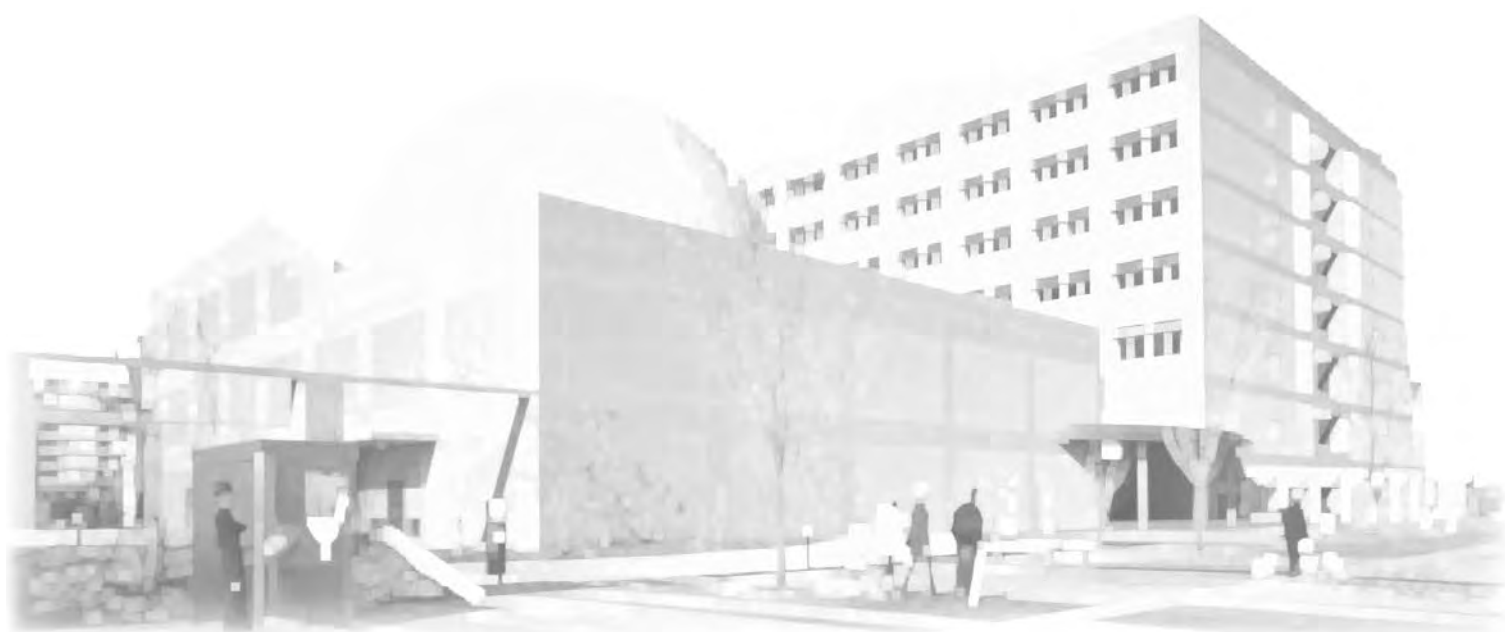


埼玉県産業技術総合センター

研究報告

第10巻 平成23年度

REPORTS
OF
SAITAMA
INDUSTRIAL
TECHNOLOGY
CENTER
Vol. 10/2011



平成24年(2012)

平成23年度埼玉県産業技術総合センター研究報告

第10巻

目 次

CONTENTS

ページ

産業支援研究

栗渋皮を利用した新規機能性製品の開発(第2報)	1
県産小麦の新規ブレンド粉の開発	6
米粉を用いた新規製麺技術の開発(3)ー植物繊維を利用した米粉麺ー	11
遺伝子検出による迅速微生物解析技術の開発	16
超臨界流体を用いた精密成形に関する研究	21
高アスペクト比微細深穴加工に関する研究	26
レーザ結晶の高効率超精密研磨に関する研究(2)	32
ピエゾ素子を用いた高推力リアモータの開発	37
ステンレス鋼の六価クロムフリー電解研磨技術の開発	40

新技術創出研究

高温もろみ対応清酒酵母の開発	44
油菓子保存試験の促進評価方法の確立	49

技術支援高度化研究

ベクトルネットワークアナライザを用いたマイクロ波帯域測定における 誤差要因低減に関する調査	54
--	----

外部資金導入研究(戦略的基盤技術高度化支援事業)

アルミ基複合材鋳物のハイブリッド砂型低圧鋳造法の開発	59
鋳鉄金型によるアルミニウムダイカスト法の開発	61

栗渋皮を利用した新規機能性製品の開発 (第2報)

樋口誠一*¹ 鶴菌大*¹ 海野まりえ*¹ 高橋広子*² 竹内了*²

Japanese Chestnut Peel as Functional Food Materials (Part II)

HIGUCHI Seiichi*¹, TSURUZONO Masaru*¹, UMINO Marie*¹, TAKAHASHI Hiroko*²,
TAKEUCHI Satoru*²

抄録

果肉付き栗渋皮をローストした際の香気成分、ポリフェノール含量及び抗酸化性の変化について検討を行った。香気成分ではメイラード反応生成物であるピラジン類、フラン類などが同定され、これらの測定結果などから、200℃10分をロースト処理の最適条件とした。また、この条件におけるポリフェノール含量を評価したところ、ロースト処理により減少しているものの、他の食品素材と比較して豊富なポリフェノールを含むことが確認された。抗酸化性をORAC法により評価したところ、試料のロースト度合いによらず、ほぼ同程度の値を示した。

キーワード：栗，渋皮，ロースト，香気成分，ポリフェノール，抗酸化性

1 はじめに

近年、生活習慣病の予防には、特定保健用食品などに代表される機能性食品が有効であるとの認識が、消費者の間に高まっている。そのため、県内の食品製造業者にとっても製品への機能性の付加は大きな関心事であり、消費者にアピールしやすい埼玉県産の機能性素材を求める声は多い。

そこで我々は県の特産品のひとつである栗の未利用部分、渋皮に着目し、その加工特性や含有機能性成分などについて検討を行ってきた。その結果、渋皮は高分子ポリフェノールであるプロアントシアニジン¹⁾を約30%と豊富に含んでおり、抗酸化性などの機能性を有していることや、栗渋皮独特の渋味と風味が菓子類に適していることなどが分かった¹⁾⁴⁾。また、近年育種された渋皮の剥皮性の良い栗新品種「ぼろたん」⁵⁾の渋皮も従来品

種と同様に扱えることが確認された⁴⁾。

前報⁶⁾で、その独特の渋味と風味をより生かすため、ローストした果肉付き栗渋皮を用いた菓子類の試作品についてアンケート調査を行った。その結果、概ね良い評価ではあったものの、風味が弱いという意見も多数あげられた。そこで本研究では栗渋皮の嗜好性を向上させる目的で、果肉付き栗渋皮のロースト処理によって生成する香気成分の特定と加工に伴う変化について検討するとともに、ロースト処理の最適条件の決定を行った。また、これに伴うポリフェノール含量や抗酸化性の変化について評価を行った。

2 実験方法

2.1 供試試料及び加工

栗の甘露煮製造の際に排出される渋皮(乾燥重量として約80%の果肉も含む)を原料として用いた。本品を熱風乾燥機にて135℃で約6時間乾燥処理し、さらに160℃、180℃及び200℃でロー

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*² 北部研究所 技術支援交流室

スト処理を行い、粉碎して試料とした。別に熱風乾燥を行わずに凍結乾燥したものを比較試料とした。

2.2 香気成分の分析

ロースト栗渋皮の香気成分は固相マイクロ抽出 (SPME) 法で採取した。試料約 1g を密閉容器に入れて 60°C に 10 分間保ち、SPME ファイバー (ジビニルベンゼン (DVB)/carboxen/ポリジメチルシロキサン (PDMS)、膜厚 50/30 μm、Supelco 社製) をヘッドスペースガスに 20 分間露出させて香気成分を吸着させた後、ガスクロマトグラフ (GC) (HP 5890, Hewlett Packard 社製) により分析を行った。カラムは DB-Wax (30m×0.25mm i.d., 膜厚 0.25 μm, Agilent 社製) を用い、検出器には水素炎イオン化検出器を用いた。キャリアーガスにはヘリウムを用いた。カラム温度は 40°C で 5 分間保った後、230°C まで 10°C/min で昇温した。注入口及び検出器の温度はともに 240°C とした。

各ピークの同定は、保持指標⁷⁾及び GC 質量分析計 (JMS-Sun200, 日本電子(株)製) により行った。分析条件は GC に準じた条件とし、質量分析部のイオン源温度は 230°C、イオン化電圧は 70eV とした。

2.3 総ポリフェノール量及び総プロアントシアニジン量の測定

試料の 80%メタノール抽出液について、総ポリフェノール量 (TPP) をフォーリンチオカルト法⁸⁾により、また、総プロアントシアニジン量 (TPA) をバニリン硫酸法⁹⁾により測定した。なお、いずれも標準物質として (+)-カテキン水和物 (sigma 社製) を用いた。

2.4 着色度の測定

試料 1g に水 100mL を加え、室温にて 1 時間攪拌した。これを遠心分離 (またはろ過) して、得られた上清 (またはろ液) につき、450nm の吸光度を測定し、着色度¹⁰⁾とした。

2.5 抗酸化性の測定

ORAC (Oxygen Radical Absorbance

Capacity) 法により抗酸化性を評価した¹¹⁾。試料 0.4g をとり、ヘキサン:ジクロロメタン (1:1) 混液 10mL を加えてよく攪拌した後、遠心分離して上清を除く操作を 2 回行った。その後、残さに対してアセトン:水:酢酸 (70:29.5:0.5) 混液 10mL で 2 回抽出を行い、得られた 2 回分の抽出液を 25mL に定容した。この液をリン酸緩衝液 (75mM, pH7.0) で希釈したもの 20 μL、フルオレセイン溶液 (94.4nM) 200 μL 及び 2,2'-Azobis-(2-amidinopropane) dihydrochloride 溶液 (31.7mM) 75 μL を 96 穴マイクロプレートに入れ、37°C に保ったプレートリーダー (SH-9000, コロナ電気(株)製) により、蛍光強度 (励起波長 485nm、検出波長 520nm) を 90 分間測定した。測定結果からグラフの曲線下面積を算出し、同時に測定した 6-Hydroxy-2,5,7,8-tetramethylchroman-2-carboxylic Acid (Trolox) の相当量 (μmol TE/g) として ORAC 値を表した。

3 結果及び考察

3.1 ロースト栗渋皮の香気成分

図 1 にロースト栗渋皮のガスクロマトグラムの一例を示す。また、表 1 にロースト栗渋皮の主要な香気成分の同定結果と、各ロースト条件におけるピーク面積を示す。ピラジン類 12 成分、フラン類 6 成分、ピロール類 1 成分及びその他 3 成分が同定され、多くはメイラード反応生成物であった。ロースト栗渋皮の香ばしい香りは主にピラジ

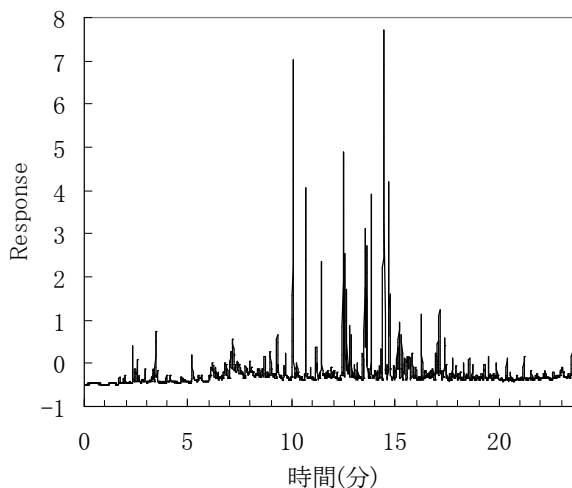


図 1 ロースト栗渋皮のガスクロマトグラム

表 1 ロースト栗渋皮の主要な香気成分と各ロースト条件におけるピーク面積値

成分名	type ^{*1}	Rt ^{*2}	ピーク面積 (×10 ³)									
			135°C	200°C			180°C			160°C		
			乾燥	10分	20分	30分	20分	30分	60分	60分	120分	180分
dodecane	o	10.07	13.26	22.97	17.69	20.60	10.89	14.57	13.62	25.69	20.10	16.87
2-pentylfuran	f	10.67	3.35	9.02	15.23	21.54	8.52	11.82	20.41	10.88	21.51	36.63
2-methylpyrazine	p	11.42	0.74	6.78	4.01	3.18	4.28	3.95	3.02	3.20	2.41	1.82
butylbenzene	o	12.18	0.00	0.67	0.00	9.95	0.00	1.53	3.30	0.00	1.03	2.74
2,5-dimethylpyrazine	p	12.45	1.19	10.82	6.43	3.70	5.20	5.66	3.77	3.99	3.41	2.70
2,6-dimethylpyrazine	p	12.57	0.86	6.14	4.60	3.45	3.34	3.83	3.24	2.66	2.78	2.63
2-ethylpyrazine	p	12.64	0.97	4.31	3.26	2.69	2.34	2.88	2.45	1.85	1.84	1.75
2,3-dimethylpyrazine	p	12.80	0.55	2.72	3.62	3.79	1.06	2.04	2.29	1.59	2.28	2.13
1-pentyl-1H-pyrrole	r	13.43	0.19	1.15	1.23	0.55	0.58	0.75	0.47	0.74	0.48	0.28
2-ethyl-6-methylpyrazine	p	13.51	0.57	6.84	5.66	3.75	3.01	4.45	3.26	2.12	1.93	1.80
2-ethyl-5-methylpyrazine	p	13.61	1.17	5.60	4.19	2.40	2.62	3.32	2.37	1.94	1.99	1.99
2-ethyl-3-methylpyrazine	p	13.81	1.61	10.46	8.63	5.87	5.00	6.97	6.22	2.88	2.93	3.12
pentylbenzene	o	13.88	0.00	0.00	0.00	2.82	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2,6-diethylpyrazine	p	14.28	0.00	1.66	1.89	1.95	0.70	1.45	1.60	1.21	0.76	0.00
2-ethyl-3,6-dimethylpyrazine	p	14.42	9.72	24.12	19.90	16.10	13.44	18.93	16.59	12.27	10.46	10.24
furfural	f	14.67	0.99	9.10	19.81	11.57	5.65	14.65	15.62	4.83	12.78	13.00
2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine	p	14.70	0.70	4.13	3.28	3.48	2.16	3.56	2.57	0.99	1.28	0.20
2,3-diethyl-5-methylpyrazine	p	15.08	0.30	1.54	1.44	2.09	0.89	1.36	1.34	0.55	0.56	0.85
2-acetylfuran	f	15.12	1.63	3.87	4.61	6.42	2.30	4.37	4.84	1.31	2.28	4.35
furfurylacetate	f	15.71	1.13	1.86	4.75	4.27	1.01	3.38	4.11	0.82	2.39	4.46
5-methylfurfural	f	16.21	0.59	3.59	8.28	5.94	2.03	5.84	7.15	1.34	4.35	5.61
furanmethanol	f	17.46	0.44	3.48	3.74	3.51	2.69	3.93	4.79	1.67	2.75	0.00

*1 p: ピラジン類、f: フラン類、r: ピロール類、o: その他

*2 保持時間 (分)

ン類、また、カラメル様の甘い焦げ臭はフラン類によるものと考えられる。

次に、表 1 に示した結果を元に、各ロースト条件におけるピラジン類、フラン類及び両者のピーク面積合計値並びに同定された成分のピーク面積合計値を算出し、図 2 にその変化を示す。ピラジン類は加熱により増加し、200°Cでは 10 分、180°Cでは 30 分、160°Cでは 60 分で最高となった。その中でも 200°C10 分が最も高かった。その後、加熱を続けると各温度とも減少していく傾向が見

られた。フラン類も加熱により増加し、200°Cでは 20 分で最高に達し、その後はやや減少する傾向を示したが、一方、180 及び 160°Cでは加熱時間が長くなるほど増加していく傾向を示した。これらのことからピラジン類とフラン類は、いずれも加熱にしたがって増加するが、その消長の性質は加熱条件により異なると考えられる。また、加熱時間の延長とともに、香ばしい香りから焦げ臭が強くなっていた。この原因としては、ピラジン類よりフラン類の割合が増加する、あるいは本方

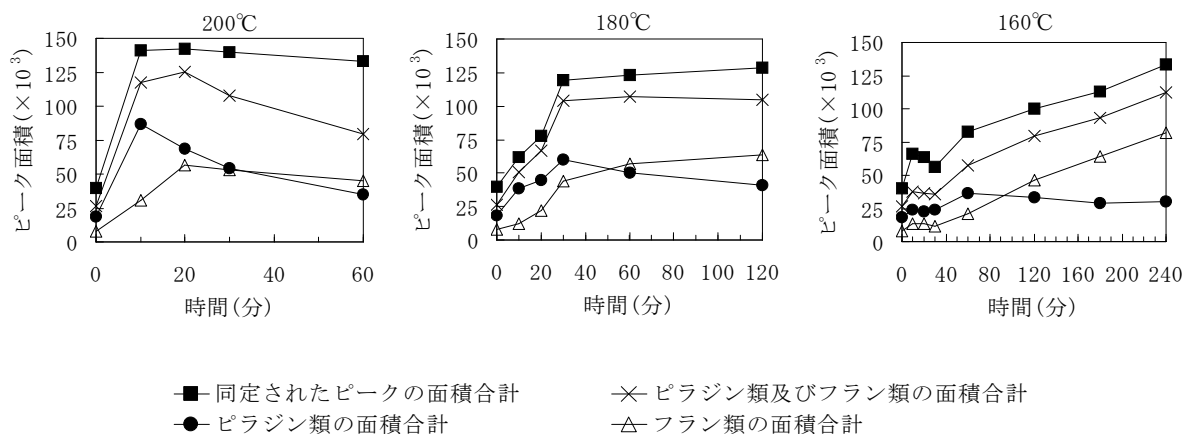


図 2 各ロースト条件における香気成分量の関係

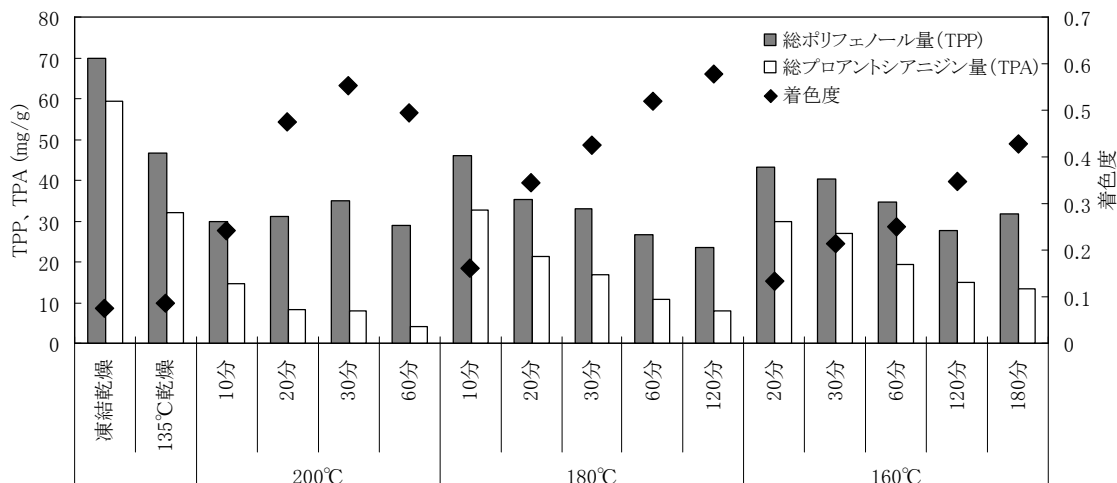


図3 各ロースト条件におけるポリフェノール含量と着色度

法では検出はできていない焦げ臭物質が増加していることなどが推測される。

香りは、複雑な成分組成が影響しているので個々の成分の増減だけで良否が決まらないが¹²⁾、香ばしい香りを有するピラジン類の含量が高かった条件での香りが最もよかった。以上の結果から200°C10分をロースト処理の最適条件とした。

3.2 ロースト栗渋皮のポリフェノール成分

前項においてロースト処理の最適条件を決定したが、このときのロースト栗渋皮のポリフェノール含量はどのようになっているか検討を行った。その結果を図3に示す。TPP及びTPAは135°Cで乾燥するとそれぞれ7割及び5割程度に減少し、その後200°C10分のロースト処理を加えると、その6割及び5割程度にさらに減少した。また、処理時間を長くすると、TPPはあまり変化しないが、TPAについては徐々に減少していく傾向が認められた。他のロースト条件でもTPPよりもTPAの減少量が大きい傾向が見られた。これは、TPPの値が共存物質、主としてメイラード反応生成物の影響を受けているためであると考えられる¹³⁾。着色度を見るとロースト処理時間の長い試料はこの値が高く、メイラード反応が進行していることを示している。したがって、ポリフェノール含量は、メイラード反応生成物の影響を受けにくいTPAで評価したほうがよいと考えられる。最適条件とした200°C10分でのTPAは

135°C乾燥の値の約半分である15mg/g程度であり、本来の果肉付き栗渋皮に含まれている量からはかなり減少しているものの、他の野菜素材などと比較しても十分豊富なポリフェノールを含んでいることが確認された⁸⁾。

3.3 ロースト栗渋皮の抗酸化性

既報³⁾においても栗渋皮の抗酸化性を評価しているが、本研究ではロースト栗渋皮の抗酸化性を、方法が標準化されつつあり、他の食品素材と比較しやすいORAC法で評価した。結果を図4に示す。凍結乾燥ではやや高い結果であったが、その他の試料では、ローストの度合いや図3に示したTPAに相関する傾向もなく、ほぼ同程度の値を示した。メイラード反応生成物であるメラノイジンにも抗酸化性が報告されている¹⁰⁾ことか

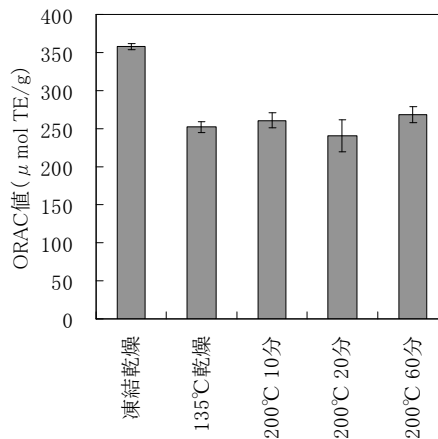


図4 各ロースト条件におけるORAC値
誤差線は標準偏差(n=3)を表す

ら、ポリフェノールとメラノイジンの両方の抗酸化性がこれらの ORAC 値に現れているものと推測される。同様の現象はコーヒーなどにおいても報告されている¹³⁾。また、これらの値を他の食品の ORAC 値と比較すると、通常の食品よりは高く、スパイス類に近い値であった¹⁴⁾。

4 まとめ

栗渋皮の嗜好性を向上させるため、ロースト処理に伴う香気成分、ポリフェノール含量及び抗酸化性の変化について検討を行った。その結果、香気成分ではピラジン類、フラン類などが同定され、これらの測定結果やロースト処理を行った栗渋皮の香りから、200°C10分をロースト処理の最適条件とした。また、栗渋皮がもつ高いポリフェノール含量及び抗酸化性は、ロースト処理を行っても他の食品素材に比べると高いということが確認された。このロースト栗渋皮を菓子等に添加することで、香りがよく、かつポリフェノールも豊富で、抗酸化性などの機能性を付与した製品ができると期待される。

機能性素材は味などの嗜好性に難があるものもあり、加工食品に利用する場合は「おいしさ」に問題が出る場合がある。幅広い利用を考えた場合、風味などを改善したり、素材の特長を生かす加工処理を行ったりすることも重要であると考えられる。

参考文献

- 1) 仲島日出男, 樋口誠一 : 埼玉県内植物資源由来のポリフェノール類の探索および利用, 農業および園芸, **86**, (2011) 341
- 2) 樋口誠一, 仲島日出男 : 「機能性食品素材・栗渋皮」の加工食品への利用, *New food industry*, **52**, (2010) 3
- 3) 樋口誠一, 高橋学, 早川淳一, 吉川麻美, 国分由梨, 仲島日出男 : 県産食品素材を用いた機能性食品の開発ー栗ポリフェノールの利用ー, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **7**, (2009) 46
- 4) 樋口誠一, 仲島日出男 : 県産素材を用いた高付加価値食品の開発ー栗ポリフェノールの利用ー, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **8**, (2010) 35
- 5) 齋藤寿広ら : ニホングリ新品種「ぼろたん」, 果樹研報, **9**, (2009) 1
- 6) 樋口誠一, 海野まりえ, 高橋広子, 竹内了, 仲島日出男 : 栗渋皮を利用した新規機能性製品の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **9**, (2011) 6
- 7) Lopez-Galilea, I., Fournier, N., Cid, C. and Guichard, E. : Changes in Headspace Volatile Concentrations of Coffee Brews Caused by the Roasting Process and the Brewing Procedure, *J. Agric. Food Chem.*, **54**, (2006) 8560
- 8) 高橋学, 樋口誠一 : 県内植物資源に由来する機能性ポリフェノールの探索, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **5**, (2007) 81
- 9) Sun, B., Ricardo-da-Silva, J. M. and Spranger, I. : Critical Factors of Vanillin Assay for Catechins and Proanthocyanidins, *J. Agric. Food Chem.*, **46**, (1998) 4267
- 10) 山口直彦 : アミノカルボニル反応物の抗酸化性, 澱粉科学, **38**, (1991) 99
- 11) 沖智之 : ORAC 法, 食品機能性評価マニュアル集第II集, (2008) 79
- 12) 高島靖弘 : 香りと官能評価ー物と人ー, 日本食品保蔵学会誌, **24**, (1998) 201
- 13) Chu, Y.F., Brown, P.H., Lyle, B.J., Chen, Y., Black, R.M., Williams, C.E., Lin, Y.C., Hsu, C.W. and Cheng, I.H. : Roasted Coffees High in Lipophilic Antioxidants and Chlorogenic Acid Lactones Are More Neuroprotective than Green Coffees, *J. Agric. Food Chem.*, **57**, (2009) 9801
- 14) Wu, X., Beecher, G.R., Holden, J.M., Haytowitz, D.B., Gebhardt, S.E. and Prior, R.L. : Lipophilic and Hydrophilic Antioxidant Capacities of Common Foods in the United States, *J. Agric. Food Chem.*, **52**, (2004) 4026

県産小麦の新規ブレンド粉の開発

海野まりえ*¹ 成澤朋之*¹ 鶴菌大*¹ 小島登貴子*¹

Development of Flour Blending from Wheat Cultivated in Saitama

UMINO Marie*¹, NARISAWA Tomoyuki*¹, TSURUZONO Masaru*¹, KOJIMA Tokiko*¹

抄録

新規品種小麦の「さとのそら」を含む埼玉県産麺用小麦粉について、SDS不溶性グルテニン量を指標とした県産小麦のブレンドにより、製麺性の向上が図れることが確認された。一方、パン用小麦「ハナマンテン」に対して、主に麺用として用いられている「あやひかり」をブレンドすることにより、ブレンド粉の総タンパク量が下がっても、製パン性とパン品質が向上することが確認できた。

キーワード：小麦，製麺，製パン，タンパク質，SDS不溶性グルテニン量

1 はじめに

埼玉県は麦の生産量が全国6位であり、中でも小麦は品質や地理的条件から高い評価を受けている。県産小麦は、県北部を中心に主要品種「農林61号」、「あやひかり」や、パン用小麦新品种の「ハナマンテン」「ユメシホウ」等各種小麦が栽培されている。しかし、県産小麦生産量の9割を占める農林61号は、育種から60年以上経過し、温暖化や病気耐性等の原因から面積当たりの収量が減少し続け、農家の減収につながっている。そこで、埼玉を含めた近県4県において農林61号に代わる新たな品種「さとのそら」への大規模な転換が図られているところである。

これら県産の小麦はそれぞれ特長を有しているものの、外国産小麦に比べて品質の安定性に欠けるとともに、タンパク質の含有量や特性に大きく依存する製麺性・製パン性も劣ることから、製麺業者や製パン業者等の実需者から、加工適性が高く安定した品質の小麦粉を得るためのブレンド技

術の確立が求められている。特に原料として「さとのそら」や「ハナマンテン」、「ユメシホウ」等の新たな品種への期待も大きい。

一方、当所ではこれまで、小麦粉のタンパク質の含有量や特性、特にSDS不溶性グルテニン量やグルテニン・グリアジン比に注目した小麦粉のブレンド技術を開発し、製麺性に優れた小麦粉のブレンド割合について成果を得て、熊谷うどん等への実用化を図ってきた。また、昨年度には、グルテニンの組成に注目した小麦粉のブレンドにより製パン適性の向上が図られることが明らかになった。加えて、ルテイン含量が多く黄色みの強い小麦「あやひかり」や「さとのそら」等の麺の色調保持技術を開発してきた^{1)~7)}。

そこで本研究では、「さとのそら」や「ハナマンテン」等の新たな小麦品種の特性を把握するとともに、これまで当所で培ってきたブレンド技術を活用し、新たな県産麺用及びパン用ブレンド粉を開発製品化し、県産小麦製品の高品質化並びに需要拡大につなげることを目的とする。

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

2 研究方法

2.1 小麦粉試料

麵用粉試験に用いた農林61号、あやひかり、さとのそらについては、日東富士製粉(株)埼玉工場より供与された小麦粉を、ASWは前田食品(株)より市販されている商用粉を用いた。パン用粉試験については、ハナマンテン及びあやひかりについて前田食品(株)より市販されている粉を試験に供するとともに、市販パン用強力粉としては日清製粉(株)より市販されている粉を用いた。

2.2 成分分析

小麦粉のタンパク質含量はセミマイクロゲル法により測定を行った。グルテンの特性については、ファリノグラフを用いて常法により測定した。小麦タンパク質の成分量をSE-HPLC法^{5),8)-10)}により、またSDS沈降価についても前報²⁾³⁾と同様に測定を行った。SDS-SVは振とう後30分間静置したし生じた沈殿物の体積であり、PSS-SVは24時間後に再度同様の操作をした際の沈殿物の体積である。

2.3 製麵試験及び物性試験

小麦粉の量、加水量は小麦粉の水分13.5%ベースに換算した。製麵試験時には、室温を20~22℃に保った。加水36%、食塩添加4%で縦型ミキサーにより4分間ミキシング後、ロール間隙4mmで粗延べし、複合を2回行い1時間熟成した。その後、ロール間隙3mm、2.5mmの順で圧延し、切刃角10番にて生麵を切り出し、不動工業製レオメーターを用いて1mm/minの速度で麵線を引っ張り、最大応力(引張強度)及び伸長度を測定し、農林61号を基準とした比率を算出した。

2.4 パン用試験粉の小麦アミロース成分量

市販キット(Amylose/Amylopectin Assay Kit: Megazyme社)により、小麦粉のアミロース含量を測定した。

2.5 製パン試験及び物性試験

ドウグラフ(アトー(株)製)を用いて生地物性試験を行った。ピンミキサーでパン生地をミキシングし、生地トルクがピークに達するまでの時間を3回測定して平均ピーク時間を求めた。この時間の110%値をミキシング時間として製パン試験を行った。試

験パンの配合と製パン試験工程については、前報⁵⁾と同様に行った。これらに基づき、ワンローフの山形パンを作製した。パンは焼成後30分常温で放冷し、ビニール袋に密封し一晩置いた後、翌日にパンの容積、重量、及び物性値を測定した。得られたパンの容積は菜種置換法で測定した。製パン試験で得られたパンを厚さ20mmにスライスし、不動工業製レオメーターを用いて、パン断面の物性測定を行った。15mm径の円柱状プランジャーを使用し、スライス断面がプランジャーに対し垂直方向になるようにパンを試料台に置き、速度5cm/minで、変形率70%まで圧縮した。この圧縮行程を1分間隔で2回行い、得られた応力変位曲線から1回目の圧縮時における50%変形率での応力(50%応力)及び、1回目と2回目のピークの高さの比を凝集性として評価した。

3 結果と考察

3.1 成分分析結果

麵用粉試験について、図1に小麦粉のタンパク質分析結果を、図2にSDS沈降価(SDS-SV, PSS-SV)をそれぞれ示す。

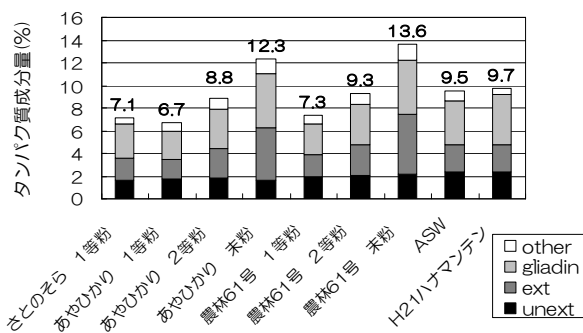


図1 タンパク質分析結果

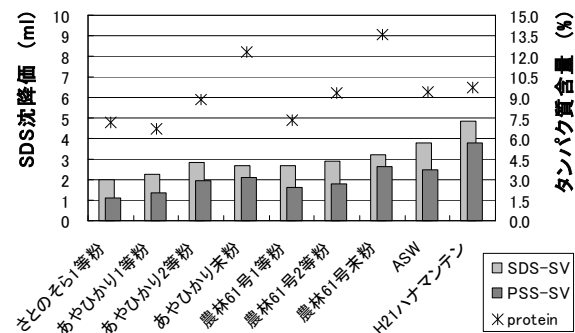


図2 SDS沈降価

同一品種内では、タンパク質含量が増えてもSDS不溶性グルテニン量(unext)はほぼ一定で、外皮に近

い部分が多いほど、SDS可溶性タンパク質が増えることが分かった。1等粉のSDS不溶性タンパク質の量を比較すると、さとのそら≒あやひかり<農林61号<ASW≒ハナマンテンとなった。さとのそらについては実需者から、あやひかりと同様な麺帯のだれや麺線ののび・切れの可能性が指摘されており、タンパク質の分析結果はその問題を裏付ける結果となった。一方、図1と図2の結果を見ると、本研究で用いたサンプルではSDS-SV、PSS-SVともにSDS不溶性グルテニンと高い相関が見られた。SDS沈降価測定には特別な機器を必要としないことから、現場レベルでグルテンの性質の把握が可能であると考えられた。

パン用粉試験についての試料小麦の成分及びファリノグラフによるグルテン成分特性の結果について表1に示す。

表1 試料小麦の成分及びグルテン特性値

	ハナマンテン	あやひかり	市販パン用粉	
タンパク質(%)	9.7	7.5	11.9	
ファリノグラフ	吸水率(%)	56.0	53.2	65.0
	生地形成時間(min)	1.5	1.7	18.3
	生地安定度(min)	2.5	0.4	15.1
	V.V.値	52	38	94
グルテニン(%)	SDS可溶性	2.33	2.33	2.73
	SDS不溶性	2.74	1.44	2.90
	計	5.07	3.77	5.64
グリアジン(%)	3.69	2.81	5.21	
gli/glu	0.73	0.74	0.93	
ext/unext	0.85	1.62	0.94	
アミロース含量(%)	26.1	23.9	27.5	

タンパク質含量は水分13.5%換算値
gli/gluは、グリアジン量/グルテニン量、
ext/unextは、SDS可溶性グルテニン量/SDS不溶性グルテニン量を表す

タンパク質含量は、市販パン用粉が11.9%と最も高く、次いでハナマンテンが9.7%、麵用粉であるあやひかりでは7.5%であった。ファリノグラフ測定におけるバリメーターバリュー（V.V.値）は、ハナマンテンでは市販パン用粉と比較して低く、チャートの形状が示す生地特性はやや中力的であった。また、ハナマンテンの特徴として、市販パン用粉との比較より、吸水率が低いことも確認された。

試料のグルテン構成タンパク質の成分量と成分

比について、SE-HPLCによる分析結果を表1に示す。ハナマンテンは、市販パン用粉と比較した際、グルテンを構成するタンパク質であるグリアジンとグルテニンの組成比(gli/glu)において、グルテニンの割合が大きく、グリアジンの割合が小さい特徴がある。さらに、グルテニンにおいて、SDS不溶性グルテニンの含有量が高いことが確認された。一方、あやひかりは、ハナマンテンと比較して、グリアジン含有量が少なく、またグルテニンにおいては、SDS不溶性グルテニンの含有量が少ないことが確認された。

3.2 麵用小麦粉のブレンド比

以前の検討¹⁾から、農林61号にあやひかりを3割加えると、ゆで麵にもちもち感やなめらかさ等の食感の向上が図られることがわかっている。そこで、あやひかり添加による食感向上+農林61号単品並みの製麺性を目標に、SDS不溶性グルテニン量を農林61号と同程度になるようにブレンド比を算出した結果、1) 農林61号：あやひかり：ハナマンテン（H21年産）＝6：3：1（Nブレンド）、2) さとのそら：あやひかり：ハナマンテン（H21年産）＝3：3：4（Sブレンド）を得た。

3.3 麵の試作と物性測定

単品の農林61号、あやひかり、さとのそら及びハナマンテン（H21年産）と上記の2種類のブレンド粉により麵を試作し、生麵の引張試験を実施した。結果を図3に示す。さとのそらは農林61号と比較して引張強度や伸長比が低く、3.1でも挙げられた麺帯のだれや麺線の切れやすいという特徴を如実に示す結果となった。そのさとのそらを用いた2)のSブレンドの麵は、農林61号並みの引張強度を実現し、また、さとのそらの麺線が切れやすいという特徴を改善することができた。同様に1)のNブレンドについても農林61号と比較して引張強度・伸長比が向上した。ブレンド粉の伸長比が3となっているのは、装置の測定上限に達しても麵が切れなかったため、グラフの上限値である3と表記した。これらの結果より、グルテンの弱いさとのそらやあやひかりを使用した場合もグルテンの強いハナマンテンをブレンドすることにより製麺性の向上が図れることがわかった。

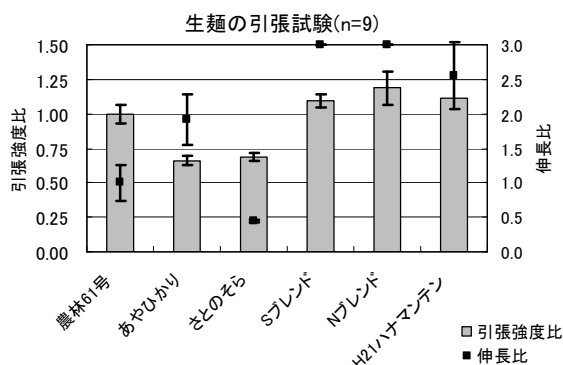


図3 試作麺の引張強度
誤差線は標準偏差(n=9)

3.4 パン用粉の小麦アミロース含量

試料のアミロース含量を表1に示す。ハナマンテンのアミロース含量は市販パン用粉よりも低く、あやひかりより高かった。よって、ハナマンテンへのあやひかりのブレンドにより、粉全体でのアミロースの割合は低下し、このことが、パンのやわらかさ向上に作用したと推測された¹²⁾。

3.5 パン用粉ブレンド試験

ハナマンテンのグルテンの特徴は、市販パン用粉と比較してグルテン構成タンパク質中のグリアジン含量比が低く、またSDS不溶性グルテニン量が多いことである。そこで、前報⁵⁾において、ハナマンテンとは逆に、グリアジン含量比が高く、SDS可溶性グルテニン比の高い「あやひかり」をハナマンテンに対して1:1でブレンドし製パン試験を行ったところ、製パン性と、得られたパンの品質において大きな改善効果が見られた。この試験におけるブレンド相手については、ブレンド粉の全体のタンパク量を下げないため、タンパク質含量の高い県外品のあやひかりを用いた。

これらを受け、県産パン用粉の実用化に向け、以下のさらなる検討を行った。まず、県産あやひかりのブレンドにより、ブレンド粉全体のタンパク含量が下がっても、タンパク質成分比の改善により、前報と同様の製パン性改善効果が得られるか確認した。

また、これらの最適なブレンド割合を検討するため、製パン試験を実施した。ブレンド粉としてハナマンテンに対してあやひかりを50%置換したものの、同様に60%、70%、80%置換した粉を計4種類作成し、試験に用いた。対照には、市販パン用粉、ハナマンテンを用いた。

表2にこれらのブレンド粉のミキシング及び製パン試験結果を示す。前報の加水量の検討結果から、ハナマンテンとブレンド粉については、加水率を65%とし、同様に市販パン用粉の加水率を70%と決定した。

その結果、ブレンド粉においては、全区分でのミキシング時間がハナマンテンと比較して大幅に短縮した。また、パンの物性値についても、全てのブレンド区分において、パンのかたさの指標である50%応力が大きく減少する(図4)とともに、パンの復元力の指標となる凝集性においても向上し(図5)、パン内相の品質が市販パン用粉により近づいたことが確認できた。しかし、あやひかりを80%置換した粉においては、焼成前の生地ベタつきが大きく、作業性に問題があったため、70%置換が、あやひかりのブレンドの上限値と思われる。物性値については、70%置換粉において、最も良い結果が得られたが、60%置換粉においても、これに準じた結果が得られた。そこで、ハナマンテンへのあやひかりの最適な置換割合は60%~70%であると考えられた。

以上より、このブレンド粉は、タンパク質含量の低い県産あやひかりを用いて、粉全体としてのタンパク量はハナマンテン単品より下がったものの、パン用粉としての改善効果が得られたことが確認できた。

表2 ブレンド粉の製パン試験結果

	平均ピーク時間	ミキシング時間(平均+10%時間)	質量(g)	容積(ml)
50%置換	5分20秒	5分52秒	165.3	690
60%置換	5分30秒	6分03秒	165.2	745
70%置換	4分47秒	5分16秒	161.6	780
80%置換	4分46秒	5分04秒	166.5	732
ハナマンテン	7分28秒	8分12秒	164.2	786
市販パン用粉	5分04秒	5分34秒	165.4	900

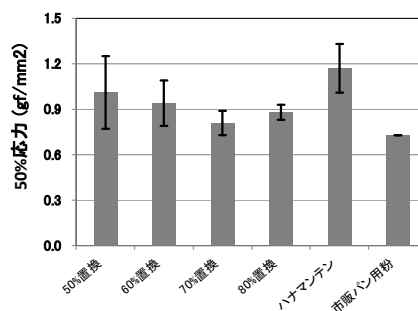


図4 パン断面の50%応力
誤差線は標準偏差(n=3)

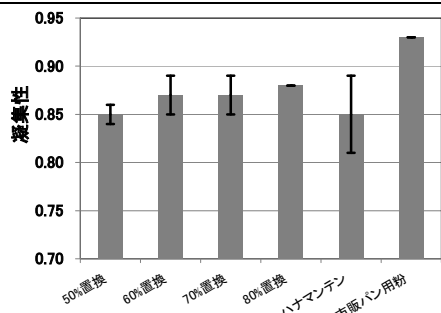


図5 パン断面の凝集性
誤差線は標準偏差 (n=3)

4 まとめ

埼玉県産の麵用小麦粉のタンパク質の特性を調べた結果、新品種小麦のさとのそらのSDS不溶性タンパク質の量はあやひかりと同様に農林61号の小麦に比べて少なく、グルテンの弱さに起因する製麺性の問題を裏付ける結果となった。そこで、SDS不溶性グルテニン量を製麺性の指標としたブレンド粉の麵を試作した結果、引張強度や伸長度が改善され、製麺性の向上が図れることが分かった。

一方、パン用粉については、埼玉県産あやひかりのハナマンテンへのブレンドにより、ブレンド粉の総タンパク量が下がっても、製パン性とパン品質が向上することが確認できた。さらに、ブレンド比率は、ハナマンテンへのあやひかり60%~70%置換が最適なブレンド割合であることが分かった。今後は、さらなる製パン適性の改善のために凝集性の向上についての検討が必要と思われる。また、ハナマンテンのタンパク質含量に、収穫年次ごとの変動が生じてても、品質の安定した使いやすいパン用ブレンド粉を作るブレンド技術が求められている。今後は、ハナマンテンのタンパク質含量の年度による変動とその際のタンパク成分比の関係を基にした、年度によるブレを補完するブレンド技術の開発が期待される。

謝辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御指導いただきました工学院大学の山田昌治教授及び東京農業大学の野口智弘准教授に感謝の意を表します。

参考文献

1) 仲島日出男, 小島登貴子, 鈴木敏正: 小麦タンパ

ク質成分と製麺性に関する研究, 埼玉県工業技術センター研究報告, 3(2001)261

2) 仲島日出男, 小島登貴子, 鈴木敏正: 小麦タンパク質成分と製麺性に関する研究 (第2報), 埼玉県工業技術センター研究報告, 4(2002)231

3) 仲島日出男, 小島登貴子, 鈴木敏正: 小麦タンパク質成分と製麺性に関する研究 (第3報), 埼玉県産業技術総合センター研究報告, 1(2003)231

4) 仲島日出男, 小島登貴子, 常見崇史: 埼玉県における新規小麦品種の製麺及び製パン適性に関する研究, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, 2, (2004)105

5) 海野まりえ, 仲島日出男: 埼玉県産小麦の製パン利用技術の確立, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, 9, (2011)123

6) 小島登貴子, 樋口誠一, 仲島日出男, 小内康弘: 県産小麦麵の色調保持技術の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, 8, (2010)

7) 小島登貴子, 樋口誠一, 仲島日出男, 小内康弘: 県産小麦麵の色調保持技術の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, 9, (2011)

8) N. K. Singh, G. R. Donovan and F. MacRitchie: Use of sonication and size-exclusion high-performance liquid chromatography in the study of wheat flour proteins. I. Dissolution of total proteins in the absence of reducing agents, *Cereal Chem.*, **67**(1990) 150

9) I. L. Batey, R. B. Gupta and F. MacRitchie: Use of size-exclusion high-performance liquid chromatography in the study of wheat flour proteins: an improved chromatographic procedure, *Cereal Chem.*, **68** (1991) 207

10) R. B. Gupta, K. Khan and F. MacRitchie: Biochemical basis of flour properties in bread wheats. I. Effects of variation in the quantity and size distribution of polymeric protein, *J. Cereal Sci.*, **18** (1993) 23

11) 仲島日出男, 低アミロース小麦「あやひかり」を使用したうどんの開発, *食品と科学*, 44 (2002) 81

12) 伊藤美環子: 硬質コムギの二次加工適性の評価及び品質改善のための選抜法に関する研究, 北海道農業研究センター研究報告, 191 (2009) 40

米粉を用いた新規製麺技術の開発 (3)

— 植物繊維を利用した米粉麺 —

常見崇史* 成澤朋之* 小島登貴子*

Effect of Micro-fibrillated Cellulose on the Quality of Rice Noodles(3)

TSUNEMI Takashi*, NARISAWA Tomoyuki*, KOJIMA Tokiko*

抄録

微小繊維状セルロース及びアルギン酸プロピレングリコールエステルを混合した米粉を主体とする麺の製麺技術について検討した。米粉の糊化物に微小繊維状セルロースを1重量%混合したものをつなぎとし、アルギン酸プロピレングリコールエステルを混ぜた米粉を混練することで、米粉の生麺の麺帯の加工が容易になった。また、ゆで麺では最大圧縮応力が増加した。最大圧縮応力の上昇割合はアルギン酸プロピレングリコールエステルの混合割合が大きいほど大きかった。走査型電子顕微鏡観察により、微小繊維状セルロースが米粉麺中のデンプン粒の間に分散し、米粉のデンプン粒と混合した繊維部が絡みついていることが確認された。これらのことから、微小繊維状セルロース及びアルギン酸プロピレングリコールエステルの添加が米粉麺の作製に有効であり、米粉麺の食感向上に効果的であることがわかった。

キーワード：米粉，植物繊維，微小繊維状セルロース，アルギン酸エステル

1 はじめに

近年、海外の穀物相場の上昇等により、パンや麺類等、小麦粉を原材料とする製品の価格が上昇しており、その代替材料として米粉を使用する動きが多く見られる。食糧自給率向上や食糧安全保障の点から、輸入に多くを頼る小麦に代えて米粉の利用を拡大していくことが、国の重要な政策的課題となり、今後米粉の使用が拡大していくと考えられる。現在では小麦粉よりも米粉の価格が高いものの、これらの価格差は年々縮まってきており、米粉の新たな活用法が望まれている。

米粉を用いた商品として、米粉パン等が現在も市販され、米粉パンの製造や物性に及ぼす影響などの研究が多く報告されている^{1)~6)}が、米粉の

麺製品は米粉パンと比べて市場にはまだ多く出回っていないのが現状である。

これは、米粉にはグルテンが含まれないことから、麺にするときに小麦粉の麺と比べて切れやすく、加工がしにくいという欠点を持つことがあげられる。一方で米粉麺には小麦アレルギーへの対応食としての活用も求められていることから、グルテンを含まない米粉麺の開発が期待されている。

これまでの研究より、微小繊維状セルロースの添加が米粉麺の作製に有効なことが示された⁷⁾。そこで本研究では、増粘剤であるアルギン酸プロピレングリコールエステルの添加効果として、米粉を主体とする麺の製麺技術について検討を行った。

* 北部研究所 食品・バイオ技術担当

2 実験方法

2.1 供試試料

みたけ食品工業(株)より供与された気流粉碎方式で調整された米粉を用いた。米粉の粒径はレーザ一回折式粒度分布測定装置 ((株)島津製作所製 : SALD-3100) により屈折率 1.70 で湿式測定を行い、粒度分布を測定した。

植物繊維である微小繊維状セルロースはダイセルファインケム(株)より供与された、セリッシュ FD-100G (水分量 90.0%) を用いた。

アルギン酸プロピレングリコールエステルは、(株)キミカより供与された昆布酸 501 (食品添加物) を、グアーガムはキリンフードテック(株)より供与されたオルノー・G1 を用いた。

2.2 製麺方法

米粉の量および加水量について平成 22 年度産米粉及び平成 23 年度産米粉それぞれの米粉の水分測定量をベースに換算した。製麺時のそれぞれの米粉の水分量は 13.9%及び 11.7%であった。既報⁷⁾と同様に、あらかじめそれぞれの米粉 100g に約 10 倍量の蒸留水を加え、電熱器で 90℃以上まで加熱攪拌をして糊化させた米粉糊化物(米粉糊)を用意し、全量が 1000g となるように蒸留水を加えて水分量を調整した(米粉糊の米粉含有率 10 重量%)。また、微小繊維状セルロースは米粉糊とハンドミキサー (BRAUN 社製 Multiquick professional) を用いて 3 分間、均一になるまで

混合した。さらに、米粉に増粘剤であるアルギン酸プロピレングリコールエステルを所定量加えてビニール袋中でよく振って混合し(アルギン酸混合粉)、米粉糊に混合粉を混練することで麺帯を作製した。また、グアーガムについても同様にした混合粉を混練することで麺帯を作製した。

調製する米粉麺の乾燥重量に対して、微小繊維状セルロースの乾燥重量が 1 重量%となるように添加することとした。また、最終的に調整する米粉麺の水分量が 43%となるよう、米粉糊及び増粘剤の混合米粉の量を調整した。

また、麺の作成方法は既報⁷⁾と同様に行った。

2.3 ゆで麺の圧縮試験

それぞれの麺に対して、既報⁷⁾のとおりゆで試験を行い、ゆで麺について(株)山電製レオナー (RE-33005) を用いて、圧縮破断測定を行った。ゆで麺の幅はデジタルノギスで測定し、先端の幅 1mm のV字型プランジャーに対して、麺を垂直方向になるように試料台に置き、プランジャーに接したときの麺の厚みを読み取った。速度 0.1mm/sec で麺線の変形率 90%まで麺線に対して垂直に圧縮し、得られた応力変位曲線から最大圧縮応力及び圧縮率 5%での弾性率を求めた。測定は、ゆであげ直後 15 分以内に試料をかえて 5 回測定を繰り返した。最大圧縮応力は、最大強度を初期におけるプランジャーとの接触面積で除して算出した。

表 1 各試料の混合割合

使用粉及び微小繊維状セルロース添加量	米粉糊 (g)	微小繊維状セルロース(g)	米粉(g)	増粘剤(g)
米粉のみ	200.0	0	331.1	0
米粉+CEL	169.8	30.2	331.1	0
米粉+CEL+グアーガム	169.8	30.2	329.5	1.6
米粉+AL	200.0	0	329.5	1.6
米粉+CEL+AL	169.8	30.2	329.5	1.6

注) 最終水分量: 43%となるように調整, 米粉水分量、13.9%

添加微小繊維状セルロース量: 麺の乾燥重量に対し 1%

CEL: 微小繊維状セルロース

AL: アルギン酸プロピレングリコールエステル

2.4 麺断面の電子顕微鏡観察

微小繊維状セルロースおよびアルギン酸プロピレングリコールエステルを添加した製麺後の生麺について、割断したものを液体窒素で冷却凍結した後、真空凍結乾燥を行った。麺の断面について、日本電子(株)製 JFC-1200 FINE COATER で金蒸着をした後、加速電圧 10kV で走査型電子顕微鏡観察を行った。

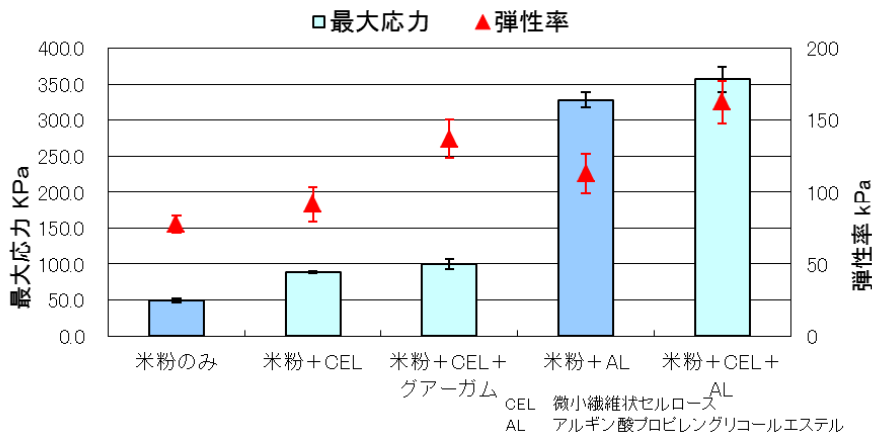


図1 ゆで麺の圧縮試験特性
誤差線は標準偏差を表す(n=5)

3 結果及び考察

3.1 米粉の粒度分布測定

米粉試料1(平成22年度産米粉)の平均粒径は43 μ m、米粉試料2(平成23年度産米粉)の平均粒径は38 μ mであった。粒度分布の広さはほとんど変わらなかった。

3.2 生麺の特性

それぞれの米粉で生麺を作製したところ、微小繊維状セルロースを添加しない麺は、製麺時に製麺機に付着して製麺がしにくかったのに対して、微小繊維状セルロースを添加した麺ではその付着性が押さえられ、製麺を容易に行うことができた。既報⁷⁾より微小繊維状セルロースを添加することで生麺の引張強度が上昇することから、麺帯の取り扱いが容易になり、製麺時の作製効率が上がることが考えられる。また、アルギン酸プロピレングリコールエステルを混合することで、保水

効果により麺に粘りが出ることから、さらに生麺が作りやすくなった。これは、微小繊維状セルロースの生地の硬さを上げる効果とアルギン酸プロピレングリコールエステルの増粘効果が米粉麺の製麺に適していたためと考えられる。

3.3 ゆで麺の圧縮特性

図1に平成22年度産米粉を用いて作製したそれぞれの麺のゆで麺の圧縮試験結果について示す。ゆで麺の圧縮試験では降伏点が存在し、降伏中での応力が最も大きくなったことから、最大圧縮応力とした。また、ゆで麺表面のかたさの指標として、圧縮率5%での弾性率を求めた。

ゆで麺の物性について、アルギン酸プロピレングリコールを混合することで最大圧縮応力の顕著な上昇が観察された。また、微小繊維状セルロースを添加することで、最大圧縮応力の上昇と表面付近での弾性率の上昇が確認された。

一方、アルギン酸プロピレングリコールエステルの代わりにグアーガムを混ぜた場合の米粉麺についても検討を行ったが、米粉のみの場合と比べて、最大圧縮応力の上昇はあまりみられなかった。既報⁸⁾では表面近くの弾性率については微小繊維状セルロースを混ぜただけではあまり変化がなかったのに対し、アルギン酸プロピレングリコールエステルを混

表2 各試料の混合割合

米粉に対するAL添加量	米粉糊(g)	微小繊維状セルロース(g)	米粉(g)	AL(g)
0.25%	173.3	26.7	305.3	0.8
0.50%	173.3	26.7	304.5	1.6
0.75%	173.3	26.7	303.7	2.4

注) 最終水分量: 43%となるように調整, 米粉水分量、11.7%

添加微小繊維状セルロース量: 麺の乾燥重量に対し1%

アルギン酸プロピレングリコールエステルは混合米粉中の重量%

AL: アルギン酸プロピレングリコールエステル

合することで、弾性率が上昇することから、水分量が多い麺表面⁹⁾においてもアルギン酸プロピレングリコールエステル⁹⁾の効果が観察された。

3.4 アルギン酸プロピレングリコールエステルの配合割合を変えたゆで麺の圧縮特性

アルギン酸プロピレングリコールエステルが、ゆで麺物性に大きな影響を及ぼすと考えられることから、その配合割合を変えたゆで麺の物性を検討した。図2にアルギン酸プロピレングリコールエステルの配合割合を変えたゆで麺の圧縮試験の波形を示す。ゆで麺の最大圧縮応力について、アルギン酸プロピレングリコールエステルの混合割合が大きいくほど最大圧縮応力の上昇度は大きかった。このことから、ゆで麺での最大圧縮応力の上昇はアルギン酸プロピレングリコールエステルの添加により引き起こされ、その添加量に依存することが示された。また、増粘剤のなかでも、アルギン酸ナトリウムを用いた試験では、顕著な最大圧縮応力の増大は確認されなかった。これらのことから、高分子量のアルギン酸プロピレングリコールエステルの粘性流体中の分子間相互作用等による架橋構造などが麺帯の物性改善に影響をおよぼしていると考えられるが、不明な点も多く、今後検討を行ってきたい。

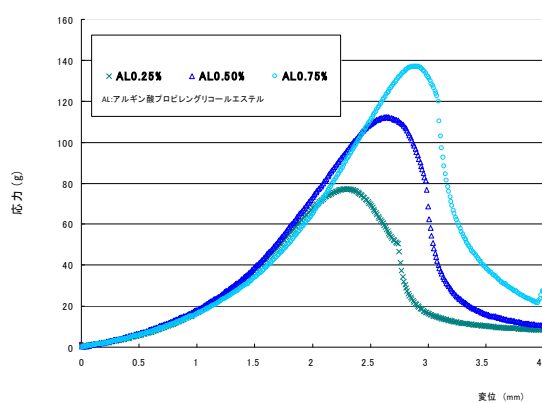


図2 ゆで麺の応力-ひずみ曲線

3.5 麺の破断面の観察

米粉に微小繊維状セルロースを混合し、アルギン酸プロピレングリコールエステルを混合した生麺の破断面の電子顕微鏡観察像を図3に示す。破

断面の観察画像から、微小繊維状セルロースを添加した生麺の断面では、繊維状のセルロースがデンプン粒の間に存在していることが確認でき、既報⁸⁾と同様細かく麺中に分散していることが確認された。また、麺表面を観察したところ、表面を微小繊維状セルロースが覆っている部分が確認できた。このことから、生麺表面の付着性が少なくなることが考えられた。

これらのことから微小繊維状セルロースの添加が米粉を主体とした麺の強度上昇に寄与し、製麺機等への付着性が低減されることから、麺の作製に有効であることがわかった。

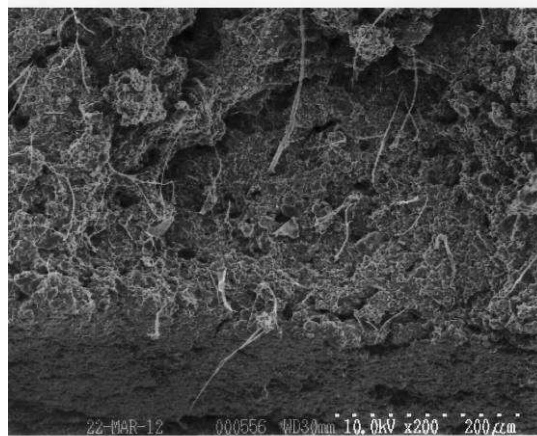


図3 米粉麺の電子顕微鏡写真

4 まとめ

気流粉碎方式で得られた米粉について、植物繊維である微小繊維状セルロース及びアルギン酸プロピレングリコールエステルを混合して米粉を主体とする麺を作製し、ゆで麺の最大圧縮応力を求めた。

微小繊維状セルロースを1重量%混合し、アルギン酸プロピレングリコールエステルを混合することで、米粉の生麺の麺帯作製効率が上がり、ゆで麺では最大圧縮応力が増加した。また、最大圧縮応力の上昇割合はアルギン酸プロピレングリコールエステルの混合割合が大きいくほど大きかった。

生麺の走査型電子顕微鏡観察により、微小繊維状セルロースが米粉麺中のデンプン粒の間に含まれ、細かく分散していることが確認された。

謝 辞

本研究を進めるに当たり、原材料を提供してくださった、みたけ食品工業(株)様および(株)キミカ様、キリンフードテック(株)様およびダイセルファインケム(株)様に深く感謝いたします。また、客員研究員として御指導いただきました東京大学の空閑教授、工学院大学の山田教授に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 柴田真理朗, 杉山純一, 蔡佳瓚, 蔦瑞樹, 藤田かおり, 粉川美踏, 荒木徹也: 粥状に糊化处理した米を添加したパンの粘弾性および気泡構造, 日本食品科学工学会誌, **58**, 5(2011)196
- 2) 貝沼やす子, 田中佑季: 米添加パンの調製にペースト状の米を利用する効果, 日本食品科学工学会誌, **56**, 12(2009)620
- 3) 高橋克嘉, 奥西智哉, 鈴木啓太郎, 柚木崎千鶴子: 米添パンの加工適性評価と宮崎県産米粉間の比較, 日本食品科学工学会誌, **58**, 2(2011)55
- 4) 青木法明, 梅本貴之, 鈴木保宏: グルテン添加米粉パンにおける多収性稲品種の製パン特性, 日本食品科学工学会誌, **57**, 3(2010)107
- 5) 奥西智哉: 炊飯米を生地に添加したパンの官能評価, 日本食品科学工学会誌, **56**, 7(2009)424
- 6) 高橋誠, 本間紀之, 諸橋敬子, 中村幸一, 鈴木保宏: 米の品種特性が米粉パン品質に及ぼす影響, 日本食品科学工学会誌, **56**, 7(2009)394
- 7) 常見崇史, 小島登貴子, 仲島日出男: 米粉を用いた新規製麺技術の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **8**, (2009)48
- 8) 常見崇史, 小島登貴子, 仲島日出男: 米粉を用いた新規製麺技術の開発(2), 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **9**, (2010)25
- 9) 小島登貴子, 堀金明美, 吉田充, 松田善正, 拝師智之, 巨瀬勝美, 永澤明: 食品の製造工程管理への NMR の応用(Ⅲ), 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **1**, (2003)128

- 10) Yalcin, S., Basman, A. : Effects of geratinisation level, gum and transglutaminase on the quality characteristics of rice noodle. *International Journal of Food Science and Technology*, **43**, (2008),1637

遺伝子検出による迅速微生物解析技術の開発

富永達矢*¹ 関根正裕*²

Development of Rapid Microorganism Analyzing System Based on the Gene Detection

TOMINAGA Tatsuya*¹, SEKINE Masahiro*²

抄録

大腸菌群の汚染源を迅速に探索するため、PCRを用いたフローラ解析法を開発した。*Citrobacter*属及び*Klebsiella/Enterobacter*属をそれぞれ検出できる新たな2つのプライマーを設計し、大腸菌群を3区分に分画可能となった。PCR反応の際にゲノム抽出工程を省略した方法を検討したところ、容器あたり 10^3 ~ 10^6 cfuの菌数が存在すれば定量可能であった。フィルターを用いた試料原液の濃縮により、感度を 10^4 倍に向上できた。肉及び野菜の大腸菌群フローラ解析の実施結果、肉では*Citrobacter*属が優占し、野菜では*Citrobacter*属・*Klebsiella/Enterobacter*属以外のグループが優占であることが5時間程度で判明した。

キーワード：食品衛生，大腸菌群，フィルター濾過，リアルタイムPCR

1 はじめに

平成23年4月、焼き肉チェーン店のユッケを原因とする腸管出血性大腸菌 O111 による集団食中毒事件が発生した¹⁾。また、春から夏にかけてドイツで起きた腸管出血性大腸菌 O104 による食中毒事件では、3000人以上の患者が生じた²⁾。これらの例に限らず、食品は製造工程において常に種々の雑菌に汚染される危険性がある。そのため、食品製造者は大腸菌群などの衛生指標菌を用いて、製品品質を管理し、規定数を超える菌数が検出された場合、混入源を探索、除去して重大な食中毒事件の発生防止に努めなければならない。

これまでに我々は、製品と工場拭取りサンプルの大腸菌群フローラを比較照合することにより、汚染源や汚染経路を推定する手法を開発した^{3),4)}。しかし、この方法では平板培地上に生育した大腸菌群数を計測してフローラ解析を行うため、20~24時間程

度の培養時間が必要となる。このような衛生問題の一刻も早い解決を望む食品製造者からは、フローラ解析時間の短縮、迅速化を強く要請されてきた。そこで、培地ベースではなく、食品や工場拭取りサンプルからDNAを抽出し、ゲノム上の特定領域をPCR増幅することにより、大腸菌群フローラを明らかにする技術開発に着手した。

昨年度は、大腸菌群全体を検出するプライマーを開発した⁵⁾。今年度は、大腸菌群をグループに区分するためのプライマーを開発し、さらに、解析感度の向上、手法の簡略化を試みた。また、開発した解析方法により食品の大腸菌群フローラの解析を試みた。

2 実験方法

2.1 前培養と菌株

大腸菌群はLB培地(Becton Dickinson社)を用いて35°Cにて1晩、好氣的に培養し、PCR試験に供した。定量性試験に用いた菌株は、*Enterobacter amnigenus* JCM1237^T、*Citrobacter*

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*² 技術支援室 戦略プロジェクト推進担当

freundii IAM12471^T, *Enterobacter cloacae* subsp. *cloacae* IAM12349^Tである。

2.2 リアルタイム PCR

プライマーの塩基配列は以下のとおりである：
 1F(5'-CTG GAA GAY CAG GAY ATG TGG CGS ATG AGC GG-3'), 1R(5'-CAG CGC ACG GCG TTR AAR YTG TKC TGC TTC AT-3')。PCR の反応液は、溶液総量を 50 μL とし、iQ SYBR Green Supermix (Bio-Rad 社)を 25 μL、0.5 μM のプライマー混合液、菌体希釈液を添加した。PCR 反応は、94 °Cで1分間、55 °Cで1分30秒間、72 °Cで1分間のサイクルを1サイクルとして、40 サイクル繰り返した。PCR 反応が終了した後、一旦チューブを 55°Cに冷却し、0.5°Cずつ加熱しながら蛍光強度を測定するサイクルを 40 回繰り返して、増幅産物の融解曲線を調べた。

2.3 フィルター濾過

47mm ポリサルホンホルダー(アドバンテック東洋社)にフィルターを設置し、アスピレーターで吸引濾過した。小型シャーレにフィルターを移し、滅菌水または界面活性剤で洗い出した。溶液を 13,000rpm で1分遠心した後、滅菌水を 10 μL ~50 μL 加え、菌体溶液とした。

2.4 食品試験

肉または野菜 25g 相当を秤量し、滅菌水で 10 倍希釈した。希釈液全量をフィルター濾過し、菌体回収後、1F-1R、Cit、KE 各プライマーを用いたリアルタイム PCR 試験でフローラを解析した。

3 結果及び考察

3.1 大腸菌群検出プライマーの性能試験

大腸菌群は、乳糖を分解して酸とガスを産生するグラム陰性の無芽胞桿菌と定義され、腸内細菌科の多くの細菌が属する⁹⁾。このうち、食品から検出される代表的な大腸菌群である *Citrobacter* 属・*Enterobacter* 属・*Klebsiella* 属については、プライマー1F-1R を用いた PCR 反応により産物が得られることを確認した。

しかし、食品からは *Escherichia* 属・*Serratia* 属・

Yersinia 属の細菌が検出されることがある⁷⁻⁹⁾。そこで、これらについて 1F-1R を用いた PCR 反応を行い、検出の可否を調べた(表1)。試験した3属11種14株のうち、*Escherichia blattae* 以外では PCR 産物が得られた。昨年度の試験結果⁵⁾と総合すると、13属34種61株の大腸菌群を検出できることになり、食品から検出され得る大腸菌群のほとんどをカバーできた。

なお、*E. blattae* の酵素基質培地(XM-G)上のコロニー色を調べると白色であり、本菌にはβ-ガラクトシダーゼ活性がない可能性、*lacZ* を保持していない可能性がある。事実、*E. blattae* は *Shimwellia blattae* と 2010年に名称変更された¹⁰⁾。

3.2 ゲノム抽出法の省略

市販品を用いた場合、ゲノム抽出時間に3時間程度を要していた。昨年度の研究で、菌体を界面活性剤処理し、フィルターを用いてゲノムを精製することにより、この工程を10分程度にまで短縮できることを示した⁵⁾。分子生物学分野において、大腸菌を用いたクローニングを行う際、コロニーダイレクト PCR と呼ばれる技術が多用される。これは、寒天培地上に形成されたコロニーを楊枝等で釣菌し、PCR 反応液に懸濁してそのまま PCR 反応を行う技術である。本技術を応用すれば、液体中に浮遊する細菌をゲノム抽出せずに PCR 増幅できると考えられる。そこで、*E. amnigenus* の培養液を段階希釈し、その溶液を直接反応液に加えて PCR 増幅を行った。PCR のサイクル反応の前に、94°Cで5分

表1 大腸菌群検出プライマーの性能

<i>Escherichia</i>	<i>albertii</i>	NBRC 107761 ^T	+
<i>Escherichia</i>	<i>blattae</i>	NBRC 105725 ^T	-
<i>Escherichia</i>	<i>coli</i>	NBRC 102203 ^T	+
<i>Escherichia</i>	<i>coli</i>	NBRC 3301	+
<i>Escherichia</i>	<i>coli</i>	NBRC 3302	+
<i>Escherichia</i>	<i>coli</i>	NBRC 3972	+
<i>Escherichia</i>	<i>hermannii</i>	NBRC 105704 ^T	+
<i>Serratia</i>	<i>ficaria</i>	NBRC 102596 ^T	+
<i>Serratia</i>	<i>grimesii</i>	NBRC 13537 ^T	+
<i>Serratia</i>	<i>odorifera</i>	NBRC 102598 ^T	+
<i>Serratia</i>	<i>plymuthica</i>	NBRC 102599 ^T	+
<i>Serratia</i>	<i>rubidaea</i>	NBRC 103169 ^T	+
<i>Yersinia</i>	<i>bercovieri</i>	NBRC 105717 ^T	+
<i>Yersinia</i>	<i>rohdei</i>	NBRC 105715 ^T	+

PCR 産物を得られたものを+、得られなかったものを-とした。
 NBRC: NITE Biological Resource Center.

加熱する工程を追加した。高濃度の細菌を加えたチューブから順に蛍光を検出できた(図 1A)。Ct 値を縦軸、菌数の対数を横軸にとり、検量線を調べると、0.9998 と両者は高い相関係数を示した(図 1C)。融解曲線を調べると、ピークは 1 つであった(図 1B)。PCR 反応が不完全であると本来の増幅産物に由来するもの以外にもピークが見られるが、今回の結果は、どの希釈段階においても PCR 増幅が完全になされたものと判断された。このことから、ゲノム抽出工程を省略しても、PCR 反応容器あたり $10^3 \sim 10^6$ cfu の菌数が存在すれば定量可能と判明した。

3.3 グループ分けプライマーの開発

これまでの試験で用いてきた 1F, 1R は全ての種類の大腸菌群を検出するためのプライマーである。フローラ解析のためには、数種類の大腸菌群を検出するためのプライマーを複数要する。1F-1R で増幅される *lacZ* 領域の塩基配列を大腸菌群

間で比較し、系統樹を描くと *Citrobacter* 属は一群のクラスターを形成し、*Klebsiella* 属といくつかの *Enterobacter* 属も別の一群のクラスターを形成する。そこで、*Citrobacter* 属と *Klebsiella/Enterobacter* 属をそれぞれ特異的に検出するためのプライマー(Cit プライマー及び KE プライマー)を作製し、各々で増幅される菌株を確かめた(表 2)。Cit プライマーでは *Citrobacter* 属の 4 種の細菌で PCR 増幅が確認できたが、これらの細菌に対して KE プライマーでは PCR 産物が確認されなかった。逆に、KE プライマーでは、*Klebsiella* 属、*Enterobacter* 属および近縁の *Raoultella* 属の細菌で PCR 増幅が確認できたが、これらに対して Cit プライマーでは PCR 産物が確認されなかった。以上のことから、Cit プライマーが *Citrobacter* 属細菌に特異的であり、KE プライマーが *Klebsiella/Enterobacter* 属に特異的であると確認された。

定量性を調べるため、*C. freundii* の培養液を段階希釈し、Cit プライマーで PCR を行ったところ、 $10^3 \sim 10^6$ cfu/ PCR 反応容器で 0.9917 と高い相関係数を示した。同様に *E. cloacae* の段階希釈培養液を KE プライマーで PCR を行ったところ、 $10^2 \sim 10^6$ cfu/ PCR 反応容器で 0.9882 と高い相関係数を示した。各々、1F-1R プライマーを用いたときと同様の培養液の濃度範囲で定量性があると判断された。以上から、1F-1R・Cit・KE 各プライマーを用いることにより、サンプル中の大腸菌群を *Citrobacter* 属・*Klebsiella/Enterobacter* 属・それ以外の大腸菌群と 3 グループに区分可能になった。

3.4 濃縮法の検討

1F-1R、Cit プライマーを用いた PCR では 10^3 cfu、KE プライマーを用いた PCR では 10^2 cfu

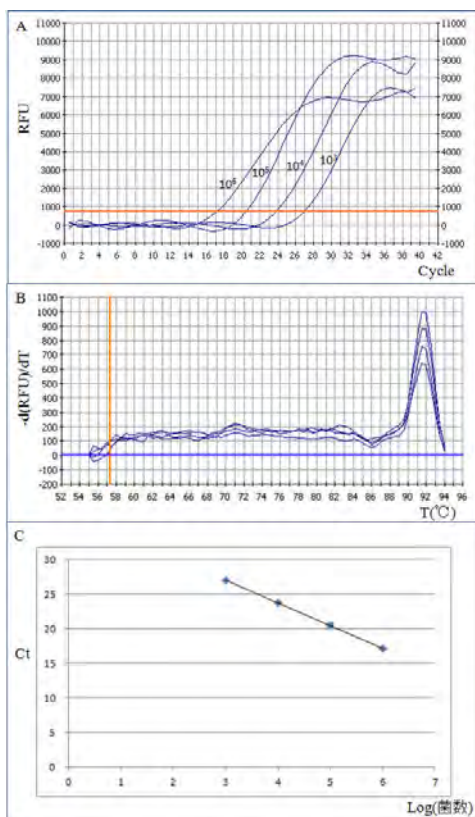


図 1 菌液希釈系列のリアルタイム PCR

A: 菌液希釈系列の PCR。縦軸：蛍光強度、横軸：サイクル数。B: 融解曲線。C: 検量線。

表 2 Cit, KE プライマーの特異性

Cit	KE
<i>Citrobacter amalonaticus</i>	<i>Klebsiella oxytoca</i>
<i>Citrobacter braakii</i>	<i>Klebsiella pneumoniae</i>
<i>Citrobacter freundii</i>	<i>Enterobacter cloacae</i>
<i>Citrobacter koseri</i>	<i>Raoultella planticola</i>

Cit: Cit プライマーで検出された細菌。KE: KE プライマーで検出された細菌。

の菌数が PCR 反応容器あたりの検出限界であった。大腸菌群の計数法は、『食品 25g に 225mL の滅菌希釈水を加え、ストマッカー等を用いて均質化し、試料原液とする。試料原液 1mL およびその 10 倍段階希釈液を 1mL、ブイヨン培地ないし寒天培地に添加して 20~48 時間培養する。』とされる⁹⁾。PCR 溶液に添加できる試料原液は、本研究においては 10 μ L が上限である。PCR 法で大腸菌群を検出するためには、10⁵cfu/mL 以上の濃度の試料原液を用意する必要がある。これは食品 1g あたりに換算すると 10⁶cfu 以上の大腸菌群に相当する。このような高濃度の大腸菌群に汚染されている食品は稀であり、検出感度の向上が課題となる。ここで、試料原液 225mL 全量を PCR 反応に供することが可能ならば、食品 1g あたり 10²cfu 以上の大腸菌群で PCR 反応によりシグナルを検出でき、実際の食品汚染の程度に即した試験が可能になる。そこで、試料原液を濾過してフィルター上に大腸菌群を捕捉し、菌体をフィルターから洗い出して PCR 溶液に添加し、大腸菌群の濃縮を試みた。フィルターには、セルローズ系統のものやプラスチックを素材とするものが知られる。これらのうち、どの素材が適するか調べるために、滅菌水に *C. freundii* を懸濁した溶液を調整し、各々のフィルターで濾過した。菌体を滅菌水で洗い出して PCR 反応を行い、Ct の値から回収率を計算した(表 3)。セルローズ系よりもプラスチック系フィルターで高い回収率がみられたが、その値は高くても 16%程度であった(方法 1)。そこで、菌体の洗い出しに界面活性剤を用いて溶媒を調整し、これを用いて再度試験した。回

収率は全般に改善し、プラスチック系フィルターの 1 つでは 68%を記録した(方法 2)。以上の結果から、試料原液をフィルター濾過し、菌体を回収することによって、濃縮工程がない場合に比して 10⁴ 倍以上感度が向上することが明らかになった。

3.5 食品試験

一連の試験により、食品 1g あたり 10²cfu 以上の大腸菌群が混入していれば、PCR 増幅により菌群を 3 グループに分けたフローラ解析が可能と考え、本技術を用いて実際の食品の大腸菌群フローラを解析できるか実現可能性を検証した。肉、野菜の試料原液を調整し、菌体をフィルターで濃縮した後、PCR を用いてフローラ解析を行った。Ct 値と検量線から推定される菌数を示した(表 4)。肉では *Citrobacter* 属が 92%、*Klebsiella/Enterobacter* 属が 8%と構成比が判明した。一方、野菜では *Citrobacter* 属は検出されず、*Klebsiella/Enterobacter* 属が 2%、それ以外の大腸菌群が 98%を占めた。以上の結果から、肉と野菜の大腸菌群フローラの差異を捉えることができた。食品の処理からフローラ解析結果が得られるまでに要した時間は 5 時間程度であった。

本研究では、PCR 法をベースとした大腸菌群フローラ解析法を開発した。検出に必要な菌数は食品 1g あたり 10²cfu 以上であり、10cfu から検出可能な従来の平板培地を用いた手法と比較すると 10 倍感度が低い。また、PCR 法は培地法よりも検出誤差が大きいと、フローラを構成するグループ間の構成比が 10 : 1 程度異なる場合にはその相違を検出できるが、1 : 1 程度の構成比である場合には正確な構成比の算出が困難である。即

表 3 フィルターからの菌体回収率

	回収率(%)	
	方法1	方法2
プラスチック系フィルターA	0	68
プラスチック系フィルターB	10	54
プラスチック系フィルターC	16	37
セルローズ系フィルターA	3	32
セルローズ系フィルターB	2	14
プラスチック系フィルターD	5	4

方法 1 : 滅菌水を用いた回収。方法 2 : 界面活性剤を用いた回収。

表 4 食品の大腸菌群フローラ

	Ct値		
	1F1R	Cit	KE
肉	18.4	19.0	20.5
野菜	18.5	N.D.	23.2
換算値(cfu)			
	全大腸菌群	<i>Citrobacter</i> 属	<i>Klebsiella</i> 属/ <i>Enterobacter</i> 属
肉	4.2×10 ⁵	5.7×10 ⁵	5.3×10 ⁴
野菜	3.9×10 ⁵	N.D.	7.1×10 ³

1F1R, Cit, KE : プライマー名。N.D. : 検出下限以下。

ち、PCR法ではフローラ構成を大雑把にしか把握できない。しかし、培地法では、培養に20時間以上かかるため、製造日内にフローラ解析するのは不可能である。この点、PCR法では、食品の処理からフローラ解析までに5時間程度要するのみで、製造日中に結果を得ることができる。大腸菌群を検出した食品のフローラ概要を迅速につかむことができれば、どのラインに汚染源があるのか推定でき、そこを優先して培地を用いた詳細な解析を行うことで迅速かつ確実に汚染源や経路を把握できる。このような衛生管理手法により、食品汚染源の迅速な解明と重大な食中毒事故の根絶が可能になると期待される。

4 まとめ

- (1) 全ての大腸菌群を検出するためのプライマーでPCR反応を行ったところ、*Escherichia*属・*Serratia*属・*Yersinia*属など総計13属34種61株を検出できた。
- (2) ゲノム抽出工程を省略しても、PCR反応容器あたり $10^6 \sim 10^3$ cfuの菌数が存在すれば定量可能であることが分かった。
- (3) 大腸菌群フローラ解析用プライマーとして、*Citrobacter*属特異的なプライマー及び*Klebsiella/Enterobacter*属特異的なプライマーを開発し、大腸菌群を3グループに分けた。各々PCR反応容器あたり $10^3 \sim 10^6$ cfu及び $10^2 \sim 10^6$ cfuで定量できた。
- (4) フィルターを用いて試料原液の濃縮を試みたところ、濃縮工程がない場合に比して 10^4 倍以上感度が向上することが明らかになった。
- (5) 肉及び野菜の大腸菌群フローラを調べた結果、肉では*Citrobacter*属が優占したが野菜では*Citrobacter*属・*Klebsiella/Enterobacter*属以外のグループが優占しており、両者の相違が5時間程度で判明した。

参考文献

- 1) Matano, S. *et al.*: Encephalopathy, disseminated intravascular coagulation, and hemolytic-

uremic syndrome after infection with enterohemorrhagic *Escherichia coli* O111., *J. Infect. Chemother.*, (2011).

- 2) Frank, C. *et al.*: HUS Investigation Team.: Epidemic profile of Shiga-toxin-producing *Escherichia coli* O104:H4 outbreak in Germany., *N. Engl. J. Med.*, **365**(2011)1771.
- 3) 富永達矢、本多春樹、関根正裕: 食品製造工程における微生物検出技術の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **4**(2006)72.
- 4) 関根正裕: マイクロフローラ解析によるアドバンスドサニタリーシステムの開発, *New Food Industry*, **52**(2010)1.
- 5) 富永達矢、関根正裕: 遺伝子検出による迅速微生物解析技術の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **9**(2011).
- 6) (社)日本食品衛生協会: 食品衛生検査指針微生物編, (2004).
- 7) Vishnubhatla, A. *et al.*: Evaluation of a 5'-nuclease (TaqMan) assay for the detection of virulent strains of *Yersinia enterocolitica* in raw meat and tofu samples., *J. Food Prot.*, **64**(2001)355.
- 8) Tacket, C. O. *et al.*: An outbreak of *Yersinia enterocolitica* infections caused by contaminated tofu (soybean curd)., *Am J Epidemiol.*, **121**(1985)705.
- 9) Nosedá, B. *et al.*: Microbiological spoilage of vacuum and modified atmosphere packaged Vietnamese *Pangasius hypophthalmus* fillets., *Food Microbiol.*, **30**(2012)408.
- 10) Priest, F. G., Barker, M.: Gram-negative bacteria associated with brewery yeasts: reclassification of *Obesumbacterium proteus* biogroup 2 as *Shimwellia pseudoproteus* gen. nov., sp. nov., and transfer of *Escherichia blattae* to *Shimwellia blattae* comb. nov., *Int J Syst Evol Microbiol.*, **60**(2010)828.

超臨界流体を用いた精密成形に関する研究

山田岳大*¹ 小熊広之*¹ 横井秀俊***¹ 村田泰彦***²

Study on foam product in microcellular injection mold

YAMADA Takehiro*¹, OGUMA Hiroyuki*¹,
YOKOI Hidetoshi***¹, MURATA Yasuhiko***²

抄録

低密度の成形品を迅速に提供できる技術微細発泡射出成形機は自動車部品や家電部品に適用されている。これら複雑形状の成形品では、多点ゲートや障害ピンの設置より、複数のメルトフロントが会合して形成されるウェルドライン（ウェルド部）における発泡構造形成プロセスの理解が求められている。本研究では、ピン後方のウェルド部におけるX線CTによる発泡構造の観察とガラスインサート金型を用いた動的可視化を行い、2つのメルトフロントを覆っていた無発泡層がピン後方の会合時に扇形に堆積し、扇形の無発泡層が形成されることを確認した。無発泡層の周囲の気泡挙動、形成された気泡形状を考慮し、この無発泡層の形成プロセスをモデル的に提示した。流動初期にピン周後方に堆積した2つのメルトフロントの無発泡層がその周囲を流動する発泡セル層から受ける伸長履歴により引き伸ばされることで、帯状無発泡層の幅は、次第に減少する。

キーワード：超臨界窒素，微細発泡，X線CT，HIPS，可視化，ウェルド

1 はじめに

近年では、自動車部品は燃費向上、環境の配慮が必然となっているため、これらプラスチック成形部品は、以前よりも、軽量、省資源、迅速な成形性が要求されている¹⁾。窒素や二酸化炭素を物理発泡剤として使用する微細発泡射出成形機は、低密度の成形品を迅速に提供できる技術として使用されている^{2,3)}。射出発泡成形により得られる発泡構造は、最表層のシルバーストリークの痕跡（スキン層Ⅰ）と表層の無発泡層（スキン層Ⅱ）に、発泡層（コア層）が挟まれたサンドイッチ構造により構成される⁴⁾。このコア層とスキン層Ⅱの占める割合や、気泡（セル）数、セル径と強度特性と関係があることが示されている⁵⁾。

このため単純形状のキャビティを利用して成形条件（操作パラメータ）と発泡構造の比較が行われている^{6), 7), 8), 9), 10), 11), 12)}。また、複雑形状の実成形品では、多点ゲートによる成形や障害ピンが設置され、複数のメルトフロントが会合し、ウェルドライン（ウェルド部）が形成される。2つのメルトフロントが対向して形成される対向流ウェルド部において、成形条件と発泡構造が比較され、板厚全域にわたってスキン層Ⅱが形成されるなどの特異な発泡構造が確認されている^{13), 14)}。均質な発泡構造を得るためには、これら発泡構造形成過程の理解が重要な研究課題となっている。形成プロセスについては、多くの研究者等^{15), 16), 17)}や既報¹⁸⁾によって矩形単純キャビティでの調査が中心に行われているが、障害ピン後方に形成されるウェルド部の形成過程については検証されてこなかった。そこで、本研究では、超臨界微細発泡射出成形に

*¹ 技術支援室 機械技術担当

***¹ 東京大学生産技術研究所

***² 日本工業大学

において、障害ピンの後方におけるウェルド部の発泡構造の形成過程の可視化および圧力計測、成形品の発泡構造の観察を統合し、ウェルド部の発泡層構造形成機構を検証する。

2 実験方法

2.1. 実験装置

使用した微細発泡射出成形機は J85EL III-110H-Mucell 型(株日本製鋼所)である。ガラスインサート金型¹⁹⁾により、充填過程を高速ビデオカメラ MEMRECAM fx K4 (株ナックイメージテクノロジー)によって可視化した。図1にキャビティ形状及び障害ピンの配置と観察領域を示す。A部に圧力センサ Type9221 (日本キスラー(株))を配置し樹脂圧力を測定した。成形条件を表1に示す。流動中の気泡分布がほぼ保持されるように、射出樹脂容量の調整によって、型内の最高圧力(Pmax)を5MPaに設定した。気泡挙動の観察の阻害となるガラス面上でのシルバーストリーク生成を抑制するため、型温を90℃と設定し、ガス添加量を減少させた。成形品の発泡構造は、マイクロフォーカスX線CT装置 SMX-130CT SV (株島津製作所)により観察した。

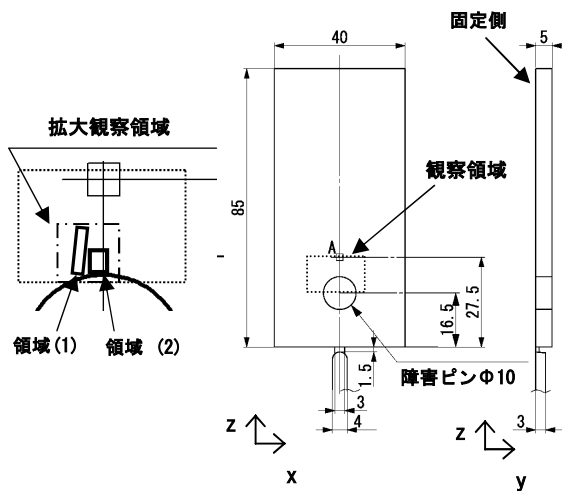


図1 キャビティ形状及び観察領域

表1 成形条件

	Cell structure observation	Visualization
樹脂	HIPS H610 (TOYO STYRENE Co.,Ltd)	GPSS (CR2500, DIC Corporation)
成形温度 (°C)	220-215-215-215-215-200- 190-170 (N-H)	215-210-200-205-210-200- 195-190 (N-H)
金型温度 (°C)	30	90
最高充填圧力 P _{max} at 領域A (MPa)	5	
射出率 (cm ³ /s)	40.2	
保圧 (MPa)	0	
背圧 (MPa)	15	
冷却時間 (s)	100	
窒素ガス添加量 (wt%)	0.3	0.1

3 結果

図2に、成形品の各断面図を示す。(1)は、z-x流動断面における板厚中心部の発泡構造を示す。(1)で示されるa-a'板厚断面を(2)に示す。ピン部周辺を取り囲むように無発泡層(スキン層II)が形成されている。会合部領域では、ピン周りの無発泡層は、一部気泡が取り残されているものの、逆扇状に形成され、下流では、キャビティ末端に向かって直線的に形成された。この無発泡層を取り囲むように発泡層(コア層)が形成され、無発泡層のやや外側に大きな気泡が流動方向に沿って扁平化して分布している。板厚方向では、無発泡層は表層側が末広がりになり、その両側にコア層が放物線状に張り出して形成されている。コア層と無発泡層の境界領域では、コア層の微細なセルの内部に大きな気泡が混在した。これらの大きな気泡は無発泡層沿った方向に大きく扁平化している。

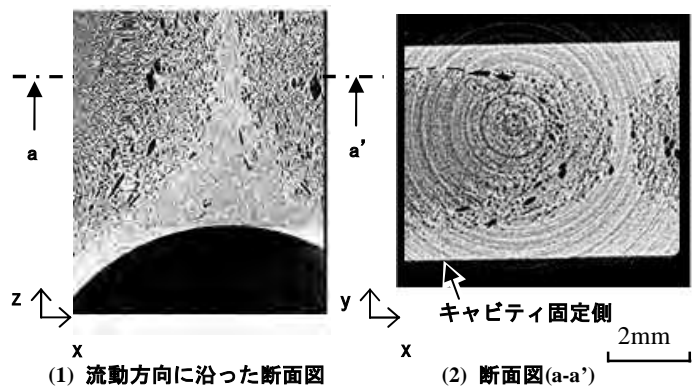


図7 X線CTによるウェルド部の発泡構造

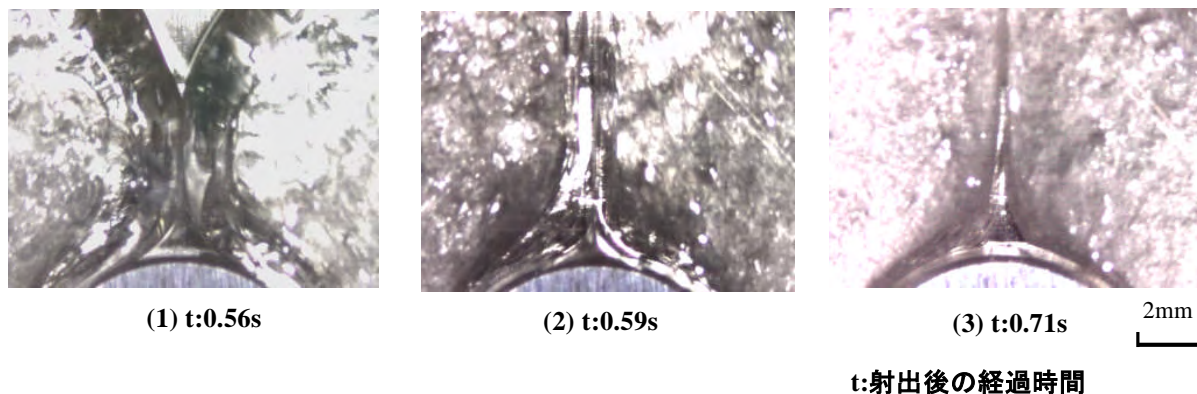


図5 ピン後方のウエルド部におけるセル挙動観察

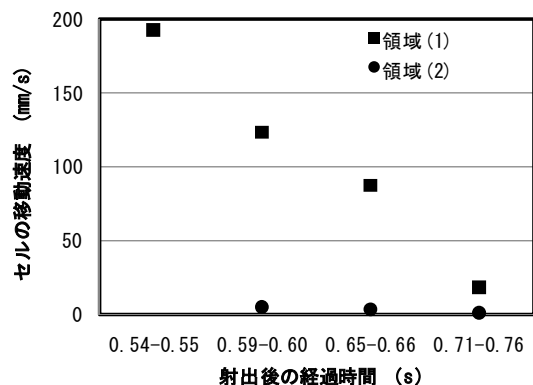


図6 領域(1)(2)におけるセルの移動速度と経過時間の関係

図3に型内流動過程の可視化画像を示す。(1)では2つの流れが会合する。左右の熔融樹脂内において、フロントには破泡する大きな気泡、無発泡層、大きな気泡層、微細な気泡が順次流動していることが確認されている。(2)では、会合した無発泡層は、会合点を境に、空隙のあるピン後方側と下流方向との双方に流れ、会合点からピン後端外周側へと扇状に広がる無発泡層が形成される。その外側では、気泡を含む樹脂がキャビティ末端に向かって流動している。流動が終了する(3)では、気泡を含む樹脂により無発泡層が下流側へと伸長されてその占有面積が減少した。ウエルド両側の流動気泡群は無発泡層に分断され交わることない。

拡大可視化により、無発泡層と気泡を含む層の境界領域(図1領域(1))では、気泡群が無発泡領域に沿って次々に流動していること

が確認された。また扇状の無発泡層内(図1領域(2))に、一部入り込んだ気泡が観察された。図4にこれら各領域における気泡流速の経時変化を示す。

流動初期から充填完了にかけて、領域(1)の気泡群の速度は低下していくものの流動を維持している。一方、扇形の無発泡層が形成される射出開始0.59s後からは、領域(2)の気泡の速度は低く、滞留している。

4 考察

障害ピン後方のウエルド部では、板厚全域にわたって無発泡層が形成され、内層部の無発泡層はコア層に囲まれた扇形となっていることが確認された。またコア層では、微細な気泡群の内部に扁平化したセルが混在している。メルトフロントを覆っている無発泡領域とその周囲を移動するセル挙動の動的可視化及びセルの形状観察から、ウエルド部に形成される扇形の無発泡層の形成機構について考察することとする。障害ピン後方では、2つのフロントに形成される無発泡層が会合し、ウエルド及びピン周りに無発泡層が形成される。ピン後方では、会合時の三角状の空隙を充填する過程で無発泡層が扇状に形成され滞留する。これら無発泡層は、その後の流動樹脂・気泡群により両側から伸長されて引き出され、その体積を減少させつつウエルド領域に介在する。板厚方向では、流速の高い板厚中心部の無発泡層が早期に伸長・流

出され薄肉化された。初期の Δ 層の堆積の幅と Δ 層に沿った気泡群のずり流動による流出履歴、 Δ 層の変形履歴（流動履歴）などにより、ウェルド部の帯状無発泡層の幅が決定されるものと推察される。

5 結言

- 1) 板厚中心断面観察より、無発泡層はピン後端側では扇状に形成され、コア層は無発泡層の両側に分布した。板厚断面観察より、無発泡層は両表面側に末広がり分布し、その両側に放物線様のコア層が形成された。無発泡近傍の気泡は、流動方向に大きく扁平化していることが観察された。
- 2) 障害ピン後方の形成過程の可視化より、フローフロント内層に形成される無発泡層は、ピン後方の会合点を境にピン後方の空隙側と下流側との双方に流れ、扇形に滞留する。充填完了まで樹脂内層を流動するセル群は、無発泡層を周囲から伸長させる。拡大観察では、無発泡層とセル群の境界領域では、充填完了直前までセル群が減速しながら上流側から流入し、一部セルは扁平化した。
- 3) ウェルド部の発泡構造形成プロセスの動的可視化と構造観察の結果から、流動初期にピン周後方に堆積した2つのメルトフロントの無発泡層が、その周囲を流動する発泡セル層から受ける伸長履歴により引き伸ばされることで、帯状無発泡層の幅は次第に減少することを、モデル的に提示した。

参考文献

- 1) 岩野昌夫、安田武夫、草川紀久：自動車用プラスチック，工業調査会，(1997)13
- 2) Ogawa, J., et al., “Development of Door Module Carrier Using Foam Molding Technology”, Mazda Technical Review, 27, (2009) 21
- 3) Ishikawa, T., et al., “Visual Observation of Polymer Foaming in Mold Cavity during Core-back Type Physical Foam Injection Molding Process”, The Polymer Processing Society 24th Annual Meeting. Papers, (2008) S15-478
- 4) Bledzki, A.K.,Gajdzik,J.K., “Microcellular of Glass Fiber Reinforced PC/ABS: Effect of the Processing Condition on the Morphology and Mechanical Properties” ,Cellular Polymers, 29, 1, (2010) 27
- 5) J.D.Yoon, T.Kuboki, P.U.Jung, J. Wang and C.B. Park.,*Compos. Interfaces*,16 (2009) 797
- 6) Leduc,S.,Rodrigue,D., “Effect of weld line on the Injection Moulding of Structural Foams. I .Foam Morphology”, Cellular Polymer, 24, 6 (2005) 313
- 7) Yuan.M., et al. “Study of Injection Molded Microcellular Polyamide-6 Nanocomposites”, Polymer Engineering and Science, 44, 4, (2004) 673
- 8) Huang, H.X., Wang, J.K., “Equipment development and experimental investigation on the cellular structure of microcellular injection molded parts”, Polymer Testing, 27, 4, (2008) 513
- 9) Guo, M.C.,et at. “Cell Structure and Dynamic Properties of Injection Molded Polypropylene Foams” Polymer Engineering and Science, 47, 7, (2007) 1070
- 10) Cisneros, C.T., et al. “Effect of Mold Temperature on Morphology and Mechanical Properties of Injection Molded HDPE Structural Foams”, Journal of Cellular Plastics, 44, 3, 223-237 (2008)

- 11) Throne, J.L., "Structural Foam Molding Parameter", Journal of Cellular Plastics, 12, 3, (1976) 161
- 12) Yuan, M., et al. "Effect of Nano- and Micro-fillers and Processing Parameters on Injection-Molding Microcellular Composites", Polymer Engineering and Science, 45, 6, (2005) 773
- 13) Turng, L. S., Kharbas, H.: Effect of process conditions on the weld-line strength and microstructure of microcellular injection molded parts, Polymer Engineering and Science, 43, (2003) 157
- 14) S. S. Hwang, Z. S. Ke.: The dimensional stability of a microcellular injection molded gear shaft, Int. J. Heat. Mass. Transfer., 35, (2008) 263
- 15) Han, C.D. and Viliamizar, C.A.: Studies on Structural Foam Processing I. The Rheology of Foam Extrusion", Polymer Engineering and Science, 18, 9, (1978) 687
- 16) Han, C.D. and Yoo, H.J. : Studies on Structural Foam Processing IV. Bubble Growth During Mold Filling", Polymer Engineering and Science, 21, 9, (1981) 518
- 17) 小松 道男, 砂村 安秀, 大嶋 正裕 : MuCell (微細発泡) の可視化, 成形加工'09, (2009) 93
- 18) 山田岳大, 小熊広之, 村田泰彦, 横井秀俊 : 超臨界流体を用いた微細発泡射出成形における Cell 成長挙動に関する研究, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, 7, (2009) 87
- 19) 横井秀俊, 村田泰彦, 坂本一郎: ガラスインサート金型におけるガラスキャビティ面の充填特性評価, 成形加工, 6, 5, (1994) 349

高アスペクト比微細深穴加工に関する研究

南部洋平* 落合一裕* 江原和樹**

Study on High-Aspect-Ratio Microdrilling

NANBU Youhei*, OCHIAI Kazuhiro*, EHARA Kazuki**

抄録

微細深穴加工において低周波振動を工具軸方向に付加するとき、振動条件の評価を行い最適な振動条件を選択する手法について検討した。刃先による切りくず発生モデルから切削時間比率 R_c 及び正速度時間比率 R_p を導出し、振動条件を評価する指標として提案した。加工実験による検証を行ったところ、これらの比率と工具寿命には相関があることが分かった。さらに、最適化した振動条件の低周波振動を付加することで工具寿命1000穴以上を実現することができた。

キーワード：微細深穴ドリル、低周波振動、周波数比、振幅比、微細加工

1 はじめに

化学プラントの中の造粒装置には、多数の穴が加工された造粒プレートが用いられている。現在穴径は約0.5mmであるが、今後さらなる微細化が必要とされている。プレート材のステンレスに対し、直径0.3mm、深さ6mm(アスペクト比 $L/D=20$)の微細深穴を加工時間75秒以内、工具寿命500穴以上で加工することを目標に検討を行った。

本研究では超音波領域より低い周波数である500Hz以下の振動を工具軸方向に付加することを検討した。このような振動は様々な駆動方法¹⁾で実現することができ、周波数と振幅の選択自由度が高く、切りくずの細分化等に効果があることが報告されている^{2)~4)}。しかし、最適な振動条件を選択する方法については議論をされていない。

そこで、微細穴加工に対して低周波振動を付加したときの切りくず排出性に加えて、刃先冷却、切削抵抗の観点も含めて振動条件を評価し、最適

な振動条件を選択する手法について検討を行った。

2 低周波振動による切りくず発生モデル

工具軸方向に低周波振動を付加したときの刃先軸方向変位と切り取り厚さについて定式化を行った。加工時のドリルの動きと付加される振動の関係は図1のように表すことができる。

1刃当りの送り F_z 、工具回転周波数 f_d 、刃数 n で行う加工に対して周波数 f_v 、振幅(p-p) A の振動を工具軸方向に加えたとき、ドリル刃先外周と材料の相対的な軸方向変位 Z と工具回転角 θ との関係は式(1)のように表すことができる。なお、 Z は工具と材料が近づく方向を正とする。

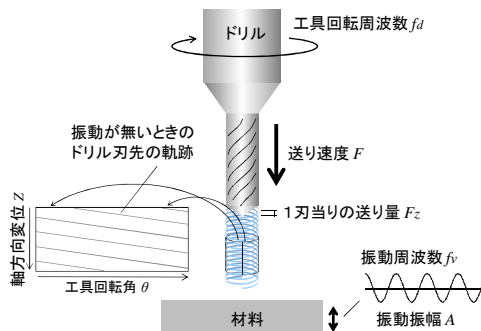


図1 低周波振動モデル

* 技術支援室 機械技術担当

** 日本ノズル精機(株)

$$Z(\theta) = \frac{A}{2} \sin\left(\frac{f_v}{f_d} \theta\right) + \frac{F_z \cdot n}{2\pi} \theta \quad (1)$$

切り取り厚さは k/n 回転前の軸方向変位 Z_k の最大値と軸方向変位 Z との差に相当すると考えられる。 k/n 回転前のドリル刃先の軸方向変位 Z_k は式(2)で表される。

$$Z_k(\theta) = \frac{A}{2} \sin\left(\frac{f_v}{f_d} \left(\theta - \frac{2\pi k}{n}\right)\right) + \frac{F_z \cdot n}{2\pi} \left(\theta - \frac{2\pi k}{n}\right) \quad (2)$$

($k=1,2,3,\dots$)

刃先外周の軸方向切り取り厚さ h は式(3)のように表すことができる。切り取り厚さが負のときには切削が行われなため、 $h=0$ とする。

$$h = \begin{cases} Z(\theta) - \max[Z_1(\theta), Z_2(\theta), \dots, Z_m(\theta)] & (Z(\theta) > \max[Z_1(\theta), Z_2(\theta), \dots, Z_m(\theta)]) \\ 0 & (Z(\theta) \leq \max[Z_1(\theta), Z_2(\theta), \dots, Z_m(\theta)]) \end{cases} \quad (3)$$

$h > 0$ のときには刃先がワークに切り込み切削が行われ、 $h = 0$ のときには切削は行われず切りくずは発生しない。

例として、2枚刃のドリルを用いて工具回転数 5000min^{-1} 、1刃当たりの送り $1\mu\text{m}$ で加工を行った時の工具回転角と刃先の軸方向変位の関係を図2に示す。横軸は工具回転角、縦軸は刃先の軸方向変位を示している。塗りつぶされている部分の高さが切り取り厚さ h に相当する。

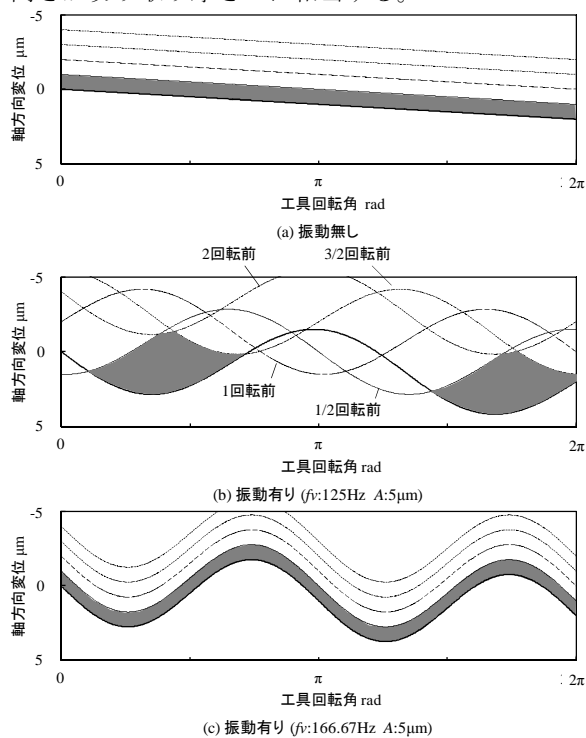


図2 ドリル刃先の軸方向変位

振動を付加しない慣用加工のときの刃先軸方向変位を図2(a)に示す。切り取り厚さは一定で連続し、1刃当たりの送りと等しくなる。

振動周波数 $f_v = 125\text{Hz}$ 、振動振幅 $A = 5\mu\text{m}$ の正弦波振動を付加したときの刃先軸方向変位を図2(b)に示す。振動を付加することにより切り取り厚さが一定ではなくなることが分かる。刃先は $1/2$ 回転前の刃先が通過したところからワークに進入し、 $3/2$ 回転前の刃先が通過したところから離脱する。このことから、切り取り厚さ $h = 0$ となる区間が周期的に発生し、短い切りくずが断続的に発生すると考えられる。

振動周波数 $f_v = 166.67\text{Hz}$ 、振動振幅 $A = 5\mu\text{m}$ の正弦波振動を付加したときの刃先軸方向変位を図2(c)に示す。振動の位相が $1/2$ 回転前の刃先と等しくなり、切り取り厚さは常に一定となる。このことから、連続的な切りくず発生が予想される。

上記のように、振動条件が変わると刃先の軌道や切りくず厚みが変化し、加工に及ぼす影響が変わると考えられる。そのため、加工条件に応じて最適な振動条件を選択することが必要となる。

3 切削時間比率

3.1 切削時間比率の導出

振動を付加すると、振動条件によっては図2(b)のように振動1周期の間に切削時間と非切削時間が存在する。非切削時間には切りくずは発生せず刃先冷却効果があるのではないかと考え、振動1周期中の実切削時間の比を切削時間比率と定義した。図2(b)と同じ振動条件の刃先軸方向変位である図3を用いて切削時間比率を説明する。振動周期 T_v に対する切り取り厚さ $h > 0$ となる切削時間 T_c の比率 T_c/T_v を切削時間比率 R_c と呼ぶ。

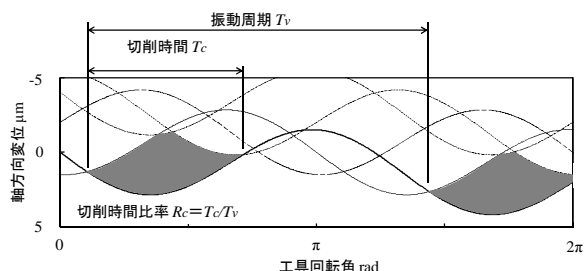


図3 切削時間比率

$R_c = 1$ のときには、常にドリルが材料に切り込むため切りくずが連続的になる。

$R_c < 1$ のときには切り取り厚さが周期的に 0 となるため、短い切りくずが断続的に発生することが予想される。また、 R_c が小さくなるにしたがって刃先がワークから離れる時間が長くなるため、刃先冷却効果が期待できる。これらのことより、切削時間比率 R_c は切りくず排出性に関わる切りくず形状や、刃先冷却性を評価する指標として有効であると考えられる。つまり、振動条件に対して切りくず排出性や刃先冷却性を 1 つの数値で評価することができる。

3.2 切削時間比率マップ

切削時間比率 R_c は振動周波数 f_v とドリル周波数 f_d との比 f_v/f_d と、軸方向の振動振幅 A と 1 刃当りの送り F_z との比 A/F_z の組み合わせに対して 1 つの値に定まる。 f_v/f_d を周波数比、 A/F_z を振幅比とする。

縦軸を振幅比、横軸を周波数比として、刃数 2 のドリルを用いて正弦波振動を付加したときの切削時間比率 R_c を図 4 に示す。 R_c の値は濃淡で表し、色が薄い方が小さい値となり刃先冷却効果が期待できる。振幅比を 0.1 間隔、周波数比を 0.01 間隔で変化させ、それぞれの組み合わせにおいて切削時間比率 R_c を計算した。周波数比 0 は振動を付加しない慣用加工を示す。

周波数比を固定して考えると振幅比が大きくなるにしたがって R_c が小さくなる。次に、周波数比 0~2 の範囲をみると周波数比 1 を中心に対称となっている。振幅比を固定して考えると周波数比 0 (振動無し) と 2 では $R_c = 1$ となり、周波数比 0~1 及び 1~2 の間で R_c が小さくなる。周波数比が 2 以上では周波数比 0~2 までのパター

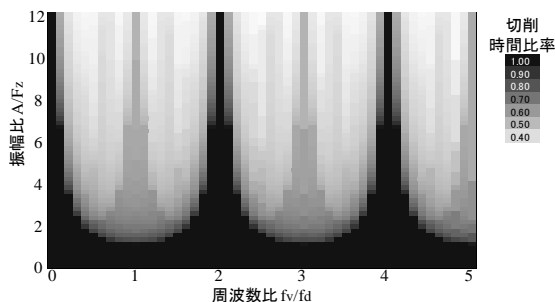


図 4 切削時間比率マップ

ンが繰り返される。

4 正速度時間比率

4.1 刃先進行の考察

軸方向に低周波振動を付加する場合、刃先が進行していく角度は一定ではない。図 5(a)に示すように軸方向速度が正のときは振動を付加しない慣用加工に比べて刃先のすくい角が大きくなる。また、図 5(b)に示すように軸方向速度が負のときにはすくい角が小さくなる。一般的にすくい角は大きくなるほどせん断角が大きくなり切削抵抗が小さくなる傾向にある。刃先が進行していく角度は刃先の軸方向速度と周方向速度の比から考えることができる。

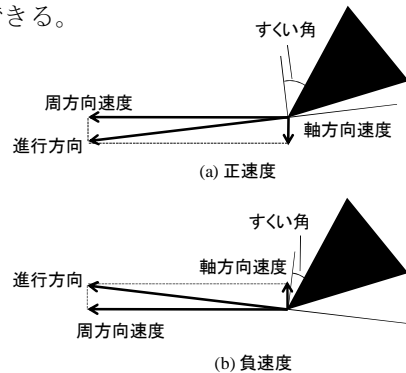


図 5 ドリル刃先の進行方向

すくい角の変化を予想するためには、ドリル刃先の軸方向速度について定式化する必要がある。工具軸回転角 θ と軸方向速度 v の関係は、式(1)を時間の関数で表しその微分をとることで式(4)のように表すことができる。

$$v(\theta) = \pi f_v A \cos\left(\frac{f_v}{f_d} \theta\right) + F_z \cdot n \cdot f_d \quad (4)$$

振動加工によるすくい角の増減を評価するため、定常的な送り速度を差し引いた振動速度 v_v は式(5)のように表すことができる。

$$v_v(\theta) = v(\theta) - F_z \cdot n \cdot f_d \quad (5)$$

図 2 と同じく工具回転数 5000min^{-1} 、1 刃当たりの送り $1\mu\text{m}$ で加工を行った時の振動速度の計算結果を図 6 に示す。切り取り厚さ $h = 0$ となる回転角では切削が行われないと考えられるため、 $h = 0$ の範囲では速度を 0 とした。

図 6(a)は図 2(b)と同じ振動周波数 $f_v = 125\text{Hz}$ 、

振動振幅 $A = 5\mu\text{m}$ の振動を付加したときの振動速度を示す。この条件では刃先が正の速度で進入し、負の速度で離脱する。

図 6(b)に振動周波数 $f_v = 150\text{Hz}$ 、振動振幅 $A = 5\mu\text{m}$ の振動を付加したときの振動速度を示す。図 6(a)に比べて振動速度が負になっている区間が長くなる。つまり、すくい角が小さい状態で切削する時間が長いといえる。

図 6(c)に振動周波数 $f_v = 183.3\text{Hz}$ 、振動振幅 $A = 5\mu\text{m}$ の振動を付加したときの振動速度を示す。図 6(b)とは逆に、振動速度が正となっている区間が長く、すくい角が大きい状態で切削する時間が長いと考えられる。

4.2 正速度時間比率の導入

切削時間 T_c に対する振動速度が正となる時間 T_p の比率 T_p/T_c を正速度時間比率 R_p とする。 R_p が大きいということは、慣用加工に比べてすくい角が大きい状態で加工をする比率が大きくなることが期待できる。

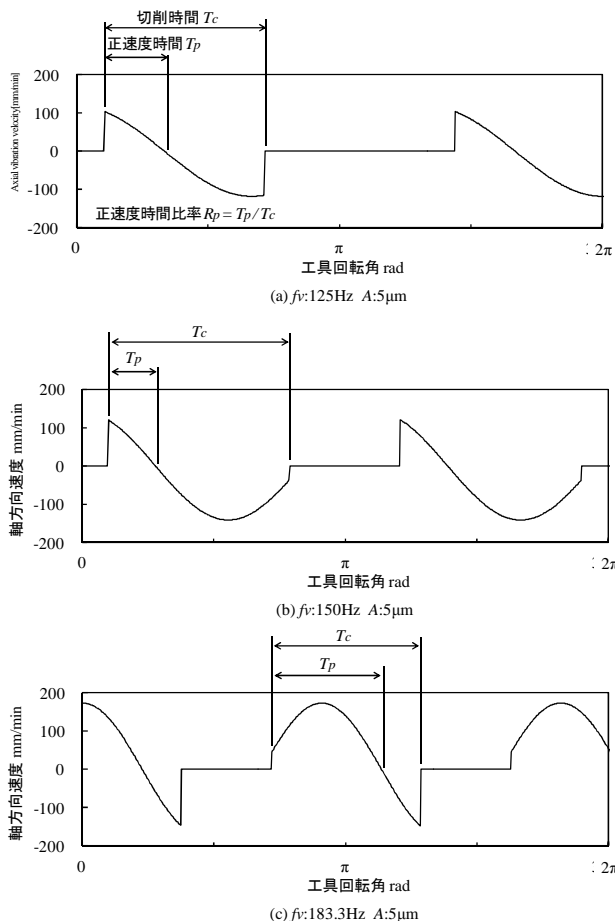


図 6 ドリル刃先の軸方向速度

4.3 正速度時間比率マップ

正速度時間比率 R_p も切削時間比率 R_c と同様に、周波数比 f_v/f_d と振幅比 A/F_z の組み合わせに対応した 1 つの値となる。

図 4 と同様に、図 7 に縦軸を振幅比、横軸を周波数比として、刃数 2 のドリルを用いて正弦波振動を付加したときの正速度時間比率 R_p を示す。 R_p の値は濃淡で表し、色が薄い方が大きい値となり平均切削抵抗の低減が期待できる。

周波数比 0~2 の範囲をみると周波数比 1 よりも小さい領域では R_p が大きくなり、1 よりも大きい領域では R_p が小さくなる。周波数比が 2 以上では周波数比 0~2 までのパターンが繰り返される。

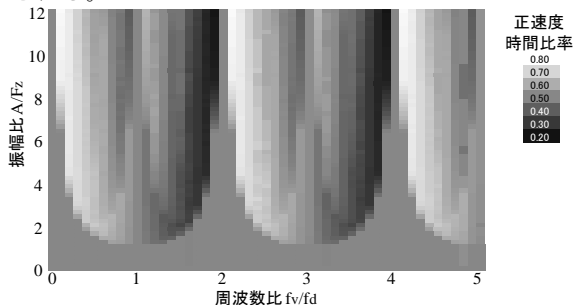


図 7 正速度時間比率マップ

5 加工実験

5.1 実験装置

図 8 に実験装置の概略を示す。工作機械には高速加工機 (ASV400、東芝機械(株)製)、及び加工機主軸ボックスに取り付けたスピンドル (R2、(株)industria 製) を使用した。加工機テーブル上に取り付けたピエゾアクチュエータ (株)メステック製) によって振動を付加し、静電容量型変位計 (マイクロセンス 3401、日本 ADE 製) を用いて振動周波数と振動振幅を測定した。

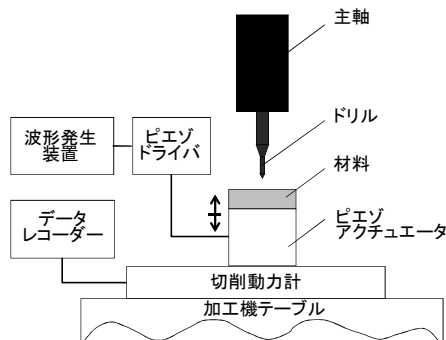


図 8 実験装置

5.2 振動条件評価指標の検証

振動条件評価指標と工具寿命の関係を検証するためにステンレス SUS304 に対して直径 0.1mm、深さ 1.5mm の微細深穴加工を行った。加工条件を表 1 に示す。振幅比は 3、5、10 とし、それぞれの振幅比で切削時間比率が極小となる周波数比、及び整数倍の周波数比の振動を付加した。

切削時間比率 Rc、正速度時間比率 Rp のマッピング上に工具が折損するまでの穴数を記したものを図 9、図 10 に示す。周波数比や振幅比が大きくなるほど工具寿命が延びる傾向にあるが、特に

表 1 加工条件

被削材	ステンレス(SUS304)
穴径	Φ0.1mm
加工深さ	1.5mm (通り穴)
回転数	5000 min ⁻¹
ステップ量	0.05mm
1 刃あたり送り量	1.0μm
振動条件	~250Hz ~10μm

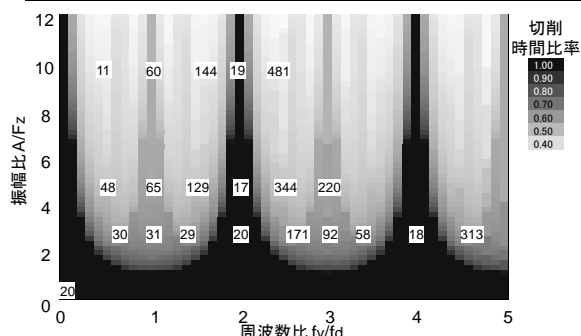


図 9 切削時間比率と工具寿命の関係

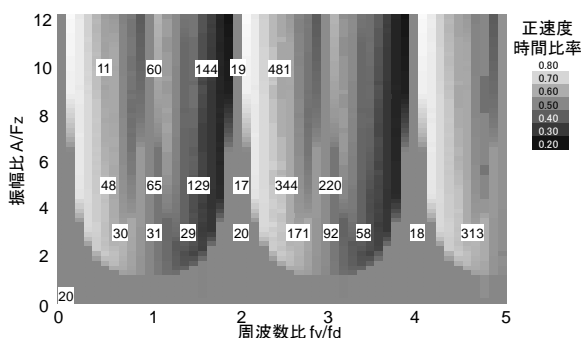


図 10 正速度時間比率と工具寿命の関係

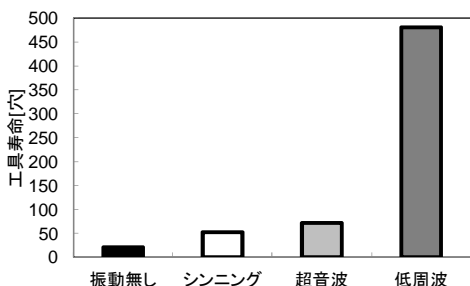


図 11 工具寿命の比較

Rc が小さく Rp が大きくなる振幅比と周波数比の組み合わせの振動を付加した時に工具寿命が延びることが分かった。

振動条件を適切に選択した低周波振動付加、ドリル刃先へのシンニング⁵⁾、工具軸方向への超音波振動付加⁶⁾を同じ加工条件下で行った時の工具寿命を図 11 に示す。低周波振動では慣用加工に対して約 24 倍の長寿命化を図ることができた。

5.3 直径 0.3mm 微細深穴加工への適用

造粒プレート材であるステンレス SUS316L に対して直径 0.3mm、深さ 6mm の微細深穴加工を行った。まず振動を付加しない慣用加工で加工条件の検討を行った。加工条件を表 2 に示す。各加工条件での工具寿命と加工時間を図 12 に示す。

表 2 加工条件

被削材	ステンレス(SUS316L)
穴径	Φ0.3mm
加工深さ	6.0mm (通り穴)
回転数	3000~10000 min ⁻¹
ステップ量	0.05~0.2mm
1 刃あたり送り量	0.6~3.0μm

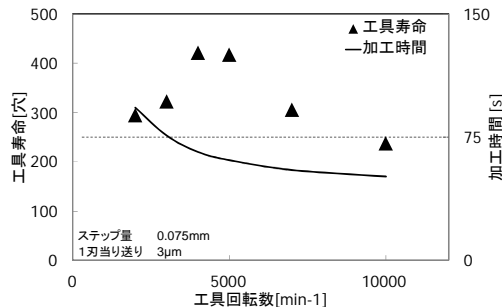
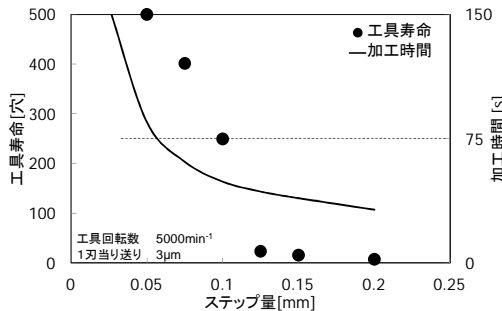
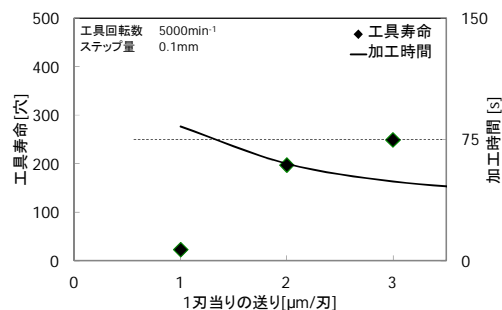


図 12 加工条件と工具寿命・加工時間の関係

1刃当たりの送り量は大きくするほど工具寿命が延びたが4 μm 以上にすると刃先欠損が発生した。また、ステップ量0.125mm以上ではすぐに折損してしまった。さらに、工具回転数には工具寿命が長くなる範囲が存在した。

慣用加工における加工条件とピエゾアクチュエータの加振範囲から、加工時間が75秒となる1刃当たりの送り量3 μm 、ステップ量0.075mm、工具回転数3000 min^{-1} の加工条件に対して周波数比2.66(周波数133Hz)、振幅比3(振幅9 μm)の振動を付加した。

このときの切りくず形状を図13に示す。振動を付加することで切りくずを細分化することができた。刃先摩耗を図14に示す。振動を付加すると刃先外周部の摩耗が約75%低減した。切削抵抗(スラスト力)を図15に示す。振動を付加することでスラスト力が大幅に低減し、工具寿命1000穴以上を実現することができた。

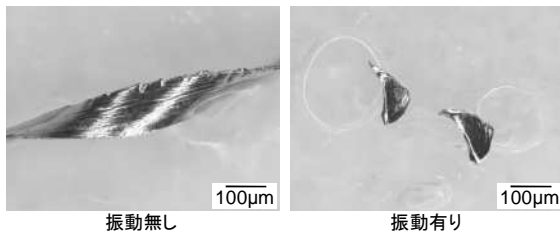


図13 切りくず形状

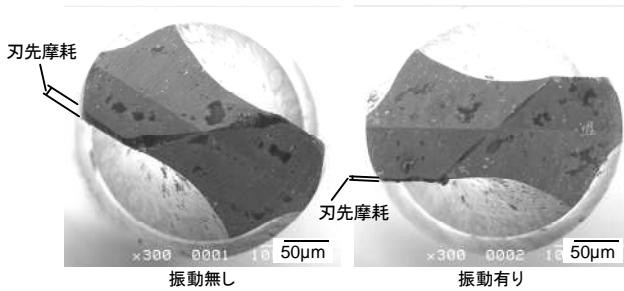


図14 刃先観察(10穴加工後)

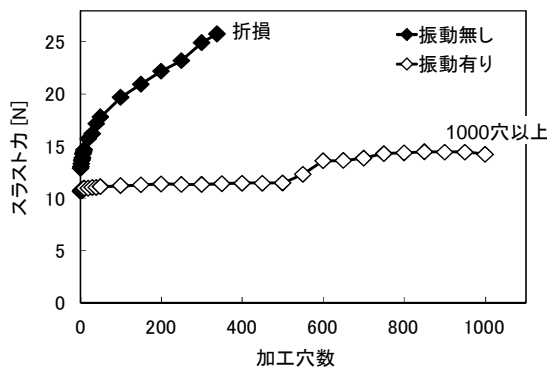


図15 スラスト力の推移と工具寿命

6 まとめ

微細深穴加工において低周波振動を工具軸方向に付加することを検討した。最適な振動条件を選択するため、切削時間比率 R_c 及び正速度時間比率 R_p を評価指標として提案し、指標のマッピングを行った。これらのマップを用いて R_c が小さく R_p が大きくなる周波数比と振幅比の組み合わせを選択することで平均切削動力や刃先摩耗を低減させ、工具の長寿命化を図ることができた。

謝辞

本研究を進めるにあたり、客員研究員として御指導いただきました松田技術経営研究所の松田信一様に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 殿村隆司, 中川威雄, 大森整: 圧電素子を利用した振動テーブル, 特開平2-25077
- 2) 新井典久, 足立勝重, 西口正純, 沖田耕三, 杉原輝明: 難削材の低周波振動ドリル加工に関する研究, 日本機械学会論文集 (C 編), **55**, 514(1989)1550
- 3) 窪田英毅, 田部井英世, 佐藤崇: 切りくずを細分化するドリル穴加工法の検討, 精密工学会誌, **60**, 11(1994)1611
- 4) H G Toews, W D Compton and S Chandrasekar, A study of the influence of superimposed low-frequency modulation on the drilling process, Precision Engineering, **22**, (1998), 1
- 5) 南部洋平, 落合一裕, 堀尾健一郎, 金子順一, 渡辺武, 松田信一: 超音波振動を援用した高アスペクト比微細深穴加工, 精密工学会誌, **77**, 3(2011)306
- 6) 南部洋平, 落合一裕, 堀尾健一郎, 金子順一, 渡辺武, 松田信一: 微細深穴加工におけるシンニングによって形成されるチゼルすくい角の影響, 精密工学会誌, **77**, 7(2011)713
- 7) 南部洋平, 落合一裕, 渡辺武: ガスタービン用ノズルへの微細深穴加工に関する研究 (2), 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **9**, (2011)50

レーザー結晶の高効率超精密研磨に関する研究 (2)

落合一裕* 南部洋平* 田中浩己** 宇都宮康**

Study on High-removal-rate Fine Polishing of Laser Crystal (2)

OCHIAI Kazuhiro *, NANBU Youhei *, TANAKA Hiromi**, UTSUNOMIYA Yasushi**

抄録

レーザー結晶は、レーザー発振を発生させる部品として用いられる。しかし、レーザー結晶は精密な部品であるため、その表面精度は非常に高いものが要求される。また、大変硬くて脆い材料特性のために加工が非常に困難である。

そこで、より高い要求の精度を達成するために、結合剤にアクリル粒子を用いることにした。表面粗さをより小さくするために、砥粒の検討を行い砥石作製の検討を行った。作製したEPD砥石を用いてレーザー結晶を研磨した結果、表面粗さ0.8nmRaの面を得ることができた。

キーワード：電気泳動現象，EPD砥石，メカノケミカル反応，アクリル，レーザー結晶，研磨

1 はじめに

レーザーは、分光分析、医療診断、レーザープリントをはじめ、加工、材料プロセス、ウェア検査、ライトショウなどに使用されている。さらに、家電への応用も考えられ、その用途は限りなく広がっており大変期待ができるものである。レーザー結晶は、固体レーザーと呼ばれるレーザーに用いられており、レーザー発振を発生させる部品として用いられる。

しかし、レーザー結晶は精密な部品であるため、その表面精度は非常に高いものが要求される。また、大変硬くて脆いために加工が非常に難しい材料である。そのため、高い研磨レートで短時間に面精度を悪化させずに仕上げをしたいという要望がある。レーザー結晶用の固定砥粒砥石を開発し、短時間で超精密研磨をすることができれば、産業上大きなメリットがあるといえる。

そこで本研究では、高い研磨レートを得られる固定砥粒砥石として電気泳動法を用いたEPD砥石の開発に関する検討を行った。結合材にアクリルを用いて、親水性が低く、強度のある砥石を作製し、高い面精度要求の達成を目指した。表面粗さの目標値1nmRaをクリアするための検討を行った。

2 実験方法及び結果

2.1 砥石構成

固定砥粒砥石の製造方法は、粉末の状態で砥粒と結合材を成形して焼結させる方法や、砥粒と結合材を型に流し込んで成型して焼結する方法が一般的である。しかし、これらの方法では砥粒の凝集などの問題もあり、分布の均一な仕上げ用砥石を作製する事が困難である。

超精密研磨では、砥粒が塊になって脱落するとスクラッチを生じる原因になる。脱落の規模を最小単位にするためには、均一な分散と結合力を強くすることが有効である¹⁾⁻³⁾。

* 技術支援室 機械技術担当

** (株) タナカ技研

本研究で用いた電気泳動法 (Electro Phoretic Deposition) による砥石作製方法は、負に帯電している微粒子に電場を与えることで均一で高密度に吸着するため、これらの問題を解決できる⁴⁾。

砥粒は後述するようにシリカ微粒子や酸化セリウム微粒子を使用した。光学ガラスなどをメカノケミカル研磨する際に使用される砥粒である^{5),6)}。

レーザ結晶の高い面精度要求をクリアするために、研磨砥石には十分な強度が必要である。そのため、結合材には既報で用いたアルギン酸ナトリウムに比べて耐水性があり、結合した際に機械的強度の高い高分子が好ましい。そこで、これらの条件を満たす結合材としてアクリル微粒子を選定し、検討を行った。研磨時の水分による砥石の軟化や形状変化を抑える効果が期待できる。

2.2 砥石作製の検討

2.2.1 砥石作製手順

アクリルを結合材に用いる EPD 砥石の作製手順を説明する。電極を配置した装置の中に砥粒や結合材を攪拌した溶液を満たし、電極を対向に配置する。液中の砥粒と結合材は負に帯電するので、そこに電場を与えると陽極に吸着層が形成される。吸着層を取り出して乾燥させるが、吸着層は形状保持能力がなく力が加わると崩壊してしまうので、粒子同士を結合させるために焼成を行って砥石が完成する⁷⁾⁻¹⁰⁾。

研磨ワークの高い面精度を達成するためには、砥石の面精度を確保することが重要な要素の1つであるため、研磨定盤と同じ大きさの砥石を作製して高い面精度を確保することが必要となる。

そこで、使用する研磨装置の定盤と同じ外径のφ290mm 砥石作製装置を用いて、砥石作製に関する検討を行った。砥石作製装置を図1、図2に示す。30mm×30mm 砥石作製装置では電極を垂直に立てて対向に配置する。φ290mm 砥石作製装置では電極を上下に対向に配置する。いずれも電気泳動時、電極に非導電性のマスクを密着させて吸着層を形成することで、任意の形状に砥石を作製することができる。なお、内径も非導電性のマスクによりコントロール可能である^{7),8)}。

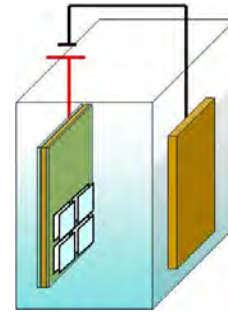


図1 電気泳動現象を用いた砥石作製

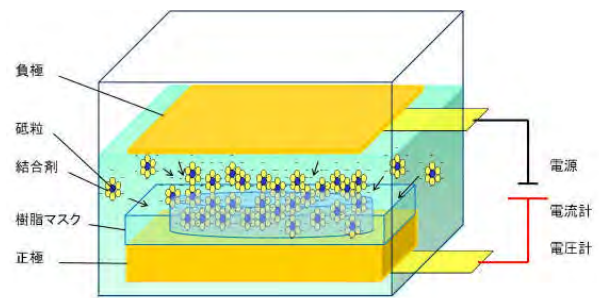


図2 φ290mm EPD 砥石作製装置

2.2.2 砥粒の検討

レーザ結晶を研磨するための砥粒として、水晶等実績のあるシリカ微粒子、及び石英等の光学ガラスに実績のある酸化セリウム微粒子を検討した。

昨年、砥粒として使用していた酸化セリウム微粒子を走査型電子顕微鏡 (SEM) (S-2150 日立製作所製) で観察したものを図3に示す。この砥粒は平均粒径が大きく粒度分布の幅も広いので、2~3μm 程度の大きさの砥粒が観察できる。この2~3μm 程度の砥粒が仕上げ面粗さ向上の障害要因であると考えられる。

そこで、新たに平均粒径の小さい砥粒としてシリカ微粒子 (図4) 及び酸化セリウム微粒子 (図5) を用いることを検討した。SEM 写真を比較すると、図3に比べて図4と図5の砥粒は粒径が小さくなっている。また、図5の方は繊維のような形状になっていることが観察できる。粒径の小さい微粒子を砥粒として用いることで、機械的な除去によるスクラッチを小さく抑えることができるため仕上げ面粗さの向上が期待できる。

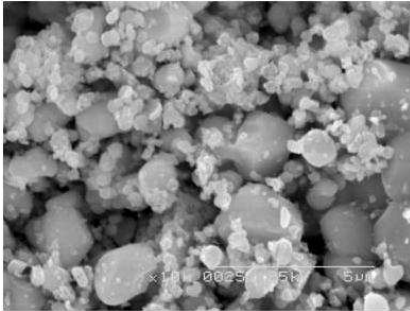


図3 SEM観察(昨年の砥粒)

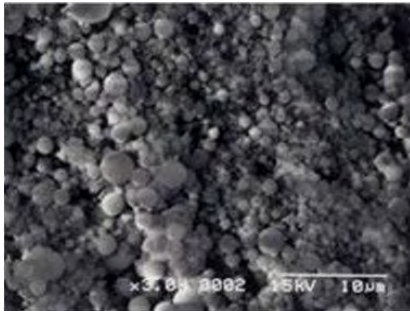


図4 SEM観察(シリカ)

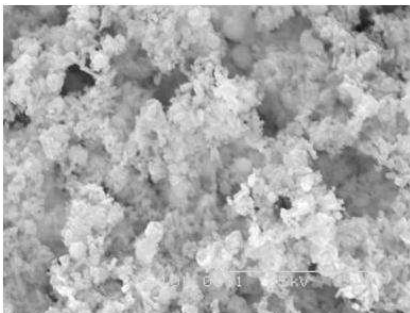


図5 SEM観察(酸化セリウム)

表1 砥石組成及び作製条件の検討

砥粒	酸化セリウム シリカ
結合材	アクリル
添加材	アルギン酸ナトリウム
添加量 (wt%)	0 / 0.15 / 0.22 / 0.3 / 0.5
焼成温度(℃)	70 / 90 / 120 / 150 / 180
焼成時間 (min)	20 / 30 / 120 / 240 / 480 / 960 / 1200
グラシン紙	無 / 有
粒子質量比 (砥粒 : 結合材)	5:1 / 18:7 / 1:1 / 1:2 / 2:9

焼成の工程では割れが発生しやすい。そこでアルギン酸ナトリウムの添加によってそれらの発生を抑制することが必要となる。アルギン酸ナトリウムは食品添加物として使用されており、人体に無害で取り扱い易く、なおかつ安価に入手することが可能である。また、研磨時には研磨面への悪影響が無いことがわかっており、さまざまな面で優れている。

添加材の添加量について検討を行った。添加材を加えないと割れが発生しやすかったものが、添加量が増えるにつれて割れの抑制効果が大きくなり、砥石の扱いやすさも向上する。しかし、添加量が多すぎると、乾燥・焼成時に砥石の反りが発生してしまうため、適切な添加量がそれぞれの砥粒にあることがわかった。

焼成温度と時間は、吸着層の隣り合う粒子が加熱により溶けて接着するまでの最少の温度と時間が存在した。温度は基本的に使用するアクリル樹脂の Tg 点を超えないと接着せず、砥石が崩壊した。また、時間については砥石の総質量に関係して、Tg 点を超える熱が十分に行きわたるために必要な時間があり、それ以降は時間が増加してもほとんど変わらなかった。

2.2.3 砥石作製条件の検討

結合材として用いたアクリル微粒子は従来のアルギン酸ナトリウムと比べて EPD 砥石の作製が難しいため、砥粒の変更に伴い砥石作製条件の再検討を行った。検討した条件を表1に示す。電気泳動による吸着の善し悪しや、吸着層の焼成後の状態で評価をした。

新たに選定した粒径の小さな2種類の砥粒を用いて試作を行ったところ、昨年の砥粒と比べて電気泳動による電極への吸着性が悪くなった。砥粒の種類や形状によって粒子が負に帯電しにくくなる等の理由が考えられる。そのため、溶液濃度や添加材、粒子質量比を検討し、吸着性を改善する必要がある。

また、結合材のアクリルはガラス樹脂と呼ばれるほど硬くて脆い性質を持っている。そのため、

グラシン紙を用いて乾燥・焼成を行った場合、吸着層と電極面との摩擦を低減する効果があり、乾燥前の接着していない脆い吸着層への衝撃の軽減によって、割れの発生を抑制する効果が得られた。

粒子質量の比率は、結合材の比率が低くなると、吸着不良が発生したり、焼成を行っても結合が不足して崩れてしまう結果となった。比率が高くなると樹脂の性質が強くなり、硬い砥石となり割れ易くなる傾向となった。

これらの検討によって、それぞれの砥粒にとって最適な作製条件を選択することで、割れの無い EPD 砥石を得ることができた。得られた砥石の写真を図6、図7に示す。それぞれ左が検討前の作製条件、右が最適な作製条件で作製した砥石である。

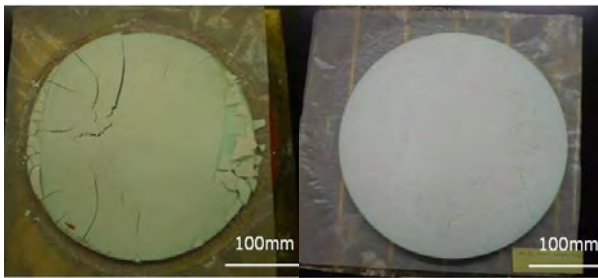


図6 EPD砥石（シリカ）作製条件比較

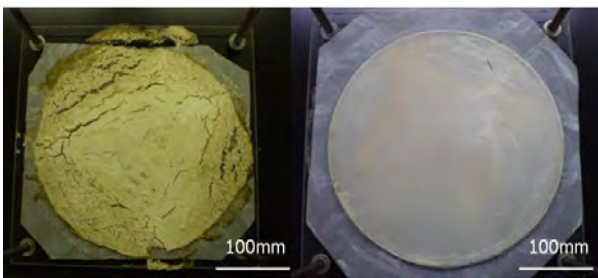


図7 EPD砥石（酸化セリウム）作製条件比較

2.3 EPD 砥石研磨

作製した EPD 砥石を用いて研磨実験を行った。研磨には片面研磨装置（FACT-200 ㈱ナノファクター製）を使用した。研磨装置の写真を図8に示す。作製した砥石は研磨機の定盤に張り付けて固定し、旋盤とツルアーを使用して砥石表面の平坦化を行った。また、ワークの張り付きを発生させないために、深さ約 3mm の溝を 15mm 間隔で縦横に溝入れしている。定盤が回転し、治具に

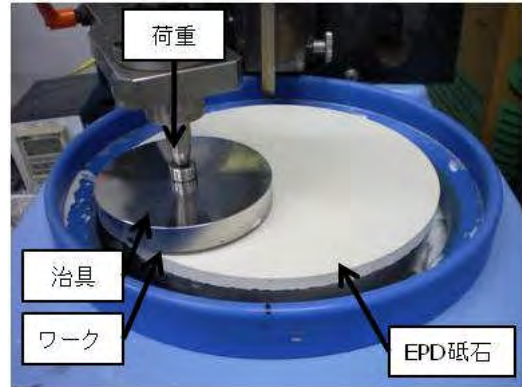


図8 片面研磨装置

表2 研磨条件

砥石	シリカ EPD / 酸化セリウム EPD
ワーク	石英 / レーザ結晶
回転数 (rpm)	80
加工圧力 (kPa)	13.6
加工時間 (min)	10
水分量 (ml/h)	500

ワックスで固定したワークが砥石側に向けて接触している。治具をボールポイントで支持しそこから荷重がかかり、定盤の回転によって自転する機構となっている。

検討した研磨条件を表2に示す。作製したシリカ EPD 砥石、酸化セリウム EPD 砥石を用いて、石英ガラスやレーザ結晶に対して研磨を行った。前加工面はダイヤモンド砥粒で研磨面を揃えた。

2.4 研磨面の評価

研磨したワークの評価は、表面粗さと形状を測定した。測定には表面粗さ測定機（1400D-3DF 東京精密製）、非接触微細形状測定機（Talysurf CCI6000 TaylorHobson 製）、非接触三次元測定機（NH-3SP 三鷹光機製）を用いた。表面粗さによって到達面粗さの評価を、研磨前後の形状の変化量の測定によって面形状の評価を行った。

酸化セリウム EPD 砥石で研磨した石英ガラスのワークを測定した結果を図9に示す。表面粗さ

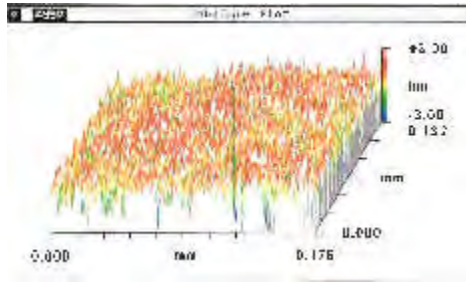


図9 研磨面測定結果

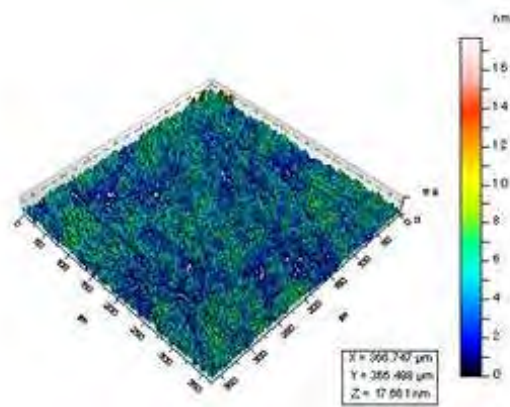


図10 研磨面測定結果

の値は0.7nmRaとなった。

シリカ EPD 砥石で研磨したレーザ結晶のワークを測定した結果を図10に示す。表面粗さの値は0.8nmRaとなった。

また、研磨前後の形状変化を測定し、形状のダレなどの発生が無く、前加工面の形状を崩さずにポリッシングできたことを確認した。

3 まとめ

(1) 表面粗さを改善するために EPD 砥石に使用する砥粒の検討を行い、粒子径の小さい砥粒を用いてシリカ EPD 砥石と酸化セリウム EPD 砥石を試作し、最適な砥石作製条件を導いた。

(2) 作製した EPD 砥石を用いて、石英ガラスとレーザ結晶に対して片面研磨機による研磨実験を行った。研磨した石英ガラスとレーザ結晶の表面粗さは、石英ガラスでは0.7nmRa、レーザ結晶では0.8nmRaとなり、目標値の1nmRaより小さくなった。また、形状測定を行い、仕上げポリッシングによる形状のダレの発生が無いことを確認した。

謝辞

本研究を進めるにあたり、客員研究員として御指導いただきました埼玉大学の池野順一教授に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 池野順一, 谷 泰弘: 電気泳動現象を利用した超微粒砥石の開発とその応用, 日本機械学会論文集, **57**, 535 (1991-3)
- 2) 池野順一, 谷 泰弘: 電気泳動現象を利用した超微粒砥石の作成法に関する研究, 日本機械学会論文集, **59**, 562 (1993-6)
- 3) 先端分野における研磨加工, 東レリサーチセンター
- 4) 池野順一, 矢野克行, 不破徳人, 渋谷秀雄, 深澤 隆, 堀内 宰, 河西敏雄: 環境に優しい鏡面研削砥石の作製に関する一考察, 精密工学会誌, **67**, 3 (2001)
- 5) 河西敏雄: 機能性難加工材料の物性と加工特性, 機械と工具, **50-7** (2006) 82
- 6) 山根正之 他: ガラス工学ハンドブック, 朝倉書店, (1999)401
- 7) 南部洋平, 落合一裕, 八木 進, 宇都宮康, 池野順一, 渋谷秀雄: 情報機器に用いられる水晶光学部品の鏡面研削加工に関する研究, 2005年度精密工学会秋期大会学術講演会講演論文集, 333(2005)
- 8) 落合, 南部, 池野, 澁谷, 長谷川, 宇都宮: 研削加工用砥石の製造装置及び製造方法, 特願2007-158686
- 9) 落合一裕, 南部洋平, 田中文夫, 宇都宮康, 池野順一, 渋谷秀雄: 高機能ガラスの鏡面加工に関する研究, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **6**, 145(2008)
- 10) 落合一裕, 南部洋平, 田中文夫, 佐々木貴英, 宇都宮康, 池野順一, 渋谷秀雄: 高機能ガラスの鏡面加工に関する研究, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **7**, 78(2009)

ピエゾ素子を用いた高推力リニアモータの開発

荻野重人* 浅海暁**

Development of a Hi-driving Force Linear Motor by Piezoelectric Device

OGINO Shigeto*, ASAUMI Akira**

抄録

ピエゾ素子を利用した昨年度の試作1号機により、基本原理、正逆動作は確認している。そこで、さらなる性能向上をはかるため、試作2号機・3号機を試作し動作確認と性能試験を行った。1号機において懸案であった推進速度は、試作3号機において最大推進速度1.13mm/sで動作させることができた。推進速度の周波数特性はほぼ比例関係となり、90Hzの時、最大推進速度となった。また、1号機においては、進行ステップに対して、6 μ m後退する現象が伴っていたが、2号機においては1.3 μ mまで低減することができた。

キーワード：リニアモータ，アクチュエータ，高推力，ピエゾ

1 はじめに

精密位置決め技術は、工作機械・測定機・半導体製造装置等になくはならないものであり、我が国のものづくりを根底から支えている技術である。その中でも、我が国の超精密位置決め技術は世界をリードしており、「技術立国日本」の牽引役となっている。

その中で、近年のハイテク機器用部品の生産技術やナノテクノロジー研究開発の進展にともない、ナノメータ位置制御の必要性はますます高まっている。また、これまでは高精度を得るために剛性を高めた大型装置を用いていたが、装置を小型にして装置変形の絶対量を減少させる手法が認識されつつある。これらのことから、高分解能かつ小型化に有利なピエゾ素子がますます重要となっており、高付加価値製品を生み出す製造・検査・解析機器には欠かせない存在となっている¹⁾。

ピエゾ素子に利用されているチタン酸バリウム

やチタン酸ジルコン酸鉛は、圧力を加えると電圧を発生する圧電機能をもっており、点火器やスピーカー・ヘッドホン・マイクロホンなどに使われている²⁾。反対にピエゾ素子は、電界を印加して圧電体を変形させる逆圧電効果を利用しており、高分解能を生かした微小駆動用アクチュエータとして利用されている。しかし、ストロークが数十 μ mと小さく、そのままでは使用用途は限られてしまっている。

ピエゾ素子を使った、ストロークを大きくする技術として、インパクトドライブモータがある^{3),4)}。これは、微小ステップずつの自走機構であり、ピエゾ素子の急速変形に伴う慣性力の反作用と摩擦との差異を利用することによって、微小距離の移動を得るものである。これは、簡単な機構で微小ステップ駆動することが可能なため、近年、多くの企業で研究開発が行われ、実用化したものも出てきている⁵⁾。

しかし、このタイプのモータは、一般的に推力が不足している。ピエゾ素子は発生応力が大きく、800N⁶⁾にも及ぶが、インパクトドライブモータに使

* 技術支援室 電気・電子技術担当

** (株)メステック

われているピエゾ素子は、多くは 1mm 以下の厚さで、なおかつ、摩擦ホールドしている軸をスライドしながら動作するもので、仕組み上、大きな推力を得ることができない。このことが、利用用途を限定する要因となっていて、普及の足かせとなっている。

そこで、ピエゾ素子の大きな発生力をダイレクトに推力とする、新しい機構のリニアモータを開発する。そして、高分解能かつ高推力により実用的な超精密位置決め用リニアモータとする。

2 実験方法

2.1 後退現象の測定

本リニアモータは、機構上、後退現象⁷⁾(進行方向に対して戻る)が出現する。試作1号機は 6 μ m の後退現象があったので、対策を行った試作2号機の後退現象を測定した。

試作2号機に 20Hz の矩形波電圧 (0V→150V) を入力し、その時の変位量を静電容量計により計測した。

2.2 推進速度の計測

試作3号機に 10Hz～100Hz の矩形波電圧 (0→150V) を入力した。各周波数における推進速度を、スケールとストップウォッチにより計測を行ない、「推進速度一周波数特性」グラフにプロットした。

2.3 推力・保持力の測定

試作2号機および3号機に 20Hz の矩形波電圧 (0V→150V) を入力した。その時の推力を、スプリングゲージにより計測した。また、保持力は無通電状態時にスプリングゲージで引張り、モータが保持できなくなった時にスプリングゲージが示している値を読み取った。

3 結果および考察

3.1 後退現象の測定

結果を図1に示す。理想的には階段状にならないが、1.3 μ m 程のわずかなへこみが

見受けられる。これが後退現象であるが、試作1号機の後退現象は 6 μ m であったため、試作2号機は対策による改善がみられる。なお、試作3号機は、静電容量センサが設置できない構造なので、試作2号機のみ計測を行った。試作2号機と試作3号機は同じセッティングとなっているので、試作3号機も同程度と考えられる。

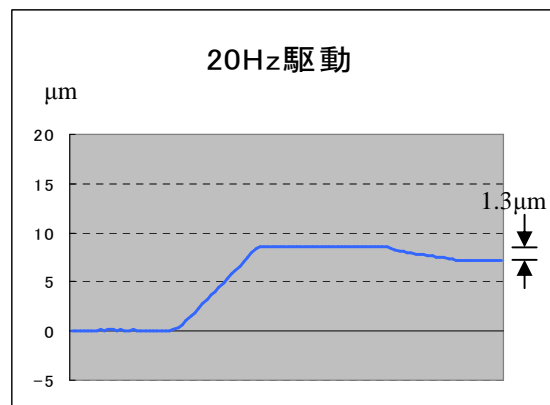


図1 後退現象

3.2 推進速度の計測

最高推進速度は、90Hz のとき 1.13mm/s となった。各周波数における推進速度を図2に示す。周波数に比例して推進速度も上昇しているが、100Hz 付近で頭打ちとなっている。これは、レールの剛性不足により、予圧を上げることができなかったため、保持力の低下をきたしスリップを起こしていたためだと考えられる。

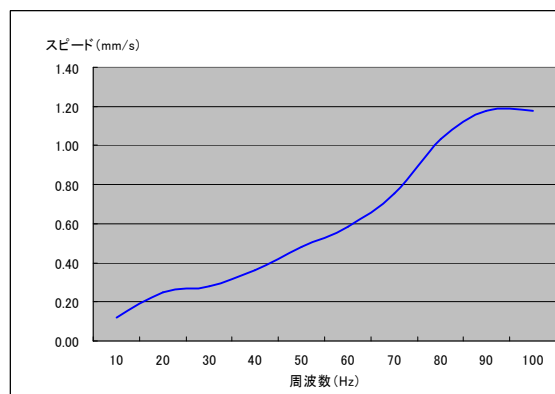


図2 推進速度一周波数曲線

3.3 推力・保持力の測定

試作2号機の推進力は 20N、保持力は 100N となった。試作3号機の推進力は 10N、保持力は

40N となった。試作3号機は、レール剛性の問題で予圧を上げることができなかつたので、このような結果になった。

推力・保持力は本リニアモータと進行レールとの摩擦に依存する。推力<保持力となっているのは、これらの摩擦力の違いによるものだと考えられる。

保持力は、静止状態なので、摩擦力は静止摩擦係数により計算される。一方、本リニアモータの推力は、図1の後退現象により、ホールド状態ではなく作動状態となってしまうため、動摩擦係数により計算される。一般に、動摩擦係数は静止摩擦係数と比較して50%以下になってしまうので、このような結果になったと考えられる。

4 まとめ

(1) 試作したリニアモータの性能結果

試作2号機

- ・ 推進速度 0.26mm/s
- ・ 推進力 20N
- ・ 保持力 100N

試作3号機

- ・ 推進速度 1.13mm/s
- ・ 推進力 10N
- ・ 保持力 40N

(2) 今後の展開

試作3号リニアモータは、機構上、ピエゾ素子の分解能と同等とすることができる。しかし、「分解能=位置決め精度」ではなく、用途によっては、「位置決め精度」を追求していく必要がある。位置決め精度を上げるためには、位置センサによるフィードバック制御が必須であり、その代表的なものは、リニアエンコーダである。リニアエンコーダは、分解能0.1mm以上の粗領域から1nm以下の超微細領域までの位置決め・測定に応用されている⁸⁾。今後は、リニアエンコーダを搭載しフィードバック制御を行い、位置決め精度の向上を検討していきたい。

また、試作3号機においては、コンパクト化を図るため、レールの新設計を行った。しかし、剛性面で試作2号機より劣るものとなってしまったため、推進力・保持力は性能ダウンとなってしまった。今後は、コンパクトかつ高剛性なレールを再設計し、試作2号機並の推進力・保持力として行きたい。推進速度においても、レールの剛性不足によるロスが発生していると思われるので、剛性UPにより、さらなるスピードアップを目指す。

参考文献

- 1) 実用 精密位置決め技術事典 編集委員会：実用 精密位置決め技術事典，株式会社産業技術サービスセンター，(2008)211
- 2) 通産資料調査会：実用新素材技術便覧，株式会社マイガイア，(1996)21
- 3) マイクロアクチュエータ研究会：ミクロをめざすニューアクチュエータ，株式会社工業調査会，(1994)49
- 4) (社)精密工学会 超精密位置決め専門委員会：実用 精密位置決め技術事典，株式会社フジテクノシステム，(2000)393
- 5) テクノハンズ株式会社，<http://www.technohands.co.jp/>，2011.3.22
- 6) 荻野重人，浅海暁：高分解能アクチュエータ用高剛性変位拡大機構の開発，埼玉県産業技術総合センター研究報告，7，(2009)96
- 7) 荻野重人：高分解能高推力リニアモータの開発，埼玉県産業技術総合センター研究報告，9，(2011)63
- 8) (社)精密工学会 超精密位置決め専門委員会：実用 精密位置決め技術事典，株式会社フジテクノシステム，(2000)413

ステンレス鋼の六価クロムフリー電解研磨技術の開発

出口貴久* 河西敏雄**¹ 三木虎連**²

Development of Sixivalent Chromate-Free Electrolytic Polishing Method of Stainless Steel

DEGUCHI Takahisa*, KASAI Toshio**¹, MIKI Koren**²

抄録

ステンレス鋼板のエチレングリコール系電解液を用いた電解研磨における陽極（研磨試料）と陰極の極間距離と電解槽内での配置、陰極面積に着目して検討を行った。その結果、陽極を電解槽の底部に研磨面を上面にして配置し、それに陽極の2倍以上の面積を持つ陰極を接近させて（例：1cm）対向させることにより顕著な効果（光沢度の向上）が得られた。そして、電解時間を調整することにより、ステンレス鋼SUS304板について鏡面光沢度Gs（60°）が500以上の高品位な表面を得た。

キーワード：電解研磨，ステンレス鋼，エチレングリコール，極間距離，陰極

1 はじめに

研磨方法として電解研磨を採用する理由としては、表面の清浄性に優れる、塑性変形を受けた変質層を除去できる、耐食性に優れる、線材や箔などに適用できる等¹⁾が多い。現在、工業的に電解研磨が採用されているのはオーステナイト系ステンレス鋼が多く、食品、医療、半導体産業等においてクリーンな表面が要求されるタンクや配管の研磨に適用されている。

従来、ステンレス鋼の電解研磨では、リン酸-硫酸系電解液¹⁾²⁾を使用することが一般的である。この系の電解液に含まれる硫酸は劇物であり、作業安全性において課題となっている。またステンレス鋼の場合、未使用液が安全な液組成であっても、ステンレス鋼に含まれるクロムに起因して電解研磨により六価クロムの生成が懸念³⁾され、この点にも考慮した液開発が望まれる。

そこで、著者らは安全面で優れると考えているエチレングリコール系電解液を用いたステンレス鋼の電解研磨技術の開発を進めている^{4) 5)}。この電解液は毒劇物を含んでいない。

前報⁴⁾では、液組成や電圧、液温度について検討した。今回、ステンレス鋼板の研磨を対象に陽極と陰極の極間距離と電解槽内での配置、陰極の面積に着目した。

2 実験方法

2.1 研磨試料

研磨試料は、厚さ 1mm のステンレス鋼 SUS304 板（2B 仕上げ）を帯状（15mm × 100mm）に切り出したものを用いた。そしてエタノール中で超音波洗浄後、図1に示すようにフッ素樹脂テープ（日東電工，ニフロン粘着テープ）でマスキングして研磨面積を 50mm × 15mm に調整した。

2.2 実験装置

電解研磨装置の構成を図2に示す。電源は直流電源（Metronix, Model MSV120A-5, 最大電流

* 技術支援室 機械技術担当

**¹ (株)河西研磨技術特別研究室

**² (有)中村金属工業

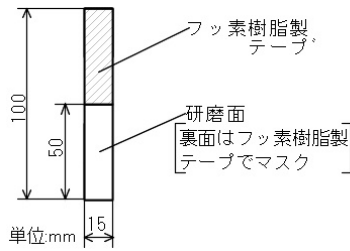


図1 研磨試料

5A) を用いた。電解槽はガラス製角形容器で外形寸法が 100mm×100mm×100mm (以下「小型槽」) と 200mm×200mm×200mm (以下「大型槽」) のものを用いた。

陽極(研磨試料)と陰極の配置方法は下記の2種類とした。なお、陰極はステンレス板(SUS304, 板厚 0.2mm)を用いた。

(a) 縦配置

陰極を電解槽の壁面(一面のみ)に沿わせて配置し、陽極を対向させる。この配置は前報⁴⁾と同様で図2の配置である。

(b) 横配置

陽極を電解槽の底部に研磨面を上面にして配置し、陰極を対向させる。この配置を図3に示す。

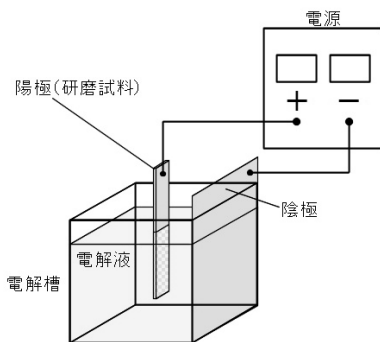


図2 電解研磨装置(陽極・陰極:縦配置)

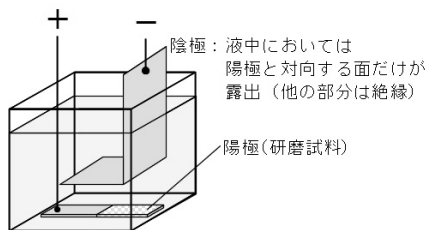


図3 陽極・陰極の配置(横配置)

2.3 電解液組成と電解条件

小型槽、大型槽それぞれで使用した電解液組成⁴⁾⁵⁾を表1に示す。どちらも各組成の濃度は同様に、液量が異なるだけである。

各実験の共通の電解条件として、極間電圧はピ

ット発生の可能性が小さい 10V とし、液温は 20℃で攪拌はしなかった。

表1 電解液組成⁴⁾⁵⁾

小型槽用	水 300mL 塩化ナトリウム 60g	エチレングリコール 300mL クエン酸一水和物 40g
大型槽用	水 1000mL 塩化ナトリウム 200g	エチレングリコール 1000mL クエン酸一水和物 132g

2.4 研磨面の評価

研磨面は鏡面光沢度(以下「光沢度」)により評価した。光沢度は光沢計(日本電色, VGS-300A)を使用し、鏡面光沢度測定方法(JIS Z 8741)に基づき測定角度 60°で研磨面の中央を4回測定し、平均値を算出した。

2.5 研磨目標

本研究では、ステンレス電解研磨における基本組成であるリン酸と硫酸だけからなる電解液を使用し、文献から得られる条件で電解研磨を行い、そのとき得られた光沢度を参考に目標値を設定した。その目標値は前報⁴⁾より光沢度 500 以上とした。

2.6 実験方法

2.6.1 極間距離の検討

小型槽を用いて陽極と陰極を縦配置し、極間距離を変えて定電圧 10V で 3 分間電解研磨を行い、その影響をみた。陽極位置は陰極から 22.5mm、45mm (槽の中央)、67.5mm、90mm (陰極の反対側壁面)の4ヵ所について検討した。なお、本実験で使用した陰極の面積は陽極の約7倍である。

2.6.2 陽極・陰極配置の検討

小型槽を用いて陽極と陰極を横配置し、極間距離を変えて定電圧 10V で 3 分間電解研磨を行った。陽極位置は陰極から 22.5mm、45mm の2ヵ所について行い、前項の縦配置の結果と比較した。なお、陰極面積は前項と同じ陽極の約7倍である。

2.6.3 陰極面積の検討

大型槽を用いて陽極と陰極を横配置し、面積比を変えて定電圧 10V で 3 分間電解研磨を行い、その影響をみた。陰極の形状は正方形で、面積は陽極の1倍、2倍、3倍、5倍、10倍、20倍とし

た。

2.6.4 電解時間の検討

大型槽を用いて定電圧 10V で電解時間を延ばして電解研磨を行い、目標の光沢度を目指した。電解時間を 3 分、6 分、9 分と変えて電解研磨実験を行った。

3 結果及び考察

3.1 極間距離の影響

各極間距離における 3 分間の電解研磨後の光沢度を図 4 に示す。

本実験の範囲では極間距離が短い程、光沢度が優れる結果となった。極間距離が 67.5mm、90mm では、研磨前の光沢度 151 より劣るが、本実験における一番短い極間距離である 22.5mm では、光沢度は 322 であり、大幅な光沢度の上昇がみられた。この結果からさらに極間距離を短くすれば、より大きな効果が期待できる。

一方、電解研磨中は陰極で気泡が発生している。陽極と陰極が縦配置の場合、両極の間で気泡が上昇し、それに起因する液流動も起こる。そして極間距離が短い程、気泡や液流が研磨面に強く作用してしまう。研磨面への物理的作用は研磨面品質に影響⁶⁾を与え、また気泡による液流動は方向や強さなどの制御が難しいので、不均一研磨面の原因となる。したがって、電解研磨中の液の動きの観察から、陽極と陰極が縦配置の場合、両極間の距離は本実験の数センチ程度が限界であると考えた。

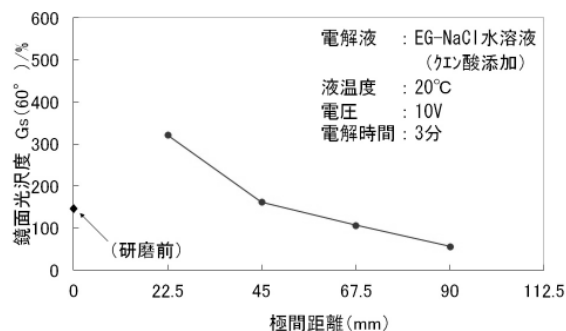


図 4 各極間距離における電解研磨後の光沢度

3.2 陽極・陰極配置の影響

陽極と陰極を横配置し、極間距離を 22.5mm、

45mm としたときの 3 分間の電解研磨後の光沢度を図 5 に示す。なお、図 5 のグラフには前項の縦配置の同極間距離の光沢度も示した。

極間距離 22.5mm では、横配置の光沢度は 271 で縦配置の 322 よりやや劣るが、45mm ではほぼ同程度の結果となった。また、縦配置では陽極で発生する気泡または電解生成物の研磨面上での動き（流れ）に起因すると考えられる筋状の様相がみられる場合があるが、横配置では皆無であった。均一性の点からは横配置が優れると言える。

さらに、横配置では陰極で発生する気泡は液面に向かって上昇する。その影響で液流動は生じることが陰極と液面の間で起こるものなので、陰極より下部にある陽極への作用は小さいと考えられる。そのため、横配置にすれば縦配置よりも極間距離を短くすることができると予想された。

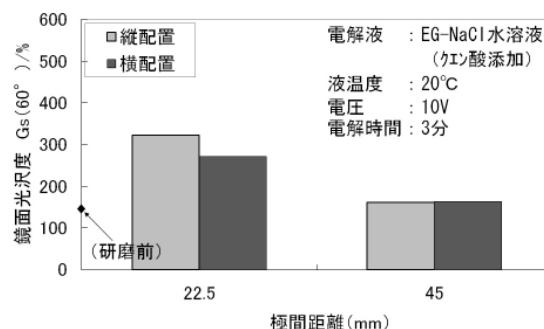


図 5 縦配置と横配置の光沢度の比較

3.3 陰極面積の影響

陽極と陰極を横配置し、極間距離を 10mm としたときの各陰極面積の 3 分間の電解研磨後の光沢度を図 6 に示す。陰極面積が大きい程、光沢度は優れる。ただし、陽極と陰極の面積比が 1:2 以上からは緩やかな上昇となった。

陰極面積を大きくするには、電解槽を大きくする必要があり、それにもなって液量も必要になる。そのため、陰極面積を制限なく大きくすることは効率的でない。そこで、本研究では陽極と陰極の面積比 1:5 のものを選択することにした。

また、図 6 のグラフには 3.2 項の横配置で極間距離 22.5mm、両極の面積比が約 1:7 の光沢度も示した。その光沢度は本実験の面積比が 1:3~1:5 の結果以下であり、このことから極間距離が

22.5mm より短い 10mm の方が優れ、極間距離近接の効果は大きいと言える。

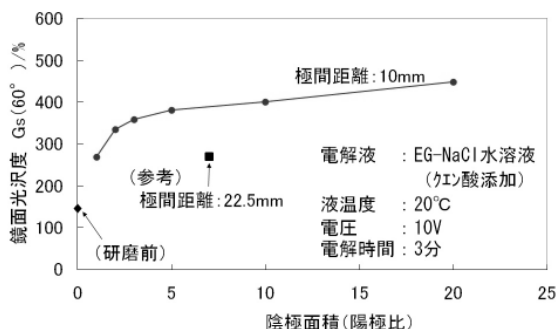


図6 各陰極面積における電解研磨後の光沢度

3.4 電解時間の検討結果

前項の陽極と陰極を横配置し、極間距離を 10mm、陰極面積を陽極の 5 倍とし、3 分間電解研磨した場合の光沢度は 381 であり、目標の光沢度には到達していなかった。

そこで、電解時間の延長を検討した。そのときの光沢度の変化を図7に示す。電解時間6分で光沢度は 561 と 500 以上となった。このときの研磨面を図8に示す。光沢度 500 以上については、前報⁴⁾でも達成しているが、液温度 40°C で 9 分間の電解研磨の結果であった。比較すると液温度 20°C に下げることができた上、時間も短縮している。

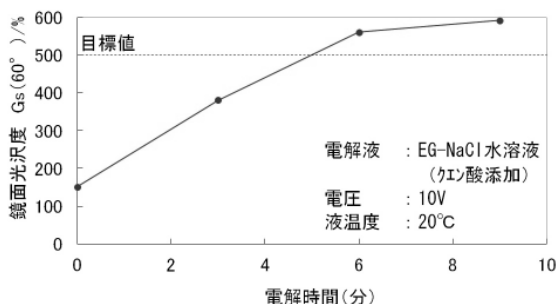


図7 光沢度の時間変化



図8 研磨面

4 まとめ

エチレングリコール系電解液を用いたステンレ

ス鋼 SUS304 板について、極間距離と電解槽内での配置、陰極面積に着目して検討を行った結果、以下に示すことが明らかになった。

(1) 陽極(研磨試料)と陰極を接近させると光沢度は上昇する。そして、その効果は非常に大きい。

(2) 陽極を電解槽の底部に研磨面を上面にして配置し、陰極を対向させれば、縦筋の出ない均一な光沢面が得られる。また、極間を接近させる上でも有利な配置である。

(3) 陰極面積は大きい方が良いが、それにともない大きな電解槽、大量の電解液が必要となる。陰極面積が陽極の 2~5 倍程度以上で効果が得られる。

(4) 上記の知見を適用し、ステンレス鋼 SUS304 板について光沢度 500 以上の高品位な表面を得た。

謝辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御指導いただきました近森邦夫氏に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 間宮, 山口, 渡辺: 化学研磨と電解研磨, 槇書店, (1997)102
- 2) 有村, 奥田, 山田: ステンレス鋼の鏡面電解研磨, 山口県工業技術センター研究報告, **8**, (1996) 12
- 3) 出口, 鈴木, 河西: 金属材料研磨とそのときの廃液組成について, 2009 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, 419
- 4) 出口, 河西: ステンレス鋼の六価クロムフリー電解研磨技術の開発ー毒劇物を用いないステンレス鋼の電解研磨, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **9**, (2011) 65
- 5) 出口, 河西: 毒劇物を用いないステンレス鋼の電解研磨, 2011 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, 705
- 6) 出口, 戸枝, 高橋, 許: チタン合金の電解研磨システムに関する研究, 埼玉県工業技術センター研究報告, **3**, (2001) 1

高温もろみ対応清酒酵母の開発

横堀正敏*¹ 南澤 賢*¹ 鈴木康修*¹ 増田こずえ*²

Development of Sake Yeast Corresponding High Temperature of Mash

YOKOBORI Masatoshi*¹, MINAMISAWA Ken*¹, SUZUKI Yasunori*¹, MASUDA Kozue*²

抄録

埼玉酵母8種（A01、BK2、C、D、E、F、YY、MR）より、高温時にアルコール耐性を示す株の取得を試みた。28℃においてアルコール15%以上の麴エキス培地では増殖が認められなかったが、10%ではBK2、D、YYが増殖した。そこから分離した株より、15%アルコールで28℃1日処理後の死滅率の小さい株を選抜し、28℃や22℃の高温での小仕込み試験を実施した。高温でも死滅率やアミノ酸度が抑えられるなど、可能性のある株が得られた。高温では雑味や異臭なども強く認められた。雑菌による汚染や並行複発酵のアンバランスなどに対応するため、仕込み方法等にも工夫が必要と考えられた。

キーワード：清酒酵母，アルコール耐性

1 はじめに

従来、清酒は、杜氏率いる蔵人集団により、冬季に集中して製造されてきた。しかし高齢化等によりその後継者は減少し、経営者や地元社員による製造を行う酒造会社が増えてきた。

通年雇用の地元社員による製造を行う場合、冬季に集中した製造では年間で作業量に極端な差が生じ、非効率的である。そこで温暖な時期にも製造するようになってきたが、従来の寒冷な時期での製造とは発酵の様子などが異なり、製造管理等に苦慮している酒造業者もある。

寒冷時の仕込では、もろみ末期の品温を下げ、ゆっくり熟成させることができる。しかし温暖時にはもろみの品温を下げるのが困難で、高温時に高濃度のアルコールにさらされた酵母の死滅により酒質が劣化したり、熟成を待たずに若過ぎるもろみを上槽したりすることになる。高温時にア

ルコール耐性の強い酵母であれば、温暖時でももろみを熟成させることが可能で、より高品質の清酒を製造することが期待できる。

本研究では、高温時にアルコール耐性を示す株を選抜し、清酒製造に利用することを目的とする。

2 実験方法

2.1 供試酵母

埼玉酵母 8 種（A01、BK2、C、D、E、F、YY、MR）を使用した。

2.2 アルコール含有培地

麴エキス培地¹⁾90 容に対しエタノール 10 容を加えたものを 10%アルコール含有培地、同じく 85 容と 15 容で 15%アルコール含有培地、80 容と 20 容で 20%アルコール含有培地とした。

2.3 振とう培養試験

アルコール含有培地に酵母を接種し、バイオフオートレコーダーTN-2612（アドバンテック）で 28℃、20rpm で振とう培養し、1 時間毎に吸光度を測定した。

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*² 事業化支援室 製品開発支援担当

2.4 静置培養試験

アルコール含有培地に酵母を接種後、28℃で静置培養し、目視で増殖を確認した。

2.5 高温アルコール耐性株の選抜

麴エキスでの酵母培養液に、アルコール含有培地と同様の比率でエタノールを加え、28℃で1日あるいは1週間静置後、上澄みを捨て、メチレンブルー染色法²⁾により死滅率を測定した。

2.6 小仕込み試験

総米 55g の小仕込み試験を既報³⁾と同様に実施した。品温は通常 15℃だが、高温もろみとしては 28℃あるいは 22℃に設定した。発酵期間は通常 2週間だが、高温もろみでは 1週間とした試験も行った。

総米 1kg の小仕込み試験は、酒母に乾燥麴 22g 汲水 105mL 乳酸 0.6mL、初添に蒸米 160g 乾燥麴 56g 汲水 340mL 乳酸 0.4mL、初添に蒸米 610g 乾燥麴 120g 汲水 935mL という二段のアンプル仕込みを行った。最高品温は通常 15℃だが、高温もろみとしては 22℃に設定した。もろみの日本酒度が+に転じたところで、酒袋によるろ過で上槽とした。

アルコール分は簡易アルコール分析器アルコメイト（理研計器）により、あるいは常法⁴⁾に準じて測定した。日本酒度は常法⁴⁾に準じて測定、あるいはデジタル糖度計 PR-101（アタゴ）により測定した Brix とアルコール分よりあまからキット（ウッドソン）で算出した。酸度、アミノ酸度、酵母密度は常法⁴⁾に準じて測定した。

3 結果及び考察

3.1 アルコール含有培地での培養試験

3.1.1 振とう培養試験

28℃において 10%アルコール含有培地で振とう培養試験を行った。結果の例を図 1 に示す。株により増殖性に差が見られた。

試験終了後、麴エキス平板培地上に単独コロニーを形成させて生菌数を測定し、アルコール耐性が期待できる株を取得した（表 1）。

取得した株について、28℃において 20%アル

コール含有培地で振とう培養試験を行ったが、どれも増殖は認められなかった。

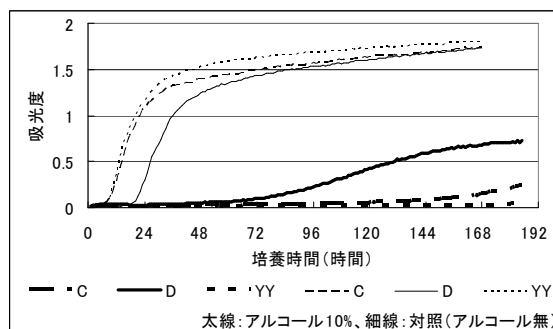


図 1 10%アルコール含有培地での増殖性の例 (埼玉 C 酵母、埼玉 D 酵母、埼玉 YY 酵母)

表 1 10%アルコール含有培地での増殖後酵母数

親株	培養終了時酵母密度(／mL)	取得株
A01	2.0×10^0	1
BK2	1.0×10^4	12
C	5.9×10^5	12
D	5.7×10^6	12
E	4.0×10^0	2
F	1.5×10^2	11
YY	7.5×10^4	11
MR	9.1×10^4	11

3.1.2 静置培養試験

表 1 の株について、15%および 20%アルコール含有培地で 28℃において静置培養試験を行ったが、増殖は認められなかった。

3.1.3 繰り返し振とう培養試験

3.1.1 の 10%アルコール含有培地での培養液を植継ぎ、10%アルコール含有培地での振とう培養試験を繰り返した。埼玉 D 酵母についての結果を図 2 に示す。最終的に BK2、D、YY の 3 種のみ増殖し、高温時アルコール耐性株が得られた。それぞれを BA、DA、YA とする。

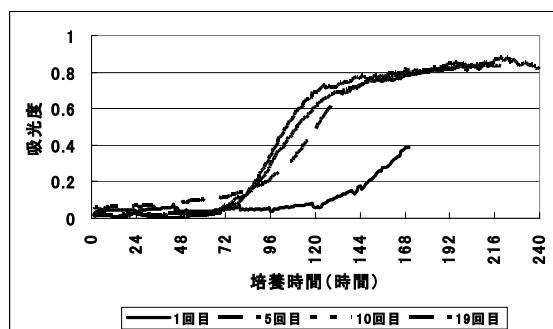


図 2 10%アルコール含有培地での増殖試験例 (埼玉 D 酵母)

3.2 高温時アルコール耐性株の選抜

3.2.1 選抜方法の検討

BA、DA、YA とその親株 BK2、D、YY について、高温時アルコール耐性を判定するため、処理アルコール濃度と処理時間について検討した(図3)。処理アルコール濃度は、10%や20%では差が小さいため、15%が適当であり、処理時間は、1週間では死滅率が大きく差が小さいので、1日が適当であると考えられた。

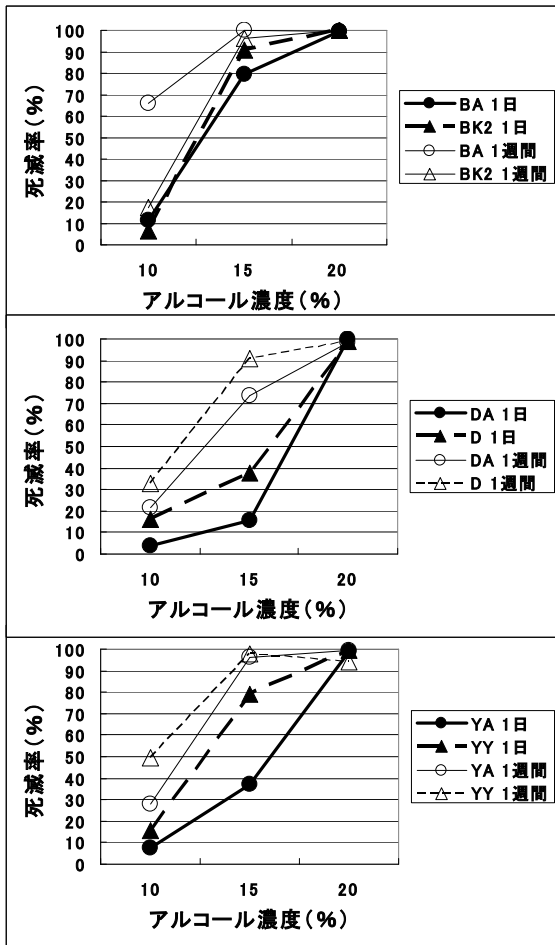


図3 高温時アルコール耐性株選抜方法の検討

3.2.2 高温時アルコール耐性株の選抜

BA、DA、YA より麹エキス平板培地上に単独コロニーを形成させ、それぞれ12株を取得し、15%アルコールで28℃において1日処理し、死滅率を測定した(図4)。ほとんどがDの変異株となったが、死滅率がおよそ20%以下の12株を選抜した。

3.3 小仕込み試験

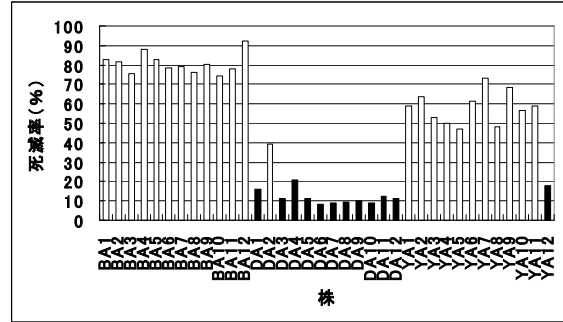


図4 高温時アルコール耐性株の選抜

選抜した12株について、15℃および28℃において総米55gの小仕込み試験を行った。炭酸ガス減量の経過の一例を図5に示す。炭酸ガス減量は株により大差なく、28℃では1週間で15℃2週間の値を超えていたので、以後高温もろみでは発酵期間を1週間とした。

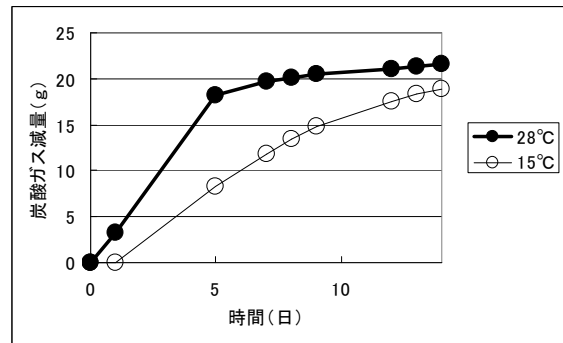


図5 55g小仕込み試験の炭酸ガス減量経過例 (DA5株)

28℃1週間の総米55g小仕込み試験の結果、アルコール分や日本酒度が大きく、酸度、アミノ酸度、粕歩合、死滅率の小さな3株を選抜した(表2)。

表2 55g小仕込み試験結果で選抜した3株

株	DA5	DA10	YA12
アルコール分	17.1	16.75	16.5
日本酒度	+10.5	+10.5	+9
酸度	4.0	4.1	3.7
アミノ酸度	2.8	3.1	3.6
粕歩合 (%)	96.8	96.2	97.5
死滅率 (%)	63.1	66.2	45.2

表2の3株を55gの小仕込み試験で親株と比較した(表3、対照:埼玉E酵母)。28℃では官能的に酒質が非常に悪かったので、高温時の品温は22℃とした。若干の差異はあるが、酒質も含め、

親株との顕著な差は見られなかった。

表3 55g小仕込み試験結果
(1) 品温 22°C

株	D	DA5	DA10	YY	YA12	E
アルコール分	17.2	16.9	17.1	17.3	17.1	17.7
日本酒度	-1.8	-0.5	-2.2	-2.2	-2.5	-0.7
酸度	3.3	3.6	3.5	2.8	3.8	3.0
アミノ酸度	1.6	1.6	1.5	1.7	1.7	1.9
粕歩合(%)	118.3	120.0	117.8	114.5	119.3	112.7

(2) 品温 15°C

株	D	DA5	DA10	YY	YA12	E
アルコール分	17.9	17.4	18.1	18.2	18.0	17.8
日本酒度	-2	+1.5	-2.5	+0.5	-2.5	-0.7
酸度	2.4	3.5	3.1	3.1	3.2	2.3
アミノ酸度	1.5	1.3	1.2	1.7	1.5	2.1
粕歩合(%)	96.4	115.2	99.7	102.8	100.4	110.7

同じ D からの 2 株は同様の傾向であるので、比較的切れの悪かった DA10 を外し、残りの 5 株で総米 1kg の小仕込み試験を同様に行った。もろみ経過を図 6 に示す。これは二段仕込みなので、第 0 日は踊りにあたる。高温でのアルコール分、日本酒度、酵母密度は、DA5 は親株と大差なく、YA12 は親株より向上した。酸度や死滅率はばらつきが大きく、はっきりした傾向は見られなかった。

製成酒の成分等を表 4 に示す。DA5 は特にアルコールの生成が悪かったが、YA12 は対照に近く、酸度も低く抑えられた。

表4 1kg小仕込み試験結果
(1) 品温 22°C

株	D	DA5	YY	YA12	E
アルコール分	14.3	11.6	13.7	14.3	14.6
日本酒度	+7.5	+10	+8.5	+15.5	+16
酸度	3.0	2.9	3.5	2.8	3.5
アミノ酸度	1.5	1.3	1.7	1.7	1.7
粕歩合(%)	142.8	145.3	118.5	130.2	106.5
もろみ日数(日)	8	8	10	8	8

(2) 品温 15°C

株	D	DA5	YY	YA12	E
アルコール分	13.9	13.8	14.2	14.65	15.95
日本酒度	+3.5	+1	+1	+7.5	+5.5
酸度	4.1	4.2	3.7	3.3	2.5
アミノ酸度	1.3	1.3	1.6	1.4	1.1
粕歩合(%)	98.8	97.4	106.9	94.4	105.4
もろみ日数(日)	16	16	14	13	10

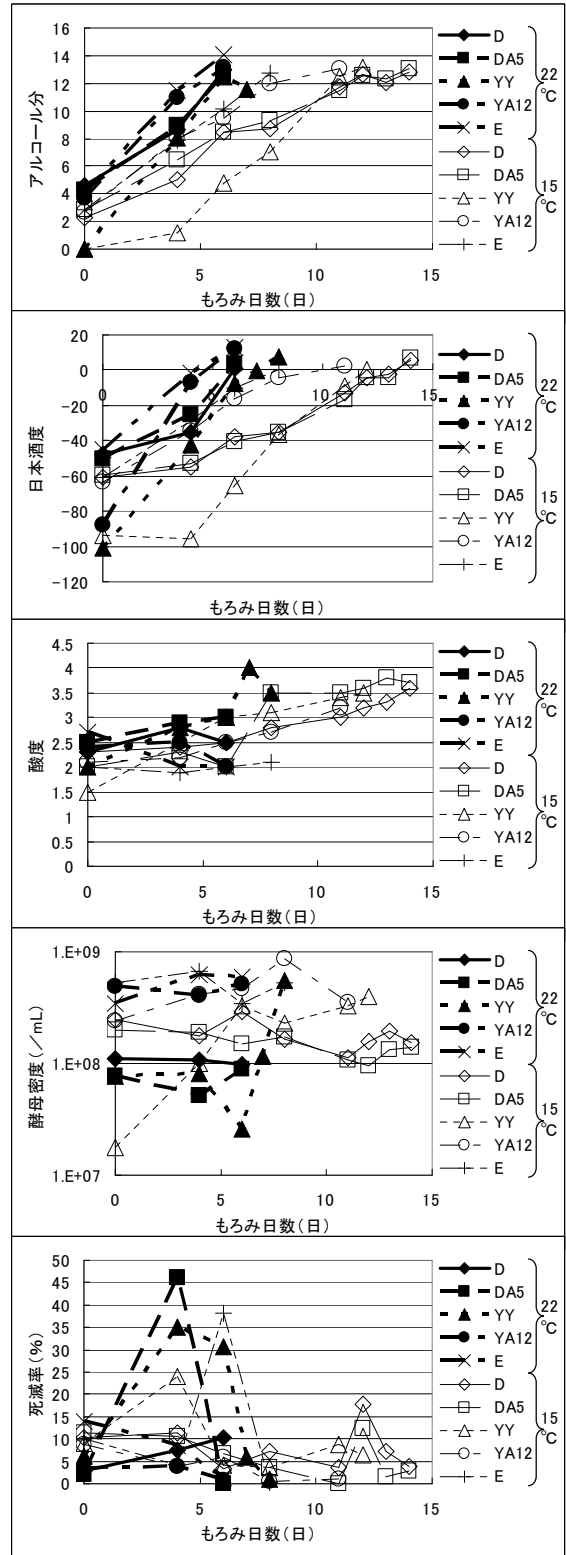


図6 1kg小仕込み試験のもろみ経過

今回の試験では、D が泡有り酵母でもあり、特に発酵が旺盛で、高温で高泡時にもろみが増えたものもあった。また全体として、高温もろみの製成酒は酒質に難があり、異臭や雑味が強く感じられた。通常の小仕込みでも酸が多いなどの特徴が

現れるが、高温ではそれが顕著になった。高温では雑菌による汚染などの危険性も増し、また酵母の増殖や発酵が速すぎて並行複発酵のバランスが崩れやすいと思われるので、仕込み方法等にも何らかの対策が必要と考えられる。

4 まとめ

埼玉酵母 8 種 (A01、BK2、C、D、E、F、YY、MR) より、28℃において 10%アルコール含有培地で増殖する株を得、15%アルコール 28℃1 日処理後の死滅率により高温時アルコール耐性株を選抜し、28℃や 22℃の高温での小仕込み試験を実施した。死滅率や成分的には可能性のある株もあった。高温では雑菌による汚染や、急速な酵母の増殖による並行複発酵バランスの崩れなどに対して、仕込み方法等に何らかの対応を講じる必要性があると考えられた。

参考文献

- 1) 横堀正敏, 高橋友哉, 増田こずえ, 阿部知子 : 清酒酵母の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **8**, (2010)45
- 2) 増補改訂 清酒製造技術, 財団法人 日本醸造協会, (2009)308
- 3) 横堀正敏, 鶴藺大, 渡辺泰成, 増田こずえ : 微生物利用技術に関する研究—新規酵母の分離と食品への応用—, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **5**, (2007)107
- 4) 国税庁所定分析法 (訓令) , <http://www.nta.go.jp/shiraberu/zeiho-kaishaku/tsutatsu/kobetsu/sonota/070622/01.htm>, 2012.3.21

油菓子保存試験の促進評価方法の確立

成澤朋之*¹ 小島登貴子*¹ 村田一英*²

Study on Promotion Evaluation Test Method with fried Rice Craker

NARISAWA Tomoyuki* , KOJIMA Tokiko* , MURATA Kazuhide*²

抄録

油菓子（揚げせんべい）の賞味期限を設定するために行う保存試験（理化学試験）を短期間で行う加速試験方法を検討した。水分率変化は包材の透湿度から推定可能で、過酸化物の増加は保存時の温度、酸素濃度を上げることにより加速できた。遊離脂肪酸については、保存時の温度を上げることにより加速することが分かったが、通常の保存では特に問題とならないことが認められた。

キーワード：油菓子，保存試験，加速試験，理化学試験

1 はじめに

油菓子に分類される揚げせんべいの賞味期限は国内流通が主であるため、比較的短くても問題がなかった。しかし、少子化や景気低迷による国内売り上げの減少により、輸出を考える企業もでてきている。また、国内流通においても消費者の安心・安全志向の高まりや資源の有効利用の観点から、賞味期限の長期化が望まれている。賞味期限は、主に製造業者が実際に保存試験を行い、官能試験や理化学試験、微生物試験を実施し、その結果に基づき科学的・合理的に設定をするため、長期間を要する¹⁾。そこで、使用する包装材料などの包装方法から賞味期限が推定できるような加速試験の確立が望まれている。本報告では、油菓子に特有な理化学試験（水分率、過酸化物価、酸価）の加速試験方法について検討した。

油菓子：油脂分を粗脂肪として10wt%以上含む菓子類、揚げせんべいもそのひとつ。

2 実験方法

2.1 水分率の加速試験

揚げせんべいの水分率は品質に大きな影響を及ぼす。水分率の増加は包材の透湿度が関与しており、包材の一般的な透湿度の値から包装時の値を推測できれば水分率増加の予測が可能となる。一般的に揚げせんべいでよく使用されている包材の透湿度²⁾と、その包材を使用した包装状態の揚げせんべいを保存したときの透湿度試験を行い、関連を調べた。

試験試料：

試料A	包材 OPP フィルム 24 μ m 揚げせんべい 約10g/枚 初期水分率 約5%
試料B	包材 OPP フィルム 27 μ m 揚げせんべい 約13g/枚 初期水分率 約4.5%

水分率試験：常圧加熱乾燥法(135℃ 60min)³⁾

フィルム透湿度試験：JISZ0208（防湿包装材料の透湿度試験・カップ法に準拠）

包装状態の透湿度試験：恒温、恒湿装置に保存し、重量変化と包装面積から測定した。

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*² 北部研究所 技術支援交流室

2.2 過酸化促進試験

油脂類の過酸化及び遊離脂肪酸量は健康被害の原因となり、油菓子中の過酸化物の量（過酸化物価：POV）は厚生労働省指導要領（1977年環食第248号）で規制されている⁴⁾。保存中の過酸化物の増加は温度、酸素濃度や試料水分率が大きく影響すると考えられる⁵⁾。保存雰囲気中の酸素濃度や温度を上げた促進保存試験を行い、生成した過酸化物を測定し、実際の保存試験結果との関連を調べた。

試験試料：試料B（水分率試験試料と同じ）

促進試験：酸素を充填した5Lアルミラミネートバッグ(130 μ m厚)中に試料3個を入れ、加熱保存を行った。

油脂の抽出：ジエチルエーテル法^{4),5)}

過酸化物価（POV）の測定：

酢酸-イソオクタン法^{4),5)}

カルボニル価の測定：

n-ブタノール法^{4),5)}

2.3 遊離脂肪酸加速試験

遊離脂肪酸量（酸価：AV）の増加は試料の水分率と保存温度に起因していると考えられる。試料の水分率が通常の範囲内では保存温度の上昇で促進されると考えられる。試料の過度の乾燥を抑えるためアルミラミネートバッグに入れ高温保存を行い実際の保存試験結果との関連を調べた。

油脂の抽出：ジエチルエーテル法

酸価の測定：滴定法^{4),5)}

2.4 保存試験

通常せんべいの保存試験条件で行い、約30日ごとに保存試料の試験（水分率、POV、AV）を実施した。

試験試料：試料B

温度：25 $^{\circ}$ C 湿度：無調整

3 結果と考察

3.1 水分率の加速試験

包材の透湿度は外気条件等が一定であれば透湿度も一定になることが知られている。包装状態の試料A、Bの透湿度を測定した結果を図1に示す。

透湿度は各温度における相対湿度90%の透湿度を対数値で示したものである。

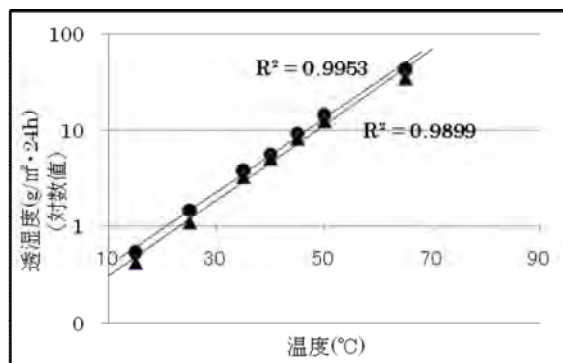


図1 包装状態の揚げせんべいの透湿度

●試料A ▲試料B

温度と透湿度は良好な直線関係が成り立つ。また試料Aを相対湿度90%で温度を変化させて保存しときの透湿度、及び温度40 $^{\circ}$ Cで相対湿度を変化させたときの透湿度を測定した結果を図2に示す。

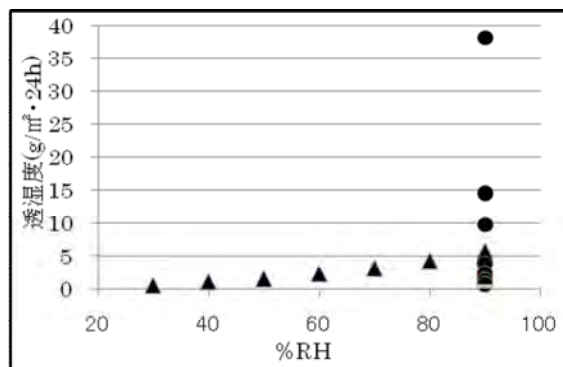


図2 温度・湿度を変化させたときの透湿度変化

●温度15~65 $^{\circ}$ C 湿度90%

▲温度40 $^{\circ}$ C 湿度25~90%

温度を一定で相対湿度を変化させた場合の透湿度の変化は気体の拡散に関するFickの法則と同様に比例関係がほぼ成り立つ。ある温度・湿度での透湿度測定結果から、任意の温度・湿度における透湿度の計算値と実測値を表1に示す。計算値（予測値）と実測値の良い一致が確認できた。

表1 各温度・湿度における透湿度の予測と実測(試料A)

温湿度条件	透湿度(g/m ² ·24h)	
	計算値	実測値
30 $^{\circ}$ C-60%	1.10	1.08
30 $^{\circ}$ C-70%	1.53	1.45
30 $^{\circ}$ C-80%	1.75	1.73
23 $^{\circ}$ C-50%	0.40	0.41
18 $^{\circ}$ C-45%	0.18	0.19

一般的な透湿度 (JISZ0208) の値は外気条件が 40℃・90% で内部相対湿度は 0% である、包装状態では揚げせんべいが持っている内部湿度があり、その分だけ透湿度の低下がある。内部湿度は通常の透湿度試験 (JISZ0208) と包装状態の透湿度を比較することにより測定できる。またその温度における水分活性 (aw) を測定することでも知ることができた。試料 A の揚げせんべいの場合 25℃ で 23%、40℃ で 30%、50℃ で 35%、80℃ で 37% 程度となった。また同一温度では水分率によって変化した。(図 3)

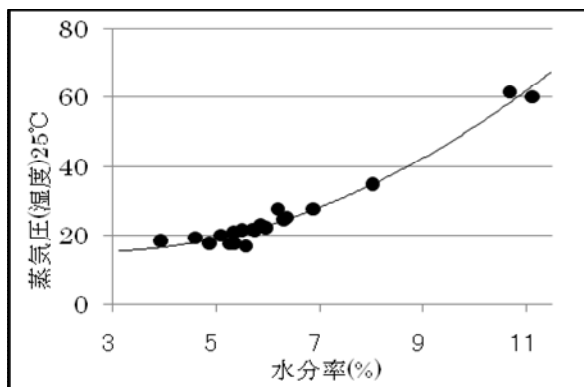


図 3 揚げせんべいの水分率と蒸気圧 (湿度)

以上の結果をもとに予測した値と実際の保存試験との比較を行った結果を表 2 に示す。実際の保存試験の条件は図 4 に示すとおりである。

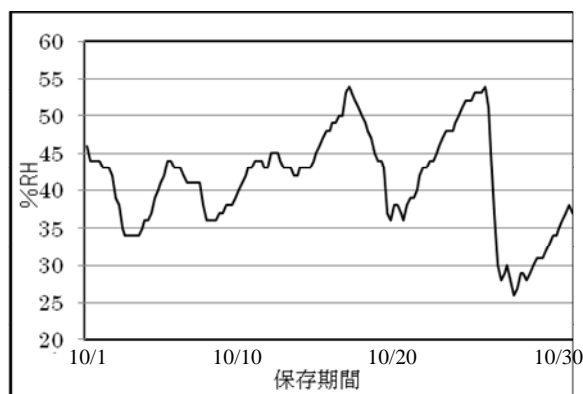


図 4 保存試験の湿度変化
保存期間 平成23年10月1~31日
温度 25℃ 湿度 無調整
保存期間中の平均湿度41%
最大湿度54% 最小湿度25%

表 2 の①は 1 か月間の湿度の平均値と初期の透湿度から水分増加を予測したものである。②は 1 か月を 6 分割しその平均湿度と水分増加を考慮した透湿度から予測した。

透湿による水分率増加を考慮した場合、より実際の値に近い結果となった。

表 2 水分率の予測と保存試験 (試料 A)

	初期水分率 (%)	水分増加 (%)	最終水分率 (%)
① 1 か月平均予想値	5.4	0.3033	8.2
② 5 日×6 回分割予想		0.2767	8.0
③ 実際の保存試験結果		0.2187	7.9

3.2 過酸化価促進試験

保存雰囲気酸素濃度を 0~100% に変化させて保存したときの過酸化価増加は酸素濃度と比例関係を示した。(図 5)

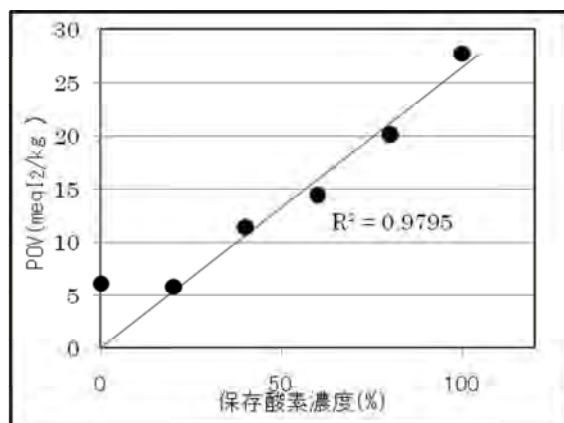


図 5 保存時の酸素濃度と過酸化価増加

POV値は各酸素濃度で、70℃、5日間保存後の値
また酸素 100% 中、温度 50~80℃ で保存した揚げせんべいの過酸化価 (POV) が規制値の POV=30 に達する時間は表 3 のとおりとなった。

高温、高濃度酸素気流下での保存は過酸化価増加の促進試験に利用できる可能性がある。

表 3 保存温度と過酸化価増加

温度 (℃)	50	60	70	80
POV=30 に達する日数(酸素 100% 気流下)	15.4	7.8	4.7	3.6

表 3 のデータから推測される酸素 100% 中 25℃ での POV=30 に達する日数は 47 日程度と推測されるが、実測値では 137 日間経過が必要であり、

予測される過酸化値の値は実際の値より小さかった。その理由としては生じた過酸化物が更に反応したものと考えられる。このことは、過酸化物の反応生成物が反応した結果増加するカルボニル値の測定値が温度が低いほど高かったことから裏付けられる。実際の保存試験への加速率は、今回の試験データだけでははっきりしないが、比較試験の加速法としては応用できると考えられる。

3.3 遊離脂肪酸（酸価）加速試験

試料Bによる保存温度と遊離脂肪酸量（酸価：AV）の増加の関連を図6に示す。

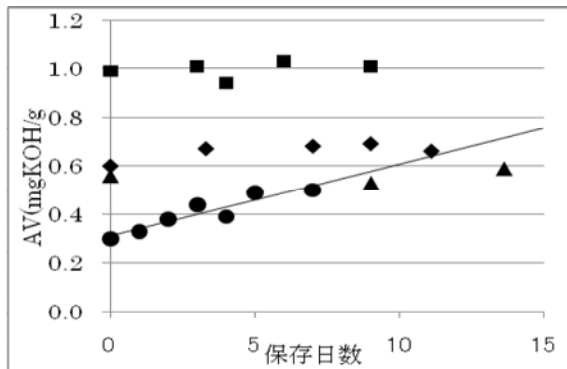


図6 保存温度と遊離脂肪酸の増加

▲50°C ◆60°C ■70°C ●80°C

通常的水分率付近では80°C保存で促進が確認された。実際の保存試験での遊離脂肪酸の増加は図7に示すとおりで、温度、水分率が比較的低い場合の増加は緩やかであり、あまり問題とならないと考えられる。80°C保存試験による結果と比較すると約32倍加速される結果となった。遊離脂肪酸量に大きく影響するのは製造時と考えられるため、製造時における油脂の管理を徹底することが重要であると考えられる。

3.4 保存試験

保存試験の結果を図7に示す。遊離脂肪酸は緩やかに直線上に増加し、水分率は温度・湿度の高くなる5月～9月に大きく増加している。過酸化物はラジカル反応であることが知られており、揚げせんべいの場合POV=15前後までは比較的緩やかに増加し、その後急激に増加する。

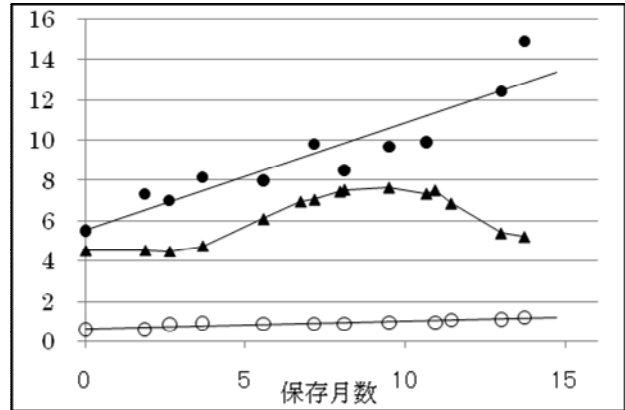


図7 保存試験の結果（試料B）

保存期間2011/12/22～

●POV(meqI2/kg) ▲水分率(%)

○AV(mgKOH/g)

4 まとめ

揚げせんべいの保存試験に特有な理化学試験の水分率変化や過酸化物、遊離脂肪酸の増加に関する促進試験を検討した結果、以下のことが分かった。

- (1) 水分率の変化は、包材および包装状態の透湿度をいくつかの条件で測定することにより、任意の保存条件での透湿度が推定でき、水分率の変化が予測可能であることが分かった。
- (2) 過酸化物の増加は保存温度が高いと促進された。また、保存時の酸素濃度に比例して促進した。しかし、生じた過酸化物が加水分解等により分解するため、実際の保存結果との対比は誤差が生じた。
- (3) 遊離脂肪酸の増加は通常的水分率範囲においては保存温度80°Cで加速された。しかし、通常的水分率での増加は緩やかであり、製造時に適正な管理をすることにより一般的には問題にならないと考えられる。

参考文献

- 1)米谷民雄:食品の期限表示設定のためのガイドライン食衛誌, Vol. 46, No. 3, J-198~202(2005)
- 2)JISZ0208 防湿包装材料の透湿度試験方法-カップ法-
- 3)(社)日本食品衛生協会:食品衛生検査指針 理化学編(2005)

- 4)厚生労働省：厚生労働省菓子指導要領, 環食第
248号, 1977 年11 月16 日
- 5)市川和昭：油脂劣化とその分析評価,名古屋文
理大学紀要,第9号(2009)

ベクトルネットワークアナライザを用いたマイクロ波帯域測定における誤差要因 低減に関する調査

内藤丈資*¹ 本多春樹*¹ 戸枝保*²

Study on the Reduction of Error Factor in Microwave Band Measurement using a Vector Network Analyzer

NAITO Takeshi*¹, HONDA Haruki*¹, TOEDA Tamotsu*²

抄録

ベクトルネットワークアナライザ (VNA) による高周波測定において、機械的なセッティングの変化が測定結果にどのように影響するかを調査した。保有するテストポートケーブルについて、アダプタを被測定対象物 (DUT) として接続し、ケーブルの物理的な湾曲状態の変化が反射特性と伝送特性の測定値にどの程度影響するかを調査した結果、各種テストポートケーブルの湾曲状態の変化が測定値に及ぼす影響を把握できた。また、高周波プローブを使用する測定において、その接触状態が測定値にどの程度影響するかについても調査し、影響を把握することができた。

キーワード：ベクトルネットワークアナライザ，テストポートケーブル，プローブ，誤差

1 はじめに

一般に、VNAによる高周波測定では、ケーブルの湾曲状態¹⁾、コネクタの締め付けトルク²⁾及びプローブの接触状態等の測定システムの機械的なセッティングの変化が測定結果に大きく影響するので、確度及び再現性の低下が課題となる。当センターでは平成21年度にVNAと周辺機器によるマイクロ波ネットワークアナライザ測定システムを導入した。このシステムを使用するうえで機械的なセッティングの変化による測定結果への影響について測定精度の向上及び測定の再現性の向上による効率化を目的に本調査を実施した。

コネクタの締め付けトルクについては、トルクレンチで管理していることから影響は小さいと考え、調査対象は、すべての接続において必要とな

るケーブルの湾曲状態の変化並びにプローブの接触状態の変化の影響についてとした。

2 調査方法

ケーブルやプローブの特性は、本来キャリブレーションで補正され、測定結果に影響を与えないものであるが、キャリブレーション後に特性が変化すると、変化分が測定データに加わり誤差となる。

本調査では、まずこの「変化分」の最大値を求める。ケーブルやプローブの「変化分」は、仮のDUTの測定値の変化として測定される。次に、この「変化分」が実際のDUTの測定結果に及ぼす影響について評価する。

本調査で使用した機材を表1及び表2に示す。なお、VNAは共通してAgilent Technologies製PNA-X N5244Aを使用する。

*¹ 技術支援室 電気・電子技術担当

*² 技術支援室

表1 ケーブル接続に使用した機材

機材名	N コネクタケーブルの測定	3.5mm コネクタケーブルの測定	2.92mm コネクタケーブルの測定
ケーブル	85135F	85134F	85133F
DUT	N 型アダプタ 85032-60020	3.5mm アダプタ 1250-1749 83059A	2.92mm CalKit 付属アダプタ (Maury Microwave)
接続アダプタ等	APC7-N 同軸アダプタ 11524A		2.4mm-2.92mm アダプタセット 11904S

() 表記はメーカー名、無記入は Agilent Technologies

表2 プローブ測定に使用した機材

機材名	型番等
プローブステーション	M150 マニュアルステーション
接続ケーブル	2.92mm フレキシブルケーブル (潤工社)
DUT	校正基板 106-682
プローブ	APC40-GSG

() 表記はメーカー名、無記入は CASCADE MICROTECH

測定は、フル2ポート校正を行った後、プラグ-ジャックアダプタまたは校正基板のスルーパターンを DUT として、ケーブルの状態またはプローブの接触状態を変化させて S11 及び S21 パラメータを取得する。

機器の設定を表3に示す。

表3 測定器設定

設定項目	N コネクタケーブルの測定	3.5mm コネクタケーブルの測定	2.92mm コネクタケーブルの測定	プローブの測定
スタート周波数 [GHz]	0.01	0.01	0.01	0.01
ストップ周波数 [GHz]	18	26.5	40	43.5
測定ポイント数	101	101	101	201
測定パワー [dBm]	0	0	0	-5
IFBW [Hz]	10	10	10	100

2.1 ケーブルの湾曲状態

一般に VNA テストポートケーブルは、無理に曲げ伸ばしせず、ケーブルに適した湾曲状態で使用し、測定中は静置して極力変化させないことが推奨されている。しかし、実際は、キャリブレーション時並びに DUT との接続時において必ず移動が発生し状態が変化してしまう。本調査では、ケーブルの湾曲状態の変化が測定結果に及ぼす影響について、ケーブルの移動前後の測定値の変化量のデータを取得する。

データの取得は、まず、VNA のテストポート前に設置した作業机上で、最もケーブルにストレスがかかっていない DUT の位置を原点とする。そして、実際の測定における移動を想定し、VNA フロントパネル正面の机上平面内で、DUT をパネルと垂直に遠近方向 (Y 方向) またはパネルと平行に左右方向 (X 方向) に往復移動させ変化を調べる。(図1)

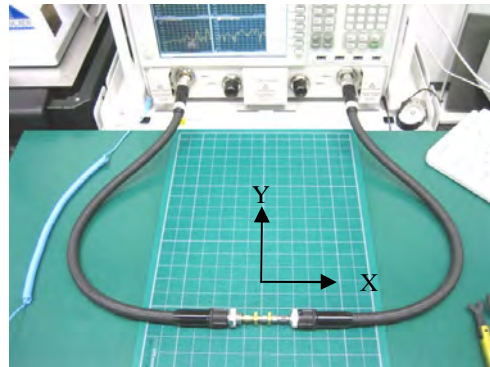


図1 ケーブル湾曲状態の変化測定

データは、各トレースの計測値とその次のトレースの計測値との差を1回の移動による変化量として取得し、10回の移動に対して、その最大値を求める。本調査では3種類のケーブルについての変化量を10回取得するため、次の各状態で11トレースを測定し、直前の計測値との差を求めた。

- ①DUT を静置した状態。
 - ②DUT の位置を Y 方向に 1cm の幅で往復移動。
 - ③DUT の位置を Y 方向に 2cm の幅で往復移動。
 - ④DUT の位置を X 方向に 1cm の幅で往復移動。
- ②～④では1動作 (+方向または-方向) ごとに計測した。また、②については DUT を 1 往復させた前後の同じ位置における差も求め、データが元に戻るかについて調べた。

2.2 プローブの接触状態

プローブステーションで使用する高周波プローブ

ブは、プローブの先端部分が傾いて保持されているため、プローブが接触した状態から基板に向かって垂直にさらに押しさげる（オーバードライブ）ことにより、プローブ先端が基板のパッド上を水平方向にすべる。この移動距離をスケート量と呼ぶ。プローブは、標準接触状態として推奨スケート量がメーカーより示されている。キャリブレーションにおいては校正基板にあるスケート量を調整するためのパターンを用いて目視によりスケート量を調整しているが、実際の DUT の測定時は、マイクロポジショナにより調整する。

本調査では、スケート量が標準の状態（25 μm）、不足の状態及び過剰な状態について調査するため、マイクロポジショナを用いて、スケート量を標準に対して①約-15μm、②約-10μm、③約-5μm、④約±0、⑤約+5μm となるように調整し、各状態の違いを調べる。

スケート量が不足している①の状態から順次スケート量を増やしていき、⑤の状態まで計測したら、順次スケート量を減らして①の状態まで戻る動作を3往復する。

標準状態と不足及び過剰な状態のトレースの計測値を比較するため、④と⑤、④と③、④と②及び④と①についての差を評価する。

2.3 データ処理と影響の評価

それぞれのデータについては、更に測定周波数範囲を表4のとおり5つに分割し、それぞれの範囲における各周波数ポイントの変化量の最大値を求める。

以上のようにして求めたケーブルまたはプローブの特性の変化量が実際の DUT 測定結果に与える影響について、DUT の測定値（性能）を仮定して dB 換算で評価する。

表4 周波数範囲の分割範囲 [GHz]

N コネクタ	3.5mm コネクタ	2.92mm コネクタ	プローブ
0.01~3.6	0.01~5.3	0.01~8	0.01~8.7
3.6~7.2	5.3~10.6	8~16	8.7~17.4
7.2~10.8	10.6~15.9	16~24	17.4~26.1
10.8~14.4	15.9~21.2	24~32	26.1~34.8
14.4~18.0	21.2~26.5	32~40	34.8~43.5

3 結果及び考察

3.1 ケーブルの湾曲状態の変化の影響

図2は、ケーブルを静置した状態で測定を繰り返した場合の S11 及び S21 の最大変化量を変化ベクトルの絶対値としてプロットしたものである。

S11 においては DUT の計測値が -50dB とした場合の影響量の最大値は約 0.8dB に相当し、S21 においては DUT の計測値が-10dB とした場合の影響量の最大値は約 0.02dB に相当することを示している。

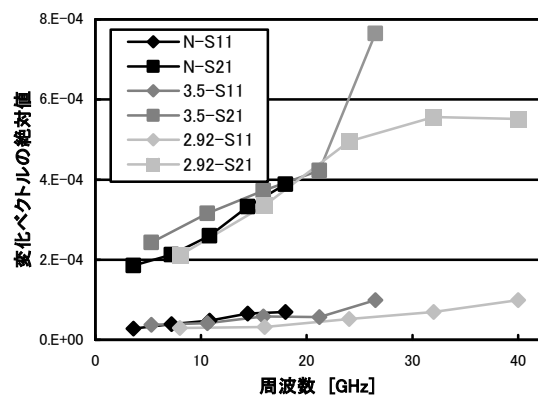


図2 ケーブル静置トレース毎の S11 及び S21 の最大変化量

N コネクタケーブルの移動による S11 及び S21 についての最大変化量を図3及び図4に示す。これらは、ケーブルを移動しない場合と比べて大きいことから、ケーブルの移動の影響であることが分かる。また、図3の S11 の測定における Y 方向 1cm のデータから DUT の測定値への影響を評価した結果を図5に示す。なお図4の S21 については変化量の最大値は DUT の計測値が-10dB とした場合に 0.15dB の影響に相当する。

同様に 3.5mm 及び 2.92mm ケーブルについて図6から図11に示す。

ケーブルの移動量が多い 2cm の方が変化量が大きい場合が多いが、1cm の移動でも変化量が大きい場合も見られた。また、Y 方向の移動と比べて X 方向の移動の方が変化量が少なかった。

ケーブルの湾曲状態を変化させた後、元に戻しても測定値は元に戻らなかった。

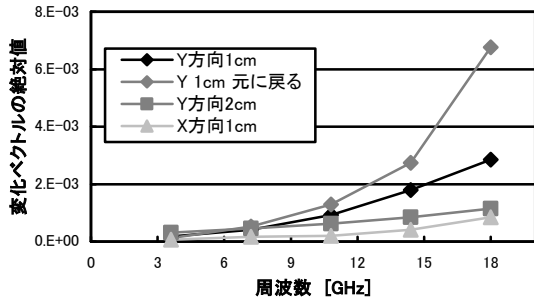


図3 NコネクタケーブルのS11変化量

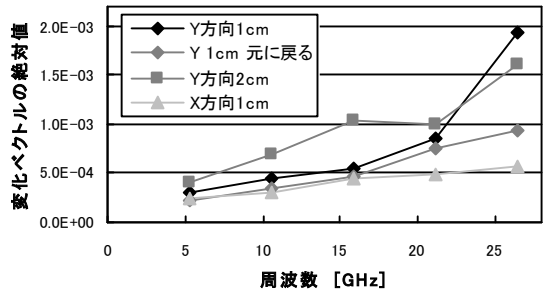


図7 3.5mmコネクタケーブルのS21変化量

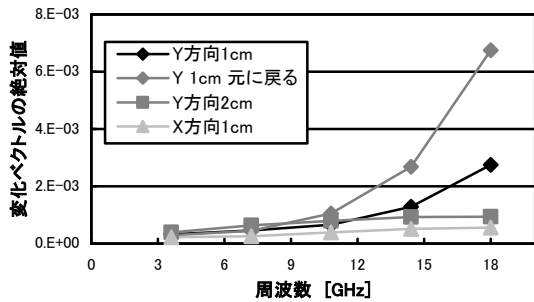


図4 NコネクタケーブルのS21変化量

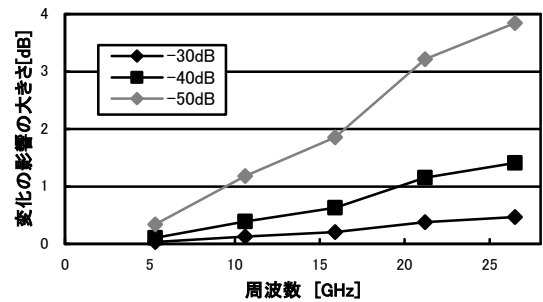


図8 測定に与える影響の評価
(3.5mmコネクタケーブル)

条件：図5と同様。

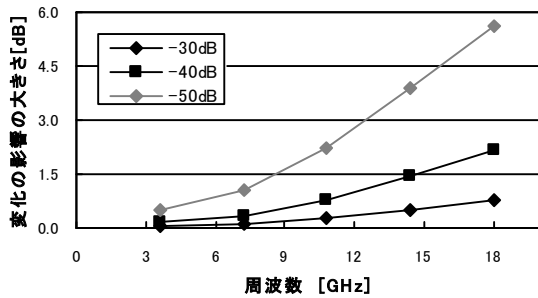


図5 測定に与える影響の評価
(Nコネクタケーブル)

S11のY方向1cmのデータについて、DUTを-30dB、-40dB、-50dBと仮定した場合の影響として評価。

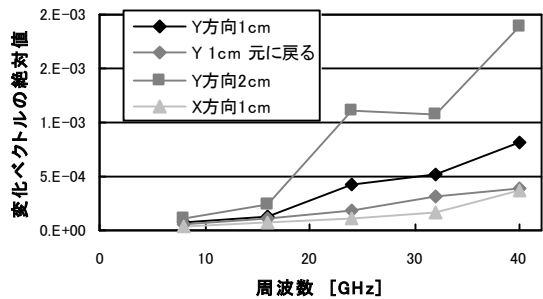


図9 2.92mmmmコネクタケーブルのS11変化量

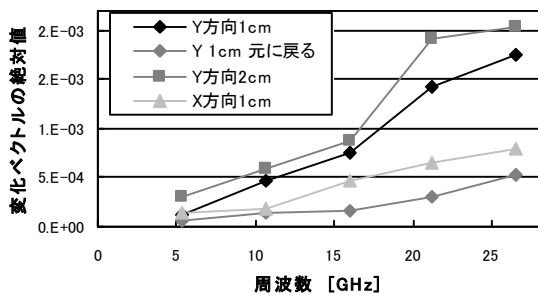


図6 3.5mmコネクタケーブルのS11変化量

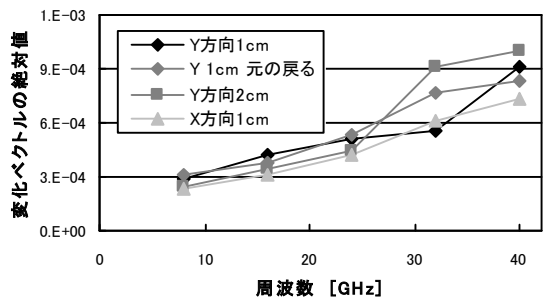


図10 2.92mmコネクタケーブルのS21変化量

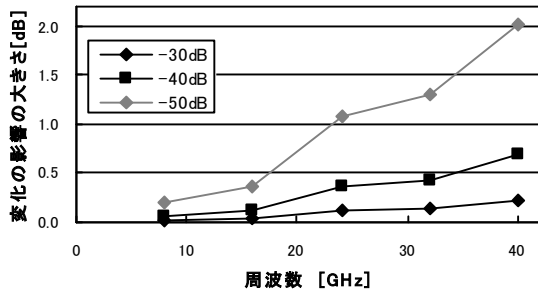


図 11 測定に与える影響の評価
(2.92mm コネクタケーブル)

条件：図5と同様。

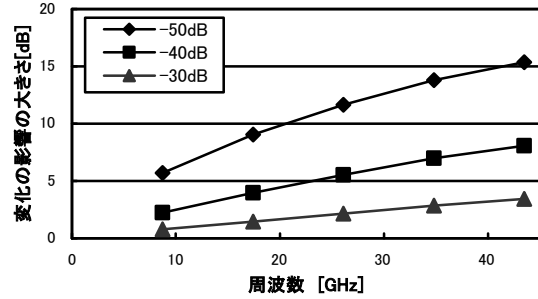


図 14 測定に与える影響の評価
(プローブ)

3.2 プローブの接触状態の変化の影響

スケート量の違いによる S11 及び S21 の変化量の最大値を図 12 及び図 13 に示す。また、S11 について+5 μm と ± 0 のデータをもとに DUT の測定値への影響として評価した結果を図 14 に示す。なお S21 については DUT の計測値が-10dB とした場合の変化量の最大値は 0.31dB の影響に相当する。

プローブによる測定では、スケート量の違いに応じて測定値が変化し、変化の大きさは周波数に比例して大きくなった。

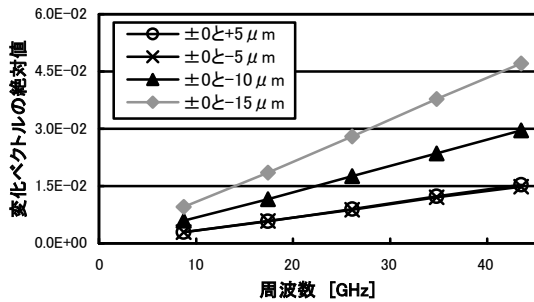


図 12 プローブ 5 μm ごとの S11 変化量

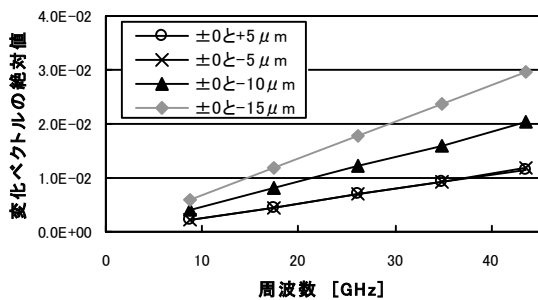


図 13 プローブ 5 μm ごとの S21 変化量

4 まとめ

本調査では、VNA におけるテストポートケーブルの湾曲状態の変化及びプローブのスケート量の違いに伴う接触状態の差による測定値に対する影響を定量的に把握できた。

また、ケーブルを元の状態に戻してもデータは元に戻らない事やプローブのスケート量の差によるデータの変化が周波数に比例して大きくなることがわかった。

参考文献

- 1) CQ 出版社:トランジスタ技術 2010年6月号増刊 RF ワールド No.10 はじめてのネットワークアナライザ 41
- 2) Agilent Technologies : マイクロ波ミリ波同軸コネクタ 2009.10.22 5988-8015JA 11

アルミ基複合材鋳物のハイブリッド砂型低圧鋳造法の開発

- ①受託事業名：戦略的基盤技術高度化支援事業
- ②委託元：経済産業省関東経済産業局
- ③研究期間：平成 20～22 年度
- ③研究テーマ名：「アルミ基複合材鋳物のハイブリッド砂型低圧鋳造法の開発」
- ④担当部室名／担当者名：技術支援室 材料技術担当／永井 寛，笹川俊夫，井上裕之
- ⑤共同研究機関名：株式会社田島軽金属，国立大学法人埼玉大学，独立行政法人理化学研究所

1 はじめに

アルミニウム合金中に SiC 粒子を分散させたアルミ基複合材は、軽量かつ高剛性であり、熱膨張特性や熱伝導特性に優れ、耐摩耗性も有していることから、各種機械装置の構造部材への適用が期待されている。従来、この材料は、砂型重力鋳造法を用いて鋳造されているが、SiC 配合率を高めると粘性が極めて高くなり、湯流れが悪化して複雑・薄肉形状の成形が難しくなる。また、注湯時の泡や空気巻き込みによる気泡欠陥が生じやすく、品質や材質のばらつきが大きく、鋳造方案が複雑になって材料歩留りが低い等、多くの課題があった。とりわけ、SiC の配合率が30%を超えると重力鋳造では製造が困難になっていた。

本研究では、上記課題解決のため、アルミ基複合材を鋳造性良く、かつ高い生産性で鋳造することを目的に、砂型に低圧鋳造原理を適用し、さらに「高

周波押湯加熱システム」、「湯口遮断機構」を組み合わせた「ハイブリッド砂型低圧鋳造法」を開発した。また、この鋳造法を用いて高品質で高性能なアルミ基複合材鋳物の製造法について検討した。

2 研究内容と開発実施体制

本研究は、平成20～22年度戦略的基盤技術高度化支援事業「アルミ基複合材鋳物のハイブリッド砂型低圧鋳造法の開発」として採択され、(株)田島軽金属、埼玉大学、理化学研究所、埼玉県産業技術総合センターの四者による開発体制で遂行した。本研究の開発項目(サブテーマ)と実施機関を表1に示す。(株)田島軽金属は鋳造装置の製作と鋳造品の試作、量産化検証用パイロット鋳造ラインの製作と試験鋳造を担当した。また、埼玉大学は主に超音波による内部欠陥評価を、理化学研究所は主にX線CTを用いた鋳造品の三次元欠陥解析を、

表 1 研究開発項目と実施機関

年度	研究開発項目【サブテーマ】	実施機関			
		田島軽金属	埼玉大学	理研	SAITEC
H20	①アルミ基複合材鋳物への砂型低圧鋳造の適用技術の開発	○	○	○	○
	②砂型低圧鋳造における湯口遮断機構技術の開発	○			
	③砂型低圧鋳造への高周波押湯加熱システム適用技術開発	○			○
	④ハイブリッド砂型低圧鋳造装置（鋳造機本体）の製作	○			
H21	⑤ハイブリッド砂型低圧鋳造法の基礎技術の確立	○	○		○
	⑥アルミ基複合材鋳物の内部品質評価技術の開発	○	○	○	○
H22	⑦量産検証用の量産モデル鋳造ラインの設計・製作	○	○		○
	⑧工程管理、品質管理への非破壊検査の利用技術の開発	○	○	○	○
	⑨ハイブリッド砂型低圧鋳造法の量産技術の確立	○	○		○

産業技術総合センターは主に鋳造シミュレーションを用いた鋳造方案の解析、鋳造品の材質・物性の評価、組織解析をそれぞれ担当した^{1),2),3),4)}。

3 研究結果

開発したハイブリッド砂型低圧鋳造法の概要を図1に示す。砂型に低圧鋳造法を適用し、鋳型底面からアルミ基複合材溶湯を静かに押上げて加圧注湯することで湯流れ性の改善と気泡欠陥の防止を図った。また、注湯直後に湯口を遮断して鋳型を移動できるように鋳型に湯口遮断機構を組み込み、生産性の向上を図った。

湯口遮断後に発生が予測される製品内部の引け巣への溶湯補給のために、砂型上部には押湯を設け、さらに、より高い押湯効果を得るための高周波押湯加熱システムの適用可能なシステムとした。

図2に開発したハイブリッド砂型低圧鋳造法の量産化検証のためのパイロット鋳造ラインを示す。低圧鋳造炉に鋳型定盤移送式の鋳型搬送装置を組み合わせた4ステーションの半自動連続鋳造ラインである。鋳型には湯口遮断機構と、さらに、必要に応じて高周波押湯加熱システムが組み込まれる。右側の搬入の矢印から注湯準備位置に造型後鋳型が搬入され、注湯位置に移動して下側から溶湯が低圧で注湯される。湯口を遮断した後に冷却位置に移送・冷却され、待機位置を経てライン外に搬出される。

図3に、本研究により製作したハイブリッド砂型低圧鋳造法のパイロット鋳造ラインを用いて40%SiC配合のアルミ基複合材を鋳込んだ鋳物を示す。肉厚3mmの広い面積の薄肉部を有する鋳造難易度の高い形状の品物を適切に鋳造することができた。本研究開発が成功したことを示す一例である。

表2に製品重量30kgのアルミ基複合材鋳物について従来の重力鋳造とハイブリッド砂型低圧鋳造とで鋳造した場合の比較の一例を示す。鋳込み重量、材料歩留り、廃棄材重量、生産性の各項目ともに大幅な向上が認められた。

4 参考文献

- 1) 松浦,加藤,永井,須永;日本鋳造協会平成23年度秋

季大会講演概要集,152(2011)

2) 栗田,早坂,駒木,加藤,永井,笹川,井上,須永;日本鋳造工学会第159回全国講演大会講演概要集,71(2011)

3) 大塚,加藤,蔭山;日本鋳造工学会第159回全国講演大会講演概要集,90(2011)

4) 永井,井上,笹川,栗田,早坂,駒木;日本鋳造工学会第159回全国講演大会講演概要集,72(2011)

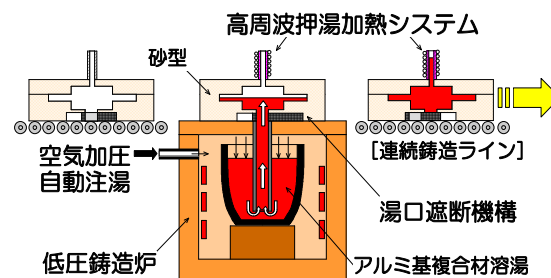


図1 開発したハイブリッド砂型低圧鋳造法の概要

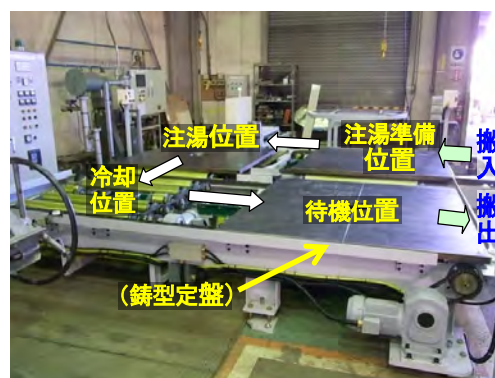


図2 開発したパイロット鋳造ライン



図3 ハイブリッド砂型低圧鋳造法により製造した40%SiC配合のアルミ基複合材鋳物(製品重量1.8kg)

表2 従来技術と低圧鋳造との比較の一例

工法	製品重量	鋳込み重量	材料歩留り	廃棄材重量	生産数/炉
重力鋳造(従来技術)	30kg	140kg	約20%	約40kg	3個
ハイブリッド砂型低圧鋳造	30kg	42kg	約70%	約1kg	12個
重力鋳造との比較・効果	同一	30%に低減	3倍以上に向上	大幅な改善	4倍に向上

鋳鉄金型によるアルミニウムダイカスト法の開発

- ①受託事業名 戦略的基盤技術高度化支援事業
- ②委託元 財団法人埼玉県産業振興公社
- ③研究期間 平成20～22年度
- ④研究テーマ名 鋳鉄金型によるアルミニウムダイカスト法の開発
- ⑤担当部室名／担当者名 技術支援室 材料技術担当：永野正明、矢澤貞春、秋山 稔、菊池和尚
化学技術担当：原田雅典
- ⑥共同研究機関名 児玉鋳物㈱ 児玉洋介、児玉賢一郎
- ⑦研究概要

1 研究の背景

県内鋳鉄鋳物製造業の課題のひとつに、海外製品との価格競争が挙げられる。しかし、海外製品に価格で対抗することは、人件費等の関係で困難である。そこで海外製品に価格で対抗するのではなく、鋳造品の高付加価値化を図ることで競争力を保つ必要に迫られている。例えば、軽量化による燃費向上を狙って自動車業界ではエンジン本体やシリンダヘッド・ブロックなど鋳造品部品へのアルミニウム合金の適用が拡大しているが、その鋳造装置には多くの鋳鉄部品が使われている。

特に、この装置に使用するストーク・るつぼ・金型などといった主要鋳鉄部品がアルミ溶湯との反応によりその部品寿命が極端に低下するという課題を抱えている。そこで本研究では、高価で高度な表面処理方法や、高度な装置・技能を要さず、浸食による鋳鉄部品の劣化速度を緩める効果を持った技術を開発する。

2 研究内容

2.1 従来法と新開発技術との比較

従来法では、アルミ鋳造の際に使用される鋳鉄部品に耐溶損性を付与するために窒化処理やセラミック被膜などの高価で高度な表面処理方法を用いていた。そこで本研究では、鋳鉄に薬品処理を行った後に熱処理を行うことによって、母材の表面酸化膜及び脱炭層を形成させるといった技術（図

1）を開発し、低コストで鋳造現場でも採用可能な方法で耐アルミ溶湯溶損性の向上を図った。

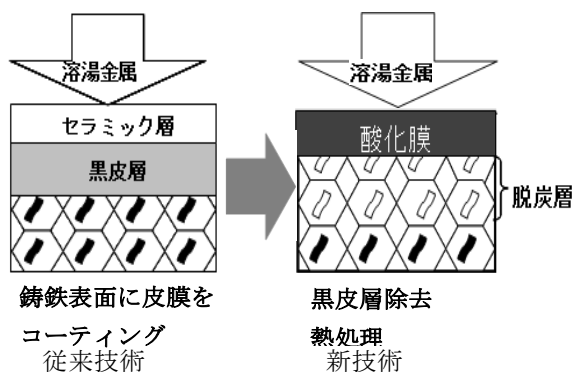


図1 従来技術と新技術の比較

2.2 研究対象製品

本研究で対象とした製品は、アルミを溶解するために使用しているるつぼ（図2）やラドル（図3）である。これらの製品は、生産現場で一定期間ごとに交換を余儀なくされており結果的に生産効率の低下を招いていた。この交換回数を減らすことができる製品が望まれている。

さらにダイカスト用金型にも注目した。小ロットのダイカスト製品のためにSKD61という高価な材料を機械加工し、さらに表面処理を行って使用しているためコストがかかり金型製造業の経営を悪化させているのが現状である。したがって、小ロット用の低価格な金型が出来れば、ここでの需要も拡大できると考えた。



図2 るつぼ



図3 ラドル

2.3 研究結果

一例をあげると本技術を用いて製作したるつぼを工場で実際に使用したところ一ヶ月に一回のペースで交換していたものが二ヶ月使用しても損傷しなかった。また、同工場で使用しているラドルにおいても20000チャージで交換していたものが40000チャージで交換となり2倍の耐久性を実現した。これらの製品の製造コストは、本技術適用前の1.5倍程度である。

金型（図4）においては、本研究の技術を応用して鋳鉄金型を製作したところ、アルミダイキャスト製品を1000ショット打つことができた。また、従来品の材料であるSKD61と比較して材料費で1/2以下となり、加工時間においても1/3となった。

通常の鋳鉄金型を用いた場合は、100個程度で破損するものが、このように耐久性が向上した要因としては、脱炭層の耐アルミ溶湯性と脱炭による黒鉛の抜けた空洞に離型剤が浸透して耐久性を高めたものと考えられる。さらに油性の離型剤の使用による金型の使用時における温度変化抑制によってヒートショックを軽減したことにより実現したと考えられる。

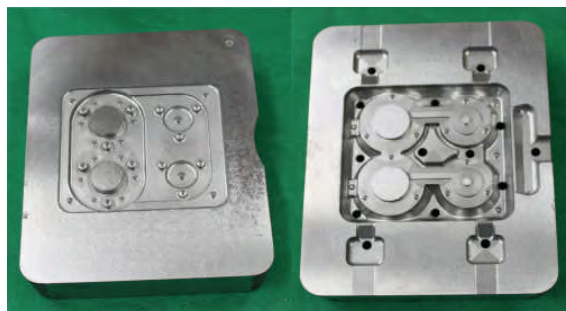


図4 鋳鉄金型

図5に本研究で開発した鋳鉄金型を用いて実際に製作した製品を示す。この製品は、研究に協力いただいた(有)協和合金において図4の金型を用いて製作したもので、1,041ショット目の製品であるが品質的に問題ないものとなっている。

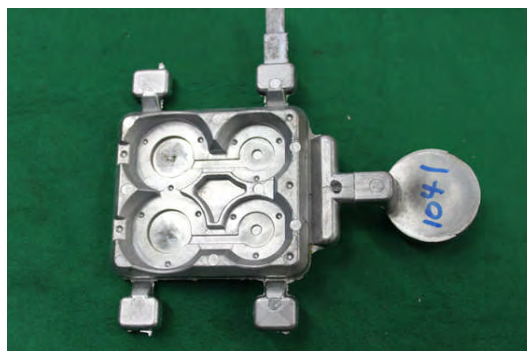


図5 本研究で製作した製品(1041ショット目)

3 新技術の用途、事業化・製品化の見通し

生産現場において、本研究で開発したるつぼ、金型を用いることで低コスト化が可能となった。金型においては、自動車関連メーカーから金型に高い評価を受けており、小ロット専門のアルミダイキャスト企業もあることから、事業化した場合の販路は大きいと考えられる。

4 まとめ

1 るつぼ、ラドル

薬品処理+熱処理をおこなうことで従来品のアルミ溶湯溶損性に対して2倍の耐久性を実現した。

2 金型

小ロット用（1000個程度）の金型がSKD61で製作する場合の約1/3のコストで製作することが可能になった。

【問い合わせ先】



埼玉県産業技術総合センター

〒333-0844

埼玉県川口市上青木 3-12-18 SKIP シティ内

TEL 048-265-1311

FAX 048-265-1334



埼玉県産業技術総合センター

北部研究所

〒360-0031

埼玉県熊谷市末広 2-133

TEL 048-521-0614

FAX 048-525-6052

平成23年度
埼玉県産業技術総合センター研究報告
Vol.10

平成24年発行

発行：埼玉県産業技術総合センター
〒333-0844 埼玉県川口市上青木 3-12-18
TEL 048-265-1311 (金・繰越 金) FAX 048-265-1334
URL <http://www.saitec.pref.saitama.lg.jp/>

無断複写・転載を禁じます