

ISSN 0919-6676  
CODEN: SFHPFE

# 試験研究報告

平成26年度

福島県 **ハイテクプラザ**  
FUKUSHIMA TECHNOLOGY CENTRE

# 平成26年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告

## 目 次

### ○企業支援業務

#### 福島の未来を担う開発型企業育成支援事業

- 1 アルミ鋳造製品における熱処理条件の最適化…………… 1  
技術開発部 工業材料科 工藤弘行  
技術開発部 プロジェクト研究科 光井啓
- 2 水中における樹脂の摺動特性…………… 6  
技術開発部 プロジェクト研究科 菊地時雄
- 3 タンニン酸と金属イオンを使用した媒染加工技術の構築…………… 9  
福島技術支援センター 繊維・材料科 伊藤哲司  
福島染工株式会社 桜井弾
- 4 メヒカリを原料とした魚醤油の開発…………… 12  
会津若松技術支援センター 醸造・食品科 小野和広 馬淵志奈 中島奈津子  
榎田酒造合資会社 高橋毅
- 5 低アルコール純米酒の新規製造方法の確立…………… 16  
会津若松技術支援センター 醸造・食品科 菊地伸広 中島奈津子 鈴木賢二  
国権酒造株式会社 細井信浩
- 6 薄肉パイプの抜き取り検査用直角度測定法の開発…………… 18  
いわき技術支援センター 機械・材料科 佐藤善久 渡邊孝康  
鶴見鋼管株式会社 蛭田正彦 橋元雄也

### ○技術開発業務

#### 再生可能エネルギー一次世代技術開発事業

- 1 福島県における再生可能エネルギー大量導入に向けた再生可能エネルギー発電観測システムの開発及び解析  
(1) 気象観測装置の開発…………… 20  
技術開発部 プロジェクト研究科 高樋昌  
技術開発部 生産・加工科 太田悟  
国立研究開発法人産業技術総合研究所 福島再生可能エネルギー研究所  
大谷謙仁

#### 産総研連携強化型技術開発事業

- 1 太陽光発電用シリコンウェハの加工技術に関する研究…………… 24  
技術開発部 生産・加工科 小野裕道 安齋弘樹 本田和夫  
NELクリスタル株式会社 清水肇 菅野和也  
株式会社アルテツ 石井正幸  
東成イービー株式会社 笹島登紀雄 鈴木秀 柳下和也  
内藤由紀夫 高島康文 石井裕司  
株式会社東北電子 渋谷達弘 日渡宏亮 大山智章  
学校法人日本大学 工学部 池田正則 水沼義也 渡邊佳祐  
国立研究開発法人産業技術総合研究所 福島再生可能エネルギー研究所  
高遠秀尚 白澤勝彦 福田哲生 鈴木信隆 木田康博

---

## 震災対応技術実用化支援事業

---

- 1 大規模災害に係る有害化学物質の洗浄技術の実用化  
(1) 自動剥離性吸着洗浄剤の開発…………… 2 9  
技術開発部 工業材料科 三瓶義之
- (2) 配管円筒面の高圧洗浄・回収システムの開発…………… 3 3  
技術開発部 生産・加工科 安藤久人 本田和夫  
株式会社茶木エンジニアリング 茶木哲夫 茶木栄次 大河原邦夫  
有限会社品川通信計装サービス 鶴岡郷志 田部慎二 阿部浩治  
本滝一徳 小沼国光  
学校法人日本大学 工学部 遠藤央 柿崎隆夫

---

## ハイテクプラザ研究開発事業

---

- 1 CAEによる電子デバイスの信頼性評価手法の確立(第1報)…………… 3 7  
技術開発部 工業材料科 矢内誠人 鈴木雅千 工藤弘行
- 2 電解作用を用いたバリ取り方法の実用化技術…………… 4 0  
技術開発部 生産・加工科 緑川祐二 小野裕道

---

## 産業廃棄物減量化・再資源化技術支援事業

---

- 1 未利用農産物等の機能性成分を活かした加工技術の開発…………… 4 3  
会津若松技術支援センター 醸造・食品科 佐藤光洋 星保宜  
小野和広 馬淵志奈

---

## 農作業安全アプリ発展事業

---

- 1 簡易型転落・転倒警報装置の開発…………… 4 9  
技術開発部 プロジェクト研究科 高樋昌  
技術開発部 生産・加工科 兼子純一

---

## 受託研究開発事業

---

- 1 太径締結部品のミクロ加工制御技術の確立(第3報)…………… 5 2  
技術開発部 工業材料科 工藤弘行 五十嵐雄大 小柴佳子 菅野雄大  
技術開発部 プロジェクト研究科 光井啓  
東北ネヂ製造株式会社 関口龍一郎 江幡卓典  
国立大学法人茨城大学 鈴木徹也 永野隆敏
- 2 マルチスケール計算材料科学の応用による鋳造製品の高強度・高じん化組織制御技術の確立(第2報)…………… 6 0  
技術開発部 工業材料科 工藤弘行 五十嵐雄大 菅野雄大  
技術開発部 プロジェクト研究科 光井啓  
株式会社会津工場 吉田幸男 酒井優 梁取典也 渡部哲夫
- 3 生体分子のセンシングデバイスへ応用可能なマイクロ流路用金型の作製技術開発(第3報)…………… 6 6  
技術開発部 生産・加工科 安齋弘樹 本田和夫 三瓶義之 小野裕道  
株式会社エム・ティ・アイ 元井泰二郎 元井広樹 齊藤伸寿 志賀直子

国立研究開発法人産業技術総合研究所 鳥村政基 丹羽修 黒澤茂 栗田僚二  
加藤大 愛澤秀信 谷英典

- 4 MIMによる磁気式ロータリーエンコーダ用スケールの製作…………… 6 9  
技術開発部 生産・加工科 安齋弘樹 本田和夫 三瓶義之  
J U K I 会津株式会社 八賀祥司 上田一生 五日市祐一
- 5 水中ケーブル用プラスチック製フロートの開発…………… 7 2  
技術開発部 プロジェクト研究科 菊地時雄  
技術開発部 工業材料科 工藤弘行  
宇部樹脂加工株式会社 二本松工場 渡邊浩
- 6 組織解析を用いた窒素吸収処理品に求められる機能特性の高度化…………… 7 7  
技術開発部 プロジェクト研究科 光井啓  
技術開発部 工業材料科 鈴木雅千 齋藤宏 小柴佳子  
林精器製造株式会社 大沼孝 佐藤幸伸 深山茂
- 7 縫合溶解糸を用いた縫製品の開発と低コスト分解処理システムの構築…………… 8 1  
福島技術支援センター 繊維・材料科 尾形直秀 伊藤哲司 高橋幹雄  
東和株式会社 佐藤恵一  
株式会社シラカワ二本松工場 菅野幸二 齊藤勝男 芳賀文明  
株式会社クラレ 杉本佳次朗 山口俊朗
- 8 ニットとテキスタイルの融合によるオンリーワン・ファッション衣料の開発と販売  
…………… 8 4  
福島技術支援センター 繊維・材料科 長澤浩 東瀬慎 中村和由  
菅野陽一 佐々木ふさ子  
福島県ファッション協同組合（永山産業株式会社、株式会社大三、  
菅野繊維株式会社、齋栄織物株式会社、株式会社三恵クレア、株式会社シラカワ）
- 9 絹タンパクの改質加工による高機能化シルク織物の開発…………… 8 8  
福島技術支援センター 繊維・材料科 伊藤哲司  
齋栄織物株式会社 齋藤泰行 齋藤栄太  
東北撚糸株式会社 金井史郎
- 1 0 玄米含有機能成分を活用したアンチメタボリック発酵食品の研究・商品開発……………  
…………… 9 1  
会津若松技術支援センター 醸造・食品科 小野和広 馬淵志奈  
中島奈津子 鈴木賢二  
会津天宝醸造株式会社 満田盛護 金本淳一 渡部善則 井浦宏昭  
国立大学法人琉球大学 大学院医学研究科 益崎裕章 小塚智沙代  
與那嶺正人 上原盛幸
- 1 1 漆塗装面の研磨技術の開発…………… 9 5  
会津若松技術支援センター 産業工芸科 橋本政靖 須藤靖典  
技術開発部 工業材料科 矢内誠人  
株式会社保志 永田純一 山内ひかり 井上俊介 鈴木一彦  
学校法人千葉工業大学 工学部 機械サイエンス学科 瀧野日出雄

---

## 共同研究開発事業

---

- 1 高比強度活性金属材料の溶接技術…………… 9 9  
いわき技術支援センター 機械・材料科 佐藤善久 渡邊孝康  
会川鉄工株式会社 会川定宏

# アルミ 鋳造製品における熱処理条件の最適化

## Optimization of heat treatment conditions in the aluminum casting products

技術開発部 工業材料科 工藤弘行

技術開発部 プロジェクト研究科 光井啓

焼割れのメカニズムを明らかにするため、熱伝導解析ならびに熱応力解析を行い、製品形状や熱伝達係数の影響を定量化した。また、焼割れが生じる部位から微小試験片を採取して実体強度を求め、熱応力と比較することにより、焼割れリスクを定量的に評価する手法を確立した。

Key words:熱伝導解析、熱応力解析、強度信頼性、欠陥観察、X線CT

## 1. 緒言

アルミ 鋳造品は、優れた比強度と鋳造性を兼ね備えることから、軽量化が必要な製品に幅広く利用されている。特に、強度、じん性の要求が高い製品では、AC4CH 材が使用され、「T6 処理」と呼ばれる熱処理を行うが、熱処理後に割れや変形を生じる場合があり、大きな課題となっている。

T6 処理は固溶化処理、時効処理の 2 工程からなり、両方の処理を経て初めて目的の組織が得られる。固溶化処理、時効処理は、低温で 2 相が安定、高温で単相が安定な合金系で広く行われる。

前半の固溶化処理では、常温で 2 相からなる組織を単相が安定な温度まで加熱し、通常数時間、高温に保持することで、第 2 相を完全に消し去り、その後、急冷する。この段階では過飽和固溶体を得るのが目的である。後半の時効処理は、適切な温度に一定時間加熱することで、第 2 相を微細な析出物として得て、析出強化により機械的特性を向上するのが目的である。温度と時間の組み合わせにより、析出物の形態などを変化させることで、強度やじん性を調整できる。析出強化は、熱力学的に不安定な中間相が主体になる場合も多く、組織変化は複雑な場合が多い。AC4CH では、じん性に不利な針状 Fe 化合物の発生を防ぐことと、初晶デンドライトの間隙を埋める共晶 Si を微細化することが、T6 処理の目的である。

固溶化処理の際に約 530℃からの急冷が望ましいものの、この際の熱収縮が熱処理トラブルの原因と見られる。冷却時の熱収縮は、製品形状などに依存した複雑な現象で、その制御は非常に困難である。

そこで本研究では構造解析ソフト ANSYS を用いた熱伝導・熱応力解析と、製品から採取した試験片の強度試験により、焼割れリスクの定量評価と焼割れメカニズムを解明することを目的とする。

## 2. CAE 熱伝導、熱応力解析

### 2. 1. 熱伝導解析

熱伝導解析は CAE 解析の一つで、物体（主に固体）中の熱の伝わりに関する解析である。計算には、密度や比熱、熱伝導率などの材料物性値が必要である。

また、物体と周囲流体との熱のやり取りを考える場合、これに関するパラメータである「熱伝達係数」が必要である。

本研究で対象とするのは提案企業が製造するインペラ製品である。類似の形状構造を持った多種の製品を製造するが、熱処理割れが問題となるのは一部の製品であることから、多くの製品に共通する構造を持つ模擬試験体（図 1 参照）を作成した。

図 2 に解析モデルを示す。ここでは、製品の対称性を考慮し、模擬試験体の 1/2 モデルとしている。熱伝達係数は周囲流体の温度と組み合わせ設定するもので本解析では 60℃とした。熱伝達係数は、材料物性値ではなく、周囲流体の流速や固体の表面性状で大きく変わる点に注意を要する。今回は、面毎に個別に設定を行い、実際の冷却に近い解析を狙いとしている。

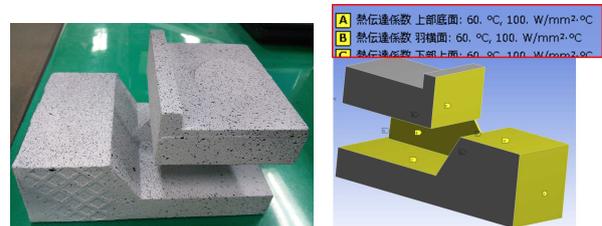


図1 作成した模擬試験体 図2 解析モデル(1/2モデル)

熱伝導解析は定常解析と過渡解析の 2 種類がある。定常解析とは長時間経過した時点の計算を行うもので、過渡解析は時間経過の各時刻の計算を順次行うものである。本研究では、冷却中の温度分布を把握するため過渡解析を実施した。解析時間は 120 秒とした。図 3 に製品中の最高温度の経時度変化を示す。また、図 4 に 5、20、40、120 秒時点における温度分布結果を示す。

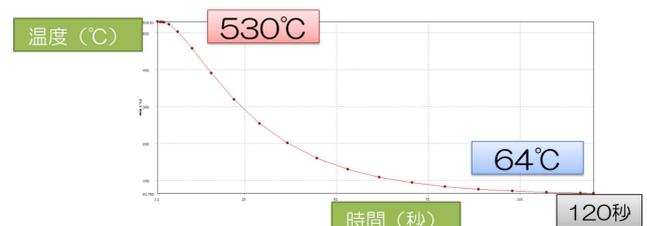


図3 温度履歴(モデル中の温度最高)

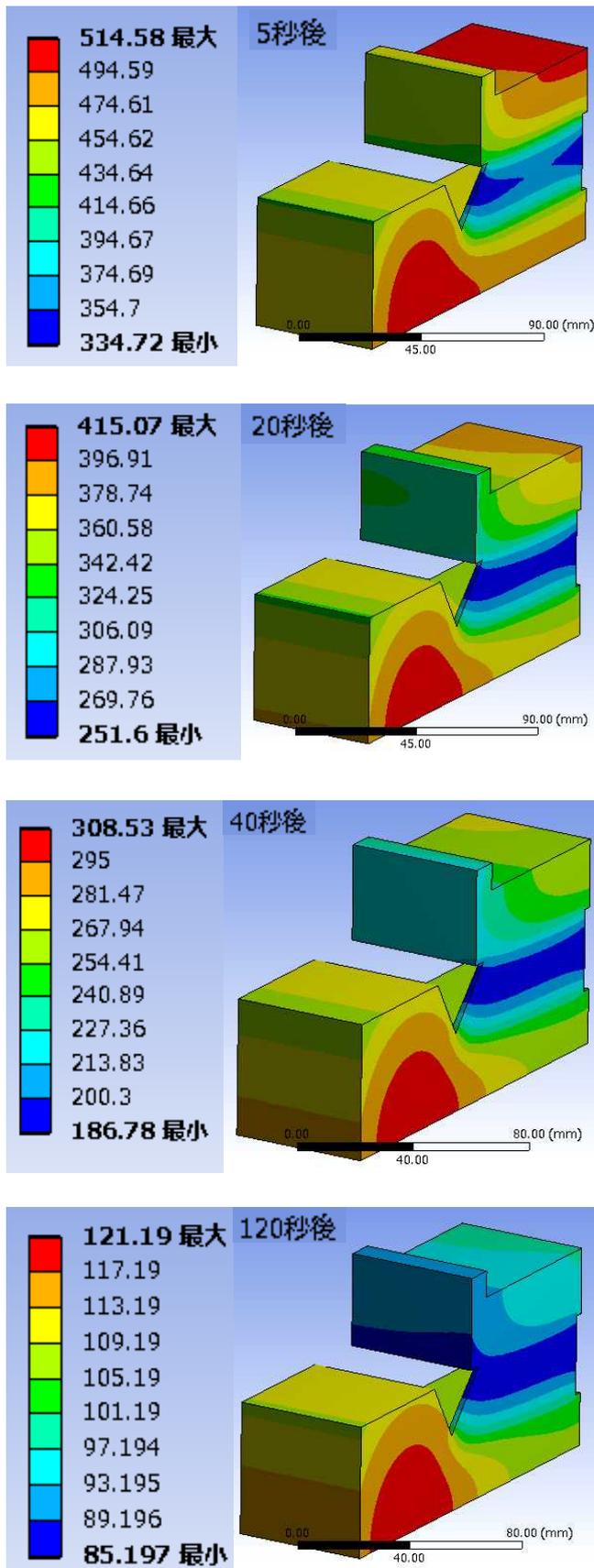


図4 熱伝導解析結果(温度分布)  
 (上から、5秒後、20秒後、40秒後、120秒後の結果)

以上のように、熱伝導解析では各点での温度履歴を計算できるため、製品形状や冷却方法の変化(熱伝達係数の変化)による影響を定量的に評価することができる。これにより、思考実験・仮想実験的に何度も条件を変更させた計算を繰り返す「バーチャル試作」が可能となる。

## 2. 2. 熱応力解析

熱応力は熱膨張の程度の違いにより生じる応力のことである。CAEによる熱応力解析では、熱膨張を熱膨張率と温度変化から求め、初期の仮の変形として与え、力のつり合いから正しい変形を計算する仕組みである。熱膨張の程度に違いができる原因としては、熱膨張率の異なる材料が同一温度に晒される場合と、本研究のように同一材料が大きな温度勾配に晒される場合がある。

熱応力解析に必要な情報は、温度分布と固定条件であり、本研究の解析では熱伝導解析で計算された温度分布データを利用する。当所で所有する ANSYS Workbench は、予め解析の流れをフローチャートで指定することができ、温度や形状など異なる条件の解析を効率的に実施することができる。

固定条件に関しては、実製品とは異なる無拘束の解析も実施している。無拘束の解析は、変形の特徴を掴むのに適している。図5は、解析時間5秒後の解析の結果である。変位は熱膨張の基準温度である 25℃の寸法を基準としている。図中、青色は冷却による収縮が進んだ所で変位は 0.15 mm、赤色は熱膨張が残っている所で最大の変位は 1.17 mmという結果となる。また、変形は放射状の分布を示しており、中央部の収縮が特徴である。

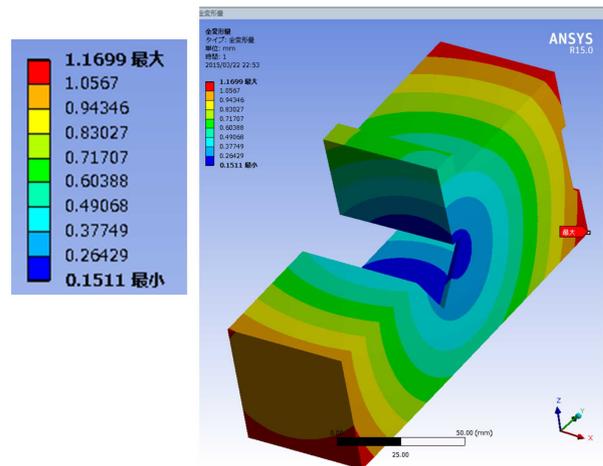


図5 熱変形解析結果(冷却開始から5秒後)

次に、図6に熱応力の計算結果を示す。最大応力部位は、インペラ羽根形状の付け根であり、最大値は 154MPa である。この数値は、室温における AC4CH の強度や耐力点にかなり近いもので、変形や破壊が生じてもおかしくないレベルと言える。実製品の焼割れ

は、この部位で生じており、本解析は、概ね実現象を再現できている。

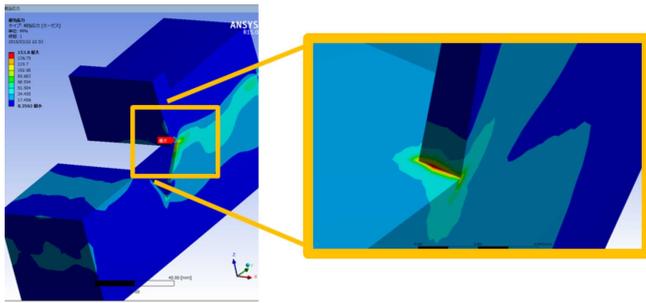


図6 熱応力解析結果（冷却開始から5秒後）

ることを示している。

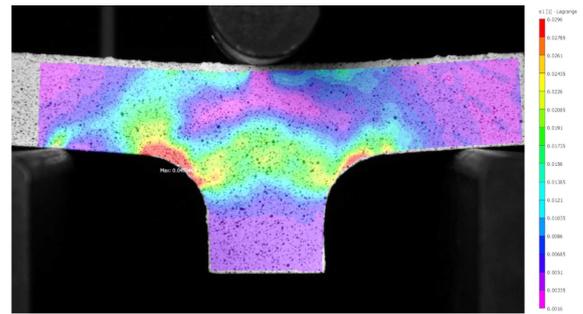


図8 画像処理によるひずみ例測定  
(3点曲げ試験、支点間距離40mm)

### 3. 実体採取試験片による強度評価

#### 3. 1. 切欠き部実体採取試験片の強度試験

鋳造製品は、凝固時の冷却速度の違いから、部位により強度特性が異なる。実製品や前項の熱応力解析で、焼割れは特定の部位で生じることが分かっているため、この部位の強度評価を行い、熱応力と比較することで、焼割れリスクの定量的評価ができる。しかし、本研究で課題となるのが、破断部がリブ形状根元の応力集中部で、強度試験が困難なことである。そこで、リブ形状根元を含んだ「T字型試験片」の3点曲げ試験を検討した。

図7に試験サンプル例を示す。通常、曲げ試験では材料力学に基づく計算式により応力計算するが、このサンプルでは計算ができない。そこで、画像処理によるひずみ測定を適用した。この技術は、予めサンプルにスプレーで塗布した白黒のランダムパターンの変化を画像処理により求め、ひずみを算出するものである。

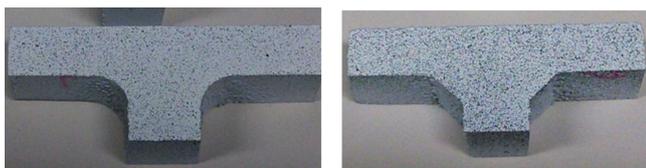


図7 T字型試験片(長さ50mm程度)

図8に非接触ひずみ測定システムによる測定結果を示す。この結果、サンプル各所のひずみを測定できること、応力集中部では5%ほどの塑性変形が生じることを確認した。

次に、破断直前のひずみ分布と破断位置の関係について検討した。図9に破断後のサンプルを示す。今回のサンプルでは、破断後に完全に分離せずに、き裂が停止した。このため、破断直前と直後の画像の比較が可能である。図10に、2つのサンプルでの比較結果を示す。全てのケースで最大ひずみが測定された点で破断することを確認した。以上より、画像処理によるひずみ測定に基づき、サンプルの破断限界を評価でき



図9 破断後のサンプル

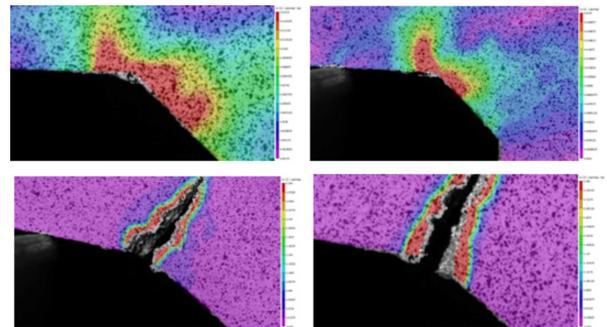


図10 画像処理によるひずみ例測定

アルミ鋳造品は、製品とは異なる供試体から採取するか、砂型鋳造で別途作成したサンプルで強度評価するのが一般化しており、実製品の強度信頼性が著しく疑わしいのが、課題となっていた。本研究の手法を用いれば、実製品の強度信頼性を正しく評価できると思われる。

#### 3. 2. 鋳造欠陥の影響に関する破壊力学的検討

鋳造では鋳造欠陥が問題となることが多い。これは、欠陥が応力集中効果により、強度に大きな影響を与えるためである。画像処理によるひずみ測定を用いれば、欠陥など応力集中部のひずみを測定できるため、これらの影響を評価できると思われる。

そこで、破壊力学分野で良く用いられる切欠き曲げ試験を実施した。切欠き形状としては、Uノッチ形状とVノッチ形状の2種類とした。図11に切欠き曲

げ試験におけるひずみ測定の結果を示す。Vノッチ形状の結果を示す。この結果、切欠き先端における塑性域の形成や、き裂の発生と進展を観察可能であることを確認した。

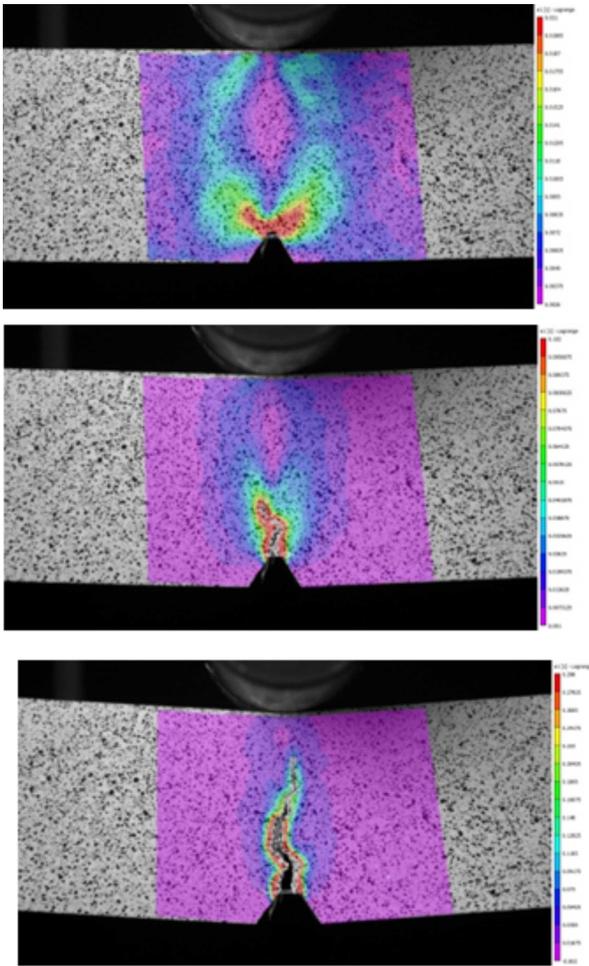


図11 切欠き曲げ試験時のひずみ測定結果 (Vノッチ形状)

次に、実欠陥の影響を評価するため、模擬試験体の試作段階で偶然欠陥が生じた試作品から、実欠陥サンプルを採取した。この過程で、X線CTを援用し、実欠陥の形状寸法を把握しながら切削加工を繰り返す手法を試行した。図12に得られた実欠陥サンプル、図13にX線CTの観察結果を示す。

X線CTと切削加工を併用することで、サンプルを徐々に小さくし、最終的に高解像度で欠陥の3次元形態を観察することが可能であり、欠陥発生メカニズムを解明する上で、非常に有用である。

さらに、当所ではX線CTデータからCAE応力解析用のCADデータを作成するイメージベース・モデリングソフト「Simpleware」を所有しているため、欠陥部の応力解析を行うことも可能である。

観察の結果、本サンプルでは、2つの大きな欠陥が隣接することが分かった。これは、鑄造欠陥の発生メカニズムと強度への影響を調べる場合、一気に破壊さ

せずに、荷重試験とX線CTを繰り返す手法が有効と見られることから、今後、本技術を発展させたいと考えている。

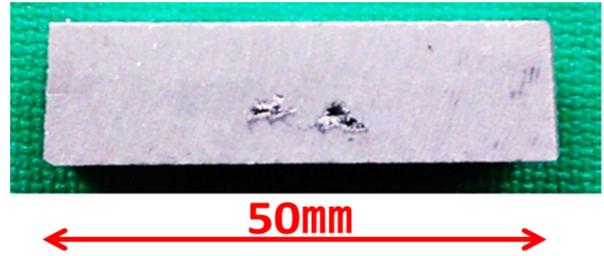


図12 実欠陥サンプル(正面)

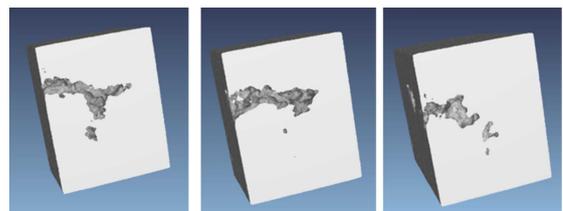
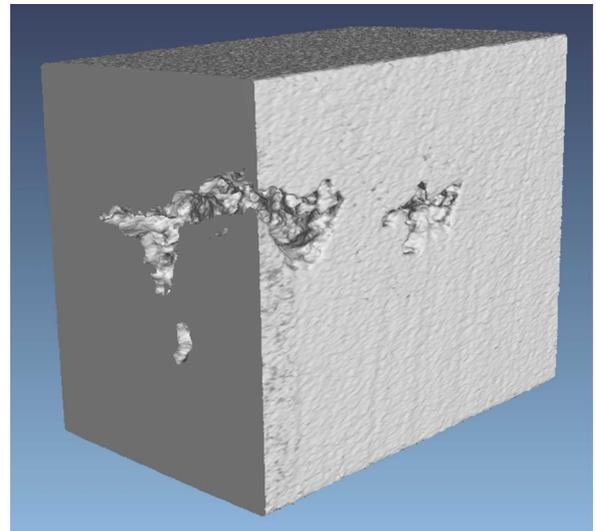
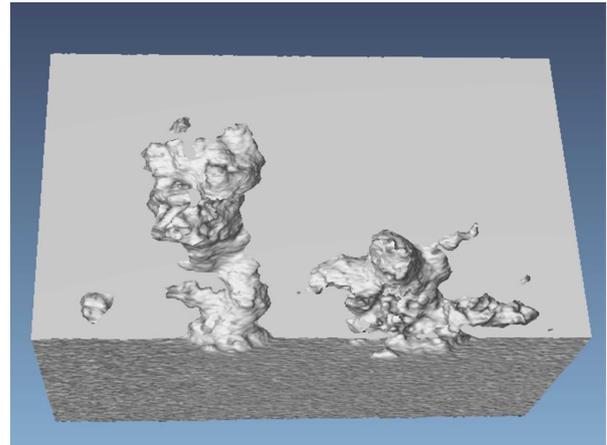


図13 X線CTによる実欠陥3次元形態観察 (仮想断面観察表示)  
(上段:斜め上部から、中段:左斜めから、  
下段:仮想断面を連続的に移動した3画像)

#### 4. 結言

本研究では、アルミ鋳造製品の熱処理時の割れ、変形に関し検討を行い、以下の結果を得た。

- (1) 熱伝導解析により、製品形状や冷却条件が温度分布に与える影響を定量化することができた。また熱伝導解析により求めた温度分布データを元に、熱応力解析を実施し、変形や応力分布を求めた。最大応力は羽根形状の根元で生じ、実製品における破断位置と一致した。
- (2) 鋳造製品から採取した「T字型試験片」による曲げ試験を実施した。画像処理によるひずみ測定を適用し、破断直前のひずみで強度評価できることを確認した。
- (3) 切欠き曲げ試験や、実欠陥曲げ試験を行い、画像処理によるひずみ測定を併用すると、破壊力学的評価が可能であることを確認した。
- (4) 鋳造欠陥について、X線CTによる3次元形態を検討し、切削加工と交互に観察する手法の有効性を確認した。

# 水中における樹脂の摺動特性

Frictional wear test of HDPE, ABS under water

技術開発部 プロジェクト研究科 菊地時雄

福島洋上風力発電の電力ケーブル用フロートについて長期耐久性を保証するため、摺動部に水をかけながら、HDPE を回転させてその上に ABS を固定して摩耗試験を行った。その結果、比摩耗量  $1 \sim 2 \times 10^{-9}$  [mm<sup>3</sup>/N] となり 20 年間の使用に耐える摩耗量であることを確認した。

Key words: HDPE、ABS、水中、摩擦摩耗試験

## 1. 緒言

洋上風力発電では、電力ケーブルを長期にわたり安定的に海面下 100 ～ 200m 中に敷設するために、プラスチック製フロートを用いる（図 1）。フロートは数十年間海中で連続して使用されるため、長期に渡る吸水による樹脂物性の変化も考慮しなくてはならない。

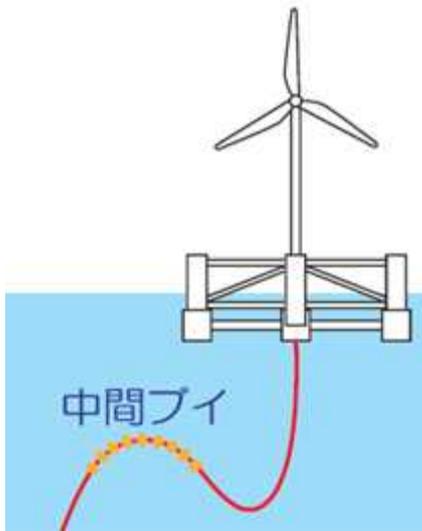


図1 洋上風力発電の施工例

またこの開発品（図 2）は潮流の影響によりケーブルの捩じれを防止するために、摺動部を持つことが特徴となっている。

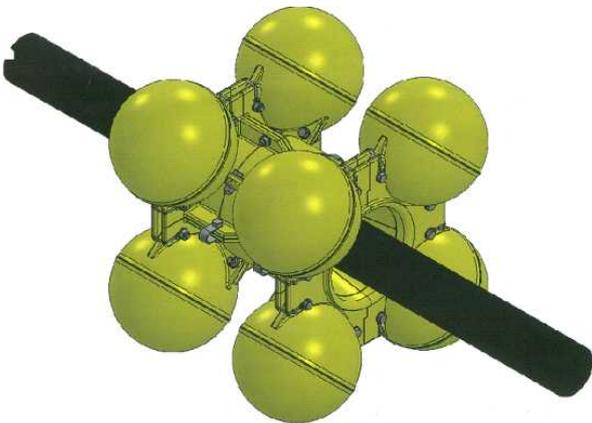


図2 開発品フロート

フロートはケーブルを固定するパイプ状の HDPE 製の部品とこれを固定する ABS 製の部品からなり、この ABS 部品と HDPE 部品とが摺動することで、ケーブルの捩じりを防止する機構になっている。

そこで、実物の 1/1 スケール模型による摺動試験と疑似海水中で吸水させたサンプルの摺動実験を行い比摩耗量を比較した。

## 2. 実験

### 2. 1. 水中における摺動実験

試験装置は、図 3 に示したブロック・オン・ドラム方式である。実際のフロートと同様に HDPE 製のドラムを回転させ、その上に ABS 製の試験体を天秤方式で固定し、荷重をかけるようにした。



図3 1/1サイズ摺動試験機

摺動試験は、HDPE ドラムの回転 102r.p.m. で行った。このとき  $\phi$  300mm の HDPE の周速は、1.6m/s である。このときの加圧圧力は、0.01MPa とした。この条件で 7 時間回転させると摺動部は約 40km 走行したことになる。

蒸留水をタンクに入れ、ポンプで循環させ摺動部に蒸留水（3L/min.）をかけながら実験を行った。海水ではなく蒸留水を使用したのは、5 年使用した漁業用浮きの分析結果<sup>1)</sup> から、NaCl が検出されなかったため、装置の腐食も考慮し蒸留水を用いた。ちなみに

水道水には、カルキ（次亜塩素酸カルシウム）が含まれており、これはプラスチックにとって架橋反応や酸化反応などの悪い影響を及ぼすため、水道水は用いなかった。

試験時の室温は 20 ～ 26 °C、水温は 18 ～ 20 °C であった。

摩耗量（変位）はダイヤルゲージを用いて測定し、変化量は ABS と HDPE を合わせた合計量である。比摩耗量を式（1）により計算した。

$$\text{比摩耗量}[\text{mm}^2/\text{N}] = \frac{\text{摩耗体積}[\text{mm}^3]}{\text{荷重}[\text{N}] \times \text{走行距離}[\text{mm}]} \quad \text{式（1）}$$

## 2. 2. 吸水させたサンプルの摺動試験

測定サンプルは HDPE と ABS、30mm × 80mm × 3mm の射出成形品を用い、海水とほぼ同じ塩分濃度の塩化ナトリウム 3.4wt% の塩水中に浸漬し、容器を遮光シートで覆い、5,20,45,65 °C で数か月間放置したものを使用した。浸漬温度を変えたのは、温度が高くなるに従い吸水量が増加するからであり、深海を模して遮光シートを用いた。

摺動試験は、図 4 に示したピン・オン・ドラム式で実施した。試験片（約 3mm × 4mm）に荷重を負荷し、相手材であるステンレス（SUS304）製ドラムをモーターにより回転させ、その上に試験片を固定し荷重をかけ摺動させた。トルクコンバーターからの信号により抵抗値を検出し、それを動摩擦係数に換算し評価した。測定は福島大学 理工学類 小沢研究室で行った。



図4 摩擦摩耗試験機

周速 1.5m/s、走行距離約 14km、試験片圧力 0.1MPa、相手材（SUS）の表面粗さ Ra0.2~0.3 で試験した。摩耗量は、試験前後にマイクロメータで測定し、式（1）により比摩耗量を求めた。

## 3. 結果および考察

### 3. 1. 20年間の摩耗量の考え方

与えられた条件から、20 年間で摺動部の走行距離を求めた。

予想される潮流速度は 1.5m/s(5.4km/h)である。

これがフロートに当たってそのままフロートが回転するとしても、それはフロートの外周部の速度である。しかし、実際にフロートは回転することはなく、カルマン渦により揺動するだけであるが、極めて過酷な条件で走行距離を計算した。図 5 はカルマン渦と揺動のイメージ図である。流体が円筒に当たり、流れの後方に渦が発生し、この渦の力によって円筒が揺れる。

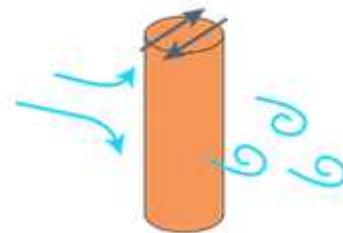


図5 カルマン渦と揺動

フロートの外周は直径約 1m であるので、フロートの 1 回転あたりの走行距離は  $\pi$  m となるが、 $\phi$  300mm の摺動部では、1 回転あたりの走行距離はそれよりも短く  $0.3 \pi$  m となる。速度は外周のそれより 0.3 だけ小さくなるので、0.45m/s(1.6km/h)（1 日あたり 38.4km、20 年 365 日では、280,320km）となる。

つまり、約  $2.8 \times 10^{11}$ mm の走行に耐えうる摩耗量であることが、必要条件となる。このときの比摩耗量を計算すると、20 年間の摩擦摩耗に耐えうる材料の比摩耗量が求められる。

フロートの設計図から、許容摩耗量は ABS と HDPE を合わせて 3mm 以下と仮定した。摺動部に掛かる荷重は、フロートの設計浮力 1200N とする。摺動部の面積は  $\pi r^2 = 3$  とすると、 $1.8 \times 10^5$ mm<sup>2</sup> となり、ここから計算すると 20 年間使用に耐えうる材料に必要な比摩耗量は式（1）により、 $1.6 \times 10^{-9}$ mm<sup>2</sup>/N となる。

### 3. 2. 水中における摺動実験結果

結果を表 1 に示した。初期の実験 Run1~3 の比摩耗量が大きいのは、HDPE と ABS の曲面が合っていなかったため、圧力の高い部分が生じ、摩耗が大きくなったものと考えられる。実験を繰り返すごとに、ばらつきはあるが、比摩耗量は小さくなっていった。これは摩耗キズに水がしみこみ、潤滑油のような働きをするためと考えられる。

比摩耗量は  $1 \sim 2 \times 10^{-9}$ mm<sup>2</sup>/N 程度であれば、20

年間の使用に耐えうるものと考えられるので、Run15, 16,18 の結果であればスペックをクリアするものと考えられる。測定に一番重要な変位を最小目盛り 5 $\mu$ m のダイヤルゲージで読み取っているため、少しの振動で動いてしまう。十分な注意を払って読みとっているつもりであるが 5 $\mu$ m 以下の数値は、もっと小さい値である可能性が大きいものと考えられる。

表1 水中での摺動実験結果試験機

Run	走行距離[km]	変位[ $\mu$ m]	比摩耗量[mm <sup>2</sup> /N]
1	40	100	2.50X10 <sup>-7</sup>
2	40	50	1.25X10 <sup>-7</sup>
3	40	10	2.50X10 <sup>-8</sup>
4	40	5	1.25X10 <sup>-8</sup>
5	40	4	1.00X10 <sup>-8</sup>
6	40	3	7.50X10 <sup>-9</sup>
7	160	5	3.13X10 <sup>-9</sup>
8	160	10	6.25X10 <sup>-9</sup>
9	80	4	5.00X10 <sup>-9</sup>
10	80	3	3.75X10 <sup>-9</sup>
11	120	4	4.00X10 <sup>-9</sup>
12	100	3	2.50X10 <sup>-9</sup>
13	120	3	3.00X10 <sup>-9</sup>
14	80	2	2.50X10 <sup>-9</sup>
15	160	2	1.30X10 <sup>-9</sup>
16	200	3	1.25X10 <sup>-9</sup>
17	120	3	3.00X10 <sup>-9</sup>
18	400	5	1.04X10 <sup>-9</sup>

### 3. 3. 吸水させたサンプルの摺動実験結果

ABS、HDPE について疑似海水中で、吸水させて摩擦摩耗試験を行った結果が表 2,3 である。摩耗と相関関係の深い、ロックウエル硬度試験結果も示した。

表2 吸水させたABSの摺動実験結果

		動摩擦係数 $\mu$	比摩耗量 [mm/N]	HRR硬さ	吸水率 [%]
Dry	(as mold)	0.22	7.56X10 <sup>-8</sup>	60	-
Wet	5°C—2ヶ月	0.23	5.33X10 <sup>-7</sup>	50	0.65
	5°C—7ヶ月	0.52	1.50X10 <sup>-6</sup>	67	0.82
	20°C—2ヶ月	0.25	4.29X10 <sup>-7</sup>	53	0.69
	20°C—7ヶ月	0.38	7.60X10 <sup>-7</sup>	68	0.78
	45°C—1ヶ月	0.32	5.41X10 <sup>-7</sup>	59	0.53
	45°C—6ヶ月	0.52	9.30X10 <sup>-7</sup>	73	0.59
	65°C—2ヶ月	0.28	3.85X10 <sup>-7</sup>	65	0.80

表3 HDPEの摺動実験結果

		動摩擦係数 $\mu$	比摩耗量 [mm/N]	HRR硬さ	吸水率 [%]
Dry	(as mold)	0.14	1.04X10 <sup>-8</sup>	33	0

HDPE は吸水しなかったため、成形品をそのまま試験に用いた。ABS では、吸水量と硬度、摩耗量、動

摩擦係数に大きな相関は認められなかった。ABS、HDPE について得られた結果は 20 年間の使用に耐える比摩耗量の 10 倍以上の値であった。しかし、相手材がプラスチックより硬い SUS304 であるため、実際のフロート (ABS/HDPE) の摩耗量よりも大きいことが予想される。

## 4. 結論

実際のフロートと同様の HDPE と ABS による、1/1 モデル注水摺動試験では、最初は摩耗量が多かったが、次第に漸減し、比摩耗量の 1 ~ 2 × 10<sup>-9</sup>mm<sup>2</sup>/N となり 20 年間使用に耐える摩耗量であることを確認した。

実際のフロートは摺動部のクリアランスが 5mm あるので、海水も入りやすくなるので潤滑作用も大きくなり、摩耗も低く抑えられるものと考えられる。

また、この開発品は福島洋上風力コンソーシアム 2 期工事 7MW 用電力線用フロートに採用が決まり、現在宇部樹脂加工 (株) 二本松工場で生産中である。

### 謝辞

この開発は、国立研究開発法人科学技術振興機構 平成 26 年度 A-STEP ハイリスク挑戦タイプ (復興促進型) の助成を得て行われました。

また本開発を遂行するにあたりご指導を頂いた、国立大学法人東北大学大学院 教授 堀切川一男氏、国立大学法人山形大学大学院 教授 栗山卓氏、国立大学法人福島大学 副学長・教授 小沢喜仁氏に感謝申し上げます

### 追記

図 3 の摺動試験機は、A-STEP の助成により宇部樹脂加工 (株) が製作しました。

### 参考文献

- 1) 菊地時雄, 工藤弘行, 渡邊浩. “水中ケーブル用プラスチック製フロートの開発”. 福島県ハイテクプラザ試験研究報告. 2015, p.72-76.

# タンニン酸と金属イオンを使用した媒染加工技術の構築

Development of dyeing process technology with tannic acid and a metal ion mordant

福島技術支援センター 繊維・材料科 伊藤哲司

福島染工株式会社 桜井弾

セルロース系繊維である麻糸にタンニン酸と金属イオンで前処理を行うことで、天然染料（桃枝抽出液）の染色性を向上させることができた。これによりカチオン化処理を行うことなく濃色化でき、天然物由来の原料で染料の減量化と色の制御が可能となった。

Key words:天然染料、タンニン酸、媒染

## 1. 緒言

近年、オーガニックコットンやリネンなどの天然素材を使った衣服は、人間や環境にやさしいイメージから大きなニーズがあり、それらを染色する染料も天然由来のものを望む声が増えている。しかしながら、草木から抽出される天然染料は、合成染料に比べ染色性が劣る。特にオーガニックコットンやリネンなどのセルロース系の繊維は、染色性を向上させるため化学薬品で前処理（カチオン化）を行っており、すべて天然素材を使って製品化することは非常に難しい。<sup>1)</sup>

そこで、我々は天然由来の物質で染色性を向上させる方法として、タンニン酸と金属イオンを使った媒染技術に着目し、<sup>2)-5)</sup>この手法を使い量産化に対応した加工技術を確立することで、商品価値を損なうことのない染色技術を開発することとした。

## 2. 実験

### 2. 1. 実験方針

量産化に対応するため総染色機を使用して、2kgの麻糸をタンニン酸加工と媒染加工を組み合わせることで、染色糸の濃色化を図る。

### 2. 2. 加工原糸

加工原糸はホワイトリネン 24/2S ((株)滝善製)を使用した。

### 2. 3. 薬剤

タンニン酸は、富士化学工業(株)製 タンニン酸マルエス、媒染剤は、アルミ媒染剤の硫酸カリウムアルミニウム 12 水塩 ((大明化学(株)製) : 別名カリウムミョウバン)を使用した。

### 2. 4. タンニン酸処理と媒染処理

ビーカー試験での加工条件として、染色する糸は非イオン界面活性剤で洗浄したものを 1.5g 使用し、浴比を 1 : 20 でタンニン酸処理 (80℃、1 時間) 後、媒染処理 (70℃、1 時間) を行い湯洗と水洗を行った。

また、効果を比較するため、タンニン酸処理のみ、媒染処理のみ、無処理の試料も作成した。

タンニン酸と硫酸カリウムアルミニウムの媒染処理の濃度条件を表 1 に示す。

表 1 ビーカー試験でのタンニン酸とアルミ媒染処理の濃度

試料 No.	タンニン酸 (%owf)	硫酸カリウムアルミニウム 12 水塩 (%owf)
1	--	--
2	--	20.0
3	10.0	--
4-1	5.0	20.0
4-2	10.0	20.0
4-3	2.5	20.0
4-4	2.5	10.0
4-5	2.5	5.0

### 2. 5. 染色加工

桃剪定枝 (品種 : あかつき) 2 kg を 0.05m 程度切断し、20L の水で抽出を 2 回行い (合計 40L) 染料とした。

ビーカー試験での染色条件は、95℃で 30 分、浴比 1:20 で行った。

総染色機での染色条件は温度と時間はビーカー試験と同じだが、浴比は循環する染色液の都合上 1:60 で行った。

### 2. 6. 測色および染色堅牢度試験

測色は、ビーカー試験と総染色機での染色糸に対して行った。色差計は日本電色工業(株)製 NF-999 を使い、光源は D65、視野を 10° で測色し、L\*a\*b\* で示す。

染色堅牢度試験は、総染色機で染色した糸について行った。試験条件は JIS L0849 摩擦に対する染色堅牢度試験方法 9.2 摩擦試験機 II 形 (学振形) 法と JIS L0843 キセノンアーク灯光に対する染色堅牢度試験方法 (A 法、第三露光法 4 級照射) で評価した。

## 3. 結果と考察

### 3. 1. ビーカー染色試験結果

表 2 にビーカー試験の測色結果を示す。試料 No. 1 の無処理で桃枝抽出液のみの染色では、染色性が悪いことがわかる。

試料 No. 2 のアルミ媒染剤より試料 No. 3 のタンニン酸処理のみが濃く染まっているが、試料 No. 4 のように両者で加工するとさらに濃色化することがわかる。また、両者で加工した試料について、試料 No. 4-2 のようにタンニン酸の濃度が高いほど濃く染まるが、試料 No. 4-5 のように、それぞれの濃度が低くても十分な染色性が得られている。



図 1 総染色機での染色 図 2 染色前(左)と後(右)

表 2 ビーカー試験の測色結果

試料 No.	L*	a*	b*	ΔE*(ab)
精練糸	88.1	-0.3	5.4	0.0
1	85.1	1.9	8.1	4.6
2	84.5	2.6	10.5	6.9
3	78.8	2.9	9.5	10.6
4-1	73.1	7.2	16.2	20.0
4-2	69.0	7.6	18.8	24.6
4-3	74.8	5.9	15.7	17.9
4-4	74.4	6.2	14.5	17.7
4-5	75.5	6.7	17.8	19.0

表 3 総染色機による測色結果

試料名	L*	a*	b*	ΔE*(ab)
精練糸	88.1	-0.3	5.4	0.0
総染色機	72.6	6.2	17.8	20.9
ビーカー染色 (試料 No. 4-4)	74.4	6.2	14.5	17.7
ビーカー染色 (試料 No. 2 媒染剤のみ)	84.5	2.6	10.5	6.9

表 4 摩擦に対する染色堅牢度試験結果

	汚染色等級
乾 燥	4-5 級
湿 潤	3-4 級

### 3. 2. 総染色機による試験結果

図 1、2 には総染色機での染色試験とその染色糸を示す。

ビーカー染色試験の結果から、タンニン酸及びアルミ媒染の条件は試料 No. 4-5 に比べ No. 4-4 の方が L\* が小さく濃く見えるため、この条件を基に試験した。タンニン酸 2.5 %owf、80℃では、染色機の配管等の汚れによるものなのか、糸が灰色に変色した。そこで、タンニン酸処理温度と時間を 60℃、10 分に短縮し、アルミ媒染時の温度も 60℃に下げ、1 時間処理した。

表 3 に総染色機による測色結果と、比較のためビーカー試験での結果を示す。また表 4 に摩擦に対する染色堅牢度試験結果を示す。湿潤摩擦は低い数値となっているが、綿を一般的な反応染料で染色した場合と同じような結果となり、使用には十分な数値である。また、耐光試験の結果は 4 級未満 (3 級) となったが、これも想定していたより低い数値とはならなかった。

今後はタンニン酸加工と染色堅牢度の関係性を試験するとともに、加工コストを考慮するため、タンニン酸やアルミ媒染剤の濃度と処理時間の見直しを行っていく必要がある。

## 4. 結言

タンニン酸とアルミ媒染剤を組み合わせることで、当初の目的であるホワイトリネン 2kg を天然染料で染色し、アルミ媒染剤のみに比べ濃色化を図ることができた。また、タンニン酸加工においては染色機使用時に糸の変色が起き、注意が必要であることがわかった。

## 参考文献

- 1) 伊藤哲司, 桜井弾. 天然染料を用いたチーズ染色法について. 福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 2010, 平成 21 年度, p. 45-46.
- 2) 角 寿子. “綿の染: 下地作り 先媒染 染色 そして洗濯”. 天然の色—天然染料顔料会議報告 2009. 2009, p. 17-19.
- 3) 角 寿子. “様々な天然媒染剤による日本茜の発色”. 天然の色—天然染料顔料会議報告 2011. 2012, p. 17-19.
- 4) 角 寿子. “第 5 回胡桃、矢車、栗、虫こぶ等の染色、有機媒染剤としての虫こぶタンニン”. 天然染色ノ

- ート 2009. 特定非営利活動法人アースネットワーク. 2010, p. 40.
- 5)角 寿子. “精練、下処理と先媒染---天然繊維を天然染料で堅牢な色に染める方法”. 天然染色ノート 2014. 特定非営利活動法人アースネットワーク. 2015, p. 40.

# メヒカリを原料とした魚醤油の開発

Development of fish sauce from greeneyes (*Chlorophthalmus albatrossis*)

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 小野和広 馬淵志奈 中島奈津子  
 榎田酒造合資会社 高橋毅

メヒカリを原料とした魚醤油を開発するため、メヒカリに適した仕込配合や、醸造方法について検討した。その結果、メヒカリに麴を配合し、乳酸菌、酵母を微生物スターターとして添加することで、安定したかつ官能評価の高いメヒカリ醤油を製造可能であることが分かった。

Key words : メヒカリ、麴、微生物

## 1. 緒言

魚醤油は、一般に食塩を加え原料魚自身の内在酵素による自己消化や環境および原料魚由来の微生物等の作用により、分解、発酵して製造されている<sup>1)</sup>。しかしながら、魚種によっては原料魚のみでは十分な酵素活性が得られず、品質が安定しないと考えられる。一方メヒカリは、現在、東日本大震災による原発事故の影響により試験操業の段階であるが、いわき市の魚として知名度もあり、加工品のバラエティー化が望まれている。しかし、メヒカリで魚醤油を製造している事例はなく、従来法で製造可能か不明である。そこで、酵素製剤や麴の利用等メヒカリ魚醬に適した仕込配合や醸造方法について検討し、呈味性（溶解性窒素）に優れ福島県での特徴的なメヒカリ魚醤油の開発について検討した。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試材料

メヒカリは宮崎県で水揚げされたものを、麴は味噌用米麴および醤油用麴を供試した。また食塩は並塩、酵素製剤はプロテアーゼ A（株）天野製薬）、微生物は耐塩性酵母 (*Zygosaccharomyces rouxii*) および耐塩性乳酸菌 (*Tetragenococcus halophilus*)（株）ビオック）を供試した。

### 2. 2. 仕込方法

仕込配合を表 1-1、1-2 に示した。発酵型（仕込期間 3 ヶ月）は 7 試験区、分解型（仕込期間 3 ~ 4 週間）は 5 試験区を設け、仕込容器には、ガラス容器を用いた。

表1-1 発酵型の仕込配合

	試験区						
	1	2	3	4	5	6	7
原料魚	○	○	○	○	○	○	○
醤油用麴			○	○	○	○	○
味噌用米麴						○	○
酵素製剤		○					
食塩	○	○	○	○	○	○	○
種水	○	○	○	○	○	○	○
酵母	○	○		○	○	○	○
乳酸菌	○	○			○	○	○

表1-2 分解型の仕込配合

	試験区				
	イ	ロ	ハ	ニ	ホ
原料魚	○	○	○	○	○
醤油用麴			○	○	
味噌用米麴				○	○
酵素製剤		○			○
食塩	○	○	○	○	○
種水	○	○	○	○	○
酵母	○	○	○	○	○
乳酸菌	○	○	○	○	○

※ 食塩濃度は、すべて 16.0 % (w/w) となるよう配合した。単位は g。

### 2. 3. 魚醤油の仕込みと熟成方法

魚醤油の製造方法は前述のとおりであり、製品までに長いものでは 2 ~ 3 年程度要する<sup>2)</sup>。今回、製造期間の短縮を目的に、高温で短期に分解を進める醸造方法について併せて検討した。

#### (1) 発酵型魚醤油の仕込み

メヒカリは、解凍後、カッターミキサーでミンチ状に処理した。7 つの試験区分（表 1-1）でメヒカリや麴、酵素製剤等を混合し、発酵型魚醤油の仕込みを行った。乳酸菌および酵母を添加した試験区では、仕込開始時に乳酸菌（終濃度  $1.0 \times 10^6/g$ ）を添加し、20 °C で 2 週間静置後、続いて酵母（終濃度  $1.0 \times 10^6/g$ ）を添加し、30 °C で 10 週間発酵させた（仕込開始から終了まで 12 週間）。

#### (2) 分解型魚醤油の仕込み

分解型魚醤油は 5 つの試験区分（表 1-2）で発酵型と同様に処理したメヒカリや麴、酵素製剤等を混合し、50 °C で 24 時間分解処理した。分解処理後のもろみに乳酸菌を添加し、30 °C で 1 週間静置した。続いて酵母を添加し、30 °C で 2 週間熟成させた（仕込開始から終了まで 3 週間）。ただし、試験区イ、ロについては、熟成中の pH 低下が小さかったことから、仕込開始 2 週間後に乳酸菌を再添加し、その 4 日後に酵母を再添加した（仕込開始から終了まで 4 週間）。

仕込中のもろみの成分分析は、定期的に採取したも

ろみを No.2 のろ紙でろ過したものを供試した。

仕込終了後、もろみを遠心分離し、上層の脂質を除いた後、ろ過した。そのろ液を 85℃で 30 分間（達温）加熱処理後、0.5 % 重量の珪藻土（和光純薬工業（株）、セライト No.545）を加え攪拌し、10℃で 3 日間静置した。これをろ過し、試料とした。

## 2. 4. 分析方法

原料魚の一般成分は、常法にしたがって分析した。また、試作した魚醤油の一般成分はしょうゆ分析法<sup>3)</sup>にしたがって分析した。遊離アミノ酸は、高速アミノ酸分析計（（株）日立ハイテクサイエンス、L-8900）により測定した。官能評価は、榊田酒造合資会社および当所の職員を合わせ 14 名（男性 9 名、女性 5 名）のパネルにより、色、色の濃さ、香り、魚臭さ、味および総合の 6 項目について、5 段階評価（(1(良い)～ 5 点(悪い)、ただし、色の濃さは、1(薄い)～ 5 点(濃い)、魚臭さは、1(弱い)～ 5 点(強い)) し、平均評点を求めた。

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. メヒカリの一般成分

表 2 に原料に用いたメヒカリの一般成分を示した。

水分	タンパク質	脂質	灰分	炭水化物
70.5	15.1	10.9	2.5	1.1

今回、本研究において原料に用いたメヒカリは、水野等<sup>4)</sup>が調査した常磐沖産のメヒカリの成分値と類似していた。

### 3. 2. 仕込中の成分変化

図 1-1、2 に仕込中の魚醤油もろみの pH、また図 2-1、2 に溶解性窒素の経日変化を示した。

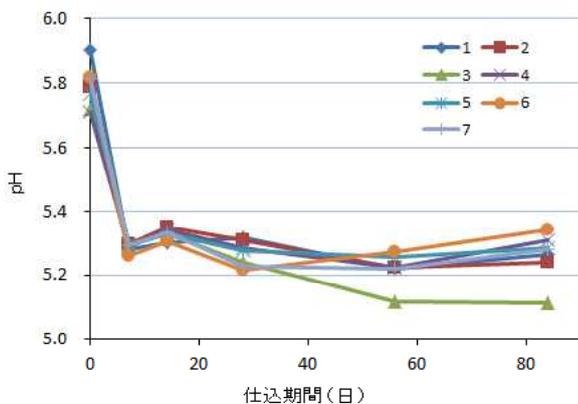


図1-1 発酵型魚醤油の仕込中のpH変化

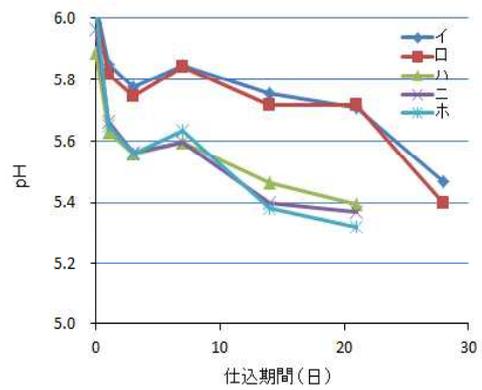


図1-2 分解型魚醤油の仕込中のpH変化

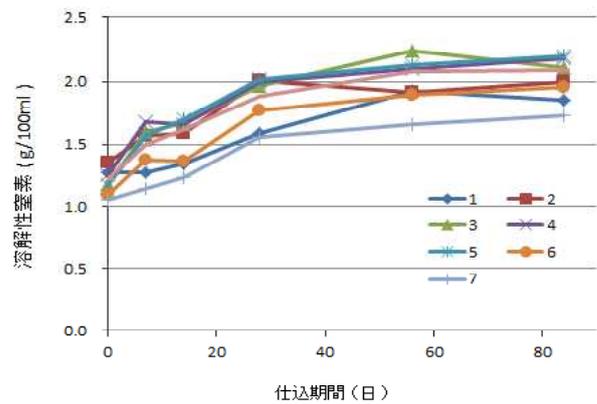


図2-1 発酵型魚醤油の仕込中の溶解性窒素変化

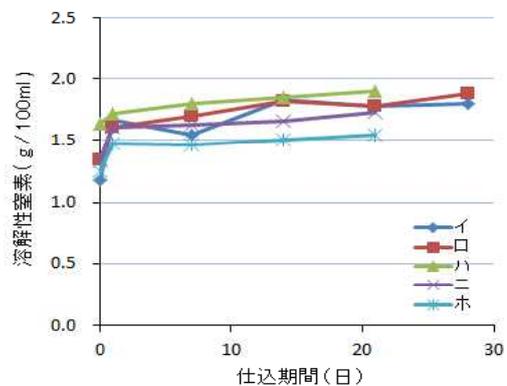


図2-2 分解型魚醤油の仕込中の溶解性窒素変化

発酵型魚醤油もろみの仕込直後の pH は 5.7 ～ 5.9 で、7 日後までに急激に、以後緩やかに低下し、仕込終了時には 5.1 ～ 5.3 となった。一方、分解型もろみの場合、発酵型に比べ緩慢に低下し、特に原料に麴を使用しなかった試験区イ、ロは、仕込初期に乳酸菌を添加したにもかかわらず、低下が小さかった。

溶解性窒素は、発酵型もろみでは、仕込中緩やかに増加し、仕込み 8 週間後に約 1.6 ～ 2.2 に達し、それ以後の増加はわずかだった。このことから、今回行った仕込温度 30℃では、3 ヶ月で充分熟成が進んだと考えられる。一方、分解型もろみの場合、仕込直後の

分解処理によりほぼ上限に達し、それ以後はほとんど増加しなかった。これらの要因として、高温（50℃）で保持したことにより、酵素が失活した可能性も考えられる。このことから、分解型の場合、呈味性の向上を期待して仕込期間を過度に長くする意義は小さいと推察された。

### 3. 3. 一般成分

表 3-1、2 に試作した発酵型および分解型魚醤油の一般成分値を示した。

表3-1 発酵型魚醤油の成分値

	試験区						
	1	2	3	4	5	6	7
pH	5.32	5.28	5.10	5.34	5.32	5.37	5.32
Brix	34.5	35.6	40.7	39.1	39.4	40.4	39.5
全窒素	1.88	2.02	2.20	2.19	2.24	2.02	1.70
無塩可溶性固形分	13.2	14.3	19.3	17.3	17.5	18.2	19.2
直糖	0.73	0.73	3.69	1.23	1.17	3.07	5.51
アルコール	0.07	0.05	0.03	0.60	0.46	1.04	1.26
食塩	21.3	21.3	21.4	21.8	21.9	22.2	20.3

表3-2 分解型魚醤油の成分値

	試験区				
	イ	ロ	ハ	ニ	ホ
pH	5.68	5.57	5.63	5.61	5.56
Brix	33.6	35.0	35.1	37.3	38.8
全窒素	1.75	1.93	1.96	1.79	1.57
無塩可溶性固形分	12.6	13.9	15.0	17.1	18.7
直糖	0.48	0.59	1.08	2.92	6.74
アルコール	0.04	ND	0.80	1.20	1.10
食塩	21.0	21.1	20.1	20.2	20.1

※ 単位は g/100ml。ただし、pH、Brix、無塩可溶性固形分を除く。

発酵型魚醤油の pH は 5.10 ~ 5.37 の範囲で、分解型（5.56 ~ 5.68）より低かった。データは示していないが、市販しょっつるの値（5.66）に近かった。また全窒素は、発酵型の方が分解型よりも高い傾向にあった。無塩可溶性固形分および直糖は、発酵型、分解型いずれも、原料に麴を用いていない試験区の値が低かった。直糖が低かった要因として、原料魚のメヒカリに炭水化物（表 2）がほとんど含まれていないことが考えられる。一方アルコールは、発酵型の試験区 1 ~ 3、分解型のイ、ロで 0.1 %（w/v）以下だった。試験区 3 は酵母を添加していないことが、また試験区 1、2、イ、ロでは原料にデンプン系の成分が少ないことが要因と考えられた。それ以外の試験区では 0.46 % 以上生成され、特に原料に米麴を用いた試験区では 1 % 以上生成された。これらは、添加した酵母がアルコール発酵を起こしたためと推察される。

### 3. 4. アミノ酸

表 4-1、2 に発酵型および分解型魚醤油の遊離アミノ酸量を示した。

表4-1 発酵型魚醤油の遊離アミノ酸 (mg/100ml)

アミノ酸	試験区						
	1	2	3	4	5	6	7
Asp	329	403	848	777	798	645	502
Thr	379	457	479	478	489	395	281
Ser	348	415	509	511	526	404	294
Asn	265	310	103	95	91	78	73
Glu	719	860	1092	1081	1101	845	632
Gln	51	46	65	57	42	40	42
Pro	160	206	330	314	332	243	166
Gly	211	256	312	321	334	242	164
Ala	546	646	701	692	711	600	466
Cit	72	72	22	20	22	18	11
Val	486	565	591	601	614	506	377
Cys	39	42	20	22	22	24	23
Met	294	327	271	268	273	258	209
Ile	440	529	481	477	486	460	353
Leu	748	841	682	674	685	701	609
Tyr	172	189	171	159	167	148	129
Phe	210	247	255	276	283	244	180
Trp	2	3	6	9	10	4	2
Orn	36	24	11	13	13	15	14
Lys	925	1050	998	1040	1061	847	658
His	84	107	156	159	164	104	54
Arg	634	692	747	770	786	635	481
Tau	117	106	94	91	91	83	80
Total	7267	8394	8943	8904	9100	7540	5800

表4-2 分解型魚醤油の遊離アミノ酸 (mg/100ml)

アミノ酸	試験区				
	イ	ロ	ハ	ニ	ホ
Asp	166	206	540	452	328
Thr	250	355	361	289	237
Ser	234	289	391	310	218
Asn	161	261	ND	40	50
Glu	447	529	786	609	426
Gln	76	138	115	97	74
Pro	37	25	7	288	16
Gly	137	140	243	193	124
Ala	443	ND	ND	483	373
Cit	49	43	20	20	12
Val	366	469	477	390	313
Cys	40	41	37	34	27
Met	232	282	268	239	202
Ile	332	447	447	369	296
Leu	659	785	771	652	530
Tyr	144	145	107	124	115
Phe	195	241	235	205	161
Trp	5	14	11	4	2
Orn	37	41	14	23	21
Lys	785	859	848	705	570
His	54	93	117	78	50
Arg	587	620	641	537	436
Tau	116	100	80	82	79
Total	5553	6122	6516	6226	4663

旨味に関与するグルタミン酸 (Glu) およびアスパラギン酸 (Asp) は、発酵型、分解型ともに、醤油用麴を用いた試験区 3 ~ 5、ハの方が、酵素製剤や味噌用米麴を用いた試験区 2、6、7、ロ、ニ、ホよりも高かった。また甘味を有するアミノ酸であるセリン (Ser)、グリシン (Gly)、アラニン (Ala)、プロリン (Pro) 等も、発酵型の醤油用麴を用いた試験区で高かった。なお、データは示していないが、市販しょっつるの遊離アミノ酸の総量は 1970 mg / 100 ml であり、今回試作した試験区は、すべて上回る結果となった。

### 3. 5. 官能評価

表 5-1、2 に官能評価の結果を示した。

発酵型、分解型ともに、仕込配合に醤油用麴を添加した区では、全般的に色が濃い傾向にあり、分解型よ

りも発酵型が濃かった。また、香りが高く、魚臭さが低い傾向が見られ、「香り」、「魚臭さ」の項目においても評価が高かった。吉川等<sup>1)</sup>は、乳酸菌や酵母等、微生物スターターの添加により魚臭さが改善されるとしている。しかしながら、酵素製剤を用いた区では、酵母および乳酸菌を添加しても「魚臭さ」の評価は低かった（魚臭さが強いと判断された）。これらの結果と、一般成分の分析結果（表3）を併せ考えると、酵母によるアルコール生成と、醤油用麴添加によるマスキング効果が相乗的に寄与していると考えられる。

表5-1 発酵型の官能評価

試験区	色	色の濃さ	香り	魚臭さ	味	総合
1	2.43	2.00	3.43	3.64	3.71	3.57
2	2.64	2.07	3.43	3.00	3.14	3.07
3	2.64	3.93	3.07	2.14	2.57	2.86
4	2.36	2.93	2.29	2.00	2.79	2.50
5	2.57	3.00	2.36	2.36	1.86	2.29
6	2.43	3.43	2.86	2.07	2.71	2.64
7	2.14	2.86	2.57	2.21	2.50	2.50

表5-2 分解型の官能評価

試験区	色	色の濃さ	香り	魚臭さ	味	総合
イ	2.64	2.14	2.79	3.86	3.36	3.50
ロ	2.50	2.14	2.57	2.86	2.86	3.07
ハ	2.36	2.86	2.21	2.21	2.64	2.71
ニ	2.57	3.36	2.86	2.36	2.71	2.50
ホ	2.29	2.29	2.50	2.57	2.29	2.50

味、総合評価は、発酵型の場合、醤油用麴、乳酸菌および酵母を添加した試験区5の評価が最も高く、次いで、試験区5と同配合で、微生物は酵母のみ添加した試験区4、並びに味噌用米麴を用いた試験区7の評価が高かった。麴を使用していない1、2は、全窒素および遊離アミノ酸総量は他試験区と大差なかったものの、評価は低かった。その一方、データは示していないが、魚醬らしいというコメントもあり（醤油用麴を用いた区は醤油様とのコメントあり）、販売形態、使用形態によって使い分けも考えられる。

分解型の場合も、醤油用麴と味噌用米麴を等量配合した試験区ニ、味噌用米麴を添加した試験区ホの評価が高く、発酵型同様、麴を配合していない試験区イ、ロの評価は低かった。評価の低かった区では、全窒素、遊離アミノ酸総量は他区と大差ないが、麴を添加した区では、データは示していないが、有機酸において乳酸以外のリンゴ酸や酢酸が生成されており、これらが官能評価を分ける一因となっている可能性も考えられる。

以上の結果、麴を配合し、かつ微生物スターターを

添加した試験区は、魚臭さが抑えられ、総合的にも評価が高いことが分かった。

#### 4. 結言

メヒカリを原料とした魚醬油を開発するため、メヒカリに適した仕込配合や、醸造方法について検討した。仕込配合について検討した結果、酵素製剤や麴を加えなくとも、メヒカリ自身の内在酵素により、ある程度分解、発酵が可能なが分かった。しかしながら、酵素製剤や麴を加えることにより、より分解力が高まり、酵素製剤よりも麴を配合した方が全窒素、無塩可溶性固形分、遊離アミノ酸総量等が高かった。

また併せて乳酸菌および酵母を添加することにより、魚臭さが抑制され、官能評価が高まることが分かった。さらに、醸造方法について検討した結果、仕込初期に50℃で24時間処理した分解型よりも、30℃で3ヶ月程度仕込んだ発酵型の方が、最終的に得られる全窒素、無塩可溶性固形分、遊離アミノ酸総量等が高かった。

以上の結果から、メヒカリに麴を配合しさらに乳酸菌および酵母を微生物スターターとして添加することで、安定した、かつ官能評価の高いメヒカリ醬油を製造可能であることが分かった。

#### 参考文献

- 1) 吉川修司, 田中彰, 錦織孝史, 太田智樹. 大麦麴と耐塩性微生物を用いたシロサケ魚醬の開発. 日本食品科学工学会誌, 2006, vol. 53, p. 281-286
- 2) 石谷孝佑. 魚醬文化フォーラム in 酒田. 幸書房. 1995, p. 32
- 3) 日本醬油研究所しょうゆ試験法編集委員会. しょうゆ試験法. 財団法人日本醬油研究所. 1985, 406p.
- 4) 水野時子, 山田幸二. メヒカリの栄養成分. 日本食生活学会誌, 2009, vol. 20, p. 211-219.

# 低アルコール純米酒の新規製造方法の確立

Production technology of low alcohol “Junmai-shu (pure rice sake)”

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 菊地伸広 中島奈津子 鈴木賢二  
国権酒造株式会社 細井信浩

清酒の多様化に伴い、清酒の低アルコール化が求められている。しかし、既存の低アルコール純米酒は味の乗らないうすい酒質であるとの指摘を受けることがある。そこで醪管理により、十分な甘みとふくらみのある低アルコール純米酒の製造方法について検討した。試験醸造を行い、醪後半の追水によりアルコールを 14.5 % となるように管理し、直接還元糖とピルビン酸濃度から上槽を行った。その結果、官能評価において、ジアセチル臭は指摘されず、十分な甘みとふくらみのある低アルコール純米酒を製造することができた。

Key words: 低アルコール純米酒、ピルビン酸、ジアセチル

## 1. 緒言

近年、清酒の多様化に伴い、清酒の低アルコール化が求められている。しかし、既存の低アルコール純米酒はアルコールの高い酒を造り、大量の割水により調整することが多いため、酒質のバランスが崩れ、味の乗らないうすい酒質であると指摘を受けることがある。

また、醪が低アルコールの状態の上槽を行うと、醪中の酵母の活性が高いため、ヨーグルト様の香りであるジアセチルが発生しやすくなる。ジアセチル臭は清酒においてあってはならない香りとして敬遠されている。そこで本研究では、醪管理により十分な甘みとふくらみがあり、ジアセチル臭のない低アルコール純米酒の製造方法について検討を行った。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 試験醸造

総米 90kg の純米酒仕込試験を行った。仕込みは培養酵母を用いた酒母省略の三段仕込みで行った。仕込配合は表 1 に示すとおり。原料米は精米歩合 60 % の「天のつぶ」を用いた。麴は種麴にスーパーハイ G（株）樋口松之助商店製）を原料米 100kg あたり 50g 用いて製麴した。麴の酵素力価を表 2 に示す。酵母は、福島県オリジナル酵母である「うつくしま夢酵母 F7-01」と「うつくしま煌酵母 901-A113」を 1:1 で使用した。醪経過は、添仕込みを 15 °C、踊りを 2 日取り、仲仕込みを 9 °C、留仕込みを 6.5 °C で仕込み、最高温度を 10.5 °C とした。仲仕込み時にグルコアミラーゼ（天野エンザイム（株）製）を 5g 添加した。BMD 値（ボーメ×醪日数）とアルコールから追水を

表1 仕込配合

	添	仲	留	合計
総米(kg)	16	30	44	90
掛米(kg)	11	24	37	72
麴米(kg)	5	6	7	18
水(L)	24	40	72	136
汲水歩合(%)	150	133	163	151
培養酵母(L)*	2			

麴米、掛米ともに精米歩合60%の「天のつぶ」を使用

\*夢酵母F7-01:煌酵母901-A113=1:1

酒母省略仕込

判断し、アルコールが 14 % を超えてからは、アルコールが 14 ~ 14.5 % となるよう、醪容量から個数計算し、追水を加えた。醪後半は、ボーメと直接還元糖をみながら、ピルビン酸スティック（月桂冠（株）製）を用いてピルビン酸濃度を測定し、100ppm を下回っていることを確認して、上槽を行った。

表2 麴の酵素力価(U/g koji)

α-アミラーゼ	685
グルコアミラーゼ	150
酸性カルボキシペプチダーゼ	1783
種麴: スーパーハイG(50g/100kg)	

### 2. 2. 成分分析

一般分析は国税庁所定分析法<sup>1)</sup>によって実施した。

### 2. 3. 官能評価

官能評価は当所職員及び県内酒造技術者計 10 名で行った。評価方法は、きき酒を行い、ジアセチル臭の有無と酒質に対してのコメントを求めた。

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. 試験醸造醪経過

醪の BMD 値とアルコールの経過については図 1 に、成分の経過については図 2 に示す。原料米である「天のつぶ」は固い性状ではあるが、醪初期によく溶けた。

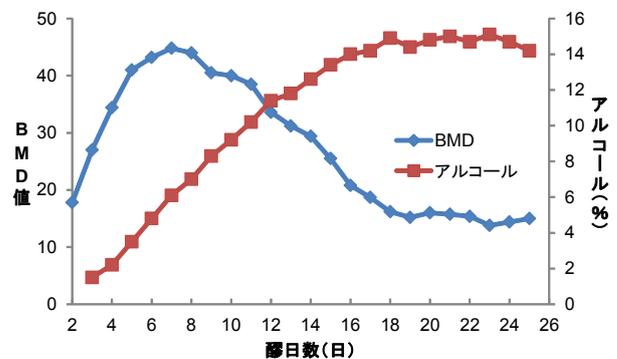


図1 醪中のボーメとアルコールの経過

しかし、後溶けせず、ポーメのキレが早く、アルコールの生成が 14 %を超えてからの追水も重なり、直接還元糖は急激に減少した。そのため、醪の管理は吟醸酒造りのような低温での経過が望ましく、特に醪後半は直接還元糖などの成分分析をこまめに行うことが重要と考えられた。

酸度は総米 90kg と小規模の仕込みであったことからやや高めとなったが、追水により醪後半は上昇せず、経過としては良好であった。アミノ酸度は上槽時で 0.6 と低く、上槽まで酵母が死滅せずに活性があったと考えられた。アルコールは 14.1 %となり、目標としていた 14 ~ 14.5 %内に収まり、醪容量から個数計算で算出した水量を追水として添加することで問題なく醪を管理できることが確認できた。

また、今回の試験醸造のように後溶けしない醪においては、原料米に溶けやすいものを使用することや吸水歩合を多くすることで醪管理がしやすくなると思われた。同様に、麴歩合を増やしたり、酵素力価の高い麴を使用したり、麴四段<sup>2)</sup>を添加することでより甘みやふくらみのある酒質が期待できると考えられた。

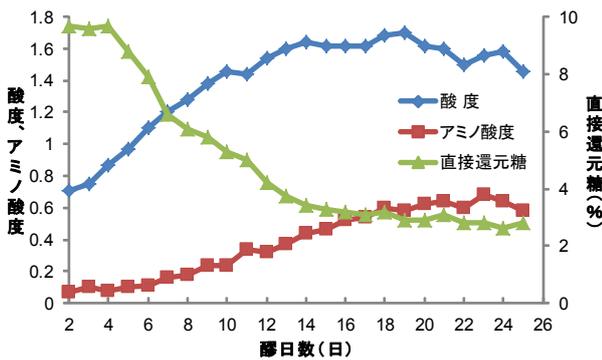


図2 醪中の成分経過

### 3. 2. 官能評価

製成酒の成分分析結果を表3に示す。製成酒に十分な甘みが残るように、直接還元糖が3%以上残っている状態でピルビン酸濃度が 100ppm を下回ったことを確認した後に上槽を行った。

表3 製成酒の分析結果

日本酒度	-6
酸度(mL)	1.5
アミノ酸度(mL)	0.6
直接還元糖(%)	3.0
アルコール(%)	14.1
汲水歩合(%)	216
粕歩合(%)	33.7
純アルコール取得量(L)	374
醪垂れ歩合(L)	87.6

官能評価の結果、酸度は高いが甘みはほどよくあり、香りは穏やかで食中酒として良好であるとの回答を得

た。また、ジアセチル臭の指摘はなかった。その他に、上立香に甘香があり、もっと香りが高く、より低アルコールの方が需要があるといった指摘を受けた。

これらのことから、醪後半に追水を行い、低アルコールの状態を維持することで十分な甘みのある良好な低アルコール純米酒を製造できた。

## 4. 結言

きれいな甘みや純米酒らしいふくらみのある酒質の低アルコール純米酒を製造する方法の確立を目的として、醪管理方法を検討した。その結果、醪後半に追水を行い低アルコールを維持し、直接還元糖とピルビン酸濃度から上槽を判断することでほどよい甘味とふくらみがあり、ジアセチル臭の指摘されない低アルコール純米酒を製造することができた。

麴歩合を増やしたり、酵素力価の高い麴を使用したり、麴四段を添加することでさらに甘みやふくらみのある酒質が期待できると考えられ、今後の検討課題とした。

### 参考文献

- 1) 注解編集委員会. 国税庁所定分析法注解. 第4回改正, 日本醸造協会, 1993, 307p.
- 2) 佐藤俊一, 水野昭博, 岩野君夫, 高原康生, 木崎康造, 佐野英二, 辻邦司, 梅田紀彦, 戸塚昭, 川島宏. ソフトタイプ清酒醸造におけるピルビン酸の消長. 日本醸造協会誌. 1981, vol.76, no.11, p.764-767.

# 薄肉パイプの抜き取り検査用直角度測定法の開発

Development of perpendicularity metrology for sampling inspection of thin wall pipe

いわき技術支援センター 機械・材料科 佐藤善久 渡邊孝康

鶴見鋼管株式会社 蛭田正彦 橋元雄也

薄肉パイプの切断面について抜き取り検査用の直角度測定法を開発するための検討を行い、次のような結論を得た。V溝に設置した薄肉パイプをV溝に直角な平面に突き当てた際に生じる、平面と薄肉パイプとの隙間の最大値を測定することで直角度が測定できる。直角度測定を行うための測定器を設計・製作した。設計・製作した測定器と、三次元座標測定機との測定結果の差は0.02mm以下であった。薄肉パイプのそりや直径のばらつきが、測定精度に影響を与えられられる。

Key words: 薄肉パイプ、測定、抜き取り検査、直角度、切断面

## 1. 緒言

鶴見鋼管株式会社は輸送機械や医療機器向けの鋼管を生産しており、最近も SUS304 の薄肉パイプ（直径約 8mm、厚さ約 0.3mm）を量産することになった。薄肉パイプは所定の長さに切断した後に出荷されるが、その切断面には図1に示すように直角度が指定されている。そこで、抽出した薄肉パイプについて直角度を測定し、測定値と指定値とを比較して合否を判定する抜き取り検査を行うことにした。

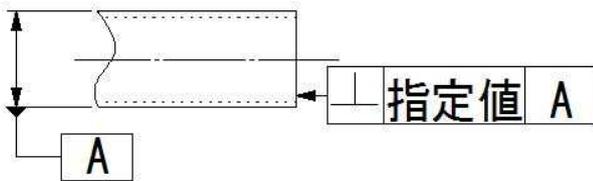


図1 切断面に指定された直角度

通常は真円度測定機や三次元座標測定機等を用いることで精度の高い直角度の測定ができる。しかし、パイプは薄肉なので、切断面での正確なプロービングが難しい。また、精度が高い測定機は高価であり、温度管理等も必要になるために使用できない。そこで今回は、正確な測定が可能で、現場でも容易に実施できる抜き取り検査用直角度測定法について検討した。また、検討した方法を検証するための測定器も製作した。

本研究では、はじめに切断面の品質を把握するため、デジタルマイクロスコブによる観察と三次元座標測定機による平面度の測定を行った。それらの結果から直角度の測定法を検討して測定器を設計・製作した。また、測定器が測定精度に与える影響を検証するために、測定器の幾何公差も評価したので報告する。

## 2. 直角度測定法の開発

### 2. 1. 切断面の品質

デジタルマイクロスコブを用いて、薄肉パイプの切断面を観察した。図2に示すように、切断面にはば

りやかえりも無く、平滑であった。

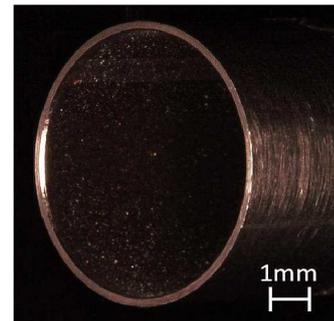


図2 薄肉パイプの切断面 (45°の方向から観察)

三次元座標測定機を用いて切断面の平面度を測定した。平面度は表1の条件で図3のように測定した。その結果、切断面の平面度は数μmであり、指定された直角度の値に対して十分に小さいことがわかった。

表1 切断面の測定条件

項目	条件
チップの直径	0.998mm
測定点数	5点/測定
測定回数	3回
プロービングの方向	Z (X,Y 固定)

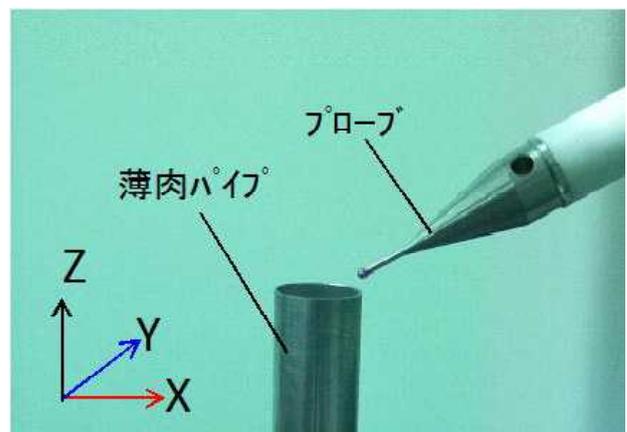


図3 切断面の平面度測定

## 2. 2. 直角度測定法と測定器

データム軸直線に対して垂直に設置された平面に切断面を突き当てた場合、設置された平面と切断面との間には直角度に応じて隙間が生じる。隙間の最大値は切断面の直角度を示す。今回のように切断面の平面度が小さい場合には、切断面が直線になると同時に隙間が最大になる場合がある。図4に示すように、このときの平面と切断面との距離を測定することで、切断面の直角度を求めることができる。



図4 切断面の平面度が小さい場合の直角度

そこで、平面に垂直な V 溝を設け、V 溝に薄肉パイプを設置して切断面の直角度を測定するため、図5に示す測定器を設計・製作した。

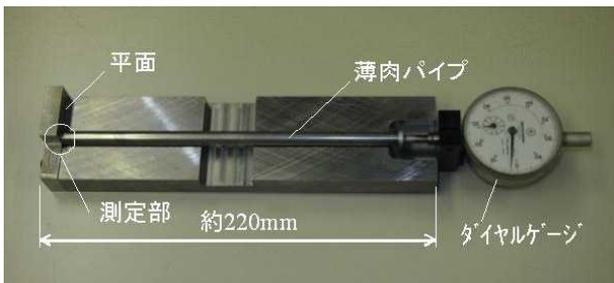


図5 抜き取り検査用直角度測定器  
(測定物を設置した状態)

V 溝に設置された薄肉パイプは、平面とダイヤルゲージの測定子で挟み込むことで固定される。測定部からは薄肉パイプと平面との隙間が観察できる。薄肉パイプを回転させながら、図6に示すように最も大きくなった隙間の寸法を計測することで直角度を測定する。また、あらかじめ長さがわかっているパイプ等を準備してダイヤルゲージの指示値を比較することで、長さの測定もできるものになっている。

三次元座標測定機にて、測定器の V 溝(2面)に対する平面の直角度を測定した。薄肉パイプの切断面に相当する直径約 8mm の範囲では、直角度は数  $\mu\text{m}$  であることがわかった。同様に切断面の直角度を測定し、測定器による測定値と比較したところ、良品及び NG 品共に直角度の差は 0.02mm 以下であり、実用に耐えられる測定精度を有すると判断した。これらの原因は、三次元座標測定機による測定では、薄肉パイプの表面から計算で求めたデータム軸直線を用いて切断面の直角度を求めているのに対して、測定器は V 溝を基準

としていることが原因と考える。本来、直角度は、データム軸直線に対して直角な2つの平面で切断面をはさみ、そのときの平面間の距離を示している。よって、データム軸直線と平面との傾きは直角度に影響を与えることになる。設計・製作した測定器は、薄肉パイプを V 溝に設置して密着することでデータム軸直線と平面が直角となることを想定している。よって、薄肉パイプにそりや直径のばらつきがあると、V 溝と密着せず、データム軸直線と平面との間に傾きが生じて測定値に影響を与えることが考えられる。これは、運用の際には注意が必要な事項である。



図6 測定器と薄肉パイプとの隙間

## 3. 結言

薄肉パイプの切断面について抜き取り検査用の直角度測定法を開発するための検討を行い、次のような結論を得た。

- 1) V 溝に設置した薄肉パイプを V 溝に直角な平面に突き当てた際に生じる、平面と薄肉パイプとの隙間の最大値を測定することで直角度が測定できる。
- 2) 直角度測定を行うための測定器を設計・製作した。
- 3) 設計・製作した測定器と三次元座標測定機との測定結果の差は 0.02mm 以下であった。
- 4) 薄肉パイプのそりや直径のばらつきが、測定精度に影響を与えられられる。

# 福島県における再生可能エネルギー大量導入に向けた 再生可能エネルギー発電観測システムの開発及び解析 — 気象観測装置の開発 —

Development of renewable energy power generation observation system toward mass introduction  
of renewable energy in Fukushima Prefecture and analysis of the renewable energy potential

-Development of meteorological observation system-

技術開発部 プロジェクト研究科 高橋昌

技術開発部 生産・加工科 太田悟

国立研究開発法人産業技術総合研究所 福島再生可能エネルギー研究所 大谷謙仁

福島県内における時刻別の太陽光発電と風力発電の県内合計発電電力量を計算可能とする再生可能エネルギー発電観測システムを構築するため、広域気象観測を開発した。本装置により広域の日射量と風力が同時に観測可能となり、共同研究者である産業技術総合研究所において観測データを用いて再生可能エネルギー発電観測システムを運用開始した。その結果、福島県内の各市町村に太陽光発電と風力発電を大規模に導入するための設備計画に対し、年間の発電変動の推定が行えるようになった。

Key words:再生可能エネルギー、気象観測、発電観測、太陽光発電、風力発電

## 1. 緒言

震災からの復興を図るため、福島県では平成 23 年末に福島県復興計画を策定し、重点プロジェクトとして再生可能エネルギー推進プロジェクトを掲げ、関連産業の集積・育成に取り組むこととなった。この中で、再生可能エネルギー関連産業において県内企業等による次世代技術開発の促進を図るため、「福島県再生可能エネルギー次世代技術開発事業」により「福島県における再生可能エネルギー大量導入に向けた再生可能エネルギー発電観測システムの開発及び解析」というテーマで技術開発を実施することとなった。本テーマは、「ハイテクプラザとの連携による、本県における再生可能エネルギー発電施設の効率的な配置を目的に各地点の気象と複数の異なる再生可能エネルギーの発電出力の同時観測・解析を通じた調査手法の開発と試行を実施する」という内容で、一部外部委託によって実施したものである。委託先は産業技術総合研究所福島再生可能エネルギー研究所であり、実施内容のうちハイテクプラザは、産総研が構築する再生可能エネルギー発電観測システムにおける広域の気象観測データの収集を担った。

震災以降、福島県では福島県再生可能エネルギー推進ビジョン（改訂版）<sup>1)</sup>が示されたが、福島県には再生可能エネルギーの資源量を推計するための日射量観測ポイントが福島市に 1 点あるのみで、正確に全県の推定を行うのが困難であった。また、再生可能エネルギーの変動分析において必要となる日射量と風速で時刻同期の取れたデータは全国的にも存在しなかった。そこで、再生可能エネルギー（太陽光発電・風力発電）による発電出力を把握するため、複数地点で再生可能エネルギー資源（日射量、風向・風速、気温）の同時観測データを収集することを目的とし、短周期で

データを収集する気象観測装置（図 1）を開発した。

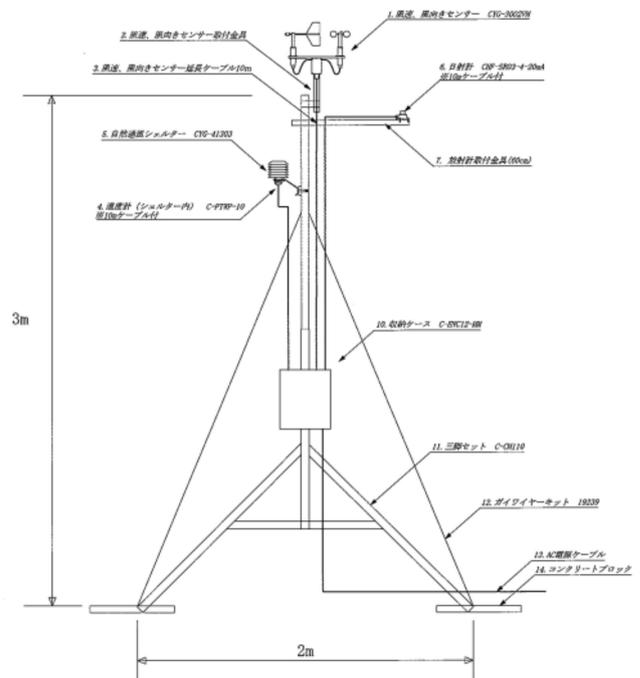


図1 気象観測装置概要

## 2. 気象観測装置

福島県内の広域気象観測データを収集するために開発した気象観測装置の基本仕様<sup>2)3)4)</sup>は以下のとおりである。

- 日射量：2nd クラス ( $W/m^2$ 、20 度傾斜)  
0 ~  $2kW/m^2$  (4 ~ 20mA)
- 風向： 0 ~ 360° (0 ~ 1V)
- 風速： 0 ~ 40m/s (0 ~ 1V)
- 気温： -20 ~ 50 °C (0 ~ 1.8V)
- サンプリング間隔：1 秒

- ・データ蓄積間隔： 1 秒（サンプリングと同時）
- ・データ送信方法： LTE データ通信 (128kbps)

各センサーの出力値は、気象観測装置制御部に配置した小型ボードコンピュータ (BeagleBoneBlack:ARM Cortex-A8 搭載) で 1 秒ごとにサンプリングされ、A/D 変換後所定の物理量に換算され、LTE データ通信によって 1 秒ごとに会津大学産学官連携クラウド（以下共創クラウド）のデータベースに蓄積される。共創クラウドでのデータの流れを図 2 に示す。

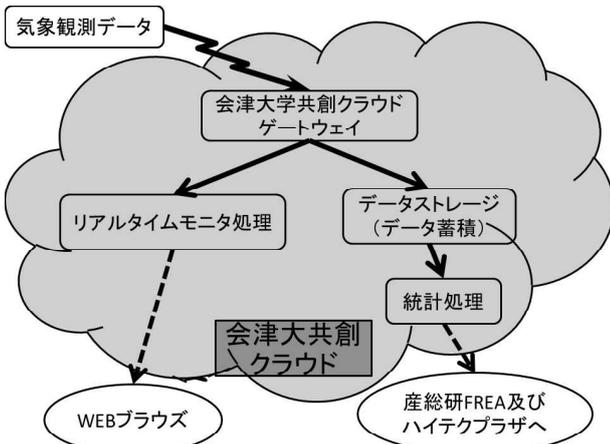


図2 共創クラウドでのデータの流れ

基本仕様に従って作製し、県内各所に設置した気象観測装置を図 3～図 7 に示す。



図3 郡山設置状況



図4 福島設置状況



図5 会津若松設置状況



図6 南相馬設置状況

各装置とも、重量ブロックにより固定しているが、設計上風速 40m/s の耐風速があり、本年度の台風の影響は全くなかった。また南相馬市に設置した装置は太陽光パネルによる給電を行っているが、太陽光パネルは単管パイプを打ち込んだ架台に設置したため、同等以上の耐風速がある。南相馬の給電装置は、太陽光パネル：95W × 2（直列）、DC12V100Ah バッテリー × 2（直列）とし、24V/12V の DC/DC コンバータに

より降圧し気象観測装置に供給している。気象観測装置では DC5V も必要となるため、12V/5V の DC/DC コンバータでさらに降圧し小型ボードコンピュータなどに供給している。

気象観測装置の設置箇所は以下のとおりである。

- ①ハイテクプラザ屋上
  - ・標高：284.9m
  - ・設置高:20.8m(建物:16.8m + 装置:4m)
- ②同 福島技術支援センター屋上
  - ・標高:113.1m
  - ・設置高:11m(建物:8m + 装置:3m)
- ③同 会津若松技術支援センター屋上
  - ・標高:202.2m
  - ・設置高:13.6m(建物:9.6m + 装置:4m)
- ④同 いわき技術支援センター屋上
  - ・標高:39.6m
  - ・設置高:12m(建物:8m + 装置:4m)
- ⑤テクノアカデミー浜グラウンド
  - ・標高:13.2m
  - ・設置高:4m(建物:0m + 装置:4m)



図7 いわき設置状況

### 3. 気象観測データ

#### 3. 1. 気象観測データの監視

共創クラウドに蓄積されたデータは、WEB ブラウザにより直近 8 時間の表示が可能で、定期的に監視しながら異常の確認を行っている。定期監視画面の例を図 8 に示す。

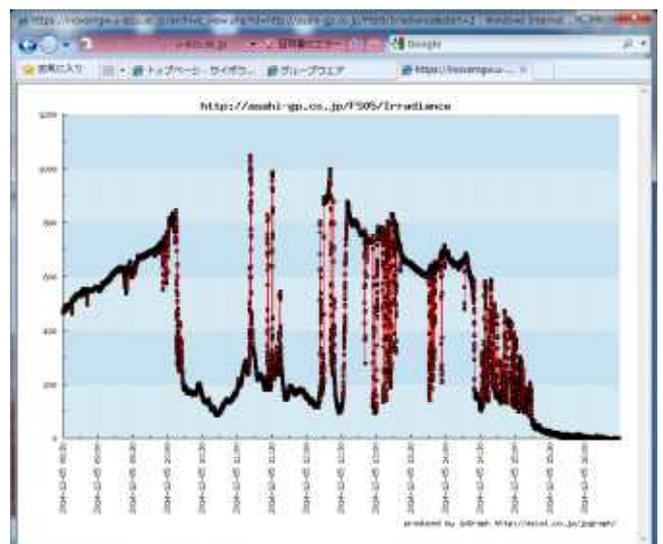


図8 監視画面例（日射量:W/m<sup>2</sup>）

なお、例示した観測値は南相馬市の2014年12月5日8:30～16:30のものである。また、閲覧データは統計処理されておらず、1秒毎のデータをそのまま表示している。

### 3. 2. 気象観測データの統計処理

産総研が構築する再生可能エネルギー発電観測システムとは別に、共創クラウド内で統計処理された気象観測データをもとに日射量、風速を一か月間ごとに3次元で可視化した。可視化にはRINEARN Graph 3D Ver. 5.5.6を用いた。図9、図10に可視化例を示す。

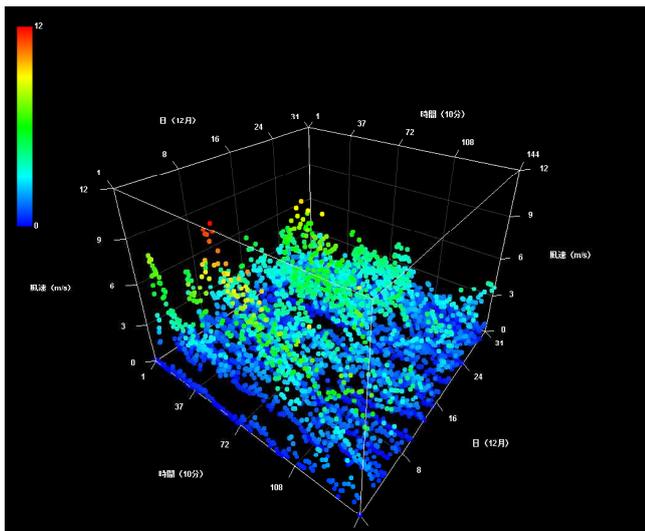


図9 風速（南相馬市：12月）

横軸:時間(10分間隔で24時間)、奥行き軸:日(31日)、縦軸方向:風速(m/s)(最大12m/s)

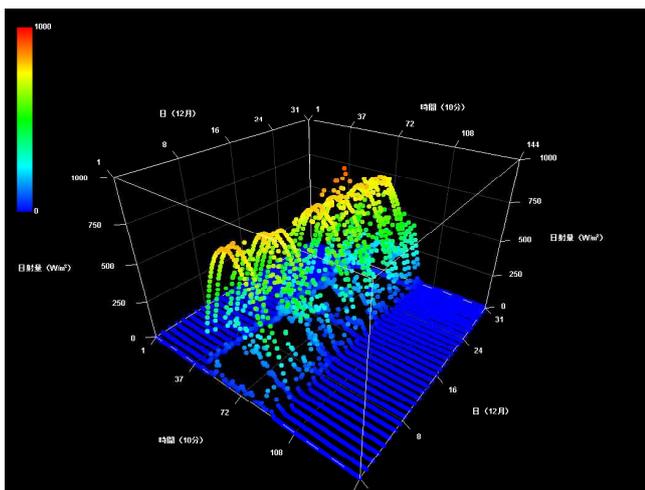


図10 日射量（南相馬市：12月）

横軸:時間(10分間隔で24時間)、奥行き軸:日(31日)、縦軸方向:日射量(W/m²)(最大1,000W/m²)

3次元可視化により一か月の風速、日射量の変動状態や大きさが容易に把握できるようになった。さらに、各月各地域の風速、日射量の傾向が把握でき、会津、

中通り、浜通り、さらには会津、県北、県中、相双、いわきの気候的特徴がつかめるようになった。この特徴はそのまま推計発電電力量に反映されている。

### 3. 3. 発電電力量推計

福島県内における発電電力量の地域的傾向を調査するために、夏季(6月)および冬季(12月)の統計処理された気象観測データ(風速、日射量)を用いて発電電力量を概算で算出し、簡易発電電力量推計を行った。表1に各地の推計発電電力量を示す。

表1 1か月間の推計風力、太陽光発電電力量

6月	会津若松	福島	郡山	いわき	南相馬
風(kWh)	1,897	1,671	1,096	431	-
太陽(kWh)	3,475	2,919	<b>3,286</b>	3,172	-
12月	会津若松	福島	郡山	いわき	南相馬
風(kWh)	2,743	12,649	18,940	2,206	19,230
太陽(kWh)	875	1,160	<b>1,447</b>	1,832	1,748

風力は直径30mの風車を想定(270kW相当)し、カットオフ2.0m/sとして風のエネルギーの3割が電力に変換されるものとした。ただし、測定高さにおける風速を用い高さ方向の風力補正は行っていない<sup>5)</sup>。また、太陽光は日射量と非常に高い相関があるため、ハイテクプラザ(郡山)設置の50kW発電設備実測値をもとに算出した。斜太字は推計の基礎とした実測データである。

太陽光発電において、夏季は各地域で安定的であるが、冬季には浜通り>中通り>会津の順に低い状態である。風力発電は、夏季は3地方とも高い発電電力量は期待できないものの、冬季は浜通り(相双地区)、中通りが比較的発電電力量が期待できることが分かった。

## 4. 結言

再生可能エネルギー(太陽光発電・風力発電)による発電出力を把握するため、複数地点で再生可能エネルギー資源(日射量、風向・風速、気温)の同時観測データを収集することを目的に、短周期でデータを収集する気象観測装置を開発し、気象観測データの収集と可視化、簡易発電電力量推計を行った。その結果、年間の発電電力量変動の推定が行えるようになり、また福島県内における地域的、気候的特徴が明らかとなった。

共創クラウドに蓄積された気象観測データは統計処理され、産総研が構築する再生可能エネルギー発電観測システムに反映される。再生可能エネルギー発電観測システムは事業終了後2カ年に渡り一般公開が予定されている。

## 参考文献

- 1) 福島県再生可能エネルギー推進ビジョン（改訂版）．  
福島県企画調整部エネルギー課, 2012, 125p.
- 2) “PV 評価用日射計/高速応答日射計”．クリマテック PDF カタログ.  
<http://www.weather.co.jp/PDF/CHF-SR03.pdf>,（参照 2015-08-10）.
- 3) “サーミスター温度計”．クリマテック PDF カタログ.  
[http://www.weather.co.jp/PDF/C-PTWP\\_-HPT.pdf](http://www.weather.co.jp/PDF/C-PTWP_-HPT.pdf),（参照 2015-08-10）.
- 4) “経済型 風向風速センサー”．クリマテック PDF カタログ.  
<http://www.weather.co.jp/PDF/CYG-3002.pdf>,（参照 2015-08-10）.
- 5) 三菱重工業株式会社. “風力講座”．  
[https://www.mhi.co.jp/products/expand/wind\\_kouza.html](https://www.mhi.co.jp/products/expand/wind_kouza.html)  
（参照 2015-08-10）

# 太陽光発電用シリコンウェハの加工技術に関する研究

Studies on a manufacturing technology of a silicon wafer for photovoltaic cell

技術開発部 生産・加工科 小野裕道 安齋弘樹 本田和夫

NEL クリスタル株式会社 清水肇 菅野和也

株式会社アルテツ 石井正幸

東成イービー株式会社 笹島登紀雄 鈴木秀 柳下和也 内藤由紀夫 高島康文 石井裕司

株式会社東北電子 渋川達弘 日渡宏亮 大山智章

学校法人日本大学 工学部 池田正則 水沼義也 渡邊佳祐

国立研究開発法人産業技術総合研究所 福島再生可能エネルギー研究所

高遠秀尚 白澤勝彦 福田哲生 鈴木信隆 木田康博

単結晶シリコン太陽電池セルは、さらなる変換効率の向上と製造工程の簡素化による低コスト化が求められている。この実現には表面電極をウェハに貫通された穴を通して裏面に配置するメタルラップスルー（MWT）型発電セルが有望な技術である。そこで産総研福島再生可能エネルギー研究所と福島県内の企業・大学 5 者と共同で MWT 型太陽光発電セルについて量産化技術の開発に取り組み、それぞれの工程の試作を行い課題を明らかにした。

Key words : 太陽光発電、太陽光発電セル、メタルラップスルー（Metal Wrap Through）

## 1. 緒言

震災後、再生可能エネルギーにより発電した電力の固定価格買い取り制度が開始され、再生可能エネルギーによる発電に関心が高まってきた。しかしながら、固定価格買い取り制度の買取価格の見直しが検討されることにもない、太陽光発電設備にはさらなるコスト削減と高効率化が求められている。

これに対し国立研究開発法人産業技術総合研究所福島再生可能エネルギー研究所（FREA）では、単結晶シリコン太陽電池パネルの量産設備を導入し、軽量で高い変換効率、廉価な太陽光発電パネルの研究開発を行っている。単結晶シリコン太陽電池の次々世代発電セルと期待されるメタルラップスルー（Metal Wrap Through : MWT）型発電セルは<sup>1)</sup>、受光面の電極をシリコンウェハの貫通穴をとおして裏面に配置することで、受光面積の拡大とモジュール組立工程の簡略化が期待されるものの、微細な貫通穴と電極材料の充填が課題となり量産に至っていない。

そこでハイテクプラザと FREA、県内企業・大学の 7 者は、薄型シリコンウェハの高効率切断技術と垂直電極形成技術の量産技術について研究開発を行った。平成 26 年度は、それぞれの要素技術の研究開発を行い、工程ごとの試作に取り組んだ。

## 2. 研究課題

### 2. 1. 高能率薄切り技術

太陽光発電セルはシリコンインゴットをワイヤーソーで薄くスライスされたシリコンウェハから作られるため、ウェハ厚を薄くすることで、同量のシリコンインゴットから多数枚のウェハを切り出したいとの要求が高い。また、加工速度の向上のため加工効率の高い

固定砥粒型のワイヤーソーが使用されている。

薄く変形しやすいシリコンウェハを切削力の大きな固定砥粒型ワイヤーソーで切るため、ウェハに小さなクラックが残り、ウェハ割れの原因になると考えられる。本研究ではダメージの少ない加工条件の選定を行った。

### 2. 2. 垂直電極の形成技術

表面電極を裏面に配置する MWT 型太陽光発電セルの模式図を図 1 に示す。本研究ではハイテクプラザと共同研究中の FREA より提供を受けた薄型シリコンウェハに、貫通穴を明け、不純物を拡散し、パッシベーション膜の成膜、貫通電極を形成し、発電セルを製作する。

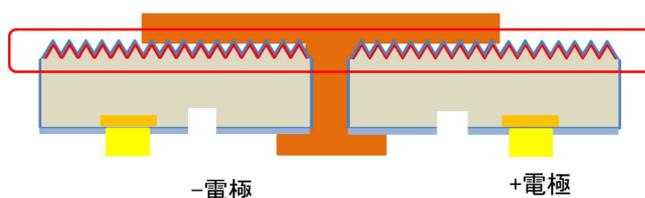


図1 MWT型太陽光発電セルの模式図

## 3. 実験

### 3. 1. 高能率薄切り技術

マルチワイヤーソーの模式図を図 2 に示す。表面に砥粒を固定したワイヤーを、テンションローラーを介して多溝ローラーに張り、ワイヤーを高速で往復運動させながらシリコンインゴットをワイヤに下ろすことで約 800 枚のウェハを切り出した。

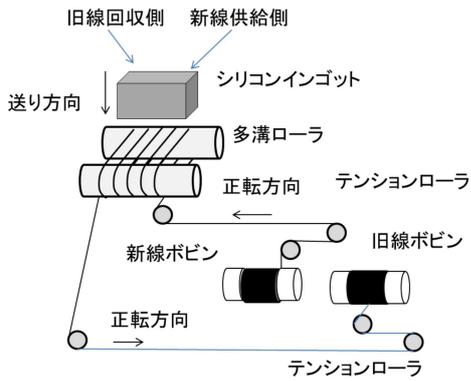


図2 マルチワイヤーソー模式図

### 3. 2. ウェハの強度試験

上記実験で切断したウェハを図3に示す三点曲げ試験により強度の測定を行った。ワイヤー進入部の凹凸の影響を受けないよう、図のようにソーマークを配置した。

ワイヤーの新線が供給される側と摩耗したワイヤーが回収される側の2区画からそれぞれ30枚を抜き出して強度試験を行った結果を図4に示す。旧線側に比べ新線側に強度の弱いウェハが数枚あることが分かった<sup>2)</sup>。薄く割れにくい高強度のシリコンウェハの切断するには、新線側の強度低下の要因の解明と対策の開発が必要であった。

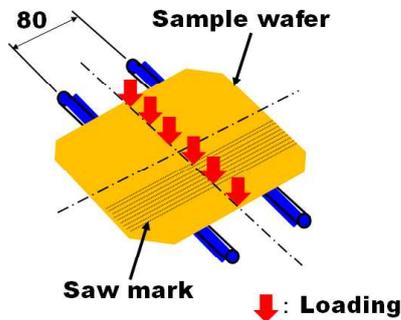


図3 ウェハの強度試験

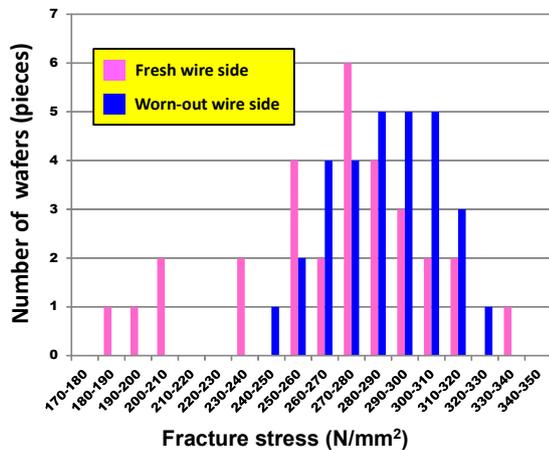


図4 ウェハ強度

### 3. 3. シリコンウェハ切断のダメージ評価

切断したシリコンウェハを X 線トポグラフにより撮影し、加工ダメージの評価を行った。新線側の撮影結果を図5に示す。ソーマークに沿って加工ダメージが分布している様子が分かる。ソリの大きなウェハの場合、図左下のとおり X 線の回折方位が他の部分と一致せず撮像できない部分があり、ソリと合わせて評価する必要があった。

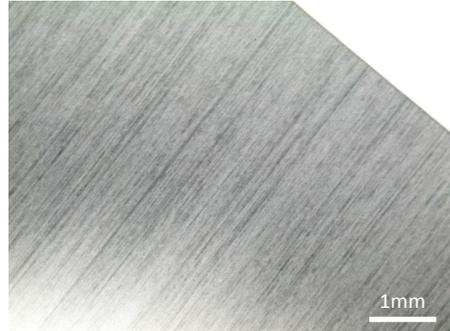


図5 切断面の加工ダメージ

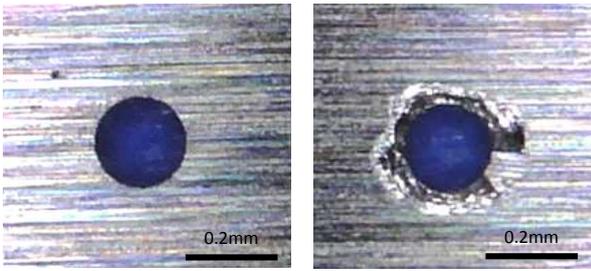
### 3. 4. 貫通穴加工

#### 3. 4. 1. ドリル加工による貫通穴

ドリル加工によるシリコンウェハの貫通穴加工を行った。工具はダイヤモンド砥粒の電着工具と単結晶ダイヤモンド工具にを用いた。電着工具はダイヤモンド砥粒の脱落により工具寿命が短かったが、単結晶ダイヤモンド工具は30穴の加工を行っても工具の摩耗は見当たらなかった。直径0.2mmの単結晶ダイヤモンド工具により表1に示す加工条件で加工した貫通穴の表裏を図6(a)、(b)に示す。工具が進入した表側は良好な仕上げ形状であるものの、裏面側は小さな割れやカケが観察され、1穴あたりの加工時間は1分30秒であった。これらの割れカケは発電セルの強度と変換効率の低下の原因となり、低減が課題であった。太陽光発電セルの量産ラインは1枚あたり数秒のタクトタイムを目指しており、加工時間の短縮が課題であった。

表1 ドリル加工条件

材料	単結晶シリコン 0.2mm厚テクスチャ加工品
工具	Φ0.2mm 単結晶ダイヤモンド工具
回転数	15,000 rpm
加工時間	1 min 30 sec /穴



(a) 表側 (b) 裏側

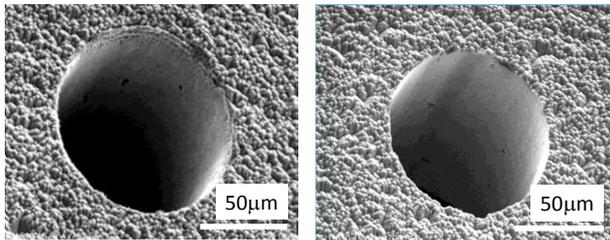
図6 ドリル加工による貫通穴

### 3. 4. 2. レーザ加工による貫通穴

ピコ秒レーザとナノ秒レーザ加工によりシリコンウェハに貫通穴加工を行った。ピコ秒レーザとナノ秒レーザ、レーザの波長を検討した。表2に示す加工条件で加工した穴の、レーザが入射した表側と出射した裏側を図7に示す。両面とも良好な加工がされているが、加工時間の短縮が課題であった。

表2 レーザ加工条件

材料	単結晶シリコン 0.2mm厚テスチャ付
レーザ種別	ピコ秒レーザ
加工時間	0.76sec/穴



(a) 表側 (b) 裏側

図7 レーザー加工による貫通穴

### 3. 4. 3. 反応性イオンエッチングによる貫通穴

フォトレジスト OFPR をレジストマスクとし、裏面にも貫通時の保護マスクを塗布して DeepRIE 装置により反応性イオンエッチング加工を行った。

貫通穴を図8に示す。穴周りのマスクが一部はがれたため面取りされたような形状となった。

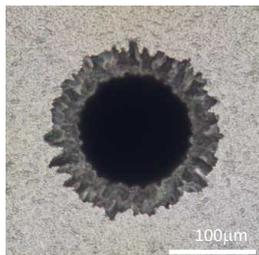
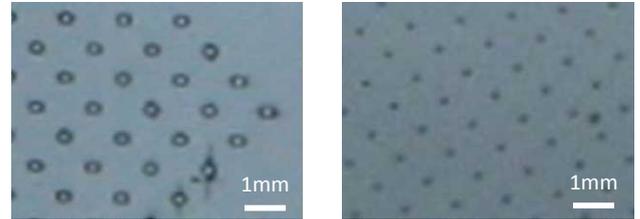


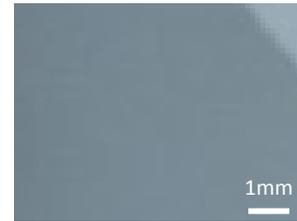
図8 反応性イオンエッチングによる貫通穴

### 3. 5. 貫通穴加工ダメージの評価

ドリル加工とレーザ加工、反応性イオンエッチング加工により貫通穴を開けたシリコンウェハを X 線トポグラフにより撮影し、加工ダメージの評価を行った。それぞれの撮影結果を図9に示す。



(a) ドリル加工 (b) レーザ加工



(c) 反応性イオンエッチング加工

図9 貫通穴周りの加工ダメージ

レーザ加工と反応性イオンエッチング加工ではダメージが観察されなかったものの、ドリル加工では歪の見える穴があった。今後、原因とについて検討する。

### 3. 6. 液体不純物源による不純物拡散

シリコンウェハへの不純物の拡散処理には有毒なガスを使用する機会が多い。これに対し液体不純物源は、有害ガスの除害装置等が不要で、比較的簡便な設備で安全な処理が可能である。

液体不純物源の塗布条件や熱処理条件を表3に示す。特に 950 °C で熱処理した時間と拡散深さの関係を図10に示す。今後は、それぞれの拡散濃度と拡散深さのウェハをセル化し変換効率の評価を行う。

表3 不純物拡散条件

シリコン	P-Si (100)
不純物	EPLUS SC-913 P濃度 3g/100mL
熱拡散	850°C ~ 1050°C 5min ~ 60min

### 3. 7. パッシベーション膜の成膜

不純物拡散後のシリコンウェハに表面の保護と反射防止を目的に、プラズマ CVD によりパッシベーション膜として窒化シリコン膜を成膜した。シリコンウェハの寸法などの加工条件は表4のとおり。加工されたシリコンウェハを図11に示す。反射防止が期待される青色の干渉色が観察された。

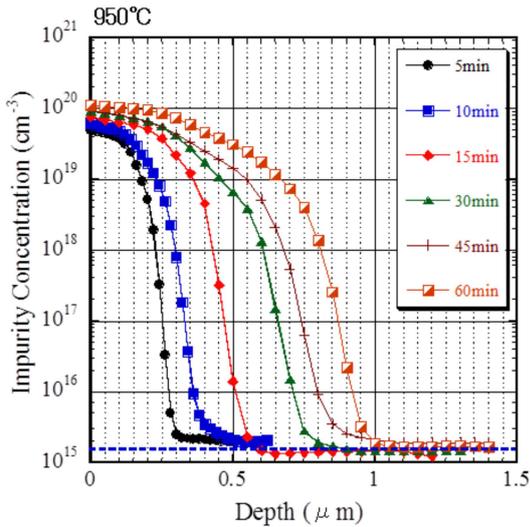


図10 拡散深さとドーパ量の関係

表4 パッシベーション膜の成膜条件

材料	単結晶シリコン 0.2mm厚テクスチャ加工品
加工方法	プラズマCVD

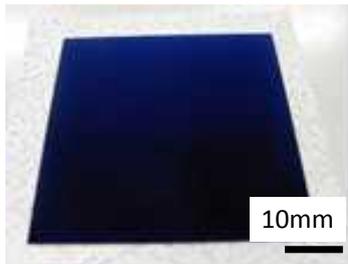
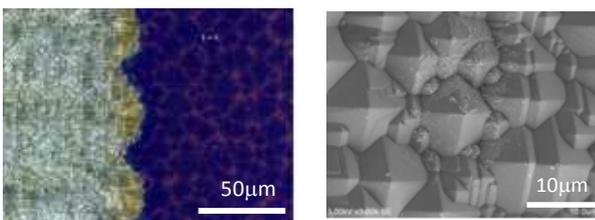


図11 パッシベーション膜を成膜したシリコンウェハ

### 3. 8. パッシベーション膜の除去加工

シリコンウェハの表面は保護のためパッシベーション膜が成膜されるが、このうち表裏面の電極にあたる部分を選択的に除去することで変換効率の向上が期待される。

レーザ加工によりパッシベーション膜の除去加工を行った。加工部分をレーザ顕微鏡で観察し、詳細を走査型電子顕微鏡で観察した。それぞれの結果を図12に示す。表面の微細なテクスチャ構造を壊すことなく、レーザを照射した部分のパッシベーション膜が選択的に除去されている。



(a) 除去部外観 (b) 除去部拡大

図12 パッシベーション膜除去部の観察

### 3. 9. 電極材料の充填加工

#### 3. 9. 1. ジェットディスペンサーによる電極材の充填

反応性イオンエッチングにより貫通穴を加工したシリコンウェハにディスペンサーにより銀ナノインクを塗布した。貫通穴内に所定の体積を充填し乾燥を行った。

銀ナノインクは銀粒子を有機溶媒に分散されてあるが、電極材料として乾燥を行うと大きく容積が減ることが分かった。

そこで貫通穴に表面側と裏面側から2回に分けて充填した。これにより図13に示すように電極を連続的に充填不良を起こさず充填することができた。



図13 ディスペンサーにより充填された電極

#### 3. 9. 2. スクリーン印刷による電極材の充填

反応性イオンエッチングにより貫通穴を明けたシリコンウェハに、スクリーン印刷により電極材料の充填を行った。試料の寸法や充填条件を表5に示す。電極材料を乾燥した後、研磨により電極断面を観察した結果を図14に示す。電極材料とシリコン貫通穴の間に乾燥による収縮とみられる隙間があり、充填率も不十分であることが分かる。

表5 電極材料の印刷条件

材料	単結晶シリコンウェハ 0.2mm厚テクスチャ付
電極材	銀ペースト
マスク	メタルマスク

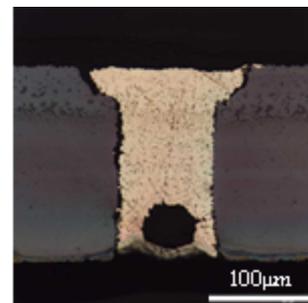


図14 電極の断面観察

### 3. 10. 電極間の絶縁加工

裏面に配置された p 極と n 極の電極間の絶縁を図るため、微細な溝加工を行う。溝はシリコンウェハにダメージを与えず、絶縁に十分な幅と深さを得ることが求められる。

テクスチャ構造の付いたシリコンウェハにレーザーにより溝を加工した。実験条件を表 6 に、加工された溝を図 15 に示す。溝周辺部に熱などによるクラックは見当たらない。所定の溝幅と溝深さを得ることができた。

表6 溝の加工条件

材料	0.2mm厚単結晶シリコン テクスチャ付
レーザー種類	THG 355nm ピコ秒レーザー
エネルギー	5~30μJ
加工速度	80mm/s

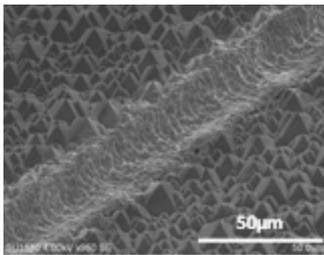


図15 電極間の絶縁加工

### 4. 考察

MWT 型太陽光発電セルについて製造工程の開発を行い、次の点が課題であった。

- 1) シリコンインゴットの薄切りではワイヤの摩耗とウェハ強度に関係があると示唆された。新線側に表れる強度の低いウェハの発生要因の解明と対策の開発が必要であった。
- 2) X線トポグラフによりウェハの加工ダメージを観察することができたが、ウェハにソリがあると測定ができなかった。
- 3) ウェハのドリル加工では、単結晶ダイヤモンド工具で直径 0.2mm の貫通穴を加工できたが、裏面のカケの低減と、加工時間の短縮が課題であった。
- 4) ウェハのレーザー穴加工では直径 0.10mm の貫通穴を割れやカケなく加工ができた。量産に向け加工時間の短縮が課題であった。
- 5) 反応性イオンエッチングによる貫通穴加工では、マスクはがれを抑制した加工条件の選定と加工時間の短縮が課題であった。
- 6) 不純物の拡散工程では、液体不純物源により目標

とした不純物濃度と拡散深さを得ることができた。今後は、発電セルを試作し拡散条件の最適化が課題である。

- 7) 電極材料の充填加工では、電極材料の焼成により体積が減少が問題であった。ジェットディスペンサーによる加工では、表裏面から充填することで充填率を向上させたが、スクリーン印刷では充填率の不足が課題であった。

### 5. 結言

MWT 型太陽光発電セルの量産技術を開発するため、薄型シリコンウェハの高効率薄切り加工と垂直貫通電形成技術の開発に取り組み、次の結言を得た。

- 1) マルチワイヤソーによりシリコンインゴットを薄切り加工し、その3点曲げ試験を行った。その結果、新線供給側に比べ旧線回収側の方が強度のばらつきが小さいことが分かった。
- 2) 垂直貫通電極を形成する各工程の設計と工程毎の試作を行った。その結果、穴加工のカケ等の抑制や加工時間の短縮、不純物拡散濃度の向上、電極材料の充填率不足が課題であることが明らかになった。

### 参考文献

- 1) F.Clement, B.Thaidigsmann et al. “Pilot-Line Processing of Highly-Efficient MWT Silicon Solar Cells”. 25th European Photovoltaic Solar Energy Conference and Exhibition 2010. Valencia, Spain. p. 1097-1101
- 2) 小野裕道, 本田和夫, 福田哲生. “切断ワイヤの摩耗と単結晶シリコンウェハの破壊強度”. 第75回応用物理学会春季学術講演会講演論文集. 2015. 12a-A18-6

# 大規模災害に係る有害化学物質の洗浄技術の実用化

## －自動剥離性吸着洗浄剤の開発－

Studies on implementation of cleaning technology for toxic chemical substances under the large disaster scale

- Development of self peel paint ahead surface dust -

技術開発部 工業材料科 三瓶義之

大規模災害時に漏出した有害物質を洗浄するため、強い粘着力と、剥離回収を容易にするための易剥離性をあわせもった自動剥離性吸着洗浄剤の開発を行った。相反する性能を持たせるため、性質の異なる物質が分離し表面にしみ出してくる現象に着目し、塩化ビニル系ゾルペーストにフッ素系の素材を混合して塗布し、固化中に粘着面にしみ出させることで、易剥離性を付与させることができた。またこの粘着剤は通常の粘着剤と同等の汚染物の洗浄性能を持つことが確認できた。

Key words:大規模災害、有害物質、洗浄、除去、粘着剤

## 1. 緒言

大規模災害時には有害物質を扱うプラントや事業所から有害物質が漏出し、周辺が汚染され、復旧のためにその除去作業を行う場合がある。

有害物質の除去の手法の一つに、粘着剤を汚染部に塗布し固化させ吸着させることで飛散を防ぎ、さらにそれを剥離・回収する手法がある。

除去に使用する粘着剤は強い粘着力を必要とするが、それが剥離・回収の大きな障害にもなっており、人が立ち入れない環境下でロボットなどにより作業することは困難である。

本研究では粘着剤に、汚染吸着時の強い粘着力と固化後の剥離・回収を容易にする易剥離性を付与して自動剥離性吸着洗浄剤の開発を行った。

## 2. 粘着剤の選択

粘着剤は主成分および固化原理によりいくつかの種類に分類でき、それにより固化後の性状や物理的強度、粘着強度や機能性の付与手法が異なる。そのため、まず使用する粘着剤について選定を行った。

今回使用する粘着剤には、塗布作業のしやすい粘度および固化時間、極端に高くない粘着強度、適度な柔軟性を持つことが求められる。

これらを満たす可能性のある粘着剤として、塩化ビニル系ゾルペースト、液状シリコーンゴム接着剤および酢酸ビニル樹脂エマルジョン接着剤が挙げられる。

そこでこれらの粘着剤について塗布・固化実験を行って比較した。

基板にはステンレス板（SUS304, 2B 仕上げ）を用い、へらを用いて粘着剤を塗布、室温にて固化させた後に、手作業で剥離を試みた結果を比較した。

使用した粘着剤の主成分、固化原理および固化時間については表1、実験結果を図1に示す。

表1 粘着剤の成分および固化時間

粘着剤の主成分	固化原理	固化時間
塩化ビニル系ゾルペースト	溶剤揮発	1時間
液状シリコーンゴム接着剤	化学反応	30分
酢酸ビニル系エマルジョン接着剤	水分蒸発	10時間



図1 塗布・剥離実験結果

(左:塩化ビニル系ゾルペースト, 中:液状シリコーンゴム接着剤, 右:酢酸ビニル系エマルジョン接着剤)

その結果、塩化ビニル系ゾルペーストが破断することなく剥離が可能で、固化時間も1時間程度あり、塗布作業が容易であった。

液状シリコーンゴム接着剤は固化時間は短く、柔軟性に富むが、剥離せずに破断する結果となり、酢酸ビニル系エマルジョン接着剤は固化時間が長く、固化後の柔軟性に劣り、剥離作業が行えない結果となった。

これらの結果より、粘着剤として塩化ビニル系ゾルペーストを用いることとした。

また、今後の実験では易剥離性の付与のために他の成分を添加することも考慮し、溶剂量を増やして粘度を低下させたものについて古藤工業株式会社に製造を委託し、以降の実験に用いることとした。

### 3. 易剥離性の付与

#### 3. 1. フッ素系素材の添加による剥離性向上

自動剥離性吸着洗浄剤では塗布時の強い粘着性と固化後の剥離性を両立させる必要がある。

本研究では、経時的に粘着力を弱める機構として、なじみの悪い物質同士を混合した際にそれらが経時的に分離し、その際表面自由エネルギーが小さい物質が表面にしみ出す現象に着目した。

具体的には、塩化ビニル系ゾルペーストにフッ素オイルを混合させることで粘着剤表面にフッ素オイルをしみ出させ、その低い表面自由エネルギーにより易剥離性を付与することについて検討した。

また、フッ素オイルに加え PTFE 粒子を加えることで、フッ素オイルと共に PTFE 粒子が表面に移動、さらに易剥離性を高めることについても検討を行った。

配合は、塩化ビニル系ゾルペーストを粘着剤の基材に、フッ素オイルとしてパーフルオロエーテル油（ダイキン工業製デムナム S-20）、PTFE 粒子としては平均粒径 700nm の粒子および平均粒径 300 $\mu$ m の粒子をそれぞれ混合させた。

作製した粘着剤の種類及びその配合量について表 2 に示す。

表 2 粘着剤の配合

粘着剤	塩ビ系 ゾルペースト	フッ素オイル	PTFE (700nm)	PTFE (300 $\mu$ m)
①	100			
②	90	10		
③	80	10	10	
④	80	10		10

(単位:wt%)

#### 3. 2. 作製した粘着剤の引きはがし力測定

作製した粘着剤について、180° 引きはがし試験により引きはがし力の測定を行った。

測定用試料にはステンレス板に市販のマスキングテープ (50 $\mu$ m 厚) を幅 20 mm 間隔で張付け、マスキングテープの厚みを厚さ基準として、スキージを用いて塗布し、固化後にマスキングテープを剥離し、3本の引きはがし試料としたものを用いた。

粘着剤①から④および比較としてのマスキングテープについて島津製作所製精密万能試験機 (AG-10KNE) を用いて 180° 引きはがし試験を行った。

引張速度は 1 mm/sec.、開始から 50 mm のストローク範囲で試験を行い、引きはがし力の平均値および最大値を測定した。

引きはがし試験の状況について図 2 に、測定結果を表 3 に示す。

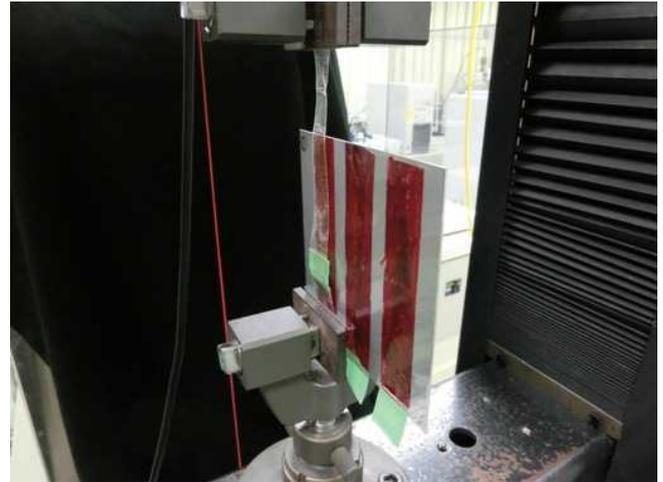


図 2 引きはがし試験の様子

表 3 引きはがし試験の結果

	粘着剤配合	引きはがし力 (N)	
		平均値	最大値
①	塩ビ系ゾルペースト	破断	3.49
		破断	3.52
		破断	3.28
②	①+フッ素オイル	破断	8.35
		3.92	5.02
		破断	5.67
③	①+フッ素オイル+PTFE(700nm)	2.80	3.42
		3.07	3.63
		2.44	2.79
④	①+フッ素オイル+PTFE(300 $\mu$ m)	3.93	4.44
		破断	4.87
		破断	4.39
比較	市販マスキングテープ	7.42	8.54
		7.52	8.68
		7.48	8.36

その結果、粘着剤①では3本全てで粘着剤が途中で破断し、剥離することができなかった。

粘着剤②でも同様に3本中2本が試験途中で破断したが、残る1本についてはストローク終了まで剥離を行うことができ、比較のマスキングテープよりも低い引きはがし力を示した。

粘着剤③では、全ての試料についてストローク終了まで剥離を行うことができ、引きはがし力もマスキングテープの半分以下の数値を示した。

粘着剤④は、3本中2本が破断したが、②同様に引きはがし力は低い傾向が得られた。

これらの結果より、粘着剤にフッ素オイルを加えることで固化後の引きはがし力を低下できること、さらに PTFE 粒子を加えることでさらに低下させられることが確認できた。

しかし粘着剤④では、膜厚に比べて大きな PTFE 粒子の存在が膜破断の起点となって破断しやすい傾向がみられ、加える PTFE 粒子のサイズは粘着剤塗布厚に比較して小さくする必要があると考えられる。

### 3. 3. FT-IRによる剥離面の分析

粘着剤①および③について、固化・剥離後の剥離面の IR スペクトルの測定を行い、表面に存在している物質について確認を行った。

FT-IR（日本分光製 FTIR-6200）および ATR 結晶を用いて剥離面の表面の IR スペクトルを測定し、剥離面表面の分析およびデータベース検索による照合を行った。

粘着剤①および③の FT-IR スペクトルおよび③のスペクトルから①のスペクトルを差し引いた差スペクトルについて図 3 に示す。

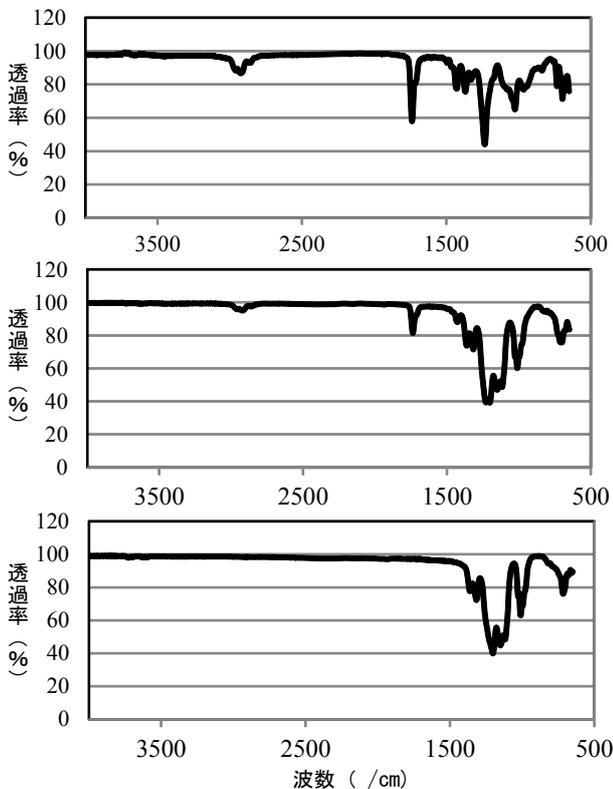


図3 粘着剤のFT-IRスペクトル

(上段:粘着剤①, 中段:粘着剤③, 下段:③-①の差スペクトル)

図 3 より、上段の①のスペクトルと比べ中段の③のスペクトルには明らかに異なるピークが観察された。

下段に示した差スペクトルについて IR スペクトルデータベース検索を行った結果、フッ素オイルのスペクトルと一致した。

このことから、粘着剤③ではステンレス基板と粘着剤との界面にフッ素オイルがしみ出しているものと考えられる。

### 3. 4. 汚染除去性能の確認

フッ素オイルおよび PTFE 粒子の配合による粘着剤の汚染除去性能の変化について確認を行った。

模擬汚染物質として、平均粒径  $1 \mu\text{m}$  の WC (タングステンカーバイド) 粒子を用いた。

模擬汚染の付着手法としては、WC 粒子を紙に包み、それをステンレス板上で振動させることで付着させた。

作製した模擬汚染に対し、粘着剤①から④を塗布・固化させ、剥離することで汚染除去実験を行い、その結果を比較した。

粘着剤を塗布した直後、および固化後に手で剥離した後の外観を図 4 に示す。

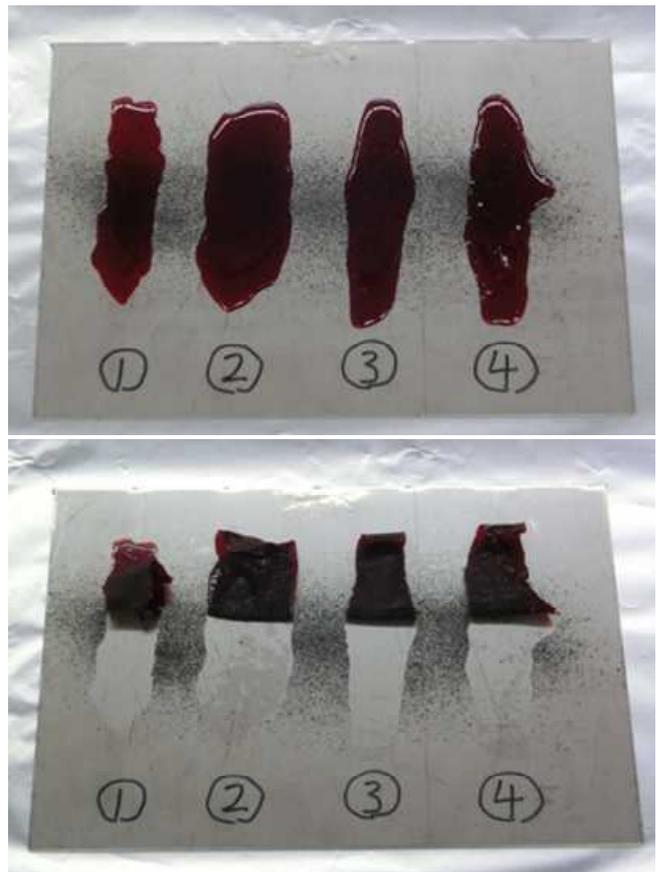


図4 粘着剤を用いた汚染除去の結果  
(上段:塗布直後, 下段:固化・剥離後)

図 4 より、粘着剤①から④までのいずれもステンレス板上の WC 粒子を除去できており、フッ素系素材を添加しても汚染の除去効果には問題がないことが確認できた。

### 3. 5. SEMによる粘着剤の断面の分析

前項で WC 粒子の除去を行った粘着剤のうち、粘着剤①・②および③について、イオンリング装置（日立ハイテック製 IM-4000）で WC 粒子を捕捉した剥離面の断面を作成、得られた断面について電子顕微鏡（日立ハイテック製 SU-1510）を用いて分析を行った。

イオンミリングの際、通常の条件では加工時の熱で粘着剤中の残存溶媒の揮発によりブリストア（ふくらみ）の発生や熱による軟化での変形が発生する。そこで、あらかじめ加工時間が最短となるように試料形状を加工、さらに冷却ステージを用いることで試料の温度上昇を抑制して加工を行った。

元素マッピング分析の際には塩化ビニル系ゾルペーストは塩素、WC 粒子はタングステン、フッ素系素材はフッ素に着目して面分析を行った。

塩素を黄色、タングステンを青色、フッ素を緑色として表示した面分析画像を図5に示す。

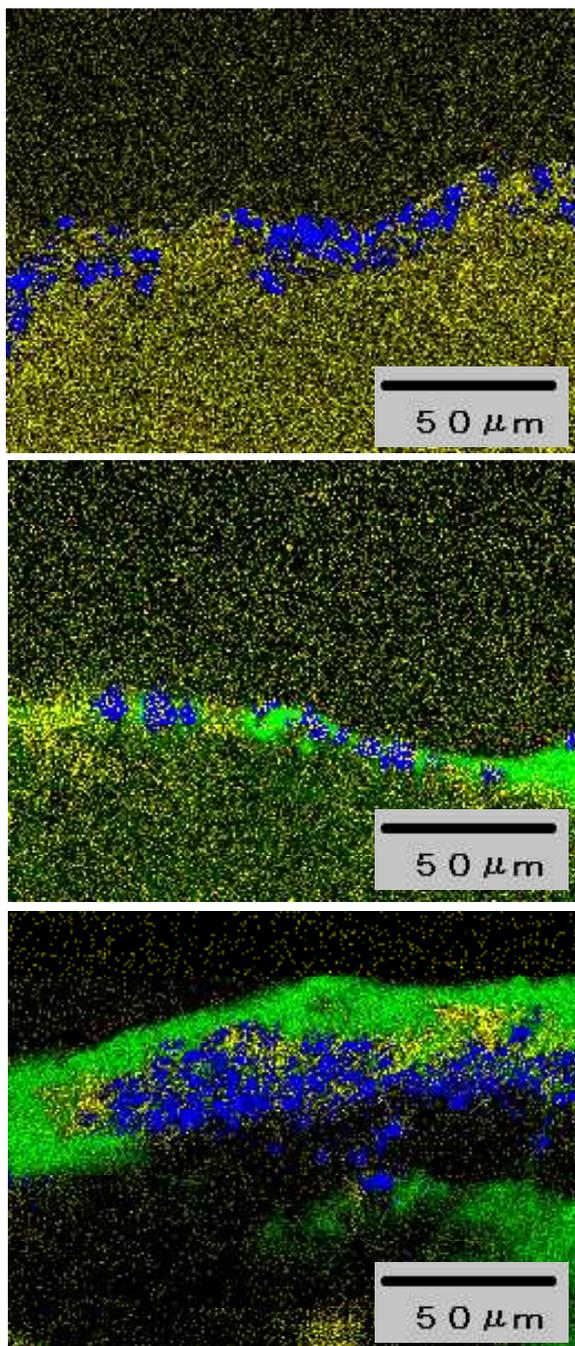


図5 粘着剤の断面分析結果  
(上段:粘着剤①, 中段:粘着剤②, 下段:粘着剤③)

面分析結果より、粘着剤②では剥離面の表面にフッ素とタングステンが存在しているのに対し、粘着剤③では表面にフッ素層があり、その下にタングステンが存在していることが確認できる。

この結果より、粘着剤③では塗布後にフッ素オイルのしみ出しとともに PTFE 粒子が界面に移動し、その存在により引きはがし力が低下しているものと考えられる。

#### 4. 結言

強い粘着力を持つ粘着剤に、易剥離性を付与した自動剥離性吸着洗浄剤の開発を行った。

塩化ビニル系ゾルペーストにフッ素オイルおよび PTFE 粒子(平均粒子径 700nm)を添加することで、固化後の引きはがし力を市販のマスキングテープの半分以下にまで低下させることができた。

この粘着剤について ATR 結晶を用いた剥離面の FT-IR 分析を行った結果、剥離面表面にはフッ素系の素材が局在していることが確認できた。

冷却ステージを用いてミリング加工した粘着剤の断面の分析により、フッ素オイルと PTFE 粒子を添加した粘着剤では剥離面をフッ素系の素材が厚く覆っている様子が確認できた。

また、模擬汚染を用いた汚染除去実験では、フッ素系素材の添加により汚染除去効果に問題が出ないことが確認できた。

これらの効果は塩化ビニルとフッ素系素材のなじみの悪さから、混合直後は分散状態のフッ素系素材が時間の経過とともに徐々に分離して粘着面にしみ出し、引きはがし力を低下させているものと考えられる。

この効果を用いれば、今回行った組み合わせだけでなく、他のなじみの悪い素材同士の組み合わせでも塗布直後の粘着性と固化後の易剥離性を両立できると考えられる。

# 大規模災害に係る有害化学物質の洗浄技術の実用化

## —配管円筒面の高圧洗浄・回収システムの開発—

Studies on implementation of cleaning technology for toxic chemical substances under the large disaster scale

-Development of pipe surface high pressure cleaning system with recovering waste water-

技術開発部 生産・加工科 安藤久人 本田和夫

株式会社茶木エンジニアリング 茶木哲夫 茶木栄次 大河原邦夫

有限会社品川通信計装サービス 鶴岡郷志 田部慎二 阿部浩治 本滝一徳 小沼国光

学校法人日本大学 工学部 遠藤央 柿崎隆夫

地震等の大規模災害により、化学工場等から漏えいし、配管に付着した有害化学物質を高圧水により洗浄し、かつ洗浄水と汚染物質を回収するシステムを、県内企業の要素技術と県内大学の研究を基に開発した。既存の洗浄技術では対応できない配管の円筒面を洗浄するため、高圧洗浄ノズル、ノズルを円筒面に沿って揺動するノズル駆動機構、高圧水を供給し、かつ回収するユニットを開発するとともに、多関節ロボットと連携して動作することで、配管の円筒面を効率良く洗浄するシステムとなった。

Key words:大規模災害、配管円筒面の洗浄、高圧水、回収、ノズル駆動機構

## 1. 緒言

「ふくしまからはじめよう。震災対応技術実用化支援事業～大規模災害に係る有害化学物質洗浄技術実用化モデル事業」により、大規模災害により被災した化学工場から漏れ出した有害化学物質を除去し、復旧作業を支援するため、配管に付着した有害化学物質を高圧水により洗浄するシステムの開発を行った。

床面や壁面などの平面を洗浄する装置やロボットは既に研究され、実用化されている。しかし、工場の配管等の円筒面などの曲面を洗浄するシステムは、未だ実用化されていない。

遠藤らは、道路などの洗浄面にノズルを追従させ効率良く洗浄し、洗浄水を回収する除染ロボットを開発した<sup>1)</sup>。この時の洗浄水を噴射し、回収するノズル形状を基に、配管円筒面の高圧洗浄ノズルを設計した。また、高圧水供給・回収ユニット、洗浄ノズルを配管の円筒面に倣って揺動させるノズル駆動機構を開発し、システムとして統合した。

さらに、本システムにより、汚染物質としてナノ粒子である酸化チタンが付着した配管を洗浄し、評価を行った。

これらノズルユニット4本を90度間隔で配管円筒面の周方向に配置し、ノズル駆動機構により配管円筒面の周方向に同時に揺動させ、6軸の多関節ロボットによりノズル駆動機構を軸方向に送ることで配管円筒面全体を洗浄するシステム構成とした。これは、クローラー等に搭載された多関節アームによる作業を想定している。

洗浄対象となる配管は、化学プラント等で多用されている規格200A（外径216.3mm）のステンレス鋼管とした。（図1参照）

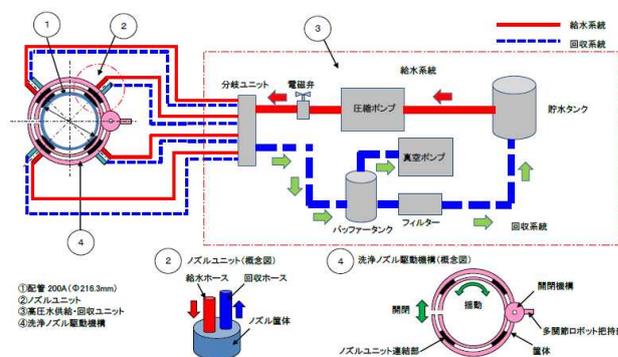


図1 高圧洗浄・回収システム(概念図)

## 2. 開発

### 2. 1. 概念設計

配管に付着した有害化学物質として、顔料や添加剤として産業用に量産されている、酸化チタンやカーボンブラック等、ナノ粒子を想定し、これらを高圧水により効果的に洗浄し、回収するための要素技術の検証を行った。

配管に付着した有害化学物質を洗浄するため、高圧水を送る供給系統と、洗浄した物質と水を飛散させずに回収する回収系統のユニットの他、給水ノズルと回収ノズルを組み合わせたノズルユニットを構想した。

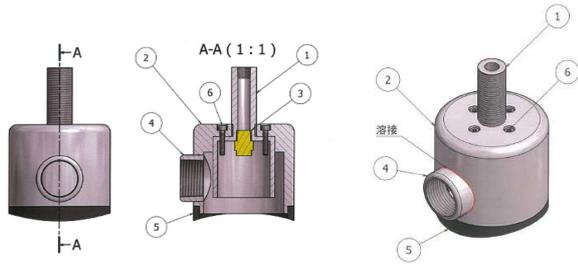
研究課題は、高圧洗浄ノズル、高圧水供給・回収ユニットの開発を株式会社茶木エンジニアリングが、洗浄ノズル駆動機構の開発を有限会社品川通信計装サービスが、高圧洗浄ノズルの理論設計、多関節アームの安定動作のシミュレーションを日本大学工学部が、洗浄システムの統合と洗浄実験をハイテクプラザが分担して行った。

### 2. 2. 高圧洗浄ノズル

佐藤らは、床面洗浄のための洗浄水と洗浄面の角度やノズルの形状について詳細に検討している<sup>2)</sup>。また、

田口らは、洗浄ノズルの形状を給水側と吸引側の二重チャンバー構造とし、給水側と吸引側チャンバーの隙間を小さくすることで効率良く洗浄水を回収できること、吸引側チャンバーの体積が大きいほど、汚染水の吸い残し量が少ないことを確認した<sup>3)</sup>。

しかし、いずれも平面を洗浄するノズルであり、配管円筒面を洗浄するためには、コンパクト化とノズル表面が曲面に倣う形状とする必要がある。そこで、図2に示すような配管円筒面洗浄のための専用ノズルを開発した。ポリ塩化ビニル製で、重量は1ユニットあたり約350gとした。



(a) 設計図



(b) 製作品

図2 配管用高圧洗浄ノズル

### 2. 3. 高圧水供給・回収ユニット

高圧水供給・回収ユニットは、高圧水供給側の圧縮ポンプ（吐出量18.9L/min、最高圧力15MPa）、回収側の吸引ポンプ（風量3.2m<sup>3</sup>/min、真空度21kPa）、貯水タンク（100L）、バッファタンク（75L）、工業用フィルター、ラインポンプ、電磁弁等により構成した。（図3参照）

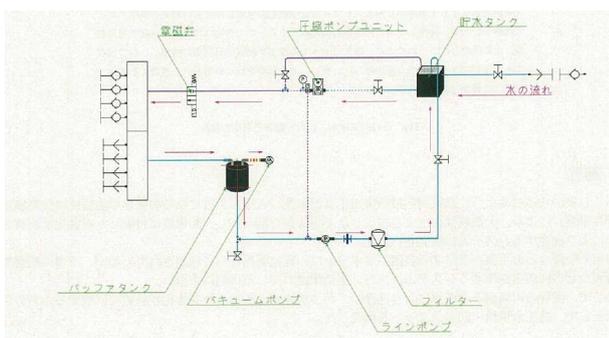


図3 高圧水供給・回収ユニット構成

電源電圧は三相200V、負荷電流の容量は最大約50A、配管洗浄を行う多関節ロボットとの通信のため、入力3ch（本体異常、自動運転ON、一時停止）、出力2ch（自動運転準備OK、本体異常信号）を設けた。（図4参照）



図4 高圧水供給・回収ユニット

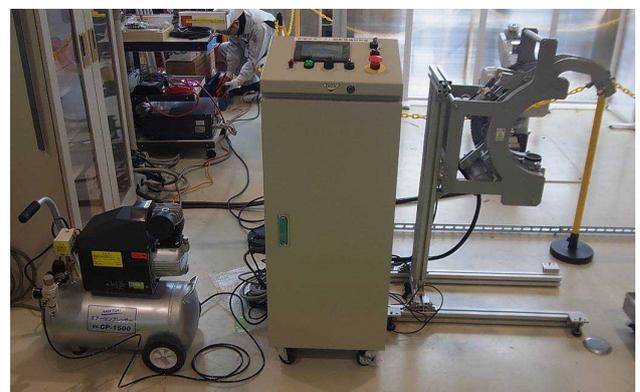
### 2. 4. 洗浄ノズル駆動機構

ノズル駆動機構は、配管に巻き付き90度間隔に配置された洗浄ノズルを配管の円周方向に100度揺動し、かつ多関節ロボットにより配管の軸方向に平行移動が可能な構造とした。クランプ部とノズルのガイド部からなる二重構造であり、クランプ部はエアシリンダで、ガイド部は防水モータによる駆動とした。

ガイド部は、防水モータ（三相200V、40W、減速比1/60）に直結されたスプロケットがチェーン上を駆動する機構とした。インバータにより揺動速度を可変とし、軽量化のためアルミ合金、ポリ塩化ビニル製とすることで重量を15.2kgとした。（図5参照）



(a) 機構部



(b) システム全体

図5 洗浄ノズル駆動機構

## 2. 5. 洗浄システムの統合

高圧水供給・回収ユニット、洗浄ノズル駆動機構、6軸多関節ロボット(RV-20F-D、三菱電機製)とを連動させるため、シーケンサ(FX3G-40MR/ES、三菱電機製)により各装置間の入出力信号を制御し、連動させた。(図6参照)



(a) 多関節ロボット装着時



(b) 統合システム制御部

図6 配管洗浄システムの統合

## 2. 6. 洗浄実験

統合したシステムにより、配管の洗浄実験を行った。配管は200A(外径216.3mm)ストレート横置きとした。有害物質として酸化チタン(平均粒径100~200nm)10gを、溶媒であるソルミックスAP1約100g中に分散し、ステンレステープの表面に刷毛で塗布し乾燥させた。

洗浄条件として、水圧1MPa、洗浄ノズルの揺動速度約16mm/sec、洗浄範囲30mm×3回とした。図7に洗浄前と洗浄後の結果を示す。

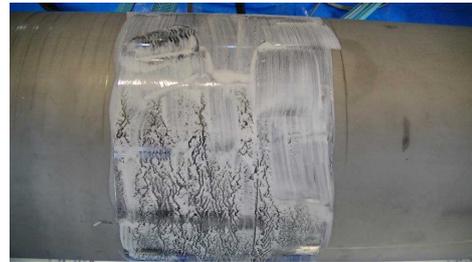
当初、洗浄面と接するノズル先端部を配管半径のR加工を施した硬質ゴムとしていたが、配管の中心とノズル駆動機構の中心が一致しないために、隙間が生じてしまい、洗浄水が漏れた。

そこで、先端にブラシを採用したところ、中心の位置ずれをブラシが変形することで吸収し隙間が無くなった。かつ、吸引ポンプを作動させることによりノズルのチャンバー内が負圧になり、周囲の空気をブラシの毛の隙間から吸い込むことで、水漏れを少なくすることができた。これにより、効率的に配管円筒面の高圧洗浄及び洗浄水の回収を行うことができた(図8参

照)。



(a) ステンレステープ面(洗浄前)

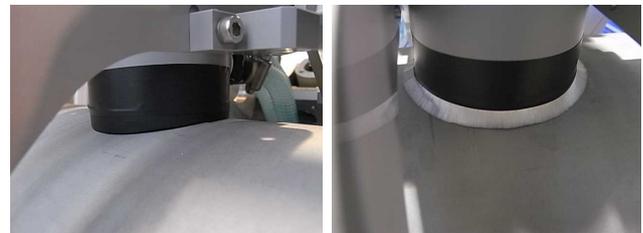


(b) 酸化チタン塗布時(洗浄前)



(c) 洗浄後

図7 配管洗浄実験



(a) 硬質ゴム

(b) ナイロンブラシ

図8 ノズル先端部と洗浄面の関係

## 3. 展示会への出展

県内企業等のPRや、市場ニーズの把握、情報交換など、要素技術の実用化支援を行うため、平成27年2月5日(木)~6日(金)にかけて、パシフィコ横浜(神奈川県横浜市)で開催された、第19回「震災対策技術展」横浜に出展した。

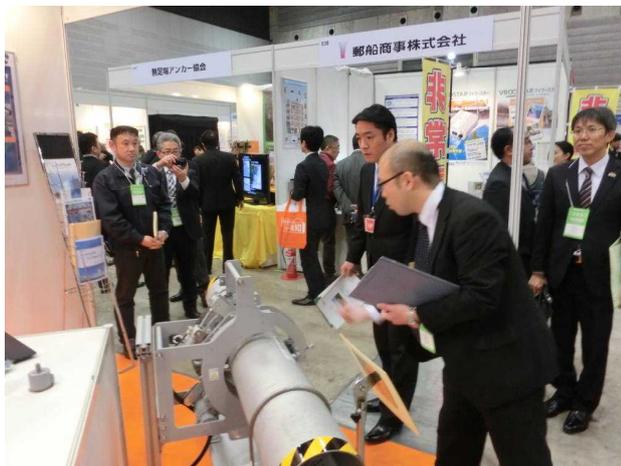
来場者数は2日間で15,039名(初日7,097名、2日目7,942名)と大変盛況な展示会であった。我々の展示ブースにも合計約150名(初日約60名、2日目約90名)の来場者があり、各企業の要素技術や研究成果のPRの他、研究課題の提示や来場者との意見交換などを行った(図9参照)。



(a) 展示ブース



(b) 展示会対応メンバー



(c) 研究概要説明、県内企業のPR

図9 展示会への出展

来場者からの意見として

- (1) 1つの装置で何種類かの配管口径に対応できないか。
- (2) 90度曲がっている配管も洗いたい。
- (3) 横置きのみでなく、縦置きが出来ると良い。

- (4) 外周だけでなく内面も洗浄したい。
  - (5) 災害時だけでなく、平時の配管等のメンテナンス等に使いたい。
  - (6) 洗浄水を回収できる循環型のノズルが欲しかった。
  - (7) 貫い錆びの洗浄など、鉄粉を嫌う自動車、医療、食品分野などに応用できるのでは。
  - (8) 酪農分野のニーズがある。配管の外周を定期的に洗浄しなければならない。
- といった、課題や市場ニーズについて有益な情報交換ができた。特に、プラント関連の資材や設備メーカーからの反響が大きかった。

#### 4. 結言

県内企業及び大学の要素技術を活用することで、配管円筒面を効率よく洗浄し、かつ洗浄水を回収することができるシステムを開発することができた。

要素技術として、配管の円筒面を高圧洗浄し、かつ洗浄水を回収するノズル形状、配管に巻きつき揺動する機構など災害対応技術を蓄積することができた。

課題として、配管は様々な外径を有し、R形状や分岐部、締結部など複雑な形状をしている。ノズル駆動機構をよりコンパクトにし、軽量化を行うとともに、複雑な形状に対応できる柔軟性を付与する必要がある。

#### 謝辞

本研究を実施するに当たり、元日本大学工学部の佐藤光正先生には、洗浄に関する技術的なご指導並びにご鞭撻を賜りました。ここに、厚く御礼申し上げます。

#### 参考文献

- 1) 遠藤央, 柿崎隆夫. 放射性物質除去を目的とした路面/屋根洗浄ロボットシステム. 第13回計測自動制御学会システムインテグレーション部門講演会予稿集. 2012, p. 2437-2440.
- 2) 佐藤光正. “壁面噴流の理論”. 水力式清掃機の開発. 日本大学工学部. 1998, p. 18-38.
- 3) 田口龍平. 放射性物質除去を目的とした洗浄ロボットに関する研究 (洗浄水吸引型洗浄機構の製作). 日本大学工学部, 2014, 卒業論文, p. 12-14.

# CAEによる電子デバイスの信頼性評価手法の確立（第1報）

Establishment of reliability evaluation method for electronic devices by CAE simulation (1st report)

技術開発部 工業材料科 矢内誠人 鈴木雅千 工藤弘行

電子デバイスの信頼性評価に使用される環境試験と故障解析にCAE解析を融合させ、新しい信頼性評価手法を確立することを目的とした。CAE解析に必要な要素のうち、形状データの精度を向上させるため、製品のはんだ接合部の情報をX線CTにより取得して解析用モデルを作成した。この結果、はんだ接合部の形状によってひずみの最大値や発生場所が異なることが明らかとなった。

Key words:電子デバイス、信頼性評価、環境試験、故障解析、CAE、はんだ、X線CT

## 1. 緒言

電子デバイスは、コンピュータや携帯電話だけでなく、自動車など様々な分野で使用されており、高い信頼性が要求されている。電子デバイスの信頼性は主に環境試験と故障解析によって評価される。環境試験は、使用環境よりも厳しい条件で製品に負荷を与え、その結果から製品寿命を予測するものである。故障解析は、製品のどの部分がどの段階で故障したのか、その故障メカニズムを明らかにすることによって弱点を補強し、製品改良に役立てられる。これらを繰り返すことで、製品の信頼性を向上させている。しかし、高い信頼性が要求される製品においては、次の問題が顕在化してきた。環境試験では、試験の長期化や部品単価の高騰により、試験コストが上昇し、また、故障解析では、搭載される電子部品の小型化・微細化が進行し、故障位置の特定が困難になっている。このように、電子デバイスの信頼性評価は企業にとって大きな課題である。

そこで、我々は環境試験、故障解析にCAE解析を融合させることにより課題を解決する事を検討した。CAE解析とは、力、熱、振動など様々な物理現象をコンピュータ上で製品モデルに作用させ、どのような影響が出るかを計算によって求めるものである。主に製品開発に用いられる技術であるが、近年は生産技術や品質管理などに活用されつつある。CAE解析には、見えない物理量が可視化できること、コンピュータ上で試験するため試験コスト、試験時間が削減できることなどの特徴があり、これらが信頼性評価の課題解決に有効であると考えた。

電子デバイスの故障は、主に電子部品内部の故障とはんだ接合部の断線に分けられる。前者は、電子部品の出荷前検査などで発見できることが多く、市場での故障は後者の場合が多い。すなわち、はんだ接合部が断線に至るまでの時間を求めることが信頼性の評価に繋がる。はんだ接合部のCAE解析についてはいくつか報告例<sup>1),2)</sup>があるが、その内容はテストピースを用いた実験が主であり、実製品を対象とする技術には至っていない。本研究では、実製品を対象としてCAE解析を行う、新しい信頼性評価手法を確立することを

目的とした。

CAE解析を行うには、解析対象の形状データ、荷重・変位の情報、構成する材料の物性値の3つの要素が必要である。この3要素のうち、本年度は形状データの精度向上を目的とした。形状データの取得方法として、X線CTを用いた。これは、製品から目的部位の形状を非破壊で取得することができ、さらに内部の情報を得ることができるためである。解析の対象は、電子基板に実装されているチップ部品とした(図1)。これは、はんだ接合部には制御できない形状のばらつきが生じ、この差がはんだ接合部の寿命に影響を与えると考えたためである。

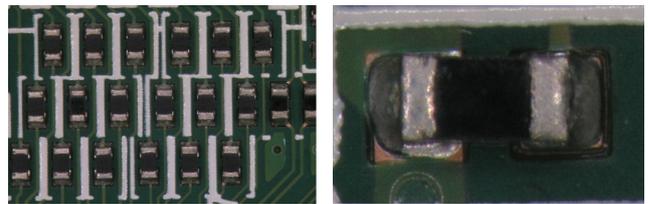


図1 電子基板に搭載されているチップ部品(2012サイズ)  
(左:全体図、右:1素子拡大)

## 2. 試験方法

既に報告されているはんだ接合部のCAE解析は、断面研磨によって露出させたある1断面から寸法を取得し、この面を複製して形状モデルを作成している。これを応用し、X線CTの断面画像からはんだ接合部の寸法を取得し、解析モデルを作成した。このモデルを用い、はんだ形状のばらつきが接合寿命にどれくらい影響するのかについて調査した(2.1. X線CTからの寸法取得)。一方で、この形状モデルと製品のはんだ接合部の形状には大きな違いがあり、CAE解析結果に影響があると考えた。そこで、はんだ接合部の三次元形状を反映させたCAE解析を実施し、断面から寸法を取得して作成したモデルと比較した(2.2. 三次元モデリング)。

### 2. 1. X線CTからの寸法取得

1つの電子デバイスに実装されている同一サイズのチップ部品(2012サイズチップ抵抗)10個について、

X線CTによりはんだ接合部の三次元データを取得した。このX線CTデータのほぼ中央の断面図より、はんだ接合部の寸法値を取得した(図2)。寸法を取得した部位は、チップ部品の電極下の厚さ、チップ部品の電極下の長さ、フィレットの長さ、フィレットのすい上がり高さ、フィレットの曲率半径の5項目である。はんだ接合部20箇所各寸法値の最大、最小、平均値を算出し、その結果をL18直交表に割り当て、はんだ接合部の寸法値をパラメータにした解析モデルを作成した。CAE解析のモデルは、チップ部品の中心を対称線とした4分の1モデルとした。製品が屋外で使用されることを想定し、チップ部品が室温(22℃)から80℃へ温度が上昇した際、はんだ接合部に生じるひずみをCAE解析の対象とした。

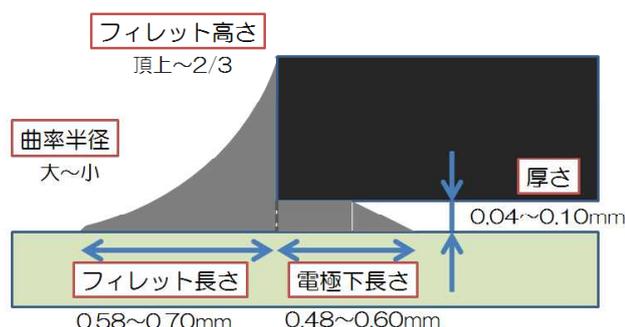


図2 はんだ接合部の寸法取得箇所

## 2. 2. 三次元モデリング

図3に三次元モデリングの概要を示す。実製品の形状を取得し、CAE解析用のモデルを作成した。初めに電子基板のX線CT撮影を行った。このデータからはんだに該当する領域を指定し、はんだ形状のCADデータを作成した。次に、このデータをCAD編集ソフトで読み込み、チップ部分と基板部分の形状データを追加してCAE解析用のモデルを作成した。また、形状モデルの作成方法の差を確認するため、同じX線CTのデータを用い、チップ部品のほぼ中央の断面図からはんだ接合部の寸法値を取得し、形状データを作成した。



図3 三次元モデリングの概要

なお、CAE解析に必要な材料の物性値については既に報告されている値<sup>2),3)</sup>を採用した。

## 3. 試験結果と考察

### 3. 1. X線CTからの寸法取得

電子デバイスは使用環境の影響を受け、温度が変化することにより、各部材が膨張・収縮するが、各部材の熱膨張率が異なるため、はんだ接合部にはひずみが生じる。CAE解析によりこのひずみを算出した。ひずみについて、最大ひずみ値と発生位置に着目した。18種の形状データを用いたCAE解析の結果、形状によって最大ひずみ値が異なることが分かった。また、最大ひずみ値の発生位置がはんだ接合部の形状によって異なることが明らかとなった(図4)。最大ひずみ値の発生位置は、はんだ接合部のき裂開始位置を示唆するものである。すなわち、チップ部品周辺の変位の情報と、はんだ接合部の形状の情報が得られれば、き裂開始位置が推定でき、故障解析の精度向上が期待できる。今後、最大ひずみ値の発生位置が異なった要因について詳細に調査していく。

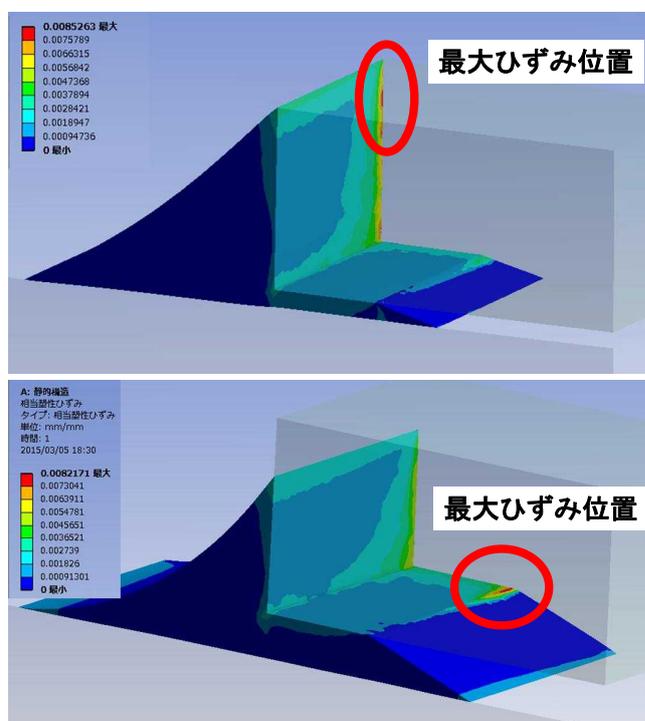


図4 CAE解析結果

はんだ接合部は、電子デバイスの発熱や使用環境の影響を受け、ひずみが生じる。電子デバイスの温度が変化する度にひずみが蓄積され、ある時点でき裂が生じる。これが進行し、部品と基板が断線してしまい、電子デバイスが故障したと判断される。このひずみ値と故障の関係はManson-Coffin則(式1)で説明される<sup>2)</sup>。すなわち、発生するひずみ値とき裂発生に至るサイクル数には相関があり、ひずみ値からき裂発生に至るまでのサイクル数が計算できるというものである。今回のCAE解析で最大ひずみ値が求められたため、

この結果からき裂発生までのサイクル数を計算した。

$$N = A \left( \frac{\Delta \varepsilon}{B} \right)^{-C} \dots (1)$$

N: サイクル数  
 $\Delta \varepsilon$ : ひずみ振幅  
 A, B, C: 定数

式(1)中の定数については、既に報告されている値<sup>2)</sup>を用いた。この結果、形状のわずかな違いによってき裂が発生するまでのサイクル数に約2倍の差があることが分かった(図5)。

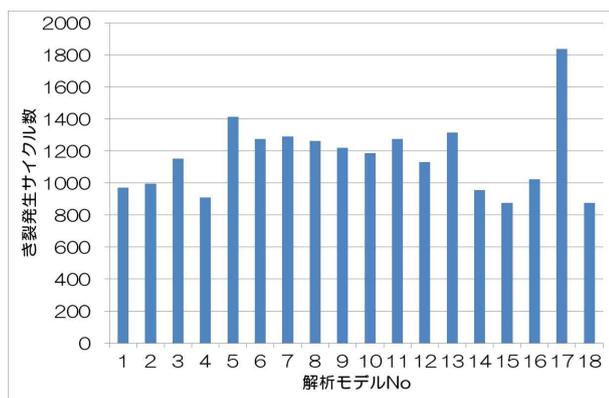


図5 き裂発生までのサイクル数

### 3. 2. 三次元モデリング

3.1の実験結果より、はんだ接合部の形状がひずみに大きく影響を与えることが分かった。しかし、製品のはんだ接合部は複雑な曲面が組み合わさった形状をしており、解析に用いた形状データとは違いがある。これにより、CAEの解析結果と製品を試験した結果が異なることが予想される。そこで、製品の形状を反映させたモデルでCAE解析を行い、簡易的なモデルの解析結果と比較することにより、最大ひずみ値を示す位置が両者で異なることが分かった。最大ひずみ値はほぼ同じ値を示したが、ひずみ値の大きさの分布は異なり、同一部位のひずみ値を比較すると、およそ2倍の差が見られた(図6)。

CAE解析の結果を受け、チップ部品を観察すると、はんだ接合部の端部形状が複雑であることが分かる(図7)。端部はCAE解析でひずみ値が最大になった場所であり、この部位の形状データが重要である。既に報告されている解析事例は、ある1断面の形状を複製して解析モデルを作成しているため、端部の形状は考慮されていない。今回の解析結果はCAE解析モデルの重要性を示唆するものである。

### 4. 結言

CAE解析に必要な形状データについて、製品のX線CTデータを用いることで精度を向上させる手法を検討した。これにより、はんだ接合部の形状のばらつきとひずみの分布や大きさの関係について知見を得た。

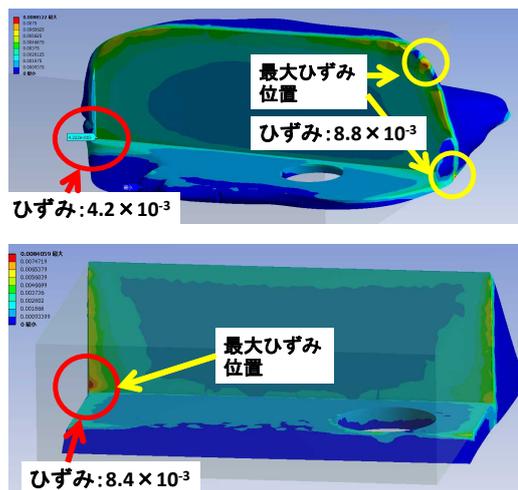


図6 CAE解析結果

(上段: 三次元モデリング、下段: X線CTから寸法取得したモデル)

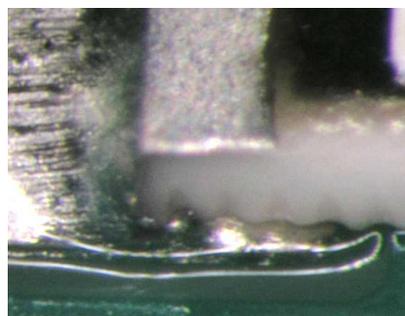


図7 解析を行った部品のはんだ接合部

さらに、ひずみ値からき裂発生までのサイクル数を計算した。また、部品の断面図から形状を取得したモデルと、製品に近い形状モデルでは、CAE解析結果に差が生じることが分かった。X線CTは非破壊で解析対象の形状データを得ることが出来るため、同じ製品を用いてCAE解析と環境試験の両方が可能となり、CAE解析の妥当性確認がより高い精度で行うことが出来る。今後は環境試験の結果とCAE解析の結果の妥当性を評価するとともに、広い範囲を解析対象とするCAE解析(マルチスケールCAE解析<sup>3)</sup>)を組み合わせることで、新しい信頼性手法の確立を目指していく。

### 参考文献

- 1) 山田春彦ほか. 電子部品はんだ接合部の熱疲労寿命解析. 豊田中央研究所 R&D レビュー. 1996, Vol.31, No4, p.43-52.
- 2) 宮内裕樹ほか. チップ部品の鉛フリーはんだ接合部における疲労寿命のばらつき. 日本機械学会論文集(A編). 2009, 75巻, 755号, p.815-822.
- 3) 工藤弘行ほか. マルチスケールCAEによる製品開発手法の確立(第2報). 福島県ハイテクプラザ試験研究報告. 2014, 平成25年度, p.8-11.

# 電解作用を用いたバリ取り方法の実用化技術

## Development of electrolytic deburring technology for the stainless steel parts

技術開発部 生産・加工科 緑川祐二 小野裕道

オーステナイト系ステンレス製部品の交差穴に発生したバリを除去するために、電解作用と物理的加工を同時に繰り返し行う複合的な電極工具を試作し、最適な加工条件を検討した。その結果、短時間（20秒）でバリおよびかえりを完全に除去することができた。

Key words : バリ、かえり、ステンレス鋼、SUS、交差穴、電解砥粒、電解加工

### 1. 緒言

現在、医療機器、食品容器および半導体製造装置の関連部品などには、耐食性が高いことからステンレス鋼が広く使用されている。これらの部品は、バリが剥離して異物として混入したり、バリなどの周辺に原料が詰まって堆積したりするのを避けるため、バリなどをきれいに除去しなければならない。しかし、ステンレス鋼は、塑性変形がしやすく加工硬化が著しいため、加工時にバリが発生し、除去しにくい材料である。このため、素早くバリを確実に除去できる方法が強く要望されている。

以前の研究で、S20C（機械構造用炭素鋼鋼材）相当品製の自動車部品について、電解砥粒研磨技術を応用した結果、効果的にバリおよびかえりを除去できることを報告した<sup>1)</sup>。本研究では、同法によりオーステナイト系ステンレス製部品に、発生した交差穴のバリ（曲面形状に発生しているためバリの除去が難しい）を除去する加工方法の確立を目的に同技術の応用の検討を行った。

### 2. 実験方法

#### 2. 1. 試験片

試験片は、ステンレス鋼（SUS304）のパイプ形状で、外周からドリル（直径2mm）で円周上に2箇所穴を開けたものである。図1に外観と試験片内面から撮影した交差穴のバリの状態を、表1に試験片の寸法を示す。なお、バリの高さは0.5～1.0mm、根元厚さは0.07mm程度である。

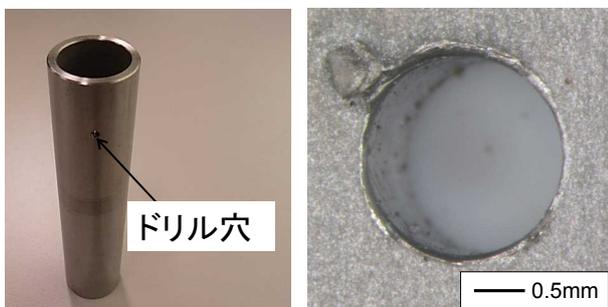


図1 試験片

表1 試験片寸法

内径	外径	長さ	穴径	穴数
φ17mm	φ21mm	100mm	φ2mm	2

#### 2. 2. 実験装置

実験には、図2に示す電解砥粒研磨装置（株）杉山商事 PIPE-10）を使用した。電解砥粒研磨技術とは、被削材を陽極とし、陰極である電極工具に砥粒入りの不織布を固定して通電しながら研磨したい面を擦過する。その際、電解液（20wt%硝酸ナトリウム水溶液）を研磨面に供給する。電解作用と砥粒による物理的加工を同時に行うことにより、効率よく研磨ができ、ステンレス鋼などを鏡面に加工することができる<sup>2)</sup>。今回、この技術をバリ取りに応用して実験を行った。



図2 電解砥粒研磨装置

#### 2. 3. 電極工具の試作

銅合金のシャフトを機械加工して、電極本体を試作した。この電極本体に、取り付けることができる特注品樹脂製ブラシをブラシメーカーに依頼して製作した。

また、従来の電解砥粒研磨技術では、砥粒入り不織布を使用するため、バリにより破損してしまう。そこで、耐久性と研削力があるダイヤモンドを組み合わせて電極工具を試作した。電極工具の概略を図3に、特注したブラシの種類を表2に、ダイヤモンドの粒度を表3に示す。

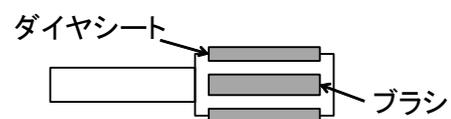


図3 電極工具概略

表2 特注ブラシ

N o	砥粒	粒度
1	SiC	#120
2	SiC	#320
3	アルミナ	#180
4	アルミナ	#320
5	ダイヤモンド	#400

表3 ダイヤシート

N o	粒度
1	#100
2	#200

## 2. 4. 実験方法

実験では、図4のように試験片をジグで固定し、試作した電極工具を主軸に取り付け、試験片内で回転させながら上下に揺動を加える。その際、電解液は試験片へ供給し、電極工具と試験片の間を通電しながら、表4に示す条件で実験した。

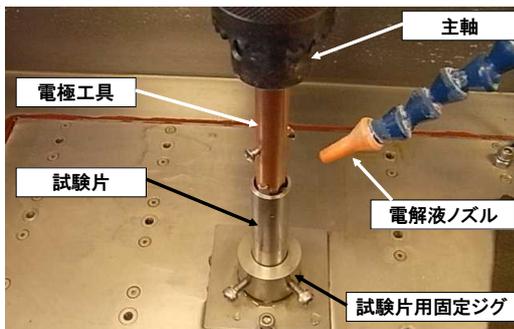


図4 実験方法

表4 実験条件

電極工具周速度 (m/min)	12、24、36、48
主軸揺動周波数 (Hz)	1、4、7
電流密度 (A/cm <sup>2</sup> )	0.6、1.2、1.8、2.4、3.6
主軸回転方向	正転、逆転

## 3. 実験結果及び考察

図5～9に、加工条件の比較をするため、試作した電極工具で20秒間（正転:10秒、逆転:10秒）バリ取りをした結果を示す。電極工具の回転方向については、正転のみの場合、バリは回転方向にかえりが発生してしまい、除去できなかった。このため、逆転させることでバリおよびかえりの効果的な除去を試みた。

図5に、電極工具の周速度が24m/min、揺動周波数が4Hz、および通電しない状態でブラシの特性を比較した結果を示す。全種類ともバリは残っている。バリを比較的良く除去できたブラシは、図5-(a)のSiC#120、図5-(d)のアルミナ#320、図5-(e)のダイヤモンド#400の3種

類である。研削力が高いほど有利と考え、今後の実験では、研削力が高い砥粒であるSiCで、粒度が粗い#120を使用することにした。

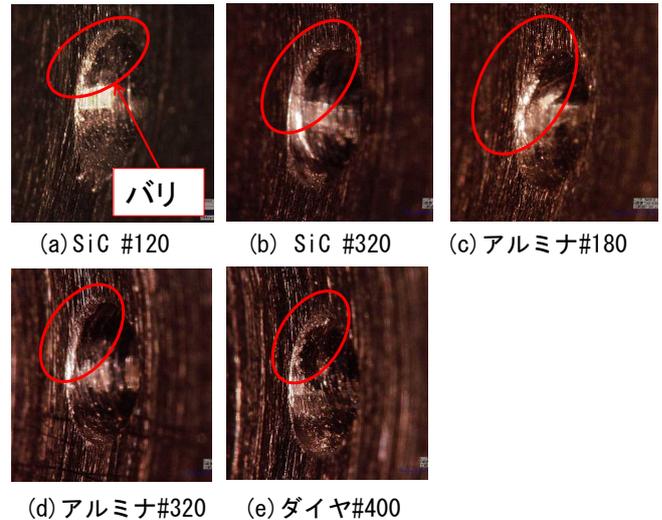


図5 ブラシによる比較

図6に電極工具の周速度の違いを検討した結果を示す。周速度は速くなるに従って、バリおよびかえりが除去できる傾向を示した。このことから、試作した電極工具は、周速度が速いほどブラシのハタキ効果が高く、バリの除去ができたと考えられる。

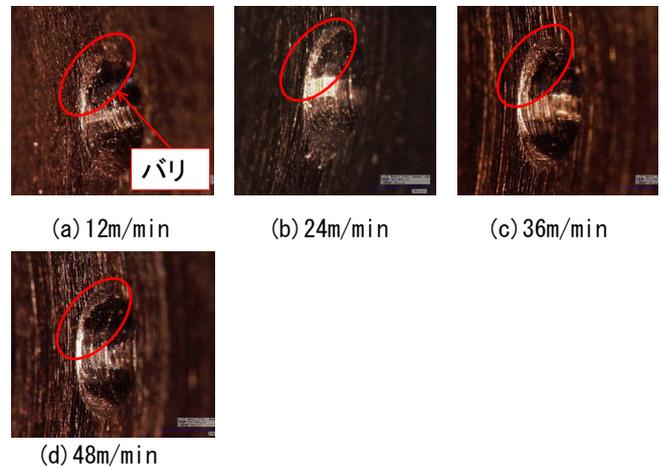


図6 電極工具周速度による比較

一方、図7に示すとおり、主軸の揺動周波数は(a)の1Hzと比較して(b)の4Hz、(c)の7Hzの場合、バリおよびかえりを除去することができた。しかし、(c)の7Hzの場合、ブラシがドリル穴に追従せずバリが除去しにくいケースがあった。このため、適正な揺動周波数があるものと考え、4Hzを採用することにした。

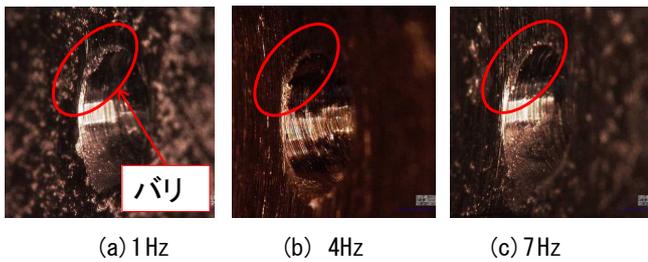


図7 揺動周波数による比較

図8に電流密度の違いを検討した結果を示す。図8-(a)0.6A/cm<sup>2</sup>~(d)2.4A/cm<sup>2</sup>の場合、通電しない場合と比較して、バリが減少していることが分かる。さらに図8-(e)3.6A/cm<sup>2</sup>の高い電流密度の場合、かえりの発生を抑えてバリを除去することができ、バリ取りには、電解作用の効果が大きいことが分かった。

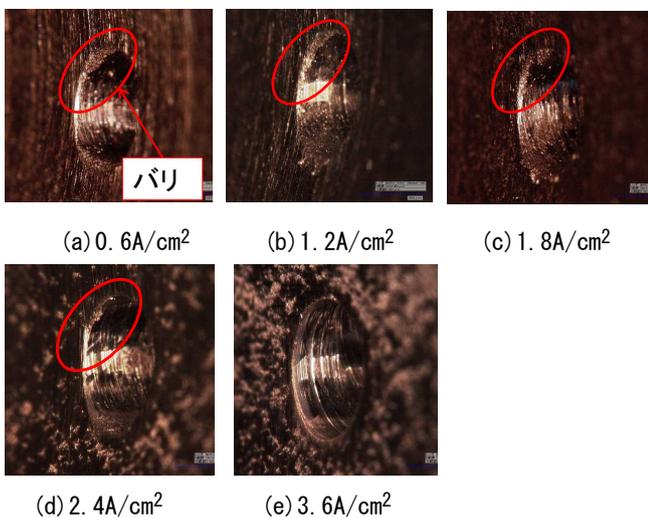


図8 電流密度による比較

図9に、#200のダイヤモンドでバリ取りした結果を示す。図8-(e)の#100のダイヤモンドでバリ取りした結果と比較して、バリは除去できていないことが分かる。#200の場合、さらに20秒、合計40秒間バリ取りしたところ、除去することができた。

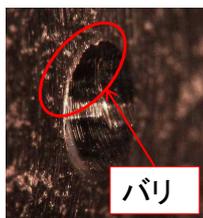


図9 バリ取り後（#200ダイヤモンド）

なお、表5に示すようにバリ取り後の表面粗さは、ダイヤモンドの粒度に大きく影響されることが分かった。

表5 表面粗さ (単位: μm)

	#100	#200
最大高さ Rz	5.2	3.7
算術平均高さ Ra	0.7	0.5

### 3. 2. 確認実験

表6に、今回確立したバリ取り条件を、図10にその条件でバリ取りした写真を示す。その結果、20秒(正転:10秒、逆転:10秒)でバリおよびかえりを完全に除去することができた。

表6 バリ取り条件

ブラシ	SiC #120
ダイヤモンド	#100
工具周速度 (m/min)	48
主軸揺動周波数 (Hz)	4
電流密度 (A/cm <sup>2</sup> )	3.6

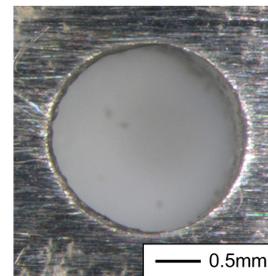


図10 バリ取り後写真

### 4. 結言

- 1) 特注品ブラシとダイヤモンドを組み合わせ、電解作用・物理的加工を複合したオリジナル電極工具を試作した。
- 2) ステンレス鋼のバリ取りには、電解作用の効果が大きいことが分かった。
- 3) ステンレス鋼に発生した交差穴のバリを、短時間(20秒)で除去できる加工条件を確立した。

### 参考文献

- 1) 緑川祐二, 吉田智, 水原孝一, 金子裕太. 電解作用を用いたバリ取り技術の開発. 福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 2012, 平成22年度, p.52-54.
- 2) 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巻 第6号, 1997, p. 19-24.

# 未利用農産物等の機能性成分を活かした加工技術の開発

Development of the processing technique using functional ingredient of discard parts of crops  
会津若松技術支援センター 醸造・食品科 佐藤光洋 星保宜 小野和広 馬淵志奈

未利用農産物等の機能性成分を調査し、加工品を開発した。アスパラガス切り下およびトマト摘果果実に含まれる機能性成分は、収穫年次よりも採取時期による変動が大きかった。機能性成分を活かした加工品として、あん粕を原料としたあんこパウダーを地元製あん業者とともに開発し、アスパラガス切り下のピューレの試作、およびピューレ製造残渣を家畜用発酵飼料とすることにより、廃棄物の減量化を図った。

Key words: 未利用農産物、食品製造残渣、機能性成分、加工方法

## 1. 緒言

前報<sup>1)</sup>では、アスパラガス、ソバ、トマトおよびあんこの生産・製造過程で排出される残渣について機能性成分を調査し、アスパラガスのピューレ加工を検討した。

一方、農産物は、収穫時期や年次によって成分が変動することが知られている<sup>2)</sup>。そこで本報では、アスパラガス切り下とトマト摘果果実について、前報と同様に機能性成分を測定し、時期や年次変動を調査した。

さらに、前報ではアスパラガス切り下について、酵素製剤を用いたピューレ加工を検討したが、本報では作製方法の改良および作製残渣の飼料化について検討した。また、加工食品の開発に向けて、ソバ末粉、あん粕の調製方法について検討した。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試材料

アスパラガスは、会津若松市のJ A全農福島県本部広域選果施設で集荷されたもののうち、正品の太（規格AL4）、中（同AL）、細（同AM）および出荷調整時に排出される切り下について、正品の分類とほぼ同じ太さとなるように、太（太さ径 20mm 以上）、中（同 10~20mm）、細（同 10mm 以下）を採取し、試料とした。採取は平成 26 年 5 月 8 日と 8 月 12 日に行った。

トマトは、南会津郡南会津町で収穫された果実で、正品（規格M）および摘果果実を採取し、試料とした。採取は平成 26 年 8 月 21 日に行った。

あんこは、会津若松市の業者で製造されたこしあん正品およびあん粕を採取して試料とした。

ソバ粉は、県内で生産され、県内製粉業者が製粉して排出されたソバ末粉及びソバ全層粉を用いた。

### 2. 2. 機能性成分の測定

#### 2. 2. 1. 時期および年次による差異

測定は、アスパラガスおよびトマトについて行い、試料を洗浄、凍結乾燥後、微粉碎して分析に供した。

測定項目は、アスパラガスは食物繊維、糖、イヌリン、ルチンおよびアミノ酸、トマトは食物繊維、γ-アミノ酪酸（GABA）およびペクチンとし、前報に従い分析した。

#### 2. 2. 2. 軟化処理による差異

測定はあんこについて行い、こしあん正品、あん粕およびあん粕を酵素並びに重曹により処理したものを試料とした。酵素処理は、生のあん粕に対して 0.5% w/w のセルラーゼを溶液として添加し、50℃で 4 時間加温した。重曹処理は同様に 2%w/w の重曹を加え、4 時間加温した。いずれも凍結乾燥後、微粉碎して分析に供した。

測定項目は、食物繊維、グルコース、総ポリフェノールを前報に従って測定した。さらに抗酸化活性の指標である H-ORAC 値についても渡辺ら<sup>3)</sup>の方法に従い、吸光・蛍光・発光検出マイクロプレートリーダー（Infinite F200 PRO（TECAN 社製））を用いて測定した。

#### 2. 3. 機能性成分を活かした加工技術の検討

##### 2. 3. 1. アスパラガス切り下ピューレ

ピューレの製造は、橋口ら<sup>4)</sup>の方法に準じて行った。切り下を、沸騰後中火で 10 分間ブランチングし、カッターミキサー（株）愛工舎製作所製）で 1 分間粉碎後、オートマチックシノア（株）エフエムアイ製の 0.5mm メッシュで裏ごしした。

また、試料採取後、冷蔵 1~3 日後の切り下を用いてピューレを作製し、その色彩を測色色差計（日本電色工業（株）製）で測定し、ハンター法により黄色度を算出した（ $L^* \times b^* \div |a^*|$ ）。

さらに、アスパラガス切り下の 100% 利用を目指すため、ピューレ加工時に発生した残渣（以下「最終残渣」という）の家畜用発酵飼料（サイレージ）化について検討した。最終残渣をステンレス製ザルおよびペーパータオルで水気取りし、ビニール袋（厚さ 0.06mm）に入れて、家畜用飼料添加剤（乳酸菌 *Lactococcus lactis* SBS0001 株及び *Lactobacillus paracasei* SBS0003 株由来 雪印種苗（株）製）を水で 25 倍に希釈したものを散布した。その後、ビニール袋を脱気・密閉し、上から重石をかけてバケツ内で 1 カ月貯蔵した。

##### 2. 3. 2. ソバ末粉の微粉碎

湿乾両用粉碎機（株）グローエンジニアリング製以下「グラインダー」という）と、JIS 規格（JIS Z

8801-1-2000) の標準篩 (公称目開き 500, 355, 300, 250, 212, 180  $\mu\text{m}$ ) による順次篩かけ (以下「篩かけ」という) の 2 種類によりソバ末粉を微粉碎し、レーザー一回折式粒度分布測定装置 ((株)セイシン企業製) で粒径を測定した。

### 2. 3. 3. あん粕混和粒あん

2. 2. 2により、無処理、重曹および酵素処理、80°Cで通風乾燥して微粉碎処理した計4種類のあん粕を粒あんに混和したものについて、公立大学法人会津大学短期大学の学生 (10~20代、男性3名、女性40名) および当所職員 (20~50代、男性13名、女性5名) をパネリストとして官能評価を行った。混和の割合は、砂糖と水を加えた出来上がりの重量に対して15、20、25、30%とし、主に食感 (ザラつき) の点で、どの程度までの混和を許容できるか調査した。

### 2. 3. 4. あん粕入りパウダー

前報で報告したあん粕の機能性成分についての調査結果を受けて、会津若松市内のあん製造業者が、粒あん乾燥粉末、脱脂粉乳、グラニュー糖粉末にあん粕粉末を加え、あん粕入りパウダーを試作した。

このため、2. 3. 3と同様に、公立大学法人会津大学短期大学の学生をパネリストとして官能評価を行った。調査項目は、外観、食味など9項目で、5 (とても良い) ~1 (とても悪い) の5段階で評価を行った。なお、甘さは5 (甘すぎる) ~1 (甘くない) とし、価格については、300g袋入りの価格で300円~500円までの5段階で、市販のミルクココアは400円であるという情報を提供した。

なお、試料は、試作品150gに温水150mLを加えて攪拌し、市販の牛乳1Lを加えたものと、市販の8枚切りの食パンをオーブントースターで焼いた後、1枚につき2gをふりかけたものの2種類とし、両者を併せた評価とした。

## 3. 実験結果および考察

### 3. 1. 機能性成分の測定

#### 3. 1. 1. 時期および年次による差異

収穫時期の異なるアスパラガスの食物繊維および糖含量を図1に示す。食物繊維、糖ともに、切り下、正品のいずれも、5月に収穫したものが8月より多かった。また、食物繊維は、昨年と同様に切り下が正品より多く、細くなるほど多い傾向が見られた。糖は、太くなるほど多く、太さが同じであれば切り下が正品より多い傾向が見られた。

さらに、イヌリンとルチン含量は、太い切り下を除き5月に収穫したもので多かったが、アミノ酸には明確な傾向は見られなかった (表1)。

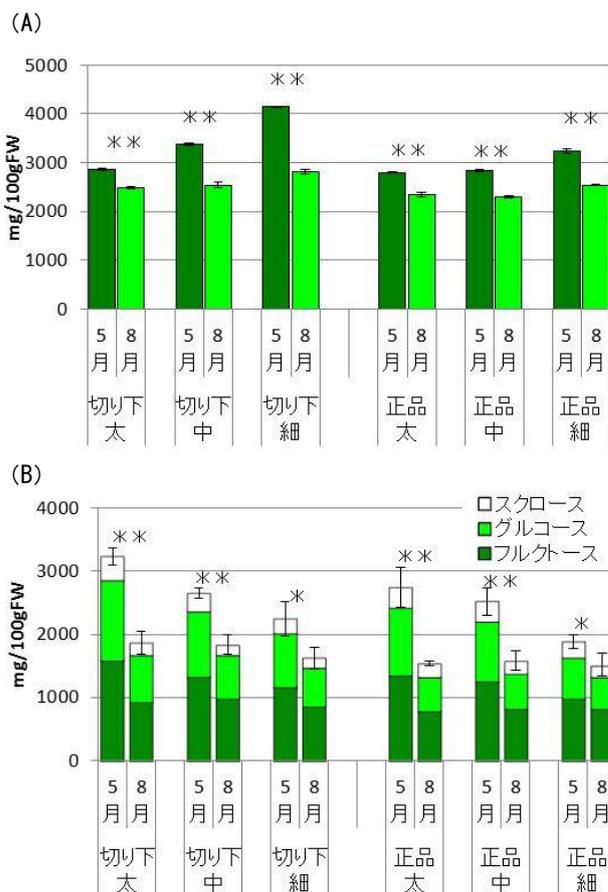


図1 収穫時期の異なるアスパラガスの食物繊維 (A) および糖 (B) 含量

\*:  $p < 0.05$ , \*\*:  $p < 0.01$  (t検定)

表1 収穫時期の異なるアスパラガスの成分含量

\*:  $p < 0.05$ , \*\*:  $p < 0.01$  (t検定)

		イヌリン			ルチン			アミノ酸 (総量)		
		(mg/100gFW)								
切り下	太	5月	317 ± 43.5	*	4.2 ± 0.2	**	398 ± 5.4	**		
		8月	216 ± 10.1		6.1 ± 0.2		292 ± 8.8			
	中	5月	415 ± 11.2	**	11.2 ± 1.8	**	364 ± 1.8	**		
		8月	189 ± 8.9		7.0 ± 0.3		259 ± 3.3			
	細	5月	440 ± 75.9	*	19.8 ± 0.0	**	351 ± 1.1	**		
		8月	249 ± 14.4		7.7 ± 0.4		378 ± 5.9			
正品	太	5月	653 ± 33.4	**	62.4 ± 4.3	**	610 ± 8.9	*		
		8月	238 ± 9.9		11.1 ± 0.4		573 ± 14.0			
	中	5月	457 ± 77.5	*	66.6 ± 10.5	**	578 ± 4.8			
		8月	308 ± 41.2		15.1 ± 1.5	**	580 ± 3.9			
	細	5月	624 ± 98.0	**	91.4 ± 2.1	**	562 ± 10.8	**		
		8月	268 ± 12.2		16.0 ± 0.7	**	604 ± 1.1	**		

今回、5月に収穫したものは「春芽」、8月に収穫したものは「夏芽」と呼ばれているが、春芽の方が夏芽よりも糖含量が多いとする日笠の報告<sup>2)</sup>とほぼ同様な結果であった。

一方、収穫した年次による食物繊維および糖含量の違いを切り下でみると、食物繊維では太さによって異なり、糖は平成26年の方が高い傾向はあるが、有意差はなかった (図2)。

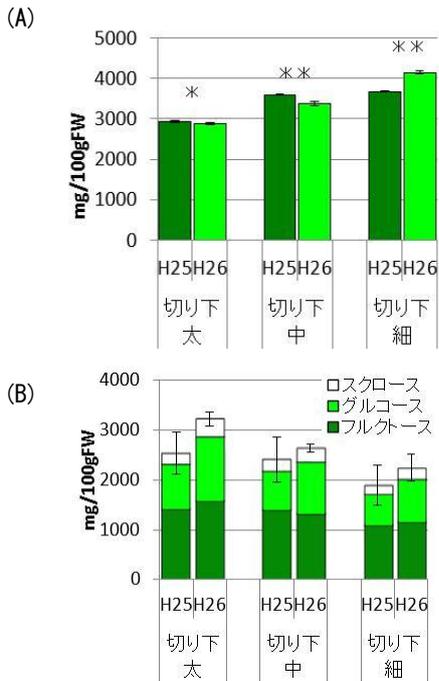


図2 収穫年次の異なるアスパラガスの食物繊維 (A) および糖 (B) 含量

\*:p<0.05, \*\*:p<0.01 (t検定)

表2 収穫年次の異なるアスパラガスの成分含量

\*:p<0.05, \*\*:p<0.01 (t検定)

		イヌリン	ルチン	アミノ酸 (総量)
		(mg/100gFW)		
太	H25	305 ± 15.7	10.7 ± 1.0	484 ± 12.5
	H26	317 ± 43.5	4.2 ± 0.2 **	398 ± 5.4 **
切り下 中	H25	332 ± 91.7	20.8 ± 0.7	470 ± 11.7
	H26	415 ± 11.2	11.2 ± 1.8 **	364 ± 1.8 **
切り下 細	H25	310 ± 11.1	24.4 ± 2.2	500 ± 6.3
	H26	440 ± 75.9 *	19.8 ± 0.0 **	351 ± 1.1 **

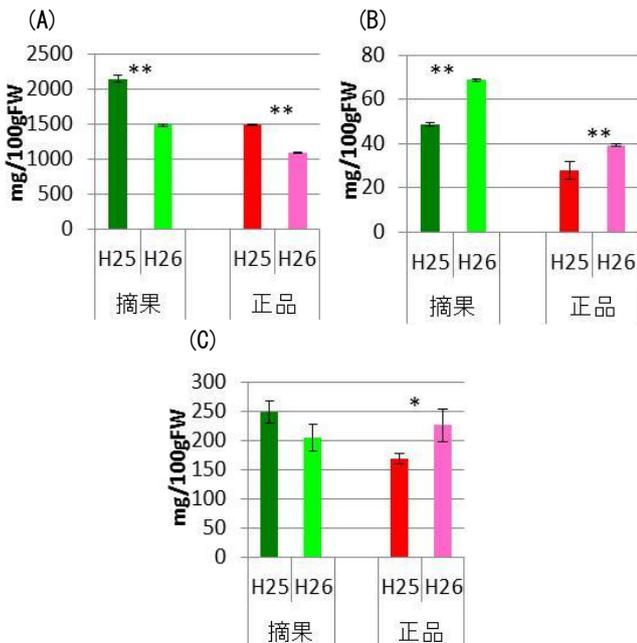


図3 収穫年次の異なるトマトの食物繊維 (A)、GABA (B)、ペクチン (C) 含量

\*:p<0.05, \*\*:p<0.01 (t検定)

その他の成分では、イヌリン含量は差がなく、ルチンとアミノ酸含量は平成25年の方が多かったが、部位による違いと比較するとその差は小さかった(表2)。

トマトの収穫年次による食物繊維、GABAおよびペクチン含量の違いを図3に示す。平成25年に比べて26年は、食物繊維は減少し、GABAは増加したが、いずれも摘果果実の方が正品より高い値を示した。ペクチン含量には明確な傾向は見られなかった。

食物繊維、GABAともに、成熟が進むにつれて減少することが知られており<sup>5) 6)</sup>、両年ともに同様な結果となった。また、収穫年次によりやや変動したが、採取する時期やほ場条件により、この程度の変動はあるものと考えられた。

### 3. 1. 2 軟化処理による差異

軟化処理したあん粕の成分含量を図4に示す。食物繊維は、無処理と比較して、重曹、酵素処理でやや減少したが、最も減少した酵素処理でも、こしあん正品の約2.5倍であった。なお、酵素処理では、分解によりグルコースが1.6g/100gFW生成された。

また、総ポリフェノール含量は、無処理と比較して酵素処理でやや低下したが、重曹処理ではこしあん正品よりも少なくなった。また、H-ORAC値も同様に、無処理と比較して、酵素処理はやや低く、重曹処理はこしあん正品と同程度であった。

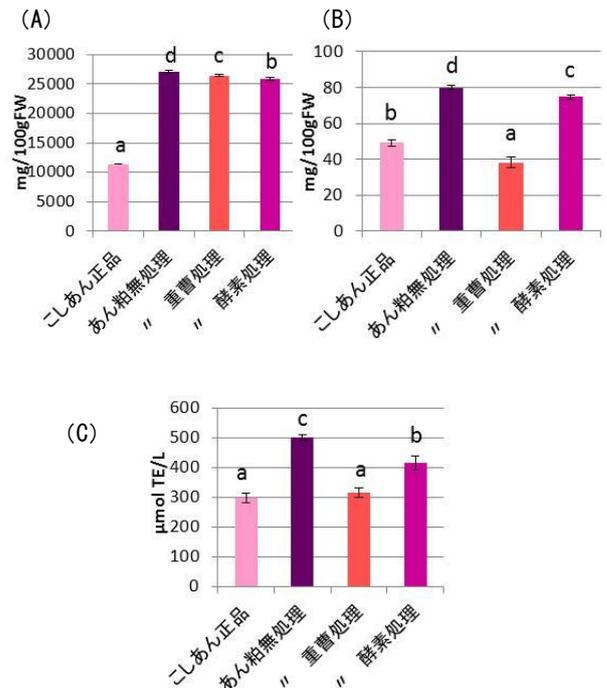


図4 軟化処理したあん粕の食物繊維 (A)、総ポリフェノール (B) 含量およびH-ORAC値 (C)

異なる符号間で有意差 (p<0.05, Tukey) あり

### 3. 2. 機能性成分を活かした加工品の開発

#### 3. 2. 1. アスパラガス切り下ピューレ

前報では酵素製剤を用いてピューレを作製したが、繊維質が残って食感が悪かった。そこで本年は、オートマチックシノアを使って裏ごしすることにより、歩留まり 70% でなめらかな食感のあるピューレを製造できた。また、裏ごしした残渣を利用して高水分サイレージが作製できた (図 5)。

一方、アスパラガス切り下ピューレは、採取日から日数が経過するにつれて、色が緑色から黄色に変化し、加工時及び加工後の色調に影響すると思われる。そこで、冷蔵貯蔵後の日数経過による加工適性について、黄色度を比較した (図 6)。

その結果、冷蔵 2 日後まではアスパラガスらしい緑色を呈していたが、3 日後にはピューレが黄緑色となり、黄色度が最も高くなった。このことから、冷蔵 2 日後以内に加工することで、色調を維持できると思われる。

また、ピューレの調理例について外部有識者から助言をいただき、プリン、ジュース及びスープを提案いただき、提案メニューをもとに当所で試作した。

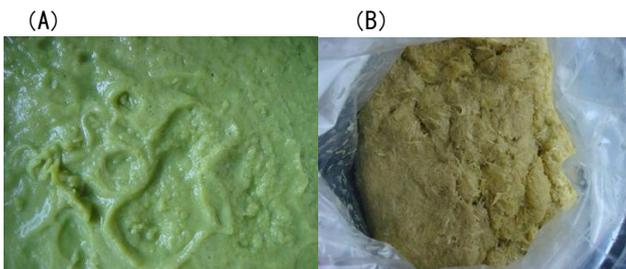


図 5 アスパラガス切り下ピューレ (A) と最終残渣による家畜用発酵飼料の試作品 (B)

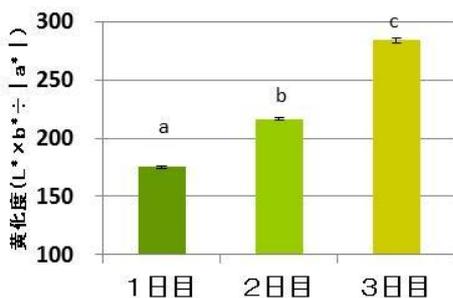


図 6 アスパラガス切り下ピューレの冷蔵による黄色度の変化

異なる符号間で有意差 ( $p < 0.05$ , Tukey) あり

#### 3. 2. 2. ソバ末粉の微粉碎化

グラインダー及び篩かけした試料について、粒度分布を末粉および全層粉と比較したものを図 7 に示す。グラインダーした試料は末粉と差が見られなかったが、篩かけした試料では全層粉と同等の粒径のものが得られた。

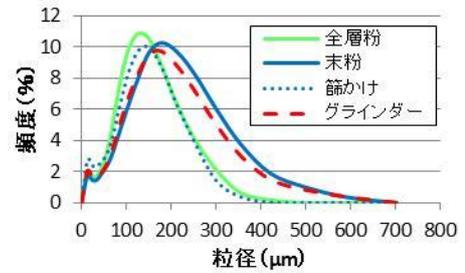


図 7 ソバ末粉の微粉碎による粒度分布の比較

#### 3. 2. 3. あん粕混和粒あん

処理および混和割合の異なるあん粕混和粒あんの官能評価の結果を表 3 に示す。評価では、あんこが好きか否か、あんこの好きな種類により許容できる混和割合が異なることが考えられたため、併せて調査を行った。

あんこが好きと回答した割合は、短大生、職員ともに高かったが、短大生の方が低かった。また、あんこの種類では、短大生がこしあん、職員は粒あんを好む割合が高かった。

一方、粒あんへ許容できる混和割合は、短大生、職員ともに同様な傾向が見られ、あん粕の無処理は約 20% に対し、粉末処理は 22~24%、重曹処理は約 23% とやや高く、酵素処理は約 25% と最も高かった。

さらに、ザラザラした食感の元になる小豆の皮には、食物繊維が豊富に含まれているという情報が付与された場合は、いずれの処理も約 2% 上昇した。このことから、機能性成分に関する情報を提供することにより、あん粕の混和割合を高くできると考えられた。また、あんこが好きか否か、好きなあんこの種類による違いは、ほとんど見られなかった。

3. 1. 2 に示した結果からも、重曹以外の処理であれば、機能性成分を保持したまま、約 20% 以上の混和が可能と考えられた。

#### 3. 2. 4. あん粕入りパウダー

会津若松市のあん製造業者が試作した、あん粕入りパウダーの試食結果を表 4 に示す。外観、食味などいずれの評価もほぼ 4 (良い) という良好な評価であった。設問以外の意見として肯定的なものは「とても美味しい (33%)」、「パンとの相性がいい (16%)」などで、否定的なものは「ザラザラ感が気になる (28%)」、「あんこの風味がしない (28%)」などがあつた。ザラザラ感はいん粕の食物繊維に由来するものであり、やむを得ない面もあるが、風味の改良については今後の課題と思われた。

また、価格は市販のココア (約 400 円) よりやや安い価格が希望されたが、購入の意向については 1 人を除き肯定的な評価が得られ、商品化に向けて期待できる結果となった。

表3 あん粕混和粒あんの官能評価 (N=61、単位：%)

設問	パネリスト	回答項目			
		好き	ふつう	嫌い	
あんこが好きか	短大生	74.4	2.3	23.3	
	職員	88.9	0.0	11.1	
どちらのあんこが好きか	短大生	こしあん	つぶあん	同じくらい	
		44.2	34.9	20.9	
	職員	22.2	55.6	22.2	
粒あんへの許容混和割合	短大生	無処理	重曹処理	酵素処理	粉末処理
		21.1	23.2	24.8	24.4
	職員	20.3	23.3	25.0	22.2
粒あんへの許容混和割合(説明付き)※	短大生	無処理	重曹処理	酵素処理	粉末処理
		23.9	25.5	26.5	25.8
	職員	21.9	24.7	26.7	24.2

※ あん皮には食物繊維が豊富に含まれているという情報を付与された場合について聞いた

表4 あん粕入りパウダーの官能評価 (N=43)

外観	香り	食感		味		購入※ したいか	価格※ (円)
		舌触り	のどごし	甘さ※	美味しさ		
色	質感	(点)					
3.7	4.0	3.4	3.9	3.7	3.3	4.1	3.9
							362

注1: 1(とても悪い)~5(とても良い)の5段階評価。

注2: 甘さは1(甘くない)~3(ちょうどよい)~5(甘すぎる)、購入したいかは1(食べない)~3(あれば)~5(ぜひ)、価格は300g袋入りで、300円から500円まで50円きざみの5段階とした。

#### 4. 結言

未利用農産物の機能性成分を調査した結果、アスパラガスでは、収穫時期が早い春芽の方が食物繊維、糖、イヌリンおよびルチン含量が多かったが、収穫年次による違いはほとんどなかった。また、切り下の方が正品よりも食物繊維、糖含量が多かった。また、トマトでは、収穫年次による違いは判然としなかったが、摘果果実の方が正品よりも食物繊維、GABA含量が多かった。

あん粕の軟化処理により、機能性成分は減少したが、その程度は食物繊維含量では小さく、総ポリフェノール含量および H-ORAC 値では酵素処理は小さく、重曹処理は大きかった。

アスパラガス切り下からオートマチックシノアを使うことにより、製品歩留まり 70%のピューレが作製できた。これは一次加工品として食品関連業者やレストラン等で利用できるとともに、ジュース、プリン、スープ等への加工が期待される。また、アスパラガス切り下は採取後冷蔵 2 日以内での加工が色調を維持すると思われた。さらに、ピューレ加工で発生する最終残渣は、家畜用発酵飼料(高水分サイレージ)に利用でき、アスパラガス切り下の 100% 利用の可能性が示唆された。

ソバ末粉を、グラインダー処理および標準篩 6 種類を用いて順次篩かけすることにより、全層粉と同等の粒径を得ることができた。

あん粕を混和した粒あんの官能評価の結果、あん粕の許容混和割合は、無処理で約 20% に対し粉末および重曹処理は約 23%、酵素処理は約 25% と高くなった。さらに、ザラザラした食感の元になる小豆の皮には、食物繊維が豊富に含まれているという情報を付与すれば、さらに 2% 程度混和割合を高めることができると考えられた。

会津若松市のあん製造業者が試作した、あん粕入りパウダーの官能評価は概ね良好であった。あん粕を入れることで問題となるザラザラ感を指摘する声もあったが、ほぼ全員が購入に対して肯定的な回答をしており、商品化が期待される結果となった。

#### 謝辞

本研究を遂行するにあたり、試料を快く提供いただいた企業各社に感謝申し上げます。

また、あん粕混和粒あんおよびあん粕パウダーの官能評価にご協力いただいた公立大学法人会津大学短期大学部の学生の皆様、並びに加工技術について、ご指導とご助言を賜りました株式会社山際食彩工房代表取締役 山際博美氏に深謝いたします。

#### 参考文献

- 1) 佐藤洋, 星保宜, 小野和広, 中島奈津子. 未利用農産物の機能性成分を活かした加工技術の開発. 平成 25 年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告. 2014, p. 23-26.
- 2) 日笠裕治. アスパラガスにおける生育特性と根部

の糖類集積特性に基づく生産の持続性に関する研究 . 北海道立農業試験場報告. 2000, vol. 94, p. 37-72.

- 3) 渡辺純, 沖智之, 竹林純, 山崎光司, 津志田藤二郎. 抗酸化能測定法である H-ORAC 法の室間共同試験. 日本食品科学工学会誌. 2010, vol. 57, p. 525-531.
- 4) 橋口亮, 山口ゆかり. 酵素処理したアスパラガス茎部の利用について (第2報). 長崎女子短期大学紀要. 2014, vol. 38, p. 133-136.
- 5) 茨木俊行, 平野稔彦, 山下純隆, 馬場紀子. トマト果実の軟化に伴うペクチン及びペクチンエステラーゼ活性の変化. 福岡県農業総合試験場研究報告. 1988, vol. 8, p. 63-66.
- 6) 稲葉昭次, 山本努, 伊東卓爾, 中村怜之輔. トマト果実の樹上成熟及び追熟中の遊離アミノ酸と可溶性ヌクレオチド含量の変化. 1980, 園芸学会雑誌. vol. 49, p. 435-441.

# 簡易型転落・転倒警報装置の開発

Development of a portable devices to alert the tractor tumble and fall

技術開発部 プロジェクト研究科 高樋昌

技術開発部 生産・加工科 兼子純一

農作業における乗用トラクタでの転倒・転落事故を予防するために、後付けで使用できる簡易型の転倒・転落警報装置の開発を行った。本年度は、前年度開発した回転灯と警告音を用いた緊急事態伝達装置の改良を行った。また、作業者に危険位置を警告する危険位置通報アプリを開発した。その結果、遠距離に設置した回転灯・警告音発生装置に転倒信号を送り、点灯・発音することを確認した。さらに、あらかじめ登録した危険位置に接近した場合、警告を行い、転倒転落警報装置（スマホアプリ）を自動起動する事を確認した。

Key words:農作業、乗用トラクタ、ZigBee、農作業安全

## 1. 緒言

全国における農作業に伴う死亡事故は平成 24 年度は 350 件程度発生<sup>1)</sup>しており、毎年横ばい状態である。本県においても農作業中の死亡事故は毎年 15 件前後発生しており、乗用トラクタによる事故が 43%を占め最も多くなっている。そのうち転落・転倒が 55.6%を占め、その発生状況は毎年全国高位となっている（H12～H21 年度：福島県農林水産部農業担い手課調べ<sup>2)</sup>）。また、死亡者を年代別に見ると 60 歳以上の割合が 83.7%を占めており、高齢化社会の加速に伴い高齢作業者の増加が見込まれ、更なる事故増加が想定される。さらに事故の発生に関して、「農業機械による農作業は 1 人で行うことが多く、事故発生から発見までの時間は発生直後が最も多いが、発生後 2～3 時間で発見されている場合も多く、場合によっては 5 時間以上経ってから<sup>3)</sup>という状況が報告されている。

このことから、危険な状況を喚起し転落・転倒を防止する警告装置を開発することは、農作業死亡事故の減少に対する効果が大きいと考えられる。また、事故発生後、早期の発見がなされれば生存の可能性も高まるため、事故現場での事故発生の伝達に加え敷地内等比較的近い場所の第三者に伝達する装置を開発することで救命の可能性を高めることができる。

本事業では、ハイテクプラザが角度検出手法や緊急事態伝達手法を検討し、この結果に基づき農業総合センターとアサヒ電子株式会社が共同でスマートフォンアプリ「転倒警告・通報アプリ」（以下アプリ A）を開発している。開発したアプリ A を図 1 に示す。アプリ A は登録したメールアドレスに転倒通報するもので、本県ホームページで公開されている<sup>4)</sup>。

本報告では、危険な状況が発生しうる地点に接近した場合に注意を喚起するスマートフォンアプリ「危険位置通報アプリ」（以下アプリ B）を開発するとともに、緊急事態伝達手法の補完と対作業向け緊急事態伝達装置として、ハウス内等の閉鎖空間における作業単独事故（酸欠・一酸化炭素中毒による気絶等）を想定した回転灯・警告音発生装置を開発した。



図1 転倒警告・通報アプリ（アプリA）

（左：通常 中：警告 右：受信者による位置確認）

## 2. 実験装置の構築

### 2. 1. 危険位置通報アプリ

予防安全の観点から、転倒・転落事故が発生する前に未然に防止することが必要である。国や大学では、路肩などの転倒危険位置をトラクタ等に乗車した状態で予測・判断する研究等がなされてきている<sup>5)</sup>。また、ハイテクプラザにおいても、前述のような転倒警告アプリで事故予防を検討した。しかしながら、危険位置の予測・判断は困難で実用には程遠く、また転倒警告アプリでは転倒直前に警告が発せられても十分に対応することは難しいことから、能動的に危険位置を判断するのではなく、受動的に危険位置を知らせる手段を検討した。

これにより、営農者に対する注意喚起の意味も含め、事前に自身が危険と判断できる箇所を登録し、登録箇所に対して一定の距離まで接近した場合に警告を発するアプリ B を開発した。危険個所の登録はアプリ起動後常に可能である。また、スマートフォンアプリであるため、アプリ B によって危険地点を検知してからアプリ A を自動起動し転倒通報可能な状態にすることができる。

アプリの開発には Android SDK（Android API Level 10）を用いた。動作中のアプリ B を図 2 に、アルゴリズムを図 3 に示す。

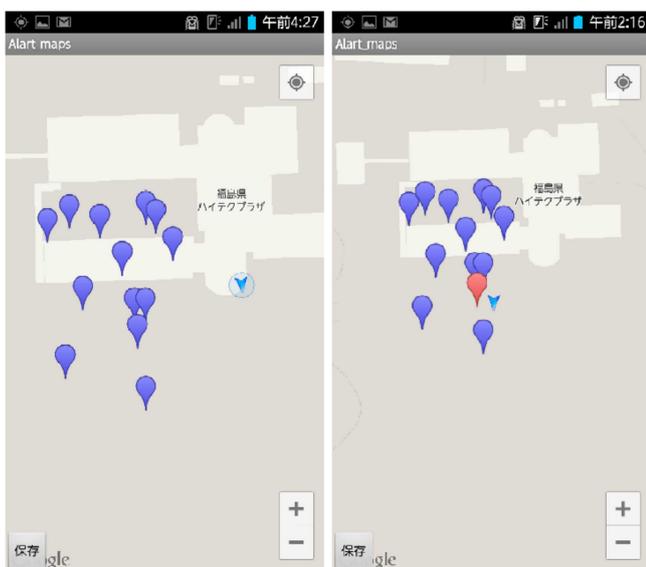


図2 危険位置通報アプリ（アプリB）

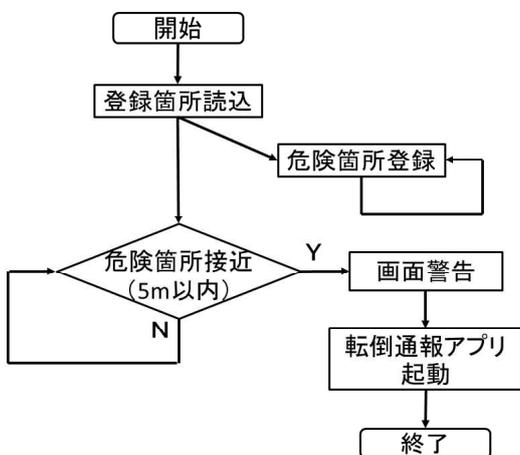


図3 危険位置通報アルゴリズム

## 2. 2. 緊急事態伝達装置

緊急事態伝達装置として回転灯・警告音発生装置を試作した。図4に回転灯・警告音発生装置の外観を示す。本装置は「転倒警告アプリ」と連動するものであり、パトライト、警報ブザー、無線通信モジュールで構成されている。回転灯・警告音発生装置は、電源をAC100Vとし自宅周辺やできるだけ人目のつくところに配置して作業者の異常を知らせることを想定した。また、前年度試作した装置では、スマートフォンに標準で搭載されておりシステムを構成するのが容易であることからWiFiを採用したが、WiFi通信は通信距離が数十mであり十分な通信距離が確保できない。一方、ZigBeeはWiFiに比べ通信距離が長いという点、中継機能を持つため通信距離の改善が見込める。そこで、ZigBee通信を利用した回転灯・警告音発生装置を試作した。

ZigBeeモジュールはスマートフォンに標準搭載し



図4 回転灯・警告音発生装置

ていないため、ZigBee無線マイコンモジュール(ToCoStick:東京コスモス電機社製)をUSB接続し、中継器、回転灯・警告音発生装置にはZigBee無線マイコンモジュール(TWE-Lite Dip:東京コスモス電機社製)を用いた。

## 3. 実験結果

### 3. 1. 危険位置通報実験

アプリBは危険位置登録機能と危険位置接近通報機能を持つ。危険位置は、あらかじめ危険であると判断した場所付近で登録ボタンを押すことによって記録され、その地点にマーカが表示される。登録した危険位置の5m以内(設定可能)に接近すると、マーカの色が変化し注意喚起する。マーカの色の変化以外に、音での警告も実装可能である。

アプリBからアプリAを自動起動した画面を図5に示す。

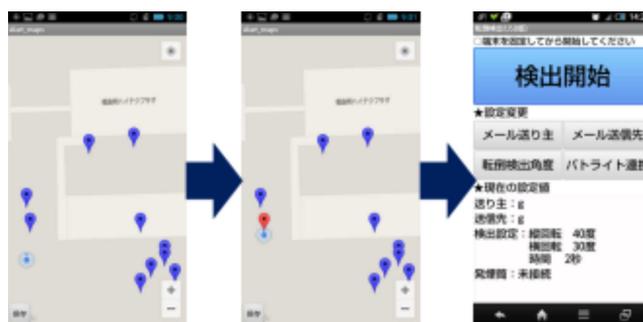


図5 危険位置通報から転倒通報起動

### 3. 2. 緊急事態伝達装置実験

回転灯・警告音発生装置について実証実験を行った。WiFiによる無線到達距離を確認したところ、見通しで50m程度と農作業時の移動範囲を考えると十分ではなく、アクセスポイントの利用など他の方法を検討する必要がある事が確認された。そこで、ZigBeeによる通信方法を選択し、実験を行った。

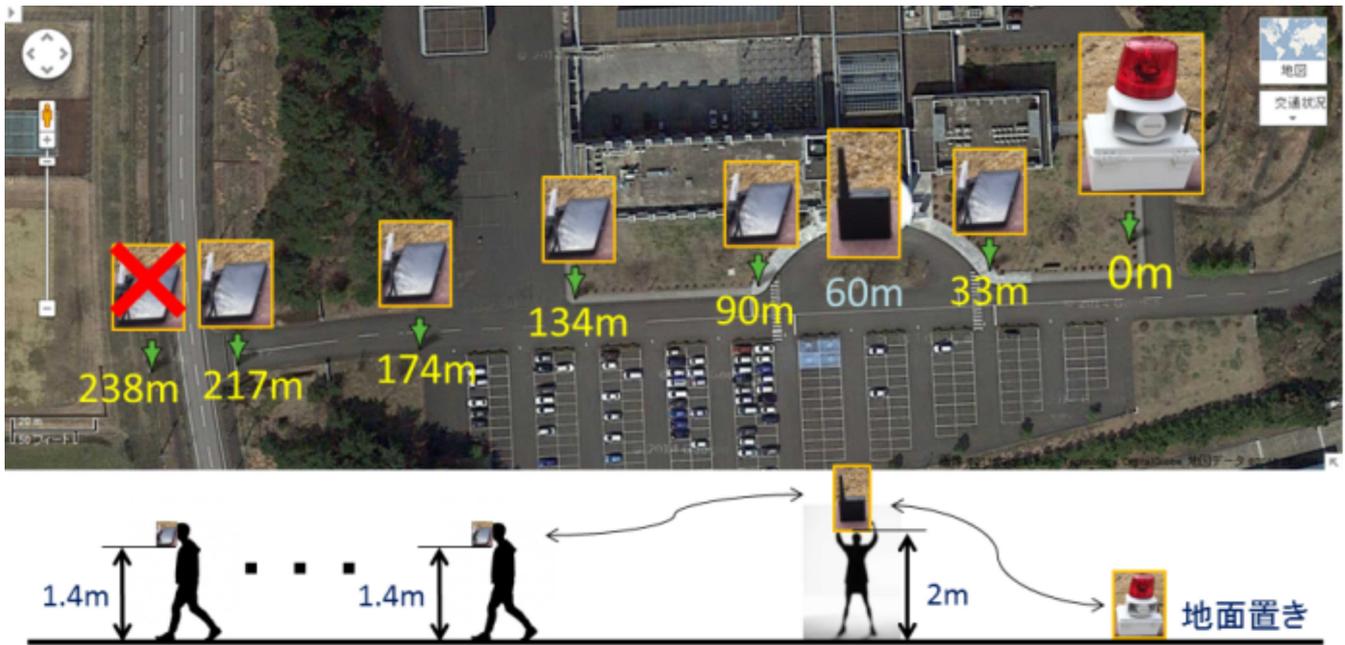


図6 ZigBee通信フィールド実験

ZigBee 通信によるフィールド実験全景を図 6 に示す。フィールド試験では受信器を地面に直置きし、中継器を 2m の高さに固定した。送信器は作業者の胸ポケットを想定し 1.4m の高さに配置し、通信距離を変えて実験を行った。その結果、送受信器間距離が 60m までは中継器無しで通信でき、中継器を介すと最大 217m まで安定した通信が可能であった。

しかし、中継器を地面に直置きした実験では、各装置のアンテナ高さが低いため著しく通信距離が短くなる事が分かった。

今後は農業総合センターで実証試験を行い、アンテナ高さや高出力のモジュールを検討し通信距離の改善を図る予定である。

#### 4. 結言

本報告では、転倒転落事故を未然に防止する目的で、危険位置通報アプリを開発し動作確認を行った。また、緊急事態伝達装置として開発した回転灯・警告音発生装置の動作確認を行った。その結果、以下のことが分かった。

1. 危険位置通報アプリでは、設定した危険箇所の半径 5m 以内に接近した場合、警告を発することが可能となった。また、警告を発すると同時に転倒警告・通報アプリを起動し、転倒事故に備えることができるようになった。しかし、転倒警告・通報アプリの設定画面を経由しなければならず、即時計測を開始する変更が必要である。
2. 回転灯・警告音発生装置の動作確認では、WiFi による無線通信は 50m 程度の距離では有効

だった。ZigBee による無線通信では中継器無しで 60m、中継器有りで 217m と通信距離を大きく改善できた。しかし、アンテナ高さなどの条件で極端に悪化することが分かった。今後は、近距離でアンテナ高さが地面に近く通信条件が悪い環境下での通信可能距離を伸ばす手法を検討する必要がある。

#### 参考文献

- 1) “平成 24 年に発生した農作業死亡事故の概要”. 農林水産省生産局農産部技術普及課生産資材対策室. [http://www.maff.go.jp/j/seisan/sien/sizai/s\\_kikaika/anzen/pdf/sibou24.pdf](http://www.maff.go.jp/j/seisan/sien/sizai/s_kikaika/anzen/pdf/sibou24.pdf)(参照 2015-08-10)
- 2) “過去 10 年間の農作業死亡事故発生状況について”. 福島県農業担い手課. <https://www.pref.fukushima.lg.jp/uploaded/attachment/5314.pdf> (参照 2015-08-10)
- 3) 鹿児島県農政部経営技術課. “農作業安全の手引き(農業機械による死亡事故の特徴)”. 鹿児島県. 2012-01-26. <https://www.pref.kagoshima.jp/ag05/sangyo-rodo/nogyo/gizyutu/anzen/jiko2.html> (参照 2015-08-10)
- 4) 福島県農業担い手課. “トラクタ転倒通報アプリの公開について”. 福島県. 2013-12-01. <http://www.pref.fukushima.lg.jp/sec/36021c/apuri1.html> (参照 2015-08-10)
- 5) 平成 21 年度試験研究成績 21-1 農業機械の安全性に関する研究. 独立行政法人農業・食品産業技術総合研究機構生物系特定産業技術研究支援センター農業機械化研究所, 2010, 第 30 報, 47p.

# 太径締結部品のマイクロ加工制御技術の確立（第3報）

Establishment of the microstructure control technology of large size metal bolts (3rd report)

技術開発部 工業材料科 工藤弘行 五十嵐雄大 小柴佳子 菅野雄大  
 技術開発部 プロジェクト研究科 光井啓  
 東北ネズ製造株式会社 関口龍一郎 江幡卓典  
 国立大学法人茨城大学 鈴木徹也 永野隆敏

本研究では、風力発電施設などでの利用が想定されるφ 40mm以上の太径ボルトの開発を目的とする。今年度は1000MPa級ボルトに最適な鋼種と熱処理条件を選定し、ボルトの試作ならびに、実体採取試験片に対する引張試験を行い、1000MPa級ボルトの規格値を満たすことを確認した。また、強度試験の高度化として、遅れ破壊試験（水素脆化試験）、疲労試験、破壊じん性試験について検討を行い、画像処理によるひずみ測定を援用する手法を確立した。

Key words : 加工熱処理、マイクロ組織制御、組織予測、特性予測、水素脆化、疲労、破壊じん性

## 1. 緒言

近年、風力発電施設での事故が増えており、強度信頼性の重要度が高まっている。風力発電施設のような巨大な鋼構造物では、溶接やボルト締結を行うのが必須となるが、多くの事故では強度上の弱点となる接合部が最終的に破断するため、これらの接合技術に対する要求が厳しくなりつつある。風力発電の普及に伴い、既に平地では設置に適した場所が減少しており、今後は、山間部や洋上への設置が期待されるが、山間部では複雑地形により風向、風速が急変する乱流の影響による「疲労破壊」、洋上では「腐食」や「水素脆化」といづれも長期間かけて進行する複雑な現象が生じやすい。溶接やボルトはこれらの現象に対する「長期強度信頼性」に難があり、大きな課題と認識されている。

一方で、風力発電は再生可能エネルギーの中でも最も技術的に成熟しており、グローバルなコスト競争に晒されているため、設置費やメンテナンス費を低減しつつも信頼性をいかに確保するかというのが、国内の風力発電業界の共通課題となっている。

このような難題に対する解決案の一つとして、我々の研究グループでは、加工熱処理によるボルト製造に挑戦している。加工熱処理は、熱間加工と熱処理を連続的に一体化して行う処理の総称である。最大の特徴は一般の熱処理では得られない組織や特性を持つ点である。特性向上は加算的な効果を持ち、安価な材料で通常の特性を得ることも、通常の方法で高価な材料と同じ特性を得ることができる。さらに、独立行政法人物質・材料研究機構(NIMS)が過去に超鉄鋼プロジェクトの1テーマとして実施した先行研究では、疲労特性、耐水素脆化特性が良好であることが報告されている。<sup>1)</sup>

加工熱処理は、加工するタイミングや狙いとする相変態、組織、特性により分類される。現在、実用化されている、あるいは実用化に近いのが、①鋼板圧延における制御圧延、制御冷却(TMCP処理)、②熱間鍛造の発展としての制御鍛造、③熱処理を省略したタイプ

の非調質鋼の製造、④プレス加工におけるホットスタンピング、⑤改良オースフォームの5つである。それぞれの狙いとする組織と強度特性を表1に示す。①TMCP処理と③非調質鋼の製造は鉄鋼メーカーの鋼板製造工程に用いられるもので、その他は工業製品の製造工程に用いられるものである。本研究開発では、狙いとする特性や組織から、ボルト製造に用いる熱処理として「改良オースフォーム」を想定している。改良オースフォームは、図1に示すように、やや低めの温度で熱間加工をした後に、直ちに急冷し、加工硬化したマルテンサイトを得るものである。通常、じん性を確保するため、焼き戻しを行う。

表1 加工熱処理の組織と特性

処理の種類	狙いとする組織	狙いとする特性	
		強度 (MPa)	伸び (%)
制御圧延、制御冷却 (TMCP処理)	フェライト、パーライト	400~600	20~30
制御鍛造	微細粒 フェライト+パーライト	600~800	10~20
非調質鋼の製造 (熱処理省略タイプ)	微細粒パーライト+析出強化	700~900	8~15
	ベイナイト	800~1100	8~15
ホットスタンピング (ダイクエンチ)	マルテンサイト	1500	5~8
改良オースフォーム + 焼き戻し	焼き戻しマルテンサイト	1000~1500	15~20

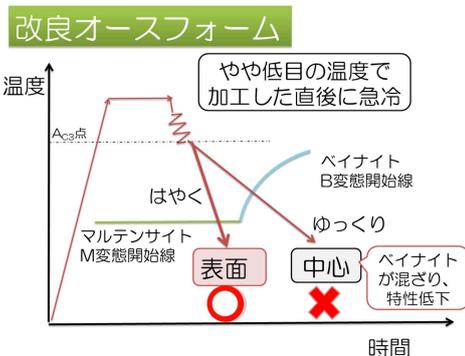


図1 改良オースフォームのCCT図

加工熱処理を工業製品製造に適用する際に課題となるのは、変形挙動や組織変化が素材製造に比べて著しく複雑になる点である。この課題を解決する切り札と

して期待されるのが、鍛造や熱処理に特化したシミュレーション（CAE）技術である。従来、鍛造と熱処理は別々のソフトで解析していたため精度が低かった。「鍛造 - 熱処理一体 CAE」では、前工程の解析結果を引き継いで計算するため、組織や特性、残留応力状態が部位ごとに異なる状況を反映することが可能で高精度の解析を実現できる。

本研究では、直径 40 mm 以上の 1000MPa 級太径ボルトの開発を目標とし、太径ボルトの加工熱処理技術、鍛造 - 熱処理一体 CAE 技術、強度保証技術などの要素技術の確立を目指す。ハイテックプラザは CAE 技術や強度保証技術を担当しており、今年度は、CAE 活用した鋼種の選定や製造条件の最適化、長期強度信頼性評価手法の高度化として、微小試験片を対象とする遅れ破壊試験（水素脆化試験）、疲労試験、破壊じん性試験の確立を行った。

## 2. 試験方法および評価手法

### 2. 1. CAE 技術を活用した材種と熱処理の選定

本年度は、研究期間最終年度となるため、CAE 技術を活用し、量産化のための材種と熱処理条件の組み合わせを選定した。

本研究では図 2 の CAE システムの解析フローチャートに示す通り、①鍛造・熱処理解析、②組織予測、特性予測の 2 つのプロセスで計算を行う。①鍛造・熱処理解析を行うため、「鍛造 - 熱処理一体 CAE」を導入した。解析ソフトウェアは（株）NTT データエンジニアリングシステムズの「Simufact.forming」である。

前半の①鍛造・熱処理解析では、変形や熱履歴を算出し、後半の②組織予測、特性予測では、①で計算された熱履歴と、相変態特性を表す CCT 図を照合して、組織予測、強度特性予測を行う。昨年度までの解析結果から、ボルトは単純な形状であるため、熱履歴は単調冷却になること、組織や特性の分布は単純な分布となることが分かっている。そこで、本年度は、製造現場での利便性を高めるため、平均冷却速度による組織・特性予測手法の確立に取り組んだ。

物性値計算 CAE「JMatPro」は、計算状態図技術と熱力学データベースから、CCT 線図を計算することができるソフトウェアであるが、様々な平均冷却速度に対する組織予測や特性予測の一覧表を出力することができる。予め、各種冷却条件における冷却速度をボルトの表層や中心など部位ごとに求めておけば、JMatPro により算出された一覧表と照合し、簡便に組織予測、特性予測を行うことができる。

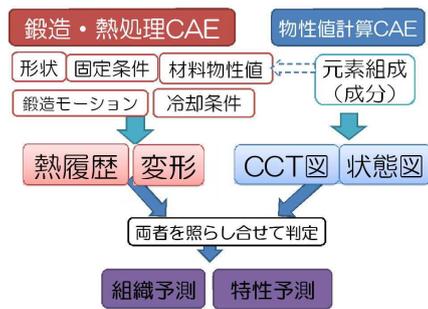


図 2 本研究で用いたCAEシステムのフローチャート

### 2. 2. ミクロ組織モデルを用いた有限要素解析による特性予測

現状の鍛造 - 熱処理一体 CAE は均質な連続体を仮定して計算を行うため、結果として得られるのは相分率までであり、結晶粒径の変化や、析出炭化物の形態、寸法や分散状態を直接計算することはできない。加工熱処理は、これらミクロ組織の状態が一般熱処理と大きく異なるため、解析精度が低下する可能性がある。そこで、特性予測精度の向上のため、本研究グループが開発した「ミクロ組織モデルを用いた有限要素解析による特性予測技術」を適用することとした。本手法は、実際の加工熱処理で得られたサンプルのミクロ組織の形態や変形特性に関する情報をフィードバックできる点が特徴である。

マルテンサイトは針状のミクロ組織を持つが、より広い範囲に着目すると図 3 に示すような階層構造を持つ。また、図 4 に示すように、加工熱処理材は、加工硬化の影響により、一般熱処理材に比べて粒内の転位密度が高いため、粒内炭化物が増え、粒界炭化物の割合が減るのが特徴である。<sup>1)</sup>

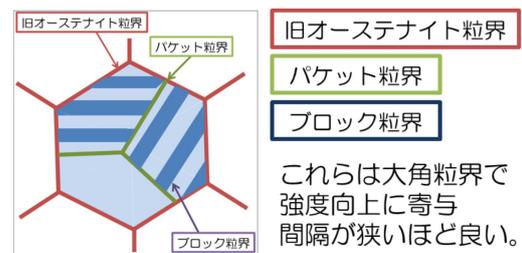


図 3 マルテンサイトの階層構造の模式図

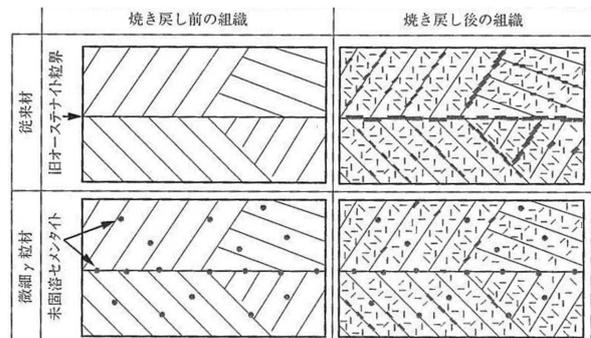


図 4 加工熱処理材の炭化物生成の特徴（「超鉄鋼－強度2倍×寿命2倍の実力と可能性」より引用）

一般的な有限要素解析では、金属材料を均質体として計算するが、本手法では、金属材料のマイクロ組織を反映した有限要素解析モデルを利用するのが特徴である。階層構造の寸法や粒内/粒界のセメンタイトの存在比率を表現できるマイクロ組織モデルとして、図5に示すように粒内、旧オーステナイト粒界、パケット粒界、ブロック粒界を4種の異なる材料としてモデル化する「マルテンサイト階層構造モデル」を作成した。このモデルは2次元モデルで周期構造を仮定している。各材料の物性値に関しては、NIMS 公開資料<sup>2)</sup>にて報告された炭化物寸法や粒界被覆率を参考にして算出した。図6はその一例であるが、粒界毎に異なる炭化物分布を持つ点が重要である。具体的な算出法、物性値については公表を差し控える。

本研究では、マルテンサイト階層構造モデルを用いた有限要素解析により、組織全体の応力-ひずみ応答や、モデル中のひずみ分布を計算する。

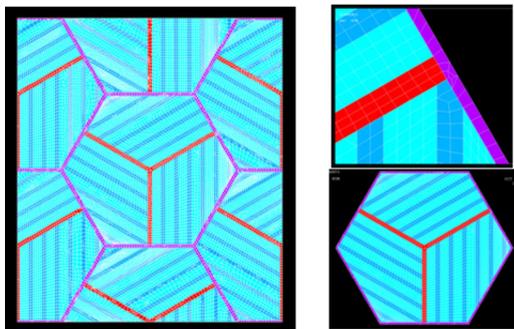


図5 マルテンサイト階層構造モデル

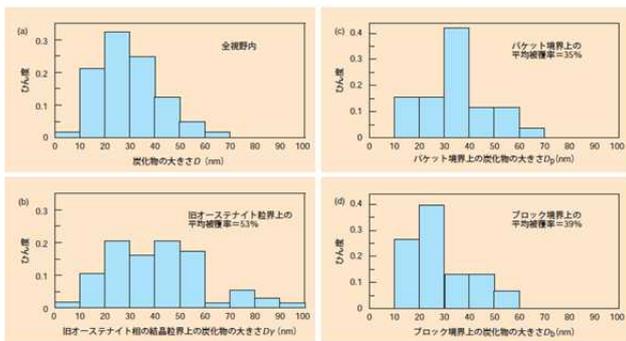


図6 各粒界上の炭化物サイズの頻度分布 (NIMS「近未来の鉄鋼材料を知る」より引用)

### 2. 3. 共振振動を利用した迅速疲労試験

当所では振動試験機を用いて通常試験より数十分の1の短時間で疲労試験を行う技術を確認しており、巨大構造物の溶接部の強度保証に活用している。<sup>3)</sup> 共振では通常振動の100倍程度の大変形が生じるため、低入力でも疲労破壊を発生させることができる。形状寸法を最適化することで、任意の共振周波数で試験が可能で、き裂発生検知が早い点もメリットである。

本研究では、ボルトの特徴を踏まえ、図7に示すような、U字切欠きを有する試験片を用いた。試験片断面は幅7.5mm×高さ6mmで、突出し長さは約85mmと

した。図8に示すように、U字切欠きが固定部から5mmの位置になるようにサンプルを片持ちはり状に固定した。試験片の先端に加速度センサーを、U字切欠きから5mmほど先端側にひずみゲージを貼付した。

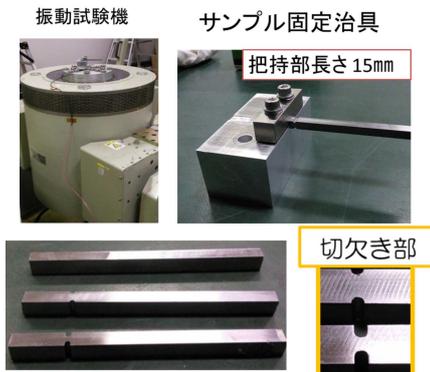


図7 疲労試験に用いた試験機とサンプル

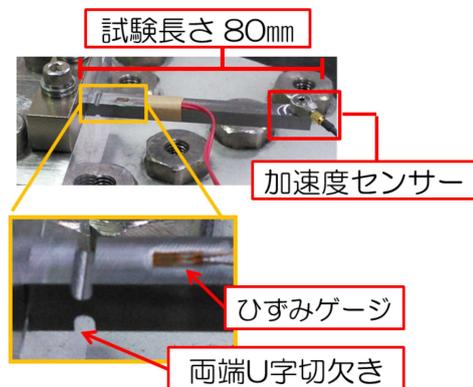


図8 試験寸法と各種センサー取付位置

### 2. 4. 遅れ破壊に関わる水素脆化評価

高強度ボルトでは、かつて、取り付け後、数か月から数年後に破壊が生じる「遅れ破壊」が多発した。その後、材料中の拡散性水素により強度が低下する「水素脆化」が原因であると判明したため、現在では、事実上、強度1000MPa級までの利用に制限されており、それ以上の強度のボルトを利用するのは、一部の用途に限られている。しかし、近年、高層建築で高強度ボルトの需要が高まったことを背景に、2014年に日本鋼構造協会が「高力ボルトの遅れ破壊評価法ガイドライン」が規格化され、風力発電分野でも、この規格が業界標準となる可能性が高いと見られる。

本ガイドラインは、90年代以降、継続的に実施された研究とともに、近年、飛躍的に進歩した水素分析技術や計算科学技術の成果を反映しており、重要な知見が多い。具体的には、①沖縄とつくばで10年以上の長期間実施された屋外暴露試験結果(図9参照)などから、引張強度が高い材料ほど、また腐食作用の強い環境ほど遅れ破壊の破断率が高いこと、②遅れ破壊の原因となる水素混入は、大気腐食により生成した腐食生成物(錆)直下の金属表面でのpH低下が原因であること、③侵入した水素は金属表面から材料中に拡

散し、種々の要因を受けることにより、年単位あるいは日単位で濃度分布が変動すること、④水素の濃度と応力場との間には相互作用があるため、長期使用するボルトでは、ねじ底の応力集中部近傍で最も水素濃度が高くなり、この部位の局所水素濃度－局所応力の関係で整理することで、統一的に破断発生を評価できることなどが記載されている。

強度試験に関しては、これまで学術分野で実績のある SSRT (低ひずみ速度試験) や定荷重試験ではなく、CSRT (通常ひずみ速度試験) を選択している。CSRT は水素チャージ後、サンプルから水素が脱離する前に短時間で試験終了することを狙いとするもので、特殊な試験機を必要としないのが利点である。

本研究では、この規格を参考にしつつも、ボルト製造に役立つ手法の検討を行った。なお、別途、産総研シーズ支援事業にて、CSRT を実施し 1000MPa 級ボルト使用時の想定応力に対して破断確率 0.0 % と遅れ破断に対する十分な安全性を確認したことを付記する。

図 10 に本研究で実施した水素脆化評価のフローチャートを示す。東北ネヂで熱処理した供試体から、表層、中心、1/4 位置など部位を区別して試験片を作成した。水素チャージは陰極電解法にて 24～96 h 行い、強度試験後の破面観察と水素分析を行った。水素分析は産総研の協力を得たが、それ以外はハイテクプラザ内で実施可能である。

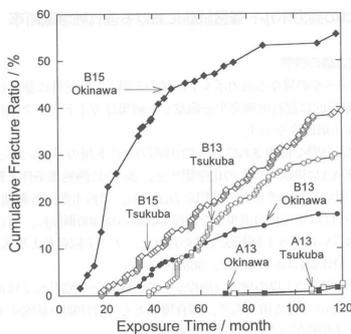


図9 屋外暴露試験結果(累積破断率グラフ) 「高力ボルトの遅れ破断評価法ガイドライン」より引用

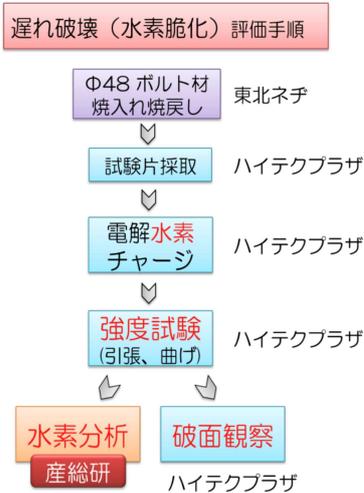


図10 水素脆化評価のフローチャート

## 2. 5. 切欠き試験片による破壊じん性試験

風力発電施設向けボルトの大臣認定には、引張試験や硬さ試験などの他、「ねじ切り試験」が要求される。この試験は締結したボルトの頭部を治具で固定した状態でナットに通常の締結以上の回転を与え、破断限界を調べるもので、要求仕様は破断時の回転角が900度(2回転半)以上である。台風や事故など、ボルトが設計荷重以上の想定外の荷重を受けた時の安全性を調べるのが目的と考えられる。

ねじ切り試験時の応力状態は不明な点が多いが、試験時のひずみ測定から、ナットの回転は軸方向の変位に変換されるため、引張試験の応力状態とほぼ同様であり、ねじ切り試験は切欠き試験片による破壊じん性評価を意味していると解釈した。

本研究では、ねじ切り試験を模擬する試験として、図 11 に示す両端多数切欠き試験片を作成し、画像処理によるひずみ測定を援用した引張試験を実施した。試験片幅 20 mm、板厚 5 mm、切欠きは U 形状とし、R1mm で、2.5 mm 間隔に片側 6～7 個配置した。併せて、ねじ切り試験に関する CAE 応力解析を実施した。

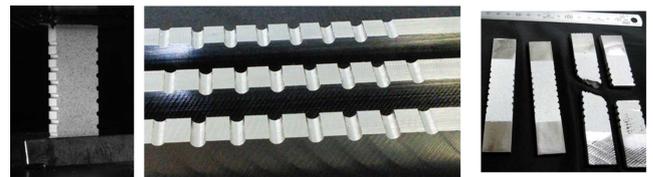


図11 両端切欠き試験片

## 3. 試験結果と考察

### 3. 1. CAE 技術を活用した材種と熱処理の選定

本研究では、平均冷却速度に基づく組織特性予測から、鋼種と熱処理条件を選定した。最適な特性バランスを得るため、熱処理条件について 3 条件を選択しボルトを作成した。ボルトの中心、表層から採取した試験片を対象に引張試験を実施した結果、図 12 に示すとおり、JIS B1051 「炭素鋼及び合金鋼製締結用部品の機械的性質」に規定される強度区分「10.9」の引張強度、耐力をクリアすることができた。なお、鋼種と熱処理条件の詳細については公表を差し控える。

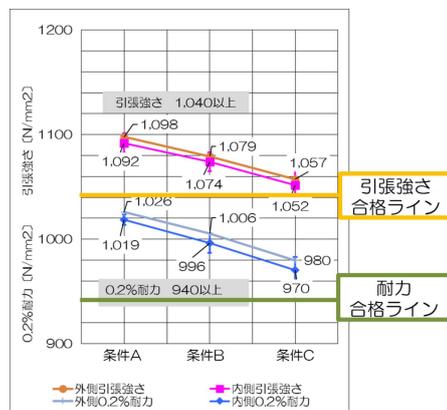


図12 部位採取試験片の引張試験結果

### 3. 2. ミクロ組織モデルによる特性予測

図13にミクロ組織モデルの計算結果を示す。左図が上下方向にひずみ2%を与えた場合、右図がひずみ10%の場合の結果である。荷重方向とブロック構造の配置の角度により、ひずみが生じやすい部位が形成され、特徴的なひずみ分布が生じることが分かった。また、10%ひずみに対して、局所的に38%と大きなひずみが生じることが分かった。これはミクロ組織に起因する応力集中（ひずみ集中）と言えるものであり、破壊発生に対して大きな影響があると見られる。

次に、図14にミクロ組織モデル全体の平均の応力-ひずみ曲線を示す。ミクロ組織モデルは周期性を仮定しているため、材料全体も同じ応力-ひずみ曲線となる。以上によりミクロ組織モデルで変形特性が予測できることを確認した。

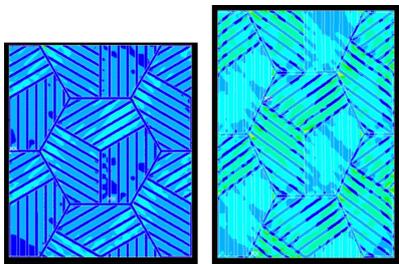


図13 ミクロ組織モデルの解析結果 (左)ひずみ2%時、(右)ひずみ10%時

図14には、ミクロ組織モデル中の4領域ごとに最大のひずみを局所ひずみ-マクロひずみグラフとして出力した。これによるとマクロひずみが5%程度まではブロック内のひずみが最も大きいものの、次第にブロック粒界のひずみが他の粒界より大きくなることが確認できた。このことから、変形特性の内、耐力点やその後の加工硬化挙動に関しては、ブロック構造、すなわち、ブロック幅サイズや、ブロック内、ブロック粒界の特性の影響が大きいことが分かった。この点は、組織制御を考える上で、極めて重要である。

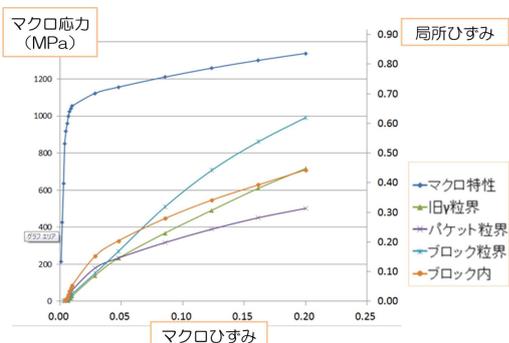


図14 予測されたマクロ応力-マクロひずみ曲線と局所ひずみ-マクロひずみ曲線

### 3. 3. 共振を利用した迅速疲労試験

共振を利用した本手法は、試験片寸法を変えることにより、共振周波数や変形量を制御できる点が特徴で

ある。今回は切欠き長さについて検討を行った。図15はU字切欠きを2.5mmとした場合の固有値解析結果であり、1次モードの変位図を示したものである。この時、共振周波数は385Hzである。

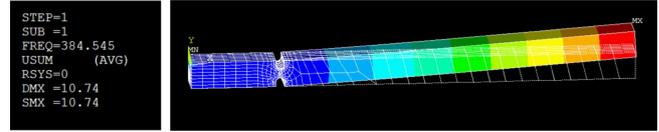


図15 固有値解析結果(1次モード)

本研究で用いるU字切欠き試験ではねじ底で最大応力となると見られるが、ひずみゲージでひずみ測定するのが困難である。このため、切欠きから5mmほど離れた位置を参照点としてひずみ測定を行うこととした。この部位のひずみはU字切欠き部の曲げ変形を代表している。図16に、切欠き長さ2mmの場合の振動加速度1G(9.8m/s<sup>2</sup>)負荷時のひずみ分布を示す。この結果から、ピークひずみは参照点の約13倍(以下、ピーク倍率と呼ぶ)であることが予想される。

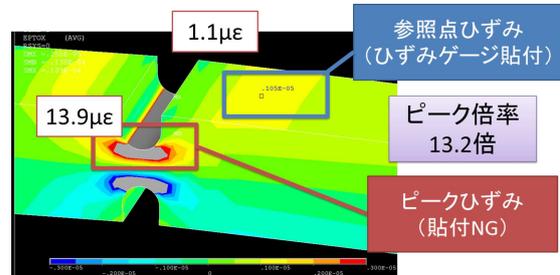


図16 1G負荷時の静解析結果

表2に切欠き長さが0、1、1.5、2mmの場合について、共振周波数とピーク倍率を記載する。併せて実際に作成した試験片を用いた振動試験で実測した共振周波数を記載する。固定部の挙動の違いから、CAE固有値解析で求めた共振周波数と実測値は10~20%差異が生じることが知られており、おおむね妥当な結果である。本研究では、小さな負荷で疲労破壊を生じるレベルのひずみを発生させるため、切欠き長さは2mm以上が適当と判断した。

表2 切欠き長さと共振周波数、ピーク倍率の関係

U字切欠き長さ (mm)	共振周波数 (Hz)	共振周波数 (Hz)	ピーク倍率
	CAE予測	実測	CAE予測
0	672	544	1倍
1	608	486	3倍
1.5	522	---	6倍
2	384	365	13倍

ここでは切欠き長さを2.5mmとした場合の疲労試験結果を報告する。表3に示す通り、共振探索試験と共振周波数付近の振動疲労試験を繰り返した結果、約43,700回の負荷で、共振周波数が212Hzから119Hzまで大きく低下した。この共振周波数の低下は、き裂が発生したことが原因と見られるが、染色浸透探傷検査などでは、大きいき裂は観察できるものの、微小き

裂は観察が困難である。そこで、デジタル画像相関法を利用したき裂観察について追加検討を行った。デジタル画像相関法は変形前後におけるサンプル表面の画像から、画像処理により、ひずみを測定する手法で、測定の準備としてサンプルの表面に白と黒のスプレーでランダムパターンを形成する必要がある。図17が試験前後における切欠き部を側面側から撮った拡大写真であるが、ランダムパターンを形成したことにより、荷重付与により開口したき裂が明瞭に観察できた。側面でのき裂長さは、約0.4mmである。また、上面からの画像では図18に示すとおり、荷重なしでもき裂が観察された。両者の挙動の違いは、板厚中心部と表面の応力状態の違いや、き裂の3次元形状が原因だと思われる。

図19には、デジタル画像相関法によるひずみ測定結果とき裂長さが0.4mmの場合のCAE解析結果を示す。き裂が無い場合はねじ底部が最大となる分布を持つが、き裂がある場合はそれとは異なる部分であることが確認できた。また、き裂長さが0.4mmの場合の固有値解析を行い共振周波数が135Hzと実験結果と矛盾しないことを確認した。

以上により、画像処理を援用することで、き裂の直接観察やひずみ測定から、これまでは不可能であった微小き裂の観察、き裂長さ測定が可能となることを確認した。これまで、共振による疲労試験では共振周波数低下とき裂長さの関係性が不明確な点が課題であったが、画像処理の援用により解決された。今後は、画像処理の解像度向上や振動試験機上でサンプルを取り外すことなく画像処理を行う手法の確立、高速度カメラを利用したひずみ測定に発展したいと考えている。

表3 共振を利用した振動疲労試験結果

周波数範囲 (Hz)	入力加速度 (m/s <sup>2</sup> )	共振周波数 (Hz)	試験周波数 (Hz)	入力加速度 (m/s <sup>2</sup> )	試験時間	振動回数	累計振動回数
192~232	5	211.7	211.6	10	10秒	2.12E+03	2.12E+03
192~232	5	211.7	211.6	20	10秒	2.12E+03	4.23E+03
192~232	5	211.7	211.6	30	10秒	2.12E+03	6.35E+03
192~232	5	211.9	211.6	25	1分	1.27E+04	1.90E+04
192~232	5	207.2	205.6~207	30	40秒	8.25E+03	2.73E+04
178~218	5	198.4	193~198	30	24秒	4.69E+03	3.20E+04
173~193	5	187.3	173~187	30	39秒	7.02E+03	3.90E+04
153~193	5	165.1	145~165	30	30秒	4.65E+03	4.37E+04
105~145	5	118.5					

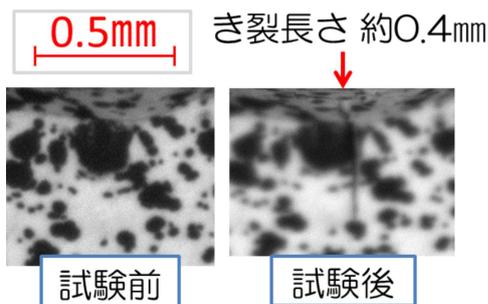


図17 疲労試験前後のU字切欠き底の拡大写真(側面から)

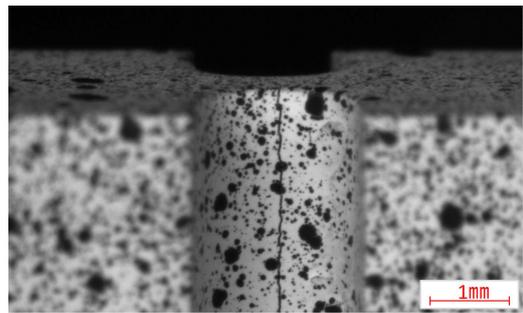


図18 疲労試験後のU字切欠き底の拡大写真(上面から)

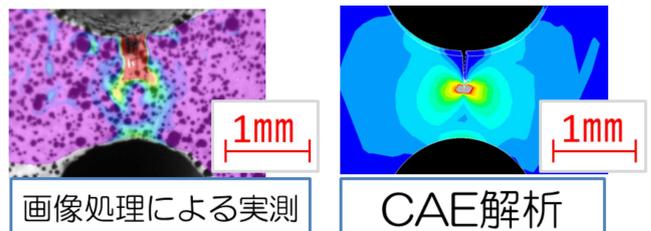


図19 き裂長さ0.4mmの場合のひずみ分布

### 3. 4. 遅れ破壊に関わる水素脆化評価

本研究では、ボルト軸部を評価対象とするため、直径48mm、長さ300mmの円柱供試体に対し、熱処理をした後に、各部位から試験片を採取した。図20は、試験片の一例である。試験片の断面寸法は、5×5mm～10×10mm程度とした。また、図21に陰極電解法による水素チャージ状況を示す。チャージ液として3% NaCl溶液を用い、液温は20℃、電流密度は1mA/mm<sup>2</sup>とした。



図20 作成した試験片の例



図21 水素チャージ状況

本報告では、デジタル画像相関法を援用した引張試験と切欠き曲げ試験についての結果を記載する。

図22は角柱引張試験片(断面形状6×6mm、直線部約35mm)に対し、斜め45度方向から画像撮影し、正面と側面についてひずみ分布を測定した例であり、くびれ発生直後、破断直前、破断直後の3時点の結果である。ボルトに用いる合金鋼は非常にじん性が高く、最大ひずみは1以上となることを確認した。急速な破壊進展が生じる低温脆化などとは異なり、水素脆化は数分以上かけて荷重低下しながら最終破断に至ることが知られる。この挙動は、水素と転位運動の相互作用により、バルク材としての塑性変形特性が変化したと見るべきと考える。従来の研究では、水素脆化挙動については、引張試験などの荷重-変位曲線を中心として議論することが多かったが、本研究グループ

では、図23に示す「くびれ部近傍のひずみ分布」による評価を提案する。この手法では破断面近傍だけに塑性変形が集中するという「水素脆化挙動」をひずみ分布におけるピーク部の急峻さとして評価できると考える。

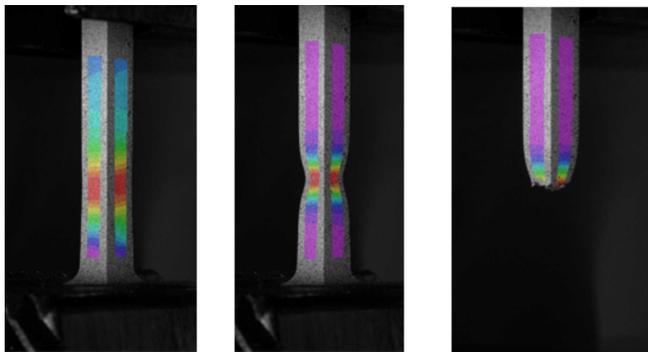


図22 角柱引張試験に対するひずみ測定  
(左)くびれ発生直後、(中)破断直前、(右)破断直後

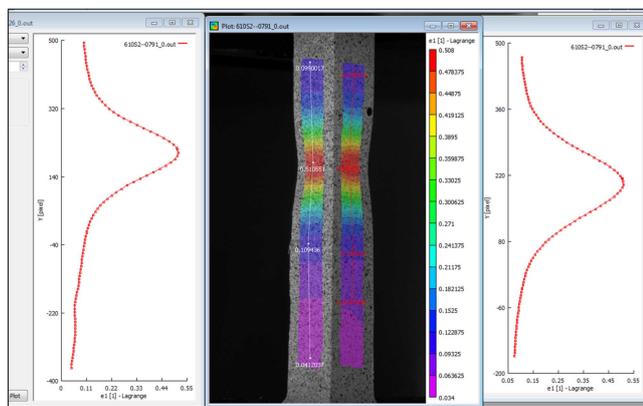


図23 くびれ部近傍のひずみ分布グラフ  
(左)側面における分布、(右)正面における分布

次に、切欠き曲げ試験に対するひずみ測定結果を図24に示す。試験片断面は7.5 mm×7.5 mmで、切欠き部は先端がR1.0mm、長さは2 mmのU字形の形状で、支点間距離は60 mmとした。図24は最大荷重付近の結果であるが、非常に高いじん性のために、切欠き部近傍で大きな塑性変形が生じることを確認した。画像処理によるひずみ測定では、荷重試験機がアナログ電気信号として出力する荷重や変位のデータと同期して、1秒間に最大10回のひずみ測定を行うことが可能であり、荷重-変位グラフの各点におけるひずみ分布を測定することができる。図25に切欠き曲げ試験の荷重-変位グラフと各時点におけるひずみ分布測定の一例を示す。この結果から、切欠き近傍の塑性域が成長しながらも荷重が増大すること、グラフの荷重低下はき裂の発生と関連が深いことが確認できる。この挙動は延性破壊の典型と言えるもので、弾塑性破壊力学を用いた評価が適当と見られる。

今回の試験では、最大96時間の水素チャージを行ったが、産総研の協力を得て実施した水素分析から、

概ね72時間までに水素濃度は飽和し、最大0.35ppmとなった。これは、概ねガイドラインと合致する結果であり、狙い通りの水素チャージが完了していることを確認した。本研究で対象とした試験サンプルでは、水素チャージの有無でグラフやひずみ分布に大きな相違は見られず、遅れ破壊に対する安全性を確認した。

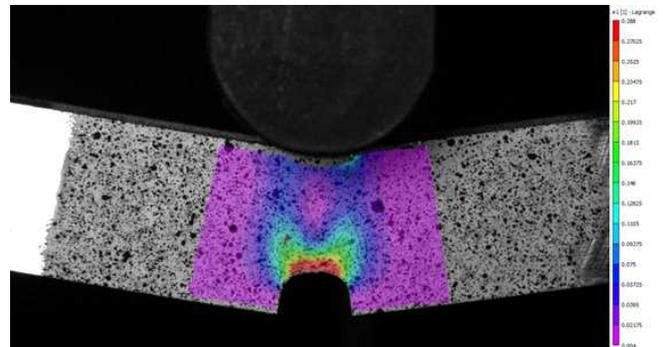


図24 切欠き曲げ試験のひずみ分布測定結果

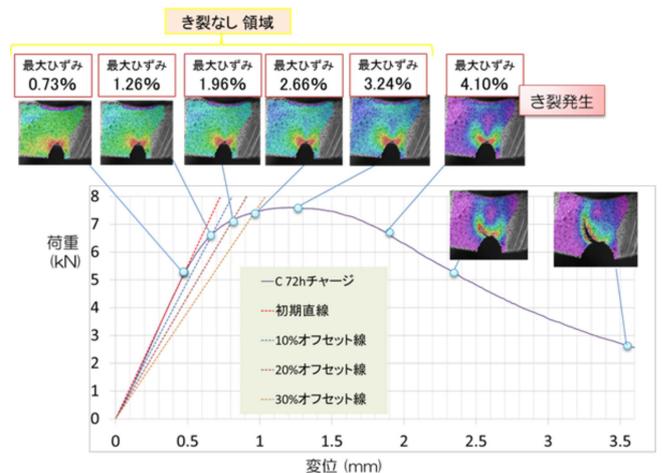


図25 切欠き曲げ試験の荷重-変位グラフ例と、各時点におけるひずみ分布測定結果

### 3. 5. 切欠き試験片による破壊じん性試験

試験片作成の参考にするため、事前にCAE解析を行った。図26は試験の初期、中期、終期のひずみ分布の結果である。試験初期では各々のねじ底から45度方向に塑性変形が成長し、中期では、ねじ底だけでなく中心部でも塑性変形が成長し、終期では多数あるねじ底の内、中央付近の複数個所が優先的に変形することを確認した。

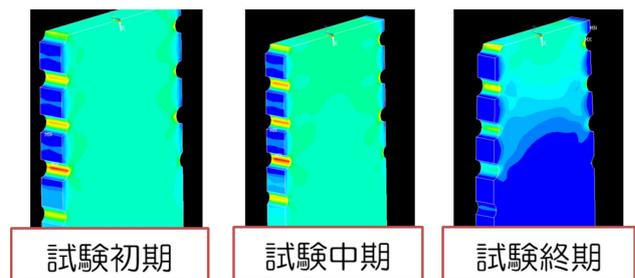


図26 CAE解析によるひずみ分布結果

複数の熱処理条件で試験片を作成し、引張試験を実施したところ、両端でき裂が生じて荷重低下した後にくびれが進行してから破断すること、熱処理条件の違いにより破断のタイミングに相違があり、ねじ切り試験の結果と相関があることを確認した。

引張試験時には、デジタル画像相関によるひずみ測定を行った。図27に引張試験の荷重-変位グラフと各時点のひずみ分布測定結果を示す。斜め45度方向から画像撮影し、試験片正面と端面切欠き底についてひずみ分布を測定した。試験初期では、CAE解析同様にねじ底の45度方向に塑性変形が成長し、最大荷重付近では端面の複数の切欠き底でき裂が発生し、最終的には左右両端それぞれで一つのき裂が優先的に成長、両者を連結するように変形が進行し破断に至った。

以上より、ねじ切り試験は切欠き部の破壊じん性の評価とほぼ同じ意味をもつ評価であることを確認した。前項で記載した切欠き曲げ試験も破壊じん性試験の一つである。試験片作成の容易さ、ひずみ測定の分解能など、切欠き曲げ試験の方が多数切欠き引張試験より優れた点が多く、製造条件の最適化のための評価では切欠き曲げ試験を利用した方が良いと考える。

多数切欠き引張試験の最終破断形態は、ねじ切り試験では生じない板厚減少の影響が大きいなど、両者は3軸応力状態に相違がある点が課題であるが、ねじ形状のままでは決して測定することのできない主応力面のひずみ分布を取得できる点は大きな利点である。今後は、CAE解析とデジタル画像相関法によるひずみ測定を併用して、多数切欠き引張試験の結果から材料物性値を取得し、ねじ切り試験時の特性予測を行う手法などの開発に発展したいと考える。

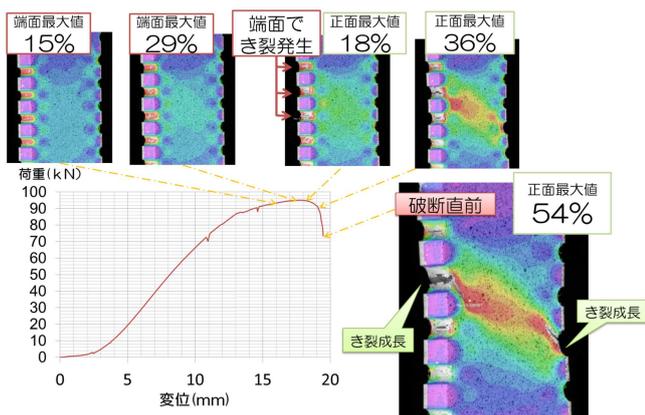


図27 両端多数切欠き引張試験の荷重-変位グラフと各時点におけるひずみ分布測定結果

#### 4. 結言

本研究では、風力発電施設などでの利用が想定されるφ40mm以上の太径ボルトの開発を目的とする。

今年度は、CAEによる鋼種と熱処理条件の選定や、強度試験の高度化を行い、以下の成果を得た。

- (1) 平均冷却速度に基づく組織予測、特性予測から、量産化に適した鋼種、熱処理条件を選定しボルトを試作した。ボルトから、引張試験片を採取し実体強度を調べた結果、JIS強度区分「10.9」の規格値を満たすことを確認した。
- (2) マルテンサイト階層構造モデルを対象とした有限要素解析により、強度特性予測が可能であり、階層構造の中でもブロック構造が重要であることが分かった。
- (3) 共振を利用した振動疲労試験について、画像処理を利用することで、共振周波数低下がき裂の発生や進展と関係があることを示した。
- (4) 遅れ破壊に関わる水素脆化評価を実施し、量産試作したボルトの遅れ破壊に関する安全性を確認した。また、破断直前のひずみ分布による水素脆化評価の可能性を確認した。
- (5) ねじ切り試験時の応力状態を把握するため、多数切欠き引張試験を実施し、画像処理を利用したひずみ測定により、ねじ切り試験は切欠き部の破壊じん性の評価とほぼ同等であることを確認した。

本研究は、経済産業省の戦略的基盤技術高度化支援事業によるもので、実施年度は平成24～26年度である。

#### 参考文献

- 1) 長井 寿. 超鉄鋼—強度2倍×寿命2倍の実力と可能性. 日刊工業新聞社, 2006, 230p.
- 2) 超鉄鋼研究センター. 近未来の鉄鋼材料を知る—ナノスケール解析(ナノ観察・ナノ分析). 独立行政法人物質・材料研究機構, 2003, 14p.
- 3) 工藤弘行, 伊藤弘康, 杉山直樹, 木村直樹. LNGタンク内巨大構造物への疲労強度設計・強度保証技術の適用, ハイテクプラザ試験研究報告, 2013, 平成24年度, p.64-67.

# マルチスケール計算材料科学の応用による 鋳造製品の高強度・高じん化組織制御技術の確立 (第2報)

Establishment of toughening method of casting products by multi-scale computational materials science (2nd report)

技術開発部 工業材料科 工藤弘行 五十嵐雄大 菅野雄大

技術開発部 プロジェクト研究科 光井啓

株式会社社会津工場 吉田幸男 酒井優 梁取典也 渡部哲夫

鋳造製品の弱点である強度・じん性を向上させるため、予め最適な組織を特定し、制御の方針を明確化することを特徴とする高強度・高じん化組織制御手法を開発した。球状黒鉛鋳鉄の組織形成メカニズムに基づいた「共晶セルモデル」による特性予測から、マイクロ組織とマクロ特性の関係を定量化し、黒鉛周辺に僅かにフェライトが存在する組織が最適との指針を得た。これを実現するため熱処理条件を調整することで、概ね目的のマイクロ組織を得ることに成功した。引張試験を行った結果、目標の強度、伸びをクリアする成果を得た。

Key words:CAE、マルチスケール、計算材料科学、マイクロ組織制御、機械特性予測、強度信頼性

## 1. 緒言

自動車分野では、燃費と衝突安全性を両立するために車体フレームなどの構造部材でプレス加工品の高強度化が順調に進んでいる。これに対し、鋳造製品は強度、じん性が低いことから用途拡大が進んでいない。しかし、鋳造製品はプレス加工品に比べ、形状の設計自由度が高く、強度不足の部位の板厚を増やし、強度に余裕のある部位の板厚を減らすことが可能である。このため、同一部品内で薄肉部と厚肉部を製造できる鋳造方法に注目が集まっている。これらの鋳造製品の強度・じん性を現状より高めることができれば、プレス加工品を鋳造製品に置き換え、低コスト化できると期待されている。

鋳造製品に共通する課題として、①実製品と異なるテストピースにより強度試験が行われる場合が多く、実製品の实体強度が不明確なまま強度設計されるという「強度評価・強度設計」に関する課題と、②組織と強度の相関性が曖昧なまま経験的な理解にとどまり、試行錯誤的な製造手法に頼らざるを得ない「組織制御」に関する課題の2つが挙げられる。

上記課題に対応可能な技術シーズとしてハイテクプラザでは、複数スケールのシミュレーション技術を連携する「マルチスケール CAE」技術に注目している。これまでの研究の成果として、図1に示す要素技術マップを作成している。図下部のシミュレーション技術に着目すると、現状、材料科学分野ではナノスケールを対象とする第一原理計算、分子動力学法と、マクロスケールを対象とする有限要素法の間の中間的スケールには大きな隔たりがあり、これを埋める存在であるフェーズフィールド法や均質化法などは各技術との連携がまだ不十分である。そこで、筆者らの研究グループではマルチスケール CAE 技術の発展として、シミュレーション技術だけでなく、図1の上部に位置する強度試験や分析・解析などの実験技術で得られた実製品（現物）の情報を CAE と連携させる現物融合型の

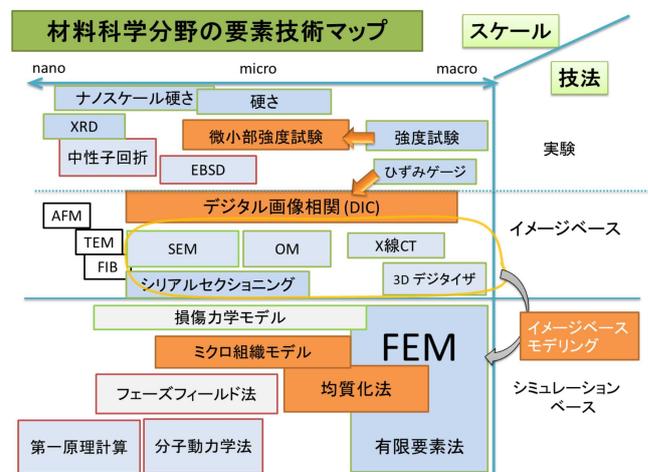


図1 材料科学分野の要素技術マップ

「マルチスケール計算材料科学」技術の研究に着手し、関連する設備の導入や、必要な要素技術の研究開発を進めている。

本研究では、株式会社社会津工場独自の鋳造法である「Hプロセス」を発展させ、他社にない低コスト・高強度・高じん性の鋳造製品の製造技術を確立することを目的とし、「マルチスケール計算材料科学」を活用した組織制御技術の確立に取り組んだ。最大の特徴は、従来の試行錯誤的手法と異なり、予め最適組織を絞り込み、組織制御の方向性を明確にし、試作回数を減らし製品開発を効率化する点である。

具体的な実施内容は、デジタル画像関連法を活用したマルチスケール強度試験と、マイクロ組織モデルを用いた有限要素解析による特性予測である。図1から分かる通り、これらはマクロスケールの技術の適用範囲を中間のミクロスケールに広げることを意図したものであり、将来的には、ナノスケールの技術群との橋渡しにも利用できると考えている。

## 2. 試験方法および評価手法

### 2. 1. デジタル画像相関法を用いたマルチスケール強度評価試験

casting products, even if they are the same product, there is a possibility of different strength characteristics due to differences in cooling rates. However, a general strength evaluation method is tensile testing, which is performed on samples with a diameter or thickness of about 10 mm. Therefore, to evaluate the strength characteristics of casting products, it is not suitable to use samples with a diameter or thickness of about 10 mm. It is more appropriate to use smaller size samples. As a test method, bending tests are suitable, but for ductile materials, bending tests are not suitable for evaluating strength characteristics after plastic deformation because the stress is calculated simply from the specimen size and load, etc.

These are solved by effective methods, such as digital image correlation (DIC: Digital Image Correlation) for strain measurement. This method is shown in Fig. 2 as a reference image (left) and a deformed image (right). The red quadrangle in the reference image is the sub-set called sub-set, and the position corresponding to it in the deformed image is determined by the correlation of the intensity distribution of the digital image. This is the method. To improve the measurement accuracy, a white and black spray is applied to the test sample, and a pattern is applied. By setting the sub-set to an appropriate size, it is possible to measure a very small strain of a few hundredths of a pixel. By searching the sub-set area, it is possible to measure the entire field of view.

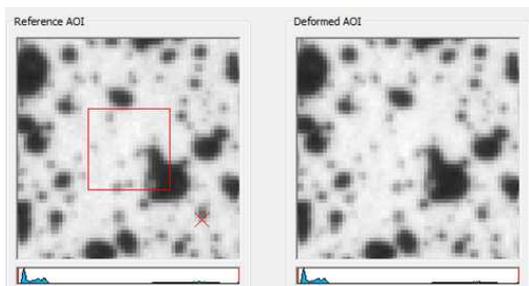


図2 デジタル画像相関法に用いる変形前後の画像

Digital image correlation method is not limited by the size of the digital image. SEM and other observation methods can be used to observe microstructures, and products with a diameter or thickness exceeding 1 m can be used. We use digital image correlation for strain measurement and combine multiple strength evaluation methods at different scales into a 'multi-scale strength test'. Fig. 3 shows the measurement target range. We have the technology for micro-machining, and by using photolithography, we can form a grid pattern with a 25 μm interval. We are also investigating the technology for using it.

In this report, we introduce the application examples of tensile and bending tests. Tensile test: 14 mm diameter round bar specimen. Bending test: specimen taken from casting product. Fig. 4 shows the three-point bending test. The specimen is 10 mm wide and 60 mm long. The notch length is

### マルチスケールのひずみ測定技術

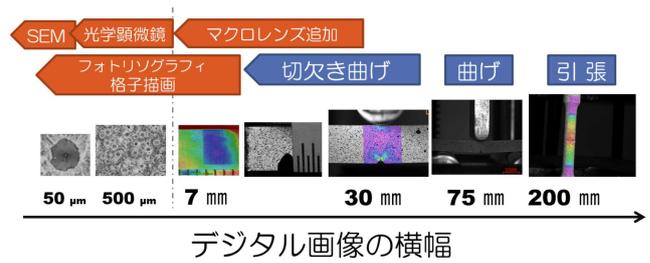


図3 デジタル画像相関法の適用範囲

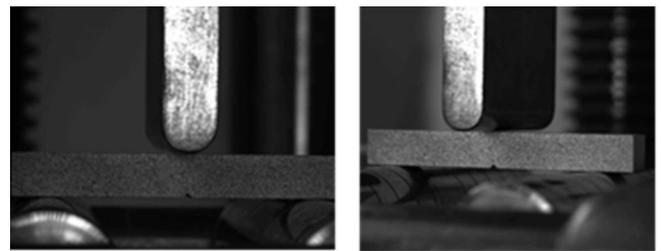


図4 切欠き曲げ試験(左:正面から、右:斜めから)

The angle is 90 degrees, and the notch length is 1 mm.

Regarding digital image correlation for strain measurement, we used a 'non-contact strain measurement system' introduced at the High Tech Plaza. The system is manufactured by Correlated Solutions and uses VIC-SNAP for image capture, VIC-2D for 2D analysis, VIC-3D for 3D analysis, and VIC-gauge for real-time measurement. The camera resolution is 2448 x 2048 pixels, and the maximum frame rate is 10 Hz. It also has multiple BNC terminals for external input/output.

### 2. 2. ミクロ組織モデルを用いた弾塑性有限要素解析による特性予測

Finite element analysis (FEA) is used to analyze the deformation and failure of the structure. FEA is widely used in general, and is called structural analysis. In structural analysis, metal materials are treated as homogeneous bodies. However, metal materials are heterogeneous materials at the micro scale. Therefore, in structural analysis, the heterogeneity of metal materials is ignored, and the macro characteristics are only considered. This is the state of the art.

In this study, we aim to clarify the relationship between the deformation characteristics and the microstructure. For this purpose, we use a 'microstructure model' that reflects the heterogeneity of the microstructure. This model is necessary for finite element analysis.

In this study, we investigated the microstructure model of FCD (Ferritic Cast Ductile Iron) based on the 3D microstructure model. We investigated the microstructure model from the point of cost. We refer to the knowledge of the composite material field to estimate the unit (unit cell) structure model. We think that it is better to consider the organization control strategy for the purpose of this study.

5に示す「共晶セル」モデルが適切と判断した。

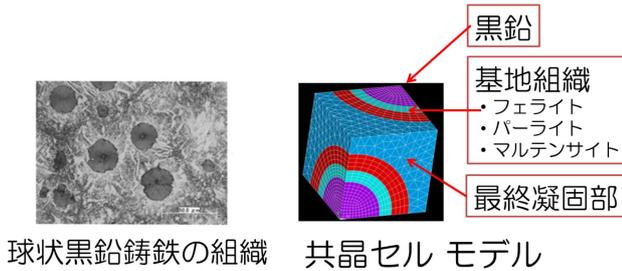


図5 球状黒鉛鑄鉄のマイクロ組織と共晶セルモデル

共晶セルとは共晶凝固過程で、一つの核が成長して形成される単位領域のことで、片状黒鉛鑄鉄では3次元複雑構造を、球状黒鉛鑄鉄では単一の球状黒鉛とそれを球状に取り囲む基地組織という簡単な構造を持つ。マイクロ組織に基づいて、強度や延性を議論する場合は、片状・球状という単一の黒鉛の形状より、共晶セル構造や隣接する共晶セルとの連結性の方が重要である。

共晶セルモデルは、黒鉛が均等に配置した状態を仮定しており、基地組織の外形は切頂正八面体を仮定した。切頂正八面体は、正八面体の頂点を全ての稜線が同じ長さとなるように切断してできる十四面体である。8つの正六角形と6つの正方形の面を持ち、単独で空間を充填する立体であり、多結晶体の3次元構造に近いと言われる。図6に、共晶セルモデルにおける球状黒鉛と切頂正八面体の基地組織の関係を示す。

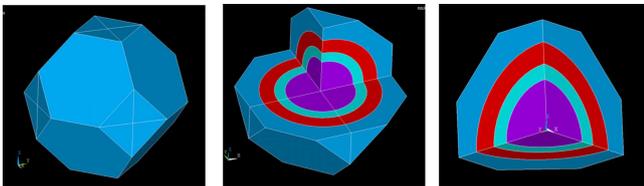


図6 切頂正八角形と共晶セルモデルの関係

マイクロ組織モデルは、実際の組織観察のデジタル画像をそのまま利用するイメージベースモデリングで作成することも、仮想実験的に現実にはありえない構造を持つモデルを作成することも可能である。これらの解析結果から、マイクロ組織とマクロ変形特性の関係を定量化し、予め最適な組織を絞り込んだうえで組織制御を行うなどの利用方法が考えられる。

### 3. 試験結果と考察

#### 3. 1. デジタル画像相関法を援用した引張試験

図7にデジタル画像相関法を援用した引張試験結果を示す。従来の代表的なひずみ測定法であるひずみゲージ測定が点測定なのに対し、デジタル画像相関法は分布情報を得ることができる。ひずみ分布のカラーコンターを透過色として、デジタル画像に重ねて表示す

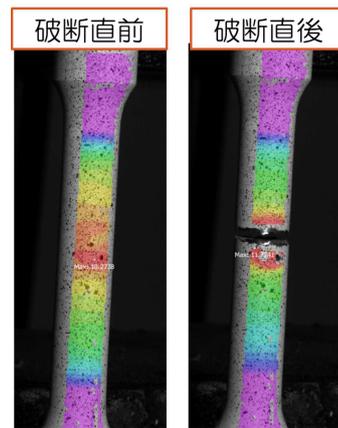


図7 引張試験におけるひずみ分布例(2D 解析)

ることで、視覚的に分かりやすく変形挙動を捉えることができる。

鑄造材料の引張試験では目視でくびれを観察できず、どの位置で破断するか予想はつかないが、デジタル画像相関法を用いると、破断の数秒前の時点で特定の部位で最大のひずみが発生し、その後、破断が生じる過程を測定することができた。

デジタル画像相関法は1台のカメラでも測定可能であるが、丸棒試験片の側面側は精度が低下する。このような場合、2台のカメラを用いた3次元測定が有効である。3次元測定では、ステレオ法を用いて、測定点の3次元座標を算出することで、製品表面の3次元形状とひずみ分布を同時に測定することが可能である。

図8に示すように、3次元解析では画像処理ソフトウェア上で3次元のサーフェスCADデータを生成し、カラーコンターを描画する。回転や拡大して表示することも可能である。

解析ソフトウェアでは、測定後に行う解析機能で、物体の任意のポイントやライン上のひずみをグラフ表示することが可能である。図9は正面から見た試験片の中央のラインを設定し、ひずみ分布をグラフ化したもので、図上が破断直前、図下が破断直後の結果である。参考のため、JISで規定される破断伸びの測定区間が50mmのスケールを図示した。

破断後のひずみ分布をみると、50mm区間の中でひずみは一様ではなく6%から約10%と大きく変動することが分かった。破断は直線部のどこで生じてもおかしくないため、JIS規格の方法では、50mm区間とひずみ分布の重なり具合により破断伸びにばらつきが生じるのは明白である。

これに対し、我々はデジタル画像相関法によるひずみ測定にて破断直前における破壊点での限界ひずみによる評価を提案する。この方法であれば、従来手法に比べてばらつきの小さな破断伸びの評価が可能となり、強度評価が効率化すると考えられる。

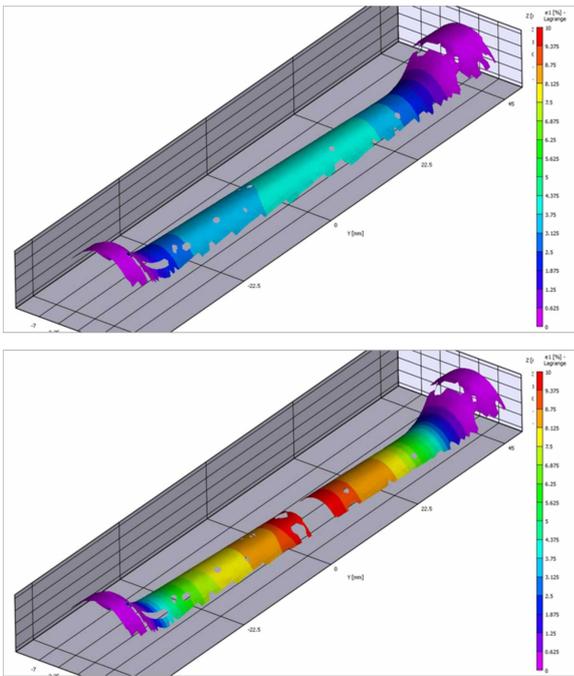


図8 引張試験におけるひずみ分布例(3D 解析)  
上:最大ひずみ4%時、下:破断直後

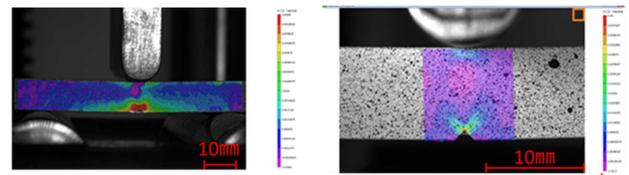


図10 破断直前直後のひずみ分布

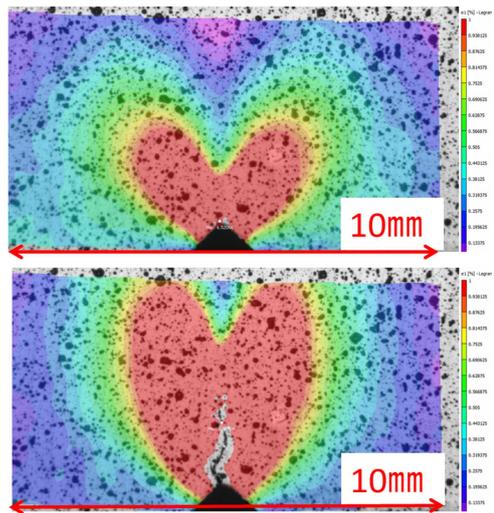
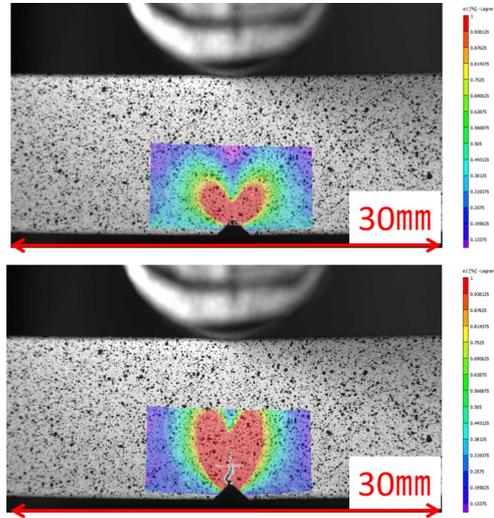


図11 切欠き曲げ試験の破断直前直後のひずみ分布  
(上)全体図 (下)拡大図

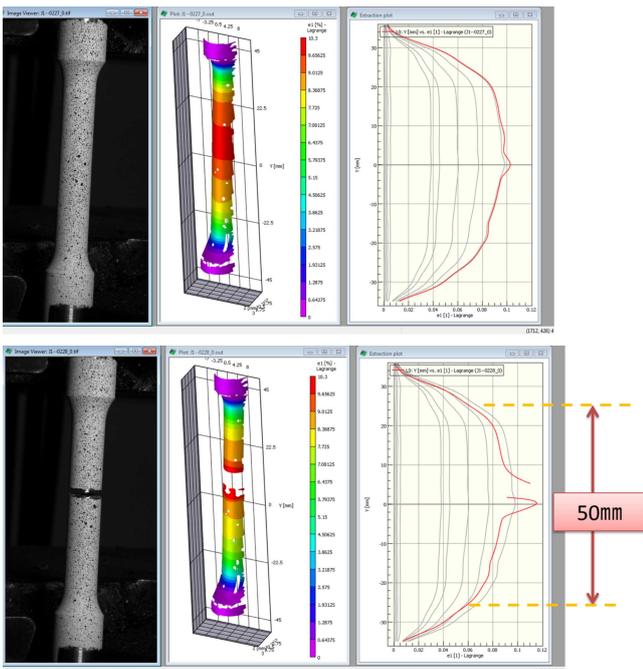


図9 破断直前直後のひずみ分布

### 3. 2. デジタル画像相関法を援用した曲げ試験

切欠き曲げ試験の結果を図10に示す。左図が画像横幅75mm、右図が画像横幅を35mmとした場合の測定例である。切欠き試験片では、応力集中により切欠き近傍のみで変形が優先的に進行する。これにより、単純曲げ試験で破壊が生じない延性な材料でも破断試験が可能である。また、画像処理の範囲を切欠き部近傍のみに絞ることで、より高解像度の測定が可能である。図11に通常レンズを使用した場合の最近接条件で

のひずみ測定例を示す。カラーコンターは1%以上のひずみを赤色で図示する設定とした。図上は全体図と図下は切欠き拡大図を示し、いずれも破断直前と破断直後の結果を示した。デジタル画像相関法は高空間分解能でひずみを測定することが可能であり、切欠き近傍の塑性域やき裂の進展を観察することに成功した。これらは、破壊力学分野の既知の知見と一致するものである。従来、荷重試験中に塑性域やき裂の観察をすることは困難であったため、破壊力学分野では、決められた形状寸法のサンプルを用いた荷重試験の結果と理論解析により求めた計算式から、き裂先端の変形挙動を推定することしかできなかった。我々グループの

評価手法は、塑性域やき裂の進展を直接観察したものであり、破壊力学分野において大きなブレークスルーと言えるものである。

非接触ひずみ測定システムは、入力端子を備えているため、荷重試験における荷重やストロークなどを画像撮影と同期して記録することも可能である。図12に、曲げ試験中の荷重-変位グラフと試験中のひずみ測定結果を示す。このように各時点のひずみに基づき、強度特性評価が可能である。

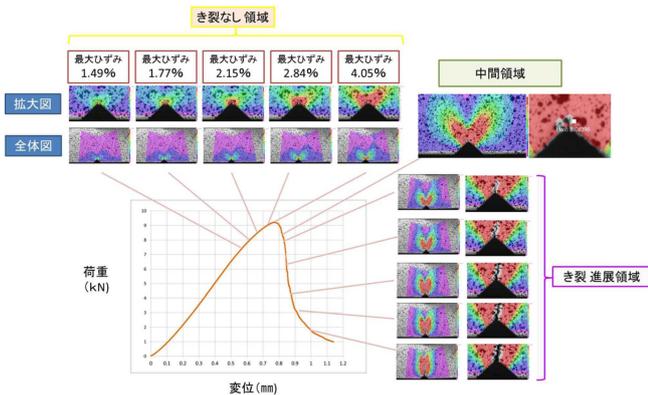


図12 曲げ試験の荷重-変位グラフと各時点におけるひずみ分布結果

### 3. 3. ミクロ組織モデル解析による計算結果

本報告では2つの材料について共晶セルモデルの計算例を報告する。1つはフェライトが存在せず全て焼き戻しマルテンサイトの場合（以下 ALL-M）、もう1つは黒鉛近傍部にフェライト組織が混在する場合（以下 F-M）である。いずれも50 μm立方の単位体積モデルにて、黒鉛サイズは直径30 μmとした。Z軸方向（上下方向）に強制変位を5 μm（ひずみ10%）与えた。材料モデルは二直線近似の弾塑性材料モデルを用い、フェライトとマルテンサイトに各々異なる物性値を与えた。具体的な物性値については公表を差し控える。

図13にALL-M組織ならびにF-M組織の解析モデルと相当塑性ひずみ分布を示す。ALL-M組織では最大ひずみは19.8%となるのに対し、F-M組織では最大ひずみが生じる領域が延性の良いフェライトに置き換わるため、最大の相当塑性ひずみは21.6%とやや増加する。この時、フェライトの存在により、破壊危険性の高いマルテンサイト部の最大ひずみは19.8% → 15.9%へ減少している。いずれの数値も境界条件として与えた10%に対し大きな数値となっている。これはミクロ組織の不均質性に起因する応力集中（ひずみ集中）の結果である。両者の意味合いを明確に区別するため、共晶セルモデルに境界条件として与えたひずみを「マクロひずみ」、共晶セルモデル中のひずみを「局所ひずみ」と呼ぶこととする。

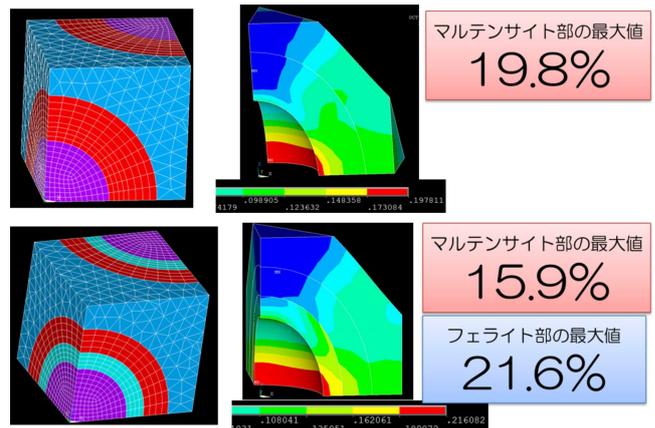


図13 ミクロ組織モデルとひずみ分布結果（上:ALL-M組織、下、F-M混在組織）

図14に共晶モデルの計算結果からモデル全体の応力-ひずみ曲線を示す。共晶モデルは周期的な構造を仮定しているため、単位構造の集合体も同じ変形挙動となるはずである。よって、この曲線はマクロスケールの均質材料としてのマクロ応力-マクロひずみ曲線と言い換えることができる。フェライト層の存在により、耐力が100MPa程度減少すること、加工硬化の程度は変化しないことが確認できる。

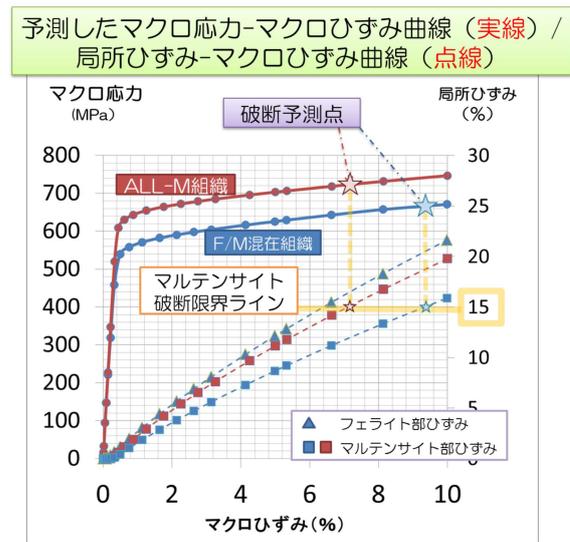


図14 予測したマクロ応力-マクロひずみ曲線(実線)と局所ひずみ-マクロひずみ曲線(点線)

図14には、モデル中の局所ひずみの最大値をフェライト中のひずみ、マルテンサイト中のひずみを区別して、局所ひずみ-マクロひずみ曲線として記載した。このグラフの傾きは、ミクロ組織の不均質性に起因するひずみ集中の程度を表しており、「組織ひずみ集中係数」とも呼べる重要なパラメータである。

ここで、マルテンサイトの破壊限界ひずみを15%とする破壊基準を仮定すると、グラフ上の☆印の時点

で破壊が生じるとこととなり、F-M 組織は強度 660MPa で伸び約 9.5%、ALL-M 組織は強度 720MPa で伸び約 6.5%と予測することができる。以上より、マイクロ組織の特性とマクロスケールの特性との間に、定量的な相関関係が成立し、特性予測に利用できることを示した。

### 3. 4. 組織制御の妥当性検証

前項までの結果から、黒鉛近傍のフェライト層の存在により、耐力が低下し伸びが上昇することが分かった。これはフェライト層を狙った厚みに制御できれば、所望の強度－伸びバランスの特性が得られることを意味する。

これを実現するため、鑄造や熱処理などの条件を制御し、概ね目的の組織を得ることに成功した。これらの条件で作成したサンプルに対し、引張試験を行った結果、図 15 の引張強度－伸びグラフに示す通り、目標値をクリアする特性を得ることに成功した。具体的な製造条件については公表を差し控える。

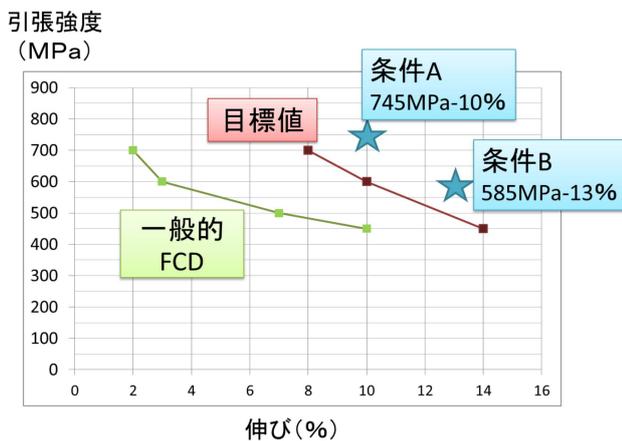


図15 強度－伸びグラフによるじん性向上の検証

## 4. 結言

本研究では、鑄造品の低コスト・高強度・高じん化を目標として、予め最適な組織を特定し組織制御を効率化する技術の確立のため、画像処理を活用した強度試験や有限要素解析による特性予測などを実施し、以下の成果を得た。

- (1) デジタル画像相関法によるひずみ測定を引張試験に対して実施し、鑄造材の破断伸びのばらつきが大きい理由が、ひずみの分布の特徴にあり、破断直前の最大ひずみでの評価とすることでばらつきの低減が見込めることを示した。
- (2) デジタル画像相関法によるひずみ測定を切欠き曲げ試験に対して実施し、切欠き近傍の塑性域やき裂

の進展を観察することに成功し、新たな破壊力学的評価の可能性を見出した。

- (3) 共晶セルモデルによる特性予測から、マイクロ組織がマクロ特性に及ぼす影響を定量化し、黒鉛周辺に僅かにフェライトを形成する組織が最適であるとの指針を得た。これを実現するため、製造条件を最適化した結果、強度745MPa、伸び10%と目標値をクリアした。

本研究は独立行政法人科学技術振興機構(JST)の研究 成果最適展開支援プログラム A-STEP ハイリスク挑戦タイプ(復興促進型)により実施されたものである。

# 生体分子のセンシングデバイスへ応用可能な マイクロ流路用金型の作製技術開発（第3報）

Development of micro-patterned metal molds that be applicable in microfluidic chips for measurement of biomolecules  
技術開発部 生産・加工科 安齋弘樹 本田和夫 三瓶義之 小野裕道  
株式会社エム・ティ・アイ 元井泰二郎 元井広樹 齊藤伸寿 志賀直子  
国立研究開発法人産業技術総合研究所 鳥村政基 丹羽修 黒澤茂 栗田僚二 加藤大 愛澤秀信 谷英典

ゴム、および樹脂製マイクロ流路デバイスの作製には金型が必要であるが、研究段階ではレジスト型、量産段階では電鍍型と段階毎に使用される金型が異なっているため、各段階毎に金型の評価が必要となる。本研究では金型基板上に直接フォトリソグラフィとめっきを組み合わせたことにより、研究段階から量産段階まで使用可能な、安価で耐久性を有する金型の作製技術の開発を行った。今年度は、めっきパターンの平坦性の確保について検討を行い、それにより薬剤代謝センサチップの試作、評価を行った。その結果、試作したチップにより薬剤代謝および阻害の効果を評価することができた。

Key words: マイクロ流路デバイス、金型、めっきの密着性

## 1. 緒言

マイクロ流路デバイスは、環境計測やバイオ分野において、従来ピーカー等で行っていた化学反応や化学分析を、幅数十から数百 $\mu\text{m}$ 、深さ数十 $\mu\text{m}$ 程度の溝を用いて行うもので、反応時間の短縮や溶液量が少なく済むといったメリットがある。素材としては、研究段階では、ガラス、シリコン、ポリジメチルシロキサン（以下、PDMS）、樹脂等が用いられ、量産段階では、PDMS、樹脂等が多く用いられる。PDMSや樹脂で作製するには金型が必要となるが、研究段階では安価なレジスト型、量産段階では耐久性を有する電鍍型が用いられる。しかし、段階毎に異なる金型が用いられるため、研究から試作・量産に移行する際に金型の仕様変更が必要となり、製品化が遅れる要因の一つとなっている。

そこで本研究では、研究から量産まで対応可能な安価で、かつ、耐久性を有する金型の作製技術の開発を行った。本報では平坦性の確保について検討を行い、それを用いて作製した金型により薬剤代謝センサチップを試作し、評価を行ったところ、試作したチップにより薬剤代謝および阻害の効果を評価することができたので報告する。

## 2. 実験内容

### 2. 1. めっきの平坦化処理

本研究では、電気めっきを用いて金属を析出させているが、めっきの厚さは電流密度に依存するため、電界の集中が起きる基板の端部と中心部で厚さが異なる。

そこで、平坦にめっきする手法の検討、およびめっき後の研磨等による平坦化の方法について検討を行った。

初めに、めっきを行うパターン部の電流密度を均一にする方法について検討した。使用したパターンは昨年度使用した $10 \times 10\text{mm}$ 角の構造体に $50 \times 50\mu\text{m}$ 角、

および $20 \times 20\mu\text{m}$ 角の穴を各2,500個以上有する形状である。まず、現状のめっき厚のばらつきを測定した。測定結果は、図1のとおりであり、測定には、ハイテックプラザ所有の非接触三次元測定機 NH-3SP（三鷹光機製）を用い、 $10 \times 10\text{mm}$ 角のパターンの対角線を測定した。これより、単純に電気めっきを行うだけでは、端部のめっき厚が中心部の3倍近く厚くなる事が分かる。

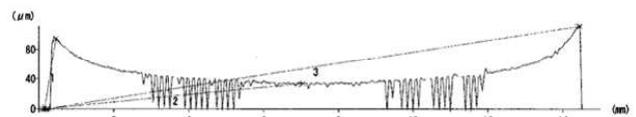


図1 □10mmパターンでのめっき厚さ分布

そこで、電磁界シミュレーション Maxwell3D（ANSYS 社製）を用いて、電流密度の均一化を検討した。上記のパターンについてシミュレーションを行った結果を図2の左に示す。実際の結果と同様に端部に電流が集中していることが分かる。次に、めっき浴のニッケル基板とめっきを行う基板の間に直径1mmの穴が開いた遮蔽板を設置し、遮蔽板と基板の距離を変えた場合の結果を図2の中央と右に示す。遮蔽板と基板の距離を近づけることで中心部の電流密度が大きくなる事が分かる。

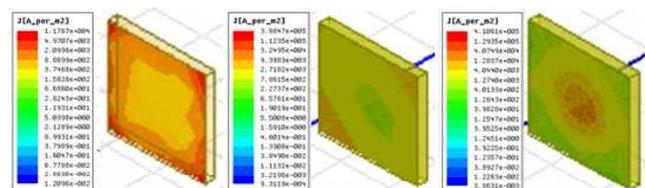


図2 電流密度のシミュレーション結果

（左：遮蔽版なし、中央：陽極側に遮蔽版、右：陰極側に遮蔽版）

この結果を受けて、実際にめっき浴に直径5mmの

穴の開いたアクリル板を配置し、基板との距離を1mmとした時の結果を図3に示す。遮蔽板を設けたことで中心部のめっきが厚くなったことが分かる。しかしながら、端部の一方においては、めっき厚さが減少していない。これは、めっき浴を循環させているため、吹き出し部付近ではニッケル濃度が高いためと考えられる。

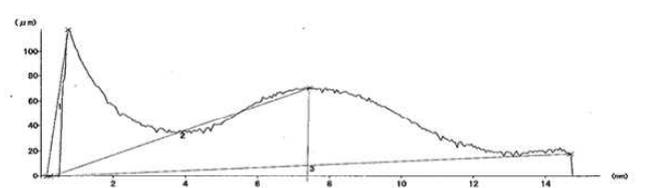


図3 遮蔽板を設置してのめっき厚さ分布

そこで、遮蔽板に加え、基板のパターン周囲にダミーパターンを配置し、めっきを行った。この結果を図4に示す。遮蔽板は、直径5mmの穴の開いたアクリル板を基板から2mmの距離に配置し、ダミーパターンとして幅1mmの真鍮を用いた。これにより、端部の電流密度の集中が抑えられ、厚さ35μmにめっきした場合、厚さのばらつきを±5μm以下とすることができた。しかしながら、マイクロ流路デバイスで用いられるパターンは、今回実験したような単純な形状ではないため、遮蔽板の設計、製作をその都度行う必要があり、さらにダミーパターンを入れることでめっき厚の制御が困難となることから、実使用には克服すべき課題も多い。

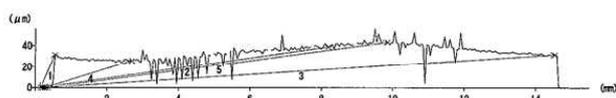


図4 遮蔽版とダミーパターンを設置してのめっき厚さ分布

次に、めっき後に研磨等により平坦化する方法について検討した。今回は、研磨を用いて鏡面、および平坦化の実績を有する(株)ティ・ディ・シーに依頼した。研磨しためっきパターンは幅2mm、長さ18mm(両端は高さ1.5mmの三角形)とし、めっき高50μmとなるように研磨した。

研磨後の高さを非接触3次元測定装置により測定することで、平坦性について評価した。測定箇所は、長手方向に3カ所(上部、中心部、下部)測定した。その結果、高さが50.21~51.82μmとなっており、本研究で目標とした±5μm以下とすることができた。

## 2. 2. マイクロ流路成形とその評価

産総研からの要望により、流路の流線に対し電極を

左右対称に配置し、この一方に薬物代謝酵素を配置送液することで、この酵素の活性を電流により検出する仕組みを持った薬剤代謝センサチップの開発を行った。

設計については、エム・ティ・アイおよび産総研と意見交換の上で行い、金型を作製し、産総研において流路チップの作製および評価を行った。

まず、めっきの平坦化処理の有無による信号の安定性について評価を行った。平坦化処理を行った金型と、そうでない金型からそれぞれ流路チップを作製し、液体を流した際の信号について比較を行った。その結果を図5に示す。

平坦化処理を行った金型で作製された流路では未処理の金型で作製したものに比べ電極間の信号強度の差が小さいことが確認され、より高精度な評価のために金型の平坦化処理が重要であることが確認できた。

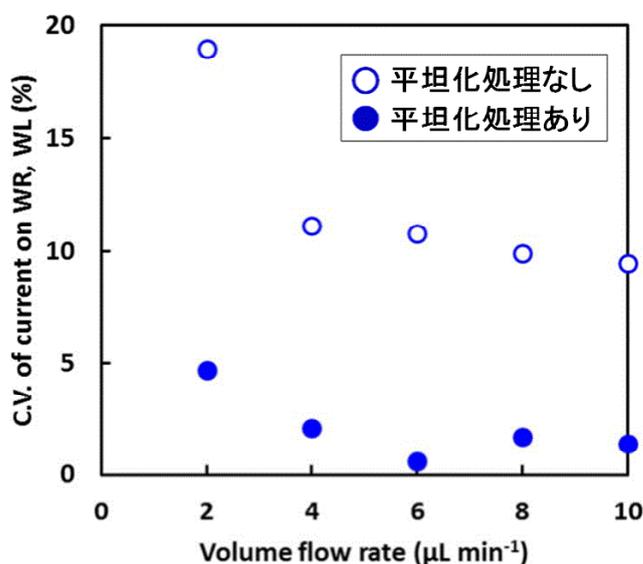


図5 金型の平坦化の有無による信号強度の差

この流路チップを用い、薬剤としてのテストステロン、および阻害剤としてのケトコナゾールを交互に流した際の信号の変化を測定した結果を図6に示す。

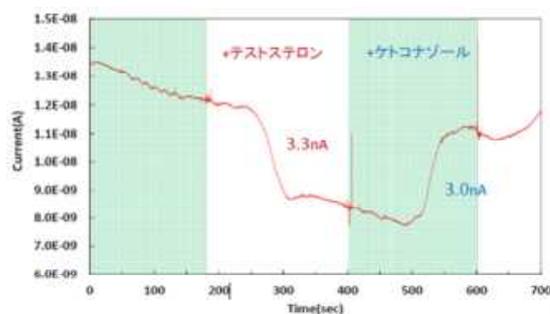


図6 薬剤、阻害剤導入による信号変化

図6から、テストステロンの導入により電極上での酵素による分解反応およびケトコナゾールの導入によ

るその分解反応の阻害が起こっていることが観察できた。

### 3. 結言

本研究では、研究から量産まで対応可能な安価で、かつ、耐久性を有するマイクロ流路金型の作製技術の開発を行った。本報では、めっきパターンの密着性向上およびめっきパターンの平坦化处理、それにより設計・作製した薬剤代謝センサチップの評価を行い、以下の結果を得ることが出来た。

めっきの際に遮蔽板およびダミーパターンを設置することでめっきの膜厚分布を平均化することができた。またそれに研磨を加えることで目標とした± 5 $\mu\text{m}$  以下とすることができた。

以上の結果をもとに、薬剤代謝センサチップを作製し、薬剤および阻害剤を交互に流した結果、出力変化を確認することができた。

この結果は、短時間で、かつ少量の試薬量により、既存の方法と同等の性能で薬物代謝および阻害の効果を評価することが可能であることを示しているものと考えられる。

本研究は国立研究開発法人科学技術振興機構復興促進プログラム（マッチング促進）により実施した。

# MIMによる磁気式ロータリーエンコーダ用スケールの製作

Development of scale for magnetic rotary encoders product by MIM

技術開発部 生産・加工科 安齋弘樹 本田和夫 三瓶義之

JUKI会津株式会社 八賀祥司 上田一生 五日市祐一

本研究では、金属粉末射出成形法（以下、MIM）を用いて、ロータリーエンコーダ用スケールの作製方法の検討を行った。目標を達成するために、金属粉末の選定、射出条件、および焼結条件について検討を行い、幅0.2mm、高さ0.2mmの凸形状を6°ピッチに配置した直径10mm、厚さ0.2mmのエンコーダ用スケールを作製し、MRセンサにより信号を得ることができた。

Key words:スケール、ロータリーエンコーダー、MIM

## 1. 緒言

医療で用いる手術用ロボット等の小型機器の開発により、その制御に用いるエンコーダについても小型化・高精度化が求められている。これらは液中などで使用されるためエンコーダには磁気式のものが多いが、光学式のものに比べると大きく、解像度でも劣るため、その改善が求められている。

ハイテクプラザではマイクロめっきによりエンコーダの磁気スケールの開発に取り組み、信号を得ることに成功したが、量産性の点で課題があり、量産性に優れた製法を開発する必要があった。

そこで本研究では、ハイテクプラザの持つマイクロめっきによる微細金型作製技術と量産性に優れた金属粉末射出成形法（以下、MIM）の組み合わせにより、ロータリーエンコーダ用スケールの作製方法の検討を行った。

## 2. 実験内容

### 2. 1. 反りのない薄板作成技術の開発

#### 2. 1. 1. 金属粉末素材の検討

MIMによる磁気スケールの作製においては、スケールは同一の素材で成形し、その凹凸の差を読み取るため、スケール基板は薄いことが望ましい。他方、MIM成形としては基板が薄くなると成形の際に充填が難しく、反りも発生しやすいという問題が生じる。

そこで反りのない薄板作製技術の開発に取り組むこととし、MIMに用いる金属粉末素材について検討を行った。

磁気スケールに用いることから素材としては軟磁性体であるFe-Ni合金を選択した。その原料として市販の合金粉末素材およびJUKI会津(株)においてFe粉末とNi粉末とを配合した素材について、それぞれ樹脂バインダと混練して成形に用いるコンパウンドを作製した。それを成形機で可塑化し、その可塑化の様子を観察した。成形機のノズルから採取したそれぞれのコンパウンド素材について図1に示す。



図1 可塑化させたコンパウンドの外観  
(左:市販合金粉末、右:JUKI会津配合粉末)

図1より市販の合金粉末素材に比べ配合粉末素材は可塑化した際の流動性に富んでいることが確認できた。この流動性の差の原因について検討するため、SEMによりそれぞれの粒子を観察した結果を図2に示す。

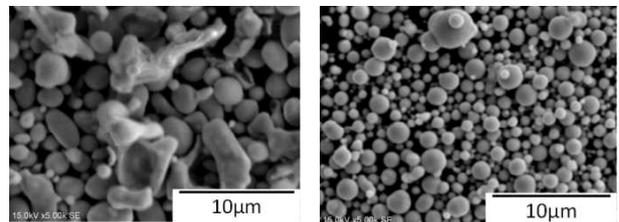


図2 粉末素材粒子のSEM観察画像  
(左:市販合金粉末、右:JUKI会津配合粉末)

図2より、合金粉末素材では粒子同士の結合による粗大な粒子が存在していることが確認でき、これにより可塑化した際の流動化が妨げられているものと考えられる。

これらの結果および成形後の脱脂、焼結による寸法変化について考慮し、配合粉末素材に最小限度の樹脂バインダを加えたコンパウンドを成形に用いることとした。

#### 2. 1. 2. 成形条件の検討

選択したコンパウンドを用いて成形を試み、成形の可否および変形について検討を行った。成形は、射出成型機 Microsystem50（Battenfeld 社製）を用いた。成

成形品のサイズは 20mm × 20mm × 厚さ 0.4mm とし、射出時に金型温度を昇温し、射出後に金型を冷却して型開きを行う熱サイクル成形により（固定側 94℃（射出時）～ 41℃（型開時）、可動側 82℃（射出時）～ 41℃（型開時））、射出速度 700mm/sec にて行った。

その結果、得られた成形品は成形直後は変形が見られないが、脱脂により樹脂分を除去した際に大きく変形することが確認できた。

この原因として成形の際に金属粒子の分布の差が起こり、脱脂の際にそれが表面化すると予測し、成形品および脱脂を行ったものについて断面加工および研磨を行い、得られた断面の SEM 観察を行った。その結果を図 3 に示す。

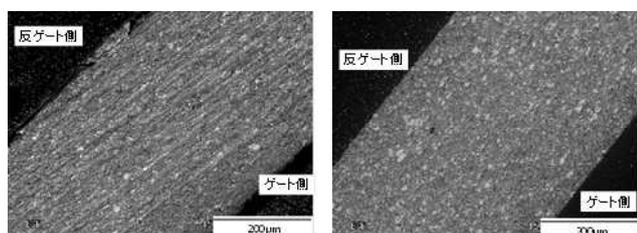


図3 成形品および脱脂後の断面SEM像

SEM 観察の結果より、成形品および脱脂品において変形の原因となるような極端な金属粒子の分布の差を観察することはできなかった。

他の変形の要因として、金型表面の仕上げ状態および成形時の温度の影響について検討を行った。

金型の固定側と稼働側の表面仕上げおよび成形時の温度を変化させて成形を行い、得られた成形品を脱脂した際の変形について評価を行った。成形条件について表 1、変形量について表 2 に示す。

表1 成形時の金型表面の仕上げ状態及び温度条件

	①	②	③	④
固定側金型温度	90℃	90℃	75℃	90℃
可動側金型温度	90℃	75℃	90℃	90℃
固定側表面品位	磨き面	磨き面	磨き面	研削面
可動側表面品位	研削面	研削面	研削面	研削面

表2 成形品脱脂後の変形量

	①	②	③	④
最大値	2.42	2.45	2.35	3.29
最小値	2.12	2.22	0.42	2.82
平均値	2.26	2.31	1.15	3.03

その結果、脱脂後の変形量は金型表面の仕上げおよび成形時の温度に影響されることが確認できた。

これらの結果をもとに、成形品のサイズが 20mm × 20mm × 厚さ 0.2mm の表面を研磨した金型を作製し、成形実験を行った。脱脂後の成形品について図 4 に示す。この結果より、未充填部無しに成形を行うためには 120℃以上の金型表面温度が必要なことが確認できた。



図4 0.2mm厚成型品の脱脂後の外観

## 2. 2. ロータリーエンコーダー用スケールの試作

目標とする直径 10mm、厚さ 0.2mm で幅 0.2mm、高さ 0.2mm の凸形状を 6° ピッチに配置したエンコーダー用スケールの試作を行った。

前項で得られた成形条件に加え、脱脂・焼結時の製品部の変形を抑制する設計の金型を J U K I 会津㈱において作製した。成形は J U K I 会津㈱の射出成形機を用いて行い、同じく同社の設備により、脱脂・焼結を行った。

試作されたスケールの外観を図 5 に示す。



図5 作製したスケールの外観および拡大  
(直径10mm、板厚0.2mm、幅0.2mm、高さ0.2mm、ピッチ0.4mm)

図 5 より、作製されたスケールでは厚さ 0.2mm の板上に幅 0.2mm、高さ 0.2mm の凸部が 6° ピッチで配列した構造について正確に転写させることができた。

## 2. 3. MRセンサによる応答確認

前項で作製したロータリーエンコーダ用スケールについて MR センサにより出力確認を行った。MR センサに対してスケールを動作させるために回転ステージを作成し、ステージの回転中心に合わせてスケールを配置し、スケール凸部の位置に合わせて MR センサを配置した。測定器の回転ステージを回転させた際の

MR センサからの出力をオシロスコープ（NEC 製 OMNIACE II RA1200）により測定した。測定の様子を図6に、出力信号について図7に示す。



図6 回転ステージを用いたスケールの評価の様子

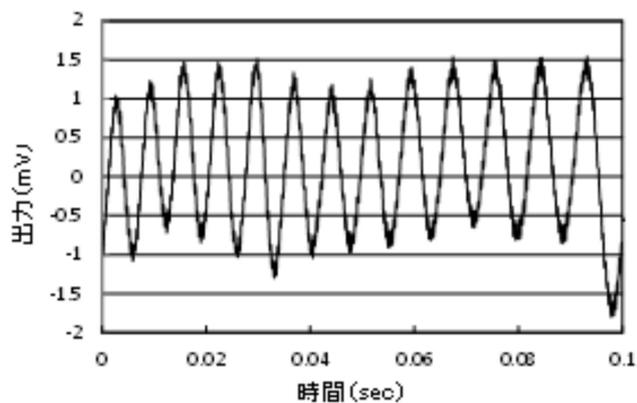


図7 スケールより得られた出力信号

図7より、作製したスケールからは回転に同期した出力を確認することができた。得られた信号は数 mV であったが、これは今回測定に使用した MR センサがスケールの凸部よりも大きかったためであり、適切なサイズのセンサであれば効率的にパターンの有無を読み取ることができたものと考えられる。

### 3. 結言

本研究では、MIM による磁気式ロータリーエンコーダ用スケールの開発を目標とした。

MIM により成形を行うために必要となる金属粉末の選定、射出成形条件の検討を行い、目標とする直径 10mm 厚さ 0.2mm の円盤上に幅 0.2mm、高さ 0.2mm の凸形状を 6° ピッチに配置したエンコーダ用スケールを作製することができた。

またこの作成したスケールは MR センサにより出力信号を確認することができた。

JUKI 会津株では今回の研究成果をもとに、エン

コーダスケール以外にも、微細部分をもつ通常サイズの部品の成形等について受注を目指す予定である。

本研究は、国立研究開発法人科学技術振興機構研究成果最適展開支援プログラム（A-STEP）ハイリスク挑戦タイプ（復興促進型）により実施した。

# 水中ケーブル用プラスチック製フロートの開発

Development of a plastic float for under water cable

技術開発部 プロジェクト研究科 菊地時雄

技術開発部 工業材料科 工藤弘行

宇部樹脂加工株式会社 二本松工場 渡邊浩

宇部樹脂加工（株）と共同で、水中ケーブル用プラスチック製フロートの開発を行った。このフロートは、HDPE と ABS の部品から構成され、摺動部を持つことを特徴としている。開発したフロートは、福島洋上風力発電 2 期工事用の電力線フロートに採用された。

Key words: HDPE、ABS、海水、吸水率、ロックウエル硬度

## 1. 緒言

洋上風力発電では、電力ケーブルを長期にわたり安定的に海面下 100 ～ 200 m 中に敷設（図 1）するために、プラスチック製フロートを用いる。フロートは数十年間海水中で連続して使用されるため、長期に渡る吸水による樹脂物性の変化も考慮しなくてはならない。またこの開発品（図 2）は潮流の影響によりケーブルの捩じれを防止するために、摺動部を持つことが特徴となっている。

そこで海水中における長期間の使用を考慮し、吸水率の経時変化および吸水率と硬度の関連について検討した。

また、長期間の屋内で酸化劣化する程度を確認するため、5 年間海上で使用した ABS 製のフロートの酸化劣化について解析した。

さらに、長期間の疲労における強度低下について確認するために、繰り返し落球衝撃試験後の引っ張り強度試験を行った。



図1 施工例

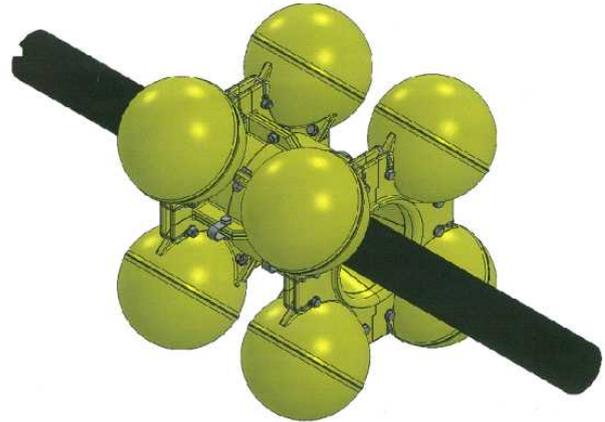


図2 ケーブルフロート開発品

## 2. 実験

### 2. 1. 吸水率とロックウエル硬度試験

試験片は HDPE と ABS の 30 mm × 80 mm × 3 mm の射出成形品を用いた。浸漬試験は、海水とほぼ同じ塩分濃度の塩化ナトリウム 3.4wt% の塩水（以下、疑似海水と略す）中に浸漬し、容器を遮光シートで覆い、放置温度は 5, 20, 45, 65 °C で数か月放置した。

浸漬させたサンプルについて、吸水率とロックウエル硬度を測定した。ロックウエル試験機は（株）アカシ製の ATK-F2000 を使い、ABS は HRL スケール HDPE は HRR スケールで各々測定した。

### 2. 2. 5年間使用フロートの調査

海水中で長期間使用するフロートの酸化劣化を推定するために、5年間洋上で使用した ABS 製フロートの劣化解析を、熱分析による酸化開始温度 (IOT) 測定とマイクロビッカース硬度測定により行った。熱分析は TA インストルメント・ジャパン（株）製の示差走査熱量計 (DSC Q200)、マイクロビッカース硬度計は、島津製作所（株）製 HMV-2DW を用いた。

また、海水の浸漬を調べるため、（株）日立製作所製低真空走査型電子顕微鏡 S-3700N を用いて SEM-EDX による分析を行った。

### 2. 3. 繰り返し落球衝撃試験後の強度試験

使用中の衝突などによる強度低下を想定し、ABS試験片に衝撃荷重を連続して与えた後引張試験を行い、衝撃試験前後の降伏応力を比較した。試験片はJIS K7113 1号形試験片（厚さ3mm）を用いた。

落球衝撃はJIS K7089(CFRP積層板の衝撃後の圧縮(CAI)試験)を参考にした。試験機(図3)は、モーターにより回転するアームがストライカーを跳ね上げ、ストライカーが自由落下し衝撃荷重を試験片に与えるようになっている。鋼球はφ 1/2インチ、1回の落下で試験片に与える衝撃エネルギーは0.05 Jである。これを40,000~900,000回繰り返したのちに引張試験を行い、繰り返し回数と降伏応力との関係を調べた。

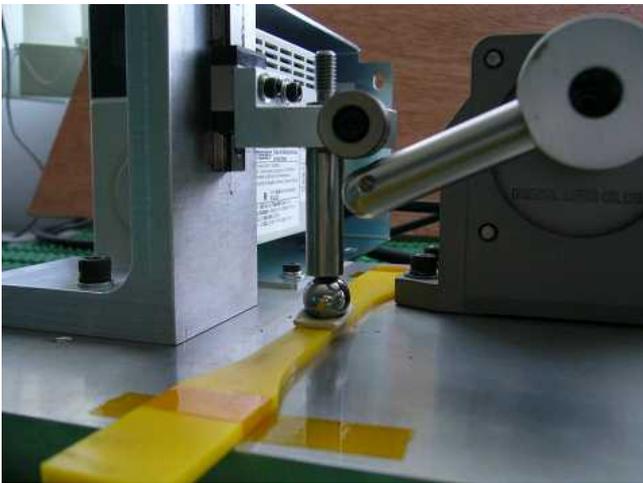


図3 繰り返し落球衝撃試験機

## 3. 結果および考察

### 3. 1. 吸水率とロックウエル硬度試験

図4にABSを疑似海水中に浸漬させた時の吸水率を示した。温度が高いほど吸水率は大きくなり、経過時間と共に上昇した。65℃の場合最初の一週間で0.75wt%まで吸水率が上がり、その後もわずかではあるが吸水率は上昇した。グラフから推測すると0.9wt%前後で飽和するものと考えられる。前田らの報告<sup>1)</sup>によれば、海水中におけるABSの吸水量は1wt%前後で飽和するが、強度低下はほとんど無いと記されている。

次に、ABSを疑似海水に浸漬させたサンプルについて、ロックウエル硬度試験を行い吸水率と硬さの関係を図5に示した。吸水率と硬さの明確な相関はなかったが、5℃、20℃処理品では吸水の影響なのか若干硬さが低下する傾向が見られた。65℃処理品は吸水率が高いにもかかわらず、硬さがわずかではあるが上昇した。65℃のオープン中で1~2週間暴露したABSでも同様にHRL63~65と上昇したため、海水中65℃処理品の硬さ上昇も熱の影響であると考えられる。

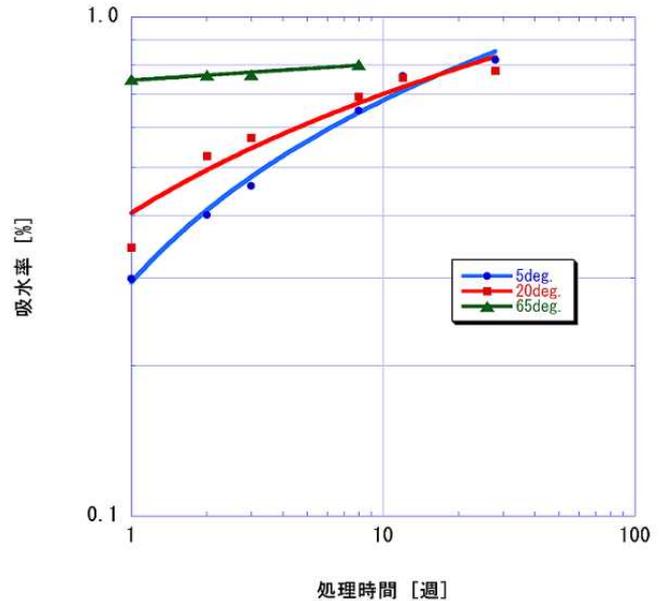


図4 ABSの吸水試験結果

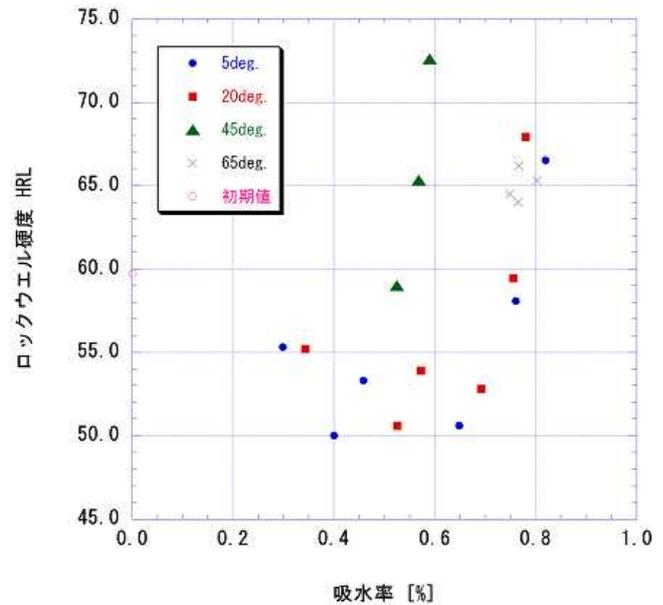


図5 ABSの吸水率と硬さ試験結果

### 3. 2. 5年間使用フロートの調査

図6は、5年間海上で使用したABS製フロート(黄色)の外観である。白や黒に見えるのは、附着した海藻である。これを切断、樹脂に包埋し、断面を研磨した後の観察結果が図7である。表面から300~500μmの深さまでクラックが進展していた。これについて、厚み方向のマイクロビッカース試験を行った結果が図8である。硬度変化は表面から500μmまでの深さまで達しているが、それよりも深い箇所では変化は見られない。表1の酸化開始温度測定結果からも同様のことが示され、内側表面ではほとんど酸化していないことが分かった。またSEM-EDX分析結果(図9)より表面から300μmの分析で塩素や他のミネラル成分は検出されなかった。



(a)外側から



(b)内側が見える角度から

図6 5年間海上で使用したフロートの外観

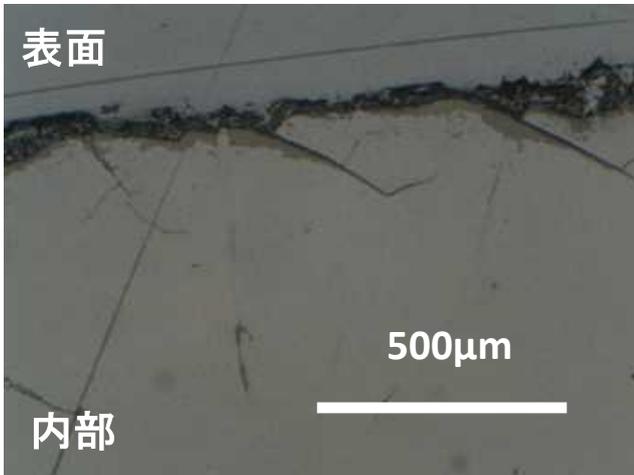


図7 5年間使用フロートの断面

つまり酸化劣化は太陽光が関係し、海水中の塩素の影響は無視でき、光の当たらないフロート内部は空気が存在しているにも関わらず、酸化劣化がほとんど生じないことが分かった。

DSCによる酸化開始温度 (IOT) 測定は、初期の酸化劣化を調べるために行うもので、酸化が進んでいると、IOTは低下する。疑似海水中にサンプルを投入し、6ヶ月後の酸化開始温度測定結果が表2, 3である。ABS, HDPE共にほとんど酸化は起きていないことが分かった。

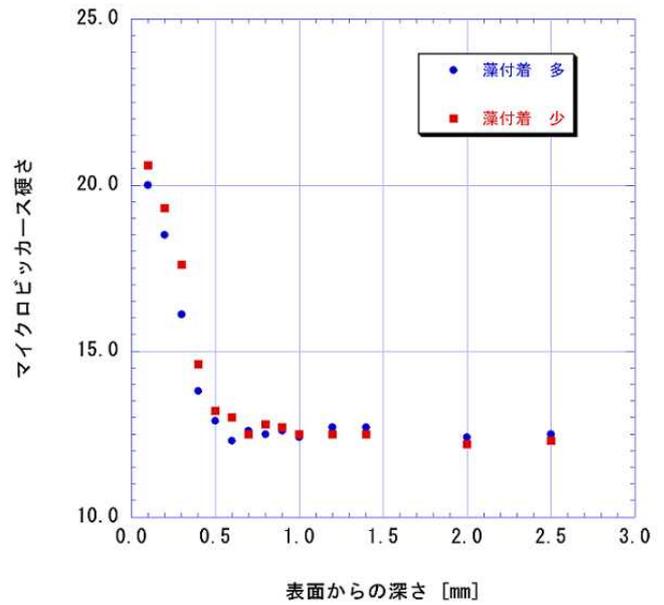


図8 5年間使用フロートの深さ方向の硬さ試験結果

表1 使用品のIOT測定結果

	未処理	外側表面	内部	内側表面
IOT [°C]	190	130	170	187
内部: 表面から300µ				

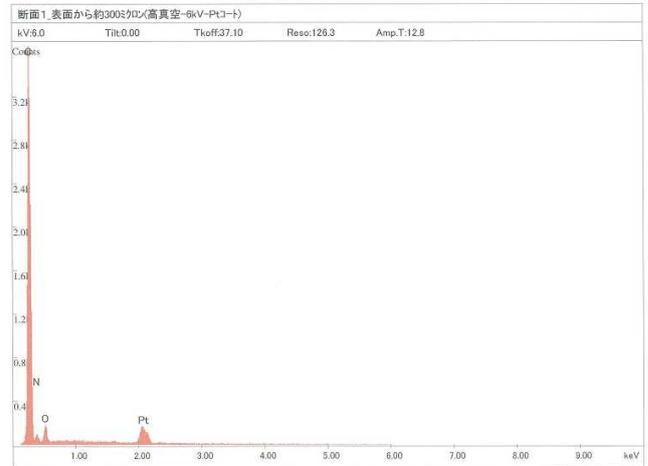


図9 5年間使用フロートのSEM-EDX分析結果

表2 ABSの酸化開始温度

	浸漬温度			
	未処理	5°C	20°C	65°C
IOT [°C]	227	230	223	229

表3 HDPEの酸化開始温度

	浸漬温度				
	未処理	5°C	20°C	65°C	比較
IOT [°C]	190	190	183	185	175
比較: 65°Cのオープンで2週間					

またこれらのサンプルのSEM-EDX分析においても塩素の検出は見られなかった。気象庁のHP<sup>2)</sup>によれば海水中の溶存酸素は200~250 $\mu\text{mol/kg}$  (5~8ppm)であり、空気中の1/ (2~4 $\times 10^4$ ) の濃度であることと、深海中は太陽光も届かず5~10 $^{\circ}\text{C}$ と温度も低い。

これらのことにより、深海中で使用する場合において海水中の塩素の影響および酸化劣化を考慮する必要は無いものと考えられる。

### 3. 3. 繰り返し落球衝撃試験後の引っ張り強度

落球衝撃試験に先立ち、ロックウエル試験において圧痕を付けた試験片の引張試験を行った結果が表4である。この程度の圧痕では、圧痕なしの通常の試験片と降伏応力は変わらないことが分かった。

表4 ロックウエル試験後の引張試験結果

	圧子	荷重 [kgf]	圧痕 $\phi$ mm	降伏応力 [MPa]
1	—	—	—	41.7
2	1/4"	60	2.43	41.2
3	1/4"	100	3.02	42.9
4	1/2"	60	2.89	41.5
5	1/2"	100	3.42	42.1

図10は、落球衝撃試験後の、損傷エリアと降伏応力の結果である。

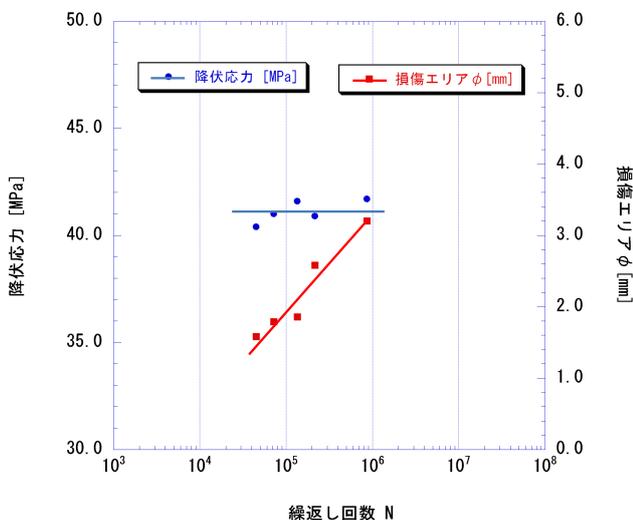


図10 引張降伏荷重試験と損傷エリア

損傷エリアは、鋼球による凹部分と、クレーズにより白化した部分を含めたものである。凹部分は全てのサンプルで $\phi 1.46\text{mm}$ であった。打痕エリアは、繰り返し回数が増えるにしたがって増加し、繰り返し回数が20万回を超えたあたりから、試験片にクラックが入るようになったが、降伏応力に変化は無かった。

以上のことより、与えた衝撃エネルギー0.05Jの妥当性の検証は必要であるが、ABSは衝撃による多少の損傷には耐える材料であることが確認された。

## 4. 結論

摩擦摩耗と相関関係の深い硬さ試験を、フロートに用いる ABS、HDPE について疑似海水中で、吸水させて行った。吸水率と硬さの明確な相関関係は得られなかった。飽和吸水率に近い吸水率でもロックウエル硬さに大きな変化は見られなかったため、海水中で長期使用しても物性に大きな変化は見られないものと考えられる。

図11は実物のフロートである。この開発品は福島洋上風力コンソーシアム2期工事7MW用電力線用フロートに採用が決まり、現在宇部樹脂加工(株)二本松工場生産中である。

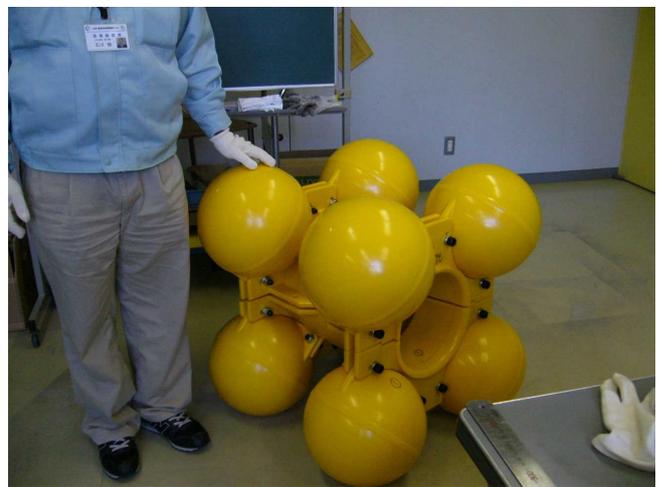


図11 実物のフロート

### 謝辞

この開発は、国立研究開発法人科学技術振興機構平成26年度A-STEPハイリスク挑戦タイプ(復興促進型)の助成を得て行われました。

また本開発を遂行するにあたりご指導いただいた、国立大学法人東北大学大学院 教授 堀切川一男氏、国立大学法人山形大学大学院 教授 栗山卓氏、国立大学法人福島大学 副学長・教授 小沢喜仁氏に感謝申し上げます

### 追記

本報告書では、荷重試験結果およびFEM解析結果につきましては省略させていただきます。

またこの開発品は、宇部樹脂加工(株)と古河電気工業(株)の両者で特許申請(特願140722-06)しております。

#### 参考文献

- 1) 櫻井昭男, 小野正夫, 前田利雄. “小型船舶用 ABS 樹脂の強度特性”. 第 4 回研究発表会講演集. (独) 海上技術安全研究所, 2003, p.31-34.
- 2) “海洋内部の知識”. 気象庁.  
<http://www.data.jma.go.jp/gmd/kaiyou/db/obs/knowledge/index.html>, (参照 2015-08-10).

# 組織解析を用いた窒素吸収処理品に求められる機能特性の高度化

Upgrading required functional properties of nitrogen absorption treatment steels using microstructural analysis

技術開発部 プロジェクト研究科 光井啓

技術開発部 工業材料科 鈴木雅千 齋藤宏 小柴佳子

林精器製造株式会社 大沼孝 佐藤幸伸 深山茂

現在、ステンレス製腕時計メーカーでは、腕に接触するケース裏面に生じる錆や携帯中に生じる傷で美観を損なうという課題を抱えている。一方、医療機器メーカーにおいても、硬度を必要とする部品に用いたマルテンサイト系ステンレス鋼部品の溶接部や微細傷周辺の滅菌処理による錆・シミや、取り扱いによるキズ・変形が課題となっている。本研究では、鋼材の流通性を考慮した、窒素吸収処理による低コスト型高強度・高耐食性ニッケルフリーステンレス鋼の開発に取り組み、平衡状態図と拡散現象を組み合わせた組織解析手法による迅速な処理条件の決定方法を確認し、腕時計部品および医療器具の試作品を完成させた。

Key words : 窒素吸収処理、ニッケルフリー高窒素ステンレス鋼、腕時計部品、医療用具

## 1. 緒言

腕時計ケースに使用される材料は、耐食性を重視した SUS316L 等のオーステナイト系ステンレス鋼が主流となっているが、ニッケルによる金属アレルギーや腕に接触するケース裏面に生じる錆、携帯中に生じる傷で美観を損なうという課題を抱えている。また、医療機器メーカーにおいても、硬度を必要とする部品に用いたマルテンサイト系ステンレス鋼部品の溶接部、微細傷周辺の滅菌処理による錆・シミや取り扱いによるキズ・変形が課題となっている。いずれの分野においても、高硬度で高耐食性を有するステンレス鋼に対するニーズが高まっていると言える。

近年、Ni の代わりに窒素を 1 % 以上固溶させることにより従来のオーステナイト系ステンレス鋼に比べて高強度・高耐食性を有することが明らかになり Ni フリー高窒素ステンレス鋼の開発が注目されている。窒素を固溶させる方法としては窒素ガス加圧式エレクトロスラグ再溶解(ESR)法<sup>1,2)</sup>や固相窒素吸収処理<sup>3-5)</sup>、メカニカルアロイング(MA)法<sup>6)</sup>などがある。

現在、ハイテックプラザと林精器製造(株)は固相窒素吸収処理法に着目し、腕時計部品および医療用具の研究開発を行っている。固相窒素吸収処理は鋼の表面あるいは全体に対して窒素雰囲気で行う固溶化熱処理であり、その利点は窒素を含む高強度オーステナイト相あるいはマルテンサイト相より加工・成形しやすいフェライト系ステンレス鋼の状態加工した後に 2 次的な熱処理方法であるという点である。しかし、製品形状と求められる特性、使用するフェライト系ステンレス鋼の成分によって、窒素吸収処理の条件を詳しく検討する必要があり、研究コストと製品化への迅速性に欠けることから、製造プロセスとして実用化するには研究開発プロセスの迅速化が課題であった。

そこで、本研究では、平衡状態図と拡散現象を組み合わせた組織解析手法による低コスト型高強度・高耐

食性窒素ステンレス鋼の製品化を試みた。その成果を報告する。

## 2. 窒素吸収処理を用いた組織制御

### 2. 1. 窒素吸収処理により得られる組織

本研究では、窒素吸収処理およびそれと連続した熱処理を行うことにより、様々な形態の組織を得られることを明らかにした。図 1 にその一例を示す。フェライト ( $\alpha$ : BCC) 系ステンレス鋼が窒素を固溶すると、その窒素濃度に応じて母相がマルテンサイト組織 (M、図 1(b))、オーステナイト組織 ( $\gamma$ : FCC、図 1(c)) に変化し、さらに母相の窒素固溶限を超えると粒状窒化物 ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ・ $\text{CrN}$  等、図 1(e) および図 1(f): SEM 拡大観察) が析出する。窒素濃度と熱処理温度における安定組織は図 2 に示すような計算状態図で予測が可能である。また図 1(d) のような層状窒化物組織は一旦  $\gamma$  単相化した後、 $\text{FCC}+\text{Cr}_2\text{N}$  領域の温度に保持することで得ることが可能である。

最大窒素吸収量は以下の式で概算が可能である<sup>7,8)</sup>。

$$\begin{aligned} \log[\% N] = & \log \sqrt{P_{N_2}} + \frac{652}{T} - 2.093 \\ & - \left( \frac{217}{T} - 0.0273 \right) [\% N] \\ & + 0.09 [\% Cr] - 7.6 \times 10^{-4} [\% Cr]^2 \\ & + 0.034 [\% Mn] - 2.59 \times 10^{-5} [\% Mn]^2 \\ & - 5.0 \times 10^{-4} [\% Cr] [\% Mn] \\ & - \left( \frac{395}{T} - 0.183 \right) [\% C] + 0.05 [\% Mo] \dots (1) \end{aligned}$$

また、次式で計算されるマルテンサイト変態 ( $M_s$ ) 点が室温以上の場合、マルテンサイト組織が残留し、図 1(b) と図 1(c) の混相組織となる。

$$\begin{aligned} M_s(^{\circ}\text{C}) = & 552 - 474([\% C] + [\% N]) \\ & - 17([\% Cr] + [\% Ni]) - 33[\% Mn] \\ & - 11[\% Si] - 21[\% Mo] \dots (2) \end{aligned}$$

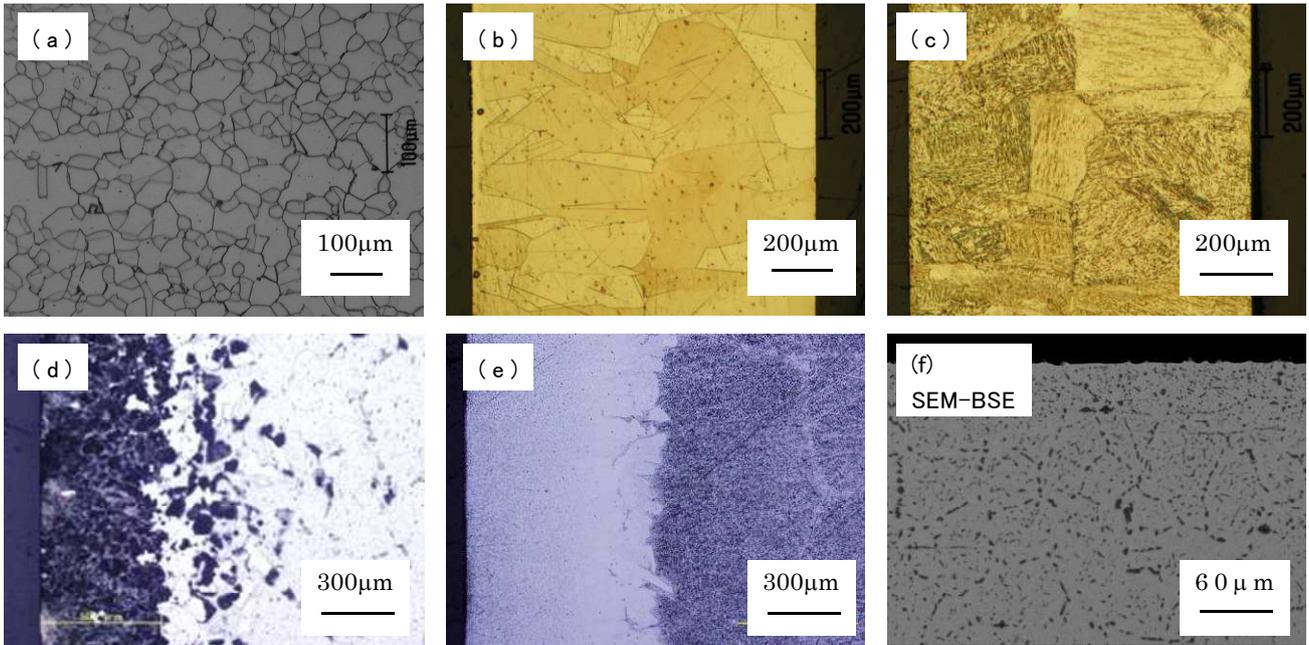


図1 窒素吸収処理で得られる組織  
 (a)フェライト( $\alpha$ )組織(素材)、(b)オーステナイト( $\gamma$ )組織、(c)マルテンサイト(M)組織、  
 (d)( $\alpha$  or  $\gamma$  or M)+層状窒化物、(e)および(f)( $\alpha$  or  $\gamma$  or M)+粒状窒化物。

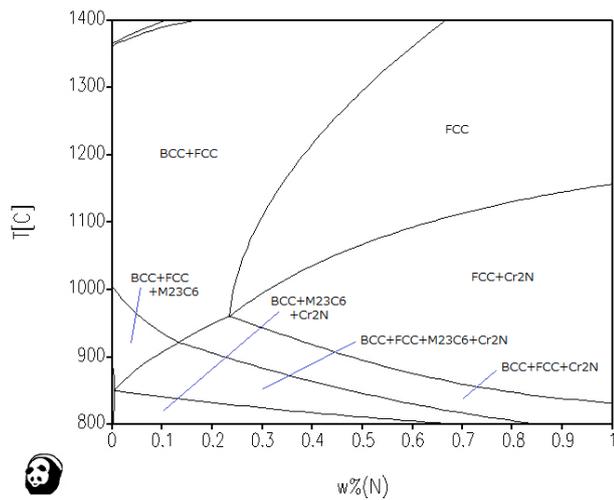


図2. 縦断面計算状態図例.

なお、式(1)および(2)の元素濃度 [%X] は全て mass% 表記である。

## 2. 2. 窒素吸収層の成長速度

窒素吸収処理を行うと、窒素吸収層 (NA 層) には、図 3(a) に示すように濃度分布が発生する。製品の表面特性に大きく関わってくる NA 層の成長と濃度分布を把握するため、本研究ではフェーズフィールド法と呼ばれるシミュレーション解析を行った。その結果、図 3(b) に示すように NA 層内の組成は成長とともに変化し、金属元素の粒界拡散が大きく影響していることが明らかとなった。また、成長速度が NA 層中にお

ける窒素原子の拡散速度と相関があり、これまでの研究結果の妥当性を確認することができた。研究成果の詳細については、文献[9]を参照されたい。

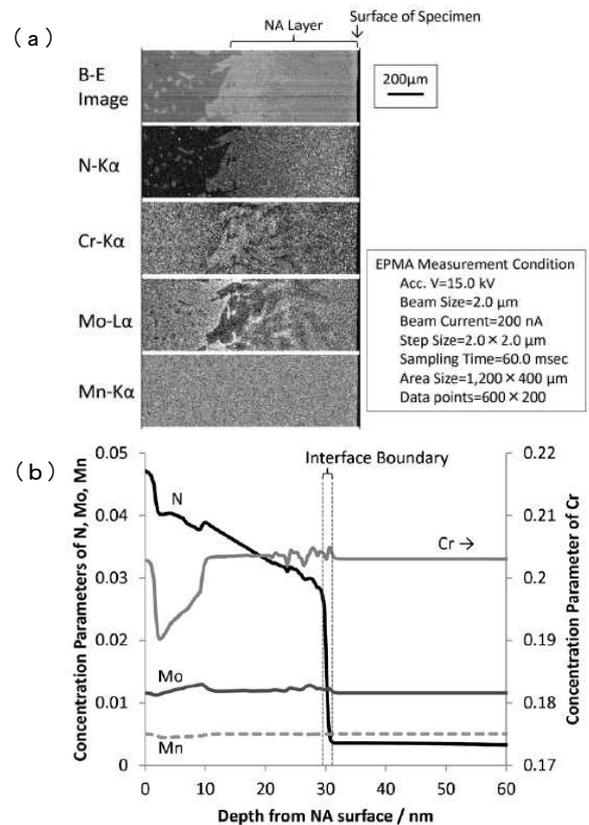


図3. 窒素吸収処理による窒素吸収層 (NA) 内の濃度分布発生とシミュレーション解析結果の比較<sup>9)</sup>.

### 3. 製品化のための迅速な処理条件の決定方法の確立

窒素吸収処理品の特性は、その組成と組織によりほぼ決定づけられる。例えば、強度（硬度）はマルテンサイト量が多いほど高く、耐食性は特に Cr、Mo および N 濃度が高いほど良い。

通常、新しい鋼種、製品に対し窒素吸収処理を適用する場合に、図 4 に示すように、まずテストピースを用いて複数の組み合わせ（処理温度、雰囲気窒素ガス圧力、処理時間等）で諸特性を調査し、処理条件の絞り込みを行う。この期間は 10 日間～数ヶ月間程度かかり、さらに製品形状で処理条件の微調整を行うために実験コストと時間がかかってしまう。

一方、本研究で確立したシミュレーション技術を用いると、さまざまな材質のステンレス鋼における窒素吸収層の厚みと組成変化・分布を概算することができる。計算時間は 1 条件あたり数時間程度なので、複数条件を計算したとしても 1 週間程度で場合分けが完了できる。さらに、図 2 に示すような計算状態図と組み合わせることで組織や製品特性が予測できるため、実験は熱処理炉の性能に合わせ込む適正化のみで良くなり、低コスト・短納期化が可能となる。

この手法により腕時計部品、医療用工具の試作を試みた。それぞれに求められる機能特性を把握し、用途に合った組織構成とするための材質および窒素吸収処理条件の選定を行った。

腕時計部品においては有望な開発材 2 種を候補としたが、最終的には耐食性も表面硬度も良好な 1 鋼

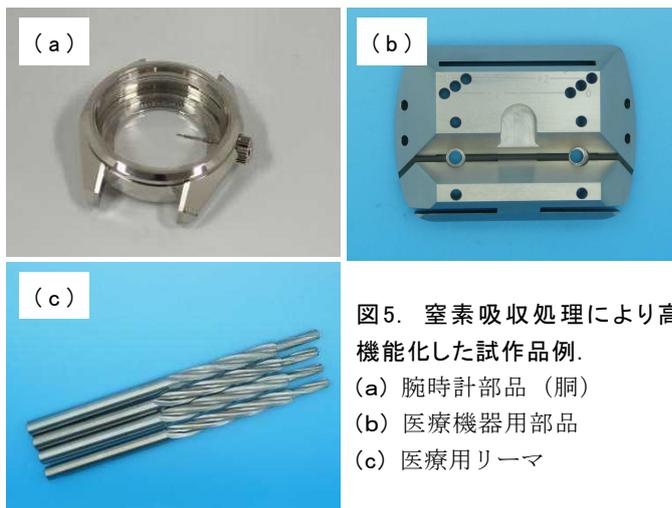


図 5. 窒素吸収処理により高機能化した試作品例。  
(a) 腕時計部品（銅）  
(b) 医療機器用部品  
(c) 医療用リーマ

種に絞り、図 5(a) に示すような試作品を完成させた。現在、林精器製造(株)において、ニッケルフリーと高強度・高耐食性をセールスポイントに、顧客ニーズに合った腕時計部品を製作提供し、量産化を目指す計画となっている。

医療用工具においては、医療用やすりが比較的早期に試作品として良い特性を示すことがわかった。さらに、図 5(b) および図 5(c) に示すような医療機器用部品やドリル・リーマ部品の試作を行った。これらについても良い性能を持つことが確認されている。平成 27 年度より一部の部品で量産を開始するとともに、販路拡大のため展示会等への試作品の出展を計画している。

### 4. 結言

本研究では、平衡状態図と拡散現象を組み合わせた組織解析手法により、低コスト型高強度・高耐食性窒素ステンレス鋼の製品化を試みた。その結果、以下の研究成果を得た。

- 1) 窒素吸収処理およびそれと連続した熱処理を行うことで多様な組織形態を作り出せることを明らかにした。これにより、製品の要求特性に合わせた組織制御が可能となった。
- 2) 窒素吸収処理に関する組織シミュレーション技術を確立した。これまで複数の実験で行っていた熱処理条件の決定を低コスト・短期間で行うことが可能となった。
- 3) 腕時計部品および医療用工具・部品の試作品を完成させることができた。

以上の成果を基に、共同研究企業では平成 27 年度以降は量産化を試みる計画である。

### 謝辞

本研究は国立研究開発法人科学技術振興機構・復興促進プログラム(マッチング促進)により行われた。

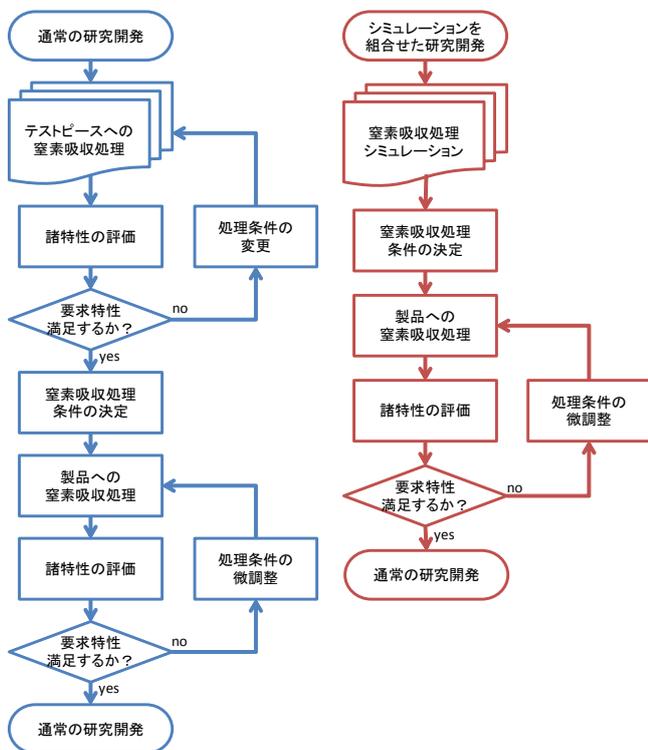


図 4. 製品開発のフロー図

## 参考文献

- 1) T. Tsuchiyama, H. Ito, K. Kataoka and S. Takaki: *Metall. Mater. Trans. A*, Vol.34A, pp.2591-2599, 2003.
- 2) N. Nakamura and S. Takaki: *ISIJ Int.*, Vol.36, pp.922-926, 1996.
- 3) J. Menzel, W. Kirschner and G. Stein: *ISIJ Int.*, Vol.36, pp.893-900, 1996.
- 4) G. Balachandran, M. L. Bhatia, N. B. Ballal and P. K. Rao: *ISIJ Int.*, Vol.40, pp.478-483, 2000.
- 5) D. Kuroda, T. Hanawa, T. Hibarū, S. Kuroda and M. Kobayashi: *Mater. Trans.*, Vol.44, pp.1577-1582, 2003.
- 6) T. Tsuchiyama, H. Uchida, K. Kataoka and S. Takaki: *ISIJ Int.*, Vol.42, pp.1438-1443, 2002.
- 7) H. Mitsui and S. Kurihana: *ISIJ Int.*, Vol.47, pp.479-485, 2007.
- 8) 村田威雄, 坂本政紀. “鉄鋼の諸特性におよぼす窒素の影響”. 鋼の物性と窒素. 今井勇之進. 初版, アグネ技術センター, 1994. p.32.
- 9) 光井啓, 小柴佳子, 大沼孝. フェーズフィールド法による高温安定性フェライト鋼における窒素吸収・相変態挙動の解析. 鉄と鋼. 2015, vol.101, p.336-342.

# 縫合溶解糸を用いた縫製品の開発と低コスト分解処理システムの構築

Development of low-cost decomposition system for sewn products using suture dissolving yarn

福島技術支援センター 繊維・材料科 尾形直秀 伊藤哲司 高橋幹雄  
東和株式会社 佐藤恵一  
株式会社シラカワ二本松工場 菅野幸二 斉藤勝男 芳賀文明  
株式会社クラレ 杉本佳次朗 山口俊朗

低コストでリサイクルできる縫製品を開発するため、高温水で溶解する糸を原料としたミシン糸とそれを染色加工する技術を開発し、縫製品を試作するとともに、着用試験を行った。また、縫製品は高温水処理を行うことで容易にパーツ毎に分解できることを確認した。

Key words:水溶性ピニロン、染色加工、縫製品、リサイクル

## 1. 緒言

### 1. 1. 研究背景

平成 12 年度に法制度化された循環型社会形成推進基本法に基づき、各製造業界はリサイクルを念頭においた商品の設計と開発を進めている。繊維製造業において、繊維製品の廃棄量は年間約 171 万トン（平成 21 年実績・経産省データ）であり、そのうち衣料製品が 95 万トンを占めている。しかし、リサイクルやリユース、リペアされているのは 38 万トン（22%）で、残りは埋め立て・焼却処分されている。衣類はリユースされるものを除いては廃棄されており、その量も徐々に増える傾向にある。この他にも、寝具類を含めた縫製品の廃棄量は依然として膨大であり、人口増加による世界的な資源の奪い合いという現状を鑑みても他の工業製品同様に「リサイクルの技術革新」が重要となっている。

縫製品をリサイクルするためには素材毎に分別が必要である。例えばスーツの場合、表地はウール、裏地はポリエステル、ナイロン、袋地は綿・ポリエステル、芯地は麻など、様々な繊維で構成されている。しかし、人力で縫い糸を切断する分解では、スーツ一着あたりおよそ 8 時間かかり、またバッチ処理のように大量処理することは不可能であるため、高コストとなり、リサイクルが進んでいない大きな要因となっている。

そこで、縫製品を容易に分解するため「縫い糸」に着目し、日常生活では溶けないが、特殊な処理を施せば簡単に溶ける縫い糸（溶解糸）を開発することで、短時間での分解が可能となり、その後の素材の分別作業を容易にし、リサイクルが事業として実現可能と考えられる。

この溶解糸の原料として高温水で溶解し、環境への負荷も小さい、「PVA 繊維（クラレ K-II）」を用いることで、これまでどおりのミシンでの縫製が可能で、リサイクル時には分解が容易な「縫製品」を作ることが可能と思われる。実際に K-II を使用した縫合糸（白色）でスーツを試作し、着用試験やドライクリーニング試験を行った結果、縮びやパッカリングは発生せず、その後高温染色機での分解試験を行い、パーツ毎に分解することを確認した。

今後は実用化に向けて、様々な色に染色した「縫合糸」が必要となるが、水溶性の溶解糸を染色するには、一般的には高温水を使用するため、この方法での染色は不可能である。そこで、平成 24 年度の JST 復興促進プログラム可能性試験「低コストでリサイクルが可能な縫製品の開発」で K-II を原料とした縫合糸とその染色加工について研究を行ったが、実用化に向けて新たな課題が発生したため、その解決に取り組んだ。

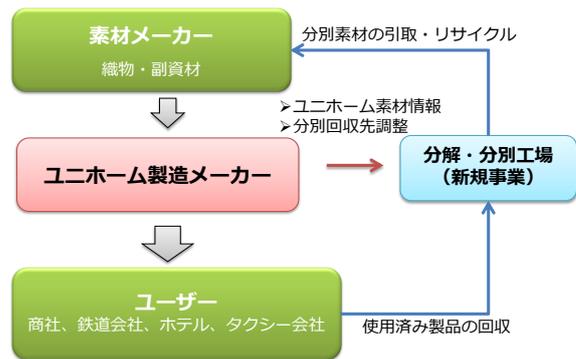


図1 目指すリサイクルシステム

### 1. 2. 研究課題

平成 24 年度 JST 復興促進プログラム可能性試験「低コストでリサイクルが可能な縫製品の開発」で行った研究では以下の結果が得られた。

- ①ポリエステルミシン糸以上の強度を有する高温水溶解糸 K-II を原料とした縫合糸（ミシン糸）を作成することができ、その可縫性についても確認できた。
- ②非水溶性の染料とコーティング技術による染色加工が可能であることが確認できた。
- ③このミシン糸を使った縫製品の試作と分解試験を行い、可縫性と分解性が確認でき、パーツ毎（素材毎）に分別できた。

抽出された課題は以下のとおりである。

- ①染色加工による伸度の低下が発生し可縫性に問題が発生した。
- ②湿摩擦堅牢度が 2 級と低い値を示した。

③縫製品の耐久性については未試験である。  
 このため当事業ではこれらの課題を克服するため研究開発を実施した。

## 2. 研究項目と分担

### 2. 1. 縫製用溶解糸（染色前）の開発

- ①開発目標  
 縫合糸に適した繊度・撚度を有する溶解糸の製造を行う。
- ②担当機関  
 株式会社クラレ、東和株式会社

### 2. 2. 染色技術の開発

- ①開発目標  
 50番手ミシン糸で強度1000gf以上、伸度18%以上、摩擦堅牢度4級以上の染色糸を作成する。
- ②担当機関  
 株式会社シラカワ二本松工場  
 福島県ハイテクプラザ福島技術支援センター

### 2. 3. 量産化に対応した染色技術の開発

- ①開発目標  
 染色溶解糸用の染色機を、実機レベルで製造する。
- ②担当機関  
 株式会社シラカワ二本松工場

### 2. 4. 縫製品の試作および評価試験

- ①開発目標  
 上記の染色済み縫合糸を用いて縫製品を試作し、着用試験、ドライクリーニング試験等により評価を行うとともに、高温水（約80℃）をつかう分解装置で縫製品の分解分別を行う。
- ②担当機関  
 東和株式会社  
 福島県ハイテクプラザ福島技術支援センター

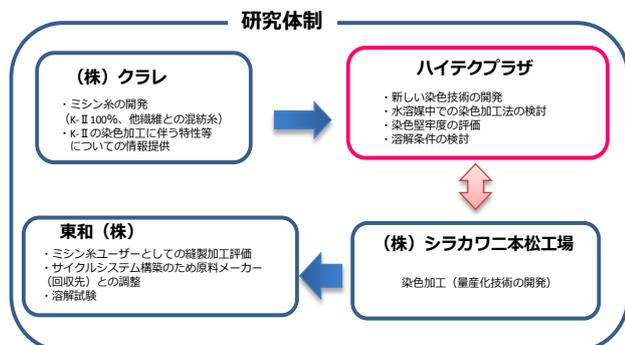


図2 研究体制

## 3. 結果と考察

### 3. 1. 縫製用溶解糸（染色前）の開発

表1に試作したミシン糸を示す。また、染色前の強伸度については表2に示す。

表1 試作したミシン糸

	構成	下撚り(S撚り)	上撚り(Z撚り)
1	50/3 K-II 100%	27 T/inch	413T/m
2			506T/m
3	50/3 70%・PET30%	27 T/inch	413T/m
4	80/3 K-II 100%	33 T/inch	506T/m
5			589T/m
6			728T/m

表2 ミシン糸の物性値

	K-II原糸 (水溶性 <sup>1</sup> ニロン)	K-II染色糸 (水溶性 <sup>2</sup> ニロン)	スパン糸#80 (ポリエステル)
構成	80/3	80/3	80/3
見掛繊度(dtex)	216	243	226
平均強力(N)	8.5	7.6	7.4
平均伸度(%)	11.3	23.5	16.8
摩擦堅牢度	乾燥	—	5級
	湿潤	—	3-4級

試作糸は市販のミシン糸を参考に繊度と撚りピッチから試作した。本縫いミシンでは通常の縫製が可能であることも確認した。

### 3. 2. 染色技術の開発

染色はこれまでのコーティング加工ではなく、浸染で行う技術を開発するとともに、染色時の伸度の低下がないことを確認した。染色後の物性値は表2に示すように、市販のポリエステルミシン糸と同程度の強度を有し、伸度は市販品を超えた値となった。また、摩擦に対する染色堅牢度は乾燥では5級を示し、湿潤では3-4級であるが、実用上問題のない数値である。

### 3. 3. 量産化に対応した染色技術の開発

図3に染色ミシン糸を示す。カラーバリエーションについても21色染色可能であることが確認できた。また加工量も500g程度の加工が可能となった。



図3 染色した色見本

加速期間が認められ、平成 27 年度も継続して事業化に向けて、これらの課題解決に取り組むことになった。

### 3. 4. 縫製品の試作および評価試験

着用試験に供するパンツでは試作時において本縫いミシンでの問題がなかったが、特殊ミシン(環縫いミシン、ロックミシン、ルイスミシン等)では若干糸切れの発生が見られた。また、着用時に内股部、臀部で綻びが生じた。綻び部分を拡大し観察したところ、物理的に切断した形跡は見られない。一方ミシンでの切断部分では押しつぶされた箇所も見受けられることから物理的な力が掛かって切断したと考えられる。(図4参照)

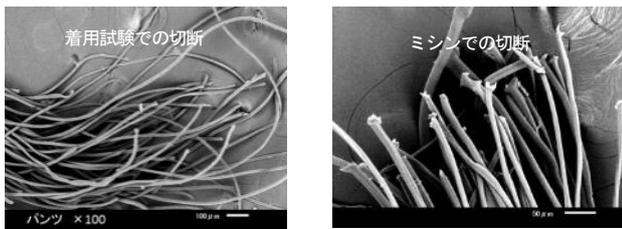


図4 切れた糸の電子顕微鏡写真

## 4. 結言

本事業では以下のことを行った。

- (1) K-IIを原料とした縫製糸を開発した。
- (2) 縫製用溶解糸を物性値の低下なく染色する技術を開発し、可能性試験での抽出課題①の伸度の低下と、②の摩擦堅牢度はクリアできた。
- (3) 可能性試験での抽出課題③の耐久性については、縫製用溶解糸を用いた試作品の作成と着用試験による問題点の抽出を行った。

しかし、事業化までの開発課題として、以下の項目の解決が必要となった。

- ①特殊ミシンでの糸切れをなくす。
- ②量産に対応できる量を染める。
- ③通常の縫製機器による縫製試験。
- ④30着程度の試作による着用試験、物性評価及び分解試験。

本研究は国立研究開発法人科学技術振興機構の研究成果最適展開支援プログラム ハイリスク挑戦タイプ(復興促進型)平成25年度採択課題であるが、研究開発

# ニットとテキスタイルの融合による オンリーワン・ファッション衣料の開発と販売

Production of unique fashion textile by harmonizing knit with clothes

福島技術支援センター 繊維・材料科 長澤浩 東瀬慎 中村和由 菅野陽一 佐々木ふさ子  
福島県ファッション協同組合（永山産業株式会社、株式会社大三、菅野繊維株式会社、  
齋栄織物株式会社、株式会社三恵クレア、株式会社シラカワ）

福島県内の「織物業」、「ニット業」、「縫製業」、「製糸業」が結集した「福島県ファッション協同組合」とハイテクプラザが互いに連携することで、高級素材である「シルク」と「麻」に特化したオリジナルの素材開発を行い、組合企業の「織」「編」「縫製」「製糸」の技術を組み合わせてオンリーワン・ファッション衣料の開発を行い、製造から販売までの独自ブランド商品の確立を目指す。

Key words:シルク、麻、福島県ファッション協同組合、ファッション衣料

## 1. 緒言

県内の繊維関連企業は、単独企業、単独業種による開発力、発信力には限界があり、それを解決すべく平成24年5月に福島県内の織物業、ニット業、縫製業が結集して、「福島県ファッション協同組合」が設立された。

本事業では、富裕層に支持されている天然素材のシルク、麻を使用してハイテクプラザが素材開発を担当し、そこに組合企業の「織」「編」「縫製」「製糸」の技術を組み合わせることで他にないオンリーワン・ファッション衣料を開発する。また、製品化による販売までの展開を図っていく。

## 2. 研究の概要

本事業では、下記の5つのサブテーマを設け、テーマごとにグループを形成し、ファッション衣料の研究開発を行うこととした。

ハイテクプラザでは、福島県ファッション協同組合と連携してファッション衣料の開発を行い、県の保有技術を活かした素材開発と製品化への技術支援を行っていく。

研究開発テーマ（5テーマ）

(A) ニットと織物の融合生地の開発とファッション衣料の製品化

(担当企業：齋栄織物（株）、菅野繊維（株）、ハイテクプラザ）

(B) 麻素材（リネン・ラミー）の改質技術の開発

(担当企業：(株)シラカワ、菅野繊維（株）、(株)大三、齋栄織物（株）、ハイテクプラザ）

(C) 開発素材に適合したシルク及び麻 100%の新たな

なミン糸の開発

(担当企業：(株)シラカワ、永山産業（株）、(株)三恵クレア、ハイテクプラザ)

(D) シルクとカシミアによるニットおよび織物用最新ブレードー意匠糸の製品化

(担当企業：(株)大三、菅野繊維（株）、齋栄織物（株）、ハイテクプラザ)

(E) パーフェクト silk によるファッション衣料の製品化

(担当企業：永山産業（株）、(株)三恵クレア、ハイテクプラザ)

今回は平成26年度に実施したサブテーマ(A)、(D)、(E)について報告する。

### 2. 1. ニットと織物の融合生地の開発とファッション衣料の製品化

(担当：齋栄織物（株）、菅野繊維（株）、ハイテクプラザ）

福島県ファッション協同組合が持つ他産地には出来ない編織技術及び福島県ハイテクプラザの技術を活用することにより、ニットと織物を一体化した衣料製品の共同開発を行った。織物とニットを組み合わせた製品は以前から存在するが<sup>1)</sup>、これまでは、リンクグまたは縫製する方法に限られていた。しかし多様化するデザインに対応し商品化するためには、福島県ハイテクプラザの保有するニットと織物の融合化技術（特許第3583377号）を活用することにより、繋ぎ合わせ部分を肉厚にすることなく、スムーズに一体化させることが可能となる。技術的には織物の端の部分を編み機の編み針に掛けられるように耳部分の素材、組織、密度等を工夫し、織物の耳部分から編み組織を編成することで、織物と編地の一体化した生地が一括成形される。

平成 26 年度は手動編機（3 G）とコンピューター横編機（3 G）を使用した融合化試験を行った。

### <耳部組織>

図 1 のとおり、融合部にニット素材のカシミア糸と織物耳部融合部を馴染ませることを目的として、耳の端側にカシミア糸 2 本を挿入した。また、耳部空羽内側にカシミアカバリング加工糸を 1 本挿入した。

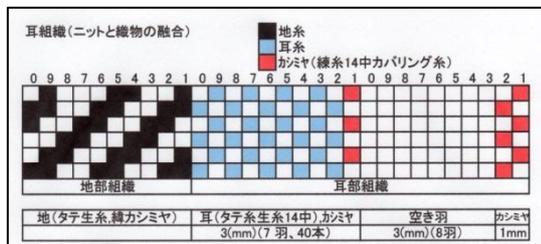


図 1 織物の耳組織図

### <耳糸の開発>

ニットと織物を融合する際に融合部がお互いに馴染むこと、かつカシミア糸を補強するためにカシミア糸を芯、絹練糸 14 中（300T/m(s)）を鞘糸とするシングルカバリング加工を施した。素材として織物の耳糸にカシミア糸 60 番手単糸を使用した。



図 2 耳糸端部に使用したカシミア糸カバリング加工糸

### <織物試織開発>

織物の試織開発は、ドビー使用織物のため、耳の部分が平織になることから、耳脇の空羽の部分の織縮みが問題となった。また、緯糸のカシミアの織縮みが大きくなり空羽部分が他の部分に織り込まれてしまい 6 mm の巾となった。

生地はニットとの融合をしやすいするため、メッシュ状生地の試織を行った。この生地の片耳(生地の端)に 5mm 程の穴を作り、そこに編機の針が引っかかるように工夫をして試織をおこなった。試織開発中の問題点としては、生地の片耳に穴をあける設計にしたため、製織性が悪くなり、また特に緯糸カシミア使いの生地は、緯糸に使用したカシミアの糸強度がシルクと比べて強かったために、緯糸に穴が引っ張られ、穴が消えた。改善策として、今後は耳部分の空羽には水溶性のソルブロン糸を挿入し製織時の隙間を無くし、精練加工時に同時にソルブロン糸が溶解することで隙間を作る方法を採用した。

### <織物とニットの融合化>

手動横編機によるニットと織物の融合化は、従来の技術を用いて想定通りの試作品が出来た（図 3）。

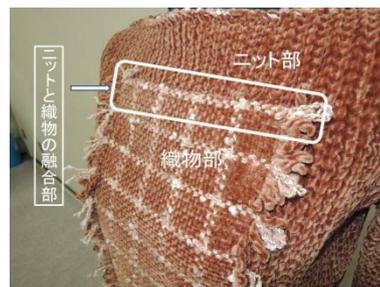


図 3 手動編機による試作品

コンピューター横編機(3G)を使用しての融合化は試作品に目こぼれができ、融合部分が凹凸になるなどの課題が生じた(図4)。また、織物が巻下げローラーによる圧力によってスリップ現象が発生した。今後、ローラーの圧力を調整するため、織物にペーパーを挟み織物が直接触れないようにする等の改良を施して、新たな製品開発を継続する(図5)。



図 4 自動編機による試作品の融合部



図 5 ローラー圧による織物スリップ現象

平成 27 年度では、織物とニットの融合化に取り組んだ際に生じた課題解決を図ると共にハイテクプラザ現有の基盤技術以外の融合化技術を模索してファッション衣料の開発に取り組んでいく。

## 2. 2. シルクとカシミアによるニットおよび織物用最新プレーダー意匠糸の製品化

(担当：菅野繊維(株)、(株)大三、齋栄織物、ハイテクプラザ)

平成 26 年度は、14～21G の編み機で編成可能なプレーダー意匠糸を製造するために 4 種類の素材（表 1）

を組み合わせて開発を行い、織度、より数、ブレード針数の最も良い条件を確立した。

ブレード意匠糸試作及び試編用機器

- ・新ブレードマシン（繊維加工用）
- ・自動変換送りカバリング機（解燃用）
- ・丸編み機（編地作成用）（小松機械製作所、28G）



図6 新ブレードマシン

表1 繊維素材

	繊維素材	織度 (D)	撚り数 (T/M)	撚り方向
素材①	生糸	14		
素材②	強撚糸	14	2500	S
素材③	強撚糸	14	2500	Z
素材④	水溶性ビニロン	62		

表2 ブレード加工系作成条件

	繊維素材	ブレードマシン条件				織度 (D)
		回転速度 (T/M)	巻き取り速度 (m/min)	撚り方向	針本数	
加工糸①	素材①	800	3.0	Z	2	43
加工糸②	素材②	800	2.5	S	2	40
加工糸③	素材④	800	3.2	Z	2	230
加工糸④	2本揃え (②、③)	500	1.8	Z	2	118
加工糸⑤	2本揃え (②、③)	700	1.7	Z	4	261

試作したブレード加工糸（表2）の中で加工糸⑤（鞘糸：14中強撚糸引揃え2本、針本数4本）の織度、より数、ブレード針数が編成可能な条件として適していることが分かった（図7）。

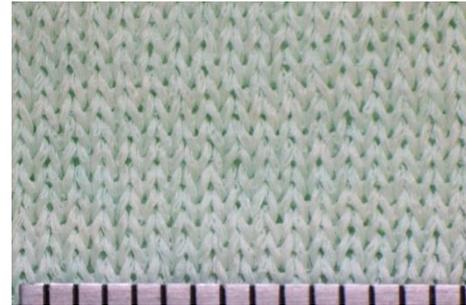


図7 加工糸⑤を使用した編地

### 2. 3. パーフェクトシルクによるファッション衣料の製品化（パーフェクトシルク 商標登録済）

（担当：永山産業(株)、(株)三恵クレア、ハイテクプラザ）

毛皮マーケットに代わるパーフェクトシルクのファー効果による新ジャンル製品開発を目的として研究を進めた。

天然毛皮は高価なものであり、超高級ファッション衣料素材を代表するものである。しかし、悲惨な毛皮製造の実態や違法な輸出入が世界的に問題視されており、生物種の保護・保存や倫理的観点から欧米を中心に毛皮用動物の飼育禁止、取引に関する法規制化が進んでいる。そのため、これに替わる毛皮素材が長年期待されている。既存の人工毛皮は、安価なポリエステルやアクリルを素材としたものが様々提案されているが、高級感の代用品には程遠い。その様な中で福島県ハイテクプラザの開発した、パーフェクトシルクはこのジャンルにおいて化学合繊では表現できない素材感を提供することが可能である。これまでの研究では、タテ編機の構造的な条件からパイルの長さが3mmまでとされていたが、今回の事業で5mmのパイル長を目標としている。

平成26年度はシルク毛皮用構成糸として下記の試作糸①②③を提案した。（表3）

そして、試作糸を使用したパーフェクトシルクのダブルラッセル編成後のセンターカットによるパイル長5.0mmの達成方法の検討（変則カットによる目標値の達成）を行った。図8に示すように、従来は青線のセンター部分をカットしたが、試作糸条件等を検討した結果、赤線位置でのカットにより目標値5mmを達成した。

表3 試作糸作成条件

	芯糸	鞘糸	鞘糸 下撚り (T/M)	カバリン グ 回数S/Z (T/M)
試作 糸①	水溶性ビ ニロン 55D+生糸 14中	生糸21 中×2	200	500/600
試作 糸②	水溶性ビ ニロン 55D+生糸 14中	生糸21 中×1	200	500/600
試作 糸③	水溶性ビ ニロン 55D+生糸 14中	生糸21 中×1	2800	500/600

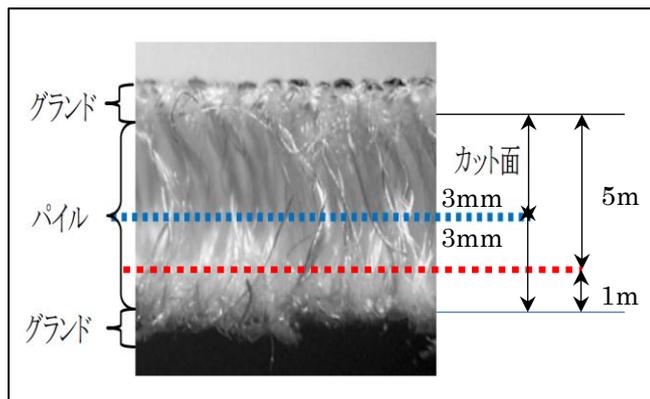


図8 パーフェクトシルク断面

また、パーフェクトシルク開発において、今後は加工糸①②③のパイル糸の構成と同時にグラント組織に着目していく。具体的には、アイテムによってグラント部分が直接人間の肌に触れる部分であることから、絹特有の接触温冷感値  $Q_{max}$  値の高さを組織変化によって改善したいと考えている。

一方で、ファッション市場の消費者ニーズの変化により、スウェードと呼ばれるパイル長の短いものと毛皮と呼ばれるパイル長が比較的長めのものが存在する。本サブテーマでは、当初の目標値を 5mm に設定してきたが、数年後の商品化を考慮するとパイル長を更に長くする必要がある。そこで、次年度はさらなるパイル長のロング化を目指し、既存のパイル糸仕様を変更し、保有特許技術を応用したシルク人工毛皮の仕様に取り組み予定である。

### 3. 結言

各研究テーマについては概ね下記のとおり目標を達成することが出来た。

・「ニットと織物の融合生地の開発とファッション衣料の製品化」

織物の耳部にカシミア糸を用いて融合部が自然に馴染むようにした。

手動横編機による織物とニットの融合化は成功したが、コンピューター横編機による融合化については、目こぼれやスリップ現象等の課題が残った。

・「シルクとカシミアによるニットおよび織物用最新ブレーダー意匠糸の製品化」

14~21G の編み機で編成可能なブレーダー意匠糸の開発を 4 種類の素材の組み合わせにより行い、織度、より数、ブレーダー針数から編成に適した条件を確立した。

・「パーフェクトシルクによるファッション衣料の製品化」

パーフェクトシルク生地用のシルク毛皮用構成糸として 3 種類の試作糸を提案して、従来のパイル長 3mm から目標とするパイル長 5mm のパーフェクトシルクを実現した。

#### 参考文献

- 1) 菅野陽一, 野村隆, 長澤浩ほか. 異素材の複合化縫製技術等の活用による高感性衣料の開発ーニットと織物の結合による高感性衣料の開発ー. 福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 2002, 平成 13 年度, p. 15-18.

# 絹タンパクの改質加工による高機能化シルク織物の開発

Development of highly functional silk fabrics by reforming of silk protein

福島技術支援センター 繊維・材料科 伊藤哲司

齋栄織物株式会社 齋藤泰行 齋藤栄太

東北撚糸株式会社 金井史郎

絹繊維に物理的な加工と化学的な加工を組み合わせ、伸縮性を付与する技術の開発を行い、絹素材の問題点であった「伸縮性」や洗濯後の「シワ」を解消した絹織物を提案するとともに、絹需要の拡大に向けた取り組みについて研究を行った。

Key words:絹、生糸、改質加工、撚糸加工

## 1. 緒言

### 1. 1. 研究背景

福島県は江戸時代から養蚕業が盛んで国内有数の生糸生産量を誇り、それを原料とした織物産業が川俣町を中心とした地域に集積し、国内有数のスカーフ素材、和装裏地の産地として発展してきた。しかし近年は、絹織物市場の縮小等により生産量が著しく低下している。さらに東日本大震災の福島第一原子力発電所事故による風評被害の影響も加わり、売り上げが減少し続けている。

そこで、新たな絹素材を開発することで、これまでの和装やドレスなどのフォーマルな用途から、ブラウスやシャツなど、よりカジュアルな商品展開に繋げ、絹糸と絹織物の需要拡大を図ることとした。

### 1. 2. 研究目的

天然繊維で唯一の長繊維である絹は、光沢感や吸湿性、保温性、清涼感及び肌触り等、他の繊維に比べて非常に優れており、和装など高級服飾素材として市場に認知されている。しかし、ファッションの多様化や合成繊維等の他素材の高機能化により、絹織物の市場規模は縮小の一途である。そこで、「洗濯に注意が必要で取り扱いが難しい」「ストレッチ性がなく、洋装素材では着心地が良くない」「シワになりやすく着用後のケアが面倒」といった絹素材の問題を解決することで、新たな洋装分野での市場開拓を図ることとした。

これまで福島県ハイテクプラザでは絹素材の問題を解決するために、絹糸に恒久的な伸縮性を付与する技術を開発した(特願 2014-149653「捲縮性を有する絹糸の製造方法および絹織物の製造方法」)。本研究ではこの技術を活用し、「伸縮性」や「シワ」など絹素材の欠点を改善した絹織物を開発することで、「取り扱いの難しさ」を解消した絹製品を市場に提案し、絹需要の拡大を図る。

## 2. 研究方法と分担

### 2. 1. 研究方法

絹繊維に伸縮性を付与する方法としては、撚糸加工などの物理的な加工方法があるが、伸縮性を上げるため撚り数を多くすると、光沢感が無くなり風合いも固くなってしまう。また、熱可塑性を有するナイロンやポリエステルなどの合成繊維の場合、熱処理により高い伸縮性を付与できるが、熱可塑性がない絹繊維には応用できない。

他の方法としては、ウレタン糸等の伸縮性を持つ素材と組み合わせる撚糸加工を行うことで、伸縮性を与えることができる。しかし、異素材が混ざることでの市場価値の低下や、絹本来の風合いの低下が問題となる。

福島県ハイテクプラザでは絹糸に改質加工と撚糸加工を組み合わせることで、絹タンパク質の構造を変化させ、繊維に捲縮性を付与し、恒久的な伸縮性をもつ絹糸を開発した(特願 2014-149653「捲縮性を有する絹糸の製造方法および絹織物の製造方法」)。伸縮性を発現させる改質剤は、ウォッシュブルシルク等に用いられている加工剤を使用しているため、伸縮性と洗濯時の防縮性を同時に付与できると考えられる。

繊維製品が収縮する原因の一つは、糸の吸湿性、吸水性によるものである。これは、糸が水分を吸収し膨潤することにより断面積が増加し、その後の水分の蒸発により断面積が減少し、糸(織物)間に隙間が生じ、収縮が起きることが知られている。特に吸湿性、吸水性の大きい天然繊維やレーヨンなどに多発する。これを防ぐには二つの方法がある。一つは吸湿、吸水率を少なくし、水分による断面積の変動を無くすことであるが、着用時の蒸れや冷たさ、反対に肌から余計に水分を奪ってしまう恐れがある。もう一つは繊維に伸縮性を付与させることで、収縮した部分を自己回復させることである。

また、繊維のフィブリル化による白化を防ぐ技術や防縮性については、絹の様々な改質加工によりウォッシュブルシルクの研究がなされ、効果の検証も発表されている。<sup>1)2)</sup>

つまり、改質加工を行った絹素材に伸縮性を付与す

ることにより、洗濯等による収縮がなく取り扱いが容易な絹織物を開発できる。

図1に加工工程について示す。改質糸は、①改質剤の浸漬②加撚加工③熱処理④解撚加工の順で作った。この改質糸を使い製織、精練、染色を行い絹織物とした。

改質条件の一例として、ナガセケムテックス(株)社製デナコール EX-313 を20wt%と中性塩水溶液 5wt%溶液に24時間浸漬させた後、加撚加工、熱処理加工、解撚加工を行い改質糸とした。



図3 加工糸の顕微鏡写真

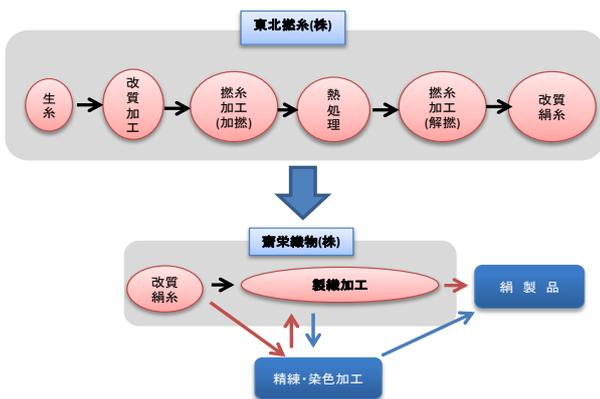


図1 加工工程

表1 加工糸の物性値

	原糸	加工糸
伸縮伸長率(%)	0.0	51.8
最大強度 (mN)	2520.4	1856.7
応力(mN/dtex)	36.0	26.5
伸び (%)	15.49	52.94
繊度(dtex)	70	70
強度比(%)	—	73.7
伸度比(%)	—	341.6

加工原糸：生糸 21 中×4 本 (S120T/m)  
 強伸度：JIS L1013 8.5 引張速度 100mm/min つかみ間隔 200mm で測定  
 伸縮性：JIS L1013 8.11 A 法 荷重 0.1g、7g 使用し測定

加工糸は伸縮伸長率 10%以上、切断強度比 70%以上を確保し、製織時の問題も発生しなかった。

## 2. 2. 研究分担

図2に研究体制図を示す。福島県ハイテクプラザで改質加工、精練方法の検討を行い、東北撚糸(株)で撚糸加工、熱処理加工、齋栄織物(株)で織物の企画と製織を担当する。

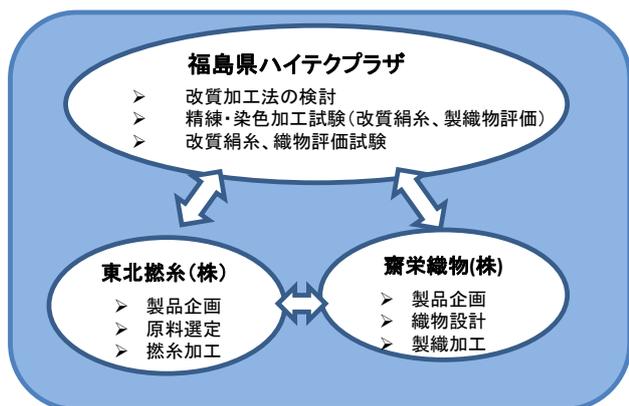


図2 研究体制

表2 織物の評価結果

試験方法 / 織物		従来品	開発品	
ウ オ ツ シ	1 回 目	洗濯後のシワ (級) ※2	2.3	3.7
		変退色 (級)	5	5
	寸法変化率 (%)	経	-1.9	0.3
		緯	-0.7	0.0
ヤ ブ ル 性 ※1	5 回 目	洗濯後のシワ (級) ※2	2.2	3.7
		変退色 (級)	4-5	4-5
	寸法変化率 (%)	経	-1.9	1.2
		緯	-1.2	0.1
ホルムアルデヒド※3 (μg/g)		20 以下	20 以下	
伸縮性・伸び率 (%) ※4		1.5	11.0	

※1 JIS L0217 105 法吊干し 中性洗剤使用  
 ※2 洗濯後のシワは1級 (シワが多い) ~5級 (シワが少ない) で表示される。  
 (AATCC Test Method 124)  
 ※3 厚労省令第34号による) 下着類  
 ※4 JIS L1096 伸縮性 B 法

## 3. 結果と考察

図3に糸の加工前と後の電子顕微鏡写真を示す。また、表1に加工糸の物性値、表2に織物の評価結果を示す。

経糸に改質糸を使用した織物には経筋や染めムラが発生したため、染めムラ部の糸を観察したところ、セリシンの残留が確認された。(図4参照)

織物の評価試験については、緯糸に改質糸と原糸を

使った織物を作り、(一財)カケンテストセンターで比較試験を行った。

改質糸を使った織物は、伸縮性があり、洗濯後のシワも少ないことが確認された。しかし、製品化までには以下に示す課題の解決が必要となった。

- ①洗濯後のシワを4級以上にし、ノーアイロンでも着用できる織物にする。
- ②一部の織物に発生した、経筋、染めムラを解消する。
- ③環境負荷のない改質剤を使用する。

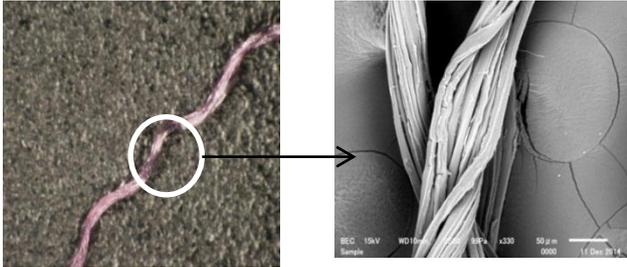


図4 染めムラの顕微鏡写真

#### 4. 結言

福島県ハイテクプラザが開発した「捲縮性を有する絹糸」を使用した織物は、伸縮性があり洗濯後のシワが少ないため、形態安定の表示が出来ることが確認された。(洗濯後のシワが3.2(級)以上で表示可能)

本研究は国立研究開発法人科学技術振興機構の研究成果最適展開支援プログラム ハイリスク挑戦タイプ(復興促進型)平成25年度採択課題であるが、研究開発加速期間が認められ、平成27年度も継続して事業化に向けて、これらの課題解決に取り組むこととなった。

#### 参考文献

- 1)シルクサイエンス研究会. シルクの科学. 朝倉書店, 1994, 211p.
- 2)加藤弘. 絹繊維の加工技術とその応用. 繊維研究社, 1987, 306p.

# 玄米含有機能成分を活用したアンチメタボリック発酵食品の研究・商品開発

Studies on fermented food for anti-metabolic syndrome utilizing functional components in brown rice

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 小野和広 馬淵志奈 中島奈津子 鈴木賢二

会津天宝醸造株式会社 満田盛護 金本淳一 渡部善則 井浦宏昭

国立大学法人琉球大学 大学院医学研究科 益崎裕章 小塚智沙代 與那嶺正人 上原盛幸

玄米中に含有される $\gamma$ -オリザノールの高脂肪食敬遠効果を生かした糖化飲料(以下、玄米麹甘酒)を開発することを目的に、玄米中の $\gamma$ -オリザノール含量や、玄米を加工した場合の残存量、玄米麹甘酒の保存中の変化等について検討した。その結果、試作した玄米麹甘酒に含まれる $\gamma$ -オリザノール含量は、玄米飯とほぼ同等であることが確認された。また玄米の搗精方法について検討したところ、従来法よりも、超音波式精米機で搗精した一分搗き玄米の方が、 $\gamma$ -オリザノール残存率は高かった。

Key words : 玄米、 $\gamma$ -オリザノール、麹、甘酒

## 1. 緒言

近年、高齢社会の進展や食事の欧米化が進み、糖尿病やメタボリック症候群に苦しむ人の増加が問題となっている。そうした中、玄米は、糠層や胚芽中に生理機能を有する成分を多く含み、近年、生活習慣病の予防効果のある食品として注目されている<sup>1)2)</sup>。一方、会津天宝醸造(株)では、こうした社会の変化に着目し、これまで製造してきた精白米を原料としたノンアルコールの甘酒製造技術を活かし、新たに玄米を原料とした製麹技術やその麹を用いた糖化飲料(以下、玄米麹甘酒)の開発に取り組んできた。また最近、琉球大学大学院医学研究科では、玄米に含まれる $\gamma$ -オリザノールに高脂肪食敬遠効果があることを見出し、糖尿病やメタボリック症候群の改善に有効であることを明らかにした<sup>3)~5)</sup>。

以上のような背景をもとに、本研究では、玄米中に含有される $\gamma$ -オリザノールの高脂肪食敬遠効果を生かした玄米麹甘酒を開発することを目的に、玄米中の $\gamma$ -オリザノール含量、玄米を加工した場合の残存量および玄米麹甘酒の保存中の変化等について検討した。また併せて、品種の異なる玄米の $\gamma$ -オリザノール含量等について調査した。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試材料

玄米の加工、搗精方法等の試験には、2013、2014年に福島県会津地方で栽培された「ひとめぼれ」、「コシヒカリ」を供試した。また品種別の試験には、2014年に郡山市の福島県農業総合センター内圃場(以下、郡山産)で試験栽培された12品種および九州地方で栽培されたwt、wx/aeを供試した。

玄米麹甘酒は、会津天宝醸造(株)にて、会津産ひとめぼれの一分搗き玄米を原料として製造された試作品を供試した。

### 2. 2. 玄米の搗精方法

搗精方法の試験には会津産ひとめぼれを用い、通常

の一分搗き玄米は、会津若松市内の精米工場で精米歩合99%に搗精した(以下、通常一分搗き玄米)。また、今回新たに会津天宝醸造(株)が開発した超音波式精米機にて、同様に精米歩合99%に搗精した試料(以下、超音波一分搗き玄米)を供試した。

### 2. 3. 玄米の加熱処理試験

加熱処理試験は、会津産ひとめぼれ玄米に等量の蒸留水を加え、80、100、120℃の各温度で15分間、加熱処理した。また、80、100℃は常圧、120℃は加圧(オートクレーブ)で行い、各処理は3反復で行った。

### 2. 4. 玄米麹甘酒の保存試験

会津天宝醸造(株)にて試作した玄米麹甘酒を-20、5、20℃の各温度で保存し、製造直後、1ヶ月、3ヶ月後に2.5の方法で調製し、 $\gamma$ -オリザノール含量を測定した。

### 2. 5. 試料の調製方法

玄米は、振動粉砕機(HEIKO製、TI-100)により粉砕し、5℃の冷蔵庫に保存して供試した。

米飯は、凍結乾燥(宝製作所、TFD-550)後、凍結乾燥物を玄米と同様に振動粉砕機により粉砕し、5℃の冷蔵庫に保存して供試した。

甘酒は、3倍量の蒸留水を加え攪拌後、遠心分離(日立、CR22G)し、上清を除いた。残った沈殿は、再度同様の操作を4回繰り返し、得られた沈殿を凍結乾燥した。これを玄米と同様に振動粉砕機により粉砕し、5℃の冷蔵庫に保存して供試した。上清は、酢酸エチルを加え分離後、上層を減圧乾固した。乾固物を0.05% BHT クロロホルム:メタノール=3:2に溶解し、HPLC分析に供するまで-20℃で保存した。

### 2. 6. 分析試料の前調製

粉砕試料に無水硫酸ナトリウムを添加し、そこへ0.05% BHT クロロホルム:メタノール=3:2を加

え、超音波処理（SMT company, UH-50）20 秒間＋シェイキング 1 分間を 2 回繰り返した後、振盪培養器（TAITEC, Br-40LF）で 1 時間振盪した。これを遠心分離（コクサン, H-19FMR）し、上清を回収した。沈殿は、再度同様の処理を行った。回収した上清を減圧乾固（35℃）し、乾固物を 0.05 % BHT クロロホルム：メタノール＝3：2 に溶解し、HPLC 分析に供するまで -20℃ で保存した。

## 2. 7. 分析方法

$\gamma$ -オリザノールは、前処理した各試料について、Azrina 等<sup>9)</sup>の方法に従い、HPLC 法により測定した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. 加工方法による $\gamma$ -オリザノール含量の変化

表 1 に、玄米（会津産ひとめぼれ）を米飯、甘酒に加工した際に残存する  $\gamma$ -オリザノール含量を示した。2013 年に栽培された会津産ひとめぼれの玄米の  $\gamma$ -オリザノール含量は 37.6 mg / 100g で、これを炊飯した玄米飯は 10.7 mg / 100g、玄米甘酒は 9.0 mg / 100g だった。

表1 玄米飯と玄米麹甘酒中の  $\gamma$ -オリザノール含量

	$\gamma$ -オリザノール (mg / 100g)
玄米	37.6 ± 0.6
玄米飯	10.7 ± 0.5
玄米麹甘酒	9.0 ± 1.8

注) 玄米は会津産ひとめぼれ。

米飯や甘酒は、原料の玄米や玄米麹に加水し、適宜加熱等の加工をして製造されている。玄米麹甘酒の加水量は玄米飯の 1.5 倍であり、玄米麹甘酒の方が加水量が多いにもかかわらず、玄米飯との  $\gamma$ -オリザノール含量の差は少なかった。これらの要因として米飯と甘酒の加工方法の違いが考えられる。そこで、次に加熱条件の違いによる玄米中の  $\gamma$ -オリザノールの残存率について検討した。

### 3. 2. 加熱処理が玄米中の $\gamma$ -オリザノールに及ぼす影響

図 1 に、玄米（会津産ひとめぼれ）に同量の蒸留水を加え、各温度で 15 分間加熱処理した時の玄米中の  $\gamma$ -オリザノール残存率を示した。

玄米中の  $\gamma$ -オリザノール残存率は、80℃・15 分間では処理前の玄米と大差なかった。また 100℃・15 分間が約 91.5 %、120℃・15 分間が 80.8 %で、処理温度が高まるほど残存率は低下した。以上の結果から、玄米飯の場合、炊飯時に 100℃以上の高温・高圧

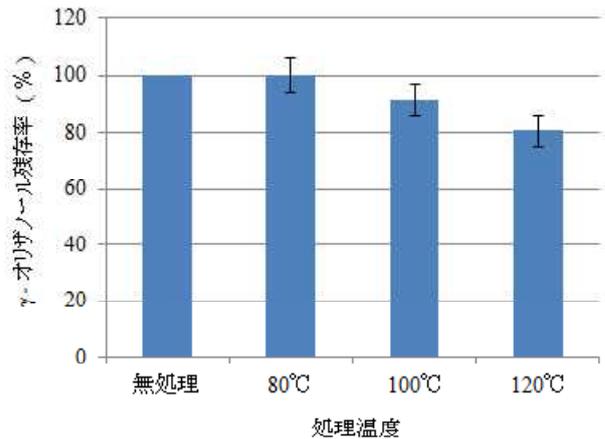


図1 玄米を加熱処理した時の  $\gamma$ -オリザノール残存率

注) 玄米は会津産ひとめぼれ。等量の蒸留水を加水し、各温度で 15 分間処理。

で処理されるため、 $\gamma$ -オリザノールの残存率が低くなり、最終的な  $\gamma$ -オリザノール含量は、希釈倍率が高い玄米甘酒とほぼ等しかつたと考えられる。

### 3. 3. 玄米麹甘酒の保存条件が $\gamma$ -オリザノール含量に及ぼす影響

会津天宝醸造（株）にて試作した玄米麹甘酒を、-20、5、20℃の各温度で保存した時の  $\gamma$ -オリザノール含量の変化について検討した。データは示していないが、製造直後、1ヶ月、3ヶ月経過後の玄米麹甘酒に含まれる  $\gamma$ -オリザノール含量は、いずれの温度で保存した試験区も大差なかった。このことから 20℃で 3ヶ月程度保存しても、 $\gamma$ -オリザノールの減少は少ないと考えられる。

### 3. 4. 品種の異なる玄米中の $\gamma$ -オリザノール含量

図 2 に、2014年に同一圃場（郡山産）で栽培された 12 品種、会津地方で栽培された 2 品種（コシヒカリ、ひとめぼれ）および九州地方で栽培された 2 品種（wt、wx/ae）の  $\gamma$ -オリザノール含量を示した。

玄米中の  $\gamma$ -オリザノール含量は、品種によって異なり、今回調査した玄米には、平均で約 34 mg / 100g の  $\gamma$ -オリザノールが含まれていた。施肥量や気候が同一の条件で栽培された郡山産は、粳米 8 品種、糯米 2 品種、酒造好適米 2 品種だったが、種類の違いによる明確な差は認められなかった。一方で、九州地方で育種された新規の品種である wx/ae（難消化性糯米）の  $\gamma$ -オリザノール含量は、約 63 mg / 100g で、他品種の平均値の 2 倍近く高かった。このことから、玄米麹甘酒を今後商品展開していく上で、 $\gamma$ -オリザノール含量をアップさせる手段として原料米の一部おき換え等への利用が期待される。

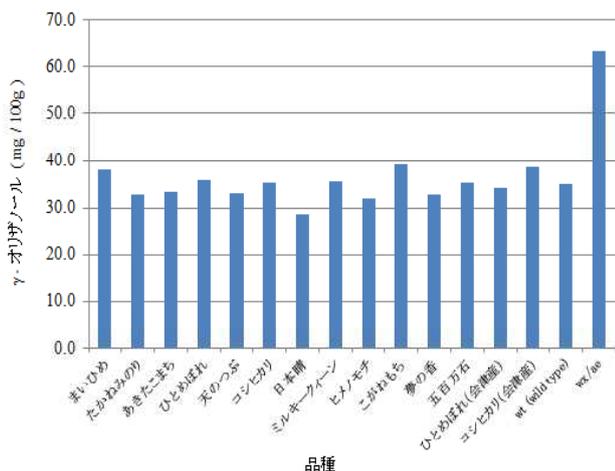


図2 品種の異なる玄米に含まれるγ-オリザノール量

注) wt、wx/ae (九州産) および、会津産ひとめぼれ、コシヒカリ以外は郡山産。

### 3. 5. 玄米の粒径がγ-オリザノール含量に及ぼす影響

図3に、3.4.で示した玄米各品種のγ-オリザノール含量と千粒重との関係を示した。相関は緩やかながら、千粒重の小さな米ほどγ-オリザノール含量が高い傾向がうかがえた。しかしながら、他品種と比較し、夢の香、五百万石(酒造好適米)は、千粒重が大きいにもかかわらず、γ-オリザノール含量に明確な差はなかった。また九州地方で育種された新規の品種であるwx/aeのγ-オリザノール含量は、千粒重は小さいが、それだけでは説明がつかないほど高い値だった。このことから、品種による特性の違いも推察され、今後さらなる検討が必要と考えられる。

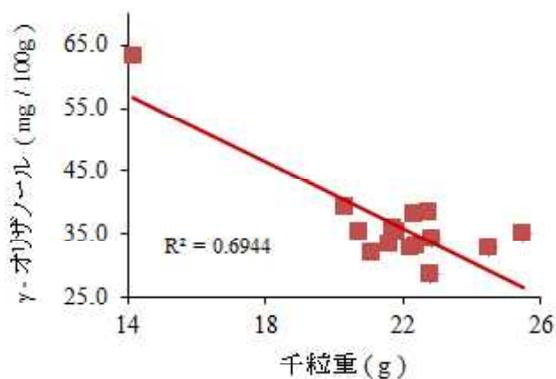


図3 玄米のγ-オリザノール含量と千粒重との関係

表2に、同じ水田から収穫された粒径の異なる玄米(会津若松市産コシヒカリ)のγ-オリザノール含量を示した。粒径が1.9mm以上の玄米のγ-オリザノール含量は約29 mg / 100g だったのに対し、1.85 ~ 1.9mmの玄米では約32 mg / 100g で、1割程度高く、

表2 粒径の異なる玄米中のγ-オリザノール含量

粒径 (mm)	γ-オリザノール (mg / 100g)
1.90 <	29.15
1.85 ~ 1.90	32.70

注) 玄米は、同一圃場で栽培された会津産コシヒカリ

粒径が小さな方が高い傾向があった。これらは圃場が1箇所の結果であり、何らかの結論づけはできないが、粒径が小さな方が単位重量あたりの玄米の表面積が大きくなり、ほとんどが糠層や胚芽中に存在するγ-オリザノールが結果として高まったことが要因と推察される。

以上の結果から、γ-オリザノールの摂取量を確保するという観点からは、同一品種であれば、粒径の小さな方が適している可能性がある。

### 3. 6. 搗精方法の異なる一分搗き玄米のγ-オリザノール含量

玄米麹甘酒を製造する過程において、まず玄米から麹を調製する必要があるが、玄米の場合、表面が硬い表皮で覆われ、そのままでは麹菌が米の内部に伸長しにくいので、玄米の表面を傷つける必要がある。このことは、ほとんどが玄米表層部の糠層や胚芽中に存在するγ-オリザノールを少なからず損失することを意味する。そこで、会津天寶醸造(株)では、より損失の少ない方法として超音波による搗精を検討し、超音波精米機を開発した。今回、これら搗精方法の違いが、玄米のγ-オリザノール含量に及ぼす影響について検討した。

図4に、玄米(会津産ひとめぼれ)を精米歩合99%(一分搗き)で、精米工場および、超音波精米機にて搗精した時の残存するγ-オリザノール含量について、搗精前の玄米を100とした時の相対値で示した。

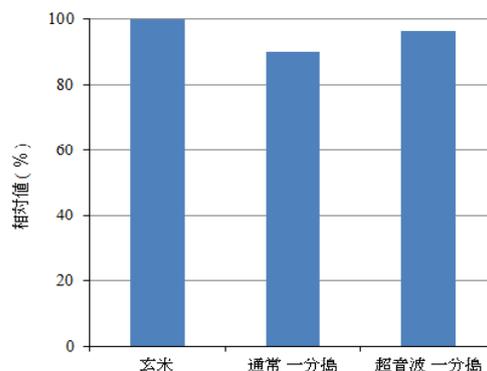


図4 搗精方法の異なる玄米中のγ-オリザノール量

注) 玄米は、会津産ひとめぼれ。

精米工場および超音波式精米機で搗精した時のγ-オリザノール含量は、玄米に対し、通常一分搗き玄米

が 90.29 %、超音波一分搗き玄米が 96.56 %で、超音波式精米機による搗精の方が残存率が高かった。実規模レベルでの生産効率性や製麴作業性等の課題はあるが、 $\gamma$ -オリザノールの損失を少なくする観点からは、今後検討を進めていく余地があると考えられた。

#### 4. 結言

玄米中に含有される  $\gamma$ -オリザノールの高脂肪食敬遠効果を生かした玄米麴甘酒を開発することを目的に、玄米中の  $\gamma$ -オリザノール含量や、玄米を加工した場合の残存量、玄米甘酒の保存中の変化等について検討した。また併せて、品種の異なる玄米の  $\gamma$ -オリザノール含量等について調査した。その結果、試作した玄米麴甘酒に含まれる  $\gamma$ -オリザノール量は、玄米飯とほぼ同等であることが確認された。また、玄米麴甘酒中の  $\gamma$ -オリザノール含量は、20℃で3ヶ月保存後も減少していなかった。さらに、玄米中の  $\gamma$ -オリザノール含量は、品種や粒径によって異なるが、今回調査した玄米には、平均で約 34 mg / 100g の  $\gamma$ -オリザノールが含まれていることが明らかとなった。また同じ品種であれば、粒径が小さい方が高い傾向があった。一方で、九州地方で育種された新規の品種である *wx/ae* (難消化性糯米) は、他品種の 2 倍近い  $\gamma$ -オリザノールが含まれていた。このことから、今後、玄米麴甘酒を展開していく上で、 $\gamma$ -オリザノール含量をアップさせる手段として、原料米の一部おき換え等への利用が期待される。また搗精方法について検討したところ、従来法よりも、超音波式精米機で搗精した一分搗き玄米の方が、 $\gamma$ -オリザノール残存率は高かった。

今後、琉球大学大学院医学研究科における玄米麴甘酒を用いた臨床試験の検証結果と併せ、メタボリック症候群に有効な玄米麴甘酒を展開していく予定である。

#### 謝辞

本研究は JST 研究成果最適展開支援プログラム (A-STEP) ハイリスク挑戦タイプ (復興促進型) 事業により実施した。

また本研究を遂行するにあたり、ご助言いただきました帯広畜産大学 山下慎司博士に感謝いたします。

#### 参考文献

- 1) 倉澤文夫. 米とその加工. 第2版, 建帛社, 1988, 406p.
- 2) 渡邊昌. 医師たちが認めた「玄米」のエビデンス. キラジェンヌ, 2015, 266p.
- 3) Shimabukuro M, Higa M, Kinjo R, Yamakawa K, Tanaka H, Kozuka C, Yabiku K, Taira S, Sata M

and Masuzaki H. Effects of the brown rice diet on visceral obesity and endothelial function: the BRAVO study. *British Journal of Nutrition*. 2014, vol. 111, p. 310-320

- 4) Kozuka C, Yabiku K, Sunagawa S, Ueda R, Taira S, Ohshiro H, Ikema T, Yamakawa K, Higa M, Tanaka H, Takayama C, Matsushita M, Oyadomari S, Shimabukuro M, and Masuzaki H. Brown Rice and Its Component,  $\gamma$ -Oryzanol, Attenuate the Preference for High-Fat Diet by Decreasing Hypothalamic Endoplasmic Reticulum Stress in Mice. *DIABETES*. 2012, vol. 61
- 5) Kozuka C, Sunagawa S, Ueda R, Higa M, Tanaka H, Shimizu-Okabe C, Ishiuchi S, Takayama C, Matsushita M, Tsutsui M, Miyazaki J, Oyadomari S, Shimabukuro M, and Masuzaki H.  $\gamma$ -oryzanol protects pancreatic  $\beta$ -cells against endoplasmic reticulum stress in male mice. *Endocrinology*. 2014
- 6) Azrina, A., Maznah, I. and Azizah, A. H. Extraction and Determination of Oryzanol in Rice Bran of Mixed Herbarium UKMB; AZ 6807:MR 185, AZ 6808: MR 211, AZ6809: MR 29. *ASEAN Food Journal*. 2008, vol. 15, no. 1, p. 89-96

# 漆塗装面の研磨技術の開発

## Development of polishing technique of lacquered surfaces

会津若松技術支援センター 産業工芸科 橋本政靖 須藤靖典

技術開発部 工業材料科 矢内誠人

株式会社保志 永田純一 山内ひかり 井上俊介 鈴木一彦

学校法人千葉工業大学 工学部 機械サイエンス学科 瀧野日出雄

漆工品のうち仏壇、仏具、位牌等の宗教用具は国産高級品の需要が非常に高い。しかし、高級品の中でも深い漆黒光沢を有する呂色仕上げは、漆塗料の塗布、乾燥、研磨に時間や熟練技術を要することなどにより引き合いが多いにもかかわらず供給が追いつかない状況にある。そのため、この対応策としてUV硬化型漆塗料および研磨条件を検討した。その結果、①UV硬化型漆塗料の組成および硬化条件の最適化による漆乾燥時間の短縮、②工業的研磨法の研磨条件を確立することで研磨工程の標準化および時間短縮、の技術を確立し当初の目標を達成した。

Key words:漆、含漆UV漆、紫外線硬化、研磨

## 1. 緒言

漆工品のうち仏壇、仏具、位牌等の宗教用具は、国産高級品の需要が非常に高い。しかし、高級品の中でも深い漆黒光沢を有する呂色仕上げは、漆塗料の塗布、乾燥、研磨に時間や熟練技術を要すること、また、それを行える熟練職人の減少などにより引き合いが多いにもかかわらず供給が追いつかない状況にある。

本研究ではこの対応策として、①UV硬化型漆塗料を使用することによる漆乾燥時間の短縮、②工業的研磨法で精密研磨することによる作業の標準化および研磨時間の短縮、の2つを目標として検討する。これにより、高級品の品位を損なうことなく生産工程改善を実現し、事業拡大と雇用拡大をめざし会津地域の漆工産業の再構築を図るものである。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 試験板作製

塗装膜の作製は、基材としてシナ合板、ガラス板およびABS板の3種類を用いた。供した試験板のサイズは幅75mm、長さ150mm、板厚4mmである。それぞれについて、最下層に下地処理材、中間層としてポリウレタン系塗料をそれぞれスプレー塗装で行い恒温槽中で乾燥させた。最表面は今回検討する含漆UV塗料、リファレンスとして無漆一般合成塗料であるウレタン系塗料および本漆についてそれぞれスプレー塗装で行った。最表面に塗布した塗料の硬化方法はそれぞれ異なっている。まず、含漆UV塗料はコンペア式3灯型縦型紫外線照射装置を用いて紫外線照射を行うことで瞬時硬化させた。この際に紫外線照度計を用いて積算光量およびピーク光量を測定した。次にウレタン系塗料は40℃の恒温槽中で硬化させた。最後に本漆は漆風呂にて温度20℃、湿度75%の環境下で2週間放置して硬化させ

た。

### 2. 2. 研磨

塗膜の研磨作業は、まずレベル研磨としてベルト式研磨紙を用いて乾式で行った。次に琢磨であるバフ研磨は、モータ直結式バフレースにいわゆる鉄バフと呼ばれる綿バフを取り付けて行った。使用したバフ研磨メディアはバイヤス綿バフに中目油性固形研磨材、バラ綿バフに細目油性固形研磨材、仕上げはネルバフでカラバフがけの三段階で行った。最終仕上げとして極細目液体研磨材をネルバフに塗布し手磨きで仕上げた。

### 2. 3. 物性評価

硬さ評価は、鉛筆硬度を鉛筆硬度試験器（コーテック（株）製 TQC ISO 鉛筆ひっかけ硬度試験器および三菱鉛筆（株）製 Uni）およびビッカース硬さをマイクロビッカース硬度計（（株）島津製作所製 HMV-2ADW 型）で行った。

膜厚の測定は、断面観察法と非破壊測定法の2手法で行った。まず、断面観察法は試料を湿式砥石切断機で切断後に1-1/4in サンプルカップ内で樹脂包埋し、研磨紙およびバフにて湿式鏡面研磨を行い顕微鏡用デジタルカメラユニット付倒立型金属顕微鏡（オリンパス（株）製 GX-71 型・DP-71 型）で観察に供した。非破壊測定法として、膜厚の面内におけるバラツキについて超音波式膜厚計（コーテック（株）製 PosiTector KH-200B3 型）で各箇所を測定を行った。

付着性の評価は、クロスカットガイド（コーテック（株）製 CCJ 型）を用いてカッターナイフで基盤目の切り込みを入れ規格テープ（ニチバン（株）製セロテープ）で貼付・剥離を行いその状況を目視で観察した。

塗膜の耐候性評価は、紫外線蛍光灯ウェザーメー

ター（スガ試験機（株）製 DPWL-5R 型）で行った。照射条件は強度  $20\text{W}/\text{m}^2$ 、時間 90hr、積算光量  $70,000\text{kJ}/\text{m}^2$  である。

## 2. 4. 研磨状態評価

塗装膜の研磨特性を確認するために、耐水ペーパーで試料表面を擦過し、走査型電子顕微鏡（（株）日立ハイテクノロジーズ製 S-3700N 型）で研磨傷の状況の観察を行った。

研磨工程における研磨傷の状況確認は、微分干渉顕微鏡（（株）ニコン製 ECLIPSE LV150 型）および顕微鏡用デジタルカメラユニット付倒立型金属顕微鏡（オリンパス（株）製 GX-71 型・DP-71 型）で微分干渉観察を行った。

表面粗さの測定は触針式表面粗さ測定装置（ケーエルエー・テンコール（株）製 P-2 型）で Ra（算術平均粗さ）値を評価した。この際の測定条件として、測定方向は研磨方向に対して直角方向、測定長は  $200\mu\text{m}$ 、長波長カットオフ  $45\mu\text{m}$ 、スタイラス先端半径  $5\mu\text{m}$ 、先端角度 60 度、測定荷重 10mg とした。

光沢値の評価は光沢度計（堀場製作所（株）製 IG-131 型）を用いて測定角 60 度で行った。

官能試験については、株式会社保志の検品担当責任者による目視で傷やうねりなどの状態の評価を行った。

## 3. 結果

### 3. 1. 物性評価

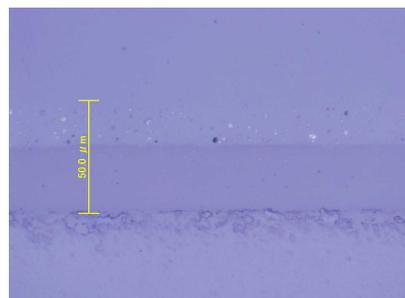
各種塗装膜について硬化状態を把握し、研磨性との相関等を検討するために基礎物性を測定した。試料は本研究の目標塗膜である含漆 UV 塗膜、リファレンス塗膜であるウレタン塗膜および本漆膜について膜厚、硬さおよび耐久性を評価した。

#### 3. 1. 1. 膜厚測定結果

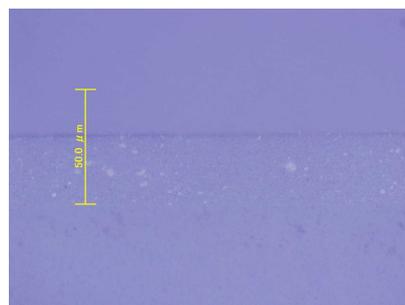
各種塗装膜の膜厚を評価するために断面法で膜厚を測定した。断面観察結果を図 1 に示す。また、面内の膜厚分布を評価するために超音波式膜厚計で測定した。その結果、塗膜の種類により  $20 \sim 100\mu\text{m}$  程度であり、また、面内の膜厚分布は  $\pm 20\%$  程度の範囲であった。なお、最終決定した塗装膜の膜厚は下地が約  $60\mu\text{m}$ 、含漆 UV 塗膜が約  $40\mu\text{m}$  である。

#### 3. 1. 2. 硬さ測定結果

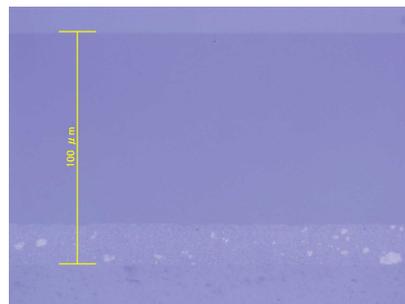
同様に各種塗装膜の種類による硬さの違いを鉛筆硬度で評価を行った。その結果、本漆は 2B、ウレタン系塗料は 2B から B、含漆 UV 塗料は H から 4H 程度であった。この鉛筆硬度試験は塗膜の硬度



(1) 本漆



(2) ウレタン塗料



(3) 含漆UV塗料

図 1 断面法による膜厚測定結果

用として規定されているものの、一般的な塗料は 2B から 2H 程度の 6 段階しかなく詳細な塗膜評価は困難であることが分かった。そのため、これらの各種塗装膜の種類による硬さの違いより細かく数値で評価するために、マイクロビッカース硬度計でビッカース硬さを測定した。その結果、本漆は 8、ウレタン塗料は 18、含漆 UV 塗料は 15 ~ 29 であった。これより、本漆と含漆 UV 塗膜では硬さが大きく異なるため、比較的軟らかい本漆用として使用されている研磨材は硬い含漆 UV 塗膜に対しては研磨力が不足するため使用できないと考えられる。一般的に UV 硬化型塗膜は塗膜の中でも硬い部類に入るため研磨が困難であることが知られている。

また、含漆 UV 塗膜について硬さの時間経過についてビッカース硬さを測定した結果、硬化直後から時間経過とともに 500 時間程度で硬さが 2 割程度上昇する傾向が見られた。これは、含漆 UV 塗膜が主に UV 硬化成分と漆成分から構成されているため、塗装後の UV 照射によりまず UV 硬化成分が瞬時硬

化し、その後時間経過とともに漆成分が徐々に硬化する反応過程が存在するものと考えられる。

以上の結果より、これまで本漆では2週間の硬化時間がかかっていたが含漆 UV 塗料の採用で瞬時に硬化し、直ちに研磨工程を行えると考えられる。

### 3. 1. 3. 塗膜の耐久性評価

塗膜の密着性を評価するためにクロスカット試験を行った。その結果、いずれの含漆 UV 塗膜においても基盤目の剥離は認められなかった。これより、含漆 UV 塗膜は十分な密着を有する塗膜であることが分かった。

塗膜の耐候性を評価するために促進耐候性試験を行った。その結果、いずれの含漆 UV 塗膜においても有意な割れや変色等は認められず、十分な耐候性を有する塗膜であることが分かった。これより、含漆 UV 塗膜の塗装物性は通常の塗料塗膜と比較して同等程度と思われる。

## 3. 2. 研磨

### 3. 2. 1. ペーパー傷観察結果

各種塗装膜について塗装膜の研磨性を確認するために、耐水ペーパーに圧力をかけた状態で試料表面を擦過し、その研磨傷を走査型電子顕微鏡で観察を行った。その結果、本漆は傷内の壁が毛れ状に剥離する延性的な形態であり、これに対して含漆 UV 塗膜は鱗片状に剥離する脆性的な形態、ウレタン塗膜については前述の中間的な形態を呈している。これより、脆性的な含漆 UV 塗装についてはペーパー研磨時に過大な研磨力を加えると砥粒傷周辺まで剥離することでペーパー番手より大きな条痕を残す可能性が考えられる。そのため、ペーパー研磨時には押さえつけ力を下げるか水等の潤滑剤を併用する必要がある。また、硬さなどの物性が異なる研磨形態に違いがあることと併せて考えると、旧来の本漆用とは異なる研磨材および研磨工程が必要であると言える。

### 3. 2. 2. 研磨法の検討

塗装後の研磨工程はレベル研磨から最終仕上げまで段階ごとに砥粒を細かくし、それによって研磨面に残留する研磨傷を段階的に小さくすることで呂色仕上げとする。

まず研磨の前提条件として、各段階の研磨方向を直角方向に行う直交研磨法を用いた。これは、各研磨工程における目視観察においても前工程の研磨方向の傷がないことの確認を行うことで安定的な研磨状況を確認することが可能である。

塗膜の研磨作業は、まずレベル研磨（いわゆる面出研磨）としてベルト式研磨紙を用いて乾式で行っ

た。その結果、平坦な研磨面を得ることができた。

次に琢磨であるバフ研磨はモータ直結式バフレースに通称鉄バフと呼ばれる綿バフを取り付けて行った。まず、中目バフ工程としてバイヤス綿バフに中目油性固形研磨材を使用して前工程であるレベル研磨の研磨方向に対して直角方向に研磨を行った。その結果、中目油性研磨剤で研磨を行うことで前工程の研磨痕跡が消滅し、本バフ研磨の研磨方向の研磨痕のみとなった。同様に細目バフ研磨工程はバラ綿バフに細目油性固形研磨材を使用し、中目バフ研磨に対して直角方向で行った。その結果、中目バフの研磨目は消滅し本バフ工程の研磨痕のみとなった。同じくカラバフ仕上げは、ネルバフを用いて研磨材を使用せず（いわゆるカラバフ）、細目バフ研磨に対して直角方向で行った。その結果、カラバフで研磨面の曇りが消失した。最終仕上げとして極細目液体研磨材をネルバフに塗布し手磨きで行い研磨上げとした。

### 3. 2. 3. 光沢値評価

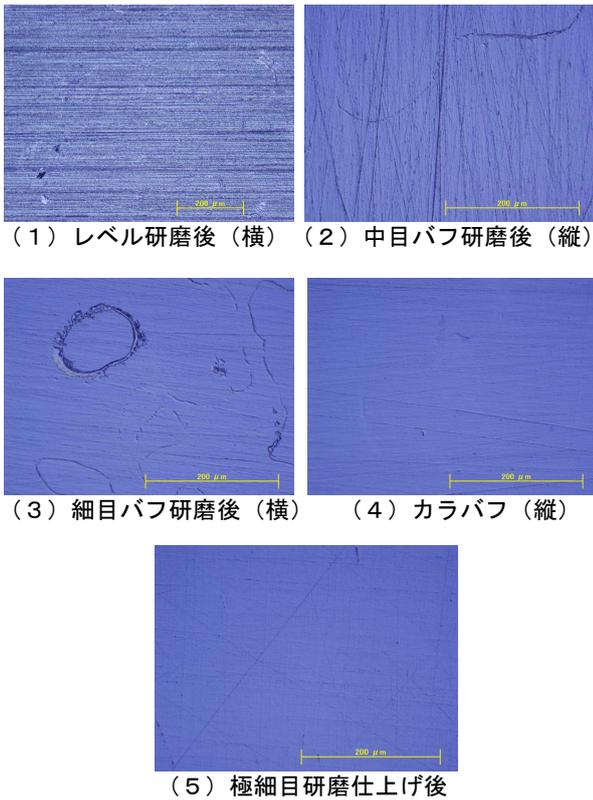
バフ研磨の状態を検討するために光沢値を測定した。その結果、含漆 UV 塗膜の塗り立ての光沢値は 91 であり、これに対してバフ研磨後の光沢値は 85 から 87 であった。これより、塗り立てを 100 とした際のバフ研磨後の塗膜の割合は 93 から 96 である。現行の位牌における上塗品を 100 とした際の呂色品の割合は 98 であり、含漆 UV 塗膜のバフ研磨後の値が若干低い。しかし、この原因についてバフ研磨が不十分であるためか含漆 UV 塗料の性状に起因するものかは判明しなかった。

### 3. 2. 4. 微分干渉観察

直交研磨の研磨状況を確認および過大な傷の評価のために、微分干渉顕微鏡で研磨面の表面観察を行った。微分干渉顕微鏡観察結果を図 2 に示す。その結果、研磨傷はそれぞれの工程のみであり、前工程の直交方向の傷は確認されなかった。また、工程方向においては一部に過大な傷は認められるが、これは研磨面やバフ布に残留した異物等によると思われる。これより、研磨面の清浄化およびバフドレッシングを行うことで低減できると思われる。

### 3. 2. 5. 表面粗さ評価

研磨面を触針式表面粗さ計で表面粗さを測定した。その結果、Ra 値でレベル研磨面は Ra150nm、中目バフ面で 10nm、細目バフ面で 5nm、カラバフ面で 5nm であった。一般的に中目バフからカラバフにかけては、Ra 値で 5 分の 1 以下に向上するが、本研磨においては研磨が十分になされていない。そのため、この最終研磨面を微分干渉顕微鏡観察で観察



(5) 極細目研磨仕上げ後

図2 微分干渉観察結果

(カッコ内の表記は研磨方向である。図中の輪状の痕跡は傷ではなく油性研磨材の油分である)

したところ、スミアー（流れ星）状の条痕残留が認められた。この観察結果と研磨方向を合わせて考えると、レベル研磨時にペーパーの砥粒が脱落し塗膜に埋め込まれたものと思慮される。そのためこのスミアー対策として、①塗膜の調整、②レベル研磨時の圧力等を調整、③研磨工程の最終工程に超微粒子研磨材工程、の3項目を追加して研磨作業を行い表面粗さの評価した。その結果、Ra値でレベル研磨面は100nm、中目バフ面で10nm、細目バフ面で3nm、カラバフ面で2.5nm、超微粒子面で2.5nmとなった。また、微分干渉顕微鏡観察においてもスミアーや大きな条痕残留は認められなかった。これより、本条件で表面粗さの向上が認められており塗膜および研磨条件を決定とした。



図3 バフ研磨作業状況

### 3. 2. 6. 研磨の最適化

まずレベル研磨（いわゆる面出研磨）については、研磨時間30s弱で研磨面の研磨筋が均一となった。これよりレベル研磨の時間は30sとした。中目バフ工程は2min以上研磨を行うことで前工程の研磨痕跡が消滅し、本バフ研磨の研磨方向の研磨痕のみとなった。これより中目バフ工程の時間は2minと決定し、細目バフ研磨工程は1min以上研磨を行うことで本バフ工程の研磨痕のみとなった。これより細目バフ工程の時間は1minと決定した。同じくカラバフ仕上げは、30s以上で研磨面の曇りが消失した。これよりカラバフ工程の時間は30sと決定した。最終仕上げとして極細目液体研磨材をネルバフに塗布し手磨きで30s行い研磨上げを行った。

本研究の結果、実際に研磨に必要な時間は上記の研磨5工程で合計4.5minとなり、従来の研磨法で1時間以上かかっていたものから大幅な時間短縮を達成した。

## 4. 結言

本研究により、①UV硬化型漆塗料の組成および硬化条件の最適化による漆乾燥時間の短縮、②工業的研磨法の研磨条件を確立することで研磨工程の標準化および時間短縮、の技術を確立した。今後、これらの技術を応用し実際の生産体制を構築する予定である。

# 高比強度活性金属材料の溶接技術

Welding of high strength-to-weight ratio reactive metals

いわき技術支援センター 機械・材料科 佐藤善久 渡邊孝康  
会川鉄工株式会社 会川定宏

TIG 溶接法によるマグネシウム合金板 (AZ31) の溶接実験を行い次のような結果が得られた。ビードオンプレート溶接実験により、溶接欠陥のない溶接部が形成されたが、溶接部の強さは母材部の約 70 %に低下した。溶加材を加えた手溶接により、溶け込み深さが十分で裏波が形成された溶接部が得られた。手溶接では、溶接金属の表面に酸化物が形成されたが、ワイヤブラシを用いて容易に除去することができた。

Key words:マグネシウム合金、ビードオンプレート溶接、TIG 溶接、手溶接

## 1. 緒言

消防活動や建物の中での作業に従事する災害対応ロボットには、足場や建物が脆弱な現場でも軽快な動作が求められる。また、燃料や電源も有線にすることで確保できるが、無線によるオペレーションが望まれる。その場合、重量のあるバッテリー等を内蔵することになり、動作範囲の拡大という無線の利点を生かし、長時間継続して軽快な動作を実現するためには、自重の軽減及び省電力や燃費の飛躍的な向上が不可欠であり、無線による災害対応ロボットには軽量化が必須の課題である。

マグネシウム合金は金属材料の中では比強度が大きいため、他に比べて小さな重量で同じ強さを得ることができる。マグネシウム合金を用いることで、災害対応ロボットの軽量化が期待できる。しかし、マグネシウム合金は、大気中で激しく燃焼するマグネシウムを主な成分としている。また、表面には強固な酸化物が形成されているので、溶接が難しいといわれている。

そこで今回は、マグネシウム合金の圧延材料を用いて溶接実験を行い、溶接性に関する基礎的な検討を行った。

基本的な溶接性を確認するため、はじめに TIG 溶接法によるビードオンプレート溶接実験を行って外観と断面を観察した。同様に、溶接試験片の引張試験と硬さ試験を行って溶接部の強度を確認した。次に手溶接における溶接性を検討するために溶加材を使用して手溶接実験を行い、I 開先突合せ溶接継手試験片を製作して溶接部の外観を観察した。

## 2. 溶接実験

### 2. 1. ビードオンプレート溶接

試験片には 150mm × 125mm に切断した AZ31 の圧延板 (板厚 2mm) を用いた。溶接欠陥を防止するため、ステンレス鋼の細線を用いたワイヤブラシを使用して溶接部の酸化物を除去した。また、エタノールにて脱脂してから乾燥させた。次に図 1 に示すようにクランプ治具を用いて板厚 10mm の銅板で試験片を固定した。溶接トーチは 1 軸テーブルに固定し、試験片

に対して垂直な姿勢で溶接ができるようにした。表 1 に主な溶接条件を示す。



図1 ビードオンプレート溶接実験

表1 主な溶接条件

項目	条件
溶接電流	60A (交流)
溶加材	なし
溶接速度	5mm/sec
アーク長	1.5mm
電極	純 W (φ 2.4mm)
シールドガス	Ar (15 l/min)

図 2 に示すように溶接部の表面にはわずかな凹凸が認められ、溶接中はアルミニウム合金の溶接に比べてアークが安定しなかった。これは、母材に含まれる低融点金属の亜鉛の蒸気がアークの形成に影響を与えたものと考えられる。しかし、図 3 に示す溶接部断面のマクロ観察ではブローホールやアンダーカット等の溶接欠陥は確認されなかった。また、交流によるクリーニング作用で溶接金属とその近傍の酸化物が除去されていることも確認できた。

溶接方向と直角な方向で引張試験を行ったところ、試験片は溶接金属から破断した。表 2 に示すように引張強さは母材部の強さの約 70 %であり、溶接部の硬さも母材部に比べて約 80 %に低下していることがわ

かった。

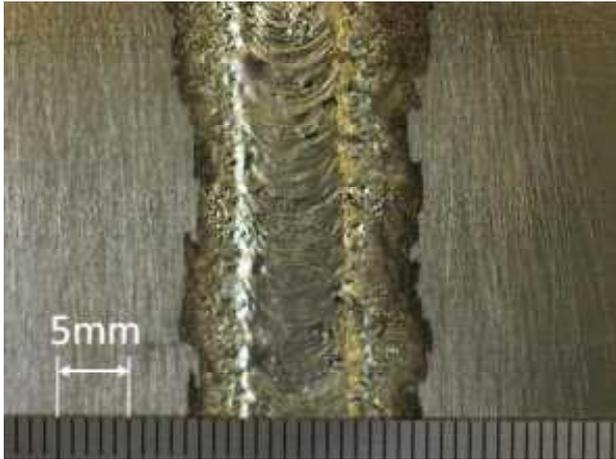


図2 溶接部の外観

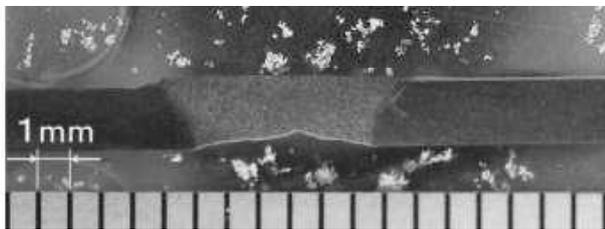


図3 溶接部の外観

表2 引張試験の結果

項目	試験片	母材	溶接
耐力 (N/mm <sup>2</sup> )		145	—
強さ (N/mm <sup>2</sup> )		280	196
伸び (%)		18.4	—
破断位置		標点内	溶接部

## 2. 2. 手溶接

実際に製品加工を行う溶接では、アンダーフィルによる溶接部の強さの低下を防止するために溶加材を加えることも多い。そこで、溶加材を加えながら手溶接を行って溶接部の外観を観察した。表3に溶接条件を示す。

表3 手溶接の主な条件

項目	条件
継手	I 開先突合せ
溶接電流	80A (交流)
溶加材	AZ31 (φ 3mm)
溶接速度	約 3mm/sec
アーク長	2 ~ 4mm
層数	1
電極	純 W (φ 2.4mm)
シールドガス	Ar (15ℓ/min)

溶接直後、溶接部の表面は酸化物が覆われて金属光沢が失われた状態であった。これは溶加材を加えるた

めにビードオンプレート溶接よりもアーク長が大きくなり、大気を巻き込みやすくなることによってシールドの効果が低下したためと考えられる。また、溶加材の表面に形成されていた酸化物が溶加材の溶融と共に溶融池の表面に浮上したことも原因と考えられる。しかし、酸化物はステンレス製のブラシで除去することが可能で、図4や図5に示すように容易に金属光沢が得られた。

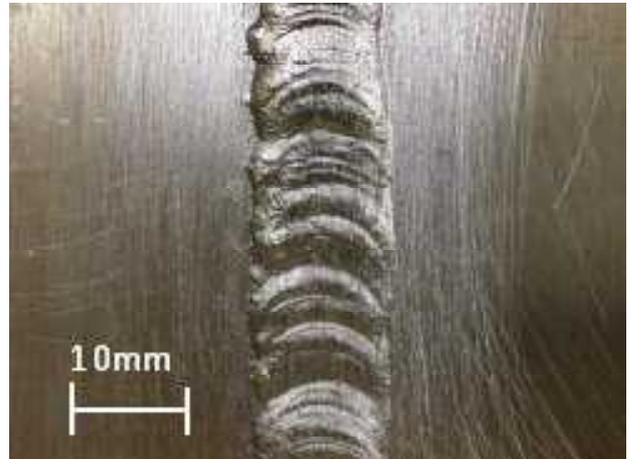


図4 溶接部(表)

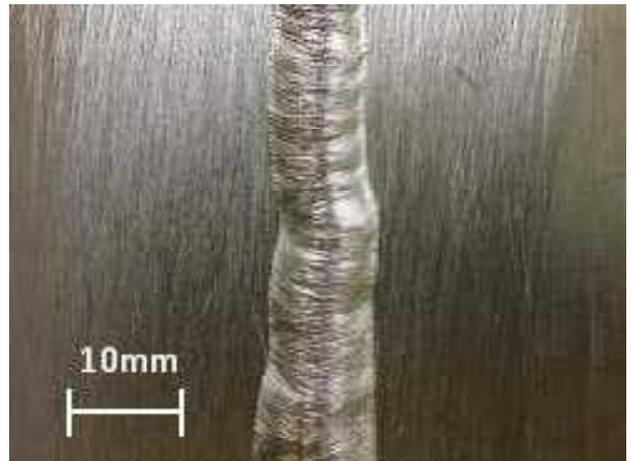


図5 溶接部(裏)

## 3. 結言

TIG 溶接法によるマグネシウム合金板の溶接実験を行い次のような結果が得られた。

- 1) ビードオンプレート溶接実験により、溶接欠陥のない溶接部が形成されたが、溶接部の強さは母材部の約 70% に低下した。
- 2) 溶加材を加えた手溶接により、溶け込み深さが十分で裏波が形成された溶接部が得られた。
- 3) 手溶接では、溶接金属の表面に酸化物が形成されたが、ワイヤブラシを用いて容易に除去することができた。

# 福島県ハイテクプラザ試験研究報告

平成26年度（2014年度）

平成27年8月発行

## 福島県ハイテクプラザ

〒963-0297 郡山市待池台一丁目12番地

代	表	024-959-1741							
企	画	管	理	科	024-959-1736				
産	学	連	携	科	024-959-1741				
工	業	材	料	科	024-959-1737				
生	産	・	加	工	科	024-959-1738			
プ	ロ	ジ	ェ	ク	ト	研	究	科	024-959-1739
F	A	X	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				
織	維	・	材	料	科	024-593-1122
F	A	X	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				
醸	造	・	食	品	科	0242-39-2976
産	業	工	芸	科	0242-39-2978	
F	A	X	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

機	械	・	材	料	科	0246-44-1475	（代表）
F	A	X	0246-43-6958				

編集

福島県ハイテクプラザ 企画管理科

URL <http://www4.pref.fukushima.jp/hightech/>

E-mail [hightech-info@pref.fukushima.lg.jp](mailto:hightech-info@pref.fukushima.lg.jp)