

アオノリの陸上養殖における AI を活用した生育管理システムの開発（第 2 報）

清家 翼 浦元 明

Development of a growth management system using AI for terrestrial cultivation of blue
laver(Part 2)

SEIKE Tsubasa and URAMOTO Akira

近年、アオノリ養殖の生産量は、収穫期（秋冬）の水温が高いことや台風等の水害、栄養塩の減少等の影響を受け、河口汽水域でのアオノリ養殖が適さなくなった現在、激減しており、安定した生産を求めて養殖域を陸上へと移す事業者が増え始めている。

アオノリの陸上養殖の管理には熟練のノウハウを必要とし、人材不足や監視コストの問題を抱えているため、養殖業者からはノウハウをデータで見える化し、生育効率の向上や管理の負担を軽減できる自動化技術の開発が期待されている。そこで本研究では、アオノリの生育管理に必要なデータを各種センサーから収集して可視化するシステムを構築し、AI による生育状態の自動判定及び栄養塩の自動供給装置を開発した。

キーワード：産業 DX、AI、IoT、LPWA、OSS、アオノリ、陸上養殖

はじめに

近年、アオノリの養殖業界は様々な課題に直面している。収穫期の高水温や自然災害による被害、さらには栄養塩の減少などがその一例である。農林水産省の調査では 2016 年以降のアオノリの生産量は前年比で 80% も減少し、その結果として販売価格が急騰していることが報告されており、河口の汽水域での養殖がますます困難となる中、養殖を陸上で行う動きが進んでいる。

井戸海水を利用した陸上養殖は、従来の海洋環境による問題を回避し、高品質な「甲殻類アレルギーフリー」のアオノリ生産が可能であることから注目を集めている^{1)~5)}。このような新たな可能性が注目されている中で、養殖業界では労働量の負担軽減が求められている。特に、データの活用や自動化技術の導入は今後の養殖業の発展に不可欠である。本研究では、アオノリの養殖管理におけるデータ収集と可視化システムを構築し、収集したデータの解析、AI による生育状態監視、および栄養塩の自動供給装置の開発を実施した。

実験方法

1. データ収集システムの構成

アオノリの育成管理に必要な各種データを収集するため、温湿度、水温、日照量、pH 等のセンサーおよびカメラを使用することとし、取得したデータは TCP/IP 通信でシングルボードコンピュータに収集する。その後、収集したデータは LPWA 通信を介してクラウドにアップロードしておくことで遠隔地からデータを管理できる構成とした。図 1 に示すように、システム全体はセンサー層、データ収集層、通信層、クラウド層の 4 層で構成されている。

主要なハードウェアは各種センサー、小型マイコン M5stickC Plus、シングルボードコンピュータ RaspberryPi4、LPWA ネットワーク通信端末を使用し、ソフトウェアは開発環境として ArduinoIDE、PyCharm、画像処理ライブラリ HALCON を採用した。また、データ通信用として Node-RED、Grafana、phpMyAdmin、MariaDB といったオープンソースソフトウェアを選定し、拡張性の高い構成とした。さらに、LPWA 通信とパッケージになっているデータ可視化クラウドサービスの e-platch (TOPPAN 製) を採用した。

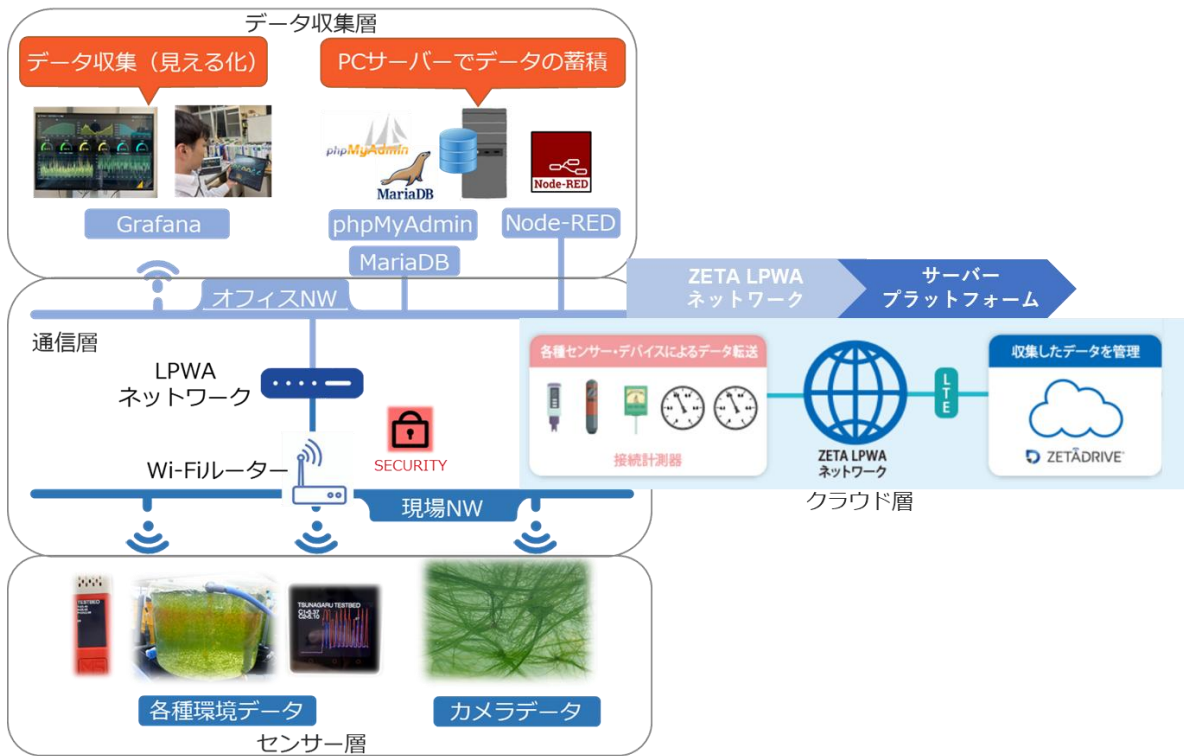


図1 システム全体の構成図

実証地には、防塵防水対策をしたデモ機を設置した。アオノリの陸上養殖は水槽が屋外で、沿岸部で実施されており、雨風や塩害の対策を考慮する必要がある。そこで、図2に示すデモ機のように、クリアケースを使用し、センサーの稼働状況を容易に確認できるよう工夫した。また、太陽による輻射熱で機器が誤動作しないよう排熱のためのマイコン制御用ファンクーラーヒートシンクを取り付けた。

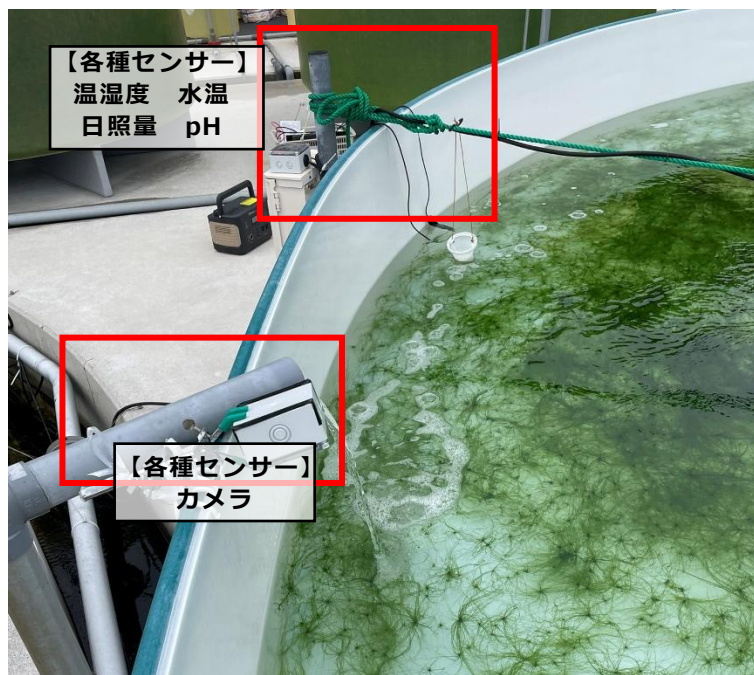


図2 実証地に設置したデモ機

2. データ収集と解析

データ収集は、温湿度、水温、日照量、pH、カメラ画像を対象として、令和5年6月頃から令和7年3月まで（1年10ヶ月）実施した。図3、4のデータ収集および処理のフロー図に示すように、データの収集から解析までの一連の流れを構築した。データの収集方法はデジタル pH センサーと記録装置を組み合わせた自動計測で、センサーは安価なものを選定したため、市販の標準品（アタゴ製 PAL-pH や T&D 製おんどとり）と比較して較正処理を実施し、データの信頼性確保を図った。

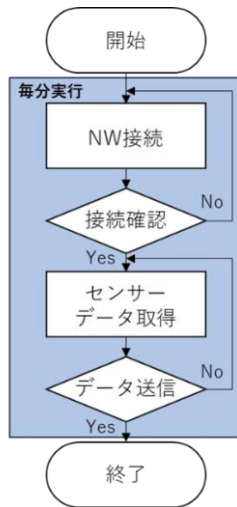


図3 センサー用プログラムのフロー

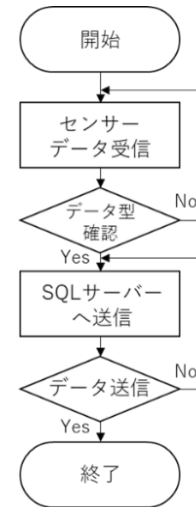


図4 データ送受信プログラムのフロー

収集したデータの解析においては、主にアオノリが光合成を行っていることの確認と、槽内の海水の栄養塩濃度が適切に保たれていることを確認することを目的とし、水温と日照量、pHの推移と相関性について時系列分析による pH の変動パターン、周期性、トレンドを分析した。また、栄養塩添加量が及ぼす、pH の変動パターンへの影響も評価した。

水槽内の環境勾配を把握するために直径 8m、深さ 1m 程度の水槽内の 3 箇所で観測したデータを統合した。また、信号線を 15m 程に延長したことで生じるエラー値（外れ値）については、メディアアンフィルタリングにより除去した。

3. AI を用いたカメラ画像による生育状態監視

アオノリの生育状態を自動的に監視するため、カメラ画像を AI で解析するシステムを開発した。処理の流れとしては、まず深層学習モデルである MobileNet の軽量な事前学習済みモデルを選択し、アオノリの「絡まった状態」と「正常な状態」の画像でモデルの最終層を再学習させた。その後、代表的なフレームワークである TensorFlow Lite を使用して軽量化を行い、RaspberryPi4 にデプロイした。

また、AI を用いた画像解析においては、以下の要素を取り入れた。

- (1) **緑色の濃淡分析**：アオノリの健康度や成長段階は緑色の濃さに反映されるため、HSV 色空間を使って緑色の彩度（Saturation）と明度（Value）を分析した。鮮やかな緑色は健康な成長、くすんだ色は成長不良の指標となる。
- (2) **色むらの検出**：均一な色分布は健全な成長の指標となることから、標準偏差などの統計値で色むらを定量化した。
- (3) **絡まり検出のための色パターン分析**：正常に分散したアオノリと絡まったアオノリでは色の分布が異なるため、絡まった部分では色の密度が高く、影による暗部も発生することを検出した。図5に示すように、正常状態と絡まり状態のアオノリ画像には明確な違いが見られる。
- (4) **RGB/HSV ヒストグラム分析**：色の分布ヒストグラムから正常パターンと異常パターンを区別し、機械学習アルゴリズムでヒストグラムの特徴を学習させた。

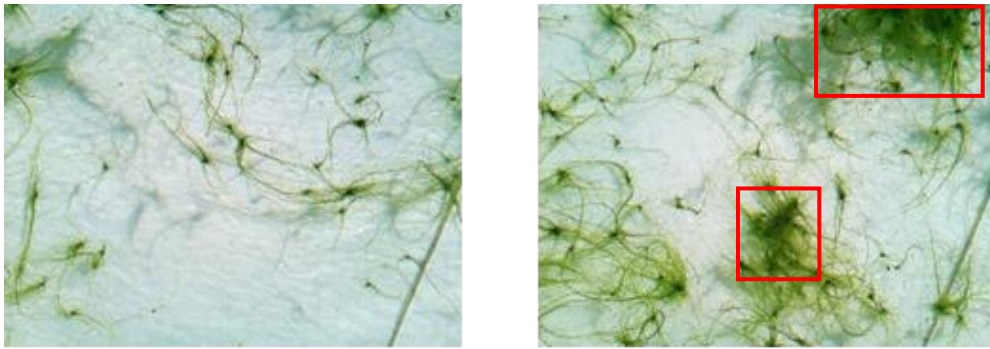


図5 正常状態と絡まり状態のアオノリ画像比較

(左：良好な状態、右：ノリ同士が絡まり始めている(赤枠：異常の例))

さらに、色彩情報だけでなく、テクスチャ情報（表面の凹凸パターン）や形状特徴（輪郭の複雑さなど）も組み合わせることで、より正確な絡まり検出と成長評価を実現した。また、水槽内の照明条件の変化による影響を軽減するため、相対的な色変化や正規化手法も取り入れた。

開発したシステムでは、図6のAI分析による絡まり度判定のフローチャート図に示すようにアオノリの絡まり度をブラウザで表示し、絡まっていることを発見した場合はLINE®やDiscord®で通知する機能を実装した。

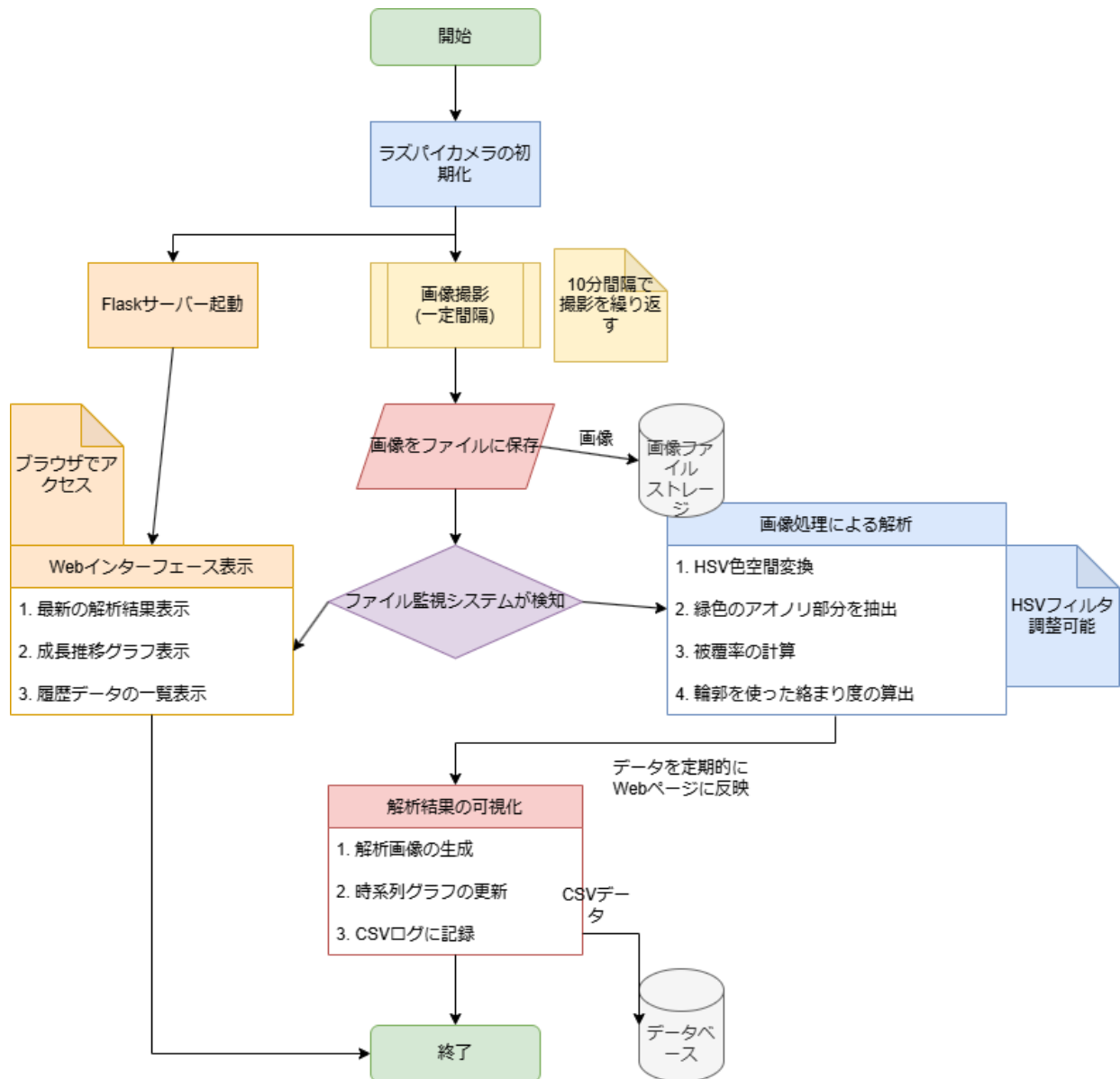


図6 AI分析による絡まり度判定のフローチャート図

4. 栄養塩の自動供給装置の開発

アオノリの生育に必要な栄養塩を自動的に供給するための装置を開発した。開発した装置は、タンクの上部にモーターを設置し、タンクの中心に軸を通して下部のスクリューを回転させることで栄養塩を投下する仕組みとなっている。予め設定したセンサーデータの範囲に連動して投下量を制御する。

本研究の実証協力先では固形肥料を使用しており、従来は毎日朝と夕方に手動で投入していた。開発した装置では、供給量をセンサーの値に応じた可変量としており、水温や日照量が高い時には栄養塩の供給量を多くする仕組みとした。

制御はギヤードモーターの回転数をセンサーの数値に連動して決定するもので、python プログラムと arduino プログラムで構成されている。開発過程では、固形肥料の目詰まりを解消するためにスクリューの構造と材質を複数パターン検証した。

結果と考察

1. データ収集システムの成果

各種センサーデータを取得し、データベースへ保管、グラフ化するシステムを作成し、システムの安定性を検証した。取得したセンサーデータが RaspberryPi4 で送受信され、毎分正確にデータベースに格納されていることを確認した。また、比較的容量の大きい画像データや複数のセンサーが同時刻に送信される場合に生じることが想定されるコリジョンについても、現状のデータ取得頻度では問題が生じないことを確認した。

データベースに格納したデータの可視化には、オープンソースソフトウェアである Grafana と有償のソフトウェアである e-platch (TOPPAN 製) を比較検討した。GUI の配置や操作画面が日本語対応である点では e-platch に優位性がある一方で、取得したセンサーデータの時間遷移を確認するには Grafana が、グラフの種類も任意に選択が可能であるなど、拡張性の面で利点があることを確認した。図 7 に Grafana で可視化した各種センサーデータのグラフ例を示す。



図 7 Grafana で可視化した各種センサーデータのグラフ例

なお、本システムは 1 年 10 ヶ月の期間にわたって問題なく稼働し、塩害に対して十分な耐性を有することが実証された。

2. データ解析結果

データ解析の結果、図8の日中と夜間の pH 変動パターンのグラフに示すように、日中（光合成活性化期）と夜間（光合成停止期）で pH 変動に明確なパターンが見られ、アオノリの光合成活動を数値的に確認することができた。さらに、図9の栄養塩投入と日照量と pH 変化の相関グラフからは栄養塩添加量と pH 変化の間に明確な相関関係が認められ、特に日照量が増え始めた時期に十分な栄養塩があることで光合成が活発に行われることが pH の変動によって示唆された。

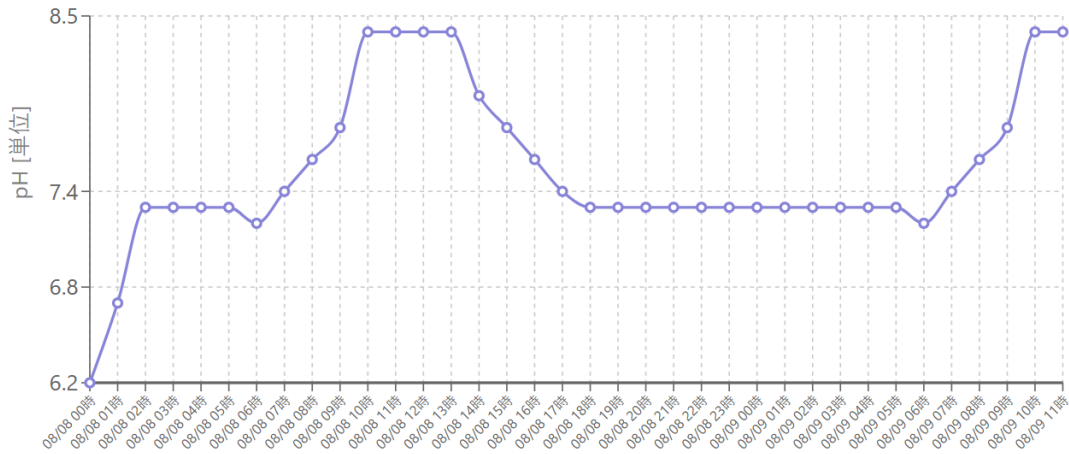


図8 日中と夜間の pH 変動パターンのグラフ（8月7日～8月8日）

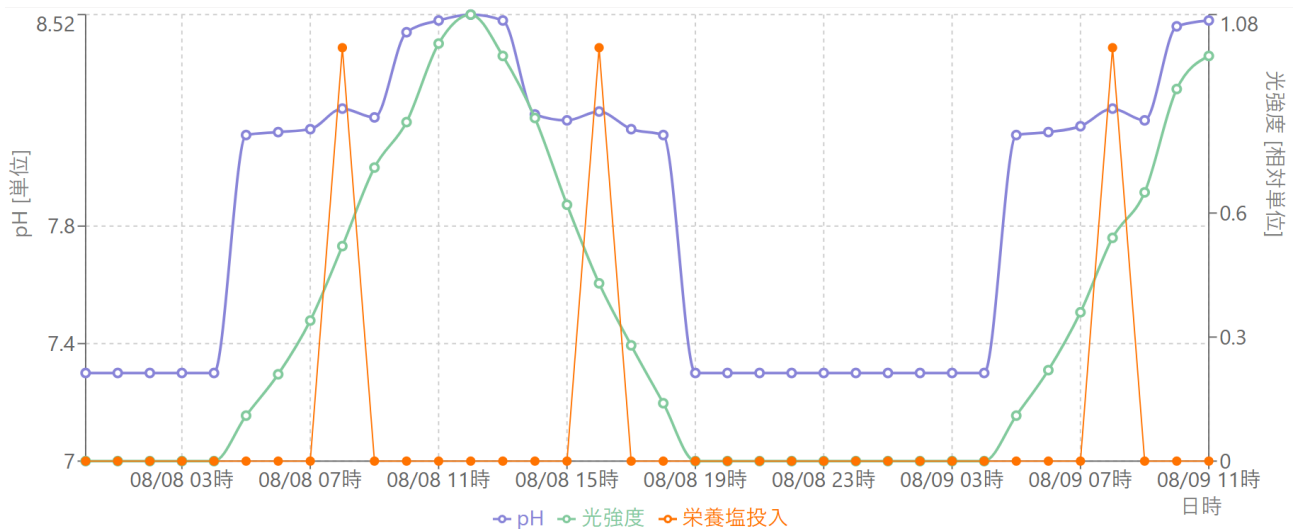


図9 栄養塩投入と日照量と pH 変化の相関グラフ（2024年8月7日～2024年8月8日）

また、夏期と冬期の pH 変化のデータ比較により、水温が高い夏場は日差しも強く、栄養塩の消費量も多いため、投入量を増やす必要があることも確認できた。これにより、アオノリ生育に関する環境パラメータの最適範囲と実際の測定結果を比較することで、より効率的な養殖管理の指標を得ることができた。

3. AIによる生育状態監視の成果

AIを用いたカメラ画像による生育状態監視システムにより、アオノリの成長度合いや絡まり度合いをリアルタイムで検出し、数値化することが可能となった。この技術により、養殖業者は継続的な監視作業から解放され、異常が発生した場合のみ LINE や Discord で通知を受けて対応することが可能となった。

図5に示したように、正常状態と絡まり状態のアオノリ画像には明確な違いがあり、AIモデルはこれらの特徴を効率的に学習することができた。開発したシステムのインターフェースは図10のようなフォームとし、絡まり度合いを直感的に把握できるようにした。

絡まりの検出モデルは500枚の画像を学習させた結果、検証用テストデータに対して精度90%を達成し、実用的なシステムとして機能することを確認した。さらに、朝昼夕の異なる環境条件下でも安定した検出性能を発揮することも確認できた。加えて、MobileNetの軽量モデルとTensorFlow Liteによる最適化により、Raspberry Piという安価なデバイス上でも十分な性能を発揮することを確認した。

図 10 の左側 4 枚の画像に示す、緑色の濃淡分析と絡まり検出のための色パターン分析は、特に絡まったアオノリ（絡まり度 50%以上）を顕著に判定できていることを右側のグラフ（赤線）より確認できる。このことから、アオノリの状態と生育環境の評価に有効であることが実証され、従来は熟練者の経験に頼っていた状態判断を、客観的な数値としてデータ化することが可能となった。

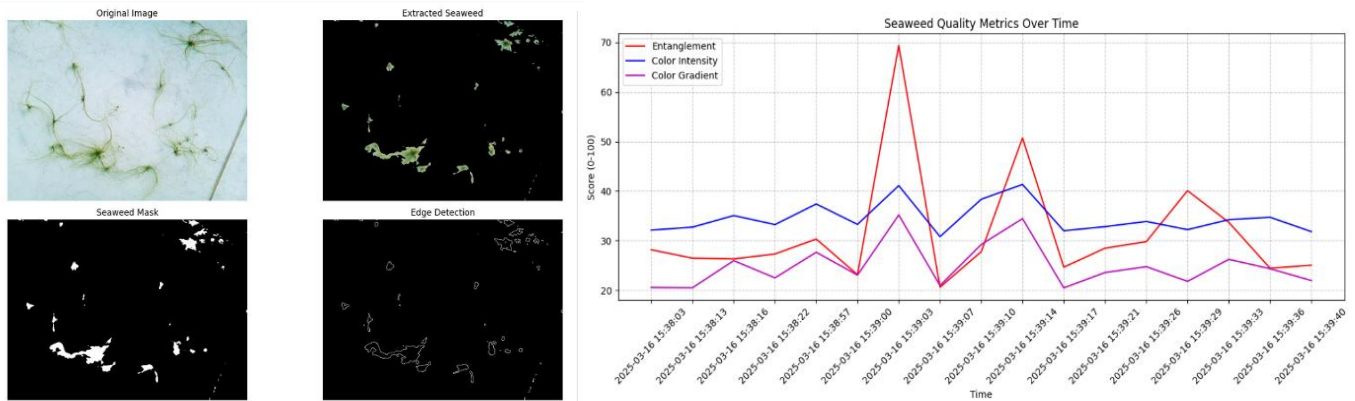


図 10 AI 分析による絡まり度の解析過程と結果

4. 栄養塩自動供給装置の開発

開発した栄養塩自動供給装置について、様々な構造を試作した結果、最終的には図 11 に示した構造により、センサーデータと連動して適切なタイミングと量で栄養塩を供給することができ、実際の養殖環境で安定した稼働性能を示した。特に固形肥料の目詰まりという課題に対して、スクリーンの形状と材質（シャフトをステンレス、押し出し部分をシリコン）を工夫することで解決策を見出した点は重要な成果であった。

この装置の導入により、従来は毎日 1 時間かかっていた作業（現場への移動時間を含む）を週に 1 度のメンテナンスのみに削減することができ、大幅な省力化を実現した。また、コスト面においても、センサーやマイコンのみで構成することにより、全体で非常に安価なシステムを実現することができた。この低コスト化は、中小規模の養殖業者への普及を考える上で重要な要素となる。

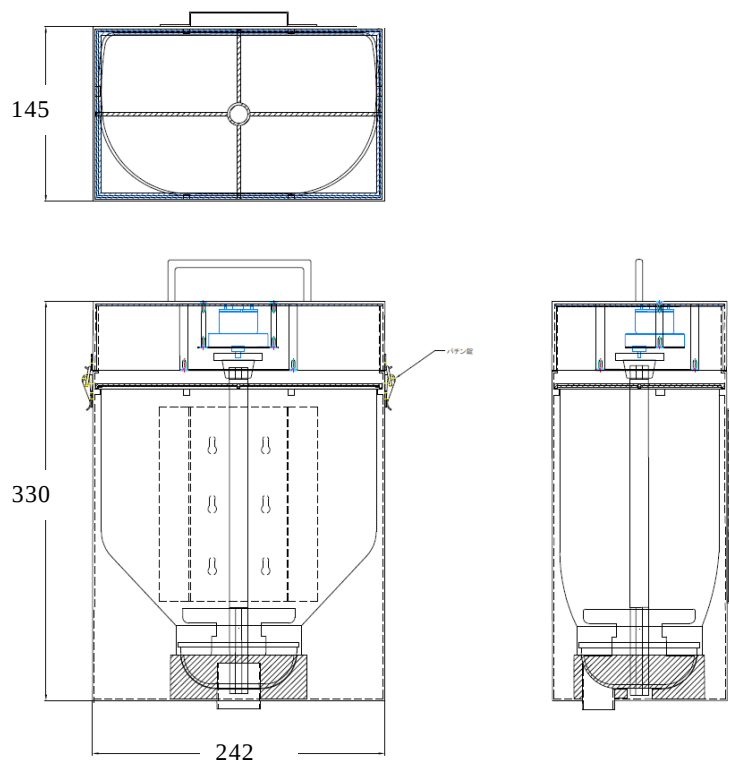


図 11 開発した栄養塩自動供給装置の構造図

本研究によって開発されたシステムは、アオノリ陸上養殖の省力化と効率化に貢献するものであり、

人材不足や管理コストの問題を抱える養殖業界に対して、有効なソリューションを提供するものである。今後は、長期的な耐環境性の検証やソーラー充電式電池駆動などのさらなる改良を進め、より実用的なシステムへと発展させていく予定である。また、本研究成果は技術移転の段階まで進み、実用化に向けた展開が始まっている。基幹システムは農業など他分野への応用も可能であり、今後の展開が期待される。

ま と め

アオノリの陸上養殖における生育管理システムの開発研究について以下の成果を得た。

1. 各種データを毎分正確に取得し、データベースに格納するシステムを構築し、1年10ヶ月にわたり安定して稼働することを確認した。また、ライセンスフリーのソフトウェアで構成したことで、グラフの種類や表示のレイアウトなど、高い拡張性を有するシステムを実現した。
2. 収集したデータを解析することにより、アオノリの生育と環境要因（水温、日照量、pH）の関係性を明らかにし、最適な栄養塩供給条件の指標を得ることができた。
3. AIを活用したカメラ画像による生育状態監視システムを開発し、アオノリの絡まり度合いを90%の精度で検出し、絡まり度が50(%)を超えた場合にLINEやDiscordへ通知を行う機能を実装した。
4. センサーデータと連動した栄養塩の自動供給装置を開発し、毎日1時間かかっていた作業を週1回に削減する大幅な省力化を実現した。また、低コストでの実用的なシステム構築を達成した。

文 献

- 1) 三輪泰史, 前田佳栄, 福山篤史, 村上芽, 新美陽大, 各務友規: 図解よくわかるスマート水産業, 初版, 三輪泰史 (日刊工業新聞社), 90-91(2020).
- 2) 土谷宜弘: 一次産業の課題解決へ地域IoT, テレコミュニケーション編集部, 218-232(2020).
- 3) 手塚尚明, 梶原直人, 小栗一将, 喜安宏能, 渡部裕志, 塩田浩二: 撮影手法を用いたノリ・アオノリ養殖場における食害種の出現記録, 日本水産学会誌, 89-1, pp.34-48 (2023).
- 4) 江端弘樹, 佐藤義夫, 畠田智, 四ツ倉典滋, 平岡正規: 地下海水を用いた緑藻スジアオノリ陸上養殖の可能性, 水産増殖学会誌, 55-1, pp.103-108 (2007).
- 5) 江端弘樹, 平岡正規: アオサ類の大量養殖, 日本船舶海洋工学会講演会論文集, 第2K号, 101-104(2006).

県産未利用資源を活用した 低コストで環境にやさしい製品の開発（第1報）

井門良介 井上寛之

Development of low-cost, environmentally friendly products
using unused resources from Ehime prefecture (Part1)

IMON Ryosuke and INOUE Hiroyuki

県産未利用資源の一つであり、ガス化発電炉による木質バイオマス発電時の燃え残り、カーボンニュートラルな素材である「バイオ炭」に着目し、吸着材及び様々な樹脂への複合素材としての有用性を検証した。まず、任意の粒度に分級したバイオ炭について比表面積、灰分、発熱量の測定を実施した。次に、汎用樹脂であるポリプロピレンとの混練条件について検討し、複合樹脂の強度試験を行った。その結果、バイオ炭の比表面積は各粒度で異なり、粒度が大きいほど比表面積も大きくなることが分かった。また、目開き 150 μ m の篩を通過したバイオ炭は通過しないものと比較して灰分が多い傾向であり、目開き 150 μ m の篩を通過しないバイオ炭は通過したものと比較して発熱量が高い傾向にあることが分かった。さらに、分級した中で粒径の最も小さいバイオ炭をポリプロピレンに 10%(w/w) 混合したところ、曲げ弾性率は約 1.1 倍、引張弾性率は約 1.2 倍に向上し、曲げ強さは約 0.98 倍、引張強さは約 0.95 倍と僅かに低下し、衝撃強さは約 0.42 倍に低下することが分かった。

キーワード：バイオ炭、カーボンニュートラル、SDGs

はじめに

愛媛県内には数多くの未利用資源が存在しているにも関わらず、コストをかけて産業廃棄物として処理されていることが県内企業で課題となっている。また、近年海洋プラスチックごみ問題をはじめとする様々なプラスチックによる環境問題が顕在化したことで、生分解性樹脂を用いた製品開発や、バイオマス資源を樹脂に高充填しプラスチック使用量を削減した新素材の開発が盛んに行われている。

そこで、本研究は県内で排出される未利用資源を活用した低コストで環境にやさしい新たな製品を開発することを目的に、県産未利用資源である「バイオ炭」の吸着材及び様々な樹脂への複合素材としての有用性を検証した。

実験方法

1. バイオ炭の物性評価

(1) バイオ炭の分級

予備試験としてバイオ炭の比表面積を測定したところ、バラつきが大きいことが分かった。そこで、バイオ炭の粒径毎の比表面積を測定するため、電磁式篩振とう機（（株）レッチェ社製、AS-200）を用いて任意の粒度に分級した。本研究では、目開き 500 μ m、150 μ m、53 μ m、32 μ m の篩を用い、バイオ炭約 200 g を投入後、各篩にナイロン球を 10 個程度入れて振とう機で 5 分間処理することで、5 種類の粒度（32 μ m 未満、32～53 μ m、53～150 μ m、150～500 μ m、500 μ m 以上）に分級した。その後、各篩及び受け皿に残ったバイオ炭を回収しそれぞれ重量を測定した。

(2) バイオ炭の粒度毎の比表面積の測定

(1)で分級したバイオ炭の粒度毎の吸着性能を調査するため、ガス吸着方式比表面積計（マイクロトラック・ベル（株）社製、BELSORP max、BELSORP mini）を用いて比表面積を測定した。所定のセルに試料を入れ、前処理装置で加熱しながら真空乾燥（105℃、6 時間）後、ガス吸着方式比表面積計

この研究は、「県産未利用資源を活用した低コストで環境にやさしい製品の開発」の予算で実施した。

にセットし比表面積を各試料 2～4 回測定し平均値を求めた。

(3) バイオ炭の粒度毎の灰分及び発熱量の測定

バイオ炭の粒度毎の物性についてさらに調査するため、灰分及び発熱量を測定した。灰分については、質量既知のるつぽに試料を約 1 g 加え秤量後、マッフル炉（(株)デンケン社製、KDF S90）内を 600℃に昇温して 30 分間灰化し、デシケーター内で冷却後、灰化物を含むるつぽの質量を測定し算出した。発熱量はカロリーメータ（IKA-Werke 社製、C5003）を用いて各 2 回測定し平均値を求めた。

2. バイオ炭とポリプロピレンとの複合樹脂の作製

バイオ炭の樹脂との親和性及び複合樹脂としての有用性を確認するため、様々な条件でバイオ炭とポリプロピレン（以下 PP）を混練後プレス成形し、樹脂中でのバイオ炭の分散状態を偏光顕微鏡（オリンパス（株）社製、BX50）で確認した。

(1) バイオ炭と PP の混練条件の検討

PP（日本ポリプロ（株）社製、ノバテックTMPP（BC03B））を万能型混練成形装置（(株)東洋精機製作所社製、LaboPlastomill 3S500（ミキサー R100H））に入れ（ヒーター温度 180℃、回転速度 30rpm、5 分間）、予備乾燥（105℃、2 時間以上）したバイオ炭を 10%(w/w)投入し混練（ヒーター温度 180℃、回転速度 80rpm、10 分間）することで、バイオ炭 10%(w/w)混練 PP を試作した。

(2) バイオ炭混練 PP のプレス成形試験

試作した複合樹脂約 2 g を、ポリイミドフィルムを載せた鉄板（250×250×1 mm）で挟み、190℃に設定したホットプレス（(株)井元製作所社製、IMC-194F）にセットし、圧力がかかる直前までジャッキアップして 1 分間予備加熱後、プレス成形（10MPa、3 分間）した。その後、中央の冷却用プレスで冷却（10MPa、1 分間）しプレス成形品を得た。

3. バイオ炭混練 PP の強度試験

試作した複合樹脂の強度試験片（ダンベル試験片、短冊試験片、ノッチ付き短冊試験片）を射出成形により作製し、引張試験、曲げ試験、アイゾット衝撃試験を実施することで各複合樹脂の強度を比較した。

(1) バイオ炭混練 PP の強度試験片の作製

万能型混練成形装置（(株)東洋精機製作所社製、LaboPlastomill 10S100（ミキサー R200））を用いて各条件の複合樹脂を約 200g ずつ作製し、樹脂粉砕機（(株)シュトルツ社製、SX-110）で粉砕した。粉砕物を真空乾燥（105℃、2 時間以上）し、表 1 に示す条件で小型射出成形機（ランバルディ社製、Babyplast 6 /10）により各試験片を作製した。成形品は恒温室（22.5℃、30%RH）で 1 週間保存した後、各種強度試験に用いた。

表 1 射出成形条件

項目	条件	
	金型① (引張試験片)	金型② (曲げ・アイゾット試験片)
スクリーン温度(℃)	180	180
金型温度(℃)	60	60
ショットサイズ(mm)	24	46
冷却時間(sec)	20	25
1st 射出圧(bar)	50	55
1st 射出時間(sec)	3	4
2nd 射出圧(bar)	40	45
2nd 射出時間(sec)	7	5
1st 射出速度(%)	65	45
2nd 射出速度(%)	40	20

(2) バイオ炭混練 PP の強度試験

JIS K 7171¹⁾、JIS K 7161²⁾、JIS K 7110³⁾を参考に、(1)で成形した試験片を用いて、万能材料試験機（(株)島津製作所社製、オートグラフ AGS-5kNG）を用いた曲げ及び引張試験によって曲げ弾性率、曲げ強さ、引張弾性率、引張強さを測定し、アイゾット衝撃試験機（(株)安田精機製作所社製、258 型デジタル衝撃試験機）を用いてアイゾット衝撃強さを測定した。なお、アイゾット衝撃試験では 1 J のハンマーを用いた。すべての試験の試料数は 5 個とし、それぞれ平均値を算出後、PP のみの物性値を 100%とした場合の強度保持率を算出した。

結果と考察

1. バイオ炭の物性評価

(1) バイオ炭の分級

目開き 500 μm 、150 μm 、53 μm 、32 μm の篩で分級し、粒度毎に回収重量を測定した結果を表 2 に示した。各粒径の回収割合を比較すると 150～500 μm が約 47%(w/w)と最も多く、次いで 32 μm 未満が約 20%(w/w)、53～150 μm が約 17%(w/w)、32～53 μm が約 8 %(w/w)、500 μm 以上が約 7 %(w/w)であった。

表 2 バイオ炭の分級結果

番号	バイオ炭の粒度	回収重量 (g)	割合 (%(w/w))
①	500 μm 以上	641	7.2
②	150～500 μm	4213	47.2
③	53～150 μm	1527	17.1
④	32～53 μm	788	8.8
⑤	32 μm 未満	1751	19.6
合計		8920	100

(2) バイオ炭の粒度毎の比表面積の測定

比表面積の測定結果を図 1 に示した。図 1 より、バイオ炭の粒径が大きいほど比表面積は大きくなることが分かった (500 μm 以上：約 640 m^2/g 、150～500 μm ：約 390 m^2/g 、53～150 μm ：約 260 m^2/g 、32～53 μm ：約 180 m^2/g 、32 μm 未満：約 160 m^2/g)。また、分級前のバイオ炭の比表面積は 4 回測定後の平均値が約 450 m^2/g であったが、変動係数が約 0.46 とバラつきが非常に大きかった。一方、分級後のバイオ炭については、すべての粒度で変動係数が 0.1 未満であり、バラつきが小さいことが分かった。

この結果から、バイオ炭は粒度毎に吸着性能などの物性が異なると推察される。また、一般的な活性炭の比表面積は 1000 m^2/g 以上であることから、バイオ炭の吸着性能は、最も比表面積の大きかった 500 μm 以上のもので活性炭の約 6 割程度であることが推定された。今後はバイオ炭の粒度毎のガス及び染料の吸着試験を実施予定である。

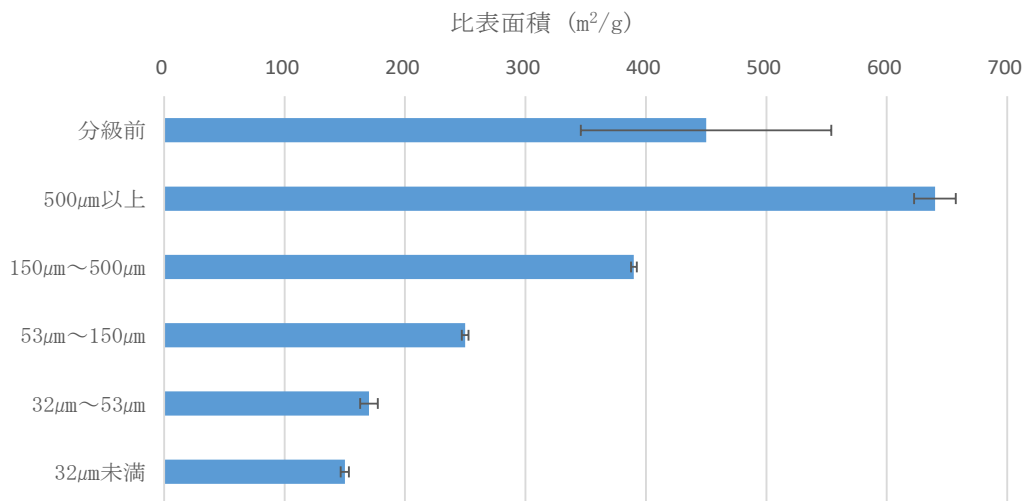


図 1 バイオ炭の粒度毎の比表面積

(3) バイオ炭の粒度毎の灰分及び発熱量の測定

バイオ炭の粒度毎の灰分及び発熱量の測定結果を表 3 に示した。目開き 150 μm の篩を通過したバイオ炭の灰分は、通過していないバイオ炭と比較して高い値を示す傾向があり、粒度が小さいバイオ炭は無機物の含有量が多いことが分かった。また、目開き 150 μm の篩を通過したバイオ炭の発熱量は通過していないバイオ炭と比較して低い値を示す傾向があることが分かった。今後、分級したバイオ炭

の吸着試験等を行い、粒度毎の物性の違いについて引き続き調査を実施する。

表3 バイオ炭の粒度毎の灰分及び発熱量

番号	バイオ炭の粒度	灰分 (%)	発熱量 (J/g)
①	500 μ m以上	11.7	28400
②	150～500 μ m	17.9	26500
③	53～150 μ m	40.0	19800
④	32～53 μ m	46.0	18000
⑤	32 μ m未満	41.2	19400

2. バイオ炭とポリプロピレンとの複合樹脂の試作

プレス成型品の表面状態を観察した結果、分級前のバイオ炭を PP に 10%(w/w)混練した試料は、バイオ炭が PP 中で凝集し分散していないことが確認できた（写真1左）。そこで、分級したバイオ炭のうち最も粒径の小さいもの（32 μ m 未満）を PP に 10%(w/w)混練したところ、分級前の複合樹脂と比較して樹脂中での凝集の減少が確認された（写真1右）。この結果から、粒径の最も小さいバイオ炭を用いることで樹脂中での分散性が向上し、複合樹脂を作製可能であることが確認された。



バイオ炭(分級前)10%(w/w)混練PP



バイオ炭(32 μ m未満)10%(w/w)混練PP

写真1 バイオ炭混練 PP のプレス試験

3. バイオ炭混練 PP の強度評価

各強度試験の結果を図2に示した。PP にバイオ炭を 10%(w/w)複合化することで、曲げ弾性率は約 1.1 倍、引張弾性率は約 1.2 倍に向上することが分かった。一方で、曲げ強さは約 0.98 倍、引張強さは約 0.95 倍と僅かに低下し、衝撃強さは約 0.42 倍に低下することが確認できた。一般的に、樹脂中にフィラーを混合すると、弾性率は充填率に比例して向上し、衝撃強さはフィラーに応力が集中するため低下すると言われている⁴⁾。また、本研究においてはバイオ炭の分散が不十分であり、バイオ炭が樹脂中で凝集することで衝撃時の破壊の起点となり衝撃強さ低下の一因となっている可能性が考えられた。衝撃強さを向上させる手法として、樹脂と充填剤の界面接着性を高める相溶化剤を添加する方法が知られている⁵⁾。そこで、PP に相溶化剤ユーメックス 1010（三洋化成工業（株）社製）を 3%(w/w)添加後、バイオ炭を 10%(w/w)混練した複合樹脂の強度評価を実施した。その結果、相溶化剤添加前と比較して曲げ弾性率、曲げ強さ及び引張強さは向上したものの、引張弾性率及びアイゾット衝撃強さは低下したことから、本研究においては、相溶化剤の添加によるバイオ炭の凝集抑制効果は認められなかった。今後は、衝撃強さ向上のための混練条件についてさらに検討を行い、PP 以外の汎用樹脂や生分解性樹脂との複合化についても、至適な混練条件及び成形条件を検討する予定である。

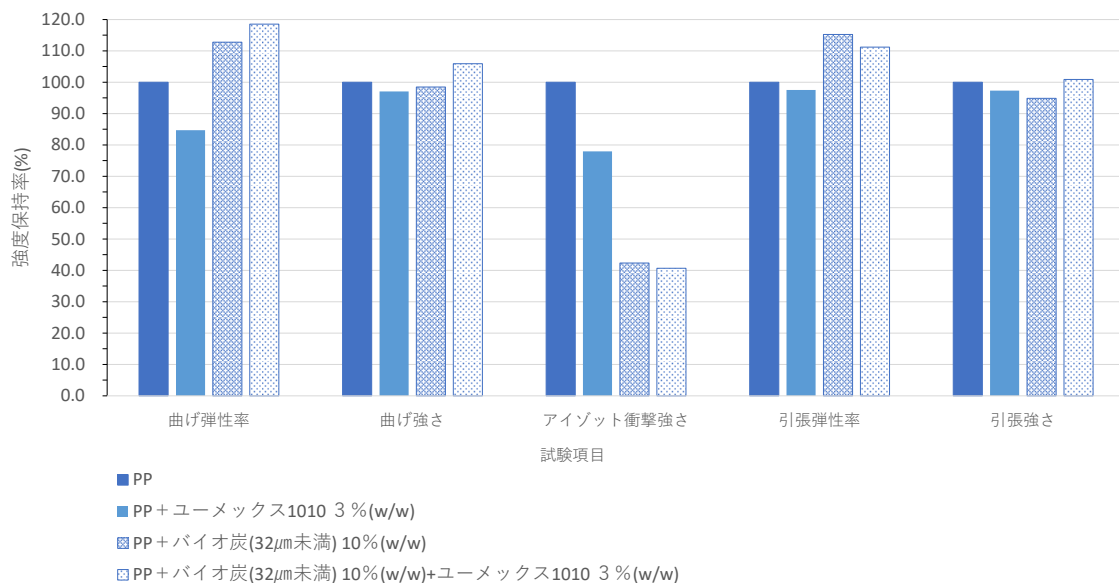


図2 バイオ炭混練 PP の強度評価

ま と め

県内未利用資源の一つであるバイオ炭の物性評価及び PP との複合化について検討し、以下の成果を得た。

1. バイオ炭の比表面積は各粒度で異なり、粒度が大きいほど比表面積も大きくなることが分かった。
また、粒度ごとの灰分と発熱量を分析した結果、灰分は目開き 150μm の篩を通過したバイオ炭が通過しないものと比較して多い傾向であり、発熱量については目開き 150μm の篩を通過しないバイオ炭は通過したものと比較して高い傾向にあることが分かった。
2. 汎用樹脂である PP 中に目開き 32μm の篩を通過したバイオ炭を 10%(w/w)混練した複合樹脂を製作し、曲げ試験、引張試験及びアイゾット衝撃試験を実施した結果、PP と比較して、曲げ弾性率は約 1.1 倍、引張弾性率は約 1.2 倍に向上し、曲げ強さは約 0.98 倍、引張強さは約 0.95 倍と僅かに低下し、衝撃強さは約 0.42 倍に低下した。
3. PP に相溶化剤を 3 %(w/w)添加後、バイオ炭を 10%(w/w)混練した複合樹脂の強度評価を実施した結果、相溶化剤添加前と比較して曲げ弾性率、曲げ強さ及び引張強さは向上したものの、引張弾性率及びアイゾット衝撃強さは低下した。

文 献

- 1)JIS K 7171,プラスチックー曲げ特性の求め方(2022).
- 2)JIS K 7161,プラスチックー引張特性の求め方(2014).
- 3)JIS K 7110,プラスチックーアイゾット衝撃強さの試験方法(1999).
- 4)相馬勲:フィラーデータ活用ブック,株式会社工業調査会,p.36-39(2004).
- 5)安達春樹,井上寛之,井門良介:リサイクル炭素繊維と多様な樹脂との複合化技術の開発,愛媛産技研研究報告,62,p.33-34(2024).

スマートシティシステム活用研究

浦元 明 清家 翼 中平 陸 株式会社愛媛 CATV

Research on the Utilization of Smart City Systems

URAMOTO Akira, SEIKE Tsubasa, NAKAHIRA Riku and Ehime CATV, Inc.

本研究では、産業分野におけるデータ共有および連携基盤の構築を目的に、FIWARE とオープン API を用いたデータ活用を実施した。環境データの可視化には Flutter を使い、多様なプラットフォームでの効率的な表示を実現した。機器の稼働監視には Node-RED の Dashboard 2.0 を活用し、リアルタイム監視を可能とした。また、ローカル 5G ネットワークを利用し、異なる企業間での機器稼働情報を安全かつ迅速に共有する仕組みを構築した。さらに、FIWARE を活用し、降雨量と駐車データの相関分析をはじめとしたデータ統合・リアルタイム分析を実現した。

キーワード：スマートシティ、IoT、ダッシュボード、FIWARE

はじめに

都市 OS は様々なデータを利用する機能を搭載し、収集したデータを相互に運用して利便性向上を目指すものである。相互運用のために多様な異なるデータ形式を揃えてシステム間のデータ連携を行う基盤ソフトウェア FIWARE (Future Internet SOFTWARE)¹⁾は、オープン API を用いたデータ活用が可能であり、農業、医療などの様々な分野の利用が期待される²⁾。

本研究では、工場等の環境データの収集および分析を通じて、品質管理、設備保守、安全確保、コスト削減、生産性向上、さらには外部環境との連携といった多様なメリットを検討することを目的とした。さらに、データ連携の産業分野での有効活用を目指し、ローカル 5G の閉域網を活用したデータ共有の可能性とその実用性について検討した。

実験方法

1. データの収集

環境の変化が生産工程に影響を及ぼす可能性があるため、温度・湿度・気圧のデータを収集し、可視化することで、環境データの利用につなげることを目指した。

(1)環境データ収集の構成

データ収集のためのデバイスとして、マイコンボード (M5StickC Plus) を採用した。このデバイスはコンパクトでありながら Wi-Fi 通信機能を備え、IoT 用途に適している。また、温度・湿度・気圧の測定には一体型センサー (ENV HATIII) を使用した。本センサーは M5StickC シリーズに対応した多機能環境センサーで、I²C (Inter-Integrated Circuit) を用いて通信可能であり、これらのセンサーを組み合わせることで、周辺環境の詳細なデータを取得することが可能となる。また、現場の状況をリアルタイムで把握するために、カメラ (Raspberry Pi Camera Module 2 NoIR) を使用して映像での監視も行った (図 1)。

(2)装置稼働状況の遠隔監視

工場棟内に設置したマシニングセンター (Mazak 製: VERTICAL CENTER SMART 430A LH) の装置の稼働状況の遠隔での把握を検証するため、産業技術研究所の工場棟と久米窪田 5G ラボの間で通信実験を行った。電源部に電流計ユニット (ADS1115) を接続して電流測定及び消費電力測定を行った。また、工場棟内の作業環境を把握するため遠隔カメラ (ロジクール製: C270n) を用いて画像データを取得した。画像データの伝送には、マイコンボード (Raspberry Pi4 Model B) とストリーミングソフトウェア (MJPG-Streamer) を用いた。また、ストリーミング画像に対して物体認識 (MobileNet-SSD)

この研究は、「5G 活用イノベーション創出事業」の予算で実施した。

を行い、認識された人やモニター等に画像内でバウンディング BOX を表示させた。
マシニングセンターでデータ収集を実施したネットワーク構成を図 2 に示す。

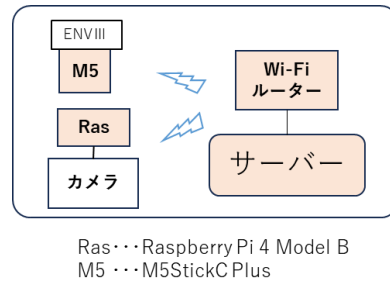


図 1 環境データ収集の構成図

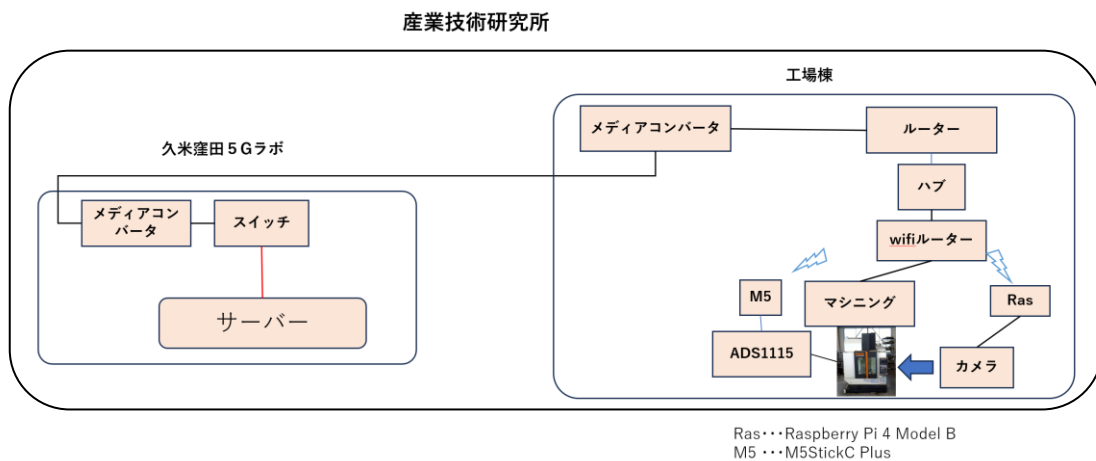


図 2 工場データ収集用ネットワーク構成図

2. ローカル 5G を活用した閉域網ネットワーク内での環境構築

データ連携の産業応用として、図 3 に示すように A 社と B 社間でのデータ共有を試みた。産業技術研究所内にサーバーを設置し、A 社と B 社がデータを共有できる環境を構築した。収集対象のデータは、金属加工機（マシニングセンター、フライス盤）の電流値データとした。これらのデータは、ローカル 5G を活用した閉域網ネットワークを介して、愛媛県産業技術研究所（以後研究所とする）内のサーバーに集約した。

3. データ連携基盤を活用した環境構築

(1) FIWARE の利用

データ連携基盤として㈱愛媛 CATV が提供する FIWARE を活用した。FIWARE は欧州で開発されたオープンソースのデータ連携基盤で、スマートシティや IoT 分野で活用されている。㈱愛媛 CATV は、この FIWARE を基盤とし、多様なデータ連携を実施している。具体的には、雨量、降水確率、消防出動情報、PM2.5 飛散量の実況と予測、県内自治体の HP 更新データなどを統合・管理している。FIWARE を利用することで、標準化された API を用いてデータを容易に扱うことができ、異なるシステム間でのデータの相互運用性が向上する（図 4）。

本研究では、㈱愛媛 CATV が提供する API の中から、農業や物流、建設など、多岐にわたる分野で需要があると考えられ、産業利用の可能性が高い気象データを選定し、その有効な活用方法を検討した。気象データとして降水確率および降水量の取得が可能であり、これらのデータを収集し、分析に活用した。さらに、視認性を高めるために、データ収集・分析が可能なツールであるダッシュボード上にリアルタイムで表示し、直感的に把握できるようにした（図 5）。

(2) 駐車場データの取得

駐車場の占有データはマイコンボード（Raspberry Pi 5）とカメラ映像から AI 処理により把握した。カメラ（RaspberryPi AI Camera）を使用し、駐車場の監視には Sony Semiconductor Solutions が公開しているオープンソース aitrios-rpi-sample-apps の Parking-Monitor を使用した。

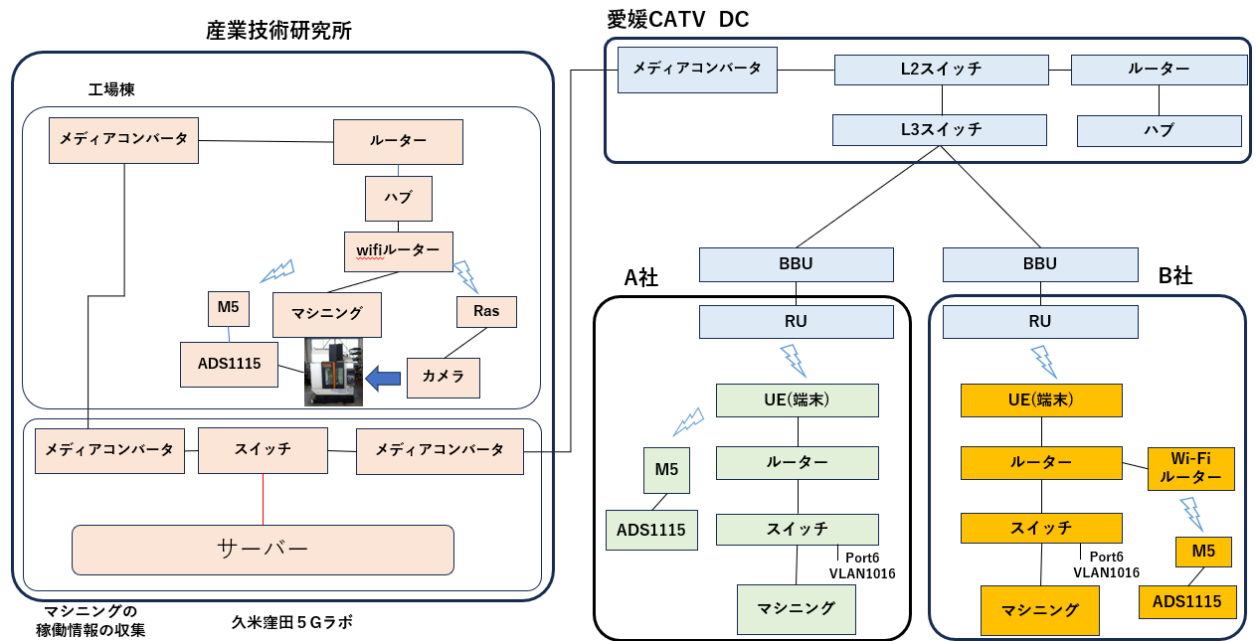


図3 ローカル 5G を活用した閉域網ネットワーク

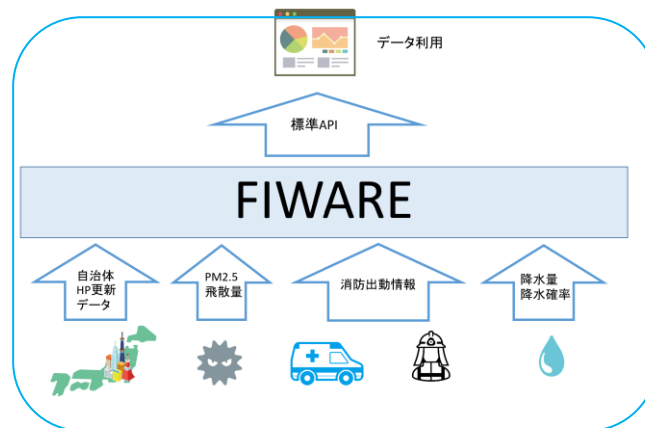


図4 株式会社愛媛CATVデータ連携基盤（FIWARE）イメージ図

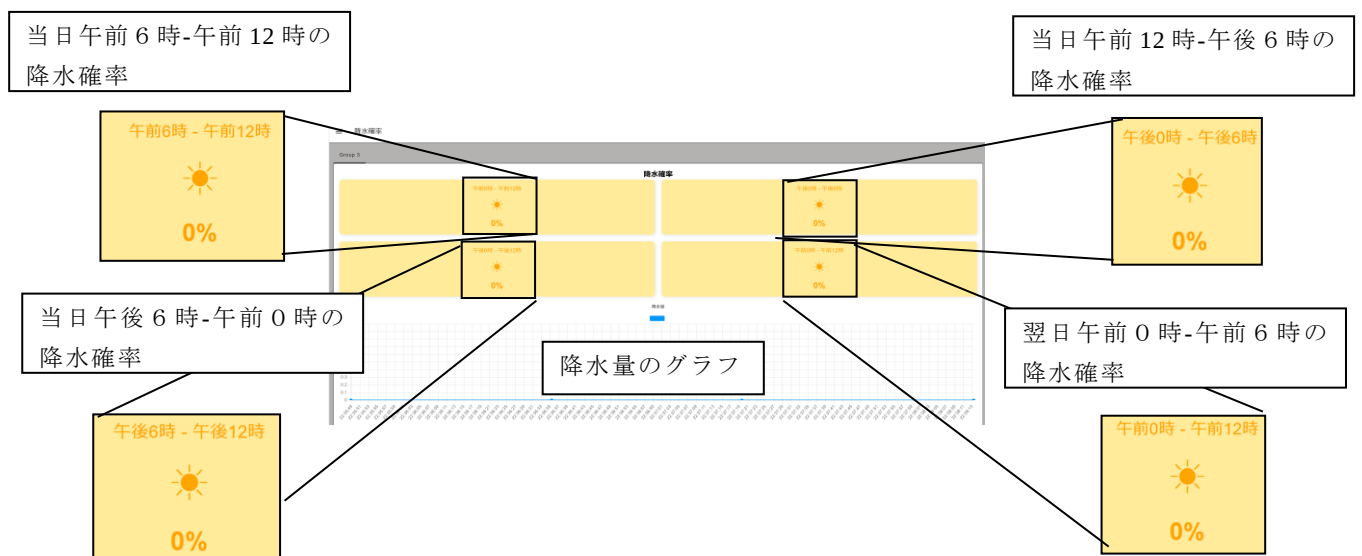


図5 ダッシュボード上の天気情報データ

結果と考察

1. データの可視化

(1)環境データの可視化

環境データとカメラ画像の表示には、Flutter を用いた。Flutter は、Google が開発したオープンソースの UI フレームワークであり、単一のコードベースで iOS、Android、Web、デスクトップ向けのアプリケーションを開発できる特徴を持つ。本システムでは、Flutter の柔軟なウィジェットシステムを活用し、リアルタイムで環境データを可視化するとともに、カメラ画像を効率的に表示できるように構築した。また、Flutter の高性能なネイティブ描画機能により視認性の高いインターフェースを実現した。これにより、環境データの変化やカメラの映像を直感的に把握できるようになった。環境データとカメラ画像の表示結果を図 6 に示す。

図 6 湿度グラフの画面右下に表示された機械と人物の画像から、カメラ画像が高解像度で明瞭に表示されていることが確認できる。また、温度グラフの画面右下に表示された画像から、モニターと人物が検知され、バウンディング BOX が表示されていることが確認できた。さらに、環境データとして温度や湿度の数値も詳細に可視化されており、リアルタイムで変化を正確に把握可能であった。

(2)マシニングセンター稼働状況の把握

図 2 に示すネットワークを活用し、収集したデータをモニターに表示して機器の稼働状況を把握した（図 7）。データの可視化には Node-RED の Dashboard 2.0 を使用し、マシニングセンターの稼働状況をリアルタイムで表示した。これにより、オペレーターは直感的に状況を把握し、運用最適化に活用できる。図 7 では、左側が停止中、右側が稼働中の状態を示し、電流メーターやインジケータの変化により、視覚的に稼働状況を確認できる。

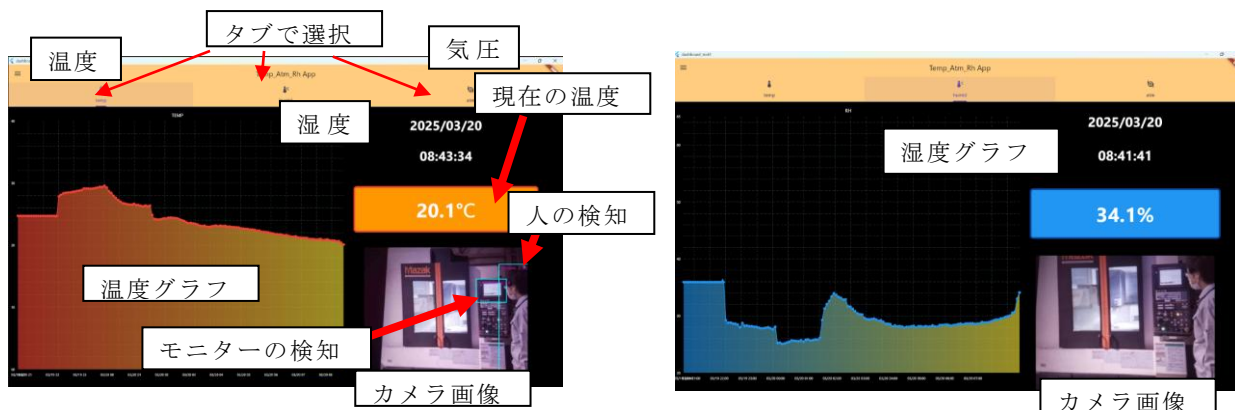


図 6 環境データとカメラ画像の表示画面

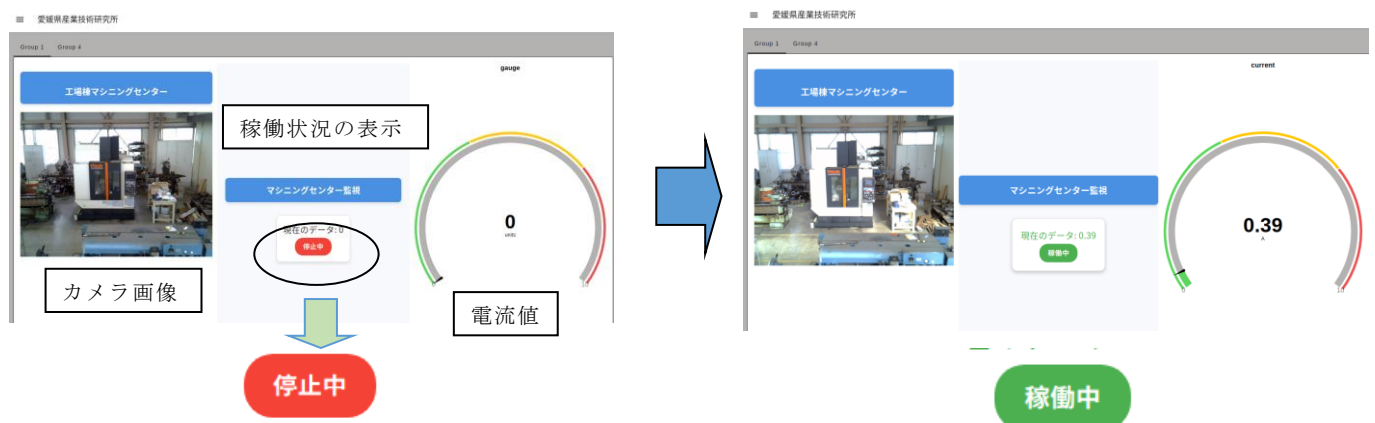


図 7 マシニングセンター稼働状況の表示

2. ローカル 5G を活用した閉域網ネットワーク内でのデータ共有

図 3 に示すとおり、ローカル 5G を活用した閉域網ネットワークによるデータ共有を実施した。具

体的には、県内の金属加工企業である A 社及び B 社が保有する加工機に対し、写真 1 に示すようにクランプ式電流センサーを取り付け、機器の電流値を取得した。取得したデータは、研究所内に設置したサーバーへ送信し、リアルタイムで稼働状況を確認できるようにした（図 8）。さらに、A 社および B 社は、研究所のサーバーへアクセスすることで、相互に装置の稼働状況を確認可能とした（写真 2）。これにより、A 社と B 社間での稼働データの共有が可能となり、設備の効率的な運用が期待される。

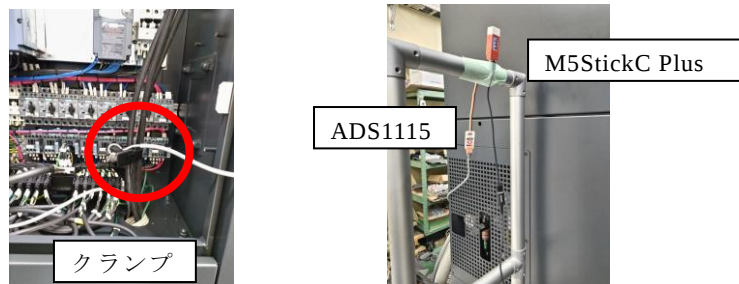


写真 1 電流メーターの取付状況

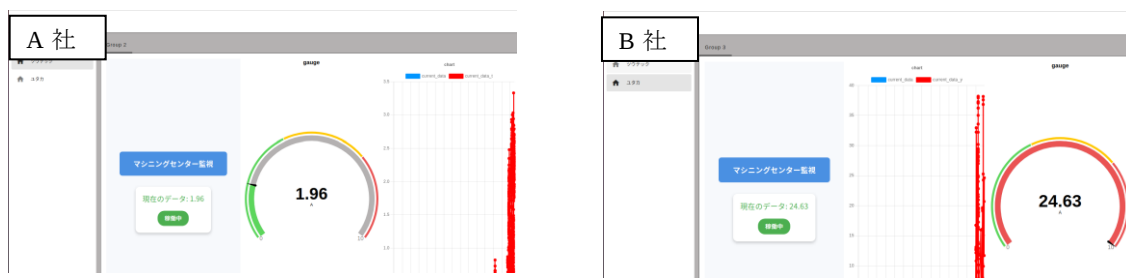


図 8 サーバーで確認した稼働データ



写真 2 B 社からアクセスした産業技術研究所の装置稼働状況

3. データ連携基盤の活用

気象庁の 1 時間あたりの降水量データを活用し、研究所の駐車場における占有スペースとの関係性を分析した。降水量と駐車場の利用状況の関連性を明らかにすることで、天候が駐車行動に与える影響を評価することを目的とした。

駐車場の占有状況を把握するため、写真 3 に示すように、隣接する建物の 2 階にカメラを設置し撮影を行った。植木等の影響でカメラを駐車場の正面に設置できず、駐車台数の正確な計測は困難であったため、本研究では駐車場の占有スペースをカウントし、降水量と駐車場の占有率の相関分析を実施した。

得られたデータはグラフ化し、視覚的に直感的な理解が可能となるようにした。また、分析結果をリアルタイムで確認できるように、ダッシュボード上にグラフを配置し、降水量と駐車場データの関係性を瞬時に把握できるように構築した（図 9）。これにより、降水量の変化に伴う駐車場の利用傾向を視覚的に把握できるだけでなく、時間経過に伴うデータの変動もリアルタイムでモニタリング可能となった。しかし、本システム構築後の観測期間において降水が発生しなかったため、降水量と駐車台数の関係性の評価には至らず、本研究ではダッシュボードの構築にとどまった。

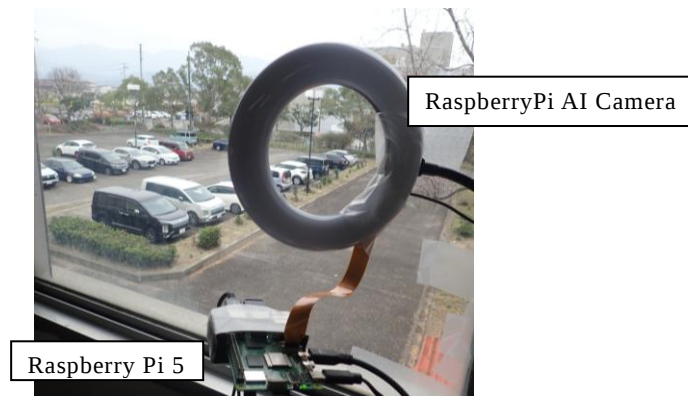


写真3 駐車場占有データの取得

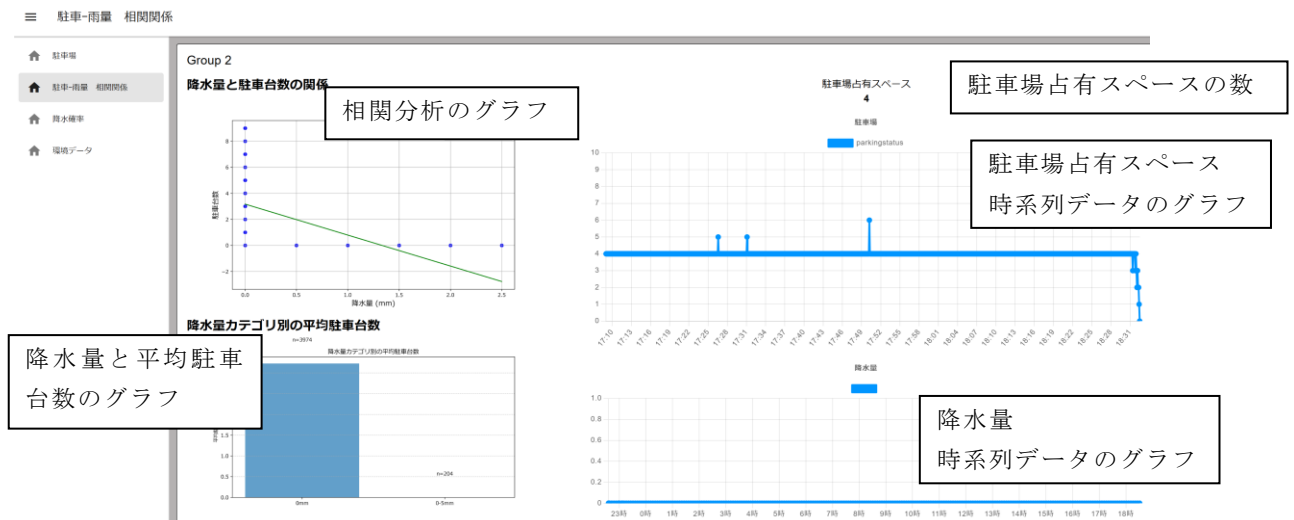


図9 駐車場データと降水量データの分析ダッシュボード

ま と め

本研究では、ローカル 5G の閉域網を活用した産業分野におけるデータ共有およびデータ連携基盤として、FIWARE とオープン API を用いたデータ活用に取り組んだ。その結果、以下の成果を得た。

1. 環境データの可視化について、多様なプラットフォームへの適用が可能な Flutter を用いることで効率的なデータ表示を実現した。
2. 機器の稼働状況監視に Node-RED の Dashboard 2.0 を活用し、リアルタイムでの機器の稼働状況を可視化することができた。
3. ローカル 5G を活用した閉域網ネットワーク環境で、異なる企業間での機器稼働情報のデータ共有を実現した。
4. FIWARE を活用することで、降雨量と駐車データの相関分析をはじめとした、取得データとオープンデータの統合・リアルタイム分析が可能となった。

文 献

- 1) Ramón Martínez, Juan Ángel Pastor ORCID, Bárbara Álvarez ORCID and Andrés Iborra : A Testbed to Evaluate the FIWARE-Based IoT Platform in the Domain of Precision Agriculture, Sensors , **16**,11(2016).
- 2) FIWARE platform. Available online: <https://www.fiware.org/> (accessed on 9 February 2025).

加工食品検査システムの開発

浦元 明 清家 翼 中平 陸 辻田純二*

Development of a Processed Food Inspection System
URAMOTO Akira, SEIKE Tsubasa, NAKAHIRA Riku and TSUJITA Jyunji

県内食品製造業では人手不足の解消や品質保証の向上が喫緊の課題となっており、品質管理の自動化が求められている。そこで、本研究では、カメラ画像及び AI を活用した自動検査システムを開発し、食品パッケージの品質評価を行った。印字検査では、リファレンス画像との比較によるかすれや欠損の判定を行い、パッケージ A・B で高精度な判定を確認した。シール検査には Xception を用いた転移学習モデルを適用し、正常画像 1299 枚、異常画像 422 枚で学習を実施した。シール部の AI 処理を行った結果、貫通孔や目立つ不良を検出できることが確認された。

キーワード：カメラ画像、AI、食品パッケージ

はじめに

近年、食品の安全性及び品質保証の向上が求められる中、加工食品パッケージのシール不良や印字不良の検出技術の発展が急務となっている。特に、ヒートシールの瑕疵¹⁾や包装の空気漏れ²⁾は、製品の劣化や消費者クレームにつながる要因であり、製造工程における迅速かつ高精度な検査が必要不可欠である。また、食品パッケージに印字される賞味期限や産地情報等の不良は、誤認や法規制違反を招く可能性があるため、自動化された検査システムの導入が望まれている。

さらに、近年の労働人口減少により、食品製造業における人手不足が深刻化しており、品質管理の自動化が求められている。従来の目視検査では熟練作業員の確保が必要であり、長時間の作業によるヒューマンエラーのリスクも避けられない。

そこで、本研究では、人手不足の解消にも貢献し、持続可能な生産体制の構築に寄与することが期待される加工食品パッケージの検査について、シール不良や印字不良をカメラ画像や AI で判別するシステムの開発を検討した。

実験方法

1. 検査装置

検査に用いた加工食品検査装置（写真 1）の主要な仕様を表 1 に示す。

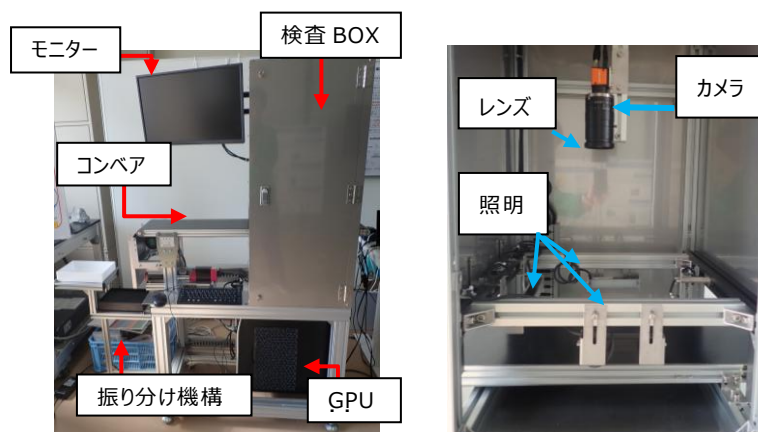


写真 1 加工食品検査装置の外観（左：全体、右：検査 BOX 内）

*株式会社中温

この研究は、「5G 活用イノベーション創出事業」の予算で実施した。

表 1 加工食品検査装置の主要な部品構成

カメラ	センサー	IMX264
	解像度	2448×2048
	フレームレート	35fps
	ピクセルサイズ	3.45 μm^2
	シャッタータイプ	Global
レンズ	焦点距離	18mm
	WD	285.2～56.8mm
	光学倍率	0.05x～0.20x
	実効 F	2.1～2.3
照明	発光エリア	200×15mm
	色温度	6,500K
GPU	メモリ	16 GB GDDR6

装置は、コンベアを備え、パッケージを自動搬送しながら画像撮影及び解析を行うシステムである。パッケージはコンベア上に配置され、搬送されることで検査ボックス内へ移動する。検査ボックス内には一定の照明環境が整えられており、均一な条件のもとで撮影が行われる。上部に設置された高解像度カメラにより、パッケージの印字部分を撮影し、取得した画像データはリアルタイムで PC に送信される。PC では、撮影画像に対して、印字のかすれや欠損又はシール不良を判定する。解析結果はモニター上に可視化されるとともに、設定された基準に基づいて良品、不良品を判定し、良品には「OK」、不良品には「NG」とモニターに表示すると共に、後続の工程で上段、下段に振り分けられる仕組みとした。

2. 加工食品パッケージの検査

(1)検査用サンプル

パッケージされた加工食品のターゲットとして、カレーやシチューの具材を調理した製品、筑前煮の具材を調理した製品など、主に芋や根菜類を調理後パッケージングされた商品を選定した(写真2)。



写真2 芋や根菜類のパッケージングされた商品

(2)印字部の検査方法

i)検査用パッケージ

食品パッケージへの印字においては、印字の品質を安定して実施するための適切な条件設定が重要である。特に、食品をパッケージに挿入した状態では、パッケージ表面に凹凸が生じやすく、印字が歪んだり、一部が欠けたりするリスクが高まる。このような状態では、正確な印字が難しくなるため、賞味期限や産地などの情報は、食品を挿入する前の段階でパッケージに印字することが望ましい。印字の検査においても、食品挿入後のパッケージでは、パッケージの膨らみやシワの発生により、印字の視認性が低下し、正確な検査結果を得ることが難しくなる。また、印字の滲みや欠けが、食品の充填による圧力や摩擦の影響によるものなのか、それとも印字装置の問題なのかを特定することが難しくなる。このため、本研究では、印字工程そのものの品質を評価するために写真3のように、食品挿入前のパッケージを用いた検査を実施した。

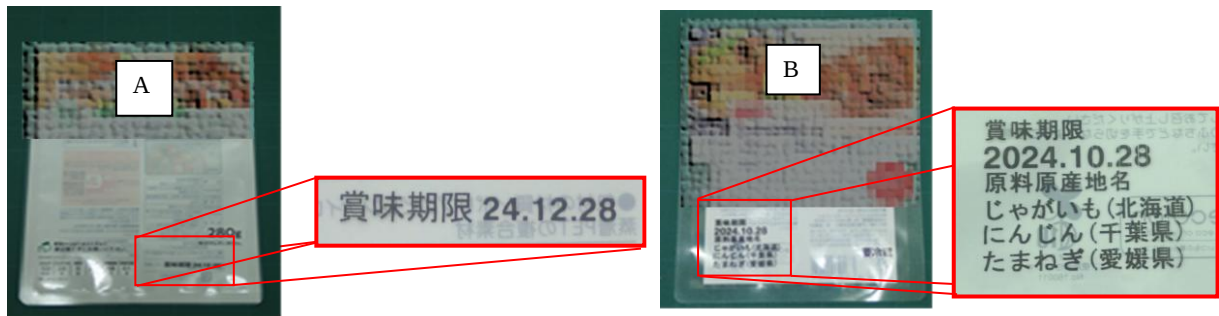


写真3 印字検査用食品包装パッケージ

パッケージはA及びBの2種類を使用し、印字品質評価試験を実施した。パッケージAについては、目視による判断で良品4枚及び不良品6枚（写真4）を試料として用いた。各試料を10回繰り返し検査し、合計100回の検査を行った。また、パッケージBについては、良品9枚及び不良品4枚（写真5）を試料として用いた。同様に各試料を10回繰り返し検査し、合計130回の検査を実施した。

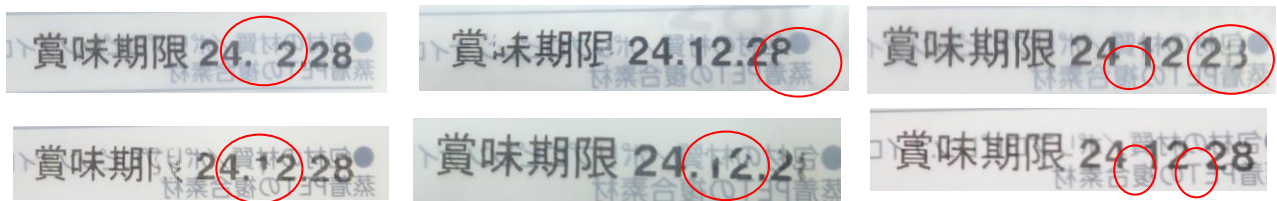


写真4 パッケージAの印字不良品

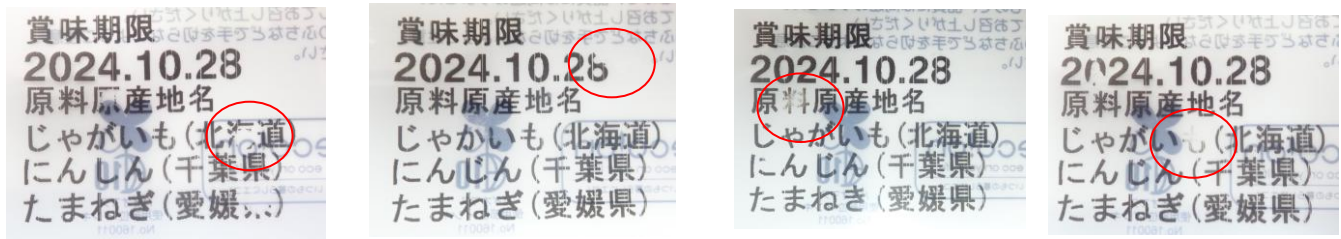


写真5 パッケージBの印字不良品

ii)画像処理方法

①リファレンス画像の作成

最初に、試験対象のパッケージを1枚投入し、以下の処理を行う。

- ・印字領域の特定：設定されたサーチ領域内で印字部分を検出する。
- ・印字部分の切り出し：検出した印刷部分を切り出す。
- ・サイズ正規化：うねりや反りによる形状誤差を補正し、統一されたサイズに変換する。
- ・二値化処理：印刷部分と背景を分離するため、二値化処理を適用する。
- ・印刷ブロックの分割：縦横の切れ目を基に、印刷領域を複数のブロックに分割する。
- ・リファレンス画像として保存：処理後の画像を基準データとして保存する。

②パッケージの検査

リファレンス画像作成後、試験対象のパッケージを2枚目以降順次投入し、以下の処理を行う。

- ・前処理：リファレンス画像の作成方法を適用し、印刷領域を抽出する。
- ・位置合わせ：各ブロックをリファレンス画像と縦横方向で位置調整する。
- ・差分の抽出：リファレンス画像と比較し、欠損側の差分を抽出する。
- ・かすれ判定：抽出した差分が設定閾値以上の場合、印字かすれ不良と判定する。

(3)シール部の検査方法

i)検査用パッケージ

食品パッケージのシール検査においては、具材が適切に密封され、食品の品質を維持できる状態であるかを評価することが重要である。特に、芋や根菜類のような厚みのある食品を包装する場合、パ

パッケージが食品の形状に応じて収縮し、シール部分にしわが発生することがある。このしわは、シールの密閉性に影響を与える可能性があるため、シール検査では、食品が封入された後のパッケージを対象に評価を行う必要がある。

シール部に貫通孔が発生した場合、外部の空気や湿気が直接内部に入り込み、食品の安心安全性が失われ鮮度が大幅に低下するため、このような重大な不良は、確実に検出しなければならない。

本研究では、シールの品質を正確に評価するため、食品を封入した状態での検査を実施した（写真6）。

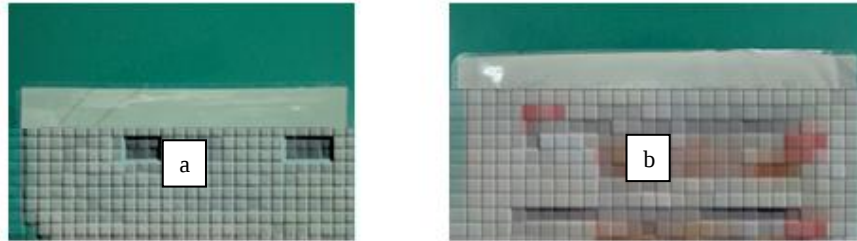


写真6 シール検査用食品包装パッケージ

食品を挿入することで発生するパッケージの変形を考慮し、実際の流通状態を再現した条件でシールの状態を確認する。状態確認は、シール部分の接着状態について、AIを用いた画像処理で分析し、貫通孔やシール不良が存在しないかを検査する。パッケージはa及びbの2種類を使用し、シール検査を実施した。パッケージaについては、良品2枚及び不良品4枚を試料として用いた。各試料を10回繰り返し検査し、合計60回の検査を行った。また、パッケージbについては、良品6枚及び不良品9枚を試料として用いた。同様に各試料を10回繰り返し検査し、合計150回の検査を実施した。

ii) AI 処理方法

AI処理にはXception³⁾を使用し、転移学習を行った。Xceptionは、高精度・低計算コスト・柔軟な応用性を兼ね備えた畳み込みニューラルネットワークモデルであり、異常検知などの産業応用に適している。転移学習を活用することで、小規模データセットでも効果的に学習が可能であるため、正常画像を1299枚、異常画像を422枚用いて転移学習を実施した。シール検査においては、カメラで取得したシール部周辺の画像を10カ所に切り分けてAI処理を実施し、パッケージのシール不良を判定した。写真7に示すとおりシール部を貫通したしわ、未貫通であっても目立つ不良及び切り口ラインよりも下にあるシール部も不良とした。



写真7 シール検査不良の考え方

結果と考察

1. 印字部の検査

印字部の検査結果を表2に示す。表2から、印字部の検査において不良品の判定精度は100%であり、全ての不良品が適切に不良と判定されている事がわかった。一方、良品の判定においては、パッケージAでは7回、パッケージBでは2回の誤判定が発生し、良品が不良と判定された。パッケージAにおいて、良品が不良品と誤判定された主な要因は、賞味期限の「賞」の文字部分における判定のばらつきであった。目視では問題なく判読可能であったが、画像処理による判定結果は一貫せず、検査ごとに異なる判定となる場合があった。これは、印字の一部に線の細りや均一性の欠如が見られる場合、画像処理による判定結果にばらつきが生じるためであると考えられた（写真8）。また、パッケージBにおいて、良品が不良品と誤判定された主な要因は、にんじんの「じ」の文字部分における判定のばらつきであった。他の正常に判定された画像では濁点の左側に明確な無色のスペースが確認できたが、誤判定された画像では、濁点の左側にパッケージ裏面の文字が重なっており、印字の視認性が低下していることが確認された（写真9）。この重なりにより、印字部分のコントラストが低下し、画像処理アルゴリズムが適切に識別できず、誤判定が発生したと推察される。

表2 印字部の検査結果

パッケージ	目視による判断	判定結果（回数）	
		良品	不良品
A	良品	33	7
	不良品	0	60
B	良品	88	2
	不良品	0	40

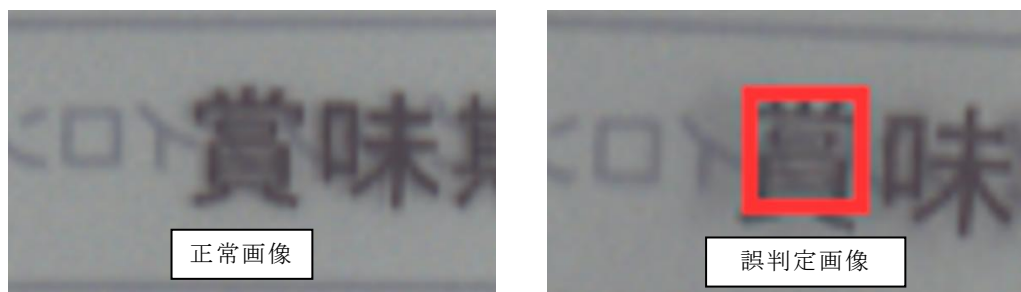


写真8 「賞」を誤判定した画像



写真9 「じ」を誤判定した画像

これらの結果から、誤判定が発生した場合でも、目視では問題なく読み取れる印字であることが確認された。また、画像処理による判定時には裏映りや印刷の均一性、照明条件などで、判定結果にば

らつきが生じることがあるが、不良のものを良と判定することがなかったため、不良品を検査する装置としては有効な手段であることが確認できた。

2. シール部の検査

シール部の検査結果を表3に示す。表3から、パッケージaでは不良品を良品と判定する例が発生した(写真10)。誤判定が発生したのは、シール部の途中までしわが発生しているパッケージであり、3回とも同一のパッケージであった。本検査システムはパッケージをコンベア上に載せて撮像する方式であるため、パッケージ表面に凹凸がある場合、毎回同一の画像を取得することが難しいことから、照明の当たり具合の変化などにより、判定結果が異なった可能性がある。一方で、AI判定は一定の有効性を示しており、特に貫通孔の不良品は適切に検出できていた。しかし、良品を不良品と判定した回数も20回中8回と多くなった。良品を不良品と判定した例を写真11に示す。

表3 シール部の検査結果(回数)

パッケージ	目視による判断	判定結果	
		良品	不良品
a	良品	12	8
	不良品	3	37
b	良品	50	10
	不良品	4	86



写真10 不良品を良品と誤判定した画像



写真11 良品を不良品と誤判定した画像

写真11に示される不良品と判定されたしわは、シール部に届いておらず、実際には影響がないことが確認できた。

このように、画像を目視で確認した場合には問題がないと判断されるケースでも、AIによる判定では不良品となる場合がある。このことから、本システムのAI判定精度にはさらなる検証が必要であると考えられた。特に、AIの判定は単なる閾値設定のみでは解決できない場合があり、学習方法の再検討や学習データの枚数を増やすことで対応する必要があると考えられた。今後、より高精度な検査を実現するためには、誤判定の事例を蓄積し、それに基づいた継続的なモデルの改良が求められる。

パッケージ b も同様に不良品を良品と判定する例が発生した（写真 12）。誤判定が発生したのは角の部分にシール不良が発生しているパッケージであり、4 回とも同一のパッケージであった。パッケージの凹凸が発生したことで、角の部分のシール不良なのか、あるいは奥に折れ曲がっている状態なのかの判断が、画像を目視で確認した場合でも困難であった。このようなケースが発生するため、実際の生産ラインに本システムを組み込む際には、パッケージ表面の凹凸を抑える工夫が必要となる。



写真 12 不良品を OK と誤判定した画像

例えば、パッケージの両端を引っ張った状態で撮影するなど、均一な状態で画像を取得する仕組みを導入することで、判定の安定性を向上させることが期待できる。

また、良品を NG と判定したケースは 10 回発生しており、これは同一のパッケージではなく、3 個の異なるパッケージにおいて確認された。それぞれの NG 判定の原因として、シール部より下部で発生した凹凸（写真 13）や、凹凸による照明の反射（写真 14）が影響したと考えられた。これらの要因により、AI がシール不良と誤認識した可能性がある。このような誤判定を減らすためにも同様にパッケージ表面の凹凸を抑える工夫が必要となる。



写真 13 良品を NG と誤判定した画像(下部の凹凸)

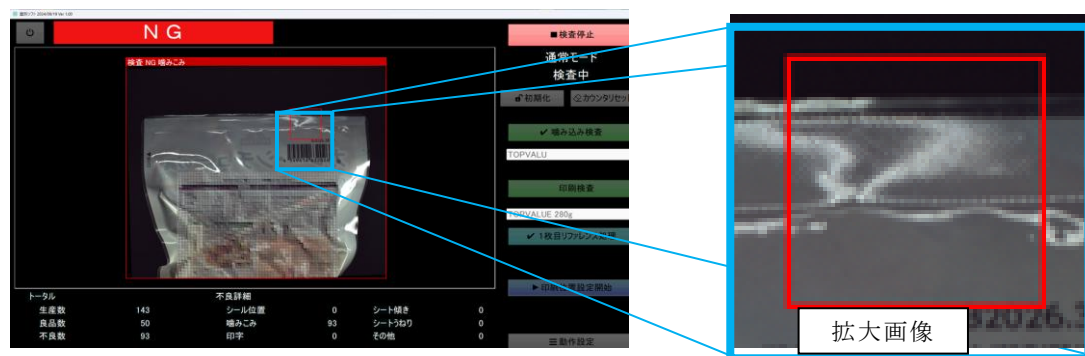


写真 14 良品を NG と誤判定した画像(照明の反射)

ま と め

シール不良及び印字不良について、カメラ画像を用いて AI で判別するシステムの開発を実施した結果以下の知見を得た。

1. 加工食品パッケージ印字部の検査では、画像処理による検査で不良品を分類することが可能であった。
2. 加工食品パッケージシール部の検査では、AI 判別により貫通孔などの不良は分類することが可能であった。また、AI 判別では、パッケージシール部の凹凸を抑える工夫が必要であることが分かった。

文 献

- 1) 森健太,井上卓見,門脇廉:空中超音波のコインシデンスを利用するヒートシール瑕疵の非接触検出, 日本機械学会論文集,**86-886**,p.79(2020)
- 2) 田中一行, 関雅代, 黒田聡, 大西浩平, 溝口貴弘:袋状食品包装の空気漏れ検査システムの性能評価, 自動制御連合講演会講演論文集, p. 685-692, オンライン開催 (2021) .
- 3) Francois Chollet: Xception: Deep Learning with Depthwise Separable Convolutions, arXiv preprint arXiv:1610.02357(2016)

レアメタル分離回収技術に活用する比色分析法の開発

井上寛之 平山和子 藤本真人 中村健治

Development of colorimetric method used for rare metal separation and recovery technology

INOUE Hiroyuki, HIRAYAMA Kazuko, FUJIMOTO Manato and NAKAMURA Kenji

電気自動車やスマートフォンの普及によりリチウムイオン電池（LiB）の需要が大幅に拡大する中、電池の正極材に用いられるニッケル（Ni）やコバルト（Co）等はレアメタルであり、それらを回収する技術開発が進められている。現場で Ni と Co を効率的に分離回収するためには事前に濃度を把握する必要があることから、本研究では、両金属共存下において簡易に濃度測定できる比色分析法の開発に取り組んだ。その結果、Ni と Co の共存下において、それぞれの濃度が判別できる発色条件を見出し、容易に分析が可能な紙基材での比色分析キットを開発した。

キーワード：リチウムイオン電池、レアメタル、リサイクル、比色分析

はじめに

電気自動車やスマートフォンの普及により LiB の需要が大幅に拡大する中、今後廃棄量が増加すると見込まれる LiB の正極材には Ni や Co などレアメタルが含まれており、環境省においても「都市鉱山」と呼ばれる使用済み電子機器から金属を回収し、再資源化を推進するなど、循環型社会形成に向けた取り組みの一つとしてリサイクルによる資源確保は重要視されている。特にレアメタルの中でも性質の似ている Ni と Co の分離は難しいが、県内企業においてイオン交換樹脂を利用した分離回収技術の開発が進められている¹⁾。レアメタルの分離において、LiB リサイクルの出発原料であるブラックマスから酸抽出された液には、Ni や Co のレアメタルが数百 mg/L 含まれており、効率的に分離するためには、イオン交換樹脂の量や送液速度の調整など最適な分離条件を現場で確定する必要がある。このため、複数のレアメタルが含まれている場合でも現場で容易に定量評価ができる分析法が求められている。

そこで本研究では、市販の簡易測定法では測定できない高濃度（数百 mg/L）の Ni と Co をターゲットに両金属共存下において、簡易に濃度測定できる比色分析法を活用し、それぞれの濃度が判別できる発色条件を検討したほか、現場で発色条件を確認するため、容易に分析が可能な紙基材での比色分析キットを開発したので報告する。

実験方法

1. Ni と Co の濃度が判別できる発色条件の検討

(1) Ni 発色液の調製

Ni 発色試薬としてパックテスト（共立理化学研究所(株)製）や比色定量法に使用されているジメチルグリオキシム（富士フイルム和光純薬工業(株)製）を用いた²⁾。ジメチルグリオキシム 0.05g をエタノール 1.0mL に分散させたのち、蒸留水 49mL と混合した。一晩静置し、0.45μm のメンブレンフィルターに通して Ni 発色液とした。

(2) Co 発色液の調製

Co 発色試薬として高感度な比色試薬である PAR（4-(2-ピリジルアゾ)レゾルシノール）（同仁化学研究所製）を用いた³⁾。PAR0.01g を 0.5mol/L NaOH 1.0mL と蒸留水 49mL の溶液に溶解させ、Co 発色液とした。

(3) pH 調整剤の調製

炭酸ナトリウム 12g を蒸留水 40mL に溶解し、20 倍希釈した水溶液を pH 調整剤とした。

この研究は、「令和 6 年度起業化シーズ育成支援事業」の予算で実施した。

(4)Ni 標準液の調製

Ni 標準原液 (Ni1000) (富士フイルム和光純薬工業㈱) を 0.1mol/L HCl で希釈し、Ni 100、200、300、400、500mg/L の標準液を調製した。

(5)Co 標準液の調製

Co 標準原液 (Co1000) (富士フイルム和光純薬工業㈱) を 0.1mol/L HCl で希釈し、Co 100、200、300、400、500mg/L の標準液を調製した。

(6)Ni と Co を混合した標準液の調製

Ni 標準原液 (Ni1000) と Co 標準原液 (Co1000) を使用し、Ni が 20、100、500mg/L に、Co が 100、200、300、400、500mg/L になるよう 0.1mol/L HCl で調製した。また、Co 標準原液 (Co1000) と Ni 標準原液 (Ni1000) を使用し、Co が 20、100、500mg/L に、Ni が 100、200、300、400、500mg/L になるよう 0.1mol/L HCl で調製した。

(7)分光光度計での吸光度測定

発色液と Ni、Co 標準液を混合し、発色した反応液の吸光度を紫外可視分光光度計 (日本分光㈱製) で測定した。Ni の発色は、Ni 発色液 40 μ L、pH 調整剤 18 μ L、Ni、Co 混合液を 40 μ L 混合し、Co の発色は、Co 発色液 50 μ L、0.1mol/L HCl 20 μ L、Ni、Co 混合液を 40 μ L 混合し、分光光度計で吸光度を測定した。

2. 比色分析キットの開発

試作した比色分析キットを写真 1 及び図 1 (断面) に示す。この分析キットは、厚紙の上に白色シールを貼り、その上に透明フィルム、さらに印刷が可能なラベルシールを貼っている。厚紙に白色シールを貼ることで、発色部分を透過する光を白色シール表面で効率よく反射させ、発色の判別を容易としている。

また、発色試薬及び pH 調整剤を分析キット表面に固定化するために、セルロースナノファイバーを使用した。具体的には、呈色させる部分にセルロースナノファイバーを塗布し、発色試薬及び pH 調整剤を滴下したのち自然乾燥させた。セルロースナノファイバーには、レオクリスタ (第一工業製薬㈱製) 及び ELLEX-S (大王製紙 (株) 製) を使用した。



写真 1 試作した分析キット
(Co 発色試薬を固定化)

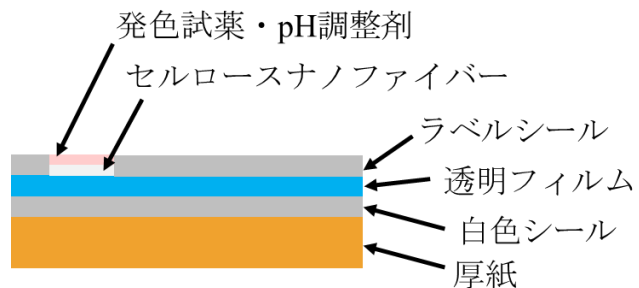


図 1 試作した分析キットの構造 (断面)

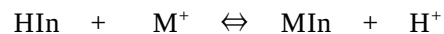
結果と考察**1. Ni、Co 発色液への pH の影響について****(1)Ni 発色液の Ni 発色に対する pH の影響**

テフロンシート上で Ni 発色液 40 μ L と炭酸ナトリウム 0~25 μ L を混合し、Ni100、500mg/L 溶液 40 μ L を添加した際の発色状態の写真を撮影した (図 2)。その結果、炭酸ナトリウムの添加量を増やすことで発色が濃くなり、炭酸ナトリウムの添加量を変化させることで発色の程度を制御することが可能であることが分かった。また、炭酸ナトリウム 10 μ L 添加した際に、Ni100mg/L と Ni500mg/L で色差が確認できた。



図2 Ni 発色液の Ni 発色に対する炭酸ナトリウム添加量の影響

このことについて、以下に発色機構の一例を示す。ここでの HIn は発色試薬、 M^+ は金属イオン、MIn は発色物質（金属錯体）、 H^+ は水素イオンである。



この反応は、平衡反応であるため、pH が低い場合（水素イオン濃度が高い場合）は平衡が左に移動し、pH が高い場合（水素イオン濃度が低い場合）は平衡が右に移動する。このことから、金属イオンの濃度が高く、発色が飽和してしまう場合は、pH を下げる（平衡を左に移動させる）と飽和が解消され、金属イオンの濃度が低く、発色が少ない場合は pH を上げる（平衡を右に移動させる）と発色が促進されることになる。これにより、炭酸ナトリウムの添加量を変化させることで pH が変わり、発色の程度を制御することができたと推察される。

(2)Co 発色液の Co 発色に対する pH の影響

テフロンシート上で Co 発色液 50μL と炭酸ナトリウム 0~25μL を混合し、Co100、500mg/L 溶液 40μL を添加した際の発色状態の写真を撮影した（図3）。その結果、炭酸ナトリウムの添加量を増やすことで鮮やかな赤色を呈するようになり、炭酸ナトリウムの添加量を変化させることで発色の程度を制御することが可能であることが分かった。また、炭酸ナトリウムを添加していない条件で Co100mg/L と 500mg/L で色差が確認できた。これは、pH を下げることにより発色の飽和が解消されたためであると考えられる。



図3 Co 発色液の Co 発色に対する炭酸ナトリウム添加量の影響

2. Ni、Co 単体での発色条件の検討

(1)Ni 単体での発色条件の検討

上記検討により、炭酸ナトリウムの添加量を変えることで Ni100mg/L と Ni500 mg/L で色差が確認で

きたことから、炭酸ナトリウムの添加量について詳細に条件検討を行った。その結果、Ni 発色液 40 μ L と炭酸ナトリウム 12 μ L を混合し、Ni、Co 単体 100～500mg/L の溶液 40 μ L 添加した際に、Ni の濃度が上昇するにつれて色が濃くなり、Co は少し黄色みがかかるが赤色には発色しないことが確認できた（図 4）。

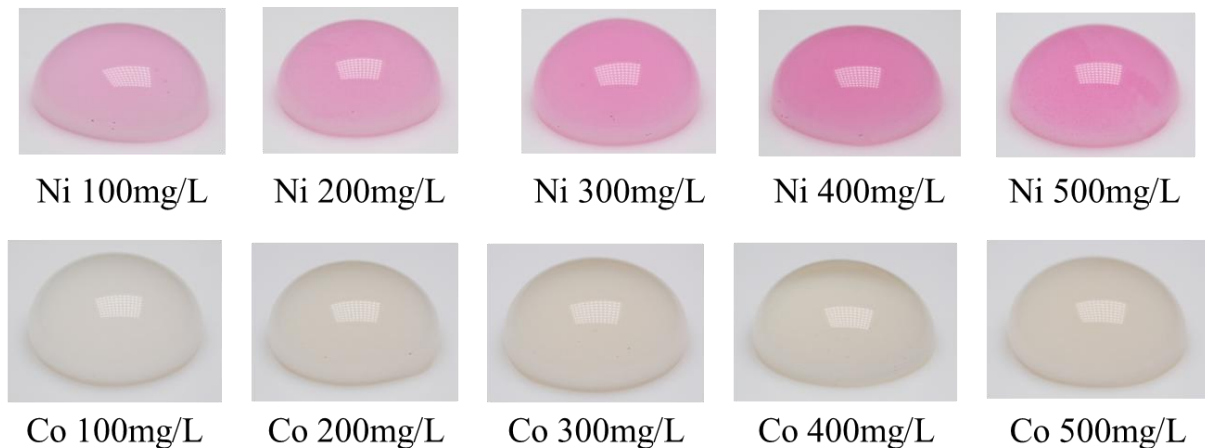


図 4 Ni 発色液を用いた Ni、Co 単体での発色結果

(2)Co 単体での発色条件の検討

上記検討により、炭酸ナトリウムの添加量を変えることで Co の発色状態は変化し、炭酸ナトリウムの添加なしで色差が確認できたことから、更に酸として 0.1mol/L HCl を添加するなど詳細な条件検討を行った。その結果、Co 発色液 50 μ L と 0.1mol/L HCl 20 μ L を混合し、Ni、Co 単体 100～500mg/L の溶液 40 μ L 添加した際に、Co の濃度が上昇するにつれて色が濃くなり、Ni はオレンジ色を呈しているが、濃度による色の変化はないことが確認できた（図 5）。

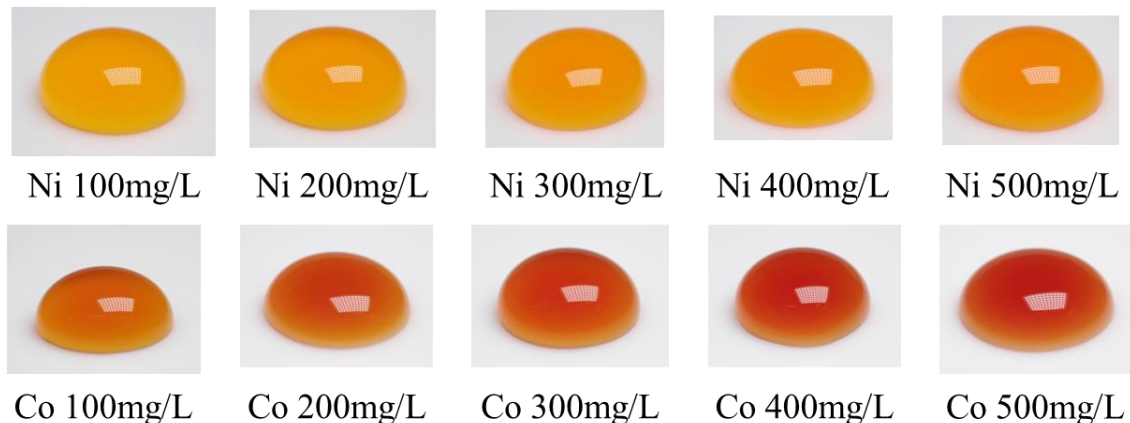


図 5 Co 発色液を用いた Ni、Co 単体での発色結果

3. Ni と Co の混合液での発色条件の検討

(1)Ni 発色液を用いた Ni、Co 混合液での発色試験

上述のように、Ni 及び Co の単体の分析において片方の金属イオンの色差を確認することができたが、Ni、Co 混合状態においても片方の金属イオンの発色を判別できるか確認するため、Ni と Co を混合した溶液を調製し、その発色を調べた。

単体での発色条件を基に炭酸ナトリウムの量を調整し、色差が確認できる条件で発色試験を行った。テフロンシート上で Ni 発色液 40 μ L と炭酸ナトリウム 18 μ L を混合し、Co 濃度を 500 mg/L に固定した上で、Ni 濃度を 100、200、300、400、500mg/L と変化させた 5 種類の Ni、Co 混合溶液を 40 μ L 添加した際の発色状態の写真を撮影した（図 6）。その結果、Ni の濃度が上昇するにつれて色が濃くなり、Co 単体時にも見られた黄色味がかかった色を呈しているものの、Ni の発色にはほとんど影響しないことが確認でき、今回の実験条件では、Co の存在下において、Ni が定量できる可能性が示唆された。



図6 Ni 発色液を用いた Ni、Co 混合液での発色結果

(2)Co 発色液を用いた Ni、Co 混合液での発色試験

テフロンシート上で Co 発色液 50 μ L と 0.1mol/L HCl 20 μ L を混合し、Ni 濃度を 500mg/L に固定した上で、Co 濃度 100、200、300、400、500mg/L と変化させた 5 種類の Ni、Co 混合溶液を 40 μ L 添加した際の発色状態の写真を撮影した（図 7）。その結果、Co の濃度が上昇するにつれて色が濃くなることが確認でき、今回の実験条件では、Ni の存在下において、Co が定量できる可能性が示唆された。



図7 Co 発色液を用いた Ni、Co 混合液での発色結果

4. 分光光度計及び写真データを利用した定量評価について

(1)分光光度計を利用した Ni、Co 混合液の定量評価について

上記 3.(1)及び 3.(2)と同一条件で発色させた混合液の吸光度を測定した（図 8、図 9）。その結果、Ni 発色液の吸収極大波長である 545nm で吸光度を比較したが、濃度依存的に吸光度が上昇する結果は得られなかった。また、Co 発色液では、吸収極大波長はなく、濃度依存的に吸光度が上昇する結果は得られなかった。

このことから、今回の実験条件において Ni 及び Co の濃度を定量する際に分光光度計を使用することは困難であり、発色の程度をより直接的に評価する手法が必要となることが分かった。

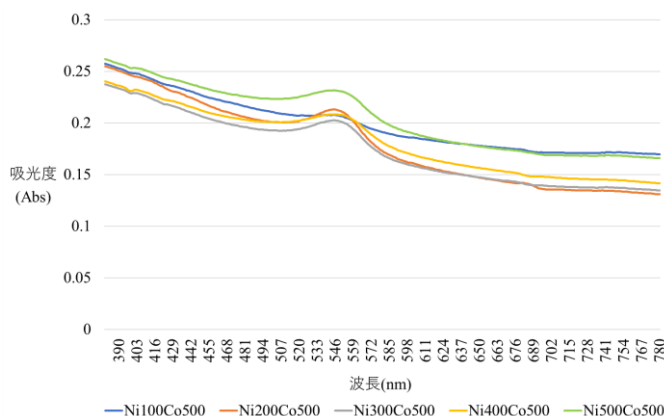


図8 Ni 発色液における混合液の吸光度測定結果

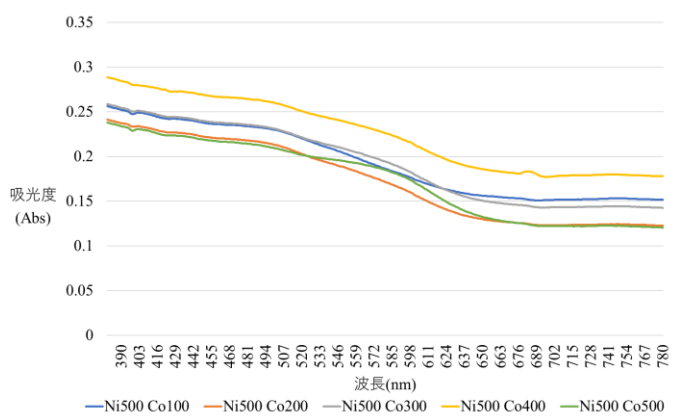


図9 Co 発色液における混合液の吸光度測定結果

(2)写真データを利用した Ni、Co 混合液の定量評価について

上記 3.(1)と同一条件で発色させた混合液の写真を撮影し、写真データから $L^*a^*b^*$ を抽出した（図 10（左））。その結果、 L^* 値は数値にあまり変化がなく、 b^* 値は減少、 a^* 値は増加傾向にあった。また、Ni400Co500 と Ni500Co500 では a^* 値が減少しているため、飽和状態になっていると考えられるが、線形の近似曲線（図 10（右））により、濃度に対する相関が見られており、 a^* 値で定量評価できることが示唆された。

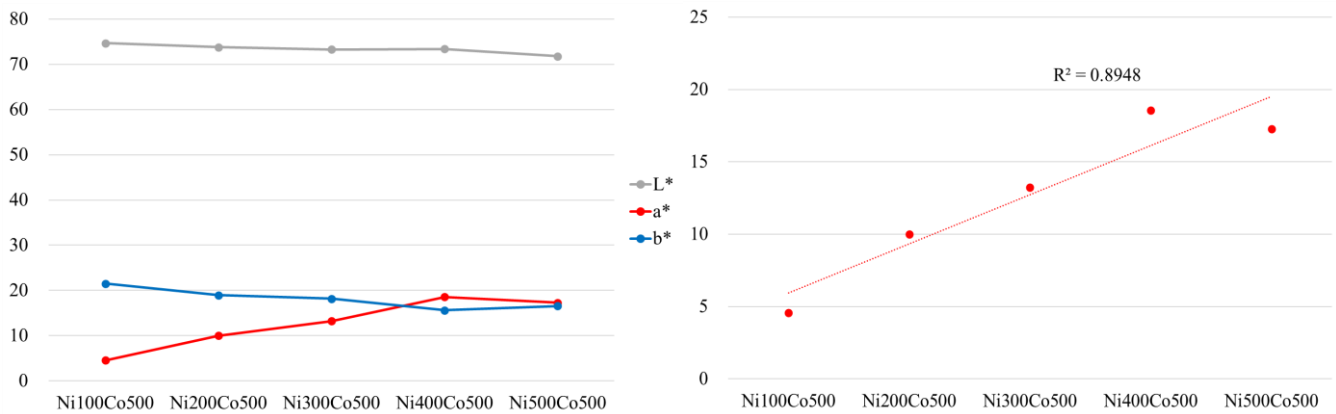


図 10 Ni 発色液における混合液の $L^*a^*b^*$ 値の測定結果 (左) と a^* 値の近似曲線 (右)

上記 3.(2) と同一条件で発色させた混合液の写真撮影し、写真データから $L^*a^*b^*$ を抽出した (図 11 (左))。その結果、Co 発色液では、Co 濃度が上がるにつれて、 L^* 値と b^* 値は減少し、 a^* 値は増加した。また、Ni500Co200 の a^* 値が高く出ているが、線形の近似曲線 (図 11 (右)) により、濃度に対する相関が見られており、 a^* 値で定量評価できることが示唆された。

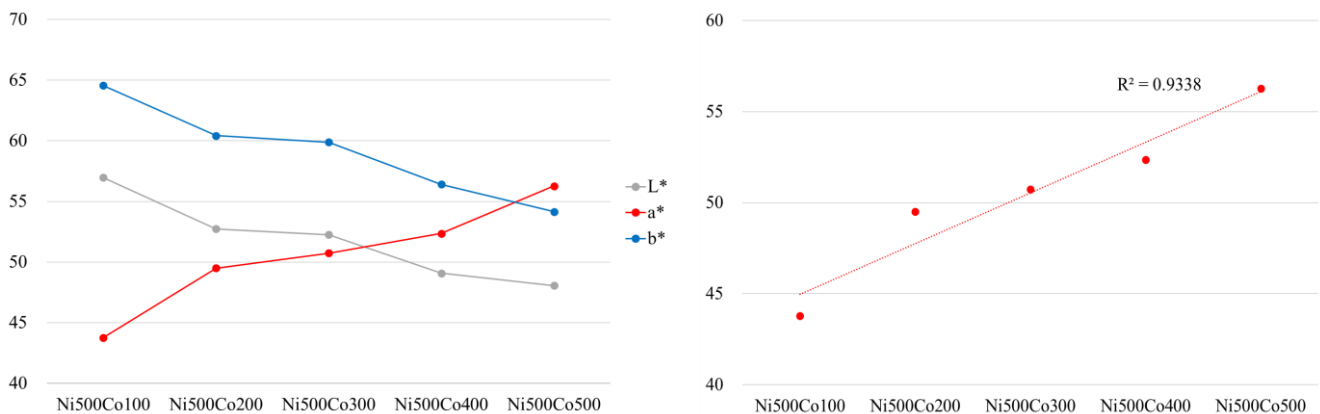


図 11 Co 発色液における混合液の $L^*a^*b^*$ 値の測定結果 (左) と a^* 値の近似曲線 (右)

上述のように、Ni 及び Co 濃度を 500mg/L に固定し、Ni、Co 濃度 100～500mg/L の範囲において a^* 値で定量評価できることが示唆されたが、固定する濃度を変えた場合にも同様の傾向が得られるか確認するため、Ni 及び Co 濃度を 0、20、100mg/L に固定して試験を行った。

Ni 発色液を用いた試験は、上記 3.(1) と同様の条件で発色させた混合液の写真撮影し (図 12)、写真データから a^* を抽出した (図 13)。ただし、Co 濃度を 20mg/L に固定した場合は、炭酸ナトリウム 12 μ L、Co 濃度を 100mg/L に固定した場合は、炭酸ナトリウム 14 μ L を添加した。また、Co 発色液を用いた試験は、上記 3.(2) と同様の条件で発色させた混合液の写真撮影し (図 12)、写真データから a^* を抽出した (図 14)。Ni 及び Co 濃度を 0 mg/L に固定した試験は、上記 2.(1)、(2) で行った単体での発色の写真データから a^* を抽出した。

その結果、Ni 発色液における a^* 値は、濃度に対して上昇する傾向であった。また、Co 濃度を 100 mg/L に固定した場合の Ni 濃度 300～500mg/L の範囲は a^* 値が減少しているため、飽和状態になっていると考えられるが、この範囲以外では濃度に対する相関が見られており、 a^* 値で定量評価できることが示唆された。Co 発色液における a^* 値は、濃度に対して上昇する傾向であり、定量評価できることが示唆された。



図 12 Ni 及び Co 発色液を用いた Ni、Co 混合液での発色結果
 (左上) Co 濃度 20mg/L 固定、(右上) Ni 濃度 20mg/L 固定
 (左下) Co 濃度 100mg/L 固定、(右下) Ni 濃度 100mg/L 固定

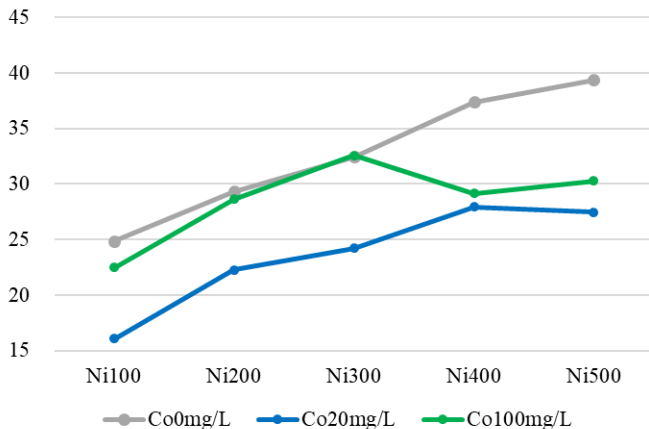


図 13 Ni 発色液における a* 値の測定結果

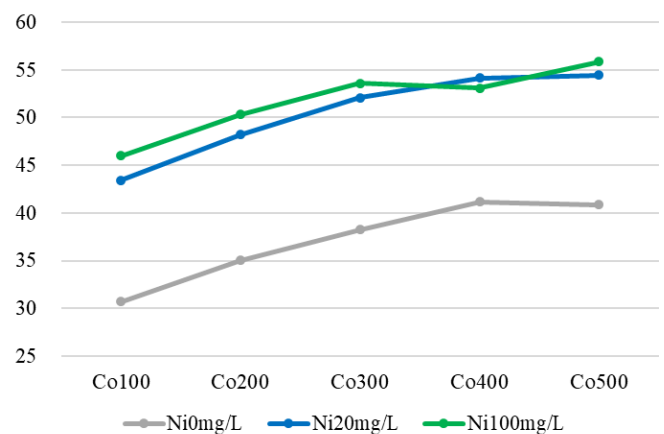


図 14 Co 発色液における a* 値の測定結果

5. 比色分析キットを用いた Ni、Co の発色試験

(1) セルロースナノファイバーの違いによる発色の検討

比色分析キットに塗布するセルロースナノファイバーとして、レオクリスタ及び ELLEX-S を検討した。発色試験の性質上、透明性が高いセルロースナノファイバーを選択することが妥当と考えていたが、図 15 に示すように、レオクリスタに比べ透明性が低い ELLEX-S を使用しても発色は同等であった。しかしながら、200mg/L の場合を除けば、レオクリスタの方が、輪郭がシャープであった。これは、レオクリスタの方が粘性が高く、塗布時に液だれが少ないためと考えられた。

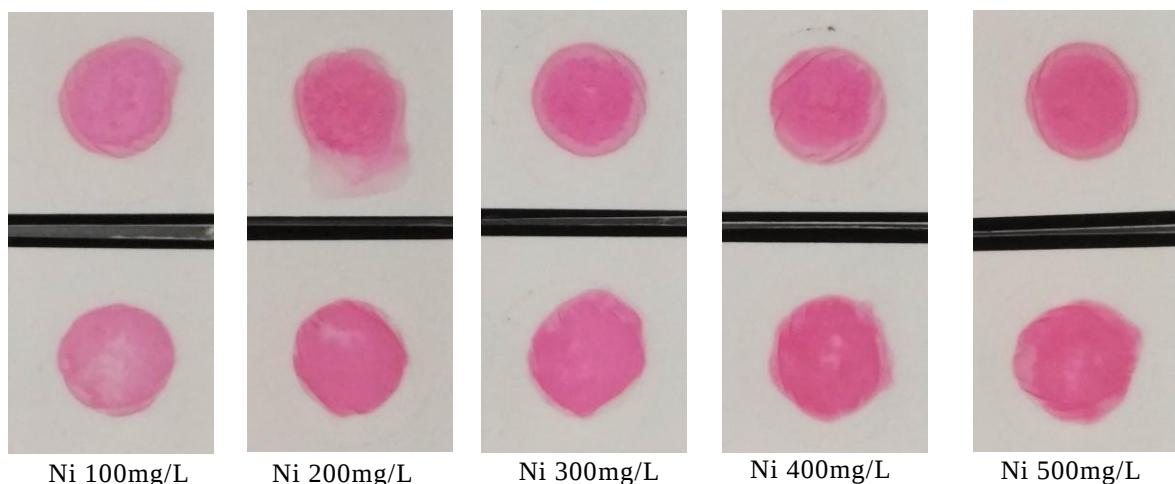


図 15 CNF の違いによる発色への影響 (上段：レオクリスタ、下段：ELLEX-S)

(2) 比色分析キットを用いた Ni の発色試験

上述の発色試薬の添加条件をベースとして、比色分析キットにて発色の判別が容易となる条件を検討した。比色分析キットにセルロースナノファイバーとしてレオクリスタを塗布し、Ni 発色試薬を 37 μ L、炭酸ナトリウム水溶液 11 μ L を添加して自然乾燥させたのち、Ni 水溶液を 40 μ L 滴下した場合の結果を示す (図 16)。その結果、濃度に応じて発色の程度が増加した。

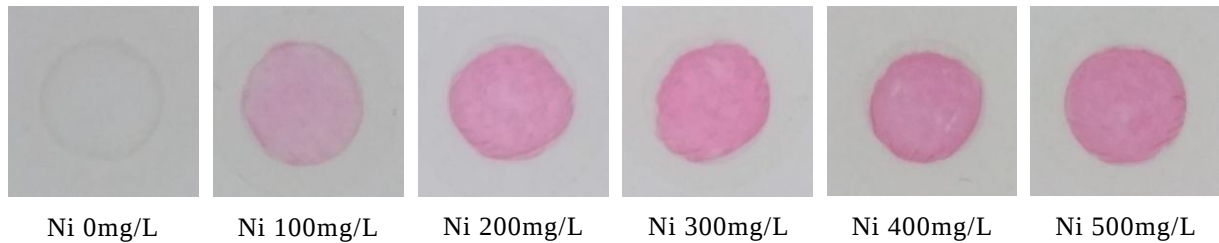


図 16 比色分析キットによる Ni の発色試験結果

(3)比色分析キットを用いた Co の発色試験

上述の発色試薬の添加条件をベースとして、比色分析キットにて発色の判別が容易となる条件を検討した。比色分析キットにセルロースナノファイバーとしてレオクリスタを塗布し、Co 発色試薬を 20 μ L、クエン酸水溶液（100g/L）を 10 μ L 添加して自然乾燥させたのち、Co 水溶液を 40 μ L 滴下した場合の結果を示す（図 17）。なお、前述のテフロンシート上での試験は、pH を調整するために塩酸を使用した。自然乾燥させる際、揮発してしまうため、有機酸であるクエン酸を使用した。その結果、300～500mg/L は目視での判別は難しいが、これ以下では濃度に応じて発色の程度が増加した。

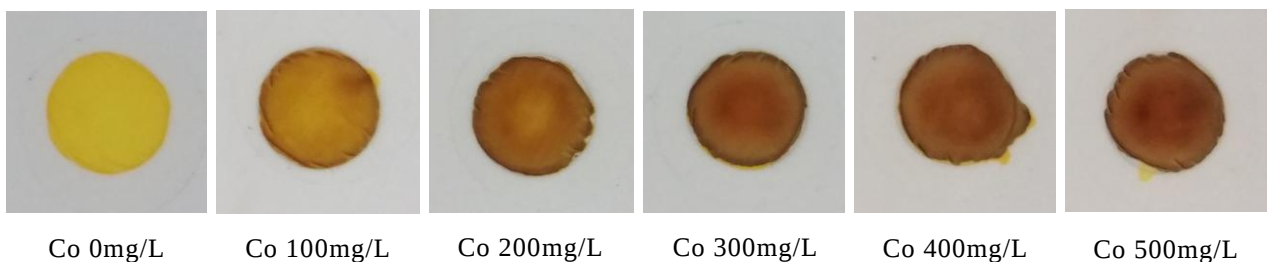


図 17 比色分析キットによる Co の発色試験結果

テフロンシート上での発色試験と比較して、比色分析キットを使用した場合に濃度の判別が困難になる原因は、滴下した液滴のサイズが小さい（40 μ L）ことや真上から撮影していることにより、反射（散乱）の光路長が短く、生成した金属錯体による光の吸収の程度が低かったことが考えられる。

(4) 比色分析キットを用いた Ni、Co 混合液の発色試験

上述の比色分析キットを、Ni、Co 混合液に適用した。Ni、Co 混合液は、Ni 又は Co 濃度を 0、100、200、300、400、500mg/L に固定し、Ni 濃度を固定した場合は Co 濃度が、Co 濃度を固定した場合は Ni 濃度が 0、100、200、300、400、500mg/L となるように、混合液（各 36 種類）を調製した。これら混合液を Ni、Co 比色分析キットに 40 μ L 滴下した場合の結果を示す（図 18、19）

その結果、Ni 比色分析キットでは、目視において Co 存在下で発色の違いを確認できたが、Co 比色分析キットでは、5.(3)同様に 300～500mg/L は目視で発色の判別は難しいことが分かった。

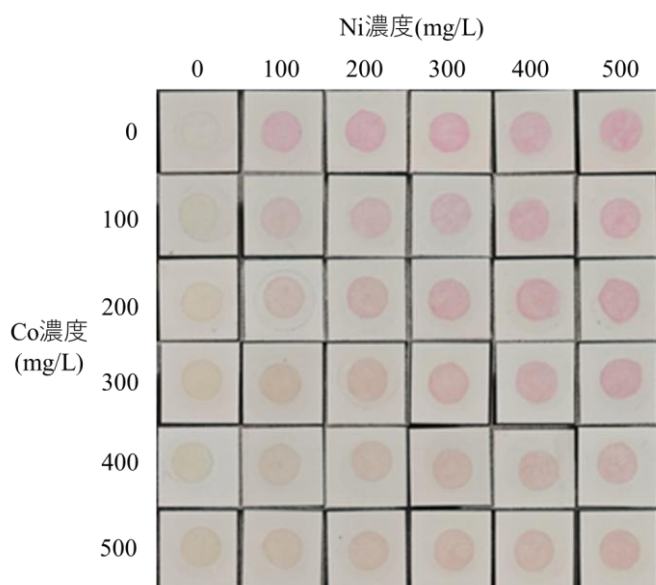


図 18 Ni 比色分析キットによるの発色試験結果

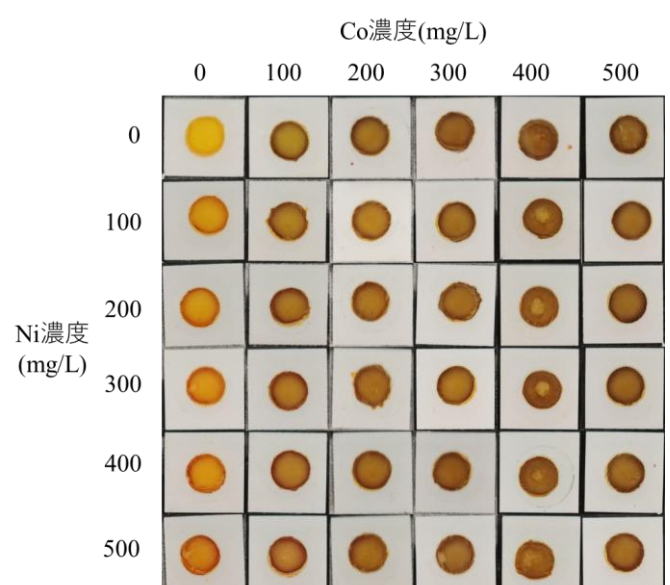


図 19 Co 比色分析キットによる発色試験結果

また、これらについて、 a^* 値を測定した結果を示す（図 20、21）。その結果、Ni 比色分析キットを使用した場合は、各 Co 濃度において a^* 値は Ni 濃度に応じて上昇しており、定量評価できることが示唆された。Co 比色分析キットを使用した場合は、各 Ni 濃度において a^* 値が上昇している場合もあったが、逆に低下する場合もあった。この原因として、発色物質（錯体）の形成を調整するためにクエン酸を使用したことで、pH が十分に低下せず、錯体が形成しやすくなり（色が濃くなり）、比色分析可能な濃度範囲に入らなかったためと考えている。これは、クエン酸の添加量を増やすことや、より pKa が小さい酸を使用することで解決できる可能性があり、今後の課題である。

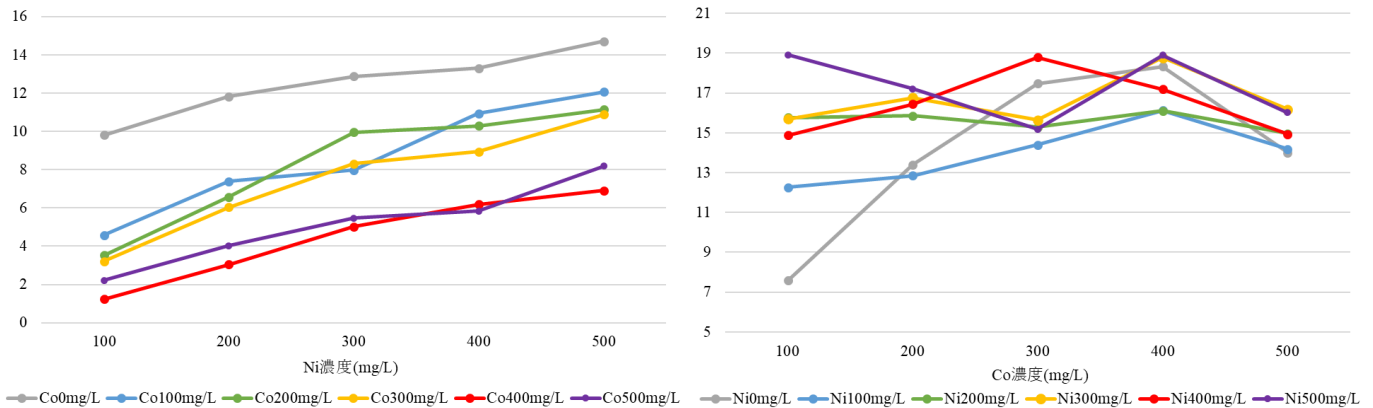


図 20 Ni 比色分析キットによる混合液の a^* 値の測定結果 図 21 Co 比色分析キットによる混合液の a^* 値の測定結果

ま と め

Ni、Co 発色液を用いた Ni、Co 混合液における発色性及び比色分析キットについて検討し、以下の知見を得た。

1. Ni 発色試薬としてジメチルグリオキシム、Co 発色試薬として PAR を用い、炭酸ナトリウムの添加量を調整することで、Ni、Co 混合液においてそれぞれの濃度依存的に発色が変わる条件を確認することができた。
2. Ni、Co 混合液の発色を写真に撮影し、写真のデータから $L^*a^*b^*$ に変換することで濃度依存的に $L^*a^*b^*$ の値が増加、減少する傾向が見られ、 a^* により定量的に評価できる可能性が得られた。
3. 下地として白色シールを使用し、発色試薬をセルロースナノファイバーで固定化する紙製の比色分析キットを開発し、Ni 及び Co 濃度が 0、100、200、300、400、500mg/L について、発色を調べた結果、Co 濃度が 300、400、500mg/L の場合を除いて、濃度が高くなるにつれ発色の程度が大きくなった。
4. Ni、Co 混合液について、Ni 比色分析キットを使用した場合、濃度が高くなるにつれて a^* 値が上昇する条件を見出した。しかし、Co 比色分析キットを使用した場合は、 a^* 値が濃度依存的に上昇する結果は得られなかった。これは、pH が十分に低下していなかったことが考えられ、pH を調製し、錯体形成を制御する必要があることが分かった。

文 献

- 1) 近藤治郎、青野宏通:リチウムイオン電池からのレアメタル回収・リサイクル技術,初版,中村崇(株式会社エヌ・ティー・エス), p.137-144(2024).
- 2) 山崎堅一郎,松本忠也:(第 6 報)ジメチルグリオキシムによるニッケルの比色定量,日本化学雑誌,78,p.833-836(1957).
- 3) 四条好雄,武内次夫:4-(2-ピリジルアゾ)レゾルシノールによるコバルトの吸光光度定量,分析化学,14,p.536-540(1964).

えひめ食品賞味期限延長技術開発事業

－UV 照射殺菌による賞味期限延長技術の開発－

藤田雅彦 石井佑治 渡部将也 井上寛之 續木康広 渡邊雅也 藤本真人 中西秀明

青野光男 兵頭紋佳 菊地毅洋 笹山新生 上田浩晶 畑 明寿^{*1} 太田奈保美^{*1}

宮前二郎^{*1} 藤谷 登^{*2} 白川 宰^{*3} 日野弘喜^{*3}

Ehime food expiration date extension technology development project
-Development of shelf life extension technology using UV sterilization-

FUJITA Masahiko, ISHII Yuji, WATANABE Masaya, INOUE Hiroyuki, TSUZUKI Yasuhiro,
WATANABE Masaya, FUJIMOTO Manato, NAKANISHI Hideaki, AONO Mitsuo, HYODO Ayaka,
KIKUCHI Takehiro, SASAYAMA Shinsei, UEDA Hiroaki, HATA Akihisa, OTA Nahomi, MIYAMAE Jiro,
FUJITANI Noboru, SHIRAKAWA Osamu and HINO Koki.

近年の食品を取り巻く社会情勢(安心・安全、SDGs、食品ロス軽減等)から、食品殺菌技術を使用した賞味期限延長の取組みが進んでいる中で、非加熱殺菌技術を用いた食品の賞味期限延長に繋がる技術の開発に向け、UV 照射による加工食品への殺菌効果及び影響の調査、UV 照射量可視化技術の開発、UV 照射に適した包材の開発を実施した。

食肉加工品においては 90%以上の微生物抑制率と、10 日以上賞味期限延長効果、旨味成分である遊離アミノ酸量の増加などを確認したほか、腐敗原因菌の同定も行った。

UV 照射量可視化技術の開発では、コロジオンとクルクミン色素、NaOH を混合した UV 反応塗料において目視で確認した退色量と分光測色計で測定した色差に相関性が確認できた。

UV を透過する包装資材について検討した結果、ガスバリア PE フィルムを用いたものでは高い UV 透過率、ガスバリア性、ヒートシール性を有しており、鶏むね肉において 95%の高い殺菌率を示した。

キーワード：賞味期限延長、UV、殺菌

はじめに

近年の食品を取り巻く社会情勢(安心・安全、SDGs、食品ロス軽減等)から、食品殺菌技術を使用した賞味期限延長の取組みが進んでいるが、一般的な加熱殺菌では、食材が本来もつ、味、見た目、食感、栄養素等が消失することが課題である。

本研究では、UV 照射による非加熱殺菌技術を確立させ、食材が本来もつ、味、見た目、食感、栄養素(機能性含む)を保持させたまま、賞味期限延長に繋がる技術の開発に向け、加工食品への UV 照射による殺菌効果の検証及び UV 照射の与える食品への影響の調査を行った。また UV 照射実用化に向けた技術として、UV 照射量可視化技術の開発及び UV 照射に適した包材の開発を行ったので報告する。

実験方法

1. 食肉加工品の消費期限延長可能性の検討

ベーコン及びウインナーについて波長 280nm、積算光量 50mJ/cm² の UV 照射を行い、4℃一定温度

*1 岡山理科大学獣医学部 *2 岡山理科大学総合企画局 *3 東芝ライテック株式会社
この研究は、「えひめ食品賞味期限延長技術開発事業」の予算で実施した。

にて保存した。その後、標準寒天培地法にて経時的に一般生菌数を計測し、消費期限設定基準である 5000 CFU/g までの到達日数を算出した。

また、スモークチキン及びスパイスハムに対し、積算光量 50mJ/cm² の照射を行い、未照射の対照区と併せてそれぞれ消費期限である 44 日及び 35 日間、10℃一定温度にて保存し、ベーコン及びウインナーと同様の標準寒天培地法にて一般生菌数を計測した。

2. 食肉加工品の腐敗原因菌の特定

食肉加工品の腐敗原因菌特定のため、培地上に生育した微生物のコロニー外観を確認した。続いて菌体をスライドグラスに塗抹しグラム染色を施し、光学顕微鏡(Leica 製 DM750)にて形態と染色性を観察し、細菌と真菌を分類した。細菌の場合は、菌体の配列、グラム陽性・陰性、球菌・桿菌、芽胞形成の有無について確認を行った。真菌の場合は糸状菌・酵母の分類を行った。

微生物種の同定には質量分析法と遺伝子解析法を用いた。前者では MALDI-TOF-MS AXIMA 微生物同定システム(島津製作所製)を用いた。後者は、細菌と真菌の rRNA 遺伝子をコードする DNA 配列解析により行った。細菌の解析には Bacterial 16S rDNA PCR Kit Fast (800)、真菌では Fungal rDNA(ITS1) PCR Kit Fast 及び Fungal rDNA(D1/D2) PCR Kit Fast を用いた(いずれもタカラバイオ株式会社製)。得られた DNA 配列情報を BLAST(<https://blast.ncbi.nlm.nih.gov/Blast.cgi>)での相同性解析に供し、最も近縁の菌種を検査結果とした。

3. UV 照射による旨味成分への影響

積算光量 100mJ/cm² の照射を行い、ウインナーで 0 日、27 日及び 42 日、ベーコンで 0 日、42 日及び 60 日間 10℃にて保存した食肉加工品の遊離アミノ酸量の測定を行った。50mL 遠沈管に粒状ビーズ約 10 g とサンプルを約 2 g 正確に測り取り、5%(w/v)トリクロロ酢酸(TCA)溶液を 10mL 加え、縦振り型振とう機で 10 分間振とうした。その後、4℃で 30 分間静置し、遠心分離(4℃、7000rpm、10 分間)し、上清を 15mL 遠沈管に分取した。脱脂のため、分取した上清にヘキサン 2 mL を加え振とうし、遠心分離後、ヘキサン層をパスツールピペットで除去した。脱脂操作を 3 回行った後、50mL ナスフラスコへ移し、消泡剤を数滴加え、エバポレーターにて濃縮乾固した。残留する TCA 除去のため、超純水を加えて洗浄後、エバポレーターで濃縮乾固する操作を 3 回繰り返した。最後に、内容物を pH2.2 クエン酸リチウム緩衝液で洗いこみながら 5 mL メスフラスコに移し、定容後、0.20μm メンブレンフィルターでろ過し試料溶液とした。得られた試料溶液について、自動アミノ酸分析装置(日立ハイテクノロジーズ製 L-8900)により遊離アミノ酸量を分析した。

4. 天然由来クルクミン色素を用いた UV 照射量可視化技術の開発

UV 照射量を可視化する色素として天然の食用色素であり、光に対して応答性が高く、変退色が大きいクルクミン色素(東京化成工業株式会社製)を使用した。0.5mol/L NaOH の添加量によってクルクミン色素の色味が変わり、脱色性に違いがあったことから、コロジオン(5.0mass%)2000μl、0.1mass%クルクミン色素(95%エタノール溶液)7000μl に 0.5mol/L NaOH を 0~1000μl 添加し、余剰分はエタノールを加え、全量を 10ml とし UV 反応塗料を調整した。混合液にろ紙(5 B、55mm(ADVANTEC 製))を浸した後、乾燥したろ紙を UV 照射の試料とした。塗料を固定したろ紙に紫外線照射装置(東芝ライテック株式会社製)を用いて、積算照射エネルギーが 50~400 mJ/cm² の範囲で UV を照射した。ろ紙一枚で UV 照射有無の色を確認できるよう、ろ紙の上半分をアルミホイルで覆い UV を照射した。また、UV 照射有無の色を測定するため、分光測色計(コニカミノルタ株式会社製 CM-5)を使用した。L*は明度を、a*、b*は色相と彩度を示している。測定は、UV 照射有無のろ紙の各部の色彩をそれぞれ測定し、その差をΔL*、Δa*、Δb*で示し、色差ΔE*を下式式(A)にて算出した。

$$\Delta E^* = \{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2\}^{1/2} \quad (A)$$

5. 紫外線透過及びガスバリア性を有する UV 照射殺菌に適した包材の開発

ガスバリア PE(膜厚：約 30μm、酸素ガス透過度：10cc/m²・day・atm、紫外線透過率：約 77%(200~400nm))の加工性を評価するため、ヒートシール接着性能を評価した。

ガスバリア PE を 100mm×30mm の短冊状に切出し、内側同士を熱傾斜試験機(株式会社東洋精機製作所製 No.884)でヒートシールした。スタンドシーラー(石崎電機製作所製 NL-602PS)を用い、ヒートシール温度は 110℃~140℃とし、処理した短冊から、ヒートシール部が中央となるように 15mm 幅の試験片を切り出し、引張試験に供した。引張試験は、万能材料試験機(株式会社エー・アンド・デイ製

RTE-1210)を用い、引張速度 300mm/min で実施した。

次に、ガスバリア PE を約 100mm×100mm に切り出した後、2 枚のシートを重ね 3 辺をヒートシールすることで袋状に加工した。袋状に加工したガスバリア PE に、30mm×50mm に切った鶏むね肉サンプルを入れ、真空包装した後、照射強度 100mJ/cm² の UV 照射を実施した。その後、一般生菌数を測定し、下記式(B)から殺菌率を算出した。また、対照区として市販のレトルトパックを用い、同様の手順で UV 殺菌を行い、一般生菌数を測定した。

$$\text{殺菌率} = \text{UV 照射後の鶏むね肉の一般生菌数} / \text{UV 照射前の一般生菌数} \times 100 \quad (\text{B})$$

結果と考察

1. 食肉加工品の消費・賞味期限延長可能性の検討

ベーコン及びウインナーの一般生菌数の推移は図 1 のとおり。UV 処理区において、5000 CFU/g までの到達日数はベーコンで約 10 日、ウインナーで約 15 日の延長効果が見られた。

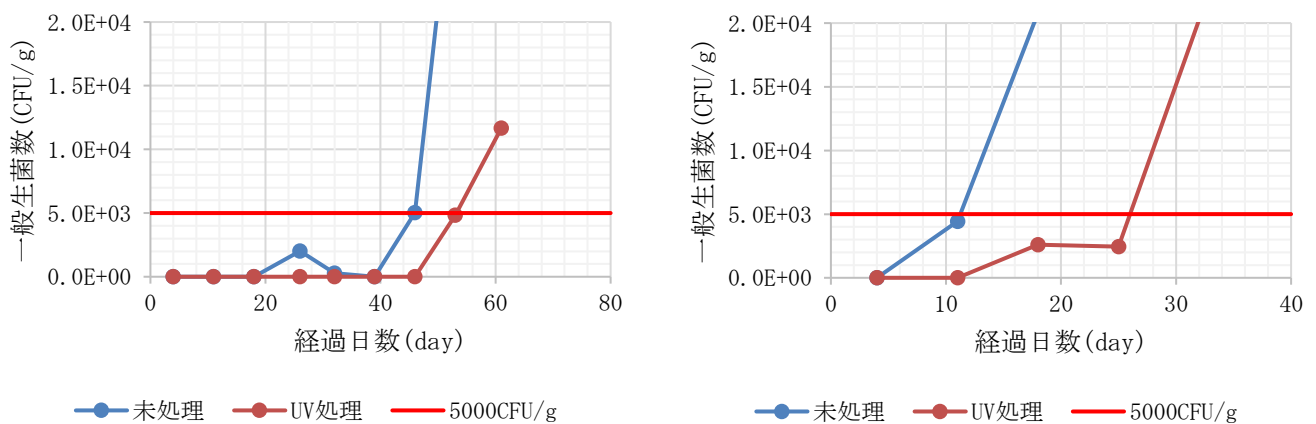


図 1 ベーコン(左)及びウインナー(右)の一般生菌数の推移

スモークチキン及びスパイスハムを対象にした UV 照射による一般生菌数抑制効果は図 2 のとおり。スモークチキンでは $-1 \log$ (菌抑制率 91%)程度的一般生菌数抑制効果が確認できた。スパイスハムでは UV 照射による菌数抑制効果が確認できなかった。これは、スパイス内部に生育する微生物に対して UV 光が届かなかったことやスパイス内部に生育する菌種のうち約 40%を占める芽胞菌が UV 照射線量では殺菌できないことなどに起因すると考えられる。本試験では積算光量 50mJ/cm² の UV を照射したが、芽胞菌の不活性化光量は 163mJ/cm² であり、殺菌可能な光量には達していない。上述の理由から、表面をスパイスで覆うような製品に関しては、UV 照射による殺菌は困難であることが示唆される。

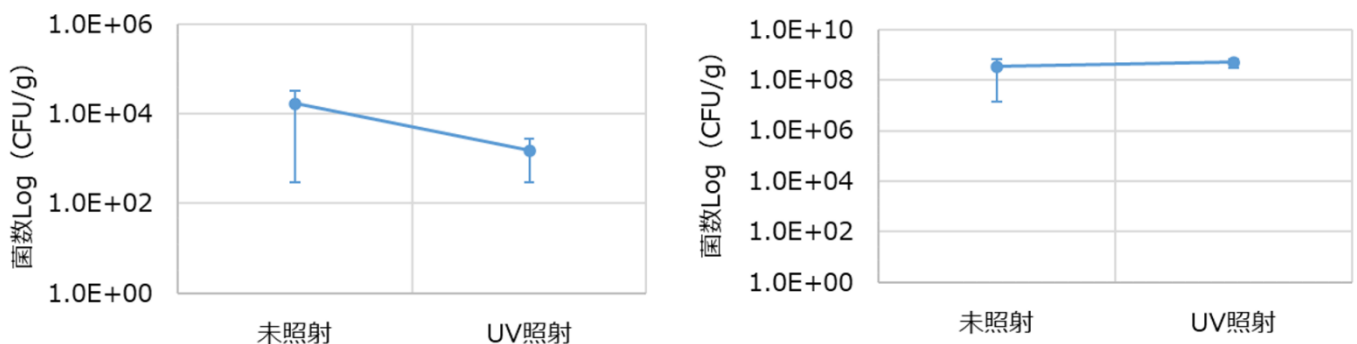


図 2 UV 照射によるスモークチキン(左)及びスパイスハム(右)の一般生菌数の変化

2. 食肉加工品の腐敗原因菌の特定

ベーコンに由来する微生物の特定を行った。培地上でのコロニー形態、光学顕微鏡像(400倍、1,000倍)、菌種特定結果は図3のとおり。腐敗した食肉加工品から検出された微生物の特定を行った結果、*Candida* 属(真菌)、*Paenibacillus* 属、*Kocuria* 属(細菌)が検出された。文献調査²⁾³⁾⁴⁾を行ったところ、これらの微生物は食品腐敗菌として認識されており、食品への混入経路や汚染源について先行研究の知見が存在した。

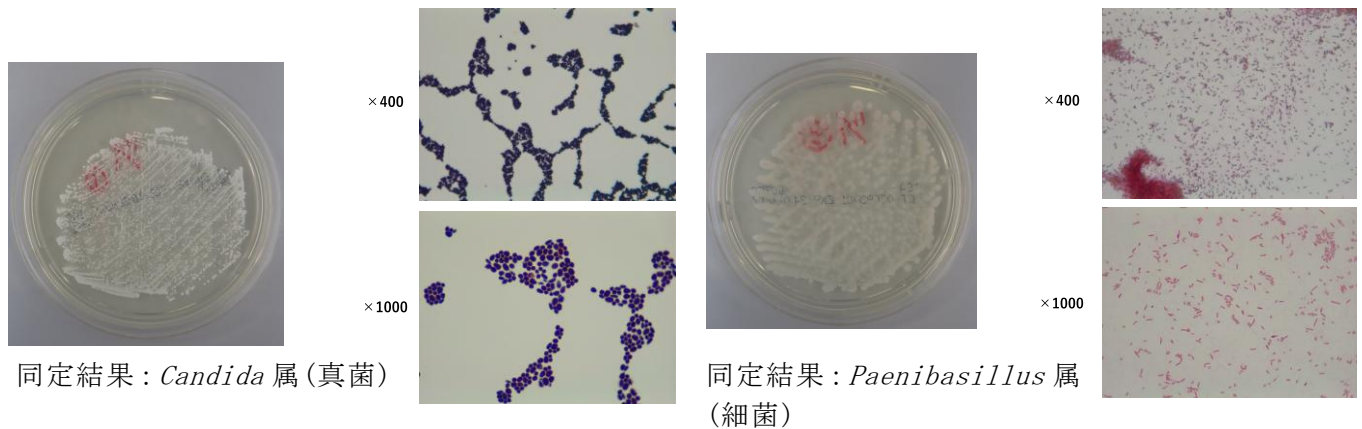


図3 食肉加工品腐敗原因菌のコロニー形態及び光学顕微鏡像

3. UV照射による旨味成分への影響

UV照射後のベーコンについて、遊離アミノ酸(18種)分析を実施した。結果は図4のとおり。

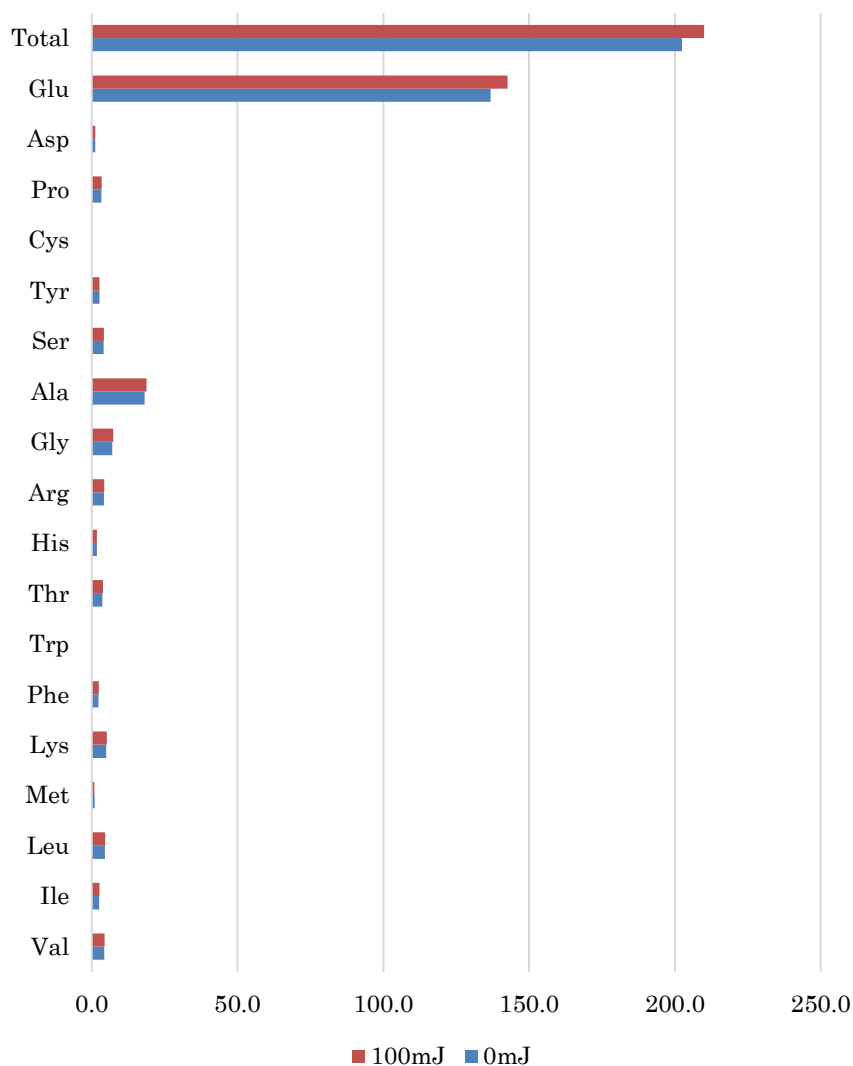


図4 UV照射によるベーコンの遊離アミノ酸量の変化

UV 照射によりベーコンの遊離アミノ酸量が増加する傾向がみられた。遊離アミノ酸のうち増加傾向がみられたものはアラニン、グルタミン酸などであった。呈味に大きく関わる旨味成分であるグルタミン酸の増加は呈味閾値 0.02%以下であり、旨味が大幅に向上するといった呈味への影響はほとんどないものであると考えられる。

また、UV 照射を行ったサンプルを長期保存した場合の遊離アミノ酸変化は図 5 のとおり。未照射のものと比較して UV 照射を行ったものでは、保存期間を経ることで遊離アミノ酸総量が有意に増加する傾向が見られた。遊離アミノ酸の内特に旨味成分であるグルタミン酸の増加量が大きく、呈味が向上している可能性が示唆される。ベーコンを対象にした UV 照射による遊離アミノ酸の増加について、そのメカニズムははっきりしておらず、増加要因についてはさらなる検討の余地がある。

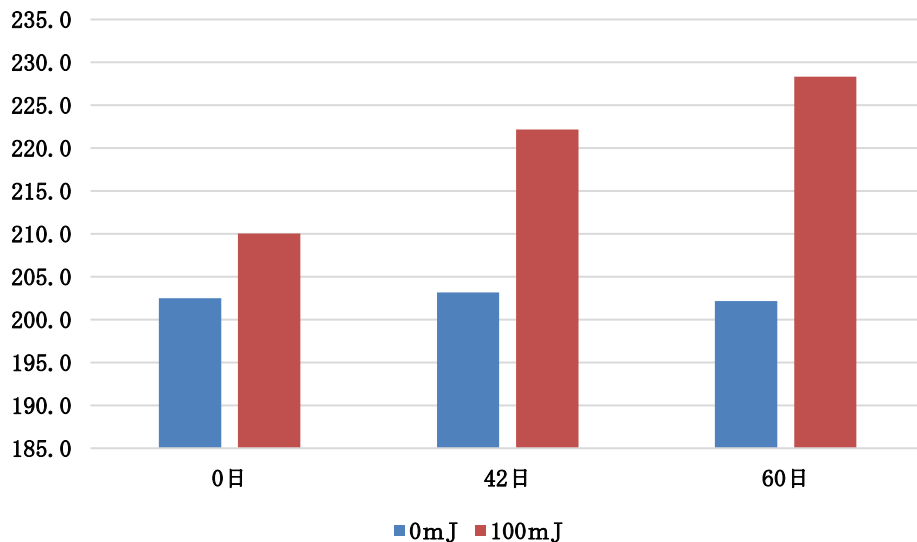
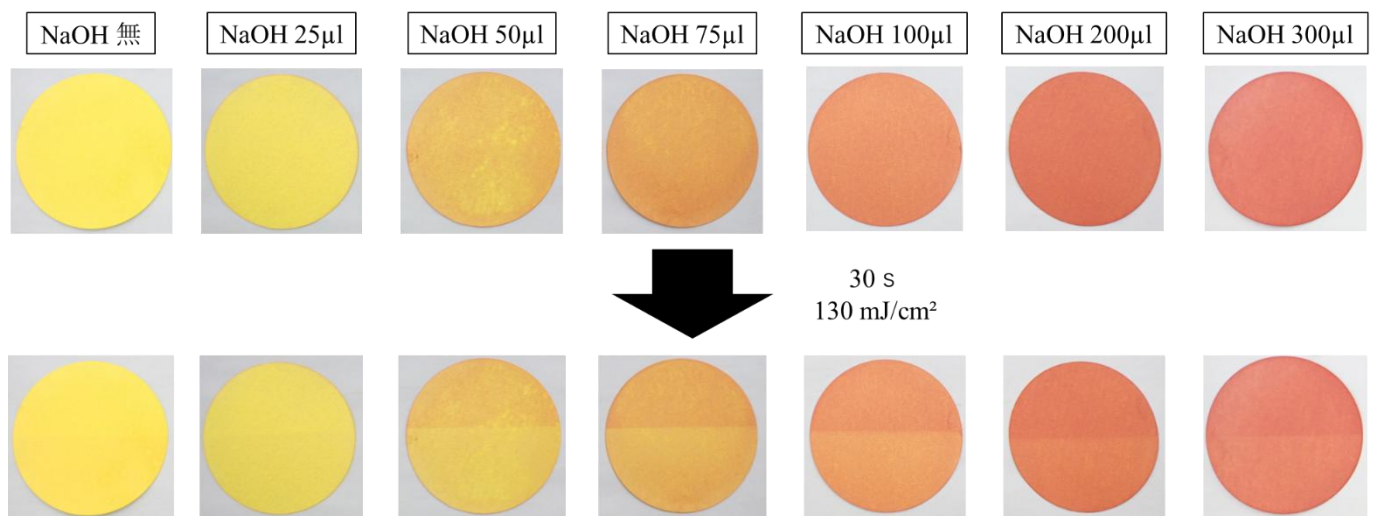


図 5 UV 照射後の長期保存によるベーコンの遊離アミノ酸総量の変化

4. 天然由来クルクミン色素を用いた UV 照射量可視化技術の開発

NaOH の添加量を検討するため、UV 反応塗料をろ紙に固定して、UV 照射を 30s 行った結果を図 6 に示す。その結果、NaOH の量が少ない、または多い場合には目視で脱色が見られず、50～500 μ l の間では目視で脱色が確認できた。脱色が確認できた中でも、50～200 μ l の間ではより脱色されていることが目視で確認でき、UV 照射によるクルクミンの脱色には NaOH の添加量が重要であることが確認された。



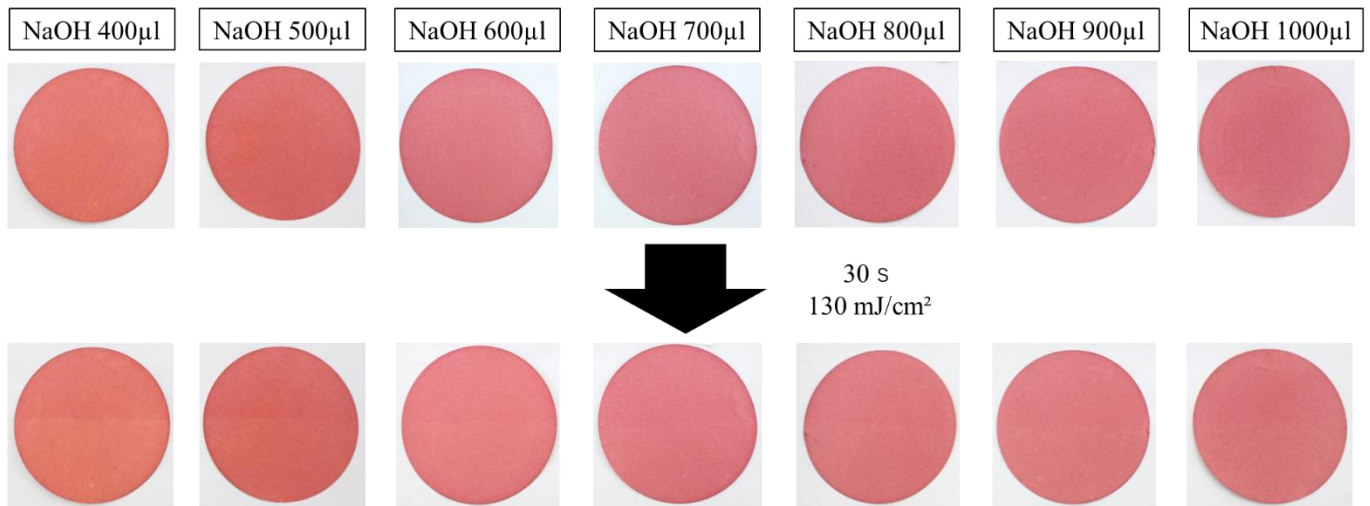


図6 水酸化ナトリウム添加量の検討による UV 脱色試験結果

上述にて目視でより脱色が確認された NaOH 添加量 75 μ l について、脱色が確認できる積算照射エネルギー範囲を把握するため 50、100、150、200mJ/cm²で UV 照射を行った結果を図7に示す。また、脱色されていない部分と脱色された部分を分光測色計で測定し、 ΔE^* を算出した結果を図8に示す。その結果、図7に示すとおり、積算照射エネルギーが高くなるにつれて目視で色差がよりはっきりしており、図8では、積算照射エネルギーが高くなるにつれて、色差 ΔE も上昇していた。また、線形の近似曲線により、積算照射エネルギーに対する ΔE^* の相関が見られた。

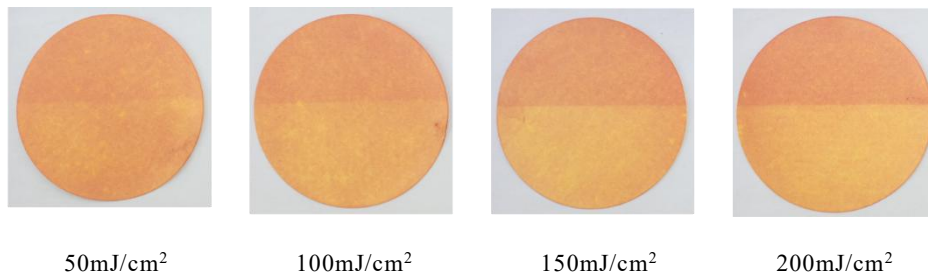
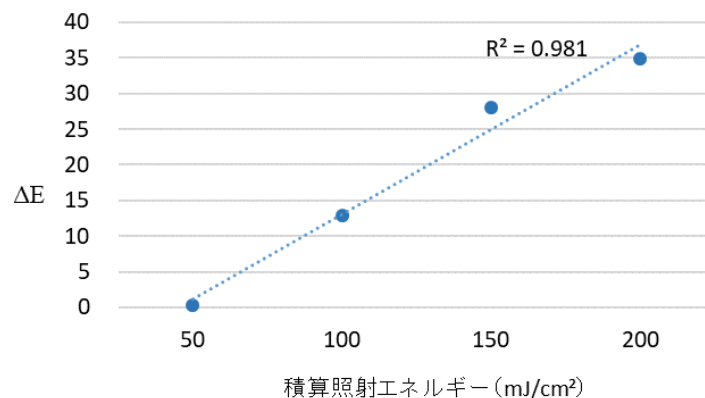


図7 積算照射エネルギーの違いによる UV 脱色試験結果

図8 積算照射エネルギーにおける色差 ΔE の結果

5. 紫外線透過及びガスバリア性を有する UV 照射殺菌に適した包材の開発

ガスバリア PE のヒートシール引張試験の結果を表1に示す。結果から、ヒートシール温度 120℃以下の試験片では、ヒートシール部で破断が見られ、十分に接着ができていないことがわかった。対して、ヒートシール温度 130℃以上の試験片では、降伏点を超えても破断は見られなかった。このことから、ガスバリア PE フィルムは、130℃以上のヒートシール加工において、良好な接着性が得られることがわかった。

表 1 ヒートシール引張試験

ヒートシール温度(℃)	110	120	130	140
ヒートシール強度(N)	0.021	0.077	7.2	7.6
破断箇所	ヒートシール部	ヒートシール部	破断せず	破断せず

図 9 に鶏むね肉の UV 殺菌試験の結果を示す。結果から、ガスバリア PE を用い、UV 照射を行った鶏むね肉では、約 95% の殺菌効果が確認できた。一方で、既存のレトルトパックでは、殺菌率が約 60% であり、殺菌効果の低下が見られた。これは、市販レトルトパックでは、ガスバリア層に紫外線透過率の低い PET フィルムが使用されているためと考えられる。

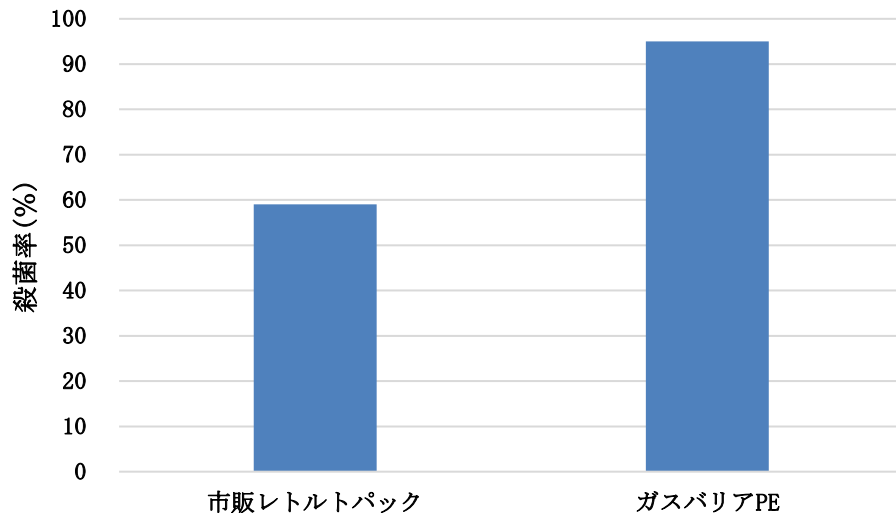


図 9 鶏むね肉の UV 殺菌効果試験

ま と め

UV 照射を用いた食品賞味期限延長技術を開発するため、食肉加工品への UV 殺菌技術の評価、UV 照射量の可視化及び UV 殺菌に適した包材の検討を行った結果、以下の成果が得られた。

1. 食肉加工品への UV 殺菌を実施したところ、ベーコン及びウインナーについてそれぞれ約 10 日及び約 15 日の消費期限延長効果が確認できた。スモークチキンでは 10℃一定温度、消費期限である 44 日保存後の検体において 90% 以上の一般生菌抑制効果を示した。一方で、食品表面をスパイスが覆った形状のスパイスハムでは殺菌効果が著しく減衰した。
2. ベーコンの腐敗原因菌として *Candida* 属(真菌)、*Paenibacillus* 属、*Kocuria* 属(細菌)が検出された。
3. UV 照射による旨味成分への影響を調査したところ、ベーコンへの UV 照射により遊離アミノ酸の増加傾向が見られたが、呈味への影響はほとんどないことが分かった。また、UV 照射した後、保存期間を経ることで遊離アミノ酸総量、グルタミン酸量が増加し、呈味が向上する可能性が示唆された。
4. クルクミン色素を UV で脱色するためには、適量の NaOH が必要であることが確認された。また、コロジオンとクルクミン色素、NaOH を混合した UV 反応塗料において、目視で確認した退色量と分光測色計で測定した色差に相関性が見られた。
5. ガスバリア PE は 130℃以上の条件で、良好なヒートシール加工が可能であった。またガスバリア PE を用いた UV 殺菌試験では、殺菌効果が約 95% であり、市販レトルトパックと比較し高い UV 殺菌効果が確認できた。

文 献

- 1) Sri Bagawati 他：香辛料中の微生物分布と放射線殺菌効果，食品照射，**20**，23-26(1985)．
- 2) アース環境サービス：ESCO News Letter Vol.11(1)(2020)．
- 3) Savini V 他：Drug sensitivity and clinical impact of members of the genus *Kocuria*，J Med Microbio，**59**-12(2010)．
- 4) 加藤 寛子 他：Paenibacillus 属細菌はバイオフィルム中に高い芽胞を形成する，2016 JSME annual meeting，P-021．

高圧処理による殺菌技術の開発（第2報）

藤田雅彦 酒井美希 朝倉将斗 渡部将也 森松和也*¹ 畑 明寿*² 太田奈保美*²

宮前二郎*² 藤谷 登*²

Development of sterilization method by high pressure treatment (Part2)

FUJITA Masahiko, SAKAI Miki, ASAKURA Masato, WATANABE Masaya,

MORIMATSU Kazuya, HATA Akihisa, OHTA Naomi, MIYAMAE Jiro and FUJITANI Noboru

食品の殺菌には加熱が一般的に用いられるが、食材が本来もつ風味、外観、成分等が損なわれることが課題であり、温度変化が小さく食品の品質保持に役立つ殺菌技術として高圧処理が注目されている。

本研究では、鶏肉やかんきつ果汁に対する種々の条件における殺菌効果や、高圧処理時に発生する軟化等の課題の解決を図った。その結果、鶏肉に付着する菌に対しては菌種によって 300MPa または 500MPa 以上の処理が有効であった。かんきつ果汁については、大腸菌や黄色ブドウ球菌への殺菌効果と pH の関係、腐敗に関与する菌への殺菌効果が明らかになった。また、高圧処理によって発生するキウイフルーツの軟化に対する強化剤の効果の程度や、銅酵母による果実の緑色保持を図った場合の果実中の適切な銅含有量を明らかにした。

キーワード：高圧処理、殺菌、鶏肉、河内晩柑、かんきつ果汁、キウイフルーツ、マスカット

はじめに

高圧処理は加熱殺菌と比較して温度の変化が小さい殺菌工法であり、食材の風味や成分を保持した加工食品の製造を可能とすることが期待される。一方で、高圧処理による殺菌は、対象とする食品の状態（糖、pH、浸透圧、水分活性、食品添加物等）が効果に影響することが知られているほか、圧力が食材の外観や物性等に影響を与える可能性がある。

そこで、本研究では、鶏肉や果汁を対象に種々の処理条件下における殺菌効果を検証した。鶏肉については、生の物性を維持しつつ殺菌し、食中毒の危険性のある鳥刺しを安全に提供することが可能かを併せて検討した。また、高圧処理を活用した食品の開発に向けて、高圧処理の過程で発生する果実の軟化や退緑といった現象に付随する課題の解決を図った。

実験方法

1. 高圧処理技術を用いた鶏肉汚染菌の低減

(1) 加圧用試料の作製

被験菌には次の株を用いた；カンピロバクター属菌（*Campylobacter jejuni*, ATCC 29428）、大腸菌（*Escherichia coli*, ATCC 25922）、黄色ブドウ球菌（*Staphylococcus aureus*, ATCC 25923）。各細菌をコロンビア羊血液寒天培地（日本 BD）にて 37℃で一晩培養後、滅菌生理食塩水に懸濁させ、濁度計（ビオメリュー・ジャパン製：デンシマット）で McFarland 2.0 に調整したものを添加菌液とした。なお、カンピロバクター属菌は湿潤環境で微好気培養を行い、他は好気条件で培養を行った。

鶏肉には市販の愛媛県産鶏の胸肉を用いた。皮と辺縁部を除いた肉塊を次亜塩素酸ナトリウム系の消毒液に浸漬して表面汚染菌を除去し、水洗したものを一定の重量にカットし試験に用いた。

ナイロンポリエステル製の食品保存用規格袋（旭化成）に鶏肉片を入れ、その上に一定量の菌液を添加した。これの空気を抜きながらシーラーで封じたものを加圧用試料とした。

* 1 愛媛大学大学院農学研究科 * 2 岡山理科大学

この研究は、「令和 4 - 6 年度戦略的試験研究事業（えひめ食品賞味期限延長技術開発事業）」の予算で実施した。

(2) 鶏肉汚染菌の高圧処理試験

高圧処理装置として Dr. CHEF（神戸製鋼所製）を用いた。設定温度は 10℃、昇圧および減圧時間は 1 分、加圧時間は 15 分に固定した。加圧は 100 MPa 刻みに 600 MPa まで行った。

加圧処理後の試料に滅菌生理食塩水を加えてホモジナイズしたものを適宜希釈し、上記の血液寒天培地に塗抹して培養を行った。カンピロバクター属菌は 37℃の湿潤環境で微好気培養を、他は 25℃の好気条件下で 48 時間培養を行い、生育したコロニー数を計数した。殺菌効果は、加圧処理後の生菌数（N）を、無加圧試料の菌数（N₀）で除した値の対数として示し、それぞれの細菌に対する目標値は、市販鶏肉の汚染状況調査^{1)~3)}等を参考に、カンピロバクター属菌と大腸菌は-4 log、黄色ブドウ球菌は-3 log とした。

2. 高圧処理による殺菌効果に対する果汁 pH の影響

(1) 果汁試料の調製方法

県内小売店で購入した河内晩柑全果（外果皮＋果肉）をスロージューサーにより搾汁し、原液果汁（pH 3.6）に塩酸または水酸化ナトリウムを添加することで pH 5.0、pH 4.0、pH 3.0 に調整した。また、対照区として、pH 7.0 のリン酸緩衝生理食塩水（PBS）を調製した。

(2) 菌懸濁液の作製方法

供試菌として、大腸菌（*Escherichia coli* NBRC 3301）と黄色ブドウ球菌（*Staphylococcus aureus* NBRC 13276）を用いた。凍結保存した菌液 0.1 ml を解凍し、TSB（Tryptic soy broth）20 ml へ植菌し、37℃・130 rpm で 24 時間の振盪培養をそれぞれ行った。得られた培養液は蒸留水で 25℃・3500 rpm・10min の遠心分離を行い、上澄み液を除去することで菌体の洗浄を行った。同様の遠心分離処理を合計 3 回行い、最終的に 10 ml の蒸留水で沈殿物を懸濁した。菌懸濁液を 9 倍量の果汁または PBS へ接種し、パウチに熱密封することで高圧処理に用いる試料とした。

(3) 高圧処理方法

高圧処理は、高圧処理システム（山本水圧工業所製）を用い、エアコンプレッサーと増圧装置により水を圧力槽内に給水していくことで加圧を行った。25℃に保温した圧力槽内に試料を沈め、500 MPa まで加圧を行い、1 分間の圧力保持後、常圧まで減圧した。

(4) 生菌数の測定方法

未処理または高圧処理を施した試料を適宜希釈し、菌液 0.1 ml を標準寒天培地に塗布した。なお、希釈作業は氷水で冷やしながら行った。培地を 25℃・7 日間培養し、形成されたコロニー数の計数を行い、生菌数を算出した。

3. 高圧処理技術を用いた柑橘果汁腐敗菌の低減

(1) みかん果汁腐敗菌の選定

愛媛県産柑橘の腐敗箇所から複数の真菌を単離し、DNA シーケンス解析により菌種同定を行った。これらの真菌のうち、みかん果汁腐敗能の優れていた *Fusarium pseudoanthophilum*、*Pichia cecembensis*、*Muchor phayaoensis* の 3 種を殺菌試験に利用した。

(2) みかん果汁腐敗菌の高圧殺菌試験

各真菌をサブロー寒天培地（栄研化学）で約 1 週間培養し、これを滅菌生理食塩水に懸濁して McFarland 3.0 に調整し添加菌液とした。ナイロンポリエステル製の食品保存用規格袋（旭化成）に市販の愛媛県産みかんジュース（pH3.6、加熱殺菌品）を注ぎ、ここに一定量の菌液を添加した。この空気を抜きながらシーラーで封じたものを加圧用試料とした。

高圧処理装置は Dr. CHEF（神戸製鋼所製）を用いた。設定温度は 10℃、昇圧および減圧時間は 1 分、加圧時間は 5 分または 5 分処理後に一旦減圧し、再度 5 分加圧とした。圧力は 300MPa と 600 MPa とした。

加圧処理後の試料を適宜希釈し、サブロー寒天培地に塗抹して 22℃で数日間培養を行い、生育したコロニー数を計数した。殺菌効果は、加圧処理後の生菌数（N）を、無加圧試料の菌数（N₀）で除した値の対数として示した。殺菌効果の比較対照として、65℃、10 分の加熱処理（pH4 未満 清涼飲料水の加熱殺菌条件）を施す試料も作製した。

4. 強化剤を利用した高圧処理キウイフルーツの軟化防止効果の検討

(1) 果実試料

県内小売店で購入した適熟のキウイフルーツを剥皮して厚さ 1 cm の輪切りにし、果芯部と種子部分を除いて 1 cm 角の立方体状となるようカットした。その後、表 1 のとおり強化剤水溶液へ事前浸漬ま

たは加圧処理時の封入液への強化剤の添加を行った。事前浸漬は、塩化カルシウム 2 水和物、乳酸カルシウム 5 水和物の 2 種の強化剤を用いて室温で 1 時間行い、流水で洗浄後、30g の果実と 13 g の封入液を透明レトルトパウチに真空包装した。封入液の配合は表 2 のとおりとした。封入液には、緑色保持のために 5 %銅酵母（メディエンス）を加えた。封入液に強化剤を加える処理は、表 2 の配合に 1 %（w/w）の乳酸カルシウム 5 水和物を加え、事前浸漬の場合と同様に真空包装した。

表 1 キウイフルーツに対する各試験区の強化剤処理方法

試験区	強化剤溶液への事前浸漬	強化剤の封入液添加
①事前浸漬（塩化カルシウム）	1.0%（w/w） 塩化カルシウム 2 水和物	-
②事前浸漬（乳酸カルシウム）	2.1%（w/w） 乳酸カルシウム 5 水和物	-
③封入液（乳酸カルシウム）	-	1 %（w/w） 乳酸カルシウム 5 水和物
④対照（強化剤不使用）	-	-

表 2 封入液配合割合

材料名	割合（%（w/w））
5 %銅酵母	0.50
L(+)-アスコルビン酸	0.05
クエン酸	0.20
クエン酸三ナトリウム	0.10
グラニュー糖	16

(2) 高圧処理方法

高圧処理には、まるごと殺菌 TFS6-5（株式会社東洋高圧製）を用いた。処理条件は、400MPa、10℃、10 分間とした。処理後は、5℃の冷蔵庫で保存した。

(3) 評価方法

処理 4 日後に開封した高圧処理果実と同日に剥皮した生果実を対象に、レオメーター（パーカーコーポレーション製：PC-200N）を用い、直径 3 mm の円柱状金属製プランジャーで圧縮速度 1.00 mm / 秒、測定ひずみ 90%で貫入試験を行い、食感（かたさ）への影響を評価した。

5. 銅酵母を利用した緑色保持方法におけるマスカット果実中の銅含量の推移

(1) 果実試料

シャインマスカットを一粒ずつ房から外し、流水で洗浄後、赤道面に対して垂直に 4 分割した。果実 30 g を封入液（配合は表 3）9 g と一緒に透明レトルトパウチに入れ、真空包装した。

表 3 封入液配合割合

材料名	割合（%（w/w））
5 %銅酵母	0.50
L(+)-アスコルビン酸	0.10
クエン酸	0.12
クエン酸三ナトリウム	0.10
グラニュー糖	15

(2) 高圧処理方法

高圧処理は 4. と同様に行い、処理後は 5℃の冷蔵庫で保存した。

(3) 銅含量の分析方法

処理 2 日後、4 日後、7 日後に開封して果実を取り出し、ザルで水分を取り除いた後、ホモジナイズした。その後、希酸抽出法によって試料溶液を調製した。即ち、果実試料約 2 g を分取し、50 ml の 1 %塩酸溶液 50 ml を加えて 30 分間振りまぜ抽出し、No. 5 B ろ紙によりろ過して試料溶液とした。試料溶液の分析には原子吸光高度計（日立ハイテクノロジー製：Z-2310）を用いた。

結果と考察

1. 高圧処理技術を用いた鶏肉汚染菌の低減

詳細な結果については省略するが、各細菌の殺菌効果目標値を達成するためには、カンピロバクター属菌と大腸菌では 300 MPa 以上、黄色ブドウ球菌では 500 MPa 以上の加圧が必要であった。

既報¹⁾では、100MPa 刻みで 100MPa～600MPa の高圧処理を行った場合、鶏肉の色調は 200MPa 以上、破断強度は 400MPa 以上の圧力で処理することにより、生肉と明確な差が見られた。このことから、生肉の物理的性状をすべて保ちつつ、高い殺菌効果を得るには、高圧処理単体では難しいことが示唆された。

2. 高圧処理による殺菌効果に対する果汁 pH の影響

(1) 大腸菌

図 1 に大腸菌の初菌数を示す。大腸菌では、河内晩柑果汁へ接種した時点で生菌数が低下した。PBS やクエン酸溶液、イヨカン果汁溶液では、pH 5.0-3.0 の溶液中における大腸菌の生菌数低下が見られなかった（データ未掲載）。そのため、このときの大腸菌の生菌数低下は河内晩柑果汁のなんらかの成分が殺菌作用を示したものと考えられる。また、河内晩柑の pH が低い果汁では生菌数の減少が大きくなったことから、河内晩柑果汁中の殺菌成分は酸性領域でその効果が高まるものと考えられる。図 2 に河内晩柑果汁中の大腸菌に対する 500 MPa の高圧処理による殺菌効果を示す。なお、pH 3.6 および pH 3.0 では初菌数が低すぎたため、正確な殺菌効果を定量することができなかった。高圧処理による殺菌効果について、対照区の pH 7.0・PBS では 3.5 log の菌数減少量が示された。一方、対照区に比べ、pH 5.0 の河内晩柑果汁では高圧処理による殺菌効果が低くなった。一方、対照区の pH 7.0・PBS に比べ、pH 4.0 以下では高圧処理による殺菌効果が高まった。以上のことから、河内晩柑果汁では、pH 4.0 以下に pH 調整を行うことで高圧処理による殺菌効果を高めることができると考えられる。

(2) 黄色ブドウ球菌

図 3 に示すように、黄色ブドウ球菌では、河内晩柑果汁へ接種しても生菌数は一定となった。大腸菌と異なり、黄色ブドウ球菌では生菌数の低下が示されなかった。大腸菌と黄色ブドウ球菌では細胞壁の構造が異なることが知られており、これにより河内晩柑果汁成分による殺菌効果の違いが生じたものと考えられる。図 4 に河内晩柑果汁中の黄色ブドウ球菌に対する 500 MPa の高圧処理による殺菌効果を示す。高圧処理による殺菌効果について、対照区の pH 7.0・PBS では 0.3 log の菌数減少量となり、殺菌効果がほとんど示されなかった。黄色ブドウ球菌は、物理的ストレスに対して非常に耐性があるとされるため、高圧処理による殺菌効果が示されなかったと考えられる。一方、対照区に比べ、河内晩柑果汁では、pH 5.0 で 1.9 log、pH 4.0 で 4.2 log、pH 3.6 で 5.7 log、pH 3.0 で 8.2 log となり、pH の低下と共に高圧処理による殺菌効果が高まった。以上の結果から、河内晩柑果汁の pH を下げることによって高圧処理による殺菌効果を大きく高めることができると考えられる。

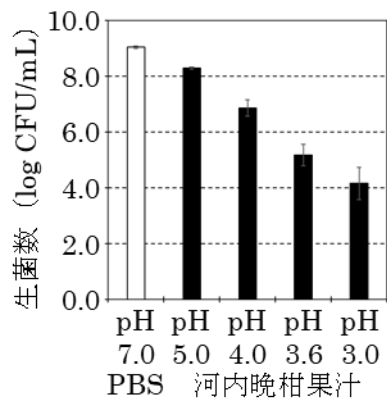


図1 河内晩柑果汁中の大腸菌の初菌数

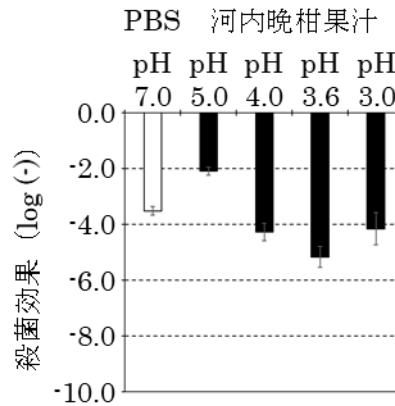


図2 河内晩柑果汁中の大腸菌に対する高圧処理による殺菌効果

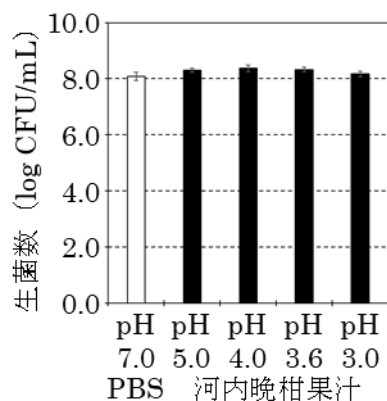


図3 河内晩柑果汁中の黄色ブドウ球菌の初菌数

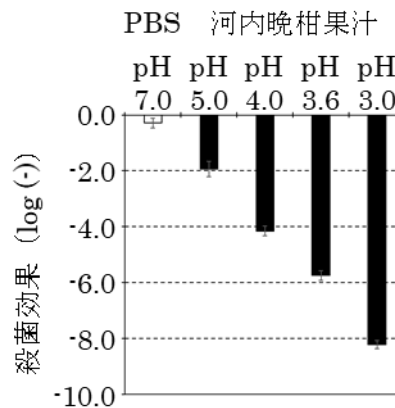


図4 河内晩柑果汁中の黄色ブドウ球菌に対する高圧処理による殺菌効果

3. 高圧処理技術を用いた柑橘果汁腐敗菌の低減

詳細な結果については省略するが、いずれの被験菌も、加熱処理後は発育がみられなかった。一方、高圧処理試料では、600 MPa、5分以上の処理により加熱処理と同等の殺菌効果がみられた。

このことから、高圧処理技術は愛媛県産みかん果汁の風味を活かした殺菌法として有用であると考えられる。

4. 強化剤を利用した高圧処理キウイフルーツの品質保持方法の検討

レオメーターによって測定した試験力 (N) -変位 (mm) の関係の例を図5に示す。処理方法に関わらず複数回の破断を繰り返していることから、単一の破断点を明確に定義することが困難であったため、試験力が最大となる点の試験力 (N) によって各処理方法間の比較を行った。その結果を図6に示す。生果の最大試験力が最も大きく、これは喫食時の感覚とも一致していた。また、高圧処理を行った試験区の中では乳酸カルシウムによる事前浸漬を行った試験区が最も大きく、強化剤を使用していない対照区が最も小さかった。

このことから、高圧処理の過程でキウイフルーツ果実の軟化が発生するが、強化剤の使用によってかたい食感を保つ効果が一定程度あると考えられた。しかし、最も効果の高かった乳酸カルシウムの事前浸漬を行った場合でも、その最大点試験力は生果の6割弱程度であり、喫食時にも明確な違い（高圧処理果実の軟化）が感じられた。本研究では、高圧処理によって生の風味を保持するという目的があるため、適熟の果実を使用した。一般に、加工用途で果実の硬い食感や作業性が求められる場合、より未熟な果実を使用する場合がある。よって、果実の熟度の違いによる軟化発生の程度や強化剤の効果の差についても考慮する必要があると考えられる。

また、高圧処理したキウイフルーツを喫食した結果、苦みの発生が認められた。これは、銅酵母や強化剤の使用に関係なく発生したため、高圧処理によるものと思われる。このことから、キウイフルーツに高圧処理を適用する場合、苦みのマスキングまたは発生原因の究明と対策を行う必要があると

考えられる。

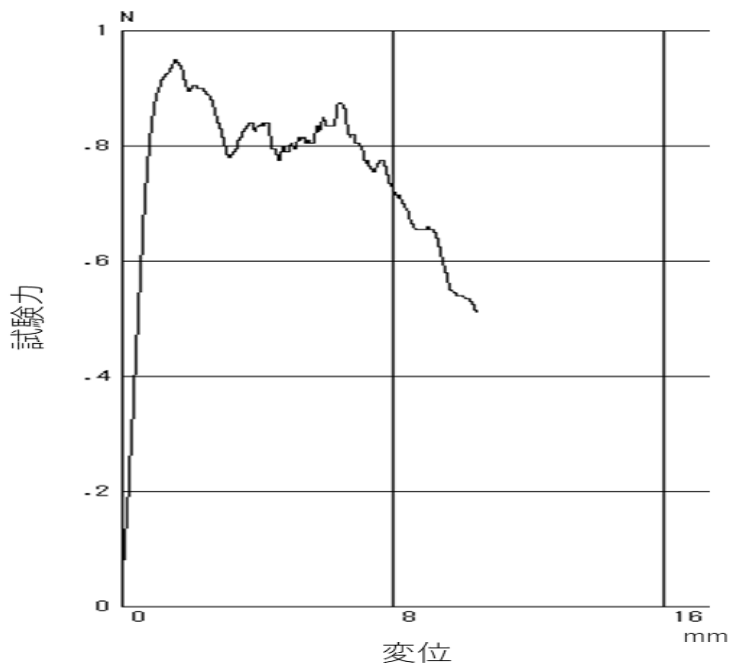


図5 キウイフルーツ果実の試験力と変位の関係

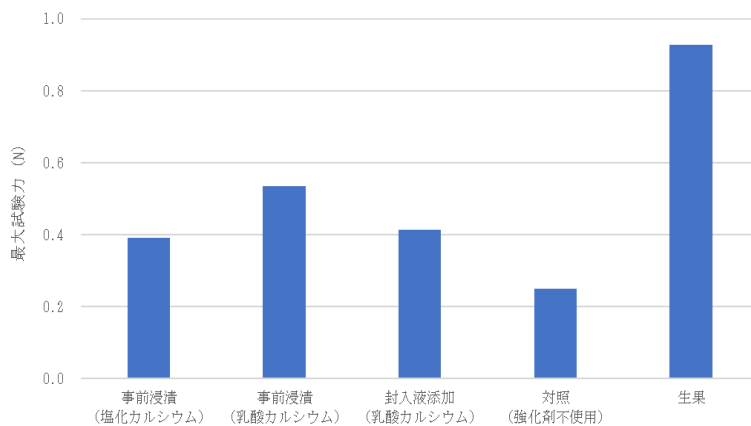


図6 強化剤の処理方法の違いによる最大試験力への影響

5. 銅酵母を利用した緑色保持方法におけるマスカット果実中の銅含量の推移

既報⁴⁾では、銅酵母の利用がマスカット果汁等の緑色保持に有効であることを報告しており、本試験ではこの手法を果実に応用する場合の果実中銅含量の推移について検証した。処理後の銅含量の推移を図7に示す。処理後の果実中の銅含量は日数の経過に概ね比例して増加し、7日後には5.1mg/100gに達した。

銅の食事摂取基準は、18歳以上の男性で0.9 mg/日、女性で0.7 mg/日が推奨量であり、耐容上限が7 mg/日となっている⁵⁾。処理7日後の果実を食品中に20 g使用した場合、銅の摂取量は約1 mgとなり、耐容上限は大きく下回っているものの、推奨摂取量を超えることとなる。緑色保持のために銅を利用した場合、果実の使用量によっては、風味や外観などの品質的要因や微生物的要因に加えて、食品中の銅含量を考慮する必要がある。

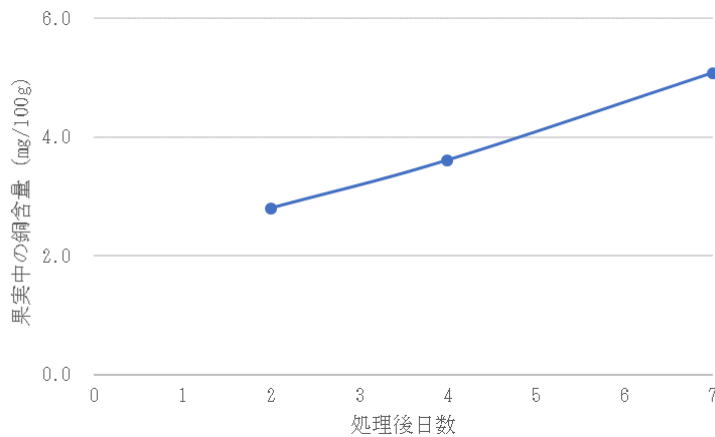


図7 シャインマスカット果実中の銅含量の推移

ま と め

鶏肉や果汁を対象に種々の処理条件下における殺菌効果等を検証した結果、以下のことが分かった。

1. 鶏肉汚染菌に対して十分な殺菌効果を発揮するには、カンピロバクター属菌と大腸菌では 300 MPa 以上、黄色ブドウ球菌では 500 MPa 以上の加圧が必要であった。
2. 河内晩柑果汁では、pH を 4.0 以下に調整することで、大腸菌に対して高圧処理による殺菌効果を高めることができると考えられる。
3. 河内晩柑果汁の pH を下げることで、黄色ブドウ球菌に対して高圧処理による殺菌効果を大きく高めることができると考えられる。
4. みかん果汁の腐敗を発生させ得る菌 (*Fusarium pseudoanthophilum*、*Pichia cecembensis*、*Mucor phayaoensis*) に対して、600MPa の高圧処理によって加熱殺菌と同等の殺菌効果が得られた。
5. 高圧処理の過程でキウイフルーツの軟化が発生するが、強化剤を使用することで一定程度硬さを維持する効果があった。
6. 果実と銅酵母液を同封して高圧処理を行い、緑色保持を図った場合、徐々に果実中の銅含量が増加するため、製造する食品中の銅含量への留意点をまとめることができた。

文 献

- 1) 古川一郎, 伊達佳美, 相川勝弘, 浅井良夫, 尾上洋一: 市販鶏肉におけるカンピロバクター・ジェジュニの汚染状況および分離菌株の解析, 神奈川県衛生研究所研究報告, **37**, 24-27 (2007)
- 2) 安川章, 外村佳子, 北瀬照代, 伊藤重朗, 西村頼之: 市販食肉の細菌汚染について, 生活衛生, **18-5**, 150-155 (1974)
- 3) 所光男, 亀山芳彦, 北川裕子, 堀ゆかり, 野田紅人, 奥村直尊, 岩田好博, 熊崎孝雄: 岐阜県における食鳥肉の微生物汚染の現状, 食品と微生物, **10-2**, 89-94 (1993)
- 4) 朝倉将斗, 開俊夫: 高圧処理による殺菌技術の開発ー緑色果実及び鶏肉への高圧加工の影響ー, 愛媛県産業技術研究所研究報告, **62**, 60-65 (2024).
- 5) 厚生労働省: 「日本人の食事摂取基準 (2020 年版)」策定検討会報告書 (2019).

フードペアリングによる愛媛県産はだか麦加工品開発

渡部将也 朝倉将斗 田中八壽子

Development of new processed products using naked barley from Ehime through food-pairing.

WATANABE Masaya, ASAKURA Masato and TANAKA Yasuko

愛媛県の主力農産物であるはだか麦は高い健康機能性から注目されている食品素材である。しかし、はだか麦が本来持つ独特の香りがあることから、その使用用途は限定的である。

そこで本研究では、フードペアリングという考えに基づき^{1) 2)}、香気成分に着目し、はだか麦のアロマリング作成により香りの可視化を行った。また、はだか麦の有する香りの内、香ばしい香りなどを強調できるナッツ類や黒糖などとの組み合わせや、はだか麦のグリーンな香りを抑制できる柑橘との組み合わせを選定し、加工品を試作した。加工品に対し官能評価を実施したところ、良好な食味を示し、フードペアリングの考え方に基づくはだか麦加工品の開発の有効性が確認された。

キーワード：はだか麦、香気成分分析、香り、フードペアリング

はじめに

はだか麦生産量は 4,030t (2024 年)³⁾ であり、38 年間生産量日本一 (1987 年～) を誇る愛媛県の主力農産物である。はだか麦は大麦の一種であるが、皮麦と比較し穀皮が容易に外れるため加工適性が高く、整腸作用や血糖値上昇抑制効果等が報告され、水溶性食物繊維「大麦 β -グルカン」を豊富に含むことが知られている⁴⁾。そのため、近年の社会ニーズ (消費者健康志向等) から注目を集めている。

しかし、はだか麦は一般的な小麦と異なる独特の風味や香りを有しており、消費者の好みに分かれることがさらなる需要拡大のための大きな課題の一つに挙げられる。前報⁵⁾において、はだか麦の独特の香りは香気成分寄与割合の高いアルデヒド類によるもの、加熱時に発生するフラン類、ピラジン類などによるものと推測された。

そこで本研究では、フードペアリングの考え方に基づいた香気成分割合の可視化を目的としたアロマリングの作成及び、同系統の香りを組み合わせた「同調効果」、異なる香りを組み合わせた「抑制効果」の 2 つを用いたペアリングを行い、はだか麦を活用した新規加工品の開発および評価を行った。

実験方法

1. はだか麦加工品の香気成分分析とアロマリングの作成

県内農業法人にて生産・精麦・粉碎されたはだか麦 (搗精粉) を用いた。ナッツ類は市販されている素焼きのナッツ類 (アーモンド、カシューナッツ、ピーナッツ)、黒糖は市販されている沖縄県産黒糖を用いた。伊予柑ピールは愛媛県産業技術研究所にて加工したものを用いた。

前報で試作したはだか麦加工品 (炊飯、焼成、はだか麦パン、はだか麦麺) について、(株) 島津製作所製ガスクロマトグラフ-質量分析計 (GCMS-QP2020NX) を用い、ヘッドスペース法で試料バイアル中のヘッドスペースガスの組成を分析した。サンプルは試料バイアルに 3 g 分取し、検出器は質量分析計を用いた。その他の分析条件を表 1 に示す。得られたスペクトルについては、NIST (National Institute of Standards and Technology) データベースとの比較から推定した。

表 1 香気成分分析条件

	条件
ガスクロマトグラフ	GC-2030（島津製作所製）
質量分析計	GCMS-QP2020NX（島津製作所製）
ヘッドスペースサンプラー	HS-20NX（島津製作所製）
GC オーブン温度	60℃
バイアル保温時間	30 分
トラップ冷却温度	-10℃
カラム	SH-WAX 長さ 30.0m、内径 0.25mmID、膜厚 0.25μm
昇温時間	45℃、10 分保持 5℃/分 昇温 220℃、10 分保持
イオン源温度	200℃

上記分析により推定した香気成分について、化合物の香気特性を分類した。その後、得られたすべてのピーク面積の和を 100%とした場合の各香気成分のピーク面積割合を算出し、香気特性分類別に合算したピーク面積割合からアロマリングを作成した。

2. はだか麦と選定した食品による加工品試作及び官能評価による検証

(1) チュロッキー

使用した材料を以下の表 2 に示す。

表 2 はだか麦チュロッキーの配合

材料名	はだか麦チュロッキー (g)
はだか麦粉	160
ベーキングパウダー	4
マーガリン	20
砂糖（又は黒糖）	60
塩	少々
卵	50
牛乳	50

材料を全て捏ねて生地を形成し、8号の花口金を付けた搾り袋でクッキングシート上に形成し、180℃の油で2分半揚げ作製した。

(2) はだか麦まんじゅう

使用した材料を以下の表 3 に示す。

表 3 はだか麦まんじゅうの配合

材料名	はだか麦まんじゅう (g)
はだか麦粉	130
砂糖（又は黒糖）	70
重曹	2
水	45

材料を全て捏ねて生地を形成し、生地 10 g に対しあんこ 15 g を加えて、中火で 10 分蒸し作製した。伊予柑ピールはあんこに対し 5 (w/w)% 添加した。

(3) はだか麦加工品の官能試験

試作したはだか麦加工品は速やかに官能試験へ供試した。官能試験は、愛媛県産業技術研究所職員 23 名をパネラーとし、「香り」「味」「食感」の 3 項目について好ましい（5 点）から好ましくない

(1点)までの5点評価方式にて実施した。

結果と考察

1. はだか麦加工品の香気成分分析とアロマリングの作成

フードペアリングの考え方に基づき、はだか麦と組み合わせる食品素材を探索するため、前報⁵⁾で実施したはだか麦加工品の香気成分分析結果からアロマリングを作成し、香気特性を可視化した。アロマリングは、分析にて得られた香気成分の香りを系統別に分類し、得られたピークを100%としたときのピーク面積割合から作成を行った。また、比較のために小麦パン及び小麦麺についてもアロマリングを作成した。作成したアロマリングをそれぞれ図1、図2及び図3に示す。

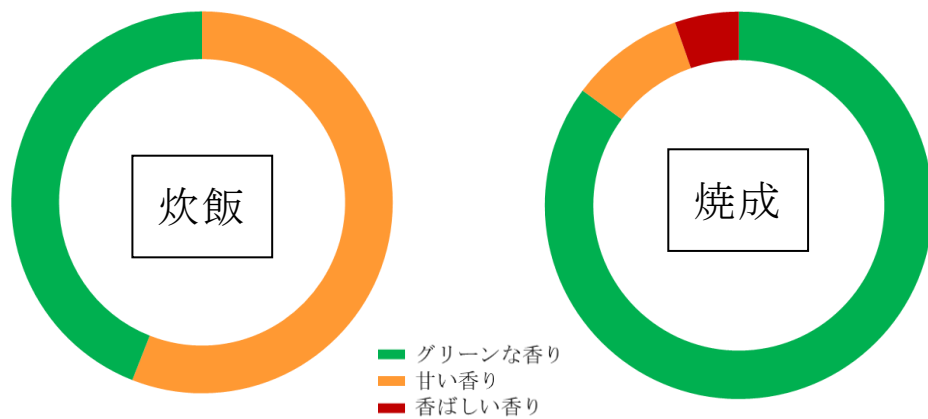


図1 炊飯及び焼成したはだか麦のアロマリング

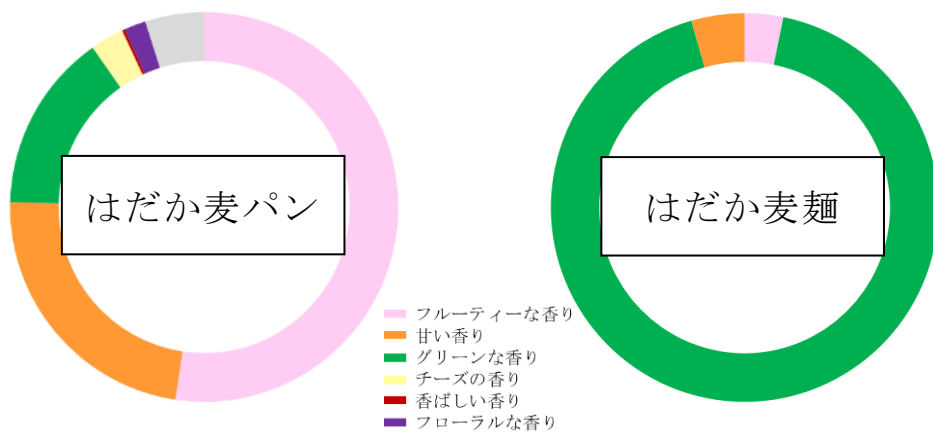


図2 はだか麦パン及びはだか麦麺のアロマリング

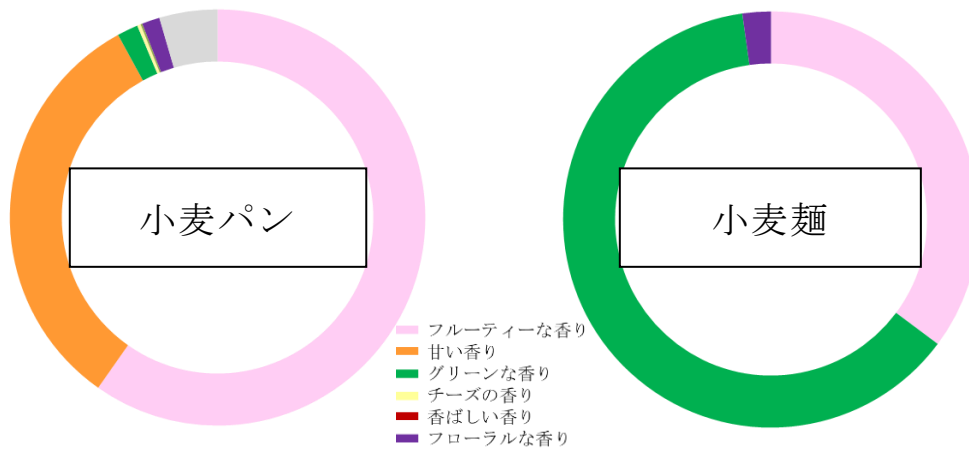


図3 小麦パン及び小麦麺のアロマリング

いずれのはだか麦加工品においても Hexanal などを中心とするグリーンな香りを示すアルデヒド類の寄与率が高く、パンや麺へ加工調理した際も小麦に比べグリーンな香りの寄与率が高かったことから、はだか麦の独特の香りはアルデヒド類に起因するものと考えられる。

2. フードペアリングの考え方による食材探索

フードペアリングの考え方の重要な要素として、同系統の香りを掛け合わせて強調する同調の効果と、他の香りを掛け合わせて特定の香りを抑制する効果の2つが挙げられる¹⁾。はだか麦において同調の効果を期待する場合、香ばしい香りや甘い香りの掛け合わせが考えられる。ピラジン類などによる香ばしい香りはナッツ系フレーバーとも呼ばれ、ナッツ類に多く含まれるほか、黒糖の重要な香気成分であることも知られている^{6) 7)}。抑制の効果においては、シトラス香などではだか麦の青臭さの原因香気成分の1つと考えられる Hexanal をマスキングする効果が高いことなどが報告されている⁸⁾。このことからシトラス香を持ち、愛媛県の特産品でもある柑橘類などは相性が良いと考えられることから、これらのナッツ類、黒糖、柑橘類について選定し、はだか麦との組み合わせについて検討を行うこととした。

3. 同調効果によるナッツ類とはだか麦の組み合わせのアロマリングによる検討

ローストされたアーモンド、カシューナッツ、ピーナッツなどのナッツ類は、従来パン類や菓子類に使用されており、同様の加工品として用いられることがあるはだか麦加工品への適用に違和感なく用いることが可能な食品素材であると考えられる。さらにローストされていることによって発生するピラジン類等の香ばしい香り成分を有していることが推測される。このことから、はだか麦と香ばしい香りで同調する食品素材として組み合わせるのに適している可能性が高いため、これらナッツ類の素焼きサンプルについて香気成分分析を行った。分析により推定された香気成分及びスペクトル全体に占める面積割合はそれぞれ図4に示す。

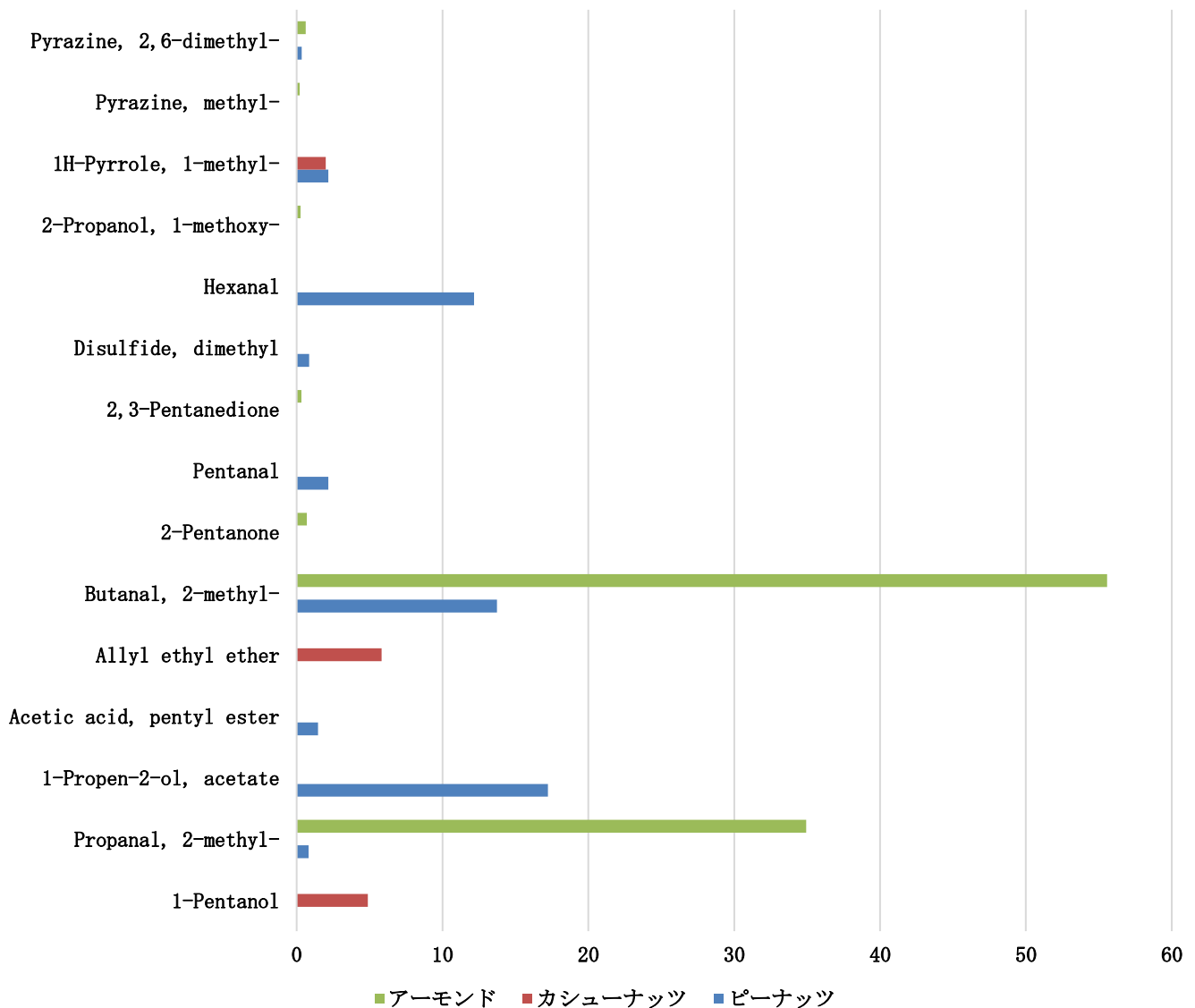


図4 アーモンド、カシューナッツ、ピーナッツの香気成分分析結果

香気成分分析の結果、アーモンドははだか麦が有している 2,6-dimethyl Pyrazine などのピラジン類を主とした香ばしい香りを有していることが分かった。また、カシューナッツは検出された香気成分の種類が少なく、1-methyl-1H-Pyrrole といったピロール類が特徴的に検出された。ピーナッツははだか麦と同調の効果が期待できる香ばしい香りの成分として 1-methyl-1H-Pyrrole や 2,6-dimethyl -Pyrazine が検出された。いずれも香ばしい香りとされる成分を有しておりはだか麦と良い食品素材であることが推測された。

ナッツ類の内、例としてはだか麦（焼成：図1右）とアーモンドを組み合わせた際の予想されるアロマリングを図5に示す。同調の効果によってはだか麦の有する香ばしい香りが強調され、食味が良好になることが期待できる。

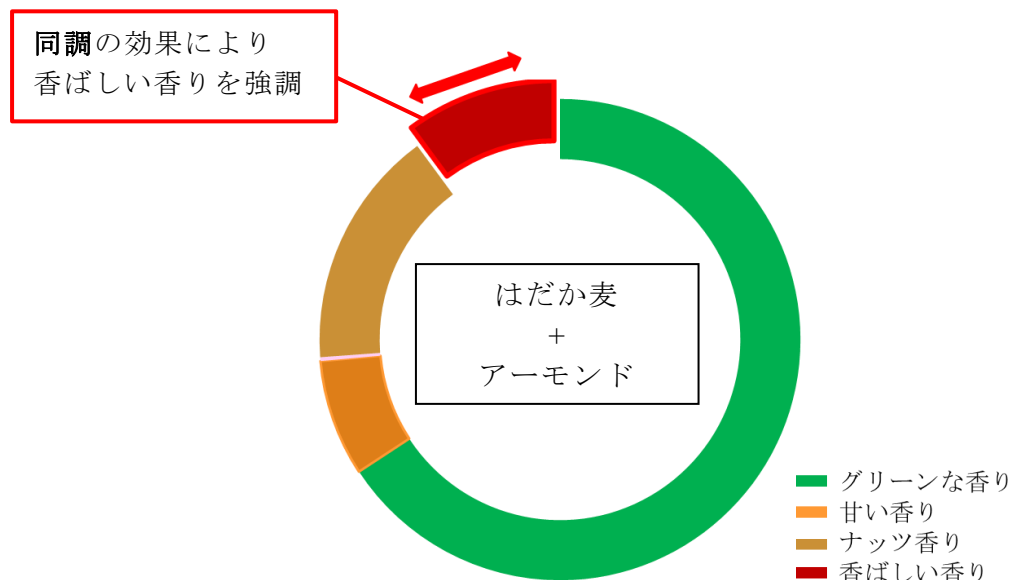


図5 予想されるはだか麦（焼成）とアーモンドの組み合わせによるアロマリングの変化

4. 同調効果と抑制効果による黒糖及び柑橘類とはだか麦の組み合わせのアロマリングによる検討

黒糖は一般的に製菓に用いられる上白糖やグラニュー糖などと比較して、より複雑な香気成分を有しており、その中にははだか麦の焼成時にも生成される 2,6-dimethyl Pyrazine などのピラジン類を有することや、ケトン類などによる甘い香り成分を有すること知られている⁸⁾。そのため香ばしい香りや甘い香りにおいてはだか麦と同調の効果を示し、組み合わせる食品素材として相性の良い可能性がある。一方で、抑制の効果を示す香りは有していないことから、はだか麦のグリーンな香りに対して抑制の効果を示すと考えられる柑橘類を同時に加え、同調と抑制の効果をそれぞれ別の食材を組み合わせる手法を検討した。はだか麦（焼成）に対し、黒糖及び柑橘類を添加した際の予想されるアロマリングの変化を模式的に図6へ示す。

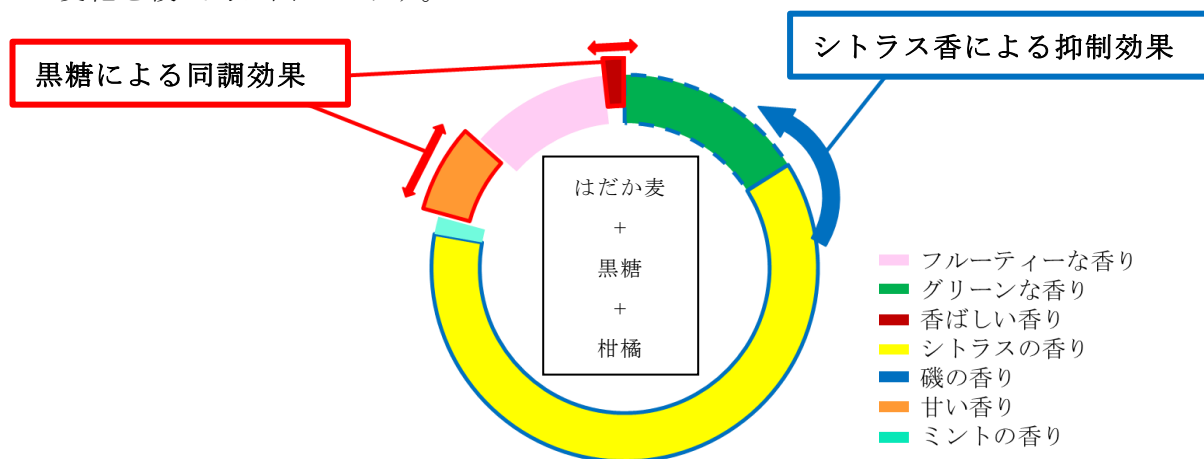


図6 予想されるはだか麦（焼成）、黒糖、柑橘の組み合わせによるアロマリングの変化

5. はだか麦と選定した食品による加工品試作及び官能評価による検証

前段のとおり香気成分分析結果から推測されるはだか麦とナッツ類の食品素材相性を実証するため、実験方法4-(1)の方法で試作したはだか麦チュロッキーに、包丁にて5mm程度に細かく刻んだアーモンド、カシューナッツ、ピーナッツを上部にトッピングした加工品を試作し、官能評価を行った。結果を図7に示す。

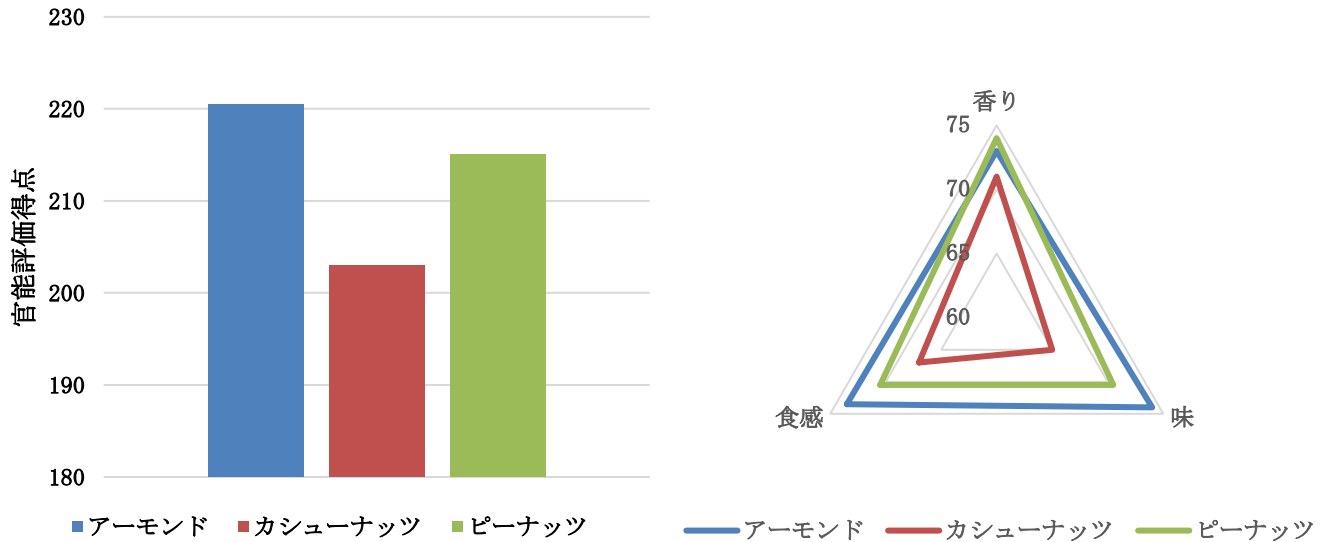


図7 ナッツ類を組み合わせたはだか麦加工品の官能評価結果

官能評価の結果、香気成分分析から推測されたとおり、アーモンド及びピーナッツを用いたもので評価が高く「香り」「味」の項目において、カシューナッツよりも高い評価を得た。アーモンドが最も高い評価を得た理由としては、アーモンドが有する香ばしい香り成分がはだか麦と同様のピラジン類によるものであり、カシューナッツやピーナッツはピロール類を主成分としていることが考えられる。同じ化合物群の香気成分を共有する食品素材の組み合わせの方がより食味良好なはだか麦加工品を開発する上で有効な手段である可能性があることが示唆された。

また、フードペアリングの考え方に基づくはだか麦と黒糖及び柑橘類との組み合わせについて検討するため、はだか麦まんじゅうを実験方法4-(2)の方法にて試作し、官能評価を行った。官能評価結果を図8に示す。

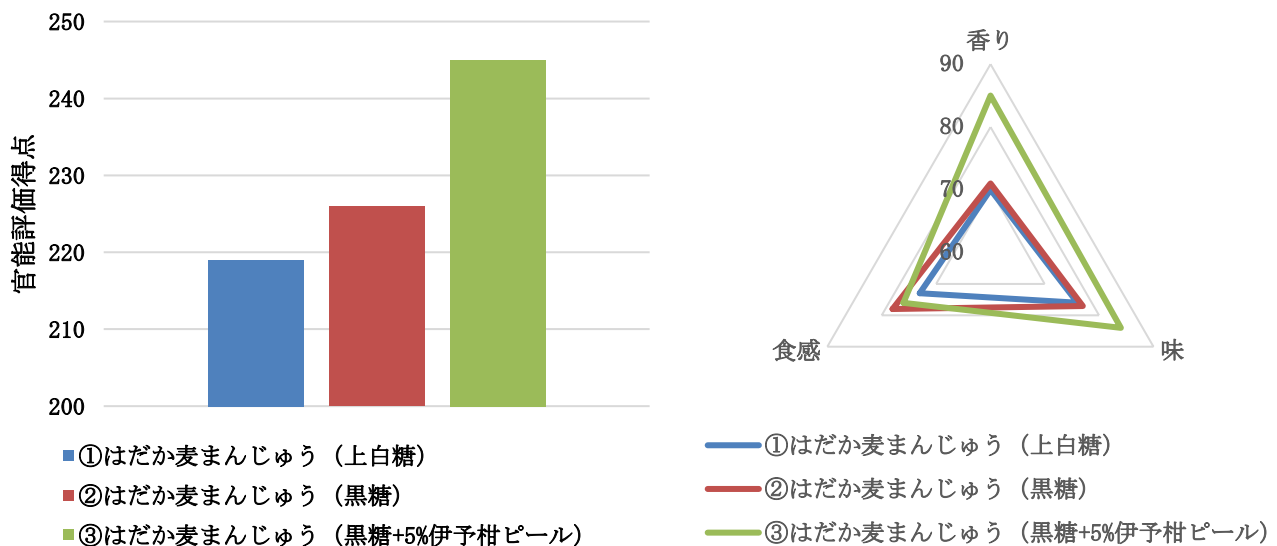


図8 はだか麦まんじゅうの官能評価結果

官能評価の結果、はだか麦と黒糖を組み合わせたものでは、上白糖を用いたものに比べ「食感」の項目で評点が高くなり、良好な食味を有していることが分かった。また、さらに柑橘ピールを用いたものでは、後味がすっきりとしたさわやかな風味になり、特に「香り」の項目について高い評点を得た。このことから、同じ香気成分を共有し同調の効果を期待できる食品と、はだか麦の独特の香りを抑制できる食品をそれぞれ組み合わせる効果を発揮させるペアリングは、より食味良好なはだか麦加工品を開発する上で有効な手段であることが示唆された。

ま と め

フードペアリングの考え方にに基づき、はだか麦の有する香気成分特性に対し、同系統の香りを組み合わせ強調する同調の効果、他の香りを掛け合わせて特定の香りを抑制する効果を示す食品素材の組み合わせについて、ナッツ類、黒糖及び柑橘を加えた加工品を開発し、官能評価を行ったところ、以下の結果が得られた。

1. はだか麦加工時の香気成分分析結果からアロマリングを作成し、香気特性の可視化を行った。また、得られた結果から、フードペアリングの考え方内、同系統の香りを組み合わせ強調する同調の効果や他の香りを掛け合わせて特定の香りを抑制する効果を期待できる食品としてナッツ類、黒糖、柑橘類を選定した。
2. アーモンドやカシューナッツ、ピーナッツの香気成分を分析したところ、アーモンドでは主にピラジン類が検出され、カシューナッツやピーナッツでは主にピロール類が香ばしい香り成分が検出された。はだか麦とナッツ類を組み合わせた加工品について官能評価を行ったところ、はだか麦と同じピラジン類を有するアーモンドを用いたものが最も高い評価を得た。
3. はだか麦と同調の効果を示すピラジン類を有する黒糖及びはだか麦のグリーンな香りを抑制できる柑橘とを組み合わせた加工品について官能評価を実施したところ、黒糖や柑橘を添加したもので食味が良好であるとの評価を得た。

文 献

- 1) Bernard Lahousse 他：The Art & Science of Food-pairing (2021) .
- 2) 山野善正 他：おいしさの見える化マニュアル (2023) .
- 3) 農林水産省：令和6年産麦類（子実用）の作付面積及び収穫量(令和6年11月26日公表)(2024).
- 4) 青江誠一郎：大麦 β -グルカンの機能性について，日本食生活学会誌，**26-1**，3-6 (2015) .
- 5) 渡部将也 他：はだか麦及びはだか麦加工品の香気成分特性の調査，愛媛県産業技術研究所研究報告，**62**，46-51 (2024).
- 6) 広瀬直人 他：香気を強化した黒糖の製造技術開発，沖縄農業，**49-1**，11-19 (2018) .
- 7) 広瀬直人 他：沖縄県産黒糖の常温保存における物理化学的およびフレーバー特性の変化，日本食品保存科学会誌，**41-6**，253-259 (2015)
- 8) 寺田祐子 他：大豆の青臭さの原因となる n-ヘキサナールの感知に関わる嗅覚受容体の特定，大豆たん白研究，**23**，159-164 (2020) .

2-デオキシグルコース耐性株から分離した マルトース資化性清酒酵母による清酒の試験醸造

宮岡俊輔 酒井美希

Small-scale SAKE Brewing with High Maltose Assimilation Activity Strains Isolated from 2-Deoxyglucose
Resistant Mutant of Sake Yeast
MIYAOKA Shunsuke and SAKAI Miki

前報¹⁾では、清酒酵母のマルトース資化性付与を目的として、2-デオキシグルコース (2-DG) を含むマルトース培地による自然変異株を分離し、分離酵母の特性を検討したところ、変異株にマルトース資化性が認められた。これらの変異株は、清酒醸造においてマルトースを含むデキストリンを資化し、清酒中のデキストリン濃度を減少させる可能性がある。そこで、マルトース資化性変異株を清酒醸造に使用した際の製成酒のデキストリン濃度への影響を検討したところ、変異株では元株よりデキストリン濃度が 0.4~2%程度低くなっていた。我々はこれまでに糖化酵素の使用方法を最適化することで、デキストリン濃度を低減できることを報告²⁾しており、マルトース資化性変異株の利用を組み合わせることで、さらなる低減化が期待される。

キーワード：清酒、製造方法、デキストリン、清酒酵母、マルトース資化性、2-デオキシグルコース耐性、2-DG

はじめに

市場で販売が好調な清酒について、その成分と官能評価との関係を検討したところ、デキストリン濃度にも相関が見いだされた。そこで、検討を進めたところ、清酒中のデキストリン濃度は清酒の味のざらつきの原因の一つであり、グルコアミラーゼを強化するなど糖化酵素の使用方法を最適化することでこれを減少させることができることを明らかにした²⁾。さらに、清酒酵母のマルトース資化性向上を目的として、2-デオキシグルコース (2-DG) を含むマルトース培地による自然変異株の分離と分離酵母の特性を検討し、これらの酵母にマルトース資化性が認められた¹⁾。2-デオキシグルコース耐性株から分離した清酒酵母はマルトースを資化することがわかり、さらにビール醸造に利用可能であることを示した³⁾。

マルトース資化性清酒酵母は、清酒醸造においてもマルトースを含むデキストリンを資化する可能性があり、清酒中のその濃度を低減化することが期待される。そこで、前報¹⁾で分離したマルトース資化性清酒酵母を清酒醸造に使用した際、製成した清酒のデキストリン濃度への影響を検討したので報告する。

実験方法

1. 供試酵母

前報¹⁾で分離したマルトース資化性変異株、EK7-1 と K14-1 株を用いた。なお、それぞれの元株 (EK7、K14) を対照とした。

2. 小仕込み試験

定法⁴⁾に従い、表 1 に示す仕込み配合で総米 150 g の小仕込み試験を行った。 α 米は AA-60 (徳島製麹 (株) 製) を加熱処理後に使用した。麹は精米歩合 60% の山田錦を用いて県内企業で製造した凍結保存麹を解凍して用いた。Y P D 培地 50 mL を入れた 200 mL 三角フラスコに酵母を植菌し、28°C、80rpm で吸光度 2.0 まで回転振盪して前培養した。添仕込みは、900 mL のガラス製の瓶に、仕込み水 (0.2 g/L 塩化ナトリウム、0.04 g/L リン酸二水素カリウム、1.67 mL/L の食添用乳酸を含む。) 100 mL と麹 30 g を加え、15°C で 2 時間保持後、前培養酵母を 1.0×10^9 個添加し 15°C で 44 時間保持した。留仕込みは、蒸留水 110 mL を加え、7°C で 2 時間保持後、加熱処理した α 米 120 g を加えた。 α 米の加熱処理は、 α 米 120 g に蒸留水 90 mL を加え 30 分間放置、アルミ箔で蓋をして、110°C、60 分間オートクレーブ処理、100°C で取り出して、アルミ箔を除き粗熱をとった後、7°C の恒温恒湿機で 3 時間冷却した。留仕込み後は、7°C

この研究は、「愛媛さくらひめ酵母による地酒の品質改良研究」の予算で実施した。

で6時間保持後、1℃/日で昇温し12℃に達したら、そのまま保持し、炭酸ガス原料が45gに達したら遠心分離して上清を分析に供した。

表1 小仕込み試験の仕込み配合

	添仕込み	留仕込み	合計
総米 (g)	30	120	150
α米 (g)	0	120	120
麴 (g)	30	0	30
水 (mL)	100	200	300

3. 製成酒の糖組成分析

全糖は、第4回改正国税庁所定分析法⁵⁾を一部改変し、酸分解後グルコースCIIテストワコー（和光純薬工業株）によりグルコース濃度を測定した。すなわち、15mLの試料を50mL定容とした後、5mLの25%(w/v)塩酸を加え2.5hr還流し加水分解を行った。冷却後、10%(w/v)水酸化ナトリウムでpH4.5に中和し250mL定容とした。この溶液の糖濃度をグルコースCIIテストワコーにより測定した。製成酒中のグルコースは、1/10に希釈して、そのままグルコースCIIテストワコーにより測定した。全糖濃度とグルコース濃度の差をデキストリン濃度とした。

結果と考察

1. 小仕込み試験の経過

図1に小仕込み試験の経過図を示した。K14株が最も早い発酵経過、K14-1株とEK7株がほぼ同等、EK7-1株が最も遅い経過を示した。最も遅いEK7-1株でも発酵が鈍ることなく上槽に至っており、マルトース資化性変異株も実用上問題のない順調な経過を示したものと考えられた。二つの酵母において、それぞれ元株より変異株がやや発酵が遅い傾向にあった。マルトース資化性変異株の特徴である可能性があり、実醸造に用いる際の重要なポイントであるので、今後さらに検討を進める必要がある。

2. 製成酒の糖組成

製成酒の糖組成を測定した結果を表2に示した。K14株では、全糖が4.5 g/100mLあったものがK14-1株では2.3 g/100mLに2.2 g/100mL減少していた一方、アルコール分は、11.2 mL/100mLであったものが14.2 mL/100mLと3.0 mL/100mL増加していた。また、EK7株では、同様に全糖が2.7 g/100mLからEK7-1株では2.3 g/100mLと0.4 g/100mL減少、アルコール分は、14.2 mL/100mLから15.2 mL/100mLへと1.0 mL/100mL増加していた。このように変異株では、全糖が減少しアルコール分が増加していた。この傾向は、K14株のほうがEK7株より顕著であった。変異株では、マルトース等デキストリンを資化できるため、その成分がアルコールに変換されたものと考えられる。

そこで、変異株と元株の製成酒デキストリン濃度を比較して図2に示した。デキストリン濃度は、全糖からグルコースを減じて算出した。デキストリン濃度を元株と比較すると、K14株では3.6 g/100mLから1.6 g/100mLに2.0 g/100mL、EK7株では、2.0 g/100mLから1.6 g/100mLと0.4 g/100mL減少した。このように、マルトース資化性変異株では、元株よりデキストリン濃度が低くなっており、本変異株を使用することでデキストリン濃度を低減できることが期待できる。我々は、先の報告で糖化酵素の使用方法を最適化することで、デキストリン濃度を低減できることを報告しており、この方法と変異株の利用を組み合わせることで、製成酒のデキストリン濃度のさらなる低減が期待される。

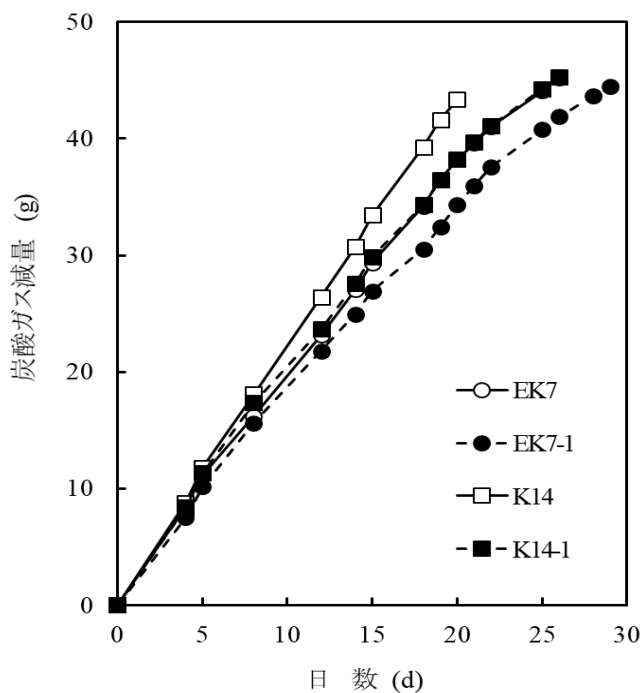


図1 総米 150 g の清酒小仕込み試験経過図

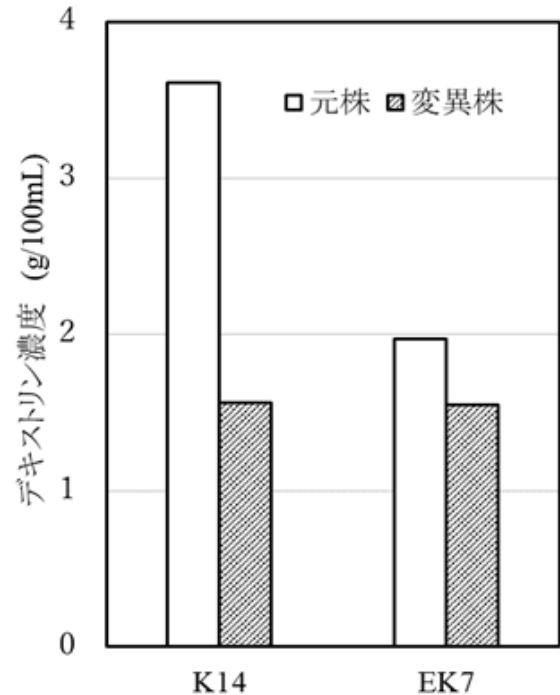


図2 マルトース資化性変異株で製成した清酒のデキストリン濃度

表2 製成酒の糖組成

サンプル名	全糖 (g/100mL)	グルコース (g/100mL)	アルコール分 (mL/100mL)
K14	4.5	0.9	11.8
K14-1	2.3	0.7	14.2
EK7	2.7	0.7	14.2
EK7-1	2.3	0.7	15.2

ま と め

マルトース資化性変異株を清酒醸造に使用した際の製成酒のデキストリン濃度への影響を検討するため、総米 150 g の清酒小仕込み試験により製成した清酒の糖組成分析を行い、以下の結果を得た。

1. マルトース資化性変異株を用いて清酒仕込み試験を行った結果、元株よりやや発酵経過が遅い傾向にあるが、実用上問題のない良好な発酵経過を示した。
2. 変異株による製成酒のデキストリン濃度を元株のそれと比較すると、K14 株では 3.6%から 1.6%に 2.0%、EK7 株では、2.0%から 1.6%と 0.4%減少した。

3. マルトース資化性変異株を使用することでデキストリン濃度を低減できることが期待される。

文 献

- 1) 宮岡俊輔, 逢坂江理, 酒井美希, 金本直晃: 2-デオキシグルコース耐性株からのマルトース資化性清酒酵母の分離, 愛媛県産業技術研究所研究報告, **60**, 20-23 (2022).
- 2) 宮岡俊輔, 森本 聡: デキストリン濃度の低い清酒製造技術, 愛媛県産業技術研究所研究報告, **54**, 11-15 (2016).
- 3) 宮岡俊輔, 中村 仁: 2-デオキシグルコース耐性株から分離したマルトース資化性清酒酵母によるビールの試験醸造, 愛媛県産業技術研究所研究報告, **61**, 33-37 (2023).
- 4) 宮岡俊輔, 森本 聡: 愛媛酵母E K-1株の性質, 愛媛県工業系研究報告, **44**, 31-36 (2006).
- 5) 西谷尚道監修: 第4回改正国税庁所定分析法注解, 日本醸造協会, 231 (1993).

愛媛県産はだか麦を用いた麦芽製造方法に関する研究

酒井美希 渡部将也 宮岡俊輔 永田洋子 西村理子

Research on Malting Methods using Naked Barley produced in Ehime Prefecture
SAKAI Miki, WATANABE Masaya, MIYAOKA Shunsuke, NAGATA Yoko and NISHIMURA Satoko

愛媛県特産のはだか麦の酒造適性を評価するため、二条大麦麦芽との特性比較によるはだか麦麦芽の製造方法について検討した。はだか麦麦芽と二条大麦麦芽の酵素及び β グルカンの量を分析した結果、はだか麦麦芽の方が含有量が多く、浸漬日数、発芽日数を増やすと低下する傾向が見られた。二条大麦麦芽の方が β グルカナーゼの量が多く、ろ過前の麦汁の粘度がはだか麦麦芽より低いことから、はだか麦麦汁中の β グルカナーゼの量を増やしたところ、粘度が低下することが分かった。粘度は麦汁をろ過効率の低下を引き起こすことから、 β グルカナーゼの酵素量を増やすことにより、麦汁のろ過効率の向上が期待でき、新たな酒類開発へ利用できる可能性があることが分かった。

キーワード：はだか麦、麦芽、麦汁、 β グルカン、酵素、粘度

はじめに

愛媛県での生産量が多いはだか麦は、主に押麦や麦みそに加工して消費されてきた。愛媛県ではこれまで大野¹⁾や逢阪²⁾らにより、はだか麦を使った加工食品の研究は実施されてきた。一方で、用途が限定的であり、新たな加工食品への活用が望まれている。はだか麦は、外皮が取れやすいため、加工しやすいという利点がある一方で、「穀粒の構造」や「成分の違い」があるため、皮麦とは異なる性質を持っている。一般的に、ビールやウイスキーに使用される麦芽は、皮麦の二条大麦であるため、六条大麦であるはだか麦を使用した麦芽の製造方法についての知見がほとんどない。そこで、本研究では、はだか麦麦芽の製造に関する基盤技術を開発することを目的とし、はだか麦の発芽条件の検討及び、粘度や酵素活性の測定を行ったので報告する。

実験方法

1. 大麦の成分

愛媛県内で栽培された六条はだか麦品種「ハルヒメボン」と佐賀県産二条大麦品種「サチホゴールド」を試料として用いた。栄養成分分析は、日本食品標準成分表（八訂）の分析法³⁾に従って実施した。食物繊維はプロスキー法、 β グルカン含量はMegaZyme社製キットを用いた。

2. 発芽試験及び麦汁の特性評価

大麦 100g をザル付きバットに入れ水温 15℃に 1～4 日間浸漬後、水切りし、温度 15℃、湿度 90%以上に調整した恒温恒湿機に入れ、2～8 日間静置した。乾燥しないよう一日に一度麦芽表面に水を噴霧し、混合した後均一化を図った。発芽終了後、45℃で 12 時間、60℃で 3 時間、90℃で 5 時間乾燥後、根を除いて麦芽とした。糖化方法は、BCOJ ビール分析法⁴⁾を参考に、粉碎した麦芽 55g と 46℃の純水 200ml をビーカーに入れ、ガラス棒で攪拌しながら、45℃で 30 分保持後 70℃まで 1℃/min で昇温させた後、100ml の純水を追加し、60 分保持後、氷水で室温まで冷却した。ろ過前の麦汁の粘度は、B 型粘度計（Brookfield 社製）を用い、60rpm の値を測定した。糖化前の麦芽の β グルカン含有量は MegaZyme 社製キットにより測定した。

3. 発芽温度別の麦芽の酵素量の把握

15℃、2 日間浸漬した大麦を温度 15℃または 28℃、湿度 90%以上に調整した恒温恒湿機に入れ、4 日間静置した。乾燥しないよう一日に一度麦芽表面に水を噴霧し、混合した後均一化を図った。発芽終了後、45℃で 12 時間、60℃で 3 時間、90℃で 5 時間乾燥後、根を除いたものを試料として用いた。 β グルカン、 α アミラーゼ、 β アミラーゼ、 β グルカナーゼは、MegaZyme 社製キットにより測定した。

4. 浸漬日数と成分の検討

浸漬した大麦を温度 15℃、湿度 90%以上に調整した恒温恒湿機に入れ、3 日間静置した。乾燥しないよう一日に一

度麦芽表面に水を噴霧し、攪拌した。発芽終了後、45℃で12時間、60℃で3時間、90℃で5時間乾燥後、根を除いたものを試料として用いた。βグルカン、βアミラーゼ、βグルカナナーゼは、MegaZyme 社製キットにより測定した。浸麦度は、大麦 100g をザル付きバットに入れ水温 15℃に所定時間浸漬後、水切りした重量を測定し、浸麦度 (%) = (浸漬後の重量 - 原麦重量 + 原麦水分) ÷ 浸漬後の重量 × 100) により求めた。

5. 発芽日数と成分の検討

15℃、2日間浸漬した大麦を温度 15℃、湿度 90%以上に調整した恒温恒湿機に入れ、8日間静置した。乾燥しないよう一日に一度麦芽表面に水を噴霧し、攪拌した。発芽終了後、45℃で12時間、60℃で3時間、90℃で5時間乾燥後、根を除いたものを試料として用いた。βグルカン、βアミラーゼ、βグルカナナーゼは、MegaZyme 社製キットにより測定した。

6. βグルカナナーゼを添加した麦汁製造試験

浸漬日数2日、発芽日数6日で製造したはだか麦麦芽にβグルカナナーゼの添加量が 250 Unit/kg になるようβグルカナナーゼ酵 (Sigma-Aldrich 社製) を 13.75g 添加または、外国産麦芽を 30g 添加し、合計重量が 55g になるようにし、麦汁を製造した。糖化方法は、粉碎した麦芽 55g と 46℃の純水 200ml をビーカーに入れ、ガラス棒で攪拌しながら、45℃で30分保持後 70℃まで 1℃/min で昇温させた後、100ml の純水を追加し、60分保持後、氷水で室温まで冷却した。ろ過前の麦汁の粘度は、B 型粘度計 (Brookfield 社製) を用い、60rpm の値を測定した。

結果と考察

1. 大麦の成分

成分分析の結果を表 1 に示す。はだか麦は、二条大麦に比べて不溶性食物繊維が少なく、水溶性食物繊維が多いことが分かった。外皮の有無の違いが食物繊維の値に影響を与えたと考えられる。また、βグルカンは、はだか麦の方が二条大麦より多かった。

表 1 大麦の成分

成分	はだか麦	二条大麦
水分 (g/100g)	11.1	11.2
タンパク質 (g/100g)	9.7	8.6
脂質 (g/100g)	3.3	3.0
灰分 (g/100g)	1.7	2.1
食物繊維 (不溶性) (g/100g)	10.7	12.4
食物繊維 (水溶性) (g/100g)	2.4	1.6
βグルカン(g/100g(dry))	4.8	3.4

2. 発芽試験及び麦汁の特性評価

発芽前後の大麦の様子を写真 1 に示す。発芽試験により、二条大麦同様にはだか麦も発芽することが分かった。麦芽の糖化試験を行ったところ、図 1 に示すように、ろ過前の麦汁の粘度に違いが見られた。βグルカンの分析を行ったところ、図 2 に示すように、はだか麦の方が二条大麦よりβグルカンを多く含んでいることが分かった。二条大麦のβグルカンは、原麦を麦芽にすると 3.4 g/100g(dry)から 0.5 g/100g(dry)に低下するのに対し、はだか麦は原麦を麦芽にしても 4.8g/100g(dry)から 3.3g/100g(dry)にしか低下しなかった。麦芽が持つ酵素量の違いが影響しているのではないかと考えられた。粘度は、麦汁のろ過時間に影響がでる可能性があるため、麦芽製造時の酵素量が重要になると考えられる。

写真1 発芽前後の大麦の様子

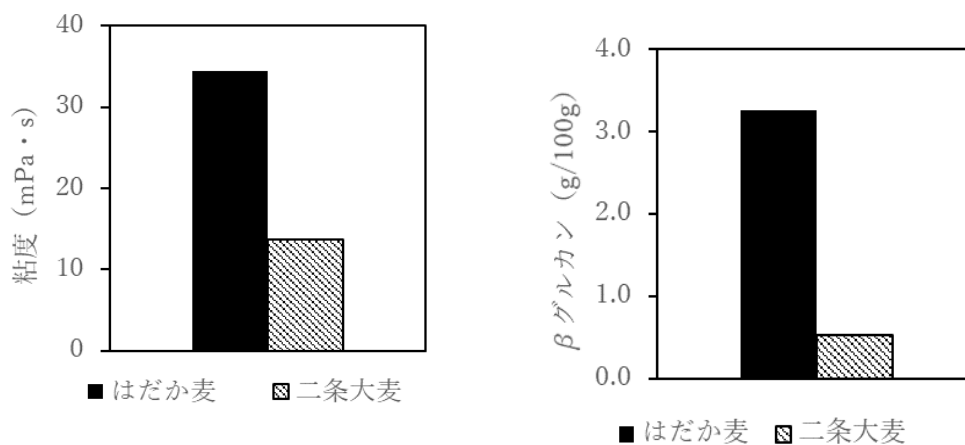
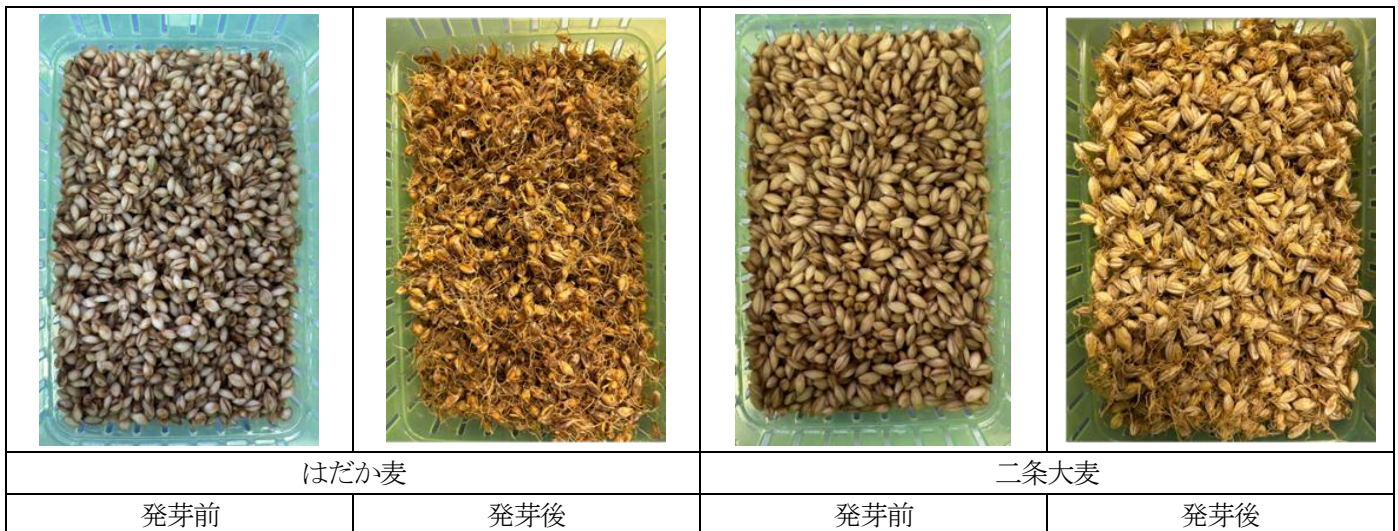


図1 ろ過前の麦汁の粘度

3. 発芽温度別の麦芽の酵素量の把握

ビール等の醸造においてアルコール生成に必要な不可欠なでんぷんの糖化能を評価するため、15℃と28℃で発芽させた麦芽を用いて、 α アミラーゼと β アミラーゼの酵素活性及び β グルカンの分析を行った結果を表2に示す。 β グルカナーゼは、 β グルカンを分解する酵素であり、温度が高い方が、酵素活性が高く、 β グルカンの値は低くなった。15℃での発芽においては β グルカナーゼの酵素活性に有意差は無かったが、それ以外の条件下においては、 α アミラーゼと β グルカナーゼは二条大麦麦芽の方が高く、 β アミラーゼははだか麦麦芽の方が高いことが分かった。二条大麦麦芽の方が β グルカナーゼ活性が高いため、 β グルカンの量が少ないと考えられた。大麦は大抵、根が先に伸長した後に、芽が伸長していくため、麦芽の外見を比較すると、28℃の方は根だけではなく、約2cmの芽が目視で確認できた。大麦の酵素は、温度が高い方が活性が高くなり、発芽が促進されたと考えられる。温度が高い場合、雑菌汚染のリスクが高くなることに加え、発芽が進みすぎると、大麦中のでんぷんの分解が進み、麦汁中の糖分が減る可能性がある。

表2 麦芽の酵素活性と β グルカン量

	はだか麦		二条大麦	
温度	15℃	28℃	15℃	28℃
α アミラーゼ (Unit/g)	45.8	85.3	55.3	238.3
β アミラーゼ (Unit/g)	2.1	10.0	0.8	8.8
β グルカナーゼ (Unit/kg)	8.0	54.4	7.4	261.6
β グルカン (g/100g (dry))	3.3	2.9	0.5	0.4

4. 浸漬日数と成分の検討

大麦の浸漬日数によって、酵素量に変化するか確認した。浸漬日数を1日、2日、3日として、製造した麦芽の浸麦度と酵素活性を図3、4、5に示す。浸麦度は、0日目から1日目にかけて大きくなり、それ以降の変化はほとんどみられなかった。酵素量は、 α アミラーゼは、浸漬日数1日が最も高くなり、はだか麦では浸漬日数0日、二条大麦麦芽では浸漬日数3日目で最も低くなった。 β アミラーゼは、浸漬日数0日が最も高く、浸漬日数3日が最も低くなった。はだか麦麦芽と二条大麦麦芽の酵素活性は、同様の傾向がみられることが分かった。麦芽中の β グルカン进行分析した結果を図6に示す。はだか麦麦芽の方が含有量が多く、浸漬日数0日で最も多く、浸漬日数1日で大きく減少し、その後日数を経るごとに徐々に減少する傾向が見られた。二条大麦と比較して、はだか麦に含まれる α アミラーゼ量は同程度、 β アミラーゼ量は多く含まれており、一般的に二条大麦を用いた酒造の際には麦芽100%で酵素添加は行わないことから、はだか麦麦芽でも同様に酒造が可能であると考えられるが、麦汁の粘度を増加させる β グルカンが多く含まれているため、浸漬日数については、 β グルカンが減少し、かつ α アミラーゼ及び β アミラーゼが一定量残存している1～2日程度が適切であると考えられた。

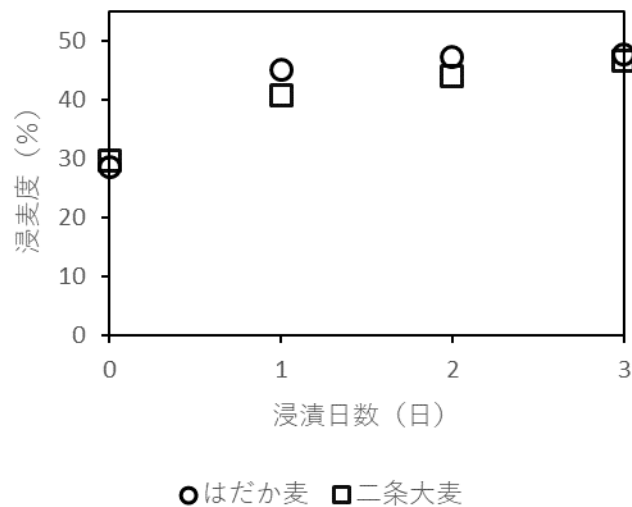


図3 浸漬日数と浸麦度の関係

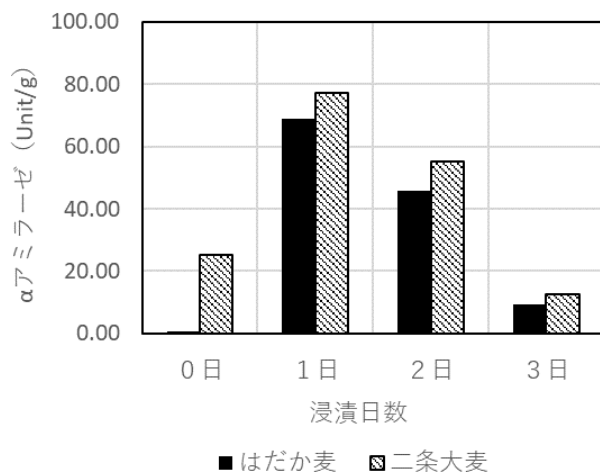


図4 浸漬日数と α アミラーゼの関係

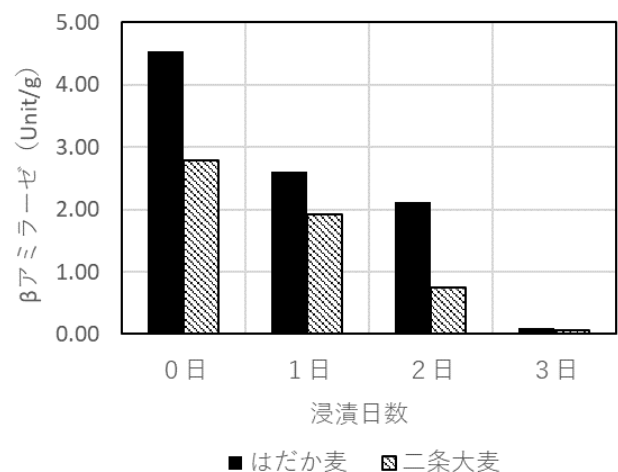


図5 浸漬日数と β アミラーゼの関係

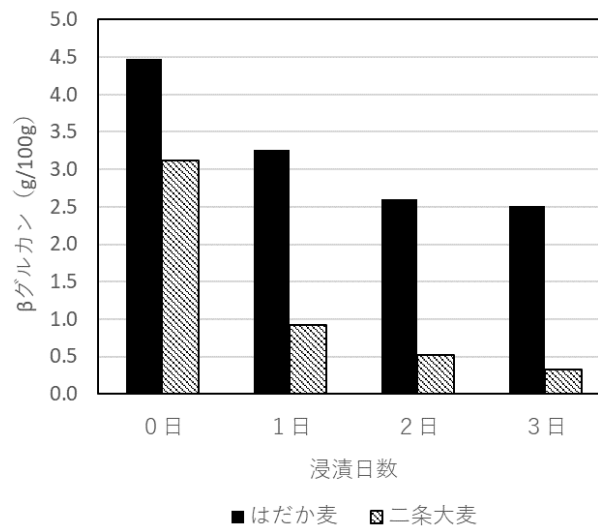


図6 浸漬日数とβグルカンの関係

5. 発芽日数と成分の検討

大麦の発芽日数によって、酵素量に変化するか確認した。発芽日数を2日、4日、6日、8日として、製造した麦芽の酵素量とβグルカンの値を図7、8、9に示す。αアミラーゼは、発芽日数6日までは日ごとに増加し、8日目では減少した。βアミラーゼは、はだか麦麦芽では発芽日数6日までは日ごとに増加し、8日目では減少した。二条大麦麦芽は、発芽日数4日が最も高かったが、全体的に値が低い傾向にあった。βグルカンは、はだか麦麦芽の方が二条大麦麦芽より含有量が多く、発芽日数を増やすと減少する傾向が見られた。発芽日数についても、前項で述べたとおり、βグルカンの減少とαアミラーゼ及びβアミラーゼの残存量を考慮する必要があるため、本研究結果からは6日が適切であると考えられた。

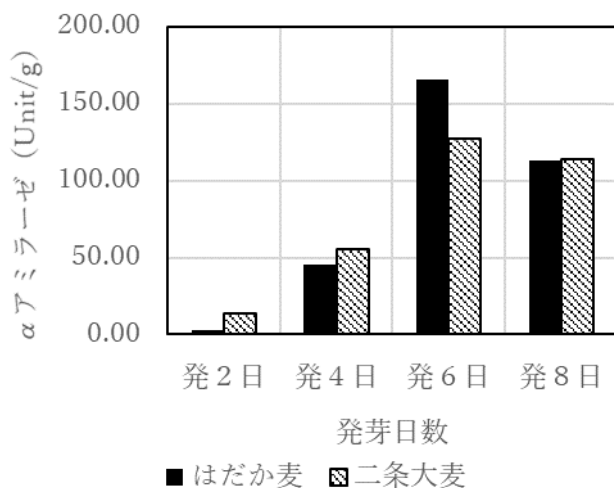


図7 発芽日数とαアミラーゼの関係

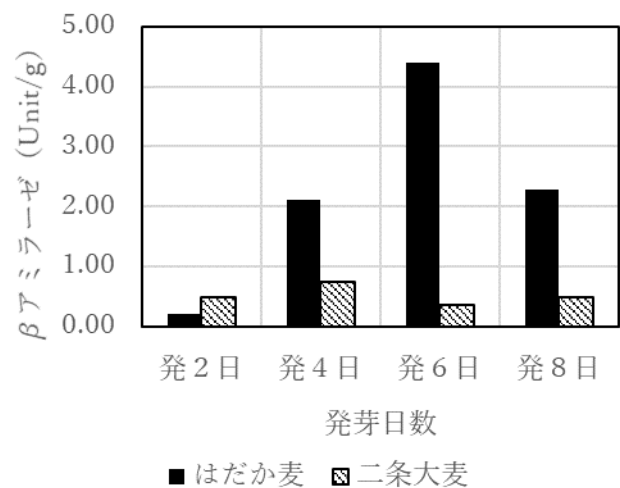


図8 発芽日数とβアミラーゼの関係

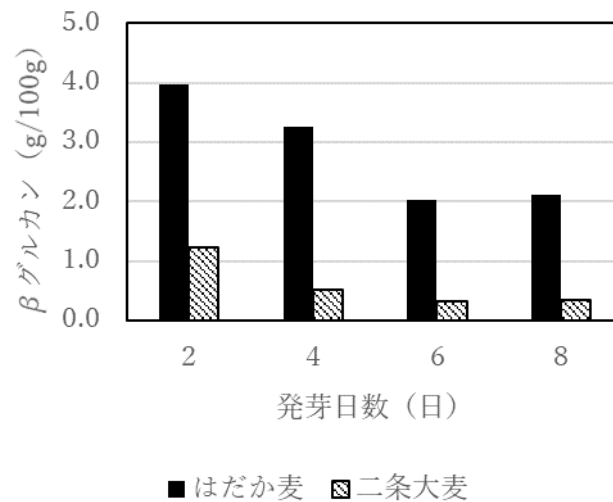


図9 発芽日数とβグルカンの関係

6. βグルカナーゼを添加した麦汁製造試験

浸漬日数2日、発芽日数6日で製造したはだか麦麦芽にβグルカナーゼ及び外国産麦芽を添加し、麦汁を製造し、ろ過前の粘度を分析した結果を図10に示す。βグルカナーゼや外国産麦芽を添加することにより粘度が低下することが分かった。粘度は麦汁をろ過する際が目詰まり等を引き起こすことから、βグルカナーゼの量を増やすことにより、麦汁のろ過効率の向上が期待できる。今後は麦汁製造の工程で、はだか麦麦芽の最適な糖化方法やその際の粘度の関係を検討していく必要がある。

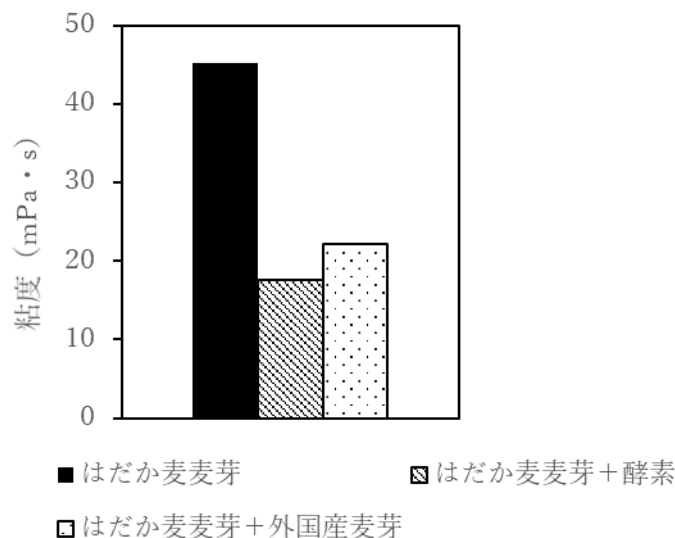


図10 はだか麦麦汁のろ過前の粘度

ま と め

愛媛県特産のはだか麦を使用した麦芽の製造方法について検討したところ、以下の結果を得た。

1. 15℃で2日間発芽させた場合のβグルカンの量を分析したところ、はだか麦麦芽は3.3g/100g(dry)、二条大麦麦芽は0.5g/100g(dry)で、はだか麦麦芽の方が含有量が多かった。
2. βグルカナーゼの量については、28℃で2日間発芽させた場合、はだか麦麦芽が54.4 (Unit/kg)、二条大麦麦芽が261.6 (Unit/kg)で、二条大麦麦芽の方がはだか麦麦芽よりβグルカナーゼの量が多く、ろ過前の麦汁の粘度がはだか麦麦芽の1/2以下であることが分かった。
3. はだか麦麦汁中のβグルカナーゼの量を増やしたところ、粘度が1/2以下に低下することが分かり、粘度は麦汁

をろ過する際の見詰まり等を引き起こすことから、 β グルカナーゼの量を増やすことにより、麦汁のろ過効率の向上が期待でき、新たな酒類開発へ利用できる可能性がある。

文 献

- 1) 大野一仁：裸麦粉を用いた加工品の開発，愛媛県工業技術センター平成 16 年度研究レポート（2004）。
- 2) 逢阪江理，田中八壽子，武士末純夫，開俊夫，西村理子，玉井敬久：大麦（はだか麦）粉の特性と大麦パンの開発，日本食品科学工学会誌，**62-11**，521-526（2015）。
- 3) 文部科学省科学技術・学術審議会資源調査分科会：日本食品標準成分表 2020 年版（八訂）分析マニュアル（2020）。
- 4) ビール酒造組合同国際技術委員会編：BCOJ ビール分析法（1996）。

タオル製造工程で発生する廃棄物の活用（第2報）

－染料を再利用して染色したタオル製品－

檜垣誠司 山口真美 久保那菜子 橋田 充 石丸祥司

Utilization of waste generated at towel manufacturing factories (Part 2)
-Towel products made from recycled dyes -

HIGAKI Seiji, YAMAGUCHI Mami, KUBO Nanako, HASHIDA Mitsuru and ISHIMARU Shoji

近年、繊維製品、特に衣料廃棄物を中心に繊維原料をリサイクルする取組みが進んでいる。一方、加工剤、特に染料の再利用については技術的な背景もなく、使用した染料は廃水浄化するのみで再利用は行われていない。このため、綿糸を改質することによって、廃液中の染料を再利用した染色加工における課題解決に取り組んだ。その結果、改質した綿糸を用いて染色廃液中の反応染料を再利用することによって廃棄染料を大幅に抑えることができた。また、廃棄染料を活用した着色によって濃淡柄のタオル製品及び廃棄繊維製品から再生した綿糸と染色廃液中の染料を再利用した染色加工を組合せたバスタオルを試作することができた。

キーワード：タオル、廃棄物、改質綿糸、反応染料

はじめに

繊維染色業に関わる廃水は着色していることから汚濁感が強く、廃水の色度については国の規制はないものの、環境に対する認識の高まりから問題視されるようになってきている。一方、廃水の脱色方法についてはオゾン処理¹⁾など有効な技術も確認されているが、脱色に係る新たな経費が必要なことから普及が進んでいない。また、繊維製品、特に衣料品を中心に循環型社会形成のためのリサイクル化の動き²⁾が顕著になり、衣料廃棄物を極力抑える反毛技術を活用した再生綿糸の利用や、新たに色に着目したアップサイクル³⁾の動きもみられるようになった。

今治タオル産地では地球環境に配慮したタオルブランド力向上を目的に、再生綿糸の活用⁴⁾について取り組んでいるが、さらに本研究では染色廃液中の染料をも再利用するための課題を抽出し、これら活用技術の確立に取り組んだ。

実験方法

1. 染色試験

(1) 試料

綿糸（KB ツヅキ(株)製 TS 20/1^s）を常法で精練漂白し、染色用試料とした。

(2) 反応染料による染色

反応染料は Remazol Yellow RU-N、Red RU-N、Blue RU-N（DyStar 製）をそのまま用い、赤外線加熱式ポット染色試験機（(株)テクサム技研製 UR・MINI-COLOR）にて、浴比 1 : 10、60℃、60 分間染色を行った。なお、染色助剤として中性無水芒硝を 50g/l、アルカリ剤としてエスポロン R-201（ライオン(株)製）を染料濃度ごとの推奨量を添加した。

(3) 綿糸の改質（カチオン化）

所定濃度のカチオノン KCN（ライオン(株)製）と水酸化ナトリウム（カチオノンに対し 15%(w/w)）の溶解液で、高温高压チーズ染色機（(株)日阪製作所製 HUHT-250/650）により 80℃、60 分間処理した。

(4) 染色廃液の染料濃度及び染色物の K/S（Kubelka-Munk 関数）

この研究は、「タオル製造工程で発生する廃棄物活用技術の開発研究」の予算で実施した。

分光光度計（㈱島津製作所製 UV-3600plus）にて染色廃液の吸光度を測定し、検量線によって残液中の染料濃度を算出した。また、染色物の K/S 測定は積分球を用いた反射率測定後、最大吸収波長における K/S を算出し、色表示はマンセル表色系を用いた。

(5)染色堅ろう度試験

JIS L 0844 洗濯に対する染色堅ろう度試験（A-2 号）、JIS L 0846 水に対する染色堅ろう度試験、JIS L 0849 摩擦に対する染色堅ろう度試験（摩擦試験機Ⅱ形）を行った。

2. 染料を再利用した製品試作

(1)染色廃液中の染料を再利用した後染バスタオル

コンセプトは「循環する」、モチーフは「植物」とし、パイル糸に綿糸と改質綿糸を組合せた後染による柄出しを行うジャカード柄（図 1）を作成した。後染タオルの試作は、精練漂白した綿糸と改質綿糸をチーズ糊付した後、サンプル整経機（㈲スズキワーパー製 NAS140CS-2750）を用いて整経し、グリッパ織機（スルザー製 P7100）にて表 1 の条件でバスタオルを試織した。さらに、染色後に回収した廃液を再利用し、糊抜した試織バスタオルを染色することによって、柄表現のある後染タオルを試作した。



図 1 後染タオル用ジャカード柄

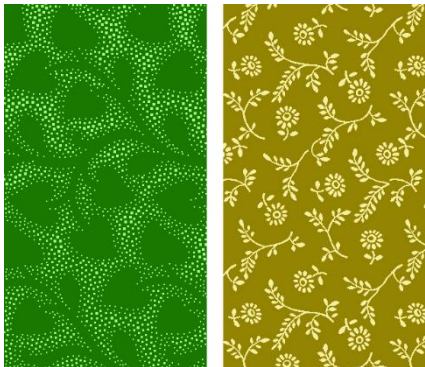


図 2 先染タオル用ジャカード柄

表 1 バスタオルの試織条件

織機		グリッパ織機 P7100
使用糸	パイル糸	綿糸、改質綿糸 20/1 ^s
	地たて糸	綿糸 40/2 ^s
	よこ糸	綿糸 20/1 ^s
密度	箆	48羽／3.79cm
	よこ糸密度	48本／2.54cm
箆引込		G P G P
パイル長		10mm
組織		3ピックパイル(2色毛違い)

(2)再生綿糸と再利用染料を活用した先染バスタオル

廃棄繊維製品から再生した綿糸（倉敷紡績㈱製 L∞PLUS・20/1^s・反毛繊維割合：30%）を精練漂白、染色しパイル糸として先染バスタオルを試作した。なお、使用糸は常法により染色した再生綿糸と更に改質後にこの染色廃液で再染色（30℃、30 分）した再生綿糸で、サイジングワインダー（㈱ヤマダ製 YS-6 型）にて糊剤 C-400L（㈱松本油脂製薬製）により糊付、整経後、この両者を組合せた濃淡ジャカード柄（図 2）の先染タオルを試織した。製織条件は表 1 と同様としたが、パイル長は 7 mm に変更した。

結果と考察

1. 染色試験

(1)染色後の染料残濃度

反応染料は 10～50%程度が固着されず廃液中に残留される⁵⁾といわれているが、染色装置、染色条件、使用染料など様々な要因によって大きく異なる。従って、実際に染料がどの程度残留するか把握するため、単独染料で 1、2、3%(owf)にて綿糸を染色後、染色廃液中に残留した染料濃度を求めた(図3)。

高濃度で染色するほど廃液中の残留染料が多くなることが確認できた。今回選定した染料は配合用 3 原色染料で染色特性の揃った染料を用いたが、残留比率は種類・濃度ごとに大きく異なり再現性も低かった。反応染料は直接性や固着速度など個々の染料特有の性能をもち、また染料を配合する際に染料間の相互作用も発生し、実際の染色においても処理条件等適時変更されることもある。従って、正確に廃液中の残留染料濃度を予測することは困難で、改質綿糸の再染色に際し大まかな染着濃度、色相の予測程度になると考えられる。

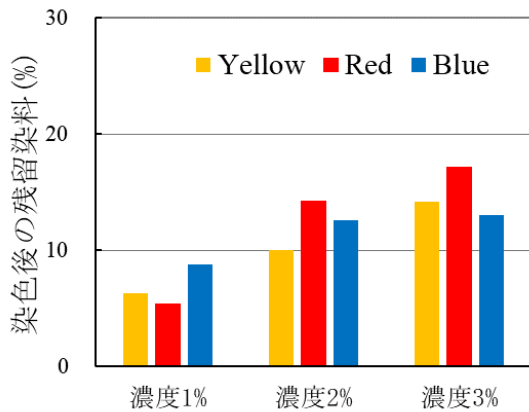


図3 染色後の残留染料

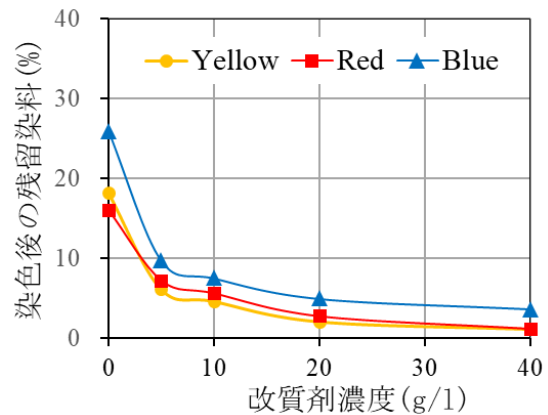


図4 改質綿糸の染色時の残留染料

(2)改質綿糸の染着特性

i)模擬染色廃液による改質綿糸の染色試験

改質綿糸の染色廃液に対する染着性を確認するため、0.045%(w/v)単独染料の溶液に被染色物を入れないで助剤投入後、所定時間加熱した廃液(模擬染色廃液)により、改質綿糸を 30℃、30 分間染色した。廃液中に残留した染料濃度を図4に示す。

改質した綿糸は回収した染色廃液により染色できることが確認され、改質剤濃度 20g/l で廃液の着色もほぼ認められない程度となった。また、青色染料は黄・赤色より改質綿糸への染着性が悪い傾向があったが、これは染料構造の違いによるものと思われる。一方、改質していない綿糸においても染料残は 20%前後となったが、洗浄後には綿糸の着色もないことから無機塩等で高めた染料の直接性による一時的な吸着によるものと思われ、染料中の反応基は既に加水分解されている。

ii)染色後の廃液を用いた染色試験

染料濃度 0.5、1、2、3%(owf)にて(初回)染色した廃液を用い、20g/l で改質処理した綿糸を再染色した際の廃液中染料濃度差から求めた染料利用率を、染料濃度、染料別に示す(図5)。

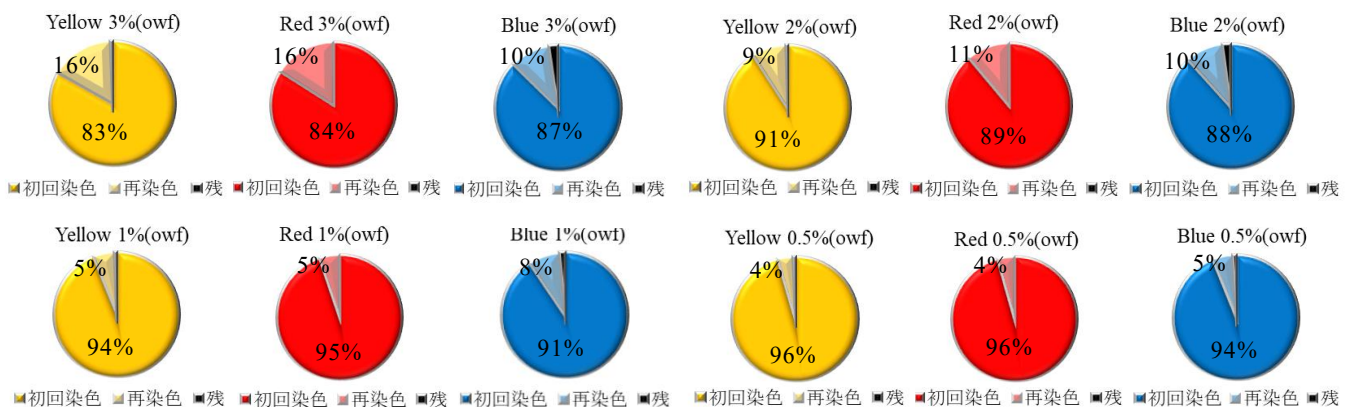


図5 初回染色、再染色における染料利用率

初回染色と再染色における染料利用率を染料濃度別の 3 染料平均値で比較すると、濃度 3 %で初回染色時 85%と再染色時 14%、濃度 2 %ではそれぞれ 89%と 10%、濃度 1 %では 93%と 6%、濃度 0.5%

では 95%と 4 %となって、初回染色が濃色ほど染料利用率は低下し再染色の利用率はその反面高くなった。さらに、再染色後の最終廃液中の染料は平均すると各濃度いずれも初回染色前濃度の 1 %以下となり、再染色することによって大幅に染色廃水の着色を低減することが可能となった。また、前項で述べたように染料別では青色染料の染着性が初回染色、再染色ともに悪く、実際の染色では常に複数の染料を配合して使用することから、再染色の際には濃淡以外にも色相が異なってくることも考慮する必要がある。

次に、2 %と 0.5%染料濃度で初回染色した廃液を用い各改質剤濃度で処理し再染色した綿糸の K/S を図 6 に示した。

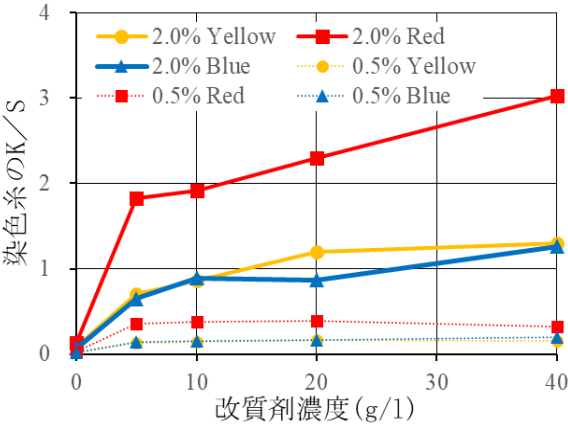


図 6 改質綿糸による再染色糸の K/S

初回染色濃度 2 %では廃液中の染料濃度が高いことから改質による差（改質濃度が大きいほど K/S も大きい）が発生したが、初回染色濃度 0.5%では再染色に供される染料濃度が低く改質剤濃度の影響もなく、染色糸の K/S も 0.2 程度と着色も僅かであった。さらに、再染色における染料利用率と染色糸の K/S 結果の考察から、綿糸を改質してある程度の着色が確認できる再染色を行うためには、少なくとも初回染色濃度が 0.5%以上は必要であると思われる。

(3)染色堅ろう度

染料・繊維間の結合様式は通常の反応染料では共有結合によるが、回収した染料廃液にて改質綿糸を再染色するとイオン結合となるので染色堅ろう度の低下が懸念される。このため洗濯、水、摩擦に対する染色堅ろう度試験を行った結果を表 2 に示す。試験布は同程度の染料着色濃度に揃えるため、前項の染色試験で近似した 0.5%(owf)初回染色布と 3.0%(owf)染色後の廃液を用いた再染色布にて比較した。

表 2 通常染色布と再染色布の染色堅ろう度

染料	染色区分	洗濯堅ろう度試験		水堅ろう度試験		摩擦堅ろう度試験	
		変退色	汚染	変退色	汚染	乾燥	湿潤
Yellow	0.5%初回染色	4-5級	4級	4-5級	4級	4-5級	4級
	3.0%再染色	4-5級	4級	4-5級	4級	4-5級	4級
Red	0.5%初回染色	4-5級	4級	4-5級	4級	4-5級	3-4級
	3.0%再染色	4-5級	4級	4-5級	4級	4-5級	3-4級
Blue	0.5%初回染色	4-5級	4級	4-5級	4級	4-5級	3-4級
	3.0%再染色	4-5級	4級	4-5級	4級	4-5級	4級

各試験結果から、通常染色と再染色との染色堅ろう度の差はなく、改質綿糸を用いた再染色においても染色堅ろう度に問題ないことが確認できた。このことから、改質綿糸と加水分解した反応染料とのイオン結合染色物も高い堅牢性を示すことが分かった。

2. 製品試作

(1)染色廃液中の染料を再利用した後染バスタオル

パイル糸の一部を改質綿糸として交織した後、染色後の廃液を用いた再染色によって柄表現のある後染バスタオルが試作できた（写真 1、2）。なお、再染色はそれぞれ写真中央・左の染色タオルの廃液を再利用したもので、その合計染料濃度は 0.25%から 1.19%の異なる濃度であり、6 種類（2 柄、3 色）の染色後の廃液で後染を行った。染料の吸着率が異なることで初回染色と色相が異なるものもあ

ったが、目的とするジャカード柄を後染によって表現することができた。また、再染色後の廃液は目



(左) 染色タオル

(右) 再染色タオル

(左) 染色廃液

(右) 再染色廃液

写真1 染料を再利用して試作した後染バスタオル1



(左) 染色タオル

(右) 再染色タオル

(左) 染色廃液

(右) 再染色廃液

写真2 染料を再利用して試作した後染バスタオル2

視でほとんど着色がなく、染料利用の高効率化、染色廃水の着色低減にも繋がった。

(2) 再生綿糸と再利用染料を活用した先染バスタオル

再生綿糸を染色した糸とさらにこの染色廃液を再利用して染色した再生糸（写真3）を用い、ジャカード柄のバスタオルを2柄2色試作した（写真4）。



初回染色糸 再染色糸
写真3 再生綿糸の染色

表3 染色糸のマンセル色表示

染色区分		マンセル表示	
		色相	明度／彩度
赤染色	初回染色	2.5R	5.9/3.1
	再染色	9.4RP	7.9/1.4
青染色	初回染色	6.2B	5.9/2.6
	再染色	5.0B	7.8/0.2
緑染色	初回染色	5.5GY	6.6/4.3
	再染色	3.2GY	7.7/1.3
橙染色	初回染色	9.3YR	6.3/3.8
	再染色	7.9YR	7.8/0.4



写真4 再生綿糸と再利用染料を活用して試作した先染バスタオル

再生糸のマンセル色表示は 5.0R 7.8/0.6 と既に灰色調に着色していたが、赤、青、緑、橙色に初回染

料合計濃度 0.35～0.56%(owf)で染色し、これら廃液を活用して再染色した。表 3 は染色糸を測色後、マンセル表示したものである。初回染料合計濃度が低く、しかも再生綿糸が既に着色されているので再染色糸は明度、彩度とも殆ど変化なかった。しかし、初回染色糸と再染色糸の色相はそれぞれ近似されており、試作品の柄は濃淡の組み合わせとしたことで落ち着いた配色となった。

ま と め

染色廃液中の染料を再利用した製品開発のため、改質した綿糸における染色廃液中の染料濃度と染色試験や染色堅ろう度試験などを行った結果、以下のことが分かった。

1. 高濃度で染色するほど廃液中の染料濃度が高くなった。一方、染色特性の揃った 3 原色染料でも残留比率は大きく異なり再現性も低かった。
2. 改質した綿糸での廃液中染料を活用した再染色では、初回染色濃度 0.5%(owf)以上で染色した廃液を利用すると着色が十分確認できる濃さとなった。しかし、染料によっては染着性の差異がみられるので、配合色では初回染色との色相変化が発生する可能性もある。
3. 染色廃液を用いた再染色と初回染色の染色堅ろう度について比較した結果、洗濯、水、摩擦堅ろう度試験で差がないことが分かった。
4. 染色廃液中の染料を利用したタオルとして後染タオルと先染タオルを試作した。後染タオルは改質綿糸を併用して製織した後、染色廃液により再染色して柄表現を行った。また、繊維廃棄物を活用した再生綿糸を染色し、更にこの廃液を用いて再染色した糸を組合せ製織し、濃淡柄の先染バスタオルも試作した。

文 献

- 1)松岡宏昌：産業廃水におけるオゾン処理技術,環境技術,**3**-10,735-746(1974).
- 2)木村照夫：衣類の消費と廃棄・循環の実態と課題,廃棄物資源循環学会誌,**21**-3,140-147(2010).
- 3)内丸もと子：色で素材を循環する“Colour Recycle System”新しい繊維リサイクルのかたち,繊維学会誌,**80**-4,129-131(2024).
- 4)山口真美,檜垣誠司,橋田充,石丸祥司,田中克典：タオル製造工程で発生する廃棄物の活用（第 1 報）,愛媛県産業技術研究所研究報告,**62**,78-83(2024).
- 5)朝田昭,尾崎勝康,大田行孝：違った角度から見る反応染料の染色,染織経済新聞社,69-74(1995).

製織性に優れる強撚糸加工方法の開発

田中克典 橋田 充 結田清文

Development of Hard twist yarn processing method with good weaving properties

TANAKA Katsunori, HASHIDA Mitsuru and YUITA Kiyofumi

通常綿糸より耐久性が高いとされる強撚糸を用いたタオルを開発するために、良好な製織性を併せ持つ強撚糸の加工方法について検討した。

その結果、綿糸に対して追撚し、その後、解撚することで、糸の撚り戻りである「スナール」の発生を抑制する加工方法を開発できた。また、スナールの発生具合を評価する「スナール指数」について、どの数値の糸までが製織可能であるかを検証し、スナール指数 5 以下の糸であれば製織可能であることが分かった。

キーワード：強撚糸、撚糸、タオル、高耐久性、スナール、繊維素材

はじめに

コロナ禍が明け、出張・旅行客需要の回復に伴い、ホテル向けタオルの販売量が増加しているところであるが、一般的なホテル向けタオルは、業務用洗濯機を用いた洗濯（高温・塩素使用・長時間）に耐える高耐久性を持たせるために、太番手糸を用いることが多い。しかし、太番手糸を用いたタオルは柔軟性が低く（硬く）、重くて拭きにくいものとなっている。

既報¹⁾では、一般的な綿糸に更に撚りを掛けた強撚糸をよこ糸に用いたタオル製品の開発に取り組んでおり、当センターは強撚糸の撚糸加工技術を有している。この強撚糸は一般的な綿糸と比べて、擦れに対する強さが 10 倍以上あるなど耐久性に優れているため、パイル糸に用いることで、ホテル向けタオルとして利用可能であると考えられる。

そこで、本研究ではタオル製織時に「スナール」の発生が抑止される、製織性の良好な強撚糸の加工方法を開発したので報告する。

実験方法

1. スナールを抑制する撚糸加工方法の検討

強撚糸とは通常より撚り回数が多い糸のことであり、「 $(2.54\text{cm 当たりの撚り回数}) \div \sqrt{\text{糸番手}}$ 」で表される撚り係数が 5 以上の糸のことを指す。強撚糸は通常の糸と比べて、「スナール」と呼ばれる糸の撚り戻りが発生しやすく、スナールが発生した糸はタオル織機上で他の糸と絡まり、製織に悪影響を及ぼす。このため、スナール発生を抑制する効果が期待できる 2 種類の強撚糸加工方法によって強撚糸を作製し、スナール抑制に効果があるのか検証した。

一つは図 1 に示すように綿糸を目標撚り数より多く追撚して過剰な撚りをかけ、その後、撚りを目標撚り数まで解撚することで糸の残留応力を減らす方法で、もう一つは図 2 に示すように、追撚したい綿糸と一緒に細番手糸を引き揃え、まとめて撚糸することによって細番手糸を強撚糸の周りにカバリングし、スナールのねじれを抑える方法である。

これらの検証は、図 3 に示すように JIS L1095 で定められているスナール指数 B 法²⁾によってスナール指数を測定して評価した。なお、このスナール指数が小さいほど、スナールが発生しにくく、製織性が良いといえる。

撚糸は写真 1 に示すダブルツイスター（村田機械(株)製 No.36M）を用い、通常の撚糸方法で綿糸 20/1^s

この研究は、「強撚糸を用いた高耐久性タオルの開発に関する研究」の予算で実施した。

を撚り係数 5 にした強撚糸を作製した。過剰な追撚から解撚する方法では、撚り係数を 6 にした後、5 になるように解撚することで強撚糸を作製した。カバーリングの方法では強撚糸にしたい芯糸とカバーリング糸をそれぞれ綿糸 20/1^s と綿糸 100/1^s とし、撚り係数 5 の強撚糸を作製した。過剰な追撚からの解撚及びカバーリングの方法での撚糸条件を表 1 に示す。なお、加工する綿糸 20/1^s の元撚り数は 17 回/2.54cm であり、撚り係数 5 となる撚り数は 22.4 回/2.54cm、撚り係数 6 となる撚り数は 26.8 回/2.54cm であるため、目標撚り数は 24 回/2.54cm、過剰な追撚の撚り数は 28 回/2.54cm とした。

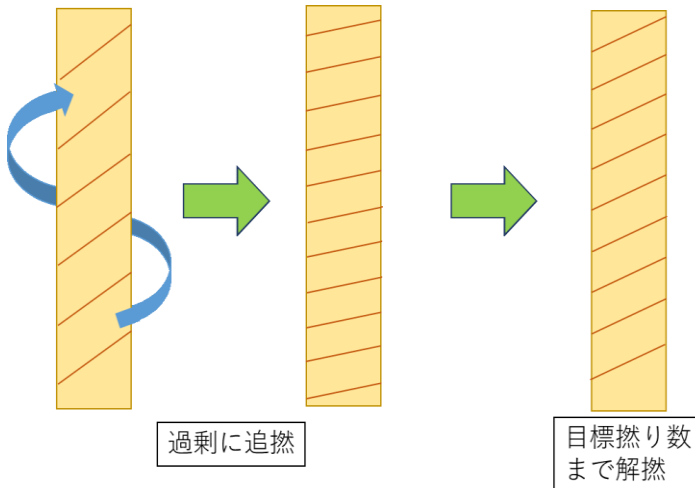


図 1 過剰な追撚から解撚する方法の工程図

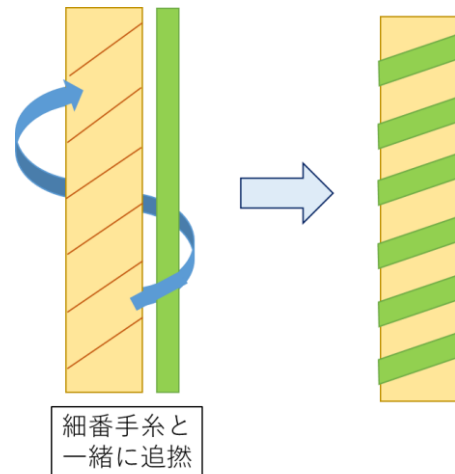


図 2 カバーリングによる方法の工程図

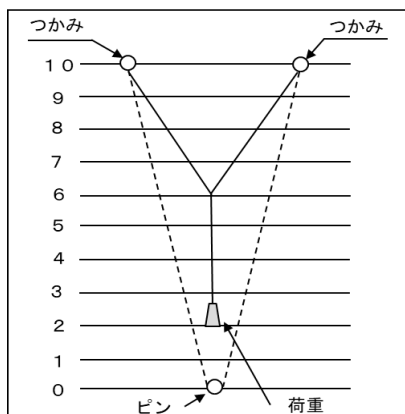
図 3 スナール指数測定方法
(上の例ではスナール指数：6)

写真 1 撚糸加工装置の写真

表 1 強撚糸の加工条件

	糸の 元撚り数	Z 方向 追撚回数	S 方向 解撚回数	加工後の 撚り数
過剰な追撚からの解撚	17	11	4	24
カバーリングによる方法		7	—	24

(回/2.54cm)

2. 時間経過によるスナール指数変化の調査

20/1^s の綿糸に対して、スナール対策を施した強撚糸と無対策の強撚糸を用意し、スナール指数 B 法を用いて撚糸加工後のスナール指数の時間経過による変化を測定した。スナール対策は「過剰な追撚からの解撚」とし、撚り数 28 回/2.54cm (撚り係数 6) まで追撚した後、目標撚り数 24 回/2.54cm (撚

り係数5)まで解撚した。スナール対策をしない糸は撚り係数5まで追撚のみ行い、染色加工無し
 の原糸と精練漂白糊付け加工した糸それぞれで撚糸加工を行い、スナール指数を測定した。試作した強
 撚糸について、作製した日から0～4日、10日、25日、35日、46日経過した時点のスナール指数を
 測定し、時間経過によるスナール指数の変化を評価した。

3. 製織可能な強撚糸のスナール指数の検討

スナール指数4、5、6となるような綿糸20/1^sの強撚糸を試作し、パイル糸としてタオル織機で製
 織可能なスナール指数を検討した。撚糸加工を行った後、スナール指数B法により加工後1日経過し
 た時点のスナール指数を測定した。その結果、強撚糸は表2に示すようなスナール指数となり、①を
 スナール指数6、②をスナール指数5、③をスナール指数4の糸として製織することとした。小幅シ
 ャトル織機(愛知ドビー(株)製 Z-HTE 型)を用いてサイズ900mm×360mmのフェイスタオルを製織
 し、製織性を確認した。製織条件を表3に示す。また、スナール指数5の糸については、革新織機(イ
 テマウィービング製 G6500)による製織試験も行った。その製織条件を表4に示す。

表2 製織試験に使用する強撚糸

番号	加工方法	スナール指数
①	8回/2.54cm 追撚	6.1
②	8回/2.54cm 追撚後、 4回/2.54cm 解撚	4.8
③	7回/2.54cm 追撚後、 4回/2.54cm 解撚	4.1

※20/1^sの元撚り数：17回/2.54cm

表3 強撚糸を用いたフェイスタオルの製織条件

使用織機	小幅シャトル織機(愛知ドビー(株)製 Z-HTE 型)
糸素材	地経糸：綿糸 40/2 ^s
	パイル糸：20/1 ^s (強撚糸)
	よこ糸：綿糸 20/1 ^s
よこ糸密度(本/2.54cm)	48
経糸密度(本/3.79cm)	100
パイル長(mm)	10
箆引き込み	G P

表4 革新織機での製織条件

使用織機(メーカー名 型番)	高速レピア織機(イテマウィービング製 G-6500)
糸素材	地経糸：綿糸 40/2 ^s
	パイル糸：20/1 ^s (強撚糸)
	よこ糸：綿糸 20/1 ^s
よこ糸密度(本/2.54cm)	48
経糸密度(本/3.79cm)	162
パイル長(mm)	10
箆引き込み	G' G P

結果と考察

1. スナールを抑制する撚糸加工方法の検討

2つの方法「過剰な追撚からの解撚」、「カバーリング」について、撚り係数5となる強撚糸を作製
 した。それぞれの方法で作製した強撚糸の加工当日のスナール指数を測定した結果を図4に示す。

過剰な追撚からの解撚によりスナール対策した糸としていない糸とでは、スナール指数で約2の違いがあり、「過剰な追撚からの解撚」によるスナール対策は効果があることが分かった。

カバーリングによるスナール抑制については、カバーリングした糸のスナール指数は無対策の糸よりも大きくなる結果となり、単純にカバーリング糸を巻きつけて追撚する方法では、スナール抑制に逆効果であることが分かった。これは元の糸の撚りだけでなく、カバーリングした糸の撚りと双糸としての撚りが同じ方向へ追加されたことにより、その分のねじれを戻そうとする力も追加されたからだと考えられる。このことより、今回は「過剰な追撚からの解撚」した糸について、製織試験等を行うこととした。

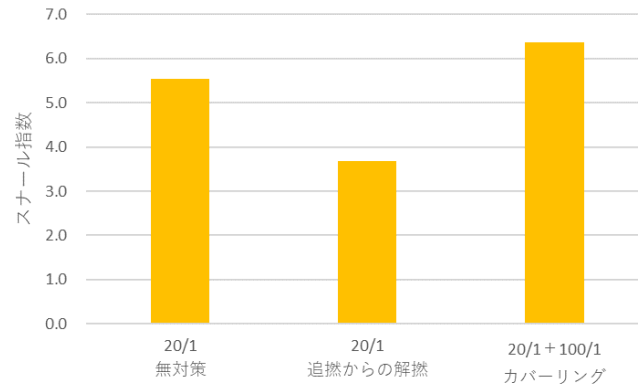


図4 強撚糸加工後のスナール指数

2. 時間経過によるスナール指数変化の調査

綿糸 20/1^sを24回/2.54cmの撚り数(撚り係数5)の強撚糸に加工してからのスナール指数の経時変化を図5に示す。

染色加工無しの原糸と精練漂白糊付け加工した糸とでは、加工した糸の方がスナール指数は低くなり、特に撚糸前の加工した糸はスナール指数が低くなっている。これは、加工時の熱によって糸の残留応力が減少し、糊付けによって糸の変形が抑えられたためである。

スナール対策を施した糸は糊付けの有無にかかわらず、無対策の糸よりスナール指数がおおよそ1低くなった。また、無対策の糸は1カ月ほどの時間経過によってスナール指数がわずかに減少しているが、対策した糸は同じ時間経過してもスナール指数に変化は見られなかった。これは、無対策の糸は加工直後から糸の残留応力が徐々に緩和されていくのに対して、スナール対策を施すと加工直後から残留応力の緩和された安定した状態になっているためであると考えられる。

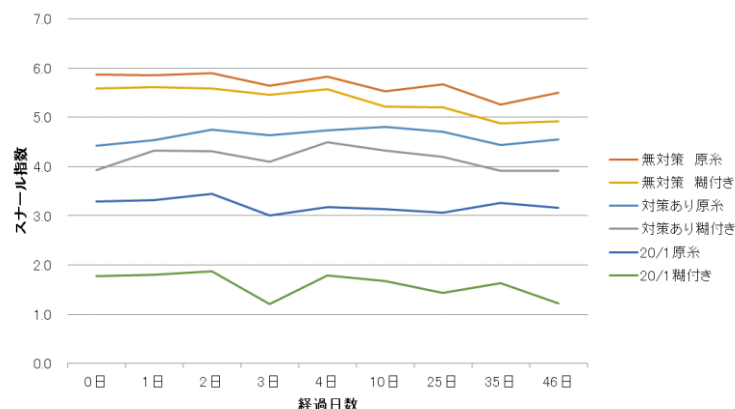


図5 撚糸加工後のスナール指数の時間変化

3. 製織可能な強撚糸のスナール指数の検討

作製した強撚糸をパイル糸に用いて小幅シャトル織機で製織可能な製織試験を行った。それぞれのスナール指数での製織性は以下の通りであった。

(1) スナール指数6の糸

①スナール指数 6 の強撚糸での製織試験の様子を写真 2 に示す。スナール指数 6 の糸は緊張した状態でないとすぐにねじれてしまい、整経や織機に仕掛ける際の取り扱いが難しかった。また、織機に仕掛けることができて、パイルを形成するファーストピックのタイミングでパイル糸の張力が一瞬緩み、織機後方で隣の糸や地経糸に巻きつくため、糸切れやパイルの形成不良が発生し、製織不可能であった。

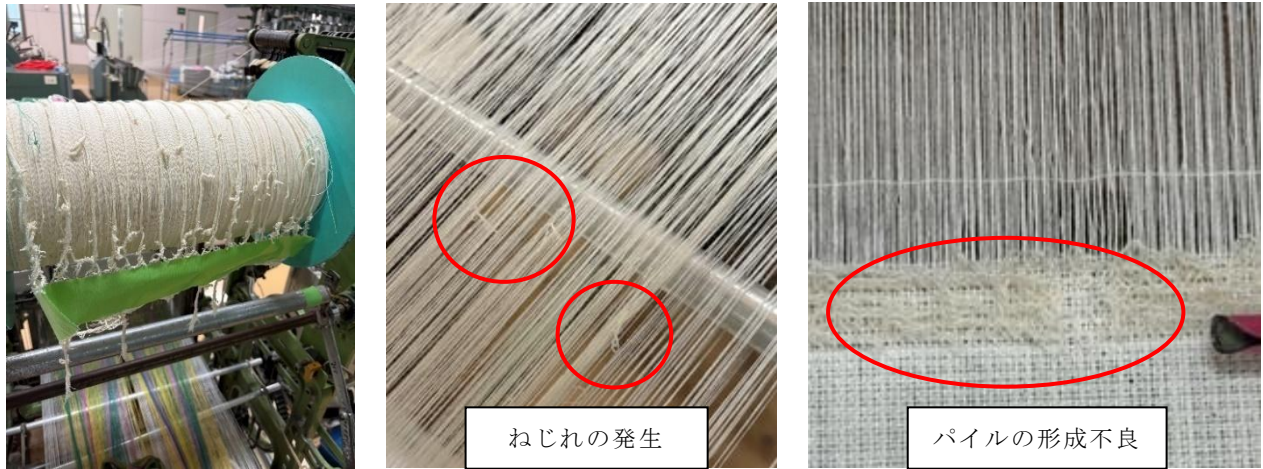


写真 2 スナール指数 6 の糸での製織試験の様子

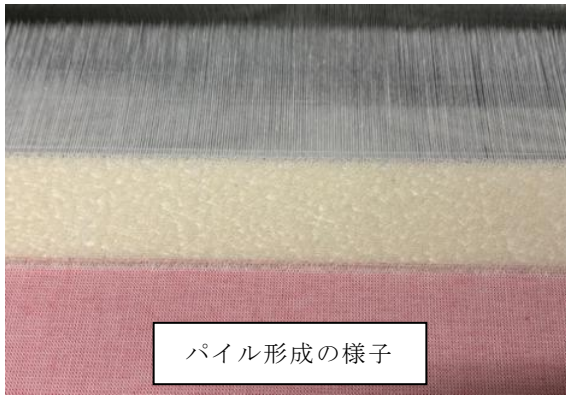
(2)スナール指数 5 の糸

②スナール指数 5 の糸は、整経及びパイルの形成に問題はなく製織可能であったが、タオル織機へ仕掛ける際に粘着テープ等を用いて、織機側の糸へ繋ぐ部分の強撚糸がねじれないようにしておく必要があった。また、写真 3 のように経糸を上下させる開口の時に経糸の開きが悪い箇所があったため、革新織機でも製織性を確認することとした。経糸の開きが悪い箇所は糸がねじれているわけではなく、ビームからの糸の送り出し量が張力不足で不均一となっており、糸が緩んでいると考え、パイル糸の張力調整を行った結果、解消できた。ドロップによってある程度の張力調整が行われる革新織機では正しく開口できるのかを確認するため、スナール指数 5 の糸については、革新織機による製織試験も行うこととした。

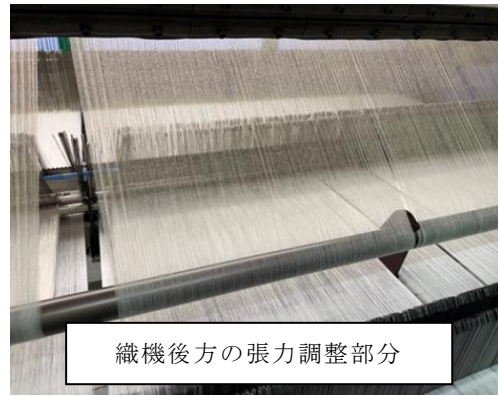


写真 3 スナール指数 5 の糸での製織試験の様子
(矢印部分は経糸の開きが悪い箇所)

②スナール指数 5 の糸をパイル糸に用いて、革新織機（高速レピア織機）で製織試験を行った。製織試験の様子を写真 4 に示す。シャトル織機での試験と同様、織機へ糸を仕掛ける際に粘着テープで糸を固定する必要があったが、製織工程は問題なく、パイル形成も良好であった。織機へ仕掛ける際に手間かかるものの、スナール指数 5 の糸は製織可能であることが分かった。



パイル形成の様子

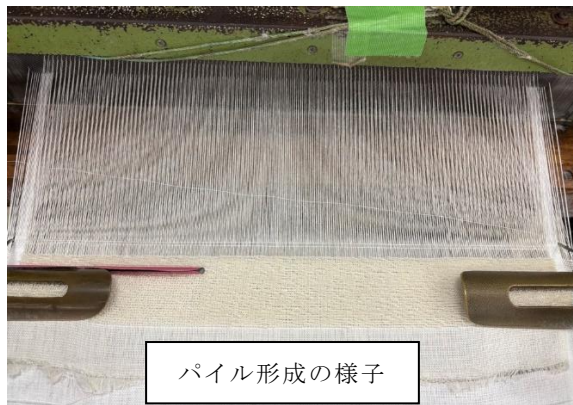


織機後方の張力調整部分

写真4 革新織機でスナール指数5の糸を製織している様子

(3) スナール指数4の糸

②スナール指数5の糸と同様、織機へ仕掛ける際にテープでの糸の固定が必要であったが、整経、製織工程においては問題なく、製織可能であった。製織の様子を写真5に示す。



パイル形成の様子



織機後方の張力調整部分

写真5 スナール指数4の糸での製織試験の様子

ま と め

スナールの発生を抑えた製織性の良好な強撚糸の作製方法を検討した結果、以下のことが分かった。

1. 過剰な追撚から解撚を行い、目標撚り数にする撚糸方法はスナール抑制に効果があり、別の糸をカバーリングしてスナールを抑えようとする方法はスナール抑制に逆効果であることが分かった。
2. 追撚しただけの強撚糸はスナールの原因となる糸内部の残留応力が、撚糸加工後から1カ月以上の期間をかけて徐々に減少していくが、過剰な追撚から解撚する方法でスナール対策を施した糸は加工直後から残留応力が緩和され、安定した製織性を持つことが分かった。
3. 未加工の原糸と精練漂白・糊付けの加工をした糸とでは、加工した糸の方がスナール抑制できることが分かった。
4. 20/1^s綿糸について、スナール指数5以下の糸なら、パイル糸として一般的な量産用タオル織機で製織可能であることが分かった。

文 献

- 1) 愛媛県繊維産業試験場：パイル形成の異なるタオル新商品開発研究，Ehime 織産試 news No.183，2-3(1996)。
- 2) JIS L 1095，一般紡績糸試験方法(2010)。

タオル生地への触り心地測定方法に関する調査
ー触り心地の数値化ー

久保那菜子

Survey on methods of measuring texture of toweling fabrics
- Quantification of touch and feel -

KUBO Nanako

タオル生地への触り心地を数値化するため、多機能型静動摩擦測定器による生地への圧縮・摩擦特性の測定結果と官能評価による結果の比較を行った。
その結果、柔らかさについては、圧縮時の圧力と圧縮から解放する際の圧力を比較した圧縮回復率が最も官能評価に一致した。また、滑らかさについては、動摩擦係数の平均偏差と、摩擦力についてFFT変換を行った際の40～60Hzにおける振幅の合計が官能評価によく一致した。

キーワード：タオル、圧縮力、摩擦力、FFT

はじめに

タオルの最も必要な特性は吸水性と言われているが、今治タオルはさらに柔らかさも追求した商品が数多く販売され、これらは今治タオル製品群の大きな特徴となっている。しかし、タオルの柔らかさを数値として表し、比較する方法は未だ確立されていない。そこで、生地への圧縮力や摩擦力を測定することができる装置を用いて、タオルの圧縮、摩擦特性から得られる物理的数値がタオル生地への触り心地を表す指標として利用可能か検討した。

実験方法

1. 試料

柔らかさ、滑らかさの傾向を調べるために、手触り感の大きく異なるタオル（試作品A～F、市販品G、H）について調査した。タオルの製織条件を表1、それぞれのタオルに用いているパイル糸の種類を表2に示す。

表1 製織条件

織機	小幅シャトル織機
糸素材	地たて糸：綿糸 40/2 ^S
	パイル糸：右のとおり
	よこ糸：綿糸 20/1 ^S
よこ糸密度	48（本/2.54 cm）
たて糸密度	#54（本/3.79 cm）
箆引き込み	G P
ルーズビック距離	10 mm

表2 パイル糸の素材

呼称	パイル糸	撚り数 （回/2.54 cm）
A	紙 30/1	-
B	麻 30/1	12
C	綿 TS20/1	29
D	綿 TS20/1	20
E	綿 TS20/1	17
F	綿（ウルトラリアルソフト 30/1）	11
G	綿（中空糸スピンエアー）	13
H	綿（無撚糸）	-

この研究は、「研究開発プロジェクト予備調査事業」の予算で実施した。

2. タオルの官能評価

8人で官能評価を行った。官能評価はSD法とし、1～5の5段階尺度とした。試験方法は、4つ折りにしたタオルを上からなでる、押さえるといった方法とし、評価項目は硬いー柔らかい、ざらざらしたー滑らかなの2項目の形容詞対でタオルの触り心地に関連する触感を5段階で評価することとした。

3. 柔らかさの数値化

圧縮力の測定には、多機能型静動摩擦測定器（楨トリニティラボ製 TL201Tt）及び付属のタック性測定ユニットと円板圧縮子を用いた。圧縮力を求める際に用いる荷重は人がタオルを押さえる力を考慮して50 gf(1634 Pa)とし、測定速度は0.2 mm/sとした。

圧縮試験において得られるデータを図1に示す。圧縮力の比較指標は傾きと圧縮回復率とした。なお、傾きの始点は1.5 gfとした。

$$\text{傾き (gf/mm)} : \frac{\text{重さの増加量(gf)}}{\text{距離の増加量(mm)}}$$

$$\text{圧縮回復率 (\%)} : \frac{\text{圧縮解放時の圧力(Pa)}}{\text{圧縮時の圧力(Pa)}} \times 100$$

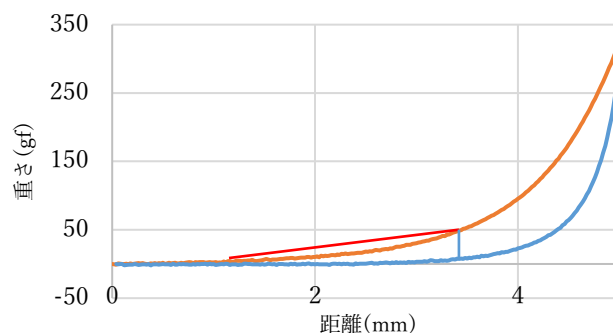


図1 圧縮試験データ

4. 滑らかさの数値化

(1) 動摩擦係数の平均(MIU)と動摩擦係数の平均偏差(MMD)

摩擦力の測定には、多機能型静動摩擦測定器及び付属の触覚接触子：指モデルを用いた。測定条件として、摩擦子にかかる荷重を20 gf、測定速度を5 mm/s、測定距離を50 mmとし、データ収集間隔は1 msとした。なお、タオルのパイルは製織によって形成されているがこの際特定の方向に倒れるため、この方向を順目とし、測定は順目、逆目方向にて行った。

測定値は、時間ごとの摩擦力である（図2）。そのため、動摩擦力の安定した2000～5000 msについてMIU及びMMDを求めた。

$$\text{動摩擦係数の平均 : MIU}(\bar{\mu}) = \frac{1}{L_{\max}} \int_0^{L_{\max}} \mu dL$$

$$\text{動摩擦係数の平均偏差 (gf) : MMD} = \frac{1}{L_{\max}} \int_0^{L_{\max}} |\mu - \bar{\mu}| dL$$

（ μ = 摩擦力／試料を圧する力 $L_{\max}$: 最大移動距離 L : 移動距離）

(2) 高速フーリエ変換 (FFT)

摩擦力の振動データを解析するためにFFTを行った。指先の主要な感覚器官には、マイスナー小体とパチニ小体があり、正弦波閾値、つまり振動を知覚できる最小の刺激強度がマイスナー小体では低周波数帯で低く、パチニ小体では高周波数帯で低い（図3）。先行研究によると、これらの感覚器官において刺激量の閾値が低く高感度である周波数で振幅が大きいと、ざらざらして感じると示されている。よって、低周波数帯（40～60Hz）、高周波数帯（200～400Hz）の振幅をそれぞれ合計して官能評価との相関を調べた。

また、低周波側と高周波側それぞれの方向から振幅を足していき、ちょうど同じになる周波数を周波数の中央値として求めた。範囲は振動を検知するマイスナー小体とパチニ小体の感度帯を鑑みた10～500Hz、ミクロな粗さの知覚に寄与するパチニ小体の感度帯を鑑みた100～500Hzが手触り感と関係する可能性がある²⁾ため、これらの周波数の中央値についても官能評価との相関を調べた。

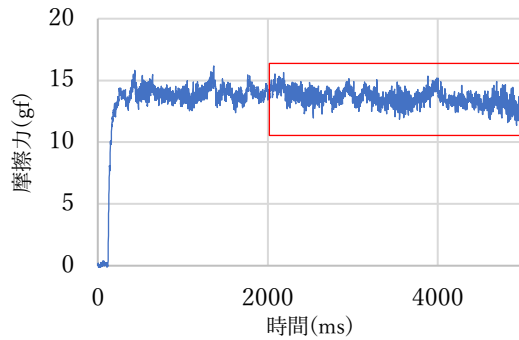


図2 摩擦試験データ

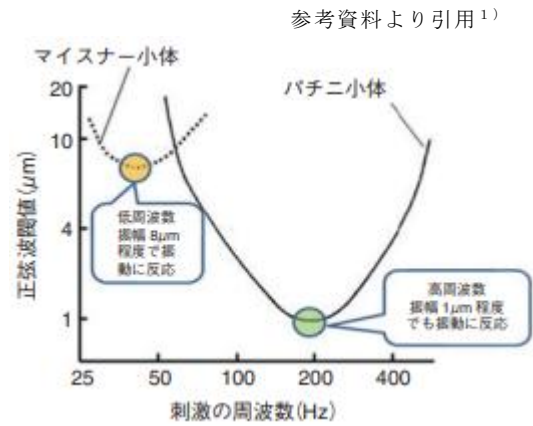


図3 指先の感覚器官

結果と考察

1. タオルの官能評価

官能評価を行った結果、滑らかさ、柔らかさともに、無撚糸(H)が最も良い評価であり、次いでソフト(F)、中空糸(G)、綿TS(E)、強撚糸2(D)、麻(B)、強撚糸1(C)、紙糸(A)の順であった(図4)。

このことから、パイルの素材が触り心地に大きく関係しており、柔らかさと滑らかさには同様の傾向があることが分かった。また、同素材のパイルであっても撚り数が触り心地に大きく影響を与えることが分かった。

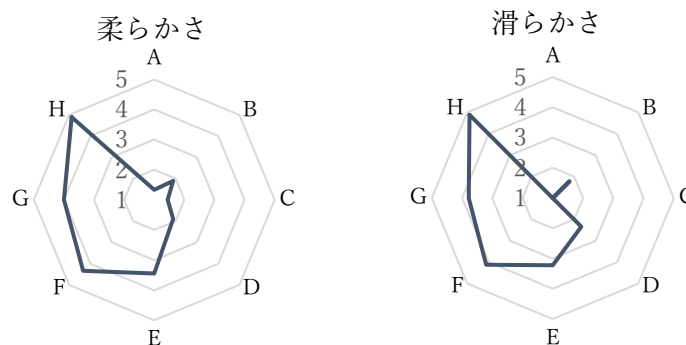


図4 官能評価の結果

2. 柔らかさの数値化

圧縮力における傾きと圧縮回復率(%)について柔らかさの官能評価との関係をそれぞれ図5、図6に示す。

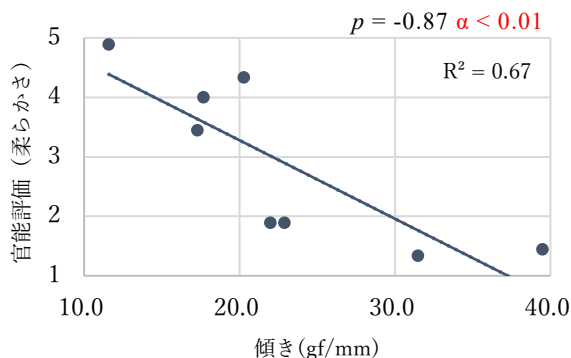


図5 傾きと官能評価(柔らかさ)の関係

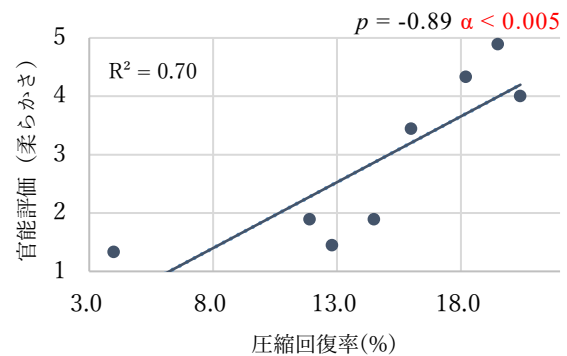


図6 圧縮回復率と官能評価(柔らかさ)の関係

傾きと圧縮回復率(%)について柔らかさの官能評価と比較したところ、傾き、圧縮回復率ともに官能評価と強い相関があった。傾きと柔らかさに相関があるのは、同じ力で圧縮させたときに押し返す力が小さいタオルほど柔らかく感じるためであると考えられる。また、圧縮回復率と柔らかさに相関が

あるのは柔らかいタオルほど圧縮から解放した時に戻る力が大きく、ふわふわ感を感じるためであると考えられる。

したがって、傾きが小さいほど柔らかいタオルであり、圧縮回復率が大きいほど柔らかいタオルであるとして、ともに柔らかさの数値化に利用できることが分かった。

3. 滑らかさの数値化

(1) 動摩擦係数の平均(MIU)と動摩擦係数の平均偏差(MMD)

MIU と MMD について官能評価との相関を取った結果を図 7 に示す。

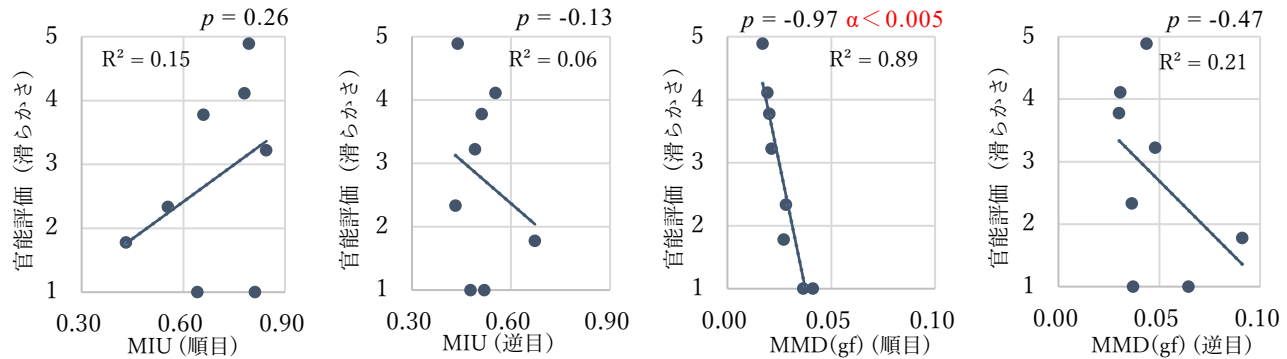


図 7 MIU 及び MMD と滑らかさの官能評価の相関

MIU については順目方向、逆目方向ともに相関は見られなかった。これは MIU が接触子とタオルの接触面積に大きく影響を受けているためであると考えられる。無撚糸やソフトは糸が柔らかいことから、同じ重さの接触子を用いても接触面積が大きくなり、逆に硬い素材である紙糸や強撚糸などは接触面積が小さくなったことから、接触面積が摩擦力に影響を与えたことで、官能評価と逆の傾向がみられたと考えられる。また、順目方向と逆目方向の MIU を比較したところ逆目方向で有意に小さくなった。これは、逆目方向の場合、接触子がパイルを立てる方向に動くため、パイルとの接触面積が小さくなったことに起因すると考えられる（写真 1、2）。よってパイルのあるタオルでは MIU を滑らかさの指標にすることは難しいと考えられる。

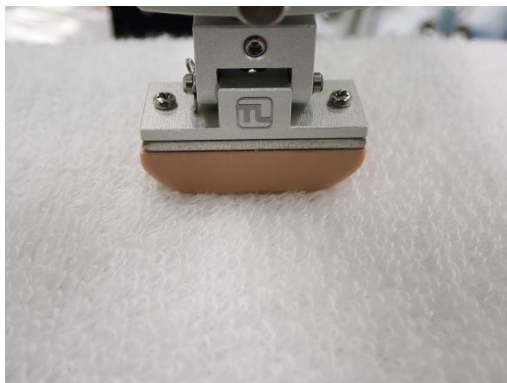


写真 1 順目方向測定時



写真 2 逆目方向測定時

MMD については順目方向において強い相関が得られた。MMD は動摩擦係数のばらつきを示していることから、パイルが硬いタオルほどパイルを乗り越える際に動摩擦係数が大きく変化し、MMD が大きくなったのではないかと推察される。

よって、滑らかさの官能評価が高いほど、MMD が小さいことが分かるため、数値化を行う際の指標にできると考えられる。

(2) 高速フーリエ変換 (FFT)

周波数を分析した結果、いくつかのピークが見られたが、機械由来のピークが全タオルに出現していたため、これらのピークは滑らかさの分析からは除外することとした。図 8 に補正後の FFT 解析結果を示す。補正後の FFT 解析を見ると、40～60Hz においてタオル間で優位に異なるピークがみられることが分かる。

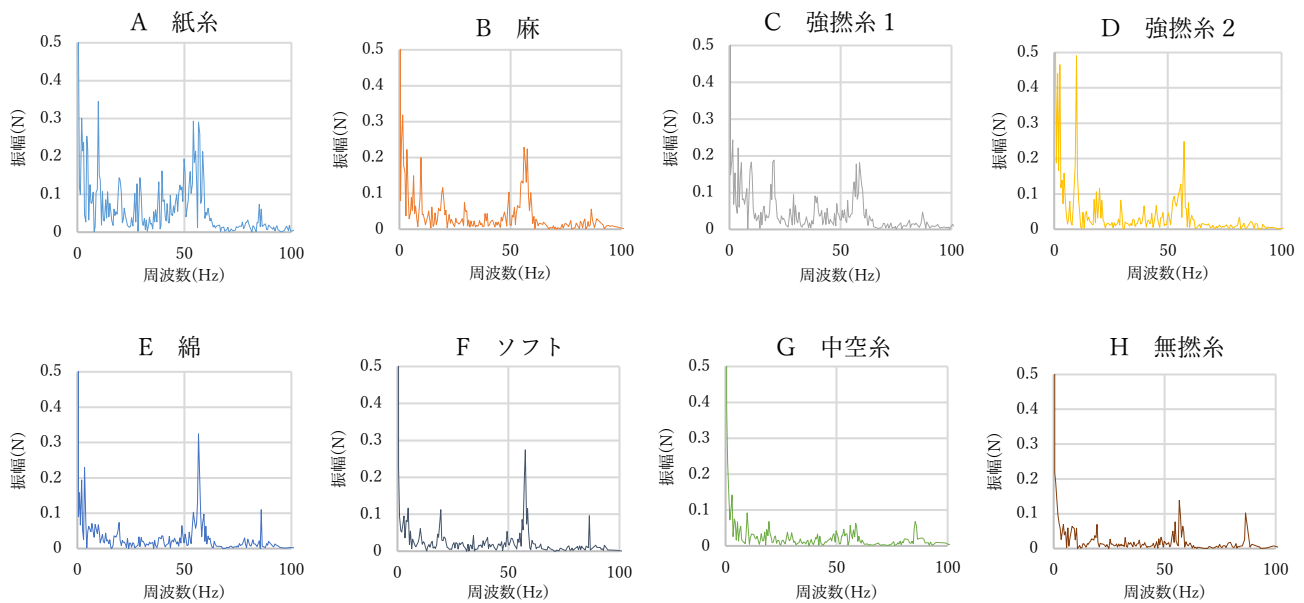


図8 多種類タオルの補正したFFT解析

これらの違いを数値として表すため、40～60Hzの周波数での振幅を合計し、滑らかさの官能評価との相関を調べた。その結果、図9に示すとおり、40～60Hzの振幅と滑らかさの官能評価において強い相関があった。これは振幅の合計が小さいほど滑らかなタオルであることを示しており、タオルにおいてもマイスナー小体が高感度である周波数における振幅が触り心地に大きく影響していることが分かる。なお、200～400Hzにおいては全てのタオルで振幅が小さかったため、差が出にくく、相関がみられなかった（図10）。

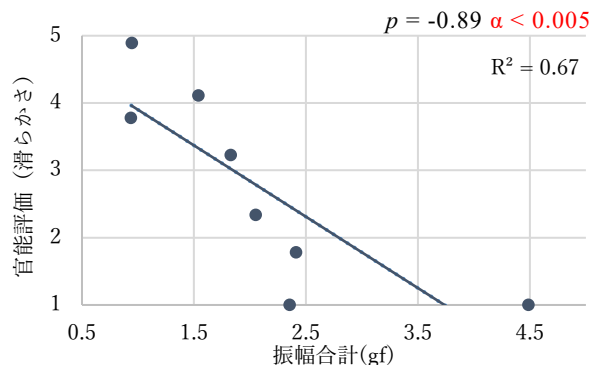


図9 40～60Hzにおける振幅合計

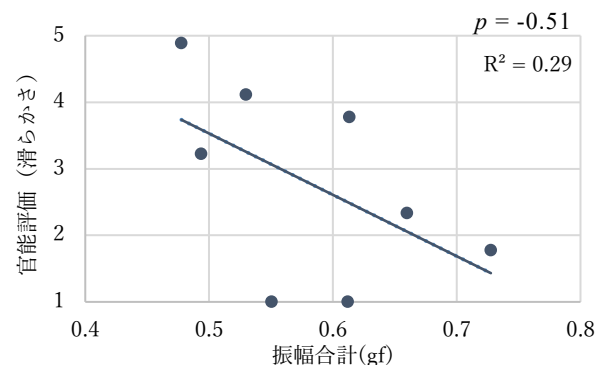


図10 200～400Hzにおける振幅の合計

次に10～500Hz及び100～500Hzにおける周波数の中央値と滑らかさの官能評価の相関を図11、12に示す。10～500Hzの周波数の中央値において、強い相関があった。しかし、タオル間での差が小さく、～8Hzの差しか見られなかった。これは、タオルの周波数における振幅が60Hz付近でかなり高くなっていることから周波数の中央値が全てのタオルでその中に納まってしまっていることが原因であると考えられる。100～500Hzにおいては相関がみられたものの、100Hz以上は全てのタオルにおいて振幅が小さかったため、差があまり見られずばらつきが大きくなった。

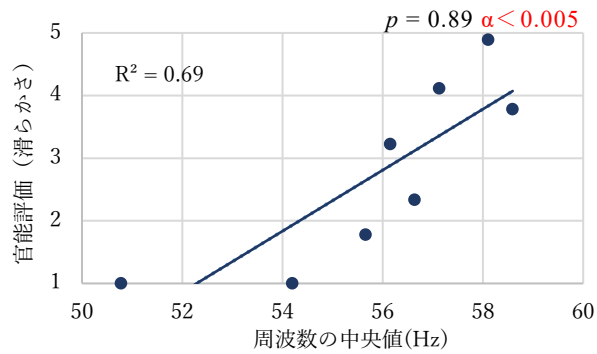


図 11 10～500Hz における周波数の中央値

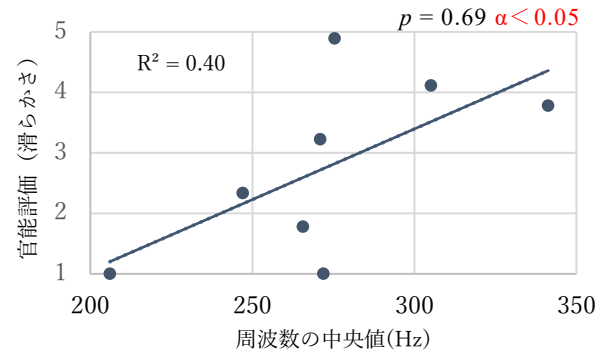


図 12 100～500Hz における周波数の中央値

これらのことから指先の感覚器官として特に低周波数において高感度を示すマイスナー小体の感度体を鑑みた 40～60Hz の振幅の合計と 10～500Hz における周波数の中央値がより官能評価と関係しているが、10～500Hz の周波数の中央値はタオル間での差が見えにくいことから、40～60Hz における振幅の合計が滑らかさを数値化する際の指標として最も適していると考えられる。

ま と め

タオルの触り心地を数値化するため、多機能型静動摩擦測定器を用いて、タオルの圧縮試験及び摩擦試験を行った結果、以下のことが分かった。

1. 圧縮試験では、傾きと圧縮回復性が柔らかさの官能評価との間に有意な相関があった。
2. 摩擦試験では、動摩擦係数の平均偏差が滑らかさの官能評価との間に有意な相関があった。
3. 摩擦力を FFT 解析した際の 40～60Hz の振幅の合計と滑らかさの官能評価の間に有意な相関があった。

文 献

- 1) 田中真美：触覚・触感のメカニズムの解明とセンサシステムの開発に関する研究，精密工学会誌，**82-1**，20-25(2016)．
- 2) 伊豆南緒美、田中由浩、佐藤真理子：皮膚振動・摩擦と衣素材の触感に関する研究，Journal of Fiber Science and Technology (JFST)，**77-9**，239-249(2021)．

新規紡績技術を用いた機能繊維の開発

－親水性セルロースナノファイバーを原料とした繊維束の作製－

山口真美 久保那菜子 檜垣誠司 堀江大介* 西村朱十* 森光さくら*

Development of functional fibers using new spinning technology
- Fabrication of fiber bundles using hydrophilic cellulose nanofiber -

YAMAGUCHI Mami, KUBO Nanako, HIGAKI Seiji,
HORIE Daisuke, NISHIMURA Ayato and MORIMITSU Sakura

セルロースナノファイバー（CNF）の新たな適用分野を開拓するため、愛媛県が保有する特許技術を用いて、これまで困難とされてきた親水性 CNF を原料とする液中での電場形成による繊維束の作製に取り組んだ。その結果、CNF 分散液を適切な条件により調製することにより、親水性 CNF を液中で集積させ糸状又はシート状の繊維束を得ることが可能となった。

キーワード：セルロースナノファイバー、CNF、エレクトロスプレー、繊維束

はじめに

サステナブルな素材である CNF は、メーカー各社から様々な特徴を有する製品が開発されるなど幅広い用途展開が期待されている。一方で、国内外の情勢が変化中、今治タオル産地では新たな機能性を有する付加価値の高い商品開発が求められている。このような中、愛媛県は CNF 関連技術の社会実装に向けた取り組みを行っており、液体中の微細繊維状物質に電場を与えることにより繊維束を製造する方法に関する特許¹⁾を有している。しかしながら、過去の研究の実施例は疎水変性 CNF によるものであり、親水性 CNF を用いた繊維束の作製は液中で繊維が集積しないなどこれまで困難とされてきた。そこで、親水性 CNF の新たな適用分野を開拓するとともにタオルの高付加価値化に繋げるため、適切な条件の選定等、同法による繊維束の作製について検討した。

実験方法

1. 糸状繊維束の作製

(1) CNF 希釈液の粘度測定

CNF-A,B（ α 社製 化学変性 CNF）及び CNF-C（ β 社製 化学変性 CNF）を原料として使用し、ボトルミキサー（小泉成器^{（株）}製 KMX-0300）を用いて表 1 の条件で 0.2mass%に希釈した。次に、希釈液の粘度について、オストワルド粘度計（柴田科学^{（株）}製 No.6）を用いて比較測定した。

表 1 CNF 希釈液の組成 【mass%】			
呼称	CNF	水*	エタノール
CNF-A	0.2	39.8	60
CNF-B			
CNF-C①			
CNF-C②		54.8	45

*原料の CNF を水分散液として算出

*丸住製紙株式会社

この研究は、「愛媛セルロースナノファイバー関連技術社会実装事業」の予算で実施した。

(2)糸状繊維束の作製試験

0.2mass%に調製した CNF 希釈液を、表 2 の条件でエレクトロスプレー法を活用した写真 1 の試験装置を用い繊維束の作製試験を行った。なお、使用するニードルについては予備試験を行い、粘度の変化等による詰まりが生じない太さの物を選定した。得られた繊維束については、卓上走査型電子顕微鏡（日本電子(株)製 JCM-6000）を用いて観察した。

表 2 試験条件

電圧	プラス極	+5.0kV
	マイナス極	-0.0kV
ポンプ流速		0.03ml/分
ニードル内径		0.41mm
反応浴		溶媒 X 55vol% n-ヘキサン 45vol%

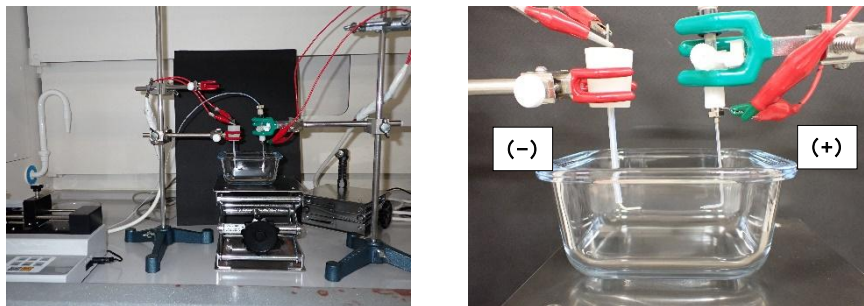


写真 1 試験装置（左：全景 右：スプレー部）

2. シート状繊維束の作製

(1)シート化方法の検討

CNF-A について、表 1、2 の条件で CNF を面状に広げシート化する方法について検討した。

(2)シート状繊維束の作製試験

表 1 の条件で希釈した CNF-A を表 3 の条件でシート化した。得られたシートについては、PTFE パンチングシートを用いて掬い上げ、風乾後にデジタルマイクロスコープ（(株)ハイロックス製 KH-8700）及び卓上走査型電子顕微鏡を用いて観察した。

表 3 試験条件

電圧	プラス極	+5.0kV
	マイナス極	-0.0kV
ポンプ流速		0.015・0.03・0.045ml/分
ニードル横穴径		0.28mm*
反応浴		溶媒 X 55vol% n-ヘキサン 45vol%

*デジタルマイクロスコープを用いて測定

結果と考察

1. 糸状繊維束の作製

(1)CNF 希釈液の粘度測定

オストワルド粘度計を用いて粘度を比較測定した結果を表 4 に示す。CNF-A に比べて CNF-B の方が若干小さく、CNF-C は CNF-A,B よりも約 13~19 倍大きな値となった。また、CNF-C①にはゲルが混在し気泡が見られたことから、次の試験には CNF-C②を用いることとした。

表 4 粘度測定結果（落下時間）【s】

	1	2	3	平均
CNF-A	7.86	7.86	7.83	7.85
CNF-B	7.56	7.54	7.53	7.54
CNF-C①	105.26	105.25	104.68	105.06
CNF-C②	142.41	140.03	139.92	140.79

(2)糸状繊維束の作製試験

試験の様子を写真 2 に示す。CNF-A,B は CNF が両極間に集積し、これを引き上げることで糸状の繊維束を得ることができた。しかし、CNF-C②は粘度が高いことに因ると考えられるが、液中でスプレーがなされず CNF がノズルの下方に堆積したため繊維束を得ることはできなかった。

取り出した繊維束の表面及び断面の電子顕微鏡観察画像を写真 3 に示す。CNF-A,B とともに表面は滑らかで、内部には空洞が見られることが分かった。CNF-A は写真のように部分的に大きな空洞も見られたものの、全体としては CNF-A,B に大きな違いは見られなかった。

これらのことから、今回行った条件においては CNF-C に比べて CNF-A,B の方が繊維束の作製に適すること、また、CNF-A,B に差は見られないことが分かった。このため、シート状の繊維束は CNF-A のみを原料として作製することとした。

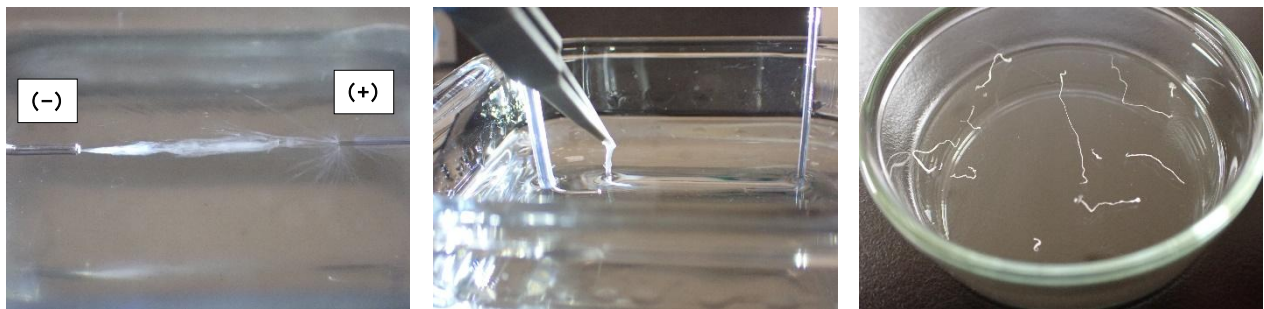
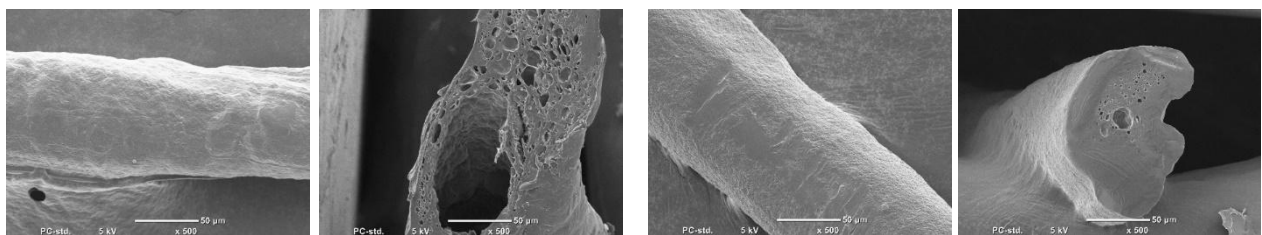


写真 2 試験の様子（左：反応液中での CNF の集積 中央：繊維束の引き上げ 右：取り出した繊維束）



CNF-A

CNF-B

写真 3 電子顕微鏡観察画像

2. シート状繊維束の作製

(1) シート化方法の検討

シート化方法の検討の様子を写真 4 に示す。対向するマイナス極をプラス極に対して垂直に配置することで広がりを持たせようとしたが、CNF がノズル正面の 1 点に集中し糸状になった(①)。そこで、マイナス極を湾曲させたところ、ノズルの向きに関わらずノズルから最短となる位置に CNF が集積した(②)。さらに、マイナス極の曲げ方を緩やかにし、ノズルとマイナス極の距離を調整することで、CNF を両極間で面状に広げることができた(③)。

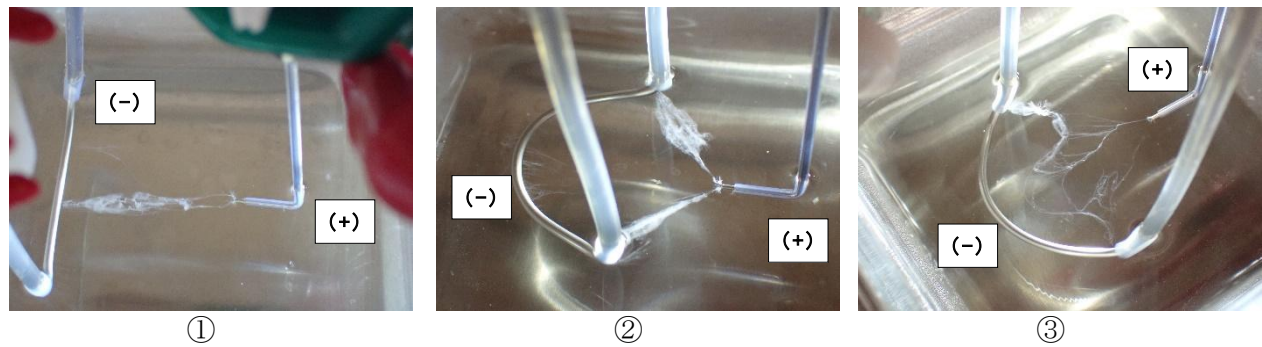


写真4 シート化方法の検討

(2) シート状繊維束の作製試験

試験装置を写真5に示す。上記2(1)の結果を踏まえ、マイナス極を半径3 cmの半円としてその中心にノズルを設置することにより両極間の距離を均等にした。なお、ノズルは先端付近の側面に開孔した横穴タイプを用いることとし、開孔部の直径が1(2)のニードル内径に近くなるように、市販の横穴タイプのニードルから一番太いものを選定した。また、マイナス極には針金をコイル状に巻き付けた。

試験の様子を写真6に示す。CNFの供給速度の影響を評価するため3種類の流量で試験を行ったところ、どの流量においても両極間でCNFの広がりが見られ、初めは①のように厚く集積し、それを取り出した後は②のように薄く広がる傾向にあった。また、ポンプ流量0.045ml/分の場合は試験初期段階で③のようにCNFが小さな塊となり液中を漂った後に集合する様子が観察されたため、安定してシート状繊維束を成長させるためには流量は小さい方が良かった。

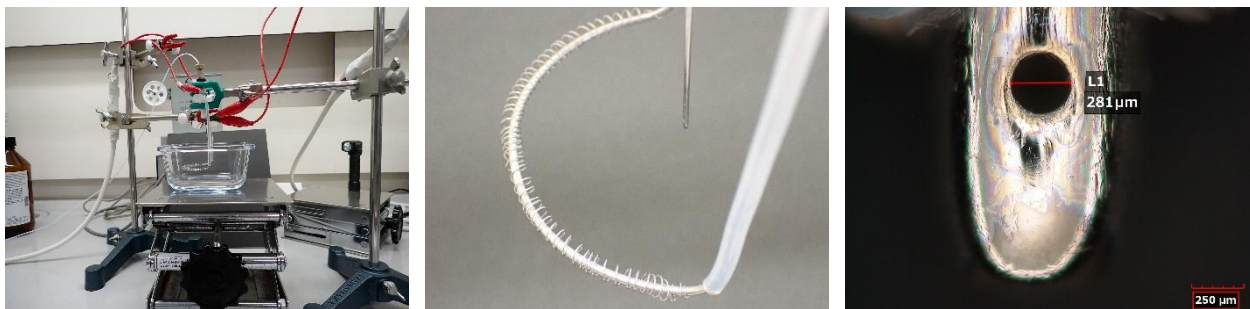


写真5 試験装置（左：全景 中央：スプレー部 右：ノズル先端）



写真6 シート状繊維束の作製試験

取り出したシート状繊維束の顕微鏡観察画像を写真7、8に示す。厚く集積したものは網目状の重なりが見られ、薄く集積したものはフィルム状で滑らかであった。これは、時間経過に伴う反応浴の状態変化によって、CNFが両極間で広がる速度に違いが生じたためと考えられる。このことから、集積状態を制御することにより、フィルターや薄膜としての利用やタオルの原料となる糸との複合化も期待できる。

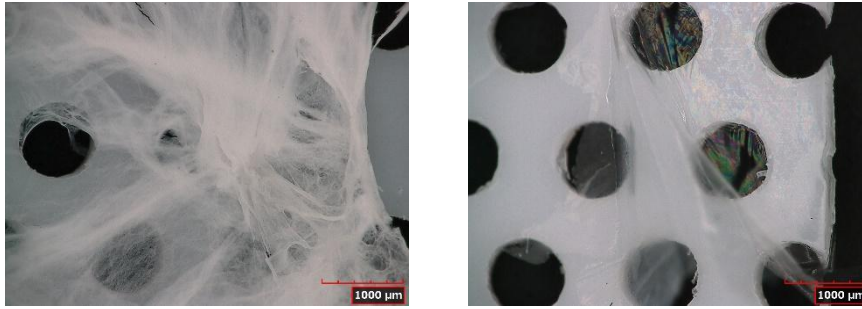


写真7 デジタルマイクロscope画像（左：厚く集積したもの 右：薄く集積したもの）

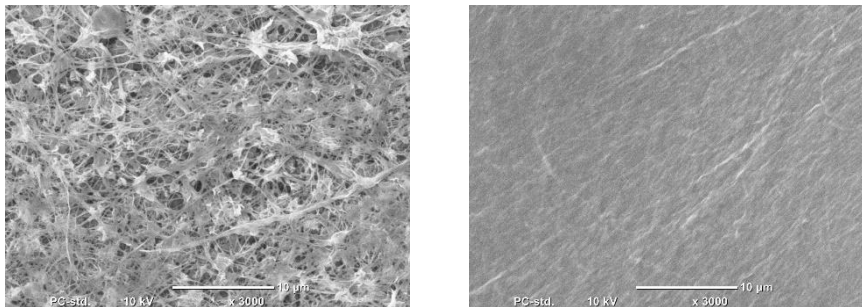


写真8 電子顕微鏡画像（左：厚く集積したもの 右：薄く集積したもの）

ま と め

親水性 CNF を用いて、液中での電場形成による繊維束の作製試験を行い、以下の結果を得た。

1. 2 種類の親水性 CNF について糸状の繊維束を作製することができた。繊維束の表面は滑らかで内部に空洞を有する構造であることが分かった。
2. マイナス極を湾曲させプラス極からの距離を均等にすることでシート状の繊維束を作製することができた。CNF の集積状態の違いにより網目状やフィルム状に制御できる可能性があることが分かった。

謝 辞

エレクトロスプレー技術についてご指導頂いた国立研究開発法人産業技術総合研究所客員研究員脇坂昭弘氏及び当該特許技術についてご教示頂いた(元)防衛大学校教授土屋雅大先生に深謝致します。

文 献

- 1)愛媛県:特許第 6906212 号(2021).

深度センサによる織物の破損検知技術の開発

田中克典 橋田 充

Development of fabric damage detection method using depth sensors

TANAKA Katsunori and HASHIDA Mitsuru

タオルの検品作業は人手不足の中で自動化が望まれているが、白単色のタオル等の場合に、場所による色の変化がほとんどないため、パイル抜けのようなタオル表面の凹凸に係る不良をカメラで検知し、通常の画像処理解析をするのは困難である。

そこで、本研究では深度センサカメラ（深度センサ）を用いてタオルの表面凹凸形状を撮影・解析することで“パイル抜け”のようなタオルの物理的な破損を検知し、不良品を判別できるシステムの開発に取り組んだ。

その結果、本システムは白一色のタオルに対しても、最小2 mm 幅の縦一列の凹凸変化を認識でき、不良品の判定に有効であることが分かった。

キーワード：タオル、破損検知、深度センサ、パイル抜け

はじめに

今治産地におけるタオルの検品作業は、熟練者の目視によって行われており、生産性向上の阻害要因となっている。人手不足の中、検品作業の自動化の要望は高いものの、タオルを構成する数百～数千本のパイル糸からの抜けを判別できる技術が要求され、既存の画像処理のみによる方法ではその判別は困難である。

そこで、本研究では品質検査段階のタオルについて、深度センサをいくつかの撮影角度で使用し、タオル表面の凹凸を測定・解析することにより、“パイル抜け”のようなタオルの物理的破損をより正確に検知できるシステムの開発を行ったので報告する。

実験方法

1. システム開発環境の設定

(1) 深度センサの選定

深度センサには0.1mmの深度分解能を有するIntel社製 RealSense D405 を選択した。同センサはRGBカメラの機能も備えており、深度計測エリアの画像撮影が可能である。深度センサの仕様を以下の表1に示す。

表1 深度センサの仕様

名称	RealSense D405
動作範囲	(最小 - 最大) 7 cm - 50cm
深度検出方法	ステレオカメラによる立体視
Depth 解像度と FPS	720p 30FPS
Depth 視野角	H: 87°, V: 58°
寸法	42 mm × 42 mm × 23 mm

(2) プログラム開発環境の構築

python プログラムにより深度センサから得られる、撮影平面からタオル表面までの距離をサイズ [480×640]の行列データで表した深度情報を取得し、解析を行った。

タオルの破損検知について、取得した深度情報からタオルの破損（パイル抜け）の特徴を学習す

この研究は、「令和6年度起業化シーズ育成支援事業」の予算で実施した。

るプログラムと、撮影中の深度情報に対して正常か破損かを判定するプログラムを作成し、破損検出の評価を行った。

2. 分析対象タオルと分析方法

(1) 分析対象タオル

物理的破損の不具合で最も一般的な”パイル抜け”を取り上げ、パイル抜けのあるタオルを2パターン試織した。一つ目は、縦一列にパイル抜けしたもの、二つ目は、四角形の穴状のパイル抜けがあるものとした。製織条件を表2に示す。2パターンとも3ピック両面パイル構造とし、タオルの大きさは幅82cm、長さ60cmとした。

表2 分析対象タオルの製織条件

使用織機（メーカー名 型番）	高速レピア織機（イテマウィービング製 G-6500）
糸素材	パイル糸：綿糸 20/1 ^S
	地たて糸：綿糸 40/2 ^S
	よこ糸：綿糸 20/1 ^S
よこ糸密度（本/2.54cm）	48
たて糸密度（本/3.79cm）	108
パイル長（mm）	10
箆引き込み	G P [*]
織機回転数（rpm）	300

※Gはグランド糸、Pはパイル糸を表す。

試織したタオルの2パターンのパイル抜けの位置情報をそれぞれ、図1、図2に示す。斜線部がパイル抜けを表す。図1は幅2mm、4mm、6mmの3種のパイル抜けが一枚のタオル内にあるもの、図2は長さ3mm×幅2mmの穴状のパイル抜けが等間隔で存在するものである。

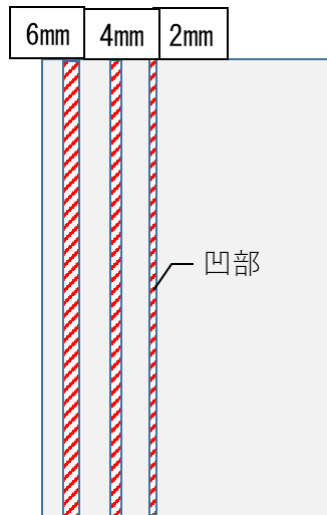


図1 パイル抜けが縦一列のタオル

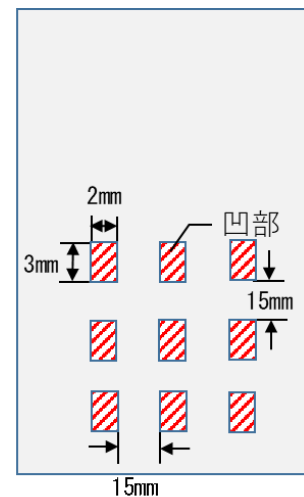


図2 パイル抜けが穴状のタオル

(2) 深度センサによるパイル抜けタオルの測定

試織したパイル抜けタオルを深度センサにより評価した。真上からのみの測定では、隣の倒れたパイル糸によって実際にパイル抜けが生じている部分が撮影できなくなることが予想されるため、深度センサを傾けた測定も行うことで不具合箇所の評価の確度を向上させることも検討した。図3に示すように、測定時の深度センサとタオルとの距離は70mmとし、図3左のように床面に対し、水平方向に深度センサを取り付け、パイル抜けタオルを撮影する方法と、図3右のように床面に対し、深度センサを30°傾けた角度でパイル抜けタオルを撮影する方法で測定した。その測定の様子を写真1に示す。

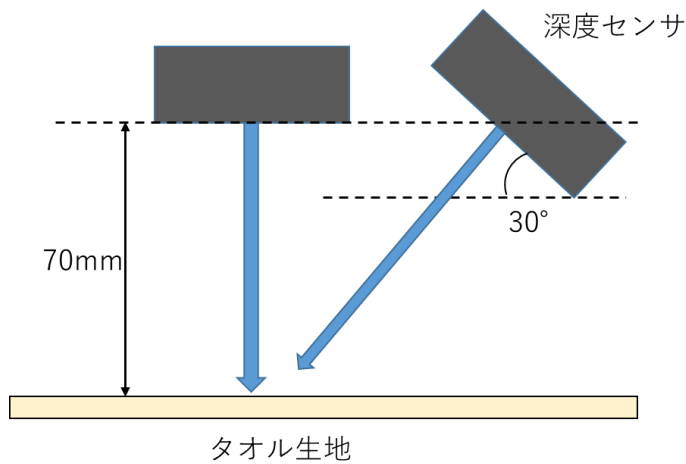


図3 深度センサを用いたパイル抜けタオルの測定方法

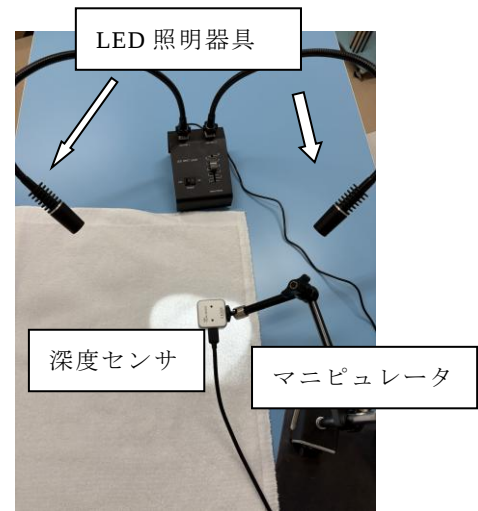


写真1 パイル抜けタオルの測定の様子
(LED照明器具とマニピュレータを使用)

結果と考察

1. システム開発環境の設定

(1) 深度センサから得られる情報

写真2のように、高さ80mmの位置から床面に置かれたA4用紙を撮影した。高さ80mmの位置からの撮影では測定範囲は縦99mm×横133mmとなり、深度情報はサイズ[480×640]の行列データであるため、縦方向、横方向の位置分解能はいずれも0.21mmとなった。正確に得られなかったノイズ部分を除くと、深度値はおよそ800を示した。また、深度センサの動作範囲の上限である500mmの高さから床面を撮影して得られた深度情報は撮影範囲で全体的に5,000前後を示した。

このことから、深度センサからの距離1mmが深度値10に対応しており、測定分解能は0.1mmであることが確認できた。また、取得される深度情報は図4のように、深度センサのある中心点から対象物の各点までの距離を表すのではなく、センサの撮影面からの距離を表すことが確認できた。

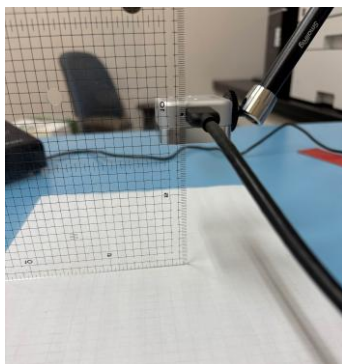


写真2 高さ80mmから撮影した時の様子

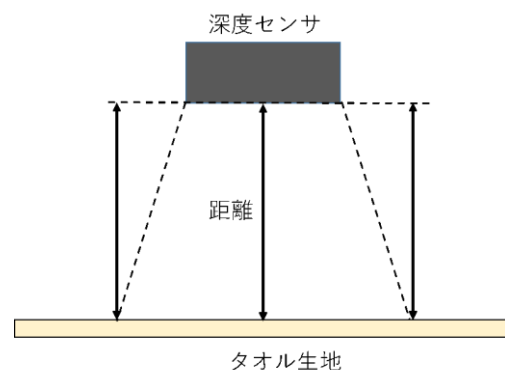


図4 深度センサから得られる深度情報
(※実線矢印長で評価される)

2. 深度センサによるパイル抜けタオルの測定

試織したパイル抜けタオルについて、深度センサで真上および斜めから測定した深度情報により“パイル抜け”を検知できているのかを評価した。なお、深度情報は色の違いにより表した。また、得られた深度値の一部には、光の反射や2つのカメラ視差により、深度値が5,000以上や0として出力されるノイズ箇所がある。そのため、写真1に示しているように、撮影範囲を照明器具で照らすことで、データのノイズ箇所が減少し、深度情報の取得精度が向上した。

(1) 水平方向に設置した深度センサによる測定

縦一列のパイル抜けタオルを測定した結果を写真3に、測定した深度情報を3次元化した結果を図5にそれぞれ示す。3次元グラフにおいては、深度値をマイナスの値に変換後、深度が正しく測定できなかった部分のデータを削除し、[480×480]の範囲で表示した。これで、3次元グラフ上では

タオルのパイル抜け部分は窪んだように見え、パイル抜け部分の特徴を捉えていることが分かった。なお、グラフ全体の傾きは深度センサのわずかな傾きによるものである。幅 2 mm、4 mm、6 mm のパイル抜け部分は図 5 に示されるように、一列につながった凹部が 3 つ確認でき、縦一列のパイル抜けは 2 mm 幅のものまで認識できることが分かった。ただし、場所によっては 2 mm 幅のパイル抜けが確認できない箇所もあった。これは倒れたパイルによりパイル抜け部分が隠れてしまったためである。

次に、穴状のパイル抜けタオルを測定した結果を写真 4、測定時の深度情報を 3 次元化した結果を図 6 に、穴状のパイル抜け箇所の一部を取り出し、その周辺の深度グラフを示した結果を図 7 にそれぞれ示す。図 7 からは、場所によってはパイル抜けと考えられる情報は取得できているが、図 6 の全体データでは穴状のパイル抜けの特徴を認識できなかった。これはパイル糸がパイル抜け部分に重なることに加え、縦一列のパイル抜けとは異なり、縦方向のパイル抜け部分が短く、特徴的な凹凸箇所が捉えられないためと考えられる。ただし、1 パイルだけの抜けであっても、タオル基布部分が確認できれば、人の目でもパイル抜けを確認できることから、パイルが倒れず垂直に立つような処理ができれば、認識精度を向上させることができると考えられる。

撮影したタオルと同規格で長さ 4 mm×幅 4 mm の穴状のパイル抜けを持つタオルを試作し、深度センサで測定した結果を写真 5、深度情報を 3 次元化した結果を図 8 にそれぞれ示す。パイル抜けのサイズが拡大し、肉眼でも判別できるものになれば、パイル抜けを認識することができた。

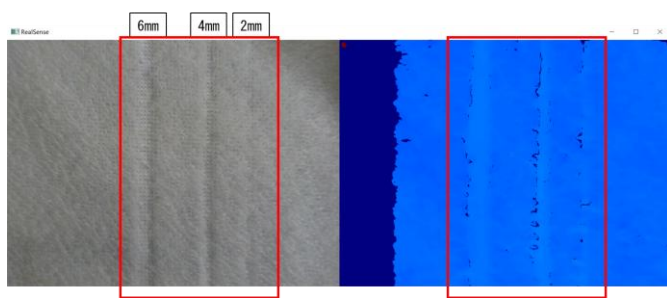


写真 3 真上から縦一列のパイル抜けを持つ
タオルを撮影した時の深度情報データ
(左：RGB カメラ、右：深度情報)

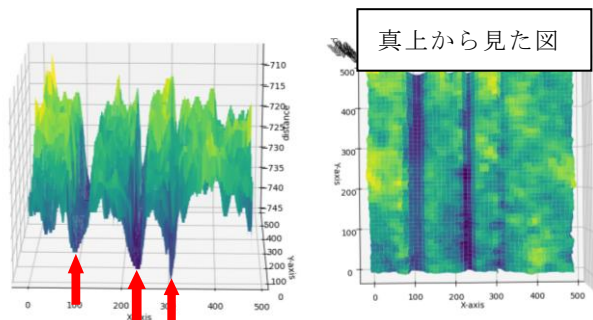


図 5 得られた深度情報のグラフ
(列状のパイル抜け)

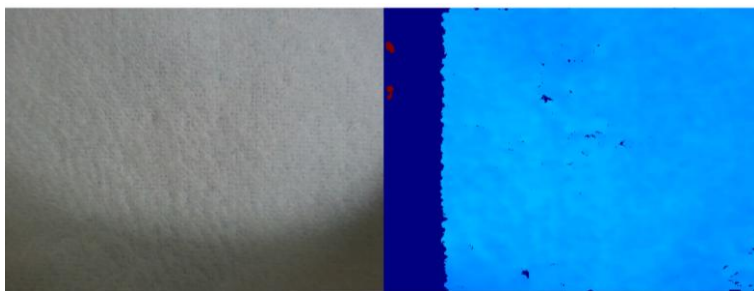


写真 4 真上から穴状のパイル抜けを持つ
タオルを撮影した時の深度情報データ
(左：RGB カメラ、右：深度情報)

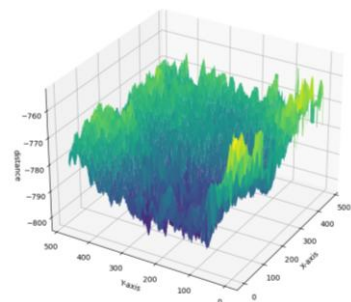


図 6 得られた深度情報のグラフ

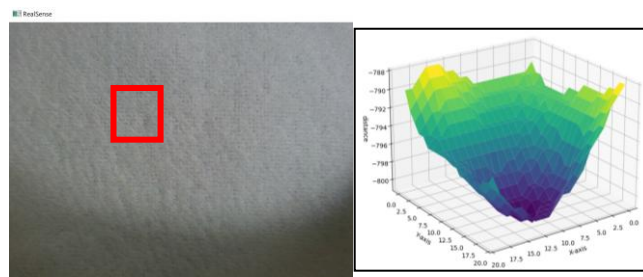


図 7 パイル抜け部分の深度グラフ拡大図（穴状のパイル抜け）

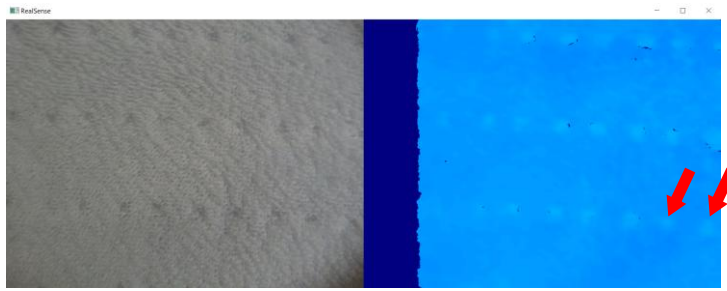


写真5 真上から長さ4mm×幅4mmの穴状のパイル抜けを持つタオルを撮影した時の深度情報データ
(左: RGB カメラ、右: 深度情報)

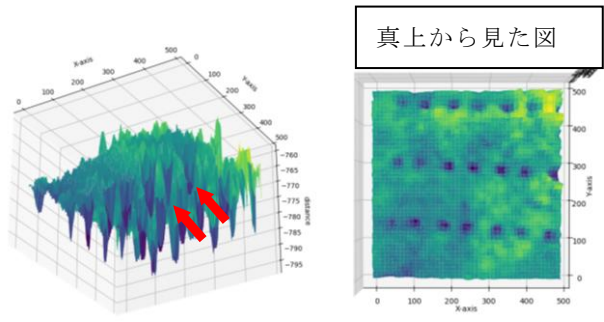


図8 得られた深度情報のグラフ
(長さ4mm×幅4mmの穴状のパイル抜け)

(2) 斜めに設置した深度カメラによる測定

図9のように、斜めからの測定ではセンサから離れるほど、深度値が大きくなり測定できる距離を超えてしまうため、水平方向に置いた深度カメラから撮影した時のようにパイル抜けの特徴が得られにくい。そこで、深度情報に対して撮影角度に応じた補正を行い、水平に置かれたカメラから撮影したかのように深度情報を変換した。

補正は、得られた深度情報（行列データ）の各行のデータに対して、撮影範囲の上下位置に応じた補正係数を掛けることで行った。まず、平面に置かれた紙を30°の角度で撮影した時の深度情報について、それぞれの撮影範囲中央の値を基準とし、中央位置の縦方向の各深度値に対して、基準と同じ数値にする補正倍率を求め、そのグラフの近似式を補正值とした。角度30°で平面を測定した深度情報について、補正前後の3次元グラフを図10に示す。深度情報は撮影角度に応じて一定の割合で変化しているため、近似式は一次関数で表すことができる。近似式を補正值として、斜めからの測定データに用いると、深度情報の数値の勾配がなくなり、深度情報を水平方向に設置した深度カメラから測定した値に変換することができた。

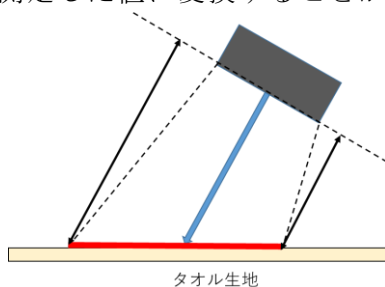


図9 斜めから測定した時の深度情報の変化

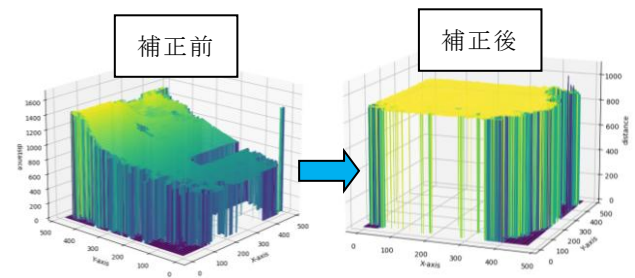


図10 角度30°で平面を測定した深度情報の補正

縦一列のパイル抜けタオルを角度30°で測定し、補正した結果を写真6に、深度情報を3次元化した結果を図11にそれぞれ示す。さらに、穴状のパイル抜けを持つタオルの補正後の結果を写真7に、深度情報を3次元化した結果を図12にそれぞれ示す。特定方向からの測定では、縦一列2mm幅のパイル抜けを確認できなかったが、別の撮影方向からではパイル抜けの隙間を確認できた。これは、ロングパイルが倒れることによってパイル抜けの部分が隠されてしまうが、パイルの倒れる向きはタオル全体では同方向となるため、例えば、反対方向の角度からの撮影では、パイル抜けの箇所を直接撮影できるからである。また、穴状のパイル抜けタオルについては真上からの撮影と同様、タオルのどの向きからでも確認できなかった。これは真上からの測定と同様、パイル抜け部分が短く、特徴的な凹凸箇所が捉えられないことが理由と考えられる。

真上からの測定で用いた、長さ4mm×幅4mmの穴状のパイル抜けタオルを角度30°から測定し、補正した結果を写真8に、深度情報の3次元グラフを図13にそれぞれ示す。斜めからの測定においても、肉眼で判別できる大きさのパイル抜けであれば、認識することができた。

また、撮影角度が高くなるほど深度値が計測不能となる部分の面積割合が増えるため、深度カメラの角度は低い方が広い領域を精度よく分析できることが分かった。

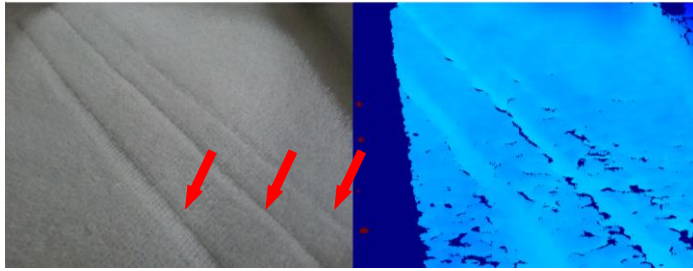


写真6 角度30°から縦一列のパイル抜けを持つタオルを撮影した時の深度情報データ
(左: RGB カメラ、右: 深度情報)

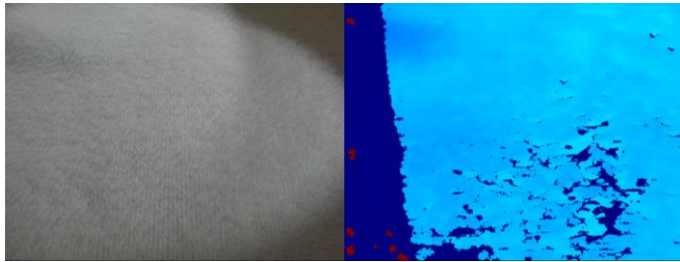


写真7 角度30°から穴状のパイル抜けを持つタオルを撮影した時の深度情報データ
(左: RGB カメラ、右: 深度情報)

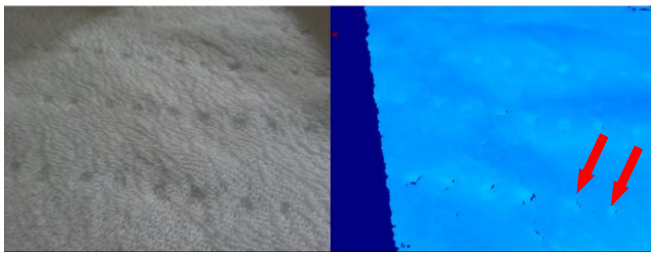


写真8 角度30°から長さ4mm×幅4mmの穴状のパイル抜けを持つタオルを撮影した時の深度情報データ
(左: RGB カメラ、右: 深度情報)

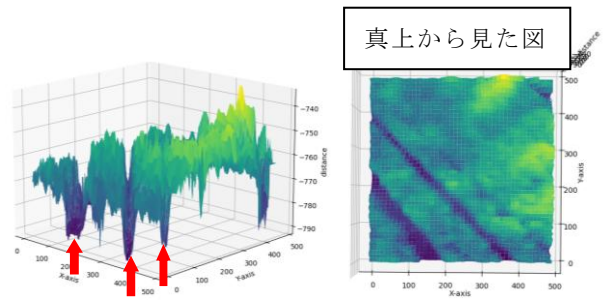


図11 得られた深度情報のグラフ
(列状のパイル抜け)

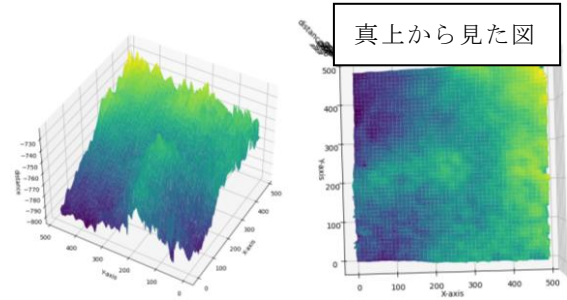


図12 得られた深度情報のグラフ
(穴状のパイル抜け)

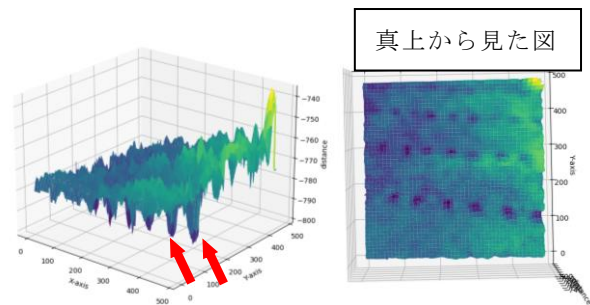


図13 得られた深度情報のグラフ
(長さ4mm×幅4mmの穴状の
パイル抜け)

以上の結果から、真上及び斜めからの測定によって、列状及び長さ4mm×幅4mmサイズ程度までの穴状のパイル抜けは検出可能であるが、長さ3mm×幅2mmの穴状のパイル抜けは検出困難であることが分かった。ただし、検出できなかったパイル抜けについては、パイルが倒れず垂直に立つような処理ができれば、検出できる可能性は向上すると考える。

ま と め

深度センサを用いてタオルのパイル抜け物理的破損を検知するシステムの開発を実施した。以下に要点をまとめる。

深度センサとして、深さ方向分解能0.1mmのセンサを使用し、横・縦分解能が0.21mmで分析を行った。

1. 最小2mm幅の列状のパイル抜けの識別は可能であった。
2. 穴状のパイル抜けは、長さ3mm×幅2mmのものは識別できなかったが、長さ4mm×幅4mmのものは識別することができた。
3. 深度センサは、真上からの撮影のみならず、斜めからの撮影により凹凸の不具合の検出を補完することができ、不良品の識別の精度を高めるのに有効であることが分かった。

多重綿布組織を利用した寝装用タオル生地の開発

結田清文 橋田 充 田中克典

Development of Bedding Taowl Cloth products using a Multiplex Textile Tissue

YUITA Kiyofumi, HASHIDA Mitsuru and TANAKA Katsunori

近年、今治タオルの生産量は頭打ちになっており、次なるステージに向け、各タオルメーカーでは、オリジナルの技術を活かした自社ブランドを立ち上げるなど、更なる認知度向上に取り組んでいるところである。これら業界の取り組み支援を目的に、多重織組織において表面及び裏面の組織を変えた生地を試作した結果、表面形状の変化に富んだ寝装用アパレル製品の開発が可能となった。

キーワード：多重綿布組織、寝装用生地

はじめに

各タオルメーカーでは、新規需要の拡大を行うため、自社ブランドの立ち上げや、異分野への進出に取り組んでいる。そうした中、アパレル分野への進出を図るため、これまでに培った多重織り技術を活かしつつ、表面形状の変化に富んだ寝具用生地を開発し、本生地を用いて寝装用製品の試作を行ったので、結果を報告する。

実験方法

1. 表面形状を演出するための製織組織及び製織条件の検討

生地に様々な特徴のある起伏をもたせる方法を検討するため、製織組織、止め組織等の組合せ及び製織密度、糸配列等を検討し、製織条件の把握を行った。

(1) 製織組織の組み合わせ試験

製織試験は、表1の製織条件で行うこととした。製織組織については、表2の組織を表組織、裏組織にそれぞれ組み合わせ試験を行った。

表1 製織条件

製織織機	レピア織機 (SULZER G6200)
箆番手 (羽/3.79 cm)	46
よこ糸密度 (本/2.54 cm)	90・120
パイル糸	40/2 ^S
地たて糸	40/2 ^S
よこ糸	60/2 ^S

表2 製織組織組み合わせ

使用組織	平織・ななこ織・斜紋織・模しや織・スポンジ織・朱子織・はちす織・なし地織・しじら織
組み合わせ	表組織に対し、裏組織はすべての組織で製織

この研究は、「産学官連携共同研究開発事業」の予算で実施した。

2. 生地を試作及び寝装用アパレル製品の試作

製織組織の組み合わせ試験結果をもとに、生地を試作し、寝装用アパレル製品の試作を行った。

(1) 生地を試作及び物性評価

製織組織の組み合わせ試験結果をもとに、表3の製織条件で生地を試作を行い、それぞれの生地の物性評価を行った。

表3 生地組織組み合わせ条件

試作番号	No.1	No.2	No.3	No.4
表組織	斜紋織	はちす織	なし地織	なし地織
裏組織	はちす織	はちす織	朱子織	なし地織
止め組織	千鳥 (32-32)			
よこ糸	40/2 ^S	60/2 ^S	40/2 ^S	30/2 ^S
打込み(本/2.54 cm)	120	120	120	90
箒番手(羽/3.78 cm)	46			
パイル糸	40/2 ^S			
地たて糸	40/2 ^S			
製織織機	レピア織機 (SULZER G6200)			

各種物性評価試験方法は以下のとおりである。

- i) JIS L 1096¹⁾ 引張強さ及び伸び率 A 法 (ストリップ法)
- ii) JIS L 1096¹⁾ 縫目滑脱法 B 法 (荷重 No.1~4 117.7N ・ No.5 49.0N)
- iii) JIS L 1096¹⁾ 寸法変化 G 法 (パルセーター形家庭用電気洗濯機法)
- iv) JIS L 1096¹⁾ 通気性 A 法 (フラジール形法)
- v) KES-F7 サーモラボⅡ型ドライコンタクト法

(2) 寝装用アパレル製品の試作

試織した生地を用い、寝装用アパレル製品の試作を行った。

結果と考察

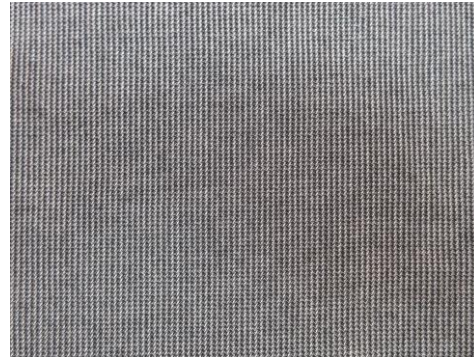
1. 表面形状を演出するための製織組織及び製織条件の検討

(1) 製織組織の組み合わせ試験

製織組織、止め組織等の組合せ及び製織密度、糸配列等を変更することにより表面形状がどのように変わるかについて表1の製織条件で試織試験(写真1)を行ったが、各種組み合わせで製織に影響を及ぼす糸切れ等のトラブルは発生しなかった。その中で表面形状について特徴のある組織の組み合わせを検討した結果、表3の組み合わせでアパレル生地の試作を行うことし、生地(写真2)の試作ができた。



写真1 製織組織の組み合わせ試験結果



表面

裏面

写真 2 表面形状に変化のある生地見本

2. 生地を試作及び寝装用アパレル製品の試作

(1) 生地を試作及び物性評価

表 2 による製織試験の結果をもとに、表 3 の製織条件で生地を製織し物性試験を行ったので、結果を表 4 に示す。

表 4 タオル生地物性試験結果

生地番号	試験項目	試験結果		表面形状
		たて方向	よこ方向	
No.1	引張強さ (N) ⁱ⁾	759	962	
	縫目滑脱抵抗力 (mm) ⁱⁱ⁾	0.5	0.4	
	寸法変化率 (%) ⁱⁱⁱ⁾	-7.4	-5.3	
	通気性 (cm³/(cm²・s)) ^{iv)}	37.3		
	保温性 (%) ^{v)}	40.4		
	1 m²当たり重量 (g)	316		
No.2	引張強さ (N)	804	674	
	縫目滑脱抵抗力 (mm)	0.7	0.5	
	寸法変化率 (%)	-5.3	-6.5	
	通気性 (cm³/(cm²・s))	68.9		
	保温性 (%)	35.6		
	1 m²当たり重量 (g)	248		
No.3	引張強さ (N)	762	955	
	縫目滑脱抵抗力 (mm)	0.7	0.6	
	寸法変化率 (%)	-2.5	-2.3	
	通気性 (cm³/(cm²・s))	29.8		
	保温性 (%)	34.6		
	1 m²当たり重量 (g)	280		
No.4	引張強さ (N)	744	857	
	縫目滑脱抵抗力 (mm)	0.4	0.6	
	寸法変化率 (%)	-3.3	-2.4	
	通気性 (cm³/(cm²・s))	11.4		
	保温性 (%)	34.6		
	1 m²当たり重量 (g)	283		

物性試験において、どの生地においても一般のアパレル生地に必要とされる引張強度は確保されていた。また、縫い目滑脱抵抗力においても、十分な強度が確保されていた。

寸法変化率においては、No. 1 および No. 2 の生地においては変化が大きいことが判明した。これは裏組織が寸法変化の大きいはちす組織を用いていることが原因と考えられるため、打ち込み等について再考する必要があることが判明した。

通気性においては、多重織組織の組み合わせにより大きく変化することから、使用目的に合った通気性を確保するため、製織条件、製織組織の組み合わせを検討する必要があることが判明した。

(2) 寝装用アパレル製品の試作

表 3 の条件で試織した生地を用いた製品名及び写真を表 5、写真 3 にそれぞれ示す。

表 5 試作製品

生地番号	製品名
No. 1	袖付きワンピース
No. 2	袖なしワンピース
No. 3	サロペットスカート
No. 4	サロペットパンツ



No. 1



No. 2



No. 3



No. 4

写真 3 寝装用アパレル試作品

今回寝装用アパレル製品を縫製するうえで、2重織生地ならではの問題点として、厚みが生じ、とも生地を使用してポケット等の付属品を取り付けた場合縫製が難しいことが分かったため、一重織の生地を使用することにした。

表裏で違う組織のため、伸びる生地と硬い生地、両方とも伸びる生地など特徴が異なるため、生地ごとに縫製の対応をする必要が発生した。

ま と め

今回、表面形状に変化のある寝装用アパレル製品の開発を行うため、多重綿布組織の製織条件、縫製条件等を研究した結果、以下の結果を得た。

1. 多重綿布組織の製織条件において、表面と裏面に各種組織を組み合わせることで、表面形状に変化のある生地が製織できた。
2. 試作した生地の物性については、生地の強さにおいては十分な強度が得られることが分かった。しかし、製織条件、製織組織の組み合わせにより、保温性や通気性においては大きな差が生じることから、使用目的に合った条件を決めたうえで、それぞれの組み合わせを検討する必要があることが分かった。
3. 試作生地を使用した寝装用アパレル製品の試作を行うことができたが、試織した生地において、厚みがあるため縫製に支障をきたす場合があることが分かった。

文 献

- 1) JIS L 1096, 織物及び編物の生地試験方法(2020).

特殊な溶媒を用いた製紙原料の品質改善に関する研究

渡邊雅也 藤本真人

Improving the quality of papermaking raw materials using special solvents

WATANABE Masaya and FUJIMOTO Manato

近年、製紙業界では原料パルプの強度が低下していることが問題視されており、パルプに機械的な力を加え（叩解処理）、表面を毛羽立たせて（フィブリル化）パルプ繊維間の密着性を向上させることで低下した強度を補っているが、この方法には多量のエネルギーが必要とされている。

そこで、本研究では共晶溶融（2種類以上の物質を混合したとき、いずれの純物質の融点よりも低い温度で液体となる現象）で生じた液体を溶媒として使用する深共晶溶媒に着目した。これを用いてパルプを膨潤させて処理することで、エネルギーの消費量を抑え、強度を改善する方法を見出した。

キーワード：深共晶溶媒、パルプ処理、フィブリル化

はじめに

深共晶溶媒（Deep Eutectic Solvent, 以下 DES と略記）に関する研究は、Andrew P. Abbott, et al.(2002)¹⁾に端を発した比較的新しい分野である。DES は2種類以上の物質を混合して穏和に加熱することで調製可能なため非常に多くの組成が考えられるが、それ故に適切な組成の選定は非常に困難である。実際に DES をセルロースのフィブリル化のために用いた先行研究も存在する²⁾が、そこでは3種の組成の DES しか報告されていない。

本研究では、紙の比引張強さを向上させることを目的として、7種類の DES を調製してパルプを処理し、紙及びパルプの物性に及ぼす影響を評価したので報告する。

実験方法

1. DES 間の影響を比較する方法の検討

複数の DES を用いたとき、その影響を比較する方法を確立するために、DES 処理において影響の大きい変数を特定することとした。DES 処理から測定までの基本的な実験フローを図1に示す。

原料パルプは針葉樹化学パルプ（以下、NBKP）を用い、実験に供する前にパルプシートを手で2cm角に裂いた。実験に用いた DES は、市販の尿素とチオシアン酸アンモニウムをモル比 2:1 で混合³⁾した後、105℃に設定した恒温機（アドバンテック東洋㈱製 DRM620DE）で透明な液体になるまで加熱することで調製した。

融解させた DES 200g を 500mL ビーカーに量り取り、所定の温度に保ったオイルバス（㈱三商製 SOS-183D）に5分程度浸漬した。その後、所定の回転数に設定したメカニカルスターラー（ヤマト科学㈱製 LR500A）で攪拌しながら原料パルプ 4g を投入し、そのまま所定の時間攪拌した。

DES 処理時の変数として、まずスターラー回転数、オイルバスの温度、処理時間を選択し、これらの寄与を調査するため、3因子2水準要因配置実験を実施した。設定した条件を表1に示す。

その後、120メッシュのステンレス網で減圧ろ過して溶媒を除去した後、約300mLの蒸留水で2回洗浄し、DES処理パルプを得た。これをシートマシン抄紙機システム（熊谷理機工業㈱製 No.2558-II）で抄紙(JIS P 8222⁴⁾)して測定用の試作紙（目標坪量 64g/m²）を得た。この際、120メッシュのワイヤーを使用して水道水で抄紙し、吸取紙を重ねてプレス後（圧力 410kPa で2分保持）、回転型乾燥機（熊谷理機工業㈱製）にて120℃で乾燥させた。

この試作紙を 23℃、50%RH に保った室内で一晩以上調湿した後、引張圧縮試験機（㈱エー・アン

ド・デイ製 RTE-1210) を用いた比引張強さ(JIS P 8113⁵⁾)の評価を行った。

表 1 3 因子 2 水準要因配置実験の実験条件

実験 No.	スターラー 回転数(rpm)	オイルバス 温度 (°C)	処理時間 (分)
1	150	70	15
2			30
3		90	15
4			30
5	300	70	15
6			30
7		90	15
8			30

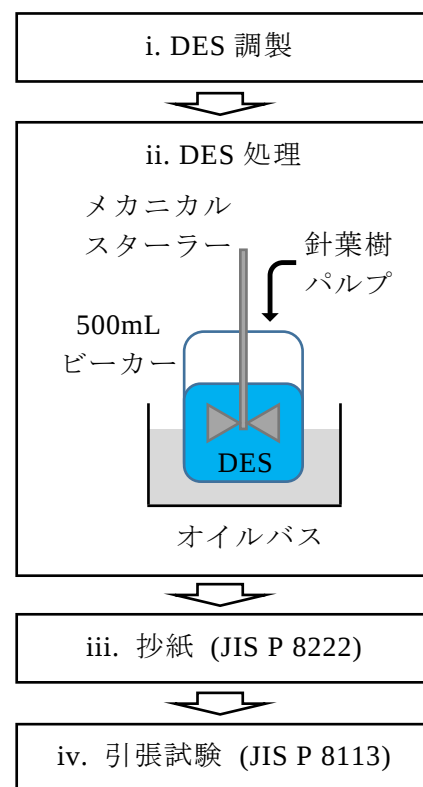


図 1 実験フロー

2. DES の調製及び DES 処理

DES 処理において異なる DES を用いたときの影響を比較するため、表 2 に示す DES を用い、図 1 に示した実験フロー及び 1. で決定した条件に従って実験を行った。なお、No. 8 の DES については凝固点が 73°C であったため、DES 処理温度を 100°C とした。

実験に供した DES は先行研究¹⁾³⁾⁶⁾を参考に選定し、表 2 に付記した方法で透明な液体となるまで加熱して調製した。また、参照試料として、DES を用いず蒸留水を用いて同じ処理を施したサンプルを用意した。各成分の化学構造式を図 2 に示す。

表 2 DES 間比較に用いた溶媒

溶媒 No.	成分 1	成分 2	成分比 (mol)	DES 調製方法
1	蒸留水		—	—
2	尿素	チオシアン酸 アンモニウム	2:1	105°C 恒温機
3	尿素	塩化コリン	2:1	105°C 恒温機
4	シュウ酸	塩化コリン	1:1	105°C 恒温機
5	マロン酸	塩化コリン	1:1	70°C オイルバス
6	リンゴ酸	塩化コリン	1:1	70°C オイルバス
7	アジピン酸	塩化コリン	1:1	100°C オイルバス
8	尿素	ベタイン	4:1	130°C オイルバス

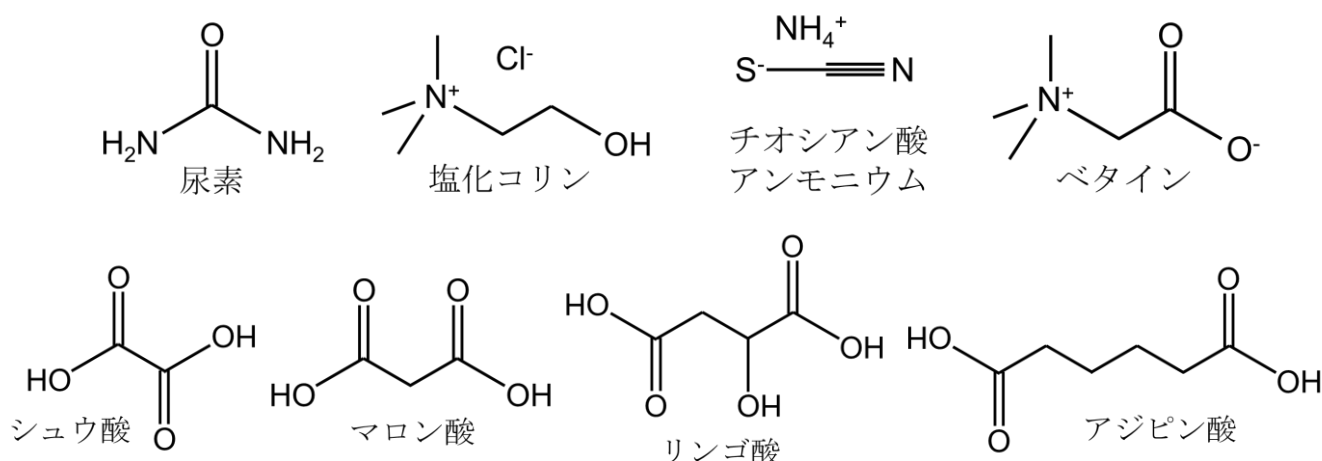


図2 調製した DES の各成分の化学構造式

3. 各種物性等評価

2. で調製した DES 及びこれで処理したパルプ並びに作製した試作紙について、その物性等の評価を行った。

(1) 粘度

調製した DES のうち No. 2 及び 3 について、レオメーター (TA インストルメンツジャパン(株)製 AR-G2) を用いて粘度の温度依存性を測定した。使用した回転子はアルミニウム製の円錐型 (コーン角 1.98889°) であり、せん断速度 10.0 s^{-1} となる速度で回転させた。なお、試料は事前に加温して融解させ、液体の状態で $625 \mu\text{L}$ 導入した。温度は試料台に内蔵されたペルチェ素子で制御し、 30°C から 80°C まで $5.0^\circ\text{C}/\text{min}$ で昇温した。

(2) X 線回折

2. で調製した DES を用いて処理したパルプ (絶乾 4 g) について、カナディアン濾水度試験 (JIS P 8121⁷⁾) 用のふるい板 (直径 0.5mm の孔を 1 cm^2 あたり 97 個持つもの) を用いて濾水した後、全量の 1/16 (絶乾 0.25g) を 50mL 遠沈管に分取した。ここに t-BuOH 20mL を加えてボルテックスミキサー (株エル・エム・エス製 VTX-3000L) で振り混ぜた後、3,600rpm で 5 分間遠心分離し、上澄み液を廃棄した。本操作を 7 回実施して溶媒置換を行った後、 -35°C に設定した冷凍庫 (日本フリーザー(株)製 NF-75HC) で一晩凍結させ、凍結乾燥機 (東京理化器械(株)製 FDU-1200) を用いて 72 時間凍結乾燥を行い、凍結乾燥パルプを得た。

この凍結乾燥パルプ約 150mg を取り、手動式プレス機を用いて 177MPa で直径 1.2cm のペレット状に成型した後、粉末 X 線回折装置 (株リガク製 MiniFlex600) を用いて XRD スペクトルを得た。X 線出力は 40kV-15mA、スキャン幅は 5° から 30° 、スキャンスピードは $20^\circ/\text{min}$ とした。得たスペクトルを基に、Segal 法⁸⁾により次の式(i)からセルロースの結晶化度 CrI (%) を評価した。

$$CrI = \left(\frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \right) \times 100 \quad \dots (i)$$

ここで、 I_{002} は $2\theta \approx 22.5^\circ$ の、 I_{am} は $2\theta \approx 18.7^\circ$ の強度を表す。

(3) フーリエ変換赤外分光光度法

(2) で得た凍結乾燥パルプのペレットについて、フーリエ変換赤外分光光度計 (株島津製作所製 IRTracer-100) を用いて化学構造の評価を行った。測定方式は Diamond ATR 法、測定範囲は $4500 \sim 400 \text{ cm}^{-1}$ とし、積算回数は 20 回とした。

(4) フィブリル化度の評価

2. で調製した DES を用いて処理したパルプについて、フィブリル化度を評価するため、カナディアン型叩解度試験機 (株東洋精機製作所製) を用いて濾水度を測定した (JIS P 8121⁷⁾)。

また、同サンプルについて繊維長分布及び外部フィブリル化度を評価するため、繊維長分布測定装置 (バルメット(株)製 FS-5) を用いて測定を行った。なお、外部フィブリル化度は以下の計算式(ii)で表わされる。

外部フィブリル化度(%) = $\left(\frac{\text{フィブリルの面積}}{\text{繊維全面積}}\right) \times 100 \quad \dots (ii)$

(5)電子顕微鏡観察

(2)で得た凍結乾燥パルプについて、低真空走査型電子顕微鏡（日本電子(株)製 JSM-IT300LA、以下 SEM と略記）を用いて形態観察を行った。試料は事前に Pt コートを施し、加速電圧 5kV、倍率は 500 倍とし、高真空モードで二次電子像を観察した。

結果と考察

1. DES 間の影響を比較する方法の検討

実験 1. の結果及びその分散分析結果を図 3 及び表 3 に示す。

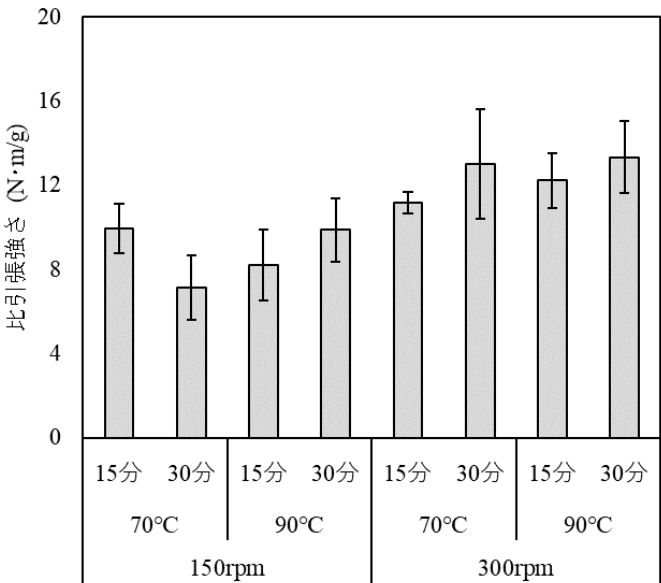


図 3 スターラー回転数（下段）、オイルバス温度（中段）、処理時間（上段）を変数としたときの比引張強さの比較

表 3 実験 1. の分散分析結果

要因	p 値
回転数	0.0% [†]
温度	24.9%
処理時間	39.0%
回転数×温度	-※
回転数×処理時間	5.1%
温度×処理時間	7.3%
回転数×温度×処理時間	1.5% [†]

× : 交互作用を表す
† : 5%有意を表す
※ 寄与が小さかったため誤差にプーリングした

表 3 の p 値欄は数値が小さいほど各要因の寄与が確実に存在することを示し、ここでは有意水準を 5 %とした。結果から、これら 3 要因の中では回転数による寄与のみが有意となり、温度及び処理時間の寄与は有意でないことが分かった。また、回転数と温度の交互作用の寄与は非常に小さいことが分かったため、これを誤差とみなしてプーリングを行った。その一方、3 要因交互作用は有意に寄与することが分かった。

以上から、寄与の大きい回転数は 300rpm を選定し、寄与の小さい温度及び処理時間については、3 要因交互作用は有意となったものの、エネルギー消費量削減等の観点から、それぞれ 70°C、15 分を選定した。

2. DES の調製及び DES 処理

実験方法 2. で調製した DES を用いて処理したパルプについて、実験フローに従って抄紙及び引張試験を行った結果を図 4 に示す。蒸留水で処理した場合と比較して、溶媒 No. 2, 3, 8 では比引張強さが向上し、No. 4, 5, 6, 7 では減少した。

前者では DES の成分として中性の物質（尿素、チオシアン酸アンモニウム、塩化コリン、ベタイン）を、後者では酸性の物質（シュウ酸、マロン酸、リンゴ酸、アジピン酸）を使用しているため、このような差が生じたと推察される。

この結果から、パルプの強度向上には No. 2, 3, 8 が適していると判断した。

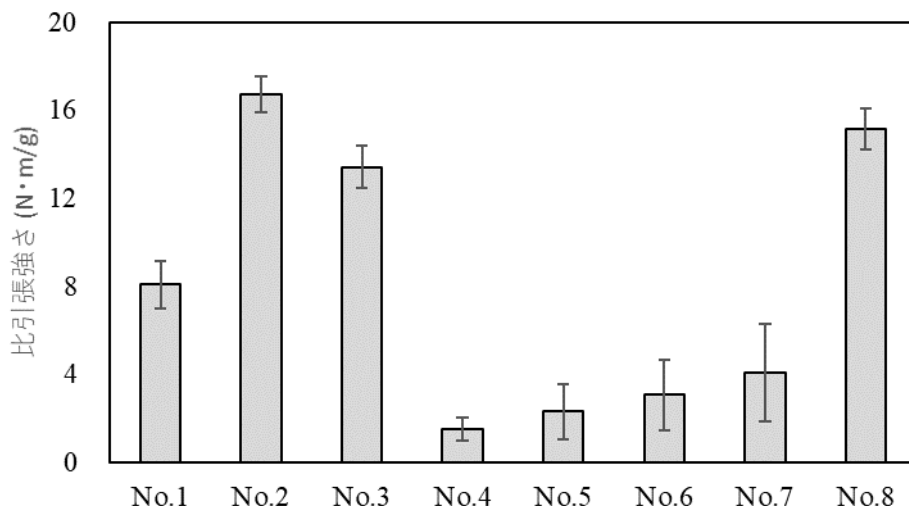


図4 組成の異なる DES で処理した場合の比引張強さの比較

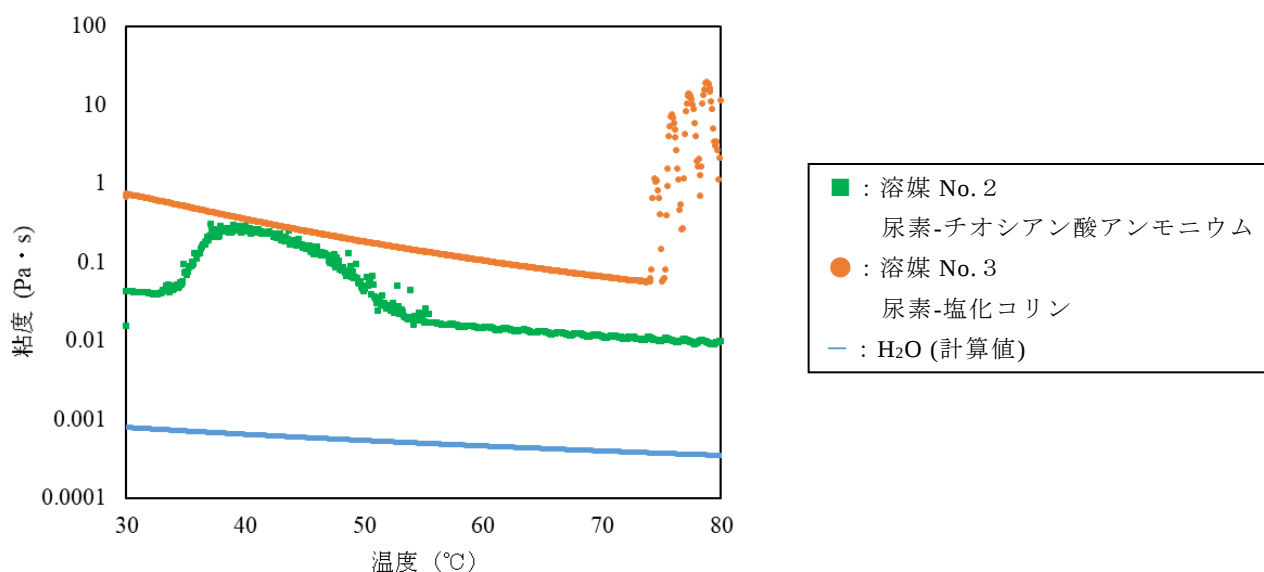
3. 各種物性等評価

(1) 粘度

溶媒 No. 2 及び 3 について、粘度の温度依存性を測定した結果を図 5 に示す。また参考に、H₂O の当該温度範囲における粘度について、文献⁹⁾に基づき

$$\mu \text{ (Pa} \cdot \text{s)} = 2.414 \times 10^{-5} \times 10^{247.8/(T-140)} \quad \dots \quad \text{(iii)}$$

による計算値を記載した。

図5 30～80℃における主要な DES 及び H₂O の粘度の比較

溶媒 No. 2 について、35～55℃の範囲で測定値が大きく変化している。これは当該 DES の凝固点が 40℃付近にあるため、液体の状態で測定開始後、試料の一部に凝固並びに融解が発生したためと考えられる。また溶媒 No. 3 について、74～80℃の範囲で測定値が大きく変動している。図 4 に示した DES の成分はいずれも親水性が高く、中でも塩化コリンは特に潮解性が高いため、DES 調製及び保管中に空気中の水分が混入し、温度上昇により気化し始めたことが原因と推測される。

この結果から、安定した測定結果が得られた 55～74℃の範囲内においては、溶媒 No. 2 の粘度は No. 3 の 1/8～1/5 であることが示された。

(2) X 線回折

X 線回折スペクトルの測定結果及びこれを基に Segal 法を用いてセルロースの結晶化度を評価した結果を図 6 に示す。

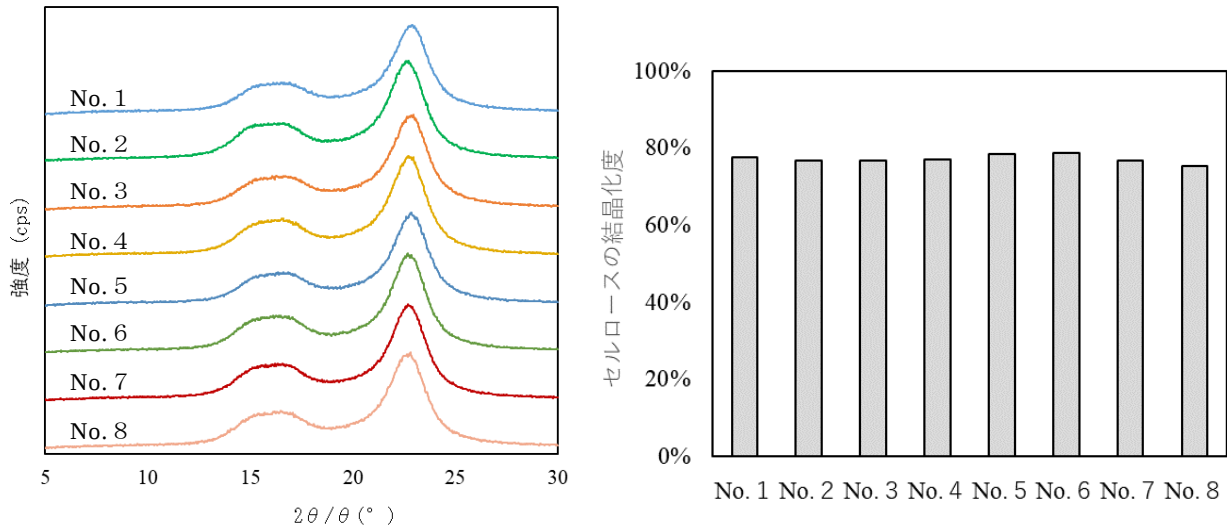


図6 DES 処理パルプの X 線回折スペクトル (左) とセルロースの結晶化度 (右)

いずれのスペクトルもセルロースの結晶構造に由来する同じピークを示し、高さもほぼ同じであった。セルロースの結晶化度も約 77% でほぼ同じであることから、いずれの DES 処理パルプもセルロース I 型の結晶構造を持ち、II 型への遷移は起きていないことが示された。

(3) フーリエ変換赤外分光光度法

IR スペクトルの測定結果を図 7 に示す。いずれのスペクトルもセルロースの化学構造に由来する同じピークを示し、特異なピークは認められなかった。したがって、DES 処理はセルロースの化学構造に影響を及ぼしていないことが示された。

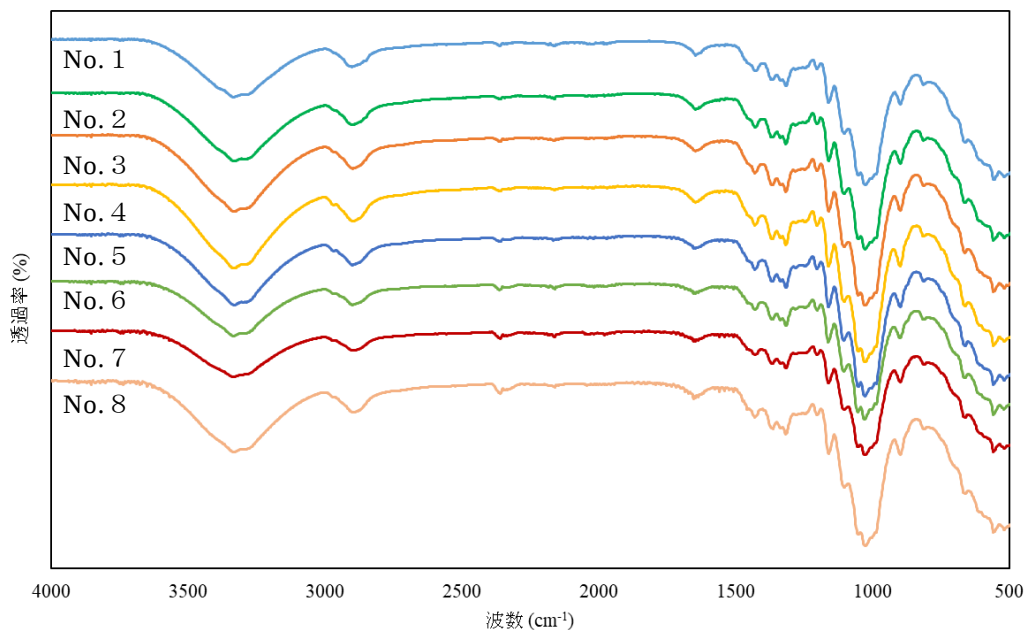


図7 DES 処理パルプの IR スペクトル

(4) フィブリル化度の評価

カナディアン濾水度試験の結果及び繊維長分布測定装置による測定結果を図 8 に示す。

各試料の長さ加重平均繊維長 (図 8 右) を比較すると、溶媒 No. 2, 3, 8 で処理したパルプについては参照試料 (No. 1) とほぼ同じであるが、溶媒 No. 4, 5, 6, 7 で処理したパルプについては短くなっていることが分かった。これは 2. において比引張強さが向上または減少した試料と対応していることから、溶媒 No. 4, 5, 6, 7 で処理したパルプにおいては、パルプの短繊維化によって繊維間の結合が弱まり、結果として比引張強さが低下したものと考えられる。

濾水度 (図 8 左) と外部フィブリル化度 (図 8 右) についても同様の傾向が認められ、溶媒 No. 2, 3, 8 で処理した試料については参照試料 (No. 1) とほぼ同じであるが、溶媒 No. 4, 5, 6, 7 で

処理した試料についてはいずれの測定値も大きくなった。濾水度はパルプのフィブリル化度と逆相関の関係にあることが知られており、一般に外部フィブリル化度とも同じ関係が成り立つ。すなわち、濾水度と外部フィブリル化度が同時に上昇することは一般的には考えづらい。このような結果が得られた可能性として、実験 3. (5)の電子顕微鏡観察の結果（後述）から推測されたとおり、DES 処理及び洗浄工程において微細繊維が除去されてしまったため、水を保持できる量が低下し、濾水度が上昇したことが想定される。また、外部フィブリル化度は実際には変化していないか減少しているものの、短繊維化により繊維断片が増加したため、見かけ上測定値が上昇している可能性も想定される。

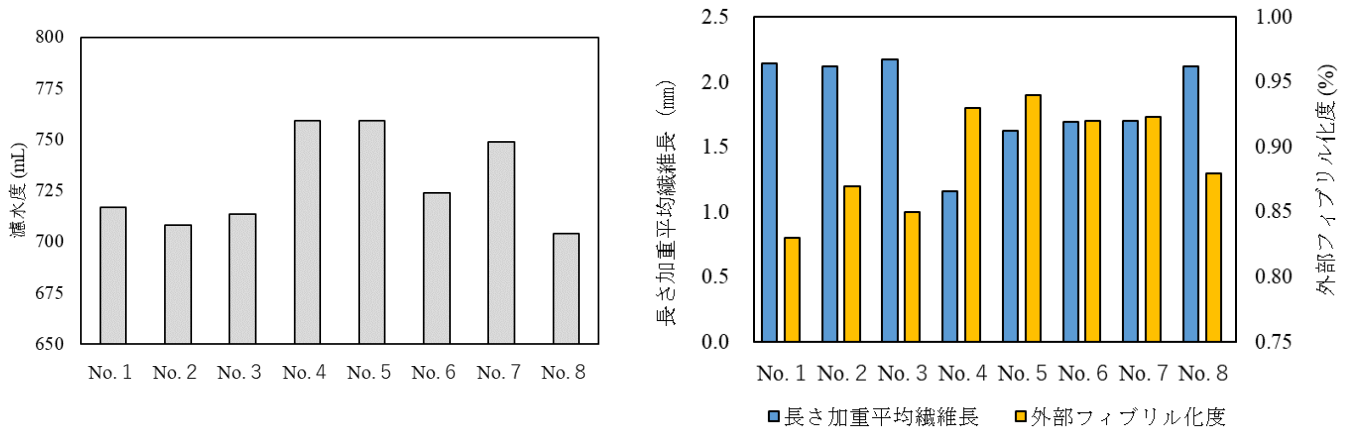


図 8 カナディアン濾水度試験の結果（左）と繊維長分布測定装置による測定結果（右）

(5)電子顕微鏡観察

SEM 観察で得られた画像を図 9 に示す。比引張強さが向上したパルプ（溶媒 No. 2, 3, 8 で処理）については、図 9 に破線枠で示したとおり、No. 1 と同様の微細な糸状構造が認められた。一方で、比引張強さが低下したパルプ（溶媒 No. 4, 5, 6, 7 で処理）では、当該構造が減少するかあまり見られなくなっていた。これは、DES 処理によりパルプが短繊維化される際、微細な構造から先に切断され、その後の洗浄工程で除去されたためと推測される。

なお、当該構造は 3. (4)で外部フィブリル化として観測される毛羽立ちよりも非常に小さく、同測定範囲外である。

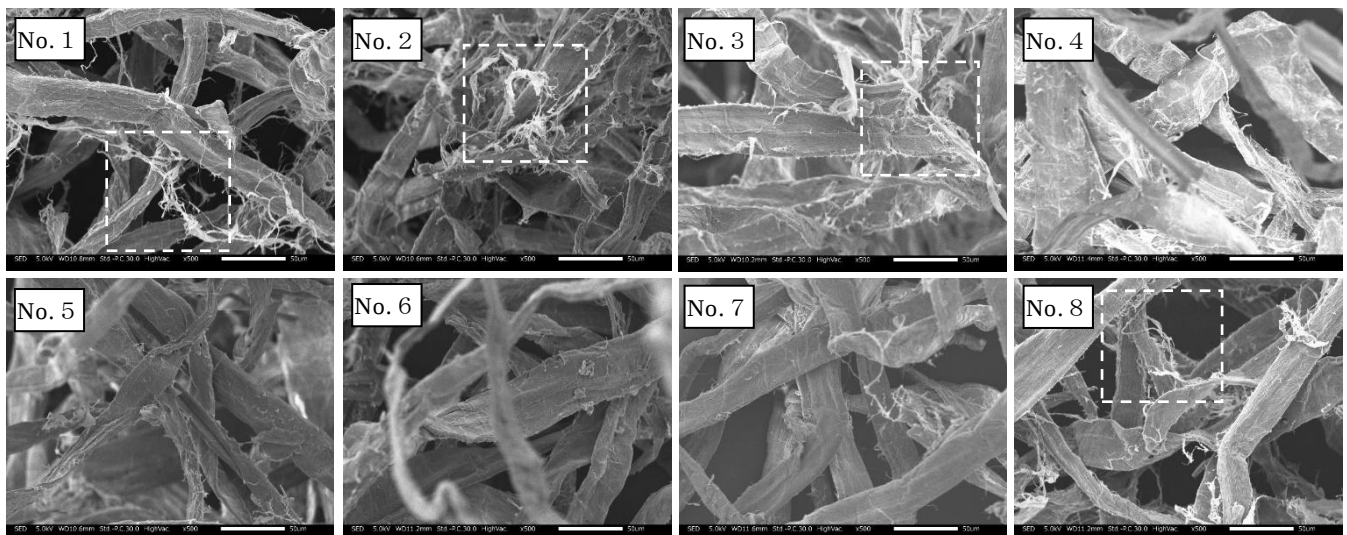


図 9 DES 処理を行ったパルプ SEM 観察

以上の物性評価から、2. で比引張強さの向上が認められた溶媒（No. 2, 3, 8）を DES 処理に用いた場合、パルプの繊維構造に損傷を与えずに処理を実施できることが示唆された。このことが比引張強さの向上の一因であると考えられる。しかし、当該溶媒による DES 処理によりパルプにどのような変化が発生したかは今回の研究で明らかにできなかったため、さらなる検討が必要である。

また、2. で比引張強さの低下が認められた溶媒 (No. 4, 5, 6, 7) については、DES 処理によってパルプが短繊維化することが明らかとなり、これによって比引張強さの低下が発生したと考えられる。これらの溶媒はいずれも成分として有機酸を含むことから、パルプの強度向上を目的とする場合、中性の物質を成分とする DES が好適であることが示唆された。

4. 品質改善に最適な DES の検討

以上の結果を基に、表 2 に示した DES の中で品質改善に最も適するものを考えると、まず比引張強さの向上が認められた No. 2, 3, 8 が候補となる。このうち No. 8 については、凝固点が高く取り扱いが煩雑であること、他 2 種の溶媒より原料価格が高価であることから、優先度は低いと考えられる。溶媒 No. 2, 3 を比較すると、実験 2. において比引張強さの上昇幅が最も大きいこと、実験 3. (1) において比較的粘度が小さく取り扱いが簡便であることから、表 2 に示した DES の中では溶媒 No. 2 (尿素-チオシアン酸アンモニウム) が最適であると判断される。

ま と め

深共晶溶媒(DES)を用いた製紙原料(針葉樹パルプ)の処理によって紙の強度を向上させることを目的として、DES 処理パルプを調製、シート化及び各種物性評価を行い、次の結果を得た。

1. シートの強度向上を目的とする場合、DES 処理に用いる溶媒として、下記(1)～(3)の成分の組み合わせから成る DES が好適であり、この中では(1)が最適であることが分かった。
 - (1) 尿素-チオシアン酸アンモニウム
 - (2) 尿素-塩化コリン
 - (3) 尿素-ベタイン
2. 上記 DES では、DES 処理によってパルプの繊維構造に損傷を与えないことが分かった。一方で、シートの強度が向上する理由については更なる検討が必要である。
3. 成分として有機酸を含む DES で処理すると、パルプが短繊維化することが確認された。これにより、シートの強度が低下したと考えられる。

文 献

- 1) Andrew P. Abbott, et al.: Novel solvent properties of choline chloride/urea mixtures, Chem. Commun.,**2003**,70-71 (2003).
- 2) Ahlem Mnasri, et al.: Effects of Deep Eutectic Solvents on cellulosic fibres and paper properties : Green “chemical” refining, Carbohydrate Polymers,**292** (2022).
- 3) Panpan Li, et al.: Cellulose Nanofibrils from Nonderivatizing Urea-Based Deep Eutectic Solvent Pretreatment, ACS Appl. Mater. Interfaces, **9**-3, 2846-2855(2017).
- 4) JIS P 8222, パルプー試験用手すき紙の調製方法ー標準手すき機による方法(2015).
- 5) JIS P 8113, 紙及び板紙ー引張特性の試験方法ー第 2 部：定速伸張法(2006).
- 6) Yuntao Dai, et al.: Natural deep eutectic solvents as new potential media for green technology, Analytica Chimica Acta, **766**, 61-68(2013).
- 7) JIS P 8121, パルプーカナダ標準ろ水度方法(2012).
- 8) L. Segal, et al.: An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer, Textile Research Journal, **29**-10, 786-794(1959).
- 9) Al-Shemmeri: T. Engineering Fluid Mechanics, Bookboon(2012).

未利用資源を利用した衛生用品向け抗菌技術の開発

明賀久弥 渡邊雅也

Development of Antibacterial Technology for Sanitary Products Utilizing Unused Resources

MYOGA Hisaya and WATANABE Masaya

近年の感染症対策として消毒の徹底などの対応が進められており、身の回りで使う物の抗菌性についても機能性として求められている。本研究では、廃棄されているスギ樹皮、ヒノキ樹皮及び愛媛県の特産品であるクリの加工で廃棄される鬼皮の粉末を用いて、紙への添加条件を検討した。また、粉末からの抽出液の抗菌性を評価した。その結果、クリの鬼皮粉末を混抄した試作紙、スギ樹皮とヒノキ樹皮のヘキササン抽出液を塗工した紙及びクリ鬼皮の熱水抽出液を塗工した紙において抗菌効果を確認した。

キーワード：未利用資源、クリ、スギ、ヒノキ、樹皮、抗菌

はじめに

近年の感染症対策として消毒の徹底などの対応が進められており、身の回りで使う物の抗菌性についても求められている。抗菌・抗カビ剤としては、銀などの無機系、安息香酸などの有機系のものが主に使われているが、近年はグレープフルーツ種子などの天然系素材を利用した製品も作られてきている¹⁾。そこで、本研究では、廃棄されているスギ・ヒノキ樹皮及び愛媛県の特産品であるクリの加工後に廃棄される鬼皮から抗菌成分を抽出し、これらの低コストの素材を利用することで、コスト優位性を持った新たな抗菌性紙製品の開発を目指す。

各種未利用資源を配合した紙の試作と、各種条件で作製した抽出液を塗工処理した紙を試作し、抗菌性を評価した結果、紙に抗菌性を持たせる利用方法について知見を得たので報告する。

実験方法

1. 未利用資源の前処理

使用する未利用資源のうち、クリ鬼皮については、生の栗から剥皮し、暗所で常温乾燥させたものを原料として使用した。

スギ・ヒノキの樹皮は、宇摩森林組合（四国中央市）から提供を受けた。これらの樹皮は伐採した樹木の運搬、積載等の作業時に剥がれ落ち、木材置場で廃棄物として保管されていたものである。

これらの未利用素材をオートミル（㈱レッチェ製 ZM1000）に投入するため 30 mm 角程度のサイズに砕き、1.0 mm のフィルターをセットしたオートミルで粉砕した。集めた粉砕物を再度 0.25 mm のフィルターをセットしたオートミルで細かく粉砕して、素材の粉末を作製した。粉末の状態を実体顕微鏡（㈱ニコン製 SMZ18）で観察した。

2. 未利用資源を配合した紙の試作

自動式 PFI ミル（熊谷理機工業㈱製）で 10,000 回の叩解を行った針葉樹化学パルプ（NBKP）と、各素材粉末を重量比 1 : 1 で、合計 3.75g（絶乾重量）相当となるよう計量した。量り取ったサンプルに水を加えたのち、攪拌機で離解させたものをシートマシン抄紙機（熊谷理機工業㈱製）に供し、湿紙を作製し、回転型乾燥機（熊谷理機工業㈱製）を使い 120℃で乾燥させ（250×250mm のシート）を試作した。NBKP と素材粉末の重量比を 1 : 2 にしたシートも同様に試作した。

3. 抽出方法の検討

(1)ヘキササン抽出

山内らの方法³⁾に準じて素材粉末 30g にヘキササン 300ml を加えて一晩静置した。ろ紙 (No.2) を用いてろ過し、ろ紙上の固形物をヘキササン 50ml で 3 回洗浄した。ろ液を集めてロータリーエバポレーター (東京理化工機(株)製 N-1000VW) で濃縮した後、ヘキササンで 30ml に定容したものをヘキササン抽出液とした。

(2)熱水抽出

素材粉末 10g を 500ml ビーカーに量り取り、蒸留水 100ml を加えてラップをかけて、オートクレーブ (アドバンテック東洋(株)製 STH307FA) で加熱処理 (125℃30 分) を行った。加熱後、ろ紙 (No.2) を用いてろ過し、固形物を 50ml 蒸留水で 3 回洗浄してろ液を集めた。集めたろ液をロータリーエバポレーターで濃縮し、蒸留水で 50ml に定容したものを熱水抽出液として用いた。

4. 含浸処理による抗菌紙の試作

2 で叩解した NBKP で試作したシートを 15×250mm に切断し、紙全体を 3 (1)(2) で調製した抽出液に浸漬した後、乾燥させて抽出液の抗菌性評価サンプルとした。塗工を想定した含浸処理では、液をシート内で均質化させるため、浸漬した紙を取り出し素早くガラス板の上に広げ、紙の上にガラス円筒を載せ、円筒を転がしながら圧搾して余剰な液を搾り出し、紙を持ち上げて常温で乾燥させたものを塗工処理した紙とした。

5. 抗菌性の評価

繊維製品の抗菌性試験方法及び抗菌効果 (JIS L 1902 : 2015) ²⁾ の菌液吸収法に準じた方法で抗菌活性値を測定した。評価する菌として黄色ブドウ球菌 (*Staphylococcus aureus*) を用いた。

サンプルシートを 15×250mm に切断し、ねじ口のサンプル瓶に折りたたんで詰め込んだのち、サンプル瓶をオートクレーブ (アドバンテック東洋(株)製 STH307FA) で滅菌 (120℃15 分) 後、黄色ブドウ球菌を用いて抗菌活性値を評価した。叩解した NBKP100% の紙をコントロールとして使用した。

結果と考察

1. 未利用資源の前処理

3 種類の素材粉末を顕微鏡で観察した (写真 1)。スギ樹皮、ヒノキ樹皮については細かな粉末と木質部が破碎されたと思われる短い繊維状の組織が含まれていた。クリ鬼皮については、細かな粉末、褐色の外皮部の大きな破片及び鬼皮の内部にある柔らかい繊維が分離された組織が含まれていた。

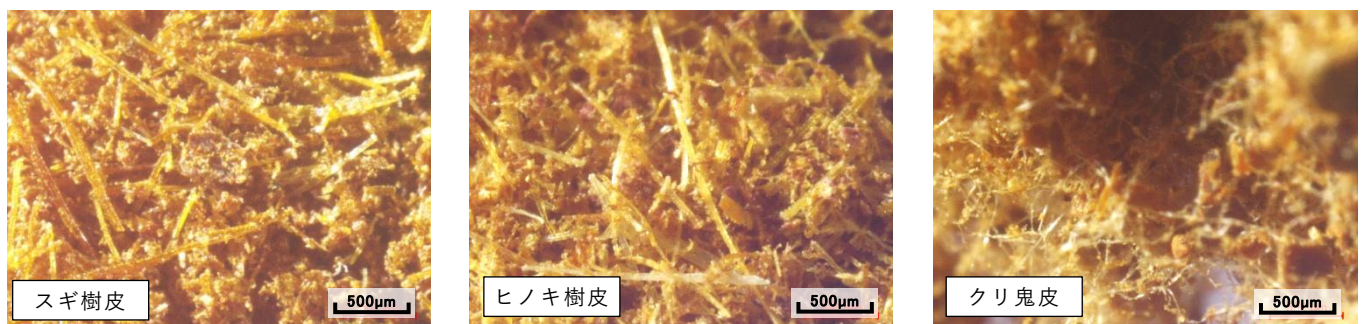
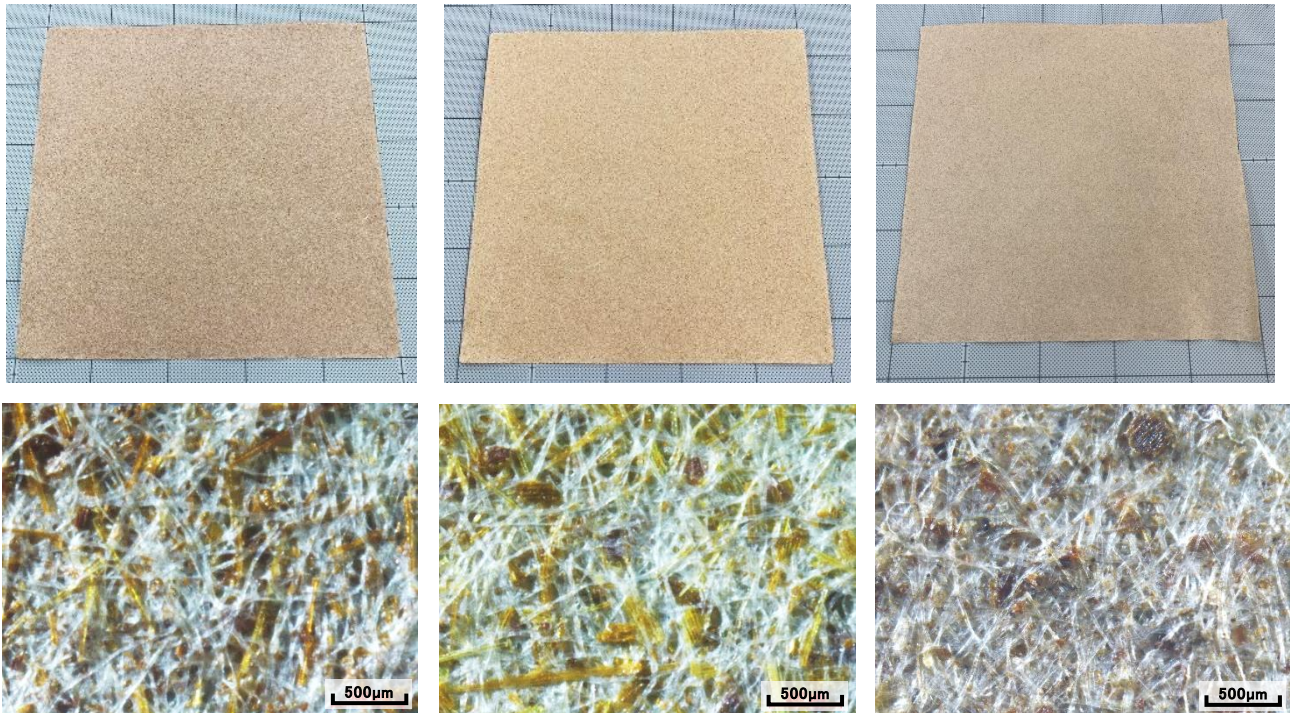


写真 1. 素材粉末の拡大写真

2. 未利用資源を配合した紙の試作

各素材粉末を添加した紙を試作したところ、叩解した NBKP と素材粉末を 1 : 1 の比率で配合したシートが作製できた。さらに添加量を増やして NBKP と素材粉末を 1 : 2 の比率で配合したシートは、網の上で目詰まりして紙に抄けない、シートの強度が弱く破れてしまうなどの結果となった。このため、1 : 1 の配合比のシートを、試験のサンプルとして使用した。

顕微鏡で粉末配合紙の表面を観察したところ、スギ樹皮とヒノキ樹皮のシートについては粉末由来の組織が紙の繊維に抄き込まれており、表面からの脱落もほとんど見られなかった（写真2）。クリ鬼皮についても、粒子の偏りを防ぐために、エア攪拌でシートを作製した。



スギ樹皮配合紙

ヒノキ樹皮配合紙

クリ鬼皮配合紙

写真2. 素材粉末を配合したシートとその拡大写真

3. 粉末を配合した抗菌性の評価

粉末を配合したシートの抗菌性を、菌液吸収法で評価したところ（図1）、スギ樹皮で1.4、ヒノキ樹皮で1.2と抗菌活性値が基準値の2.0未満となった。クリ鬼皮は3.7と基準値である3.0以上の強い抗菌効果を示した。このことから、クリ鬼皮の粉末配合紙は抗菌シートの素材として利用可能と考えられた。スギ樹皮、ヒノキ樹皮は精油成分、クリ鬼皮はポリフェノールが主な抗菌成分と考えられ、粉末状態の抗菌効果に差が出た可能性が考えられた。

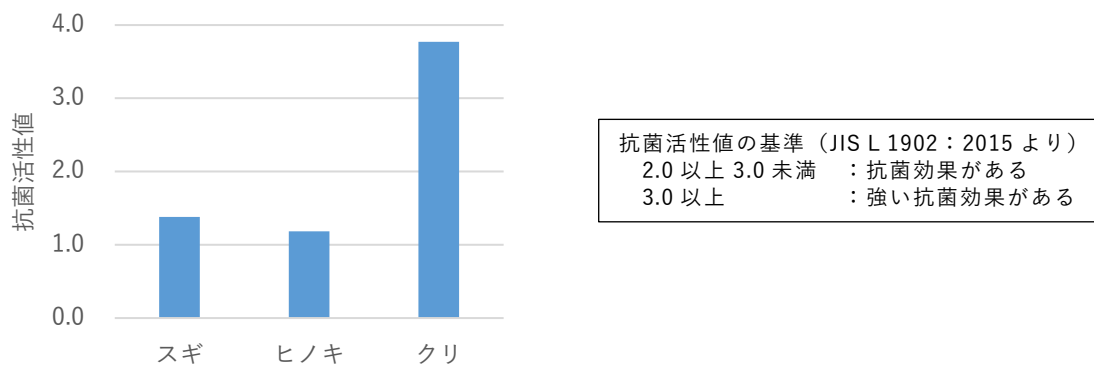


図1. 粉末配合シートの抗菌性試験

4. 抽出方法の検討

(1)ヘキサン抽出液の抗菌性

スギ樹皮とヒノキ樹皮の粉末配合シートの抗菌性が弱かったため、抗菌性を高める方法として、粉末から抽出液を作製して、その抗菌性について検討した。山内らの報告³⁾から、スギ樹皮及びヒノキ樹皮に含まれるフェルギノールに抗菌性が確認され、極性の低いヘキサンで抽出効率が最も高くなるという結果であったため、抽出溶媒としてヘキサンを使用した。

各粉末からヘキサンで抽出した液を用いた含浸シートの抗菌試験では、スギ樹皮で最大5.6、ヒノキ

樹皮で最大 4.9 の強い抗菌効果を示した（図 2）。クリ鬼皮のヘキサン抽出液では最大でも 0.5 と抗菌効果の基準を下回った。

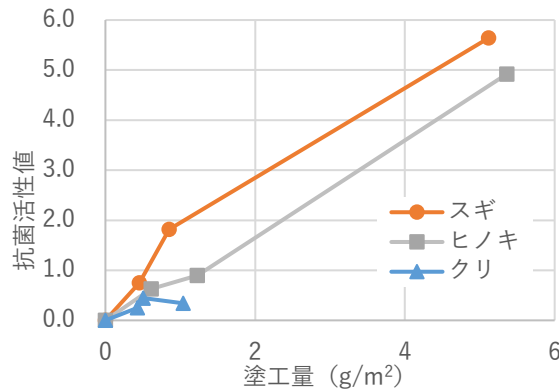


図 2. ヘキサン抽出液の抗菌

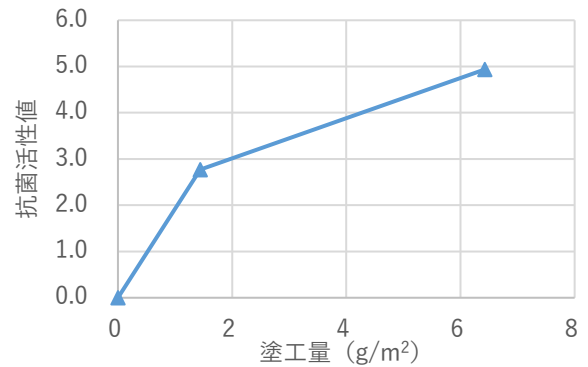


図 3. クリ鬼皮熱水抽出液の抗菌性

(2) 熱水抽出液の抗菌性

クリ鬼皮の粉末配合シートに強い抗菌効果があったことから、ヘキサン以外の抽出液を検討し、熱水抽出した液で試験を行った。その結果、クリ鬼皮で抗菌活性値が最大 4.9 の強い抗菌効果を確認できた（図 3）。クリ鬼皮からのポリフェノール抽出量が、熱水抽出で増えたためと考えられた。

これらの結果から、スギ樹皮及びヒノキ樹皮でのヘキサン抽出液と、クリ鬼皮の熱水抽出液を、それぞれ抗菌効果を持つ抽出液として、この後の塗工処理に使用した。

5. 含浸処理による抗菌性の評価

(1) スギ樹皮及びヒノキ樹皮のヘキサン抽出液

スギ樹皮及びヒノキ樹皮のヘキサン抽出液を、叩解した NBKP シートに塗工処理した紙の抗菌性について評価した。スギ樹皮では、 0.90g/m^2 以上の塗工量で菌が検出されない強い抗菌効果を示し、 0.35g/m^2 の塗工量で抗菌活性値が 2.8 となり抗菌効果を確認できた（図 4）。

ヒノキ樹皮抽出液を塗工したシートでは 1.90g/m^2 の塗工量で 6.0、 0.64g/m^2 の塗工量で 4.7 と強い抗菌効果を示し、 0.40g/m^2 の塗工量で 1.7 となり抗菌効果の基準を下回った。これらの結果から、今回のヘキサン抽出液ではスギ樹皮は約 240mg/m^2 、ヒノキ樹皮は約 460mg/m^2 の塗工量で抗菌活性値が 2.0 以上となると推察された。

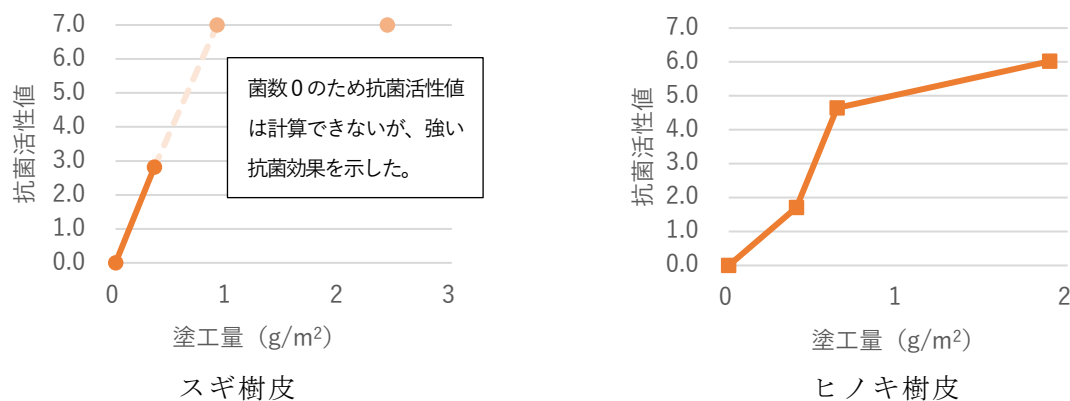


図 4. ヘキサン抽出液塗工紙の抗菌性

(2) 熱水抽出液

クリ鬼皮の熱水抽出液は粘度が高く、均一に塗工することが困難であったため、5 倍に希釈し、叩解した NBKP シートに塗工処理した紙の抗菌性を評価したところ、5 倍希釈液で抗菌活性値は 2.3 となり抗菌効果を確認できた（表 1）。クリ鬼皮は粉末混合シートよりも低い抗菌活性値となったため、抽出よりも粉末の利用が適していると考えられた。

表 1. クリ鬼皮熱水抽出液塗工紙の抗菌性

	熱水抽出液を 含侵させた試作紙
塗工量	0.72g/m ²
抗菌活性値	2.3

ま と め

未利用資源としてスギ樹皮、ヒノキ樹皮及びクリ鬼皮を利用した抗菌性シートについて、以下の知見を得た。

1. 叩解した NBKP と素材粉末の配合比が 1 : 1 のときは抄紙可能であったが、さらに配合量を高めると抄紙が難しくなった。
2. クリ鬼皮を粉末化した素材を紙に抄きこむことで、強い抗菌効果を持つ紙を作製することができた。クリ鬼皮粉末は抽出液よりも抗菌紙に適した素材の利用方法と考えられた。
3. スギ樹皮、ヒノキ樹皮は、ヘキササン抽出液を用いて塗工処理することで、強い抗菌効果を持つ紙を試作することができた。
4. クリ鬼皮は、熱水抽出液を用いて塗工処理することで、抗菌効果を持つ紙を試作することができた。

文 献

- 1) 杉本篤史,菅野信男,森山洋憲,上東治彦,山崎裕三,久武睦夫:地域資源の高度利用に関する研究(第 2 報), 高知県工業技術センター研究報告,**32**,p.17-20 (2001).
- 2) JIS L 1902,繊維製品の抗菌性試験方法及び抗菌効果(2015).
- 3) 山内正信,吉留竜仁,越智久尚,進藤三幸:木質系廃棄物の有効利用に関する研究-樹皮の抗菌成分の抽出とその物性-,平成 14 年度愛媛衛環研年報,**5**,p.51-57 (2002).

接触冷感紙の開発およびその用途開発（第2報）

－接触冷感紙系の試作と織機への適用－

高橋雅樹 橋田 充 中村健治 續木康広 藤本真人 平山和子 井上寛之

Development of contact cooling paper and considering its application case
- Preparing contact cooling paper and applying to produce textile -

TAKAHASHI Masaki, HASHIDA Mitsuru, NAKAMURA Kenji, TUZUKI Yasuhiro, FUJIMOTO Manato,
HIRAYAMA Kazuko and INOUE Hiroyuki

昨今のペーパーレス化（DX）により、日本国内における紙の需要は減少しており、紙産業界においては、新たな市場開拓が課題となっている。そこで、新たな市場として、冷感製品市場への紙製品の展開をめざし、冷感機能及び吸水性に優れた紙素材の開発を行った。

2種類のポリエチレン繊維とパルプ繊維を混合抄紙して、冷感繊維配合紙を試作し、さらに熱カレンダー処理を行うことで、冷感性と吸水性を両立する紙基材が作製できた。

また、この紙基材から紙糸を作製し、織物に適用した。試作した生地は接触冷感性に加えて、紙糸を利用したことによる通気性が良好であり、寝具への適用が期待できる。

キーワード：接触冷感、紙、紙糸、織物

はじめに

DX（ペーパーレス化）により、紙の需要は減少しており、新たな市場開拓が課題となっている。そこで、昨今の地球温暖化の影響で成長市場と見込まれる冷感製品市場への紙製品の展開を目的とし、冷感機能及び吸水性に優れた新規紙素材の開発を行った。冷感機能を持つ紙素材の開発では、冷感繊維とパルプ繊維を混抄することで、冷感性と吸水性の両立に取り組んだ。

また、試作した冷感繊維配合紙（冷感紙）について、織物分野への適用をめざし、糸加工及び織物加工を行った。前報¹⁾では、市販の紙糸に接触冷感繊維をカバーリングし、綿織物のよこ糸として用いた際に接触冷感性が発現することを報告した。今回は、より製品化に近い検討を実施するために、のり抜き処理の影響と試作した生地の通気性を評価した。これらの検討により、従来の接触冷感製品とは異なる、寝具・枕カバーなど、接触冷感性とともに通気性が要求される用途に適用できる可能性を見出したので報告する。

実験方法

1. 原料

パルプ繊維としてマニラ麻を用い、接触冷感繊維は、繊維長3mmの超高密度ポリエチレン繊維及び高密度ポリエチレン繊維を用いた。

2. 冷感繊維配合紙の試作

(1) シートマシンによる試作

パルプ繊維を水で離解した後、PFIミル（熊谷理機工業(株)製 No.2511-B）を用いて叩解処理を行った。濾水度をJIS P 8121²⁾に基づき、カナディアン型濾水度試験機（(株)東洋精機製作所製）で測定して濾水度（CSF）約450mlに調製した。

叩解したパルプ繊維と冷感繊維を表1に示す割合で混合し、シートマシン抄紙機（熊谷理機工業(株)製 KRK2558）を用いて湿紙を作製し、120℃の回転型乾燥機で約2分間乾燥し、坪量約60g/m²のシー

この研究は、「冷感紙関連技術創出事業」の予算で実施した。

トを試作した。試作した冷感繊維配合紙は、熱カレンダー（㈱大昌鉄工所製 D22LACA-00-001）を用いて、表 2 の条件で処理を行った後、室温 23℃、湿度 50%で一晩静置し、物性試験に供した。物性試験は、JIS P 8113³⁾引張試験に準拠し、横型引張試験機（熊谷理機工業㈱製 No.2000-C）を用いて実施した。

表 1 繊維組成

No.	パルプ繊維 (%)	超高密度ポリエチレン繊維 (%)	高密度ポリエチレン繊維 (%)
1	40	60	—
2	40	20	40

表 2 熱カレンダー条件

処理速度 (m/min)	温度 (℃)	圧力 (MPa)
5	120～140	10

(2)抄紙機による試作

パルプ繊維は試験用ビーター（㈱大昌鉄工所製）を用いて、CSF が約 450ml になるよう叩解した。各ポリエチレン繊維は試験用パルパー（熊谷理機工業㈱製 No.2534-II）で離解後、叩解したパルプとともに表 1 中の No. 2 の繊維配合比になるようにチェストへ移送して混合し、水を加えて希釈し紙料とした。調成した紙料を多目的テスト抄紙機（川之江造機㈱製）の円網パートにて脱水した後、ヤンキードライヤー（120℃）で乾燥し、坪量 20g/m² の冷感繊維配合紙を作製した。

作製した冷感繊維配合紙は、熱カレンダーを用いて、表 2 の条件で処理を行った。

3. 冷感繊維配合紙の物性評価

(1)吸水度評価

試作した冷感繊維配合紙について、JIS P 8141⁴⁾に準拠し、クレム式吸水度測定器（テスター産業㈱製 PU-802）を用いて、クレム吸水度を測定した。

(2)熱伝導率測定

試作した冷感繊維配合紙について、迅速熱伝導率計（京都電子工業㈱製 QTM-500）を用い、薄膜法にて熱伝導率を測定した。

(3)表面観察

表面観察は、走査型電子顕微鏡（日本電子㈱社製 JSM- IT300LA）を用いて実施した。試料は、白金蒸着し、加速電圧 5 kVで観察した。

4. 紙糸の試作及び接触冷感性の付与

(1)冷感紙糸の試作

上述の冷感繊維配合紙を 4mm 幅でスリットし、表 3 の条件でダブルツイスター式撚糸機（村田機械㈱製 No.36M）を用いて撚糸加工を行うことで紙糸（以下、冷感紙糸）を得た。

表 3 スリット紙の撚糸条件

撚方向と回数 (回/2.54cm)	スピンドル 回転数(rpm)	撚糸素材
Z12	2,100	冷感繊維配合紙 4mm 幅スリット
Z18	3,100	

(2)冷感紙糸と冷感繊維との撚糸加工

次にカバーリングマシン（㈱カキノキインターナショナル製 KE-2）を用いて紙糸を芯糸とし、市販の冷感繊維（帝人フロンティア㈱製 ポリエチレンフィラメント）110dtex（綿番手 53.1S 相当）を周囲に巻き付ける、カバーリング撚糸加工を行った（以下、複合冷感紙加工糸）。カバーリング条件は前報で試作した糸の強さと撚りムラの少なさにバランスの取れた撚り回数 Z12/S12、スピンドル回転数 6,000rpm でダブルカバーリング撚糸を行った。また、比較のために市販の紙糸（OJO+：王子ファイバー㈱製）も使用した。使用した番手は綿番手換算 24.2S である。

(3)冷感紙糸及び複合冷感加工糸の引張試験

接触冷感紙糸及び各撚糸複合接触冷感糸加工糸について、JIS L 1095⁵⁾に準拠し、引張試験を行った。つかみ間隔 50cm、引張速度 25cm/分で、単糸引張強さ及び伸び率を測定した。

(4)撚糸加工糸の製織試験

カバーリング撚糸加工糸を用いた製織試験を表 4 に示す条件で行った。前報と同様に、たて糸を綿糸、よこ糸に比較目的として標準的な綿糸、冷感紙糸及び複合冷感紙加工糸を用いた。織組織（織り方）は前報で接触冷感性が良好であった 8 枚よこ朱子織を用いた。また、今回の製織試験はより実用性の高い広幅織機で実施した。

表 4 撚糸加工糸の製織試験条件

織機仕様	ルーティ社製レピア織機 G6200 型、織機幅約 160cm
箆	46 羽/3.79cm
打込み本数	48 本/2.54cm
上経糸	綿糸 20/1 ^S
下経糸	綿糸 40/2 ^S
よこ糸	綿糸 16/1 ^S ほか 冷感紙糸 Z12 複合冷感紙糸（冷感紙糸 Z12+冷感繊維ダブルカバーリング糸 Z12/S12）
箆引き込み	GP GP P : 上経糸、G : 下経糸
組織	8 枚よこ朱子織

(5)撚糸加工糸の製織試験

製織したのち、たて糸に付着している油剤や糊剤などを除去するため、以下の条件で糊抜き加工を行った。これは今治産地における通常の製法を再現し、製織した生地特性の変化を調べるためである。

糊抜き加工：酵素糊抜き 90℃×60 分

乾燥：タンブル乾燥 約 20 分

(6)通気性

糊抜き後の生地について、JIS L 1096⁶⁾に準拠し、通気性 A 法（フラジール形法）により通気性の評価を行った。

(7)接触冷感性の測定

サーモラボⅡ試験機（カトーテック(株)製 KES-F7）で qmax 値を測定した。

結果と考察

1. 冷感繊維配合紙の試作

(1)冷感繊維配合組成の検討

ポリエチレン繊維は、熱伝導率が比較的高い素材であり、製造方法により物性が変化することが知られており、重合度が高く高密度になるにつれ、強度や熱伝導特性が向上することが報告^{7),8)}されている。そこで、紙素材への冷感性付与のため、超高密度ポリエチレン繊維をパルプ繊維と混合抄紙し、坪量 60g/m²のシートを試作した。また、超高密度ポリエチレンは、繊維が剛直でありシート強度の低下が懸念されたため、130℃付近に融点を持つ、高密度ポリエチレン繊維を配合し、シート物性の向上を検討した。試作冷感繊維配合紙の引張試験の結果を図 1 に示す。この結果から、超高密度ポリエチレン繊維とパルプのみのシートと比較し、高密度ポリエチレン繊維を配合することでシート強度の向上が認められた。さらに、熱カレンダー処理を実施した結果、高密度ポリエチレン繊維を配合した組成では、熱カレンダー処理を行うことで強度が向上し、130℃以上でシート強度が大きく向上した。これは、高密度ポリエチレン繊維の一部が熔融し、パルプ繊維と超高密度ポリエチレン繊維を接着したことが要因と考えられる。

また、処理温度が 140℃以上では、超高密度ポリエチレン繊維の熔融が始まり、カレンダーロール

へ貼り付くとともに、シートが加圧部で破断したため、処理温度は 140℃を上限にすることとした。

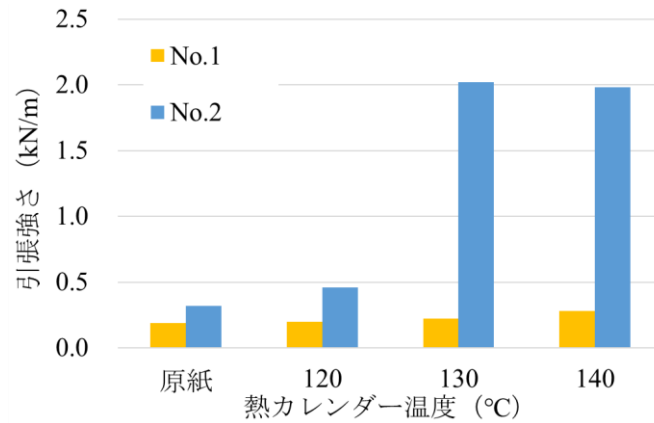


図1 引張強度と熱カレンダー温度の関係

(2)抄紙機による冷感繊維配合紙の試作

前述の強度試験の結果を踏まえて、冷感繊維配合紙の糸加工を行うために、表1のNo.2の配合で抄紙機による連続抄紙を実施し、クレム吸水度及び熱伝導率を評価した。図2に示すクレム吸水度の結果から、熱カレンダー処理の温度が高くなるにつれて、吸水度の低減が認められた。一方で、図3に示す熱伝導率の測定結果からは、熱カレンダー処理の温度が高くなるにつれ熱伝導率が向上する傾向が認められ、140℃の熱カレンダー処理では、未処理の冷感繊維配合紙と比較し、吸水度が約1/7、熱伝導率が約2.5倍となった。

また、図4に示す冷感繊維配合紙表面の電子顕微鏡画像からは、熱カレンダー処理の温度が高くなるにつれ、高密度ポリエチレン繊維の一部が熔融している様子が認められた。これにより、断熱層となる空隙が減少し、熱伝導率が向上したものと推測される。一方で、熔融したポリエチレンが紙の表面に膜となって広がったため、吸水性が低下したものと考えられる。

これらの結果から、冷感繊維配合紙に対して、120～130℃範囲で熱カレンダー処理を行うことで、冷感性と吸水性を両立できることが分かった。

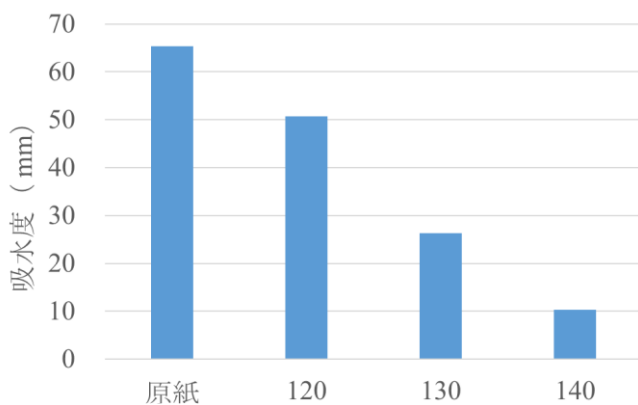


図2 吸水度と熱カレンダー温度の関係

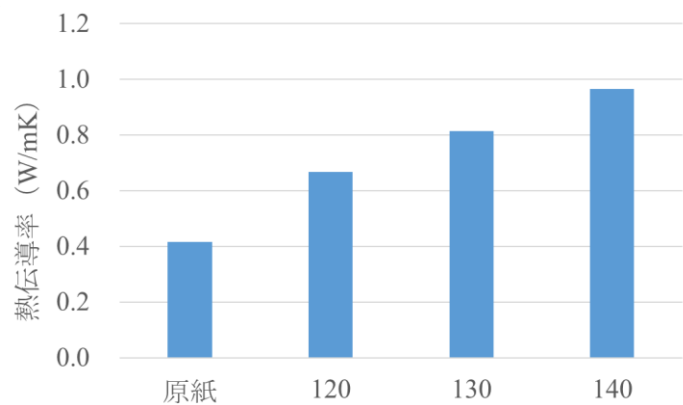


図3 熱伝導率と熱カレンダー温度の関係

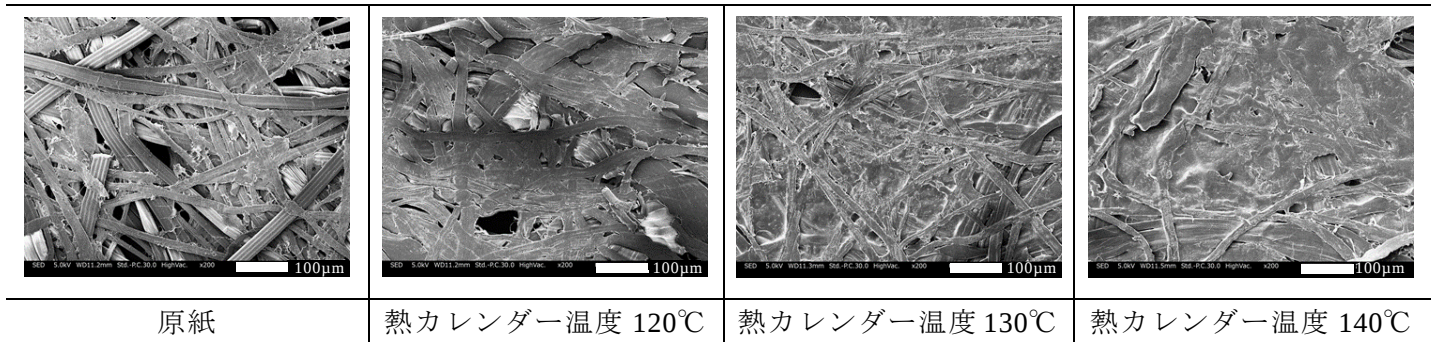


図4 冷感繊維配合紙表面の電子顕微鏡画像

2. 冷感紙糸の試作及び冷感性の付与

(1) 冷感紙糸の試作

スリット紙の紙糸への撚糸工程は、スリット紙がタオルなど一般的に使われる番手の綿糸と異なり、撚糸時に発生する素材の回転（バルーニング）の空気抵抗が大きく、標準的な撚糸条件では糸切れが多発したが、表3の条件で撚糸することにより、安定した撚糸が可能であることが分かった。

(2) 冷感紙糸と冷感繊維との撚糸加工

芯糸に冷感紙糸を用いたカバーリング撚糸素材の一部で、冷感紙糸がボビンから解舒されにくく糸切れが発生することがあったが、冷感紙糸のボビンへの巻硬さを強く調整することで糸切れを解消でき、カバーリング撚糸による複合冷感紙加工糸が作製できた。

(3) 冷感紙糸及び複合冷感紙加工糸の引張試験

試作した各糸素材の引張試験結果について、冷感紙糸を表5、複合冷感紙加工糸及び芯糸を表6に示す。

表5 冷感紙糸の引張試験結果

撚方向と回数 (回/2.54cm)	撚糸素材	引張強さ (cN)	伸び率 (%)
スリット状態	冷感紙 4mm 幅スリット	474	1.2
Z12	冷感紙糸	464	17.3
Z18	冷感紙糸	496	15.5

冷感紙は、撚糸前のスリット状態では伸び率が極端に低く製織に適さないが、撚糸加工を行うことで伸び率が増加し、織機に使用する糸素材として適用の可能性が高くなることが分かった。しかしながら、撚り回数を18回/2.54cmに増やすと、脆化することや、撚りが戻ろうとするスナールが強く発生し、扱いにくい糸となることから、本開発の冷感紙は12回/2.54cm程度の撚り回数が適切であることが分かった。

表6 複合冷感紙加工糸及び芯糸の引張試験結果

撚方向と回数 (回/2.54cm)	素材及びカバーリング方法	引張強さ (cN)	伸び率 (%)
Z12/S12	冷感紙糸芯×冷感繊維ダブルカバーリング	520	8.2
—	市販紙糸 24.2s	340	4.1
Z12/S12	市販紙糸 24.2s 芯×冷感繊維ダブルカバーリング	585	9.3
(参考)	冷感繊維 (カバーリング糸)	355	17.5

複合冷感紙加工糸については、冷感繊維をダブルカバーリングすることで引張強さが向上したが、伸び率は低減した。これはカバーリング糸素材である冷感繊維の伸び率がカバーリングすることで撚りが加わり、冷感紙糸の伸び率より低くなることが原因と考えられるが、冷感紙糸の伸び率は織物用素材としては大きすぎることから、冷感紙糸が伸びすぎないように安定化させる効果が期待できる。

(4) 撚糸加工糸の製織試験

製織試験を実用性の高い広幅織機で実施した。前報¹⁾の小幅シャトル織機の試織で得た知見から、

よこ糸の張力調整や織耳組織の考案など、広幅レピア織機であっても適切な織機調整と糸素材の選定を行うことで冷感紙糸素材が製織可能であることが分かった。

3. 冷感紙糸織物の通気性評価

試作した織物について、のり抜き前後の通気性の測定結果を表7に示す。冷感紙糸（カバーリングなし）を使用した場合には、のり抜きにより通気性が低減したが、複合冷感紙糸（カバーリングあり）を使用した場合は通気性が向上した。これは、カバーリングしていない場合、のり抜きによって冷感紙糸が変形し、織物の通気性を阻害するが、カバーリングした場合には、カバーリングした冷感繊維が冷感紙糸の変形を抑制したためであると考えられる。

表7 冷感紙糸及び複合冷感紙加工糸をよこ糸とした織物の通気性

	のり抜き前 ($\text{cm}^3/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$)	のり抜き後 ($\text{cm}^3/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$)	変化量 (%)
よこ糸：冷感紙糸	104.1	65.6	- 37.0
よこ糸：複合冷感紙加工糸	36.7	54.9	+ 50.0

4. 冷感紙糸織物の接触冷感性評価

試作した織物について、のり抜き前後の冷感面の接触冷感性 q_{max} 値の測定結果を表8に示す。いずれの場合も q_{max} 値は増加したが、カバーリングした場合の増加量は、カバーリングなしの場合よりも少なかった。この q_{max} 値の増加は、織物が q_{max} 値の測定センサーに接触した面積が増加したことが理由と考えられる。

上述したように、のり抜きによる通気性の変化の程度は、カバーリングを実施しない場合の方が大きく、これは紙糸の変形の程度が大きいためと考えている。 q_{max} 値の変化量は、このことを裏付けている。つまり、カバーリングを実施しない場合は紙糸の変形が大きくなり、 q_{max} 値の測定センサーに接触する面積が増加し、 q_{max} 値が増加したものと考えられる。

表8 冷感紙糸及び複合冷感紙加工糸をよこ糸とした織物の接触冷感性 q_{max} 値

	のり抜き前 (W/cm^2)	のり抜き後 (W/cm^2)	変化量 (%)
よこ糸：冷感紙糸	0.171	0.187	+ 9.3
よこ糸：複合冷感紙加工糸	0.187	0.190	+ 1.6

ま と め

接触冷感繊維を配合した紙の試作、及び紙糸に冷感性を付与した織物の作製を検討した結果、以下の知見が得られた。

1. 超高密度ポリエチレン繊維と高密度ポリエチレン繊維をパルプと混合抄紙し、熱カレンダー処理することで、冷感繊維配合紙が試作できた。
2. ポリエチレン繊維を用いた冷感繊維配合紙に対して、 $120\sim 130^\circ\text{C}$ の熱カレンダー処理を行うことで、冷感性と吸水性を両立することができた。
3. スリット紙の紙糸への撚糸工程は、標準的な撚糸条件では糸切れが多発したが、冷感紙糸のボビンへの巻硬さを強く調整することで糸切れを解消でき、カバーリング撚糸による複合冷感紙加工糸が作製できた。
4. 試作したスリットから紙糸を試作する際に、脆化やスナール（撚り戻り）を防止する撚り条件（12回/2.54 cm 程度）を明らかにした。
5. 冷感紙糸を冷感繊維でカバーリングすることで、製織の際に冷感紙糸が伸びすぎないように安定化させる効果を見出した。
6. 実用性の高い広幅レピア織機を使用したところ、よこ糸の張力調整や織耳組織の考案など、適切な織機調整と糸素材の選定を行うことで製織可能であることが分かった。
7. のり抜きにより冷感紙糸が変形し、織物の通気性が減少することが分かったが、カバーリングにより変形を低減できることが分かった。

文 献

- 1) 高橋雅樹,橋田充,中村健治, 續木康広,藤本真人,安達春樹,井上寛之: 接触冷感紙の開発およびその用途開発 (第 1 報),愛媛県産業技術研究所研究報告,**62**,101-107 (2024).
- 2) JIS P 8121,パルプーカナダ標準ろ水度方法(2012).
- 3) JIS P 8113,紙及び板紙ー引張特性の試験方法(2006).
- 4) JIS P 8141,紙及び板紙ー吸水度試験方法ークレム法(2004).
- 5) JIS L 1095, 一般紡績糸試験方法(2010).
- 6) JIS L 1096, 織物及び編物の生地試験方法(2020).
- 7) 牧員生:ポリエチレン,日本機械学会誌,**63**-497,859-863 (1960).
- 8) 小沢丈夫,金成克彦:高分子物質の熱伝導率,応用物理, **40**-8,824-837 (1971).

古紙パルプを用いたエコで機能的な新製品開発プロジェクト

藤本真人 宇都宮雅臣*¹ 古市 忍*¹

A project to develop new eco-friendly and functional products using recycled paper pulp

FUJIMOTO Manato, UTSUNOMIYA Masaomi and FURUICHI Shinobu

昨今、製紙原料であるパルプの価格高騰が続いていることから、パルプの代替原料として古紙パルプを使用した製品開発が期待されている。

本研究では、叩解処理や薬品添加量の最適化、セルラーゼ処理を検討することで、機能性を付与した古紙パルプを使用し高強度な再生紙を試作することができた。

キーワード：古紙パルプ、ゼータ電位、機能紙

はじめに

近年、国際情勢や石油燃料の高騰の影響で、製紙原料であるパルプの価格高騰が続いていることから、パルプの代替原料として古紙パルプを使用した製品開発が期待されており、古紙パルプを使用したエコな製品が上市されているが、古紙パルプは品質が安定していないという問題がある。古紙パルプの品質が安定していない理由としては、繊維の角質化が進行しているため、不適切な改質処理を行うと却って強度が低下することや、古紙パルプ中の不純物の影響が挙げられる。

本研究では、原料の古紙の種類が一定である古紙パルプを使用し、さらに機能性を付与することで、他社製品との差別化を図ることとした。機能性付与方法としては、まず古紙パルプの評価を実施し古紙パルプの素性を把握した上で、それぞれの古紙パルプに合わせた薬品添加量の最適化や叩解処理及びセルロース処理を実施したので報告する。

実験方法

1. 古紙パルプの評価試験

本研究では、古紙パルプ①、古紙パルプ②、古紙パルプ③の計3サンプルを原料とした。これらの古紙パルプは、原料の古紙の種類はそれぞれ一定のものを使用している。

まずそれぞれの古紙パルプの組成及び物性を把握するため、繊維組成（JIS P 8120¹）、Selleger 染色液による染色観察）、灰分（JIS P 8251²）、繊維長（JIS P 8226-2³）、濾水度（JIS P 8121-2⁴）、及び叩解処理による影響を調査した。叩解処理は高濃度リファイナー（熊谷理機工業(株)製）を用いて行い、濃度 2 mass% に調製したスラリーを、クリアランス 0.10mm（弱叩解）または 0.03mm（強叩解）の条件で処理した。さらに、シートマシン抄紙機（熊谷理機工業(株)製、JIS P 8222⁵）を用いて、坪量 14g/m² 及び 70g/m² のシートを作製し、引張強さ（JIS P 8113⁶）、湿潤引張強さ（JIS P 8135⁷）を評価した。

また、古紙パルプ②については高濃度リファイナーによる処理のパス回数を増やすことで濾水度を 700～130ml に調製し、シート化後に引張強さを評価することで、古紙パルプ②の濾水度と引張強さの関連を調査した。

2. 薬品添加量の最適化検討

古紙パルプにおける添加薬品の定着具合を評価するために、ゼータ電位計 SZP-10（フォイトターボ(株)製）及び粒子電荷計 PCD03（スペクトリス(株)製）を用いて、薬品添加によるスラリーの電位への影響を調査した⁸）。原料は古紙パルプ①、古紙パルプ②とし、薬品はカチオン系湿潤紙力増強剤アラフィックス（荒川化学工業(株)製）を使用した。古紙パルプ③は他のパルプと異なり、カチオン系薬品を使用すると直ぐに薬品の定着が確認できたため、今回は省略した。ゼータ電位を測定する際は、絶乾質量 5g のサンプルを水中で離解させた後に、水で希釈し計 500g のスラリーを調製し測定することとした。スラリー中にアラフィックスを所定量添加し、ゼータ電位が 0 mV となった時の添加量を最適添加量とした。

* 1 城山製紙株式会社

この研究は、「産学官連携共同研究開発事業」の予算で実施した。

また、古紙パルプは不純物が多く、アラフィックスの添加量が多く必要であったため、スラリー中のアニオン性夾雑物を封鎖する、凝結剤 FX7200（星光 PMC 株製）の使用を検討した。古紙パルプスラリーを孔径 30 μ m のメッシュスクリーンを用いて濾過した濾液に、FX7200 を所定量ずつ添加していき、粒子電荷計を用いて濾液の流動電位を測定した。測定後、N/400-DADMAC 溶液（富士フイルム和光純薬株製）を少量添加し、電位が即座に+に変化するかどうかを検証し、すぐに変化する結果が得られた量を FX7200 の最適添加量とした。

また、薬品の効果を確かめるために、薬品を添加した古紙パルプスラリーを、シートマシン抄紙機を用いてシート化し、引張強さを測定した。

3. セルラーゼ処理の検討

古紙パルプにおけるセルラーゼ処理⁹⁾の影響を調査するために、酵素剤ハーコボンド（株理研グリーン製）を用いてセルラーゼ処理を実施した。原料は、古紙パルプ①、古紙パルプ②とした。古紙パルプ①では、絶乾質量 40g の原料を 2L の水（水温約 20℃）で離解し、プロペラ攪拌機を用いて 600rpm で攪拌させながらハーコボンドを 1,000ppm（対パルプ）加えて 1 時間攪拌させた。攪拌後、クリアランス 0.05mm の条件で高濃度リファイナーを用いて叩解処理を行った。叩解処理後、坪量 65g/m² のシートをシートマシン抄紙機で作製した。ハーコボンド未添加以外は同条件で、ブランクシートも作製した。

古紙パルプ②では、温度の影響も考慮し、絶乾質量 30g の原料を 2L の水（水温約 20℃及び 40℃）で離解し、プロペラ攪拌機を用いて 600rpm で攪拌させながらハーコボンドを 1,000ppm（対パルプ）加えて 1 時間攪拌し、クリアランス 0.05mm の条件で高濃度リファイナーを用いて叩解処理を行った後、シートマシン抄紙機でシートを作製した。古紙パルプ①同様、ハーコボンド未添加以外は同条件で、ブランクシートも作製した。

結果と考察

1. 古紙パルプの評価試験

古紙パルプ①～③の繊維組成の画像を図 1 に示す。繊維組成分析の結果、古紙パルプ①は、広葉樹パルプ 6 割、針葉樹パルプ 3 割、機械パルプ 1 割であった。古紙パルプ②は、針葉樹パルプ 7 割、広葉樹パルプ 3 割、機械パルプが痕跡であった。古紙パルプ③は針葉樹パルプ 9 割、マニラ麻 1 割であった。

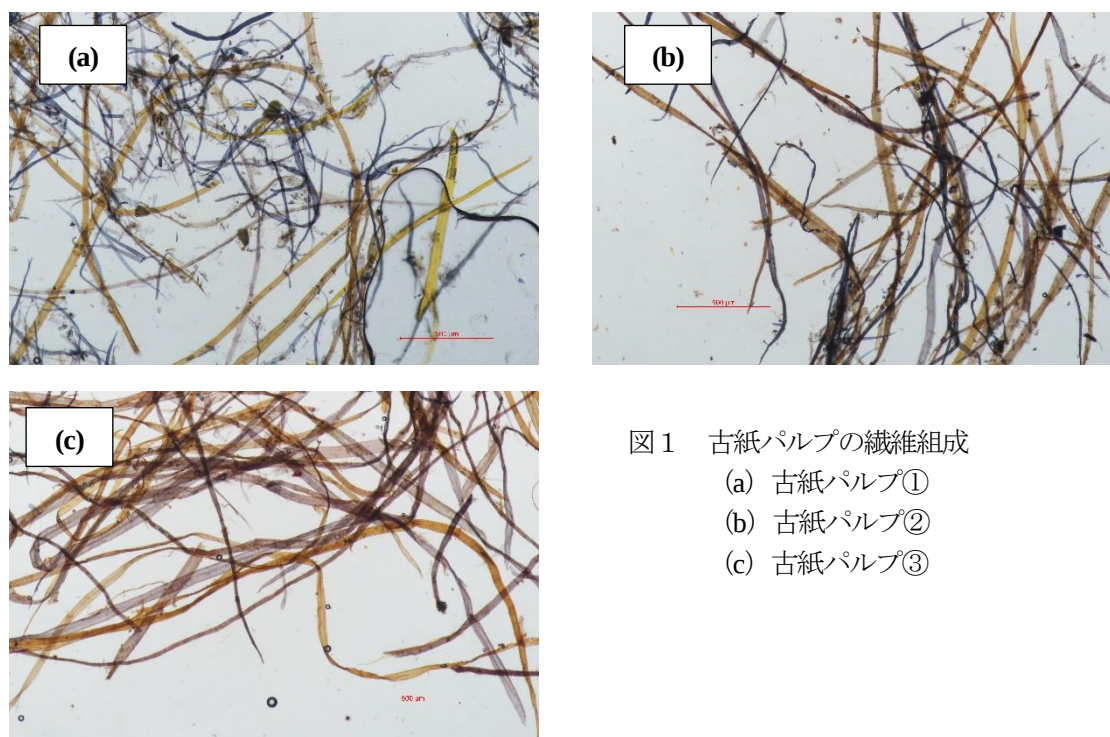


図 1 古紙パルプの繊維組成

- (a) 古紙パルプ①
- (b) 古紙パルプ②
- (c) 古紙パルプ③

古紙パルプの灰分を測定した結果、古紙パルプ①は 10.8%、古紙パルプ②は 7.6%、古紙パルプ③は 0.72%であった。古紙パルプの種類によって大きく異なることが分かった。

古紙パルプの叩解処理による繊維長（長さ荷重平均繊維長）の推移を図 2 に示す。古紙パルプ①、②は広葉樹パル

プが配合されているので、古紙パルプ③と比べて繊維長が短い結果であった。叩解処理すると、古紙パルプ③は他の古紙パルプと比べて顕著に繊維が短くなる結果が得られた。これは、古紙パルプ③に長繊維が多いことが原因と考えられる。

次に、叩解処理による引張強さの推移を図3に示す。どの古紙パルプも叩解処理すると引張強さが向上した。また、古紙パルプ②は叩解無では引張強さが非常に低いが、叩解処理を行うと引張強さが高くなりやすいことが分かった。これは、古紙パルプ②が元々叩解処理の程度が弱いためであると考えられる。古紙パルプ①は、広葉樹パルプが多いが引張強さが比較的高い印象であった。古紙パルプ①を調査すると、原料にデンプンなどが含まれていることが確認できたため、混在物も強度に影響していると考えられる。

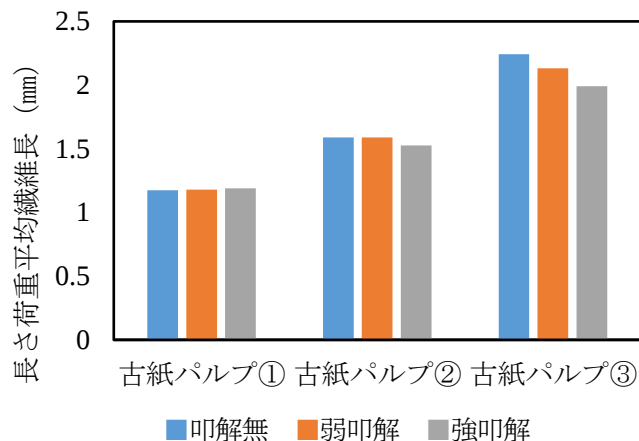


図2 各古紙パルプの叩解処理による繊維長の推移

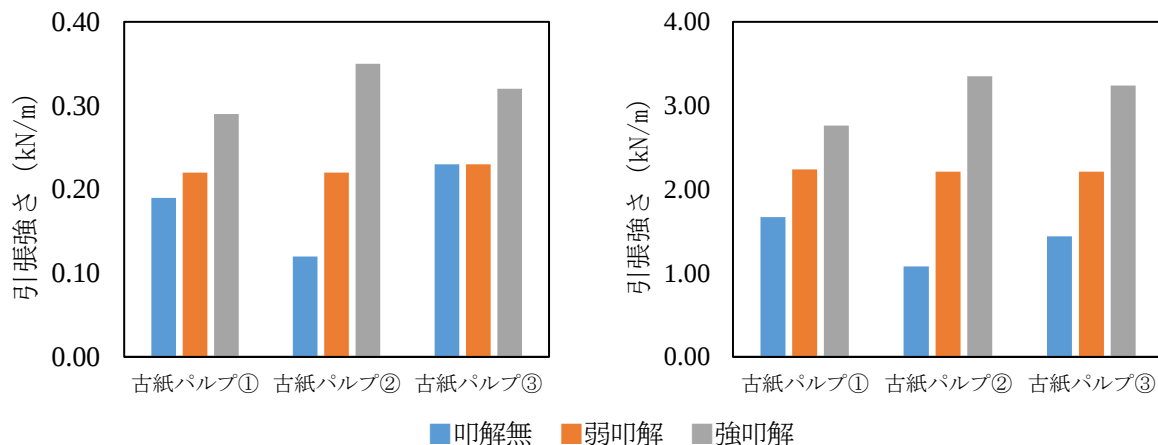


図3 各古紙パルプの叩解処理による引張強さの推移
(左: 14g/m²、右: 70g/m²)

叩解処理による濾水度の推移を図4に示す。古紙パルプ①は広葉樹パルプが多いため、叩解無でも濾水度が低いことが分かった。一方で古紙パルプ②は、叩解無では広葉樹パルプが入っているのに対して濾水度が700ml程度と高い印象であった。これは、引張試験の結果と同様で、古紙パルプ②が元々叩解処理の程度が弱いためであると考えられる。また、どの古紙パルプも強叩解すると濾水度が400mlを下回るほど低下することが分かった。濾水度が低下しすぎると、抄造に悪影響を及ぼすため注意が必要であると考えられる。

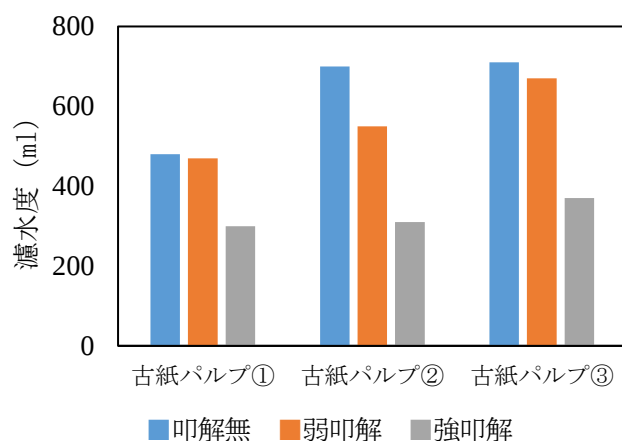
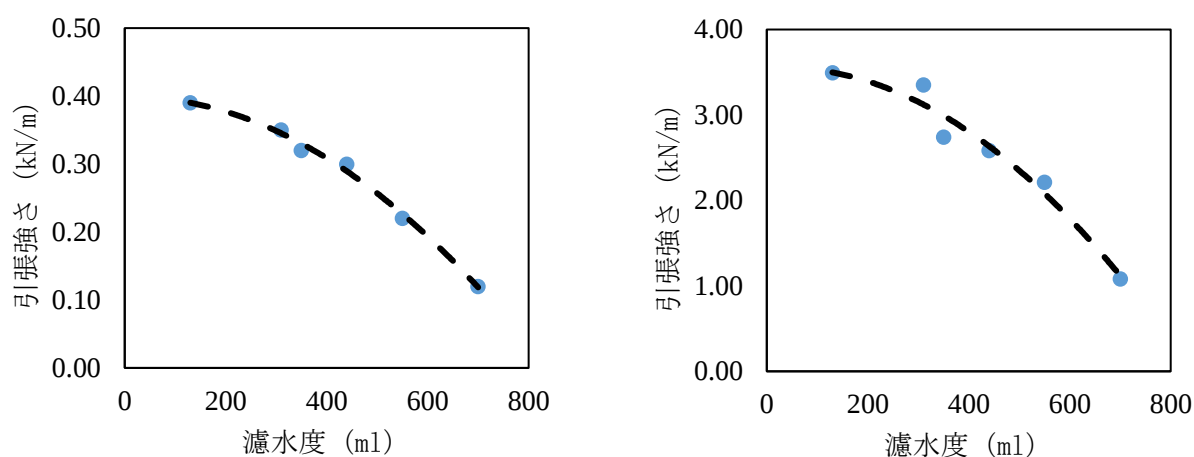


図4 叩解処理による濾水度の推移

古紙パルプ③を濾水度 700～130ml まで叩解処理を行った結果を図5に示す。叩解処理強度を高めると引張強さが高くなるが、叩解処理強度が高くなるにつれて、濾水度の低下に対して引張強さの向上度合が低くなることが分かった。濾水度が低くなりすぎると抄造に悪影響を及ぼすため、引張強さを高める場合は叩解処理だけではなく、薬品の添加等も検討する必要があると考えられる。

図5 古紙パルプ③の引張強さと濾水度の推移
(左: 14g/m² 右: 70g/m²)

2. 薬品添加量の最適化検討

薬品添加に伴うゼータ電位の推移を図6に示す。古紙パルプ①、②ともに、ゼータ電位を0mV とするには、10mass% (対パルプ) 程度と、多量の薬品を添加する必要があることが分かった。これは古紙パルプ①、②の灰分の結果から、古紙パルプ①、②に夾雑物が多いことが原因であると考えられる。

次に、凝結剤 FX7200 を活用するため粒子電荷計で評価した結果、FX7200 の添加量を古紙パルプ①では2mass% (対パルプ)、古紙パルプ②では0.02mass% (対パルプ) とした時に、N/400-DADMAC 溶液を少量添加するとすぐに値が+となったため、この添加量を最適値とした。古紙パルプ①と②で添加量が大きく異なるのは、古紙パルプ①はデンプン等の夾雑物が多いことが原因として考えられる。FX7200 添加後、アラフィックスを添加しゼータ電位を測定すると、FX7200 添加無と比べてゼータ電位がすぐに0mV に近づくことが確認できた。これは、FX7200 がアニオン性夾雑物を吸着した結果、アラフィックスがすばやく繊維に吸着できたことが理由と考えられた。

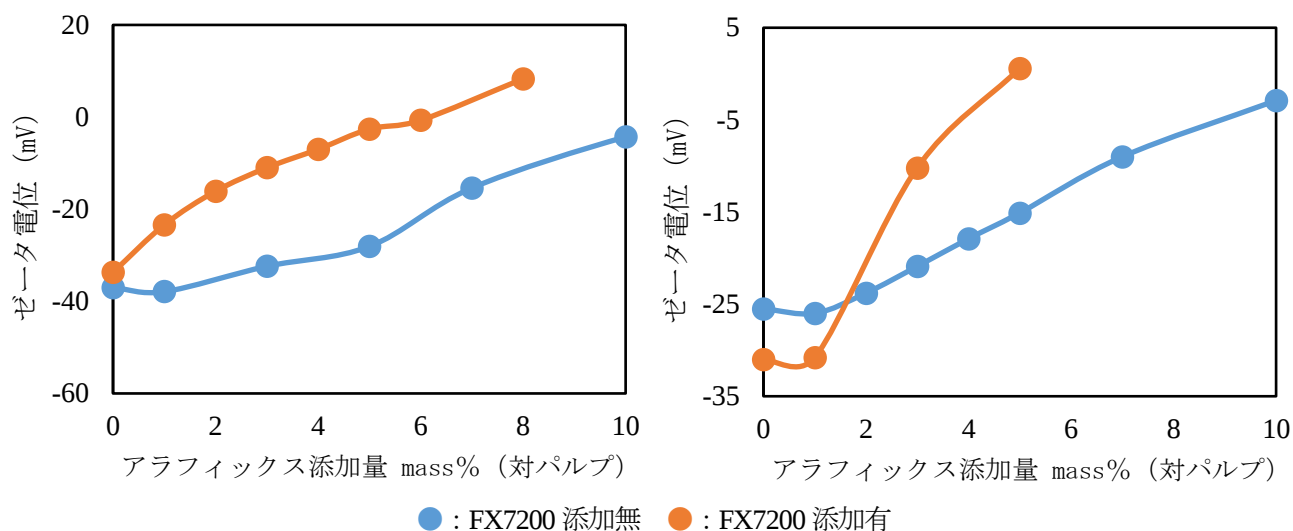


図6 ゼータ電位の推移 (左: 古紙パルプ①、右: 古紙パルプ②)

最後に薬品の効果を確認するため、シート化後に引張強さを評価した結果を図7と図8に示す。古紙パルプ②の場合、FX7200を添加することで、薬品の添加量が少ない状態でも引張強さの大きな向上が確認できた。また、乾燥・湿潤引張強さともに、FX7200添加後にアラフィックス5 mass%を超えて添加すると、引張強さの向上が緩やかになった。これはゼータ電位の測定結果と対応しており、アラフィックス5 mass%の添加でゼータ電位が0 mV となっているため、この点で繊維に薬品が十分に吸着し、5 mass%を超えると添加薬品の効果が発現しにくくなると考えられる。

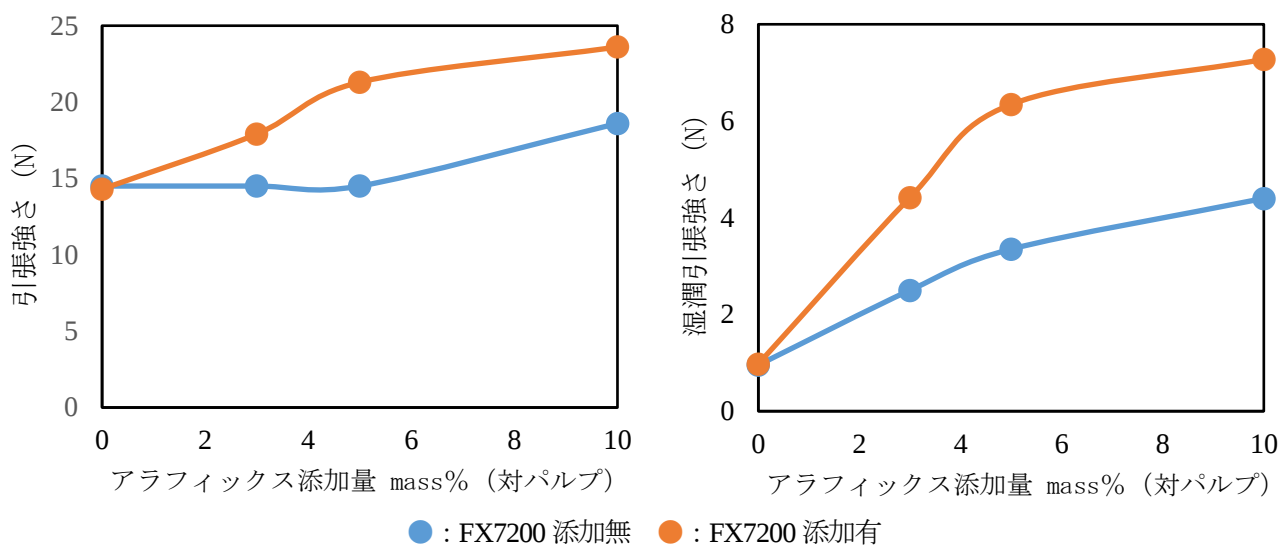


図7 古紙パルプ②の引張強さ (左: 乾燥、右: 湿潤)

古紙パルプ①の場合 (図8)、FX7200の添加による効果は古紙パルプ②ほどは大きくなかった。これは、FX7200の添加量が多くなった要因と同様で、古紙パルプ①にはデンプン等の夾雑物が多いため、薬品の効果が発現しにくいことが考えられた。図7で確認できるように、FX7200添加するだけでは引張強さ向上には繋がらないが、図8ではFX7200添加するだけで引張強さ向上が確認できた。これは、FX7200を添加することでFX7200とアニオン性夾雑物がある程度凝集した結果として、繊維結合が阻害されなくなったことが要因と考えられた。

以上の結果から、古紙パルプの種類によって最適添加量が異なるが、特に古紙パルプ②では、凝結剤を活用することで、薬品の効果を十分に発揮することが確認できた。また、叩解処理の程度により薬品最適添加量が変化することが想定されるため、今後さらなる検討が必要である。

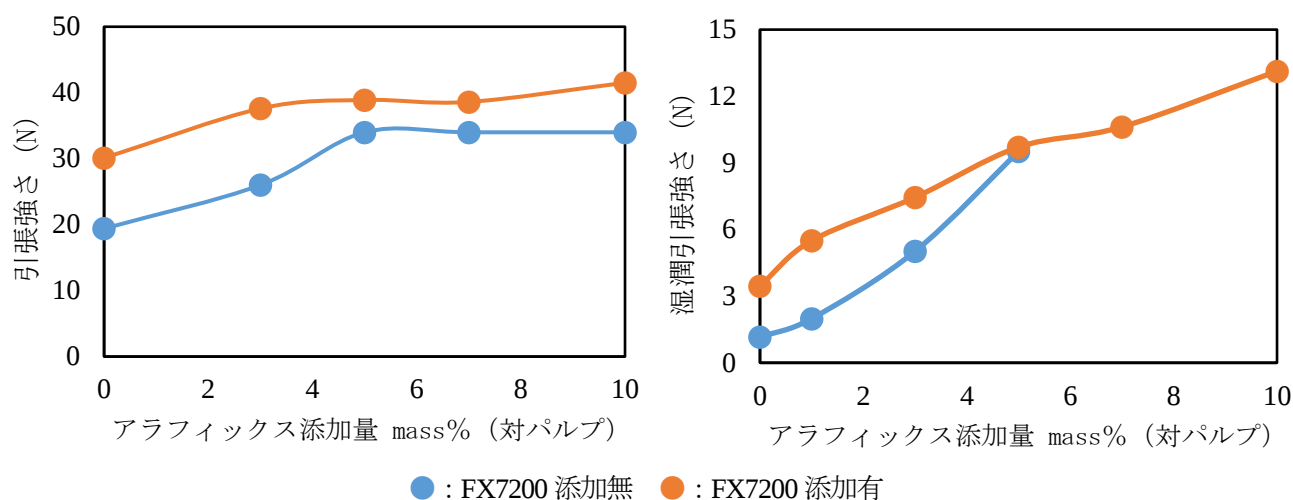


図8 古紙パルプ①の引張強さ (左：乾燥、右：湿潤)

3. セルラーゼ処理の検討

古紙パルプ①、②のセルラーゼ処理による物性への影響を表1と表2に示す。古紙パルプ②ではセルラーゼ処理による引張強さ向上が確認できた一方で、古紙パルプ①ではセルラーゼ処理による効果は確認できなかった。この要因として、2の結果と同様に、古紙パルプ①中に含まれる夾雑物の影響によるものと考えられた。また、表2の結果から、20℃条件下のセルラーゼ処理によって引張強さが向上し、さらに高い温度の40℃では、セルラーゼ処理による引張強さの大きな向上が確認できた。

古紙パルプに叩解処理を行うと、繊維の切断により濾水度の低下や強度向上不足の可能性があるため、セルラーゼ処理は古紙パルプにおける強度向上の手法の一つと考えられた。

表1 古紙パルプ①のセルラーゼ処理後の物性評価

シート	攪拌条件	引張強さ (kN/m)	伸び (%)
1	水温 20℃ ハーコボンド添加無し	2.75	3.30
2	水温 20℃ ハーコボンド 1,000ppm 添加	2.76	3.26

表2 古紙パルプ②のセルラーゼ処理後の物性評価

シート	攪拌条件	引張強さ (kN/m)	伸び (%)
1	水温 20℃ ハーコボンド添加無し	1.00	1.35
2	水温 40℃ ハーコボンド添加無し	1.41	2.33
3	水温 20℃ ハーコボンド 1,000ppm 添加	1.63	2.61
4	水温 40℃ ハーコボンド 1,000ppm 添加	1.72	2.50

ま と め

各種古紙パルプについて機能性付与の方法を検討した結果、以下のことが分かった。

1. 3種類の古紙パルプを調査した結果、繊維組成が異なっていることに加えて、叩解処理の効果も異なることが分かった。
2. ゼータ電位の測定により、古紙パルプに対する紙力増強剤の添加効果を十分に発揮するには、多くの添加量が必要であることが分かった。また、凝結剤の併用により、紙力増強剤の添加量の低減が図られることが分かった。
3. 古紙パルプ②にセルラーゼ処理を行うことで、シートの引張強さが向上した。

文 献

- 1) JIS P 8120,紙,板紙及びパルプ—紙の繊維組成試験方法(1994).
- 2) JIS P 8251,紙,板紙及びパルプ—灰分試験方法—525℃燃焼法(2003).
- 3) JIS P 8226—2,パルプ—光学的自動分析法による繊維長測定方法—第2部:非偏向法(2011).
- 4) JIS P 8121—2,パルプ—ろ水度試験方法—第2部:カナダ標準ろ水度方法(2012).
- 5) JIS P 8222,パルプ—試験手すき紙の調製方法—標準手すき機による方法(1998).
- 6) JIS P 8113,紙及び板紙—引張特性の試験方法(2006).
- 7) JIS P 8135,紙及び板紙—湿潤引張強さ試験方法(1998).
- 8) 尾鍋史彦:ウェットエンド化学と製紙薬品の最先端技術,(株)シーエムシー出版,p.351-364(2004).
- 9) 吉村光太,波多野正信:セルラーゼ系酵素剤による紙力向上,紙パ技協誌,73-6,p.550-553(2019).

解繊パウダーを用いた機能性紙マルチシートの開発

藤本真人 宇都宮雅臣*¹ 古市 忍*¹ 真鍋一慶*² 加地京平*²

Development of functional paper multi-sheet using defibrated powder

FUJIMOTO Manato, UTSUNOMIYA Masaomi, FURUICHI Shinobu, MANABE Kazunori and KAJI Kyohei

県内及び国内で人の手入れが行き届かなくなった「放置竹林」の問題が顕著になってきている。このため、放置竹林の有効利用として、竹を解繊して得られるパウダー（解繊パウダー）の、土壌改良材としての活用が進んでいる。

本研究では、解繊パウダーをマルチシートに活用した機能性シートの開発を行い、土壌改良材の機能を付与した新規のマルチシートが得られた。

キーワード：解繊パウダー、マルチシート、機能紙

はじめに

県内及び国内で人の手入れが行き届かなかった「放置竹林」の問題が顕著になってきているが、竹の有効活用として、竹を植繊機で解繊し得られる解繊パウダーは土壌改良材として期待されている。一方で解繊パウダーには微細繊維も多く、解繊パウダーを畑にまくと微細繊維が風に飛ばされて解繊パウダーの機能が十分に活かせない可能性がある。また、農業用マルチシートは樹脂製が多いが、樹脂は生分解せず、使用後は回収する必要があるため、土壌で生分解できる紙マルチシートは需用がある。

本研究では、微細繊維を有効活用することを目的に、微細繊維が風で飛ばないように解繊パウダーを混抄したシートを作製し、機能性紙マルチシートとしての活用を検討した。紙マルチシートの適性を評価するため、各種評価及び実地試験を行ったので報告する。

実験方法

1. 竹パルプの物性評価

解繊パウダーを混抄したシートを試作するため、まず主原料として用いる竹パルプ（晒パルプ、城山製紙株式会社提供）の物性を調査した。シートマシン抄紙機（熊谷理機工業株式会社製）を用いたシート化を実施した結果、竹パルプは離解のみでは強度不足であるため、叩解処理を行うこととした。叩解処理はPFIミル（熊谷理機工業株式会社製）または高濃度リファイナー（熊谷理機工業株式会社製）で行った。叩解処理の条件を表1に示す。叩解処理の効果は、濾水度試験（JIS P 8121-2¹⁾）とシート化（坪量 60g/m²）後の引張試験（JIS P 8113²⁾、試験幅 15mm）で評価した。

表1 竹パルプの叩解処理条件

叩解処理機器	処理条件
リファイナー	クリアランス 0.10mm
	クリアランス 0.05mm
	クリアランス 0.03mm
PFI ミル	10,000 回転
PFI ミル	20,000 回転

2. マルチシートの連続試作

テスト抄紙機（川之江造機株式会社・大昌鉄工所製）を用いたマルチシート原紙の試作を行った。ワイヤーパートは円網を選択した。表2に示す条件で計6種類のマルチシート原紙を試作した。なお、ポリ乳酸繊維はテラマック（ユニ

* 1 城山製紙株式会社 * 2 株式会社四国クオリティ

この研究は、「未利用資源利活用製品化促進事業」の予算で実施した。

チカ(株)製)を使用し、解繊パウダーはふるい処理(目開き 300 μ m ふるい)を実施した。また、それぞれの条件で湿潤紙力剤 WS4024 (CHEMIPAZ(株)製)を 5mass% (対パルプ)添加した。

表2 マルチシート原紙の試作条件

シート	I	II	III	IV	V	VI
原料1	竹パルプ	竹パルプ	竹パルプ	竹パルプ	竹パルプ	竹パルプ
原料2	ポリ乳酸繊維	ポリ乳酸繊維	ポリ乳酸繊維	ポリ乳酸繊維	解繊パウダー	解繊パウダー
配合割合 (原料1 : 原料2)	7 : 3	7 : 3	5 : 5	5 : 5	7 : 3	7 : 3
目標坪量(g/m ²)	60	40	60	40	60	40

解繊パウダーを添加したシート(以下、解繊パウダー混抄紙)は、マルチシートとしては土壌生分解が早すぎるものが想定されたため、ポリ乳酸繊維を活用した。マルチシートとして使用する際は、解繊パウダー混抄紙を土に接する面として使用することで、混抄紙は土壌分解されるが、ポリ乳酸繊維が含まれているシート層でシート強度は保てる構造とすることとし、表3の条件で、テスト用エンボス加工機(株大昌鉄工所製)を用いて2層構造のシートとした。エンボス加工後、計8種類のマルチシートが得られた。

表3 マルチシートのエンボス加工条件

マルチシート	②	②	⑥	⑥	⑤	⑥	⑦	⑧
1層目	I	II	III	IV	I	II	III	IV
2層目	V	V	V	V	VI	VI	VI	VI

3. 試作したシートの評価試験

2で試作したマルチシート原紙及びマルチシートについて、各種物性を評価した。評価項目は、引張強さ(JIS P 8113、乾燥・湿潤)、可視光透過率、土壌生分解性とした。なお、引張強さの目標は、資料³⁾を参考に20Nとした。

可視光透過率は分光光度計 V-570 (日本分光(株)製)を用いて 380nm~800nm の範囲を測定した。可視光透過率は、マルチシートを設置した際の雑草成長抑制に影響し、資料³⁾によると、波長 660nm 及び 450nm の光線透過率が 4.5% 以下であることが望ましいとされているため、この値を目標とした。

土壌生分解性試験は、容量 1.4L の密閉容器に農業用土を入れた後に、約 10cm 角に切り出し重量を測定したサンプルを設置し、さらにサンプルの上に土を被せて密閉した。その容器を 40℃50%RH に設定した人工気象器(株日本医化器機製作所製)の中に静置した。一定期間静置後、サンプルを取り出し、サンプルに付着した土を除いた後に重量を測定し、シートの重量変化を測定することでシートの残存率(%)((試験前のサンプル重量(g)-試験後のサンプル重量(g))/試験前のサンプル重量(g)×100)を計算し、土壌生分解性を評価した。

また、取り出したサンプルの繊維状態を確認するため、低真空走査型電子顕微鏡 JSM-IT300LA (日本電子(株)製、以下、SEM)を用いて観察した。

結果と考察

1. 竹パルプの物性評価

竹パルプの叩解処理における濾水度及び引張強さの結果を表4に示す。叩解処理を進めるにつれて引張強さが増加していくが、濾水度 450ml を下回ると、シートの引張強さの向上に比べて急激に濾水度が低下する様子が確認できた。従って、本研究では竹パルプの濾水度は 450ml に調製することとした。

濾水度を 450ml に設定すると、引張強さは 15N 程度となり、目標の 20N には届かずマルチシートとしては強度が足りないことが想定された。そこで、テスト抄紙機を用いた抄紙試験では、ワイヤーパートで円網を選択することとし、シートの繊維配向を MD 方向(シートの流れ方向)にすることでシート強度の向上を図ることとした。

表4 竹パルプの叩解処理結果

叩解処理機器	処理条件	濾水度(ml)	引張強さ (N)
リファイナー	クリアランス 0.10mm	530	13.3
	クリアランス 0.05mm	495	14.5
	クリアランス 0.03mm	450	17.0
PFI ミル	10,000 回転	250	20.0
PFI ミル	20,000 回転	130	21.5

2. シートの性能評価

テスト抄紙機を用いた試作では、解繊パウダーにふりい処理を実施したことで、地合いが良いシートを得ることができた。抄紙試験をして得られたマルチシート原紙及びマルチシートの引張強さ（乾燥・湿潤）を、図1、図2に示す。原紙の場合で引張強さ 20N を超える乾燥強度が得られた。湿潤強度も高いことから、実地試験における長期間の耐用が期待できた。

図2の結果から、エンボス加工で得られたマルチシートも引張強さ 20N を超える強度を確認できた。また、加工後のシートでは2層が剥がれる層間剥離も認められなかった。これは、エンボス加工により、ポリ乳酸繊維が融着したことによるものと考えられる。

引張強さが目標の 20N を大きく超えていたため、今後の改良策としては、解繊パウダー添加量の増量やシート坪量・ポリ乳酸繊維配合量の減量などが考えられる。

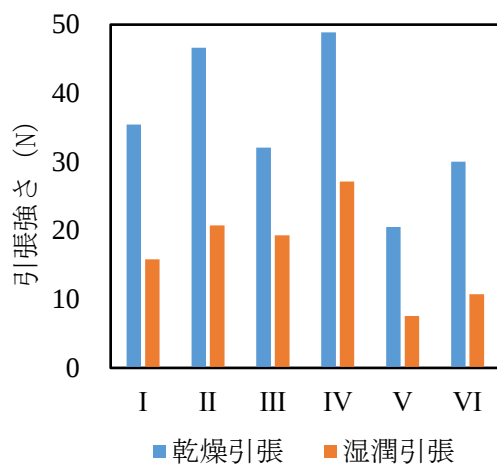


図1 マルチシート原紙の引張強度

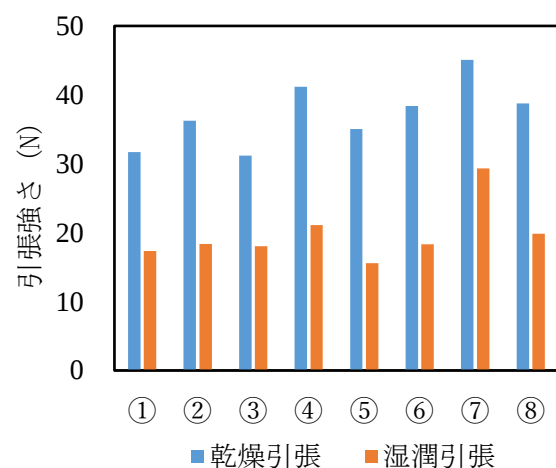


図2 マルチシートの引張強度

3. シートの性能評価②

各シートの可視光透過率を表5に示す。最も透過率が低いシート（シート⑥）でも7.4%と目標値の4.5%以下には届かなかった。これは主原料の竹パルプとして晒しパルプを使用したことや、叩解処理が強すぎたことが原因として考えられるため、未晒しパルプを使用することや、叩解処理を弱めにすることが対策として挙げられる。また、参考資料⁴⁾のように顔料や染料等で改善できると考えている。

表5 各シートの可視光透過率

シート番号	透過率 波長：660nm	透過率 波長：450nm	シート番号	透過率 波長：660nm	透過率 波長：450nm
①	18.0%	12.0%	I	41.6%	40.1%
②	17.0%	10.6%	II	36.1%	34.6%
③	19.7%	13.6%	III	46.8%	45.9%
④	15.0%	9.1%	IV	38.0%	36.7%
⑤	14.4%	8.2%	V	33.5%	26.8%
⑥	13.2%	7.4%	VI	23.9%	16.3%
⑦	14.2%	8.3%			
⑧	14.4%	8.1%			

次に、土壌生分解性試験の結果を図3に示す。まず、竹パルプと解繊パウダーで構成されたマルチシート原紙（シートV、VI）については、土壌生分解が早いためかシートが細かくなってしまい、2週間を過ぎると回収が困難になった（写真1）。一方でポリ乳酸繊維を配合したシートは、4週間経過後でもシート形状を保っていた。従って、ポリ乳酸繊維配合シートで土壌生分解を遅らせることが可能であることが確認できた。また、坪量が大いほど、さらにポリ乳酸繊維が多いほど土壌分解が遅い様子も確認できた。

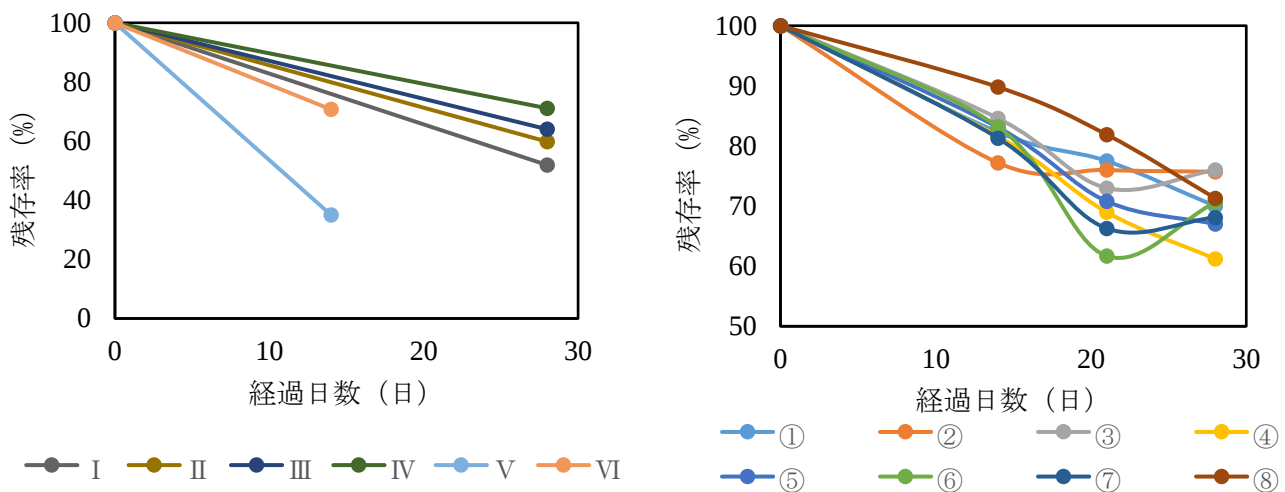


写真1 土壌生分解性試験2週間後のシートVの様子



写真2 土壌生分解性試験4週間後のシート④の様子

マルチシートについては、どのサンプルも4週間経過後もシート形状を保っていた。図4のとおり、マルチシート原紙と比べて各サンプル間の土壌生分解性の違いは確認できなかったが、一定期間経過すると分解が遅くなるサンプルが多く確認できた。これは、分解が比較的早い竹パルプまたは解繊パウダーが先に分解され、ポリ乳酸繊維は分解が遅いためと考えられた。

回収したマルチシート（シート④）の観察写真を写真2に示す。シート形状を保っているが、繊維が多く分解されている箇所（写真2赤丸部）があることが確認できる。

この箇所を電子顕微鏡で観察した結果を図4に示す。ポリ乳酸繊維のみ残っていることが確認できた。また、このポリ乳酸繊維を拡大して観察すると（図5）、繊維表面が荒れている状態となっており、少し分解が進んでいる様子が確認できた。従って、時間はかかるが、ポリ乳酸繊維もいずれ分解されると考えられる。

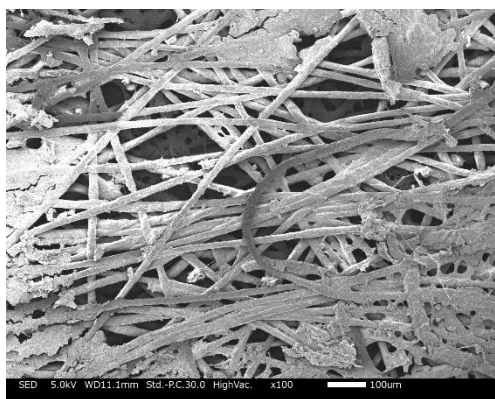


図4 土壌生分解性試験4週間後のシート④のSEM画像(写真2の赤丸の箇所を観察)

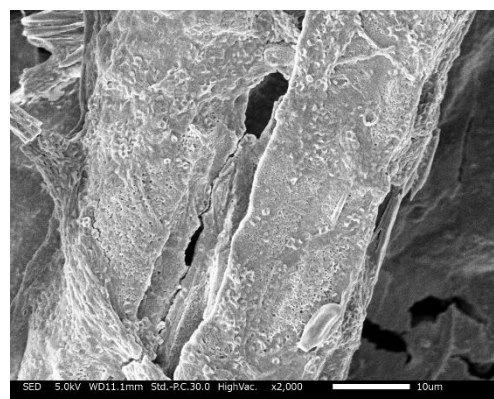


図5 土壌生分解性試験4週間後のシート④のSEM画像(写真2の赤丸の箇所を詳細観察)

また、マルチシート原紙であるシートⅡの、土壌生分解性試験4週間後のポリ乳酸繊維を観察した結果を図6に示す。図6はポリ乳酸繊維が抄紙中に溶けている箇所とそうではない箇所を記載しており、両箇所ともに、シート④のポリ乳酸繊維（図5）と比べて、繊維表面が滑らかで分解が進んでいないことが分かった。この結果から、融着の有無で土壌分解性に変化がないことがわかった。また、シートⅡは解繊パウダーの添加がなく、シート④は添加していることから、解繊パウダーの添加の有無が土壌中の微生物による分解に影響していることが示唆された。

以上の結果から、解繊パウダーはマルチシートとして活用でき、紙マルチシートで土壌生分解性もあるため、解繊パウダーの土壌改良材の機能性を付与した新規のマルチシートとして期待できるシートが得られた。

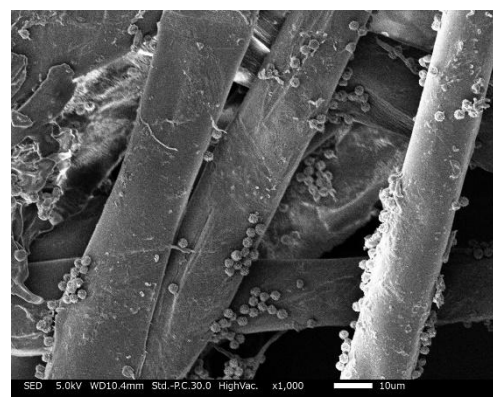
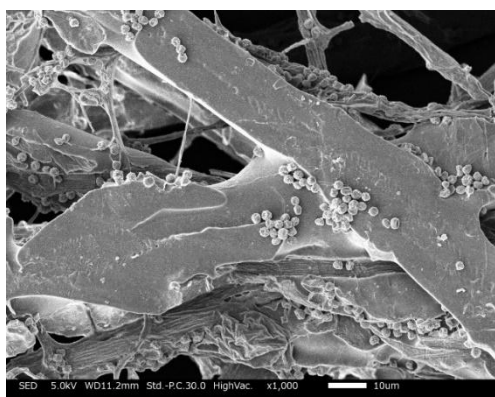


図6 土壌生分解性試験4週間後のシートⅡのポリ乳酸繊維繊維のSEM画像
左：乾燥機接着面、右：乾燥機未接着面

また、実地試験を行った結果、シート強度が高いためマルチシートとして使用可能で、3か月間は風雨にさらされても、飛ばされることなく畝を覆っていることが確認できた（写真3）。今後も引き続き経過観察をする予定である。



写真3 マルチシート実地試験
(写真は約1ヶ月経過後、雨の日の様子)

ま と め

解繊パウダーを活用したマルチシートを試作することができ、以下の結果が得られた。

1. テスト抄紙機を用いて試作したマルチシートは、解繊パウダーを添加しても強度が高いシートであった。
2. マルチシートにポリ乳酸繊維を用いることで、シート形状を保つ期間を延長することができた。
3. 解繊パウダーを用いることで、土壌改良材の機能性を付与した実地試験にも耐えうる新規のマルチシートを試作することができた。

文 献

- 1) JIS P 8121-2, パルプ—ろ水度試験方法—第2部: カナダ標準ろ水度方法(2012).
- 2) JIS P 8113, 紙及び板紙—引張特性の試験方法(2006).
- 3) 日本製紙パピリア(株): 特開 2024-81431(2024).
- 4) 日本製紙(株): 特開 2000-270693(2000).

レトロモダンな砥部焼坏土の開発（第2報）

安達春樹 雁木邦之 首藤喬一*

Development of retro-modern tobe-ware clay (Part 2)

ADACHI Haruki, GANGI Kuniyuki and SUTOU Kyoichi

省エネ化と燃料コスト削減を目的に、昨年度開発した着色坏土（既存砥部焼坏土に使われる1級陶石よりも豊富に採掘され、安価に入手可能である2級陶石を使用した灰色や茶色がかった素地となる坏土）と焼成温度を下げる効果のあるアリノキ（砥部で採掘される陶石の1種）の配合を行い、新規低温焼成着色坏土の開発を行った。

開発した低温焼成坏土は、吸水率、かさ比重、焼曲試験、試作品の焼成等の結果から、sk 7還元焼成が最適な焼成条件であり、従来よりも50℃程度低温で焼成可能であるとともに、還元焼成時の使用ガス量を約27.6mass%削減できることが分かった。

キーワード：砥部焼、陶石、レトロモダン、低温焼成坏土

はじめに

陶磁器業界では、近年の民芸ブームによりレトロモダンな製品に人気があり、砥部焼業界でもレトロモダンを意識した着色素地の砥部焼を製造する窯元が増加しつつある。しかしながら、砥部地域では着色素地となる坏土が製造されておらず、窯元独自で通常の白い砥部焼坏土に鉄分等を多く含む原料を混ぜる必要があり、手間やコストがかかっていた。

昨年度、既存砥部焼坏土に使われる1級陶石よりも豊富に採掘され、安価に入手可能である2級陶石を使用し、古砥部の風合いや民芸調の表現に適している、灰色や茶色がかった素地となる坏土（以下、着色坏土）の開発を行った¹⁾。本研究では、さらに省エネ化と燃料コスト削減を行うため、焼成温度を下げる効果のあるカリウム含有量の多いアリノキを着色坏土に配合した、新規低温焼成着色坏土の開発を行うこととした。

実験方法

1. 原料及び試験坏土作製

(1) 使用原料及び坏土作製

低温焼成坏土を作製するため、カリウム含有量4～5mass%を目標に、着色坏土45、アリノキ30、インド長石15、蛙目粘土5、木節粘土5の割合で配合したものを、150kg ボールミルで湿式粉碎し、200メッシュの振動ふるい、フィルタープレスを使用し、低温焼成坏土1を作製した。また、同様に着色坏土15、アリノキ60、インド長石15、蛙目粘土5、木節粘土5の割合で配合した低温焼成坏土2を作製した。

2. 各種試験

(1) 各原料の成分分析

アリノキ及び試作坏土の成分を蛍光X線分析装置（株式会社ZSX Primus）にて測定した。

(2) 試験体成形

試作坏土を鋳込み成形により寸法70×8.0×4.5mmの吸水試験及び曲げ強度試験体、20×5.0×125mmの焼曲試験用試料、手成形によりφ20×100mmの熱膨張試験体（焼成後切削用）を作製した。

(3) 試験体焼成

900℃で素焼後、ガス炉（高砂工業株式会社製0.1m³単独焼成炉）によるsk 4a（1160℃）、sk 5a（1180℃）、sk 6a（1200℃）、sk 7（1230℃）、sk 8（1250℃）及びsk 9（1280℃）還元焼成（CO濃度3vol%）を行った。

(4) 吸水率試験

*（現）産業創出課

この研究は、「レトロモダンな砥部焼坏土の開発」の予算で実施した。

焼成試験片の乾燥重量及び3時間煮沸後の吸水重量から吸水率を、乾燥重量、吸水重量及び水中重量からかさ比重を求めた。

(5)曲げ強度試験

sk 6 a、sk 7、sk 8 及び sk 9 還元焼成試験体について、万能試験機（株式会社島津製作所製島津オートグラフ AGS-5kNH）にて、支点間距離 40mm、試験速度 1 mm/min の条件で3点曲げ試験を行った。

(6)熱膨張試験

試作坯土について、sk 6 a 及び sk 7 還元焼成した試料を約 $\phi 5.0 \times 20\text{mm}$ に切削加工した試験体を作製後、熱分析装置（株式会社島津製作所製 TMA-60H）にて熱膨張測定を行った。

(7)焼曲試験

焼曲試験用試料をスパン 100mm の架台にセットし、sk 6 a、sk 7、sk 8 及び sk 9 還元焼成後、試料端部を結んだ直線から最も大きく焼き下がった部分までの垂線をおろし、その長さを測ることで評価を行った。

結果と考察

1. 蛍光 X 線分析装置での成分分析結果

(1)アリノキ及び低温焼成坯土 1、2 の成分分析結果

蛍光 X 線分析装置での各試料の成分分析結果を表 1 に記す。先行研究では、アルカリ分（主にカリウム及びナトリウムの合計含有量）が 3.5mass% から 5.0mass% へ増加すると耐火度が約 50℃ 下がるということが報告されている²⁾。測定の結果、アリノキのカリウム含有量は 4.1mass% であったが、着色坯土は 2.7% であった。そのため、試作坯土のアルカリ分を補うためインド長石を 15mass% 加えたとともに、可塑性を向上させるため、蛙目粘土、木節粘土をそれぞれ 5.0mass% 配合し、作製することとした。

作製した低温焼成坯土 1、2 の蛍光 X 線分析装置での測定の結果、カリウム及びナトリウムの合計含有量が低温焼成坯土 1 で 5.2mass%、低温焼成坯土 2 で 5.6mass% となる坯土を作製することができた。

測定の結果を基にノルム計算を行い³⁾、耐火度の推定を行った（図 1）。その結果、低温焼成坯土の耐火度は sk17～20 程度と推定された。

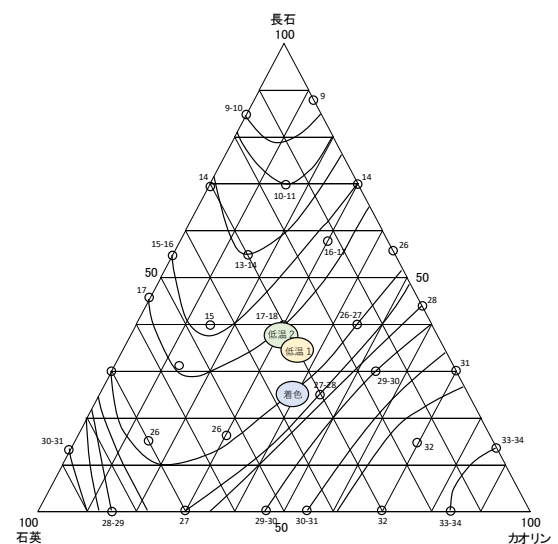


図 1 三成分系図を用いた耐火度の推定

表 1 蛍光 X 線分析装置での成分分析結果(mass%)

試料名	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Ig.Loss
アリノキ	74	16	1.5	-	0.16	0.11	4.1	1.0	3.4
着色坯土	68	20	1.6	0.23	0.14	0.14	2.7	0.75	6.4
インド長石	68	19	0.11	-	0.16	0.010	12	3.1	0.24
低温焼成坯土1	68	20	1.3	0.20	0.18	0.11	4.1	1.1	4.8
低温焼成坯土2	69	19	1.4	0.19	0.19	0.12	4.5	1.1	4.3

2. 焼成試験体の特性

(1)吸水率及びかさ比重について

吸水率及びかさ比重の測定結果を図 2 及び表 2 に示す。焼成温度 sk 4 a では低温焼成坯土 2 以外は、大きな吸水率を示した。一般的に吸水率が 0.1mass% 程度となると磁器化していると言われており⁴⁾、着色坯土では sk 8、低温焼成坯土 1 では sk 7、低温焼成坯土 2 では sk 5 a で吸水率が 0.1mass% 以下となった。

かさ比重について、低温焼成坯土 1 は sk 7、低温焼成坯土 2 は sk 5 a 及び sk 6 a で最大となった。吸水率の結果と合わせて、低温焼成坯土 1 は sk 7 が適切な焼成温度であることが分かった。低温焼成坯土 2 については、後述の焼曲試験の結果を考慮すると、sk 6 a では焼き下がりが大きいため、sk 4 a～sk 5 a が適切な焼成温度帯であると推察された。

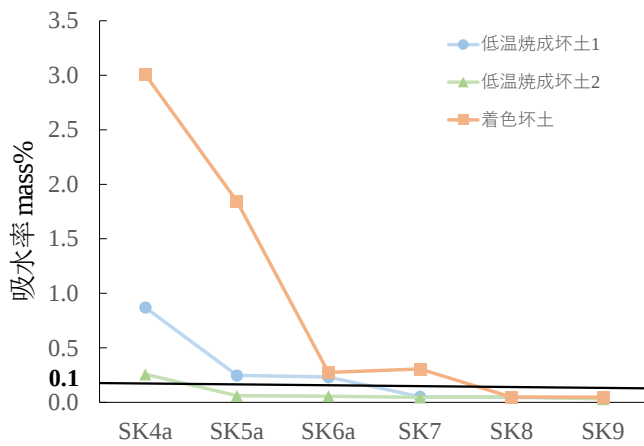


図2 焼成温度帯と吸水率

表2 焼成温度帯とかさ比重(g/cm3)

	低温焼成坏土1	低温焼成坏土2	着色坏土
SK9	2.3	2.3	2.3
SK8	2.3	2.3	2.4
SK7	2.4	2.3	2.3
SK6a	2.3	2.4	2.3
SK5a	2.3	2.4	2.3
SK4a	2.3	2.3	2.2

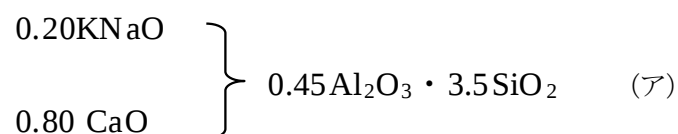
(2) 曲げ強度及び熱膨張係数について

曲げ強度及び熱膨張係数の測定結果を表3に示す。低温焼成坏土1のsk7焼成時の曲げ強度は72MPa、低温焼成坏土2のsk6a焼成時の曲げ強度は85MPaとなり、一般的な白磁砥部焼坏土と比較し、同程度かやや強い強度であった。

熱膨張係数は、白磁砥部焼坏土と比較し低温焼成坏土1は同程度、低温焼成坏土2はやや大きい数値であった。当センター石灰釉（ゼーゲル式（ア））を使用したテストにおいては、両坏土とも貫入等は発生せず、良好な結果であった。

表3 各坏土の曲げ強度及び熱膨張係数

坏土	焼成条件	曲げ強度 (MPa)	700°Cの熱膨張係数 ($\times 10^{-6}/K$)
低温焼成坏土1	sk7還元	72	7.0
	sk6a還元	75	7.0
低温焼成坏土2	sk7還元	77	7.7
	sk6a還元	85	7.5
昨年度着色坏土	sk9還元	76	5.2
	sk8還元	81	5.8
白磁砥部焼坏土	sk9還元	72	6.8



(3) 焼曲試験

一般的な白磁砥部焼坏土の焼成温度であるsk9還元焼成時の焼下がり量は、9.3mmであるのに対し、着色坏土のsk9還元焼成時の焼下がり量は8.3mm、低温焼成坏土1のsk7還元焼成時の焼下がり量は11.3mm、低温焼成坏土2のsk6aの焼下がり量は20.0mmであった（図3）。低温焼成坏土1については、sk7還元焼成の場合、一般的な白磁砥部焼坏土の焼下がり量と同程度の焼成変形であることが分かった。一方、低温焼成坏土2については、sk6a還元焼

成においても大きな焼成変形が生じており、三成分系図を用いた耐火度推定の結果からも（図1）、sk4a～sk5aといったさらに低温域での焼結で十分であると思われる。以上のことから、着色坯土に対し、カリウム含有量を4.1mass%以上とすると急激に耐火度が下がり、4.5mass%となると焼成温度がsk4a～sk5a程度となると推測される。そのため、現実的にはその温度域で利用できる石灰釉がほとんどないことから、あまり実用的な坯土とならないことが分かった。

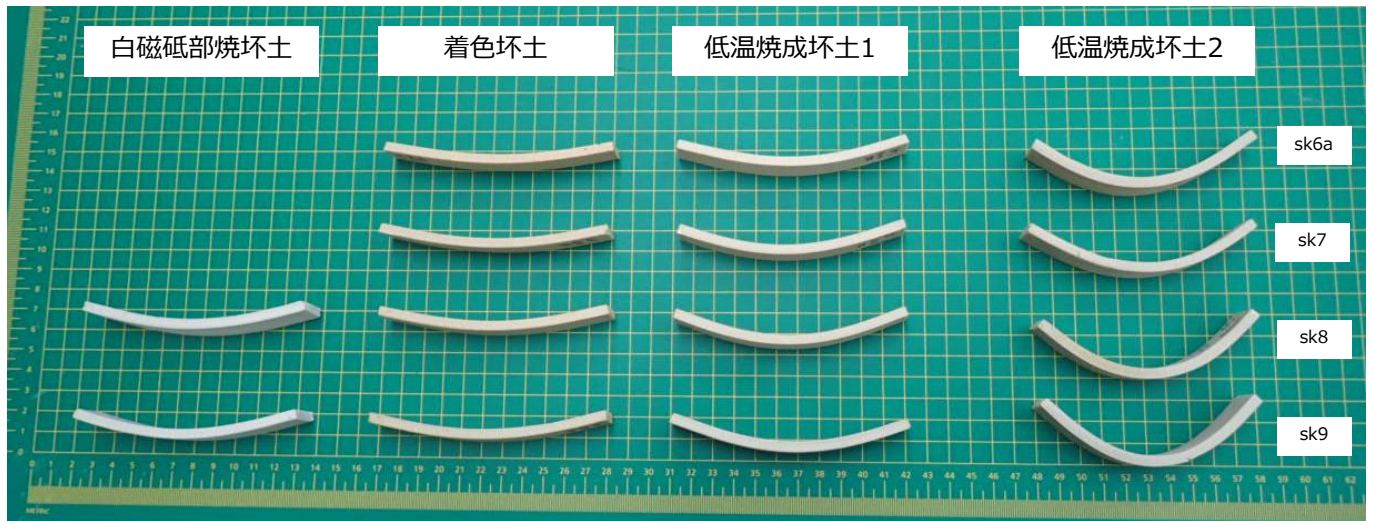


図3 焼曲試験サンプル

(4) 低温焼成による使用ガス削減量と焼成温度の低下量

各焼成条件におけるブタンガスの消費量と昇温条件の実測結果を図4、5に示す。一般的な砥部焼の焼成温度帯である sk9還元焼成と比較した場合、低温焼成坯土1は sk7還元焼成が最適な焼成温度帯であるため、従来より 50℃程度低温で焼成可能であるとともに、ブタンガスを約 27.6mass%削減可能であることが分かった。なお、低温焼成坯土2(sk4a)のブタンガス削減率は約 41.1mass%であった。

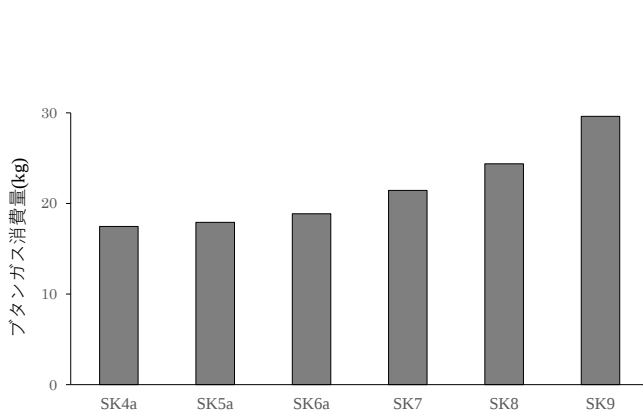


図4 焼成時のブタンガス消費量

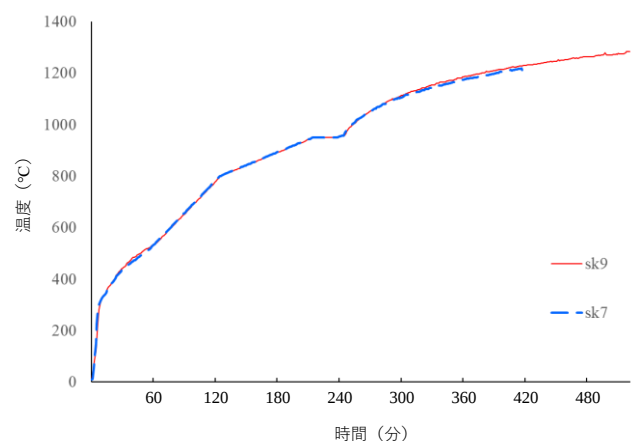


図5 昇温時間と温度（実測）

(5) 低温焼成坯土1を用いた試作について

最後に、試作品を図6に示す。ろくろ成形で試作を行った際、もう少し可塑性が欲しいとの声があった。可塑性を増すためには粘土分を増量する必要があるが、アルカリ分の量が相対的に少なくなり、耐火度が上昇することが予想された。先行研究では、アルカリ分の含有量が約 1.5mass%増加すると耐火度が約 50℃下がることが報告されている²⁾。現状、着色坯土と低温焼成坯土1のアルカリ分の含有量の差は約 1.7mass%であることから、先行研究と同様の挙動を示すと仮定した場合、アルカリ分を約 0.2mass%減らすことは許容できると考えられた。蛍光 X 線分析装置での測定結果をもとに計算を行ったところ、粘土分の含有量を現在の 10mass%から 14mass%へ増加させた場合、アルカリ

分の減少量は約 0.2mass% となることから、粘土分を約 4 mass% 増加させることで低温焼成可能でありながらも可塑性を増したより良い坏土となる可能性が推察された。

低温焼成坏土 1 を用いた試作品の焼成を行ったところ、sk 7 還元焼成時の焼き上がりは、着色坏土と同程度の灰色がかった色合いであり、シバリングや貫入等の不具合は無く、良好であった。



図6 試作品
(左：還元焼成 右：酸化焼成)

ま と め

低温焼成坏土の開発について検討し、以下の結果を得た。

1. 着色坏土の省エネ化と燃料コスト削減を行うため、焼成温度を下げる効果のあるカリウム含有量の多いアリノキと着色坏土を配合し、新規低温焼成坏土を開発した。
2. 低温焼成坏土 1 は、その吸水率、かさ比重、焼曲試験等の結果から、sk 7 還元焼成が最適な焼成条件となり、従来よりも 50℃ 程度、低温で焼成が可能であった。
3. 開発した低温焼成坏土 1 を用いることで、還元焼成時の使用ガス量を約 27.6mass% 削減できることが分かった。

文 献

- 1) 首藤喬一, 雁木邦之: レトロモダンな砥部焼坏土の開発(第 1 報), 愛媛県産業技術研究所研究報告, **61**, p.114-118(2024).
- 2) 天草陶石の性状/データベース 鉱物組成と熱膨張曲線の測定による耐火度の推定値 (T_{SK}) との関係
<http://www.kumin.ne.jp/vsi/pspdb/>
- 3) 工業技術連絡会議窯業連合部会: 日本の窯業原料, 株式会社ティー・アイ・シー出版, p875-876(1992).
- 4) 蒲地 伸明: 一般磁器の耐熱性向上に関する研究, 佐賀県窯業技術センター平成 15 年度研究報告(2003).

瓦製品へのデジタルファブリケーション応用研究（第1報）

雁木邦之 秋元英二

Research on applying digital fabrication to tile products (Part1)

GANGI Kuniyuki and AKIMOTO Eiji

意匠が施された瓦を正確に復元することを目的に、CNC 加工機（コンピュータによって数値制御する工作機械）を用いて、復元作業に使用する瓦型の最適な加工条件について検討を行った。その結果、型材には石膏を用いることが適当であり、削り残し加工機能を用いることにより加工時間の短縮を図ることができた。また、得られた焼成体の全収縮率から型の寸法修正を行うなど、3D スキャナ、リバースエンジニアリングソフト、モデリングマシン等のデジタル機器を使用して瓦の復元作業を行うことで、正確に瓦を復元することができた。

キーワード：いぶし瓦、3D スキャナ、モデリングマシン

はじめに

全国の瓦産地では、一般住宅着工件数の減少とともに、いぶし瓦をはじめとした粘土瓦の出荷枚数は減少しているが、文化財、社寺仏閣の修復、古民家再生用屋根瓦の需要は安定しており、菊間産地の瓦工事においても、文化財、社寺仏閣修復工事の占める割合は年々増加している。

その中でも、意匠が施された文化財瓦の修復は、職人が手作業で原型を製作しているが、形状や寸法について高い正確性が要求されるため、完成までに何度も手戻りが発生し、多大なコストと時間を要しており、早急な対策が必要となっている。

そこで、本研究では、3D スキャナで瓦の形状をデジタルデータ化後、CNC 加工機を用いる場合の瓦型製作の加工条件について検討し、瓦製作のコスト削減と効率化に取り組んだので報告する。

実験方法

1. 瓦型の設計

(1) 3次元データ取得方法

3D スキャナ（Artec Europe 製 Space Spider）を用いて瓦表面の3次元データを取得し、スキャナに付属するデータ処理ソフト（Artec Europe 製 Artec Studio 17 Professional）を使用してポリゴンデータを作成した。

なお、ポリゴン化する際のポリゴン辺長は0.05 mmとした。

(2)型の設計

リバースエンジニアリングソフト（株式会社スリーディー・システムズ製 Geomagic Design X）を使用して、ポリゴンデータをサーフェスモデルに変換し、立方体のソリッドモデルから、ブーリアン演算処理を行い、型の3Dデータを作成した。

2. 加工条件の検討

(1) 型材の検討

型材として、ケミカルウッド（三洋化成工業㈱ サンモジュールTW-E）、石膏ブロック（サンエス石膏㈱A級）、木材（SPF材）の3種類を用いて、サンプルデータの型を加工し平滑性と離型性の比較を行った。

(2)切削ピッチの検討

仕上げ加工（スキヤロップ加工）の切削ピッチを0.1～0.4 mmの範囲で変えた4種類の型を加工した。なお、型の形状はφ30 mmの半球形状ポケットであり、工具はφ1 mmのボールエンドミルを使用した。次に、その型を用いて、瓦粘土を用いて押し型成型を行い、成型体の表面の観察を行った。

(3)加工経路の検討

CAM ソフト (BobCAD-CAM Inc.製 3AXIS PRO) 上で加工経路の検討を行った。

3. 全収縮率の測定と瓦の復元

(1) 全収縮率の測定

測定に使用する型は、1. (2)で作成した 3D データを元にして CAM ソフトを用いて NC データを作成し、CNC 加工機である 3 軸モデリングマシン (ローランド ディー・ジー・(株)製 MDX-50) を用いて加工した。なお、切削工具は、 $\phi 1 \sim 6 \text{ mm}$ のボールエンドミルを用いた。

また、原料には菊間瓦産地で利用されている瓦粘土を使用し、押し型成型によって、瓦を成型し、風乾後、高砂工業 (株) 製 0.4 m^3 ベンチュリーバーナー式いぶし窯を用いて、最高温度 1000°C 、保持時間 1 時間で酸化焼成後、20 分間工業用ブタンガスを用いていぶし処理を行った。

焼成後の瓦の直径と厚さを金属製の定規で測定し、縦横方向と厚さ方向の全収縮率 (乾燥と焼成過程を合わせた収縮率) の算出を行った。

(2) 瓦の復元と評価

瓦土の全収縮率より、リバースエンジニアリングソフトを用いて型の縦横方向、深さ方向の寸法を修正し、モデリングマシンを使用して石膏型を加工した。また、この石膏型を用いて成型した瓦を風乾、先述(1)と同条件にて焼成した後の瓦を 3D スキャナで計測し、計測ソフト ((株)スリーディー・システムズ製 Geomagic Control X) を用いて、リバースエンジニアリングソフトで作成したサーフェスモデルとの比較を行った。

結 果 と 考 察

1. 瓦型の設計

(1) 3次元データ取得結果

写真1のとおり、復元する瓦には欠損があるため、3次元データを取得するに当たっての前処理として、写真2のとおり、砥部焼協同組合 13 号坏土を用いて欠損部を手作業で修復した。修復後の瓦について写真3のとおり、3次元データの取得を行い、得られた点群データを、データ処理ソフトを用いてポリゴンデータに変換した。ポリゴンデータを図1に示す。

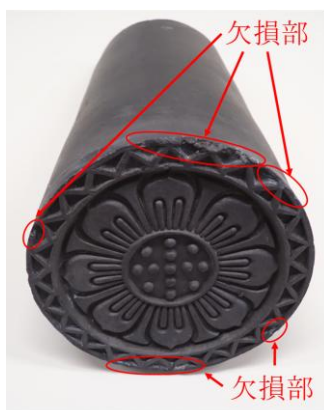


写真1 復元する瓦



写真2 修復した瓦



写真3 3次元データ取得工程

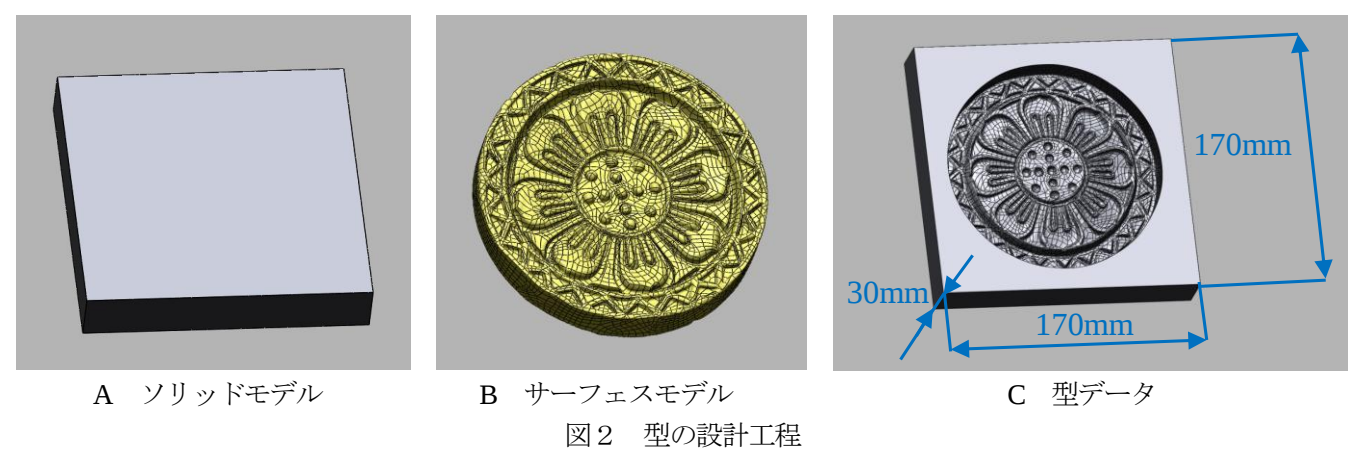


図1 ポリゴンデータ

(2)型の設計

型の設計工程を図2に示す。リバースエンジニアリングソフトを用いて、ポリゴンデータで型に不要な部分のデータを削除し、ポリゴンデータをサーフェスモデルに変換した。

具体的には、図2Aに示すとおり立方体のソリッドモデルを作図し、ブーリアン演算処理により、図2Bに示すサーフェスモデルの形状にソリッドモデルをカットし、図2Cの型データを作成した。



2. 加工条件の検討

(1) 型材の検討

型材を変えて加工した型を写真4に示す。加工後の型の切削面は、ケミカルウッドと石膏は平滑な表面が得られたため良好であったが、木材（SPF材）は、加工による木質の毛羽立ちや、導管の凹凸が残った。また、離型性については、石膏が最も優れており、次いで木材が良好であり、ケミカルウッドについては、離型剤（CRC）を使用しなければ離型できなかった。このことから、切削面及び離型性を総合的に判断した結果、表1にあるとおり型材には石膏を用いることが適当であることが分かった。

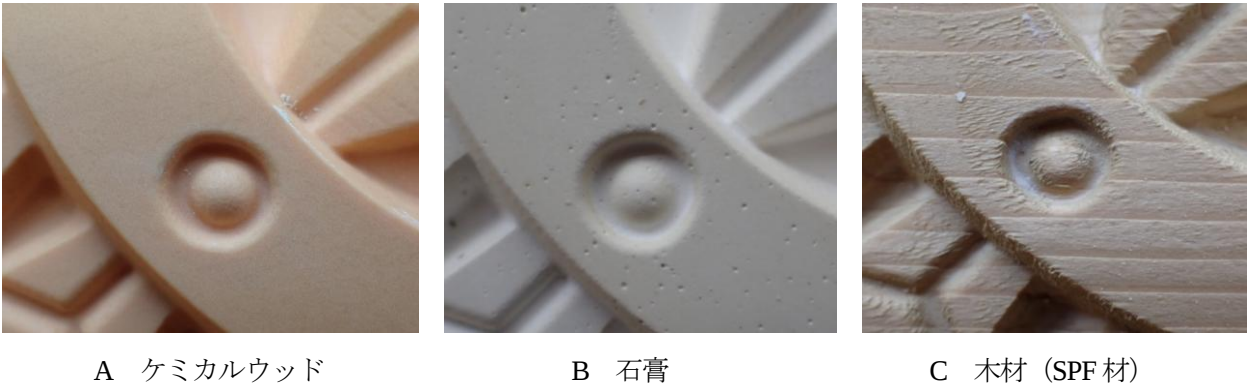


写真4 型材を変えた型の表面

表1 型材の評価

型材	ケミカルウッド	石膏	木材（SPF材）
切削面	○	○	△
離型性	△	◎	○
総合評価	△	○	△

(2)切削ピッチの検討

写真5に示すとおり、成型体の表面は、切削ピッチが0.3～0.4mmの範囲では等間隔の切削痕が確認できた（写真5A、5B）が、0.1～0.2mmの範囲においては確認できなかった（写真5C、5D）。なお、桐山らによると、仕上げ加工の切削ピッチは、0.15mmが適当であるとの報告²⁾がある。しかしながら、切削に用いる装置や被削材や成型に使用する土等の各種条件によって異なるため、今回の条件においては、φ1mmのボールエンドミルを用いて仕上げ加工を行う際の切削ピッチは0.2mmが適当であることが分かった。



A 0.4 mmピッチ

B 0.3 mmピッチ

C 0.2 mmピッチ

D 0.1 mmピッチ

写真5 切削ピッチを変えて加工した型を用いて成型した成型体

(3)加工経路の検討

加工経路は、荒加工、スキヤロップ加工の経路を組み合わせることで、瓦用型が加工可能であることが分かった。また、φ1mmで全ての面を仕上加工するパターン（加工パターン1）を表2に、削り残り加工機能により各径のエンドミルで仕上げ加工を行ったパターン（加工パターン2）を表3に示す。加工パターンを比較した結果、加工パターン2のように削り残り加工を行うことで、加工時間を65%削減することができた。

表2 加工パターン1

加工順	加工工程	工具径 φ(mm)	工具先端形状	切削送り速度 (mm/min)	切込速度(mm)	加工時間
1	荒加工	6	R3 ball	2500	1000	4m14s
2	スキヤロップ加工	6	R3 ball	1500	750	15m22s
3	スキヤロップ加工	3	R1.5 ball	1000	500	1h15m11s
4	スキヤロップ加工	2	R1 ball	1000	0.05	1h33m53s
5	スキヤロップ加工	1	R0.5 ball	700	0.05	3h57m21s
総加工時間						7h6m0s

表3 加工パターン2

加工順	加工工程	工具径 φ(mm)	工具先端形状	切削送り速度 (mm/min)	切込速度(mm)	加工時間
1	荒加工	6	R3 ball	2500	1000	4m14s
2	スキヤロップ加工	6	R3 ball	1500	750	15m22s
3	スキヤロップ加工	6	R3 ball	1000	500	46m43s
4	スキヤロップ加工	3	R1.5 ball	1000	500	39m28s
5	スキヤロップ加工	2	R1 ball	1000	0.05	18m43s
6	スキヤロップ加工	1	R0.5 ball	700	0.05	27m31s
総加工時間						2h32m1s

3. 全収縮率の測定と瓦の復元

(1) 全収縮率の測定

モデリングマシンを用いて加工した型を用いて、瓦を成型し、いぶし焼成した結果、焼成による割れやいぶし膜の不良等の問題は発生せず良好な焼成体を得られた。

また、焼成体の寸法は、各5点の測定を平均した結果、直径方向φ155 mm厚さ9.5 mmであった。なお、元の型の直径がφ165 mm、厚さが10 mmであったことから、全収縮率は、縦横方向6.1%、厚さ方向5.0%と算出された。

(2) 瓦の復元と評価

3. (1)で算出された全収縮率から、3DCAD 上で型の寸法を縦横方向1.064 倍、深さ方向を1.053 倍に修正し、モデリングマシンを使用して石膏型を加工した。また、加工した型を用いて瓦を成型後、再度同一条件下(最高温度1000℃、保持時間1 時間で酸化焼成後、20 分間いぶし処理)で焼成を行った。

次に、焼成後した瓦の形状を、3D スキャナを用いて3次元データを取得し、計測ソフトを用いてサーフェスモデルとの寸法の差を検査した結果について、図3 及び表4 に示す。

図3B のヒストグラムに示されているように、98%の領域が公差(±1 mm) 内に収まっていることが明らかとなった。また、100%の範囲では±1.6 mmに収まっていることが確認できるなど、元となる瓦と修正した石膏型から起こした瓦との間に形状の大きな相違はなく、瓦の復元形状について良好な結果を得ることができた。

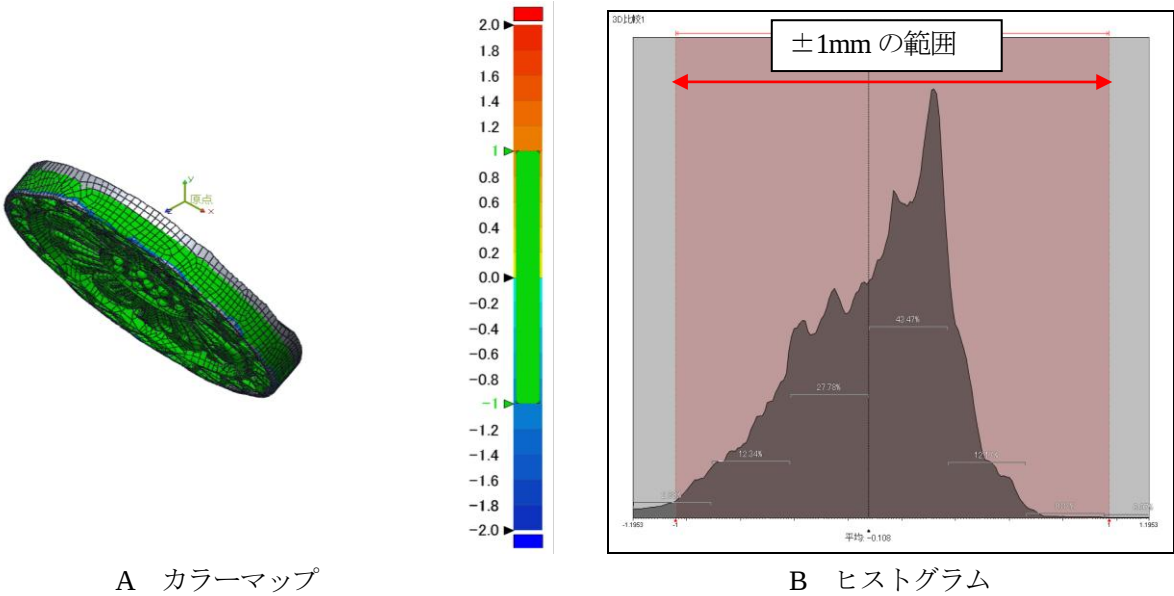


図3 瓦の形状検査結果

表4 瓦の形状検査結果

最小 (mm)	最大 (mm)	標準偏差	分散	公差内 (%)	公差外 (%)
-1.58	1.58	0.36	0.13	98.27	1.73

ま と め

- 瓦型の加工条件及び、焼成した瓦の復元形状測定等について検討を行い、以下の結果を得た。
1. 瓦型の型材として、ケミカルウッド、石膏、木材を検討した結果、切削性、離型性の面から石膏を用いることが適当であることが分かった。
 2. 加工経路は、荒加工、スキヤロップ加工の経路を組み合わせることで、瓦用型が加工可能であることが分かった。
また、各径のボールエンドミルで仕上げ加工を行うことで、加工時間を65%削減することができ、瓦製作における効率化を進めることができた。
 3. 原料に菊間瓦産地で利用されている瓦粘土を使用した場合、最高温度1000℃でいぶし工程によって焼成した際の全収縮率は縦横方向6.1%、厚さ方向5.0%であることが明らかとなった。

4. 3D スキャナ、リバースエンジニアリングソフト、モデリングマシンを使用して、瓦の復元作業を行うことで、復元する形状との公差を $\pm 1.6\text{ mm}$ に収めることが可能であった。

文 献

- 1) 日本屋根瓦経済新聞, **1734**, (2023).
- 2) 桐山有司, 依田慎二, 山口英次: 3次元シミュレーションを用いた製品開発プロセスの支援技術に関する研究, 長崎県窯業技術センター研究報告, **57**, 6-12 (2009).

陶磁器製品設計製造へのデジタル技術の適用

雁木邦之 秋元英二 中川久留美^{*1}

Adaptation of digital technology to ceramic product design and manufacturing

GANGI Kuniyuki AKIMOTO Eiji and NAKAGAWA Kurumi

砥部焼における鋳込み型製作工程の省力化を図ること目的に、製品設計製造プロセスに 3D スキャナや 3DCAD の適用を検討した。その結果、設計に必要なパラメータである全収縮率は、砥部焼協同組合 11 号坏土を 1250℃で焼成した条件で 12.7%であることが分かった。また、3DCAD を用いることにより設計段階で重量、重心位置、転倒角度のシミュレーションをすることができ、製品の設計変更を行う際、3DCAD 上で修正可能であるため手作業での鋳込み型製作工程と比較し省力化を図ることができた。

キーワード：モデリングマシン、切削加工、3DCAD

はじめに

陶磁器用鋳込み型で製造する製品の新商品開発では、設計変更を行う際、粘土モデル作成までの手戻りが発生するためコストと期間が問題となっている。¹⁾そのため、他県では、3DCAD や 3D スキャナといったデジタル機器を用いた陶磁器製品製造工程の効率化を図る試みがなされている。²⁻⁵⁾

本研究では、砥部焼での全収縮率（乾燥と焼成過程を合わせた収縮率）の測定を行い、製品重量や重心位置、転倒角度について 3DCAD 上でシミュレーションを実施し、砥部焼製造工程へのデジタル技術の適用を試みた。

実験方法

1. 陶磁器製造へのデジタル技術の適用

(1) 製品のモデリングと重量、重心位置、転倒角度のシミュレーション

製品スケッチを元に 3DCAD ソフト（株式会社スリーディー・システムズ製 Geomagic Design X）を用いてソリッドモデルの作図を行った。

次に、作成した 3D データ（ソリッドモデル）から、製品重量をソリッドモデルの体積に磁器の比重を乗じて算出した。また、重心位置をソフト上で確認し、重心点から、製品台座部分の各頂点について直線を作図し、土台部分の各頂点から深さ方向に垂線を作図して、その 2 直線の角度から製品の転倒角度を求めた。

(2) モデリングマシンを用いた鋳込み型の加工

作成した 3D データを元に、3DCAD ソフトを用いて鋳込み型を設計し、CAM ソフト（BobCAD-CAM Inc. 製 3AXIS PRO）を用いて NC データを作成した。次に CNC 加工機である 3 軸モデリングマシン（ローランド ディー・ジー、株式会社 MDX-50）を用いて石膏型を加工した。荒加工には φ6 mm のボールエンドミル、仕上げ加工には、φ6～φ1 mm のボールエンドミルを、平坦部は φ6 または、φ3 のフラットエンドミルを用いて加工を行った。各工具の切削条件を表 1 に示す。なお、加工元の石膏ブロックは、陶磁器型材用石膏（サンエス石膏株式会社 A 級）を使用し作製を行った。

^{*1} 陶房くるみ

この研究は、「産学官連携共同研究開発事業」の予算で実施した。

表1 切削条件

加工工程	工具径 φ(mm)	工具先端形状	切削送り 速度 (mm/min)	軸方向 切込量 (mm)	深さ方向 切込量 (mm)
荒加工	6	R3 ball	2000	2.9	2.0
等高線加工	6	R3 ball	1500	1.0	-
等高線加工	3	R1.5 ball	1500	0.5	-
等高線仕上げ加工	6	R3 ball	700	0.05	-
等高線仕上げ加工	1.6	R1 ball	700	0.05	-
等高線仕上げ加工	1	R0.5 ball	700	0.05	-
走査線加工	6	R3 ball	1500	1.0	-
走査線仕上げ加工	1.6	R1 ball	700	0.05	-
スキヤロップ加工	3	R1.5 ball	1500	0.5	-
スキヤロップ仕上げ加工	1.6	R1 ball	700	0.05	-
スキヤロップ仕上げ加工	1	R0.5 ball	700	0.05	-
平坦部加工	6	flat	1500	3.0	-
平坦部加工	3	flat	1000	1.5	-

(3)排泥鑄込み成型

鑄込みに用いる泥漿は、砥部焼協同組合 11 号坏土に解膠剤として、ケイ酸ソーダとディーフ（太平窯業薬品(株)製）を表 2 に示す割合で添加⁹⁾し、それに水を加えてミキサー（ハミルトンビーチ製 HBB908R）で、20,000rpm で攪拌後、真空攪拌機（春富電機製作所製 VC-1）を用いて、330rpm で攪拌しながら 3 分間脱気した。次に、作製した泥漿を(2)で加工した鑄込み型に流し込み、表 2 に示す鑄込時間が経過後に排泥を行った。

表2 鑄込条件

土	砥部焼協同組合 11 号坏土
鑄込時間 (min)	120
泥漿水分率(mass%)	28
ケイ酸ソーダ添加割合(mass%)	0.2
ディーフ添加割合(mass%)	0.05

(4)全収縮率の測定

全収縮率測定用の台座は、電気炉(株)福澤工業 RET-10FG 型)を用いて酸化雰囲気、最高温度 1250℃で焼成を行った。次に、焼成後の台座を 3D スキャナ（Artec Europe 製 Space Spider）で計測し、計測ソフト（(株)スリーディー・システムズ製 Geomagic Control X）を用いて、原型の 3D データと比較し、全収縮率を算出した。

(5)設計変更

算出した全収縮率を元に、3DCAD 上で、全収縮率から拡大率を変更し、更に形状について、設計変更を行った。

結果と考察

1. 陶磁器製造へのデジタル技術の適用

(1) 製品のモデリングと重量、重心位置、転倒角度のシミュレーション

製品スケッチを図1に、設計したソリッドモデルを図2にそれぞれ示す。3DCAD 上でソリッドの体積を確認したところ 464.999cm^3 であり、磁器の比重 2.2g/cm^3 を乗ずると、台座の重量は 1023g であると算出できた。

次に、重心位置については、図3より、ソリッドのほぼ中心に位置していることが確認できた。また、転倒角度は、台座底部の頂点から、重心点に向かって作図した直線と、深さ方向の直線との角度であり、台座底部の頂点を支点に台座を傾けた際、転倒しない最大の角度を示している。図4に示すとおり、その角度は $51.7^\circ \sim 67.2^\circ$ となっており、転倒に対して十分な安定性が確保されていると考えられる。

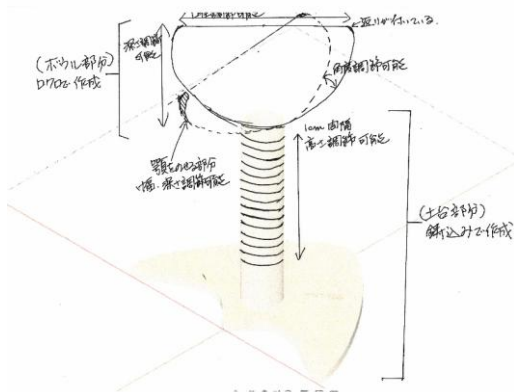


図1 製品スケッチ

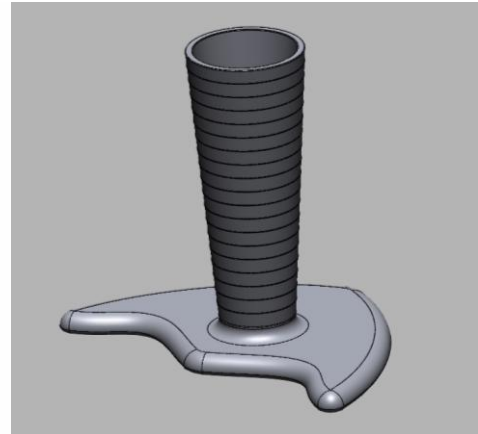


図2 ソリッドモデル

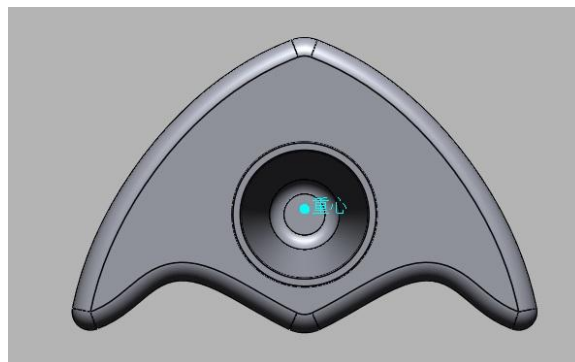
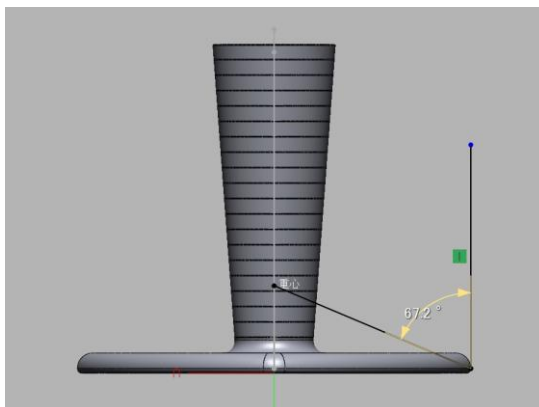
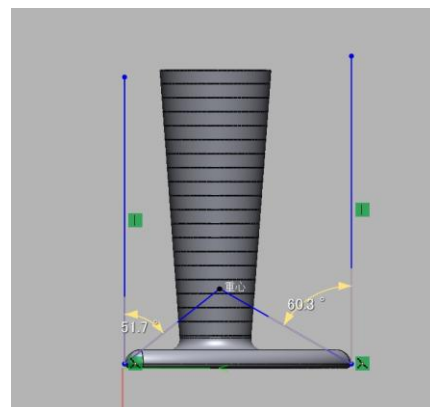


図3 重心位置



A 正面



B 側面

図4 転倒角度

(2)モデリングマシンを用いた鋳込み型の加工

3DCAD を用いて、図 5 に示す 5 個の部品で構成された型を設計し、モデリングマシンを用いて石膏型を加工した。加工の様子を写真 1 に、加工した石膏型を写真 2 にそれぞれ示す。なお、型設計に用いたソリッドモデルは、鋳込み成型においてろくろ成型の場合と近い乾燥及び焼成収縮が発生するであろうと仮定し、既知の 1.17 倍にあらかじめスケール変更を行っている。ポケット（型の凹部分）の深さが 15mm 以下である図 5 B 及び C については、 $\phi 1\text{ mm}$ のボールエンドミルで仕上げを行い、深さが最大で 57mm の型である図 5 D は $\phi 1.6\text{ mm}$ と $\phi 6\text{ mm}$ のボールエンドミルを併用して仕上げ加工を行った。

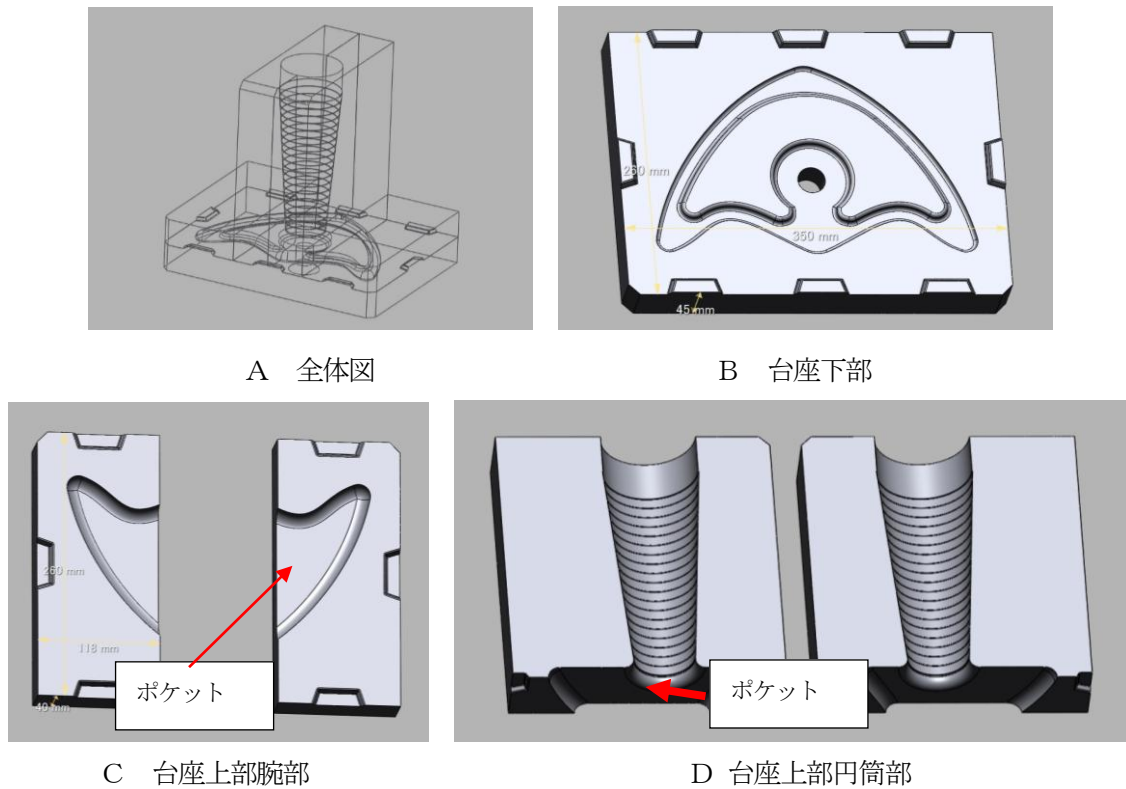


図 5 設計した鋳込み型



写真 1 モデリングマシンによる加工の様子



写真 2 石膏型

(3)排泥鋳込み成型

前述で作製した鋳込み型を用いて排泥鋳込み成型を実施した結果を写真 3 に示す。一般的に、有機系の陶芸用解膠剤を使用した場合、成型物が柔らかくなり離型性に支障をきたす場合があるが、表 2 の鋳込み条件では、不具合は見られず良好な鋳込み成型体を得ることができた。

(4)全収縮率の測定

焼成後の台座を、図6に示すとおりに計測ソフトを用いて原型のソリッドモデルと比較したところ、原型モデルを1.025倍にスケールを変更したものの差が概ね±0.5mm以内に収まっていることが確認できた。また、1-3)の型設計の工程で、焼成及び乾燥収縮を見込んで原型を1.17倍にスケール変更を行っているため、式(i)により、原型のスケール1.145倍に変更すれば原寸大になることが分かった。

$$1.17 \div 1.025 \div 1.145 (\text{倍}) \quad (\text{i})$$

また、式(ii)により、全収縮率は12.7%であることが明らかとなった。

$$(1.145 - 1) \div 1.145 \times 100 \div 12.7 (\%) \quad (\text{ii})$$

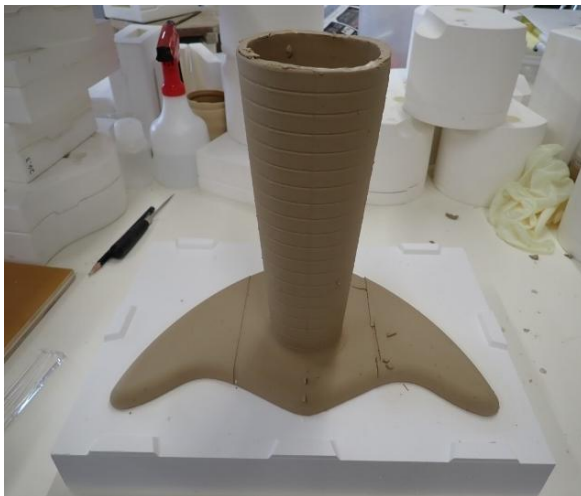


写真3 鋳込み成型

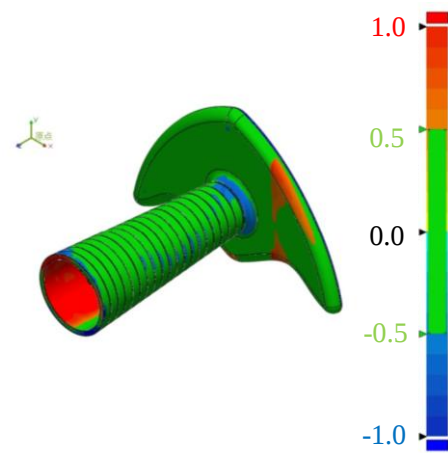


図6 計測ソフトでの比較

(5)設計変更

全収縮率の測定結果から、原型の3Dデータを1.145倍にスケール変更した。鋳込み型の設計変更は、手作りで行う場合、原型製作及び、捨て型製作工程が必要となるが、デジタル技術を用いることでそれらの工程を省略することができた。また、共同研究者である中川氏から、「犬の足が当たらないように台座部分の形状を変更して欲しい」、「中型犬までに対応できるように、円筒支柱の高さを低くしたい」との要望を受けて、図7に示すとおりに3DCAD上で台座や円筒支柱等の設計変更を行い再度型を加工した。なお、図8及び、図9に示すとおりに、再設計後の型の重心位置や転倒角度についても確認することができた。

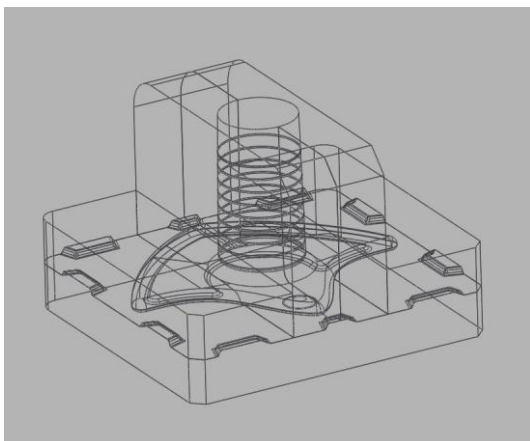


図7 設計変更後の鋳込み型

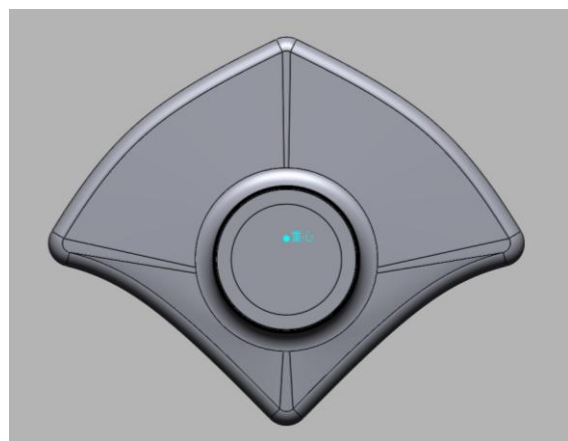


図8 重心位置 (再設計型)

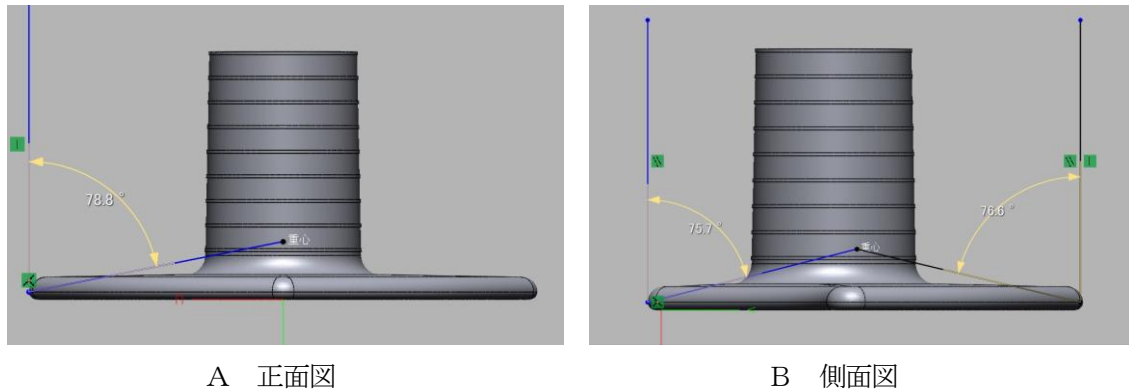


図9 転倒角度（再設計型）

ま と め

陶磁器製造へのデジタル技術の適用を行い、以下の結果を得た。

1. 製品スケッチのデジタルデータ化を行った後、3DCAD 上において、重量、重心位置、転倒角度のシミュレーションを実施し、各種データを取得することができた。
2. 砥部焼協同組合 11 号坏土を 1250℃で焼成した際の全収縮率は、12.7%であることが明らかになり、原型寸法の再調整、修正を実施した結果、原型と同じ寸法の台座を製作することができた。
3. 鋳込み型製作に 3DCAD を用いることにより、手作業で設計変更を行う場合と比較して、原型製作及び捨て型製作工程を省略することができた。

文 献

- 1)竹浪祐介:2D/3D 技術応用による伝統産業に適したデザイン開発手法の研究開発と普及事業 第2報（その2）デジタルリノベーション手法による伝統工芸品製作プロセスの改善検討,京都市産業技術研究所研究報告,10,59-63(2020).
- 2)桐山有司,依田慎二,山口英次: 3次元シミュレーションを用いた製品開発プロセスの支援技術に関する研究,長崎県窯業技術センター研究報告,57, 6-12 (2009).
- 3)林茂雄,新島聖治: 3次元データを活用した陶磁器の試作開発に関する調査,三重県工業研究所研究報告, 43, 153-157(2019).
- 4)副島潔: CAD/CAM システムを利用した型製作の自動化,佐賀県窯業技術センター研究報告書, 42-44 (2007).
- 5)宜保秀一,中村英二郎,赤嶺公一,花城可英: デジタルデザイン技術による陶器の設計・生産技術の開発,沖縄県工業技術センター研究報告書 , 15,47-52 (2013).
- 6) 吉田秀治,蒲地伸明,寺崎信:泉山陶石を活用した陶磁器製品製造プロセスの開発,佐賀県窯業技術センター研究報告書,17-21(2012).