



栃木県元気ニコニコ部長
とちまるくん

ISSN 1349-2608
No. 21 (2024)

令和5（2023）年度

研 究 報 告

Reports of Industrial Technology Center of Tochigi Prefecture

— 発信します 明日を拓く 確かな技術 —

栃木県産業技術センター

目 次

I 重点共同研究（実施：3テーマ）

- チタン合金のエンドミル加工における MQL 供給システムの開発（航空宇宙分野）・・・ 1
- 酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトを用いた透明樹脂用紫外線遮蔽材の開発
（環境・新素材）・・・ 8
- 原料改質による米粉製品の老化抑制技術の開発（フードバレーとちぎ）・・・ 14

II 共同研究（実施：7テーマ）

- 目視検査のエビデンス取得に関する研究・・・ 19
- 超小型衛星の評価試験に関する研究・・・ 25
- 未利用バイオマス資源を活用した防錆フィルムの研究開発（第1報）・・・ 31
- 未利用バイオマス資源を活用した防錆フィルムの研究開発（第2報）・・・ 35

非公開：4テーマ

III 受託研究（実施：15テーマ）

- シイタケの味・香り・食感の分析方法の確立とおいしさの見える化・・・ 41
- 高濃度セルロース繊維複合樹脂の配合及び射出成形条件が成形時のフィラー凝集や
物性に及ぼす影響・・・ 47

非公開：13テーマ

IV 重点研究（実施：1テーマ）

- 高圧水素用ステンレス鋼のドリル加工におけるバリ抑制手法の開発・・・ 55

V 経常研究（実施：11 テーマ）

● 立壁切削加工における AE センサを用いた工具欠損状態監視	60
● AE センサを用いた研削加工状態の推定	66
● 切削加工音による工具摩耗状態の推定に関する研究	71
● 樹脂 3D プリント造形物の表面仕上げ技術の開発	76
● 三次元測定機の測定方向による測定値の変動について	82
● 栃木県産日本酒の酒質に関する研究	86
● ポリ乳酸繊維の捺染条件に関する研究	89
● プラスチックへの銀導電膜作製に関する研究	96
● リサイクル樹脂を用いた抗菌性樹脂の開発	99
● 引き揃え糸による緯絰地の開発	103
● 県内産原料を用いた耐熱土及び耐熱釉薬の試作開発（第 2 報）	107

本研究報告における研究区分については、次により分類したものとなっています。

- I 重点共同研究：戦略 3 産業（自動車、航空宇宙、医療福祉機器産業）、未来 3 技術（AI・IoT・ロボット、光学、環境・新素材技術）及びフードバレーとちぎプロジェクトの食品産業分野において、企業、大学などと課題を分担して重点的に行うもの。
- II 共同研究：企業、大学などと課題を分担して行うもの。
- III 受託研究：企業や団体などからの委託を受けて行うもの。
- IV 重点研究：県内産業の振興のため県が単独で特に重点的に行うもの。
- V 経常研究：上記以外にて実施したもの。

また、知的財産権の保護等の観点から、非公開となっている研究テーマがございますので、御了承ください。

Contents

I Selected Cooperative Research

- Development of Minimum Quantity Lubrication Supply System in End Milling of Titanium Alloys 1
- Preparation of Zeolites Dispersed Ceria Nanoparticles as a UV-shielding Material for Transparent Resins 8
- Development of Technique for Inhibit Starch Retrogradation in Rice Flour Products by Modifying Materials 14

II Cooperative Research

- Evidence Acquisition in Visual Inspection 19
- Research on Test Method of Nanosatellite Evaluation 25
- Development of Anti-rust Film utilizing Unused Biomass
- Resources (1st report) 31
- Development of Anti-rust Film utilizing Unused Biomass Resources (2nd report) 35

III Contract Research

- Establishment of Methods for Analyzing the Taste, Aroma, and Texture of Shiitake Mushrooms and Visualization of Their Deliciousness 41
- Influence of Compatibilizer and Injection Molding Conditions on Appearance and Mechanical Properties of Cellulose Fiber/Polypropylene Composites 47

IV Selected Research

- Development of Method for Burr Suppression in Drilling of Stainless Steel for High-pressure Hydrogen 55

V Ordinary Research

● Monitoring of Tool Failure by Acoustic Emission Sensor in Vertical Wall Cutting	60
● Estimation of Stability of Grinding Process by Acoustic Emission Sensor	66
● Estimation of Tool Wear State by Cutting Sound	71
● Development of Surface Finishing Technique for Resin 3D Printed Objects	76
● Research on Measured Values Fluctuation Depending on Measuring Direction of Coordinate Measuring Machine	82
● Research on the Quality of Japanese Sake Brewed in Tochigi Prefecture . .	86
● Research on Printing Under Heating Treatment Conditions for Polylactic Acid Fibers	89
● Preparation of Silver Conductive Films on Plastic Substrate	96
● Development of Antibacterial Resin using Recycled Polypropylene	99
● Development of Kasuri-weft Fabric using Paralleled Yarn	103
● Development of Clay and Glaze for Heat-resistant Pottery using Raw Materials from Tochigi Prefecture (2nd Report)	107

I 重点共同研究

Selected Cooperative Research

重点共同研究（航空宇宙分野）

チタン合金のエンドミル加工における MQL 供給システムの開発

近藤 弘康* 棚原 貴登* 石原島 弘明*
小嶋 広光** 小松 弘樹** 関戸 誉道** 藤野 聡** 有住 真吾**

Development of Minimum Quantity Lubrication Supply System in End Milling of Titanium Alloys

KONDO Hiroyasu, TANAHARA Takato, ISHIHARAJIMA Hiroaki
KOJIMA Hiromitsu, KOMATSU Hiroki, SEKIDO Takamichi, FUJINO Satoshi and ARIZUMI Shingo

本研究では、チタン合金のエンドミル側面切削における工具の長寿命化のため、MQL のエア圧力や流量、ノズル形状変更時のエア打力を測定し、選定した条件で工具摩耗試験を行い、オイルミスト効果を評価することで、大型部品等に適用可能な MQL 供給システムの開発を行った。航空機部品を模擬した加工モデルに対して開発システムを用いた結果、ノズル距離 120mm、ノズル角度 45° の条件で中仕上げ加工条件・荒加工条件ともに摩耗の進行が抑制され、荒加工条件では従来用いられている高压クーラントに比べて 3 倍以上の工具寿命が得られた。

Key words: MQL, エンドミル加工, チタン合金, エア打力, 供給システム

1 はじめに

ボーイング 787、エアバス 350 等の新型航空機では、機体の軽量化等を目的とした CFRP の利用増に伴い、熱膨張率や電蝕の問題から CFRP と接する金属部材にチタン合金が多用されている。

チタン合金は熱伝導率が小さく、刃先温度が高温になる等の要因のため工具寿命が著しく短く、部品製造コストにおける工具費の割合が高くなっており、工具の長寿命化によるコスト低減が求められている。

航空機部品サプライヤがチタン合金の切削加工を行う際、切りくず排出や冷却を目的として主に高压クーラントを用いた加工が行われているが、更なる工具寿命の長寿命化のため、微量の切削油剤を圧縮空気とともにオイルミストとして供給する MQL (Minimal Quantity Lubrication) 加工が注目されている。

令和 3 年度の研究において、MQL におけるエンドミルとノズルの距離（以下、ノズル距離）や切削方向に対するノズルの方向（以下、ノズル方向）が工具寿命に与える影響を明らかにし、航空機部品を模擬したモデルに MQL を適用したところ、加工機の差異に関係なく、従来用いられている高压クーラントに比べて 10 倍以上の工具寿命が得られた¹⁾。

一方、このときのオイルミストの効果が得られるノズ

ル距離は 50mm であったため、適用できる対象が限られており、ノズルの干渉が懸念される大型部品・立壁加工部品等に適用対象を広げるため、オイルミスト効果が得られるノズル距離の延長が求められている。

そこで本研究では、MQL のエア圧力や流量、ノズル形状変更時のエア打力の測定結果から条件を選定し、選定した条件で工具摩耗試験を行い、オイルミスト効果を評価することで、チタン合金のエンドミル側面切削における大型部品等に適用可能な MQL 供給システムの開発を目指す。

2 研究の方法

2. 1 エア圧力・流量変更時のエア打力評価

様々なオイルミストブロー条件（エア圧力・流量・ノズル形状等）を評価する場合、工具摩耗試験でオイルミストの効果の有無を確認するには、多くの工具・被削材及び実験時間を要するため、代替手段で効果を確認できることが望ましい。

令和 3 年度の研究結果から、刃先に発生する凝着物の除去の有無によってオイルミストの効果が決定されている可能性が高い¹⁾ため、エア打力（吹き飛ばし力）を定量化する手法を検討し、オイルミスト効果の評価を試みた。

エア打力の測定については、はかりを用いたエアブロー力の評価を行った手法²⁾を参考とし、一定面積にお

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 東都工業株式会社

ける打力を評価可能にするため、 $\phi 6\text{mm}$ 超硬軸を精密はかり（エー・アンド・デイ製 EJ-1500）に立て、 $\phi 6.3\text{mm}$ の穴を空けた防風カバーを設置することで、超硬軸の先端をカバーの外に出し、 $\phi 6\text{mm}$ の面に当たるエアの打力のみ測定可能な装置を製作し、評価に用いた（図 1）。

試験方法は、5 軸マシニングセンタ（DMG 森精機 DMF180）の主軸にオイルミストノズルを取り付け、下向きにエアブローが吐出されるよう段取りを行い（図 2）、表 1 のとおりエア入力圧・流量を設定し、ノズル距離を 10mm から 150mm まで 10mm 刻みで変更し、エアブローを吐出した際の精密はかりの表示荷重を記録した。

なお、オイルミスト装置はフジBC技研製Bluebe Model FK を用い、ノズルは当装置付属の標準ノズル（LOC-LINE® 1/4inch システム 1/8inch ラウンドノズル）を用いた。

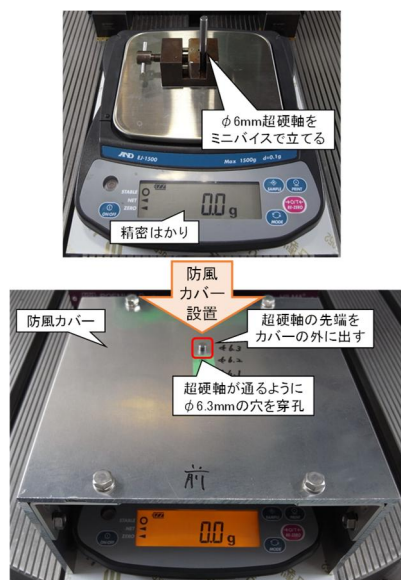


図 1 エア打力評価装置

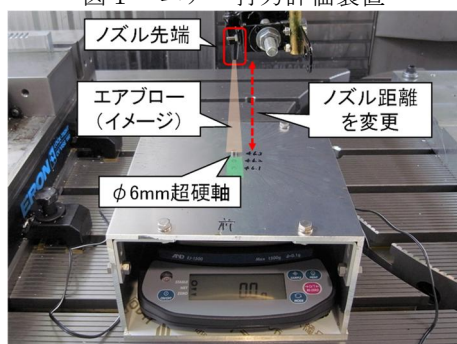


図 2 エア打力評価試験段取り

表 1 エア入力圧・流量条件

条件	入力圧	流量
①	0.6MPa	100L/min
②	0.7MPa※ ¹	100L/min
③	0.6MPa	145L/min※ ²
④	0.7MPa※ ¹	145L/min※ ²

※¹ 装置最大入力圧

※² 装置最大流量

2. 2 ノズル変更時のエア打力評価

2. 1 におけるエア入力圧・流量の比較によって、装置付属の標準ノズルを用いてオイルミスト効果を延長できる可能性が得られた。そこで、更に有効なノズル距離を伸ばすため、ノズル変更時のノズル距離とエア打力の関係性を評価した。

標準ノズルの口径は 1/8inch (=3.175mm) であるため、吐出エアを絞ることを目的とし、評価ノズルは口径が 3mm 以下のいけうち製の直進エアノズル 4 種（表 2、図 3）を用い、2. 1 と同様の段取りでノズル距離を 10mm から 150mm まで 10mm 刻みで変更した際の精密はかりの表示荷重を記録した。

なお、エア入力圧は 0.7MPa、エア流量は装置最大流量とした。

表 2 評価ノズル一覧

	型番	口径
①	1/8M CCP φ 1.0A S303	φ 1.0mm
②	1/8M CCP φ 1.5A S303	φ 1.5mm
③	1/8M CCP φ 2.0A S303	φ 2.0mm
④	1/8M CCP φ 2.5A S303	φ 2.5mm

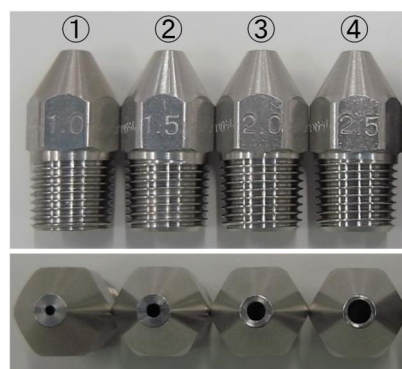


図 3 評価ノズル外観
（上：側面，下：正面）

2. 3 選定ノズルを用いた摩耗試験

2. 2 で選定したノズルを用いて、オイルミスト効果が得られるか確認を行うため、表 3 の工具・切削条件で 5 軸マシニングセンタ（DMG 森精機 DMF180）を用いて、64 チタン圧延材（AMS4911）の摩耗試験を実施した。試験段取りを図 4 に示す。

なお、ノズル距離は 120mm とし、ノズル方向は図 5 のとおり、エンドミルの進行方向に対して前方からオイルミストを当てる方向（0°）に固定し、ノズル角度は図 6 のとおり 30° と 45° の 2 つの角度で試験を行った。摩耗幅はマシニングセンタ内に固定したカメラを用いて各切削距離の刃先の定点観察像から測定した。切削力は切削抵抗測定装置（日本キスラー 9257B）を用いて測定し主分力のピーク平均を使用した。

表 3 工具・切削条件

工具	直径	10mm
	形状	ラジアスエンドミル
	コーティング	TiAlN
	母材	超硬
	刃数	2 枚刃
切削条件	切削速度	100m/min
	1 刃送り	0.1mm/tooth
	軸方向切込み	3.0mm
	半径方向切込み	1.0mm

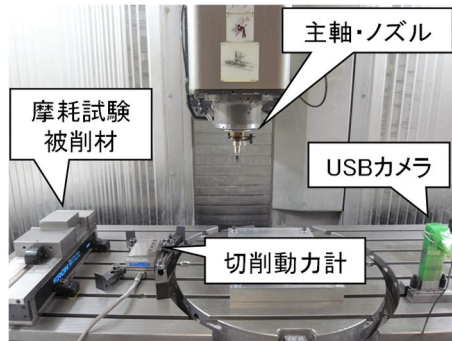


図 4 摩耗試験段取り

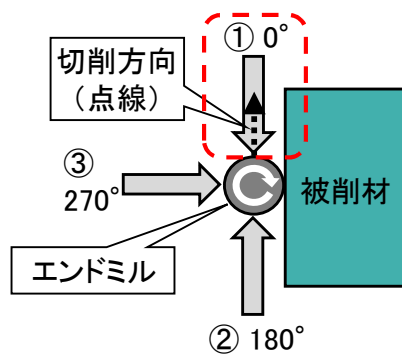


図 5 ノズル方向

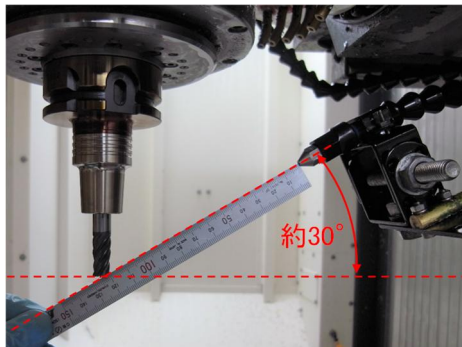
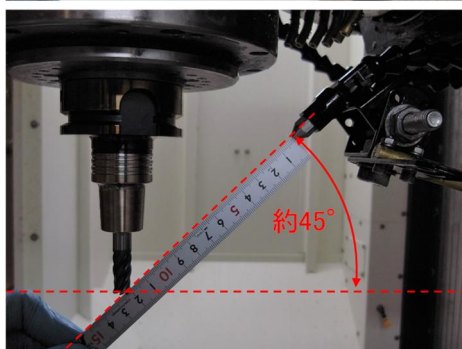


図 6 ノズル角度（上：30°，下：45°）

2. 4 MQL 供給システムの開発

2. 1～2. 3の結果からオイルミストブロー条件を選定するとともに、MQL 使用時の段取りを容易にするため、使用工具に応じたノズル位置の調整が可能な機構を考案し、MQL 供給システムの開発を行った。

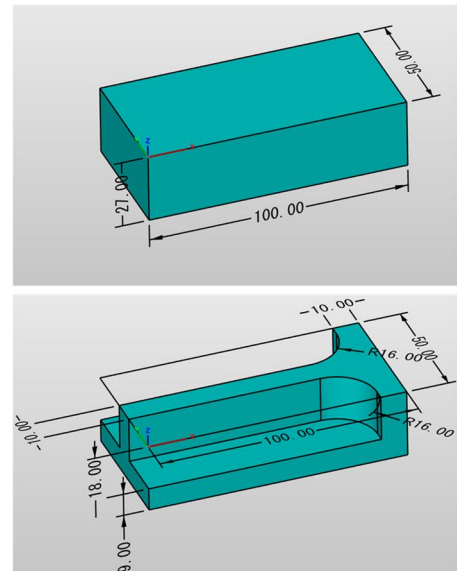
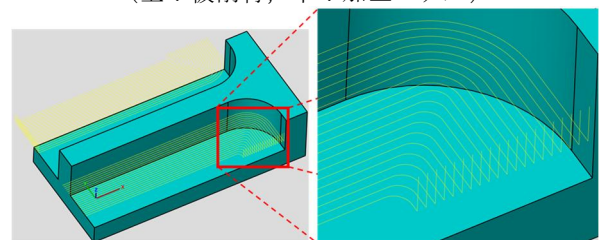
2. 5 実証試験

開発した MQL 供給システムの実証のため、側面切削の中仕上げ加工条件及び荒加工条件で航空機部品を模擬した加工モデルを複数個切削し、MQL と高圧クーラントにおける工具摩耗状態の比較を行った。

2. 5. 1 中仕上げ加工実証試験

5 軸マシニングセンタ (DMG 森精機 DMF180) を用いて、図 7 の加工モデルを複数個切削し、摩耗幅と切削力の測定を行う実証試験を行った。

加工パスについては、図 8 のとおり、輪郭加工のオフセットを 20 回行うとともに、軸方向切込み 3mm を 6 段行うことで、側面切削の中仕上げ加工を繰り返し行うパスを用いた。なお、切削長については、加工モデル 1 個につき 20.2m の長さとなる。また、被削材は 64 チタン圧延材 (AMS4911)、工具・切削条件は表 3 のとおりとし、ノズル距離は 120mm、ノズル角度は 45°、ノズル方向は 270° とした。ここで、摩耗幅と切削力の測定については 2. 3 と同様の手法を用いた。


図 7 中仕上げ加工実証試験の加工モデル
（上：被削材，下：加工モデル）

図 8 加工パス
（輪郭加工 20 回オフセット，1 段目のみ表示）

2. 5. 2 荒加工実証試験

5 軸マシニングセンタ（牧野フライス a61nx）を用いて、航空機部品を模擬した加工モデルを複数個切削し、チップ摩耗状態の評価を行う実証試験を行った。

なお、工具はチップ交換式ラジラスエンドミルを用い、切削条件は荒加工条件とし、チップ摩耗状態はデジタル顕微鏡（ハイロックス KH-8700）を用いて観察を行った。

3 結果及び考察

3. 1 エアー圧力・流量変更時のエアー打力評価

エアー入力圧・流量変更時のエアー打力評価結果を図 9 に示す。各条件ともにノズル距離が遠くなるにつれてエアー打力が小さくなり、入力圧・流量を大きくすると、どちらもエアー打力は増加することが分かる。

過去の研究¹⁾において、条件①のエアー入力圧・流量条件にて、ノズル距離 50mm までオイルミスト効果が有効であることを確かめられたため、条件①のノズル距離 50mm におけるエアー打力 8g を基準とする場合、条件④ではノズル距離 100mm においてオイルミスト効果が得られると期待される。

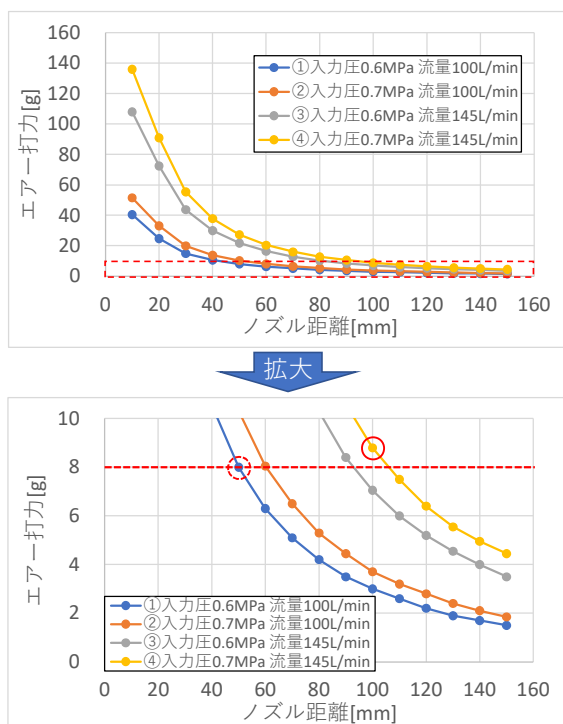


図 9 ノズル距離とエアー打力の関係
(エアー入力圧・流量変更)

3. 2 ノズル変更時のエアー打力評価

ノズル変更時及び標準ノズルのエアー打力評価結果を図 10 に示し、各条件のエアー出口圧、エアー流量の測定結果を表 4 に示す。ノズル口径 $\phi 2.0\text{mm}$ 、 $\phi 2.5\text{mm}$ は標準ノズルよりも強いエアー打力を示し、エアー打力 8g

を基準とする場合、ノズル距離 120mm においてどちらもオイルミスト効果が得られると期待される。

一方、ノズル口径 $\phi 1.5\text{mm}$ は標準ノズルと同程度のエアー打力を示し、ノズル口径 $\phi 1.0\text{mm}$ は標準ノズルよりも弱いエアー打力を示した。これはノズル口径を絞ることでエアー出口圧は大きく出来るものの、ノズルの出口面積が小さくなるため、エアー流量が低下し、結果としてエアー打力が弱まったものと考えられる。

また、ノズル口径 $\phi 2.0\text{mm}$ と $\phi 2.5\text{mm}$ について比較すると、 $\phi 2.0\text{mm}$ は $\phi 2.5\text{mm}$ に比べ、エアー流量が小さいため、エアーを供給するコンプレッサーの負荷を考慮すると、エネルギーコストの面から $\phi 2.0\text{mm}$ の方が望ましいと言える。

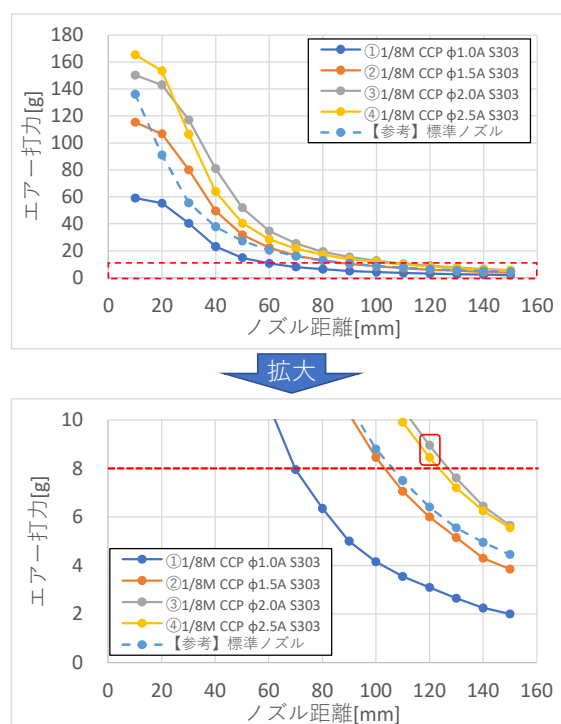


図 10 ノズル距離とエアー打力の関係
(ノズル変更)

表 4 ノズル変更時のエアー出口圧・エアー流量

条件	エアー出口圧	エアー流量
①	0.62MPa	30L/min
②	0.50MPa	55L/min
③	0.36MPa	85L/min
④	0.25MPa	120L/min

3. 3 選定ノズルを用いた摩耗試験

3. 2 で選定したノズル「1/8M CCP $\phi 2.0\text{A}$ S303」及び高圧クーラント、標準ノズル（ノズル距離 50mm、ノズル角度 30° ）を用いた結果を図 11 に示す。

ノズル角度 30° 、 45° とともに切削長 10m 以降、摩耗の進行が抑制され、高圧クーラントに比べて長寿命の結果

が得られた。なお、標準ノズルの結果と比較したところ、
 摩耗幅・切削力ともに同様の推移を示すため、選定ノズル
 を用いた本試験の条件はオイルミスト効果を有する
 と言える。また、3. 1、3. 2で用いたエア打力を
 指標とした評価方法はオイルミスト効果の有無の評価
 に活用可能と考えられる。

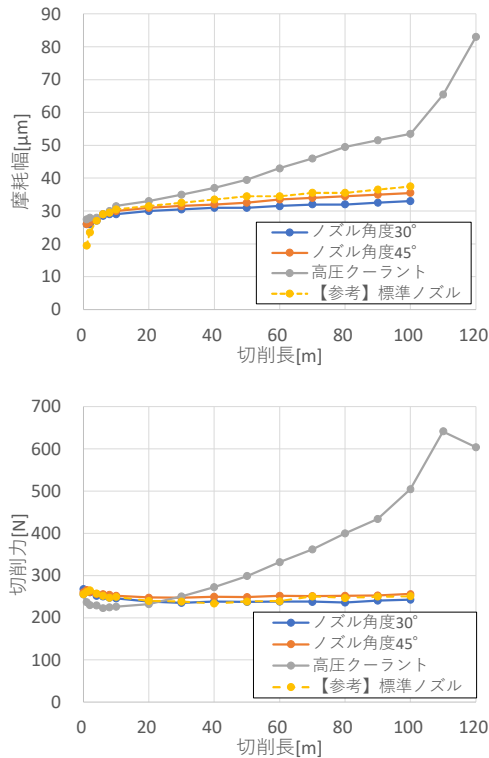


図 1 1 摩耗試験結果（上：摩耗幅，下：切削力）

3. 4 MQL 供給システムの開発

3. 1～3. 3の結果を基に、エア入力圧「0. 7MPa」、
 エア流量「85L/min」、ノズル「1/8M CCP φ2. 0A S303」
 を採用し、開発した MQL 供給システムを図 1 2、1 3に
 示す。

当システムは主軸固定治具、ステージ固定治具、1 軸
 ステージ、スライダ治具から構成され、スライダ治具に
 ノズル「1/8M CCP φ2. 0A S303」を固定することで、図
 1 3のとおりのノズル距離 120mm、ノズル角度 45° で MQL
 を供給することが可能である。

なお、1 軸ステージを用いてノズル位置を工具軸方向
 に調整可能であり、ステージ固定治具と 1 軸ステージの
 間にスペーサーを入れることでノズル位置を工具半径
 方向に調整可能であるため、様々な工具に対応できる。

加えて、サブノズル治具を設置することで、2 本のノ
 ズルで深い軸方向切込みにも対応可能である（図 1 3）。

また、加工機の主軸の構造に応じて、主軸固定治具と
 ステージ固定治具を製作することで、他の加工機にも設
 置が可能である。

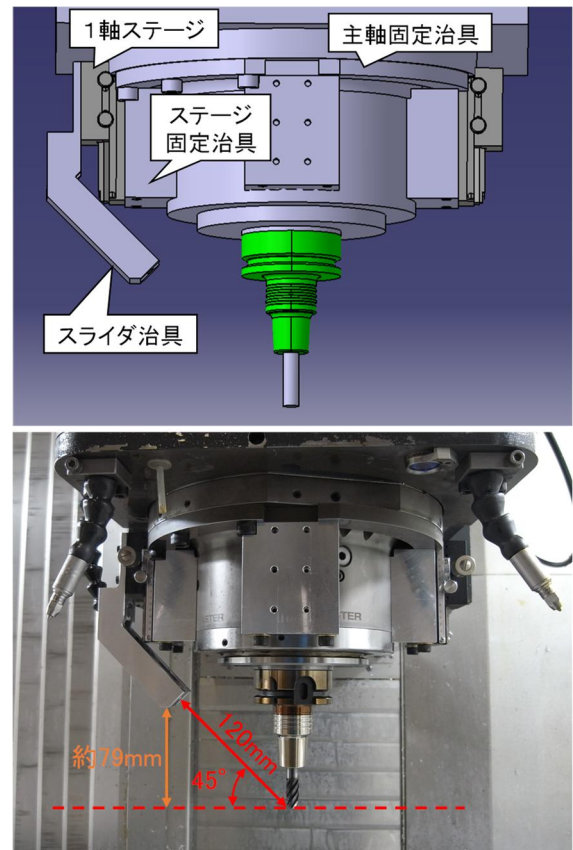


図 1 2 MQL 供給システム

【DMG 森精機 DMF180 用】

（上：3DCAD モデル，下：装置取付時外観）

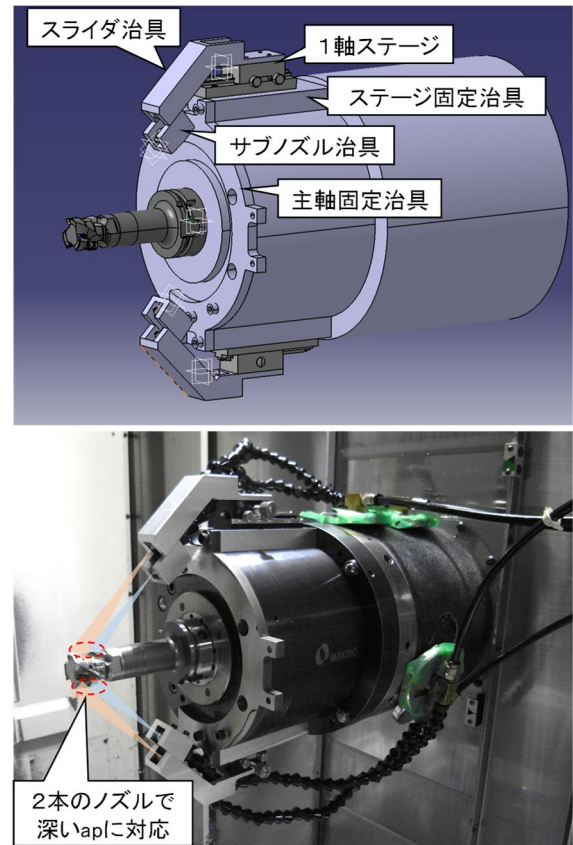


図 1 3 MQL 供給システム

【牧野フライス a61nx 用】

（上：3DCAD モデル，下：装置取付時外観）

3. 5 実証試験

3. 5. 1 中仕上げ加工実証試験

開発システム及び高圧クーラント、標準ノズル（ノズル距離 50mm, ノズル角度 30°）を用いた結果を図 1 4 に示す。

摩耗幅に着目すると、開発システムは摩耗の進行が抑制され、高圧クーラントに比べて長寿命の結果が得られた。標準ノズルの結果と比較したところ、初期摩耗の違いから、開発システムはやや大きい値を示しているが、摩耗の進行は同様の推移を示すことが伺える。

また、切削力についても同様の推移を示すことから、開発システムは図 7 の加工モデルにおいてもオイルミスト効果を有すると言える。

開発システムを用いることで、工具先端からノズル治具まで約 79mm のクリアランスが得られる（図 1 3）ことから、厚み 79mm 以下の大型部品等への MQL の適用が期待できる。

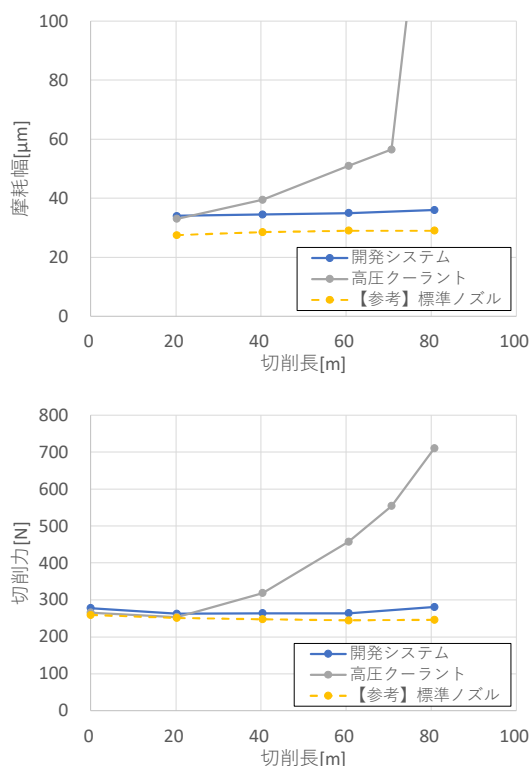


図 1 4 中仕上げ加工実証試験結果
（上：摩耗幅，下：切削力）

3. 5. 2 荒加工実証試験

開発システム及び高圧クーラントを用いた試験におけるチップの観察結果を図 1 5 に示す。

高圧クーラントを用いた場合、被削材 1 個目加工後にチップに欠けが発生し、2 個目の途中で加工機のロードメータの値がリミット値に近づいたため、試験を中止した。一方、開発システムを用いた場合、被削材 3 個加工後もチップに大きな欠けは見られなかった。

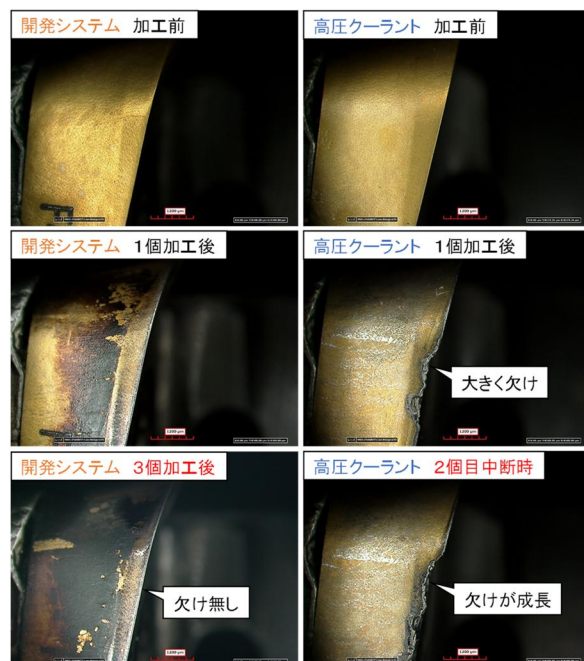


図 1 5 荒加工実証試験におけるチップ観察結果

そのため、荒加工条件においても、開発システムはオイルミスト効果を有し、従来用いられている高圧クーラントに比べて、3 倍以上の工具寿命が得られた。

4 おわりに

本研究では、MQL のエア圧力や流量、ノズル形状変更時のエア打力の測定結果から条件を選定し、選定した条件で工具摩耗試験を行い、オイルミスト効果を評価することで、チタン合金のエンドミル側面切削における大型部品等に適用可能な MQL 供給システムの開発を行い、以下の知見を得た。

- (1) エア打力評価方法を考案し、エア圧力や流量、ノズル形状を変更した際のエア打力を評価した結果、ノズル距離 120mm でオイルミスト効果を有する条件が得られた。
- (2) 得られたオイルミストブロー条件を採用するとともに、使用工具に応じたノズル位置の調整が可能な機構を考案することで、MQL 供給システムの開発を行った。
- (3) 中仕上げ加工条件の切削試験を行い、開発システムはノズル距離 120mm, ノズル角度 45° でオイルミスト効果を有することを実証した。
- (4) 荒加工条件の切削試験を行い、従来用いられている高圧クーラントに比べて、開発システムは 3 倍以上の工具寿命が得られた。

謝 辞

本事業で用いた測定機の一部は公益財団法人 JKA の補助事業によるものであり、競輪マークを記して謝意を表

する。

参考文献

- 1) 近藤 弘康ほか: “栃木県産業技術センター研究報告”, 19, 1-5, (2022)
- 2) 寶山 靖浩ほか: “品質工学”, 17 (3), 65-72, (2009)



本研究は、公益財団法人 JKA 補助事業により整備した機器を活用して実施しました。

重点共同研究（環境・新素材）

酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトを用いた

透明樹脂用紫外線遮蔽材の開発

飯塚 一智* 石田 莉菜* 加藤 栄* 清水 智弥** 石川 剛**

Preparation of Zeolites Dispersed Ceria Nanoparticles
as a UV-shielding Material for Transparent Resins

IIZUKA Kazutomo, ISHIDA Rina, KATO Sakae, SHIMIZU Tomoya and ISHIKAWA Tsuyoshi

酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトの透明樹脂用紫外線遮蔽材としての応用展開を図るため、ビーズミルによって、粒子内部に存在する酸化セリウムを露出させずに微粒子化するマイルド粉砕を検討した。その結果、酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトの約 200nm の微粒子化に成功し、その微粒子は粉砕前の結晶構造を維持し、粉砕前と同等の紫外線吸収性を示した。さらに、粉砕による酸化セリウムナノ粒子の脱離は見られず、酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト微粒子は酸化セリウムが有する酸化触媒活性を低減していることが分かった。酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト微粒子をシリカ系のコーティング液に分散させて成膜したコーティング膜には紫外線遮蔽性があり、可視光透過性に優れる紫外線遮蔽材としての活用が期待できることが分かった。

Key words: 酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト, ビーズミル, 紫外線遮蔽材, ポリカーボネート

1 はじめに

プラスチックなどの樹脂（高分子材料）は、太陽光などに含まれる紫外線の照射によって劣化し、その結果、材料強度の低下や色調の黄変曇化などが起こる¹⁾。この対策として、樹脂に紫外線吸収材等が添加されている。主な紫外線吸収材として、ベンゾトリアゾール系などの有機系材料や、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化セリウムなどの無機系材料が用いられている^{2),3)}。有機系材料は、樹脂との相溶性が良く、分散が容易であるが、耐久性が低く、また、その脱離により効果が低下する。一方、無機系材料は、耐久性は高いが、可視光透過率が低下するため透明性の高い樹脂には適用できない、触媒活性を有し樹脂を分解するなどの課題がある。

栃木県産業技術センターは、板状ゼオライト中にナノサイズの酸化セリウム粒子が均一に分散した新規材料を開発している⁴⁾。この酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトは、酸化セリウムがナノサイズであり、かつ酸化セリウムがゼオライト内部に均一分散していることから、紫外線を効率良く吸収し、また、酸化セリウムがゼオライト粒子内に存在するため、樹脂に対する酸化触媒活性を示さない優位性もある。大森らは、酸化セリウム

ナノ粒子分散ゼオライトのポリカーボネート樹脂への混合を検討し、その紫外線吸収性について評価したところ、酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト混合ポリカーボネートは良好な紫外線吸収性を示すことを明らかにしている⁵⁾。さらに、酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトの配合量が増加すると、紫外線吸収性は向上するが、可視光透過性が低下することが分かった。この問題については、酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトを 200nm 以下に微粒子化し、高分散性の混合試料を調製することで可視光透過性を向上させ、解決できると考えられる。

本研究では、当センターのシーズである酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトを用いて、酸化セリウムを表層部に露出させることなく、試料を微粒子化する粉砕方法を検討し、紫外線吸収性、可視光透過性を有し、酸化触媒活性が発現しない透明樹脂用紫外線遮蔽材の開発を目指す。

2 研究の方法

2. 1 試料

K 型リンデ Q ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot xH_2O$) は粒子径約 1 μ m、厚さが約 100nm の試料を合成した。

ポリプロピレン容器に K 型リンデ Q を 200g 量り取り、

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

** アシザワ・ファインテック株式会社

0.15, 0.20 mol・dm⁻³ Ce(NO₃)₃水溶液を 1.5L 加え、90℃の恒温槽中にて 24 時間イオン交換処理を行った。イオン交換試料は濾過、洗浄後、40℃で乾燥した。

イオン交換によって得られたイオン交換試料を、大気中、850～950℃で、1～3 時間加熱し、加熱試料（酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト）を得た。

2. 2 試料の粉碎

加熱試料（酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト）の粉碎には、マイルドな粉碎処理が可能なビーズミル装置（アシザワ・ファインテック DMS65）を使用した。粉碎試料の粒子径は、レーザ回折・散乱式粒子径分布測定装置（マイクロトラック・ベル MT3300（LOW-WET））により測定した。

2. 3 コーティング試料の調製

試料濃度が 2mass%となるよう加熱試料及び粉碎試料をゾルゲル液に混合してシリカ系のコーティング液を作製した。使用したゾルゲル液は、既往の研究を参考として⁶⁾、4.7ml のメチルトリメトキシシラン、0.54ml のトリメトキシボロン、0.095ml の酢酸、2ml の水を混合し、50℃で加熱しながら 5g まで濃縮した液とした。

成膜方法は、既往の研究を参考として⁷⁾、上記コーティング液を回転速度 500rpm としたスピコート装置（サンヨー電子 SS-1）で石英ガラス板上に塗布し、乾燥機内で 120℃の加熱乾燥を 2 時間行い、コーティング試料とした。

2. 4 評価

2. 4. 1 キャラクターゼーション

イオン交換試料を塩酸で酸分解し、誘導結合プラズマ発光分析装置（島津製作所 ICPS-8100CL）で Ce 及び K を定量し、Ce イオン交換率を求めた。

加熱試料及び粉碎試料は、粉末 X 線回折（XRD）（理学電機 RINT2550H）で結晶相を同定し、酸化セリウムのピーク強度比から試料間における酸化セリウム生成量を評価し、Scherrer 法から酸化セリウムの結晶子サイズを算出した。走査型電子顕微鏡（SEM）（日本電子 JSM-7400F）により形態、透過型電子顕微鏡（TEM）（日本電子 JEM-2010）により透過像を観察した。

2. 4. 2 酸化触媒活性評価

加熱試料及び粉碎試料を CeO₂含有量が 30mg になるよう、ひまし油に分散し、乾燥空気 300ml/min でバブリングしながら 120℃に加熱して酸化促進試験を行った。発生するひまし油の酸化生成物を蒸留水に捕集し、その導電率を測定することにより、酸化触媒活性を評価した（ランシマット法）。

2. 4. 3 紫外線遮蔽特性評価

加熱試料及び粉碎試料を粉末セルに充填し、自記分

光光度計（日本分光 V-670）で積分球を用いて拡散反射スペクトルを測定した。

コーティング試料については、自記分光光度計（日本分光 V-670）で積分球を用いて拡散透過スペクトルを測定した。

さらに、このコーティング試料で覆ったポリカーボネート板（PC 板）に、275nm 以下カットフィルターを付けたキセノンテスター（岩崎電気 XER-W83-T02）で疑似太陽光を照射し、PC 板の劣化評価からコーティング試料の紫外線遮蔽効果を確認した。この照射試験では放射照度を 180W/m²として約 337 時間の照射を行い、試料への露光量を 218MJ/m²とした。PC 板の劣化は、自記分光光度計（日本分光 V-670）で積分球を用いて拡散透過スペクトルを測定することにより、PC 板の黄変について評価した。

3 結果及び考察

3. 1 酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトの調製

イオン交換に使用した Ce(NO₃)₃溶液の濃度は、既往の研究⁴⁾を参考に 2 種類とし、Ce イオン交換率の違いによる酸化セリウム生成量、及び加熱したときの構造安定性（焼結性）への影響の違いを調べた。イオン交換溶液濃度とイオン交換試料の化学分析結果を表 1 に示す。

表 1 イオン交換溶液濃度とイオン交換試料の化学分析結果

試料名 (Ce-Q)	Ce(NO ₃) ₃ 溶液 mol・dm ⁻³	Ce 含有量 mass%	K 含有量 mass%	Ce イオン 交換率%
A	0.20	16.7	3.9	78.2
B	0.15	14.3	5.9	66.7
C		13.7	6.5	63.9

次に、イオン交換試料（Ce-Q:A,B,C）を、表 2 に示す条件で加熱し、それぞれの加熱試料（CeO₂-Q:A 加熱,B 加熱,C 加熱）を得た。それぞれ加熱処理は、加熱試料の母材の構造がビーズミル粉碎に及ぼす影響を調べるため、既往の研究⁴⁾を参考に、A,B は母材を非晶質とする条件、C は母材にゼオライト構造を維持する条件で行った。

図 1 に、加熱試料の XRD パターンを示す。母材は、A 加熱,B 加熱がほぼ完全な非晶質構造、C 加熱はゼオライト構造が残る構造となった。

すべての加熱試料から、28.4°、47.4°、56.2°等に加熱前のイオン交換試料ではみられない回折ピークが出現し、酸化セリウムナノ粒子の生成を示した。表 2 に、酸化セリウムのピーク強度について、A 加熱を 1 としたときの強度比と、Scherrer 法により算出した結晶子サイ

ズを示す。

酸化セリウムのピークの積分強度を比較すると、A 加熱、B 加熱が C 加熱よりも大きく、A 加熱、B 加熱が酸化セリウムの生成量が多いことを示唆している。酸化セリウム粒子の結晶子サイズは約 14～19nm であると算出され、試料間に大きな差は見られなかった。

表 2 加熱処理条件と加熱試料の構造

試料名 (CeO ₂ -Q)	加熱処理 条件	母材	酸化セリウム	
			XRD ピーク強度比 ※ A 加熱を 1 としたとき	結晶子 サイズ nm
A 加熱	900℃ 3h	非晶質	1	17
B 加熱	950℃ 1h	非晶質	0.97	19
C 加熱	850℃ 3h	ゼオライト	0.36	14

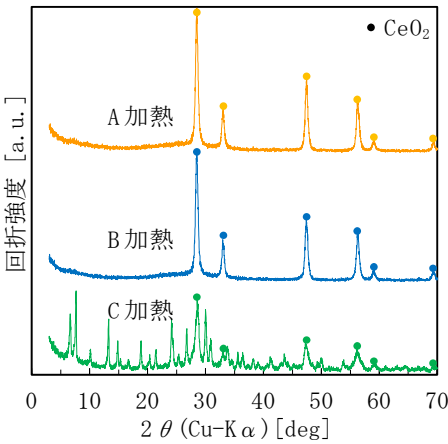
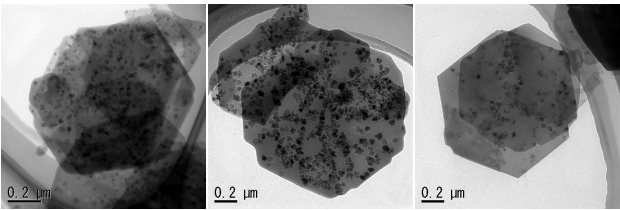


図 1 加熱試料の XRD パターン

また、図 2 に加熱試料の TEM 像を示す。全ての加熱試料で六角板状粒子内に酸化セリウムナノ粒子が分散して存在することが観察された。



(a) A 加熱 (b) B 加熱 (c) C 加熱

図 2 加熱試料の TEM 像

3. 2 酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトのビーズミルによる粉砕

表 3 に、ビーズミルを用いた粉砕実験条件を示す。Ce イオン交換率の高い A 加熱の一部に焼結がみられたことから、A 加熱の粉砕には前処理としてメノウ乳鉢で粗粉砕し、ビーズミル処理も、B 加熱、C 加熱より大きな粒子径のビーズを使用する等、強いエネルギー条件で処理した。

図 3 に、粉砕前の加熱試料(A 加熱、B 加熱、C 加熱)と粉砕試料 (nanoCeO₂-Q : A 粉砕、B 粉砕、C 粉砕) の粒

子径分布測定結果を示す。ビーズミル粉砕により、酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトが微粒子化することが確認された。

粉砕試料について、粒子径分布測定により算出された粒子径の d50 (中央値) は A 粉砕 : 265nm, B 粉砕 : 266nm, C 粉砕 : 246nm であった。

レーザ回折・散乱式粒子径分布測定装置では粒子を球形として粒子径を算出するため、試料形状によって誤差が生じる可能性があることから、粒子径の詳細な評価は SEM 観察によって行った。図 4 に粉砕試料の SEM 像を示す。粉砕試料に凝集が見られたが、ほとんどの粒子が約 200nm の微粒子であることが確認できた。

表 3 ビーズミル粉砕実験条件

試料名 (nano CeO ₂ -Q)	ビーズ	スラリー	スラリ ー供給 L/min	周速 m/s	処理 時間 min
A 粉砕	ZrO ₂ (Φ 0.3 mm)	20 %水溶液	0.1	12	150
B 粉砕	ZrO ₂ (Φ 0.1 mm)	17 %エタノール溶液	0.05	8	180
C 粉砕	ZrO ₂ (Φ 0.1 mm)	20 %エタノール溶液	0.05	8	150

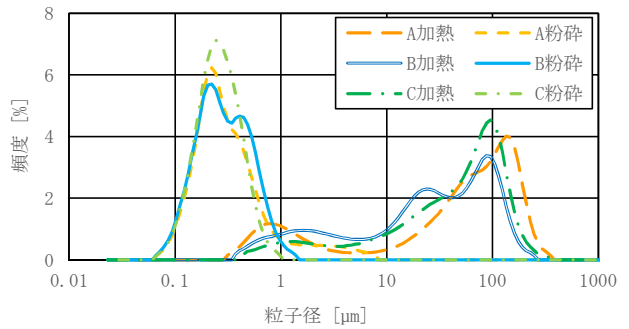
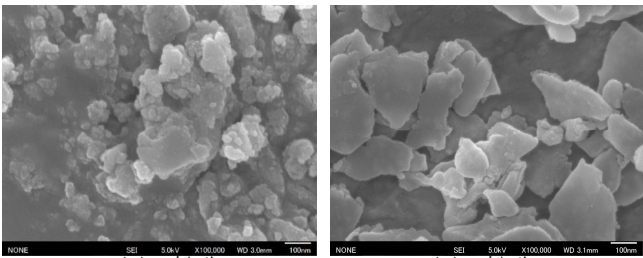
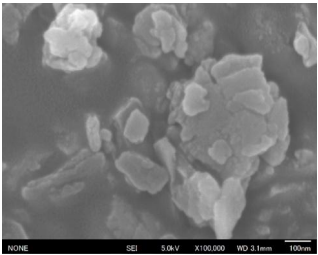


図 3 ビーズミル粉砕前後の粒子径分布



(a) A 粉砕 (b) B 粉砕



(c) C 粉砕

図 4 粉砕試料の SEM 像

ビーズミル粉碎により、約 200nm まで酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトを微粒化できることが分かった。

3. 3 酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト微粒子の評価

3. 3. 1 キャラクターゼーション

図 5 に、粉碎試料の XRD パターンを示す。全ての粉碎試料から酸化セリウムを示すピークがみられ、C 粉碎からはゼオライト構造を示すピークがみられた。このことから、表 3 に示した粉碎条件では、ビーズミル処理後も粉碎前の結晶構造を維持することが分かった。

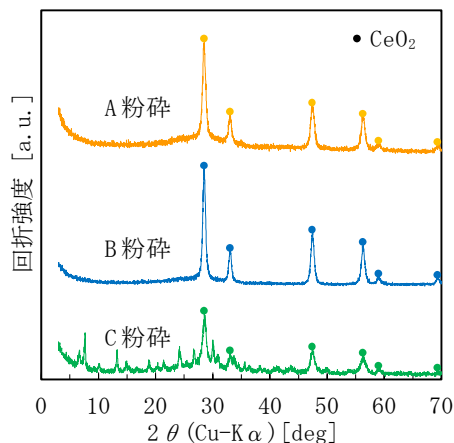


図 5 粉碎試料の XRD パターン

図 6 に、加熱試料及び粉碎試料の拡散反射スペクトルを示す。比較として、酸化セリウム試薬 (CeO_2) のデータを合わせて示す。すべての試料が紫外線吸収性を示した。そのなかでも、A 加熱、A 粉碎、B 加熱、B 粉碎は C 加熱、C 粉碎よりも紫外領域の吸収が大きく、酸化セリウムの生成量が多い試料の紫外線吸収性が高い結果を示した。粉碎前後の反射率に大きな差はなく、酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト微粒子は、粉碎前と同等の紫外線吸収性を示した。

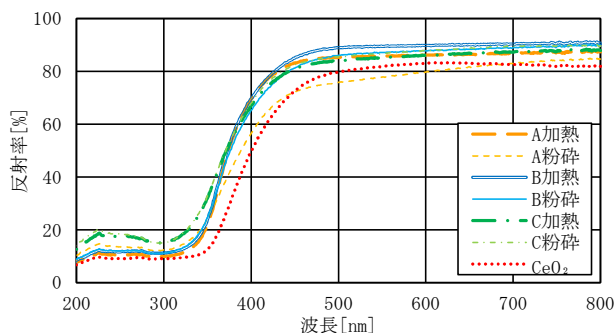


図 6 加熱試料及び粉碎試料の拡散反射スペクトル

3. 3. 2 酸化触媒活性

ランシマット法により、加熱試料及び粉碎試料の酸化触媒活性を評価した。ひまし油に添加する試料が酸化触

媒活性を有すると、ひまし油の劣化が促進され、発生する酸化物質を吸収した水の導電率が急激に上昇するまでの経過時間（誘導時間）が短くなる。図 7 に、吸収液の導電率変化を示す。本実験条件におけるひまし油（ブランク）の誘導時間は約 40h であった。一方、酸化セリウム試薬を添加した系 (CeO_2) では、酸化セリウムの酸化触媒活性発現により、誘導時間は約 13h と短くなった。

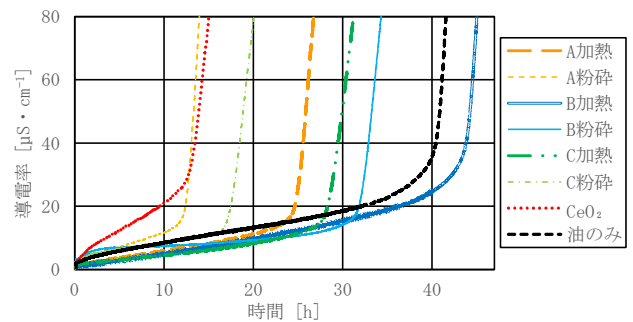


図 7 加熱試料及び粉碎試料の酸化触媒活性評価

A 粉碎の誘導時間は約 12h となり、酸化セリウム試薬と同程度の誘導時間の短縮があった。図 8 に、粉碎試料の TEM 像を示す。A 粉碎では、図 8 (a) のとおり、酸化セリウムナノ粒子が表層部に露出している様子が観察された。このことにより、酸化触媒活性が発現したと考えられる。A 粉碎における酸化セリウムナノ粒子の露出は、前処理としてメノウ乳鉢で粗粉碎し、さらに、B 粉碎、C 粉碎よりも強いエネルギーでビーズミル処理を行ったことが一因と考えられる。

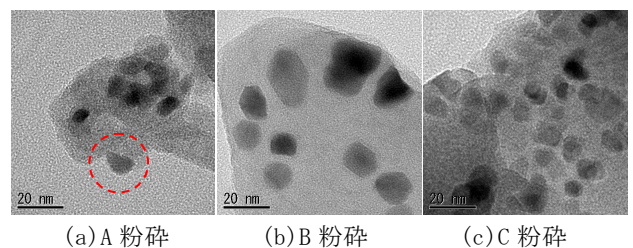


図 8 粉碎試料の TEM 像

A 粉碎を除いた試料の誘導時間は約 17～31h で、酸化セリウム試薬よりも長く、酸化セリウムが有する酸化触媒活性の低減が認められた。ゼオライト構造を有する C 粉碎よりも、母材が非晶質である B 粉碎の方が長い誘導時間を示し（約 31h）、ブランク（ひまし油のみ）と比較しても大きな差がなかった。なお、B 粉碎及び C 粉碎の TEM 像からは、明確な酸化セリウムナノ粒子の露出は確認されなかった（図 8）。これまでの研究から、母材の結晶構造は、加熱温度、加熱時間、イオン交換率で制御できることが分かっている。母材を非晶質に調製した酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトをビーズミルで

マイルドな条件を選択して粉碎することで、酸化触媒活性を低減できることが分かった。

3. 4 酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト含有コーティング試料の作製と評価

3. 4. 1 コーティング試料の作製

酸化触媒活性の低減が認められた B 加熱, C 加熱, B 粉碎及び C 粉碎を用いて, 試料を分散させたシリカ系のコーティング液を作製した。また, 酸化セリウム試薬を粉碎試料の酸化セリウム量と同等量を加えたコーティング液を比較試料 (CeO_2) とした。

C 加熱, C 粉碎のコーティング試料の外観を図 9 に示す。B 加熱, C 加熱のコーティング試料は, 目視で粒子の凝集が見られ, 均一に粒子が分散したコーティング膜は作製できなかった。C 粉碎のコーティング試料の外観は無色透明, B 粉碎は薄い白色であり, 両試料とも目視で粒子の凝集は確認できなかった。微粒子化により, 酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト含有コーティング試料の可視光透過性の向上が確認できたが, 透明性の高い試料調製には, コーティング試料の調製と粒子の分散が課題と考えられた。



(a) C 加熱 (b) C 粉碎
図 9 コーティング試料の外観

3. 4. 2 コーティング試料の評価

B 粉碎, C 粉碎及び比較試料 (CeO_2) のコーティング試料について, 自記分光光度計で積分球を用いて拡散透過スペクトルを測定し, その紫外線吸収性を評価した。

それぞれの拡散透過スペクトルを図 10 に示す。なお, 図 10 には, 試料を加えずにゾルゲル液とエタノールから作製したコーティング試料 (ブランク) も併せて示した。粉碎試料を加えたコーティング試料には紫外線領域に吸収があり, 紫外線吸収性が認められた。

コーティング試料の酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト微粒子の含有量を多くすることで, より紫外線吸収性を高くできると考えられるが, コーティング試料の紫外線吸収性と可視光透過性はトレードオフの関係があるため, 目的に合わせた試料を調製する必要があると考えられる。

B 粉碎, C 粉碎のコーティング試料で PC 板を覆い, 275nm 以下カットフィルターを付けたキセノンテスターで疑似太陽光にさらしてコーティング試料の紫外線遮蔽特性を確認した。照射試験前後の PC 板について, 自記分光光度計で積分球を用いて測定した拡散透過スペクトルを図 11 に示す。すべての照射試験後の PC 板で, 照射試験前より 400~500nm 付近の可視光吸収が見られた。これは照射試験による PC 板の黄変を示している。B 粉碎, C 粉碎のコーティング試料の可視光吸収は, ブランク試料よりも小さく, コーティング試料の紫外線遮蔽効果が確認できた。

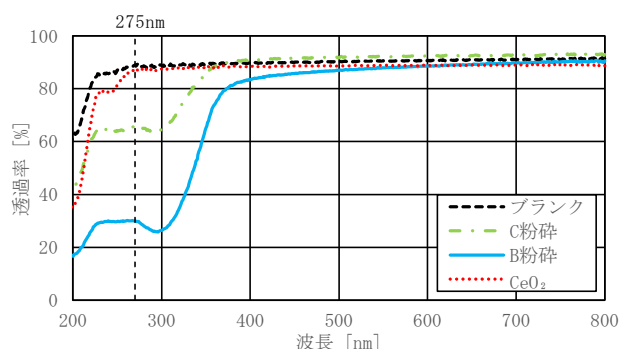


図 10 コーティング試料の拡散透過スペクトル

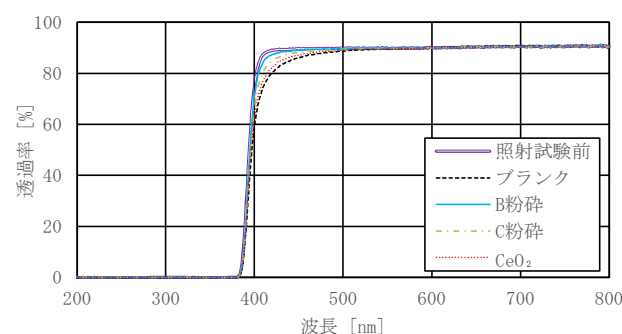


図 11 照射試験後の PC 板の拡散透過スペクトル

4 おわりに

ビーズミルを用いた粉碎により, 酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトを約 200nm に微粒子化した。酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト微粒子は, 粉碎前の結晶構造を維持し, 粉碎前と同等の紫外線吸収性を示した。さらに, 酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライト微粒子では酸化セリウムナノ粒子の表面露出が確認されず, 酸化セリウムが有する酸化触媒活性の低減を示した。

酸化セリウムナノ粒子分散ゼオライトの微粒子は, コーティング液等に良好に分散させることで, 可視光透過性に優れる紫外線遮蔽材料としての活用が期待できる。

参考文献

- 1) 村上小枝子ら: “KISTEC 研究報告”, 60-62, (2019)

- 2) 佐藤次雄ら：“セラミックス”, No. 1, 39-44, (2011)
- 3) 増井敏行ら：“セラミックス”, No. 11, 851-855, (2007)
- 4) 加藤栄, 松本泰治：特許 5750662, (2015)
- 5) 大森和宏, 山畑雅之, 松本泰治, 加藤栄：“栃木県産業技術センター研究報告書”, No. 13, 61-64, (2016)
- 6) 小島洋治ら：“広島県立総合技術研究所西部工業技術センター研究報告”, No. 59, 13-16, (2016)
- 7) 小島洋治ら：“広島県立総合技術研究所西部工業技術センター研究報告”, No. 55, 21-24, (2012)

重点共同研究（フードバレーとちぎ）

原料改質による米粉製品の老化抑制技術の開発

金井 悠輔* 阿久津 知宏* 岡本 竹己* 神田 哲也** 都木 健太郎**

Development of Technique for Inhibit Starch Retrogradation in Rice Flour Products by Modifying Materials

KANAI Yusuke, AKUTSU Tomohiro, OKAMOTO Takemi, KANDA Tetsuya and TAKAGI Kentaro

米を二軸エクストルーダーで処理することで澱粉を低分子化した試料を作製し、これを米粉製品の原料に配合することで澱粉の老化に伴う品質低下を抑制する手法を検討した。うるち米及びもち米を二軸エクストルーダーにより処理することで澱粉の低分子化が認められたが、処理条件による低分子化の程度に大きな差は見られなかった。水溶性糖量はエクストルーダー処理により大幅に上昇し、特にもち米では約 8 割が水溶性を示した。もち米の処理試料を 10%(w/w)以上配合した米粉生地では、冷蔵保存による生地の硬化が抑制された。X 線回折測定の結果、もち米処理試料の配合割合に応じて澱粉の老化進行の指標となる回折線の面積値が低下したことから、もち米処理試料の添加が澱粉の老化抑制に効果があることが示唆された。

Key words: 米粉, 二軸エクストルーダー, 澱粉, 分子量分布, 物性

1 はじめに

栃木県は、米の収穫量及び作付面積が全国 8 位(令和 5 年)であり¹⁾、全国有数の米どころである。また、新規需要米のうち米粉用米の出荷数量は 8,035t で全国 2 位(令和 4 年)であり²⁾、県内にはこれを使用した米粉を製造する製粉事業者が所在している。従来、米粉の用途は和菓子や米菓など限定的であったが、近年は洋菓子やパンなど用途が拡大しており、米粉の需要量・生産量ともに増加傾向となっている。

一方、米粉を原料とする食品は、保存中に澱粉が老化し、食感や消化性の悪化などの品質低下が生じる。この対策として、糖や糖アルコール、加工澱粉、乳化剤などの老化防止機能を持つ資材を添加する手法が用いられるが、製品に不必要な甘味を付与してしまうことや、添加物は消費者から嫌厭されるといった課題がある。このため、食品製造業者からは、添加物を使用せず、製品の食味に影響を及ぼさない新たな老化抑制技術へのニーズが寄せられている。

本研究では、米を二軸エクストルーダーにより処理し、米に含まれる澱粉を改質（低分子化）することで老化抑制機能が期待される水溶性成分を含む米資材を作製し、これを米粉原料に配合することにより米粉製品の老化を抑制する手法の開発を目的として実施した。

2 研究の方法

2. 1 原料

二軸エクストルーダー処理の原料は、令和 4 年産栃木県産うるち米（品種：あさひの夢）及び令和 4 年産北海道産もち米（品種：風の子もち）を使用した。米粉生地の原料は、うるち米粉（日の本穀粉㈱ 上新粉）を使用した。

2. 2 二軸エクストルーダーによる低分子化処理

うるち米及びもち米を二軸エクストルーダー（㈱幸和工業製 KEI45-25 型）により処理した。本装置の概略を図 1、スクリューパーターンを図 2 に示す。標準の処理条件は、スクリューパーターン:200rpm、スクリューパーターン:2、対原料加水率:3%、バレル加熱温度（区分 1~5 に分けて温度設定可能）区分 1:60℃、区分 2:80℃、区分 3:100℃、区分 4~5:120℃とし、各パラメータを 3 水準に変化させて試験を実施した（表 1）。原料供給量は 20kg/h とし、押出物を吐出するダイはφ5mm の 1 穴を使用した。ダイの吐出部にペレタイザーを設置し、2 枚刃を 20Hz で回転させて吐出物を切断した。処理後、ミルで粉砕したものをエクストルーダー処理試料とした。

2. 3 低分子化試料の品質評価

2. 3. 1 分子量分布の測定

試験管にエクストルーダー処理試料 50mg を精秤し、ジメチルスルホキシド（GPC 用）10mL を加えて軽く攪拌し、120℃に設定した恒温槽で 12 時間加熱することで試料に含まれる澱粉を溶解させた。未処理の米試料は、澱

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

** 日の本穀粉株式会社

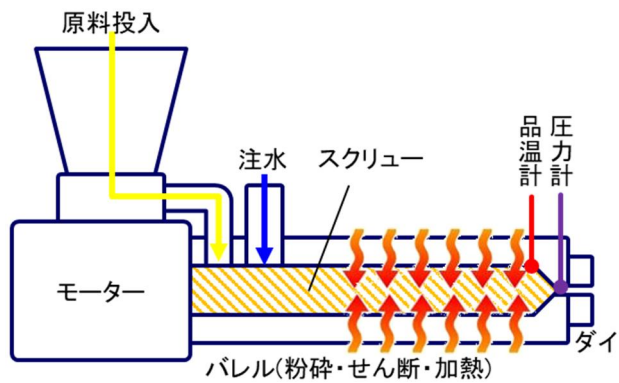


図1 二軸エクストルーダー概要

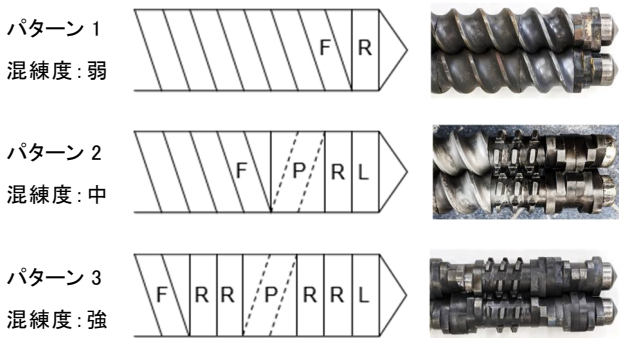


図2 スクリューパターン

F：フォワードスクリュー，P：パイナップルスクリュー，
R・L：ニーディングディスク正方向(R)・逆方向(L)

表1 エクストルーダー処理条件

パラメータ	水準 1	水準 2	水準 3
対原料加水率	0%	3%	6%
加熱温度(※)	120℃	150℃	180℃
スクリュー回転数	140rpm	200rpm	280rpm
スクリュー混練度	弱	中	強

※区分 4, 5 の設定温度。区分 1, 2, 3 はそれぞれ 60℃, 80℃, 100℃。

粉の溶媒への溶解性を高めるため、前処理として試料の2倍量の超純水を加え室温で2時間吸水させることで澱粉を膨潤させ、その後真空凍結乾燥させたものを分析に供し、同様に溶解させた。この溶液をメンブレンフィルターでろ過し、ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) 測定を行った。測定には HPLC (日本分光(株)製 LC-2000) を使用し、カラム：0Hpak SB-806M HQ (株レゾナック製)，カラム温度：40℃，移動相：ジメチルスルホキシド/ジメチルホルムアミド (75/25 v/v) (5mM 臭化リチウム添加)，流速：0.25mL/min，注入量：200 μ L，検出器：RI とした。分子量標準試料は(株)レゾナック製 STANDARD P-82 (プルラン) を使用した。得られた GPC クロマトグラムから、最も多く含まれる澱粉分子量として最大ピーク位置の分子量を算出し、またセクションごとのピーク面積値から、オーダーごとの分子量分布を評価した。

2. 3. 2 水溶性糖量

試料 0.5g に超純水 50mL を加え 30 分間振とうし、遠心分離 (15,000rpm, 15 分間) により得られた上清に含まれる全糖量をフェノール硫酸法で測定し、その値を水溶性糖量とした。

2. 3. 3 色調

各試料の色調を分光測色計 (コニカミノルタ(株)製 CM-5) により測定し、色度を表す a^* 及び b^* を評価した。

2. 4 老化抑制効果の検証

2. 4. 1 米粉生地調整及び保存試験

うるち米粉にエクストルーダー処理試料を 1～20% (w/w) 配合し、粉体原料 500g に超純水 375g (加水率 75%) を加え、ミキサーで 20 分間混練することで生地を調製した。この生地を容量 6mL の蓋付きプラスチック製容器に隙間なく充填し、蓋を閉めて沸騰水中で 15 分間加熱した。室温で 15 分間放冷した後、5℃に設定した恒温恒湿装置 (エスベック(株)製 PR-3J) での冷蔵保存試験を行った³⁾。もち米については、エクストルーダー処理の効果を検証するため、比較として未処理のもち米粉を配合した生地も調整した。また、老化抑制効果が知られているマルトースを 5% 配合した生地も併せて調整した。

2. 4. 2 硬さ試験

任意の保存時間を経た米粉生地を恒温恒湿装置から取り出し、容器の蓋を取り外し、生地の上面から圧縮試験を行った。測定はテクスチャーアナライザー (Stable Micro Systems 社製 TA.XT plus100c) により行い、圧縮治具は ϕ 1/2 インチ円柱プローブを用い、圧縮距離 7mm (米粉生地厚みの約 50%) まで速度 1mm/s で圧縮した際の最大荷重を硬さの指標とした。

2. 4. 3 結晶性測定

物性測定後の米粉生地を真空凍結乾燥させ、ミルで粉碎したものを結晶性評価試料とした。試料に同量の超純水を加えて混練し、X 線回折装置 (理学電機(株)製 RINT2550H) により測定した。X 線は Cu-K α 線を用い、測定条件は、管電圧 40kV，管電流 100mA，スキンスピード 1° /min で行った^{4) 5)}。

3 結果及び考察

3. 1 二軸エクストルーダーによる低分子化処理

既報により、米澱粉を二軸エクストルーダーにより処理することで澱粉が低分子化することが知られている⁶⁾。そこで、エクストルーダーの運転パラメータが澱粉の低分子化や水溶性などの品質に及ぼす影響を調査するべく、各条件でのエクストルーダー処理試験を行った。処理時のバレル出口付近の品温と圧力値を計測した結果を図 3 に示す。うるち米ともち米どちらにおいても

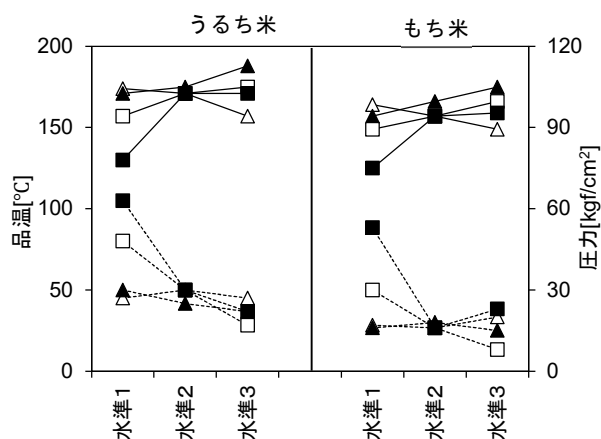


図3 エクストルーダー処理条件と品温・圧力の関係
△：対原料加水率 ▲：加熱温度 □：スクリー回転数
■：スクリー混練度 ———：品温 - - - - -：圧力
各水準の条件は表1のとおり

対原料加水率：低，加熱温度：高，スクリー回転数：高，スクリー混練度：強の条件で品温が上昇する一方，出口付近の圧力は低下する傾向が見られ，特にスクリーの条件による影響が大きいことが分かった。エクストルーダーは，パレル内のスクリーにより材料を物理的に混練・圧縮・せん断しながら加工することから，過酷なスクリー条件では原料がより強力に混練され，そのエネルギーにより発熱し品温が上昇するものと考えられた。この品温の上昇に加え，強力な物理的処理によりパレル内の生地粘度が低下し，ダイから吐出しやすくなったことが圧力低下の原因と考えられた。

3. 2 低分子化試料の品質評価

3. 2. 1 分子量分布

GPC 測定から求めた最大ピーク分子量の結果を表2，分子量オーダーごとの分布評価結果を図4に示す。うるち米では，未処理品の最大ピーク分子量が約500万であったのに対し，エクストルーダー処理試料はいずれも100万前後であり，約1/5に低分子化したことが分かった。処理条件の中では対原料加水率及び加熱温度の影響が比較的大きいものの，条件による大きな変化は見られなかった。分子量分布では，エクストルーダー処理により分子量1,000万超の区分が減少し，10万～1,000万の区分が増加した。しかし，10万未満の区分は増加が見られなかった。もち米では，未処理品の最大ピーク分子量が約150万とうるち米よりも低く，エクストルーダー処理による明確な低下は見られなかったが，分子量分布はうるち米と同様の傾向を示した。このことから，エクストルーダー処理により一定の低分子化が生じているものの，その程度は限定的であり，オリゴ糖などの低分子糖類はほぼ生じないものと考えられた。

表2 エクストルーダー処理条件と最大ピーク分子量

処理条件		最大ピーク分子量($\times 10^6$)	
		うるち米	もち米
未処理		5.61	1.49
対原料加水率	0%	1.15	1.06
	3%	0.99	1.18
	6%	1.52	1.69
加熱温度	120℃	0.99	1.18
	150℃	1.31	1.34
	180℃	1.34	1.55
スクリー回転数	140rpm	1.25	1.45
	200rpm	0.99	1.18
	280rpm	1.08	1.23
スクリー混練度	弱	1.28	1.36
	中	0.99	1.18
	強	1.28	1.18

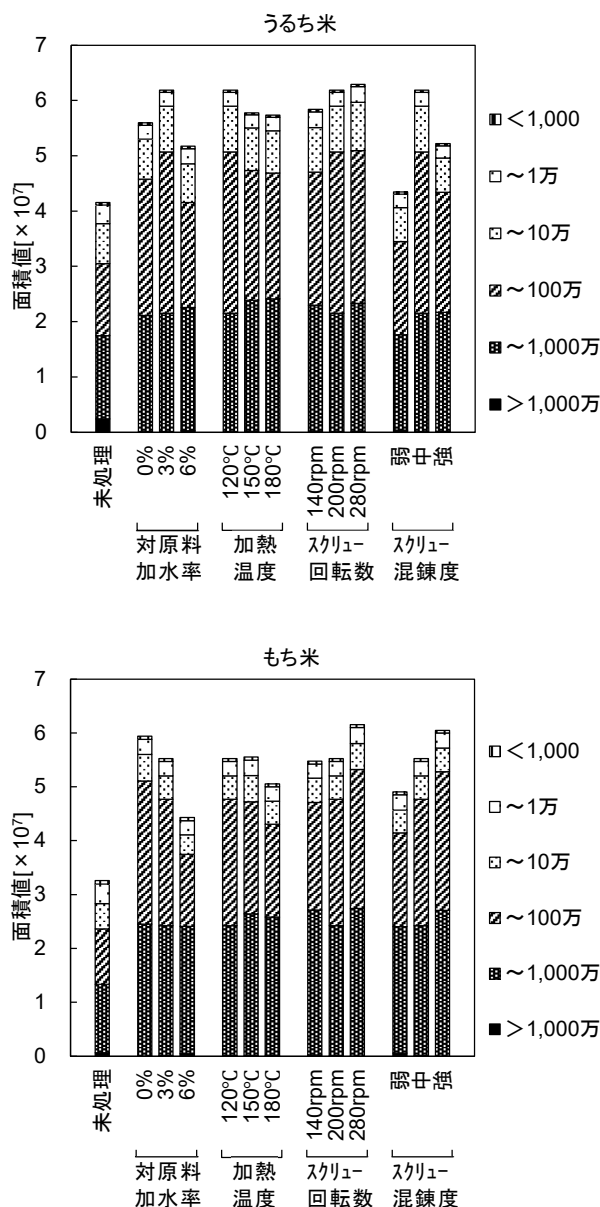


図4 エクストルーダー処理条件と分子量分布

3. 2. 2 水溶性等量

エクストルーダー処理試料の保水性に関連する指標として水溶性糖量を測定した。結果を図5に示す。うるち米・もち米ともにエクストルーダー処理により水溶性が大幅に向上し、特にもち米では全体の8割程度が水溶性を示した。処理条件のうち対原料加水率：高、スクリュ混練度：弱の条件では水溶性が低い結果となった。低分子化に加え、処理条件によって澱粉の糊化の程度に差が生じているものと考えられた。

3. 2. 3 色調

エクストルーダー処理は短時間であるものの、原料を100℃以上の高温下で混練処理を行うため、メイラード反応により処理品の褐変が生じる。褐変は製品の外観に影響を及ぼすため、処理条件と色調との関連を調査した(図6)。うるち米ともち米どちらにおいても処理品の色度が増加したが、その程度はうるち米の方が顕著であった。処理条件の中ではスクリュ回転数：低、スクリュ混練度：弱、対原料加水率：多の条件では色度の増加が抑制された。これらの処理条件はいずれも処理中の

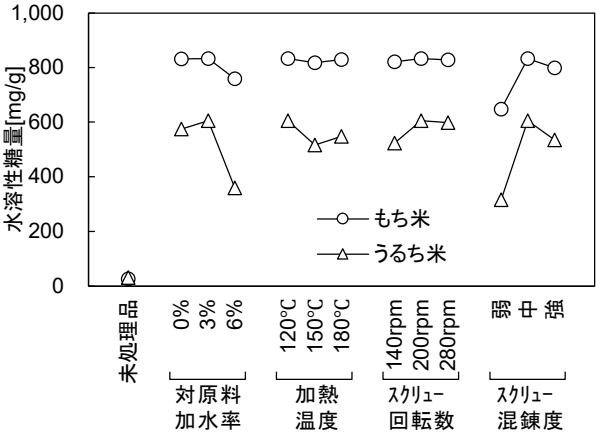


図5 エクストルーダー処理試料の水溶性糖量

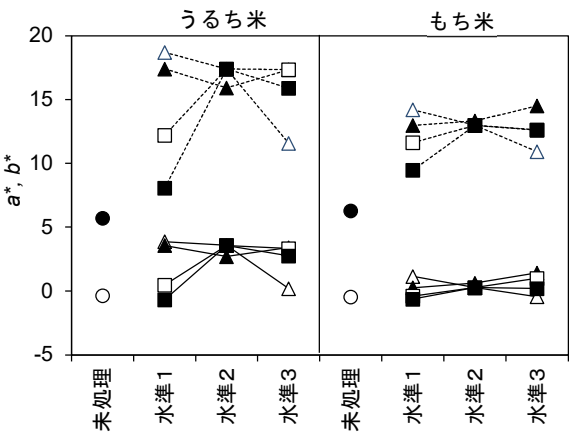


図6 エクストルーダー処理試料の色調

○：未処理品 a^* ●：未処理品 b^* △：対原料加水率
▲：加熱温度 □：スクリュ回転数 ■：スクリュ混練度
——： a^* - - - - -： b^* 各水準の条件は表1のとおり

品温が160℃以下であったことから(図3)，処理品の褐変を抑制するには処理中の品温を160℃以下に抑えることが有効であると考えられた。

3. 3 老化抑制効果の検証

3. 3. 1 硬さ試験

澱粉系食品は、保存中の澱粉の老化に伴い、食感の悪化や消化性の低下、白濁など様々な品質低下が生じる。中でも食感への影響は、食品の美味しさを著しく損なうことから重要な課題であり、食感保持へのニーズは高い。そこで、エクストルーダー処理試料の添加による米粉生地硬化への影響を調べた。低分子化試料の品質評価の結果から、老化抑制効果が期待できる試料として、うるち米では標準条件で処理した試料、もち米では対原料加水率0%で処理した試料を選定した。各試料を配合して調製した生地は保存0時間及び24時間時点における最大荷重値から、保存中の最大荷重上昇速度を算出した(表3)。うるち米のエクストルーダー処理試料を添加した試験では、添加割合が1~5%では無添加区と同等の約10N/hであり、10%添加生地において8.0N/hに低下したものの、20%添加生地では再び10.3N/hに上昇し、明確な添加効果が見られなかった。一方、もち米のエクストルーダー処理試料を添加した場合、添加割合の増加に応じて最大荷重上昇速度が低下する傾向が見られ、10%添加するとマルトース5%添加と同程度の7.6N/hにまで低下した。未処理のもち米粉を等量添加した結果と比較しても低値を示したことから、もち米をエクストルーダーで処理することで、添加した生地の硬化を抑制する機能が得られたものと考えられた。

表3 保存による米粉生地の最大荷重変化

試験区	添加割合 (%)	最大荷重 保存 0h (N)	最大荷重 保存 24h (N)	最大荷重 上昇速度 (N/h)
無添加区	-	42	276	9.8
うるち米	1	56	284	9.5
エクストルーダー	3	62	285	9.3
処理試料	5	54	296	10.1
添加区	10	50	242	8.0
	20	39	285	10.3
もち米	1	48	290	10.1
エクストルーダー	3	52	288	9.8
処理試料	5	44	272	9.5
添加区	10	37	220	7.6
	20	19	161	5.9
もち米粉	1	45	273	9.5
添加区	3	41	289	10.4
	5	43	289	10.3
	10	35	247	8.8
	20	30	232	8.4
マルトース	5	46	225	7.5
添加区				

3. 3. 2 結晶性

もち米のエクストルーダー処理試料による米粉生地の硬化抑制と澱粉の老化反応の関係性を調べるため、X線回折装置による結晶性評価を行った。はじめに無添加の米粉生地を測定したところ、保存時間の経過とともに17°付近の回折線が増大することが確認できたことから、この回折線の面積値を澱粉の老化進行の指標とした(図7)。そこで、もち米処理試料を添加した生地での24時間保存後の回折線面積値を比較すると、添加割合の増加に伴い、回折線面積値が低下する傾向が見られたことから、試料添加により澱粉の老化が抑制されていることが示唆された(図8)。しかし、いずれの添加割合においてもマルトースを5%添加したものと比較すると面積値が大きいことから、澱粉の老化抑制は限定的であると考えられた。以上の結果を踏まえると、今回確認された生地の硬化抑制は、澱粉の老化抑制のみによる効果ではなく、澱粉の低分子化に伴う生地強度の低下など、その他の要因も関与している可能性が考えられた。

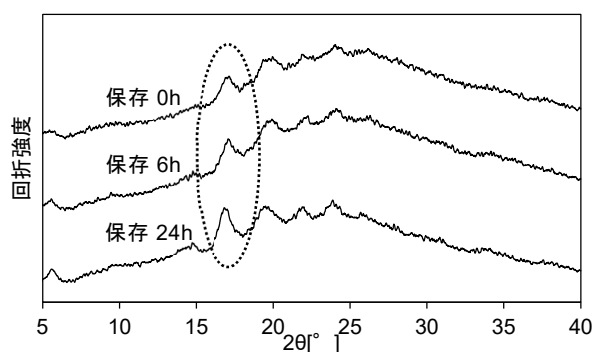


図7 米粉生地（無添加）のX線回折

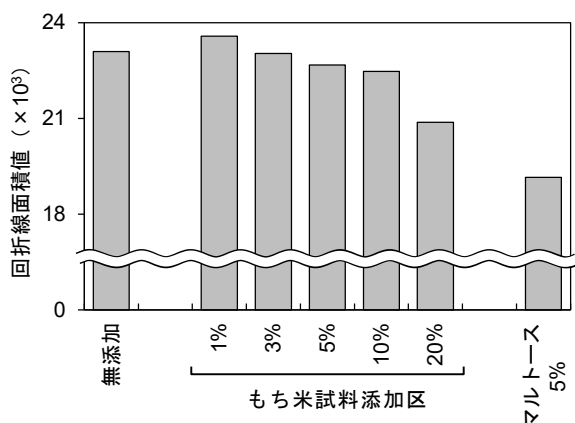


図8 試料添加による回折線面積値変化(24h保存後)

4 おわりに

米を二軸エクストルーダーで処理することで澱粉を低分子化した試料を作製し、これを原料に配合することで米粉製品の老化に伴う品質低下を抑制する手法について検討し、以下の知見を得た。

- (1) うるち米及びもち米を二軸エクストルーダーにより処理することで澱粉の低分子化が認められたが、その程度は限定的であり、オリゴ糖などの低分子糖類はほぼ生じないものと考えられた。また、処理条件による低分子化の程度に大きな差は見られなかった。
- (2) 水溶性糖量はエクストルーダー処理により大幅に上昇し、特にもち米では約8割が水溶性を示した。また、いずれの処理品も褐変が生じたが、その程度はうるち米のほうが顕著であった。エクストルーダー処理中の品温を160℃以下とすることで褐変の程度を抑えられるものと考えられた。
- (3) うるち米のエクストルーダー処理試料を配合した生地では、保存中の生地の硬化は抑制されなかった。一方で、もち米のエクストルーダー処理試料を10%以上配合した生地では最大荷重上昇速度が低減し、保存による生地の硬化が抑制された。
- (4) 結晶性評価の結果、もち米処理試料の添加割合の増加に伴い、澱粉の老化進行の指標となる回折線の面積値が低下し、老化抑制に効果があることが示唆された。しかし硬さ試験の結果を踏まえると結晶性低下の程度は低く、生地の硬化抑制には他の要因も関与している可能性が考えられた。

本研究で検討した手法は、製品の主原料である米粉の一部を物理的に改質することで老化抑制効果を得るものであり、食味への影響が少なく、原材料表示も「米粉」の表示のみであることから、消費者に受け入れやすい利点がある。今後さらなるメカニズムの解明や実際の米粉製品への応用など、実用化に向けた検討を進めたい。

参考文献

- 1) 農林水産省大臣官房統計部生産流通消費統計課. “令和5年産水陸稲の収穫量”. 農林水産省. 2024-02-29. https://www.maff.go.jp/j/tokei/kouhyou/sakumotu/sakkyou_kome/index.html, (参照 2024-03-04)
- 2) 農林水産省農産局企画課. “令和4年産新規需要米の生産量”. 農林水産省. 2023-10-31. <https://www.maff.go.jp/j/seisan/jyukyu/komeseisaku/index.html>, (参照 2024-03-04)
- 3) 勝田啓子ら: “日本家政学会誌”, 44 (4), 255-261, (1993)
- 4) 辻昭二郎: “家政学雑誌”, 34 (4), 200-205, (1983)
- 5) 中村道徳ら: “澱粉・関連糖質実験法”, 榊学会出版センター, 72-77, (1986)
- 6) 菅野友美ら: “日本家政学会誌”, 65 (8), 397-404, (2014)

Ⅱ 共同研究

Cooperative Research

共同研究

目視検査のエビデンス取得に関する研究

松本 健司* 八木澤 秀人* 中村 喜英**

Evidence Acquisition in Visual Inspection
MATSUMOTO Kenji, YAGISAWA Hideto and NAKAMURA Yoshihide

製品の外観検査において、供給された検査対象に対し検査員が一つずつ目視検査を実施してチェックリスト等に記録する作業を対象に、目視検査の信頼性向上を目的としたデジタル化に取り組んだ。本研究ではベルトコンベア上を流れる検査対象から検査用データを取得し、ソフトウェア上で目視検査を実施できるシステムを開発した。検査対象の撮影及び検査員の視線推定にはディープラーニング技術を用いた。推定された検査員の視線時系列データは検査結果のエビデンスとして活用できるよう各種データと紐づけてデータベースに保存される。

Key words: 目視検査, DX, ソフトウェア開発, ディープラーニング

1 はじめに

検査工程における目視検査（外観検査）は品質を担保する重要な工程である。製品に不具合が発生した際の原因追及のため、トレーサビリティが求められ、検査及び記録が正しく機能していなければならない。現状、多くの目視検査工程記録は検査員の人的報告のみで成り立っており、結果の信頼性及び検査品質について各検査員に依存している点が問題である。

画像処理や通信などのデジタル技術は、近年、目覚ましい発展を遂げており、対象認識（オブジェクトディテクション）などの高度な処理が可能となる AI 技術利活用も容易となった。そのため、目視検査は自動化にシフトしつつあるが、現状、完全自動化は技術的にまだ難しい状況である。

本研究では、目視検査の信頼性や作業性の向上を実現するデジタル技術活用手法を立案し、システムを試作する。

2 研究の方法

2. 1 開発方針

2. 1. 1 想定作業と課題

検査員が供給された検査対象に対し、一つずつ目視検査を実施し、チェックリスト等に記録する作業を想定する。

検査結果の信頼性は記録によってのみ保証され、その記録が検査員の主観によるものとなっていることが問

題である。

また、目視検査は長時間の繰り返し作業であることが多く、検査対象によっては拡大鏡を使用するなど作業性も悪いことから、検査員への身体的負担が大きい。更に作業の性質上、就労場所が限定されており、突発的な欠員時などの柔軟な対応が難しい。

2. 1. 2 システム概要

目指すシステム概要を以下に示す。

- (1) 供給された検査対象を撮影し、検査データを保存できること
 - (2) パソコン上で検査データを表示し、検査データ（画像）に対して拡大・移動及び不良箇所のマーキング操作ができること
 - (3) 検査員が検査作業を実施している間、検査員の視線データ（座標、滞留時間）を記録できること
 - (4) 検査データ、作業結果及び検査員の視線データは紐づけされレポートとして閲覧が可能であること
- 検査結果について、不良の場合は不良箇所のマーキングデータが残ることで、良好の場合は視線データにより作業状況の詳細が確認できることで信頼性が向上する。

パソコン上の作業となることで身体的負担は軽減する。将来的に本システムをグローバルネットワークに接続することで柔軟に就労環境（場所・時間）の制限に依存しないシステム化が可能である。

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 株式会社アール・ティー・シー

2. 1. 3 開発項目

本研究で開発に取り組む項目を以下に示す。

- (1) 検査データ撮影処理の開発
- (2) サーバ（データベース、閲覧機能など）構築
- (3) 目視検査用ソフトウェア開発
- (4) 視線推定及び記録処理の開発

ネットワークを活用した分散平行処理や扱うデータのセキュリティ及びバックアップ等の非機能要件に関する内容は本研究では取り組まない。

2. 2 システム構成

開発項目ごとに Windows 上でそれぞれ独立したシステムで構成し、サーバを介して機能の連携を実現する。

2. 3 本研究における検査対象

本研究では弁当（食品）を対象とする。システム試作が目的であることから、検査データ解像度が肉眼程度で十分であり、データ取得が容易である対象物として選定した（図 1）。



図 1 研究で用いたサンプル例

3 結果及び考察

3. 1 開発システム全体概要

試作したシステム全体概要を図 2 に示す。

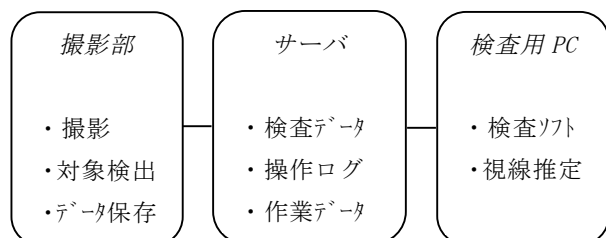


図 2 システム概要

システムは、3つの要素からなる。

初めに検査対象品を撮影する。撮影データを基にした検査データはサーバ上のデータベースに登録される。

検査員は、パソコン上から検査用ソフトウェアを利用し目視検査を実施する。検査結果について、判定結果（良好・不良）、不良がある場合は不良情報、検査時の視線情報などがデータベースに保存される。

3. 2 検査データ撮影処理の開発

撮影部の自動化を見据え、ベルトコンベア上を流れる検査対象から検査データを取得することとした（図 3）。



図 3 検査対象の撮影

流れる検査対象から検査データを取得するために考えられる要件を以下に示す。

- (1) 検査対象がカメラ画角中央付近に到達したことを認識し撮影
- (2) 撮影されたデータから検査対象を抽出
- (3) 抽出データの傾きを補正
- (4) 補正されたデータを保存

検査対象の認識には、YOLOv8¹⁾を利用した。対象位置認識に応用できる AI 処理はオブジェクトディテクションとセグメンテーションの 2 種類ある。

オブジェクトディテクション手法を用いた対象抽出を試みたが、その後の処理において対象の傾きや位置を補正するのが困難であった。

セグメンテーション手法を用いた対象抽出では、比較的精度良く対象データを抽出できた（図 4）。また、処理結果から傾きの補正が可能であったことから、本研究ではセグメンテーション手法による処理を採用した。



図 4 検査データ撮影処理例

左：対象認識時の撮影データ 右：処理後の検査データ

3. 3 データベース構築

検査に係るデータを想定し、データベースを設計構築した。データベース概要を表 1 に示す。

表 1 データベース概要

項目	内容
日時	データ取得日時
検査データ	処理後の検査データ
不良情報	不良があった場合の詳細
操作ログ	検査作業中操作ログ
視線データ	作業中の視線推測結果

3. 4 目視検査用ソフトウェア開発

ソフトウェアの要件を以下に示す。

- (1) 検査データをデータベースから取得できること
- (2) 検査データの閲覧操作ができること
- (3) 検査データ上で発見された不良情報を記録できること
- (4) 不良情報は不良の分類、位置、範囲を含むこと
- (5) 検査結果を含めた作業に関する情報をデータベース上に保存できること
- (6) 視線推定機能と連動できること

試作したソフトウェア動作の概要について記述する。

ソフトウェアは初めに検査データのリストをデータベースから取得する(図5)。検査員は検査対象を選択し、検査作業を開始する。

RTS-4						
検査準備 [検査画像一覧] 工程: RTC TEST						
<< 前						
No.	画像番号	日時	元画像	検査画像	検査担当	
41	57	2024/01...			未検査	検査
42	58	2024/01...			未検査	検査
43	59	2024/01...			未検査	検査
44	60	2024/01...			未検査	検査
45	61	2024/01...			未検査	検査
46	62	2024/01...			未検査	検査
47	63	2024/01...			未検査	検査
48	64	2024/01...			未検査	検査
>> 次						

図5 検査データのリスト表示

検査を開始すると、検査用 UI がフルスクリーンで呼び出される。不良箇所が発見された場合、簡易なマウス操作で個所を指定後、分類を選択し不良情報を登録する。検査終了時には検査員へ確認を促し、一連の作業が終了となる(図6)。

検査作業中は、検査開始や作業中断を通知すること、後述する視線推定機能と連動した動作を行う。

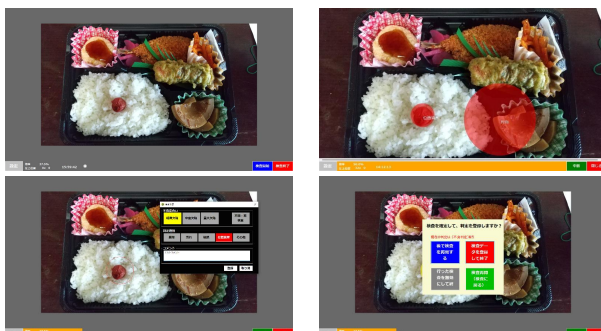


図6 検査画面例

- 上段左：検査開始画面 上段右：不良箇所指定
下段左：不良分類選択 下段右：結果確認画面

3. 5 視線推定及び記録処理の開発

3. 5. 1 処理の概要

視線推定機能を有する機器は一般に高額であることから、可視光カメラを用いて検査員の視線を推定することとした。しかし、可視光カメラから得られる画像を基に視線を推定する手法は現在も研究開発が進められている状況であり、安価な構成で実現することは困難であった。また、本研究においてはディスプレイ上の注視点を記録するため、視線データを基にしたカメラとディスプレイの位置関係を用いた処理も必要であった。これらのことから顔画像を基に注視点を直接推定する手法を開発することとした。

視線推定処理の概要を以下に示す。

- (1) カメラから検査員の顔画像取得
- (2) 顔画像から特徴量を取得
- (3) 特徴量を基にディープラーニングモデル(以下、推定モデル)を用いて注視点を推定
- (4) 推定結果の保存

なお、本研究においては、顔画像の取得にはカメラ付ノートパソコンのインカメラを使用した。

3. 5. 2 視線推定機能開発

Nachiappan Valliappan らは、追加のハードウェアを必要としないスマートフォンにおける高精度なアイトラッキング手法を実証している²⁾。スマートフォンにおける推定手法はパソコンのディスプレイにも応用可能と考え開発に取り組んだ。

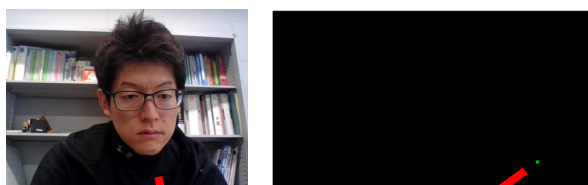
推定機能開発の概要を以下に示す。このうち、(3)、(4)、(5)において、Nachiappan Valliappan らの取組を参考にしている。

- (1) 開発用データの収集
- (2) 特徴量エンジニアリング
- (3) 推定モデル構造の設計
- (4) 推定モデル構築(モデルトレーニング)
- (5) 精度検証及び後処理の検討

3. 5. 2. 1 開発用データ収集

データ収集のためディスプレイ上にランダムターゲットを繰り返し表示するプログラムを作成した。データ収集参加者(以下、協力者)は画面上に表示されたターゲットをマウス操作でクリックする。クリック時にはターゲットを注視していると考えられるため、クリック時のターゲット座標と協力者の顔画像を紐づけて保存し、開発用データとした(図7)。

開発用データは協力者25名から11,364サンプルを収集した。



Filename	X	Y
100650_389229.jpg	117	214
100652_100859.jpg	492	782
100654_829721.jpg	1649	465
100656_542807.jpg	1498	754
100658_168905.jpg	1512	619
100659_694457.jpg	1543	176

図7 データ収集概要

3. 5. 2. 2 特徴量エンジニアリング

推定精度を向上させるために、顔画像から特徴量を抽出する必要がある。抽出の前処理には MediaPipe³⁾ を使用した。MediaPipe は Google が開発したフレームワークであり、顔の部位（ランドマーク）座標を推定できる（図8）。



図8 ランドマーク推定

左：元画像 右：推定結果の描画

本研究では、ランドマーク座標を基に切り出した左右の目元画像と、得られたランドマーク座標から算出する数値パラメータを併せたマルチモーダルな特徴量を使用することとした（表2）。

表2 使用する特徴量

項目	内容
顔の角度	ピッチ・ロール・ヨーの3軸
距離	カメラと両目中央の距離推定値
左目座標	目画像の切り出し中心座標 (x, y)
右目座標	
左目画像	解像度 128×128
右目画像	

角度の推定には、OpenCV⁴⁾ を使用した。OpenCV はインテルが開発したコンピュータビジョン向けライブラリである。ランドマークのうち15点（両眉頭、両眉尻、両目頭、両目尻、鼻先、両鼻翼、両口角、下唇中央、顎先）の座標を用いて PnP 問題を解くことで角度を推定している（図9）。その際、参照する3D顔モデルは推定結果が妥当な値となるよう自作した。

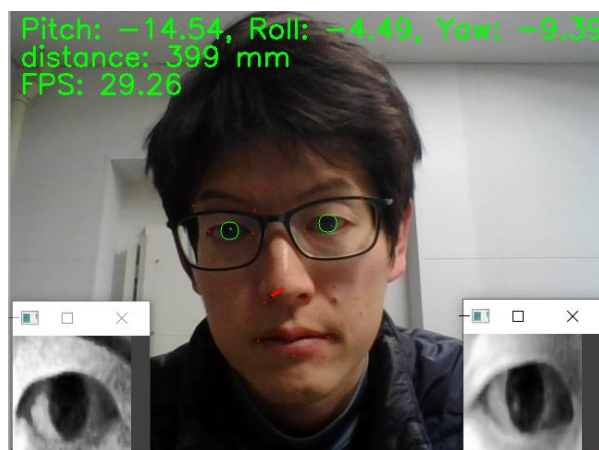


図9 特徴量抽出処理の可視化

推定した角度情報を基に鼻先にベクトルを描画

3. 5. 2. 3 推定モデル構築（モデルトレーニング）

収集した開発用データのうち 9994 サンプルを学習用データセット、1370 サンプルを検証用データセットとして 10000 エポックの学習を実施した。

学習用データセットについて、目元画像に対して輝度のランダム変更 (max_delta=0.15)、位置のランダムシフト (x, y 共に最大 16 ピクセル) のデータ拡張処理を行った。学習用データセットは学習エポックのたびに全数シャッフルし、バッチサイズは 64 に設定した。

学習時の最適化について、損失関数には推測座標とターゲット座標のユークリッド距離を使用し、最適化アルゴリズムには Adam を使用した。学習率は 0.01 から始まり、8000 ステップ毎に 0.64 の減衰率で離散的に減衰するようにスケジューリング設定した。

3. 5. 2. 4 精度検証及び後処理の検討

検証データ 1370 サンプルに対する構築したモデルの推論誤差を図10に示す。ディスプレイの解像度及びサイズを用いて、ピクセル単位から cm 単位へ変換すると誤差平均は約 2.82cm であった。

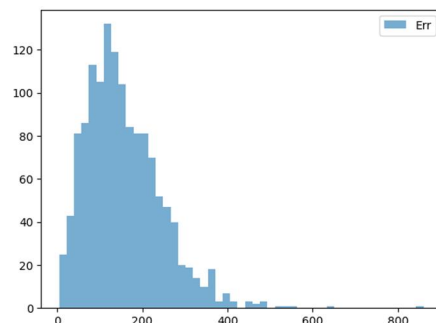


図10 検証データ推論誤差【単位：ピクセル】

平均：156.78 標準偏差：89.83

学習時と実際の推論時では、画像内人物、周辺環境、表示用ディスプレイ、撮影用カメラなど多くの要素変更が考えられる。これらの変更に対応するため、推論モデルに変更を加えずに推定値を補正する機能を設けた。

視線推定の精度を検証するため、ディスプレイ上の4点間を移動するマーカーを目で追いかけて続けたときのデータで推論を行った。結果を図11及び図12に示す。なお、データ取得は研究担当者松本が実施した。

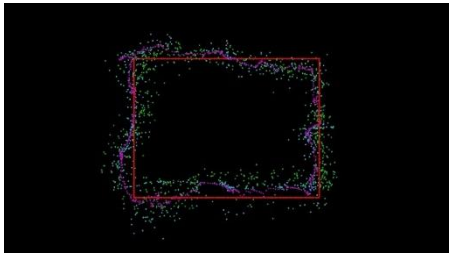


図1-1 推論結果比較イメージ

赤：移動マーカー軌跡 緑：推論モデル出力
青：補正後 紫：最終出力

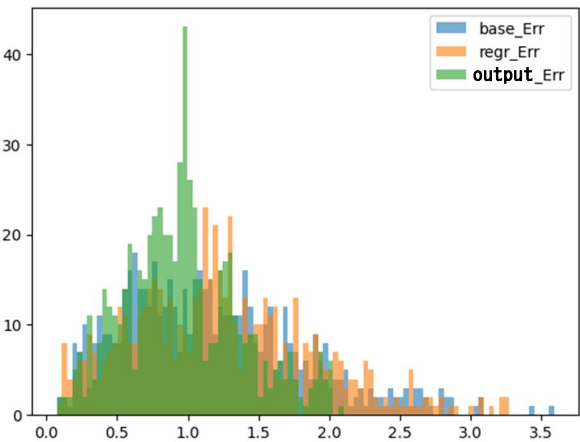


図1-2 推論結果比較【単位：cm】

最終出力における誤差 平均：0.97cm 標準偏差：0.41cm

3. 5. 3 推定機能のシステム連携

視線推定機能による推論は、本研究においては目視検査ソフトウェアが実行されているパソコンで実行することとした(図1-3)。視線推定結果と目視検査ソフトウェアの操作ログは時刻合わせを実施している。

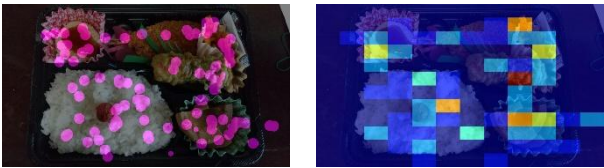


図1-3 視線推定結果の描画例

左：視線軌跡 右：視線滞留ヒートマップ

3. 6 検査結果閲覧

検査結果はWEBサーバを介し、閲覧できるシステムを構築した。

サーバにて出力する品質レポート(エビデンス)は、検査対象の情報、検査作業に関する統計情報、検査結果に関する情報(良好・不良判定等)、検査員の視線情報等の必要な情報を基に生成される。レポート例を図1-4に示す。

検査レポート

検査工程：RTC TEST

検査データ	検査工程	RTC TEST																			
	ワーク番号	1																			
	検査担当	テストユーザ																			
	作業期間	2024/02/02 11:38:01 ~ 2024/02/02 11:39:49																			
検査作業時間	作業時間計	00:01:48																			
作業レポート	<table><tr><th>項目</th><th>時間</th><th>回数</th></tr><tr><td>作業</td><td>00:01:48</td><td>1</td></tr><tr><td>検査中断</td><td>00:00:00</td><td>0</td></tr><tr><td>実検査</td><td>00:00:59</td><td>1</td></tr><tr><td>無効検査</td><td>00:00:00</td><td>0</td></tr><tr><td>稼働率</td><td colspan="2">54.63%</td></tr></table>			項目	時間	回数	作業	00:01:48	1	検査中断	00:00:00	0	実検査	00:00:59	1	無効検査	00:00:00	0	稼働率	54.63%	
	項目	時間	回数																		
	作業	00:01:48	1																		
	検査中断	00:00:00	0																		
	実検査	00:00:59	1																		
	無効検査	00:00:00	0																		
	稼働率	54.63%																			
ワーク判定	結果判定	NG																			
	不良判定件数	2 件																			
不良判定内容																					
	<table><tr><th>判定</th><th>判定内容</th><th>備考</th></tr><tr><td>軽微欠陥</td><td>汚れ</td><td></td></tr><tr><td>軽微欠陥</td><td>位置異常</td><td></td></tr></table>			判定	判定内容	備考	軽微欠陥	汚れ		軽微欠陥	位置異常										
	判定	判定内容	備考																		
	軽微欠陥	汚れ																			
軽微欠陥	位置異常																				

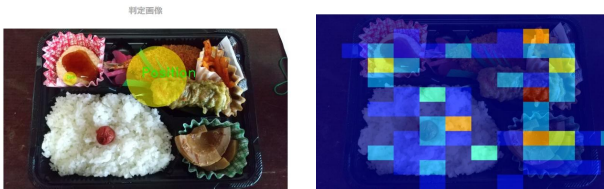


図1-4 検査レポート例

4 おわりに

目視検査の信頼性及び作業性向上を目的とし、システム開発に取り組んだ。

- (1) システムは、検査対象撮影部、サーバ(WEBサーバ・データベース)部、目視検査用パソコンからなる。
- (2) 検査対象撮影部では検査品撮影及び検査用データ生成を行う。本研究においては、ベルトコンベア上を流れる検査対象から検査データを取得した。
- (3) サーバ部は、検査に関する情報をすべて紐づけし管理できるよう構築した。
- (4) 目視検査ソフトウェア及び視線推定機能を開発し、目視検査用パソコンに実装した。目視検査ソフトウェアは、検査データの閲覧及び検査機能を有する。視線推定機能は、検査作業中の検査員の視線情報を記録する。
- (5) システムによる目視検査結果はWEBサーバ経由でレポート出力され閲覧が可能となる。

本システムを利用することで、検査結果が不良と判断された製品について、不良の分類・箇所が保存されることにより、不良原因への対応が容易になる。また、流出不良が発生した際には、検査員視線データが記録されていることでトレースバックと原因特定が容易になる。

参考文献

- 1) YOLOv8 :
"https://github.com/ultralytics/ultralytics"
- 2) Valliappan N., Dai N., Steinberg E. et al.:
Accelerating eye movement research via accurate
and affordable smartphone eye tracking,
"Nat Commun", vol.11, 4553, (2020)
- 3) MediaPipe:
"https://github.com/google/mediapipe"
- 4) OpenCV:
" https://github.com/opencv/opencv-python "

共同研究

超小型衛星の評価試験に関する研究

岡 英雄* 上野 貴明* 岡本 篤** 末永 将善** 柴田 克哉**

Research on Test Method of Nanosatellite Evaluation

OKA Hideo, UENO Takaaki, OKAMOTO Atsushi, SUENAGA Masayoshi and SHIBATA Katsuya

日本の宇宙産業市場は、幅広いデータ活用事業が創出されるとして市場の拡大が想定されている。本研究では、国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構（JAXA）の革新的衛星技術実証4号機の実証テーマに選定された超小型衛星（3U キューブサット）の評価試験に関して、栃木県産業技術センター保有設備での試験手法について検討を行った。その結果、打上げロケットの機械的環境条件を模擬した振動環境試験では、試験周波数範囲内に試験装置の固有振動数が現れる問題はあったが、試験方法や評価方法を工夫することで要求レベルでの試験が実施でき、供試体の剛性及び振動体制を評価することができた。また、超小型衛星に搭載するアンテナの電波特性試験では、放射パターンや軸比の測定用具、計測用ソフトウェアを開発することで特性評価の効率化・半自動化を可能とした。

Key words: 超小型衛星, 3U キューブサット, 振動試験, 電波特性試験

1 はじめに

世界の宇宙産業の市場規模は、2007 年からの 10 年で約 2 倍に拡大し、我が国の市場規模は、ほぼ横ばい状態が続いている。今後の市場予測としては、宇宙利用が一般的になり、幅広い分野でデータ活用事業が創出されると想定され、日本の宇宙産業市場は約 59 兆円（2050 年）まで拡大することが見込まれている¹⁾。

栃木県産業技術センターでは、2013-14 年度に帝京大学と小型人工衛星に関する共同研究を実施した²⁾。その後、帝京大学は、県内中小企業と産学連携で開発した多目的宇宙環境利用実験衛星 TeikyoSat-4（愛称：おおるり）を打ち上げる³⁾など、栃木県内においても宇宙関連産業への新規参入、市場拡大が想定される。

本研究は、帝京大学の TeikyoSat-4 に搭載する電源システムの一部を共同開発した株式会社大日光・エンジニアリングが、JAXA 革新的衛星技術実証プログラムに選定された超小型衛星⁴⁾の評価試験に関するものであり、企業単独では実施が難しい超小型衛星（キューブサットなど）の評価試験（機械的・熱的環境試験、電磁波・アンテナ特性評価）について、センターが保有している試験機器や設備を用いて、打上げロケットの環境条件や搭載機器又は衛星の運用条件に基づいた試験を行うための方法や環境の整備について検討した。

2 研究の方法

2. 1 試験条件等

超小型衛星の評価試験条件は、打上げロケットや衛星ミッション、衛星運用計画などによって異なり、通常は衛星ごとのインターフェース管理文書（ICD）によって規定される。本研究では、JAXA が公開するイプシロンロケットユーザーズマニュアル（2018 年 7 月 A 改訂版）⁵⁾などをベースに試験条件を設定した。図 1 に評価対象とする超小型衛星（3U キューブサット）の外観図を示す。

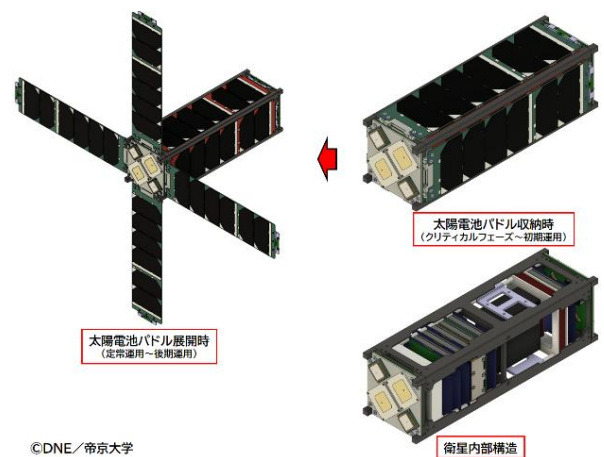


図 1 超小型衛星の外観図

 (3U キューブサット：10×10×30cm³)

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 株式会社大日光・エンジニアリング

イプシロンロケットユーザーズマニュアルには、キューブサットに対する機械的インターフェース要求や剛性要求に加えて準静的加速度、正弦波振動、ランダム振動の振動試験のAT (Acceptance Test) レベルが示されている。参考として、表1に剛性要求、表2に正弦波振動試験条件を記載する。

表1 剛性要求

衛星	固有周波数
1U～3U サイズ CubeSat	三軸共通 113[Hz]以上

表2 正弦波振動試験条件 (受入試験レベル)

衛星	三軸共通	
	周波数 [Hz]	正弦波振動 [(m/s ²) 0-p]
CubeSat	43-53	9.8
	53-57	4.9
	スイートプレート:0.2[oct/min]	

AT レベルは、打ち上げ中に作用が予想される最大荷重での試験であり、この試験において有害な変形を生じないことが要求される。また、AT レベルに安全係数（例えば、1.25 あるいは 1.5）を乗算した荷重において設計の妥当性を確認する試験条件「認定試験 (QT) レベル」があり、この荷重において壊れないことが要求されている。一般的には、試作機は QT レベル試験を実施し、フライトモデルは AT レベル試験を行うことが多いとされている⁶⁾。

2. 2 試験環境

今回の評価試験において、振動試験で使用した複合環境試験装置 (IMV (株) i250/SA5M)、電波特性試験で使用する 3m 法電波暗室 ((株) トーキン EMC エンジニアリング製) の写真を図2に示す。

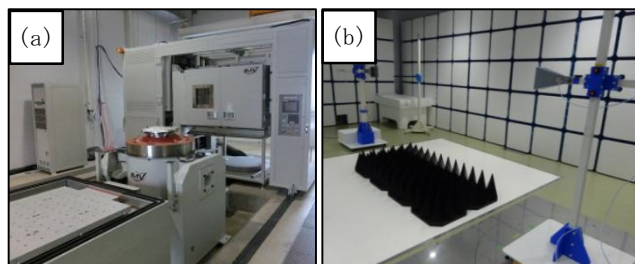


図2 (a)複合環境試験装置, (b)3m 法電波暗室

2. 3 試験項目

本研究では、図3に示したような超小型衛星 (キューブサット) の開発フェーズイメージ⁷⁾に合わせ、衛星構造の剛性評価やロケットの打上げ時に生じる振動への耐性を評価するための各種振動試験、搭載機器のワークマンシップの確認を目的とした機械的・熱的環境試験、衛星搭載アンテナの特性評価 (電磁波・アンテナ特性評価) について、ブレッドボードモデル (BBM) から熱構造モデル (STM) を対象として評価試験を実施した。

2. 3. 1 機械的・熱的環境試験

本衛星は、相乗りでの打ち上げとなることから、ロケット本体や他の衛星に悪影響を及ぼさないことを確認するため、打上げ時の振動環境への耐性や、実機の剛性評価が必須となる。主な振動試験⁸⁾について、表3にまとめる。

表3 振動試験項目

サインバースト試験	打上げ時の準静的加速度環境に対する宇宙機の耐性確認 (静荷重試験の代替手法)
正弦波振動試験 (5～100[Hz])	打上げ時の正弦波振動環境 (過渡的な振動環境により生じる負荷を模擬) に対する耐性確認
ランダム振動試験 (20～2000[Hz])	打上げ時の音響環境により励起されるランダム振動に対する耐性確認

本研究において大日光・エンジニアリングは、衛星本体をモーダルサーベイ試験することで、実機の剛性 (固有振動数) 評価を行った。また、搭載コンポーネントの振動耐性や高温・低温環境下での動作を確認するため、最小ワークマンシップレベルのランダム振動試験や恒温槽での温度試験を実施して評価を行った。

2. 3. 2 電磁波・アンテナ特性評価

衛星が想定ミッションを成功させるには、衛星に搭載されたアンテナによって確実に通信できるようにしてはならない。本衛星 (3U キューブサット) では、側面が太陽電池パドルとなることから、アンテナが搭載できるのは上下面の各 10cm×10cm の面積に限られている。その中に、地上局との通信に用いる S バンド (2～4GHz) とイリジウムシステム人工衛星局との通信及び GNSS 受信に用いる L バンド (1～2GHz) のアンテナを合計 7 個搭載する予定である。表4に搭載予定のアンテナ



図3 超小型衛星の開発フェーズイメージ

配置と、図4に本衛星の宇宙空間での通信イメージ図を示す。上下面に同じアンテナを配置するのは、姿勢が乱れた時にも通信できるようにするためである。本衛星の回線設計を成立させる上で、できるだけ性能の良いアンテナを搭載する必要がある、各種アンテナの特性やグラウンドプレーンサイズの影響を把握するため試作を繰り返し、それぞれの放射パターン、軸比、VSWRの測定を行って比較した。

表4 搭載予定のアンテナ（イメージ）

衛星上面（+Zsc面）	<p>【アンテナ4個】</p> <p>Lバンド 受信 Lバンド 送受信兼用 Sバンド 送信・受信</p>
衛星下面（-Zsc面）	<p>【アンテナ3個】</p> <p>Lバンド 送受信兼用 Sバンド 送信・受信</p>

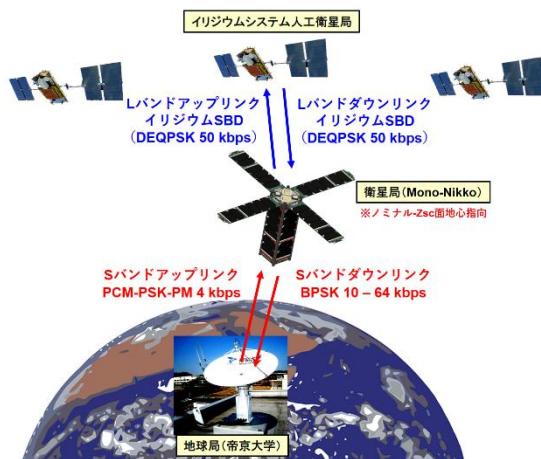


図4 宇宙空間での通信イメージ

3 結果及び考察

3.1 機械的・熱的環境試験

3.1.1 モーダルサーベイ試験

STM衛星構造の剛性（最低次固有振動数）を評価するために評価用の治具を作製し、複合環境試験装置で、モーダルサーベイ試験（試験条件：周波数5～2000Hz、加速度レベル0.5Grms、試験時間60s）を実施した。試験中の様子を図5に、試験結果を図6に示す。試験結果のPSD応答波形から、衛星構造（一次構造）の最低次固有振動数が表1の剛性要求（113Hz以上）を満たしていることが確認できた。

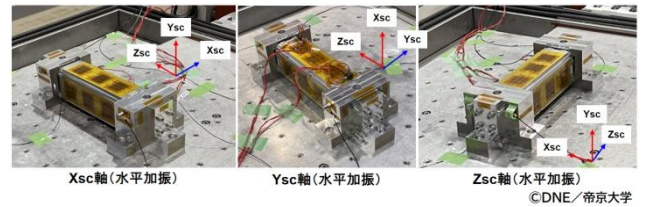


図5 衛星単体での剛性評価の様子

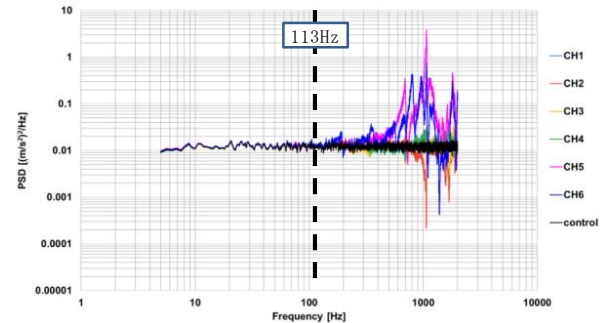


図6 モーダルサーベイ試験結果(Ysc軸)

3.1.2 QTレベル振動試験

表3に記載の各振動試験について、STM衛星構造を打上げ状態に模擬するケースに収納し、QTレベルで実施した。各試験結果より、制御加速度は規定した試験公差の範囲内に収まっていることを確認し、当センターの装置で試験を実施できていることを確認した。試験中の様子を図7に示す。

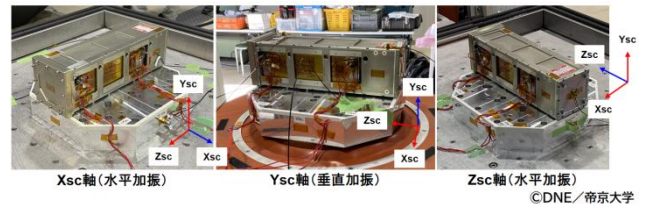


図7 認定試験(QT)レベル振動試験の様子

各振動試験を実施した後、STM衛星構造の破損やファスナの緩みがないか、目視ができない位置の加速度センサが離脱していないか等を確認する必要があるため各試験の前後でモーダルサーベイ試験を実施する手法を採用した。表5に試験フローを図8に各モーダルサーベイ試験のPSD応答波形（重ね合わせ）を示す。PSD応答波形に大きな差が無いことから、STM衛星構造に異常が無いことを確認できた。

表5 試験フロー

1	モーダルサーベイ試験①
2	準静的加速度試験
3	モーダルサーベイ試験②
4	正弦波振動試験①
5	モーダルサーベイ試験③
6	正弦波振動試験②
7	モーダルサーベイ試験④
8	ランダム振動試験
9	モーダルサーベイ試験⑤

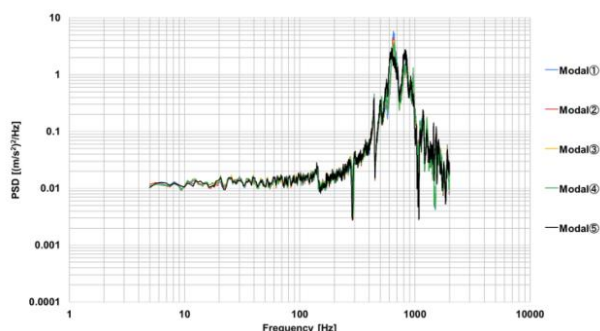


図8 各モーダルサーベイ PSD 応答波形 (Zsc 軸)

3. 1. 3 試験用治具

供試体を加振機に取り付けるための治具については、加振周波数範囲内において固有振動数を有しないことが重要であり、事前にモーダル解析等で検討を行ったのち製作する必要がある。本研究では、モーダル解析結果と機械的インターフェース要求に基づいて複合環境試験装置に衛星を取り付けるための治具を製作した。図9にモーダル解析結果と製作治具の外観写真を示す。

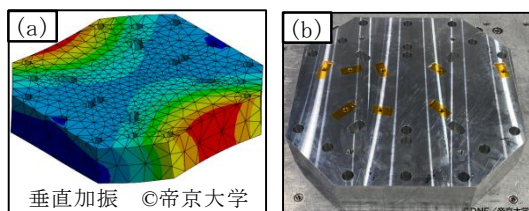


図9 振動試験ケース加振治具

(a) モーダル解析結果, (b) 外観写真

3. 1. 4 熱的環境試験

本研究では、衛星に搭載する電源 BBM ユニットに対して、ワークマンシップの確認を目的とした恒温槽での温度試験を実施した。図10に電源ユニット (BBM 品) の外観写真とバッテリーの温度計測点、表6に評価結果 (抜粋) を示す。今後さらなる検証は必要ではあるが、今回設定した評価項目に対して正常動作を確認した。

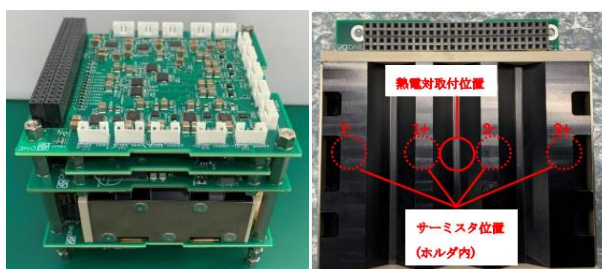


図10 電源ユニット BBM

表6 電源ユニット動作確認

試験条件	確認項目	判定
低温	バッテリーが規定温度を下回った場合、温度補償用ヒータが ON 動作するか？	○
低温	温度補償用ヒータが ON 動作時かつバッテリーが規定温度を上回った場合、温度補償用ヒータが OFF 動作するか？	○
低温	バッテリー充電が規定温度未満で停止、規定温度以上で実行されるか？	○
高温/ 低温	設計負荷電流を出力した際の電圧変動が規定範囲に収まっているか？	○

3. 2 電磁波・アンテナ特性評価

3. 2. 1 放射パターン測定

3m 法電波暗室を使用して、搭載予定の L バンド, S バンドアンテナの放射パターン測定を行った。アンテナ間距離 3m, 高さ 1.5m, ターンテーブル側に搭載予定の被測定アンテナ (送信) を固定し、測定の標準アンテナ (受信) にはホーンアンテナ (Schwarzbeck BBHA9120B) を使用した。測定には試作ソフトウェアを開発し、ターンテーブル回転 5° 刻みで、3 回の測定データ平均値を記録することを可能とした。この結果、放射パターン形状の把握と半値幅の推定を効率化することができた。図11に試作ソフトウェア画面と測定結果例を示す。

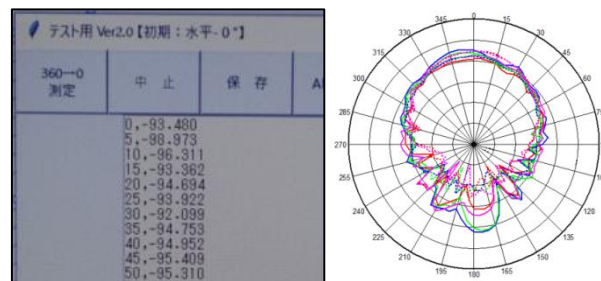


図11 ソフトウェア画面、放射パターン比較結果例

3. 2. 2 アンテナ軸比測定

前項の放射パターン測定と同じ環境を使用して、アンテナの軸比測定を行った。軸比の測定に対応するため、ステッピングモーターと分度器を 3D プリンタで作製した治具でアンテナマストに固定できるようにした。測定ソフトウェアは、任意の角度ごとに電動あるいは手動で回転させて記録する方式で開発した。測定コンフィグレーションを図12に、測定ソフトウェアと比較結果例を図13に示す。

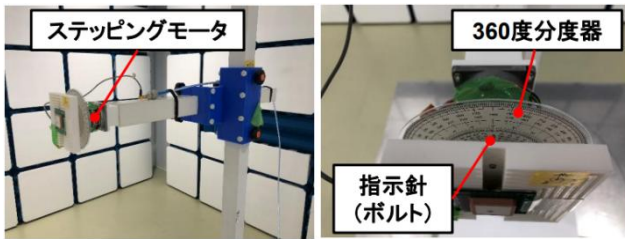


図 12 軸比測定コンフィグレーション

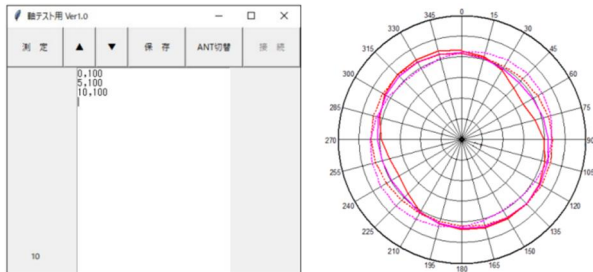


図 13 軸比測定ソフトウェア、軸比比較結果例

放射パターン測定と軸比の測定については、Sバンドのアンテナ数個を測定したグラフを掲載した。この測定結果から、本ソフトウェアによる測定データからアンテナの特性把握と比較ができることを確認した。

3. 2. 3 VSWR 測定

アンテナと同軸ケーブルのインピーダンス整合の評価や利得算出のため、ネットワークアナライザ (Agilent Technologies E5070B) を使用して電圧定在波比：VSWR 測定を行った。図 14 に測定コンフィグレーションと測定結果例を示す。本衛星では、原則中心周波数で VSWR 値が送信アンテナで 1.5 以下、受信アンテナで 1.2 以下を設計要求とした。

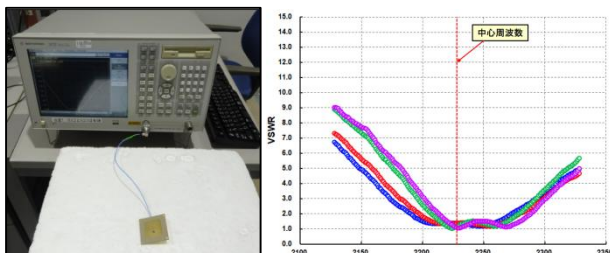


図 14 VSWR 測定コンフィグレーションと測定結果例

4 おわりに

本研究では、超小型衛星 (3U キューブサット) に対して、機械的・熱的環境試験、電磁波・アンテナ特性評価の試験をセンター保有の試験機器・設備を用いて実施できるかを検証した。結果について以下にまとめる。

- (1) センターの試験設備 (3m 法電波暗室、複合環境試験装置) において、超小型衛星 (3U キューブサット) の評価試験が実施可能と確認できた。
- (2) 剛性評価では、衛星単体のモダルスーベイ試験を実施することで、STM 衛星構造 (一次構造) の固有

振動数が打上げロケットの剛性要求を満足することを確認した。また、QT レベルの振動試験では、STM 衛星構造に破損やファスナの緩み等が発生していないことを確認した。衛星構造の健全性確認手法として、3U キューブサットの場合でもモダルスーベイ試験による評価が有効であると確認できた。

- (3) 電波特性試験では、必要な機能を有するソフトウェアを開発し測定環境を構築することで、特性評価の効率化・半自動化を実現した。その測定結果から、アンテナの特性把握と比較が可能であることを確認し、測定の妥当性確認した。

謝 辞

本研究を実施するにあたり超小型衛星の試験手法・評価手法に関するご指導並びに技術支援をいただいた帝京大学理工学部航空宇宙工学科 准教授 河村 政昭氏に深く感謝申し上げます。

また、本事業で用いた測定機の一部は公益財団法人 JKA の補助事業によるものであり、競輪マークを記して謝意を表する。

参考文献

- 1) 総務省宇宙通信政策課. “「宙を拓くタスクフォース」の取りまとめについて”. 総務省. 2019-5. <https://www8.cao.go.jp/space/committee/27-kiban/kiban-dai47/pdf/siryou4.pdf>, (参照 2023-4)
- 2) 上野貴明ら: “栃木県産業技術センター研究報告”, pp22-27, (2013) : pp32-37, (2014)
- 3) 河村政昭ら: “多目的宇宙環境利用実験衛星「TeikyoSat-4」の運用状況と今後の開発計画”, 第 67 回宇宙科学技術連合講演会講演集, 日本航空宇宙学会, 2023.
- 4) 柴田克哉ら: “バッテリー異常検知システム実証衛星 Mono-Nikko の開発状況”, 第 67 回宇宙科学技術連合講演会講演集, 日本航空宇宙学会, 2023.
- 5) JAXA. “イプシロンロケットユーザーズマニュアル 2018 年 7 月 A 改訂版”. JAXA. 2018-7. <https://www.jaxa.jp/projects/rockets/epsilon/pdf/EpsilonUsersManual.pdf>, (参照 2023-4)
- 6) JAXA ISAS 竹内伸介著: “日本航空宇宙学会誌 (p63) 「えあろすぺーす ABC 衛星の機械環境」”, 59 巻 (2011) 685 号”. J-Stage. 2019-4. https://www.jstage.jst.go.jp/article/kjsass/59/685/59_63/_pdf/-char/ja, (参照 2023-8)
- 7) 九州工業大学. “衛星開発プロジェクト 九工大か

ら宇宙へ！超小型人工衛星「ふたば」!!”．九州工業大学．2020-2．https://www.kyutech.ac.jp/archives/001/202002/siryo2-1_20200130.pdf, (参照 2023-8)

- 8) JAXA 安全・信頼性推進部．“振動試験ハンドブック 2022 年 3 月 29 日 C 改訂”．JAXA．2022-3．
<https://sma.jaxa.jp/TechDoc/Docs/JAXA-JERG-2-130-HB003C.pdf>, (参照 2023-4)



本研究は、公益財団法人 JKA 補助事業により整備した機器を活用して実施しました。

共同研究

未利用バイオマス資源を活用した防錆フィルムの研究開発（第1報）

大森 和宏* 男澤 嶺* 大江 正孝** 佐藤 剛史***

Development of Anti-rust Film Utilizing Unused Biomass Resources (1st Report)

OMORI Kazuhiro, OTOKOZAWA Ryo, OOE Masataka and SATO Takafumi

未利用バイオマス資源を用いて人体や環境への負荷の少ない防錆フィルムを開発することを目的に、イチゴの葉から抽出した成分及び植物油を、ガスクロマトグラフ質量分析計及びフーリエ変換赤外分光光度計を用いて分析した。イチゴの葉から80℃の水で抽出した成分は、ポリフェノール、香気成分（アルデヒド類、フラン類等）、糖類、アミン類、長鎖炭化水素と推定された。植物油は、脂肪酸をグリセリンエステル又はエチルエステルとして含有しており、これをオートクレーブにより加水分解することで遊離の脂肪酸が得られた。また、ヤシ油は飽和・中鎖脂肪酸、こめ油・ブドウ種子油・ベニバナ油・アマニ油は高級不飽和脂肪酸を含んでいることが明らかになった。

Key words: 防錆フィルム, 未利用バイオマス資源, イチゴの葉

1 はじめに

自動車や医療機器等に用いられる金属部品は、輸送や保管中に腐食することを防ぐ目的で、防錆油の塗布など防錆加工が施されるが、組み立てや加工前に防錆油を除去するための洗浄工程が必要となる。そこで、取扱いが容易で洗浄が不要な防錆フィルムが注目され、利用が進んでいる。防錆フィルムは、ポリエチレンフィルムに気化性防錆剤などの防錆成分を練り込んだフィルムであり、内包した金属部品を防錆成分が保護することにより錆の発生を防ぐものであるが、気化性防錆剤にはアミン化合物や亜硝酸塩など^{1),2)}人体に有害なものが使用されているのに加え、プラスチック製品の環境問題への対応要求から、より人体や環境への負荷を低減した防錆フィルムが必要とされている。現状、国産のバイオマス資源を防錆剤に用いた防錆フィルム材料はなく、国内の非可食性バイオマスを利用した防錆フィルムの開発が求められている。

人体や環境への負荷がないバイオマス由来の防錆成分として、ポリフェノールなどの抗酸化成分や、金属表面に膜を作り表面を保護する脂肪酸類が挙げられる。栃木県の特産物であるイチゴにもアントシアニンなどのポリフェノールや飽和・不飽和脂肪酸が含まれていることが知られており、防錆成分が抽出できることが期待されるが、イチゴは農作物として流通していることから防

錆剤としての利用は困難である。一方、イチゴの実を採取する際に廃棄物として捨てられていたイチゴの葉にもポリフェノールが含まれることが知られており³⁾、高い抗酸化性成分が抽出できることがわかってきた。

本研究では、イチゴの葉抽出物を主体とするバイオマス由来の防錆剤を調製し、ポリエチレンフィルムに練り込んだ、人体や環境への負荷のない防錆フィルムを開発する。令和4年度は、イチゴ葉抽出物並びに気化性防錆効果が期待できる脂肪酸を含む植物油の分析を実施したので報告する。

2 研究の方法

2.1 材料

イチゴ葉抽出物は、イチゴの枯葉を80℃の熱水中で4時間抽出し、乾燥させて得た。

植物油は、富士フイルム和光純薬㈱のヤシ油、ブドウ種子油、ホホバ油、アマニ油、ベニバナ油及び市販のこめ油を用いた。植物油の加水分解は、テフロン容器に植物油3.6gと蒸留水4mlを加え、ステンレス容器で密閉し、200℃で1時間加熱し行った。

2.2 分析方法

2.2.1 ガスクロマトグラフ質量分析計による分析

ガスクロマトグラフ質量分析計（以下、GC-MS）は、試料導入部にパイロライザー（フロンティア・ラボ㈱ EGA/PY-3030D）を付属した、㈱島津製作所 GC/MS-QP2010 Ultraを用いた。パイロライザーは、熱脱着法では、50℃

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

** サンプラスチック株式会社

*** 宇都宮大学

から 20℃/分の昇温速度で昇温し、到達温度に達した後、5 分間保持する温度プログラムとし、この間クライオトラップを用いた。熱分解法では、温度を 600℃とした。カラムは、フロンティア・ラボ(株)製 Ultra ALLOY⁺-5 を用いた。

2. 2. 2 フーリエ変換赤外分光光度計による分析

フーリエ変換赤外分光光度計（以下、FT-IR）は、日本分光(株)FT/IR-4600 を用い、KBr 法により測定した。

2. 2. 3 示差熱天秤による分析

示差熱天秤（以下、TG-DTA）は、(株)日立ハイテクサイエンス TG/DTA7200 を用いた。リファレンスは、アルミナを用いた。

3 結果及び考察

3. 1 イチゴ葉抽出物の成分分析

GC-MS を用いて、熱脱着法（200℃及び 300℃）及び熱分解法（600℃）でイチゴ葉抽出物の分析を行った。結果を図 1 に示す。熱脱着法で分析した結果、アルデヒド類やアルコール類、フラン類等香気成分と思われる化合物（図 1 (a) 2, 3, (b) 8）及び糖類（図 1 (a) 4, (b) 11）、長鎖炭化水素（図 1 (b) 12）が検出された。また、熱脱着、熱分解の各分析法で、チロソールやフェノール、カテコールやベンゼントリオール等、ポリフェノール由来と考えられる化合物が検出された（図 1 (a) 5, (b) 10, (c) 13, 14）。

また、FT-IR でイチゴ葉抽出物を分析した結果、OH 基（3367 cm^{-1} ）、CH 基（2920 cm^{-1} , 1385 cm^{-1} ）、フェニル基（1611 cm^{-1} ）、エステル基（1078 cm^{-1} ）由来と思われる吸収が確認されている。

以上の結果より、イチゴ葉抽出物の成分は、ポリフェノール、香気成分（アルデヒド類、フラン類等）、糖類、アミン類、長鎖炭化水素等であると推定した。イチゴの葉にはポリフェノールが含まれていることは既報により報告されており³⁾、防錆成分として有効であると思われる。一方、これらの分析からは、気化性防錆剤としての効果が報告されている脂肪酸類²⁾は検出されなかった。

3. 2 植物油及びその加水分解物の成分分析

イチゴ葉抽出物からは、気化性防錆効果が報告されている脂肪酸類が検出されなかったため、防錆フィルム製造時には脂肪酸等の気化性を有する化合物の添加が必要となる可能性が考えられる。そこで、バイオマス由来の脂肪酸として、植物油を用いることを考えた。

各植物油が含有する遊離の脂肪酸を分析するため、熱分解法による GC-MS 分析を行った。ヤシ油、こめ油、ブドウ種子油の GC-MS 分析結果を図 2 に示す。ヤシ油から

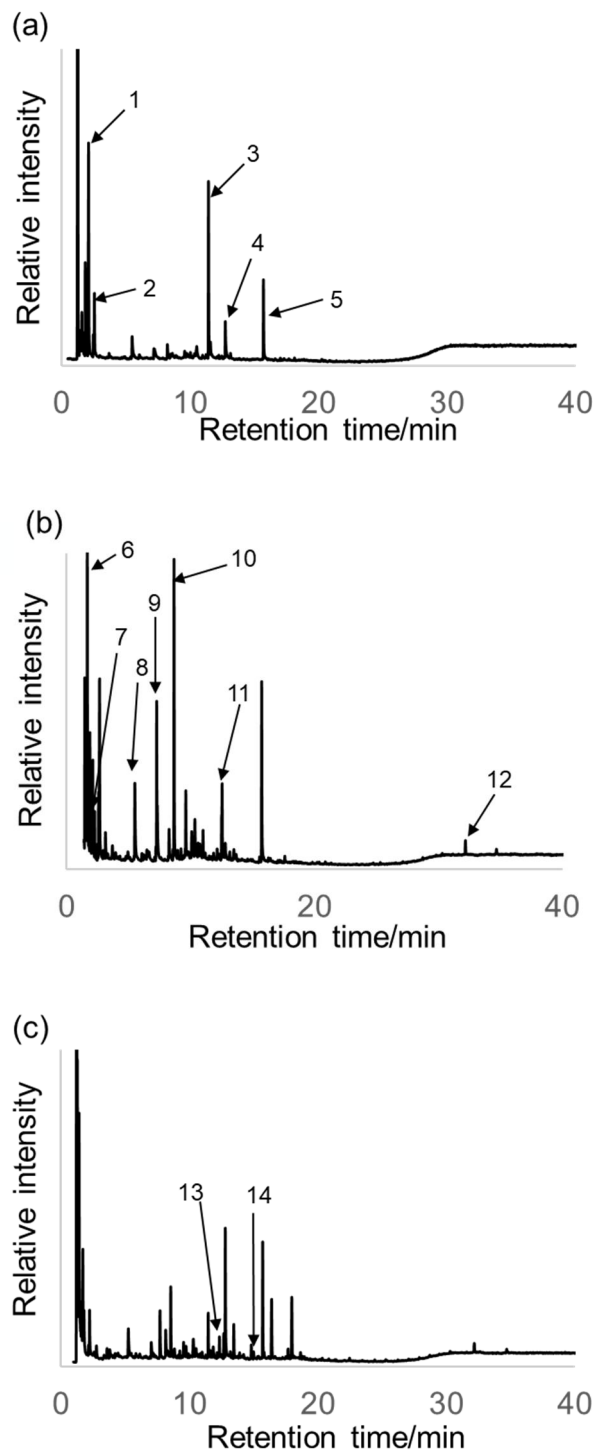


図 1 イチゴ葉抽出物の GC-MS 分析結果；
 (a) 熱脱着法（200℃），(b) 熱脱着法（300℃），
 (c) 熱分解法（600℃）。

1. Acetic acid
2. 2-Methyl butanal
3. 2,3-Dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-4(H)-pyran-4-one
4. 5-Hydroxymethylfurfural
5. Tyrosol
6. Acetone

7. Trimethylamine
8. Furfural
9. Butyrolactone
10. Phenol
11. 1,4:3,6-dianhydro-D-glucitol
12. Carbon hydride
13. Catechol
14. 1,2,3-Benzenetriol

1. Octanoic acid
2. Decanoic acid
3. Dodecanoic acid
4. Tetradecanoic acid
5. Hexadecanoic acid
- 6,7. 9-Octadecenoic acid
8. 9,12-Octadecadienoic acid

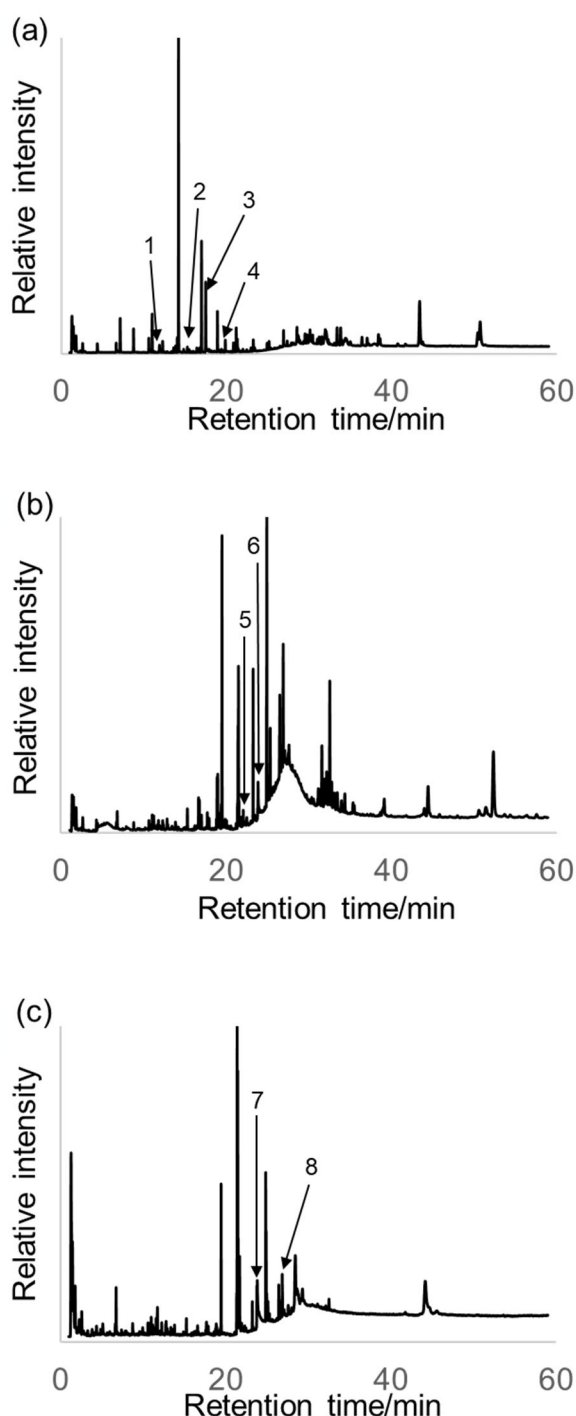


図2 植物油の熱分解 GC-MS 分析結果；
(a)ヤシ油，(b)こめ油，(c)ブドウ種子油。

は炭素数 8～14 の飽和脂肪酸が検出された（図 2 (a)）のに対し，こめ油（図 2 (b)），ブドウ種子油（図 2 (c)）からはこれらの中鎖飽和脂肪酸は検出されず，主に炭素数 18 の不飽和脂肪酸が検出された。アマニ油，ベニバナ油からは，こめ油，ブドウ種子油と同様に，主に炭素数 18 の不飽和脂肪酸が検出された。しかし，これらの植物油の分析で検出された脂肪酸のピークは小さく，遊離の脂肪酸の存在量は微量であることが伺える。ホホバ油では，脂肪酸は検出されなかった。一方，全ての植物油から，グリセリン脂肪酸エステル由来と思われる物質が検出された。

また，TG-DTA 測定結果から，全ての植物油は約 200℃ 以上で重量減少が起こることが分かった。そこで，各植物油を GC-MS（熱脱着法（200℃））により，200℃ までで気化する成分の分析を行ったところ，ブドウ種子油及びアマニ油で炭素数 18 の高級脂肪酸エチルエステルが検出された。また，ヤシ油では飽和脂肪酸が微量検出された。

以上の結果より，植物油に含まれる遊離脂肪酸は少なく，主にグリセリンエステル又はエチルエステルとして存在していることが明らかになった。従って，植物油から遊離の脂肪酸を得るには，加水分解することが必要になる。そこで，オートクレーブにより油脂を加水分解し，GC-MS 分析を行った。図 3 に，加水分解前後のブドウ種子油の GC-MS 分析結果を示す。加水分解前ではグリセリ

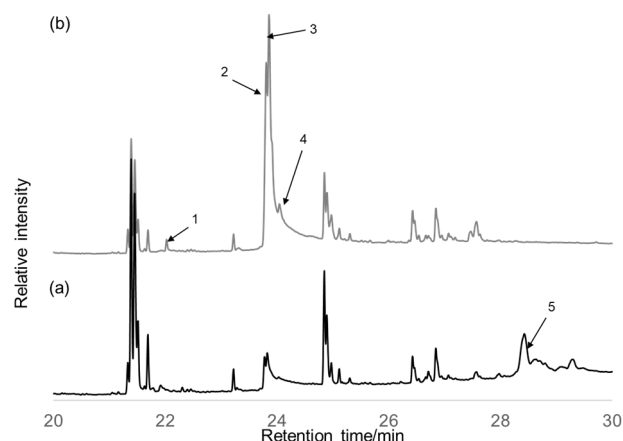


図3 ブドウ種子油の熱分解 GC-MS 分析結果；
(a)加水分解前，(b)加水分解後。

ン脂肪酸エステルピーク (図 3 (a)5) が確認できるが、加水分解後ではこのピークは消失し、遊離の脂肪酸のピーク (図 3 (b)1, 2, 3, 4) が増加する結果となった。

以上より、植物油から遊離脂肪酸を得るには、加水分解が有効であることが明らかになった。

4 おわりに

イチゴ葉抽出物及び植物油を防錆フィルムの防錆剤として利用することを目的に、成分分析を行い、以下の知見を得た。

- 1) イチゴ葉抽出物の成分は、ポリフェノール、香気成分 (アルデヒド類、フラン類等)、糖類、アミン類、長鎖炭化水素と推定された。また、脂肪酸類は検出されなかった。
- 2) 各植物油に含まれる遊離の脂肪酸は少なく、グリセリンエステル又はエチルエステルとして存在していることが明らかになった。また、ヤシ油には飽和中鎖脂肪酸、こめ油・ブドウ種子油・ペニバナ油・アマニ油には高級不飽和脂肪酸が含まれ

ていることが明らかになった。

- 3) オートクレーブによる植物油の加水分解により、遊離脂肪酸を生成することができた。

今後は、イチゴ葉抽出物及び植物油から得た脂肪酸を用い、気化性及び防錆効果を評価し、これらを用いた防錆フィルムの開発を行っていく予定である。

謝 辞

本研究は、那須塩原市産業連携サポート補助金事業の支援を受けて実施しました。ここに記し深謝いたします。

参考文献

- 1) 藤田敏雄：“材料と環境”，43，511-519，(1994)
- 2) 浅原照三，妹尾学，李範性：“防食技術”，23，231-237，(1974)
- 3) 山田修平，元森美奈雄，中島寿亀，國武久登，森欣也，中村典義，辻聡宏，田中政信，石丸幹二：“日本食品化学学会誌”，5 (2)，201-205，(1998)

共同研究

未利用バイオマス資源を活用した防錆フィルムの研究開発（第2報）

大森 和宏* 男澤 嶺* 大江 正孝** 佐藤 剛史***

Development of Anti-rust Film Utilizing Unused Biomass Resources (2nd report)

OMORI Kazuhiro, OTOKOZAWA Ryo, OOE Masataka and SATO Takafumi

未利用バイオマス資源であるイチゴの葉の抽出成分及び植物油から得られる脂肪酸を防錆剤として有効活用した防錆フィルムの開発を目的に、各成分の分析及びポリエチレン（PE）との混練・フィルムの作製を行った。イチゴの葉を各温度条件下において熱水抽出し、抽出物の GC-MS 分析及び抽出液の全有機体炭素（TOC）及び酸化還元電位（ORP）測定を行ったところ、抽出温度 80℃～140℃では、TOC 測定結果は抽出温度による差が見られなかったが、抽出温度が高いほどフェノール誘導体の生成は増加し、ORP 値が低下した。また、植物油由来の脂肪酸では、ヤシ油の加水分解で得られるカプリル酸は 50℃で気化性があることが明らかになった。これらのイチゴ葉抽出物及び脂肪酸を PE に混練し、防錆フィルムを成形することに成功した。袋状に加工した防錆フィルム内に冷間圧延鋼板を入れ、恒湿下 50℃で 16 時間保持後、5℃で 8 時間保持を 25 サイクル繰り返しても腐食は発生しなかった。

Key words: 防錆フィルム, 未利用バイオマス資源, イチゴの葉, 脂肪酸

1 はじめに

自動車や医療機器等に用いられる金属部品の防錆対策として、取扱いが容易で洗浄が不要な防錆フィルムによる保護が注目され、利用が進んでいる。防錆フィルムは、ポリエチレンに気化性防錆剤などの防錆成分を練り込んだフィルムであるが、気化性防錆剤にはアミン化合物や亜硝酸塩など^{1),2)}人体に有害なものが使用されているのに加え、プラスチック製品の環境問題への対応要求から、より人体や環境への負荷を低減した防錆フィルムが必要とされている。そこで、バイオマス由来の防錆成分として、イチゴの実を採取する際に廃棄物として捨てられていたイチゴの葉から抽出した抗酸化性成分及び植物油を加水分解することで得られる脂肪酸を主体とした防錆剤を作製し、これらを添加した防錆フィルムを開発することを目的に研究を進めてきた。

令和 4 年度は、第 1 報で報告したとおり、防錆剤としての効果が期待できるイチゴ葉抽出物の分析を実施した。80℃の水で抽出したイチゴ葉抽出物の成分は、ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）等による分析の結果、ポリフェノール、香気成分（アルデヒド類、フラン類等）、糖類、アミン類、長鎖炭化水素と推定された。また、植物油の GC-MS 分析により、植物油に含まれる遊

離の脂肪酸は少なく、グリセリン脂肪酸エステル又は脂肪酸エステルとして存在しており、加水分解により遊離の脂肪酸が得られることが明らかになった。

令和 5 年度は、抽出条件を変えたイチゴ葉抽出物及び植物油加水分解物の気化性成分の分析を行い、防錆剤成分の選定を行った。また、これらの防錆剤のポリエチレンに対する分散条件を検討し、バイオマスポリエチレンに練り込んだマスターバッチから防錆フィルムを成形し、その防錆効果について検証を行ったので報告する。

2 研究の方法

2. 1 イチゴ葉抽出液の作製

イチゴの枯葉を以下の条件で抽出を行い、イチゴ葉抽出液を得た。

- ① 80℃水抽出（4h, 水:葉=300g:20g）
- ② 100℃, 120℃, 140℃抽出（1.5L 反応容器中, 60 min, 水:葉=600g:60g）
- ③ 250℃, 300℃抽出（6ml オートクレーブ中, 30 min, 水:葉=600g:60g）

イチゴ葉抽出物は、得られた各抽出液を 80℃の乾燥器中で乾燥させて採取した。また、①, ②の条件で得た抽出液については、そのまま全有機体炭素（TOC）測定及び酸化還元電位（ORP）測定に供した。

2. 2 植物油の加水分解

植物油は、富士フィルム和光純薬㈱製のヤシ油、ブドウ種子油及び市販のこめ油を用いた。これらの植物油

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

** サンプラスチック株式会社

*** 国立大学法人宇都宮大学

は、内容積 6ml のステンレス製反応容器に植物油 1g と蒸留水 3g を加え、250℃で 60 分間加熱することで加水分解物とした。

2. 3 イチゴ葉マスターバッチの作製及びフィルムの成形

ポリエチレンペレット (Braskem 社製 SBF0323HC) 9.76kg に対し、イチゴ葉抽出液 875g(抽出物として 10g) とカプリル酸 125g を添加し、亜臨界水中で混練することで、イチゴ葉マスターバッチ (MB) を作製した。イチゴ葉抽出液は、80℃で抽出したものを用いた。

作製したイチゴ葉MBと直鎖状低密度ポリエチレン (LLDPE) (株プライムポリマー製 SP2520) を混合し、少量の耐電防止剤MB (大日精化工業(株)製 エレコンPE-RM 970381 N, 以下PE-RM) を加え、シリンダ温度185℃、スクリー回転速度500rpm、ブロー比2.0でインフレーション成形し、フィルムを成形した。各フィルムの配合比は表1のとおりである。また、比較サンプルとして、防錆剤未添加のポリエチレンフィルム及び市販の防錆フィルムを用意した。各フィルムは、ヒートシールにより袋状とした。以下、イチゴ葉MBから成形したフィルムを防錆フィルムS、防錆剤未添加のポリエチレンフィルムをPEフィルム、市販の防錆フィルムを防錆フィルムAと記す。

2. 4 腐食促進試験

腐食促進試験は、JIS Z1535:1994 を参考に行った。約 70mm×50mm×厚さ 1mm の冷間圧延鋼板 (SPCC) 板を、P240 の研磨布を用いて長辺方向に研磨した後、アセトンで超音波洗浄した。この SPCC 板 1 枚を約 150mm×100mm にカットした各フィルム (袋) に挿入し、ヒートシールし、腐食促進試験用サンプルとした。

約 1L の 23%グリセリン水溶液を入れたデシケータを 2 つ用意し、それぞれ 50℃、5℃の恒温槽内で加温した。腐食促進試験は、サンプルを 50℃恒温槽内に設置したデシケータ内で 16 時間保持した後、5℃恒温槽内に設置したデシケータ内に入れて 8 時間保持し、これを 1 サイクルとして 25 サイクル繰り返した。腐食の有無は、目視観察により確認した。

表1 防錆フィルム S の配合比

イチゴ葉 MB 濃度 (wt%)	イチゴ葉 MB	LLDPE	PE-RM
33	2	4	0.18
50	3	3	0.18
100	3.5	0	0.1

2. 5 分析

TOC 測定には、(株) 島津製作所製 TOC-V CSN を用いた。ORP 測定には、(株) 堀場製作所製 D-220PC を用いた。

ガスクロマトグラフ質量分析計 (以下、GC-MS) は、試料導入部にパイロライザー (フロンティア・ラボ(株) EGA/PY-3030D) を付属した、(株) 島津製作所 GC/MS-QP2010Ultra を用いた。パイロライザーは、熱脱着法では、50℃で 30 分間保持する温度プログラムとし、保持の間はクライオトラップを用いた。熱分解法では、パイロライザーの温度を 600℃とした。カラムは、フロンティア・ラボ(株)製 Ultra ALLOY+-5 を用いた。

3 結果及び考察

3. 1 各条件で抽出したイチゴ葉抽出物の成分分析

GC-MS を用いて、熱分解法でイチゴ葉抽出物の分析を行った。結果を図 1 に示す。80℃抽出物からは、チロソールやフェノール、カテコール、アルデヒド類、フラン類等が検出された (図 1 (a))。100℃抽出物は、80℃抽出物で見られた化合物に加え、フラン系化合物、フェノール誘導体などの環状化合物、糖類 (グルコピラノシド等) が多く検出された (図 1 (b))。120℃、140℃抽出物の GC-MS 分析結果は、100℃抽出物と同様であった。250℃抽出物では、100℃抽出物の成分に加え、ピリジノールをはじめとする含窒素複素環式化合物やアミド化合物など、窒素を含む化合物が多く検出された (図 1 (c))。300℃抽出物の成分は、250℃抽出物と同様であった。

80℃～140℃抽出液の TOC、ORP 測定結果を表 2 に示す。TOC は、全ての抽出条件で約 2,300～2,500mg/l であり、抽出温度による差は確認できなかったのに対し、ORP は抽出温度が高いほど低い値となった。特に 80℃と 100℃～140℃で ORP 値が大きく異なっており、GC-MS 分析結果の傾向から、抽出物成分による影響があることが伺える。

TOC 測定の結果より、抽出条件に関わらず、抽出物は水に対し飽和状態となっていることが推定される。一方、抽出温度が 100℃以上では、80℃と比較し高温・加圧下で抽出されるため、イチゴ葉成分の分解が進んだのではないかと考える。その結果、抽出温度が 100℃以上でフェノール誘導体等の抗酸化成分が増加し、ORP 値が低くなったと推察する。さらに高温で抽出した 250℃、300℃抽出物の場合は、高温の抽出工程におけるメイラード反応により、含窒素複素環式化合物が生成したのではないかと考えている³⁾。

以上より、本研究における抽出条件では、140℃抽出物がフェノール誘導体を多く含む、還元性が高い防錆剤となることが示唆された。

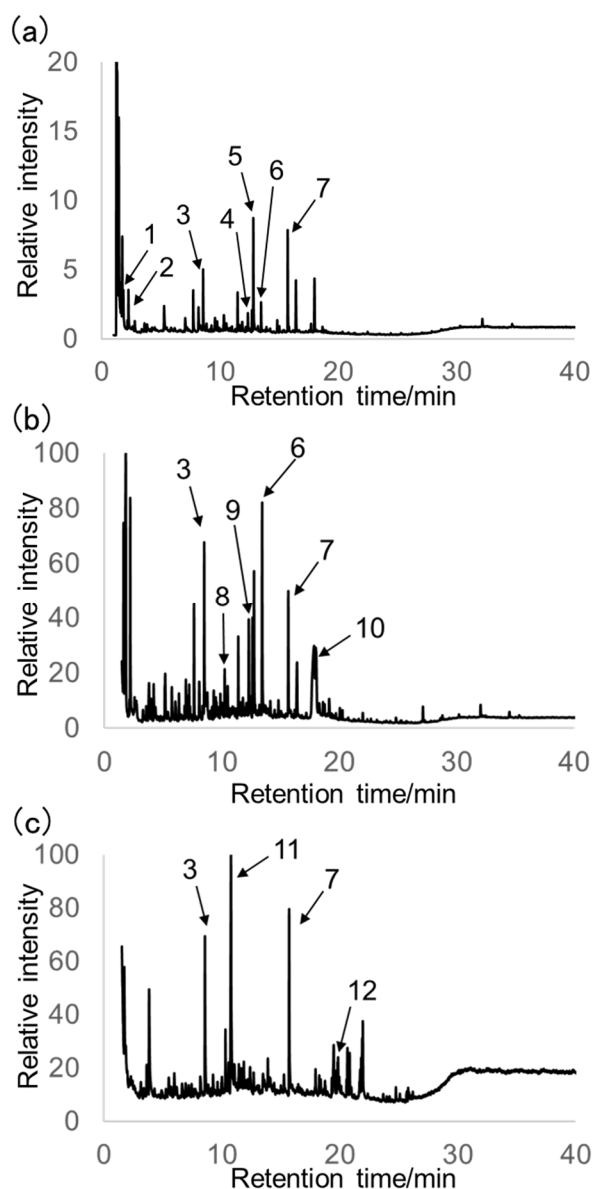


図1 各条件で抽出したイチゴ葉抽出物の熱分解 GC-MS 分析結果；(a) 80℃，(b) 100℃，(c) 250℃.

1. 2-Methylfuran
2. 2-Methylbutanal
3. Phenol
4. Catechol
5. 5-Hydroxymethylfurfural
6. Hydroquinone
7. Tyrosol
8. Cresol
9. 2,3-Dihydrobenzofuran
10. Methyl-D-Glucopyranoside
11. 3-Pyridinol
12. 3-Isopropyl-6-Methyl-2,5-Piperazinedion

表2 イチゴ葉抽出液の TOC 及び ORP 測定結果

抽出温度 (℃)	TOC (mg/l)	ORP (mV)
80	2,456	219
100	2,329	150
120	2,357	150
140	2,435	142

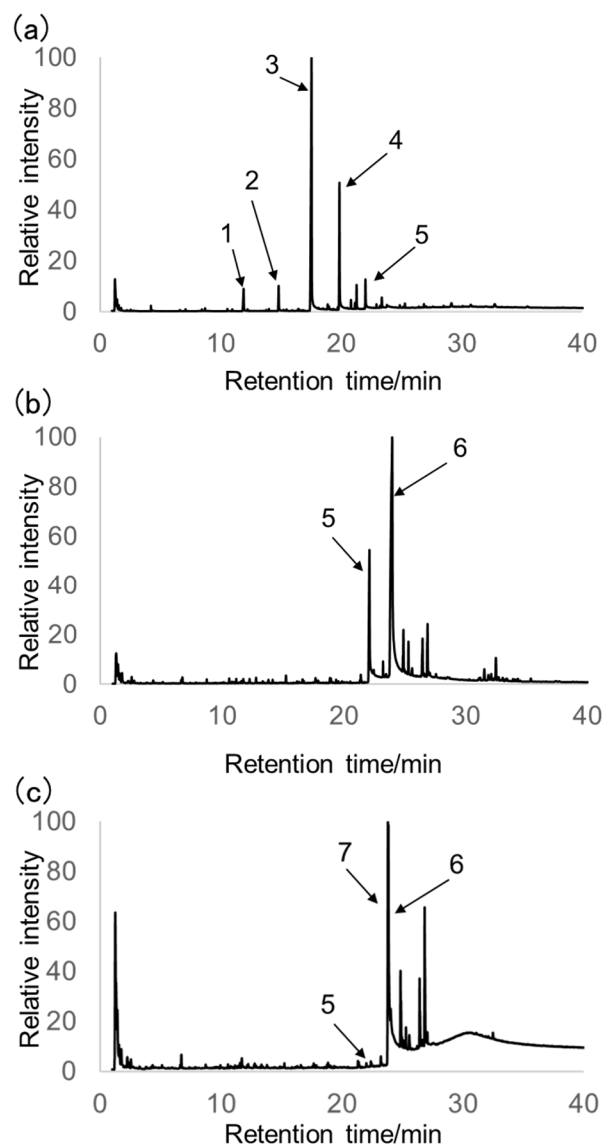


図2 植物油加水分解物の熱分解 GC-MS 分析結果；
(a) ヤシ油，(b) こめ油，(c) ブドウ種子油.

1. Caprylic acid
2. Capric acid
3. Lauric acid
4. Myristic acid
5. Palmitic acid
6. Vaccenic acid
7. Linoleic acid

3. 2 植物油加水分解物の成分分析

イチゴ葉抽出物の GC-MS 分析の結果、気化性防錆効果が報告されている脂肪酸等の成分は検出されなかったため、植物油由来の脂肪酸を気化性防錆剤として添加することを考えた。令和 4 年度の結果より、植物油を加水分解することにより、遊離の脂肪酸が得られることが明らかになっている。そこで、各植物油の加水分解物の成分及び気化性の検討を、GC-MS 分析により行った。ヤシ油、こめ油、ブドウ種子油加水分解物の熱分解 GC-MS 分析結果を図 2 に示す。ヤシ油加水分解物は、ラウリン酸を主成分とし、炭素数 8~16 の飽和脂肪酸が検出された（図 2 (a)）のに対し、こめ油及びブドウ種子油加水分解物は、それぞれ不飽和脂肪酸であるパルミチン酸（図 2 (b)）及びリノレン酸（図 2 (c)）が主成分であることがわかった。これら脂肪酸の気化性を調べるため、各植物油加水分解物を 50℃での熱脱着 GC-MS 分析により評価した。結果を図 3 に示す。ヤシ油加水分解物では、炭素数 6~10 の飽和脂肪酸が検出された（図 3 (a)）。熱分解 GC-MS では、ラウリン酸（炭素数 12）が主成分として検出されていたが、50℃では炭素数 12 以上の脂肪酸は検出されず、カプリル酸（炭素数 10）は微小なピークとして検出され、熱分解 GC-MS 分析では微小なピークであったカプリル酸（炭素数 8）が熱脱着 GC-MS 分析では主成分として検出され、熱分解では未検出であったカプロン酸（炭素数 6）も検出された。ヤシ油の加水分解物としては、ラウリン酸が主成分であるが、炭素数が大きいと気化性に乏しく、熱脱着では比較的炭素数が小さく含有量が多いカプリル酸が主成分として検出されたのではないかと考えられる。一方、こめ油（図 3 (b)）及びブドウ種子油加水分解物（図 3 (c)）では脂肪酸が検出されなかった。それぞれの主成分であるパルミチン酸及びリノレン酸は炭素数が 18 と大きいため低温での気化性が乏しく、また炭素数の少ない脂肪酸を含まないことが明らかになった。

以上の結果より、植物油の加水分解物では、ヤシ油のカプリル酸が、含有率が高く気化性も高いことがわかり、今後の実験では脂肪酸にカプリル酸を用いることとした。

3. 3 イチゴ葉抽出物・脂肪酸の樹脂内均一分散

防錆フィルムの製造のためには、防錆成分をポリエチレン (PE) に均一分散する必要がある。そこで、PE の代替として化学構造が同一のパラフィン (PF) を用い、イチゴ葉抽出物及び脂肪酸の PF 内均一分散条件を検討した。

まずは、イチゴ葉抽出物と脂肪酸を混合した「イチゴ葉防錆剤」の作製を試みた。イチゴ葉抽出物は、カプリ

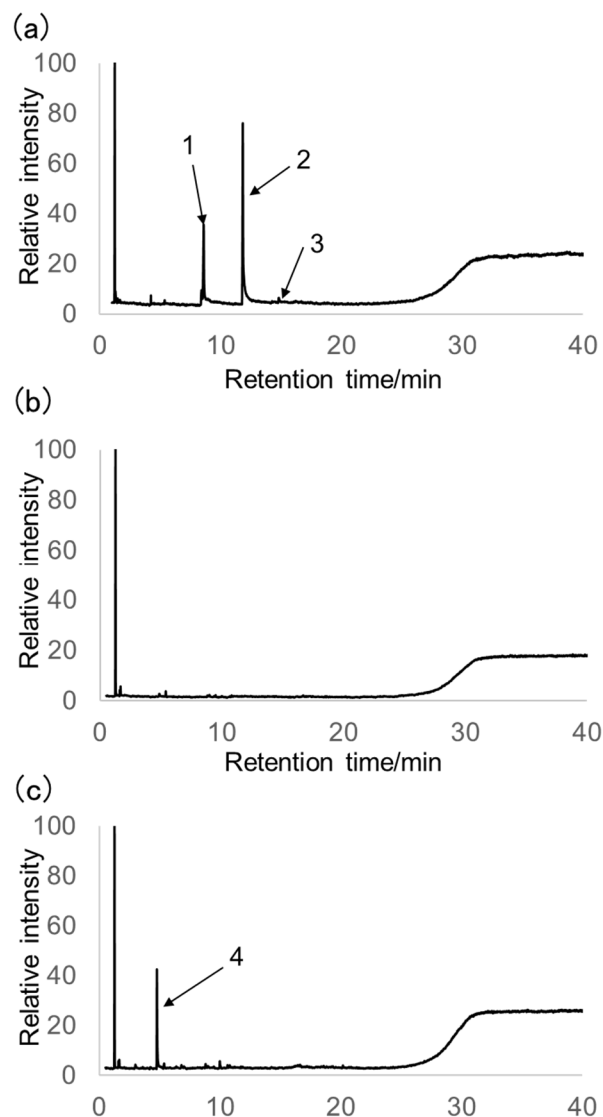


図 3 植物油加水分解物の熱脱着 GC-MS 分析結果；
(a)ヤシ油，(b)こめ油，(c)ブドウ種子油。

1. Caproic acid
2. Caprylic acid
3. Capric acid
4. Hexanal

ル酸に不溶であり、エチレングリコール (EG) に可溶であったため、EG に溶解した後、カプリル酸と混合した。イチゴ葉抽出物 1mg を 20, 50, 100 μ l の EG に溶解し、カプリル酸を 100 μ l 添加すると、EG20 μ l では不溶物が析出し（図 4 (a)，図中矢印は不溶物を示す），EG50 μ l 以上では不溶物の析出は見られなかった（図 4 (b)，(c)）。イチゴ葉抽出物 1mg を 50 μ l の EG に溶解し、カプリル酸を 50, 100, 200 μ l 添加した場合、不溶物の析出はなかった（図 4 (d)，(e)）。以上より、イチゴ葉防錆剤は、イチゴ葉抽出物 1mg に対し、EG 量を 50 μ l 以上とすることとした。

次いで、イチゴ葉防錆剤の PF への分散を試みた。PF200mg へイチゴ葉防錆剤を添加し、PF を熱溶解させた後、振とうしながら急冷すると、EG: カプリル酸が 1:2 以上で均一分散できることが明らかになった(図 5)。なお、図では示していないが、イチゴ葉防錆剤

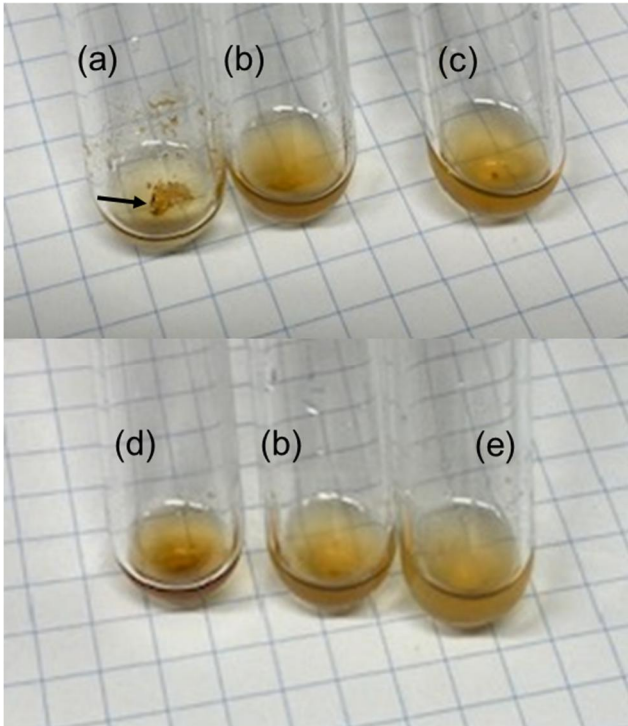


図 4 イチゴ葉抽出物/EG/カプリル酸混合実験結果；

- (a) EG20 μ l, カプリル酸 100 μ l,
- (b) EG50 μ l, カプリル酸 100 μ l,
- (c) EG100 μ l, カプリル酸 100 μ l,
- (d) EG50 μ l, カプリル酸 50 μ l,
- (e) EG50 μ l, カプリル酸 200 μ l.

図中の矢印は不溶物を示す。

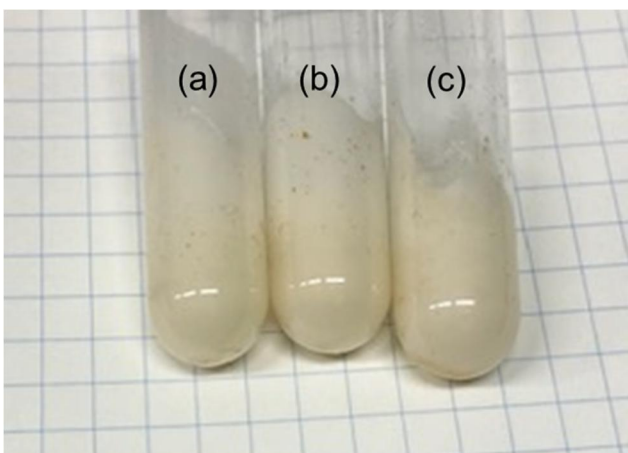


図 5 PF/イチゴ葉防錆剤の混合実験結果；

- (a) EG50 μ l, カプリル酸 100 μ l,
- (b) EG50 μ l, カプリル酸 200 μ l,
- (c) EG100 μ l, カプリル酸 300 μ l.

の EG を 50 μ l, カプリル酸を 50 μ l とすると、イチゴ葉防錆剤と PF の分離が見られた。PF は飽和炭化水素であり、極性基を持たず疎水性であるのに対し、EG は水酸基を分子内に二つ有し親水性で水に可溶である。カプリル酸は、炭化水素基とカルボキシル基を有することから両親媒性であるため、PF 及び EG の界面活性剤として機能することが予想される。EG に対し、2 倍以上のカプリル酸を混合することで PF/EG 界面に十分な量のカプリル酸が存在でき、均一分散できたと考えられる。

以上の結果より、EG1 に対しカプリル酸 2 以上で、ポリエチレンに均一分散できることが明らかになった。

3. 4 防錆フィルムの成形及び防錆効果の検証

防錆フィルムの作製のため、イチゴ葉防錆剤を PE に混合した MB の作製を行った。当初、一般的な二軸混練により MB を作製する予定であったが、EG の炭化が課題となったことから、イチゴ葉抽出液及びカプリル酸を直接 PE に添加し、亜臨界水環境下での混練（亜臨界水コンパウンド）を行った。イチゴ葉抽出物とカプリル酸の混合比は、カプリル酸の混練時の気化によるロスを考慮し、10g : 125g とした。イチゴ葉抽出物は、100~140℃ 抽出液は液量が不足したため、大量調製が可能であった 80℃ 抽出物を用いた。作製した MB の外観は図 6 のとおりである。MB の色調は若干黒みがかった透明であり、イチゴ葉抽出物の色の影響を受けていると思われる。この MB について、防錆剤成分含有の確認を GC-MS 分析により行ったところ、カプリル酸及びフェノール等を検出した。このことから、イチゴ葉抽出物及びカプリル酸が分散した MB を作製できたことが明らかになった。



図 6 MB の外観

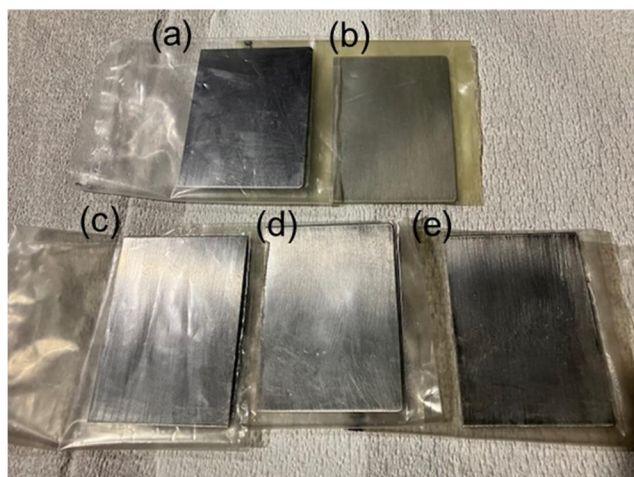


図7 腐食促進試験結果(25サイクル後)；

- (a)PE フィルム, (b)防錆フィルム A,
(c)防錆フィルム S-33%, (d)防錆フィルム S-50%,
(e)防錆フィルム S-100%.

この MB を用いて、インフレーション成形により防錆フィルム S を成形したところ、各 MB 濃度で、厚さ 70 μm のフィルムを成形することができた。この防錆フィルム S 及び防錆フィルム A、PE フィルムを用い、腐食促進試験を行った。図 7 に結果を示す。防錆フィルム S、防錆フィルム A、PE 全てで腐食の発生は見られていない。PE フィルムにおいても腐食が発生していないことから、試験サイクル数が不足していることが伺える。今後、試験サイクルを増やし、評価する予定である。

4 おわりに

各条件で抽出したイチゴ葉抽出物及び植物油加水分解物を分析し、PE に対する分散条件を検討し、MB 及びフィルムの成形及び評価を行った。これらの結果より、以下の知見を得た。

- 1) 80℃で抽出したイチゴ葉抽出物の成分は、チロソールやフェノール、カテコール、アルデヒド類、フラン類等であった。100℃～140℃で抽出したイチゴ葉抽出物の成分は、80℃抽出物の成分に加え、フラン系化合物・フェノール誘導体などの環状化合物・糖類(グルコピラノース、グルコピラノシド)が多く検出された。250℃及び 300℃抽出物では、100～140℃抽出物に加え、複素環式化合物等が検出された。
- 2) 80℃～140℃で抽出したイチゴ葉抽出液の TOC 測定結果は全て約 2,300～2,500mg/l であり、抽出温度による傾向は見られなかったのに対し、ORP は、抽出温度が高いほど低い値となった。
- 3) ヤシ油、こめ油、ブドウ種子油加水分解物の脂肪酸の気化性は、ヤシ油が含んでいるカプリル酸等が高いことが明らかになった。
- 4) イチゴ葉抽出物及びカプリル酸を分散させた MB を作製し、その MB を用いて防錆フィルム S の試作に成功した。

謝 辞

本研究は、那須塩原市産業連携サポート補助金事業の支援を受けて実施しました。ここに記し深謝いたします。

参考文献

- 1) 藤田敏雄：“材料と環境”，43，511-519，(1994)
- 2) 浅原照三，妹尾学，李範性：“防食技術”，23，231-237，(1974)
- 3) 大畑素子，横山壱成，有原圭三：“化学と生物”，57，722-727，(2019)

Ⅲ 受託研究

Contract Research

受託研究

シイタケの味・香り・食感の分析方法の確立とおいしさの見える化

伊藤 和子* 金井 悠輔*

Establishment of Methods for Analyzing the Taste, Aroma, and Texture of
Shiitake Mushrooms and Visualization of Their Deliciousness
ITOH Kazuko and KANAI Yusuke

シイタケのおいしさの見える化を目的に、調理加工方法、味・香り・食感の分析方法を検討した。調理加工方法としては、加熱時のバラつきや個体差を軽減するために、シイタケの傘の部分を1cm幅にスライスして軽く真空包装後、95℃10分加熱し氷水中で冷却する方法を採用した。旨味評価方法としては、サンプル調製液を80倍に希釈する方法が最適であった。また、香りの吸着方法としては、TX（ミドル/ベースノート）が多くの香気成分を評価できることがわかった。食感測定方法としては、なるべく軸の部分と傘の表面に近い部分を避け、2mm径のシリンダー型プランジャーを用いて突き刺す方法を採用した。確立した方法を用いて(株)北研の生鮮シイタケ8品種及び乾シイタケ3品種を評価し、特徴をマッピングした。

Key Words : シイタケ, 味覚センサー, 香気分析, 食感測定, マッピング

1 はじめに

本研究の委託企業である(株)北研は1961年創業以来、きのこの品種開発及び栽培技術確立に取り組んできた、きのこ種菌製造企業である。現在では、(株)北研の品種が日本国内の生シイタケのシェア50%を占めるとともに、国内トップメーカーとして1991年に科学技術庁長官賞を受賞するなど、業界をリードする企業である。

(株)北研が有する生鮮及び乾シイタケの市場流通品には様々な品種が存在しているがこれまでは栽培者の側からの評価を多く取り入れており、一般消費者や加工業者等利用者側に立った評価や情報が不足していた。特に、品種毎の味や香りの特徴差についての科学的な根拠が乏しく、それらの特徴を把握できていない。そこで、生鮮シイタケ及び乾シイタケの水戻しや加熱調理におけるおいしさを評価するための、味・香り・食感の分析条件を確立すべく検討を行った。さらに、確立した方法により、(株)北研の生鮮シイタケ8品種及び乾シイタケ3品種について味・香り・食感の特徴づけを行ない、消費者等利用者の多様なニーズに対応するために、おいしさの見える化するマッピングを試みたので報告する。

2 研究の方法

2.1 生鮮シイタケと乾シイタケ

生鮮シイタケ8品種(600, 607, 705, 715, 901, 902, 905,

911)及び乾シイタケ3品種(715, 902, 905)は、(株)北研にて栽培・収穫及び加工されたものを供した。

2.2 調理加工方法の検討

味・香り・食感の評価には、実際に食事に供する状態での測定が必要になるため、調理加工方法について80℃10分間加熱と95℃10分間加熱する方法で検討を行った。

2.3 味の測定

2.3.1 測定方法の検討

調理加熱したシイタケ磨砕物50gに200gの蒸留水を加えて、フードプロセッサーで1分間攪拌した。フィルターでろ過し測定サンプルとした。旨味先味の検討は、1/3に希釈した味覚センサー用基準液により測定サンプルを2~512倍まで倍々希釈した液について旨味センサーで測定を行った。

2.3.2 機器測定

2.3.1で調製した測定用サンプル調製液を用い、味覚センサー(株)インテリジェントセンサーテクノロジー製TS-5000Z)で酸味・苦味雑味・渋味刺激・塩味・苦味(後味)・渋味(後味)・旨味コク(後味)を測定した。なお、旨味先味については、希釈したものを用いて別途測定した。

2.4 香りの測定

香気成分測定は、調理加工後のシイタケ磨砕物4gを測定試料とし(N=3)、DHS-GC/MS法により行い、吸着材はCarbotrap B, CarbopackX, ShincarbonX及びTenax TA

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

を用いた。試験前処理として、各測定試料を N₂ パージして香気成分の各吸着管への吸着を行い、さらにその吸着管を 30℃ 下で 50mL/分の流速で所定時間ドライパージを行い、加熱脱着装置 (Gerstel 製 TDU2) 付 DHS-GC/MS (Agilent Technologies 製 5977B) に供した。

加熱脱着装置の温度条件は、TDU: 初期温度 30℃ (0.3min 保持)-昇温速度 720℃/min-到達温度 300℃ (3min)とし、CIS:-50℃ (0.5min)-720℃/min 昇温-210℃ (20min 保持)とした。測定装置条件は、カラム:DB-WAX (30m, 0.25mm, 0.25um), オープン温度: 40℃ (5min 保持)-昇温速度 10℃/min-到達温度 240℃ (10min 保持), キャリアガス: He 1.6768mL/min, トランスファーライン温度: 240℃, イオン源温度: 230℃, イオン化モード: EI, イオン化電圧: 70eV で測定を行った。得られたガスクロマトグラムのピークから, Aroma Office 2D (Gerstel 製) によりにおいを有する化合物のみを抽出してピーク面積値の平均値を算出した。その値を香りのキャラクターごとに積算して比較した。

2. 5 食感の測定

調理加工したシイタケについて、テクスチャーアナライザー (Stable Micro Systems TA.XT Plus100C) による圧縮試験を行った。圧縮プローブはステンレス製の φ 2mm 円柱プローブを用い、圧縮速度 1mm/sec, 圧縮範囲は生鮮シイタケでサンプル高さの 99%, 乾シイタケでは 100%とした。

3 結果及び考察

3. 1 生鮮シイタケ及び乾シイタケ調理加工品の

味・香り・食感の分析条件の確立

3. 1. 1 調理加工方法の検討

シイタケをそのままポリ袋に入れ、80℃ 10 分間加熱と 95℃ 10 分間加熱し比較した。その結果、シイタケの大きさにより加熱ムラが生じ、80℃では加熱不十分であった。そこで、シイタケの軸を取って、傘部分を 1cm 幅に切断するとともに、軸が太い場合は半分切断した。ポリ袋に重ならないように並べて入れ、軽く真空包装して 95℃ 10 分間加熱後、氷中で冷却する方法で行った。調理加工後のシイタケで食感を評価後、軸部分を合わせてフードプロセッサーで磨砕・均一化して味・香りの評価に供した。

乾シイタケの水戻しは、乾シイタケ重量の 4 倍量の 5℃ 蒸留水を加え、5℃で 16 時間吸水させる方法で行った。

3. 1. 2 味測定方法の検討

1/3 に希釈した味覚センサー用基準液により測定サンプルを 2~512 倍まで倍々希釈した液について旨味セン

サーで測定を行った結果を図 1 に示す。

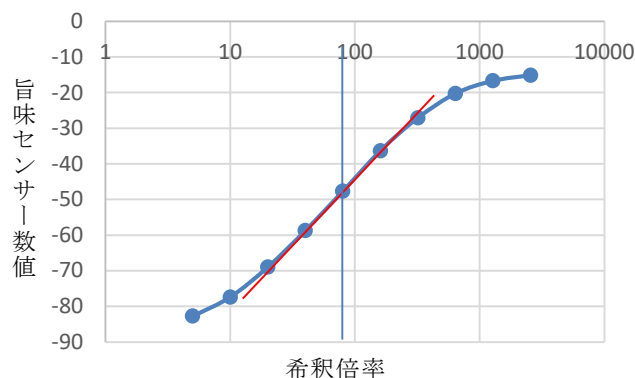


図 1 旨味希釈倍率検討結果

直線性が認められる部分の中央値として、80 倍希釈が最適と考えられた。607 と 715 の調理加工後生鮮シイタケを用いて味を比較した結果、607 の素材感があり旨味・旨味コクが強いという特徴及び 715 のあっさりスッカリしている特徴の差が明確に認められたため、この方法を採用することとした。

3. 1. 3 香り測定方法の検討

調理加工後の 607 と 715 のシイタケ磨砕物を用いて BXX2 (トップ/ミドルノート) と TX (ミドル/ベースノート) の香気成分を比較した (図 2)。その結果、TX の方が評価できる香気成分が多かったため、こちらを採用することとした。

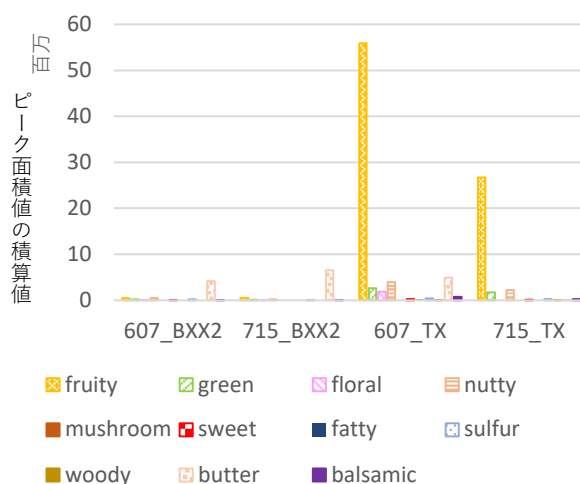


図 2 香気分析方法検討結果

3. 1. 4 食感測定方法の検討

調理加工後のシイタケを用いて圧縮試験を行った。軸近辺と傘の表面付近は他と構造が異なる¹⁾とともにバラつきも大きいと考えられるため、それを避けた部位を測定部位とした (図 3)。607 と 715 を評価した結果、607

の最初柔らかいが噛み切りにくく一気に切れる（ピークの高低差が大きい）という特徴及び715の最初硬めだが噛み切りやすい（ピークが早く出現する）という品種の違いを評価することができたため、この方法を採用することとした。

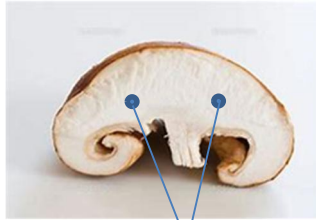


図3 食感測定部位

3. 2 味の測定と見える化

3. 2. 1 生鮮シイタケ8品種の評価

比較対照を607として測定を行った。味があると判定されたのは、苦味雑味、旨味、苦味、旨味コクであった。違いをグラフ化し、図4、図5に示す。

苦味雑味は607が最も高く、911が最も低かった。苦味は911が最も高く、905が最も低かった。旨味は607が最も高く、911が最も低かった。旨味コクは705が最も高く902が最も低い結果であった。

3. 2. 2 乾シイタケ3品種の評価

比較対照を902として測定を行った。味があると判定されたのは、苦味雑味、渋味刺激、塩味、旨味、旨味コクであった。苦味、渋味についても検出されたが、その違いはわずかであったため、今回の評価からは割愛した。違いをグラフ化し、図6、図7に示す。

苦味雑味は905が最も高く、715が最も低かった。渋味刺激は902が最も高く、905が最も低かった。塩味は905が最も高く、902が最も低い結果であった。旨味は715が最も高く、902が最も低かった。旨味コクは715が最も高く、902が最も低い結果であった。

3. 2. 3 生鮮シイタケと乾シイタケの比較

上記で比較検討を行った生鮮シイタケ8品種及び乾シイタケ3品種について、比較対照を607として測定を行い、違いをグラフ化し図8、図9に示す。

生鮮シイタケと比較して、乾シイタケは苦味雑味、苦味、旨味、旨味コクともに高い値であることがわかった。

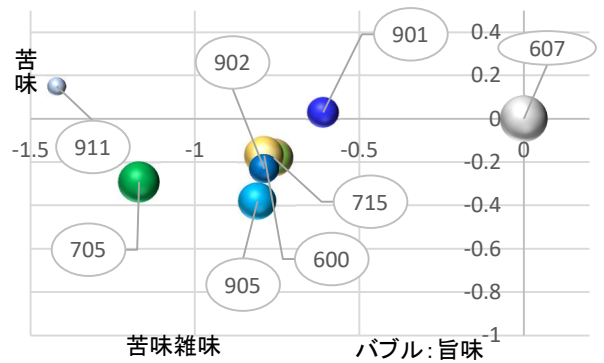


図4 生鮮シイタケ8品種の味評価
(苦味雑味, 苦味, 旨味)

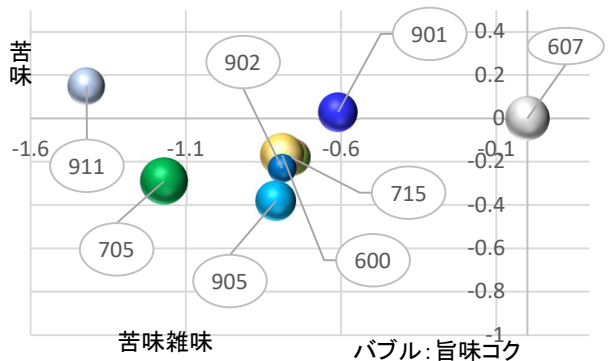


図5 生鮮シイタケ8品種の味評価
(苦味雑味, 苦味, 旨味コク)

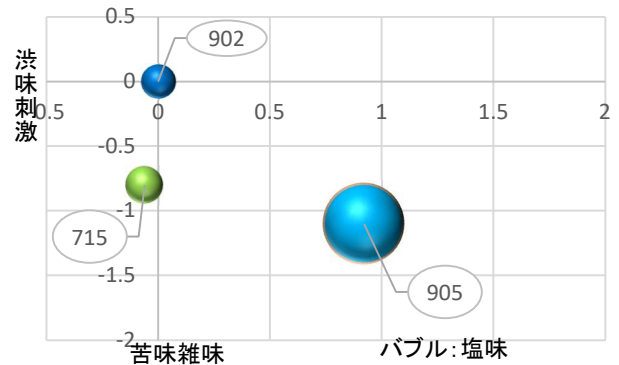


図6 乾シイタケ3品種の味評価
(苦味雑味, 渋味刺激, 塩味)

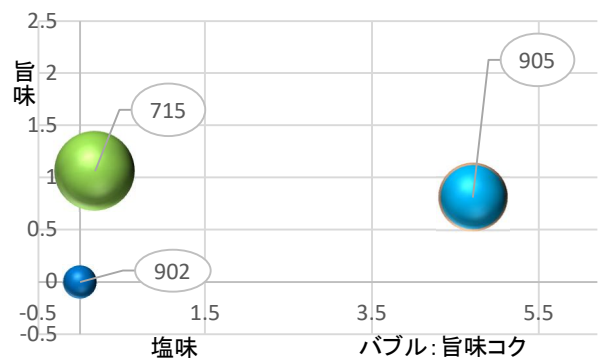


図7 乾シイタケ3品種の味評価
(塩味, 旨味, 旨味コク)

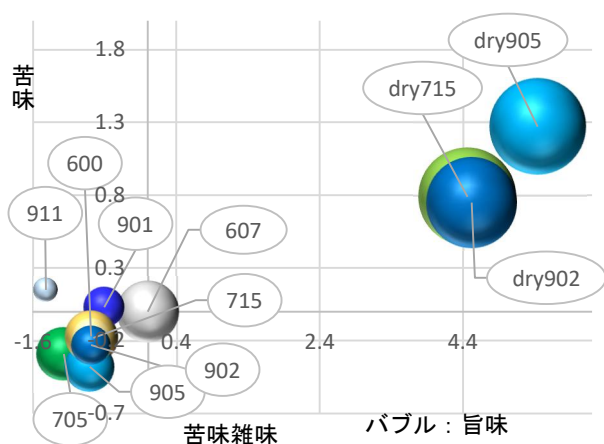


図 8 生鮮シイタケと乾シイタケの比較
(苦味雑味, 苦味, 旨味)

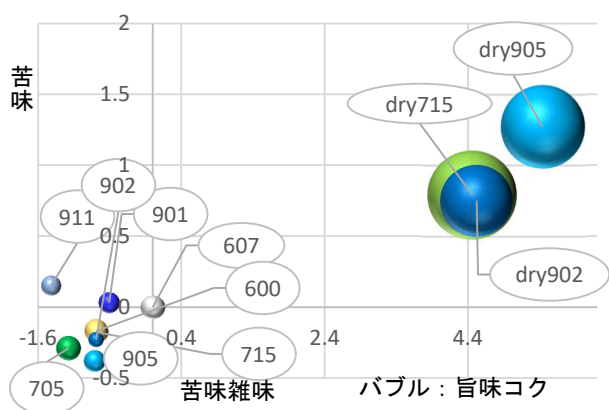


図 9 生鮮シイタケと乾シイタケの比較
(苦味雑味, 苦味, 旨味コク)

3. 3 香りの測定と見える化（生鮮シイタケ 8 品種 及び乾シイタケ 3 品種の評価と比較）

生鮮シイタケ 8 品種と乾シイタケ 3 品種の香気成分を測定して違いをグラフ化した結果を図 10 に示す。

生鮮シイタケについては、607 は果実のさわやかな香りが多かった。705 はナッツやバターの香りが多かった。715 は 607 に次いで果実の香りが多かった。901 以降は香気成分のピーク面積値総量としては上記 3 品種に比較すると半分以下になっていた。901 はきのこの香りや硫黄の香りが多かった。902 は脂質系とグリーン系の香りが多かった。905 はグリーン・甘い香りが多かった。911 は樹木やグリーン、花の香りが多かった。600 は甘い香りやきのこの香りが多かった。

乾シイタケについては、生鮮シイタケと比較して、香気成分のピーク面積値の総積算値が 3～19 倍高くなった。特に硫黄の香りや花の香りが多くなり、果実の香りは減少した。品種による違いでは、715 にきのこの香りが多くみられた。

3. 4 食感の測定と見える化

3. 4. 1 測定波形の評価項目検討

シイタケの測定波形の代表的なものを図 11 に示す。この波形から、表面 0.5mm を圧縮した時の傾きを柔軟性とし、ピークトップからピークボトム間の高さを歯切れ感、ピーク数をザクザク感と表現した。

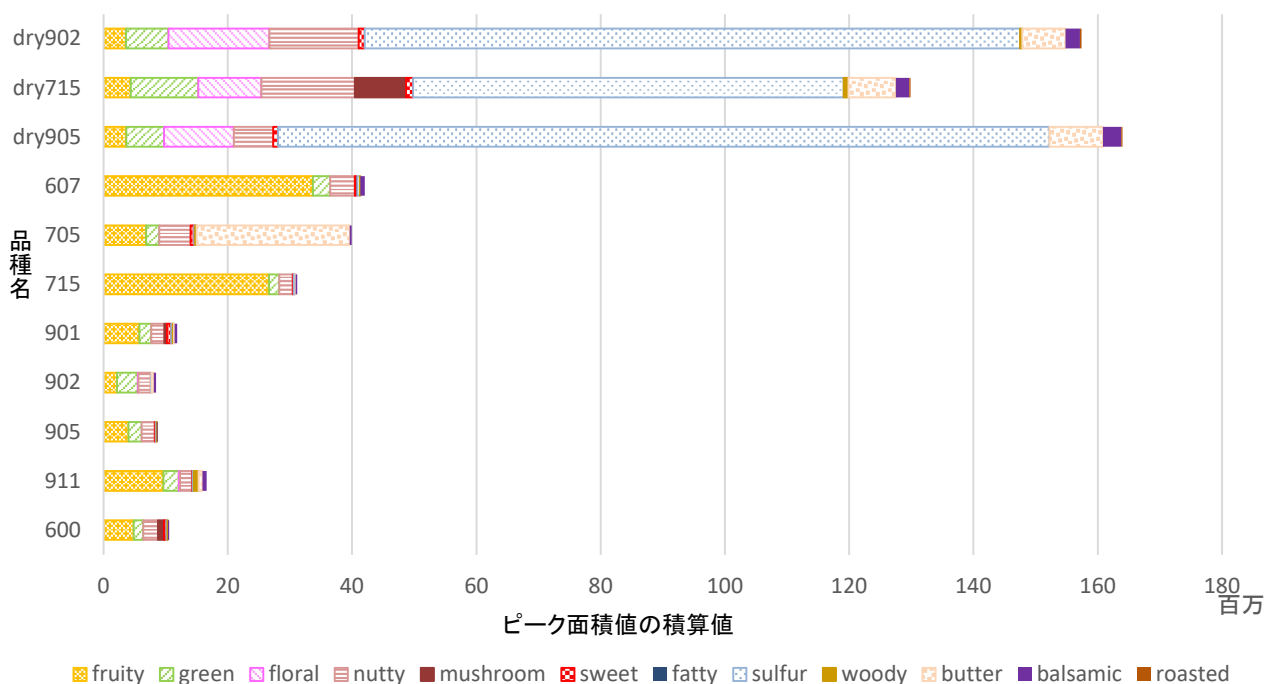


図 10 生鮮シイタケと乾シイタケの香気成分の比較

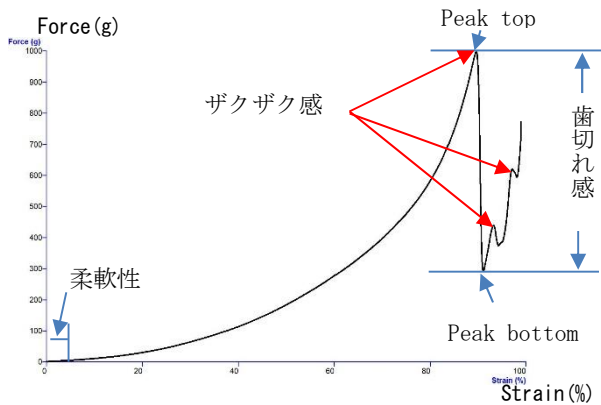


図 1 1 測定波形の評価項目

3. 4. 2 生鮮シイタケ 8 品種と乾シイタケ 3 品種の評価と比較

生鮮シイタケ 8 品種と乾シイタケ 3 品種の食感を測定し、上記 3. 4. 1 の評価項目を用いて違いをグラフ化したものを図 1 2 に示す。

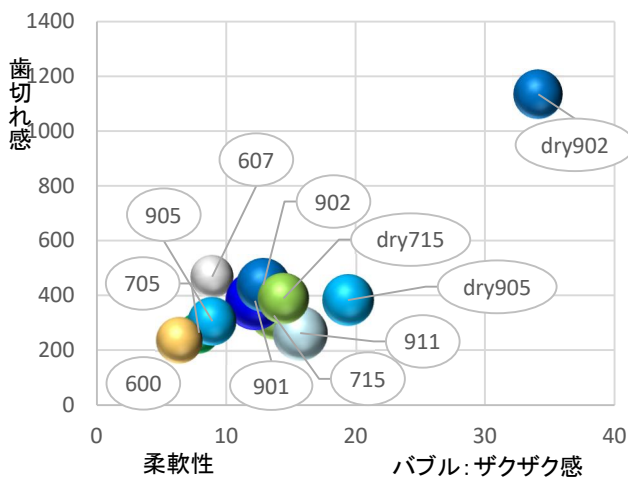


図 1 2 生鮮シイタケと乾シイタケの食感の比較

生鮮シイタケ 8 品種間の比較では、柔軟性は 911 が最も高く、600 が最も低かった。歯切れ感は 607 が最も高く、600 が最も低かった。ザクザク感は 901 が最も高く、705 が最も低い結果であった。

乾シイタケ 3 品種間の比較では、柔軟性は 902 が最も高く、715 が最も低かった。歯切れ感は 902 が最も高く、905 が最も低かった。ザクザク感は 905 が最も高く、902 が最も低い結果であった。

乾シイタケと生鮮シイタケの比較では、乾シイタケ 902 が柔軟性・歯切れ感において突出して高かった。他の 2 品種は、生鮮シイタケと大きく変わらなかった。

3. 5 生鮮シイタケと乾シイタケのおいしさの見える化

消費者への訴求力が高いと考えられる評価軸を用いて、生鮮シイタケ・乾シイタケそれぞれのおいしさをマッピングし

た図を作成した (図 1 3, 1 4)。

X 軸は味覚のひとつである旨味, Y 軸は食感の評価項目のひとつである歯切れ感を使用した。また、バブルは生鮮シイタケでは果実の香り, 乾シイタケではナッツの香りを使用した。

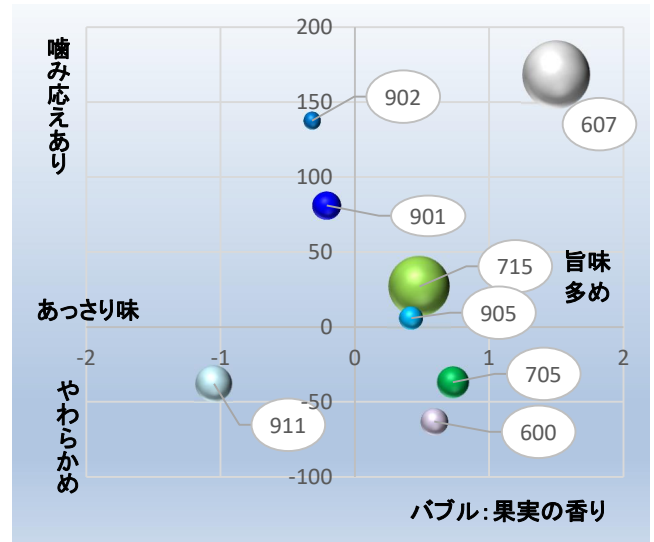


図 1 3 生鮮シイタケ 8 品種のおいしさの特徴

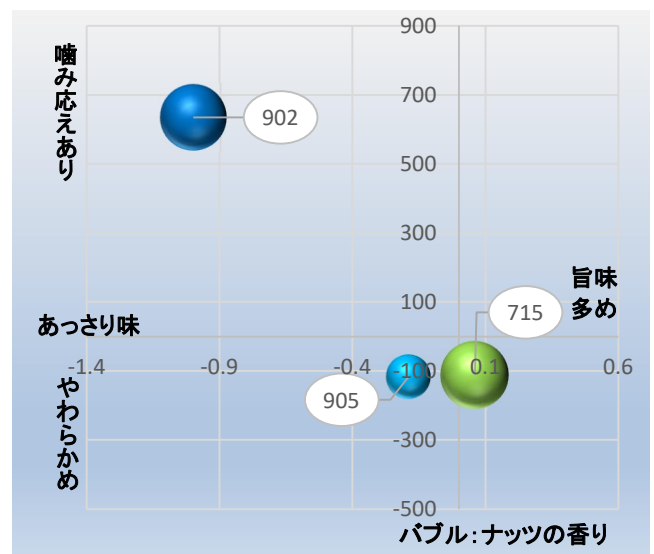


図 1 4 乾シイタケ 3 品種のおいしさの特徴

4 おわりに

シイタケの味・香り・食感分析方法を確立するとともに、生鮮シイタケ 8 品種及び乾シイタケ 3 品種の特徴を把握して下記のことが明らかになった。

- (1) シイタケのおいしさを評価するための調理加工方法としては、軸を取り傘部分を 1cm 幅に切断後、軽く真空包装して 95℃10 分間加熱し、冷却する方法が適していた。
- (2) 味覚センサーによるシイタケの旨味測定には、80 倍希釈が最適と考えられた。

- (3) シイタケの香り分析には、TX (ミドル/ベースノート) の評価が適していた。
- (4) シイタケの食感評価には、軸近辺と傘の表面付近を避けた部位を測定部位とし、ステンレス製の $\phi 2\text{mm}$ 円柱プローブを用いて圧縮速度 1mm/sec , 圧縮範囲は生鮮シイタケでサンプル高さの 99%, 乾シイタケでは 100% が最適と考えられた。
- (5) 生鮮シイタケでは苦味雑味, 旨味, 苦味, 旨味コクが検出され, 乾シイタケではそれに加えて渋味刺激, 塩味も検出された。乾シイタケは生鮮シイタケと比較して苦味雑味, 旨味, 苦味, 旨味コクともに高い値であった。
- (6) 生鮮シイタケでは果実の香り, 脂質系の香りが多くみられた。乾シイタケでは生鮮シイタケと比較して香気成分の総量が 3~19 倍高くなった。特に硫黄の香りや花の香りが高くなり, 果実の香りは減少した。
- (7) 食感は柔軟性・歯切れ感・ザクザク感として評価した。乾シイタケ 902 が柔軟性・歯切れ感において突出して高かった。
- (8) 生鮮シイタケ及び乾シイタケそれぞれの品種の特徴を用いておいしさのマッピングを作成した。評価軸を変えることで, 消費者や飲食店からの要望に応じたマッピングを作成することも可能である。

参考文献

- 1) 春日敦子ら: "日本調理科学会誌", 34, 348-355, (2001)

受託研究

高濃度セルロース繊維複合樹脂の配合及び射出成形条件が 成形時のフィラー凝集や物性に及ぼす影響

小林 愛雲* 八丁 佳功*

Influence of Compatibilizer and Injection Molding Conditions on Appearance and Mechanical Properties of Cellulose Fiber/Polypropylene Composites

KOBAYASHI Azumi and HATCHO Yoshinaru

委託者である日本コークス工業(株)が作製した 50 wt% セルロース繊維 (CeF) /ポリプロピレン (PP) /無水マレイン酸変性 PP (MAPP) ペレット (PP: PP4; MAPP: MAPP1, MAPP2, MAPP3) (以下 CeF/PP4/MAPP ペレット) を, 射出成形した。CeF/PP4/MAPP 成形品は全体的に黄変しており, シリンダー温度が高いと黄褐色化した。また, CeF/PP4/MAPP 成形品には CeF 凝集物とみられる白色部が点在しており, この白色部は射出速度が速いほど少なかった。CeF/PP4/MAPP 成形品の引張, 曲げ強さは, 成形時の射出速度が速いと高い傾向があった。CeF/PP4/MAPP1 成形品は, CeF/PP4/MAPP2 及び CeF/PP4/MAPP3 成形品よりも引張強さが高い傾向があり, また CeF 凝集物が少ない傾向がみられた。

Key words: セルロース, 複合樹脂, 射出成形, 物性, 分散

1 はじめに

プラスチック関連企業では, 近年 SDGs を背景に環境に配慮したフィラーの配合等によるプラスチック使用量の削減が求められており, 高濃度のフィラーを配合したペレットが注目されている。委託者である日本コークス工業(株)では, 植物由来のセルロース繊維 (CeF) を高濃度に樹脂に混練したいという問い合わせが増えていくことから, 二軸オープンロール機「ニーデックス」(以下ロール機)を用いて, CeF を 50 wt%以上配合したポリプロピレン (PP) ペレット (以下 CeF/PP ペレット) を作製した。令和 4 (2023) 年度の研究において, 作製した 50 wt% CeF/PP ペレットを射出成形したところ, 成形品には CeF 凝集物とみられる白色部が点在していた。CeF 凝集物は, 成形品の外観不良だけでなく, 物性低下につながることもある。そこで本研究では, CeF の分散性を改善することを目的として, 委託者が相溶化剤である無水マレイン酸変性 PP (MAPP) の配合を検討し作製した高濃度 CeF 複合樹脂ペレットについて, 射出成形条件と, 成形品の外観, 物性の関係を明らかにする。

2 研究の方法

2. 1 高濃度 CeF 複合樹脂ペレットの流れ試験

令和 4 (2023) 年度の研究の結果, 50 wt% CeF/PP4/MAPP

ペレット (以下 CeF/PP4/MAPP ペレット) (PP4: 射出成形耐衝撃グレード PP) が最も高い物性を示した¹⁾。なお, このペレットに配合されていた MAPP は MAPP1 (酸価 26, 分子量 (Mw) 45,000) である。そこで, 委託者が相溶化剤の種類を検討して作製した CeF/PP4/MAPP2, CeF/PP4/MAPP3 ペレットと, 昨年度作製した CeF/PP4/MAPP1 ペレットについて, 以降の試験を行った (MAPP2: 酸価 52, Mw=30,000; MAPP3: 酸価 11, Mw=70,000)。

CeF/PP4/MAPP ペレットのメルトマスフローレイト (MFR) は, メルトインデクサ (宝工業(株)製 L-207) を用いて, 試験温度 190℃, 公称荷重 2.16 kg で測定した (JIS K7210:1999 A 法参考)。

CeF/PP4/MAPP ペレットのスパイラルフロー長さは, 射出成形機 (日精樹脂工業(株)製 NEX 80IV-9EG) を用いて, シリンダー温度 180℃, 射出速度 (v) 3, 10, 100 mm/s, 金型温度 48℃ (固定側ミラープレートの熱電対により計測し調整) で成形し, 測定した (金型キャビティ寸法: 長さ 1,150×幅 5×厚さ 3 mm)。

2. 2 高濃度 CeF 複合樹脂ペレットの射出成形

CeF/PP4/MAPP ペレットを箱形乾燥機 ((株)松井製作所製 P0-50SH-J) で 80℃, 6 h 予備乾燥した後, 射出成形機 (日精樹脂工業(株)製 NEX 80IV-9EG) を用いて, 表 1 の条件で成形した。RAMP Pp1 [s] は, 保圧切換後, 設定保圧 Pp1 に到達するまでの時間 (保圧への変圧時間) で

* 栃木県産業技術センター 県南技術支援センター

あり、大きい値を設定すると、ゆっくり保圧 Pp1 に到達する。また、CeF を含まない PP4 (以下ニート PP4) ペレットについても同様に射出成形した。なお、物性評価用試験片 ($v=10, 100 \text{ mm/s}$) 成形時の保圧 (Pp1) は、 $v=10 \text{ mm/s}$ における射出ピーク圧の 6 割とした。

2. 3 成形品の外観評価

成形品の成形不良の有無を目視により確認した。また CeF/PP4/MAPP 成形品の分光反射率は、分光測色計 (コニカミノルタセンシング(株)製 CM-2600d) を用いて光源 D65, 視野 10° , 測定径 8 mm, 正反射光除去 (SCE) 方式で測定した。

2. 4 成形品の物性評価

射出成形により得られた成形品をゲートカットして JIS K7139:2009 のダンベル形引張試験片タイプ A1 を作製した。またダンベル形引張試験片の一部を樹脂試験片ノッチ加工機 ((株)安田精機製作所製 No. 189-PNCA) を用いて加工し、短冊形試験片を作製した。

作製したダンベル形引張試験片の引張強さ、弾性率は、JIS K 7161-1:2014 により万能材料試験機 (50 kN) ((株)島津製作所製 AG-50kN-XV (特型)) を用いて、試験速度 $v_1=0.5 \text{ mm/min}$, $v_2=5 \text{ mm/min}$ (速度切替位置: ひずみ 0.3%) で測定した。引張弾性率の測定には接触式伸び計 ((株)島津製作所製 SSG50-10SH, 標線間距離 50 mm) を用いた。短冊形試験片の曲げ強さ、弾性率は JIS K 7171:2016 により万能材料試験機 (50 kN) を用いて、支点間距離 64 mm, 試験速度 2 mm/min で測定した。曲げ弾性率の測定にはたわみ測定装置 ((株)島津製作所製 3 点曲げ試験用たわみ測定装置) を用いた。

2. 5 成形品の X 線 CT 観察

CeF/PP4/MAPP 成形品を X 線 CT ((株)島津製作所製 Xseeker 8000) を用いて X 線管電圧 160 kV, X 線管電流 1.2 mA, ビュー数 2400, アベレージ数 2 で撮影した。撮影したデータは、VGSTUDIO MAX (Volume Graphics Co., Ltd.) の欠陥/介在物解析モジュールを用いて解析し、CeF 凝集物のサイズと分布を評価した。

3 結果及び考察

3. 1 高濃度 CeF 複合樹脂ペレットの流れ試験

ニート PP4, CeF/PP4/MAPP ペレットの MFR, スパイラルフロー長さを表 2 に示す。昨年度の研究において、CeF/PP4/MAPP1 は射出成形できることを確認している¹⁾。CeF/PP4/MAPP2 と CeF/PP4/MAPP3 は、CeF/PP4/MAPP1 と同等の流動性を示すことから、CeF/PP4/MAPP1, CeF/PP4/MAPP2, CeF/PP4/MAPP3 とニート PP4 ペレットについて、射出成形を行った。

3. 2 高濃度 CeF 複合樹脂成形品の外観評価

ニート PP4 ペレットと CeF/PP4/MAPP ペレットをそれぞれシリンダー温度, 射出速度 ($v [\text{mm/s}]$), 保圧への変圧時間 (RAMP Pp1 [s]), 金型温度を変えて射出成形し、ペレットの成形可否と成形品の外観を評価した。

各ペレットの成形条件と成形可否を表 3 に示す。ニート PP4 は、低射出速度でボイドやシワ等の外観不良が見られたが、今回検討したすべての条件において成形可能であった。一方、CeF/PP4/MAPP ペレットは、射出速度が遅いとショートショットとなり成形できなかった。また CeF/PP4/MAPP1, CeF/PP4/MAPP2 においては、条件 (d) 金型温度 68°C の時は $v=3 \text{ mm/s}$ で成形できたが、条件 (a) 金型温度 48°C の時は成形できなかった。これは、金型温度が低いと熔融樹脂の冷却が速く、流動性が低下しやすいためと考えられる。

なお、図は示していないが、検討したすべての条件において、ニート PP4 成形品はペレット同様白色であるのに対し、CeF/PP4/MAPP 成形品は黄変した。ただし CeF/PP4/MAPP 成形品は一樣に黄変せず、一部 CeF 凝集物とみられる白色部が点在しており、この白色部は射出速度が速いほど少ない傾向があった。さらに、 $v=100 \text{ mm/s}$ の成形品において、白色部は、流動末端に見られる傾向があった (図 1)。この流動末端付近の白色部は、

表 1 射出成形条件

条件	シリンダー 温度 [°C]	保圧への 変圧時間： RAMP Pp1 [s]	金型温度 [°C]	射出速度： v [mm/s]
(a)	180	0.1	48	1, 2, 3, 5, 10, 100
(b)	195			
(c)	180	0.5	68	
(d)		0.1		

表 2 ニート PP4, CeF/PP4/MAPP ペレットの MFR (試験温度 190°C , 公称荷重 2.16 kg) とスパイラルフロー長さ (シリンダー温度 180°C , 射出時間 3 s, 金型温度 48°C)

名称	MFR [g/10min]	スパイラルフロー長さ [mm]		
		$v=3$	$v=10$	$v=100$
ニートPP4	49.4 ¹⁾	470~480	490~500	510~520
CeF/PP4/ MAPP1	0.6 ¹⁾	—	310~320	350~360
CeF/PP4/ MAPP2	1.0	270~280	310~320	360~370
CeF/PP4/ MAPP3	0.7	270~280	310~320	350~360

表 3 ニート PP4, CeF/PP4/MAPP ペレットの成形条件と成形可否

	条件	シリンダー温度 [°C]	RAMP Pp1 [s]	金型温度 [°C]	射出速度: v [mm/s]					
					1	2	3	5	10	100
ニートPP4	(a)	180	0.1	48	—	—	シワ	○	○	○
	(b)	195			シワ	—	○	○	○	○
	(c)	180	0.5	68	シワ	—	○	○	○	○
	(d)		0.1		—	○	○	○	○	○
CeF/PP4/MAPP1	(a)	180	0.1	48	—	—	×	○	○	○
	(b)	195			×	—	○	○	○	○
	(c)	180	0.5	68	—	—	×	○	○	○
	(d)		0.1		—	×	○	○	○	○
CeF/PP4/MAPP2	(a)	180	0.1	48	—	×	×	○	○	○
	(b)	195			—	×	○	○	○	○
	(c)	180	0.5	68	—	×	×	○	○	○
	(d)		0.1		—	×	○	○	○	○
CeF/PP4/MAPP3	(a)	180	0.1	48	—	×	×	○	○	○
	(b)	195			—	×	○	○	○	○
	(c)	180	0.5	68	—	×	×	○	○	○

○: 成形不良なし ×: 成形不可(ショートショット) —: 未実施

図 1 (a) と比較して、シリンダー温度が高い (図 1 (b))、保圧への変圧時間が長い (図 1 (c))、あるいは金型温度が高い (図 1 (d)) と、観察されにくい傾向があった。ここで、保圧への変圧時間に着目すると、RAMP Pp1=0.1 s より RAMP Pp1=0.5 s の方が、保圧切替後、ゆっくり設定保圧 Pp1 に到達する。そのため、流動末端付近における保圧切替後から Pp1 に到達するまでの樹脂の流速は、RAMP Pp1=0.1 s より RAMP Pp1=0.5 s の方が緩やかに低下すると考えられる。したがって、シリンダー温度や金型温度が高い、あるいは保圧への変圧時間が長いと、流動末端付近の白色部が低減されるのは、熔融樹脂が良く流れ、表面の CeF 凝集物を覆うためと推察される。な

お MAPP の違いによる白色部の明らかな差は見られなかった。

図 2 に、表 1 の条件 (a)~(d) ($v=10, 100 \text{ mm/s}$) で射出成形して得られた CeF/PP4/MAPP 成形品の分光反射率 (SCE) を示す。シリンダー温度が高いと、 a^* 値 (値が正に大きいほど赤色が強い) 及び b^* 値 (値が正に大きいほど黄色が強い) は大きい傾向があり、成形品がより黄褐色化していることが分かった。また射出速度が速いと明暗を示す L^* 値が低下する傾向があり、暗色化していることが分かった。また MAPP の違いによる明らかな差は見られなかった。昨年度の研究結果から、この CeF/PP4/MAPP 成形品の黄変は、熱による CeF の変色が

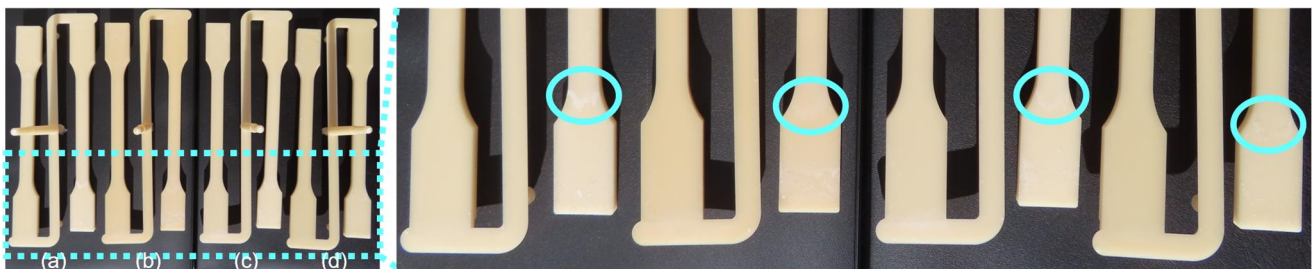


図 1 CeF/PP4/MAPP2 成形品 ($v=100 \text{ mm/s}$) の外観

(a) シリンダー 180°C, RAMP Pp1 0.1 s, 金型 48°C ; (b) シリンダー 195°C, RAMP Pp1 0.1 s, 金型 48°C ; (c) シリンダー 180°C, RAMP Pp1 0.5 s, 金型 48°C ; (d) シリンダー 180°C, RAMP Pp1 0.1 s, 金型 68°C

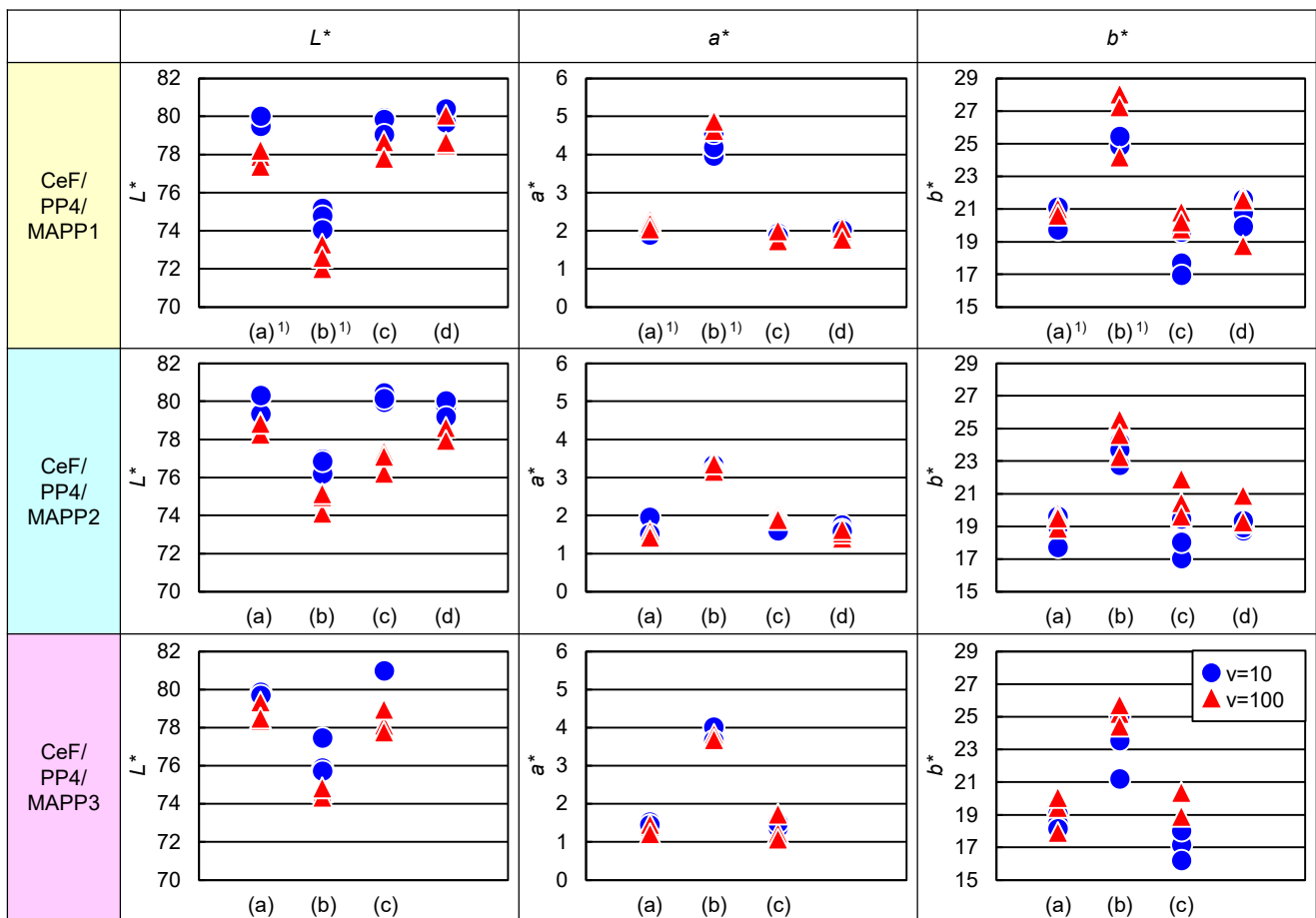


図2 CeF/PP4/MAPP 成形品の分光反射率 (SCE)

原因と考えられる¹⁾。

3. 3 高濃度 CeF 複合樹脂成形品の物性評価

ニート PP4 ペレットと CeF/PP4/MAPP ペレットをそれぞれ表 1 の条件(a)～(d) (v=10, 100 mm/s) で射出成形

して得られた成形品の引張強さ, 引張弾性率, 曲げ強さ, 曲げ弾性率を測定した。

3. 3. 1 ニート PP4 成形品の物性評価

ニート PP4 成形品の引張試験と曲げ試験の結果を図 3

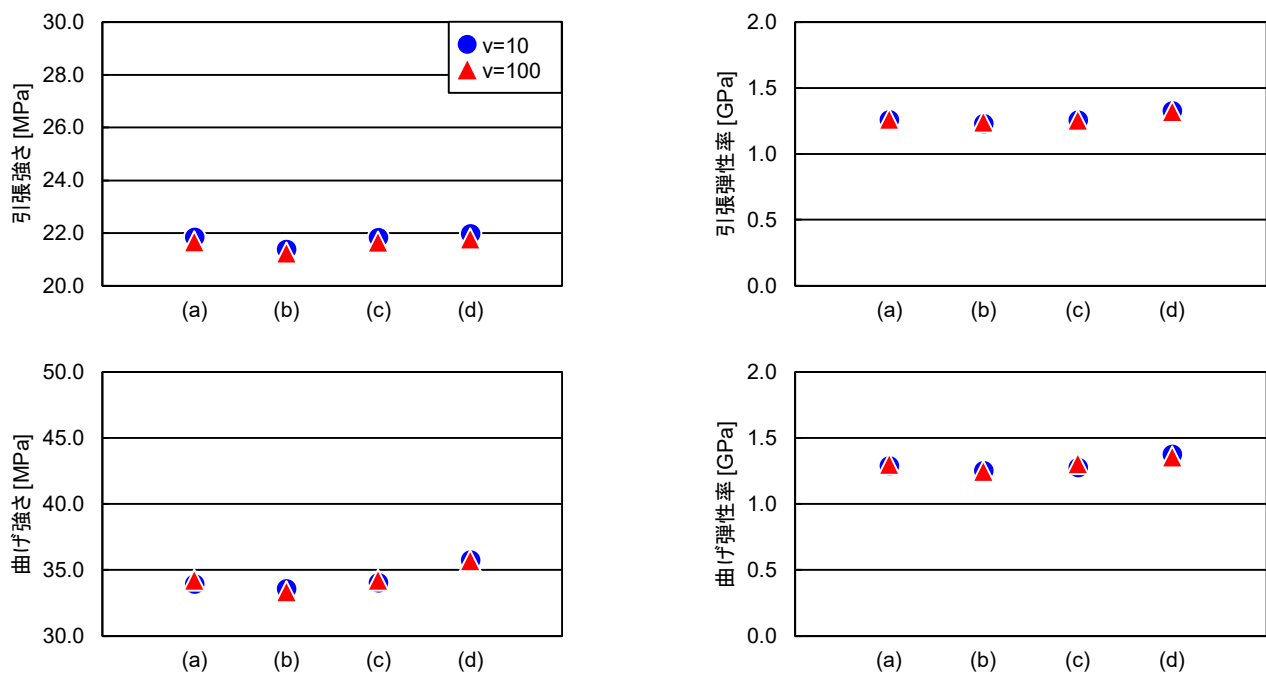


図3 ニート PP4 成形品の引張強さ, 引張弾性率, 曲げ強さ, 曲げ弾性率

に示す。成形条件の違いによるニート PP4 の引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ、曲げ弾性率の差はわずかで、ばらつきも小さかった。

3. 3. 2 CeF/PP4/MAPP1 成形品の物性評価

CeF/PP4/MAPP1 成形品の引張試験と曲げ試験の結果を図 4 に示す。v=100 mm/s で成形した CeF/PP4/MAPP1 の引張強さは、v=10 mm/s で成形したものよりも高い傾向があった。これは、v=100 mm/s は、v=10 mm/s と比較して、CeF が配向しやすいためと考えられる。なお、CeF/PP4/MAPP1 の引張強さは、シリンダー温度、保圧への変圧時間、金型温度を変えても変わらなかった。

v=100 mm/s で成形した CeF/PP4/MAPP1 の曲げ強さは、v=10 mm/s で成形したものよりも高かった。このことから、v=100 mm/s で成形した CeF/PP4/MAPP1 は、v=10 mm/s と比較して、表面の CeF が配向していると考えられる。また、表 2 より、v=100 mm/s は v=10 mm/s よりスパイラルフロー長さが長い、すなわち流動性が高いため、熔融樹脂が CeF 間に入りやすく、成形品の欠陥（樹脂の充填不足）が低減されていると考えられる。保圧への変圧時間 0.5 s で成形した CeF/PP4/MAPP1 の曲げ強さは、0.1 s で成形したものよりも高い傾向があった。また、CeF/PP4/MAPP1 の曲げ強さは、シリンダー温度、金型温度を変えても変わらなかった。

なお、今回検討したすべての条件において、CeF/PP4/MAPP1 の引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ、曲げ弾性率はニート PP4 より高くなった。

3. 3. 3 CeF/PP4/MAPP2 成形品の物性評価

CeF/PP4/MAPP2 成形品の引張試験と曲げ試験の結果を

図 5 に示す。CeF/PP4/MAPP1 と同様、v=100 mm/s で成形した CeF/PP4/MAPP2 の引張強さは、v=10 mm/s で成形したものよりも高い傾向があった。また、CeF/PP4/MAPP2 の引張強さは、シリンダー温度、保圧への変圧時間、金型温度を変えても変わらなかった。

v=100 mm/s で成形した CeF/PP4/MAPP2 の曲げ強さは、v=10 mm/s で成形したものよりも高い傾向があった。また、金型温度 68℃で成形した CeF/PP4/MAPP2 の曲げ強さは、48℃で成形したものよりも高い傾向があった。これは、金型温度が高いと熔融樹脂の冷却が遅く、粘度が低く、流動性が高いため、熔融樹脂が CeF 間に入りやすく、成形品表面の欠陥（樹脂の充填不足）が低減されるためと考えられる。CeF/PP4/MAPP2 の曲げ強さは、シリンダー温度、保圧への変圧時間を変えても変わらなかった。

なお、CeF/PP4/MAPP1 と同様、今回検討したすべての条件において、CeF/PP4/MAPP2 の引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ、曲げ弾性率はニート PP4 より高くなった。

3. 3. 4 CeF/PP4/MAPP3 成形品の物性評価

CeF/PP4/MAPP3 成形品の引張試験と曲げ試験の結果を図 6 に示す。CeF/PP4/MAPP1、CeF/PP4/MAPP2 と同様、v=100 mm/s で成形した CeF/PP4/MAPP3 の引張強さは、v=10 mm/s で成形したものよりも高い傾向があった。また、シリンダー温度 180℃で成形した CeF/PP4/MAPP3 の引張強さは、195℃で成形したものよりも高い傾向があった。さらに、保圧への変圧時間 0.1 s で成形した CeF/PP4/MAPP3 の引張強さは、0.5 s で成形したものよりも高い傾向があった。

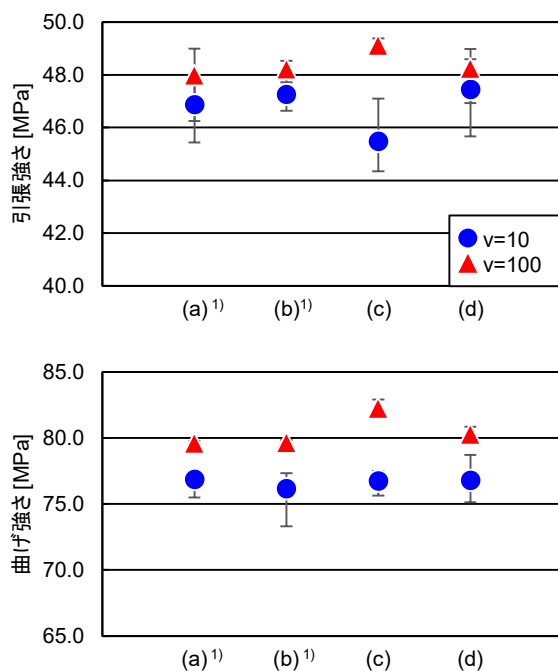
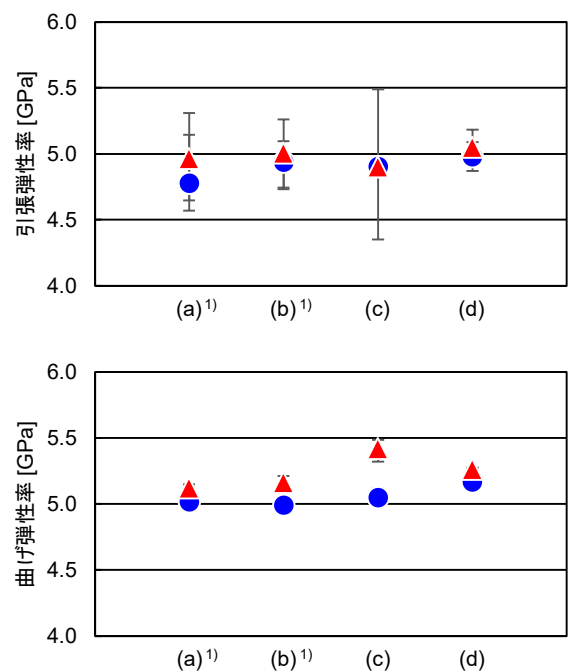


図 4 CeF/PP4/MAPP1 成形品の引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ、曲げ弾性率

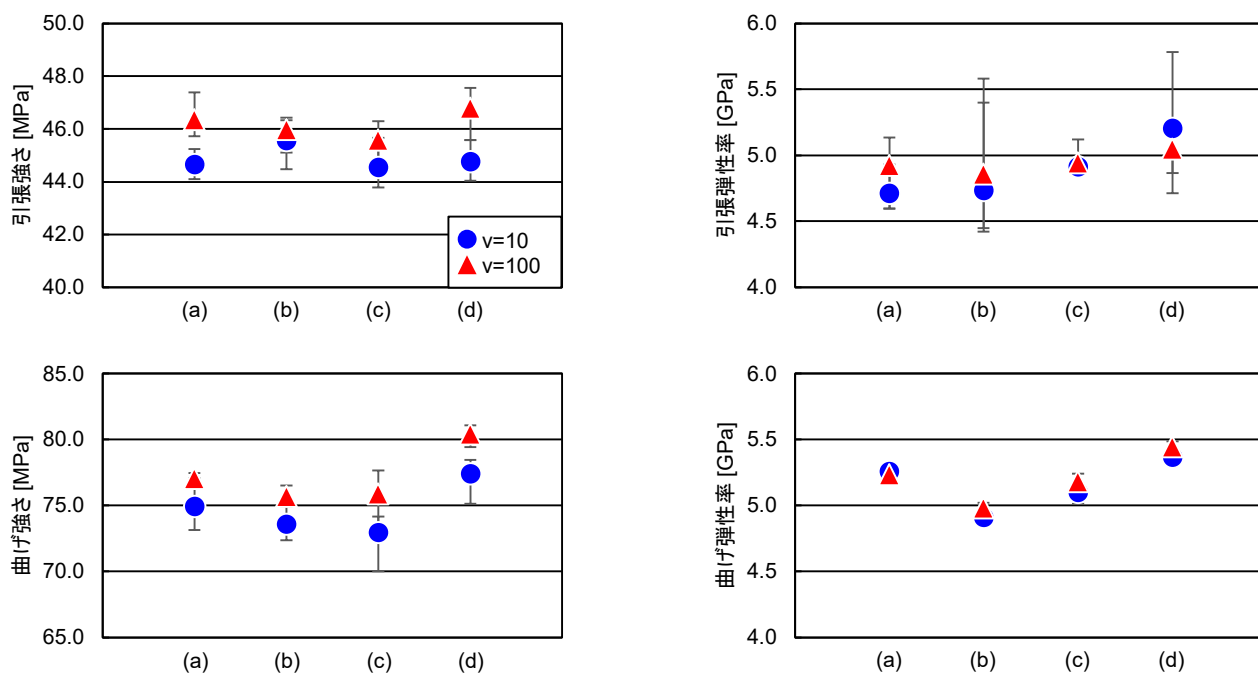


図5 CeF/PP4/MAPP2 成形品の引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ、曲げ弾性率

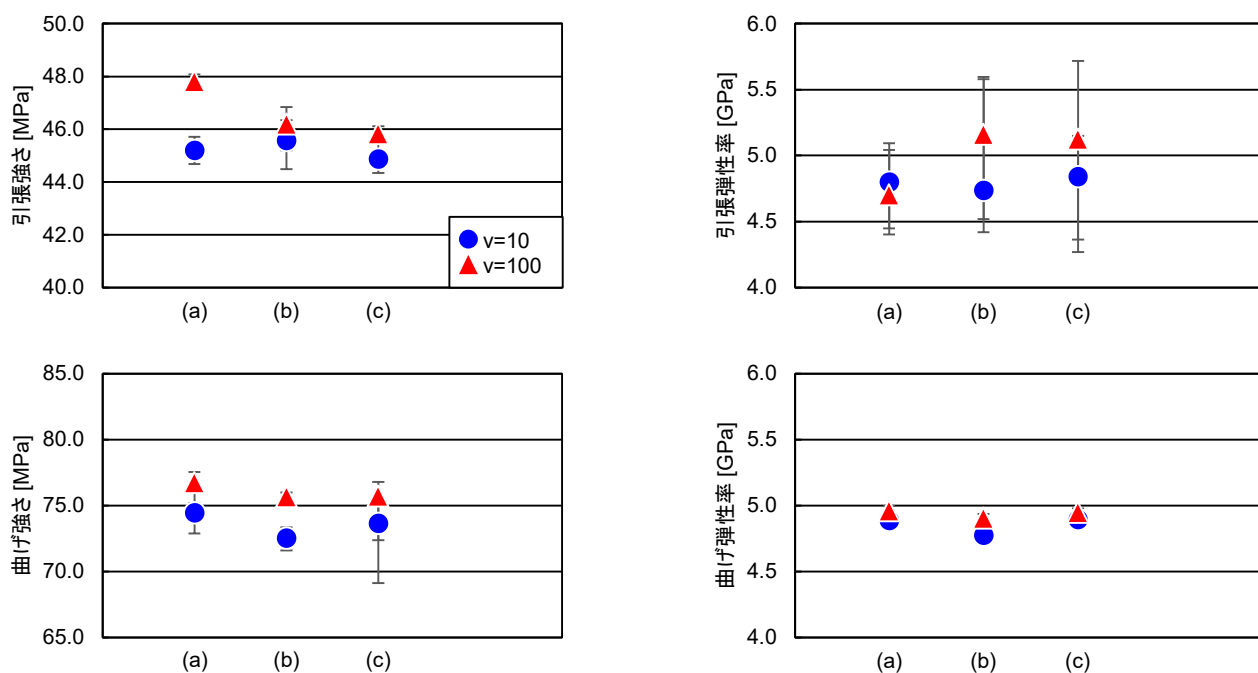


図6 CeF/PP4/MAPP3 成形品の引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ、曲げ弾性率

v=100 mm/s で成形した CeF/PP4/MAPP3 の曲げ強さは、v=10 mm/s で成形したものよりも高い傾向があった。また、CeF/PP4/MAPP3 の曲げ強さは、シリンダー温度、保圧への変圧時間を変えても変わらなかった。

なお、CeF/PP4/MAPP1, CeF/PP4/MAPP2 と同様、今回検討したすべての条件において、CeF/PP4/MAPP3 の引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ、曲げ弾性率はニート PP4 より高くなった。

以上のことから、MAPP1, MAPP2, MAPP3 のいずれにお

いても、射出速度が速いと、CeF/PP4/MAPP 成形品の引張、曲げ強さは高くなる傾向があるといえる。また、CeF/PP4/MAPP1 成形品の引張強さは、CeF/PP4/MAPP2 成形品や CeF/PP4/MAPP3 成形品よりも高い傾向があった。

ここで、表 1 の条件 (a) (v=10, 100 mm/s) で成形した CeF/PP4/MAPP 成形品の CeF 分散性を比較するため、X 線 CT 撮影を行った。CeF 凝集物の分布を図 7 に示す。なお、検出された CeF 凝集物は、各分布図の左側のカラーバーのとおり、サイズによって色分けされている。図 7

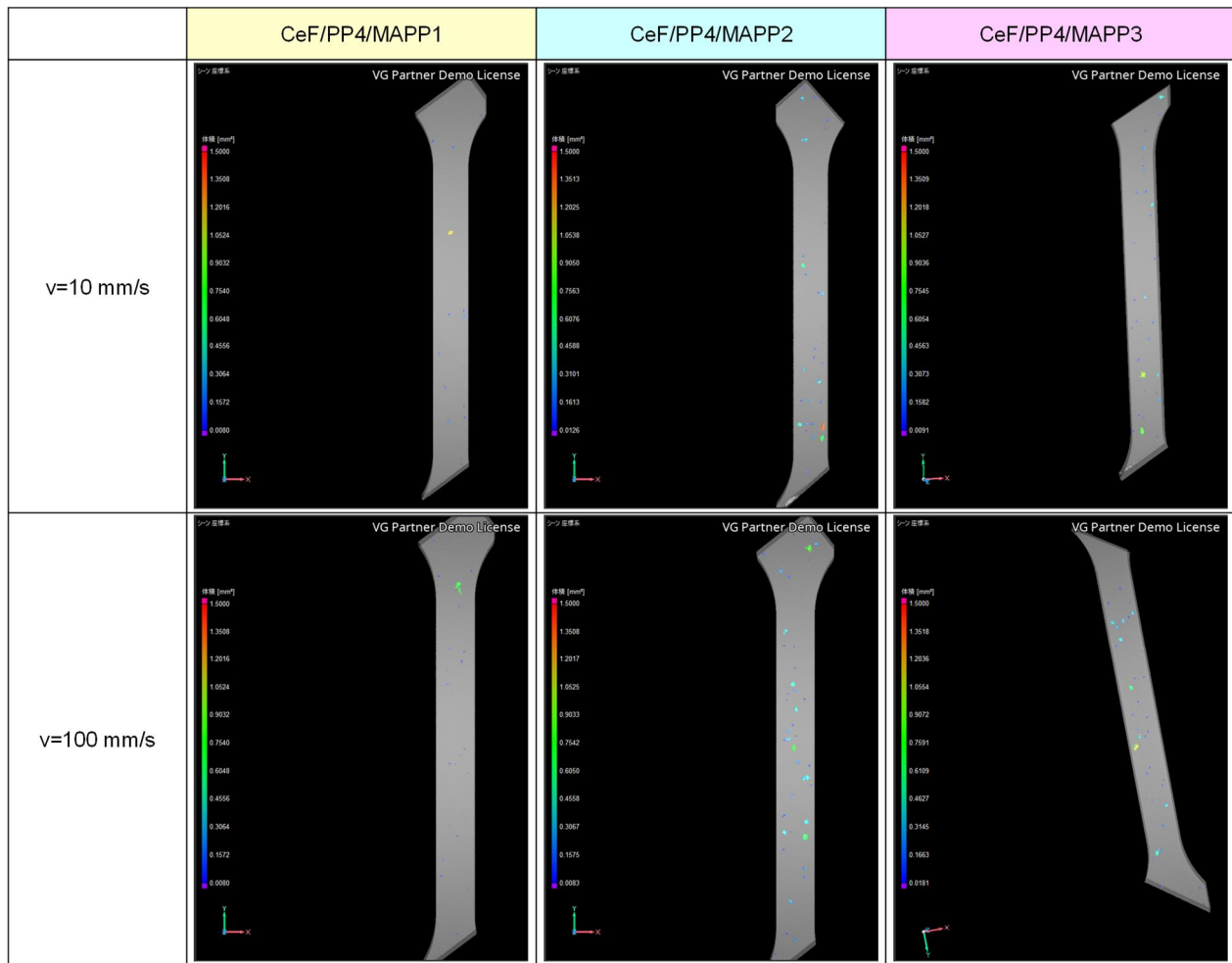


図7 CeF/PP4/MAPP 成形品（成形条件(a)）のCeF凝集物分布

より、CeF/PP4/MAPP1 成形品は、CeF/PP4/MAPP2 成形品やCeF/PP4/MAPP3 成形品よりも、CeF 凝集物が少ないことが分かる。このことが、CeF/PP4/MAPP1 成形品の引張強さが、他の成形品よりも高い傾向にある理由の一つと推測される。

また、図は示していないが、表1の条件(a) ($v=100 \text{ mm/s}$) で成形した CeF/PP4/MAPP 成形品の引張破断面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察すると、抜けた CeF の一部に PP が付着している様子が見られ、特に CeF/PP4/MAPP1 成形品で多く見られた。

MAPP は、MA グラフト量が多いほど、CeF 等のフィラーと多くの化学結合を形成できる。また、分子量が大きいと、MAPP はマトリックスの PP 分子鎖と絡み合いやすくなる。この化学結合形成と分子鎖の絡み合いが、フィラーの分散性向上、複合樹脂の物性向上に寄与することが知られている²⁾。ここで、MAPP1、MAPP2、MAPP3 を比較すると、MA 量と相関がある酸価は MAPP3 (酸価 11) < MAPP1 (26) < MAPP2 (52)、分子量 (M_w) は MAPP2 ($M_w=30,000$) < MAPP1 (45,000) < MAPP3 (70,000) である。したがって、MAPP2 は酸価が高いため CeF と結合しやすいが、分子量が低いため PP4 との絡み合いが少ないのに対し、

MAPP3 は分子量が高いため PP4 との絡み合いが多いが、酸価が低いため CeF と結合しにくいと考えられる。以上のことから、本研究で使用した CeF と PP4 に対して、MAPP1 は適度の酸価と分子量を有しており、MAPP2 や MAPP3 よりも CeF-PP4 界面の密着性を向上できるため、高い CeF 分散性、引張強さが得られたと推測される。

4 おわりに

委託者である日本コークス工業(株)がロール機を用いて作製した3種類の50 wt% CeF/PP4/MAPP ペレット（以下 CeF/PP4/MAPP ペレット）（MAPP1、MAPP2、MAPP3）とニート PP4 ペレットについて射出成形を行い、外観、物性を評価し、次の知見を得た。

- (1) CeF/PP4/MAPP 成形品は全体的に黄変しており、シリンダー温度が高いと黄褐色化した。また、CeF/PP4/MAPP 成形品には CeF 凝集物とみられる白色部が点在しており、この白色部は射出速度が速いほど少なかった。さらに、流動末端付近の白色部は、シリンダー温度が高い、保圧への変圧時間が長い、あるいは金型温度が高いと、観察されにくい傾向があった。

(2) CeF/PP4/MAPP 成形品の引張，曲げ強さは，成形時の射出速度が速い ($v=100$ mm/s) 方が，高い傾向があった。

(3) CeF/PP4/MAPP1 成形品の引張強さは，CeF/PP4/MAPP2 成形品や CeF/PP4/MAPP3 成形品よりも高い傾向があり，また，CeF 凝集物は少ない傾向がみられた。

参考文献

- 1) 小林愛雲，渡辺克人：“栃木県産業技術センター研究報告”，20，29-36，(2023)
- 2) 青木憲治：“日本接着学会誌”，57(2)，22-27，(2021)

IV 重点研究

Selected Research

重点研究

高圧水素用ステンレス鋼のドリル加工におけるバリ抑制手法の開発

岡村 弘太* 植竹 大輔* 曾田 将来*

Development of Method for Burr Suppression
in Drilling of Stainless Steel for High-pressure Hydrogen
OKAMURA Kota, UETAKE Daisuke and SOTA Masaki

高圧水素用ステンレス鋼 SUS316L のドリル加工におけるバリ抑制を目的に、ドリル加工条件及び被削材への加工硬化の影響について検討した。出口面のばりの高さは 1 刃送りの影響が大きく、送りを小さくすることでばりの高さを抑制できた。また、被削材に加工硬化を発生させた場合もばりの高さを抑制できることが分かった。この結果を踏まえてドリル加工出口面表層に加工硬化を発生させることを目的に 2 ステップ加工を試行したところ、ばりの高さを 0.13mm に抑制するドリル加工が可能となった。

Key Words: ドリル, バリ, 切削加工, ビッカース硬さ

1 はじめに

水素ステーションや燃料電池車に使用される高圧水素用ステンレス鋼は、利用拡大が見込まれており、金属加工業においてはその加工への対応・検討が急務となっている。しかし、これらの材料は加工実績が少なく、その加工特性について未知な部分が多い。そのため、材料の特性等の把握及び加工方法の確立が必要である。

金属の部品加工では、ほとんどの場合穴あけ加工が行われ、その手法はドリル加工が大きな割合を占めている。ドリル加工では、被削材から切り粉として分断せずに残った残留部が塑性変形することで、穴の出口にバリが発生する。バリは、部品の機能や品質の悪化につながるため、製造現場ではばりの除去作業工程が必要となり、その工程が加工時間や加工コストの増大を招き、加工の高効率化が阻害されている。そのため、ばりの抑制は企業の長年の課題となっており、製造現場で対応できる、加工時におけるバリ抑制の手法が求められている。SUS316L などの高圧水素用ステンレス鋼は、他のオーステナイト系ステンレス鋼(SUS304 など)と比較して Ni が多く延性が高いため、加工硬化が小さいとされ¹⁾、ドリル加工において、塑性変形しやすく、バリが大きくなることが予想される。我々は昨年度の研究により、SUS304 のドリル加工において、材料内部を意図的に加工硬化させてからドリル加工を行うこと

によってばりを抑制できる可能性を見いだした²⁾。

既往研究として鉄鋼材や非鉄、SUS304 を対象としたドリル加工でのばりの抑制に関する報告^{3), 4)}や超音波スピンドルを使用したばりの抑制に関する報告⁵⁾があるものの、一般的なドリルやスピンドルを使用した高圧水素用ステンレス鋼のドリル加工におけるばりに着目した報告例は見当たらない。

そこで、本研究では、SUS316L のドリル加工における穴の出口ばりを抑制するため、ドリル加工条件並びに被削材への加工硬化の影響について検討した。

2 研究の方法

2. 1 ドリル加工

加工機はマシンングセンタ(オークマ(株)製 MB-56VA)を用い、工具は直径 4 mm 2 枚刃超硬ドリル((株)不二越製 AQDEXS0400)を使用した。ドリルの先端角は 135° である。被削材は SUS316L (縦 140mm, 横 20mm, 厚さ 5mm), 試験片の加工は湿式で行い、水溶性切削液を使用した。実験の様子を図 1 に、加工条件を表 1 に示す。切削速度と 1 刃送りの 2 因子を 2 水準に振って組み合わせた 4 条件を設定し、1 条件に対して 2 穴ずつ加工を行った。

また、回転式切削動力計(日本キスラー(株)製 9123B)を用いて、加工時のスラストを測定した。

* 栃木県産業技術センター 県南技術支援センター

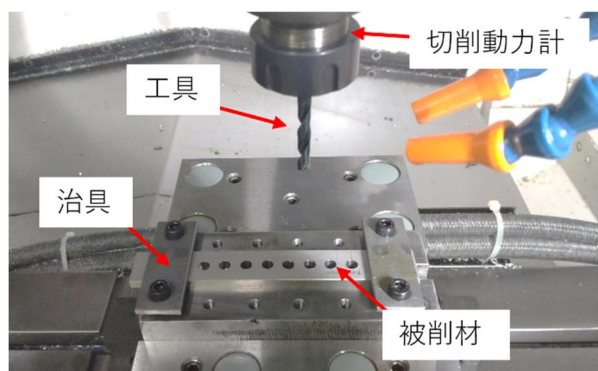


図1 実験の様子

表1 加工条件

加工条件	切削速度 [m/min]	1刃送り [mm/刃]
①	20	0.02
②	40	0.02
③	20	0.04
④	40	0.04

2. 2 ばりの高さの測定

ドリル加工であけた穴を精密切断機で半分に切断し、穴の断面が観察できるよう樹脂埋め、鏡面研磨を行った。ばりの高さの評価には、金属顕微鏡(オリンパス(株)製 GX71)を用い、加工の出口面とばりの先端の距離をばりの高さとした。なお、1穴に対して2つのばりの高さを測定した。撮影したばりを図2に示す。



図2 金属顕微鏡で撮影したばり

2. 3 加工硬化誘起材の貫通穴加工

昨年度の研究結果から、材料内部の硬化がばりの高さに影響する可能性があるため、本研究においても材料内部を硬化させる手法をとった。次の2つの方法で意図的に加工硬化を発生させた被削材を作製し実験を行った。

1つ目は引張試験機を用いて加工硬化を発生させる手法である。油圧万能試験機((株)東京衡機試験機製 YU500S5)により最大点通過直後まで被削材に引張荷重を印加した。荷重最大点は51kNである。引張荷重印加

後の被削材(以下、引張材)を図3に示す。引張荷重で発生したネッキングの中央部においてドリル加工を行った。

2つ目はフライス加工である。ドリル加工の出口側の面に対してフェイスミルを用いてフライス加工を行った。フライス加工後の被削材(以下、フライス材)を図4に示す。切削条件は切削速度160m/min, 1刃送り0.15mm/刃, 切込0.1mmで、表面を1回切削した。

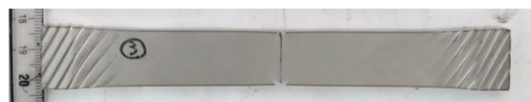


図3 引張材



図4 フライス材

2. 4 ばりの硬さの測定

ドリル加工後の加工硬化を見るためにばりの断面の硬さを測定した。硬さの評価には、ワイドレンジビッカース硬さ試験機((株)フューチャアテック製 FLV-10ARS-F)を用いて測定を行った。試験荷重は0.9807Nで、1つのばりに対して根元、中間の2か所のビッカース硬さの測定を行った。なお、使用したSUS316Lの母材硬さはHV180程度であった。

3 結果及び考察

3. 1 ばりの高さ

発生したばりの高さと加工条件の関係を図5に示す。なお、ばりの高さは条件ごとの平均値で表している。

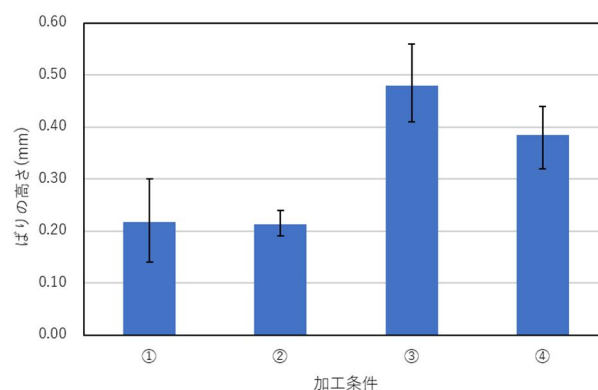


図5 ばりの高さと加工条件の関係

1刃送りが大きくなるとばりの高さも大きくなった。切削速度によるばりの高さは1刃送りほど変化しなかった。このことから、ばりの高さは1刃送りの影響が大きいと言える。

3. 2 スラスト挙動

加工条件②で加工したときのスラストとトルクのグラフを図6に示す。

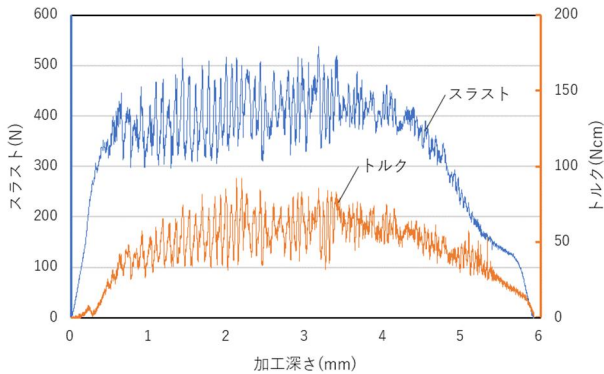


図6 ドリル加工におけるスラストとトルク

スラストの挙動として、ドリル先端が被削材に達し(加工深さ 0mm)、加工が始まると同時にスラストが増加し、ドリルが肩まで被削材に侵入するとその後スラストは一定となり、ドリル先端が出口面に達するとドリル底面下残留部の変形が始まり、その進行に伴いスラストが低下していると考えられる。

ばりの生成に関しては、貫通直前の挙動の影響が大きいと考えられるため、加工条件ごとの貫通直前のスラストを図7に示す。

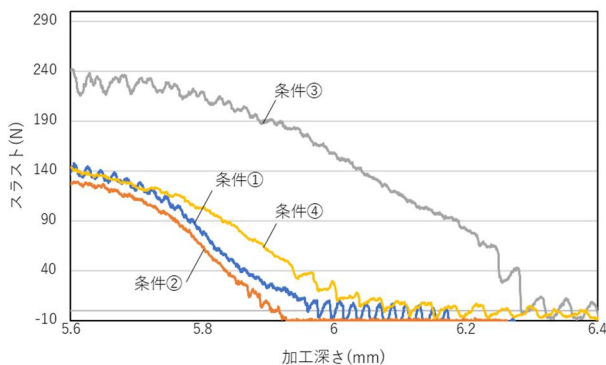


図7 貫通時のスラストの挙動の比較

加工深さが約 5.6mm の地点でドリル肩が出口面に達し、その後スラストが大きく減少していく。加工条件ごとのスラストの傾きを比較すると、条件②が最も傾きが急で、次いで条件①、条件④、そして条件③が最も傾きが緩やかであった。このことから、図5の結果と併せて見ると、ばりが小さいほど貫通直前のスラストの傾きが急である。これは、ばりが大きい場合はドリル肩が出口面に達してからの残留部の変形が大きく、一方でばりが小さい場合は比較して変形が小さい状態で貫通していると考えられる。

3. 3 加工硬化誘起材の貫通穴加工

引張材とフライス材に対して、材料内部の硬さをビッカース硬さ試験機を用いて測定した。2. 1 で使用した、未処理の被削材(以下、市販材)と比較した結果を図8に示す。

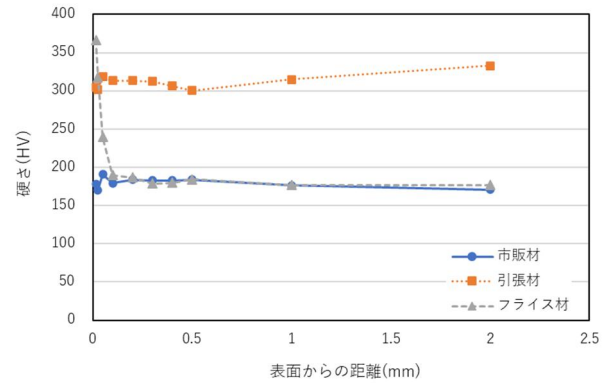


図8 各被削材の内部の硬さ

まず、市販材は材料内部全体が HV180 前後であるのに対して、引張材は材料内部全体が HV320 前後となり、市販材と比較して約 1.5 倍硬化していた。フライス材は、表面から 0.1mm 以上の深さの領域では母材硬さと変わらないが、表面から 0.1mm までの深さの領域で急激な硬化が見られた。つまり、引張荷重印加により材料内部全体の均一な硬化、フライス加工により材料表層のみの硬化が確認された。

引張材とフライス材に対して、2. 1 と同じくドリル加工を行った。ばりの高さや加工条件の関係を図9に示す。なお、1 条件に対して 2 穴ずつ加工を行った。

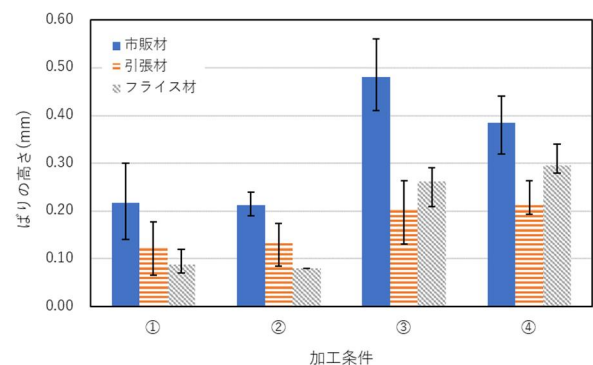


図9 各被削材のばりの高さや加工条件の関係

引張材とフライス材のばりの高さは、市販材と同様に 1 刃送りが小さいとばりの高さが減少し、切削速度はばりの高さにあまり影響が見られなかった。また、市販材と比較すると、全加工条件において引張材、フライス材ともにばりの高さが小さくなった。この結果により、材料内部の硬化によってばりの発生を抑制で

きることが分かった。特に、材料内部全体の硬化でなくとも、出口面表層のみの硬化でもばりの抑制に十分な効果が確認された。

3. 4 ばりの硬さ

市販材、引張材及びフライス材のドリル加工において発生したばりの硬さと加工条件の関係を図 1 0 に示す。なお、ばりの硬さは条件ごとの平均値で表している。

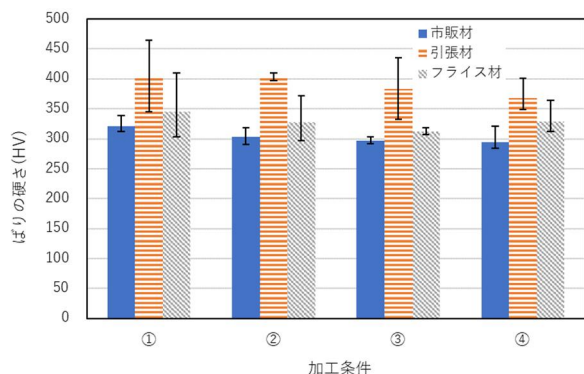


図 1 0 前処理被削材のばりの硬さと加工条件の関係

すべての被削材と加工条件において、ばりは母材よりも硬化していた。1 刃送りが大きくなるとばり硬さが少し小さくなる傾向があるが、条件ごとにそれほど大きな差はなかった。引張材及びフライス材について、市販材よりもばりの硬さが大きい、条件ごとの違いはあまりなかった。また、引張材とフライス材を比較すると、図 9 のばりの高さの大小関係がばりの硬さには反映されなかった。このことから、SUS316L においてばりの高さとはばりの硬さは必ずしも関係性があるとは言えない。

3. 5 加工条件の検討

出口面表層の硬化がばりの発生に影響を及ぼすことから、現場での利用を想定して工数になるべく増やさず、ドリルのみで意図的に出口面表層に硬化を発生させる方法を検討した。

ドリル加工において貫通直前にドリルの進行を止め、その場でドウェルさせることで、ドリル底面に接する面及び切り残し部を硬化させ、その後貫通させる 2 ステップ加工で実験を行った。出口面からドリル肩までの距離を切り残し量として、この量を変化させ、ばりとの関係を見た。なお、1 ステップ目は加工条件④、2 ステップ目は図 2 においてばりが小さかった加工条件②、ドウェルの秒数は 1 秒で実験を行った。

まず、切り残し量による材料内部の硬さを測定するため、ドウェル後 2 ステップ目に移行せずドリルを上げて止め穴加工を行い、穴の断面が観察できるサンプ

ルを作製した (図 1 1)。なお、切り残し量は、ノギスで測定した板厚とドリル先端部長さから計算される穴深さにより調整した。このサンプルで行った硬さ試験の結果を図 1 2 に示す。

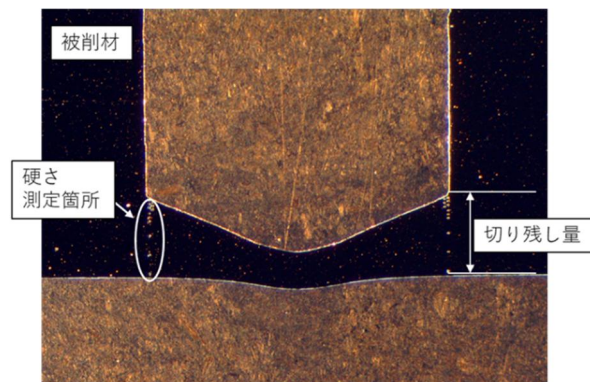


図 1 1 硬さ測定用サンプル

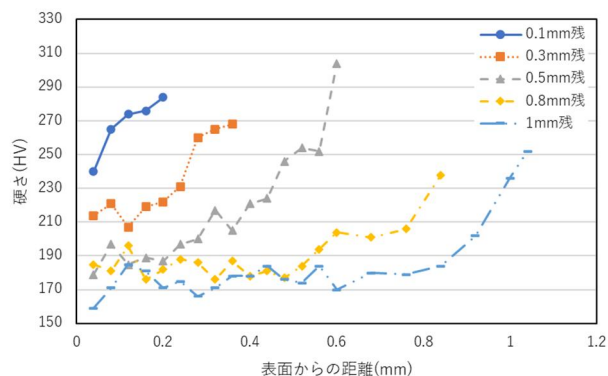


図 1 2 切り残し量による材料内部の硬さ

切り残し量が小さいほど表層が硬化していた。これは、切り残し量が小さいほどドリル底面で発生した加工硬化の影響が表層まで及ぶためである。また、切り残し量が小さくなるほど表層がドリルに押されて塑性変形するため、その変形による加工硬化の影響もあると考えられる。

以上の結果を踏まえて 2 ステップ加工を行い、ばりの高さを測定した。その結果を図 1 3 に示す。なお、1 条件に対して 2 穴ずつ加工を行った。

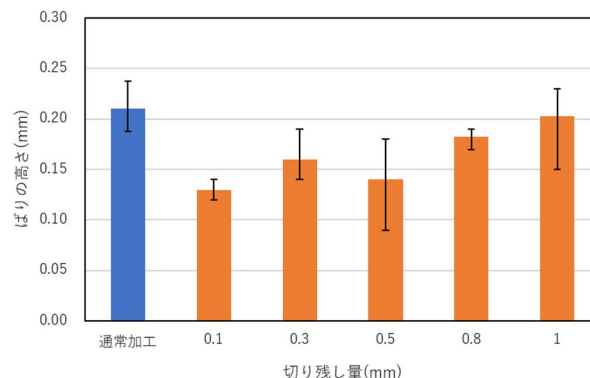


図 1 3 切り残し量によるばりの高さ

1 ステップ目での切り残し量を小さくすることで、出口面表層の加工硬化を大きくし、破断させることでばりの高さが小さくなった。通常加工と 0.8mm と 1mm の場合のばりの高さが同程度なのは、出口面表層に加工硬化が及ばないためと考えられる。これらの結果は 2. 3 で行った実験との整合性が取れており、ドリル加工の出口面表層の硬化によってばりを抑制できることが分かった。

4 おわりに

SUS316L のドリル加工において、加工条件による加工硬化とばりの関係及び、ばりを抑制する加工条件について検討した結果、以下の知見を得た。

- (1) ばりの高さは 1 刃送りの影響が大きく、1 刃送りを小さくすることでばりが小さくなった。
- (2) ばりが小さいほど貫通直前のスラストの傾きが急であった。
- (3) ドリル加工前の被削材に対して引張試験やフライス加工を行うことで、材料内部及びドリル加工の出口面表層に加工硬化が発生し、ばりの高さが抑制された。

- (4) ドリル加工中に送りを変化させる 2 ステップ加工を行うことで、ドリル加工の出口面表層に加工硬化が発生し、ばりの高さが抑制された。

謝 辞

本研究を実施するにあたり多大なるご指導をいただいた東京電機大学工学部機械工学科 田村 昌一 教授に深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) ステンレス協会編：“ステンレス鋼便覧—第 3 版—”，日刊工業新聞社，568，(1995)
- 2) 岡村 弘太，西宮 紹：“栃木県産業技術センター研究報告”，No. 20，83-86，(2023)
- 3) 安木 誠一，藤原 久一：“大阪府立産業技術総合研究所報告”，No. 28，27-31，(2014)
- 4) 和田 浩明，吉田 薫：“精密工学会誌”，66(7)，1109-1114 (2000)
- 5) 田口恭輔，吉原信人，原圭祐，水野雅裕：“Journal of the Japan Society for Abrasive Technology”，63(12)，624-629 (2019)