ISSN 0286-813X

山形県工業技術センター報告

REPORTS OF YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

No. 51 (2019)

山形県工業技術センター

YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

目 次

論文

バックキャスト思考で考える未来のものづくり勉強会・・・・・・・・・・・・・・・ 三井俊明 月本久美子 木川喜裕 奥山直	1
県産食用キクの乾燥方法と色調変化・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	5
繊維製品の摩擦堅ろう度向上技術の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・ 数馬杏子 齋藤洋 向俊弘	9
高密度ポリエチレンの射出プレス成形・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 金田亮 半田賢祐 松田丈 佐藤貴仁	13
ボールエンドミルを用いた5軸制御加工に関する優位性の検証・・・・・・・・・・・・ 五十嵐渉 松田丈 金田亮	16
光計測による錠剤用徐放膜管理システム開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	20
アルミニウム合金鋳物の超音波特性に及ぼす金属組織の影響・・・・・・・・・・ 齋藤壱実	26
スパーク放電発光分光分析の精度向上への取り組み・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	34
県オリジナル酵母の開発と県産米とのマッチング研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	40

- フェーズドアレイ超音波探傷法を用いた鋳鉄内部欠陥評価法の確立・・・・・・・・・・45 鈴木剛 松木俊朗 齋藤壱実
- 延長ゲート型 a-InGaZnO TFT pH センサの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・50 岩松新之輔 竹知和重 田邉浩 渡部善幸
- 山形県産スギ材を活用した高性能 WPC コンパウンドの開発・・・・・・・・・・・・ 57 江部憲一
- 中炭素鋼のガス窒化に及ぼす窒化ポテンシャルと合金成分の影響・・・・・・・・・・61 荘司彰人

+ 4	₽∃																																									6	5
抄	砅	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	• •	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•		

CONTENTS

Papers

Study Group of Future Manufacture Developed by Backcast Thinking • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	1
Effects of Drying Conditions on the Petal Color of Edible Chrysanthemum Flower • • • • • • Yoshiyuki NOUCHI Sachiko SHIRO	5
Development of Improvement Technology of Fastness to Rubbing of Textiles • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	9
Injection Press Molding of High-Density Polyethylene • • • • • • • • • • • • • • • • • •	13
Verification superiority of 5-axis machining using ball endmill • • • • • • • • • • • • • • • • • •	16
Development of Sustained release membrane Management system for Tablets by Optical Coherence Tomography • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	20
Influence of metallographic structure on ultrasonic characteristics of aluminum alloy castings • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	26
Efforts to Improve Accuracy of Spark Discharge Atomic Emission Spectrometric Analysis • • • • • • • • • • • • • • • • • •	34

Takahiro SATO Hiroshi SAITO Shuhei MURAKAMI

Development of prefecture original Yeasts and explication of relationship with rice ma	de in	40
Shinpei KUDO Yuta HASEGAWA Yoshiyuki MURAOKA Hiroyoshi ISHI	GAKI	
Establishment of evaluation method for internal defects in cast iron using phased array ultrasonic testing • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	••••	45

- Development and response evaluation of extended-gate a-InGaZnO TFT ion sensors · · · 50 Shinnosuke IWAMTSU Kazushige TAKECHI Hiroshi TANABE Yoshiyuki WATANABE
- Study on perpendicularity of groove walls in hardened steel machining •••••••••• 54 Takahiro SATO Tsuneyuki KOBAYASHI
- Wood Plastic Composites (WPCs) prepared by a Solid-State Shear Extrusion Method • 57 Kenichi EBE

バックキャスト思考で考える未来のものづくり勉強会

三井俊明 月本久美子 木川喜裕 奥山直

Study Group of Future Manufacture Developed by Backcast Thinking

Toshiaki MITSUI Kumiko TS	SUKIMOTO Yoshihiro l	KIKAWA Nao OKU	JYAMA
---------------------------	----------------------	----------------	-------

-1-

1 緒 言

平成28年度からものづくり創造ラボを活用 した「ものづくり創造事業」により,県内もの づくり企業の新たな価値・製品の創出に向けた 取り組みを行っている。3回目となる今回は「環 境・エネルギー分野」をテーマとして,新しい 製品開発手法に取り組んでみたい,新分野への 参入のきっかけ作り・芽だしを行いたいと考え ている企業等を対象に,地球環境に関する様々 な制約から新たな価値を創造する「バックキャ スト思考」を学ぶ勉強会を開催したのでその内 容を紹介する。

2 勉強会の目的

地球温暖化や資源の枯渇等の環境・エネルギー問題は、未来の人類が持続的に暮らしていくために、緊急に我々が考えていかなければならない大きな課題である¹⁾(図1)。特に産業革命以後約250年続いた石油石炭などの化石燃料への依存は、2015年12月に採択されたパリ協定により、5年ごとの目標に向かって各国が削減に取り組んでいくことになる²⁾。

このようなエネルギーの大転換を迎える社会 状況の中,工業についても近い将来に大きな変 化が起こると予想され,地方のものづくり中小 企業は,大企業の下請けだけでなく,自ら考え, 新しい価値を提案していくことが求められてい る。そこで今回は,環境制約に対する思考法を 学び,新たな商品開発などに結びつける訓練を 行った。

3 勉強会の進め方

講師には環境制約下におけるライフスタイ ルイノベーション³⁻⁵⁾を専門とされている東京 都市大学環境学部教授の古川柳蔵氏をお招きし, 11 月から 2 月にかけて計6回の講義とグループ・個人ワークの指導をしていただいた。また,第3回には豊かな心を育むコミュニケーショントレーニング法を東北大学大学院環境科学研究科助手の三橋正枝氏に指導していただいた。

県内企業からの申込は9社10名で,この他に 大学から1名,産業支援団体から1名の計12 名が参加した。また,事務局の4名の他に工業 技術センターから随時4名が参加した。企業等 からの参加者を3グループに分け,事務局グル ープと合わせた4グループで作業を進めた(図 2)。



図1 7つの環境問題



図2 グループでの勉強会の様子

4 勉強会の内容

バックキャストは 1970 年代にロビンスらに よって"Backward-looking analysis"の名称で提 唱された思考法で,将来に理想的な社会像を描 き理想と現実のギャップを埋める方法を検討す る手法である。古川氏らはこれを応用して,将 来の厳しい環境制約下において心豊かなライフ スタイルをデザインする手法を開発し,描いた 暮らしを実現するために必要な商品やサービス を考えることで,新たな価値創造につなげるこ とを提案している。

今回,参加者は以下のステップでバックキャ スト思考を学んでいった(図3)。

ステップ① (グループワーク)

各環境問題から生まれる制約条件について, 将来の社会状況がどうなっているかを各グルー プで思い描いた。(例:CO₂排出規制→自動車の 減少)このプロセスで 2030 年の生活を具体的に イメージすることができ,未来の視点から現在 の暮らし方を見つめ直すことができる。

各グループで予想した社会状況をまとめて**表** 1に示す。

ステップ②(個人ワーク)

2030年の視点から現在の生活を見た時に発生 する問題を見つけ、それを解決するためのライ フスタイルをそれぞれがデザインした。ここで 大事なのは技術で問題を解決するのではなく、 ライフスタイルを変えることで問題を解決する ソリューションを見つけることである。例えば



図3 バックキャスト思考のステップ

ガソリン車の代わりに電気自動車を提案するの ではなく,新たなライフスタイルをデザインし た後に,それを実現するために必要な技術を検 討していくこととなる。

最初はほぼすべての参加者が状況を説明する ようなタイトルと文章で作成したものを提出し たが、古川氏からの指導で以下の点を修正した。 〇タイトルは日常のシーンを書くことにより伝 えたいことを一言で「・・・な暮らし」とする。 これがすなわちライフスタイルのコンセプトに なる。〇文章はある生活シーンにおいてそこで 暮らしている一個人の目線で描写し、制約を楽 しみに変えているシーンを強調する。これらの 修正を行うことで、想像がふくらみ、より具体 的なものとすることができた。指導前後の提出 例を図4に、また、参加者が再提出したライフ

大項目	基本項目	社会状況(2030年、日本の場合)
人口	人口、世帯数、 人口構成	・外国人の増加→国際結婚→日本人がいなくなる? ・労働人口の減少 ・定年が70才になる ・集落が消滅、空き家 が急増
地球温暖化	温室効果ガス	・自動車数が減る。 ・CO ₂ 違法排出に罰則ができる。 ・食物連鎖がくずれる。
エネルギー	石油、電気、ガス、 灯油の価格	・再生可能エネルギーの一般化 ・石油が売れない→国際問題へ ・製造業のエネルギーどうする?
資源	金属、非金属、プラ スチック、樹脂	・金属(レアメタル)の価格が高騰する。 ・リサイクルビジネスの活発化。・自然素材の見直し。 ・使い捨て(プラスチック)の減少
水	生活用水、工業用水 農業用水	水が用途分けされる・配管の老朽化
食料	食材	・加工品が増えるかも。 ・地域性が高まる。 ・肉、魚が食べられなくなる。
生物多様性	種の喪失	・生態系が破壊されることによる自然災害が増える。 ・新しい病気の蔓延。 ・自然への畏敬の念の復活。

表1 環境制約条件から予想される社会状況

「パーク・アンド・ウォーク、パーク・アンド・ラン」

CO₂排出規制や燃料価格の高騰により、ガソリン車の数は大きく減っている。ハイブリッド車、電気自動車がかなりの割合を占めるようになるが、CO₂を発生しない再生可能エネでそのすべての電力をまかなうのは難しい状況だ。

そこで、従来、健康維持や体力づくりのために余暇に行われていたウォーキング、ジョギングを車での通勤と組 み合わせて行う人が増えてきた。長距離の通勤者向けに行政が無償で開放しているのがパーク・アンド・ウォーク、 パーク・アンド・ランの施設である。大きな工業団地や市街地から2~3キロの箇所を選んであちらこちらに設置 されたそれらの施設は、遠方からの通勤者がいったんそこに車を止めて、職場までの残りの数キロをウォーキング、 ジョギングで通勤する目的で設置された。大きな施設になると、着替えのためのロッカールームやシャワールーム (太陽光・太陽熱利用)も整備されていて、より快適に利用することができる。

____ 再提出 _____

「通勤でもなるべく歩く、健康的な暮らし」

今日は三日ぶりの出勤日で、チームのみんなと新しい事業の打ち合わせがある日だ。だいぶ暖かい日が続いているし、今朝の天気予報も晴れだった。いつもより15分早く出て、南館パーク・アンド・ウォーク(PAW)を利用しよう。冬の間あまり歩かなかったから、ちょっと体重増えちゃったしなあ。しばらくは南館PAWを利用して体重減らそう。

子どもふたりも独立して、田舎に新しい仕事を見つけた。妻と二人だけになって時代遅れのガソリン車から二人乗 りの小型電気自動車にして、経済的にも助かっている。本当に良かった。

南館 PAW についてみると、10 台分のソーラーステーションがもう5 台うまっていた。でも、空いていて良かった。帰る時まで満タンは無理だけど、往復の電力ぐらいは充電できるだろう。タダだし。 職場まで残り3 キロ、今日は早足で歩いてみよう。道路脇の桜もつぼみが出てきて、キビタキ、オオルリ、渡り

鳥が囀っている。次はカメラを持ってこよう!

図4 環境制約を踏まえた 2030 年のこころ豊かなライフスタイル例

-3-

表 2 提出したライ	「フスタィ	イルコンセプト	、例
-------------------	-------	---------	----

三井	通勤でもなるべく歩く、健康的な暮らし
月本	自然の恵みを活かして豊かなコミュニティを育む暮らし
木川	地産地消のエネルギーから生まれる心豊かな暮らし
奥山	シェアで心おだやかな暮らし
小林(誠)	自転車移動で感じる爽やかな暮らし
安藤	得意分野を活かして利用価値を増やす暮らし
齊藤	自転車と共にある暮らし

スタイルコンセプトの例を表2に示す。

ステップ③ (グループ・個人ワーク)

各人が再提出したライフスタイルをグループ 内で共有し、協議により一つのライフスタイル (LS)を選択した。選択したものについて、LS をより深く検討するため、「利便性」と「スキル (または価値観)」の2つの軸からなる「ライフ スタイル変革に向けた道のり」図を用いて第一 歩のライフスタイル(ls)を考察した(図5)。

例えば「地産の食材を味わい、他世代で集い、 昔の料理方法を学びながら一緒に料理する暮ら し」を LS の例とすると、利便性だけを考えた 場合には「利便性の坂」を転がって「外食でい っでも好きな物を好きなだけ」食べる生活とな ってしまい、フードマイレージの増加や食品ロ スなどで環境への負荷も増大する。

坂を転がるのを防ぐには通常は「外食産業が ない」などの制約の杭が必要であるが、スキル の向上または自分の価値感が変われば、依存型 から自立型の生活になり、杭がなくても坂を転 がらず、坂を上る力とすることができる。最終 的に「自給自足のこころ豊かな暮らし」がこの ライフスタイルのゴールとしたとき、まずスタ ートとなる ls を考察した一例が「旬を楽しむ会」 である。

次に、各グループで考察した ls からさらにシ ステム図(新規事業案)を作成して全体で発表 した。システム図の例を図6に示す。この図は (環境)問題設定とそれを解決するためのライ フスタイルの概要、新規事業案からなり、さら には実現において想定される制約、必要政策、 必要技術要素から構成されている。この図を作 ることで,心の豊かさだけでなく,価値の流れ や実現に必要な技術,政策を考察することがで き、新たな製品化などにつなげることが可能と なる。

参加者は、各々個人でも自分の提出した LS から ls を考え、システム図を作成した。作成した システム図についてはそれぞれ古川氏より講評 をいただいた。



図5 ライフスタイル変革に向けた道のり~利便性の坂を上っていく~



図6 第一歩のライフスタイル(ls)から考察したシステム図の例

-4-

勉強会の最後には、各グループで身の回りの 無駄をなくすアイデアをバックキャスト思考で 考える演習を行い,この勉強会のまとめとした。

5 結 言

- 本勉強会で環境制約から新たな価値を見い 出すバックキャスト思考法を学ぶことがで きた
- 2) 今後、各職場等で新製品開発などを行う際に 活用できると期待される

謝 辞

勉強会の実施にあたり、懇切丁寧に指導して いただいた古川先生、三橋先生、参加していた だいた企業の皆様、その関係の皆様、また、そ の他から参加していただいた方々に深く感謝申 し上げます。

文 献

- (例えば)安井至:市民のための環境学入門, 丸善,1998.
- (例えば)小西雅子:地球温暖化は解決できるのか,岩波書店,2016.
- 3) 石田秀輝,古川柳蔵,モノづくり日本会議ネ イチャー・テクノロジー研究会:2030年の ライフスタイルが教えてくれる「心豊かな」 ビジネス,日刊工業新聞社,2013.
- 4) 石田秀輝,古川柳蔵,コクヨ(株)RDI センター:未来の働き方をデザインしよう,日刊工業新聞社,2011.
- 5) 石田秀輝, 古川柳蔵: 正解のない難問を解決 に導くバックキャスト思考, ワニ・プラス, 2018.

県産食用キクの乾燥方法と色調変化

野内義之 城祥子

Effects of Drying Conditions on the Petal Color of Edible Chrysanthemum Flower

Yoshiyuki NOUCHI

Sachiko SHIRO

1 緒 言

花は観賞の対象である一方,特定の品種は古 くから食用としても利用されてきた。この文化 はアジアを中心に見られ,日本では主に東北地 方や北海道における食用キクを用いた郷土料理 が代表的な花食文化の一つである¹⁾。山形県は 食用キクの主要な産地であり,様々な品種が栽 培されている。なかでもモッテノホカは,シャ キシャキとした食感が市場から好まれ,山形を 代表する品種の一つである。黄色や色鮮やかな 紫色の種類が栽培されており²⁾,加工食品への 利用では,黄色に比べ加熱などの加工に伴い退 色しやすい紫色花弁の色調保持が望まれている。

本研究では食用花の魅力である花弁の外観, 特に色調を活かした食品素材の開発と,加工食 品への利用の拡大を目的に,モッテノホカの紫 色花弁について色調を保持する乾燥加工条件を 検討した。

2 実験方法

2.1 供試花弁

食用キクは寒河江市で栽培されたモッテノホ カ(紫色花弁)を用いた。花弁をガクから外し, 流水洗浄した後,1.5gを角型アルミトレー(90 ×34×H23 mm)にひろげ,乾燥試験に供した。 また,同様に流水洗浄した花弁を5 wt%クエン 酸水溶液に1時間漬け込み,クエン酸処理区と した。

2.2 乾燥方法

乾燥方法の違いによる花弁の色調,外観への 影響を検討するため,送風乾燥法と減圧乾燥法 による乾燥加工を施した。送風乾燥法は送風定 温恒温器(DN-1 ヤマト科学(株))を使用し, 加熱空気を花弁にあてることで乾燥させた。減 圧乾燥法は真空乾燥器(AVO-250NS-D アズワ ン(株))を使用し、庫内を減圧した状態で缶体 を加熱し、熱伝導と輻射により花弁を乾燥させ た。乾燥温度は 60, 80, 100℃の 3 条件とし, 乾燥前後に花弁の重量を計測した。

2.3 色彩の測定

乾燥加工による花弁の色調変化は分光測色計 (CM -2500d コニカミノルタ(株))を用いた測 色により評価した³⁾。

2.4 真空フライヤによる花弁乾燥品の試作 株式会社モミの木に協力いただき,真空フラ イヤによる花弁乾燥品を試作した。減圧条件下, 油浴にて温度 100℃, 30 min 加熱し,花弁乾燥 品を調製した。

3 実験結果および考察

3.1 乾燥方法の検討

各乾燥温度における重量比-乾燥時間を図 1 に示す。重量比は花弁の乾燥前重量 W_0 に対す る乾燥後重量 W_t から重量比 = $(W_t / W_0) \times 100$ として算出した。本試験では乾燥速度の違いに よる色調や形状への影響を避けるため、乾燥処 理時間に対する重量比の変化を乾燥速度の目安 として二つの乾燥方法間で可能な限り揃えるよ う試料量等の条件を調整した。

全ての試験区において花弁の重量比が約 12%でほぼ恒量に達したため、この重量比を乾 燥終了とした。乾燥終了までの時間は、乾燥温 度 60℃の試験区ではおおよそ 100~120 min, 80℃では 60 min, 100℃では 30 min であった。

3.2 乾燥花弁の色調

-5-

送風乾燥法と減圧乾燥法による花弁の色調変 化を図2,3に示す。a*の値は全ての試験区で, 乾燥時間の経過とともに低下した。各乾燥法の

【平成28年度~30年度 やまがたフードセンシング活用事業】

中では,処理温度が最も低い 60℃試験区において a*値の低下が緩やかであった(図 2)。

b*の値は乾燥法の違いにより異なる傾向を 示した。送風乾燥法では 80℃, 100℃試験区は 乾燥開始直後から高くなり, 60℃試験区では乾 燥時間 60 min から高くなった。減圧乾燥法では, 100℃試験区で乾燥時間の経過とともに徐々に 高く変化したものの, 60℃, 80℃試験区では 120 min 経過してもほとんど変化しなかった(図 3)。

乾燥終了時の花弁の色調は乾燥法により異な り,送風乾燥法では褐変した花弁と紫色の花弁 が混在していた。減圧乾燥法では褐変した花弁 は見られず,紫色の良好な色調を有する乾燥花 弁が得られた。





乾燥時間, min

図2 乾燥方法の違いによる花弁の色調変化(a*)A 送風乾燥法 B 減圧乾燥法



本試験では、熱から受ける花弁への負荷を送 風、減圧乾燥法の間で等しくするため、乾燥温 度ごとに乾燥終了時間が揃うよう条件設定した。 このため、本結果においては、乾燥法の違いが 花弁の色調に影響を与えた主な要因は、送風に よる花弁と酸素の接触、それに伴う酸化反応が 考えられる。

3.3 クエン酸溶液の浸漬効果

クエン酸処理した花弁を同様に乾燥加工した際の色調変化を図4,5に示す。クエン酸処理をしない無処理区(図2,3)と比較すると、 クエン酸処理区では赤色が濃くなり,a*の値が 高くなった。乾燥中もクエン酸処理区は、より 高い値で推移した。

b*の値は乾燥法の違いにより異なる傾向を示 した。送風乾燥法の 80℃,100℃試験区では, クエン酸処理した花弁はより低い値となった。 減圧乾燥法では, b*値の変化は小さかった。

クエン酸処理した花弁は乾燥後も無処理区に 比べて赤色が濃く,赤色の色調保持にクエン酸 処理は有効であると考える。しかし本試験条件 では紫色花弁本来の色調よりも赤色が濃くなっ たため,クエン酸溶液の濃度,浸漬処理時間等 の検討が必要と考える。









図6各乾燥法により得られた乾燥花弁の外観 上段左より送風乾燥法60,80,100℃,減圧乾燥法60,80,100,真空フライヤ 下段クエン酸処理区,左より送風乾燥法60,80,100℃,減圧乾燥法60,80,100℃

乾燥方法	a [*]	b^*
生花(乾燥前)	21.8	-6.6
送風 60℃	12.6	-0.3
80°C	11.3	14.4
100°C	10.5	16.2
減圧 60℃	14.2	-6.9
80°C	13.0	-6.3
100°C	17.7	-5.9
真空フライヤ	10.1	-3.4

表1乾燥方法の違いと花弁の色調(a*, b*)

3.4 真空フライヤ乾燥品の色調

真空フライヤおよび 3.1 の条件で乾燥させた 花弁の a*, b*値を表 1 に, クエン酸処理区も含 む乾燥花弁の外観を図 6 示す。真空フライヤ乾 燥花弁の a*値は送風乾燥した花弁に近い値と なった。一方, b*値は生花や減圧乾燥花弁の値 に近い値となった。真空フライヤによる乾燥加 工では,減圧条件下,油脂の中で花弁の水分が 除かれるため,花弁と酸素の接触,それに伴う 酸化反応は起こりにくい。これにより真空フラ イヤ乾燥花弁は減圧乾燥花弁とほぼ同じ b*値 を示したと考える。生花に比べて青色が少し濃いものの,鮮やかな紫色の乾燥花弁が得られた。

4 結 言

食用キクの紫色花弁について乾燥方法と色調変 化を評価検討したところ以下の知見が得られた。

- 乾燥法は送風乾燥よりも減圧乾燥で色調が よく保持され、特に b*値の変化を小さく抑 えることができた。
- クエン酸への浸漬処理は、乾燥時間の経過と ともに低下する a*値および送風乾燥におけ る b*値の変化を低減できた。
- 3) 真空フライヤ加工による花弁乾燥品は、 a* 値が送風乾燥花弁に近く、b*値は減圧乾燥に 近い色調となった。

文 献

- 近田文弘:日本食品工業学会誌, 38, 874, (1991)
- 菅原哲也,五十嵐喜治:日本食品科学工学 会誌,56,600,(2009)
- 3) 河瀬晃四郎, 塚本洋太郎: 園芸学会雑誌, 43(2), 165, (1974).

-8-

繊維製品の摩擦堅ろう度向上技術の開発

数馬杏子 齋藤洋* 向俊弘**

Development of Improvement Technology of Fastness to Rubbing of Textiles

Kyoko KAZUMA Hiroshi SAITO Toshihiro MUKAI

1 緒 言

米沢織物産地は、フォーマルウェアなどの高級 婦人服を得意としているが、黒や濃紺生地の摩擦 堅ろう度が低く大きな課題となっている。特に、 絹の場合は分繊し易く湿摩擦堅ろう度の評価が 最も低い1級となることも珍しくない。そこで、 **表1**に示す研究骨子に基づき摩擦堅ろう度の向 上を図る技術対策を行ったので報告する。

2 実験方法

2.1 摩擦堅ろう度試料の作成

素材は摩擦堅ろう度低下の著しい綿、レーヨン、 絹を選定し、染色は湿潤堅ろう度の良好な反応染料(Reactive-Red-195)を使用した。その後、通常の 洗浄を行った。

2.2 摩擦布の汚染状態観察と解析

摩擦布の汚染状態を顕微鏡で観察し解析した。

2.3 バブル洗浄

ジェットバブルではハンディーアスピレータ (ヤマト科学製 WP-25)を、マイクロバブルはマ イクロバブル発生器(ミズカプランニング製 BT-50)を使用した。条件は、水道水で30分間 の洗浄とした。

2.4 後加工(色止め,平滑,平滑柔軟)

加工条件を表2,用いた加工剤を図1に示す。 乾燥や熱処理工程は,加工剤の樹脂化で堅ろう度 向上が期待されるため加工工程中間でも取り入れ た。

染料はアニオン系であるため、色止剤はカチオ ン系の第1級アミン塩のポリアミン(a)と第4 級アンモニウム塩のポリカチオン(b)を使用した。

平滑剤は、摩擦抵抗を小さくするためジメチル シリコーン(c)とし、非イオン系界面活性剤(d) で乳化させた後、一定圧絞りの Pad-Dry 法で加工 した。

平滑柔軟剤は、反応性アミノ変性シリコーン(e) とエポキシ変性シリコーン(f)とし非イオン系界 面活性剤で乳化させた後、一定圧絞りの Pad-Dry 法で加工した。

2.5 測色(色差測定)

色差測定は,分光測色計(コニカミノルタ製 CM-3700d)を使用した。

判定としては、未加工品の色差から処理試料の 色差(ΔE)が4以上減少(堅ろう度1級向上に相 当)した際に目標値を満たすとした。

摩擦堅ろう度低下の著しい	交白		父曰						
素材の選定	が行	V-97	不用						
摩擦堅ろう度試料の作成	湿潤堅ろう度の良好な	湿潤堅ろう度の良好な反応染料による染色と、染色後通常の洗浄							
摩擦堅ろう度摩擦布の汚染解析	顕微鏡による汚染状態	顕微鏡による汚染状態の観察と解析							
麻ヶ郎とう年の上社等	1 バブル洗浄 (ジェットバブル, マイクロバブル)								
摩擦室の7度回工対 東	2 後加工(色止,平滑,平滑柔軟)								
河 (五	1 顕微鏡による汚染物	犬態の確認							
н† ТЩ	2 測色								
検 証(目標)	摩擦堅ろう度1級(色	色差(ΔE)4以上の減少)	以上の改善						

表1 研究骨子

[【]平成 29~30 年度 工業技術センター試験研究】

^{*}公益財団法人山形県産業技術振興機構 **置賜試験場特産技術部 技術手

要因と方法	水準	実験番号
色止剤	ポリアミン→乾燥	1)
浸漬法(60℃, 20分)	ポリカチオン→乾燥	2
平滑剤	(色止剤+平滑剤)→乾燥→熱処理	3
(ジメチルシリコーン+乳化剤)	色止剤→乾燥→平滑剤→乾燥→熱処理	4
Pad-Dry 法(一定圧絞り)	色止剤→乾燥→熱処理→平滑剤→乾燥→熱処理	5
平滑柔軟剤	(アミノ変性シリコーン+乳化剤(非イオン))→熱処理	6
Pad-Dry 法(一定圧絞り)	(エポキシ変性シリコーン+乳化剤(非イオン))→熱処理	\bigcirc

表2 加工条件

乾燥:100℃3min, 熱処理:130℃3min



図1 加工剤の化学構造式

3 実験結果および考察

3.1 摩擦布の汚染状態観察と解析

摩擦布の汚染状態を図2に示すとともに、摩擦 堅ろう度向上対策後の汚染状態と解析結果を表3 に示す。乾摩擦堅ろう度においては、染料からの 色としての汚染が主で洗浄や後加工により汚染は 減少した。しかし,湿摩擦牢度においては試料と の摩擦力が大きく,素材の分繊カスや摩擦により 汚染された加工剤の剥離付着が認められ,平滑柔 軟加工以外では汚染の減少は認められなかった。



乾摩擦堅ろう度



湿摩擦堅ろう度

図2 摩擦布の汚染状態

山形県工業技術センター報告 No. 51 (2019)

表3 摩擦堅ろう度向上対策後の汚染状態とその解析

	乾摩擦	湿摩擦
未加工	染料からの汚染	染料からと試料の分繊カスとして汚染
洗净	汚染減少	汚染不変
	(表面の未反応染料が除去)	(繊維内部の未反応染料の除去には至っていない)
色止め	汚染減少	汚染増大
	(未反応染料が不溶性樹脂化し、繊維に固定化された)	(繊維に固定化された未反応染料の不溶性樹脂が剥離)
平 滑	汚染さらなる減少	汚染さらなる増大
	(シリコーン樹脂被膜による平滑性の向上)	(染料汚染シリコーン樹脂の剥離)
平滑柔軟	汚染減少	汚染減少(未反応染料封止、平滑性向上、柔軟性向上による
	(平滑性と柔軟性の向上)	シリコーン樹脂剥離の防止)

表4 乾摩擦堅ろう度

	色差(ΔE)及び判定(×<4≦○)						
洗浄試料	綿		レーヨン		絹		
	色差(ΔE)	判定	色差(ΔE)	判定	色差(ΔE)	判定	
未加工	7.47		5.30		6.46		
ジェットバブル	1.43	0	1.27	0	2.20	0	
マイクロバブル	1.43	0	1.29	0	2.34	0	

表5 湿摩擦堅ろう度

	色差 (ΔE) 及び判定 (×<4≦○)							
洗浄試料	綿		レーヨン		絹			
	色差(ΔE)	判定	色差(ΔE)	判定	色差(ΔE)	判定		
未加工	11.32		8.72		6.71			
ジェットバブル	10.54	×	7.99	×	7.83	×		
マイクロバブル	10.11	×	7.54	×	7.60	×		

3.2 バブル洗浄

ジェットバブル洗浄とマイクロバブル洗浄を行 った結果を表4及び表5に示す。乾摩擦堅ろう度 においては、3素材共に色差で4以上の減少が認 められ、1級以上の摩擦堅ろう度向上が得られた。 しかし湿摩擦堅ろう度においては、3素材共に色 差で1以下の減少に留まり、1級以上の摩擦堅ろ う度向上は得られなかった。

3.3 後加工(色止,平滑,平滑柔)

後加工を行った結果を**表6**及び**表7**に示す。乾 摩擦堅ろう度においては、色止加工で1級以上の 摩擦堅ろう度の向上が得られたのはレーヨンのみ で、綿及び絹は平滑剤との併用が必要であった。 レーヨン及び網において、平滑加工で1級以上 の摩擦堅ろう度の向上が得られなかったものがあ り、加工剤の熱による樹脂化促進と加工剤との相 性の差異が原因の一つとして考えられる。湿摩擦 堅ろう度において、1級以上の摩擦堅ろう度の向 上が得られたのは、唯一アミノ変性シリコーンの 平滑柔軟加工を行ったもののみであった。これは、 シリコーンによる平滑性向上、カチオン系による 柔軟性向上、そして染料アニオンと加工剤のアミ ノ基とのイオン結合が3重に効果を発揮したため に達成されたと考えられる。

数馬 齋藤 向:繊維製品の摩擦堅ろう度向上技術の開発

	色差 (ΔE) 及び判定 (×<4≦○)							
加工番号	綿		レーヨン	絹				
	色差(ΔE)	判定	色差(ΔE)	判定	色差(ΔE)	判定		
未加工	7.47		5.30		6.46			
1	5.64	×	0.90	0	3.77	×		
2	6.60	×	0.90	0	4.4	×		
3	1.43	0	0.30	0	2.04	0		
4	1.56	0	1.22	0	3.07	×		
5	2.29	0	1.75	×	6.56	×		
6	2.83	0	1.20	0	2.36	0		
7	3.05	0	1.80	×	2.75	×		

表6 乾摩擦堅ろう度

表7 湿摩擦堅ろう度

	色差(ΔE)及び判定(×<4≦o)						
加工番号	綿		レーヨン	レーヨン			
	色差(ΔE)	判定	色差(ΔE)	判定	色差(ΔE)	判定	
未加工	11.32		8.72		6.71		
1	11.94	×	8.61	×	6.75	×	
2	12.49	×	9.08	×	6.88	×	
3	14.14	×	10.48	×	11.13	×	
4	15.02	×	10.78	×	12.80	×	
5	15.03	×	10.31	×	15.17	×	
6	6.61	0	2.25	0	2.48	0	
\overline{O}	7.44	×	4.86	×	2.91	×	

4 結 言

したところ、下記の知見と成果が得られた。

- 1) 摩擦堅ろう度試験における摩擦布の汚染は, 乾摩擦では摩擦抵抗が小さいことから色素の みで起きており, 湿摩擦では摩擦抵抗が大き いことから色素を取り込んだ分繊された素材 および加工剤の剥離と再付着によることが分 かった。
- 繊維製品の摩擦堅ろう度向上技術について検討 2) バブル洗浄は、乾摩擦堅ろう度向上には有効で あったが,湿乾摩擦堅ろう度向上には,効果は なかった。
 - 3) 乾・湿両方の摩擦堅ろう度向上に有効な加工方 法は,唯一アミノシリコーン平滑柔軟加工のみ であった。

高密度ポリエチレンの射出プレス成形

金田亮 半田賢祐 松田丈 佐藤貴仁

Injection Press Molding of High-Density Polyethylene

Ryo KANEDA Kenyu HANDA Takeshi MATSUDA Takahiro SATO

1 はじめに

赤外線 (IR) システムのレンズには、ゲルマ ニウム (Ge) やシリコン (Si) が用いられてい る。これらの素材は高価であり、研削研磨加工 によって製造されることから、そのコストも高 くなる。上記の代替材料として高密度ポリエチ レン (HDPE) があり,一部の IR システムに使 用されている。この樹脂は、対象波長である10 μm 領域の IR は透過するものの, 厚さの増加 と共に透過率の低下が生じることから、高いレ ンズ性能を得るためには薄肉化する必要がある。 HDPE レンズは射出成形によって製作されてい るが、薄肉化によって透明な状態となり、IR シ ステム装置内部の視認性の問題が生じる。白色 状態を維持して薄肉化することが可能であれば, 高いレンズ性能が要求される IR システムにも 用いることが可能になる。薄肉成形を可能にす る成形方法に射出プレス成形がある。この方法 は, 金型を開いた状態で溶融樹脂の射出充填を 開始し,充填中または充填後に型締めが行われ, 高い寸法精度や歪の小さい成形品を得ることが できる。

本研究では、円盤形状の薄肉キャビティを対象に、異なる条件で HDPE の射出プレス成形を 行い、成形品の表面粗さ、内部構造、結晶化度 および分子配向等の評価から、赤外線(IR)透 過率および可視光線(VIS)透過率に及ぼす影 響について調査した。

2 実験方法

2.1 使用樹脂

旭 化 成 ㈱ 製 サ ン テ ッ ク HD-J240 (MFR=5g/10min@190°C)を用いた。 2.2 金型

【平成 30 年度 技術開発・改善事業 研究課題】



図1はキャビティ部である。0.5mm 厚さとし, 成形面は,表面粗さ *Sa*:0.416µm および 0.003µm に仕上げた 2 種類を用いた。

2.3 射出成形機および射出成形条件

電動式横型射出成形機(㈱日本製鋼所製 J110ELII)を使用した。シリンダー温度,金型 温度および冷却時間を 200°C,80°C および 15s に設定し,型開き量と遅延時間を表1の範 囲で変化させた。

表1 射出プレス成形条件

型開き量, mm	0.3, 0.5, 1.0
遅延時間, s	0.0, 0.3, 0.5, 1.0

2.4 成形品の評価

赤外線(IR)および可視光線(VIS)の透過 率は、赤外分光光度計 FT-IR(㈱パーキンエルマ ー製 Frontier Gold FTIR)および紫外可視分光光 度計(㈱島津製作所製 UV-2450)をそれぞれ用い て測定した。IR は 8~12 µ m, VIS は 380~780nm を対象波長とし、それぞれの平均値で評価した。 透過率に影響を及ぼすと考えられる表面粗さお よび厚さを測定した。表面粗さの測定には、非 接触 3 次元表面形状・粗さ測定器(ZYGO 製 NewView7300)を使用した。ゲート付近、中央 部及びフローエンド部を測定し 0.7×0.52mm の範囲で Sa により評価した。厚さは、デジマチ ックインジケータ(㈱ミツトヨ製 ID-C150B)を 用いて、表面粗さ同様、3 箇所を測定した。成 形品内部の断面観察を行うために、ミクロトー ム(Leica 製 RM2235)を使用して成形品中央部 から厚さ 60µm の薄片を切り出し、偏光顕微鏡 を用いて観察した。内部構造は、成形品表層部 からスキン層、せん断層およびコア層の3層と して評価した。断面写真から各層の厚さを測定 した。さらに、示差走査熱量計(㈱パーキンエ ルマー製 DSC8500,以下 DSC と記す)を用い て結晶化度および分子配向を評価した。

3 実験結果および考察

図 2 a)および b)は, Sa が 0.003µm および 0.416µm の金型を用いた成形品の IR 透過率であ る。型開き量を 0.3mm および 0.5mm に設定し た時に,遅延時間の延長と共に上昇する傾向が あったが,1.0mm ではその傾向がなく,さらに 図 2 b)に示した Sa の大きい方が高い結果を得た ため成形品の Sa を測定した。その結果,金型と 成形品の Sa はほぼ同値で Sa の影響は確認でき なかった。



一方,図3a)およびb)に,Saの異なる金型を
 使用した成形品のVIS透過率を示した。型開き
 量が0.5mmおよび1.0mmでは同じ傾向を示し、



遅延時間 0.3s の時に最小値を得た。型開き量が 0.3mm では一定の傾向はない。VIS 透過率も Sa の影響は受けていない。光線透過率は,成形品 の厚さに依存するため,中央部の厚さを測定し た結果,遅延時間の長い設定によって厚くなっ た。IR 透過率は,遅延時間を長くすることで変 化がないか或いは上昇した。VIS 透過率は 0.0s から 0.3s では低下するが,それ以降は変化がな いか或いは上昇したため厚さの影響も受けてい ない。従って,成形品の内部構造や結晶化度の 影響が考えられる。

そこで,スキン層厚さを測定し,その結果を IR 透過率とともに図4に示した。この図から, スキン層厚さとIR 透過率に相関がみられた。



一方、VIS 透過率との相関は確認できなかった。そこで、成形品を厚さ方向に 10µm 単位で 切断し、それぞれの試料について DSC 測定を行 った。各層毎に得られた DSC 曲線の形状から分 子配向を評価した結果,遅延時間 0.3s の時にせ ん断-コア層内の分子配向が小さくなり, VIS 透 過率低下との相関がみられた。

最後に,成形品の3箇所について厚さを測定 した。図5に示したとおり、遅延時間の長い設 定,さらには表面粗さSaの大きな金型を用いる ことで厚さは均一化された。



(a)金型表面粗さ Sa: 0.003 µm



(b)金型表面粗さ Sa: 0.416 µm

図5 遅延時間及び金型表面粗さの違いが 成形品厚さに及ぼす影響

4 まとめ

0.5mm 厚さの円盤形状を対象に,型開き量お よび遅延時間を変化させた高密度ポリエチレン HDPEの射出プレス成形を行い,IR および VIS 透過率に及ぼす影響について調査した結果,次 の結論を得た。

- 成形品の表面粗さおよび厚さは、本研究で得られた範囲では透過率に影響を及ぼさない。
- 長い遅延時間の設定により,分子配向の小さ いスキン層が薄くなり, IR 透過率は増加し た。
- 3) VIS 透過率は、せん断-コア層内の分子配向

が小さい場合に減少した。本調査では,最小 値が得られる条件が存在し,型開き量および 遅延時間は,それぞれ 0.5mm および 0.3S だ った。これらの値は,キャビティ厚さの設定 値および射出時間と同じであった。なお,こ の条件で得られた VIS 透過率は,5.6%, IR 透過率は 63.5%だった。

 4) 遅延時間の長い設定,さらには、表面粗さ Saの大きな金型を用いることで、成形品厚 さは均一化される。

謝 辞

ご指導ご助言を頂きました,株式会社チノー 山形事業所の滝口正康氏,土方元治氏,事業所 長の久永達夫氏,そして山形大学副工学部長の 伊藤浩志氏に,深甚の謝意を表します。

ボールエンドミルを用いた5軸制御加工に関する優位性の検証

五十嵐渉 松田丈 金田亮

Verification of superiority of 5-axis machining using ball endmill

Wataru IGARASHI Takeshi MATSUDA

JDA Ryo KANEDA

1 緒 言

精密加工分野では,加工部品の高精度化や人 手不足による作業の高能率化が求められ,5軸 加工機の導入が盛んになってきている。5軸加 工機の特徴として,直動3軸と回転2軸を同時 に制御することで段取り替え工数が低減し,加 工時間の短縮が可能になる。さらに,被削材料 に対して工具を傾けた状態で加工することで, 工具の突出し量を抑制でき,また,切削速度が ゼロの工具先端(回転中心)部を回避した加工 が可能になり,加工面粗さの向上などの利点が ある。

上述した5軸制御加工の優位性を検証するた め、本研究では、5軸加工機を使用して、被削 材を傾斜させた状態と傾斜させない状態(通常 の3軸制御加工状態)で、ボールエンドミルに よる平面の切削加工を行い、切削速度がゼロの 工具先端部を回避させたことによる加工面粗さ への影響を調査した。被削性は、工具材質にも 依存するため、2種類使用し比較を行った。

2 実験方法

本実験で使用した5軸加工機は,三菱重工工 作機械㈱製, µV1-5X である。CAM は OPEN MIND Technologies AG の hyper MILL を使 用した。25×70×t11, HRC15 程度の炭素鋼 S50C を被削材とし,工具は無限コーティング超硬合 金, MSB230SF(以下,超硬という。)と cBN, SFB200の2枚刃R1ボールエンドミル(日進 工具㈱製)を使用した。

図1のように B 軸を 30° に傾斜させた状態 (以下,5軸傾斜加工という。)と0° にした状態 (以下,3軸加工という。)で平面の切削加工 を行った。



図1 5 軸傾斜加工

3軸加工は,超硬のみを使用し,5軸傾斜加 工では,超硬とcBNを使用し,比較実験を実施 した。加工条件を表1に示す。回転数および送 り速度は,工具メーカー推奨条件と予備実験を 参考に,それぞれの工具で最適な条件とした。

	超硬3軸加工	超硬5軸傾斜加工	cBN 5 軸傾斜加工
工具	超硬	超硬	cBN
加工方法	3 軸加工	5 軸傾斜加工	5 軸傾斜加工
回転数[min-1]	24000	24000	20000
送り速度[mm/min]	580	580	1000
切込み量[mm]	0.1	0.1	0.1

表1 加工条件

ボールエンドミルを使用した場合,図2に 示すように、ピックフィード量に依存した削 り残しが生じる。一般的に、スキャロップ高 さと呼ばれ、切削送り方向に対し直交方向の 理論的な表面粗さ(Rz)の値となる。本実験 ではCAM上でスキャロップ高さを5種類(1, 2,5,10,25µm)設定し加工実験を行い、切削 送り方向に対し直交方向の表面粗さを測定し た。表面粗さ測定には表面粗さ・輪郭形状測 定機(㈱ミツトヨ製 SV-C4000H4)を使用し た。



図2 スキャロップ高さ

また,被削材の表面状態を観察し,それぞれ の条件で,加工面に及ぼす影響について調査し た。環境制御型電子顕微鏡(FEI 製 Quanta400) と3次元表面構造解析顕微鏡(Zygo 製 NewView7300)を使用して,工具および加工 面の状態を観察した。また,レーザ斜入射干渉 方式平面度測定解析装置(Corning Tropel 製 FM200XR-Heavy)により平面度を測定し,微 小部応力測定装置(㈱リガク製 RINT2500V) により表面層の残留応力を測定した。

3 実験結果および考察

図3に加工方法および工具材質違いによる表面粗さ Rz の比較実験の結果を示す。理論値は CAM 上で設定したスキャロップ高さの値で, 近い値ほど良好な切削状態といえる。

加工方法を比較すると、3軸加工に比べ5軸 傾斜加工の方が表面粗さが良好である。3軸加



工で設定値より高くなっているのは,工具先端 部(切削速度ゼロ)での加工によりむしれや削 り残しが発生していることが考えられる。工具 材質の違いでは,cBNより超硬の方が表面粗さ が良い。本研究にて使用した cBN は被削材が HRC60 以上の高硬度材に対し最適とされてい るため,被削材である炭素鋼には超硬と比べて 不向きであることが考えられる。

実験結果より切削速度がゼロになる工具先端 部を回避することで表面粗さが良好になること がわかった。次に,被削材の表面状態を観察し, 加工面に及ぼす影響について調査した。

電子顕微鏡にて観察した加工面(設定値 10µm)を図4に示す。





超硬5軸傾斜加工





超硬3軸加工

図4 加工面 電子顕微鏡観察(設定値10µm)

3次元表面構造解析顕微鏡にて観察した加工 面(設定値 2µm)を図5に,設定値 10µm の加 工面を図6に示す。図4の超硬3軸加工より, 切削速度ゼロ付近でむしれのような跡が発生し, 図5の超硬3軸加工では,削り残し部の形状に 傾きが見られることからむしれの影響によりス キャロップ高さが高くなっていると考えられる。 図6から3軸加工の削り残し部の形状が5軸傾 斜加工とおなじような形状になっていることが わかる。このことから,3軸加工の表面粗さの 限界は10µm 以上であることが考えられる。



超硬3軸加工 Rz6.7µm





図6 加工面観察(設定値10um)

図7に工具先端の電子顕微鏡像を示す。定量 的な測定は出来なかったが、電子顕微鏡像から 3軸加工と5軸傾斜加工では、摩耗量は同等で あることが推測される。



図8に設定値5µmの平面度測定結果を示す。 加工方法および工具材質の違いによる特徴的な 傾向は見られないため、平面度への影響は小さ いと言える。

超硬5軸傾斜加工 7.3um cBN 5 軸傾斜加工 7.6um



3 軸加工 7.4µm

図8 平面度結果

図9に残留応力の測定結果を示す。どの条件 でも加工前の研削面に比べ,圧縮残留応力が増 える傾向にあることがわかった。

また、5軸傾斜加工の表面粗さの限界調査の ため、スキャロップ高さの設定値を0.1µmにし て超硬5軸傾斜加工を行った。結果は表面粗さ が0.387µmとなり、今回の調査では、1µmま でほぼ設定値通りに加工できることがわかった。



4 結 言

5軸加工機を使用して,ボールエンドミルの 先端部(切削速度ゼロ)を回避する実験を実施 し,以下の結論を得た。

- 1) 表面粗さに関して、5軸制御加工の優位 性を検証することができた。
- 2) 超硬ボールエンドミルを用いた5軸傾斜 加工により、Rz 1µm まで設定通りの表 面粗さに加工することができた。

光計測による錠剤用徐放膜管理システム開発

高橋義行 叶内剛広 橋本智明 今野俊介 高野秀昭 中村信介 佐藤敏幸* 寺崎政人* 内田和弘* 加藤翔太*

Development of Sustained release membrane Management system for Tablets by Optical Coherence Tomography

Yoshiyuki TAKAHASHI Takehiro KANOUCHI Syunsuke KONNO Tomoaki HASHIMOTO Hideaki TAKANO Shinsuke NAKAMURA Toshiyuki SATO^{*} Masato TERASAKI^{*} Kazuhiro UCHIDA^{*} Svota KATO*

緒 言 1

近年、製薬業界では薬の高機能化を目的とし て、体内の薬物分布を量的・空間的・時間的に 制御する DDS (Drug Delivery System)¹⁾と呼ば れる薬物輸送システムが盛んに研究・実用化さ れている。薬剤投与後に血中濃度があるレベル より高くなると人体に対して毒性となり、低く なれば薬として機能しなくなる。この様子を時 系列モデルとして図1に示す。血中濃度がある レベル以上が毒性域、あるレベル以下は無効域 で、この基準は年齢性別体型により大きな個人 差がある。血中の薬物濃度は薬剤投与後に上昇 し、やがて低下に転じる。錠剤について考えれ ば, 血中濃度を有効範囲に留め維持するために は所定の時間間隔での薬剤投与を継続する必要 がある。錠剤には、徐放膜と呼ばれる膜を付け て原薬成分の漏出を抑える制御を行った徐放製



図2 徐放膜成膜工程推移モデル

剤というものがある。徐放製剤では原薬成分の 漏出を穏やかに抑えることで、同じ量の原薬成 分を用いても,血中の薬物濃度変化を抑え,長 時間有効範囲に留める機能を持たせることがで きる。製法としては、粉体圧縮成形された錠剤 に対して、数十万錠を単位ロットとして噴霧コ ーティングを行いながら乾燥させて数時間かけ て徐放膜を成膜する。この徐放膜は徐放製剤に とって非常に重要な機能を有することになり, その成膜状態を評価するためには溶出試験と呼 ばれる試験を行うことが日本薬局方で規定され ている。溶出試験とは、試験液に錠剤1錠を入 れて所定時間攪拌した後に,試験液に漏出した 原薬成分の割合を液体クロマトグラフィなどで 計測する方法で,人体で薬が溶ける様子を模倣 した試験であり, 徐放製剤では非常に時間のか かる試験となる。

このため成膜条件は非常に厳密にコントロー ルされているが、溶出性能は非常に不安定でバ ラツキが大きい。しかし,現状,法的要求から 少数抜き取りの試料で溶出試験を実施して評価 を行うこととなっており、不安要素の大きい評 価となっている。これを工程推移に照らして図 2に示す。これより、予測としての成膜完了時 点での溶出試験で合格すれば問題ないが、仮に オーバーコートした場合は修復不可能なので全 量廃棄となる危険がある。

一方、コート不足だ った場合には追加コーティングを施した上で再 度溶出試験を行うこととなり大きな工程遅延を 生じさせる。このため、非常に難しい製造条件

戦略的基盤技術高度化支援事業】 【平成 28~30 年度 経済産業省 *株式会社ティーワイテクノ



図3 徐放膜断層画像

管理を行わざるを得ない状況にある。

一方,当所ではこれまで光計測により非接触 で試料の断層情報を取得できる光干渉断層画像 化法(OCT:Optical Coherence Tomography)²⁾ の応用技術^{3,4)},GPGPU(General-purpose computing on GPU)の利用技術⁵⁾などの研究を 行ってきた。事前に製薬メーカーから提供され た徐放製剤の試料について断層観察を行ってい る。徐放膜部分の断層画像の例を図3に示す。 (a)は実体観察画像で,(b)はOCT 画像である。 実体観察画像では徐放膜の界面が不鮮明で識別 は難しいが OCT 画像では徐放膜界面と思われ る部分が比較的明瞭に観察できることが分かる。

こうしたことから,工程進行と断層情報に関 連性が認められることが推察でき,本件では OCT データから溶出率の推定を行う手法や具 体的な計測システムの装置化に関する研究を行 った。

2 計測装置開発

2.1 N数計測システム開発

本計測システムは大きく分けて,オールファ イバー型光学干渉計,分光計測部,解析及び制 御用 PC,光走査機構を有するサンプルアームで

仕様
850nm, FWHM 55nm
1.5~2.0mm
17µm
~□9.4mm
点計測:8us
XZ 断層計測:4ms
3D 断層計測:2s

表1 OCT の基本性能



図4N数計測システム概観

構成される。これまで構築した実績として, OCT の基本性能は表1の通りである。

徐放膜成膜中の徐放製剤の計測を行うために, この性能を維持しながら複数錠剤を一括で計測 するためにN数計測システムとして再構築する。 目標として,複数錠剤を一括計測できるシステ ムとして構成することと計測時間として 20 錠 の計測を1分以内で完了できることとした。

複数の錠剤を一括で計測するため、構想とし ては複数の錠剤をプレート上に並べて配置し、 これをステージなどで移動させながら OCT 計 測を行うシステムとした。今回、対象にする錠 剤は直径約9.2mmであり、これに合わせて市販 の48ウェルマイクロプレートを選定し、作業性 を考慮してプレートごとステージから外して移 送可能な形態とした。計測試料の移動には三軸 駆動の卓上ロボットを利用することとし、この 動作と同期してOCT計測を行う。OCT計測は、 これまでの評価結果を踏まえて平坦な錠剤天面 部を約1mm光走査してXZ断面1枚を取得する 仕様とした。

構築した装置概観を図4に示す。計測シーケ ンスは、個々の錠剤位置へのステージ移動が 1.5s、静止安定時間が0.5s、XZ断面の計測時間 を0.1sとして1錠あたり2.1sとなり、処理前後 の動作も含めて20錠で52sとなり目標を達成し た。

2.2 小型 OCT システム開発

実際の工程への導入に際しては,小型で安価 であることが求められることも想定されること から,対応するシステム構想についても検討を 行った。干渉計部分は光ファイバーで構成され ており従来からそれほどスペースを取っていな いことから,小型化のための主要な検討ポイン トは PC を従来のデスクトップ型からノート型 へ移行できるかどうかという点になる。このた め、従来パソコンの拡張バススロットへ導入し ていたカメラ画像取得のためのフレームグラバ ボードと光走査制御用の DAC (D/A Converter) をノート PC に対応するものへの変更を検討し た。また、従来、分光スペクトルデータを断層 情報へ変換するための大量の FFT 演算を計測に 遅れることなく処理するために GPGPU を利用 していたことから、これについても考慮する必 要がある。こうした主要スペックや計測機能を 維持しながら、小型化の目標としては干渉計を 収納する計測ユニットの容積についてデジタル マルチメーターなどの汎用計測機相当のサイズ を基準に 10L 以内とした。

これを踏まえて、GPU として nVIDIA 社製 GTX1050Ti を搭載したノート PC を選定、フレ ームグラバを必要としない Ethernet 接続の GigE カメラを採用し、DAC は USB 接続のデバイス へ見直しを行った。採用したカメラの最大フレ ームレートは 51kHz であり、カメラでのデータ 転送速度の試算結果は次の通りである。輝度デ ータビット深度 1byte (8bit)、フレームレート 51kHz、画素数 2048pixel より、8×51,000×2,048 ≒ 800Mbps となる。これは、ほぼ GbE (Gigabit ether) 帯域を使い切る速度となることが分かる。 この GigE カメラへの変更に伴いカメラのフレ ームレートは従来の CameraLink 接続の場合の 40%程度に低下し、これが小型化とのトレード オフとなる。

構成した計測システムの概観を図 5 に示す。 図の左側が計測ヘッドとステージで右側が干渉 計を収納した計測ユニットである。計測ユニッ



図5 小型 OCT 計測システム概観

ト内寸は、W276×D224×H169の10.4Lとなり、 概ね10Lとすることができた。これは従来のシ ステムと比べて約62%減となる。

また,動作確認としてデータ取得時間を計測 して,フレーム取得安定性を評価した。2000 ラ イン単位でフレーム取得することとして理論値 は約 39.2ms/frame となる。これを 1000 回取得 時の平均フレーム取得時間を計測したところ 39.8ms となりほぼ理論値通りにデータ取得動 作できていることが確認された。

3 溶出率推定の実現

3.1 FC 量計測法の評価

初めに,従来の製薬メーカーにおける徐放膜 の管理方法についての確認を行った。これは, 工程途中で120錠の錠剤を抜き取り合計重量か ら増加重量を追跡し、工程進行を推定するもの である。これについて解析するため、未コート の素錠と工程進行に応じた5水準,合わせて6 水準の試料を入手した。各水準品は製薬メーカ ーでの重量計測データ付きで,この値と改めて 個体重量を精密天秤で各 n=20 計測した値との 比較で精度確認を行った。結果を図6に示す。 横軸は120錠の平均重量増加で試料に付されて きたデータから換算した値で、縦軸は n=20 の 平均重量増加で、エラーバーは n=20 の標準偏 差を示す。図から分かる通り素錠の個体バラツ キが大きく,これが工程進行時の計測値に一貫 して影響する。この標準偏差によるバラツキは 全重量の20%にもなる。これは、平均値による 重量増加の追跡は可能だが、固体計測データで は工程進行を追跡できないことを意味している。



3.2 溶出率推定パラメータの選定

こうした点を踏まえて,OCT による断層情報 を用いた溶出率推定について検討を行った。初 めに,溶出率推定に最適なパラメータの検討を 行った。評価用の試料として,溶出率との相関 を求めるために,特定のロットから工程進行度 合いに応じた5水準の試料を抜き取り,この中 から n=6 を OCT で計測する。更にこれを溶出 試験にかけて溶出率を計測し,相関評価する。

OCT による断層画像から溶出率推定に用い るパラメータとして,断層画像から算出できる P1から P16 までの 16 種類の特徴量となる数値 を設定した。溶出試験により得られる溶出率を 基準とした各パラメータの相関係数を図7に示 す。この結果,P6が 0.996 と最も高い値が得ら れることが確認された。

この P6 は断層画像から深さ方向の積算プロファイルを生成し、その積算プロファイルから 得られる複数ピークの間隔に基づくパラメータ







であり,徐放膜の膜厚に由来する値と考えられ る。溶出率とパラメータ値 P6 の分布を図8 に 示す。n=6 の相関を示した個体相関と OCT で n=36 測定した平均値との相関を示した群相関 ともに相関係数 0.99 以上の高い相関が得られ た。

3.3 相関評価

こうして決定したパラメータ P6 を用いて, 複数のロットでの相関評価を実施した。試料は 5 ロット分で,各ロット工程進行度合いに応じ た3から4水準を抜き取り,n=6のOCTデータ と溶出試験による溶出率との相関を評価した。 準備した試料のロットは,B255 については 2017年2月頃の生産品,D27x については 2018 年10月頃の生産品で,生産時期にはかなり開き





-23-



がある。結果を**図9**に示す。これより,各ロッ トでの相関係数は0.95~0.99という高い値が得 られた。また,最小自乗法近似による回帰直線 の傾きも比較的近い値となっている。一方で, それぞれの回帰直線にはロット時期には依存し ないと思われるオフセットのズレがあり,工程 途中で調整が必要となる可能性があることを示 している。

更に、この中の **D270** について、時系列の溶 出率測定試験を実施した。試料は工程進行度合 いに応じた 5 水準の各 n=6 について,0.25,0.5, 1,1.5,2,3,4,5,6,8,10,12,24 時間経 過時の 13 段階で溶出率測定を実施し,平均値を 算出した。この結果を図 10 に示す。この中の, 2,5,6,8 時間での溶出率について,素錠を除 いた4 水準×n=6 による合計24 錠についての OCT パラメータとの分布を図 11 に示す。時間 毎の分布で、右下から左上へと工程進行により 推移する。それぞれの相関係数は,0.939,0.928, 0.877,0.902 となる。これより、溶出試験が進 行すると相関係数が低下する傾向があることが 確認された。

3.4 ロット判定評価

OCT 計測により得られる断層画像から溶出 率推定に最適なパラメータを選定したことから, このパラメータを使って工程完了の評価が可能 かを評価する。試料は VLP-0087 から 0091 ま での5ロットで,工程進行度合いに応じて4水 準から n=6 を評価した。工程の最後の水準品は 完了時点のものとなり,ロットによって工程進 行レベルが異なる。



これらの試料について OCT 計測を行い,そこ から得られるパラメータにより完了水準を判定 できる位置に閾値を設定できるかを評価した。 結果を図 12 に示す。図中の白抜きマーカーが 工程完了水準品である。これより,OCT パラメ ータ値に対して 62 程度の位置に基準を設定す ることにより,工程完了を判定できる可能性が 確認された。

4 結 言

OCT による徐放製剤の溶出率推定について 研究を行った結果,以下の知見が得られた。

- 複数錠剤の一括計測を目的に N 数計測シス テムを構築し、市販のウェルプレートを錠剤 受けとして使用して、3軸ロボットと連動し た 20 錠を1分以内で計測できるシステムを 構築した。
- 2) 実用を考慮して,計測システムの小型化に取り組み,容積10L程度の計測ユニットの小型 化を実現し,カメラの最大性能でのフレーム 取得が可能であることを確認した。
- 3) 溶出試験により得られる溶出率と OCT 計測 で得られる各種パラメータの評価を行い,相 関係数0.996が得られた徐放膜由来の溶出率 推定に最適なパラメータを選定した。
- 4) 量産工程 5 ロットの製品について, 溶出率と OCT 計測によるパラメータとの相関評価を 実施し, 相関係数 0.95~0.99 が得られた。
- 5)時系列溶出試験を実施して、溶出試験初期から溶出試験の時間経過に伴って相関係数が低下する傾向が確認された。

6) 量産工程 5 ロットの製品について, OCT 計 測によるパラメータによる工程完了レベル の識別が可能か評価し, 単一の閾値で判定で きる可能性があることが確認された。

謝 辞

本研究は,経済産業省の戦略的基盤技術高度 化支援事業に採択されて実施されたものである。 ここに記し関係各位に謝意を表する。また,OCT の感度改善や画像先鋭化に関するアドバイスを 頂いた山形大学大学院の佐藤学教授,徐放製剤 の溶出メカニズムに関するアドバイスと時系列 の溶出試験にご協力頂いた星薬科大学の米持悦 生教授,古石誉之助教に謝意を表します。

文 献

- 橋本充:ドラッグデリバリーシステム,化 学同人(1995)
- 2) 丹野直弘:光コヒーレンス断層画像化法と 生体映像への応用,光学,28(1995)
- 高橋義行他:スペクトルドメイン型光干 渉計の開発,山形県工業技術センター報告, 38(2006)
- Yoshiyuki Takahashi et al. : Application of the Maximum Entropy Method to Spectral-domain Optical Coherence Tomography for Enhancing Axial Resolution, Applied Optics, 46(2007)
- 5) 今野俊介 他: GPU を使った非接触リア ルタイム板厚計測システムの開発,日本 シミュレーション学会予稿, **29**(2010)

アルミニウム合金鋳物の超音波特性に及ぼす金属組織の影響

齋藤壱実

Influence of metallographic structure on ultrasonic characteristics of aluminum alloy castings

Kazumi SAITO

1 緒 言

金属材料の実用上の要求特性として代表的なもの に引張強さ、伸び、硬さなどの機械的性質があり、 一方で材料の健全性を評価する上で金属組織の評価 も重要である。機械的性質と金属組織との関連につ いては多く研究されており、当センターにおいても 金属組織を改質したアルミニウム合金鋳物の機械的 性質の改善について調査を行ってきた¹⁾²⁾。一般的 に、機械的性質及び金属組織の評価はいずれも破壊 試験であり、機械的性質の評価においては専用のテ ストピースの加工が必要である。また金属組織試験 は切断、研磨、エッチングなど試料加工の工数が多 く、観察部位が局所的であるなどの難点を有する。

より簡便に金属材料の健全性を評価できないか検討 を行い,超音波特性に注目した。超音波試験は非破 壊試験に分類され,比較的試料調整に手間や時間を 要さず,短時間で簡便に評価が行える特徴がある。 超音波試験によって得られる減衰係数,音速,S/N 比などの超音波特性と金属組織あるいは機械的性質 との関連については,鉄鋼材料などにおいては多く 研究がなされているものの,アルミニウム合金鋳物 においてはデータが少ないのが現状である。

本研究では, アルミニウム合金鋳物の超音波特性

に及ぼす金属組織の影響を明らかにすることを目的 とした。

2 実験方法

2.1 鋳造による試料作製

抵抗式電気炉及び#15 黒鉛るつぼを用いて表1に 示す目標組成で各鋳塊を溶解し、金型(JIS H5202) に温度720℃で注湯し、図1に示す試料を作製した。 本実験で選定した合金は AC7A (Al-Mg 系)及び AC4C (Al-Si-Mg 系)の2種類であり、AC7Aにつ いては Ti-B 系結晶粒微細化剤の添加の有無の2水 準及び注湯時の金型温度 30℃及び 200℃の2 水準、 合わせて 2×2=4 水準で試料を作製した。AC4C に ついては AC7A の水準に加え、共晶 Si の Sr 系改良 処理剤添加の有無の2水準を加え2×2×2=8水準で 試料を作製した。

超音波試験片は図1に示すように、押し湯部分を 切り出し、上面及び底面をフライス盤で平面を出し た後サンドペーパーによる湿式研磨及びダイヤモン ドペーストを用いたバフ研磨によって鏡面に仕上げ た。金属組織試験片は押し湯部分端部から20mmの 位置で切断して観察を行った。

合金の種類	微細化剤	改良処理剤	Si	Mg	Ti	Sr	Al
	無	-	-	$3.5 \sim 5.5$	-	-	Bal.
AC7A	有	-	-	$3.5 \sim 5.5$	0.1	-	Bal.
AC4C	無	無	7.0	0.3	-	-	Bal.
		有	7.0	0.3	-	0.05	Bal.
	<i>_</i>	無	7.0	0.3	0.1	-	Bal.
	们	有	7.0	0.3	0.1	0.05	Bal.

表1 供試材の目標組成

【平成30年度 若手チャレンジ研究事業】



図1 供試材の外観及び寸法

2.2 評価方法

AC7A及びAC4Cそれぞれについて供試材の押し 湯部から採取した試験片をサンドペーパー及びバフ 研磨により鏡面仕上げし、5%HF水溶液によるエッ チングを行った状態で光学顕微鏡を用いて金属組織 を観察した。光学顕微鏡で撮影した画像をもとに境 界線に直線を引き、直線長さを交差した境界数で割 って算出する交線法を用いて結晶粒径及びDAS(デ ンドライトアームスペーシング)を測定した。DAS は鋳造材料特有の樹枝状に成長した凝固組織であり、 樹枝の枝と枝の間隔の平均値で定義する。また、 AC4C について結晶粒径及び DAS に加え、エッチ ングなしでの観察を行い、共晶 Si のアスペクト比 及び円相当径を画像解析により測定した。

超音波試験は超音波探傷器((株)オリンパス製 EPOCH 1000i)を用い,周波数は1,2,5MHzの3 条件で行い,探触子の振動子径は10mmを使用した。得られた探傷画像(Aスコープ画像)より減衰係 数,音速,S/N比を超音波特性とし測定した。

3 実験結果及び考察

3.1 金属組織の評価

図2に各条件で作製した AC7A の金属組織を, **図** 3 に AC4C の金属組織をそれぞれ示す。また, **図** 4 に AC7A 及び AC4C の結晶粒径及び DAS の測定結 果をそれぞれ示す。



図2 AC7Aの金属組織

齋藤:アルミニウム合金鋳物の超音波特性に及ぼす金属組織の影響





図4 各供試材の結晶粒径及び DAS

AC7A の微細化剤の添加無同士を比較すると,金型温度 200℃は 30℃に比べ結晶粒径が細かくなっている。これは金型温度が低い方が鋳湯後の溶湯の冷却速度が速く,粒成長が抑制されたためと考えられる。 また,金型温度が同じ条件同士を比較すると,微細化剤の添加有の方が無より結晶粒径が細かくなった。これは微細化剤に含まれる金属間化合物が異質核として作用し,結晶粒の核生成の促進と粒成長の抑制に寄与したためと考えられる。また DAS についても結晶粒径と同様の傾向であり,金型温度は低く,微細化剤は添加有において細かくなった。

AC4C については改良処理剤の添加の有無にかか

わらず, 金型温度及び微細化剤の影響に対する結晶 粒径の測定結果が AC7A の結果と傾向が一致してい るものの, DAS については各条件間での差異が比較 的小さかった。 図5に共晶Siのアスペクト比及び円相 当径の測定結果を示す。アスペクト比及び円相当径い ずれも, 金型温度や微細化剤の影響について一定の 傾向は示していないものの, 他の条件が同一の場合, 改良処理剤の添加無に比べ, 添加有の方がアスペクト 比及び円相当径いずれも小さい傾向を示したことから, 改良処理剤が有効に作用したと考えられる。



図5 共晶Siのアスペクト比及び円相当径

表 2 超音波特性と金属組織との関係における決定係数(R²) (R²: 0 以上 0.25 未満ならば×, R²: 2.50 以上 5.00 未満ならば△, R²: 0.50 以上 1.00 以下ならば○と標記)

			超音波特性			
			減衰係数	音速	S/N比	
		結晶粒径	\bigcirc (0.53)	imes (0.21)	riangle (0.34)	
	AUTA	DAS	○ (0.82)	0 (0.79)	0 (0.76)	
組織	AC4C	結晶粒径	× (0.17)	imes (0.05)	imes (0.20)	
パラメータ		DAS	× (0.12)	imes (0.02)	\times (1.52)	
		共晶Siの アスペクト比	× (0.17)	○ (0.55)	× (0.07)	
		共晶 S iの 円相当径	× (0.14)	\triangle (0.43)	imes (0.05)	

3.2 超音波特性と金属組織との関係の評価

表2に超音波試験を行って得られた各超音波特性 と金属組織の各パラメータ間の相関を調べ,算出し た決定係数を示す。相関の強さを分かりやすくする ため,決定係数が0以上0.25未満を×、0.25以上 5.00未満を \triangle ,5.00以上1.00以下を \bigcirc と標記した。 相関が比較的強い \triangle ,及び相関が強い \bigcirc の関係にあ るグラフのみを抽出して以下に示す(図6,図7,図 8,図9,図10,図13,図14)。図6にAC7Aの結晶 粒径とS/N比との関係を,図7にAC7AのDASと S/N との関係をそれぞれ示す。5MHzの周波数で R²=0.811と高い相関が得られており,2及び1MHz でのR²は低い値となっている。超音波試験の評価に おいて、底面エコー以外の反射エコーは全てノイズ として評価しており、鋳巣などの欠陥を由来とする エコーについてもS/N比算出においてはノイズとし て扱っている。AC7A において、組織観察の際に定 量評価は行っていないが多数の鋳巣が確認されてお り、鋳巣は結晶粒界や DAS の間隙に多く分布する 傾向が見られた。微細化剤の添加の有無や金型温度 の違いによる冷却速度の差に起因して細かい組織ほ ど鋳造欠陥も微細になると考えられるため、結晶粒 径や DAS が小さいほど超音波試験におけるノイズ の反射エコーが小さくなり S/N比が大きくなったと 考えられる。超音波試験におけるノイズの影響をど の程度受けるかについては高周波数ほど超音波の波 長が短く細かい欠陥の影響を受けやすいため、本実 験における比較的高周波数である 5MHz では相関 が強く、比較的低周波数である2及び1MHzでは相 関が弱かったと考えられる。





図8にAC7AのDASと音速との関係を示す。い いずれの周波数においてもDASと音速は強い負の 相関がみられる。平沢らが行ったオーステナイト系 ステンレス鋼の溶接部を対象に行った研究では,縦 波の超音波が柱状晶の成長方向に対して45°に伝 播するとき音速は最も速く,0°及び90°では比較 的遅くなることが報告されている³。本研究におい てもAC7Aの樹枝状晶の成長方向が超音波の音速 に影響を及ぼしていると考えられるが,組織観察を 行った結果いずれの試料においても柱状晶のように 成長方向が揃っておらず音速における柱状晶の角度 依存性は確認できないため,更なる調査が必要であ る。

図9にAC7Aの結晶粒径と減衰係数との関係を, **図10**にAC7AのDASと減衰係数との関係をそれ



図10 AC7AのDASと減衰係数との関係

ぞれ示す。結晶粒径と DAS いずれも結晶粒径との 間に比較的強い正の相関が見られる。一般的に固体 材料中を超音波が伝播するとき,結晶粒界や微小な 空隙で散乱減衰波が起こり,距離xにおける音圧 Px は減衰係数をαとすると次式のように指数関数的に 低下することが知られている。

$P_x = P_0 \cdot e^{-\alpha_x}$

金属材料での散乱減衰については種々の理論的検

-30-

討が行われているが、横野らの研究では、超音波の 波長λと超音波が伝播する媒質を構成する粒子とし て結晶粒を仮定した際の結晶粒径の関係において、 減衰係数αは次式のように整理できると報告してい る⁴。

λ>>d のとき, α=Ad³·f⁴ (Rayleigh 散乱) λ≒d のとき, α=Bd·f² (Stochastic 散乱) λ<<d のとき, α=C/d(拡散散乱) なお, f. 周波数, A,B 及び C: 定数,

λ: 波長, d:粒子直径

本実験における超音波の波長と試験体である AC7Aの構成単位としての結晶粒径及び DAS のサ イズを比較した結果を表3に示す。なお、超音波の 波長は実験によって得られた音速を周波数で除して 算出された値である。表3によると、結晶粒径及び DAS はいずれの周波数の超音波の波長よりも非常 に小さい値であることから Rayleigh 散乱の減衰形 態に従うと考えられる。Rayleigh 散乱の式中で減衰 係数αは粒子直径 d の 3 乗に比例している。AC7A の結晶粒径及び DAS を d と仮定し, それぞれを 3 乗した場合に減衰係数との相関を検証した結果を図 11 及び図 12 に示す。結晶粒径及び DAS のいずれ も Rayleigh 散乱の式にフィッテングさせると、周 波数 5MHz 及び 2MHz においては決定係数が大き くなり減衰係数との相関が強くなる。一方、周波数 1MHz では決定係数は小さくなり、相関が弱くなる 傾向である。以上より, 超音波の周波数が比較的大 きく波長が短い場合,結晶粒径や DAS に起因する Rayleigh 散乱が超音波の試験片中での減衰に対し て支配的であると示唆されるが、結晶粒径と DAS のいずれが超音波の減衰により起因するかについて の検討は今後の課題である。

図13及び図14に示す通り,AC4Cの共晶Siのア スペクト比と音速との関係及び,共晶Siの円相当径 と音速との関係の傾向は一致しており,いずれの正 の相関がみられる。各周波数における決定係数は, 共晶Siのアスペクト比と音速との関係の方が大き く、相関が強いためこの関係について考察する。

一般的に、固体材料中における超音波の音速は固 体材料の弾性率の平方根に比例し、下記の式で表さ れることが知られている。

$$v = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \times \sqrt{\frac{(1-\mu)}{(1+\mu)(1-2\mu)}}$$

なお, v: 音速, E: 弾性率, ρ: 密度, μ: ポアソン比

表3 組織パラメータと超音波の波長(単位:mm)

組織パラ	ラメータ	超	音波の波	長
結晶 粒径	DAS	周波数 5MHz	周波数 2MHz	周波数 1MHz
$\begin{array}{c} 0.048 \\ \sim \\ 0.221 \end{array}$	$\begin{array}{c} 0.035\ \sim\ 0.081 \end{array}$	約1.3	約3.1	約5.8



図 11 AC7A の(結晶粒径)^3 と減衰係数との関係



図 12 AC7A の(DAS)^{^3} と減衰係数との関係




図15 振動子径が超音波音場に及ぼす影響

表4 振動子径を決定する場合の留意事項

比較項目	振動子径が 大きいとき	振動子径が 小さいとき	備考	
近距離音場 限界距離	長い	短い	X ₀ =D ² /4λ D:振動子径, λ:波長	
指向性	鋭い	鈍い	指向角 φ ₀ =70×λ/d	
方位(空 間)分解能	遠距離では 良い	近距離では 良い	ビーム幅が 小さいほど良い	
適用範囲	ビーム路程の 長い(試験片 厚が厚い)も のに有利	ビーム路程の 短い(試験片 厚が薄い)も のに有利	_	

また,弾性率 E は繊維強化系材料などの複合材料 において,繊維強化係数を導入することにより下記 の式により表されることが報告されている⁵。

 $E = F \cdot E_f \cdot V_f + E_m \cdot V_m$ なお、f:fiber (繊維),m:matrix (母相) F: 繊維強化効率係数(0~1)

上記の式中で,fは晶出した第2相である共晶Si と置き換え,mは母相であるα-Alとする。AC4Cに おけるAl母相中における共晶Siの形状及び分布状

表5 サンプル毎の各周波数における 近距離音場限界距離

							and much date of a state
合金の種	溶湯如	の理	金型 温度	周波数	音速	波長	近距離音場 限界距離
類	微細化剤	改良処 理剤	(°C)	(MHz)	(m/s)	(mm)	(mm)
	無	-		~	6134	1.23	20.4
	有	-		Э	6254	1.25	20.0
	無	-	000	0	6177	3.09	8.1
	有	-	200	2	6176	3.09	8.1
	無	-		1	5849	5.85	4.3
AC7A	有	-		1	5822	5.82	4.3
	無	-		-	6351	1.27	19.7
	有	-		Э	6365	1.27	19.6
	無	-	20		6300	3.15	7.9
	有	-	30	Z	6293	3.15	7.9
	無	1		1	6200	6.20	4.0
	有	-		1	6206	6.21	4.0
	無	细			6449	1.29	19.4
	有	**		F	6487	1.3	19.3
	無	右		5	6426	1.29	19.5
	有	伯			6484	1.3	19.3
	無	细	200		6388	3.19	7.8
	有	***		2	6410	3.21	7.8
	無	右	200		6365	3.18	7.9
	有	伯			6324	3.16	7.9
	無	细			6033	6.03	4.1
	有	***		1	6075	6.08	4.1
	無	+		1	6043	6.04	4.1
1010	有	伯			5999	6	4.2
AC4C	無	细			6514	1.3	19.2
	有	**		F	6436	1.29	19.4
	無	右		5	6412	1.28	19.5
	有	伯			6447	1.29	19.4
	無	400-			6415	3.21	7.8
	有	**	20	9	6372	3.19	7.8
	無	右	30	4	6332	3.17	7.9
	有	亻			6369	3.18	7.9
	無	钿			6112	6.11	4.1
	有			1	5978	5.98	4.2
	無	右		1	6029	6.03	4.1
	有	有			6052	6.05	4.1

態は複雑であるためFを正確に算出することは困難 であるが、概ねアスペクト比に比例するものと仮定 する。その仮定の下では、共晶Siのアスペクト比が 大きくなると上記の式における繊維強化効率係数F が増加し、次いで弾性率Eも増加すると考えられる。 その結果、音速が増加しアスペクト比と音速との相 関関係に寄与すると考えられる。この関係のさらな る解明については、各供試材の弾性率を把握するこ とにより検討する必要があり今後の課題である。

また、本実験で行った超音波試験の条件のうち探 触子の振動子径と試験片寸法について検討を行う。 一般に周波数が同じで振動子寸法が異なる場合の超 音波の音場の様子を模式的に示すと図 15 のように なる @。また、振動子径を決定する場合の留意事項 を表4に示す @。すなわち、振動子径が大きい場合 は指向性が鋭くなり、近距離ではビーム幅が大きい が、遠距離で超音波ビームはあまり広がらない。一 方、振動子径が小さいと指向性が鈍くなり、近距離 でビーム幅が小さいが、遠距離でビームの広がりが

大きくなり距離によるエコー高さの低下が著しくな る。表5に各試験片の超音波試験結果より算出した 近距離音場限界距離を示す。本実験の試験片の厚さ は約25mmであるため、いずれの周波数を選択した 場合でも試験片の厚さが近距離音場限界距離よりも 厚い。特に、周波数が小さくなるほど(波長が長く なるほど)近距離音場限界距離が短くなり、超音波 の指向性が低下するため,超音波の指向性に起因す る減衰や散乱の影響が無視できないと考えられる。 指向性が高く,近距離音場限界距離の長い、つまり 振動子径の大きい探触子を選択することが望ましい と考えられるが、試験片の幅に対する振動子径が大 きくなると、試験片の端からの超音波の散乱の影響 が避けられないと考えられる。以上のことから試験 片の厚さ及び近距離音場限界距離を考慮した振動子 径の選択を行うことにより,より正確な評価を行え るよう検討することが今後の課題である。

4 結言

- 1) ほぼ単一相からなる AC7A について
- 1-1) α-Alの結晶粒径と超音波の減衰係数との間 に正の相関がみられ、低周波数(長波長) の超音波ほど強い相関となった
- 1-2) DAS と超音波の減衰係数との間にいずれ の周波数でも比較的強い正の相関がみられ た
- 2) ほぼ2相(a-Alおよび共晶 Si)からなる AC4C について
- 2-1) 共晶 Si のアスペクト比と音速との間に超 音波の波長がいずれの周波数でも比較的強 い正の相関がみられた

これらの結果より,構成組織のサイズや第2相の 影響を考慮し、適切な周波数の選択により金属組織 評価としての超音波試験適用の可能性が示唆された。

文 献

- 斎藤壱実,藤野知樹,松木俊朗:山形県工業 技術センター報告,No47(2015)43.
- 2) 齋藤壱実,藤野知樹,高橋俊祐,中野正博, 鈴木剛,松木俊朗,後藤仁,小川聖志,村上 周平:山形県工業技術センター報告, No.49(2017)34.
- H. Yoneyama, S.Shibata, M.Kishigami: Testing of Austenitic Stainless Steel Wel ds, Ninth World Conference on Nondest ructive Testing. Paper 3B-11(1979).
- 4) 横野泰和:溶接学会誌,第62巻(1993)第7号
 523.
- 5) 阿部利彦,王上均,井上克也: 鋳物, 57(1985),6,353
- JWES 接合・溶接技術 Q & A1000, Q03-04-28

スパーク放電発光分光分析の精度向上への取り組み

松木俊朗 後藤仁 高橋俊祐 泉妻孝迪 金田亮 五十嵐渉 佐藤貴仁 齊藤寛史 村上周平

Efforts to Improve Accuracy of Spark Discharge Atomic Emission Spectrometric Analysis

Toshiro MATSUKIHitoshi GOTOShunsuke TAKAHASHITakamichi IZUNOMERyo KANEDAWataru IGARASHITakahiro SATOHiroshi SAITOShuhei MURAKAMI

1 緒 言

スパーク放電発光分光分析法(JIS G 1253¹), 以下固体発光分析と表記)は、固体試料を直接 発光させ金属元素を定量するものであり、高感 度で迅速に分析できる特徴がある。特に、鋳鉄 の材質に大きな影響を及ぼす炭素(C)を分析 できるため、鋳鉄製造現場での成分管理に多用 されているが、一方でCの分析値の妥当性等に 関する技術相談も当センターに度々寄せられて いる。

固体発光分析で精確な分析を行うためには, 検量線の選択,装置の暖機,分析面の研磨とい った装置の管理や分析手順を適切に実施する必 要がある。また,鋳鉄の分析においては試料の 採取方法も重要であり,試料組織の白銑化(チ ル化),すなわち黒鉛を晶出させないことが求め られる²⁾。一方,現場での試料採取時に黒鉛が 晶出し,これが分析値の異常につながる可能性 がある。しかし,鋳鉄の固体発光分析に関する 知見²⁻⁴⁾が少なく,本手法による分析精度や分析 値異常の原因等について十分な情報提供ができ ない状況であった。

そこで、本事業では固体発光分析の技術的課題を調査することを目的とし、分析方法及び試料採取方法の2つの観点から分析の精度向上に取り組んだ。前者については鋳鉄系標準試料の持ち回り分析(ラウンドロビンテスト)、後者については試料採取方法が分析面の組織や炭素分析結果に及ぼす影響の調査を実施した。

2 実験方法

2.1 鋳鉄系標準試料の持ち回り分析

持ち回り分析は,山形県内企業の協力により, 当センターで用意した市販の標準試料を各社が 所有する固体発光分析装置で分析する方法で実 施した。表1に持ち回り分析に使用した標準試 料の代表的な化学成分を示す。標準試料は低合 金系及び高合金系のねずみ鋳鉄(FC),球状黒 鉛鋳鉄(FCD)の3種類に大別される。これら の試料は,分析前日又は当日にジルコニア-ア

表1標準試料の化学成分

材质	No	化学成分, mass% (各標準試料分析表の表示値)											
17 頁	INO.	C	Si	Mn	Р	S	Cr	Cu	Ni	Mo	Mg	Fe	元
ねずみ鋳鉄	FC-T1	3.15	1.91	0.68	0.102	0.091	—	—	—		—	(Val.)	T74-
(低合金系)	FC-T2	3.63	2.06	0.49	0.121	0.026	—	-	—	_	_	(Val.)	
	FC-B1	1.916	1.300	1.798	0.0453	0.0724	0.0794	0.0117	0.205	0.0342	—	(Val.)	B社
ねずみ鋳鉄	FC-M1	2.91	1.49	1.350	0.102	0.057	0.250	0.132	0.557	0.0278	—	(Val.)	
	FC-M2	1.86	2.92	0.493	0.108	0.098	1.531	0.345	2.02	0.101	—	(Val.)	
(高合金系)	FC-M3	3.24	0.604	2.214	0.0587	0.0081	0.61	0.072	0.0273	0.0401	-	(Val.)	M社
	FC-M4	3.408	0.849	0.447	0.451	0.201	2.02	0.295	3.20	0.216	—	(Val.)	
	FC-M5	3.24	1.462	1.886	0.069	0.0260	1.206	0.581	2.79	0.155	—	(Val.)	
	FCD-T1	(3.70)	(2.40)	(0.24)	(0.029)	(0.013)	_	(0.76)	—		0.028	(Val.)	T社
球状黒鉛	FCD-B1	3.599	1.763	0.106	_	-	0.102	0.0581	1.709	0.0979	0.0838	(Val.)	
鋳鉄	FCD-B2	3.724	1.400	0.712	—	-	0.962	0.751	0.097	0.0193	0.0116	(Val.)	B社
	FCD-B3	2.955	2.201	0.523	—	—	0.214	0.194	0.473	0.0550	0.0224	(Val.)	

【平成 29~30 年度 自動車キーテクノロジー支援研究開発事業 鋳鉄製造現場における固体発光分析の精度 向上】 ルミナ系の研磨ベルト(#80)で研磨して分析に 供した。また、一部の分析試料は現場のアルミ ナ系ベルトで再研磨したが、主要元素の分析結 果に差が生じないことを確認している。

標準試料の分析に使用する検量線の設定や分 析前の精度確認,分析手順については各社の通 常の方法で実施した。また,使用した分析装置 の製造メーカは3社であったが,メーカ及び機 種間の比較を目的としないため,本報告では非 開示とする。得られた結果については,元素ご とに各社の装置での分析値と標準試料の定量値 の差(以下「標準試料値との差」と表記)を求 め,含有量や合金元素が分析結果に及ぼす影響 を調べた。

2.2 試料採取方法が分析面の組織や炭素分 析結果に及ぼす影響

2.1 の持ち回り分析に併せて各社の現場で採取した試料を調査したところ,球状黒鉛鋳鉄 (FCD)の球状化処理後の試料で,固体発光分析による炭素の分析値が当センターでの定量値より低くなる場合があり,その原因として試料 分析面の黒鉛の存在が予想された。そこで、当 センターの溶解炉を用いて種々の条件で試料を 採取し、試料採取方法が試料の黒鉛組織や固体 発光分析による炭素分析結果に及ぼす影響を調 べた。

図1に分析試料の採取に用いた金型の概要を 示す。金型は上型,下型とも炭素鋼(S50C)製 とした。上型は左右2分割構造で,分析面近傍 の凝固挙動を変えることを目的として,分析面 の厚さを5mm,7.5mm,10mmの3種類とした。 下型は160mm×160mm×15mmの平板とした。な お,注湯時の湯流れを整えるため一部の上型の 上に湯口型(CO2型)を配置するとともに,湯 口径を5mm,20mmと変えて影響を比較した。

試料の化学成分は FCD450 相当の球状黒鉛鋳 鉄を主体として表2の範囲で作製し,そのうち 成分が同等(Fe-3.6%C-2.6%Si-0.3%Mn)の8試 料を「基本成分」として試料採取条件等の比較 に用いた。溶解には誘導溶解炉(9.9kHz,50kW) を用い,銑鉄,電解鉄,合金鉄等を配合して元 湯を調製した後,一部の溶解ロットを除きサン







(b) 上型外観(左右分割)図1 試料採取金型の概要

(c) 型の設置状況

表	2	採取	した試料の化学成分

				化学成分, mass%									
				С	Si	Mn	Р	S	Mg	Fe			
		Δt	最大値	3.81	2.65	0.31	0.060	0.010	0.040	Val.			
		£.14	最小值	3.38	2.36	0.27	0.013	0.008	0.021	Val.			
球状化		湯口径 5mm	φ5-1	3.54	2.61	0.29	0.049	0.008	0.028	Val.			
			φ5-2	3.55	2.66	0.29	0.051	0.008	0.029	Val.			
1L 仮几			φ5-3	3.62	2.55	0.27	0.059	0.009	0.028	Val.			
定理	基本		φ5-4	3.67	2.57	0.28	0.060	0.009	0.027	Val.			
あ	成分		φ5-5	3.67	2.60	0.31	0.050	0.008	0.031	Val.			
Ŋ		油口次	φ20-1	3.59	2.63	0.29	0.047	0.008	0.028	Val.			
		////////////////////////////////////	ф20-2	3.63	2.52	0.32	0.051	0.008	0.030	Val.			
		2011111	φ20-3	3.65	2.64	0.28	0.048	0.008	0.021	Val.			
球状化処理なし 0%Mg			3.57	2.63	0.30	0.040	0.009	0.000	Val.				

ドイッチ法による球状化処理(Fe-45mass%Si(以 下 mass は省略)-4%Mg 合金添加)を行った後, 40℃に予熱した金型に注湯した。

採取した試料は、分析面をジルコニアーアル ミナ系の研磨ベルト(#80)で0.2mm 程度研磨 した後、固体発光分析装置(アメテック社製、 SPECTRO LAB,地方独立行政法人岩手県工業 技術センター所有)で分析した。この際、試料 の分析位置による影響を調べるため、図2に示 すとおり1試料につき分析面のI中心部、II外 周(金型内部)、III外周(金型分割面)の3箇所 で分析した。各試料は、当センターで燃焼ー赤 外線吸収法による炭素の定量分析を行い、固体 発光分析値と定量値との差(以下、分析値の差 と表記)を評価した。さらに、分析を行った面 を研磨し、各分析位置近傍の顕微鏡観察及び画 像処理により黒鉛面積率(3視野平均)を求め、 組織と分析値との関係を調べた。

3 実験結果および考察

3.1 鋳鉄系標準試料の持ち回り分析

図3に標準試料の炭素(C)分析結果を示す。 図3(a)は標準試料値との差とCの含有量との関 係を示すが、図より明確な傾向は見られない。 一方,図3(b)のように標準試料の種類ごとに示 すと、低合金系 FC 及び FCD では標準試料値と の差が±0.1 ポイント程度に収まるが、一部の高 合金系 FC (FC-M2~M5) では分析値が各社共 通して高めとなる傾向が見られる。高合金系 FC で標準試料値との差が大きくなる原因として, 含有する合金元素が放電時のCの蒸発量に影響 を及ぼすことが考えられるが、その原因となる 元素は現時点では不明である。今回、持ち回り 分析を行った各社では、基本的に低合金系の鋳 鉄を製造しており,検量線も低合金系の標準試 料を用いて作成している。したがって, 高合金 系鋳鉄のCを分析する際は新たに検量線を作成 する必要があると考えられる。

図4にけい素(Si)の分析結果を示す。Siの 含有量が2.5%までは標準試料値との差が±0.1 ポイントに収まり、合金元素による影響はCと 比較して小さい。図5にマンガン(Mn)の分析 結果を示す。Mnの含有量が通常の操業で用い られる1%程度までは標準試料値との差は小さ いが、1%を超えるとばらつきが大きくなる。こ



-36-

れは,装置の設定として低含有量向け(高感度) の分析波長を選択していることや,検量線を外 挿して分析値を求めている場合があるためと考 えられる。この傾向はクロム(Cr),ニッケル(Ni), 銅(Cu)でも共通であり,これらの元素を多く 含む鋳鉄材料を分析する場合は,装置の構成や 検量線を適切に選択,設定する必要があると考 えられる。

なお,企業ごとに標準試料値との差を見ると, 各社ともずれ方向や幅に傾向があり,ばらつき は小さい(個別のデータは非開示とする)。した がって,装置の状態や基本的な分析手順は適切 に管理されており,各社で通常製造している成 分範囲で,分析精度は良好と評価できる。

3.2 試料採取方法が分析面の組織や炭素分 析結果に及ぼす影響

図6に,作製した金型で採取した試料につい て,炭素の分析値の差に及ぼす黒鉛面積率の影 響を示す。黒鉛面積率の増加に伴い分析値の差 が低下,すなわち固体発光分析によるC分析値 が低くなる。固体発光分析では,本来,試料中 のCは炭化物(セメンタイト)として存在する ことが必要とされるが,一部のCが黒鉛となる ことで分析時の放電が選択的となり⁴⁾, Cの情 報の一部が失われたことが分析値低下の原因と 考えられる。

球状化処理の影響については、球状化処理を 行わない試料(0%Mg)では黒鉛面積率が小さ く、分析値の差も0.05 ポイント以下となるが、 球状化処理を行った試料のほとんどでこの水準 を上回る。また、基本成分の試料について湯口 径の影響を比較すると、金型の開口部と同じ湯 口径20mmの試料では黒鉛面積率及び分析値の 差がともに大きいが、湯口径が細い5mmの試 料ではいずれも小さい傾向となる。

分析位置の影響として,図7に採取試料の分 析位置近傍の組織写真の例を,表3に基本成分 試料の黒鉛面積率及び炭素分析結果を示す。湯 口径 5mm 試料では分析面の厚さにかかわらず 試料中心部で黒鉛面積率,分析値の差ともに小 さく,湯口径 20mm 試料では逆に試料外周部で 黒鉛面積率,分析値の差ともに小さい傾向とな る。なお,分析面の厚さについては,薄いほど 黒鉛面積率及び分析値の差が小さい傾向もみら れるが,分析位置と比較してその影響は小さい。



さらに,図8に湯口径 5mm 及び 20mm の溶 解ロット1回分について分析試料の断面の組織 観察を行い,黒鉛面積率と分析面からの距離(深 さ)との関係を調べた結果を示す。試料内部で も全体的に湯口径 5mm 試料で黒鉛量が少なく, 中心部と外周部の黒鉛面積率の大小も湯口径



図7 採取試料のミクロ組織の例(分析面厚さ5mm, エッチング無し)

表3 黒鉛面積率及び炭素分析値の差に及ぼす分析位置の影響

(a) 湯口径 5mm 試料

(b) 湯口径 2	0mm 試彩	ł
-----------	--------	---

							_							
N 5		分析面の厚さ					N 2	分析面の厚さ						
IN=3	5n	nm	nm 7.5mm		101	mm		N=3	5n	nm	7.5	mm	10	mm
分析 位置	黒鉛 面積率 %	分析値 の差 %point	黒鉛 面積率 %	分析値 の差 %point	黒鉛 面積率 %	分析値 の差 %point		分析 位置	黒鉛 面積率 %	分析値 の差 %point	黒鉛 面積率 %	分析値 の差 %point	黒鉛 面積率 %	分析値 の差 %point
I 中心	0.44 (0.12)	-0.09 (0.01)	0.51 (0.10)	-0.11 (0.03)	0.67 (0.22)	-0.12 (0.01)		I 中心	1.33 (0.55)	-0.22 (0.06)	1.99 (0.54)	-0.33 (0.09)	1.61 (0.48)	-0.27 (0.06)
Ⅱ外周 (内部)	0.84 (0.14)	-0.13 (0.07)	0.99 (0.36)	-0.16 (0.03)	1.09 (0.48)	-0.17 (0.07)	-	Ⅱ 外周 (内部)	1.13 (0.33)	-0.21 (0.06)	1.50 (0.17)	-0.25 (0.04)	1.70 (0.37)	-0.28 (0.02)
Ⅲ 外周 (分割面)	0.95 (0.19)	-0.16 (0.05)	0.95 (0.17)	-0.16 (0.03)	0.92 (0.22)	-0.16 (0.03)	_	Ⅲ 外周 (分割面)	0.71 (0.28)	-0.14 (0.02)	1.18 (0.12)	-0.20 (0.01)	1.36 (0.28)	-0.28 (0.05)





図8 分析面からの距離による黒鉛面積率の変化

5mm と 20mm で逆の傾向となる。さらに,湯口 径 20mm 試料では分析面からの距離に伴って黒 鉛面積率が増加するのに対し,湯口径 5mm 試 料では分析面から 0.5mm まで黒鉛面積率の変 化が小さい。このことから,湯口径 5mm 試料 では,分析前の試料研磨量(深さ)がばらつい た場合でも,分析結果に及ぼす影響が小さいこ とが期待される。

以上の結果より,本研究で得られた試料の黒 鉛面積率及び炭素分析結果に対しては,試料採 取における湯口径の影響が大きい。これは,金 型内部での湯流れが黒鉛の核生成を含めた試料 の凝固挙動に影響することを示唆するものであ る。特に,分析精度を向上させるためには,試 料の黒鉛量の低減及びばらつきの抑制が重要で あり,湯口径を小さくすることが有効である。 現場的には,金型開口部の中心に湯を細く注ぐ といった作業も有効と考えられる。

一方、今回の実験条件では球状化処理後の試 料の黒鉛が皆無にはならず, 最適条件と考えら れる湯口径 5mm 試料の中心部でも C の分析値 に約 0.1 ポイントの差が生じた。当該試料では 黒鉛面積率や分析値の差のばらつきが比較的小 さいことから, 差分を補正することで定量値を 求めることは可能と考えられる。しかし、先述 のとおり注湯条件の違いが組織や分析結果に大 きく影響することを考慮すると, 固体発光分析 のみでは球状黒鉛鋳鉄のC量を正しく把握でき ない可能性がある。特に,成分が過共晶(C過 剰) で浮上黒鉛等の組織不良が発生する場合で も,分析試料に黒鉛が存在することで見かけの C 分析値が低下し、あたかも正常な値が表示さ れる例もある。したがって, 必要に応じて熱分 析や球状化処理前の固体発光分析の比較や、分 析試料の組織観察,燃焼法による確認分析など を併用することが望ましいと考えられる。

また,試料の分析位置により黒鉛面積率に違いが出る要因は今後の検討課題である。特に, 湯口径 5mm 試料で肉厚の大きい中心部の黒鉛 が少ない点については,本来白銑化のために急 冷が必要である²⁾ことを踏まえると特異な現象 と考えられる。上記のとおり湯流れが関係する とすれば,金型の噴流式水冷管で吐出口の先で 水流のよどみが生じる現象⁵⁾と同様に,湯口の 直下で溶湯のよどみが発生し流速が低下するこ とで黒鉛の核生成が低減された可能性があり, 確認実験を含めたより詳細な検討が必要である。

4 結 言

固体発光分析の精度向上を目的として技術的 課題を調査した結果,以下の知見が得られた。

- 標準試料の分析において、各社で通常製造している成分範囲での分析精度は良好である。
- 試料分析面の黒鉛面積率増加に伴い,固体発 光分析による炭素分析値は低下する。
- 3) 球状黒鉛鋳鉄の試料採取における注湯方法 及び分析位置は,試料の黒鉛面積率及び炭素 分析結果に大きく影響する。

以上の結果より,現場分析の精度に対しては 試料採取作業の影響が大きく,精度向上のため には注湯作業のばらつきを低減することが有効 である。

謝 辞

本研究の実施にあたりご協力いただいた下記 の企業及び試験機関の皆さまに心より感謝申し 上げます(順不同)。

新井産業株式会社様 カクチョウ株式会社様 株式会社キリウ山形様 株式会社柴田製作所様 株式会社ソーカ様 ティービーアール株式会社様 株式会社ハッピープロダクツ様 北榮鐵工株式会社様 マーレエンジンコンポーネンツジャパン株式 会社山形工場様 株式会社槙本鋳造所様

有限会社渡辺鋳造所様

地方独立行政法人岩手県工業技術センター様

文 献

- JIS G 1253: 鉄及び鋼-スパーク放電発光分 光分析方法(2002).
- 家本昭,玉理博,奥山敬:分光研究, 16(1967)7.
- 3) 浅見尚義: 鋳造工学, 72(2000)141.
- 4) 菅野利猛: 鋳造工学, 75(2003)647.
- 与漢宗,内田敏夫,安斎浩一,新山英輔:鋳 物,65(1993)41.

-39-

県オリジナル酵母の開発と県産米とのマッチング研究

工藤晋平 長谷川悠太 村岡義之 石垣浩佳

Development of prefecture original Yeasts and explication of relationship with rice made in a prefecture

Shinpei KUDO Yuta HASEGAWA Yoshiyuki MURAOKA Hiroyoshi ISHIGAKI

1 緒 言

これまで,県が主体となり開発してきた山形 酵母*は,低温発酵性に優れた吟醸酵母や,吟醸 香を高生産する酵母など多種多様である。吟醸 酵母は発酵力が強く,キレの良い酒質になるこ とから様々な県産酒に利用されているが,オフ フレーバーとして認識される酢酸エチルを多く 生産しやすいマイナス面があり,また吟醸香を 高生産する酵母は発酵力が弱い等の課題がある。 そのため,県内蔵元からは新しい山形酵母を要 望する声があがっていた。

一方,酒造好適米「雪女神」は、大粒、低タ ンパク性等の優れた特性から、生成酒は"きれい" で"キレ"のある酒質になりやすい特徴があり¹⁾, 主に純米大吟醸酒での製品化が進んでいる。今 後「雪女神」を使用した製品の品質向上に向け, 発酵力が強く、バランスの良い吟醸香を生産す る酵母の開発が求められている。

本研究では、山形酵母と協会酵母**を親株に 用い,新たな高香気生産性酵母の取得を試みた。 小仕込み試験等による酵母の分離後、原料米に

「雪女神」を用いて純米大吟醸酒の試験醸造を 行い,官能評価などの結果を踏まえ,雪女神に マッチする酵母を選抜した。

*山形酵母:山形県で開発したオリジナル清酒 酵母の総称(頒布株数 10 株)

**協会酵母:(公財)日本醸造協会が頒布する 酵母の総称(協会6号から19号まで現在頒布 中)

2 実験方法

2.1 変異株の取得

新酵母の取得には,発酵力の強い山形酵母 NF-KA と低酸性酵母である協会酵母 1001 号 (K1001)の2株を親株として使用した。これ らを10mlの麹汁培地(ボーメ 6.5)に植菌し25℃ で3日間培養した後,後藤らの報告²⁾を基に, 集菌,洗浄した酵母をEMS (Ethyl Methanesulfonate) 0.15mlを含む 0.1M リン酸緩 衝液 (pH 6.8) 5ml に懸濁し, 30°C, 45min 振 とうし,変異処理を行った。その後, 50mM の セルレニンを加えた SD 寒天培地 (0.67% yeast nitrogen base w/o amino acid, 2% glucose, 2% agar) に適量を塗布し, 30°Cで4日間培養した。SD 寒天培地に生育したコロニーより,生育の旺盛 な変異株を一次選抜株として釣菌し,発酵試験 に供した。

2.2 発酵試験

得られた変異株について, 麹汁培地(ボーメ 6.5)による簡易な発酵試験を実施した。はじめ に, 麹汁培地 10ml に接種し, 25℃で1週間静 置培養を行い, アルコール生成量を測定した。 発酵試験は再現性の確認のため2回行い, 高ア ルコール生成株を選抜後, 麹汁培地 100ml に接 種し, 25℃で1週間静置培養した。発酵終了後, ヘッドスペースガスクロマトグラフィー

 (HSGC) 分析を行った。吟醸香成分である酢酸イソアミル,カプロン酸エチル濃度を測定し, 適度な吟醸香を生産する酵母を二次選抜株とした。HSGC 分析は Agilent 社製 Agilent7890,カラムは島津製作所製 CBP-20 を用いて行った。 HSGC 分析条件は**表1**の通りである。

表1 HSGC 分析条件

試料	0.9ml				
内部標準	カプロン酸メチル				
	0.1ml				
試料温度	$50^{\circ}\mathrm{C}$				
平衡化時間	30min				
GC 注入量	1ml				

-40-

次に、二次選抜した株による精米歩合 40%の「雪女神」を用いた総米 100gの発酵試験を行った。試験には乾燥麹(徳島製麹製 T-70)を使用し、酵母仕込みによる1段仕込みで、発酵温度は 15℃で一定とした。発酵終了後に遠心分離を行い、得られた生成酒は一般成分分析、HSGC分析に供し酵母の選抜を行った。

2.3 小仕込み試験

選抜酵母と酒米とのマッチングを確認するため、精米歩合40%の「雪女神」を用いた総米1kg 及び3kgの小仕込み試験を行った。試験は、酒 母省略の酵母仕込みで、3段仕込みとした。発 酵温度は、添を12℃、踊を13℃、仲、留をそ れぞれ9℃、7℃で行い、留後0.5℃/日ずつ温度 を上げ11.5℃を最高温度とした。発酵終了後に 遠心分離を行い、得られた生成酒を一般成分分 析、HSGC分析に供した。

2.4 試験醸造

県内企業での利用を想定し、実現場での製造 規模に近い、総米 120kg 及び 600kg での試験醸 造を行った(表 2, 3)。添を 12℃、踊を 13℃、 仲、留をそれぞれ 9℃、6℃を目標温度とし、最 高温度 12℃で発酵させた。アルコール 12~13% 生成したのち、徐々に温度降下を図り上槽を行 った。得られた生成酒を一般成分分析、HSGC 分析、官能評価に供した。

				0	
	酒母	添	添	留	合計
総米, kg	8	20	36	56	120
蒸米, kg	5	14	29	47	95
麹米, kg	3	6	7	9	25
汲水, L	9	20	46	93	168

表2 仕込み配合(総米120kg)

	酒母	添	仲	留	合計
総米, kg	36	100	184	280	600
蒸米, kg	24	70	146	235	475
麹米, kg	12	30	38	45	125
汲水, L	43	100	230	467	840

表3 仕込み配合(総米 600kg)

3 実験結果および考察

3.1 変異株の取得

まず, NF-KA, K1001 を EMS 処理後, セル



図1 コロニーの生育の様子

レニンを含む SD 寒天培地に塗布した結果,大 小のコロニーがプレート1枚あたり70~80個生 育した(図1)。これまでの研究から,小さいコ ロニーが香りに特徴がある可能性は高かったが, 本研究では発酵力を重視するため,形状の大き いコロニーを釣菌し,NF-KA,K1001からそれ ぞれ128株ずつ分離し,一次選抜株とした。

3.2 発酵試験

選抜した酵母による 10ml 麹汁培地での発酵 試験後,アルコールの生成量を測定した。アル コールの生成量は 3.5%~7.0%までばらつきがあ ったが,再現良くアルコールを 6.5%以上生成し た株を NF-KA, K1001 の変異体から,それぞれ 21 株, 13 株選抜した。

さらに、選抜した株を用いた 100ml 麹汁培地 での発酵試験後、HSGC 分析により香気成分濃 度を測定した(表 4)。酢酸イソアミルは 0.2~1ppm と分離株間で5倍の差が見られたが、 カプロン酸エチルはほとんど生成しないものか ら2ppm 近く生成するものまで大きな差が見ら れた。飲用適性(香味バランス)を考慮し、一 つのエステルが突出しないよう酢酸イソアミル を0.4ppm、カプロン酸エチルを1ppm 以上生成 する株を10株選抜し、二次選抜株とした。

次に,二次選抜した 10 株を用いて,「雪女神」 を使用した総米 100g の発酵試験を行った。発酵 開始後 2 週間で多くの株はアルコールを 13%以 上生成したが,酵母の増殖速度が緩慢なためア ルコール生成が遅く,アルコール耐性が低い酵 母もあった。3 週間の発酵終了後,一般成分分 析の結果から,アルコールを 17%以上生成し た 5 株を有望株とし,また HSGC 分析により酢

【平成 28~30 年度 技術開発・改善事業事業 研究課題】

表 4	HSGC	分析結果	(麹汁培地	100ml)
-----	------	------	-------	--------

カブ

ロン酸

エチル

0.0

酢酸

イソ

アミル

0.9

NK-2

 酢酸
 カブ

 イソ
 ロン酸

 アミル
 エチル

 NK-57
 0.4

 1.6
 酒度

 NK-59
 0.3

 1.4
 NK-20

NK-4	0.3	1.2	NK-59	0.3	1.4
NK-13	0.3	0.9	NK-62	0.3	1.2
NK-17	0.3	1.7	NK-64	0.5	1.6
NK-20	0.4	1.5	1001-9	0.5	1.6
NK-22	0.3	1.3	1001-10	0.4	1.2
NK-29	0.4	1.3	1001-13	0.9	0.0
NK-30	0.3	1.3	1001-15	0.4	1.2
NK-33	0.3	1.1	1001-18	1.0	0.0
NK-34	0.3	1.2	1001-19	0.7	0.0
NK-35	0.2	1.2	1001-23	0.3	1.1
NK-36	0.8	0.0	1001-34	0.5	1.3
NK-40	0.4	1.7	1001-38	0.7	0.0
NK-42	0.5	1.2	1001-43	0.7	0.0
NK-44	0.5	1.3	1001-45	0.5	0.0
NK-55	0.5	1.6	1001-48	0.3	1.8
NK-56	0.6	1.2	1001-50	0.3	1.1

表5 発酵試験結果(総米100g)

一般成分分析結果

	日本 酒度	アルコール (%)	酸度 (ml)	アミノ 酸度 (ml)
NK-20	-8	15.9	2.7	2.5
NK-29	+1	17.7	2.1	2.0
NK-42	+1	18.0	1.9	2.1
NK-44	-5	15.6	2.2	1.9
NK-55	-8	16.0	2.1	1.9
NK-56	-4	16.5	2.2	1.8
NK-64	+1	17.7	1.9	2.1
1001-9	-1	17.3	1.8	1.8
1001-10	-1	16.8	1.8	1.6
1001-34	+1	17.2	2.0	1.6

HSGC 分析結果

	酢酸	酢酸	カプロン酸
	エチル	イソアミル	エチル
NK-20	20.2	1.3	2.5
NK-29	60.5	2.5	1.9
NK-42	71.9	2.8	3.1
NK-44	17.5	1.1	2.3
NK-55	17.3	1.1	2.5
NK-56	28.1	1.3	2.3
NK-64	48.3	2.0	3.3
1001-9	44.8	2.3	6.8
1001-10	33.8	1.8	3.9
1001-34	47.7	2.3	4.5

(ppm)

表6 小仕込み試験結果(総米1kg)

	日本 酒度	アルコール (%)	酸度 (ml)	アミノ 酸度 (ml)
NK-42	+1	18.1	2.0	1.5
NK-64	-4	17.1	2.0	1.5
1001-9	-4	17.4	2.0	1.4
1001-34	-5	17.4	2.1	1.3

のアルコール生成がやや優れているように見えた。また、上槽後の一般成分分析、HSGC分析、 官能評価においても差が見られなかったため、2 株とも最終選抜株とした(**表**7)。

(ppm)

酸イソアミルを 2ppm 以上,カプロン酸エチル を 3ppm 以上生成した NK-42,NK-64 (親 株:NF-KA),1001-9,1001-34 (親株:K1001)の 4 株を選抜した (**表**5)。

3.3 小仕込み試験

精米歩合 40%の「雪女神」を使用した総米 1 kgの小仕込み試験を行った。留後 11 日目に最高 温度 11.5℃とし、15 日目から温度を徐々に下げ 27 日目に上槽を行った。14 日目のアルコール生 成量は、1001-34 だけが 10%台とやや発酵が遅 れていた。NK-42 はもろみ後半の発酵力も強く、 上槽時アルコールが唯一 18%台となった。発酵 経過、一般成分分析値及び、官能評価が優れて いた NK-42、1001-9 の 2 株を有望株として選抜 した(**表**6)。

選抜した2株を用いて総米3kgの小仕込み試 験を行った。留後11日目に最高温度11.5℃とし、 14日目から温度を徐々に下げ26日目に上槽を 行った。発酵期間中2株とも同じような発酵経 過となり、大きな差は見られなかったが、NK-42 は1kgでの小仕込み試験と同様に、もろみ後半

表7 試験醸造結果(総米3kg) 一般成分分析

MX MX JJ JJ W					
酵母	日本 酒度	アルコール (%)	酸度 (ml)	アミノ 酸度 (ml)	
NK-42	-2	17.6	1.8	1.2	
1001-9	-1	17.4	1.8	1.1	

HSGC 分析

酵母	酢酸イソアミル	カプロン酸エチル
NK-42	2.7	7.5
1001-9	2.4	8.4

表 9 試験醸造結果(総米 600kg) 酒母使用時成分

年度	酵母	ボーメ	アル コール (%)	酸度 (ml)	アミノ 酸度 (ml)
H28	1001-9 NF-Y-1*	6.0	10.6	6.0	0.6
H29	1001-9 NF-KA	7.2	10.1	5.7	0.7
	1001-9	7.4	9.0	5.8	0.5
H30	1001-9 NF-KA	7.7	8.3	5.2	0.6

(ppm)

3.4 試験醸造

精米歩合 40%の「雪女神」を使用した総米 120kgの試験醸造を行い,選抜した 2 つの酵母 を比較した。留後 12 日目に最高品温とし、アル コールを 14%生成した後に温度降下を図った。 上槽は NK-42 が 28 日目、1001-9 は 26 日目で行 った。発酵中盤から NK-42 はアミノ酸がやや増 え始め、上槽時も 1001-9 に比べ高くなった(表 8)。1001-9 はアルコールが 15%を超えた後も順 調に発酵し、そのためもろみ期間がやや短くな った。HSGC 分析の結果では、NK-42 で酢酸イ ソアミルとカプロン酸エチルの生成量の差が大 きいのに比べ、1001-9 はバランスが取れていた。 官能評価で香味のバランスが優れていた 1001-9 株が好評価であったため、1001-9 株を選抜株と し、総米 600 kgの試験醸造に供した。

表8 試験醸造結果(総米120kg)

一般成分分析				
酵母	日本 酒度	アルコール (%)	酸度 (ml)	アミノ 酸度(ml)
NK-42	+1	16.3	1.5	1.1
1001-9	-2	16.6	1.5	1.0

酵母	酢酸イソアミル	カプロン酸エチル
NK-42	1.1	6.3
1001-9	1.8	5.7

(ppm)

生成酒の一般成分分析

*NF-Y-1:純米酒用山形酵母

年 度	酵母	日本 酒度	アル コール (%)	酸度 (ml)	アミノ 酸度 (ml)
H28	1001-9 NF-Y-1	-0.5	16.8	1.3	1.0
H29	1001-9 NF-KA	-3	16.5	1.3	0.8
	1001-9	+1	16.3	1.5	0.6
H30	1001-9 NF-KA	+3	16.7	1.6	0.9

HSGC 分析

年度	酵母	酢酸 イソアミル	カプロン酸 エチル
H28	1001-9, NF-Y-1	1.9	4.9
H29	1001-9, NF-KA	1.9	6.9
1190	1001-9	2.0	6.8
H30	1001-9, NF-KA	1.8	6.1

(ppm)

総米 600 kgの試験醸造は再現性を見る目的 で3年間実施し,企業での様々な利用方法を踏 まえ,発酵力の優れた山形酵母とのブレンド試 験なども行った。結果を表9に示す。酒母は3 日目から暖気を入れ,ボーメが9前後で酛分け を行い,枯らしは1~2日とした。もろみの最高 品温は約12℃とし、アルコールを13%生成した 後に温度降下を図った。高香気性吟醸酵母によ くみられる発酵初期の停滞もなく,順調に発酵 が進んだ。供試した原料米が溶けにくい年(平 成28,30度産)もあり,酒母使用時のボーメや 生成酒の日本酒度,発酵経過にはややバラつき が見られた。特に平成30年は,原料米が溶けに くく、もろみ後半にアルコールの生成が鈍くな ったため,発酵期間が延びた。しかし,いずれ の年においても、もろみ後半のアミノ酸量の増 加は見られず、十分なアルコール量を生成し、 1001-9株の単独の使用でも発酵力には問題がな いことが確認できた。香気成分はカプロン酸エ チルのみが突出することなく、酢酸イソアミル とのバランスも良く、生成酒は香味バランスの とれた良好な酒質であった。

生成した試験醸造酒を用いて、日本酒愛好 家対象のイベント会場における試飲調査を行 い、一般消費者の評価をみた。その結果、"美 味しい"と回答した方が6割を超え、またコメ ントでも"キレがある"、"バランスが良い"と の好評を得た(図2)。



また, 選抜した 1001-9 株については平成 30 年度から技術移転を行っており, 県内企業 2 社で製品化された。

4 結 言

本研究で得られた知見は以下のとおり。 1)「雪女神」用の酵母を取得し、これを用いて 試醸した純米大吟醸酒は好評価を得た。 2)開発酵母の技術移転を行い、県内 2 社で 1001-9株を使用した製品を商品化した。

文 献

 1)工藤晋平,長俊広,村岡義之,石垣浩佳: 山形県工業技術センター報告,No.48 (2016)
 78

2)後藤奈美,劉宏芳,石川雄章,岡崎直人:
 J.Brew.Soc.Japan, Vol95 (2000) 533

フェーズドアレイ超音波探傷法を用いた鋳鉄内部欠陥評価法の確立

鈴木剛 松木俊朗 齋藤壱実

Establishment of evaluation method for internal defects in cast iron using phased array ultrasonic testing Takeshi SUZUKI Toshiro MATSUKI Kazumi SAITO

1 緒 言

金属製品や素材の内部欠陥評価は, エックス 線を用いた放射線透過試験や超音波を用いた超 音波探傷試験が用いられている。これまでの超 音波探傷試験は、使用する超音波探触子一つに 一つの振動子を配置し、試験体に送受信を行っ て得られた超音波の波形(基本表示, A スコー プ表示)から探傷結果を求めている。近年,超 音波探触子に多数の振動子をアレイ状に配置し 検査結果を画像化(Bスコープ表示)するフェ ーズドアレイ超音波探傷法(以下, PAUT 法と 表記)が実用化され、鉄鋼材料の検査や溶接部 の検査に利用するための研究1)2)が行われてい る。PAUT 法は波形のみの評価である一般探傷 に比べ、探傷結果を画像で評価できるため直感 的な評価が可能であり, 今後, 工業分野で普及 が進むと考えられる。

本研究では検査対象素材に鋳鉄を選定した。 これまでも鋳鉄材中の内部欠陥評価には超音波 探傷法が用いられてきたが、PAUT 法を用いた 検査事例は少なく、研究として実施した事例も 無い。そこで、本研究では鋳鉄内部に配置した 欠陥寸法の正確な測定を目的として、PAUT 法 を用いて内部欠陥の探傷実験を行った。材質及 び金属組織、探傷条件の違いによる測定結果へ の影響を調査し、材質ごとの最適な探傷条件の 検討を行った。

2 実験方法

2.1 鋳鉄試験体および超音波試験体の作製

本実験では鋳鉄中の黒鉛形状と基地組織の違いが PAUT 法に及ぼす影響を確認し、それぞれの材質における最適な探傷方法を確立するため、 材質の異なる5種類の鋳鉄試験体を作製した。

鋳造で作製した鋳鉄試験体は片状黒鉛鋳鉄材 (以下,FC材と表記),芋虫状黒鉛鋳鉄材(以 下,FCV材と表記),球状黒鉛鋳鉄材(以下,FCD 材と表記)で、その内、FCV 材と FCD 材のそ れぞれ1体について、基地組織をパーライト地 からフェライト地にする熱処理を行った(以下、 FCV 材でフェライト化熱処理を行った試験体 を FCV 材-FE, FCD 材でフェライト化熱処理を 行った試験体を FCD 材-FE と表記)。

鋳造鋳型はY形供試材C号鋳型を用い,未加 工の素材に熱処理を行った。図1に本実験で用 いたY形供試材C号鋳型と作製した鋳鉄試験体 の写真を示す。

作製したそれぞれの鋳鉄試験体から,機械的 性質を調査するための引張試験片と,超音波試 験体を作製した。引張試験片は平行部の径 10mmの14A号とした。FC材とFCD材からは 2本,FCV材からは3本作製し引張試験を行っ た。

超音波試験体は,鋳鉄試験体下側半分から 80mm×50mm×100mm の直方体を切り出し, 80mm×50mm の面を探傷面と底面とし,底面に は直径 8mm と直径 3mm,深さ 5mm の平底穴を



図1 Y形供試材C号鋳型と鋳鉄試験体



図2 超音波試験体の切り出し位置と寸法

加工した。探傷面と底面は機械加工及び研磨を 行い平面に仕上げた。図2に鋳鉄試験体から超 音波試験体を作製した位置の模式図を示す。

また,各鋳鉄試験体から金属組織観察用試験 片を採取し金属組織試験を行い,ブリネル硬度 計で硬さ試験を実施した。

2.2 超音波探傷試験

超音波探傷試験は、PAUT 法および一般探傷 法により、各超音波試験体における音速の測定 と、PAUT 法による超音波試験体平底穴の観察 を行った。また、作製した超音波試験体の観察 結果と比較するため、PAUT 法により JISZ2345 「超音波探傷試験用標準試験片」G 形標準試験 片 STB-G V15-5.6, V15-4, V15-2.8, V15-2 の 4 つの試験体も観察を行った。

測定にはオリンパス社㈱製の超音波探傷器 EPOCH1000 i を使用し, PAUT 法は探触子に公 称周波数 5MHz,素子数 16 の 5L16-A10P を用 いた。一般探傷は,FC 材は公称周波数 2MHz, それ以外は 5MHz の一振動垂直探触子を用いた。 どちらの探触子も振動子寸法直径 10mm,周波 数帯域幅は狭帯域のものを使用した。接触媒質 には大陽日酸ガス&ウェルディング㈱製のグリ セリンペーストを使用した。

3 実験結果および考察

3.1 鋳鉄試験体の化学組成および物性値

本実験で作製した鋳鉄試験体の化学組成およ び引張試験結果と硬さ試験結果を表1に示す。 また,図3にそれぞれの試験体の金属組織写真 を示す。

FCD 材-FE と FCV 材-FE はフェライト化熱処 理を行ったことで,母材基地組織のパーライト 層が分解しフェライト基地組織となり,機械的

表1 鋳鉄試験体の化学組成及び引張試験結果と硬さ試験結果

材匠		化	学成分(wt	引張強さ	伸び	硬さ		
们員	С	Si	Mn	Р	S	(MPa)	(%)	(HBW)
FC 材	3.53	1.54	0.61	0.024	0.057	146	1	199
FCV 材						365	3	182
FCV 材-FE	3.53	1.96	0.40	0.063	0.017	313	4	149
FCD 材						635	8	213
FCD 材-FE	3.86	1.88	0.50	0.026	0.006	482	14	157



図3 鋳鉄試験体の金属組織

性質は未処理のものと比較すると引張強さおよ び硬さが低下し,伸びは増加した。FC 材を除く 4 つの試料について黒鉛球状化率の算出した結 果を表2に示す。FCD および FCD 材-FE の黒鉛 球状化率算出方法は JISG5502「球状黒鉛鋳鉄品」 の12.6 黒鉛球状化率判定試験を用い,FCV 材お よび FCV 材-FE の算出方法は JISG5505「CV 黒 鉛鋳鉄品」付属書 B「CV 黒鉛鋳鉄の黒鉛球状 化率の評価」を用いた。どちらも画像解析処理 により算出した。

FCV 材, FCD 材のどちらもフェライト化熱処 理後の黒鉛球状化率が低下した。これはフェラ イト化熱処理により黒鉛が基地中に拡散し,黒 鉛形態が崩れてしまったためと考えられる。

3.2 超音波探傷による音速測定結果

一般探傷法および PAUT 法を用いて各超音波 試験体の超音波音速を測定した結果を表3に示 す。一般探傷法における音速測定は FC 材のみ 2MHz,他の材質は 5MHz の垂直探触子で測定 を行った。PAUT 法における音速測定は全ての 試験体で同じ PA 探触子を使用した。FC 材の測 定は、5MHz の測定条件では超音波の減衰によ り底面波を観察することが出来なかったため、 周波数設定値を 2MHz、周波数フィルタ 1~ 3.5MHz に設定した。図4に FC 材を除いた4つ の材種における黒鉛球状化率と音速との関係を 示す。黒鉛球状化率と音速との関係は、PA 探 触子も一振動探触子と同様に黒鉛球状化率が大 きくなると音速が速くなる相関関係にあること が分かった。

3.3 PAUT 法による平底穴の探傷試験結果

3.3.1 欠陥位置の推定

図 5 に超音波試験体 FCD 材-FE に設けた φ3mm 平底穴の観察画像を示す。音速の設定を PA 探触子で FCD 材-FE を音速測定した際に得 られた 5,405m/s とし,平底穴中心からのエコー 高さを 80%に調整した。探傷面から平底穴まで の距離は実測値 97.1mm に対し超音波測定によ る推定値が 97.13mm と,ほぼ同じ値が得られた。 欠陥位置はそれぞれの鋳鉄材質における音速の 測定を行い,得られた音速に設定して測定を行 うことで,正確な位置情報を推定することが出 来ると考えられる。

3.3.2 欠陥大きさの推定

図 6 に超音波試験体 FCD 材-FE に設けた

表2 鋳鉄試験体の黒鉛球状化率

材 質	黒鉛球状化率(%)
FC材	—
FCV材	29.3
FCV材-FE	26.8
FCD材	91.6
FCD材-FE	89.6

= っ	初立油封驗休止	1の切立油立法
衣い	但百亿武帜伴牛	り迎百次百速

材質	超音波音速(m/s)				
	PA探触子	一振動探触子			
FC材	4,075	4,100			
FCV材	5,195	5,277			
FCV材-FE	5,100	5,182			
FCD材	5,555	5,635			
FCD材-FE	5,405	5,502			



φ8mm 平底穴の観察画像を示す。図 6-(1)は平底 穴中心からのエコー高さを 80%に調整した観 察画像,図 6-(2)は中心からのエコー高さを 80% に調整後,表示設定でエコー高さ 60%以上の部 分を表示設定した画像である。図 6-(2)の画像上 に示された平底穴の大きさを探傷器のサイジン グ機能で計測した結果 8.44mm であった。欠陥 の大きさが 8mm 程度の場合,表示画像よりサ イジング機能を使った大きさの推定が可能であ ると考えられる。この結果は FC 材を除く他の 3 つの試験体においても同様であった。

図7に超音波試験体 FC 材に設けた φ3mm 平

底穴の観察画像を示す。探傷器の設定は音速測 定時に用いた 2MHz の設定とし,平底穴中心で 最大エコーを 80%とした。観察画像より 5MHz 用の PA 探触子でも,測定機器の周波数設定値 を 2MHz 付近とすることで欠陥の検出は可能で あることが分かった。しかし,欠陥大きさの推 定に関しては欠陥の表示が非常に大きくなって しまい,サイジングによる推定は困難であった。 FC 材は黒鉛形状が片状で,超音波の散乱が大き いため,平底穴から反射して返ってくる超音波 が散乱し,その散乱した超音波が画像表示され たため,実際の欠陥よりも大きな表示になった と考えられる。

図8にG形標準試験片STB-GV15-5.6, V15-4,



図5 超音波試験体 FCD 材-FE に設けた φ3mm 平底穴の観察画像 V15-2.8, V15-2の4つの試験体の平底穴を観察 した画像を示す。平底穴中心のエコー高さを 80%とした。V15-5.6, V15-4, V15-2.8, V15-2 と小さくなっているが,画像表示では大きな差 が見られなかった。今回用いた PA 探触子の振 動子サイズは 9.6×10mm で,観察した平底穴の 径よりも大きく,探触子から発信された超音波 は平底穴の上面だけではなく側面からも反射し 端部エコーとして探触子に戻ってくると考えら れる。この端部エコーの影響が,径の小さな平 底穴を大きく画像表示しているものと考えられ る。

STB-G V15-5.6, V15-4, V15-2.8, V15-2 Ø 4 つの試験体の平底穴を観察では、平底穴中央を 80%に調整した時のゲイン値が V15-4 で 22.2dB, V15-2.8 で 27.7dB, V15-2 で 34.2dB と約 6dB ご と大きくなっている。標準試験片 STB-G V15 シリーズは平底穴の直径が 5.6mm, 4mm, 2.8mm, 2mm と近接する平底穴直径が√2 倍に加工され ており, 平底穴の面積は2倍の等比なっている 試験片である。dB 値は真数比を対数で表すため、 平底穴中心を同じエコー高さに調整した場合, 直径サイズが1段階小さくなると,理論上ゲイ ン値は 6dB 増加することになる。標準試験片 STB-G V15 シリーズの観察結果から, PAUT 法 もこの法則を適用することが出来ると考えられ る。従って PA 探触子を使用した PAUT 法にお いて, 振動子サイズより寸法が小さい欠陥の寸 法測定を行う場合は,表示画像だけではなく, ゲイン値を用いて算出を行うことで、正確な寸



図 6 超音波試験体 FCD 材-FE に設けた φ8mm 平底穴の観察画像



図7 超音波試験体 FC 材に設けた φ3mm 平底穴の観察画像

法の推定が可能である。

超音波探傷に影響を及ぼす鋳鉄材と鋼材との 組織的な違いは、鋳鉄材中に存在する黒鉛とそ の形状によるものと考えられる。PAUT 法を用 いて鋳鉄材を測定する場合でも、材質にあった 音速を設定することで、鋼材 STB-G V15 シリ ーズの観察結果と同様の結果が得られると考え られる。

4 結 言

フェーズドアレイ超音波探傷法(PAUT 法) を用いて各種鋳鉄の内部欠陥評価について研究 を行った結果,以下の知見が得られた。

- PA 探触子を用いた測定において、超音波音 速は試験体の黒鉛球状化率と相関があった。
 黒鉛球状化が小さくなると音速は遅くなり、
 大きくなると鋼材の音速に近くなった。
- 2) 欠陥位置の推定(深さ方向)は、それぞれ の材質の音速に合わせて測定することで正確 な位置の測定が可能であった。
- 3) FC 材の測定を行う場合,公称周波数 5MHz の PA 探触子では超音波の散乱が大きいため 本体の周波数フィルタ設定を低周波領域とす ることで,欠陥の画像を得ることができた。
- 4)この欠陥画像から欠陥位置の推測は出来た 散乱エコーの影響で欠陥寸法の大きさを推 定することは困難であった。
- 5) FCV, FCD 材の欠陥寸法の推定は, PA 探触 子の大きさと欠陥寸法の大きさにより方法が 異なる。欠陥寸法が PA 探触子サイズより大 きい場合は画像表示上でサイジング機能によ



図8 G 形標準試験片 STB-G V15 シリーズの 平底穴の観察画像

り推測が可能であった。PA 探触子より小さい 場合は表示画像の欠陥寸法が,実際の欠陥寸 法より大きく表示される場合があるため,ゲ イン値を併用した推定が必要であった。

文 献

- 1) 飯塚幸理 松井穣:鉄鋼業におけるフェーズ ドアレイ超音波探傷法の適用例,非破壊検査 第62巻2号(2013) p84-90
- 2) 神代修平 引地達也 梶ヶ谷一郎 齋藤規子 中川達也 久布白圭司 塩田佳紀:フェーズド アレイ法を用いた高クロム鋼溶接部の余寿命 検査技術,非破壊検査第 67 巻 2 号(2018) p70-75

延長ゲート型 a-InGaZnO TFT pH センサの開発

岩松新之輔 竹知和重* 田邉浩* 渡部善幸

Development and response evaluation of extended-gate a-InGaZnO TFT ion sensors.

Shinnosuke IWAMTSU Kazushige TAKECHI* Hiroshi TANABE* Yoshiyuki WATANABE

For the purpose of improving reliability of our high-sensitivity pH sensor based on amorphous indium-gallium-zinc oxide thin-film transistor (a-InGaZnO TFT), we propose extended-gate a-InGaZnO TFT pH sensor having an ALD-AlOx/sputtered-TaOx layered top-gate insulator and a Ti extended-gate electrode. In this paper, we discuss our primary results for the extended-gate a-InGaZnO TFT pH sensor, including its pH sensitivity and response to a pH change of 0.001.

1 緒 言

非晶質インジウム-ガリウム-亜鉛酸化物を活 性層に用いた薄膜トランジスタ(a-InGaZnO TFT) は、自由ホールを蓄積しにくい a-InGaZnO 自体の 材料物性に起因して,外部電界に対して線形的な しきい値電圧(V_{th})シフトを示すことが報告され ている¹⁾。我々は、この現象を活用した高感度 pH センサの開発に取り組んでいる²⁾⁻⁴⁾。Fig. 1 に開 発した絶縁膜ゲート型 pH センサの構造を示す。 これまでの取り組みで,イオン感応絶縁膜に誘電 率が大きいタンタル酸化物を用いることで,ネル ンスト電位を大きく越える測定感度 620 mV/pH を実現している。一方で,現状の絶縁膜ゲート型 は、イオン感応絶縁膜が被検液と接する構造であ るため,絶縁膜中のピンホール,パーティクルを 起点とした電極溶解, 剥離が発生し, デバイス機 能に致命的なダメージを与える場合がある。更 に, 接液絶縁膜の不安定性がドリフト, ノイズを 誘起し、pH 分解能の低下を招いている。

そこで本研究では、pH センサの安定性と測定 分解能の向上を目的として、延長ゲート型 pH セ ンサを開発し、絶縁膜ゲート型との特性比較を進 めるとともに、微小 pH 変化への応答を評価した。

2 延長ゲート型 pH センサの開発

2.1 センサ作製

延長ゲート型 pH センサの断面構造とチャネ ル部の顕微鏡写真を Fig. 2 に示す。デュアルゲ ート型 TFT を基本構造に採用し、トップゲート





Fig. 1 Schematic cross section of an insulatedgate type a-InGaZnO TFT pH sensor.

電極と外部の延長ゲート電極を電気的に接続す る構成とした。TFT 基板には、低抵抗シリコン 基板を使用し、ボトムゲート電極として用いた。 初めに、熱酸化によりボトムゲート絶縁膜とな る 200 nm 厚のシリコン酸化膜を成長させ、そ の後、メタルマスクを用いたスパッタ成膜によ り, a-InGaZnO活性層, ソース・ドレイン電極, トップゲート絶縁膜, トップゲート電極を順次 形成した。a-InGaZnO の膜厚は 50 nm とし, ソ ース・ドレイン電極及びトップゲート電極には 50 nm 厚のモリブデンを用いた。トップゲート 絶縁膜には、原子層堆積装置で形成した酸化ア ルミニウム (ALD-AlO_x) とスパッタ TaO_x の積 層膜を用い, ALD-AlO_xの膜厚は 50 nm, TaO_x の膜厚は 20 nm とした。カップリング容量比は, 7.6 となった。a-InGaZnO 活性層形成後に 400°C で1時間,素子完成後に300°Cで1時間,大 気中でアニール処理を行った。延長ゲート電極



(a) Cross section structure



(b) Optical microscopy image

Fig. 2 Schematic cross section of an extendedgate type a-InGaZnO TFT pH sensor and an optical microscopy image.

には、大気中 300 ℃ でアニール処理を行った直 径 1 mm の Ti 線を用いた。測定の際は、延長ゲ ート電極のみを被検液に浸漬し、TFT を被検液 の外に配置することで、絶縁膜の欠陥に起因す る不良を抑制した。

2.2 延長ゲート型 pH センサの感度

 C_{tg} をトップゲート絶縁膜の静電容量, C_{bg} を ボトムゲート絶縁膜の静電容量, C_{ex} を延長ゲー ト電極の静電容量とした時,延長ゲート型 pH セ ンサの感度は,式(1)により表現することがで きる。

$$\frac{dV_{th}}{dpH} = 59 \frac{\frac{C_{tg}C_{ex}}{C_{tg} + C_{ex}}}{C_{ba}} \quad \cdot \quad \cdot \quad \cdot \quad \cdot \quad (1)$$

この時, C_{ex} は C_{tg} よりも十分大きいと仮定する と,式(1)は,以下のとおり近似することがで きる。

$$\frac{dV_{th}}{dpH} = 59 \frac{C_{tg}}{C_{bg}} \quad \cdot \quad \cdot \quad \cdot \quad \cdot \quad (2)$$

式(2)は、延長ゲート型においても、絶縁膜ゲート型と同様に容量カップリング比を大きくすることで高感度化を実現できることを示している。本研究では、延長ゲート電極に直径 1 mmの Ti 線を用いている。延長ゲート電極上に数 μ m厚の感応膜を付加しても、 C_{ex} は C_{tg} よりも十分大きくなるため、式(2)の前提を満たすことができる。

以上の考察により,感応膜を付加した延長ゲ ート型センサにおいても高感度測定を実現でき ることが示唆された。

2.3 初期特性評価

延長ゲート型 pH センサの感度測定の結果を Fig. 3 に示す。被検液には、pH3, 5, 7 のマッ キルバイン緩衝液を用いた。延長ゲート電極と 参照電極を被検液に浸漬した状態でボトムゲー ト電圧-ドレイン電流特性(V_{bg}-I_{ds}特性)を測 定し,特性のシフト量からpH感度を算出した。

測定の結果,何れの条件でもトランジスタと しての動作が確認され,シフト量から算出した 感度は 620 mV/pH となり,絶縁膜ゲート型と同 様に高感度測定を実現することができた。一方 で,算出した感度は,式(2)から予測される理 論値よりも大きくなった。この理論値との乖離 は,膜厚分布による誤差,測定誤差によるもの と考えられる。



Fig. 3 Sensitivity of an extended-gate type a-InGaZnO TFT pH sensor.

-51-

3 連続的 pH 変化への応答評価

3.1 評価方法

被検液に pH 6.5 マッキルバイン緩衝液を用い, 50 mM リン酸水素ナトリウム水溶液を滴下す ることでアルカリ性側, 25 mM クエン酸水溶液 を滴下することで酸性側に変化させた。被検液 pH の変化幅は,滴下液量により 0.01,又は 0.001 に制御した。応答評価は,ソース・ドレイン電 圧 (V_{ds}) = 0.5 V, V_{bg} =5 V の一定条件のもと, pH 変化にともなう I_{ds} 変化をモニタすることに より行った。0.001 変化に対する応答について は,アベレージング処理,ベースライン補正を 行い,初期 I_{ds} で規格化した値をプロットするこ とにより評価した。

3.2 pH0.01 変化への応答

応答評価の結果を Fig. 4 に示す。図中の点線 矢印は酸性方向への変化点,実線矢印はアルカ リ性方向への変化点を示している。応答評価の 結果,pH 変化に対応した追随性が高い階段状の *I*ds 変化が観察され,0.01 の pH 変化に対する明 確な応答を確認することができた。一方で,*I*ds 減少方向のドリフトが重畳していることが確認 された。ベースラインの変化から算出したドリ フトレートは0.007 pH/min となり,0.001 以下 の pH 測定を実現するためには,更なるドリフ ト低減が必要であることが分かった。

3.3 pH0.001 変化への応答

前述の結果からも予測されたとおり,無処理 の測定値においては,0.001のpH変化に対して 明確な応答を確認することはできなかった。そ こで,信号の平均化処理を実施することでノイ ズの低減を図り,更にドリフトに起因するベー スライン変動の補正を行った。補正後の結果を Fig.5に示す。データ補正を行った結果からも, 依然として明確な変化点は確認することはでき なかったが,pHに対応した"正しい方向への*I*_{ds} 変化"は観察され,0.001のpH変化を検出でき る可能性を確認することができた。今後は,ド リフト低減とともに,各種信号処理機構を組み 込んだ駆動検出回路の開発を進める。

4 結 言

延長ゲート型 a-InGaZnO TFT pH センサを開 発し, pH 感度,応答性を評価した。開発したセ ンサは,トップゲート絶縁膜に ALD-AlO_x 膜を 採用し,TFT 部を被検液の外に配置することで, 絶縁膜起因の不良発生を抑制した。pH 感度とし ては,絶縁膜ゲート型と同程度の 620 mV/pH が 得られ,延長ゲート型においても高感度測定を 実現できること確認した。また,0.001 の連続 的 pH 変化に対する応答を評価した結果,アベ レージング,ベースライン補正を実施すること で,pH 変化に追随した応答が現れ,0.001 以下 の pH 変化を検出できる可能性を確認すること ができた。今後は,ドリフト・ノイズの低減な ど,安定性,信頼性向上に関する取り組みとと もに,センサの応用,用途開発についても検討 を進める。



Fig. 4 Transient response of I_{ds} for the extendedgate a-InGaZnO TFT pH sensor in the pH step of 0.01.



Fig. 5 Transient response of I_{ds} for the extendedgate a-InGaZnO TFT pH sensor in the pH step of 0.001 after baseline correction.

謝 辞

本研究は、国立研究開発法人科学技術振興機 構(JST)の研究成果展開事業「地域産学バリ ュープログラム」の支援により行われた。ここ に記し関係各位に謝意を表する。

文 献

- K. Takechi, S. Iwamatsu, T. Yahagi, Y. Watanabe, S. Kobayashi, and H. Tanabe, Japanese Journal of Applied Physics, Vol.51, No.10R pp.104201-104207 (2012).
- K. Takechi, S. Iwamatsu, T. Yahagi, Y. Abe, S. Kobayashi, and H. Tanabe, Japanese Journal of Applied Physics, Vol.53, No.7 pp.076702-076707 (2014).
- 3) 岩松新之輔,阿部泰,矢作徹,小林誠也, 竹知和重,田邉浩,電気学会論文誌 E, Vol. 135, No. 6, pp.192-198 (2015).
- 4) S. Iwamatsu, K. Takechi, H. Tanabe, and Y. Watanabe, Digest of AM-FPD'18, 5-2 (2018).

焼入れ鋼への溝加工における壁面倒れの研究

佐藤貴仁 小林庸幸

Study on perpendicularity of groove walls in hardened steel machining

Takahiro SATO Tsuneyuki KOBAYASHI

1 緒 言

高精度な製品を生産するうえで、精密な金型 の生産は必須である。金型を加工する際は様々 な工具・加工機が用いられており、ポケット加 工や穴加工、側面加工等ではエンドミルが用い られる場面が多い。しかし、エンドミルで側面 加工を行うと、加工した壁面が垂直にならずに わずかに倒れてしまうこと(以下、壁面倒れ) が課題となっている。そこで本研究では、切削 条件の変更による壁面倒れの改善を目的に、金 型に使用される焼入れ鋼にエンドミルにより溝 加工を行い、切削条件の違いが壁面倒れに及ぼ す影響の調査を行った。

2 実験方法

2.1 実験用ブロック

実際の金型の加工を想定し,図1に示すブロ ックに溝加工を行った。寸法は50mm×50mm× 40mm で,材質は冷間ダイス鋼(大同特殊鋼 DC11)とした。加工する溝は幅18mm,奥行き 25mm,深さ24mm で,加工にはグラインディ ングセンター(旧日立精機 VM40)を縦型 NC フライス盤として使用した。

2.2 ブロックの加工

まず熱処理前のブランク材に,エンドミルを 用いたトロコイド加工にて荒加工を行った後,



図1 実験用ブロック

に及ぼ た。
 荒加工と中仕上げ加工の条件を表 1 に示す。
 荒加工,中仕上げ加工とも、φ12mm・4 枚刃・ねじれ角45°のTiAlN系コーティング超硬ラジアスエンドミル (OSG WX-CR-PHS 12xR2)で
 すブロ 加工を行い、1 パスあたりの軸方向切込み量(以のmx 下,軸方向切込み量)を 8.0mm とした。
 寺殊鋼 2.3 実験方法

中仕上げ加工後に, 表2に示す各仕上げ加工 条件で側面加工を行い,それぞれの壁面倒れを 評価した。このとき,影響が大きいと予測され る刃数とねじれ角,送り速度,軸方向切込み量 の各条件を表2の通り変化させ,回転数は 1600min⁻¹に,半径方向切込み量は0.05mmに, 切削方向はダウンカットに統一した。工具は, 荒加工と同じ4枚刃ラジアスエンドミルと, ϕ 12mm・6枚刃・ねじれ角52°のTiN系コーテ ィング超硬スクエアエンドミル(三菱日立ツー ルCEPR6120-TH)の2種類を選択した。切削 油剤は水溶性油剤を外部ノズルから供給した。

大気炉での熱処理により硬度を HRC58 とした。

その後、フライスでの6面加工により外側のミ

ルスケールを除去した。溝壁面については、エ

ンドミルでの側面加工による中仕上げを行い,

ミルスケールを除去した。実験用ブロックは, 加工テーブル上にバイスを介して固定した。固

定側口金に突き当てられる左面(図1)が姿勢 の基準となるため、壁面倒れの測定ではこの面

が測定基準面となる。また、6 面加工によって

ブロックの寸法が変化したため,加工前にタッ

チプローブであらためて溝の位置を機上測定し

【平成 30 年度 金型・精密加工技術研究会 試作会】

	加工方法	回転数	送り速度	半径方向切込み量	残し代
		[min]	[mm/min]	[mm]	[mm]
荒加工	トロコイド加工	1200	300	0.20	0.20
中仕上げ	側面加工	1600	280	0.15	0.05

表1 荒加工・中仕上げ加工条件

表2 仕上げ加工条件

N	テンドミル形件	刃数	ねじれ角	送り速度	軸方向切込み量
NO.	エンドミル形状	[枚]	[°]	[mm/min]	[mm/パス]
А	ラジアス(R2.0)	4	45	280	4.0
В	スクエア	6	52	280	4.0
C	スクエア	6	52	187	4.0
D	スクエア	6	52	93	4.0
Е	スクエア	6	52	280	8.0

-55-

2.4 壁面倒れの評価

壁面倒れの測定には、三次元測定機(ミツト ヨ BrightApex504)を使用した。測定座標系の 設定は、加工時の固定側口金突き当て面である ブロック左面を Y-Z 平面に、ブロック正面で直 線を測定し Z 軸とした。壁面倒れの評価は、溝 の左右の面それぞれで9点ずつ座標を測定し、 同一面内における X 座標値の最大-最小差で行 った(図 2)。

3 実験結果および考察

図3に、表2に示す各加工条件での壁面倒れ を示す。左端のOは中仕上げ加工後の壁面倒れ である。得られた溝形状はすべての条件におい て、ブロック上面側開放部のほうが広がってい る形状であった。また、図4に各加工条件での 1パス目切削抵抗主分力(X方向)の絶対値(以 下,主分力)の最大値を示す。主分力の測定に は、切削動力計(KISTLER 9119AA2)を使用し た。この2つの図より、主分力の増大に伴い壁 面倒れも増加する傾向がみられる。エンドミル に加わる力が増加し、よりたわむためと考えら れる。

図3の中仕上げ後Oの結果を見ると,壁面倒 れ量が全加工条件中最大となっている。従って, 仕上げ加工を行わなければ壁面の倒れは減少し ないと言えるが,中仕上げ加工と同じ工具を使 用した条件Aでは,中仕上げ後から壁面倒れは あまり減少しなかった。



図2 壁面倒れの評価方法



次に,条件 B では焼入れ鋼の切削に効果があ るとされる多刃・強ねじれの TiN 系コーティン グ超硬スクエアエンドミルを使用した。その結 果,壁面倒れが減少する効果が得られた。続い て同じ工具を使用し条件 C,D と送り速度を低 下させたが,壁面倒れの減少は見られなかった。 最後に条件 E で軸方向切込み量を増加させたが, 主分力の増加に伴い,壁面倒れも増加した。

加工条件の差が工具の違いのみの条件Aと条件Bを比較したとき、多刃・強ねじれ工具を使用した後者の方が、主分力、壁面倒れとも小さい。ねじれ角が大きくなることで主分力が減少し、工具のたわみが減少したためと考えられる。また、4枚刃エンドミルの断面積(図5(a))と6枚刃エンドミルの断面積(図5(b))とでは後者の方が大きく、工具剛性が向上したことが工具たわみの減少につながったと考えられる。ここで4枚刃を用いた条件Aと剛性が高い6枚刃を用いた条件Eを比較すると、後者のほうが主分力が大きいにもかかわらず、壁面倒れは小さい。従って、ねじれ角の増加による主分力の減少より、工具剛性向上によるたわみ減少のほうが壁面倒れに対して影響が大きいと考えられる。

以上より,本実験においては,エンドミルを 多刃・強ねじれにすることで,壁面倒れが大き く減少する効果が得られた。その時,送り速度 の影響は小さく,軸方向切込み量の影響のほう が大きかった。また,工具剛性向上の影響が最 も大きかった。

図6に、中仕上げ加工(ミルスケールの除去) を省き、条件E(半径方向切込み量0.05mm)で 仕上げ加工を行った時の溝の状態を示す。壁面 上部にミルスケールが多く残留していることか ら、半径方向切込み量以上に、熱処理によって 溝が外側に変形し、実切込み量が得られなかっ たと考えられる。このことから、熱処理による 変形を把握し、中仕上げ・仕上げ加工条件を検 討する必要があることがわかった。

4 結 言

本研究の範囲で得られた知見は以下の通り。 1) エンドミルを多刃・強ねじれにすることで、

- 工具剛性の向上により壁面倒れが改善する。
- 送り速度の影響は小さく,軸方向切込み量の ほうが大きい。



(a) 4 枚刃エンドミル
 (b) 6 枚刃エンドミル
 図 5 エンドミルの断面形状



図6 中仕上げ加工省略時

謝 辞

研究会事業にご協力頂いた,株式会社ダイ精 研様に深謝いたします。

山形県産スギ材を活用した高性能 WPC コンパウンドの開発

江部憲一

Wood Plastic Composites (WPCs) prepared by a Solid-State Shear Extrusion Method

Kenichi EBE

1 緒 言

木粉と熱可塑性樹脂(以下,プラスチック) を混練、成形した複合材料は木材・プラスチッ ク成形複合材:混練型 WPC(以下, WPC)と 呼ばれ、現在デッキ材といったエクステリア部 材に多く使用されている。この WPC の木粉原 料には従来、建築廃木材が用いられてきた。建 築廃木材をプラスチックと均一に混練するため には、混練前にあらかじめ建築廃木材を100µm オーダーの木粉まで微粉砕しておかなければな らない。しかし木粉製造にはコストがかかるこ と等が問題視されている。また最近は、木質ボ ードに加え熱源にも建築廃木材が大量に使用さ れ始め、その確保も困難になりつつある。そこ で WPC メーカーは、林業系廃木材(間伐材、 製材端材)から木粉を製造することを検討しつ つあるが,間伐材や製材端材も木粉まで微粉砕 しなければならないことに変わりはない。

そこで本研究では、林業系廃木材の中でも比 較的サイズの小さいおが粉(製材端材)に着目 した。このおが粉とプラスチックから WPC を 製造することができれば、粉砕工程を省略でき るため WPC 製造のコストダウンにつながるだ けでなく、山形県内木質資源の有効活用にもつ ながっていく可能性がある。今回、山形大学工 学部および山形県工業技術センターが過去に取 り組んだ、混ざりにくい有機材料同士を強制的 に混練できる「固相せん断押出技術」¹⁾を応用 し、おが粉から WPC を製造する技術を確立す ることを目指した

2 実験方法

2.1 WPCの調製

スギの木粉には 180µm メッシュパス品を, ス

ギのおが粉は山形県内スギ製材工場から入手し 840µm メッシュをとおしたものを用いた。プラ スチックには、押出グレードのポリプロピレン (以下, PP)((株)プライムポリマー製プライ ムポリプロ E-200GP)を用いた。相溶化剤には、 無水マレイン酸変性ポリプロピレン(以下, MAPP)(三洋化成(株)製ユーメックス 1010) を用いた。組成比は質量比で(木粉もしくはお が粉): PP: MAPP=50:47:3とした。これら を混練押出機にて溶融混練し、ペレットを得た。 さらにこれらのペレットについて、KCK 連続混 練押出機にて固相せん断押出を行い、微粉末を 得た。これら溶融混練ペレットおよび固相せん 断微粉末から、ホットプレスにて板状成形品を 得た。

2.2 三点曲げ試験

板状成形品から 80mm×10mm×4mm (厚さ)の 試験体を6体ずつ切り出し,荷重速度2mm/min にて三点曲げ試験を行った。

2.3 構造観察

板状成形品からミクロトームにて切片を切り 出し、デジタルマイクロスコープにて、WPC内 部における木粉およびおが粉の分散状態を観察 した。

2.4 耐水性試験

板状成形品から 20mm×20mm×5mm (厚さ)の 試験体を5体ずつ切り出し,木口らの報告²⁾を 参考に耐水性評価を実施した。室温水中(20℃ 空調の室内に静置)に試験体を浸せきし,試験 体の寸法変化(幅方向および厚さ方向)および 質量変化を定期的に測定した。そして,全乾時 の寸法および質量を基準として,寸法変化率お よび質量変化率を求めた。各値は試験体5体の 平均値とした。

【平成 26~28 年度 エネルギー関連産業開発事業 研究課題】

3 実験結果および考察

3.1 三点曲げ試験

図1に、溶融ペレットをそのままプレス成形 し得られた試験体および、固相せん断微粉末を プレス成形し得られた試験体の曲げ弾性率の結 果を、図2に、同様の試験体の曲げ強さの結果 を示す。



図1および図2から,曲げ弾性率および曲げ 強さともに、木粉の場合もおが粉の場合も、固 相せん断によってその値が向上していることが 確認できる。これは、木粉およびおが粉を PP およびMAPPと単純に溶融混練しただけではう まく混ざり合わず、結果として曲げ弾性率およ び曲げ強さが低くなってしまうが、固相せん断 工程を加えると、木粉およびおが粉ともに PP とうまく混ざり合うことができたため、曲げ弾 性率および曲げ強さが向上したと考えられる。

以上より、木粉ではなくおが粉を原料に用い ても、固相せん断工程を追加すれば、木粉由来 の溶融ペレットを固相せん断せずにそのままプ レス成形し得られた試験体と、同等の曲げ性能 を有した成形体が得られることも明らかとなっ た。なお、PPへの木粉の分散が進むと耐衝撃性 が向上するという報告³⁾があり、衝撃性能につ いても今後検証する必要がある。



図3 断面写真(固相せん断なし:木粉)



図4 断面写真(固相せん断あり:木粉)



図5 断面写真(固相せん断なし:おが粉)





3.2 構造観察

図 3~6 に,溶融ペレットをそのままプレス 成形し得られた試験体および,固相せん断微粉 末をプレス成形し得られた試験体の断面写真を 示す。

図3と図4を比較すると、木粉の分散状態に

関しては、大きな差がないように見える。しか し、固相せん断工程のない図3の場合、木粉お よび PP が充填されていない内部欠陥が観察さ れる。一方、固相せん断工程が追加された図4 の場合は、図3のような内部欠陥は全く観察さ れない。原料が木粉の場合、固相せん断工程の 有無により曲げ特性に差が生じたのは、この内 部欠陥の有無が原因と考えられた。

次に、図5と図6を比較すると、おが粉の分 散状態に明らかな差が見られた。つまり、固相 せん断工程のない図5の場合、1mm 程度の長さ のおが粉が多数観察されたのに対し、固相せん 断工程が追加された図6の場合は、おが粉のサ イズがより小さくなり、分散状態も良好であっ た。原料がおが粉の場合、固相せん断工程の有 無により曲げ特性に差が生じたのは、内部欠陥 の発生よりもむしろ、おが粉の微細化および分 散状態の向上が原因と考えられた。

3.3 耐水性試験

図7に,室温水中浸漬試験におけるWPCの質 量変化率,幅方向寸法変化率,厚さ方向寸法変 化率を示す。

図7(a)の質量変化率については、「おが粉」 固相せん断なし」の場合において、質量変化率 が他の試験体にくらべ急激に増加し、恒量に達 した場合の値も他の試験体に比べ最も大きかっ た。一方、「おが粉_固相せん断あり」の場合は、 「おが粉_固相せん断なし」の場合にくらべ質量 変化率の恒量値が低い結果となった。これは、 図6に示すとおり、固相せん断によっておが粉 の微細化が進むことによりPPへの分散が進み、 その結果、ある程度吸水しにくい構造となった ためと考えられる。その一方で、木粉の場合は、 固相せん断によって逆に吸水しやすい結果とな った。この理由については、今後さらなる検討 が必要である。

図7(b)の幅方向寸法変化率については、「お が粉_固相せん断あり」の場合が最も変化率が大 きくなり、その他の条件に関してはほぼ同等の 値となった。この理由としては、おが粉の配向 状態が影響していると考えられる。すなわち、 図5と図6を比較すると、おが粉の配向状態が 異なり、図6の「おが粉_固相せん断あり」の 方が、おが粉がより水平に配向していることが 見て取れる。このことから、「おが粉_固相せん





(c) 厚さ方向寸法変化率

△木粉_固相せん断なし
 □おが粉_固相せん断なし
 ▲木粉_固相せん断あり
 ■おが粉_固相せん断あり

断あり」は、「おが粉_固相せん断なし」にくら べ吸水量が少ないながらも、寸法変化が大きく なったと考えられる。

図7(c)の厚さ方向寸法変化率については, 「おが粉_固相せん断あり」と「おが粉_固相せ ん断なし」の場合がともに最も大きな変化率を 示した。厚さ方向の場合は、おが粉の水平配向 状態はほとんど影響しないと考えられる。した がって, 単純におが粉すなわち木繊維の吸水に よる膨潤によって寸法が増大するため、吸水量 の多い「おが粉_固相せん断なし」の方が、寸法 変化が大きくなるはずである。しかしそうなら なかったのは、「おが粉_固相せん断なし」成形 体の内部欠陥によるものと思われる。すなわち, 図5を見ると、成形体の内部構造が密になって はおらず、木繊維にばかりではなくこういった 部分にも吸水され、その一方で「おが粉_固相せ ん断あり」の場合は、図6のとおり内部欠陥が 少ないため木繊維に水が効率よく吸収されるこ とが考えられる。そのため、「おが粉_固相せん |断あり| と「おが粉 固相せん断なし」の寸法変 化率が結果としてほぼ同等となってしまったこ とが可能性として考えられる。一方,木粉の場 合は,吸水の場合と同様に,固相せん断によっ て寸法変化が大きくなる結果となった。これは, 吸水量の差がそのまま寸法変化率に反映した結 果である。

以上のように、おが粉の場合、寸法変化率に関 しては固相せん断工程による変化率抑制効果は 認められなかったものの、吸水量に関しては抑 制効果が認められた。

4 結 言

本研究で得られた知見は,以下のとおりであ る。

- 溶融混練工程の後に固相せん断工程を加えることにより、WPCの曲げ弾性率、曲げ強さが向上する。
- 2) おが粉を原料に用いた場合においても、固相 せん断工程を加えることにより、木粉由来の 溶融ペレットを固相せん断せずにそのまま プレス成形し得られた試験体と同等の曲げ 性能を有した成形体が得られる。
- 3) 固相せん断工程を加えることにより,おが粉 を原料に用いた WPC への吸水が抑制される。

文 献

- 1) 久松徳郎, 中野哲, 後藤喜一, 栗山卓:山形県工業技術センター報告, No.34(2002)9.
- 木口実,片岡厚,松永浩史,桃原郁夫,川元 スミレ,大友祐晋:木材保存,36(2)(2010)52.
- 3) 関雅子,杉本宏行,三木恒久,金山公三,古田裕三:材料,60(4)(2011)306.

中炭素鋼のガス窒化に及ぼす窒化ポテンシャルと合金成分の影響

荘司彰人

Effects of Nitriding Potential and Alloy Elements on Gas Nitriding of Medium Carbon Steel

Akihito SHOJI

1 はじめに

窒化は,鉄鋼材料の耐摩耗性や耐疲労性等の 向上を目的とした表面硬化熱処理の一種である。 鋼を450~600℃程度に加熱し、鋼表面に窒素を 浸透、拡散させることで、鋼中に窒素が過飽和 に固溶し,また,各種窒化物を形成し硬化する。 窒化には熱処理による歪が少ないという長所が あり,自動車,建設機械,各種機械部品,金型 など広範囲に適用されている¹⁾。

窒化層は,化合物層と拡散層から構成される。 窒化層表面には、γ'相(γ'-Fe₄N)や ε 相(ε-Fe₂₋₃N) から成る化合物層が形成される。化合物層の内 側には、窒素が固溶し、窒化物が析出した拡散 層が形成され、合金成分の窒化物が拡散層の硬 さに影響することが知られている。窒化の種類 は塩浴法,ガス法,プラズマ法などがあり,量 産性に優れたガス法が多く利用されている。

最近では,水素センサを用いた窒化ポテンシ ャル制御による,窒化条件の最適化やガス使用 量の削減に関する取り組みが報告されている²⁾。

本研修では、中炭素鋼のガス窒化に及ぼす窒 化ポテンシャルと合金成分の影響を解明するた め,ガス窒化を施した鉄鋼材料の表面結晶構造, 金属組織、硬さを評価したので報告する。

実験方法 2

2.1 試料

窒化処理に供する試料は,表1に示す化学組

成の予め調質した鋼材を用い、寸法は 20 mm× 10 mm×3 mm とした。試料表面は SiC 研磨紙 (#220, #600, #1000, #1500) とダイヤモンド 研磨剤(粒径3µm,1µm)を用いて研磨し,ア セトン中で超音波洗浄を行った。

2.2 窒化処理

窒化処理は、浸炭・窒化炉(㈱東栄科学産業 製)を用いて行い、表2に示す条件による8時 間のガス窒化とした。熱処理雰囲気の圧力は大 気圧、窒化処理後の冷却は水冷とした。

2.3 窒化ポテンシャル

ガス窒化は、加熱された鋼表面において、次 式に示されるアンモニア分解により生じた窒素 が鋼中へ浸透拡散するものである。

$$NH_3 \Leftrightarrow [N] + \frac{3}{2}H_2$$

窒化作用の指数である窒化ポテンシャル KN は,熱処理雰囲気中のアンモニアと水素の各ガ ス分圧(P_{NH3}, P_{H2})による次式で表される。

$$K_N = \frac{P_{NH_3}}{P_{H_2}^{3/2}}$$

表2 窒化条件

冬仲	ガス流量	V	
木件	NH ₃	H_2	κ _N
Ι	3	27	0.1
Π	9	21	0.5
III	18	12	2.4

表1 試料の化学組成

表1 試料の化学組成								mass%	
試料	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Mo	Al	Ν
1	0.36	0.01	1.01	< 0.001	< 0.001	-	-	-	0.0010
2	0.35	0.004	0.96	< 0.002	0.0007	0.99	1.00	< 0.002	0.0009
3	0.36	0.006	1.00	< 0.002	0.0007	1.01	1.00	1.01	0.0011

【平成 30 年度 高度技術者育成支援事業】

2.4 窒化層の結晶構造解析

窒化層の結晶構造を解析するため,窒化層表 面の X 線回折を行った。装置は X 線回折装置 (BRUKER 社製 ADVANCE D8)を用い,X線 源は Co 管球,測定条件は管電流 35 mA,管電 圧 40 kV,回折角度範囲 43°~110°とした。

2.5 窒化層の金属組織評価

窒化層の金属組織を評価するため,窒化層断 面の反射電子像観察,EBSD 解析,元素分析を 行った。反射電子像観察は,電界放射走査型電 子顕微鏡(日本電子㈱製JSM-7001F)を用いて 行い,観察条件は加速電圧15kV,照射電流10 nAとした。EBSD 解析は,OIM 結晶方位解析装 置(㈱TSLソリューションズ製)を用いて行い, 解析条件は加速電圧15kV,照射電流10nA,ス テップサイズ0.1 µmとした。元素分析は,電界 放出型電子プローブマイクロアナライザ(日本 電子㈱製JXA-8530F)を用いて行い,分析条件 は加速電圧5kV,照射電流100nAとした。

2.6 窒化層の硬さ評価

窒化層の硬さを評価するため,窒化層の表面 硬さ試験・断面硬さ分布試験,化合物層断面の 硬さ試験を行った。窒化層の表面硬さ試験・断 面硬さ分布試験は、ビッカース硬度計(㈱マツ ザワ製 AMT-X7AFS)を用いて行い、試験条件 は試験荷重 100 gf,保持時間 15 sとし、3 点測 定し平均値を取った。化合物層断面の硬さ試験 は、ナノインデンター(Hysitron 社製 TI950)を 用いて行い,試験条件は試験荷重 1000 µN,負 荷除荷速度 60 µN/s,保持時間 2 s, 圧子はバー コビッチ圧子とし,化合物層厚さ方向における 中央部で3 点測定した。

3 実験結果および考察

3.1 窒化層の結晶構造解析

表3に窒化層表面の結晶構造解析結果を示す。 α相(α -Fe)はフェライトである。全ての試料 において,窒化ポテンシャル K_N の増加に伴い, γ'相, ε相の生成が促進されている。

図 1 に試料毎の X 線回折チャートを示す。 K_N=0.5 において,試料②では ε 相(\blacksquare)のピー クが強く(45°, 68°),試料③では γ '相, ε 相を 検出していないため,合金成分はガス窒化にお ける化合物層の生成に影響すると考えられる。

表3 窒化層表面の結晶構造解析

試料	未窒化	K _N =0.1	K _N =0.5	$K_{N}=2.4$
1	α	α	α, γ', ε	α, γ', ε
2	α	α	α, γ', ε	α, γ', ε
3	α	α	α	γ', ε



図1 X線回折チャート

3.2 窒化層の金属組織評価

金属組織観察から, K_N=0.1 の全試料, K_N=0.5 の試料③では化合物層は確認できず, **表3**の結 晶構造解析結果と一致した。

図2に K_N =0.5, K_N =2.4の試料における窒化 層断面の反射電子像観察結果を示す。全ての試 料において,窒化ポテンシャル K_N の増加に伴 い化合物層厚さが増加しているが,その厚さや K_N =2.4 で見られる化合物層のポーラス形態は, 試料毎に異なっている。また, K_N =2.4の試料③ では化合物層が緻密な構造を呈している。 図3に化合物層が生成した試料における窒化 層断面のEBSD解析結果を示す。窒化ポテンシ ャル K_N 、試料の違いによって化合物層の相分布 が異なっている。通常, ε 相は窒素濃度が高い 表面側に生成するが, $K_N=0.5$ の試料②では ε 相 が γ 相より拡散層側に存在している。

図4に K_N =2.4の試料①, K_N =0.5の試料②の 窒化層断面の EPMA 分析結果を示す。試料②で は化合物層の拡散層側において炭素が多く分布 しており、この炭素濃化が化合物層における ϵ 相の生成を促進したと考えられる³。



図2 窒化層断面の反射電子像



図3 窒化層断面の EBSD 解析

-63-





3.3 硬さ試験

図5に窒化層断面の硬さ分布試験結果を示す。 表面からの距離0mm位置の硬さは表面硬さと した。全ての試料において、窒化ポテンシャル K_N の増加に伴い、窒化層の硬さは向上した。ま た、全ての窒化条件において、合金成分を多く 含む試料ほど、窒化層の硬さは向上した。

図 6 に化合物層断面の硬さ試験結果を示す。 試料①と②では大差なく,化合物層の構造が緻 密な試料③が比較的硬く,図5の硬さ分布試験 結果とは異なる傾向を示した。また,試料①と ②では図3のEBSD解析結果と併せて考えると, γ'相より ε 相の方が硬いと推測できるが,詳細 な検討には硬さ試験箇所のEBSD像を把握した 上で硬さ試験を行う必要がある。

4 まとめ

本研修で得られた知見は以下のとおりである。

- 窒化ポテンシャル、合金成分は、化合物層の 生成(生成相、厚さ、構造、ポーラス形態) に影響する。
- 2) 窒化ポテンシャル、合金成分の増加に伴い、 窒化層の硬さは向上する傾向にある。

謝 辞

研修を受け入れていただきました東北大学金 属材料研究所の古原教授,宮本准教授,佐藤助 教,張助教はじめ,古原研究室の皆様に深謝い たします。

文 献

- 1) 河田一喜:本当によくわかる窒化・浸炭・プ ラズマ CVD,日刊工業新聞社,2012,7頁
- 2) 梅田孝彰, 宮部一夫: KOMATSU TECHNICAL REPORT VOL. 60, 2014, 17-23 頁
- ディーター・リートケほか(宮本吾郎監訳, 石田憲孝訳):鉄の窒化と軟窒化,アグネ技 術センター,2011,41頁

抄録 / 論文発表

パワーデバイスにおける過電流検知用 TSV 構造 MEMS ロゴスキーコイル

渡部善幸 矢作徹 阿部泰 村山裕紀 九里 伸治* 吉田賢一* 指田和之* 新井大輔* 池田克弥*

電気学会論文誌 E(センサ・マイクロマシン 部門誌) Vol.139 No.8 pp.238-243 (2019)

パワーデバイスにおける過大電流検出を目 的とした TSV 構造の MEMS ロゴスキーコイ ル (電流センサ)を設計,試作した (10×10×0.3mm³)。

電流の立ち上がりレート(di/dt)を10A/µs – 定とし,最大電流40Aまで5Aごとの電流を 中央貫通部に印加したところ,良好な比例関 係で電流検出できることを確認した。また, 電流の立ち上がりレート(di/dt)が最大 100A/µsまで10A/µsごとの電流を中央貫通 部に印加したところ,di/dtに対して良好な比 例関係で電流検出できることを確認した。 *新電元工業株式会社

屋外暴露における混練型 WPC 表面の菌類汚 染

江部憲一 髙橋義行 小沼ルミ* 関野登** 木材保存, Vol.45, No.1, pp24-34 (2019)

国内7か所で木材・プラスチック成形複合 材(WPC)の屋外暴露試験を行い,WPC 表 面に発生する菌類汚染に関して検討を行った。 発生した表面汚染菌の菌種同定を行ったところ,Aureobasidium pullulans および Phaeococcomyces sp.という2種類の表面汚 染菌が分離・同定された。また,画像解析手 法により,表面汚染菌の地域ごとの発生・増 殖量の定量化を試みた。その結果,表面汚染 菌の増殖は,WPC が設置された場所の気温お よび雨量や周辺環境に影響を受けることが示 唆された。さらに,表面汚染菌の増殖が屋外 暴露1年経過後に飽和もしくは減少に転じる ことも明らかとなった。

*地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター, **岩手大学農学部

抄録 / 口頭発表

パワーデバイスにおける過電流検知用 TSV 構造 MEMS ロゴスキーコイル

渡部善幸 矢作徹 阿部泰 村山裕紀 加藤 睦人 九里伸治* 吉田賢一* 指田和之* 新 井大輔* 池田克弥*

第35回「センサ・マイクロマシンと応用シ ステム」シンポジウム(2018.10.30) パワーデバイスにおける過大電流検出を目的 とした TSV 構造の MEMS ロゴスキーコイル (電流センサ)を設計,試作した。電流の立 ち上がりレート(di/dt),および di/dt を一定 としたときの最大電流に対して良好な比例関 係で電流検出できることを確認した。

*新電元工業株式会社

セルロースナノファイバを感応膜に用いた 温湿度センサ

渡部善幸 矢作徹 村山裕紀 加藤雅哉* 日比野秀昭* 川口真平*

2019 年第 66 回応用物理学会春季学術講演会 (2019.3.11)

セルロースナノファイバ (CNF) を感応膜 に用い,温度と湿度に感受性をもつセンサを 作製した。石英ガラス上に Au/Cr 櫛歯電極を 形成し,その上に感応膜となる CNF 膜を形成 した。CNF 膜は,膜厚が 190nm,270nm とな る 2 条件でスピンコートし,80℃,30min で 加熱処理した。作製したサンプルについて, 温度 25℃,15℃,5℃の3条件,相対湿度 10%RH から 90%RH の範囲で,測定周波数 100Hz における櫛歯電極間のインピーダンス を測定した。その結果,CNF 膜厚が異なるセ ンサのインピーダンスを用いることがわかった。 *株式会社太陽機械製作所

マルチTSV構造電流端子を有するMEMSロゴ スキーコイル

渡部善幸 加藤睦人 矢作徹 村山裕紀 九
里伸治* 吉田賢一* 指田和之* 新井大輔*
池田克弥* 池田康亮* 竹森俊之*
2019 年第 80 回応用物理学会秋季学術講演会 (2019.9.19)

TSV 構造の電流端子を有する MEMS ロゴ スキーコイルを開発した。シリコンに形成し た多数の TSV を電流端子として通電したと きの MEMS ロゴスキーコイルによる電流検 知特性を調べた。その結果,リファレンス電 流センサと同様の安定した出力が得られた。 *新電元工業株式会社

MEMS プロセスを用いた微細棚構造の形成と 樹脂への構造転写

矢作徹 村山裕紀 阿部泰 村上穣 岩松新之輔 加藤睦人 渡部善幸 峯田貴* 第 35 回「センサ・マイクロマシンと応用シ

ステム」シンポジウム(2018.10.31) 本研究では、スパッタリング、ドライエッ チング、ウエットエッチング等の MEMS プロ セスを用いて Si 基板上に数 µm ピッチのリッ ジ(筋)構造、及び数百 nm ピッチの微細棚 構造を作製し、作製した基板を型に用いて熱 インプリントによる樹脂への形状転写につい て検討した。その結果、数百 nm ピッチの極 細棚構造に樹脂が充填されるものの、離型に おいて充填された樹脂部分がスムーズに型離 れしないことを確認した。

*山形大学

MEMS プロセスを用いた斜め多段フィン構造の形成と構造転写の検討

矢作徹 村山裕紀 渡部善幸 峯田貴*
(一社)表面技術協会 第139回講演大会
(2019.3.19)

我々はこれまで、MEMS プロセスを用いて Si 基板上に数 μm ピッチのリッジ(筋)構造, 及び数百 nm ピッチの水平多段フィン構造を 作製し,作製した基板を型に用いた成形によ る樹脂への構造転写について検討してきた。 しかしながら,離型において樹脂がスムーズ に型離れせずリッジから剥離することが課題 となっていた。そこで本研究では,離型方向 に傾斜した斜め多段フィン構造基板を型に用 いて成形を行った。その結果,樹脂はリッジ から剥離せず,水平多段フィンの場合に比べ て離型性が改善されることを確認した。 *山形大学

セルロースナノファイバーを用いたプリン タブル湿度センサの開発

村山裕紀

「エレクトロニクス実装学会 2018 ワークショップ」(2018.10.11~12)

(㈱太陽機械製作所と共同で開発しているプ リンタブル湿度センサについて,感湿膜のセ ルロースナノファイバー(CNF)厚さがセン サ抵抗のばらつきに及ぼす影響を評価した。 感湿膜の膜厚のみが異なる4種類の湿度セン サを用意し,同一条件にてセンサ抵抗のばら つきを評価した。その結果,膜厚が厚いと低 湿度側,薄いと高湿度側でセンサ間での抵抗 のばらつきが大きくなる傾向があることが分 かった。

混練型WPCの耐候性能の評価に関する研究 江部憲一

日本木材保存協会第 35 回年次大会(2019.5.28) 木材・プラスチック成形複合材(WPC)は,

これまでデッキ材等のエクステリア部材に多 く採用されてきたため,耐朽性に関しては数 多くの研究が行われてきた。一方で,耐候性 に関しては比較的研究が少ない状況であった。 そこで WPC の耐候性能に関して詳細に検討 した。その結果,表面に発生するチョーキン グの発生に影響をおよぼす気象因子,チョー キング発生量に着目した屋外暴露と促進耐候 性試験の相関について明らかにした。

各種カルシウム剤のラ・フランス果肉への 影響

長俊広 野内義之 城祥子 菅原哲也 日本食品科学工学会第 66 回大会(2019.8.30)

ラ・フランスは収穫後短期間で軟化し,食品加工では殺菌等の熱処理によりさらに軟化 する。そこで,ラ・フランス果肉の軟化抑制 に適したカルシウム剤の選定を目的に,各種 カルシウム剤をラ・フランス果肉へ浸透後, 加熱処理し,果肉硬度測定および食味評価を 行った。

本研究は, 農研機構生研支援センター「革新 的技術開発・緊急展開事業(うち先導プロジ ェクト)」の支援を受けて行った。

国産原料を利用した熟成生ハム開発とその 商品化

菅原哲也 杉本昌弘* 带谷伸一** 日本食品科学工学会平成 30 年度東北支部大 会(2018.10.13)

熟成生ハムは、骨付きのモモ肉を塩漬し、 乾燥、熟成工程を経て製造される。外国産熟 成生ハムとして、イタリア産プロシュート・ パルマ、スペイン産ハモン・セラーノが広く 知られており、いずれも半年から2年の塩漬、 熟成工程がある。近年、日本でも熟成生ハム が製造されるようになっているが、熟成生ハ ム各部位や熟成期間中の呈味性や呈味成分変 化について、詳細な検討は行われていない. 本研究では、代謝物分析や呈味性解析により、 最適な熟成期間について考察するとともに、 その嗜好性について、官能評価により検討し、 国産原料を使用した熟成生ハムを商品化した。 *慶應義塾大学先端生命科学研究所 **株式会社東北ハム

山形県地域農産資源の生理活性評価と加工 品開発

菅原哲也

K-ARC シンポジウム 2018 (2018.11.26)

食用ギク花弁に含まれる主要なフラボノイ ドを各種カラムクロマトにて単離・精製後, 精密質量解析や核磁気共鳴スペクトル解析等 で化学構造を決定し,その生理活性を評価し た。食用ギクから単離した各フラボノイドに ついて,マウスを使用し,四塩化炭素が誘導 する急性肝障害の抑制効果について解析した。

オウトウ各栽培品種果実に含まれるアント シアニン,フラボノイドを同定,定量し,そ の品種間差異を示した。オウトウの主要なア ントシアニンの生体吸収性,2型糖尿病や脂 質代謝への効果を動物実験にて解析した.果 皮・果肉にアントシアニンを多量に含有する 品種を利用して,企業との共同研究によりア ントシアニンを高含有する果実パウダーを開 発した。

ラッカセイ胚芽について、メタボローム解析 の結果、子葉と比較し、アミノ酸含有量が顕 著に高い値を示し、リン脂質や核酸類も高い 傾向を示した。動物実験では、2型糖尿病モ
デルマウスにおいて, ラッカセイ胚芽投与に より, 血中コレステロール, 血中インスリン レベルが低下する傾向を示した。企業と連携 し, ラッカセイ胚芽を利用した菓子類を多数 試作開発した。

トマトピューレの燻製処理による成分特性 評価

菅原哲也 対馬里美 若山正隆* 日本食品工学会第 20 回大会 (2019.8.7)

トマト (Solanum lycopersicum) は南米原 産のナス科ナス属の植物で,日本では一年生 植物として栽培される。全国で高品質なトマ トが盛んに栽培されており、トマトジュース をはじめ多種・多様な加工品が製造、販売さ れている。一方, 燻製はサクラ等の木材を加 熱し、発生する煙で食材を処理して、風味付 与や保存性を向上させる技術として古くから 利用されてきた。近年では、消費者の多様な 嗜好性に合わせて、農産物や魚介類、乳製品 等の燻製商品が製造されており、菓子等で燻 製風味の商品も販売されている。本研究では, 燻製の風味付与が可能となる新規なトマト素 材を開発することを目的として、トマトピュ ーレを燻製処理し,その成分特性を評価した。 *慶應義塾大学先端生命科学研究所

山形県庄内産カナガシラ(Lepidotrigla microptera Günther)の加工利用と成分特性 菅原哲也 高橋精一*

日本食品科学工学会第66回大会(2019.8.31) 山形県庄内地域では年間約30トンのカナ ガシラが水揚げされているが,骨が多く食べ にくいことから,鮮魚として,ほとんど流通 していない。また,江戸時代には白身の高級 魚として人気が高く,だし汁は旨味が強く, 栄養価が高いとされ,産後の婦人の栄養補給 として利用されていたが,旨味成分や栄養成 分,生理活性成分等の詳細は報告されていな い。本研究では,カナガシラを未利用資源と してとらえ,焼き干しに加工するとともに, その成分特性を解析した。さらに,焼き干し に加工する際に多量に排出される残渣(頭部, 内臓等)を活用し,魚醤油を試作開発した。 *新栄水産有限会社 a-InGaZnO TFTの静電位測定への応用

岩松新之輔 竹知和重* 田邉浩* 加藤睦人 第 80 回応用物理学会秋季学術講演会 (2019.9.18)

半導体素子の微細化、高密度集積の進展に 伴い、静電気対策の必要性が高まっている。 我々は、デュアルゲート型 a-InGaZnO TFT の ドレイン電流が帯電物の接触により変化する ことを確認し,静電気センシングのポテンシ ャルを報告している。本研究では、ボトムゲ ート型 a-InGaZnO TFT を用いて静電気への感 受性を評価した。測定の結果、正に帯電した アクリルプローブを接触させることでドレイ ン電流が増加し、引き離すとドレイン電流が 減少する変化が観察された。一方、負に帯電 した PTFE プローブについては, 接触時にドレ イン電流が減少,引き離し時にドレイン電流 が増加する変化が観察され、帯電プローブの 極性に応じたドレイン電流変化が確認された。 *Tianma Japan 株式会社

研究成果広報委員

小	林	誠	也	中	野	正	博
金	田		亮	高	橋	義	行
藤	野	知	樹	I	藤	晋	平
佐	竹	康	史	渡	部	光	隆

山形県工業技術センター報告 No. 51 (2019) 2020 年 (令和2年)3月

> 発行 山形県工業技術センター 〒990-2473 山形市松栄二丁目2番1号 Tel. (023)644-3222

印 刷 株式会社大風印刷