

ISSN 0919-6676  
CODEN: SFHPFE

# 試験研究報告

平成22年度

福島県ハイテクプラザ

# 平成22年度 福島県ハイテクプラザ試験研究報告 目次

## ○研究開発事業

### 産業廃棄物減量化・再資源化技術支援事業

- |   |   |              |              |
|---|---|--------------|--------------|
| 1 | 石炭灰の再利用推進……………1<br>技術開発部工業材料科<br>相馬環境サービス株式会社   | 光井 啓<br>熊谷祐一 | 渡部一博<br>菅野 栄 |
| 2 | 電解加工廃液の再利用化技術の検討……………5<br>技術開発部工業材料研究科<br><br>株式会社IHI相馬工場<br>日本電工株式会社<br>株式会社エム・ティ・アイ | 中山誠一<br>渡邊由貴 | 杉内重夫<br>矢内誠人 |

### ふくしま県産果実高度利用推進事業

- |   |  |              |              |      |
|---|--|--------------|--------------|------|
| 1 | 県産果実の高度利用技術開発（第1報）……………8<br>－県産果実を使用した一次加工品等の開発－<br>会津若松技術支援センター醸造・食品科 | 一条晶恵<br>本名秀美 | 後藤裕子<br>鈴木賢二 | 大島健司 |
| 2 | 県産果実の高度利用技術開発（第2報）……………12<br>－会津みしらず柿の機能性について－<br>会津若松技術支援センター醸造・食品科   | 大島健司<br>本名秀美 | 一条晶恵         | 後藤裕子 |

### 受託研究事業

- |   |   |                              |                |
|---|---|------------------------------|----------------|
| 1 | 窒素吸収法による高機能化ステンレス鋼の実用化に関する研究開発……………14<br>－熱力学計算を用いた材料設計法の確立－<br>(新規産業創造技術開発補助金事業)<br>技術開発部工業材料科<br>技術開発部生産・加工科<br>林精器製造株式会社 | 光井 啓<br>栗花信介<br>池浦清一<br>深山 茂 | 大沼 孝<br>佐藤幸伸   |
| 2 | 微細射出成形用マイクロ金型の作製と成形技術の研究開発……………18<br>技術開発部プロジェクト研究科<br>いわき技術支援センター機械・材料科<br>株式会社ファインラバー研究所                                  | 安齋弘樹<br>三瓶義之<br>高木和久         | 市川俊基<br>岩崎宏祥   |
| 3 | 微細流路金型の改良・開発……………20<br>技術開発部プロジェクト研究科<br>いわき技術支援センター機械・材料科<br>ムネカタ株式会社R&Dセンター   | 市川俊基<br>三瓶義之<br>梅津真門         | 安齋弘樹           |
| 4 | 絹特殊加工糸を活用したシルク人工毛皮の開発……………22<br>(財団法人大日本蚕糸会 貞明皇后蚕糸記念科学技術研究助成)<br>技術開発部プロジェクト研究科<br>福島技術支援センター繊維・材料科                         | 東瀬 慎<br>長澤 浩<br>菅野陽一         | 伊藤哲司<br>佐々木ふさ子 |

5	高密度積層縫合による防刃衣料素材の開発……………25 (JST研究成果最適展開支援事業 本格研究開発 ハイリスク挑戦タイプ) 技術開発部プロジェクト研究科 東瀬 慎 永山産業株式会社 永山龍太郎 株式会社東北撚糸川俣工場 金井史郎 株式会社シラカワ二本松工場 菅野幸二
6	高耐熱合金部品のバリ取り及びエッジ仕上げ技術の確立と自動機の開発……………28 (平成21～22年度東経連産学マッチングFS助成事業) いわき技術支援センター機械・材料科 緑川祐二 株式会社スター精機 星 正憲 佐藤 真
7	インサート成形による電極付マイクロバイオチップの作製技術の確立……………31 (平成21年度JST地域イノベーション創出総合支援事業) 技術開発部プロジェクト研究科 安齋弘樹
8	マイクロインサート成形用金型の精密位置決め機構の開発……………33 (平成19年度JST地域イノベーション創出総合支援事業 シーズ発掘試験) 研究開発部プロセス技術グループ 安齋弘樹 本田和夫
2	超小型部品の鉛フリー実装技術における細密溶接技術の研究開発……………36 ーインライン化した細密接合評価技術の開発ー (平成19～21年度戦略的基盤技術高度化支援事業) 技術開発部生産・加工科 吉田英一 浜尾和秀 三瓶義之 栗花信介 技術開発部プロジェクト研究科 伊藤嘉亮 東成エレクトロビーム株式会社 高島康文 西原啓三 アスター工業株式会社 橋本一秋 国分 均
10	液晶用高品位内面拡散板製造法の開発……………38 (平成18～19年度地域新生コンソーシアム研究開発事業) 研究開発部プロセス技術グループ 吉田 智 三瓶義之 小野弘道 伊藤嘉亮

---

## 試験研究機関ネットワーク共同研究事業

---

1	キリの成長促進や病虫害抵抗性を発現する土壌微生物の解明……………41 技術開発部生産・加工科 鈴木英二 大野正博 林業研究センター林産資源部 内海 亨
2	良質ソバ安定供給技術の確立による県産ソバブランド化の推進……………44 ー収穫後の調製や保蔵条件がソバの品質に及ぼす影響ー 会津若松技術支援センター醸造・食品科 小野和広 菊地伸広 農業総合センター 会津地域研究所 鈴木 哲

---

## 環境・新エネルギー新製品・新技術開発支援事業

---

1	新エネルギー普及のための監視装置の検討……………47 技術開発部生産・加工科 須藤尚子 大内繁男 高樋 昌 鈴木 剛 吉田英一
2	ローカルエネルギーを活用する油圧式省エネルギーシステムの調査……………49 いわき技術支援センター 藤井正沸 いわき技術支援センター機械・材料科 佐藤善久 三浦文明 高橋幹雄

---

## ニーズ対応型研究開発事業

---

- 1 電解作用を用いたバリ取り技術の開発……………52  
(平成19年度ニーズ対応型研究開発事業)  
研究開発部プロセス技術グループ 緑川祐二 吉田 智  
株式会社ムラコシ精工 水原孝一 金子裕太

## ○技術相談・移転事業

---

### 戦略的ものづくり技術移転推進事業

---

#### 公募型ものづくり短期研究開発事業

- 1 振動荷重を受ける溶接構造体の疲労強度設計手法の確立……………55  
技術開発部工業材料科 工藤弘行 五十嵐雄大  
アネスト岩田株式会社 富塚利司
- 2 信頼性工学の応用によるセンサー部品の性能改善……………57  
技術開発部工業材料科 工藤弘行 橋本政靖  
技術開発部プロジェクト研究科 西村将志  
ネミコン株式会社 村越正保
- 3 オリジナルストール用織物のまわりつきの軽減……………59  
福島技術支援センター繊維・材料科 伊藤哲司  
齋藤産業有限会社 齋藤捷一 佐藤正晴
- 4 「ニシン山椒漬」の殺菌手法の検討による品質向上……………61  
会津若松技術支援センター醸造・食品科 一条晶恵 鈴木賢二  
株式会社会津二丸屋 長尾剛史
- 5 地元産味噌と酒粕を用いた味噌漬け会津地鶏の開発……………63  
会津若松技術支援センター醸造・食品科 大島健司 本名秀美  
株式会社会津地鶏ネット 関澤好春
- 6 低精白米を使用した純米酒の開発……………66  
会津若松技術支援センター醸造・食品科 高橋 亮 佐藤奈津子  
 榎田長子 鈴木 賢二  
国権酒造株式会社 細井信浩
- 7 蓄電池集電部用高速溶接装置の開発……………68  
いわき技術支援センター機械・材料科 佐藤善久  
本多電機株式会社技術部 伊藤雅人
- 8 電氣的に安定な特性を持つNTCサーミスタの開発……………70  
(平成19年度実施)  
研究開発部材料技術グループ 宇津木隆宏 内田達也 杉内重夫  
鶴見精機株式会社 白河工場 小野寺 誠

# 石炭灰の再生利用推進

## Promotion of Recycling Coal Ash

技術開発部 工業材料科 光井 啓 渡部 一博  
相馬環境サービス株式会社 熊谷 祐一 管野 栄

火力発電所が多数立地する本県では産業廃棄物として年間約130万トンの石炭灰が排出されている。その多くは土木・建築分野や農業用資材として多用されているものの、石炭灰を用いない既存資材とのコスト競争により利用が拡大しないのが現状で、より付加価値を持った石炭灰の再生用途開発が求められている。本研究では、石炭灰をショットピーニング加工用のショット材として再生利用する研究を行い、石炭灰の再生ショット材の製造方法を確立した。被加工品の表面性状を評価した結果、再生石炭灰ショット材は市販材と同等の処理性能を有することが確認できた。

Key words : 石炭灰、フライアッシュ、プラスト、ショットピーニング

### 1. 緒言

火力発電所では石炭を燃焼させ、そのエネルギーを電気に変えている。この燃焼によって熔融状態になった灰の粒子は、図1に示すように、ボイラ底部に凝集し多孔質な塊となってクリンカホッパに落下堆積するもの(クリンカアッシュ)と、高温の燃焼ガス中を浮遊し、ボイラ出口で温度の低下にともない、球形微細粒子となって電気集じん器に捕集されるもの(フライアッシュ)とに分かれる。本県では産業廃棄物として年間約130万トンの石炭灰が排出されており、それらの石炭灰は、土木・建築分野や農業用資材で多用されているが、石炭灰を用いない既存資材とのコスト競争により利用が拡大せず、より付加価値を持った新たな用

途開発が求められている。

特に、排出される石炭灰のうちクリンカアッシュが1割程度であるのに対し、フライアッシュは8割以上占める。クリンカアッシュは軽石状のものであることから、農業用資材として十分な需要がある一方、フライアッシュは、その排出量に比してコンクリート材料としての需要は少なく、県内では30万トン以上が最終処分場で埋立処分されているのが現状である。

そこで、本研究では、フライアッシュの再生利用に関する研究を行い、比較的高価な工業製品材料としての用途開発を目指した。

### 2. 実験結果

#### 2. 1. フライアッシュの形態評価

図2(a)および2(b)にフライアッシュのSEM二次電子像(日立・S-3500N、Ptコーティング)を示す。従来から、フライアッシュは熔融状態の灰の微粒子が凝固したものであることから球状を呈していると言われている。本研究においても、粗大粒子には不定形粒子が多いものの、数十 $\mu\text{m}$ 以下のものはほとんどが球状を呈していることが確認された。不定形粒子についても、拡大観察すると球状粒子が凝集凝固したものであることがわかった。

図3にフライアッシュの粒度分布測定結果(セイシン企業・LMS-24)を示す。本研究で用いたフライアッシュの平均粒子径は、体積分布で18.1 $\mu\text{m}$ であるが、1 $\mu\text{m}$ 以下の微粉末や100 $\mu\text{m}$ 以上の粗粉末もあり粒度分布に広がりがあることがわかる。球形粒子を仮定して算出した個数分布では、1 $\mu\text{m}$ 以下の粒子が大部分を占めていることがわかる。

#### 2. 2. フライアッシュの成分

表1に蛍光X線分析による成分分析結果を示す。フライアッシュはSiを主成分とするガラス質粒子で、Siの他、Al、Mg、Ca、Na、K、Ti、Fe等を含んでいる。石炭は主に海外から輸入したもので、産地によって成分に違いがある。また、図4に示すように、

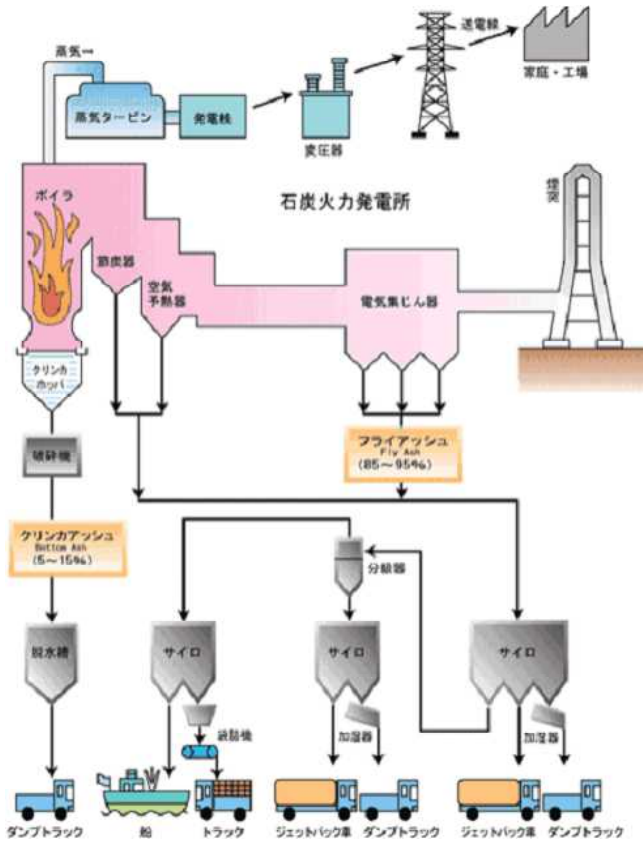


図1 石炭火力発電所<sup>1)</sup>

表1 フライアッシュの蛍光X線分析結果

元素	B	C	O	Na	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Ti	Fe
分析値 /mass%	0.60	6.39	57.6	0.25	0.44	11.4	18.9	0.15	0.79	0.79	0.63	2.09

SEM-EDS 分析の結果、各元素の含有比率は大きさと形状により異なることがわかった。成分の違いにより、融点や比重が変化し、それぞれ特徴的な形状・大きさを持つと考えられる。

### 2. 3. ショットピーニング加工用のショット材としての応用

ショットピーニング加工とは、金属製被加工材に無数の丸い球(ショット材)を高速度で衝突させる加工方法である。ショット材には、通常、鉄やセラミックス製の球形粒子が使用される。材料表面に衝突したときの大きな力と発熱により塑性変形と局部熱処理の作用

を利用し、表面硬度の増加や耐疲労特性の向上など、さまざまな効果が期待される加工方法である。

工業的に多用されているショットピーニング加工は、1mm程度の鉄球を使用した、主に鉄鋼製品の耐金属疲労特性の向上を目的としたものであるが、最近、マイクロショット加工あるいは精密ショット加工と呼ばれる、微粒子ショット材を用いたショットピーニング加工方法が注目されている。使用するショット材が細かいため、部品の寸法変化や製品の極表面のみの改質が可能なことから、変寸を嫌う精密金型部品や変形しや

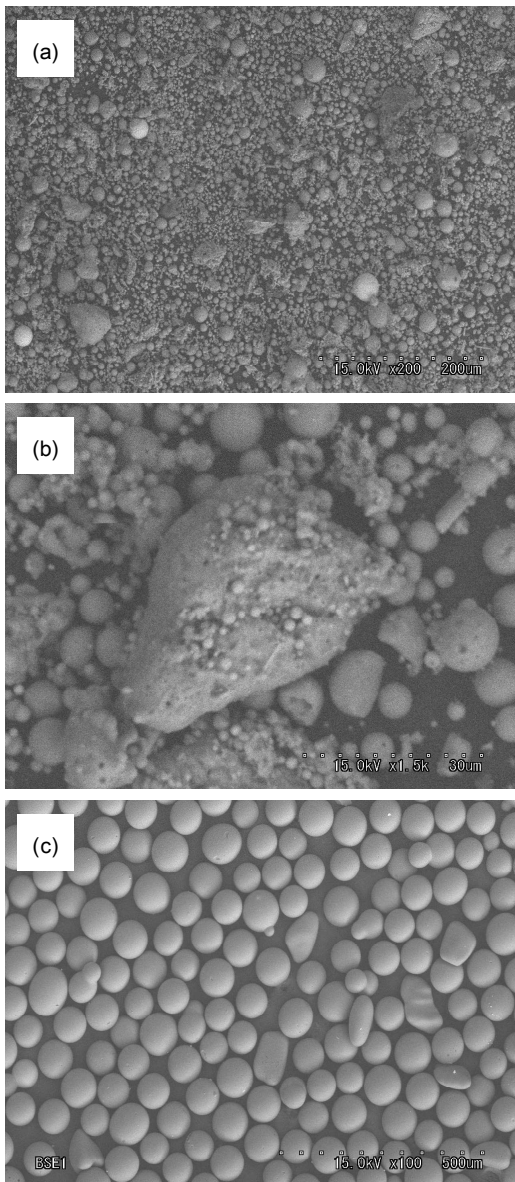


図2 SEM二次電子像 (a)フライアッシュおよび(b)その不定形粒子、(c)市販ショット材

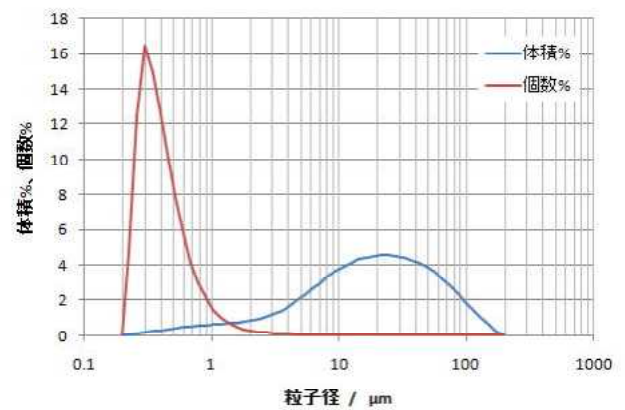


図3 フライアッシュの粒度分布

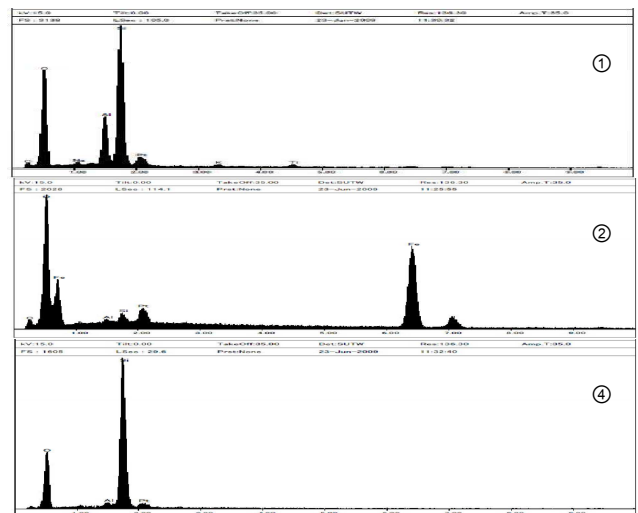
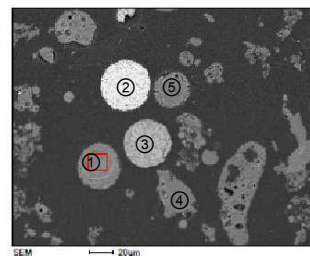


図4 フライアッシュのSEM-EDS分析結果

すい非鉄金属製品など特殊製品分野における表面改質方法として普及し始めている。

本研究では、平均粒度が数十 $\mu\text{m}$ の球形微粒子という特徴を生かして、フライアッシュのショットピーニング処理法について検討を行った。

フライアッシュおよび比較用市販材(FGB-200：平均粒径 $90\text{--}75\mu\text{m}$ 、図2(c))をショット材とした重力式汎用手動ショットピーニング装置(不二製作所・ニューマブラスター P-SGF-4(A))によるショットピーニング加工実験を行い、加工面の特性評価を行った。被加工材として金型材 SKD61(20mm 角 $\times$  t5mm、52HRC、#による表面研削)を用い、ショット距離(WD)を約120mm、処理時間を約60秒に統一し、鉛直方向から投射加工した。

### 2. 3. 1. 再生石炭灰ショット材の試作

図5に実際のショット加工風景を示す。フライアッ

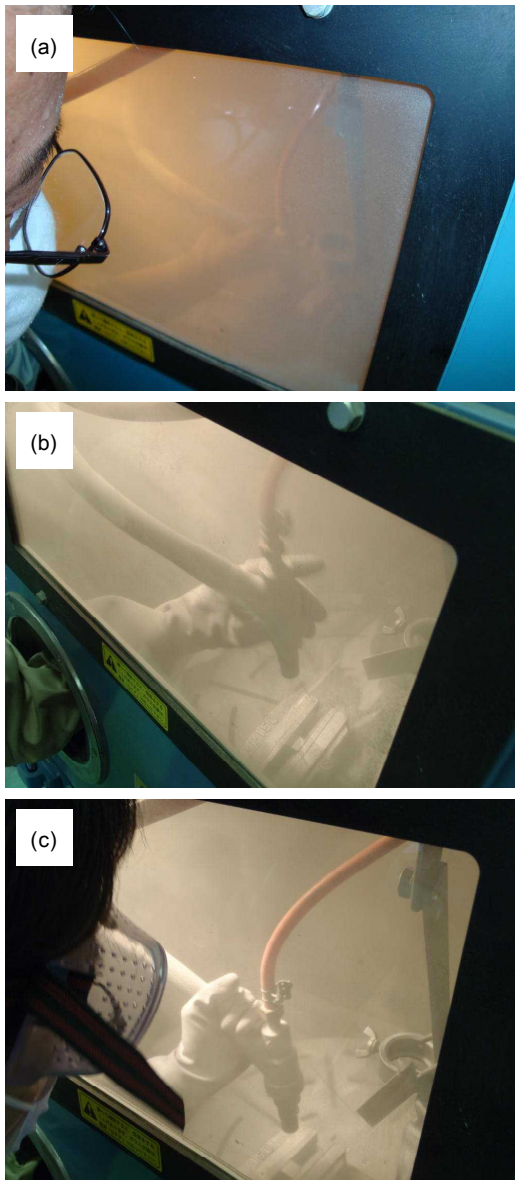


図5 ショットピーニング加工風景 (a)フライアッシュ、(b)再生石炭灰ショット材、(c)市販ショット材

シュをそのまま使用すると、図3に示すように $1\mu\text{m}$ 以下の超微粒子が多く含まれているため、それがチャンバー内に舞い上がり手元がほとんど見えず、作業性に著しく支障が出るのがわかった。そこで、フライアッシュをショット材として使用できるような再生加工処理を検討した。これにより、図5(b)に示すように、市販材と同等程度に作業性を改善した。

### 2. 3. 2. 被加工材の表面特性評価

図6に再生石炭灰および市販ショット材を用いて加工圧力 $0.3\text{MPa}$ でショット加工を行ったSKD61の表面SEM観察結果を示す。市販ショット材を使用したものより表面粗さが大きいように見える。しかし、粗さ測定を行うと市販ショット材では $R_a=0.56\mu\text{m}$ 、 $R_z=3.50\mu\text{m}$ に対し、再生石炭灰ショット材では $R_a=0.37\mu\text{m}$ 、 $R_z=2.69\mu\text{m}$ とむしろ小さかった。一方、再生石炭灰および市販ショット材の輪郭曲線の横方向の平均周期長さを表す $R_{Sm}$ の値は、それぞれ $71.2\mu\text{m}$ および $158.4\mu\text{m}$ であり、再生石炭灰ショット材のほうが表面の凹凸の周期が短いために見かけ上表面粗さが大きく感じられるものと考えられる。

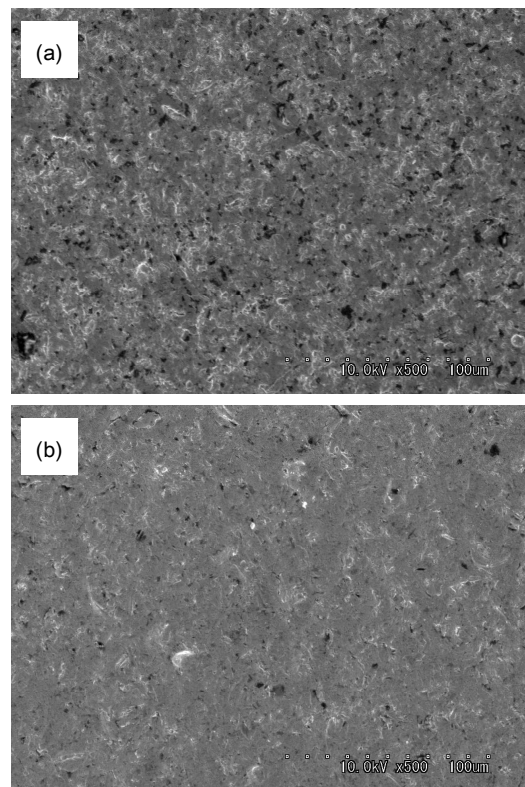


図6 ショット加工( $0.3\text{MPa}$ )を行ったSKD61の表面SEM像 (a)再生石炭灰、(b)市販ショット材

図7は被加工材の左半分をマスクした状態でショット加工を行ったときの断面形状(東京精密・SURFCOM 3000A)である。輪郭曲線の中央のエッジ高さが被加工材の減肉量と言える。再生石炭灰および市販ショット材の減肉量は、それぞれ $4.5\mu\text{m}$ およ

び  $1.7 \mu\text{m}$  で再生石炭灰のほうが大きい。市販ショット材は図2(c)に示すようにほぼ真球に近いため減肉量のほとんどは素材の塑性変形すなわちピーニング効果によるものと考えられる一方、再生石炭灰ショット材は図2(b)のような不定形粒子も含まれることから、ピーニングのほかに表面を削るブラスト効果も加わっていると考えられる。このことは上述した被加工材の表面観察や粗さ測定の結果とも整合性がある。

図8に加工圧力  $0.3\text{MPa}$  および  $0.5\text{MPa}$  でショット加工したときに付与される表面残留応力の測定結果(リガク・PSPC/MSF)を示す。ショット加工により付与される残留応力は専ら圧縮応力であるため縦軸を反転して表示している。いずれの加工圧力においても約  $1050\text{MPa}$  の圧縮応力を付与できており、市販ショット材と同等の応力付与性能があると言える。

図9に加工圧力  $0.3\text{MPa}$  でショット加工したときの深さ方向の残留応力分布を示す。市販ショット材と比較して圧縮応力の領域は浅いものの、内部に引張応力の発生領域が全くないのが特徴的である。これは不定形粒子が表面を少しずつ削っている効果であると考えられる。

### 3. 結言

本研究では、フライアッシュをショットピーニング加工用のショット材として再生利用する研究を行った。フライアッシュは粒径が  $1 \mu\text{m}$  以下の微粉末から  $100 \mu\text{m}$  以上の粗粉末を含む粒度分布に広がりを持った粉体であり、ショット材として使用するには作業性を改善するため再生加工処理が必要であることがわかった。本研究では再生加工処理法を検討し、再生石炭灰ショット材を試作することができた。また、再生石炭灰ショット材について以下のような知見を得た。

- ①不定形粒子を含む再生石炭灰ショット材を使用したショット加工はブラスト加工とピーニング加工を組み合わせた加工法である。
- ②表面粗さは市販ショット材より小さいが凹凸形状の周期が細かいため、見かけ上は粗く見える。
- ③ショット加工により市販ショット材と同等の表面残留圧縮応力を付与できる。
- ④深さ方向の残留圧縮応力付与領域は市販ショット材よりもやや浅いが、内部に引張応力発生領域を持たないという特徴がある。

### 参考文献

- 1) 日本フライアッシュ協会ホームページ

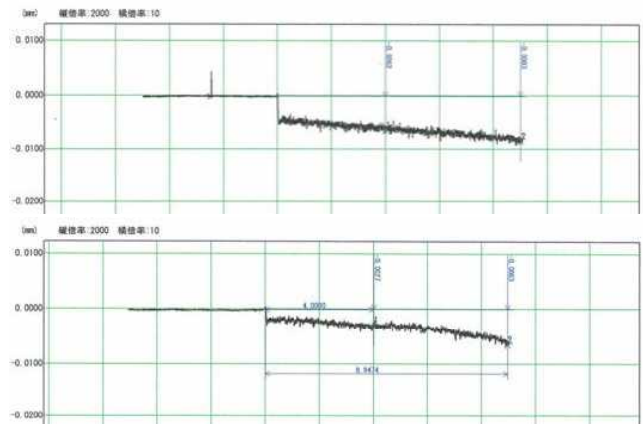


図7 ショット加工( $0.3\text{MPa}$ )を行ったSKD61の断面形状 (a)再生石炭灰ショット、(b)市販ショット材

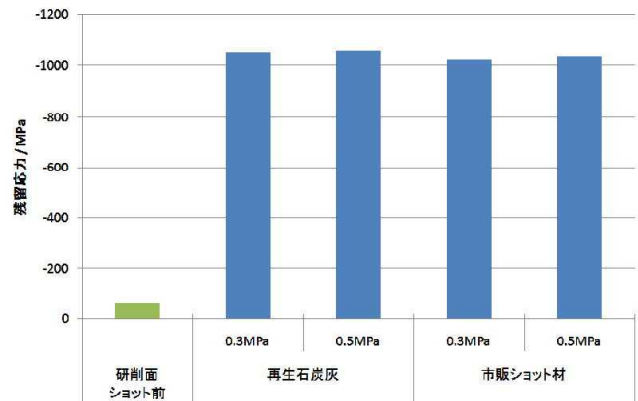


図8 ショット加工を行ったSKD61の表面残留応力

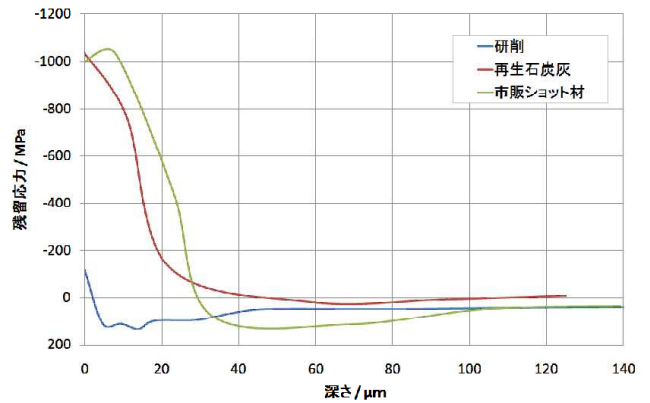


図9 ショット加工( $0.3\text{MPa}$ )を行ったSKD61の深さ方向の残留応力分布



# 電解加工廃液の再利用化技術の検討

Examination of Reuse Technology for Electrolytic Processing Waste Fluid

技術開発部 工業材料科 中山 誠一 杉内 重夫 渡邊 由貴 矢内 誠人  
株式会社 I H I 相馬工場 日本電工株式会社 株式会社エム・ティ・アイ

電解加工廃液を再利用化するための分離・回収方法の検討を行った。その結果、イオン交換法にてニッケルを、溶媒抽出法にてクロムを効率よく分離、回収することができた。また、硝酸を添加する条件でスラッジ分を大幅に減量することができた。

Key words:電解加工、廃液、分離、回収、イオン交換法、溶媒抽出法、スラッジ

## 1. 緒言

主に一体成形が必要で機械加工が困難な材質の金属製品の最終仕上げには、その表面粗さの精度が求められる点や簡便さなどの観点から電解加工法が用いられるケースが多い。電解加工法は工具を(−)極、被加工物(今回はインコネル材)を(+)極として間隙を隔ててセットし、間隙に電解液を流しながら直流電圧をかけることにより加工する手法(図1)であるが、溶け出した金属やスラッジが蓄積することで電解加工効率が低下するため、ある程度使用したところで電解液を交換、補充する必要がある。この際に大量の廃液が発生し、脱水・焼却などの減量化処理の後、埋立処分されており、県内でも年間200万トンの廃液が発生し、また、年間10万トンの埋立処分が行われている。この廃液やスラッジには、ニッケルなどの有価金属が含まれているにもかかわらず、取り出されることもなく産業廃棄物として処分されており、多大なコストがかかっているのが現状である。

そこで、電解加工廃液から有価金属を分離・回収し、めっき液などへの再利用につなげる方法を確立することを最終目標として、イオン交換法や溶媒抽出法などを応用し、種々の検討を行ったので報告する。

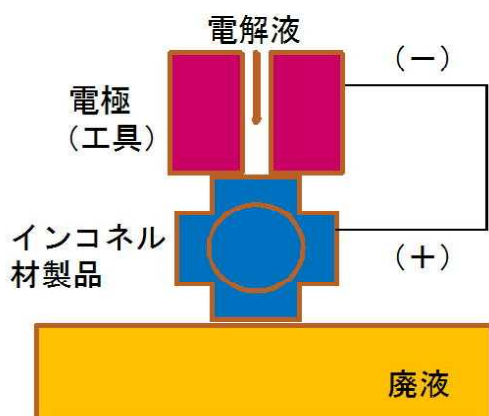


図1 電解加工法

## 2. 実験方法

### 2. 1. 試料

試料は、協力企業である、株式会社 I H I 相馬工場

より提供いただいた、電解加工液(図2)およびスラッジ(図3)を用いた。



図2 電解加工液



図3 スラッジ

### 2. 2. 試薬及び器具

試薬は、和光純薬工業製、特級を用い、ICP-AESによる定量分析のための検量線用標準液は、和光純薬工業製、原子吸光分析用標準液(1,000mg/l)を用い、検量線を作成した。また、ビーカー、メスフラスコ、ホールピペットなどの器具はガラス製のものを用いた。

### 2. 3. 装置及び定量条件

ICP-AESは、サーモフィッシャーサイエンティフィック製、iCAP6300 Duoを用いた。分析線波長はNi 231.604nm, Cr 267.716nm, Fe 259.940nm, Nb 309.418nm, Mo 202.030nm, Na 589.592nmで、両側のバックグラウンド補正を行った。蛍光X線分析装置(WDX)は、パナリティカル製、PW2400を、また、pHメータは、東亜ディーケーケー製、HM-16Sを用いた。

### 2. 4. 分析方法

#### 2. 4. 1. 電解加工液の成分分析

供試電解加工液はスラッジ分を含み、そのままではICP-AESによる定量分析ができないため、ろ紙によるろ過を行い、ろ液を定量分析に供した。ろ液は蒸留水で正確に50倍に希釈し、Na測定溶液は1万倍に希釈した。定容の際は硝酸(1+1)10mlを加え100mlにメスアップした。定量成分については、蛍光X線分析装置(WDX)にてスラッジ分を分析した際の主な検出成分(Ni, Cr, Fe, Nb, Mo)及び、電解液(硝酸ナトリウム)の濃度を算出するために、Naを定量分析することとした。

## 2. 4. 2. イオン交換樹脂による分離

イオン交換樹脂による電解加工液からのニッケルの回収を試みた。イオン交換樹脂は、協力企業である、日本電工株式会社から提供いただいた、ナトリウム型陽イオン交換樹脂を用い、この 200ml をクロマトグラフ管に充填（図 4）し、ろ別した電解加工液 50ml で満たした状態で 2 時間放置後採液し、ICP-AES による定量分析により、どれだけ分離、回収できたかを検証した。



図 4 イオン交換法外観

## 2. 4. 3. 溶媒抽出法によるクロムの分離

溶媒抽出法によるクロムの分離を試みた。電解加工液（ろ液）50ml に硝酸 5ml を添加し、200ml ビーカーに 2 等分した後、りん酸トリブチル 25ml を加え、マグネチックスターラーにて 30 分攪拌し、分液漏斗（100ml）に移し静置後、水相（下相）を採取して、ICP-AES による定量分析により、どれだけ分離、回収できたかを検証した。抽出は 2 回行い、2 回目の抽出は、1 回目の抽出液 20ml を 200ml ビーカーに分取し、りん酸トリブチル 20ml を加え、以下、1 回目と同じ操作を行った。溶媒抽出法の外観を図 5 に示す。



図 5 溶媒抽出法外観

## 2. 4. 4. スラッジの減量化

スラッジの減量化の検討を行った。攪拌したスラッジ込みの電解加工液 50ml をろ過、洗浄（蒸留水）した残渣を 105℃で 2 時間乾燥して重量測定したところ、約 0.1g であったため、これを 200ml トールビーカー中にて、電解加工液（ろ液）50ml に加え、下記条件を以て処理を行った後に、メンブランフィルターにてろ過、乾燥（105℃、2 時間）し、重量変化からスラッジの減少率を算出した。

条件①ブランク 室温 2 時間放置

条件②超音波のみ（超音波洗浄器）2 時間

条件③温度のみ（恒温槽）70℃ 2 時間

条件④酸のみ 硝酸 5ml 添加 室温 2 時間放置

条件⑤超音波+酸 硝酸 5ml 添加 超音波 2 時間

条件⑥温度+酸 70℃ 硝酸 5ml 添加 2 時間

## 3. 結果及び考察

### 3. 1. 電解加工液の成分分析結果

電解加工液の成分分析結果を表 1 に示す。

表 1 電解加工液の成分量

Ni	Cr	Fe	Nb	Mo
286	763	0.2	0.1未満	26.6

単位：mg/L

なお、Na 定量値から算出した硝酸ナトリウム濃度は 24.7%、pH は 6.13 であった。インコネル材はニッケルが主成分であるため、電解加工液もニッケル量が多いことを予想したが、ニッケルよりもクロム量の方が多い結果であった。また、鉄及びニオブは電解加工液にはほとんど溶解していないようであった。つまり、ニッケルや鉄、ニオブの多くはスラッジ分として存在することが分かった。

### 3. 2. イオン交換法による分離結果

イオン交換法による分離結果を表 2 に示す。

表 2 イオン交換法の分離結果

	Ni (mg/L)	Cr (mg/L)	Fe (mg/L)	Nb (mg/L)	Mo (mg/L)	NaNO <sub>3</sub> (%)	pH
イオン交換前	286	763	0.2	0.1未満	26.6	24.7	6.13
イオン交換後	13.6	618	0.1未満	0.1未満	21.9	19.5	5.99

Ni回収率：95.2%

イオン交換樹脂により、ほとんどのニッケルが回収され、回収率は 95.2%と高い。他、クロムも一部回収されたが、ある程度選択的にニッケルが回収されているようであった。硝酸銀溶液やジフェニルカルバジド溶液を電解加工液に加えた定性分析結果から、クロム

は主にクロム酸イオン（6価クロム）の形態で存在し、残りの3価クロムがイオン交換樹脂に吸着されたと推測される。イオン交換樹脂がナトリウム型陽イオン交換樹脂であるため、イオン交換後にナトリウム量が増加することが懸念されたが、増加することはなく、むしろ減少する結果となった。また、イオン交換前とイオン交換後で、pH変化はほとんどなかった。

### 3. 3. 溶媒抽出法による分離結果

溶媒抽出法によるクロムの分離結果を表3に示す。

表3 溶媒抽出法の分離結果

	Ni (mg/L)	Cr (mg/L)	Fe (mg/L)	Nb (mg/L)	Mo (mg/L)	NaNO <sub>3</sub> (%)	pH
初期	286	763	0.2	0.1未満	26.6	24.7	6.13
1回目	274	398	0.1未満	0.1未満	24.9	27.1	0.22
2回目	262	323	0.1未満	0.1未満	13.1	24.6	1.27

Total-Cr抽出率: 57.7%

クロムは1回目で約50%が抽出され、2回目ではあまり抽出が進まなかった。結果的には、トータルクロム抽出率は約60%ほどであった。ニッケルはほとんど抽出されず、ある程度選択的にクロムが抽出されていると言える。硝酸を添加する都合上、pH変化は大きいですが、硝酸ナトリウム濃度の変化は比較的少なかった。2回目の抽出でモリブデン量が減少しているが、原因は不明である。

### 3. 4. スラッジ減量化の検討結果

スラッジ減量化の検討結果を表4に示す。

表4 スラッジの減少率

条件	初期重量からの減少率(%)
①ブランク 室温 2h放置	5.0
②超音波のみ(超音波洗浄器) 2h	5.7
③温度のみ(恒温槽) 70°C 2h	8.4
④酸のみ HNO <sub>3</sub> 5ml 室温 2h放置	89.0
⑤超音波+酸 HNO <sub>3</sub> 5ml 2h	91.4
⑥温度+酸 70°C, HNO <sub>3</sub> 5ml 2h	92.5

スラッジの減量化について、超音波や温度のみをかける条件では、あまり減少させることはできなかったが、硝酸を添加する条件では、約90%減量することができた。硝酸を加えれば室温でもよく、また、超音波をかける必要もないことが分かった。この検討結果により、スラッジからの有価金属回収の可能性も広がった。

## 4. 結言

- (1) ナトリウム型陽イオン交換樹脂を用いた分離、回収でニッケルを約95%回収できた。イオン交換後のナトリウム量増加はなく、pH変化もあまりなかった。
- (2) リン酸トリブチルを用いた2回の溶媒抽出で、クロムの抽出率約60%が達成できた。
- (3) スラッジ分の減量化のために、諸条件（酸、温度、超音波）での検討を実施し、硝酸を添加する条件で約90%減量できた。

## 参考文献

- 1) 芝田 隼次, 西村 山治, 向井 滋: 「浮選」No.57, pp.34-41 (1975) Dec. 溶媒抽出法によるクロムメッキ廃液の処理

# 県産果実の高度利用技術開発（第1報）

— 県産果実を使用した一次加工品等の開発 —

Development of technology to use local fruits highly (The 1st report)

-Development of processed primary commodity using local fruits-

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 一条晶恵 後藤裕子 大島健司 本名秀美 鈴木賢二

果実に適切な前処理を加えることにより、凍結解凍後の影響を最小限にとどめ、旬の果実の品質を保持した「一次加工食材」の開発を行った。モモ、和ナシ、カキは水分量を減少させシロ糖溶液および酸化防止剤を併用することにより、凍結解凍後のドリップを減らし、旬の果実の風味および質感等を保持することが可能であったが、イチゴについてはドリップは減少できたものの質感を保持することは出来なかった。

Key words: 県産果実、冷凍、解凍

## 1. 緒言

本県は全国でも有数の果実生産県であり、全国2位の生産量であるモモをはじめ多くの果実が生産されている。

それらを利用した果実加工品は多く出回っているものの、生鮮果実の通年利用への要望は大きい。生鮮果実の長期保存方法は低温保存が一般的であり、解凍後の復元性が保たれないため生鮮での利用を目的とした冷凍保存は行われておらず、国内において研究はほとんど行われていない。

植物組織が解凍後復元されない主な要因は、植物の細胞膜は水分の移動抵抗が著しく大きいため、凍結過程で組織内に出来た氷結晶が周辺細胞から水分を奪おうとする際、植物細胞膜は浸透圧に耐えられず崩壊し、同時に細胞壁も大きな変形を受け組織的に激しいダメージを受けるためであるとされている<sup>1)</sup>。

そこで本研究では、果実の水分量を減少させることにより細胞破壊を緩和し、凍結解凍後の復元性を保持した果実の一次加工品開発を目的に、前処理条件、凍結解凍後の品質について検討した。

また、一次加工品について官能評価により、食味の評価を行った。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試試料

供試した果実は、平成22年産のイチゴ（さちのか、べにほっぺ：会津若松市産、ふくはる香：鏡石町産）、平成22年産のモモ（あかつき、白鳳：会津美里町産）、平成22年産和ナシ（豊水、幸水：会津美里町産）および平成22年度産カキ（会津身不知：会津美里町産）を用いた。

### 2. 2. イチゴ乾燥試験

試料はヘタを切除し乾燥機（低温除湿乾燥器 40℃ IHR-06-4；(株)稲葉屋冷熱産業製、真空定温乾燥器 50℃、70℃ VO-420；(株)東洋製作所製、熱風循環式定温乾燥器 50℃ ESF-2214S；(株)いすゞ製作所製）へ入れ、30分から1時間おきに重量を測定し、

測色色差計(ZE2000 日本電色工業(株)製)で L\*、a\*、b\*表色系により表し、色相明度の推移を測定した。

その後各乾燥歩留の試料は、家庭用冷凍庫(-18℃)で18時間凍結処理を行った後、ただちに取り出し、5℃で18時間解凍処理を行い、ドリップ量を目視で確認した。

### 2. 3. モモ浸漬試験

試料は剥皮、除核後12等分にスライスし、表1の溶液に1晩浸漬後、重量を測定し浸漬前重量から差し引いて脱水量とした。また、重量測定後の試料は家庭用冷凍庫で凍結後5℃で解凍し、ドリップ量を確認した。ドリップ量は、凍結した試料をトレーに載せ、ラップフィルムで覆って内外の水分移動を防ぎ、解凍後の試料をトレーから取り出し残った水分の重量を測定した。

表1 モモ浸漬試験の試験区

試験区	シロ糖濃度(wt%)	L-アスコルビン酸濃度(wt%)
対照区	0	1.0
1区	10	1.0
2区	20	1.0
3区	30	1.0
4区	50	1.0

### 2. 4. 和ナシ褐変防止試験

試料は皮および芯部を除去後12分割し、表2の溶液に1晩浸漬後、アルコールブライン（後述）にて急速凍結、室温で解凍し褐変の有無を目視で確認するとともに2.3.と同様にドリップ量を測定した。官能評価は当所職員4名（男性2名、女性2名）で行った。

アルコールブラインは60% wt エチルアルコールを2L容ステンレス製容器に入れ、-80℃の超低温フリーザー（CLN-51UW；日本フリーザー(株)）にて-50℃以下まで冷却したものを、ポリエチレン製の袋に入れた試料を容器内のブラインに浸漬させて急速凍結を行った。

表2 和ナシ褐変防止試験の試験区

試験区	ショ糖濃度(wt%)	L-アスコルビン酸濃度(wt%)
対照区	0	0.0
1 区	15	0.5
2 区	15	1.0
3 区	20	0.5
4 区	20	1.0
5 区	30	0.5
6 区	30	1.0

## 2. 5. カキ浸漬試験

カキは果皮とヘタを除去し半割後、繊維方向と平行に1.5 cm厚さにスライスして試験に供した。

調整した試料はショ糖 30 %及びL-アスコルビン酸 0.5 %溶液に1晩浸漬し、硬度、明度を測定。硬度は果実硬度計 (KM-5, KM-1; (株)藤原製作所) を用い、スライス面の中央ヘタ部寄り測定した。浸漬後は2. 4. のアルコールブラインで凍結、5 °Cで解凍し、硬度、明度の測定およびドリップを目視で確認した。

## 2. 6. 官能評価試験

開発品は前述の前処理後急速凍結し、-40 °Cフリーザーでモモ5ヶ月間、和ナシ4ヶ月間、カキ2ヶ月間保存したものを使用。対照品は市販のモモおよび洋ナシの缶詰、カキは干し柿を使用した。パネルは当所職員13名(男性9名、女性4名)、評点法(評価項目は表5に示したのとおり。-3 ~ 3点の評点とし、数字が大きい方が評価が高い。)により評価を実施し、分散分析により検定を行った。

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. イチゴの乾燥試験

各種乾燥器によるイチゴの歩留の推移について図1に示す。熱風循環式定温乾燥器 50 °Cにおいて最も早く、次いで真空定温乾燥器 70 °Cで早く乾燥が進んだ。しかし、乾燥による明度の変化は、熱風循環式定温乾燥器 50 °Cにおいて最も大きく、真空定温乾燥器 70 °Cで最も小さかった(図2)。

また、真空定温乾燥器 50 °Cで乾燥させた試料の各歩留における凍結解凍後のドリップについて表3に示す。乾燥歩留 80 %以下では流出する量のドリップは無かったが、解凍後の果肉の軟化は防ぐことが出来ず、生鮮時の食感は維持されなかった。

表3 イチゴの各乾燥歩留におけるドリップの有無

経過時間(Hr)	乾燥後歩留(%)	ドリップ	備考
1	91.9	++	多
2	88.4	+	有
3	83.7	+	有
4	84.7	+	有
5	76.1	⊥	ヘタ切除部に少し
7	72.6	±	ヘタ切除部に少し
9	59.9	-	表面に少し
11	52.7	-	ほぼ無

### 3. 2. モモ浸漬試験

各試験区における浸漬後の歩留割合とドリップ割合(対モモ重量比)の変化を図3および図4に示す。2区において浸漬後の歩留が77.3 %となり、ドリップ割合も対照区の63.8 %に減少し、食感に変化はなかった。3区および4区でも歩留、ドリップ割合ともに減少したが、しんなりした漬物様の食感となった。

また、解凍後は褐変が早く進み、解凍後2時間で全ての試料が褐変した。

### 3. 3. 和ナシ褐変防止試験

各試験区における浸漬凍結解凍後の褐変の有無と官能評価結果を表4に示す。L-アスコルビン酸濃度が1.0wt %の各区において解凍後18時間まで褐変を抑制できた。

表4 和ナシの褐変の有無および官能評価

試験区	アルコールブライン凍結、 解凍18時間後の褐変	官能評価
対照区	+	食感良い、甘み・風味薄い
1 区	+	食感良い、甘み薄い
2 区	-	食感良い、酸味弱い、風味弱い
3 区	+	食感良い、やや甘み薄い
4 区	-	食感良い、酸味無し、風味有り
5 区	+	食感良い、ショ糖による甘み強い
6 区	-	食感良い、ショ糖による甘み強い

また、各区におけるドリップ割合(対和ナシ重量比)を図5に示す。ショ糖濃度が上昇するとドリップ割合が減少した。3. 2. のモモと同様に浸漬により脱水が進んだためと推察された。

### 3. 4. カキ浸漬試験

供試したカキ5個の浸漬前、浸漬後および凍結解凍後の硬度変化を図6に示す。浸漬前の硬度が大きい2試料は硬度が小さい3試料と比較して、解凍後の硬度減少割合がより大きいものの、解凍後の硬度はそれぞれ1.25kgf/cm<sup>2</sup>、0.78kgf/cm<sup>2</sup>であり、カキの食感が保たれた。

つぎに、各試料の明度変化について図7に示す。硬度が大きい試料はL\*値が高く、硬度が小さくなるにつれL\*値も低くなる傾向が見られた。アルコールブライン凍結解凍後全ての試料のL\*値は低くなるが、硬度とL\*値は同様の傾向が見られた。

また、解凍後のドリップについては全ての試料において見られなかった。これはカキに多く含まれるペクチンによる保水効果であることが推察された。

### 3. 5. 官能評価試験

結果を表5に示す。モモの開発品では、香りの良さで総合評価で、モモと和ナシの開発品を併せて使用したものではテクスチャーの良さで、カキの開発品では甘みの強さで有意な差が見られた。開発品において、

旬のモモの香り、和ナシの食感、カキの甘みを保持できたものと考えられる。

表5 モモ、和ナシ、カキ開発品の官能評価結果

品名	外観の長さ		香りの長さ		味の長さ		甘みの長さ		テクチャーの長さ		総合評価	
	対照	開発品	対照	開発品	対照	開発品	対照	開発品	対照	開発品	対照	開発品
モモのプリアッシュ	15	19	1	15*	4	15	5	14	5	16	6	18*
ナシのデニッシュ	22	16	16	9	13	13	17	10	9	15	15	13
モモとナシのホイップクリームパン	13	15	10	5	15	12	13	11	6	17**	12	11
モモとナシのデニッシュコロネ	20	20	14	14	22	17	12	13	11	15	20	20
カキのロールパン	14	15	1	11	1	15	-6	14**	6	11	3	14

\*: p<0.05

\*\* : p<0.01

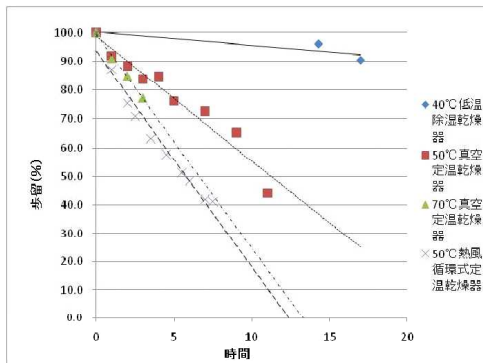


図1 イチゴの各種乾燥法による歩留変化

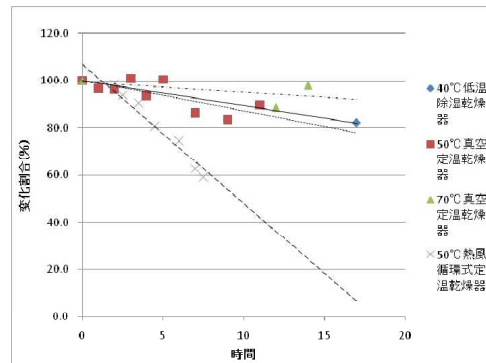


図2 イチゴの各種乾燥法による明度の変化

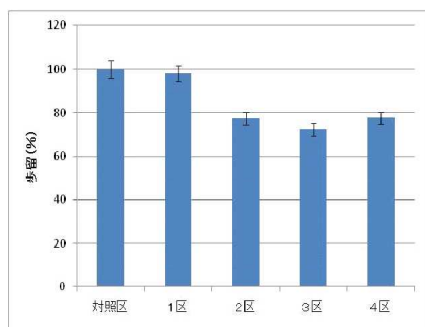


図3 ショ糖浸漬によるモモの歩留変化 (n=16)

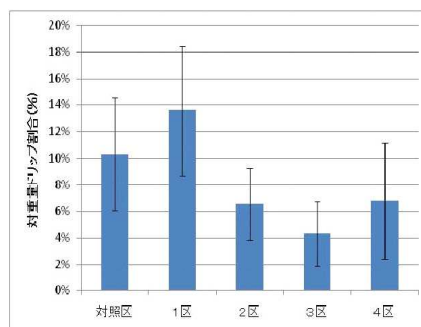


図4 ショ糖浸漬によるモモの対重量ドリップ割合の変化 (n=16)

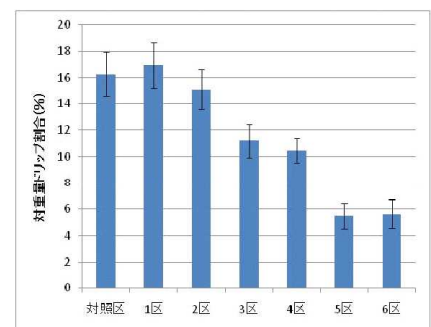


図5 ショ糖浸漬による和ナシの対重量ドリップ割合の変化 (n=4)

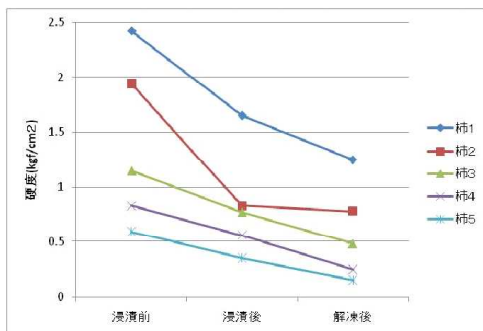


図6 ショ糖浸漬、凍結解凍による会津身不知短期脱渋果の硬度変化

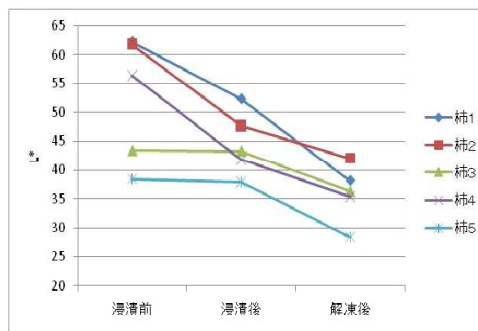


図7 ショ糖浸漬、凍結解凍による会津身不知短期脱渋果の明度変化

#### 4. 結言

モモ、和ナシ、カキについて、表6の前処理後急速凍結を行うことで、旬の果実の香り、風味、食感を保持した一次加工食材を開発することができた。

表6 前処理条件

種類	ショ糖濃度(wt%)	L-アスコルビン酸濃度(wt%)	浸漬時間
モモ	20.0	1.0	10分
和ナシ	20.0	1.0	180分(18時間)
カキ	30.0	0.5	

イチゴでは、真空定温乾燥器 70 °Cの乾燥により歩留を 70 %以下に調整することで、凍結解凍後のイチゴの色調を保持し、ドリップを抑制することができたが、解凍品の香り、風味、食感は生鮮品とは異なっており、水分減少以外にも品質保持のための要因があることが分かった。

また、データは示していないが緩慢凍結品と急速凍結品の間には明かな品質の差が認められたが、解凍法が品質に与える影響も大きいと考えられるため、今後、それぞれに合った解凍法を検討していくことにより、更なる改良を行う必要がある。

また、今後は前処理に使用する糖類、特にモモに対する L-アスコルビン酸以外の酸化防止手法、加えて果実の摘果時期による加工適性について追試験が必要である。

#### 参考文献

- 1) 新版食品冷凍技術編集委員会編集：新版食品冷凍技術 (2009)

# 県産果実の高度利用技術開発(第2報)

—会津みしらず柿の機能性について—

Development of advanced utilization technology of fruit produced in Fukushima (The 2nd report)

-A study on the functionality of persimmon (aizu Mishirazu)-

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 大島 健司 一条 晶恵 後藤 裕子 本名 秀美

会津みしらず柿の機能性を調査するため、脂肪前駆細胞を利用し会津みしらず柿の脂肪細胞への分化抑制効果もしくは促進効果の有無について試験を行った。その結果、分化抑制効果は無く、分化誘導を促進する傾向にあることがわかった。

Key words:会津みしらず柿 脂肪前駆細胞

## 1. 緒言

会津みしらず柿は会津地方の特産品であり、生食の他、食品加工にも利用されている。そこで、会津みしらず柿のもつ機能性について明らかにすることで、商品としての価値と消費者の購買意欲を高めるため本研究を行った。

今回着目したものは、抗肥満効果及び抗高脂血症・抗高血圧である。これら脂質代謝機能評価には脂肪前駆細胞を用いた手法<sup>1)</sup>が広く報告されており、この手法を用いた。脂肪前駆細胞が脂肪細胞へ分化するのを抑制する場合は、その成分に抗肥満効果が期待され、生キクラゲ<sup>2)</sup>やキハダ<sup>3)</sup>などで分化抑制が報告されている。逆に分化を促進する場合は、脂肪細胞が産出するアディポネクチンが抗高脂血症や抗高血圧に効果があるとされ、モモ、リンゴ等<sup>4)</sup>やプロポリス<sup>5)</sup>等で分化促進の報告がある。

このことから、脂肪前駆細胞が脂肪細胞へ分化した指標としてトリグリセライドの量を調べることで、会津みしらず柿が分化抑制に働くか、分化促進に働くかを調査し、知見を得たのでその結果を報告する。

## 2. 分析と結果

### 2. 1. 供試原料及び各種試薬

会津みしらず柿は、JA会津みどり 永井野選果場より購入した。脂肪前駆細胞である 3T3-L1 細胞はヒューマンサイエンス研究資源バンクより購入した。リン酸緩衝液(PBS(-))は日水製薬(株)、デキサメタゾン(DEX)、イソブチルメチルキサンチン(IBEX)、及び Dulbecco's 変法 Eagle 培地(DMEM)、ウシ胎児血清(FBS)、ペニシリン+ストレプトマイシン、トリプシン+ EDTA はシグマアルドリッチ社、ヒト組換え型インシュリンは(株)細胞科学研究所、トリグリセライドG-テストワコーキット、エタノールは和光純薬工業(株)、Tris 及び EDTA はキシダ化学(株)のものを購入した。

### 2. 2. 供試原料の調整

会津みしらず柿は、可食部及び皮に分け真空凍結乾燥機(TFD-550-8SP(株)宝製作所)にて凍結乾燥後、カッターミキサー(K55E(株)愛工舎製作所)で粉碎した。この粉碎試料 1g に 80%エタノールを 10ml 添加・攪拌をしたのち、暗所・室温で 24 時間静置。静置後は遠心し、上清をとり 40℃の減圧恒温乾燥機及び窒素ガスにて4分の1量まで減少させたものを抽出物として利用した。

### 2. 3. 脂肪前駆細胞の培養

3T3-L1 細胞の培養は 10%(v/v)FBS 含む DMEM (ペニシリン 100  $\mu$  unit/ml、ストレプトマイシン 100  $\mu$  g/ml 含む)を基本培地として使用した。37℃、5% CO<sub>2</sub> 下でコンフルエントになるまで培養した。試験にはこの状態の細胞を使用した。

### 2. 4. 試験内容

基本培地に 1  $\mu$  mol/l DEX、0.5mmol/l IBEX を添加したものを分化誘導培地、基本培地にインシュリン 10  $\mu$  g/ml 添加したものを誘導維持培地とした。

#### (1) 分化抑制試験

6well ディッシュを使用した。対象区として分化誘導培地に 2 日間、誘導維持培地に 2 日間、基本培地に 4 日間(2 日おきに培地交換)培養した。各抽出物添加区には、対象区と同じ培地に可食部抽出物または皮抽出物を培地の 0.5%(w/w)になるように添加して培養した。表 1 に実験手法を示す。

#### (2) 分化促進試験

60mm ディッシュを使用した。基本培地のみ 8 日間(2 日おきに培地交換)、分化誘導処理区には分化誘導培地に 2 日間、誘導維持培地に 2 日間、基本培地に 4 日間(2 日おきに培地交換)、各抽出物添加区には基本培地に各抽出物 0.5%(w/w)量添加したものを 8 日間(2 日おきに培地交換)それぞれ培養した。表 2 に実験手法を示す。



表 1 分化抑制試験の実験手法

	1～2 day	3～4 day	5～8 day	分析
対象区	分化誘導培地	誘導維持培地	基本培地	
可食部及び皮抽出物添加区	分化誘導培地 +0.5%抽出物	誘導維持培地 +0.5%抽出物	基本培地 +0.5%抽出物	

表 2 分化促進試験の実験手法

	1～2 day	3～4 day	5～8 day	分析
対象区	基本培地			
可食部及び皮抽出物添加区	基本培地 +0.5%抽出物			
分化誘導処理区	分化誘導培地	誘導維持培地	基本培地	

## 2. 5. トリグリセライド分析

培地を吸引除去し、PBS(-)にて2回洗浄後、1mM EDTAを含む25mM Trisを分化抑制試験では1ml、分化促進試験では2ml添加して細胞を剥離し混濁液をチューブに集め、氷水中にて発信器投入型の超音波破碎機を用いて細胞を破碎した。細胞破碎液を12,000rpm 4℃で10分遠心し、上清100μlを用いてトリグリセライドG-テストワキットを用いてトリグリセライド量を分析した。

## 3. 結果及び考察

分化抑制試験の結果を表3に示す。可食部抽出物及び皮抽出物添加区では、対象区と比較してトリグリセライドの生産量が多くなり、可食部抽出物添加区、皮抽出物添加区ともに有意な差があった。

表 3 分化抑制試験区

	トリグリセライド量(mg/dl)
対象区	17.4 ± 5.9a ,b
可食部抽出物添加区	30.4 ± 7.2a
皮抽出物添加区	32.5 ± 2.2b

a ,b は危険率 1%で有意差あり

分化促進試験の結果を、表4に示す。有意な差はみられなかったが、抽出物添加区ではトリグリセライドの生産量が多くなる傾向があることがわかった。

表 4 分化促進試験

	トリグリセライド量(mg/dl)
対象区	7.8 ± 0.2
可食部抽出物添加区	11.0 ± 3.0
皮抽出物添加区	15.8 ± 7.4
分化誘導処理区	30.5 ± 5.8

会津みしらず柿には、今回行った抽出方法では、弱いながらも脂肪前駆細胞から脂肪細胞への分化を促進させるなんらかの生理活性物質があると考えられ、可食部よりも皮にその物質があると推測される。脂肪前駆細胞の脂肪細胞への分化誘導剤として知

られているものには、今回使用した DEX、IBEX、インシュリンの他に、アスコルビン酸についても分化誘導促進作用がある。また、ビオチン、パントテン酸についても分化誘導の試験に添加し使用されている。資料<sup>6)</sup>では、渋抜き生柿は100g中にビタミンC 55mg、パントテン酸 0.27mg、ビオチン 1.1μg含まれるとあり、これらが分化促進に影響を及ぼした可能性があると考えられる。

## 4. 結言

脂肪前駆細胞を利用し会津みしらず柿の脂肪細胞への分化抑制効果もしくは促進効果の有無について試験を行った。その結果、分化抑制効果は無く、分化誘導を促進する傾向にあることがわかった。

## 参考文献

- 1) 食品機能研究法 光琳 pp.133-136 2000
- 2) 山岸賢治、老田茂、木村俊之、岩下恵子、新本洋士：“生キクラゲ水抽出物のマウス脂肪細胞分化抑制作用” 日本食品科学工学会誌 第54巻 第10号 pp.456-458 2007
- 3) 新本洋士、岩下恵子、小堀真珠子、木村俊之、山岸賢治、鈴木雅博：“マウス 3T3-L1 細胞に対するキハダ抽出物のトリグリセリド蓄積抑制作用” 日本食品科学工学会誌 第52巻 第11号 pp.535-537 2005
- 4) 深井洋一、松澤恒友、関谷敬三：“モモ、リンゴ、プラム、ブドウ(巨峰)、アンズ抽出物による糖・脂質代謝の活性化とインスリン感受性の上昇” 日本食品科学工学会誌 第47巻 第2号 pp.92-96 2000
- 5) 阿賀美穂、新井紀恵、大橋英美子、有安利夫、新井成之、岩城完三、太田恒孝、福田恵温：“プロポリスエキスによる 3T3-L1 前駆脂肪細胞のインスリン抵抗性改善作用” 日本食品科学工学会誌 第56巻 第1号 pp.31-39 2009
- 6) 日本食品標準成分表 2010

# 窒素吸収法による高機能化ステンレス鋼の実用化に関する研究開発

## —熱力学計算を用いた材料設計法の確立—

R&D for Commercialization of High-Performance Stainless Steels made with Nitrogen Absorption Method

- Establishment of Materials Design Method with Thermodynamic Calculation -

技術開発部 工業材料科 光井 啓 技術開発部 生産・加工科 栗花 信介  
林精器製造株式会社 池浦 清一 大沼 孝 深山 茂 佐藤 幸伸

現在、ステンレス製腕時計メーカーでは、腕に接触するケース裏面に生じる錆や携帯中に生じる傷で美観を損なうという課題を抱えている。一方、医療機器メーカーにおいても、硬度を必要とする部品に用いたマルテンサイト系ステンレス鋼部品の溶接部や微細傷周辺の滅菌処理による錆・シミや、取扱いによるキズ・変形が課題となっている。本研究では、鋼材の流通性を考慮した、窒素吸収処理による低コスト型高強度・高耐食性ニッケルフリーステンレス鋼の開発に取り組み、平衡状態図と拡散現象を組み合わせた熱力学計算による材料設計法を確立することができた。

Key words:窒素吸収処理、ニッケルフリー高窒素ステンレス鋼、熱力学計算、平衡状態図

## 1. 緒言

現在、ステンレス製腕時計メーカーでは、腕に接触するケース裏面に生じる錆や携帯中に生じる傷で美観を損なうという課題を抱えている。一方、医療機器メーカーにおいても、硬度を必要とする部品に用いたマルテンサイト系ステンレス鋼部品の溶接部や微細傷周辺の滅菌処理による錆・シミや、取扱いによるキズ・変形が課題となっている。

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

ハイテクプラザでは、窒素雰囲気での熱処理を行う固相窒素吸収処理法に着目し、平成 18 ~ 20 年度に「福島県公募型新事業創出プロジェクト研究事業・窒素吸収によるステンレス鋼の高機能化に関する研究開発」<sup>7)</sup>を共同研究者の提案により実施した。本研究で行っている固相窒素吸収処理は鋼の表面あるいは全体に対して窒素雰囲気で行う固溶化熱処理であり、その利点は窒素を含む高強度オーステナイト相あるいはマルテンサイト相より加工・成形しやすいフェライト系ステンレス鋼の状態で行う 2 次的な熱処理方法であるという点である。しかし、製品形状と求められる特性、使用するフェライト系ステンレス鋼の成分によって、窒素吸収処理の条件を詳しく検討する必要がある、研究コストと製品化への迅速性に欠けることから、製造プロセスとして実用化することは難しいのが現状である。

そこで本研究では、低コスト型高強度・高耐食性窒素ステンレス鋼の製品化のための研究開発プロセスとして、平衡状態図と拡散現象を組み合わせたコンピュ

ータシミュレーションによる材料設計法を確立することを目的として、研究を行った。

## 2. 材料設計手順

### 2. 1. 窒素吸収処理による平衡窒素濃度の予測

Fe-Cr 合金における雰囲気  $N_2$  ガスとオーステナイト ( $\gamma$ ) 相中の固溶窒素の平衡は、

$$N(\text{in } \gamma\text{-Fe})=1/2N_2 :$$

$$K = a_N / \sqrt{P_{N_2}}, \quad K'_{Fe-Cr} = [\%N]_{eq} / \sqrt{P_{N_2}} \quad \dots(1)$$

となり、平衡窒素濃度  $[\%N]_{eq}$  は圧力の平方根に比例する(Sievert's law)。ここで、 $K$  および  $K'_{Fe-Cr}$  は平衡定数および測定される見かけの平衡定数である。また、 $a_N$  は N の活量係数で、活量係数  $f_N$  および平衡窒素濃度  $[\%N]_{eq}$  により次式のように表される。

$$a_N = f_N [\%N]_{eq} \quad \dots(2)$$

$$\log f_N = \sum_X e_N^{[X]} [\%X] \quad \dots(3)$$

ここで、 $e_N^{[X]}$  は  $\gamma$  相中の N に対する元素 X の相互作用助係数である。 $K$  と  $K'_{Fe-Cr}$  の関係は次式のように表される。

$$\log K = \log K' + \sum_X e_N^{[X]} [\%X] \quad \dots(4)$$

$$\log [\%N]_{eq} = \log \sqrt{P_{N_2}} + \log K - \sum_X e_N^{[X]} [\%X] \quad \dots(5)$$

ここで、 $K$  は Fe-N 2 元系における平衡定数に等しい。上式に、各種パラメータおよび窒素吸収処理条件(温度、圧力)を代入することにより平衡窒素濃度を予測することが可能となる。詳細は文献 7)あるいは文献 8)を参照されたい。

### 2. 2. 窒素吸収処理による相変態の予測

図 1 に 1200 °C における Fe-Cr-N 3 元系平衡計算状態図を示す。図の横軸( $[N\%]=0.0$ )が 1200 °C におけるフェライト系ステンレス鋼素材の組織を表しており、窒素吸収処理を行うと縦軸方向に窒素濃度が増加す

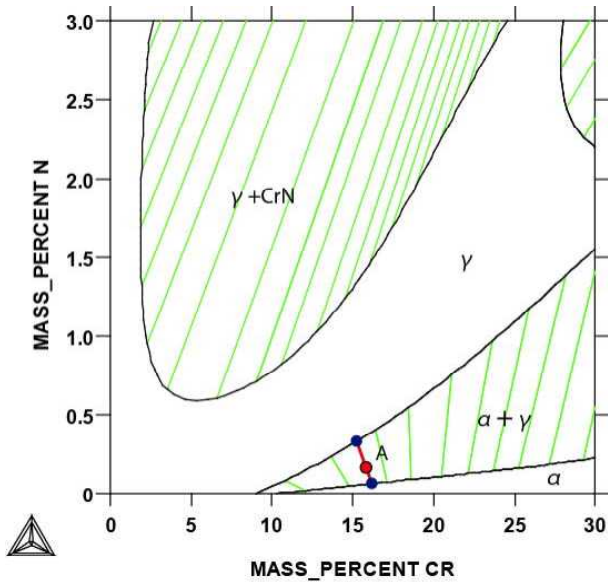


図1 Fe-Cr-N3元系平衡計算状態図  
 $\alpha$ :フェライト、 $\gamma$ :オーステナイト、CrN:窒化物

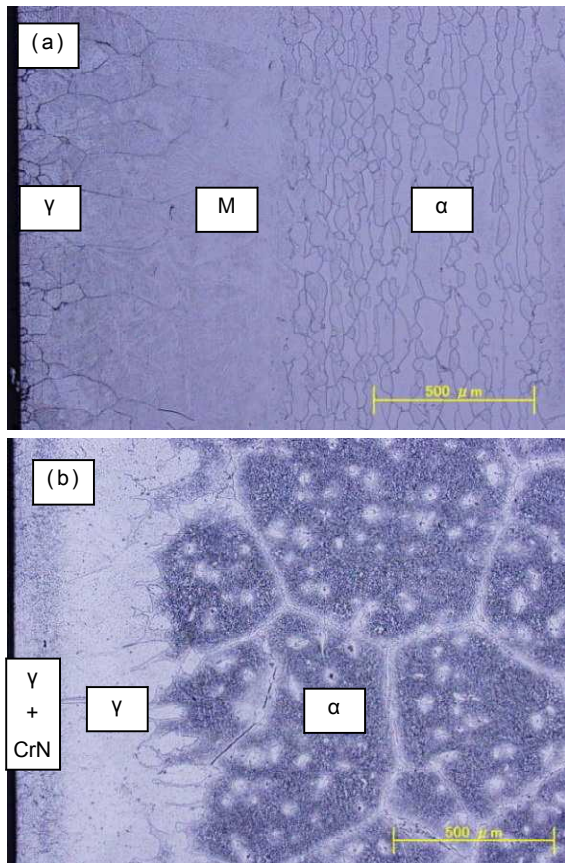


図2 窒素吸収処理したフェライト系ステンレス鋼の組織 (a)16%Cr、(b)20%Cr

ると同時に、その濃度に応じて組織変化が生じる。ここで、 $\gamma + \alpha$  領域および  $\gamma + \text{CrN}$  領域は、それぞれオーステナイト( $\gamma$ )相とフェライト( $\alpha$ )相および  $\gamma$  相と窒化物の2相共存状態を表している。例えば、A 点の組成(16%Cr-0.2%N)を持つ組織が形成された場合、この領域の各相の窒素濃度は、タイラインと呼ばれ

る直線と各相の単相領域との交点となることに注意しなければならない。すなわち、このときの  $\gamma$  相および  $\alpha$  相の窒素濃度は、それぞれ約 0.4mass%および約 0.1mass%となる。

また、平衡状態図が示す組織構成はその温度における組織であり、マルテンサイト変態のような冷却時に生じる相変態もある。Irvine ら<sup>9)</sup>が Fe-12Cr 鋼のマルテンサイト変態点( $M_s$  点)に及ぼす各種元素の影響について調査している。これを基にした  $M_s$  点算出の経験式は次式のようなになる。

$$M_s(K) = 825 - 17 \times [\%Cr] - 17 \times [\%Ni] - 474 \times \{[\%C] + [\%N]\} - 33 \times [\%Mn] - 21 \times [\%Mo] - 11 \times [\%Si] - 11 \times [\%W] \quad \dots(6)$$

ただし、N は原子半径がほぼ同じである C と同じ傾向であると仮定して加筆している。図1において  $\gamma$  相領域にあり、かつ式(6)により計算した  $M_s$  点が室温以下の場合、得られる組織はマルテンサイト組織となる。

図2に窒素吸収処理したフェライト系ステンレス鋼の組織の例を示す。写真左側が試料表面で、図2(a)の組織は表面から  $\gamma$  単相、マルテンサイト相、フェライト相で図2(b)は  $\gamma + \text{窒化物}$ 、 $\gamma$  相、フェライト相となっている。窒素吸収処理により表面から窒素が吸収され内部に拡散していくので、窒素濃度は表面が最も高く、内部に行くに従い低くなる。平衡窒素濃度は式(5)により計算でき、すなわち表面組成が推測できるので、これと素材の組成を平衡状態図上で結んだ直線が窒素吸収処理により現れる組織構成となる。

## 2. 3. 窒素吸収処理による拡散現象の予測

### 2. 3. 1. フェーズフィールド法

組織変化と溶質元素濃度分布の経時変化をシミュレートすることができるフェーズフィールド法<sup>10)</sup>は、新たな組織形成予測・解析シミュレーション法の1つとしてさかんに研究されている分野である。

本研究においても、窒素原子の吸収・拡散および相変態を伴う組織変化という複雑な現象を再現するにはフェーズフィールド法が有効であると考え、本手法を用いた拡散現象の予測について検討を行った。Fe-Cr-N 合金の全自由エネルギーは、 $\alpha$  相および  $\gamma$  相の化学的自由エネルギーと界面が存在することによる過剰な自由エネルギーの和として次式に表す Gibbs の自由エネルギー汎関数を用いる。

$$G = \int \left\{ g(s, y_N, T) + \frac{1}{2} k |\nabla s|^2 \right\} dV \quad \dots(7)$$

ここで、s は  $\gamma$  相において  $s=1$ 、 $\alpha$  相において  $s=0$  の値をとるフェーズフィールド変数で、界面領域において滑らかに変化する。通常窒素原子のモル分率  $x_N$  と副格子濃度  $y_N$  の関係は次式のようなになる。

$$y_N = \frac{\alpha x_N}{c(1-x_N)} \quad \dots(8)$$

ここで、 $a$  と  $c$  は Fe 原子の格子点に対する炭素原子が占有する副格子点のサイト比であり、 $\alpha$  相においては  $a=1$ 、 $c=3$ 、 $\gamma$  相においては  $a=c=1$  となる。また、 $T$  は絶対温度、 $k$  は勾配エネルギー係数である。Fe-Cr-N 合金の化学的自由エネルギー密度  $g(s, y_N, T)$  は次式で表される。

$$g(s, y_N, T) = (1-p(s))g^\alpha(y_N, T) + p(s)g^\gamma(y_N, T) + Ws^2(1-s)^2 \quad \dots(9)$$

$$p(s) = s^2(3-2s) \quad \dots(10)$$

ここで、 $g^\gamma(y_N, T)$  と  $g^\alpha(y_N, T)$  は、それぞれ  $\gamma$  相と  $\alpha$  相単相の自由エネルギー密度である。また  $p(s)$  はエネルギー密度分布関数、 $W$  はエネルギー障壁の高さである。

フェーズフィールド変数の時間発展方程式は Allen-Chan 方程式から導出され、次式のようになる。

$$\frac{\partial s}{\partial t} = -M_\phi \frac{\delta g(s, y_N, T)}{\delta s} \quad \dots(11)$$

ここで、 $M_\phi$  は  $\alpha/\gamma$  界面の易動度に関係づけられるフェーズフィールド変数の易動度である。

一方、窒素濃度の時間発展方程式は質量保存則から導かれ、次式のように表される。

$$\frac{\partial y_N}{\partial t} = \nabla \cdot \left\{ v_m y_N y_T M_N \left( \frac{\partial^2 g}{\partial y_N^2} \nabla y_N + \frac{\partial^2 g}{\partial y_N \partial s} \nabla s \right) \right\} \quad \dots(12)$$

ここで、 $v_m$  は置換型元素のモル体積、 $y_T$  は窒素原子が占有していない副格子のモル分率で相の種類に依存するものと仮定し、次式で表す。

$$y_T = (1-p(s)) \left( 1 - \frac{y_N}{3} \right) + p(s)(1-y_N) \quad \dots(13)$$

また、 $M_N$  は窒素原子の易動度である。 $\alpha$  相における窒素原子の易動度は  $\gamma$  相に比べて非常に大きいので、界面領域で急激な変化を避けるために次式を採用する。

$$M_N = M_N^{\alpha} \frac{1-p(s)}{3} + M_N^{\gamma} p(s) \quad \dots(14)$$

拡散相変態は、式(11)および式(12)において、時間に関しては前進差分、空間に関しては2階の中央差分により離散化して数値シミュレーションを行った。

### 2. 3. 2. シミュレーション結果

図3に窒素吸収処理のシミュレーション結果を示す。図中  $\phi$  はフェーズフィールド変数を表しており、 $\phi=1$  が  $\gamma$  相を意味する。図4に同条件の窒素吸収処理を行ったサンプルの EPMA 分析結果を示す。左側が試料表面で、窒素吸収層は  $\gamma$  相が冷却時にマルテンサイト変態した組織となっている。 $\alpha$  相への窒素の固溶度は非常に低く、窒素吸収層と  $\alpha$  相間には濃度ギャップが存在する。図3に示したシミュレーション結果は、窒素の濃度プロファイルおよび窒素吸収層相の厚さをよく再現している。マルテンサイト組織となるか否かはシミュレーション結果には現れないが、式(5)を用

いて計算することで、容易に予測可能である。

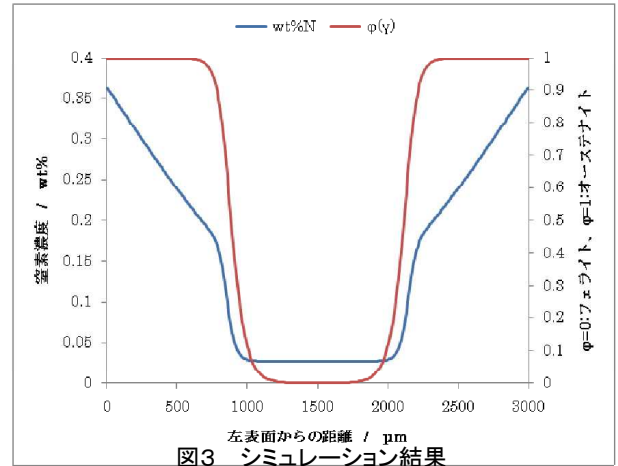


図3 シミュレーション結果

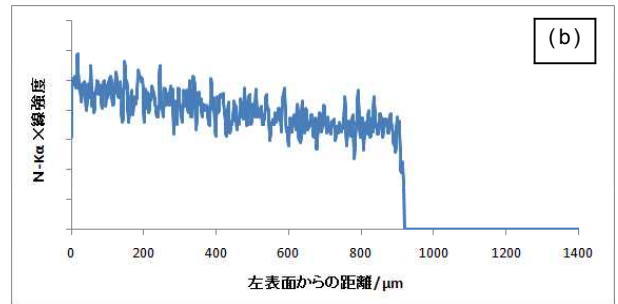
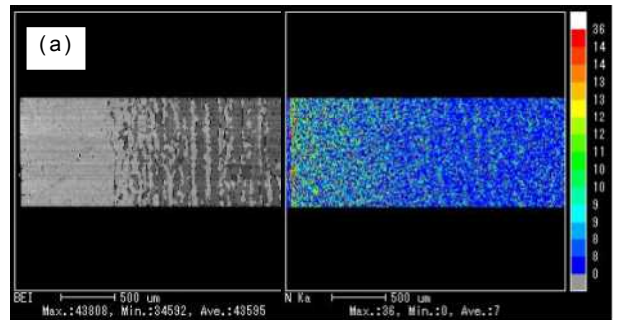


図4 EPMA分析結果

(a)窒素の元素マッピング、(b)窒素のライン分析

## 3. 結言

窒素吸収処理による低コスト型高強度・高耐食性ニッケルフリーステンレス鋼の開発に取り組み、熱力学計算を用いた材料設計法について検討した。

その結果、 $\gamma$  相中の平衡窒素濃度の予測式、平衡計算状態図およびフェーズフィールド法を用いた拡散相変態シミュレーションを組み合わせることで、目的とする特性を発現する窒素吸収処理条件を決定する方法を確立できた。

これにより、テストピースを使った詳細な実験を行う必要がなく、製品形状による簡単な実験を行うことで試作品を作製することができるため、製品開発の低コスト化が望める。

## 参考文献

- 1) T. Tsuchiyama, H. Ito, K. Kataoka and S. Takaki: *Metall. Mater. Trans. A*, 34A(2003), 2591.
- 2) N. Nakamura and S Takaki: *ISIJ Int.*, 36(1996), 922.
- 3) J. Menzel, W. Kirschner and G. Stein: *ISIJ Int.*, 36(1996),893.
- 4) G. Balachandran, M. L. Bhatia, N. B. Ballal and P. K. Rao: *ISIJ Int.*, 40(2000), 478.
- 5) D. Kuroda, T. Hanawa, T. Hibarū, S. Kuroda and M. Kobayashi: *Mater. Trans.*, 44(2003), 1577.
- 6) T. Tsuchiyama, H. Uchida, K. Kataoka and S. Takaki: *ISIJ Int.*, 42(2002), 1438.
- 7) 福島県ハイテクプラザ研究報告「平成18～20年度公募型新事業創出プロジェクト研究事業 窒素固溶によるステンレス鋼の高機能化に関する研究開発」, 2009年3月.
- 8) H. Mitsui and S. Kurihana: *ISIJ Int.*, 47(2007), 479.
- 9) K. J. Irvine, D. J. Crowe and F. B. Pickering: *J. Iron Steel Inst.*, 195(1960), 386.
- 10) 小山俊幸: まてりあ, 42(2003), 397.

# 微細射出成形用マイクロ金型の作製と成形技術の研究開発

Fabrication of micro-patterned molds and Development of a method for micro-injection molding

技術開発部プロジェクト研究科 安齋 弘樹 市川 俊基  
いわき技術支援センター 機械・材料科 三瓶 義之  
株式会社ファインラバー研究所 高木 和久 岩崎 宏祥

数十 $\mu\text{m}$ の微細流路を多数有するのマイクロ流路チップの研究が進められており、実用化の段階に移行してきている。それに伴い、流路の深さが途中で変化するという、より複雑な形状の要求も高まっている。これらは、ガラス等を用いて作製されているが、量産化は困難である。そこで、流路内の深さが途中で変化する流路チップの量産化に必要な金型作製方法、および射出成形による高転写技術の開発を行った。その結果、射出成形により複数の深さを有するマイクロ流路チップを作製することが出来た。

Key words: 微細金型、射出成形、マイクロ流路チップ

## 1. 緒言

次世代医療において、幅数十 $\mu\text{m}$ 、深さ数十 $\mu\text{m}$ の溝を複数配置し、その溝を用いて化学反応等を行うマイクロ流路チップが実用化の段階に移行してきている。一方で、流路内で巨大分子等をトラップするために、流路の深さを変化させたりする高機能チップの要求も高まっている。現在、マイクロ流路チップは、MEMS技術を用いてガラスやシリコンを加工することで作製しているが、価格が高価で、量産化が困難である。安価に、かつ大量に作製するには射出成形による作製が考えられるが、微細構造体を有する金型の作製、および高精度な転写技術が必要となる。

そこで、本研究では微細構造を持つ金型の作製、および射出成形による高転写技術の開発により、異なる深さを有するプラスチック製マイクロ流路チップの作製方法の検討を行った。

## 2. 実験

### 2. 1. 金型の作製方法の検討

プラスチック射出成形は、溶融したプラスチックを一定温度の金型の空洞部へ射出充填することで、空洞部と同じ形状を作製するプロセスである。今回作製するのは、異なる流路深さを有する形状であるため、必要となる金型は、異なる高さを有する構造体である。作製方法としては、マシニングセンタによる加工が一般的であるが、工具を用いるため、作製される金型形状もこれに依存する等の問題がある。

そこで本研究では、ハイテクプラザが有しているマイクロめっき法を用いることで微細構造体の作製を行った。作製方法を図1に示す。これは、金型基板に直

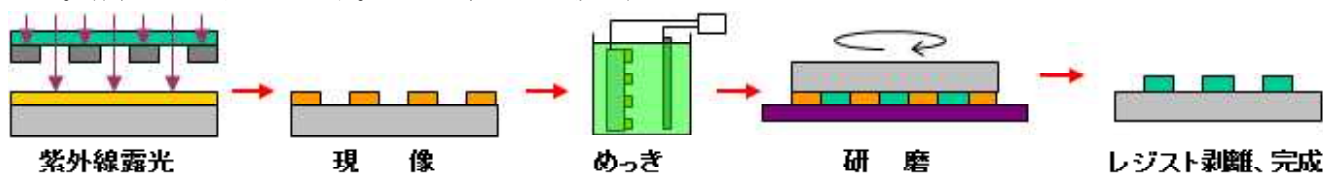
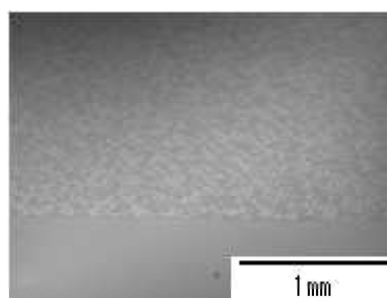
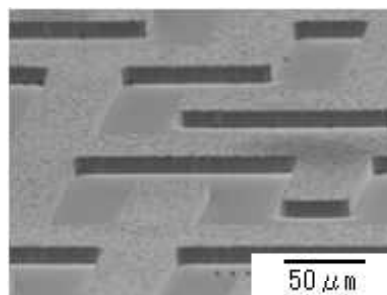


図1 マイクロめっきを用いた金型作製方法



(a) 全体図



(b) 拡大図

図2 作製した微細構造体例

接フォトレジストを塗布、パターニング後に、電気めっきを行うことで微細構造体を作製する方法である。これにより作製した微細構造体を図2に示す。この方法により、幅数十 $\mu\text{m}$ 、高さ数十 $\mu\text{m}$ の微細構造体を作製することが出来るが、構造体の高さはすべて同じとなる。そこで、これを複数回繰り返すことで、異なる高さを有する構造体の作製を行った。作製した金型を図3に示す。マイクロめっきを位置精度良く繰り返すことで、高さの異なる構造体を作製することが出来た。

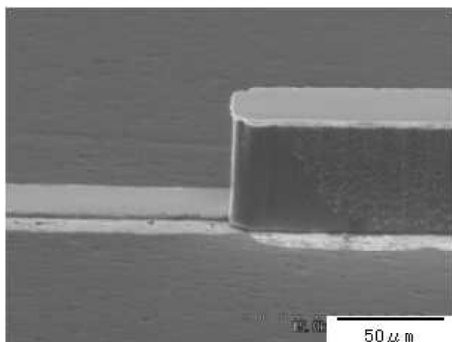


図3 複数の高さを有する構造体

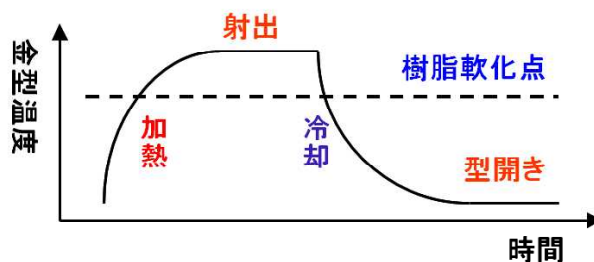


図6 熱サイクル成形

## 2. 2. 射出成形による高転写技術の開発

次に、作製した微細形状を高精度に転写する技術の検討を行った。今回用いた射出成形機は、Microsystem50 (Battenfeld 社製) を用いた。この成形機の外観を図4に示す。

この成形機を用いて幅  $100 \mu\text{m}$ 、深さ  $50 \mu\text{m}$  の微細溝形状を作製した。その SEM 写真を図5に示す。これより、溝形状はおおむね良好に転写しているが、エッジ部が R 形状となっている。

熱サイクル成形による転写性の向上を行った。図6に熱サイクル成形の概念図を示す。これは、金型温度を樹脂の軟化点以上に昇温後、樹脂を射出し、その後冷却を行い、樹脂の軟化点以下に降温して成形品を取り出す方法である。

この方法により、上記の形状を作製した。その SEM 写真を図7に示す。図と比較すると、エッジ部まで樹脂が充填されていることが分かる。

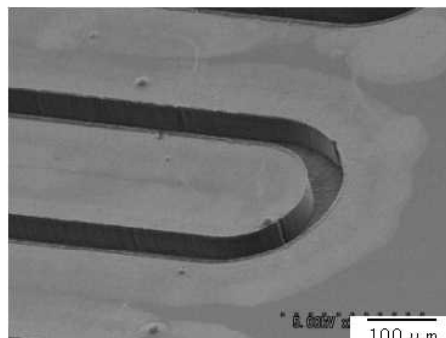


図7 熱サイクル成形を用いた成形品

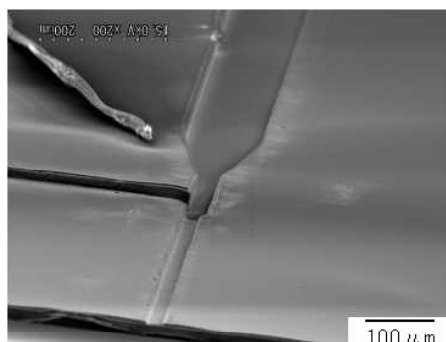


図8 複数の深さを有する成形品



図4 Microsystem50の外観

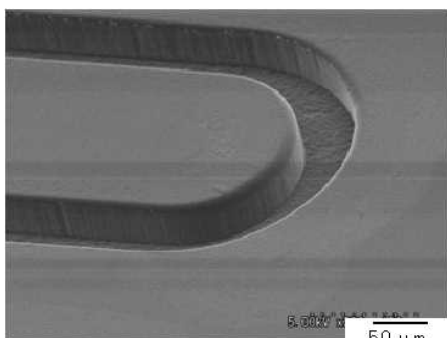


図5 成形品

この熱サイクル成形により、高さの異なる微細構造体の転写を行った。成形品の SEM 写真を図8に示す。これにより、複数の深さを有する微細形状を射出成形により、高精度に転写することが出来た。

## 3. 結言

複数の深さを有するプラスチック部品を射出成形により作製するために必要な金型の作製方法、および射出成形による高転写技術の開発を行った。

その結果、マイクロめっき法を繰り返すことにより異なる高さを有する微細構造体の作製技術の開発、および熱サイクル成形を行うことで、射出成形により複数の深さを有するプラスチック部品を作製することが出来た。

# 微細流路金型の改良・開発

Improvement and development of molds for micro fluidic chip

技術開発部 プロジェクト研究科 市川 俊基 安齋 弘樹  
いわき技術支援センター 機械・材料科 三瓶 義之  
ムネカタ株式会社 R&Dセンター 梅津 真門

幅数百 $\mu\text{m}$ 、深さ数十 $\mu\text{m}$ の微細流路内に、微小な柱形状を多数有した高機能マイクロバイオチップの量産に必要な金型の作製方法を検討した。作製には、金属基板上に直接フォトリソグラフィと、めっきを行うマイクロめっき法を応用することにより行った。その結果、複雑形状を有する金型の作製方法を確立できた。また、ムネカタ株式会社では、作製した金型を用いて成形実験を行い、マイクロピラー付きの流路形状が作製できることを確認した。

Key words: マイクロめっき法、ピラー付マイクロバイオチップ

## 1. 緒言

近年、バイオや化学分析の効率化、迅速化の要求により、それらの分析システムの集積を図るため、マイクロバイオチップ（以下、 $\mu\text{BC}$ と略）の研究が盛んに行われている。このチップは、幅数十 $\mu\text{m}$ 、深さ数十 $\mu\text{m}$ の溝形状を多数有しており、その微細な溝を利用して、混合や抽出などの化学反応を少量のサンプル、短時間で行えるという優位な機能がある。従来、これらのチップは、MEMS 技術を用いてガラスやシリコンを直接加工することで作製していたため、価格が高価で、量産化が困難だった。しかし、最近では単純な流路形状については実用化に向けてプラスチック化が進められてきている。特に医療診断用途等では、血液などの検体に触れることもあり、感染症防止や使用後の廃棄処理上の面からみてもディスプレイにすることが望ましく、プラスチック化による今後の利用が期待されている。

一方、より高機能・高付加価値なチップへの要求も高まってきており、その中の一つにピラー付 $\mu\text{BC}$ がある。ピラー付 $\mu\text{BC}$ の構造例を図1に示す。これは、医療用の検査チップとして微細流路内に微小な柱形状（マイクロピラー）を多数有した構造のもので、血液等に含まれるたんぱく質や酵素、血球等を林立したマイクロピラーで捕獲し、化学反応させ、臨床の現場よりも各段に速いスピードで検査を行えるメリットがあり、量産化が切望されている。

量産化の方法としては、射出成形が一般的であるが、そのためには金型が必要となる。微細穴を持つ金型の構造例を図2に示す。金型作製にあたってはいくつかの課題があった。通常、金型の作製は主に切削加工や放電加工で行われているが、数十 $\mu\text{m}$ の穴を多数有した形状は加工に困難だった。また、従来から行われているめっきを用いた微細構造の作製方法では、シリコンをエッチングし、それを原型として電鍍、裏打ちを行うため、工程が煩雑で作製に時間を要していた。

その課題を解決するため、我々はこれまでの研究で、金属基板上に直接フォトリソグラフィとめっきを行うマイクロめっき法を用いることにより、高さ数十 $\mu\text{m}$ 、幅数十 $\mu\text{m}$ 程度の微細構造体を作製する技術を確認している。

そこで本研究では、この技術を応用することで、微細流路内にマイクロピラーを多数有した高機能チップの量産に必要な金型の作製方法を検討した。

また、ムネカタ株式会社では作製した金型を用いて、樹脂成形による試作を行った。

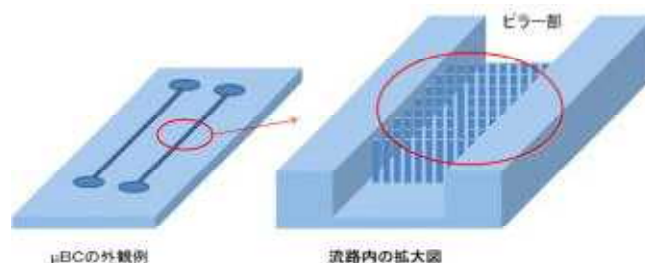


図1 ピラー付 $\mu\text{BC}$ の構造例

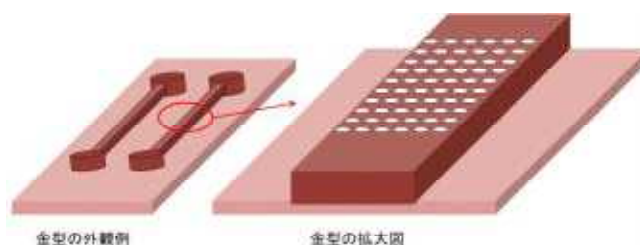


図2 微細穴を持つ金型の構造例



## 2. 金型の作製方法の検討

本研究では、マイクロめっき法の技術を応用することにより、幅数百 $\mu\text{m}$ 、高さ数十 $\mu\text{m}$ の微細構造体上に多数の穴の開いた金型を作製することを目標としている。

課題としては、使用する金属基板と厚膜レジストSU-8 2035（化薬マイクロケム(株)製）（以下、SU-8と略）の密着性が挙げられる。

マイクロめっき法により微細構造体上に穴形状を作製するためには、SU-8により柱形状（ $\phi$ 数十 $\mu\text{m}$ 、アスペクト比1~5程度）を作製する必要がある。しかし、使用した金属基板とSU-8は密着性が悪く、めっきに耐えられない。そのため、この基板とSU-8の密着性を向上させる必要がある。

そこで、この基板とSU-8の間に密着層を形成することで、その解決方法を検討した。本研究での金型の作製方法を図3に示す。

密着層に求められる条件として、SU-8のパターニング後に露出部分のみ除去ができ、かつめっき工程に耐えられることが必要となる。

今回、密着層としてゴム系のネガ型フォトリソレジストを使用した。このレジストは、これまでの研究で使用実績があり、この基板や他のレジストとも密着性に優れている。

結果、この密着層を金属基板に形成することにより、この基板とSU-8の密着性が増し、幅数百 $\mu\text{m}$ 、高さ数十 $\mu\text{m}$ の微細構造体上に $\phi$ 数十 $\mu\text{m}$ の穴を多数有する金型の作製が可能となった。図4に作製した金型、図5に試作した成形品を示す。

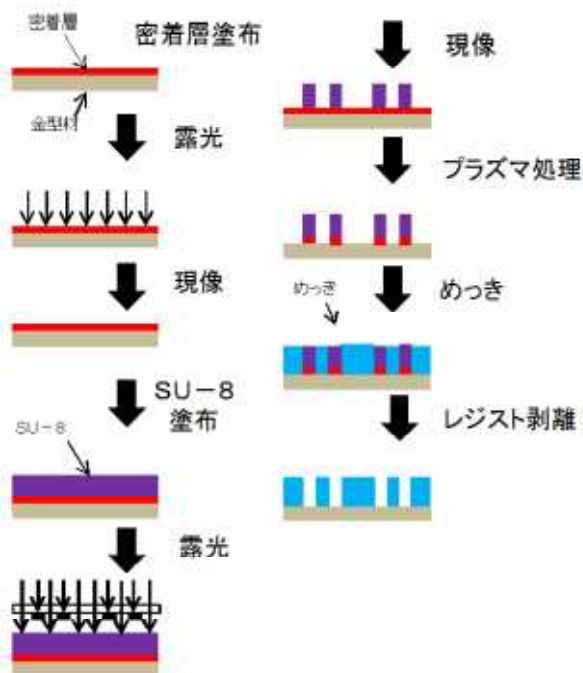


図3 本研究の金型作成法

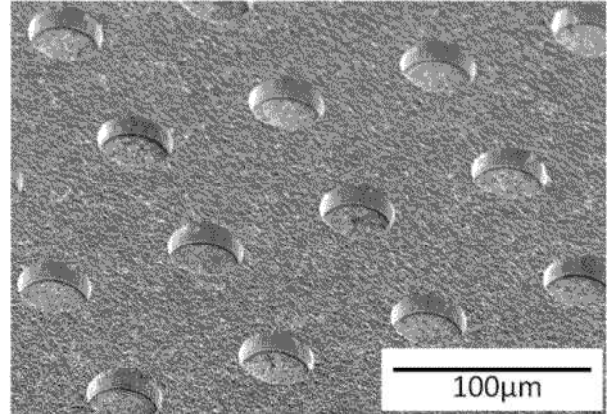


図4 試作した金型のサンプル

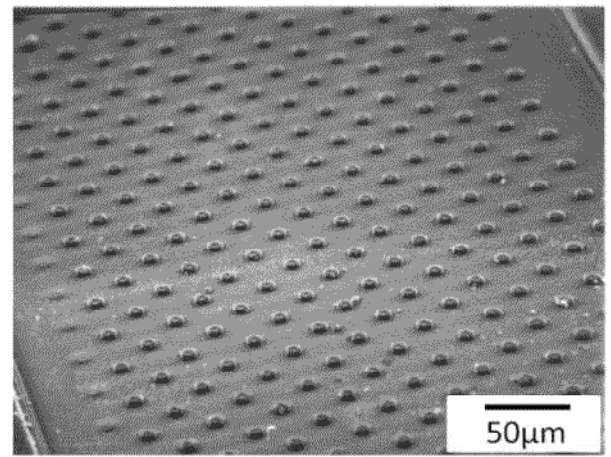


図5 試作した成形品のサンプル

## 3. 結言

ピラー付 $\mu\text{BC}$ の量産化に必要な金型の作製方法の検討を行った。マイクロめっき法の技術を応用することにより、微細流路内に、微小な穴形状を多数有した高機能な金型を開発した。これにより、幅数百 $\mu\text{m}$ 、深さ数十 $\mu\text{m}$ の微細流路内に直径数十 $\mu\text{m}$ の微小なマイクロピラーを多数有するピラー付 $\mu\text{BC}$ の作製が可能となり、量産化の技術確立に近づいた。

今後は、よりアスペクト比の高い、離型に優れたピラー付 $\mu\text{BC}$ の成型技術について検討する予定である。

## 参考文献

- 1) “マイクロ構造を持つ微細プラスチック部品成形技術の開発”、福島県ハイテクプラザ試験研究報告書、pp.3-13、平成19年3月

# 絹特殊加工糸を活用したシルク人工毛皮の開発

The Development of a Fake fur made of silk

技術開発部プロジェクト研究科 東瀬 慎

福島技術支援センター 繊維・材料科 長沢 浩 伊藤 哲司 齋藤 宏  
菅野 陽一 佐々木ふさ子

最高級衣料素材である天然毛皮は、毛皮用動物の悲惨な飼育実態や違法な輸出入が世界的に問題視されており、生物種の保護・保存や倫理的観点から欧米を中心に毛皮用動物の飼育禁止、取引に関する法規制が進んでいる。そこで本研究では福島県産の「あけぼの」蚕種（極細絹糸）を使い天然毛皮の二層構造（刺し毛・綿毛構造）を再現したシルク毛皮を製造する技術を開発し、その風合い及び機能性の比較評価を行なった。

Key words:人工毛皮、中空シルク、ダブルラッセル

## 1. 緒言

従来の絹糸では困難な素材加工分野の開拓を目指し、平成21年度から県保有の特許技術<sup>(注1)</sup>と福井産地の経編技術を組み合わせた新たなシルク素材の開発に取り組んでいる。これは従来伸びの少ない絹糸に伸縮性を付与し、特殊な絹加工糸（中空シルク）とすることで、糸切れや針折れ等の編成上の問題を解決した絹100%の経編立毛編地である（商標名：パーフェクトシルク）。絹素材は天然繊維中、唯一の長繊維であり毛足の長さを自在に調整できること、かつ生糸、練糸、撚糸による織度、剛性、光沢感等の調整ができること、さらに

作成した絹特殊加工糸を表1に、外観を図2に示す。今回作成した絹特殊加工糸（中空シルク）の芯糸には水溶性

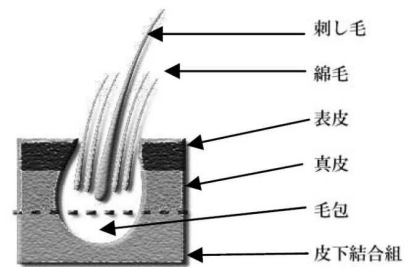


図1 毛皮の構造

表1 試作糸の構成

		試作糸①	試作糸②	試作糸③	試作糸④
糸使い	芯糸①	水溶性繊維ビニロン 62T/15F	水溶性繊維ビニロン 62T/15F	水溶性繊維ビニロン 62T/15F	水溶性繊維ビニロン 62T/15F
	芯糸②	生糸14中×1本	生糸14中×1本	生糸14中×1本	生糸14中×1本
	鞘糸S	練糸21中×2本、下撚り 200t/m	練糸21中×2本、下撚り 2800t/m	練糸21中×1本、下撚り 200t/m	練糸21中×1本、下撚り 2800t/m
	鞘糸Z	練糸21中×2本、下撚り 200t/m	練糸21中×2本、下撚り 2800t/m	練糸21中×1本、下撚り 200t/m	練糸21中×1本、下撚り 2800t/m
カバーリング	S方向	600	600	600	600
	Z方向	500	500	500	500
織度		131d	138d	97d	104d

は合成繊維にはない吸放湿性を持つ等の利点が挙げられる。本研究では、上記の経編立毛編地を応用して最高級の人工毛皮（シール・チンチラ調）を開発するため、特殊加工糸（中空シルク）を使った経編立毛編地を作成した。これにより天然毛皮の立毛の繊維長分布、刺し毛、綿毛の二層構造、繊維形状（中空化、光沢性）、立毛の密度、毛孔の密度、刺し毛、綿毛が同じ毛孔から生えているなど既存の人工毛皮の抱える技術的問題を解決したシルク人工毛皮を製造する技術の開発を目指した。毛皮の構造を図1に示す。

## 2. 実験、結果

### 2.1. 絹特殊加工糸、経編地の作成手順



図2 作成した絹特殊加工糸

ビニロン繊維（株式会社ニチビ製、商品名ソルブロン SF-62T/15F MT $\geq$ 55 $^{\circ}$ C、伸度10-24%）と、刺し毛に相当する生糸14中1本を使用し、外周部の鞘糸にはSZ両方向から練糸21中1本、練糸21中2本を使いSZ（600t/m、500t/m）のダブルカバーリング加工を行った計4種を

作成した。次に絹特殊加工糸を使いダブルラッセル機により経編編成を行った。経編地の断面を図3に示す。さらに編地を中央部分から二枚に切り開き(センターカット)、続いて精練加工をおこない経編立毛編地を作成した。しかし上記手段のみではセンターカット後に「刺し毛」と「綿毛」が同一の長さになるため、シール、チンチラ調(「綿毛」調毛皮)とならず、さらに毛並み表面の摩擦係数値も増加する。

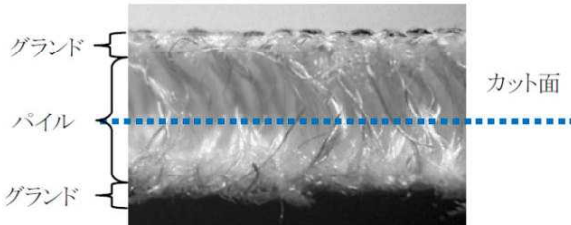


図3 ダブルラッセル編地の断面

従来の合成繊維を用いた毛皮調編織物では、熱収縮性の異なる合成繊維を複数組み合わせ、熱処理による寸法差により天然毛皮の二層構造を発現させる手段が知られているが、天然素材は熱に対して寸法安定性があり、この方法を使うことが出来ない。そこで絹特殊加工糸の鞘糸に先練り強撚糸を使い、精練加工後に水溶性ビニロンを完全除去し、鞘糸である強撚糸の撚り戻り効果から鞘糸の繊維先端が芯糸「刺し毛」に対して相対的に長くなることを解決方法とした。これを図4、図5に示す。

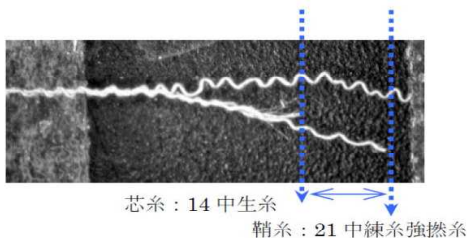


図4 強撚糸による撚り戻り効果

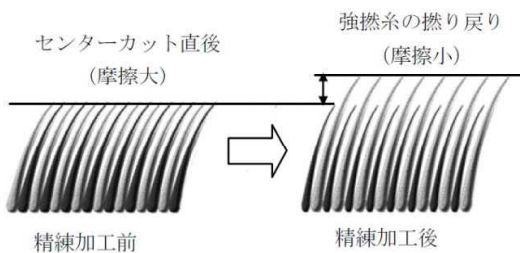


図5 精練後の繊維長さ比較

## 2.2. パイル長の設定

最高級天然毛皮であるシール、チンチラを模倣した場合10mm以上の毛足が必要となるが、衣料素材として考慮した場合、編地の目付が重くなり素材展開が一部の OUTER 素材に限定されてしまう。そこで汎用性と軽量性が高く、ジャケット、シャツ、ブラウスの衣料分野から寝装寝具用途まで幅広く展開可能な人工毛

皮素材を目指すため、パイル長は約2mmに設定した。

## 2.3. 精練加工

センターカット後の経編立毛編地を80℃の水溶性浴中(スコアロール400 0.1%)で20分間の精練をし、パイル糸(絹特殊加工糸)を構成する水溶性ビニロン繊維を完全に溶解除去した。その後柔軟仕上げ(ラクセットS-1024 浴東化成2%)を行った結果、グラント部を構成するナイロン仮撚り加工糸が、タテヨコ方向に約10~20%熱収縮することで単位面積あたりのパイル密度が上がった。また特殊加工糸中に残存する生糸14中×1本によりパイル糸がグラント部分に対して立毛しているため「綿毛」の潰れもなく、試作糸①③は毛並み表面に独特の光沢感があり、一方で試作糸②④は光沢を抑えた均一な毛並みとなり、表面の感触は独特のドライ感及び張り腰といった風合いと、適度な伸縮を持つ良好な編地を得た。

## 2.4. パイル糸密度

インチ間あたりのフィブロイン本数は、1,092×2×66=144,144本(あけぼの蚕品種の場合、1,092×2×86=187,824本で、普通品種に対し約3割増加。)またセンチ間に換算すると約22,342本/cm<sup>2</sup>となる(あけぼの蚕品種の場合、約29,113本/cm<sup>2</sup>)。さらに精練加工後の収縮率を考慮すると精練加工①後のパイル密度(フィブロイン本数)は28,832本/cm<sup>2</sup>(あけぼの蚕品種の場合、37,569本/cm<sup>2</sup>)となった。よって、経編立毛編地のパイル密度はポリエステル繊維のマイクロファイバーに劣らない高い繊維密度となり、天然毛皮の感触にほぼ近いものを得ることができた。

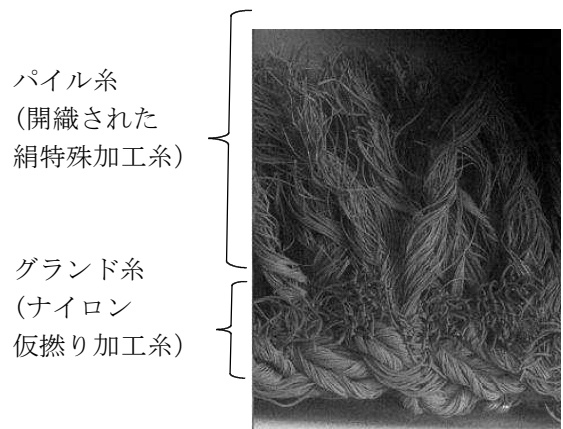


図6 精練後の経編地

## 2.5. 摩擦特性 (MIU, MMD, SMD)

試験環境20℃、65%相対湿度(RH)の条件下で、カトーテック(株)製風合い試験機(KES-FB3)を使い摩擦特性を測定した。MIU値が大きいほど滑りにくく摩擦抵抗値が大きい。MMD値が大きいほど立毛表面でざらざらしている。SMD値が大きいほど厚みの変動が大きく凹凸感がある。

表2 摩擦特性結果

	MIU × 10 <sup>-2</sup>	MMD × 10 <sup>-3</sup>	SMD (μm)
試作糸①	10.60	5.10	3.92
試作糸②	10.20	4.80	4.38
試作糸③	9.50	4.40	4.95
試作糸④	9.40	4.00	3.07
比較例①	9.25	4.00	3.03
比較例②	12.40	2.90	0.80
比較例③	14.00	4.50	2.58

表2の比較例①は天然毛皮素材のネコ目アシカ亜目アザラシ科ゴマフアザラシ属に属する海棲哺乳類アザラシの毛皮（毛足約22-25mm）、比較例③は天然毛皮素材のネズミ目チンチラ科チンチラ属に属する齧歯類（げっしもく）チンチラの毛皮（毛足約30-55mm）、また比較例②はポリエステル100%経編立毛編地でピル長は約3mmの測定結果である。試作糸①から④は目標値のMIU ≤ 100 × 10<sup>-2</sup>を下回り滑りやすさ、滑らかさ共に天然毛皮に劣らない良好な結果が得られた。

## 2.6. 接触温冷感 (Q-max値)

接触温冷感とは、精密迅速熱物性測定装置(カトーテック(株)製のサーモラボ2型測定機)を用いて求められるQ-max値を表し、これにより人体の皮膚が物体に接触した時に感じる温冷感に関する熱移動量を擬似的に想定している。測定は試験環境20℃、65%相対湿度(RH)の条件下で測定した結果を表3に示す。

表3 接触温冷感値 (Q-max値) 結果

	Q-max値 × 10 <sup>-2</sup> W/cm <sup>2</sup>	
試作糸①	6.40	
試作糸②	4.18	
試作糸③	4.92	
試作糸④	5.12	
比較例①	7.98	天然毛皮(チンチラ)
比較例②	12.24	天然毛皮(アザラシ)
比較例③	4.68	PET100%経編立毛編地①
比較例④	4.12	PET100%経編立毛編地②
比較例⑤	10.22	毛100%織物
比較例⑥	10.72	絹羽二重織物

Q-max値は、値が大きいほど接触したときに冷たく感じ、小さいほど温かく感じる。本研究の人工毛皮用途では接触時の温感が重視されるため、Q-max値をできるだけ低く抑え、接触時のヒンヤリ感を低減させる必要がある。一般的にQ-maxを小さくするには編織物表面の形状を凹凸形状にし、皮膚と編織物表面の接触面積を低減させると同時に不動な空気層が編織物内に保持されることで皮膚側の接触温冷感(Q-max)を下げ

ることができる。一方で編織物の繊維素材に吸湿性に優れた天然繊維素材を使用した場合には、皮膚に触れたときに冷たく感じるため保温衣料(人工毛皮)には適さない編織物となる。表3の比較例⑥に示すように、吸湿性に優れかつ、織物表面が平滑である絹織物(羽二重)では、皮膚との接触面積が大きく、接触温冷感Q-max値は10.0 × 10<sup>-2</sup>W/cm<sup>2</sup>を越えた値となった。一般的にQ-max値を小さく保つ方法としては、編織物表面に微細な起毛加工をする方法や、編織物自体を多重組織にすることで表面に凹凸を形成し接触面積を減らす方法、または接触面のみ吸湿性の低い繊維を用いた多重組織の編織物にするなどの接触温冷感を下げる方法が知られている。本研究では、吸湿率の高い絹素材をダブルラッセル機で編成後、編地の断面中央を二枚に切り開き、ランド面に対し絹糸を垂直に配列させる方法を考案した。この方法は吸湿性に優れた絹素材を使用しながらもカットした表面に無数の凹凸が形成され接触面積を小さくすることができた。表3に示すようにQ-max値は、比較例①②の天然毛皮のQ-max値を下回り、かつ比較例③④の疎水性のポリエステルマイクロファイバーに劣らない接触温冷感(Q-max値)を得た。この方法により疎水性繊維にはない高い吸湿性を持ち優れた経編立毛編地を得ることができる。したがって従来困難とされた吸湿性の繊維を用いた接触冷感(Q-max)の低い(ヒンヤリ感の少ない)人工毛皮素材の製造が提案可能と考えられる。図7に試作したシルク人工毛皮を示す。



図7 試作したシルク人工毛皮(経編立毛編地)

## 3. 結言

作成した経編立毛編地は、絹特有の吸放湿性、光沢感、風合いを備え、かつ摩擦特性、接触温冷感においては既存の天然毛皮、人工毛皮に劣らない素材特性を得ることができた。一方、市場での高級天然毛皮の商品価値は依然として高い反面、今後天然毛皮を取り巻く環境は不透明な状況と言える。その中で平成21年度から開発中の綿毛調シルク人工毛皮は、商標名を「パーフェクトシルク」として福島県縫製品工業組合が商標取得しており、県内の縫製関連企業を中心に素材や新商品の開発を現在行っている。

- 1) 特許3190314「絹加工糸、その製造方法および絹織物製造方法」菅野陽一、伊藤哲司

# 高密度積層縫合による防刃用衣料素材の開発

The development of flexible clothing for protection against knife stab and slash

技術開発部 プロジェクト研究科 東瀬 慎  
永山産業株式会社 永山 龍太郎  
東北撚糸株式会社川俣工場 金井 史郎  
株式会社シラカワ二本松工場 菅野 幸二

本研究では高強力繊維からなる布帛を複数枚積層し、この芯材を垂直方向から高密度に縫合することで、従来の金属等の硬質板や樹脂含浸を使用したハードタイプ素材や高強力繊維を使ったソフトタイプ素材とは異なる、防刃性能、着用性を持つ衣料素材の開発が可能であることが分かりました。

Key words:防刃素材、高密度、積層縫合

## 1. 緒言

従来の防刃素材は、軽量性と防刃性から「ソフトタイプ」と「ハードタイプ」の2種類に大きく分けることができる。ハードタイプの一つに金属やセラミック等の硬質の平板、もしくはそれらをピース状に組み合わせたタイプが提案されている。しかしこれらは比重が大きいため総重量がかなり重く、しかも柔軟性に欠けているといった課題がある。また高強力繊維の布帛(織物)を用いたハードタイプは防刃性を確保するために軽量性と柔軟性を犠牲にして硬質材料との併用や樹脂含浸の必要があり柔軟性に欠けるため衣料としては不適である。

一方、ソフトタイプは高強力繊維単独や、これに金属繊維やガラス繊維等を組み合わせた特殊加工糸を使い織物や編み物に編織した素材が提案されている。また高強力繊維の布帛表面に高硬度のセラミック粒子を固着したタイプも提案されているが、両者とも刃物等が布帛表面をスライドする場合の「切れ」に対しては実用上の効果が期待できるが、垂直方向からの突き刺しには未だ満足できる性能が達成されていない。そこでハードタイプとソフトタイプを、総重量を横軸に、突き刺し抵抗性を縦軸に表すと図1の様な位置関係になり、互いの中間領域をカバーする防刃素材が未だ存在しないことがわかる。本研究ではこの中間領域の防刃用衣料素材の開発に着目し研究に着手した。

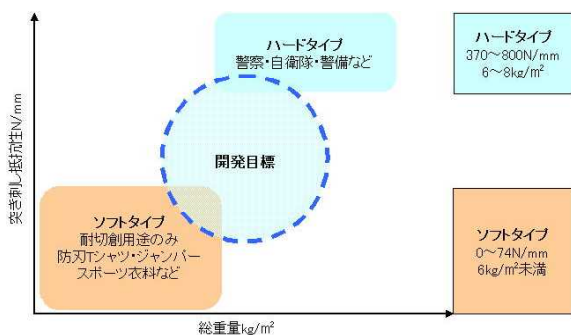
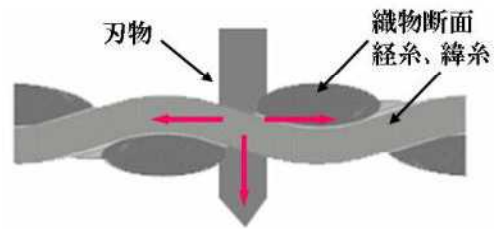


図1 ハードタイプとソフトタイプの関係

図2に示すように、通常布帛(織物)表面に鋭利な刃

物が進入した場合、布帛を構成するタテ糸、ヨコ糸が圧縮され布帛組織にズレが生じ、さらに強い剪断力により構成糸が破断する結果、刃物は布帛を容易に貫通する。このため従来技術では樹脂含浸や硬質板の併用またはセラミック粒子を固着するなど様々な手段を使うことが知られている。



繊維組織が動き易いため貫通

図2 布帛(織物)と刃物の関係

本研究では開発済みの画像処理付き積層材料縫合機を使い、布帛等を複数枚積層し芯材の繊維の太さの1~2.5倍の太さで、かつ引張強度が12g/d以上の縫合糸を用い、積層面方向に対し垂直方向から、縫合密度60本/cm<sup>2</sup>以上で縫い合わせる(ロックステッチ)ことを手段とした(特許4566265)<sup>(注1)</sup>。これにより耐突き刺し性低下の原因となる繊維組織のズレや移動を抑制出来ないかと考えた。

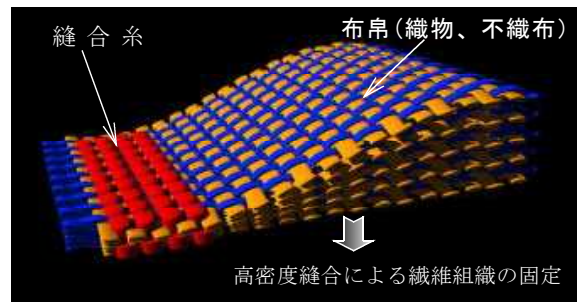


図3 高密度積層縫合のイメージ図

## 2. 目標

- 2.1. 高密度積層縫合条件の確立
- 2.2. 縫合密度200本/cm<sup>2</sup>、耐突き刺し抵抗150N/mm

## 2.3. アパレルCADと積層縫合機間のデータ互換確立

### 3. 実験

#### 3.1. 高密度積層縫合条件の確立

#### 3.2. 縫合密度200本/cm<sup>2</sup>、耐突き刺し抵抗力150N/mm

積層用織物には超高分子量ポリエチレン繊維(商標名:ダイニーマ)を使用し、経糸200d、緯糸400d、密度を20本/cm<sup>2</sup>とした平織物を作成した。この織物を上下2層に配置し、中間層に帝人製パラ系アラミド繊維フェルト(商標名:テクノーラ)厚さ1.6mmを2枚積層し、この積層体を芯材としテクノーラ製縫合糸(上下糸同じ) 織度600dを使い積層材料縫合機で指定の条件下(縫合方法:ロックステッチ、縫合タイプ:ストレート)で高密度積層縫合を行った。積層織物の構成を図4に、また縫合後の積層断面を図5に示す。



図4 積層織物の構成

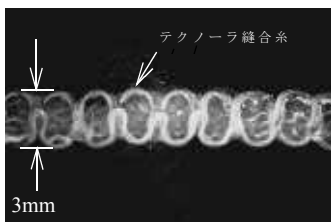


図5 積層後の断面写真

高密度積層縫合後の突き刺し抵抗性の評価については、万能抗張力試験機Shimadzu AGS-10kngを用い、オルガン製ミシン針#24を圧縮速度100mm/minで積層体に貫通させた時の最大強度を図6に示すように求めた。



図6 突き刺し抵抗性試験

今回試作した高密度積層縫合条件の設定を表1に示す。各条件を固定化し、特に縫合間隔、縫合ピッチ、縫合針太さを変えた場合の突き刺し抵抗力、縫合密度、

縫合圧縮率、縫合糸体積含有率、目付、厚み等を与える影響について評価を行った。縫合間隔、縫合ピッチの関係については図7に示す。

表1 縫合条件の設定

	縫合間隔	縫合ピッチ	縫合針	縫合糸
試験条件①	可変	0.8mm	#18	600d
試験条件②	0.8mm	可変	#18	600d
試験条件③	1.0mm	0.8mm	可変	600d

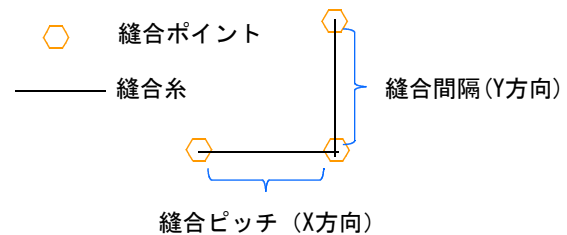


図7 縫合間隔とピッチ

試験条件①では、縫合間隔を0.4~1.4mmまで0.2mm単位で比較を行い、試験条件②では、縫合ピッチを0.6~1.4mmピッチまで0.2mm単位で比較を行った。また試験条件③では、縫合針太さを#14、#18、#22、#23、#24、#25に変えた場合の物性評価を行った。

## 4. 結果

図8、9より縫合間隔、ピッチを高密度化することで、縫合密度は最大351本/cm<sup>2</sup>、突き刺し抵抗力は約126N(単位厚みあたり約50N/mm)を達成した。試験的に100N程度の突き刺し強度を持つ防刃素材を得るため、積層体中間の構成を従来のダイニーマ織物からテクノーラ不織布への変更した。前者はフィラメント糸より構成され、後者はステープル糸より構成されており、前者は複数本が束で撚糸されており結束性が高く平織組織により経糸緯糸が堅固に組織されているが、後者はステープル糸が交絡されているのみで繊維軸方向の強度は前者に劣るが、生産性とコストに優位性がある。

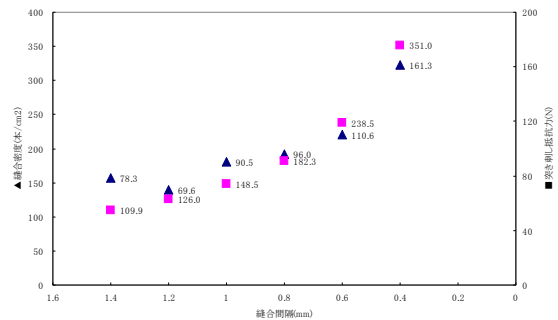


図8 縫合間隔-縫合密度-抵抗力突き刺し抵抗力の関係

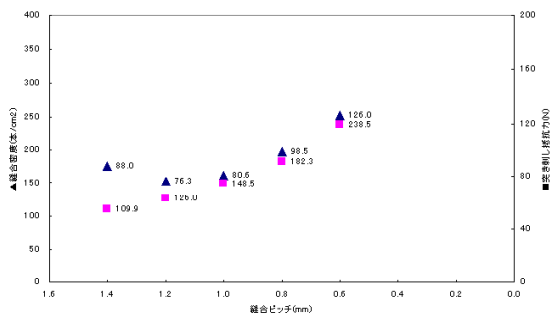


図9 縫合ピッチ-縫合密度-抵抗力突き刺し抵抗力

今後、強度を優先する前者についてはダイニーマ織物を使い引き続き実験を行う予定である。

また図10は低い番手(細い)の縫合針の使用により縫合圧縮率が増加し、結果的に突き刺し強度が向上することを示している。しかし細番手の縫合針は貫通時の強度に限度があり、耐久性や針折れ事故に繋がる危険性があるため高強度な縫合針の選択が必要となる。

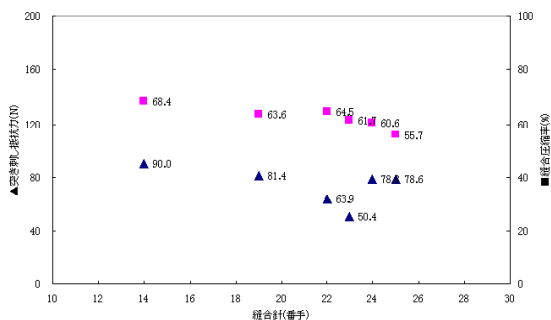


図10 縫合針-抵抗力突き刺し抵抗力-縫合圧縮率

図11、12より縫合密度の増加と共に縫合糸体積含有率、目付が増加傾向にあるが、積層体自体の厚みに大きな変化は見られない。したがって高強度の突き刺し強度を得るためには、細番手の縫合針を使用し縫合圧縮率、縫合密度の増加を図ることが突き刺し抵抗性を向上させる効果的な方法と考えられる。また図13より織物から不織布へ構成を変えた場合、高密度縫合の前後で最大約4倍の突き刺し強度の向上を示すことがわかった。

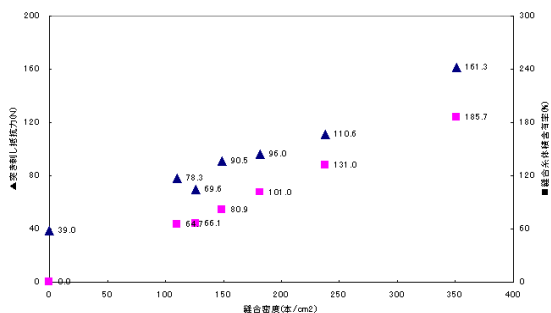


図11 縫合密度-突き刺し抵抗力-縫合糸体積含有率

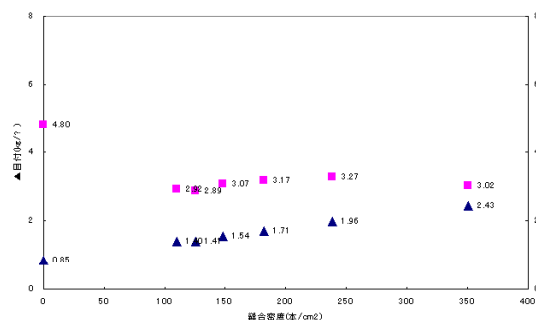


図12 縫合密度-厚み-目付

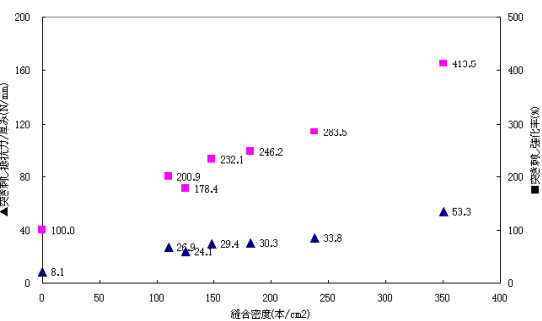


図13 縫合密度-突き刺し強化率-突き刺し抵抗力/厚み

高密度積層縫合では、高強度繊維で構成された織物、不織布をZ軸方向からロックステッチによりX-Y面の織物、不織布組織を緻密に結束(パッキング)、交絡するため、刃物等の突起物が侵入した際に結束、交絡された構成糸が繊維軸方向に引っ張られ、結束、交絡が解ける際に生じる抵抗力が刃物等の突起物の運動エネルギーを吸収してその侵入、貫通を防ぐものと推測された。

目標2.3のAPARL CADと積層縫合機間のデータ互換確立については、東日本大震災で関係企業が被災したため着手困難となり達成できなかった。

## 5. 結言

本技術の高強度繊維を用いた高密度積層縫合により、従来の金属等の硬質板や樹脂含浸を使わない防刃用衣料素材の開発が可能となった。これは既存のハードタイプとソフトタイプの間領域に存在し、適度な柔軟性と突き刺し抵抗性を持つ衣料素材であり、防刃用途以外にも刃物等を扱う労働災害分野や軽量で高強度な素材が要求されるスポーツ分野等にも応用が期待される。

一方、東日本大震災の影響で本研究の目標達成及び研究継続が困難となり、当初の2年間にわたる計画は初年度で中止となった。

1) 特許4566265「防刃用衣料素材」東瀬慎、佐々木ふさ子

# 高耐熱合金部品のバリ取り及びエッジ仕上げ技術の確立と自動機の開発

A Study of Electrolytic Deburring for the part of the Inconel and Development of the own motive

いわき技術支援センター 機械・材料科 緑川 祐二

株式会社スター精機

星 正憲 佐藤 真

インコネル製部品に発生したバリを除去しながらエッジ仕上げをするために、バリ取り用の電極工具およびバリ取り専用機を試作した。そして、電流密度などの加工条件を検討した結果、短時間でバリおよびかえりを除去し、良好なエッジ形状を得ることができた。

Key words : バリ取り、エッジ仕上げ、電解砥粒、電解複合、電解加工、インコネル、研磨

## 1. 緒言

現在、航空機用のジェットエンジン部品などには、高耐熱合金が多く使用されている。これらは加工しづらくバリを完全に除去することが難しい、難削材である。さらに材質の特性上、加工品質が厳しい部品として使用されている。このため、現状のバリ取りは熟練の職人が手作業で行っている。しかし、職人の高齢化やノウハウの継承等の問題が顕在化しており、効率的で高精度な加工技術が求められてきている。

そこで、本研究では電解砥粒研磨技術を応用して、バリ、かえりを完全に除去し、同時に0.1mmの寸法精度で面取りを行うことができる、精密なバリ取り技術の確立を目的とした。さらに、実用化に向けたバリ取りおよび面取り仕上げのシステムを構築することで、穴の場合一般的な手作業時の1/2~1/4である30秒程度で、バリ取り後の表面粗さは機械加工面と同等の5 $\mu$ m Rz (最大高さ)程度に仕上げることがを目標とした。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 試験片および実験方法

試験片はインコネル600で、丸穴および長穴にバリを発生させたものである。図1に、2種類の試験片写真、表1に試験片寸法、表2に試験片成分を示す。

実験は、電解砥粒研磨装置((株)杉山商事PIPE-10)を使用し、独自に考案した電解砥粒バリ取り技術で実施した。この技術は、バリに対して耐久性のある研磨材を電極工具に固定して、電解液(20wt%硝酸ナトリウム水溶液)を供給しながら試験片との間を通電し、電極工具を回転させてバリを除去する方法である。図2に概略図を示す。

バリの除去量はデジタルマイクロスコープ((株)ハ



(a) 丸穴全体

(b) 丸穴の拡大

(c) 長穴全体

図1 試験片

表1 試験片寸法

	丸穴	長穴
穴寸法	$\phi$ 20mm	30 $\times$ 20mm
穴個数	6	4
試験片寸法	105 $\times$ 90 $\times$ 3mm	
バリ高さ	約400 $\mu$ m	
バリ根元厚さ	約200 $\mu$ m	

表2 成分(%)

Ni	$\geq$ 72
Cr	14~17
Fe	6~10
Cu	$\leq$ 0.5
C	$\leq$ 0.15

イロックスKH-7700)で、表面粗さは表面粗さ測定機((株)ミツトヨサーフテストSV624)で、エッジ部の寸法は万能測定顕微鏡(カールツァイスイエナZKM01-250D)で測定した。

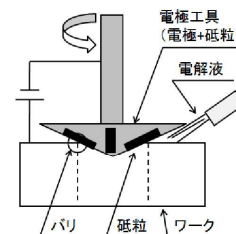


図2 バリ取り技術

### 2. 2. 電極工具の試作

研磨後の表面粗さを調べるために、平板研磨用の簡易電極工具を作成し、研磨材の種類と粒度を変えて試験片用平板を電解研磨した。その結果を図3に示す。研磨後の表面粗さが目標値である、5 $\mu$ m Rz程度に達した研磨材は、ダイヤモンド(コンティニアンス) #1500、ダイヤモンド(メタル) #400、電着ダイヤモンド #400、#1000の4種類であった。なお、バリ取りをする際、研削力が高いほど効果があると考え、電着ダイヤモンドの場合 #400を選定した。

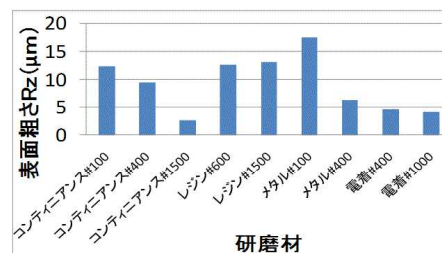


図3 研磨後の表面粗さ

次に、ドリル

( $\phi$  13mm)で試験片用平板に穴加工をして、バリを生成させた簡易試験片を作成した。3種類の研磨材でバリの除去を実施し、研磨材の耐久性を観察した。図4にバリ取り後の研磨材状況を示す。(a)のダイヤモンド(コンティニアンス) #1500の場合傷が発生した。また(b)のダイヤモンド(メタル) #400の場合破損し



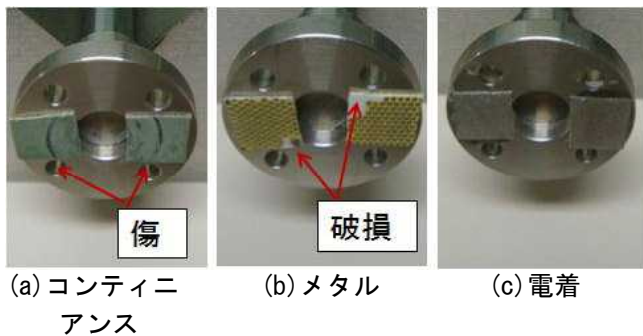


図4 バリ取り後の研磨材

てしまった。一方(c)の電着ダイヤシート#400の場合バリによる傷もほとんど無く破損もしなかった。このため、耐久性がある研磨材として選定し、以後のバリ取り実験に使用することにした。

丸穴および長穴の試験片に発生したバリを除去しながら面取りをするために、図5に示す円錐型の電極工具を試作した。この円錐面に研磨材である電着ダイヤシート#400を電極と交互になるように固定した。



図5 試作品

### 3. 実験結果及び考察

#### 3. 1. 機械加工時に発生するバリの低減

丸穴および長穴を切削加工して、発生するバリの高さ、根元厚さが減少する加工条件を検討した。加工方法は丸穴が6種類、長穴が3種類で各4~5工程で検討した。なお、最終仕上げの工具は、φ10mmエンドミル、φ20mmエンドミル(丸穴のみ)、φ10mmラフィングED、φ20mmドリル(丸穴のみ)を使用した。その結果、φ10mmのエンドミルで仕上げた場合、バリが発生しづらいことがわかった。そこで同様の条件で試験片を加工した。

#### 3. 2. バリ取り加工条件の検討

簡易電極工具に電着ダイヤシート#400を固定し、試験片用平板を電解研磨して加工条件を検討した。

電極工具の研磨速度は14.1、28.3、42.4m/minと高速になるに従って、表面粗さと重量除去量は向上した。また、主軸の荷重は10.8、15.7、22.6Nと重くなるに従って表面粗さは細かくなっていく傾向を示したが、重量除去量に関しては同程度であった。一方、電極工具の電極における研磨材の面積比率(研磨材/電極)が70%の場合、15、35%と比較して重量除去量が2.5倍以上に向上し、表面粗さについても細かくなった。これは、研磨材の比率が高い場合、砥粒による擦過作用が多くなったためと考えられる。さらに、図6では電流密度が高くなるに従って、重量除去量が比例して増加している。このことはファラデーの法則より、電

解作用による陽極の溶出量は電気量(電流×時間)に比例するためと思われる。しかし、電流密度が4A/cm<sup>2</sup>の場合表面粗さは悪化した。この観察した写真を図7-(a)に示すが、過剰な電流により表面がエッチングされと考えられる。一方(b)の2A/cm<sup>2</sup>の場合きれいな研磨面が得られている。

以上より、重量除去量は電極における研磨材の面積比率および電流密度が大きく作用することがわかった。

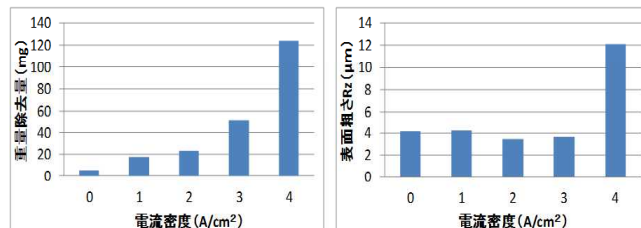


図6 電流密度の比較

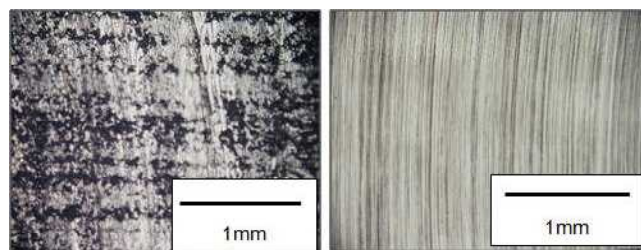


図7 観察写真

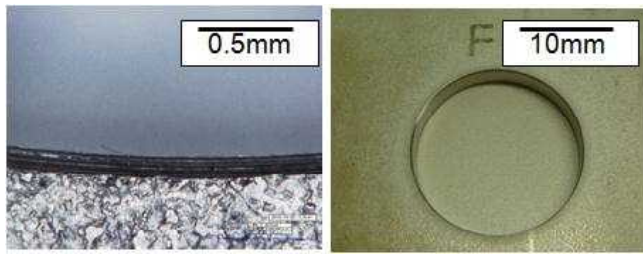
#### 3. 3. バリ取り検証

試作した電極工具でバリ取りしたあとの試験片写真を図8に示す。(a)の10秒程度では微少なバリが残っているが、40秒ではバリやかえりをほぼ除去することができた。(b)に60秒後の全体写真を示す。一方、図9に電流密度が0A/cm<sup>2</sup>で60秒間バリ取りした写真を示す。(a)のとおりバリ取りをすることで、2mm程度の大きな二次的なバリが複数発生した。さらに(b)の全体写真では、穴の入り口側に除去できなかったバリが残ってしまった。このことにより、電解作用を負荷することでバ리를効率よく除去し、二次的なバリの発生も抑制できることがわかった。

図8-(b)を90°間隔で4カ所の面取り寸法を測定した結果、最大で80μmの寸法差が発生した。今回使用した実験装置には、電極工具と試験片の芯出し機構がないため、面取り寸法が不均一になった。

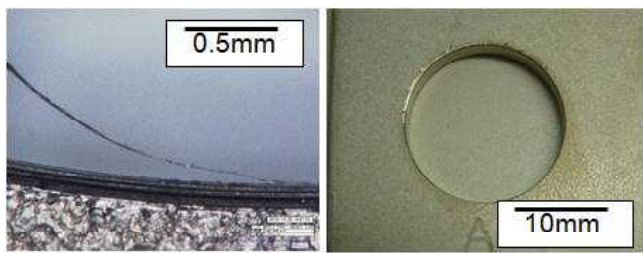
また、図10にバリ取り時間と4カ所(90°間隔の値)の平均した面取り寸法の関係を示す。最初に大きく面取りがされ経過時間とともに傾きがなだらかになっている。これは、単位時間あたりの重量除去量は同程度でも、時間とともに面取りした面積が徐々に増加

するため、面取り寸法が減少したと思われる。



(a) 10秒 (拡大) (b) 60秒 (全体)

図8 試験片写真 (2A/cm<sup>2</sup>)



(a) 60秒 (拡大) (b) 60秒 (全体)

図9 試験片写真 (0A/cm<sup>2</sup>)

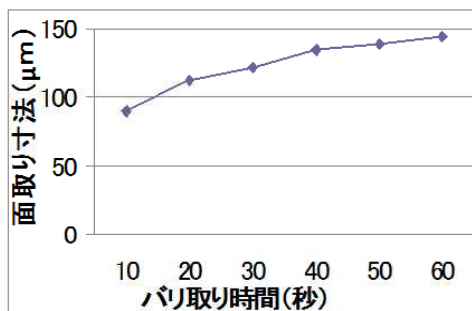
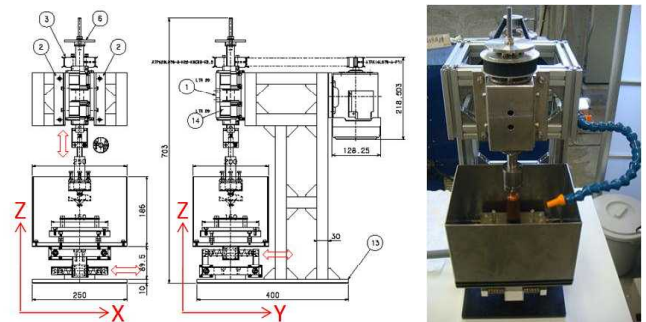


図10 面取り寸法の経緯

### 3. 4. バリ取りシステムの確立

試作した電極工具を使用する、専用のバリ取り機を検討した。図11-(a)に設計した図面、(b)に試作した電解砥粒バリ取り機を示す。このバリ取り機では、面取り寸法が均一にならない問題を解決するために、試験片を自動で芯出しをする機構を検討した。バリ取り機のテーブルの下に前後左右に移動ができる、2軸(X軸、Y軸)のスライダを取り付けた。このスライダはバネで固定することにより、電極工具と試験片の芯がずれている場合でも、自動で芯を合わせることができる。このため、厳密な芯だしは不要になり、工程数の削減につながった。さらに、バネの強度を変えることによって、追従性の応答を変更することもできる。また、主軸もスライダ機構を採用しているため、回転時でも上下(Z軸)に移動ができる。このため、試験片に上下の凹凸がある場合、追従してバリ取りができるシステムである。

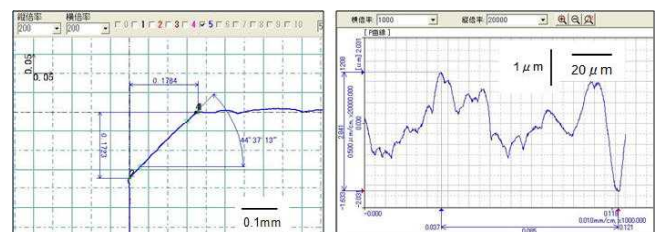
試作した電解砥粒バリ取り機でバリ取りした結果、



(a) 設計図 (b) 試作機

図11 電解バリ取り機

面取り寸法の最大差は、80から44 $\mu$ mへほぼ半減し、バリ、かえりも除去することができた。また、図12-(a)に輪郭形状測定機で測定した結果を示す。面取り後のエッジ部には、バリなどの変形が無くきれいに加工されている。さらに面取り角度は、電極工具の円錐角である90°の半分の44°37'13"に仕上がっている。このため、電極工具の円錐角を変えることによって、面取り角度を制御することもできる。また、(b)に面取り面を表面粗さ測定機で測定した結果を示す。JIS規格の基準長さを確保することができないため、評価長さが0.125mmで測定したときの断面曲線のPV値(高低差)で評価した。その結果、2.841 $\mu$ mであり、目標値である5 $\mu$ mRzをクリアすることができた。



(a) 輪郭形状測定結果 (b) 粗さ測定結果

図12 バリ取り後のエッジ部

## 4. 結言

- 1) バリ、かえりを除去し、同時に0.1mmの寸法精度で面取りを行うことができた。
- 2) バリ取り後の面取り部の表面粗さは、2.841 $\mu$ m(PV値)であり、目標値をクリアできた。
- 3) バリ取りおよび面取り時間は、10秒程度で大部分のバリを除去することができ、40秒程度ではバリやかえりをほぼ除去することができた。
- 4) 自動芯だし機構を備えた電解砥粒バリ取り機を試作して、バリ取りシステムを構築した。

本研究は東経連事業化センターの産学マッチングF/S助成制度(平成21年11月~平成22年10月)で実施したものである。

# インサート成形による電極付マイクロバイオチップの作製方法の確立

Development of Micro Plastic Parts with fine electrical wire by insert molding

技術開発部 プロジェクト研究科 安齋 弘樹

DNAチップ等のマイクロバイオチップのウェル部底面に電気配線を配置した電極付チップを量産化する方法として、インサート成形による作製方法を検討した。これまでの研究で電極を形成した基板上に、ウェル部を高精度に位置合わせすることが可能となったが、電極の上に樹脂が回り込んでしまい、電極が露出していない状態であった。そこで、基板と金型のクリアランス制御等により電極付マイクロバイオチップの作製が可能となった。

Key words: インサート成形、電極付マイクロバイオチップ

## 1. 緒言

幅 $100\mu\text{m}$ 、深さ $50\mu\text{m}$ 程度の溝や穴を多数配置したDNAチップに代表されるマイクロバイオチップ（以下、 $\mu\text{BC}$ と略）は、研究段階から実用化の段階に移行してきている。これに伴い、簡易な $\mu\text{BC}$ の素材はガラスから量産化が可能なプラスチックに移行しており、市販の段階まできている。加えて、底面に櫛歯電極を作製し、それに交流を流すことによるチップ内の液体攪拌や、電極間の電気抵抗の変化による微生物数の検査用途に電極付 $\mu\text{BC}$ （以下、 $e-\mu\text{BC}$ と略）が開発されている（図1）。現在は研究室レベルでの使用が中心であるが、研究の広がりとともに、量産が切望されている。

現行の $e-\mu\text{BC}$ は、図2に示すように、溝や穴の容器形状を加工した基板と、電気配線を形成した基板を別々に作製し、最後に貼り合せて作製されており、素材にはガラスが用いられている。この方法では、貼り合せ時に容器部と電極との位置合わせが必要となるため、現在は手作業により行っている状態である。また素材にガラスを用いた場合は、研究等の少量多品種の生産には対応できるが、大量生産時の工程削減が難しく、この点からも量産化は困難である。

量産方法としては、図3に示すように、予め電気配線を形成した基板上に、プラスチック射出成形（インサート成形）により樹脂容器を作製する方法が考えられるが、成形時に数十から数百 $\mu\text{m}$ の容器（ウェル）部底面に電極を位置決めする機構が必要となる。これまでの研究において、図4に示す位置決め機構を用いて、電極基板を作製後にインサート成形により樹脂容

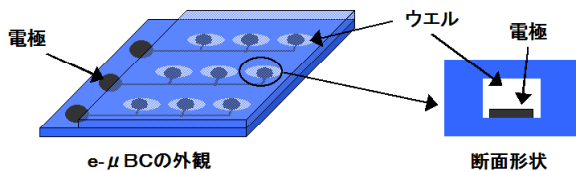


図1  $e-\mu\text{BC}$ の構造例

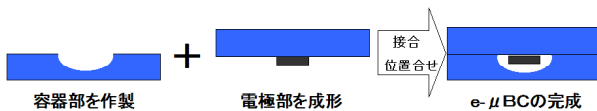


図2 現行の $e-\mu\text{BC}$ の作製方法

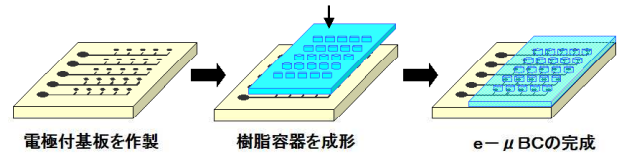


図3 インサート成形による $e-\mu\text{BC}$ の作製方法

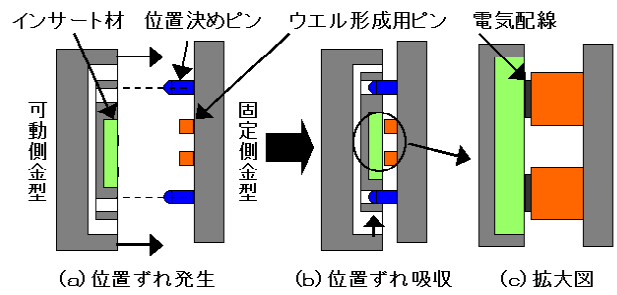


図4 位置決め機構の概念図

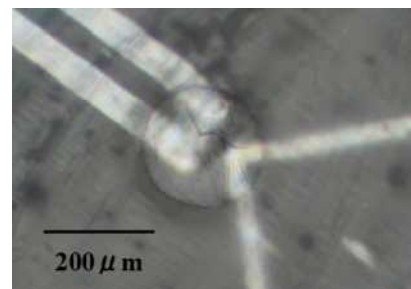


図5 作製した $e-\mu\text{BC}$

器を作製することで、 $e-\mu\text{BC}$ の作製を行った。これにより、 $\phi 200\mu\text{m}$ 、深さ $200\mu\text{m}$ のウェル底部に電極を配置した $e-\mu\text{BC}$ を作製することが可能となった（図5）。しかしながら、基板の破損を防ぐために基板と金型ピン間に隙間を設けているため、成形時に数 $\mu\text{m}$ 厚の樹脂が電極を覆ってしまい、電極が直接接触する必要のあるセンサ等を配置した $e-\mu\text{BC}$ の作製には至っていない状態である。

そこで本研究では、インサート成形により電極が露出した $e-\mu\text{BC}$ の作製方法の検討を行いました。

## 2. 研究内容

### 2. 1. 樹脂の回り込み防止方法の検討

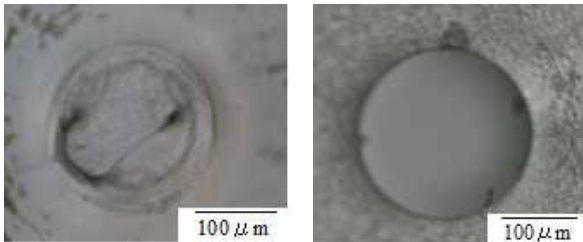
今回問題となっている樹脂の回り込みの原因は、基板と金型ピン間の隙間であり、これを防ぐためには隙

間をなくすことが必要となる。そこで、本研究では、金型ピンを基板に押付ける方法、および電極上に犠牲層を形成し、金型ピンによりその犠牲層を潰すことで樹脂の回り込みを防止し、成形後に犠牲層を除去することで、電極を露出させる方法をの2種類を検討した。

## 2. 2. 金型ピンを押付ける方法

始めに、金型ピンを基板に押付けることにより隙間をなくす方法について行った。これは、金型ピンをパターニングラインより突き出すことにより、金型ピンと基板を接触させ、隙間をなくす方法である。この方法により作製したウエル部裏面の光学顕微鏡写真を図6に示す。従来の方法ではウエル部が貫通していないが、今回の方法ではウエル部が貫通していることが確認できた。

そこで、アルミナセラミック基板の上にタングステンにより電極形状を作製後、インサート成形を行い、ウエル部を形成し、 $e-\mu$  BCの作製を行った。電極形成後の基板の様子を図7に、成形後のウエル部の拡大図を図8に示す。これにより、電極が露出した $e-\mu$  BCが作製可能であることが確認できた。しかしながら、本方法では金型ピンを基板に押付けるため、樹脂



(a) 従来の方法 (b) 今回検討した方法

図6 ウエル裏面の拡大図



図7 作製した電極付基板



図8 ウエル部の拡大図



図9 作製した電極付基板

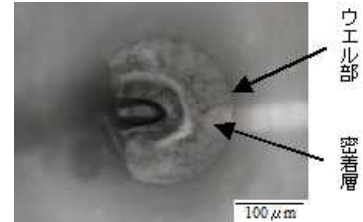


図10 ウエル部拡大図

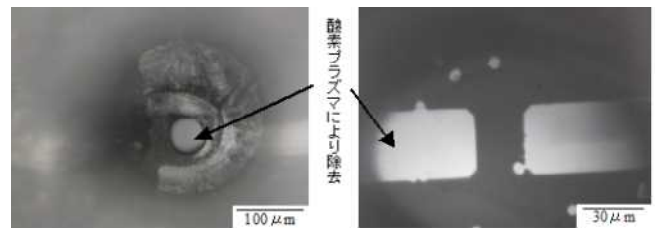


図11 酸素プラズマ処理後のウエル部拡大図

基板が使用できないといった問題もある。

## 2. 3. 犠牲層を形成する方法

次に、基板の上に犠牲層を形成することで、基板と金型ピンの隙間をなくす方法について検討を行った。今回はガラス基板を用い、電極はクロムを用いて形成した(図9)。次にガラス基板の上に、犠牲層としてエポキシ系の樹脂を塗布し、成形を行った。その結果を図10に示す。この時点では、電極が犠牲層に覆われており露出していない。そこで、酸素プラズマにより犠牲層の除去を行った。プラズマ処理後のウエル部の様子を図11に示す。処理前と比較すると、犠牲層が除去されており、電極が露出していることが分かる。今回は、犠牲層を完全に除去できていないが、これは犠牲層の厚さが厚いためであり、塗布厚さを考慮する、もしくは他の犠牲層の素材を検討する必要がある。

## 3. 結言

インサート成形による、電極付の露出した $e-\mu$  BCの作製方法の検討を行った。金型ピンを基板に押付ける等により電極を露出させることが可能となった。

しかしながら、使用する基板が限定される、犠牲層の除去が必要となるといった問題もあるが、以前のように成形樹脂が回り込まないため、容易に電極を露出させることが可能となった。

# マイクロインサート成形用金型の精密位置決め機構の開発

Development of fine positioning structure in mold of insert molding

研究開発部 プロセス技術グループ 安齋 弘樹 本田 和夫

DNAチップ等のマイクロバイオチップのウェル部底面に電気配線を配置した電極付チップを量産化する方法として、インサート成形による作製方法を検討した。これは、予め電極を形成した基板の上に、インサート成形により樹脂容器部を作製する方法であり、インサート材と金型との精密位置合わせ機構を有する金型の開発により、 $\phi 200 \mu\text{m}$ 、深さ  $200 \mu\text{m}$  の樹脂容器底部に電極を配置したマイクロバイオチップの作製が可能となった。

Key words: インサート成形、フローティング機構、電極付マイクロバイオチップ

## 1. 緒言

幅  $100 \mu\text{m}$ 、深さ  $50 \mu\text{m}$  程度の溝や穴を多数配置したDNAチップに代表されるマイクロバイオチップ（以下、 $\mu\text{BC}$ と略）は、研究段階から実用化の段階に移行してきている。これに伴い、簡易な $\mu\text{BC}$ の素材はガラスから量産化が可能なプラスチックに移行してきており、市販の段階まできている。加えて、底面に歯状電極を作製し、それに交流を流すことによるチップ内の液体攪拌や、電極間の電気抵抗の変化による微生物数の検査用途に電極付 $\mu\text{BC}$ （以下、 $e-\mu\text{BC}$ と略）が開発されている（図1）。現在は研究室レベルでの使用が中心であるが、研究の広がりとともに、量産が切望されている。

現行の $e-\mu\text{BC}$ は、図2に示すように、溝や穴の容器形状を加工した基板と、電気配線を形成した基板を別々に作製し、最後に貼り合せて作製されており、素材にはガラスが用いられている。この方法では、貼り合せ時に容器部と電極との位置合わせが必要となるが、現在は手作業により行っている状態である。また素材にガラスを用いた場合は、研究等の少量多品種の生産には対応できるが、大量生産時の工程削減が難しく、この点からも量産化は困難である。

量産方法としては、図3に示すように、予め電気配線を形成した基板の上に、プラスチック射出成形（インサート成形）により樹脂容器を作製する方法が考えられるが、成形時に数十から数百 $\mu\text{m}$ の容器（ウェル）部底面に電極を位置決めする機構が必要となる。精密微細成形用の成形機は横型が主流であり、インサート材を垂直に保持するため、保持および精密位置決めが難しく、実現していない状況である。そこで本研究では、インサート材を垂直に保持し、さらに金型とインサート材の高精度位置決め機構を有するインサート成形用金型の開発を行うことにより、プラスチック成形による $e-\mu\text{BC}$ の量産化技術の検討を行った。

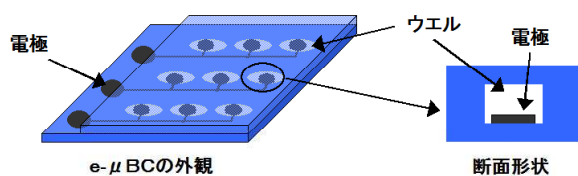


図1 e- $\mu\text{BC}$ の構造例

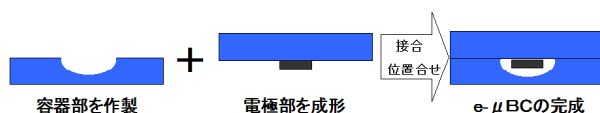


図2 現行の $e-\mu\text{BC}$ の作製方法

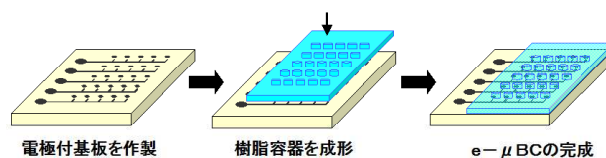


図3 インサート成形による $e-\mu\text{BC}$ の作製方法

精密微細成形用の成形機は横型が主流であり、インサート材を垂直に保持するため、保持および精密位置決めが難しく、実現していない状況である。そこで本研究では、インサート材を垂直に保持し、さらに金型とインサート材の高精度位置決め機構を有するインサート成形用金型の開発を行うことにより、プラスチック成形による $e-\mu\text{BC}$ の量産化技術の検討を行った。

## 2. 研究内容

### 2. 1. 金型構造の検討

本研究で解決すべき位置合わせ技術として、次の2つが挙げられる。

まず固定側金型と可動側金型の位置合わせである。金型の位置合わせは通常ガイドピン等により行われるが、金型温度を上昇させた際の熱膨張により位置ずれが発生し、これが高精度な位置合わせの妨げになっている。

次にインサート材を取り付けた際の、金型とインサート材との位置合わせである。通常のインサート成形では、インサート材を金型に設置するが、その時のクリアランス量が大きければ、繰り返し位置合わせ精度が悪くなり、逆にクリアランス量が小さければインサート材の固定に時間がかかり、熱膨張率の違いによりインサート材が破損することもある。

本研究では、位置決め精度を向上させる方法として、フローティング機構を応用することを検討した。フローティング機構とは、金型内のキャビティ部を固定せずに数十 $\mu\text{m}$ の自由度を持たせて固定する機構である。平成18年度にハイテクプラザで行った研究においても、フローティング機構を用いることで、固定側金型と可動側金型の位置決め精度 $\pm 5.7 \mu\text{m}$ を達成している<sup>1)</sup>。

そこで、この機構を応用し、図4に示すような自動

位置決め機構を有する金型を作製し、位置合せ実験を行った。これは、金型に発生した位置ずれ (図 (a)) を、キャビディ部が移動することで位置ずれを吸収し (図 (b))、インサート材の電極部とウエル形成用ピンの位置決めを行う (図 (c)) 機構である。実験には射出成形機 Microsystem50 (Battenfeld 社製)、PMMA 樹脂、アルミナセラミック基板を用いた。成形機の外観を図 5 に、作製した金型を図 6 に示す。成形品は、図 7 に示すような  $30 \times 20 \times 1\text{mm}$  の基板上に、 $\phi 200 \mu\text{m}$  のウエル部を 4 箇所配置した  $10 \times 10 \times 0.2\text{mm}$  の樹脂部を有する形状である。

基準位置からウエル部中心の座標を測定したところ、位置決め精度は  $\pm 21 \mu\text{m}$  であった。この結果より、フローティング機構を応用することで、高精度位置決め機構を有するインサート成形用金型が作製可能であることが確認出来た。

次に幅  $40 \mu\text{m}$ 、長さ  $100 \mu\text{m}$  のクロスマークを形成したセラミック基板上に成形を行い、ウエル部とクロスマークとの位置合せ確認を行った。クロスマークは基板に RF スパッタ装置 (SPT-4STD、(株) 東栄科

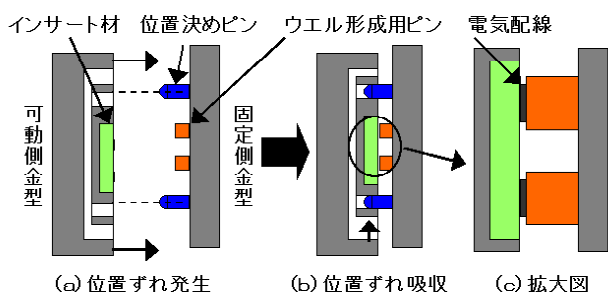


図 4 位置決め機構の概念図



図 5 Microsystem50の外観図



図 6 作製した金型

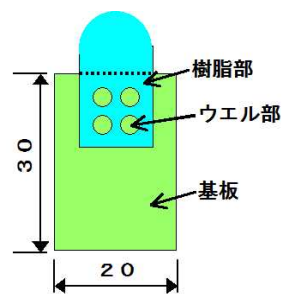


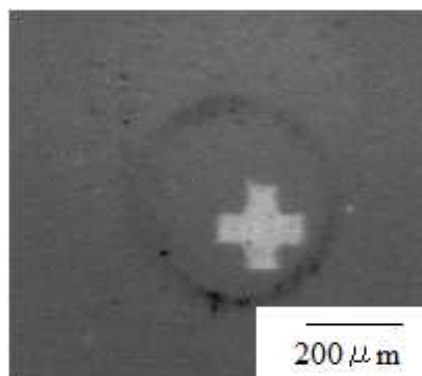
図 7 成形品形状

学産業製) によりタングステンを製膜後、フォトリソグラフィにより作製した。成形品の外観図を図 8 に、容器部の拡大図および走査型レーザー顕微鏡 (OLS1100、(株) 島津製作所製) により測定した結果ををを図 9 に示す。

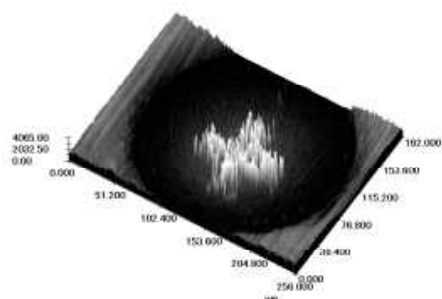
これより、樹脂ウエル部底面にクロスマークが位置決めされていることが確認できた。ここで、クロスマークの位置が中心からずれているのは、成形時の位置決め精度以外に、基板にクロスマークを作製する時の精度も影響しているためと考えられる。



図 8 成形品外観図



(a) 容器部拡大図



(b) 走査型レーザー顕微鏡像

図 9 容器部とクロスマークの位置合せ結果

### 3. 結言

インサート成形による、電極付マイクロバイオチップの量産化方法の検討を行った。フローティング機構を応用することで、インサート材と金型を精密に位置合わせする金型を開発した。これにより、 $\phi$  200  $\mu$  m、深さ 200  $\mu$  m の樹脂ウエル部底部の中心付近に電極を配置したマイクロバイオチップの作製が可能となり、量産化技術の確立に近づいた。

今後は、インサート成形による電極が露出した電極付マイクロバイオチップの作製方法を検討する予定である。

#### 参考文献

- 1) “マイクロ構造を持つ微細プラスチック部品成形技術の開発”、福島県ハイテクプラザ研究報告書、pp.41-44、平成 19 年 3 月

# 超小型部品の鉛フリー実装技術における細密溶接技術の研究開発

—インライン化した細密接合評価技術の開発—

## Development of micro welding technology for Pb free small parts packaging

-Development of evaluation equipment for inlined micro welding technology-

技術開発部 生産・加工科 吉田 英一 浜尾 和秀 三瓶 義之 栗花 信介  
 プロジェクト研究科 伊藤 嘉亮  
 東成エレクトロビーム株式会社 高島 康文 西原 啓三  
 アスター工業株式会社 橋本 一秋 国分 均

マウンタに搭載した光学機器から得た画像により、チップ部品の位置ずれを自動で検出する画像処理外観検査システムを開発した。システムを評価するため、位置ずれ検出自動処理を行った際の処理時間を計測した。また、チップ抵抗及びチップコンデンサを連続マウントして得た画像により、位置ずれ検出性能を評価した。その結果、位置座標の検出では高い検出率が得られたが、条件により検出誤差が生じる場合があることが分かった。

Key words: 画像処理、外観検査システム、チップ抵抗、チップコンデンサ

### 1. 緒言

WEEE や RoHS 指令に伴い、電子機器に使用するはんだの鉛フリー化や、はんだそのものを使用しない新たな小型電子部品の接合技術及び実装技術の開発が望まれている。

本研究ではレーザーによる直接細密接合技術の開発を行うとともに、レーザーを搭載した新たなマウンタ実装機を開発を行った。ハイテクプラザでは、マウンタ実装機に組み込んでチップ部品の位置ずれ及びレーザー接合後のチップ部品の位置ずれ検出を行うことを目指した画像処理外観検査システムを開発を行った。

シーケンサからの指示待ちに入り、位置ずれ量検出の連続処理が始まる。

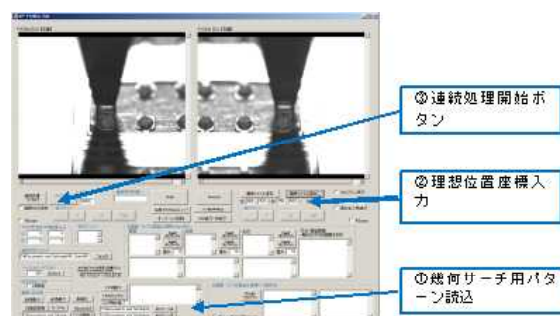


図1 位置ずれ検出システム

### 2. 位置ずれ検出処理

#### 2. 1. 画像処理の光学機器

CCD カメラ、レンズ、照明などの光学機器をマウンタ内に設置し、撮影された画像に画像処理を行い、自動で位置ずれを検出するシステムを開発した。使用した光学機器を表 1 に示す。

表1 使用した光学機器

カメラ	145 万画素白黒 CCD カメラ KP-F120CL (有効画素数: 縦 1040 画素、横 1392 画素)
レンズ	倍率 2 倍テレセントリックレンズ MML2-HR65D
照明	青色同軸落射照明 MCEL-CB8 照明用電源 MLEK-A230W2LRDB (デジタル 256 段階の調光が可能)

#### 2. 2. 自動処理

開発した位置ずれ検出システムの自動処理の流れを以下に示す。

初めに、幾何サーチのために、左右画像共にサーチ用パターンをハードディスクから読み込む。

次に、理想とするチップ位置の左右上角座標を図 1 の左画像、右画像共に座標値をそれぞれ入力する。

連続処理開始ボタンを押すことにより、マウンタの

位置ずれ検出処理の流れは図 2 のとおりである。なお、位置ずれ検出処理中にずれ量の検出ができなかった場合、ポップアップ画面を表示して、処理継続の有無を操作者に促すことにした。

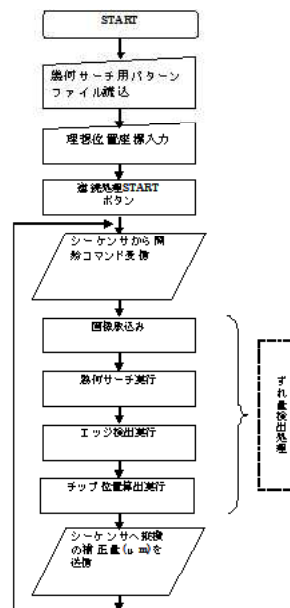


図2 自動処理の流れ



### 2. 3. 処理時間

各プログラムモジュールの処理時間は表2のとおりである。なお表中の処理時間は、Windows が他の処理を実施しながらのため、毎回同じ処理時間にはならず、あくまで目安である。特にカメラからの画像取り込み、RS-232C 通信などの I/O を利用する場合は、処理時間に顕著な差が生じる。

今回の検証ではグレーフィルタ処理による位置ずれ検出性能の向上は認められなかったため、処理時間の検証でもグレーフィルタ処理を実行せずに計測を行った。

本システムでは、グレーフィルタ処理を実行せずに部品実装受信から結果送信まで位置ずれ検出自動処理を行った場合の処理時間は 182msec 前後であった。

表2 処理時間

RS-232C	画像取り込み	幾何サーチ	位置ずれ 検出	RS-232C
部品実装受信	2画面 取り込み	FPM サーチ	EdgeB 等	結果送信
23	110	25	1	23
グレーフィルタ				
近傍最小値	近傍最大	鮮鋭化	Gaussian2D	任意階調 変換
5	5	5	125	12

単位：msec

### 2. 4. 位置ずれ検出評価

1005 チップ抵抗及びチップコンデンサを連続マウントさせて得た画像を使用し、位置ずれ検出システムで検出させたチップ位置の左右上角の座標値と、同画像から目視で採取した座標値との差分を取ることで、位置ずれ検出性能の評価を行った。

その結果、目視との差分は最大でも 25 画素を超える誤差はなかった。大きな差が生じたものは、X 方向ではエッジ検出による誤差で、Y 方向ではサーチの失敗による誤差であることが分かった。また全般的にチップコンデンサよりチップ抵抗の方が、検出誤差が少なかった。チップコンデンサは電極面が丸みを帯びていて、エッジ検出が難しいためであると考えられる。

## 3. 結言

マウンタに搭載した光学機器により取得した画像を用いて、チップ部品の位置ずれを自動で検出するシステムを開発した。

1005 チップ抵抗やチップコンデンサを連続マウントして取得した画像により位置座標値を算出し、システムの性能評価を行った。その結果、位置座標の検出では高い検出率が得られたが、大きな検出誤差が生じ

る場合があった。検出誤差についてはサーチ及びエッジ検出の画像処理に起因するものであるため、パラメータ調整などの対応を行い、実用化に向けて改善していきたい。

なお、経済産業省 東北経済産業局にて本研究の報告書<sup>1)</sup>が公開されているのでご覧いただきたい。

### 参考文献

1) 高島、橋本、他：“超小型部品の鉛フリー実装技術における細密溶接技術の研究開発”、平成 21 年度戦略的基盤技術高度化支援事業 研究開発成果等報告書、pp.1-27、2009

URL:

[http://www.tohoku.meti.go.jp/s\\_sangi/pdf/gaiyo\\_12.pdf](http://www.tohoku.meti.go.jp/s_sangi/pdf/gaiyo_12.pdf)

# 液晶用高品位内面拡散板製造法の開発

Development of the High-Quality Diffuse Reflective Plate Manufacturing Process for Liquid Crystal Display

研究開発部プロセス技術グループ（現 技術開発部生産・加工科） 吉田 智  
（現 いわき技術支援センター機械材料科） 三瓶 義之  
（現 テクノアカデミー郡山 精密） 小野 裕道  
（現 福島技術支援センター繊維・材料科） 伊藤 嘉亮

液晶パネルに使用される内面拡散板に理想的な反射特性を持たせ、より付加価値を高めるため、県内企業と共同で開発した高速ミーリングの応用による反射板表面への微細ディンプルパターン加工について、実用化に向けた金型寿命の延長法や加工精度の向上、加工面積の拡大などについて検討を行った。その結果、金型表面への白金軽金属コーティングによる金型寿命の大幅な延長や、加工面積を2.4inchから5.1inchに拡張し、応用製品の拡大を図ることができた。

Key words:内面拡散反射板、ディンプル、銅めっき、耐食性、単結晶ダイヤモンドエンドミル

## 1. 緒言

携帯電話などのモバイル製品に使用される液晶パネルの視認性向上（高輝度、高精細）のひとつの手法として、パネル内部の拡散反射板表面に図1のような凹球面が不等間隔に配置されたディンプル形状を形成する方法がある。これは入射光を一定の範囲に反射させて反射光をより効率的に利用できるために、画像表示が明るく、かつ光の反射と拡散が同じポイントなので視差がなく、表示が二重に見えることもない最も優れた方法である。

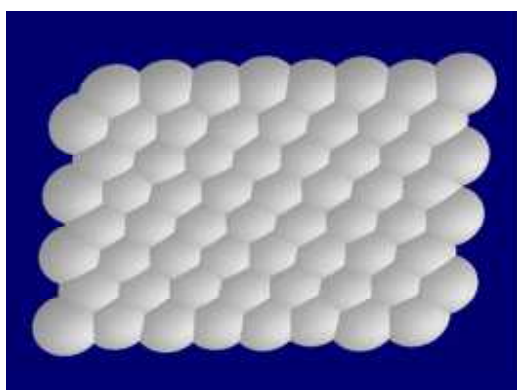


図1 拡散反射板の理想的な表面形状

当所では平成16～17年の2年間にわたって、県内企業と共同で微細なディンプル形状を持つ拡散反射板を短期間かつ低コストで製造する技術について研究を行い、高速ミーリングを応用した極小径単結晶ダイヤモンドボールエンドミルによる切削加工技術を開発した<sup>1)</sup>。

本研究はこの技術の実用化に向けて、経済産業省の地域新生コンソーシアム研究開発事業により、引き続き反射板製造技術ならびに周辺技術の研究開発を行ったもので、当所では分担課題として、金型加工精度の向上や金型寿命の延長、応用製品拡大のための加工面積の拡張などの検討を行った。ここではその一部について報告する。

## 2. 研究内容

平成16～17年に行われた共同研究では、微細ディンプル形状の加工法を開発し、2.4inchサイズの金型の試作を行ったが、その際、金型材料の被削性・耐食性の向上が課題となった。また、製品ニーズの拡大による金型サイズの変更（加工面積の拡張）の必要も生じてきた。それぞれの課題に対する研究内容および結果は以下のとおりである。

### 2. 1. 金型材料の被削性・耐食性の向上に関する検討

一般に光学部品や精密・微細形状金型の材料としては無電解ニッケルりんめっき材が使用されることが多いが、先の共同研究で開発した微細ディンプル形状加工法は極小径単結晶ダイヤモンドボールエンドミルによる断続切削であるため、このような高硬度材（HV500以上）では加工中にチッピングなどの工具損傷を生じる可能性が極めて高く、広い面積を加工するのは難しい。そこで、金型の試作にはめっき層の硬度が低い銅めっき材を使用した。無電解ニッケルめっきに比べると耐食性が低く、酸化による変色や形状変化を生じやすく（図2）、金型としての取扱いが難しいため、耐食性の向上が求められる。



図2 変色した金型(2.4inch)

また、無電解ニッケルめっきに比べて硬度は低いものの、加工面の加工硬化に起因すると考えられる微細なチッピングを生じて光学特性に悪影響を及ぼすことがあるため、被削性の改善も要求される。そこで、それぞれの改善策として以下の検討を行った。

### 2. 1. 1. 銅めっき材の熱処理による物性の変化と加工性・加工面形状への影響調査

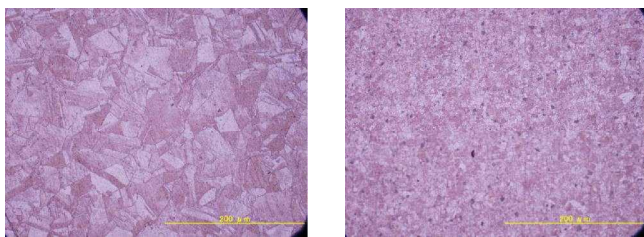
金型に使用している材料は、鋼材 (SS400) に数  $\mu\text{m}$  のニッケルめっきを処理した後、厚さ  $150\ \mu\text{m}$  の銅めっきを施したもので、銅めっき層の硬さは  $130\text{HV}$  程度である。

ここでは、銅めっき材に対して熱処理 (焼鈍し) を施し、熱処理によるめっき層の物性変化を調べるとともに熱処理後の被削性についても調べた。熱処理条件については、銅の再結晶化温度が  $200\sim 250\text{ }^\circ\text{C}$  であり、また熱処理によってめっき層に膨れなどの不良が発生する恐れもあるため、真空熱処理炉で  $350\text{ }^\circ\text{C}$  まで加熱、1 時間保持したのち徐冷する比較的低温の処理条件とした。

表 1 に熱処理前後の金型材のめっき層硬さを示す。熱処理前の硬さが  $120\text{HV}$  程度であるのに対して、熱処理後は  $80\text{HV}$  まで低下していることがわかる。また、熱処理前の金属組織 (図 3-a) に対して熱処理後 (図 3-b) は細かく均質な金属組織に変化していることが確認できた。

表 1 銅めっき層の硬さ

	1	2	3	4	5
熱処理前	126	117	117	117	117
熱処理後	76.6	77.3	76.8	83.1	77.5



(a) 熱処理前 (b) 熱処理後

図 3 銅めっきの組織

この試験片にディンプル加工を行い被削性を調べた結果を示す。加工条件は工具回転数  $28,000\text{rpm}$ 、送り速度  $498\text{mm/min} \pm 10\%$ 、ピックフィード  $0.013\text{mm}$ 、切込み  $0.0035\text{mm}$ 、湿式加工 (植物性切削油) で、 $2.4\text{inch}$  サイズの金型全面に加工を行った。図 4 は加工面の観察像であるが、ディンプル面にはチッピング等の工具損傷による痕跡は認められなかった。一部の

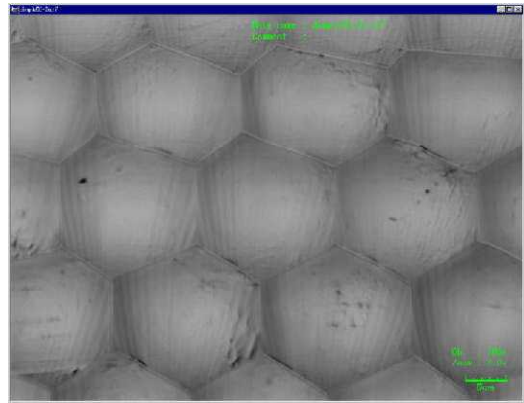


図 4 熱処理材の加工面

ディンプル形状の工具切れ刃の抜け側 (右下方向) にめっき層が柔らかくなったことに起因すると考えられる変形があるが、変形量は極微小で反射特性に影響は認められない。この結果から、銅めっき材への熱処理によりめっき層の硬さが低下するとともに金属組織が均質化され、工具損傷発生が抑制ができることがわかった。

### 2. 1. 2. ディンプル加工面への耐食性コーティング処理の検討

本研究で使用している銅めっき材は先に述べたとおり耐食性が低く、射出成型用金型としては取り扱いが難しい材料であるが、一方で被削性や金属組織の均質性、製造コスト等で同等の特性を持つ材料は認められない。実用化を視野に入れた場合、金型の長寿命化は必須であるため、ここでは銅めっき材への耐食コーティングによる金型寿命延長の可能性について検討を加えた。

コーティング素材としては、耐食性に優れており、かつ金型に使用できる表面硬度を持つ白金を用い、RF スパッタ装置 (株東栄科学産業製 RF-4STD) により成膜を行った。成膜条件は表 2 のとおりである。なお、銅の拡散を防止するため、下地としてタンゲステン (膜厚  $0.004\ \mu\text{m}$ ) を成膜している。

表 2 白金成膜条件

RF出力	200W
プロセスガス	Ar 5sccm
プロセス圧力	0.3Pa
極間距離	60mm
基板温度	$200\text{ }^\circ\text{C}$
成膜時間	3min
膜厚	$0.12\ \mu\text{m}$

ガラス基材に銅薄膜を成膜した試験片による予備試験では、密着強度（テープピリング試験により確認）、酸化耐性（加熱試験、大気雰囲気 230℃・3h 保持）とも問題は認められなかったため、実際の金型に白金コーティングを行い、ディンプル形状の変化ならびに射出成形による表面状態の変化を調べた。図5はコーティング処理をした金型の外観であるが、ディンプル形状にはコーティング前後で特に形状変化は認められなかった。また射出成形実験後（500 ショット）も表面の変色やコーティングの剥離等は認められず、耐食性を改善することができた。



図5 コーティング処理後の金型

## 2. 2. 5.1inch液晶用金型加工条件の検討と試作

本研究で開発している拡散反射板の光学特性は電子辞書や PDA などのモバイル機器にも適しており、これらの機器への展開についても検討が必要と思われる。しかし、これらに使用される液晶パネルのサイズは 5～6inch が主であり、当初ターゲットとしていた携帯電話の4倍以上の面積となる。これに伴いディンプルパターン加工に要する時間も延長され、単結晶ダイヤモンド工具の寿命や環境変化等による加工機の安定性の低下などが問題となる恐れがある。ここでは現状の加工方法による 5inch 超の拡散反射板金型加工の可能性の検証と問題点の抽出を行った。

金型サイズの変更に伴って、加工上問題になると考えられる主な点は以下のとおりである。

- ①銅めっき材の品質（めっき厚や欠陥など）
- ②単結晶ダイヤモンド工具の寿命
- ③加工時間の増加による加工機安定性の低下

これらについて、現状の 2.4inch 金型と同様の方法で銅めっき材の作製ならびにディンプル加工を行い、問題の有無を確認した。なお、金型サイズは共同研究企業のニーズにより 5.1inc (113 × 73mm) とし、ディンプルサイズも R0.05mm、20 μ m に変更している。加工条件は表3のとおりである。

銅めっき材の品質については、面積の拡大に伴って厚さのばらつきが 2.4inch 金型に比べてやや大きくなったものの、ピット等の欠陥は認められず、現状の製造方法で対応できることが確認できた。

表3 5.1inch金型加工条件

工具	R0.05mm単結晶ダイヤモンド ボールエンドミル
加工機	(株)牧野フライス製作所製 マイクロFF加工機 HYPER5
主軸回転数	28,000rpm
送り速度	830mm/min±10%
ピックフィード	0.022mm
切込み	0.0035mm
切削方式	湿式（植物性油）

作製した銅めっき材を用いてディンプル加工を行った 5.1inch 金型を図6に示す。金型の加工に要した時間は約30時間で、2.4inch 金型の1.5倍程度であった。加工後のディンプル面はおおむね均一でムラのない面になっていたが、一部に反射特性の異なるスジ上の部分が見られた。これは加工時間の延長による加工機の安定性低下によって切込み量が増えたことが原因と考えられ、改善には加工機の変更を含めた加工条件の見直しが必要と思われる。また加工面の観察の結果、加工開始点および終了点付近でディンプル形状にほとんど差は見られず、加工中の工具損傷は生じていないことが確認できた。



図6 5.1inch金型

## 3. 結言

以上、拡散反射板製造法の実用化に向け、金型材の被削性・耐食性の向上について検討し、白金コーティングによる耐食性向上とめっき材の熱処理（焼鈍し）による被削性改善の効果が確認できた。また、5.1inch 金型の試作を行い、加工条件の見直しの必要はあるものの、現状の加工方法で対応加工であることが確認できた。

## 参考文献

- 1) ”液晶用ディンプル型反射板製造法の開発”、福島県ハイテクプラザ研究報告書、2007

# キリの成長促進や病虫害抵抗性を発現する土壤微生物の解明

Research of the soil microbe which promotes growth of a paulownia

技術開発部 生産・加工科 鈴木 英二 大野 正博  
林業研究センター 林産資源部 内海 亨

会津キリにおいてキリ根圏に良い影響を与える微生物の解明を行った。栽培キリの根に共生し、植物のリン吸収促進作用を持つとされるアーバスキュラー菌根菌を確認した。また、キリ根に共生し、根圏の病害菌を抑制し植物の生育を促進させる機能を持つ植物生育促進根圏細菌の分離を行った。分離した微生物において、キリ病原菌である *Fusarium* 属を用いて対峙培養を行い、*Fusarium* 属に拮抗性(生育阻止)のある分離菌を17菌株選択し同定した。

Key words : キリ、アーバスキュラー菌根菌、植物生育促進根圏細菌、蛍光性 *Pseudomonas*

## 1. 緒言

福島県の県産品である会津キリは、近年このキリ材において生産量が減少している。その中の一原因としてキリ栽培時の苗の生育障害等による問題があり、福島県林業研究センターではキリの健全育成のための土壤管理法確立を目的とした研究を行っている。またハイテクプラザではキリ栽培の土壤管理法確立の一助として、キリ土壌での土壤微生物の役割を解明するために協同研究を行った。

## 2. 試験方法

### 2. 1. キリ苗木の根内に共生するアーバスキュラー菌根菌の感染率測定

栽培キリにおいては、平成20年11月、福島県大沼郡三島町滝谷地区に新植したキリ苗10本を試験木とした。対照区2本(無施肥)、堆肥区4本、堆肥粉炭区4本、計10本のキリ苗木試験区を設けた。この三試験区の配置と、キリ根採取場所を図-1に示した。キリ根試料の採取場所として、地ぎわの幹から約20~30cm離れ、深さ約10~20cmの位置からキリ根を採取した。

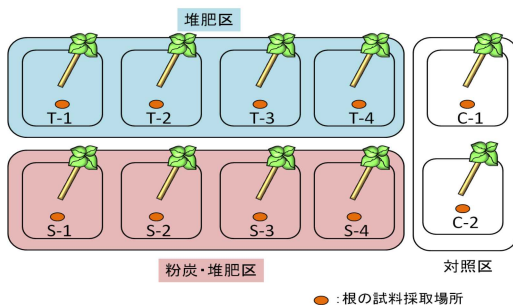


図.1 キリ栽培三試験区の配置図とキリ根の採取場所

会津キリを栽培する地域は火山灰土壌であり、その中でも黒ボク土壌が多い。その性質としてリン酸吸収係数が高く可給態リン酸が少ない土壌であり、植物がリン酸を吸収しにくい土壌である<sup>1)</sup>。またアーバスキュラー菌根菌(AM菌)はリン吸収促進などの作用で、宿主である植物の生育を促進する働きを持つとされてい

る<sup>2)</sup>。この三施肥条件で、4月,6月,8月,10月のそれぞれの時期に、キリ苗木三試験区の計10本のキリ根を採取し、キリ苗木の根内に共生するアーバスキュラー菌根菌の感染率測定<sup>2)</sup>を行った。

### 2. 2. キリ根に生息する微生物群および生菌数測定

キリ根に生息する微生物群およびその生菌数を把握するため、各キリ根において微生物群の好気性細菌類、蛍光性 *Pseudomonas*、カビ類、*Fusarium* 属においてこれら4菌群の生菌1gあたりの生菌数を測定した。

4月,6月,8月,10月の時期に、計10本のキリ根をそれぞれ採取し試験試料とし、時期ごとにこれらの微生物群の生菌数を測定し把握した。

### 2. 3. キリ根に生存する拮抗性微生物の分離

キリ根に生存し、細菌類やカビ類に対して拮抗性(生育阻止)のある微生物の分離を試みた。今回、キリの根圏土壌では非根圏土壌より好気性細菌類の生菌数が多く、根圏に何らかの影響を与えていることが示唆されたことから、主に好気性細菌類を中心に分離を試みた。キリ苗木の根を採取し、根の断片を粉砕、希釈後、細菌類用およびカビ類用培地に塗布し培養した。その後カビ類などに対して阻止円を形成したコロニーを単離し、これを拮抗性微生物として分離した。

### 2. 4. キリ根から分離した拮抗性微生物を用いた *Fusarium* 属対拮抗性試験

キリ根より分離した拮抗性微生物において、キリ根に生存していた苗立枯病の病原菌である *Fusarium oxysporum* に対する拮抗性試験を行った。ツアペックドックス寒天培地の中央に拮抗性微生物として分離した菌株を一点接種し、*F.oxysporum* を培地の円周近くに6点接種し対峙培養を行った。阻止円が確認できた分離菌について病原菌に対して拮抗性があると判断した。また *F.solani* に対する拮抗性試験も同様に行った。

### 2. 5. *Fusarium* 属対拮抗性分離菌の同定

キリ根から分離した拮抗性微生物26菌株のうち、*Fusarium* 属に対して拮抗性を示した微生物17菌株に

ついて16SrDNA解析による同定を行った。16SrDNA Bacterial PCR KitおよびSequencing Kitを用い、DNAシーケンサーにて塩基配列を解析した。解析した塩基配列は日本DNAデータベースのBLASTにより相同性検索を行ない、分離した微生物について同定を行った。

### 2. 6. 拮抗性分離菌 *Pseudomonas* 属の蛍光性試験

キリ根から分離した拮抗性 *Pseudomonas* 属4-4株、4-6株について、キングB培地による蛍光性試験を行った。このキングB培地に分離菌のコロニーを形成させた後、365nm紫外線を照射し蛍光性を確認した。

## 3. 試験結果と考察

### 3. 1. キリ苗木の根内に共生するアーバスキュラー菌根菌の感染率測定結果

三島町キリ苗木栽培試験地のキリ苗木の根内に共生するアーバスキュラー菌根菌(AM菌)は主に *Glomus* 属の糸状菌である。このAM菌のキリ根に共生する感染状態を図. 2に示した。また4, 6, 8, 10月期における、キリ苗木三試験区計10本のキリ根内に共生するAM菌の感染率測定結果を図. 3に示した。一般的に植物において粉炭の施肥はAM菌の感染率が増加傾向になることが知られている。今回の施肥条件の相違による結果でも、堆肥粉炭区ではAM菌の感染率が増加傾向にあった。

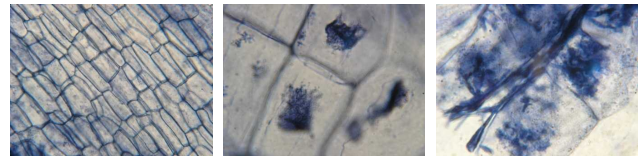
また、各施肥試験区における10月期のキリ根AM菌感染率と、キリの4月から10月間の成長増加量を図. 4に示した。キリ成長が良好なものはキリ根AM菌感染率も高い傾向にあった。

### 3. 2. キリ根に生息する微生物群および生菌数測定

キリ根に生息する微生物群およびその生菌数を把握するため、微生物群の好気性細菌類、蛍光性 *Pseudomonas*、カビ類、*Fusarium* 属においてこれら菌群の生根1gあたりの生菌数を測定した。10月のキリ根においてそれぞれの微生物群の生菌数の結果を図. 5に示す。一般的にキリ根において、好気性細菌類は根圏に良影響のものと悪影響を及ぼすものが含まれている。蛍光性 *Pseudomonas* は根圏にとって良影響のものが多くとされる。カビ類は比較的悪影響を及ぼすものが多くとされ、*Fusarium* 属群は病原菌に代表される悪影響を及ぼすものとされている。好気性細菌類の微生物群では $10^8$ cfu/g生根、蛍光性 *Pseudomonas* 群では $10^6$ cfu/g生根と各キリ根での顕著な差異は見られなかった。カビ類の微生物群では $10^5 \sim 10^7$ cfu/g生根、*Fusarium* 属群では $10^2 \sim 10^5$ cfu/g生根と各キリ根での差異が見られ、菌数の多少により根圏に影響を及ぼしていると推測された。

### 3. 3. キリ根に生息する拮抗性微生物の分離

キリ根に生息し、細菌類やカビ類に対して拮抗性(生育阻止)のある微生物の分離を試みた。コロニー周囲に阻止円を形成するような拮抗性のある微生物を計26菌株単離した。



キリ根細胞(非感染) キリ根細胞内に共生するアーバスキュラー菌根菌  
図. 2 キリ根のアーバスキュラー菌根菌の感染状態

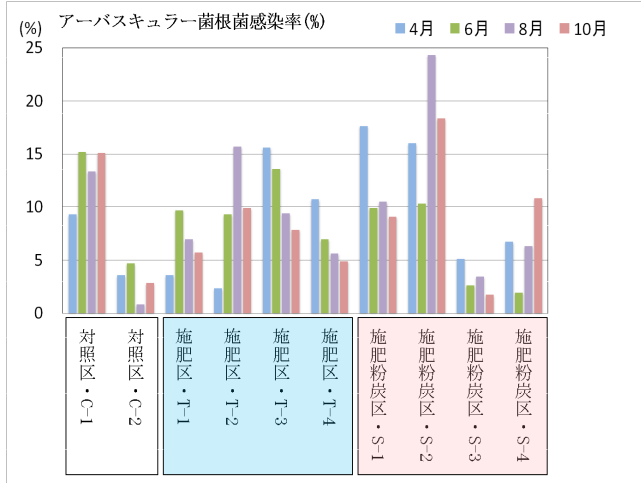


図. 3 4, 6, 8, 10月のキリ苗木の根内に共生するアーバスキュラー菌根菌の感染率

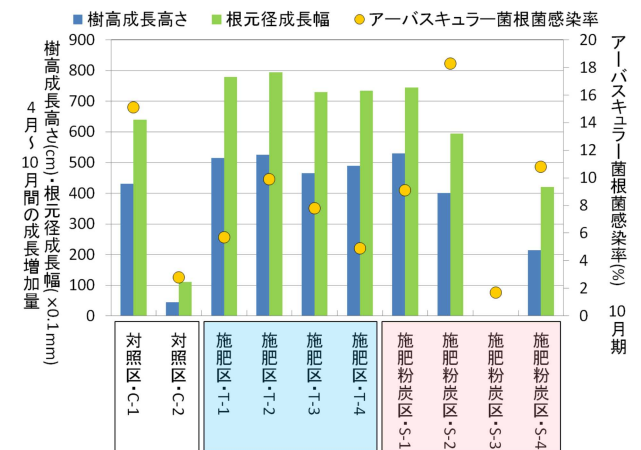


図. 4 各試験区における10月期キリ根AM菌感染率とキリの4~10月間の成長増加量

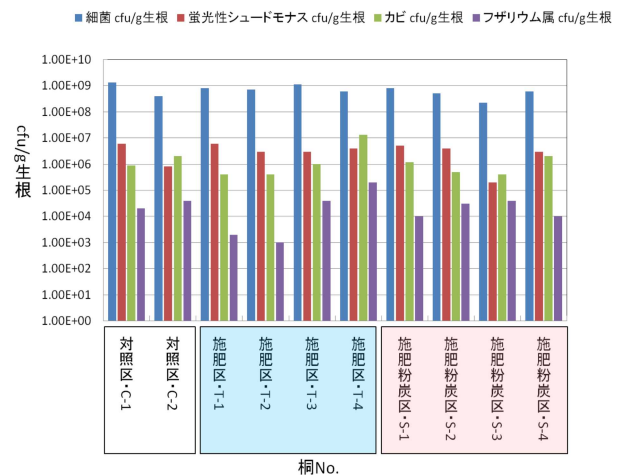


図. 5 キリ根に生息する微生物群の相違および生菌数

### 3. 4. キリ根から分離した拮抗性微生物を用いた *Fusarium* 属対拮抗性試験結果

キリ根より分離した拮抗性微生物において、キリ根に生存していた苗立枯病の病原菌である *Fusarium oxysporum* に対する対峙培養試験を行った。また *F. solani* に対する対峙培養試験も同様に行った。拮抗性分離菌計26菌株のうち、*Fusarium* 属に対して生育阻止円を形成した菌株は17菌株であった。分離菌8-4株における阻止円形成状態を図. 6に示した。分離菌が抗菌性物質等を生産し、*Fusarium* 属の菌糸伸長を阻止する様子が観察できた。また拮抗性分離菌17菌株の *Fusarium* 属に対する生育阻止円の阻止幅結果を表. 1に示した。

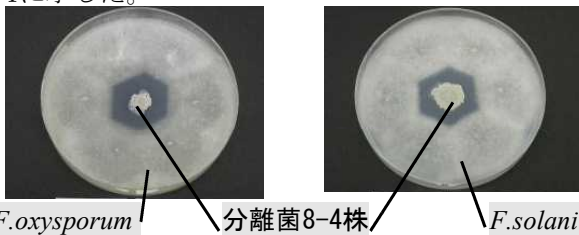


図. 6 *Fusarium* 属に対して生育阻止円を形成する分離菌8-4株

### 3. 5. *Fusarium* 属対拮抗性分離菌の同定結果

キリ根から分離した拮抗性微生物26菌株のうち、*Fusarium* 属に対して拮抗性を示した微生物17菌株について16SrDNA解析による同定を行った。その結果を表. 1に示す。同定結果からキリ根から分離した拮抗性微生物は、*Bacillus* 属、*Paenibacillus* 属が多く存在した。この拮抗性分離菌17菌株はすべて植物生育促進根圏細菌に代表される微生物であった。

### 3. 6. 拮抗性分離菌 *Pseudomonas* 属の蛍光性試験

キリ根から分離した拮抗性微生物4-4(*Pseudomonas fluorescens*)、4-6(*Pseudomonas putida*)について、キングB培地による蛍光性試験を行ったところ、コロニーが蛍光性を示し蛍光性 *Pseudomonas* 菌であることが確認された。蛍光性を示した結果を図. 7に示す。

病原菌に対して拮抗性があり、且つキングB培地にて蛍光性を示す *Pseudomonas* 属などの微生物は、抗菌物質生産により根圏の病害菌を抑制する生物防除機能や、植物の生育を促進させる機能を持つ植物生育促進根圏細菌(PGPR)である可能性が高い。このPGPRを利用することにより、農薬に依存しない生物防除の機能を持った、環境に優しい微生物農薬としての利用が期待される。

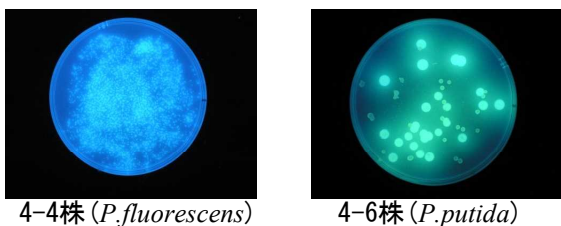


図. 7 蛍光性を示す蛍光性 *Pseudomonas* 分離菌

表. 1 拮抗性分離菌17菌株の *Fusarium* 属対拮抗性試験と同定結果

分離菌 No.	対拮抗性阻止幅		属種名
	<i>F. solani</i>	<i>F.oxysporum</i>	
4-1	7mm	1mm	<i>Bacillus subtilis</i>
4-2	5mm	11mm	<i>Bacillus polymyxa</i>
4-3	3mm	—	<i>Bacillus amyloliquefaciens</i>
4-4	1mm	1mm	<i>Pseudomonas fluorescens</i>
4-6	5mm	1mm	<i>Pseudomonas putida</i>
6-1	1mm	10mm	<i>Paenibacillus polymyxa</i>
6-2	5mm	1mm	<i>Bacillus amyloliquefaciens</i>
6-3	4mm	2mm	<i>Paenibacillus ourofinensis</i>
6-5	1mm	5mm	<i>Paenibacillus kribbensis</i>
8-1	1mm	10mm	<i>Paenibacillus kribbensis</i>
8-3	3mm	2mm	<i>Bacillus megaterium</i>
8-4	9mm	9mm	<i>Bacillus amyloliquefaciens</i>
8-5	1mm	1mm	<i>Bacillus subtilis</i>
8-6	2mm	1mm	<i>Bacillus subtilis</i>
10-4	1mm	4mm	<i>Burkholderia ambifaria</i>
10-5	10mm	1mm	<i>Bacillus subtilis</i>
10-6	9mm	7mm	<i>Bacillus amyloliquefaciens</i>

## 4. 結言

会津キリにおいてキリ根圏に良い影響を与える微生物の解明を行った。

会津キリの根に共生するAM菌は *Glomus* 属の菌が主であり1~25%の感染率が見られた。キリ成長増加量とキリ根AM菌感染率の比較では、キリ根圏においてキリ病原菌 *Fusarium* 属菌などの生息が少なく、逆に植物生育促進根圏細菌が多く生息しているといった微生物的環境が良好なものは、結果としてキリ成長が良好で且つキリ根AM菌も共生しやすくなり、感染率も高くなる傾向にあるのではないかと推測された。

キリ根よりカビ類に対して阻止円を形成し拮抗性のある微生物を計26菌株単離した。この拮抗性分離菌計26菌株のうち、*Fusarium oxysporum* および *Fusarium solani* に対して対峙培養を行い生育阻止円を形成した分離菌は17菌株であった。同定の結果、*Bacillus* 属、*Paenibacillus* 属、蛍光性 *Pseudomonas* 属が存在し、これらは根圏の病害菌を抑制する生物防除機能や、植物の生育を促進させる機能を持つとされる植物生育促進根圏細菌(PGPR)に代表される微生物であった。

キリ根より分離した拮抗性微生物をキリ苗ポットに添加した試験を行っており、キリ成長の経過を確認していく予定である。

### 参考文献

- 1) 五十嵐政人：日本一の桐の里づくり、平成19年度都市再生プロジェクト推進調査報告書、P32 (2008)
- 2) 斉藤雅典：新編土壌微生物実験法、土壌微生物研究会編、養賢堂、P297 (1992)

# 良質ソバ安定供給技術の確立による県産ソバブランド化の推進

－収穫後の乾燥調製や保蔵条件がソバの品質に及ぼす影響－

## Promotion of the Buckwheat Branding by Establishment of Stable Supply Technology

- Effect of Drying and Storage Condition on the Quality of Buckwheat -

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 小野 和広 菊地 伸広  
農業総合センター 会津地域研究所 鈴木 哲

品質の良い玄ソバの安定供給技術を確立するため、福島県オリジナル品種「会津のかおり」を栽培し、収穫後の乾燥調製や保蔵条件の違いがソバの品質に及ぼす影響について調査した。その結果、収穫後の乾燥調製方法の違いは、ソバの色調、酸価、糊化特性等に影響を及ぼさなかった。保蔵中のソバ粉の色調  $a^*$  値は、5℃以下では変化が少なかったが、20℃では保蔵期間の経過とともに、負で数値が小さくなった。また、酸価は、ソバ粉で保蔵した場合、温度や仕上げ水分含量が高いほど、増加が大きかった。一方、保蔵時における脱酸素剤の有無は、色調、酸価、糊化特性等にほとんど影響を及ぼさなかった。

以上の結果から、ソバを品質良く保蔵するためには、玄ソバまたは抜き実の状態が望ましく、また、収穫後の乾燥調製を適正に管理することが重要であると考えられた。

Key words : ソバ、仕上げ水分、色調、脱酸素剤、糊化特性

### 1. 緒言

著者等はこれまで、品種の異なるソバのルチン含量、栽培及び加工適性について検討し、「会津のかおり」（平成21年3月に品種登録）が高い生理機能性を有するとともに、生産性や製麺性に優れていることを報告<sup>1)</sup>した。一方、近年ソバに対する消費者の関心が高まり、実需者からは、より品質のばらつきが少ない良質な玄ソバの供給が求められている。良質な県産ソバの安定供給技術を確立することは、ソバの産地化を進める上で重要と考えられる。以上のような背景から、本研究では、収穫後の乾燥調製方法や保蔵条件の違いがソバの品質に及ぼす影響について検討した。

### 2. 実験方法

#### 2. 1. 供試材料

ソバは2009、2010年に会津坂下町大字見明の福島県農業総合センター会津地域研究所内圃場で「会津のかおり」を栽培し供試した。栽培は1区面積を17.5m<sup>2</sup>とし、3反復で行った。

#### 2. 2. 分析試料の調製

収穫後の玄ソバは、乾燥方法別の試料は、室温、30℃、40℃で、いずれも水分含量15%まで通風乾燥（金子農機 HED330）した。仕上げ水分含量別の試料は、室温でそれぞれ目標水分含量（11～17%）になるまで乾燥した。各調製は3反復で行った。

保蔵試験には、仕上げ水分含量13、15、17%に調製した玄ソバと、それを脱皮（国光社 SP-M）した抜き実、その抜き実を石臼式製粉機（国光社 NC-400SW）で調製したソバ粉（全層粉）を用いた。

#### 2. 3. 保蔵試験

保蔵試験は以下の条件で行った。仕上げ水分13、15、17%に調製した玄ソバおよび、その玄ソバから調製した抜き実、ソバ粉を試料とし、包装材にはPET/AL/PE三層フィルム袋を用いた。包装方法は含気包装と脱酸素剤封入包装とし、-5、5、20℃で一定期間保蔵後に供試した。

#### 2. 4. 分析方法

水分は135℃・1時間常圧加熱乾燥法、測色値は色差計（日本電色工業 ZE2000）により測定し、 $L^*$   $a^*$   $b^*$  表色系（JIS Z 8701）で表示した。酸価は基準油脂分析法<sup>2)</sup>に準じて分析した。糊化特性は、大久等<sup>3)</sup>の方法に従い、全層粉乾燥重量2.5gに全重量25gとなるように蒸留水を加え、10%（w/w）濃度でラピッドビスコアライザー（Newport Scientific RVA-4）（以下、RVA）を用い測定した。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3. 1. ソバ保蔵中における色調変化

図1に仕上げ水分含量15%の玄ソバおよびソバ粉を-5、5、20℃で保蔵した時の測色値（ $a^*$ 値）の変化を示した。

調製直後（0日目）の玄ソバおよびソバ粉の $a^*$ 値は、それぞれ-0.56、-0.55で、保蔵210日後は、保蔵温度-5℃が各-0.54、-0.51、5℃が各-0.48、-0.43、20℃が各-0.29、-0.22だった。-5、5℃で保蔵した場合、玄ソバとソバ粉のいずれも変化は少なかったが、20℃では保蔵期間の経過とともに負で数値が小さくなった。



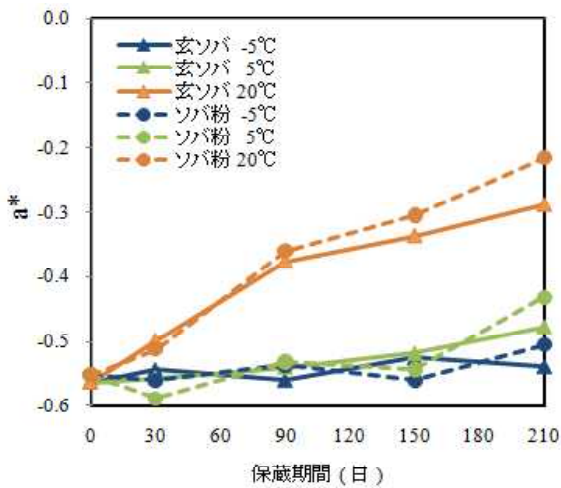


図1 保蔵温度が異なる玄ソバおよびソバ粉の色調 ( a\* ) 変化

- 1) 玄ソバ、ソバ粉は水分含量15%に調製した。
- 2) 脱酸素剤は未封入

また同じ温度で保蔵した場合、玄ソバよりもソバ粉の方がわずかながら高くなる傾向が認められた。

なお、データは示していないが、抜き実の場合も玄ソバと大差なかった。また、仕上げ水分13～17%の試料間で測定値に差は認められなかった。さらに乾燥方法の異なる試料間においても、各試料の a\*値に差は認められなかった。

図2に脱酸素剤を封入した場合と、封入しなかった場合のソバ粉の測色値 ( a\*値 ) の変化を示した。

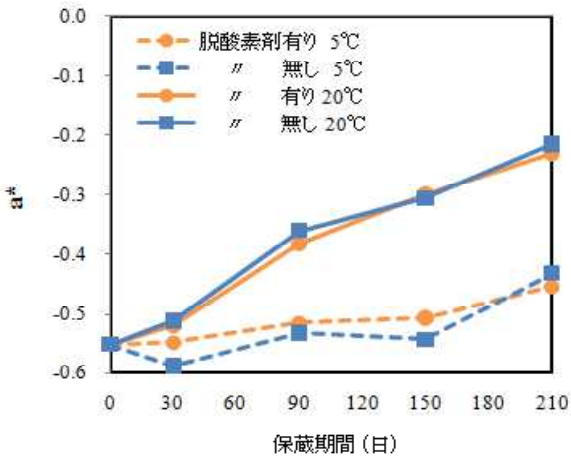


図2 脱酸素剤がソバ粉の色調 ( a\* ) に及ぼす影響

- 1) 玄ソバ、ソバ粉は水分含量15%に調製した。

調製直後 ( 0 日目 ) のソバ粉の a\*値は-0.55 で、保蔵 210 日後は、保蔵温度 5 °C では脱酸素剤を封入した場合が-0.45、脱酸素剤無しが-0.43、20 °C では同様に、それぞれ-0.23、-0.22 だった。5 °C では脱酸素剤の有無にかかわらず変化は少なかった。一方 20 °C の場合、保蔵期間の経過とともに負で数値が小さくなった

が、5 °C の場合と同様、脱酸素剤の有無で a\*値に差は認められなかった。

以上の結果から、ソバの保蔵形態 ( 玄ソバ、抜き実、ソバ粉 ) や脱酸素剤の有無は、保蔵中のソバの a\*値に影響を及ぼさず、光の影響を除いた条件では温度の要因のみが大きいことが明らかとなった。

### 3. 2. ソバ保蔵中における酸価の変化

図3に仕上げ水分含量の異なるソバ抜き実およびソバ粉を 20 °C で保蔵した時の酸価の変化を示した。

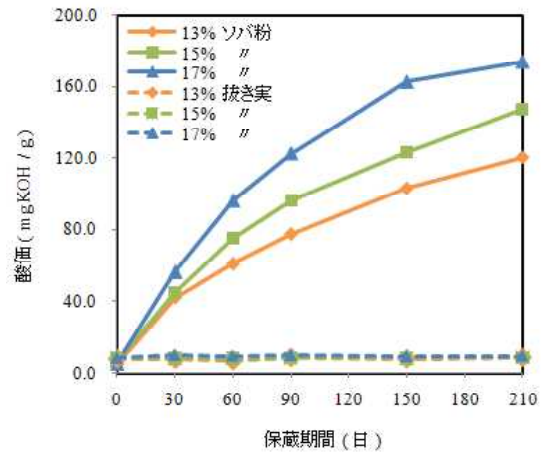


図3 仕上げ水分含量が異なる抜き実およびソバ粉の保蔵中の酸価変化

- 1) 保蔵温度は 20 °C、脱酸素剤は未封入。

調製直後の抜き実の酸価は、仕上げ水分 13 % が 7.8、15 % が 8.5、17 % が 8.3 で、収穫後の乾燥調製における仕上げ水分含量の差は認められなかった。また保蔵 210 日後は、各 8.5、8.7、9.5 で、保蔵中における増加はわずかだった。一方、ソバ粉の場合、調製直後は、仕上げ水分 13 % が 4.8、15 % が 6.0、17 % が 5.1 で、210 日後は、各 120.7、147.5、174.0 だった。ソバ粉の場合、保蔵期間の経過とともに酸価が増加し、また、仕上げ水分含量が高いほど酸価の増加が大きくなる傾向が認められた。

図4に脱酸素剤を封入した場合と、封入しなかった場合のソバ粉の保蔵中における酸価変化を示した。

調製直後のソバ粉の酸価は 6.0 で、保蔵 210 日後は、保蔵温度 5 °C では脱酸素剤有りが 81.5、脱酸素剤無しが 78.3 で、20 °C では同様に、それぞれ 145.5、147.5 だった。5 °C で保蔵した場合よりも 20 °C で保蔵した場合の方が酸価の増加が大きかった。また 5 °C、20 °C のいずれも、脱酸素剤の有無で酸価に差は認められず、光の影響を除いた条件では温度の要因が大きかった。

これらの結果から、ソバの酸価は酸素に関与する要素が少なく、温度依存性が高い<sup>4)</sup>ことから、酵素による脂質の加水分解の関与が大きいと推察される。

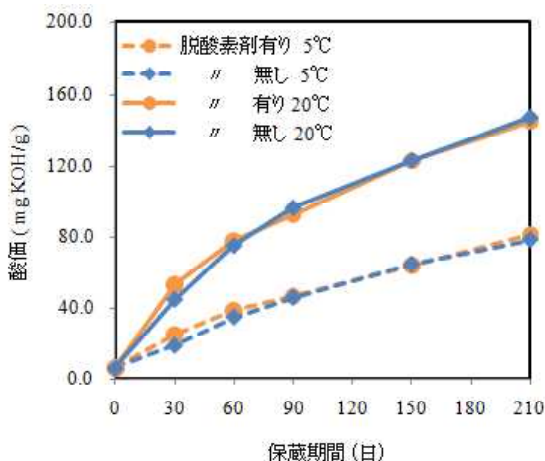


図4 脱酸素剤がソバ粉の酸価に及ぼす影響

1) ソバ粉は水分含量15%に調製した。

以上の結果から、光の影響を除いた条件では、玄ソバおよび抜き実では、酸価の変化が少なく、ソバ粉で保蔵した場合、温度や仕上げ水分含量が高いほど酸価の増加が大きくなる傾向が認められた。また、酸価の増加抑制への脱酸素剤の効果は認められず、脱酸素剤を封入する意義は少ないと考えられた。

### 3. 3. 保蔵中におけるソバ粉の糊化特性

図5に仕上げ水分17%のソバ粉を20℃で保蔵した場合のRVAによる糊化特性を示した。

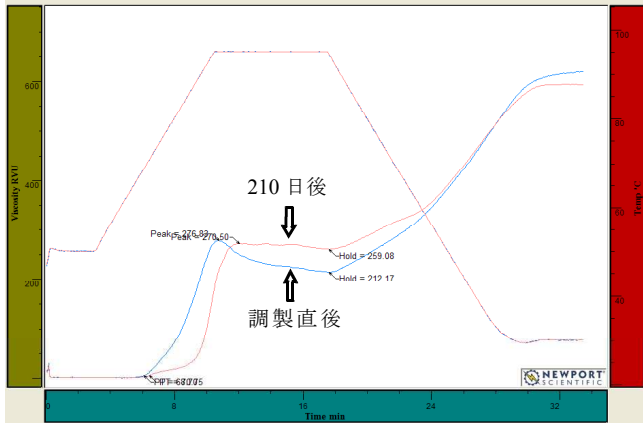


図5 調製直後と保蔵210日後のソバ粉の糊化特性

1) ソバ粉は水分含量17%に調製した。

調製直後の仕上げ水分17%のソバ粉の糊化開始温度は68.4℃で、最高粘度は276.8RVU、最低粘度が212.2RVU、ブレイクダウン値が64.7RVU、最終粘度が617.8RVUだった。

このソバ粉を20℃で210日保蔵後の糊化開始温度は70.7℃で、最高粘度270.5RVU、最低粘度が259.1RVU、ブレイクダウン値が11.4RVU、最終粘度は592.4RVUだった。最高粘度は調製直後と大差なかったが、保蔵期間の経過とともに糊化開始温度はわずかに高くなり、またブレイクダウン値が小さくなる

傾向が認められた。

杉本<sup>9)</sup>は、ブレイクダウン値の高いソバ粉を原料とした麺はコシのある食感になると推察しており、仕上げ水分含量が高い状態で長期間保蔵した場合、製麺した際の麺の物性に影響を及ぼす可能性が示唆された。

これらの結果と、酸価での結果を併せ考えると、保蔵の観点からは仕上げ水分含量が低い方が望ましいと考えられる。しかしながら、過度の乾燥は製麺時の作業性にマイナスの影響を及ぼす可能性がある<sup>9)</sup>ことから、ソバの品質保持には収穫後の乾燥調製が重要であると考えられた。

## 4. 結言

品質の良い玄ソバの安定供給技術を確認するため、福島県オリジナル品種「会津のかおり」を栽培し、収穫後の乾燥調製方法や保蔵条件がソバの品質に及ぼす影響について調査した。

その結果、収穫後の乾燥調製方法の違いは、ソバの色調、酸価、糊化特性等に影響を及ぼさなかった。

保蔵中のソバ粉の色調a\*値は、5℃以下では変化が少なかったが、20℃では保蔵期間の経過とともに、負で数値が小さくなった。また、酸価は、ソバ粉で保蔵した場合、温度や仕上げ水分含量が高いほど、酸価の増加が大きくなる傾向が認められた。一方、保蔵時における脱酸素剤の有無は、色調、酸価、糊化特性等にほとんど影響を与えなかった。

以上の結果から、ソバを品質良く保蔵するためには、玄ソバまたは抜き実の状態が望ましく、また、収穫後の乾燥調製を適正に管理することが重要であると考えられた。

## 参考文献

- 1) 遠藤浩志、小野和広、渡部隆：ソバの機能性に及ぼす品種および栽培条件～優良系統の選抜およびそばの調理に伴う機能性成分の溶出～、福島県ハイテクプラザ試験研究報告、38～40 (2008)
- 2) 日本油化学協会：基準油脂分析試験法
- 3) 大久長範、大能俊久、進藤昌、Yi Wang、明石信廣：低温気流粉碎したソバ粉の性質、食科工、49 46-48 (2002).
- 4) 村松信之、大日方洋、小原忠彦、松橋鉄治郎：そば粉の品質保持に関する研究、長野県食工試研報、36、99～107 (1986)
- 5) 杉本雅俊：県産ソバの食味・食感関連要因の解明、福井県食品加工県研究所報告9～10 (2003)
- 6) 小野和広、菊地伸広、鈴木哲：良質ソバ安定供給技術の確立による県産ソバブランド化の推進ーソバの品質に及ぼす収穫、調製条件の影響ー、福島県ハイテクプラザ試験研究報告、24～26 (2010)

# 新エネルギー普及のための監視装置の検討

Study of watching equipment for spread of renewable energy power device

技術開発部 生産・加工科 須藤 尚子 大内 繁男 高樋 昌  
鈴木 剛 吉田 英一

太陽光発電等の新エネルギー発電装置の導入が促進されているが、発電装置の維持・メンテナンスの技術的ノウハウ不足により、故障発見が遅れる場合がある。そこで、故障発見を容易にし、メンテナンス性の向上をはかるための監視装置を検討した。

監視装置は、太陽光照度と太陽電池からの出力を正常時の太陽電池出力と比較することにより、太陽電池表面の汚れや傷等による出力低下を検出するシステムとした。試作した監視装置を用いて動作検証した結果、異常発見が可能であることを確認した。

Key words:太陽光発電、新エネルギー、故障、PSoC、H8 マイコン

## 1. 緒言

太陽光発電等の新エネルギー発電装置の導入が促進されているが、維持・メンテナンスの面でまだ改善すべき点がある。たとえば、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）が太陽光発電設備等を導入した事業者および設備の設置事業者に対して行った委託アンケート調査<sup>1)</sup>では、導入事業者や設置事業者において、発電装置の維持・メンテナンス技術やノウハウが不足しているため、故障発見が遅れ修理に時間がかかったという報告がある。

現在発電量をモニタする装置はあるが、発電量がその時の天候状態から想定される量かどうかを判断する機能はなく、また発電装置の異常状態を知らせる機能もない。このため本研究では、故障発見を容易にしてメンテナンス性の向上をはかり、新エネルギー発電装置の普及を促進するため、出力が低下した時に発電装置導入者自身が、修理が必要な故障か簡便なメンテナンスですむのかを判断できるような監視装置の可能性を検討した。

## 2. 監視装置

### 2. 1. 監視対象および異常検出方法

監視対象の発電装置は、取り扱いや入手の容易さから太陽電池とした。太陽電池に一樣に光が入射している状態を正常状態、太陽電池表面に汚れ等がついて光が遮られた場合や、落ち葉や飛来物等により、太陽電池表面の一部が覆われてしまった場合を異常状態とした。

異常検出は、あらかじめ正常時の発電装置の出力とその時の照度を計測してデータベース化しておき、監視装置により計測した発電装置の出力と照度を正常時のデータと比較、判断する方法とした。

### 2. 2. 構成

監視装置は、照度と太陽電池の出力を計測し A/D 変換するセンサ出力計測部と、センサ出力をデータベ

ースと比較、判断し、その結果をパソコンに表示させるためのデータ処理部で構成した。照度の計測には、日本無線（株）の照度センサ NJL7502L、センサ出力計測部には、PSoC（Programmable System on Chip）、データ処理部には H8 マイコンを用いた。PSoC は、一つのデバイス上に増幅回路、A/D 変換器などのアナログ回路とデジタル回路をプログラマブルに実現できる素子であり、アナログ量であるセンサ出力を信号増幅等の処理をしてデジタル変換するようなアナログ/デジタル混在の回路に用いるのに適していることから選択した。H8 マイコンには、TOPPERS プロジェクトが開発した TOPPERS 新世代カーネルである TOPPERS/ASP（1.4.0）と、苫小牧高専情報工学科が開発した組込み向け TCP/IP プロトコルスタックである TINET（1.5.1）を移植した。ブロック図を図 1 に示す。

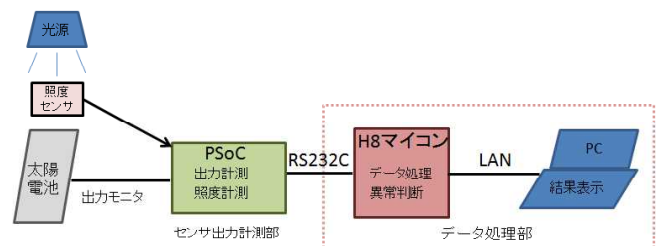


図1 監視装置ブロック図

照度センサと太陽電池の出力は、PSoC マイコンで A/D 変換した後 RS232C 通信により後段の H8 マイコンにデータ送信される。H8 マイコンでは、受信したデータを正常時のデータベースと比較して正常/異常判断を行い、H8 マイコンに LAN 接続されたパソコン等で結果が閲覧できるようにした。

### 2. 3. 実験

太陽電池に一樣に光が入射している状態で、太陽電池の正常時の電圧-電流特性を計測した。光源にはハロゲン球を使用した。ハロゲン球の明るさを変えて計測した太陽電池の電圧-電流特性を図 2 に示す。図 2

から、照度を変えても開放電圧(出力電流 0A 時)はあまり変わらないが、短絡電流(出力電圧 0V 時)は照度にはほぼ比例して変化していることがわかる。この結果から、監視装置では短絡電流を太陽電池の出力として観測することとした。

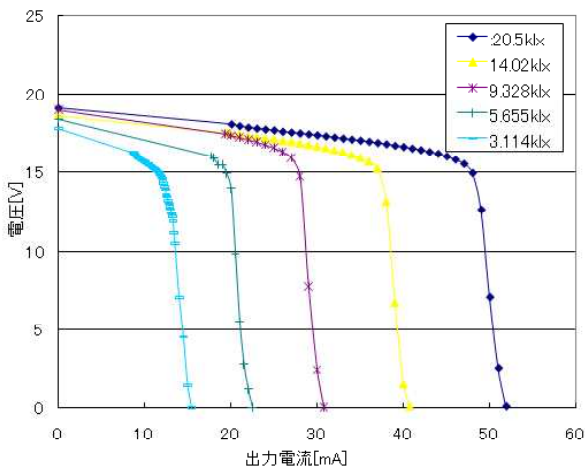


図2 正常時の太陽電池電圧－電流電特性

太陽電池の短絡電流と照度の計測値から、太陽電池表面の異常状態を検出することが可能かどうか検証するため、異常状態を模擬した実験を行った。照度を一定にし、太陽電池表面を市販の遮光フィルムで覆った

	短絡電流 (mA)
フィルム無	46.0
透過率94%	41.6
透過率83%	35.6
透過率50%	26.3

状態と、太陽電池の一部を厚紙で隠した状態で計測した。遮光フィルムで覆った時の短絡電流を表1に示す。

表1 遮光フィルム貼付時の太陽電池短絡電流

照度は一定であるにもかかわらず、遮光フィルムにより太陽電池に入射する光量が減少し、短絡電流が減少していることがわかる。太陽電池の一部を隠した場合も同様の結果が得られ、照度と短絡電流の計測値から異常判断が可能であることが確認できた。

#### 2. 4. 結果表示

監視装置で計測した結果は、正常時の照度と太陽電池の出力(短絡電流)を基に構築したデータベースと比較し、正常/異常の判断をし、結果を監視装置にLAN 接続したパソコン等のブラウザで閲覧できるようにした。表示内容は、計測時の照度と太陽電池の出力、およびその時の照度から想定される正常時の太陽電池の出力とした。計測時の太陽電池の出力が正常時

に比べ 80%以上の時は正常状態として計測値を黒色表示、70 ~ 80%の時は注意状態として計測値を緑色表示、70%未満の時は異常状態として計測値を赤色で表示した。

完成した監視装置の外観を図4に示す。また、パソコンのブラウザ画面上に表示された監視状態の結果を図5に示す。図5の左側は発電状況が正常状態のもの、右側が正常時に比べ出力が落ちている注意状態を示す。

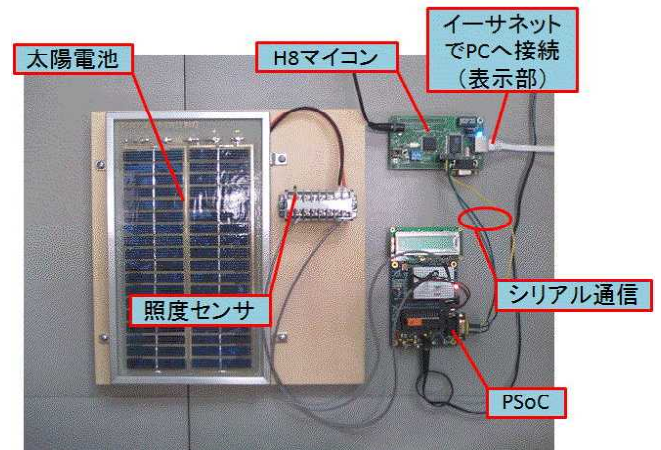


図4 監視装置外観

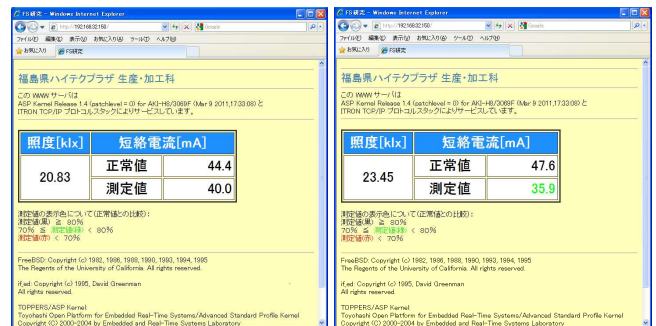


図5 結果表示画面

### 3. 結言

試作した監視装置を太陽電池に取り付け、太陽電池の一部を隠す、太陽電池の表面を遮光フィルムで覆う等の異常状態を模擬したところ、太陽電池の出力に応じて注意状態、異常状態を正しく判断することができ、試作した監視装置により異常検出が可能であることを確認した。

異常状態を正しく判定するためには、正常時の発電状態の正確なデータベースが必要である。本装置の実用化のためには、あらかじめ設置場所、季節毎に正常時のデータを取得し、それを基にデータベースを個々に構築しなければならず、今後の検討課題である。

#### 参考文献

- 1) (株) テクノリサーチ研究所: “地域新エネルギー導入促進における太陽光発電・太陽熱利用の稼働状況等の分析及び事業者へのアンケート調査の実施報告書”、pp.105-106

# ローカルエネルギーを活用する油圧式 省エネルギーシステムの調査

Study on Oil Pressure System for Energy Conservation by Using Local Energy

いわき技術支援センター 機械・材料科 佐藤 善久 高橋 幹夫 三浦 文明  
いわき技術支援センター 藤井 正沸

高压で作動する油圧システムの発熱を、変動の大きい自然エネルギーの補間機能として活用するための可能性を知るために、油圧システムから得られる温度や熱エネルギーについての調査を行った。

70 MPa の小型油圧システムでは、26℃の昇温と150W程度の発熱量を得ることができる。

これは油圧から熱へのエネルギー変換としては有効であるが、油圧を生成するための電動機の負荷電力に対して、モータ動力から油圧へのエネルギー変換の効率は低い結果となった。

Key words:油圧、加圧、熱エネルギー、リリース弁、ローカルエネルギー

## 1. 緒言

世界のエネルギー消費量が加速し、化石燃料の枯渇化や排出される二酸化炭素による地球温暖化が問題となっている。過去にもオイルショックと叫ばれたエネルギー危機は起きたが、いつしか忘れ去られ大量エネルギー消費社会となった。資源のない日本は、経済活動を維持するために、エネルギー問題を資源国との友好関係と多種のエネルギーを複合させた効率的な活用術に頼ってきた。近年は、枯渇することない持続的なエネルギーの開拓が求められるようになった。そこで、風や太陽のような自然エネルギーを利用しようとするが、これらのエネルギーは変動が大きく、社会活動の需給バランスに直接利用しづらい。

ここでは、自然エネルギーで電力を起こすのではなく、地域の必要性に合わせて直接利用できるローカルエネルギーとして、家庭等での熱エネルギーの利用を前提とし、自然エネルギーの変動を補うために油圧システムの活用について基礎的な実験を行った。油圧システムは一般には機器の動作を行うための媒体として活用されるが、ここでは油圧システムにおいて有害とされる発熱現象を利用した熱システムとしての活用を考えた。

## 2. 実験方法

本実験における基本的な原理は、図1に示した高压に加圧した油を急激に減圧させるものである。油を運動エネルギーとして噴出させ、これを減速させて熱エネルギーとしているものである。

油圧システムをローカルエネルギーの補助システムとして活用するための構想の一案として図2

のような活用例を想定する。そこで、最高加圧力

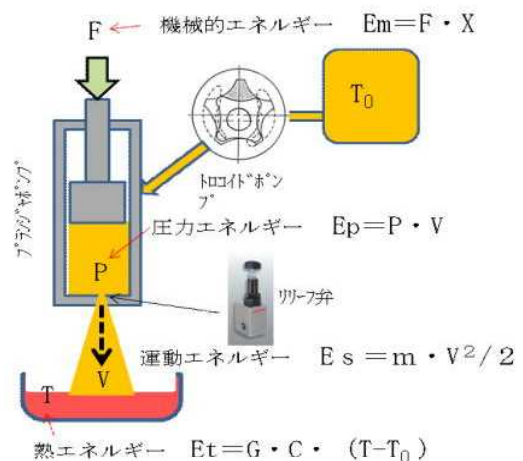


図1. 油加熱の原理

70MPa の小型油圧ポンプ（理研株式会社製 SMP-3）を用いて、加圧した油をリリース弁で減圧することで油温の温度変化を調べた。本実験では、圧力設定と油種を変えた場合について調べ、エネルギー変換効率等から、その実用可能性について考察したものである。

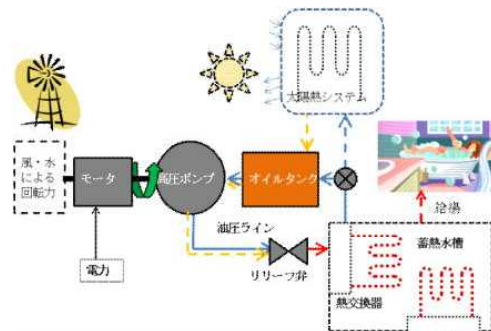


図2. 油圧システムの活用例

### 3. 実験結果

用いた油圧システムでは、リリース弁直後の温度と油供給タンクの温度から、温度上昇を測定した。その結果、図3に示すように、油は加圧力に

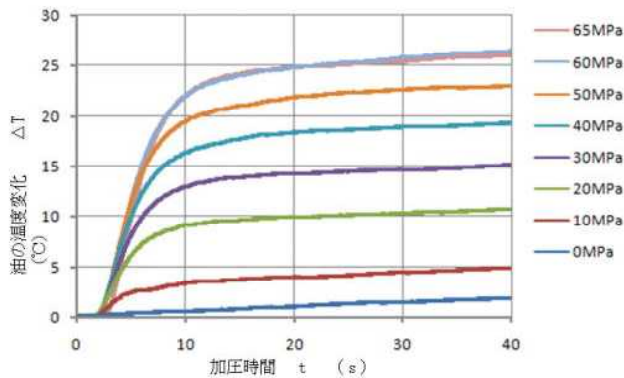


図3 油の加熱温度（作動油VG32）

より温度が上昇し、ほぼ 20 秒で最高温度に達することがわかった。60MPa において計算で求められた温度上昇は 40 °Cであったが、実測では 26 °Cとなった。これは配管や弁への伝熱損失があると考えられる。また、ここで用いた油は VG32 作動油であるが、VG46 作動油を用いた実験でも大きな違いは認められなかった。しかし、いずれの作動油においても、圧力設定を高くすることで、図4に示したように動力である電動機の回転が低下して作動油の流量が低下した。

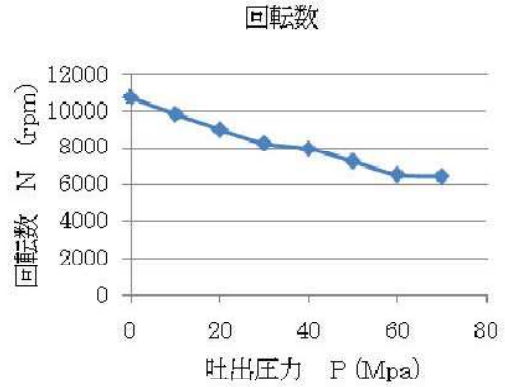


図4. 電動機の回転数（作動油VG32）

作動油の流量と圧力から求めた圧力エネルギーと、温度上昇による熱エネルギーへの変換効率を計算すると、図5に示したように 85 %から 70 %程度の変換効率で比較的高いことがわかった。しかし、同時に電動機に供給した電力から熱エネルギーへの総合効率は 30 %以下と低く、電動機の動力不足による損失と油圧ポンプの効率が低いと考えられる。電動機負荷を実測したところ、60MPa

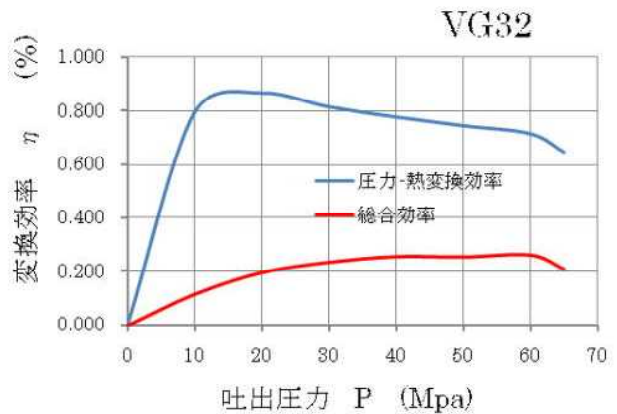


図5 エネルギー変換効率

の圧力を得るためには約 600W の電力を消費しており、このシステムでの加熱能力は図6に示すように 200W の電熱線での加熱に相当する。

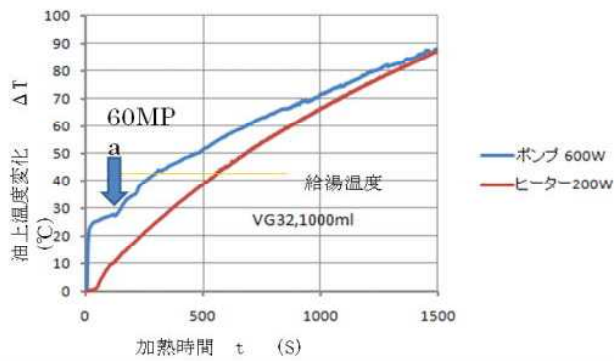


図6 電熱線との加熱能力の比較

しかし、加熱速度が速いことや局所での加熱ができることなどが、油圧システムを持ちいる場合の特徴であると考えられる。

#### 4. まとめ

小型高圧ポンプで 60MPa に加圧した油で、26℃の温度を上昇させることができた。これは予測値の 65%であった。

熱への変換効率（圧力から）は 70%で、150Wの発熱量を油（VG 32）に与えることができた。

1家庭における給湯必要量を 200ℓ とすると、1台当たり 24時間の蓄熱で 15℃の温度上昇が可能になると予測される。このシステムでは、一般の給湯システムを補間するにはやや能力が不足するものと思われる。

油圧システムをローカルエネルギーの補間に用いることの原理的な可能性を得たが、実用においては能力の最適化が必要となる。

# 電解作用を用いたバリ取り技術の開発

## A Study of Electrolytic Deburring for the Inside Cross Hole

プロセス技術グループ (いわき技術支援センター) 緑川 祐二  
(生産・加工科) 吉田 智

株式会社ムラコシ (株式会社ムラコシ精工) 水原 孝一 金子 裕太

交差穴の内面に発生したバリを除去するために、電解作用と物理的加工を同時に繰り返し行う複合的な電極工具を試作し最適な加工条件を検討した。その結果、一工程の作業で短時間にバリおよびかえりを完全に除去することができた。

Key words:バリ、かえり、交差穴、電解砥粒、電解複合、電解加工

## 1. 緒言

現在、加工性が良いことから鉛や硫黄を含有した快削鋼が一般的に広く使用されている。しかし、このような有害物質を含有した快削鋼は、環境問題から規制されてきている。快削鋼を使用しない場合、機械加工時に材料自体の切削性が低下するため、工具摩耗が進行しバリの大きさが急激に増加する。

株式会社ムラコシでは、このような快削鋼で交差穴を加工した自動車のブレーキ部品などの重要保安部品を大量に製造している。この部品は、小さなバリが故障につながるため、さらに効率的で確実にバリが除去できる加工方法が強く望まれている。しかし、交差穴などの曲面に発生したバリを完全に除去することは難しい。このため、従来はドリルなどの工具により工程数と時間をかけて除去しているが、今後快削鋼を使用しない場合、さらに困難な作業になると考えられる。

以前の研究で、電解砥粒研磨技術を応用して交差穴のバリを除去する方法を考案した。<sup>1)</sup> その結果、二工程(計20秒)の作業でバリを除去することができたが、段取り替えの時間が加わることで、加工時間の短縮は小幅なものとなった。

そこで、本研究では時間の短縮を目標として、一工程でバリ取りができる電極工具を開発し、最適なバリ取り加工条件を確立することを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 試験片

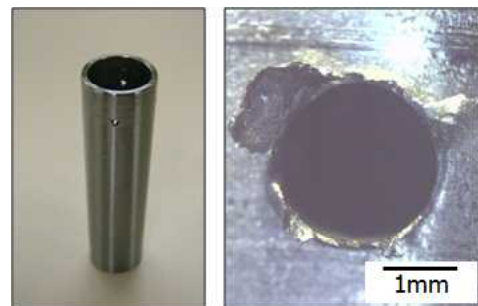
試験片は、自動車用ブレーキ部品である大径部品(内径:  $\phi 17\text{mm}$ )と小径部品(内径:  $\phi 5.5\text{mm}$ )の2種類の形状のものを使用した。試験片は、外周からドリル( $\phi 2$ 又は $\phi 2.5\text{mm}$ )で円周上に4個の穴を開けたもので、表1に試験片の寸法を示す。

図1に大径部品の外観と試験片内面から撮影した交差穴のバリの状態を示す。なお、バリの高さは $0.5\sim 1.0\text{mm}$ 、根元厚さは $0.04\text{mm}$ 程度であり、

材質はS20C(機械構造用炭素鋼鋼材)相当品を使用している。

表1 試験片寸法 (単位: mm)

部品	内径	外径	長さ	穴径	穴数
1) 大径	$\phi 17$	$\phi 21$	80	$\phi 2$	4
2) 小径	$\phi 5.5$	$\phi 7.5$	16	$\phi 2.5$	4



(a) 部品外観 (b) 交差穴バリ(内側)

図1 試験片(大径部品)

### 2. 2. 実験装置

実験には、図2に示す電解砥粒研磨装置((株)杉山商事 PIPE-10)を使用した。電解砥粒研磨技術とは、被削材を陽極とし陰極である電極工具に砥粒入りの不織布を固定して、通電しながら研磨したい面を擦過する。その際、電解液(20wt%硝酸ナトリウム水溶液)を研磨面に供給する。電解作用と砥粒による物理



図2 電解砥粒研磨装置



的加工を同時に行うことにより、効率よく研磨ができる。ステンレス材などを鏡面に加工することができる。<sup>2)</sup>

### 2. 3. 電極工具の試作

従来の電解砥粒研磨技術では、一般に電極工具に不織布を使用するため、バリにより破損してしまいバリの除去が困難である。そこで、不織布の代替としてバリに対し強度が高い研磨材を検討した。その結果、ダイヤシート（日本研紙（株））は耐久性と研削力があり研磨材に適していることがわかった。さらにその中で、研削力が高い#100を選定した。図3に電極工具の概略図を示す。試験片の内面のバリおよびかえりを除去するため、電極工具の電極部に研磨材などを固定して弾性を持たせた構造にした。この際、電極工具の外径は、試験片の内径より1mm程度大きくした。電極工具は銅合金製で、大径部品用および小径部品用に適した2種類を試作した。

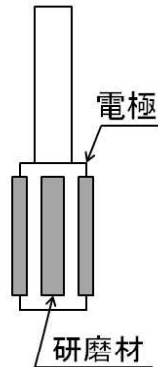


図3 電極工具

### 2. 4. 実験方法

実験では、図4のように試験片をジグで固定し、試作した電極工具を主軸に取り付けて、試験片内で回転させながら上下に揺動を加える。その際、電解液（20wt%硝酸ナトリウム水溶液）は試験片へ供給し、電極工具と試験片の間を通電しながら表2に示す条件で実験した。

バリの除去評価は、実体顕微鏡（オリンパス（株）SZX12-3111SP）で観察しバリの有無を確認して、表面粗さおよびエッジ形状（エッジの曲率半径）は、表面粗さ・輪郭形状統合測定機（（株）東京精密 SURFCOM3000A-3DF）で測定した。

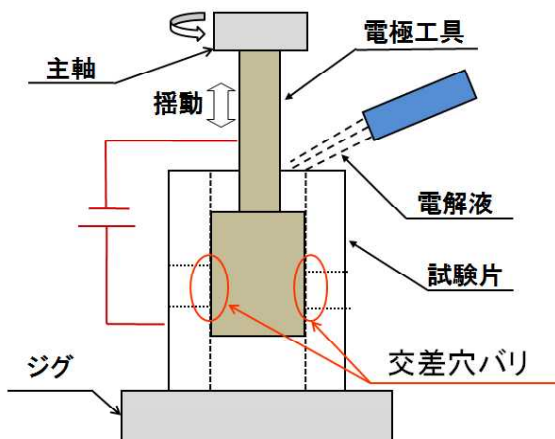


図4 実験方法

表2 実験条件

電流密度 (A/cm <sup>2</sup> )	(大径) 0、7.5、15.0
	(小径) 0、8.0、16.0
電極工具周速度 (m/min)	(大径) 5.3、18.7、37.4
	(小径) 1.7、6.1、12.1
主軸揺動周波数(Hz)	1、4、7
主軸回転方向	正転、逆転

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. 大径部品の実験

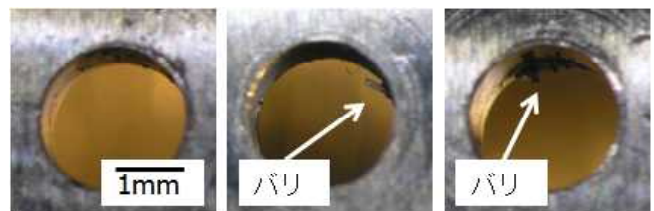
図5～7に、加工条件の比較をするために、20秒間（正転:10秒、逆転:10秒）バリ取りをした写真を示す。図5-(a)の通電しない(0A/cm<sup>2</sup>)場合、バリはほとんど除去されていない。それに対し、(b)の7.5A/cm<sup>2</sup>の場合バリは小さくなり、さらに(c)の15.0A/cm<sup>2</sup>の場合バリはほぼ除去されている。このことで電流密度が高いほど、バリ取りに効果があることがわかる。これは電解作用による溶出量は電気量（電流×時間）に比例するためと考えられる。



(a) 0A/cm<sup>2</sup> (b) 7.5A/cm<sup>2</sup> (c) 15.0A/cm<sup>2</sup>

図5 電流密度による比較（試験片外側より観察）

また図6に示すとおり、電極工具周速度は(a)の5.3m/min、(b)の18.7m/min、(c)の37.4m/minと速くなるに従って、バリおよびかえりの除去ができない傾向を示した。このことから、試作した電極工具は弾性工具のため、速度が遅いほど試験片内面の交差穴形状に追従し、バリの除去ができたと考えられる。



(a) 5.3m/min (b) 18.7m/min (c) 37.4m/min

図6 工具周速度による比較（試験片外側より観察）

一方図7に示すとおり、主軸の揺動周波数は(b)の4Hzの場合、(a)の1Hz、(c)の7Hzと比較してバリおよびかえりが除去でき、バリ取りに良好な結果が得られた。これについても弾性工具による影響があり、適正な揺

動周波数があるものと考えられる。なお主軸に揺動を加えない(0Hz)場合、穴の上下部のバリおよびかえりが除去できなかった。これは、上下に繰り返しバ리를擦過しないためと考えられる。

また、電極工具の回転方向については、正転のみの場合、バリは回転方向にかえってしまい、除去できなかった。このため、逆転させることで効率的にバリおよびかえりを除去することができた。



(a) 1Hz (b) 4Hz (c) 7Hz

図7 揺動周波数による比較(試験片外側より観察)

### 3. 2. 小径部品の実験

加工条件の比較をするために、20秒間(正転:10秒、逆転:10秒)バリ取りをした。電流密度による比較をした場合、大径部品の結果と同様に0、8.0、16.0A/cm<sup>2</sup>と高くなるに従ってバリおよびかえりの高さが低くなり、除去できる傾向を示した。

また、工具周速度は、大径部品の結果とは反対に1.7、6.1、12.1m/minと速くなるに従ってバリおよびかえりが除去できた。

図8に示すとおり、主軸の揺動周波数は(a)の1Hzおよび(b)の4Hzの場合、バリが完全に除去されていない。それに対し(c)の7Hzの場合、きれいに除去されている。これは、試作した小径部品用の電極工具は、大径部品用の電極工具と比較して弾性体の剛性が高いため、工具周速度および揺動周波数は、速いほどバリの除去ができたと考えられる。



(a) 1Hz (b) 4Hz (c) 7Hz

図8 揺動周波数による比較(試験片外側より観察)

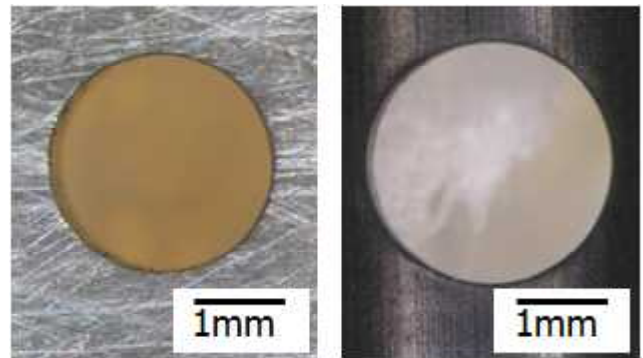
### 3. 3. 確認実験

表3に、大径部品および小径部品をバリ取りした条件を示す。その結果、大径部品は12秒(正転:6秒、逆転:6秒)で、小径部品は8秒(正転:4秒、逆転:4秒)で、一工程によりバリおよびかえりを完全に除去することができた。図9にバリ取り後の写真を示す。

表4には、バリ取り後の表面粗さおよびエッジの品質基準(JIS B0721:2004 機械加工部品のエッジ品質及びその等級)を示す。バリ取り後の大径部品および小径部品とも、表面粗さは10μmRz(最大高さ)以下に仕上げることができた。さらにバリ取りしたエッジの曲率半径は大きくだれることがなく、品質を損なわずバリ取りができた。

表3 バリ取り条件

	大径部品	小径部品
電流密度 (A/cm <sup>2</sup> )	15.0	16.0
工具周速度 (m/min)	5.3	12.1
主軸揺動周波数 (Hz)	4	7



(a) 大径部品 (b) 小径部品

図9 バリ取り後(試験片内側より観察)

表4 バリ取り後の表面性状 (単位: μm)

部品	表面粗さ Rz	エッジの品質基準	
		エッジR	JIS 呼び記号
1) 大径	9.3	12	E-1(超鋭利)
2) 小径	2.5	69	E-2(鋭利)

## 4. 結言

- 1) 交差穴に発生したバ리를、一工程でバリ取りができる電極工具を試作した。
- 2) 加工条件を検討して、10秒程度でバリおよびかえりを完全に除去することができた。
- 3) バリ取り後は、表面粗さが細かくエッジ品質も良好な結果が得られた。

## 参考文献

- 1) 緑川祐二、藤井正沸、水原孝一: 福島県ハイテクプラザ試験研究報告、PP. 63-64(2005)
- 2) 清宮紘一: “小径ステンレス鋼管内面の電解砥粒研磨仕上げ”、真空 第40巻 第6号 PP. 19-24 1997

# 振動荷重を受ける溶接構造体の疲労強度設計手法の確立

Establishment of Testing Method for Fatigue Properties of  
Welding Structure under Vibration Load

技術開発部 工業材料科 工藤 弘行 五十嵐 雄大  
アネスト岩田株式会社 富塚 利司

局所ひずみ基準の疲労強度設計手法を採用し、破断事例と相関性の高いことを確認しました。短時間で疲労強度を評価する手法として、溶接構造試験片を対象とした引張試験機による「漸増繰返し荷重試験」、振動試験機による「共振周波数利用による振動荷重試験」を提案し、その有効性を検証しました。最終的に、実機運転のひずみ値を基準とした振動耐久試験にて、10<sup>7</sup>回 負荷でも破断せず、負荷が疲労限度以下で安全であることを確認できました。

Key words: 疲労強度設計、疲労試験、振動荷重、溶接部、CAE

## 1. 緒言

機械部品に関する設計・製造技術が成熟した今日においても、なおかつ破壊事故の多数を占め、解決が難しいと言われるのが、振動荷重を受ける溶接部での疲労破壊である。振動荷重では共振の影響等により、想定以上の過大な荷重負荷となる場合がある。また、溶接部は、溶接部止端や欠陥など応力集中が生じる形状的特徴部位や、溶接熱により熱影響部など金属組織学的な特徴が形成されるため、強度が低い弱点部となる。以上のことから、振動荷重負荷を受ける溶接部は、高い安全率の設定や、実製品の振動状態に合わせた設計、試験の必要性が古くから認知され一般化している。

これに対し、提案企業が製造するコンプレッサでは、製品自身が発する複雑な振動を溶接部が受けるのが特徴であるため、既知の振動測定値を基準とする一般的な手法は利用できない。

上記の問題を解決するため、本研究では、近年利用が広がっている「局所ひずみ」による疲労強度設計手法を採用し、その妥当性を検証した。

## 2. 試験方法および評価手法

本研究では、問題解決のため、①CAEによる応力解析 ②実機運転時の振動、ひずみ挙動の把握、③溶接構造試験片の強度試験、振動試験を実施した。

本研究で対象とする製品はコンプレッサである。コンプレッサは、主に、圧縮機、電動機、空気タンクからなる。空気タンク上部に架台フレームを溶接し、その上に、圧縮機、電動機をねじ締結した構造である。継手形状は隅肉溶接で、フランク角は約 45 度である。電動機ならびに圧縮機の動作に伴う振動が溶接部に伝わり破断の危険性があると認識されている。

### 2. 1. CAE解析による応力解析

実機運転の挙動の把握には、振動加速度、ひずみの測定を行う。いずれも、センサー測定位置と測定方向

が重要であるが、著者の研究で、CAE 解析を用いて効率化できる知見が得られており、同手法を利用する。

### 2. 2. 実機運転時の振動測定

疲労破壊においては、応力振幅と負荷回数が重要なパラメータであるため、実機が実際にどのような応力を受けるかを把握することが重要である。

振動現象の詳細な把握のため、振動加速度センサーとひずみ測定を同期して記録できるデータロガー（共和電業製PCD-300シリーズ）を使用する。

### 2. 3. 溶接構造試験片の荷重試験、振動試験

機械製品の長期的な信頼性については、過負荷を 1 回与える試験や、耐久試験として長時間実運転により確認する手法が主流であるが、妥当性や試験時間において、一長一短があり、決め手がない状況である。

本研究では、製品溶接部のみを抜き出した溶接構造試験片を対象として、引張試験機や振動試験機で負荷を与えて、短時間で長期的信頼性を確保する手法を提案する。試験片形状としては、試験の難易度、安定度を重視し、基本形状のフランク角 90 度の T 字形試験片(図 1 参照)とする。両者とも破断前の予兆現象把握を目的に溶接部にてひずみ測定を併用する。



図 1 T字形試験片イメージ

一般の疲労試験では、標準試験体を利用し、1 試験片に一定応力を与えた時の破断回数を調べ、荷重レベルの異なる 10 数本の試験結果をまとめることで疲労特性とする。これに対して、本手法は 1 試験片に対し複数レベルの負荷を与えることの 2 点の特徴である。

漸増繰返し荷重試験では、規定の荷重を与えた後に一旦除荷する。次に前回の負荷より少し荷重を増やして荷重負荷して、除荷する。この過程を破断まで繰り返す。

返す。同一の荷重での負荷回数は1～100回を検討する。一旦、除荷するのは、疲労破壊の前兆である塑性変形の有無を確認するためである。複数レベルの荷重負荷の評価に関しては、既存の研究で実績のある線形累積損傷則を適用したものとする。

共振周波数利用による振動荷重試験は、著者の研究にて知見が得られているため、これを利用する。

### 3. 試験結果と考察

#### 3. 1. CAE解析による応力解析結果

図2は、溶接部の断面2次元モデルの解析結果である。溶接部止端で応力集中点が生じている。最大点の範囲は非常に狭く、応力特異点と呼ばれ、定量的扱いが困難であるが、止端部で1mmゲージでの評価とする。これは、自動車技術会などで実績のある条件であり、既知の知見を有効活用することが可能である。

図3は、3次元シェルモデルの解析結果である。振動現象は未知であるため、xyz3軸の基本特性の取得を行った。実際の変形はこれらの重ね合わせとして考えることができる。

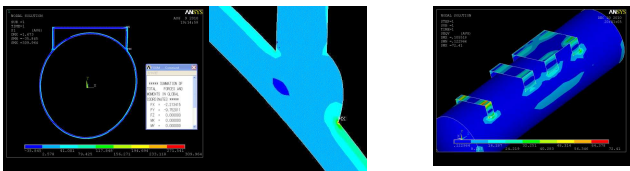


図2 二次元断面モデル (右: 拡大図) 図3 全体モデル

図4、5はタンク長手方向の変位を与えた時のCAE解析例で、溶接部付近の拡大図である。溶接線と45度方向の応力が最大と見られる。本研究では溶接線の両端に溶接線と0度、45度、90度の3方向の測定をすることとした。(図7参照)

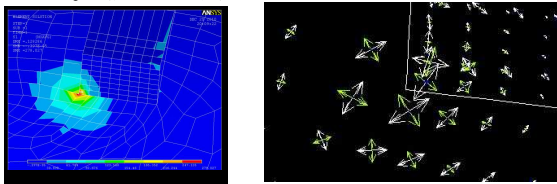


図4 応力分布図 図5 主応力ベクトル分布図

#### 3. 2. 実機運転時の振動測定

実機運転測定の結果、ひずみは45度方向が最大で振幅で $250 \mu \epsilon$ であった。この結果は類似製品の破断状況と合致しており、局部ひずみによる有効性が確認できた。また、既存の試験結果によると疲労破壊が起こる下限値以下に当たる。図6は測定例であるが、最大の振幅は電動機が起動した直後の2周期ほどであること、定常時の振動や空気圧による変形は破壊には寄与しないレベルであることが分った。



図6 ひずみゲージ位置

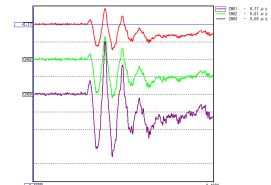


図7 ひずみ測定例

#### 3. 3. 溶接構造試験片の荷重試験、振動試験

図8、9は荷重試験例を示したものであるが、荷重-ひずみ図で荷重サイクルに伴うヒステリシスを確認できる。また、繰返しの1～2回目の特徴的な挙動が確認できた。これは繰返し硬化(あるいは軟化)と呼ばれる重要な挙動に関連すると見られ、本研究では、さらに数回経過した5～10回が適切と判断する。

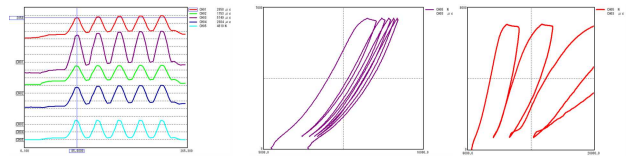


図8 時系列グラフ 図9 荷重-ひずみ図 (右: 亀裂発生例)

図9右は亀裂発生時の例であるが、破壊靱性試験でよく知られる亀裂進展に伴う剛性低下挙動が確認できる。また、試験後に目視で亀裂が観察された。これらの挙動把握は、一部条件のみに限られたため、形状・荷重条件の更なる追加検討が必要である。

図10は、振動試験機にて共振点近傍の周波数で疲労耐久試験を行った結果である。実機運転で測定された $250 \mu \epsilon$ 、やや強めの $400 \mu \epsilon$ が別々の位置に同時に負荷できる条件を設定した。共振周波数は140Hz程度であり、20時間で $10^7$ 回負荷を行ったが、破断は見られず、製品の安全性が確認できた。なお、振動試験機による手法は、共振現象を利用するため、その構造に依存する面が大きく、さらなる技術蓄積が必要である。

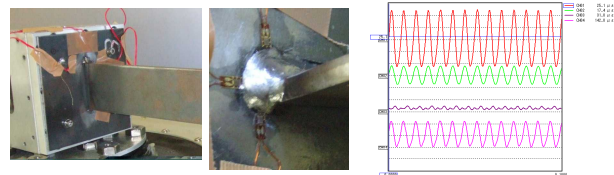


図10 振動試験機利用の疲労耐久試験例

### 4. 結言

局所ひずみを基準とする疲労強度設計手法を確立しました。①疲労破壊の危険性について定量的な試験・評価が可能となること、②荷重試験機・振動試験機による試験で試験本数、試験時間を大幅に短縮した評価が可能であることの2点において、特に大きな利用価値があることが確認できた。

# 信頼性工学の応用によるセンサー部品の性能改善

Performance Improvements of Sensor Parts by Application of Reliability Engineering

技術開発部 工業材料科

工藤 弘行 橋本 政靖

技術開発部 プロジェクト研究科

西村 将志

ネミコン株式会社

村越 正保

信頼性工学の各手法や応力解析の手法を用いることで、電子基板上の故障危険性の高い素子の絞りこみが可能となりました。また、既存の基板たわみ試験結果に強度学的観点を付与することにより、「基板ひずみ量」を基準とした評価が可能となり、対象製品の振動負荷に対する安全を定量的に判断することができました。

Key words: 信頼性、環境試験、基板たわみ試験、故障物理、マルチスケール CAE

## 1. 緒言

電子部品は、機械部品に比べて故障現象が複雑で把握しづらいと言われる。多種多様な材料の利用や、複雑で小型な構造であることが理由である。この困難を解決するため、信頼性工学を利用した手法が広まっている。信頼性工学は、確率統計、品質管理、故障解析、信頼性試験、故障物理 など様々な要素技術から構成される横断的な工学手法である。

量産される電子部品の信頼性を確保する手法としては、大量サンプルを対象にした長時間の環境試験によるものが主流だが、多品種生産の場合は、試験コスト的に全ての試験を行うことは困難である。一方、性能改善を目指す製品開発では、新規の材料、構造を採用することが多く、やはり試験・評価が課題とされる。

さらに、近年、様々な局面で従来手法の限界が指摘されている。例えば、(1)故障解析では、部品の微細化、製品・システムの複雑化により故障発生位置の特定・観察・分析が困難になること、(2)信頼性試験では、高品質化が進んだことで、低頻度の故障発生や、試験が長期化することが問題視されている。

本研究では、上記の現状ならびに将来的な問題を解決するため、信頼性工学の有効利用により、必要最小限の試験・解析で信頼性を評価するコストパフォーマンスの高い試験・評価手法の確立を目的とする。

## 2. 試験方法および評価手法

本研究で対象とする故障は、電子基板の変形に起因する「破壊」である。破壊は、機械部品で最も重要な故障で、既知の知見が充実している。ここでは、応力解析を電子部品に対し適用する妥当性を検証する。

### 2. 1. 基板たわみ試験データの強度学的再評価

電子基板は、素子を実装した状態での基板たわみ試験が JIS で規定される他、素子自体や実装の良否の評価への応用も報告されている。試験方法はコンデンサ部品などを実装した基板に対し、実装部が凸となる

3点曲げ試験を行うものである(図1参照)。

本研究では、既知の基板たわみ試験結果に強度学的観点を付与し、「基板ひずみ」基準の評価手法へ利用する。これにより、自ら多数の試験を実施することなく、妥当な評価をすることが可能となる。



図 1 基板たわみ試験模式図

### 2. 2. 電子基板上の素子の観察

対象とする製品では非常に小さい1005サイズ(1mm×0.5mm)の素子が使用される。応力解析においては、構造・形状・寸法、材料が重要であるため、SEM観察ならびに断面観察により、詳細な把握を行う。

### 2. 3. 故障物理的アプローチ適用による要因整理

故障物理は、故障を現象論的に扱うもので、故障発生条件を推定するのに有効な故障物理モデルが利用される。本研究では、故障物理的なアプローチを採用した上で、予備的な CAE 解析、試験により、故障の発生に大きな影響を与える因子を絞り込む。

### 2. 4. ひずみ測定を併用した試験・評価

変形挙動の把握のため、ひずみ測定を併用した荷重試験、振動試験を実施する。ひずみゲージは、部品・変形のスケールを考慮しゲージ長 1mm とする。実製品で問題となる変形は動的現象によるものであるが、測定の難易度が高いため、荷重試験も併せて実施する。

## 3. 試験結果と考察

### 3. 1. 基板たわみ試験データの強度学的再評価

既知の報告によると、基板たわみ試験において、基板たわみ量(mm)による評価は形状の影響を受けるが、素子実装位置における基板ひずみ量( $\mu\epsilon$ )による評価では、常に 1300 から 2600  $\mu\epsilon$  の間で破壊する。ひずみに幅があるのは、強度が分布的であるためである。

図2は基板たわみ試験のCAE解析例であるが、素子破壊に相当する基板変形では、はんだやコンデンサ材料自体の破壊に相当する変形レベルであることが分かった。この挙動は機械部品と共通であり、基板たわみ試験においても、応力解析を利用するのは妥当である。ただし、強度が分布的である点には注意が必要である。

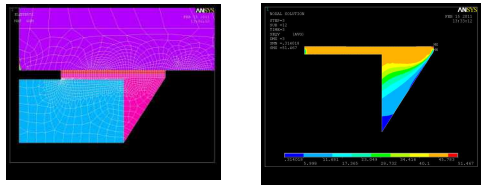


図2 基板たわみ試験の応力解析例

### 3. 2. 電子基板上の素子の観察結果

実装された素子の構造を把握するため、断面観察、SEM観察を実施した。図3は断面観察結果であるが、はんだフィレット部形状や、基板内部構造などに違いがあることが分かる。

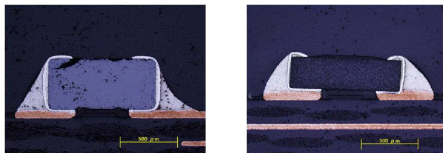


図3 実装素子の断面観察例

### 3. 3. 故障物理的アプローチ適用による要因整理

既知の知見を基に電子基板の変形に影響する主要な要因を列記すると、①部品の寸法形状、構造、②材料特性、③振動特性、④ねじ固定状態、⑤使用温度・使用時間、⑥荷重方向、⑦実装時の熱履歴などが挙げられる。ここでは主要な設計因子であり、かつ、影響が大きいと見られる電子基板の板厚に関して検討する。

故障物理モデルは、基板たわみ試験結果との整合性の確保を狙い、確率分布的扱いが特徴である「ストレス-強度モデル」を選択する。本研究では、素子実装位置での「基板ひずみ量」を基準に、 $1300\mu\epsilon$ を閾値とすることにより、製品の内、最弱の10%が破壊する水準である「10%破壊強度」を用いた評価を行う。

図4はCAE解析結果であるが、最大応力点や主応力方向の把握が可能で、ひずみゲージ貼付の指針となる。また、素子により主応力方向が異なることが分かったため、本報告では、応力方向の影響を検討する。

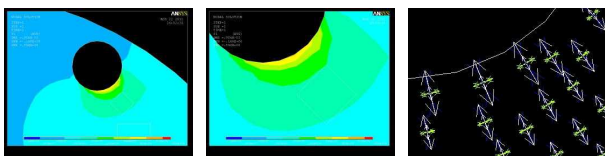


図4 応力分布図と、主応力ベクトル分布

### 3. 4. ひずみ測定を併用した試験・評価

実際の製品では、基板たわみ試験と異なり、素子実装位置にひずみゲージ貼付、測定を行うことは物理的

に不可能である。本研究では、全体の变形を代表する位置でひずみ測定から、実装位置のひずみを推定する。素子実装、ひずみゲージ貼付位置を反映したCAE解析モデルを提案する。図5は解析モデル例で重要位置を区別してモデル化している。図6はひずみ分布図で重要位置のみの仮想表示である。この重要位置の四隅の平均値を使用することで、ひずみゲージ測定値と素子実装位置のひずみの精度の良い相関が確保され、各素子実装位置ごとに「基板ひずみ量」を求め、故障危険性を定量的に評価することが可能となる。基板板厚については1mmから1.6mm厚に増加することでひずみを40%低減させる効果があることを確認できた。

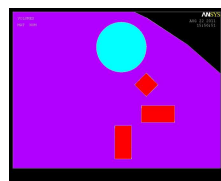


図5 解析モデル

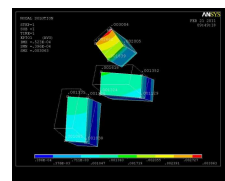


図6 重要位置のひずみ分布

### 3. 5. マルチスケールCAEによる影響度推定

応力解析利用の妥当性が明らかとなったことから、各種要因の影響度を絞った解析が可能となる。しかし、素子寸法は極めて小さく、全体モデルに素子寸法の僅かな違いを反映した影響度推定は困難である。

このため、本研究では、スケールの異なる複数の解析モデルを有効に使い分ける「マルチスケールCAE」の手法を適用する。この手法では、モデル間の整合性が問題課題だが、基板ひずみ量を中間パラメータとすることで必要十分な整合性を確保することができる。

図7、8は素子長手方向に対し45度方向の基板たわみが付与された場合の結果で、アンバランスなひずみ分布が確認できる。このような場合、強度低下、寿命低減の可能性があるので、注意が必要である。

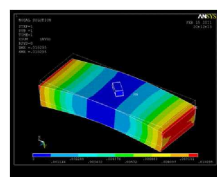


図7 基板のたわみ変形分布

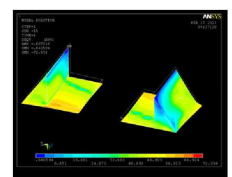


図8 はんだ接合部のひずみ分布

## 4. 結言

研究の結果、以下の手順で効率の良い解析が可能となることが明らかになった。手法は汎用的なもので、他製品の他の故障現象にも応用可能である。

- (1) 故障モード、メカニズムの整理
- (2) 電子基板を対象としたCAE解析、観察
- (3) ひずみ測定併用の荷重・振動試験
- (4) 特徴位置を反映したCAE解析
- (5) 基板ひずみ基準での強度算出
- (6) 要因影響の推定（ミクロスケール解析利用）

# オリジナルストール用織物のまとわりつきの軽減

## The reducing fiber cling of the Silk/Wool fabric for a stole

福島技術支援センター 繊維・材料科 伊藤 哲司

齋藤産業有限会社

齋藤 捷一 佐藤 正晴

シルク/ウールの交織によるストール用薄地織物の開発で問題となっていた生地同士のまとわりつきを、タンパク質分解酵素を用いたウールの表面改質により解決した。これにより独特な模様と風合いを持つストール用織物の商品化を図る。

Key words: プロテアーゼ、シルク、ウール、防縮加工、まとわりつき

## 1. 緒言

ストールは、婦人用の細長い肩掛けで、毛皮・織物・レースなどで作られ、襟元、肩周りの防寒・装飾等に用いられている。従来は、厚手の生地で防寒を目的としたものが多かったが、近年はレイヤードファッション（重ね着）の流行により、洋服が透けて見える薄手の織物が好まれている。そのため、織物の柄はプリントよりも単色で織物自体の模様や、表面に凹凸をつけるなど表面効果を持たせた立体感のある織物が好まれる傾向にある。

こうした中、齋藤産業有限会社ではオリジナルのストール用織物として、経糸にシルク、緯糸にウールを用いた織物の開発を行っている。この織物は軽くて透明感があり、他の織物にはない不規則な模様を特徴としている。しかし、ストールを巻いたり畳んだりする際に、生地同士がまとわりつき絡んでしまう問題が発生し、商品化の障害となっている。まとわりつきの原因は、緯糸に使用しているウール表面のスケールが絡み合うことにより発生する収縮現象（フェルティング収縮）に起因している。これを防止する方法として、ウールの防縮加工<sup>1)</sup>があり、樹脂加工と化学加工およびその併用が知られている。特に樹脂加工法が一般的であるが、コーティング糸のため、製織後の風合いと糸の滑り具合が変わることによる模様の不規則性の変化が懸念される。そこで、本研究では風合いやパターンを重視し、それらの変化が少ない化学加工を用いることにした。しかしながら、酸等の無機系処理ではシルクへのダメージが生じるため今回はプロテアーゼ（タンパク質分解酵素）による温和な処理によりスケールの部分的な除去を行い、まとわりつきの軽減を図った。

## 2. 実験

### 2. 1. 織物

織物は齋藤産業有限会社で製織した、経糸シルク、緯糸ウール織物を使用した。（図1、2参照）

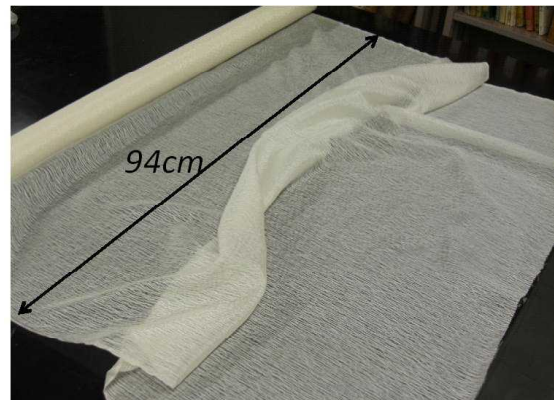


図1 織物の外観

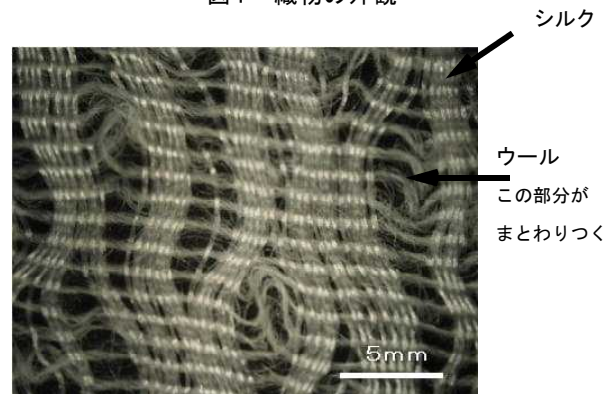


図2 織物の拡大写真

### 2. 2. 処理剤

処理剤は、プロテアーゼ、還元剤（亜硫酸ナトリウム）、pH調整剤（炭酸水素ナトリウム）を使用した。温度条件には、酵素活性が活発な温度を選択した。それぞれの加工条件を表1に示す。試料は加工条件が厳しいものから処理 No.1、穏やかなものを処理 No.5とした。

染色試験用の染料は酸性染料（ミーリング染料）を使用し、一般的な酸性染料の染色方法で染色を行った。

### 2. 3. 表面観察および引裂き強さ、風合い

加工後の形態を観察するために、走査型電子顕微鏡

(日本電子(株) JSM-5800LV) を用いて無蒸着で観察を行った。また、物理的な強度は、引裂き強度 (JIS L1096 8.17.4 D法 (ベンジユラム法)) を測定した。

風合いの評価は官能評価による手触り感 (柔らかさ、滑らかさ) を見た。最も柔らかくなった試料 (処理 No.1) を 1、最も硬い試料 (加工前) を 5 として 5 段階の評価を行った。まとわりつきについては、生地を折り畳んで振り落としそのほどこけ具合を見た。風合い同様に最もほどこけた試料 (処理 No.1) を 1 として、最もほどこけなかった試料 (加工前) を 5 とした。

表 1 プロテアーゼ加工条件

処理 No.	プロテアーゼ (g/L)	還元剤 (g/L)	温度 (°C)	時間 (hr)
1	2.0	2.0	50	1.0
2	1.0	1.0	50	0.5
3	1.0	1.0	50	1.0
4	0.5	0.5	50	1.0
5	0.5	0.5	50	0.5

※炭酸水素ナトリウム 0.5g/L (pH調整) 浴比1:25

### 3. 結果と考察

#### 3. 1. 加工後の表面形態

図 3 にプロテアーゼ加工前後におけるウールの表面形態を示す。加工後はスケールの脱落と損傷及びフィブリル化が起きていることがわかる。また、糸表面にくぼみも見られ減量が起きていることが推測される。特に加工条件が厳しい処理 No.1 (図 3. 2) では大きい。

一方シルク表面では、若干だが経方向に筋状の傷やフィブリルが発生していることがわかった。ウールのスケール脱落と減量は防縮性と柔らかさの向上につながるが、糸の損傷とフィブリル化は物理的な強度低下の原因となる。

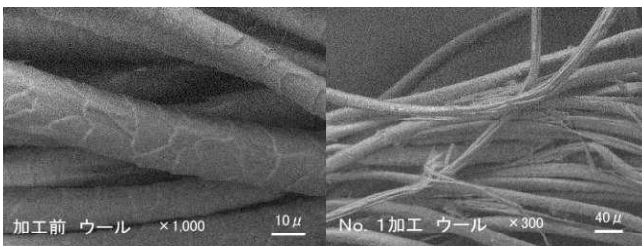


図3.1 プロテアーゼ加工前

図3.2 処理No.1加工後

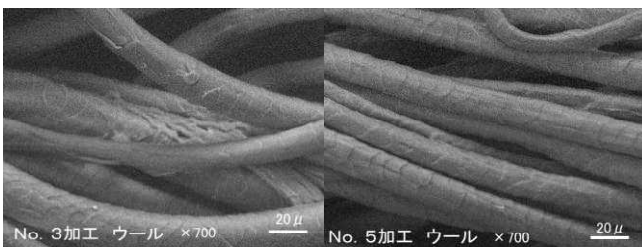


図3.3 処理No.3加工後

図3.4 処理No.5加工後

#### 3. 2. 引裂き試験と官能評価

表 2 に引裂き試験と官能評価の結果を示す。引裂き強度は、プロテアーゼ、還元剤の濃度や処理時間が大きくなると低くなっている。緯方向 (ウール) の低下も見られるが、経方向 (シルク) の強度低下も大きい。

まとわりつきと風合いについては、まとわりつきがあると硬く、まとわりつきがなくなると柔らかく滑らかになっている。

表 2 引裂きおよび官能評価

試料名 処理 No.	引裂き強度 (N)		官能評価	
	経方向	緯方向	まとわりつき	風合い
加工前	8.63	9.61	5	5
1	2.21	3.14	1	1
2	4.71	5.79	3	3
3	4.20	4.90	2	2
4	4.22	5.10	3	3
5	6.37	6.18	4	4

※官能評価数値 まとわりつきがある : 5  
風合い (硬く、滑らかさがない) : 5

#### 3. 3. 量産化試験

電子顕微鏡による繊維の表面観察と引裂き試験、官能評価から、加工条件が厳しくなるとウールのスケール脱落や繊維の損傷が大きくなり、引裂き強度の低下が起こる。しかし、風合いは柔らかく、まとわりつきは無くなる。そこで、量産化試験の条件を風合い重視の処理 No.3 で緑、オレンジ系の酸性染料を使用し染色試験を行った。その結果、染色斑等の発生が無く良好に染色ができたので量産化に目途がついた。また、一般にウールを使用した織物を染色加工すると収縮を起こしてしまい取扱いには十分な注意が必要である。しかし、この加工を行った織物では収縮は起こらず、染色加工時の取扱いも容易になった。

### 4. 結言

プロテアーゼ加工により、ウール表面のスケールの損傷およびフィブリル化が発生し引裂き強度の低下は見られたが、ストールとして使用するには十分な強度を保持していた。また、染色加工時の収縮も発生しないため織物の取扱いも容易になった。

この加工により生地同士のまとわりつきが軽減し、模様の不規則性に变化もなく、風合いも柔らかさと軽さを持つようになった。今後は他にはないシルク/ウール ストールとして商品展開を行っていく。

#### 参考文献

- 1) 塩澤和男 : “染色仕上加工技術”、地人書館、pp.210-213、1991



# 「ニシン山椒漬」の殺菌手法の検討による品質向上

Quality improvement of "Nishin-Sansyozuke" by examination of sterilization technique

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 一条 晶恵 鈴木 賢二  
株式会社会津二丸屋 長尾 剛史

ニシンの山椒漬の原料である八分乾身欠きニシンについて、食味に影響を与えずかつ簡便な殺菌手法の検討を行った結果、市販のエタノール製剤（エタノール濃度 8.4 %、pH12）に 18 時間浸漬することにより、一般生菌数を目標数値まで低減することができた。さらに、周囲温度を 10℃および 25℃で比較し、25℃において殺菌効果が高いことを確認した。

Key words: 身欠きニシン、一般生菌

## 1. 緒言

本県会津地方の郷土料理である「ニシン山椒漬」は、身欠きニシンと山椒の若葉をしょう油、酢等で漬けた山椒の香りと身欠きニシンの風味豊かな総菜であり、交通手段の発達していない時代の山間部地域における貴重な動物性タンパク源でもあった。

現在では家庭で作られる他、総菜として製造販売されている。原料の身欠きニシンは「八分乾」が主流であり、比較的水分量が多く、細菌数は身欠きニシンの中で最も多いといわれている。

山椒漬には加熱等、殺菌の工程がないため、製品の細菌数は原料の身欠きニシンの細菌数に依存し、細菌数は製造ロット等によって変動しやすいため、安定した製品製造が困難である。

一方、小売業者や消費者等の食に対する安全・安心志向は強く、細菌数はできる限り低減したもの等のより安全な食品を求める傾向にあるため、ニシンの山椒漬のように腐敗していないにもかかわらず菌数の高い食品は、理解を得にくい状況にある。

この様な中、製品の細菌数をできる限り低減させるための殺菌方法の検討については、身欠きニシンは厚さ 1センチ程度であり、加熱による食感の変化が大きいため、加熱以外の手法で食味に影響を与えず、かつ簡便な手法が求められる。

また、調味液には食酢が加えられているため pH が低く、調味液浸漬後の細菌の増殖はある程度抑制されると考えられるため、身欠きニシンの調味液への浸漬前に殺菌を行い、製品の細菌数を抑制し、未加熱処理そうざい類の衛生規範における目標値が一般生菌数  $1.0 \times 10^6$  cfu/g である<sup>1)</sup> ことから、殺菌後の身欠きニシンの一般生菌数をこの数値以下とすることを目標とした。

本研究は、会津若松市内でニシンの山椒漬を製造販売されている株式会社会津二丸屋により、平成 22 年度公募型ものづくり短期研究開発事業に応募、採択されたものである。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試試料

試料は、身欠きニシン（八分乾、アメリカ産北海道加工品）、山椒の若葉（会津若松市産）、漬け液（(株)会津二丸屋提供）を用いた。

身欠きニシンおよび山椒の若葉は、冷凍（-30 度）にて保存し、ニシンは自然解凍後、製品に倣って頭部を除き 8 等分にし、後述の殺菌試験に供した。山椒の若葉はブランチング（100℃ 5 秒）後、試験に供した。

### 2. 2. 細菌数の測定

細菌数は一般生菌数を計測した。計測用培地は標準寒天培地（日水製薬(株)製）を用い、計測は食品衛生検査指針に従って実施した。

### 2. 3. 食味試験

殺菌処理後の身欠きニシンの官能評価は、当所職員 4 名（男性 2 名、女性 2 名）で行った。

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. 原料等における細菌数

ニシン山椒漬の原料およびニシン山椒漬における一般生菌数を確認した。

原料は、身欠きニシン、山椒の若葉、調味液であり、調味液については浸漬前および浸漬後について計測し

表1 各原料およびニシン山椒漬の一般生菌数

試料名	一般生菌数 (cfu/g)	備考
身欠きニシン	$5.9 \times 10^6 - 7.0 \times 10^8$	自然解凍後 (8回計測)
山椒の若葉	$6.3 \times 10^9$	ブランチング (100℃ 5秒) 後
調味液 (浸漬使用前)	$4.5 \times 10$	pH3.88
調味液 (浸漬使用后)	$6.3 \times 10^9$	pH5.01
ニシン山椒漬	$7.3 \times 10^6$	当所にて作製

た。結果を表 1 に示す。

身欠きニシンの一般生菌数が他の原料と比較して多いため、菌数制御要因が身欠きニシンであることを確認した。また、身欠きニシンの一般生菌数は  $10^6 \sim 10^8$  とバラツキが大きく、ロットおよび個体によって差が大きいことが推察された。

### 3. 2. アルコール殺菌の検討

エタノール濃度および浸漬時間を変えて殺菌効果を検討した。

条件および結果を表2に示す。

エタノール濃度 (%v/v)	浸漬時間 (分)	一般生菌数 (cfu/g)
20	10	$>10^7$
	25	$>10^8$
	40	$1.5 \times 10^6$
30	10	$>10^7$
	25	$>10^8$
	40	$>10^7$
40	10	$>10^7$
	25	$>10^8$
	40	$7.2 \times 10^6$

20 % (v/v)エタノールに 40 分間浸漬させた身欠きニシンの一般生菌数が  $1.5 \times 10^6$  cfu/g と最も低くなったが、アルコール臭がありニシンの風味も変化した。20 %エタノールで殺菌効果を得ようとする場合、身欠きニシンのタンパク変性も併せて進むため、不適と判断した。

### 3. 3. エタノール製剤殺菌の検討

エタノール製剤(ピアコリン 10 エタノール 8.4 % (w/w) 日本化薬フードテクノ(株)製)に調整した身欠きニシンを浸漬し、一般生菌数を確認した。

浸漬時間4時間における結果を表3に示す。

浸漬時間(hr)	一般生菌数(cfu/g)	備考
0	$2.3 \times 10^7$	対照区
1	$5.2 \times 10^5$	
2	$4.5 \times 10^6$	
3	$6.9 \times 10^6$	
4	$2.6 \times 10^6$	

浸漬後1時間で  $5.2 \times 10^5$  に減少したが、その後また増加し、4時間までには目標とする  $1.0 \times 10^6$  以下にはならなかった。また、浸漬後の身欠きニシンの食味の変化はなかった。

そこで、浸漬時間を1晩(18時間)まで延ばし、さらに周囲温度による殺菌効果の違いを確認した。結果を表4および図1に示す。

浸漬時間(hr)	周囲温度(°C)	一般生菌数(cfu/g)	備考
0	-	$1.2 \times 10^8$	対照区
18	10	$2.2 \times 10^7$	
18	25	$2.3 \times 10^5$	

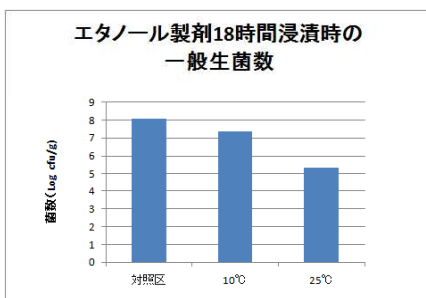


図1 エタノール製剤18時間浸漬時における周囲温度による一般生菌数の変化

エタノール製剤へ18時間浸漬した際の一般生菌数は周囲温度25°Cにおいて  $2.3 \times 10^5$  となり、目標とする殺菌効果を得た。また、浸漬後の身欠きニシンの食味の変化はなかった。

使用したエタノール製剤のエタノール濃度は8.4 % (w/w)と低いものの、浸漬時間を長くしたことに加えpH12の強アルカリ性であるため、それによって殺菌効果が増したものと推察された。

また、エタノールは作用温度が高いほど殺菌効果も高いといわれている<sup>2)</sup>が、それに準じた結果となった。

## 4. 結言

エタノール8.4%、pH12のエタノール製剤に周囲温度25°Cで18時間浸漬処理することにより、身欠きニシンの一般生菌数を  $1.0 \times 10^6$  以下にすることができた。

試験開始当初は、身欠きニシンの表面に存在する菌類を殺菌することで十分一般生菌数を減らせると考えていたが、身欠きニシンは内部にも多く菌類が存在し、内部に存在する菌類を殺菌するため、長時間の殺菌が必要であることが分かった。

また、その後行った確認試験において、一般生菌数が  $1.0 \times 10^6$  以下となる同様の結果が得られ、更に3回のうち2回の試験で、デソキシコレート寒天培地(日水製薬(株)製)において、大腸菌群が0 cfu/gとなった。全ての確認試験において大腸菌群が0 cfu/gとならなかったのは、身欠きニシンの菌数のばらつきが大きく、初発菌数が多い場合があったためと考えられた。

また、八分乾身欠きニシンの菌叢は Staphylococcus が70%、大腸菌群が20%との報告<sup>3)</sup>もあることから、今回使用したエタノール製剤で大腸菌群が優先的に殺菌されている可能性が示唆された。

25°C、18時間の浸漬処理は夏場の漬け込み作業を想定して設定しており、目標とする殺菌効果を得ることはできたが、更に高い温度やアルコール製剤への長時間浸漬によってさらに減菌効果が得られる可能性もあるため、追試験が必要である。

また、今回の殺菌効果が強アルカリ性によるものであると仮定するならば、他の資材(焼成カルシウム等)の効果を検証する必要もある。

## 参考文献

- 1) 食品衛生協会編：食品衛生関係法規集(1990)
- 2) 食品腐敗変敗防止研究会編：食品変敗防止ハンドブック(2006)
- 3) 中川良二ら：八分乾ミガキニシン製造工程における菌叢変化(2007)

# 地元産の味噌と酒粕を用いた味噌漬け会津地鶏の開発

Development of Aizu Jidori preserved in miso and sake lee produced in aizu area .

会津若松技術支援センター支援センター 醸造・食品科 大島 健司 本名 秀美  
株式会社会津地鶏ネット 関澤 好春

会津地鶏の味噌漬けの呈味性向上のため味噌、酒粕、みりんを用いた試験を行った。その結果①非加熱の味噌に含まれるプロテアーゼは鶏肉の硬さに影響を与える。②赤色味噌は淡色味噌よりアミノ態窒素が多く、肉に赤色が付き官能評価も良い。③漬け込み時間は、アミノ態窒素の移行は48時間で72時間と同程度になるが、塩分は48時間以降も多く移行し続ける。日持ちを向上させたい場合は漬け込み時間を長くする。④酒粕を添加する場合は、みりんを同重量以上添加することで、味噌と同程度の保存性を持つことがわかった。

Key words:会津地鶏、味噌、酒粕、プロテアーゼ活性

## 1. 緒言

会津地鶏は福島県の固有種である純系会津地鶏から県農業総合センターが改良し、平成22年度には県の主要農林水産物である11品に選ばれた。

販売拡大のためには加工食品の開発が求められるが、売れる商品にはわかりやすい特徴となぜ美味しいのか説明が必要である。そこで、会津産で無添加など特徴的な味噌や酒粕等を使用し、低塩分で柔らかく呈味性の良い味噌漬け鶏肉の開発が求められた。

本研究では、味噌や酒粕のもつプロテアーゼの作用による軟化や、酒粕やみりん添加により味噌の塩分濃度の低減、遊離アミノ酸の移行等による呈味性の向上を図りながらも、味噌と同程度の浸透圧を確保することで日持ちするよう研究を行った。

## 2. 試験方法

### 2. 1. 供試材料及び漬け込み方法

鶏肉は(株)会津地鶏ネットの会津地鶏冷凍もも肉、各種味噌は会津若松市の味噌製造会社より酒精無添加のもの、酒粕は喜多方市の酒造会社より酒精無添加のもの、みりんは市販の本醸造みりんを使用した。

味噌漬け方法は、鶏肉の解凍を氷水で1晩行った後に鶏肉をガーゼに包み同重量の調整した漬け床を隙間なく覆い、ポリエチレンの袋に入れ所定の時間5℃で保存した。焼成はガーゼを取り除き、電気スーパーパーオープン(北沢産業(株)製 型式:KSE-611)にて、上下段200℃に設定・予熱完了後に皮を下にして20分焼成。冷蔵庫にて30分放熱した。

### 2. 2. 味噌に含まれるプロテアーゼが鶏肉の軟化に及ぼす影響

味噌のプロテアーゼを失活させその影響を確認した。非加熱の味噌をビーカーに入れ、ラップフィルムし100℃120分で加熱。この味噌で鶏肉を7日間漬け込み焼成後の鶏肉の硬さ、水分、塩分、アミノ態窒素及び味噌の水分とプロテアーゼを測定した。

### 2. 3. 各種味噌のプロテアーゼ活性と官能検査

各種味噌の中性プロテアーゼ、酸性プロテアーゼ

について分析した。また、使用する味噌の種類を決定するため、赤色味噌と淡色味噌を用いて3日間漬け官能検査を行った。評価には、当所職員10名により2点識別試験法により試験した。

### 2. 4. 酒粕の添加試験について

味噌に酒粕を0、10、15、20、25、30、35、40%の重量比で添加したもので鶏肉を72時間漬け込み、水分、硬さ、塩分、アミノ態窒素、直接還元糖(以下、直糖)を調査した。

### 2. 5. 漬け込み時間の検討

漬け込み時間について検討するため、味噌のみで24、48、72時間漬け込み、水分、硬さ、塩分、アミノ態窒素、直糖を調査した。

### 2. 6. みりんの添加試験について

味噌にみりんを0、10、15、20、25、30%の重量比で添加したもので鶏肉を48時間漬け込み、水分、硬さ、塩分、アミノ態窒素、直糖を調査した。

### 2. 7. 保存性について

漬け物の保存性を決定する主な要因には、漬け床の浸透圧による脱水作用がある。今回は、漬け物における浸透圧の計算に塩化ナトリウム、ブドウ糖、アルコールに注目し小川ら<sup>1)</sup>により提案されている計算式を用いて計算した。なお、濃度が30%以上の場合も当式を用いて計算した。水分活性及び微生物試験は、もも肉を4等分しそれぞれ漬け込みんだ鶏肉を分析した。

### 2. 8. 分析・測定方法

硬度を測定後、皮を取り除き、細切れした後ミキサーでミンチにし分析まで-30℃で冷凍保存した。

硬度測定は、果実硬度計KM-5型((株)藤原製作所:直径5mm円柱型プランジャー)にて肉の特定の部分を順に13カ所測定し平均と標準偏差を求めた。

成分分析には、水分は135℃3時間乾燥助剤法、アミノ態窒素はホルモール滴定法、塩分はモル法、直糖はソモギー変法(ブドウ糖換算)、アルコールは酸化・滴定法、中性プロテアーゼ及び酸性プロテアーゼは基準みそ分析法<sup>2)</sup>により分析した。

水分活性はAwSprint TH-500(novasina社製)を用

いて計測した。一般生菌数は、標準寒天培地に希釈培養法にて 35℃ 48 時間培養し測定した。大腸菌群はデゾキシコレート培地にて 35℃ 24 時間培養した。

### 3. 結果及び考察

#### 3. 1. 味噌に含まれるプロテアーゼが鶏肉の軟化に及ぼす影響

味噌のプロテアーゼ活性は中性プロテアーゼは 103.3U、酸性プロテアーゼは 37.0U であったが、加熱後は中性プロテアーゼ 5.1U、酸性プロテアーゼ 0U となりほぼ失活が確認された。

漬け込み後の鶏肉の成分値を表 1 に示す。硬さは加熱していない味噌を使用した方が有意に柔らかくなった。アミノ態窒素は加熱と非加熱に大きな差は無かった。このことから、冷蔵庫内での 1 週間程度の漬け込みは柔らかさには影響を及ぼすものの、鶏肉のタンパク質が味に関係する遊離アミノ酸程度まで分解されることは少ないと考える。

以上のことから、味噌を使用する場合は加熱されていない味噌を使用することが適当である。

表 1 味噌の加熱による鶏肉への影響について

味噌の 処理法	硬さ (kg)	水分 (%)	塩分 (%)	アミノ態窒素 (%)
非加熱	1.55±0.32 <sup>a</sup>	55.4	5.05	0.220
加熱	1.95±0.45 <sup>a</sup>	54.2	5.34	0.215

a 1%の危険率で有意差あり

#### 3. 2. 各種味噌のプロテアーゼ活性と官能検査

各種味噌のプロテアーゼ活性を表 2 に示す。今回分析した味噌の麹歩合や製法では活性の傾向は確認できなかった。なお、試験で使用する赤色味噌は総プロテアーゼ活性の高い赤色味噌 B を選択した。

表 2 各種の味噌のプロテアーゼ活性

種類	麹歩合	プロテアーゼ活性(U/g)	
		中性	酸性
赤色味噌A	8	98.3	24.6
赤色味噌B	8	88.5	48.6
赤色味噌C	10	56.8	49.5
淡色味噌	10	103.3	37.0

官能試験の結果を表 3 に示す。赤色味噌を使用したものが色について有意に好まれた。使用した味噌の分析値を表 4 に示す。塩分とアミノ態窒素の値が赤色味噌の方が高い。このことから、他の項目に差はないが、色の好ましさの点と赤色味噌の方が味に関与するアミノ態窒素が高いため赤色味噌の使用が適当である。データには無いが、官能検査でしょっぱいという意見が聞かれ、味噌のみでの 3 日間の漬け込みでは塩分が高いと思われる。

なお、味噌のプロテアーゼ活性は豆味噌>米味噌を示す傾向にある<sup>3)</sup>。しかし、魚肉では豆味噌、白

味噌、赤味噌による硬さの変化に有意差は無いという報告<sup>4)</sup>がある。このため、通常味噌にあるプロテアーゼ活性で十分に効果があるのかもしれない。

表 3 赤色味噌と淡色味噌を使用した鶏肉の官能試験

項目	赤色味噌使用	淡色味噌使用
色の好ましさ	10 <sup>a</sup>	0 <sup>a</sup>
硬さの好ましさ	6	4
舌触りの良さ	6	4
味の好ましさ	5	5
塩味の好ましさ	5	5
総合	6	4

a 1%の危険率で有意差あり



【焼成前】

【焼成後】

(左)赤色味噌(右)淡色味噌 (左)赤色味噌(右)淡色味噌

図 1 味噌の種類による外観の差

表 4 使用した味噌の分析値

種類	水分 (%)	塩分 (%)	アミノ 態窒素 (%)	プロテアーゼ活性	
				中性 (U/g)	酸性 (U/g)
赤色味噌B	45.7	12.07	0.449	88.5	48.6
淡色味噌	46.5	10.78	0.340	103.3	37.0

#### 3. 3. 酒粕の添加試験について

赤色味噌と酒粕の成分を表 5 に示す。プロテアーゼは、赤色味噌で中性で 88.5U/g 酸性で 48.6U/g。酒粕で中性 51.2U/g で酸性 24.6U/g と使用した味噌の約半分であった。

表 5 赤色味噌と酒粕の成分値

	水分 (%)	塩分 (%)	アルコール (%)	アミノ態 窒素(%)	直糖 (%)
赤色味噌B	45.7	12.07	0.29	0.449	14.5
酒粕	46.6	0.14	8.67	0.508	15.0

酒粕を添加した漬け床で漬け込んだ鶏肉の硬さ及び成分を表 6 に示す。

表 6 酒粕添加割合ごとの漬け込み後の鶏肉の成分値

添加 割合	水分 (%)	硬さ (kg)	塩分 (%)	アミノ態 窒素(%)	直糖 (%)
0%	56.7	1.49±0.44	5.17	0.192	3.09
10%	58.6	1.84±0.53	4.34	0.202	2.94
15%	59.9	1.56±0.29	3.83	0.206	3.47
20%	60.3	1.63±0.38	3.58	0.210	3.43
25%	60.9	1.28±0.27	3.25	0.206	3.12
30%	60.7	1.52±0.32	3.11	0.220	3.61
35%	60.6	1.44±0.32	2.60	0.203	3.00
40%	60.7	1.48±0.30	2.89	0.221	3.78

漬け床の塩分、アミノ態窒素が多ければ鶏肉に移る量も増える傾向にあった。また、酒粕の割合が増えるとプロテアーゼの量は半分程度だが柔らかくなり、水分も若干多くなる傾向にあった。

### 3. 4. 漬け込み時間の検討

鶏肉の硬さ、成分を表7に示す。漬け込み時間によりアミノ態窒素の移行は48時間で72時間と同程度になるが、塩分は48時間以降も移行し続ける。このことから、漬け込み時間は72時間以上漬け込めば柔らかくなる傾向があるが、味の面では塩分の低減とアミノ態窒素の移行程度から48時間が適当であると考えられる。

表7 漬け込み時間ごとの鶏肉の成分の変化

漬込時間	水分 (%)	硬さ (kg)	塩分 (%)	アミノ態窒素 (%)	直糖 (%)
無処理	69.1	1.08±0.31	0.07	0.075	0.18
24時間	64.8	1.35±0.46	2.89	0.155	1.69
48時間	60.5	1.67±0.33	4.05	0.192	2.71
72時間	56.7	1.49±0.44	5.17	0.192	3.09

### 3. 5. みりんの添加試験について

みりんを添加した漬け床で漬け込んだ鶏肉の硬さ、成分を表8に示す。

表8 みりん添加割合ごとの漬け込み後の鶏肉の成分値

添加割合	水分 (%)	硬さ (kg)	塩分 (%)	アミノ態窒素 (%)	直糖 (%)
0%	60.5	1.67±0.33	4.05	0.192	2.71
10%	60.7	1.50±0.47	3.69	0.185	3.38
15%	60.6	1.66±0.41	3.61	0.182	3.70
20%	62.0	1.61±0.36	3.54	0.178	3.79
25%	61.0	1.41±0.36	3.40	0.180	3.91
30%	62.9	1.36±0.36	2.85	0.162	3.79

みりんを添加することで、漬け床の塩分が減少し肉中の塩分濃度の低下や硬さは改善している傾向にある。これは、糖分の保水性によるものと思われる。また、みりに含まれるアミノ態窒素量は、味噌や酒粕と比較して低いために、みりんの割合を増やすことでアミノ態窒素の量は低くなったと思われる。

### 3. 6. 保存性について

味噌等の成分値は、資料<sup>5)6)</sup>及び実測値より設定した。つまり、味噌の塩分、アルコール、ブドウ糖はそれぞれ13.0%(w/w)、0%、14.5%(w/w)、酒粕は0%、8.2%(w/w)、15.0%(w/w)、みりんは0%、14%(v/v)、31.5%(w/v)とした。これより浸透圧を計算した結果を表9に示す。このことから、酒粕を添加する場合、酒粕と同量以上のみりんを使用すれば、赤色味噌とほぼ同じ浸透圧が期待できる。

味の面から塩分を低くすることを目指すため、味噌の使用を半分に抑え、酒粕とみりんの割合を変えて実際に漬け込んで調査した結果は表10のとおり。酒粕の割合が多ければ水分活性が高くなり、みりん

の割合が高ければ水分活性が低くなる傾向であった。また、漬け込み時間を長くすれば水分活性が下がり、日持ち改善効果が高まることを確認した。

表9 各材料における30℃での浸透圧

	赤色味噌 酒粕 みりん			
	atm	94.0	69.8	152.0
体積あたり	比	1	0.7	1.6
重量あたり	atm	111.4	85.3	125.9
	比	1	0.8	1.1

※ 比重を赤色味噌・酒粕1.2 みりん1.17としたとき。

表10 配合割合と時間による水分活性と微生物試験結果

配合割合 (味噌:酒粕:みりん)	漬込時間	水分活性 (Aw)	一般生菌数 (cfu/g)	大腸菌群
10:0:0	48時間	0.924±0.007	8.1×10 <sup>4</sup>	陽性
5:2:3	48時間	0.934±0.013	4.3×10 <sup>5</sup>	陽性
5:2:3	72時間	0.930±0.003	2.7×10 <sup>5</sup>	陽性
5:3:2	48時間	0.945±0.007	7.2×10 <sup>4</sup>	陽性

## 4. 結言

①非加熱の味噌に含まれるプロテアーゼは鶏肉の硬さに影響を与える。なお、7日までの漬け込みでは肉の分解によるアミノ態窒素の増加にはほとんど影響を及ぼさない。②赤色味噌は淡色味噌よりアミノ態窒素が多く、肉に赤色が付き官能評価も良い。③漬け込み時間は、アミノ態窒素の移行は48時間で72時間と同程度になるが、塩分は48時間以降も多く移行し続ける。日持ちを向上させたい場合は漬け込み時間を長くすることで改善される。④酒粕を添加する場合は、みりんを同重量以上添加することで、保存性が改善し味噌と同程度になっていく。

これらのことから、配合割合は、味噌の割合は半分以上減らさないこととした場合、重量比で加熱されていない赤色味噌:酒粕:みりん=5:2:3の漬け床にて48時間漬け込むことで、柔らかく呈味性の良い味噌漬けを開発することができた。

## 参考文献

- 1) 小川敏男・青木睦夫・本庄達之助：“浸透圧による漬物の変敗防止に関する研究”．東京都農業試験場研究報告 第8号、pp.1-24、1974
- 2) 全国味噌技術会：みそ技術ハンドブック 付 基準みそ分析法 1995
- 3) 東 和男：発酵と醸造 (I) 光琳 p130、2002
- 4) 山崎歌織・河村フジ子：“味噌の種類が味噌漬け魚肉の品質に及ぼす影響” 日本調理科学誌 Vol 30 No.2 pp.122-126、1997
- 5) 東 和男：発酵と醸造 (II) 光琳 p370-371、2003
- 6) 科学技術庁資源調査会編：五訂日本食品標準成分表、2000

# 低精白米を使用した純米酒の開発

Sake brewing from low polished rice

会津若松技術支援センター 醸造・食品科 高橋 亮 佐藤 奈津子  
榎田 長子 鈴木 賢二  
国権酒造株式会社 細井 信浩

酒税法改正により精米歩合70%以上の低精白米を用いた純米酒の醸造が可能となったが、低精白米使用による酒質低下の可能性が考えられる。そこで本研究では使用する微生物やその制御を最適化することで低価格でありながら米本来の旨味や独特の香味を有した高品質な純米酒の開発を行った。

Key words : 低精白、清酒

## 1. 緒言

平成16年の酒税法改正により純米酒の定義から「精米歩合70%以下」という規定が削除され、精米歩合70%以上の低精白米を用いた純米酒の醸造が可能となった。しかし、低精白米使用による酒質低下の可能性が考えられ、酒造メーカーも積極的には開発に乗り出せないのが現状である。そこで本研究では、精米歩合80%程度の低精白米を使用し、麴米と掛米の精米歩合、使用する麴菌や酵母を見直し、微生物制御を最適化することで、低価格でありながら米本来の旨味、独特の香味を有した高品質な純米酒開発を目的とした。低精白米使用における課題として、米粒表層部が残るため、雑味の原因となるタンパク質、脂質、ミネラル等が過剰となり、従来の醸造方法での発酵管理は難しく、製成酒が香味不調和となる。そこで脂質減少を目的としてリパーゼ浸漬を、また雑味低減を目的として苦味を呈するアミノ酸であるアルギニン低生産性麴菌の(株)秋田今野商店製「吟味」を、酸度減少と吟醸香増加を目的として低酸生成、酢酸イソアミル系酵母である福島県オリジナル酵母「うつくしま夢酵母」を、消化性を高める目的で酵素剤を利用し、さらに消化性の高い福島県オリジナル酒造好適米「夢の香」を用い検討した。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 原料米

原料米は福島県産の「夢の香」を用いた。精米は小仕込試験(総米200g)では(株)佐竹製作所製テストミルTM-05を、中仕込試験(総米90kg)では(株)チヨダ製HS-20 II CNCを用いた。

### 2. 2. 製麴試験

小仕込試験に用いる麴は製麴環境をそろえるため、精米歩合別(65~85%)に市販の洗濯ネットに入れ、別に用意した白米60kg程度の天幕製麴とともに製麴した。種麴は(株)秋田今野商店製「吟味」を白米100kg当り100g使用して総破精となるよう行った。(図1、2)

### 2. 3. 仕込試験

小仕込試験の仕込配合を表1に、精米歩合を表2に、

中仕込試験の仕込配合を表3に示した。酵母は酢酸イソアミル高生成、酸低生成株の福島県オリジナル酵母「うつくしま夢酵母」を使用した。小仕込試験は麴米と掛米の精米歩合、及びリパーゼ浸漬(使用量0.1g/kg白米)について検討した。仕込みは酒母省略の1段仕込で9℃で仕込み、0.5℃/日で品温を上げ、最高品温13℃、以降は10℃一定経過とし、25日後に遠心分離(9000rpm 5min)にて上槽した。

総米90kgの中仕込み試験では酒母省略の3段仕込で行い、槽にて上槽した。なお、酒質と酒化率を向上するため、蒸米水分を高く(42~43%)、汲水歩合を低く(3段仕込終了時128%)、酵素剤(グルコアミラーゼSD)

成分	量
総米(g)	200
蒸米(g)	160
麴米(g)	40
汲水(ml)	300
乳酸(ml)	0.3
培養酵母(ml)	1

表2 小仕込試験の精米歩合

No.	掛米(%)	麴米(%)
1		65
2		70
3	80	75
4		80
5		65
6	80	70
7	(リパーゼ浸漬)	75
8		80

表3 中仕込試験配合

	添	仲	留	合計
総米(kg)	16	27	47	90
掛米(kg):85%*	11	21	40	72
麴米(kg):65%*	5	6	7	18
汲水(L)	24	35	56	115
乳酸(ml)				100
培養酵母(L)**				4

\* 精米歩合  
\*\* うつくしま夢酵母[1×10<sup>7</sup>cells/ml]  
酒母: 酒母省略仕込

### 2. 4. 製成酒成分分析

製成酒の一般成分分析は国税庁所定分析法<sup>1)</sup>に従って行った。香氣成分分析はヘッドスペースガスオートサンプラー7050(Tekmar社製)、及びガスクロマトグラフ(GLサイエンス社製)を用い、ヘッドスペース法にて常法<sup>2)</sup>に従って行った。

### 2. 5. 麴酵素活性分析

麴の酵素活性分析は(株)キッコーマン製測定キットにて測定した。

### 2. 6. 官能評価

きき猪口を用い、3点法(1:優~3:難 パネラー3名)にて平均点を算出した。

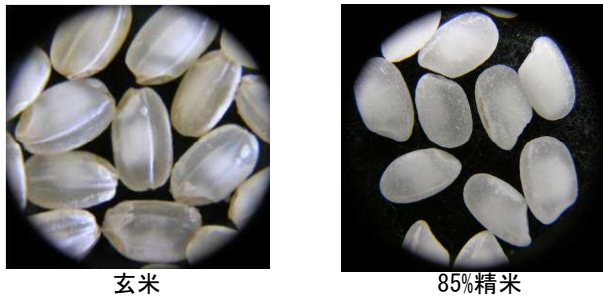


図 1 原料米の状貌

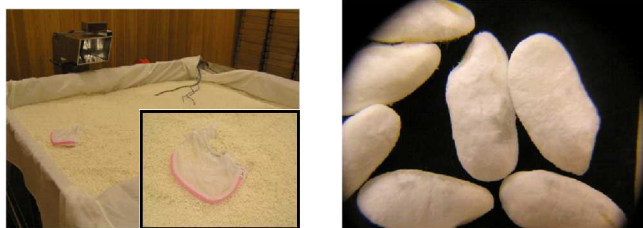


図 2 麴の状貌

### 3. 試験結果及び考察

#### 3. 1. 製麴結果

小仕込みに用いた各精米歩合による麴の酵素活性を表4に示した。総破精になるよう同条件で製麴したため、想定通り精米歩合が高いほど各酵素力価が高くなる傾向となった。各酵素のバランスは良好であり、酵素活性においてはどの精米歩合でも実用値を満たしていると考えられる。

#### 3. 2. 小仕込試験による官能評価結果

小仕込試験における製成酒の官能評価結果を表5に示した。掛米は精白歩合85%での評価が相対的に高く、麴米は精白歩合85%を除いて官能評価への影響は少ない結果となった。また、リパーゼ浸漬の有無に関しては一部で使用により評価が高くなったが全体的に効果は少ない結果となった。以上のことから掛米は精白歩合85%、麴米は製成酒の熟成を考慮するとともに、低アミノ酸度を目標としていることから精米歩合65%にて中仕込試験を行うこととした。

#### 3. 3. 中仕込試験による分析結果

中仕込試験の一般分析、香気成分分析結果を表6、7に、BMD曲線を図3に示した。猛暑の影響で原料米が非常に溶けにくいことから、醗経過は前急型となり、後半の切れもよく、やや短期醗となった。分析値としてアルコールと日本酒度は設定通りの値となり、酸度、アミノ酸度、直接還元糖は想定より低めとなった。香気成分は酢酸イソアミルが5ppm以上と吟醸香が高く「うつくしま夢酵母」の特性が表れていた。酒質としては甘味が少ないためやや線が細く感じるが、低精白米を使用したとは思えないほど軽快で香り高く仕上り、

低精白米の課題である高い酸度、及びアミノ酸度、低い香について改善できたと考えられる。

表 4 精米歩合による酵素力価への影響

精米歩合	グルコアミラーゼ <sup>a</sup>	α-アミラーゼ	酸性カルボキシペプチダーゼ
65%	141	1076	3150
70%	158	1070	3673
75%	164	1236	5361
80%	161	1220	3171
85%	182	1210	4059

(U/g koji)

表 5 小仕込試験製成酒の官能評価結果

No.	掛米精米歩合	麴米精米歩合	平均
1		65	2.3
2		70	2.3
3	80	75	1.7
4		80	2.3
5		65	2.3
6	80	70	1.7
7 (リパーゼ浸漬)		75	2.3
8		80	1.3
9		65	1.3
10		70	1.3
11	85	75	1.3
12		80	1.0
13		85	2.7
14		65	2.0
15		70	2.0
16	90	75	3.0
17		80	2.7
18		85	2.7

(3点法)

表 6 一般分析結果

分析項目	値
日本酒度	±0
アルコール(%)	16.8
酸度(ml)	1.66
アミノ酸度(ml)	0.70
直接還元糖(%)	1.30

香気成分	値
アセトアルデヒド <sup>a</sup>	17
ルマルフロヒルアルコール	77
イソamilアルコール	62
イソamilアルコール	158
酢酸エチル	59
酢酸イソamil	5.1
カブロン酸エチル	0.8

(ppm)

表 7 香気成分分析結果

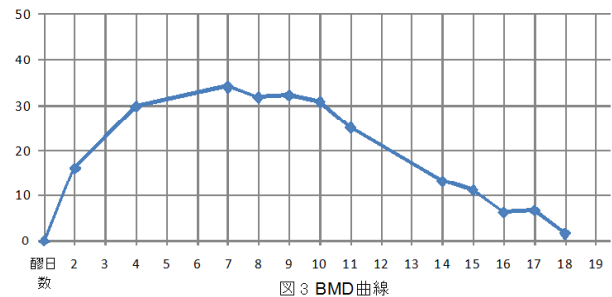


図 3 BMD 曲線

### 4. 結言

麴米と掛米の最適精米歩合の検討を小仕込試験にて行った結果、麴米65%、掛米85%の組み合わせが総合的に優れていた。さらに中仕込み試験では、醗経過は前急型となり、後半の切れもよく、やや短期醗となったが、想定した一般成分値となった。香気成分についても「うつくしま夢酵母」の特性である華やかな香気を有し、酒質としても低精白米を使用したとは思えないほど軽快に仕上り、低精白米使用清酒の課題である高い酸度、アミノ酸度、低い香を改善し、香味のバランスのとれた高品質な低精白米使用の純米酒を開発することができた。

#### 参考文献

- 1) 西谷尚道監修：第4回改正国税庁所定分析法注解，日本醸造協会，(1993)
- 2) 吉澤 淑：醸協，68，59 (1973)

# 蓄電池集電部用高速溶接装置の開発

Development of the high-speed equipment for welding terminals of alkaline storage battery

いわき技術支援センター 機械・材料科 佐藤 善久  
本多電機株式会社 技術部 伊藤 雅人

アルカリ蓄電池集電部の溶接を短時間で高品質に行うため、製作した溶接装置を用いて TIG スポット溶接による自動化を検討した。溶接装置の動作中の位置を計測することによって、溶接装置は± 0.05mm 程度の位置決め精度があることがわかった。溶接装置で使用しているサーボモータの動作状態をモニタすることによって、溶接時間と移動速度は、プログラムの設定通りに正確な動作をしていることがわかった。蓄電池集電部の溶接実験を行い、1mm 以上の溶け込み深さとほとんど欠陥のない溶接部を得ることができた。

Key words:アルカリ蓄電池、集電部、TIG スポット溶接、溶接装置

## 1. 緒言

現在、アルカリ蓄電池（以下「蓄電池」）の集電部はボルトとナットで極柱と複数の極板を締結する構造になっている。蓄電池の集電部を溶接構造化して接触抵抗や振動による緩みを無くすことで、更に信頼性を高めることができる。同時に、部品点数が削減できるので、製品のコストダウンもできる。しかし、高品質な溶接を短時間で行う方法が課題となっていた。これに対して、TIG スポット溶接法は導入が比較的容易であり、欠陥も少なく高品質な溶接ができる。また、通常は溶接箇所ごとにアークを中断して個別に溶接しているが、位置決めや溶接時間を正確に制御できれば、アークを中断せずに連続して溶接することで、溶接の工数が低減できると考えた。

そこで今回は、TIG スポット溶接法を用いて高速に蓄電池の集電部分を溶接するため、位置決めと移動速度が制御できる専用の溶接装置を設計・製作した。また、溶接装置の性能を評価するため、位置決め精度と動作時間を計測した。同様に、溶接部の性質を検証するため、溶接実験を行い、溶接部の観察を行ったので報告する。

## 2. 溶接装置の製作と溶接実験

### 2. 1. 溶接方法

蓄電池の集電部は図 1 に示すように、6.1mm の間隔でストラップ板（板厚 2.5mm の鋼板）に設けられたスリットに、溶加材を用いないで極板（板厚 0.5mm の鋼板）を溶接する構造となっている。今回、溶接は 6 カ所ある溶接部毎にアークを移動させて上面から行う。溶け込み深さは、溶接部でアークの移動を停止する溶接時間によって調整する。

通常の溶接では溶接部毎にアークを発生・終了するので、溶接部を移動する際には、アークを終了していた。しかし、再びアークを発生する際には、高周波や通常よりも高い電圧によって電極が消耗するので、溶接部が多くなるほど電極研磨の頻度も増加する。また、溶接部毎にアークを発生・終了させるための工数も必要になる。そこで、電極の消耗軽減によるメンテナン

ス性向上と工数を削減するために、溶接電流を変えずにアークを継続しながら溶接部を移動することによって、連続で溶接することにした。

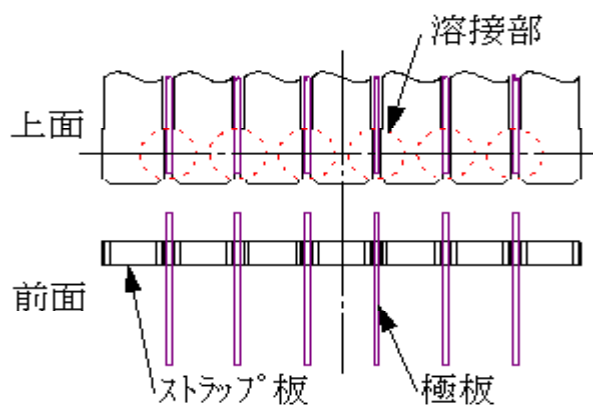
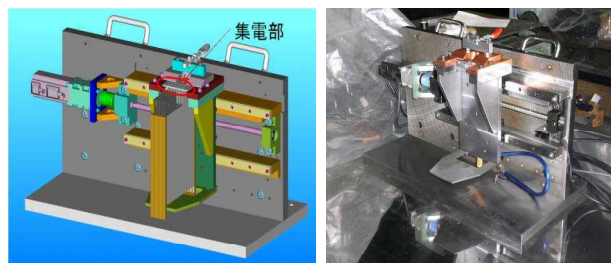


図1 蓄電池集電部分のイメージ

### 2. 2. 溶接装置

蓄電池の集電部を高品質に溶接するには、TIG 溶接機と連動しながら正確な位置決めと移動速度の制御が必要になる。そこで今回は図 2 に示すような溶接装置を設計・製作した。



(設計図、蓄電池有り)

(製作品、蓄電池なし)

図2 溶接装置

本溶接装置は、蓄電池のストラップ板と極板をクランプすることによって固定し、溶接部の並びに沿って



サーボモータとボールねじで一軸方向に精度良く位置決めができる。サーボモータは溶接時の影響を低減するために、取り付け部や継ぎ手にグラスエポキシ等の樹脂製部品を使用することによって、溶接電流の回路と絶縁している。また、溶接装置は PLC を用いて溶接機と連動するので、溶接時間と移動速度を溶接部毎に設定できると共に、高速な制御ができる。

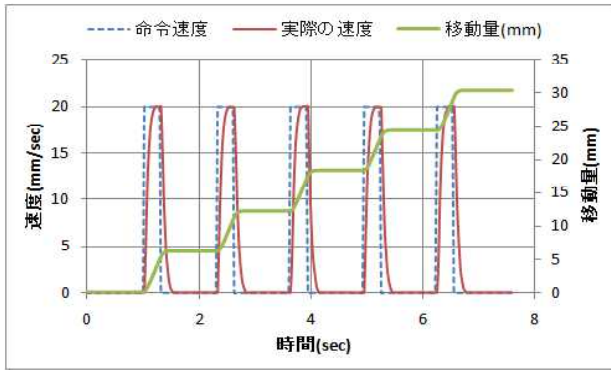


図3 溶接装置の動作

溶接装置の動作を確認するため、6.1mm ピッチで 6カ所を溶接した場合の溶接装置の動作を計測した。溶接時間と溶接部間の移動速度は、それぞれ 1 秒と 20mm/sec に設定し、溶接実験に近い条件を設定した。計測には、サーボモータの動作状態をモニタするソフト（キエンス社製 MV LINK STUDIO）を用いた。結果は図 3 に示すように、命令速度に対してわずかな応答の遅れが見られるが、実際の速度が命令速度に達していることがわかる。また、命令速度が 20mm/sec である間に移動はほとんど終了して、目標の場所に到達していることがわかる。

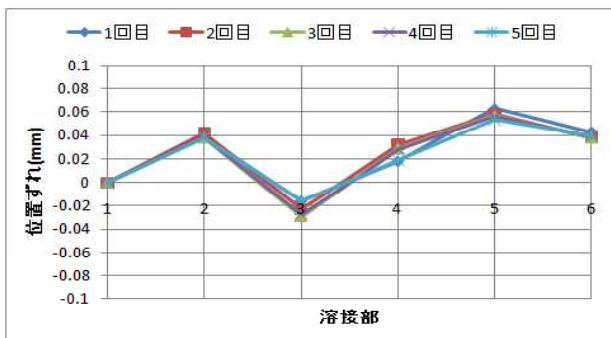


図4 溶接装置の位置決め精度

次に、溶接装置の位置決め精度を確認するため、溶接開始点からの溶接装置の位置を計測した。計測は、溶接時間で動作を停止している溶接装置の位置を CCD レーザ変位計（キエンス社製 LK-G152）を用いて、5 回行った。計測した結果は、図 4 に示すように 5 回

全て同様の数値と傾向を示した。目標とする位置に対して  $-0.03 \sim 0.06\text{mm}$  の位置決め精度を有することがわかった。

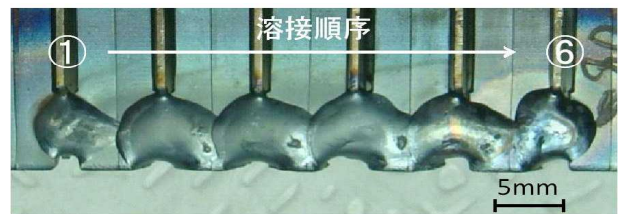
### 2. 3. 溶接実験と結果

今回の溶接法を検証するため、溶接装置を用いて表 1 に示す条件で 6カ所の溶接実験を行った。

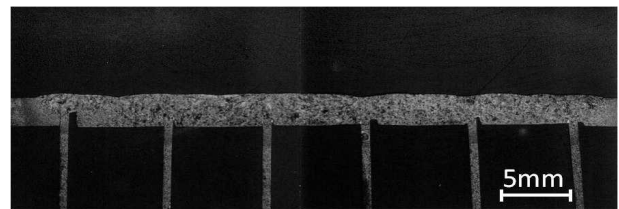
表1 溶接条件

溶接時間 (sec)	1 (開始部のみ 1.2)		
移動速度 (mm/sec)	20	シールドガス	Ar
溶接電流 (A)	80	シールドガス流量(L/min)	15
アーク長 (mm)	3	電極	W-2%ThO <sub>2</sub>

溶接部は図 5 に示すように、1mm 以上の溶け込み深さが得られている。同様に、割れやブローホール等の欠陥も見られないことがわかった。最初に溶接する開始部の①のみ、前の溶接箇所による予熱がないので、比較的浅い溶け込みを示したと考えられる。



上面



前面(断面のマクロ観察)

図5 溶接部の観察

### 3. 結言

蓄電池集電部を高速に溶接するために、溶接装置の設計・製作と溶接実験を行い、次の結果を得た。

- 1) 溶接装置の動作中の位置を計測することによって、溶接装置は  $\pm 0.05\text{mm}$  程度の位置決め精度があることがわかった。
- 2) 溶接装置で使用しているサーボモータの動作状態をモニタすることによって、溶接時間と移動速度は、プログラムの設定通りに正確な動作をしていることがわかった。
- 3) 蓄電池集電部の溶接実験を行い、1mm 以上の溶け込み深さとほとんど欠陥のない溶接部が得られた。

# 電氣的に安定な特性を持つ NTC サーミスタの開発

Development of electrically stable NTC thermistor.

研究開発部 材料技術グループ 宇津木 隆宏 内田 達也 杉内 重夫  
鶴見精機株式会社 白河工場 小野寺 誠

NTC サーミスタの品質を安定させて校正の手間を減らすため、共沈法による原料粉末の作製を行った後、焼結体の作製を行い電気抵抗率を測定した。その結果、均一な粒径の焼結体が得られた。また焼結温度 1100 °C ~ 1,200 °C で現行品に近い電気抵抗率となった。

Key words: NTC サーミスタ、共沈法、粒径

## 1. 緒言

海水温を精密に測定するため、NTC サーミスタ素子を使い捨ての温度計として利用されており、-2 °C ~ +35 °C の温度域を ±0.5 °C 以内で測定できる精度が求められている。現行品は温度と電気抵抗の関係がばらつくため、全品を三点校正する必要があり、時間と手間がかかる。そこで、品質を安定させて一点校正で済ませるといふ最終目標に向け、本研究はまず均一で微細な焼結体で、室温での電気抵抗率が現行品と同じものを得ることを目標とした。

## 2. 実験

### 2. 1. 現行品の分析

良品および不良品の NTC サーミスタ焼結体について SEM による表面観察を行った。また、焼結体を塩酸で溶解させて ICP-AES による定量分析を行った。

### 2. 2. 試作

NiCl<sub>2</sub> 20 mmol と MnCl<sub>2</sub> 40 mmol を水 60 mL に溶解したものと、シュウ酸アンモニウム 72 mmol を水 180 mL に溶解したものを混合し、沈殿を形成させた。ろ過して乾燥させた後、400 °C でか焼した。得られた粉末にバインダーを加えてディスク状に加圧成形し、1000 ~ 1400 °C で 2 時間焼結した。

### 2. 3. 試作品の分析

焼結体について SEM による表面観察および四探針法による 25 °C での電気抵抗率測定を行った。

## 3. 結果と考察

### 3. 1. 現行品

SEM による観察結果を図 1 に示す。良品においては数 μ m 程度の結晶粒が観察されたが、不良品においては粒成長し粒界が明確でない様子が観察された。

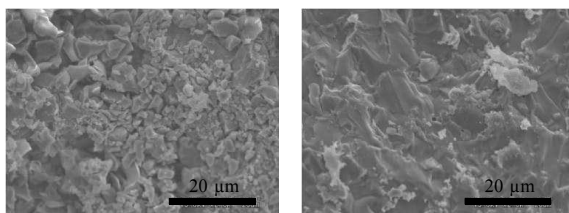


図 1 現行品の SEM 観察結果 (左:良品 右:不良品)

ICP-AES により決定した Mn/Ni のモル比を表 1 に示す。どちらのモル比も Mn/Ni ≒ 2 となっていることがわかった。

表 1 現行品のモル比

	良品	不良品
Mn/Niモル比	2.11	2.06

### 3. 2. 試作品

1200 °C で焼結した試作品の SEM による観察結果を図 2 に示す。数 μ m 程度の粒径で密に焼結している様子が観察された。

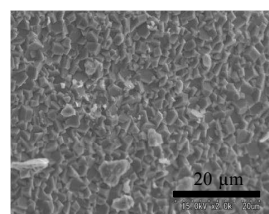


図 2 試作品の SEM 観察結果

焼結温度を 1000 ~ 1400 °C まで変化させたときの四探針法による 25 °C での電気抵抗率測定結果を図 3 に示す。1000 °C から焼結温度を上げると電気抵抗率は低くなり 1150 °C で 3.1 k Ω · cm と最も低くなった。1150 °C よりも焼結温度を上げると電気抵抗率は高くなった。同条件での現行のサーミスタの電気抵抗率は 2.4 k Ω · cm であることから、何らかの対策が必要であると考えられた。

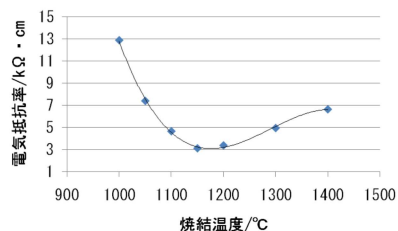


図 3 焼結温度と電気抵抗率の関係 (25 °C)

## 4. 結言

共沈法による原料粉末作製を利用した NTC サーミスタの試作を行った結果、以下の知見が得られた。

- ・現行の良品に近い粒径の焼結体が得られた。
- ・約 1150 °C の焼結で現行の現行品に近い電気抵抗率となった。

# 福島県ハイテクプラザ試験研究報告

平成22年度（2010年度）

平成24年3月発行

発行

## 福島県ハイテクプラザ

〒963-0215 郡山市待池台一丁目12番地

代 表	024-959-1741
企 画 管 理 科	024-959-1736
産 学 連 携 科	024-959-1741
工 業 材 料 科	024-959-1737
生 産 ・ 加 工 科	024-959-1738
プロジェクト研究科	024-959-1739
フ ァ ク シ ミ リ	024-959-1761

## 福島県ハイテクプラザ福島技術支援センター

〒960-2154 福島市佐倉下字附ノ川1-3

代 表	024-593-1121
織 維 ・ 材 料 科	024-593-1122
フ ァ ク シ ミ リ	024-593-1125

## 福島県ハイテクプラザ会津若松技術支援センター

〒965-0006 会津若松市一箕町大字鶴賀字下柳原88-1

代 表	0242-39-2100
醸 造 ・ 食 品 科	0242-39-2976
産 業 工 芸 科	0242-39-2978
フ ァ ク シ ミ リ	0242-39-0335

## 福島県ハイテクプラザいわき技術支援センター

〒972-8312 いわき市常磐下船尾町字杭出作23-32

機 械 ・ 材 料 科	0246-44-1475（代表）
フ ァ ク シ ミ リ	0246-43-6958

編集

福島県ハイテクプラザ 企画管理科

URL <http://www4.pref.fukushima.jp/hightech/>

E-mail [hightech-info@pref.fukushima.lg.jp](mailto:hightech-info@pref.fukushima.lg.jp)