

ISSN 0919-6676  
CODEN: SFHPFE

# 試験研究報告

令和2年度

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

# 令和2年度 福島県ハイテクプラザ 試験研究報告

## 目 次

### ◆ロボット・AI・IoT 分野

GPS とセンサの組み合わせによる自己位置推定システムの開発（第3報）	1
「移乗です」の自動停止機能の開発	8
狭隘内部空間の三次元構造復元に関する研究開発（第2報）	12
AI・ビッグデータ解析を活用した軽量ロボット部材の開発支援	17
複雑形状加工時の切削加工と金属積層造形のコスト比較	21

### ◆再生可能エネルギー分野

フラットな両面受光型太陽電池パネルと設置方法の開発	25
太陽熱及び太陽光発電を利用しためっき廃液処理装置の開発	32

### ◆繊維分野

シルクデニット糸を使った高付加価値型シルク素材の開発	35
接触冷感性と快適性に優れた多層横編地の開発	40
疑似パイル組織による機能性編地の開発	45
天然藍を原料とした染料の製造方法	50
微細シルクフィブロイン粉末の簡易製造方法	54

### ◆醸造・食品分野

適切な上槽時期の判断による県産酒の高品質化（第1報）	59
県産味噌の品質向上に向けた大豆処理方法の評価	63
福島県産果実の品質・加工適性評価（第2報）	68

### ◆製造プロセス分野

セルロースナノファイバー（CNF）複合材料の開発（第2報）	
ーバクテリアセルロース（BC）を用いた摺動材料の開発ー	74
合成粘土鉱物端面 OH 基への F 基置換量の定量及び比較	79
低粘度塗料の改質によるスクリーン印刷への応用	82
アルミ押出材に対する切断面（アルミ素地）の化学処理技術の開発	86
高強度アルミ鋳造品の矯正方法の検討	90
オープンソースシミュレーションソフトを用いた磁場解析と評価	93
リバースエンジニアリングを活用した複雑形状を把持できるバイスの開発	97

### ◆工芸分野

デジタル製造技術を活用した県内伝統民芸品の製造工程の確立	
ー会津だるまの復活ー	103
木質流動成形技術による県産木質資源の用途開発（第1報）	106
漆の改質によるガラスへの密着性向上	112
漆ろうの製ろう方法の確立	116

## 事業区分説明

---

(1) 新製品・新技術開発促進事業

企業が直面している技術的課題をハイテクプラザが代わりに解決し、その成果を技術移転することで企業の製品開発を支援します。(ハイテクプラザが独自に取り組んだ内容であり、応募企業と共同で取り組んだ内容ではありません。)

(2) チャレンジふくしま「ロボット産業革命の地」創出事業

震災からの産業復興のため、次世代の新たな産業分野であるロボット産業の集積を目指し、ハイテクプラザにおいてフィールドロボットと自律走行用自己位置推定システムの要素技術開発を実施します。

(3) ものづくり企業の AI・IoT 活用促進事業

ハイテクプラザが運営するふくしま AI・IoT 技術研究会や AI・IoT 実証設備を活用し、県内ものづくり企業の AI・IoT 活用を技術面から支援します。また、企業立地課事業(先端 ICT 技術開発・先進モデル創出事業費補助金)と連携し、AI・IoT を活用する先端モデルの創出を支援します。

(4) 福島新エネ社会構想等推進技術開発事業 産総研連携強化型技術開発事業

福島新エネ社会構想等推進技術開発事業の一環として、産総研と連携しながら水素関連分野及び再生可能エネルギー分野に携わる技術開発を行います。

(5) 産業廃棄物減量化・再資源化技術支援事業

産業廃棄物対策をはじめとした循環型社会の構築のため、産業廃棄物排出業者へ技術面からの支援を行うことにより、産業廃棄物減量化・再資源化を図ります。

(6) 基盤技術開発支援事業

震災からの復興やグローバル化などの課題に直面している地域産業の復興のため、先導的技術や独自技術の開発等に取り組み、その研究成果を技術移転します。

(7) 福島県オリジナル清酒製造技術の開発

県オリジナル酵母「うつくしま夢酵母」「うつくしま煌酵母」と県産酒造好適米を用いたオリジナル清酒の製造方法とその特徴についての検証を行います。

(8) 科学技術調整会議共同研究事業

県内の 8 公設試験研究機関等で構成される科学技術調整会議の共同研究分科会において、各機関単独では解決困難な課題について共同で研究を実施します。

## GPS とセンサの組み合わせによる自己位置推定システムの開発（第3報）

## Development of localization system by GPS and other sensors (3rd report)

技術開発部 生産・加工科 吉田英一 菅野雄大 近野裕太 柿崎正貴 清野若菜

本研究では、GPS による位置推定のほか、GPS 等の測位衛星からの信号が受信できない環境下でも利用可能な、安価なセンサの組み合わせによる自己位置推定システムを開発する。今年度は GPS と慣性センサの融合による自己位置推定システムを開発して自律走行実験を行った。また、昨年度開発した北陽電機製レーザレンジファインダ（以後、「LRF」と呼ぶ）UTM-30LX による自己位置推定システムをロボットに搭載して、屋外環境で地図を作成して自律走行実験を行った。その結果、LRF、GPS と IMU センサ融合による自己位置推定システムにより屋外環境でロボットが自律走行できることを確認し、システムの有用性が確認できた。

Key words: GPS、自己位置推定、障害物検出、YOLO

## 1. 緒言

近年、自律走行ロボットの研究開発が盛んに行われており、GPS トラクターや農作物の無人運搬ロボットなど屋外の様々な環境を走行可能なロボットの実用化が期待されている。

しかし、屋外で自律走行するロボットの多くは位置情報を取得するために GPS を利用するが、GPS アンテナ周辺に壁等の障害物がある環境では位置情報の誤差が大きくなる課題がある。また、自律走行を実現するためには多くの要素技術を開発する必要があり、開発コストや技術者不足の面から中小企業だけで全て開発することは難しく、ロボット関連産業の参入障壁の一つとなっている。

そこで本研究では、自律走行を実現するために必要な自己位置推定技術において、GPS からの位置情報による位置推定のほか、位置情報が正確に取得できない環境でも、各種センサを組み合わせることでロボットの位置を推定するシステムを開発する。

また、深層学習による画像認識技術を活用して障害物の認識と回避を行うシステムも併せて開発する。

本研究の概要を図1に示す。

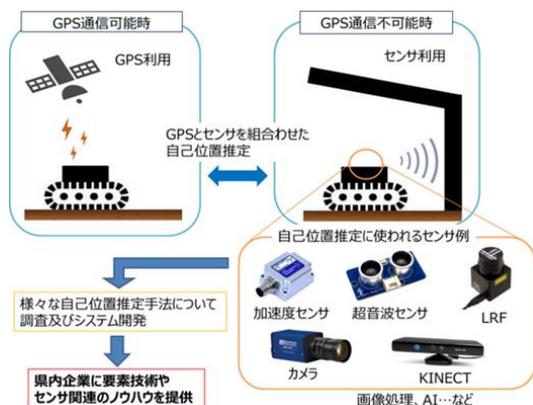


図1 研究概要

昨年度は北陽電機製LRFのUTM-30LXによる自己位置推定システムを構築し、ロボットに搭載して屋内外で環境地図の作成や自律走行実験を行った。また、自律走行ロボットに物体検出機能を付加する目的で、深層学習による物体検出システムを用いて、屋外における物体の学習モデル作成と評価を行った。さらに、製作した自律走行評価ロボットにシステムを搭載して、認識実験や自律走行実験を行った。

本稿では今年度行った u-blox 社製 RTK 対応 GPS モジュール ZED-F9P とアナログ・デバイス社製の慣性センサ ADIS16470 の融合による自己位置推定システムの開発と、動作を確認するために行った自律走行実験について述べる。また、昨年度開発した LRF による自己位置推定システムを検証するため、環境地図作成と自律走行実験も行ったので、その結果についても述べる。さらに、深層学習を活用した障害物の学習モデル作成と評価結果や、ロボットの障害物回避についても述べる。

## 2. 実験と結果

## 2. 1. 自己位置推定システムの概要

本研究では GPS、バイズフィルタ、自律航法による位置推定手法を組み合わせた自己位置推定システムの開発を行った。自己位置推定とは既存の地図やセンサデータから走行中のロボットの位置や向きを推定する技術のことで、自律走行に必須の技術となっている。

ロボットの自律走行の実現には自己位置推定のほか、地図作成、障害物検出と回避、経路・動作計画などの機能を実装する必要があり、膨大なソフトウェア全てを自前で実装することは現実的ではない。

そこで本研究では ROS<sup>1) 2)</sup> (Robot Operating System) を使用し、自律走行機能を持つ ROS パッケージ (任意の機能を含むソフトウェアの集合) と GPS

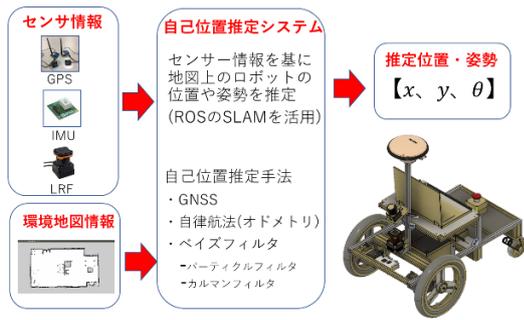


図2 自己位置推定システムの概要

や自律航法の位置推定手法を組み合わせることで自己位置推定システムを構築した。

また、利用するセンサは位置推定や障害物検出に使用するGPS、LRF、慣性センサ、カメラ、超音波センサとし、ROSのセンサドライバやデータ送受信機能を利用して、センサデータの取得や送信を行った。自己位置推定システムの概要を図2に示す。

センサ情報や環境地図情報などから自己位置推定手法によりロボットの推定位置座標(x, y)とロボットの向きθを推定し、目標地点までの経路を計画して自律走行する。また、ロボットは深層学習により障害物を画像認識して停止や回避行動を行う。

## 2. 2. 自律走行実験

### 2. 2. 1. センサ評価用ロボットの概要

ROSを用いた自己位置推定システムの動作を確認するため、LRFを搭載したセンサ評価用ロボットを試作し、環境地図の作成、環境地図を利用したロボットの位置推定及び自律走行実験を行った。

センサ評価用ロボットは i-Cart middle<sup>3)</sup> をベースとしたロボットで、ツジ電子社製のT-frog二軸ブラシレスモータドライバTF-2MD3-R6を搭載した。センサ評価用ロボットの外観を図3に示す。

TF-2MD3-R6とオープンソースの移動ロボット走行制御プラットフォームYP-Spurを組み合わせ、2台のブラシレスモータを搭載した二輪差動駆動の移動ロボットを構築した<sup>3)</sup>。ロボットの仕様を表1に示す。

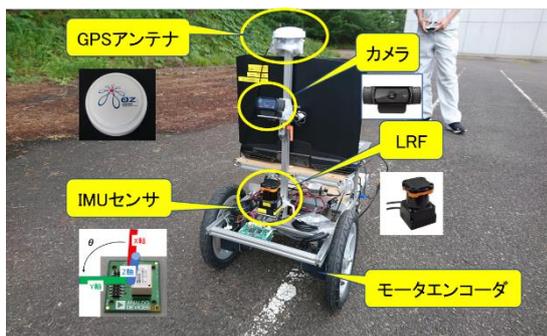


図3 センサ評価ロボットの外観

搭載したセンサ類を表2に示す。

自己位置推定のためのセンサとして、ロボット前方上段にGPSアンテナ、下段に2次元LRFを搭載した。

ロボット前方中段にはカメラを搭載した。下段のLRFで周囲の建造物などの形状データを取得し、ロボットのホイールオドメトリと併せて自己位置推定を行う。ロボット走行中の前方画像を中段のカメラで取得し、深層学習により障害物を認識し、ロボットの停止や回避動作を行う。システム構成図を図4に示す。

センサデータやリモコンからの信号はUbuntu16.04 LTSとROSを搭載したロボット制御用ノートPCで処理し、ROSノード(ROSパッケージ内の複数の独立したプログラム)を介してロボットの速度指令をモータドライバに送信して制御を行う。

表1 センサ評価用ロボットの仕様

最大外形	L700×W490×H730[mm]
重量	21[kg]
使用センサ	GPS受信機、LRF、カメラ
車輪	4輪(前方2輪が駆動輪、後方2輪が従動輪) 前輪直径:300[mm]
ロボット主電源用バッテリー	廣隆光電社製密閉式鉛蓄電池WP12-12(電圧12[V]、容量12[Ah])を2個直列
ブラシレスモータ(2個)	ツジ電子社製TF-M30-24-3500-G200L、TF-M30-24-3500-G200R ギヤ比200:1
モータドライバ基板	ツジ電子社製TF-2MD3-R6

表2 ロボットに搭載したセンサ類

センサ	型番	メーカー
2次元レーザ	UTM-30LX	北陽電機
GPS受信機	C099-F9P	u-blox
IMUセンサ	ADIS16470	ANALOG DEVICES
カメラ	Webcam C920r	Logicool

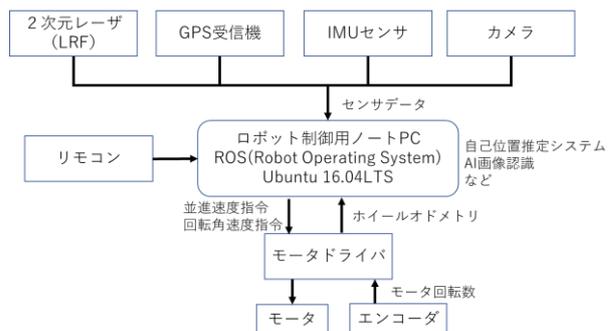


図4 システム構成図

### 2. 2. 2. LRF による自己位置推定システムの構築

ROSを利用して北陽電機製LRFのUTM-30LXによる自己位置推定システムを構築した。ロボットの自律走行は、2次元の占有格子地図と呼ばれる環境地図を使用することが基本となっている。2次元占有格子地図の作成にはgmappingを使用した。ロボットの自己位置推定にはamclを使用した。amclはパーティクルフィルタを利用した自己位置推定手法であるMonte Carlo Localization (MCL)にKullback-Leibler Divergence (KLD)サンプリング等のテクニックを加えたものである<sup>2)</sup>。ロボットが走行する経路計画にはROSパッケージのmove\_baseを使用した。

ROSを利用してロボットが自律走行する時のノードとトピック(ノード間の一方方向のデータ送受信経路)の関連図を図5に示す。図ではノードを丸囲み、トピックを四角囲みで表している。

yvspur\_ros ノードはモータドライバからロボットのオドメトリ情報を取得し、odomトピックを出力する。amcl ノードはLRFからのスキャン情報scanトピックを入力し、オドメトリから計算される座標系情報tfトピックを出力する。move\_base ノードはロボットへの速度指令cmd\_velトピックをyvspur\_rosノードに送信し、ロボットのモータ制御を行っている。

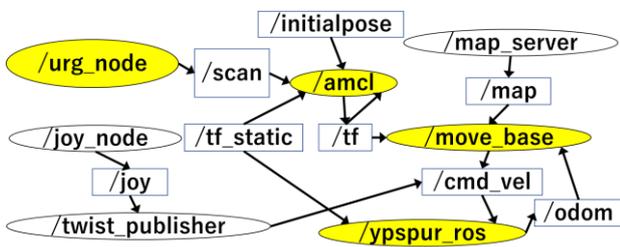


図5 自律走行時のデータ入出力

### 2. 2. 3. 環境地図の作成

環境地図の作成実験場所として使用したハイテクプラザ敷地内の中庭の画像を図6左に示す。この場所は周囲が建物に囲まれていて、GPS等の測位衛星からの電波が建物に遮断されて測位精度が悪化する環境である。そのため、LRFによる自己位置推定と自律走行の実験場所として中庭を選んだ。

ロボットの自律走行に利用する環境地図を事前に作成するため、LRFを搭載したロボットをリモコンで操作し、約58m×約22mの中庭において屋外での環境地図の作成実験を行った。地図の作成にはgmappingを使用した。

LRFで作成した中庭の環境地図を図6右に示す。昨年度も同じ場所の環境地図の作成を行ったが、地図に歪みが生じるという課題があった。今年度の実験では

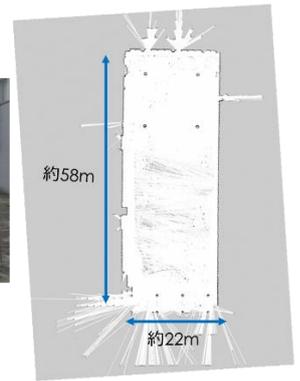


図6 中庭の環境地図

LRFやgmappingのパラメータ値を見直し、歪みの少ない地図を作成することができた。

### 2. 2. 4. 自律走行実験

はじめに、LRFにより検出した建物の壁や柱などの形状と、あらかじめ作成しておいた環境地図とをマッチングして、ロボットの自己位置推定ができるかを確認した。自己位置推定にはamclを使用した。

中庭の画像を図7右、LRFのスキャンデータと環境地図をマッチングして得られたロボットの位置推定結果を図7左に示す。実験の結果、LRFにより検出した壁や柱のスキャンデータと、あらかじめ作成しておいた環境地図の壁や柱とをマッチングして、ロボットの位置を推定できることが確認できた。

次に、ロボットが推定位置を使って自律走行できるかを実験した。実験では、スタート/ゴール地点と通過地点である目標点(ウェイポイント)の座標値を3点設定して自律走行できるかを確認した。ロボットの移動にはmove\_baseを使用した。実験の結果、図7左に示すように、推定したロボットの現在位置を基に目標地点までの経路計画と経路追従を行い、自律走行できることを確認した。

これらの実験により、構築したLRFによる自己位置推定システムが正常に機能し、ロボットの位置や方位を推定できることや、自律走行に必要な精度が得られることが確認できた。

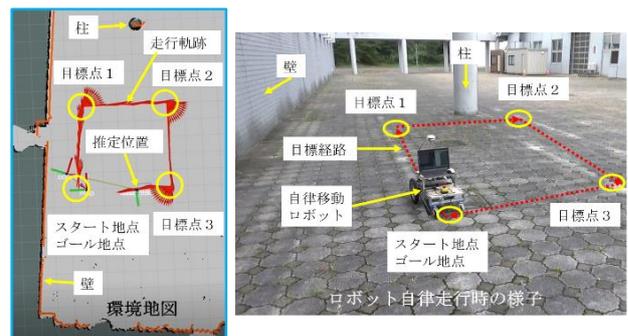


図7 LRFによる位置推定と屋外自律走行実験

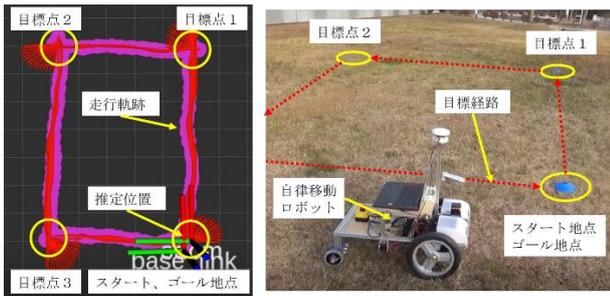


図8 GPSとIMUセンサ融合による位置推定と屋外自律走行実験

### 2. 2. 5. GPSとIMUセンサ融合による自己位置推定システムの構築と自律走行実験

昨年度はu-blox社製の1周波RTK対応GPS受信機C94-M8Pと2周波RTK対応GPS受信機C099-F9Pの測位精度、初期化時間及びFix持続性について実験を行った。その結果、2周波RTK対応GPS受信機が高精度の測位データを安定して取得できることが分かった。

今年度は2周波RTK対応GPS受信機C099-F9Pと、アナログ・デバイス社の慣性センサADIS16470のセンサを融合したロボットの自己位置推定システムを構築した。センサ融合にはROSのrobot\_localizationパッケージを使用した。robot\_localizationは拡張カルマンフィルタにより複数のセンサ情報を融合し、ロボットの位置や姿勢を推定するためのパッケージである。

GPSと慣性センサの融合による自己位置推定システムを検証するため、オープンスカイ環境でGPS等の測位衛星からの電波を受信しやすいテニスコートや、北側のみに建物がある芝生などのハイテクプラザ屋外敷地内で実験を行った。実験場所として使用した芝生の画像を図8右に示す。実験の結果、GPS受信機により取得した測位データと、慣性センサの方位データを融合して、ロボットの位置を推定できることが確認できた。また、ウェイポイントを4点設定して、推定位置を基に自律走行できることも確認した。自律走行実験したときの推定位置結果が図8左の画像である。

この実験結果より、構築したGPSと慣性センサの融合による自己位置推定システムでロボットの位置や方位を推定できることや、推定位置を使ったロボットの自律走行ができることが確認できた。

### 2. 3. YOLOを用いた物体検出システムの開発

本研究では、自律走行ロボットに物体検出機能を付加する目的で、畳み込みニューラルネットワーク(CNN)によるリアルタイム物体検出アルゴリズムYOLO<sup>4)</sup> <sup>5)</sup>を用いて、屋外における物体検出の学習モデルを作成し、物体検出度を評価した。本研究では、Darknet<sup>6)</sup>で実装されたYOLO v3, YOLO v3-tiny, YOLO v4-tinyをgithubのサイト<sup>7)</sup>からダウンロードして使用した。

### 2. 3. 1. 学習モデルの作成

YOLOによる物体検出では、自律走行ロボットに搭載したLRFでは検出が難しい地面付近に存在する障害物を検出し回避することを想定した。従って検出対象物は、実験場所であるハイテクプラザ敷地内の9つの物体を選定し、画像を取得した(図9)。検出対象物とその画像の枚数を表3に示す。画像は、ハイテクプラザ敷地内を撮影した動画から静止画を抽出し、取得した。取得した画像の総数は7,348枚であった。

YOLOのデータセットには検出対象物の画像とその中に映る対象物の位置情報が必要である。検出対象物の位置情報は、アノテーションツールであるBBBox-Label-Toolを用いて作成した。ただし、表3のクラスNo.9「人間」については、アノテーション済みデータセットであるMSCOCO(Microsoft Common Objects in Context) datasetから画像と位置情報を抽出して使用した。



図9 検出対象物のサンプル写真

### 2. 3. 2. 学習

学習には、YOLO v3、YOLO v3-tiny 及び YOLO v4-tiny を使用し、それぞれの性能を評価した。学習に用いたマシンのスペックは表4のとおりである。

繰り返し学習数であるイテレーション数は、YOLO v3 が 50,000、YOLO v3-tiny が 50,020、YOLO v4-tiny が 50,000 とした。

学習モデルの評価指標には、mAP 及び IoU を用いた。mAP (mean Average Precision) は、各クラス No. ごとの平均適合率 (AP) を全クラス分平均したものであり、クラスの分類精度を示す。IoU (Intersection over Union) は、予測した領域が正確に検出対象を囲んでいる割合であり、物体の領域の検出精度を示す。表5に各学習モデルの mAP 及び Average IoU の値を示した。mAP の値が最も高かったのは、YOLO v3 であった。MS COCO dataset を用いた事前学習済みモデルの mAP は、YOLO v3 が 55.3%、YOLO v3-tiny が 33.1%、YOLO v4-tiny が 40.2% である<sup>7)</sup> ことから、今回作成した学習モデルはいずれも学習済みモデルの分類精度を上回った。Average IoU の値はいずれの学習モデルも 50% を超えており、予測領域が検出対象をほぼ捉えられているといえる。

### 2. 3. 3. 評価

作成した学習モデルを用いて、ロボットに搭載した WEB カメラの画像からリアルタイムに物体を検出できるか評価した。YOLO の実装には、NVIDIA Jetson AGX Xavier 開発者キットを用いた。物体検出の処理速度を示す Average FPS の値を表5に示す。YOLO v3 は約 10 フレーム/秒とリアルタイムからはやや遅延が生じたが、YOLO v3-tiny 及び YOLO v4-tiny は約 50 フレーム/秒とリアルタイムに物体を検出することができた。

表3 検出対象物と取得した画像の枚数

クラス No.	検出対象物	数
01	排水溝	466
02	四角の蓋	510
03	スロープ	260
04	コンクリート台	444
05	コンクリート縁 (ピンク)	824
06	コンクリート縁 (グレー)	696
07	鉄製マンホール	860
08	コンクリート製マンホール	288
09	人間	3,000

表4 学習に用いたマシンスペック

OS	ubuntu 16.04LTS
CPU	Intel® Xeon (R) W-2123 CPU @ 3.60GHz × 8
GPU	TITAN RTX/PCIe/SSE2
OS 種別	64 ビット
メモリ	491.1 GB

表5 学習モデルの性能評価

学習モデル	mAP [%]	Average IoU [%]	Average FPS (Jetson AGX Xavier)
Yolo v3 best weights	90.9	65.4	10.8
Yolo v3-tiny best weights	89.2	63.0	54.3
Yolo v4-tiny best weights	90.0	59.8	52.3

(xmin,ymin)



図10 排水溝の認識結果

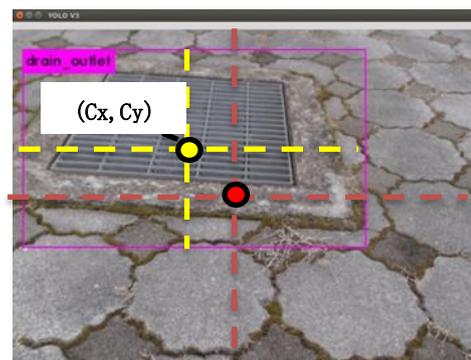


図11 認識画像とカメラ中心位置

$$Cx = \frac{1}{2}(xmin + xmax) \quad (1)$$

$$Cy = \frac{1}{2}(ymin + ymax) \quad (2)$$

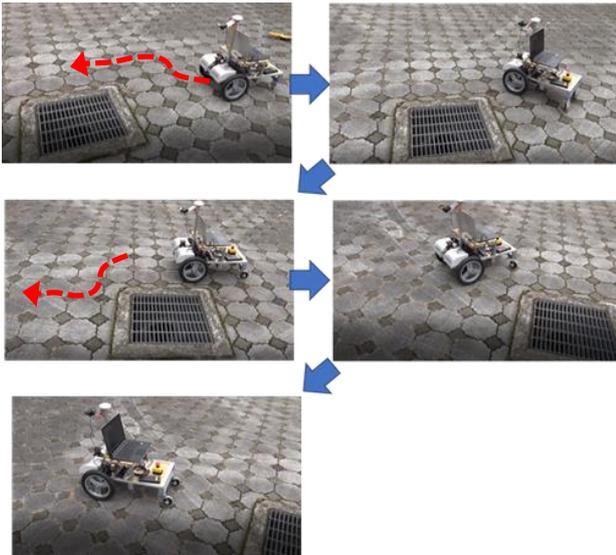


図12 ロボットの障害物回避走行

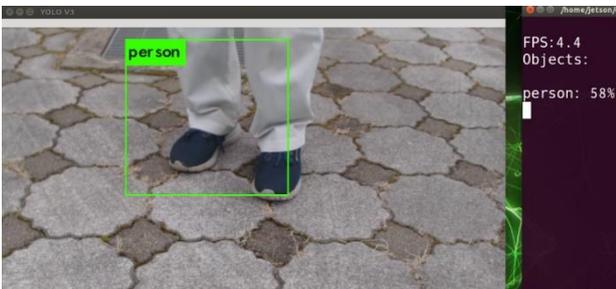


図13 人間の認識結果

### 2. 3. 4. 障害物回避走行

作成したYOLOの学習モデルを使用し、屋外で障害物を検出し回避が可能であることを確認した。YOLOのバージョンはmAPの値が最も高かったYOLO v3を使用した。

本実験の検出対象物は、図9-01のようなロボットが走行すると車輪が溝に挟まり走行が不可能となる、大きさが850[mm]×850[mm]の排水溝や図9-09の人間を検出対象とした。ロボットに搭載した障害物検出用のカメラは地上から650[mm]の高さに、俯角45°を撮るように取り付けた。ロボットが障害物を検出した後の回避行動は、検出結果に応じて予め設定した回避行動をとるようにした。図10のようにYOLOでは認識率や検出した画像の領域を知ることができる。ロボットが排水溝を避ける際、検出した障害物画像の中心位置を式(1)、式(2)から求め、図11のように、検出した障害物画像の中心位置がカメラ画像の中心位置よりも左側にある場合は、ロボットは右旋回で障害物を避け、障害物画像の中心位置がカメラ画像の中心位置よりも右側にある場合は、左旋回で避けるようにした。実際にロボットに搭載したカメラでロボットの目の前にある排水溝を検出すると、図12のように予め設定した排水溝を回避する行動に移り、排水溝を回避できることを確認した。しかし、予め行動を設定して

いるため、回避行動の際、障害物からの距離（マージン）を大きく設定しないと、障害物に接触するという課題がある。

また、図13のように人間を検出した場合は、ロボットが停止するように設定した。人間の検出は、人間の足を見て検出する。実験では人間を検出後、ロボットが停止することを確認した。しかし、人間の場合、服装や靴の違い、体の向きの違いにより認識率が落ちる場合があった。今後は学習の際、さまざまな服装や体の向きのパターンのサンプルを増やしモデルを作成する必要がある。また、ロボットが今回の人間のような動的な障害物を回避するためには、障害物と接触しないよう、更に早く認識する必要があるため、今後はYOLO v4、YOLO v5等の処理速度の早いモデルを使用した検証が必要である。

## 3. 結言

今年度は、周囲を建物に囲まれた中庭の環境地図を作成し、LRFによる自己位置推定システムで位置推定が可能であることを確認した。また、推定位置を基に自律走行実験を行った。その結果、LRFで得た屋外環境のスキューデータと環境地図とをマッチングしながら自己位置を推定し、ロボットが自律走行できることを確認した。

また、GPSと慣性センサのセンサ融合による自己位置推定システムを構築して実験を行い、オープンスカイ環境で位置推定と自律走行ができることも確認した。

さらに、自律走行ロボットに物体検出機能を付加する目的で、深層学習による物体検出システムYOLOを実装し、人や物体をリアルタイムで認識し、障害物回避ができることも確認できた。

今後は本研究で得たノウハウを整理して県内企業への技術移転を行う予定である。

## 参考文献

- 1) 原 祥堯, “ROSを用いた自律走行”, 日本ロボット学会誌, Vol.35 No.4, p.286~290, 2017.
- 2) 上田隆一, “移動ロボットのためのROSパッケージの紹介と実機への導入方法”, 計測と制御, 第57巻 第10号 2018年10月号, p.715~720.
- 3) 渡辺敦志, “移動ロボット用二軸ブラシレスモータドライバの開発とオープンソースプラットフォームを用いた走行制御”, <http://www.roboken.esys.tsukuba.ac.jp/~ohya/pdf/RSJ2013-AWD.pdf>.
- 4) Joseph Redmon. “YOLO”. YOLO:Real-Time Object Detection. <https://pjreddie.com/darknet/yolo/>. (参照 2019-04-03).

- 5) Redmon, Joseph, et al. “You only look once: Unified, real-time object detection.”. arXiv preprint arXiv:1506.02640,2015.
- 6) Joseph Redmon. “YOLO:Real-Time Object Detection”. <https://pjreddie.com/darknet/yolo/>. (参照 2021-1-29) .
- 7) GitHub. “AlexeyAB/darknet”. <https://github.com/AlexeyAB/darknet> (参照 2021-1-29) .

# 「移乗です」の自動停止機能の開発

## Development of automatic stop function of "IJODESU"

技術開発部 生産・加工科 菅野雄大 柿崎正貴 尾形直秀  
 応募企業 株式会社あかね福祉

応募企業の製品である移乗用機械「移乗です」は、被介護者をベッドや椅子等の着座面から持ち上げるため、モータ駆動により上下に移動する昇降部が備えられており、これにより介護者や被介護者の負担を軽減し移乗が可能である。しかし、装置座面の停止位置は、予め設定された高さで停止する仕様となっており、ベッド等の座面高さが変わると、その都度、設定し直さなければならない。本研究では、「移乗です」に感圧センサを用いることで、ベッドや椅子の高さに合わせ、自動で停止する機能を付加した。

Key words: 移乗、感圧センサ、低コスト

### 1. 緒言

応募企業の株式会社あかね福祉は、図1に示す、移乗用機械「移乗です」を開発・商品化している。この装置は、被介護者をベッド等から移乗するためにモータ駆動により上下に移動する昇降部が備えられており、これにより介護者の被介護者を持ち上げる負担が軽減され、介護者の腰痛予防や被介護者に負担を与えることなく移乗が可能である。

しかし、装置の座面停止位置は、予め設定された高さで停止する仕様となっており、ベッドや車椅子等の座面高さが変わってしまうと、その都度、設定し直さなければならない。

本研究では、「移乗です」の座面が、ベッドや椅子の高さに合わせ、自動で停止する機能を付加することを目的に、ベッド等の着座面を感圧センサにより検出可能であるか確認した。

本研究の目標は、「移乗です」（以下、装置）に、低コストで座面高さ検出機能と安全機能を付与することで、介護者の負担軽減を図ることである。

昨年度は、図2のように測距センサであるレーザレンジファインダ（以下、LRF）を装置に搭載し利用することで、車椅子座面の高さを検出する手法を開発した。これにより、車椅子から装置への移乗に必要な車椅子の座面高さの検出が可能となった。

今年度は、①被介護者がベッドに座った状態から装置へ移乗するために、ベッドの座面高さを検出すること、②装置に座った状態からベッドや車椅子に移乗するために、被介護者が装置に座った状態からのベッド及び車椅子の座面の高さを検出することを目標とした。目標とする座面の高さ検出の精度は、ベッド等の着座面から2.0 [cm]以内とした。これ以上離れると装置座面を被介護者の太もも裏にスライドさせる際、太腿を高く持ち上げる必要があり、介護者、被介護者ともに負担が大きくなると考えられる。



図1 「移乗です」の外観（左）と利用シーン（右）

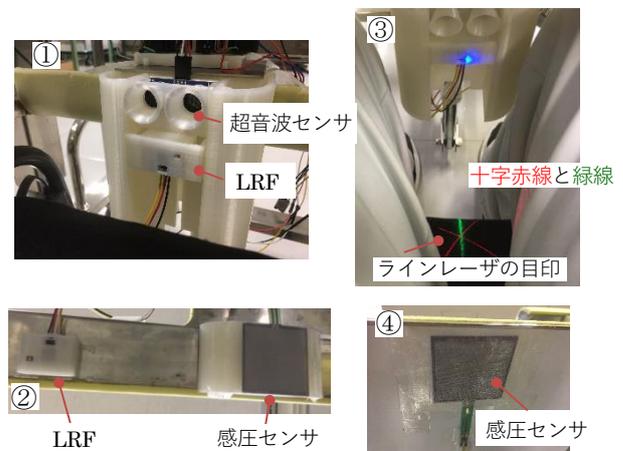
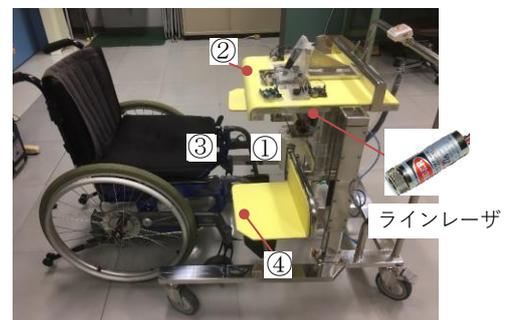


図2 システム全体の構成

## 2. 実験と結果

### 2. 1. システム構成

ベッドの着座面検出は、装置の昇降部をベッドに近づけた際、装置座面の裏がベッドと接触するため、接触式の感圧センサを装置座面の裏に貼り、ベッドとの接触を検出することにした。ベッド以外にも車椅子への移乗の際、装置座面裏の感圧センサにより車椅子着座面を検出することで、装置に乗った被介護者が車椅子に移乗することが可能となる。感圧センサは図3に示す FSR406 (40×40 [mm]) を使用した。他の同価格帯の感圧センサと比べ、感圧エリアの面積が 39.6×39.6 [mm] と広い。その他、測定誤差は±5 [%]、反応速度は1 [msec] 以下のスペックとなっている。なお、センサデータの送受信等の制御には、容易にプログラム開発が可能な Arduino UNO R3 互換ボード ELEGOO UNO R3 を使用した。

感圧センサの取付けは、直接、装置座面裏に貼ってしまうと配線ケーブルがセンサ厚さより太く、センサよりも先にケーブルがベッド着座面に接触しベッドに押し込まれるため、装置座面をベッドの着座面上をスライドさせる際に装置座面がベッドマットに引っかかる原因となる。そこで、図4のように3Dプリンタで製作した板(縦50×横50×高さ3[mm])をセンサ下面に入れ、かさ上げした。かさ上げの高さは、1[mm]～5[mm]まで1[mm]ずつ高さが異なる計5枚の取付台によりスライド時に引っかかりが無い最大の高さを評価し、3[mm]とした。

また、ベッドの着座面を検出する際は、装置座面が開いた状態では、図5の赤枠で示す前方部のみがベッドに接触するため、図5Aの位置に感圧センサを貼った。次に、被介護者が装置に乗った状態から車椅子への移乗の際は、装置座面は閉じた状態であり、Aの感圧センサは車椅子座面に敷くクッションの中央付近に接触する。しかし、クッションは人が座ることにより中央部が凹んでいることがあり、Aのセンサが接触する前に他の装置座面裏の位置でクッションと接触し、検出できない場合があった。そこで、図5Aの反対側のBの位置にもう1つセンサを追加することで、そのような場合でも検出できるようにした。

また、ベッド座面の検出後は、装置座面をスムーズに閉閉できる必要がある。装置座面のスライド時、ベッドマットがセンサに引っかかる可能性があるため、図5のように、装置の座面裏全体を透明な塩化ビニールのシートで覆い、スライド時に装置座面がベッドマット上を滑るようにした。

#### 2. 1. 1. 座面高さ検出

今回使用した感圧センサ FSR406 から荷重値を求める計算は、以下の抵抗値と荷重値の関係式を参考にし

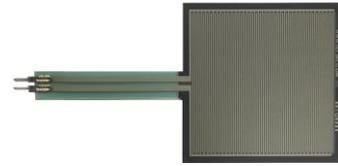


図3 感圧センサ

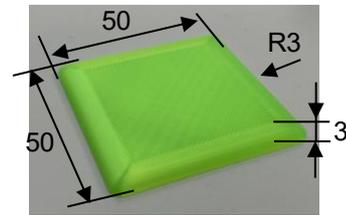


図4 感圧センサ取付台

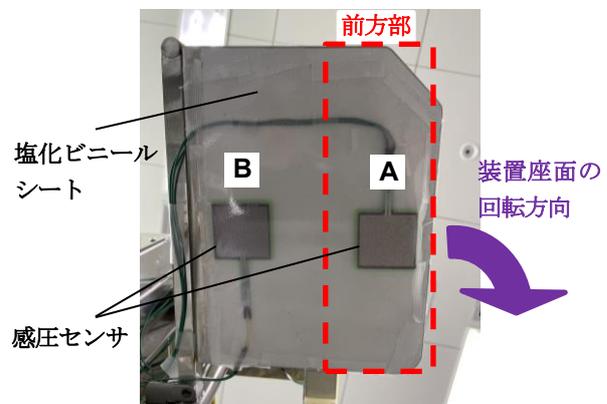


図5 感圧センサを取り付けた装置の座面裏

$$f_g = 880.79/R_f + 47.96 \quad (1)$$

$R_f$  : 感圧センサの抵抗値  $f_g$  : 荷重値

た<sup>1)</sup>。

座面検出の判定は上式より荷重値を求め、1サンプリング前に取得した荷重データとの差が150[g]以上の時、装置座面が対象の着座面と接触したと判定した。

### 2. 2. ベッドから装置への移乗を想定した座面検出の精度検証実験

図3の感圧センサを使用し、実際に人がベッドに座った状態で、ベッド着座面の検出精度を確認した。なお、ベッドの高さは常に一定とし、地面から約500[mm]とした。

#### 2. 2. 1. 実験方法

感圧センサでベッド着座面を検出した場合は、LEDの点灯及び圧電ブザーの音で知らせるようにした。装置の操作者は一人に限定し、既存の「移乗です」操作レバーにより昇降部の上下移動を操作する。一定の高さから昇降部を降下し、ベッド着座面検出時のブ

ザー音が鳴った際に操作レバーにより昇降部の移動を手動で停止する。その後、図6のように、ベッドマット上を装置座面がスライド可能であるか確認した。

### 2. 2. 2. 実験結果

図7のように、前述の実験方法により実験を50回実施したところ、全ての回でベッド着座面を検出することができた。また、ベッドマット上を装置座面が滑らかにスライド可能であることを確認した。図7の実験結果では、感圧センサが座面と接触する前の初期値に試行回数間でばらつきが見られるが、これは、感圧センサ上に塩化ビニールのシートで覆っているため、センサにかかる荷重値に違いがでたと考えられる。しかし、感圧センサで検出した荷重値の1サンプリング前の値との差で検出しているため、座面の検出及び装置座面の停止位置の結果に影響はなかった。また、装置座面裏とベッドマットとの距離はほぼ0であった。

### 2. 3. 装置からベッドへの移乗を想定した座面検出の精度検証実験

図8のように感圧センサを使用し、実際に人が装置に座った状態で、ベッド着座面の検出精度を確認した。

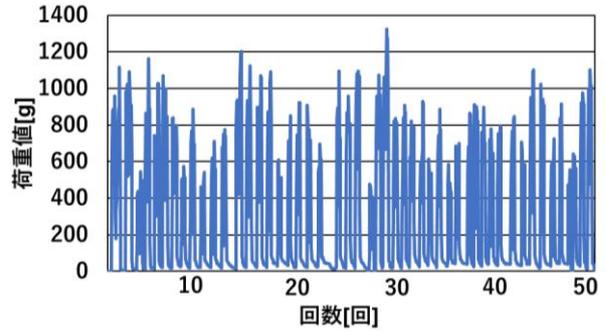


図7 50回試験した際の座面検出時の荷重値



図8 装置からベッドへの移乗を想定した座面検出

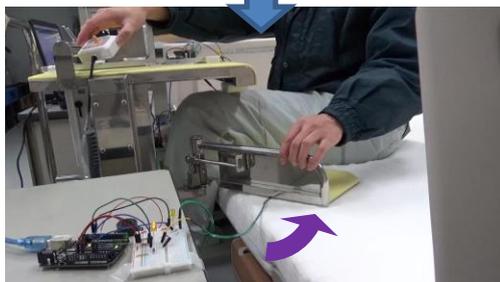
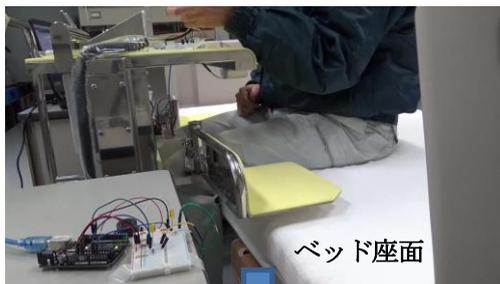


図6 ベッドから装置への移乗を想定した座面検出



図9 装置座面裏とベッドとの高さ測定時の様子

#### 2. 3. 1. 実験方法

被験者は年齢  $39 \pm 15.2$  歳の健常男性5名（身長  $175.0 \pm 6.0$  [cm]、体重  $71.6 \pm 7.0$  [kg]）である。

2. 2. の実験と同様の方法により、ベッド座面までの距離を測定値とし、これを10回繰り返した。その後、被験者の太腿を上げた状態で、ベッド着座面上を装置座面がスライド可能であることを確認した。また、図9のようにベッドから装置座面までの高さを測定した。測定は装置の左右の座面について実施した。なお、今回の実験では、センサを装置の正面から見て左の座面にのみ取り付けました。

### 2. 3. 2. 実験結果

結果を図10及び図11に示す。図のように、被験者の体格の違いにより、装置座面を支える部材のたわみ量が異なるため、被験者間でばらつきが見られた。体重が重い人ほど装置座面を支える部材のたわみ量が大きくなり、結果、装置座面とベッド座面までの距離が大きくなる。また、今回の実験では、想定する装置の最大許容体重の80[kg]に近い条件で行っている。

装置座面の左右で結果に違いが見られたが、これは、左右の装置座面の高さの違い(約3[mm])や測定誤差による影響が考えられる(±2[mm]程度)。図10、図11のように、左座面では2[cm]以内であったが、右座面では、被験者によっては高さが2[cm]以上となった。介護者、被介護者により、この高さをどのように感じるかは個人差があるため、今後は被験者を増やした試験や、官能試験等による検証が必要である。

### 2. 4. 車椅子から装置への移乗を想定した座面検出の精度検証実験

感圧センサを使用し、実際に人が装置に座った状態で、車椅子着座面の検出精度を確認した。

#### 2. 4. 1. 実験方法

2. 2. の実験と同様の方法により10回の実験を行った。

#### 2. 4. 2. 実験結果

図12に、図5で示した2つの感圧センサが車椅子座面に接触した時の荷重値を示す。クッションの形状

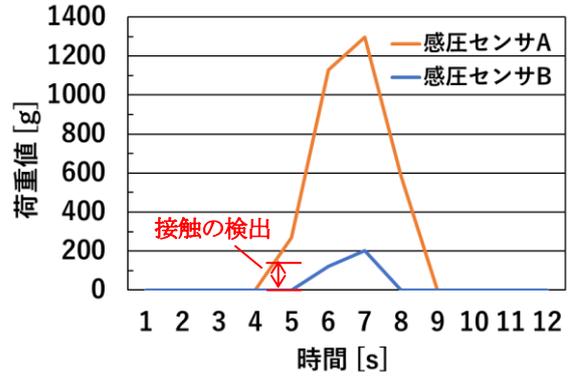


図12 車椅子座面に接触時の荷重値

表1 車椅子座面から装置座面裏までの高さ 単位: cm

座面	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目
左	2.0	2.1	2.0	2.0	2.2
右	2.3	2.2	2.3	2.5	2.4
	6回目	7回目	8回目	9回目	10回目
左	2.0	1.9	1.9	2.0	1.8
右	2.2	2.3	2.3	2.0	1.9

により、装置座面裏の接触する場所が変わるが、今回の実験では、2つの感圧センサを使用し、どちらかのセンサの接触を検出することで、全て車椅子の着座面を検出することができた。また、車椅子座面から装置座面裏までの高さを表1に示す。平均値は、左座面が2.0±0.1[cm]、右座面が2.2±0.2[cm]であった。車椅子着座面もベッドの時と同様、今後、官能試験等による検証が必要である。

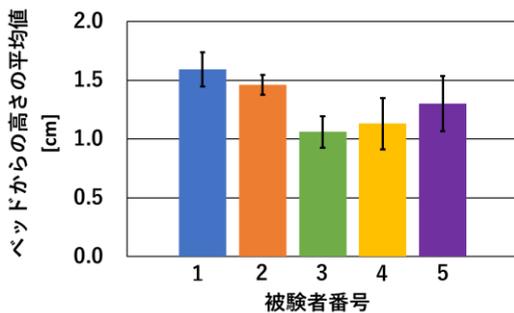


図10 ベッドから装置の左座面までの高さ

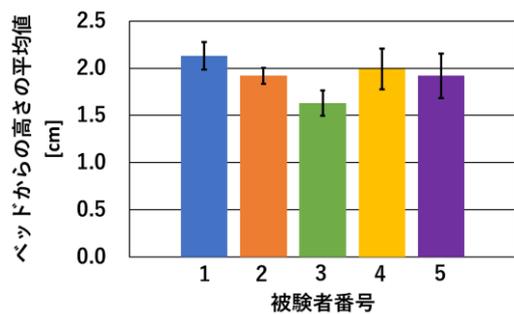


図11 ベッドから装置の右座面までの高さ

## 3. 結言

本研究では、「移乗です」に自動停止機能を付加するために感圧センサを使用し、座面を検出する手法を開発した。その結果、感圧センサを使用して荷重値の変化をみることで、ベッド及び車椅子の着座面を検出することができた。これにより、LRFによる車椅子の着座面検出と組み合わせることで、ベッドと車椅子間の移乗の自動化に必要な座面の検出が可能である。

しかし、座面検出の精度検証実験では、被験者によっては、ベッドから装置座面までの高さが2.0[cm]以上であった。今後は、この結果が許容範囲であるか官能試験等による検証が必要である。また、着座面の検出結果から「移乗です」が自動停止する制御プログラムを作成していく予定である。

### 参考文献

- 1) “FSR400 Data Sheet”. <https://akizukidenshi.com/download/ds/interlinkelec/fsr.pdf>. (参照 2020-12-21).

# 狭隘内部空間の三次元構造復元に関する研究開発（第2報）

## Research and development on 3-D structure restoration of interior narrow spaces (2nd report)

技術開発部 生産・加工科 鈴木健司 石澤満 山田昌幸 浜尾和秀  
南相馬技術支援センター 機械加工ロボット科 三浦勝吏 太田悟

本研究では、光学単眼カメラ、ミリ波レーダを融合し、狭隘空間内構造物の三次元データの復元法を提案する。まず Visual-SLAM の REMODE を用い、密な点群による三次元復元をし、その復元の線形性を評価した。次にレーダを用いたイメージングには、アジマス分解能からレーダモジュールを移動させる必要性を示した。最後にカメラ及びレーダを一体化することで、カメラ位置とレーダ位置を一致させることができ、復元点群間を含め任意の2点間距離を測定することを可能にし、その誤差を評価することで本提案の有効性を示した。

**Key words:** 狭隘、光学、単眼、カメラ、ミリ波、レーダ、三次元、点群、構造、復元

## 1. 緒言

全国的に老朽化が進んだ橋梁、トンネル等社会インフラの更新時期の本格到来への備えが課題となっている。340万人の技能労働者は今後10年間で110万人の離職予測<sup>1)</sup>があり、インフラ点検の効率化が喫緊の課題であり、併せて予防保全及び予知保全の重要性が増している。

本報告では、光学単眼カメラによる Visual-SLAM の中で、密な点群が得られる REMODE の評価を行い、対象構造物の三次元点群構築に用いた。またミリ波レーダを用い、対象構造物の占有グリッドマップを生成し、対象構造物の存在位置を確認した。

光学単眼カメラとミリ波レーダを、取り付け治具を用いて一体化し、位置を一致させることでレーダから対象構造物までの距離をカメラから復元した三次元点群と融合し、任意の2点間距離を求めることを可能にした。

## 2. 実験

### 2.1. Visual-SLAM の検討

前年度（令和元年度）は、Visual-SLAM の代表的な手法である ORB-SLAM2<sup>2)</sup>、LSD-SLAM<sup>3)</sup> 及び REMODE<sup>4)</sup> を実装した。それぞれ比較した結果、三次元復元を行うにはより密な点群が得られる REMODE が有用であることを確認した。

そこで、今年度は REMODE を採用しミリ波レーダと組み合わせることで狭隘内部空間の三次元構造復元に向けて開発を進めてきた。開発環境を表1に示す。

表1 開発環境

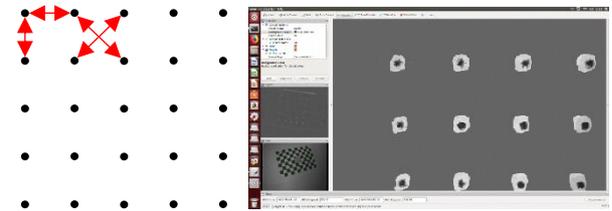
フレームワーク	ROS-indigo
OS	Ubuntu14.0
GPU	GeForce GTX1650
カメラ	KYT-U030-GS01M
レーダモジュール	T16_02120112

### 2.2. REMODE の評価

#### 2.2.1. 歪の評価

REMODE を採用するにあたり、復元されたデータに歪がないか評価を行った。図1に示すように点が等間隔に配置されたシートを用いて評価した。5×5に配置された点を REMODE により復元し、縦、横及び対角線の長さを測定した。復元した点と点の間の長さは、ROS のデータ可視化ツールである Rviz の「Measure」機能を使用した。結果を図2に示す。

また、図2の赤線部を基準として測定した長さの二乗平均平方根誤差（以下、RMSE）及び二乗平均平方根誤差率（以下、RMSPE）を求めた結果を表2に示す。RMSPE



評価シート REMODE によって復元した評価シート  
図1 歪の評価

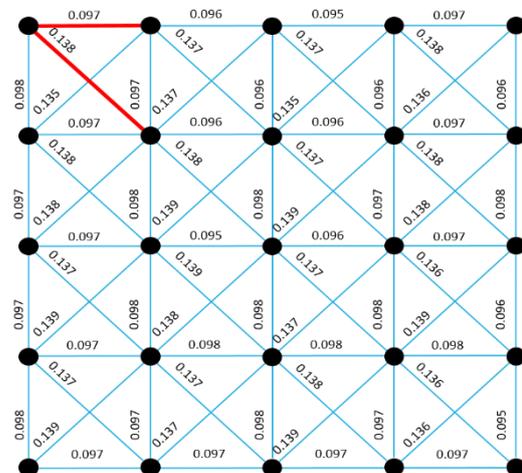


図2 測定結果

表2 評価結果

RMSE	$1.07 \times 10^{-2}$
RMSPE[%]	$9.25 \times 10^{-1}$

が 0.925[%]と低いことから歪がほぼないことを確認した。

### 2. 2. 2 奥行き方向の評価

REMODE の奥行き方向について評価を行った。カメラと対象物の距離を実空間及びRviz内の仮想空間それぞれにおいて、100[mm]から1000[mm]の間を50[mm]間隔で測定し相関係数を求め、実際の距離と仮想空間内の距離に線形性があるか確認した。実際の距離はBOSCH社製のレーザ距離計を使用して測定した。仮想空間内の距離は歪の評価時と同様、Rvizの「Measure」機能を使用して測定した。実験の様子を図3及び図4に示す。また、実験の結果を図5及び表3に示す。

相関係数が1にかなり近い値であることから、強い線形関係があることを確認した。実際の距離と仮想空間内の距離に線形性があることが分かった。

### 2. 2. 3. 照度実験

狭隘部は暗所であることも想定されるため、どの程度の暗さまで三次元構造を復元できるか調査した。測定対象物を無造作に置き、その上に段ボールと黒幕を覆い、暗所を再現した。明るさ調節可能なLEDを設置し、それぞれの明るさの場合に復元の可否を確認した。LEDは9段階で明るさを調整可能で、消えている状態(2.5[lx])から1段階ずつ明るくし、照度を測定した。測定はシンワ社製の照度計を使用した。実験の様子を図6に示す。また、実験の結果を表4に示す。

実験の結果から、復元をするためには115[lx]程度



図3 カメラからチェックボードまでの距離

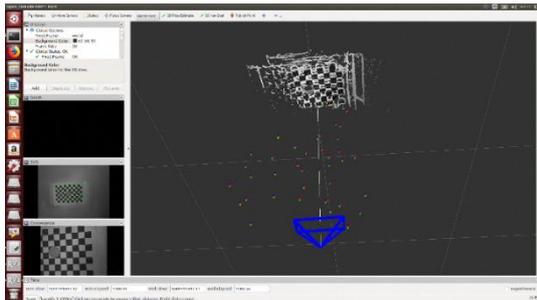


図4 Rvizに表示されたカメラ位置とチェックボード

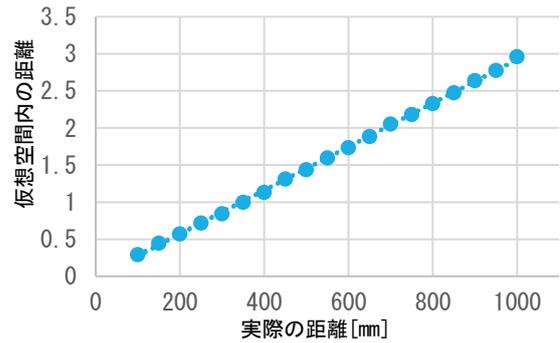


図5 Visual-SLAMの奥行き評価

表3 奥行き方向の評価

相関係数	0.999823
------	----------



実験の様子



対象物と復元結果 (116[lx])



図6 照度実験

表4 照度実験結果

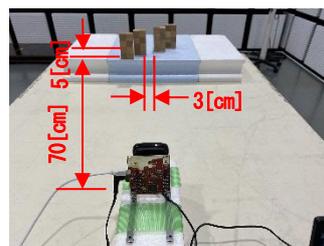
照度[lx]	2.5	25.4	58.7	86.9	116.8
測定可否	不可	不可	不可	不可	可

の明るさが必要であることが分かった。この結果から試作機に取り付けるLEDを選定し、LEDを点灯することで暗所でもREMODEの動作が可能となった。

### 2. 3. ミリ波レーダ

#### 2. 3. 1. 占有グリッドマップの確認

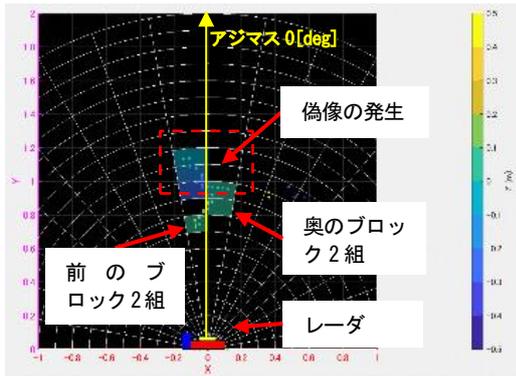
対象構造物を模擬した木製ブロックに対し、図7に示す実験環境で、ミリ波レーダにより対象構造物をアジマス(水平)方向の二次元面で測定した。対象構造物が存在する位置を示すため、占有グリッドマップ<sup>5)</sup>により表示させた結果を図8に示す。



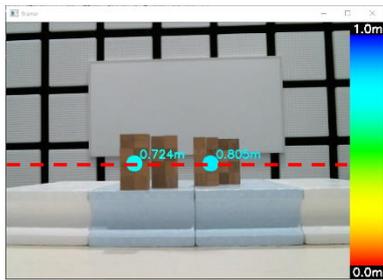
木製対象構造物  
W5[cm]×H10[cm]×D2.5[cm]  
構造物奥行き:5[cm]毎差  
中央は3[cm]の間隔空き

ミリ波レーダ:IWR1443Boost  
Chirp信号:79[GHz]、  
3.2[GHz]帯域幅  
対象物間距離:70[cm]

図7 ミリ波レーダの測定実験



グリッドは 10[cm]-10[deg] 単位の表示  
 図8 占有グリッドマップ



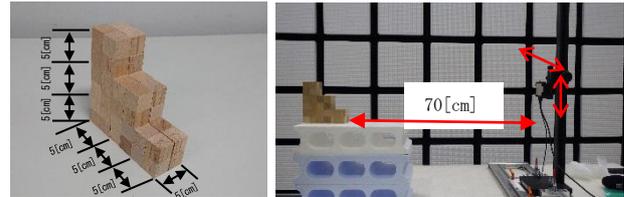
赤点線は二次元レーダ測定位置を示す  
 図9 レーダ測定距離のカメラ画像重畳表示

本実験で用いたレーダ IWR1443Boost は、2Tx-4Rx MIMO アンテナにより、アジマス分解能は 14.3[deg] である。表示させた占有グリッドマップでは、対象構造物中央の 3[cm] 空間を挟んで左右それぞれ 2 組の対象構造物は同じグリッド位置内に測定されることを確認できる。しかし前後 5[cm] に配置された対象構造物は、同一構造物として表示されている。図 9 は、カメラ画像にレーダ測定点をリアルタイム重畳表示したもので、0.72[m]、0.80[m] の位置でレーダの反射点が測定されていることが分かる。こちらも同様前後構造物に対し、レーダ測定点は前の構造物への測定点だけが得られている。アジマス分解能に起因する結果を確認できた。

### 2. 3. 2. レーダアンテナの移動

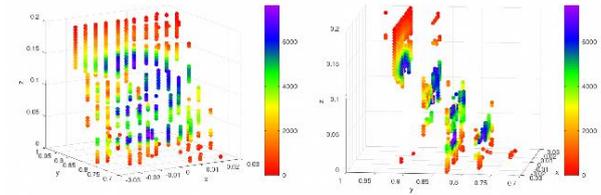
本節で用いたレーダ T16\_02120112 は、2Tx-4Rx MIMO アンテナで 15[deg] のアジマス分解能である。対象構造物をイメージングするにはアジマス分解能は十分とは言えない。図 10 のように治具を用いレーダモジュールを移動させ、アジマス方向 0[deg] からの反射値及びレンジ (距離) 方向 70[cm] から 90[cm] の範囲を閾値にして対象構造物を測定した。その結果を図 11 に示す。

用いたレーダでは、対象構造物をイメージングするには十分なアジマス分解能を有していないため、アジマス方向全範囲の測定データは用いず、レーダアンテナを移動させることが対象構造物のイメージングに有効であることを確認した。



木製の 5[cm] × 5[cm] × 5[cm] ブロック  
 手前から 1、2、3 段と積み重ねた  
 アンテナから対象物最前面まで：70[cm]  
 アンテナ移動  
 縦方向：0.4[cm]ステップ  
 横方向：0.5[cm]ステップ

図 10 対象構造物とアンテナ移動測定



色は反射値を示し、赤が弱く、紫が強いことを意味する。  
 15[cm] 高以上に弱い反射が存在及び最下面が弱い反射となり、対象構造物端に反射値の曖昧さ (アンビギュイティ) が観察される。

図 11 対象構造物のイメージング

## 2. 4. 単眼カメラとレーダの融合

### 2. 4. 1. REMODE とレーダによる 2 点間距離の測定

今回採用した REMODE は仮想空間内の相対的な位置だけを示し、実際の距離を求めることができなかった。そこで、レーダと組み合わせることで実際の距離を算出するシステムを開発した。

2. 2. 2. 項で示したように REMODE の線形性を確認できたことから、レーダの値を基準とすることで実際の距離を求めることができる。その際、REMODE による位置推定の結果をレーダに反映させるため、カメラとレーダの位置が常に固定されている必要がある。そこで、カメラの真下にレーダモジュールを取り付けることができるように 3D プリンタで取り付け治具を作成し、カメラとレーダの位置を一体化した。一体化することで、2. 3. 2. 項で示したようにレーダからはアジマス 0[deg] の値を用いることで、カメラの位置とレーダの位置を一致させることができる。この結果、REMODE により復元された点群データにおいて、任意の 2 点間の距離を次のように求めることができる。

$$L_{12} = \frac{L_{r\_radar}}{L_{r\_rviz}} \sqrt{(x_1 - x_2)^2 + (y_1 - y_2)^2 + (z_1 - z_2)^2} \quad (1)$$

ここで、 $L_{r\_radar}$  は基準となるレーダの距離値、 $L_{r\_rviz}$  は基準となる長さの仮想空間内での距離値、 $L_{12}$  は任意の 2 点間の距離、 $x_1$ 、 $x_2$ 、 $y_1$ 、 $y_2$ 、 $z_1$ 、 $z_2$  は任意の 2 点のそれぞれの座標値である。それぞれの長さを示す図を図 12 に示す。



図1-2 任意の2点間距離の測定

### 2.4.2. 2点間距離測定の評価

2.4.1.項で示した任意の2点間距離を求めるシステムの評価を行った。仮想空間内で位置推定されたカメラと復元されたチェックボードまでの距離を100[mm]から1000[mm]まで50[mm]ごとに測定し、実際の距離とのRMSEを求めた。また、同様に大きさが既知であるブロック(70[mm]×30[mm]×30[mm])をREMODEにより復元し、実際の長さとのRMSEを求めた。結果を表5に示す。また、カメラとチェックボードまでの距離が1000[mm]、100[mm]の場合とブロックの長さを測定した時のRMSPEを求めた。結果を表6に示す。さらに、実験の様子を図1-3及び図1-4に示す。

実験の結果、どちらにおいても10[mm]以下の誤差で任意の2点間距離を測定できることが分かった。

## 3. 考察

### 3.1. 三次元点群復元

Visual-SLAMの中で密な点群が得られるREMODEを採用し三次元復元に用いた。用いたカメラシステムでは、縦横及び奥行き方向共に歪が生じず線形に復元ができることを確認でき、レンズ、撮像素子等により復元への影響はないことがわかった。光学単眼カメラを利用するため、復元と照度との関係を実験から調べ、最低限必要な照度は15[lx]程度を確認できた。

### 3.2. ミリ波レーダ

利用する79[GHz]レーダモジュールは、2Tx-4Rx MIMOアンテナであり、対象構造物を分離するには、構造物のサイズ及び隣接する間隔によってはアジマス分解能が不足し異なる構造物を分離できない場合が生じる。レーダモジュール自体を上下左右に一定ステップで移

表5 2点間距離測定の評価 (RMSE)

	RMSE[mm]
カメラとチェックボードの距離	8.55
ブロックの長さ	6.21

表6 2点間距離測定の評価 (RMSPE)

		RMSPE[%]
カメラとチェックボードの距離[mm]	1000	1.68
	100	7.32
ブロックの長さ[mm]	70	7.95

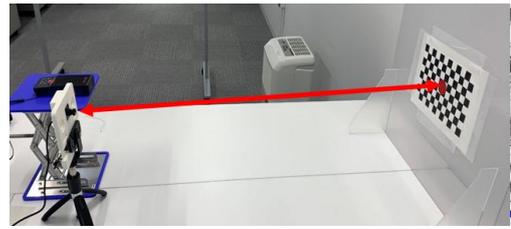


図1-3 カメラからチェックボードまでの距離

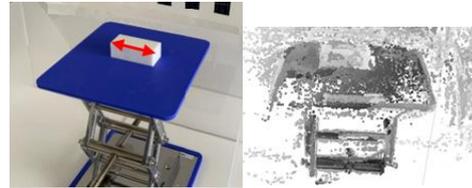


図1-4 ブロックの長さ(対象物(左)と復元結果(右))

動させ、アジマス0[deg]からの最大反射値を採用することで、対象構造物をイメージングできることが確認できた。

### 3.3. 光学単眼カメラとミリ波レーダの融合

REMODEとレーダを固定し両者の位置を一体化した。両者を一体化したことから、REMODEの三次元復元点群の任意の2点間距離を測定できるようになった。センサと構造物間の距離、構造物の長手方向の長さを実際の値し、復元点から算出する値と評価し、10[mm]以下の誤差で算出することができた。しかし、表5、表6に示すように常に6[mm]から8[mm]程度の誤差が生じることから対象物の長さが短い場合、誤差率が高くなってしまふことが分かった。

## 4. 結言

本報告では、光学単眼カメラ、レーダを融合し構造物の三次元復元を行った。

光学単眼カメラでは、Visual-SLAMのREMODEを採用し三次元点群復元からREMODEの性能評価を行った。

利用したレーダモジュールのアジマス分解能では構造物の分離ができなため、レーダモジュールを移動させた。

カメラとレーダを一体化して位置を一致させ、レーダから構造物の該当位置までの距離を測定した。

カメラとレーダを組み合わせることで、任意の2点間距離を求めることが可能となった。

今後は、三次元復元点群の外れ点除去及び点群データの補正、到来角推定手法によるレーダアジマス分解能の向上を行い、光学単眼カメラ、ミリ波レーダ融合による三次元復元の寸法精度を上げていく予定である。

### 参考文献

- 1) 国土交通省. “参考資料 建設産業の現状と課題”. 第6回建設産業政策会議資料”. 2017.6. p.8.

- 2) Clement Godard, Oisín Mac Aodha, Michael Firman, Gabriel J. Brostow “Digging Into Self-Supervised Monocular Depth Estimation”.ICCV2019,2019
- 3) Raul Mur-Artal, J. M. M. Montiel, Juan D. Tardos. “ORB-SLAM2: a Versatile and Accurate Monocular SLAM System”. IEEE Transactions on Robotics,2015
- 4) Jakob Engel,Thomas Schöps,Daniel Cremers “LSD-SLAM:Large-Scale Direct Monocular SLAM”.Computer Vision ECCV2014, 2014,p.834-849.
- 5) Texas Instruments. “Zone Occupancy Detection with mmWave Radar”.Resource Explorer. [http://dev.ti.com/tirex/explore/node?node=AFJ57Xx4-1Hjsuqn1dMoFQ\\_\\_VLyFKFf\\_\\_LATEST](http://dev.ti.com/tirex/explore/node?node=AFJ57Xx4-1Hjsuqn1dMoFQ__VLyFKFf__LATEST). (参照 2021-03-12).

# AI・ビッグデータ解析を活用した軽量ロボット部材の開発支援

## Development of AI / big data analysis method to support manufacturing of lightweight parts

いわき技術支援センター 機械・材料科 穴澤大樹  
技術開発部 工業材料科 工藤弘行 矢内誠人

本研究では、ロボット部材として利用が期待されるアルミ鋳造品の製造条件最適化や機械的特性評価の効率向上のために、製造条件や金属組織から機械的特性を予測するシステムの開発に取り組んだ。品質管理に用いている製造データ等を集積してデータベースを作成し、AI・ビッグデータ解析による強度予測を行ったところ、学習データを十分に集積できた範囲では良い精度で予測ができる一方で、学習データが不足した範囲では、予測精度が著しく低下することが分かった。

Key words: AI、ビッグデータ、ロボット、DAS 値、ニューラルネットワーク

### 1. 緒言

福島県では、ロボットテストフィールドの運用が始まったことから、ロボット部材を提供する企業群も増えることが望まれる。しかし、多くの中小企業では製造条件の最適化や新製品開発の検討に要する時間やコストの面から、新規参入のハードルは高い。そこで、AIやビッグデータ解析を活用することで、製造条件の最適化や製品の機械的特性評価の効率を向上し、時間やコストを低減できないか検討を行うこととした。

図1に本研究で目指すシステムの概要を示した。目指すのは、品質管理に用いる製造データや顕微鏡写真等の材料データから、製品の機械的特性を精度良く予測するシステムである。成分や温度等の製造データから製品の機械的特性を予測することができれば、最適な製造条件の検討の際に、試行錯誤に要する時間とコストを低減することができると考えられる。

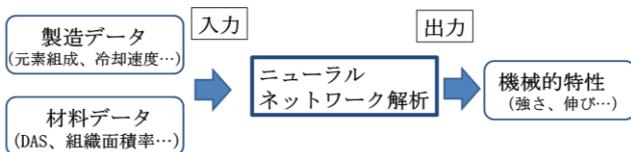


図1 システム概要

### 2. 実験

#### 2.1. 予測モデル構築プロセス

本研究では、AI・ビッグデータ解析としてニューラルネットワークによる予測を行う。ニューラルネットワークによって予測モデルを構築するプロセスを図2に示した。本研究では、このプロセスに沿って検討、試験、解析を進めた。

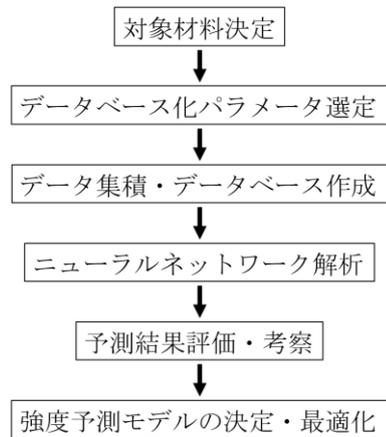


図2 予測モデル構築プロセス

#### 2.2. 対象材料・データベース化パラメータ選定

本研究でターゲットとする材料は、軽量部材として利用が期待されるアルミ鋳造品とした。その中でも一般的に使用されているAC4C材を主に検討を行った。図3に鋳造品の特性決定要因を図示した。AC4C材を始めとするアルミ鋳造品は、製造データにより材料組織が決定し、材料組織により機械的特性が決定すると考えられ、データベース化するパラメータはこの関係性を念頭に検討した。

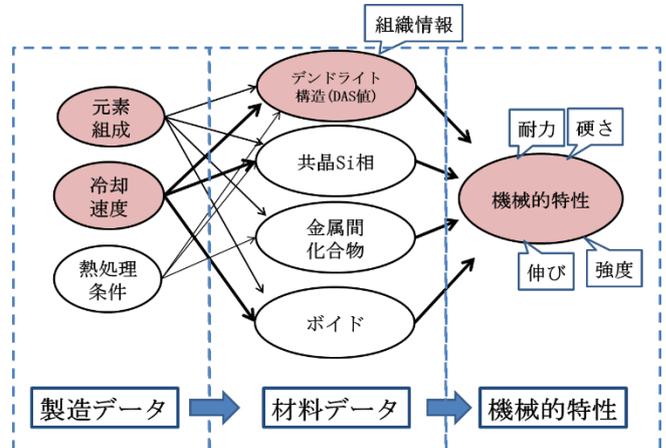


図3 鋳造品の特性決定要因の関係性

また、今回解析で取り扱うデータは全て数値データとする必要があるため、定量化が可能なものを優先して選択することにした。加えて、データを収集するコストと時間も加味して選択を行った。その結果、主に①合金成分、②冷却速度、③金属組織情報、④硬さ、⑤強度の5つをデータベース化することとした。データベース化する項目については、図3で赤塗りした。それぞれの詳細は次の通りである。

#### ① 合金成分（製造データ）

データベース作成に協力いただいた県内のアルミ鋳造メーカーとの協議の上、JISに規定がある中のSi、Mg、Cu、Zn、Ti、Cr、Niの含有量をデータベース化することとした。そのほか、改良材として添加するSrやNaについてもデータを収集した。

#### ② 冷却速度（製造データ）

材料組織を決定する重要な因子であり、機械的特性にも大きく影響を与えることが知られている。品質管理や方案設計の際に取得した温度データから算出してデータベース化することとした。この時、初晶点から共晶点までの冷却速度を算出した。

#### ③ 観察による金属組織情報（材料データ）

アルミ鋳造合金の組織情報の代表値として、DAS値（デンドライトアームスペーシング値）を使用することとした。DAS値は一般的にアルミ鋳造品の尺度として用いられているパラメータ<sup>1)</sup>であり、機械的特性と相関があることが知られている。図3に示したように製造データと機械的特性を結びつけるデータとして利用できる可能性が高いためデータベース化することとした。

#### ④ 硬さ（機械的特性データ）

一般的に品質管理でも用いられているが、今回は機械的特性として取り扱う。強度と相関があることが知られている。今回はロックウェル硬さとブリネル硬さをデータベース化することとした。

#### ⑤ 強度（機械的特性データ）

本研究の出力データ、つまり答えとなるデータである。通常は引張試験によって測定を行うが、今回は、当所の開発支援事業で開発した強度評価手法である切り欠き曲げ試験<sup>2)</sup>により強度を測定した。切り欠きを入れたサンプルの曲げ試験結果から引張強度の算出を行う方法で、図4に示したように試験片寸法が引張試験片に比べて小さいため、ビッグデータ化に適した試験法であると考えられる。また、試験領域が微小であるため、欠陥の存在確率から考えると、ボイドの影響を受けにくいと考えられる試験法である。

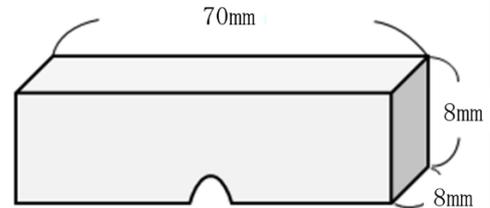


図4 切り欠き曲げ試験片寸法

### 2. 3. データベース構築

前項で挙げた各パラメータについて、企業の協力のもと、約600サンプルのデータを集積した。材料科学においては1つの学習データ取得にかかるコストが大きく、AI・ビッグデータ解析を行う上で最大の障壁が学習データの不足である。本研究では、多くのデータを収集するために、生産現場において日常的に取得している品質管理データを活用した。

### 2. 4. ニューラルネットワーク解析

#### 2. 4. 1 ニューラルネットワークについて

本研究では、ニューラルネットワーク解析ソフト「ニューラルワークス Predict」により予測を行った。ニューラルネットワーク構造の概略を図5に示した。最大の特徴は、入力と出力の間に隠れ層を導入し、出力が実験結果に近づくように隠れ層のパラメータを調整していくという構造である<sup>3)</sup>。ニューラルネットワークの一部のパラメータは人の手で調整が必要となるが、本ソフトでは、主に①データのノイズの程度、②データ変換の程度、③変数選択の程度、④ネットワーク探索の程度を選択すると、自動でパラメータの調整が行われる。

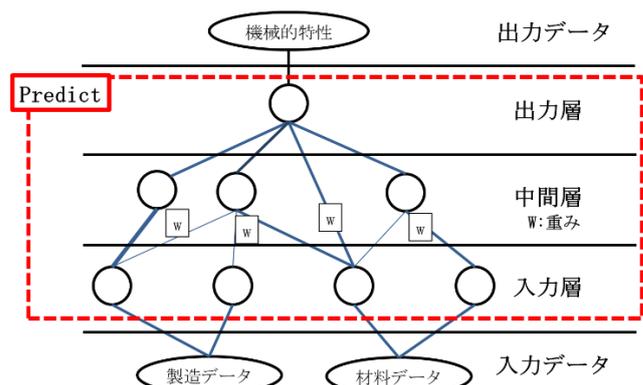


図5 ニューラルネットワーク構造概略

また、ノイズを含むデータを取り扱う際に、学習データ量が不足した場合等には、予測精度が低下する過学習という現象が生じるが、学習データが少ない場合でも、過学習を抑制する手法がいくつかある。本研究では、ソフトに搭載されているカスケードコリレーション法を過学習抑制手法として用いた。カ

スケードコリレーション法とは、入力と出力の相関が高まるように隠れ層を追加していく手法で、最小限の隠れ層数でネットワークを構築することができる。ネットワークが複雑化、巨大化しにくいいため、過学習を抑制することができる。

2. 4. 2 評価指標について

ニューラルネット解析結果の主な評価指標を表1に示した。いずれも実測値と予測値から算出される値で、本研究では、この数値から予測精度の良し悪しを判断する。Accuracyは10%と20%の2通りで算出し、Confidence Intervalは95%とした。

表1 評価指標

R	実測値と予測値の線形相関
Avg. Abs.	実測値と予測値の絶対誤差平均
RMS	実測値と予測値の2乗平均誤差平方根
Accuracy	実測値との誤差が20%以内の予測割合
Confidence Interval	予測の95%が収まるよう算出した実測値と予測値の差

2. 4. 3 入出力データ検討

入出力データは図6に示した3つのパターンで解析を行った。パターン1は製造条件から強度を予測するものである。データベース作成の手間とコストが小さいため、十分な予測精度が確保できることが確認できれば、製造現場での活用法の第一候補となる。パターン2は製造条件とDAS値から強度を予測するものである。強度と強い相関を持つDAS値を入力に加えることで、予測精度を高めることを狙っている。パターン3は、製造条件から一度DAS値を予測し、予測DAS値から強度を予測する方法である。製造条件によって金属組織が決定し、金属組織から機械的特性が決定されるという材料科学的な考え方に即している。

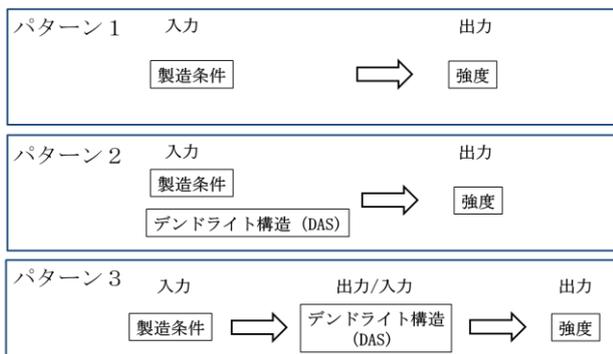


図6 入出力データ選択パターン

3. 結果及び考察

解析結果を表2に示す。いずれの評価指標においても、パターン2が良い結果を示した一方で、パターン1、パターン3は同程度の低い予測精度となった。パターン2が良い予測精度を示している理由は、強度と相関があることが知られているDAS値が予測結果に大きく寄与しているためと考えられる。パターン3がパターン1と同程度になっている理由としては、製造条件からDAS値を予測する段階で予測精度が低くなっているためと考えられる。

表2 解析結果

	パターン1	パターン2	パターン3
R	0.54	0.83	0.57
Avg. Abs. [MPa]	41	22	42
RMS [MPa]	58	35	58
Accuracy (20%)	0.67	0.90	0.68
Accuracy (10%)	0.42	0.63	0.38
Conf. Interval [MPa]	113	69	113

ここで、パターン1とパターン3でAccuracyが低くなっている原因の一つと考えられるのが、学習データベースの幅の狭さである。

図7に横軸を冷却速度、縦軸を強度として、実測値と予測値をプロットしたグラフを示した。プロットしたデータは、冷却速度が欠損となっているデータセットを除いたパターン1のデータである。グラフを見ると、冷却速度が0.05~1.0[K/s]付近は実測値と予測値が重なっている。一方、その範囲外では、予測値がばらつき、実測値と大きくずれていることが分かる。これは、冷却速度が0.05~1.0[K/s]の範囲の学習データは豊富にあるが、その範囲外の学習データが少ないためである。

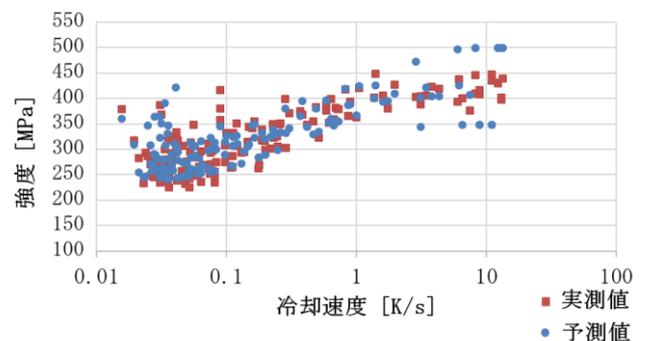


図7 冷却速度-強度データ分布

表3に冷却速度が0.05~1.0[K/s]の範囲で解析を行った結果を示した。表2と比較するとパターン1、パターン3において大きく予測精度が向上している。この結果から、学習データ量を十分に確保できれば、製造条件からでも強度予測ができる可能性があると考えられる。ただし、予測が適用できる範囲については十分に注意する必要がある。図7には、冷却速度を横軸にとっているが、実際には、成分値等の他のデータにおいても同様のことが言える。図7の冷却速度0.1[K/s]付近では、実測値に差がある一方で、予測はそのデータに追従できていない。これは、Sr等の改良材添加の有無によって実測値に差が生じているが、改良材を添加したサンプルの学習データが少ないために予測ができていないと考えられる。

製品はある程度決められた条件内で製造するため、製造データを活用していく上では、データ範囲が狭くなってしまいうのは避けて通れない課題となる。そのため、学習用のデータベースを実験的、もしくはCAEを活用して整備する必要があると考えられる。

表3 解析結果(冷却速度0.05-1.0[K/s])

	パターン1	パターン2	パターン3
R	0.91	0.88	0.85
Avg. Abs. [MPa]	16	16	18
RMS [MPa]	21	24	26
Accuracy (20%)	0.97	0.94	0.90
Accuracy (10%)	0.71	0.78	0.68
Conf. Interval [MPa]	42	47	51

また、パターン3の精度を低下させている要因の一つと考えられるのは、材料データとして活用しているのがDAS値のみであるという点である。データベース化しなかった材料データには、DAS値の他に共晶Si相や金属間化合物、ボイドがある。これらは機械的特性に影響を与えることが知られている一方で定まった定量化手法がないか、定量化にかかるコストと時間が大きいために今回はデータベース化できなかった。これらのパラメータを定量化することができれば、強度予測精度を大きく向上させることができると考えられるため、今後、画像処理等による定量化手法の検討を行う必要がある。特にパターン3では、一度材料データに落とし込んでから強度を予測しているため、材料データのパラメータを増やすことで、大きな精度向上が期待できる。

また、上述した要因以外に、データの欠損やノイズも予測精度低下の大きな要因となるため、今後解析を行い、検討する必要がある。

## 4. 結言

本研究では、製造条件の最適化や特性評価の効率向上を目的として、AI・ビッグデータ解析により、製造データや材料データから強度予測を行ったところ、下記の成果と知見を得た。

- ① 品質管理のみに使用されていた製造データを活用することにより、約600サンプルのデータを集積することができた。
- ② 製造データのみでも十分なデータ量があれば実験値との誤差20%以内では97%、誤差10%以内では71%の精度で予測ができることが分かった。ただし、学習データが少ない範囲での予測精度は著しく低下するため、予測が適用できる範囲を常に注意する必要がある。
- ③ 品質管理に用いている製造データだけでは、学習範囲が狭くなってしまいうため、適宜、学習用データを実験的もしくはCAEを活用して補強する必要がある。
- ④ 製造データベースに観察による材料データを加えることで、予測精度が向上することを確認した。今回は材料データとしてDAS値のみを使用した。ボイドや共晶Siの情報を定量化して入力することでさらなる予測精度向上が期待できる。

以上の結果から、次年度は学習データの補強や材料データの定量化手法の検討を行い、更に精度よく強度予測できるよう取り組む。また、欠損データの影響やデータノイズについても解析を行い、解析条件についても検討する。

## 謝辞

本研究を遂行するにあたり、サンプルやデータの提供を始め、ご協力を賜りました株式会社ミウラ様に深謝申し上げます。

## 参考文献

- 1) 軽金属学会 鑄造・凝固部会. デンドライトアームスペーシング測定手順, 軽金属, Vol. 38(1), 1998, pp. 54-60.
- 2) 工藤弘行. 画像解析を活用したアルミ鑄造製品の实体強度評価, 平成28年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告(2017) pp. 1-5.
- 3) 吉田隆. しなやかで強い鉄鋼材料. 初版, 株式会社エヌ・ティー・エス, 2016年, pp. 173-183. ISBN 978-4-86043-453-3

# 複雑形状加工時の切削加工と金属積層造形のコスト比較

Cost comparison of Milling and AM , when making complex shapes

南相馬技術支援センター 機械加工ロボット科 安齋弘樹  
 応募企業 ロボコム・アンド・エフエイコム株式会社

複雑曲面の加工として、切削加工のみの場合と、メタルデポジション式積層造形と切削加工を組合せた場合によりブレード形状を作製した際に、加工時間及び加工前後の材料の重量を比較した。今回作製したプロペラ形状には、金属積層造形と切削加工を組合せた方が、加工時間及び除去重量ともにメリットがあった。

**Key words:** 金属積層造形、ワイヤーク、ハイブリッド複合加工機

## 1. 緒言

複雑曲面の加工には、主に5軸加工機が用いられるが、近年は金属積層造形装置が普及し、さらに使用可能な金属材料が増加してきたこともあり、これを用いた加工も行われるようになってきている。特に金属積層造形装置については、金属粉末を敷き詰め、必要な個所にレーザー等を照射することで形状を作製するパウダーベッド式が主流であるが、最近では必要な個所にのみ金属素材を供給して積層させるメタルデポジション式も普及してきている。パウダーベッド式では複雑形状の作製も可能であるが、製品全体の製作を想定しているため、既存部品への付加加工は困難である。一方で、メタルデポジション式では、既存部品への付加造形も行える。近年では、5軸加工機と組合せた装置も販売されており、これにより複雑形状においてもニアネットシェイプ形状を作製でき、さらに切削加工も行うことができるため、時間及び材料の削減ができ、コスト低減も図ることが可能となる。

今回は、スクリュープロペラ形状を例として作製し、切削加工のみ（以下、プロセスAとする）と、メタルデポジション式積層造形と切削加工を組合せたとき（以下、プロセスBとする）の加工時間及び加工前後の材料の重量比較を行った。

## 2. 実験

### 2. 1. 実験方法

今回作製する形状は、円柱形状の周囲に羽根のついたスクリュープロペラ形状とした。形状を図1に示す。サイズとしては、直径179mm、高さ50mmであり、翼の長さは、最大77mm、厚さは2mm程度とした。

プロセスAは、被削材として直径180mm、高さ50mmのアルミニウム合金A7075を用いた。

一方、プロセスBでは、中心部分の円柱部の周囲に金属積層造形により翼形状を作製し、その後に切削加工により形状を整えた。円柱部には直径35mm、高さ50mmのアルミニウム合金A5052、金属積層造形にはア

ルミ溶接用MIGワイヤであるA5356を用いた。

これら2つの方法でスクリュープロペラ形状を作製した際の加工時間及び除去した材料の重量について比較を行った。

ここで、プロセスAとプロセスBにおいて使用材料が異なっているが、申請企業の要望によりプロセスAではA7075を使用した。一方で、A7075のワイヤが市販されておらず、また溶接性が乏しいため、プロセスBでは5000系の材料を用いることとした。

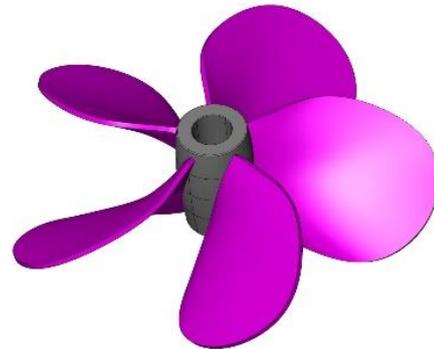


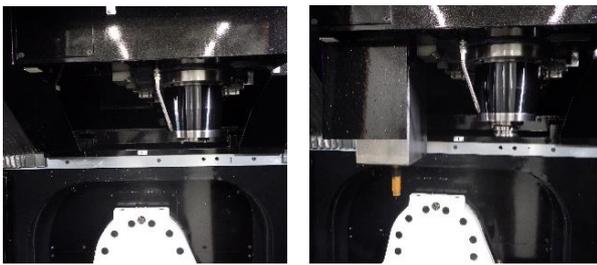
図1 作製するプロペラ形状

### 2. 2. 装置

加工には、5軸マシニングセンタとメタルデポジション式積層造形の1つであるワイヤーク式金属積層造形のハイブリッド複合加工機であるヤマザキマザック製VARIAXIS j-600/5X AM ワイヤーク式を用いた。この装置では、5軸マシニングセンタに加え、Mコードによりトーチを呼び出し、ワイヤーク式金属積層造形が行える仕組みとなっている。また、この操作により、工具補正を刃物先端からトーチ先端に切り替えることで、切削加工と金属積層造形を同一の座標系で行うことが可能である。なお、金属積層造形は、MIG溶接によって行われる。図2に装置の外観を、切削加工時及び積層造形時の加工室内の様子を図3に示す。



図2 装置外観



(a) 切削加工時 (b) 積層造形時

図3 加工室内部の様子

### 2. 3. プロセス A

今回は、フラットエンドミルを用いた荒加工、ボールエンドミルを用いた中仕上げ加工、仕上げ加工の3工程で加工した。

荒加工は、割り出し加工とし、使用工具はφ10mmのスクエアエンドミル、削り残しを0.5mmに設定し加工パスを作成した。

中仕上げは、φ4mm及びφ10mmのボールエンドミルを用い、削り残し0.5mmに設定した。なお、翼面の加工は、ブレード先端からスパイラル状に加工することとした。

仕上げ加工は、中仕上げ加工と同じ工具を用いた。ただ、翼面の加工については、中仕上げ加工と異なり、片面毎に走査線加工により行っている。これは、翼形状が大きく、スパイラル状の加工を行うと傾斜回転軸の動きが大きくなったためである。

なお、CAMにはOPEN MIND製のhyperMILLを用いた。

### 2. 4. プロセス B

金属積層造形のパス作成には、プロセスAと同様にhyperMILLを用いており、金属積層造形に用いる際には、切削加工により作成したパスをZ方向に反転させることで作成する。CAM上では、積層造形のシミュレーションも確認することができ、積層造形後の形状を切削加工時のストック形状とすることも可能である。

金属積層造形の条件を、表1に示す。電流値については、朱らの研究を参考に100A以上とした<sup>1)</sup>。ここで、

積層造形は6層毎に隣の羽根に移動することとし、5枚の羽根に対して積層造形を行った後に冷却時間を設けた。積層造形時のパスは、翼部分を走査線加工した際のパスを用いた。

積層造形後の切削加工については、プロセスAで用いた加工方法及び切削条件をそのまま用い、ストック形状についてはhyperMILLでシミュレーションした金属積層造形後の形状を用いている。これを図4に示す。

表1 積層造形条件

	1～2層目	3層目以降
電流 [A]	107	106
電圧 [V]	18.4	9.9
ワイヤーフィード [m/min]	7	6
トーチ送り [mm/min]	400	400
シールドガス	Ar	Ar

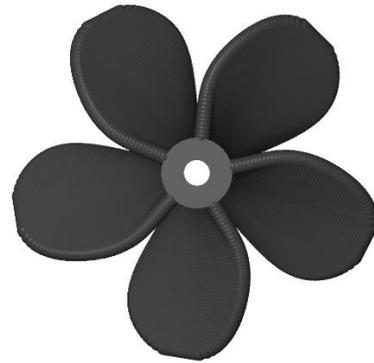


図4 使用したストック形状

## 3. 結果

### 3. 1. 形状の比較

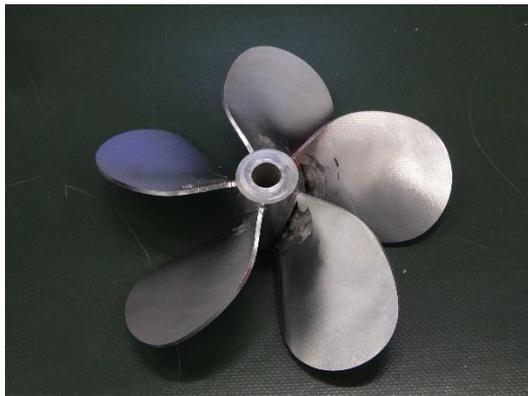
プロセスAで作製した形状を図5に、プロセスBで作製した形状を図6に示す。本来であれば、両者で作製した形状は同じになるはずであるが、羽根の根元部分に積層造形した形状の残りが見られる。これは、積層造形前の温度が造形される形状に影響を与えているためである。つまり、1層目を積層造形する際には、母材（治具を含む）の温度が低いため、積層造形された金属がすぐに冷却される。一方、積層造形を繰り返すことにより母材温度が高くなるため、積層造形された金属において温度が高い状態が保持される。これにより、初めに積層造形されたものと、ある程度積層造形された後の積層造形物において幅や高さに違いが発生しているためと考えられる。そのため、再現性良く積層造形を行うためには、温度計測により積層造形直前の母材温度を一定に保つ必要がある。



図5 プロセスAにより作製したスクリュープロペラ形状



(a) 積層造形前 (b) 積層造形後



(c) 切削加工後

図6 プロセスBにより作製したスクリュープロペラ形状

### 3. 2. 加工時間の比較

プロセスAとプロセスBにおける加工時間の比較を表2に示す。プロセスAの加工時間が長いのは、荒加工の時間が長いためであり、ブレード形状に沿って行う中仕上げ加工及び仕上げ加工での加工時間は、両者で同じである。

今回の形状においてアルミニウム合金を加工した場合、プロセスBの方が短時間で加工が可能であった。ここで、他の金属について検討してみる。金属積層造形においては、ワイヤーフィードとトーチ送りにより積層造形される断面積が決まるため<sup>2)</sup>、金属の種類による積層造形時間に大きな変化はない。一方で、切削加工においては被削材により切削速度は大きく異なっており、インコネル等の難削材においては、加工時間

が数倍必要となる。また、除去重量を減少させることにより、必要となる切削工具の本数も削減できるといったメリットもある。

表2 加工時間

	プロセスA	プロセスB
積層造形時間		2h51m54s
切削加工時間	16h57m2s	12h25m30s
総加工時間	16h57m2s	14h17m24s

### 3. 3. 除去重量の比較

プロセスAにおいて、加工前の重量は3,561g、加工後の重量は267gであった。ここで、被削材の形状を直径180mm、高さ50mmとしたが、市販材では寸法にばらつきが見られたため、前述の円柱形状への加工が必要であった。この際、固定用の穴等を加工する必要もあったため、円柱形状での重量計測が行えず、加工前の重量は体積と比重から計算した。なお、比重には2.8を用いた。

一方、プロセスBでは、加工前の円柱形状の重量が129g、これに固定用の穴等を加工した金属積層造形前の重量が111g、積層造形後の重量が555g、切削加工後の重量が248gである。ここで、加工前の円柱形状の重量は、プロセスAと同様に計算から求めており、比重には2.68を用いた。

この結果より、プロセスAでは除去重量が3,294gであり、プロセスBの325gと比べて約10倍である。材料費として比べると、プロセスBの方が約1万円以上安価となっている。今回はアルミニウム合金で実施しているが、材料によっては、さらにメリットが得られる。

### 3. 4. 金属積層造形と組合せる判断

今回は複雑形状としてスクリュープロペラ形状について検討を行ったが、それ以外の形状を作製する場合においてプロセスAとプロセスBのどちらに優位性があるかの判断が必要となる。判断材料として、加工時間及び材料費が挙げられる。

加工時間については、CAM等により加工時間を計算する方法がある。今回用いたhyperMILLによる加工時間の計算結果を表3に示す。表3に示すように、加工時間の内訳として、G00(早送り)とG01(切削送り)が表示される。ここで、表2と表3の結果に差が見られるが、これはG00時間によるものが大きい。今回の加工において、早送りの設定を10%として加工しており、これを考慮すると計算値と大きな違いはない。一方で、積層造形時間では、起動及び停止に各5秒程度要しており、これに加え冷却時間を考慮する必要がある。

一方、材料費では、3DCADデータ等から必要な被削

材のサイズを知ることができ、これから想定できる。  
また、加工前後の形状から除去体積を求めることにより、加工に必要なエンドミルの数も想定することができる。

これらを、金属積層造形を組合せるかどうかの1つの判断材料として利用できると考える。

表3 CAMにおける加工時間

	プロセスA	プロセスB
積層造形時間		1h8m19s
切削加工時間	12h23m20s	8h47m46s
(G00時間)	(18m40s)	(16m41s)
(G01時間)	(12h4m41s)	(8h31m5s)
総加工時間	12h23m20s	9h56m5s

#### 4. 結言

スクリュープロペラ形状を切削により加工する際に、プロセスAとプロセスBの比較を行い、次の結果を得た。

- ・今回作製したスクリュープロペラ形状においては、加工時間及び除去重量ともにプロセスBが少なく、メリットがあった。特に除去重量では、メリットが大きい。
- ・プロセスBを用いるかの判断材料として、加工時間及び材料費が挙げられるが、これらはCAM等を用いることにより、プロセスAとの比較が可能である。
- ・ワイヤーク式金属積層造形では、母材温度により積層される金属の幅や高さにばらつきが発生する。再現性良く積層造形を行うためには、温度計測により積層造形直前の母材温度を一定に保つ必要がある。

#### 参考文献

- 1) 朱小金、阿部荘志、高木悠貴、笹原弘之、“アルミニウム合金を用いた熔融金属積層造形物の造形条件最適化に関する研究”、第22回精密工学会学生会員卒業研究発表講演会論文集(2015)、pp. 91-92
- 2) 鶴巻尅直、千葉原宏幸、塚本晋士、笹原弘之、“ワイヤ材料とアーク放電を用いた Additive Manufacturing による造形物の温度モニタリングと薄肉板端部への付加造形”、第24回精密工学会学生会員卒業研究発表講演会論文集(2017)、pp. 103-104

# フラットな両面受光型太陽電池パネルと設置方法の開発

Development and application of bifacial solar panels electrically connected at the end face

技術開発部 プロジェクト研究科 小野裕道 三瓶義之 小林翼 松本聖可  
 会津若松技術支援センター 産業工芸科 原朋弥  
 国立研究開発法人 産業技術総合研究所 (AIST) 福島再生可能エネルギー研究所 (FRE A)  
 高遠秀尚、白澤勝彦、立花福久、伊野裕司  
 東北芸術工科大学 堀内芳明  
 福島双羽電機株式会社 本田剛  
 アンフィニ株式会社 木村太亮 根本克広 阿部正範

太陽光発電のさらなる普及には、市街地への設置数を増やすことが求められている。近年普及しつつある両面受光型太陽電池パネルは、垂直に設置する例が多く、設置箇所の拡大が期待される。このため、ハイテクプラザと県内企業2社、東北芸術工科大学、産業技術総合研究所福島再生可能エネルギー研究所と共同でフラットな両面受光型太陽電池パネルを開発し、設置形態の考案に取り組んだ。本年度は、パネル端面での電線取出口と放熱性を高めたバイパスダイオード、それらを組み込んだ太陽電池パネルの加飾デザインを考案したので報告する。

**Key words:** 両面受光型太陽電池パネル、バイパスダイオード、デザイン

## 1. 緒言

再生可能エネルギーで発電した電力の固定価格買取制度の導入により、再生可能エネルギー発電設備は増加を続けている。本県は「福島新エネ社会構想」の実現に向け、再生可能エネルギー関連産業の支援に取り組んでいる。

再生可能エネルギーによる発電の中で、比較的発電量の予測が容易な太陽光発電は、メガソーラーなど大規模発電設備を中心に導入が進んでいる。他方、市街地での太陽電池パネルの設置はゼロ・エネルギー・ハウス (ZEH) やゼロ・エネルギー・ビル (ZEB) の電源として関心が高まっているものの、あまり進んでいないのが現状である。

これに対し両面で受光し発電する両面受光型太陽電池パネルは、垂直に設置しても総発電量の低下が少ないため、市街地での設置箇所の拡大が期待されている。

これまでハイテクプラザは、従来裏面に取り付けられていたジャンクションボックス内のバイパスダイオードをパネルに内蔵させ、裏面がフラットなパネルを製造する技術を開発してきた。

この技術を両面受光型太陽電池パネルに適用すれば、パネル両面がフラットになり、これまでガラスやプラスチックで作られていた屋外の仕切り板や看板、案内板などに両面受光型太陽電池パネルを使用できるようになり、用途の拡大が見込まれる。

そこで、ハイテクプラザでは福島県内の企業2社と産業技術総合研究所福島再生可能エネルギー研究所 (FRE A)、東北芸術工科大学と共同で、フラットな

両面受光型太陽電池パネルの開発と、その市街地向けの設置形態の考案に取り組んだ。

本研究では、太陽電池パネルの設置に必要なパネル端面での電線取出口及び放熱性を高めたバイパスダイオードを開発し、これらを組み込んだ太陽電池パネルの加飾デザインを考案した。

## 2. 実験及び結果

### 2. 1. 電線取出口の水没試験

市街地への設置を考えると、電線取出口とケーブルは通行者の手に触れられないよう露出を抑えることが求められる。

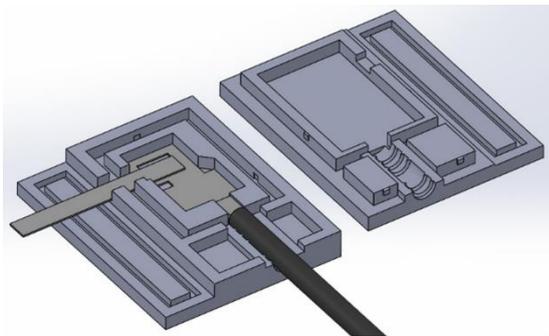
太陽電池パネルの出力電流は 10[A] を超えるため、接続の信頼性確保のために、電線は内部配線のタブ線とはんだ付けする必要がある。タブ線と電線を接続する電線取出口は、太陽電池パネルの端面に取り付けることとし、設置時には柱に内蔵される仕様とした。また、試作・評価に用いる太陽電池パネルは太陽電池セルが4枚入る1辺400mmの小型の太陽電池パネルとした。

太陽電池パネルと柱に内蔵させる電線取出口の外観を図1(a)に、取出口の詳細を図1(b)に示す。電線は太陽光発電設備に使うケーブルとした。この取出口は、漏電故障を起さぬよう、防水性能が求められる。そこで取出口を試作し、電線取出口内部に太陽電池パネルのガラス面やケーブルまわりの浸水が起こらないか観察した。

電線取出口は3Dプリンタ(株式会社キーエンス社



(a) 電線取出し口の外観



(b) 電線取出し口の詳細図

図1 電線取出し口的设计

製アジリスタ)により造形した。これは2つの部品で太陽電池パネルのガラス板を挟む構造であり、部品とガラス、ケーブルをシリコン接着剤で固定した。水の浸入経路は、シリコン接着剤と各部品との界面であると考えられるため、それぞれの界面に水濡れ検知シートを設置した。想定した水の浸入経路と水濡れ検知シートの貼り付け位置を図2に示す。水濡れ検知シートは、表面がシリコンゴムで覆われるとインクが濡れ広がらず水濡れを検知できない。このため、水濡れシートの上にろ紙を重ねて接着し、シートが水濡れすれば、ろ紙にインクが移り、検知できるようにした。接合には透明なシリコン接着剤を使用し、外側からインクのにじみを観察できるようにした。

図3に示すように試料を水槽に沈め60[分]間静置した後に、水濡れ検知シートを観察した。ガラス板と電線取出し口の界面に変色が見られたので、分解して観察すると、図4のように水濡れがあったことが分かる。このように水濡れがあった場所は1ヶ所で、それより内部の電線側に濡れ広がることはなかった。また、

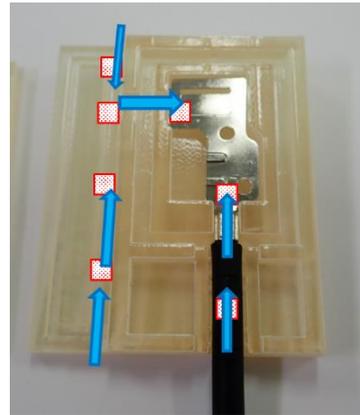


図2 造形した電線取出し口と水濡れ検知シートの貼り付け位置

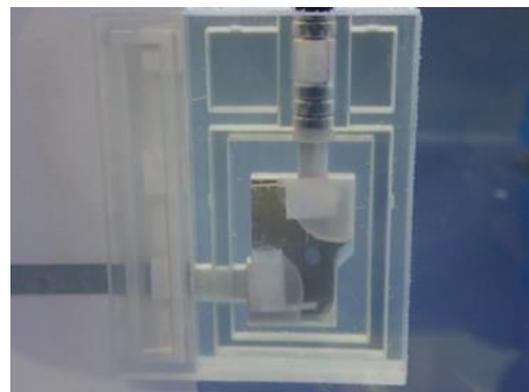


図3 水没させた端子取出し口

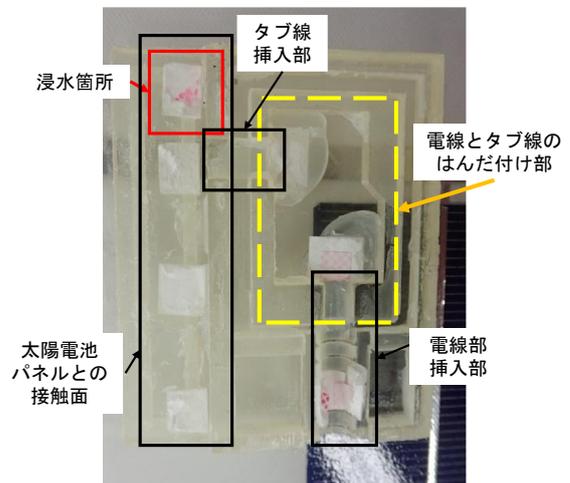


図4 水没後の水濡れ部の観察

電線とタブ線のはんだ付け部に水が流れ込むこともなかった。電線取出し口は良好に防水できていたと考えられるが、量産される場合、組み立てを簡単にするため、ケーブルと電線取出し口の上にシリコン接着剤を塗らない場合などが考えられる。また、電線取出し口は本試作より小型にすることも求められる。今後は、これらの課題に取り組む。

## 2. 2. インラミネート型ダイオードの開発

### 2. 2. 1. ダイオードの開発

太陽電池パネルは、ガラス板の間にはんだ付けした太陽電池セルとインターコネクタ、タブ線をエチレン・酢酸ビニル共重合体 (Ethylene-vinyl acetate copolymer 以下 EVA) フィルムに挟んで、ラミネートされた構造である。太陽電池パネルにバイパスダイオードを内蔵させるためには、これらと同等の 0.9[mm]以下の厚さであることが求められる。また、ダイオードは内部保護のため樹脂で封止されることが望ましいが、バイパスダイオードは電流を迂回させた際に発熱を逃がすための放熱性も必要である。そこで放熱性の向上を重視し、樹脂で封止しないタイプのインラミネート型バイパスダイオードを試作した。これは、太陽電池パネルのラミネート加工時に、EVA樹脂で封止することで内部の保護を図っている。条件を満たすバイパスダイオードの試作は、福島双羽電機株式会社が行った。開発したインラミネート型バイパスダイオードを図5に示す。



図5 インラミネート型バイパスダイオード

### 2. 2. 2. ラミネート試験

試作したインラミネート型バイパスダイオードは、太陽電池セルと共に EVA樹脂で封止して使用する。ダイオードの電極間には隙間があるが、ここに樹脂が充填されることで水分等の浸入などを防ぐ。この隙間の間隔は 0.2mmほどである。

EVA樹脂がこの厚さ 0.2mmの隙間に充填されることが求められる。インラミネート型バイパスダイオードの電極板は平板でないため隙間の観察が難しい。そこで、観察を容易にするため、インラミネート型バイパスダイオードの隙間を模擬した試料を作製した。太陽電池パネルに使用する幅 6[mm]で厚さ 0.2[mm]のタブ線を図6に示すように、3層に積層し、この中間層に隙間を設けた。

試料はラミネート後に X線撮影と超音波顕微鏡により観察した。その後、切断砥石で切断し、研磨して試料の断面を観察した。

X線透視撮影した結果を図7に超音波顕微鏡による反射波の観察結果を図8に示す。なお、図8は方向を合わせるため左右反転している。X線透視撮影では内部のはんだ付け構造は把握できたが、EVA樹脂は X線の透過率が高いため隙間への浸入の有無は観察できなかった。銅板と EVA樹脂界面からの反射を期待した超

音波顕微鏡観察では、はんだ付け構造は把握できたものの銅箔と EVA樹脂の界面の反射波は振幅が小さく、銅板も変形し反射波の到達時間も定まらないため、空隙を示す信号を判断できなかった。

この試料を図6の点線位置で切断砥石により切断し、樹脂埋め後に研磨して断面を観察すると、図9のように樹脂は中心付近まで侵入していた。開発したインラミネート型バイパスダイオードは中心に半導体があるため、樹脂は 2[mm]ほど侵入すれば半導体を封止できる。確認のため、同じ条件でラミネート加工したインラミネート型バイパスダイオードの断面を観察すると、EVA樹脂はダイオードを隙間なく封止していた。

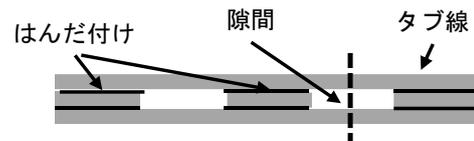


図6 ダイオードを模擬した試料の断面

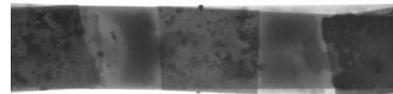


図7 模擬試料の X線撮影結果

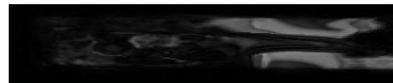


図8 超音波顕微鏡による観察結果



図9 模擬試料の断面観察結果

### 2. 2. 3. 放熱特性の測定

太陽電池セルに影などがかり発電量が低下すると、バイパスダイオードに電流が流れ始め、太陽電池セルの発熱を低減する。この際、バイパスダイオードは流れた電流により発熱する。太陽電池パネルは日向に設置されるが、電流が流れて発熱があったとしても、バイパスダイオード内の半導体素子は動作温度範囲である 150[°C]以下に保たれていることが求められる。一般に、電子回路の熱設計では、素子の消費電力ごとに上昇した温度を測定し、消費電力と温度の傾きである熱抵抗  $R_{th}$ [K/W]を算出して評価する。これと同様にインラミネート型バイパスダイオードについても、熱抵抗を求め、ラミネート後の放熱特性を評価した。

また、バイパスダイオードに電流が流れた際の発熱量は、ダイオードの電気特性により異なる。電気特性

の異なる4種類のバイパスダイオード（M9-4、M9-5、M10-3、M10-4）を試作し、太陽電池パネルにラミネート加工し、定格電流10[A]を定電流電源より付加した。その際、ダイオードと共にラミネートした熱電対でダイオードのカソード端子側の温度を測定した。電気特性の違う4種類のバイパスダイオードの消費電力と温度上昇の関係を図10に示す。ダイオードに12[mm]幅のタブ線を付けると、熱抵抗は13.9[K/W]で、10[A]の電流が流れた際の温度上昇は61.6[°C]であった。これは、ジャンクションボックス内に内蔵するバイパスダイオードと同程度の温度上昇であり、これまで開発してきたインサート成形された薄型バイパスダイオードを上回る放熱特性を示した。ダイオードの電気特性の違いによる放熱特性の差は見られなかった。ダイオードの電気特性が異なっても、流れた電流が同じであれば、発熱量はおおよそ等しいことを示している。

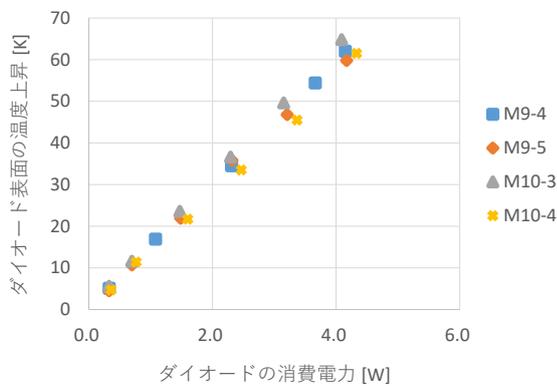


図10 ラミネートしたダイオードの熱抵抗

## 2. 3. 太陽電池パネルの設置法の開発

### 2. 3. 1. 市街地に適したデザインの開発

太陽光発電の大規模発電設備は郊外の整地された面積の大きな土地に建てられる。本研究では、大規模発電設備以外の用途として、「市街地」に適したデザインを考案した。両面受光型太陽電池パネルは、垂直に設置しても両面から光を受けて発電可能である。このため、小さな面積の土地や建物壁面への設置が期待される。これを活用したデザインの考案とデザインモデルの制作については、東北芸術工科大学が取り組んだ。

まず、共同研究者間でブレインストーミングによるアイデア発想を行った。市街地で想起される場所や建物を書き出し分類すると、「市街地中心地」と「郊外」に大別され、代表的な場所としては、「市街地中心地」には駅前や商店街、「郊外」には学校や公園があげられた。

図案の考案の前に、先のアイデアに具体的な場所と使用シーンを設定した。その結果、「学校や公園など公共の場での境界となる設置」と「駅や観光地などでの照明や案内表示となる設置」の2つが選ばれた。パネ

ルのサイズについては、これらはいずれも間仕切りの機能を有することから、大型のサイズが好ましいと考え、市販サイズの太陽電池パネルを使用することとした。

この2つのシーンのうち、「駅や観光地などでの照明や案内表示となる設置」では、照明に加え案内表示として利用するため、様々な角度からパネルが見えることが重要になる。平面から見てジグザグに太陽電池パネルを配置し、様々な角度からパネルを見ることができ、上下の梁にLEDライトを仕込み、照明としての機能も備えることとした。考案したデザインを図11に示す。

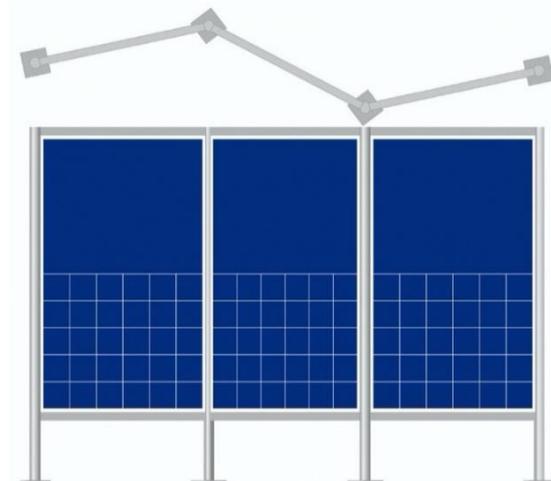


図11 駅や観光地などでの照明や案内表示を想定したデザイン

この案内板には、太陽電池パネルに加飾することで、デザイン性を付与することを試みた。設置される場所により適した加飾図柄は変わると考えられるが、加飾例として伝統的な図柄を採用した。加飾は、金粉や銀粉で絵模様を作る会津塗の蒔絵技法を応用した。加飾する図柄は2[m]離れた地点から視認することを想定し、線の太さは0.75[mm]以上とした。加飾デザインはAdobe社製IllustratorCCを使用した。複数の伝統柄の中から、面内の図柄が均一な「松」を選定した。加飾図柄を図12に示す。

デザイン確認のため、縮尺1/5のデザインモデルを作成した。架台は3DCADソフトウェアのRobert McNeel & Associates製Rhino7を使用して3D造形した。ABSフィラメントを素材としてFDM方式の3Dプリンタ(Flashforge製DreamerNX)で造形出力した。

伝統柄の「松」を加飾柄とし、会津若松技術支援センターにて、エポキシ樹脂を用いて3mmの透明アクリル版にスクリーン印刷し、アルミ粉で蒔絵を施した。デザインモデルを図13に示す。

また、実物のパネルでの視認性を確認するために、

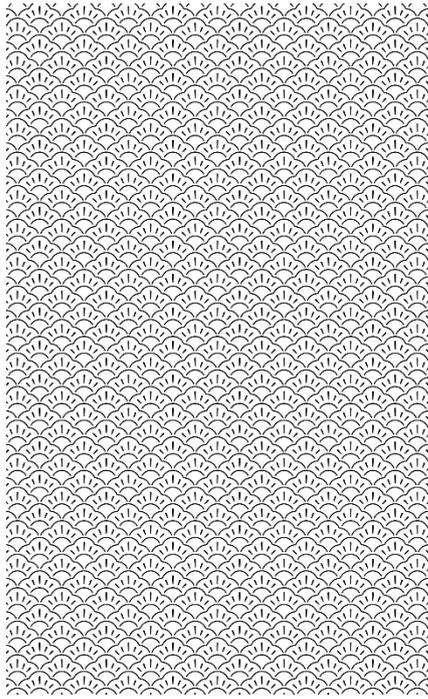


図12 加飾図柄 松

小型太陽電池パネルのガラス面に、実寸大の図柄をスクリーン印刷で印刷した。これは、図14に示すように、背景に太陽電池セルがあっても、十分な視認性が得られることを確認できた。

太陽電池パネルの加飾は、受光部に影を作り発電量を下げってしまう。本研究は、太陽電池パネルの発電量を少し下げても、加飾し新しい価値を付与することが目的である。単色で無機質な印象の太陽電池パネルに、見る人の目線を意識した加飾により華やかな印象の太陽電池パネルに変化させることができた。この加飾手法は、案内などの情報を印刷することもできることから、新たな機能を付与した太陽電池パネルの可能性を提案できた。

この反面、加飾部は太陽電池パネルに影を作ることから、太陽電池セルが温度上昇するホットスポットの発生が懸念される。今後、ホットスポットを発生しにくい加飾技法を検討する。これにより太陽電池パネルにグラフィックデザインや広告デザイン、アートを組み合わせることが可能となり、新しい太陽電池パネルが生まれると期待できる。

### 2. 3. 2. パネルのひずみ測定

屋外に設置された太陽電池パネルは、昼夜の温度変化や風圧により応力を受ける。ガラス板の固定方法の違いにより、かかる応力が異なることから、太陽電池パネルを屋外に設置してガラス板に生じるひずみを測定した。

屋外に測定用の架台を作製し、小型太陽電池パネル



図13 デザインモデル



図14 太陽電池パネルの加飾

を固定した。ひずみゲージの貼り付け位置を決定するために太陽電池パネルのガラスの4辺を固定し、受光面に分布荷重を受けた場合の、最大応力の位置をCAE(Solid Works Simulation)により計算した。分布荷重は太陽電池パネルの規格にある雪氷の積載(JIS C 8990)を想定し5400 [Pa] とした。解析結果を図15に示す。図中の緑色の矢印部分は固定とし、赤色の矢印部分が分布荷重を与えて計算している。固定部近くで各辺の中央部に最大引張応力が発生することが分かったため、この部分にひずみゲージを貼り付けて測定した。

ひずみの測定に使用した測定器を表1に示す。温度変化の大きな屋外でひずみゲージを使用すると、温度変化により測定結果がドリフトする。このドリフトを抑制するため、測定物の線膨張係数に適したひずみゲージを選定し、ケーブルの温度変化の影響を受けない3線法で測定した。ひずみゲージの貼り付け位置と測定器のチャンネルを図16に示す。

図17に示すようにパネルの中央にプッシュプルゲージで98[N]の荷重を繰り返し加え、ひずみを測定した。太陽電池パネルの4辺の測定結果を図18に示す。

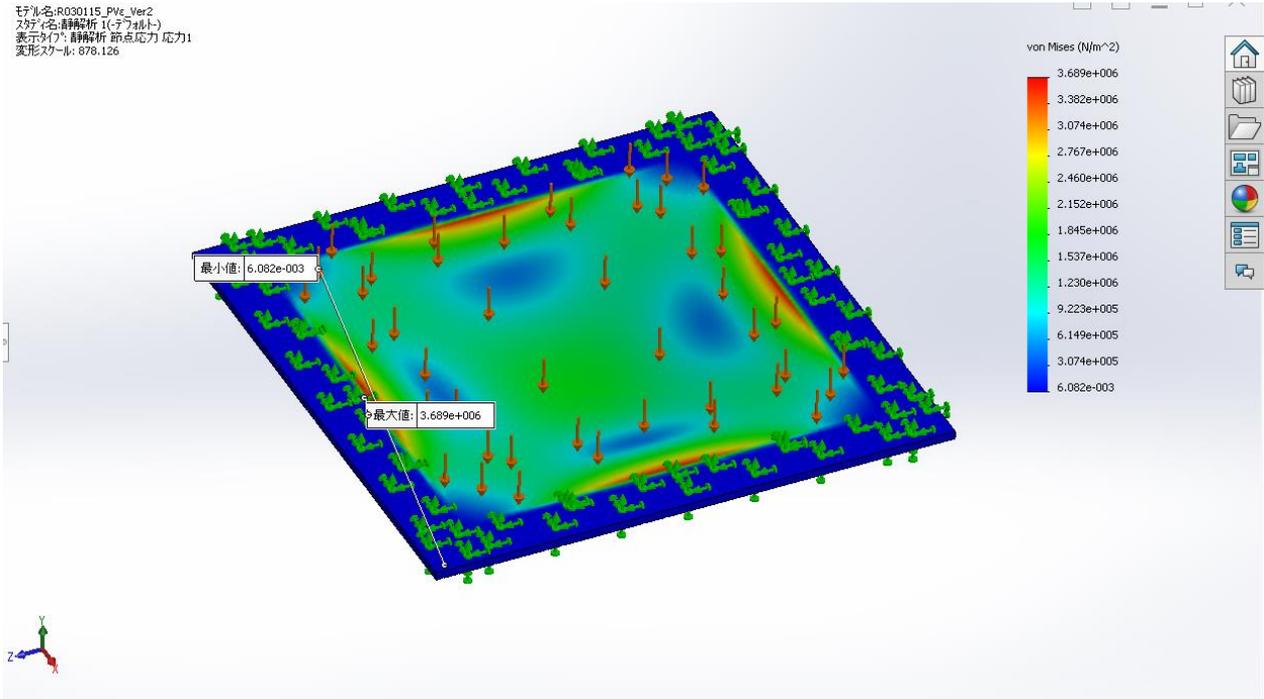


図15 ガラス板の主応力分布

表1 ひずみ測定装置

		EDX (共和電業(株)製)
構成	Amp	EDX-14A
	A/D	EDX-10B
	Softwear	DCS-100A
分解能	24bit (0.003 $\mu\epsilon$ )	
応答周波数	DC-2kHz	
通信	有線 (USB)	

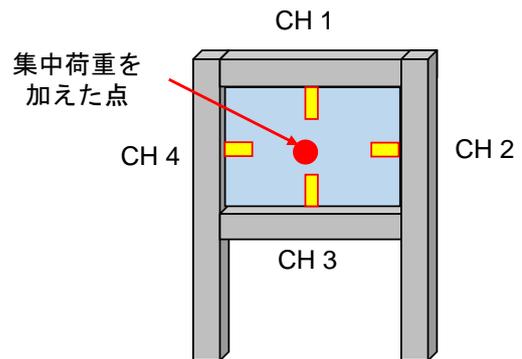


図16 ひずみゲージ貼り付け位置と測定チャンネル

温度補償のある接続法であったため、4方向のうち3方向は測定中の温度ドリフト等を抑えてひずみを測定できたが、1方向は5[分]間で約50[ $\mu\epsilon$ ]ほどドリフトした。この要因には、測定器の接地不良やひずみゲージの接着不良などが考えられるが、特定には至らなかったため、追実験を行う予定である。

### 3. 結言

フラットな両面受光型太陽電池パネルと、その市街地向けの設置形態の考案に取り組んだ。太陽電池パネルの設置に必要なパネル端面での電線取出し口及び放熱性を高めたインラミネート型バイパスダイオードを開発し、これらを組み込んだ太陽電池パネルの加飾デザインを考案した。これにより、次の結果を得た。

- ・太陽電池パネルの端面に取り付ける電線取出し口



図17 ひずみ測定実験

を設計し、3Dプリンタで試作した。これを小型太陽電池パネルに取り付け、水没試験を行った結果、浸水は見られなかった。

- ・放熱特性に優れたインラミネート型バイパスダイオードを試作し、太陽電池セルと共にラミネート加工した。ダイオードの密封を確認するために、バイパスダイオードを模擬した試料をラミネート加工し、断面を観察した結果、隙間に樹脂が入り込み、試料は密封されていることが分かった。
- ・インラミネート型バイパスダイオードをラミネート加工し、放熱特性を測定したところ、熱抵抗はジャンクションボックス内のバイパスダイオードと同等の13.9[K/W]であった。
- ・市街地に適した太陽電池パネルの設置方法を検討し、太陽電池パネル表面を加飾した案内板を考案し、そのデザインモデルを制作した。
- ・屋外に太陽電池パネルを設置し、ひずみゲージとケーブルの温度補償を得られる測定法でひずみ測定を行うと、温度変動のある屋外でも太陽電池パネルに発生するひずみの測定が可能であった。

今後は、電線取出し口とパネルの接着強度や防水性を評価する。その上で、これを取り付けて、インラミネート型バイパスダイオードを内蔵した両面受光型太陽電池パネルを開発する。

また、太陽電池パネルの加飾による影部とホットスポットの関係を明らかにし、太陽電池パネルを加飾した案内板の開発に取り組む。

## 謝辞

本研究の一部は、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業（東北大学微細加工プラットフォーム）の支援を受けて実施されました。(JPMX09F(A)-F20-TU-0050)

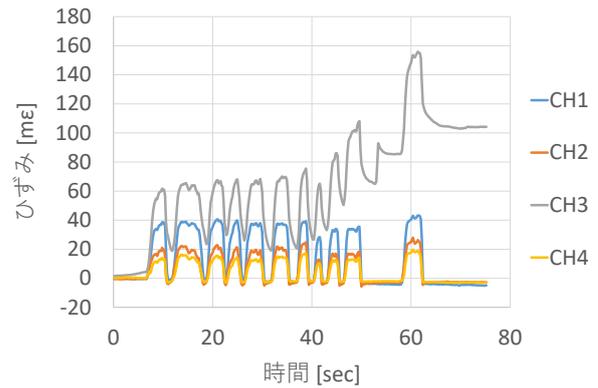


図18 屋外に設置した太陽電池パネルのひずみ測定

# 太陽熱及び太陽光発電を利用しためっき廃液処理装置の開発

Development of a plating waste fluid treatment device using solar heat and power

技術開発部 プロジェクト研究科 三瓶義之

技術開発部 工業材料科 伊藤弘康

太陽熱及び太陽光発電を利用することにより無電解ニッケルめっき廃液の減量・資源回収処理を行う技術の開発に取り組んだ。太陽熱を効率的に吸収し、廃液を加温できる構造を検討し、ニッケルを析出させるための電極の素材・配置の検討を行った。また、効率良くニッケルを電気析出させるための電析条件についても検討を行った。得られた知見をもとに処理槽を試作し、屋外での処理を行った結果、めっき液の減量とニッケルの回収を行えることが確認できた。

Key words: 再生可能エネルギー、太陽光発電、太陽熱、めっき廃液、廃液処理、資源回収

## 1. 緒言

めっき処理業者にとって、無電解ニッケルめっき廃液などの廃液の保管や処理費用の負担は大きく、簡易で低コストの廃液の減量技術や処理費用削減技術には強い要望がある。

一方、太陽光発電をはじめとした再生可能エネルギー分野では、電力の買い取り量の制限や買い取り価格の低下に伴い、余剰の電力を自分で利用する自家利用技術について注目が集まっている。

この自家利用技術として、簡便な手法・装置でめっき液を処理する技術を開発できれば、産業廃棄物の削減と企業負担の低減、再生可能エネルギーの有効利用を図ることができる。

本研究では再生可能エネルギーを用いた無電解ニッケルめっき廃液の処理手法として、太陽熱による水分蒸発と太陽光発電でのニッケルの電気析出を組み合わせた減量・資源回収技術の開発に取り組んだので報告する。

## 2. 実験及び実験結果

### 2. 1. 太陽熱の有効利用

めっき廃液の水分を蒸発させることで減量を図るためには太陽熱を効率よく吸収し、水の蒸発に結び付ける必要がある。

そこで、処理実験に用いる容器に対する太陽熱吸収のための表面処理について検討を行った。

処理実験に用いる容器としては、めっき廃液に対する耐薬品性及び、実験の際の液量を考慮し容量 20[l] のポリプロピレン製の廃液容器を選定した。

容器表面の光の反射を抑制するために容器表面をサンドブラストにより粗化、さらに黒体塗料を塗布することで太陽熱を効率よく吸収できるようにした。

また、得られた熱量でより多くの水分を蒸発させる

ため、容器の太陽光入射面の内壁に開口部を設けた二重構造とし、開口部から入り込んだ液が局部的に太陽熱で加熱される構造とした。

### 2. 2. ニッケルの回収技術

無電解ニッケルめっき液廃液に太陽光発電で得られた電流を流し、液中に含まれているニッケルを電気析出により回収するため、めっき液に投入する電極素材及び効率の良い通電条件について検討を行った。

#### 2. 2. 1. 電極素材の検討

無電解ニッケルめっき廃液に通電してニッケルを析出させる際には、めっき液中に陰極と陽極の両方を投入して通電する。この時、陽極にはめっき液との反応に加えて水の電気分解に伴う酸素の発生と陽極素材の溶出が起こる。そのため、陽極には酸化反応による不動態の形成及びめっき液への溶出が起こらない素材を選択する必要がある。

そこで、種々の素材を陽極としてめっき廃液に投入して通電し、その適性について検討を行った。陽極素材には耐腐食性の素材としてステンレス及びチタン、ニッケルの電界採取用電極として一般的な鉛<sup>1)</sup>、不溶性の素材として黒鉛及び白金を用いた。陰極にはめっき液に対して耐食性を持つチタンを用いた。電極間に5[V]の電圧を印加し、8[h]通電した際の挙動を観察した。その結果を表1に示す。

表1 電極素材と通電時の挙動

陽極素材	ステンレス	チタン	鉛	黒鉛	白金
通電時の挙動	溶出	導通不良	溶出	粉末剥離	変化なし

ステンレスでは電極の溶出が見られ、チタンでは陽極酸化による不動態被膜の形成のために導通不良が起

こった。鉛は難溶性の酸化被膜が形成されず、電極が溶出した。黒鉛では電極から細かい粉末が脱落し、めっき廃液への混入が見られた。白金ではこれらの問題は見られず安定した通電を行うことができた。この結果及び電極材の価格・入手性より、陽極には白金被覆のチタン電極を使用することとした。

### 2. 2. 2. ニッケルの電析条件の検討

無電解ニッケルめっき廃液からニッケルを電気析出させる際、その析出量は流れた電流量とその時の電流量に対する析出効率で決定される。

この析出効率は、電圧、陰極電流密度、電極間距離、廃液中のニッケル濃度などに影響されると予想されるが、これらの条件は相互に関係するため、単一の条件だけ変化させて析出効率を評価することは難しい。

そこで、同一面積の太陽電池パネルを利用して、電圧は内部のセル直列数で設計するという前提に立ち、電圧と電極の構成を変えて通電した際の析出量を投入電力に対して評価することを試みた。

処理液には無電解ニッケルめっき廃液を用い、陽極に 100[mm]角の白金被覆のチタン製の網型電極、陰極に 100[mm]角の 10[mesh]のチタン電極を用いた。

陽極 - 陰極間の抵抗値の影響を見るため、陽極 2 枚と陰極 3 枚を 2[mm]間隔で交互に積層した複層電極と陽・陰極が各 1 枚で極間距離を 100[mm]とした単層電極を用いた。

通電は電圧 3.6[V]では複層電極、単層電極、4.8[V]、6.0[V]では単層電極で行い、適宜電極を引き上げて通電量と陰極増量を計測し、析出効率を求めた。

累計投入電力量に対する累計析出量の変化を図 1 に示す。

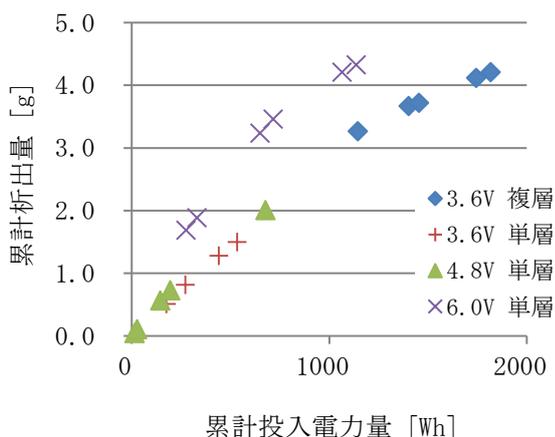


図 1 累計投入電力量に対する析出量

電力量の増加に伴い析出量が増加しており、電圧によってその増加速度は変化していることが分かる。

次に、累計投入電力に対する析出効率の変化を図 2 に示す。

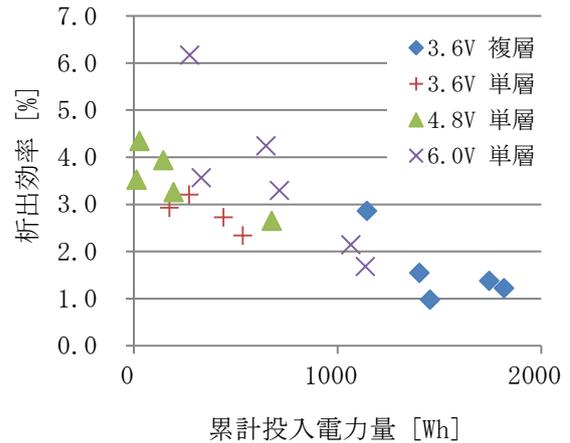


図 2 累計投入電力量に対する析出効率

処理が進むにつれ析出効率が低下していることが分かる。これはめっき廃液中のニッケルの析出による濃度低下に起因すると考えられる。

各電圧に対する析出効率をプロットしたものを図 3 に示す。

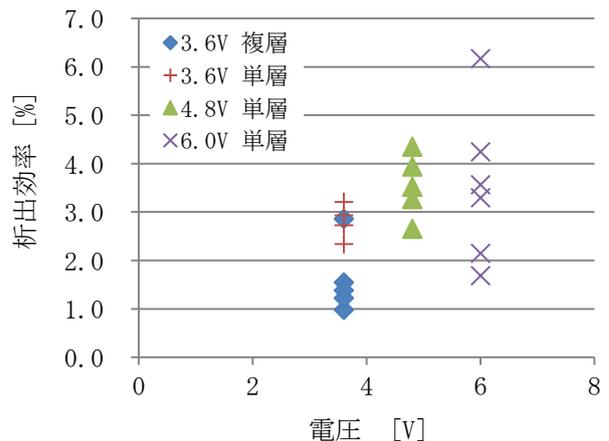


図 3 電圧に対する析出効率

析出効率の上限は電圧が上がるにつれて上昇していることが分かる。これらのことから、ニッケルの析出効率は電圧が高くなるにつれて上昇する傾向があり、そこから処理の進行によるニッケルの濃度低下に伴って減少してゆくものと考えられる。

### 2. 2. 3. 通電前後の廃液中のニッケル量の分析

前項の実験で得られた通電実験後の無電解ニッケルめっき廃液のニッケル含有量の分析を行った。未処理及び、複層の電極で 3.6[V]での通電、単層の電極で 6.0[V]で通電しためっき廃液を試料として、1000 倍に希釈して ICP 発光分析にてニッケルの定量分析を行った。その結果を表 2 に示す。

表2 めっき廃液中のニッケル量の分析結果

試料名	電極	電流 [A]	電力 [W]	電力量 [Wh]	Ni [g/l]
未処理				0	5.65
3.6 [V]	複層	4.82	17.36	1585	3.85
6.0 [V]	単層	2.94	17.67	589	3.68

3.6[V]、6.0[V]いずれも廃液のニッケル含有量は低下していることが確認できた。しかし、6.0[V]に比べ3.6[V]では3倍近い電力量が必要であり、長時間の処理が必要であった。

### 2. 3. 試作処理装置による屋外処理実験

得られた知見を適用した処理槽を試作し、太陽電池パネルを接続して屋外に設置し、無電解ニッケルめっき廃液の処理試験を実施した。

処理槽に7.12[kg]の無電解ニッケルめっき廃液を投入し、陽極に100[mm]角の白金被覆のチタン製の網型電極、陰極に100[mm]角の10[mesh]のチタン電極を用いた。太陽電池パネルには3.6[V]-6.7[A]と4.8[V]-5[A]の太陽電池パネルを直列に接続したものをを用いた。これを好天の昼間に設置し処理を行った。実験の様子を図4に示す。

合計の処理時間は7[日]で55.5[h]、太陽光発電により投入された電力量は合計で748[Wh]であった。

処理試験の結果、めっき液は0.9[kg](-12.6[%])減少し、ニッケル含有析出物として6.3[g]回収することができた。



図4 試作装置による処理実験の様子

(上：処理装置全体、下：処理時の電極からの発泡の様子)

また、処理により得られたニッケル含有析出物についてエネルギー分散型X線分析による定性分析を行った結果、重量比でニッケル：リンがおおよそ8:2の比率で析出していることが確認できた。

### 3. 結言

再生可能エネルギーを用いた無電解ニッケルめっき廃液の処理技術として、太陽熱と太陽光発電を用いた無電解ニッケルめっき廃液の減量・資源回収技術の開発に取り組んだ。太陽熱の効率的な吸収、通電によるニッケルの回収技術の開発に取り組み、実際に太陽熱と太陽光発電を用いてめっき廃液の処理実験を行った。それにより以下の知見を得ることができた。

- ・容器の太陽光入射面の表面処理と容器内壁の二重構造化により、効率的な熱吸収と局部的なめっき液の加熱ができる。
- ・無電解ニッケルめっき液に通電することでニッケル含有析出物の形でニッケルを回収できる。
- ・通電の際に印加する電圧が高いほうがニッケルの電気析出の効率が高い傾向がみられる。
- ・処理の進行に伴いニッケルの析出効率は低下する。
- ・電極を増やし、電極間距離を短縮して通過電流量を増加させても、大幅な析出量の増加は見込めない。

これらの知見を適用して太陽熱及び太陽光発電を用いた処理実験では、7[日]でめっき液を0.9[kg](12.6[%])減量でき、ニッケル含有析出物を6.3[g]回収できた。またニッケル含有析出物のニッケルとリンの比率は8:2であった。

本研究の結果より、再生可能エネルギーを用いて無電解ニッケルめっき廃液の処理を行える可能性を示すことができた。今後、処理の効率化と大型化への対応、金属精錬事業所側の受け入れ条件への適合について検討を行い、実用化を目指す。

### 参考文献

- 1) 江島辰彦：非鉄金属精錬、P.238

# シルクデニット糸を使った高付加価値型シルク素材の開発

Research and development of high value-added silk textile using silk knit-de-knit yarn

福島技術支援センター 繊維・材料科 中村和由 佐藤優介 長澤浩 東瀬慎

本研究では、ハイテクプラザの糸加工技術(特開 2018-165413)を活用し、県内企業が取り組む繊維製品の高付加価値化と繊維製品の地域ブランド化を目指すことを目的としている。本年度は織物用デニット糸(緯糸)の作製方法の選定、及び試作織物の課題抽出を行った。

Key words: デニット糸、緯糸加工糸

## 1. 緒言

ヨーロッパを中心としたファッション市場では長年、高付加価値な繊維素材であるシルクを原料とした繊維製品が、最高級ファッションとして富裕層を中心に安定した需要を確保している。

一方で、近年の気候温暖化や住宅の高気密化、ライフスタイルの変化等により、アパレル衣料全般が軽量化、薄地化へシフトする傾向にある。

このような動向を踏まえ当センターでは、従来開発してきたシルク加工糸をより軽量化、薄地化できる新しい糸加工技術(特開 2018-165413)の知財化を進め、地域産業の基盤技術となる新たなシルク加工糸を開発することで、県内の繊維関連企業へ成果普及、技術移転することを目指している。

最終的には県内で加工、製品化を実現する新たなサプライチェーンへの転換を進め、現在企業が取り組む繊維製品の高付加価値化、福島県産の繊維製品の地域ブランド化を目指すことを目的としている。

図1に示すシルクデニット糸<sup>注1)</sup>(以下、デニット糸)は、従来のニット・デニット糸(解編糸)とは異なり、解編糸の内部にループ結節を保持することで、伸縮性と嵩高性に優れることを特長としている。そのためシルクの持つ独特の風合いや光沢感、そして優美なドレープ性をニット用及び織物用加工糸として幅広く展開できる可能性がある。



図1 シルクデニット糸の外観

しかし、これまでニット用に開発したデニット糸を織物に使用した場合、緯糸に掛かる製織時の荷重により、デニット糸が最大伸度まで伸び切った状態で固定化されるため、出来上がった織物はソフト感も嵩高性にも乏しい織物となり、デニット糸の特長が発現されないという課題があった。そこで、本研究では織物用デニット糸(以下、緯糸加工糸<sup>注2)</sup>)の作製方法の選定、

及び県内織物企業と共同で試作織物の課題抽出を行った。

## 2. 試験方法

### 2. 1. 試料と試験機器

各種加工糸の作製条件を表1～4に示す。

表1 デニット糸の作製条件(緯糸加工糸原料)

緯糸加工糸原料	素材	下撚数 [T/m]	構成数 [本]	編針数 [本]	解編数 [本]	織度[D]
デニット糸①	生糸21中3片+27中×1+水ビ60D	1600	1	8	5	338
デニット糸②	生糸21中3片+27中×1+水ビ30D			16	3	203
デニット糸③	生糸21中3片+27中×1					142

表2 合撚糸の作製条件

合撚糸	素材	織度[D]	下撚数 [T/m]	構成数 [本]	撚数[T/m]	撚方向
合撚糸	デニット糸	142	2600	1	536	Z
	生糸	28中		1		

表3 カバーリング糸の作製条件

カバーリング糸	素材	織度[D]	下撚数[T/m]	構成数[本]	撚数[T/m]
芯糸	生糸	28中	2600	1	500
鞘糸	S撚り デニット糸	189	無撚	1	
	Z撚り 生糸	21中×2片		2	230

表4 緯糸加工糸の作製条件

	芯糸	鞘糸		巻取 [m/min]	倍率	送速度 [m/min]	仕上織度 [D]			
		デニット糸								
		S撚[T/m]	Z撚[T/m]							
緯糸加工糸①	生糸 28中×1	デニット糸①	220	4.85	1.8	5.5	840			
緯糸加工糸②		デニット糸②	650					120	5.2	570
緯糸加工糸③		デニット糸③								

### 2. 2. 試験方法の詳細

#### 2. 2. 1. 接触冷感値(Q-max)測定方法

表5に示すサーモラボII型試験機を使い、JISL1927に準拠した上で、標準状態 20[°C], 65±10 [%RH]+10°C [ΔT=10°C]の条件下で、生地1枚につき任意に5点測定し、その平均を求めた。

### 2. 2. 2. 圧縮性測定方法

表5に示す圧縮試験機を使用し、圧縮特性に関する基本物性値を標準状態 20[°C], 65±10 [%RH]の条件下で生地1枚につき任意に3点測定し、その平均を求めた。

### 2. 2. 3. 嵩高性の算出方法

上記の圧縮試験機から求めたT0を使い、単位重量当たりの繊維体積を嵩高性として、下記より算出した。

$$\text{嵩高性}[\text{cm}^3/\text{g}] = T0 / (W \times 10^3)$$

W：織物の目付[g/m<sup>2</sup>]  
T0：織物の厚み[mm]

表5 加工機器と測定機器

	用途	機器名
合撚加工機	合撚加工系の試作	KF5(須賀機械(株))
カバーリング機	芯鞘加工系の試作	KO-U-HT (資) 苺金機械製作所
圧縮試験機	圧縮特性の評価	KT-3(カトーテック(株))
サーモラボⅡ試験機	接触温冷感の評価	KT-100(カトーテック(株))

## 3. 結果と考察

### 3. 1. 緯糸加工系の作製方法の選定(合撚系)

ソフト感と嵩高性に富む、表1に示すニット用デニット糸を織物用に使用した場合、デニット糸の特長が発現されないことがこれまでに分かっている。

そこで、製織時にデニット糸が伸び切らないように、低伸度の糸と一体化した緯糸加工系の作製条件を検討した。具体的には、低伸度の糸(生糸)に撚糸、巻取、製織時の荷重を吸収させ、表1に示す高伸度の糸(デニット糸)をできるだけ無荷重に近い状態で、低伸度の糸に固定させる方法の二点について解決方法の検討を進めた。

複数本の糸を一本の緯糸として使用する場合、糸同士が分離しないように絡み合いを持たせ、製織時に均一な伸度となるよう一体化させる必要がある。一般的には複数本の糸を引き揃え、一方向に適度な撚りを掛けた合撚糸と呼ばれる緯糸加工系を作製する。

しかし、伸度の異なる糸同士を表2の条件で合撚すると、高伸度の糸は撚糸、巻取荷重により、最大伸度付近まで伸長され、低伸度の糸はわずかな伸長範囲内で互いに撚糸されるため、出来上がった緯糸加工系は高伸度の糸と低伸度の糸が、共にスナール状に絡み合った図2(上)に示す形状となり、デニット糸のソフト感と嵩高性の特長が大きく損なわれたものとなった。

### 3. 2. 緯糸加工系の作製方法の選定(芯鞘系)

次に低伸度の糸を芯糸として、その外周部に高伸度の糸を巻きつける方法を検討した。この方法は過去に知財化した中空シルクの加工技術の一部を応用した方

法である。

表3の条件で作製した芯鞘構造(カバーリング系)の緯糸加工系は、合撚糸の加工系に比べスナール等の発生はないものの、芯糸に対して鞘糸がコイル状に巻付くのではなく、図2(下)に示すように、逆に高伸度の鞘糸に低伸度の芯糸が巻き付く外観となり、デニット糸の特長である伸縮性と嵩高性が損なわれたものとなった。その理由として、芯糸に対して鞘糸の織度(太さ)が太いため、撚りトルクのアンバランスから芯鞘構造が逆転したと考えられる。

よって、芯糸と鞘糸の織度を同程度に調整する方法が考えられるが、芯糸の織度を太くすると、デニット糸の緯糸加工系全体に占める割合が減少し、結果的に目的の風合いとはかけ離れたものとなるため、芯糸の織度は固定し他の方法を検討した。



図2 合撚系(上)と芯鞘構造系(下)

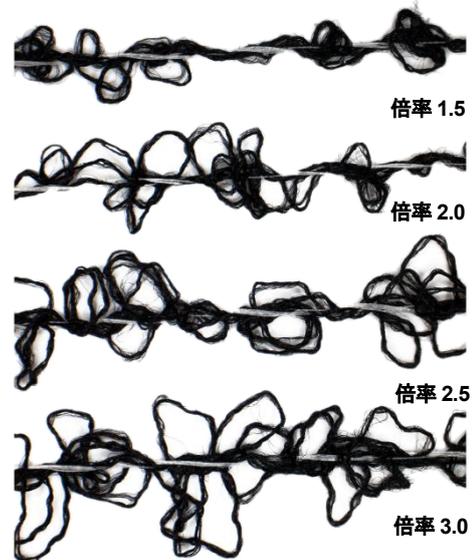


図3 鞘糸の環状の弛み(リング)

以上二つの結果は、高伸度の糸が巻取、撚糸荷重によって伸長されること、及び低伸度の糸に対して撚りトルクが大き過ぎることが、デニット糸のソフト感と嵩高性が失われる主因であると言える。

### 3. 3. 緯糸加工系の作製方法の選定(リング系)

そこで芯糸(低伸度)に鞘糸(高伸度)を供給する際、巻取、撚糸荷重により鞘糸が伸長する前に、芯糸

に対して鞣糸を過剰に供給する方法を検討した。(鞣糸の送り速度>芯糸の巻取速度)

換言すれば芯糸に対し、積極的に鞣糸の環状の弛み(以下、リング)を作る方法であり、従来の意匠撚糸の作製方法を応用したものである。この方法により、鞣糸を芯糸の送り速度に対して、1.5倍から3倍の範囲で過剰に送り出すことで、図3に示す芯糸の外周部に鞣糸がリング状に発現できることが確認できた。

出来上がった緯糸加工糸は、芯糸が破断荷重または破断伸度を越えなければ、鞣糸のリングは常に無荷重に近い状態を保つことができるため、デニット糸のソフト感と嵩高性を緯糸加工糸として保持できると考えられる。

### 3. 4. 試作織物の評価と課題の抽出

製織の初期段階では、経糸密度が緯糸に対して過密となり、緯糸加工糸のリングがほぼ完全に経糸に抑え込まれ、デニット糸のソフト感と嵩高性に乏しい織物となった。

そこで織物企業と再検討した結果、経糸密度を従来の一般的な絹織物の1/2程度まで粗く設計し、織物の欠点の一つであるスリップ(経糸、緯糸交差点のズレ)が許容できる表6に示す経糸密度を選定した。また緯糸加工糸のソフト感と嵩高性を発現させるため、平組織から図4に示す袋二重組織(二重織物組織)へ設計変更を行い、密度と組織の両面から試作織物の作製を進めた。

試作織物の圧縮試験結果を表7に示す。表7の結果より試作織物は羽二重の絹織物(以下、従来織物)に比べ目付、生地厚共に大きな値を示し、目付は約4~6倍程度重く、生地厚は10倍以上の値を示す。

試作織物は、ソフト感と嵩高性の目安となる WC/T0 の値が、従来織物の約二倍の値を示す一方で、両社の回復性 RC に違いは見当たらない。

試作織物①は、表4及び表1に示す解編数5のデニット糸①を使用しているため、生地厚、目付共に他の試作織物より大きな値を示すものの、嵩高性は試作織物③より低い値を示した。

試作織物③の(T0-TM)/T0が、他の試作織物より高い値を示す理由は、(T0-TM)/T0は初期荷重0.5[g/cm<sup>2</sup>]の生地厚T0と、50[g/cm<sup>2</sup>]時の生地厚TM間のストローク量の割合であることから、他の試作織物より緯糸加工糸の織度が小さく、嵩高性の高い試作織物③が有利となったと言える。試作織物③の袋二重組織の外観と織物表面の写真を図5に示す。

また表7に示す試作織物の目付が大きい理由は、表4の緯糸加工糸の織度(太さ)の影響であり、より軽量の試作織物とするには、今後緯糸加工糸の設計段階で軽量化を図る必要がある。図5(下)より、試作織物の表面にはデニット糸のリングが一様に露出し、シボの

ような凹凸感が確認される。試作織物と従来織物の表面凹凸の差を、接触温冷感試験(Q-max 値)により機能性評価した結果を図6に示す。

表6 試作織物の設計仕様

	組織	織物構成系		密度[本/cm]		丈[m]	幅[m]	織機
		経糸	緯糸	経	緯			
試作織物①	袋二重組織 (平組織)+ 経糸結節	生糸 21中×2	緯糸 加工糸①	28	15	2	0.6	シャトル 織機
試作織物②			緯糸 加工糸②	28	17			
試作織物③			緯糸 加工糸③	28	18			

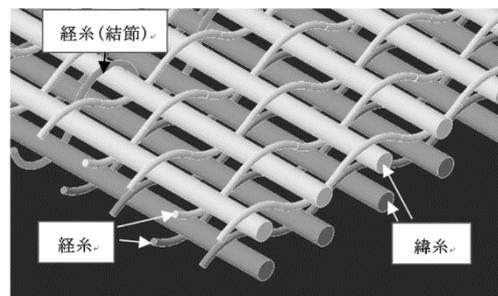


図4 袋二重組織の模式図



図5 試作織物③の袋二重組織(上)と織物表面(下)

表7 試作織物の圧縮試験結果

	目付 [g/m <sup>2</sup> ]	生地厚 [mm]	嵩高性 [cm <sup>3</sup> /g]	LC	WC	TM[mm]	[T0- TM]/T0	WC/T0	RC[%]
絹織物 [羽二重]	47.5	0.2	4.7	0.33	0.06	0.15	0.33	0.27	50.8
試作織物①	297.8	2.2	7.3	0.39	1.68	1.57	0.52	0.51	53.7
試作織物②	237.1	1.8	7.8	0.45	1.37	1.27	0.49	0.55	47.2
試作織物③	177.1	1.9	10.8	0.38	1.75	1.21	0.61	0.57	57.6

LC: 値が小さいほど生地の圧縮初期特性が柔らかい  
 WC: 値が大きい帆と生地にソフト感、嵩高性がある。  
 T0: 値が大きいほど生地に厚みがある(0.5g/cm<sup>2</sup>)  
 TM: 値が大きいほど生地に潰れ難い(50g/cm<sup>2</sup>)  
 (T0-TM)/T0: 値が大きいほどふんわり感が高い  
 WC/T0: 値が大きいほどソフト感、嵩高性に優れる  
 RC: 値が大きいほど圧縮除去後の回復性が良い

試作織物の Q-max 値は、従来織物に対して約三割以上低い値を示した。この理由として、試作織物は従来織物に比べ織物表面に微細な凹凸が多数存在するため、センサー面との接触面積が減少し、Q-max 値が低下したと考えられる。

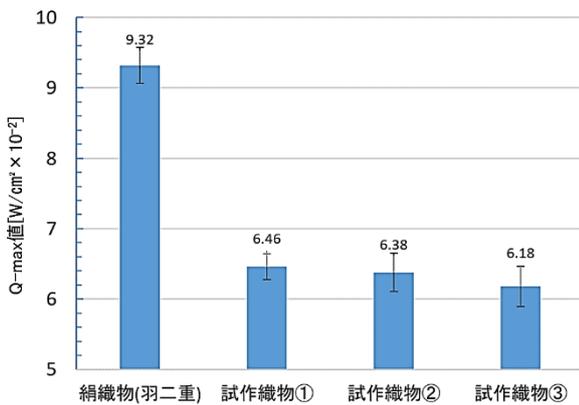


図6 Q-max 値の測定結果 [ΔT=10°C]  
 誤差範囲は95%信頼区間を示す

したがって、表面に微細な凹凸を持つ試作織物は、従来織物を秋冬期に着用した際の冷感を低減できる可能性があり、今後幅広いデニット素材として活用が期待できる。図5(下)に確認できる微細な表面凹凸は、緯糸加工糸のリング部分が経糸間の隙間から、不規則に織物表面に露出したことにより、凹凸が形成されると考えられる。

そこでリングを形成するS方向の鞣糸撚数と、作製した緯糸加工糸のリング間隔を計測した結果を図7に示す。織物表面に露出するリング間隔は、S方向の鞣糸撚数と共に減少する傾向にあることが分かる。

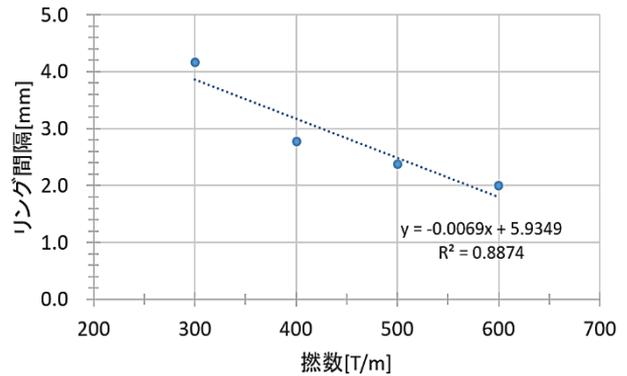


図7 鞣糸撚回数とリング間隔の関係

一方、表6に示す経糸密度から、経糸間の隙間は約0.33[mm]であり、この経糸間隔にリングを効率よく露出するには図7の回帰式からS方向の鞣糸撚数を算出した結果、現在の650[T/m]から約800[T/m]付近へ変更することで、試作織物の表面凹凸がより形成され易くなる可能性が示唆される。

#### 4. デニット糸素材の求評出品

織物用と並行して開発中のニット用デニット糸を使い、図8に示す試作編地を下記の展示会へ求評出品し、新規シルク編地の素材提案を行った。

「二色ジャガード組織によるシルクデニット編地」  
 展示会：ジャパン・テキスタイル・コンテスト2020  
 場所：愛知県一宮市大和町馬引字南正亀4番地1(公財)一宮地場産業ファッションデザインセンター  
 主催：ジャパン・テキスタイル・コンテスト開催委員会、審査会：令和2年10月28日(木)・29日(金)



図8 二色ジャガードによるシルクデニット編地

#### 5. 結言

本年度は緯糸加工糸の作製方法の選定、及び試作織物の課題の抽出を行い次の結果を得た。

①織物用デニット糸(緯糸)の問題点を解決した緯糸加工糸の作製条件を選定した。

②上記緯糸による試作織物は、従来織物と比べ表面に凹凸があるためQ-max値が低く、ソフト感と嵩高性に優れる。

③鞘糸のリング間隔と経糸間隔の関係から、緯糸加工の要件と試作織物の課題抽出を行った。

#### 参考文献

- 1) 特開 2018-165413
- 2) 特願平 11-137948
- 3) 東瀬, 中村, 長澤; 織機誌, 72, P658-662 (2019).
- 4) 奥村正勝; 織学誌, 60, P104-109 (2004)
- 5) 大沢源一郎; 繊維工学, 23, P72-76 (1970)
- 6) 特開 2021-017675
- 7) 特開 2020-026596

# 接触冷感性と快適性に優れた多層横編地の開発

Development of multilayered weft knitted fabric with good contact cool touch and comfortableness of wearing

福島技術支援センター 繊維・材料科 中村和由 東瀬 慎

超高分子量ポリエチレンを活用し、夏用インナー素材に必要な高接触冷感、通気度および吸放湿性を確保した多層横編地の開発をした。その結果、市販の夏用インナーと同等以上の機能性を有していることが分かった。

Key words: 接触冷感性、着用快適性、通気度、 $\Delta MR$ 、超高分子量ポリエチレン、多層横編地

## 1. 緒言

スーパー繊維の一種である超高分子量ポリエチレン繊維(以下 PE 繊維)は、高強度、高弾性、超軽量、高熱伝導性等の特徴を有し、主に産業資材分野(防刃、ロープ、釣り糸等)で使用されている。福島県ファッション協同組合では、特に PE 繊維の高熱伝導性による高接触冷感性に着目し、現在夏用のマスクカバーの製品開発を進めており、今後は、さらに夏用インナー等の衣料素材としての展開も検討している。

しかし、PE 繊維の横編地(袋天竺組織)は、市販の他社夏用インナーと比較して、接触冷感性( $Q_{max}$  値<sup>1)</sup>)は高い一方で、衣料として必要な機能性の一つである吸放湿性( $\Delta MR$ <sup>2)</sup>)が不足している。PE 繊維の繊維自体の吸放湿性向上は困難であるため、天然繊維等の吸放湿性の高い繊維との複合化が必要であるが、単純に糸同士を混織するだけでは、PE 繊維の接触面積の減少や編地の空隙の減少等により、 $Q_{max}$  値や通気度の減少が発生する。

表 1 PE 横編地と市販夏用インナーの比較

素材	$Q_{max}$ 値 (W/cm <sup>2</sup> )	通気度 (cm <sup>2</sup> /(cm <sup>2</sup> ・s))	$\Delta MR$ (%)	目付 (g/m <sup>2</sup> )	
PE 横編地 (200D)	0.27	396	0	193	
PE と Ny 加工 糸との交編	0.42	72	0	476	
市販 の夏 用イ ンナ ー	A 社	0.21	271	21.5	112
	B 社	0.15	363	2.2	114
	C 社	0.16	375	4.7	114

また、繊維本来の高い  $Q_{max}$  値( $\geq 0.4$ )を達成するためには、接触面積を増加させると、PE 繊維の接触面積の関係により、 $Q_{max}$  値と通気度が両立しない(トレードオフ)問題が発生する。

例えば、図 1 のように Ny 加工糸と交編することによって、編地が高密度化し、接触面積が大幅に増加す

る。その結果(表 1)、 $Q_{max}$  値は向上する一方で、編地表面の空隙が減少し、通気度が大幅に低下する。

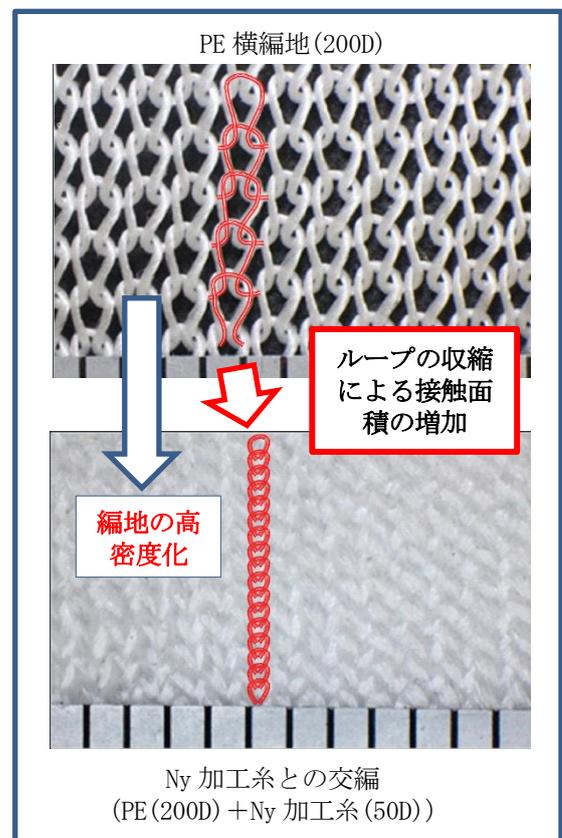


図 1 PE 横編地と交編編地の接触面積の違い

## 2. 研究目的と技術課題

研究目的は表 2 のとおり技術課題を解決し、インナー素材に必要なとされる高接触冷感、通気度および吸放湿性を兼備した多層横編地の開発を行う。

表2 技術課題と解決策

技術課題	内容	解決策
①接触冷感と通気度のトレードオフ	PE繊維の接触面積に比例して、接触冷感は向上する一方で、編地表面の空隙は減少し、通気度が低下する。	多層横編地を活用し、通気度の低下を抑制した上で、接触冷感を向上できる編成条件を検討する。
②吸放湿性の向上	PE繊維は非吸放湿性(ΔMR:0%)の素材のため、着用したときに蒸れ感が発生し、また、天然繊維の割合が増加すると接触冷感と通気度が低下する。	①の検証結果を基に天然繊維との複合化を行うことにより、吸放湿性の向上を目指す。

### 3 実験

#### 3.1. 実験試料

本事業で使用した実験試料は、表3のとおりである。

表3 実験試料一覧

繊維種類	織度(D)	備考
PE 繊維	200	商品名「イザナス(SF60)(東洋紡(株)製)」フィラメント糸 3D/フィラメント
PE 繊維 (HN71)	250	商品名「イザナス(HN71)(東洋紡(株)製)」フィラメント糸 1D/フィラメント
リネン	296	紡績糸
PE 結節糸	70	糸構成: PE(50D)+PU(20D) 撚糸回数: 500T/M(S方向) 原糸(PE)に対して解撚
ナイロン (以下 Ny) 加工糸	50	糸構成: Ny+PU 商品名: ナイロン加工糸 RP2300(ニットマテリアル製)
合撚糸①	250	糸構成: PE(200D)+綿(50D) 撚糸回数: 500T/M(S方向) 原糸(綿)に対して解撚
合撚糸②	250	糸構成: PE(50D)+綿(50D) 撚糸回数: 500T/M(Z方向) 原糸(綿)に対して追撚

#### 3.2. 実験機器

本事業で使用した機器(試作および評価)は、表4のとおりである。測定環境は、織物及び編み物の生地

試験方法(JIS L1096)標準状態(20±1℃、65±10%RH)を基準に行った。

表4 使用機器一覧

	用途	機器名
自動横編み機 (12G)	編地試作	FIRST-184 ((株)島精機製作所)
合撚機	合撚加工	KF5(須賀機械(株))
通気度試験機	通気度測定	NO869(東洋精機(株))
サーモラボII 試験機	接触冷感 (Q-max 値)測定	KT-100 (カトーテック(株))

#### 3.3. 編地試作

試験用の編地試作は表5の条件で行った。

表5 編地試作条件

組織	ゲージ	ループ長(mm)	目数 (コース ウェール)
袋天竺	12	5.5	140目 190目

#### 3.4. 実験方法

##### 3.4.1. 編地密度評価方法

人間の肌がインナー素材に触れたときに冷たいと感じる接触冷感、両者の接触面積が増加するほど熱の移動が起き易くなり向上する。

本事業において糸の織度が同じ場合に、試作編地の接触面積を定量化するために、コース(編地幅方向のループ数)およびウェール(編地長さ方向のループ数)の積を編地密度と定義した。編地密度が大きいほど、編地表面の空隙が小さく、接触面積が大きいことを示している。

$$\text{編地密度(目/cm}^2\text{)} = \text{コース(目/cm)} \times \text{ウェール(目/cm)}$$

##### 3.4.2. 接触冷感値(Q-max 値)測定方法

JIS L1927 に準拠し、標準状態に対して、+20℃(ΔT=20℃)に設定し、生地1枚につき任意に5点測定、その平均値をQ-max 値(W/cm<sup>2</sup>)とした。

##### 3.4.3. 通気度測定方法

JIS L 1096 フラジールA法に準拠し、試料1点につき2回測定し、その平均値を通気度(cm<sup>3</sup>/(cm<sup>2</sup>・s))とした。

## 4 結果と考察

### 4. 1. 編地構造による接触冷感と通気度の向上について

#### 4. 1. 1. Ny 加工糸との交編(プレーティング編成)の問題点

PE 繊維(200D)と Ny 加工糸(50D)の交編(プレーティング編成<sup>3)</sup>)は図2のような編地構造を取っており、主糸(PE 繊維)に対して添え糸(Ny 加工糸)がニットしているため、編地の面方向に大きく収縮し、表6のように編地密度が大幅に増加する。

その結果、Q-max 値が大幅に向上する一方で、編地表面の空隙が減少し、急激に通気度が減少するという課題がある。

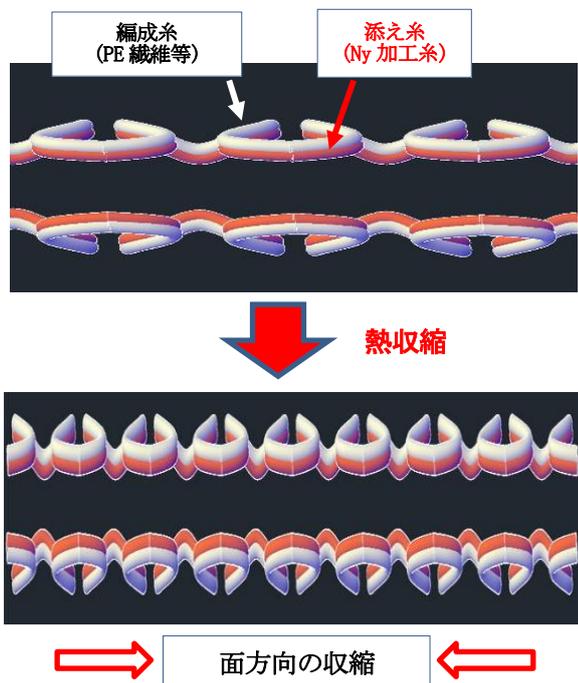


図2 Ny 加工糸との交編の概要

表6 編地密度比較結果

使用糸	PE(200D)+Ny 加工糸(交編)(50D)	PE(200D)
編地密度(目/cm <sup>2</sup> )	158.8	68.6

そのため、通気度の低下につながる面方向に収縮を抑制し、Q-max の向上に必要な PE 繊維の接触面積の増加が可能となる編地構造を新たに検討した。

#### 4. 1. 2. 結節糸挿入による新規横編地の設計

Ny 加工糸との交編の結果より、編地の面方向の急激な収縮を抑制するため、袋天竺組織の中間層に、第三の糸(PE 繊維+伸縮糸)を挿入した多層構造の横編地

(図3)を新たに検討し、評価を行った。

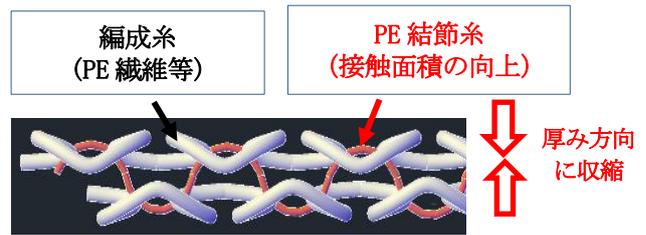


図3 結節糸挿入編地の概略図

この編地の特徴は、①面方向ではなく挿入した結節糸が厚み方向に収縮し、②結節糸に PE 繊維を使用することによって PE 繊維の接触面積を増加できることである。

#### 4. 1. 3. 結節糸挿入編成による接触冷感と通気度

結節糸挿入編地の機能性を評価した結果(図4、図5)、PE(200D)+PE 結節糸の編地は、PE(200D)と比べて、目付は増加 Q-max 値は約 118%(約 18%向上)、通気度は約 80%(約 20%低下)であり、Ny 加工糸との交編編地において問題となった通気度の急激な減少を抑制することができた。

さらに、PE(200D×2)の編地と比べて、Q-max 値および通気度はほぼ同等であるが、目付を比較すると、約 70%(約 30%減少)であることが分かった。

このことから、結節糸挿入編地を使用することによって、PE 繊維の特長の一つである軽量性を活かした上で、Q-max 値と通気度の向上が期待できると考えられる。



図4 織度効果と結節糸挿入による効果検証

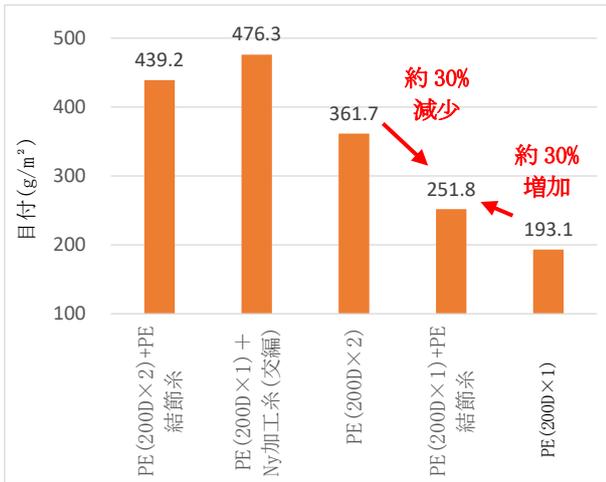


図5 目付の比較

次に、PE 繊維の織度 PE(200D×2)+PE 結節糸の編地を、PE(200D×1)+Ny 加工糸(交編)の編地と比較(図4)すると、Q-max 値は約 90%(約 10%低下)に対して、通気度は約 198%(約 98%向上)向上であり、通気度の低下が抑制されていることが分かった。

この理由を検証するために、編地密度(表7)を比較すると、PE(200D×2)+PE 結節糸の編地密度は、PE(200D×1)+Ny 加工糸(交編)の編地の約 48%(1/2 以下)であり、また PE(200D)と同程度(約 108%)であることから、面方向の収縮を抑制した結果、通気度の低下が抑制できたと考えられる。

表7 編地密度の比較

使用糸	PE(200D×2)+PE 結節糸	PE(200D)+Ny 加工糸(交編)	PE(200D)
編地密度 (目/cm²)	74.1	158.8	68.6

以上のことから、Ny 加工糸との交編は、Q-max 値は向上する一方で通気度が低下する問題がある一方で、結節糸挿入編地は、少ない糸量で通気度の低下を抑制した上で、Q-max 値の向上が期待できる。

#### 4. 2. 天然繊維との複合化によるΔMR 向上について

本事業では PE 横編地の ΔMR 向上のため、公定水分率の高い天然繊維等(絹、リネン等)との複合化を検討した。複合化の方法として、合撚加工と多層化(表面: PE 繊維、裏面: 天然繊維)を行った。

##### 4. 2. 1. 合撚加工による効果

試作した合撚糸を評価した結果(図6)、合撚糸①(綿との合撚: 解撚タイプ)は、Q-max 値および通気度は、PE 横編地と変化は見られなかった。

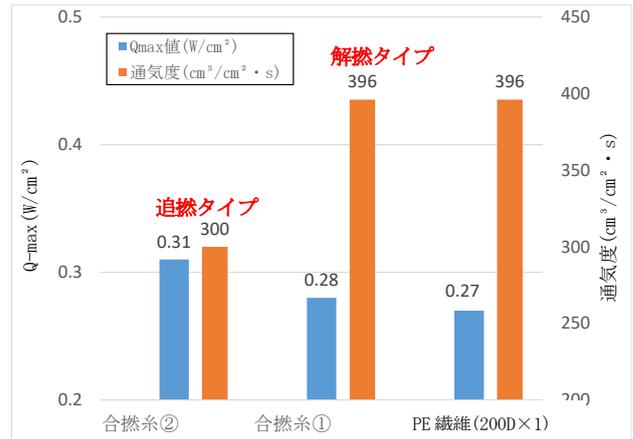


図6 合撚加工の効果について(解撚と追撚)

綿等の天然繊維は PE 繊維と比べて Q-max 値が低いため、複合化により編地の Q-max 値は低下すると考えていたが、合撚糸の撚りトルクにより編地が密(表8)となったこと、および綿の混合割合(約 20%)が PE と比べて少ないこと等が影響し、接触冷感の低下が抑制されたと考えられる。

また、合撚加工の撚り方向に着目すると、追撚(原糸の撚り方向と同じ方向に合撚加工)を行った合撚糸②は、PE 横編地および解撚を行った合撚糸①と比べて Q-max 値(PE 横編地と比べて約 114%)は向上した。

この理由は、追撚することによって、合撚糸①(解撚タイプ)よりも撚りトルクがさらに大きくなり、編地密度が増加した結果(表8)、Q-max 値の向上につながったと考えられる。

表8 合撚加工糸を使用した編地の密度

使用糸	合撚糸① 解撚タイプ 250D	合撚糸② 追撚タイプ 250D	PE(200D)
編地密度 (目/cm²)	71.5	75.3	68.6

以上のことから、本事業で行った合撚加工条件(500T/M)においては、試作編地の Q-max 値の低下を抑制できること、および合撚加工を行う原糸に対して、追撚を行うことによって、Q-max 値が向上することが分かった。

##### 4. 2. 2. 編地多層化による効果

本事業において Q-max と通気度を両立した上で、ΔMR を向上させるため、4. 1. および 4. 2. の結果を基に、①PE 横編地を合撚糸(PE+綿)で編成した編地、少ない糸量で接触冷感と通気度を向上できた②結節糸挿入編地(表面: PE、裏面: 天然繊維)、③結節糸挿入編地(表面: 合撚糸(PE+綿)、裏面: 天然繊維)の3種

類の方法を検討した(表9)。

その結果、Q-max 値を低下させずに、ΔMR を向上することができた。試作した編地の中で、②結節糸挿入編地(表面:PE、裏面:天然繊維)は、高いQmax 値と通気度、ΔMR を兼ね備えた編地となった。

表9 天然繊維による ΔMR

素材			Q-max値 (W/cm <sup>2</sup> )	通気度 (cm <sup>3</sup> /(cm <sup>2</sup> ・s))	ΔMR (%)
表面	裏面	結節糸			
合燃糸 (PE200D+綿×1 本) 250D×1	合燃糸 (PE200D+綿×1 本) 250D×1	—	0.28	398	1.2
PE (200D×1本)	リネン (296D×1本)	PE結節糸 (70D×1本)	0.32	249	4.0
合燃糸 (PE200D+綿×3 本) 350D×1			0.29	150	7.3

#### 4. 2. 3. PE 繊維(HN71)と天然繊維の複合化による機能性の向上について

さらなる機能性向上を目指して、PE 繊維を PE(HN71) 繊維に変えて、試作を行った。その結果、通気度と ΔMR を維持したまま、Q-max 値をさらに向上することが分かった。

PE(HN71)繊維は、PE 繊維よりもフィラメント織度が細く、糸自体が柔軟であるため、センサーとの接触面積が増加し、Q-max 値が増加したと考えられる。

また、市販の夏用インナーと比較すると、試作した編地は、高い Q-max 値を持ち、また同等以上および ΔMR を確保していることが分かった。ただし、市販の夏用インナーと比較して、通気度が低く、目付が重いという課題が残った。

表10 PE と PE(HN71)による ΔMR の影響

素材			Q-max値 (W/cm <sup>2</sup> )	通気度 (cm <sup>3</sup> /(cm <sup>2</sup> ・s))	ΔMR (%)	目付 (g/m <sup>2</sup> )
表面	裏面	結節糸				
PE と Ny加工糸との交編 (PE(200D) + Ny加工糸(50D))			0.42	72	0	476
PE (200D)	リネン (296D)	PE結節糸 (70D)	0.32	249	4.0	255
PE(HN71) (250D)			0.35	250	4.4	297
PE(200D)			0.27	396	4.4	193
市販夏用 インナー	参考: 市販(下記 3社)の夏用イン ナーの下限值		≥0.15	≥271	≥2.2	≤114
	A社		0.21	271	21.5	112
	B社		0.15	363	2.2	114
	C社		0.16	375	4.7	114

## 5. 結言

### 5. 1. 編地構造による接触冷感と通気度の向上について

・接触冷感と通気度とのトレードオフの原因となる、編地面方向の収縮を抑制するため、袋天竺組織の中間層に、第三の糸(PE 繊維+伸縮糸)を挿入した多層構造の横編地を新たに開発した。その結果、通気度を抑制した上で接触冷感が向上することが分かった。

### 5. 2. 天然繊維との複合化による ΔMR 向上について

・合燃加工により、PE 繊維編地の Q-max 値の低下を抑制し、PE 繊維と天然繊維を複合化できることが分かった。さらに追燃することによって、Q-max 値が向上することが分かった。

・多層構造の横編地(表面:PE 繊維、裏面:天然繊維、中間層:PE 結節糸)とすることによって、ΔMR=4.4%、Q-max 値=0.35W/cm<sup>2</sup>、通気度 250cm<sup>3</sup>/(cm<sup>2</sup>・sec)の機能性を持つ夏用インナー素材を試作することができた。

# 疑似パイル組織による機能性編地の開発

## Research and development of multifunctional knitted fabric with a structure of pile

福島技術支援センター 繊維・材料科 中村和由 東瀬慎  
 応募企業 (株)シラカワ二本松工場 菅野幸二

本研究では、改質麻(リネン)編地<sup>注1)</sup>の構造を疑似パイル組織<sup>注2)</sup>とすることで、保温率の向上が見込めるかについて検討を進めた結果、高い保温性と軽量性を持つ機能性編地が開発できることが分かった。また改質麻(リネン)を原料とした疑似パイル編地の素材開発と製品試作を行った。

Key words: 改質リネン、疑似パイル編地、保温率

### 1. 緒言

応募企業は昨年度の研究成果<sup>1)</sup>をベースに改質麻(リネン)の試作開発を進める中で、新たな開発要素を見出している。

通常、編地の表面にループ状のパイル糸を編成する場合、パイル専用の編機で編成する必要がある。しかし、既存の横編機の編成工程に総針ゴムタック<sup>注3)</sup>、天竺編成<sup>注4)</sup>、払い編成<sup>注5)</sup>の三工程を1パッケージとして連続的に組み込むことで、パイル専用機や特殊な治具を設置することなく多種多様なデザインからなる図1に示す疑似パイル組織を編成することが可能である。

そこで、疑似パイル組織を改質麻(リネン)に保温性を付与する新たな編地構造として提案し、編地組織内に取り込める含気率(不動空気割合)を確保することで保温性の向上を目指した。

本研究の目標と目的は、天然繊維ウール(毛)素材を超える保温率 $\geq 35\%$ とし、編地構造と保温性の関係を明らかにすることで改質麻(リネン)を原料とした疑似パイル組織の素材開発及び製品試作を進めることである。

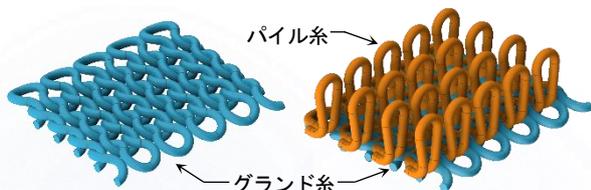


図1 左: SN(天竺組織)と右: SP(疑似パイル組織)

### 2. 試験方法

#### 2.1. 原料と試料作製

企業から提供を受けた改質麻(リネン#60 単糸)を編地用原料とし、ループ長、巻き下げ、速度等の編成条件をすべて同一にした上で、表1に示す8種類の編地構成糸と天竺及び疑似パイル組織の試験編地を作製した。グランド部は、改質麻(リネン#60×1、×2)単体と、さらにストレッチ糸(低伸縮PET-PU、高伸縮Nylon-PU)を組合わせた二種類の疑似パイル組織を作製した。

ストレッチ糸と改質麻(リネン#60×1、×2)を交編

するのは、既存編機の固定ゲージに制約されない編目密度とパイル糸の密度を上げ、より緻密な編地作製を目的とするためである。

表1 編地構成糸と編組織(ループ長L=5.5mm)

	構成糸名	パイル糸	グランド糸	ストレッチ糸	ループ長
天竺組織(SN)	SN1	#60×1	#60×1		5.5mm
	SN2		#60×2		
疑似パイル組織(SP)	SP1	#60×1	#60×1		
	SP2	#60×2			
	SP1-PU	#60×1		PET-PU	
	SP2-PU	#60×2			
	SP1-NU	#60×1		Nylon-PU	
	SP2-NU	#60×2			

#### 2.2. 試験方法

ループ長L: 編地作製時に設定するループ長Lは図2の区間の長さを示す。

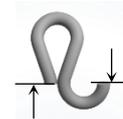


図2 L: ループ長の定義

編目密度: 単位長さ当たりのコース方向(経)のループ数とウェール方向(緯)のループ数の積を、図3(左)に示す編目密度として定義した。

$$\text{編目密度}[\text{目}/\text{cm}^2] = L_w \times L_c$$

$$L_w: \text{経方向のループ数}/\text{cm}$$

$$L_c: \text{緯方向のループ数}/\text{cm}$$

見掛密度: 単位体積当たりの繊維重量(繊維充填密度)を図3(右)に示す見掛密度として定義した。

$$\text{見掛密度}[\text{g}/\text{cm}^3] = [W / (10^3 \times T)]$$

$$W: \text{試験編地の目付}[\text{g}/\text{m}^2]$$

$$T: \text{試験編地の厚み}[\text{mm}]$$

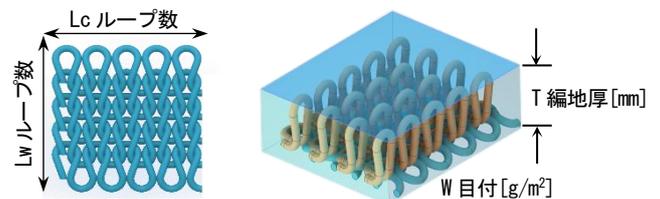


図3 編目密度(左)と見掛密度(右)の定義

保温率は標準状態[20℃±1℃、65%RH±10%]下で、保温性試験機(JIS L 1096 保温性 A 法)の恒温板[36℃]に、試験編地の表目またはパイル糸側を接触させ1時間放置し、放散される熱損失Aを求めた。また試験編地のないblank状態で放散される熱損失Bを求め、下記により保温率を算出した。

$$\text{保温率}[\%] = (1-A/B) \times 100$$

保温率の値が高いほど、衣服を着用した際に外気への熱損失が少なく体温低下を防ぐことができる。

保温効率：保温率 1%を保持するのに必要な繊維重量を下記の保温効率として定義した。

$$\begin{aligned} \text{保温効率}[\text{g}/\text{m}^2/\%] &= W/H \\ W &: \text{試験編地の目付}[\text{g}/\text{m}^2] \\ H &: \text{保温率試験より求めた保温率}(\%) \end{aligned}$$

### 3. 結果と考察

#### 3. 1. 編地厚、編目密度、見掛密度と保温率及び保温効率の評価

試験編地の実験結果を表2に示す。図4に示す編地厚と保温率の関係から、SN(天竺組織、以下SN群)はSP(疑似パイル組織、以下SP群)に対して編地厚が薄く保温率は低い。両者とも編地厚と共に保温率が増加傾向にあるものの、SP群は厚みが4mmを超えたところで上昇から下降へ転じる結果を示した。

図5の編目密度と保温率の関係から、SN群は編目密度の増加と共にやや急激な保温率の増加を示し、一方SP群は編目密度の増加と共に緩やかな上昇を示した。図6に示す見掛密度と保温率の関係から、SN群がSP群に対して保温率が低い傾向にあるのは、編地厚が薄く見掛密度(繊維充填率)が高い分、含気率の割合が少ないためと考えられる。

またSP群の保温率が最大となる見掛密度はSP1-NU近傍であり、見掛密度  $10[\text{g}/\text{cm}^3] \times 10^{-2}$  を超えた辺りから保温率の低下がみられる。図4では編地厚と保温率はともに増加傾向を示し、SP2-NUのみが減少を示す反面、図6の見掛密度で比較すると、実際には複数のSP群は見掛密度が高いため保温率のピークを過ぎた下降域にあると推察される。

繊維集合体の熱移動には、熱伝導、対流、輻射の複合された熱移動が知られており、見掛密度(繊維充填率)と保温性の関係についてこれまで多くの報告<sup>2)3)4)</sup>がある。一般的に見掛密度が小さい場合は、含気率(不動空気の割合)が熱移動を支配するため保温率は小さくなる。一方、見掛密度が大きい場合は繊維集合体の熱伝導が熱移動を支配するため、保温率は小さくなる

表2 試験編地の実験結果(ループ長L=5.5mm)

編地厚 [mm]	保温率 [%]	目付 [g/m <sup>2</sup> ]	保温効率 [g/m <sup>2</sup> /%]	見掛密度 [g/cm <sup>3</sup> *10 <sup>-2</sup> ]	編目密度 [目/cm]
SN1	0.7	19.2	83.9	4.4	11.5
SN2	1.3	27.4	178.9	6.5	14.0
SP1	2.7	28.6	208.4	7.3	7.7
SP2	3.6	31.9	340.6	10.7	9.5
SP1-PU	3.8	33.2	408.2	12.3	10.8
SP2-PU	3.9	34.3	420.9	12.3	10.7
SP1-NU	4.3	36.4	436.7	12.0	10.3
SP2-NU	4.7	31.6	512.0	16.2	10.8

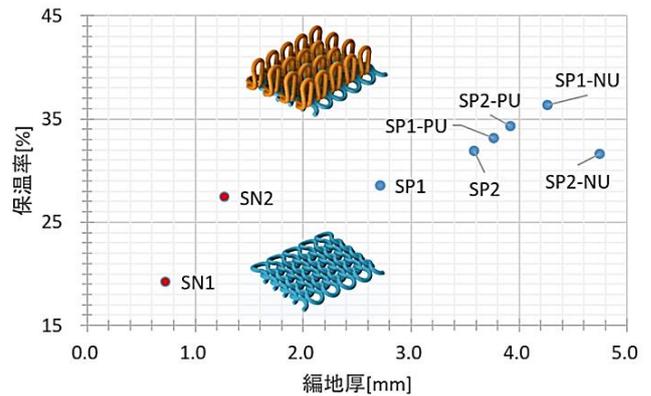


図4 編地厚と保温率の関係(SN群、SP群)

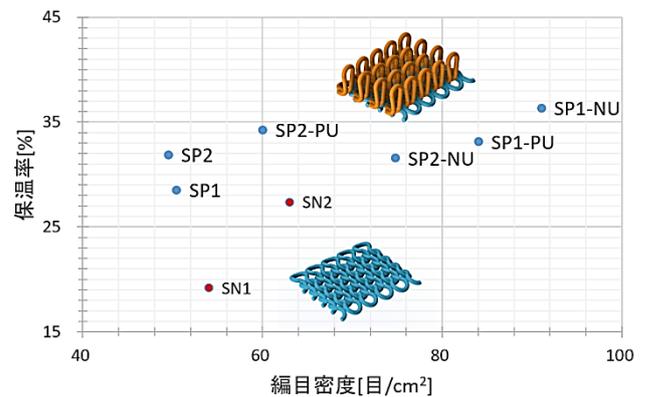


図5 編目密度と保温率の関係(SN群、SP群)

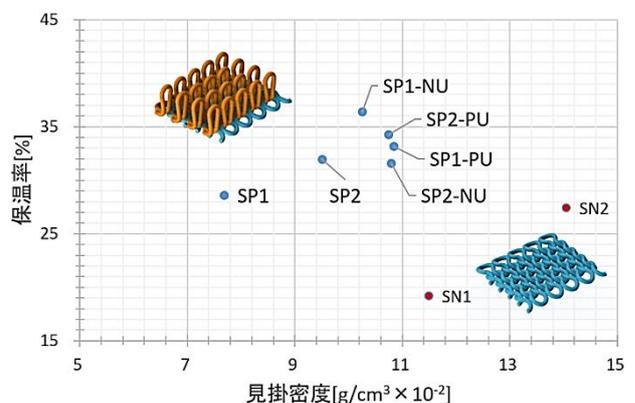


図6 見掛密度と保温率の関係(SN群、SP群)

ことから、見掛密度と保温率の関係は上に凸の曲線となり、保温率が最大となる見掛密度が存在することが知られている。

### 3. 2. 対流の影響を遮断した保温率の評価

図6に示す保温率の変化が見掛密度に対し上に凸の曲線となる結果は、過去の報告<sup>5)6)7)</sup>と一致する。また見掛密度の粗密に伴い、保温率のピーク前後で対流から熱伝導に支配される密度領域へ変化することを指摘した報告もある<sup>8)</sup>。

そこで SP1-NU の保温率がピーク近傍であることを検証するために、SP 群の各試験編地の上面に厚さ 100 μm の PVC シートを被せ、対流の影響を遮断した状態で保温率の測定を行った結果を図7に示す。(PVC シート単体の保温率は 14.4%) 試料名の末尾に F が付いているのが PVC シートを被せた後の測定値を示す。図8に示す△保温率の結果から、SP1-NU は見掛密度の異なる他の編地に比べ保温率の増加量は少なく、明らかに対流による熱損失が減少していると言える。また SP2-PU も同様に増加量が減少していることから、ピークに近い保温率と推察される。

一方、見掛密度が大きい SP2-NU、SP2 は依然として対流による保温率の増加量が大きい値を示した。なお PVC シート単体の保温率を考慮すると、PVC シートの熱伝導による熱損失が対流遮断後の保温率の増加量に含まれる可能性もあり、SP2-NU、SP2 が繊維集合体の熱伝導による密度の支配領域であることまでは今回確認できなかった。

次に図9に示す見掛密度と保温効率の関係から、単位保温効率あたりの繊維重量を比較すると、保温効率と軽量性に優れるのは SP1 であると言える。SN 群は編地厚が薄く見掛密度が大きいいため、保温率が低い傾向にあるのに対し、SP 群は編地厚が大きく見掛密度が SN 群より低いため保温率は高い傾向を示したと考えられる。

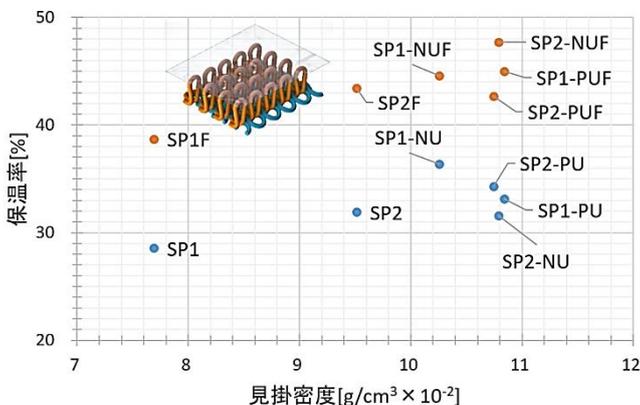


図7 対流遮断後の見掛密度と保温率の関係 (SP 群)

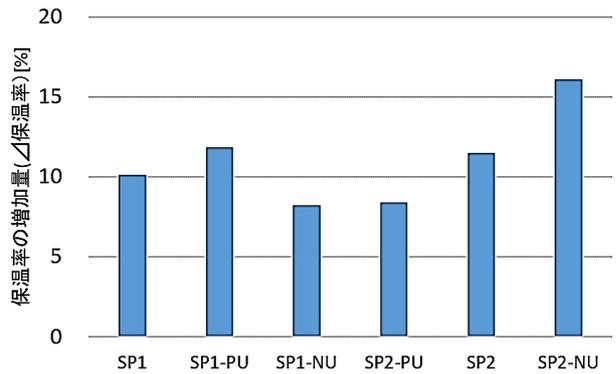


図8 PVC シートによる対流遮断後の△保温率 (SP 群)

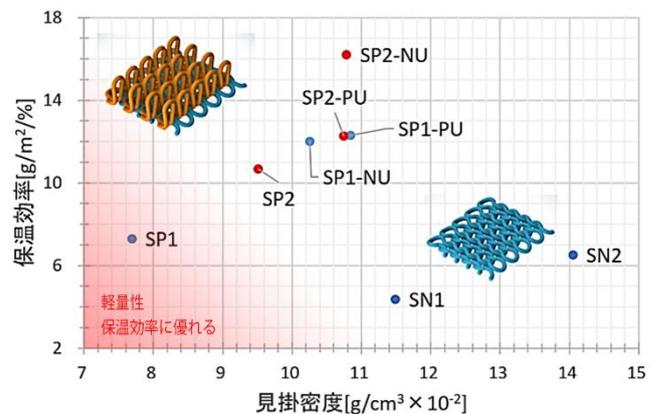


図9 見掛密度と保温効率の関係 (SN 群、SP 群)

### 3. 3. 見掛密度の抑制と保温率、保温効率の評価

衣料素材として見た場合、小さい見掛密度で高い保温効率が達成できれば、より軽量で温かい衣料素材を得ることにつながる。そこで単位体積当たりの繊維重量を抑制し保温率の向上を図るため、針で引き込むループ長 L を大きくし、見掛密度を減らすことで編地間に含気率 (不動空気) を増やす方法を検討した。

まず表3に示す6種類の編地構成糸を使い、L=5.0~7.25mm までループ長を 0.25mm ピッチで広範囲に変えた試験編地を作製した。次にこれらの編地について、ループ長と保温率、見掛密度、保温効率の関係を評価した。

表3 編地構成糸と編組織 (ループ長 L=5.0~7.25mm)

	構成系名	パイル系	グラウンド系	ストレッチ系	ループ長
疑似パイル組織 (SP)	SP1	#60×1	#60×1	PET-PU	5.0~7.25mm (0.25mm ピッチ)
	SP2	#60×2			
	SP1-PU	#60×1			
	SP2-PU	#60×2		Nylon-PU	
	SP1-NU	#60×1			
	SP2-NU	#60×2			

図10に示すループ長と見掛密度の関係から、すべての組み合わせでループ長の増加に伴い、見掛密度は

低下する傾向を示した。中でも SP1-PU は10段階のループ長の変化域で、広範囲の見掛密度に対応できるため、見掛密度の低い領域の疑似パイル編地は軽量でソフトな風合いとなる。一方、見掛密度の高い領域の疑似パイル編地は重く重厚な風合いとなった。

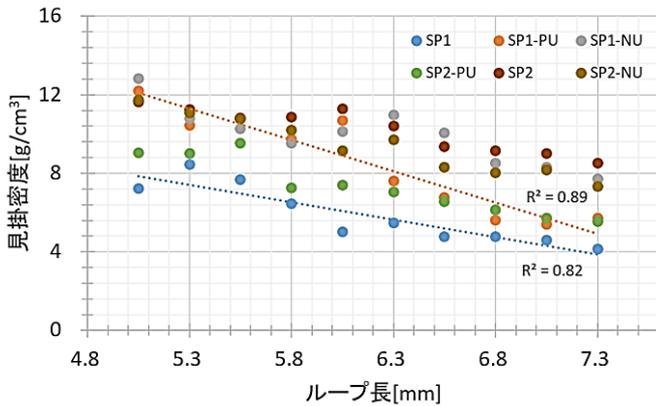


図10 ループ長と見掛密度の関係 (SP 群)

次に図11に示す見掛密度と保温率の関係から、見掛密度を低域に抑えることで前述の固定ループ長L=5.5mmで検討した保温率を大幅に超える編成条件の組み合わせが存在することが確認できる。全種類共に保温率35%を超える組み合わせが存在し、SP1、SP2及びSP1-PUは保温率35%を超えつつも見掛密度は低く、極めてソフトな風合いを持つ編地となる結果を得た。その他目標値を超える試験編地については、見掛密度が増加するほどパイル糸の直立性が高くなり、特にSP1-NUとSP2-NUはグランドが固く引き締まった重厚な疑似パイル編地となるため、衣料分野を含め幅広くインテリア用資材として可能性が期待される。

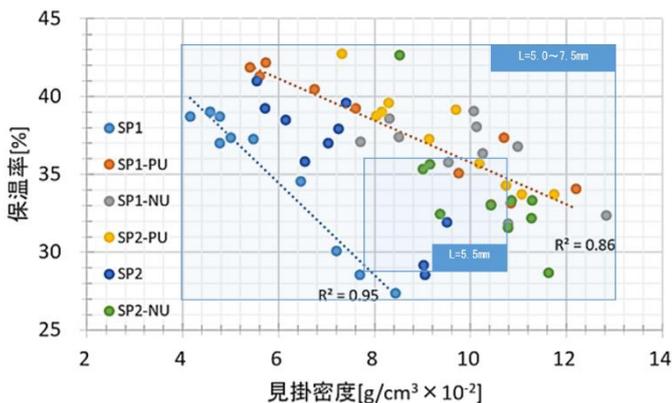


図11 見掛密度と保温率の関係 (SP 群)

次に図12に示す見掛密度と保温効率の関係から、すべての組み合わせで見掛密度と保温効率は強い相関があることを示した。中でも SP1-PU はパイル糸本数を倍増した SP2-PU の保温効率の全域を満たすことから、両者の編成条件下では保温率と保温効率はパイル糸の本数に依存しないという知見を得ることができた。

図11と図12から、保温率を35%以上に限定すれば、SP1-PUはSP2、SP2-PU、SP1-NU及びSP2-NUの保温率と見掛密度の全域をカバーしていると推察される。

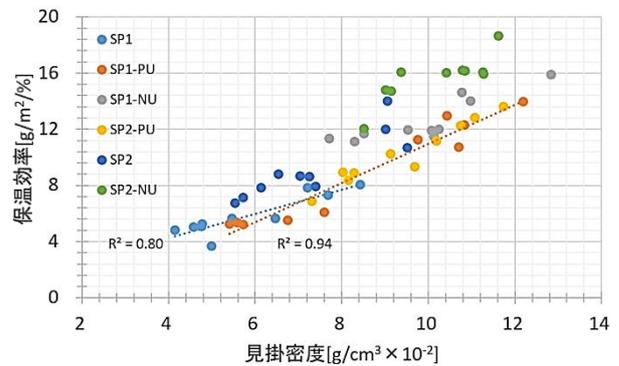


図12 見掛密度と保温効率の関係 (SP 群)

#### 4. 試作

良好な保温性と軽量性を有する SP1-PU 構成糸を使い図13に示す、改質麻(リネン#60 単糸)ストールの製品試作を行った。(ループ長 6.0mm、編地厚 3.8mm、保温率 37.4%、目付 401g/m²、保温効率 10.7g/m²/%、見掛密度 10.7g/cm³×10⁻²)



図13 製品試作(ストール: SP1-PU6.0mm)

#### 5. 結言

改質麻(リネン)を原料とした加工糸を疑似パイル組織の編地にすることで、下記のことが分かった。  
①SP 群は SN 群に比べ、編地厚及び保温性、保温効率に優れる。

②SP1 または SP1-PU の構成糸を疑似パイル化した結果、天然繊維ウール(毛)を超える保温性と、軽量性を持つ機能性編地が開発できることが明らかになった。

③SP1-NU、SP2-NU の疑似パイル化は、インテリア資材まで視野に入れた開発が既存編機で製造可能である。今後衣料に限らずヘルスケア分野の寝装寝具、アウトドア分野の機能性素材、ルームウェア需要向けインナー用途等の開発が期待される。

#### 参考文献

- 1) 東瀬、中村;福島県ハイテクプラザ試験研究報告, rep\_R01\_19.pdf (2020).
- 2) 仲道弘;織消誌, 34, P419(1993).
- 3) 山内生;織機誌;36, PT74(1983).
- 4) 松平光男;金沢大学教育学部紀要. 自然科学編, 50, P41(2001).
- 5) 竹中はる子;家政誌, 33, P85(1980).
- 6) 中嶋朝子;織消誌, 18, P242(1977).
- 7) 渡辺 常正;窯業協會誌, 72, P820(1964).
- 8) 赤井智幸;織消誌, 29, P64(1988).

# 天然藍を原料とした染料の製造方法

## Dye extraction method from natural indigo

福島技術支援センター 繊維・材料科 中島孝明 伊藤哲司

スクモ等の天然藍染料の代替染料として、入手しやすいタデ藍の乾燥葉を原料とした藍染め染料の製造方法を検討し、乾燥葉をアルカリ処理することで色素を濃縮できることが分かった。そこで、作製した藍染料を活用して染色を実施し、乾燥葉との染色性の違いを確認した。スクモと共に発酵建てを行う手法と、ハイドロサルファイトナトリウムを使用した化学建ての2つの手法で試験し、染色性の評価をした結果、アルカリ処理を実施した乾燥葉は、未実施の乾燥葉よりも両方の建て方で染色性の向上がみられた。

**Key words:** タデ藍、スクモ、インジゴ、発酵建て、ハイドロサルファイトナトリウム

## 1. 緒言

近年、合成染料に比べて人体や環境への負荷が低いといった利点から、天然物由来の染色材から抽出した染料や染色された製品が注目されている。当所では、本藍染め製品の量産化に向けた課題解決に取り組んでおり、藍染めにおける微生物発酵条件の確立や染色工程の管理を行ってきた。

安定して藍染め製品を生産するためには、染料を十分に確保する必要がある。伝統的な藍染めに使用される染料(スクモ)は、刈り取り直後の藍の生葉を原料とするため限られた時期にしか製造できず、100日以上発酵させて作られ、手間がかかるため高価であり、量産化の課題になっている。

藍の葉は乾燥して保存でき、乾燥葉を染料として使うこともできる。しかし、葉の収穫時期や染色量毎に染色性が異なり、茎や葉脈などの不純物が多く出て染色物が汚染されるため、そのまま染料として利用するには不向きである。そこで、通年入手が可能な藍の乾燥葉を原料とし、短時間で染料化するための技術開発に取り組んだ。

昨年度の実験結果<sup>1)</sup>から、不純物を減量するにあたって乾燥葉をアルカリ処理することが最も効果的であることが分かった。そこで、アルカリ処理により減量した乾燥葉を用いた染色方法として、スクモと共に発酵させて染料を還元する発酵建てとハイドロサルファイトを用いて還元する化学建てを行い検証した。

## 2. 実験

### 2. 1. 発酵建て

#### 2. 1. 1. アルカリ処理葉の作製

実験で使用した藍は、露地で栽培したタデ藍(福島県伊達郡産)を用い、刈り取りしたものを自然乾燥して、葉と茎を分けて保存し、葉の部分を用いた。乾燥葉20[g]をイオン交換水1[L]で10分間煮沸後、煮液

を捨て20[g/L]の水酸化カリウム水溶液(特級和光純薬工業(株)製)1[L]で75[°C]10分間加熱した。煮液を捨てて葉を取り出し流水で一度すすぎ、水気を切り16時間自然乾燥後、乾燥機で105[°C]4時間乾燥させた。乾燥した葉をブレンダー(FM-1 大阪ケミカル(株))で粉碎し、サンプル袋に移して保管した。

### 2. 1. 2. 発酵条件と手法

藍建ての手法は文献<sup>2)</sup>に倣い表1の器具と表2の手順、及び表3の試薬を用いて容量500[mL]で実施した。

対照試料として、乾燥葉20[g]をイオン交換水1[L]で10分間煮沸後にアルカリ処理をせず、2. 1. 1. の手順で乾燥と粉碎した煮沸処理葉と、未処理の乾燥葉を用いた。

表1 使用器具

使用器具	仕様等
ポットミル回転台	ANZ-50S
磁製ボールミル	容量0.9[L]
セラミック磁製ボール	直径15[mm]
	20個
試験用ふるい	65メッシュ
	目開き0.21[mm]
ステンレスピーカー	1[L]
ペンタイプpH計	AS600

表2 発酵建てにおける染色液の作製手順

手順	作業
1	ボールミルで粉碎し、ふるいで分級したスクモ20[g]を各ステンレスピーカーに入れた。
2	アルカリ処理葉、煮沸処理葉、乾燥葉をそれぞれ1のステンレスピーカーに入れた。
3	硫酸カリウムと炭酸ナトリウムの水溶液を攪拌しながら加えた。
4	アルミホイルで蓋をし、25~30[°C]の環境で保管した。
5	24時間後、小麦ふすまを30[mL]程のイオン交換水で5分間煮沸した溶液と、グラニュー糖を加えた。
6	pH計でpHを測定し、pH10.8程になるよう水酸化カルシウムを添加攪拌した。
7	24時間おきにpHの測定と調整を行った。

表3 使用した薬品等

品名	使用量
スクモ (徳島県産)	20[g]
グラニュー糖	0.75[g]
小麦ふすま	0.75[g]
1.06[g/L]炭酸ナトリウム水溶液	250[mL]
3.35[g/L]硫酸カリウム水溶液	250[mL]
水酸化カルシウム	pH調整に適宜使用

### 2. 1. 3. 染色性の評価方法

セロファンフィルム (単色セロファン (透明) ((株) トーヨー製) を40[mm]×35[mm]に裁断し、プラスチックマウント (35[mm]判、富士フィルムイメージングシステムズ(株)) にはさみ、アルミ製針金を通し染色液中に吊るせるようにした。5分間染色液中に浸漬し、取り出した後5分間空気中で酸化させ、流水で洗浄後、24時間自然乾燥させた。フィルムは分光光度計((株) 島津製作所製 UV-2500CP) で663[nm]の吸光度を測定して染色性を評価した。



図1 フィルムの染色方法

## 2. 2. 化学建て

### 2. 2. 1. アルカリ処理葉の作製

2. 1. 1. の乾燥葉 100[g]をイオン交換水 3[L]で10分間煮沸後、煮液を捨て3[g/L]の水酸化ナトリウム水溶液 (特級 和光純薬工業(株)製) 6[L]を使用して75[°C] 10分間加熱した。煮液を捨てて葉を取り出し、ポリエステル製の布に包み、小型脱水機 (BDS-3.0SBP ビーカム(株)) で5分間脱水した。

### 2. 2. 2. 抽出方法

2. 2. 1. のアルカリ処理葉及び乾燥葉を用いて抽出液を作製した。10[g/L]の水酸化ナトリウム水溶液 2[L]を使用して、還元抽出液用の水溶液を作製した。4[g/L]となるようハイドロサルファイト (化学用 和光純薬工業(株)製) とアルカリ処理葉または乾燥葉を加え、90[°C]になるまで加熱後、火を止め65[°C]になるまで放冷した。ポリエステル製の布に溶液ごと移し、

残渣が飛び出ないように口を縛り、小型脱水機で5分間脱水して残渣と抽出液に分け、回収した抽出液の液量と繊維残渣に含まれるインジゴ量を測定<sup>1)</sup>した。

### 2. 2. 3. 綿糸の染色方法

30番手双糸の綿糸 100[g]を認めにして、0.5[g/L]のスコアロール 700 (北広ケミカル (株)) 水溶液 3[L]で10分間煮沸後、流水ですすぎ、手で絞り脱水した。

各抽出液に 4[g/L]となるようハイドロサルファイトを入れて加熱し、75[°C]になったところに綿糸を投入し5分間糸を回しながら染色した。染色液を手で絞り、5分間空気を含ませて酸化させ、再び75[°C]に加熱した染色液につけて攪拌しながら染色を行い、染色液を絞り5分間風乾させた。その後流水ですすぎ、脱水した後自然乾燥させた。

### 2. 2. 4. 測色方法

ワインダーでコーンに巻き返しを行った。コーン巻きされた綿糸に測色計を当てて分光色差計 (NF-999 日本電色工業(株)製) を使用し、光源を D65、視野を 10[°] で10回測定して平均値を算出し、L\*a\*b\*表色系で評価を行った。

### 2. 2. 5. 試作品作製

2. 2. 3. の方法で染色した綿糸 200[g]と還元漂白剤 (ブライト RX-1 洛東化成工業(株)) で漂白した綿糸 200[g]及びナイロンウーリー糸を用いて、自動横編み機 (FIRST-184 (株) 島精機製作所) でマフラーの編み立てを行った。

## 3. 結果と考察

### 3. 1. 発酵建て

乾燥葉を水酸化カリウムでアルカリ処理したことにより、表4のとおり減量した。対照試料として用意した乾燥葉をイオン交換水で煮沸したものと、未処理のものとの質量も示す。

スクモと共に発酵建てをするにあたって、加えるインジゴ量が等量となるように、減量後のアルカリ処理葉 5[g]に対応する対照試料量を加え、経過日数毎の染色性を測定した。横軸に経過日数、縦軸にフィルムの吸光度を取ったグラフを図2に示す。また、経過日数毎に染色したフィルムを図3に示す。

表4 アルカリ処理後の質量と染色液への投入量

乾燥葉[g]	加工条件	加工後質量[g]	投入量[g]
20.0	KOH処理	8.2	5.0
20.0	煮沸のみ	14.8	9.1
20.0	未処理	20.0	11.0

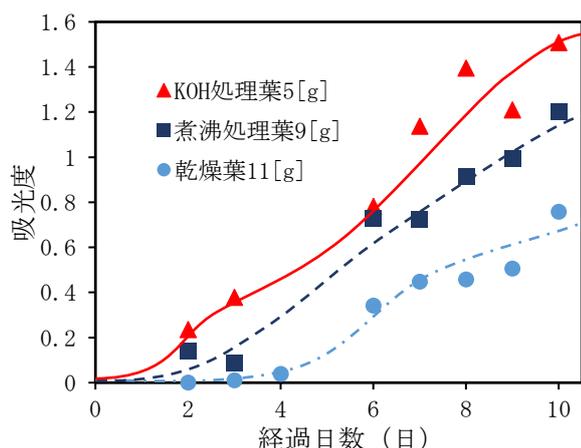


図2 発酵建てにおける経過日数毎のフィルムの吸光度

発酵建て経過日数	2日	6日	8日	15日	21日
スクモ 20[g]+ KOH 処理葉 5[g]					
スクモ 20[g]+ 煮沸処理葉 9[g]					

図3 経過日数毎に各染色液で染めたフィルム

図2からスクモに乾燥葉を加えるよりも、乾燥葉を水酸化カリウムでアルカリ処理してから加えた方が、染色性が高くなった。発酵建てでは、染色液内が pH10～12 の環境で、還元菌類が水に不溶であるインジゴを水溶性であるロイコ型のインジゴに還元することでゼロファンフィルム等の被染色物を染色することができるようになる。アルカリ処理をした葉では、①インジゴ以外の不純物量が減少していること、②葉の組織が分解されるためインジゴが溶出しやすくなること、③内部に水酸化カリウムが残留しているため pH が高くなることといった特徴が考えられる。①により余分な乾燥葉由来の繊維等が減少し、より多くのインジゴが綿糸に吸着することと、②により葉の内部からインジゴがより溶出しやすくなることが期待できるため、結果として乾燥葉よりも染色性が向上したと考えられる。また、③によって、処理葉付近の液性が pH10～12 の環境に保たれやすくなったと考えられる。

### 3. 2. 化学建て

2. 2. 2. の抽出方法により、抽出液 2[L] と繊維残渣に分けることができた。また、抽出後の繊維残渣に含まれるインジゴ量を測定すると、原料の乾燥葉に含まれるインジゴ量を 100[%] としたとき、水酸化ナトリウム処理後の繊維残渣に含まれるインジゴ量は 12[%] であった。

染色してコーンに巻き返した綿糸を図4に、綿糸を

測色計で測定した結果を表5に示す。また、2. 2. 5. で試作したマフラーを図5に示す。



図4 化学建てにより染色した綿糸

表5 化学建てにより染色した綿糸の測色結果

名前	L*	a*	b*	
A NaOH 処理葉	49.8	-6.9	-16.0	
B 乾燥葉	56.9	-7.1	-12.8	
	$\Delta L^*$	$\Delta a^*$	$\Delta b^*$	$\Delta E^*(ab)$
A-B 差分	-7.1	0.2	-3.2	7.8



図5 染色した綿糸を用いた試作品 (マフラー)

表5において、アルカリ処理を行ってから抽出した染色液で染色した綿糸は、明度が下がり b\* が負の値となり青みが強くなったことから、青色が濃く染色されたことが確認できた。

化学建てにおいても、葉の組織内部に存在するインジゴを還元剤によりロイコ型のインジゴに還元させ、溶出させられるかが重要となる。水酸化ナトリウムで処理したことで葉の組織が分解され、乾燥葉に含まれるインジゴの8割以上を抽出液として回収することができ、未処理の乾燥葉と比較して濃色に染められたと考えられる。加えて本工程では、粉碎機等の前処理を行わずに実施できるため、企業が内製化するにあたって有利な方法であると考えられる。

また、染色した綿糸を用いて自動横編み機でマフラーの編み立てを行ったが、糸切れや夾雑物の付着は見られず、生産性や製品製造時に問題ない品質であるこ

とが確認できた。

#### 4. 結言

タデ藍の乾燥葉を原料とした藍染め染料の製造方法として、乾燥葉にアルカリ処理を行い、発酵建てと化学建てで染色性を評価した。その結果、アルカリ処理をすることで、発酵建てと化学建ての両方で染色性の向上がみられた。

#### 参考文献

- 1) 中島孝明,伊藤哲司.天然藍を原料とした染料の製造方法.令和元年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, p. 45-48.
- 2) 伊藤哲司,尾形直秀.微生物発酵による藍染め技術の開発.平成29年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, p. 72-74.

# 微細シルクフィブロイン粉末の簡易製造方法

## Simple producing method of fine silk fibroin powder

福島技術支援センター 繊維・材料科 佐藤優介 中島孝明 伊藤哲司  
 応募企業 齋栄織物株式会社

絹を溶解させたフィブロイン溶液から簡易に微細粉末を製造する方法と製造した粉末の物性を調べた。溶解させた溶液を凍結後に自然乾燥させ、スポンジ状の固形物を作り粉碎することで簡易にフィブロイン粉末が製造可能であった。また、粉碎時にでんぷんを添加することで微細化が可能であった。フィブロイン粉末は紫外線領域に吸収を持ち、特に280nm付近に強い吸収が見られた。

Key words: 絹、微細粉末、紫外線遮蔽

## 1. 緒言

応募企業では絹織物の製造中に発生する廃棄絹糸の再利用方法の検討を行っている。これまで廃棄絹糸は絹糸の紡績糸である絹紡糸の原料として使用されてきたが、糸の需要の激減や紡績工場が海外に移転するなど原料として再利用できなくなっている。他の再利用方法としてシルクフィブロイン（以下、フィブロインと記載）を利用したフィルム、ゲル、スポンジ、粉末等がある。

フィブロイン溶液から製造する粉末は化粧品添加剤、美容用消耗品や繊維製品等の機能性向上剤として利用できる。そのため、フィブロイン粉末の簡易な製造方法と機能性について調べた。

## 2. 実験

### 2. 1. フィブロイン粉末の製造

#### 2. 1. 1. フィブロイン粉末の製造条件の検証

フィブロイン粉末の製造方法には、絹を塩化カルシウム等の中性塩で溶かしたフィブロイン溶液を製造し、ゲル化後に凍結乾燥機で処理しブレンダー等で摩砕するといった方法<sup>1)</sup>や、硫酸によって数時間処理した絹を乾燥後粉碎することによって粉末を製造する方法<sup>1)</sup>等がある。今回は提案企業での内製化を目指すため、凍結乾燥機等の専門的な機器や硫酸等の劇毒物を使用しない簡易な製造条件について検討した。具体的な粉末の製造方法としてはフィブロイン溶液からフィブロインスポンジを製造し、粉碎することで製造するが、これに加えて、これまでのハイテクプラザの研究成果<sup>2)</sup>を参考に、製造したシルクスポンジにでんぷんを加えて粉碎することで、フィブロイン粉末を微細化できるか検証を行った。

#### 2. 1. 2. フィブロイン溶液の調整

絹を溶解しやすくするために中性塩の他にエタノールを加えて溶解させる方法<sup>3)</sup>でフィブロイン溶液を調

整した。水100mLに塩化カルシウム64.3gを加え常温で放置した後、エタノール32.3gと炭酸ナトリウムによってセリシンを除去した廃棄絹糸（図1）20gを加えた。90℃で30分ほど加熱し溶解（図1）させた後、この溶液をセルロースチューブに入れイオン交換水で透析し、透析に使ったイオン交換水に硝酸銀水溶液を滴下しても白濁しなくなるまで定期的にイオン交換水を入れ替えて透析を続けた。透析後はNo.5Aのろ紙でろ過し、フィブロイン溶液を得た。フィブロイン溶液の濃度は液から10gを採取してオーブンによって105℃で2時間乾燥させ、元の水溶液の重量から求めた。製造したフィブロイン溶液の濃度は6.7[%]であった。



図1 今回使用した廃棄絹糸（精練後）（左）  
 加熱溶解過程の絹糸（右）

#### 2. 1. 3. フィブロインスポンジの製造

フィブロイン溶液にエタノールを添加し、凍結後に自然乾燥する方法<sup>4)</sup>でフィブロインスポンジを製造した。フィブロインスポンジの製造条件を表1に示す。

表1 フィブロインスポンジ製造条件

試料No.	冷凍温度 [°C]	冷凍時間 [h]	エタノール [w/w%]	備考
a	-	-	-	ゲル化のために 3週間ほど静置
b	-20	6	15.8	-
c	-20	24	15.8	-

フィブロイン溶液に対してエタノールを 15.8w/w% になるよう攪拌しつつ加え、アルミ容器ごと-20℃で冷凍し、冷凍時間は 6、24 時間としてそれぞれ試料 b、c を製造した (図 2)。冷凍後にアルミ容器から凍ったフィブロイン溶液を取り出し、自然乾燥させてフィブロインスポンジを製造した。



図 2 冷凍後のフィブロイン溶液 (左)  
自然乾燥中のフィブロインスポンジ (右)

また、フィブロイン溶液は透析後に 3 週間程度冷蔵しつつ放置するとゲル化する。冷凍したフィブロインスポンジと比較するためにゲル化したフィブロイン溶液を冷凍させずに自然乾燥させスポンジ化させた (試料 a)。

#### 2. 1. 4. フィブロイン粉末の製造

フィブロイン粉末の製造条件を表 2 に示す。

表 2 フィブロイン粉末製造条件

試料 No.	フィブロインスポンジ (重量比)			でんぷん (重量比)
	a	b	c	
A	1.0	-	-	-
B	-	1.0	-	-
C	-	-	1.0	-
D	-	-	0.5	0.5

粉碎機 (図 3) を用いて各フィブロインスポンジを 1 分間粉碎しフィブロイン粉末を製造した (図 4)。また、フィブロインスポンジととうもろこしでんぷん (以下でんぷんと表記) を重量比 1 : 1 の割合で混合して粉碎機で 1 分間粉碎することでフィブロイン粉末とでんぷんの混合試料を製造した (試料 D)



図 3 使用した粉碎機 (FM-1、大阪ケミカル株)



図 4 粉碎過程のフィブロイン粉末 (左)  
粉碎後のフィブロイン粉末 (右)

#### 2. 1. 5. フィブロイン粉末の観察、物性評価

2. 1. 4. で製造したフィブロイン粉末を Pt 真空蒸着機 (JEC-3000FC、日本電子株) で処理した後、走査型電子顕微鏡 (JSM-6510、日本電子株) により観察した。

また、粉末 (試料 C) の反射スペクトルを分光光度計 (UV-2500、株島津製作所、付属装置の積分球を使用、波長範囲 : 200~400nm) で測定した。また、比較対象として絹布の反射スペクトルを同条件で測定した。

#### 2. 2. 繊維製品の表面処理

##### 2. 2. 1. 繊維製品の表面処理

2. 1. で製造したフィブロイン粉末が布の紫外線吸収剤として使用できるか実験を行った。

布は紫外線吸収特性を持たない綿布を選択し、粉末を布に固定するためのバインダーには、天然物で統一した加工法を検討するためにグルコマンナンを使用した。グルコマンナンは水溶性であるため綿布に塗った後にアルカリ性の Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 水溶液で処理することで不溶化させた。

また、表面処理を行ったサンプルの反射率を分光光度計で測定することにより紫外線吸収特性を評価した。

##### 2. 2. 2. 表面処理サンプルの製造方法

表面処理サンプルの製造条件を表 3 に示す。

表 3 表面処理サンプル製造条件

試料 No.	フィブロイン粉末 [w/w%]	でんぷん [w/w%]	グルコマンナン [w/w%]	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 水溶液塗布
① (未処理)	-	-	-	-
②	-	-	0.1	有
③	-	2.5	-	-
④	2.5	2.5	0.1	有

次に表面処理サンプルの製造手順を示す。(1) グルコマンナン (以下、バインダー) を 0.1w/w% になるようにイオン交換水に加え 80°C で加熱攪拌した。(2) 製造したバインダー液にフィブロインとでんぷんの混合粉末 (試料 D) を加え、フィブロイン粉末とでんぷんがそれぞれ 2.5w/w% 含まれる懸濁液を製造した。(3) 製造した懸濁液を綿布に塗り乾燥させた後、綿布に Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.4w/w% 水溶液を塗って再度乾燥させた。(4) 乾燥後、綿布をイオン交換水で洗浄し表面処理したサンプルを製造した (試料④)。

また、でんぷんやバインダーによる紫外線吸収への影響を確認するために比較対象として、何も処理を行っていない試料①、バインダーのみを塗布した試料②及びでんぷんのみを塗布した試料③をそれぞれ製造した。

### 2. 2. 3. サンプルの評価

2. 2. 2. で製造した表面処理サンプルを Pt 真空蒸着機 (JEC-3000FC、日本電子(株)) で処理した後、走査型電子顕微鏡 (JSM-6510、日本電子(株)) により観察した。

また、フィブロイン粉末表面処理サンプルの反射スペクトルを分光光度計 (UV-2500、株式会社島津製作所、測定波長: 280nm (絹を構成する芳香族アミノ酸が持つ吸収のピーク)) で測定した。

## 3. 結果と考察

### 3. 1. フィブロイン粉末の製造

冷凍時間毎のフィブロイン粉末の走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察像を図 5 に示す。

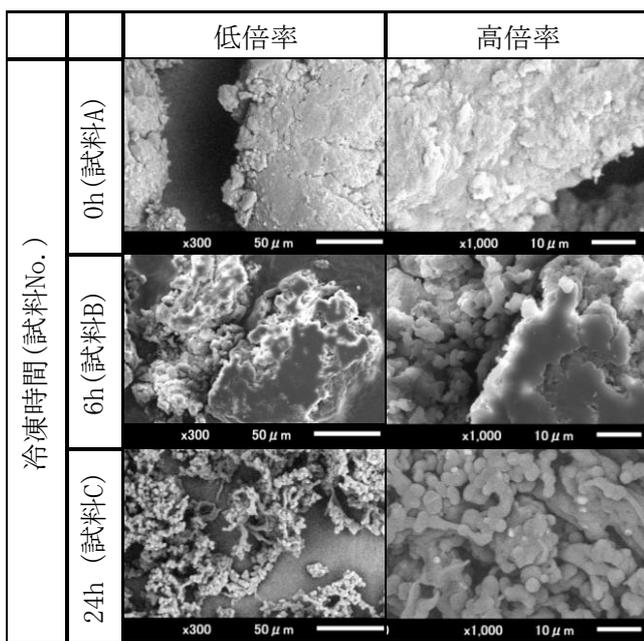


図5 冷凍時間毎のフィブロイン粉末の SEM 観察像

フィブロインゲルを冷凍せずに乾燥させ粉碎した試料 (A) では粉末の微細な構造は観察されず、粉末の大きさは数十 μm ~ 数百 μm まで広く分布していた。6 時間冷凍した試料 B では、一部で微細な粒状の構造が観察された。粉末の大きさは 10 μm ~ 500 μm 程度であり、その中の大きな粒が崩れて細かい粒が固まっている箇所が一部見られた。24 時間冷凍した試料 C では粒が繋がったような構造を取っていた。粒の大きさは 5 μm ~ 100 μm 程度であり、一部では微細な粒が凝集して大きな固まりが形成されている状態であった。

以上の事から、冷凍時間によってフィブロイン粉末の状態をある程度を制御できることが分かった。

また、フィブロイン粉末とでんぷんの混合試料 (試料 D) の SEM 観察像を図 6 に示す。

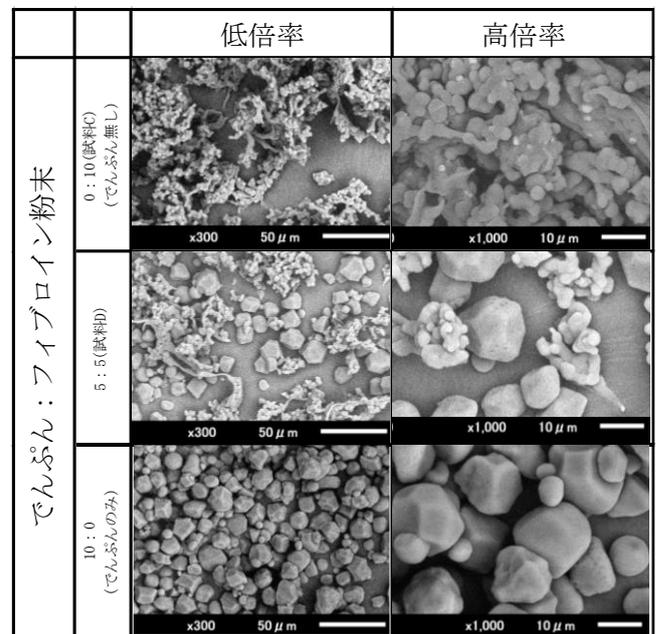


図6 フィブロイン粉末とでんぷんの混合試料の SEM 観察像

フィブロイン粉末とでんぷんの混合試料 (試料 D) では 5 μm 程度の粒が繋がった構造と 10 μm 程度の角ばったでんぷんと予想される粒が観察された。フィブロイン粉末よりも混合試料の方が粒同士の間隔が開いており、フィブロイン由来と考えられる微細な粒が多く観察された。これらの結果から、でんぷんを添加して粉碎することで微細化できることが分かった。

次に、2.1.4.で製造したフィブロイン粉末（試料C）の反射スペクトルを図7に示す。

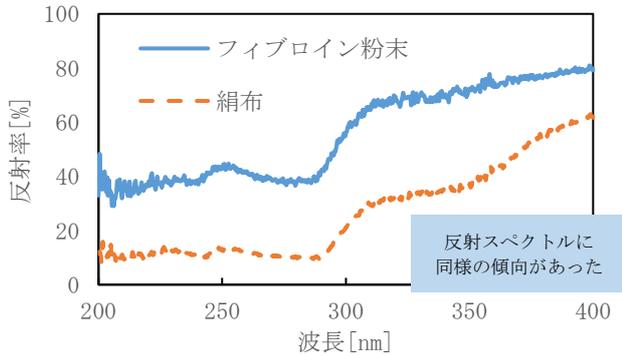


図7 フィブロイン粉末（試料C）と絹布の反射スペクトル

測定した反射スペクトルから、絹布が持つ反射スペクトルと同様に200-300nmの紫外部にて反射率が低いことがわかる。

### 3. 2. 繊維製品の表面処理

2.2.1.で絹布に表面処理を行ったサンプルのSEM観察像を図8に示す。

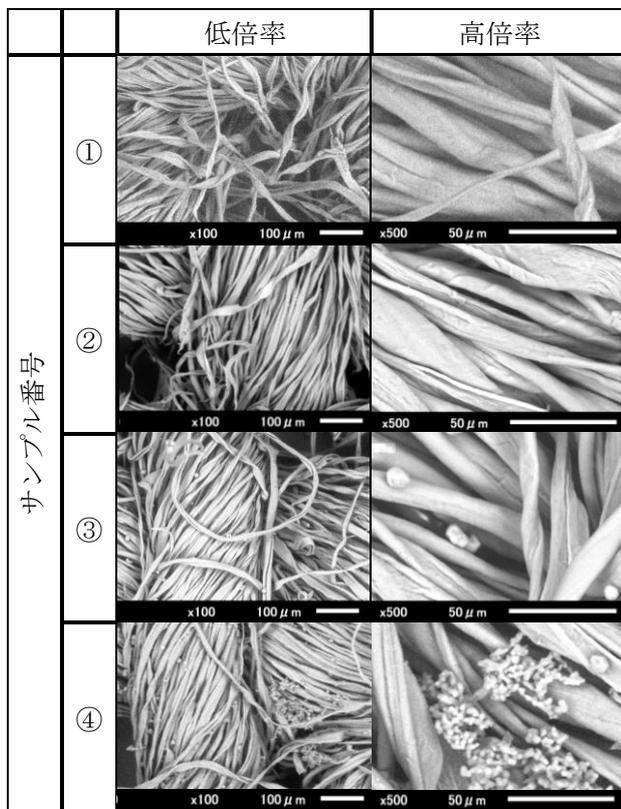


図8 表面処理サンプルのSEM観察像

表面処理を行っていない絹布である試料①と比較して、バインダーのみを塗布した試料②は大きな違いが無かった。でんぷんを塗布した試料③では綿の繊維の隙間にでんぷんが入り込んでいる状態が観察された。また、フィブロインとでんぷんの混合粉末を塗布した試料④では、フィブロインとでんぷんの混合粉末が綿繊維の10~20μm程度の隙間に入り込んでいる状態が観察された。

次に製造した表面処理サンプルの280nmでの反射率を図9に示す。

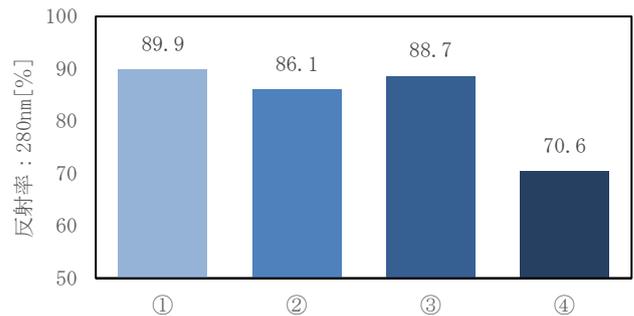


図9 表面処理サンプルの反射率（波長：280nm）

表面処理を行った試料④では試料①と比較して280nmでの反射率が20%程度低減していた。また、バインダーのみを塗布した試料②、でんぷんのみを塗布した試料③ではどちらも試料①と同じく反射率の低減はほとんど無かった。このことから、フィブロイン粉末を塗布した試料④は塗布しなかった試料①~③と比較してフィブロイン粉末由来の紫外線吸収効果があることが分かった。

これらの結果から、フィブロイン粉末の懸濁液を塗布することによって10~20μm程度の隙間に粉末が入り込み、絹由来の紫外線吸収特性が表れることが分かった。

## 4. 結言

・フィブロイン溶液にエタノールを加え冷凍し自然乾燥させ、スポンジ状の固形物を作り汎用の粉砕機で粉砕することで簡易にフィブロイン粉末を製造することができた。

・フィブロイン溶液の冷凍条件を調整することにより粉末の状態を制御でき、でんぷんを添加し粉砕することで微細化できた。

・製造したフィブロイン粉末の反射スペクトルは絹の布と同じように200-300nmの紫外部の反射率が低く、絹由来の紫外線吸収特性があることが分かった。

・製造したフィブロイン粉末を液体に懸濁させ繊維に塗布することで、未加工の繊維と比較して加工した繊維に芳香族アミノ酸由来の紫外線吸収特性が表れた。

・フィブロイン粉末を布の紫外線吸収剤に使用する場合、洗濯などの実用に耐えられる加工条件を検討する必要がある。

## 参考文献

- 1) 陸旋, 秋山大二郎, 平林潔. 絹粉末の製造とその物性. 日本蚕糸学雑誌. 1994, vol.63, no.1, p.21-27.
- 2) 菊地時雄, 高木智博, 長谷川隆. セルロースナノファイバー (CNF) 複合材料の開発ーバクテリアセルロースを用いた摺動材料の開発ー. 令和元年度ハイテクプラザ試験研究報告. 2020, p.40-44.
- 3) 濱岡容子, 大瀧仁, 河本浩明. シルクフィルムに関する研究. 京都府織物・機械金属振興センター 研究報告. 2016. [http://www.pref.kyoto.jp/oriki/kenkyuhokoku\\_h28.html](http://www.pref.kyoto.jp/oriki/kenkyuhokoku_h28.html)(参照 2020-10-15)
- 4) 玉田靖. フィブロインの利用. 蚕糸・昆虫バイオテック. 2007, vol.76, no.1, p.3-8.

# 適切な上槽時期の判断による県産酒の高品質化（第1報）

## —ジアセチルの発生抑制に関する検討—

### Qualitative improvement of Sake through appropriate press timing decision (1st report)

#### - Investigation on suppression of diacetyl generation -

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 高橋 亮 中島奈津子 松本大志 齋藤嵩典

上槽時期が要因で生成するとされているオフフレーバーの抑制のため、適切な上槽時期の判断条件とその数値的管理指標を明らかにすることを目的に、早期上槽の課題であるジアセチル発生抑制について検討を行うこととした。その結果、ジアセチル濃度は酵母の種類の影響が大きく、もろみ後半の温度条件の影響は少ないことが確認された。ビルビン酸濃度150[ppm]以下での上槽が早期上槽の指標となり得ることが示唆された。

Key words: 清酒、オフフレーバー、ジアセチル、ビルビン酸

## 1. 緒言

先の研究課題<sup>1)</sup>において実施した市販酒調査の結果、県産酒の全体的な品質向上にはオフフレーバー（不快臭）の改善が必須であった。オフフレーバーは上槽時期が要因で生成されるものがあり、上槽が遅い場合は劣化臭（老香（DMTS）、脂肪酸臭等）が、早すぎる場合はジアセチル臭が問題となる。上槽が遅くても早くてもオフフレーバーが生成する可能性があり、その判断は経験に頼る部分も多いことから、業界からは上槽時期の判断に用いる具体的な指標の設定が求められている。そこで、本研究ではオフフレーバーの生成を抑える適切な上槽時期の判断条件とその数値的管理指標を明らかにすることを目的に、早期上槽の課題であるジアセチルの抑制について検討した。

ジアセチルは清酒の代表的なオフフレーバーであり発酵バターやヨーグルト様のおいしさを呈する<sup>2)</sup>。清酒もろみ中では分岐アミノ酸合成系によりビルビン酸から $\alpha$ -アセト乳酸を経てジアセチルが生成するとされている<sup>3)</sup>。発酵が未熟でビルビン酸濃度が高いもろみを上槽するとジアセチルの前駆物質である $\alpha$ -アセト乳酸が多く残存しジアセチルが生成することが知られている<sup>4)</sup>。早期上槽条件を検討するにあたり、県内酒造場で広く使用されている福島県オリジナル酵母「F7-01」（うつくしま夢酵母）、「901-A113」（うつくしま煌酵母）を用いて試験醸造によりジアセチル生成経過を把握した。さらに、もろみ後半の温度条件が上槽後のジアセチル生成濃度に及ぼす影響を検討した。

## 2. 実験

### 2. 1. 試験醸造

麴米、掛米ともに2019年福島県産「福乃香」を使用し、精米機（株）サタケEDB15A）を用い精米歩合40[%]まで精米し、総米45[kg]の醸造試験を行った。

表1に仕込み配合を示した。麴は天幕法にて製麴した。表2に使用した麴の酵素活性を示した。酵母は酢酸イソアミル高生成株の「F7-01」とカプロン酸エチル及び酢酸イソアミル高生成株の「901-A113」を使用した。仕込みは酒母省略の3段仕込みで行い、もろみは最高BMD50~55、ボーメ1減少に対しアルコール1.8[%]程度生成されるよう品温管理及び追水にて管理し、アルコール15%台半ばで上槽した。

### 2. 2. もろみ後半の温度条件の影響

もろみ後半の温度条件が上槽後のジアセチル生成濃度に及ぼす影響について検討するため、留後18日目にもろみの一部を900[mL]容量のマヨネーズ瓶に分け、19~31日目まで設定温度6[°C]、9[°C]、12[°C]、15[°C]にて管理した。

表1 仕込み配合

	添	仲	留	合計
総米(kg)	8	15	22	45
蒸米(kg)	5.5	12	18.5	36
麴米(kg)	2.5	3	3.5	9
汲水(L)	12	20	31	63
乳酸(ml)	50			
培養酵母(L)	2			

表2 麴酵素活性

グルコアミラーゼ	238
$\alpha$ -アミラーゼ	421
酸性カルボキシペプチダーゼ	2608
	(U/g koji)

### 2. 3. 分析方法

アルコールはSD式迅速アルコール測定システム（京都電子工業（株））を用い、国税庁所定分析法<sup>5)</sup>にて測定した。ジアセチルは恒温槽にて67[°C]、120分間加熱し、残存する $\alpha$ -アセト乳酸をジアセチルに強制的に分解した試料をShinwa DS-DA（信和化工(株)）にて誘導

体化後にガスクロマトグラフィー(アジレント・テクノロジー (株) 7890B)にて測定した。ピルビン酸は乳酸脱水素酵素を用いた酵素法にて測定した。麴の酵素活性分析は(株)キッコーマン製測定キットにて行った。

### 3. 結果と考察

#### 3. 1. 異なる酵母を用いた試験醸造結果

試験醸造後の分析結果を図1～6に示す。「901-A113」のジアセチル最大濃度は「F7-01」の約1.6倍となり(図1)、ジアセチル濃度は使用酵母の種類により異なることが分かった。「901-A113」のピルビン酸濃度は測定を開始した9日目以前に最大値となり漸減するが、ジアセチル濃度とピーク時期が一致せず、ピルビン酸の減少中もジアセチルは増加した(図1、2)。一方、「F7-01」はピルビン酸とジアセチルのピークが一致しており、ピルビン酸を指標としてジアセチル濃度を管理できることが示唆された(図1、2)。「901-A113」は、「F7-01」よりも1[%]高いアルコール濃度で推移した(図3)。「901-A113」は上槽時期の目安であるアルコール濃度15[%]時点でのピルビン酸濃度が高く(図4)、アルコール濃度13[%]時点のジアセチル濃度は「F7-01」の4倍となった(図5)。このことから「901-A113」は発酵力が強く、もろみ前半でピルビン酸生成が旺盛となっているため、ジアセチルを生成しやすいことが考えられた。しかし、「F7-01」、「901-A113」いずれの酵母もピルビン酸200[ppm]付近からジアセチル濃度が急減し、150[ppm]以降は低値で横ばいとなった(図6)。また清酒中のジアセチル検出閾値は83[ppb]であると報告されている<sup>6)</sup>。以上の結果から、ピルビン酸150[ppm]以下での上槽はこの検出閾値を十分に下回り、ジアセチル抑制に効果があることが示唆された。

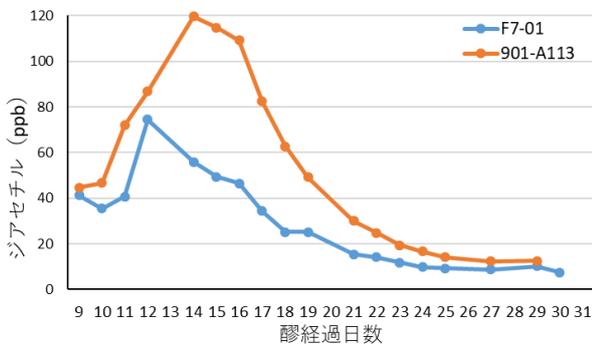


図1 ジアセチル濃度経過

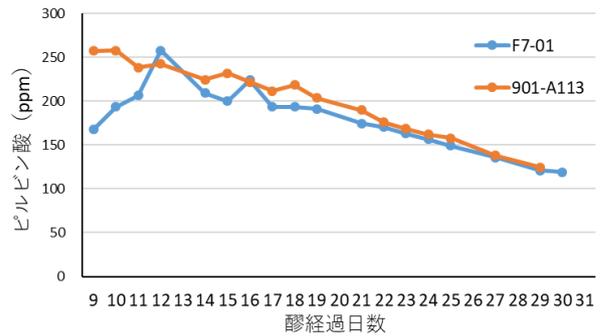


図2 ピルビン酸濃度経過

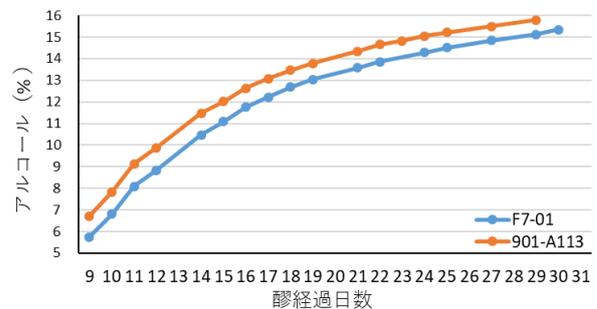


図3 アルコール濃度経過

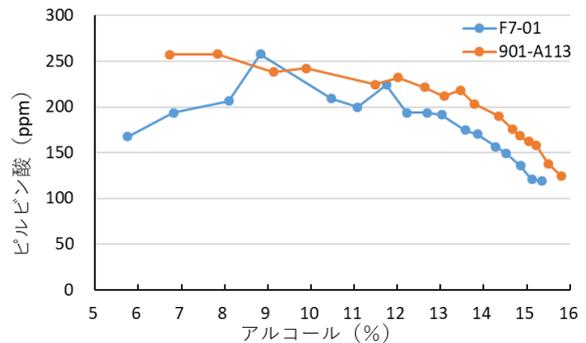


図4 アルコール濃度とピルビン酸濃度の関係

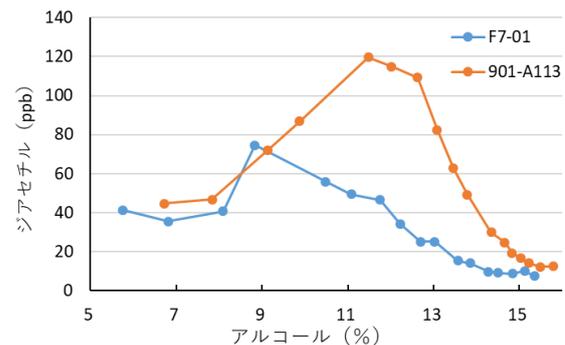


図5 アルコール濃度とジアセチル濃度の関係

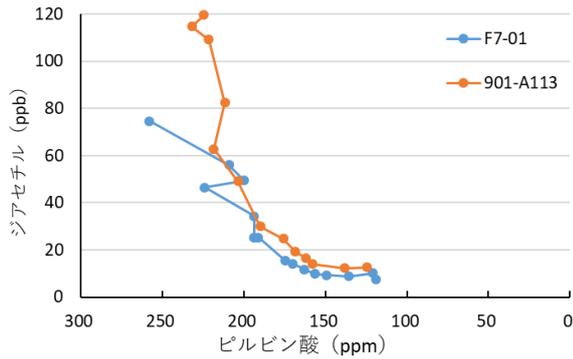


図6 ピルビン酸濃度とジアセチル濃度の関係

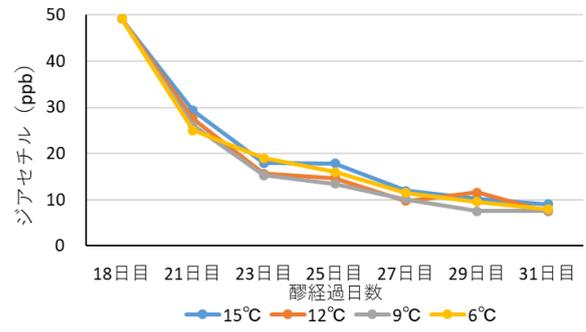


図8 ジアセチル濃度経過 (901-A113)

3. 2. もろみ後半の温度条件の試験醸造結果

もろみ後半の温度条件が上槽後のジアセチル生成濃度に及ぼす影響について検討した結果を図7～12に示す。一般的にもろみ後半は酵母活性が低下するため、 $\alpha$ -アセト乳酸(ジアセチル前駆物質)の生成と化学的分解減少のバランスが変化し、分解減少が主となり高温ほど減少しやすいと予想された。しかし、21日目である温度条件設定後3日目のジアセチル濃度は「901-A113」、「F7-01」ともに温度が高いほど濃度は高い結果となった(図7、8)。アルコール濃度は高温ほど高い値を示した(図9、10)。この時点ではもろみ温度が高いほどピルビン酸濃度が高い状態となり、結果として $\alpha$ -アセト乳酸は分解よりも酵母による生成への影響が大きいことが示された(図11、12)。

23日目である温度条件設定後5日目以降は酵母活性の指標となるピルビン酸が高温ほど減少し(図11、12)、 $\alpha$ -アセト乳酸の生成と分解のバランスがもろみ温度の違いによりそれぞれ異なる変化をしたと考えられるが、ジアセチル生成量には温度依存的な傾向は確認できなかった(図7、8)。なお、23日目の時点でジアセチル生成量が低値でかつ推移も横ばいの状態であったため、その前駆物質である $\alpha$ -アセト乳酸がより多く残存する条件では異なる結果を示す可能性も考えられる。もろみ前半の酵母活性に影響すると考えられる最高BMDや精米歩合、原料水硬度等の影響については今後検討する。

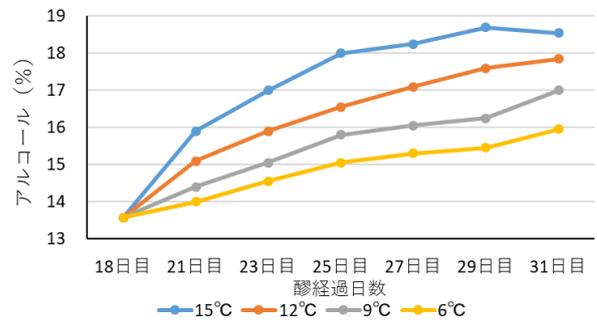


図9 アルコール濃度経過 (F7-01)

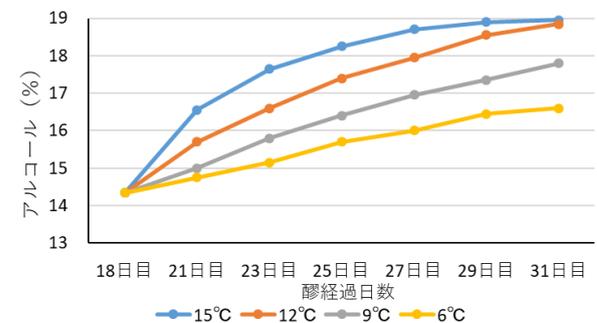


図10 アルコール濃度経過 (901-A113)

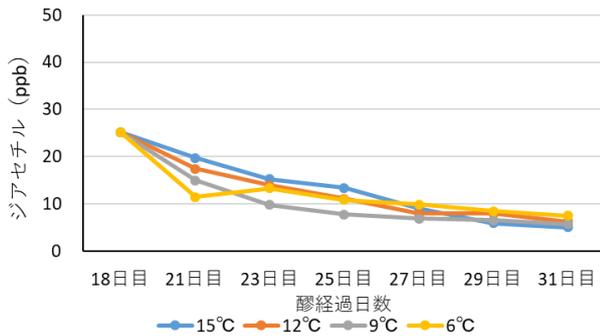


図7 ジアセチル濃度経過 (F7-01)

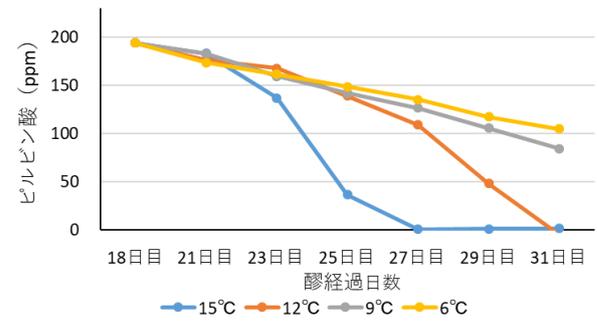


図11 ピルビン酸濃度経過 (F7-01)

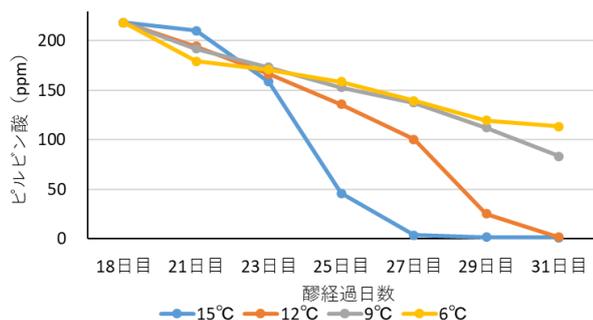


図12 ピルビン酸濃度経過 (901-A113)

#### 4. 結言

ジアセチル濃度は使用酵母の種類により異なることが確認された。「901-A113」は発酵力が強く、もろみ前半でピルビン酸生成が旺盛となっているため、ジアセチルを生成しやすいことが考えられた。また、もろみ後半の温度条件の影響は少ないことが確認された。ピルビン酸濃度 150[ppm]以下での上槽はジアセチルの検知閾値 83[ppb]を十分に下回り、早期上槽の指標となり得ることが示唆された。

#### 参考文献

- 1) 中島奈津子ほか. 福島県オリジナル清酒製造技術の開発(第3報). 平成30年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 2019, p. 103-106.
- 2) 独立行政法人酒類総合研究所. 清酒のにおいとその由来について. <https://www.nrib.go.jp/data/pdf/seikoumisan.pdf>, 参照日 2021. 4. 9
- 3) 小林健. 清酒中のジアセチル生成について. 日本醸造協会, 2003, 第98巻, 第1号, p. 46-48
- 4) 伊藤和樹ほか. もろみ中のピルビン酸濃度を指標とした発酵管理. J. Brew. Soc. Japan. Vol. 102, No. 4, p309-313(2007)
- 5) 財団法人日本醸造協会注解編集委員会編. 第四回改正国税庁所定分析法注解. 第四版, 財団法人日本醸造協会, 2006
- 6) 宇都宮仁ほか. 清酒に添加した匂い物質の閾値. J. Brew. Soc. Japan. Vol. 99, No. 9, p652-658(2004)

# 県産味噌の品質向上に向けた大豆処理方法の評価

## Evaluation of soybean cooking condition for quality improvement of miso produced in Fukushima prefecture

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 小野和広 松本大志 馬淵志奈

県産味噌の品質向上を目的に、大豆処理方法が仕込んだ味噌の品質に及ぼす影響について評価した。加圧処理条件によって糖・アミノ酸などの味にかかわる成分に有意差は得られなかったが、蒸煮大豆の性状の変化によって色調や香り成分に影響があることが分かり、蒸煮大豆の性状をコントロールすることの重要性が示唆された。

Key words: 味噌、大豆処理、官能評価

### 1. 緒言

福島県は全国有数の醸造処であり、古くから数多くの酒造業や、味噌製造業が営まれている。これらの食品産業は東日本大震災の風評被害によって大きな被害を受けたが、業界の熱心な取組みや当所の技術支援等により、酒造業は全国新酒鑑評会において金賞受賞数7年連続全国一位となるなど目覚ましい活躍をみせているほか、近年では、醤油製造業においても、全国醤油品評会における入賞数が増えており、「醸造王国ふくしま」として復興の大きな原動力となっている。そうした中、味噌製造業においても品質向上への気運が高まっている。

一般的に味噌醸造において、加圧の有無や換水などの大豆処理条件は味噌の色調に大きな影響があるといわれている。本研究では、これら大豆処理条件が蒸煮大豆と醸造される味噌に与える影響を明らかにするため、異なる大豆処理条件によって試験醸造を行い、出来上がった味噌の品質を評価した。なお、評価には全国味噌鑑評会の評価基準を用いた。

### 2. 実験方法

#### 2. 1. 供試材料

味噌醸造に使用する米麴は2019年に福島県会津地方で栽培された「ひとめぼれ」を用いて製麴した。また、原料大豆には2019年に北海道で栽培された「ユキホマレ」を75%に脱皮研磨して使用した。食塩は並塩（株式会社日本海水）を用い、微生物は種麴メーカーから味噌用として市販されている耐塩性酵母（*Zygosaccharomyces rouxii*）及び耐塩性乳酸菌（*Tetragenococcus halophilus*）を使用した他、大豆麴も種麴メーカーの製品を粉砕して使用した。

#### 2. 2. 製麴方法

10[°C]で16時間浸漬吸水させた精白米を、無圧で抜け掛け法により50分間蒸きょうした。製麴は、麴蓋法により45時間行った。

#### 2. 3. 味噌の仕込と熟成方法

蒸煮処理条件は無圧煮、加圧蒸（半煮半蒸）、加圧煮及び換水の回数を変更した12試験区を設定した（表1）。

それぞれの試験区において予備試験で蒸煮大豆の水分を確認し、それらに応じて種水の量を調整することで、各試験区の仕込み割合が表2となるように仕込を行った。脱皮した大豆を20[°C]で3時間浸漬し、無圧煮試験区では軽く沸騰させた状態で1時間ごとに換水を行った。加圧条件では15分間を目安に90[°C]達温での換水を表1の設定回数行った後、0.75kPaで9分30秒の加圧処理を行った。蒸煮大豆を冷却後、各原料を混合し、味噌の仕込を行った。仕込んだ味噌は恒温器内で20[°C]~30[°C]で80日間熟成させた。

表1 各試験区における処理条件

試験区	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
条件	無圧煮			加圧蒸			加圧煮					
換水回数	0	1	2	0	1	2	3	0	1	2	3	4

表2 仕込割合

仕込総量(kg)	4.16
麴歩合(歩)	10
目標水分(%)	47
目標塩分(%)	11
対水食塩濃度(%)	19
大豆麴(%)	2.5
酵母	$2.0 \times 10^5/g$
乳酸菌	$2.0 \times 10^6/g$

## 2. 4. 官能評価

試醸味噌の官能評価は、当所の職員12名（男性8名、女性4名）により、色、香り、味、組成、総合の5項目について、3段階評価 [1点(良い)～3点(悪い)] し、平均評点を求めた。

## 2. 5. 理化学的評価

試醸味噌の一般成分は、基準みそ分析法<sup>1)</sup>に準じて分析した。

蒸煮大豆及び試醸味噌の色調は色差計（ZE2000、日本電色工業株式会社）により測定した。

試醸味噌の遊離アミノ酸は基準みそ分析法に準じて抽出した浸出液を高速アミノ酸分析計（L-8900、株式会社日立ハイテクサイエンス）により測定した。

蒸煮大豆のアミノ酸は醸造に用いた蒸煮大豆を凍結乾燥機（TFD-550、株式会社宝製作所）により凍結乾燥し、新・食品分析法<sup>2)</sup>に準じて6規定塩酸で加水分解した試料を高速アミノ酸分析計により測定した。

4-Hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone (HEMF) は試醸味噌をホモジネートした後、アセトニトリル（富士フィルム和光純薬、LC/MS 用）を用いて塩析を行い、抽出液を LC/MS (Ultivo、アジレント・テクノロジー社) により測定した。

それ以外の香气成分は試醸味噌をホモジネートした後、ジクロロメタン（富士フィルム和光純薬、特級）を用いて抽出、抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水した後、抽出液を GCMS (GC7890B/5977BMSD、アジレント・テクノロジー社) 及び加熱脱着装置 (TDU/CIS4、Gestel 社) を使用して大容量注入して測定した。また化合物の推定には n-アルカンを用いたリテンションインデックス (RI) と、ライブラリとして NIST14 (アメリカ国立標準技術研究所) 及び AromaOffice (ver. 6. 02、西川計測株式会社) を使用した。また、併せてにおい嗅ぎ装置 (ODP3、Gestel 社) を用いたにおい嗅ぎ-GCMS を行い特徴香气成分の絞り込みを行った。

## 3. 結果と考察

### 3. 1. 官能評価

試醸味噌の官能評価の結果を表3に示す。総合評価は試験区10が最も高く、次いで、試験区11、1、9の順となった。2、3、7、8、12の試験区は色の評価において褐変を指摘され、評価が低かった他、加圧蒸試験区においてはざらつきの指摘が目立ち、組成に対する評価が低かったことで加圧蒸条件の総合評価が低めとなっている。

色調においては加圧蒸の試験区が最も鮮やかな赤みを評価されており、赤みの発現は加圧蒸条件が優位であったといえる。反対に無圧蒸条件の試験区では赤み不足の指摘が多く、今回の主題となっている色調の点において、無圧蒸試験区が優れているとはいえない結果となっ

た。

表3 試醸した味噌の官能評価

No.	総合	色	香り	味	組成	
1	1.71	1.92	1.63	1.58	1.58	無圧蒸
2	2.46	2.38	1.92	2.29	2.38	
3	2.50	2.50	2.29	2.29	2.25	
4	1.79	1.38	1.88	1.75	1.79	加圧蒸
5	1.92	1.63	1.83	1.67	1.96	
6	1.75	1.58	1.71	1.58	2.13	
7	1.83	1.83	1.63	1.75	2.13	
8	2.04	1.88	1.83	1.83	2.04	加圧蒸
9	1.71	1.63	1.79	1.71	1.63	
10	1.50	1.58	1.58	1.67	1.67	
11	1.58	1.54	1.58	1.58	1.75	
12	1.96	2.00	1.83	1.88	2.04	

### 3. 2. 理化学的評価

#### 3. 2. 1. 一般成分及び遊離アミノ酸

試醸味噌の一般成分の分析結果を表4に示す。

無圧蒸試験区は水分、アルコールが高く、直接還元糖及び窒素分が低い。これは遊離アミノ酸についても同様の傾向であり、無圧蒸試験区は酵母の増殖が旺盛である反面、蒸煮による成分損失が大きいといえる。

本研究においては、加圧処理試験区において有意に差のある一般成分、遊離アミノ酸は見出されなかった。

表4 試醸味噌の一般成分

No.	水分 (%)	直糖 (%)	Alc. (%)	塩分 (%)	pH	総窒素 (%)	水溶性窒素 (%)
1	48.6	12.8	1.81	11.69	5.36	1.61	0.93
2	50.6	12.7	1.84	11.82	5.35	1.56	0.89
3	50.7	12.3	1.66	11.60	5.28	1.49	0.85
4	46.5	13.5	1.54	11.80	5.41	1.75	1.09
5	46.8	13.0	1.41	11.59	5.37	1.83	1.13
6	46.5	13.1	1.48	11.71	5.36	1.82	1.11
7	46.3	13.0	1.50	11.53	5.35	1.84	1.10
8	46.6	13.4	1.46	11.48	5.40	1.79	1.10
9	46.7	12.8	1.43	11.67	5.41	1.78	1.09
10	46.2	13.0	1.38	11.34	5.37	1.87	1.10
11	46.1	12.7	1.59	11.48	5.38	1.88	1.10
12	45.9	12.6	1.55	11.37	5.40	1.89	1.11

3. 2. 2. 色調

蒸煮大豆及び試験味噌の明度(Y)を表5に示す。また、それらの相関をプロットしたものが図1である。Yが50までの範囲において蒸煮大豆と味噌の明度には相関関係があることが知られている<sup>3)</sup>が、本研究ではほぼすべての試験区において蒸煮大豆のYが50を超えており、それぞれの条件について異なる傾向を示した。

表6に蒸煮大豆の色調と成分を示す。すべての試験区において、蒸煮大豆の彩度(C\*)は換水によって低下する傾向がある。総ポリフェノール量や蒸煮大豆の加水分解アミノ酸の減少はこれに準じており、赤みを発現する基質となる成分が換水によって少なからず流出していると推測される。また、成分溶出は無圧煮、加圧煮、加圧蒸の順で大きいことが分かる。これをふまえて、それぞれの条件における傾向は以下ようになった。

無圧煮処理条件では蒸煮大豆の明度は頭打ちとなっているが、味噌の明度は上昇する傾向がある。しかし、この試験区は官能評価で赤味不足を多く指摘されていることから、明度が高いのは赤みが発現していないためであるといえる。また、試験区2、3は褐変の指摘が多いにも関わらず、彩度(C\*)の変化量は図2のように上昇している。これにより彩度の変化量は味噌の赤みだけでなく、褐変による色調の変化が関与しており、彩度の高さで味噌の鮮やかさを判別できないことが分かる。

次に、加圧蒸試験区は試験区4、5の明度の変化量から、理化学的評価において換水による色調への影響が最も大きい条件であることが分かる。加えて、試験区7を除いて褐変の指摘がないことから、赤みと褐変のバランスが良く、褐変が目立たない大豆処理方法であると推測される。

表5 蒸煮大豆と試験味噌の明度

No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
条件	○ 無圧煮			● 加圧蒸				● 加圧煮				
Y (大豆)	53.9	55.7	56.4	48.5	51.7	52.7	53.3	53.9	55.0	56.4	56.7	57.2
Y (味噌)	19.2	20.8	22.5	13.7	15.1	14.8	16.1	15.1	15.2	15.1	15.4	15.7

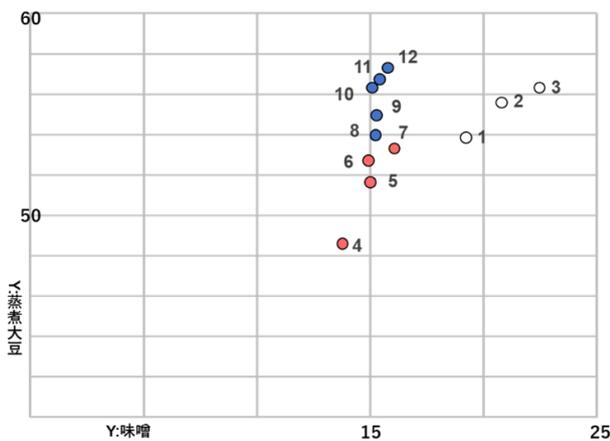


図1 蒸煮大豆と試験味噌の明度

表6 蒸煮大豆の色調と成分

No.	Y	C*	総ポリフェノール	蒸煮大豆 (totalAA)	
1	53.9	19.1	1777.0	13536	無圧煮
2	55.7	17.9	1225.7	8468	
3	56.4	17.7	861.5	6069	
4	48.5	23.5	4776.8	22931	加圧蒸
5	51.7	21.3	3156.8	19766	
6	52.7	21.0	2690.4	21604	
7	53.3	20.6	2346.6	20324	
8	53.9	20.3	2315.0	17193	加圧煮
9	55.0	20.0	2140.4	16367	
10	56.4	19.6	1889.5	16936	
11	56.7	19.3	1752.4	18617	
12	57.2	18.9	1599.3	19559	

最後に、加圧蒸試験区においては蒸煮大豆のYに対して、味噌Yが上昇しておらず、換水の効果がほとんど現れていないように見える。しかし、この試験区は色調の官能評価において換水回数との相関が最も高い(換水の効果が強い)試験区である。これは加圧蒸条件と比較して蒸煮大豆の明度が高いため、醸造した味噌において赤みの鮮やかさが目立つが、換水回数が増えることによって赤みの発現量が低下し、褐変が目立つリスクも高い処理条件であるからといえる。

試験区1、4、8は換水処理が少なく、成分溶出が少ないため、それぞれの処理方法で最も赤みが発現すると予想される試験区である。蒸煮大豆と試験醸造味噌のYの変化量(ΔY)と彩度の変化量(ΔC\*)の相関を示した図2において、これら試験区より彩度の変化量の大きい試験区は少なからず褐変しているといえる。色調の評価の高い5、6、9、10、11の試験区は褐変よりも赤みの発現がうまく強調され、高評価となった。

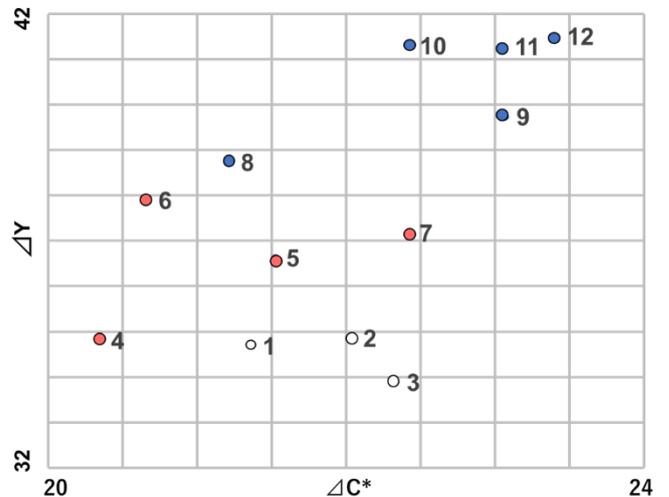


図2 試験味噌と蒸煮大豆の色調変化量

### 3. 2. 3 HEMF 及びその他の香気成分

試醸味噌の HEMF と加水分解蒸煮大豆の総アミノ酸量を表 7 に示した。HEMF は特徴的なカラメル様の香気を持つ醤油の特徴香気成分の一つであり、味噌においても官能評価と正の相関があるとされる<sup>4)</sup>。しかし、本研究においては、香りの官能評価に対する HEMF の相関係数は 0.5 を下回っており、正の相関を持たなかった。理由として、本年度試醸味噌では、昨年最も HEMF 濃度が高かった酵母を使用したにもかかわらず、1/3 程度の濃度の HEMF しか生成しおらず、官能評価の基準となる閾値に達しなかったためと考えられる。既報<sup>5)</sup>によれば、HEMF の生成は米麹由来のペントースを原料とした酵母の代謝によるものであり、生成の少ない原因は今年度製麹した米麹の酵素力価が昨年度より劣っていたことが推測される。官能評価と相関は得られなかったが、HEMF 濃度と蒸煮大豆のアミノ酸には高い相関がみられ、糖以外にもいずれかのアミノ酸が HEMF の生成経路に寄与するという知見が得られた。

表 7 試醸味噌の HEMF

No.	HEMF (ppm)	蒸煮大豆 (totalAA)	香り
1	1.047	13536	1.63
2	0.859	8468	1.92
3	0.698	6069	2.29
4	1.901	22931	1.88
5	1.585	19766	1.83
6	1.692	21604	1.71
7	1.476	20324	1.63
8	1.76	17193	1.83
9	1.831	16367	1.79
10	1.481	16936	1.58
11	1.526	18617	1.58
12	1.594	19559	1.83

表 8 に、におい嗅ぎ-GCMS によって検出された主な香気成分を示す。今回示したすべての香気成分と試醸味噌のアルコール量との間に高い相関が得られなかったため、これら香気成分の生成量には酵母の活性よりも大豆の処理条件による成分や組成の変化が大きく寄与すると予想される。

本研究において、におい嗅ぎによる強度と、官能評価との相関係数が最も高い成分は 3-(methylthio)-1-Propanol (Methionol) だった。Methionol は高濃度では硫黄や玉ねぎ様のにおいを呈するが、希薄濃度では醤油そのものにおいを呈する味噌、醤油の特徴香気成分として知られている。Methionol は無圧煮試験区では換水を増やすことで低下する傾向が見られた他、Methionol の前駆物質となる Methional の量も考慮すれば、加圧蒸条件が最も Methional の生成ポテンシャルの高いと予想される。他にも、バラ様の香りを持つ 2-Phenylethyl Alc

ohol や甘い香りを呈するピラン、ピロールなどの香気成分も官能評価と比較的高い相関がみられた。

これより、加圧条件や換水は色調のみならず、香気成分組成にも大きな影響を与えることが示された。

また、今回は推定できていないが、より高沸点領域に多価脂肪酸エステルや複素環化合物と思われる甘いにおいを呈する成分が溶出しており、これらの香気成分組成に対してそれぞれの大豆処理条件が与える影響については更なる検討を行う必要がある。

## 4. 結言

県産味噌の品質向上として鑑評会の評価基準に対応した最適な蒸煮処理方法を検討し、醸造される味噌について以下の知見が得られた。

加圧処理条件では、糖、アミノ酸など味にかかわる理化学的性質に有意な差は見られなかった。

色調については、換水工程を繰り返すことで蒸煮大豆の褐変性が高まるが、これは加圧煮条件でより顕著であった。そのため、加圧蒸条件では複数回、加圧煮条件ではそれより少ない換水で大豆処理を行うのが、色調のコントロールに有用であることが分かった。

加えて、加圧条件や換水などの大豆処理条件は味噌の特徴香気成分にも大きな影響を与えることが示唆された。

本研究では、鑑評会における色調と香りの評価に大きな影響のある大豆処理条件の特性を評価することができた。加えて、製品の設計や特徴付けを行ううえで有用な大豆処理条件の知見を得ることができた。

## 参考文献

- 1) 基準みそ分析法. 全国味噌技術会, 1995, p. 2-35.
- 2) 新・食品分析法. 日本食品科学工学会, 1997
- 3) 新・みそ技術ハンドブック. 全国味噌技術会, 1995, p. 38
- 4) 菅原悦子. みそ熟成中の香気成分の変化. 日本食品工業学会誌, 1991, 38, p. 23-27.
- 5) Masaoki Sasaki. J. Agric. Food Chem. 1996, 44, 3273-3275

表8 におい嗅ぎ-GCMSによる味噌特徴香气成分

RI	試験区 Name	無圧煮			加圧蒸				加圧煮					Comments
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
1074	Acetic acid, butyl ester	5.56	6.18	4.39	6.80	6.71	5.41	7.61	6.83	4.32	5.12	6.72	5.40	果実様 生臭い、 青臭い
1083	Hexanal	4.30	4.87	5.17	3.85	3.30	4.08	3.35	4.34	3.19	4.23	7.04	4.40	
1120	1-Butanol, 3-methyl-, acetate	3.56	4.50	3.39	5.44	3.46	3.34	4.60	4.80	3.27	6.58	3.73	3.34	酢イソ
1140	1-Butanol	7.72	7.32	4.90	6.33	6.56	7.44	8.53	6.92	6.39	8.48	7.90	7.94	
1227	Furan, 2-pentyl-	5.90	6.20	6.25	6.04	5.40	5.90	6.12	6.96	4.96	6.95	8.07	8.59	爽やか、柑 橘、ミント
1230	Hexanoic acid, ethyl ester	1.35	1.26	0.65	1.85	2.54	2.15	1.68	4.27	2.78	1.10	0.70	0.94	
1429	Octanoic acid, ethyl ester	3.30	1.14	0.99	3.07	0.77	2.99	0.90	2.41	3.34	1.01	1.14	1.53	爽やか 麴、 甘こげ
1442	1-Octen-3-ol	6.11	6.06	5.08	7.33	6.92	8.24	6.89	5.47	4.90	5.48	5.59	5.06	
1448	Methional	1.78	1.70	1.57	4.39	4.15	1.59	1.80	1.29	1.41	1.57	2.61	2.01	甘こげ
1491	Decanal	1.29	2.22	2.42	2.01	2.24	2.38	3.49	3.41	5.44	2.80	2.52	3.24	
1518	Benzaldehyde	9.28	9.16	9.72	9.04	9.69	10.62	9.24	7.51	6.95	8.27	8.58	7.79	油脂、 エステル
1635	Decanoic acid, ethyl ester	4.11	3.44	3.85	3.75	2.92	3.74	3.38	5.29	6.85	4.09	4.04	4.74	
1641	Benzeneacetaldehyde	4.89	4.16	4.93	6.42	5.39	3.13	3.38	3.19	3.74	3.30	5.19	4.22	硫黄臭
1718	3-(methylthio)-1-Propanol (Methionol)	5.94	4.38	3.47	6.31	5.65	7.31	6.92	6.25	6.24	6.04	6.38	5.75	
1819	Acetic acid, 2-phenylethyl ester	5.69	5.87	5.93	3.74	3.65	4.03	5.89	4.82	6.11	6.91	4.76	4.65	バラ
1844	Dodecanoic acid, ethyl ester	1.09	0.89	1.02	1.40	0.91	1.07	0.84	0.97	4.66	1.48	1.64	1.44	
1918	2-Phenylethyl Alcohol	11.68	9.60	8.50	8.69	7.93	10.33	8.72	8.43	9.91	10.00	9.58	8.77	カラメル
1971	2-Methyl-3-methoxy- 4H-pyran-4-one	5.23	3.88	3.08	3.43	2.96	4.66	3.31	4.41	6.41	3.77	5.19	3.60	
1979	Maltol	0.20	0.10	0.06	2.72	1.53	2.93	0.34	0.16	0.32	0.23	0.22	0.17	甘こげ 甘
1992	2-Acetylpyrrole	3.08	1.82	1.45	3.75	2.77	3.71	3.39	3.26	5.00	4.18	4.55	4.08	
官能評価 (香り)		1.63	1.92	2.29	1.88	1.83	1.71	1.63	1.83	1.79	1.58	1.58	1.83	

各数字は内部標準の3-OctanolでAbs.を補正した後、12試験区の標準偏差で除した値。

測定条件 使用カラム; DB-WAX UI, 60m×0.25(i.d.), 膜厚0.25μm

温度条件; 50°C(5minHold)→240°C(3°C/min)

キャリアーガス; He, 流速1.2ml/min

# 福島県産果実の品質・加工適性評価（第2報）

Evaluation of characteristic and aptitude for food processing of fruits made in Fukushima prefecture

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 馬淵志奈 小野和広 松本大志  
農業総合センター 生産環境部 流通加工科 古川鞠子 矢吹隆文

福島県産リンゴの品種特性や総合的な加工適性を明らかにし県内食品加工業者による県産果実の利用を促進するため、福島県オリジナル品種を含むリンゴ9品種について原料果の成分や褐変特性、ジュース加工時の成分変化及びジャムの物性等を調査し、加工品の官能評価を実施した。原料果のポリフェノール等の成分や褐変特性、加工後の物性は品種ごとに異なる特徴を持つことが確認された。また、ジュース加工時の2回の加熱殺菌工程後もポリフェノールが残存することが明らかとなった。

**Key words:** リンゴ、ポリフェノール、褐変、水溶性ペクチン、混濁ジュース、ジャム、ソリッドパック

## 1. 緒言

本県では果実の生産が盛んであり、一般品種に加え福島県オリジナル品種の育成も進められている。また、地元農産物を利用した加工品開発も活発であり、その中でもリンゴは加工用途が幅広く様々な加工品が作り出されている。他県ではリンゴの品種ごとに加工適性が報告されており<sup>1) 2)</sup>、食品製造業者が果実加工品を開発する際の一助となっている。しかし、福島県内で栽培されるリンゴについて、品種特性や加工適性を詳細に調査した事例は少ない。また、同一の品種であっても産地が異なると成分等の特徴も変化する場合があり、他県で得られた知見が本県産の果実に必ずしも適用できるとは言えない。

更に近年、生鮮のリンゴとしては初の機能性表示食品が発売され注目を集めている。県産果実の機能性に関する知見は、生産者に対するPRや生鮮及び加工品の高付加価値化への活用が期待される。

本研究では、リンゴの福島県オリジナル品種や県内で多く栽培されている品種を中心に含有成分や物性、機能性といった特徴を明らかにし、加工適性を総合的に評価することを目標とした。本年度は原料果の成分や褐変特性、ジュース加工時の成分変化やジャム及びソリッドパックの物性を調査し、ジャムの官能評価を行った。

## 2. 実験

### 2. 1. 供試材料

福島県農業総合センター果樹研究所にて令和2年度に収穫されたリンゴを使用した。調査品種は収穫日順に「福島8号（収穫日9月10日）」、「紅玉（同9月28日）」、「会津のほっぺ（同10月5日）」、「福島7号（同10月12日）」、「シナノスイート（同10月13日）」、「こうとく（同10月27日）」、「王林（同10月27日）」、「ふじ（同11月11

日）」、「べにこはく（同12月2日）」の9品種とした。このうち「会津のほっぺ」、「べにこはく」は福島県オリジナル品種で、「福島8号」、「福島7号」は福島県が育成した品種登録検討系統である。

いずれの品種も1[°C]で貯蔵し、収穫から1週間以内に分析の前処理及び加工を行った。

### 2. 2. 加工品

#### 2. 2. 1. ジュース

「福島7号」、「べにこはく」を調査対象とした。

剥皮・除芯した果肉をジューサー（EJ-CP10A、シャープ（株））で搾汁し、原料の重量に対して0.1[%]のアスコルビン酸を搾汁液に加えて、湯浴中で加熱した。搾汁液の酵素失活や殺菌のための加熱を想定して85[°C]達温から15分間加熱したものを加熱1回目、容器充填後の殺菌を想定して更に85[°C]で15分間加熱したものを加熱2回目としてサンプリングした。

#### 2. 2. 2. ジャム

「福島8号」を除く8品種を調査対象とした。

剥皮・除芯した果肉に、原料の重量に対して0.1[%]のアスコルビン酸及びクエン酸を加え、ミキサーでピューレーにした。糖度計（PAL-J、（株）アタゴ）でBrixを測定後、一定量のグラニュー糖を加えてガス火でよく攪拌しながら加熱した。Brixが50 [°]を超えたところで、予め煮沸殺菌した瓶に充填し、密封して沸騰水中で15分間加熱殺菌した。加工後は5[°C]、暗所で保存した。

#### 2. 2. 3. ソリッドパック

「福島8号」を調査対象とした。

破断荷重測定用の試料は、剥皮した果肉を2等分し、真空包装机（HPS-300A-G、ホシザキ電機（株））で真空包装してスチームコンベクションオーブン（TSCO-4EBN3、タニコー（株））で90[°C]、40分間加熱した。

## 2. 3. 原料果の分析

### 2. 3. 1. ポリフェノール組成

#### 2. 3. 1. 1. クロロゲン酸

細断した果肉を電子レンジで60秒間加熱し、80[%] MeOHを加えてホモジナイザー (PT3100、KINAMATICA) で破碎した後、卓上遠心機 (H-19FMR、(株) コクサン) で3000[rpm]、10分間遠心分離した。得られた上清を適宜希釈した後、高速液体クロマトグラフ (CM5000、(株) 日立ハイテクサイエンス) で測定した。

#### 2. 3. 1. 2. プロシアニジン類

りんごの機能性表示食品の開発と届け出作業マニュアル<sup>3)</sup>に記載されているプロシアニジン量の分析法を参考とした。

細断した果肉を電子レンジで60秒間加熱し、抽出溶媒 (アセトン:水:酢酸=70:29.5:0.5)を加えてホモジナイザーで破碎した後、卓上遠心機で3000[rpm]、10分間遠心分離した。得られた上清を適宜希釈した後、高速液体クロマトグラフ (LC-4000、日本分光(株)) で測定した。

#### 2. 3. 2. PPO (ポリフェノール酸化酵素) 活性

4[mM] クロロゲン酸に原料果から抽出した粗酵素液を加えて30[°C] 5分間反応させ、マイクロプレートリーダー (MQX200、BioTek) を用いて測定し、325[nm]の吸光度の減少分をPPO活性とした。

#### 2. 3. 3. 総ビタミンC

細断した果肉に5[%]メタリン酸を加えてホモジナイザーで破碎し、日本食品標準成分表2015年版(七訂)分析マニュアル・解説<sup>4)</sup>を参考に前処理を行い、高速液体クロマトグラフ (L-2000、(株) 日立ハイテクサイエンス) で測定した。

#### 2. 3. 4. 褐変特性

すりおろした果肉を直ちに測定用のセルに詰め測色色差計 (ZE-2000、日本電色工業(株)) で色差  $\Delta E$  の60分間の経時変化を測定した。測定時の室温及び品温は25[°C]に統一し、最初の10分間は20秒ごと、10分を経過した後は1分ごとに測定した。最初の20秒間における  $\Delta E$  変化量の傾きを初期褐変速度 [ $\Delta E/\text{min}$ ]、測定終了時の  $\Delta E$  を褐変度とした。

また、褐変特性に影響を及ぼす要素を探索するため、クロロゲン酸、PPO活性及び総ビタミンCと初期褐変速度及び褐変度との関係を調査した。

#### 2. 3. 5. 水溶性ペクチン

細断した果肉50[g]を精秤し、ソルミックス®A P-7 (日本アルコール販売(株)) を200[mL]加

えて沸騰水中で15分間還流させた後、ろ過した。得られた残渣をミキサーで破碎し、吸引ろ過しながらフェノール-硫酸法で洗浄液の糖の反応が陰性になるまで70[%]に希釈したソルミックス®A P-7で洗浄した。その後、80、90[%]に希釈したソルミックス®A P-7、原液のソルミックス®A P-7、ジエチルエーテルで順次洗浄した。この風乾物を50~80[mg]精秤し、蒸留水50[mL]を加え30分間振とうしてから12時間以上静置した。ろ過した液を用いてカルバゾール法により水溶性ペクチンを定量した。

## 2. 4. 加工品の分析及び評価

### 2. 4. 1. ジュース

ジュース加工時の加熱殺菌工程におけるポリフェノール量の推移を調査した。今年度は「福島7号」のクロロゲン酸、「べにこはく」のプロシアニジン類を調査対象とした。

2. 2. 1. でサンプリングした試料を、2. 3. 1. 1. 及び2. 3. 1. 2. で記載した抽出溶媒で適宜希釈して同様の方法で測定した。

### 2. 4. 2. ジャム

#### 2. 4. 2. 1. ゲル強度

テクスチャーアナライザー (TA.XT plus、英弘精機(株)) を用いて測定を行った。プローブは直径10[mm]のものを使用し、それ以外はJIS6503に従って測定した。

また、原料果の水溶性ペクチンとの関係を調査した。

#### 2. 4. 2. 2. 官能評価

醸造・食品科職員8名、農業総合センター職員7名の計15名のパネルにより実施した。

外観、香り、硬さ、舌触り、甘味、酸味、総合の7項目について5段階 (硬さは1:軟らかい~5:硬い、舌触りは1:なめらか~5:あらい、甘味及び酸味は1:弱い~5:強い、それ以外は1:良い~5:悪い) で評価した。

また、ジャムのゲル強度と硬さの評価、原料果のリンゴ酸と酸味の評価との関係をそれぞれ調査した。

#### 2. 4. 3. ソリッドパック

加熱後の果肉の破断荷重を測定した。

2. 2. 3. で調製したソリッドパックについて、テクスチャーアナライザーで破断荷重を測定し、昨年度調査した他の8品種<sup>5)</sup>と比較した。プローブは直径5[mm]のものを使用し、測定速度1[mm/sec]で1.5[cm]まで貫入させ、最初に現れたピークに係る荷重を破断荷重とした。

### 3. 結果と考察

#### 3. 1. 原料果の分析

##### 3. 1. 1. ポリフェノール組成

ポリフェノール組成の分析結果を図1に示す。ポリフェノール組成は品種ごとに特徴が異なっていた。クロロゲン酸は「会津のほっぺ」、「福島7号」、「ふじ」、「シナノスイート」に特に多く含まれており、品種間の含有量の相対比は既報<sup>5)</sup>と同様の傾向を示した。

一方、プロシアニジン類は「紅玉」、「べにこはく」に特に多く含まれていた。昨年度はプロシアニジン類のうちプロシアニジンB2のみを調査したが、その際も「紅玉」、「べにこはく」はプロシアニジンB2を多く含むという結果が得られていた。このことから、プロシアニジンB2を多く含む品種はプロシアニジン類の総量も多い可能性が示唆された。

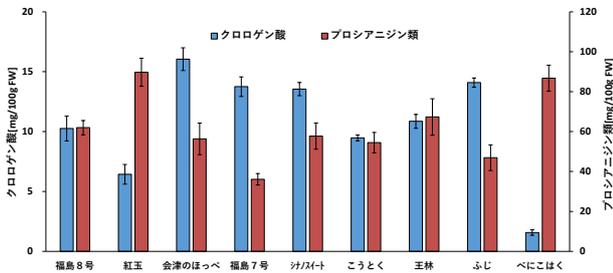


図1 品種別のポリフェノール組成 (n=3)

##### 3. 1. 2. PPO (ポリフェノール酸化酵素) 活性及び総ビタミンC

PPO活性及び総ビタミンCの分析結果を図2に示す。「福島8号」のPPO活性は他の品種と比較して最も低かった。一方、総ビタミンCの含有量は「紅玉」、「こうとく」、「ふじ」、「福島7号」の順に多く、「会津のほっぺ」が最も少なかった。

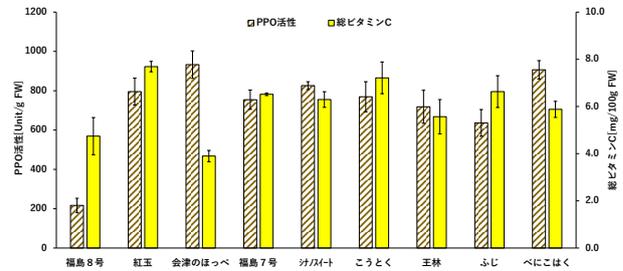


図2 品種別のPPO活性及び総ビタミンC (n=3)

##### 3. 1. 3. 褐変特性

初期褐変速度及び褐変度の測定結果を表1、褐変による色相の経時変化を図3に示す。初期褐変速度が大きい品種は加工中も変色が進みやすく、製品の色調不良を引き起こすと推測される。今年度の調査では、「会津のほっぺ」、「福島7号」で初期褐変速度が大きく、「べにこはく」、「福島8号」で小さいという結果となった。

表1 品種別の初期褐変速度及び褐変度 (n=3)

	福島8号	紅玉	会津のほっぺ	福島7号	シナノスイート	こうとく	王林	ふじ	べにこはく
初期褐変速度 [ΔE/min]	3.62	7.64	14.35	13.13	9.65	7.47	10.34	5.96	2.11
褐変度	16.22	21.99	17.46	25.23	20.55	15.01	18.57	21.28	19.69

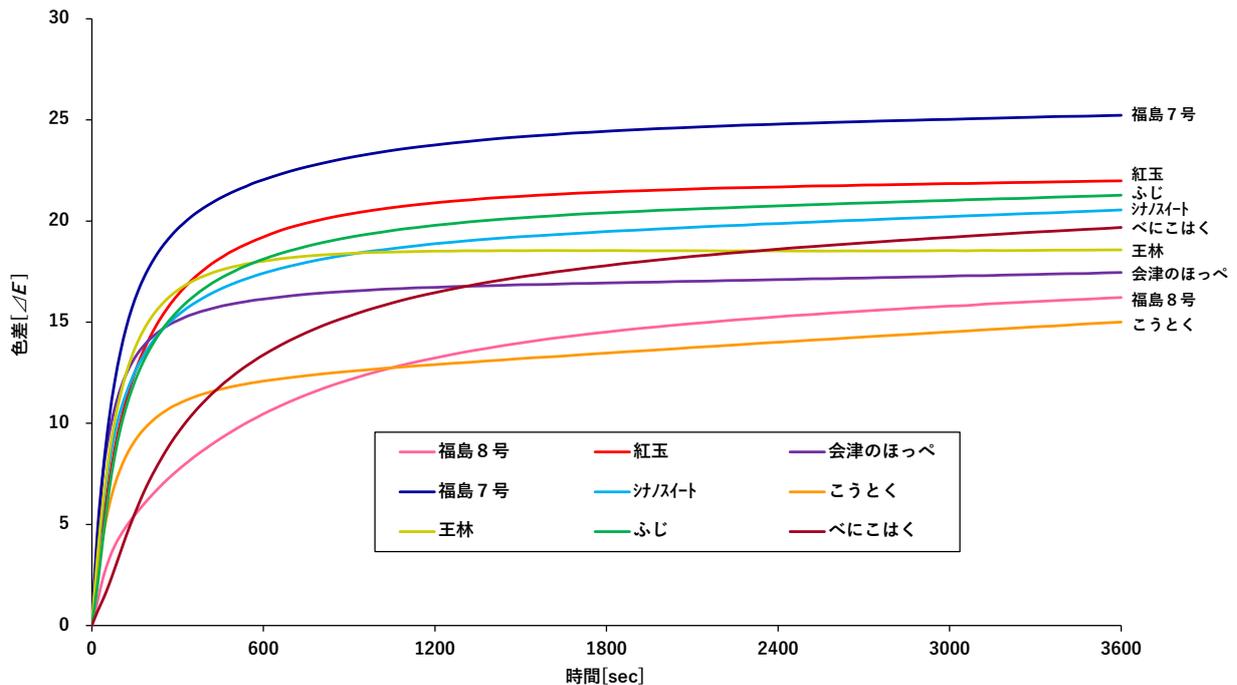


図3 褐変による色相の経時変化 (n=3)

クロロゲン酸、PPO活性及び総ビタミンCと初期褐変速度及び褐変度との相関係数を表2に示す。その結果、昨年度と同様にクロロゲン酸と初期褐変速度は正の相関を示すことが確認された。

	クロロゲン酸	PPO活性	総ビタミンC
初期褐変速度	0.62	0.36	-0.21
褐変度	0.03	0.14	0.15

クロロゲン酸と初期褐変速度との関係を図4に示す。初期褐変速度の大きい「会津のほっぺ」、「福島7号」はクロロゲン酸の含有量が多く、初期褐変速度の小さい「べにこはく」は含有量が少ないことが確認された。一方、「福島8号」は近似直線よりも下側に位置しており、クロロゲン酸の含有量に対して初期褐変速度が小さい傾向を示した。これは「福島8号」のPPO活性が特異的に低いと推測された。

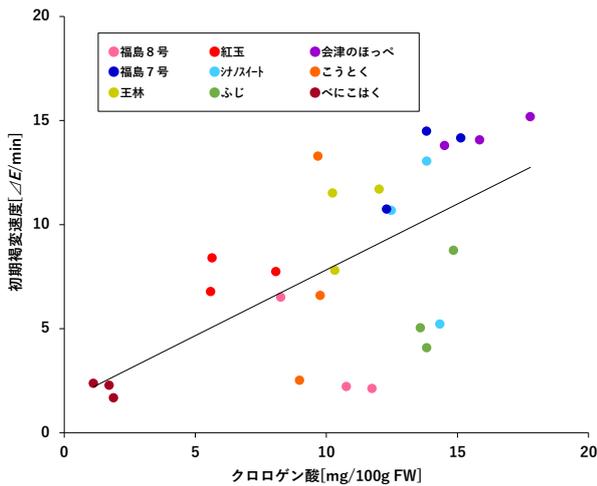


図4 クロロゲン酸と初期褐変速度との関係 (n=27)

### 3. 1. 4. 水溶性ペクチン

原料果の水溶性ペクチンの分析結果を図5に示す。水溶性ペクチンは「福島7号」、「福島8号」が多く、「紅玉」が最も少なかった。

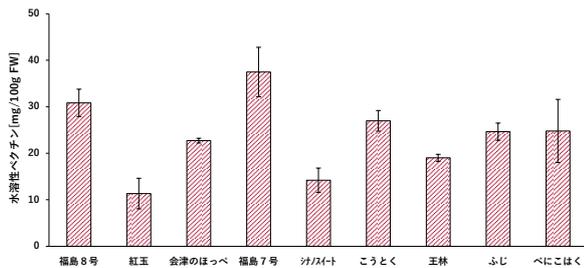


図5 品種別の水溶性ペクチン (n=3)

### 3. 2. 加工品の分析及び評価

#### 3. 2. 1. ジュース

「福島7号」のクロロゲン酸含有量の推移を図6、「べにこはく」のプロシアニジン類含有量の推移を図7に示した。「福島7号」のクロロゲン酸含有量は、いずれの加熱殺菌工程終了後においても搾汁直後からほとんど変化しないことが確認された。一方、「べにこはく」のプロシアニジン類含有量は、加熱の回数が増えるごとに減少する傾向を示した。しかし、2回目の加熱殺菌工程終了後も搾汁直後の8~9割のプロシアニジン類が残存することが明らかとなった。

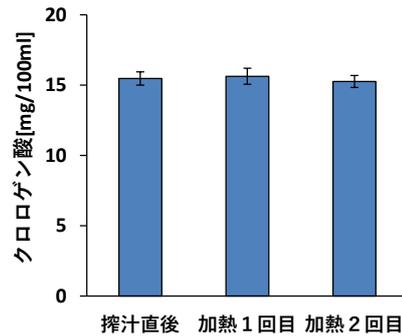


図6 ジュース加工時における「福島7号」のクロロゲン酸含有量の推移 (n=3)

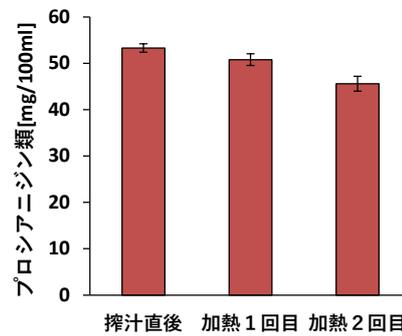


図7 ジュース加工時における「べにこはく」のプロシアニジン類含有量の推移 (n=3)

#### 3. 2. 2. ジャム

##### 3. 2. 2. 1. ゲル強度

ジャムのゲル強度の測定結果を図8に示す。ゲル強度は「王林」、「紅玉」の2品種で特に高かった。

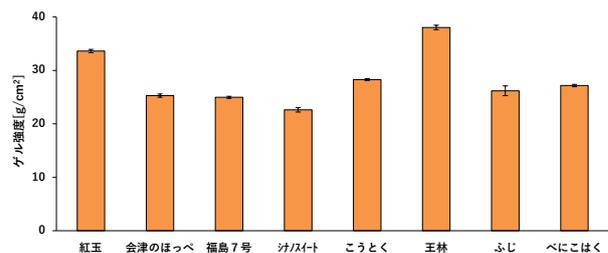


図8 品種別のジャムのゲル強度 (n=5)

原料果の水溶性ペクチンの含有量とジャムのゲル強度との関係を図9に示す。新妻ら<sup>6)</sup>は、ナツハゼの水溶性ペクチンとジャムのゲル強度との間に高い正の相関があることを報告しているが、今回の調査では2つの測定値に明確な関係性は確認されなかった。ジャムの物性には水溶性ペクチンの他に糖組成や有機酸、Ca濃度など様々な成分が関与していると考えられている<sup>7) 8) 9)</sup>。今回の調査ではそれらの成分の含有量が品種ごとに異なっていたため、水溶性ペクチンの含有量だけでは品種間のゲル強度との関係を説明できなかつたと推測された。

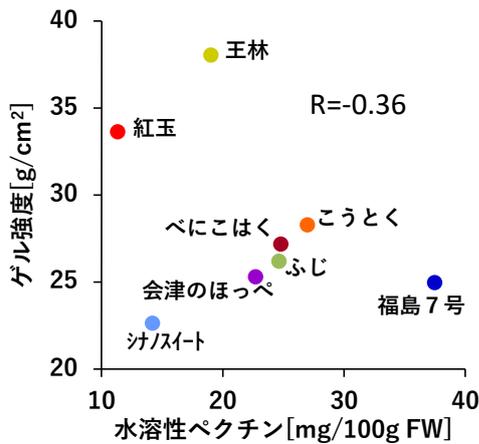


図9 原料果の水溶性ペクチンとジャムのゲル強度との関係

### 3. 2. 2. 2. 官能評価

試作したジャムの外観を図10、ジャムの官能評価の結果を表3に示す。総合の評価は「こうとく」が最も高かった。「こうとく」は昨年度調査したジュースやソリッドパックでも高い評価を得ており、香りが良好であることや甘味と酸味のバランスが優れていることが加工品の高評価に繋がったと推測された。



図10 試作したジャムの外観

表3 品種別のジャムの官能評価

品種 項目	紅玉	会津のほっぺ	福島7号	シナサイト	こうとく	王林	ふじ	べにこはく
外観	2.93	3.07	2.27	2.20	2.67	2.80	2.67	2.47
香り	2.40	3.20	2.20	2.67	1.73	2.27	2.67	2.67
硬さ	2.73	2.00	2.07	2.40	2.60	2.67	2.40	2.47
舌触り	2.13	3.20	3.00	2.73	2.73	2.87	2.20	2.53
甘味	2.73	3.80	3.80	4.07	3.67	3.80	3.60	3.00
酸味	4.33	1.93	1.87	2.47	2.87	2.53	3.20	3.80
総合	2.93	3.07	2.53	2.53	2.33	2.47	2.40	2.60

1) 硬さは1:軟らかい~5:硬い、舌触りは1:なめらか~5:あらい、甘味及び酸味は1:弱い~5:強い、それ以外は1:良い~5:悪い 2) パネル15名

原料果のリンゴ酸含有量と酸味の評価との関係を図11、ジャムのゲル強度と硬さの評価との関係を図12に示す。原料果のリンゴ酸含有量と酸味の評価、ジャムのゲル強度と硬さの評価はいずれも高い正の相関を示した。従って、ジャムの食味における硬さや酸味の強弱は、理化学分析の結果から推測できる可能性が示唆された。

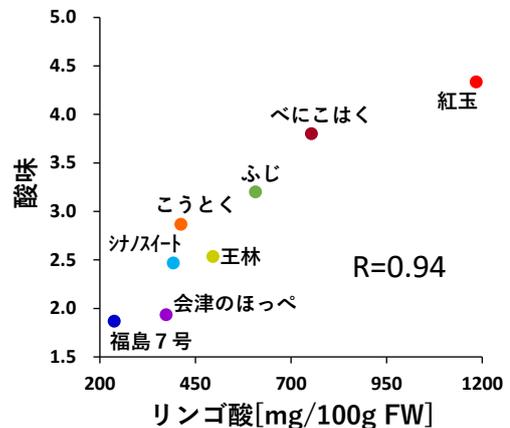


図11 原料果のリンゴ酸含有量と酸味の評価との関係

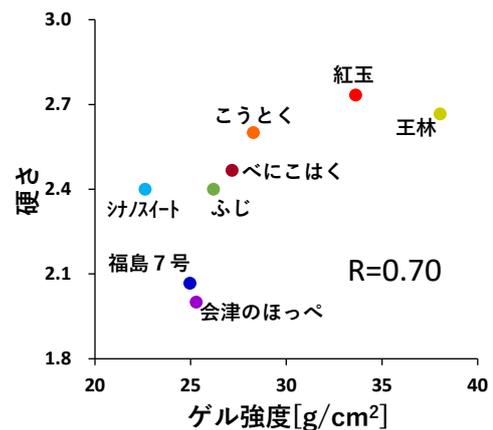


図12 ジャムのゲル強度と硬さの評価との関係

### 3. 2. 3. ソリッドパックの破断荷重

ソリッドパックの破断荷重の測定結果を図13に示す。「福島8号」の破断荷重は「会津のほっぺ」に次いで高かった。従って、「福島8号」は加熱しても軟化しにくい品種であることが確認された。

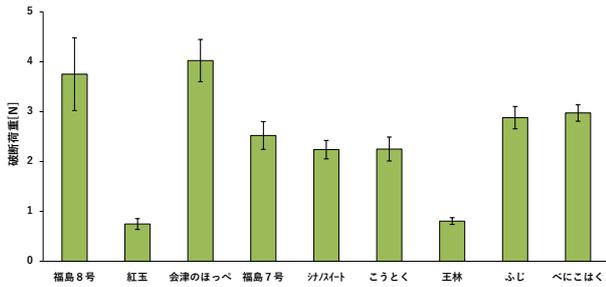


図13 品種別のソリッドパックの破断荷重 (n=3-6)

1) 「福島8号」は2020年度、それ以外の品種は2019年度の測定データ

## 4. 結言

原料果のポリフェノール組成の特徴は品種ごとに異なり、クロロゲン酸は「会津のほっぺ」、「福島7号」、「ふじ」、「シナノスイート」に、プロシアニジン類は「紅玉」、「べにこはく」に特に多く含まれていた。

クロロゲン酸、PPO活性及び総ビタミンCと初期褐変速度及び褐変度との関係を調査した。その結果、昨年度と同様にクロロゲン酸と初期褐変速度は正の相関を示し、初期褐変速度が大きい「会津のほっぺ」、「福島7号」はクロロゲン酸の含有量が多く、初期褐変速度が小さい「べにこはく」は少ないことが確認された。一方、「福島8号」はクロロゲン酸の含有量に対して初期褐変速度が小さい傾向を示したが、これは「福島8号」のPPO活性が特異的に低いためと推測された。

ジュース加工時の加熱殺菌工程におけるポリフェノール量の推移を調査した。その結果、「福島7号」のクロロゲン酸含有量は搾汁直後からほぼ変化せず、「べにこはく」のプロシアニジン類含有量は2回目の加熱殺菌工程終了後も搾汁直後の8～9割が残存することが明らかとなった。

ジャムのゲル強度は「王林」、「紅玉」で特に高かった。原料果の水溶性ペクチンとジャムのゲル強度との間に明確な関係性は確認されなかった。ジャムの官能評価を実施したところ、総合の評価は「こうとく」が最も高かった。また、原料果のリンゴ酸含有量と酸味の評価、ジャムのゲル強度と硬さの評価はいずれも高い正の相関を示した。

「福島8号」のソリッドパックの破断荷重は「会津のほっぺ」に次いで高く、「福島8号」は加熱しても軟化しにくい品種であることが確認された。

## 謝辞

本研究を遂行するにあたり、果実を提供いただいた福島県農業総合センター果樹研究所の皆様、加工品試作の際に協力いただいた福島県農業総合センター農業短期大学校研修部の皆様に感謝を申し上げます。

## 参考文献

- 1) 竹内正彦. 果実・果汁飲料と機能性成分(18) りんごの加工—品種別加工適性および高品質化. 食品と容器. 2014, p340-345.
- 2) 石川正行. リンゴの嗜好と品種育成の方向. 東北農業研究 別冊. 1990, p61-70.
- 3) 国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構. “リンゴ中のリンゴ由来プロシアニジン量の分析法”. りんごの機能性表示食品の開発と届け出作業マニュアル. p.41-51
- 4) 文部科学省科学技術・学術政策局政策課資源室監修. “アスコルビン酸(ビタミンC)”. 日本食品標準成分表2015年版(七訂)分析マニュアル・解説. 建帛社. 2016, p140-142.
- 5) 馬淵志奈, 猪俣有唯 他. 福島県産果実の品質・加工適性評価. 令和元年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 2020, p121-125.
- 6) 新妻和敏, 山内富士男, 小野美代子. ナツハゼ果実中のペクチン含有量は、採取時期や加工処理条件により変化する. 東北農業研究. 2009, p223-224.
- 7) 安藤昭代, 西堀すき江, 赤木啓子. 手作りジャムにおける混糖使用について. 家政学会誌. 1985, vol.36, no.6, p384-391.
- 8) 三浦洋. ペクチンの性状とゲル化. 高分子. 1966, vol.15, no.169, p294-301.
- 9) 田中常雄, 楨賢治 他. ジャム製造に関わる各因子のゲル化に及ぼす影響. 北海道立食品加工研究センター報告 第3号, 1998.

# セルロースナノファイバー複合材料の開発（第2報）

## ーバクテリアセルロースを用いた摺動材料の開発ー

### Development of cellulose nanofiber reinforced composite materials

#### - Development of bacterial cellulose reinforced sliding material -

技術開発部 工業材料科 菊地時雄 高木智博 長谷川隆

昨年度開発した解繊・微細化プロセスにより微粉砕した、バクテリアセルロース(BC)と、GPPSを混練・射出成形した。このサンプルで摺動試験を行ったところ、比磨耗量が2桁近く減少し、フィラー強化 PTFE と同等の性能であることがわかった。このことにより開発したプロセスによる微細化 BC は、摺動材のフィラーとして用いることが可能であることがわかった。

Key words: freeze-dry, bacterial cellulose(BC), corn starch, CNF

## 1. 緒言

セルロースナノファイバー (CNF) は、紙やパルプにはない特異的な性質を活かして、多種多様な用途への展開が期待されている。また、植物バイオマスから取り出した天然由来の繊維であり、低炭素社会の実現にも貢献できる素材である。この CNF の一種に、グルコースなどを原料に酢酸菌によって造られるバクテリアセルロース (BC) があり、そのほとんどが廃棄されているが、一部食用 (ナタデココ) となっている。またこの BC は、ヘミセルロースやリグニンなどをほとんど含まない、純度の高い生分解性にすぐれたセルロースである。BC はマイクロフィブリルの微細な網目構造をとることを特徴とし、力学的特性にすぐれている<sup>1)</sup>ことから、生分解性を有する機能性素材として注目され、その効率のよい培養技術の開発<sup>2)</sup>及び用途開発<sup>3)</sup>が進められている。

BC は、直径が数 nm~数百 nm の繊維で、水分が 80~95wt% のゲル状物質である。これをゴムや熱可塑性樹脂に混練りすることはできないので、乾燥させて、混練り可能な粉体にする必要がある。しかし、これを直接乾燥させると強固な水素結合と 3 次元網目構造により、強固なシートとなり、微粉砕には特殊な粉砕機が必要となる。また、水素結合を弱めるために化学修飾をし、乾燥粉砕を行う方法もあるが、これらの方法はいずれもコストアップにつながり、県内中小企業に技術移転できるものではない。

昨年度は、繊維の 3 次元の絡み合いを弱める粉末の分散材<sup>4)</sup>、<sup>5)</sup>、<sup>6)</sup> と水素結合の結合間距離を長くする凍結乾燥法<sup>7)</sup>を組み合わせた、BC ゲルを簡単に解繊粉砕する方法を開発した。

今年度は、このプロセスを用いた微細末 BC と汎用ポリスチレン(GPPS)を混練り・射出成形し、摺動実験を行ったので報告する。

## 2. 実験

### 2. 1. BC フィラーの調製

市販の業務用ナタデココ (フジッコ(株)) を家庭用ミキサーで粉砕し、水中に分散させた。ここにコーンスターチを加え攪拌混合した BC ゲルを 2 種類調製した。調整した BC ゲルは、ナタデココの乾燥重量 1 に対して、コーンスターチを 0.1 添加した。

調整した BC ゲルを、均一な多孔質体にするため、攪拌しながら冷凍庫で凍結させた<sup>7)</sup>。これを真空乾燥して、BC/コーンスターチの 3D 多孔質体を得た。これを家庭用フードプロセッサーで粉砕し、解繊・微細化 BC (以下、微粉末 BC と略す) を得た。

### 2. 2. 微粉末 BC と樹脂の混練

樹脂との混練・射出成形は、レオ・ラボ(株)で行った。

Xplore 社製の卓上型混練機 MC15HT を用い、バレル温度 220[°C]、スクリュ回転数 50[rpm]で約 10 分間混練りした。この装置の特徴は、同方向 2 軸コニカルスクリュで混練り中の樹脂がバレル中を循環し、微粉末 BC のナノレベルの分散が可能なことである。

射出成形用汎用ポリスチレン (以下、GPPS と略す) (東洋スチレン(株)) に、微粉末 BC をそれぞれ 5、10、15、20wt%混練し、コンパウンドを得た。

評価サンプルは、Xplore 社製の卓上小型射出成形機 (型締め力 1.2 トン、射出容量 12cc) で射出成形を行い、JIS K7113 小型試験片 1(1/2) 号型を作製した。

### 2. 3. 熱分析

昨年度の混練りだけとは異なり、射出成形も行ったため、樹脂の熱履歴が異なる。そのため酸化劣化の程度をティー・エイ・インスツルメント社製の熱重量測定装置 (TGA Q500) で測定した。測定は空気雰囲気中、昇温速度 10[°C/min.]で行い、5%重量減の温度を比較

した。

## 2. 4. 曲げ強度試験

微粉末 BC による GPPS の補強効果を確認するため、3点曲げ試験(島津製作所社製 AGX-V、ロードセル 1kN、支持スパン 32[mm]、試験速度 5.0[mm/min.])を行った。

## 2. 5. 摺動試験

摺動試験は福島大学 共生システム理工学類の小沢研究室の協力を得て実施した。装置(図1)は、ピンオンドラム型で、ドラムの直径は 200[mm]、材質は SUS304、表面粗さ Ra0.3 である。試験片寸法 4[mm]×4[mm]、厚さ 2[mm]に対して、面圧 0.19[MPa]、試験速度 1.5[m/s]で摺動試験を行い、レーザー変位計で比磨耗量、トルク変換機で動摩擦係数を計測した。図中の赤丸にサンプルをセットして負荷をかけて試験した。



図1 摺動試験装置(福島大学 小沢研究室)

## 3. 結果及び考察

### 3. 1. 熱分析結果



図2 試験サンプル

図2は、作製した試験サンプルである。サンプルは左から微粉末 BC 添加量 5、10、15、20wt%である。

成形時の加熱シリンダ内の滞留時間と、添加量の増加に伴う粘度増加によるせん断発熱による、酸化劣化のため褐色を帯びている。

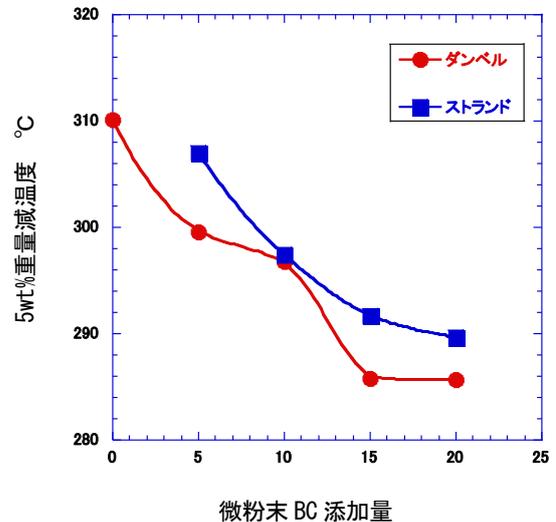


図3 熱劣化の比較

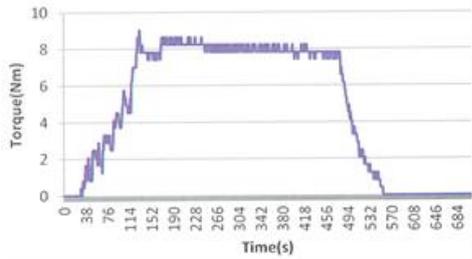
この酸化劣化の程度を確認するため、熱分析を行った結果が図3で、混練りのみのコンパウンドと、これを射出成形でダンベルに加工したサンプルとの比較である。高分子は酸化劣化や、低分子化により、酸化開始温度や重量減の開始温度は、低温側にシフト<sup>8)</sup>する。今回の場合も微粉末 BC 添加量が増えるに従い、重量減温度は低温側にシフトした。また、このコンパウンドを射出成形したサンプルは、原料コンパウンドのそれよりも低温側にシフトしている。

図4は、微粉末 BC と GPPS を混練りした際の時間とトルクのデータである。トルクの定常値に大きな差は見られないが、添加量が増えると、定常値になるまでの時間(誘導時間)内のトルクの変動は、大きくなった。また、添加量が増えると、誘導時間も増加(図5)した。

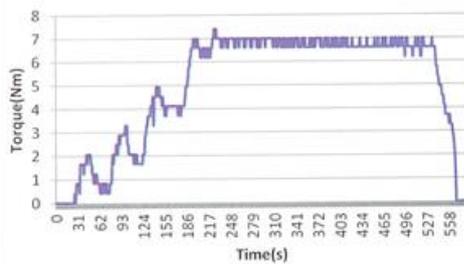
これらのことから、添加量の増加により増粘し、せん断発熱により GPPS 分子の低分子化が起これ、添加量が増えても定常値のトルクが上昇しなかったものと考えられる。また分子末端が増加することと、熱履歴により酸化反応がすすむことで、熱分析による酸化反応の起点が増加するために、酸化開始温度が低温側にシフトして、5wt%重量減温度も同様にシフトしたものと考えられる。

### 3. 2. 曲げ強度試験結果

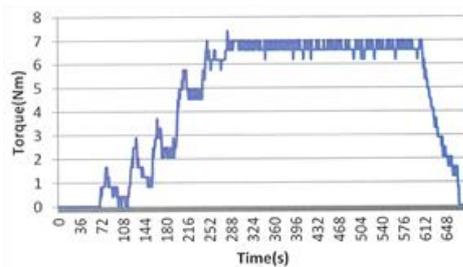
微粉末 BC による GPPS の補強効果と、酸化劣化によるダメージを確認するため行った、3点曲げ試験の結果が図6である。



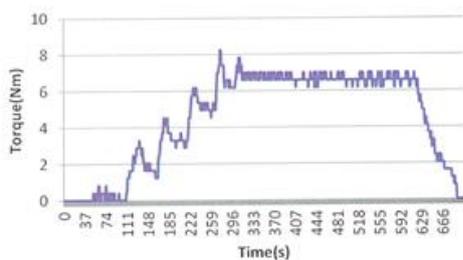
(a) GPPS



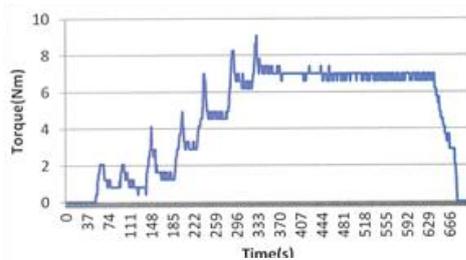
(b) 5wt%



(c) 10wt%



(d) 15wt%



(e) 20wt%

図4 添加量と混練りトルクの誘導時間

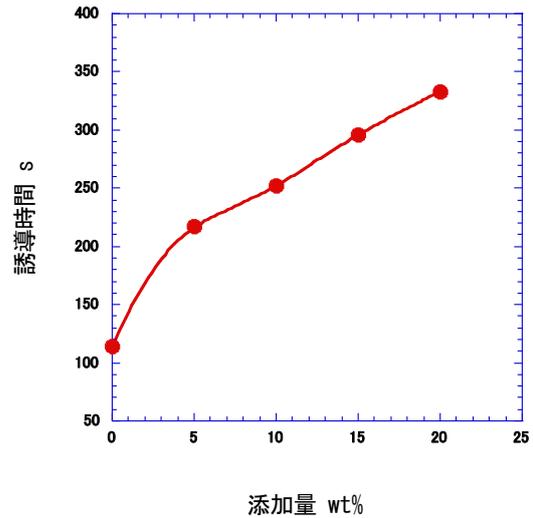


図5 混練時のトルク

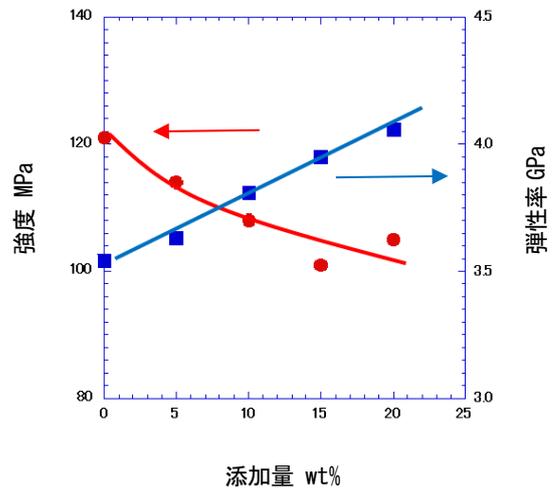


図6 3点曲げ試験結果

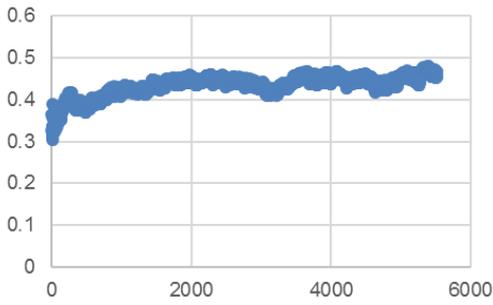
添加量の増加にしたがって、強度は低下したが弾性率は上昇した。微粉末 BC の添加により極端な強度低下は見られず、弾性率は上昇しているため、補強効果は出ているものと考えられ、酸化劣化による特性低下の影響は少ないものと考えられる。

### 3. 3. 摺動試験結果

図7は、摺動試験の測定チャートである。例として、添加量 10、20wt%のサンプルの測定例を示した。縦軸が動摩擦係数で、横軸が時間である。各サンプルの比磨耗量と動摩擦係数をまとめたのが図8である。

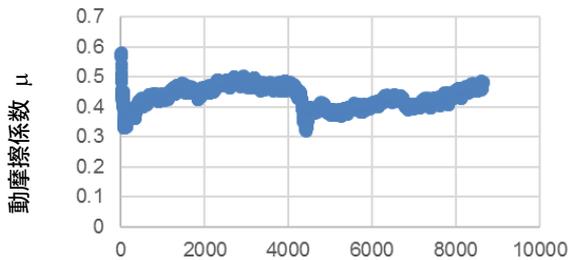
微粉末 BC を添加したことで、動摩擦係数は約 0.1 程度増加したが、添加量による依存性は認められなかった。

比磨耗量は、10wt% 添加で GPPS よりも約 2 桁小さく、フィラー強化 PTFE とほぼ同等の値を示し、その



試験時間 s

(a) 添加量 10wt%



試験時間 s

(b) 添加量 20wt%

図7 測定チャート

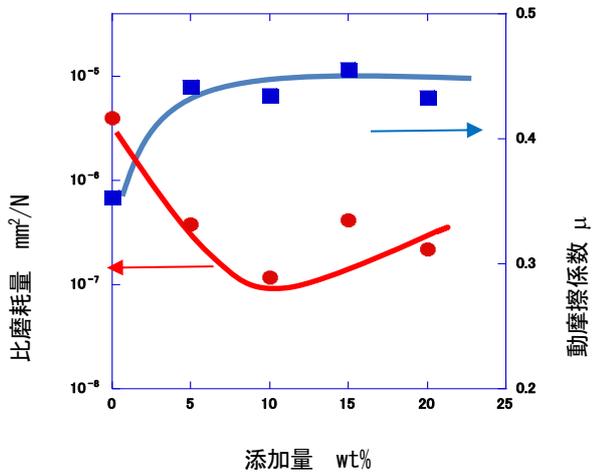


図8 摺動実験結果

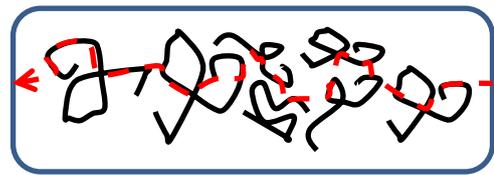
後増加した。微粉末 BC のような微細フィラーは、比表面積が大きく凝集しやすい特徴がある。そのために、添加量が多いと分散不良が生じやすく、比磨耗量が増加したものと考えられる

比磨耗量が減少した理由として以下のように考えることができる(図9)。黒線はフィラー、赤点線はクラック進展のそれぞれ模式図を表している。

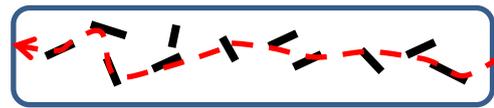
材料は、摺動時のせん断応力によりクラックが生じ、そのクラックが進展し破断にいたる。この破断して欠落したのが磨耗粉である。

磨耗量を減らすには、この単位面積あたりのクラックの進展エネルギー ( $G$  値 [ $J/m^2$ ]) が大きいほど有利となる。今回の実験において、クラックが進展するマトリックスは、おなじ GPPS であるため、 $G$  値は同じであるにもかかわらず、磨耗量に差が出たのは、破断に至るまでのトータルエネルギーに差(図9(a)、(b))があったからと考えられる。つまり、クラックパスを長く・複雑にして破断までのトータルエネルギーが増大していたものとする。

クラックパスを長く・複雑にするには、 $L/D$  の大きなフィラーを均一に分散させることが必要不可欠であり、微粉末 BC が適していることがわかる。



(b)  $L/D$  の小さなフィラー



(a)  $L/D$  の大きなフィラー

図9 クラック進展模式図

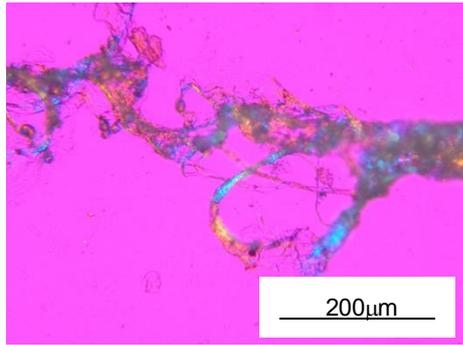
粒子の分散の程度についての評価は単純に凝集塊を破碎するため分散混合に必要な応力とエネルギーを考察するだけではなく、観察によって実証すべきである。

しかし観察は、分散の対象となる凝集塊を明確に同定することが非常に困難である。

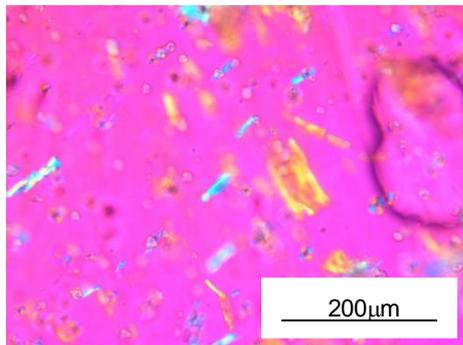
凝集塊は光学顕微鏡で確認できる数十～数百ミクロンの大きさから、観察が極めて困難なサブミクロンレベルの大きさまで、広範囲に分布しており、対象によって観察(測定)方法が異なる。そのため、粒子径分布を評価するには、いくつかの観察方法の組み合わせが不可欠となる。

また1番の問題点は、高倍率の観察では観察範囲が狭くなることであり、この狭い範囲の限られた情報で、材料全体を評価することは、極めて危険である。

今回も分散確認のため、非結晶性で透明な GSPS に結晶性材料の BC を分散させて、偏光顕微鏡明視野観察(図10)を行なった。(a)は微粉末 BC、(b)はこれを GPPS に 5wt% 添加したサンプルである。添加量が多いと観察しにくくなるので、あえて希薄なこのサンプルにした。



(a) 微粉末 BC



(b) 添加量 5wt%

図10 偏光顕微鏡明視野観察

今回のフィラー分散の評価も、光学顕微鏡観察で比較的大きなフィラーの観察と比磨耗量の結果から、現象論的に判断し、添加量 10wt%まではほぼ均一に分散しているものと考えられる。

微粉末 BC の添加量は、10wt%を超えると射出成形品の酸化劣化が進む(図3) こと、比磨耗量極小値が 10wt% (図8) であること、他の研究例<sup>9)</sup> も粘度の関係から 10wt%前後の報告が多いことから、摺動材としての添加量も 10wt%前後が適正值と考えられる。

#### 4. 結言

開発した BC の解繊・微粉碎プロセスによる微粉末 BC おいて、以下の結論を得た。

- ・摺動材に用いない GPPS でも微粉末 BC による改質で、PTFE (フィラー入り) と同等の比磨耗量であった。
- ・開発したプロセスによる微粉末 BC フィラーは、樹脂の磨耗量を減少させる特徴があることを確認でき、開発したプロセスの有効性を示すことができた。

BC のような廃棄物から樹脂の改質材を安価に製造・有効利用ができれば、産業廃棄物の減量化、新たな雇用の創出および 6 次化産業の分野にも貢献できるものと考えられる。

#### 謝辞

摺動実験に当たりご協力いただきました、福島大学大学院理工学研究科小沢喜仁教授、同大学院生小澤匠さんに感謝します。

#### 参考文献

- 1) 生分解性プラスチック研究会編 生分解性プラスチックハンドブック、213 (1995)
- 2) 特開 2000-31702
- 3) 特許第 2617431
- 4) 菊地時雄、他、成形加工、P. 657, vol. 18, No. 9 (2006)
- 5) 菊地時雄、他、IWGC-4 予稿集、P. 116 (2006)
- 6) 菊地時雄、他、M&M2006 予稿集、P. 53 (2006)
- 7) 菊地時雄、他、JCOM-36 予稿集、P. 9 (2007)
- 8) 大竹義人、高分子材料の事故原因究明と PL 法、アグネ技術センター、P. 135 (1999)
- 9) 仙波健、他 成形加工シンポジウム' 18, P. 319, (2018)

# 合成粘土鉱物端面 OH 基への F 基置換量の定量及び比較

## Quantitative estimation of Fluorine on the surface of fluorinated synthetic clay minerals

技術開発部 工業材料科 高木智博 杉原輝俊

応募企業 クニミネ工業株式会社 いわき研究所

粘土鉱物の端面 OH 基を F 基に置換したものについて、様々な分析手法で F 基量の定量を試みた。その結果、XPS による測定で F 基の定量を行うことができた。加えて、F 基置換に用いる F 化剤の量について、OH 基が十分に置換される量を見積もることができた。

Key words: XPS、X 線光電子分光、表面分析、置換基

### 1. 緒言

粘土鉱物の端面 OH 基は、そのイオン半径が F イオンに近いことから比較的容易に F 基に置換される。この性質を用いて粘土鉱物の端面 OH 基を可能な限り F 基に置換させることで新たな用途探索が可能となる。しかしながら、粘土鉱物表面で置換された F 基量を比較・定量する手法は確立されていなかった。

一方、当所では過去に Si-OH 基をメチル基で修飾し、赤外分光 (FT-IR) 分析を用いて Si-OH 基の定量を試みたことがある<sup>1)</sup>。そこで、この OH 基を F 基で置換した Si-F 基についても同様のアプローチを利用できるのではないかと考え、比較検討を行った。

### 2. 実験

#### 2. 1. 試料

ヘクトライトを主成分とする粘土鉱物試料と、その表面 OH 基を F 基に置換した試料 (通常処理条件を 1 としたときに 0、0.25、0.5、1、2、2.5、5 倍量の F 化剤を添加し反応させたもの) を用いた。これらは応募企業から提供されたものを、前処理や希釈を行うことなくそのまま分析に供した。

#### 2. 2. 分析手法

F 基の定量に適した分析手法を選定した。今回試した分析手法は、FT-IR、ラマン分光、X 線回折 (XRD)、X 線光電子分光 (XPS) の 4 種類である。

##### 2. 2. 1. FT-IR

サーモフィッシャーサイエンティフィック (株) iS50 にて拡散反射測定を行った。分解能は  $4\text{cm}^{-1}$ 、スキャン回数は 32 回。検出器は高感度 MCT 検出器を用いた。

##### 2. 2. 2. ラマン分光

サーモフィッシャーサイエンティフィック (株) DXR にてラマン分光分析を行った。分解能は  $4\text{cm}^{-1}$ 、スキャン回数は 120 回。

#### 2. 2. 3. XRD

リガク (株) SmartLab にて  $\theta-2\theta$  の XRD 測定を行った。スキャンスピードは  $5^\circ/\text{min}$ 、ステップは  $0.01^\circ$  とした。

#### 2. 2. 4. XPS

サーモフィッシャーサイエンティフィック (株) K-Alpha にてワイドスキャンを行った。パスエネルギーは  $200\text{eV}$ 、スポットサイズは  $400\mu\text{m}$ 。バックグラウンドは同社で開発された Smart 法を用いて引いた。測定には粉末用のサンプルホルダーを用いた。

### 3. 結果

#### 3. 1. 分析手法の検討

##### 3. 1. 1. FT-IR

拡散反射法で得られたスペクトルは定量的取り扱いのためケルカー-ムンク変換 (K-M 変換) を行った。

図 1 に得られた拡散反射スペクトルを示す。以前の研究におけるメチル基で修飾した手法ではこの FT-IR で置換量の相対比較を行うことができたが、今回得た結果からは F 基の有無で変化が見られなかった。

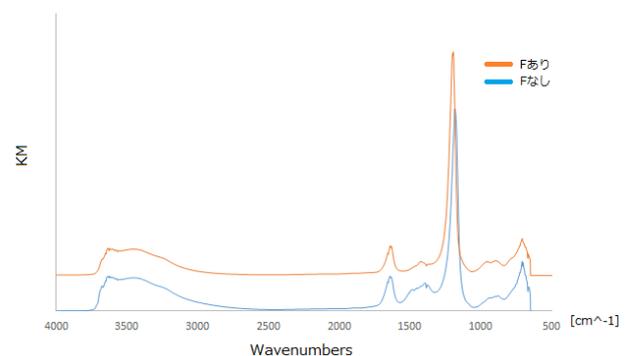


図 1 K-M 変換後の拡散反射スペクトル

### 3. 1. 2. ラマン分光

図2に得られたラマンスペクトルを示す。350cm<sup>-1</sup>付近にわずかな差異が見られるが、F基濃度と相関はなく、この位置のピークがF基とは関係ないことから、F基の有無で変化を確認することはできなかった。

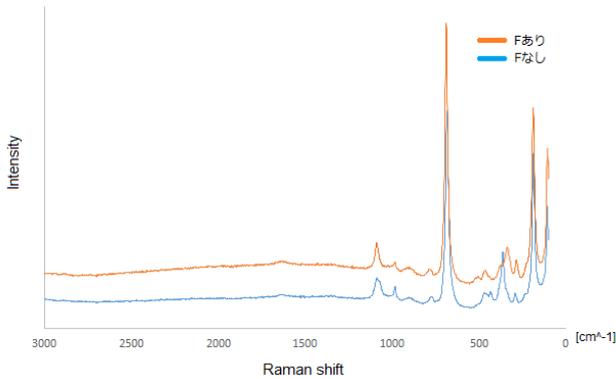


図2 ラマンスペクトル

### 3. 1. 3. XRD

図3にXRDスペクトルを示す。こちらについてもF基の有無で差異は認められなかった。

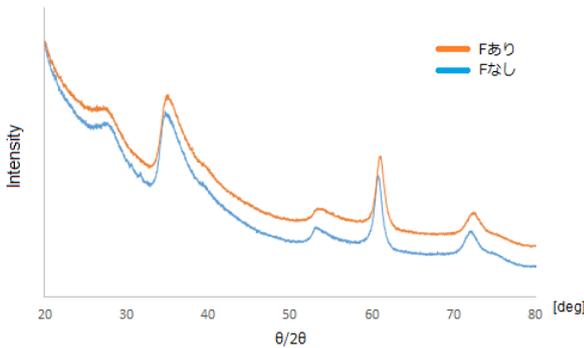


図3 XRDのθ-2θスペクトル

### 3. 1. 4. XPS

図4にXPSのワイドスキャンスペクトルの一部を示す。通常F1sのピークは690eV付近に現れるが、この部分に明らかな差が見られた。またこのピーク強度とF化剤の加えた量に相関が示唆された。

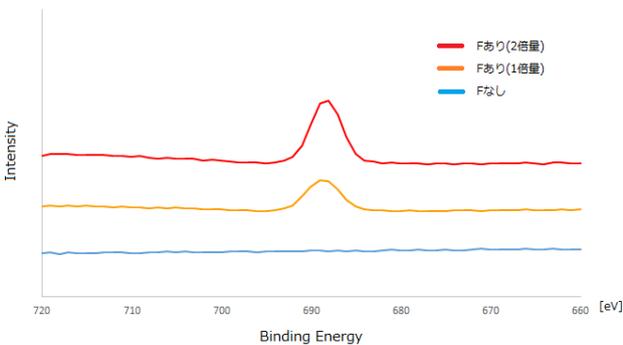


図4 XPSスペクトル (F1s部分を拡大)

以上の結果より、今回はXPSがF基の定量手法として有望であることから、これを用いて詳細な分析を行うこととした。

### 3. 2. XPSを用いたF基の定量

これまでの検討でXPSによるF基量の確認が容易であることが分かったため、再現性、F化剤の添加量とF基量との相関、置換されるF基の飽和量、置換処理後の試料の洗浄による影響について調べた。

#### 3. 2. 1. 再現性の確認

図5にワイドスキャンスペクトルの一例を示す。粉末試料専用のステージを使用することから一度に分析可能な試料は最大9サンプルであり、試料導入には1時間程度かかるが、1測定は5分程度で測定可能である。また表1に示すとおり、同一試料を複数日にわたり測定してもほぼ同一の結果が得られることを確認した。アプリケーションを用いて自動的に得られたF量/全元素量の比率が安定していたことから、この比の値をF基量として今後の議論で用いることとする。

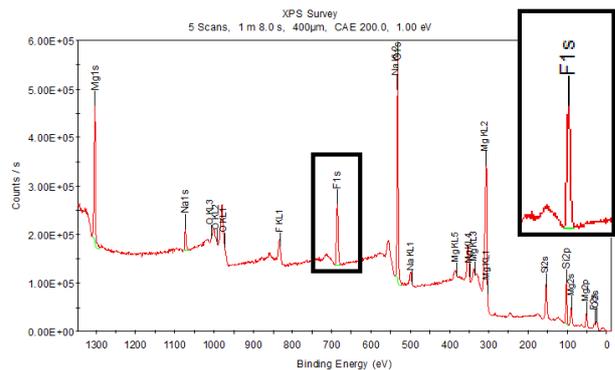


図5 XPSスペクトル (ワイドスキャン) の一例

表1 再現性の確認 (単位は atomic%)

	10月14日	11月2日	12月8日
Mg1s	18.78	17.34	17.89
O1s	47.1	47.96	47.9
F1s	12.76	12.47	12.78
Si2p	18.7	19.69	18.62
Na1s	2.66	2.55	2.82

#### 3. 2. 2. F化剤量とF基量との相関

F化剤を0から5倍量まで様々に振った試料についてFの比率を調べた。このとき、複数回同一条件で処理した試料の提供があったことから、1条件につき2回もしくは3回の測定を行い、その平均値を結果とした。その結果を表2に示す。この結果をグラフ上にプ

ロットしなすと、図6のようになる。この結果から、添加剤の量と修飾されたF基量に相関があること、ある一定量以上のF化剤を添加した場合にはF基量が飽和することが分かった。

表2 F化剤の添加によるF基量の変化

F添加量	0	0.25	0.5	1	2	2.5	5
F[atm%]	0	2.52	8.02	13.12	16.73	21.84	23.52

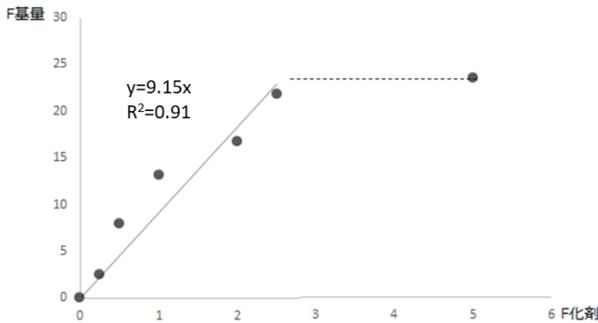


図6 F化剤量とF基量との相関

特に、図6からは2.5倍量までのF化剤量とF基量との間に、 $R^2$ 値として0.91程度の正比例の相関が読み取れる。完全な定量評価には当たらないが、置換基量の相対的な比較を具体的な数字で評価可能であると考えられる。また、別種サンプルとのF基量の比較においても適用可能性が示された。

### 3. 2. 3. 試料の洗浄について

今回置換されたF基量として得られた値について、残存しているF化剤由来のF基量を含んでいる可能性がある。これを考慮し、F基に置換処理後洗浄した試料を測定することとした。その結果を表3に示す。

表3 洗浄によるF基量の変化

F化剤量	0.5	2.5	5
洗浄前	8.38	22.01	23.63
洗浄後	7.66	19.7	22.6
残存率	0.91	0.9	0.96

洗浄によりF基量の減少が見られた。減少率は表面修飾の度合いにかかわらずおおむね一定であった。この洗浄による減少の理由としては、物理吸着していた未反応のF化剤を除去できたこと、洗浄により粉末が粉砕され未処理の面が露出したことなどが考えられる。F化剤が過剰であったと考えられる5倍量の洗浄結果と2.5倍量以下の洗浄結果で残存率に差がなかったこ

とから、後者の粉砕による影響によるものと考えている。

## 4. 結言

粘土鉱物表面をF置換処理した試料のF基量についてXPSを用いて評価した。その結果、XPSで得られたF量/全元素量をF基量として扱うことで、定量的な評価をすることができた。また、置換されるF基の飽和量や洗浄をすることによる影響についても確認することができた。

### 参考文献

- 1) “粘土鉱物に付着した有機物の定量” 平成29年度福島県ハイテクプラザ試験研究概要集 p3.

# 低粘度塗料の改質によるスクリーン印刷への応用

## Modification of low viscosity paint for screen printing

技術開発部 工業材料科 矢内誠人 杉原輝俊

会津若松技術支援センター 産業工芸科 原朋弥 須藤靖典

応募企業 有限会社エンドースクリーン

粘度が低く、スクリーン印刷に適さない塗料を改質し、スクリーン印刷を可能にする研究を行った。塗料は高分子を含まず、ほぼシンナーと同等の粘度であることが分かった。そこで、硬化ひまし油、微粒子シリカの2種類の増粘剤を選定して実験した。この結果から、2種類の増粘剤を混合した塗料が良好な印刷性を有することを確認した。また、印刷物は可視光透過率が若干低下するものの、消毒作業を想定したラビング試験では良好な耐性を有することを確認した。

**Key words:** 塗料、スクリーン印刷、スプレッドメータ、可視光透過率、ラビング試験

## 1. 緒言

応募企業ではスクリーン印刷技術を活かし、抗菌性を付与した製品を開発している。今回検討している抗菌塗料は、乾燥後の塗膜が透明であり、様々な製品に抗菌性を付与できる。申請企業では透明なシールに抗菌塗料を塗布し、抗菌シールとすることを検討している。しかし、この抗菌塗料は粘度が低く、スクリーンから塗料が落ちてしまう。そのため、この塗料をスクリーン印刷で塗布するには、塗料に適正な粘性を付与しなければならない。

本研究では、スクリーン印刷に適さない低粘度塗料を改質し、スクリーン印刷を可能にすることを目的とした。また、塗膜の評価を合わせて行った。特に、研究対象の塗料は抗菌性を特徴とする塗料であるため、日常の消毒作業（アルコール拭き）を想定した耐久性を評価した。

## 2. 実験

### 2. 1. 抗菌塗料の概要

本実験で使用した塗料の粘度は低く、塗料用シンナーとほぼ同等である。塗料の不揮発分は30%であり、塗膜の乾燥には室温で5日間の養生が必要である。硬化条件から、有機シリコンを使用していると考えられ、乾燥塗膜のFT-IRスペクトルよりこれを確認した（図1）。2900から3000  $\text{cm}^{-1}$ に見られる吸収はケイ素に結合しているメチル基由来と考えられる。すなわち、一般的な塗料のように塗膜のベースとなる高分子を含まない塗料であることがわかる。さらに、乾燥後の塗膜は透明であることから、体質顔料を含まない。したがって、塗料の粘度を上げるのが難しい塗料であることが分かった。

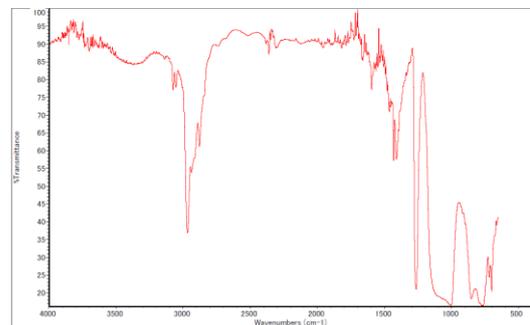


図1 抗菌塗料のFT-IRスペクトル

### 2. 2. 実験で使用した増粘剤

対象の塗料はトルエンを含むシンナーで希釈されている。そこで、有機溶剤系の塗料で増粘が見込める増粘剤を選定した。改質した塗料の塗膜は透明である必要があるため、実験では微粒子シリカ系2種（シリカ表面が親水性、疎水性）と有機化合物1種（硬化ひまし油）を選択した（図2）。

塗料の増粘効果を検討するため、塗料の溶剤に含まれているトルエンを用いて実験した。トルエンに増粘剤を加え、超音波照射、あるいは振動攪拌により増粘剤を溶解、分散させた。

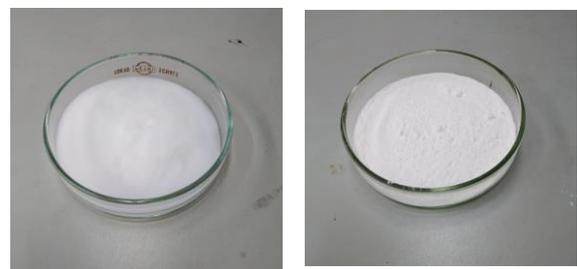


図2 実験に使用した増粘剤  
(左：微粒子シリカ、右：硬化ひまし油)

### 2. 3. 塗料の粘度測定

増粘させた塗料の粘度はB型粘度計やレオメーターなどの回転式粘度計では評価できなかったため、JIS K5701:2000<sup>1)</sup>に記載されているスプレッドメータで評価した(図3)。塗料を一定荷重で平板上に押し付け、一定時間後の塗料の広がり面積を指標とするもので、塗料の流動性を評価するのに使用される。本研究では60秒後の塗料の広がり幅(D<sub>60</sub>)を粘度の指標として用いた。

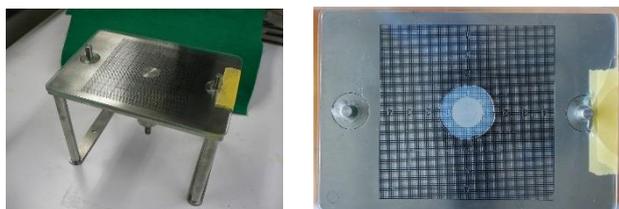


図3 スプレッドメータ  
(左：装置外観、右：試験面)

### 2. 4. スクリーン印刷実験

スクリーン印刷は塗料をメッシュの上に乗せ、穴が開いている部分からインクを押し出して印刷する。このため、塗料がメッシュから落ちてしまうと印刷できない。まずはスクリーン上に塗料が保持されるかを確認した。紙の上にスクリーン印刷で使用するメッシュを置き、その上に配合した塗料を乗せた。その後メッシュを外し、紙に染み出した塗料の有無で評価した。

次に印刷実験を行った。メッシュ数300のスクリーンに市松模様と長方形のパターンを作成し、印刷実験を行った。スキージの動作は手動で行った。透明な塩ビシートの上にプライマーを塗布し、その上に配合した抗菌塗料を印刷した。

### 2. 5. 印刷物の評価

抗菌性能を付与する透明シールを想定し、前項で作成した印刷物を試験対象とした可視光透過率の測定及びラビング試験を行った。可視光透過率はJIS R3106<sup>2)</sup>の手法により計算した。ラビング試験は文献<sup>3)</sup>の方法を参考に以下の方法で実施した。エタノールをしみこませた紙を塗膜の上に置き、紙の上に100gの重りを乗せ、塗料の上を往復させた。20往復ごとに塗膜の厚さを評価し、100往復となるまで試験した。透明な塗膜の膜厚を測定するのは難しい。そこで、蛍光エックス線分析を行い、塗膜由来のケイ素と塩ビシート由来の塩素の半定量値比率(Si/Cl)を計算し、膜厚を反映するパラメータとした。

## 3. 結果

### 3. 1. 増粘剤の特性

微粒子シリカ2種、硬化ひまし油それぞれをトルエンに添加した。微粒子シリカはトルエン中に容易に分散した。表面が親水性の微粒子シリカは時間とともに沈降したため、長期安定性に欠けると判断した。このことから、表面が疎水性の微粒子シリカを実験に使用した。硬化ひまし油は攪拌しても溶解しにくい、40℃に加熱すると溶解した。両者とも添加量に比例して粘度が上昇するが、あるところでゲル化が生じた(図4)。また、硬化ひまし油において、配合量が増えると冷却した際に結晶が析出することが分かった。

以上の結果をもとに、トルエン100部に対し、疎水性微粒子シリカの配合上限を10部、硬化ひまし油の配合上限を20部として粘度測定を行った。



図4 トルエン溶液の性状  
(左から硬化ひまし油が2部、5部、10部)

### 3. 2. 粘度測定結果

トルエンに添加した増粘剤の量とスプレッドメータのD<sub>60</sub>の関係を表1、図5に示す。D<sub>60</sub>は値が小さいほど押しつぶされにくく、増粘の効果が認められる。硬化ひまし油は、5部未満の添加量では増粘効果が見られなかった。5部の添加で増粘効果が認められ、添加量を増やしても効果はほとんど変わらなかった。また硬化ひまし油は添加量が増えると結晶が析出することが分かった。一方で微粒子シリカは添加量とともに増粘効果が発現することが分かった。しかし、微粒子シリカは比重が小さく、添加量が増えると体積が大きくなり、溶液ではなくなってしまう。それぞれの増粘剤の添加量を抑えるため、両者を混合したところ、優れた増粘効果が発現した(図5中▲)。これ以降、塗料の増粘は微粒子シリカと硬化ひまし油を併用することとし、硬化ひまし油の添加量を抑えることとした。検討の結果、トルエン100部に対し、添加する硬化ひまし油を2部以内とし、微粒子シリカによって増粘具合を調整することとした。

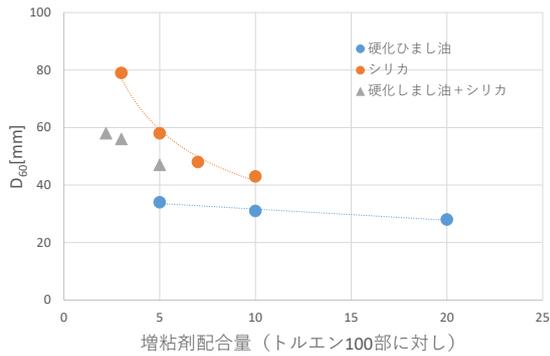


図5 D<sub>60</sub>測定結果

表1 トルエンのスプレッドメータ測定値

トルエン：硬化ひまし油：シリカ	D <sub>60</sub>
100：1：0	計測不能
100：5：0	34
100：10：0	31
100：20：0	28
100：0：1	計測不能
100：0：3	79
100：0：5	58
100：0：7	48
100：0：10	43
100：0.7：1.5	58
100：1：2	56
100：2：3	47

### 3. 3. 印刷実験

#### 3. 3. 1. スクリーン上の保持

紙の上にメッシュ数250のスクリーンを置き、そこに、表2に示す配合で調整した抗菌塗料を乗せた。その後、スクリーンを取り除き、紙に染み出した塗料を確認した。結果を図6に示す。今回の配合では、抗菌塗料100部に対し、硬化ひまし油2部、疎水性微粒子シリカ3部の配合においては、紙上への染み出しは確認されなかった。

表2 保持実験に使用した配合と実験結果

抗菌塗料：硬化ひまし油：シリカ	評価結果
100：0：0	×
100：2：0	×
100：0：7	×
100：1：2	×
100：2：1	×
100：2：3	○



図6 スクリーン上の保持実験結果

#### 3. 3. 2. スクリーン印刷実験

前項で、スクリーンからの染み出しが見られた塗料を含め、メッシュ数300のスクリーンを用いて印刷実験を行った。用いた塗料の配合と、印刷実験の結果を表3に示す。増粘剤を併用しない塗料においては塗料の染み出しが見られ、塗料が印刷部から染み出してしまった。前項で染み出しが見られなかった塗料はパターンが正常に転写された仕上がりとなった(図7)。

表3 スクリーン印刷実験結果

抗菌塗料：硬化ひまし油：シリカ	印刷結果
100：0：7	×
100：1：0.5	×
100：1：2	○
100：3：1	○
100：2：3	○



図7 スクリーン印刷実験

(左：実験の様子、右：印刷物(青板を下に敷いて撮影))

#### 3. 4. 印刷物の評価

3. 3. 2項で作成した印刷物を用い、可視光透過率を測定した結果を表4に示す。増粘剤の添加によって塗膜は艶消しの表面となり、可視光透過率の値は若干低下した。可視光透過率の測定結果は微粒子シリカの添加量と負の相関が見られた(図8)。

同じ印刷物に対し、アルコールをしみこませた紙によるラビング試験を行った。20回ごとの膜厚パラメータ(Si/Cl)の結果より、いずれの印刷物においても100回往復で膜厚の変化が見られないことを確認した(図9)。

表4 可視光透過率の測定結果

抗菌塗料：硬化ひまし油：シリカ	可視光透過率
100：0：0	88.77
100：0：7	82.26
100：2：1	88.38
100：2：3	86.05

放射率の試験方法及び建築用板ガラスの日射熱取得率の算定方法

- 3) 水島健太郎. 速乾無機ジンクリッチペイントの開発. 塗料の研究. 2015. No.157. p59-64

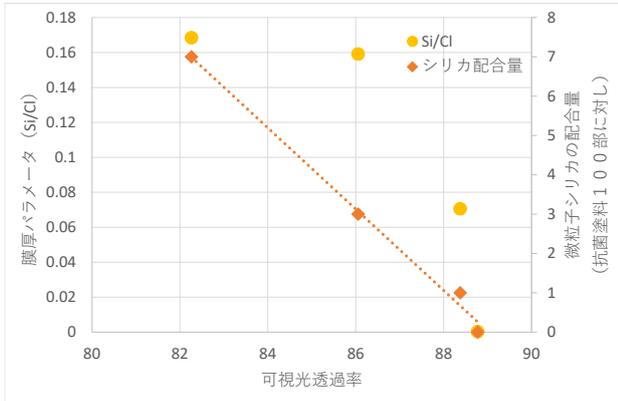


図8 微粒子シリカの添加量と可視光透過率の関係

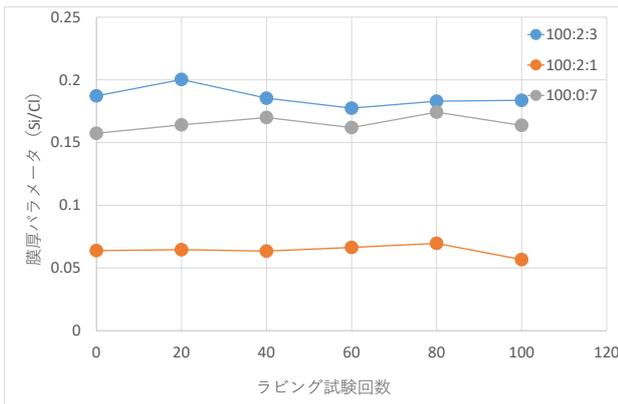


図9 ラビング試験結果

#### 4. 結言

低粘度の抗菌塗料に増粘剤を添加し、スクリーン印刷を可能にする研究を行った。増粘剤は疎水性の微粒子シリカと硬化ひまし油の2種類を併用することで目的とする粘度を発現させることができ、スクリーン印刷が可能となることを確認した。配合した塗料は可視光透過率がやや低下したが、アルコール消毒作業を想定したラビング試験では良好な耐性を持つことを確認した。

#### 参考文献

- 1) JIS K 5701-1, 2000, 平板インキー第1部：試験方法
- 2) JIS R 3106, 2019, 板ガラスの透過率・反射率・

# アルミ押出材に対する切断面（アルミ素地）の化学処理技術の開発

Development of chemical processing technology for cut surface(base material) of extruded aluminum material

いわき技術支援センター 機械・材料科 吉田正尚  
 応募企業 株式会社クリナップステンレス加工センター

アルミ押出材は、アルマイト処理により耐食性付与及び加飾を行う。このアルマイト処理は、予め材料メーカー側で黒色にアルマイト処理される。アルミ押出材を切断して使用する場合、その切断面はアルミ素地が露出した状態である。そのため切断面のみを黒色に化学処理する必要が生じる。しかし、従来の手法ではアルマイト処理同等の性能を確保するには、処理コスト等様々な課題があった。

そこで本研究では、塩基性溶媒の液相中で、酸化モリブデンの酸化還元反応を利用して切断面のみを安価に黒色化する方法を開発した。

**Key words:** アルミ押出材、切断面黒色化、酸化モリブデン、塩基性溶媒、酸化還元反応

## 1. 緒言

アルミ押出材は、加飾及び耐食性付与のため、材料メーカー側で予めアルミ素地に黒色アルマイト処理を、図1のとおり、大規模プラントにより連続処理で行われている。

応募企業では、材料メーカーから購入したアルミ押出材（以下購入材と呼称）を必要な寸法に切断加工を行っている。その切断面は加飾の無いアルミ素地が露出し、アルマイト処理された部位と比較して耐食性も劣る。そのため従来、切断面のみを黒色にするため、後加工で2回目の黒色化処理を行っているが（以下従来品と呼称）、追加で処理コストがかかる等の課題があった。

本開発は切断面に対し、後加工でアルマイト処理と同等の加飾を安価に施すことを目的に実施した。



図1 製造工程の説明

## 2. 実験方法

### 2. 1. 実験方針の検討

アルミ押出材の切断面のみを黒色化する化学処理技術の開発にあたり、以下の点に留意した。

留意点1. アルマイト処理で発色可能な多数の色が候補となるが、色調判断が目視で可能な黒色を検討する。

留意点2. 劇毒物等の有害物質を極力使用しない化学処理を検討する。

(SDGs 12 「つくる責任つかう責任」)

留意点3. 実用化した場合の処理コストを低減する。また、黒色化成分としては大きく無機物、有機物、及びそれらの混合物が考えられるため、以下の3手法を検討した。

手法1. 液相中の酸化還元反応により黒色化する。

手法2. 熱硬化型の黒色接着剤を塗布し昇温(約170[°C])により黒色化する。

手法3. グラファイト等黒色顔料をUV硬化樹脂に含有させ、UV照射下で塗布硬化により黒色化する。

手法2と3は共に処理時間が早い(約2分間/1か所)という利点がある。しかし塗布した皮膜は、切断面のみならず側面にも形成されてしまうため、切断面のみ精密に塗布する装置(自動塗布ロボット等)が必要になる。

そのため、本開発では手法1で黒色化を検討することにした。

### 2. 2. 黒色物質の検討

無機法による黒色物質を検討した。黒色物質は硫化

鉄(III) (Fe<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)等の硫化物に多いが、硫化物製造には有毒な硫化水素を使用する場合も多く、安全性に問題がある。そのため、表1のとおり、製造上安全が高い黒色酸化物を検討した。

表1 黒色酸化物一覧

5A	6A	7A	8	1B	3B	4B
V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CrO	Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	CuO	Ga <sub>2</sub> O	GeO
	MoO <sub>2</sub>	Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NiO			

上記のうち、有害元素(Cr)、もらい錆の原因元素(Fe)、酸化還元反応による析出困難元素(Ga, Ge)を排除した。その結果、酸性溶媒に可溶性元素(Mn, Co, Ni)、及び塩基性溶媒に可溶性元素(V, Cu, Mo)が有望と思われた。

### 2. 3. 溶媒の検討及び予備実験

アルミ押出材は、酸性溶媒と塩基性溶媒の両方に可溶性両性金属であるアルミニウムを主成分としている。そのため、溶媒は硫酸等の酸性溶媒、及び水酸化ナトリウム等の塩基性溶媒を検討した。

しかし、酸性溶媒を用いると、その酸化力により、購入材の黒色皮膜が腐食され、図2-(a)の酸性溶媒によるウォーターラインが発生した。従って、酸性溶媒のみ可溶性元素(Mn, Co, Ni)は排除した。

一方、塩基性溶媒では、黒色皮膜の腐食は発生しなかった。水酸化ナトリウム(NaOH)と水酸化カリウム(KOH)を比較した結果を図2-(b)に示す。溶媒はNaOHとKOH水溶液、溶質はV, Cu, Moの全ての組み合わせの中で、唯一、モリブデン(Mo)とKOH水溶液により黒色化した。しかし、他の組み合わせでは、溶質が不溶(V, CuとKOH水溶液)で、可溶(MoとNaOH水溶液)でも、切断面に白色の析出物が発生し不適であった。



(a)ウォーターライン (b)NaOHとKOHの違い

図2 溶媒検討予備実験の結果

以上のことより、KOH水溶液を溶媒として用い、酸化モリブデン(VI) (MoO<sub>3</sub>)を溶解させたものを処理水溶液とした。白色のMoO<sub>3</sub>は還元により黒色の酸化モリブデン(IV) (MoO<sub>2</sub>)に変化し、MoO<sub>2</sub>で黒色化を行うことが適当と思われた。また、これらのモリブデン化合物は毒劇物には該当せず環境負荷が小さい物質である。



(a)黒色化方法の手順



(b)恒温槽中での着色

図3 実験方法

### 2. 4. 実験方法

実験の黒色化方法の手順を図3-(a)に示す。①洗浄では試料の切断面をエタノールにより油分を脱脂した。次に②表面活性化では硫酸10%水溶液により、切断表面の酸化皮膜を除去した。続いて③黒色皮膜形成では図3-(b)に示す恒温槽を用い、一定温度に保持しながら、処理水溶液(水酸化カリウム(KOH) 5[g]及び酸化モリブデン(VI) (MoO<sub>3</sub>) 5[g]を共に蒸留水 50[ml]に溶解した10[wt%]水溶液)に、試料先端を約1[cm]浸漬し、切断面を黒色化した。

本実験で使用した試料は、購入材(材質 JIS 5000 番台)の押出成形品(縦 293[mm]×横 47[mm]×厚さ約 1.5[mm])を用いた。

### 3. 実験結果

#### 3. 1. 黒色化実験

試料を5[°C]の処理水溶液に、16時間浸漬した場合、図4のような切断面のみが黒色化された試料(以下試作品と呼称)が得られた。尚、浸漬の際、切断面からは酸化還元反応によると思われる気泡が継続的に発生した。



図4 処理水溶液により黒色化された様子

### 3. 2. 処理温度と浸漬時間の検討

処理水溶液の温度について、液温 5[°C]と 40[°C]で黒色化品位の検討を行った。その結果、図5に示すとおり、液温 40[°C]では切断面に白い析出物が発生した。一方、図4に示す液温 5[°C]では、白い析出物の発生は見られなかった。

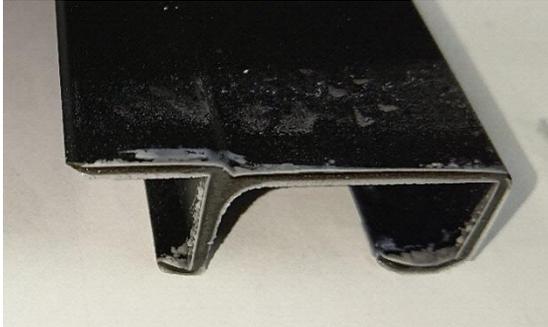


図5 処理温度 40 [°C] で白い析出物が発生した様子

また、浸漬時間を検討した。7 時間では図6-(a)のように黒色はまだ薄い。一方、24 時間浸漬すると、図6-(b)のように試料が溶解して切断面周囲に購入時に施した黒色皮膜の端が露呈した。これにより図4に示すとおり、浸漬には 16 時間程度の最適な時間があることが分かった。



(a) 7 時間後 (b) 24 時間後  
図6 浸漬時間の違いの様子

## 4. 黒色皮膜の評価

### 4. 1. 光学顕微鏡観察

光学顕微鏡を用いて、試料（ブランク）の切断面素地（図7）、試作品（図8）、従来品（図9）の各表面を観察した。その結果、従来品は一様に黒色であったが、試作品は微視的にみると黒色部分が散在して不均一な黒色であった。

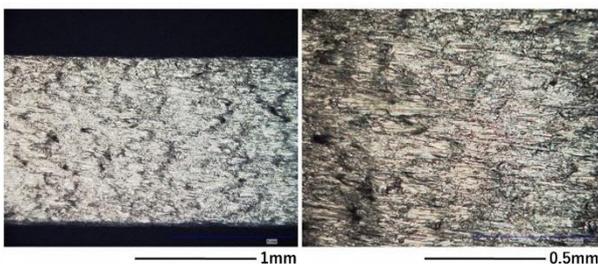


図7 ブランクの光学顕微鏡観察

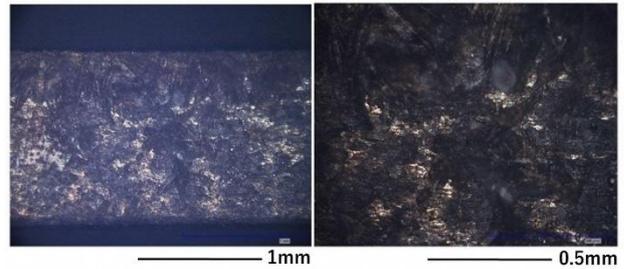


図8 試作品の光学顕微鏡観察

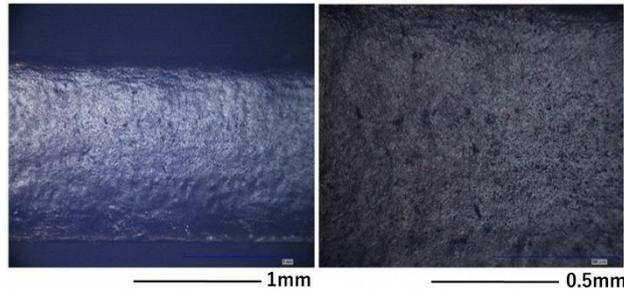


図9 従来品の光学顕微鏡観察

### 4. 2. 分光反射率測定

試作品の黒色度を定量評価するために、分光式色差計（日本電色工業（株）製 SQ-2000）を用いて 380～780[nm]の可視光領域で、どの程度照射光が反射するかを測定した。

その結果、図10に示すとおり、試作品及び従来品の波形パターンはブランクに相似し、平均反射率は、ブランク 103.6%、試作品 68.1%、従来品 39.6%であった。試作品は従来品ほどの濃い黒色ではなかったが、これは黒色の皮膜が薄く、下地のアルミ素地がうっすら視認できる状態であったためと考えられる。

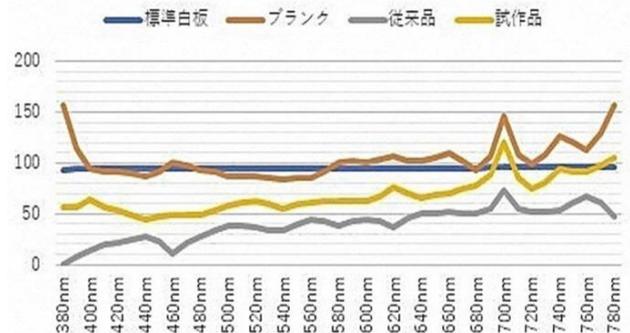


図10 各試料の分光反射率

### 4. 3. XRF-WDX による組成分析

試作品の黒色皮膜を波長分散型蛍光エックス線分析装置（XRF-WDX）（理学電機工業（株）製 ZSX100e）により、組成分析を行った。その結果、図11に示すとおり、Mo が析出していることが分かった。

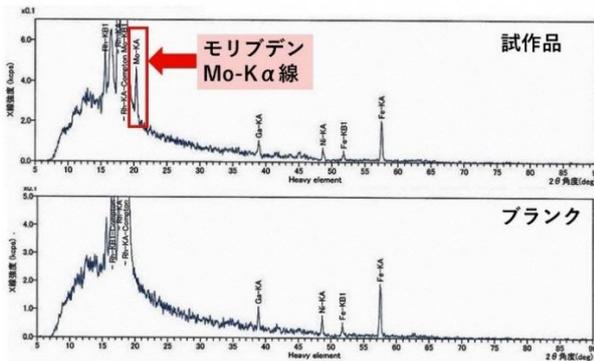


図 1 1 XRF-WDX による組成分析

#### 4. 4. XRD による状態分析

検出された Mo は、どのような状態なのかをエクステンション装置 (XRD) (PHILIPS 製 X<sup>3</sup> Pert-MPD) により調べた。その結果、図 1 2 に示すとおり、試作品には黒色の酸化モリブデン (IV) ( $\text{MoO}_2$ ) が析出していることが分かった。一方、従来品はアルミ素地と同じ波形であった。これは従来品の黒色皮膜は、結晶化していない無定形の状態であると考えられる。

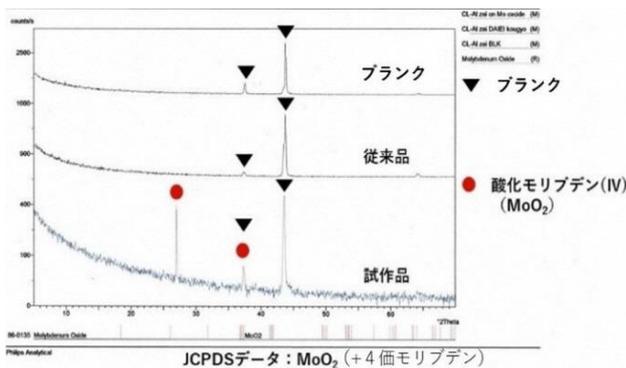


図 1 2 各試料の XRD 測定

また、前述の図 2-(b) 及び図 5 における白い析出物を同様に分析した。その結果、図 1 3 に示すとおり、水酸化アルミニウム ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) であり、試料から溶出した Al が塩基性溶媒と反応して析出していることが分かった。

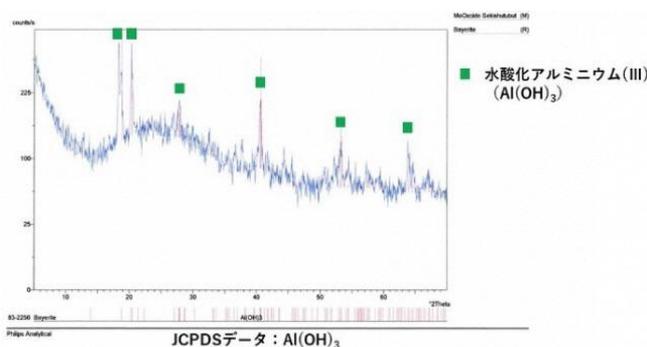


図 1 3 白い析出物の XRD 測定

## 5. 実用化に向けた考察

### 5. 1. 実用性

本法は時間を要する製造方法のため、連続で処理する方法は不向きである。その代わりに、一度に 100 個等の多数の製品を一度で行うバッチ処理による方法が向いている。

またコストの面では、切断面のみが黒色化されるため、精密な塗布を行うための設備投資の必要が無く、安価な方法である。

### 5. 2. 追加検討事項

本法で、今後追加検討を要する事項は以下のとおりである。

- (1) 経時的に徐々に退色する問題がある。製造直後は濃い黒色だが、その後、室温中に放置すると徐々に黒色が薄くなっていく。これは黒色の  $\text{MoO}_2$  が空気中で酸化され、白色の  $\text{MoO}_3$  に戻ってしまうためと思われる。その対策としては、製造後直ちにクリアコートを行い、空気による酸化を防ぐ必要がある。
- (2) 更により良い製造条件の探索のため、製造パラメータ (温度、時間、濃度等) をもっと詳しく検討し、最適な条件を見出す必要がある。

## 6. 結言

本事業では、アルミ押出材切断面の黒色化の条件について検討・試作し、以下の知見が得られた。

- (1) 酸化モリブデン (VI) ( $\text{MoO}_3$ ) と水酸化カリウム (KOH) を溶かした水溶液に、アルミ押出材を浸漬して切断面のみを黒色化できた。
- (2) 黒色皮膜は酸化モリブデン (IV) ( $\text{MoO}_2$ ) の析出によるものであった。
- (3) 浸漬時間は約 16 時間を要し、これより短時間だと黒色が薄く、逆に長時間だと購入時の黒色皮膜の端が露呈した。更に白色の水酸化アルミニウム ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) が析出発生した。
- (4) 試作品は従来品に比べて反射率が高く、黒色が不均一であった。

# 高強度アルミ鋳造品の矯正方法の検討

## Examination of straightening method of High strength and low toughness aluminum Alloy castings

南相馬技術支援センター 機械加工ロボット科 仲沼岳 安齋弘樹  
応募企業 ニダック精密株式会社

反りが発生している高強度アルミ鋳造品の矯正において、振動を付与することで矯正する方法について可能性を検討した。今回、加圧による内部応力を持たせた試験片に周波数及び加速度を変化させて正弦波振動を加えたが、内部応力の解放を確認できなかった。

Key words: CAE、応力、振動試験

### 1. 緒言

申請企業では、アルミ鋳造品を製造している。鋳造では、凝固収縮などの影響による変形や反り、製品内部には残留応力が発生し、原型と全く同じ寸法にすることは難しい。そのため、鋳造後の切削加工により精度を上げているケースもある。しかし、肉厚の薄いアルミ鋳造品においては、加工による修正が難しいため、変形や反りのある鋳造品はそのまま製品不良となり、不良率上昇の一因となっている。ある製品においては、生産数の約5%が不良となっているケースがみられる。そこで、この当該不良率の低下には、切削加工以外での反りの矯正が求められている。

切削加工以外の方法としては、外力による矯正と熱による矯正が代表的であるが、外力による反りの矯正を行うと、薄肉の場合は耐久性の低下等につながる可能性が高い。一方、熱による内部応力の解放は、今回の製品の耐熱温度が低いため、適用が難しい。そのため、熱に代わるエネルギーの入力が必要となってくる。青木らは、溶接歪みに対して振動による内部応力の低減を検討しており、今回は、実験の単純化のため、単純な形状の試験片に加振による矯正を試みた。

### 2. 実験

#### 2.1 実験概要

今回想定している製品形状は箱型であり、アルミの材質はAC4Cである。この材料の特徴は、伸びが少なく、極めて靱性が低い。そのため、無理に外力を加えた矯正を行うと、割れが発生するため、矯正が困難な材料の一つである。

青木らの研究では、内部応力発生個所に固有振動数の正弦波振動を付与することで内部応力の解放を図っている。本研究では、これを参考に、加振することで内部応力を開放し矯正を行う方法を検討することにした。検討項目としては、加振方法、振動数、及び加速度である。

特に加振方法については、青木らは局部加振を用い

ているが、これを全体振動に置き換えることができれば、様々な形状に容易に応用が可能と考え、全体振動で検討を行うこととした。振動数及び加速度は、今回想定している材料が極めて靱性が低いことを考慮する必要がある。

ここで、内部応力で歪んだ試験片の入手が難しいため、正常な試験片に加圧により疑似的に内部応力を発生させた。その内部応力を振動により解放することができれば、加圧解放後の試験片は変形した状態を保つため、変形したままであれば、内部応力の解放があり、元に戻れば、内部応力の解放がなかったと判断される。また、加圧によって発生した内部応力で変形させてはならないため、加圧量も検証する必要がある。

以上より、本研究では、問題解決のため、①CAEによる応力解析、②加圧により発生させた内部応力と変形の関係の確認、③全体振動による内部応力の解放を検討した。なお、申請企業から短時間で矯正を実施したいとの要望があり、矯正時間を1時間以内とした。

#### 2.2 CAE解析

今回は加圧により内部応力を疑似的に発生させるため、内部応力を把握する必要があるが、加圧時の内部応力を計測することは困難であるため、CAEを用いて内部応力を事前に把握することとした。なお、CAEの数値解析には、COMSOL Multiphysicsを用いた。

また、今回の実験には、実験の単純化のために実際の製品形状と異なる形状の試験片を用いた。形状は、解析が容易に行える「コの字型」を用いており、材料は手に入りやすいアルミニウム合金A5052を用いた。試験片寸法は50mm×50mm×20mm、側面の板厚は5mm、天板の厚さは2mmとした。

#### 2.3 矯正方法

加圧で発生した内部応力の影響により、試験片が塑性変形しないか確認を行う必要がある。

はじめに、試験片をプレートに挟みこむことで加圧した。この状態で1時間保持し、加圧を解放した状態で、試験片が変形しているかどうかの確認を行った。

加圧したときの様子を図1に示す。

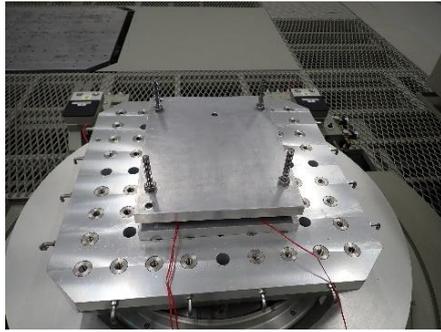


図1 プレートを用いた矯正

変形の評価については、ひずみゲージを使用し、変形量を測定した。本試験では、コの字型試験片を変形させるため、スペーサーを使用した。スペーサーの設置方法を図2に示す。コの字型試験片にスペーサーを対辺に設置し、上からプレートを挟むことで変形させる方法を用いた。変形していた場合は、塑性変形が起きているため、この時の内部応力の分布をCAEにより把握する。変形していなかった場合は、弾性変形が起っていたことになる。

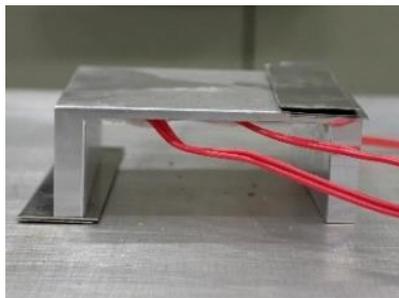


図2 スペーサー設置方法

ひずみゲージの設置の様子を図3に示す。コの字型試験片の天板裏側に、左右と中央の計3カ所ひずみゲージを取付けた。

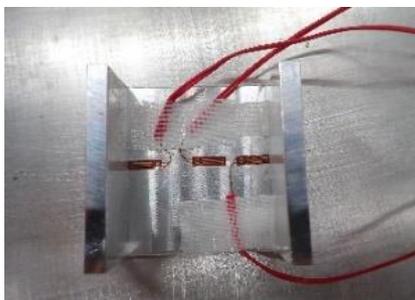


図3 ひずみゲージ設置

その後、加圧により発生した内部応力によって弾性変形している条件において、試験片全体に1時間振動を加え、振動終了後、加圧を解放した状態で、振動前後の変形の有無を調べることにした。応力が解放され

ると、復元力がなくなるため、試験片は変形したままとなるが、応力が解放されなかった場合は、それが復元力となり、試験片は元の形状に戻っていくと予想される。また、加振する場所の選定は非常に重要であるが、今回は複雑な治具を必要としない全体での加振を行った。

振動の発生にはエミック(株)製 FC-080k/60 を用いた。装置の外観を図4に、性能を表1に示す。

また振動条件は、加速度と周波数の影響を調べるために、加速度を  $98\text{m/s}^2$  と  $392\text{m/s}^2$  の2種類、周波数を  $200\text{Hz}$  と  $400\text{Hz}$  の2種類とし、正弦波振動を1時間付与した。



図4 FC-080k/60 外観

表1 使用した振動試験機の性能

周波数範囲	5~2000Hz
最大変位	60mm <sub>p-p</sub>
最大加速度	889.0m/s <sup>2</sup> (サイン)
最大搭載質量	1000kg

### 3. 結果

#### 3.1 変形のみによる矯正

振動を加えずに  $0.4\text{mm}$ 、及び  $0.6\text{mm}$  変形させた状態で加圧し、1時間保持した際のひずみゲージの変化を表2に示す。ここで、プラスは引張、マイナスは圧縮を表している。この時の最大内部応力をCAE解析の結果を用いて推測すると、 $0.4\text{mm}$  で  $94\text{MPa}$ 、 $0.6\text{mm}$  で  $142\text{MPa}$  であった。また、この時のCAE解析の結果を図5、及び図6に示す。

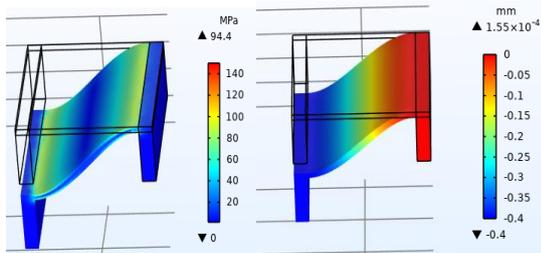
$0.4\text{mm}$  変形させた状態では、加圧前後における3個のひずみゲージの値に差がみられない。一方で、 $0.6\text{mm}$  変形させた状態では、加圧前後における3個のひずみゲージの値に符号の差がみられる。これは、片側には引張が、もう一方には圧縮が発生していることを示しており、よって、使用した試験片は変形したと考えられる。

これより、実製品に適用させる際には内部応力を

142MPa以上とすることで、変形させることが可能と考える。

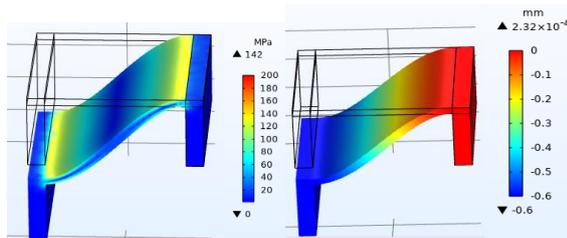
表2 変形のみ加えた前後のひずみゲージ値 (単位:  $\mu\epsilon$ )

	矯正前			矯正後		
	左側	中央	右側	左側	中央	右側
0.4mm変形時 (内部応力 94MPa)	0	0	0	19	5	1
0.6mm変形時 (内部応力142MPa)	1	1	1	97	-28	-29



(a) 応力分布 (b) 変形量

図5 0.4mm変形時のCAE解析結果



(a) 応力分布 (b) 変形量

図6 0.6mm変形時のCAE解析結果

#### 4. 結言

高強度アルミ鋳造品に加圧、及び振動を加えた効果について、次の結果を得た。

- ・発生した内部応力によって弾性変形している条件において、試験片全体に正弦波振動を付与したが、変形は維持せず、内部応力の解放までには至らなかった。
- ・今回、全体振動では矯正への効果が低いことがわかったため、今後、部分振動や局部加圧への効果について検討をしていく必要がある。

#### 参考文献

- 1) 青木繁、西村惟之、廣井徹磨、天野豊、"振動を利用した溶接残留応力の低減"、日本機械学会論文集 (C編) 61巻592号(1995-12)、pp.226-230

#### 3. 2 振動を加えた矯正

弾性変形である0.4mm変形させた状態に対して、正弦波試験を実施した。この結果を表3に示す。加振により、全体的に伸び傾向が見られ、熱膨張が起こっていると予想される。これにより、一部応力が緩和されていると思われるが、内部応力の解放までには至らなかった。取りはずし後に、定盤とハイトゲージにより試験片の高さを測定したが、両端とも同じ高さであり、加圧や加振による変形は見られなかった。今回の条件では、内部応力の著しい減少は見られなかったと推察する。

表3 加振前後のひずみゲージ値 (単位:  $\mu\epsilon$ )

	加圧のみ			加圧+加振			差		
	左側	中央	右側	左側	中央	右側	左側	中央	右側
200Hz,98m/s <sup>2</sup>	528	199	-336	623	257	-267	95	58	69
200Hz,392m/s <sup>2</sup>	732	180	-642	841	243	-561	109	63	81
400Hz,98m/s <sup>2</sup>	687	147	-558	798	240	-457	111	93	101
400Hz,392m/s <sup>2</sup>	674	192	-472	799	288	-348	125	96	124

# オープンソースシミュレーションソフトを用いた磁場解析と評価

## Magnetic field analysis and evaluation using open source simulation software

技術開発部 生産・加工科 鈴木健司

応募企業 株式会社 JMC

永久磁石を用いた異物除去装置の設計・開発に応用するため、オープンソースシミュレーションソフトウェアの Elmer を用いて、磁石まわりの磁場解析手法について調査を行った。また、他のシミュレーションソフトによる結果やガウスメータによる磁場強度の測定結果と比較を行い、解析結果の妥当性を評価した。

**Key words:** 磁場解析、有限要素法、コンピュータシミュレーション

## 1. 緒言

応募企業の株式会社 JMC は、製造工程などにおける磁性体異物を、永久磁石を用いて除去するための装置を設計・開発している。永久磁石やヨークの形状、組み合わせを変えることで、異物を効率よく捕らえるための設計を行っているが、これまでの開発工程は試作と実験によるもので、時間がかかっていた。設計・開発の効率化を図るためには、コンピュータシミュレーションを導入することが考えられるが、一般的なシミュレーションソフトは有料であり、シミュレーションを行うためには、計算科学に関する知識とノウハウが必要になる。

そこで本開発支援では、無料で利用できるオープンソースソフトウェアである Elmer<sup>1)</sup>を用いて、永久磁石まわりの磁場分布を解析するための手法を調査した。また、他のシミュレーションソフトによる結果やガウスメータを用いて測定した磁場強度の結果と比較を行い、シミュレーション結果の妥当性を評価した。得られたコンピュータシミュレーション手法に関する知見を用いることで、設計・開発の効率化を図ることができると考えられる。

## 2. シミュレーション手法と結果

Elmer は、有限要素法と呼ばれる手法を用いて、流体力学、構造力学、電磁気学、熱伝導、音響学などの様々な物理モデルのシミュレーションを行うための、無償で使用できるオープンソースシミュレーションソフトウェアである。有限要素法は、対象のモデルを微小領域(要素)に分割し、要素ごとに微分方程式に従って数値を計算することで、複雑な形状でも全体の物理量をシミュレーションできる。Elmer のシミュレーションの流れを以下に示す。

- a. シミュレーション対象のジオメトリを作成する。(寸法、形状などを設定する。)
- b. 設定したジオメトリを微小領域に分割する。(メッシュに分割する。)
- c. 各領域の物理パラメータや使用する方程式を設定し、シミュレーションを実行する。
- d. 可視化ソフトを用いてシミュレーション結果を確認する。

### 2. 1. 直方体磁性体まわりの磁場シミュレーション

まずは単純な形状の磁性体モデルを対象に、Elmerにより磁性体まわりの磁場強度についてシミュレーションを行った。磁性体は $5 \times 5 \times 50$ [mm]とし、磁場をシミュレーションする解析領域を $100 \times 100 \times 100$ [mm]とした。図1は、設定した磁性体と解析領域を示しており、磁性体は解析領域の中心に配置した。

次に、ジオメトリをメッシュに分割する。図2は、分割後のメッシュデータを示している。要素の形状は四面体とし、要素数は約200万弱になる。中心部にはネオジム磁石としての領域が $5 \times 5 \times 50$ [mm]の範囲で区切られており、周りの空間とは別領域として区別される。

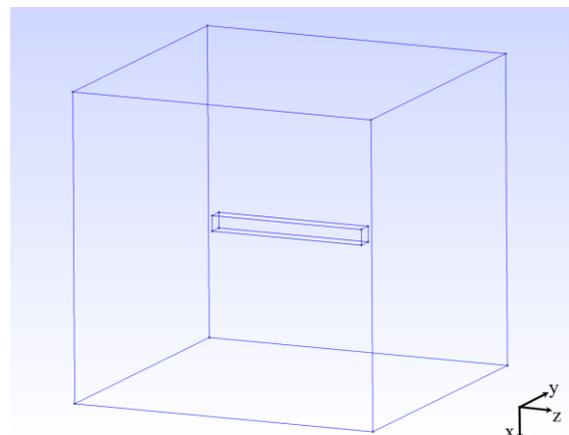


図1 シミュレーション対象の磁性体と解析領域

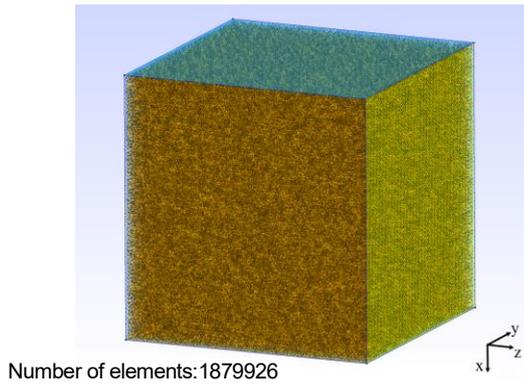


図2 分割後のシミュレーション対象

Elmer でシミュレーションを実行するため、物理パラメータを設定する。磁性体はネオジウム磁石とし、比透磁率 $\mu_r$ を 1.05、磁化の値を表す残留磁束密度  $B_r$ を 1.22[T]と設定した。しかし、Elmer では磁化の値は磁場の強さ  $H$  で与えるため、 $B_r=1.22$ [T]を変換し、 $H=970,876$ [A/m]とし、磁化の向きは磁性体の長手方向である+z 方向とした。磁場の解析領域は空気とし、その外側の境界面で磁場の強さが 0[A/m]となるように境界条件を設定した。

シミュレーションにより得られた磁束密度分布の結果は、可視化ソフトである ParaView<sup>2)</sup>を用いて可視化を行った。図3は、解析領域においてY=0のときのz-x平面における磁束密度ベクトルを表示したものである。大きい白い矢印は、その近傍でのおおまかな磁束密度ベクトルの向きを表している。磁束密度ベクトルは磁性体右端から放射状に広がり、磁性体左端へと収束している。磁性体の磁化方向は+z 軸方向に与えたので、磁性体右端がN極、左端がS極に対応しており想定通りの分布となっている。また、ParaViewでは任意の線上における値をプロットすることができる。図4は、磁性体の中心をz軸方向に貫く線上の、磁性体の右端から解析領域の終わりまでの範囲で、磁束密度の大きさをプロットしたグラフである。磁性体からの距離が離れるにつれ、磁束密度の大きさは小さくなることを確認できる。

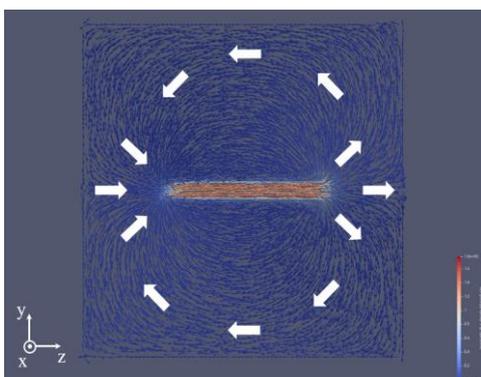


図3 Elmer による磁束密度分布

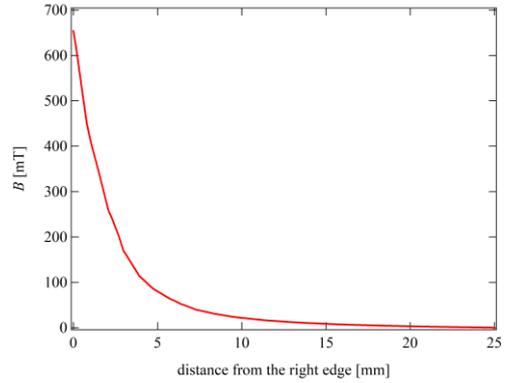


図4 磁性体右端からの磁束密度の強度変化

## 2. 2. チャージモデルによる計算値との比較

Elmer によるシミュレーション結果の値の妥当性を評価するため、理論計算値との比較を行った。円柱や直方体など単純な形状で、一様に磁化している永久磁石からある距離における点での磁束密度は、チャージモデル<sup>3)</sup>により計算できる。底面が  $a$ [m] ×  $b$ [m]の長さ  $L$ [m]の永久磁石で、長手方向に  $B_r$ [T]で磁化している直方体の場合、上面から距離  $l$ [m]の点での磁束密度  $B$ [T]は (1) 式で与えられる。

$$B = \frac{B_r}{\pi} \left[ \tan^{-1} \frac{ab}{2l\sqrt{4l^2+a^2+b^2}} - \tan^{-1} \frac{ab}{2(l-L)\sqrt{4(l-L)^2+a^2+b^2}} \right] \quad (1)$$

Elmer でシミュレーションを行った  $5 \times 5 \times 50$  [mm]の直方体の磁性体の各パラメータは、 $a=b=0.005$  [m]、 $L=0.05$  [m]、 $B_r=1.22$  [T]となり、式 (1) に代入すると、上面からの距離  $l$  を変数にし、磁束密度の分布が得られる。図5にチャージモデルによる磁束密度分布の計算値と Elmer によるシミュレーション値の結果を比較したグラフを示す。Elmer による磁束密度のシミュレーション値は、チャージモデルによる計算値と同様に小さくなり、理論計算と一致することが確認できた。

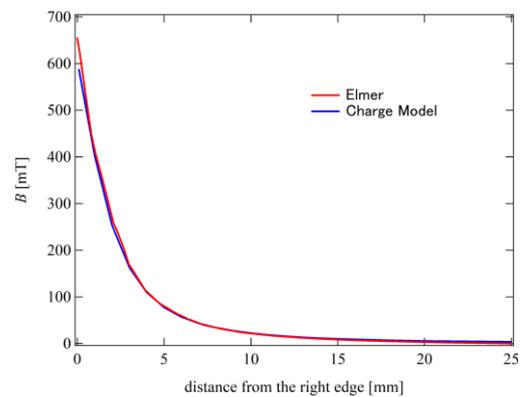


図5 チャージモデルと Elmer による磁束密度強度分布の比較

### 2. 3. AMaze とのシミュレーション結果比較

Elmer によるシミュレーション結果の妥当性をさらに評価するため、他の有償シミュレーションソフト AMaze<sup>4)</sup>によるシミュレーション結果と比較した。AMaze は Elmer と同じく有限要素法により、様々な物理モデルのシミュレーションを行うことができる、有償のシミュレーションソフトウェアである。AMaze における設定は Elmer 同様、5×5×50[mm]の直方体の磁性体を 100×100×100[mm]の解析領域に配置し、比透磁率 $\mu_r=1.05$ 、磁化の値は Elmer と違い、残留磁束密度をそのまま入力できるため  $B_r=1.22$ [T]とした。

図6はAMazeによるシミュレーション結果であり、 $Y=0$ における  $z-x$  平面的な磁束密度の大きさをカラーマップで、向きをベクトルで表示したものである。図3同様、大きい白い矢印は、その近傍でのおおまかな磁束密度ベクトルの向きを表している。

Elmer の結果と同じように磁束密度ベクトルがネオジム磁石の右端から放射状に広がり、左端へと収束するのがわかる。

AMaze では、Elmer と同じく図4のように磁束密度の強度分布を解析することができる。図7に Elmer と AMaze の磁束密度強度分布の比較を示す。これより、Elmer において、AMaze と同様の磁束密度の強度分布が得られることを確認できた。

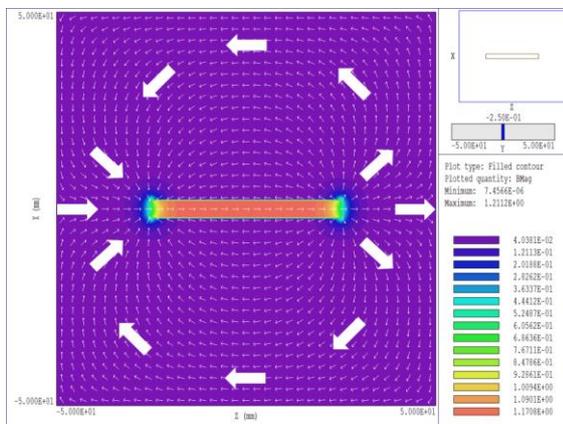


図6 AMazeによる磁束密度分布

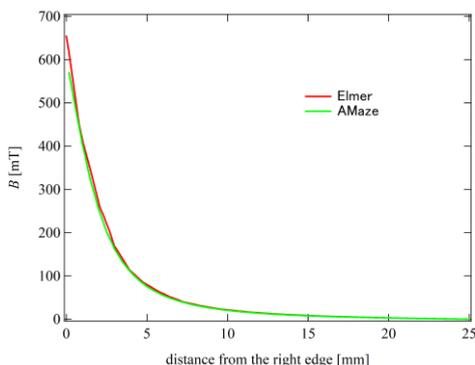


図7 AMaze と Elmer による磁束密度強度分布の比較

### 2. 4. 円柱アルニコ磁石の磁束密度測定

ここでは円柱アルニコ磁石まわりの磁束密度測定について説明する。磁束密度測定にはガウスメータを用い、アルニコ磁石は直径8[mm]、長さ50[mm]の円柱形状のものを用いた。図8に磁束密度測定の様子を示す。ガウスメータをアルニコ磁石の円柱上面より離していったときの磁束密度の強度分布を測定した。

この実験結果と比較するため、実験で用いたアルニコ磁石を対象に、Elmer による磁性体まわりの磁束密度強度分布シミュレーションを行った。まずは実験で用いたアルニコ磁石と同じ寸法で同じメッシュデータを作成した。つぎにアルニコ磁石の残留磁束密度について、チャージモデルによる理論計算値から算出した。底面の円が直径  $D$ [m]、高さ  $L$ [m]の永久磁石で、高さ方向に  $B_r$ [T]で磁化している場合、高さ方向の上面から距離  $l$ [m]の点での磁束密度  $B$ [T]は、円柱のチャージモデルにより (2) 式で表される。

$$B = \frac{B_r}{2} \left[ \frac{(l-L)}{\sqrt{(l+L)^2 + \frac{D^2}{4}}} - \frac{l}{\sqrt{l^2 + \frac{D^2}{4}}} \right] \quad (2)$$

残留磁束密度  $B_r$ を求めるためには、上面からの距離  $l$ [m]における磁束密度  $B$ [T]がわかればよい。 $l=0.03$ [m]のときのガウスメータによる実験値  $B=3.4$ [mT]を用いて (2) 式より計算すると、 $B_r=900$ [mT]となるので、Elmer にはアルニコ磁石の磁化の値として、 $900$ [mT]=  $716,220$ [A/m]を設定した。また、比透磁率 $\mu_r$ について、こちらも不明であったため、 $\mu_r$ の値を振ってシミュレーションを行い、上面から30[mm]の位置での実験値と合うように設定した。フィッティングの結果、実験に用いたアルニコ磁石の比透磁率 $\mu_r=1.4$ となった。



図8 円柱アルニコ磁石の磁束密度測定

図9にガウスメータによる実験値とそれに対応するElmerのシミュレーション値を比較したグラフを示す。全体として、実際の磁場分布をよく再現できていることが確認できた。

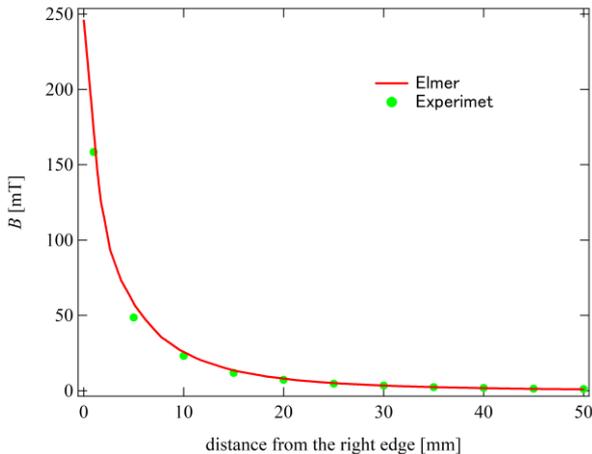


図9 Elmer とガウスメータによる磁束密度測定値の比較

### 3. 結言

本開発支援では、オープンソースソフトウェアであるElmerを用いて、永久磁石まわりの磁場分布を解析するための手法を調査し、結果の妥当性について評価した。

Elmerによるシミュレーション結果は、チャージモデルによる理論計算や他の有償のシミュレーションソフトによる結果と一致した。また、アルニコ磁石を用いたガウスメータによる磁束密度測定の結果もよく再現していることを確認した。

以上の結果より、Elmerを用いて予め磁束密度分布をシミュレーションすることで、開発段階の試作と実験を軽減でき、設計・開発の効率化を図ることができると考えられる。

### 4. 謝辞

シミュレーションソフトAMazeの使用にあたっては、福島大学共生システム理工学研究科の山口克彦教授に多大なるご協力をいただきました。またシミュレーションの実行にあたり、条件の設定や結果に対する考察などご助言をいただきました。ここに心より感謝申し上げます。

#### 参考文献

- 1) "Elmer 公式サイト" ,  
<https://www.csc.fi/web/elmer/> (参照 2020-12-25)
- 2) "ParaView 公式サイト" ,  
<https://www.paraview.org/> (参照 2020-12-25)

- 3) "永久磁石 - 株式会社トーキン" ,  
[https://www.tokin.com/product/pdf\\_dl/eikyu\\_jisyaku.pdf](https://www.tokin.com/product/pdf_dl/eikyu_jisyaku.pdf) (参照 2020-12-25)
- 4) "3次元有限要素法解析 AMaze" ,  
<http://www.asl-i.com/contents/soft/amaze/> (参照 2020-12-25)

# リバースエンジニアリングを活用した複雑形状を把持できるバイスの開発

## Development of precision vise for complicated-shaped samples using reverse-engineering

南相馬技術支援センター 機械加工ロボット科 夏井憲司

応募企業名 日本オートマチックマシン株式会社

リバースエンジニアリングを活用して、口金に把持したいサンプル形状を転写することにより、自由曲面を含むような複雑形状であっても面接触により確実に把持することができるバイスの開発を行った。その結果、ドローンのプロペラや配管用バルブをサンプルとして、面接触でガタつきなく把持することができた。また、精度良く位置決めすることも可能になった。

**Key words:** 精密バイス、リバースエンジニアリング、位置決め精度

### 1. 緒言

把持したいワークの形状に合わせてバイスの口金を加工し、面接触でしっかりとワークをクランプする手法は、これまでも用いられてきた。しかし、そのほとんどは、円筒形などの単純な形状であり、自由曲面を含むような複雑形状については例が見られなかった。そこで今回、応募企業の製品のひとつである樹脂製の精密バイス(図1)を対象に、リバースエンジニアリングを活用して自由曲面を含む複雑形状のサンプルも面接触で把持できるバイスの開発に取り組んだ。

また、面接触でのクランプの効果として、サンプルの位置決め精度の向上も見込めるため、併せて開発したバイスの位置決め精度の評価も行った。

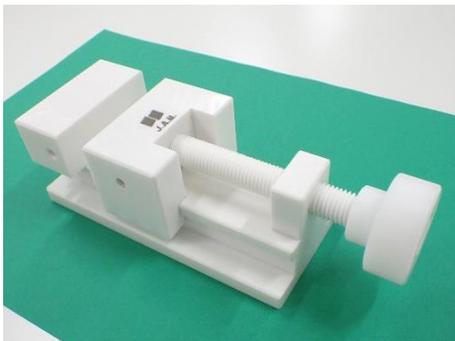


図1 応募企業開発の樹脂製精密バイス  
(把持寸法 幅70×高さ30×長さ80[mm])

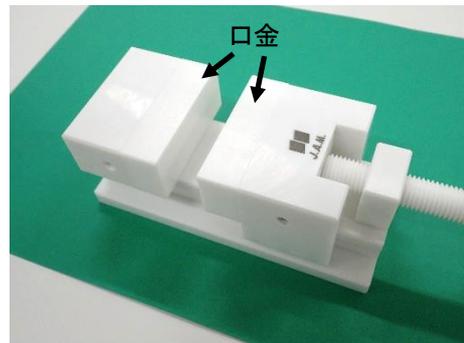


図2 改造後のバイス

### 2. 2. 把持するサンプル

今回把持するサンプルには、全体が自由曲面で構成されたドローンのプロペラ(全長150[mm])を使用した。サンプルの外観を図3に示す。



図3 サンプルとしたプロペラ

### 2. バイスの開発手順

#### 2. 1. 口金の取り付け

初めに、応募企業の精密バイスは、口金が存在しないタイプであったため、本体と同じPET樹脂製の口金をねじ止めで固定できるように改造を施した。改造後のバイスを図2に示す。

#### 2. 3. 口金のCADデータの作成

このプロペラを、非接触三次元測定機(ATOS Compact Scan 12M(GOM社製))を使用して形状測定し、3Dデータを取得した。得られた3Dデータを図4に示す。



図4 プロペラの3Dデータ(STL形式)

このプロペラ形状をそのまま口金に転写しても、挿入に必要なスペースを確保することができない。そこで、この3Dデータに対しGeomagic Freeform Plus (3D Systems 社製) を使用して形状編集を施した。このソフトのモールドツールには、指定した抜き勾配以上になるように、形状の肉付けやそぎ落としを自動で行う機能が存在する。この機能を使用して、挿入に必要なスペースを肉付けにより作成した。なお今回、機械加工により口金にサンプル形状を転写しようと考えていたため、作業性を考慮して、抜き勾配は6度と大きめの値を設定した。形状編集後の3Dデータを図5に示す。

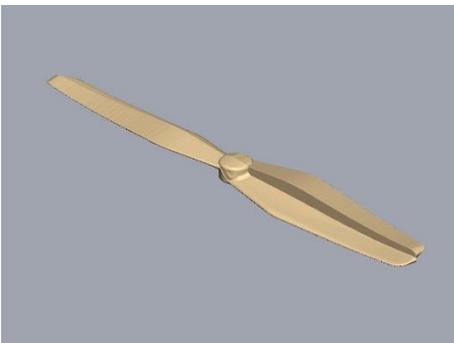


図5 肉付けを行った3Dデータ

ここで、バイスと接触しない部分は口金のCADデータ作成には不要であるため、この後の作業の簡便化のためにGeomagic DesignX (3D Systems 社製) を使用して不要な形状の削除を行った。削除後の形状を図6に示す。

この3Dデータをリバースエンジニアリングによって、CADデータに変換した。その後、ブール演算により口金のCADデータとプロペラのCADデータの差分を求めて、CADデータを作成した(図7)。

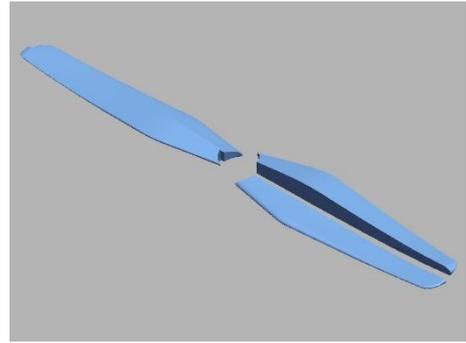


図6 不要な形状を削除した3Dデータ

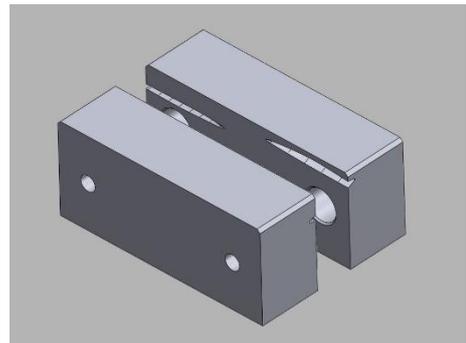


図7 口金のCADデータ

また、ブール演算により作成した溝にプロペラを挿入する場合、ある程度の隙間が必要になると考えられる。しかし、隙間を大きくしすぎるとプロペラと接触する面積が減少してしまう。そこで、適切なクリアランスを調べるために、プロペラのスキャンデータからオフセットのコマンドにより0.025、0.05、0.1、0.2[mm]拡大した4種類のCADデータを作成した。ブール演算より、プロペラとクリアランスの異なる合計5種類の口金のCADデータを作成し、性能の評価を行うことにした。

#### 2. 4. 口金の機械加工

作成した5種類の口金のCADデータを使用して、プロペラを把持する溝を口金に加工した。CAMはhyperMill (OPEN MIND 社製) を、加工にはマシニングセンタを使用した。

### 3. 性能評価

作製した5種類の口金をバイスに装着し、プロペラの把持を試みた(図8)。すべての口金で、プロペラをガタつきなく把持することができ、使用感の違いは見られなかった。

そこでクリアランスによる違いを評価するために、きさげ作業などで使用する当たり検査剤を使用して、口金とプロペラとの接触面積を評価した。また、転写

した形状で把持することにより、位置決め精度の向上も見込めるため、CNC 三次元測定機を使用して、位置決め精度の評価も併せて行った。



図8 プロペラを把持した様子

### 3. 1. 接触面積の評価

クリアランスの異なる5種類の口金について、プロペラとの接触面積の評価を下記の手順で行った。

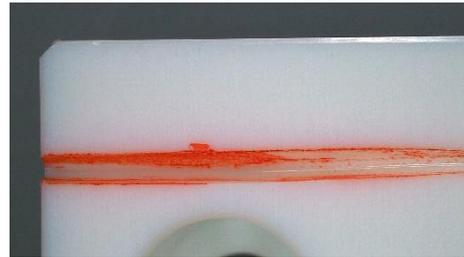
- ① プロペラの口金と接触する部分に当たり検査剤(SP-Red (株) ナカニシ製)を薄く塗布する。
- ② 手でプロペラを口金に挿入し、しっかりと接触させる。
- ③ プロペラを取り外して、口金に残った当たり検査剤を実体顕微鏡(S9i (ライカ社製))で観察する。

検査剤の残った部分が口金とプロペラの接触した箇所と考えられる。口金に残った検査剤の実体顕微鏡写真を図9に、考察を以下に示す。

(a)プロペラのCADモデルをオフセットしなかった口金と、(b)0.025[mm]オフセットさせた口金は、溝の底に検査剤が付着していなかった。クリアランスが足りず、プロペラが溝の底まで挿入できなかったと考えられる。

(c)0.05[mm]オフセットした口金では、溝の底の検査剤の付着していない部分がわずかに存在した。(d)0.1[mm]オフセットした口金と、(e)0.2[mm]オフセットした口金は、溝の底に検査剤が付着していたため、完全に挿入できたと考えられる。しかし、(e)の口金では本来、接触するように設計した溝の上面(図9(e)の青い四角で示した箇所)に検査剤が付着しておらず、クリアランスを大きくしすぎたため溝の底のみで接触していたと思われる。

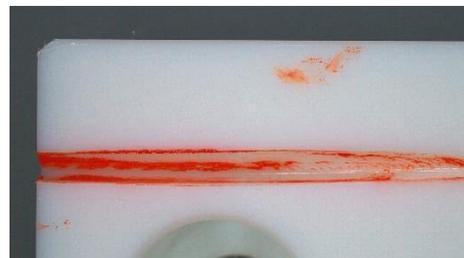
以上の結果から、今回の条件では、0.05から0.1[mm]が適正なオフセット値であると考えられる。



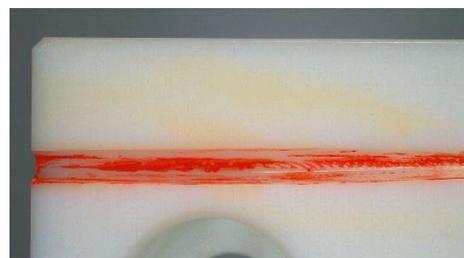
(a) オフセットなし



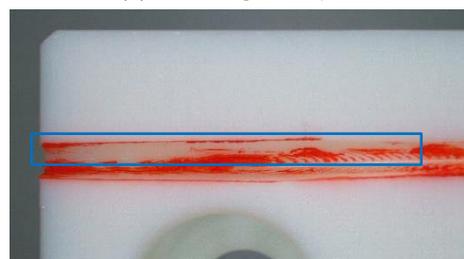
(b) 0.025mm オフセット



(c) 0.05mm オフセット



(d) 0.1mm オフセット



(e) 0.2mm オフセット

図9 実体顕微鏡の観察画像

### 3. 2. 位置決め精度の評価

5種類の口金の位置決め精度の評価を下記の手順で行った。

- ① 口金の固定ねじを仮締めする。
- ② プロペラを溝に挿入、口金の位置を微調整し、プロペラのがたつきがなくなった状態で、バイスの送りねじを回してクランプする。
- ③ 口金の固定ねじを本締めする。

- ④ CNC 三次元測定機を使用して、図 1 0 に示すように、測定座標系を設定する。
- ⑤ プロペラ中心の六角穴(図 1 1)と端面の高さ(z 座標値)を測定する。
- ⑥ 六角穴中心の x 座標値を  $x_0$ 、y 座標値を  $y_0$  とする。端面の z 座標値を  $z_0$  とする。
- ⑦ プロペラを精密バイスから取り外す。
- ⑧ 再度、プロペラをクランプする。
- ⑨ 六角穴の中心と、その上面の z 座標値を測定する。
- ⑩ 下記の式で、各軸方向の位置決め誤差を計算する。  
 x 軸方向位置決め誤差  $\Delta x_n = x_n - x_0$   
 y 軸方向位置決め誤差  $\Delta y_n = y_n - y_0$   
 z 軸方向位置決め誤差  $\Delta z_n = z_n - z_0$
- ⑪ ⑦から⑩を9回繰り返す。

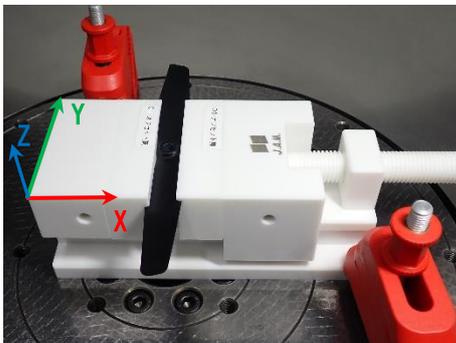


図 1 0 測定座標系

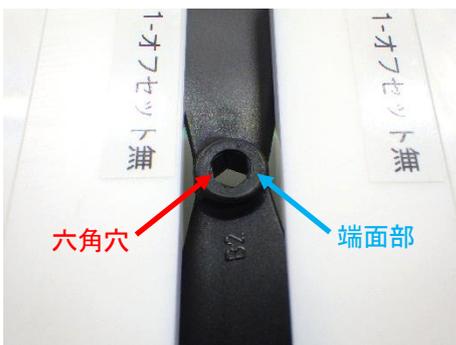


図 1 1 測定箇所

10回の繰り返し測定により求めた各軸の位置決め誤差を図 1 2 から 1 4 に示す。

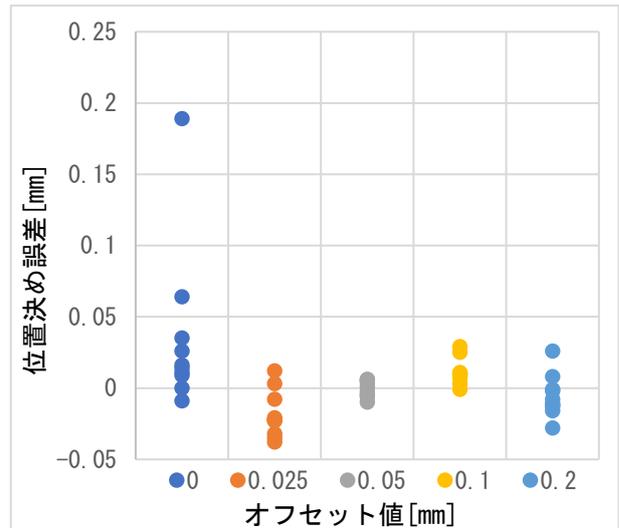


図 1 2 x 軸方向位置決め誤差

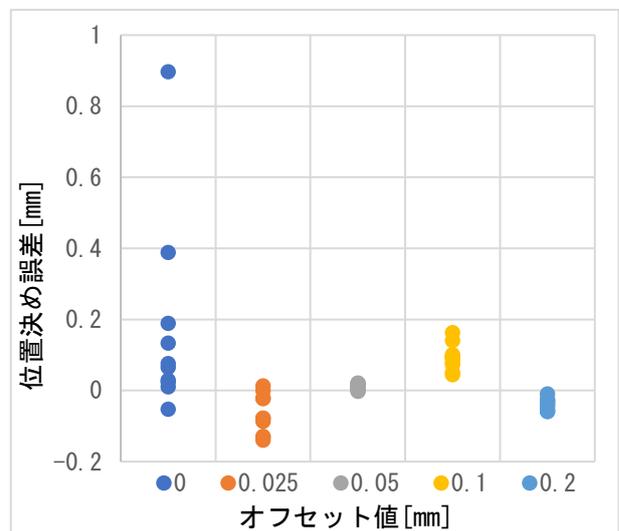


図 1 3 y 軸方向位置決め誤差

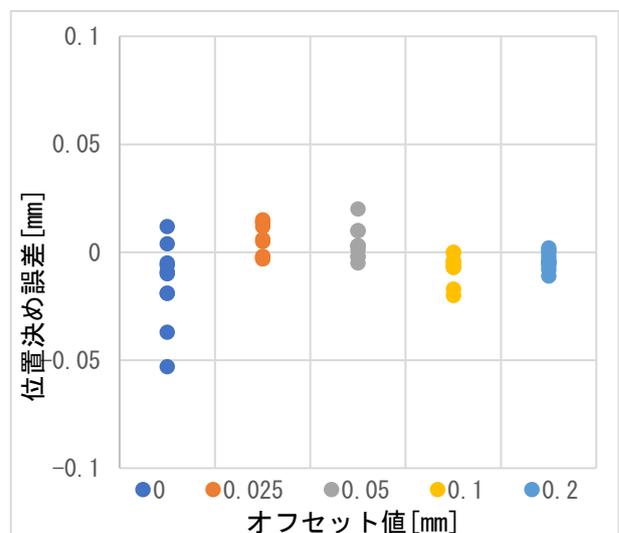


図 1 4 z 軸方向位置決め誤差

オフセットを施した口金は、おおむね良好な位置決め精度となった。最も誤差の大きかった y 軸方向の位置決め誤差も 0.2[mm]以下に抑えることができた。特に 0.05[mm]オフセットした口金では、三軸とも位置決め誤差を 0.05[mm]以下にすることができた。

オフセットなしの口金は、位置決め誤差が最大となった。図9の(a)から分かるようにプロペラが口金の溝の底まで挿入できなかつたことにより、本来、設計した位置以外の箇所でプロペラが引っ掛かり、そのままクランプしてしまったからだと思われる。

また、三軸の内、y 軸方向の位置決め誤差が最も大きくなった。今回使用したプロペラの長さが口金の幅より大きかつたため、y 軸方向に口金をはみ出して把持することになった。他の二軸と違い全体を挟み込む形で把持できなかつたため、位置決め誤差が大きくなったものと考えられる。プロペラより幅の大きな口金で全体を把持できれば、y 軸方向の位置決め誤差を減少させることができるとと思われる。

### 3. 3. 他製品(配管用バルブ)への適用

図15に示す配管用バルブに、今回開発した手法の適応を試みた。バルブの寸法は、幅53×高さ70×奥行25[mm]である。スキャンデータからのオフセット値は0.1[mm]とし、プロペラと同じ手順で口金を作製した。作製した口金を図16に示す。



図15 サンプルとしたバルブ

また、同様に接触面積と位置決め精度の評価も行った。接触面積の評価結果を図17に示す。バルブの金属部分は鋳肌であったため完全に密着はしなかつたが、当たり検査剤が転写した形状全体に分散して付着していたため、局所ではなく全体で接触していたものと思われる。

このバルブのハンドルは六角ナットで固定されていたため、このナットの中心 x 座標値と、y 座標値、ナット端面の z 座標値により位置決め精度の評価を行った。位置決め精度の評価結果を図18に示す。プロペラのモデルとは違い、バルブでは x 軸方向の位置決め誤差が大きくなった。モデルの形状により位置決め誤差の

出やすい方向が決まるものと思われる。しかし、位置決め誤差は最大で 0.1[mm]以下となり、高い精度で位置決めすることができた。



図16 バルブ用口金



図17 口金に残った検査剤の観察画像

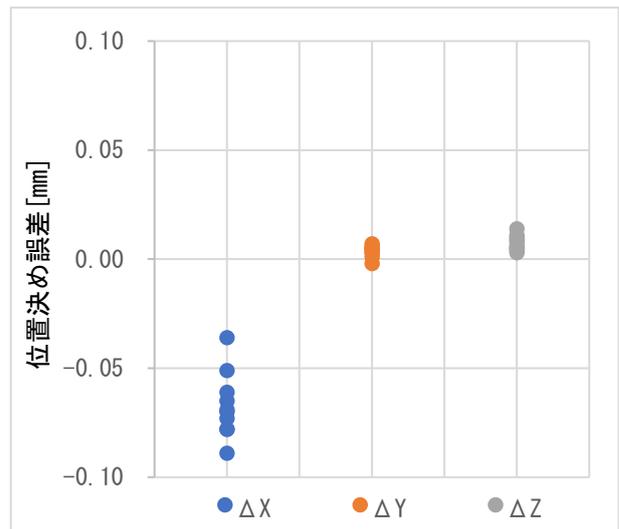


図18 バルブの位置決め誤差

## 4. 結言

リバースエンジニアリングを活用して、口金に把持したいサンプル形状を転写することにより、自由曲面を含むような複雑形状であっても面接触により確実に

把持することができるバイスの開発を行った。

その結果、ドローンのプロペラや配管用バルブをサンプルとして、面接触でガタつきなく把持することができた。また、プロペラでは位置決め誤差を0.05[mm]以下に、配管用バルブでは0.1[mm]以下に抑えて、精度良く位置決めすることも可能になった。

# デジタル製造技術を活用した県内伝統民芸品の製造工程の確立

## —会津だるまの復活—

Establishment of a digital manufacturing process for traditional crafts in Fukushima

- Revival of Aizu Daruma -

会津若松技術支援センター 産業工芸科 志鎌一江 出羽重遠

県内の伝統産業界に対し、デジタルファブ리케이션機器と職人の手仕事を組み合わせたデジタル製造技術を導入している。今年度は、職人の不在で途絶えた会津だるまの製造工程にデジタル製造技術を用いた工法を提案し、それを活用して会津だるまを試作した。

Key words: デジタルファブ리케이션機器、3Dスキャナ、3Dプリンタ、伝統産業、張り子、会津だるま

## 1. 緒言

県内の伝統産業界では、職人不足による生産数の減少や後継者不足のため技術の伝承が困難という問題が顕在化している。

本研究では、伝統工芸品を中心に3Dスキャナ等で3次元データを取得し、そのデータをもとに、NC加工機や3Dプリンタ等のデジタルファブ리케이션機器を活用して、職人の手仕事を組み合わせた、伝統産業向けのデジタル製造技術を提案することを目的としている。

最終年度は、研究開始から2年間で得た成果<sup>1) 2)</sup>をもとに、職人の不在で途絶えた会津地方の張り子民芸品である会津だるまを復活させるため、職人の手仕事とデジタル製造技術を組み合わせた現代にあった製造方法を確立することを目標とした。

## 2. デジタル製造技術

### 2. 1. デジタル製造技術を用いた製造工程

会津地方の張り子民芸品である会津だるまは、平成20年前後を最後に販売されなくなった。会津だるまの製造工程(表1)のうち、木型(工程1)と台座(工程3)の製作、絵付け(工程6)を行える職人がいないため、現在製造している張り子業者はいない。

会津だるまに限らず、手彫りでだるまの木型を作れる職人は少なく、ほとんどが引き継いだ古い木型を利用しているが、木型は消耗品のため修繕しながら使用されており、破損等により失われる可能性が高い。また、会津だるまの台座は、木材を丸く切って製作されているものが多いが、その製造方法は不明である。

以上のことから、工程1、3、6に対しデジタル製造技術を活用することとし、工程の検討と治工具の選定を行った(表1.作業方法)。

表1 会津だるま製造工程

工程		作業方法	
		従来	本研究
1	木型の製作	手作業	3Dスキャナ 3Dプリンタ
2	張り子	手仕事	手仕事
3	台座の製作	手仕事	NC加工機
4	塗装	手仕事	手仕事
5	下絵の治具	なし	レーザー式 精密加工機
6	絵付け	手仕事	工程5治具活用

### 2. 2. 工程1「木型の製作」

#### 2. 2. 1 木型材料の選定と3Dデータの取得

現存する会津だるまの張り子や木型を3Dスキャナで測定し、取得した3Dデータをもとに3Dプリンタで木型を製作できると考えた。

非接触式の3Dスキャナは、光によるパターン投影方式とレーザー光切断方式の2つが主流である。当所の所有する3Dスキャナ(ExScan Pro, EiScan Pro 2X Series, SHINING 3D)はパターン投影方式で、明暗の縞模様やランダムパターンを対象物に照射し、その様子をカメラで撮影し対象物の表面の点群データを取得する方式(図1)である。この方式の機器は、透明素材や反射素材、黒い対象物の表面形状の取得が困難である。メーカーでは、対象物に3Dスキャン専用の反射防止剤等を塗布することを推奨しているが、今回データ取得対象の会津だるまは、保存及び現状維持の観点から塗布を行えないため、黒い部分とそれ以外の部分、それぞれに合わせて露出を変更し対象物の向きを変え、多方向から照射してスキャンした。対象物に光を照射すると、読み込んだ箇所は灰色になり、照射中の部分は緑色で表示される(図2)。会津だるまの眉や髭は、黒色で表面形状の点群データ取得が難しいため、全体の表面形状データの取得後に、ソフトウェアを用

いて修正することとした。



図1 だるまの3Dスキャン



図2 照射した対象物

### 2. 2. 2 3Dスキャン取得データの修正

スキャンした3Dデータは、3Dリバースエンジニアリングソフトウェア (Geomagic Design X, 3D SYSTEMS) を使い、ポリゴンデータに一般的にみられる欠陥を修正ウィザードで修正し、眉や髭などの読み込めなかった黒色部分も穴埋め (図3、4) を行った。形状のモデリングは、次の3次元CADソフトウェアで行った。

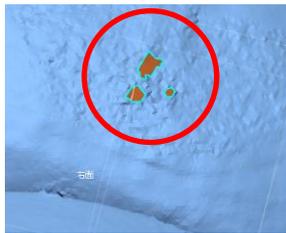


図3 穴埋め

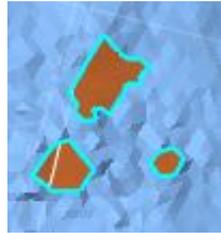


図4 図3の○部拡大

### 2. 2. 3 3Dプリンタ出力用3Dデータの作成

修正したデータは、3次元CADソフトウェア (Rhinoceus 3D, Robert McNeel & Associates) を用いてサーフェスマデリングを行った。

頭頂部や底面などを水平にするために、スキャンした形状を分割し、新たにサーフェスマデリングを作成した (図5、6)。

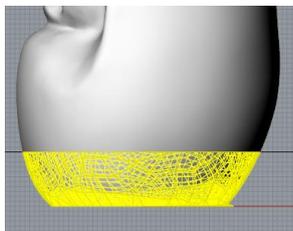


図5 底面の削除

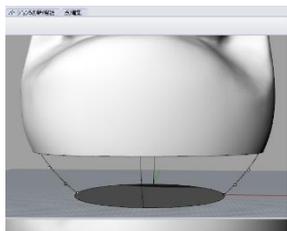


図6 底面の製作

作成した部分は、もとのサーフェスマデリング部分と結合する。同様に、左右も対称の形状となるように作成した。今回は木型を製作するため表面形状をなめらか

にし、木型として利用するため抜き勾配を考慮して形状を作成した。

### 2. 2. 4 3Dプリンタによる木型製作

2. 2. 3で作成したサーフェスマデリングから3Dプリンタ (CR-10 V2, CREALITY) で出力するためのスライスデータを作成し、3Dプリンタの出力条件を設定した。木型の高さは300[mm] (一尺程度) とした。外郭の壁の厚みは、張り子の和紙を貼り終えて離型する際に、刃物で切れ込みを入れることを考え、少し厚めの3[mm]とした。木型は木質の熱可塑性樹脂を用いて造形した。木質の樹脂は、離型剤の油のりや和紙の貼りやすさ、刃物で切り込みを入れる型抜き作業性が、木製の木型に近い状態になると考え採用した。木質の熱可塑性樹脂を用いた3Dプリンタでの木型造形の様子を図7、出力した木型を図8に示す。

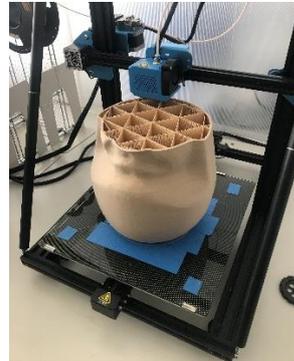


図7 3Dプリントの様子



図8 出力した木型

### 2. 3. 工程3「台座の製作」

台座は、NC加工機 (小型NCルータ SHINX, NC制御部 FANUC21i-M) で製作することとした (図9)。だるまの台座は、張り子が倒れにくいように重りの役割を持ち、平に設置できるように歪みにくい素材が良いと考え、MDF (medium-density fiberboard) で製作することとした (図10)。台座は、Gコードを用いてNC加工機の制御プログラムを作成し、大きさは一尺程度の木型から作る張り子の寸法に合わせた直径140[mm]厚さ18[mm]とした。



図9 NC加工



図10 MDFの台座

### 2. 4. 工程5「下絵の治具」

現在は会津だるまの絵付けができる職人がいないた

め、従来の工程にはなかった下絵工程を追加し、未経験者でも行えるよう、レーザー式精密加工機 (Universal Laser Systems, PLS 6 MW UNIVERSAL) を用いて下絵をつけるための治具となるテンプレート (図11) を製作することとした。だるまの下絵は、5方向 (正面、左右の側面と斜め45度) から撮影した画像データの立体形状をもとに、ベクターイメージ編集ソフトウェア (Adobe Illustrator CC, Adobe) で線画データを作成した。テンプレートは、厚さ100 $\mu$ mのポリプロピレンシートを切り抜いた。このテンプレートを用いて下絵付けを行うと、次の絵付け工程がスムーズに行えた。



図11 テンプレート (宝珠文様部分)

### 3. 結果

工程1で製作した木型に工程2の張り子を行ったところ、木材の木型の代わりに使用でき、離型剤の油のりや和紙の貼りやすさ、刃物で切り込みを入れる型抜き作業等は木材の木型と遜色なく、同様に張り子工程を行えた。工程3で製作した台座についても、木材の台座と同様に張り子や塗装の作業を行うことができた。工程5の下絵のテンプレートを用いることで、未経験者でも工程6の会津だるまの絵付けが行えるようになった。

本研究によるデジタル製造技術を用いた会津だるまの製造工程により、製作した木型と台座、テンプレートは手仕事を補うことができ、会津だるまの試作品 (図12) が完成した。



図12 試作した宝珠文様が特徴の会津だるま

### 4. 結言

本研究の製法では、木型をデータ化することで、安定して同規格の製品の製造を行えるのみならず、木型出力寸法を変更することで様々な大きさのだるまが製造でき、製品の幅を広げることができる。台座や絵付けのための下絵用のテンプレートについても、データ化したことで木型と同様に活用できる。

本研究により、職人の手仕事とデジタル製造技術を組み合わせた張り子の製造工程を確立し、会津だるまの製作へ応用できたことから、伝統産業へ向けた、職人の手仕事をサポートするデジタル製造技術の有効性と導入が可能であることを確認できた。

本研究の成果は、福島県立博物館と連携して行った会津地方振興局の「令和2年度地域創生総合支援事業 (県戦略事業 (地域連携調整事業分))」による、「会津地方の郷土玩具「会津だるま」を活用した観光客誘致事業」において、会津だるまの復元製作に活用することとなった。福島県立博物館が復元を委託した張り子製造業者に対し、本研究の製造工程を用いた技術支援を行い、会津だるまの復元品が完成した。

今後も伝統産業ごとに適した製造工程を開発し蓄積することで、デジタル製造技術の有効性の理解と、様々な支援と技術普及を行っていく。

### 謝辞

3Dスキャンのための張り子や木型の提供と、会津だるまに関する資料のご提供に協力をいただきました県立博物館に感謝申し上げます。

### 参考文献

- 1) 堀内芳明, 出羽重遠. デジタルファブ리케이션による伝統工芸品の製造手法の提案, 平成30年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告書, 2019, p. 123-125.
- 2) 堀内芳明, 出羽重遠. デジタルファブ리케이션による伝統工芸品の製造手法の提案 (第2報), 令和元年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告書, 2020, p. 134-136.

# 木質流動成形技術による県産木質資源の用途開発（第1報）

Product development from locally produced ligneous resource by wood flow forming method

会津若松技術支援センター 産業工芸科 齋藤勇人 出羽重遠

木質流動成形技術を活用した県内企業の製品開発を支援するために、当該技術に関連する木材への樹脂含浸、プレス成形の実験、木質流動成形により得た試験片の強度試験を行った。なお、木質流動成形技術に関するプレス成形の実施にあたり、(国研)産業技術総合研究所の事業である地域産業活性化人材育成事業を利用した。また、ハイテクプラザ内での実験環境の構築のために、成型型を内製、既知の成形条件で平板の成形体を製作することができた。

Key words: 木材、木質流動成形、熱硬化性樹脂

## 1. 背景と目的

地球規模の気候変動の対策のために二酸化炭素排出を抑制する観点から、プラスチック等の化石燃料を原料とする素材に替えて、二酸化炭素固定化に寄与する木質素材への転換が解決策の一つとして期待されている。一方で福島県の森林面積は973,000[ha]で県土面積の約71[%]を占めており、都道府県別で上位に位置している<sup>1)</sup>。つまり、木質の活用が重要視されている背景に加えて福島県は木質資源の供給に高いポテンシャルを持っており、森林資源の一層の活用は福島県所在の企業にとって、地理的な有利性を生かす手法と言える。

さて、木質素材を工業製品として利用するためには、木材に形状を付与する必要がある。木質流動成形<sup>2)</sup>は国立研究開発法人産業技術総合研究所（以下、産総研という。）で研究・開発された技術シーズであり、木材や竹などの植物系材料を膨潤・軟化状態で熱及び圧力を作用させて任意の金型を用いて成形する技術である。圧縮加工のように木質細胞の内腔の閉塞によって緻密化させて形状変化を与える方法と比べて、木質細胞間のすべり現象による位置変化によって変形を与えるため、より大きな変形量を与えることができる。それにより、従来の圧縮加工のみでは不可能であった任意形状の木質系材料の塑性加工を実現できる。

本開発では、木質流動成形技術を活用した県内企業の製品開発を支援するために、当該技術に関連する木材への樹脂含浸、プレス成形の実験、木質流動成形により得た試験片の強度試験を行った。また、ハイテクプラザで成型型を製作し、所内での実験環境の構築を行った。なお、本研究を実施するにあたり産総研の「地域産業活性化人材育成事業」を活用した。

## 2. 実験方法および結果

本開発の実験では、産総研の材料・化学領域 マルチマテリアル研究部門 木質資源複合材料グループの招聘研究員として“福島県産資源を利用した木質流動成形の実施と評価”というテーマで以下の項目に取り組んだ。

- ①福島県産木材への熱硬化性樹脂の含浸
- ②熱硬化性樹脂を含浸した木材のおちょこ形への加工による成形性の評価
- ③熱硬化性樹脂を含浸した木材の平板形への成形加工
- ④製作した平板試験片の強度試験

この他、会津若松技術支援センターにて実験したことは以下のとおりである。

- ⑤成型型の内製
- ⑥内製した成型型を使用した成形実験

### 2. 1. 供試材

実験に使用する供試材は福島県の森林から生産された木材を選定した。木材は105[°C]に設定した乾燥器で恒量になるまで乾燥させ、全乾比重を測定した。供試材の樹種及び全乾比重を表1に示す。

樹種	全乾比重
スギ	0.55
ヒノキ	0.39
カラマツ	0.33
クリ	0.50
キリ	0.29
ウルシ	0.37

## 2. 2. 樹脂含浸

木質流動成形技術において樹脂含浸は重要な要素である。樹脂を木材へ含浸させることによって木材を軟化させるとともに、形状付与した時に成形体に強度を付与する役割を果たすからである<sup>3)</sup>。

供試材を全乾状態にしてから断面 58[mm]×4[mm]×繊維方向 152[mm]に加工した。内寸 155[mm]×155[mm]×H150[mm]の亚克力製容器に供試材を入れて、重りを乗せたのちに、その容器ごと真空容器（アズワン(株)製 SSK-03 内径 240[mm]×195[mm]）に入れ、ふたをした。真空容器にアスピレータ（真空機工(株)製 MDA-050）を接続し、内部の圧力をゲージ圧-0.09[MPa]以下になるように抜気し、試験片の内部の圧力が落ち着くように10分間保持した（装置は図1）。

次に、熱硬化性の樹脂水溶液（アミディア M-3（メラミン/ホルムアルデヒド系の熱硬化性樹脂溶液、DIC(株)）を樹脂成分の割合が 30[wt%]となるように蒸留水で希釈したもの）を真空容器の圧力を保ったまま木材が水没するまで注ぎ、再度減圧して-0.09[MPa]以下で1時間保持したのちに、常圧に戻し、真空容器ごと図2に示す加圧容器に入れ 8[kgf/cm<sup>2</sup>]の圧力を加えて24時間保持したのちに取り出した。取り出した素材は 35[°C]の温風乾燥および減圧乾燥で6時間ごとの重量変化が 0.5[%]以内となるまで乾燥して水分を除去した。この樹脂含浸の工程の前で供試材の重量測定、寸法測定を行い、重量増加率 [%]、素材に占める樹脂割合 [%]、体積膨張率 [%] を以下の式により計算した。

$$\text{重量増加率}[\%] = (w_1 - w_0) / w_0 \times 100$$

$$\text{樹脂割合}[\%] = (w_1 - w_0) / w_1 \times 100$$

$$\text{体積膨張率}[\%] = |(D_1 \times L_1 \times t_1) - (D_0 \times L_0 \times t_0)| / (D_0 \times L_0 \times t_0) \times 100$$

ただし、

$w_0$ : 全乾状態の試料の重量 [g]

$w_1$ : 樹脂含浸後の試料の重量 [g]

$D_0$ : 全乾状態の試料の幅寸法 [mm]

$D_1$ : 樹脂含浸後の試料の幅寸法 [mm]

$L_0$ : 全乾状態の試料の長さ寸法 [mm]

$L_1$ : 樹脂含浸後の試料の長さ寸法 [mm]

$t_0$ : 全乾状態の試料の厚さ寸法 [mm]

$t_1$ : 樹脂含浸後の試料の厚さ寸法 [mm]

である。

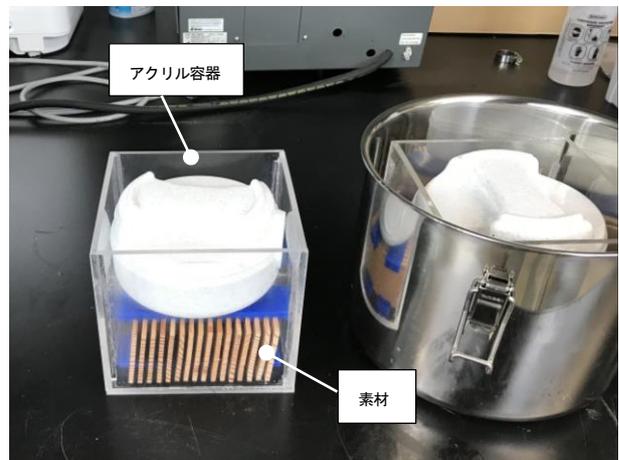


図1 樹脂含浸の装置・器具



図2 加圧容器

各樹種試料に対して測定した結果は表2のとおりであった。含浸を行った素材の樹脂割合は樹種によって違いが見られ、ヒノキ材、カラマツ材、キリ材は樹脂割合が 40[%]前後と比較的多くの樹脂を含浸させることができた。一方で、スギ材、クリ材は前者に比較して樹脂割合等が小さく、ウルシ材に至っては樹脂をほ

とんど含浸させることができなかつたため、樹脂溶液の含浸が困難な素材であることが分かった。また、スギ材、ヒノキ材、カラマツ材については体積膨張が確認されたことから、木材の細胞壁の内部まで樹脂分が到達していると考えられた。また、クリ材は体積膨張が小さく、細胞壁まで到達している樹脂分は比較的少ないと考えられた。

なお、キリ材は樹脂含浸後に不均一な寸法変化および反り返りが生じたことで、寸法測定が困難となったため体積膨張率の算出は行わなかつた。キリ材は比重が小さいので細胞壁も薄いと考えられるため、加圧～乾燥工程において細胞壁が内部に向かって座屈・圧壊する現象（落ち込み）が生じやすいことが原因であると考えられた。また、落ち込み現象は細胞内腔の変形を伴う収縮であるため、正常な細胞壁のみの収縮よりもはるかに大きな収縮率を示すことが知られている<sup>4)</sup>。

表2 各樹種の試料に対する樹脂含浸の結果

樹種	重量増加率 [%]	樹脂割合 [%]	体積膨張率 [%]
スギ	35.9	26.3	4.2
ヒノキ	70.6	41.4	3.7
カラマツ	85.2	45.8	7.1
クリ	32.6	24.5	0.6
キリ	62.0	38.1	(測定なし)
ウルシ	13.4	11.8	(測定なし)



図3 成形の様子



図4 取り出した成形体

### 2. 3. おちょこ形の成形（成形性の評価）

2. 2. で樹脂含浸した素材をおちょこの形状に成形を行うことで、素材の成形性の良否を確認した。産総研が所有している後方押し出し<sup>2)</sup>による方式の成形型を使用した。155[°C]に設定したホットプレス上で成形型を135[°C]以上に予熱、離形剤のペリコートS（中京化成工業（株））を塗布した後に、直径48[mm]厚さ4[mm]の円盤形に切った素材を総重量が約60[g]となるように調整した枚数を成形型に投入した。その後、ホットプレスにより約350[kN]の荷重で成形を行い（図3）、温度と圧力を10分保持した後、成形型を80[°C]以下に冷却してから、成形体を取り出した（図4）。

各樹種の素材をおちょこ形に成形した結果は図5のとおりであった。ヒノキ材、カラマツ材、キリ材の3つの素材は成形体の表面に欠陥がなく、後方押し出しの成形型の素材の流動の始点から最も後方の成形型の端面まで素材が充填されており、良好な結果であった。一方でスギ材、クリ材は端面まで素材が充填されていない部分が見られた。充填不良の原因として、含浸された樹脂割合が低いことが一因であると考えられた。



図5 各樹種の素材をおちょこ形に成形した結果

### 2. 4. 平板の成形

物性試験を行うために、試験片の採取に適した平板成形の成形体を製作した。製作には産総研が所有している図6の成形型、図7の卓上ホットプレス装置を使用した。155[°C]に設定した卓上ホットプレス上で成形型を135[°C]以上に予熱、離形剤のペリコートS（中京化成工業（株））を塗布したのちに、50[mm]×48[mm]×t4[mm]の平板に切った素材5枚を、繊維方向を一方にそろえて成形型に投入した。その後、ホットプレスにより約10[kN]の荷重で成形を行い、温度と圧力を10分保持した後、成形型を80[°C]以下に冷却してから、成形体（図8）を取り出した。

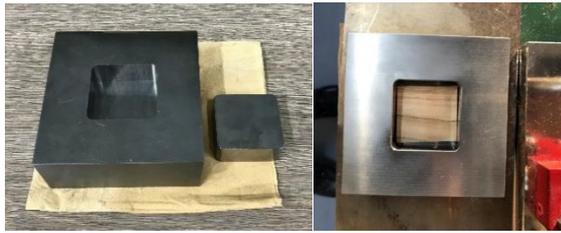


図6 平板試験体製作の成形型

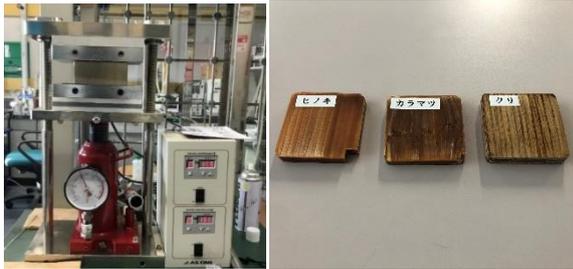


図7 卓上ホットプレス 図8 平板の成形体

## 2. 5. 機械物性の測定

2. 4. で製作した平板の成形体を、レーザー加工及びフライス加工で所定の寸法に加工し、試験片(図9)を製作し、曲げ試験、圧縮試験、引張試験(図10)を実施して強度を確認した。



図9 製作した試験片



図10 曲げ試験、圧縮試験、引張試験

表3 強度試験の結果

樹種		比重	曲げ強 さ[MPa]	圧縮強 さ[MPa]	引張強 さ[MPa]
ヒノキ	成形体	1.30	296	211	149
	無垢 <sup>5)</sup>	0.39	74	39	118
カラマツ	成形体	1.38	330	243	158
	無垢 <sup>5)</sup>	0.33	78	44	83
クリ	成形体	1.22	153	159	103
	無垢 <sup>5)</sup>	0.50	78	42	93
(参考)メラミン・ホルムアルデヒド樹脂 <sup>6)</sup>		1.47-1.52	62-110	228-310	38-89

強度試験を行った結果を表3に示す。ただし、無垢、及びメラミン・ホルムアルデヒド樹脂の値は参考文献から引用した。ヒノキ材、カラマツ材、クリ材の3種類の素材のいずれについても、曲げ強さと引張り強さが無垢の木材、樹脂単体よりも向上することが確認できた。また、圧縮強さにおいても無垢木材と比較して、成形体のほうが大きく向上していることを確認した。

## 2. 6. 成形型の内製

ハイテクプラザで県内企業の木質流動成形によるものづくりを支援するために、図11、12に示す成形型を製作した。成形型は2.4.に示す平板形の成形体を製作する成形型を模倣した形状とし、平板に加えて、立ち上がりのある箱形の成形体を後方押し出しで製作できる形状とした。材質はS50C、成形型の摺動部分は40[μm]のクリアランスをつけて加工した。また、素材の流動の始点部分のみを1[μm]のダイヤモンド粒子で鏡面研磨した。産総研の出願特許(国際公開WO2018/09820)では表面に硬質コーティングを施すことを推奨しているが、ここではコーティング無しの成形型による成形結果を確認したいと考えたことから、硬質コーティングを施工しなかった。

## 2. 7. 成形加工

2. 6. で製作した成形型を使用して、ハイテクプラザで成形体の製作を行った。155[°C]に設定したホットプレス上で成形型を 135[°C]以上に予熱、離形剤のキュアコートEP1300（中京化成工業（株））を塗布したのちに、49[mm]×40[mm]×t4[mm]の平板に切った樹脂含浸ヒノキ材3枚を、繊維方向を1方向にそろえて成形型に投入した（図1 3）。その後、ホットプレスにより最大 100[kN]の荷重で成形を行い、温度と圧力を10分保持した後、成形型を 80[°C]以下に冷却してから、成形体を取り出した。

図1 4のように平板形は充填不良なく製作することができた一方で、箱形では、図1 5のように、充填不良により目的通りの成形体を得ることができなかった。この理由としては、木材への樹脂の含浸割合が低いことや、成形型の潤滑不足、成形圧力不足などの複数の理由が考えられる。また、数回の成形実験の後に、成形型にスクラッチ傷が観察されたことから、硬質のコーティングがない成形型では耐久性に問題があることを確認した。

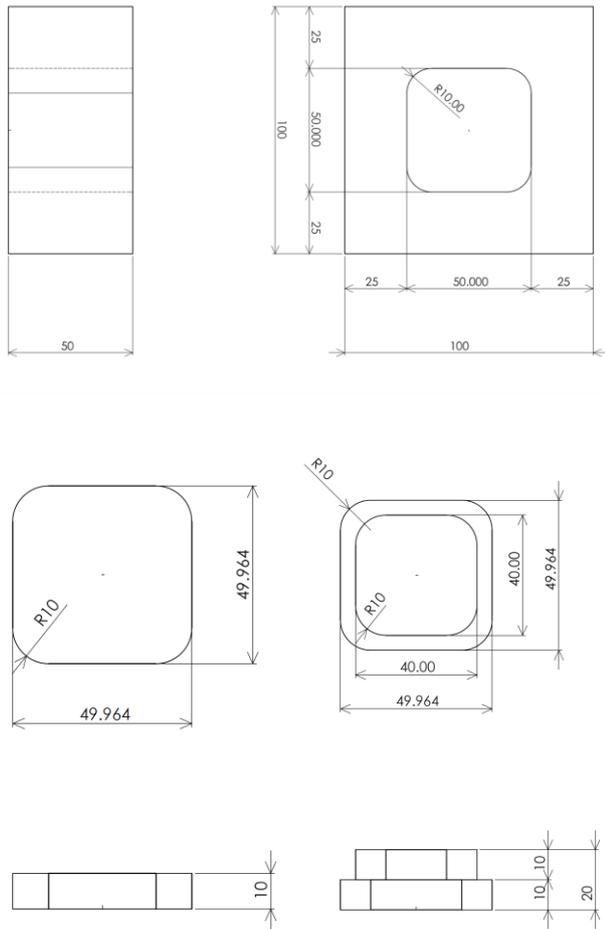


図1 1 製作した成形型の寸法



図1 2 製作した成形型



図1 3 成形型へ素材を投入

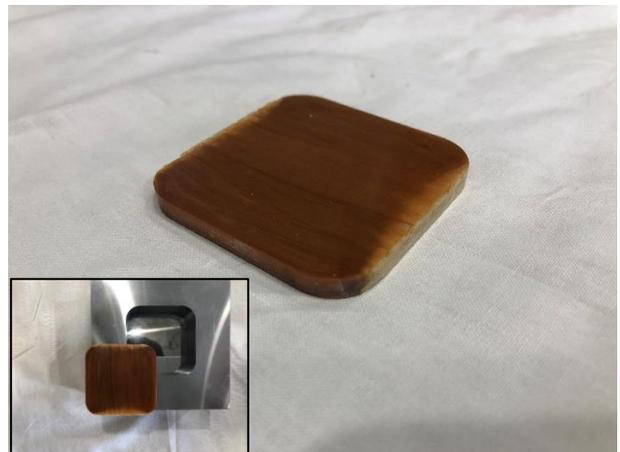


図1 4 製作した平板成形体

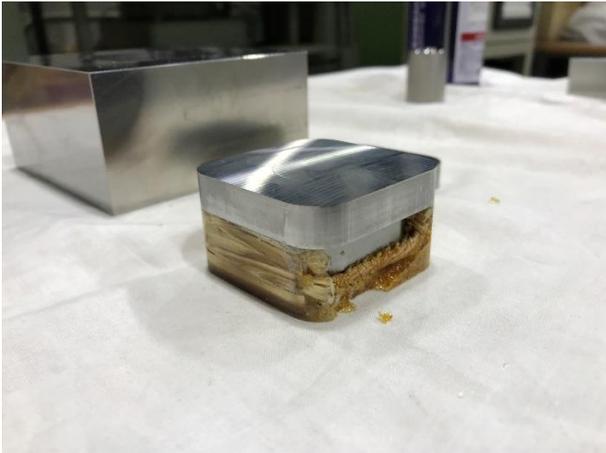


図15 立ち上がりのある形状の成形

### 3. まとめ

本開発では、木質流動成形技術を活用した県内企業の製品開発を支援するために、当該技術に関連する木材への樹脂含浸、プレス成形の実験、木質流動成形により得た試験片の強度試験を行い、以下の結果及び知見を得た。

- ①木質流動成形の前処理として、メラミン・ホルムアルデヒド系熱硬化性樹脂溶液の含浸処理を行い、樹種によって樹脂の含浸の良否に違いがあった。
- ②木質流動成形により得られた成形体の強度試験を行い、試験に供した成形体が無垢の木材や樹脂単体よりも高い強度を持つことを確認した。
- ③成形型の内製および成形の実験をハイテクプラザ内で行い、平板の成形体を製作することが可能になった。
- ④ハイテクプラザで製作した成形型の表面には硬質コーティングを施さなかったが、成形作業によってスクラッチの傷が生じたことから、耐久性に問題があると考えられた。
- ⑤ハイテクプラザで実施した、箱形の成形体の製作では、充填不良により目的通りの成形体を得ることができなかった。成形型や潤滑の改善が必要と考えられた。

今後は、ハイテクプラザに構築した実験環境をもとに、県内企業の木質流動成形を活用したものづくりの支援を目的として、食器、家具・インテリアなど意匠性を重視した製品への応用を進める。

### 謝辞

地域産業活性化人材育成事業を活用するにあたり、快く受け入れてくださった(国研)産業技術総合研究所の研究者の皆様に深く感謝いたします。

### 参考文献

- 1) 福島県農林水産部.令和元年福島県森林・林業統計書(平成30年度)
- 2) 金山公三.木質系材料の流動変形.日本接着学会誌.52巻(2016)9号 p.276-280.
- 3) 三木恒久,杉本宏之,重松一典,金山公三.木質材料の流動成形に関する研究(素材の変形挙動に及ぼすバインダの影響).日本材料学会学術講演会講演論文集.(2012)p.285-259.
- 4) “浅野猪久夫編集:木材の辞典”(株朝倉書店)
- 5) “林産試験場編:木材工業ハンドブック第5版4刷”.丸善(株).
- 6) “MFメラミン樹脂物性表(引用資料:(株)プラスチック・エージプラスチック読本)”.株式会社KDA. [https://www.kda1969.com/materials/pla\\_mate\\_mf2.htm](https://www.kda1969.com/materials/pla_mate_mf2.htm), (参照2021-3-25).

# 漆の改質によるガラスへの密着性向上

## Improved adhesion of modified urushi to glass

会津若松技術支援センター 産業工芸科 原朋弥 須藤靖典  
 応募企業 会津漆芸 かぎろい

黒呂色漆にシランカップリング剤2種類とエポキシ系塗料1種類をそれぞれ別々に添加して漆を改質し、ガラスへの密着性を向上させる研究を行った。実験結果から、エポキシ系塗料を添加し、熱処理を行うことで、密着性評価（クロスカット法（JIS K 5600 5-6）で「分類1」を達成することができた。

**Key words:** 漆、密着性、シランカップリング剤、エポキシ系塗料、クロスカット法

### 1. 緒言

応募企業ではシーグラス（図1）に漆塗りを施す体験型のサービスを検討している。しかし、ガラスに漆を塗布する場合、ガラスと漆の密着性が低いことから、プライマーを塗布した後に漆を塗布するなどの手間がかかってしまう。できるだけ体験時間を短くしたいとの要望から、漆を改質してガラスへの密着性を向上させることでプライマーの塗布工程を省くことを検討した。本研究では、ガラスへの密着性向上を目的としてシランカップリング剤やエポキシ系塗料を添加した漆の密着性評価や熱処理条件の検討等を行ったので、その結果を報告する。



図1 シーグラス

### 2. 実験方法

#### 2. 1. 添加剤の選定

漆は黒呂色漆を使用した。添加剤としてはエポキシ系シランカップリング剤、アミノ系シランカップリング剤、エポキシ系塗料を検討した。各添加剤を添加した黒呂色漆をアプリケーションターを用いて5μmの膜厚でスライドガラスへ塗布し、熱処理（110℃、3時間）で塗膜を硬化させた後にスライドガラスとの密着性をクロスカット法（JIS K 5600 5-6）を用いて評価した。

#### 2. 2. 熱処理条件の検討

体験後、すぐに完成品を渡すことを検討していることから、より短時間で熱処理が終了することが望ましい。熱処理温度を170、180、190、200℃、それぞれ熱処理時間を5、10、15、20、25、30分でサンプルを作製し、塗膜の密着性と乾燥性を確認した。塗膜の乾燥性はエタノールを含ませた紙で表面を拭き、塗膜表面の変化と紙が着色するか確認することで判断した。

#### 2. 3. リコート性の評価

改質した漆を重ね塗りすることを想定し、リコートした後の密着性を評価した。エポキシ系塗料を等量添加した黒呂色漆を表1に示す各熱処理条件で硬化させ、塗膜表面を耐水ペーパー#800で水研ぎした。その後、再びエポキシ系塗料を等量添加した黒呂色漆を塗布し、熱処理（200℃、10分）で硬化させた後、密着性評価を行った。

表1 熱処理条件

温度	時間
170℃	20、25、30分
180℃	20、25、30分
190℃	15、20、25、30分
200℃	10、15、20、25、30分

#### 2. 4. 24時間水浸漬後の密着性評価

密着部の耐久性を調べるため、促進試験として水道水に浸漬した後に密着性評価を行った。表1に示す各熱処理条件で作製した塗膜の密着性評価を行ったのち、24時間浸漬（水道水）させ、常温で水気をとばした後に再び密着性評価を行った。

### 3. 結果

#### 3. 1. 添加剤の選定

エポキシ系シランカップリング剤を添加した黒呂色漆の各配合比と密着性評価結果を表2、評価後の写真

を図2に示す。

**表2 密着性評価結果**  
(エポキシ系シランカップリング剤)

配合比		クロスカット 評価結果
黒呂色漆	エポキシ系シラン カップリング剤	
100	: 1	分類5
100	: 2	分類5
100	: 5	分類5
100	: 10	分類5

配合比			
(黒呂色漆:エポキシ系シランカップリング剤)			
100:1	100:2	100:5	100:10
分類5	分類5	分類5	分類5

**図2 密着性評価結果**  
(エポキシ系シランカップリング剤)

今回の試験では、エポキシ系シランカップリング剤の添加による黒呂色漆のガラスへの密着性向上は確認できなかった。

次に、アミノ系シランカップリング剤を添加した黒呂色漆の各配合比と密着性評価結果を表3、評価後の写真を図3に示す。

**表3 密着性評価結果**  
(アミノ系シランカップリング剤)

配合比		クロスカット 評価結果
黒呂色漆	アミノ系シラン カップリング剤	
100	: 1	分類5
100	: 2	分類5
100	: 5	分類5
100	: 10	分類5

配合比			
(黒呂色漆:アミノ系シランカップリング剤)			
100:1	100:2	100:5	100:10
分類5	分類5	分類5	分類5

**図3 密着性評価結果**  
(アミノ系シランカップリング剤)

今回の試験では、アミノ系シランカップリング剤の添加による黒呂色漆のガラスへの密着性向上は確認できなかった。

最後に、エポキシ系塗料を添加した黒呂色漆の各配合比と密着性評価結果を表4、評価後の写真を図4に示す。

**表4 密着性評価結果 (エポキシ系塗料)**

配合比		クロスカット 評価結果
黒呂色漆	エポキシ系塗料	
100	: 10	分類5
100	: 25	分類5
100	: 50	分類5
100	: 75	分類4
100	: 100	分類1
100	: 125	分類1

配合比		
(黒呂色漆:エポキシ系塗料)		
100:10	100:25	100:50
分類5	分類5	分類5
100:75	100:100	100:125
分類4	分類1	分類1

**図4 密着性後写真**  
(エポキシ系塗料)

エポキシ系塗料を添加した黒呂色漆では添加量の増加とともに密着性の向上が確認できた。添加量が黒呂色漆と等量の100wt%を越えると「分類1」を達成した。

### 3. 2. 熱処理条件の検討

3. 1の結果から、エポキシ系塗料を等量添加した黒呂色漆の熱処理条件の検討を行った。乾燥性評価後の写真を図5に示す。塗膜が乾燥していないものは、塗膜表面が白化したり、エタノールを含ませた紙に漆が移って黒くなる。それぞれに変化がないものを塗膜が乾燥したと判断した。また、各熱処理条件で乾燥させた塗膜の密着性、乾燥性の結果を表5にまとめる。



図5 乾燥性評価後の写真  
(この場合、乾燥性を×とする)

表5 各熱処理条件の密着性と乾燥性の評価結果

熱処理条件		密着性	乾燥性
170℃	5分	分類1	×
	10分	分類1	×
	15分	分類1	×
	20分	分類1	○
	25分	分類1	○
	30分	分類1	○
180℃	5分	分類2	×
	10分	分類1	×
	15分	分類1	×
	20分	分類1	○
	25分	分類1	○
	30分	分類1	○
190℃	5分	分類1	×
	10分	分類2	×
	15分	分類2	○
	20分	分類2	○
	25分	分類1	○
	30分	分類1	○
200℃	5分	分類2	×
	10分	分類2	○
	15分	分類2	○
	20分	分類1	○
	25分	分類1	○
	30分	分類1	○

170、180℃では20分以上加熱することで塗膜の乾燥が確認できた。190℃では15分、200℃では10分で乾燥することが確認できたことから、温度を上げることによって、より短時間で塗膜を乾燥させることが可能であるという結果が得られた。一方で、温度の上昇と密着性に関する関係性は無く、分類1または分類2を示した。これは塗膜の膜厚が5μmと非常に薄いことによるバラツキと考える。

今回の結果から、より短時間で塗膜が硬化する「200℃、10分」を熱処理条件とした。

### 3. 3. リコート性の評価

リコート後の密着性評価結果を表6に示す。

いずれの塗膜もリコート時には良好に塗布できた。また、リコート後の密着性評価では層間剥離などの不具合はなく、15試料のうち13試料で「分類0」を達成した。

表6 リコート性評価結果

熱処理条件		リコート性	密着性
170℃	20分	○	分類0
	25分	○	分類1
	30分	○	分類1
180℃	20分	○	分類0
	25分	○	分類0
	30分	○	分類0
190℃	15分	○	分類0
	20分	○	分類0
	25分	○	分類0
200℃	10分	○	分類0
	15分	○	分類0
	20分	○	分類0
200℃	25分	○	分類0
	30分	○	分類0

### 3. 4. 24時間水浸漬後の密着性評価

表1の熱処理条件で作製した塗膜の密着性評価を行った後、水道水に24時間浸漬させた(図6)。その後、乾燥させ水気が無くなった後で再びクロスカット法による密着性評価を行った。その結果を表7に示す。

いずれの塗膜も浸漬前後で密着性評価結果は変わらなかった。



図6 浸水時の写真

表7 密着性評価結果（24時間水浸漬前後）

熱処理条件		24時間水浸漬前 密着性	24時間水浸漬後 密着性
170°C	20分	分類1	分類1
	25分	分類1	分類1
	30分	分類1	分類1
180°C	20分	分類1	分類1
	25分	分類1	分類1
	30分	分類1	分類1
190°C	15分	分類2	分類2
	20分	分類2	分類2
	25分	分類1	分類1
	30分	分類1	分類1
200°C	10分	分類2	分類2
	15分	分類2	分類2
	20分	分類1	分類1
	25分	分類1	分類1
	30分	分類1	分類1

## 5. 結言

黒呂色漆のガラスへの密着性向上を目的としてシランカップリング剤とエポキシ系塗料を添加した結果、エポキシ系塗料を黒呂色漆の等量添加し、塗布後に熱処理（200°C、10分）を加えることで良好な密着性（分類1）を得られることが分かった。また、リコート性、24時間浸水後の密着性においても良好な結果が得られた。今回の研究結果を報告し、申請企業に試作品の作製指導を行った（図7）。申請企業にてサービスを開始できるよう今後も技術支援を行っていく。



図7 試作品の写真

# 漆ろうの製ろう方法の確立

## Modern method of URUSHI Wax making

会津若松技術支援センター 産業工芸科 志鎌一江 出羽重遠  
 応募企業 有限会社山形屋本店

会津地方に伝わる漆ろうそくの復活と製品化を目指して、現代に適した製ろうを行う工法及び工程を確立するため、製ろうに必要な道具の検証と選定を行い、ウルシの実から効率的に漆ろうを得ることが可能となった。

Key words: ウルシ、漆、はぜ、絵ろうそく、ろう、製ろう、抽出、搾る

## 1. 緒言

応募企業は、江戸時代より会津若松市内で絵ろうそくの製造と販売を行っている。絵ろうそくは、江戸時代に最高級品のろうそくとして献上品、仏事や婚礼などの冠婚葬祭に用いられ、会津地方では、古くは室町時代より漆の実から搾った漆ろうを原料にろうそくを生産していた。諸説あるが、ろうを搾るためにウルシの木の栽培が行われ、後に樹液を採取するようになり、漆器産業が発展したとも言われている。しかし明治期には、漆ろうより多くのろうが採取できるハゼノキのはぜろうに代わり、さらには輸入されたパラフィンワックスの普及に伴って、漆ろうは製造されなくなった。

近年になり、会津地方で漆樹液の採取のためにウルシの木の植栽活動が行われるようになったことから、応募企業より採取したウルシの実を活用し、漆ろうそくを製造したいと相談があった。しかし、現存する製ろう技術は伝統的な方法を保存継承するにとどまり、企業が希望する現代の製造現場に合った工法ではない。

そこで本研究では、過去の工法やその他のろうの製造方法、油の抽出方法などを参考に、必要な道具を選定し、現代にあった工法と工程を提案し、応募企業による会津の漆ろうそくの復活及び製品化のための支援を行った。

## 2. 工法と工程の検証と道具の選定

### 2. 1. 伝統工法と開発対象の工程

漆の実の製ろう工程を記した資料としては、1887年に出版された初瀬川健増著の「漆樹栽培書」<sup>1)</sup>がある。この伝統工法は、房を実と茎に分けた後、杵と臼を用いて殻とろう粉、種子に分け、砕いたろう粉は蒸して麻紐を編んだ麻袋に入れる。麻袋は、圧搾に耐えられるよう頑丈にできている。木製の圧搾用の道具に蒸したろう粉の入った麻袋を置き入れ、大きな杭を打ち込み、圧搾する(図1)。



図1 伝統工法でろうを搾る 伝統道具のドウとヤ  
 漆樹栽培書より転載

「漆樹栽培書」から工程表(表1)を作成し、それぞれの工程に使われた道具の機能や役割をもとに、活用できる現代の道具を検討し選定した。

検討を行う工程は、採取した種を房から外す工程から、ろうを搾り固める工程(表1の工程3~9)である。

表1 漆ろうの伝統製ろう工程表  
 初瀬川健増著「漆樹栽培書」<sup>1)</sup>より作成

工 程	作 業 内 容
1	実もぎ(採取) 漆の実を柄の長い道具で突く
2	乾燥 冬の間に乾燥させる (明確な期間の記載なし)
3	実落とし 房を種と茎に分ける
4	実つき 杵と臼で粉碎し 種子と殻に分ける
5	ふるい 殻を外皮と ろう(ろう粉)に分ける
6	実ふかし ろう粉を蒸す
7	実つめ 麻袋に蒸したろう粉を入れる
8	ろう搾り ろうを搾る
9	ろう(生ろう) 搾ったろうを冷やして固める

### 2. 2. 目標設定

本研究では、応募企業の要望から、3つの目標値の設定を行った。

ろう搾りの伝統工法は、応募企業の製造現場には道具の大きさや規模が適さない。そこで、一人でもろう搾りが行える畳半畳程度の小面積で行える道具を選定することを一つ目の目標とした。

伝統工法で搾ったろうは生ろう（きろう）と呼び、ろうそく製造工程の際に、温めたらうを数回にわたりザルなどでろ過し不純物を取り除いてから、ろうそくを製造していた。今回、抽出するろうは、応募企業が自社製品に使用しているはぜろうの品質に近い、不純物の少ないろうとすることを二つ目の目標とした。

また、伝統工法で搾った生ろうはろ過のたびにろうの量が減ってしまうため、ろ過の作業を極力行わない方法を検討した。採取量は、「漆樹栽培書」に記されたものから計算した値（30～40%程度）の採取量を三つ目の目標とした。

### 2. 3. 実落とすと実つき、ふるいの工程

表1の工程3の実落とすは、伝統工法では、ハシゴ状もしくは洗濯板状の道具（図2）を用いていた。



図2 実落とし  
漆樹栽培書より転載

今回は苗カゴ（図3）も含め、格子状の道具を中心に比較し、選定することとした。市販の苗カゴは、一度に大量に房から種をこすり落とすことが可能だが、格子の目が大きく不ぞろいで、種と茎が分離しきれず、不採用とした。木の櫛や千歯こきなど、すいて落す方法なども検討したが、歯の隙間に茎が残って挟まり効率が悪く、手間と時間がかかり不採用とした。次に市販の園芸用のふるいの金網（図4）を検証した。



図3 苗カゴ



図4 金網（目は1cm程度）

金網状でしかも種が落ちる2メッシュ程度のサイズを使用することで、あまり力をかけずに可能な限り種だけが落とせ、短時間で大量に種と茎に分離することができ、効率が良かった。このことから、実おとしの

工程は、金網を採用した。

表1の工程4の実つきの工程は、杵と臼の他に、市販の園芸用の野菜ネット（図5）に房ごと漆の実を入れ、棒（砧、胴の平らな瓶も含む）で叩く方法<sup>2)</sup>を検証した。この方法は、ネットの中に茎と種が残り、ろう粉と細かな殻とに分けることができることから、表1工程3の実落とすと、工程4の実つき、ネットの細かさにより工程5のふるいまでを一度で行える。しかし、杵と臼と同様に、人力に頼る部分の多い作業であり、仕上がりが均一にならず、ネットも破けて頻繁に交換が必要となり、作業効率が安定しないため、不採用とした。

次に、市販のジュースミキサー（図6）による検証を行った。漆の種は、かくはん翼の回転で、種子と殻、ろうの粉が分離する。しかし機器が熱を発生するため、ろうが溶けだす場合があるので、ろうがジュースミキサーの翼のまわりに付着したら、ヘラでそぎ落とす必要があった。このジュースミキサーは作業面積も小さく、工程を一人で行え、短時間でろう粉と殻、種に分けることが可能であるため、この方法を採用した。



図5 園芸用野菜ネット  
での粉砕



図6 ジュースミキ  
サーでの粉砕

表1の工程5のふるいの工程は、いくつかのふるいの目を検証した結果、調理用の荒目（16メッシュ程度）のふるいと細目（42メッシュ程度）のふるいの、2回ふるいを行うことにした（図7、8）。荒目のふるいで種子と大きな殻を取り除き、細目のふるいで小さな殻を取り除き、ろう粉だけをより分けた。



図7 荒目のふるい種子  
と大きな殻の分離



図8 細目のふるい小さな  
殻とろう粉の分離

## 2. 4. 実ふかしと実つめ

現在のはぜろうは、溶剤による抽出が主流だが、伝統工法は圧搾方法である。ろうを搾る場合、実などを水蒸気で蒸したり、煮た後、圧搾してろうを抽出する。今回は蜜ろうの抽出に利用されている、煮る方法を採用した。この方法は、搾ったろうと水が冷えると、ろうは水に浮いて多くの不純物やゴミは沈殿するため、荒い麻袋に入れて蒸して搾る伝統工法に比べ、不純物の少ないろうが抽出できる。溶剤による抽出方法は、コストや工程と道具が増えて手間がかかるため、不採用とした。

次に、実つめ袋は、ろう粉を入れてふるったとき、微細のろう粉が落ちてくる程度の目の木綿布で製作した(図9)。煮る湯の温度は、ろうが十分溶ける温度である80℃以上、100℃以下となるよう調整をしながら加熱を行い、ろう粉と同じ重量の水で煮た(図10)。



図9 木綿の袋にろう粉をつめる



図10 ろう粉の入った袋を煮る

## 2. 5. ろう搾り

今回、抽出するための圧搾器を調査した中から、蜜ろうを搾る器具を参考に、試験用の簡易の圧搾器(図11)を製作し検証した。小さなバケツの内側に、木の底板と天板を設置し、その間に煮たろう粉の入った袋をはさみクランプで圧搾した。小さなバケツの底面近くの側面に穴を開け、搾ったろうの排出口とした。ろうは抽出され、搾ったろうを冷やすと、ろうは水に浮いて固まり(図12)、多くの不純物(図13)は水に沈殿し、ろう(図14)を抽出することができた。



図11 簡易の圧搾器



図12 抽出したろう分



図13 沈殿物



図14 固まったろう

次に、実用試験として市販の圧搾器の手動蜜ろう分離器(直径、高さともに30cm)を使用した。圧搾後のろうは、すぐに固まって作業効率が悪くなるため、この圧搾器の下に電熱線の電気コンロを設置し(図15)、鍋状の容器部分を温めながら搾った。また袋の中のろう粉には、少しずつ湯をかけながら、温度が70℃以下に下がらないようにしながら搾った。抽出したろうは、容器の内側に付着し固まらないように、一定の間隔で80℃程度の湯をかけて溶かしながら搾った(図16)。



図15 電気コンロを設置した市販の圧搾器



図16 圧搾天板にもろうは冷えて付着するため湯で鍋に流す

## 3. 結果

2.2. で目標とした、一人でろう搾りが行える量半量で行える道具として、ジュースミキサーと市販の圧搾器を選定した。ろうの抽出方法は、煮る方法に変更した結果、目標とした品質に近い、不純物の少ないろうが抽出できた。今回の方法で抽出したろうの採取量は表2に示した通り36%であり、目標とした30~40%を達成できた。また、実ふかしの工程を煮る方法にした結果、複数回にわたり搾ることが可能となった。

表2 ろうの抽出量

ろう粉(g)	6,720
抽出したろう(g)	2,455
採取量(%)	36

$$\text{採取量(}\%) = \frac{\text{抽出したろう(g)}}{\text{ろう粉(g)}} \times 100$$

本研究で確立した工程を表3に示す。先に実つめを行い、それを湯で煮ることとしたため、伝統工法の工程6（実ふかし）と工程7（実つめ）とは順序が逆となった。

表3 現代の道具を用いた製ろう工程  
（表1の工程3～9のみ記載）

工 程	作 業 内 容
3 実落とし	目が1cm程度の金網で 実と茎に分ける
4 実つき	ジュースキサーを使用して 粉砕する
5 ふるい	メッシュ16程度と42程度の ふるいを使用し、ろう粉をふるう
6 実つめ	袋にろう粉を入れる
7 実ふかし	袋に入れたままろう粉を煮る
8 ろう搾り	袋に入れたまま、 蜜ろう分離器で搾る
9 ろう（生ろう）	搾ったろうと水の混合物を 冷やして、ろうだけを固める

#### 参考文献

- 1) 初瀬川健増. 漆樹栽培書  
正編 増訂2版. 1887.
- 2) 竹内克己, 細谷誠, 村上修一, 岩橋正義. 漆種の  
ハイター脱ろうの試み(会津スタイル). うるしニ  
ュースNo.19. 2019. 漆を科学する会

#### 4. 結言

本研究により、現代の道具を用いた製ろう工法と工程を確立し、応募企業の要望どおり、道具、品質、採取量に関する3つの目標を達成した。本研究による、現代の道具を用いた製ろう工程は、応募企業へ技術移転を行った。

応募企業において、漆ろうを用いて試作した絵ろうそくを図17に示す。このろうは、市販のはぜろうと比較すると緑色の強い色味で、ねばりや艶などが強かったが、ろうそく製作工程中の下準備はほぼ変わらず、問題なく製造を行うことができたとの回答があった。



図17 応募企業が試作した絵ろうそく

# 福島県ハイテクプラザ試験研究報告

令和2年度（2020年度）

令和3年7月発行

## 福島県ハイテクプラザ

〒963-0297 郡山市待池台1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番地の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番1

代	表	0242-39-2100				
醸	造	・	食	品	科	0242-39-2977
産	業	工	芸	科	0242-39-2978	
F	A	X	0242-39-0335			

## 福島県ハイテクプラザ南相馬技術支援センター

〒975-0036 南相馬市原町区萱浜字新赤沼83番

代	表	0244-25-3060						
機	械	加	工	ロ	ボ	ット	科	0244-25-3060
F	A	X	0244-25-3061					

## 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杭出作23番32号

代	表	0246-44-1475				
機	械	・	材	料	科	0246-44-1475
F	A	X	0246-43-6958			

編集

福島県ハイテクプラザ 産学連携科

URL <http://www.pref.fukushima.lg.jp/w4/hightech/>

E-mail [hightech-info@pref.fukushima.lg.jp](mailto:hightech-info@pref.fukushima.lg.jp)