より、電流密度1.5 A/dm²では電解電圧が不足し、7.3 A/dm²は最大値に達するまでが、他の電流密度に比べて急激であることがわかった。3.3 A/dm²、5.8 A/dm²は図8の試作品のV-t曲線に類似している。AC2Aに対しても、電流密度は一般的な陽極酸化条件の3.0～5.0 A/dm²程度で十分であることがわかった。このことは、3.1.で示したとおり皮膜の性状でも確認されている。

3.3. 中性塩水噴霧試験

中性塩水噴霧試験の結果を図10に示す。写真はビデオマイクロスコープで撮影した。72時間後では皮

膜のない方には、茶色の腐食生成物が確認されたが、試作品には見あたらず、良好な皮膜が形成されたことを確認した。

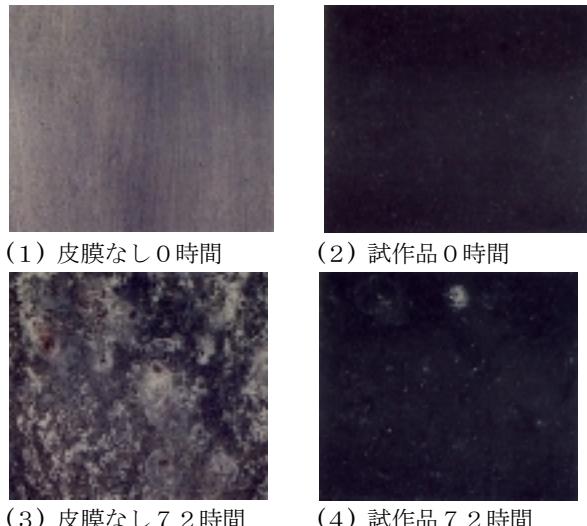


図10 中性塩水噴霧試験

4. 結言

本研究により以下の成果が得られた。

- (1) AC2A材の表面に、厚さ10μm以上の均一な黒色陽極酸化皮膜を作製することができた。
- (2)スマット除去の工程で使用する前処理液にCH₃COOHを添加したことにより、素地への損傷を抑制させることができた。
- (3)中性塩水噴霧試験の結果、72時間後でも黒色陽極酸化皮膜に腐食生成物はほとんど認められなかった。

本研究を進めるにあたりご指導をいただいた、東京都立産業技術研究所の蓮正勝主任研究員と、試料を提供していただいた有限会社磐城鋳工所の鈴木浩一社長に感謝いたします。

参考文献

- 1)蓮正勝、田村和男：“アルミニウムダイカストの硫酸皮膜の均一性向上”東京都立工業技術センター(現東京都立産業技術研究所)研究報告、pp.63-66、1991

ステンレス材バフ研磨装置の開発

Development of Instrument to Polish Stainless Steel Manufacture

いわき技術支援センター 安藤久人・藤井正沸・緑川祐二
生産技術部 遠藤勝幸
日東金属工業株式会社 井上英行

製造業の最終工程では、バフ研磨と呼ばれる表面仕上げが行われている。一般的には、手作業で行われているが、自動研磨装置による自動化も図られている。しかし、製品によって、表面品質の安定化がより厳密に求められる場合があり、今回、押し付け力を考慮した、フィードバック制御の自動研磨装置を開発した。この装置を利用し、押し付け力と表面粗さとの関係のほか、研磨バフモータの回転数や負荷電流との関係を検証し、製品であるステンレス円筒容器を研磨したところ、評価基準を満足する結果が得られた。

Key words:バフ研磨、フィードバック制御、PID制御、最大粗さRy、十点平均粗さRz

1. 緒言

生産現場の最終工程では、バフ研磨と呼ばれる研磨作業により、表面の光沢仕上げを行っている。一般的に、この工程は、手作業で行う。このとき、製品の仕上がり状態は、作業者の勘や経験が頼りであり、目視で仕上げの判断を行う。そのために、加工時間や品質等に個人差が生じる。また、自動バフ研磨機もあるが、研磨条件を一定に設定することが難しく、不良品の発生等が生じる場合もある。

そこで、今回、自動バフ研磨装置を開発した。このとき、押し付け力制御（平成6～7年度福島県地域技術おこし事業）のフィードバック制御機構を組み込んだ装置を設計した。また、この装置を利用し、かつ研磨の定量的評価手法¹⁾を応用し、バフ研磨時のモータ回転数や負荷電流特性、表面粗さを評価し、製造現場の作業効率向上と品質の安定化を図った。

2. 実験方法

2. 1. バフ研磨

バフ研磨とは、光沢度仕上げを行う効率的な手法として、広く生産現場で使用されている工程である。麻や綿布やフェルト製の基材を縫製し、形状を整え、樹脂や油脂等を添加したバフを高速で回転させる。この研磨バフに、金属等を主成分とした研磨材と、油脂を混合した研磨剤を付着させ、被研磨面に押し付けることで表面に光沢仕上げを施す加工方法である。

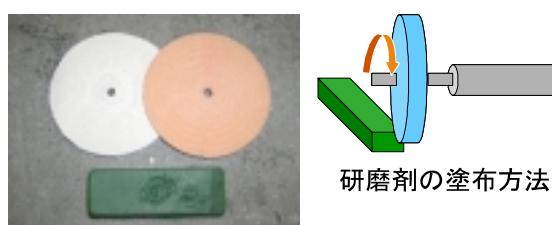
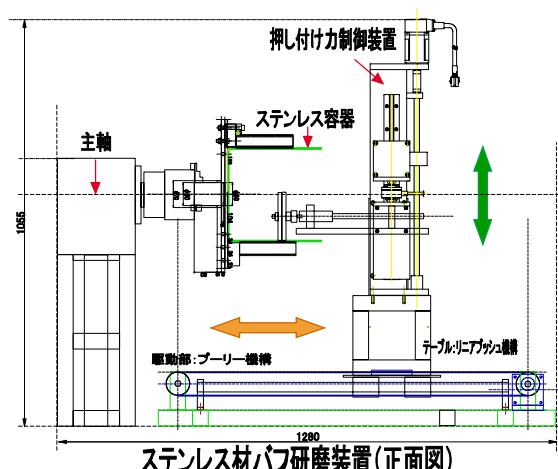


図1 バフと研磨剤

2. 2. 装置製作

製作した自動バフ研磨装置を以下に示す。バフは、可変性のシャフトに取り付け、押し付け力制御機構に取り付ける。また、この機構はリニアガイドにより上下に移動する。押し付け力制御機構は、テーブルに設置され、ブーリーとベルト機構により前後に往復する。また、研磨対象の製品（ステンレス容器：直径180mm、高さ180mm×板厚0.7mm、材質SUS304）は主軸に固定する。



2. 3. 制御方法

押し付け力制御機構は、ロードセル（± 245N）を据え付け、この信号をコンピュータに取り込み、押し付け力が、設定した目標となるよう、サーボモータによりバフの回転軸を研磨面に押し付けるものである。荷重が目標値以下の場合には、押し付ける方向へ、荷重が目標値以上の場合には、逃げる方向へ、バフが移動する。制御信号処理は、PID 制御に基づく、フィードバック制御によるもので、以下に制御の理論式を示す。これらは、『平成 6 ~ 7 年度福島県地域技術おこし事業』の研究成果を応用したものである²⁾。

$$F^* = F_{ref} - F_{sensor}$$

$$\begin{aligned} Z_{ref} &= K_p(F^*) - K_i(\int F^* dt) - K_d(dF^*/dt) \\ (dZ/dt) &= K_v(Z_{ref} - Z) \end{aligned}$$

PID 制御
速度制御

F^* : 押し付け力の目標値と実測値の差

F_{ref} : 押し付け力の目標値

F_{sensor} : 押し付け力の実測値

K_v : 速度ゲイン（バネ特性に影響）

K_p : 比例ゲイン（比例係数）

K_i : 積分ゲイン（ダンパー特性に影響）

K_d : 微分ゲイン

Z_{ref} : バフ目標位置

Z : バフ現在位置

このとき、バフの押し付け方を大きく左右する制御ゲイン (K_v, K_p, K_i) を調整した。その結果、ダンパー特性に影響を与える積分ゲイン (K_i) の値を、他のゲインよりも大きく設定することで、良好な研磨面を得ることができた。

2. 4. 研磨条件

バフ研磨の評価のため、平板による研磨条件の選定と、円筒ステンレス容器での検証を行った。バフのモータ回転数を 3000rpm、出力 1.5kW とし、粗仕上げと仕上げの 2 工程の作業を行った。このとき、バフの外径は 125mm のものを使用した。

また、製品の評価のため、研磨時の押し付け力を変化させ、その各々に対する表面粗さを測定した。このとき、評価基準を、製品の母材相当粗さである十点平均粗さ $0.15 \mu m R_z$ 以下とした。

条件は、バフの往復速度、往復距離、ステンレス容器の場合は容器の回転速度を変え、評価基準より良品質となるよう実験を行った。

3. 実験結果

3. 1. 平板の研磨

以下に、平板における往復研磨と定位置研磨での実験結果を示す。このとき、モータの負荷電流は押し付け力の増加にともない上昇した（図 3）。一方、バフ

の回転数は減少した（図 4）。

回転数は、往復、定位置ともに大きな差は認められなかったが、負荷電流は往復運動の方が、定位置研磨よりも小さい値を示した。これは、回転軸方向へバフが往復運動するため、バフ形状が変形し、拘束されず逃げることができるため、研磨面の負荷が減少するからと考えられる。

また、押し付け力の増加に伴う負荷電流と回転数の値は、概ね比例関係にあるといえる。そこで、バフ回転モータの負荷電流値や、回転速度から、間接的に現在の押し付け力を推定することができ、研磨条件の設定要素として利用できることを確認した。

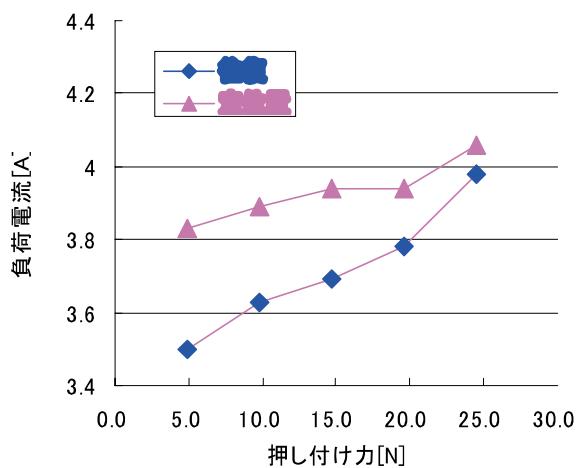


図3 押し付け力と負荷電流

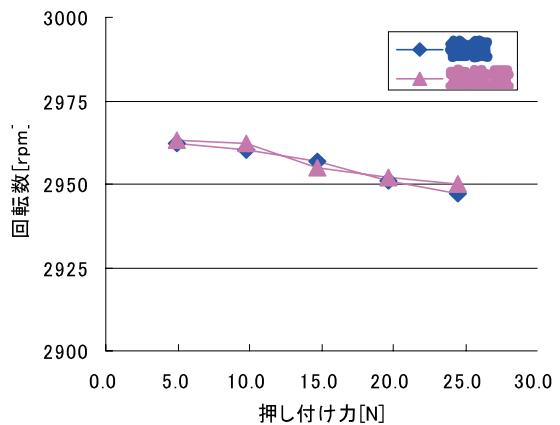


図4 押し付け力と回転数

また、平板を研磨した時の押し付け力と表面粗さの関係を、以下に示す。図 5 には、最大粗さ R_y を、図 6 には、十点平均粗さ R_z を示す。

表面粗さは、押し付け力 14.7N 以上で安定した結果となった。いずれも、評価基準である $0.15 \mu m R_z$ を達成したが、押し付け力 4.9N や 9.8N の低荷重の場合、研磨残しが発生し不安定な結果となった。

また、24.5N 以上の荷重では、表面の研磨焼けや傷、

彫りなどが発生した。

以上から、硬い麻製のバフを使用する粗研磨では、押し付け力 14.7N、柔らかい綿布を使用する仕上げ研磨は 19.6N で、実際のステンレス容器を研磨した。

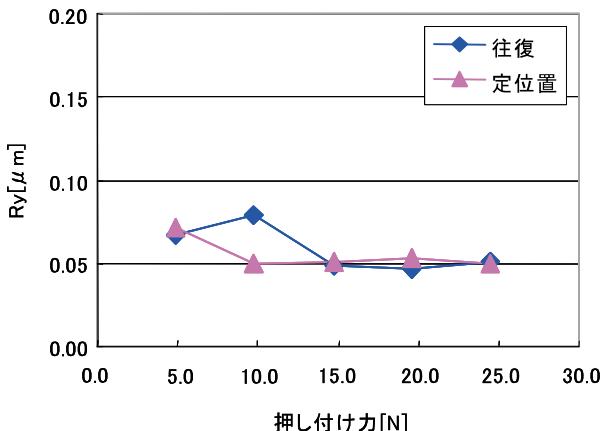


図5 押し付け力と最大粗さRy
(Ry:凸部と凹部との最大差)

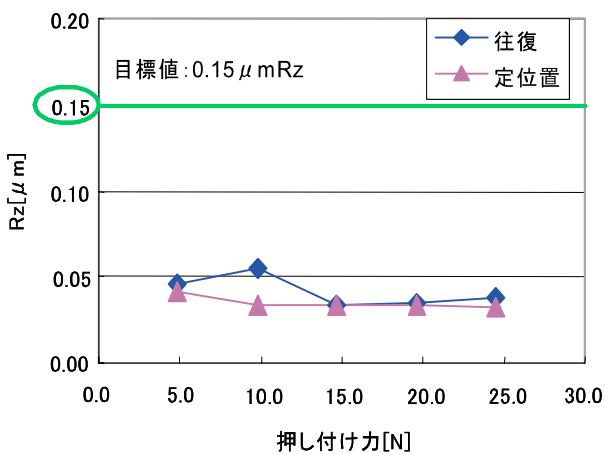


図6 押し付け力と十点平均粗さRz
(Rz:凸部5点と凹部5点の平均値)

3. 2. ステンレス製品の研磨

平板の結果をふまえ、麻製のバフを使用する粗研磨は、押し付け力 14.7N、綿布を使用する仕上げ研磨は 19.6N で、ステンレス容器を研磨した。

このとき、粗仕上げ条件を押し付け力 14.7N、往復速度 50mm/s、5 往復、容器回転速度 60rpm とし、仕上げ条件を押し付け力 19.6N、往復速度 50mm/s、5 往復、容器回転速度 140rpm として研磨した。

その結果、図 7 に示した研磨製品において、評価基準 $0.15 \mu\text{m Rz}$ を満足する、 $0.104 \mu\text{m Rz}$ を得ることができた。



図7 研磨製品
(直径180×高さ180×板厚0.7mm)

4. 結言

本研究において、押し付け力を制御できるステンレス材自動バフ研磨装置を作成した。またこの装置を利用し、押し付け力の変化によって、負荷電流や研磨盤の回転数の特性、及び表面粗さ等の関係が解った。押し付け力の増加によりモータ負荷電流値は上昇、回転数は減少することが解った。これらは、概ね比例関係にある。以上から、バフ研磨時の負荷電流値から、作業中の押し付け力を推定することができ、研磨条件の設定に利用できる。

また、表面粗さは、押し付け力 14.7N 以上であれば安定した値になる。しかし、負荷の増加による、表面の焼けや彫りの発生等を考慮し、押し付け力は 14.7N ~ 19.6N が適当である。

また、これらの成果を、円筒のステンレス容器に応用した。容器の形状やワークが主軸を中心に回転するといった条件の違いのため、表面粗さは平板の結果と一致しなかったが、容器の回転速度を上げ、押し付け力 19.6N で研磨したところ、評価基準を満足する、品質の安定した良好な研磨製品を仕上げることができた。

参考文献

- 1) 緑川祐二、佐藤善久、他：“溶接部の研磨と定量的評価”、福島県ハイテクプラザ試験研究報告書、pp.21-25、2001
- 2) 遠藤勝幸、菅原康則：“金型任意曲面の磨き加工装置の開発”、福島県ハイテクプラザ試験研究報告書、pp.17-35、1995

プラスチック中に含まれるカドミウム、鉛の分析

Analysis of Cadmium and Lead in Plastics

いわき技術支援センター 中山誠一

材料技術部 大堀俊一 杉内重夫 宇津木隆宏

株式会社クレハ分析センター 柏館健 田中英世 渡辺健一

プラスチック中のカドミウムと鉛の定量を、同一の前処理法で行い、分析の効率化を図るために、分析方法の検討を行った。その結果、マイクロ波分解－ICP発光分光分析法により、PE、PVC、ABSについて、精度良く定量分析することができ、実試料への応用も可能となった。

Key words: プラスチック、カドミウム、鉛、マイクロ波、ICP

1. 緒言

EU(欧州連合)で採択された、WE EEE指令及びRoHS指令は、電気・電子部品へのカドミウム、鉛等の有害物質の使用を規制していて、国内の電機メーカーは、それらの非含有を証明する必要があり、分析ニーズが高まっている。欧州規格(BS EN1122)による前処理はカドミウム分析には対応できるが、鉛分析には硫酸鉛の沈殿を生ずる等の問題から別の手法(乾式灰化法)を用いている現状である。そこでこれらの問題を解決するために、マイクロ波分解法を用いた同一の前処理法により、分析の効率化を図る検討を行った。

2. 実験方法

2. 1. 試料

試料は市販のPE(ポリエチレン)標準試料2種類(BCR-681, BCR-680)及び、提案企業によりシート状に作成したPVC(ポリ塩化ビニル)とABS(アクリロニトリルブタジエンスチレン)の擬似標準試料がそれぞれ2種類ずつである。カドミウム及び鉛の含有量は表1のとおりである。また、試料の状態を図1に示した。

表1 試料の認証値(保証値)

		Cd	Pb
① PE	BCR-681	21.7	13.8
	BCR-680	140.8	107.6
② PVC	1	5.2	5.5
	2	19.9	20.0
③ ABS	1	9.9	10.2
	2	19.7	20.0

① PE ② PVC ③ ABS (単位: $\mu\text{g/g}$)

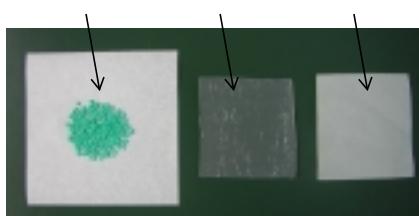


図1 分析試料

2. 2. 試薬及び器具

試薬は、和光純薬工業製、精密分析用(SSG)または特級を用い、ICP発光分光分析装置による定量分析のための検量線用標準液は、和光純薬工業製、原子吸光分析用カドミウム及び鉛標準液(1,000mg/l)を用い、検量線を作成した。また、器具(ビーカー、メスフラスコ、ホールピペット)はガラスまたはプラスチック製のものを用いた。

2. 3. 装置及び定量条件

マイクロウェーブ分解装置は、マイルストーンゼネラル製、ETHOS900を用いた。また、ICP発光分光分析装置は、セイコー電子工業製、SPS4000を用いた。カドミウムの分析線波長は228.802nm(I)、鉛の分析線波長は220.353nm(II)で、両側のバックグラウンド補正を行った。

2. 4. 分析方法

2. 4. 1. マイクロ波分解法による定量

マイクロ波分解法において、分解酸等の違いにより、以下の6通りについて検討を行った。

なお、試料はかり取り量は、分解可能量を考慮し、すべて0.2gとした。PE試料はペレットをそのまま、PVC及びABS試料は、シートを適宜切断してはかり取った。

①硝酸分解

硝酸(SSG)7mlを加え、250W, 1分-0W, 1分-250W, 5分-400W, 5分-600W, 5分-400W, 10分, Vent, 3分の条件で2回マイクロ波分解を行った。

②硫酸-硝酸分解

硫酸(SSG)3mlを加え、300W, 5分でマイクロ波1次分解を行った後、硝酸(SSG)3mlを加え、250W, 1分-0W, 1分-250W, 4分-400W, 4分-600W, 4分, Vent, 5分の条件で2回マイクロ波2次分解を行った。

③硫酸-塩酸-硝酸分解

硫酸(SSG)3ml及び塩酸(特級)1mlを加え、300W, 5分でマイクロ波1次分解を行った後、硝酸(SSG)3mlを加え、250W, 1分-0W, 1分-250W, 4分-400W, 4分-600W, 4分, Vent, 5分の条件で2回マイクロ波2次分解を行った。

④硫酸-硝酸分解 酢酸アンモニウム-酢酸溶液添加

②の分解操作の後、酢酸アンモニウム—酢酸溶液(25wt%)1mlを添加し、再びマイクロ波分解(300W, 5分)を行った。

⑤硫酸—硝酸分解 酢酸アンモニウム—酢酸溶液添加攪拌

④においてICP測定時にスターラーによる溶液の攪拌をしながら定量分析を行った。

⑥硝酸—ふつ化水素酸分解

硝酸(SSG)7mlを加え、250W, 2分—0W, 3分—250W, 5分—400W, 5分—600W, 15分, Vent, 5分の条件でマイクロ波1次分解を行った後、ふつ化水素酸(特級)2mlを加え、250W, 5分—400W, 5分—500W, 10分—600W, 10分, Vent, 5分の条件でマイクロ波2次分解を行った。

①～⑤については、分解溶液をそのまま蒸留水で50mlメスフラスコに定容し、⑥については、ふつ化水素酸のマスキングのため、テフロンビーカーに分解溶液と、ほう酸溶液(4wt%)20mlを入れ、ホットプレート上加熱、放冷後、蒸留水で50mlメスフラスコに定容した溶液中のカドミウム及び鉛を、ICP発光分光分析装置にて定量分析した。⑥のフローシートを図2に示す。

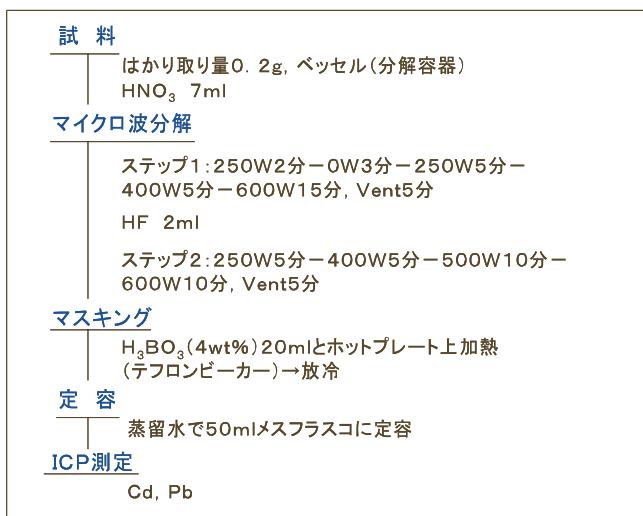


図2 プラスチック中のカドミウム、鉛分析フローシート

2. 4. 2. 従来法による分解及び定量

マイクロ波分解法の妥当性を確認するため、従来法である、乾式(硫酸)灰化法とケルダール分解(BSEN1122)法による比較検討も併せて行った。硫酸灰化法は、試料1gを磁製るつぼにはかり取り、硫酸1mlを加え、ニクロム線ヒーター～電気炉(500°C)で灰化の後、1N硝酸15mlを加えホットプレート上加熱、塩類溶解し、ろ過、定容(100ml)してICP測定を行った。また、ケルダール分解法は、試料1gをケルダールフラスコにはかり取り、硫酸、硝酸、過酸化水素を加え加熱分解し、ろ過、定容(100ml)してICP測定を行った。

3. 結果及び考察

3. 1. 酢酸アンモニウム—酢酸溶液の添加量変化

鉛の回収率を高めるため、硫酸鉛の分解効果のある、酢酸アンモニウム—酢酸溶液を添加し、その得られた鉛含有量を、PE標準試料(BCR-681)のマイクロ波硫酸—硝酸分解において検討した。その結果を図3に示す。なお、添加量は、0, 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 4, 6mlとした。

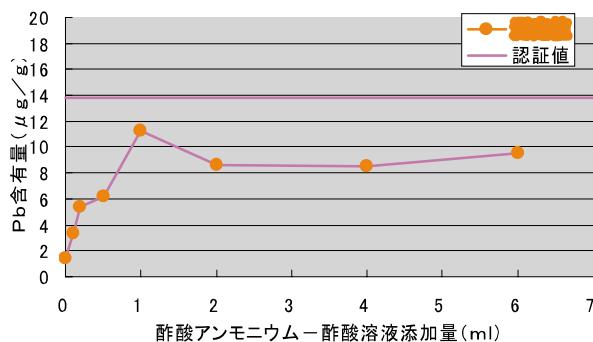


図3 PE(BCR-681)中の鉛定量分析(マイクロ波硫酸—硝酸分解)における酢酸アンモニウム—酢酸溶液の添加量変化

酢酸アンモニウム—酢酸溶液を添加しない場合、鉛の回収率は10%程度であり、添加量を増やすと回収率が上がる。添加量1mlで極大となり、それ以上添加しても効果は見られず、逆に回収率は下がってしまった。認証値と比較した鉛の定量分析結果より、酢酸アンモニウム—酢酸溶液の添加量は、この場合1mlが最適であることが分かった。

3. 2. 各分解法による定量分析結果

各分解法によるカドミウム及び鉛の定量分析結果を図4～6に示す。なお、定量値は2つ並行して分析した値の相加平均を取った。

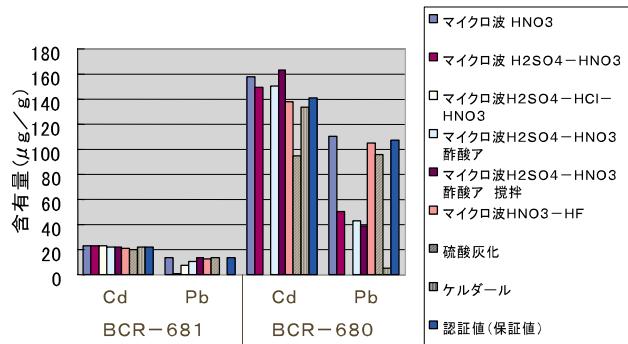


図4 各分解法による分析値(PE)

3. 2. 1. PEの分析値

BCR-681のカドミウムは認証値と比較して各分解法共、問題がないが、鉛については硫酸を用いた分解法(マイクロ波硫酸—硝酸分解、ケルダール分解)で低値となった。マイクロ波分解で硫酸—硝酸分解の後、

酢酸アンモニウム-酢酸溶液を添加すると効果が見られ、ICP測定時に攪拌を行うことでさらに改善された。また、分解時に塩酸を加えた場合も少し効果が見られた。BCR-680では、硫酸灰化法のカドミウムが、やや低値となった。それ以外の分解法では特に問題はなかった。鉛はBCR-681同様、マイクロ波 硫酸-硝酸分解、ケルダール分解で低値となった。しかし、マイクロ波分解で硫酸-硝酸分解の後、酢酸アンモニウム-酢酸溶液を添加、また、ICP測定時に攪拌しても効果が見られなかった。硫酸鉛が完全に分解されなかつた可能性がある。マイクロ波 硝酸-ふつ化水素酸分解での定量値は良好であった。

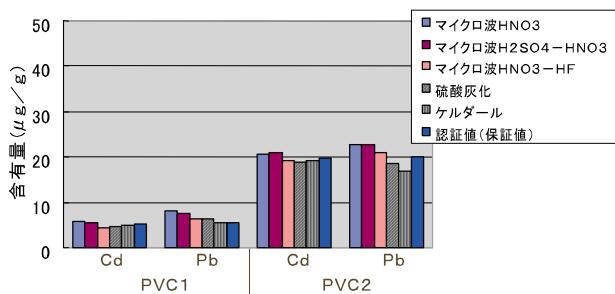


図5 各分解法による分析値(PVC)

3. 2. 2. PVCの分析値

各試料、各分解法共、カドミウム及び鉛の定量値は良好な結果であった。硫酸を用いた分解法でも鉛が低値とならないのは、PVCが構造中に塩素を持ち、分解時に塩酸が生成し、硝酸と混合されて王水になることで、硫酸鉛の沈殿が抑制されるのではないかと推測される。これは前述の塩酸の効果からも裏付けられる。

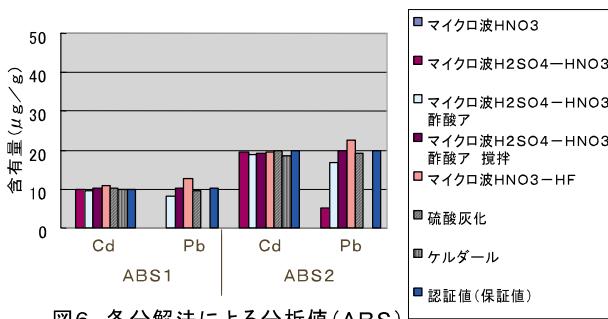


図6 各分解法による分析値(ABS)

3. 2. 3. ABSの分析値

マイクロ波分解において、硝酸だけでは試料が完全に分解しなかった。硫酸-硝酸分解により分解はするものの、鉛が低値となった。酢酸アンモニウム-酢酸溶液を添加すると効果が見られ、ICP測定時に攪拌を行うことでさらに改善された。マイクロ波 硝酸-ふつ化水素酸分解での定量値は良好であった。カドミウムは、マイクロ波 硝酸分解を除き、各分解法共、問題はなかった。

3. 3. 各分解法の比較

以上の結果を表2のとおりまとめた。各分解法の妥

当性を、分析時間、設備コストを含め、○×△により評価した。

表2 各分解法の比較

		対象材料						分析時間	設備コスト		
		PE		PVC		ABS					
分解法	マイクロ波	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd	Pb				
		○	○	○	○	○	○	○	△		
		△	○	○	○	○	○	△	○		
ケルダール	○	×	○	○	○	○	×	△	○		

マイクロ波分解法は、分解酸等を選択すれば、PE, PVC, ABSすべての材料に対応し、カドミウム、鉛共、分析が可能である。設備コストはかかるものの、分析時間が他の手法に比べ短くて済む利点もある。硫酸灰化法は、PEのカドミウム含有量が多い場合において低値となり、多少問題がある。設備コストはマイクロ波分解法に比べかからないが、分析時間を要する。ケルダール分解法は、PE, ABSの鉛が低値となり、分析は不可である。設備コストは比較的かからないが、分析(分解)時間は3つの手法のうち一番必要とする。

4. 結言

- (1)マイクロ波分解法において、PE, PVCは硝酸により分解でき、カドミウム、鉛共、精度良く定量分析することができた。
- (2)マイクロ波分解で分解酸に硫酸を用いると、PE, ABSは鉛が低値となるが、酢酸アンモニウム-酢酸溶液を加え加熱、ICP測定時にスターラー攪拌することにより、鉛含有量が少ない場合において改善することができた。
- (3)鉛含有量が多い場合は、分解酸に硝酸-ふつ化水素酸を用いることで、定量分析できることが分かった。
- (4)マイクロ波分解法(分解時間1~2 h)を用いることで、硫酸灰化法(分解時間3~4 h)やケルダール分解法(分解時間5 h)に比べ、短時間で分析することができ、カドミウム、鉛を同時に定量することで効率化が可能になった。

参考文献

- 1)曾根原浩幸, 宇敷澄子:長野県精密工業試験場研究報告、No. 15, pp. 55-57(2002)
- 2)南秀明, 西内滋典:産業技術連携推進会議 第34回分析技術討論会 総合資料、pp. 210-212(2002)
- 3)BS EN1122:2001

通電加熱を利用した味噌漬け製造工程の微生物制御

Microbiological Controlling during Manufacture of Misozuke by Ohmic Heating

会津若松技術支援センター 根本 彩・遠藤浩志
会津天宝醸造株式会社 渡部義則・新室裕子

保存料無添加の低塩味噌漬けを製造することを目的に、迅速で均一な加熱が特徴である通電加熱の効果的な利用法について検討した。その結果、脱塩大根の調味液へ漬け込む前の通電加熱は、漬け込み中の微生物制御に有効であった。さらに漬け上がった大根を通電加熱することにより保存料を用いなくても15℃、60日以上の保存が可能であった。

通電加熱は従来の温湯加熱よりも短時間で風味の劣化の少ない殺菌方法として有効であり今後、沢庵漬けや刻み漬けなどの漬物の微生物制御への応用も可能と考えられる。

Key words: 漬物、通電加熱、低塩化技術、微生物制御

1. 緒言

古くから風味豊かな保存食品として親しまれてきた漬物も、近年の健康志向の高まりから低塩化や無添加が望まれている。しかし漬物の低塩化は保存性の低下を伴うため、従来からその対策として保存料の添加、配合の見直し¹⁾、加熱殺菌等々から種々検討されてきた。

本研究では材料自身の内部発熱により迅速で均一な加熱に特徴のある通電加熱法²⁾を味噌漬け製造工程に導入することにより、保存料無添加で食塩が従来の9%よりも低い5%の低塩味噌漬け製造法について検討した。

2. 実験方法

2. 1. 試料

2001年と2002年の11月に収穫し、皮剥後、食塩約28%で塩蔵した大根を約5%まで脱塩(以下、脱塩大根)した。脱塩大根は長さを約15cm(重量約300g)に切断し、漬け込み用試料とした。

2. 2. 通電加熱処理

ジュール加熱装置((株)フロンティアエンジニアリング製)を使用し、ポリカーボネート製加熱水槽を用い、脱塩大根の場合は大根と5%食塩水を、漬け上がり大根の場合は加熱殺菌済み漬け込み液をそれぞれ600ml加え試料が溶液に浸る状態で通電した。(図1)

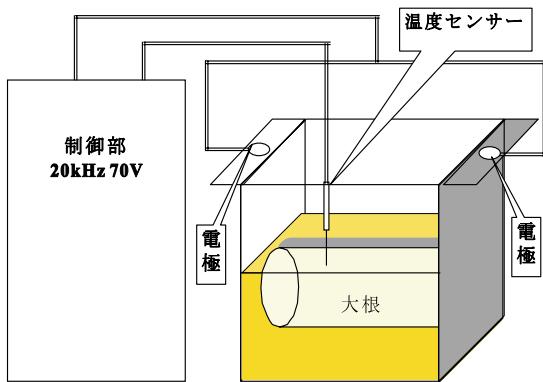


図1 加熱水槽を用いた通電加熱の模式図

通電は本体制御部で設定した20kHz、70Vの交流電流により行い、加熱処理後はポリエチレン製小袋に詰め、水冷した。

2. 3. 温湯加熱処理

真空包装用袋に漬け上がり大根及び漬け液15mlを入れて真空包装((株)エヌ・ピー・シー製F78-AGNS)後、80℃のウォーターバス(PasolinaTM-110)中に30分間浸漬した。

2. 4. 漬込試験

脱塩大根及び通電加熱した脱塩大根を5℃冷蔵室内で味噌を含む調味液(食塩5%、pH4.7)に3週間漬け込んだ(以下、漬込大根)。試験区の構成は通電加熱区と非加熱区および保存料(ソルビン酸カリウム0.07%、エチルアルコール1%)添加区と無添加区の4区とした。

2. 5. 保存試験

漬込大根を厚さ約3mmにスライスし、PET(ポリエチレンテレフタレート)製のフードカップに詰め、15℃の定温恒温器(日立インキュベーターCR-41C)中で9週間保存し、1週間毎に微生物数を測定した。

2. 6. 生菌数の測定

一般生菌数の測定は普通寒天培地(ニッスイ)7.0gに麦芽エキス1.4g、食塩3gを加え蒸留水で200mlとした培地³⁾を用い、38℃で4~5日間平板培養後コロニーを計数した。乳酸菌数は一般生菌と同様な培地に炭酸カルシウムを0.5%添加したものを使用し、寒天を重層し38℃で4~5日培養後クリアゾーンを形成したコロニーを計数した。酵母はペプトン1g、酵母エキス0.6g、麦芽エキス0.6g、グルコース2g、食塩6g、クロラムフェニコール20mg、寒天3gを蒸留水で200mlとし pH5.5に調整した培地を用い、28℃で6~7日間平板培養後コロニーを計数した。

2. 7. 潬込大根の破断強度と剪断エネルギー

厚さ 5 mm にスライスした試料を、レオメーター ((株)サン科学製 COMPAC-100) で破断強度 (センサーにより破断されるときの最高強度) 及び剪断エネルギー (破断されるまでの強度と時間の面積) を測定した。アダプターは幅 12 mm の歯形を使用し、クリアランス 0.5 mm、テーブルスピードは 6 cm/min とした。

3. 実験結果及び考察

3. 1. 通電加熱と温湯加熱による漬込大根の品温変化

図 2 に漬込大根の通電加熱と温湯加熱による品温変化を示した。

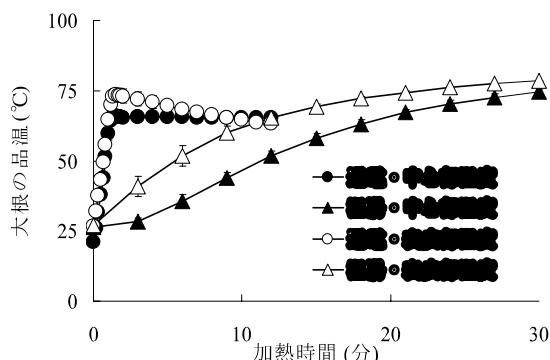


図2 通電加熱と温湯加熱の熱伝導の違い

通電加熱は大根中心部の温度を 65 °C 10 分間^{3) 4)} で保持し、温湯加熱では 80 °C の湯に 30 分間浸漬して時間と温度上昇との関係を調べた。

通電加熱の場合、中心部、表皮部とも開始後 70 秒で目標の 65 °C に到達したが、温湯加熱では表皮部で 13 分、中心部では 20 分を要し、また、中心部と表皮部の温度差 (以下、内外温度差) が大きかった。

この結果から通電加熱法は従来の温湯加熱に比べ加熱時間を短縮できるとともに、内外温度差の小さい加熱法といえる。加熱時間の短縮は品質の劣化防止に繋がるものと考えられる。

3. 2. 脱塩大根への通電加熱と微生物数の変化

脱塩大根を 5% の食塩水に入れ 65 °C で通電加熱した時の加熱時間と微生物との関係を図 3 に示す。

酵母は加熱前 1.5×10^4 (CFU/g) だったが 65 °C 達温で 1.0×10^2 (CFU/g) に減少し、2 分後には 10 (CFU/g) 以下になった。一般生菌数は加熱前 3.2×10^3 (CFU/g) が 6 分後に 10 (CFU/g) 以下になった。乳酸菌は加熱前の 4.7×10^2 (CFU/g) から 2 分後で 10 (CFU/g) 以下に減少した。以上の結果から脱塩大根は 65 °C 6 分以上の通電加熱で、棲息するほとんどの微生物を殺菌できることが分かった。

この結果をもとに以下の通電加熱条件は安全を見込み 65 °C・10 分間と設定した。この条件は、漬物の衛生規範やこれまでの報告^{4) 5)} と一致する。

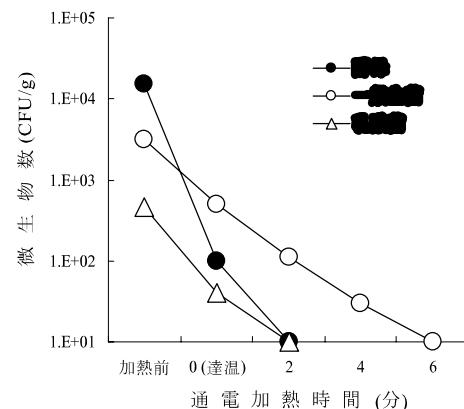


図3 通電加熱時間と微生物の関係

3. 3. 塩蔵大根の漬込中の微生物変化

通電加熱後の脱塩大根の漬込中の微生物変化を図 4 に、非加熱の脱塩大根の漬込中の微生物変化を図 5 に示した。

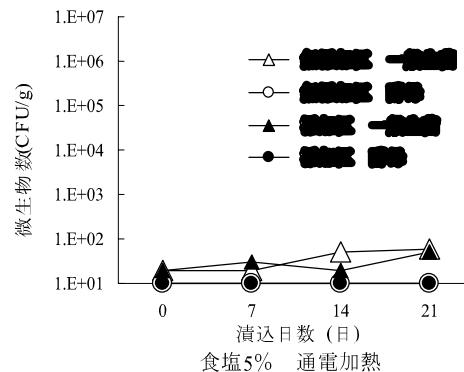


図4 通電加熱後に漬込中の微生物の変化

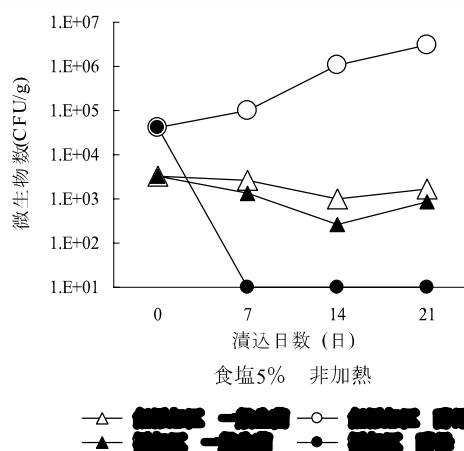


図5 非加熱で漬込中の微生物の変化

通電加熱処理したもの (図 4) は保存料の添加、無添加にかかわらず、3 週間の漬け込み期間中、酵母は

10 (CFU/g) 以下、一般生菌数も 60 (CFU/g) 以下で、いずれも増殖はしなかった。一方、非加熱で漬込んだ場合(図 5)、脱塩後、 4.0×10^4 (CFU/g) だった酵母は無添加区では徐々に増加し 3 週間後には 3.0×10^6 (CFU/g) となった。しかし、添加区では 1 週間後に 10 (CFU/g) 以下に急減し、以降の増殖は認められなかつた。

一般生菌数は脱塩後 3.4×10^3 (CFU/g) が 3 週間後には無添加区が 1.7×10^3 (CFU/g)、添加区が 8.8×10^2 (CFU/g) といずれも減少した。以上の結果から、食塩 5%、保存料無添加の場合、漬込中の微生物を抑制するためには脱塩大根の殺菌が必要であることが分かつた。また、漬込中に一般生菌は殆ど増殖しないことから、微生物制御は特に酵母の抑制を目標にすることが重要と考えられる。

3. 4. 漬込大根の保存試験

通電加熱後の漬込大根をそのまま(非加熱区)または再度通電加熱(加熱区)処理後、15 ℃で 9 週間保存し、酵母数の変化を測定した(図 6)。ここで前試験で非加熱・無添加で漬け込んだ試験区は、漬込中に酵母が増殖し腐敗臭を伴ったため試験対象外とした。

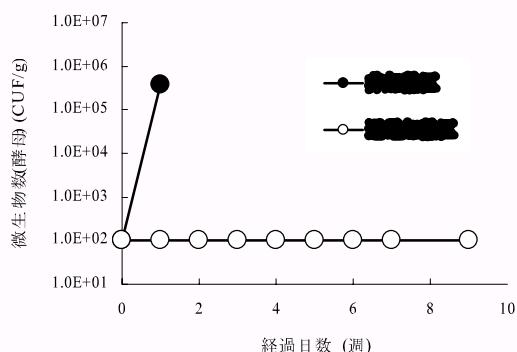


図 6 通電加熱して漬け込んだ味噌漬け大根の保存中の微生物の変化

通電加熱処理したものは 9 週間保存しても 10^2 (CFU/g) 以下だった。しかし、漬込大根を加熱することなくそのまま保存した時の酵母数は 1 週間で 3.8×10^5 (CFU/g) と著しく増加し腐敗⁶⁾した。

以上の結果から味噌漬け製造工程において、漬込み前の原料脱塩大根の通電加熱により食塩 5%でも漬込中の微生物制御が可能となり、漬込後に再度殺菌すれば保存料を添加しなくても 15 ℃、9 週間の保存が可能であることが分かつた。

3. 5. 漬込大根の破断強度と剪断エネルギー

漬込大根を温湯(80 ℃、30 分)と通電(65 ℃、10 分)の異なる加熱処理を行い、破断強度と剪断エネルギーにどのような影響を及ぼすのか検討し、図 7 に示

した。対照は非加熱区とした。

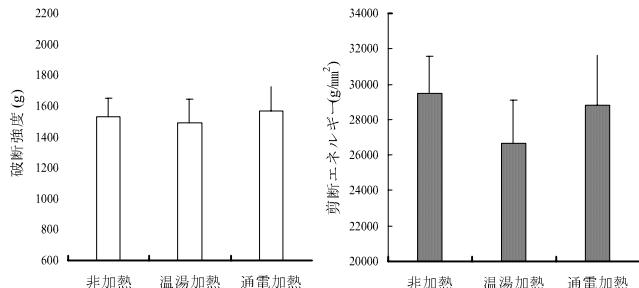


図 7 通電加熱後に漬け込んだ味噌漬け大根の加熱処理別破断強度及び剪断エネルギー

破断強度は非加熱 1531g、温湯加熱 1494g、通電加熱 1566g で加熱による低下は少なく、加熱処理法による影響も小さかった。剪断エネルギーは非加熱 29490g/mm² と通電加熱 28821g/mm² には大差なかったが、温湯加熱は 26693g/mm² で対照より約 10% 低下した。

以上の結果から、通電加熱処理は従来の温湯加熱⁵⁾よりも剪断エネルギーの低下が小さいことから、テクスチャーが変化しにくい加熱法といえる。

4. 結言

保存料無添加の低塩味噌漬けを製造することを目的に、通電加熱の効果的な利用法について検討した。その結果、脱塩大根を通電加熱処理することにより、保存料を使用しないで従来の 9% よりも低塩の 5% での漬け込みが可能であった。また、この漬込大根を再度、通電加熱することにより風味やテクスチャーを損なうことなく 15 ℃で 9 週間以上の保存が可能だった。以上より、通電加熱法は漬物に有効な殺菌方法であると考えられる。味噌漬け以外にも内外温度差の小さい“刻み漬け”等への応用も期待できる。

参考文献

- 1) 小川敏男：漬物と日本人(日本放送出版協会、東京) p185～187, (1996).
- 2) 植村邦彦：通電加熱加工の原理と応用、食品工業、10.30. p57～63, (1993).
- 3) 加藤史郎・北村英三・大島貞雄：N₂ガス充填による塩漬大根の貯蔵、日食工誌、30, 300～302 (1983).
- 4) 小川敏男・青木睦夫・小崎道雄：たくあん漬ポリエチレン小袋詰の変質防止試験、日食工誌、17, 437～442 (1970).
- 5) 小川敏男・青木睦夫・小崎道雄：たくあん漬ポリエチレン小袋詰の変質防止のソルビン酸カリウムの添加と加熱処理効果、日食工誌、17, 512～514, (1970).
- 6) 藤原喜久夫：漬物の衛生(中央法規、東京)、p105～112 (1982)

双方向通信による醸造データの共有活用について

Share practical use of the brewing data based on the Internet

ハイテクプラザ 応用技術部 桑田 彰・高樋 昌
会津若松技術支援センター 発酵技術科 佐藤 正・高橋幹雄・鈴木賢二
福島県醸造組合連合会 阿部 淳

従来から醸造メーカは、醸造メーカ同士あるいは醸造メーカとハイテクプラザの間で醸造データを共有し、お互いに情報交換を行ってきた。情報交換することで、醸造メーカ同士が切磋琢磨するため、よりよい酒を消費者に提供できるようになる。従来は行き来して情報交換を行っていたが、近年インターネットが広く普及し、醸造メーカでもインターネット接続を行うところが増えたため、インターネットを利用した情報共有システムの要求が高まってきた。そこで、清酒もろみの化学分析データ等様々なデータをインターネットを利用して共有するために、「醸造データ管理アプリケーション」を開発した。この結果、2地点間でのデータ共有が可能となり、遠隔での情報交換が容易になった。

Key words: 醸造データ、データベース、セキュリティ、WEB アプリケーション

1. 緒言

県内醸造メーカは、自社だけでなく福島県全体でよりよい酒を提供したいとの考えを持っており、ほとんどの醸造メーカが醸造組合に属して企業間の連携を密にしている。また、会津若松技術支援センターではこれらの醸造メーカに対して技術的な支援を行っている。

その中で、醸造組合から醸造時に管理すべき醸造データを支援する会津若松技術支援センターと支援される醸造メーカでネットワークを用いて共有し、同じデータを見ることによって醸造メーカの担当者が会津若松技術支援センターまで赴くことなく指導が受けられるシステムが構築できないかとの技術相談があった。

通常、技術情報の漏洩となるため同一業種間でのデータ共有を行うことはほかの業種ではほとんど考えられない。しかし、醸造業界では従来から醸造メーカ間での行き来があつたり、会津若松技術支援センターから同一の酵母の提供を受けたりと、同一業種間でのつながりが密であった。もちろん、お互いに提供できない情報もあるため、社外秘の情報は各社で管理されているが、一般的に醸造時に測定する清酒もろみのデータは、醸造組合員間相互では高度な秘密事項ではない。

本研究では、清酒もろみのデータなど醸造データをサーバ上で共有し、支援する側と支援される側で同じデータを見ながら、酒づくりの経過や今後を議論するための「醸造データ管理用 WEB アプリケーションの開発」を行った。

2. 開発方法

2. 1. システム概要

醸造データをサーバ上で共有するシステムを構築、

運用するために、下記のことを考慮した。

- ・各企業既存のネットワークを利用し、県内各地からインターネット接続をすることによってデータの登録、参照等を行う
- ・管理、運用の容易さを考慮に入れデータは分散させず一ヶ所で管理する
- ・システムのユーザは既存の PC を利用し、専用ソフトウェアなどの新たなソフトウェアを導入しない
- ・データ通信経路の暗号化を図り、セキュリティ的に頑強なものとする
- ・できるだけ安価に組み上げる

WEB アプリケーションの形態は様々あるが、本研究では本システムが今後発展、展開する可能性があることを考慮し、大規模サイトやショッピングサイトなどで実績のある MVC モデルを採用した。MVC モデルの概要を図 1 に示す。

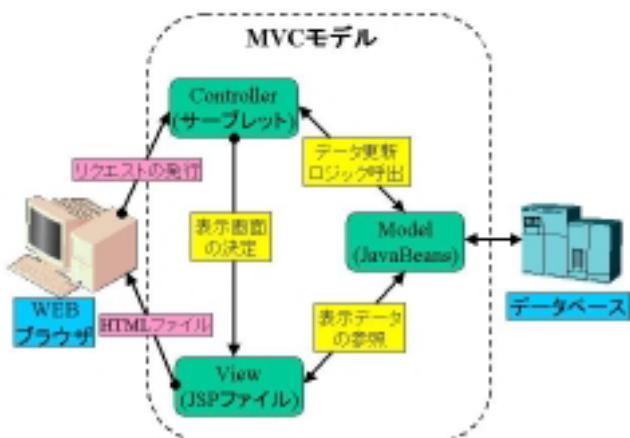


図 1 MVC モデル

MVC モデルの特徴は、処理部が

- ・ユーザからのリクエストの受付処理(Controller)
- ・データベース処理(Model)
- ・表示処理(View)

の 3 つに分かれ、それぞれの処理の結果を別の処理部に渡す構造を成していることである。従って、

- ・各処理に特化したプログラムを記述すればよく、他処理部に関わる部分を排除できるためプログラム開発の効率が上がる
- ・処理が分散しているので一ヶ所のプログラムに負荷がかからない
- ・不具合がでた場合、どの部分で発生しているかを迅速に突き止めることができる

等のメリットがある。

2. 開発ツール

システムを構築するために、以下の OS やアプリケーションを使用した。導入時のコストを下げ、かつ長期運用に耐えうるものを選択した。

- ・OS : RedHat 9
- ・データベースサーバ : PostgreSQL 7.3.4
- ・WEB サーバ : Apache 2.0.24
- ・WEB アプリケーションサーバ : Tomcat 4.1.23
- ・開発言語 : Java(JDK1.4.2 および J2EE1.3.1)
- ・開発ツール : JBuilder9 Personal
- ・開発、運用 PC : Celeron2.4GHz メモリ 512MB

管理を容易にするために、各サーバは分割せず 1 台の PC で WEB サーバ、WEB アプリケーションサーバ、データベースサーバを運用することとした。

また、本システムのサーバを設置するネットワークは、高速ブロードバンドによってインターネットに接続されたものを利用することとした。さらに、プロバイダが提供するサービスの一つであるダイナミック DNS を利用することとした。これにより、本システムに DNS サーバを用意しなくとも外部から容易に接続できるようにした。

3. 開発内容

3. 1. データベース

本システムで扱うデータベーステーブルを表 1 に示す。この中で、自動となっている項目はユーザが登録するものではなく、システムが自動で登録するものである。

酒造データは、酒造メーカが管理すべきデータと管理するのが望ましいデータをすべて登録できるようにした。さらに、管理用データはデータベース管理者がデータ管理を容易に行えるものを選択した。

表 1 データベーステーブル

酒造データ			
登録データ	データ型	登録データ	データ型
仕込順号	integer	測定日	date
品温	real	室温	real
ボーメ度	real	酸度	real
アミノ酸度	real	直糖	real
アルコール	real	ピルビン酸	real
備考	text	経過日	character varying(10)

管理用データ			
登録データ	データ型	登録データ	データ型
削除フラグ (自動)	character varying(10)	登録日(自動)	timestamp without time zone
登録者(自動)	character varying(40)	更新日(自動)	timestamp without time zone
更新者(自動)	character varying(40)	シリアル番号(自動)	integer

3. 2. 通信路の暗号化

インターネットを利用してデータベース操作を行う本システムでは、最低限の秘匿性は保たなくてはならない。従って、WEB サーバ、WEB アプリケーションサーバ、データベースサーバ間の通信経路はすべて SSL により暗号化を図った¹⁾。サーバ証明書、秘密鍵ファイルは共通のものを使用した。

3. 3. アプリケーション

開発した WEB アプリケーションは、WEB ブラウザでアクセスして使用する。図 2 は操作選択画面である。仕込順号を入力して次の操作に進む。可能な操作は「データ一覧」、「データ登録」、「データ更新」、「データ削除」、「グラフ表示」である。

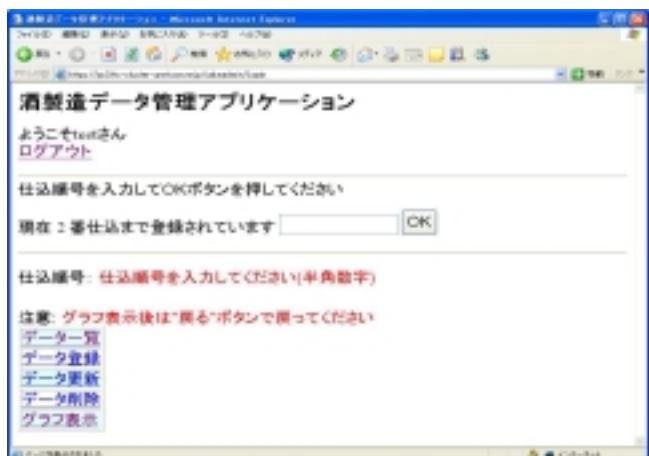


図 2 管理アプリケーション(操作選択)

図3はデータ登録画面である。この画面では、仕込順号で入力した醸造タンクにおける清酒もろみの分析データなどを経過日ごとに登録する。データはすべて入力する必要はないが、最低でも日付、経過日は入力する必要がある。

項目	入力欄	入力例
日付		2003-11-18 手角純米(一)はぬみ(4)
経過日	手	ブルタングリュームの濃井
品種		1.5%半角西手(0-15)
室温		1.5%半角西手(0-15)
ボーグ		1.5%半角西手(0-15)
酸度		2.5%半角西手(0-15)
アルコール度		2.5%半角西手(0-15)
貯物		2.5%半角西手(0-15)
アルコール		3.0%半角西手(0-25)
ビール度		10.0%半角西手(0-400)
備考	通知。アルコール濃度等	

図3 管理アプリケーション(データ登録)

図4はデータ一覧画面である。この画面では、仕込順号で入力した醸造タンクに関して既に登録されているデータの一覧を表示する。一覧表示なのでデータの入力忘れや入力ミスが確認できる。なお、入力されていない項目は”—”で表示される。また、シリアル番号をクリックすることで、各経過日ごとの詳細データを表示することができる。なお、データ登録、データ更新、データ削除の動作を行った後、必ずデータ一覧画面になり、入力されたデータの確認を促すようにした。

シリアル番号	仕込順号	日付	経過日	品種	室温	ボーグ	酸度	アルコール	ビール度
20	2003-11-18 18	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 19	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 20	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 21	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 22	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 23	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 24	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 25	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 26	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 27	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 28	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 29	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 30	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-18 31	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 01	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 02	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 03	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 04	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 05	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 06	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 07	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 08	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 09	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 10	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 11	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 12	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 13	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 14	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 15	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 16	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 17	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 18	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 19	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 20	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 21	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 22	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 23	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 24	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 25	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 26	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 27	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 28	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 29	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 30	—	—	—	—	—	—	—	—
20	2003-11-19 31	—	—	—	—	—	—	—	—

図4 管理アプリケーション(データ一覧)

図5は登録データからグラフを作成した画面である。図2拠点間で同時に同じデータを確認しながら技術的な議論をするためにこのグラフ表示を行う。グラフはデータベースに登録されたデータを元に、オンメモリで作成するためPC上には残らないが、JPEG形式の画像であるため、WEBブラウザ上で保存することは可能である。

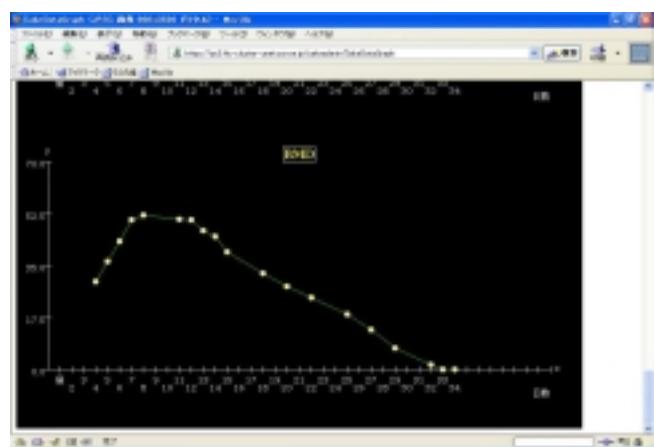


図5 管理アプリケーション(グラフ表示)

4. 結言

インターネットを利用した酒造データ管理用WEBアプリケーションの開発を行った。この結果、インターネットを通して清酒もろみの化学分析データなど酒造データを共有することが可能となった。また、2拠点間で同一データを遠隔で確認できるため、早期の情報交換が可能となった。さらに、データ通信路の暗号化を行っているため、通信データの秘匿性を図ることができた。現在、本システムは福島県酒造組合連合会が主体となって運用中である。

本システムは、データベースへ登録するデータを暗号化するなどの改変も容易であるため、公開不可であるデータを扱うことも可能となっている。従って、他分野での応用も可能である。

参考文献

- 1)太田、高樋、本田：“社内ネットワーク構成装置管理システムの構築”、H14年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.85-86、2003
- 2)樋口研究室：“一番やさしいJSP&サーブレット入門塾”、翔泳社
- 3)菊田英明：“実践 JDBC Java データベースプログラミング術”、オーム社
- 4)岡田、古澤、田中：“FAQ システムの構築を通して学ぶ Web アプリ開発のイロハ”、JavaWorld 2003年3月号～9月号

小型ねじ精度測定機

Development of Pitch Measuring Instrument for Small Sized Screw

生産技術部 遠藤勝幸、菅原康則
東洋シャフト株式会社 奥田要一

小径の台形送りねじの累積ピッチ誤差評価システムを開発した。被測定ねじをサーボモータで一回転ずつ回転させ、ナットの移動量をマグネスケールにより測定し、ピッチを評価する。しかし、ナットを保持するリニアガイドの曲がりなどによって、ピッチの測定結果に誤差が生じるため、この誤差を予め求めておき、コンピュータ上で補正する方法を採用した。この結果、300mm の台形ねじを約 0.01mm 程度の精度で自動的に測定することが可能となった。

Key words:台形ねじ、ピッチ、測定

1. 緒言

本研究では、小径の台形送りねじの累積ピッチ誤差測定機の開発を目的とする。現在、比較的径の大きい送りねじの測定は、専用の簡易な測定工具が市販されており、測定が可能である。しかし、M5 や M8 などの小径の送りねじは、これらの工具では測定ができない。工具顕微鏡や輪郭形状測定機では、ある測定可能であるが、高額であったり、測定できる範囲が狭かつたりするため、導入は困難である。したがって、現在生産している小径の送りねじは、精度を保証せずに出荷しているのが現状である。そこで、専用の測定機の開発を始めている。しかし、各種測定誤差があるため、実用に供するには至っていない。この誤差の原因を明らかにし、対策を施すことによって、実用に供する。

2. 測定機

図 1 に試作した測定機を示す。これは、被測定台形ねじをサーボモータによって回転させ、ナットの移動量をマグネスケールによって読み取ることにより、累積ピッチ誤差を求めるものである。なお、累積ピッチ誤差とは、ねじ山間隔(ピッチ)の、設計値からのずれを累積したものである。送りねじでの位置決めをする場合、目標位置はねじの回転回数で指定する。たとえば、ピッチの設計値が 5mm のねじで 100mm 移動するためには、ねじを 20 回転させることになる。しかし、実際のねじのピッチが 4.99mm の場合、0.01mm の誤差が累積して 0.2mm の位置決め誤差となる。この、移動量の目標位置に対する位置決め誤差に相当するものが、累積ピッチ誤差である。図 1 の測定機を用いて、サーボモータを 1 回転する毎に停止させ、マグネスケールの表示値を読み取り、本来のあるべき目標位置からの差を計算してプロットし、累積ピッチ誤差を求める。

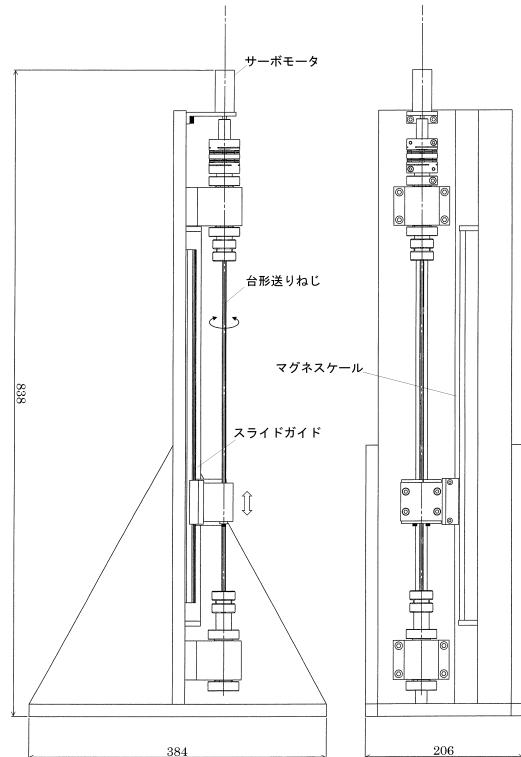


図 1 測定機

3. 測定誤差とその要因

図 1 に示した測定機によって測定した累積ピッチ誤差の例を図 2 に示す。比較のために、同じワークを市販の輪郭形状測定機(株東京精密 CONTOURECORD 2600B)と超精密レーザ測定システム(HP 製 5528A)によって測定した結果を重ねて示す。超精密レーザ測定システムによる結果は、図 1 に示す試作測定機のナットの移動量を求めたものである。

試作機と超精密レーザ測定システムによる結果には、特徴的な波が見られるが、輪郭形状測定機による結果には、この波は見られない。また、この特徴的な波は、ほぼ反転の関係がある。超精密レーザ測定システムの

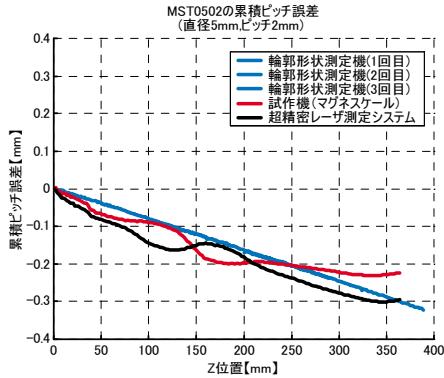


図2 累積ピッチ誤差

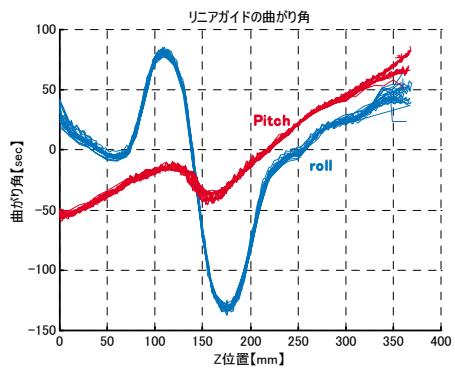


図4 リニアガイドの曲がり角

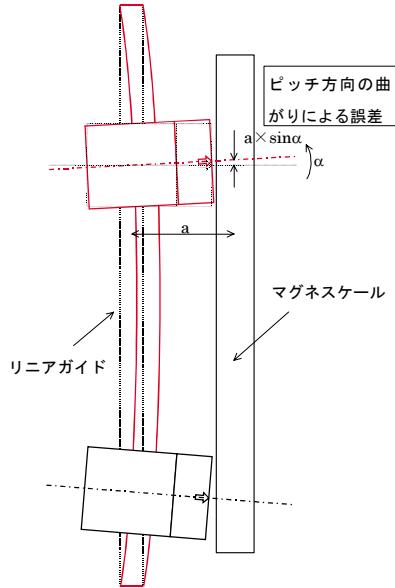


図3 リニアガイドの曲がりによる測定誤差

検出部を、試作機に取り付けられたマグネスケールの検出部と、ナットを保持するリニアガイドに関してほぼ軸対称の位置に取り付けて測定したことから、ガイドレールに曲がりがあり、その影響が現れたものと考えられる。すなわち、ワークの累積ピッチ誤差は、輪郭形状測定機による結果のように本来直線的に変化していくのに対して、本試作機のリニアガイドが図3のような形状に曲がっているため、この影響が測定誤差となって結果に現れることになる。

測定誤差の要因としては、このほかに、温度の影響やサーボモータの位置決め誤差などが考えられるが、実験の結果、これらの影響は曲がりの影響に比べて十分小さいものであることが確認された。

4. 対策とその結果

前節のように、リニアガイドの曲がりが主な測定誤差の原因であることから、この曲がり量の測定を行った。測定は、前節で用いた超精密レーザ測定システムの、角度測定機能を用いることによって行った。図4に測定結果を示す。リニアガイドの曲がりには、図1

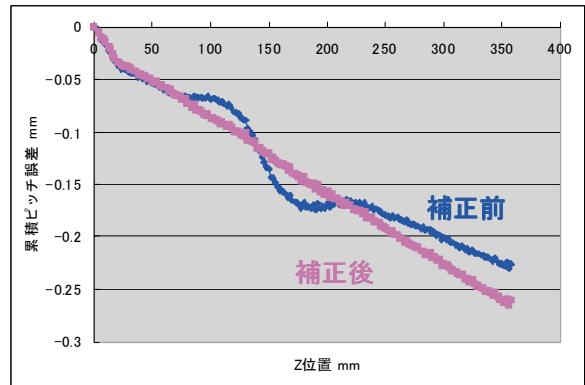


図5 測定結果例

に示した紙面に平行な方向（ピッチ方向）と、紙面に垂直な方向（ロール方向）の2種類がある。図4では、赤線がピッチ方向を、青線がロール方向を示す。この曲がり量と、リニアガイドとマグネスケールの検出部との距離から、マグネスケールの出力に現れる測定誤差が得られる。リニアガイドの曲がりは測定毎に変化しない繰り返し性のある誤差と考えられるため、得られた値を予めコンピュータに記憶しておき、測定終了後にこの値を用いて補正を行うこととする。なお、ExcelVBAを用いて、データ収集作業や補正演算などの自動化も併せて行った。

図5に補正を行った測定結果を示す。比較のため、補正を行わない段階での結果も重ねて示す。図に示すように、特徴的な波は消えて、直線的な累積ピッチ誤差が得られている。端部に見られる直線的でない部分は、繰り返し性のない誤差であり、予め求めておいた値を用いて補正することは難しい。実用においては、測定機の端部を用いないで測定することにより、この問題を回避する。多数の測定実験の結果、輪郭形状測定機による結果との差は、300mmの位置において、約0.01mm程度となった。

5. 結言

小型ねじの累積ピッチ誤差測定機を開発し、約0.01mm程度の測定精度を得ることができた。

調査研究開発事業

音響解析による清酒もろみの発酵状態の判定

A study of the fermentation state of Japanese sake Moromi mush
based on sound analysis

ハイテクプラザ 応用技術部 須藤尚子・高橋 昌
会津若松技術支援センター 発酵技術科 佐藤 正・高橋幹雄・鈴木賢二

清酒もろみの発酵過程において、清酒もろみが様々な音を発生することは従来から経験的にわかっている。これらの音は発酵の各段階における状貌に関連付けられ、杜氏はこの状貌を酒造りの判断基準の一つに用いてきた。そこで、清酒もろみの状態を判断するための測定項目として、発酵音の変化を数字に置き換える事が可能か検討するために、発酵の各段階において発生している特異音を測定し、周波数分析、スペクトログラム分析などの音響解析を行った。この結果、BMDと特定域の音に相関がみられ、音響パラメータを発酵状態の判断項目のひとつとして利用できる可能性のあることがわかった。

Key words: 状貌、発酵、周波数分析、スペクトログラム分析、BMD、音響パラメータ

1. 緒言

清酒もろみが、その発酵期間の推移によって様々な音を発生することは従来から経験的にわかっている。これらの音は発酵過程の各段階における状貌に関連付けられ、杜氏はこの状貌を判断基準の一つにして清酒もろみの発酵状態を判断している。

清酒もろみの状態を判断するための測定項目は、ボーメ度(醸造初期)/日本酒度(醸造後期)、酸度、糖度などがあるが、杜氏はこれらのデータと併せて、清酒もろみの泡の出方や音の違いを永年の経験と勘によって判断し、酒造りを行っている。従って、状貌を判断する基準を数値化し一般化できれば、発酵状態判断のための科学的要素が増え、清酒もろみの管理を容易にすると考えられる。

そこで、清酒もろみの発酵時に発生する音を測定し、周波数分析、スペクトログラム分析などの音響解析を行った。

2. 実験方法

2. 1. 試験醸造

会津若松技術支援センターで行われた試験醸造の際に、清酒もろみの発酵音を収音した。試験醸造は平成15年11月14日から12月18日にかけて実施され、収音作業は11月18日の留仕込から12月18日の上槽までの31日間、1日1度行った。醸造中、室内は空調により温度調整され、醸造タンク内の清酒もろみもウォータージャケットにより温度調整されている。

2. 2. 収音方法

収音マイクは櫛入れ作業の妨げにならない位置で、かつ醸造タンクの上部中央付近に設置し、毎日定時に

30秒間録音した。室内の空調および醸造タンクのウォータージャケットの音が泡の音よりも大きく、収音の妨げとなるため、収音時には空調、ウォータージャケットを停止して録音した。

実験では、収音したデータをパソコンコンピュータ(PC)のハードディスクに直接書き込むハードディスクレコーディングを行った。マイクはTC30K(Earth Works)、マイクロホンアンプはAT-MA2(SONY)、USBオーディオインターフェースはUA5(EDIROL)を用いた。使用したマイクの周波数特性が上限27kHzであること、ハードディスクレコーディングに用いたPCがWindows98のため、サンプリング周波数の上限が48kHzであることから、アナログ/デジタル(A/D)変換の際のサンプリング周波数を48kHzとした。マイクで収音された音は、USBオーディオインターフェースでA/D変換し、PCのハードディスクにWAVEファイルとして保存した。収音システムのブロック図を図1に示す。



図1 収音システムブロック図

2. 3. 解析方法

ハードディスクに録音した収音データはPC上で動作する音響解析ソフトを用いて解析した。1/3オクターブ周波数分析にはDSSF3(吉正電子(株))を、スペクトログラム分析にはCool Edit Pro(Syntrillium Software)を用いた。いずれも、録音したサンプリング周波数48kHzのデジタルデータをWAVEファイルのまま解析することが可能である。

3. 結果

3. 1. 化学分析

醸造中は、化学分析などによって数値的に日々清酒もろみを管理している。会津若松技術支援センターで行った分析結果を図2に示す。日数は、清酒もろみを醸造タンクに入れる留仕込の日を1日目としている。

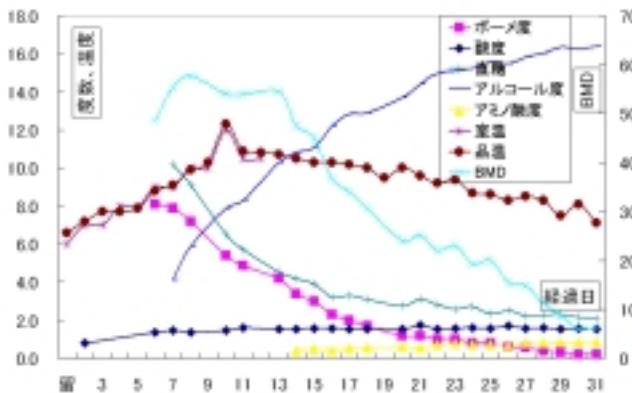


図2 化学分析値

いずれのグラフも清酒醸造における一般的な傾向を示しており、アルコール度、酸度、アミノ酸度は単調増加し、ボーメ度、直糖は単調減少していることがわかる。また、特徴的な変化を示すBMDも、発酵が盛んである時期が高くなる山型の曲線になっている¹⁾。BMDは醸造初期にはボーメ度×留仕込後経過日数、醸造後期には日本酒度×留仕込後経過日数とした値²⁾であり、杜氏はこの値を酒造りの指標にしている。

3. 2. 1/3オクターブ周波数分析

1/3オクターブ周波数分析した結果を、低周波成分について図3に、高周波成分について図4に示す。これらは発酵過程における各周波数の音圧レベルが留仕込後どのように変化しているかを示している。

図中の縦軸は音圧レベルである。単位はdBである。

1kHz以下の周波数は、環境騒音が入っていることもあり、音圧レベルの変化に規則性は見受けられない

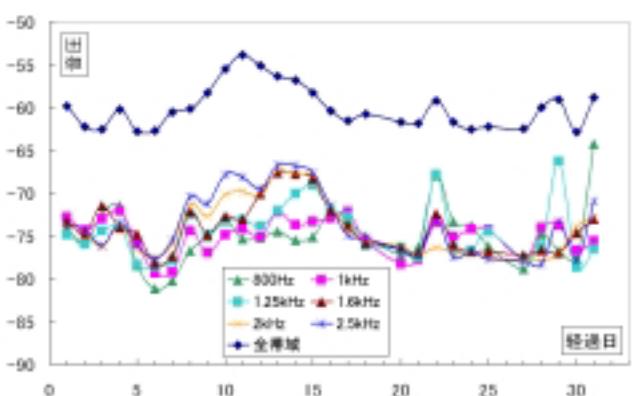


図3 各周波数の音圧レベル(800kHz～2.5kHz)

が、4kHz以上の周波数では、8日目頃から音圧レベルが上昇し、15日目以降は音圧レベルが下降している。

8～20日頃は発酵が比較的盛んになる時期であり、発酵過程の指針の一つとして利用できる可能性があると推察された。

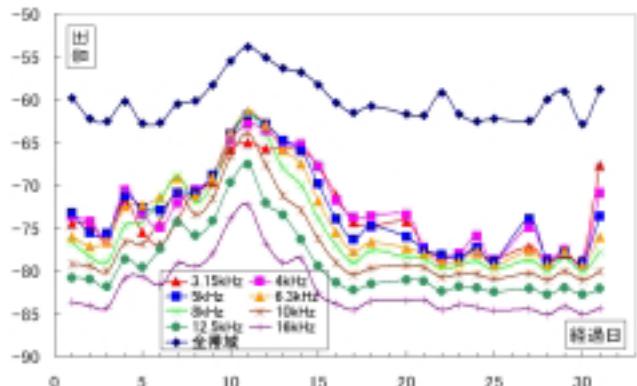


図4 各周波数の音圧レベル(3.15kHz～16kHz)

3. 3. スペクトログラム分析

スペクトログラム分析を行った結果を図5、6に示す。横軸が収音時間、縦軸が周波数、濃紺のところは音圧レベルが低く、赤みが強いほど音圧レベルが高い事を示す。スペクトログラムの一番下側の低周波数域に赤いラインがあるのは、環境騒音である。

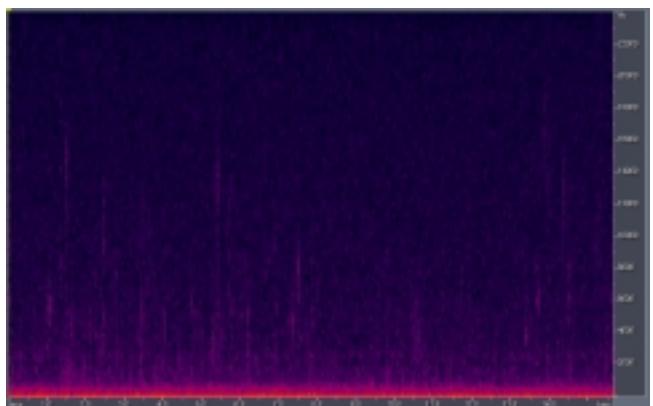


図5 1日目スペクトログラム分析結果

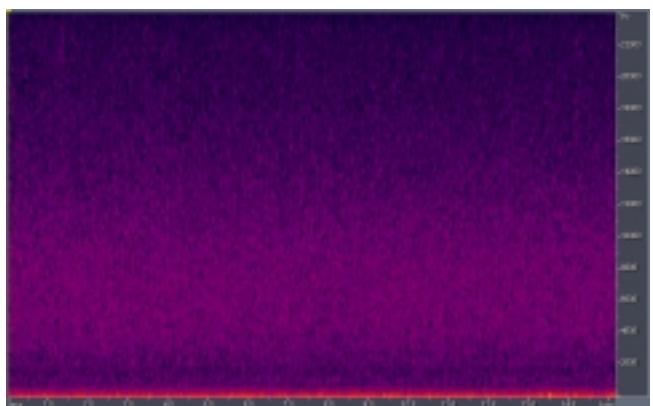


図6 11日目スペクトログラム分析結果

図5で、縦に細い筋が入っている部分は、泡がはじける際に発生する破裂音である。発酵が進むほど泡の発生頻度が多くなり、一つ一つの泡の破裂音の区別がつきにくくなる。図6の11日目は発酵中期であるが、1日目に比べると全体に赤色が強くなっている。特に4kHz～12.5kHzが帯状に見え、発酵初期よりも音圧レベルが高くなっていることがわかる。発酵中期の音を聞いた印象としては、水の流れる音に近い。

スペクトログラムで得られた画像を白黒の階調で表示し、1/3オクターブ周波数分析した際に音の変化が特徴的だった4kHz～12.5kHzの帯域を抽出して平均輝度を求めた結果を図7に示す。周波数分析の結果同様、8日目から15日目にかけて変動が大きいことがわかる。

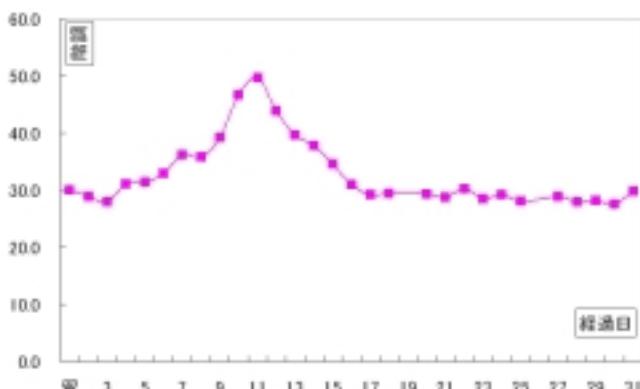


図7 スペクトログラムから求めた平均輝度

3.4. 抽出した特微量と化学分析値との比較

周波数分析とスペクトログラム分析した結果、4kHz～12.5kHzの音の変化に特徴があることがわかった。そのうち4kHzと8kHzの音圧レベル、スペクトログラム分析から求めた輝度および化学分析値を図8に示す。

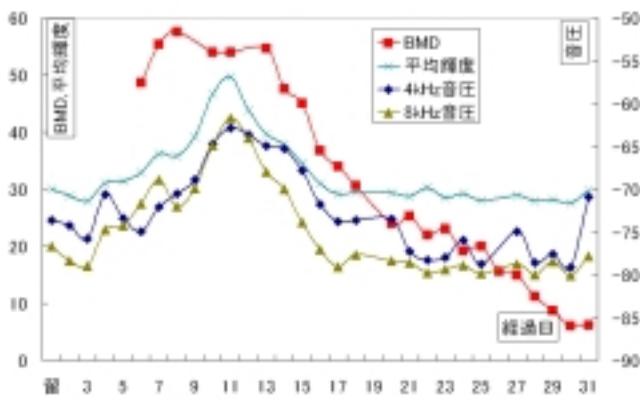


図8 抽出した特微量と化学分析値の比較

BMDの変化と、4kHz、8kHzの音圧レベルの変化が相似であることがわかる。

3.5. 相関係数

周波数分析した各周波数の音圧レベルと、BMDの相関を求めた。結果を図9に示す。

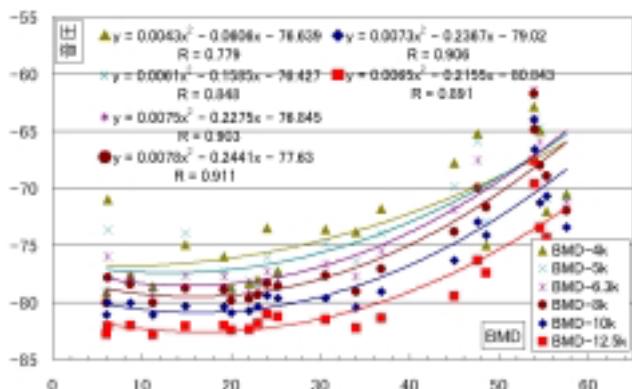


図9 各周波数における音圧とBMDの相関

相関係数を求めたところ、4kHz～12.5kHzの周波数範囲で0.779～0.911の強い2次曲線相関が得られた。

4. 結言

清酒もろみの発酵時に発生する音が、醸造時の分析データとして、発酵状態の判定に利用可能かどうか検討した。

会津若松技術支援センターでの試験醸造の際に、清酒もろみ発酵音の収音を行い、1/3オクターブ周波数分析及びスペクトログラム分析をした結果、4kHz～12.5kHzの音圧レベルが発酵過程にとともに変化することがわかった。音圧レベルの変化と化学分析データに相関がないか調べたところ、BMDと4kHz～12.5kHzの音圧レベルの変化に相似が見られた。いずれの周波数も0.779～0.911の相関係数が得られた。

以上のことから、BMDと4kHz～12.5kHzの音に相関がみられ、音響パラメータを発酵状態の判断項目のひとつとして利用できる可能性のあることがわかった。

今後は、BMDの他に音響パラメータと相関がある化学分析データがないか、さらに調査するとともに、酒造メーカーの醸造現場等でも収音し、周囲環境の違いや発酵過程の違いによるデータの蓄積をはかる。あわせて、安価な収音・解析システムの検討を行う。

参考文献

- 1)財団法人 日本醸造協会：増補改訂 最新醸造講本
- 2)財団法人 日本醸造協会：酒造教本 東京国税局鑑定指導室編
- 3)<http://www5.ocn.ne.jp/~wakaba/index.html>：“酒造用語集”

歯科材料粉体の開発

Preparation of α -TCP powder used as dental material

材料技術部 加藤和裕 関根義孝

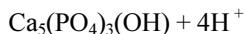
奥羽大学で検討している虫歯予防処置法の開発に関して、材料合成の面でハイテクプラザが関与できるか調査した。その結果、小窓裂溝のサイズに対し、十分小さな α -TCP 粉体が作製できること、その特性は合成条件に依存することがわかった。このことから本課題は研究として実施可能であり、また研究要素もあると判断される。平成 16 年度以降は、奥羽大学と共同し研究を進める予定である。

Key words: 小窓裂溝、う蝕、メカノケミカル、 α -TCP、ハイドロキシアパタイト

1. 緒言

ヒトの奥歯の噛み合わせ面には、小窓裂溝（しょうかれこう）と呼ばれる内径が約数十μm の溝が存在し、う蝕（虫歯）の好発部位となることが古くから知られている。現在、虫歯予防のため小窓裂溝をレジンで塞ぐ処置がとられているが、レジンを歯に接着させるために歯のエッティングが必要であること、処置後もレジンが脱落し易く、長期間の効果が期待できないことが問題となっている。

一方、口腔内では（1）式のように歯の無機成分であるハイドロキシアパタイト（以下 HAp） $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ が酸によって唾液に溶解する脱灰と、その逆過程である再石灰化が起きており、脱灰が優勢であれば虫歯が進行する。逆に再石灰化が優勢であれば、HAp が析出するが、この量はわずかでごく初期の虫歯を修復する程度である。



脱灰



←

再石灰化

奥羽大学の宮澤らは α -リン酸三カルシウム（以下 α -TCP） $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 粉体を小窓裂溝に充填して再石灰化を促進、HAp で裂溝を塞ぐことを検討している。

TCP は生体用セラミックスとして有用な材料である。特に高温相の α -TCP の溶解度は HAp のそれよりも大きいため、唾液中のカルシウムイオン濃度、リン酸水素イオン濃度を高め、再石灰化を促進、歯と強固に結合した HAp を生成すると予測される。さらに α -TCP は水和反応により HAp に変化することが知られており、この点からも裂溝を HAp で塞ぐのに適していると考えられる。

本研究ではこの新奇な虫歯予防技術の開発に関して、材料合成の面でハイテクプラザが関与できるか調査した。

2. 実験

2. 1. α -TCP の合成

TCP の合成には、乾式法、湿式法、メカノケミカル法が報告されている²⁾。これらはいずれも β -TCP に関するものであるが、焼成温度を高く設定することで、 α -TCP 合成にも適用可能と考えられる。各手法を検討した結果、メカノケミカル法が pH、反応温度等を管理する必要がない点、焼成時間が短い点が他の手法に比べ有利と判断し、鳥山らの方法²⁾に準じて α -TCP を合成した。

200cm³ の H₂O に CaHPO₄·2H₂O と CaCO₃ をモル比が 2 : 1 となるように加えて出発スラリーを調製した。出発スラリーの固形物重量百分率は 10 および 30%とした。出発スラリーと 500 g のジルコニアボール（径 10mm）を内径 75mm、高さ 110mm のポリエチレン製円筒容器に入れ、ポットミル回転台上 50rpm で回転させ、24 時間室温で粉碎、反応させた。反応後、スラリーを 80°C で乾燥しさらに 1200°C で焼成した。焼成粉末 10 g を 100cm³ の C₂H₅OH 中で、上と同様の条件で 1~3 日間粉碎した。粉碎後のスラリーは 80°C で乾燥し粉体を得た。粉体の結晶相は粉末 X 線回折法で、粒径は走査型電子顕微鏡観察で調べた。またはスラリーの一部は乾燥せず、そのまま動的光散乱法で粒度分布を測定した。

2. 2. 水和特性評価

上の操作で得られた粉末 1g に H₂O を 15cm³ 加えて十分攪拌後、数日間静置した。所定時間経過後粉体をろ過、回収して 80°C で乾燥し、X 線回折測定をした。また比較のため市販 α -TCP（太平化学産業（株）製）も同様に粉碎し、水和挙動を調べた。

3. 結果

3. 1. α -TCP の合成

メカノケミカル反応後 1200°Cで焼成して得られた粉体は X 線回折法で α -TCP と確認された。これを 2 日間粉碎したときの代表的な電子顕微鏡写真を図 1 に、粒度分布測定結果を図 2 に示す。いずれの結果からも粒径が数百 nm のサブミクロン粉体であることがわかった。

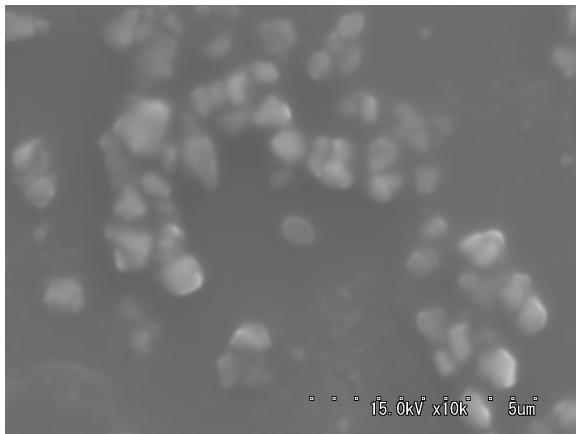


図 1 電子顕微鏡観察結果

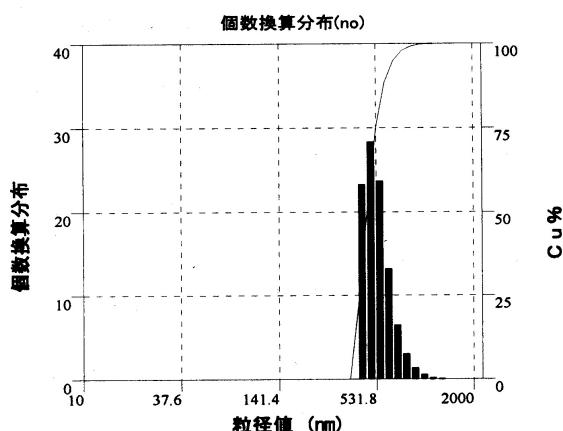


図 2 粒度分布測定結果

3. 2. 水和特性

α -TCP を水に浸漬後、X 線回折分析で一部の試料で HA_p の生成が確認できた。そこで X 線回折ピークの強度から出発スラリー濃度、粉碎時間が水和挙動に及ぼす影響を調べた。また合成した α -TCP と市販 α -TCP の粉碎品との差も調べ、表 1 の傾向が認められた。

表 1 α -TCP 水和速度に対する合成条件の影響

	水和速度		
	大	↔	小
合成条件	出発スラリー濃度 小	出発スラリー濃度 大	
	粉碎時間 長	粉碎時間 短	
	合成 α -TCP	市販 α -TCP	

4. 考察

本研究により、ポットミル粉碎で α -TCP のサブミクロン粉体を作製できることがわかった。小窓裂溝は内径が数十 μ m であり、充填可能な大きさであると考えられる。

また α -TCP の特性が合成条件に依存することがわかった。今後、今回検討しなかった合成条件も含め、特性との関係を詳細に検討する必要がある。

5. 結言

小窓裂溝を塞ぎ、虫歯を予防する目的に使用する粉体の合成の研究が可能かを検討した。その結果、小窓裂溝のサイズに対し、十分小さな粉体が作製できること、その粉体の特性は合成条件に依存することがわかった。しかしながら粉碎条件も最適化されておらず、粉体特性と合成条件の関係も把握が不十分である。

このため平成 16 年度以降は、奥羽大学と共同し研究を進めこれらの課題に取り組む予定である。

参考文献

- 1) 中平 敦ら：“ α -TCP の加水分解によるハイドロキシアパタイトの生成”， *J. Ceram. Soc. Japan*, Vol.107, pp.89-91(1999).
- 2) 鳥山 素弘ら：“湿式粉碎法を用いた β -リン酸三カルシウムの合成”， *薬業協会誌*, Vol.94, pp.1004-1008(1986).

産業工芸分野におけるユニバーサルデザインの研究

－木製漆塗りスプーンの開発－

Research of the universal design in an industrial craftwork field.

-Development of a wooden japan spoon.-

会津若松技術支援センター

出羽 重遠 福田 寿寛

ユニバーサルデザインによる製品開発で最も重要である使用者の評価について、聴き取り調査に重点をおいて、様々な形状サンプルや試作品を対象に評価を行いました。調査は社会福祉法人会津長寿園にて複数回行い、そこから得られたデータを基に「やわらかな生活(=ユニバーサルデザイン)」に根ざした製品の開発プロセスの調査確認ができました。

Key words : ユニバーサルデザイン、スプーン、木製、漆塗り

1. 緒言

平成15年度公募型ものづくり短期研究開発事業採択外課題「木製漆塗りスプーン等食卓小物の製造法およびデザインの開発」の製造技術やデザインについて技術支援を行い、木製漆塗りスプーンの基本的製造方法の確立を行いました。しかし、商品化を前に、試作したスプーンが本当に使い易いのか検討の必要性があり、ユーザーによる評価検討等のアプローチを試みました。

本報告では、木製漆塗りスプーンの製品開発をとおして、ユニバーサルデザインによる製品開発技術・手法の研究蓄積を図り、木製漆塗りスプーンの商品化を実施したことについて報告いたします。

2. 研究内容

2.1 スプーン形状要素についての検討確認

当初製作の試作品(図1)は、従来木製品と比べ、持ちやすく口触りがよく、金属スプーンに比べ、軽く温もりがあり、使い易いと評価が得られましたが、本当に使いいかどうかは不明確でした。そこで、実際に図2のスプーン柄の形状サンプルによって持ち易いスプーン形状の評価を進めることにしました。

評価対象者選定についてはスプーンの利用が多いと思われる高齢者、軽度の障害者や子供等の中から本調査では高齢女性(軽度障害者含)を中心に定め、社会福祉法人会津長寿園の入所者5名と介護員1名で基礎評価を行いました。



図1 試作スプーン



図2 各種柄のサンプル

2.2 スプーン形状作製

2.1で評価が高かった基本形状サンプル6種類と聴き取り調査の結果を基にスプーンを試作しました。スプーンは手作り木製や3DCAD／CGによる紙積層造形機で通常使用タイプ8種類(図3)、介護者使用タイプ3種類(図4)、軽度障害者使用タイプ3種類(図5)について作製しました。



図3 通常使用タイプ(番号1～8)



図4 介護者使用タイプ(番号11～13)



図5 軽度障害者使用タイプ(番号21～23)

2.3 評価検証、デザイン確認

評価検証方法として、指の位置関係と動きを測定するデータグローブ(会津大学)を着けて、図3、図4、図5のスプーン全てについて評価を行いました。その結果、評価の善し悪しの傾向が見られず、検討の上、データグローブ自体を装着することによって使い勝手に影響が出ているとの結論が出ました。

新たな評価検証方法では、データグローブ無しで、自由に選択したスプーンを実際に手にし(図6)、その保持している指先の位置のスプーン寸法W1、D1(幅と厚み)と保持位置からスプーン柄



図6 評価検証風景

の後端を支える位置までの長さL(図7)を計測しました。また評価検証には前回までの高齢者5人に20~30代女性4人をプラスし9人の評価を得ました。

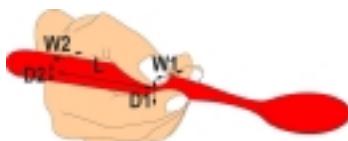


図7 保持部位測定位置

スプーンの種類	通常								介護者			軽度障害者		
	1	2	3	4	5	6	7	8	11	12	13	21	22	23
	A													
B	●													
C	●	●	●	●										
D	●	●	●	●										
E														
F	●	●	●	●										
G														
H	●													
I	●	●	●											

表1 使用感評価比較表

その結果、番号2、3、7、22の4種類が評価が高く(表1)、番号2、3が含まれる通常使用タイプ1番から6番のW1、D1の平均値(最大値と最小値を除く平均)は以下のとおりです。

$$\begin{array}{ll} W1 \rightarrow 8.4366 \div 8.44 \text{ mm} \\ D1 \rightarrow 6.0425 \div 6.04 \text{ mm} \end{array}$$

特に評価の高かった3番(9人中5人選択)と2番(同4人選択)の保持位置は、サジ部付け根からおおよそ50mmの位置(図8緑色部)を保持する傾向があり、保持長さLは個人差はあるが70mmあれば十分であることも解りました。

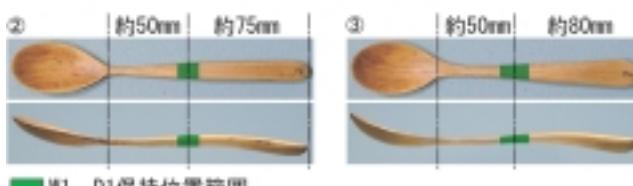


図8 保持部の位置関係

2.4 スプーンの設計、作製

商品化へ向けて2.3で評価が高かった番号2、3のサンプルを原型にしたNC加工機用の形状図面(図9)を設計しました。

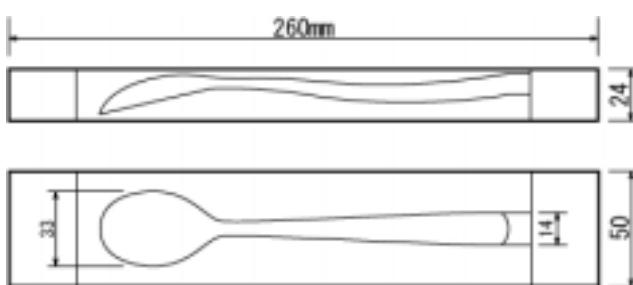


図9 最終形状図面

NC加工機による機械加工では朴材(幅50mm×長さ260mm×厚み24mm)から3種類の刃物を使い、5工程を経て最終手加工直前の状態(図10)まで加工を行っています。NC加工機による機械加工後、木地師(木工職人)による仕上げ工程(図11)を行います。安定した製品化を行う為スプーン形状のガイド(図12)に合わせて最終調整します。さらに、漆による塗装工程(拭き漆)を行い商品化されるスプーン(図13)が完成します。



図10 機械加工状態



図11 仕上げ工程



図12 調整用ガイド



図13 完成スプーン

3. 結言

ユニバーサルデザインによる製品開発技術・手法の研究蓄積が図られると同時に、大変使い易い通常タイプの木製漆塗りスプーンの商品化ができました。

また、研究を行い浮かび上がった課題として、評価検証における測定環境、調査・測定の方法や被測定者の適性・適応力等によって調査結果の精度が変わる点で、これらの条件を整えることが最も重要なと考えます。今回行った開発手法は、他の各種アイテムのユニバーサルデザインによる開発プロセスでも有効であると考えられますが、アイテムと人との関係が全く同じではないので、得られたデータの共通性はあまりないと考えます。

今後、通常タイプのスプーンと共に、軽障害者用や介護者用のスプーンの商品化についても進める予定です。さらに、衛生面でも他の素材や塗料より優れた漆塗りを含めたスプーンや食器の開発、展開を進める予定です。

最後に、本研究にご協力いただきました社会福祉法人会津長寿園、(株)白木屋漆器店高瀬淳氏、細工処こばやし小林重信氏、会津大学上田穰先生及び研究室の皆様に厚く御礼申し上げます。

事例研究

在宅介護用昇降ベッドの開発

—背上げ・足上げ機構部の開発—

Development of elevating bed for home care

-Development of back and leg adjustments-

生産技術部 角田稔・斎藤俊郎・工藤弘行・安齋弘樹

現在、様々な介護用品が販売され、ベッドにおいても同様である。本研究においては、既存のベッドに追加設置できる背上げ・足上げ装置の試作を行いました。

その結果、従来の3モータ介護ベッドと同程度の背上げ角度最大75度、足上げ角度最大30度の傾斜角度を持ちながら、設置厚さ10mm程度と非常に薄い装置の試作を行いました。これにより、被介護者の状態に合わせて、必要な機能を追加、削除できるようになります。

Key words: 背上げ機構、足上げ機構、制御機構

1. 緒言

現在、在宅介護の増加に伴い、様々な介護用品が販売されています。介護ベッドも各メーカーより数多く販売されています。しかしながらこれらは、ベッドの昇降・背上げ・足上げの機能を購入時に選択することはできますが、被介護者の介護度の変化に合わせて、機能を後から追加したり、削除することができません。これにより、買い替えを敬遠して要介護度の低いうちからフルスペックの介護ベッドを使用することが多くなり、介護保険費用の増大や被介護者の自立の阻害を招いています。

そこで本研究では、昨年度試作したベッドと同様にエアを駆動源として、既存のベッドに追加設置出来るような背上げ・足上げ装置の研究を行いました。この装置は、背上げ・足上げが一体になっているのではなく、一方のみでも設置が可能、つまり使用者の状態に合わせて組み合わせて設置できる機構としました。目標スペックとして、設置厚さが10mm程度、背上げ・足上げ角度がそれぞれ最大75度・30度まで傾斜することとしました。

2. 機構部の開発

2. 1. 研究内容

開発する背上げ・足上げ機構は、設置厚さを薄くするためにエアを駆動源とすることにしました。設置厚さを薄くすることにより、既存のベッドに設置してもベット面高さをほとんど変えることがなく、今までどおりの就寝環境が維持できる背上げ・足上げ機構の開発を目指しました。

2. 2. システム構成

エアを駆動源としてエアバッグを膨張・収縮させる

ことにより、背上げ・足上げ機構を昇降させます。図1にその基本構成を示します。

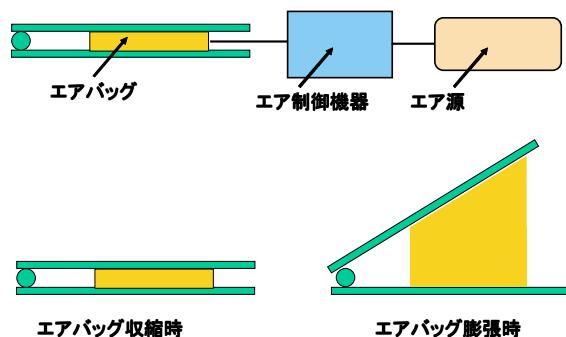


図1 背上げ・足上げ機構の基本構成

2. 3. 背上げ・足上げ機構の課題

背上げ・足上げ機構を試作するにあたっての課題は、以下のとおりです。

1) 制御機構

背上げ・足上げ機構を単独で設置可能にするため、それぞれに制御機構が必要となります。

2) 被介護者への配慮

被介護者が背上げ時に腹部に圧迫感を感じないような配慮が必要となります。

3) 足上げ機構の排気方法

足上げ機構は重量が軽いため、自然排気を行うと時間がかかります。ポンプによる排気を行うとコスト増になってしまうため、その他の方法で排気をスムーズに行う機構が必要になります。

2. 4. 制御機構について

背上げ・足上げ機構は使用状況により、背上げ・足上げの一方のみを設置する可能性があります。そのためそれにエア制御機器、エア源が必要となってきます。そこで、各々に吸気ポンプ、排気バルブ及び

制御基板を内蔵した制御ボックスを設けました。これにより、背上げ・足上げを単独でも設置、動作させることができます。ベッド・背上げ・足上げと3つを設置した場合にはリモコンが3つ必要になり、操作が面倒になります。そのため、複数の機構と組み合わせる場合には、制御ボックス間をケーブルで接続することで1つのリモコンで制御できる装置としました。この制御ボックスの外観図を図2に、制御ボックス間をケーブル接続した状態を図3に、各々のサイズを表1に示します。

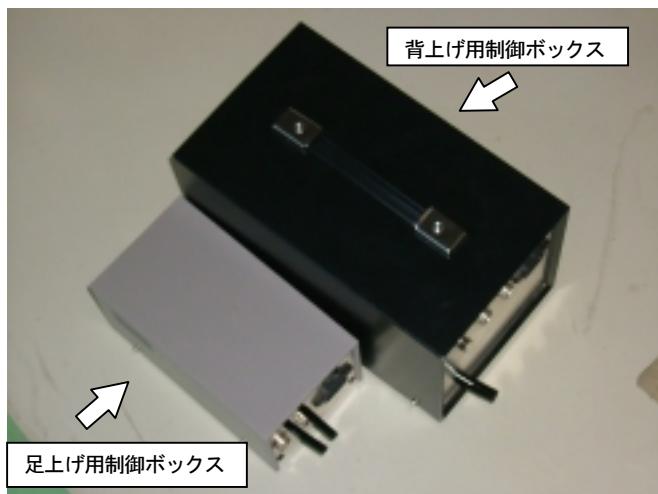


図2 制御ボックス外観図

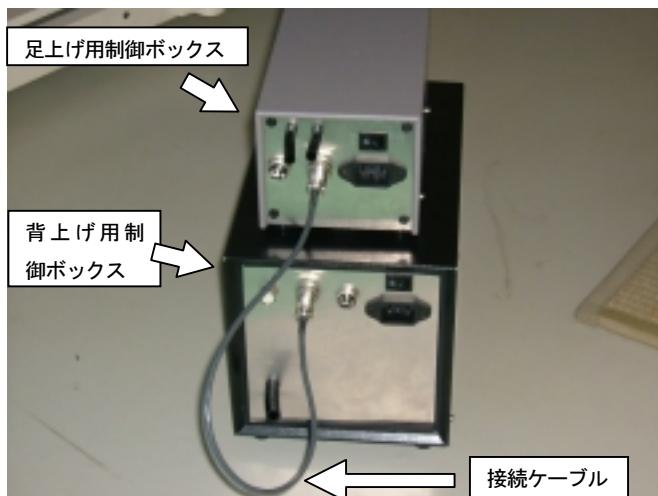


図3 ボックス間の接続時

表1 制御ボックスのサイズ

	W(mm)	H(mm)	D(mm)	重量(kg)
背上げ機構	175	187	300	6.7
足上げ機構	120	110	220	2.2

2. 5. 被介護者への配慮について

介護ベッド使用時において背上げを行う場合、体のずれ落ち等を防ぐ為に、足上げを行ってから背上げを行います。しかし、足を上げたまま背上げを行うと腹部が圧迫され、被介護者が苦痛を感じる場合があります。そこで、この装置においては背上げ角度が45度に達した時点を感じし、それ以上背上げを上昇させると自動的に足上げが下がる機構としました。この仕組みを図4に示します。

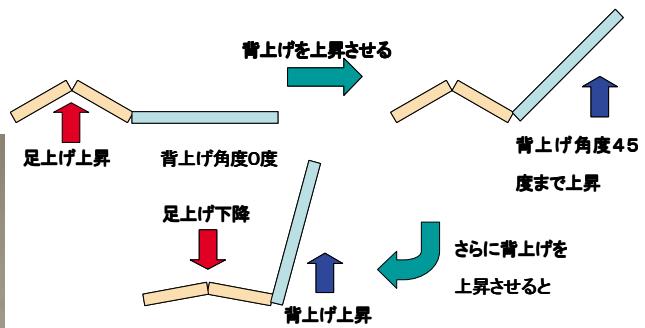


図4 足上げの自動下降機構

2. 6. 足上げ機構の排気方法の検討について

最後に、背上げ・足上げ機構の排気方法ですが、背上げ機構については、本体の重量が重いため、自重による自然排気が可能です。しかし、足上げ機構においては自然排気で空気を抜こうとすると重量が軽いため、完全に空気を抜くのに数分間かかりてしまいます。そのため、空気を強制的に抜く必要があります。

排気方法としては、ポンプを用いる方法、もう1つが外部から力を加える方法があります。前者は、電磁弁等の制御機構が複雑化、コスト増という問題があり、今回は後者の方法を用いました。

与える力がエアバックの収縮に効率よく作用する部分としては足上げ端部がありますが、図5に示すようにこの部分の間隔は、足上げ下降時は約10mm、足上げ上昇時は約150mm程度となり、大きく変化しますので、力を作用させる部品としては大きな伸びが必要になります。そのため大きな伸びが得られ、かつ設置厚さも薄くできる布ゴムを用いました。

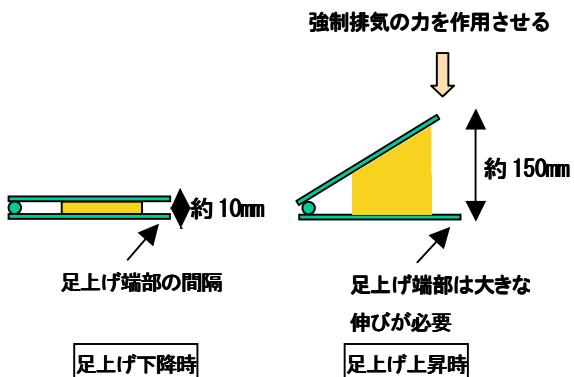


図5 足上げ端部間隔の変化

布ゴムの配置を図6に示します。布ゴムを足上げ装置の外周部に回すことにより、布ゴムの自然長に対する伸びの割合ができるだけ小さくしました。これにより足上げ端部間隔10mmから150mmに渡り布ゴムによる力を十分かつ均等に作用させることができ、排気の問題をクリアすることができました。

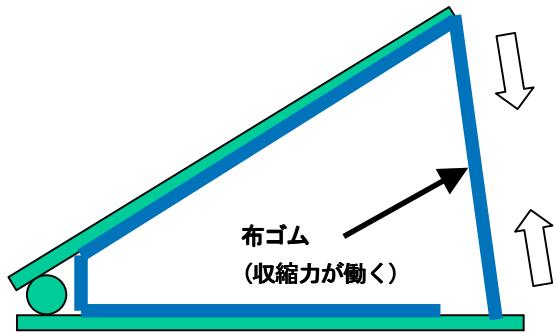


図6 布ゴムの配置



図8 背上げ機構が上がった状態

3. 試作結果

3. 1. 背上げ機構

試作した背上げ機構を図7及び図8に示します。特徴としましては、以下の項目があげられます。

- ・構造材としては、SS400の角パイプを用いることで強度を確保。
- ・使用しているエアバッグは、折りたたみ性の良いジャバラ型を使用。
- ・背上げ角度は、0～75度。
- ・設置面積は1m×1m、重量は約16kg。
- ・設置厚さは、14mm。
- ・上昇時間90秒、下降時間70秒（1名使用時）。



図7 背上げ機構が下がった状態

3. 2. 足上げ機構

試作した足上げ機構を図9及び図10に示します。特徴としましては、以下の項目があげられます。

- ・材質としては、SS400の板を使用。
- ・使用しているエアバッグは、ジャバラ型を使用。
- ・足上げ角度は、0～30度。
- ・設置面積は、0.6m×0.3mであり、重量は約5kg。
- ・下降時に布ゴムを用いて、排気を実施。
- ・設置箇所を使用者の体型に合わせて移動可能。
- ・設置厚さは、14mm。
- ・上昇時間30秒、下降時間60秒（1名使用時）。



図9 足上げ機構が下がった状態

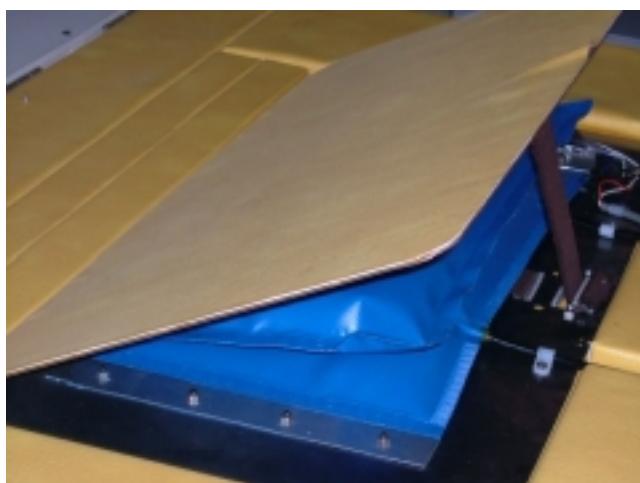


図10 足上げ機構が上がった状態

3. 3. 試作したベッドに設置

試作した背上げ・足上げ機構を昨年度試作した昇降ベッドに設置しました。これを図11及び図12に示します。



図11 背上げ・足上げが下がった状態



図12 背上げ・足上げが上がった状態

4. 結言

目標としました背上げ角度75度、足上げ角度30度及び10mm程度の設置厚さを達成しました。これにより既存のベッドに設置しても高さがほとんど変わらないため、今までどおりの就寝環境が維持できる装置を試作することができました。さらに、足を上げたまま背上げをすると腹部が圧迫され、被介護者が苦痛を感じる場合がありますので、この装置では背上げ角度が45度に達した時点で自動的に足上げが下がる機構としました。

また、この機構は設置厚さが薄いので、背上げ・足上げ装置以外にも椅子等に設置することにより、立ち上がり補助としての利用も可能となりました。

研修報告書（6ヵ月）

公開鍵を用いたセキュアな XML データベースの有効性と性能

Effectiveness and performance of a secure XML database management system using a Public-key cryptography

応用技術部 太田 悟
会津大学 林 隆史

本稿では、公開鍵暗号方式を利用してデータベースに本人確認や改ざん検出といった機能を提供するPKI対応データベースを提案する。このデータベースを実現するため、XMLセキュリティやネイティブXMLデータベースといった技術に着目し、これらを融合することでデータベースにおけるPKI技術の有効性について検討を行った。また評価システムを試作し、XML文書に対する署名・暗号化処理の処理時間の測定を行った。

Key words: PKI, データベース, XMLセキュリティ, ネイティブXMLデータベース, 公開鍵暗号

1. 緒言

企業間連携やEDI、アプリケーション統合など、情報システムの多くの領域でXML¹⁾の導入が本格化してきている。またこの流れに乗ってXMLデータベースの利用も増えてきた。その一方、セキュリティに対する関心は依然として高く、ネットワーク環境に限らず、XMLに対するセキュリティ技術、またデータベースに対するセキュリティ技術にも注目が集まっている。そのセキュリティ分野で最も注目すべき技術と言えば、やはりPKI²⁾であろう。PKIはネットワーク分野に本人認証・完全性・否認防止といった新しい仕組みと機能を与え、多くのシステムで導入してきた。この強力なセキュリティ基盤をネットワーク分野に限らず適用することで、新しい分野でもPKIのメリットを得ることができる。データベースの分野も例外ではない。データベースとPKIを組み合わせることにより、新たなセキュリティ機能をデータベースに付与できると考えられるが、これらを組み合わせて扱う技術や、その有効性についての検討はまだ十分ではない。

そこで本研究では、公開鍵暗号方式を利用してデータベースに上記機能を実装したPKI対応データベースを提案する。データを登録した本人を確認し、また第三者による改ざん検出を可能とするデータベースを構築、その有効性を確認することを目的とした。実際にこのシステムを実現するにあたっては、近年様々な分野での利用が進んでいるXMLに着目した。中でもXML文書に対して署名・暗号化処理を行うXMLセキュリティ^{3) 4)}と、XML文書を直接扱うことができるネイティブXMLデータベース⁵⁾を用いてシステムを構築する。本研究報告でも、はじめにPKI対応データベースの有効性や実現方法について述べる。次にXML文書に対して署名・暗号化機能を提供するXMLセキュリティや、XML文書を直接扱うことが可能であるネイティブXMLデータベースについて、概要やその

特徴などについて解説する。最後に本研究で試作したアプリケーションについて簡単に紹介し、その評価結果と今後の課題についても報告する。

2. PKI 対応データベース

コンピュータネットワークの分野では、SSL/TLS、VPN、S/MIMEなど多くのプロトコルやデバイスで、PKIの技術が導入されており、今やなくてはならない技術となっている。しかしながら、一方、データベースの分野に目を向けると、このPKI技術に踏み込んだ製品はまだ出ていない。現状のデータベース・セキュリティといえば、従来からあるアクセス制御機能とデータを暗号化する暗号化機能程度である。PKIを利用することでデータベースにおいても強力なセキュリティ機能を与えることが可能となる。ここでは、PKI技術をデータベースに適用したPKI対応データベースについて提案し、その有効性について検討する。

2. 1. PKI の基本機能

PKI (Public Key Infrastructure) は公開鍵暗号方式を利用したセキュリティ技術全般のことをあらわし、あらゆるシステムに対して強力なセキュリティ機能を提供する。現在は主にネットワークの分野での利用が主流であるが、この分野に限らずPKIを導入することにより、一般的には次のような効果が得ができる。

本人認証： データの作成者が間違いなく本人であることを保証する。これにより第三者によるなりすましを防ぐことが可能となる。

完全性： データが作成された時点からそのデータを受け取って閲覧するまで、第三者により改変されていないことを保証する。

秘匿性： 作成されたデータが第三者によって読み取られたり、漏えいしたりすることがないことを保証する。

否認防止： データの作成者が作成したデータ内容に関して否定または否認することを防ぐ。

PKI を利用することで、コンピュータシステム上で起こりうる様々なリスクを回避できるため、現在、多くのシステムで導入が進められ、急速な広がりを見せている。

2. 2. データベースにおける PKI 技術

ここでは PKI の最も特徴的な機能である署名技術を、現在最も普及しているリレーショナルデータベース（以下 RDB）に適用する場合について考察する。PKI の署名技術をデータベースに適用することで、データベースにも本人認証、完全性、否認防止といった機能を提供できる。

通常、署名機能を持たない DBMS では、WEB アプリケーション等のシステムを介してデータの作成が行われ、その時点での整合性を保った状態でデータが登録される。しかしこのようなシステムでは、DBMS を直接狙った改変操作等には非常に弱い。いったん不正アクセスを許してしまうと、日付・金額データなどを容易に改ざんされる可能性があり、データの完全性を確認する手段がまったく失われてしまう。そこでデータ作成や更新の時点で、登録者の秘密鍵を利用して署名を行うこととする。これにより、いつ・誰が・どのようなデータを入力したという事実を保証できる。企業の会計システムであれば、取引や支払業務の経過を信頼できる形で証明できることにもつながると考えられる。

実際に PKI の署名技術を RDB に適用する場合、レコードに対する署名、テーブルに対する署名、データベースに対する署名の 3 つの実装が考えられる。以下、これら 3 つの署名について解説する。

2. 2. 1. レコード署名

一般的にレコードデータには、データの作成者や作成日時といった基本データと、業務目的に沿った業務データが格納される場合が多い。レコード署名では、データベースのレコードに対して署名を行い、これらのデータの完全性を保証する。

処理手順は PKI を利用した他のアプリケーション同様、おおむね次のとおりとなる（図 1）。レコードのデータ部分を取り出し、各データを統一して扱える形式に変換、そのデータに対してダイジェストを作成す

る。そのダイジェスト値に対して、データ登録者の秘密鍵を使って署名処理を行い、署名値を算出する。これらの結果を、データベース全体でレコードを一意に識別できる情報（ここでは ROWID とした）とともに、署名情報管理テーブルに格納する。署名検証時は、ROWID をもとに管理テーブルを検索し、署名情報を取得する。元データに対して同様の署名値算出処理を行い、署名情報のダイジェスト値、および署名値と比較することで、改ざんを検出することが可能となる。

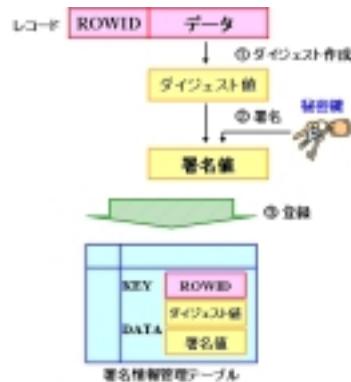


図 1. レコード署名

2. 2. 2. テーブル署名

次にテーブルレベルでのデータやレコードの完全性を保証するテーブル署名が考えられる。レコード署名により全レコードの完全性が保証されるが、このテーブル署名によりさらに信頼の高いデータとができる。またレコード署名では検出できなかった、レコードの追加や削除といった不正操作の検出にも有効である。テーブル署名を行った後であれば、第三者によるレコードの改ざんだけではなく、作成や削除といった操作があっても、署名検証処理により発見することが可能となる。レコード署名時に作成した署名情報管理テーブルを使用してテーブル署名を行うことで、データ量も軽減でき効率よい処理が行える。この場合は、レコード署名の結果であるダイジェスト値とハッシュ値を署名処理の対象とするが、結果的にテーブル内の全データの完全性を保証することになる。ただし不正登録・削除による操作では署名情報管理テーブル自体が更新されないため、件数情報を含めた形での署名処理が必要になると考えられる。

署名・署名検証手順はレコード署名とほぼ同じである（図 2）。テーブル署名の場合は、対象テーブルのレコード全体、もしくはレコード署名で作成した署名情報管理テーブルの対象レコードに対し、ダイジェスト値と署名値の算出をおこなう。テーブルを一意に識別する情報としてはテーブル ID 等を用いるとよい。

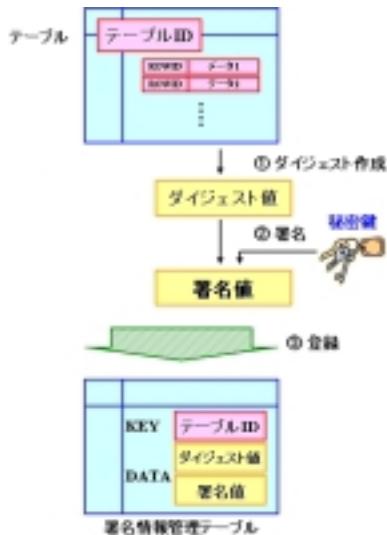


図2. テーブル署名

2. 2. 3. データベース署名

最後に、データベース全体の完全性を保証するデータベース署名が考えられる。このデータベース署名では、第三者によるテーブルの不正更新や登録・削除などを検出できる。またDBMSではテーブルの他にも、インデックスやシーケンス、プロシージャといった様々なオブジェクトを同時に扱うことも多いため、それらも含めて署名処理を行うことも有効と考える。こうすることで、データベース内に存在するあらゆるオブジェクトに対しての完全性が保証され、データベース全体の整合性を保つことが可能となる。

署名・署名検証手順やその注意点はレコード署名やテーブル署名と変わらない(図3)。データベースを一意に識別する情報としては、製品ごとに異なるが、DB名、スキーマ名、ログインユーザ名といった情報を用いるとよい。



図3. データベース署名

上記はRDBを想定した実装方法の説明であったが、本研究で使用したXMLデータベースにおいても、同様の仕組みで実現可能である。レコードに対しての署名処理を、XML文書に対する署名処理に置き換えることで実装を行っている。

3. XMLセキュリティ

XMLセキュリティは、XML文書に対し署名や暗号化といった機能を提供する技術である。XMLに関する技術の多くは、World Wide Web Consortium(以下W3C)⁶⁾やOASISなどの団体から仕様が公開されているが、このXMLセキュリティもW3Cにて策定されたものである。ここではXMLセキュリティの2大要素であるXML署名とXML暗号化について概要を説明し、主要プロダクトを紹介する。

3. 1. XML署名

XML署名は、XML文書に対し、本人証明・完全性・否認防止といった機能を提供する技術である。W3Cからは次の2つの技術文書が勧告として公開されている。

REC: XML-Signature Syntax and Processing

2002年2月公開。XML署名に関する処理規則および構文の仕様が明記している。XML署名によって、XML文書を含めたあらゆるデータの完全性を保証、作成者本人を証明し、かつ否認を防ぐことが可能となる。XML署名技術を実装したアプリケーションも多く存在し、各アプリケーション間の相互接続に関するレポートも用意されている。

REC: Canonical XML

2001年3月公開。XML文書の正規化技術に関する仕様である。XMLの正規化処理により、論理的に等価であるXML文書の表記上のゆらぎを統一することが可能となる。C14Nと略されることが多い。

またXML署名には、その形式により次の3つのタイプが存在する。アプリケーションの機能や用途により、それぞれ使い分けが行われている。

Detached署名

署名対象となるXML文書とは別に署名要素を構築するタイプである。例として、署名対象となる電子ファイルとXML署名ファイルを、それぞれ別ファイルとして独立に管理することができる。アプリケーションの仕様等により、XML文書に対しての変更が全く行えない場合などに適している。署名対象をURLで

指定することができるため、HTML の改ざん検出に応用することも可能である。

Enveloped 署名

署名対象となる XML 文書内に署名要素を含んだタイプである。署名構造が実際の契約文書等の署名形式に対応しているため、感覚的に分かりやすいといった特徴がある。また、1 つの文書に対して複数の署名を行う場合にも適している。

Envloping 署名

署名要素内部に署名対象となる XML 文書を埋め込むタイプであり、Enveloped 型署名とは逆の構造となる。署名対象の XML 文書の形式を崩さずに、署名要素と一緒に管理することができるため、アプリケーションでの扱いが比較的容易であるといった特徴がある。

3. 2. XML 暗号化

XML 暗号化は、XML 文書に対して秘匿性の機能を提供する技術である。暗号化方式には秘密鍵暗号方式や公開鍵暗号方式が使用可能である。XML 暗号化に関しても、W3C から次の仕様が公開されている。

REC: XML Encryption Syntax and Processing

2002 年 10 月公開。XML 暗号化に関する処理規則および構文の仕様が明記してある。XML 暗号化によって、XML 文書を含めたあらゆるデータの秘匿性を確保することが可能となる。さらに、ある特定の要素だけを暗号化する部分暗号化もサポートしている。XML 暗号化を実装したアプリケーションも多く存在し、各アプリケーション間の相互接続に関するレポートも用意されている。

XML 暗号化には、XML 文書中の指定した要素以下を暗号化するエレメント暗号と、指定した要素のコンテンツ以下を暗号化するコンテンツ暗号の 2 つのタイプが存在する。その他、XML 文書の全体・部分暗号化や、暗号化した XML 文書をさらに暗号化する仕様 (Super Encryption と呼ばれる) も存在する。

3. 3. XML セキュリティツール・プロダクト

XML 署名・暗号化を行うツールやプロダクトが各社から提供されている。今回注目した主要ツール・プロダクトとして表 1 に 4 つの製品をあげ、実装機能、使用言語、ライセンス等で比較を行った。この 4 つのツール・プロダクトは、相互接続性といった点でも、他のツール・プロダクトより優れていると感じた。本研究においても、XML 署名に Apache XML-Security⁷⁾ を、XML 暗号化に IBM XSS4J⁸⁾ を使用している。

表 1. 主要ツール・プロダクト

プロダクト	XML Security		言語	その他
	署名	暗号		
Apache XML-Security	○	△	Java C++	フリーライセンス XML暗号化は未実装
XML Security Library	○	○	C++	フリーライセンス
IBM XSS4J	○	○	Java	商用 90日評議院あり
Baltimore Keystore XML	○	○	Java C++	商用 80日評議院あり

4. ネイティブ XML データベース

現在、多くの企業やシステムで導入されているデータベースと言えば、RDB であることに間違いない。しかし近年、XML 技術が注目を浴びるようになってから、XML 文書をそのまま格納し検索処理を行える XML データベースにも注目が集まり始めている。

特にネイティブ XML データベースは、XML 文書のツリー構造をそのままの形式で格納することができるデータベースである。一般的にプログラム内部では、XML 文書は DOM 構造と呼ばれるツリー構造で扱われることが多く、XML 文書に対する要素の追加や変更といった操作も、すべて DOM 構造に対して行われる。ネイティブ XML データベースは、内部でこの DOM 構造を保持することが可能である。ネイティブ XML データベースの検索や更新処理では、XPath や XQuery、XUpdate といったクエリ言語が一般的に用いられており、これらの言語を利用して XML 文書の操作を行っている。またネイティブ XML データベースは、RDB のような厳密なスキーマ定義を持たないため、XML 文書が持つデータ構造の柔軟性を最大限に生かすことができる。データ構造が頻繁に変更されるシステムや、半構造と呼ばれる曖昧なデータ構造を持つシステムにおいて、たいへん有効に機能する。

上記のとおり、ネイティブ XML データベースは、XML 文書をシンプルかつ効果的に処理することができる、XML 技術に特化したデータベースであると言える。最近では商用製品のものも数多くリリースされており、今後、幅広い分野での利用が進むと考えられている。その中でも Apache Xindice⁹⁾ は、Apache Software Foundation の XML プロジェクトにて開発された、Java ベースかつフリーの XML データベースである。XML 文書をそのまま格納・検索できるネイティブ XML データベースに属する。Xindice は、コレクションとドキュメントという極めてシンプルな構成で、XML 文書の管理を行っている。クエリ言語は XPath、および XMLDB:XUpdate をサポートしており、マニュアル操作にてインデックスを作成すること

も可能である。本研究でも DBMS としてこの Xindice を採用した。

5. 試作アプリケーションの紹介

これまでに紹介した XML セキュリティ技術、およびネイティブ XML データベースである Xindice を使って、ナレッジデータベースアプリケーションを試作した。XML セキュリティ技術とネイティブ XML データベースを組み合わせることで、PKI 対応データベースと一部、同等の機能を実現している。以下、試作アプリケーションについて簡単に紹介し、その性能についても報告する。

5. 1. XML セキュリティツール・プロダクト

今回試作したアプリケーションは、ナレッジ情報として、タイトル、日時、登録者、登録内容を持つ Web データベースアプリケーションである。各ナレッジ情報に登録者のデジタル署名を付加することで、登録者の本人性を証明し、かつ閲覧時にデータの改ざんを検出することができる。また登録内容に対して暗号化処理を行い、安全にデータベースに格納することも可能とした。

今回試作したシステムのハードウェア構成、およびソフトウェア構成は次のとおりである。

・ハードウェア構成

CPU: Intel Pentium 4 2.8GHz (Cache 512KB)

メモリ: 512MB (SWAP 1GB)

HD: 80GB (うち約 25GB を Linux で使用)

・ソフトウェア構成

OS: Red Hat Linux 9

Java: Sun J2SDK 1.4.2

JSP/Servlet: Tomcat 4.1.27

XML パーサ: Xerces-J 2.2.1

XSLT プロセッサ: Xalan-J 2.3.1

XML 署名: Apache XML Security 1.0.5D2

XML 暗号: IBM XML Security Suite for Java

(XSS4J) 030127 版

DBMS: Xindice 1.0

5. 2. 試作アプリケーションの性能

暗号化・復号処理や署名・署名検証処理が、アプリケーションの応答時間にどの程度の影響を及ぼすか、実際にこれら処理時間の測定を行った。用意した XML 文書は、データサイズを 300、500、1K、5K、10K バイトとした。測定は、暗号化・署名処理を含む「新規登録」処理と、署名検証・復号処理を含む「詳細表示」処理とに分けて行い、それぞれの処理を 10 回ずつ実

行し、その平均処理時間を算出した。暗号化アルゴリズムには 3-DES を、署名アルゴリズムには DSA with SHA-1 を利用した。「新規登録」処理、「詳細表示」処理とも XML データ 1 件当たりの処理時間である。新規登録処理の結果は図 4 のとおりである。

まず暗号化処理と署名処理の処理時間を比較した。グラフでは若干分かりづらいが、データサイズが小さいうちは、署名処理に時間がかかるが、データサイズが大きくなるにつれ、暗号化にかかる処理時間の増加割合が大きく、その差が縮まってきている傾向が見て取れる。処理時間に関しては署名アルゴリズム、暗号化アルゴリズムによる影響も大きいと考えられる。そのため、一概に速いから良い、遅いから悪いとは言えないが、増加の割合は暗号化処理のほうが大きいという結果となった。またデータベースへのアクセス時間のみを測定すると、おおむね 10ms 以下であった。XML 文書に対して暗号化・署名処理を追加した場合、データベースへの登録処理のみと比較すると、20 倍程度の時間がかかることが分かり、あらためて暗号化・署名処理の負荷の大きさを実感するところとなった。しかし、データサイズが 10KB 程度までであれば、1 件当たり 200ms ほどの処理時間で済むため、システムの規模によってはストレスなく動作すると考えられる。

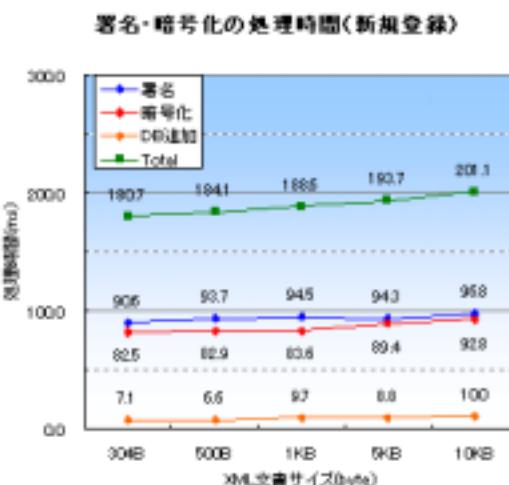


図 4. 署名・暗号化の処理時間

次に詳細表示処理の処理時間について見てみることとする。結果は図 5 のとおりである。こちらもデータサイズが大きくなるにつれ、復号処理のほうに大きな増加傾向が見られるが、署名検証・復号処理ともに数十 ms 程度の処理時間でおさまる結果となった。新規登録処理の暗号化・署名処理に比べると、1/3 から 1/4 程度と少ない時間で処理できる。この程度の処理時間

であれば、多少の同時アクセスを想定した環境であっても、十分に実用に耐えうると考えられる。

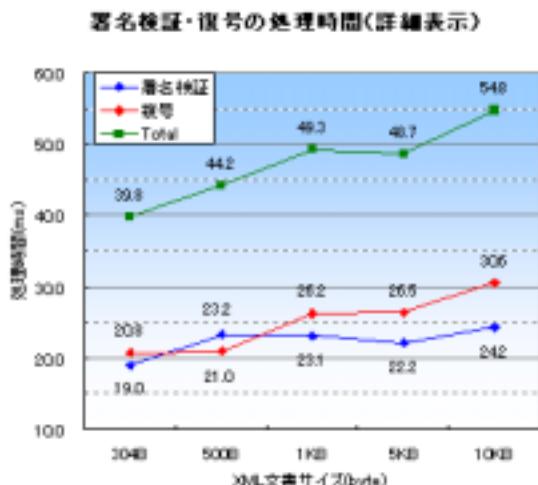


図5. 署名検証・復号の処理時間

このシステムの課題としては署名・暗号化処理後のデータサイズの増大があげられる。XML文書のサイズにもよるが、暗号化時に1Kバイト、署名時に4Kバイト程度の付加情報が必要となるため、データ圧縮等の利用も検討したい。また認証局との連携やICカード等のセキュリティ・デバイスの利用も視野に入れたいと考える。

6. 結言

本研究では、公開鍵暗号方式を利用することで、PKI技術とデータベースを融合したPKI対応データベースについて提案し、その有効性や実装法などの検討を行った。これにより、データを登録した本人の確認が行え、なおかつ第三者による改ざんを検出できるデータベースを実現することができた。このシステムを構築するにあたり、近年多くの分野で導入が進んでいるXML技術に着目した。その中でもXML文書に署名・暗号化といった機能を提供するXMLセキュリティと、XML文書を直接扱うことが可能なネイティブXMLデータベースについて調査を行い、この2つの技術を組み合わせることで実験的にシステムの構築を行った。さらに、これらの技術を利用してサンプルアプリケーションとして、ナレッジデータベースアプリケーションを作成した。署名や暗号化といった処理にかかる時間の測定を行い、またこのシステムが抱える課題についての検討も行った。

本研究ではデータベースに対する新たなセキュリティ機能の実装を提案したが、さらなる検討を重ねるこ

とで実用でも十分に耐えうるシステムにできると感じている。今後も様々な分野へのPKI技術の適用可能性を検討していきたいと考える。

参考文献

- 1) 高橋麻奈：図解でわかるXMLのすべて，日本実業出版社，2000.
- 2) 小松文子：PKIハンドブック，ソフトウェア・リサーチ・センター，2001.
- 3) タラク・モジ：“XMLセキュリティの基礎”，Java World 2003年5月号，pp.130-139，May 2003.
- 4) 丸山宏：XMLとJavaによるWebアプリケーション開発 第2版，ピアソン・エデュケーション，2002.
- 5) 西村めぐみ：すっきりわかるXML，日本実業出版社，2003.
- 6) World Wide Web Consortium (W3C)
<http://www.w3.org/>
- 7) Apache XML Security
<http://xml.apache.org/security/>
- 8) IBM XML Security Suite for Java (XSS4J)
http://www.alphaworks.ibm.com/tech/xmlsecurity_suite
- 9) Apache Xindice
<http://xml.apache.org/xindice/>

福島県ハイテクプラザ試験研究報告

平成15年度(2003年度)

平成16年7月発行

発行

福島県ハイテクプラザ

〒963-0215 郡山市待池台1丁目12番地
代 表 024-959-1741
企画管理グループ 024-959-1736
連携支援グループ 024-959-1741
材料技術グループ 024-959-1737
プロセス技術グループ 024-959-1738
システム技術グループ 024-959-1739
Facsimile 024-959-1761

福島県ハイテクプラザ福島技術支援センター

〒960-2154 福島市佐倉下字附ノ川1-3
代 表 024-593-1121
繊維・材料グループ 024-593-1122
Facsimile 024-593-1125

福島県ハイテクプラザ会津若松技術支援センター

〒965-0006 会津若松市一箕町大字鶴賀字下柳原88-1
代 表 0242-39-2100
食品技術グループ 0242-39-2976・2977
産業工芸グループ 0242-39-2978
Facsimile 0242-39-0335

福島県ハイテクプラザいわき技術支援センター

〒972-8312 いわき市常磐下船尾町字杭出作23-32
材 料 グ ル ー プ 0246-44-1475(代表)
Facsimile 0246-43-6958

編集

福島県ハイテクプラザ 企画管理グループ

URL <http://www.fukushima-iri.go.jp>

E-Mail info@fukushima-iri.go.jp

◆この報告書は再生紙100%を使用しています。