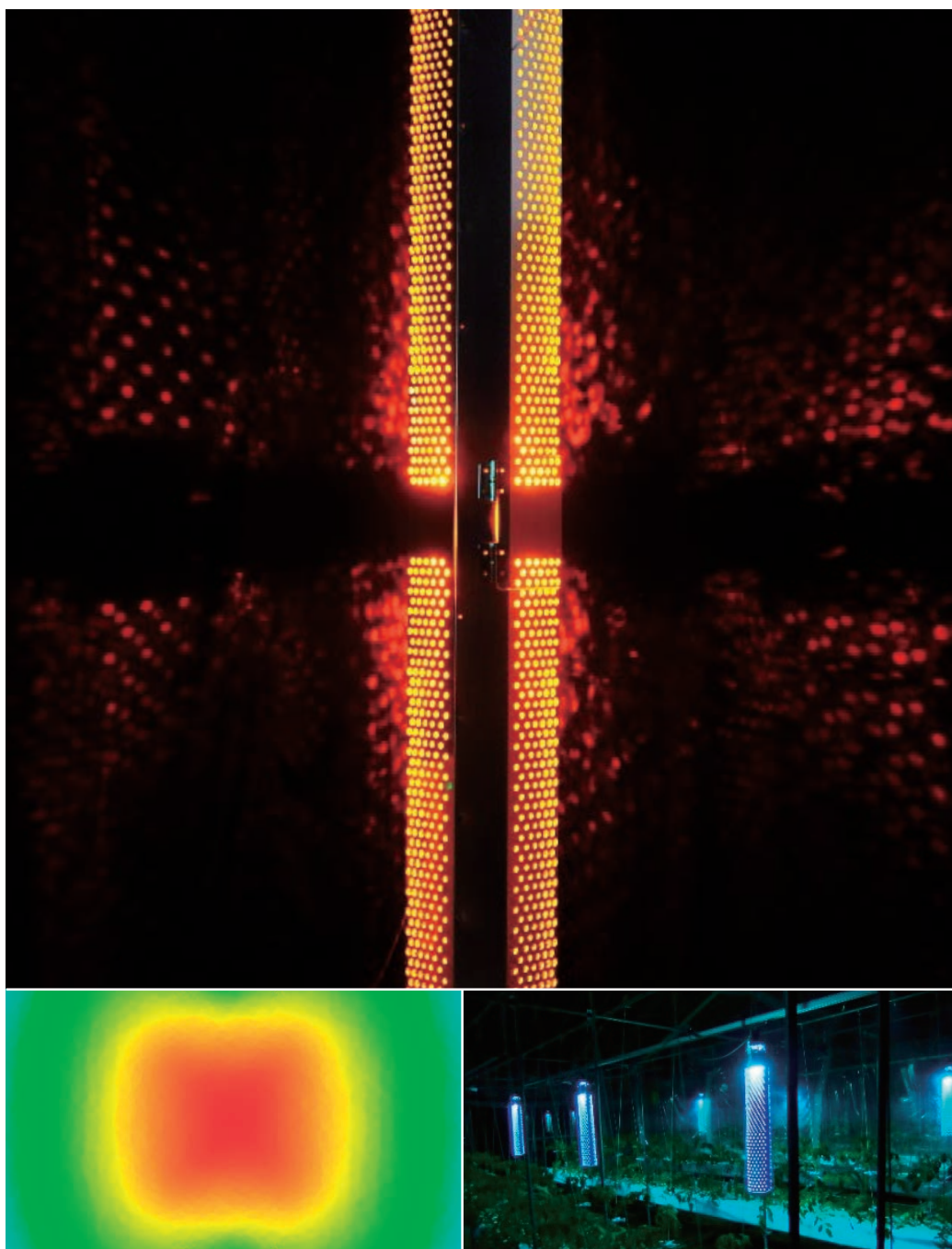
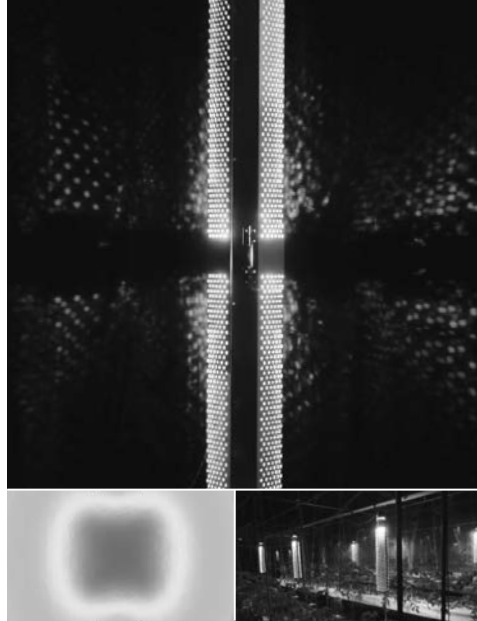


東洋鋼鋳





表紙の説明

表紙の上図は、当社の光制御技術を応用して開発した照明装置の一例であり、装置から光が均一に広がる様子を示したものです。装置内面は紫外線領域で80%以上の反射率を有しており、光源からの距離を考慮した適切な孔の配置で装置表面の開口率分布を最適化することによって、装置中央に配置された点光源からの光が広範囲に均一に照射されるように配光設計しています。配光設計に際しては、3次元光環境解析ソフトを用いたシミュレーションにより、配光の最適化と設計の効率化を図っています(下左図)。下右図は、農業用照明への用途展開として、実証試験を行っている様子です。当社が開発した照明装置をUV-B照射装置として使用することにより、化学合成農薬の使用量削減と、安定的かつ効率的な病害虫防除システムの構築が可能となります。

The above figure on the cover shows an example of a lighting device developed by applying our light control technology. It is understood how light uniformly spreads from light source. The inner surface of the device has a reflectance of more than 80% in UV range, and by optimizing the aperture ratio distribution by appropriate arrangement of holes opened on the surface of the device considering the distance from the light, the light from the point light source arranged in the center of the device can be irradiated uniformly from the surface of the device over a wide range. In the design, simulation using 3 dimensional light environment analysis software was optimized the light distribution and designed efficiency (bottom left figure). The figure on the bottom right is a state of demonstration test as application development for agricultural lighting. By using the lighting device developed by our company as a UV-B irradiator, we can reduce the amount of agricultural chemicals and build a stable and efficient disease control system.

目 次

1. 巻頭言 第40巻を迎えて……………中 村 琢 司 … 1
2. 無延伸ポリエステルフィルムのレトルトブラッシング発生挙動……………武 永 智 靖 … 3
佐々木 康 介
末 永 昌 巳
西 田 一 弘
3. トルコ冷延鋼板工場におけるPL-TCM（酸洗・タンデム冷間圧延……………入 江 毅 … 13
直結ライン）の建設および立上げ
佐 伯 一 寛
吉 井 陽之輔
橋 田 貴 雄
4. Mo₂NiB₂硼化物系サーメットの溶射皮膜特性に及ぼす ……………平 田 浩 郎 … 25
粉末熱処理温度およびフュージング条件の影響
矢 永 裕 記
劉 華 南
田 代 博 文
稲 沢 弘 志
5. 遺伝子解析装置BIOSHOT HT-32の開発 ……………森 弘 惇 一 … 35
津 田 稔 也
山 野 博 文
6. DNAメチル化異常を伴う疾患の鑑別診断チップの開発 ……………鴻 海 俊太郎 … 45
—プラダーウィリー / アンジェルマン症候群鑑別チップ—
永 田 伊智郎
山 根 衣寿美
井 上 頼 江
大 場 光 芳
山 野 博 文
7. UV-B拡散反射装置のトマト栽培への応用 ……………西 麻 里 … 51
渡 邊 圭 太
藤 田 岳
田 村 洋 二
仲 渡 英 生
8. 東洋鋼鈹 創刊号～Vol.39 表紙集および総目次 …………… 59

TOYO KOHAN

Technical Reports of Toyo Kohan Company Ltd.
Vol.40

Contents

1. Introduction : Welcoming Vol.40	<i>Takuji</i> NAKAMURA	1
2. Retort Blushing Occurrence Behavior	<i>Tomoyasu</i> TAKENAGA	3
of Non-Oriented Polyester Film	<i>Kousuke</i> SASAKI <i>Masami</i> SUENAGA <i>Kazuhiro</i> NISHIDA	
3. Construction and Startup of PL-TCM	<i>Tsuyoshi</i> IRIE	13
for Cold Rolled Steel Products in Turkey	<i>Kazuhiro</i> SAEKI <i>Younosuke</i> YOSHII <i>Takao</i> HASHIDA	
4. Influence of Powder Heat-Treatment Temperature	<i>Koro</i> HIRATA	25
and Fusing Treatment Condition on the Thermal Spray Coating Properties of Mo ₂ NiB ₂ Base Cermets	<i>Hiroki</i> YANAGA <i>Huanan</i> LIU <i>Hirofumi</i> TASHIRO <i>Hiroshi</i> INAZAWA	
5. Development of Genetic Analyzer “BIOSHOT HT-32”	<i>Junichi</i> MORIHIRO	35
	<i>Toshiya</i> TSUDA <i>Hirofumi</i> YAMANO	
6. Development of Differential Diagnostic Chip for Diseases	<i>Shuntaro</i> KOHNOMI	45
Accompanying DNA Methylation Abnormality - Prader-Willi / Angelman Syndrome Discrimination chip -	<i>Ichiro</i> NAGATA <i>Izumi</i> YAMANE <i>Yorie</i> INOUE <i>Mitsuyoshi</i> OHBA <i>Hirofumi</i> YAMANO	
7. Application to Tomato Cultivation	<i>Mari</i> NISHI	51
by UV-B Diffuse Reflecting Device	<i>Keita</i> WATANABE <i>Takashi</i> FUJITA <i>Youji</i> TAMURA <i>Hideo</i> NAKATO	
8. Toyo Kohan Inaugural Issue ~ Vol.39 : Cover Pages and Total Contents		59

第40巻を迎えて

執行役員 技術研究所所長 中村 琢 司

技術情報誌「東洋鋼板」（以下、本誌）は、当社の研究開発の成果や新製品・新技術を紹介する技術論文誌として、1952年の創刊以来、第40巻の発行を迎えることが出来ました。これまでの諸先輩方のご努力に対して心から敬意を表したいと考えます。

当社は、1934年に日本で民間初のぶりきメーカーとして誕生し、以来80年を超える歴史の中で培った鉄の圧延、表面処理、ラミネート等の当社固有の技術をもとに、アルミや樹脂など鉄以外の製品分野への進出を果たし、有益な製品、サービスをユーザーの皆様提供し続けてまいりました。

本誌創刊号の発刊の辞として、当時の木村幸次郎社長は、「第二次世界大戦によって、日本の産業資本がほとんど喪失され、残されたものは僅かに技術資本だけとなった時代に、日本産業の振興を技術者一体となり立ち上がる趣旨の下、当社内部の相互啓発を行っていくと共に、広く世論に訴え衆知を集めるべく、本誌を発刊するに至った」と述べています。そのころの当社は従業員1500名、工場敷地6万坪を有し、ぶりき、ローモ板、プラスコ板（錫めっきをしないで原板表面に合成樹脂の塗料を焼き付けた商品名）等を主製品とし、年間生産能力5万トンを有しながらも、1次設備合理化計画として、当時最新式の冷間圧延機の導入とともに、焼鈍炉、錫めっき装置等の大規模な設備増強を図っている時代でした。また、下松工場内に研究所が組織され、研究・技術開発と共に、製造技術の向上に努めておりました。本誌には、冷間圧延の潤滑性、冷間圧延材の機械特性・表面欠点あるいはぶりきの特性・評価方法など多岐にわたる論文が掲載されており、技術に対する真摯な取り組みをうかがい知ることが出来ます。

以来72年余り、様々な技術開発の成果を本誌により、各分野の研究者様およびユーザーの皆様へ情報発信ができましたことは、ひとえに皆様のご協力の賜物であり、厚く感謝いたします。

今後、持続可能な開発目標「SDGs」に沿って、環境・エネルギー・資源・食・医療などをキーワードとした研究・技術開発が進んでいくと考えます。時代の変化を敏感にとらえた情報発信をこれからも続けていきたいと考えますので、皆様のご協力をよろしくお願いいたします。

無延伸ポリエステルフィルムの レトルトブラッシング発生挙動

武永智靖*¹・佐々木康介*²・末永昌巳*³・西田一弘*⁴

Retort Blushing Occurrence Behavior of Non-Oriented Polyester Film

Tomoyasu TAKENAGA, Kousuke SASAKI, Masami SUENAGA, Kazuhiro NISHIDA

Synopsis : Paints used for food cans have problems of BPA and VOC, and the need for switching to film laminated materials is increasing. A major issue of the laminated materials is cost, and the cost equivalent to painted materials is desired. As a technology for inexpensively manufacturing a laminate material, the direct coating method of a molten resin on a metal substrate is known, but since a film obtained by this method becomes a non-oriented polyester film, problems such as poor barrier properties and impact resistance. Particularly, when a non-oriented polyester film is used for the exterior side film of a food can, there is a problem that retort blushing (whitening) occurs on the exterior side of the can during retort treatment owing to insufficient barrier properties against water vapor. We report on the investigation result of retort blushing occurrence behavior of non-oriented polyester film.

Keywords : food can ; retort blushing ; lamination ; non-oriented polyester film ; PET ; PBT ; BPA ; VOC

1. 緒言

飲料缶および食缶に用いられる塗料の中には内分泌攪乱化学物質の疑いがあるBPA (bisphenol A, ビスフェノールA) を含有するものがあり, 特に関心が高い欧米では食品包装容器へのBPAを含む塗料の使用規制や, BPAを含む製品への外装表示の義務化が進められている。また近年, 中国などで大きな社会問題となっている大気汚染の問題から, 塗装工程で排出されるVOC (Volatile Organic Compounds, 揮発性有機化合物) に対しても環境保護の観点から規制の強化が進められている。これらの食品包装容器に係る社会問題を解決できる材料として, 塗料の替りにPET (polyethylene terephthalate) 等のポリエステルフィルムを使用したラミネート材への期待が高まりつつある。ラミネート材の開発で先行する日本では1990年代前半からスチール製の飲料缶へのラミネート材の適用が進められており, すでに安定して大量生産できる生産システムが

構築されている。一方, 海外ではラミネート材の適用は高耐食性が要求されるものなど一部の用途に限定されており, 数量は増加しているものの, 日本のスチール製の飲料缶で経験したような塗装材からラミネート材への全面的な切り替えには至っていない。理由の一番はコストであり, 現状ではラミネート材に切替えることでコスト増となる場合が多く, BPA代替塗料との天秤で採用されない場合が多い。今後, ラミネート材を世界に普及させるためには, 社会問題を解決できる部分を強調しつつ, かつ塗装材に対抗できるコストに抑える必要がある。

東洋製罐グループでは世界に先駆けて飲料缶および食缶用のラミネート材を開発してきたが, 上記コスト増の問題を解決すべくラミネート材の生産プロセスの見直しを行い, 金属板の両面に直接, 溶融樹脂をコーティングする技術を開発した (DEC, Dual co-Extrusion Coating¹⁾)。この生産方法ではフィルムコストの削減および生産性の向上が期待できるが, この方法でコーティングされたポリエステルフィルムはいわゆる無延伸フィルムであるため, 従来

*1 技術研究所 研究部 缶用材料グループ ラミ材料チーム チームリーダー

*2 下松事業所 冷延鋼板工場 ラミネート課 ラミネート係 係長

*3 下松事業所 生産技術部 ラミネート技術グループ グループリーダー

*4 技術研究所 研究部 缶用材料グループ グループリーダー

用いられてきた延伸のポリエステルフィルムに比較してバリア性や耐衝撃性が劣るといった問題がある。そのため、容器内面に用いるフィルムには用途に応じてポリマーアロイや変性ポリエステルを用いるなどして耐衝撃性を向上させている。また、容器外面に用いるフィルムにはレトルトブラッシング (retort blushing) の対策としてPBT (polybutylene terephthalate) をブレンドしたフィルムを用いている。レトルトブラッシングとはレトルト殺菌後の缶外面に水滴汚れ状の白化が発生する現象であり、程度の悪いものは商品価値を失う (Fig.1)。この白化現象はPETの結晶粒が粗大化するため²⁾、または含水したポリエステルフィルムが加熱され発泡することにより発生すると考えられている。Fig.2はレトルトブラッシングが発生した無延伸ポリエステルフィルムの断面を示しており、水による発泡でスチール基材側に直径2 μ m程度の小さな発泡痕が多数確認され、光の散乱で白く見える。

このレトルトブラッシングへの対策は1993年頃から検討されており、PETにPBTを30~60wt%ブレンドしたフィルムにより改善できることが知られている。これは結晶化速度が速いPBTが結晶核剤として機能することで、レトルト雰囲気下での結晶粒の粗大化が抑制されるため、もしくはレトルト昇温の開始からの短時間でフィルムが結晶化し、水蒸気に対するバリア性が向上するためと考えられている。



Fig.1 Retort blushing of the DRD can.

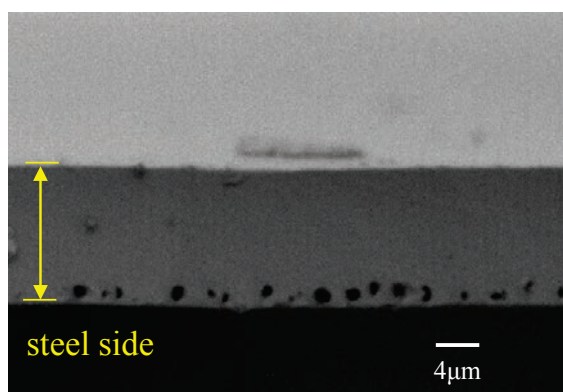


Fig.2 SEM image of the film with retort blushing.

特に水蒸気に対するバリア性はレトルトブラッシング抑制のための重要なパラメータだが、溶融押しコーティングされたポリエステルフィルムは無延伸フィルムであり、無配向・非晶状態のためレトルト開始時点のバリア性は低く、延伸のポリエステルフィルムに比べてレトルトブラッシング耐性が劣るといった課題がある。また、レトルトブラッシングは使用するオートクレーブの昇温速度、熱水や蒸気の当り方、内容物の充填温度の影響などを受けるため、実用化のレベルを判断することは容易ではない。

そこで本報では、まずPBTをブレンドした単層の無延伸ポリエステルフィルムを作製し、昇温速度が異なるオートクレーブを用いてレトルトブラッシングの発生挙動について調査した。また、無延伸ポリエステルフィルムに短時間の熱処理を施し、レトルトブラッシング耐性の改善を検討した。さらに実用化を踏まえて2層構成および3層構成にした無延伸ポリエステルフィルムのレトルトブラッシング耐性を確認した。

2. 実験方法

2.1 実験内容

2.1.1 評価フィルムの作製

レトルトブラッシングの発生挙動に及ぼすPBTのブレンド量の影響を明らかにするために、Table 1に示す5種類の無延伸ポリエステルフィルムを作製した。ベースとなるPET樹脂には安価なPETボトル用のグレードを選択しており、イソフタル酸 (以下IAと略す) を2mol%共重合したPET/IA2樹脂を用いた。このPET/IA2樹脂は固有粘度 (以下IVと略す) が0.83dl/gであり、食品衛生の観点からTi触媒のものを選択した。またブレンドするPBT樹脂には汎用グレードのものから、homo-PBTでIV=1.2dl/gのTi触媒のものを用いた。いずれも単層フィルムとし、膜厚は実用的な厚みとして10 μ mとした。

樹脂の押し出しにはスクリー径D=65mm、スクリー長さL/D=30の2軸押し出機を使用し、予め所定の配合比 (樹脂重量比) にブレンドした樹脂ペレットを押し出機のホッパーに搬送し、260 $^{\circ}$ Cの温度環境でQ/N (吐出量Q (kg/h) /スクリー回転数N (rpm) の比) =1.5の条件で混練し溶融させた。PBTブレンドフィルムの場合、押し出機での溶融混練によりPETとPBTのエステル交換反応が進むと考えられるが、反応性の低いTi触媒の樹脂を用いているため、Q/Nを0.3~3.0の広範囲に変化させてもエステル交換反応はほとんど進まないことを確認しており、本実験ではQ/N=1.5に固定とした。溶融樹脂は250~260 $^{\circ}$ Cの状態にてTダイの先端から吐出させ、キャストロール上で直ちに60 $^{\circ}$ Cまで冷却して巻取りフィルムを作製した。

続いてフィルムを多層構成とした場合のレトルトブラッシングへの影響を確認するために、Table 2に示すNo.7

～9の3種類の無延伸ポリエステルフィルムを作製した。また、同表中No.6のBO (Biaxially oriented, 2軸配向)-homo PETは市販の延伸フィルムであり、比較材として用いた。多層構成の無延伸ポリエステルフィルムのポリエステル樹脂および押し出し条件についてはTable 1に示した単層フィルムと同条件とし、3台の2軸押し出し機と、3層のマルチマニホールドタイプのTダイを使用して、各種フィルムを作製した。

2.1.2 ラミネート鋼板の作製

ラミネート基材には、板厚0.225mmの鋼板をふっ化物添加クロム酸浴中で陰極電解処理し、金属クロム量100～120mg/m²、クロム酸化物量11～13mg/m²の表面処理を施したElectrolytic Chromium/chromium oxide-Coated Steel (以下ECCSと略す)を使用した。

ラミネート鋼板は、Fig.3に示すラミネート装置により作製した。板温260℃に加熱したECCSをライン速度40mpmで通板させ、一対のゴム製のラミネートロールによりフィルムを熱圧着した。この時、ラミネートロールの表面温度は40℃に制御されており、また、熱圧着後には直ちに水冷して無配向・非晶の無延伸ポリエステルフィルムラミネート鋼板を作製した。またTable 2 No.6のBO-

homo PETについては、板温280℃に加熱したECCSにフィルムを熱圧着し、ラミネート後のフィルムのX線回折において、配向指標となる2θ=26°付近に現れる(100)面のピーク強度を原反の時の50%の高さに制御したものを作製した³⁾。

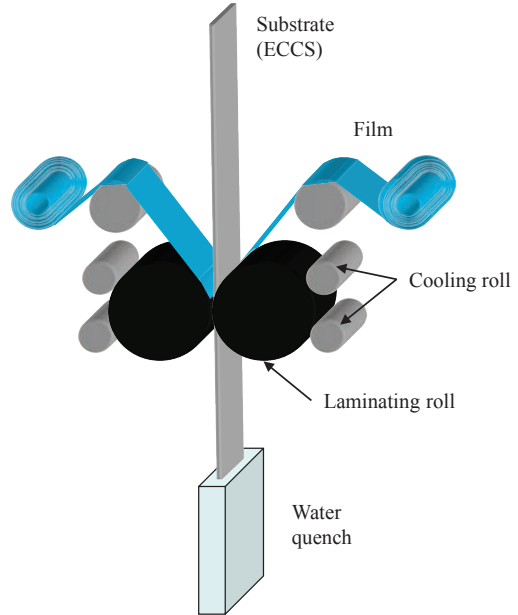


Fig.3 Method of polyester film lamination on ECCS.

Table 1 Structure of the PBT blend PET films. (NO:Non-oriented)

No.	1	2	3	4	5																		
type	NO-PET・PBT	NO-PET・PBT	NO-PET・PBT	NO-PET・PBT	NO-PET																		
PET resin	PET/IA2	PET/IA2	PET/IA2	PET/IA2	PET/IA2																		
PBT resin	homo PBT	homo PBT	homo PBT	homo PBT	homo PBT																		
PET blend weight	70wt%	60wt%	50wt%	40wt%	100wt%																		
PBT blend weight	30wt%	40wt%	50wt%	60wt%	0wt%																		
thickness	10 μm	10 μm	10 μm	10 μm	10 μm																		
layer	single	single	single	single	single																		
film structure	<table border="1"> <tr> <td>PET/IA2・70wt%</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>homo PBT・30wt%</td> <td></td> </tr> </table>	PET/IA2・70wt%	10	homo PBT・30wt%		<table border="1"> <tr> <td>PET/IA2・60wt%</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>homo PBT・40wt%</td> <td></td> </tr> </table>	PET/IA2・60wt%	10	homo PBT・40wt%		<table border="1"> <tr> <td>PET/IA2・50wt%</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>homo PBT・50wt%</td> <td></td> </tr> </table>	PET/IA2・50wt%	10	homo PBT・50wt%		<table border="1"> <tr> <td>PET/IA2・40wt%</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>homo PBT・60wt%</td> <td></td> </tr> </table>	PET/IA2・40wt%	10	homo PBT・60wt%		<table border="1"> <tr> <td>PET/IA2</td> <td>10</td> </tr> </table>	PET/IA2	10
PET/IA2・70wt%	10																						
homo PBT・30wt%																							
PET/IA2・60wt%	10																						
homo PBT・40wt%																							
PET/IA2・50wt%	10																						
homo PBT・50wt%																							
PET/IA2・40wt%	10																						
homo PBT・60wt%																							
PET/IA2	10																						

Table 2 Structure of BO-homo PET film and NO-multi layer PET films. (BO:Biaxially oriented, NO:Non-oriented)

No.	6	7	8	9																				
type	BO-homo PET	NO-PET・PBT blend	NO-PET・PBT blend	NO-3 layer PET & PBT																				
thickness	12 μm	10 μm	10 μm	20 μm																				
layer	single	double	double	triple																				
film structure	<table border="1"> <tr> <td>BO-homo PET</td> <td>12</td> </tr> </table>	BO-homo PET	12	<table border="1"> <tr> <td>PET/IA2</td> <td>2</td> </tr> <tr> <td>PET/IA2・40wt%</td> <td>8</td> </tr> <tr> <td>homo PBT・60wt%</td> <td></td> </tr> </table>	PET/IA2	2	PET/IA2・40wt%	8	homo PBT・60wt%		<table border="1"> <tr> <td>PET/IA2・40wt%</td> <td>8</td> </tr> <tr> <td>homo PBT・60wt%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>PET/IA2</td> <td>2</td> </tr> </table>	PET/IA2・40wt%	8	homo PBT・60wt%		PET/IA2	2	<table border="1"> <tr> <td>PET/IA2</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>homo PBT</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>PET/IA2</td> <td>5</td> </tr> </table>	PET/IA2	5	homo PBT	10	PET/IA2	5
BO-homo PET	12																							
PET/IA2	2																							
PET/IA2・40wt%	8																							
homo PBT・60wt%																								
PET/IA2・40wt%	8																							
homo PBT・60wt%																								
PET/IA2	2																							
PET/IA2	5																							
homo PBT	10																							
PET/IA2	5																							

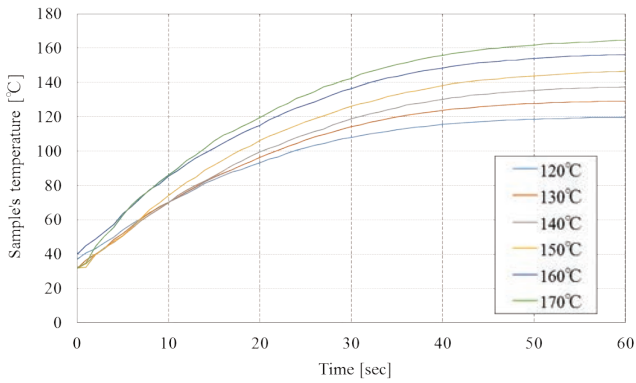


Fig.4 The raising temperature curve of oven.

2.1.3 熱処理条件

レトルトブラッシング対策として、レトルト処理前にオーブン中で熱処理 (heat set) を行い、ポリエステルフィルムを予め結晶化させておく方法を検討した。今回評価した無延伸ポリエステルフィルムは延伸ポリエステルフィルムに比べて水蒸気のバリア性が劣る。そこで作製したラミネート鋼板を120°C~170°Cの温度に設定したオーブンに1分間投入し、予めフィルムを結晶化させた場合の効果を確認した。Fig.4に熱処理に使用したオーブンのサンプル投入後からの昇温カーブを示す。得られた熱処理済みのラミネート鋼板を用いてレトルトブラッシングの評価および影響するフィルム物性の測定を行った。

2.2 評価方法

2.2.1 レトルトブラッシング評価

ラミネート鋼板を直径49mmの円形に打抜き、直径66mm×高さ65mmの金属製のカップの外側の底面に磁石で固定し、カップに20°Cの水道水を200ml入れ、直径5mm

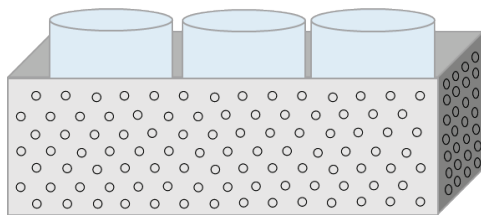


Fig.5 Punching metal container for retort blushing test.

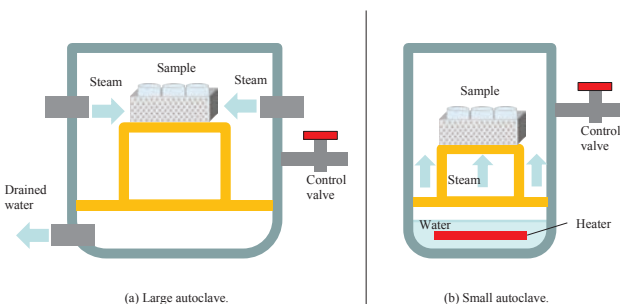


Fig.6 Structure of the autoclave.

の穴が多数開いたSUS製のパンチングメタル容器に入れた (Fig.5)。レトルトブラッシングはラミネート鋼板に直接蒸気が当たる場所で発生するため、直接蒸気が当たる場所と当たらない場所を作ることににより、レトルトブラッシングの発生状況を確認し易くすることを目的としてパンチングメタル容器を用いた。

レトルト処理にはFig.6に示す2種類のオートクレーブを用いた。(a)は大型のオートクレーブで、蒸気を直接、釜に送るタイプのため昇温速度は極めて速い。(b)は小型のオートクレーブで予め釜底に溜めた水をヒーターで蒸発させるタイプのため初期の昇温カーブは緩やかである。Fig.7に評価に使用したオートクレーブの昇温カーブを示す。

オートクレーブに上述した状態のSUS製のパンチングメタル容器を入れ、125°Cに昇温し10分間保持した後、冷却してサンプルを取り出した。取り出したサンプルのレトルトブラッシングの程度に応じてTable 3に示す5段階の評点で評価した。

2.2.2 フィルムのTgおよびTcの測定

DSC (示差走査熱量計) を用いて各種ポリエステルフィルムのTg (ガラス転移点) およびTc (結晶化温度) を測定した。測定にはPerkin ELMER製のDSC 8500を使用し、30°Cから280°Cまで10°C/minの昇温測定 (1st scan) を行い、その後、急冷によりフィルムをアモルファス状態にして、再び30°Cから280°Cまで10°C/minの昇温測定 (2nd scan) を行った。TgおよびTcの値には2nd scanの値を用いた。なお、試料量は10mgとした。

2.2.3 WVTR (水蒸気透過度, Water Vapor Transmission Rate) の測定

PETフィルムの結晶化度との関係性を調査するため、厚さ20μmの結晶化度の異なるhomo-PETフィルムサンプルを準備し、WVTRを測定した。測定はGTRテック(株)製 差圧式ガス透過率測定システム (GTR-30XATR) を用い、差

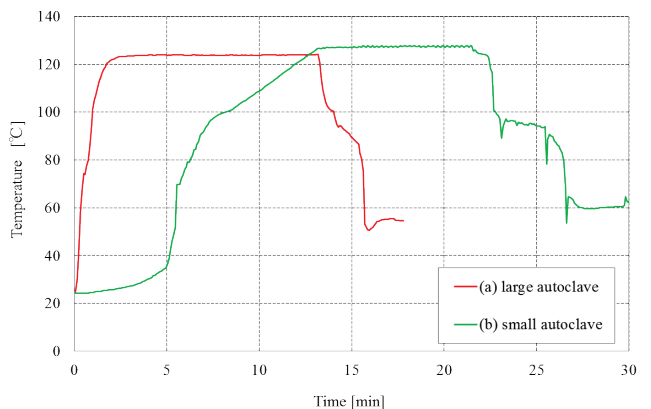
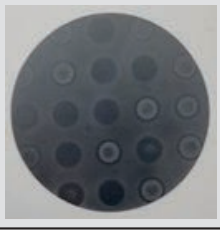
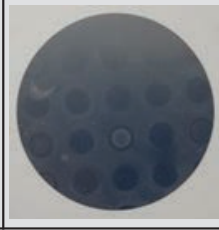

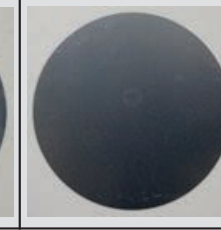



Fig.7 Comparison of the temperature rising curve.

Table 3 Judgment score of retort blushing test.

judgment	bad	←	→	good	
score	1	2	3	4	5
transfer	all	3/4	1/2	1/4	none
photo					

圧式定常法により行った。なお、ガスの体積は23°C, 1.0atmを基準とした。

2.2.4 X線回折強度の測定

ラミネート鋼板への熱処理影響や、レトルト処理中の各種ポリエステルフィルムの結晶化度を把握するため、X線回折強度の測定を行った。X線回折装置にはRigaku製RINT-2500を使用し、X線管球のターゲットには銅 (K α X線, 波長 $\lambda=0.1542\text{nm}$)を用い、管電圧:40kV, 管電流:200mA, 測定ステップ:0.02°, 計数時間0.6秒, 測定角度 $2\theta=10\sim30^\circ$ の条件で測定した。得られたX線回折強度パターンに対し、加重平均法で平滑化処理を行い、さらにSonneveld-Visser法を用いてバックグラウンドを除去し、各々の回折面のピーク強度を求めた。

3. 実験結果および考察

3.1 単層のPBTブレンドフィルムの評価

3.1.1 TgおよびTcに及ぼすPBTブレンド量の影響

Fig.8に作製した単層のPBTブレンドフィルム (Table 1 No.1~No.4) のPBTブレンド量とTgおよびTcの関係を

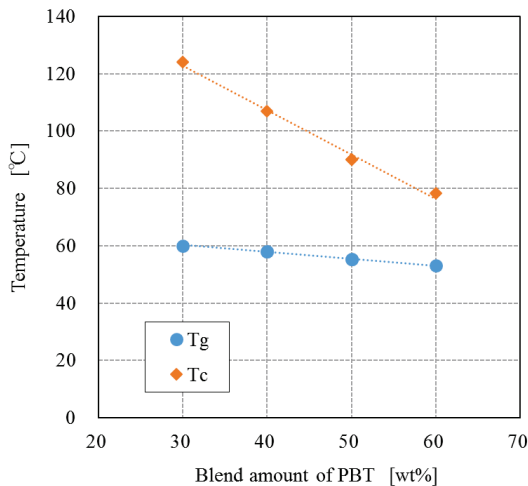


Fig.8 Relationship between blend amount of PBT and Tg or Tc.

示す。TgについてはPBT量30wt%~60wt%の範囲でPBTブレンド量の増加に伴い約7°C低下し、PBT量60wt%品のTgは53°Cとなった。このTgの低下は製缶工程におけるフィルムの切れ性の悪化や缶の抜け性の悪化に影響すると考えられる。次にTcについてはPBT量30wt%~60wt%の範囲でPBT量の増加に伴い約47°C低下し、PBT量60wt%品のTcは78°Cとなった。このTcの大幅な低下はポリエステルフィルムの結晶化速度の向上を意味し、PET中に分散したPBTが結晶核剤として機能するためと考えられる。

3.1.2 レトルトブラッシング評価

Fig.9に2種類の昇温カーブの異なるオートクレーブを用いたレトルトブラッシング評価の結果を示す。ラミネート鋼板には熱処理無しのものを用いた。レトルトブラッシングの耐性はPBTのブレンド量に比例して向上する傾向となっており、ポリエステルフィルムの結晶化速度を速くするほどレトルトブラッシングの耐性は向上する。また、オートクレーブの昇温カーブの影響については、レトルト開始直後の昇温速度が速い大型のオートクレーブの方が苛酷な評価となっており、許容できる4点以上のレトルトブラッシング耐性を得るにはPBT量を60wt%までブレンドする必要がある。一方で、レトルト開始直後の昇温速度が遅い小

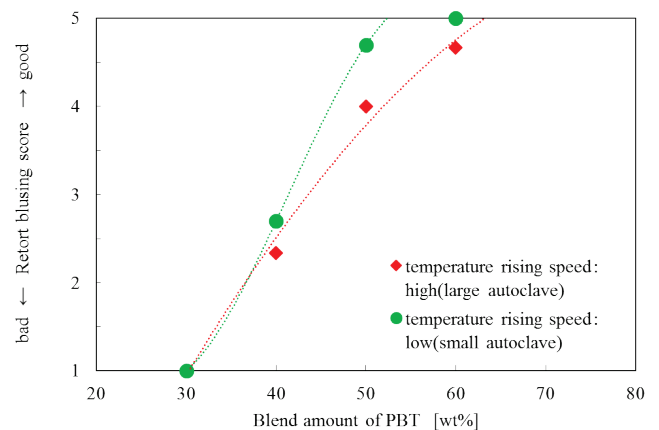


Fig.9 Relationship between blend amount of PBT and retort blushing score.

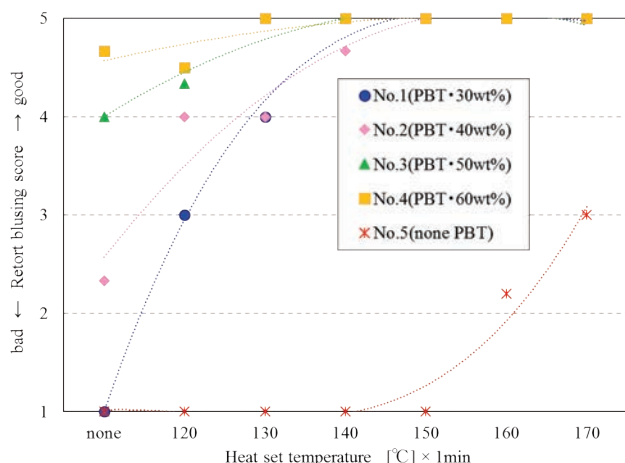


Fig.10 Relationship between heat set temperature and retort blushing score.

型のオートクレーブではPBT量50wt%以上で許容できる4点以上のレトルトブラッシング耐性を確保できる。

Fig.10に予めオーブンで熱処理した無延伸ポリエステルフィルムラミネート鋼板のレトルトブラッシング評価の結果を示す。評価には昇温速度が速いFig.6 (a)の大型のオートクレーブを用いた。PBTをブレンドしていないPET/IA2の単層フィルム (Table 1 No.5) は160°C×1分間の熱処理までレトルトブラッシングに対する効果は見られず、170°C×1分間の熱処理でも完全に解消することはできなかった。一方でPBTをブレンドした単層フィルムでは120°C×1分間の熱処理から大幅な改善効果が見られ、140°C以上の熱処理で許容できる4点以上のレトルトブラッシング耐性を確保できることが分かった。無延伸ポリエステルのレトルト処理前の熱処理については、PBT量30wt%であってもPBTブレンドの効果は非常に大きいと言える。

3. 1. 3 PBTブレンドフィルムの結晶化挙動

ポリエステルフィルムの結晶化状態とレトルトブラッシング耐性との相関を確認するため、熱処理無しの無延伸ポリエステルフィルム (Table 1) ラミネート鋼板を大型のオートクレーブに投入し、昇温開始からオートクレーブ内の温度が105°Cに到達した時点で直ちにサンプルを取り出し、取り出したサンプルのX線回折強度を測定した。同様に110°C, 115°C, 120°C, 125°C到達時点のサンプルについてもX線回折強度を測定し、レトルト処理中のポリエステルの結晶化度を調査した。Fig.11に代表的なものとしてPBTブレンド量30wt%と60wt%のサンプル、PBTをブレンドしていないPET/IA2のサンプルの105°Cおよび125°C到達時点のX線回折強度パターンを示す。PBT量60wt%のサンプルは105°C到達時点で各回折面に弱いピークが確認され、ある程度の結晶化が確認できるが、他のサンプルはほとんど結晶化しておらず、回折面のピーク強度

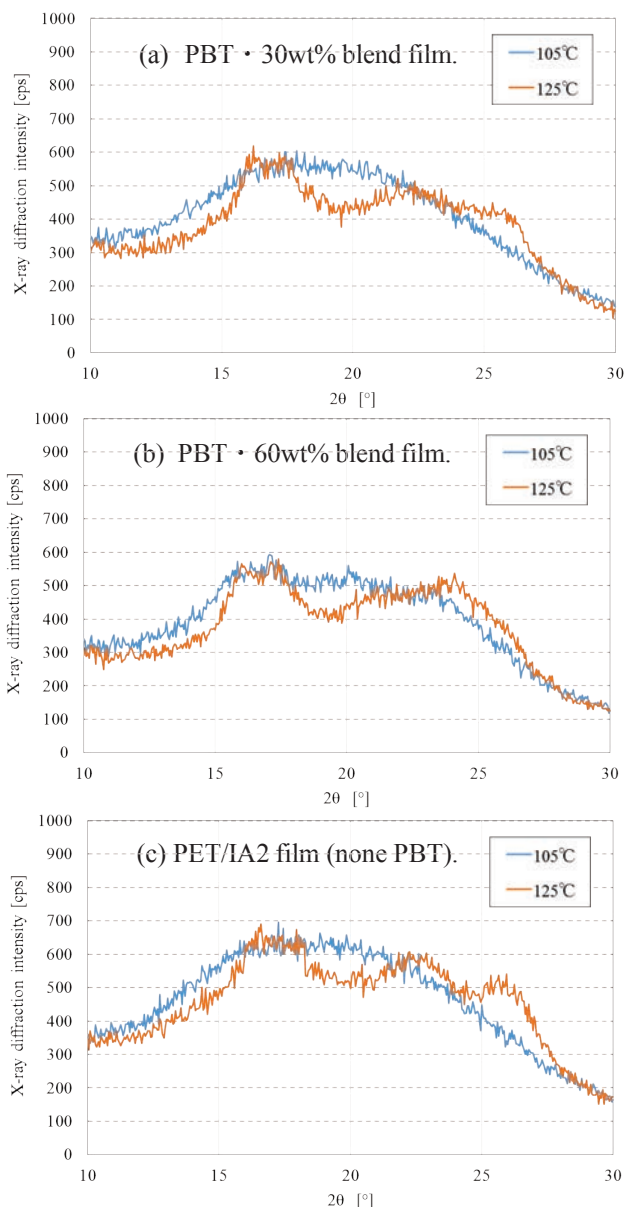


Fig.11 X-ray diffraction intensity of PBT blend film and PET/IA2 film when autoclave temperature reached 105°C and 125°C.

は確認されなかった。一方、125°C到達時点ではいずれのサンプルにおいても各回折面に強いピークが確認でき、105°Cから125°Cに上昇するまでの極短時間 (4分程度) でポリエステルの結晶化が進んだと考えられる。

Fig.12に得られたX線回折強度パターンから (010) 面のピーク強度を求めた結果を示す。今回、(010) 面のピーク強度をフィルムの結晶化度の指標として用いた。理由はPETとPBTの (010) 面の2θ位置が重なるためであり、ブレンド量が異なるPBTブレンドフィルムの結晶化度を比較する際の指標になると考えたからである。PBT量60wt%のフィルムはオートクレーブ内の温度が105°Cに到達した時点で結晶化しているが、他のフィルムはPBT量に応じて、即ち、フィルムの結晶化速度に応じて結晶化して行くことが分かる。また、PET/IA2の単層フィルムは結晶化速度が

無延伸ポリエステルフィルムのレトルトブラッシング発生挙動

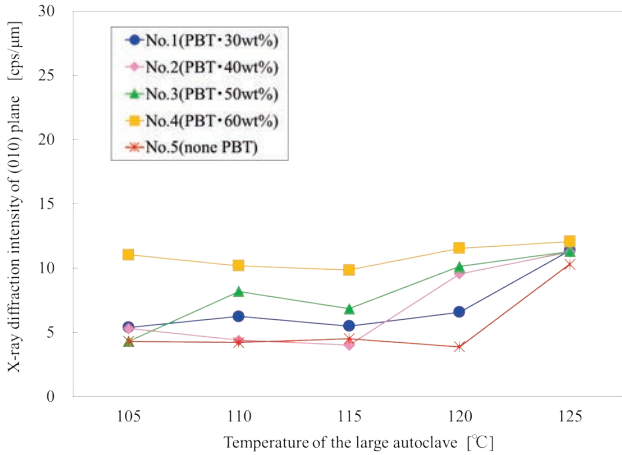


Fig.12 Relationship between temperature of the large autoclave and x-ray diffraction intensity of (010) plane.

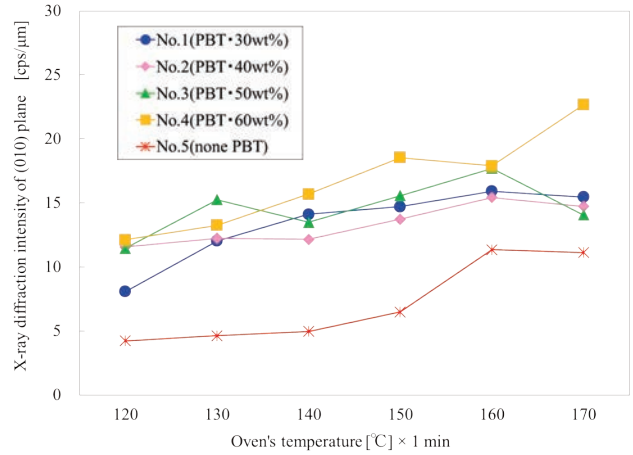


Fig.13 Relationship between heat set temperature and x-ray diffraction intensity of (010) plane.

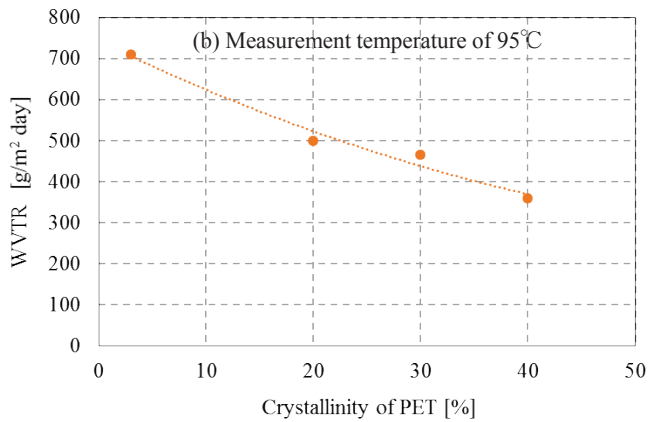
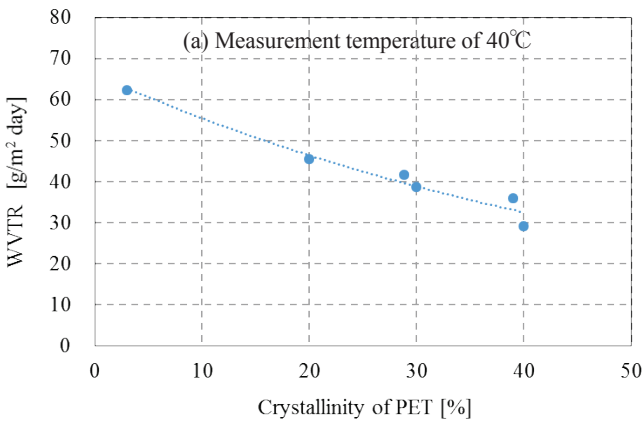


Fig.14 WVTR(Water Vapor Transmission Rate) of PET film. (45%RT, 20μm)

遅いため、120°C到達時点ではあまり結晶化は進んでおらず、120°Cから125°Cに昇温する間で結晶化が進むことが分かった。

同様にオープンで熱処理したラミネート鋼板のX線回折強度パターンを測定して求めた(010)面のピーク強度をFig.13に示す。PBTブレンドの単層フィルムについては、120°C×1分の短時間の熱処理でも結晶化は進んでおり、熱処理温度が高いほどより結晶化する傾向である。一方、PET/IA2の単層フィルムは150°Cまであまり結晶化は進まず、160°C以上で結晶化が進むことが分かる。

3.1.4 レトルトブラッシング発生挙動の考察

レトルトブラッシングは部分的なフィルムの結晶化度、結晶粒径の違いによるものと、フィルム内部に浸透した水分が温度上昇とともに気化し発泡することで発生する場合とが考えられている。無延伸ポリエステルフィルムのレトルトブラッシング発生部の断面には直径2μm程度の発泡痕が多数確認されることから(Fig.2)、発生メカニズムは後者の方と考えられる。特にラミネート鋼板の表面に結露によって水滴が付着してしまうと、その部分の温度が上がり難くなり、またフィルム内部の水分が抜け難くなるため、

局部的に内部発泡が発生し易くなると推測される。パンチングメタルの穴の部分は蒸気が直接、ラミネート鋼板に当たるため初期の段階では結露した状態にあると推測され、特にその部分で内部発泡が発生し、白化すると考えている。このフィルムの内部発泡はラミネート鋼板の表面に結露した水滴が一気に蒸発するタイミングでフィルム内部の圧力が開放され、発泡すると推測される。

PETに結晶化速度の速いPBTをブレンドすると、PBTが結晶核剤として機能するためポリエステルフィルムの結晶化速度が大幅に速くなることが知られている。また、Fig.14に示す結晶化度の異なるPETフィルムのWVTR(水蒸気透過度)の測定結果から分かるように、非晶状態のPETフィルムは40%程度結晶化することで、WVTRは1/2程度にまで減少する。この傾向は95°C環境下でも同様であり、レトルト処理中にフィルムに浸透する水分量はフィルムの結晶化度に依存すると考えられる。延伸のPET・PBTブレンドフィルムは製膜工程で配向・結晶化状態となるため、レトルト処理環境においても水分の浸透が抑制され、内部発泡が発生し難い、即ち、レトルトブラッシングが発生し難いと考えられる。一方、無延伸のPET・PBTブレンドフィルムは無配向・非晶状態のため水蒸気に対するバリ

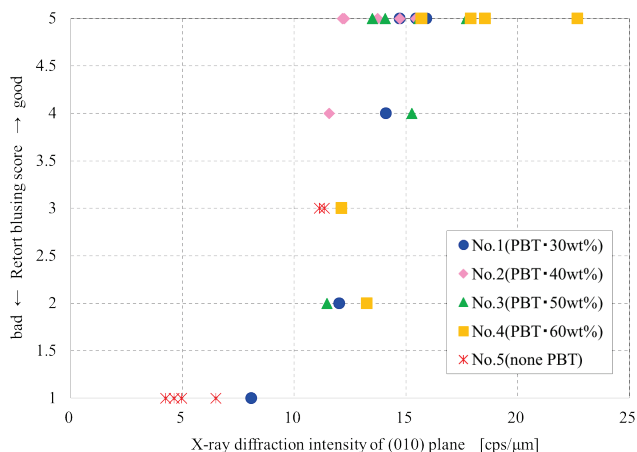


Fig.15 Relationship between x-ray diffraction intensity of (010) plane and retort blushing score.

ア性が低く、多くの水分が内部に含まれてしまうことで、レトルトブラッシングが発生し易いと推測される。従って、無延伸のPET・PBTブレンドフィルムはレトルト開始からの極短時間でレトルトブラッシングが発生しない領域まで結晶化させることが重要となる。

Fig.15に熱処理後のラミネート鋼板の(010)面のピーク強度とレトルトブラッシング評点との関係を示す。PBTのブレンド量に関係無く、ポリエステルフィルムの(010)面のピーク強度、即ちポリエステルフィルムの結晶化度とレトルトブラッシング耐性には強い相関が確認され、(010)面のピーク強度が10~15cps/μmの範囲にしきい値が存在すると考えられる。

3.2 多層フィルム構成の検討と考察

ここまでは単層のPBTブレンド無延伸ポリエステルフィルムについて述べて来たが、実際の生産においてはラミネート時の内外面フィルムのマッチングの問題や、胴材や蓋材等、用途別の要求特性に応じて多層構成とする場合が

想定される。その場合、全ての層にPBTをブレンドすることができず、例えば耐熱性を考慮してPETのみの層をラミネート鋼板の表層に使用したり、密着性を考慮してPET/IAのみの層を基材側の下層に使用したりすることがある。この様な2層もしくは3層構成のフィルムでは、芯層をPBTブレンドの構成にしてもフィルム全体としては十分なレトルトブラッシング耐性を確保できない可能性がある。そこでTable 2に示す各種ポリエステルフィルムのレトルトブラッシング評価を行い、多層構成の無延伸ポリエステルフィルムの各層のレトルトブラッシングに対する影響度を調査した。Fig.16に大型のオートクレーブで評価したレトルトブラッシング評点とレトルトブラッシング発生部のフィルム断面を示す。

先ず一般的な延伸homo-PET (No.6) については、ラミネート時の熱によりスチール基材側にメルト層(無配向・非晶の層)が形成されており⁴⁾、レトルト処理を行うとバリア性および強度が低いメルト層側で水による発泡が起り、レトルトブラッシングが発生する。結果、スチール基材側の面に多数の発泡痕が確認された。

次にPET/IA2にPBTを60wt%ブレンドした層の上もしくは下にPET/IA2のみの層を積層した2層の無延伸ポリエステルフィルムを評価したが、PBT量60wt%の単層フィルムの評価結果 (Fig.9) と比較してレトルトブラッシング耐性は劣る結果となった。特にPET/IA2の層をスチール基材側とした仕様で酷いレトルトブラッシングが確認された。それぞれのフィルム断面を確認したところ、水の発泡痕はいずれもPET/IA2の層で発生しており、特にスチール基材側をPET/IA2層とした場合で多くの発泡痕が確認された。この結果から、レトルトブラッシングに対してはスチール基材側の層のポリエステル樹脂の結晶化度もしくは結晶化速度が重要であることが明らかであるが、フィルム表層側であってもレトルトブラッシング耐性の低下は顕著であり、フィルム設計の際には表層についても十分に樹脂構成

No.	6	7	8	9
type	BO-homo PET	NO-PET・PBT blend	NO-PET・PBT blend	NO-3 layer PET & PBT
thickness	12 μm	10 μm	10 μm	20 μm
layer	single	double	double	triple
retort blushing score	1.0	3.3	1.0	1.7
SEM image				

Fig.16 Result of retort blushing test of homo-PET and multi-layer films, and cross section of the films after retort test. (BO : Biaxially oriented, NO : Non-oriented)

を検討する必要がある。

最後に芯層をPBTとし、表層および下層をPET/IA2とした3層構成の無延伸ポリエステルフィルムを評価したが、この場合ではスチール基材側のPET/IA2の層に多数の発泡痕が確認された。この結果からもスチール基材側の層の重要性は明らかであり、また芯層を結晶化速度の速いPBT単体の層として厚く設計してもレトルトブラッシングは抑制できないことが分かった。

4. 結言

無延伸ポリエステルフィルムのレトルトブラッシング耐性について、特にポリエステルフィルムの結晶化速度、および目標とすべき結晶化度の影響について調査を行った結果、下記の結論を得た。

- (1)無延伸ポリエステルフィルムは配向・結晶を有さないため、水蒸気が透過し易く、またフィルム強度が低いいため水による内部発泡が発生し易い。この問題を解決するためには、レトルト処理の開始直後の極短時間、具体的にはラミネート鋼板の表面に結露した水滴が再び蒸発するまでの間に十分な結晶化度を確保することが重要となる。この場合、使用するオートクレーブの昇温速度が速くなるほど無延伸ポリエステルフィルムが結晶化する時間が不足するため、レトルトブラッシングが発生し易くなる点に注意が必要である。
- (2)PBTを30wt%以上ブレンドした無延伸ポリエステルフィルムラミネート鋼板において、レトルト処理前に150°C設定のオーブンで1分程度の熱処理を行えば、十分な結晶化度を確保することができ、レトルトブラッシングは発生し難くなる。製缶工程において短時間の熱処理を行

- うことで無延伸ポリエステルフィルムのレトルトブラッシング耐性の問題を解決することができると考えられる。
- (3)本実験では簡易的にポリエステルフィルムの結晶化度を把握するために、X線回折強度パターンから得られる(010)面の強度ピークを指標に用いることを提案した。X線回折の測定条件に依存するが、本実験の条件ではフィルムの種類に関係無く、(010)面の強度ピークが10~15cps/ μm の範囲にレトルトブラッシングに対する結晶化度のしきい値が存在することが分かった。
 - (4)PBTブレンド層を含む多層構成の無延伸ポリエステルフィルムについて、結晶化速度が遅いPETもしくはPET/IA2などの樹脂層を積層する場合、その層で水が発泡してしまい、レトルトブラッシングが発生する。特にスチール基材側の層に結晶化速度が遅い樹脂を用いると、それ以外の層の結晶化速度に関係無く、レトルトブラッシングは発生してしまう。また、フィルム表層側についても結晶化速度が遅い樹脂を用いることはレトルトブラッシング耐性を低下させる要因となるため、多層構成とする場合には全ての層の結晶化速度を考慮して設計する必要がある。

引用文献

- 1) 只木康文：Packpia, June (2004), 30.
- 2) 南平幸彦, 泉弦, 久保耕司, 村上洋二, 小野正義：WO 95/15993.
- 3) 森田俊一, 岩下寛之, 田中厚夫, 寺内文子：鉄と鋼, 86 (2000), 171.
- 4) 森田俊一, 岩下寛之, 田中厚夫：表面技術, 52 (2001), 298.

トルコ冷延鋼板工場におけるPL-TCM（酸洗・タンデム冷間圧延直結ライン）の建設および立上げ

入江毅^{*1}・佐伯一寛^{*2}・吉井陽之輔^{*3}・橋田貴雄^{*4}

Construction and Startup of PL-TCM for Cold Rolled Steel Products in Turkey

Tsuyoshi IRIE, Kazuhiro SAEKI, Younosuke YOSHII, Takao HASHIDA

Synopsis : In 2012, Toyo Kohan Co., Ltd collaborated together with Tosyali Holdings, which is a steel manufacturing company with electric furnaces in Turkey, in establishing a joint venture called Tosyali-Toyo Steel CO. INC. (referred as to TAT).

TAT determined to locate its plant in Osmaniye Province, in the middle southern part of Turkey, and planned to construct the integrated production plant to manufacture tinplate, galvanized steel, color coated steel and cold rolled steel products and the construction of the plant started in 2014.

Although the construction was behind schedule by several months, the commercial production could be started at all lines in 2017 almost as planned. The commissioning of PL-TCM, which is the continuous pickling and cold rolling line with the latest technologies, was started in March 2017. By the cooperation of many people concerned, the commercial production could be started from April 2017.

The latest technologies were introduced into PL-TCM as well as many operational know-hows accumulated in Kudamatsu plant. As a result, its production capacity could reach 1 million tons a year.

In this paper, we report on the situation of construction and commissioning, introduction of several equipment and production record of PL-TCM.

Keywords : PL-TCM ; Turkey ; joint ventures

1. 緒言

当社は2012年、トルコ共和国の鋼管製造メーカー（電炉、鋳造、熱延設備などから鋼管を製造するための一貫生産設備を保有）であるトスヤルホールディングス(株)と合弁でトスヤル・トーヨー社（以下TAT社と表記する）を設立し、トルコ共和国の中南部に位置するオスマニエ県に、冷延鋼板、ならびにぶりき、溶融亜鉛めっき鋼板およびカラー鋼板といった表面処理鋼板の生産が可能な一貫生産工場の建設を決定した。2014年に工場の建設が開始され、各製造ラインの立ち上げは当初の計画よりもやや遅れたものの、2017年にはすべての設備で営業生産を開始し、トルコ国内

へぶりき、溶融亜鉛めっき鋼板、カラー鋼板および冷延鋼板の供給を開始している。Fig.1にオスマニエ工場の全景写真を示す。オスマニエ工場は総敷地面積が約25万m²で、年間85万トンの鋼板類を生産することができ、トルコ国内はもとより、鋼板類の需要増加が今後も期待される中東や北アフリカへの輸出も可能な立地条件となっている。

本プロジェクトにおいて、PL-TCMと呼ばれる酸洗・タンデム圧延直結ライン^{1,2)}は、熱延鋼板（ホットコイル）を塩酸により酸洗処理し、酸洗ライン出側に連結されたタンデム冷間圧延機において所定の厚みに連続して仕上げるために建設され、オスマニエ工場の設備では最上流工程となっている。Fig.2にPL-TCMのTCM部の写真を示す。

PL-TCMは、当社の製造拠点である下松事業所の酸洗ラ

*1 下松事業所 生産技術部 材料圧延技術グループ 圧延技術チーム チームリーダー

*2 下松事業所 冷延鋼板工場 調圧課 第2調圧係 係長

*3 下松事業所 生産技術部 材料圧延技術グループ 圧延技術チーム

*4 下松事業所 生産技術部 材料圧延技術グループ グループリーダー



Fig.1 TAT Osmaniye plant.



Fig.2 Front view of TCM.

インおよびタンデム圧延ライン³⁾で蓄積された生産技術や操業ノウハウを取り入れながらも、それらとは異なる、日本国内の設備メーカーが持つ最新鋭の設備および技術が多く適用されている。また、PL-TCMの建設から営業生産開始までの期間である2014年9月から2017年4月にかけて、当社の日本人スタッフ総勢18名、設備メーカーより派遣されたスーパーバイザーおよび、現地で採用されたエンジニア、オペレーター、メンテナンススタッフなどの従業員が協力しながら、建設完了後はほぼ垂直立ち上げで営業生産を開始することができた。

本報では、PL-TCMの建設開始から試運転までの工事進捗の経緯および、PL-TCMに導入された個別設備を紹介するとともに、稼働後の生産状況について述べる。

2. オスマニエ工場の概要

TAT社のオスマニエ工場は、前述のようにトルコ共和国オスマニエ県の工業団地内に位置する。Fig.3に工場の各製造工程のレイアウトおよびFig.4にプロダクトフローを示す。

工場は南北約430m、東西約580mの長方形の敷地を有しており、すべての製造ラインが東西方向に配置されている。PL-TCMはオスマニエ工場のほぼ中央に位置し、工場の北

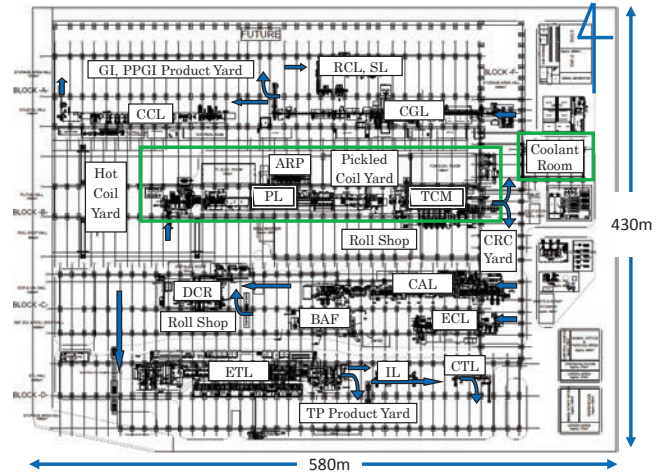


Fig.3 Plant layout.

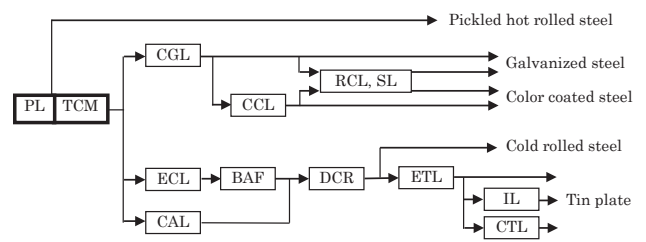


Fig.4 Product flow.

側に溶融亜鉛めっき製造を主体としたライン系列、南側はぶりき、冷延鋼板製造を主体としたライン系列が配置されている。これは25万m²という限られた工場建設スペースの中で、PL-TCMから溶融亜鉛めっきおよびカラー鋼板用冷延済コイルを北側へ搬送し、ぶりき、冷延鋼板用冷延済コイルを南側へ搬送することにより、お互いの物流を干渉しないようにするとともに、それぞれの製品倉庫まで一方通行でコイルが流れていくように考慮されたレイアウトとなっている。

またPL-TCMは、酸洗済コイルの製品化を冷延済コイルヤードで行うことによる置き場不足でラインが停止しないようにするため、コイル置き場を酸洗済コイルと冷延済コイルとで別棟とし、酸洗工程(PL)の出側にテンションリールが設置されているのが特徴である。PL-TCMの付帯設備として、圧延機に冷却を兼ねた冷間圧延油を供給するためのクーラント室が冷延済コイルヤードを挟んで東側に位置し、また、酸洗セクションで使用した廃塩酸を回収して再び塩酸化処理をするための設備であるARP (Acid Regeneration Plant) が酸洗槽の北側に隣接する。また圧延ロールを供給するためのロールショップはPL-TCMの南側、東西方向に併設されている。

3. PL-TCMの主仕様

PL-TCMの主仕様をTable 1に示す。PL-TCMは厚み0.16~2.0mmの冷延鋼板または1.6~4.0mmの酸洗済ホット

コイルを板幅700~1,300mmの範囲で製造する工程となっており、年間で100万トンの処理能力を有する。ここではPL-TCMと下松事業所の2CPL（酸洗ライン）、2TM（タンデム圧延ライン）との主仕様の比較を行い、詳細設備内容については次節以降で説明することとする。冷間圧延後はFig.4に示すように、電清、焼鈍、調質圧延/2次冷延、錫めっき、溶融亜鉛めっきおよび塗装工程により、各製品仕様に応じた材料特性、厚みおよび幅をもつ、表面処理鋼板製品へと仕立てられる。

PL-TCMは、機械品には日本の製鉄機械メーカーであるPTJ（Primetals Technologies Japan、以下PTJと称す）、

電機品には(株)日立製作所、レーザー溶接機は多田電機(株)、板厚計は(株)東芝など、一部の付帯設備を除き主として日本メーカーの設備が導入されており、試運転後の営業生産開始当初より高精度で安定した稼働を続けている。また下松事業所にはない、最新の設備技術も多く盛り込まれており、以下に各セクションにおける設備および技術、下松との比較などを紹介する。Table 2に、下松の酸洗、タンデム圧延設備とPL-TCMの代表設備について相違を示す。

Table 1 Main specification of PL-TCM.

Item	TAT	Kudamatsu Plant	
	PL-TCM	2CPL	2TM
Mechanical	PTJ	MHI	IHI, Hitachi
Electrical	Hitachi	TMEIC	TMEIC
Nominal capacity (t/y)	1,000,000	960,000	960,000
Entry thickness (mm)	1.6-4.0	1.2-4.5	1.6-3.5
TCM Delivery thickness (mm)	0.16-2.0	-	0.15-1.6
Strip width (mm)	700-1,300	508-1,270	508-1,270
Max. coil weight (ton)	30/30	20/36	36/36
Entry speed (mpm)	600	750	600
Pickling speed (mpm)	180	230	-
Trimmer speed (mpm)	300	350	-
TCM speed (mpm)	1,440	-	2,137

Table 2 Difference of specification of equipment between Kudamatsu and Osmaniye for PL and TCM.

Item	PL-TCM	2CPL, 2TM
Welder	LBW	FBW(2CPL)/NMW(2TM)
Pickling tank	PP, i-Box	Brick+rubber+steel, Deep bath
Acid	HCl	H ₂ SO ₄
Trimmer	Turret	Single
Rolling mill	6Hi (UCM)	#1, 2: 6Hi (HCMW) #3-5: 4Hi
WR diameter	300-340mm	#1, 2: 385-425mm #3-5: 525-595mm
Application	Recirculation	Direct
Rolling oil	Synthetic ester	Palm oil+Additive
AGC	Mass flow	Conventional

4. 酸洗設備 (PL)

PL酸洗設備の概要図をFig.5に示す。酸洗設備は出側に単独のテンションリールを有しており、POモードとして酸洗済熱延鋼板の製品化が可能となっている。以下に、酸洗設備における代表的な設備・機器について説明する。

4.1 入側設備

4.1.1 入側コイルコンベアー

PL-TCMの入側には、ラインの南側にある建屋外のホットコイルヤードからコイルを直接搬入するため、ウォーキングビーム式のコイルコンベアーがラインと直角に配置されている。クレーンでコンベアー上にコイルが置かれた後、ホットコイルの結束バンド除去以外のコイルハンドリングは自動シーケンスによって行われ、コイル先端のフィッシュテールは入側スキッドに設置された準備シャーにより、HMI (Human Machine interface) 画面（以下、単に「HMI」という）で設定された枚数が自動的に切り落とされる。またホットコイルの受け入れ検査やラインの運転条件設定のために、コイル質量、外径、板幅も入側コンベアー上で自動的に測定される。

The layout of PL-TCM

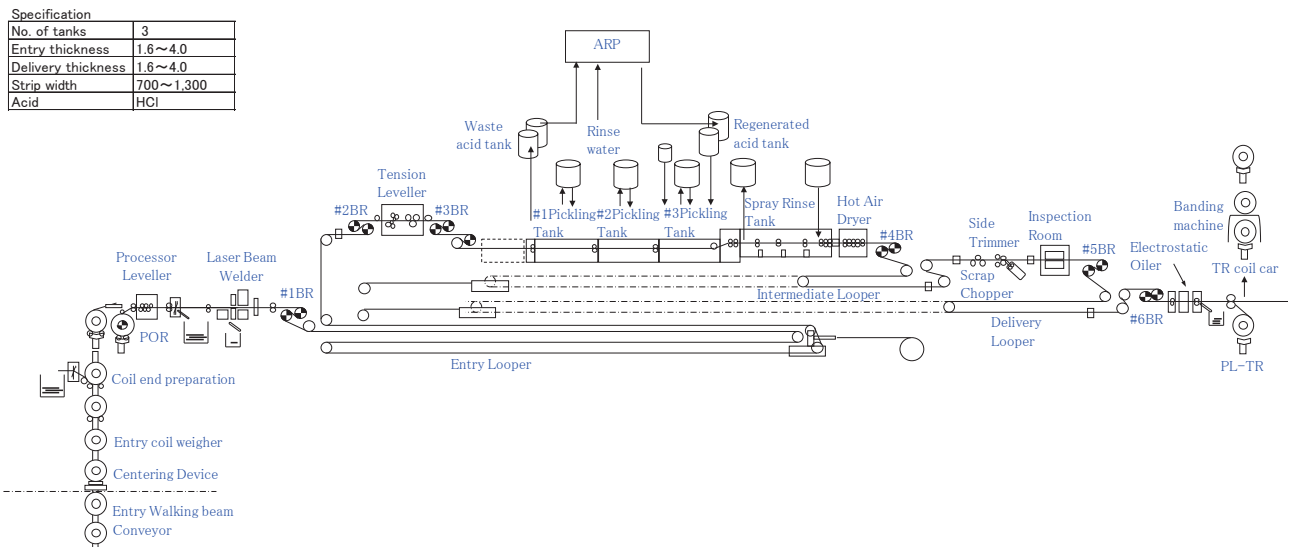


Fig.5 Layout of PL section.

4.1.2 ペイオフリール

ペイオフリールには1リール式のシングルマンドレルが採用されている。コイルカーによって事前に位置合わせがなされたコイルに駆動側から操作側へリール本体がシフトすることで、リールにコイルが装着される仕組みとなっている。コイル先端の巻きほどもと先端出しはペイオフリールの上部に設置されたコイルオープナーにより自動で行われ、熱延工程の巻取り時に発生した折れジワを矯正するため、ペイオフリールから巻き戻される鋼板を押し曲げることができるプレッシャーロールが配置されている。ペイオフリールへのコイル装着、先端巻きほどもは、オペレーターがマンドレルとコイル内径の位置を確認する以外は、全て自動で行われる。

4.1.3 アンコイラーレベラー

コイルの先尾端の巻きぐせ（板反り）を矯正するため、上3本、下3本のロールで構成されるアンコイラーレベラーが設置されている。インターメッシュ量は、コイル仕様によりプロセスコンピューターで自動設定される。またアンコイラーレベラーは、効果は小さいもののデスケラーとしての役割も果たすことからコイル全長にわたって使用される。

4.1.4 入側シャー

先行材の尾端、後行材の先端をカットする入側シャーにはアップカットシャーを採用した。シャーカット枚数はHMIで設定可能で、準備シャー、入側シャー共に、クランプバケットは天井クレーンにより搬出入される。また入側シャー前にX線板厚計が設置されており、ホットコイルのオフゲージを検出できる。

4.1.5 レーザービーム溶接機

下松事業所2CPL、2TMではフラッシュバット式の溶接機が用いられているのに対し、PL-TCMではレーザービーム溶接機（LBW）を採用した。レーザー発振器は固体ディスク方式で、従来のCO₂レーザー方式と比較してレーザー波長が短く、レーザーの水等への吸収も少ない。また光ファイバーの導入でレーザー反射角の調整等も不要でメンテナンス性も良く、極低炭素鋼から高強度低合金鋼といった幅広い鋼種を扱えることに加え、圧延に耐えうる溶接強度が得られている。溶接機は鋼板の先尾端の平行度を確保するためにギロチンシャーが内蔵されており、溶接時のダウンタイムは尾端停止および先尾端処理時間を含め、最大150秒程度で、高強度鋼は溶接部を軟質化するため、誘導加熱方式のポストアニラーが用いられる。溶接機の直後には、溶接端部のはつりを行うノッチャー、溶接部のトラッキング用穴検出を行うためのパンチャーが設置されており、溶接機と連動して自動運転がなされる。

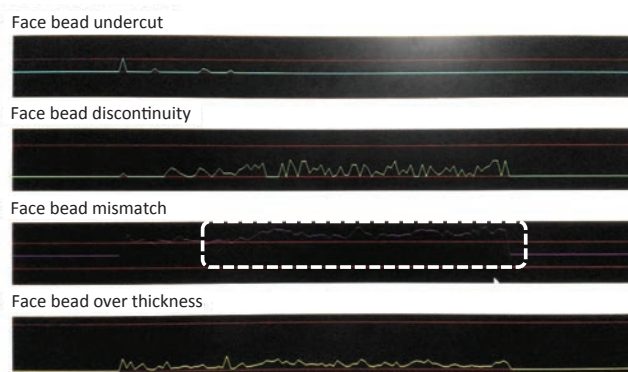


Fig.6 An example of welding monitoring system.

また溶接の良否を診断するため、溶接部の形状プロフィールやレーザー出力等を常時監視できる溶接診断装置も設置されている。Fig.6に、溶接診断画面の一例（Face bead mismatch：段違い溶接発生時の出力結果）を示す。

4.1.6 板幅計

ホットコイルの板幅管理のため、溶接機出側に板幅計を設置した。板幅が管理範囲を外れた場合、オペレーターに異常を知らせることが可能となっている。またホットコイルの形状不良や蛇行等により鋼板がライン中心から大きくずれて鋼板端部が設備と接触し損傷を受ける可能性がある。そこで板幅計を用いてずれ量を検出し、ずれ量が許容値を超えた場合に自動で入側設備停止を行う機能も設置されている。

4.1.7 入側ルーパー

酸洗入側には4ストランドで有効長566mの入側ルーパーが地下に設置されている。ストリップをサポートするためのスイングロール駆動はガイドウェイ方式で、ルーパーは1本のワイヤーが進行方向に2列並列で配置されている。

また酸洗槽の停止を抑制する機能として、ルーパー長がある長さよりも短くなると酸洗速度を自動減速する機能がある。

4.2 酸洗設備

4.2.1 テンションレベラー

メカニカルデスケリングと形状修正を目的として、酸タンク入側にそれぞれ1対の伸長ユニットとC反り矯正ユニットで構成されたテンションレベラーが配置されている。レベラーロールのWR径は80mmで、インターメッシュ量、伸び率は鋼板仕様に応じプロセスコンピューターから設定される。インターメッシュ量は最大30mmで、伸び率は最大2.0%となっている。デスケリング後の粉状スケールは水で洗い流される（ウェット方式）。含スケール排水は駆動側にある排水ピットに一旦貯留された後、排水設備へ送液され処理される。

4.2.2 i-Box酸洗槽⁴⁾

酸洗槽には耐酸レンガやゴムライニングの劣化による酸液漏れ補修に対し、将来大がかりな補修を必要としないこと（メンテナンスフリー）や建設工程期間の短縮化などを目的として、ポリプロピレン製の酸洗槽が選定された。また酸洗方式は箱型の浸漬方式で、デスケーリング効率向上やエネルギー削減効果に優れたi-Box酸洗槽が採用されている。酸洗槽内にはデスケーリング性の向上を果たす酸液の乱流状態を発生させるためにディバイダロールが配置されており、鋼板の下面を保持するのにグラナイトスキッドが使用されている。酸洗槽は長さ20mの槽が3つ連続して配置されており、全長60mとなっている。酸洗槽の入側は、将来の生産量の増加に伴う酸洗速度向上のため、20mの槽を追加できるスペースが確保されている。またライン停止による過酸洗を防止するため、3つの酸洗槽にそれぞれストレージタンクが設置されており、ライン停止時には設定時間後、自動的に酸洗槽からストレージタンクへ送液されて鋼板が酸液から取り出され、操業開始時はストレージタンクから酸洗槽へポンプ送液される仕組みとなっている。さらにライン停止中は、酸洗槽中の水分が蒸発し、塩酸濃度が高くなっていくのを防止するため、各槽のトータル塩酸濃度が所定の濃度を維持するよう、自動的に水が補給される仕組みもある。

酸液は所定の濃度の塩酸が使用される。塩酸液はARPの回収酸タンクから3つある各酸洗槽に投入され、各槽毎に塩酸濃度が自動的に制御される。酸液は酸洗槽内で通常85℃へ加熱される。酸洗槽内には蒸気で酸液を加熱するための熱交換器が槽の側端部に配置されており（間接加熱方式）、加熱に使用された蒸気は凝集水として回収されてリンス水に使用される。酸洗槽内の塩酸はNo.3槽からNo.1槽へ鋼板の進行方向とは逆にオーバーフローしていき、廃酸としてNo.1ストレージタンクに貯留後、ARP設備の廃酸タンクへ送液される。酸洗槽の塩酸は自動濃度制御がなされるが、濃度計の校正を目的とし、1回/シフトの頻度で手動滴定による濃度測定も行われる。過酸洗を防止するためのインヒビターはNo.2およびNo.3槽へ定量ポンプにより送液される。送液量はHMIより設定可能である。本酸洗設備は、リンス槽における鋼板の黄変を除去するために、低速で逆走する機能も設置されており、ラインの操業開始時には必ず逆洗作業が行われる。逆洗による塩酸の入側持ち出し防止のための酸切りロールと水スプレーが、No.1槽の入側に設置されている。酸洗槽の上部カバーはクレーンによる手動開閉式となっており、酸洗槽は水シール方式により完全に密閉されている。酸洗槽の出側にはステアリング機能付きの酸切りリンガーロールが2対設置されており、リンス槽への酸液の持ち込みおよび鋼板の蛇行を防止している。

4.2.3 リンス槽

リンス槽は酸洗槽と同様にポリプロピレン製で約17mある1つの槽が内部で4つに仕切られた4槽構造となっており、温水タンクから60℃の温水が最終槽の鋼板に噴射され洗浄される。最終槽で鋼板のスプレー洗浄に使用された温水は、板の進行方向と逆方向にオーバーフローしていき、第1槽から酸性廃水として回収されるカスケード構造となっている。オーバーフローの途中、各仕切り槽で鋼板へのノズル噴射による洗浄が行われ、第1から第3槽の各出口に1対、最終槽出口には3対のリンガーロールが設置され水切りが行われる。リンス槽で使用される酸性水は導電率計で管理され、使用された酸性廃水は、一部はARPの回収酸濃度調整用として使用され、残りは排水処理設備へ送られる。リンス槽の出口には水切りで残った板端部付近の水分を吹き飛ばし除去するためのエアノズルが設置されている。

4.2.4 ドライヤー

リンス槽出側の鋼板は表面に水分が残存しており錆びやすくなっているため、リンス槽直後にあるドライヤーにより乾燥される。蒸気との熱交換で暖められたエアーを鋼板に吹き付けることで乾燥が行われる。使用された蒸気の凝集水はリンス水として利用される。

4.2.5 中央ルーパー

酸洗槽出側には2ストランドで有効長212mの中央ルーパーが2階部分に設置されている。基本構造は入側ルーパーと同じである。

また酸洗槽の停止を抑制する機能として、ルーパー長がある長さ以上に長くなると酸洗速度を自動減速する機能がある。

4.3 サイドトリマー設備

4.3.1 トリマーセクション

酸洗後の板幅を全長に渡り均一にするため、ターレット式のサイドトリマーおよびスクラップチョッパーが設置されている。ターレット式サイドトリマーは、駆動側および作業側にそれぞれ2つの回転式トリマーを有しており、ナイフ摩耗等によるトリマー交換はターレットを旋回することで行うことができる。ターレット旋回によるナイフの交換時間は約2分で、酸洗部を停止させずに交換することが可能となっている。トリマーのクリアランスやラップ量は下松2CPLの設定をベースとして、実際のトリム状況を見ながら合わせこみを行った。

スクラップチョッパーは、トリム屑を約180mmの長さで切断する装置のことである。スクラップチョッパーを採用した理由は、ホットコイルのトリム比率が高く、ボーラー装置ではトリム屑のハンドリングの頻度が高くなるため

ある。またスクラップチョッパーは、チョッパー刃の組替頻度を少なくするために、オシレート式となっている。

トリマーで発生したせん断ばりは、サイドトリマー出側に設置されたバーマッシャーによって押しつぶされる。バーマッシャーの出側には表面点検場が配置されており、鏡により鋼板の表裏面を点検することが可能となっている。

4.3.2 出側ルーパー

トリマーセクションの出側には2ストランドで有効長287mの出側ルーパーが地上部に設置されている。基本構造は入側ルーパーと同じである。

4.4 出側設備

4.4.1 塗油装置

酸洗済コイルの防錆を目的とし、テンションリールの前に塗油装置が設置されている。塗油装置は静電装置付きブレード式となっている。下松2CPLは同じく静電式であるが、ベルの回転で防錆油をミスト状とする所に違いがある。塗油量は片面300~2000mg/m²となっており、主として鋳物油系の防錆油が使用される。

4.4.2 テンションリール

酸洗済コイル製品化を目的とし、酸洗出側に1基のテンションリールを設置した。リールを酸洗出側に設置した背景は2章に述べたとおりである。リールはシングルマンドレルでグリッパー方式となっている。またリールにはEPC機能が設置されている。テンションリールの入側にあるシャーでカットされ、巻き取られたコイルはテンションリールコイルカーにより駆動側にある出側スキッドに搬送される。出側スキッドには結束機および秤量器が設置されており、スキッド上で結束および秤量された後に酸洗済コイルヤードへと搬出される。入側と同様に、出側のコイルハンドリングも基本的に自動シーケンス化されており、シャーカット枚数はHMIで設定できる。

4.5 その他設備

4.5.1 ブライドル・ステアリング

酸洗セクションには全部で6基のブライドルおよびステアリングが設置されており、表層には15mm厚のウレタンライニングが使用されている。トリマー前にあるNo.5ステアリングは3本ロールとなっており、No.4ステアリングと共にサイドトリマー部の幅位置制御精度向上に寄与している。CPCは電磁誘導式センサー方式となっている。

4.5.2 ヒューム排気システム

ヒューム排気装置は酸洗の駆動側、電気室とARPの間に設置されており、酸洗槽およびリンス槽の酸ヒュームを吸引、水で洗浄し、規定値以下の酸濃度として系外へ排気す

るためのシステムである。排気処理能力は400m³/hとなっており、酸洗槽、リンス槽とヒュームダクトを接続する部分にはウォーターシールが使用されている。

4.5.3 パルピット

酸洗セクションには、入側、トリマー、出側の3ヶ所にパルピットが配置されている。各パルピットにはライン運転のための操作盤およびHMIの他に、周辺設備を監視するためのITVモニタリングシステムが設置されている。

4.5.4 操業条件設定テーブル

酸洗セクションの操業条件は、ホットコイル材質や鋼板サイズなどを検索キーとして、プロセスコンピューター内の設定テーブルによって自動で設定される。ただし酸洗槽の塩酸濃度や温度など他の条件はオペレーターがHMIで設定する仕組みとなっている。

4.5.5 ARP (Acid regeneration plant)

酸洗槽ではホットコイル表層スケールの塩酸への溶解に伴い塩化鉄(主にFeCl₂)が生成される。生成された塩化鉄から再び塩酸を回収し酸洗用として利用するためのARPが設置されている。ARPは7,500l/hの廃塩酸を処理することができ、天然ガス燃焼による流動床(Fluidized bed)方式となっている。酸洗セクションとARPは回収酸や廃酸を貯蔵するためのバッファータンクファームを介して接続されており、酸洗セクションのHMIからARP稼働状態およびバッファータンクの貯蔵状態を監視することも可能となっている。

5. タンデム圧延機 (TCM)

TCMタンデムミル設備の概要図をFig.7に示す。TCM設備は、酸洗設備と連動してPL-TCMモードとして運転される。ここではNo.7ブライドル装置以降の設備をTCM設備とし、以下、代表的な設備・機器について説明する。

5.1 入側設備

TCMの入側には以下の設備が設置されており、設備名とそれぞれの役割を示す。

No.7ブライドルはミル入側の張力を付与するための装置で、酸洗セクションのブライドルと同じ構造となっている。No.7ステアリングはミル入側の鋼板をライン中心に制御する装置で、高い制御精度を有する。ミル入側シャーは定期整備等でミル内の板を除去する際に用いられる。3ロールブライドルはミル直近で鋼板の蛇行を機械的に抑制する装置である。

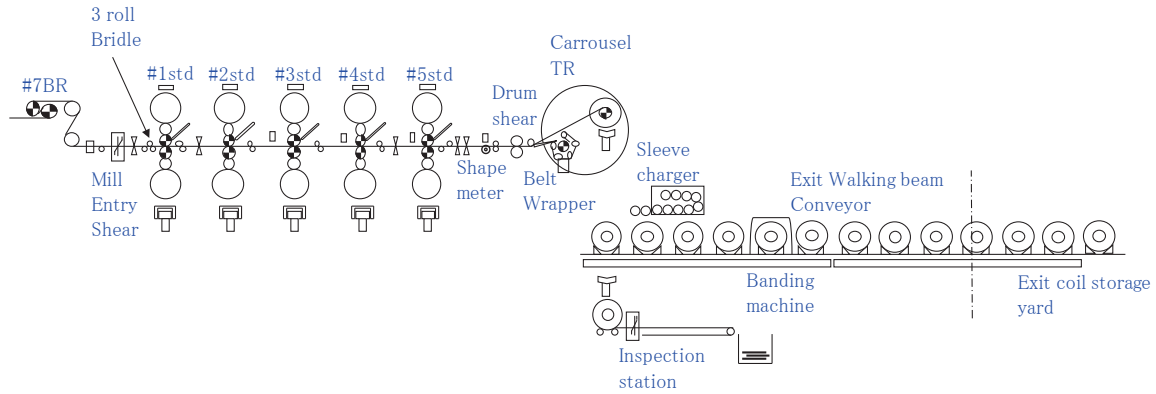


Fig.7 Layout of TCM.

5.2 TCMミル型式

TCMの主仕様をTable 3に示す。TCMは5スタンドの圧延機で構成されており、個々のスタンドにはUCM (Universal Crown control Mill) と呼ばれる6段式の圧延機が適用され、全スタンド同じ仕様となっている。ワークロール径は圧延荷重低減による0.2mm未満の圧延容易化、ロール費の削減を目的として、300~340mmの小径ワークロール (WR) が選定されている。

各スタンド油圧圧下システムは高応答性、高保守性を有するHYROP-Fが採用されており、パスライン調整装置として6段の段付きタイプおよびウェッジタイプの2種類のロッカープレートが使用されている。各スタンドの出側にはコブルガードが設置されており、鋼板TOP面の水切りを行うが、#1~#4スタンドでは水切りガード、最終スタンドの#5スタンドではエアによる水切りが行われる。各スタンド間および入・出側には張力測定や水切り、パスライン確保のため、Crめっきが施されたテンションメーターロール、ダミングロールが配置されている他に、#1スタンドの入・出側および#5スタンドの入・出側にX-Ray板厚計、#2~#5スタンドの出側にレーザードップラー式板速計が自動板厚制御用として設置されている。#5スタンド出側には形状制御用として接触ロール式の形状計が設置され、自動形状制御を行うことができる。自動板厚制御および自動形状制御については5.5および5.6節で詳述する。ロール組替装置はワークロールと中間ロールを同時に組替可能なロール台車が全スタンドに設置されており、板

有組替が可能で、組替時間は1スタンドあたり約5分となっている。バックアップロール組替は油圧スレッド方式である。

5.3 主機モーター

圧延機駆動システムの仕様をTable 4に示す。#1~3スタンドは減速ギア、#4スタンドは等速ギア、#5スタンドは増速ギアとなっており、ACモーターで駆動され、駆動方式はメカタイのシングル駆動である。

5.4 クーラント設備

圧延潤滑方式はダイレクト方式とリサーキュレーション方式の2方式に大別されるが、本PL-TCMにおいては生産量やエネルギーコスト、圧延油の調達容易性の観点から、リサーキュレーション方式を採用している。

クーラントは、圧延油タンクから供給される圧延油と温水タンクから供給される温水がクリーンタンクで混合され、圧延条件に応じ所定の濃度および温度に調整される。クリーンタンクは蒸気の間接加熱により50°C程度に保温されている。リサーキュレーション用の圧延油は一般的に合成エステルが使用され、温水で希釈される。本クーラントシステムは3つのクリーンタンクを有し、圧延される材料仕様毎に5つの濃度モードを使い分けることができる。各モードの切替に必要な、配管内に残った圧延油の新油での押し出しおよびリターンタンクの残油のクリーンタンクへの戻しはすべて自動で行われ、モード切替は15分程度で完

Table 3 Mill specification.

Item	#1-5 stand
WR dia. / Barrel length (mm)	300-340 / 1,430
IMR dia. / Barrel length (mm)	440-490 / 1,485
BUR dia. / Barrel length (mm)	1,150-1,300 / 1,430
Max. rolling force (kN)	22,000
IMR shift stroke (mm)	355
WR bending force (kN/c)	+255/-140
IMR bending force (kN/c)	+545

Table 4 Specification of main motor.

Stand	Type	Power (kW)	Base/Top speed (rpm)	Gear ratio
#1	AC	3300×1	500/1000	1 : 2.45
#2	AC	4400×1	550/1200	1 : 1.97
#3	AC	4400×1	550/1200	1 : 1.38
#4	AC	4400×1	550/1200	1 : 1
#5	AC	4400×1	550/1200	1.30 : 1
TR	AC	1800×2	220/1122	1.442 : 1

了する。

クーラントを長期に渡り循環使用するためには圧延油の性能維持が必要不可欠である。性能維持のための設備として、クリーンタンク内にスキミング装置、マグネットセパレーターが設置されておりそれぞれ間欠運転され、使用されたクーラントがクリーンタンクへ戻される前の配管にバキューマティックフィルター（ろ紙吸引式フィルター）が設置されている。

クーラントは潤滑用として各スタンドの入側から鋼板の上下面に噴射され、ロール冷却用として#1から#4スタンドにおいては入/出側から、#5スタンドにおいては入側からロールに向けて噴射される。潤滑および冷却に使用されたクーラントはミル直下のオイルパンを介して地下室にあるリターンタンク（クリーンタンクと同様に3タンクある）に回収され、フィルターでろ過された後、再びクリーンタンクへ循環回収される。ミル内には堆積した圧延油や鉄片およびそれらの混合物であるスカムを洗い落とすための洗浄装置も備え付けられている。

5.5 自動板厚制御（AGC）

TCMの自動板厚制御には大きく分けてフィードフォワードおよびフィードバック制御を使用した一般的なAGC（コンベンショナル）と板速計を使用したマスフローAGCの2モードがある。通常は板厚制御精度の高いマスフローAGCが使用されている。その他の板厚制御として、#1スタンドの油圧圧下位置を変更して板厚制御を行うBISRA AGC、ロールギャップを一定に保つロール偏芯制御（REC）などがあり、スタンド間の張力を制御するための方法としてTLC（Tension Limit Control）が適用される。これらの自動制御機能により高精度な板厚制御が行われる。板厚精度実績は7章で述べることにする。

また、板速計は先進率を使用したWRの摩耗管理にも役立っており、先進率を元に、オペレーターはワークロールの組替タイミングを判断することができる。

5.6 自動形状制御（ASC）

最終スタンド出側に接触式形状計を配置し、#5スタンドUCMの制御アクチュエーターを用いた自動形状制御を実施している。制御アクチュエーターには、WRベンダー（インクリーズ/ディクリーズ）、IMRベンダー（インクリーズ）、レベルおよびWRスポットクーラントが用いられる。形状制御精度の実績は7章で述べる。

5.7 設定計算機能

設定計算は、正確な圧延荷重予測に基づく板厚、形状および走間板厚変更の安定化を目的とし、ホットコイルの降伏応力などの材質情報やワークロール径などといった設備情報などの様々な情報を元に計算される。各スタンドの圧

下率配分は、圧延荷重が各スタンドで均一な配分となるよう、圧延荷重配分方式が適用されている。

具体的な設定計算の方法は以下のとおりである。材料の変形抵抗と摩擦係数の各モデル式に使用する係数を予め実圧延荷重と実張力から求め、プロセスコンピューターの設定テーブルに登録しておく。この係数を用いて実生産における予測圧延荷重が計算され、均一な圧延荷重配分となる圧下率を収束計算により求めて各スタンドのロール間隙とロール周速比の設定が行われる。さらに、圧延荷重の予測精度を上げるため、現在圧延しているコイルの圧延実績値を基に学習計算が行われ、計算結果は次材の圧延荷重の計算に反映される。

5.8 TCM出側設備

TCMの出側には以下に示す設備が備えられている。ライン内の設備は連続操業のため全て自動化されており、オフラインの表面点検装置にも一部ではあるが自動機能が備えられている。

5.8.1 ドラムシャー

走間でのシャーカットを可能とするため、出側にはドラムシャーが設置されている。走間シャーカット速度は最大で300mpmとなっている。

5.8.2 カローゼルリール

テンションリールは下松2TMと同じくカローゼル式となっている。カローゼルリールに関する詳細説明は割愛する。リールへ自動で巻付けるためのベルトラッパーが圧延機側のリールに設置されている。

5.8.3 スリーブ挿入装置

スリーブ挿入についても、スリーブの回収およびスリーブバケットの取り外し以外は自動で行われる。スリーブは板厚が0.4mm未満の場合に使用され、板幅に応じて2種類の幅が使い分けられる。

5.8.4 インスペクションリール

コイルを巻きほどいて表面点検を行うためのインスペクションリールが設置されている。下面の点検場には巻きほどく際の弛みを防止するためにコンペアーが設置されており、さらに外巻き不良部などを除去するためのアップカットシャーも設置されている。表面点検コイルはHMIで事前に指定することができ、指定された点検コイルはコイルカーのコイル受け取りからインスペクションリールとコイル内径の高さ合わせまで自動で行われる。表面点検員がコイル内径高さを目視確認後、リールへの挿入がなされる。



Fig.8 Appearance of cold rolled coil at delivery walking beam conveyor.

5. 8. 5 出側コイルコンベアー

出側コイルコンベアーはPL-TCM棟から冷延コイルヤードの建屋間を横断しており、合計12コイルを置くことができるウォーキングビーム式となっている。ウォーキングビームは2段式で、TCM側の6コイル分を前詰め可能な構造となっている。ウォーキングビーム上のスキッドで秤量、結束およびコイル印字がなされ、冷延済コイルとして次工程へと送られる。Fig.8に、TCMで圧延されたコイル写真を示す。

5. 9 地下室設備

TCMの地下室には下記に示す設備が設置されている。下松2TMと構造や機能が大きく異なるのはクーラント設備のリターンタンクのみであるため、ここでは設備名称のみを記載する。

- ・ミル油圧システム（高圧、低圧）、補助油圧システム（酸洗出側設備も含む）
- ・クーラントシステム（バルブスタンド、リターンタンクなど）
- ・BURベアリング潤滑システム
- ・地下室換気システム、防火スプリンクラーなど

5. 10 その他

5.10.1 ヒューム排気システム

ヒューム排気装置は、TCMの駆動側で冷延コイルヤード内に設置されている。圧延機の駆動側および出側リール付近から吸引されたヒュームは地下のコンクリートダクトを通じ、エリミネーターへ送られる。エリミネーター内はヒュームを補足するためのバスケット型のろ布が配置されており、捕捉されたヒュームは蒸気により洗い落とされる。ヒュームが除去された空気は2台のヒュームファンにより建屋外へ排気される。

Table 5 Construction schedule.

Calendar	2014				2015				2016				2017		
Month	7	10	1	4	7	10	1	4	7	10	1	4	7		
Construction, election stage	Basic design				Training in Kudamatsu				Training at site			Plan Act			
	Detail design				Manufacturing, Assembling, Test (PTJ)				Manufacturing, Assembling, Test (T&T)						
					Shipment				Excavation, Foundation, Building, Crane						
					Election										
									No Load Test, Cold run			Hot run, Fine tuning			
												FAT (Unexecuted)			
Commissioning stage															

5. 10. 2 パルピット

TCMパルピットは2F構造でカラーゼリールのほぼ正面に設置されている。酸洗セクションと同じく、少人数作業で人の目が行き届きにくい地下室やクーラント室、圧延機の駆動モーター側などをITVで監視できるようになっている。

6. PL-TCMの建設および試運転

6. 1 建設スケジュール

PL-TCMの建設工程計画および、設備の据付工程以降における推進・実行状況をTable 5に示す。2014年9月の契約完了後、設備の基本設計、詳細設計および機器の製作が予定通り開始された。

建設工事は、岩盤の硬さから掘削や整地が思うように進まず、設備の据え付けまでに大幅な時間を費やしたことや、ロールショップ含む工場の全12ラインおよびユーティリティなどの付帯設備工事をほぼ同時並行で進めなければならず、手直し工事やクレーン待ちなど、多くの工期遅れ要因もあったが、ポリプロピレン製酸洗槽の適用による酸洗セクションの据え付け工期の短縮や設備メーカーとの工程の調整などにより、据え付けが完了した機器から無負荷試験を行うことで試運転から営業生産までの期間を短縮し、最終的に3ヶ月まで遅れを取り戻すことができた。建設状況の写真をFig.9～11に示す。設備の建設中、2015年12月から2016年3月にかけて、現地で採用された総勢40名のエンジニアおよびフォアマン（作業長クラス）を下松事業所に派遣し、各製造ライン別、生産管理や品質部門毎に2週間程度の事前教育を行い、試運転開始までの工事期間中は現地に派遣された下松の製造ラインの職長を中心に、技術、設備スタッフおよび設備メーカーと共に実地設備の操業指導（コールドラン開始までは実設備の操作訓練はできないため、運転方案の説明、操作盤およびHMIと呼ばれる操作画面の操作の仕方、操業条件の説明や設備管理の方法を中心に指導）を行ったことにより、2017年4月には現



Fig.9 PL entry section.



Fig.10 Pickling tank.



Fig.11 Mill housing.

地オペレーター単独で営業生産を開始することができた。次節では主に設備据え付け後の無負荷試験、コールドラン、ホットランについて個別に説明する。

6.2 試運転

6.2.1 無負荷試験

PL-TCM設備における単独機器の無負荷試験は、2016年10月より開始された。Table 5に示すように、設備の据付工事と無負荷試験の期間が数ヶ月間重複しているが、これは酸洗セクションの設備は先行して据え付け工事が完了していたため、酸洗出側設備、TCM側設備の据え付け工事と並行して酸洗セクションの無負荷試験を酸洗セクションの入側から開始したことによるものである。当初の計画ではPL-TCM全体の据付工事完了後にコールドランおよびホットランを続けて行う試験計画であったが、少しでも計

画の遅れを取り戻すための処置である。以上のような工程計画の調整により、酸洗側の無負荷試験を2017年1月に完了することができ、TCM側設備の無負荷試験は2017年1月から3月中旬にかけて行われた。

6.2.2 コールドラン

PL-TCMのコールドランは、酸洗槽に温水を張った状態で、他工場ですべてに酸洗されたコイルを用いて行う総合運転試験である。酸洗セクションは2017年1月に無負荷試験が完了したため、1月中に酸洗設備のコールドランを行い、1月末には塩酸を使用した酸洗済鋼板を製造するためのホットランを行った。これにより2月下旬から酸洗単独モードの運転が可能となった。

その後、TCM側設備の無負荷試験も完了し、PL-TCM全体としてのコールドランを2017年3月に開始することができ、PL-TCMの全体モードの操業が可能となった。

6.2.3 ホットラン

酸洗槽に塩酸を使用したPL-TCMのホットランを2017年3月下旬に開始した。開始当初は設備の調整不良等によるライン停止を懸念してコールドラン用酸洗済コイルを使用しホットランを行ったが、2月にホットコイルの酸洗単独モード運転を経験していたことから、酸洗済コイルを使用した圧延試験の直後に、黒皮付きホットコイルを用いたホットランも開始することができた。

またホットランでは製造条件の微調整および現地オペレーターの操業スキルの向上を行いながら、下工程の試運転で使用するための冷延コイルの製造を進めた。

酸洗および冷延におけるファーストコイルはそれぞれ2017年2月13日および3月20日となっている。

6.3 営業運転

2017年3月下旬より、下工程の試運転で使用される冷延済コイルの製造を、製造条件の微調整を行いながら進めた。その結果、2017年4月中に営業生産を開始することができた。ホットランから営業生産開始当初にかけて、自動設定機能の調整不足やオペレーターのスキル不足により切断が多発したものの、タンデム圧延機を中心に操業条件の調整、オペレーターのスキルアップが進むにつれ切断事故も徐々に低下させることができた。

7. 生産および品質状況

前章までに示したように、2017年1月から3月にかけて行われた試運転の直後より、下工程の試運転用コイル生産および営業生産を開始し、ほぼ垂直的にPL-TCMを立ち上げることができた。6月以降は下工程の立上進捗状況によるものの、当初計画量の70%以上の通板量を達成し、立ち

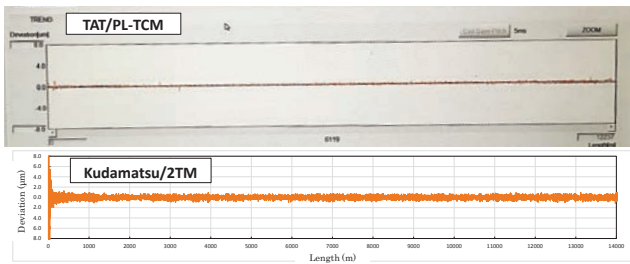


Fig.12 Thickness accuracy.

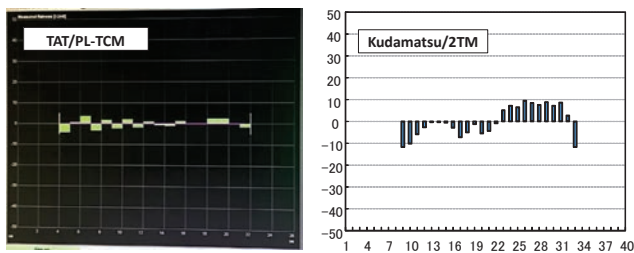


Fig.13 Shape accuracy.

上がりから6ヶ月後の10月にはフル操業に近い生産量を達成することができた。しかし、生産性や品質上の課題は多く残されている。現在も生産性および品質向上に向けた取り組みが続けられている。

生産性向上と並行し、PL-TCMの品質パラメーターである板厚精度、板形状精度についても評価を行ったので以下に示す。

7.1 板厚精度

仕上げ板厚0.17mmにおける全長の板厚チャートをFig.12に示す。比較として、下松2TMのチャートも示している。メーカーの保証範囲である $\pm 1.0\%$ 以内はもちろんのこと、コイル全長に渡り $\pm 0.5\%$ 以内に板厚制御可能であることが分かる。しかし、コイル先端部はホットコイル特性のばらつきによってオフゲージが発生することがあるため、ホットコイル長手方向の特性の安定化も必要である。

7.2 形状精度

板形状出力をFig.13に示す。メーカー保証範囲である10l-unit以内となっていることが分かる。

8. 結言

当社とTosyali Holdingsの合併によって設立されたTAT社において、冷延鋼板、ならびにぶりき、溶融亜鉛めっきおよびカラー鋼板といった表面処理鋼板まで生産可能な一貫生産工場の建設プロジェクトが2014年から進められ、2017年8月に全ラインの営業生産を開始することができた。

PL-TCMについては設備納入メーカーであるPTJ、(株)日立製作所の協力を得て、2017年4月の営業生産を開始し、数ヶ月後には当初計画量の70%以上の通板を行うことができた。本報ではPL-TCMの主要設備および技術の説明、建設開始から営業生産に至るまでの過程について述べたが、設備および技術に関して、マザー工場である下松の2CPL、2TM設備との違いを中心に説明を加えた。今後もPL-TCMの品質および生産性向上活動を継続するとともに、下松事業所においてもマザー工場としての設備の再構築を進める必要がある。

最後にPL-TCMの建設、早期立上げから安定稼働に至るまでの期間において、下松事業所冷延鋼板工場の皆様、生産技術部の皆様には下松事業所での操業指導訓練ならびに現地操業調整などで大変お世話になり、早期のライン立ち上げを果たすことができました。また本設備の建設および操業にあたり多大なご尽力をいただいた(株)プライメタルズ・テクノロジーズ・ジャパン、(株)日立製作所をはじめ、関係者各位に、この場を借りて心より感謝申し上げます。

引用文献

- 1) 小松富夫, 菅沼七三雄, 江藤孝治, 内藤肅, 土井克彦, 広畑和宏: 川崎製鉄技報, 18 (1986), 243.
- 2) 吉本健一, 中島正明, 原口一成: 日立評論, 70 (1988), 631.
- 3) 西村邦雄, 古賀守, 福山敏, 井原信之, 奥村英典, 野村政功: 東洋鋼板, 31 (1998), 15.
- 4) 辻孝誠, 中司龍輔, 末盛秀昭, 丹原正雄, 水田桂司, 松田直彦: 三菱重工技報, 53-4 (2016), 51.

Mo₂NiB₂硼化物系サーメットの溶射皮膜特性に及ぼす 粉末熱処理温度およびフュージング条件の影響

平田浩郎*¹・矢永裕記*²・劉華南*³・田代博文*⁴・稲沢弘志*⁵

Influence of Powder Heat-Treatment Temperature and Fusing Treatment Condition on the
Thermal Spray Coating Properties of Mo₂NiB₂ Base Cermets

Koro HIRATA, Hiroki YANAGA, Huanan LIU, Hirofumi TASHIRO, Hiroshi INAZAWA

Synopsis : Mo₂FeB₂ and Mo₂NiB₂ boride base cermets, which consist of the boride phase and Fe or Ni base binder phase, have had good mechanical properties, excellent corrosion and wear resistance and have been applied to plastic injection molding machine parts like cylinders and screws. At present, however, those product sizes are limited by their low machinability. Therefore, we have developed a new thermal spray coating method for these cermets, which makes possible to form the cermet layer easily on large-size and complicated-shaped substrates.

In this paper, in order to investigate the suitable conditions of granulated powder heat treatment and fusing treatment of thermal spray material, 3 levels of cermet powders, which were heat-treated at 1120 °C, 1140 °C and 1160 °C, respectively, were prepared as the specimens for spray-coating, and their hardnesses and microstructures were studied. The chemical composition of cermet powder was Ni-6%B-53%Mo-6%Fe-8%Cr-2%V-2%Si(wt%), and the powder was manufactured by the granulation-sintering method.

The microstructure of thermal spray coating layer became dense with increasing heat treatment temperature of granulated powders, it was considered that this phenomenon was influenced by denseness of thermal spray powders. In fusing process, the hardness increased with rising the fusing temperature and showed the highest values of about 1350 HV at 1210 °C or 1220 °C, and then decreased with rising the temperature. It was assumed that the densification of microstructure and a grain coarsening of boride and carbide resulted in this behavior. All microstructures of thermal spray coating layers using 3 level specimens consisted of tetragonal Mo₂NiB₂ type boride and Ni base alloy, although small amount of silicon oxide and carbide were observed.

Keywords : Mo₂NiB₂ boride base cermets ; thermal spray ; HVOF ; Self-fluxing alloy spraying

1. 緒言

Mo₂MB₂ (M : metal) 系サーメットは、FeまたはNiを主成分とする結合相中に、三元系硼化物 (Mo₂FeB₂またはMo₂NiB₂) が分散した、高硬さで、優れた耐摩耗性および耐食性を有する耐食耐摩耗材料であり、樹脂成形機部材をはじめとした各種用途へ適用されてきた^{1,2)}。しかしながら、硬質なサーメット層を後加工するため加工負荷が大きい上に、取り代も多く、生産性に課題を有しており、

これまでその用途は小型の機械部品に限定されてきた。そこで、さらなる用途拡大および新規展開を目的に、材料の表面コーティング技術である溶射技術に着目し、硼化物系サーメットへの適用検討を開始した。

溶射技術は、Fig.1に示すように、粉末や棒状の固体に熱を与え、溶融または半溶融の微粒子を基材表面に高速度(数十～数百m/sec)で衝突させ、扁平微粒子の積層により皮膜を形成し、材料表面の改質を行う技術である。めっき、物理蒸着法 (PVD)、化学蒸着法 (CVD) といった表面処理技術の中でも、溶射は大物や複雑形状品への適用が

*1 鋼鈑工業株式会社 硬質材料工場 製造部 焼結課

*2 技術研究所 研究部 薄板材料グループ 先端技術チーム 副主事

*3 技術研究所 研究部 成形材料グループ 成形技術チーム 副主事

*4 技術研究所 調査企画室 主事

*5 技術研究所 研究部 成形材料グループ 成形技術チーム チームリーダー

可能で、材料の自由度が高く、成膜速度も速い上、厚膜化も可能と、多くの特長を有する技術である³⁾。近年、半熔融の粒子を高速で吹き付ける速度重視型の溶射プロセスである“高速フレイム溶射 (HVOF; High Velocity Oxygen Fuel)”が開発され、WC-Coを始めとするサーメット材料の皮膜品質が大幅に向上し、工業化が急速に進んでいる⁴⁾。

硼化物系サーメット材である本材料についても、高速フレイム溶射の適用を試みてきた。焼結材料に近い硬さ、耐摩耗性、耐食性を有する溶射材が開発できたものの、実機適用試験中に皮膜剥離が発生するなど、皮膜密着力を起因とした課題を解決できず、実用化に至っていない。そのため、溶射後に皮膜と基材との熱拡散処理を行って基材密着力を確保する、自溶性合金溶射の考え方を取り入れ、硼化物系サーメットの自溶性溶射材の開発に着手した。Fig.2に示すように、一般的な自溶性溶射材の皮膜硬さは600～

1000HVであるため⁵⁾、今回の開発ターゲットは、1200HV以上の硬さを有する皮膜を開発目標とした。

Fig.3に、溶射材の製造フローを示す。一般的に、溶射材や焼結材と比べて溶射皮膜は多孔質で、粒子間結合度が低く、基材との密着力や耐摩耗性、耐食性等が十分でないことが知られている。この解決策として、溶射皮膜を再溶融処理 (フュージング処理) することによって、組織が緻密で基材との密着力に優れる合金皮膜が得られる。自溶性溶射材では、フュージング処理温度は1000～1200°Cと高く、皮膜の緻密化にともなう体積収縮や基材の組織変化によって発生する熱ひずみ、応力等は製品性能に大きな影響を及ぼすことが知られている⁶⁾。そのため、フュージング処理時の加熱・冷却などの熱履歴は重要な制御パラメーターである。また、これまでの開発にて、溶射粉末の組成、製造方法および形態が皮膜特性に及ぼす影響を十分に把握しておくことが皮膜品質を管理する上で重要であることが分かっている⁷⁾。

そこで本報では、硼化物系サーメット自溶性溶射材において皮膜特性に及ぼす粉末熱処理温度およびフュージング処理温度の影響について検討した。

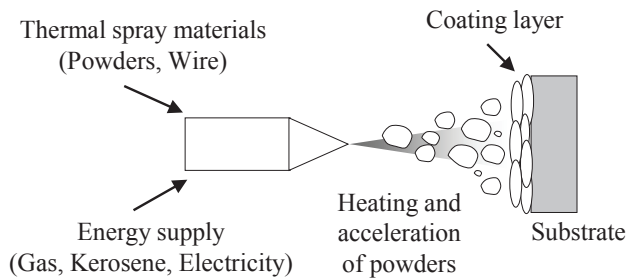


Fig.1 Schematic diagram of thermal spray.

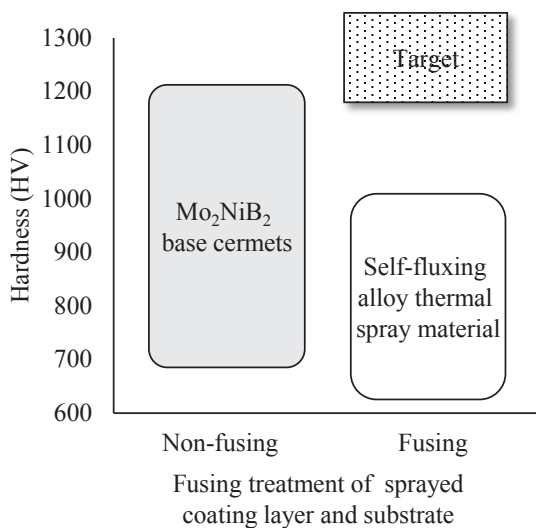


Fig.2 Target of development.

2. 実験方法

2.1 実験内容

Mo₂NiB₂系サーメット材において、造粒粉を各温度にて熱処理した溶射粉末を用いて溶射皮膜を形成し、溶射皮膜特性に及ぼす粉末熱処理温度およびフュージング温度の影響を調査した。

供試粉末として、Ni-6wt%B-53wt%Mo-6wt%Fe-8wt%Cr-2wt%V-2wt%Siの組成になるように各種硼化物粉や金属粉を配合した粉末を、振動ボールミルにて溶媒にアセトンを用いた22時間の湿式混合粉碎を行った。その後、スプレードライヤーにより造粒し、1120、1140、1160°Cの各温度にて1時間の真空熱処理を実施した後、超音波振動篩い機を用いて分級を行い、粒度20～100μmの溶射粉末を得た。上記の3水準の溶射粉末を用いて、高速フレイム溶射 (HVOF, JP-5000) にて、灯油流量:6gph、酸素流量:1850scfh、溶射距離:380mmの条件で溶射施工を行い、各種試験片を作製した。なお、Table 1に示すように、

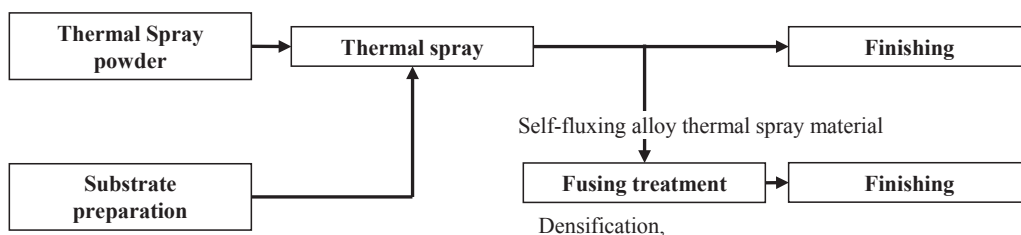


Fig.3 Manufacturing flow of the thermal spray material.

Table 1 Thermal spray powders and specimens.

Specimen	Powder heat treatment temperature (°C)	Thermal spray powder
Specimen A	1120	A
Specimen B	1140	B
Specimen C	1160	C

1120, 1140, 1160°Cの各温度にて熱処理した溶射粉末をそれぞれ溶射粉末A, B, Cとし, それらの粉末を用いて作製した溶射材をそれぞれ溶射材A, B, Cと記載する.

2.2 評価方法

2.2.1 溶射粉末の顆粒強度測定

溶射粉末の顆粒強度は, 微小圧縮試験機 (島津製作所製 MCT-510) を用いて, 粒子径60μmの粉末を測定した. 1つの試料につき5点測定を行って平均値を算出した.

2.2.2 溶射時の付着効率の評価

溶射時の付着効率は, 基材のみの質量, 溶射後の溶射材質量 (基材+溶射層) および使用した粉末質量を測定し, 次式を用いて付着効率を算出した.

$$\text{付着効率 (\%)} = (\text{溶射材質量} - \text{基材質量}) \times 100 / \text{使用した粉末質量}$$

2.2.3 溶射皮膜の熱膨張・収縮挙動の調査

TMA装置 (Rigaku 製, Thermo plus TMA8310) を用いた圧縮荷重法により, 室温から1250°Cまで (昇温速度: 10°C/min.) の温度範囲にて溶射皮膜の熱膨張・収縮測定を行った. 試料は, □20mm×100mm×1mmのSS400基材に溶射施工した後, 皮膜のみを切り出し, □5mm×

5mm×1mmに加工して用いた.

2.2.4 硬さ測定

溶射皮膜硬さは, ビッカース硬さ計 (明石製作所製 MVK-G2) を用いて溶射材断面の皮膜硬さを荷重: 2Nの条件にて, 1つの試料につき10点測定を行った. なお, 試験片はフュージング処理後の試料を切断し, □20mm×10mm×5mmの形状に機械加工した後, 断面を鏡面研磨加工して作製した.

2.2.5 組織観察および元素分析

溶射粉末および皮膜の組織観察は, 光学顕微鏡 (HIROX 製KH-8700), 走査電子顕微鏡 (JEOL 製JUMP-9500Fに付帯, またはKEYENCE製VE-8800) を用いて行った. また, オージェ電子分光装置 (JEOL 製, JUMP-9500F) により, 分析点における元素分析を行った. 試料は硬さ測定に使用したのと同じ試験片を用いた.

2.2.6 X線回折

X線回折測定装置 (Rigaku 製SmartLab, ターゲット: Cu) を用いて, 管電圧: 40kV, 管電流: 200mAの条件にて $\theta / 2\theta$ 測定を行い, 溶射皮膜の形成相の同定を行った. 試料は, フュージング処理後の試料を切断し, □10mm×10mm×5mmの形状に機械加工した後, 皮膜表面を#2000のエメリー紙を用いて研磨加工した.

3. 実験結果

3.1 溶射粉末の特性および組織調査

Fig.4に, 各溶射粉末の顆粒強度測定結果, SEMおよび光学顕微鏡写真を示す. 粉末の熱処理温度の上昇とともに, 溶射粉末の顆粒強度は高くなることが確認された. また,

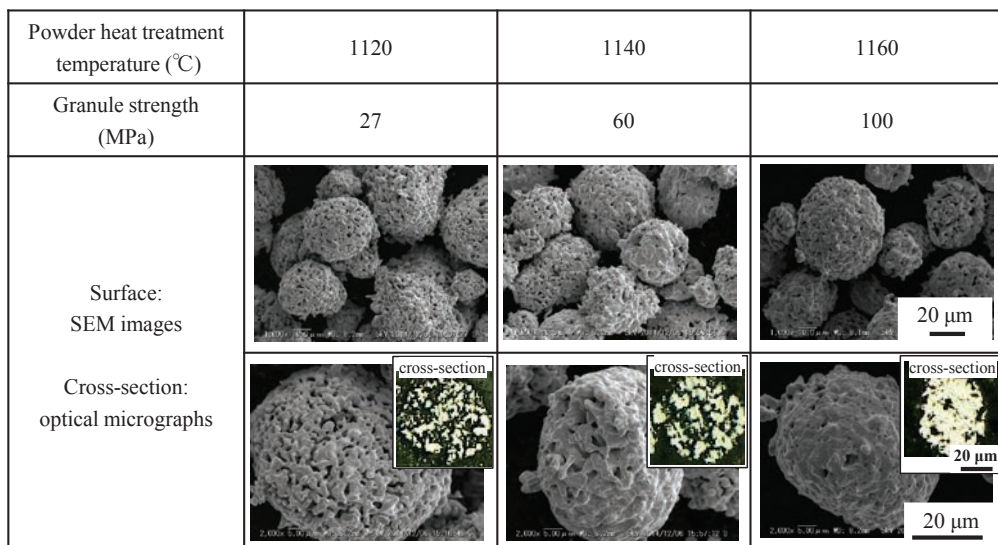


Fig.4 Granule strength, SEM images and optical micrographs of thermal spray powders.

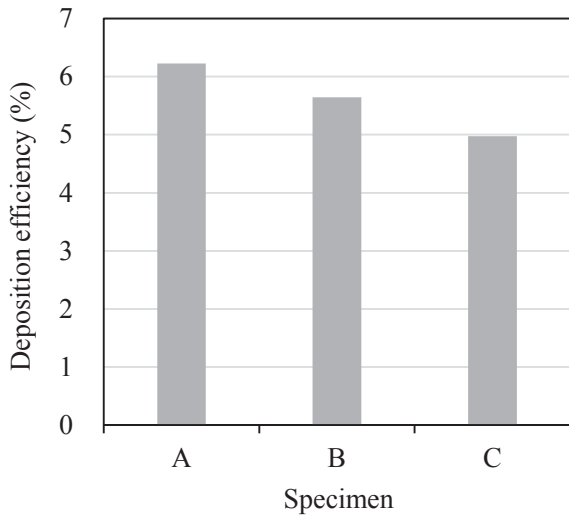


Fig.5 Deposition efficiency of thermal spray of specimen A, B and C.

溶射粉末の外観および断面観察から、熱処理温度の上昇とともに緻密になっていることが分かった。

3.2 溶射時の付着効率

Fig.5に、溶射時の付着効率を調査した結果を示す。溶射材A, B, Cの順で付着効率は低くなり、溶射材Cが最も溶射時に付着し難いことが分かった。

3.3 溶射皮膜のTMA測定

Fig.6に、溶射皮膜のTMA測定を行った結果を示す。いずれの試料も、室温から950°C付近まで単調に膨張した後、急激に収縮し、1200°C付近にて収縮が完了する挙動を示した。皮膜収縮完了時の収縮率は、溶射材A, B, Cそれぞれ3.7%, 2.4%, 1.8%で、粉末熱処理温度が高くなるとともに、皮膜の収縮率は小さくなる傾向が認められた。

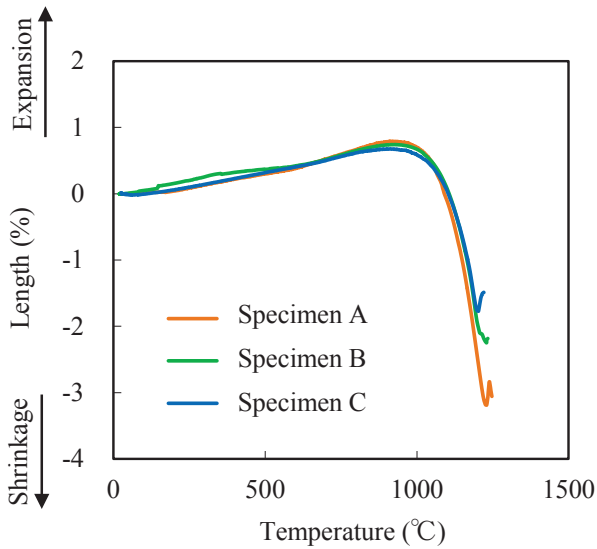


Fig.6 Dimensional change of sprayed coating layer of specimen A, B and C.

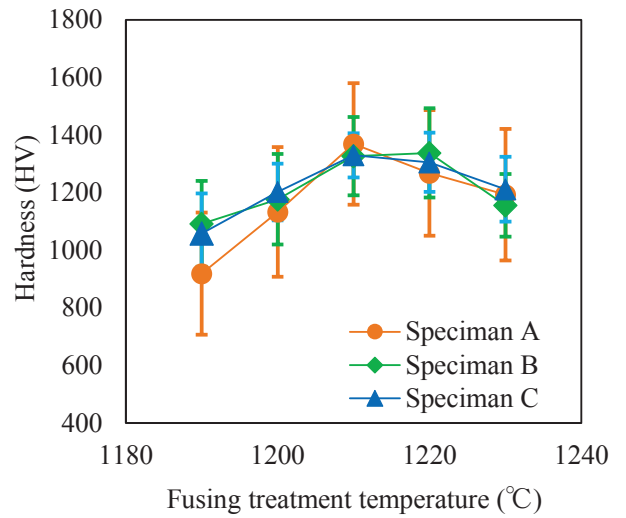


Fig.7 Relation between hardness of sprayed coating layer and fusing treatment temperatures.

Specimen	Before fusing treatment	Fusing treatment temperature (°C)				
		1190	1200	1210	1220	1230
A						
B						
C						

Coating

Substrate

200 μm

Fig.8 Cross-section optical micrographs of specimen A, B and C before fusing treatment and with fusing treatment at various temperatures.

3.4 溶射皮膜の硬さ測定

Fig.7に、溶射皮膜の硬さ測定結果を示す。なお、図中のエラーバーは標準偏差を示す。すべての試料において、フュージング処理の温度上昇とともに皮膜硬さが高くなり、1210°C~1220°Cにて最大値を示した後、1230°Cでは硬さが低下する傾向を示した。いずれの試料も目標の1200HV以上の皮膜硬さが得られた。また、溶射材Aが最も標準偏差が大きくバラツキが大きいことが分かった。溶射材BおよびCはほぼ同程度であった。

3.5 組織観察および各相のオージェ分析

Fig.8に、各溶射材断面の光学顕微鏡写真を示す。溶射後(フュージング処理前)では、溶射材Aは組織中に空孔(黒色部分)が多数認められ、粗密な組織を呈しており、粉末熱処理温度の上昇とともに溶射皮膜は緻密になる傾向が認められた。次に、フュージング処理後の組織は、溶射後の組織と比較すると緻密な組織を呈しており、粉末熱処理温度が高いほど組織が緻密化する傾向を示した。また、写真からは分かり難いが、溶射皮膜と基材の界面には拡散層が存在していることが確認された。次に、光学顕微鏡写真を基に画像解析から気孔率を求めた結果をFig.9に示す。1190°C~1230°Cのフュージング温度範囲では、溶射材Aの気孔率はほぼ一定で、溶射材BおよびCは温度上昇とともに

に僅かに気孔率が小さくなることが分かった。

Fig.10に、高い皮膜硬さが得られたフュージング温度：1210°Cでの各溶射材の組織写真および各分析点のオージェ分析結果を示す。溶射材Aの粒子(Point1)からは、B, Mo, CrおよびNiの元素が検出され、硼化物であることが

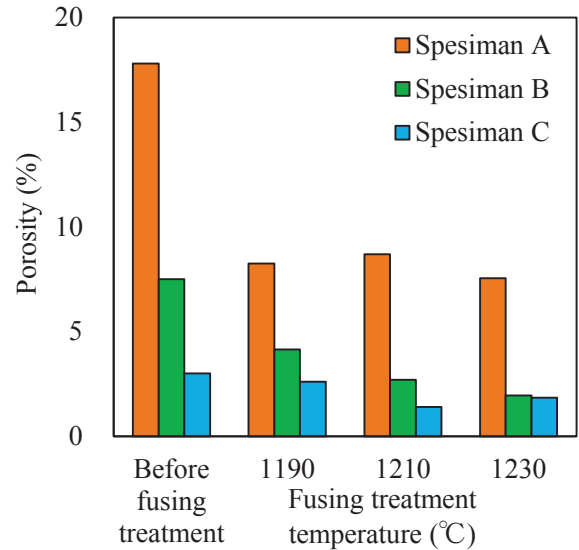


Fig.9 Porosity of specimen A, B and C before fusing treatment and with fusing treatment at 1190, 1210 and 1230°C.

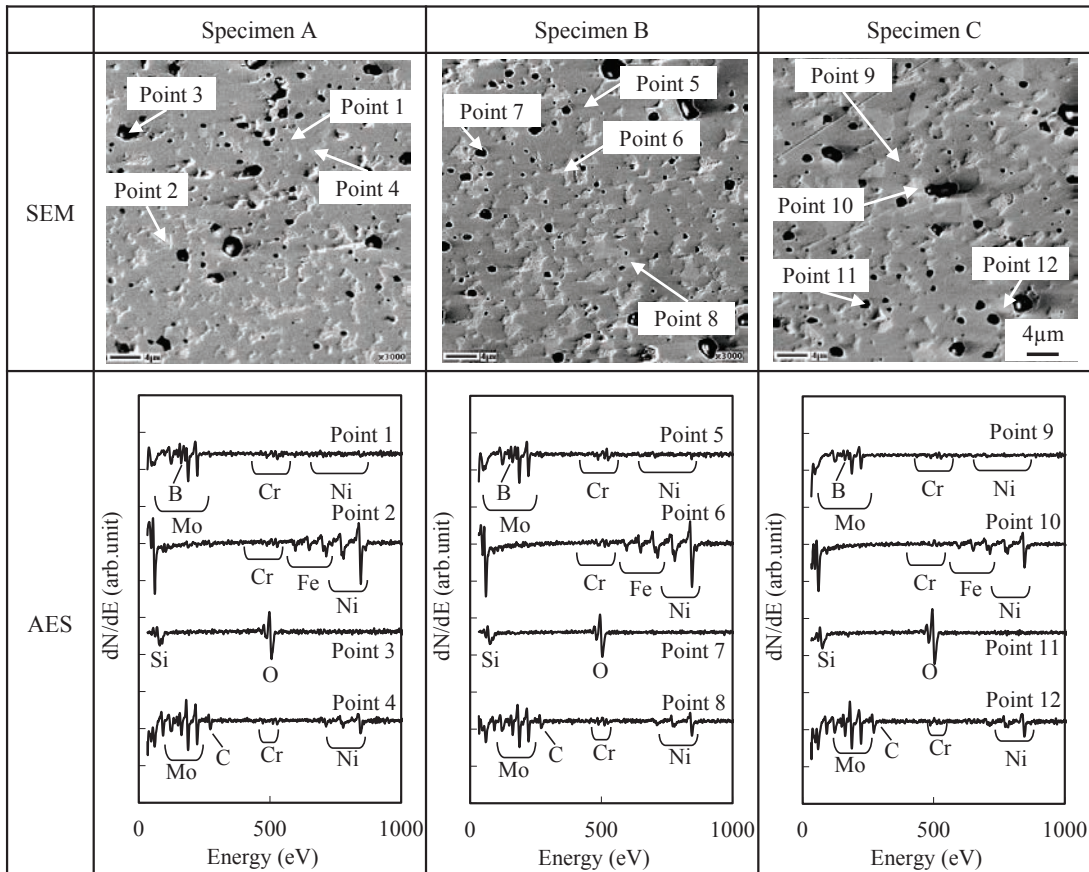


Fig.10 SEM images and Auger spectra at twelve analysis points of specimen A, B and C with fusing treatment at 1210°C.

確認された。また、結合相 (Point2) はFeおよびCrを固溶したNi基の合金であることが分かった。組織中に認められる黒色部分 (Point3) には、SiおよびOが検出されることからSi酸化物、Point4の部分ではC, NiおよびMoが検出され、Ni, Moを含む複合炭化物と考えられる。次に、溶射材BおよびCについても同様に元素分析を行ったところ、いずれの試料についても同じ元素が検出された。

Fig.11に、各溶射材の硼化物、結合相および炭化物の各

相の主要元素について、オージェ分析から算出した化学成分を示す。なお、標準物質を用いた定量化ではないため、数値の絶対値というよりは、材料間での相対比較を主目的に化学組成の算出を行った。硼化物、結合相および炭化物いずれの相も材料間による顕著な差異は認められなかった。

次に、溶射材Cについてフュージング温度の違いによる組織調査を行った結果をFig.12に示す。いずれのフュージング温度においても、組織を構成する相は硼化物、結合相、

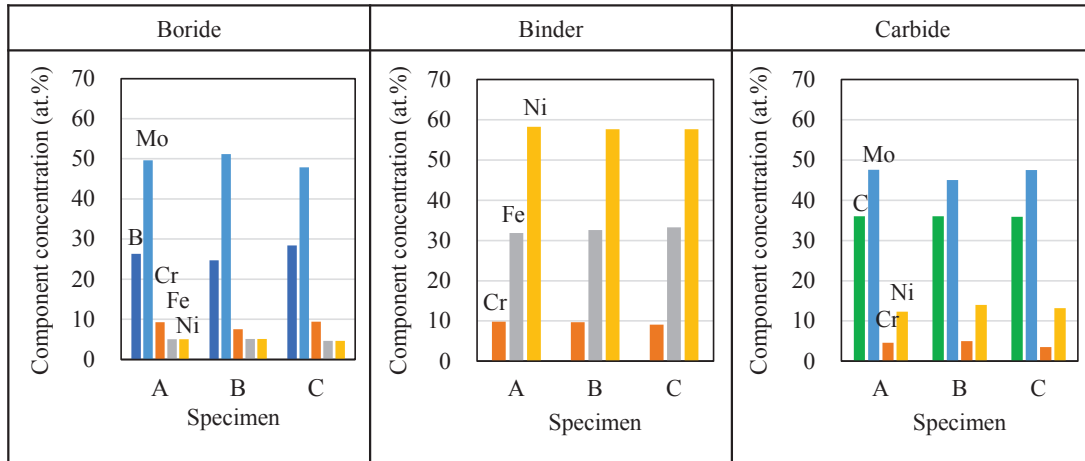


Fig.11 Chemical compositions estimated from Auger spectrum analyses of specimen A, B and C with fusing treatment at 1210°C .

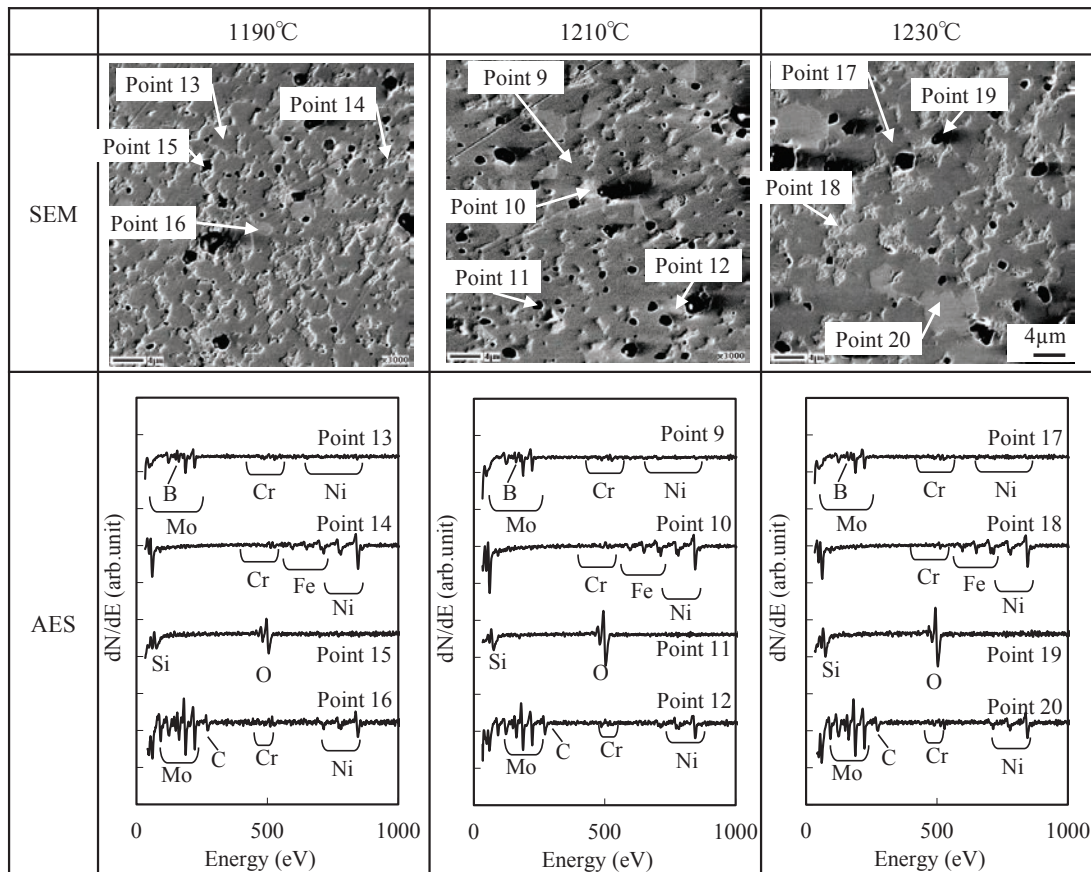


Fig.12 SEM images and Auger spectra at twelve analysis points of specimen C with fusing treatment at 1190, 1210 and 1230°C .

Si酸化物および炭化物の4つの相であり、温度の違いによって検出される元素に差異は認められなかった。Fig.11と同様にオーグեսペクトルから化学組成の定量化を行ったところ、Fig.13に示すように、いずれの試料も硼化物および炭化物はほぼ同じ成分濃度である一方、結合相はフュージング温度の上昇に伴いFeの割合が増加し、Ni量が少なくなっていることが分かった。これは、フュージング処理によって基材からのFeが拡散したためと考えられる。

硼化物粒子に着目すると、Fig.12より、フュージング温度の上昇とともに硼化物の粒子が大きくなっていることが分かる。また、基材からのFeの拡散による結合相量の変化を確認するため、結合相の面積率を画像解析にて求めたところ、1190℃：24%、1210℃：26%、1230℃：26%で大きな差異は認められなかった。

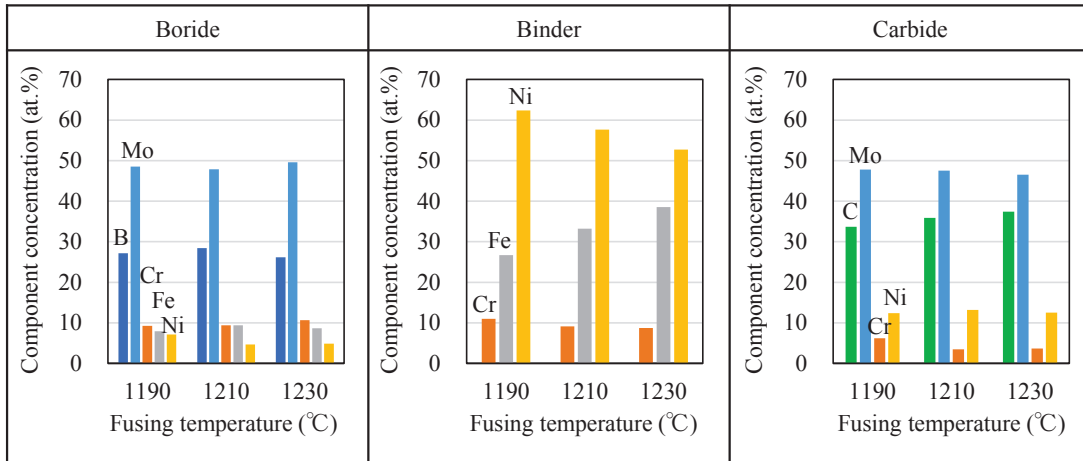


Fig.13 Chemical compositions estimated from Auger spectrum analyses of specimen C with fusing treatment at 1190, 1210 and 1230°C .

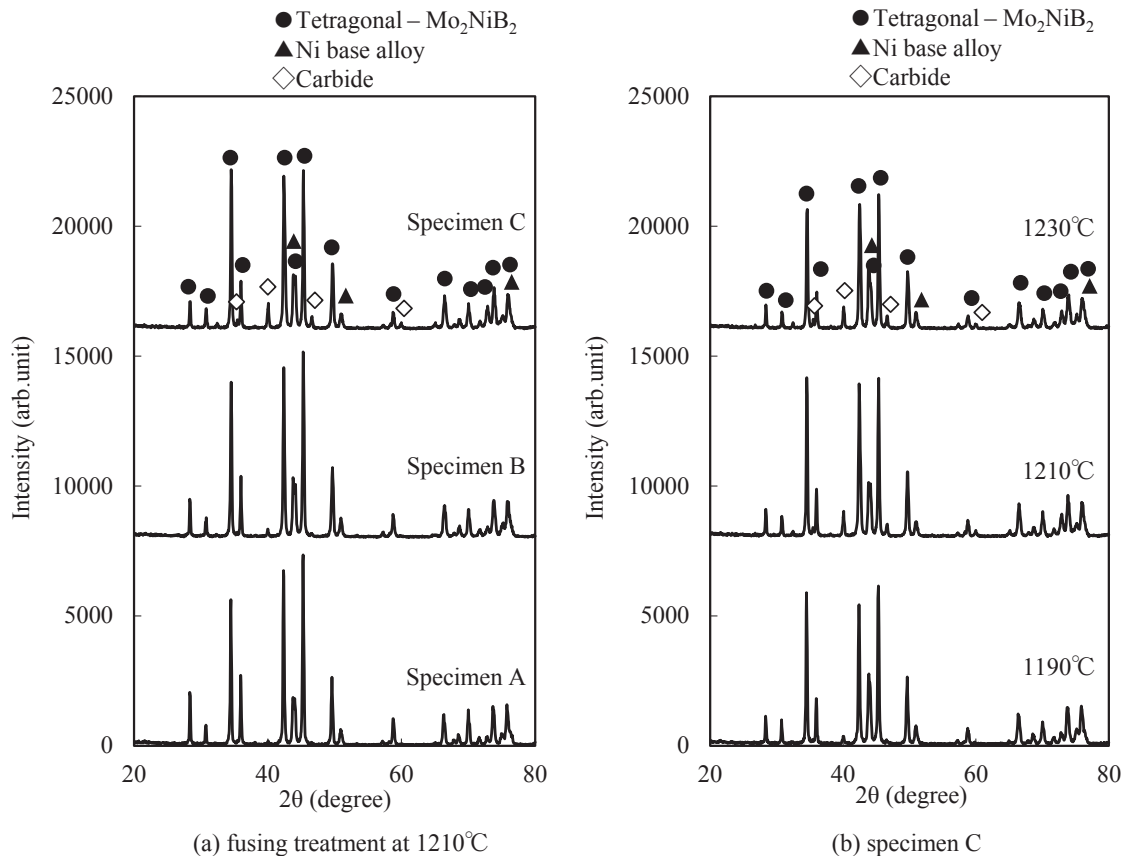


Fig.14 X-ray diffraction patterns of (a) specimen A, B and C with fusing treatment at 1210°C and (b) specimen C with fusing treatment at 1190, 1210 and 1230°C .

3.6 X線回折測定

Fig.14に、各溶射材のX線回折測定結果を示す。測定はオージェ分析に用いた溶射材と同じ試料を用いて行った。全ての溶射材において、正方晶の Mo_2NiB_2 型硼化物、Ni基合金が認められ、僅かに $\text{Mo}_3\text{Ni}_3\text{C}$ 型と考えられる炭化物の回折パターンが確認された。炭化物はSEM観察およびAES分析で確認されたものに一致し、Si酸化物については結晶性が低いためX線回折では検出されなかったと考えられる。粉末熱処理温度およびフュージング温度の違いによる顕著な差異は認められなかった。

4. 考察

4.1 溶射材特性に及ぼす粉末熱処理温度の関係

まず、溶射材の特性および組織と粉末熱処理温度の関係について考察する。造粒粉末の熱処理温度が高くなるとともに、溶射粉末自体の緻密化、顆粒強度の上昇、溶射皮膜の緻密化が認められた一方、溶射時の付着効率は低下する傾向を示した。皮膜硬さは1210~1220°Cのフュージング温度にて最高値を取り、約1350HVを示した。また、粉末熱処理温度が高いほどフュージング処理での溶射皮膜の収縮率が小さくなることが分かった。皮膜組織は、 Mo_2NiB_2 型硼化物とNi基合金の2相を主体にSi酸化物と若干の炭化物が存在する組織を呈しており、粉末熱処理温度による顕著な違いは認められなかった。

溶射粉末は、粉末の熱処理温度が上昇するとともに、1次粒子間の反応が進むことで緻密化が進行し、粒子間結合も強くなることによって顆粒強度が高くなる傾向を示したと考えられる。溶射粉末の断面写真からも分かるように、熱処理温度が低い粉末は顆粒内部に空孔を多く有しており、これが溶射時の皮膜形成の際に残存して皮膜の気孔率が高くなったと考えられる。YSZ（イットリア安定化ジルコニア）粉末においても、中空粉末を用いて成膜した溶射皮膜は中実粉末の皮膜よりも気孔率が高くなることが知られており⁸⁾、この結果とも一致する。

溶射時の付着効率については、溶射時に粉末が溶融し易い方が付着効率は高くなることが知られている⁹⁾。粉末の熱処理温度が低い場合、溶射粉末内部には多くの空隙が存在することから、溶射時に燃焼フレームと接触する面積が大きくなり、温度が上がり易く溶融し易くなる。一方で、熱処理温度が高いと溶射粉末内部が緻密になり、溶射時に温度は上がり難くなると考えられる。このことから、粉末熱処理温度の違いによって溶射時の付着効率に差異を生じたものと推察される。

フュージング処理後の組織については、溶射材BおよびCはフュージング処理によって皮膜は緻密化しているのに対して、溶射材Aは気孔が皮膜に残存したままで緻密化が進行していないことが分かった。これは、溶射皮膜が基材

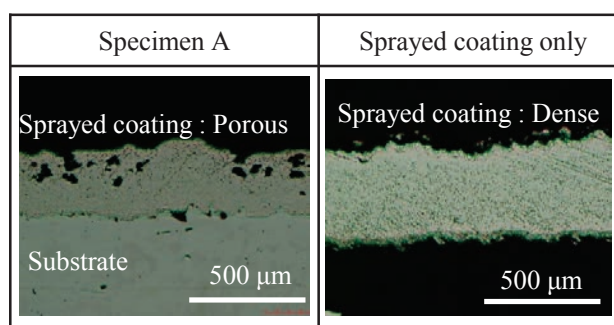


Fig.15 Cross-section optical micrographs of specimen A and sprayed coating only after fusing treatment at 1210°C.

界面で拘束され、溶射後の皮膜に気孔が多い場合は、皮膜の緻密化に限界があるためと考えられる。実際に、Fig.15に示すように、溶射材Aを用いてフュージング前に予め基材から皮膜のみを取り出してフュージング処理を行うと皮膜は緻密化するのに対して、基材と一緒に場合は皮膜に気孔の残存が認められた。Fig.6の溶射皮膜のTMA測定結果から皮膜収縮が開始される1000°C付近では、Fig.16に示すように既に皮膜と基材との間に拡散層が存在し、EDX分析から鋼材のFeと溶射皮膜のNiが相互拡散していることが分かる。このことから、皮膜の収縮が始まる1000°C以上では皮膜は基材に拘束され、面内方向の収縮は制限されると考えられる。従って、溶射皮膜のみを取り出して収縮率を評価したTMA測定では、基材の拘束を受けないため、粉末の熱処理温度が高いほど溶射後の皮膜が緻密であるため、収縮率が小さくなったと考えられる。

以上のことから、フュージング処理にて緻密な皮膜を得るためには、溶射後の皮膜を緻密化することが重要で、そのためには溶射粉末の熱処理温度を高くする必要がある。しかしながら、粉末熱処理温度を高くすると溶射時の付着効率は低下するため、皮膜品質面と効率面を考慮した適切な温度条件での粉末熱処理が重要となる。

4.2 溶射材特性とフュージング温度の関係

次に、フュージング温度の違いによる詳細な組織調査を行った溶射材Cについて、溶射材特性とフュージング温度の関係を考察する。Fig.17に、溶射材特性に及ぼすフュージング温度の影響についてまとめた模式図を示す。フュージング温度の上昇とともに皮膜硬さは上昇し、1210°Cにて最大値を示した後、硬さが低下する傾向を示した。皮膜組織の光学顕微鏡観察ではフュージング温度の上昇により緻密になる傾向を示し、1210°C以上ではほぼ緻密化が完了し、ミクロ観察では硼化物の粗大化が認められた。また、面積率の測定から結合相の割合はほぼ一定であることが分かった。各相の成分分析では、硼化物はフュージング温度の上昇による成分変化は認められなかったのに対して、結合相はFeの割合が増加した。結合相の成分割合変化は、フュージング処理による基材からのFeの拡散によるもの

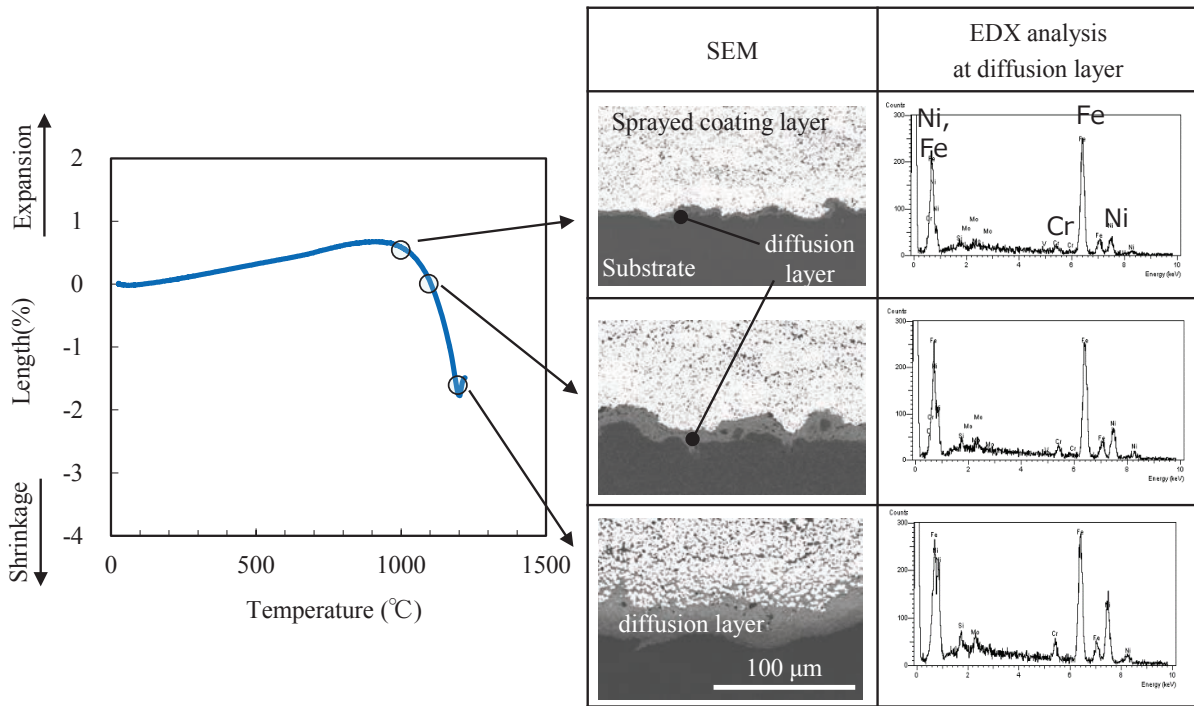


Fig.16 Back scattered electron images of interface between sprayed coating and substrate, and EDX analysis results at diffusion layer of specimen C .

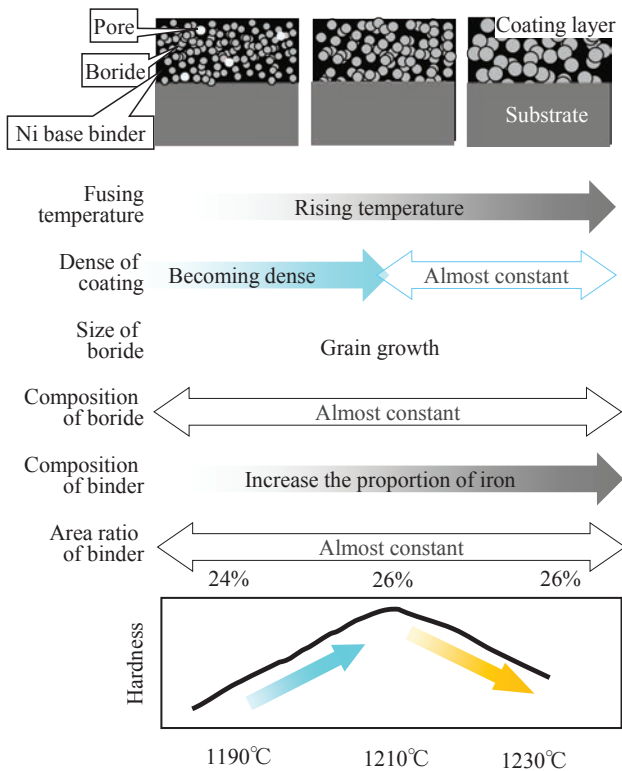


Fig.17 Schematic diagram of relationship between the hardness and the organization.

と考えられるが、これにともなう結晶構造の変化はXRD測定では認められなかった。本材料系にて結合相中のNiとFeの割合と材料特性の関係について系統的に調査した文献は無いが、WC-10% (Ni-Fe) 超硬合金では、結合相中のFeの割合の増加とともに材料の硬さが高くなるとい

う結果が報告されている¹⁰⁾。よって、材料系は異なるものの、結合相中のFeの割合増加によって皮膜硬さが低下した可能性は低いと考えられる。

以上の結果から、皮膜硬さ変化の挙動は、皮膜の緻密化による気孔の減少と硼化物の粗大化によって生じたもので、1210°Cまでの硬さ上昇は皮膜の緻密化が、1210°Cより高温での硬さ低下は硼化物の粗大化が起因していると推察される。

5. 結言

溶射技術を用いた硼化物系サーメットの開発を目的に、皮膜特性に及ぼす粉末熱処理温度およびフュージング処理温度の影響について検討した結果、下記の結論を得た。

- (1)粉末熱処理温度が高くなるとともに、溶射粉末自体の緻密化、顆粒強度の上昇、溶射皮膜の緻密化が認められ、フュージング処理での溶射皮膜の収縮率も小さくなること分かった。皮膜組織は、Mo₂NiB₂型硼化物とNi基合金の2相を主体とした組織を呈しており、Si酸化物と若干の炭化物の存在が認められ、粉末熱処理温度による相構成の顕著な違いは認められなかった。
- (2)粉末熱処理温度を高くすることで皮膜の緻密化、皮膜硬さの安定化が図れる一方、溶射時の付着効率は低下する傾向が認められた。付着効率の低下はコストに直結するため、製品化には皮膜品質面とコスト面を考慮した粉末設計が必要となる。
- (3)フュージング工程では、処理温度が高くなるとともに、

皮膜硬さは上昇し、1210～1220°Cの温度範囲にて最高値(約1350HV)を示した後、低下することが分かった。この挙動は、溶射皮膜の緻密化、硼化物の粗大化によるものと考えられる。

引用文献

- 1) 駒井正雄, 高木研一, 渡辺忠雄: 日本金属学会誌, **56** (1992), 670.
- 2) Mari Yonetsu, Yuji Yamasaki, and Ken-ichi Takagi: Proceedings of 2000 Powder Metallurgy World Congress, (2000), 1277.
- 3) 沖幸男: 溶射技術入門, 日本溶射協会, (2006), 1-5.
- 4) 原田良夫: セラミックス, **43** (2008), 396.
- 5) 自溶合金溶射ロール・第一高周波工業株式会社, <http://www.dhf.co.jp/products/surface/pdf/roll04.pdf>
- 6) 沖幸男, 上野和夫: 溶射工学便覧, 日本溶射協会, (2010), 413.
- 7) 平田浩郎, 矢永裕記, 田代博文: 東洋鋼鋳, **38** (2015), 41.
- 8) 沖幸男, 上野和夫: 溶射工学便覧, 日本溶射協会, (2010), 598-599.
- 9) 沖幸男, 上野和夫: 溶射工学便覧, 日本溶射協会, (2010), 101-102.
- 10) 鈴木寿, 山本孝春, 中条宣義: 粉体および粉末冶金, **14** (1967), 26.

遺伝子解析装置BIOSHOT HT-32の開発

森弘惇一*¹・津田稔也*¹・山野博文*²

Development of Genetic Analyzer “BIOSHOT HT-32”

Junichi MORIHIRO, Toshiya TSUDA, Hirofumi YAMANO

Synopsis : In recent genetic testing markets, it is common that patient specimens collected at hospitals, clinics and the like are gathered at a clinical laboratory which specializes in genetic screening and carry out inspections and analyses. Particularly in major inspection centers, there is a demand for an inspection system capable of carrying out a large number of tests with simple operations. On the other hand, the DNA chip "GENE SILICON" developed by our company has excellent detection sensitivity and simultaneous detection of multiple genes is possible, but the inspection process involves a lot of manual work and it is unsuitable for mass inspection.

In this report, we report the development of automatic genetic analyzer “BIOSHOT HT-32” to solve these problems.

Keywords : GENE SILICON ; DNA chip ; genetic analyzer ; automation

1. 緒言

近年の遺伝子検査市場では、病院やクリニック等で採取された検体を、検査を専門に行っている臨床検査センターが預かり、検査・分析を代行することが一般的となっている。特に、大手の検査センターでは全国の病院や診療所から集められた検体を検査する必要があるため、迅速簡便な操作で多検体を同時に検査できること、検査時や工程間の取り違いを極力少なくする検体情報の管理、そして医療現場に通用する安全性と信頼性が強く求められている。

当社の開発したジーンシリコンDNAチップキット¹⁾は優れた検出感度を持ち、複数の遺伝子を同時に検査できるといった優位性を持つ一方で、検査工程は手作業が中心で多検体の検査に向いていないという課題があった。本報では、その課題を解消するために検査工程を自動化した、遺伝子解析装置BIOSHOT HT-32（以下、本装置）の開発について紹介する。

2. ジーンシリコン検査工程の現状と課題

ジーンシリコンを用いた検査工程は、Fig.1に示すように遺伝子増幅、ハイブリダイズ反応、洗浄、検出がある。それぞれの詳細と操作方法について次に示す。

① 遺伝子増幅工程

検体から抽出されたDNAと遺伝子増幅試薬を混和し、PCR (Polymerase Chain Reaction) 装置にて解析対象の遺伝子領域を増幅すると同時に、増幅された遺伝子を蛍光色素で標識する。

② ハイブリダイズ工程

ハイブリダイズ反応試薬と増幅産物を混和したハイブリダイズ試料（以下、試料）をハイブリカバーに滴下し、それをジーンシリコンに被せる。あらかじめ予備加熱しておいた恒温槽（オープン）中の湿潤箱にジーンシリコンを入れ、60分間加温することでジーンシリコン上に固定化したプローブと試料を反応させる（ハイブリダイゼーション）。

③ 洗浄工程

ジーンシリコンをオープンから取り出し、ハイブリカバーを外して、直ちに洗浄液に浸漬し、未反応物を除去する。指定回数上下に振とうし、指定時間浸漬したのち、リンス液に移す。

④ 検出工程

*1 技術研究所 研究部 ライフサイエンス技術グループ 医療検査チーム

*2 技術研究所 研究部 研究部長 兼 ライフサイエンス技術グループ グループリーダー

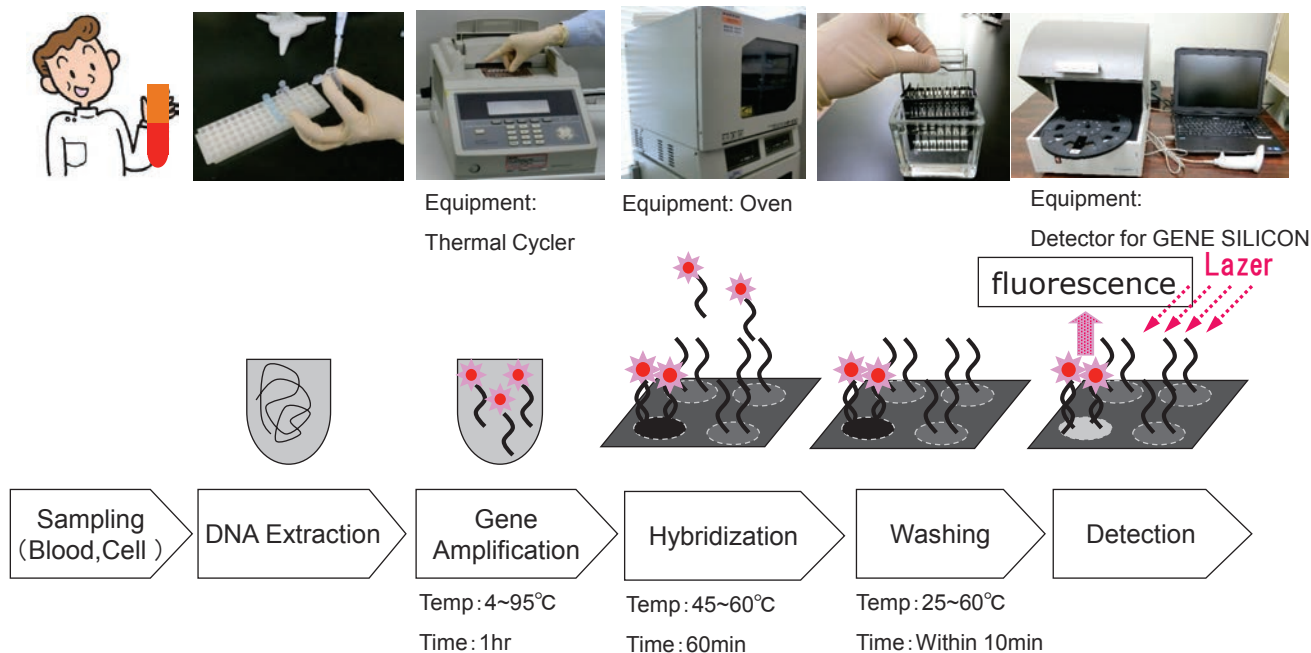


Fig.1 Genetic inspection process for GENE SILICON.

ジーンシリコンをリンス液から取り出し、カバーフィルムを貼り付ける。検出器のターンテーブルにセットし、蛍光測定を実施する。

2.1 各工程における操作性の課題

① 遺伝子増幅工程

- PCR装置を用いた遺伝子増幅が必要であり、試薬の調製、分注、混和操作の作業負担が大きい。

② ハイブリダイズ工程

- オーブンを使用した雰囲気加熱によりDNAチップと試料の反応を行っているが、使用前にオーブンと湿潤箱の余熱が必要である。
- ハイブリカバーに試料を滴下し、ジーンシリコンに被せる作業が一枚一枚必要である。

③ 洗浄工程

- オーブンからジーンシリコンを取り出し洗浄液に浸漬するまでの時間、洗浄ストローク、洗浄スピードを安定させるには一定の技術の習得が必要であり、結果の作業時間差が発生しやすい。

④ 検査工程

- カバーフィルムを貼り付ける作業が煩雑である。
- 検出器は最大10検査であり、大量検査時にボトルネックとなる。

2.2 検体情報管理の課題

- 検体情報の登録と、それに対する検査結果の出力機能は現状の検出器に既に備わっているが、検査中取り違え等のチェック機能は無く、不十分である。

3. 課題に対応する装置設計

検査に要する時間を、作業者が手作業で行っている操作時間と機械が動作している反応時間に分けて考えた。この時、操作時間と反応時間のそれぞれを短縮すること、さらにそれぞれの時間が交互に入り交ざるのではなく、それぞれ一括してまとまった時間にする事で煩雑さを抑えることとした。また反応時間については、機械性能を高めることおよびDNAの化学反応性を活用した時間短縮を検討するため、反応部の温調器を温度応答性に優れたペルチェ素子とすることを特徴とした。

3.1 各工程における操作性の課題への対応

① 遺伝子増幅工程

PCR法は、DNAの特定領域を大量に増幅することができる方法であるため、わずかな異物の混入（コンタミネーション）が誤った判定に繋がる可能性がある。ジーンシリコンの検査は開放系であり、本装置内で実施する場合、コンタミネーションのリスクを完全に排除することは難しい。また、試薬の送液、分注等は大きな設備も必要になるため、本装置には遺伝子増幅工程を組み込まず、ハイブリダイズ反応以降の工程を自動化の対象とした(Fig.2)。

② ハイブリダイズ工程

自動化にあたり、ジーンシリコンと試料の反応方法について再検討した。従来法で用いていたプレートとハイブリカバーでは複雑な動作となり、機械化に不向きであると判断し、PCRチューブ内にジーンシリコンを浸漬して反応させる方式を考案した。PCRチューブを使用することで

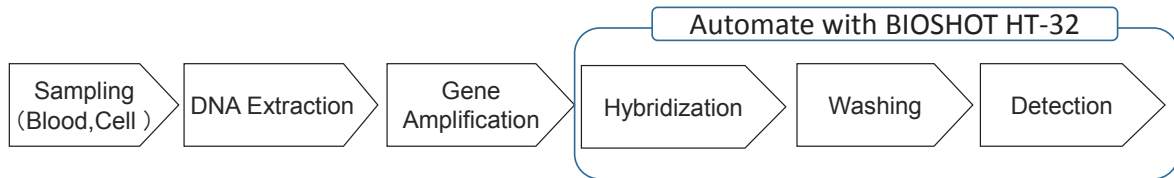


Fig.2 Process to automate with BIOSHOT HT-32.

DNA増幅の終了後、ハイブリダイズ反応試薬を添加しそのままハイブリダイズ工程に移行できるという利点があり、操作性の向上に寄与することが期待される。このため、ジーンシリコンは後述のDNAチップニードルに移載し、PCRチューブに挿入する形の反応を検討した。

i) DNAチップニードル

機械による搬送、扱いやすさを考え、専用のチップ移載治具DNAチップニードル（以下ニードル）を設計した（Fig.3）。操作性を考慮し4連タイプとし、各先端にジーンシリコンを貼付した。試料の液量を最小限に抑えるため、挿入部形状は指定のPCRチューブに最適化されており、1検査あたり45 μ Lの液量で検査することを可能とした。また、ハイブリダイズ反応中の試料の蒸発を防ぐため、PCR

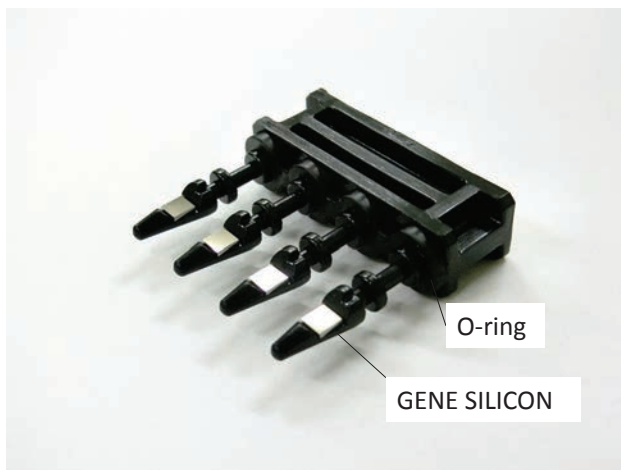


Fig.3 DNA chip needle of BIOSHOT HT-32 for mounting GENE SILICON.

チューブを密閉するOリングを設置した。

ii) ヒートブロック

温調器はヒーターよりも温度応答性の良いペルチェ素子を用いたヒートブロックを採用した（Fig.4 A）。多検体処理に対応できるように、8連PCRチューブを4つ（合計32サンプル）セットできるようにした。試料の温度安定性と高い温度応答性を実現するため、ブロック形状は指定のPCRチューブに整合する形状にし、チューブとブロックの密着性を高めた。また、PCRチューブはセット後に上からPCRチューブホルダーを装着させ、PCRチューブの確実なセットとニードル引き上げ時の持ち上がりを防止した。

iii) ヒートリッド

PCRチューブに挿入されたニードルを上部から押さえる、稼働式のヒートリッドを設置した（Fig.4 B）。

理由の一つはニードルとPCRチューブの気密性を確保するためである。ニードルとPCRチューブでリークする箇所があれば、加温による蒸発で試料の液量が減少し、ハイブリダイズ反応に影響する恐れがある。そこで、試料が入ったPCRチューブにニードルを挿入して反応させる際、ニードルに荷重を与えることでOリングとチューブを密着させ、蒸発を防止した。

もう一つの理由はニードルとチューブ上部を加熱するためである。ヒートブロックによりPCRチューブ内の試料が温められると水蒸気が発生し、それが加温されていないチューブ上部、ニードルに接触して冷却されると水滴として付着し、上述と同様に濃度変化を起こしてしまう。ヒートリッドは内部に棒状ヒーターを備え、反応中に80 $^{\circ}$ Cに加

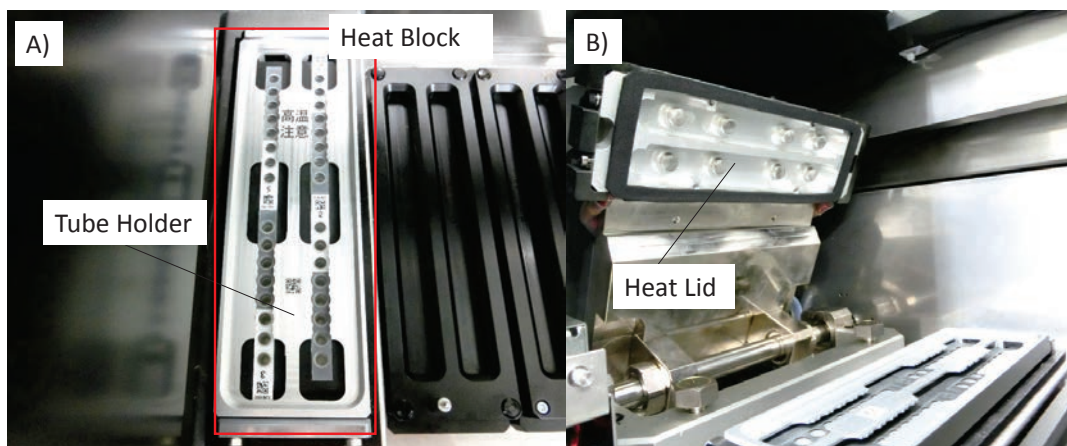


Fig.4 Hybridization stage of BIOSHOT HT-32 for hybridization A)heat block B)heat lid.

熱することでチューブ上部への水滴の付着を抑えた。

③ 洗浄工程

洗浄ステージ (Fig.5) をヒートブロックの横に配置し、ハイブリダイズ反応後、速やかに洗浄に移行できるようにした。ハイブリダイズ終了から洗浄液浸漬までの時間は、手作業時と同等の約4秒間である。セット時の操作性を考え、洗浄液を注ぐ専用のパックを設計し、ステージに据える方式とした。また、様々な洗浄条件に対応するため、洗浄1ステージにはヒーターを内蔵し、加温できるようにした。

④ 検出工程

検出工程は、煩雑なフィルム貼り付け方式から、透明な検査容器にリンス液を満たし、そこにニードルを浸漬して容器面越しにチップを撮影する方式とした (Fig.6)。リンス液を分注した検査容器とニードルホルダーを装置にセットし、洗浄が終わったニードルを機械的に搬送することで検出可能となるため、チップにカバーフィルムを一枚一枚貼り付ける必要がなく機構的にもシンプルかつ操作性

も高くなる。

本工程は検出感度に直結する重要な工程であり、励起光源であるレーザー光がジーンシリコン表面に当たり、ハイブリダイズした蛍光物質から発光した蛍光を受光検出器であるCCDカメラで検出する。この時、ジーンシリコン表面および装置内において、正反射および拡散反射した光がCCDカメラで受光されると、検出感度が著しく低下する。このため、3種類の容器（アクリル射出成型品、アクリル板材貼り合わせ品、ガラス溶着品）を比較検討し、透過性、透明性に優れたガラス溶着品を検査容器として採用した。また、ジーンシリコン表面とガラス面の距離を考慮し、レーザー反射をチップと重ならない位置に発生させ、かつレーザービームを四角形に矯正するスリットを装着した。さらに、ガラス面、ジーンシリコン面で反射したレーザー光が装置内で散乱しないよう、レーザー吸収ホーンを設置した。これらの対策により、チップ撮影時に検出されるバックグラウンドノイズを従来手法と同等に抑えることに成功した。

3.2 検体情報管理の対応

情報管理の方法は、測定に使用するPCRチューブにナンバリングを行い、チューブの識別コードと分注する検体情報を制御ソフトに登録することで測定終了後に検査結果と照合することとした。PCRチューブを個別に識別するため、指定のPCRチューブ専用の二次元コードタグと貼り付け治具を製作した (Fig.7)。これにより、簡便に指定PCRチューブに識別コードを貼りつけることが可能である。また、提供するキット、ニードル、反応試薬、装置に使用する各ホルダー、洗浄パック、検査容器（以下、ワーク (Fig.8)）についても出荷時に二次元コードを付与することとした。これを、ワークをセットした後に、装置に内蔵した二次元コードリーダーで読み取ることで、登録した情報とセットしたワークの内容、位置のマッチングを確認し、検査中取り違えのチェック機能とした。



Fig.5 Washing stage of BIOSHOT HT-32 for washing GENE SILICON after hybridization.



Fig.6 Detecting stage of BIOSHOT HT-32 for detect fluorescence.

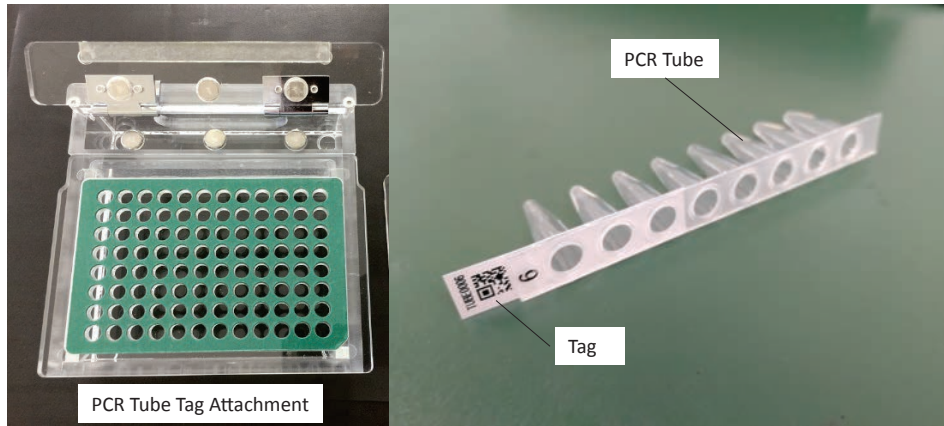


Fig.7 PCR tube tag and tag attachment for BIOSHOT HT-32.

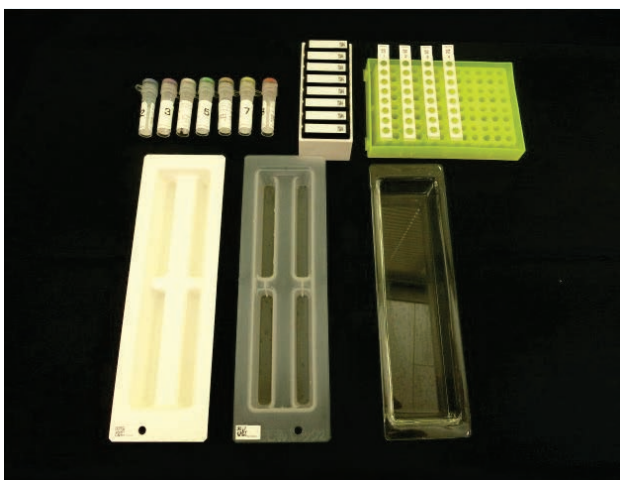


Fig.8 Works used in BIOSHOT HT-32.

3.3 装置の安全性と信頼性の確保への対応

本装置は、病院や検査医療機関への導入、また体外診断用医薬品の測定を想定していることから、医療機器登録することが前提である。よって、医療機器に求められる要求事項（品質、有効性、安全性）に対応する必要がある。開発においてはそれらを考慮した設計を行った。開発の各段階でリスクマネジメントを実施し、受容できないリスクに関しては設計変更や安全情報の提供（文書による喚起）等を実施し、リスクレベルの低減を図った。また、当社内での適合評価が難しい安全規格に関しては、第三者認証機関に試験を依頼した。

電気安全性試験は、体外診断用医療機器に対する安全規

格（JIS C1010-1, JIS C1010-2-101, JIS C6802）を適用した。これは、機器が感電や火傷などの危険の低減を配慮した設計であるか、また故障しても二次的に被害が拡大しないかを規格に基づき確認する試験である。

また、ノイズ耐性・妨害については、体外診断用医療機器に対する電磁両立性規格（JIS C1806-1, JIS C1806-2-6）を適用した。これは機器が発する電磁波が他の機器に影響を与えないか、あるいは周辺からの電磁波によって自らも誤動作しない耐性を有しているかを評価する試験である。

4. 実機への展開

本装置は「遺伝子解析装置BIOSHOT HT-32」と命名した。BIOSHOTとは当社の登録商標であり、これまでジェンシリコンの卓上検出器の名称として用いてきた。今回はそれに加え、大量処理を意味するhigh throughputの頭文字である「HT」と最大検査数である「32」を加え、本装置の名称とした。

4.1 装置構成

装置の設計にあたっては、スペース効率、操作の分かりやすさを考慮し、各工程をステージとして並列に配置し、各ステージにニードルを移動させる方式とした（Fig.9）。ニードルの移動には、ローダー（Fig.10）を用い、搭載されたチャックでニードルを掴み移動させる。また、ローダー

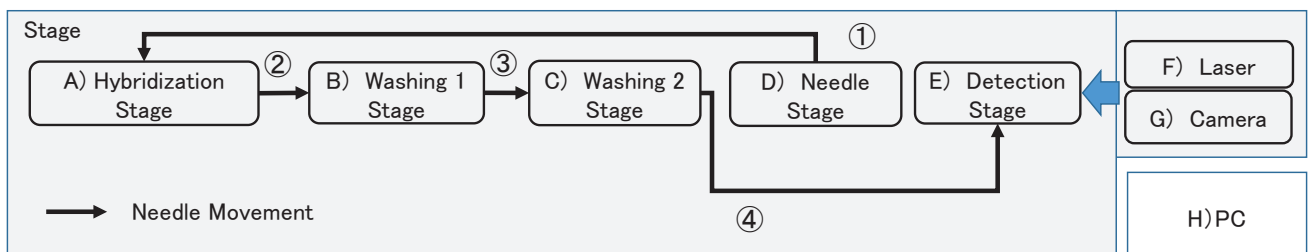


Fig.9 Process flow chart of BIOSHOT HT-32.

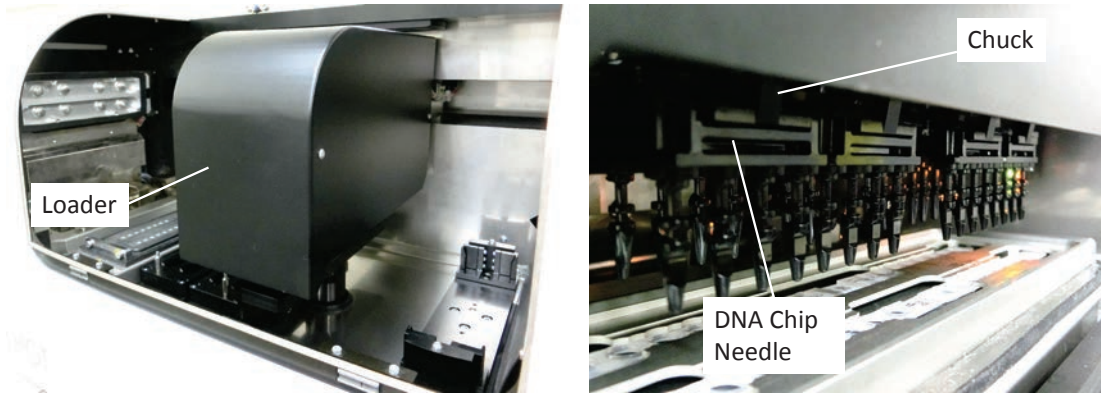


Fig.10 Loader of BIOSHOT HT-32 for carrying DNA chip needles.

にはセットしたワークのID情報を読み取る二次元コードリーダーを内蔵した。主な検査の流れは次の通りである。ニードルステージ (D) に配置されたニードルが、ハイブリダイズステージ (A) にて増幅産物と反応し、洗浄1ステージ (B)、洗浄2ステージ (C) にて洗浄され、検査ステージ (E) にてレーザー (F)、カメラ (G) によって蛍光検出される。操作は専用のPC (H) から行い、測定が終了すると判定結果が記載されたレポートが出力できる。

Table 1 Main specifications of BIOSHOT HT-32.

Item	Content
Processing Time	Hybridization : 30min~60min
	Washing : about 1min (30sec x 2 stage)
	Detection : about 10min (20sec / chip)
Maximum Inspection Capability	32 samples (8 needles)
Size	820 (W) x 517 (D) x 434 (H) mm
Weight	76kg
Normal Rated Power	300VA 50/60Hz

4.2 装置の外観

本装置の外観をFig.11, 検査フローの説明をFig.12, 主要諸元をTable 1にそれぞれ示す。

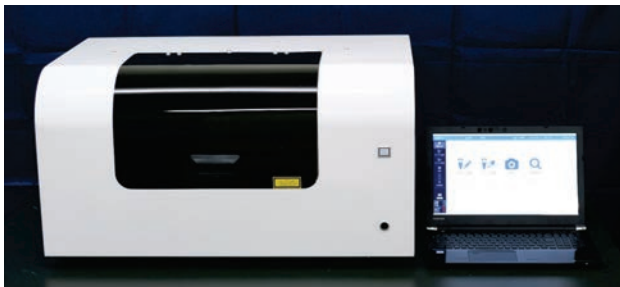


Fig.11 Outside of BIOSHOT HT-32.

5. 性能評価

5.1 検査時間の短縮

5.1.1 操作時間の短縮

ハイブリダイズ反応工程から検出工程までの操作時間について、本装置での最大処理数である32検査を実施する想定で、既存手法との比較を行った。Fig.13に示すとおり、本装置の導入によって、作業者が操作する時間は約50分間短縮された。

ハイブリダイズ工程では、従来のチップ一枚一枚に対して試料を滴下していた工程からニードルタイプのチップをPCRチューブに挿入する工程へと置き換わったことが大き






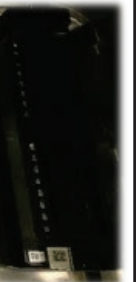

Process	Sample preparation	Hybridization	Washing	Detection
Time	35 min	30~60min	1 min	10 min
Content	<ul style="list-style-type: none"> Mixing the PCR products and buffer Work set  <p>DNA Chip Needle</p>	<ul style="list-style-type: none"> Hybridization reaction of PCR products and DNA chip  <p>Hybridization Stage</p>	<ul style="list-style-type: none"> Washing the chip after hybridization  <p>Washing 1 Stage</p>  <p>Washing 2 Stage</p>  <p>Needle Stage</p>	<ul style="list-style-type: none"> Detect fluorescence of DNA chip with red light laser  <p>Detection Stage</p>  <p>DNA Chip Image</p>

Fig.12 Inspection procedure for BIOSHOT HT-32.

な操作時間削減効果を生んだ。

また、検出工程では従来はチップ一枚一枚にカバーフィルムを貼り付ける作業が必要であったが、本装置では手作

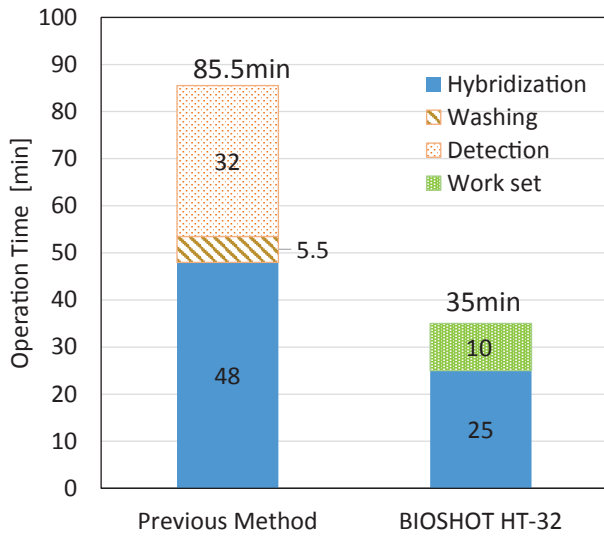


Fig.13 Operation time comparison between previous method and BIOSHOT HT-32.

業無しの検査容器内での一括測定に置き換わったことにより大幅な削減となった。

さらに、工程間の移行作業が装置使用前のワークセット操作に集約されたことで、作業者はハイブリダイズ反応開始から後は検査から離れることが可能となり、操作性を大幅に向上させた。

5.1.2 ハイブリダイズ反応時間の検討

加温特性調査の結果をFig.14に示す。従来方式のオーブンでは、目標温度(51~52°C)付近到達までに約30分間を要しているが、ペルチェ素子を用いた本装置では昇温速度が高速であるため、反応溶液の温度は約1分間で目標温度に到達し安定することが分かった。よって目標温度到達までの時間差である約30分間の反応時間短縮が可能であると推察された。

そこで、実際にジーンシリコンを用いてハイブリダイズ時間に関する検証を行った。Fig.15に本装置でのハイブリダイズ時間の検討結果を示す。検証に使用するジーンシリ

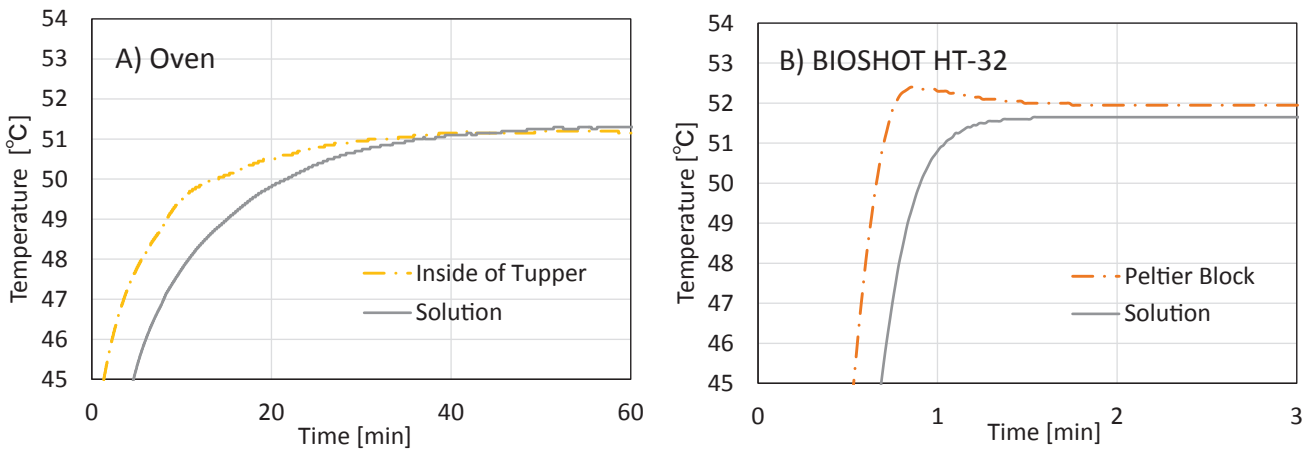


Fig.14 Heating time comparison between A) oven and B) BIOSHOT HT-32.

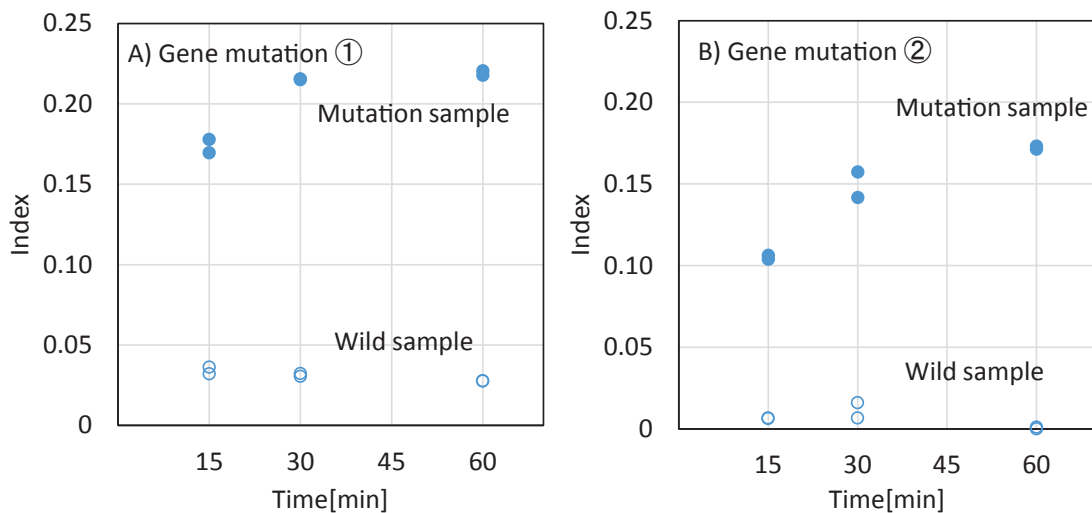


Fig.15 Relationship between hybridization time and index using BIOSHOT HT-32.

コンが検出対象とする遺伝子の中から、判定値の分離が比較的悪かった2種類の遺伝子（検出対象遺伝子①、②）に関して、ハイブリダイズ時間15, 30, 60分間と下記（1）式より求めた判定値（Index）の関係を調べたところ、どちらの検出対象遺伝子も15分間では変異型サンプルの判定値が低下し、野生型サンプルとの分離が悪化したが、30分間では従来の60分間とほぼ同等の値が得られた。つまり、温調器にペルチェ素子を用いたことにより、昇温速度が高速となり、最短30分間の反応時間で十分な判定が可能であることが示唆された。

$$\text{判定値} = \frac{2 \times \text{変異型プローブの蛍光強度}}{\text{野生型プローブの蛍光強度} + \text{変異型プローブの蛍光強度}} \dots (1)$$

5.1.3 ハイブリダイズ反応時間の短縮

一般に、溶液中に2本鎖で存在しているDNAは、高温（約95℃）下では1本鎖に解離する。この熱変性を利用し、チップとのハイブリダイズ反応前に試料をあらかじめ加熱し、1本鎖に解離しておくことで反応平衡に達するまでの時間を短縮できないかと考えた。そこで、ペルチェ素子の温度応答性の速さを生かし、ハイブリダイズ反応前に試料の予備加熱を実施することによる反応効率の向上についての検討を行った。①オープンを用いて、60分間反応させる条件（既存法）、②BIOSHOT HT-32を用いて10分間に短縮して反応させる条件、③BIOSHOT HT-32を用いて、反応前に95℃で2分間予備加熱した後に10分間反応させる条件を実施（各条件n=4）し、蛍光強度（Fig.16）と判定値（Fig.17）の比較を行った。

既存法①に対し、時間短縮した条件②では、蛍光強度が減少し、また判定値も分離が悪化していることが確認できる。一方、予備加熱を用いた条件③では、蛍光強度が増加し、判定値の分離も①と同程度となった。これにより、予

備加熱は試料中の1本鎖DNA割合を増加させ、プローブとのハイブリダイズ反応を促進させる効果が示唆された。ハイブリダイズ反応時間を短縮する手段の一つとして、今後も検討を続ける予定である。

5.2 検体情報の管理

検体情報は二次元コードで登録した後、装置の自動チェック機能により正しく検体を管理できていることを確認した。検査結果は、検体情報、測定日、使用したキット情報等と共にPCのデータベースに保存され、結果検索画面（Fig.18）より、測定日、測定対象、キーワード等で絞り込み検索することが可能である。また、結果は閲覧だけでなく、レポートとしてドキュメント形式での出力が可能である（Fig.19）。

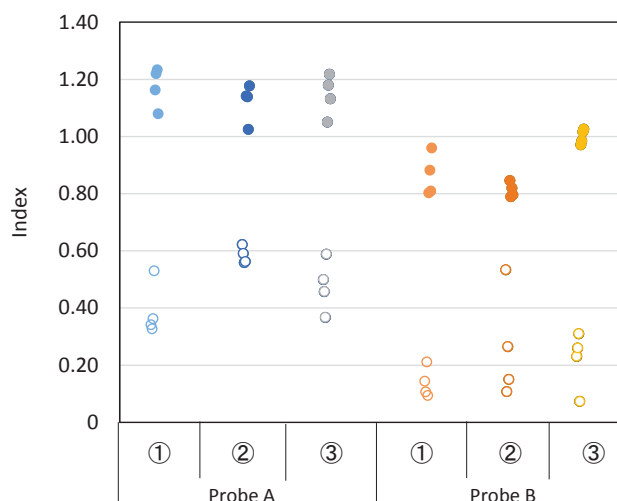


Fig.17 Reaction conditions and index.
 ① Hybridize for 60 minutes using an oven
 ② Hybridize for 10 minutes using BIOSHOT HT-32
 ③ Preheating for 2 minutes and hybridize for 10 minutes using BIOSHOT HT-32

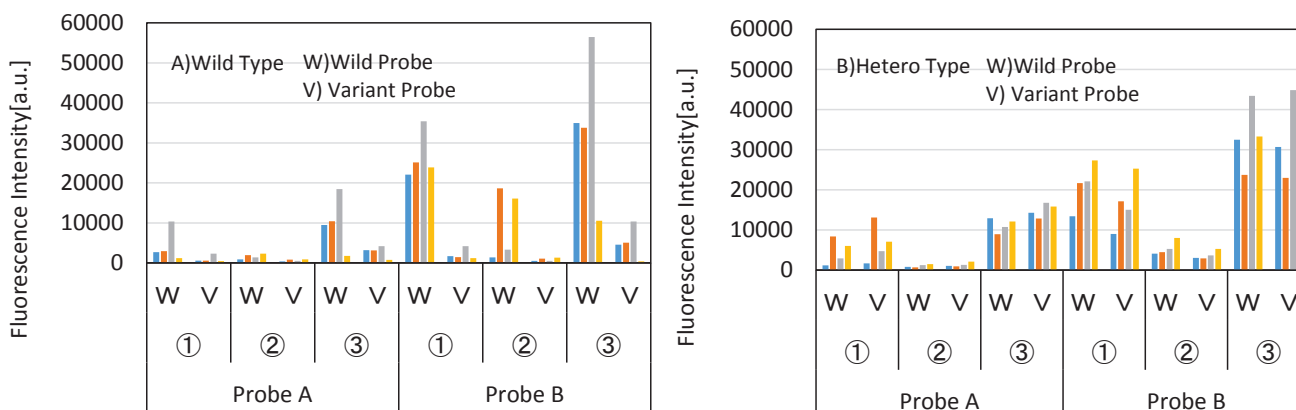


Fig.16 Comparison of fluorescence intensity values.
 ① Hybridize for 60 minutes using an oven
 ② Hybridize for 10 minutes using BIOSHOT HT-32
 ③ Preheating for 2 minutes and hybridize for 10 minutes using BIOSHOT HT-32



Fig.18 Results search window of BIOSHOT HT-32.

判定結果	
サンプルID	sample1
コメント	
登録日	2018/11/27 16:09
登録ユーザー	tk
登録権限	IVD
測定日	2018/11/27 17:16
測定ユーザー	tk
測定権限	IVD
キット名	TEST chip kit
レポート	正常終了
TEST 結果 BGシグナル: 正常 スポットシグナル: 正常 検査結果: 合格	

Fig.19 Output report of genetic inspection from BIOSHOT HT-32.

5.3 装置の安全性と信頼性の確保

装置の安全性、信頼性についてはリスクマネジメントにより評価し、すべてのリスクについて受容可能なレベルまで低減を図った。また、第三者認証機関に依頼した安全規格試験（電気安全性、電磁両立性）についても合格し、規格への適合を証明するレポートが発行された。

6. 結言

遺伝子解析装置BIOSHOT HT-32の完成により、迅速簡便な多数検査、より確実な検体情報管理、医療機器としての安全性と信頼性を備えた遺伝子検査システムを実現することができた。検体情報の管理によりミスを防止する、操作者の技量差による検査結果のばらつきを抑えるなど、自動化によるメリットは大きいと考える。また、速い温度応答スピードによるハイブリダイズ時間短縮などの優位性を生かした新たな展開も期待される。なお、本装置は一般社団法人KEC関西電子工業振興センター、テュフラインランドジャパンの第三者認証を得て、2018年10月に医療機器登録が完了した。（登録番号：13B3X10232HT3201）

最後に、本装置の開発、設計、製造においては、旭興産株式会社、株式会社ダイナコムの皆様にご協力を頂いた。また、開発支援、サポート頂いた山口県、山口県産業技術センターおよび関係者の皆様へ深く感謝するとともに、御礼申し上げます。

引用文献

- 岡村浩, 山野博文, 平山幸一, 市原輝久: 東洋鋼鈹, 34 (2004), 41.

DNAメチル化異常を伴う疾患の鑑別診断チップの開発 —プラダーウィリー / アンジェルマン症候群鑑別チップ—

鴻海俊太郎*¹・永田伊智郎*²・山根衣寿美*²・井上頼江*²・大場光芳*³・山野博文*⁴

Development of Differential Diagnostic Chip for Diseases Accompanying DNA Methylation Abnormality
- Prader-Willi / Angelman Syndrome Discrimination chip -

Shuntaro KOHNO, Ichiro NAGATA, Izumi YAMANE, Yorie INOUE, Mitsuyoshi OHBA, Hirofumi YAMANO

Synopsis : In-vitro diagnosis of genetic abnormalities using DNA chips is now becoming universal, and even the ones, which can evaluate some kinds of disease risks have been developed recently.

DNA primarily encodes a protein, and it is the substantial body of the gene. In addition, the role of DNA is not only a simple information accumulator but also has the function of regulating the transcription to RNA itself. The most prominent one is a promoter and numerous research studies related to it have been promoted.

DNA methylation in the promoter region is one of a crucial regulatory mechanisms in gene expression. It is said that various diseases such as cancer, depression and diabetes might be caused by methylation abnormality in the sequence.

In this paper, we report a new development of DNA chip related to diagnoses with Prader-Willi syndrome (PWS) and Angelman syndrome (AS), both of which are typically congenital genetic disorders with methylation abnormalities.

Keywords : Prader-Willi syndrome ; Angelman syndrome ; SNRPN ; CpG island ; bisulfite treatment

1. 緒言

DNAチップを用いた遺伝子異常の体外診断は、今や普遍的なものになりつつあり、疾病リスクを評価するようになるまで登場している。まさに黎明期と言って良いであろう。そして、DNAチップは既に次の段階へと進み始めている。

DNAは、主としてタンパク質をコードしており、遺伝子の実質的な本体である。しかし、DNAの役割は単純な情報の蓄積体であるだけではなく、それ自身にRNAへの転写を調節する機能も有している。その最も著名なものが、プロモーターであろう。プロモーターにおける発現調節機構の一つとして近年注目度が高まっているものに、DNAのメチル化修飾が挙げられる。具体的には、DNA中のシトシン(C)残基が受けるメチル化修飾が発現調節に関わっ

ており、特に、プロモーター領域で多く見られる、5'-CG-3'の順となる配列中のシトシン残基メチル化が重要とされている(この5'-CG-3'配列が多発する領域はCpGアイランドと呼ばれている)。メチル化修飾を受けた配列は、発現・転写が抑制される。このような制御機構は、個々の細胞にとって必要な時期に必要なタンパク質を発現させ、不要の時には発現を抑制させる役割を担っていると推定されている。つまり、このDNAメチル化程度が異常をきたすと、コードするタンパク質の需要と供給のバランスが乱される結果となる。このことから容易に想像がつくように、メチル化程度の異常は、疾患の原因となり得る。近年では、メチル化異常とがん、うつ病、糖尿病など、様々な疾患との関連が取り沙汰されている。

本稿に記すプラダーウィリー症候群(Prader-Willi syndrome, PWS)とアンジェルマン症候群(Angelman syndrome, AS)は、メチル化異常を伴う代表的な先天性

*1 技術研究所 研究部 ライフサイエンス技術グループ 医療検査チーム 主事

*2 技術研究所 研究部 ライフサイエンス技術グループ 医療検査チーム

*3 技術研究所 研究部 ライフサイエンス技術グループ 医療検査チーム チームリーダー

*4 技術研究所 研究部 研究部長 兼 ライフサイエンス技術グループ グループリーダー

遺伝子疾患である。これらの疾患に関連するSNRPN (small nuclear ribonucleoprotein polypeptide N) 遺伝子は、インプリンティング (刷り込み) 遺伝子に分類される。SNRPNのCpGアイランドには、以下のような特徴がある。健常人では、この領域のDNAメチル化率が50%である。PWS患者の99%以上において、そのメチル化率は100%である^{1,2)}。一方、AS患者の7割程度は、同上領域のメチル化率が0%である^{1,3)}。このような特性を生かして、我々は、CpGアイランドのメチル化率が0, 50, 100%のいずれであるかを検査することにより、PWS/AS罹患の鑑別診断ができるキットの開発を企図した。本報では、① バイサルファイト処理後の塩基配列から検査内容に適したプライマーを設計し、② そのプライマーを材料に、まずは、検査対象となる遺伝子配列だけを含むプラスミド検体を用いてプローブの選定を行った。そして、③ 選定したプローブを用いてゲノムDNAサンプルを試験して、設計したプライマーおよび選定したプローブの妥当性を評価した。

2. 実験方法

2.1 DNAチップ

DNAチップの作製方法は前報に記されたとおりとした⁴⁾。

2.2 DNAサンプル

検査対象となるSNRPNのCpGアイランドのバイサルファイト処理後配列 (メチル化体、非メチル化体とも) を人工的に作製し、プラスミド内に挿入したものをファスマック社より購入した。これらメチル化体配列プラスミドおよび非メチル化体プラスミドを混合して、人為的にメチル化率が0, 50および100%のサンプルを調製した。これらをプラスミド検体と呼び、以降の実験に用いた。

ゲノム DNA (gDNA) サンプルは、いずれもClontech社より販売されているものを購入した。その内訳を以下に記す。健常人サンプル (メチル化率50%) は、ヒト白血球gDNAを用いた。メチル化率0%を模した遺伝子操作細胞株由来DNAとして、EpiScope® Unmethylated HCT116 DKO gDNA (以下、DKO) を使用した。高メチル化率 (100%想定) のサンプルはEpiScope® Methylated HCT116 gDNA (以下、Me) を用いた。

2.3 gDNA検体のバイサルファイト処理

EpiTect Bisulfite Kit (QIAGEN社製) を用いて、gDNAサンプルをバイサルファイト処理した。処理条件

は、同キットの添付文書に従い、95°C for 5 min, 65°C for 85 min, 95°C for 5 min, 65°C for 175 min とした。処理後サンプル中のDNA濃度をNanodrop 2000 (ThermoFisher社製) で測定し、次節のPCRの際の鋳型量計算に用いた。

2.4 PCR (polymerase chain reaction)

PCRには、BIOTaq™ HS DNA Polymerase (BIOLINE社製) を用いた。プライマーは、SNRPNのバイサルファイト処理後配列から設計した (詳細は3.1節に記す)。そのプライマー配列をTable 1に示す。Reverse側については、蛍光色素IC5により標識されたプライマー (ThermoFisher社製) を用いた (その配列は、Table 1では逆相補鎖表記としている)。鋳型量は25 ngとした。サーマルサイクラーは、Applied Biosystems社製のveritiを用いた。PCR条件は、以下のとおりである。Initial step: 95°C for 10 min, Reaction: 40 cycles of (95°C for 30 sec, 60°C for 30 sec, 72°C for 30 sec), Final step: 72°C for 7 min.

2.5 ハイブリダイズ反応、蛍光強度測定

チップ上には、目的とするSNRPN遺伝子のCpGアイランドをバイサルファイト処理した際に生じる配列 (CpGメチル化体および非メチル化体それぞれに対応するもの) に相補的な配列が固定化されている。したがって、増幅産物中のメチル化体あるいは非メチル化体の含有量・含有率に応じて、それぞれに対応するスポット上に固定化された相補鎖プローブと水素結合し、2本鎖を形成する (ハイブリダイズ反応)。これ以降の手順は、当社においてこれまで開発されてきたDNAチップと同様である。すなわち、チップ上のスポットに結合したPCR産物に由来する蛍光強度を測定することにより、サンプルDNA当該領域のメチル化率を計算することができる原理である (詳細後述)。

上記で得られたPCR産物に、最終濃度で0.75×SSC (saline sodium citrate buffer, 11.3 NaCl, 1.13 sodium citrate, 単位:mM) および0.075% SDS (sodium dodecyl sulfate) となるようにそれぞれの試薬を添加して、ハイブリダイズ反応液を作製した。この液中にDNAチップニードルを浸漬して (55°C, 1 hr), インキュベートした。インキュベート終了後、チップを0.1% SDS含有0.5×SSC中で振盪して洗浄した。さらに1.0×SSCで洗浄後、同液に浸漬した状態で蛍光強度を測定した。

蛍光強度測定には、遺伝子解析装置 (BIOSHOT HT-32

Table 1 Primer sequences.

Primer	Sequence (5' → 3')
Forward primer	GGAGGGAGTTGGGATTTTTGTAT
Reverse primer	IC5-TTCAATACTCCAATCCTAAAACTTAAAATA

東洋鋼鈹(株)製⁵⁾を用いた。測定結果から、露光時間4 secの励起光で惹起される蛍光強度を自動計算し(推定蛍光強度法)、メチル化率を示す判定値の算出に用いた。

2.6 データ解析および判定値算出

上述の方法により測定された蛍光強度から、下記の数式によりメチル化率を示す判定値(index)を算出した。

$$\text{判定値 (index)} = \frac{\text{メチル化体プローブの蛍光強度}}{\text{メチル化体プローブの蛍光強度} + \text{非メチル化体プローブの蛍光強度}} \times 100$$

3. 結果および考察

3.1 プライマーおよびプローブの設計

ゲノムDNA中のある領域のメチル化程度を知りたいときに、バイサルファイト処理後PCRは、これまでも有用なツールであり続けてきた。しかし、この手法を用いてDNAのシトシンメチル化率を調べたい時、CpGがプライマー配列中には全く含まれていないことが必要である。なぜならば、バイサルファイト処理により、メチル化されていないシトシンは最終的にチミンに変換されるが、メチル化されているとこの変換が起きないからである。つまり、この化学処理により、CpGの部分で2種類の配列が生成されることを意味する。そうすると、設計したプライマーは理論上、処理により変換された配列か、変換されていない配列のいずれか一方しか増幅できないことになる。

SNRPNのCpGアイランド元来の配列と、そのバイサルファイト処理後の配列をFig.1に示す。ただし、CpGsはすべてメチル化された状態で、バイサルファイトによる変換を受けないものと仮定して配列を示した(Fig.1 (b))。Fig.1 (b)の配列からメチル化体、非メチル化体の区別なくPCR増幅が可能なプライマーを考案した。すなわち、

forward, reverseともCpGを含まない配列となるように検索した。その結果、Fig. 1 (b)において灰色網掛け部分をプライマー配列として選択した(配列は前掲のTable 1を参照)。なお、reverseプライマーは、実際にはFig. 1 (b)に記された配列の逆相補鎖を用いるので、Table 1では逆相補鎖表記としている。

このプライマーセットにより、Fig.1に示した24カ所のCpGのうち、最大で22カ所のCpGのメチル化程度を調べることができる。そこで、次にCpGメチル化体あるいは非メチル化体を検出するプローブを考案した。図示されているように、CpGアイランド(CG配列が頻出する領域)では、複数のCGが近接あるいは隣接している。したがって、検出用のプローブを単一CGのメチル化の有無を調べるように設計するのは難しい。そこで、本チップ用のプローブは複数CpGが含まれるものを設計した。

本チップでは、Genusらの同領域のCpGにおける研究報告⁶⁾を参照して、Fig.1 (b)に示されるPCR産物配列(灰色網掛け部分間の配列)を7つの領域に分割した(Fig.2)。それぞれの領域についてメチル化体プローブおよび非メチル化体プローブを3~6種類ずつ設計した。

3.2 プラスミド検体PCR産物を用いたハイブリダイゼーションによるプローブの選定

プラスミド検体を鋳型として、2.4節に記したものと同一の方法でPCRを行った。PCR産物を2.5節と同じ方法にてチップ上でハイブリダイズし、洗浄後、蛍光強度を測定した。

任意のメチル化および非メチル化プローブの組み合わせからメチル化率を示す判定値を算出し、2.2節に記したサンプル本来のメチル化率と相関性が最も高く、かつ、値のバラつき(3σより判断)が小さいものを選定した。Table 2に、サンプルの実際のメチル化率と特に近かった



Fig.1 DNA sequences of SNRPN CpG island (a) before bisulfite treatment and (b) after bisulfite treatment. 24 CpGs are highlighted in blue. The primer set, prepared for this study, shown in gray.

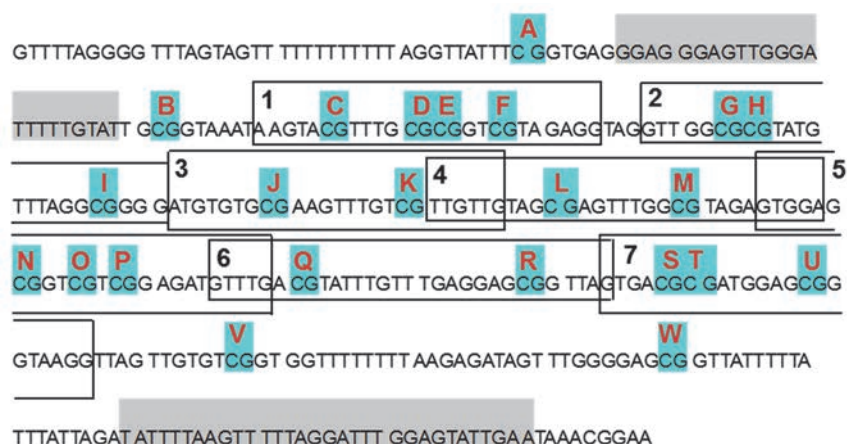


Fig.2 23 CpGs and 7 regions for candidate of hybridization probes.
23 CpGs (A-W)6 are highlighted in blue. The primer set, prepared for this study, shown in gray. 7 regions for probe design are indicated by the frames with numbers.

Table 2 The list of methylation rate calculated from each combination of un-methylated and methylated probes.

(a)

UN-ME	0%		50%		100%	
	Mean	3 σ	Mean	3 σ	Mean	3 σ
1-M1	N.D.		83.4	1.3	97.1	0.5
1-M2	N.D.		85.1	1.1	97.4	0.5
1-M3	N.D.		89.5	1.0	98.1	0.3
2-M1	5.1	1.8	68.1	2.0	96.7	0.6
2-M2	4.9	1.7	70.9	1.7	97.0	0.7
2-M3	5.1	1.5	78.4	1.2	97.9	0.4
3-M1	2.2	0.8	47.2	2.1	94.4	1.0
3-M2	2.1	0.7	50.5	1.7	95.0	1.0
3-M3	2.2	0.6	60.4	1.7	96.3	0.5
4-M1	2.9	0.9	55.3	1.9	94.6	1.6
4-M2	2.7	0.8	58.6	1.7	95.2	1.5
4-M3	2.9	0.7	67.8	1.7	96.4	1.0
5-M1	1.3	0.4	33.7	1.9	82.0	1.8
5-M2	1.2	0.4	36.7	1.7	83.6	2.5
5-M3	1.3	0.4	46.4	1.4	87.5	1.0

(b)

UN-ME	0%		50%		100%	
	Mean	3 σ	Mean	3 σ	Mean	3 σ
1-M2	1.8	0.2	55.0	2.5	93.8	1.3
1-M3	2.8	0.5	61.8	2.4	94.9	1.0
1-M6	4.8	0.7	70.5	2.2	96.4	0.7
2-M2	1.4	0.2	47.4	2.9	93.2	1.2
2-M3	2.2	0.4	54.3	2.5	94.4	0.9
2-M6	3.8	0.6	63.7	2.4	96.1	0.7
3-M2	1.1	0.2	41.4	2.3	88.1	1.4
3-M3	1.8	0.3	48.3	2.0	90.1	1.2
3-M6	3.1	0.5	58.0	1.9	93.0	0.9
4-M2	2.2	0.6	60.6	2.5	94.0	0.7
4-M3	3.4	0.7	67.1	2.4	95.0	0.7
4-M6	5.8	1.3	75.1	2.1	96.5	0.5
5-M2	3.7	0.7	72.6	2.0	95.5	1.7
5-M3	5.7	0.9	77.8	2.0	96.3	1.4
5-M6	9.6	1.2	83.8	1.5	97.4	1.0

UN-ME: un-methylated and methylated probe No., respectively. (a) The values obtained from the 5th region in Fig. 2. (b) The values calculated from the 7th region. In each tables, the combination of probes, which shows the most equivalent values in calculation to nominal methylation rates of the prepared samples, is shown in bold style.

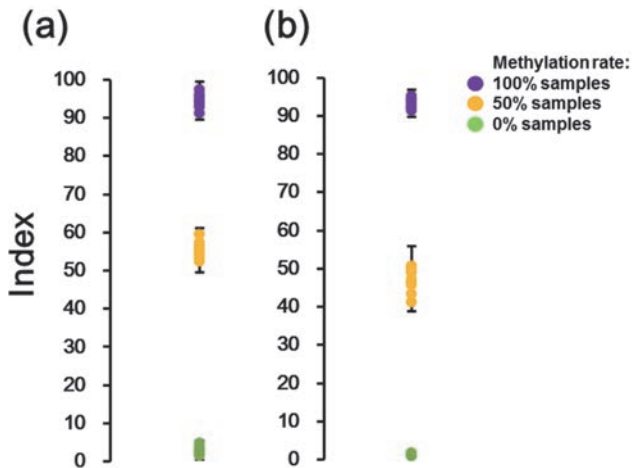


Fig.3 The examination of plasmid samples on DNA chips. The data obtained from 5th (un-methylated and methylated probes: 4-M1, a) and 7th (un-methylated and methylated probes: 2-M2, b) region in Fig. 2. Bars represent mean values $\pm 3\sigma$.

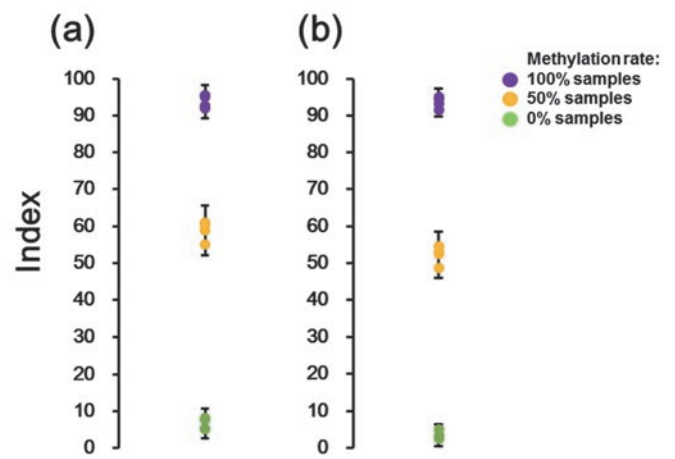


Fig.4 The examination of gDNA samples on DNA chips. The data obtained from 5th (un-methylated and methylated probes: 4-M1, a) and 7th (un-methylated and methylated probes: 2-M2, b) region in Fig. 2. Bars represent mean values $\pm 3\sigma$.

5 および 7 番目の領域 (Fig. 2) のプローブ群から得られた判定値の一覧を示す。Table 2 において、UN-MEは非メチル化-メチル化プローブ番号を表しており、5番目の領域では、4-M1の組み合わせ (Fig.3 (a), Table 2), 7番目の領域では、2-M2の組み合わせが理論値に近く、かつ、判定値の分離の良いものであった (Fig.3 (b), Table 2)。上記の5 番目および 7 番目の領域では、プローブに CpG がともに 3 カ所比較的密集して含まれており、そのことが他の領域 (1 番目の領域を除けば、CpG が 2, 3 カ所しかなく、かつ、それらの CpG 間隔が疎である) と比較して検査性能が高かった原因であると推察される。

3.3 gDNA検体を用いたプローブおよび閾値の検証

次に、遺伝子DNA低メチル化細胞株DKO (メチル化率0%と想定される)、正常ヒト白血球遺伝子DNA (メチル化率50%)、高メチル化処理DNAサンプルMe (想定メチル化率100%) の3種類のサンプルを用いて、3.2節と同様の実験を行い、メチル化程度を評価した。これらサンプルのチップでの評価により得られた判定値 (Fig. 4, 前節で選定した5番目の領域の 4-M1 プローブ、および7番目の領域の2-M2プローブの組み合わせより算出) は、前出のプラスミド検体を用いた際の判定と同等と見なせるものであった。

前節3.2にて検討したプラスミド検体の結果と同様に、5番目の領域の4-M1プローブでは、0%と50%サンプルの間の判定値の差に比して、50%と100%サンプル間の判定値差が小さく、より接近した値を取った。一方、7番目の領域の2-M2プローブは、0, 50, 100%サンプルを検査した際の判定値の間隔がより均等に近く、より理想的であると判断できる。

4. 結言

本研究により、SNRPN遺伝子CpGアイランドのメチル化率が0, 50, 100%のいずれであるかを判別できるプローブ群が選定された。これらを用いたgDNAサンプルの評価結果から、本チップは、現在PWSおよびAS患者の診断に用いられているメチル化解析と同等の鑑別能を有している可能性が示唆された。以上の検討結果から、本チップは、実際の患者サンプルの鑑別診断に適用可能な段階に達したと判断できる。

引用文献

- 1) K. Kosaki, M.J. McGinniss, A.N. Veraksa, W.J. McGinnis and K.L. Jones : *Am. J. Med. Genet.*, **73** (1997), 308.
- 2) D.J. Driscoll, J.L. Miller, S. Schwartz and S.B. Cassidy : *GeneReviews*[®] [Internet]. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK1330/>
- 3) A. Dagli, J. Mueller and C.A. Williams : *GeneReviews*[®] [Internet]. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK1144/>
- 4) 中村憲章, 平山幸一, 山野博文: *東洋鋼鈑*, **39** (2017), 33.
- 5) 森弘惇一, 津田稔也, 山野博文: *東洋鋼鈑*, **40** (2019), 35.
- 6) E. Genus, M.D. Rycke, A.V. Steirteghem and I. Liebaers : *Hum. Mol. Genet.*, **12** (2003), 2873.

UV-B拡散反射装置のトマト栽培への応用

西麻里^{*1}・渡邊圭太^{*2}・藤田岳^{*3}・田村洋二^{*4}・仲渡英生^{*5}

Application to Tomato Cultivation by UV-B Diffuse Reflecting Device

Mari NISHI, Keita WATANABE, Takashi FUJITA, Youji TAMURA, Hideo NAKATO

Synopsis : UV-B irradiation on crops has been known as one of disease control methods without using agricultural chemicals and applied to strawberries and the like. In this report, in order to apply this irradiation effect on taller crops supported in vertical direction, we developed a diffuser capable of irradiating UV-B over a wide area and investigated the influence of UV-B irradiation intensity on the growth and yield of tomatoes. In the case of the irradiating device that was put on the ground transversely and irradiated upwards, tomato leaves were injured easily and diseases were likely to occur. As a result, the growth of tomatoes was suppressed and the yielding ability was consequently decreased. On the other hand, in the case of the device that was set in a vertical direction, remarkable disorder, which influenced on the growth and yield of tomatoes, was not observed. From this, it can be said that the UV-B diffuser device we developed, setting in a vertical direction, is effective to control taller crops from diseases while keeping yielding ability.

Keywords : UV-B ; tomato ; reflecting device

1. 概要

農作物栽培における病害虫は、農作物に対して生長阻害や品質低下などの悪影響を及ぼす。日本植物防疫協会が実施した主要品目での実証試験結果では、効果的な防除対策を行わなかった場合、イチゴやトマト栽培での減収率および減益率は3割強にまでなることが報告されている¹⁾。一般的に病害虫防除は化学合成農薬を用いた薬剤散布が基本とされ、イチゴにおいては慣行防除として、年間の薬剤散布回数が40回に達する事例もみられる²⁾。化学合成農薬の多用は、作業労力や薬剤コストの増大だけでなく、環境負荷の増大や消費者のイメージダウンにもつながることから、減農薬の取り組みが進められている。

化学合成農薬を用いない病害虫防除法の一つとして、イチゴのうどんこ病防除などに適用したUV-B照射技術³⁾が報告され、収量の確保や薬剤散布のコスト削減効果が得ら

れている。当技術では、植物体直上からのUV-B照射で植物体の生体防御反応が励起されることにより、病害抵抗性が誘導・発現される。

しかし、UV-Bは人体に対して害があることが知られているように、植物の生育に対しても悪影響を及ぼす場合がある。そのため、UV-B照射による作物への障害が発生しない程度の照射量を設定する必要がある。イチゴを用いた実証試験では、UV-B放射照度 $20\mu\text{W}/\text{cm}^2$ 程度で夜間3時間照射が効果的であることが報告されている⁴⁾。

このようにUV-B照射による病害防除効果を、様々な作物へ適用するために実証が進んでいるが、照射方法によっては過剰なUV-B照射により葉焼けや実焼けなどの生理障害を起こすケースも見られる⁵⁾。過剰なUV-B照射は、光源と植物体の距離が近い場合に起こりやすいため、当技術の現地導入に際しては光源から植物体までの距離を1.2m以上確保することが推奨されている。しかし実際には設置場所が限られているのが現状である。さらに、トマトやキュ

*1 技術研究所 研究部 電子材料グループ 副主事

*2 兵庫県立農林水産技術総合センター 農業技術センター 農産園芸部

*3 鋼板商事株式会社

*4 本社 事業推進室 建装事業開発チーム チームリーダー

*5 本社 事業推進室 建装事業開発チーム

ウリなど植物体を垂直方向へ誘引する品目では、生長に伴い植物体から光源までの距離が近くなるため、照射時間等を適宜調整する必要がある。また、上位葉での遮蔽により、群落下部におけるUV-B放射照度が極端に低下し、適切な病害防除効果が得られない場合もある。このため、効率的なUV-B照射装置の開発が急務であった。

当社採光システム『どこでも光窓』の光制御技術は太陽光を遠くまで届ける技術で、光ダクトシステムや照明反射笠などの製品化に寄与している。当技術を応用することで、UV-Bを群落内や条間から水平方向に均一に照射することが可能となる。これにより、葉の表面だけでなく裏側や群落の内部へ均一にUV-Bが照射されることで、より安定的かつ効率的な病害虫防除システムの構築が期待できる。

そこで、広範囲で均一なUV-B照射が可能な拡散反射装置を設計し、2017年5月より、兵庫県立農林水産技術総合センターにて、トマトへのUV-B照射の実証試験を開始した。本報では、促成作型土耕栽培における群落内照射の評価として、当社開発のUV-B拡散反射装置を用いてUV-B照射した際のトマトの生育や収量に及ぼす影響を調査検討した。

2. 試験方法

2.1 供試材

本試験のUV-B照射には、背丈が高い作物に対して光を均一に照射することを目的として開発した縦型のUV-B拡散反射装置を用いた。外観写真をFig.1に示す。形状は高さ160cm×幅17cm×奥行15cm程度の多角形の筒状体であり、内面は、UV領域で80%以上の反射率を有する高反射材を使用している。UV-Bランプは、UV-B電球形蛍光灯（パナソニック製）を用い、装置中央部に配置した。

作物には、大玉トマト品種「麗容（株サカタのタネ）」



Fig.1 Vertical UV-B diffused reflective device. (H160×W17×D15cm)

および台木品種「ボランチ（タキイ種苗株）」を供試した。

2.2 試験条件

栽培試験は、兵庫県立農林水産技術総合センター（兵庫県加西市）場内の300m²の土耕ガラス温室にて実施した。2017年10月13日に7葉展開期の接木済み9cmポリポット苗を本圃へ定植し、その後、2018年5月30日まで試験を実施した。養液土耕栽培にて、栽植密度2,469株/10a（畝幅1.35m，株間30cm，1条植え，主枝1本仕立），7段摘心，摘果なしとした。

UV-B照射は、各区第1花房の果実肥大期より開始した。毎日23:00からの夜間連続照射を基本として、光源直近の植物体が受けるUV-B最大積算放射照度が、生理障害を発生するとされる1.4kJ/m²/day⁶⁾より少なくなるように照射時間を調節した。UV-B拡散反射装置の設置は、ガラス温室内の2畝間に設置し、試験区を設定した（Fig.2）。照射方向の影響を調査するため、I区は装置2台を約3mの間隔をあけて条間に吊り下げ設置し、条間より水平方向にUV-Bを照射した（以後、「タテ置き」と表記）。その際、光源距離およびUV-B放射照度実測値から、「タテ-強区」および「タテ-弱区」と区分けした。II区は、装置2台を約1mの間隔をあけて地面に横置き設置し、条間の下部より上方に向けUV-B照射した（以後、「ヨコ置き」と表記）。こちらについても、光源距離およびUV-B放射照度実測値から、「ヨコ-強区」および「ヨコ-弱区」と区分けした。対照区として、照射を行わない非照射区を設けた。

なお、定植直後の1回を除き、殺菌剤を使用せず病害の発生状況を観察したが、空気伝染性病害の初発が確認されなかったため、2018年2月23日および4月27日に感染源として灰色かび病罹病果実をほ場内に1果/6株の割合で同じ場所に設置した（Fig.3）。

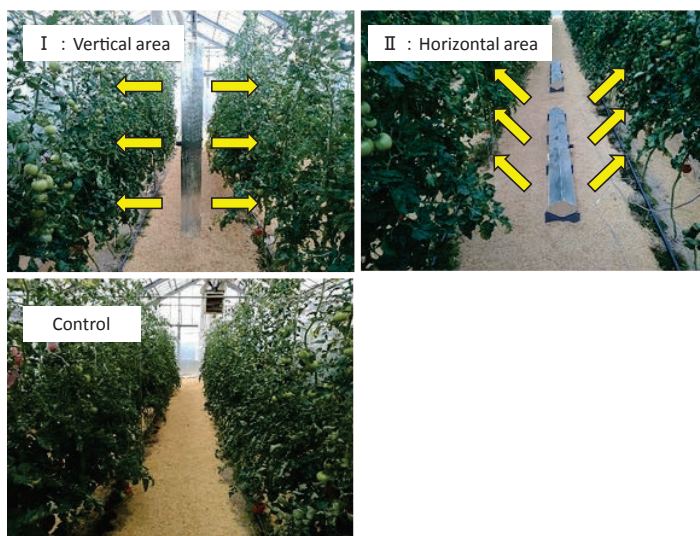


Fig.2 Appearance of treatment area.



Fig.3 Inoculation treatment by gray mold disease-affected fruit.

2.3 調査項目

UV-B放射照度測定は、紫外線照射強度計 (X11 Optometer, UV0-3702, Detector Gigahertz-Optic 社製) にて行った。測定位置をFig.4に示す。地上からの高さ55cm, 85cm, 115cm, 145cm, 175cmの5点にて各処理区3株単位で測定した。

生育調査は、草丈、展開葉数、茎径、葉長、葉幅、生理障害の発生程度について調査した。生理障害については目視にて各区3株について、3反復実施した。評価は、Fig.5に示すように、縮葉や葉焼けなどの生理障害の程度により

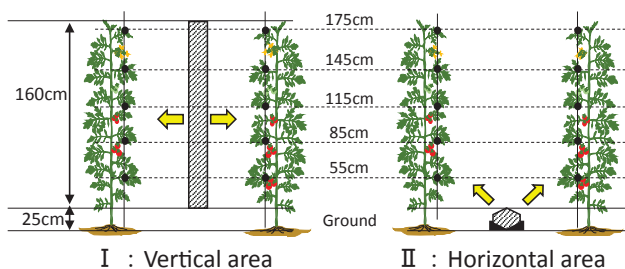


Fig.4 Measurement position of UV-B irradiance.

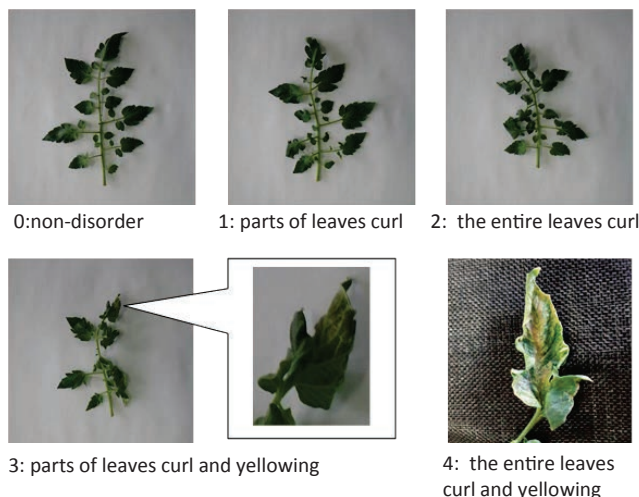


Fig.5 Evaluation method of disorder.

5段階 (0: 障害発生なし, 1: 小葉の一部に縮葉症状を生じる, 2: 複葉全体に縮葉症状を生じる, 3: 複葉全体に縮葉症状を生じ葉の一部に黄変が見られる, 4: 複葉全体に縮葉症状を生じ葉の一部に枯死褐変が見られる) で評価した。

収量調査は、収穫果実個数、重量および障害果内訳、果実糖度 (Brix) を1区3株単位で3反復調査した。

病害発生調査は、試験後、発病葉数 (うどんこ病, すずかび病), 発病株率 (灰色かび病) について各処理区3株単位で3反復調査した。

3. 結果

3.1 UV-B放射照度測定結果

各試験区において、調査対象株近傍における階層 (地上高) 別のUV-B放射照度をFig.6に示す。すべての照射区

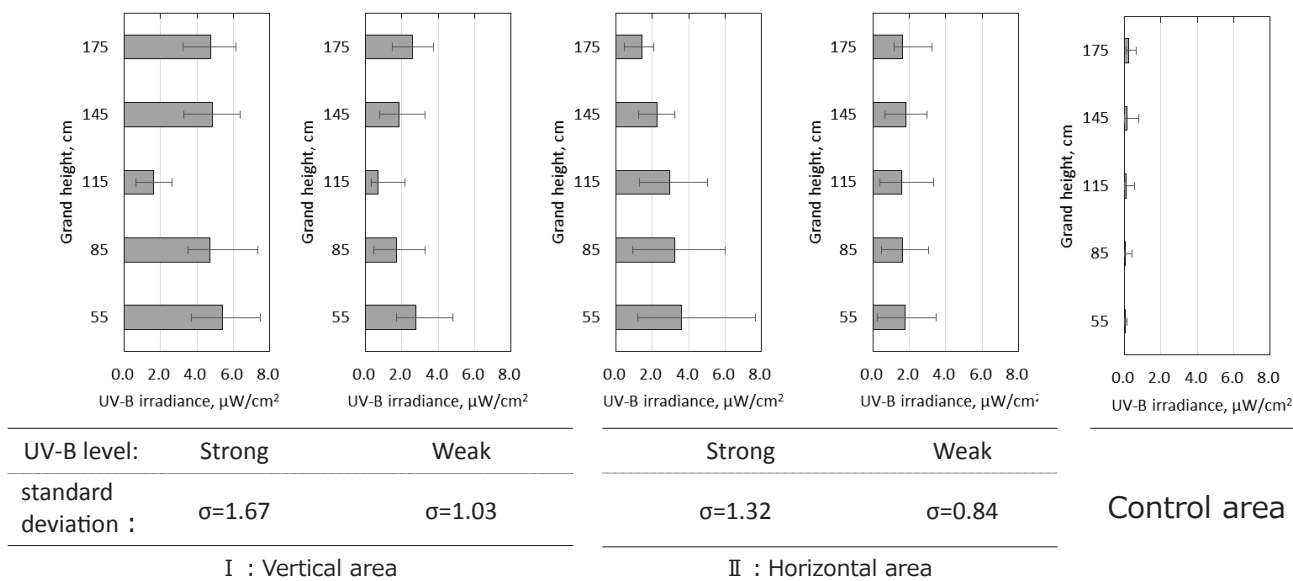


Fig.6 Result of UV-B irradiance.

において、UV-B放射照度は予備試験でUV-B照射による生理障害が発生しなかった $8\mu\text{W}/\text{cm}^2$ 以下に抑えられ、以下の特徴がみられた。タテ-強区およびタテ-弱区では、地上高115cmの地点におけるUV放射照度が低くなった。一方、ヨコ-強区では地上高さが高くなるにつれ放射照度が低下したが、ヨコ-弱区では高さによる影響は少なかった。また、均一性については、タテ置き、ヨコ置きともに弱区の方が優れていた。なお、対照区については隣接する区域のUV-Bが極わずか検出されたが、評価に影響ないレベルであった。

3.2 生育調査結果

3.2.1 中間調査結果 (2018年4月25日)

中間調査時点での花房直下の葉の生育について調査した結果をTable 1に示す。3点平均値より、タテ-弱区が最も障害発生が抑えられていた。また、いずれの区においても、第3花房直下において障害が最も多く発生したが、対照区に比べ、葉長及び葉幅の減少は少なく、これに伴う葉面積低下は軽微であった。

3.2.2 最終調査結果 (2018年6月5日)

最終調査時点での生育評価結果をTable 2に示す。照射手法別にみると、ヨコ-強区では対照区に対し茎径が細く、展開葉数が少なくなり、生育の抑制が認められた。また、同区では統計的な有意差はないものの、葉長および葉幅が小さくなる傾向が認められ、個葉の葉面積減少により葉面積指数(LAI)が低下している可能性が示唆された。主茎長、生葉数および節間伸長については、UV-B照射手法による有意な差はみられなかった。

Fig.7にUV-B照射方法がトマト生理障害発生に及ぼす影響を示す。いずれの照射手法についても対照区に対し有意に生理障害発生が増加したが、タテ-弱区で最も生理障害発生程度が低かった。また、Table 3に地上高別の生理障害発生程度の結果を示すが、その傾向は地上高85cm地点および115cm地点で最も顕著に表れた。また、照射手法別にみるとヨコ-強区で最も多く生理障害の発生がみられ、地上高85cm地点ではFig.8に示すような複葉の一部に枯死褐変を伴う顕著な葉焼け症状が認められた。

3.3 収量および果実品質調査結果

(2018年2月26日-5月30日)

Table 4に調査結果を示す。収量性については、収穫果実、正常果、異常果の個数および重量について、いずれもUV-B照射手法による有意な差は認められなかったが、タテ-強区では日焼けの生理障害が多く発生し、収穫果実数

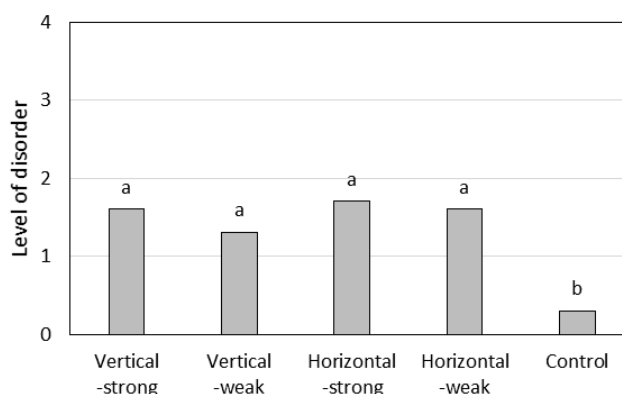


Fig.7 Effect of UV-B irradiation method on the disorder level. (Final investigation 2018/5/30)

*Different letters of indicate significances among the treatments at $P<0.05$ with Tukey-Kramer's test.

Table 1 Effect of UV-B irradiation method on the growth and development of tomatoes. (Interim investigation 2018/4/25)

Treatment	Near 3rd flower cluster			Near 4th flower cluster			Near 5th flower cluster			Average of 3 point		
	Leaf length (cm)	Leaf width (cm)	Level of a disorder	Leaf length (cm)	Leaf width (cm)	Level of a disorder	Leaf length (cm)	Leaf width (cm)	Level of a disorder	Leaf length (cm)	Leaf width (cm)	Level of a disorder
Vertical-strong	39	41	2.4	31	33	1.4	30	31	1.7	33	35	1.8
Vertical-weak	39	40	1.1	31	34	0.8	30	31	0.3	33	35	0.7
Horizontal-strong	38	41	2.9	30	35	2.2	29	30	1.2	32	35	2.1
Horizontal-weak	38	43	2.2	31	35	1.3	30	29	1.1	33	36	1.5
Control	41	42	0.2	31	34	0.2	31	30	0.3	34	35	0.2

Table 2 Effect of UV-B irradiation method on the growth and development of tomatoes. (Final investigation 2018/6/5)

Treatment	Main stem length (cm)	Stem diameter (mm)	Expanded leaves	Number of leaves	Inter-node length (mm)	Leaf length (cm)	Leaf width (cm)	Estimated leaf area (m^2/plant)	Estimated leaf area index (LAI) (m^2/m^2)
Vertical-strong	211 ^a	13 ^{ab}	30 ^{ab}	20 ^a	6.9 ^a	38.1 ^a	43.4 ^a	0.91 ^a	2.2 ^a
Vertical-weak	209 ^a	13 ^{ab}	31 ^a	20 ^a	6.7 ^a	38.4 ^a	43.4 ^a	0.95 ^a	2.3 ^a
Horizontal-strong	208 ^a	13 ^b	29 ^b	19 ^a	7.1 ^a	36.2 ^a	39.4 ^a	0.75 ^a	1.9 ^a
Horizontal-weak	213 ^a	13 ^{ab}	30 ^{ab}	20 ^a	7.0 ^a	37.6 ^a	41.2 ^a	0.86 ^a	2.1 ^a
Control	213 ^a	14 ^a	30 ^{ab}	20 ^a	7.0 ^a	43.1 ^a	41.0 ^a	0.88 ^a	2.2 ^a

*Different letters of indicate significances among the treatments at $P<0.05$ with Tukey-Kramer's test.

が最も少なかった。一方、ヨコ-強区では収穫果実の個数は対照区と同程度であったが、正常果の1果重が減少傾向を示した。タテ-弱区およびヨコ-弱区では、収穫果実、正常果、異常果の個数および重量はいずれも対照区と差がなかった。

また、異常果の中で、UV-B照射手法が主要因と考えられる日焼け果が発生した (Fig.9)。この日焼け果は、タ

テ-強区では他区より有意に多く発生し、異常果のうち6%の発生割合となった。一方、タテ-弱区およびヨコ-弱区では対照区と同等に抑えられた。

果実品質結果をTable 5に示す。果実の糖度はタテ-強区およびタテ-弱区でやや低くなる傾向がみられたが、対照区と有意な差は認められなかった。



Fig.8 Leaves disorder by UV-B irradiation.



Fig.9 Burnt fruits by UV-B irradiation.

Table 3 Effect of UV-B irradiation method on the disorder of leaves. (Final investigation 2018/5/30)

Treatment	Ground height (cm)				
	55	85	115	145	175
Vertical-strong	-	2.33 ^a	2.58 ^a	1.58 ^a	1.25 ^a
Vertical-weak	-	2.17 ^a	1.92 ^{ab}	1.67 ^a	0.75 ^a
Horizontal-strong	-	2.75 ^a	2.42 ^a	1.75 ^a	1.50 ^a
Horizontal-weak	-	2.50 ^a	2.58 ^a	1.67 ^a	1.08 ^a
Control zone	-	0.33 ^b	0.42 ^b	0.25 ^b	0.42 ^a

*Different letters of indicate significances among the treatments at P<0.05 with Tukey-Kramer's test.

Table 4 Effect of UV-B irradiation method on the yield of tomatoes. (Final investigation 2018/5/30)

Treatment	Harvest fruits		Normal fruits			Abnormal fruits			
	Quantity (piece/plant)	Weight (g/plant)	Quantity (piece/plant)	Weight (g/plant)	Fruits weight (g/plant)	Quantity (piece/plant)	Weight (g/plant)	Percent quantity (%)	
								burn	Gray mold
Vertical-strong	46 ^a	3.081 ^a	22 ^a	1.890 ^a	87 ^a	24 ^a	1.191 ^a	6.0 ^a	0.7 ^a
Vertical-weak	50 ^a	3.405 ^a	23 ^a	2.030 ^a	90 ^a	27 ^a	1.374 ^a	1.5 ^a	0.8 ^a
Horizontal-strong	48 ^a	2.877 ^a	22 ^a	1.810 ^a	81 ^a	26 ^a	1.067 ^a	2.4 ^a	0.3 ^a
Horizontal-weak	49 ^a	3.331 ^a	23 ^a	2.064 ^a	89 ^a	26 ^a	1.267 ^a	1.2 ^a	1.0 ^a
Control	50 ^a	3.228 ^a	22 ^a	1.969 ^a	91 ^a	28 ^a	1.260 ^a	0.7 ^a	1.3 ^a

*Different letters of indicate significances among the treatments at P<0.05 with Tukey-Kramer's test.

Table 5 Effect of UV-B irradiation method on the soluble solids content of fruits. (Investigation period:2018/2/26-5/30)

Treatment	Brix/flower cluster						
	1st	2nd	3rd	4th	5th	6th	7th
Vertical-strong	7.9 ^a	7.7 ^a	7.2 ^a	7.1 ^a	7.1 ^a	7.2 ^a	6.4 ^a
Vertical-weak	7.8 ^a	7.5 ^a	7.3 ^a	7.3 ^a	7.3 ^a	7.2 ^a	6.4 ^a
Horizontal-strong	8.8 ^a	8.3 ^a	7.7 ^a	7.6 ^a	7.6 ^a	8.1 ^a	7.7 ^a
Horizontal-weak	8.3 ^a	7.9 ^a	7.4 ^a	7.7 ^a	7.7 ^a	7.8 ^a	7.2 ^a
Control	7.9 ^a	8.1 ^a	7.5 ^a	8.1 ^a	8.1 ^a	8.0 ^a	7.6 ^a

*Different letters of indicate significances among the treatments at P<0.05 with Tukey-Kramer's test.

3.4 発病調査結果

3.4.1 中間調査結果 (2018年4月30日)

4月末時点の発病調査結果をTable 6に示す。タテ-弱区および対照区において、果実ないし茎葉での灰色かび病の初発が確認されたが、タテ-強区、ヨコ-強区、ヨコ-弱区では発病が認められなかった。一方、うどんこ病およびすすかび病については、すべての照射手法において発病が認められなかった。

3.4.2 最終調査結果 (2018年6月5日)

Table 7に最終調査結果を示す。灰色かび病については、最終の解体調査時点で、全ての区において発病株率は100%に達した。これは中間調査後も病原接種を継続したこと、および栽培期間を通じて薬剤による防除を実施しなかったことが要因と考えられる。しかしながら、株全体の枯死に繋がるような主茎部での発症は、すべてのUV-B照射区で認められなかった。また、株当たり発病葉率および発病果率ともに、対照区に比べ低減されており、特に、タテ-強、タテ-弱およびヨコ-強での病害抑制効果が高かった。しかし、ヨコ-弱区では他区に比べ予防効果がやや劣った。

すすかび病については、最終の解体調査時に初発が認められた。発病株率、発病葉率共に対照区で最大となったが、ヨコ-強区では発病が認められなかった。うどんこ病については、期間を通じて発病が認められなかった。

4. 考察

4.1 UV-B拡散反射装置の照射特性

UV-B照射による病害抵抗性誘導は、紫外線を受けて損傷したDNAの部位を酵素が認識して修復する光回復機構によること⁷⁾が知られているが、強度が強すぎれば、葉焼けなどの生理障害を生じ、生長に悪影響を及ぼす²⁾。そのため、作物への生理障害回避との両立が可能な照射量を設定する必要がある。イチゴ栽培の推奨放射照度は約20 μ W/cm²以下⁴⁾が推奨されているが、本試験のように、背丈が高く生長する作物に対しては作物までの距離が近くなりやすく、特にUV-B照射の影響を受けやすい生長点が主茎の伸長とともに高くなっていくことから、生長方向の広範囲においてUV-B放射照度を一定範囲に抑える必要がある。

今回の試験でのUV-B放射照度は、照射手法によらず、すべての区画で8 μ W/cm²以下に抑えられていた。しかしながら、光分布については、装置の設置位置によりばらつきが生じ、3.1節で述べたようにUV-B放射照度は、タテ置きでは地上高115cmの位置で最も低くなった。これは以下のような装置の構造上の特性に起因する。即ち、UV-Bを広範囲に照射するため、反射板を筒状とし電球形蛍光灯を筒中央部に配置し、両端へ光を導く構造としている。両端へ導かれた光は、出射量が同程度となるように開口調整をした面から放射される。この放射面は、タテ置きでは、敵両面に対して開口している。この際、ランプ光源部は照射量が大きい一部を遮蔽し、また、遠くへ導く光量を

Table 6 Effect of UV-B irradiation method on the blight of tomatoes. (Interim investigation 2018/4/30)

Treatment	Gray mold		Powdery mildew		Leaf mold	
	plants (%)	Fruits (%)	plants (%)	Leaf (%)	plants (%)	Leaf (%)
Vertical-strong	0.0	0.00	0.0	0.00	0.0	0.00
Vertical-weak	8.3	0.00	0.0	0.00	0.0	0.00
Horizontal-strong	0.0	0.00	0.0	0.00	0.0	0.00
Horizontal-weak	0.0	0.00	0.0	0.00	0.0	0.00
Control	33.3	0.01	0.0	0.00	0.0	0.00

Table 7 Effect of UV-B irradiation method on the blight of tomatoes. (Final investigation 2018/6/5)

Treatment	Gray mold			Fruits (%)	Powdery mildew		Leaf mold	
	plants (%)		Leaf (%)		plants (%)	Leaf (%)	plants (%)	Leaf (%)
	Whole (%)	Main stem (%)	Leaf (%)	plants (%)	Leaf (%)	plants (%)	Leaf (%)	
Vertical-strong	100.0	0.0	17.0	0.7	0.0	0.0	16.7	0.3
Vertical-weak	100.0	0.0	17.0	0.8	0.0	0.0	33.3	0.6
Horizontal-strong	100.0	0.0	18.5	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0
Horizontal-weak	100.0	0.0	21.4	1.0	0.0	0.0	16.7	0.3
Control	100.0	25.0	26.5	1.3	0.0	0.0	66.7	1.3

確保するため、光源から近いほど開口を狭く、遠いほど開口を大きくし、均等に照射できるように配光設計している。タテ置きでは、この遮蔽部が地上高115cm程度に位置するため、この位置でのUV-B放射照度が低くなったと考えられる。ヨコ置きにおける照射量については、ヨコ強区で地上高が高くなるほど低くなる傾向を示す一方で、全ての区画の比較においてヨコ弱区が最も照射量の均一性に優れており、以下のように、装置の設置位置の影響が反映された結果と考えられる。ヨコ置きでは、上面のみを開口した装置を地上に置き上方向に照射しており、地上高が高くなるほどUV-B放射照度が弱くなる傾向を示すため、ヨコ強区では、この影響を直接的に受けることになる。しかし、装置の開口調整された面から出射した光は放射状に広がるため、装置端部に位置するヨコ弱区では光量が均一化され、地上高さによる影響が少なく、最も均一性に優れた照射量分布が得られたものと考えられる。

今回、両区画において、このようなUV-B放射照度の強弱が生じたことは、装置の構造または設置位置の影響であるが、生育へ多大な影響を及ぼす生理障害が生じないようにするためには、更なる均一性向上が必要と考えられる。

4.2 UV-B照射方法によるトマトの生長への影響と病害抑制効果

紫外線は人体だけでなく植物の生長へも影響を及ぼすこ

とが知られている⁸⁾。本試験で、UV-B照射方法の違いによる、トマトの生長への影響を調査した結果、タテ置き区は、対照区と同程度の生長が得られたが、ヨコ置き区では、生長が抑制される傾向となった。Fig.10にUV-B放射照度と障害発生程度の関係を示すが、UV-B照射強度に関わらず、株の低い位置ほど障害発生程度が高く、ヨコ置き区の方が、若干ではあるが障害発生程度が高いことがわかる。ヨコ置き区は、下から上方向に照射するため、葉の裏側など、クチクラ層が薄く紫外線に対する防御が弱い部位へ照射されやすい。そのため、組織が損傷し、生長へ悪影響を及ぼしたと考えられる。

また、発病調査結果 (Table 7) から、UV-B照射区は、対照区と比較していずれも発病率が低く、主茎部への感染が抑制されるなど、病害予防効果が認められた。

照射手法別にみると、ヨコ置き区はタテ置き区よりも比較的発病率が高い傾向を示したが、これは、ヨコ置き照射区ではFig.8に示すようなUV-B照射による葉焼けが株の下方に顕著に発生していたことが原因と考えられる。この障害部位に傷口ができたことで生育初期の罹病リスクが高まり、灰色かび病菌の侵入が助長され、予防効果が劣ったと推察される。

以上のことから、背丈が高い作物へUV-Bを照射する場合、群落下部から上方向へ照射すると生育を抑制し、葉裏などUV-Bにより損傷を負った部位からの病原菌の侵入を

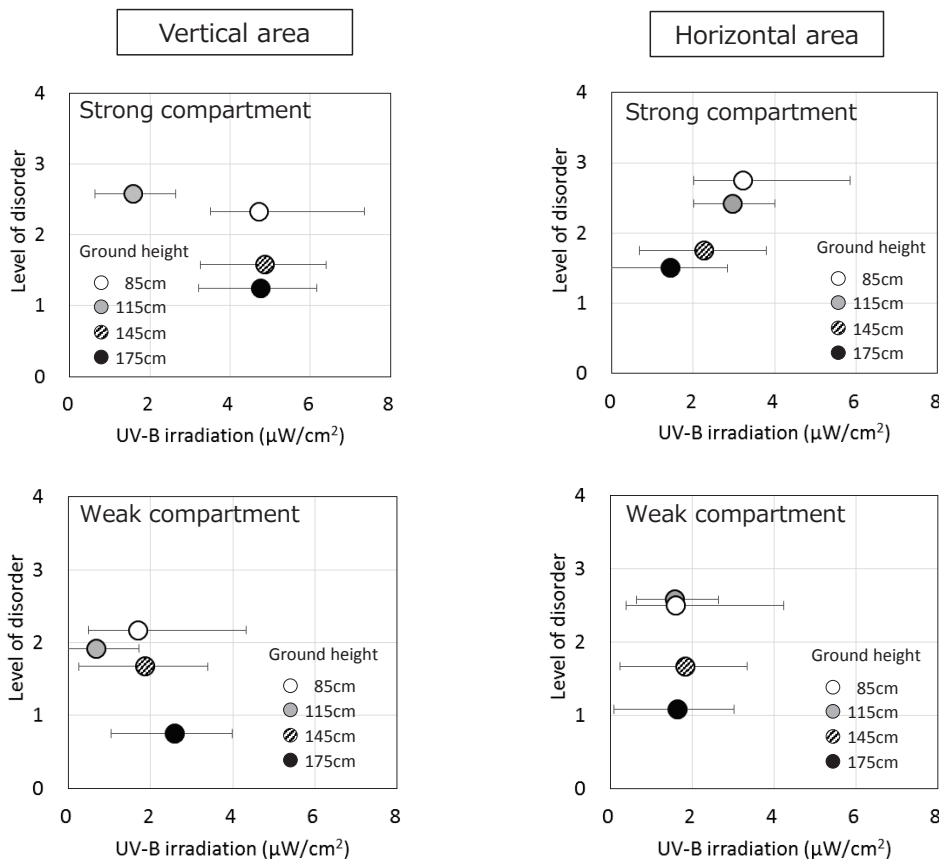


Fig.10 Relationship between the disorder levels and UV-B irradiation intensity.

助長する恐れがあるため、タテ置きにして照射する方が、葉への生長障害を軽減でき、病害防除効果が得られやすいと考えられる。

4.3 UV-B照射方法によるトマトの収量への影響

UV-B照射による、トマト果実への直接的な生理障害は、収量に直接影響するため回避しなければならない。本試験での収量および果実品質調査では、反復間でのデータのバラツキが大きいことから、明確な有意差は得られなかったが、適切なUV-Bを照射すれば、収量性への影響は比較的小さいものと考えられた。しかしながら、照射手法を問わず、放射照度が高い区画（タテ強区およびヨコ強区）で、収量性が低下する傾向となり、収穫果実および正常果の重量が低下している可能性が示唆された。これは、同区ではUV-B照射による生理障害が多発しており、葉面積も減少傾向で生長が抑制されていたことが原因の一つと考えられる。

さらに、UV-B照射が主要因と考えられる日焼け果などの直接的な生理障害も発生した。日焼け果はタテ強区で発生割合が高かったが、これは同区におけるUV-B放射照度が高かった事に起因するものと考えられる。一方、タテ弱区では日焼け果の発生は少なく有望であったが、試験区内では光源からの距離により放射照度がバラツいており、株によっては病害抵抗性の誘導に十分と考えられる放射照度が得られない場合もある。また、本試験ではUV-B照射装置を固定して照射したため、一部の強いUV-B照射光が特定のトマト果実に当たり日焼けを生じた可能性も考えられ、照射位置を定期的に変えるなど、一部の対象物に常時照射されないようなシステム化ができれば、より一層の障害回避が期待される。

5. 結言

当社開発の条間から水平方向にUV-B照射が可能な縦型拡散反射装置を用いて、トマトの生育や収量に及ぼすUV-B照射強度の影響を調査した結果、以下の結論が得られた。

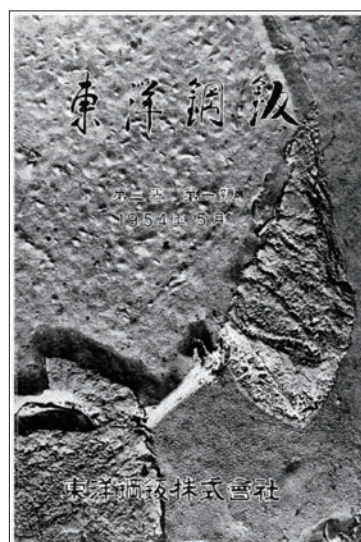
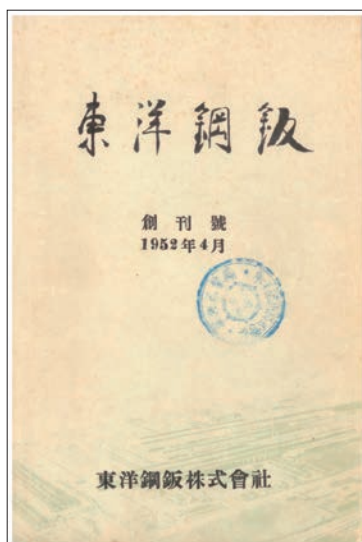
- (1)本試験に用いた縦型のUV-B拡散反射装置は、背丈が高い作物に対して、均一性が高く、著しい葉や実の生理障害を回避できる強度（ $8\mu\text{W}/\text{cm}^2$ 以下）で広範囲に照射することができた。均一性はUV-B放射照度が弱い区画の方が優れていた。
- (2)UV-B照射手法において、装置を横置きにして上方向に照射した場合（ヨコ置き区）、生長初期に葉や茎へ生理障害を生じやすく、生長が抑制され、収量性にも悪影響を及ぼすことがわかった。一方、装置を縦に置き水平方向に照射した場合（タテ置き区）、障害発生頻度が低く、生長や収量性への影響も軽微であったことから、有用な照射方法と考えられる。
- (3)UV-B照射位置が固定されている場合、光源と株の距離の違いにより、UV-B放射量にバラツキを生じ、一部の強いUV-Bが作物に照射されたことが原因と考えられる生理障害が発生した。装置の位置を定期的に移動して放射照度を均一化するなどの手法により、更なる改善が期待される。

引用文献

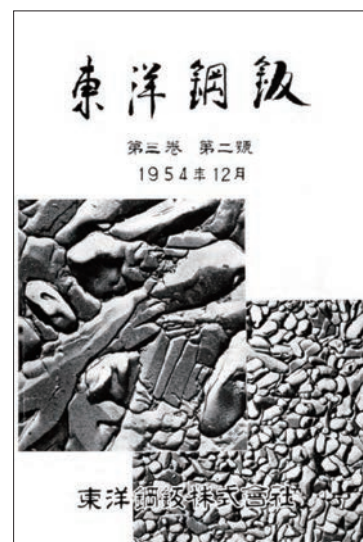
- 1) 病害虫と雑草による農作物の損失, 日本植物防疫協会, (2008), 7.
- 2) 宮城県農業・園芸研究所: 宮城県「普及に移す技術」, 93 (2017), 20.
- 3) 神頭武嗣, 松浦克成, 小河拓也, 宇佐見俊行, 雨宮良幹: 植物防疫, 65 (2011), 28.
- 4) 宮城県農業・園芸研究所: 宮城県「普及に移す技術」, 90 (2015), 83.
- 5) 岡田清嗣, 岡久美子: 植物防疫, 68 (2014), 58.
- 6) 岡久美子, 岡田清嗣, 山田真, 石橋正紀: 近畿中国四国農業研究 16 (2010), 9.
- 7) 山本和生: 生物物理, 25 (1985), 116.
- 8) 近藤矩朗: 紫外線の増加が植物等に及ぼす影響に関する研究, 農林水産省農業環境技術研究所, つくば, (1992), 42.

東洋鋼鋳（創刊号～Vol.39）

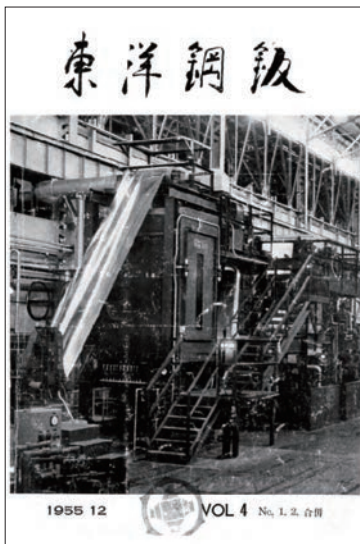
表紙集



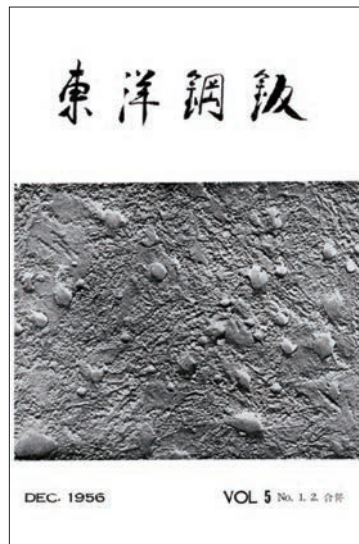
極軟鋼鋳の焼入・焼戻し後の電子顕微鏡写真



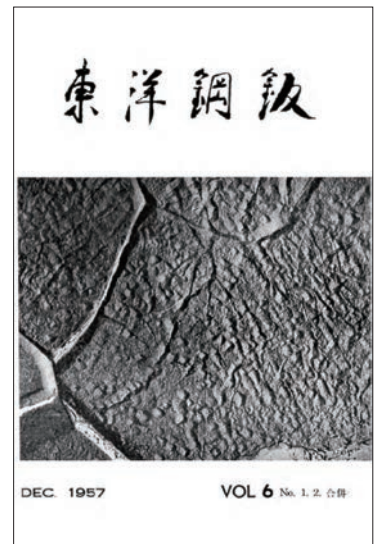
ぶりきの合金層の電子顕微鏡写真



米国より輸入した電気めっき設備



冷間圧延用作業ロール表面の電子顕微鏡写真



低炭素鋼の焼入時効組織



浸漬法ブリキ板の表面酸化膜



米国 MESTA 社製製品最大巾48" 5スタンド・コールド・ストリップ・ミル



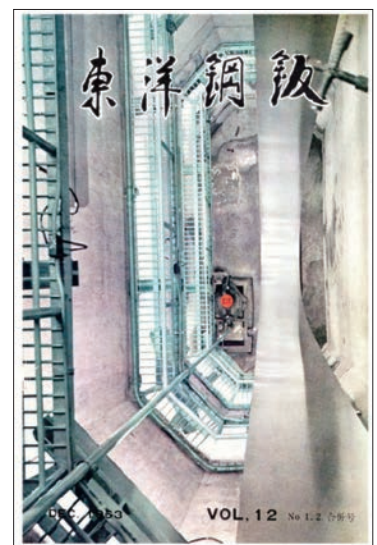
ビニトップ（塩ビ鋼板）製造設備



1961年7月下松工場に完成した連続焼鈍炉（速度1500FPM）



1961年7月下松工場に完成した2基連続調質圧延機（時速 91.4km）



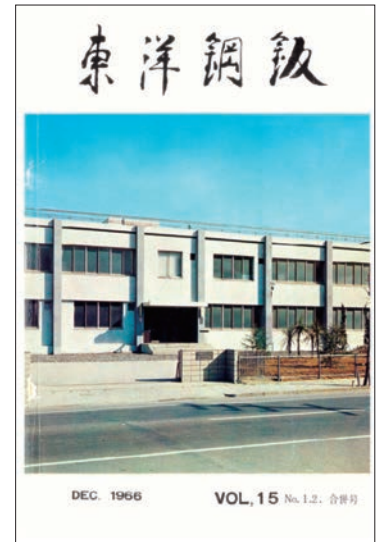
ハイトップ（電解クロム酸処理鋼板）ライン・ルーピングピット



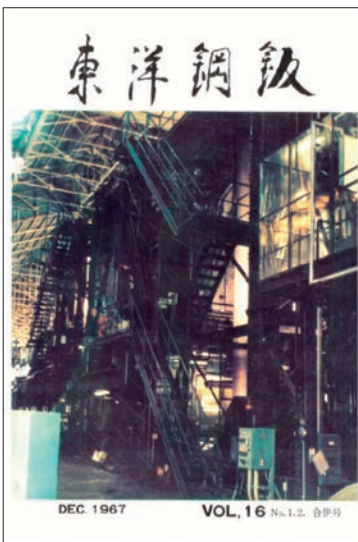
ハイトップ（電解クロム酸処理鋼板）の製造設備



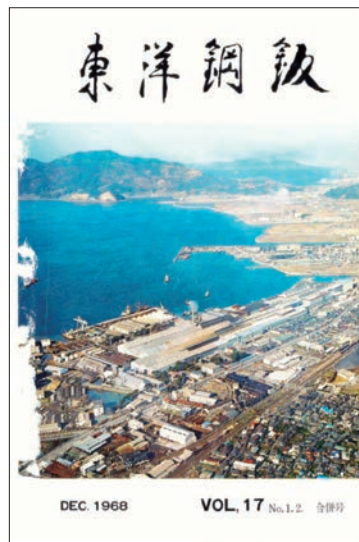
東洋製罐・東洋鋼鉄総合研究所



東洋鋼鉄株式会社下松工場研究所



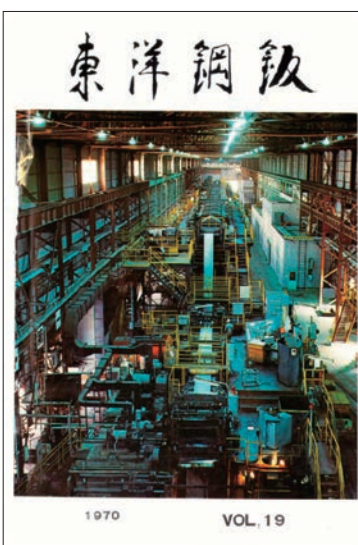
No.2ハイトップライン



下松工場とその周辺
(1968年撮影)



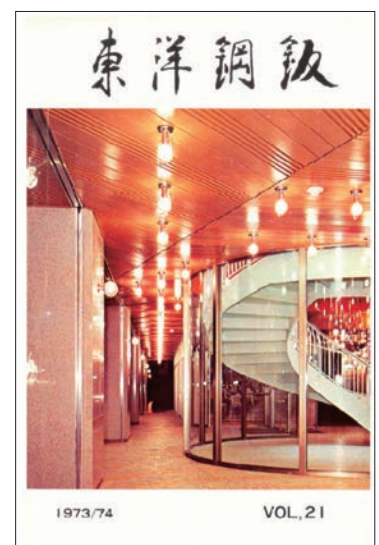
ビントップを使用した
羽田国際空港ビル



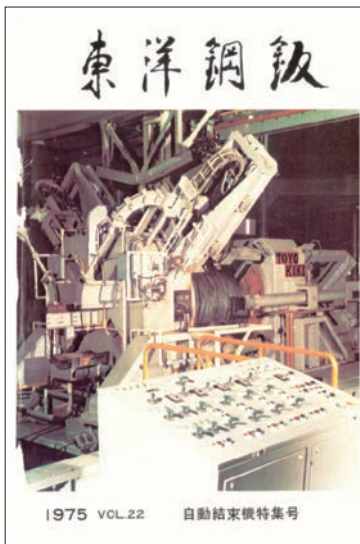
新設のNo.2連続酸洗ライン



姫路信用金庫本店
(弊社ビントップを天井に使用)



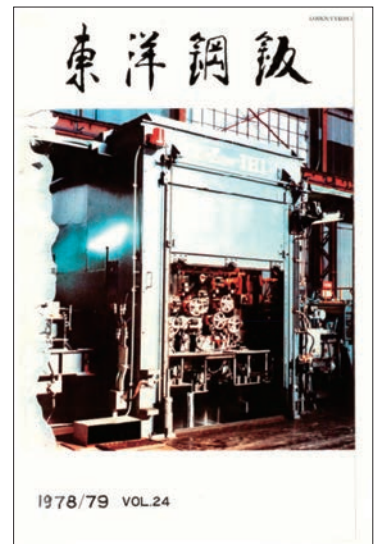
渋谷宮下公園前のメトロプラザビル
(天井にビントップ使用)



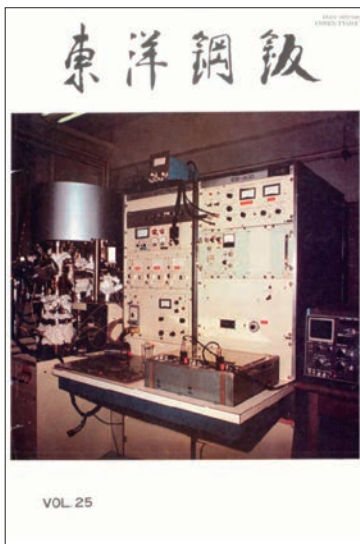
1975 VOL.22 自動結束機特集号
 (株)吾嬭製鋼所仙台製造所殿に設置された線材圧縮結束機



1976/77 VOL.23
 No.2 5基連続冷間圧延機



1978/79 VOL.24
 ハイドロテンションレベラー



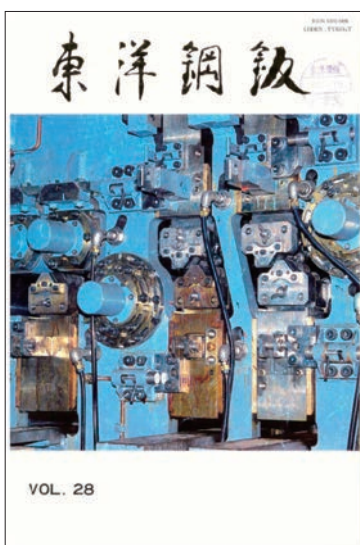
VOL.25
 X線光電子分光装置



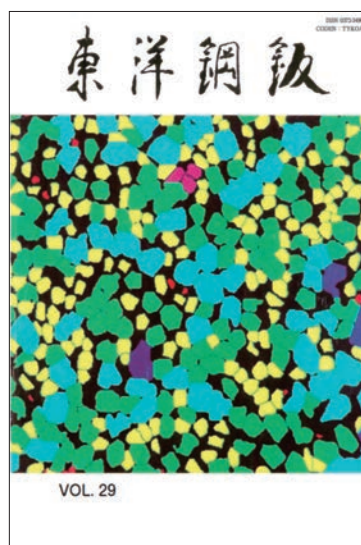
VOL.26
 JEM・200CX 分析電子顕微鏡



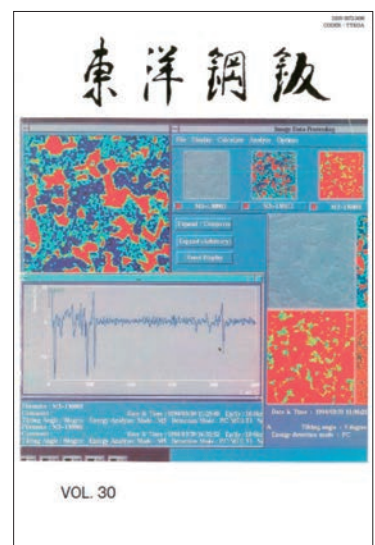
VOL.27
 当社で開発したドット・スタンプ方式のマーキング装置



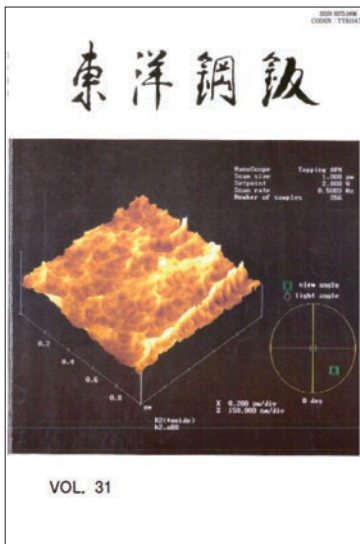
VOL.28
 No.3 ハイトップラインに設置したコンパクトテンションレベラー



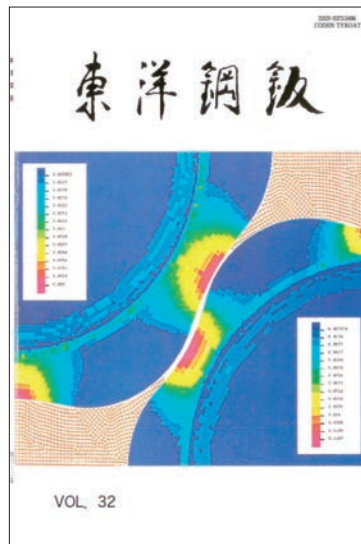
VOL.29
 Mo₂FeB₂型複硼化物系硬質合金の画像解析装置による粒度分布測定結果



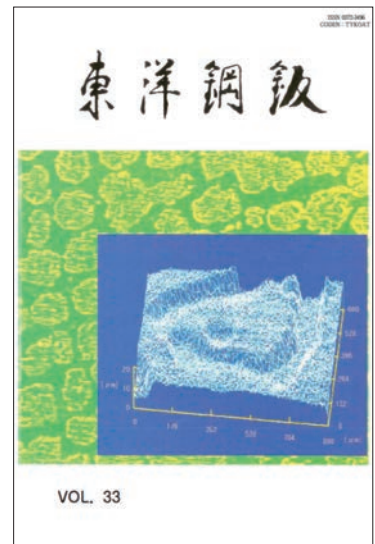
VOL.30
 Mo₂NiB₂型複硼化物系硬質合金の走査型オージェ電子線顕微鏡による測定結果



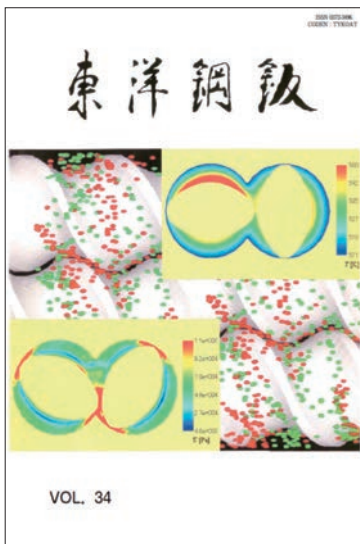
ティンフリースチール表面の原子間力顕微鏡（AFM）による観察結果



缶成形に伴い、材料中に発生する応力分布の解析例



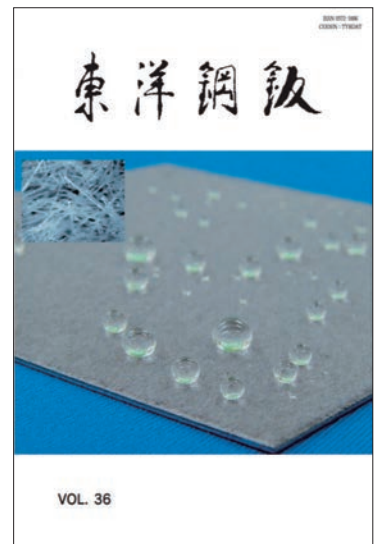
エンボス加工されたポリエステルフィルム表面のレーザー顕微鏡観察例とエンボスロール表面（背景）



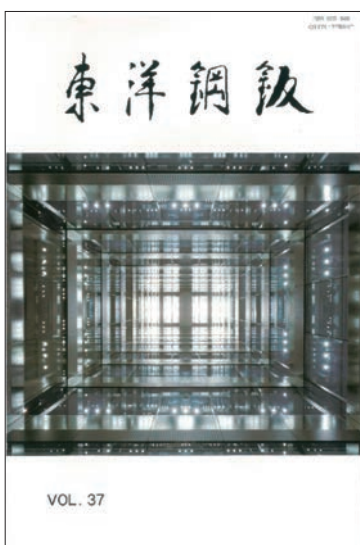
二軸押出機内の樹脂充填部における温度、応力分布ならびにトレーサー追跡による混練状態の解析例



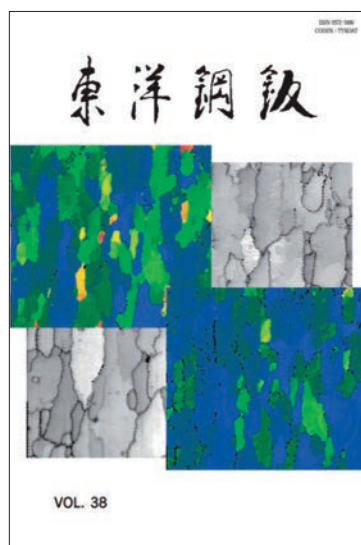
銅箔／液晶ポリマー積層材で作製されたCSP（Chip Size Package）と回路部の拡大写真



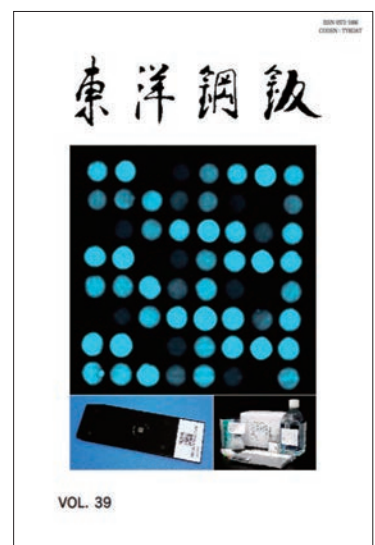
撥水処理を施したファイバークोटと植毛部の拡大写真



ミラーコートK（MCK：銀めっき鋼板）による自然採光システムの見上げ写真



電子線後方散乱回折法（EBSD）による超電導線材用クラッド金属基板（Ni/Cu/SUS）のマイクロ組織



上：解析によりDNA配列を識別するための蛍光画像
左：DNAチップ 右：解析キット

総 目 次

発行年	Vol.	題 目	東洋鋼鉄での出来事
1949			東京・大阪証券取引所に上場 下松工場本社事務所完成 プラスコを生産
1952	1-1	<ul style="list-style-type: none"> ①発刊の辞 ②製造冶金工業と研究 ③当社の沿革 ④最近に於けるストリップ鋼冷間圧延技術の発達 ⑤鍍錫油の劣化（第一報）パーム油の粘度増加について ⑥ブリキ鉄表面に現はれる黄色模様の研究 ⑦冷圧ブリキ鉄の時効とダイヤモンド罐について ⑧リムド鋼塊の偏析が鉄力鉄の機械的性質に及ぼす影響について ⑨米国製鉄力と本工場製鉄力の鍍錫分布及び機械的性質の統計的研究 ⑩高熱重筋作業における標準作業時間設定例 	本社を東京都千代田区霞が関に移転
	1-2	<ul style="list-style-type: none"> ①巻頭言 ②生産第一主義 ③熱圧鉄力原鉄のエリクセン値に及ぼす種々の因子の影響に就いて ④米国製軟鋼鉄と普通軟鋼鉄との比較 ⑤冷圧ストリップの焼鈍後に見られる表面欠陥に関する調査 ⑥熱圧鉄力鉄の材質の製缶に於ける影響について ⑦光電比色計に依る鉄鋼中の諸元素の迅速分析（第一報） ⑧熱圧鉄力原鉄の熱処理 ⑨管理図による熱圧鉄力鉄の鉄厚管理について ⑩フライングマイクロメーターの誤差と対策 ⑪作業方法の標準化と作業指導の実例 ⑫ブリキ鉄の試験法 ⑬特種鉄力の紹介 	
1953	2-1	<ul style="list-style-type: none"> ①巻頭言 ②銅を含む鋼鉄の電子顕微鏡組織 ③鉄力鉄の鍍錫量及び加工度とピンホールとの関係に就いて ④計量抜取検査法に依るエリクセン検査法に就いて ⑤冷間圧延鉄力の調質圧延に就いて ⑥熱間圧延薄板（ブリキ原板）の機械的性質に及ぼす圧延仕上り温度の影響 ⑦乾式鍍錫に於けるフラックスの研究 ⑧光電比色計に依る鉄鋼中の諸元素の迅速分析（第二報） ⑨鉄力用二段熱間圧延ロールのチルの深度と折損の関係に就いて ⑩ブリキ鉄の機械試験法 	逆転式4段冷間圧延機設置 熱間圧延休止

発行年	Vol.	題 目	東洋鋼板での出来事
	2-2	<ul style="list-style-type: none"> ①巻頭言 ②良く聞く、良く視（見）る、良く考える ③低炭素鋼に於ける銅の固溶限について（I） ④5ガロン缶の輸送割れに就いて ⑤鍍錫油の劣化（第二報）パーム油の代用油及び添加剤の検討 ⑥電磁錫厚計の試作に就いて ⑦鋳力原板の計量抜取検査法に就いて ⑧金属工場廃水に関する研究（第一報）有害成分並びに水質汚染に就いて ⑨金属工場廃水に関する研究（第二報）酸洗廃液の新処理法に就いて 	
1954	3-1	<ul style="list-style-type: none"> ①巻頭言 ②技術家の創作に就いて ③電気メッキラインに就いて ④低炭鋼に於ける銅の固溶限に就いて（第2報） ⑤β線によるブリキ板の鍍錫量測定装置に就いて ⑥フライングマイクロメーターの誤差と対策（第二報） ⑦鋳力板の線状材料疵に就いて ⑧可送式四段帯鋼冷間圧延機用のバックアップロールに関する調査 ⑨鋳力板の腐蝕に就いて ⑩P.Mシステムを実施して 	
	3-2	<ul style="list-style-type: none"> ①巻頭言 ②仕事は着実に急がずに ③電気メッキ・ブリキに就て ④ブリキ原板のスチッフネスに就いて ⑤スキンプス諸元とスキンプス伸率に関する一試験（其の1） ⑥ピンホール検出機について ⑦β線走間帯鋼厚み計に就いて ⑧プラスコの品質について ⑨我が社に於ける提案制度とその運用について 	
1955	4	<ul style="list-style-type: none"> ①巻頭言 ②ブリキ鍍付の研究 ③電気メッキ・ブリキの半田付性 ④鋳力に於ける鉄錫合金の研究 ⑤極軟鋼板の歪時効 ⑥冷間圧延薄鋼板の光輝焼鈍について ⑦ブリキのアブレーション（荷ずれ疵）に就て 	No.1 電気めっきライン設置
1956	5	<ul style="list-style-type: none"> ①圧延油の性能に関する研究 ②圧下率計に就いて ③ブリキの表面酸化膜 ④ポーラログラフによる硫酸第1錫中のCu, Pb, Bi及びFeの定量 ⑤ブリキの半田付性について（II） 	

発行年	Vol.	題 目	東洋鋼鉄での出来事
1957	6	①焼鈍中における低炭素鋼薄板の窒素吸収現象 ②ブリキ原板の残留応力測定について（第1報） ③チオシヤネート有孔度テストについて ④超音波メッキ ⑤缶詰缶内面におけるブリキの腐蝕	
1958	7	①熔融半田と固体金属間の接触角の測定 ②電位-時間曲線による酸洗速度試験 （酸洗の電気化学的研究 I） ③NF式粗度計による平滑度の測定 ④錫メッキ量測定法（Bendix法）の検討	冷延鋼板の製品名をトップ （TOP）に決定
1959			No.1 5基連続冷間圧延機 設置 No.1 ビニトップライン設置 ビニトップ生産開始 連続酸洗ライン完成
1960			No.2 電気めっきライン設 置
1961	8	①ブリキ板酸化膜の微視的観察及び電子回折による研究 ②ラジオアイソトープによるアルカリ残留の研究 ③18L缶（5 ガロン缶）の輸送割れに就いて（第2報） ④冷間圧延リムド鋼板の調質圧延効果並びにレベラー効果とその 時効による機械的性質の変化について（第1・2報） ⑤色彩とビニトップ	東洋製罐・東洋鋼鉄総合研 究所設立 ハイトップ生産開始 No.1 2基連続調質圧延基 設置 連続焼鈍設備設置
	9	①（新製品紹介） ビニトップの加工性 ②冷間圧延薄板の板厚変動に関する研究（第1報） ③応力時効の実際への応用 ④高磷低炭素鋼中のP分析法について ⑤5ガロン缶の輸送割れについて（第3報） ⑥シミュレーションによる焼鈍工場調査モンテカルロ法適用	
1962	10	①冷間圧延薄板の板厚変動に関する研究（第2報） ②焼入時効した軟鋼の電子顕微鏡による一定場所の観察 ③ブリキ合金層模様成因の放射性同位元素錫による確認 ④ビニトップの使用上の二、三の性質 ⑤新岸壁荷役能力の推定と完成後の実績	
1963	11	①β線厚み計とその金属薄板工業への応用の研究（第1報） ②冷間圧延薄板の板厚変動に関する研究（第3報） ③鋼板のアルカリ電解洗浄のラジオ・アイソトープによる研究 ④電気メッキブリキ用油の挙動	
1964	12	①β線厚み計とその金属薄板工業への応用の研究（第2報） ②酸化膜と耐錆性 ③連続焼鈍ブリキの硬度及びフルーチング性に関する研究 ④塩ビ鋼板「ビニトップ」の加工性について ⑤プラスチックに対する二次可塑剤の混用効果について	第10回大河内記念技術賞受 賞（電解クロム酸処理鋼板 の発明と工業化） No.1 ハイトップライン設置 新ビニトップライン設置

発行年	Vol.	題 目	東洋鋼板での出来事
1965	13	①巻頭言 ②電解クロム酸処理鋼板の発展 ③ハイトップの耐食性 ④ハイトップの塗装性について ⑤ハイトップの加工性について ⑥ハイトップの皮膜特性の測定 ⑦ハイトップの梱包並びに輸送試験	ハイトップ技術輸出開始
	14	①溶融軟ロウの表面張力測定の一実験 ②β線厚み計とその金属薄板工業への応用の研究（第3報） ③連続焼鈍ブリキの硬度およびフルーチング性に関する研究（II） ④薄膜透過法による電子顕微鏡組織と低炭素鋼板の機械的性質との関係について ⑤冷延鋼板の加工性について	
1966			極薄ぶりきを生産開始 No.1 DR圧延機完成 (旧スキンプスミルを改造)
1967	15	①溶融ハンダとブリキの合金層間の接触角の測定 ②設備保全費管理 11のポイント ③β線塩ビ膜厚計の実用化 ④電気メッキ ブリキの表面酸化皮膜の形態とその安定性 ⑤ビニトップの耐候性に及ぼす顔料の影響	シルバートップ販売開始 ビニトップ技術輸出
1968	16	①圧延機の特性に関する研究（1） ②プリントビニトップ ③ぶりきの塗料密着性について ④鉄系二元合金の転位組織 ⑤すす電着核発生におよぼす電解条件および浴組成の影響について	No.3 電気錫めっきライン設置 No.3 ビニトップライン設置 建材等住宅関連部門へ進出
1969	17	①圧延機の特性に関する研究（2） ②可塑化ポリ塩化ビニルの耐候性におよぼす金属塩類の安定化効果について ③電解クロム酸処理鋼板の皮膜成分測定法について ④下松工場における設備能力検討のシミュレーション ⑤ハイトップ皮膜断面観察法について ⑥塩ビ鋼板の新しい溶接技術 ⑦ホットコイルの酸洗時間について	
1970	18	①高分子材料の接着はく離に関する研究（1） ②生産設備保全情報システムの設計と運用について ③多段変形による変形限の向上について ④冷間圧延用ワークロールのチル剥げ事故について	No.4 ビニトップライン設置 自動結束機械等省力機械部門へ進出
1971			No.2 ハイトップライン設置 No.2 連続酸洗ライン設置

発行年	Vol.	題 目	東洋鋼板での出来事
1972	19	①高分子材料の接着はく離に関する研究 (2) ②連続焼鈍工程における連続磁気硬度計 ③X線回折によるぶりき合金すず量の測定 ④張出し成形性に関する材料特性と表面状態との関係	2基連続調質圧延機を3基連続調質圧延機に改造
1973	20	①高分子材料の接着はく離に関する研究 (3) ②薄板の冷間圧延におけるロール・材料間の摩擦係数に関する研究 (1) ③油圧圧下A.G.Cの理論解析 ④蛍光X線によるすず付着量連続測定	No.3 ハイトップライン設置 シルバートップ技術輸出開始
1974	21	①薄板の冷間圧延におけるロール・材料間の摩擦係数に関する研究 (2) ②低濃度クロム酸溶液からの電解クロム酸処理皮膜の生成について ③けい光X線分析装置によるぶりきのすず付着量測定 ④エアベアリングによる重量物搬送システム	No.3 調質圧延機設置 No.2 連続焼鈍設備設置
1975	22	①東洋結束システムについて ②結束用帯鋼とシール ③結束工具 ④自動結束機	浸漬式ぶりき生産中止
1976			No.2 3基連続調質圧延機を5基連続冷間圧延機に改造
1977	23	①低炭素鋼の焼鈍時における炭素の表面への拡散現象 ②ぶりきのクロメート処理皮膜について ③シルバートップの耐食性と塗料密着性について ④冷間圧延における潤滑と表面 ⑤No.2冷間圧延機の計算機制御システムと自動板厚制御について	下松に技術研究所設置 ファイントップ販売開始
1978			ハイドロテンションレベラー設置
1979	24	①ハイドロテンションレベラーによる板材の形状矯正について ②鋼の高速圧延の開発 ③ぶりき原板の箱型焼鈍時における諸元素の表面濃化 ④ポリ塩化ビニル樹脂被覆鋼板の耐候性 ⑤蛍光X線による複合電気亜鉛めっき液の濃度測定	
1981			ラッセルシュタイン社 (西ドイツ) と技術交流協定を締結
1982	25	①冷間圧延ロールの弾性係数に関する検討 ②ぶりきの溶接性に及ぼす溶接条件と各種材料特性の影響について ③極薄錫めっき鋼板の諸特性 ④TFSのクロム水和酸化物皮膜構造と塗料密着性の関係について ⑤電解鉄箔の性質について	

発行年	Vol.	題 目	東洋鋼板での出来事
1983			IF販売開始 KHM出荷開始
1984	26	①ウェット調質圧延における可変クラウンバックアップロールの形状制御特性 ②缶用材料の溶接性に及ぼす接触電気抵抗と鍛接性の影響 ③ぶりきの錫結晶成長について ④塩ビ鋼板の耐候性に及ぼす鱗片状Al粉末添加の影響 ⑤黒色複合電気亜鉛めっき鋼板について（第1報） ＜黒色化条件と黒色化度の関係＞ ⑥黒色複合電気亜鉛めっき鋼板について（第2報） ＜黒色化処理皮膜の解析＞ ⑦硬質合金KHMの特性について	科学技術庁長官賞受賞 (KHM)
1985			ハイペット出荷開始 MD出荷開始
1986	27	①ビニル重合体の高温熱分解反応機構 ②ぶりきの硫化黒変 ③イーザーオープンエンド用鋼板の開発 ④正反射、乱反射受光方式を併用した表面検査装置の開発 ⑤自動マーキング装置の開発 ⑥鉄複硼化物系硬質合金の特性に及ぼすMo及びC添加量の影響	No.1 ラミネートライン設置 産業用ロボット部門へ進出
1987			ニッケルトップを生産開始
1988			プレスブレーキロボット出荷開始 溶接用ハイトップを生産開始 KHM新工場竣工
1989	28	①電解クロム酸処理したぶりきの表面特性 ②ぶりきDI缶製造における抜け性に対する諸条件の影響 ③シルバートップの特性 ④ポリエチレンテレフタレートフィルム被覆鋼板の特性 ⑤Mo ₂ FeB ₂ 系硬質合金の焼結機構 ⑥Mo ₂ FeB ₂ 系硬質合金の機械的特性および結合相組織に及ぼすNi添加量の影響	
1990			No.1 高温焼鈍ライン設置
1991	29	①微量ず被覆を施したクロムめっき鋼板の特性 ②ポリエステル樹脂接着剤によるポリ塩化ビニルフィルムの低温でのラミネート ③画像解析装置を用いた定量金属組織学 ④ニッケルめっき鋼板の特性 ⑤真空圧延による冷間圧延クラッド材の試作 ⑥超硬合金のSinter-HIP処理 ⑦アルミナ系セラミックス (KA) の特性と適用例	

発行年	Vol.	題 目	東洋鋼板での出来事
1992			No.1 カラーラミネートライン設置 No.2 ラミネートライン設置
1994	30	①硼化物を利用した硬質耐摩耗材料 ②薄膜X線回折法によるTFS上にラミネートされたPETフィルムの解析 ③Mo ₂ FeB ₂ 系硬質合金のすべり摩耗機構 ④冷延鋼板用マーキングロボットの開発 ⑤PS版用鋼板支持体の特性に及ぼす後処理の影響 ⑥Mo ₂ NiB ₂ 系硬質合金におけるCr添加の影響	
1995			No.2 DR圧延機設置 No.3 ラミネートライン設置 No.2 5基連続冷間圧延機を改造し完全連続化
1996			No.3 連続焼鈍ライン設置 No.2 高温焼鈍ライン設置
1997			TOYO-MEMORY TECHNOLOGY SDN.BHD. (マレーシア) 設立 ファインクラッド出荷開始 MD第3工場竣工 フィルム生産開発設備完成
1998	31	①高効率電気めっきセル (THEC) の開発 ②No.2タンデムミル完全連続化改造 ③ラミネート鋼板のフィルム密着性におよぼすTFSの諸特性の影響 ④電気亜鉛めっき鋼板のはんだ特性について ⑤超硬基体上への厚膜CVDダイヤモンドの被覆技術の開発とその切削特性評価	MD第4工場竣工 TOYO-MEMORY TECHNOLOGY SDN.BHD. 営業生産開始
2000	32	①ポリエステルフィルムラミネート鋼板の接着性に関する研究 ②ラミネート鋼板の再絞り・しごき加工 ③アルカリ電池向けの新しい表面処理鋼板の開発 ④表面活性化接合法を適用したクラッド材製造プロセスの開発とその特性 ⑤缶用材料のシーム溶接特性とその伝熱学的研究 ⑥シャドウマスク用アルミキルド鋼板のエッチング特性評価について	No.2 フィルム製膜設備設置 No.3 高温焼鈍ライン設置 本社を東京都千代田区四番町に移転 大河内記念賞受賞 (高品質・低コスト・低環境負荷金属缶製造技術の開発と実用化)
2001			シルバートップ・エコを生産開始 全国発明表彰特別賞受賞 (低歪み常温接合によるクラッド材製造技術の発明)

発行年	Vol.	題 目	東洋鋼板での出来事
2002	33	<ul style="list-style-type: none"> ①二軸配向ポリエステルフィルム被覆鋼板の高速度ラミネートプロセス ②微小内部欠陥検出器の開発 ③ポリエステル樹脂ラミネート鋼板のDI缶への適用 ④クロメートフリー表面処理鋼板「シルバートップECO」の開発 ⑤内装建材用ポリエステル樹脂被覆鋼板の開発 ⑥Mo₂NiB₂系硬質合金の組織と機械的特性に及ぼすMn添加量の影響 ⑦遺伝子解析用DLCスライドの開発 	No.3 DR圧延機設置
2003			No.3 フィルム製膜設備設置 No.2 カラーラミネートライン設置 文部科学大臣賞受賞（機能性を付加したニッケルめっき鋼板の開発）
2004	34	<ul style="list-style-type: none"> ①無延伸ポリエステルフィルムラミネート材の缶用材料への適用 ②鉛フリー・クロムフリーはんだ用鋼板の開発 ③建材用ポリエステル被覆鋼板の環境応力割れに及ぼす皮膜結晶化度および共重合成分の影響 ④アルミ磁気ディスク基板について～この10年間の軌跡～ ⑤臨床診断用基板ジーンシリコンの開発 ⑥TOCを導入した生産計画立案システムの構築 ⑦CRT内の磁場および電子軌道に関する数値解析 	箔めっきライン完成
2006	35	<ul style="list-style-type: none"> ①ぶりきのフィルム密着性に及ぼす熱処理および加工の影響 ②超微細な結晶粒を有する高強度冷延鋼板の製造に関する研究 ③表面活性化接合法によるCu/LCPクラッド材の開発 ④樹脂成形機部材用高強度高耐食性Mo₂NiB₂硼化物系硬質合金の開発 ⑤下松工場における材料調達SCMの構築 	No.1 サップレートライン設置
2007			銀鏡めっき金属板ミラーコートKを生産開始 光学用機能フィルムを生産開始
2008	36	<ul style="list-style-type: none"> ①調質圧延工程における板材表面粗度の創製 ②圧延トルク測定による冷間圧延の潤滑機構解析 ③ポリエステル樹脂ラミネート鋼板のDI製缶技術の確立 －PETヘアに及ぼす材料特性の影響－ ④表面活性化接合法を用いたAl/Alクラッド材の密着性調査 ⑤信号灯用ファイバーコート開発 ⑥はんだ用プレコートアルミニウム板「サップレート (Solderable Aluminum Plate)」 ⑦高耐候性アクリルラミネート鋼板の特性 	

発行年	Vol.	題 目	東洋鋼板での出来事
2010			下松工場を下松事業所に改称
2012			Setsu Denミラーを生産開始 TOSYALI TOYO CELIK ANONIM SIRKETI (TAT) を設立
2013	37	①無延伸ポリエステルフィルムラミネート鋼板を用いた2ピース飲料缶 (TULC) の塗料密着性 ②薄めつきぶりき (LTS) へのリン酸塩化成処理 ③化粧鋼板用エンボス付与フィルムの開発 ④18L缶胴溶接部テープ補正装置の開発 ⑤銀めつき鋼板の開発	
2015	38	①ポリエステルフィルムラミネート鋼板を用いたDI缶のPETヘア発生メカニズム ②鋼板用表面検査装置「i-TOP」の開発 ③樹脂被覆鋼板への表面エンボス賦形に関する理論解析 ④Y系超電導線材用クラッド基板 (Ni/Cu/SUS) 上に成膜した中間層CeO ₂ の結晶配向性の改善 ⑤Mo ₂ N i B ₂ 系サーメット溶射材の特性および組織に及ぼす熱処理の影響 ⑥UGT1A1の遺伝子多型を判別するDNAチップキットの開発	
2016			DNAチップの薬事承認を取得し、本格的に医療分野に進出
2017	39	①Al酸化物皮膜がぶりきの耐硫化黒変性に及ぼす影響に関する電気化学的検討 ②アルカリマンガン乾電池正極缶用Ni-Co合金めつき材料の開発 ③アルカリマンガン乾電池正極缶用Ni-Co合金めつき鋼板の連続製造技術 ④ステンレス基材上へのダイレクト高被覆極薄貴金属無電解めつきを可能とする特殊表面改質技術 ⑤抗がん剤ゲムシタビンの副作用に関連する一塩基多型を判別するDNAチップキットの開発	トルコの合弁会社トスマルトーヨー社で商業生産開始 山口県産業技術特別褒賞受賞 (DNAチップ)

東 洋 鋼 鋌

Vol.40

2019年3月印刷
2019年4月発行

〔非売品〕 〔禁無断転載〕

発行責任者 山口県下松市東豊井1296の1
中 村 琢 司
発行人 山口県下松市東豊井1296の1
東洋鋼鋌株式会社技術研究所
印刷人 山口県下松市東柳1丁目2の8
佃 印 刷 所