

ISSN 1883-2350

CODEN : SKGKBP

REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE  
No.15 OCTOBER 2022

静岡県工業技術研究所研究報告

第 15 号

令和 4 年10月

静岡県工業技術研究所  
静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE  
2078 Makigaya, Aoi-ku, Shizuoka city, Shizuoka, 421-1298 Japan

## 目次

## 静岡県工業技術研究所（静岡）

## I 報告

- 1 鋳鉄に代わる軽量高強度複合材料の開発  
 .....鈴木洋光、長谷川和宏、高木義夫、北村 仁 1
- 2 摩擦攪拌接合を適用した半熔融成形アルミニウム合金継手の組織と機械的性質  
 .....岩澤 秀、長津義之、針幸達也、渥美博安、上久保佳則 4  
 高橋正詞、山本健介、杉浦泰夫
- 3 半熔融成形したAl-7% Si-0.5% Mg合金の機械的性質に及ぼすCu量の影響  
 .....岩澤 秀、鈴木洋光、長谷川和宏、上久保佳則 10  
 高橋正詞、山本健介、杉浦泰夫
- 4 ポリプロピレン（PP）の形態が無水マレイン酸変性PPを含むCNF複合材料の物性に及ぼす影響  
 .....菅野尚子、小泉雄輔、木野浩成、青木憲治、安倍賢次、岡本暢彦 16  
 横尾大輔、渡邊隆弘
- 5 ポリプロピレン／CNF複合材料を用いた自動車部品の試作  
 .....小泉雄輔、稲葉彩乃、菅野尚子、真野 毅、青木憲治 21  
 安倍賢次、岡本暢彦、遠藤和幸
- 6 工業技術研究所のIoT導入支援について（第2報）  
 - 静岡県IoT推進ラボ第三期の紹介 -  
 .....赤堀 篤、望月紀寿、望月建治、大澤洋文、竹居 翼 26  
 岩崎清斗、松下五樹、中山 洋、鈴木敬明
- 7 中小企業へのIoT導入支援の実例（第3報）  
 - 自作型IoTシステムの導入効果分析 -  
 .....岩崎清斗、宮川昌久、宮川尚士、山下敏弘 32
- 8 ポータブルIoT導入パックの開発  
 .....望月建治 35
- 9 微生物ライブラリーを用いたハマナスの乳酸菌発酵エキス  
 .....袴田雅俊、松野正幸、浅沼俊倫、石橋佳奈、山下里恵 41
- 10 駿河湾由来のカロテノイド生産微生物の探索  
 .....室伏敬太、井口大輔、鈴木光彰、太田良和弘 45  
 加藤雄成、勝亦正浩、原 清敬

## II 研究ノート

- 1 ポリ乳酸へのめっき技術の開発  
ー エッチング方法の検討 ー  
.....望月玲於、田中宏樹、岩澤 秀 50
- 2 ポリプロピレン/CNF複合材への高密着な樹脂めっきの作製  
ー エッチング後の表面性状とめっき密着強度 ー  
..... 田中宏樹、望月玲於、岩澤 秀、篠原恵吾 53
- 3 半熔融成形法で作製したヒートシンクの放熱性の評価  
.....岩澤 秀、長津義之、上久保佳則、高橋正詞、山本健介、杉浦泰夫 56
- 4 ポリプロピレン/CNF複合材料における水分含有率と線膨張係数のCNF濃度依存性  
..... 稲葉彩乃、小泉雄輔、菅野尚子、真野 毅 58
- 5 曲面が発光する照明器具の配光測定方法 (第2報)  
..... 豊田敏裕、田代知範、大久保和明、山内泰樹 60
- 6 非接触表面形状測定機における傾斜面の測定性能評価  
.....柳原 亘、中野雅晴 62
- 7 機械学習による反射率測定データの高分解能化  
ー 畳み込みフィルタを使ったアップサンプリング手法 ー  
..... 田代知範 65
- 8 製造現場のWeb会議に活用できるリモート3Dスキャンの提案  
..... 岩崎清斗、荒津有希 67
- 9 セルロースナノファイバーによる香り徐放機能を付与した紙製品の開発  
..... 石橋佳奈、武内ゆみ、八木英一 69

## III 抄 録

- 1 医療従事者によるユーザビリティテストにおける「思考発話法」と「インパクト分析」の有効性の検証  
..... 大賀久美、船井 孝、小松 剛、高野 順、徳田和彦 72
- 2 脱灰コーヒー抽出残さを原料とした活性炭の細孔構造と電気二重層特性  
..... 菊池圭祐、蓮見啓悟、藤村孝史 73

## 沼津工業技術支援センター

### I 研究ノート

- 1 海洋由来微生物を活用したサワービールの開発  
.....横澤 賢、勝山 聡、鈴木雅博、高木啓詞、岩原健二 75

## II 抄 録

- 1 ウイスキーもろみ由来乳酸菌のゲノム解析  
 ..... 高木啓詞、勝山 聡、鈴木雅博、望月玲於 78  
 横澤 賢、岩原健二、森内良太、兼崎 友、道羅英夫
- 2 人工設計グルタミン酸脱炭酸酵素の開発と応用  
 ..... 高木啓詞、小塚康平、三村健太、中野祥吾、伊藤創平 79
- 3 生体力学シミュレーションに向けたひずみエネルギー関数の提案と検証  
 ..... 船井 孝、鈴木敬明、片岡弘之、横田秀夫 80

## 富士工業技術支援センター

### I 報 告

- 1 新型リファイナーで微細化したセルロース繊維を原料にしたPP/CNF自動車部材の試作  
 ..... 大竹正寿、田中翔悟、河部千香、中島大介、菅野尚子、稲葉彩乃 81  
 小泉雄輔、真野 毅、青木憲治、武安裕也  
 山村延彦、安倍賢次、岡本暢彦、豊田峻大
- 2 新型リファイナーによるCNF製造の試み  
 ..... 河部千香、田中翔悟、中島大介、大竹正寿、深沢博之 87  
 武安裕也、山村延彦
- 3 プラズマ照射による樹脂表界面の新規改質技術の開発  
 ..... 高木 誠、井出達樹、本間信行、小玉大雄 92

## 浜松工業技術支援センター

### I 報 告

- 1 カラーイメージングによる表面粗さ推定（第2報）  
 - 品質工学のパラメータ設計手法による測定系の最適化 -  
 ..... 中野雅晴 97
- 2 樹脂表面炭酸ガスレーザー加熱における伝熱解析及びその妥当性確認法について  
 ..... 長津義之、太田幸宏、鈴木悠介、渥美博安、山下清光、植田浩安 102
- 3 材料評価・解析に関する技術資料集の作成とその活用  
 ..... 吉岡正行、田光伸也、植松俊明、長田貴将、小粥基晴、木野浩成 109
- 4 X線回折による非破壊、非接触の硬さ測定（第2報）  
 - 表面粗さと加工変質層が鉄鋼材料の半価幅に及ぼす影響 -  
 ..... 小粥基晴、植松俊明、内山宗久、寺本圭伸 116
- 5 装飾用3価クロムめっき皮膜の評価解析  
 ..... 長田貴将、田光伸也 122

## II 研究ノート

- 1 サブナノ秒レーザーピーンフォーミングにおける走査方法の影響  
..... 鷺坂芳弘 126
  
- 2 図形を投影するマイクロプリズムアレイの設計  
..... 志智 亘 128
  
- 3 計測用X線CTの活用事例  
..... 太田幸宏 130
  
- 4 炭素繊維強化プラスチックの基材となるUDテープ製造技術の確立  
ー 24K炭素繊維を用いたUDテープ製造条件の検討 ー  
..... 森田達弥、鈴木重好、針幸達也、鈴木一之 132

# 分野別目次

## バイオ分野

### I 研究ノート

- 1 海洋由来微生物を活用したサワービールの開発  
 .....横澤 賢、勝山 聡、鈴木雅博、高木啓詞、岩原健二 75

### II 抄 録

- 1 ウイスキーもろみ由来乳酸菌のゲノム解析  
 .....高木啓詞、勝山 聡、鈴木雅博、望月玲於 78  
 横澤 賢、岩原健二、森内良太、兼崎 友、道羅英夫
- 2 人工設計グルタミン酸脱炭酸酵素の開発と応用  
 .....高木啓詞、小塚康平、三村健太、中野祥吾、伊藤創平 79

## 食品分野

### I 報 告

- 1 微生物ライブラリーを用いたハマナスの乳酸菌発酵エキス  
 .....袴田雅俊、松野正幸、浅沼俊倫、石橋佳奈、山下里恵 41

## 環境分野

### I 報 告

- 1 駿河湾由来のカロテノイド生産微生物の探索  
 .....室伏敬太、井口大輔、鈴木光彰、太田良和弘 45  
 加藤雄成、勝亦正浩、原 清敬

## 光分野

### I 報 告

- 1 カラーイメージングによる表面粗さ推定（第2報）  
 — 品質工学のパラメータ設計手法による測定系の最適化 —  
 .....中野雅晴 97

### II 研究ノート

- 1 曲面が発光する照明器具の配光測定方法（第2報）  
 .....豊田敏裕、田代知範、大久保和明、山内泰樹 60
- 2 非接触表面形状測定機における傾斜面の測定性能評価  
 .....柳原 亘、中野雅晴 62
- 3 機械学習による反射率測定データの高分解能化  
 — 畳み込みフィルタを使ったアップサンプリング手法 —  
 .....田代知範 65

4	サブナノ秒レーザーピーンフォーミングにおける走査方法の影響 .....	鷺坂芳弘	126
5	図形を投影するマイクロプリズムアレイの設計 .....	志智 亘	128

## 材料分野

### I 報 告

1	鋳鉄に代わる軽量高強度複合材料の開発 .....	鈴木洋光、長谷川和宏、高木義夫、北村 仁	1
2	摩擦攪拌接合を適用した半溶融成形アルミニウム合金継手の組織と機械的性質 .....	岩澤 秀、長津義之、針幸達也、渥美博安、上久保佳則 高橋正詞、山本健介、杉浦泰夫	4
3	半溶融成形したAl-7% Si-0.5% Mg合金の機械的性質に及ぼすCu量の影響 .....	岩澤 秀、鈴木洋光、長谷川和宏、上久保佳則 高橋正詞、山本健介、杉浦泰夫	10
4	ポリプロピレン (PP) の形態が無水マレイン酸変性PPを含むCNF複合材料の物性に及ぼす影響 .....	菅野尚子、小泉雄輔、木野浩成、青木憲治、安倍賢次、岡本暢彦 横尾大輔、渡邊隆弘	16
5	ポリプロピレン/CNF複合材料を用いた自動車部品の試作 .....	小泉雄輔、稲葉彩乃、菅野尚子、真野 毅、青木憲治 安倍賢次、岡本暢彦、遠藤和幸	21
6	新型リファイナーで微細化したセルロース繊維を原料にしたPP/CNF自動車部材の試作 .....	大竹正寿、田中翔悟、河部千香、中島大介、菅野尚子、稲葉彩乃 小泉雄輔、真野 毅、青木憲治、武安裕也 山村延彦、安倍賢次、岡本暢彦、豊田峻大	81
7	新型リファイナーによるCNF製造の試み .....	河部千香、田中翔悟、中島大介、大竹正寿、深沢博之 武安裕也、山村延彦	87
8	材料評価・解析に関する技術資料集の作成とその活用 .....	吉岡正行、田光伸也、植松俊明、長田貴将、小粥基晴、木野浩成	109
9	X線回折による非破壊、非接触の硬さ測定 (第2報) ー 表面粗さと加工変質層が鉄鋼材料の半価幅に及ぼす影響 ー .....	小粥基晴、植松俊明、内山宗久、寺本圭伸	116

10 装飾用3価クロムめっき皮膜の評価解析 .....	長田貴将、田光伸也	122
--------------------------------	-----------	-----

## II 研究ノート

1 ポリ乳酸へのめっき技術の開発 ー エッチング方法の検討 ー .....	望月玲於、田中宏樹、岩澤 秀	50
2 ポリプロピレン/CNF複合材への高密着な樹脂めっきの作製 ー エッチング後の表面性状とめっき密着強度 ー .....	田中宏樹、望月玲於、岩澤 秀、篠原恵吾	53
3 半熔融成形法で作製したヒートシンクの放熱性の評価 .....	岩澤 秀、長津義之、上久保佳則、高橋正詞、山本健介、杉浦泰夫	56
4 ポリプロピレン/CNF複合材料における水分含有率と線膨張係数のCNF濃度依存性 .....	稲葉彩乃、小泉雄輔、菅野尚子、真野 毅	58
5 セルロースナノファイバーによる香り徐放機能を付与した紙製品の開発 .....	石橋佳奈、武内ゆみ、八木英一	69
6 炭素繊維強化プラスチックの基材となるUDテープ製造技術の確立 ー 24K炭素繊維を用いたUDテープ製造条件の検討 ー .....	森田達弥、鈴木重好、針幸達也、鈴木一之	132

## 機械電子分野

### I 報 告

1 工業技術研究所のIoT導入支援について（第2報） ー 静岡県IoT推進ラボ第三期の紹介 ー .....	赤堀 篤、望月紀寿、望月建治、大澤洋文、竹居 翼 岩崎清斗、松下五樹、中山 洋、鈴木敬明	26
2 中小企業へのIoT導入支援の実例（第3報） ー 自作型IoTシステムの導入効果分析 ー .....	岩崎清斗、宮川昌久、宮川尚士、山下敏弘	32
3 ポータブルIoT導入パックの開発 .....	望月建治	35
4 プラズマ照射による樹脂表界面の新規改質技術の開発 .....	高木 誠、井出達樹、本間信行、小玉大雄	92
5 樹脂表面炭酸ガスレーザー加熱における伝熱解析及びその妥当性確認法について .....	長津義之、太田幸宏、鈴木悠介、渥美博安、山下清光、植田浩安	102



## II 研究ノート

- 1 製造現場のWeb会議に活用できるリモート3Dスキャンの提案  
.....岩崎清斗、荒津有希 67
- 2 計測用X線CTの活用事例  
.....太田幸宏 130

## III 抄 録

- 1 生体力学シミュレーションに向けたひずみエネルギー関数の提案と検証  
..... 船井 孝、鈴木敬明、片岡弘之、横田秀夫 80

## ユニバーサルデザイン・工芸分野

### I 抄 録

- 1 医療従事者によるユーザビリティテストにおける「思考発話法」と「インパクト分析」の有効性の検証  
.....大賀久美、船井 孝、小松 剛、高野 順、徳田和彦 72
- 2 脱灰コーヒー抽出残さを原料とした活性炭の細孔構造と電気二重層特性  
.....菊池圭祐、蓮見啓悟、藤村孝史 73

REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE

静岡県工業技術研究所研究報告

静岡県工業技術研究所  
静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE  
2078 Makigaya, Aoi-ku, Shizuoka city, Shizuoka, 421-1298 Japan

## 鋳鉄に代わる軽量高強度複合材料の開発

金属材料科 鈴木洋光 長谷川和宏\*  
アドバンスコンポジット株式会社 高木義夫 北村 仁

## Development of lightweight and high-strength composite to replace cast iron

SUZUKI Hiromitsu, HASEGAWA Kazuhiro, TAKAGI Yoshio and KITAMURA Hitoshi

Cast iron is mainly used for the scroll wings of air conditioner compressors. From the viewpoint of energy saving, lightweight and high-strength materials are required to replace cast iron. Therefore, we developed a lightweight and high-strength aluminum matrix composite by impregnating aluminum borate preform with aluminum alloy by high-pressure casting. In this study, we evaluated the mechanical and thermomechanical properties of the developed aluminum matrix composite. The developed composite had an increase in tensile strength of about 50% and in Young's modulus of about 70%, and decreased linear expansion rate by about 30% compared to AC4C. It was thought that tensile strength and Young's modulus could be further improved by changing the preform ceramic composition.

Keywords : aluminum matrix composite, high-pressure casting, scroll wing, aluminum borate

エアコンの圧縮機に用いられるスクロール翼には、主に鋳鉄が使用されているが、省エネの観点から軽量で高強度な材料が求められている。そこで、ホウ酸アルミニウムプリフォームに高圧鋳造法によりアルミニウム合金を含浸させ、軽量高強度なアルミニウム基複合材料を開発した。本研究では、開発されたアルミニウム基複合材料の機械的性質及び熱機械的性質の評価を行った。開発された複合材料は、母材である鋳造用アルミニウム合金のAC4Cと比較して、引張強さが約50%、ヤング率が約70%向上し、線膨張係数は約30%低減した。プリフォームのセラミックス配合を変えることで引張強さとヤング率は更なる向上が可能であると考えられる。

キーワード：アルミニウム基複合材料、高圧鋳造法、スクロール翼、ホウ酸アルミニウム

## 1 はじめに

家庭用や業務用エアコンの圧縮機に用いられているスクロール翼は、写真に示すような三次元で複雑な形状をしており、動作や気体の圧縮による発熱下でも安定していることが求められるため、主に鋳鉄が使用されている。しかし、鋳鉄は高強度で加工性が良いという利点がある一方、比重が7.2と重く、スクロール回転の際のエネルギー効率が悪くなる欠点がある。そのため、地球温暖化対策など省エネルギー化の観点から、軽量化が求められている。鋳鉄に代わる材料としてアルミニウム合金が挙げられるが、アルミニウム合金では、強度不足や高い線膨張係数などからスクロール翼に要求される性質を満足することはできない。



写真 スクロール翼の試作例

そこで、高圧鋳造法を中核とするアルミニウム基複合材料の開発を行う。高圧鋳造法は、アルミニウム

\* 現 浜松工業技術支援センター 機械電子科

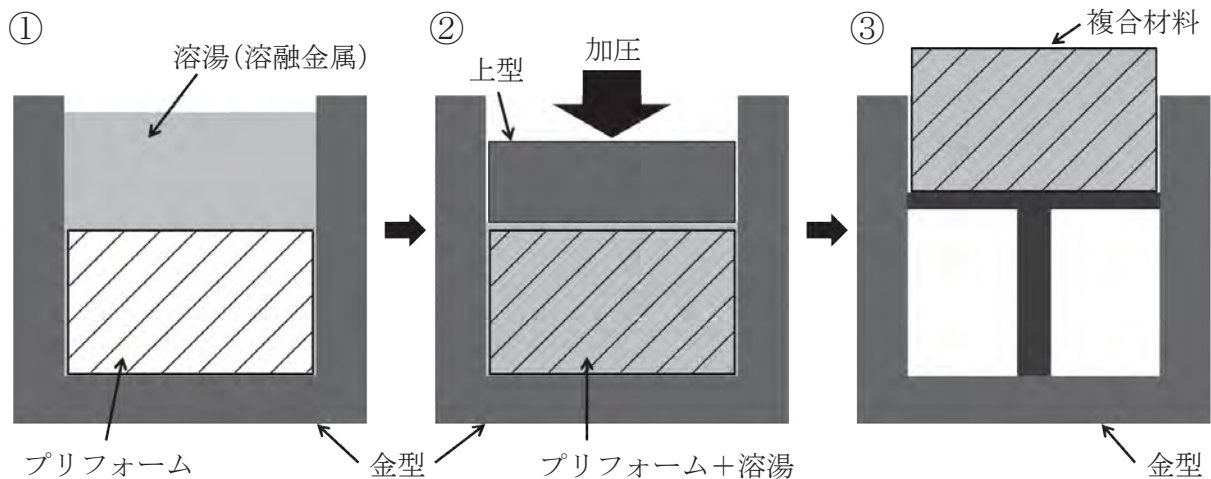


図1 高圧鑄造による複合材料の作製

- ①金型にプリフォームを設置して溶湯を注ぐ。
- ②加圧して溶湯をプリフォームに含浸させ、複合化する。
- ③凝固後に複合材料を金型から取り出す。

合金などの溶湯を金型に鑄込み、高圧下で凝固させる手法で一般に欠陥が少なく、組織の微細化や機械的性質が向上することが知られている<sup>1,2)</sup>。また、図1のように金型にセラミックス等で作製したプリフォームを設置して、高圧鑄造を行うことにより、アルミニウム合金等をプリフォームに含浸させ、複合材料を作製することができる。この手法は、設備費などのコストは高くなるものの、金属溶湯と強化材の濡れ性が悪く、複合化が難しい材料同士でも複合化が可能となる<sup>3)</sup>。本研究では、高圧鑄造法により作製したアルミニウム基複合材料の機械的性質及び熱機械的性質の評価を行った。

## 2 方法

### 2.1 プリフォームの圧縮試験

プリフォームには、高圧鑄造を行う際に圧力が負荷される。そのため、高圧鑄造中のプリフォームの破壊が懸念されるため<sup>4)</sup>、プリフォームの圧縮試験を行った。プリフォームは、セラミックス粉末をパルス通電により焼結して作製した。圧縮試験は、直径10mm、高さ10mmの円柱形状のプリフォーム試験片を用いて、精密万能試験機オートグラフAG-25TA（株式会社島津製作所製）で行った。本研究では、プリフォームの材料として、ホウ酸アルミニウムを使用しているが、鑄造前の予熱による影響についても検討するため、焼結後に700℃まで再加熱したプリフォームについても圧縮試験を実施した。

### 2.2 引張試験

直径100mmの大型プリフォームを用いて、高圧鑄造により作製したアルミニウム基複合材料の機械的性質を評価するために引張試験を実施した。引張試験は、JIS13号試験片を用いて、精密万能試験機オートグラフAG-25TA（株式会社島津製作所製）で行った。試験速度は0.5mm/minとして、ひずみの計測には、ひずみゲージKFG-5-120-C1-11（株式会社共和電業製）を使用した。

### 2.3 線膨張係数測定

アルミニウム合金やアルミニウム基複合材料をスクロール翼等に利用する際に問題となるのが、アルミニウムの高い線膨張係数である。そこで、熱機械分析装置TMA 4000SE（株式会社 Netzsch Japan 製）を用いて、線膨張係数の計測を行った。試験片の形状は直径5mm、長さ20mmの円柱形状とした。測定条件は、昇温速度5℃/min、負荷荷重10g、測定温度は50℃～200℃で10℃ごとに平均の線膨張係数を計算した。

## 3 結果と考察

### 3.1 プリフォームの圧縮試験

プリフォームの圧縮試験結果を表1に示す。プリフォーム試験片作製のばらつきもあるが、圧縮強度は、34.1～57.3MPaであった。実際の高圧鑄造時には、溶湯は上面だけでなく周囲からも回り込み、プリフォームには静水圧が負荷されることもあり、50MPa程度の圧力であれば破壊せずに耐えられるものと考えられ

る。また、700℃の加熱したプリフォーム試験片では、圧縮強度は29.7～39.7MPaに低下している。そのため、熱影響による材料特性の変化が懸念され、注意が必要である。

表1 プリフォームの圧縮試験結果(N 数=5)

	圧縮強度(MPa)		
	最大	最小	平均
熱処理なし	57.3	34.1	45.2
700℃加熱	39.7	29.7	35.2

### 3.2 引張試験

作製したアルミニウム基複合材料の引張試験結果を表2に示す。鋳鉄の代替材料とするためには、引張強さ300MPa、ヤング率150GPaを目標としているが、今回作製した試験片では、ばらつきが大きいものもあるが、最大で引張強さ223MPa、ヤング率122GPaであった。目標には達していないものの、母材として使用している鋳造用アルミニウム合金のAC4Cと比較すると、引張強さで約50%、ヤング率で約70%の向上をしている。本研究では、複合材料の加工性を考慮するためにプリフォームの材料にホウ酸アルミニウムを使用しているが、セラミックスの配合を変えることによって向上させることは可能であると考えられる。

表2 引張試験結果 (N 数=4)

	最大	最小	平均
引張強さ(MPa)	223	180	210
ヤング率(GPa)	122	99	108

### 3.3 線膨張係数測定

線膨張係数の測定結果を図2に示す。結果は4本の試験片の測定結果とその平均値を示している。1本大きく外れている結果があるが、これは内部の空隙などの欠陥によるものと考えられる。線膨張係数については、鋳鉄の代替材料とするために $15 \times 10^{-6}/K$ 以下を目標としているが、今回作製したアルミニウム基複合材料はこれを達成していることがわかった。

## 5 まとめ

鋳鉄の代替材料とするために高強度軽量なアルミ

ニウム基複合材料の開発を行い、作製した複合材料の機械的、熱機械的性質の評価を行った。その結果、AC4Cと比較して引張強さは約50%、ヤング率は約70%向上し、線膨張係数については約30%低減となる $15 \times 10^{-6}/K$ 以下で目標を達成することがわかった。また、引張強さとヤング率についてもプリフォームとなるセラミックスの配合を変えることでさらに向上することが可能であると考えられる。

### 謝辞

本研究は経済産業省 戦略的基盤技術高度化支援事業 JPJ005698の助成を受けて行われた。また、共同体である産業技術総合研究所、大同大学に謝意を表す。

### 参考文献

- 1) 鈴木鎮夫：高圧下での金属の凝固．日本金属学会誌，10（7），464-470（1971）．
- 2) 石丸 博 他：アルミニウム合金鋳物の諸性質に及ぼす高圧鋳造の効果．軽金属，31（11），712-719（1981）．
- 3) 梶川義明：複合化による鋳物の高機能化と自動車部品への応用．鋳造工学，68（12），1106-1112（1996）．
- 4) 山内利夫 他：ホウ酸アルミニウムウイスカプリフォームへのアルミニウム溶湯の加圧含浸挙動．日本金属学会誌，59（5），564-570（1995）．

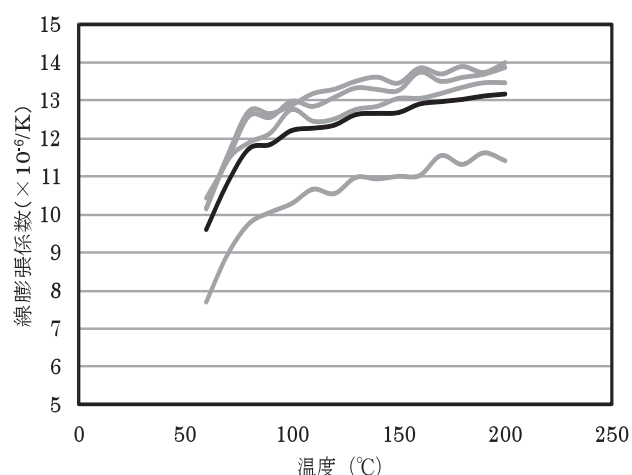


図2 線膨張係数測定結果 (N 数=4)

—：各試験片、—：平均

## 摩擦攪拌接合を適用した半溶融成形アルミニウム合金継手の組織と機械的性質

金属材料科

岩澤 秀

浜松工業技術支援センター 機械電子科

長津義之 渥美博安\*

繊維高分子材料科 針幸達也

株式会社浅沼技研

上久保佳則 高橋正詞 山本健介 杉浦泰夫

### Microstructures and mechanical properties of thixocast aluminum alloy joints fabricated by friction stir welding

IWASAWA Shigeru, NAGATSU Yoshiyuki, HARIKOH Tatsuya, ATSUMI Hiroyasu, KAMIKUBO Yoshinori, TAKAHASHI Masashi, YAMAMOTO Kensuke and SUGIURA Yasuo

The aim of this work is to evaluate the effects that FSW has on the microstructural characteristics and mechanical properties of thixocast Al-7% Si-0.5%Mg-1.0%Cu alloys in as-cast, Pre- and Post-T6 heat-treated conditions. No welding defects such as cracking or blowholes were observed, and the onion ring patterns were clearly observed in part of the weld zone in all specimens. The welded zone was divided into highly characteristic microstructures, i.e. stir zone (SZ), thermo-mechanically affected zone (TMAZ), heat-affected zone (HAZ) and base metal (BM). FSW resulted in a significant breakup of eutectic Si particles and subsequently a uniform redistribution in the aluminum matrix in the SZ located in the center of the weld. The TMAZ, which is adjacent to the SZ, has an elongated grain structure. The hardness in the SZ showed a higher value than those in TMAZ and parent metal in the as-cast specimen while in the Pre-T6 heat treated sample adverse trend was exhibited in the hardness profile. Post-T6 heat treatment resulted in the restoration of the hardness in the SZ. The U.T.S. and elongation of the as-cast joint were higher than those of the Pre-T6 heat condition. Post-T6 heat treatment led to the improvement in the strength and elongation, caused by the refinement and spheroidization of eutectic Si particles, and the enhanced matrix strength due to the precipitation of the strengthening phases throughout the material.

keywords : Friction stir welding (FSW), Thixocasting, Mechanical properties, Aluminum alloys, Digital image correlation (DIC)

摩擦攪拌接合 (FSW:Friction Stir Welding) は、良好な機械的性質、低残留応力、熱変形や溶接欠陥の減少及び異種材質への適用が可能であるため、構造部材のアルミニウム合金の接合に使用されている。半溶融成形法は、従来のアルミニウム鑄造法に比べて、鑄物の高強度化及び高品質化を可能とする鑄造法である。

本研究の目的は、半溶融成形したAl-7% Si-0.5% Mg-1.0% Cu合金の鑄造のまま材 (F材)、FSW前にT6処理したPre-T6材及びFSW後にT6処理したPost-T6材の組織と機械的性質に及ぼすFSWの影響を評価することとした。その結果、全ての試料において、接合部に欠陥はほとんど認められず、接合部の一部にはオニオンリング模様が明瞭に観察された。接合部は、特徴的なマイクロ組織、つまり攪拌部 (SZ : Stir Zone)、熱加工影響部 (TMAZ : Thermo-Mechanically Affected Zone)、熱影響部及び母材 (BM : Base Metal)、に分けられた。FSWは共晶Si粒子の分断を促進させ、接合中心部のSZにおいて、アルミニウムマトリックスに均一分散させる。TMAZは、SZに隣接し、伸直した結晶粒構造を示す。F材のSZにおける硬さ値は、TMAZ及び母材よりも高く、T6材をFSWした試料では、その逆の傾向がみられた。FSW後のT6処理は、SZの硬さを回復させた。鑄造のままF材の接合部の引張強さ及び伸びはPre-T6材に比べて高い。Post-T6材は、Si粒子の微細、粒状化及び析出強化相の析出により母相強度が高まることで、引張強さと伸びは向上した。

キーワード:摩擦攪拌接合、半溶融成形法、機械的性質、アルミニウム鑄造合金、デジタル画像相関法 (DIC)

\*現 浜松工業技術支援センター 光科

## 1 はじめに

固相-液相共存領域の半熔融金属を金型に成形する半熔融成形法は、引け巣、ガスポロシティ及び偏析などの铸造欠陥が極めて少なく、加えて共晶生成する金属間化合物相が微細晶化する緻密な金属組織となることから、従来の铸造プロセスに比べて、高強度・高延性及び高い疲労特性を示す<sup>1)</sup>。著者らの研究グループは、これまで半熔融成形法を用いて、高強度・高延性合金<sup>2)</sup>、高热伝導率合金<sup>3)</sup>、熱処理フリー合金<sup>4)</sup>を開発してきた。

輸送用機械産業では、軽量、複雑形状及び形状自由度の高い構成部材の適用が求められてきているのと同時に多種の金属素材を適材適所に配する、すなわちマルチマテリアル化が進められてきている。マルチマテリアル化には、部材接合が必要不可欠であり、その中でも摩擦攪拌接合（FSW：Friction Stir Welding）は魅力的な部材接合技術である<sup>5)</sup>。従来の熔融拡散接合法と比較して、固相接合である摩擦攪拌接合のアルミニウム合金铸件への適用のメリットは、(1) 引け、割れ、偏析及び結晶粗大化など内部欠陥が回避できる、(2) 接合後の歪・変形が少ない、(3) ブリスターが発生しない、(4) 異種材質の接合が比較的容易、(5) 継手効率が良い、などが挙げられる<sup>6)</sup>。このような背景から、形状自由度の高いアルミニウム合金铸件に摩擦攪拌接合を適用することで、より一層の複雑形状部材の大型化、高機能化部材の製造が可能となる。特に铸造品質の高い半熔融成形铸件を用いることで高信頼性、高強度部材への応用も期待される。本研究では、半熔融成形铸件への摩擦攪拌接合の実用性を評価するために、基礎的試験として、半熔融成形法により製造したAl-7% Si-0.5% Mg-1.0% Cu合金を用いて摩擦攪拌接合した継手の組織及び機械的性質を調べた。

## 2 試験方法

### 2.1 供試材及び摩擦攪拌接合（FSW）

摩擦攪拌接合の供試材には、半熔融成形したAl-7% Si-0.5% Mg-1.0% Cu合金铸件<sup>4)</sup>から長さ120mm×幅50mm×厚さ5mmの平板形状に切出した铸造のまま材（以下、F材）及びT6材を用いた。接合後の組織と機械的性質に及ぼす熱処理の影響を調べるために、F材を接合後、T6処理(Post-T6)した試料も用意した。接合前後に行ったT6処理は、

505°C×4時間保持、室温の水中に急冷した後、185°C×4時間の人工時効処理を施した。比較のために、異種材として市販の重力金型铸造したJIS AC 4CH（組成：Al-7% Si-0.35% Mg）合金のF材及びT6\*（T6\*は、上記T6とは異なり、条件は不明）材も用意した。

表1 試料名と接合配置

試料名	供試材の接合配置	
	AS	RS
THIXO(F)	半熔融成形-F材	半熔融成形-F材
THIXO(T6)	半熔融成形-T6材	半熔融成形-T6材
THIXO(Post-T6)	半熔融成形-F材	半熔融成形-F材
GD(F)	重力金型铸造-F材	重力金型铸造-F材
GD(T6*)	重力金型铸造-T6*材	重力金型铸造-T6*材
THIXO(T6)-GD(T6*)	半熔融成形-T6材	重力金型铸造-T6*材

摩擦攪拌接合用の供試材は、接合端面を#400の耐水ペーパーで湿式研磨した後、エタノール洗浄した。接合には、摩擦攪拌接合専用機 SHH204-718～719型（(株)日立パワーソリューションズ製）を用いて、ルート間隙なしでI型突き合わせとした。直径12mm、ショルダ角4°のショルダーと長さ4.5mmのM6ねじ形状のプロブからなるSCM415製の接合ツールを用いて、回転速度1400rpm、接合速度2.5mm/s、接合ツール傾斜角3°の条件で接合した。表1に試料名と供試材の接合配置を示す。ここでASは、接合ツールの回転方向と接合方向が同じ側、RSは、その逆側を示す。

### 2.2 組織及び機械的性質の評価

得られた継手の外観、接合方向と垂直断面のマクロ組織及びミクロ組織観察を行った。マクロ観察のための腐食液に改良タッカー氏液（塩酸10%：硝酸10%：フッ酸5%：蒸留水75%）を用いた。ミクロ組織観察では、コロイダルシリカ懸濁液を用いて最終バフ仕上げし、0.5% HF水溶液を用いて組織を現出させ、光学顕微鏡 GX71（オリンパス（株）製）を用いて撮影した。硬さ測定は、マイクロビッカース硬度計 MVK-E（(株)明石製作所製）を用いて、接合断面の板厚中央部の硬さ分布を調べた。引張試験は、接合部が引張方向と垂直になるように切出したダンベル形状の引張試験片を用いた。引張試験片の主要寸法は、平行部長さ40mm、平行部幅6mm、厚さ4mm、肩部半径10mmとし、試験片表面を#400耐水ペーパーで研磨した。引張試験は、オートグラフ AG-250kNplus（(株)島津製作所製）を用いて、室温、

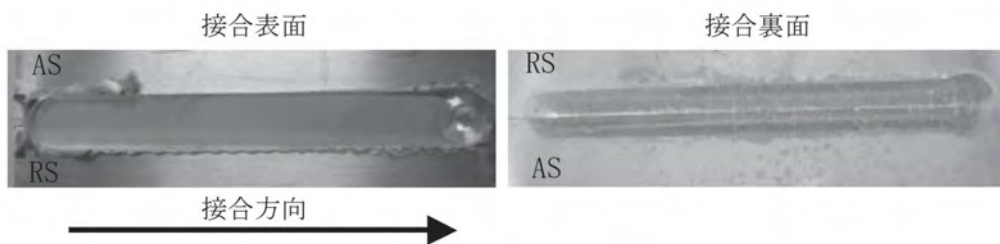


写真1 THIXO(T6)の摩擦攪拌接合後の外観写真

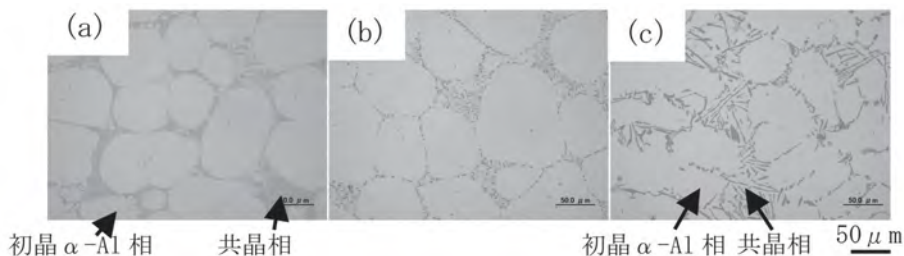


図1 母材組織

(a)THIXO(F)、(b)THIXO(T6)、(c)GD(F)

引張速度0.017mm/sの条件で行った。引張試験中における伸びは、3Dスキャナ ATOS-Core185 (GOM GmBH製) を用いて測定した。

### 3 結果と考察

#### 3.1 外観及び組織

写真1にTHIXO(T6)の摩擦攪拌接合後の外観写真を示す。接合表面及び裏面ともに接合不良は認められず、健全に接合することができた。いずれの試料においても同様であった。THIXO(F)、THIXO(T6)及びGD(F)の母材組織を図1に示す。THIXO(F)は、半熔融温度領域で固相部分

であった粒状の $\alpha$ -Al相とその間隙に共晶凝固したAl-Si共晶組織から構成されるのに対して、重力金型鑄造材であるGD(F)では、デンドライト成長した初晶 $\alpha$ -Al相とAl-Si共晶相が観察される。THIXO(F)の共晶Si相は、GD(F)に比べて極めて微細であり、これは、THIXO(F)では、成形時の材料温度が低いことに加え、加圧凝固により金型からの抜熱効果が高まるため、共晶温度域における冷却速度がGD(F)に比べて著しく速いためである。T6処理を施したTHIXO(T6)では、粒状 $\alpha$ -Al相形態はほとんど変化しないが、共晶Si相は溶体化処理により、母相内に拡散固溶することで面積率が減少するとともにそ

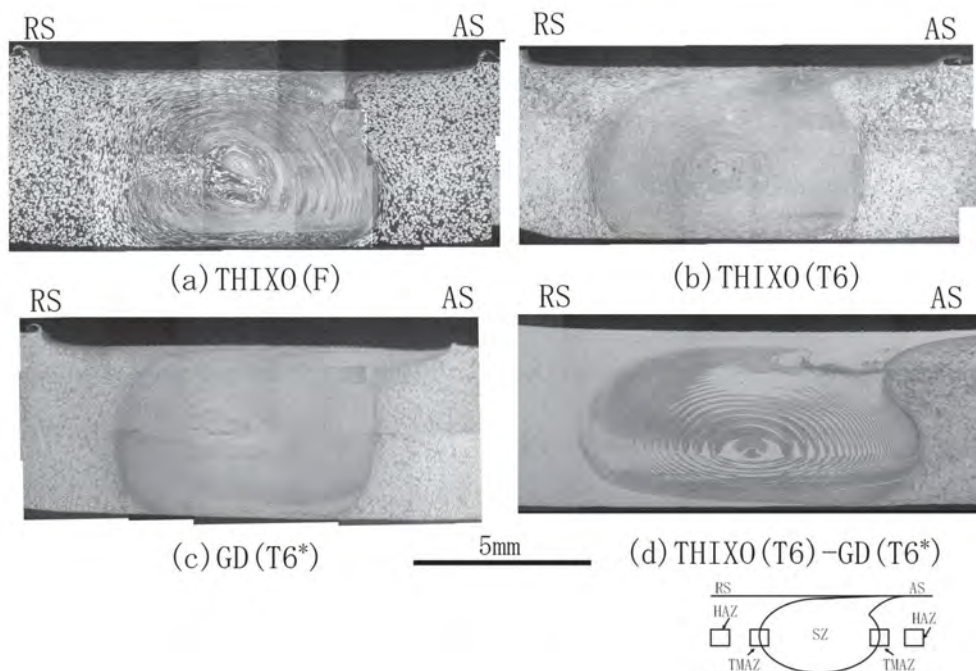


図2 接合垂直断面のマクロ組織



の形状は丸みを帯びた。

図2には、THIXO (F)、THIXO (T 6)、GD (T 6\*) 及びTHIXO (T 6) -GD (T 6\*) の接合方向と垂直方向の接合断面のマクロ組織写真を示す。いずれも摩擦攪拌接合特有のオニオンリング状の攪拌領域が見られた。ここで、図中の簡略図のように接合部を母材組織とは大きく異なる強攪拌を受けた領域を攪拌部 (SZ : Stir Zone)、その外側で塑性変形の痕跡を残す領域を熱加工影響部 (TMAZ:Thermo-Mechanically Affected Zone) 及び熱影響部 (HAZ : Heat Affected Zone) (後述) に区分けした。ASとRSでは、接合部中心に対して非対称となっており、特に接合上面で顕著であった。THIXO (F) では、SZのRSにおいて板厚中央部あたりで不均一な攪拌組織を示したが、THIXO (T 6) 及びGD (T 6\*) では、ほぼ均一な攪拌組織となった。一方、異種材を接合したTHIXO (T 6) -GD (T 6\*) では、RSに配置したGD (T 6\*) が接合上面及び下部、ASのTHIXO (T 6) がSZ中央部に多く分布しており、さらにSZではAS、RSの供試材が層状に分離している領域が観察された。これらのことは、接合条件及び材料特性によって攪拌組織に違いが生じることを示している。なお、全ての試験片の接合断面において接合不良は観察されなかった。

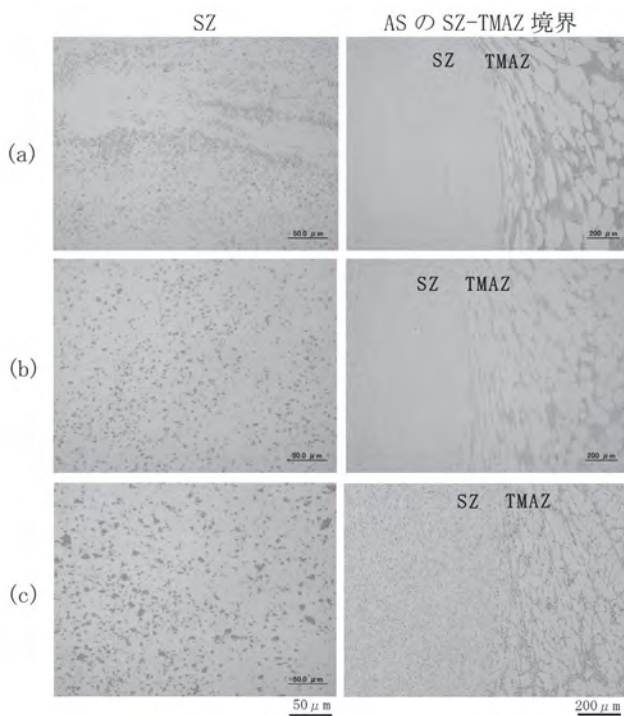


図3 SZ及びASのSZ-TMAZ境界のマイクロ組織

(a)THIXO(F)、(b)THIXO(T6)、(c)GD(F)

図3には、THIXO (F)、THIXO (T 6) 及びGD (F) のSZ、ASのSZ-TMAZ境界のマイクロ組織を示す。いずれの試料ともTMAZでは、塑性流動により初晶  $\alpha$ -Al相が板厚方向に引延ばされた変形組織を呈した。SZでは、接合中において、摩擦熱による温度上昇及び強塑性変形を受け、母材組織で見られた  $\alpha$ -Al相の形状は完全に消失し、 $\alpha$ -Al母相に微細なSi粒

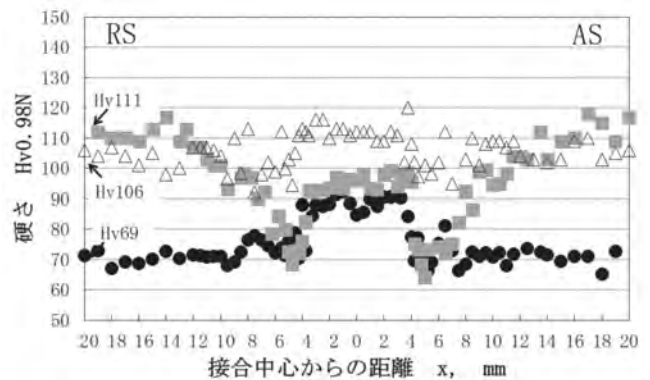


図4 硬さ分布

●THIXO(F)、■THIXO(T6)、△THIXO(Post-T6)

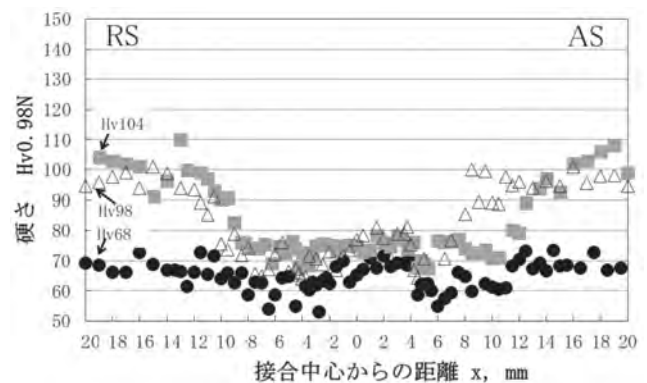


図5 硬さ分布

●GD(F)、■GD(T6\*)、△THIXO(T6)-GD(T6\*)

子が分散した形態となった。分散したSi粒子の大きさは、GD (F) に比べてTHIXO (F) 及びTHIXO (T 6) は微細であり、これは、もとの母材における共晶Si相の大きさを反映している。

図4にTHIXO (F)、THIXO (T6) 及びTHIXO (Post-T 6)、図5にGD (F)、GD (T 6\*) 及びTHIXO (T 6) -GD (T 6\*) の接合部断面の板厚中央部の硬さ分布を示す。横軸は、接合中心 ( $x=0$ ) からの距離を示す。接合中心から $x=20$ mm部分の硬さを母材硬さとし、図中に示す。図4において、THIXO (F) では、SZで最も硬さ値は高く、TMAZから母材部への移行領域 (AS、RSとも4~6mm) で

一旦軟化し、それより外側 (AS、RSとも7mm付近) で僅かな硬さの回復が見られるものの、それより外側では母材の硬さと同程度であった。THIXO (T6) では、SZは母材よりも低い硬さを示し、AS、RSとも約5mmで最軟化を示し、THIXO (F) よりも低い硬さとなった。THIXO (Post-T6) では、接合後にT6処理したことでSZの硬さは回復し、Hv値約110と、母材部より高い硬さを示した。しかし、AS、RSともにx=6~8mm付近で若干の硬さの低下が確認された。図5において、GD (F) では、THIXO (F) とは異なり、SZにおける硬さの増加がみられなかった。接合前にT6処理した継手のGD (T6\*) 及びTHIXO (T6) -GD (T6\*) では、THIXO (T6) とは異なりSZの硬さは低いままであった。図4及び図5に示したように、一般に摩擦攪拌接合した接合部においてTMAZから外側に組織は母材と同じながら硬さが母材とは異なる領域が存在し、この領域は熱影響部 (HAZ) と呼ばれる。本試験において、その範囲は、接合中心部からAS、RSともに約14mmまで見られた。

摩擦攪拌接合では、ツールと被接合材との相対運動により発生した摩擦熱により、接合部分の温度が上昇するとともに塑性流動も加わり、結晶組織の再配列が生じる<sup>7)</sup>。本試験に用いた合金では、接合中に曝された温度及び時間により析出物の溶解、析出及び粗大化に加えて塑性流動による共晶Si相及び晶出化合物相の分断、微細化により接合部の硬さ変化がもたされたと考えられる。

本研究では、接合中の試料各部における温度履歴は測定していないものの、接合中のSZの温度は、析出相の溶解温度以上に達し、そこから接合断面方向外側に離れるにつれて温度が低下する温度勾配が生じていたと考えられる。このことから、SZでは、接合前に析出していた析出相が母相に固溶することにより過飽和固溶体が形成され、その後の冷却時または自然時効により析出硬化し、硬さが増加したものと考えられる。THIXO (T6) では、SZの硬さが母材硬さよりも低いのは、接合中の温度が溶体化処理温度も低く、そのため固溶元素の過飽和度が低いとためと考えられる。GD (F)、GD (T6\*) 及びTHIXO (T6) -GD (T6\*) においてSZの硬さが低いのは、比較材として用いたAC4CH合金では、半溶融成形材に比べて、析出硬化に寄与するMg量が低いこと、Mgと共存することで析出硬化が促進されるCu量が含

まれていないために溶質元素の過飽和度が低く、十分な析出硬化が得られなかったと考えられる。一方HAZでは、接合中の温度は、過飽和固溶体を形成する析出相の溶解温度以上には達せず、接合前に存在していた析出相の時効が促進され、析出相の粗大化が生じ (過時効状態)、硬さが大きく低下したと考えられる。

表2 引張試験結果

試料名	引張強さ (MPa)	伸び (%)	破断位置
THIXO(F)	246	5.2	母材部 (AS)
THIXO(T6)	256	5.3	TMAZ-HAZ境界 (AS)
THIXO(Post-T6)	328	8.0	TMAZ-HAZ境界 (AS)
GD(F)	189	5.9	TMAZ-HAZ境界 (AS)
GD(T6*)	207	4.6	TMAZ-HAZ境界 (AS)
THIXO(T6)-GD(T6*)	221	5.4	TMAZ-HAZ境界 (AS)

表2に引張試験結果を示す。伸びは、接合部を含んだ30mmを標点距離として測定した。THIXO (F) の引張強さと伸びは246MPa及び5.2%であり、母材よりも低い引張特性を示した<sup>4)</sup>。THIXO (T6) の引張強さ及び伸びは、それぞれ253 MPa、5.3%と、THIXO (F) とほぼ同程度であり、接合前の熱処理の効果は著しく低下した。THIXO (F) 及びTHIXO (T6) の引張強さは、比較材のGD (F) とGD (T6\*) と比べて、いずれも約50MPa 上回った。このことは、半溶融成形材を用いることで、普通の重力金型鑄造材よりも高い引張強さの継手を作製できることを示している。

THIXO (Post-T6) では、引張強さ328MPa、伸び8.0%となり、接合後のT6処理により強度と延性が大きく向上した。これは、接合後のT6処理により、試料全体、特にHAZの母相強度が高まったことによる。GD (F) とGD (T6\*) では、半溶融成形材に比べて低い引張強さ及び伸びを示した。THIXO (T6) -GD (T6\*) では、低強度のGD (T6\*) の影響により、THIXO (T6) に比べて低強度であった。THIXO (F) 以外、破断位置は同材種ではAS、異材種接合のTHIXO (T6) -GD (T6\*) では、RSのTMAZ-HAZ境界付近だった。

THIXO (F)、THIXO (T6) 及びTHIXO (Post-T6) の引張破断直前における試験片平行部の伸びの分布をDIC (デジタル画像相関法) により測定した結果を図6に示す。図4に示した硬さ分布と対比すると、

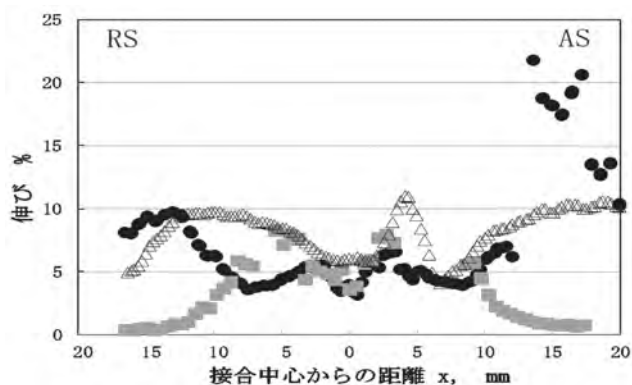


図6 3Dスキャナによる伸びの分布

●THIXO(F)、■THIXO(T6)、△THIXO(Post-T6)

硬さの低いところで大きな伸び値を示した。このように引張特性は、摩擦攪拌接合により母相強度と晶出化合物の性状変化に影響を受け、硬さの最も低い領域で破断した。このことは、摩擦攪拌接合した継手の強度向上には、これらの軟化領域の組織制御が必須であり、接合条件、合金設計及び接合前後の熱処理工程などの検討が重要である。

#### 4. まとめ

半溶融成形したAl-7% Si-0.5% Mg-1.0% Cu合金を用いて摩擦攪拌接合した継手の組織及び機械的性質を調べた。結果を要約する。

- (1) 接合欠陥の無い、健全な摩擦攪拌接合継手を作製できた。
- (2) 接合部は、オニオンリング形状のマクロ組織を示し、母相 $\alpha$ -Al中に微細Si粒子が微細に均一分布した攪拌部(SZ)、粒状 $\alpha$ -Al相が塑性変形した熱加工影響部(TMAZ)、母材と同じ組織を示す熱影響部(HAZ)及び母材組織から構成されていた。
- (3) 接合断面の硬さ分布は、接合前の析出状態及び接合中の熱履歴により大きく影響される。
- (4) 半溶融成形材において、接合前の熱処理は引

張特性に大きな影響を及ぼさなかった。接合後のT6処理は、引張特性を大きく回復させた。

- (5) 半溶融成形材に摩擦攪拌接合を適用した継手の引張特性は、従来の重力铸造材を用いた継手と比べて良好であった。
- (6) 継手の引張破断位置は、硬さの最も低い領域(HAZ)で生じた。継手の強度向上には、接合中のHAZにおける析出組織の制御が必須である。

#### 参考文献

- 1) 岩澤秀他：チクソキャスト法により製造したAl-7% Si-0.5% Mg合金の組織と機械的性質. 軽金属, 50 (8), 371-375 (2000).
- 2) 岩澤 秀：半溶融成形による铸造用アルミニウム合金の諸特性. 日本铸造工学会第150回全国講演大会概要集, p.114, 千葉 (2007).
- 3) 山本健介 他：半溶融成形したAl-Si-Mg合金の熱伝導率に及ぼすCu添加量の影響. 日本铸造工学会第168回全国講演大会概要集, p.78, 高知 (2016).
- 4) 山本健介 他：半溶融成形したAl-Si-Mg合金の機械的性質に及ぼすCu添加量の影響. 日本铸造工学会第170回全国講演大会概要集, p.43, 秋田 (2017).
- 5) 篠田 剛：摩擦攪拌接合および摩擦圧接の铸造品への適用. 铸造工学, 83 (12), 695-701 (2011).
- 6) 佐藤 裕：摩擦攪拌(FSW)プロセス. あたりあ, 42 (2), 214-220 (2003).
- 7) Z.Y.Ma et al.: Recent Advances in Friction Stir Welding/Processing of Aluminum Alloys: Microstructural Evolution and Mechanical Properties. Critical Reviews in Solid State and Materials Science, Vol. 0 (0), (2017).

## 半熔融成形したAl-7% Si-0.5% Mg合金の機械的性質に及ぼすCu量の影響

金属材料科 岩澤 秀 鈴木洋光 長谷川和宏\*  
株式会社浅沼技研 上久保佳則 高橋正詞 山本健介 杉浦泰夫

### Effects of Cu content on mechanical properties of thixocast Al-7%Si-0.5%Mg alloys

IWASAWA Shigeru, SUZUKI Hiromitsu, HASEGAWA Kazuhiro, KAMIKUBO Yoshinori,  
TAKAHASHI Masashi, YAMAMOTO Kensuke and SUGIURA Yasuo

In the present study, we investigated the effects of Cu addition on the microstructure and mechanical properties of thixocast Al-7%Si-0.5%Mg alloys. The addition of Cu resulted in the formation of  $\theta$  and Q phases, and their volume fraction increased with an increase in the Cu content. A good combination of tensile strength and elongation was obtained in the Al-7%Si-0.5%Mg-1.0%Cu alloy, revealing 272N/mm<sup>2</sup> in U.T.S. and 9.2% in elongation in as-cast condition, and 326N/mm<sup>2</sup> in U.T.S. and 5.1% in elongation in T5 condition. This is because the thixocasting process, which is characterized by a much faster solidification rate, leads to fine eutectic phases such as Si phase Fe- and Cu-bearing intermetallic compounds, and an increase in supersaturated solution elements within the  $\alpha$ -Al phase. The resultant mechanical properties of thixocast alloys show superior strength and ductility compared to those of conventional gravity die-cast alloys.

Keywords : Thixocasting, Mechanical properties, Aluminum casting alloys, Cu addition

本研究では、半熔融成形したAl-7% Si-0.5% Mg合金のマイクロ組織及び機械的性質に及ぼすCu添加の影響を調べた。Cu添加は、 $\theta$ 相及びQ相を生成させ、それらの体積率はCu量とともに増加した。強度と伸びの良いバランスは、Al-7% Si-0.5% Mg-1% Cu合金で得られ、鑄造のまま引張強さ272MPa、伸び9.2%、T5で引張強さ326MPa、伸び5.1%となった。凝固速度が速い半熔融成形では、共晶Si相、Fe及びCuを含む金属間化合物相が微細に晶出することに加えて、 $\alpha$ -Al相中の溶質元素の過飽和度が高まり、その結果として、既存の鑄造法による鑄物に比べて優れた強度と靱性を示す。

キーワード：半熔融成形法、機械的性質、アルミニウム鑄造合金、Cu添加

#### 1 はじめに

自動車関連部品に多く使用されているAl-Si-Mg系 JIS AC 4CHアルミニウム合金は、0.4mass%（以下mass%は%）程度のMgを含み、時効硬化による強度特性の向上が期待できるため、使用時の多くはT6処理（溶体化処理＋自然及び人工時効処理）が施される。しかし、固相線直下の温度に長時間保持したあと急冷する溶体化処理は、鑄物の熱処理歪・変形の原因となることに加え、コスト増加の要因になる。一方で鑄造のままの鑄物を200℃付近で保持するT5処理は、T6処理における溶体化処理を伴わず、凝固時に過飽和固溶した溶質元素が時効析出

して母相強度が高まることで機械的性質が向上し、熱処理変形も抑制できることから、T6処理に替わる有効な熱処理工程として見直されてきている。

またT5処理におけるAl-Si-Mg系合金への銅（Cu）添加は、Mgとの複合添加により析出密度が増加し、強度特性の向上が期待できる。しかし、Cuは、鑄造・凝固時の冷却速度が遅い場合、粗大な金属間化合物相として晶出し、析出硬化にあまり寄与しない上、塑性変形時における亀裂発生源となり延性劣化の原因となる。このことは、Cu添加された鑄物における鑄造時の凝固速度の制御が、鑄物の機械的性質の向上に極めて重要であることを示している。以上の

\* 現 浜松工業技術支援センター 機械電子科

ことから、T 6処理の問題を解決し、鑄造のままやT 5処理だけで十分な機械的性質を発揮できる鑄造プロセス、合金開発及び熱処理技術開発が求められている。

半溶融成形法は、固相と液相が共存する半溶融温度領域（本系合金では約580℃）から金型に加圧成形するために、凝固時の冷却速度は普通の重力鑄造法に比べて極めて速く、共晶相及び金属間化合物相が微細晶化する。加えて半溶融温度領域からの急冷は、母相に固溶している溶質元素の過飽和度を増加させ、析出硬化を高めることができる<sup>1)</sup>。このことは、Cu添加した本系合金へ半溶融成形法を適用すると、Cu含有金属間化合物相の微細化が起こり、鑄造のままの状態においても溶質元素の過飽和度の増加が期待でき、その結果として、鑄造のまま及びT 5処理において機械的性質の向上が期待できる。

本研究では、Al-7% Si-0.5% Mg (AA規格357)合金にCuを最大2.0%まで添加した合金を用いて製造した半溶融成形材の鑄造のまま及びT 5処理材の組織及び機械的性質に及ぼすCu量の影響を調べた。

## 2 方法

### 2.1 半溶融成形材及び熱処理

本試験で用いた半溶融成形材は、120mm×100mm×t（厚さ）10mmの平板形状鑄物である。Al-7% Si-0.5% Mg合金をベース合金として、Cu量を0.2%、0.5%、1.0%、1.5%及び2.0%に変化させた。比較材として、重力金型鑄造材を用意した。なお、半溶融成形材及び重力金型鑄造材は同じ溶湯から採取され、それらの合金の化学成分を表1に示す。各試験には、鑄造のまま材（半溶融成形又は重力金型鑄造した鑄物を室温放置したもので以下F材と略す）及びT 5材を供した。T 5処理は、F材を

185℃で4時間保持し、その後空冷した。

なお本文中において、それぞれの合金の略称を次の通りとした。半溶融成形材をTX材、重力金型鑄造材をGD材とし、TX又はGD（鑄物の状態：F又はT 5）-数字（Cu添加量）Cuと表す。

### 2.2 組織及び機械的性質の評価

引張及び曲げ試験は、オートグラフ AG-IS 50kN（（株）島津製作所製）を使用した。引張試験では、平行部長さ30mm、幅6mm、厚さ4mmの平板試験片を用いて、初期歪速度 $1 \times 10^{-3}$ /s、室温にて行った。

曲げ試験では、試験片長さ（ $l$ ）90mm、幅（ $b$ ）25mm、厚さ（ $h$ ）3.5mmに機械加工した平板形状の曲げ試験片について、半径10mmの圧子を用いて、支点間距離75mm、曲げ速度6mm/sの条件で図1に示す3点曲げ試験を行い、曲げ応力及び曲げ変位を測定した。曲げ応力 $\sigma$ （MPa）は、次式で求めた。曲げ応力 $\sigma = 3FL / (2bh^2)$

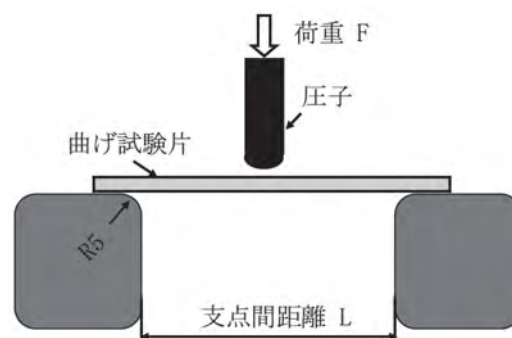


図1 曲げ試験概略図

ここで、F：荷重（N）、L：支点間距離（mm）、b：試験片幅（mm）、h：試験片厚さ（mm）とした。曲げ変位は、圧子の押し込み変位-曲げ荷重曲線から、曲げ荷重が最大値に達した後、急激に低下したところの変位量を読み取った。圧子の最大押し込み変位量は25mmとした。曲げ破断面観察では、曲げ試験

表1 合金の化学成分

合金	化学成分 (mass%)					
	Si	Mg	Cu	Fe	Sr	Al
Al-7% Si-0.5% Mg (ベース合金)	6.90	0.53	0.00	0.08	0.01	bal.
Al-7% Si-0.5% Mg+0.2% Cu	7.00	0.54	0.20	0.08	0.01	bal.
Al-7% Si-0.5% Mg+0.5% Cu	6.90	0.55	0.47	0.08	0.01	bal.
Al-7% Si-0.5% Mg+1.0% Cu	6.80	0.53	0.92	0.08	0.01	bal.
Al-7% Si-0.5% Mg+1.5% Cu	7.00	0.54	1.41	0.08	0.01	bal.
Al-7% Si-0.5% Mg+2.0% Cu	7.00	0.55	1.91	0.08	0.01	bal.

片において引張応力が負荷される側を鏡面研磨した試料を用いて、試験後、表面をデジタルマイクロスコープ VHX-1000 ((株)キーエンス製) 及び光学顕微鏡 GX71 (オリンパス(株)製) で観察した。また、X線回折装置 RAD-2C ((株)リガク製) 及び電子線マイクロアナライザー (EPMA) EPMA-1720 ((株)島津製作所製) を用いて晶出相の定性分析を行った。

### 3 結果及び考察

#### 3.1 組織

図2に1.0% Cu添加したTX材及びGD材の铸造のまま (F) 材 (それぞれTX(F)-1Cu、GD(F)-1Cu) のマイクロ組織写真を示す。初晶  $\alpha$ -Al相 (図中、白い部分) は、TX(F)-1Cuでは粒状、GD(F)-1Cuではデンドライト状となり、それらの間隙に共晶凝固したAl-Si共晶組織 (図中、灰色部分) が観察され

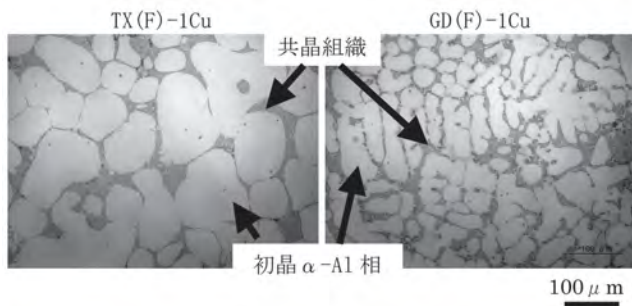


図2 铸造のまま(F)材のマイクロ組織写真

る。共晶領域を強調したマイクロ組織写真を図3に示す。Cu添加量が異なるいずれのTX材の共晶Si相 (灰色の相) もGD(F)-1Cuに比べて極めて微細であることがわかる。GD(F)-1Cuでは、デンドライトセル間隙に粗大な塊状の金属間化合物相 (図中○で囲んだ部分) が確認できる。

共晶領域に晶出している金属間化合物相の構成元素を調べるためにEPMAによるマッピングを行った。その結果を図4に示す。いずれも共晶領域には、Mg、Fe及びCuの濃縮が認められ、同量のCuを含むTX(F)-1CuとGD(F)-1Cuでは、TX材の方が微細に分散している。Cu量を2.0%に増加したTX(F)-2Cu

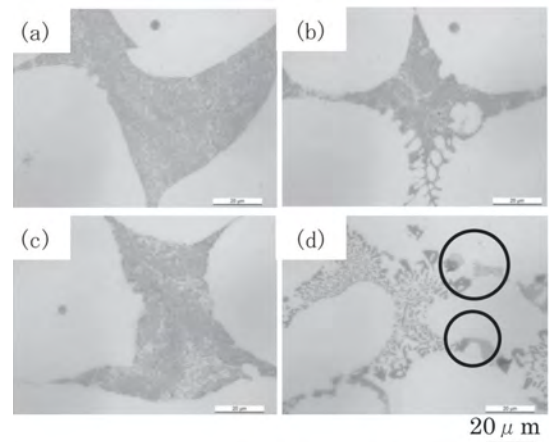


図3 铸造のまま(F)材の共晶領域のマイクロ組織 (a)TX(F)-0Cu (ベース合金)、(b)TX(F)-1Cu、(c)TX(F)-2Cu、(d)GD(F)-1Cu

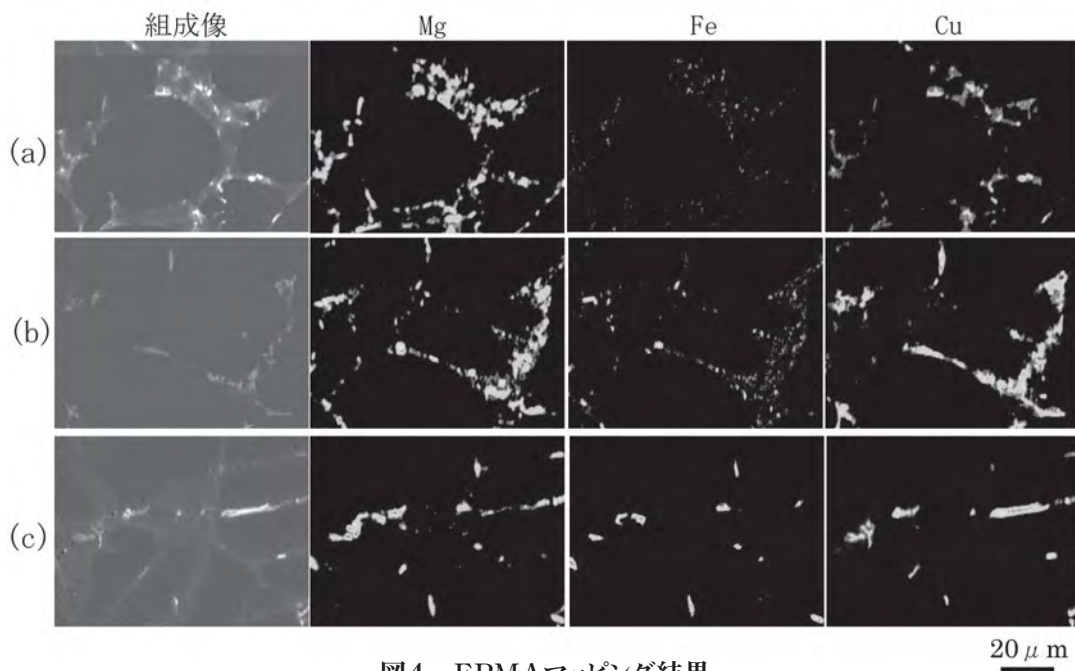


図4 EPMAマッピング結果 (a)TX(F)-1Cu、(b)TX(F)-2Cu、(c)GD(F)-1Cu

は、TX(F)-1CuよりもCuの濃縮した面積が大きくなった。これは、Cuを含んだ金属間化合物相の量及び大きさが増加したためと考えられる。また、GD(F)-1CuのFeを含む金属間化合物相は、TX(F)-1Cu及びTX(F)-2Cuに比べて粗大に分布していることがわかる。本研究で用いた鋳造用Al-Si-Mg系合金では、Feを0.1%程度含み、凝固時に $\beta$ -Al<sub>5</sub>Fe相及び $\pi$ -Al<sub>8</sub>FeMg<sub>3</sub>Si<sub>6</sub>相が晶出し、それらの大きさは凝固時の冷却速度に大きく影響されることが知られている<sup>2)</sup>。TX材において、GD材に比べて、Feの濃縮面積が小さいのは、凝固時の冷却速度が速いため、Fe含有金属間化合物相が微細晶出したためと考えられる。

図5にF材のX線回折結果を示す。TX材及びGD材ともに、ベース合金では、主要相 $\alpha$ -Al相とSi相の他に $\beta$ (Mg<sub>2</sub>Si)相と $\pi$ (Al<sub>8</sub>FeMg<sub>3</sub>Si<sub>6</sub>)相<sup>3)</sup>の回折ピークが見られ、Cu量の増加にともない、 $\beta$ 相が消失し、Q(Al<sub>5</sub>Si<sub>6</sub>Mg<sub>8</sub>Cu)相<sup>3)</sup>及び $\theta$ (Al<sub>2</sub>Cu)相<sup>4)</sup>が増加した。同じCu量で比較した場合、GD材に比べてTX材の $\theta$ 相及びQ相のピークは小さい。これは、凝固組織において、TX材の方が、Cuを含む $\theta$ 相及びQ相の晶出相が少ないことを示唆している。

Al-Si-Mg-Cu系合金における凝固過程は、Al-Si共晶反応後、凝固末期において残存液相から $\alpha$ -Al+Si+Al<sub>2</sub>Cu、さらに低い温度で $\alpha$ -Al+Si+Al<sub>2</sub>Cu+Al<sub>5</sub>Si<sub>6</sub>Mg<sub>8</sub>Cu<sub>2</sub>の晶出反応により凝固すると報告されている<sup>4,5)</sup>。そのため凝固速度は、共晶Si相及び金属間化合物相の核生成数及び成長に関係し、それらの大きさ、形状及び分布に大きく影響を与える。図4では、TX材の方がGD材に比べて溶質元素の濃縮領域が微細であった。これは、凝固時の冷却速度の速いTX材では、Cuを含む金属間化合物相の晶出量が少なく、かつ粗大化するための凝固時間が短いためと考えられる。

### 3.2 引張特性

図6に引張試験結果を示す。GD材のF材及びT5材では、Cu量の増加にともない引張強さは増加し、伸びは低下した。一方、TX材のF材及びT5材では、Cu量が1.0%まで引張強さは増加し、それ以上のCu量で低下傾向を示した。伸びは、いずれもCu量の増加にともない低下した。F材及びT5材ともにGD材に比べてTX材の方が、高い引張強さと伸びを示している。1.0% Cu添加合金を比べると、TX材のTX(F)-

1Cu及びTX(T5)-1Cuの引張強さは、それぞれ272MPa、326MPaとなり、GD材のそれら(GD(F)-1Cu及びGD(T5)-1Cu)と比べてそれぞれ17%並びに25%向上した。Cu添加したTX材のF材及びT5材の引張強さは、既存のGD材のT6処理材に比べて同等以上であり<sup>6)</sup>、さらに伸びは、1.0% Cu添加合金

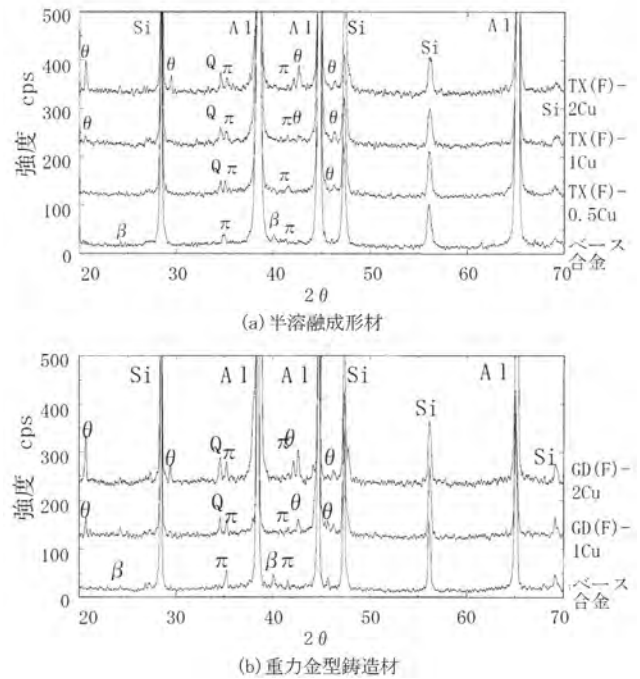


図5 X線回折結果

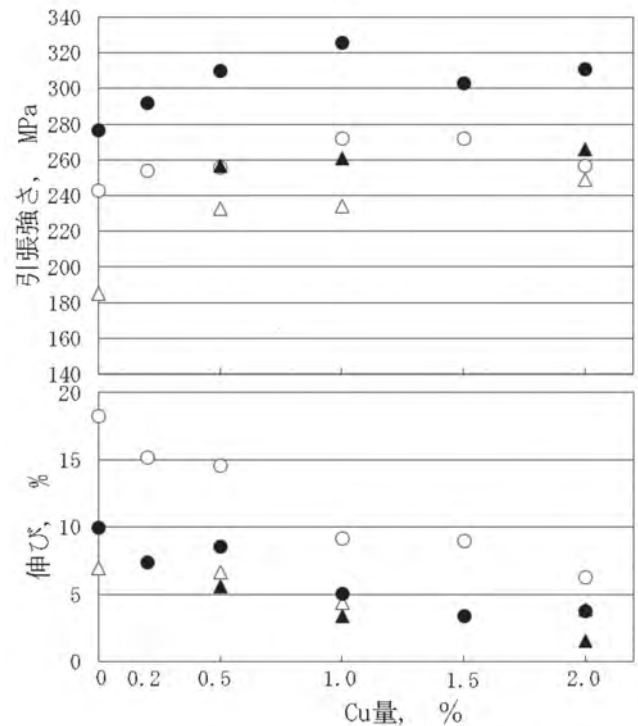


図6 引張試験結果

○TX(F)、●TX(T5)、△GD(F)、▲GD(T5)

においても約5%に達した。このことは、357合金に0~1.0% Cu添加したTX材のF材及びT 5材は、熱処理無し、もしくは熱処理を低減した合金として、実用部品に対して十分な引張特性を備えていることが明らかとなった。

半溶融成形のような凝固速度の速いプロセスでは、共晶Si相及び金属間化合物が微細晶出することに加えて、母相内の溶質元素の過飽和度が高まる<sup>3)</sup>。さらにCu添加はより一層の過飽和度の増加をもたらすと考えられる<sup>4)</sup>。このことは、凝固後の室温時効及びT 5処理における時効析出密度の増加の要因となり、その結果として母相強度が向上し、高い引張強度を示したものと考えられる。

### 3.3 曲げ特性

図7に曲げ試験結果を示す。GD材のF材 (TX (F)) では、Cu量の増加に伴い、曲げ応力の増加が認められた。一方、T 5材 (TX(T 5)) では、Cu添加により曲げ応力は増加するものの、曲げ応力に対するCu添加量の依存性は見られなかった。変位においては、TX(F)では、2.0% Cu添加合金以外、最大変位25mmまで割れが発生しなかった。TX(T 5)では、1.0% Cu添加で最大の変位を示した。GD材においては、いずれのF材及びT 5材とも、1.0% Cu添加したGD材 (GD (F)、GD (T 5)) に比べて高い曲げ応力及び変形を示した。

図8に曲げ試験において引張荷重を受けた面の試験後のTX(F)-1Cu及びGD(F)-1Cuの試験片表面写真を示す。図8 (a) において、TX(F)-1Cuでは未破断であるが、GD(F)-1Cuでは、試験片を横切って亀裂が観察された。引張荷重により塑性変形した表面の凸凹模様は、TX(F)-1Cuの方が、均一かつ小さく観察された。図8 (b) に示すように、TX(F)-1Cuでは、粒状の $\alpha$ -Al相内にすべり線が観察され、すべり線は $\alpha$ -Al相ごとに異なっている。すなわち、各々の $\alpha$ -Al相は比較的独立して変形することができる。これに対して、GD(F)-1Cuでは、主な変形は粗大なデンドライトセル単位ごとに生じていた。そのような変形は、デンドライトセルの大きさにより影響されるため、GD材に比べて、変形が拘束されると考えられる。図8 (c) に示すように亀裂の伝播は、 $\alpha$ -Al相と共晶化合物相の界面近傍を進展している様子が伺える。

一般に本系合金のような亜共晶組成のアルミニウム

合金の機械的性質は、共晶Si相、金属間化合物相の大きさ、分布に大きく影響され、それらが粗大であると、塑性変形時に $\alpha$ -Al相との界面近傍において亀裂発生及び伝播が容易となり、延性が大きく劣化する要因となる<sup>7,8)</sup>。半溶融成形材の方が、高い曲げ特性を示したのは、半溶融成形材の $\alpha$ -Al相が小さく、均一に分布していることで、各々の $\alpha$ -Al相にかかる応力が分散され、その結果、 $\alpha$ -Al相と共晶化

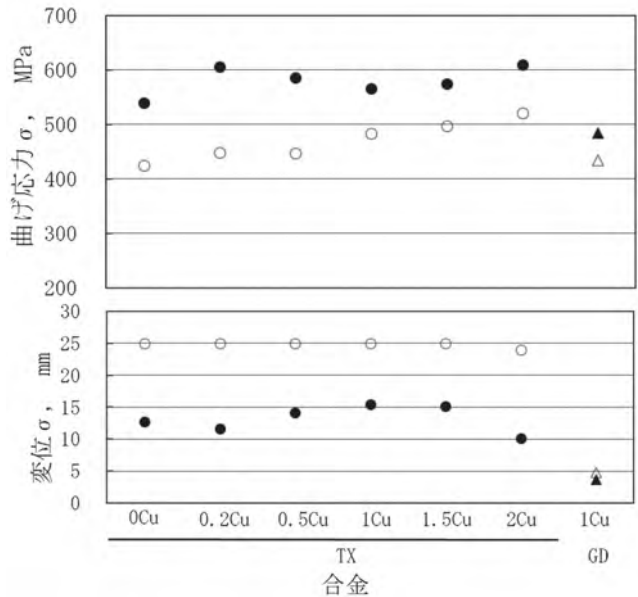


図7 曲げ試験結果

○TX(F)、●TX(T5)、△GD(F)、▲GD(T5)

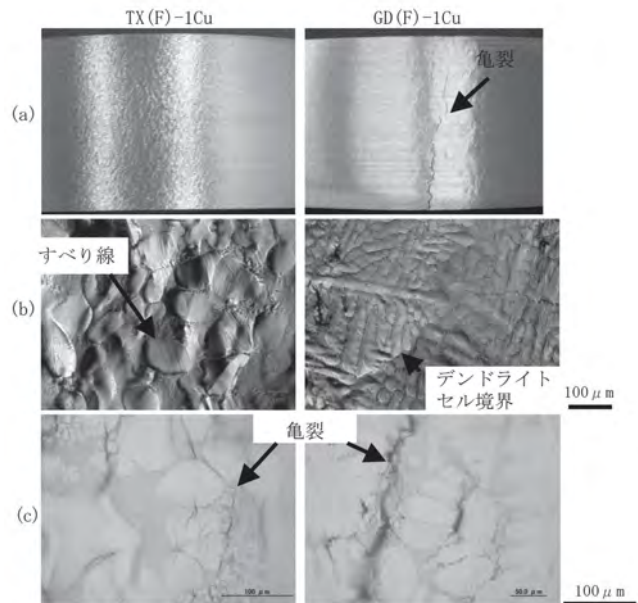


図8 曲げ試験後の試験片表面写真

(a)外観写真、(b)デジタルマイクロスコープ写真、(c)光学顕微鏡写真



合物相の界面近傍の応力集中が和らぎ、亀裂発生及び伝播が困難になるためと考えられる。

以上の引張及び曲げ特性から、TX材において、F材及びT 5材ともに1.0% Cu添加合金が良好なバランスの強度と延性を示した。

#### 4 まとめ

Al-7% Si-0.5% Mg合金にCuを添加したTX材のF材及びT 5材の組織、引張及び曲げ特性を調べた結果を要約する。

- (1) F材及びT 5材において、1.0% Cu添加したTX材で、最も良いバランスの引張及び曲げ特性が得られた。それらの特性は、同組成のGD材を大きく上回る。
- (2) TX材では、凝固時の冷却速度が速いために、晶出相が微細となり、変形に対して $\alpha$ -Al相と化合物相との界面近傍の応力集中が弱まることに加え、 $\alpha$ -Al相中の溶質元素の過飽和度が増加するため時効析出能が高まり、高い強度及び靱性を示したものと考えられる。

#### 参考文献

1) 岩澤 他：半溶融成形法による鑄造用アルミニウム合金の諸特性. 日本鑄造工学会第150回全国講演大会概要集, p.114, 千葉(2007)74 (2002).

- 2) E.A.Elsharkawi et al. : Influence of Solutionizing Time Modification, and Cooling Rate on the Decomposition of Mg-Containing Iron Intermetallic Phase in 357 Alloys. AFS Transaction, Paper12-009, 1-11 (2012).
- 3) 才川 他：金型鑄造したAl-10% Si-Mg系鑄物の時効硬化特性に及ぼす離型温度の影響. スマートプロセス学会誌, 4 (2), 115-121 (2015).
- 4) X.Dong et al. : Formation of strength platform in cast Al-Si-Mg-Cu alloys. Scientific Reports, 9 (3), (2019) <https://doi.org/10.1038/s41598-019-46134-7>
- 5) S.Toschi : Optimization of 354 Al-Si-Cu-Mg Alloy Heat Treatment. Metals, 8 (961), 1-16(2018).
- 6) アルミニウム鑄物技術委員会:アルミニウム合金鑄物の実体強さ, ((一社)軽金属協会, 東京) pp.155 (1994).
- 7) 軽金属学会編:アルミニウムの組織と性質, ((一社)軽金属学会, 東京), pp.231-255 (1980).
- 8) N.Gaudence et al. : Effect of Fe, Mn and Sr on the Microstructure and Tensile Properties of Secondary Al-Si-Cu-Mg Cast Alloys. International Journal of Engineering Research & Technology, 8 (5), 284-289 (2019).

# ポリプロピレン (PP) の形態が無水マレイン酸変性PPを含むCNF複合材料の物性に及ぼす影響

化学材料科 菅野尚子 小泉雄輔  
浜松工業技術支援センター 材料科 木野浩成  
静岡大学農学部 青木憲治  
芝浦機械株式会社 安倍賢次 岡本暢彦 横尾大輔 渡邊隆弘

## Influence of polypropylene type on mechanical properties of CNF composites containing maleic anhydride-grafted polypropylene

KANNO Naoko, KOIZUMI Yusuke, KINO Hironari, AOKI Kenji, ANBAI Kenji, OKAMOTO Nobuhiro, YOKOO Daisuke and WATANABE Takahiro

In this paper, the authors evaluated the mechanical properties of test samples, namely, polypropylene/cellulose nanofiber composites (PP/CNF composites) containing maleic anhydride-grafted polypropylene (MAPP). It was found that there were some differences between the mechanical properties of the block-type PP composites and the homo-type PP composites. We considered the reasons for this result by conducting microscopic observation and infrared microscopic image analysis, focusing on the interaction between MAPP, CNF and PP.

Keywords : homo-type PP, block-type PP, dispersibility, mechanical properties, cellulose nanofiber (CNF)

著者らは、無水マレイン酸変性PP (MAPP) を含むポリプロピレン/セルロースナノファイバー (PP/CNF) 複合材料の力学的特性を評価した。PPとしてブロックPPとホモPPを適用した複合材料の力学的特性にはいくつかの異なる点があることが見出された。我々は、本結果の理由について、顕微鏡観察や赤外分光イメージング測定により、MAPP、CNF及びPPの相互関係に着目し考察を行った。

キーワード : ホモPP、ブロックPP、分散性、力学的特性、セルロースナノファイバー (CNF)

### 1 はじめに

高濃度のセルロースナノファイバー (CNF) を含むマスターバッチ (MB) を用いたポリプロピレン (PP) /CNF複合材料の試作と評価において、ブロックPPを用いたこれまでの取組<sup>1)</sup>では、成形体の外観不良の改善及び低いCNF濃度での物性向上が課題であった。また、外観不良の原因である茶色斑点は、「CNF+無水マレイン酸変性PP (MAPP) 関連反応物+MAPP未反応物」の集合体であることを明らかにした。ところでブロックPPは、相分離構造がホモPPの海の中に共重合体の島が分散した海島構造になっており、この島がCNFやMAPPの導入に影響を及ぼしている可能性も考えられる。そこで我々は、ブロックPPと島が存在しない単一重合体であるホモPPをCNF複合材料に適用し、試作評価試験を行い、それぞれの物性を比較したところ、新たな知見を得たので報告

する。

### 2 方法

#### 2.1 試料の調製

MB (静岡大学農学部・富士工業技術支援センター製、CNF濃度50%、MAPP含有) を各PP (株) プライムポリマー製J707Gブロック、同J107Gホモ) と熔融混練し、CNF濃度30%とした。次に同じPPと熔融混練し、CNF濃度20%、10%、5%及び1%のCNF複合材料 (ブロックPP及びホモPP) を作製した。混練はいずれも二軸押出混練機 (芝浦機械(株)製TEM-26S-12/2V) を用い、試験条件 : スクリュー径  $\phi$  26mm、スクリュー回転数200rpm、L/D=48、バレル内温度130℃ $\rightarrow$ 160℃により行った。

上記複合材料は、射出成形機 (芝浦機械(株)製EC100SXII-2A、スクリュー径  $\phi$  32mm) を用い、厚さ

4mmのダンベル型試験片とし、試験に供した。

## 2.2 試験方法

### (1) 物性試験

引張特性は、精密万能試験機（株エー・アンド・デイ製テンシロンRTC-2410）を用いて、試験条件：ロードセル5kN、試験速度5mm/min、つかみ具間距離115mmにより引張試験を行った。曲げ特性は、同装置を用いて試験条件：ロードセル250N、試験速度5mm/min、支点間距離64mmにより3点曲げ試験を行った。耐衝撃性は、シャルピー衝撃試験（装置株オリエンテック製CIT-25J-CI、ハンマー容量2J、支点間距離62mm、切削ノッチ付試験片）を行った。

### (2) 赤外分光イメージング測定及びCNF分散性の数値的評価

試験片の断面を調整し、ATRイメージング測定（装置PerkinElmer社製Frontier-Spotlight400、分解能 $8\text{cm}^{-1}$ 、ピクセルサイズ $1.56\ \mu\text{m}$ 、積算回数2回/ピクセル、測定サイズ $200\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$ ）を行った。

上記測定結果から、「 $1050\text{cm}^{-1}$ ピーク面積（CNF）/ $1380\text{cm}^{-1}$ ピーク面積（PP）」を測定領域内の各ピクセルで計算した16,384点の値を用い、岡田らの方法<sup>2)</sup>により窓枠サイズの異なる平均化フィルタを適用してCV値（変動係数）を算出し、窓枠サイズとの関係をグラフに表した。

### (3) 破断面観察

上記（1）の引張試験で破断した試験片破断面を、実体顕微鏡（Leica S8APO）で観察した。

### (4) 偏光顕微鏡観察

断面試料をスライドガラス及びカバーガラスに挟み $190^\circ\text{C}$ でプレスし、偏光顕微鏡（Leica DM750P）のクロスニコル法を用いて観察した。

### (5) 試料中MAPP未反応物の量的比較

（2）で行った赤外分光イメージング測定の結果から、 $1780\text{cm}^{-1}$ ピーク面積（MAPP未反応物（酸無水物））/ $1380\text{cm}^{-1}$ ピーク面積（PP）を算出し、イメージング画像を作成した。

### (6) PP中のMAPP分散性の数値的比較

試験に用いたブロックPP及びホモPPにMAPPを10%の割合で混練した試料について、（2）と同じ方法で赤外分光イメージング測定を行った。得られた結果から $1780\text{cm}^{-1}$ ピーク面積（MAPP（酸無水物））/ $1380\text{cm}^{-1}$ ピーク面積（PP）を測定領域内の各ピクセル

で計算した16,384点の値を用い、岡田らの方法<sup>2)</sup>により窓枠サイズの異なる平均化フィルタを適用してCV値（変動係数）を算出し、窓枠サイズとの関係をグラフに表した。

## 3 結果および考察

### (1) 物性試験

図1～図3に各PP（ブロックPP及びホモPP）を用いたCNF複合材料（以下、ブロックPP、ホモPPとする）の引張特性の結果を示した。引張強さ（図1）については、CNF濃度が高いほど引張強さの値が高いが、ニート材（CNF濃度0%）に対する向上率はホモPPの方が高かった。一方で、CNF濃度1%のように低いCNF濃度の場合、ブロックPPはニート材より低下した。

図2は、CNF濃度が10%と20%の引張応力-ひずみ線図である。CNFを配合すると必然的に伸びは低下するが、ブロックPP、ホモPPともに引張破断ひずみは12～19%であり、10%台を維持していた。一方、CNF濃度1%のような低濃度の引張応力-ひずみ線図（図3）においては、ホモPPはネッキング現象が

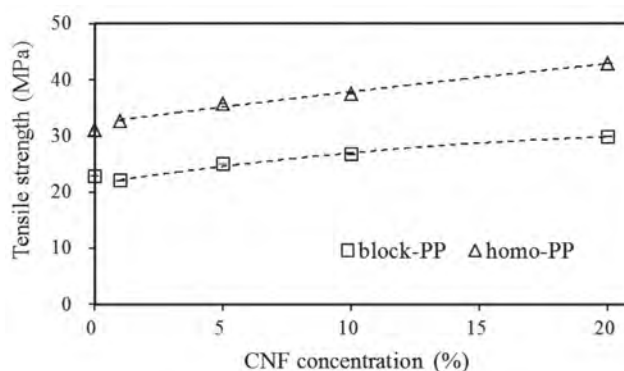


図1 試料の引張強さの比較

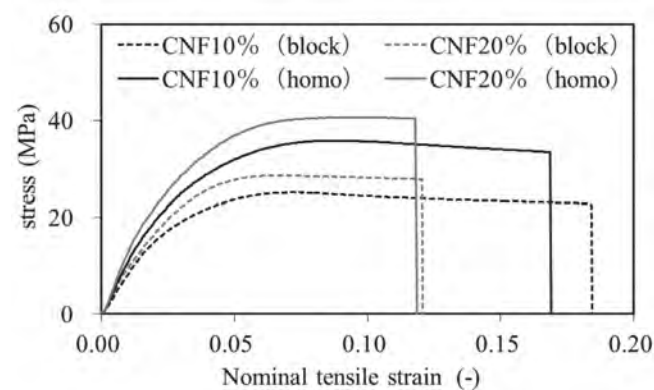


図2 試料の引張応力-ひずみ線図 (CNF濃度10%及び20%)

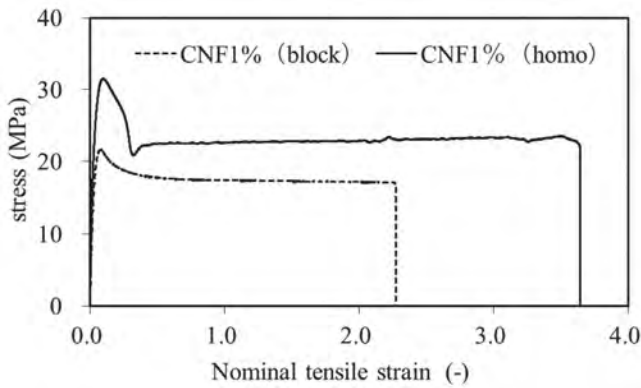


図3 試料の引張応力-ひずみ線図(CNF濃度1%)

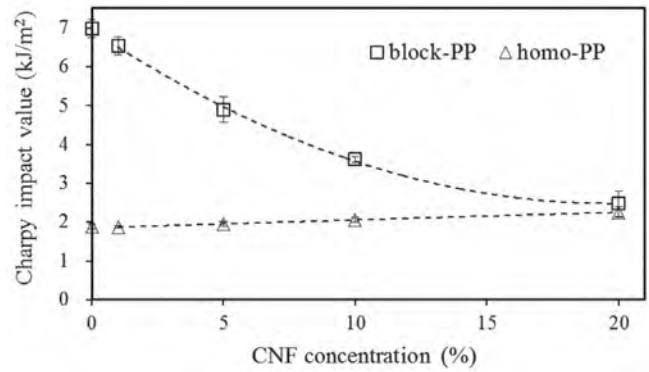


図7 試料の耐衝撃性の比較

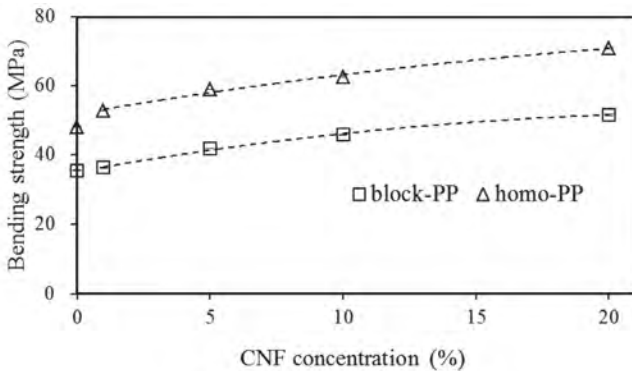


図4 試料の曲げ強さの比較

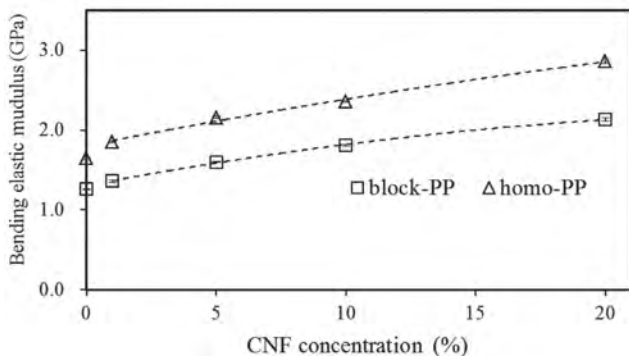


図5 試料の曲げ弾性率の比較

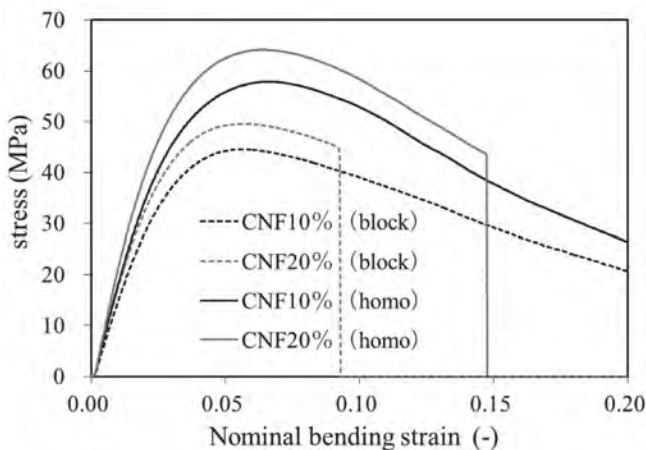


図6 試料の曲げ応力-ひずみ線図 (CNF濃度10%及び20%)

見られ靱性を示しているが、ブロックPPはネッキングすることなく引張応力が低下し、ホモPPに比べ脆いことがうかがえる。

図4～図6に曲げ特性の結果を示した。CNF濃度が高いほど曲げ強さ(図4)、曲げ弾性率(図5)は高いが、ニート材に対する物性向上率はホモPPの方が高かった。特にCNF濃度1%の場合、ホモPPではニート材に対し曲げ強さ10%、曲げ弾性率13%向上し、低いCNF濃度でも1割程度の向上がみられたが、ブロックPPでは2%、8%とホモPPより低い値に留まった。

図6は、CNF濃度が10%と20%の曲げ応力-ひずみ線図である。CNF濃度20%の曲げ破断ひずみはブロックPPで9%、ホモPPで15%であり、両曲線からホモPPの方が靱性を有していることがわかる。

図7に耐衝撃性の結果を示した。CNF配合により、ブロックPPはシャルピー衝撃値が大幅に低下し、CNF濃度20%ではニート材の3分の1に低下した。一方、ホモPPは徐々に数値が増加し、CNF濃度20%ではニート材に対し20%向上した。このように、耐衝撃性はブロックPPとホモPPで対照的な結果が得られた。

以上の結果から、物性におけるCNF配合効果はホモPPで顕著に現れたことがわかる。

(2) 赤外分光イメージング測定及びCNF分散性の数値的評価

図8の右の画像は、CNF濃度1%試料の赤外吸収スペクトルにおける、PPに対するセルロースのピーク面積の比を画像として表したものである。また左のグラフは、右の画像を16,384個の数値として取り出し、統計処理を行ったものであり、分散性を変動係数CV値で表した。CNF濃度1%のような低いCNF濃度で

は、ブロックPPにおいて、画像ピクセルサイズ $1.56\mu\text{m}$ におけるCV値がホモPPより高くなっており、分散性が悪いことがわかる。

(3) 破断面観察

引張試験後の試験片（CNF濃度10%、5%、1%）の破断面を表1に示した。CNF濃度10%と5%においては、複数の破壊の起点を有するブロックPPに対し、ホモPPでは1つの起点に応力が集中し脆性的に破壊に至ったとみられる。一方、CNF濃度1%の場合、ホモPPは破壊の起点が中心部、最終破断面が試験片の表面となる理想的な延性破壊の破面を示したが、ブロックPPは破壊の起点が複数あり、引き千切れたような複雑な破面であった。また、いずれの濃度もブロックPPでは起点に茶色斑点が観察され、茶色斑点が物性の向上に好ましくない影響を与えていたと推察される。

(4) 偏光顕微鏡観察

CNF濃度10%、5%、1%の試料断面の偏光顕微鏡観察結果を表2に示した。いずれの濃度もブロック

PPでは茶色斑点が観察され、CNF濃度が低いほど茶色斑点のサイズが大きいことが確認されたが、ホモPPはこの茶色斑点が見られなかった。

(5) 試料中MAPP未反応物の量的比較

これまでの取組<sup>1)</sup>で、茶色斑点は「CNF+MAPP関連反応物+MAPP未反応物」の集合体であることがわかったので、MAPP未反応物に注目し、ブロックPPとホモPPの複合材料における未反応物の量を赤外分光イメージング画像により比較した。

MAPPが反応済みであれば、CNFとエステル結合しているが、未反応のMAPPは、射出成形時の高温（ $190^{\circ}\text{C}$ ）環境に曝されているため、そのほとんどは酸無水物として存在すると考えられる。図9は、PPに対する酸無水物のピーク面積の比を画像として表したもので、これによりブロックPPとホモPPの複合材料中の未反応物量を画像として比較できる。画像から、MAPP未反応物はブロックPPに多く残っていることがわかる。

(6) PP中のMAPP分散性の数値的比較

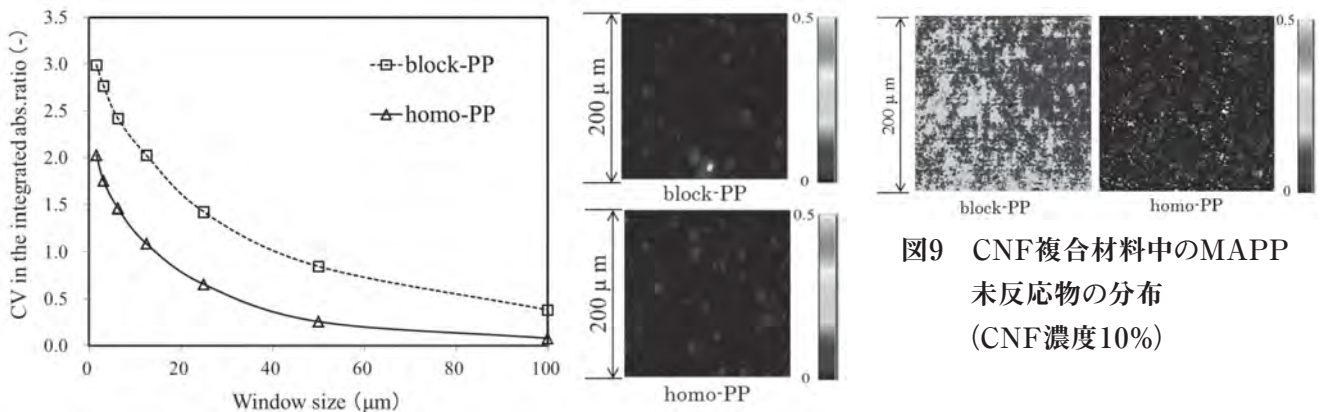


図8 CNF分散性の数値的比較(CNF濃度1%)

図9 CNF複合材料中のMAPP未反応物の分布 (CNF濃度10%)

表1 試料の引張試験後の破断面

	block-PP	homo-PP
CNF濃度10%		
CNF濃度5%		
CNF濃度1%		

表2 試料断面の偏光顕微鏡観察画像

	block-PP	homo-PP
CNF濃度10%		
CNF濃度5%		
CNF濃度1%		

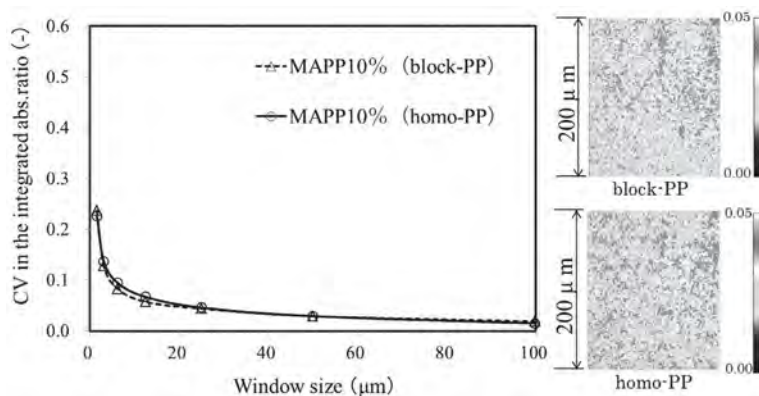


図10 CNFが存在しない系でのMAPP分散性の数値的比較

図10の右の画像は、赤外吸収スペクトルにおける、PPに対する酸無水物のピーク面積の比を画像として表したものである。また左のグラフは、右の画像を16,384個の数値として取り出し、統計処理を行ったものであり、MAPP分散性を変動係数CV値で表した。グラフから、PP中のMAPP分散性はブロック・ホモ両タイプのPPで曲線がほぼ一致し、MAPPはPPの形態に関わらず良く分散することがわかる。すなわち、CNFが存在しない系では、PPの形態に関わらずPPとMAPPは良好な分散性を維持すると考えられる。

以上の結果から、ブロックPPを用いたCNF複合材料で物性が上がらない理由を、複合化の過程と耐衝撃性について考察する。ブロックPPの場合、MBとPPを混練し複合化を行うと、CNFはPPの鎖と絡み合いを形成するものの、一部は共重合体と絡み合い、分散が阻害される。衝撃に対しては、衝撃吸収を担う共重合体が分散不十分なCNFに阻害され、耐衝撃性が低下する。ホモPPの場合には、CNFとPPは良く分散し、衝撃吸収はCNFネットワーク構造が担うと考えられる。しかし、衝撃吸収効果はブロックPPの場合より弱いと推察される。

#### 4 まとめ

ホモPP中に共重合体が分散した海島構造となっているブロックPPと、単一重合体であるホモPPをCNF複合材料に適用し、それぞれの物性を比較したところ、以下の知見を得た。

- (1) 引張・曲げ特性については、ブロックPPよりもホモPPの方がニート材に対する物性向上率が高く、ホモPPは低いCNF濃度でも向上した。また、ホモPPはブロックPPより靱性を有していた。
- (2) 耐衝撃性については、CNF配合によりブロック

PPでは大きく低下し、ホモPPでは向上した。

- (3) CNF分散性は低いCNF濃度で違いが見られ、ホモPPの方が良好であった。
- (4) ブロックPPの引張試験後の試料破断面においては、複数の破壊の起点を有し凹凸が複雑であり、いずれの濃度でも破壊の起点に茶色斑点が存在していることを確認した。茶色斑点が物性の向上に好ましくない影響を与えていたことが推察される。
- (5) MAPP未反応物はブロックPPを適用した複合材料中に多く残存していたが、CNFが存在しない系でのPP中のMAPP分散性は、ブロックPP・ホモPPでほぼ同じであり、MAPPはPPの形態に関わらず良く分散する。
- (6) ブロックPPにおいて、特に低いCNF濃度で引張特性や曲げ特性が向上しないのは、ブロックPP中の共重合体の存在でCNFが分散しにくいためと考えられる。一方で、分散が不十分なCNFにより、ブロックPP中の共重合体の衝撃吸収機能が阻害されるため、耐衝撃性が大きく低下すると考えられる。

#### 参考文献

- 1) 菅野尚子 他：高濃度CNFのマスターバッチを用いたPP/CNF複合材料の試作と評価. プラスチック成形加工学会第28回秋季大会成形加工シンポジア'20富山 講演要旨集, p.161-162, オンライン開催 (2020)
- 2) 岡田きよみ 他：FT-IRイメージングを用いたポリマーコンポジット中の添加剤の分散評価法. 高分子論文集, 75 (2), 212-220 (2018).

## ポリプロピレン／CNF複合材料を用いた自動車部品の試作

化学材料科	小泉雄輔	稲葉彩乃*	菅野尚子	真野 毅
静岡大学農学部	青木憲治			
芝浦機械株式会社	安倍賢次	岡本暢彦		
日本プラスト株式会社	遠藤和幸			

## Injection molding for automotive parts using PP/CNF composites

KOIZUMI Yusuke, INABA Ayano, KANNO Naoko, MANO Tsuyoshi, AOKI Kenji, ANBAI Kenji,  
OKAMOTO Nobuhiro and ENDO Kazuyuki

Plastic/Cellulose nanofiber (CNF) composites are gaining considerable attention due to their excellent mechanical properties. We developed a masterbatch (MB) containing a high-concentration of CNF. In this study, we made two composites, normal-grade (MB and polypropylene) and high-impact-grade (MB, polypropylene and resin modifier) for injection molding of automotive parts (A-pillars). The tensile strength, flexural strength and flexural modulus of these composites are higher than polypropylene. The impact resistance of the high-impact grade is higher than the others. In addition to these mechanical tests, A-pillars consisting of these composites have been successfully obtained by the injection molding without any molding defects.

Keywords : Cellulose nanofiber (CNF), composite materials, resin modifiers, injection molding, automotive parts

新成長戦略研究事業の成果として、高濃度のCNFを含むマスターバッチ(MB)を開発した。このMBを用いてポリプロピレン／CNF複合材を作製し、自動車部品を成形した。比較のため、耐衝撃性を向上させた複合材も作製し、自動車部品の成形に使用した。成形テストの結果、ショートショットやガスの発生などがなく、通常の成形条件で成形できた。耐衝撃性を向上させた複合材の衝撃強さは上昇したが、引張強さや曲げ強さなどは低下した。総合的な物性評価の結果、自動車部品に要求される物性値と比較しても遜色ないものが得られた。今後、MBの低価格化が進むことで、本研究成果の普及が見込まれる。

キーワード：CNF、複合材、樹脂改質剤、射出成形、自動車部品

## 1 はじめに

セルロースナノファイバー(CNF)は、植物由来の繊維状物質であり、様々な分野で研究が進められている\*。すでに塗料や化粧品など製品化されているが、近年では樹脂製品の強度上昇を目的とした、樹脂強化材としての利活用を期待されている<sup>1)</sup>。現在、様々な企業から高濃度のCNFを含むマスターバッチ(MB)が提供されているが、CNFが良好に分散しない<sup>2)</sup>ことや、耐衝撃性の低下\*といった課題がある。新成長戦略研究「次世代自動車軽量化のためのCNF複合材の開発」(令和元年度～令和3年度)の結果、良好な分散性を示すMBを得たが、令和2年度までに耐衝撃性の

改善は見られなかった。さらに、令和2年度までの成形体は物性評価用の試験片のみであり、実製品の成形は未実施であった。また、低下した耐衝撃性の改善を目的とした配合材(樹脂改質剤)が様々な企業から提供されているが、本MBへの適用の可否が明らかになっていない。

本研究では、新成長戦略研究の令和3年度の取り組みとして、ポリプロピレン(PP)、MB及び樹脂改質剤を用いて各種複合材を作製し、自動車フロント部の窓枠部品で耐衝撃性が重要視されるAピラーの成形を試みたので報告する。

\* 現 沼津工業技術支援センター 機械電子科

## 2 方法

### 2.1 複合材料の作製

本研究は、新成長戦略研究(令和元年～令和3年)に基づき、自動車部品に多く使用されている樹脂であるPPを対象とした。開発したMB(CNF濃度30%、マレイン酸変性PP含有)をPP((株)プライムポリマー製)に希釈し、CNF濃度10%のPP/CNF複合材(以降、

表1 混練条件

スクリュ直径	12mm
スクリュ回転数	200rpm
バレル温度	130～160℃
L/D	45

表2 MFR値測定条件

試験方法	JIS K 7210:2014 A法(重量測定法)
試験荷重	2.16kg
試験温度	190℃
計量時間	5min
測定数	10

表3 引張試験条件

試験方法	JIS K 7161-1:2014
試験速度	5mm/min
つかみ具間距離	115mm
測定数	5

表4 曲げ試験条件

試験方法	JIS K 7171:2016
試験速度	5mm/min
圧子の先端半径	5mm
支持台コーナーの半径	5mm
支点間距離	64mm
測定数	5

表5 シャルピー衝撃強さ

試験方法	JJIS K 7111-1:2012 エッジワイズ (ノッチあり)
ハンマー容量	2J
支点間距離	62mm
測定数	10

標準タイプと表記)を作製した。また、このMBとPPに樹脂改質剤(三井化学(株)製  $\alpha$  オレフィンコポリマー、密度0.885g/cm<sup>3</sup>)を加え、CNF濃度10%、樹脂改質剤濃度10%の複合材(以降、耐衝撃タイプと表記)を作製した。両試料の作製には、二軸混練機(芝浦機械(株)製TEM-26SX-12/2V)を使用し、表1の条件で混練した。いずれの試料も混練前に原料同士を混合し、ホッパに投入した。得られたペレットを用いて、成形性評価の指標の一つである熔融流動性(MFR値)を表2の条件で測定した。

### 2.2 試験片及び自動車部品の成形・評価

得られた両試料を用いて、350t射出成形機により物性測定用試験片とAピラーを成形した。試験片成形時のバレル温度は200℃、Aピラー成形時は190℃とした。成形した試験片を用いて、万能材料試験機((株)エー・アンド・デイ RTC-2410)を使用し、引張強さを表3の条件で、曲げ強さ及び曲げ弾性率を表4の条件で求めた。曲げ弾性率の算出には、クロスヘッド移動量から求めた呼びひずみを使用した。また、シャルピー衝撃試験機((株)オリエンテック CIT-25J-CI)を用いて、表5の条件でシャルピー衝撃強さを求めた。試験片の一部を使用して、水中置換法により密度を測定した。CNFの分散性は、岡田らの方法<sup>3,4)</sup>を用いて評価した。成形したAピラーから、成形性と目視による外観を評価した。

## 3 結果及び考察

### 3.1 MFR値及び密度

MFR値の測定結果を表6に、密度の測定結果を表7に示す。

表6 MFR測定結果

試料名	MFR値(g/10min)
PP	30.4
標準タイプ	12.3
耐衝撃タイプ	9.76

表7 密度測定結果

試料名	密度(g/cm <sup>3</sup> )
PP	0.905
標準タイプ	0.952
耐衝撃タイプ	0.950



【報告】

標準タイプのMFR値はPPより低下し、耐衝撃タイプは標準タイプより低下した。MFR値は熔融樹脂の流動性を数値的に示したものであり、MFR値が小さいものは流動長が短い傾向にある<sup>5)</sup>。MFR値のみでショートショット(金型内部に熔融樹脂が十分に充填されない成形不良)を評価することは難しいが、流動長が短いことを熔融樹脂の充填のされにくさと解釈すれば、MFR値の低い樹脂はショートショットが発生しやすいと考えられる。CNFの混練により密度は増加したが、標準タイプと耐衝撃タイプで大きな差がなかった。標

準タイプと耐衝撃タイプで密度がほぼ同じであったのは、樹脂改質剤の密度がPPに近いためと考えられる。

3.2 物性測定及びCNF分散性

万能材料試験機を用いた試験結果を図1～図3に示す。いずれも、CNFの混練によって上昇したが、樹脂改質剤の混練により低下した。また、今回作製した両試料は、PPより高い値であった。シャルピー衝撃強さの測定結果を図4に示す。CNFの混練により衝撃強さはPPの約1.2倍に上昇し、樹脂改質剤の混練によりPPの約1.7倍に上昇した。標準タイプと耐衝

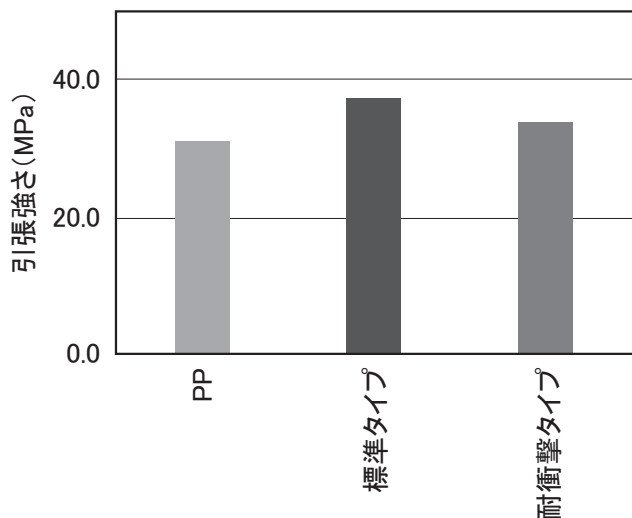


図1 引張強さ測定結果

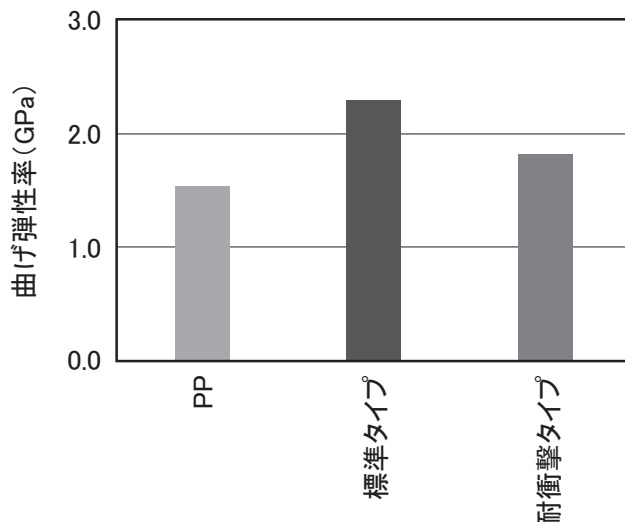


図3 曲げ弾性率測定結果

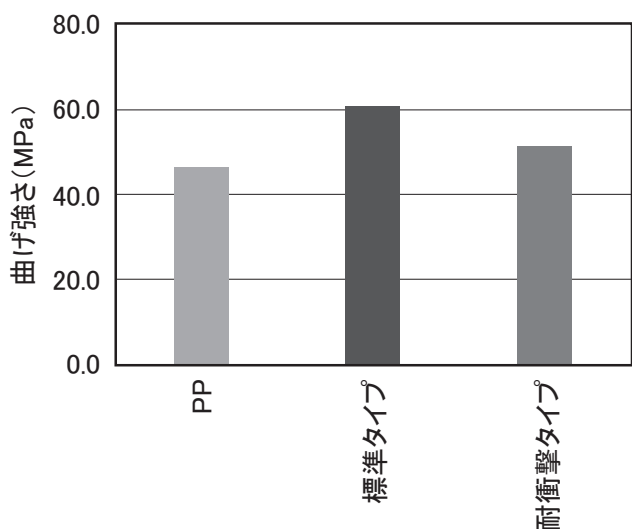


図2 曲げ強さ測定結果

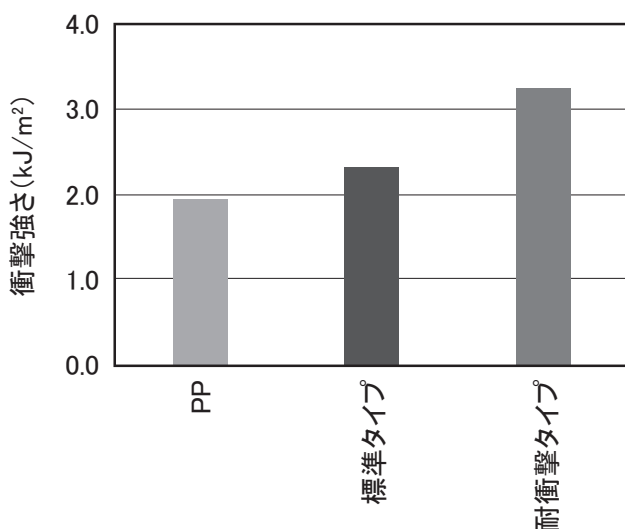


図4 シャルピー衝撃強さ測定結果

撃タイプを比較し、引張強さ、曲げ強さ、曲げ弾性率は低下し、衝撃強さは上昇した。これは、樹脂改質剤に含まれる軟質成分が配合されたためと考えられる<sup>6)</sup>。CNFの分散性を、岡田らの方法により数値的に評価した結果を図5、図6に示す。標準タイプ、耐衝撃タイプ共に良好な分散性であった。

### 3.3 成形性及び外観

成形したAピラーの外観を写真1に示す。いずれの成形体も、ショートショットや、成形体内部の空隙(ボイド)が発生することなく成形が可能であった。MFR値が低下してもショートショットが発生しなかったのは、使用した射出成形機がMFR値の低下を補うほどの性能を有していたためと考えられる。

令和2年度までの新成長戦略研究で得られた結果と同様に、CNFを添加した成形体の外観は全体が褐色であった。令和2年度までは、成形体全体に褐色の粒が点在していたのに対し、令和3年度の研究で得られた成形体は全体が褐色であり、粒状模様を確認できなかった。このことは、赤外分光分析による分散性評価結果と併せて、良好な分散性を示していると考えられる。本研究で得られたAピラー全体の褐色について、これまでの新成長戦略研究の知見から、①マレイン酸変性PPの未反応物、②マレイン酸変性PP同士の重合物、③CNFの未反応物のいずれかまたは全てを含む混合物によるものと考察される。

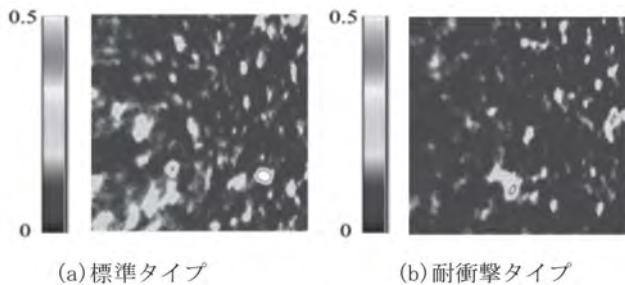


図5 赤外分光イメージング測定結果

セルロースに由来する赤外吸収ピークと、PPに由来する赤外吸収ピークの面積比を求め、可視化した画像

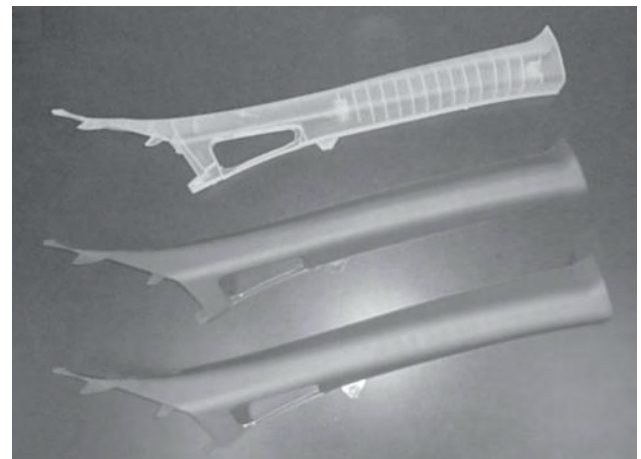


写真1 成形したAピラー  
(上:PP、中:標準タイプ、下:耐衝撃タイプ)

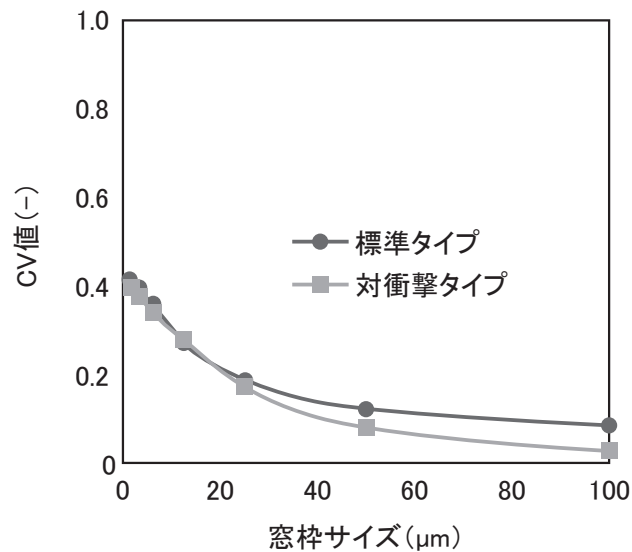


図6 相対標準偏差(CV値)と窓枠サイズのプロット

図5のイメージング測定結果から、岡田ら<sup>3), 4)</sup>の方法により、横軸に窓枠サイズ(μm)、縦軸にCV値(%)をプロットした

#### 4 まとめ

今回作製した標準タイプ及び耐衝撃タイプの両方で、自動車部品を成形できた。耐衝撃タイプは標準タイプより、引張強さ、曲げ強さ、曲げ弾性率は低下し、衝撃強さは上昇した。耐衝撃タイプの衝撃強さは、自動車部品に要求される水準に近い性能を得ることができた。今後は基準の物性値を達成できるよう、各原料の配合を検討していく予定である。

#### 参考文献

- 1) 秋山宏介 他：材料複合化,「図解よくわかるナノセルロース」,第2版(日刊工業新聞社,東京),ナノセルロースフォーラム 編集, pp. 152-155 (2015).
- 2) 吉田真人 他：セルロースナノファイバー分散材としてのポリグリセリン脂肪酸エステル機能の研究. 成形加工, 177-178 (2021).

- 3) 岡田きよみ 他：FT-IRイメージングを用いたポリマーコンポジット中の添加剤の分散評価法. 高分子論文集, 75(2), 212-220 (2018).
- 4) 岡田きよみ 他：FT-IRを用いたポリプロピレン中のセルロースナノファイバーの分散性解析. 成形加工, 251-252 (2017).
- 5) 本間精一：成形性,「技術大全シリーズ プラスチック材料大全」,初版(日刊工業新聞社,東京), pp. 216-217 (2015).
- 6) 加藤 淳 他：耐衝撃性ポリマーアロイ. 日本ゴム協会誌, 82 (4), 167-174 (2009).

\* 環境省：平成30年度セルロースナノファイバーの性能評価事業委託. [https://www.env.go.jp/earth/ondanka/cnf/mat49\\_kyoto-univH30.pdf](https://www.env.go.jp/earth/ondanka/cnf/mat49_kyoto-univH30.pdf) (2022.3.16アクセス)

## 工業技術研究所のIoT導入支援について (第2報)

### － 静岡県IoT推進ラボ第三期の紹介 －

機械電子科 赤堀 篤 望月紀寿 望月建治 大澤洋文 竹居 翼\* 岩崎清斗 松下五樹  
研究調整官 中山 洋  
企画調整部 鈴木敬明\*\*

## IoT support efforts of the Industrial Research Institute of Shizuoka Prefecture (2nd Report)

### － Establishment of the IoT competence center of Shizuoka Prefecture third edition －

AKAHORI Atsushi, MOCHIZUKI Kazutoshi, MOCHIZUKI Kenji, OSAWA Hirofumi,  
TAKEI Tasaku, IWASAKI Kiyoto, MATSUSHITA Itsuki, NAKAYAMA Hiroshi and SUZUKI Taka-aki

Since 2019, we have been strengthening support for the introduction of IoT technology to the manufacturing sites of small and medium-sized enterprises in Shizuoka Prefecture through new growth strategy research and the "Small and Medium Enterprise IoT Utilization Promotion Project."

The IoT competence center of Shizuoka Prefecture, which was established in 2019 as a support base for IoT introduction to companies in Shizuoka Prefecture, reached its third phase, and expanded its satellite laboratories into the Numazu and Hamamatsu Industrial Technology Support Centers. With the cooperation of 12 companies, a total of 14 booths were established: 7 in Shizuoka, 4 in Hamamatsu, and 3 in Numazu. A total of 1,249 visitors were accepted from November 2019 to the end of January 2022. In addition, in joint research with the National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), we have made an environment where you can experience example visualizations of press operation status. The "IoT University Collaboration Course," which strengthens support for on-site IoT implementation, was held four times in two years. 36 companies took part in the course, and 22 of them successfully got data by introducing IoT technology to the site. In fiscal year 2022, we are planning to update the exhibition experience room in November, and to hold the "IoT University Collaboration Course" three times.

Keywords : IoT (Internet of Things), Dissemination, Competence Center, Exhibition

工業技術研究所は、令和元年度から、新成長戦略研究及び、「中小企業IoT活用促進事業」により、県内中小企業製造現場へのIoT技術の導入支援を強化してきた。令和元年度に静岡県内企業へのIoT導入支援拠点として開設した「静岡県IoT推進ラボ」は、第三期を迎え、沼津、浜松工業技術支援センターにサテライトラボを拡充し、12社の協力を得て、静岡7、浜松4、沼津3、合計14ブースの体制となった。見学者は令和元年11月から令和4年1月末までで延べ1,249名を受け入れた。また、国立研究開発法人産業技術総合研究所（以下、産総研）との共同研究では、プレス機稼働状況見える化の実例を体験できる環境を構築した。現場へのIoT実装支援を強化した「IoT大学連携講座」は、令和2年度から開始し、2年間で4回開催し、36社が受講、うち22社が現場へのIoT技術の導入でデータを取得することができた。令和4年度は、11月の展示体験室の展示更新と、「IoT大学連携講座」は3回開催を予定している。

キーワード : IoT (Internet of Things)、見える化、プレス加工

---

\* 現 照明音響科    \*\* 現 経済産業部 産業革新局

## 1 はじめに

工業技術研究所（以下、当所）は、令和元年度から、新成長戦略研究「IoT導入支援のための技術拠点と先進事例モデルの構築」及び、「IoT等技術導入促進事業」（令和3年度から「中小企業IoT活用促進事業」）により、県内中小企業製造現場へのIoT技術の導入支援を強化してきた。前者では、①ポータブルIoT導入パックの開発、②IoT検証ラボの開設、③IoTモデル工場の実現と効果分析により、IoT関連技術を製造現場へ導入するために利用できるセンサやソフトウェア関連技術の提供と費用対効果等の具体的事例をわかりやすく示すことで県内企業への普及啓発を図り<sup>1)~3)</sup>、後者では、令和元年11月に、静岡県IoT推進ラボ（以下、ラボ）を開設し、「見て」、「触れて」、「試せる」環境を提供することで、身近な相談窓口として県内中小製造業へのIoT導入支援を強化している<sup>4)~5)</sup>。ラボは、「展示体験室」と「IoT研修室」で構成され、「展示体験室」は、民間企業の協力により、毎年公募により展示物を更新している。第三期は、国の新型コロナウイルス感染症対応地方創生臨時交付金を活用し、沼津、浜松工業技術支援センターにサテライトラボを拡充し、12社の協力を得て、静岡7、浜松4、沼津3、合計14ブースの体制となった。

静岡の展示体験室では、国立研究開発法人産業技術総合研究所（以下、産総研）との共同研究の成果として、プレス機稼働状況見える化の実例を体験できる。

また、令和2年度から現場へのIoT実装支援を強化した「IoT大学連携講座」を開始し<sup>6)</sup>、座学⇒実習⇒現場実装⇒成果発表までを伴走型で支援している。

令和3年度は、沼津、浜松へのサテライトラボ拡張に合わせて3会場それぞれで実習、現場実装、成果発表を行った。

本報では、「静岡県IoT推進ラボ（第三期）」、「産総研との共同研究」、「IoT大学連携講座」について報告する。

見学・体験、実習を通じて、IoTにおける疑問を払拭し、導入のきっかけとなることを期待している。

## 2 方法

### 2.1 静岡県IoT推進ラボ（第三期）

第三期は公募期間を令和3年5月26日から7月30

日までとし、8月17日に表1の項目に従って審査した。

公募にあたり、募集案内に、①実際に稼動する工作機械類、②webブラウザにより遠隔モニタリングを実演する機器、③2箇所以上での相互通信、2社以上でのコラボレーション企画の提案は加点することを記載し、最新機器類の展示が提案されることを期待した。

表1 審査項目と内容

	審査項目	審査内容
ア	事業目的との適合性	<ul style="list-style-type: none"> <li>・中小企業がIoT活用のメリットを理解し、IoT導入に向けて自社に役立つ仕組みをイメージできる展示内容か。</li> <li>・最新の技術を紹介するとともに、展示内容の刷新が図られているか。</li> </ul>
イ	県内産業への波及性	静岡県の産業にとって社会的・経済的・技術的ニーズが高い展示内容か。
ウ	講習会・商談会の企画	講習会・商談会の内容が効果的なものとなっているか。
エ	研究所との協力体制	研究所の分担内容は適切か。
オ	業務実施体制	事業を円滑かつ適正に執行できる体制が整っているか。
カ	事業スケジュール	事業スケジュールは妥当であるか。
キ	加点対象	<ul style="list-style-type: none"> <li>①実際に稼動する工作機械類</li> <li>②webブラウザにより遠隔モニタリングを実演する機器</li> <li>③2箇所以上での相互通信、2社以上でのコラボレーション企画</li> </ul>

### 2.2 産総研との共同研究

令和2年8月から開始した産総研の「つながる工場テストベッド事業」による共同研究「静岡県地域企業等へのIoT導入強化に関する研究」では、株式会社アイエイアイの電動サーボプレスを用いたIoT化の実例として、プレス機稼働状況の見える化と遠隔通信の仕組みを体験・学習できる環境を構築した。今回用いた電動サーボプレスは、ベアリングのカシメ工程を模擬したものとなっており、安全扉を開いてダイに加工材を置き、扉を閉めた後、両手で同時に2つのスイッチを押して、プレスが作動する仕組みとなっている。また、ロードセルによる荷重と電動サーボのエンコーダーによる作動距離が電子制御されており、付属のPCにデータを出力することもできる。そこで、我々が手作業の見える化を市販のセンサと監視カメ

ラを組み合わせて作成し(写真1)、制御装置からデータを取得し、遠隔通信する仕組みを産総研と㈱アイエイアイが担当し、両者のとりまとめと遠隔地でデータを解析してフィードバックする内容をわかりやすくデモ展示する環境の構築を共同で取り組んだ。

なお、手作業の見える化のプログラム作成には、中小企業への技術移転の容易さを考慮し、ローコードプログラミングツールの1種であるNode-Redを用いた(図1)。

### 2.3 IoT大学連携講座

令和3年度の「IoT大学連携講座」は、6月4日の静岡大学情報学部峰野教授による座学を皮切りに、沼津、浜松へのサテライトラボ拡張に合わせて、静岡(実習:6月22日、現場実装支援:~8月末、成果発表:9月8日)、浜松(実習:9月16日、現場実装支援:~11月末、成果発表:12月10日)、沼津(実習:12月17日、現場実装支援:~2月中旬、成果発表:2月24日)のスケジュールで実施した。

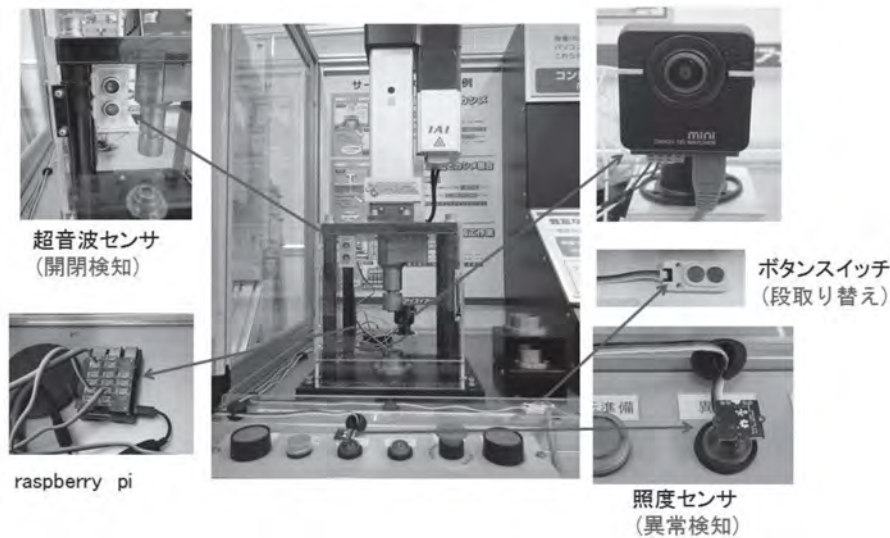


写真1 プレス機の見える化システム

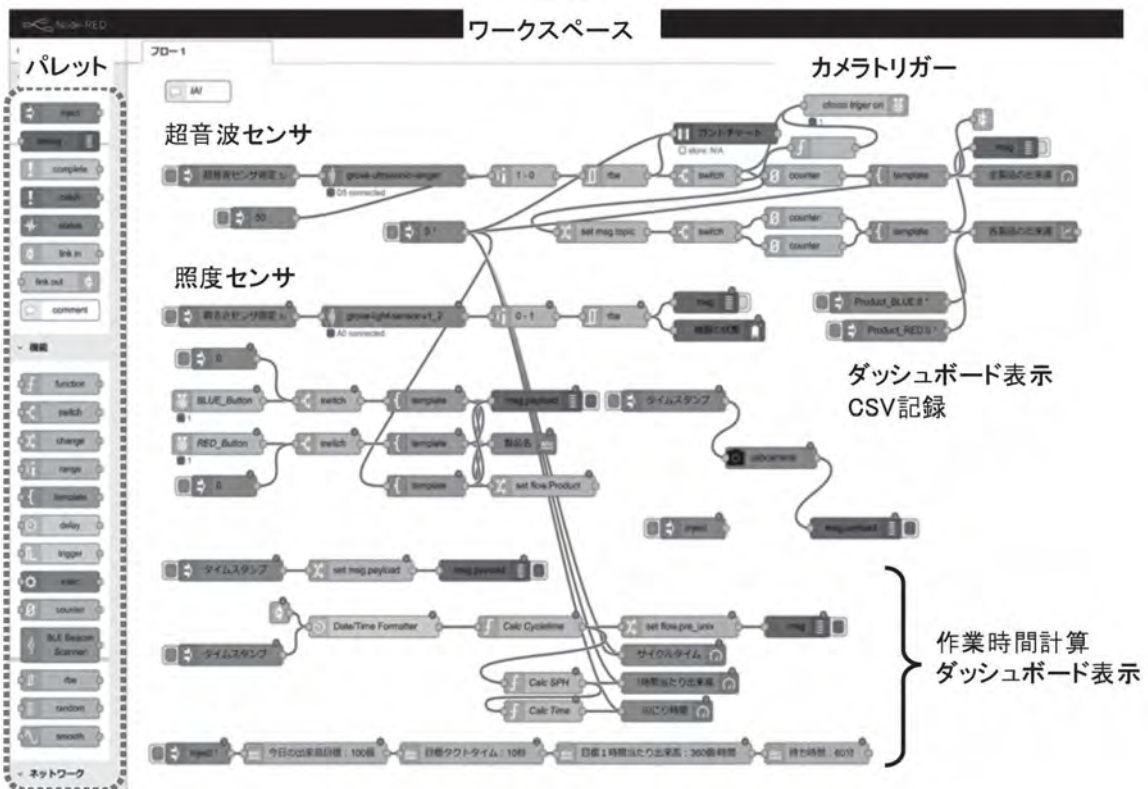


図1 Node-Redで作成したプログラム

なお、現場への実装支援は静岡県IoT活用研究会のIoTコーディネータが分担して受講企業を担当し、それを我々研究員がバックアップする形とした。

### 3 結果

#### 3.1 静岡県IoT推進ラボ（第三期）

「展示体験室」は、応募した12社いずれも目的、展示内容とも県内中小企業への普及効果が高いと判断され、全て採択された。

このうち、2企業が2会場への展示で採択されたため、令和3年11月から、3会場、14ブースでの展示となった（図2）。また、クラウドサービスを活用し、3所の展示内容をそれぞれの会場から閲覧することも可能とした。見学は、平日の午前9時から午後5時まで対応しており、これまでに、第一期（令和元年11月～令和2年10月）649人、第二期（令和2年11月～令和3年10月）356人、第三期（令和3年11月～令和4年1月末）244人、合計1,249人の見学者を受け入れ、「非常にわかりやすい」「これなら自社でも導入できそう」といった評価をいただいた。

#### 3.2 産総研との共同研究

手作業の見える化は、扉の開閉を超音波センサで

検知し、これをトリガーとして作業時間を算出し、webブラウザで閲覧可能なダッシュボードに生産出来高や平均作業時間（サイクルタイム）、稼動履歴（ガントチャート）監視カメラによる加工状況を並列で表示する仕組みとした（写真2）。

産総研は、独自のIoT支援ツール（MZ-Platform）を用い、プレス機の制御装置から直接データを取り出し、荷重データ、作動回数、作動電流を遠隔監視する環境を整え、静岡⇄産総研での相互表示を可能とした。合わせて臨海副都心センターのつながる工場モデルラボ内の工作機械稼働状況が閲覧できるようにデモ環境を整備した。



写真2 展示風景

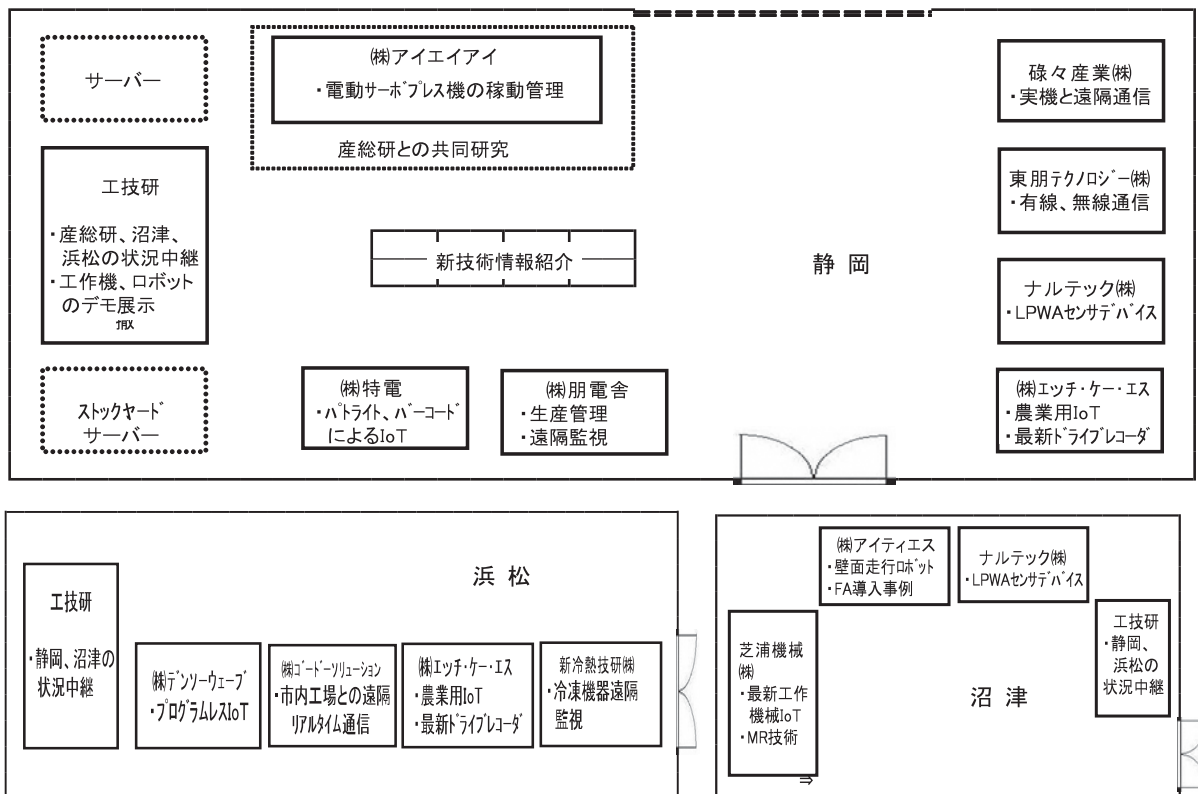


図2 静岡県IoT推進ラボ及びサテライト浜松、沼津

構築したプレス機稼働状況見える化全体のシステム概要を図3に示した。

また、構築したデモ環境では、産総研臨海副都心センターのつながる工場モデルラボ内の工作機械稼働状況を閲覧することができ、見学者は、生産機械の遠隔通信について体験できることとなった。

なお、成果普及のためのセミナーを令和4年2月2日にweb方式で開催し、聴講者は、県内企業、公設試験機関関係者合わせて70名であった。

### 3.3 IoT大学連携講座

この講座は、受講者がRaspberryPi等の機材類(図4)を有償で購入し、静岡大学情報学部峰野教授による座学⇒工業技術研究所による実習⇒静岡県IoT活用研究会のコーディネーターによる実装支援⇒成果発表を2ヶ月半の期間で実施する内容となっている。令和3年度は、3会場で合計26社が受講し、うち16社が現場の環境データの取得や生産機械稼働状況の確認を達成することができた(表2~4)。

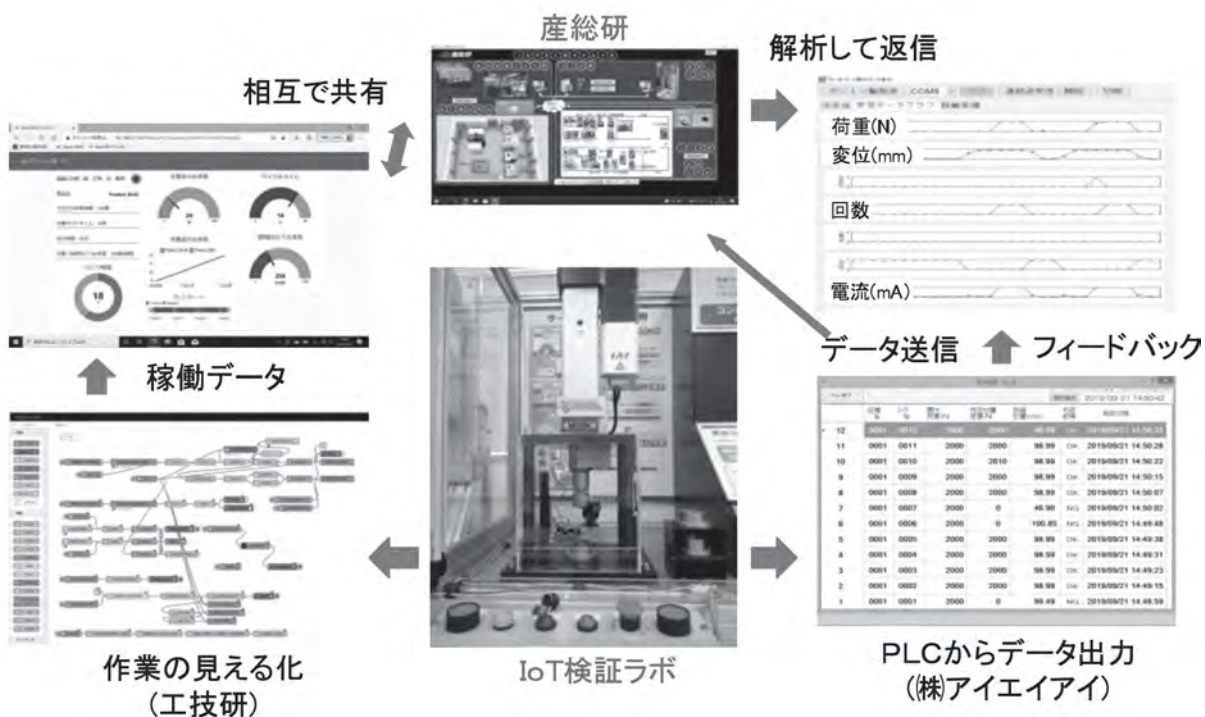


図3 産総研との共同研究成果概要



図4 講座で使用した教材



表2 IoT大学連携講座(静岡)の取組内容

受講企業	取組内容	成果※
A社(牧之原市)	射出成形機の温度管理	○
B社(焼津市)	冷凍庫の温度管理	○
C社(浜松市)	作業日報のデジタル化	○
D社(富士市)	砂処理設備の稼働回数把握	○
E社(吉田町)	果樹園の温湿度記録の自動化	—
F社(焼津市)	工場内の温湿度データ監視	○
G社(静岡市)	電気の使用状況見える化	—
H社(静岡市)	作業時間の計測	○
I社(長泉町)	塗装ブース内のダスト計測	—
J社(磐田市)	工場内、鋳型砂の温度管理	—

※○印は期間内に目的達成

表3 IoT大学連携講座(浜松)の取組内容

企業名	取組内容	成果※
K社(浜松市)	修理依頼書のデジタル化	—
L社(磐田市)	ロボット溶接の加工数の見える化	○
M社(浜松市)	ギア締め面の表面温度の自動取得	○
N社(浜松市)	半自動カッティング機の稼働状況	○
O社(菊川市)	切削油の使用量確認	○
P社(磐田市)	プレス機稼働状況の見える化	○
Q社(浜松市)	野地床加工機の加工温度計測	—
R社(浜松市)	サーバ室の温度監視	○

※○印は期間内に目的達成

表4 IoT大学連携講座(沼津)の取組内容

企業名	取組内容	成果※
S社(浜松市)	ラズパイでVPN接続	—
T社(函南町)	プレス機稼働状況見える化	○
U社(三島市)	工場内温湿度管理	○
V社(富士市)	発電機(潤滑油給油装置)の監視	—
W社(浜松市)	ラズパイでVPN接続	—
X社(富士市)	手書き日報の自動入力	—
Y社(沼津市)	会議室の空き状況リアルタイム管理	○
Z社(富士市)	勤怠管理	○

※○印は期間内に目的達成

#### 4 まとめ

今回の事業を通じて、県内中小製造業者向けのIoT技術の支援体制を構築することができた。実際に見学に訪れた方からは好評価を得ている一方で、事業期間の大半が、新型コロナウイルス感染拡大の影響を受け、思うように普及活動ができなかったことも事実であった。

そこで、googleストリートビューによるラボの3Dバーチャル見学やyoutubeによる大学連携講座のPR動画

配信なども実施し、前者は、332回(令和3年8月6日～令和4年1月31日)、後者は、360回(令和3年10月26日～令和4年1月31日)の閲覧実績を挙げた。IoT大学連携講座は、令和4年度も3会場でそれぞれ実施する予定である。当所では、引き続きこの施設を有効に活用し、県内中小企業へのIoT技術の導入を推進していく。

#### 謝辞

大学連携講座で監修をいただいた静岡大学情報学部峰野博史教授、展示体験室への出展に協力いただいている、(株)アイエイアイ、(株)アイティエス、(株)エッチ・ケー・エス、(株)ゴードーソリューション、芝浦機械(株)、(株)新冷熱技研、(株)デンソーウェーブ、東邦テクノロジー(株)、(株)特電、ナルテック(株)、(株)朋電舎、碌々産業(株)にこの場を借りて感謝の意を表す。

#### 参考文献

- 1) 岩崎清斗 他：中小企業へのIoT導入支援の実例Ⅰ—プレス加工現場へのIoT導入支援の実例—，静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，28-29(2020)。
- 2) 山口智之 他：中小企業へのIoT導入支援の実例Ⅱ—鍍金加工工場へのIoT導入支援の実例—，静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，30-31(2020)。
- 3) 岩崎清斗 他：中小企業へのIoT導入支援の実例(第2報)—自作型IoTシステムの使いやすさ評価について—，静岡県工業技術研究所研究報告，第14号，50-51(2021)。
- 4) 赤堀 篤 他：静岡県IoT推進ラボの開設，静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，26-27(2020)。
- 5) 赤堀 篤 他：工業技術研究所のIoT導入支援について—静岡県IoT推進ラボのリニューアル—，静岡県工業技術研究所研究報告(第14号)，47-49(2021)。
- 6) 山口智之 他：中小企業へのIoT導入支援の実例Ⅳ—大学連携講座について—，静岡県工業技術研究所研究報告(第14号)，52-53(2020)。
- 7) 岩崎清斗 他：プログラミング教材活用による中小企業のIoT導入支援事例，静岡県工業技術研究所研究報告，第12号，41-42(2019)。

## 中小企業へのIoT導入支援の実例 (第3報)

### － 自作型IoTシステムの導入効果分析 －

機械電子科 岩崎清斗  
宮川工業株式会社 宮川昌久 宮川尚士 山下敏弘

## Supporting small and medium-sized enterprises in utilizing IoT technology (3rd Report)

### － Analysis of the effect of the introduction of self-made IoT systems －

IWASAKI Kiyoto, MIYAKAWA Yoshihisa, MIYAKAWA Shoji and YAMASHITA Toshihiro

Self-made IoT initiatives are being implemented across Japan, where companies attach sensors to production machinery in the field to collect data and visualize productivity in order to improve productivity. However, since there are few cases where the specific effect of the introduction of IoT has been clarified, and it is not possible to find a method to utilize the collected data, companies are hesitant to make capital investments for the introduction of IoT. In this study, we provided technical support for the introduction of IoT at a company engaged in press processing, and developed a system that detects contact signals output to counters and other devices during equipment operation as production history data, and displays information such as production output, work pace and scheduled end time of production on a monitor near the equipment. As a result of analyzing the collected production history data, we were able to confirm the contribution of the introduction of the IoT to the improvement of worker productivity and the quantitative evaluation of the impact of *kaizen* activities. The findings from this study can be used as an example of the implementation of IoT in a model factory to address issues common to many sites, including production and inspection processes, and can be expected to be widely deployed in other industries in the same field.

Keywords : IoT (Internet of Things), visualization, press working

企業が生産性向上のため、現場の生産機械にセンサを取り付け、データ収集や生産性を可視化する自作型IoTの取組みが全国的に行われている。しかし、IoTの具体的な導入効果が明示された事例は少なく、収集したデータの活用方法が見出せないことから、企業はIoT導入のための設備投資を躊躇している。これが、未だにIoT導入のハードルが高いと言われる要因のひとつである。これまで、プレス加工を行う企業を対象にIoT導入の技術支援を行い、機器の動作時にカウンタ等へ出力される接点信号を生産履歴データとして検出し、機器付近のモニタに生産出来高、作業ペース、生産終了予定時刻等の情報を表示するシステムを構築した。本研究では、収集した生産履歴データを分析した結果、作業者の生産性向上への貢献や、改善活動による影響の定量的な評価が可能となったことをIoT導入効果として確認できた。本研究より得られた知見は、モデル企業のIoT導入事例として、生産工程および検査工程等、多くの現場で共通している課題として捉えることができるため、同業他業種への幅広い展開が可能である。

キーワード : IoT (Internet of Things)、見える化、プレス加工

### 1 はじめに

当所では、現場の困りごとに対しIoT導入により解決を図るPDCAサイクルを基に、県内企業のIoT導入の技術支援を行ってきた<sup>1)</sup>。プレス加工機による家電・自動車部品を主力製品とする協力企業では、生

産性向上のため、現場の生産機械にセンサを取り付け、データ収集や生産性を可視化する機器の稼働状況監視システム及び自作IoTシステム(以下、自作IoT)(図1)を当所の技術支援により構築した<sup>2)</sup>。また、ユーザである現場作業員へのアンケート結果が

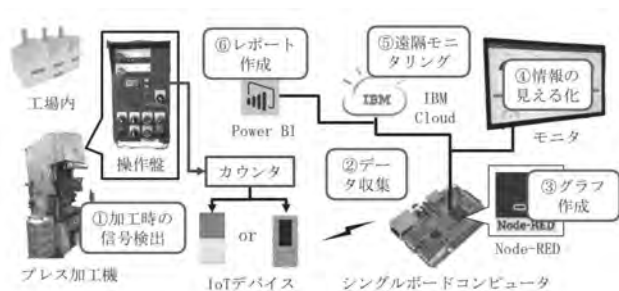


図1 システム全体の概要

ら、効果的に作業者に生産出来高や作業ペース及び作業の終了予定時刻を提示するシステムへ改良するなど、自作IoTの継続的な拡張を進めている<sup>3)</sup>。しかし、収集した機器の稼働データを有効に活用する方法が見出せていない現状から、本研究では、自作IoTより収集した機器の稼働データを用いて生産性の改善効果を分析した結果について報告する。

## 2 方法

自作IoTは、機器の稼働時にカウンタ等へ出力される接点信号を検出し、その際の時間情報を生産履歴データとして扱う。生産履歴データは各機器のIDと機器動作時の時間情報で構成されており、 $n$ 番目の生産における時間情報 $\{T=T_1, T_2, \dots, T_n\}$ 秒のとき、生産にかかる時間をサイクルタイム (Cycle Time : CT) とすると、直前のCTは、 $CT_n=T_n-T_{n-1}$  ( $n \leq 2$ ) 秒となる。生産性の改善効果は、自作IoT導入直後のCTと導入後一定時間経過後のCTの比較により求めた。なお、協力企業にて収集した2020年3月6日～2021年9月24日までの期間における機器22台のうち、欠損値や異常値を除去し、データを時系列に整列した5,970,008点の生産履歴データを分析対象とした。

### 2.1 製造工程における改善効果の分析

自作IoTの導入によるCTの変化を分析するため、以下の条件①、②に該当する機器の年別CTのBoxplot<sup>4)</sup>を作成した。Boxplotはデータの中央値とばらつきを可視化するグラフであり、データを小さい順に並べたときの25～75%範囲を箱の長さで表し、これが長いほどCTのばらつきが大きく、短いほどCTが安定しているといえる。

①CTの年別比較において、2020年～2021年のCTデータを持つ機器 (例：2021年以降より生産履歴データを収集し、2020年以前のデータを持たない機器は除外)

②CTに固有の特性を持たない機器 (例：機器の予備動作や接点信号のチャタリングによりBoxplotから真のCTの判別が困難な機器は除外)

### 2.2 検査工程における改善効果の分析

協力企業では、製品別の検査治具を備えた4台の検査機が稼働しており、未検査製品の間在庫 (仕掛品) の発生や稼働率の低下を課題として抱えていた。そこで協力企業では、検査治具の共通化により、仕掛品や作業者の手待ちの解消を試みた。この改善活動による効果を客観的に評価するため、自作IoTにより収集した検査機の生産履歴データを分析した。m台の検査ラインのバランスを表す作業効率 $E$ は、 $E_n = E_{n=1}^m CT_n / (\max CT \times m)$ より求め、 $E$ が大きければ、検査ラインのCTが平準化されていると考えられる。本研究では、以下の条件①、②に該当する検査機a～dのCTの月別中央値より $E$ を求め、改善前後を比較した。

①検査機a～b全てが揃っている2021年4月1日～2021年7月31日までのCTデータ

②検査機固有の特性 (予備動作) を除外した  $70 < CT < 250$  の範囲にあるCTデータ

## 3 結果

### 3.1 製造工程における改善効果の分析

2.1の条件に該当するプレス加工機A、Bの生産履歴データ711,367点によるBoxplotを図2に示す。加工機Aの2020年と2021年のCTを比較すると、中央値が約0.7秒短縮し、ばらつきが25%程度低減していることが分かった。また、加工機Bの2020年と2021年のCTを比較すると中央値が約1.1秒短縮し、ばらつきが28%程度低減していることが分かった。

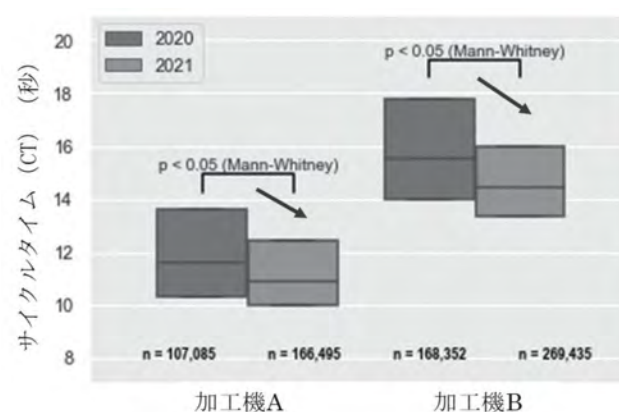


図2 年別CTのBoxplot

### 3.2 検査工程における改善効果の分析

2.2の条件に該当する生産履歴データ31,520点より求めた検査機a～dのCTの月別中央値とその作業効率Eを図3に示す。検査治具は2021年6月以降に共通化されており、共通化前3月と共通化後7月のEを比較すると、15%程度作業効率が向上していることが分かった。

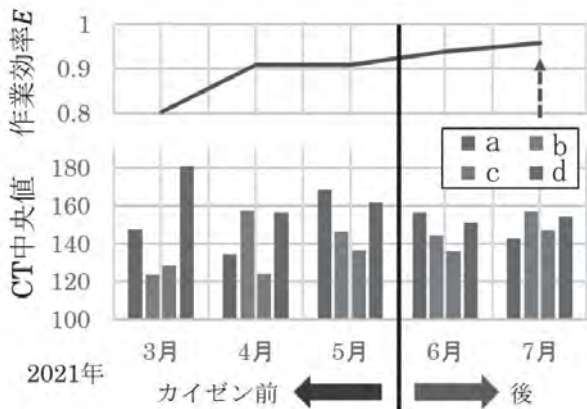


図3 作業効率Eのカイゼン前後比較

### 4 考察

3.1の結果から、作業ペースや作業の終了予定時刻等を提示する自作IoTにより、作業者が必要な情報を取得できるようになったことで、CTの短縮や安定化に繋がったと考えられる。また、3.2の結果から、検査機治具の共通化という改善活動により、どの程度の改善効果が得られたかを作業効率Eの数値変化から定量的に読み取れることが分かった。

### 5 まとめ

本研究では、プレス加工を行う企業を対象に、自作IoTより収集した機器の生産履歴データの分析結果から、作業者の生産性向上や、改善活動による影響

の定量的な評価結果をIoT導入効果として確認することができた。これまで、IoTの具体的な導入効果が明示された事例は少なく、収集したデータの活用方法が見出せないために、企業はIoT導入のための設備投資を躊躇していた。これが、未だにIoT導入のハードルが高いと言われる要因のひとつであった。本研究より得られた知見は、協力企業によるモデル企業のIoT導入の成功事例として、生産工程および検査工程等、多くの現場で共通している課題に対し有効であることが考えられるため、同業他業種への幅広い展開が可能である。

### 謝辞

本研究の実施にあたり、協力企業としてデータをご提供いただいた宮川工業株式会社の皆様に感謝いたします。

### 参考文献

- 1) 岩崎清斗 他：プログラミング教材活用による中小企業のIoT導入支援事例，静岡県工業技術研究所研究報告，第12号，41-42 (2019)。
- 2) 岩崎清斗 他：中小企業へのIoT導入支援の実例 Iープレス加工現場へのIoT導入支援の実例一，静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，28-29 (2020)。
- 3) 岩崎清斗 他：中小企業へのIoT導入支援の実例 (第2報)ー自作型IoTシステムの使いやすさ評価について一，静岡県工業技術研究所研究報告，第14号，50-51 (2021)。
- 4) 岩崎清斗 他：ビッグデータ分析技術に関する研究，静岡県工業技術研究所研究報告，11，26-29 (2018)。

## ポータブルIoT導入パックの開発

機械電子科 望月建治

## Development of portable IoT starter packs

MOCHIZUKI Kenji

IoT is expected to be highly effective in improving productivity. We have developed portable IoT starter packs (PISPack) in our institute to support the on-site introduction of IoT. A PISPack can be brought to a company's production site or other location for an IoT technology demonstration, or attached to equipment on site for a proof of concept (PoC) on the implementation of IoT. In addition, it is possible to efficiently learn the fundamental technologies of IoT by "tracing" the system of PISPack.

The implementation used a Raspberry Pi and Espressif's ESP32 as core components. Open source software was also used.

The developed PISPacks and their derivatives have been used as teaching materials in technical seminars at several companies and to conduct PoC demonstrations of the introduction of IoT by bringing them to the field. For the time being, they will be widely used to promote IoT-related technologies and provide consultation services. We will continue to improve and refine the PISPack to make into a more effective and better quality tool to assist companies.

Keywords : IoT, Raspberry Pi, Arduino, Node-RED, JavaScript

生産性向上に大きな効果が期待できるIoTの現場導入を支援するため、ポータブルIoT導入パック (PISPack) の開発を行った。PISPackは、企業の生産現場等に持ち込んで、当所職員がIoTの技術的デモンストレーションを行う他、現場設備に取り付けてIoT導入の概念実証 (PoC) を行うこともできる。加えて、システムの「なぞり書き」によりIoTの基盤技術を効率的に習得することも可能である。

実装においては、中核部品としてRaspberry PiとEspressif社 ESP32を用い、オープンソース・ソフトウェアを活用している。

開発したPISPackやその派生システムは、複数の企業を対象とした技術セミナーで教材として使用された他、企業の生産現場に持ち込んでのIoT導入PoCのデモンストレーションでも活用されてきているが、今後もIoT関連技術の普及や相談対応に広く活用の予定である。当所では、継続的に更なる改善・改良を行い、より効果的で質の高い企業支援が可能なツールとして成熟を進めて行く。

キーワード : IoT、Raspberry Pi、Arduino、Node-RED、JavaScript

## 1 はじめに

市場競争力の強化という観点から、県内企業において、生産性の向上は重要な課題である。そのため、業務の効率化・省力化による生産性向上の取り組みにおいて大きな効果が期待できるIoTの現場導入に、多くの産業分野から多大な期待が寄せられるようになって久しい。全国で様々なIoT普及施策が実施され、本県でも2015年に「静岡県IoT活用研究会」を立ち上げた他、2020年に当研究所内に「静岡県IoT推進

ラボ」<sup>1),2)</sup>を開設して普及活動等を行い、中小企業等へのIoT導入を支援している。

そのような中、大企業・中堅企業においては活発にIoT導入のためのPoC (Proof of Concept 概念実証) が実施される一方、全事業者の内で大きな比率を占める中小企業等におけるIoT普及の動きはどちらかと言えば鈍い。その理由は、企業からの聞き取り等で得られた情報から分析すると、以下の3つに集約できる。

- ・IoTの必要性が分からない。
- ・IoTについて、身近に適切な相談先を見つけれない。
- ・IoT導入を決意しても、対応可能な人材がいない。

そこで、IoTについて興味を持った県内企業等の身近な相談先となるべき県工業技術研究所の職員が、IoTの必要性・有用性をデモンストレーションすると同時に、IoT導入に対応可能な企業内人材の開発のための教材としても活用できるような機材、即ち「ポータブルIoT導入パック」を、県新成長戦略研究「IoT導入支援のための技術拠点と先進事例モデルの構築」の一環として開発することとした。

ポータブルIoT導入パックは、IoTの技術デモンストレーションや企業による試用等が可能な携行セットで、センサや通信機器、各種サーバー等のIoTの構成要素一式をスーツケースに収納したものである。

## 2 方法

開発するポータブルIoT導入パック（以降、Portable IoT Starter Packを略したPISPackと略記）の主たる用途を以下の3つとした。

- ・企業の生産現場等に持ち込んで、当所職員がIoTの技術的デモンストレーションを行う。
- ・PISPack内の機材を取り出し、現場の生産設備に取り付けてIoT導入のPoCを行う。
- ・PISPackのシステムを「なぞり書き」することにより、IoTの基盤技術を効率的に習得できるようにする。

これらの用途に対して適切なツールとなるよう、次のような実装コンセプトの下、PISPackの設計・実装を行った。

- ・主要なIoT構成要素であるセンサ、通信機器、サーバー等をスーツケース1つに全て収納したオールインワン・パッケージであること。
- ・スーツケース内にモデル化された生産現場や事務所等を設け、実際の利用状況をイメージしやすいものであること。
- ・スーツケースを開けば、直ちに生産現場の可視化の技術デモンストレーションを実行可能であること。
- ・現場機器にPISPack内のセンサ・デバイスを貼り付

ける等して試用し、現実に即した形でIoT化の検討・検証が可能であること。

- ・PISPack内の閉じたネットワークでインターネット又はイントラネット環境を模擬するので、訪問先企業で使用しているネットワークを借用する必要がないこと。

PISPackの構成機材の選定にあたっては、入手性を特に重視した。これは、当研究所が公開する情報を元に、県内企業等が容易にPISPackの複製を作製して、基本的なIoTシステムについて学び、試すことができるように配慮したためである。

ソフトウェアについては、デフォルトで搭載センサ情報の収集・可視化の技術デモンストレーションが可能なシステムを構築、内蔵した。使用するソフトウェア・コンポーネントは、極力オープンソースのプロダクトを選択するよう努めた。

## 3 結果および考察

開発したPISPackを図1に示す。収納時、見た目は、90リットルクラス又は40リットルクラスのスーツケースである。搭載しているデータベースに蓄積されている収集データを可視化するためにGrafanaを搭載しており、Webアクセスすれば様々な形式でデータをグラフ化して表示可能である。

90リットルクラスのスーツケースには、図2に構成を示すタイプE（Extended type）が収納される。PISPack・タイプEは、内部にそれぞれ工場やオフィス、インターネット上のクラウドを模擬する3つのリージョンを含む。それらは、1台のルータへ接続され、インターネットを模擬するためのネットワーク（模擬インターネット）を構成する。

また、図3、4に構成を示すタイプB（Basic type）、タイプL（Limited type）は40リットルクラスに収納される。タイプBは、工場、オフィスを模擬する2つのリージョンと模擬インターネットから成り、最も頻繁に使用されると想定した構成である。タイプLは模擬工場リージョンだけからなる構成で、模擬インターネットを含まない。

他に、図5に示すタイプM（Minimum type）構成の技術デモンストレーション用ソフトウェア・システムも準備した。これは、極小規模でのPoCや技術学習を主な想定用途としている。







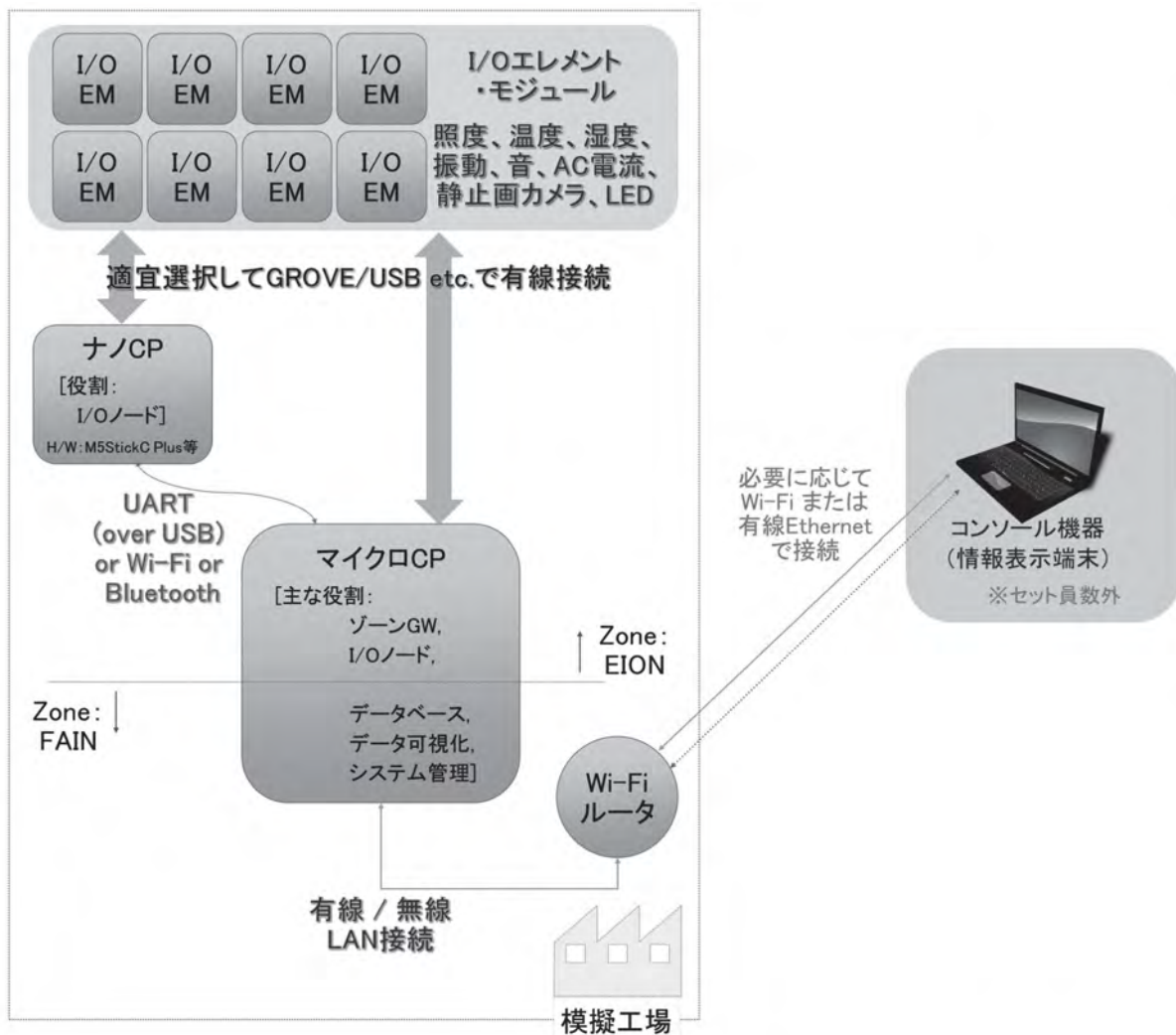


図5 PISPack・タイプM (Minimum type) の構成

図2から図5までの構成図で用いられている用語については、以下の通りである。

マイクロCP :

マイクロ・コンピューター・ポッド Micro Computer Pod

シングル・ボード・コンピューター(SBC) Raspberry Pi 4と周辺部品等をエンクロージャに収めたモジュールのハードウェアとしての呼称。

ナノCP :

ナノ・コンピューター・ポッド Nano Computer Pod

Arduino IDEによるソフトウェア開発が可能なSBC (Espressif社 ESP32コア製品) と周辺部品等をエンクロージャに収めたモジュールのハードウェアとしての呼称。

I/O EM :

I/Oエレメント・モジュール

センサ・モジュールとアクチュエータ・モジュールの総称。

I/Oノード :

I/O (センサ・モジュールとアクチュエータ・モジュール) とそれを駆動する役割を担うコンピューター・ポッドを指し示す呼称。

リージョン :

Region

セットにおける模擬工場、模擬オフィス、模擬クラウドの何れかを指す用語。

ゾーン :

Zone

リージョンを機能・役割等で分割したもの。

本報では、模擬工場リージョンをEION (Edge I/O Network) とFAIN (Factory Area Information Network)、2つのゾーンに分割している。

EIONは、工場の生産設備等から情報を収集し

たり、逆に工場設備へ制御信号を送ったりするためのデバイスのネットワークである。

FAINは、EIONで収集された情報の集積・加工や、システムのユーザとのインタフェース機能等を受け持つサーバーのIPネットワークである。

ゾーン・ゲートウェイ：

ゾーンGW、Zone Gateway

EION内における自身とI/Oノードとの間の通信データと、FAIN内を流れるIPデータを、相互に通信できる形式に変換する仕組み。

タイプE、B、L、Mとも基本的な動作は共通で、センサの情報を、それが接続されているコンピューター・ポッドで受け取り、ゾーン・ゲートウェイへと送る。ゾーン・ゲートウェイはMQTTプロトコルでデータをPublishし、MySQLデータベースがSubscribeする。この間、データの統計処理等が必要であれば、Node-REDで処理を行う。模擬工場、模擬オフィス、模擬クラウドの各リージョンに存在するデータベースは、レプリケーションによりデータの同一性が保たれる仕組みとなっている。

タイプにより搭載しているマイクロCPの数とリージョンへの割り当て数が異なっており、タイプBやMは他のタイプと比べてデータベースが稼働しているマイクロCPへの負荷が大きい、センサデータの取りこぼし等が発生しないことは検証済みである。

初期開発の段階では、このような複数タイプに分けての開発ではなく、全てのユースケースを網羅した、タイプEのおおよそ2倍の規模のハードウェアからなる「万能セット」として試作を行った。しかし、重過ぎて持ち運びに不便であるとの指摘が試用中に相次いだため、想定される代表的な使用場面4つに分けて、それぞれに最適化した規模の別々のタイプのセットとして2次開発を行い、大幅な軽量化を実現している。

その他、PISPackは、利用者(企業のIoT担当者等)の目的に合わせ、構成機材を組み換えて、あるいは調整しての利用も想定しており、機材同士を結ぶケーブルの繋ぎ替えや、組み込みの構成機材設定変更用Webアプリケーションを用いることで、ある程度のシ

ステム構成変更が可能である。

更に、構成機材のプログラム書き換えによるカスタマイズにも配慮しており、ナノCPはArduino用ツール、マイクロCPはNode-REDとJavaScriptと、導入の容易な開発用ツールを採用している。

デフォルトの技術デモンストレーション用ソフトウェアの使用方法やシステム構築方法等の技術文書は電子化し、PISPack搭載のWiki (GROWI<sup>\*</sup>) にマルチメディア・ドキュメントとして保存してあるので、そのハイパーリンク機能等を用いて、効率的な調査・学習が可能である。

#### 4 まとめ

生産性向上に大きな効果が期待できるIoTの現場導入を支援するため、ポータブルIoT導入パック(PISPack)の開発を行った。企業の生産現場等に持ち込んで、当所職員がIoTの技術的デモンストレーションを実施する他、現場設備に取り付けてIoT導入のPoCを行うこともできる。加えて、システムの「なぞり書き」によりIoTの基盤技術を効率的に習得することも可能である。

開発したPISPackは、複数の企業を対象に派生システム等を教材として活用した技術セミナーの実施や、企業の現場に持ち込んでのIoT導入のコンセプト実証等を行っており、今後もIoT関連技術の普及や相談対応に広く活用の予定である。更に、継続的に改善・改良を行い、より効果的で質の高い企業支援が可能なツールとして成熟を進めて行く。

#### 参考文献

- 1) 赤堀 篤 他：静岡県IoT推進ラボの開設. 静岡県工業技術研究所報告, 第13号, 26-27 (2020).
- 2) 赤堀 篤 他：工業技術研究所のIoT導入支援について. 静岡県工業技術研究所報告, 第14号, 47-49 (2021).

※本文書記載の製品名等は、各社の登録商標または商標である。

\* 株式会社WESEEK : OSS開発Wikiツール GROWI 公式Webサイト. <https://growi.org/> (2022.5.12アクセス)

## 微生物ライブラリーを用いたハマナスの乳酸菌発酵エキス

食品科 袴田雅俊 松野正幸 浅沼俊倫\* 石橋佳奈 山下里恵

*Rosa rugosa* extract fermented by lactic acid bacteria on the microbial libraryHAKAMATA Masatoshi, MATSUNO Masayuki, ASANUMA Toshimichi,  
ISHIBASHI Kana and YAMASHITA Rie

Skin care is important for maintaining our health. We have been collecting agricultural products from Shizuoka Prefecture and using them as skin care materials. On the other hand, in order to develop the prefecture's characteristic fermented foods, useful microorganisms from the natural world of the prefecture have been collected and a library has been prepared. This time, we focused on *Rosa rugosa* petal extract. It inhibits collagenase, which decomposes collagen that contributes to skin elasticity, and tyrosinase, a melanin synthase that contributes to skin blackening. We examined whether the functionality could be enhanced. Six of the lactic acid bacteria used grew in *Rosa rugosa* extract, and the pH of the fermented extract decreased. Compared with the extract to which lactic acid bacteria were not added, the tyrosinase inhibitory activity was stronger in the extract in which the pH was lowered. Since the amount of polyphenols was also increased in the fermented extract, it was considered that the metabolism and conversion of polyphenols by lactic acid bacteria and the stabilization of polyphenols by lowering the pH had an effect on the tyrosinase inhibitory activity. Furthermore, in the extract containing lactic acid bacteria having  $\beta$ -glucosidase activity, there was an increase in phenylethyl alcohol and geraniol, which are the aroma components of roses, and the material had a strong fragrance.

Keywords : *Rosa rugosa*, Lactic acid bacteria, skin-care and tyrosinase

スキンケアは健康維持のために重要である。我々はこれまでに静岡県内から農林水産物を集めてスキンケア素材への利用を検討してきた。一方で、静岡県ではこれまでに、特徴ある発酵食品を開発するため、県内の自然界から有用微生物を集めてライブラリーを整備した。今回は、皮膚の弾力に寄与しているコラーゲンを分解するコラゲナーゼや肌の黒色化に寄与するメラニンの合成酵素チロシナーゼを阻害するハマナス花卉エキスに注目し、ハマナスエキスを乳酸菌で発酵することで素材の機能性を強化できるか検討した。用いた乳酸菌のうち6株はハマナスエキス中で増殖し、発酵エキスのpHの低下が見られた。乳酸菌を添加していないエキスと比べ、pHの低下が見られたエキスではチロシナーゼ阻害活性が強くなった。発酵エキスではポリフェノール量の増加も見られたことから、乳酸菌によるポリフェノールの代謝や変換、pH低下によるポリフェノールの安定化などがチロシナーゼ阻害活性に影響を与えていると考えられた。さらに、 $\beta$ -グルコシダーゼ活性を持つ乳酸菌を入れたエキスでは、バラの香気成分であるフェニルエチルアルコールとゲラニオールが増加し、香りの強い素材となっていた。

キーワード：ハマナス、乳酸菌、スキンケア、チロシナーゼ

## 1 はじめに

皮膚は細菌や紫外線等から体を守り、体内の水分を保つ役割を果たしている。我々はスキンケア素材を探索しており、これまでにコラーゲンの分解酵素であ

るコラゲナーゼ等の阻害活性を示す植物抽出エキスを探索してきた<sup>1)</sup>。今回はその中からハマナス花卉の抽出エキスに着目した。ハマナスは北海道等の海岸線に自生している植物であるが、静岡県内では島田

\* 現 企画調整部

市の山間部の農園で栽培されている。

乳酸菌は消費したグルコースの50%以上を乳酸に変換するグラム陽性、カタラーゼ陰性の無芽胞菌で、ヨーグルトやチーズ等の製造に利用されており、整腸作用などを示すことが広く知られている。また、化粧品素材にも利用され、これまでに脱脂粉乳の乳酸菌発酵物が皮膚角層の水分を保持することが報告されており<sup>2)</sup>、ヒト線維芽細胞に作用させるとコラーゲン産生を促進する乳酸菌が市販されているなど、スキンケア素材としても有効である。近年、静岡県では、しずおか有用微生物ライブラリーを整備し、県内の自然界から収集した微生物のうち、発酵食品に利用できる菌株の情報を一部公開し、分譲にも対応している。

そこで、酵素阻害活性で結果の良かったハマナスエキスを乳酸菌で発酵することで、さらなるハマナスエキスの機能向上を期待してハマナス乳酸菌発酵エキスを作製し、分析を行うこととした。

## 2 方法

### 2.1 ハマナス花卉の乳酸菌発酵処理

乳酸菌はMRS培地にて培養し、添加直前に生理食塩水にて洗浄を行った。

ハマナス花卉を凍結乾燥し、マルチビーズショッカー（安井器械株式会社）にて粉碎した。粉碎したハマナス花卉粉末1 gを90 mLの水に入れ、100°Cで10分間加熱した。冷却後、洗浄した乳酸菌懸濁液を添加し、30°Cで10日間培養した。培養液のpHを測定することで、乳酸菌発酵の状態を観察した。

乳酸菌は平成27年から29年にかけて取り組んだしずおか有用微生物ライブラリー構築時に収集した株を用いた。

### 2.2 チロシナーゼ阻害試験

マッシュルーム由来チロシナーゼを40 U/mLになるように67 mMのリン酸緩衝液（pH6.8）に溶解した。また、L-DOPAを2.5 mMとなるようにリン酸緩衝液に溶解した。96穴プレートにリン酸緩衝液90  $\mu$ L、酵素溶液40  $\mu$ L、サンプル20  $\mu$ Lを入れ、23°Cで3分間静置した。そこに基質溶液50  $\mu$ Lを入れ490 nmの吸光度を測定した後、23°Cで10分間反応後、再び490 nmの吸光度を測定した。

### 2.3 総ポリフェノール量の測定

フェノール試薬（富士フィルム和光純薬）をイオン

交換水で2倍希釈した。試料溶液500  $\mu$ Lとイオン交換水500  $\mu$ L、希釈したフェノール試薬1 mLを試験管にとり、攪拌した。室温で3分間静置後、10%炭酸ナトリウム水溶液1 mLを加え攪拌し、室温で60分間静置後、750 nmの吸光度を測定した。没食子酸溶液で検量線を作成し、ポリフェノール量を算出した。

## 2.4 香気成分分析

ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）にて分析した。20 mLガラスバイアルに各試料 1 mLを入れ、動的ヘッドスペース（DHS）法でTDUチューブに香気成分を捕集し、加熱脱着ユニットにて250°Cで加熱することでGC-MSへ捕集した香気成分を導入した。測定条件を表1に示す。

表1 GC/MSの測定条件

区分	内容
本体	(GC) 7890A-(MS) 5975C (アジレント・テクノロジー製)
カラム	DB-WAX UI (長さ 60 m、内径 0.2 mm、膜厚 0.2 $\mu$ m)
カラムオープン昇温条件	40°C (2分) → 8°C/min で昇温 → 250°C (2分) 合計 30分

## 2.5 乳酸菌の酵素活性評価

アピザイム（シスメックスバイオメリュー社）を用いて添付のマニュアルに従って乳酸菌の酵素活性を評価した。具体的には、乳酸菌をMRS斜面培地にて培養した後、サスペンションメディウム（シスメックスバイオメリュー社）にマクファーランド濁度5程度になるように懸濁した。次にトレイにイオン交換水を5mL入れ、試験のためのプレートにトレイに設置した。プレートの各カップに、乳酸菌懸濁液を適量入れ、トレイのふたを閉め、30°Cで4時間培養した。培養後、ZYM A試薬とZYM B試薬を1滴ずつ入れ、5分間静置後、各カップの色を判定した。

## 3 結果および考察

### 3.1 ハマナス抽出物のpH変化

乳酸菌には表2の菌株を使用した。ハマナス抽出物に乳酸菌を添加したところ、*Pediococcus pentosaceus*、*Leuconostoc mesenteroides*、*Lactiacaseibacillus casei*、*Lactiplantibacillus plantarum*、*Lactiplantibasillus pentosus*、*Enterococcus faecalis*の6株で明らかなpHの低下が見られた。この6種類の株では、ハマナスエキス中の糖を代謝して乳酸を生成したと考えられた。

表2 乳酸菌の種類とハマナスエキス発酵後のpH

菌種	ハマナスエキス pH
0 -	6.20
1 <i>Pediococcus pentosaceus</i>	3.70
2 <i>Levilactobacillus brevis</i>	5.80
3 <i>Leuconostoc mesenteroides</i>	4.17
4 <i>Limosilactobacillus fermentum</i>	5.90
5 <i>Lacticaseibacillus casei</i>	3.90
6 <i>Lactiplantibacillus plantarum</i>	3.40
7 <i>Lactiplantibacillus pentosus</i>	3.47
8 <i>Enterococcus faecalis</i>	3.33
9 <i>Lactococcus lactis</i>	6.20

### 3.2 チロシナーゼ阻害活性

ハマナス乳酸菌発酵エキスについて、チロシナーゼ阻害活性を測定した。その結果、乳酸菌未添加のハマナスエキスでは阻害率が20%であったのに対して、乳酸菌で処理することによりチロシナーゼ阻害活性が強まった(図1)。各試料について、総ポリフェノール量を測定したところ阻害活性が高まった試料でポリフェノール量が多い傾向が見られた(図2)。チロシナーゼはフェノールを酸化する酵素であることから、ポリフェノール含有量が多い方が、酵素であるチロシナーゼと基質であるL-DOPAの反応を阻害する確率が高くなることが考えられ、ポリフェノール含有量がチロシナーゼ活性阻害の一因となっていると考えられた。

### 3.3 ハマナス乳酸菌発酵エキスの香気成分の増加

ハマナス乳酸菌発酵エキスについて、香りを比較したところ、一部の発酵エキスで花の香りが強くなっていた。そこで香気成分を測定したところ、バラ様の香りとされるフェニルエチルアルコールとゲラニオールが、*Levilactobacillus brevis*、*Leuconostoc mesenteroides*、*Lacticaseibacillus casei*、*Lactiplantibacillus plantarum*、*Lactiplantibacillus pentosus*、*Enterococcus faecalis*株で発酵したエキスで増加していることが明らかとなった(図3、図4)。

植物の一部の香気成分は配糖体として植物中に保持されており、植物中の酵素により糖が離れることで、香気成分が放出されることが報告されている<sup>3)</sup>。乳酸菌発酵によって増加することを確認したフェニルエチルアルコールとゲラニオールも配糖体として蓄えられており、各成分の水酸基に $\beta$ -グルコシド結合により糖鎖が結合していると考えられることから、乳酸菌が持つ $\beta$ -グルコシダーゼ活性を調べることにした。

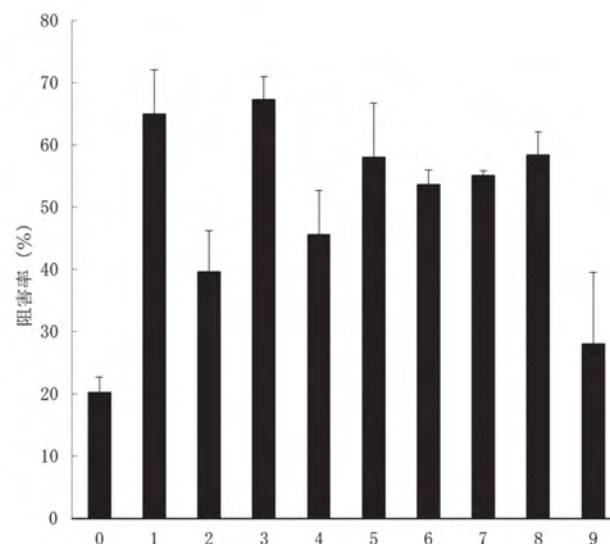


図1 チロシナーゼ阻害活性

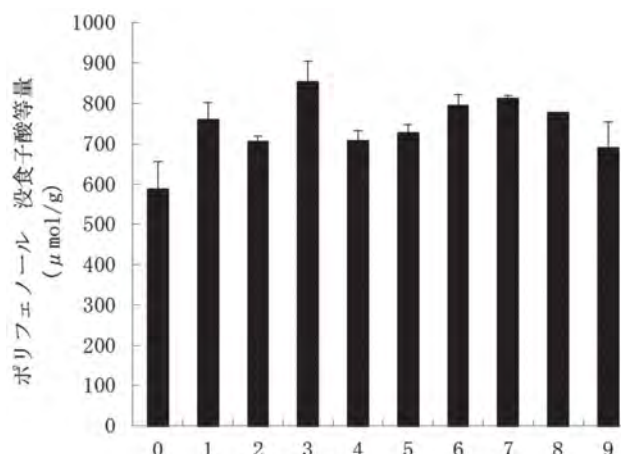


図2 ハマナス発酵エキスの固形分あたりのポリフェノール量

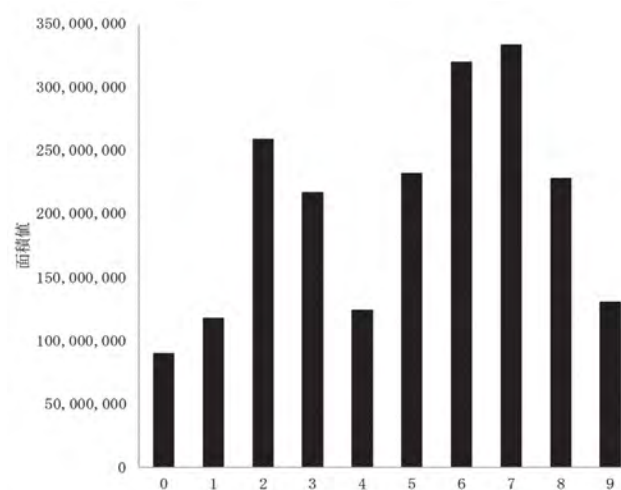


図3 フェニルエチルアルコールの面積値

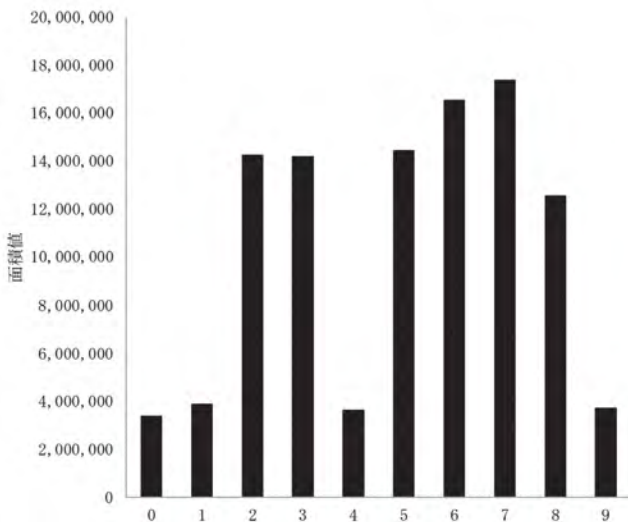




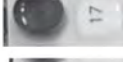
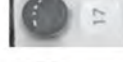





図4 ゲラニオールの面積値

### 3.4 乳酸菌の酵素活性評価

乳酸菌の酵素活性について結果を表3に示す。乳酸菌株によって酵素活性に違いが見られた。香气成分の増加に寄与していると考えられるβ-グルコシダーゼに注目したところ、*Levilactobacillus brevis*、*Leuconostoc mesenteroides*、*Lacticaseibacillus casei*、*Lactiplantibacillus plantarum*、*Lactiplantibacillus pentosus*、*Enterococcus faecalis*株でβ-グルコシダ

表3 乳酸菌のβ-グルコシダーゼ活性

菌種	β-グルコシダーゼ活性
0 -	
1 <i>Pediococcus pentosaceus</i>	 -
2 <i>Levilactobacillus brevis</i>	 +
3 <i>Leuconostoc mesenteroides</i>	 +
4 <i>Limosilactobacillus fermentum</i>	 -
5 <i>Lacticaseibacillus casei</i>	 +
6 <i>Lactiplantibacillus plantarum</i>	 +
7 <i>Lactiplantibacillus pentosus</i>	 +
8 <i>Enterococcus faecalis</i>	 +
9 <i>Lactococcus lactis</i>	 -

ーゼの酵素活性を保持していることが明らかとなった。これはフェニルエチルアルコールとゲラニオールが増加したエキスで作用した乳酸菌と一致していた。従って、β-グルコシダーゼを持つ乳酸菌が作用することで、ハマナスエキス中の配糖体がアグリコンと糖に分解され、フェニルエチルアルコールとゲラニオールが増加し、実際にヒトが鼻でも捉えられる程度の香气成分の増加が見られたと考えられた。

### 4 まとめ

ハマナス花卉エキスに乳酸菌を添加したところ、*Pediococcus pentosaceus*、*Leuconostoc mesenteroides*、*Lacticaseibacillus casei*、*Lactiplantibacillus plantarum*、*Lactiplantibacillus pentosus*、*Enterococcus faecalis*の6株でpH低下が見られた。乳酸菌処理した発酵エキスではチロシナーゼ阻害活性が増強しており、ポリフェノール量も増加していたことからポリフェノールがチロシナーゼ阻害活性に関わっていることが示唆された。さらにβ-グルコシダーゼ活性を持つ乳酸菌で処理したエキスではハマナスの香りが強くなっていた。これは配糖体として蓄えられていたフェニルエチルアルコールやゲラニオールの糖が切れることで、香气成分であるアグリコンが増加したためと考えられた。

本研究の一部は、地方創生推進交付金により実施した。

### 参考文献

- 1) 袴田雅俊 他：皮膚老化を防ぐ静岡県産農産物の探索. 静岡県工業技術研究所研究報告, 13, 36-37, (2020)
- 2) 高橋康之：保湿化粧品とその作用. 日本化粧品学会誌, 42(4), 280-287, (2018)
- 3) 渡辺修治 他：花はなぜ香るのか?. 化学と生物, 32(3), 203-208, (1994)

## 駿河湾由来のカロテノイド生産微生物の探索

環境エネルギー科 室伏敬太 井口大輔 鈴木光彰 太田良和弘\*  
はごろもフーズ株式会社 加藤雄成 勝亦正浩  
静岡県立大学食品栄養科学部 原 清敬

## Screening of carotenoid producing microorganisms from Suruga Bay

MUROFUSHI Keita, IGUCHI Daisuke, SUZUKI Mitsuki, OHTARA Kazuhiro, KATO Takanari,  
KATSUMATA Masahiro and HARA Kiyotaka

Carotenoids are commercially used for dietary supplements, cosmetics, and pharmaceuticals because of their antioxidant activity. In this study, 40 carotenoid producing microorganisms were isolated from sea sediment that had been collected from Suruga Bay in Shizuoka, Japan. One strain, SG-39, was found to be a red carotenoid astaxanthin producer, and was identified as *Xanthophyllomyces dendrorhous* by 26S rRNA gene sequence analysis. We also generated a mutant strain, SG-39-4, whose astaxanthin production was increased threefold as compared with the original strain SG-39 through random mutagenesis using the chemical mutagen ethyl-methanesulfonate (EMS). The mutant strain SG-39-4 was able to grow in liquid medium prepared from waste pasta. These results indicate that the strain SG-39-4 has the possibility of converting sugar-rich food waste to valuable carotenoid, a process is called biorefinery.

Keywords : Marine microorganism, Astaxanthin, Biorefinery

カロテノイドは抗酸化作用を有することから、健康食品や化粧品、医薬品の製造原料として使用されている。本研究では、静岡県の駿河湾からカロテノイド生産微生物40株を獲得した。SG-39株は赤色色素であるアスタキサンチンを生産することが確認され、26S rRNA領域の遺伝子配列解析の結果、赤色酵母*Xanthophyllomyces dendrorhous*と同定された。メタンスルホン酸エチル（EMS）を用いた変異導入によって、アスタキサンチン生産性が3倍向上した変異株SG-39-4の作製に成功した。SG-39-4はパスタ残渣を酵素で処理した液体培地で増殖することが確認された。本研究結果から、SG-39-4は糖質系食品残渣から付加価値の高いカロテノイドを作り出すバイオリファイナリーの可能性が示された。

キーワード：海洋微生物、アスタキサンチン、バイオリファイナリー

## 1 はじめに

静岡県は食品製造工場が多く立地しており、製造工程で大量に発生する食品残渣の有効活用技術開発に対する要望が強い。また、駿河湾を有する静岡県は多様で豊富な海産物資源に恵まれているため、海洋微生物に関しても日本有数の資源保有地域であると期待される。駿河湾由来微生物を活用した食品廃棄物の高付加価値化技術の開発に向けて、本研究では駿河湾から希少カロテノイドを生産する微生物

の探索、育種及び食品残渣を用いた培養の検討を行った。カロテノイドは植物や微生物などが生産する高い抗酸化作用を有する色素化合物であり、健康食品や化粧品原料等で使用されている。カロテノイドは化学合成で人工的に大量生産する技術も開発されているが、消費者の安全志向や天然素材に対するニーズから、微生物を用いた生産に対する注目が高い。特に化粧品や健康食品産業が盛んな静岡県では、微生物を用いて生産した天然カロテノイドの需要が期

\* 現 環境衛生科学研究所 大気水質部

待される。

## 2 方法

### 2.1 カロテノイド生産候補微生物の分離

微生物の分離源として、駿河湾沿岸の泥試料を滅菌チューブに採取して、培養に供するまで4℃で冷蔵保管した。微生物分離用寒天培地として、市販YM培地（ベクトン・ディッキンソン社製）に、ダイゴ人工海水SP（富士フィルム和光純薬社製。以下、試薬は特に記載しないものは同社製を使用）を終濃度3.6 g/L、抗生物質クロラムフェニコールを終濃度200 µg/L、寒天を終濃度15 g/Lとなるように加えて調製した。培地滅菌は、オートクレーブ（120℃、20気圧、20分）で行った。駿河湾泥試料を微生物分離用寒天培地に塗布し、20℃で1週間培養した。赤や橙などのカロテノイド特有の呈色が確認されたコロニーをカロテノイド生産微生物として分離した（図1）。

### 2.2 カロテノイド生産性の評価

分離された有色微生物をYM液体培地に播種して20℃で72時間培養した。培養後にサンプリングを行い、培養液中の細胞濃度とカロテノイド分析を行った。細胞濃度測定は、紫外・可視分光光度計を使用して培養液の波長660 nmの吸光度を測定し、細胞濃度の指標とした。カロテノイド分析は、培養液1 mLを遠心分離（8,000×g、10分、4℃）にかけて、回収した微生物塊にジルコニアビーズとアセトン0.5 mLを加え、ビーズ破砕機を用いて微生物を破砕した。破砕液を再び遠心分離（8,000×g、10分、4℃）にかけて、上清を0.2 µm径のフィルターで濾過した。濾過液を表1の条件で高速液体クロマトグラフィ

ー（HPLC）分析にかけて、カロテノイドの含有量や種類を評価した。

### 2.3 変異導入によるカロテノイド高生産性株の開発

分離されたカロテノイド生産微生物をYM液体培地に植菌して20℃で対数増殖期になるまで振とう培養を行った。培養液を遠心分離（8,000×g、10分、4℃）にかけて、回収した微生物塊を0.1 Mクエン酸ナトリウム緩衝液（pH 5.5）で洗浄した後に、同緩衝液で懸濁させた。微生物懸濁液に遺伝子変異導入剤メタンスルホン酸エチル（EMS）を終濃度4%となるように添加して、20℃で60分間静置することで遺伝子変異を誘発させた。変異処理液を遠心分離（8,000×g、10分、4℃）にかけて、回収した微生物塊を0.1 Mリン酸カリウム緩衝液（pH 7.0）で洗浄した後に、YM寒天培地に播種して20℃で1週間静置培養を行った。寒天培地上に形成したコロニーから特に呈色が強いものをカロテノイド高生産株として分離した。

### 2.4 食品残渣を用いたカロテノイド高生産微生物培養条件の検討

はごろもフーズ株式会社富士山パスタプラント（静岡市清水区島崎町）で採取したパスタ残渣について、全有機体炭素・全窒素計を用いて成分分析を行った。蒸留水にパスタ残渣を終濃度2～10 %となるように加え、グルコアミラーゼ（天野エンザイム株式会社製）を添加した後に50℃で24時間振とう攪拌することで糖化液を調製した。各々の糖化液をオートクレーブ（120℃、20気圧、20分）で滅菌した後に、カロテノイド高生産微生物を植菌して20℃で3日間振とう培養を行った。微生物の増殖を目視観察することで、最適なパスタ添加濃度を決定した。

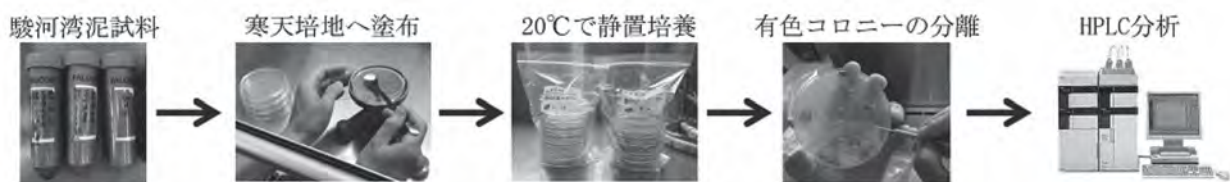


図1 駿河湾由来有色微生物の分離操作

表1 カロテノイド分析用のHPLC条件

カラム	COSMOSIL Packed Column Cholster 4.6 ID×25 mm
移動相	Methanol / Tetrahydrofuran = 80 / 20 (v/v)
測定条件	流速1 ml/min、温度35℃、注入量20 µL、検出波長470 nm



### 3 結果及び考察

駿河湾沿岸の泥試料から40種の有色微生物SG-01～SG-40が分離された(写真1)。分離された40株のコロニー外観、YM液体培地で72時間培養した後の波長660 nmの吸光度及びカロテノイドの分析結果を表2に示す。野菜や果物中に広く存在する $\alpha$ -カロテンや $\beta$ -カロテンを生産する微生物が多

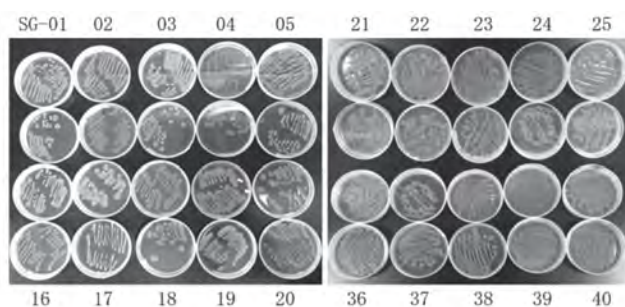


写真1 駿河湾から分離したSG-01～SG-40のコロニー外観

(写真左: SG-01～SG-20、写真右: SG-21～SG-40)

表2 駿河湾から分離された微生物の性状とカロテノイド分析結果

名前	コロニー外観 色 形状	OD <sub>660</sub>	アスタキサンチン ( $\mu\text{g/L}$ )	$\alpha$ -カロテン ( $\mu\text{g/L}$ )	$\beta$ -カロテン ( $\mu\text{g/L}$ )
SG-01	橙色 潤沢	61.7	ND	25.0	725
SG-02	橙色 潤沢	63.9	ND	ND	91
SG-03	赤色 潤沢	67.3	ND	33.0	391
SG-04	橙色 潤沢	53.1	ND	ND	421
SG-05	橙色 潤沢	32.6	ND	31.0	658
SG-06	赤色 潤沢	33.0	ND	ND	309
SG-07	橙色 潤沢	25.8	ND	16.0	356
SG-08	赤色 潤沢	32.8	ND	17.0	561
SG-09	赤色 潤沢	31.1	ND	24.0	705
SG-10	赤色 潤沢	24.5	ND	29.0	319
SG-11	赤色 潤沢	39.8	ND	ND	167
SG-12	赤色 潤沢	35.6	ND	27.0	500
SG-13	橙色 潤沢	44.7	ND	33.0	589
SG-14	赤色 潤沢	48.7	ND	ND	261
SG-15	赤色 潤沢	36.8	ND	21.0	386
SG-16	赤色 潤沢	37.7	ND	ND	137
SG-17	赤色 潤沢	29.1	ND	ND	175
SG-18	赤色 潤沢	35.4	ND	20.0	424
SG-19	黄色 潤沢	26.9	ND	ND	127
SG-20	赤色 潤沢	51.0	ND	14.0	389
SG-21	赤色 潤沢	55.3	ND	17.0	445
SG-22	赤色 潤沢	26.5	ND	25.0	361
SG-23	赤色 潤沢	34.2	ND	27.0	455
SG-24	橙色 潤沢	15.8	ND	ND	160
SG-25	赤色 潤沢	32.9	ND	ND	155
SG-26	赤色 潤沢	60.6	ND	ND	173
SG-27	橙色 潤沢	62.0	ND	ND	150
SG-28	赤色 潤沢	65.3	ND	ND	173
SG-29	赤色 潤沢	58.5	ND	ND	427
SG-30	赤色 潤沢	29.3	ND	ND	199
SG-31	赤色 潤沢	33.0	ND	ND	220
SG-32	赤色 潤沢	34.9	ND	ND	212
SG-33	橙色 マット	45.9	ND	ND	297
SG-34	赤色 潤沢	39.8	ND	ND	368
SG-35	橙色 マット	30.0	ND	19.0	200
SG-36	赤色 潤沢	37.1	ND	ND	288
SG-37	赤色 潤沢	35.3	ND	12.0	284
SG-38	赤色 潤沢	38.7	ND	20.0	380
SG-39	橙色 マット	36.1	119	ND	92
SG-40	橙色 潤沢	61.2	ND	12.5	370

NDは「検出されず」の意

数を占めたが、SG-39(写真2)は化粧品原料等で使用される赤色色素アスタキサンチン<sup>1)</sup>(図2)を生産する微生物であることが確認された。SG-39の26S rRNA領域の遺伝子約600塩基の配列解析を行った結果、SG-39はアスタキサンチン生産能力を有することで報告されている赤色酵母*Xanthophyllomyces dendrorhous*<sup>2)</sup>と配列が完全に一致し、同酵母と同定された。

アスタキサンチン生産赤色酵母SG-39にメタンスルホン酸エチル添加による変異処理を施した結果、赤色呈色の強いコロニー由来の変異株が4種獲得された。変異株の中でSG-39-4は特にアスタキサンチン生産性が高く、変異導入前のSG-39と比べて、アスタキサンチン生産性が3倍以上増加したことが確認された(図3)。SG-39-4の乾燥菌体重量当たりのアスタキサンチン生産性は0.66 mg/g-DCWであるが、赤色酵母*Xanthophyllomyces dendrorhous*の変異株として6.0 mg/g-DCWのアスタキサンチン生産性を達成し



写真2 分離したSG-39の顕微鏡観察写真

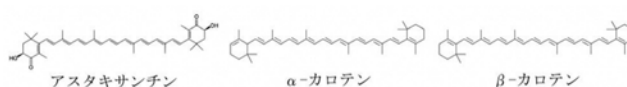


図2 各種カロテノイドの構造式

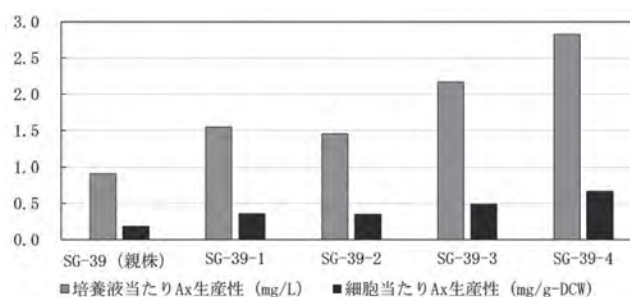


図3 SG-39及びの変異株のアスタキサンチン(Ax)生産性

た報告例も存在する<sup>3)</sup>。SG-39-4は駿河湾由来という特徴を有するが、産業利用に向けてアスタキサンチン生産性の更なる向上が求められる。

パスタ残渣 (写真3) の全有機体炭素濃度及び全窒素濃度を表3に示す。パスタ残渣にはデンプンとグルテンが高濃度に存在しており、炭素/窒素比が約14.7という微生物培養に適した成分組成であることが確認された。

パスタ残渣終濃度が2~10%となるように調製した糖化液でSG39-4を培養した結果を図4に示す。終濃度2~6%の糖化液についてはパスタ濃度に応じてSG-39-4の増殖に伴う赤色の呈色が増加したが、パスタ濃度8%以上の糖化液では微生物の増殖が確認されず、培養前の白濁した糖化液から外観は大きく変化しなかった。一般的に酵母はグルコース濃度が2~3%程度の培養液で良好に生育する。パスタ残渣中には約50%のデンプンが糖質として含まれているため、6%のパスタ残渣を加えて調製した糖化液がSG39-4の生育に適していたと考えられる。

本研究によって、実際の食品工場で発生する食品

残渣を用いた微生物培養で高付加価値物質アスタキサンチンの生産が可能であることが示された。食品残渣等のバイオマスを原料として燃料や化成品素材を生産するバイオリファイナリーの研究報告例はあるが、多くはエタノール<sup>4)</sup>やペプチド<sup>5)</sup>等の低分子化合物が生産対象である。本研究で生産したアスタキサンチンは化学合成が困難な高分子化合物であり、バイオリファイナリーの新たな可能性が期待される。

### 5 まとめ

本研究によって駿河湾由来のカロテノイド生産微生物40株が単離され、特に赤色酵母 *Xanthophyllomyces dendrorhous* と同定されたSG-39はアスタキサンチン生産性を有することが確認された。変異導入処理によって作製したSG-39-4は、アスタキサンチン生産性がSG-39に比べて3倍以上増加したことが確認された。SG-39-4はパスタ残渣を酵素で処理した培地で増殖することが確認され、バイオリファイナリーによる高分子化合物カロテノイドの生産可能性が示された。



写真3 試験で使用したパスタ残渣の外観

表3 パスタ残渣の炭素及び窒素含有量

炭素含有量	279 g/kg
窒素含有量	19 g/kg
C/N比 (炭素/窒素比)	14.7

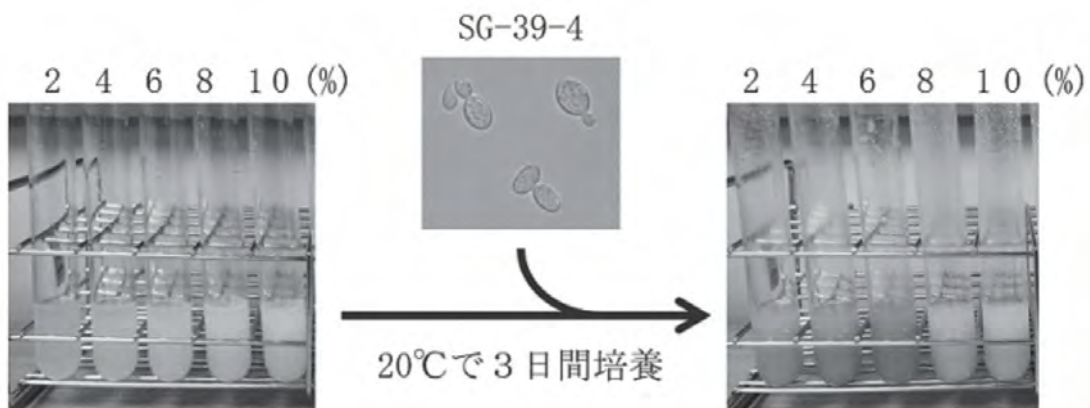


図4 パスタ濃度の異なる糖化液を用いたSG-39-4の培養

## 謝辞

海洋微生物の分離操作は国立研究開発法人海洋研究開発（JAMSTEC）から技術指導いただいた。

## 参考文献

- 1) Ranga Rao Ambati et al. : Astaxanthin: Sources, Extraction, Stability, Biological Activities and Its Commercial Applications – A Review. *Marine Drugs*, 12, 128–152, (2014).
- 2) Eric A. Johnson et al. : Astaxanthin Formation by the Yeast *Phaffia rhodozyma*. *Journal of General Microbiology*, 115, 173–183, (1979).
- 3) Jeong-Hwan Kim et al. : High-Level Production

of Astaxanthin by *Xanthophyllomyces dendrorhous* Mutant JH1 Using Statistical Experimental Designs. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry*, 69 (9), 1743–1748, (2005).

- 4) Daehwan Chung et al. : Direct conversion of plant biomass to ethanol by engineered *Caldicellulosiruptor* bescii. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 111(24), 8931–8936, (2014).
- 5) Hideyo Yoshida et al. : Efficient and direct glutathione production from raw starch using *Saccharomyces cerevisiae*. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 89(5), 1417–1422, (2011).

# ポリ乳酸へのめっき技術の開発

## － エッチング方法の検討 －

金属材料科 望月玲於\* 田中宏樹 岩澤 秀

### Development of plating technology for polylactic acid

#### － Examination of etching method －

MOCHIZUKI Reo, TANAKA Hiroki and IWASAWA Shigeru

Keywords : plastic plating, polylactic acid, biomass-based plastic, carbon neutral

バイオマスプラスチックであるポリ乳酸への高密着なめっき方法を確立するために、効果的なめっき前処理（エッチング）方法を検討した。

エッチングによる表面改質効果を評価した結果、アルカリ及び酸・アルカリ処理のエッチングで高い濡れ性向上効果が、酸及びアルカリ、酸・アルカリ、アルカリ・酸処理のエッチングで粗化効果が得られた。

めっき析出性は、高い表面改質効果（濡れ性向上効果及び粗化効果）を示したアルカリ、酸・アルカリ、アルカリ・酸処理で良好（全面析出）であった。また、めっき密着強度はアルカリ処理のエッチングで最も高かった。これは、アンカー効果を得るために、適した形状や数の孔を形成したことを示唆する。

キーワード：プラスチックめっき、ポリ乳酸、バイオマスプラスチック、カーボンニュートラル

## 1 はじめに

CO<sub>2</sub>排出量削減等に対応するため、ポリ乳酸等のバイオマスプラスチックが利用されている。ポリ乳酸へ電磁波シールド性等を付与するためにめっき技術の導入が検討されているが、既往技術<sup>1)</sup>では、十分なめっき密着力が得られていない。そこで本研究では、ポリ乳酸への高密着なめっき方法を確立するために、効果的なめっき前処理（エッチング）方法を検討した。

## 2 方法

### 2.1 エッチング方法及びめっき処理方法

ポリ乳酸の樹脂板を基材として、図1の工程のとおりめっき処理を行った。エッチングは一般的な条件として表1に示した方法を実施した。

### 2.2 評価方法

#### (1) エッチングによる表面改質効果の評価

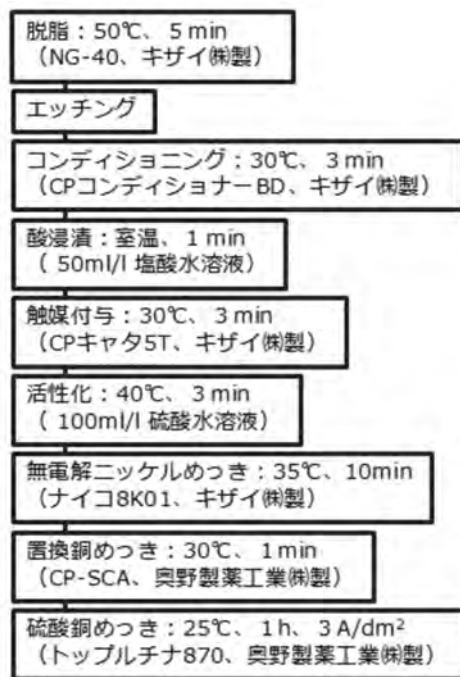


図1 めっき工程

\* 現 環境衛生科学研究所 医薬食品部

表1 エッチング方法及び条件

エッチング方法	条件
オゾンガス処理	オゾン120 g/m <sup>3</sup> 、流量2 l/min、室温、1h
プラズマ処理	気相：大気、圧力：40Pa、放電時間：2 min、励起周波数：約2 MHz、 印加電圧（高周波用）：60V、印加電圧（バイアス用）：600V 電極間距離：100mm、照射距離：150mm
酸処理	500ml/l 硫酸水溶液、50℃、1h
アルカリ処理	200g/l 水酸化ナトリウム水溶液、50℃、1h
酸・アルカリ処理	①500ml/l 硫酸水溶液、50℃、30min ②水道水、30℃、30s×2回 ③200g/l 水酸化ナトリウム水溶液、50℃、30min
アルカリ・酸処理	①200g/l 水酸化ナトリウム水溶液、50℃、30min ②水道水、30℃、30s×2回 ③500ml/l 硫酸水溶液、50℃、30min

表2 エッチングによる表面改質効果の評価方法

	評価方法	使用装置
濡れ性	水接触角測定	接触角計測装置 Theta (Biolin Scientific社製)
表面粗さ	表面の面積展開比Sdr測定	白色光干渉計 Talysurf CCI HD (アメテック(株)製)
	算術平均高さSa測定	
	SEMによる表面性状観察	走査電子顕微鏡 S-3700NまたはSU3900 (株日立ハイテク製)

めっき密着力には、基材表面の濡れ性及び表面粗さが影響すると考えられている。そのため、エッチング後の基材を用いて、表2のとおり評価を実施した。

## (2) めっき析出性及び密着力の評価

無電解ニッケルめっき後の基材を用いて、目視によりめっき析出性評価を行った。全面にめっき析出が見られた場合は、硫酸銅めっきまで実施し、既報<sup>2)</sup>と

同様に密着強度試験を行った。

## 3 結果及び考察

### 3.1 エッチングによる表面改質効果の評価

アルカリ、酸・アルカリ処理では比較的大きく接触角が低下した（図2）。これは、濡れ性が向上したことを意味する。

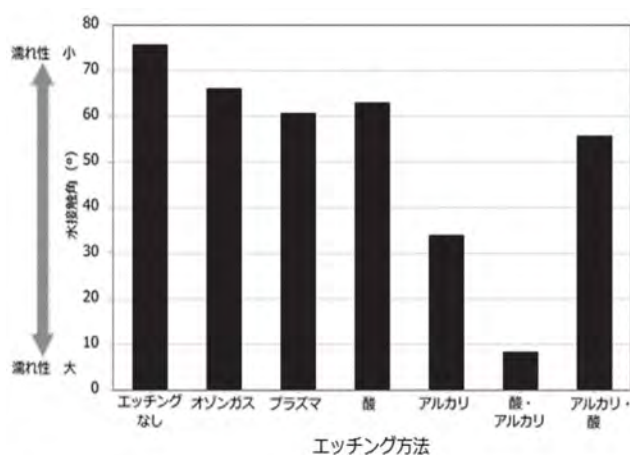


図2 各種エッチングにおける水接触角

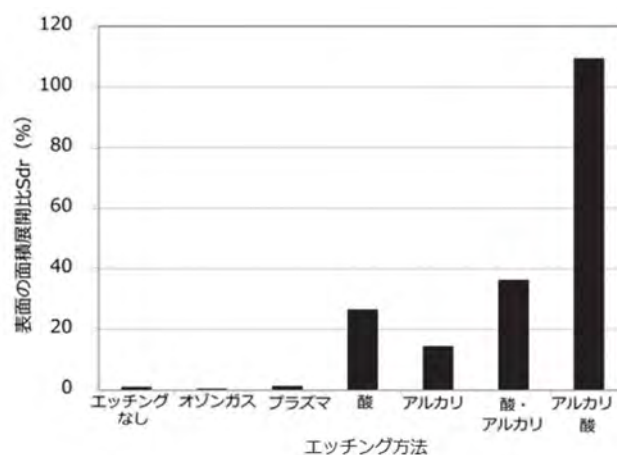


図3 各種エッチングにおける表面の面積展開比

Sdrは表面積に関するパラメータであり、完全に平坦な面との面積比を表す。また、Saは表面の凸部の高さ及び凹部の深さを表す。酸処理後ではエッチングなしの場合と比較しSdrが高い値を示し(図3)、アルカリ及び酸・アルカリ、アルカリ・酸処理ではエッチングなしの場合と比較しSdr及びSaの両方が高い値を示した(図3及び図4)。SEM像において、アルカリ処理では孔が多数見られた(図5)。酸性条件下及びアルカリ性条件下でポリ乳酸分子中の加水分解が起きやすい位置が異なり、表面形態に違いが見られたと考えられる。

### 3.2 めっき析出性及び密着力の評価

高い表面改質効果(濡れ性向上効果及び粗化効果)を示したアルカリ、酸・アルカリ、アルカリ・酸処理では、めっき析出性が良好(全面析出)であった(表3)。

酸・アルカリ処理及びアルカリ・酸処理では粗化効果が高かったが、密着強度は低かった(表3)。また、SEM像(図5)では、密着強度が高いアルカリ処理で見られたような孔形状が酸・アルカリ及びアルカリ・酸処理では殆ど見られなかった。そのため、密着強度への寄与は、粗化効果よりも、アルカリ処

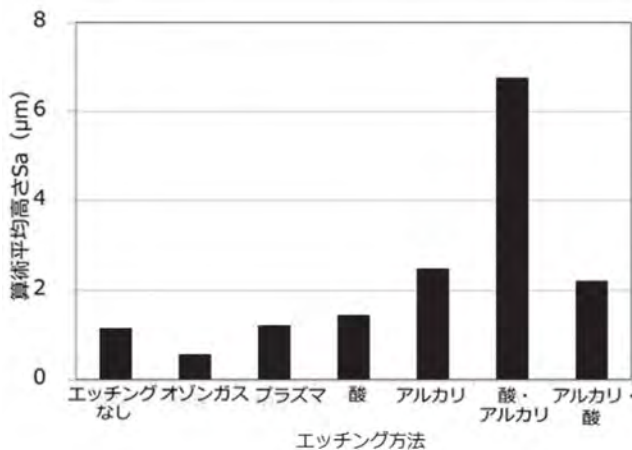


図4 各種エッチングにおける算術平均高さ

表3 各種エッチングにおけるめっき析出性及び密着強度

エッチング方法	めっき析出性	めっき密着強度 (N/cm)
オゾンガス	殆ど析出なし	-
プラズマ	全面析出後、殆ど剥離	-
酸	全面析出後、殆ど剥離	-
アルカリ	全面析出	2.4
酸・アルカリ	全面析出	0.4
アルカリ・酸	全面析出	0.4

理で形成されるような孔の形状や数の方が大きいと考えられる。

### 4 まとめ

ポリ乳酸のめっき前処理(エッチング)方法を検討した結果、エッチング方法により表面改質効果及びめっき析出性に違いが見られた。

めっき密着強度はアルカリ処理のエッチングで最も高かった。これは、アンカー効果を得るために、適した形状や数の孔を形成したことを示唆する。

### 参考文献

- 1) Bernasconi R. et al. :Electroless Plating of NiP and Cu on Polylactic Acid and Polyethylene Terephthalate Glycol-Modified for 3D Printed Flexible Substrates. Journal of The Electrochemical Society, 163(9), D526-D531 (2016).
- 2) 田中宏樹 他：高密着な樹脂めっき作製-ポリカーボネート、PP/CNF複合材へのめっき技術の検討-。静岡県工業技術研究所研究報告第14号, 1-7 (2021).

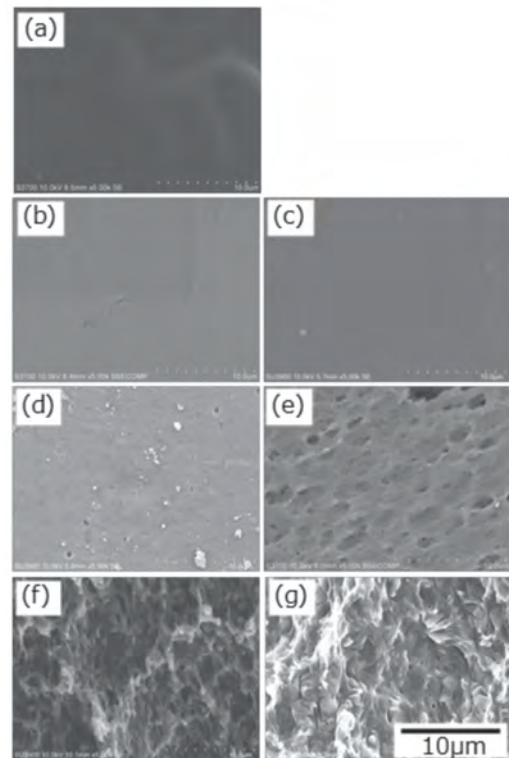


図5 各種エッチングにおける表面性状(SEM像)

(a):エッチングなし、(b):オゾンガス処理、(c):プラズマ処理、(d):酸処理、(e):アルカリ処理、(f):酸・アルカリ処理、(g):アルカリ・酸処理

## ポリプロピレン/CNF複合材への高密着な樹脂めっきの作製

— エッチング後の表面性状とめっき密着強度 —

金属材料科 田中宏樹 望月玲於\* 岩澤 秀  
丸長鍍金株式会社 篠原恵吾

## Preparation of highly adhesive resin plating on polypropylene/CNF composite materials

— Post-etched surface condition for resin and plating adhesion strength —

TANAKA Hiroki, MOCHIZUKI Reo, IWASAWA Shigeru and SHINOHARA Keigo

Keywords : plating, polypropylene, cellulose nanofiber (CNF)

本研究では、ポリプロピレン (PP) とセルロースナノファイバー (CNF) の複合材における高密着なめっき方法を検討し、エッチング後の表面性状がめっき密着強度に及ぼす影響について調べた。その結果、PPはCNF複合化によってめっき密着強度が向上し、CNF濃度5～10wt%において12～13N/cm程度のめっき密着強度が得られた。CNF濃度が5～10wt%では凹凸によるアンカー効果により密着強度が上昇するが、CNF濃度が15wt%以上では樹脂とめっき皮膜の界面がスポンジ状となり、めっき密着強度が低下することがわかった。このことから、表面凹凸性状がめっき密着強度において重要であることがわかった。

キーワード：めっき、ポリプロピレン、セルロースナノファイバー (CNF)

## 1 はじめに

本研究では、ポリプロピレン (PP) /セルロースナノファイバー (CNF) 複合材を対象に高密着なめっき処理技術の開発を目的とし、エッチング後の表面性状がめっき密着強度に及ぼす影響を調べた。

## 2 方法

## 2.1 試料調製方法及びめっき処理方法

図1のとおりで作製したPP及びPP/CNF複合材 (CNF 5～20wt% (以後wt%は%と表記) の樹脂板について、図2の工程でめっきを施した。

## 2.2 評価方法

## (1) エッチング後の表面性状の評価

試料エッチング後の表面粗さ (算術平均高さSa、表面の面積展開比Sdr、SEM観察) 及び濡れ性 (水接触角) を評価した。Sa及びSdrは白色光干渉計 Talysurf CCI HD (アメテック(株)製)、水接触角は接

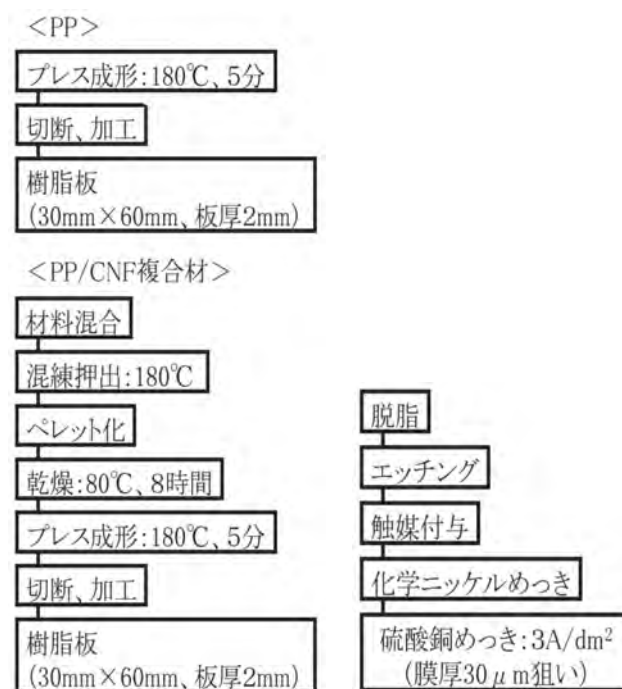


図1 樹脂板の作製

図2 めっき工程

\* 現 環境衛生科学研究所 医薬食品部

触角計測装置Theta (Biolin Scientific社製)、SEM観察は走査電子顕微鏡SU3900 (株式会社日立ハイテク製)を用いた。

**(2) めっき試料の評価**

めっき密着強度は90° 剥離強度を精密万能試験機 AG-X plus (株式会社島津製作所製)を用いて評価した。めっき皮膜剥離後の樹脂のSEM観察を行った。樹脂-めっき皮膜間の断面観察には金属顕微鏡 DMi8 C (ライカマイクロシステムズ株式会社製)を用いた。

**3 結果および考察**

PPのめっき密着強度はCNF複合化によって上昇し、CNF 5~10%において12~13N/cmに達し、本研究の目標 (10N/cm) を超えた。CNF15%以上では密着強度が低下した (図3)。

エッチング後の水接触角、Sa及びSdrはCNF濃度とともに上昇し、CNF15%以上ではSa、Sdrはさらに大きく上昇した (図4~6)。エッチング後の樹脂表面には凹凸が観察され、CNF濃度が高いほど凹凸が入り

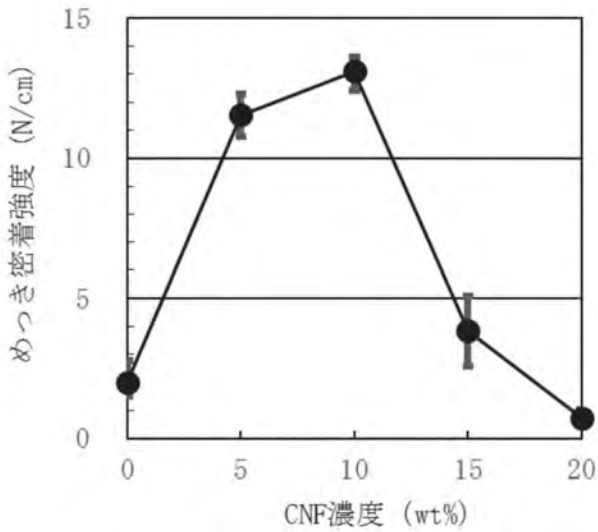


図3 CNF濃度とめっき密着強度 (エラーバーは最大値及び最小値)

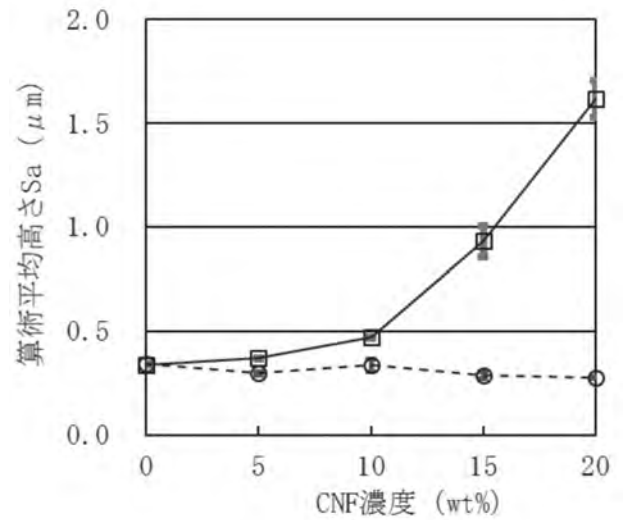


図5 CNF濃度と算術平均高さSa (N=3, エラーバーは標準偏差) ○:未処理 □:エッチング後

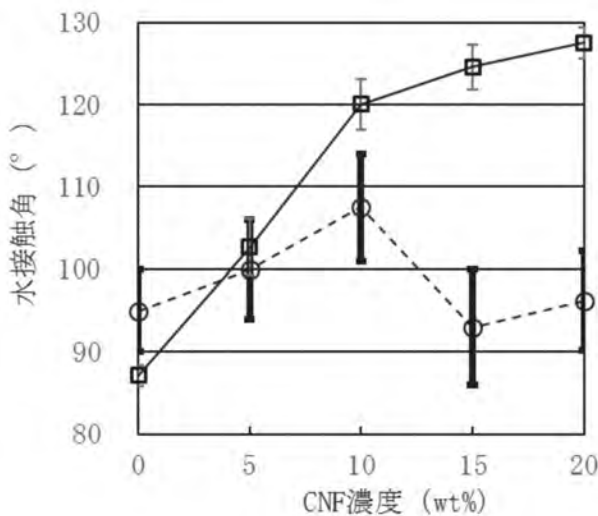


図4 CNF濃度と水接触角 (N=5, エラーバーは標準偏差) ○:未処理 □:エッチング後

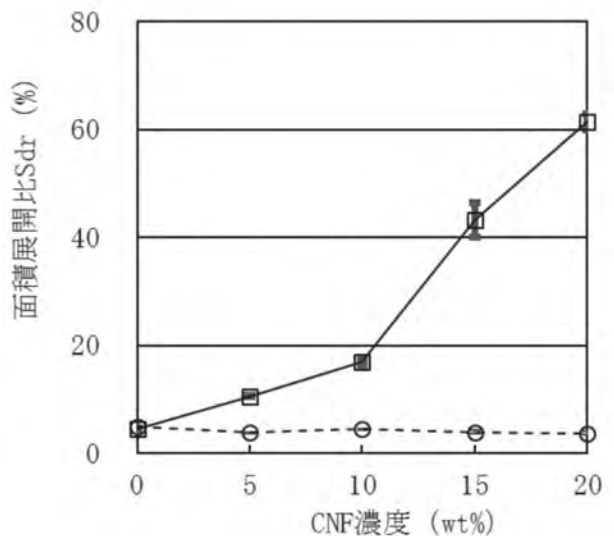


図6 CNF濃度と表面の面積展開比Sdr (N=3, エラーバーは標準偏差) ○:未処理 □:エッチング後



組んでいる傾向が見られた（図7）。めっき皮膜剥離後において、CNF 5～10%では樹脂の一部が引き延ばされた痕跡が観察され、CNF15%以上ではエッチング後に見られた凹凸が一部消失して内部の凹凸が露出している様子が伺えた（図8）。断面観察により、CNF15%以上では、樹脂がめっき皮膜界面においてスポンジ状になっている様子が観察された（図9の丸領域）。この要因は、樹脂内部に処理液が入りこんだためと考えられる。

これらより、CNF 5～10%ではエッチングで導入された凹凸とめっき金属とのアンカー効果が強まった結果、めっき皮膜の剥離は樹脂の延性破壊を伴うことでめっき密着強度が上昇したと考えられる。一方、CNF15%以上ではめっき皮膜剥離時に樹脂が脆性破壊するために凹凸によるアンカー効果が十分に得られず、めっき密着強度が低下したと考えられる。

#### 4 まとめ

PP/CNF複合材に対する高密着な樹脂めっきの作製条件を検討した結果、CNF 5～10%において12～13N/cm程度のめっき密着強度が得られた。また、エッチング後の表面凹凸性状がめっき密着強度において重要であることがわかった。

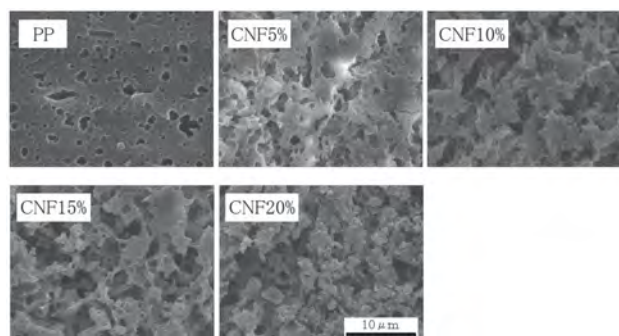


図7 エッチング後の樹脂表面SEM像

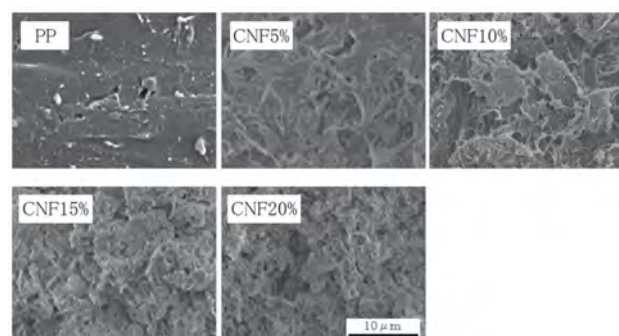


図8 めっき皮膜剥離後の樹脂表面SEM像

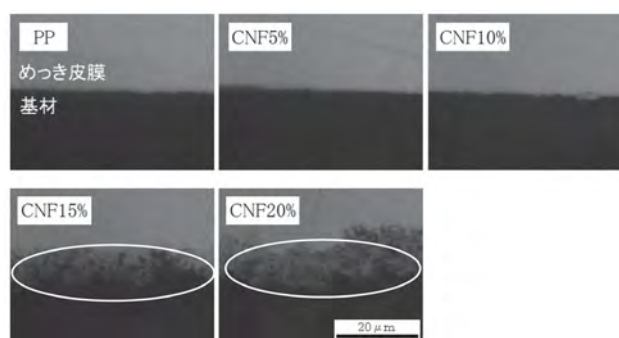


図9 樹脂とめっき皮膜界面における断面写真

## 半溶融成形法で作製したヒートシンクの放熱性の評価

金属材料科 岩澤 秀  
 浜松工業技術支援センター 機械電子科 長津義之  
 株式会社浅沼技研 上久保佳則 高橋正詞 山本健介 杉浦泰夫

### Evaluation of heat dissipation of heat sink fabricated by semi-solid process

IWASAWA Shigeru, NAGATSU Yoshiyuki, KAMIKUBO Yoshinori, TAKAHASHI Masashi,  
 YAMAMOTO Kensuke and SUGIURA Yasuo

Keywords : Heat sink, Heat dissipation, Semi-solid process, High thermal conductivity, Aluminum alloy

本研究では、熱伝導率の異なるアルミニウム (Al) 合金 (組成 : Al-7% Si-0.4% Mg) 及び高熱伝導率Al合金 (組成 : Al-4% Si-0.4% Mg) に半溶融成形法を適用し、それぞれ2種類の形状 (フィン及びピンタイプ) のヒートシンクを製造した。放熱性を調べるために試験装置を作製し、放熱性に及ぼす合金組成とヒートシンク形状の影響を調べた。その結果、放熱性は、熱伝導率の違いにほとんど影響されず、ヒートシンク形状に支配され、フィンタイプに比べて、ピンタイプのヒートシンクは高い放熱性を示した。これは、ピンタイプの方が、放熱に対する風の動きが有効に作用したためと考えられる。

キーワード : ヒートシンク、放熱性、半溶融成形、高熱伝導率、アルミニウム合金

#### 1 はじめに

ハイブリッド車、電気自動車などの次世代自動車では、蓄電池やパワーデバイスの高出力化、小型化に伴う発熱密度の増加により、高い放熱性を有するヒートシンクが必要とされる。著者らは、これまで高品質、薄肉、ネットシェイプ成形に優れる半溶融成形技術の系統的な研究から高熱伝導率アルミニウム合金<sup>1)</sup>を開発した。本研究では、簡易的な放熱性評価装置の作製及び高熱伝導率合金を用いて半溶融成形法で試作したヒートシンクの放熱性を評価した。

#### 2 方法

使用したアルミニウム合金は、JIS AC 4CH合金 (組成 : Al- 7% Si-0.4% Mg、以下7% Si合金) 及び高熱伝導率合金 (組成 : Al- 4% Si-0.4% Mg、以下4% Si合金) であり、熱伝導率は、それぞれ約150及び200W/(m・K)<sup>1)</sup>である。ヒートシンク形状は、フィン及びピンタイプとした (図1)。ベース部分は、62×70×t 6mmであり、それぞれのヒートシンクの主要形状を表1に示す。

図2に作製した放熱性評価装置の概略図を示す。ヒーターによりアルミブロックが熱せられ、ヒートシンク

から冷却ファン (平均風量0.78m<sup>3</sup>/min) を通じて装置外に放熱される。放熱性は、熱源であるアルミブロッ

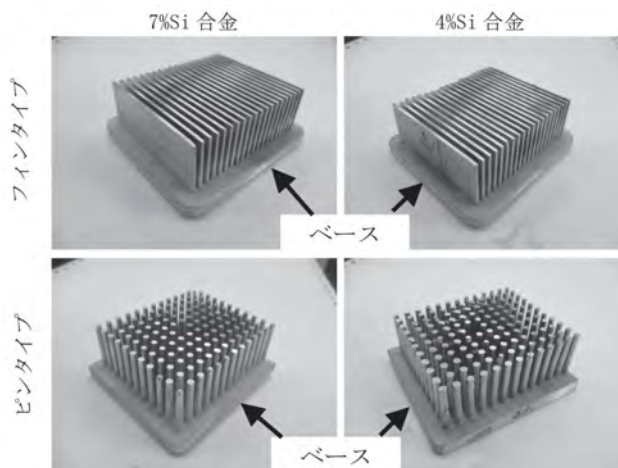


図1 ヒートシンク外観

表1 ヒートシンク形状

形状	フィンタイプ	ピンタイプ
平均肉厚 (フィン) mm	1.5	2.8
平均直径 (ピン) mm		
高さ mm	20	20
重量 g	148	116
表面積 (ベース裏面除く) mm <sup>2</sup>	46,282	32,382

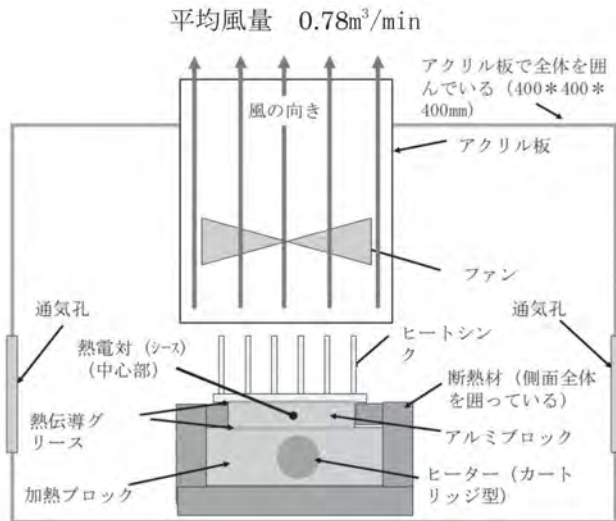


図2 放熱性評価装置の概略図

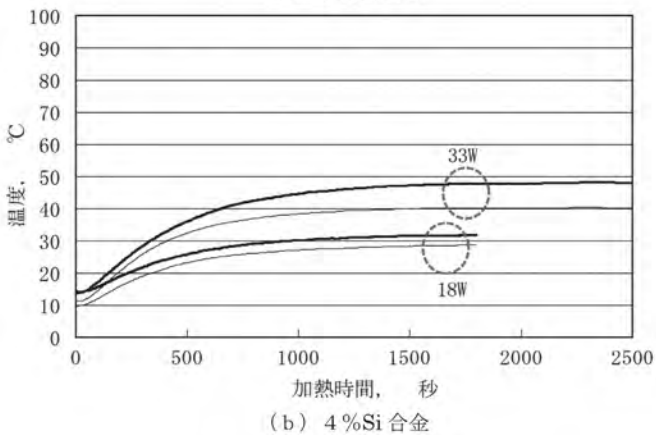
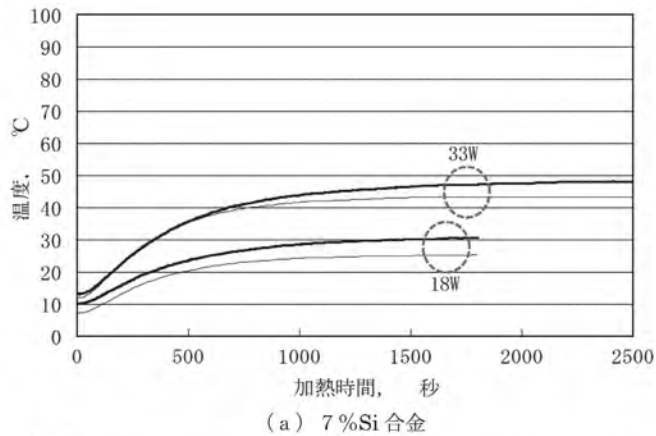


図3 放熱性評価結果

— フィンタイプ      — ピンタイプ

クに挿入した熱電対の加熱時間の経過に伴う温度上昇から評価した。

### 3 結果および考察

図3に放熱性評価結果を示す。時間は室温からのヒーター加熱時間とし、ヒーター出力は、33W（定常時80V、0.41A）と18W（定常時60V、0.3A）の2条件とした。ヒートシンク無しの場合、ほぼ定常状態に達した時間のアルミブロック温度は、それぞれ217℃、125℃であった。両合金ともに、フィンタイプに比べてピンタイプのヒートシンクの方が、アルミブロックの温度上昇が小さく、高い放熱性を示した。ピンタイプのヒートシンクはフィンタイプに比べて、軽量かつ表面積が小さいものの、高い放熱性を示したのは、ピン形状の方が、熱を奪う風の動きが有効に作用したためと考えられる。異なる熱伝導率を有する4% Si合金と7% Si合金の比較では、放熱性に明瞭な差は認められなかった。このことは、熱伝導率よりもヒートシンク形状が放熱性を支配するものと考えられる。

### 4 まとめ

半熔融成形により作製した高熱伝導ヒートシンクの放熱性を自作装置で評価した。放熱性は、ヒートシンク形状に大きく依存し、熱伝導率にはほとんど影響されなかった。今後の課題として、高熱伝導率を生かせるヒートシンク形状及び半熔融成形技術の開発が必要と考えられる。

### 参考文献

- 1) 山本健介 他：半熔融成形したAl-Si-Mg合金の熱伝導率に及ぼすCu添加量の影響. 日本鑄造工学会第168回全国講演大会概要集, p.78, 高知(2016).

# ポリプロピレン/CNF複合材料における水分含有率と線膨張係数のCNF濃度依存性

化学材料科 稲葉彩乃\* 小泉雄輔 菅野尚子 真野 毅

## CNF concentration dependence on water content and linear thermal-expansion coefficient of PP/CNF composite materials

INABA Ayano, KOIZUMI Yusuke, KANNO Naoko and MANO Tsuyoshi

Keywords : water content, linear thermal-expansion coefficient, cellulose nanofiber(CNF)

CNFと樹脂との複合材料は自動車や家電等、様々な分野での活用が期待されており、当研究所でもポリプロピレン (PP) /CNF複合材料の開発に取り組んできた。これら複合材料において、水分含有率及び線膨張係数に対するCNF濃度の影響について検討を行った。その結果、CNF濃度が高くなるにつれて、水分含有率は増加したことから、CNF濃度の高い材料は水分管理が必要であることが分かった。またCNF濃度が高くなるにつれて、線膨張係数は小さくなり、CNF配合による寸法安定性が確認された。

キーワード：水分含有率、線膨張係数、セルロースナノファイバー (CNF)

### 1 はじめに

植物繊維由来のCNFは高強度かつ軽量という特徴から、樹脂との複合材料は自動車や家電等様々な分野で活用が期待されている。当研究所でも、これまでに力学的特性と分散性に優れたポリプロピレン (PP) /CNF複合材料開発に取り組んできており、引張特性や曲げ特性において優れていることを明らかにしている<sup>1)</sup> が、一方でCNFが親水性であるため湿潤条件下において水分含有率の上昇が予測される。シルバーストリーク (銀条) 等の成形不良の要因となりうるため、成形の際には水分含有率を制御する必要がある。また、品質安定に関わる寸法安定性についてもCNF配合による効果が期待されることからさらなる知見が求められている。そこで、今回、開発したCNF複合材料において、CNF濃度による水分含有率と寸法安定性への影響について検討を行った。

### 2 方法

#### 2.1 PP/CNF複合材料の水分含有率の変化

PP/CNF複合材料 (CNF濃度0%、5%、10%、20%) ペレットを表1①、②の順に前処理し測定試料 (写真1) とした。各試料の水分含有率をカールフィッシャ水分測定装置 (日東精工アナリテック株製

CA-310) を用いて測定した。測定条件を表2に示す。

#### 2.2 PP/CNF複合材料の線膨張係数

今回の検討では、線膨張係数を測定し寸法安定性を評価した。

PP/CNF複合材料ペレット (2.1と同様のCNF濃度) を用い射出成形により試験片を作製した後、4mm×4mm×20mmの角柱に切り出し測定試料とした (写真2)。試料を40℃で6時間減圧乾燥し、熱機械分析

表1 水分含有率測定前処理

工程	条件
①減圧乾燥	80℃、6h 40℃、93%
②湿潤環境暴露	0h、24h、48h、96h、168h (JIS K 7227)

表2 水分含有率測定条件

測定方法	JIS K 7251 B法 (電量測定法、水分気化法)
測定温度	200℃
窒素ガス流量	200ml/min
終点判定	0.1 μg/s

\* 現 沼津工業技術支援センター 機械電子科

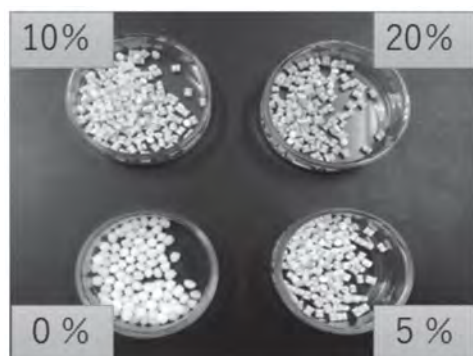


写真1 各CNF濃度のPP/CN複合ペレット  
(左下:0%、右下:5%、左上:10%、右上:20%)

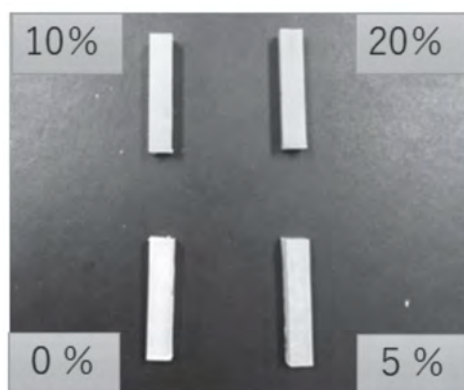


写真2 各CNF濃度の線膨張係数測定試料  
(左下:0%、右下:5%、左上:10%、右上:20%)  
寸法:4mm×4mm×20mm

装置 (NETZSCH社製TMA4000SE) を用い線膨張係数を測定した。測定条件を表3に示す。

表3 線膨張係数測定条件

測定温度	50°C~100°C
昇温速度	5°C/min
荷重	5g

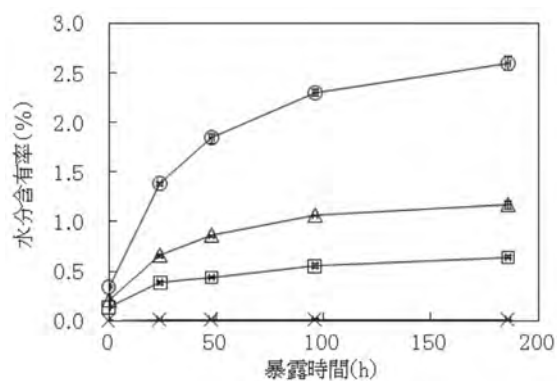


図1 水分含有率の変化

—×—:0% —□—:5% —△—:10% —○—:20%

### 3 結果及び考察

#### 3.1 PP/CNF複合材料の水分含有率の変化

全ての試料において暴露時間が長くなるにつれ水分量が増加し、CNF濃度が高いほど水分含有率は高くなった (図1)。また、暴露時間の経過とともに水分含有率の値の上昇率が低下したが、168時間後におけるCNF濃度20%の試料については2.5%を超える結果となった。CNF濃度の高い材料を扱う際はペレットの乾燥を徹底するなど水分管理に注意が必要と考えられる。

#### 3.2 PP/CNF複合材料の線膨張係数

CNF濃度が高い試料ほど線膨張係数は小さくなった (図2)。特にCNF濃度20%の試料では、PPの7割程度の値であり、CNF20%添加により30%程度の寸法安定性の向上効果が認められた。

### 4 まとめ

開発したPP/CNF複合材料について、各CNF濃度の試料の水分含有率を測定した結果、CNF濃度が高いほど水分含有率は高くなり、CNF濃度20%の試料では暴露時間168時間において水分含有率が2.5%を超過することが分かった。また線膨張係数を測定した結果、CNF濃度が高い試料ほど小さく、CNF20%添加により30%程度の寸法安定性の向上効果が認められた。

### 参考文献

- 菅野尚子 他：高濃度CNFのマスターバッチを用いたPP/CNF複合材料の試作と評価，静岡県工業技術研究所報告，第14号，8-12 (2021)

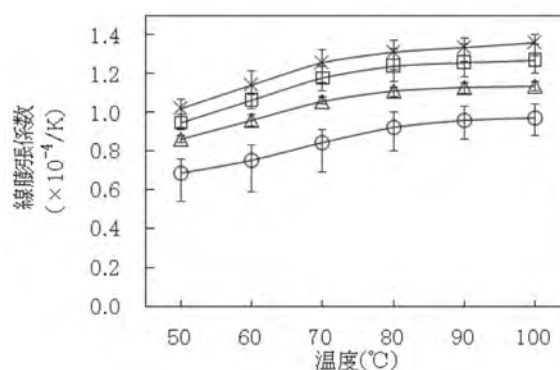


図2 線膨張率の変化

—×—:0% —□—:5% —△—:10% —○—:20%

## 曲面が発光する照明器具の配光測定方法 (第2報)

照明音響科 豊田敏裕 田代知範  
山形大学大学院 大久保和明 山内泰樹

### A study on goniophotometry of luminaires emitting on non-planar surfaces (2nd Report)

TOYOTA Toshihiro, TASHIRO Tomonori, OHKUBO Kazuaki and YAMAUCHI Yasuki

Keywords : FOLEDs, Goniophotometry, Total luminous flux measurement, Near-field goniophotometry

フレキシブル有機EL (FOLED) 照明は、LEDをアレイ状に配置した疑似面光源とは異なり、面全体が発光する特徴を有している。発光面の形状にも自由度があり、車載照明への採用も期待されているが、曲面全体が発光する照明の光学測定技術は確立されていない。本稿では、ニアフィールド配光測定技術により配光特性に対する発光面の形状依存性を調査した。FOLEDパネルを対象に、治具を用いて発光面の形状を固定し、ニアフィールド配光測定装置を用いて配光特性を評価した。その結果、令和2年度に報告した配光特性の局所的な変化は、照明器具の自己遮蔽が主たる要因であり、発光面の屈曲が配光特性に与える影響は極めて小さいことが分かった。

キーワード : フレキシブルOLED、配光測定、全光束測定、ニアフィールド配光測定

#### 1 はじめに

フレキシブル有機EL (FOLED) 照明は、面全体が発光し、発光面の形状の自由度も高い特徴を有する。車載照明への採用も検討されているが、曲面発光に対する配光測定技術は確立されていない。

この課題に対し、第1報では発光面の屈曲は配光測定に影響を及ぼすことを報告した<sup>1)</sup>。しかしながらその変化の要因の検討を課題として残した。

本稿では、曲面による遮蔽が生じないように発光面を屈曲させ、ニアフィールド配光測定技術<sup>2)</sup>により配光特性を評価した結果を報告する。

#### 2 方法

##### 2.1 測定試料 (DUT)

FOLEDパネル LL081FR1-53P1 (LG Display Co., Ltd.製、図1 (ア)) を用いた。発光面積の制限と、DUT表面での光反射の抑制のため、開口を設けた遮光シート (図1 (イ)) をDUTに貼付した。

##### 2.2 DUTの固定

事前に製作した測定治具 (図2) を用いて、発光面が曲率半径100mmの凹面に沿って湾曲するようにDUTを固定した。

##### 2.3 DUTの点灯条件

ソースメーター B2901A (Keysight Technologies, Inc.製) を用いて、定電流 (175mA) を印加し、30分程度の予備点灯を経て測定に供した。

##### 2.4 測定装置

ニアフィールド配光測定装置 PM-NFMS400及びProMetric IC-PMI16-XBND3 (Radiant Vision Systems, LLC製) を使用した。測定距離は1,005mmとし、測定視野は50mm×50mmとした。

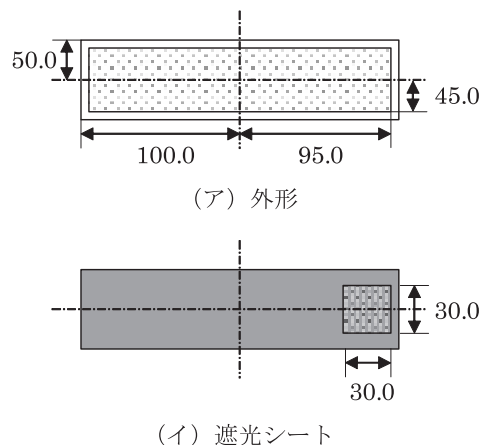


図1 使用したDUTの寸法

数値の単位はmm。網掛けの部分が発光面。

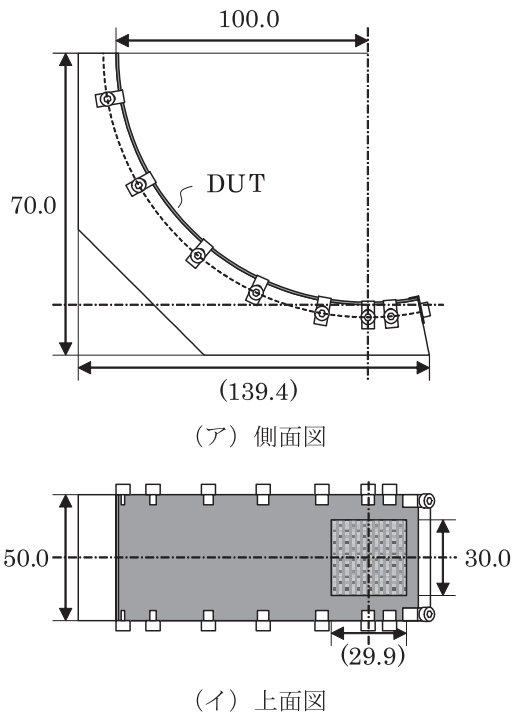


図2 DUTを固定した測定治具  
数値の単位はmm。

## 2.5 測定条件及び測定方法

配光測定規格の座標系<sup>3)</sup>に対し、傾斜角 $0\text{度} \leq \theta \leq 85\text{度}$  (1.0度間隔)、方位角 $90\text{度} \leq \varphi < 270\text{度}$  (22.5度間隔)の範囲(図3)の発光状態を549枚の輝度画像として測定した。専用のソフトウェア ProSource バージョン10.2.12 (Radiant Vision Systems, LLC製)を用いて、光線追跡法によりファーフIELD配光特性を取得した。

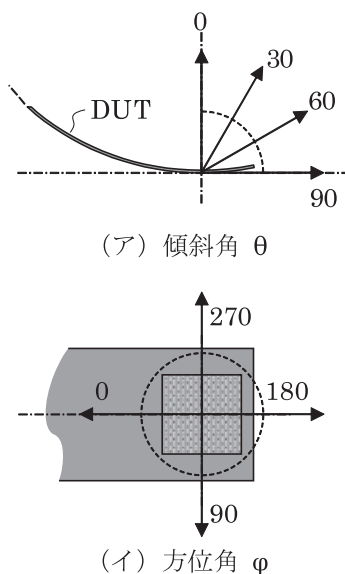


図3 DUTと座標系の関係  
数値の単位は度。

## 3 結果及び考察

第1報の通り、FOLEDパネルを左右対象に凹面に屈曲させた場合、屈曲に沿う方向 ( $\varphi=180\text{度}$ ) に対し、 $\theta=55\text{度}$ 付近を境に光度が急激に低下した(図4(ア)破線)。一方、FOLEDパネルの屈曲による形状由来の遮蔽が生じない、すなわち視野に発光面の裏面が映りこまないよう、左右非対称の凹面形状に屈曲させて測定した結果、 $\theta=55\text{度}$ 以降もなだらかに光度が低下した(図4(ア)実線)。また、平面発光時(図4(イ)一点鎖線)と凹面発光時(図4(イ)実線)の配光特性もよく一致した。

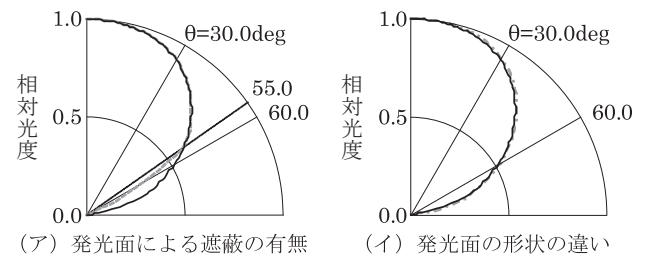


図4 配光特性の比較

- 曲面発光 (本報告、遮蔽なし)
  - 曲面発光 (第1報、遮蔽あり)
  - 平面発光 (第1報)
- 発光面の長手方向に対応する方位角  $\varphi=180\text{度}$  での配光特性。

## 5 まとめ

本報告は、発光面を屈曲させることによる局所的な配光特性への影響は極めて小さいことを明らかにした。

今後は、曲面発光する照明器具を設計する際に、平面発光時の配光特性を曲面モデルに適用した照明シミュレーションが有効な手段となるか検討していく。

本報告の内容は経済産業省の委託事業の成果である。

## 参考文献

- 1) 豊田敏裕：光源データの配光測定方式の違いがヘッドアップディスプレイの表示シミュレーションに与える影響 ―ファーフIELD配光データとニアフィールド配光データの比較―. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第13号, 9-14 (2020).
- 2) 豊田敏裕 他：曲面が発光する照明器具の配光測定方法 (第2報). 静岡県工業技術研究所研究報告, 第14号, 43-46 (2021).
- 3) JIS C 8105-5:2014 照明器具―第5部：配光測定方法.

# 非接触表面形状測定機における傾斜面の測定性能評価

照明音響科 柳原 亘  
浜松工業技術支援センター 光科 中野雅晴

## Evaluation of slope measurement performance for non-contact surface profilers

YANAGIHARA Wataru and NAKANO Masaharu

Keywords : slope measurement performance, non-contact surface profilers

白色干渉計と共焦点顕微鏡における傾斜角度の測定性能、及び傾いた測定面の表面粗さ測定性能を明らかにした。

傾斜角度が既知のプリズム試料を両測定機で測定した。既知の傾斜角度との差分を誤差(%)で評価すると、共焦点顕微鏡については60度までの傾斜角度において誤差2%以内、白色干渉計についても30度までの傾斜角度において誤差2%以内で測定できることが分かった。

粗さ標準片の任意の傾きにおける表面粗さを両測定機で測定した。触針式粗さ計の測定結果を基準値とし、基準値との差分を誤差(%)で評価すると、RaとRSmの誤差は白色干渉計の方が小さく、Rdqの誤差は共焦点顕微鏡の方が小さくなることが分かった。

キーワード：白色干渉計、共焦点顕微鏡、傾斜角度、表面粗さ

### 1 はじめに

自動車のコミュニケーションライティング技術の進展に伴い、今後開発される次世代車載光学部品には、光学性能を出すために部品表面に急峻な傾斜面をもつ微細構造が施される(写真1)。その傾斜面の傾斜角度と表面粗さの評価に白色干渉計と共焦点顕微鏡が使用される。測定機台上で測定面を真上に向け

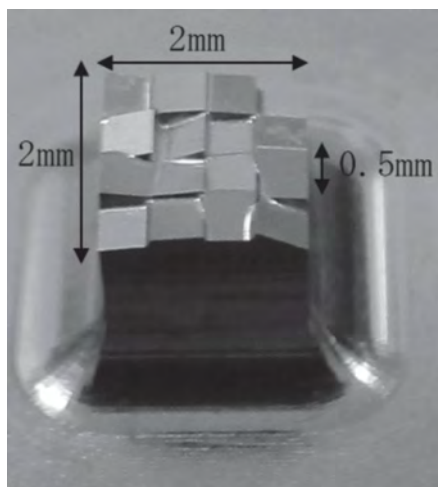


写真1 次世代車載光学機器に搭載される部品の金型例  
(プリズムの最大高さ0.5mm)

て測ることを基本とする両測定機について、傾斜面を測定する場合の測定精度を明らかにする目的で、同一試料を用いた測定値の特徴を比較した。

### 2 方法

#### 2.1 測定機

白色干渉計はアメテック(株)製のTalysurf CCI HD XL(写真2)、共焦点顕微鏡はレーザーテック(株)製のOPTELCIS HYBLID L7(写真3)を使用した。両測定機とも100倍の対物レンズ(白色干渉計:



写真2 白色干渉計





写真3 共焦点顕微鏡

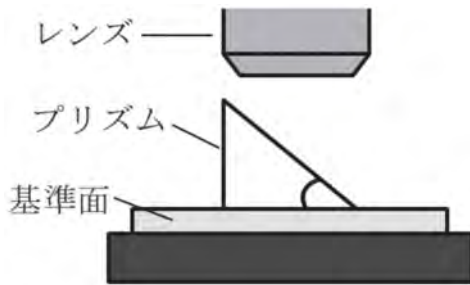


図1 傾斜角度の測定方法の模式図

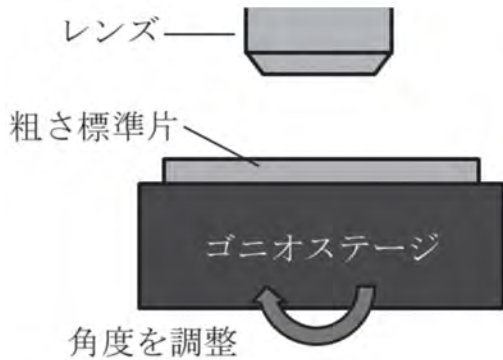


図2 表面粗さの測定方法の模式図

NA0.7、共焦点顕微鏡：NA0.9）を使用した。

## 2.2 傾斜角度の測定性能評価

光学基準面上に傾斜角度が既知のプリズム試料を設置し（図1）、傾斜角度が異なる7種類のプリズム面及び、各プリズム試料ごとに光学基準面を測定した。角度の測定は、プリズム面、光学基準面のそれぞれの三次元測定データから同じ軸方向に断面を抜き出し、プリズム面の角度から光学基準面の角度を差し引いた。

## 2.3 傾いた測定面の表面粗さ測定性能評価

傾きを調整できるゴニオステージ上に粗さ標準片を設置し（図2）、任意の傾きにおいて標準片を測定した。標準片は、Ra基準値 $0.44\mu\text{m}$ と $3.0\mu\text{m}$ の面を選定した（図3）。標準片の三次元測定データから、傾き方向に断面を抜き出し、 $\lambda c0.8\text{mm}$ 、 $\lambda s2.5\mu\text{m}$ をフィルタ設定値として、粗さパラメータRa（凹凸の高さの平均）、RSm（凹凸の幅の平均）、Rdq（凹凸の傾斜角度の平均）を算出した。基準値は、触針式粗さ計の測定結果とした。

## 3 結果および考察

### 3.1 傾斜角度の測定性能評価

測定結果の既知のプリズム傾斜角度からの差分を誤差（%）で評価すると、共焦点顕微鏡については60度までの傾斜角度において誤差2%以内、白色干渉計についても30度までの傾斜角度において誤差2%以内で測定できることが分かった（図4）。

### 3.2 傾いた測定面の表面粗さ測定性能評価

測定結果の触針式粗さ計による基準値からの差分

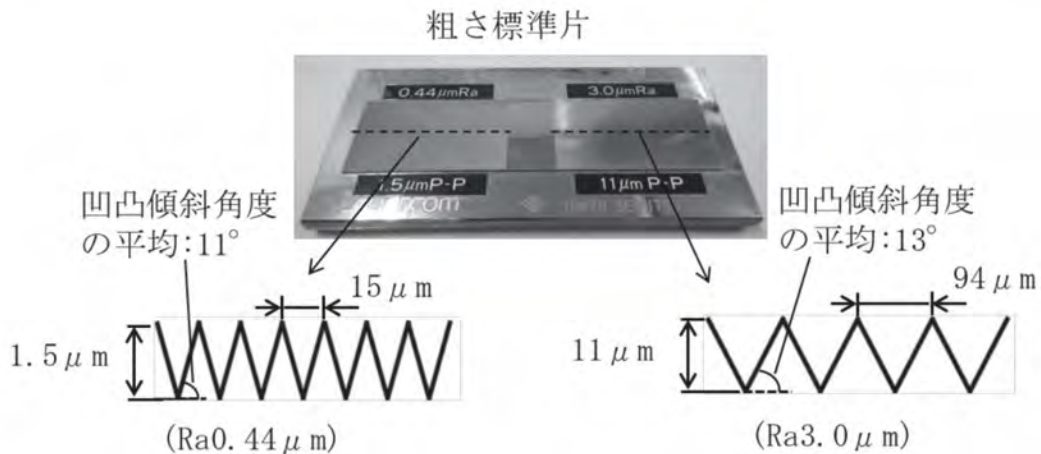


図3 粗さ標準片

三角形形状の断面を構成

を誤差 (%) で評価した。Raは白色干渉計の方が小さく (図5)、RSmも同様であった (図6)。また、RSmは傾きに依存しないことが分かった。Rdqの誤差については、傾きが大きい範囲では両測定機も誤差が顕著に大きくなるが、傾き15度までは共焦点顕微鏡の方が小さかった (図7)。白色干渉計の測定は、傾斜面の測定で微小なノイズが発生しやすく、Rdqの結果に影響したと考える。また、3つの粗さパラメータの評価結果に共通して粗さが小さいほど傾きの影響

を受けやすいことが分かった。粗さが小さいと、ノイズの影響を受けやすく、山谷間の測定点数も少なくなるためと考える。

#### 4 まとめ

白色干渉計及び共焦点顕微鏡における傾斜面の測定性能が明らかになり、今後の次世代車載光学部品の評価に向けて有効な指標となったと共に、日頃の測定業務にも活用していきたい。

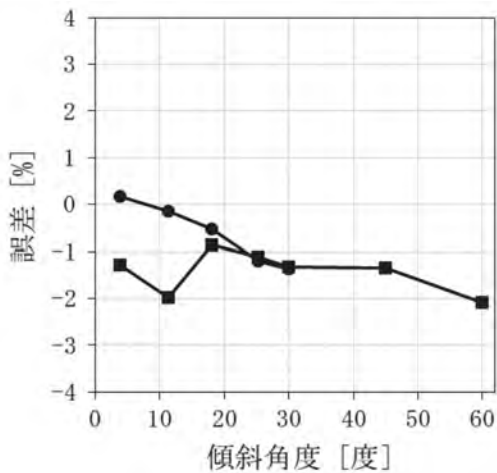


図4 傾斜角度の測定誤差結果

● : 白色干渉計    ■ : 共焦点顕微鏡

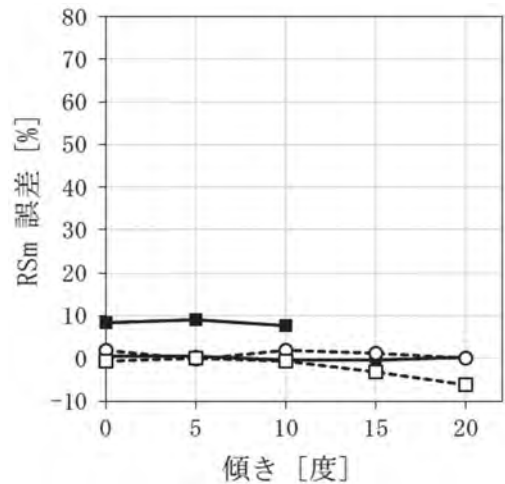


図6 測定面の傾きにおけるRSm測定誤差結果

● : RSm15.1 μm (白色干渉計)  
 ■ : RSm15.1 μm (共焦点顕微鏡)  
 ○ : RSm94.6 μm (白色干渉計)  
 □ : RSm94.6 μm (共焦点顕微鏡)

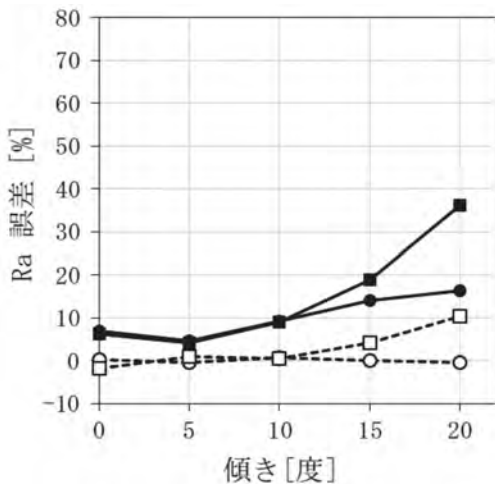


図5 測定面の傾きにおけるRa測定誤差結果

● : Ra0.44 μm (白色干渉計)  
 ■ : Ra0.44 μm (共焦点顕微鏡)  
 ○ : Ra3.0 μm (白色干渉計)  
 □ : Ra3.0 μm (共焦点顕微鏡)

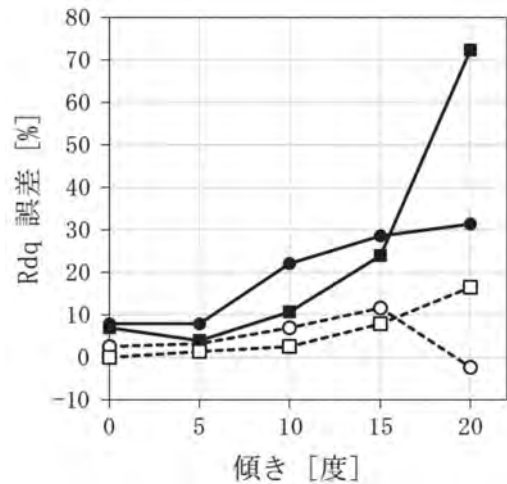


図7 測定面の傾きにおけるRdq測定誤差結果

● : Rdq11.7度 (白色干渉計)  
 ■ : Rdq11.7度 (共焦点顕微鏡)  
 ○ : Rdq13.6度 (白色干渉計)  
 □ : Rdq13.6度 (共焦点顕微鏡)

## 機械学習による反射率測定データの高分解能化

— 畳み込みフィルタを使ったアップサンプリング手法 —

照明音響科 田代知範

## Super-resolution of reflectance data by machine learning

— Method with upscaling filters —

TASHIRO Tomonori

Keywords : Machine learning, Optical simulation, Reflection characteristics, High resolution

コミュニケーションライティングによる道路面への投影図形の評価を目的として、高精度な光学シミュレーションを行うために、反射特性データの未測定点を推定する機械学習を使った方法について検討した。見る角度によって色が変わる構造色試験片の反射特性データを取得し、機械学習によって高分解能化を実施した。学習画像の枚数と画素数の組み合わせを変えながら、高分解能化の精度を比較したところ、学習画像の枚数および画素数が大きい場合、実測値とよく一致する結果を示した。本研究により、事前に十分な数の高分解能学習データを用意する必要があるものの、機械学習によって未測定点の推定が行えることが明らかとなった。

キーワード：機械学習、光学シミュレーション、反射特性、高分解能化

## 1 はじめに

コミュニケーションライティングが道路面に投影する図形について、歩行者からの見えを光学シミュレーションで評価することが必要となる。その際、情報量の多い高分解能な反射特性データを使うことで、高精度な光学シミュレーションが可能となるが、簡易測定で得られる道路面の反射特性データは情報量の少ない低分解能データである。そこで本研究では、画像処理分野で利用される畳み込みフィルタを使ったアップサンプリング手法<sup>1)</sup>を活用し、反射特性データの未測定点を推定する方法について検討した。

## 2 方法

## 2.1 反射特性データの取得

見る角度によって色が変わる薄膜干渉を有する48枚の構造色試験片（日本製鉄製TranTixxii）を対象とし、変角分光測色システム（村上色彩技術研究所製GCMS-4）で反射特性データを取得した。測定条件は、入射角が45度から75度を5度間隔、反射角が-35度から80度を5度間隔、波長が390nmから730nmを10nm間隔とした（図1）。得られた反射特性データは、機械学習で用いるために、入射角条件ご

との二次元画像に変換した（図2）。縦が反射角情報、横が波長情報、諧調値が正規化した反射強度

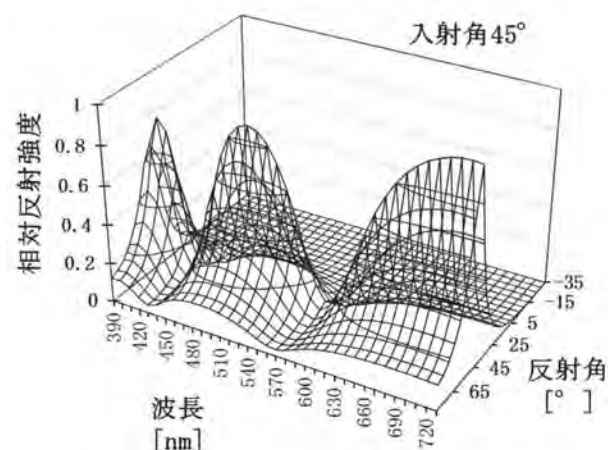


図1 反射特性データの例

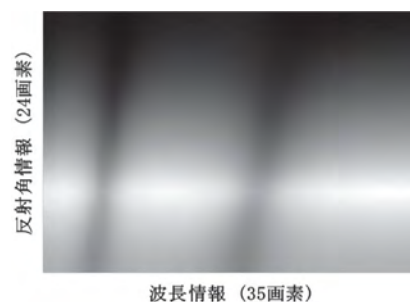


図2 二次元画像の例

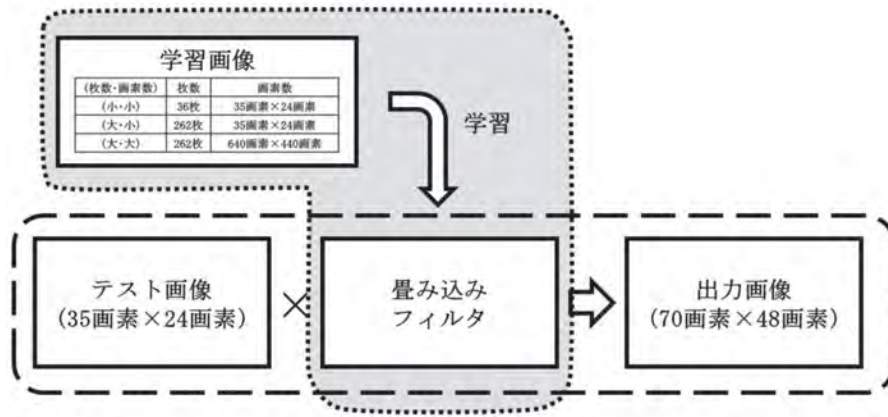


図3 機械学習による高分解能化

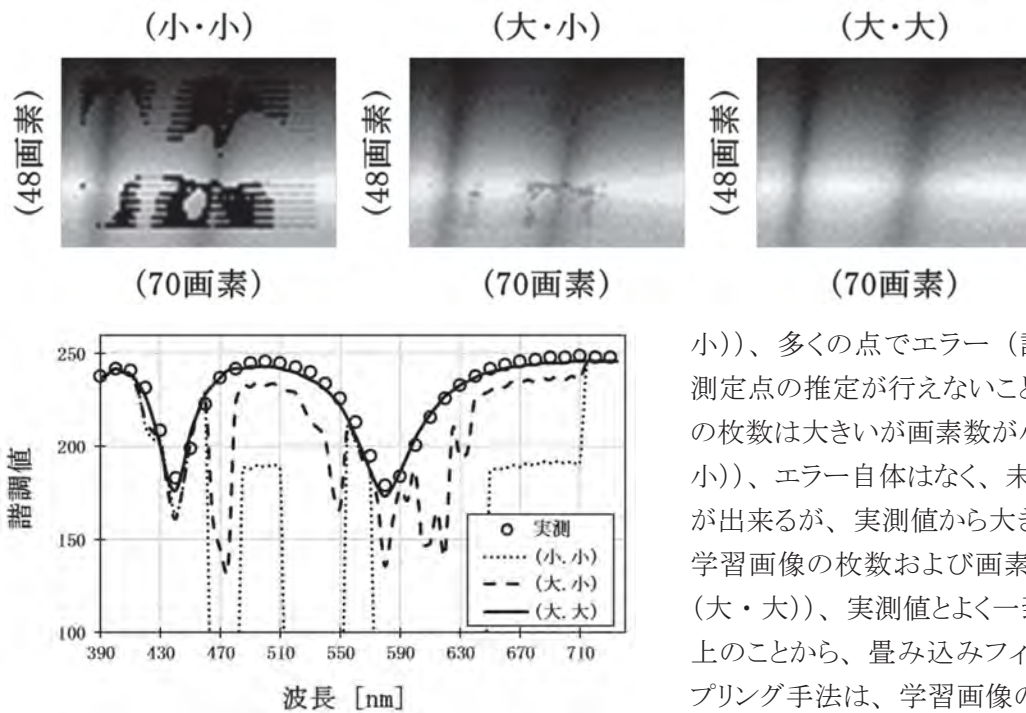


図4 高分解能化の結果

をそれぞれ示している。

## 2.2 機械学習によるアップサンプリング

プログラミング言語Pythonを使って、畳み込みフィルタの学習、および高分解能化を実施した(図3)。本研究では、学習画像の枚数と画素数の組み合わせを変えながら、高分解能化の精度を比較する。条件(大・大)では、スプライン補間を使い疑似的に画素数を増加させた。

## 3 結果と考察

各学習画像条件におけるアップサンプリング出力画像および実測値との比較を図4に示す。学習画像の枚数および画素数が小さい場合(条件(小・

小))、多くの点でエラー(諧調値=0)を示し、未測定点の推定が行えないことが分かった。学習画像の枚数は大きい画素数が小さい場合(条件(大・小))、エラー自体はなく、未測定点の推定は行うことが出来るが、実測値から大きく外れた結果を示した。学習画像の枚数および画素数が大きい場合(条件(大・大))、実測値とよく一致する結果を示した。以上のことから、畳み込みフィルタを使ったアップサンプリング手法は、学習画像の枚数と画素数を十分に大きくすることで、反射特性データの未測定点を推定することが出来る可能性があることが明らかとなった。

## 4 まとめ

事前に十分な数の高分解能学習データを用意する必要があるものの、機械学習によって未測定点の推定が行えることが分かった。今後は、道路面の簡易測定手法に関しても検討していく。

## 参考文献

1) Romano Y. et al.: RAISR: Rapid and Accurate Image Super Resolution, IEEE Transactions on computational imaging, 3(1), 110-125 (2017).

## 製造現場のWeb会議に活用できるリモート3Dスキャンの提案

機械電子科 岩崎清斗  
愛工業株式会社 榛原工場製造部 荒津有希

## Proposal of remote 3D scanning that can be used for online conferencing at the manufacturing site

IWASAKI Kiyoto and ARATSU Yuki

Keywords : Non-contact 3D measurement, Photogrammetry

非接触三次元計測技術の一種であるフォトグラメトリーを活用し、スマートフォンに搭載されている各種センサの情報を統合して利用することで、安価で簡易的に3D点群データを取得できるアプリケーション（以下、アプリ）を開発した。本アプリは、簡単にフォトグラメトリーの素材となる写真を撮影するAR撮影補助機能や、フォトグラメトリーにより生成した3D点群データの閲覧及び寸法測定機能で構成されているため、Web会議上で遠隔地にある対象物の立体的な観察、簡易的な検査等への活用が期待できる。

キーワード：非接触三次元計測、フォトグラメトリー

## 1 はじめに

コロナ禍の現在、家電・自動車等の製造分野においても、三密を避けたリモートワークが推奨されている。しかし、Web会議では、カメラに映る範囲の情報しか得られず、外観検査等の実施が困難である。本研究では、非接触三次元計測技術を活用し、遠隔地にある対象物を3D点群データとして取得し、立体的な観察、寸法測定が可能となる手法（以下、リモート3Dスキャン：R3DS）を提案する。R3DSの計測方法は、カメラで撮影した写真の視差情報を解析し、寸法測定が可能となる3D点群データが取得できるフォトグラメトリー（図1）が有効と考えるが、計測に際し高

度な計測技術が要求される。そこで、複数のカメラやセンサが搭載され、AR技術を利用できる民生機器を用い、安価かつ簡便に三次元計測が可能となるアプリケーション（以下、アプリ）を開発した。

## 2 方法

フォトグラメトリーは、色や質感等のテクスチャを含む3D点群データが取得できる<sup>1)</sup> 一方、写真の枚数や配光等の撮影条件により品質が左右される。本研究では、複数センサやAR技術を活用した補助機能（表1）により課題を解決するため、表2の開発環境、図2のシステム構成にて開発を行った。アプリの基本機能として、汎用スマートフォンであるiOS端末上で対象物の写真撮影とセンシング、取得した3D点群データの閲覧及び選択した2点間の寸法測定を可能と

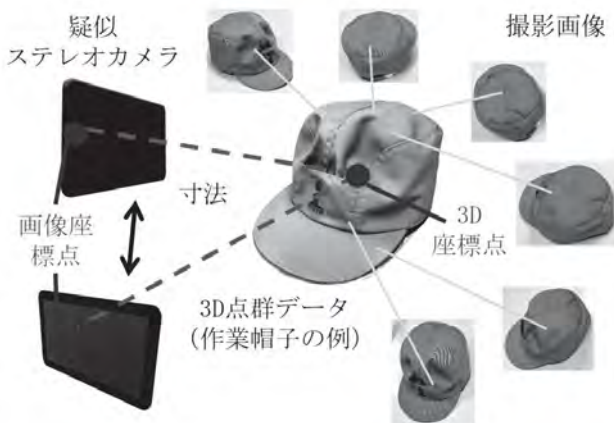


図1 フォトグラメトリーの計測イメージ

表1 R3DSアプリ開発における課題と解決策および補助機能の開発内容

課題	解決策（アイデア）	開発内容
対象物の全周を漏れなく撮影する技術が求められる	AR上に撮影方向を指示するオブジェクトを配置し、必要数に達したら撮影が完了	半球型のARドームオブジェクトを任意の位置、大きさに配置し、消込動作により写真を撮影
3D点群データの寸法基準が不定	他の計測法（ToF等）との併用により、フォトグラメトリーでメートル単位系のデータ出力を可能とする	計測時に写真に加え、他の計測法により深度データを取得

表2 R3DSアプリの開発環境

開発用PC	Macbook Air (M1、2020)
OS	macOS Monterey 12.0.1
統合開発環境	Xcode 13.1
開発言語	SwiftUI
動作端末	iPhone 13 Pro (iOS15)

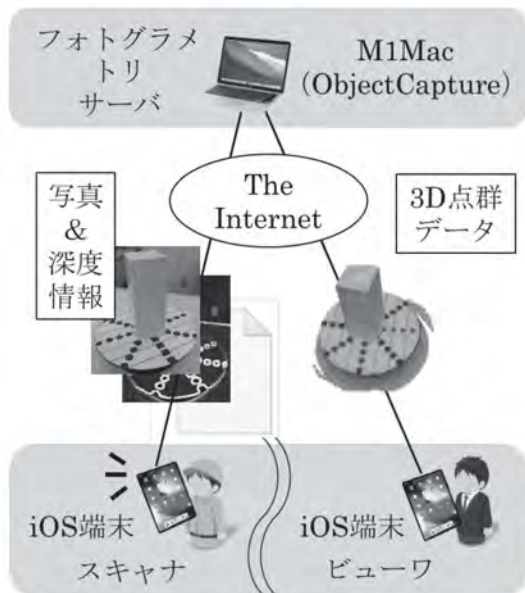


図2 R3DSアプリのシステム構成

する。

### 3 結果

開発したアプリは、iOS端末上センサの距離情報を用いることにより、測定方式によっては100mmブロックゲージを1mm程度の正確度、精度で計測できることを確認した(表3)。フォトグラメトリーは、無次元量の3D点群データを出力するため、計測後に寸法基

準による校正を行う必要があったが、R3DSアプリは撮影と同時に深度情報を取得するため、校正が不要となった。

### 4 考察

開発したアプリは、フォトグラメトリーの特性上、テクスチャを持つ対象物であれば、良質な3D点群データが取得できる一方、平坦形状の対象物に対しては、3D点群データに一部欠損や変形が見られた。そのため、簡易的な外観の確認は可能であるが、詳細な不具合の検出には不向きであり、改善策を検討する必要があることが分かった。

### 5 まとめ

ヒトの移動が制限される昨今において、対象物の3D点群データを取得、共有可能なR3DSアプリを開発した。その結果、Web会議上で遠隔地にある対象物の立体的な観察、簡易的な寸法測定が可能となり、情報伝達を円滑化する新たな手段を提案することができた。

### 謝辞

本研究の実施にあたり、アプリ開発にご協力いただいた愛工業株式会社、iOSアプリエンジニアの間嶋大輔様に感謝いたします。

### 参考文献

- 1) 蓑毛雄吾 他：フォトグラメトリー技術を用いた3DCGモデル生成手法のオンエア利用—「第91回箱根駅伝」におけるコース解説CG映像—, 映像情報メディア学会誌, Vol.70, No.3, 75-79 (2016)

表3 R3DSアプリのブロックゲージ計測結果

測定方式	DualCamera	TrueDepth	DualWideCamera
正確度 (mm)	0.9	1.95	5.27
精度 (mm)	1.81	1.09	1.1
撮影回数 (回)	76	57	45
計測時間 (分)	13	12	9

## セルロースナノファイバーによる香り徐放機能を付与した紙製品の開発

食品科 石橋佳奈  
丸富製紙株式会社 武内ゆみ 八木英一

## Development of paper products with a sustained fragrance-release function using CNF

ISHIBASHI Kana, TAKEUCHI Yumi, and YAGI Eiiti

Keywords : Aroma, Cellulose nanofiber, Sustained release

セルロースナノファイバー（CNF）は、木材などの植物繊維から得られ、幅が数nm～数十 nm程度のバイオマス素材であり、様々な特徴を有している。数ある特徴の中でも、CNFの三次元ネットワークやガスバリア性を活用することで、香りが徐放すると期待した。そこで、CNFを活用した香りが持続するトイレトペーパーの開発を試みた。

本研究では、CNFを添加した香料を用いて、SPME-GC/MS法により香気成分分析を行い、香りの徐放性評価を行った。CNFを添加した香料を用いることで、香料由来の総揮発性成分量及び香気寄与成分量がトイレトペーパー模擬試料に多く残り、緩やかに放散することが明らかとなった。

キーワード：香り セルロースナノファイバー 徐放性

## 1 はじめに

セルロースナノファイバー（CNF）は、木材などの植物繊維から得られ、幅が数nm～数十 nm程度のバイオマス素材である。数ある特徴の中でもCNFの三次元ネットワークやガスバリア性<sup>1)</sup>を活用することで、香りが徐放すると期待した。そこで、CNF用いて、香りが徐放し持続する香り付きトイレトペーパー(以下、「TP」)の開発を試みた。

本研究では、CNFを添加した香料を用いて、SPME-GC/MS法により、香気成分の徐放性評価を行ったので報告する。

## 2 方法

### 2.1 CNFを添加した香料の調製

使用したCNFを表1に示す。また表2にとなるよう各試料を添加し、CNFを添加した香料(以下、「CNF香料」)を調製した。

### 2.2 香り付きTPの徐放性評価方法

#### 2.2.1 サンプル調製

TPへの香り付けは紙管部分に香料を塗布するため、紙管原紙を縦1 cm、横3 cmに切り、CNF香料を10 μL塗布し、香り付きTPに摸したサンプル(以下、「CNF試験片」)を作製した。対照として、同サイズの

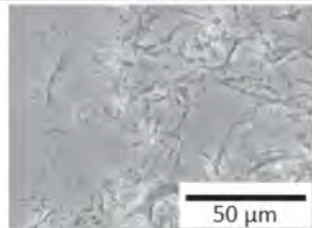
紙管原紙に香料を5 μL塗布した(以下、「試験片」)。各試験片を、45 °Cの恒温槽に4週間静置し、香りを放散させた。

表1 CNFの繊維長、繊維幅及び位相差顕微鏡観察結果

原料	木材由来トイレトペーパーの損紙
繊維長	54.5 μm
繊維幅	47.2 nm

位相差  
顕微鏡観察



\*丸富製紙株式会社より作製  
繊維長：粒度分布測定装置 (LA-900 堀場製作所)  
繊維幅：原子間力顕微鏡(AFM5500MV-770 日立ハイテクサイエンス)にて観察

表2 CNF香料の成分濃度

成分名	単位: wt%
	濃度
市販香料	50
PEG30-水添ひまし油	4
CNF	0.5

表3 SPME-GC/MS測定条件

捕集：SPME (GERSTEL社製)	
捕集剤：50/30 μm DVB/CAR/PDMS (SUPELCO製)	
分析：GC/MS (Agilent Technologies 社製)	
GC system, MSD	: 7890B, 5977B
カラム	: DB-5MS (30 m×0.25 mm i.d., 0.25 μm film thickness)
温度	: 40 °C (2 min) - (10 °C/min) - 250 °C (10 min)
キャリアガス	: ヘリウム
匂い嗅ぎシステム : ODP3 (GERSTEL社製)	
解析：NISTライブラリ, AromaOffice	

2.2.2 香気成分分析条件

各試験片を、表3に示す条件でSPME-GC/MS法により測定した。また匂い嗅ぎシステムも併用した。

3 結果と考察

3.1 香り付きTPの徐放性評価

香料由来である総揮発性成分量及び、香料への香気寄与成分量を調べた。

検出された揮発成分で、9,000以上の面積値である成分を香料からの揮発性成分とし、各揮発性成分の面積合計値を総揮発性成分量とし、図1に示した。

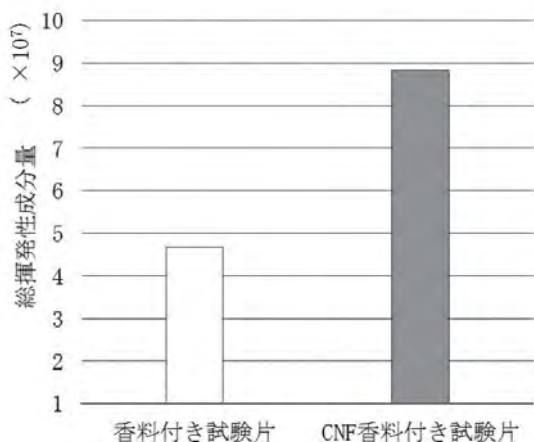


図1 香料またはCNF 香料の総揮発性成分量

試験片に比べCNF試験片は、総揮発性成分量が多いため、緩やかに放散していることが明らかとなった。

匂い嗅ぎシステムの結果を表4に示した。Linalool、Coumarin、C<sub>18</sub>H<sub>26</sub>Oについては、香りの強度が強い為、香料寄与成分と推定した。香気成分の面積値を香気寄与成分量とし、図2に示す。試験片に比べCNF試験片は、Linalool、Coumarinは僅かに多く、C<sub>18</sub>H<sub>26</sub>Oは、6.3倍の量となった。官能においてもCNF試験片の方が香りを感じ、これは、成分量が多く緩やかに放散するC<sub>18</sub>H<sub>26</sub>Oが、香りを長持ちさせる効果に大きく寄与したと考えられる。

表4 匂い嗅ぎシステムにより検知した香調及び香り強度

RT	香調	強度	成分名
11.00	甘い 花様	2	Linalool
14.97	爽やかな	1	unknown
15.67	バナナ様	2	unknown
16.24	甘い	2	Coumarin
16.45	甘い	1	unknown
19.08	甘い	1	unknown
21.15	ムスク様	3	C <sub>18</sub> H <sub>26</sub> O

匂い強度

1:微かに香る 2:しっかり香る 3:強く香る

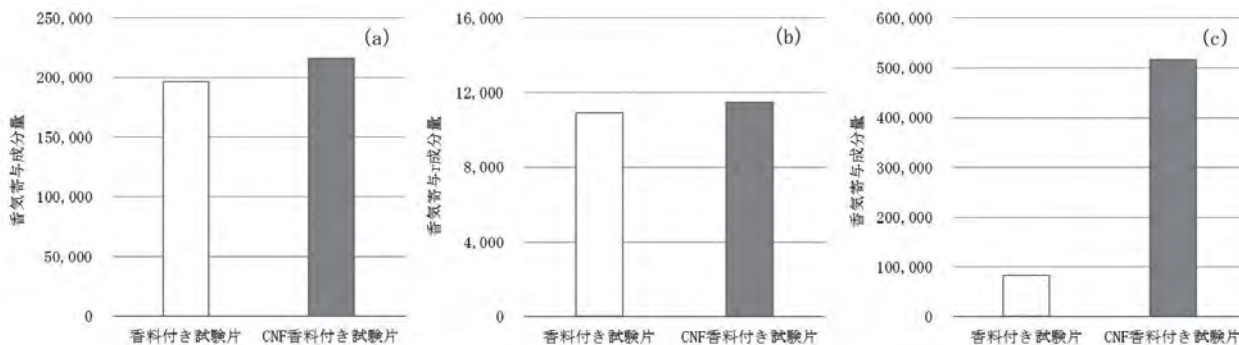


図2 SPME-GC/MS 法による各香気寄与成分量 (a)Linalool (b)Coumarin (c)C<sub>18</sub>H<sub>26</sub>O



#### 4 まとめ

CNF香料は香料に比べ、総揮発性成分量及び香气寄与成分である $C_{18}H_{26}O$ が多く、緩やかに放散していることが明らかとなった。このことから、CNFにより香りが持続するTPが開発可能だと考えられる。

#### 謝辞

本報告の一部は、令和3年度富士市CNFプラットフォーム製品開発事業(代表丸富製紙株)にて実施した。

#### 参考文献

- 1) セルロース学会編：期待のセルロース編,「セルロースのおもしろ科学とびっくり活用」, 第二刷 (講談社,東京) セルロース学会 編集, pp134-147

## 医療従事者によるユーザビリティテストにおける「思考発話法」と「インパクト分析」の有効性の検証

静岡県工業技術研究所 大賀久美\* 船井 孝\*\* 小松 剛\*\*\*  
株式会社テクノサイエンス 高野 順 徳田和彦

### Evaluating the Effectiveness of Think-Aloud Protocol and Impact Analysis on the Usability Testing for Healthcare Professionals

OGA Kumi ,FUNAI Takashi, KOMATSU Takeshi, TAKANO Jun and TOKUDA Kazuhiko

人間工学, 第58巻, 第1号, 3-10 (2022年)

Keywords : Medical device, Human-centered design, Usability test, Qualitative research, Prototyping, Interface  
キーワード : 医療機器、人間中心設計、ユーザビリティテスト、定性調査、プロトタイピング、インタフェース

ユーザビリティの高い医療機器を開発するには、ユーザビリティテストによる利用状況の把握と明示が有効である。本研究では、医療従事者を対象にしたユーザビリティテストとして思考発話法とインパクト分析が有効か検証した。ユーザビリティテストの対象として気管内チューブカフインフレーター（以下、装置）を用いた。初めに、看護師5名がカフ圧管理タスクを行い、その際に思考発話法と映像記録を行って現行装置におけるユーザビリティの問題を把握した。次に、インパクト分析によって、把握した問題に解決する優

先順位をつけて分類した。そして、開発装置のプロトタイプを設計した。最後に、看護師10名のタスクにかかる所要時間と主観評価により開発装置のユーザビリティを評価した。その結果、現行装置に比べて所要時間が短く、ユーザビリティに関する主観評価が高く、開発装置のユーザビリティが向上したことが示唆された。以上より、医療機器開発が目的のユーザビリティテストとして、思考発話法とインパクト分析が有効であると確認できた。

---

\* 商工業局 地域産業課 \*\* 現 沼津工業技術支援センター 機械電子科 \*\*\* 現 企画調整部

## 脱灰コーヒー抽出残さを原料とした活性炭の細孔構造と電気二重層特性

静岡県工業技術研究所 菊池圭祐  
サンコール株式会社 蓮見啓悟 藤村孝史

## Pore Structures and Electric Double Layer Properties of Activated Carbon Derived from Demineralized Spent Coffee Grounds

KIKUCHI Keisuke, HASUMI Keigo and FUJIMURA Takashi

Electrochemistry, Vol.89, No.6, 573-578 (2021)

Keywords : Spent Coffee Grounds, EDLC, Demineralization, Steam Activation

キーワード : コーヒー抽出残さ、電気二重層キャパシタ、脱灰処理、水蒸気賦活

活性炭原料を国内で調達することが求められている。我々は、コーヒー抽出残さ（SCG）を原料として高性能な活性炭を作製することを目的に研究を進めてきた。

SCGを水蒸気賦活した時に得られる活性炭の比表面積は1,300m<sup>2</sup>/g程度で、競合となるヤシ殻活性炭（1,600～1,700m<sup>2</sup>/g）に及ばない。比表面積が増加しない要因として、灰分の賦活触媒作用による細孔粗大化を考え、SCGに含まれる灰分を予め除去してから活性炭を作製した。その結果、緻密なマイクロ孔のみが形成され比表面積は2,000m<sup>2</sup>/gを超えるものも得

られた。作製した活性炭を電極とした電気二重層キャパシタの性能を評価したところ、比表面積が大きいほど電極重量あたりの静電容量は大きく、抵抗値は小さくなった。また電流密度に対する容量維持率にも優れた。一方、電極体積あたりの静電容量は賦活収率が34.7%の時が最大となり、比表面積と活性炭密度のバランスが良い条件と考えられた。

これらの性能はヤシ殻活性炭と同等以上の値を示し、SCGを活性炭原料として利活用できることを明らかにした。



REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE  
NUMAZU TECHNICAL SUPPORT CENTER

静岡県工業技術研究所  
沼津工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所  
沼津工業技術支援センター  
沼津市大岡3981番地1

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE  
NUMAZU TECHNICAL SUPPORT CENTER  
3981-1 Ooka, Numazu city, Shizuoka, 410-0022 Japan

## 海洋由来微生物を活用したサワービールの開発

バイオ科 横澤 賢 勝山 聡 鈴木雅博 高木啓詞 岩原健二\*

## Development of sour beer brewed with microorganisms collected from marine resource

YOKOZAWA Ken, KATSUYAMA Satoshi, SUZUKI Masahiro, TAKAGI Hiroshi and IWAHARA Kenji

Keywords : lactic acid bacteria, yeast, sour beer, beer brewing aptitude, Marine Bio

静岡県では場の力である「海洋」を活用したマリンバイオ産業の振興に取り組んでいる。本研究では本県海洋由来微生物を活用したサワービール開発を目的に、海洋資源から酵母を分離するとともに、既報<sup>1)</sup>で分離した乳酸菌と併せてサワービール醸造適性のある株を選抜した。その結果、乳酸菌は培養初期に乳酸生成が良好なSUG-0126とNMB-28、並びに酢酸生成が良好なNMB-16を選抜した。酵母は15株分離し、アオサ由来の3株はビール醸造に使われる*Saccharomyces cerevisiae*であった。これらは市販株よりも乳酸含有麦汁中にて培養初期に良好なアルコール生成を示し、特に良好なNMY-13を選抜した。

キーワード：乳酸菌、酵母、サワービール、ビール醸造適性、マリンバイオ

## 1 はじめに

静岡県では、マリンバイオ産業振興ビジョン\*の提言に基づき、本県の場の力である「海洋」を活用した新たな産業創出に取り組んでいる。本研究では本県海洋由来微生物を用いたサワービール開発を目的に、海洋資源から酵母を分離し、既報<sup>1)</sup>で分離した

乳酸菌と併せてサワービール醸造適性のある株を選抜したので報告する。

## 2 方法

## 2.1 乳酸菌の有機酸生成評価

供試菌株を表1に示す。これらをSPRAY MALT

表1 乳酸菌候補株一覧

株名	由来	属種	特徴	既報 <sup>1)</sup> における株No.
NMB-16	深海魚 (サンゴイワシ)	<i>Leuconostoc meseneroides</i>	20°Cにおける酢酸高生産性	39
NMB-25	海藻 (ワカメ)			49
NMB-27	海藻 (ヒラミル)			51
NMB-28	海藻 (ヒラミル)	<i>Lactiplantibacillus plantarum</i>	40°Cにおける乳酸高生産性	52
NMB-29	海藻 (ヒラミル)			53
NMB-30	海藻 (ヒラミル)			54
SUG-0126	深海魚 (トンガリヒゲ)			
市販株*		<i>Lactiplantibacillus plantarum</i>		

NMB株:既報<sup>1)</sup>にて分離した株

SUG株:県水産・海洋技術研究所より提供された株

\*:市販乳酸菌 Sour Pitch (Lallemand Inc. 製)

\* 現 退職

\* マリンバイオ産業振興ビジョン検討協議会：マリンバイオ産業振興ビジョン.<https://www.pref.shizuoka.jp/sangyou/sa-130/documents/vision.pdf> (2022.3.15アクセス)

表2 酵母分離に用いた海洋資源一覧

海水*	沖合海水17種類 (17か所)
	深層海水1種類 (1か所)
食経験のある水産物**	6種類
	シラス (7か所)、サクラエビ、ナマコ、アワビ、サザエ、カツオ塩蔵内臓、マグロ塩蔵内臓
食経験のない水産物**	打ち上げ海藻16種類
	ヘラハヤズ (2か所)、ホンダワラ類 (10か所)、マクサ、モツレミル、ウミウチワ (3か所)、アカモク、ムカデノリ (2か所)、ツルツル、カジメ、海ブドウ、ナンバンハイミル、サナダグサ、タンパノリ、アオサ、ミル、オゴノリ

\*:海水は、孔径0.2 μmフィルターにて濾別した。

\*\* :魚介類や海藻の水産物は、ミンチ状に細断した。

medium (Muntons Malted Ingredients Inc. 製) を用いてBrixを約13に調製した麦汁モデル培地で20℃又は40℃で6日間培養し、乳酸と酢酸濃度を経時的に既報1) に従い測定した。

### 2.2 海洋由来酵母の分離

分離源を表2に示す。これらを10 ppmクロラムフェニコール含有麦汁モデル培地にて20℃で14日間培養し、上清を簡易アルコール分析計アルコメイトAL-3 (理研計器 (株) 製) で測定した。アルコール分が3%以上の培養液をYPD固体培地にて30℃で培養後、コロニーを釣菌し、分離した。

### 2.3 酵母のアルコール生成評価

2.2で分離した酵母と市販株London Ale III (Wyeast Laboratories Inc. 製) を0.5%又は1.0%乳酸含有麦汁モデル培地にて20℃で14日間培養し、上清のアルコール分を経時的に簡易アルコール分析計で測定した。

### 3 結果と考察

乳酸菌について乳酸高生産性の6株の乳酸生成及びNMB-16の酢酸生成は培養初期から市販株以上を示し (図1及び図2)、サワービール醸造適性の高い株だった。そこで、特に乳酸生成が良好なSUG-0126及びNMB-28並びに酢酸生成が良好なNMB-16

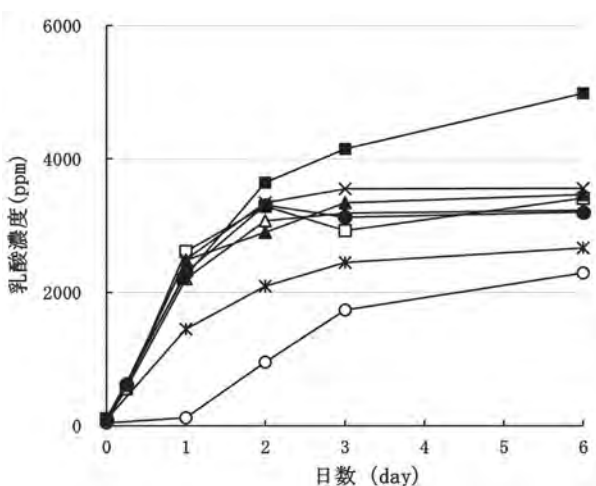


図1 乳酸濃度の経時変化

○NMB-16 (20℃)    △NMB-25 (40℃)  
 □NMB-27 (40℃)    ×NMB-28 (40℃)  
 ●NMB-29 (40℃)    ▲NMB-30 (40℃)  
 ■SUG-0126 (40℃)    \*市販株 (40℃)

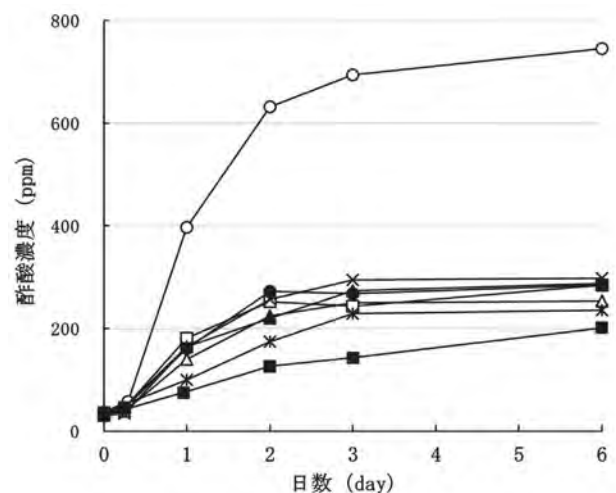


図2 酢酸濃度の経時変化

○NMB-16 (20℃)    △NMB-25 (40℃)  
 □NMB-27 (40℃)    ×NMB-28 (40℃)  
 ●NMB-29 (40℃)    ▲NMB-30 (40℃)  
 ■SUG-0126 (40℃)    \*市販株 (40℃)

表 3 分離酵母一覧

分離源	採取地点	分離株数	属種
海藻（アオサ）	舞阪	3	<i>Saccharomyces cerevisiae</i>
		3	<i>Hanseniaspora uvarum</i>
海水	御前崎	3	<i>Saturnispora sekii</i>
		3	<i>Saturnispora sekii</i>
海藻（ウミウチワ）	田子	3	<i>Schizosaccharomyces japonicus</i>
海藻（ホンダワラ類）	戸田	3	<i>Saccharomyces kudriavzevii</i>

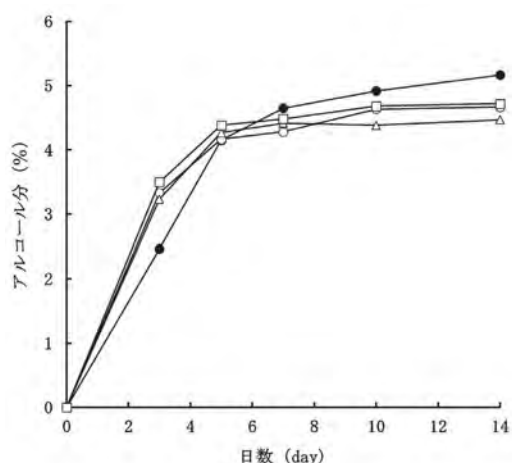


図3 乳酸0.5%含有麦汁モデル培地におけるアルコール濃度の経時的变化

●市販株 ○NMY-12 △NMY-13 □NMY-14

を選抜した。

酵母は15株分離し、アオサ由来の3株はビール醸造に用いられる*Saccharomyces cerevisiae*であった（表3）。これら（NMY-12～NMY14）はサワービール用麦汁を模した乳酸含有麦汁モデル培地で培養初期に市販株より良好なアルコール生成を示し（図3及び図4）、特に良好なNMY-13を選抜した。

#### 4 まとめ

海洋資源から分離した酵母と既報<sup>1)</sup>により分離した

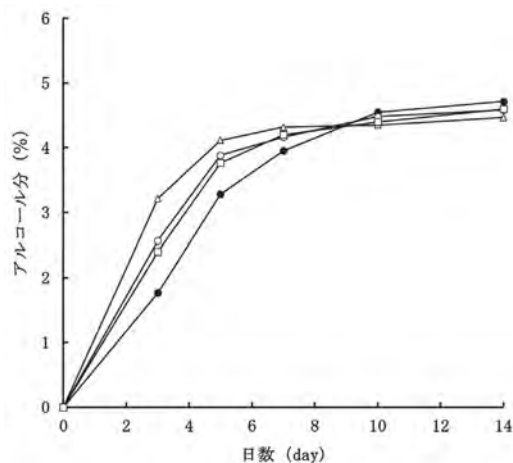


図4 乳酸1.0%含有麦汁モデル培地におけるアルコール濃度の経時的变化

●市販株 ○NMY-12 △NMY-13 □NMY-14

乳酸菌からサワービール醸造適性のある株を選抜した。乳酸菌は培養初期に乳酸生成が良好なSUG-0126とNMB-28並びに酢酸生成が良好なNMB-16を選抜した。酵母は15株を分離し、培養初期にアルコール生成が特に良好なNMY-13を選抜した。

#### 参考文献

- 1) 黒瀬智英子 他：海洋資源からのサワービール用乳酸菌の分離と評価.静岡県工業技術研究所研究報告第14号, pp.80 - 81 (2021).



## ウイスキーもろみ由来乳酸菌のゲノム解析

バイオ科 高木啓詞 勝山 聡 鈴木雅博 望月玲於\* 横澤 賢 岩原健二\*\*  
静岡大学 森内良太 兼崎 友 道羅英夫

### Draft Genome Sequence of *Lactiplantibacillus plantarum* NMZ-1139, isolated from Whisky Mash

TAKAGI Hiroshi, KATSUYAMA Satoshi, SUZUKI Masahiro, MOCHIZUKI Reo, YOKOZAWA Ken,  
IWAHARA Kenji, MORIUCHI Ryota, KANESAKI Yu, and DOHRA Hideo

Microbiology Resource Announcements, 10, e01008-21 (2021).

Keywords : Lactic acid bacteria, Sour beer, Hop resistance

キーワード : 乳酸菌、サワービール、ホップ耐性

ウイスキーのもろみから分離された *Lactiplantibacillus plantarum* NMZ-1139株は、サワービール製造に利用可能な乳酸菌である。次世代シーケンサーを用いて *L. plantarum* NMZ-1139株のゲノム配列を解析し、3,117個の遺伝子配列が含まれることを明らかにした。通常、乳酸菌はホップ由来の苦味成分により、ビール中での生育が阻害されるが、

*horA*、*horC*、*hitA* といったホップ耐性に関連する遺伝子を持つ株は、ビール中で生存できることが知られている。*L. plantarum* NMZ-1139株のゲノムには、*horA* や *hitA* に類似した遺伝子が含まれており、サワービール製造に有益であった可能性がある。このように、ゲノム情報は *L. plantarum* NMZ-1139株の発酵機構の解明に役立つと考えられる。

---

\* 現 環境衛生科学研究所 医薬食品部

\*\* 現 退職

## 人工設計グルタミン酸脱炭酸酵素の開発と応用

バイオ科 高木啓詞  
静岡県立大学 小塚康平 三村健太 中野祥吾 伊藤創平

### Design of a full-consensus glutamate decarboxylase and its application to GABA biosynthesis

TAKAGI Hiroshi, KOZUKA Kohei, MIMURA Kenta, NAKANO Shogo and ITO Sohei

ChemBioChem, 23, e202100447 (2022).

Keywords : gamma-aminobutyric acid, glutamate decarboxylase, lactic acid bacteria

キーワード :  $\gamma$  - アミノ酪酸、グルタミン酸脱炭酸酵素、乳酸菌

グルタミン酸脱炭酸酵素 (GAD) は、グルタミン酸を  $\gamma$  - アミノ酪酸 (GABA) に変換する酵素である。本研究では、膨大に蓄積されている遺伝子情報を活用することで、GADの高機能化に取り組み、GABA生産への応用を目指した。*Levilactobacillus brevis* CGMCC 1306由来のGADと相同なアミノ酸配列ライ

ブラリを用いて、完全コンセンサス設計法と祖先型設計法によって2種の改変型GADを設計した。改変型GADはいずれも耐熱性や活性が向上していた。そこで、改変型GADを発現させた休止菌体を用いたGABA生産手法を構築したところ、低コストかつ世界最速クラスのGABA合成を実現した。

## 生体力学シミュレーションに向けたひずみエネルギー関数の提案と検証

静岡県工業技術研究所 船井 孝 鈴木敬明\*  
理化学研究所 片岡弘之 横田秀夫

### Proposal and validation of polyconvex strain-energy function for biological soft tissues

FUNAI Takashi, SUZUKI Taka-aki, KATAOKA Hiroyuki and YOKOTA Hideo

Bio-Medical Materials and Engineering, Vol. 32, No. 3, 131, 144 (2021)

Keywords : Biological tissue, Biomechanical simulation, Finite element method, Hyperelasticity

キーワード : 生体組織、バイオメカニカルシミュレーション、有限要素法、超弾性

ひずみエネルギー関数は、与えられた境界条件に対して唯一の解を持たない場合があり、このことが原因で有限要素法解析が途中で停止する事がある。しかしながら、ひずみエネルギー関数が凸関数である場合、解の唯一性が担保される。そこで本研究では、凸関数となるひずみエネルギー関数を提案した。提案した関数は第一（低減）不変量のみで構成される関数であった。ひずみエネルギー関数が凸である場合、応力とひずみの関係は単調増加傾向となる。多くの生体軟組織は単調増加傾向であるため、提案した関数は生

体軟組織の変形挙動を記述するのに都合が良い。いくつかの生体軟組織に対して、提案した関数によるカーブフィットを試みてその再現性を確認した。他方、第一（低減）不変量のみで構成されるひずみエネルギー関数は、単軸引張試験のみから他の変形モードも概ね表現できることで知られている。この傾向が生体軟組織にも適応できるかを確認したところ、いくつかの組織で単軸引張試験のみから単軸圧縮試験及び等方二軸引張試験結果を概ね再現する事ができた。

---

\* 現 経済産業部 産業革新局

REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE  
FUJI TECHNICAL SUPPORT CENTER

静岡県工業技術研究所  
富士工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所  
富士工業技術支援センター  
静岡県富士市大淵2590番地1

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE  
FUJI TECHNICAL SUPPORT CENTER  
2590-1 Obuchi, Fuji city, Shizuoka, 417-8550 Japan

## 新型リファイナーで微細化したセルロース繊維を原料にした PP/CNF自動車部材の試作

CNF科	大竹正寿*	田中翔悟	河部千香**
機械電子科	中島大介***		
工業技術研究所 化学材料科	菅野尚子	稲葉彩乃****	小泉雄輔 真野 毅
静岡大学農学部	青木憲治		
相川鉄工株式会社	武安裕也	山村延彦	
芝浦機械株式会社	安倍賢次	岡本暢彦	
イオインダストリー株式会社	豊田峻大		

### Trial manufacture of PP/CNF automobile parts made from cellulose fibers refined by a new type of refiner

OTAKE Masatoshi, TANAKA Shogo, KAWABE Chika, NAKASHIMA Daisuke, KANNO Naoko, INABA Ayano, KOIZUMI Yusuke, MANO Tsuyoshi, AOKI Kenji, TAKEYASU Yuya, YAMAMURA Nobuhiko, ANBAI Kenji, OKAMOTO Nobuhiko and TOYODA Takahiro

This study aimed to improve the dispersibility and strength of PP/CNF masterbatches for molding CNF composites from polypropylene (PP), the most commonly used plastic in automobiles.

We developed a new method of producing CNF by using a refiner that is suitable for producing long fibers and succeeded in developing a CNF suitable for masterbatches that has higher strength when composited than commercial products.

In addition, CNF was produced from pulp with an optimal composition (BCTMP: bleached chemithermomechanical pulp), and then a masterbatch for molding was made. Using this masterbatch as a raw material, the trial production of automobile parts using actual equipment was conducted at an automobile parts molding manufacturer in the prefecture, and it was verified that the masterbatch could be molded without any problems, even for complex shapes, and that the strength was improved by more than 20%.

Keywords : cellulose nanofiber, CNF, refiner, masterbatch, automobile parts

本研究では、自動車用プラスチックで最も使われているポリプロピレン（PP）のCNF複合材を成形するためのPP/CNFマスターバッチの分散性と強度の向上を目指した。比較的長繊維のCNF作製に適したリファイナーを用いたCNFの作製方法を検討し、市販品より複合化した時の強度が大きい「マスターバッチに適したCNF」の開発に成功した。さらに最適組成のパルプ(BCTMP)からCNFを作製し、成形用マスターバッチを作製した。このマスターバッチを原料に、県内の自動車部品成形メーカーで実機による自動車部材を試作したところ、複雑な形状であっても問題なく成形ができることが検証でき、強度も20%以上向上していることが確認できた。

キーワード：セルロースナノファイバー、CNF、リファイナー、マスターバッチ、自動車部材

---

\* 現 工業技術研究所 金属材料科    \*\* 現 製紙科    \*\*\* 現 CNF科  
\*\*\*\* 現 沼津工業技術支援センター 機械電子科

## 1 はじめに

天然繊維であるセルロースナノファイバー(以下CNF)と樹脂の複合材は軽量、高強度で環境負荷が少ないため、自動車部材などの構造材へ活用することが世界的に期待されている<sup>1)</sup>。しかしながら疎水性の樹脂と親水性のCNFは均一に混ぜることが難しいため、樹脂中でのCNFの分散性が悪く、強度などの物理特性が上がらない問題を抱えている。我々はこれまでに、自動車でも最も使われているポリプロピレン(以下PP)とCNFの複合材を成形する原料であるマスターバッチを作製し、CNFの分散性と樹脂の物理的特性が向上したPP/CNF複合材の開発を行ってきたが<sup>2)</sup>、その過程で、CNFの形状や組成が複合材強度に影響を及ぼすことを見出した<sup>3),4)</sup>。本報告では、これまでの研究で得られた最適な形状、組成のCNFから作製したPP/CNF複合材の特性を調べ、さらに自動車部材を試作することで、実機による成形の検証を行った。

## 2 方法

### 2.1 リファイナーによるCNFの作製

これまでの研究で作製してきたCNFの範囲では、繊維長が長い方が複合材の強度が大きいことが分かったため、比較的長い繊維のスラリーが作製可能なリファイナー(相川鉄工(株)製)を使用し、市販の針葉樹漂白クラフトパルプ(以下NBKP)及び漂白ケミサーモメカニカルパルプ(以下BCTMP)からCNFの作製を行った。まず、これらのパルプをパルパー(相川鉄工(株)製)により3.5%で離解した。これを、新しく開発した叩解刃であるFINEBAR<sup>®</sup>(相川鉄工(株)製)を取り付けたリファイナー(NBKPはラボリファイナーSDR-14型、BCTMPは新型リファイナー)を用いて、

流量150 L/min、クリアランス0.1 mmの条件で、繊維長が200 μm以下の繊維の割合が96%以上になるまでスラリーをそれぞれ100kgずつ作製した。なお、NBKP及びBCTMPから作製したスラリーをそれぞれリファイナーCNF(NBKP)、リファイナーCNF(BCTMP)と表記した。

### 2.2 樹脂ペレットの作製

作製したCNFからCNF50%粉体(無水マレイン酸変成ポリプロピレン混合粉体、静岡大学開発、以下MB)を作製し、PP(原料:プライムポリマー製J-107G(ホモ)又はJ-707G(ブロック)を粉体化したもの)と二軸混練機TEM-26SX-12/2V(芝浦機械(株)製、スクリュ径:φ26mm、L/D:48)で熔融混練してCNF濃度25%のマスターバッチを作製した。さらに同種のPPペレットで希釈混練してCNF濃度10%の成形用ペレットを得た。吐出量は5kg/h、バレル内温度は通常よりも低めの130℃→160℃とし、せん断力がより大きくかかるようにした。初期混練条件を表1に示す。原料投入方法として、MB及びPPをトップフィーダーから全量流すトップフィード、トップフィーダーからMBと一部のPPを流した後、残りのPPをサイドフィーダーから供給するサイドフィード、MBとPPをあらかじめ混合しトップフィーダーから流すプレミックスの3つの方法で行った。最終的にリファイナーCNF(NBKP)及びリファイナーCNF(BCTMP)から作製した樹脂ペレットを、それぞれPP/CNF10%(NBKP)、PP/CNF10%(BCTMP)と表記した。

### 2.3 試験片及び自動車部材の成形

PP/CNF10%(NBKP)、PP/CNF10%(BCTMP)及びPP単体ペレットについて、射出成形機(株)日本製鋼所製、型締力:55t)を用いてシリンダ温度190℃、射出速度32mm/sec、射出圧力40MPa、保圧20MPa

表1 初期混練条件

	混練A1	混練A2	混練A3	混練B
CNF原料	NBKPのリファイナー処理		BCTMPのリファイナー処理	
PP原料	ブロックタイプPP		ホモタイプPP	
原料投入方法	CNF(粉):TF PP(粉):TF	CNF(粉):TF PP(粉):TF	CNF(粉):TF PP(粉):TF/SF	CNF(粉)とPP(粉) をブレンド:TF
スクリュ回転数	100rpm	200rpm	200rpm	100rpm

TF: トップフィード、SF: サイドフィード

## 【報告】

(PP/CNF)、40MPa (PP) の条件で成形し、試験片（引張試験用：平行部長さ10mm、平行部幅3mm、厚さ3mm、曲げ試験用：幅10mm、長さ80mm、厚さ4mm）を作製した。さらに射出成形機（㈱日本製鋼所製、型締力：350t）を使用して、シリンダ温度190℃、射出速度20mm/sec、射出圧力170MPa (PP/CNF)、130MPa (PP)、保圧80MPaの条件で自動車窓枠部材を試作した。

## 2.4 評価方法

## (1)物性試験

引張試験及び曲げ試験については、JISK7171:2016に準じて行った。引張試験は、引張・圧縮万能材料試験機テンシロンRTF-1250（㈱エー・アンド・デイ製）を用いて、試験条件：ロードセル5kN、試験速度2mm/min、つかみ具間隔30mmで行い引張強さを求めた。また、曲げ試験は、同装置を用いて試験条件：ロードセル250N、試験速度5mm/min、支点間距離64mmで3点曲げを行い、曲げ強さ及び曲げ弾性率を求めた。自動車部材については、両端を治具に固定した後、中央に図1に示す面内荷重又は面外荷重を圧子で加え、20mm/minの試験速度で最大25mmまで押込んだ時の荷重変化を測定した。

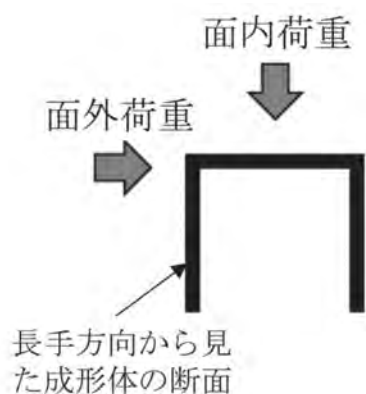


図1 自動車部材押込み試験の荷重方向

## (2) X線CTによる複合材中CNFの分散性評価

高分解能3DX線頭微鏡nano3DX（㈱リガク製）を使用し、複合材を1mm×1mm×3mmに切り出して測定した。測定条件は、X線源：Cu（管電圧40kV、管電流30mA）、測定視野：φ0.9mm×0.7mm、画素サイズ：0.81μm/voxel、撮影枚数：600枚、照射時間：16sec/枚とした。

## (3)複合材のSEM及びTEM観察

SEMについては、複合材をソックスレー抽出（サンプル量60mg、溶媒：pキシレン、抽出時間：14h）して樹脂を除去し、N<sub>2</sub>ガスを吹き付けて半日乾燥した後、電界放射型走査電子顕微鏡JSM-7800F（日本電子㈱製）を使用して、3kVの加速電圧で観察した。TEMについては、複合材をエポキシ樹脂で包埋後、ダイヤモンドナイフ装着のクライオウルトラマイクロームULTRACUTS（LEICA製）でトリミング、面出しをした。次に金属酸化物(RuO<sub>4</sub>)で染色して超薄切片を作製し、断面を原子分解能分析電子顕微鏡JEM-ARM200F（日本電子㈱製）を使用して200kVの加速電圧で観察した。

## 3 結果および考察

## 3.1 樹脂ペレットの作製

作製した2種類のCNFの外観を写真1に示す。このうち、リファイナーCNF（NBKP）を3つの条件で二軸混練して作製したPP/CNF10%（NBKP）をフィルム化した写真を写真2(a)~(c)に示す。(a)、(b)、(c)の順番に凝集物の量が少なく小さくなっており、回転数は100rpmより200rpm、混練方法はCNFリッチかつ低温の状態の効果的なせん断を付与した後、樹脂を添加するサイドフィード方式が、分散性が良いことが分かった。この結果から、最終的に、回転数200rpm、サイドフィーダー使用の条件でPP/CNF10%（NBKP）ペレットを約10kg作製した。

同様に、リファイナーCNF（BCTMP）を二軸混練して作製したPP/CNF10%（BCTMP）をフィルム化した写真を写真2(d)に示す。あらかじめCNF粉体とパウダー化したPPを予備混合しておくプレミックスの方法を採用したことで、これまでの方法よりもさらにCNFの分散性が向上した。あらかじめ混合しておくことで、可塑化混練ゾーンのせん断作用により一気に可塑化



写真1 リファイナーにより作製したスラリー

左:リファイナーCNF(NBKP) :濃度3.5%

右:リファイナーCNF(BCTMP):濃度3.0%

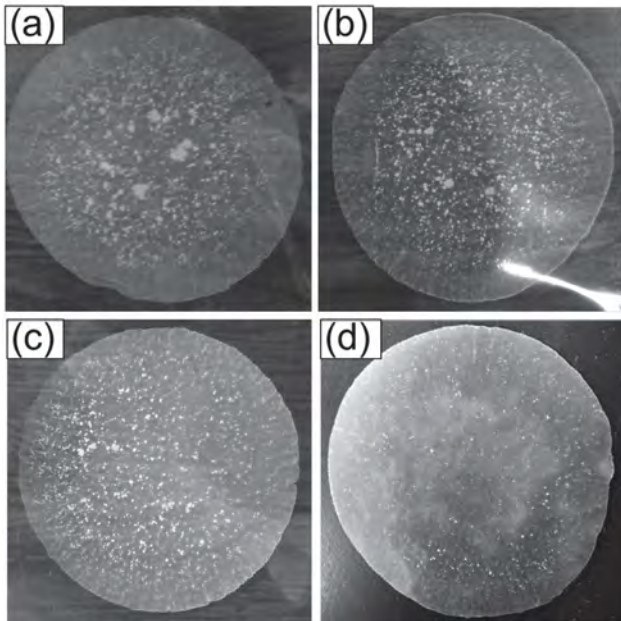


写真2 二軸混練したPP/CNF10%複合材のフィルム  
(a)混練A1 (b)混練A2、(c)混練A3、(d)混練B

とCNFの分散が進行したためだと考えられる。この方法で、PP/CNF10% (BCTMP) ペレットを約10kg作製した。

### 3.2 試験片の評価

成形した試験片の後方から光を照射した外観の写真写真3に示す。PP/CNF10% (NBKP)、PP/CNF10% (BCTMP) とともに樹脂中に凝集物が見られたが、後者では凝集物の大きさが小さくなり、CNF

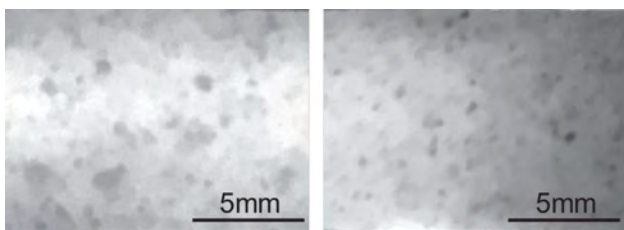


写真3 複合材の外観

左:PP/CNF10%(NBKP)、右:PP/CNF10%(BCTMP)

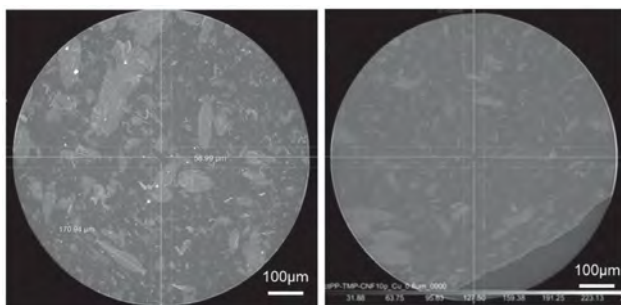


図2 PP/CNF10%複合材のX線CT像

左:PP/CNF10%(NBKP)、右:PP/CNF10%(BCTMP)

の分散性が向上していた。さらに、これを詳細に観察するため、X線CT像を測定した結果を図2に示す。CNF10% (BCTMP) はCNF10% (NBKP)に比べて凝集物の大きさが小さいだけでなく樹脂と凝集物の境がぼやけており、樹脂マトリックスの部分には微細なセルロース繊維がより均一に広がっている様子が見られた。CNF10% (BCTMP)のCNFの分散性が改善したのは、より適した混練条件で作製できたことが1つの理由だが、BCTMPに含まれるリグニンのために、CNFと樹脂のなじみがよかったことも要因としてあったと考えられる。

表2に成形した試験片の引張強度、曲げ強度、曲げ弾性率及び伸びを示す。PP/CNF10% (NBKP) ではCNF10%の配合により、引張強さ、曲げ強さ、曲げ弾性率がそれぞれPP単体に比べて15%、21%、35%向上し、破断伸びは68%減少した。一方PP/CNF10% (BCTMP) では同様のCNF配合により、引張強さ、曲げ強さ、曲げ弾性率がそれぞれPP単体に比べて20%、22%、36%向上し、伸びは75%減少した。PPの種類が異なるため単純には比較できないが、PP/CNF10% (NBKP) よりPP/CNF10% (BCTMP) のCNF添加による向上率がわずかに大きかったのは、CNFの分散性がよかったことが理由だと考えられる。

さらに成形体のSEM写真及びTEM写真をそれぞれ写真4及び写真5に示す。SEM写真からは、樹脂中にあまり解繊されていない太い繊維(矢印で示す)が見られたが、一方で、幅が100nm以下の繊維がネットワーク状になっている様子も見られた。また、TEM写真からは、樹脂中に細い繊維と太い繊維が分散しており、そのうち太い繊維では繊維表面が毛羽立ち(フィブリル化)しているものも見られた。我々のこれまでの研究で、PPとCNFを複合化した場合、市販CNFよりもリファイナーから作製したCNFを配合した方が樹脂強度は大きくなる結果が得られている<sup>4)</sup>。リファイナーから作製したCNFは広い範囲の繊維幅分布を持っていることと、フィブリル化している繊維があることから、より強固なネットワークを形成したためだと考えられる。

### 3.3 自動車部材の成形及び評価

PP/CNF10% (NBKP) 及びPP/CNF10% (BCTMP) のペレットから自動車部材を試作した。PP/CNF10% (BCTMP) から作製した成形体の写



表2 成形体の物性

		PP/CNF10% (NBKP) (PP:ブロックタイプ)			PP/CNF10% (BCTMP) (PP:ホモタイプ)		
		PPのみ	PP/CNF10%	増加率(%)	PPのみ	PP/CNF10%	増加率(%)
引張強さ	(MPa)	23.5	27.0	15	31.8	38.3	20
破断伸び	(%)	39.9	12.6	-68	30.0	7.6	-75
曲げ強さ	(MPa)	32.3	39.1	21	45.8	55.7	22
曲げ弾性率	(MPa)	1239	1668	35	1636	2225	36
曲げ最大ひずみ	(%)	6.4	5.9	-	7.0	6.3	-

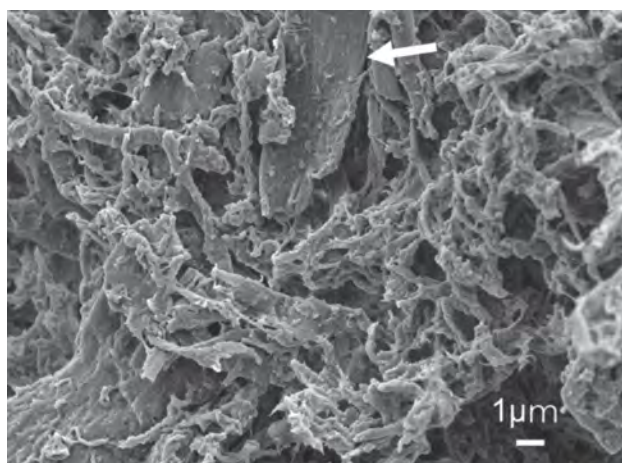


写真4 複合材内部のSEM像

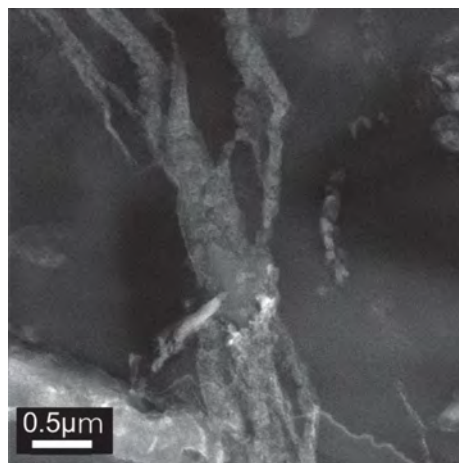


写真5 複合材内部のTEM像

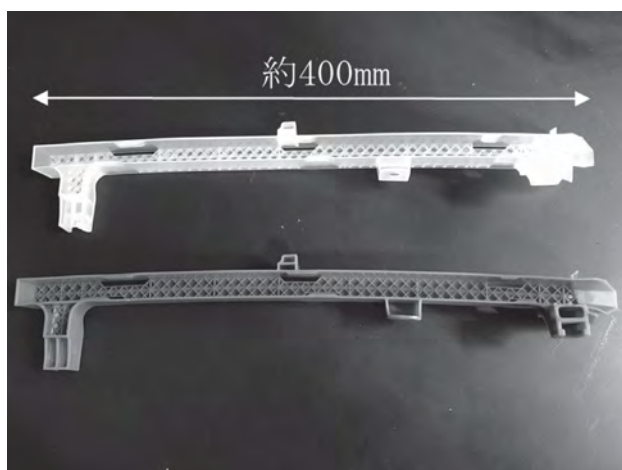


写真6 試作した自動車部材

上:PP、下:PP/CNF10%

真を例に写真6に示す。成形した自動車部材は複雑な形状だったが、射出条件を最適化することで、ショートショットやヒケなどの問題がなく成形することができた。また、熱履歴によって元々の薄い茶色の色が少し濃くなったが、強度低下やにおいなどの問題はなかった。

自動車部材の押込み試験の結果を図3及び図4に示す。CNF添加により、PP/CNF10% (NBKP) の最大荷重は22% (面外荷重)、4% (面内荷重)、PP/CNF10% (BCTMP) の最大荷重は17% (面外荷重)、8% (面内荷重)増加した。なお、面外荷重と面内荷重の増加率が異なるのは、部材の形状効果のためだと考えられる。

#### 4 まとめ

リファイナーから作製したCNFを原料にPP/CNF10%のペレットを作製し、それを実機成形して自動車部材を成形するとともに評価を行ったところ、問題なく成形可能で、材料としての強度 (曲げ強さ) も20%以上増加していることが明らかになった。リファイナーを利用することで、市販品にはない自由度の高いCNFを容易に得ることができ、樹脂と複合化した時の強度も高くなる可能性があるため、今後の複合材のCNF作製方法として期待される。

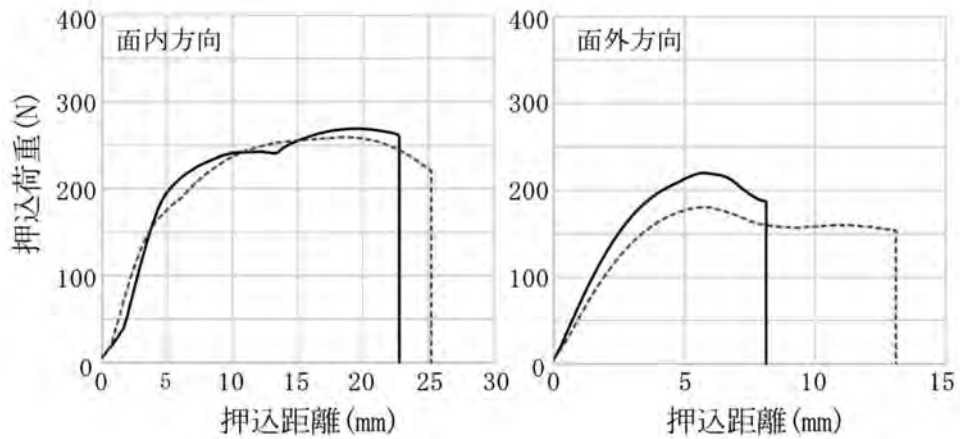


図3 窓枠部材サッシュの押込み試験(PP/CNF10%(NBKP))

----- PP    ——— PP/CNF10%

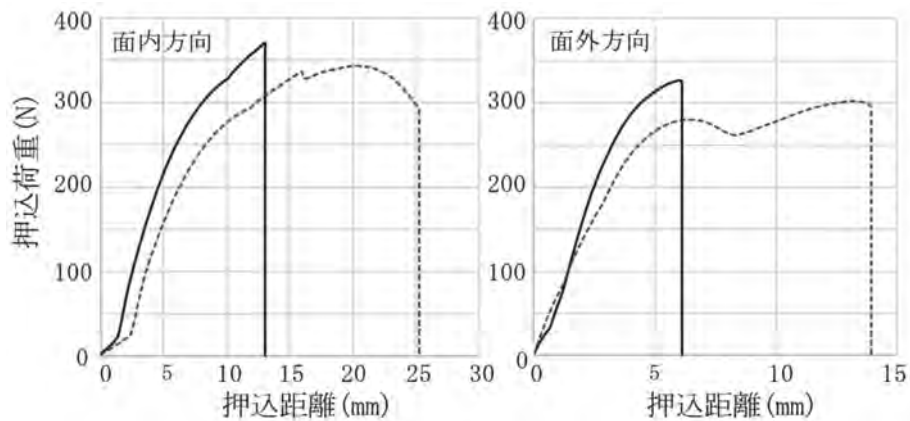


図4 窓枠部材サッシュの押込み試験(PP/CNF10%(BCTMP))

----- PP    ——— PP/CNF10%

参考文献

- 1) 仙波健：セルロースナノファイバーを用いた高機能複合材料の開発．日本塑性加工学会会報誌，第5号，338-341 (2018).
- 2) 菅野尚子 他：高濃度CNFのマスターバッチを用いたPP/CNF複合材料の試作と評価．静岡県工業技術研究所研究報告，第14号，8-12 (2021).
- 3) 大竹正寿 他：次世代自動車軽量化のためのCNF複合材の開発．静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，75-76 (2020).
- 4) 河部千香 他：リファイナーを用いたCNF製造の試み．静岡県工業技術研究所研究報告，第14号，83-88 (2021).

## 新型リファイナーによるCNF製造の試み

CNF科 河部千香\* 田中翔悟 中島大介 大竹正寿\*\*  
 製紙科 深沢博之  
 相川鉄工株式会社 武安裕也 山村延彦

### Trial manufacture of CNFs by using a developed refiner

KAWABE Chika, TANAKA Shogo, NAKASHIMA Daisuke, OTAKE Masatoshi, FUKASAWA Hiroyuki,  
 TAKEYASU Yuya and YAMAMURA Nobuhiko

Cellulose nanofibers (CNFs) are thought to have great potential in a wide range of industrial applications. At present, however, their high manufacturing cost, which is traceable to the way commercially available equipment is used, makes CNFs so expensive that the development of CNFs applications has been slow. In this study, the authors study a method of manufacturing CNFs with only a refiner with the aim of developing equipment that can manufacture CNFs inexpensively in large quantities.

In this year, we prepared CNFs with the developed refiner and the current refiner and compared their quality to evaluate the developed refiner. Then the developed refiner made fibers that were much finer and thinner than the current refiner.

Furthermore, we manufactured the new refining plate that has many more blades than the current plate and we used it to prepare CNFs. The new refining plate then made fibers much finer and thinner than the current plate.

Keywords : CNF, developed refiner, developed refining plate

セルロースナノファイバー（以下、CNFという。）は幅広い産業分野への利用が期待されているが、現状のCNF製造機器では、製造コストが高く、CNFが非常に高価であるため、CNFの用途開発の足かせとなっている。本研究ではリファイナーのみを用いたCNF製造を検討し、多量かつ低コストのCNFが製造できる機器の開発を目指している。

今年度は、新たに開発した新型リファイナー及び新規開発刃の有用性を検証するため、新型リファイナーや新規開発刃を用いてCNFを作製し、評価した。その結果、従来のリファイナーに比べて新型リファイナーの方が、未解繊繊維が減り、より繊維を細かくできることが分かった。また、新規開発刃によりCNFを作製すると、繊維がより細くなることが分かった。

キーワード：セルロースナノファイバー、新型リファイナー、リファイナー用新型刃物

### 1 はじめに

CNFは幅広い産業分野への利用が期待されているが、現状のCNF製造機器では、製造コストが高く、CNFが非常に高価であるため、様々な産業分野におけるCNFの用途開発の足かせとなっている。本研究では、古くから広く製紙工程で利用されているリファイナーを用いてCNFを製造することについて検討し、県内で、多量かつ低コストのCNFが製造できる機器

の開発を目指す。

昨年度までの研究により、リファイナーを用いてCNFの製造を目指す、他の従来CNF製造機器に比べて、比較的長いCNFが得られることが分かった。このことから、リファイナーによるCNF製造の利点を生かしつつ、より均一で、細いCNFの製造にも適応できるよう、クリアランス精密制御機構を導入し、さらに高周速での運転も可能にした新型リファイナーを開発

\*現 製紙科 \*\*現 工業技術研究所 金属材料科

した。さらに今年度は、刃数を増やして単位面積あたりの刃物の交差点である「こう解作用点」を増加させた新規の開発刃を製造した。

そこで、新型リファイナー及び新規開発刃を用いてCNFを作製し、評価することで、これらの有用性を確認したのでここで報告する。

## 2 方法

### 2.1 リファイナー-CNfの作製

#### (1) 従来リファイナーと新型リファイナーの比較

市販の針葉樹漂白クラフトパルプ（以下、NBKPという。）について、ラボ低濃度パルパー（相川鉄工（株）製）を用いて3%（w/w）で離解した。続いて、開発刃（FINEBAR<sup>®</sup>（相川鉄工（株）製））を取り付けたラボリファイナーSDR-14型あるいは新型リファイナー（どちらも相川鉄工（株）製）を用いて、流量150 L/min、刃間隙0.1 mmの条件で計60回こう解した。以下、このようにリファイナーにより作製したサンプルをリファイナーCNFと呼ぶこととする。

#### (2) 新規開発刃の影響評価

NBKPを離解した後、開発刃を取り付けた新型リファイナーを用いて2.1(1)と同様の方法によりこう解した。得られた試料について、刃物を新規開発刃（相川鉄工（株）製）に付け替え、さらに30回こう解した。

### 2.2 CNFの評価

#### (1) 粘度

デジタル粘度計DV2T（英弘精機（株）製）を用いて行い、サンプル濃度0.5%（w/w）、温度25℃、測定時間60秒、回転数20 rpm（せん断速度26.4 s<sup>-1</sup>）の条件で、スピンドルはSC4-18を用いて3回ずつ測定した。

#### (2) クリル値

クリル値とは、透過する短波長と長波長の光に液中の繊維が干渉する特性から分析した値であり、サブミクロンオーダー程度の繊維（クリル）の量を相対的な数値として表せるものである<sup>1)</sup>。パルプ繊維の解繊が進むと、サブミクロンオーダー程度の繊維が増加するため、クリル値は増加する。ただし、サブミクロン程度よりさらに繊維の解繊が進んだ場合、クリル値は低下するものと考えられることにも注意が必要である。0.05%（w/w）に希釈した試料200 gについて、繊維長分布測定装置L&Wファイバータスタープラス912+（ABB（株）製）により有効繊維が2万本に達する

までの測定を行い、クリル値を3回ずつ測定した。

#### (3) 相対重量

2.2(2)と同様の方法により繊維長分布を測定し、測定可能な繊維（繊維長7μmかつ繊維幅7.8 μm以上の繊維）について、以下の式(A)を用いて各サンプルの測定用投入試料1g（絶乾）あたり、測定可能な繊維の相対重量を算出した（原料がすべて木材パルプであることから、密度がほぼ等しいと仮定し、体積を相対重量とした）。

$$(\text{相対重量}(\text{mm}^3/\text{g}))=(\sum \text{LWW})V/(\text{v}n\text{w})\cdots\cdots(\text{A})$$

ただし、Lは各繊維の長さ（mm）、Wは各繊維の幅（mm）、Vは希釈後の測定用溶液の体積（mL）、vは1視野の撮影に必要な溶液の体積（mL）、nは撮影枚数、wは投入した繊維の重量（g）とする。

#### (4) 光学顕微鏡観察

0.1%（w/w）に希釈した試料をシステム顕微鏡BX43（オリンパス（株）製）により観察した。

#### (5) 原子間力顕微鏡観察

1×10<sup>-5</sup>%（w/w）に希釈した試料を自転公転式脱泡攪拌機ハイマージャーHM-2000（共立精機（株）製）及び超音波ホモジナイザーUS-150W（（株）日本精機製作所製）を用いて分散させ、シリコンウェハ上に数滴垂らしたものを減圧乾燥し、原子間力顕微鏡AFM5500M（（株）日立ハイテクサイエンス製 以下、AFMという。）を用いて観察を行った。ただし、繊維が凝集している箇所は観察できないため、観察可能な箇所を選択して観察し、走査エリアは10 μm及び2 μm角とした。また、観察は5か所以上で行い、走査エリアが2μm角の観察においては、計25本の繊維幅を測定した。

#### (6) 結晶化度

懸濁液を0.1%（w/w）になるように水で希釈し、メンブレンフィルターを用いた吸引ろ過により湿紙を作製し、105℃の熱風乾燥機で2日間以上乾燥し、シート状の試料を作製した。

得られたシートについて、ガラス板の試料測定部に試料を貼り付け、X線回折装置RINT-1100（（株）リガク製）を用いて、X線40 kV、30 mAで、回折角2θを5～45°の間で測定した。Segal法<sup>2,3)</sup>によりMiller指数である200のピーク強度（I<sub>200</sub>）と回折角2θ=18.5°のピーク強度（I<sub>18.5</sub>）から、以下の式(B)を用いて相対結晶化度を算出した。

$$(\text{相対結晶化度}(\% ))=(I_{200}-I_{18.5})/I_{200}\times 100\cdots(\text{B})$$

### 3 結果および考察

#### 3.1 従来リファイナーと新型リファイナーの比較

##### (1) 粘度測定

粘度はスラリー中の繊維が長く細いものほど高くなる傾向がある。粘度は容易に試料全体の評価が可能であるものの、解繊が進んでいるかどうか、つまり、繊維が細くなったかどうかだけではなく、繊維長や温度、繊維以外の含有成分など、様々な影響を受けるため、一概に解繊度合いを評価するのは困難である。従来リファイナーと新型リファイナーにより作製したCNFの粘度の違いを図1に示す。従来リファイナーにより作製したリファイナーCNFと比べると、新型リファイナーにより作製したリファイナーCNFは粘度が極端に低く、市販CNFの粘度（例えば市販機械解繊CNF（BiNFi-s<sup>®</sup> WMa（株）スギノマシン製）では38.9 mPa・s程度）に近い値となった。繊維が細くなる際、一般的に細くなると同時に、繊維が短くなる傾向がある。新型リファイナーの刃により、繊維が短くなったことが粘度に大きく影響を与えたと言える。

##### (2) クリル値測定

サブミクロン程度の繊維の量を示す「クリル」は、

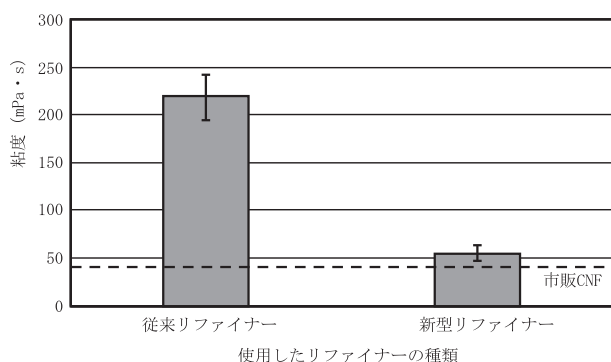


図1 各リファイナーで作製したリファイナーCNFの粘度  
エラーバー: 最大値及び最小値

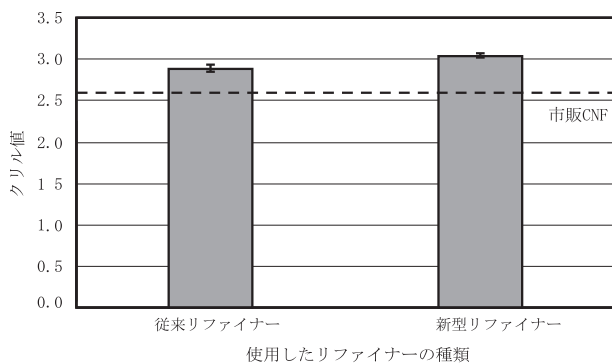


図2 各リファイナーで作製したリファイナーCNFのクリル値  
エラーバー: 最大値及び最小値

こう解により徐々に増加するため、解繊により繊維が細くなった度合いを評価するのに有用である。

従来リファイナーと新型リファイナーにより作製したリファイナーCNFのクリル値の違いを図2に示す。新型リファイナーにより作製したリファイナーCNFのクリル値の方が従来リファイナーと比べると高くなり、繊維が解繊されて、クリル値が高くなったと言える。

##### (3) 相対重量測定

相対重量の違いを図3に示す。相対重量は小さいほど未解繊の長く、太い繊維が少ないことを示すが、従来リファイナーに比べると、新型リファイナーの方が小さな値となり、より細くなったと言える。

##### (4) まとめ

以上のことから、従来リファイナーと比較して、新型リファイナーの方がより細かい繊維が得られると言える。新型リファイナーは刃物のクリアランスを精密制御することを可能とした機器である。このことは、メタルタッチを防ぐほか、刃物のクリアランスが狭小な状態での保持が可能であり、繊維が刃物からの剪断力をより受けられるため、効率的に解繊が進んだからであると考えられる。

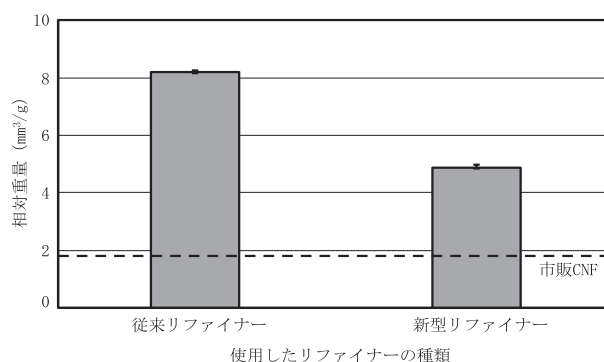


図3 各リファイナーで作製したリファイナーCNFの相対重量  
エラーバー: 最大値及び最小値

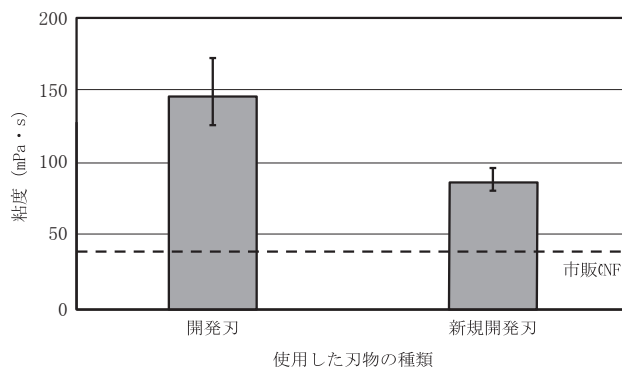


図4 各刃物で作製したリファイナーCNFの粘度  
エラーバー: 最大値及び最小値

### 3.2 新規開発刃の影響評価

開発刃は特殊な製造方法により、従来使用されている鋳鋼刃に比べ刃幅・溝幅を狭小化することで、刃数が多くなり、より繊維のフィブリル化が促進されると考えられている<sup>4)</sup>。一方、新規開発刃は開発刃よりも、更に刃幅・溝幅を細かくすることで、刃数を増やして「こう解作用点」を増加させ、より繊維のフィブリル化の促進を狙えるものと考えられ、より細かい繊維の作製が期待できる。

#### (1) 粘度測定

粘度の測定結果を図4に示す。新規開発刃を使用すると、粘度が低下した。新規開発刃により、より細かくなり、繊維長が短くなったからであると考えられる。

#### (2) クリル値測定

クリル値の測定結果を図5に示す。どちらも市販CNFよりも大きい値となったが、開発刃処理後、さらに新規開発刃で処理するとクリル値は増加した。新規開発刃により、繊維がより細かくなることが示された。

#### (3) 相対重量測定

新規開発刃がリファイナークNFの相対重量に与える影響について、図6に示す。開発刃で処理した時の相対重量は5.7 mm<sup>3</sup>/gであったのに対して、新規開発刃により処理すると、相対重量は2.9 mm<sup>3</sup>/gとなり、市販CNFほどではないが、従来の開発刃よりも大きく減少した。

#### (4) AFM観察

AFM観察結果を図7に示す。低倍率の観察結果では、新規開発刃処理前はほぼすべての太めの繊維の両端が画面内に収まっていないのに対し、新規開発刃処理後は、片方の端が観察されるものが多くなった。つまり、新規開発刃処理後の繊維は、より短くなったことを示している。また、高倍率の図から、新規開発刃処理後の方が、太い繊維が比較的少なかった。平均繊維幅を測定したところ、新規開発刃処理前は26.0 nmで、新規開発刃処理後は21.1 nmだった。新規開発刃でさらに処理することで、繊維が細く短くなったと言える。

#### (5) 結晶化度測定

結晶化度の測定結果を図8に示す。従来の開発刃だけでは83.5%と高い結晶化度を示し、さらに新規開発刃を用いて処理しても75.7%と、新規開発刃の処理により、結晶化度が低下したが、どちらも市販CNFよりも高い値を示した。新規開発刃処理により繊維

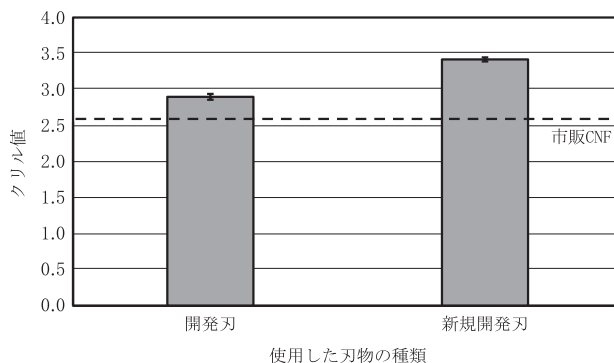


図5 各刃物で作製したリファイナークNFのクリル値  
エラーバー:最大値及び最小値

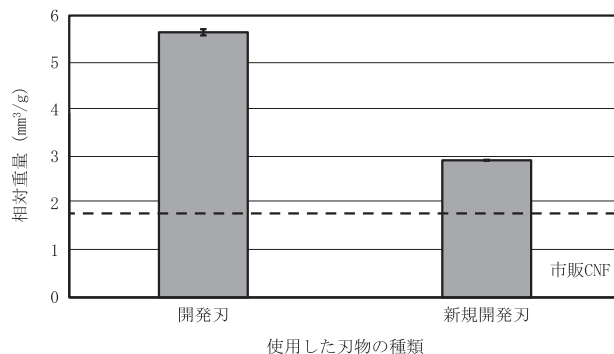


図6 各刃物で作製したリファイナークNFの相対重量  
エラーバー:最大値及び最小値

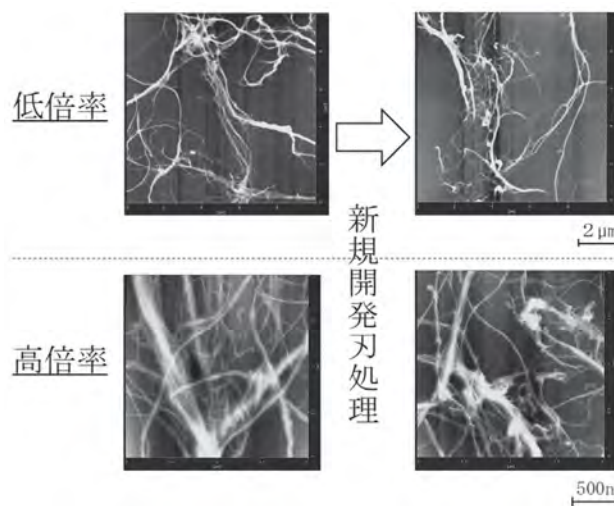


図7 各刃物で作製したリファイナークNFのAFM観察画像

維にダメージが与えられたものの、まだ太い繊維が存在しており、リファイナークNFは比較的高い結晶化度を示したと言える。

#### (6) まとめ

新型リファイナークNFに新規開発刃を用いて処理すると

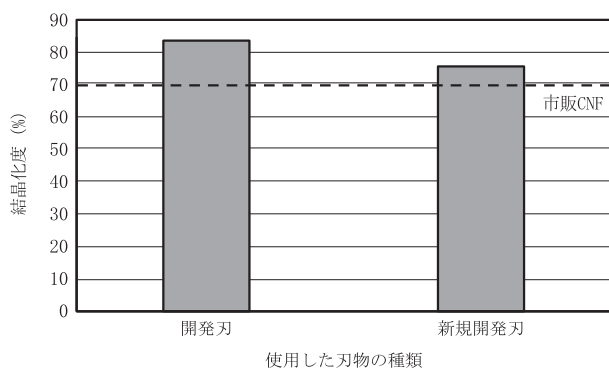


図8 各刃物で作製したリファイナー-CNFの結晶化度

繊維はより細くなり、繊維へのダメージも比較的小さくなることが確認できた。

#### 4 まとめ

以上の結果から、次のことが示された。

- ナノファイバー化に際して、新型リファイナーの有効性が確認できた。
- 新型リファイナーに新規開発刃を用いて処理すると、繊維はより細くなり、繊維へのダメージも比較的小さくなった。

今回ミクロン程度の繊維も含まれるリファイナー-CNF

が低コスト（3,000円/kg以下）で製造できることが分かったが、CNFロードマップの目標値（1,000円/kg以下）まで達成できていない。より低コストを達成するための新型リファイナーの最適運転条件の確認を行うとともに、後継機の開発により、CNF製造技術の見直しを行っていく予定である。また、今後、リファイナー運転条件によって、どのような繊維形状のCNFができるのかをさらに追究することにより、過度なこう解動力の削減を目指していきたい。

#### 参考文献

- 1) Hakan I. K. et al. : Method of measuring fines in pulp suspensions. USP 4514257 (1985. 4.30).
- 2) Somwang K. et al. : Changes in crystallinity and re-swelling capability of pulp fibers by recycling treatment. Japan Tappi Journal, 56, 863-869 (2002).
- 3) ISOGAI A. et al. : Crystallinity indexes of cellulosic materials. SEN-I GAKKAISHI, 46(8), 324-329 (1990).
- 4) 川井利克：ファインバー最新型リファイニングプレートを紹介，紙パ技協誌，66(1)，31-36 (2012)。

## プラズマ照射による樹脂表界面の新規改質技術の開発

機械電子科 高木 誠 井出達樹 本間信行  
神谷理研株式会社 小玉大雄

### Development of a new surface modification technology for plastic by plasma irradiation

TAKAGI Makoto, IDE Tatsuki, HONMA Nobuyuki and KODAMA Daiyu

Plastic plating is a technique in which a thin metal film (Cu, Ni, etc.) is coated on plastic surfaces. It is widely used in industrial products, for example in automobiles, home appliances and ICT (information and communication technologies) equipment.

However, an alternative technology has become necessary, to end the use of harmful chromic acid in the plating process. We have developed a plating technology with a low environmental load using a molecular bonding agent developed at Iwate University and plasma irradiation.

Keywords : Plasma irradiation, Plastics, Plating, Molecular bonding, Triazine-Thiol

樹脂めっきはプラスチック表面に金属（銅やニッケル）膜を付ける技術であり、自動車や家電、情報機器など工業製品に幅広く利用されている。しかし、めっき工程で有害なクロム酸を使用するため代替技術が求められている。我々はプラズマ照射と岩手大学で開発された分子接合剤の併用による、環境負荷の少ないめっき技術の開発に取り組んだ。

キーワード：プラズマ照射、プラスチック、めっき、分子接合、トリアジンチオール

#### 1 はじめに

樹脂めっきは樹脂表面に金属膜を付ける技術であり、軽量化、自由な形状、低コスト化が可能なため金属部材から樹脂部材への代替技術として利用が進んできた。装飾性付加以外にプリント基板の回路製作にも利用され、輸送機器・情報機器・家電・産業機械等の広い分野で利用されている。しかし、樹脂表面に金属を析出・固定するためにクロム酸によるエッチング工程が必要である<sup>1)</sup>。環境問題に対して厳しい目が向けられる現在、有害なクロム酸を代替する手段が求められ、各種研究が進んでいる。その手段の一つとされるのがプラズマ照射である<sup>2)</sup>。

富士工業技術支援センターでは平成29～31年にかけて静岡県新成長戦略研究「異種材料接合のための新型プラズマ照射装置の開発」に取り組んできた。この研究において低コスト・短プロセスタイム・大容量の低圧プラズマ照射装置（写真1）を開発し、特に樹脂の接着性向上処理に効果があることを実証した<sup>3)</sup>。接着は2つの材料を表面を介して接合する技術だが、一方が金属薄膜であればめっきとなる。プ

ラズマ照射技術の応用拡大の一環として、樹脂めっきへの応用を行った。

#### 2 試験方法

従来からの方法では、プラズマ照射を樹脂めっきの前工程でクロム酸エッチングに代えることは困難で

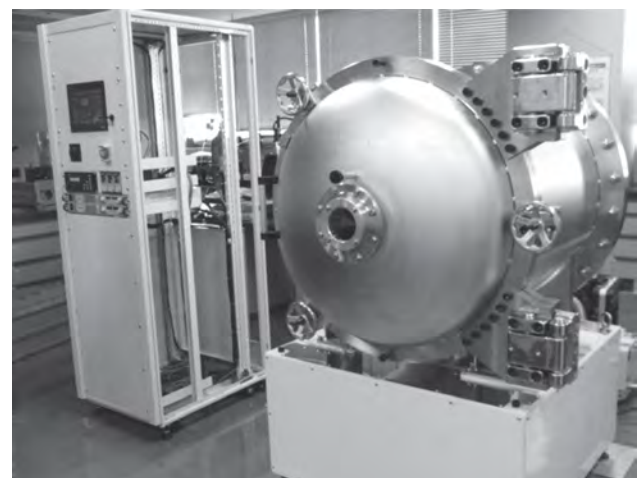


写真1 新型プラズマ照射装置

右がプラズマ照射用真空チャンバー、左が制御系



ある。クロム酸は樹脂表面を溶かして粗化し、その細孔にめっき析出用のパラジウム触媒粒子を固定する。そこに析出しためっき膜は細孔によるアンカー効果で密着力を得る。つまりめっき膜の形成には表面粗化が鍵となるが、プラズマ照射は表面を粗化しない表面改質技術であるため、パラジウム触媒の固定やめっき膜密着にも適さない。そこで解決の方策として分子接合剤（Molecular bonding agent:以下MB）の併用を行うこととした。

MBは金属との結合性に優れるトリアジンチオール基を分子鎖末端に持つカップリング剤の一種である。カップリング剤、特にシランカップリング剤は異種材料間接着の表面改質剤としてよく利用されている<sup>4)</sup>。トリアジンチオール基によって金属との結合性を上げたのがMBであり、岩手大学の森邦夫教授が開発し<sup>5)</sup>、現在は岩手県の大学や岩手県内企業で応用研究が進められている。図1はそのメカニズムを模式的に示したものである。トリアジンチオール基は金属との結合性に優れることから、MBはカップリング剤として親水性表面にパラジウム触媒を固定することができる。よって、樹脂表面をプラズマ照射して親水化し、MBを付着出来れば樹脂めっきが可能になると考えた。

MBを使用する方法はクロム酸フリーだけでなく、表面粗化されていない樹脂へのめっきであるため、装飾めっきに必要なめっき膜の平滑化（レベリング）工程が不要、または削減できる利点もある。我々は岩手県工業技術センターの協力を得て、プラズマ照射とMBを併用した樹脂めっきに取り組むことにした。また、MBは岩手県工業技術センターから紹介された

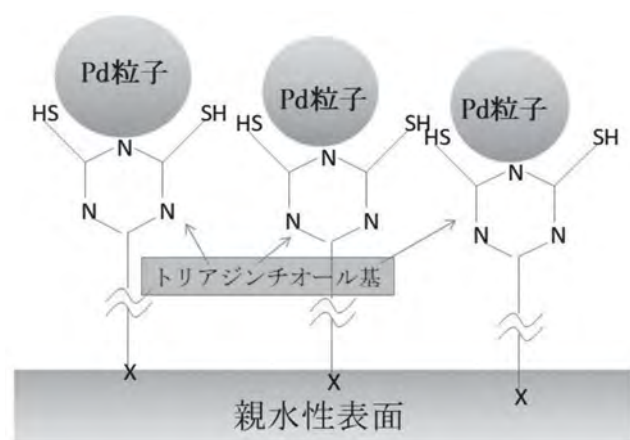


図1 分子接合剤によるめっきの原理

トリアジンチオールがパラジウム触媒粒子と結合し、親水性表面に固定する

(株)いおう化学研究所より入手している。

なお、実験はプラズマ照射からMB処理までめっき膜の分析評価を富士工業技術支援センターで行い、触媒付与以降のめっき作業を神谷理研(株)で行っている。実験に用いた樹脂試料は現行技術との比較が容易なアクリルブタジエンスチレン共重合体（ABS）である。サイズは、めっきの各工程と耐久試験に対応しやすい短冊状 100×30×2(mm)で、フィラー等は無添加のものを使用した。

プラズマ照射条件は、発振器出力(18W : 60V、0.3A)、バイアス電圧 (-600V)、プラズマガス源（空気）、の3項目は固定し、プラズマ照射量のパラメータとして照射時間を変えて最適条件を決定していった。プラズマ照射は樹脂表面に親水基を導入することでMBを固定できる様に表面を改質する。理想的にはMBが面をくまなく被覆する状態が望ましい。しかし、MBの被覆状態を測定する手段を有していないため、その後の無電解めっきの析出状態を確認して十分なめっきが可能になる照射時間を120sと決めた。

めっきの工程は次の通りである。まず、分子接合剤処理を行った試料を水洗後、塩酸に漬け、続いてスズ-パラジウム触媒コロイド溶液に漬ける。この触媒を活性化するため塩酸に漬けてスズを溶かす。この後、通電のための無電解ニッケルめっきを行い、電気銅めっきを行う。この手順を標準として、結果に応じて各工程のパラメータの調整を行っている。クロム酸エッチングとは異なり、プラズマ照射+MBはめっき析出まで状態を確認することができない。そして樹脂めっきの工程は処理が多く、各パラメータを調整する必要がある。よって、一通り工程を試し、問題が生じる都度前工程を確認していくこととなった。

### 3 結果と考察

当初生じた問題はめっき膜が定着せず剥離していくことであった。剥離状態の観察結果からめっきの膜内応力に原因があると考え、無電解Niめっきの膜厚を薄くしたところ、剥離の問題は大きく改善された。このめっき膜の応力問題はその後問題として残った。

めっき膜の析出・固定条件がほぼ定まった段階で問題となったのが表面の荒れである。めっき膜の表面に模様が生じ、程度によっては剥離が生じる。装飾用めっきでは致命的であるため原因解明と改善が必要であった。この模様部分ではわずかに膜が剥離

して浮いていたことから、模様はめっき析出量の違いではなく、部分的な密着性不良が原因と推察された。また、写真2のように密着性不良部分の形状が洗浄工程で乾燥時に生じる水痕に似ていたことから、MB処理時の溶液残りが密着性不良の原因ではないかと考えた。つまり、MBは親水性表面に結合し、トリアジンチオール基が外へ向く単分子膜構造となって金属原子と結合するが、残渣の存在がそれを阻害する、と推測された。対策として水痕が付かない処理方法が必要となったが、プラズマ照射条件、MBの塗布、洗浄、乾燥法などを見直したところ大きな改善は図れなかった。結果としてMB濃度を原液の0.1mol%から1/10まで薄め、浸漬した後にエアブローによって液を吹き飛ばす方法が、乾燥時の残渣を減らすには効果的であった。このことから、写真3のように低濃度で

も十分な量のMB分子が表面に付着することがわかった。さらに1/30の低濃度でも均一性の高いめっきが析出することを確認したが、十分な密着性を得ることができるのかの確認が必要となった。

密着性の評価として写真4のようにJIS H 8630で規定された剥離試験を行った<sup>6)</sup>。幾つかの試料を試験した結果が図2である。特徴として、剥離初期は基準値である5N/cm以上となるが、徐々に低下して基準値を下回り、再び増加する傾向が見られた。試験を行った試験片全てにおいてこの傾向が見られた。この結果から、電気めっきの通電状態が影響していると予想された。

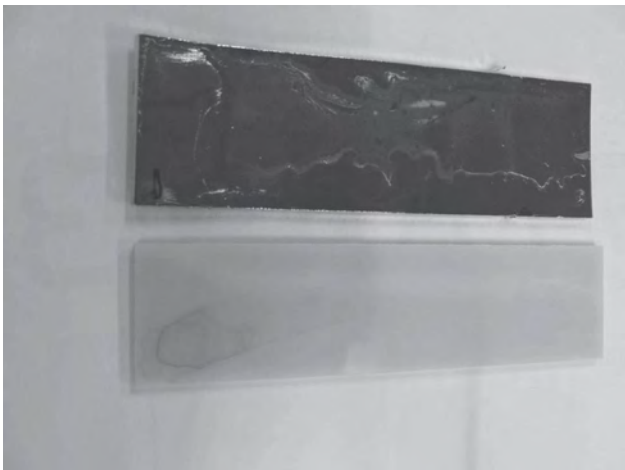


写真2 試料外観 基材はABS

上: 模様の生じた銅めっき 下: 人為的に色を付けた水痕



写真3 試料外観 基材はABS

下が平滑度の高い銅めっき

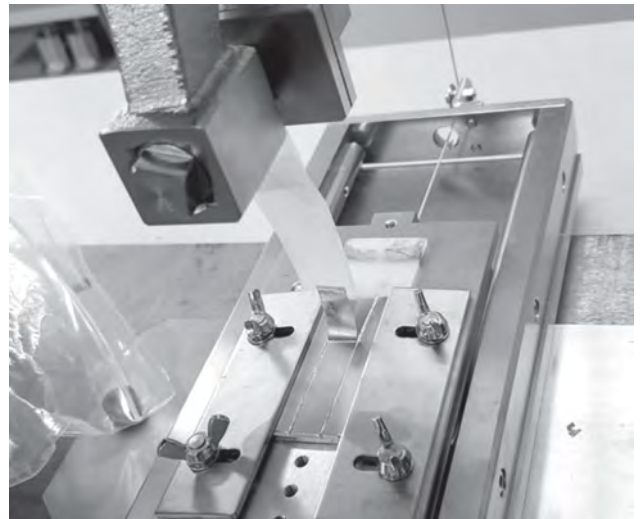


写真4 めっき剥離試験の様子

条件はJIS H 8630に規定されたもの

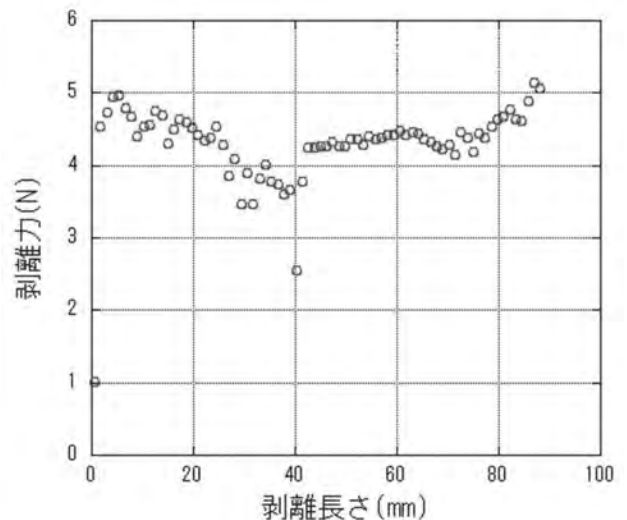


図2 めっき膜剥離試験

基材中央部で剥離力が低下している

○ 剥離力

ABS以外の樹脂に対してもめっきをテストした。行ったのは、汎用性が高く装飾用めっきの需要が見込まれるポリプロピレン、ポリエチレン、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリ塩化ビニルである。ABSと同じく短冊状でサイズは100×25×2(mm)で、ファイラー等は無添加のものを利用した。その結果は、いずれもめっきが析出して試料を全面被覆することができたが、密着強度は0.1N/cm程度の低い値であった。めっきとしては実用に耐えるレベルまで到達していない。

ABSとその他の樹脂との差について興味深い点が2つある。1つはABSのめっき膜剥離面はむしり取られたような荒れた表面になること、もう1つはABSへのめっき膜は大きな引張応力を持つが、それ以外へのめっき膜は応力が小さいことである。通常の樹脂めっきのめっき膜剥離面はクロム酸エッチングの粗面化処理のため荒れているのが通常だが、MBによるめっきでも面が荒れるのは樹脂表面と分子接合剤の接合が十分に大きいと考えられる。したがって、ABS以外の樹脂でも十分な量のMBを作用させることが出来れば、めっき密着強度は上がると予想される。

#### 4. まとめ

プラズマ照射と分子接合剤の組み合わせによってクロム酸を用いないABS樹脂めっきが可能であることを確認した。他の樹脂でもめっきは可能だが条件を最適化する必要がある。

#### 参考文献

- 1) 齊藤 困, 本間 英夫, 山下 嗣人, 小岩 一郎 : 第6章 プラスチックへのめっき, 「入門新めっき技術」, 初版 (工業調査会), pp.248-262 (2007)
- 2) 石田 修一 他 : 「低温プラズマ処理を利用したプリント基板材料用PPO樹脂の銅めっき密着性向上に関する研究」. 日本機械学会論文集 A編, 第70巻, 第689号, 155-161 (2004)
- 3) 稲葉 彩乃 他 : 「異種材料接合のための新型プラズマ照射装置の開発 (第4報)」. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第12号, 87-90 (2019)
- 4) 中村 吉伸, 永田 員也 : 第1章 シランカップリング剤の機能, 「シランカップリング剤の効果と使用法」, 初版 (S&T出版), pp.3-12 (2012)
- 5) 森 邦夫 : トリアジンチオールを用いる “有機めっき” と応用技術. 表面技術, 51(3), 52-59 (2000)
- 6) プラスチック上への装飾用電気めっき, 「JISハンドブック 41 金属表面処理」, 第1版 (日本規格協会), pp.258-269 (2020)



REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE  
HAMAMATSU TECHNICAL SUPPORT CENTER

静岡県工業技術研究所  
浜松工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所  
浜松工業技術支援センター  
浜松市北区新都田1丁目3番3号

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE  
HAMAMATSU TECHNICAL SUPPORT CENTER

1-3-3 Shinmiyakoda, Kita-ku, Hamamatsu city, Shizuoka, 431-2103 Japan

## カラーイメージングによる表面粗さ推定（第2報）

－ 品質工学のパラメータ設計手法による測定系の最適化 －

光科 中野雅晴

## Surface roughness estimation using color imaging (2nd Report)

－ Optimization of a measurement system by using a parameter design method in quality engineering －

NAKANO Masaharu

It is difficult to control quality quantitatively using sensory tests such as visual inspection and palpation, which have been used as methods for evaluating surface roughness. In this study, a method to image and measure the color of the sample surface with high accuracy using a two-dimensional colorimeter, and to quantitatively estimate the macroscopic difference in surface roughness from the colorimetric value distribution has been developed. This paper investigates factors that affect the colorimetric value distribution by using a parameter design method of quality engineering, and shows the result of optimizing the measurement system so that the measurement variation is small even in noisy situations. The surface roughness and the width of the colorimetric value distribution were set to input and output, respectively, and the parameter design of dynamic characteristics was performed. The distribution of colorimetric values changed depending on factors such as the color of the light source, the type of imaging lens, and how lighting was applied to the sample. In addition, by optimizing the parameters of these factors, it was confirmed that it was possible to improve both S/N ratio and sensitivity by up to 7 db.

Keywords : Surface roughness, colorimetry, imaging, colorimeter, quality engineering

表面粗さの評価法として使われてきた目視や触診等の官能検査は、定量的な品質管理が難しいことが課題である。本研究では、2次元色彩計を使って試料表面の色を高精度にイメージング測定し、その測色値分布から表面粗さの巨視的な違いを定量的に推定する方法を開発した。本報告では、品質工学のパラメータ設計手法を用いて、測色値分布に影響を与える因子を調べ、ノイズがある状況でも測定ばらつきが小さくなるように測定系を最適化した結果を示す。入力を表面粗さ、出力を色彩計で測定した測色値分布の拡がり幅として、動特性のパラメータ設計を行った。光源の色、撮像レンズの種類、試料に対する照明の当て方等の因子により測色値分布が変わることがわかった。また、これら因子のパラメータを最適化することで、SN比と感度を共に最大で7db改善できることを確認した。

キーワード：表面粗さ、測色、イメージング、色彩計、品質工学

## 1 はじめに

表面粗さは、加工後の表面性状を評価する指標として利用されている。特に、表面粗さによって性能が大きく変わってしまうような製品では、定量的な測定が望まれる。

表面粗さを評価する方法として、目視や触診といった官能検査が広く使われてきた。官能検査は、形状が複雑な面でも短時間で評価できる等の利点があ

る反面、専門技術を有する熟練の検査員が必要で、同一基準での定量的な評価が難しい。一方、面の粗さを機械的に定量測定する方法として、共焦点顕微鏡や光干渉計による三次元形状計測が使われている。これらの形状計測は、微細領域における表面粗さを正確に測定することができる。しかし、顕微計測であるため1回に測定できる面積が狭く、広い面積を短時間で測定する必要がある製品検査等の用途には

向いていない。

そこで、我々は、試料表面の色を2次元色彩計で高精度にイメージング測定することで、巨視的な表面粗さの違いを短時間で定量的に測定する方法の確立を目指してきた<sup>1)</sup>。本方法では、イメージング測定した各画素の測色値を色表現で用いるxy色度図上にマッピングし、測色値の分布（以下、色分布）の拡がり幅を測定する。予め表面粗さと色分布の拡がり幅との関係が分かっているならば、測定した拡がり幅から表面粗さを推定できる。これまでに、高さ方向の粗さパラメータであるSa（輪郭曲面の算術平均高さ）と色分布の拡がり幅との関係は、指数関数で近似でき、Sa=0.3μm～47μmの範囲で表面粗さを推定できることを示した。

本報告では、ノイズがある状況でも安定的かつ高感度な測定を実現するために、品質工学のパラメータ設計手法<sup>2)</sup>を用いて色彩測定に影響を与える因子を調べ、測定系を最適化した結果について示す。

## 2 方法

### 2.1 カラーイメージングによる表面粗さ推定

図1に、2次元色彩計を用いたカラーイメージングによる表面粗さ推定の方法について概略図を示す。試料に対して斜めから照明し、垂直方向に拡散反射した光を2次元色彩計CA-2000（コニカミノルタ製）で測定した。次に、色彩計で測定した試料表面像において、各画素の測色値（XYZ表色系）をxy色度図にマッピングした。xy色度図では色の違いを異なる座標として表現する。実際に表面粗さが異なる試料の測色値を比較したところ、xy色度図において色分布の拡がり幅に違いが生じた。この現象を利用して測

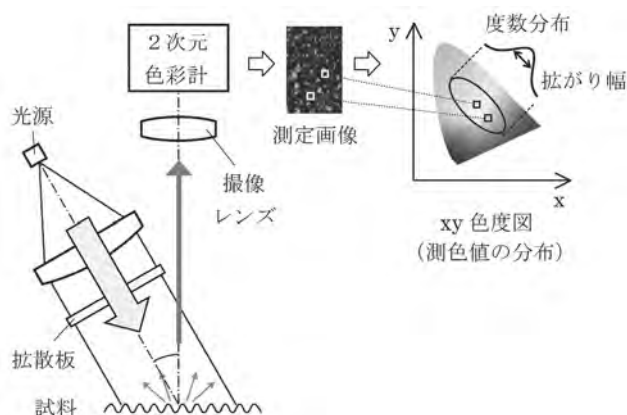


図1 カラーイメージングによる表面粗さ推定の概念図

色値から表面粗さを推定することを試みた。試料表面像の色分布において、分散が最も大きい方向の拡がり幅（標準偏差）を粗さ比較の指標とした。

### 2.2 パラメータ設計

品質工学における動特性のパラメータ設計手法<sup>3)</sup>を用いて、色分布の拡がり幅に影響を与える因子を調べた。図2に、表面粗さと色分布の拡がり幅との関係を示す。試料は、表面粗さが異なる12種類の表面形状を有する放電加工で作製した粗さ比較見本板KB013（Rubert社製）を用いた。材質はニッケルである。粗さパラメータのSaは共焦点顕微鏡で測定した<sup>1)</sup>。各試料面のSaは0.3μmから47μmの範囲の値をとった。動特性の評価では、入出力関係が線形である必要がある。しかし、図2(a)のように、表面粗さの増加に対して色分布の拡がり幅は非線形に増加する。ただし、図2(a)のSa=0.6μm～6.2μmの範囲（灰色部）を抽出した図2(b)を見ると、この範囲では両者は線形関係とみなすことができる。そこで、信号因子（入力）をSa=6.2μm以下の表面粗さ（6水準）とした。特性値（出力）は、回帰直線が原点を通るように、y軸切片を減算した色分布の拡がり幅とした。

表1に誤差因子を示す。因子として測定環境の明るさと、撮像レンズの収差、および照明むらを取り上げた。照明光源以外に室内灯で試料が照らされると色分布が変わりノイズとなる。また、評価領域が視野中心から離れると、レンズの収差や照明むらにより特性値が低下する。これらの誤差因子の影響を受けずに、ばらつきが少ない安定した測定を行えることが理

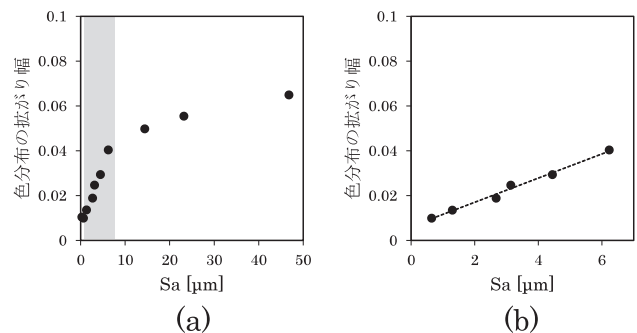


図2 表面粗さと色分布拡がり幅の関係

(a) Sa=0.3μm～47μm、(b) Sa=0.6μm～6.2μm

表1 誤差因子

誤差因子	水準 N <sub>1</sub>	水準 N <sub>2</sub>
測定環境	暗室	室内灯下
評価領域の中心座標[mm]	(0, 0)	(25, 0)

表2 制御因子

制御因子	水準1	水準2	水準3
A 光源	白LED	ハロゲン	—
B 積算回数	4	16	64
C レンズ	広角	標準	望遠
・焦点距離 [mm]	8	16	50
・絞り値	1.4	1.4	2.8
D 撮像角度 [°]	0	5	10
E 拡散板 [°]	なし	20	30
F 照明角度 [°]	30	40	50
G 照度	低	中	高

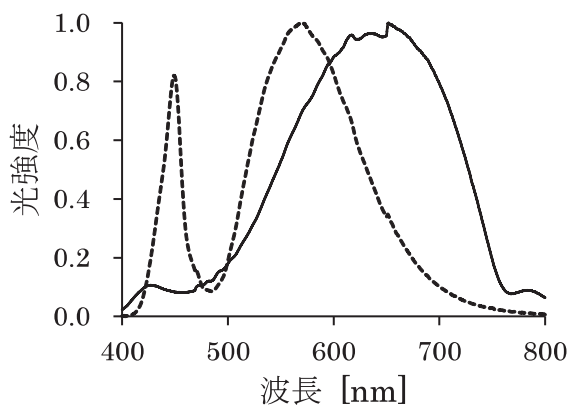


図3 光源の分光スペクトル

点線: 白色LED、実線: ハロゲン光源。光強度は最大値で正規化した値

想である。水準N<sub>1</sub>を最良条件、水準N<sub>2</sub>を最悪条件とした。パラメータ設計ではこれら2条件における測定値の差が小さくなるように制御因子の水準を最適化する。

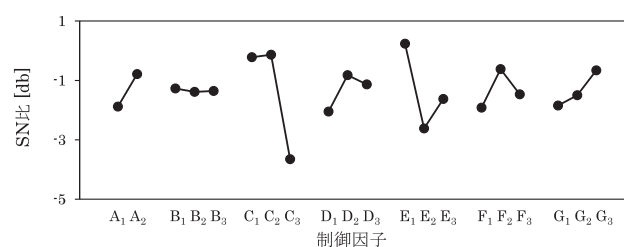
表2に制御因子を示す。A：光源は白色のLEDとハロゲン光源を比較した。図3に各光源の分光スペクトルを示す。ハロゲン光源の方が、青色成分が少なく赤味が強い。B：積算回数は色彩計で測色した値の平均化回数である。C：撮像レンズは、焦点距離と絞り値が異なる3種類を比較した。レンズの種類が変わっても色彩計で測定する視野（180mm角）が同じになるように、試料と色彩計の距離を調整した。評価領域は、表1に示した視野座標を中心とする縦8.8mm×横4.4mmとした。この評価領域は、測定系の要因によって決められた大きさではなく、試料面の大きさにより制約されたものである。D：撮像角度とF：照明角度は、入射面における試料面の法線方向からの角度である。撮像角度は照明から離れる方向を正とした。E：拡散板は、拡散角が20°と30°のレンズ拡散板（楕円光学ソリューションズ製）をレンズでコリメートした照明光の後ろに配置した。G：照

度は、試料表面での値であり、視野中心で測定した。これら7つの制御因子をL<sub>18</sub>直交表に割り付けて実験した。

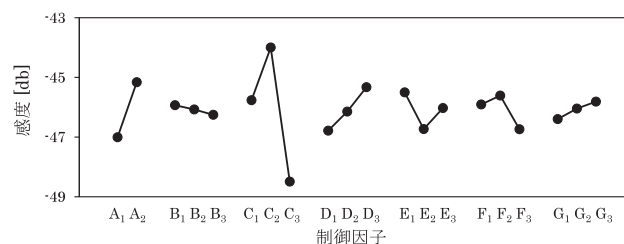
### 3 結果および考察

#### 3.1 動特性解析

直交表の実験を行いSN比と感度を計算した。図4に、要因効果図を示す。SN比が高いことは、想定したノイズがあってもばらつきが少なく安定して測定できることを意味する。感度は、表面粗さの増加に対して色分布が大きく拡がることを理想とするため、高い方がよい。A：光源はハロゲン光源の方が良いことがわかった。B：積算回数を増やして測定ノイズを小さくしても効果がなかった。つまり、積算回数を減らして測定時間を短くすることができる。C：撮像レンズの種類は、SN比と感度に大きく影響した。各レンズは焦点距離と絞り値に違いがある。このうち、絞り値が小さくなると測定画像の解像感が増し、感度が向上することを実験で確認している<sup>4)</sup>。そして、E：拡散板を使って拡散光を照明するより平行光で照明した方が、SN比が高かった。D：撮像角度とF：照明角度は適切な角度が存在し、それぞれ5°と40°でSN比が高かった。照明光のG：照度は明るい方が、SN比が高くなったが、感度については顕著な改善が見られなかった。この解析結果から、制御因子の最適条件をA<sub>2</sub>B<sub>1</sub>C<sub>2</sub>D<sub>2</sub>E<sub>1</sub>F<sub>2</sub>G<sub>2</sub>とした。



(a)



(b)

図4 動特性解析により得た要因効果図

(a) SN比、(b) 感度



### 3.2 再現性評価実験

選んだ制御因子の組み合わせ条件において、推定したSN比と感度の再現性を評価するために確認実験を行った。確認実験では、最適条件と比較するための条件を選択し、各条件の差分である利得について推定値と実験値に大きな差がないかを評価する。比較条件はSN比と感度が低いA<sub>1</sub>B<sub>1</sub>C<sub>3</sub>D<sub>1</sub>E<sub>2</sub>F<sub>1</sub>G<sub>2</sub>とした。

表3に、SN比と感度の解析結果から推定した利得と、確認実験で得られた利得を比較した結果を示す。推定値と実験値の差は±3 dbの範囲内であり、再現性があると言える。この差が生じた理由は、制御因子間の交互作用にあると推察する。最適条件では、比較条件と比べてSN比が6.99 db、感度が7.31 db改善した。

図5に、最適条件と比較条件で構成した測定系に

表3 再現性評価実験の結果

	SN比 [db]		感度 [db]	
	推定値	実験値	推定値	実験値
最適条件	3.12	3.02	-41.87	-41.87
比較条件	-6.88	-3.97	-50.38	-49.18
利得	9.99	6.99	8.51	7.31

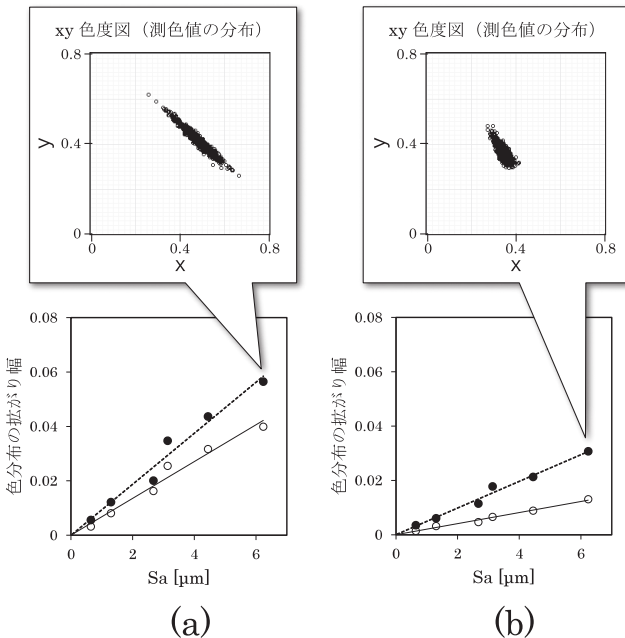


図5 確認実験で測定した表面粗さと色分布拡がり幅の関係

(a) 最適条件、(b) 比較条件、

●: 誤差因子の水準N<sub>1</sub>, ○: 誤差因子の水準N<sub>2</sub>  
 xy色度図は、Sa=6.2μmのときの各条件における水準N<sub>1</sub>での色分布

おける表面粗さと色分布拡がり幅の関係を示す。最適条件の方が、表面粗さに対して色分布の拡がり幅が大きく変化しており、比較条件とはxy色度図の色分布の形も大きく異なることがわかった。また、比較条件では、表1に示した誤差因子の影響により2水準間(N<sub>1</sub>とN<sub>2</sub>)で直線の傾きが2.5倍変化しているのに対して、最適条件では1.4倍であり、傾きの変化が小さい。表面粗さと色分布拡がり幅の関係は検量線として用いるため、誤差因子の影響を受けにくい最適条件の方が有益である。

### 4 まとめ

2次元色彩計で測定した試料の測色値分布から表面粗さを推定する測定系において、品質工学のパラメータ設計手法を用いて、測定ばらつきが小さくなるように制御因子の水準を最適化した。また、色分布の拡がり幅に影響を与える制御因子を調べた。

- (1) 制御因子の組合せによって、xy色度図上の測色値分布の形が大きく異なった。
- (2) 制御因子のうち、光源は白色LEDよりハロゲン光源の方が良いことがわかった。撮像レンズの種類は、SN比と感度に大きな影響を与えた。また、拡散光より平行光で照明した方が、SN比が高かった。
- (3) 解析したSN比と感度を考慮して選定した最適条件と比較条件について確認実験を行った結果、再現性があることが認められた。Sa=0.6μm～6.2μmの粗さ範囲では、制御因子の水準を最適化することによりSN比と感度を共に最大7db程度改善できることがわかった。

本方法により、自動車等で使われる大型部品についても表面粗さの定量的な品質検査を自動化できれば、生産性の向上に寄与できる。

### 謝辞

本研究は、JSPS科研費 JP20K04221の助成を受けて行いました。

### 参考文献

- 1) 中野雅晴：カラーイメージングによる表面粗さ推定。静岡県工業技術研究所研究報告，第14号，97-102 (2021)。
- 2) 矢野耕也：品質工学の基礎とパラメータ設計。

【報告】

- 精密工学会誌, 81(11), 1008-1012 (2015).
- 3) 越水重臣 他：バーチャル実験で体得する実践・品質工学, 初版 (榊日刊工業新聞社, 東京), pp.35-49 (2007).
- 4) 中野雅晴 他：カラーイメージングによる表面粗さ推定に関する研究 (第2報). 2022年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, p.304-305, オンライン (2022).

# 樹脂表面炭酸ガスレーザー加熱における伝熱解析及びその妥当性確認法について

機械電子科 長津義之 太田幸宏 鈴木悠介 渥美博安\*  
光科 山下清光 植田浩安\*\*

## Heat transfer analysis and its validation of surfaces heating for resins by carbon dioxide laser irradiation

NAGATSU Yoshiyuki, OTA Yukihiko, SUZUKI Yusuke, ATSUMI Hiroyasu,  
YAMASHITA Kiyomitsu and UETA Hiroyasu

For the optimization of laser processing conditions, the application of CAE seems more promising. In this study, we evaluated the following error factors of heat transfer analysis and modeling for surface heating of polycarbonate (PC) by carbon dioxide laser irradiation: (1) systematic errors of infrared thermometers derived from transmission of radiated emissions; (2) model errors for laser surface heating; and (3) a method of measuring heat transfer coefficients. In addition, we conducted analysis of laser scanning and estimated the thermal distributions. As a result, the prediction errors of surface temperature rise was less than 10%

Keywords : CAE, heat transfer analysis, carbon dioxide laser, infrared thermometer, finite difference method

CAE導入によるレーザー加工条件最適化が期待されている。しかし、樹脂表面のレーザー加工への伝熱解析の導入には、1)解析結果の妥当性確認作業における、基材の透過によって発生する放射温度計の計測誤差の抑制、2)レーザー光の基材表面の透過を考慮した熱源のモデル化、3)熱伝達係数の設定、の手法が未確立である。本報告では、炭酸ガスレーザーによるポリカーボネート(PC)板の表面加熱を対象とし、前述の課題の対策として、1)放射温度計の特性評価及びその指示値推定法、2)レーザー光の透過率測定、パワー密度分布測定法及びその伝熱モデル化、3)熱伝達係数の簡易取得法、に取り組んだ。その結果、基材表面昇温の予測誤差が10%以下となった。

キーワード : CAE、伝熱解析、炭酸ガスレーザー、放射温度計、差分法

### 1 はじめに

レーザー加工は、製造業での主要な加工手段の一つとなっており、CAEの導入による加工条件の最適化が期待されている。レーザー加工シミュレーションに関しては、溶接、切断及び溶着等を対象として、加工現象の解明や被加工物の挙動予測を目的とした研究と成果が多く示されているが<sup>1-3)</sup>、それらは、解析と加工の双方の専門知識が必要なことに加え、多大な計算資源を要し、多くの加工業者が手軽に使用できない現状である。

一方、近年注目が高まっている、成膜、着色、応力緩和といった、基材の相変化を伴わない表面のレーザー加工は、基材の伝熱解析により温度分布を算

定し、それによって加工結果を予測できるものも多い。そのような対象については、汎用コードを用いたCAEの応用は比較的容易と考えられている。

しかし、レーザー加工へ伝熱解析を適用する際も、対応する市販の専用ソフトウェアはほぼなく、ユーザーがシミュレーションモデル及びパラメータを構築する必要がある。加えて、特に樹脂材料の表面加工において、高精度の温度分布予測を要求される場合、(1)レーザー照射面の温度測定には赤外線を検知する放射温度計が多く用いられるが、金属材料に比べ基材の赤外線の透過率が高く、温度計指示値と実際の表面温度との差が拡大し、解析結果の妥当性確認(Validation)において問題となるケースがある、(2)広

\*現 光科 \*\*現 繊維高分子材料科

い範囲を均一に加熱するためにレーザー光をデフォーカスすることも多く、また、レーザー光の基材表面付近の透過は無視できず、これらを考慮した熱源のモデル作成法の確立が必要である、(3)基材の熱伝導率が低いため、表面加熱において雰囲気への放熱の影響が相対的に増大するが、その放熱のしやすさを表す熱伝達係数の直接測定は困難である、以上の課題があり、解析の専門家でない製品開発・設計者にとっては導入に障壁がある。そこで本報告では、炭酸ガスレーザーの表面照射におけるポリカーボネート(PC)板の温度分布予測を目的として、当センターが伝熱解析を導入した手順及び結果を報告する。

## 2 方法

加熱対象は厚さ2.0mmの各辺50mmの正形状のPC板とした。今回用いた炭酸ガスレーザーに

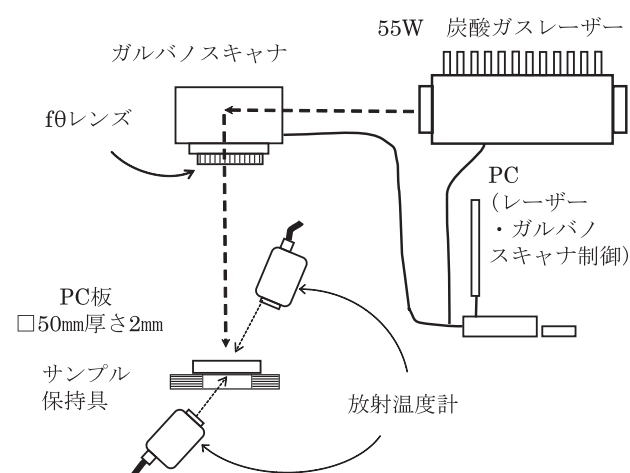


図1 レーザー加熱系の構成

よるPC板加熱の実験系を図1に示す。波長10.6  $\mu\text{m}$ 、55W出力の炭酸ガスレーザーDIAMOND C-55A(Coherent製)からのレーザー光を、ガルバノスキャナSS-II E-15 (RAYLASE製)を用いてPC板表面でスキャンし、加熱する構成とした。スキャナには焦点距離100mmのf $\theta$ レンズを取り付けた。照射面の温度測定には、炭酸ガスレーザー光やその反射光からの保護及び誤検知を防止するために、2.0~6.8  $\mu\text{m}$ の波長を検知する放射温度計TMHX-CN500(ジャパセンサ(株)製)を用いた。温度計の測定スポット径は $\phi$ 1.6及び $\phi$ 5.5mmである。均一な平面加熱を実施するため、PC板をf $\theta$ レンズから450mmの位置に設置し、デフォーカスしたレーザー光を照射した。

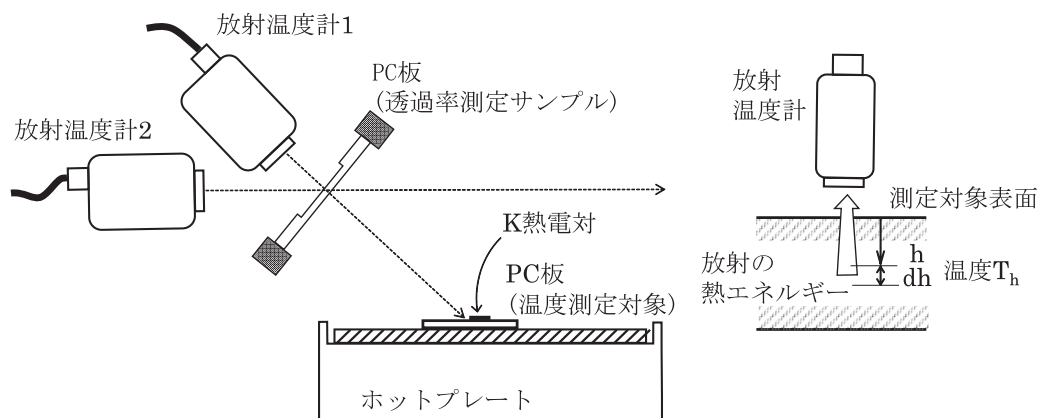
この実験系を用いたレーザー加熱の伝熱解析及び検証を行うために、(1)使用する放射温度計の、基材の表面温度測定における透過の影響の評価、(2)レーザー加熱における伝熱モデルの構築、(3)熱伝達係数の取得、を行い、その後、(4)伝熱解析と実測との比較検証、を実施した。

### 2.1 表面温度計測における透過の影響の評価

図1の実験系の放射温度計が検知する波長におけるPC板の透過率測定を、図2(a)の測定系で行った。

対象となるPC板に対し、HSSスクエアエンドミルで切削加工を行い、厚さを $0.36 \pm 0.02\text{mm}$ とし、これを透過率測定サンプルとした。温度測定の対象は、ホットプレートNINOS ND-3LA(アズワン(株)製)上で加熱されたPC板とし、その表面温度は、K熱電対ST-50(理化学工業(株)製)で測定した。

この加熱されたPC板に対して、透過率測定サンプル



(a)透過率測定系

(b)測定対象内部からの放射エネルギー

図2 PC板放射温度計透過率測定法

ル越しに、放射温度計1で測定を行った。また、さらに同じ型式の放射温度計2を用いて、透過率測定サンプル自体の温度を測定した。

透過率は、放射温度計1の温度指示値から放射温度計2の指示値を差し引いた値の、ホットプレート上のPC板の昇温量に対する比率とした。これらの測定は、室温を $20 \pm 1^\circ\text{C}$ で制御した試験室で実施した。PC板の透過率はLambert-Beerの法則に従い、また、反射が無視できるとすると、透過率測定サンプルの吸収係数が $\beta$ 、板厚が $t$ 、得られた透過率が $\tau$ のとき、 $\tau = e^{-\beta t}$ となる。これらより対象PC板の、放射温度計の検知する波長における吸収係数 $\beta$ を算定した。

この吸収係数 $\beta$ について、図2(b)のようなモデルを考えると、表面より深さ $h$ にある厚さ $dh$ 、温度 $T_h$ の層が放射し、温度計が検知する単位面積あたりの放射エネルギーは、Stefan-Boltzmannの法則より、 $e^{-\beta h}(1 - e^{-\beta dh})\sigma T_h^4$ となる。なお、 $\sigma$ はStefan-Boltzmann定数である。これを対象の板の厚さ分だけ積分すると、温度計が検知する測定対象の全放射エネルギーとなる。以上の温度計測モデルを、2.3及び2.4の伝熱解析結果に用いた。

## 2.2 レーザー加熱における伝熱モデルの構築

対象の加熱試験では、デフォーカスしたレーザー光をPC板に照射しており、また、熱伝導率が低い基材を加熱しているため、正確な温度分布の予測にはレーザー光のパワー密度の把握が必要である。また、基材の表面付近の温度計算では、レーザー光の透過も考慮する必要があるため、レーザー光の透過率の測定を行った。さらに、それらを考慮した伝熱モデルの構築を行った

### (1)レーザーパワー密度分布測定

レーザーパワー密度分布を把握するため、図1のシステムにおいて、PC板に替えて、直径 $\phi$  2mmの穴を開けた厚さ1mmのアルミ板をレーザー光の絞りとして設置した。絞り位置をレーザー光軸の垂直方向へ移動させ、それを通過したレーザー光のパワーを、レーザーパワーメーターF150-A(OPHIR製)を用いて測定を行うことで、その密度分布を計測した。絞りの設置は、 $f\theta$ レンズから425mm離れた位置とし、レーザー出力は12.0Wとした。レーザーはガウシアンビームとして、各パワー測定点を最小自乗法によりフィッティングを行うことで、PC板照射面におけるビーム径

$1/e^2$ を算定した。これを、伝熱解析での照射面におけるレーザーパワー密度計算に使用した。

### (2)レーザー光透過率測定

PC板に対する炭酸ガスレーザーの透過率の測定についても、図1と同様の実験系を用いた。レーザー光行路上に集光レンズ(焦点距離38.1mm)を設置し、焦点距離からその5倍の距離でデフォーカスし、パワー密度分布を均一化させたレーザー光を、厚さ0.36mmに加工したPC板に照射した。PC板を透過したレーザー光のパワーを(1)と同じパワーメータで計測した。PC板を透過したレーザーパワー計測値と、PC板なしのレーザーパワー計測値の比を算定し、この板厚における透過率とした。その際、レーザー光の反射は無視している。また、2.1と同様に、計測した透過率と板厚を用いて、PC板のレーザー光の吸収係数 $\gamma$ を算定した。

### (3)伝熱モデルの構築

加熱対象のモデルは、レーザー加熱対象内の微小要素に対し、拡散方程式(熱伝導)に加え、熱源(照射面)、雰囲気への熱伝達及び板表面からの放射を含めたものとした(図3)。照射されたレーザー光のパワーが基材に吸収されると、瞬時に熱に変化するモデルとしている。また、熱伝達係数は同一面内では一定とした。さらに、計算量低減及び作業の簡略化のため、基材の熱伝導率は一定、PC板側面の熱伝達と放射はなしとした。

伝熱解析における熱源の設定として、図3のように照射面より深さ $h$ にある厚み $dh$ の層が吸収する単位面積あたりのレーザーパワー $P(t)$ は、照射面におけるレーザーパワー密度が $P_0(t)$ で、2.1の放射温度計での仮定がレーザー光の吸収にも適用されるとすると、

$$P(t) = P_0(t)e^{-\gamma h}(1 - e^{-\gamma dh})$$

となり、これを伝熱モデルの熱源に適用した。

## 2.3 熱伝達係数の取得

伝熱解析は、計算経過が把握しやすい差分法を用いた。

数値計算において、温度に対して線形で、影響が大きいと推測される熱伝導及び熱伝達の項に対しては、半陰的な方法であるCrank-Nicolsonの公式を用いた。一方、相対的に影響が小さい放射や比熱に関する項については陽的な方法で算定した。疎行列計算には、Python3.9のライブラリscipy.sparseのCSR方式を利用し、連立一次方程式の解はGauss-Seidel

法で求めた。

モデルは計算量の抑制のため、XY範囲を□20mmと限定した。要素数は、XY各軸方向を20等分割、Z方向を10等分割した。

解析に用いる熱物性のパラメータのうち、比熱C(T)は、DSC(示差走査熱量計)を用いて測定した。アルミ製セルに、破碎したPC板材料を7.3mg入れ、10K/minの一定昇温で、470Kまで加熱した際の熱量を測定した。DSC装置はDSC-50(株式会社島津製作所製)を用いた。参照材料は、比熱が既知であるアルミナ18.7mgを用い、相対的な熱量より、各温度での対象材料の比熱を算出した。熱伝導率λは、文献<sup>4)</sup>の値を用いた。

また、使用した放射温度計が検知する波長(中～遠赤外線)の吸収率が放射率と等しく、反射はないと仮定し、2.1で求めた吸収係数βと板の厚さより放射率εを算定し、解析に用いた。

熱伝達係数は、図1の実験系において、PC板中央を一定のレーザー出力で固定照射し、熱平衡状態に達した際の照射面及び裏面の中央の実測温度と伝熱解析結果の差が最小となるような図3のパラメータα<sub>U</sub>及びα<sub>L</sub>を求めた。このとき、照射するレーザーパワーは0.52及び0.68Wとした。

熱伝達係数パラメータα<sub>U</sub>及びα<sub>L</sub>の具体的な計算は、パラメータ空間の規定の範囲を各軸5等分し、その格子点6×6個のすべての組み合わせの伝熱解析を行い、解析と実測との差の自乗和が最小となる点を探した。次にその点を中心として、各軸の探索範囲を前回の格子点間隔の2倍分と範囲を絞り、同様に探索を行った。以上を3回繰り返した。

### 2.4 伝熱解析と実測との比較検証

温度計測及び伝熱解析モデルの検証のため、固定照射(レーザー出力10.2W一定、0.5秒間PC板中央固定照射)及び走査(レーザー出力10.2W一定、走査速度30mm/s、片道60mm、1往復)(図4)の、解析と実機での照射試験を行った。なお、走査においては、解析のXY範囲を50×16mmとした。

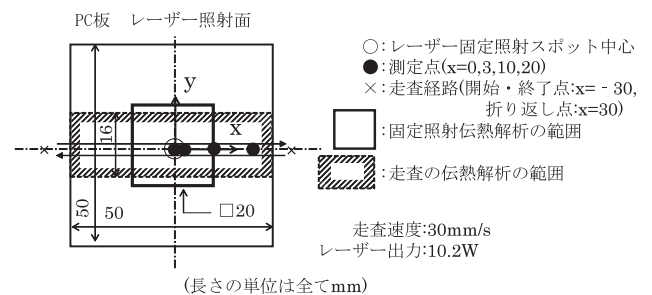


図4 レーザー加熱検証試験

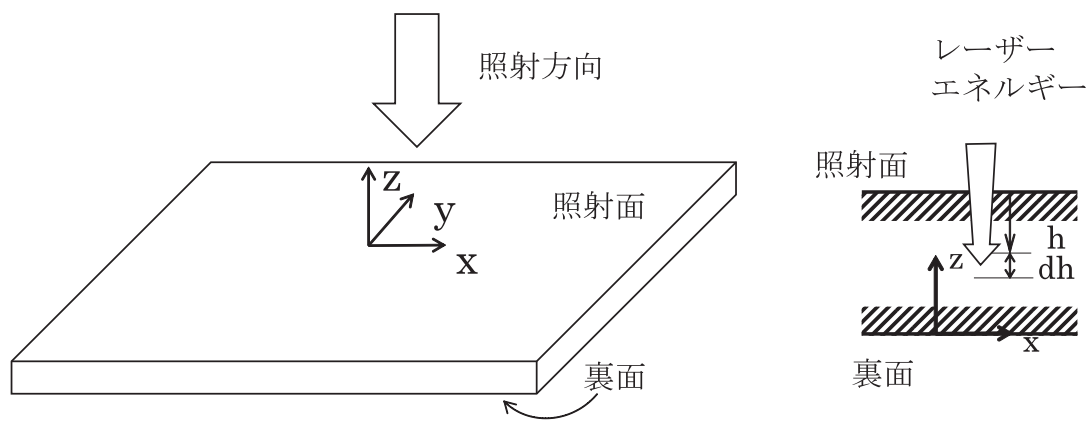


図3 レーザー加熱伝熱モデル

照射対象内の微小六面体の体積要素の熱の出入りより、温度Tは、

$$\frac{\partial T}{\partial t} C(T) \rho dx dy dz = P(t) dx dy + \lambda \left( \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) dx dy dz - \epsilon \sigma (T^4 - T_{\infty}^4) dx dy - \alpha_U (T - T_{\infty}) dx dy - \alpha_L (T - T_{\infty}) dx dy$$

ただし、右辺第3項は照射面及び裏面のみ、第4項は照射面のみ、第5項は裏面のみ適用する。

C(T): 基材比熱、ρ: 基材密度、P(t): レーザーパワー密度(単位面積あたり)

λ: 基材熱伝導率、ε: 放射率、σ: Stefan-Boltzmann定数、T<sub>∞</sub>: 内壁及び雰囲気温度、

α<sub>U</sub>: 熱伝達係数(照射面)、α<sub>L</sub>: 熱伝達係数(照射面裏面)

また、レーザー光の透過の影響を検証するため、固定照射の解析では基材のレーザー光の透過を考慮した場合と、レーザーパワーがすべて照射面で吸収される透過なしの場合のそれぞれの解析を行った。

### 3 結果及び考察

#### 3.1 表面温度計測における透過の影響の評価

図5は測定した厚さ0.36mmのPC板の、放射温度計が検知する波長での透過率を表す。また、その透過率から算定した吸収係数も併せて示す。この吸収係数を、後述の伝熱解析における放射率設定及び解析値の温度計指示値への変換に用いた。

測定対象であるPC板の温度が上昇すると吸収係数が低下する原因として、昇温に従い、放射スペクトルにおいて、温度計の感度が高く、透過率も高い低波長側の強度が増大したためと推測される。

#### 3.2 レーザー加熱における伝熱モデルの構築

##### (1)レーザーパワー密度分布測定

図3のように座標系を設定し、計測したX及びY軸上でのレーザーパワーのプロファイルと、それをガウス分布にフィッティングした結果を図6に示す。X及びY軸上のプロファイルの差は微小であり、ガウス分布によって照射面のレーザーパワー密度分布を再現できることが確認された。

##### (2)レーザー光透過率測定

図7は、出力を変動させたレーザー光に対するPC板(厚さ0.36mm)の透過率と、その測定時のPC板照射面温度計指示値である。今回の温度範囲では、PC板の炭酸ガスレーザーに対する透過率の温度依存性は低い結果となった。伝熱解析では、透過率の平均値から算定した吸収係数を使用した。

#### 3.3 熱伝達係数の取得

構築したモデルと測定したPC板の比熱(図8)を用いて伝熱解析及び熱伝達係数の最適化を実施した。0.68Wレーザー固定照射について、算定した熱伝達係数を用いた解析結果と実測値(温度計指示値)を図9に示す。熱平衡状態に達したと推測される照射開始180s後に、レーザー照射を停止している。伝熱解析値そのものと、それに取得した図5の透過を考慮に入れて温度計指示値をシミュレートしたものとを比較すると、透過を考慮したものがより実測に近い傾向があるが、その差は微小である。これは、PC板内で熱平衡状態であり、照射面と内部の温度差が比較的小さいためと考えられる。解析と実測の差の要因として、

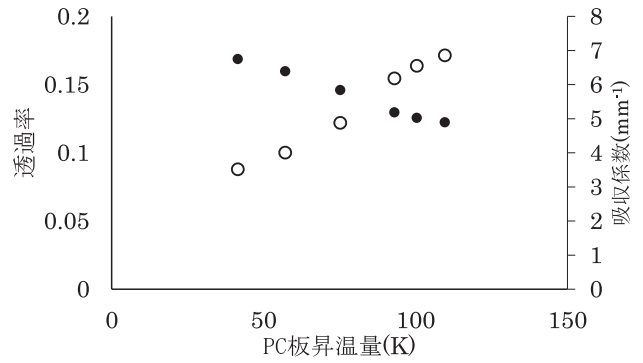


図5 PC板の透過率測定結果  
(放射温度計検出波長)  
○：透過率、●：吸収係数

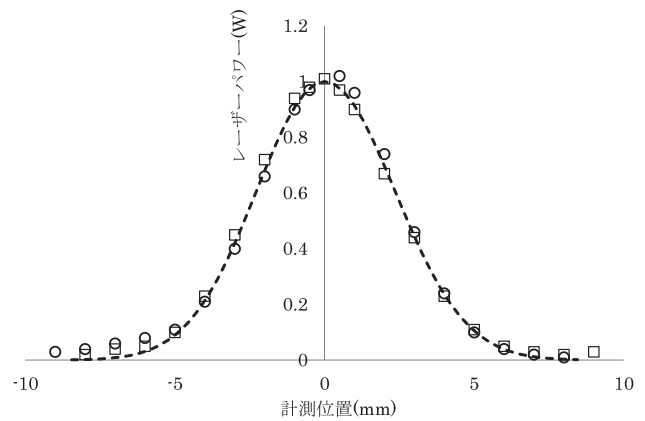


図6 レーザーパワー密度分布計測結果

□：X軸上測定値、○：Y軸上測定値、-----：フィッティング結果

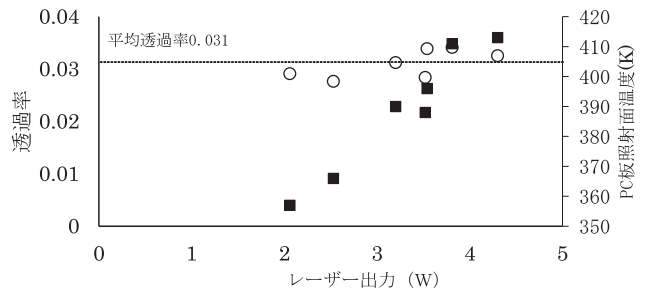


図7 PC板炭酸ガスレーザー透過率測定結果

○：透過率、■PC板照射面温度

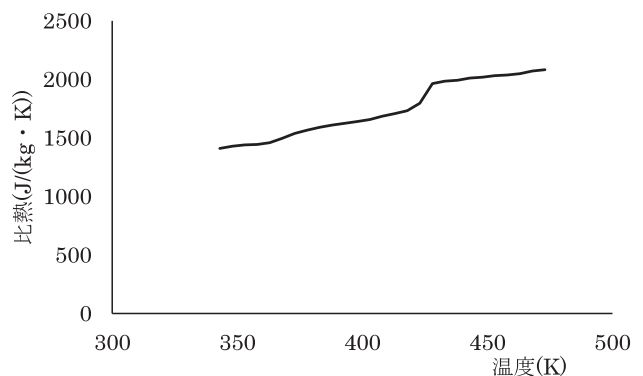


図8 PC板比熱測定結果

1)PC板昇温に伴う雰囲気温度の上昇及び熱伝達係数の分布のむら、2)基材の熱伝導率、放射エネルギー及びレーザー光の透過等のモデル誤差、3)レーザー出力の変動、以上が考えられる。

### 3.4 伝熱解析と実測との比較検証

図10及び11は、それぞれレーザー出力10.2Wで0.5s固定照射したものと、同出力で30mm/sで走査したものの解析及び実測の結果である。ここでの実測値は、放射温度計の指示値である。各測定点での温度ピーク時における昇温量で比較すると、解析値が、温度計の指示実測値を20%以上超過するケースも見られる。3.3のような長時間の照射後の熱平衡状態と異なり、高出力の照射開始直後は照射面と基材内部の温度差が大きくなり、透過の影響により、温度計が検知する放射エネルギーが低下したためと推測される。一方、透過を考慮して温度計指示値をシミュ

レートした値のその差は、10%以下となった。解析と実測の差の原因として、3.3で示されたものに加えて、放射温度計の測定位置のずれが考えられる。

また、図12は10.2W出力で固定照射開始後の0.25及び0.5s後の、深さ方向の温度分布の解析結果である。照射面ですべてのレーザー出力が吸収される場合と、透過がある場合の照射面温度の昇温差は、15%以上と推測される。

以上のことから、特に短時間・高出力のレーザー加熱の場合、透過の影響により、放射温度計の指示値が実際の表面温度より大きく低下するため、解析

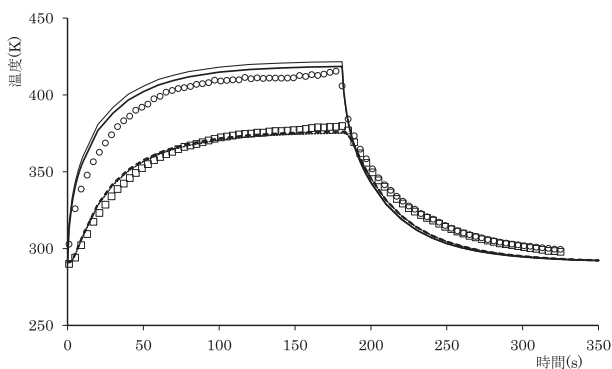


図9 熱伝達係数最適化結果(レーザー出力0.68W)

— : 照射面中央解析、 — : 照射面中央解析(透過含む)、  
 - - - : 裏面中央解析、 - - - : 裏面中央解析(透過含む)、  
 ○ : 照射面中央実測、 □ : 裏面中央実測

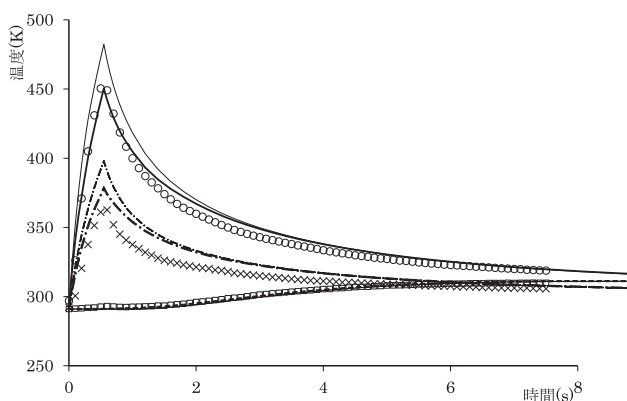


図10 レーザー固定照射(出力10.2W 0.5s)

#### 計測及び解析結果

— : 照射面中央解析、 — : 照射面中央解析(透過含む)、  
 - - - : 照射面X3mm解析、 - - - : 照射面X3mm解析(透過含む)、  
 - - - : 裏面中央解析、 - - - : 裏面中央解析(透過含む)、  
 ○ : 照射面中央実測、 × : 照射面X3mm実測、 □ : 裏面中央実測

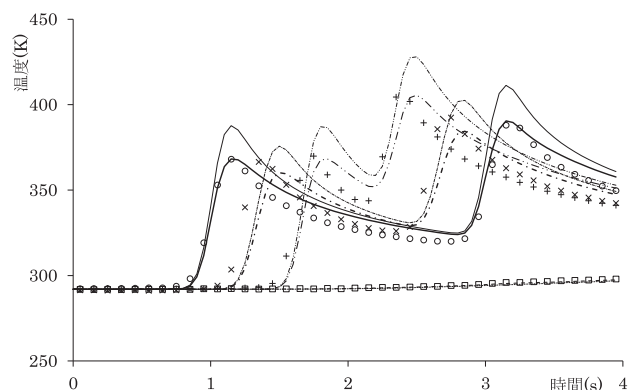


図11 レーザー走査(出力10.2W 速度30mm/s)計測及び解析結果

— : 照射面中央解析、 — : 照射面中央解析(透過含む)、  
 - - - : 照射面X10mm解析、 - - - : 照射面X10mm解析(透過含む)、  
 - - - : 照射面X20mm解析、 - - - : 照射面X20mm解析(透過含む)、  
 - - - : 裏面中央解析、 - - - : 裏面中央解析(透過含む)、  
 ○ : 照射面中央実測、 × : 照射面X10mm実測、  
 + : 照射面X20mm実測、 □ : 裏面中央実測

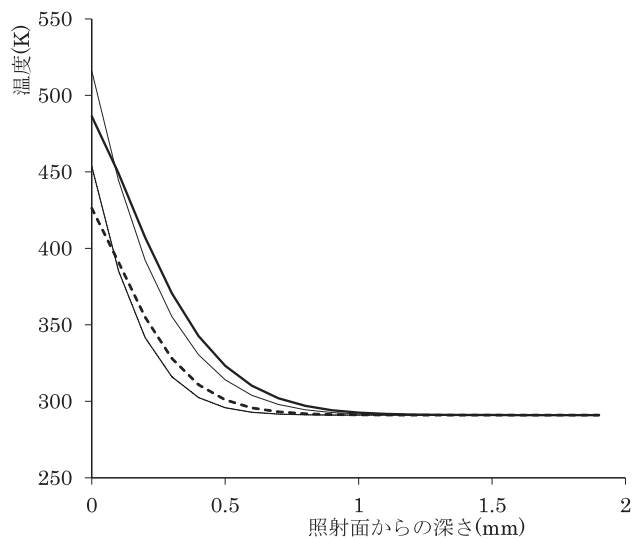


図12 レーザー固定照射(出力10.2W 0.5s)の深さ方向解析結果

- - - : 0.25s レーザー透過あり、 - - - : 0.25s レーザー透過なし、  
 — : 0.5s レーザー透過あり、 — : 0.5s レーザー透過なし



の妥当性確認や温度フィードバック制御の際には注意が必要である。

また、伝熱解析において、基材のレーザー光への吸収係数が小さい場合や照射面付近の浅い層の温度を求める際には、レーザー光の透過モデルの導入により、予測精度の向上が期待できる。

#### 4 まとめ

本報告では、炭酸ガスレーザーのPC板加熱を対象として、(1)放射温度計の特性評価及びその透過を考慮した計測のモデル化、(2)レーザー透過率とパワー密度分布測定及びその伝熱モデル化、(3)熱伝達係数の簡易取得法、を検討し、伝熱解析を実施した。その結果、解析による温度予測と実測との差は、昇温量のピーク値で10%以下であることが確認された。

今後は、他の基材の適用、シミュレーションによるレーザー加工条件の最適化に取り組む。

#### 参考文献

- 1) 村松 壽晴：レーザーコーティングプロセスの計算科学シミュレーション．レーザー加工学会誌，25(2)，81-85(2018)．
- 2) 谷本直隆 他：アルミニウム部品のレーザー溶接シミュレーション技術の開発．自動車技術会論文集，53(1)，81-86(2022)．
- 3) 大村悦二 他：ピコ秒パルスアブレーションにおける微粒子の飛散シミュレーション．溶接学会論文集，20(3)，355-362(2002)．
- 4) 本間精一 編：ポリカーボネート樹脂ハンドブック，初版(日刊工業新聞社，東京)，pp. 316-318(1992)．

## 材料評価・解析に関する技術資料集の作成とその活用

材料科 吉岡正行 田光伸也 植松俊明 長田貴将 小粥基晴 木野浩成

## Creation and exercise of technical data examples in material evaluation and analysis

YOSHIOKA Masayuki, TAKOH Shinya, UEMATSU Toshiaki, OSADA Takahiro,  
OGAI Motoharu and KINO Hironari

In recent years, the authors have been carried out research subject with the theme of aiming to improve skills related to materials evaluation and analysis and to effectively and efficiently pass on skills to new and inexperienced staff members.

Through these efforts, staff members are steadily improving their skills. However, to be able to respond at a level that can achieve the objectives of clients, it is necessary to acquire higher level skills and knowledge.

However, skills related to identification, classification, judgment, consideration, and estimation of data obtained from instrumental analysis and metallic material testing are the techniques that are the most difficult to pass on.

Therefore, the authors created a collection of technical examples containing key points, know-how, and hints on evaluation and analysis cases in instrumental analysis and metallic material testing, aiming to share and effectively utilize the knowledge and information acquired in their past work and areas of expertise and to promote and support the passing of skills.

As a result, more than 80 evaluation and analysis cases, exceeding the initial target of 50 examples, have been included in the collection.

The visualization of the evidence and support for evaluation, analysis, and consideration, which until now had been held only by the staff in charge, has led to the sharing and passing of techniques within the materials department and is being used in actual commissioned tests and technical consultations.

**Keywords :** technical data examples, material evaluation and analysis, sharing and passing of techniques

浜松工業技術支援センター材料科では近年、新人職員、未経験職員への効果的・効率的なOJTを始めとして、材料評価・解析業務における科員のスキルアップを目指した研究テーマの設定と取り組みを行っている。その結果として、科員の平均的スキルは確実に向上しつつあるが、依頼者への対応レベルをさらに高めるためには、ワンランク上のスキル及び知見・情報の習得が必要となる。

材料評価・解析に必要なスキルの中で最も技術承継が難しいのは、機器分析や金属材料試験で得られた結果(データ)を正しく理解・認識するスキル(同定、帰属、分類等)と、それらがその材料の特性や不良不具合原因にどう結びついているかを理解・認識し、他者に説明できるスキル(判定、考察、推定・推測等)であると言える。

そこで、科員それぞれがこれまでの担当業務、得意分野で取得した知見・情報の共有と有効活用及び技術承継の促進・支援に向け、機器分析や金属材料試験における評価解析事例にポイントやノウハウ・コツを盛り込んだ技術資料集を作成した。結果、当初の目標の50件を超える80件以上の評価解析事例・項目を記載するに至った。

これまで担当職員だけが有していた評価解析、考察の根拠・裏付けの「見える化」によって科内での技術共有・承継に繋がり、実際の依頼試験・相談業務等で活用している。

キーワード：技術資料集、材料評価・解析、技術共有・承継



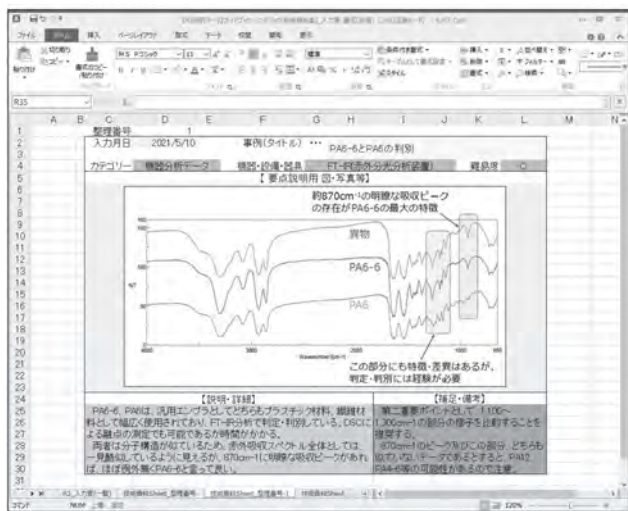


図3 評価解析事例を記載したxls形式ファイルの各Sheet(Sheet2以降)の例

以下に示す。

- (1) 金属材料試験の評価・解析に関する試験
  - ・金属組織試験
  - ・硬さ試験、引張り・曲げ等の強度試験
  - ・破壊・破損原因調査
- (2) めっき等表面処理品に関する試験
  - ・耐食性試験（塩水噴霧、キヤス、複合サイクル）
  - ・断面・表面の観察及び分析
- (3) 元素分析、化合物分析による評価・解析
  - ・異物・夾雑物の分析
  - ・金属材料の腐食・変色原因調査
  - ・材種調査

これらの中で、例えば金属材料の破壊・破損原因の調査という対応難易度の極めて高い項目に関しては、たった1頁のxlsファイルのSheet内でわかりやすく判定・判別のポイントやコツ・ノウハウを示せるような技術分野では無い。この項目に必要なスキルや対応力・判断力の習得には十分な訓練と経験が必要であることから、今回の技術資料集の対象から外した。

それに対し、フーリエ変換赤外分光分析装置（FT-IR）による有機・無機化合物の同定・帰属に関する分析及び蛍光X線膜厚測定分析装置（XRF-EDX；エネルギー分散型X線検出器搭載の蛍光X線分析装置）による含有元素の定性分析・簡易定量分析等については、xlsファイルのSheet1頁の技術資料でも十分に有用・有効となり得る事例は多い。とりわけFT-IR分析による異物のデータ（赤外吸収スペクトル）については、「知らなければ何も言えない・考察がで

きない」ということが起こりうる（元素分析は最低限、データの理解は可能である）。

これらは依頼分析件数の5割以上を占めており、この技術の支援は技術継承の効率化・迅速化に繋がることが期待できるため、本研究ではこれら機器分析の事例を中心に技術資料集を作成した。

### 2.3 使用機器

- <FT-IR：フーリエ変換赤外分光分析装置>  
日本分光(株) FT/IR-4700ST、IRT-5200-16
- <XRF-EDX：蛍光X線膜厚測定分析装置>  
(株)日立ハイテックサイエンス SEA5120A
- <FE-SEM：電界放射型走査電子顕微鏡>  
日本電子(株) JSM-7610F
- <X線残留応力測定装置>  
パルステック工業(株) μ-X360s

## 3 結果

### 3.1 フーリエ変換赤外分光分析装置（FT-IR）による化合物分析に関する評価解析事例

FT-IR分析に関する判定・判別困難な事例をxlsファイルの共通様式に入力したSheet1のイメージを図4に示した。FT-IR分析だけで全体の約半分の40件以上の事例を記すことができた。その中からいくつかの例を以下に示す。

#### (1) 鉱油（鉱物油）とPEの判定・判別（図5）

FT-IR分析の基本中の基本と言える事例である。なお当然ながら、分析したサンプルが液状物か固形物かがわからない状況で、データだけから考察しなければいけないケースを想定している。

どちらも繰り返し単位（最小単位）は2個のメチレン基： $\text{CH}_2$ であり、分子鎖の両端はメチル基： $\text{CH}_3$ である。明らかな違いは繰り返し単位のnの数のオー

評価 番号	入力 月日	事例(タイトル)	カテゴリ	機器・設備・器具	難易度
1	2021/5/10	PA6-6とPA6の判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	C
2	2021/5/18	PEとPBTの判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	A
3	2021/6/4	硬質PVCと軟質PVCの判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	B
4	2021/6/15	エポキシ系樹脂の特徴	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	A
5	2021/6/17	フェニル系樹脂の特徴	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	A
6	2021/6/26	2次PLAポリ乳酸の判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	C
7	2021/7/10	シリコーン化合物の特徴	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	B
8	2021/7/30	加硫ゴムについて	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	S
9	2022/8/9	TPUとPP-PEブレンドの判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	S
10	2021/8/17	7-オクタン酸の区別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	C
11	2021/8/24	繊維の判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	S
12	2021/9/2	純粋な(化学処理後の)判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	A
13	2021/9/8	汗と尿の判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	S
14	2021/9/12	デンプンとそれ以外の糖質の判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	B
15	2021/9/19	繊維主成分中のタンパク質の有無	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	A
16	2021/9/22	タリウムとPVCの判別	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	B
17	2021/9/23	微生物由来物(死菌・排泄物等含む)について	機器分析データ	FT-IR(赤外分光分析装置)	A

図4 FT-IR分析に関する判定・判別困難な事例を入力したSheet1の一部



図5 鉱油(鉱物油)とPE(ポリエチレン)の判定・判別

ダー(分子量; 分子の長さを反映)である。

FT-IR分析では、繰り返し単位がどういった分子構造であるかを見ているため、それが似ている両者の赤外吸収スペクトルは一見かなり似ている。しかしよく見ると、分子量の差異に基づく「メチル基/メチレン基」の比・割合の顕著な違いが細かな部分に現れる。一つは約1,380cm<sup>-1</sup>に現れるメチル基の変角振動に由来する吸収ピークが、約1,480cm<sup>-1</sup>のメチレン基の変角振動に由来する吸収ピークの半分程度以上の強度で現れていれば鉱油系、また約720cm<sup>-1</sup>に現れるメチレン基連鎖の「横揺れ振動<sup>6)</sup>」に由来する吸収ピークが、同じ約1,480cm<sup>-1</sup>のメチレン基の変角振動に由来する吸収ピークと同程度の強度であればポリエチレンと判定・判別することが可能である。ただし、これらと似た分子構造を有する工業材料としてパラフィン類があり、鉱油とポリエチレンの中間的な分子量を有し、赤外吸収スペクトルも中間的な波形を呈するので、その存在も認識しておく必要がある。

(2) PETとPBTの判定・判別 (図6)

PET (ポリエチレンテレフタレート) とPBT (ポリブチレンテレフタレート) は、広範囲・多分野で使用されているポリエステル系プラスチック材料である。汎用では圧倒的にPETが多いが、輸送機器部品にはPBTの方が多く使用されている。

両者のIRスペクトルは、一見酷似しているように見えるが、図に示した箇所の吸収ピークの特徴・差異から判別が可能である。

なお、PBTで、3,000~2,800cm<sup>-1</sup>のメチレン基・メチル基の伸縮振動ピークに明瞭な違いが出ることもあるが、おそらく配合剤・添加剤(としての鉱物油

系)の影響と考えられる。

(3) 汗とだ液の判定・判別 (図7)

どちらも「乳酸・乳酸塩」を主成分とするスペクトルであり、「酷似」している。しかし異物として発見され

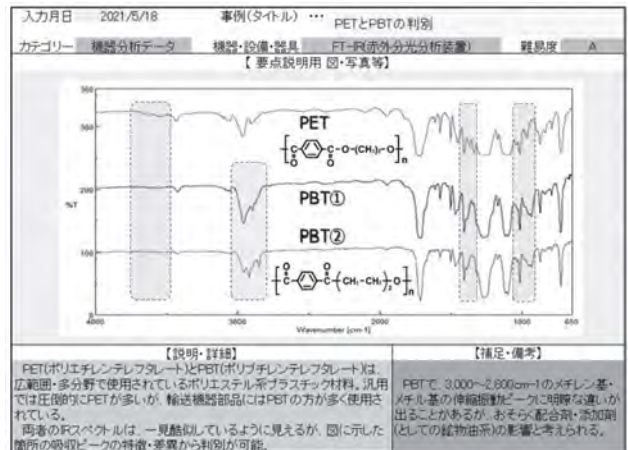


図6 PET(ポリエチレンテレフタレート)とPBT(ポリブチレンテレフタレート)の判定・判別

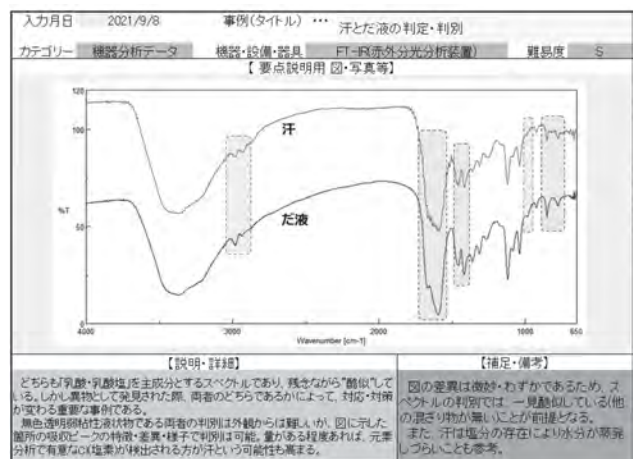


図7 汗とだ液の判定・判別

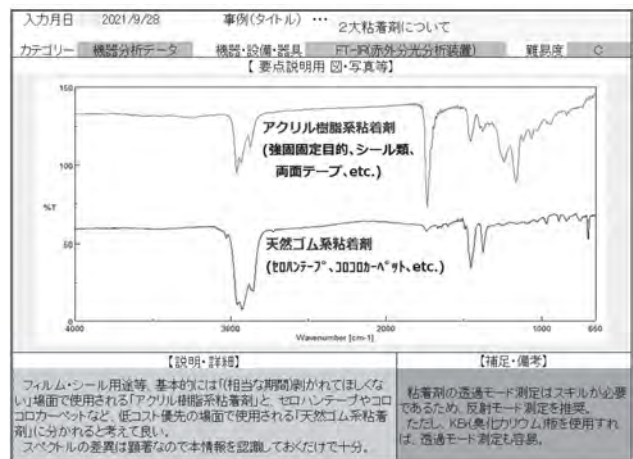


図8 汎用的に用いられる2大粘着剤について

た際、両者のどちらであるかによって、対応・対策が変わる重要な事例である。

無色透明弱粘性液状物である両者の判別は外観からは難しいが、図に示した箇所の吸収ピークの特徴・差異から判別は可能である。量がある程度あれば元素分析で有意なCl（塩素）が検出される方が汗という判断もできる。

(4) 汎用的に用いられる2大粘着剤について（図8）

フィルム・シール用途等、基本的には「(相当な期間)剥がれてほしくない」場面で使用される「アクリル樹脂系粘着剤」と、セロハンテープや回転式のカーペットゴミ捕集用粘着シートなど、低コスト優先の場面で使用される「天然ゴム系粘着剤」に分かれると考えて良い。

3.2 蛍光X線膜厚測定分析装置（XRF-EDX）による元素分析に関する評価解析事例

これについては、元素の有無の判定や考察を困難にしている要因である元素ピーク同士の重なり（干渉）に関する事例を18件記載するに至った。その中からいくつかの例を以下に示す。

(1) 鉄鋼材のK（カリウム）とTi（チタン）など（図9）

鉄鋼材を分析すると、メインピークであるFe（鉄）のK $\alpha$ 線、K $\beta$ 線その他、必ずK（カリウム）のK $\alpha$ 線の位置とTi（チタン）のK $\alpha$ 線の位置（少しズレている）にFe由来のサブピークが現れる。どちらも一般に鉄鋼材の構成元素ではないので、誤判定のリスクは少ない。

さらに、Kr（クリプトン）、Rb（ルビジウム）の位置にサブピークが出現するが、これらは極めてレアな元素であるので、このことを知っているだけで誤判定のリスクは少ないと考える。

(2) Cr（クロム）とMn（マンガン）の判別（図10）

CrのK $\beta$ 線とMnのK $\alpha$ 線が重なる。この両元素は出現頻度も高く、しかも同材料に含まれている可能性も高いので、判定・判別は重要である。

目安は、CrのK $\alpha$ 線とK $\beta$ 線のピーク強度比が約6:1程度であることを覚えておけば、Mnの有無について判定は可能である。ただし、Mnの含有率は数%以下であることが多いので、正確に算定する必要がある。

この情報は当然ながら簡易元素定性分析におけるMnの「有無」についての説明であり、Mnについて厳密な考察が必要であるならXRF-WDX（WDX；波

長分散型X線検出器搭載の蛍光X線分析装置）による分析かEDX系であっても適切な準定量分析を実施する必要がある。

(3) アスファルトの特徴（図11）

現代のモノづくり工場や現場であれば、いわゆる

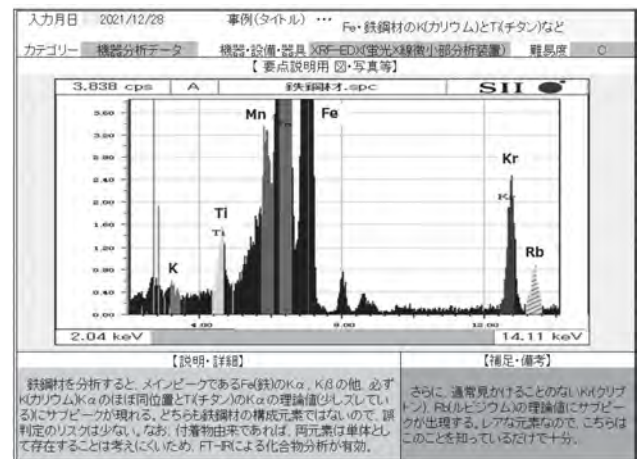


図9 Fe・鉄鋼材のK(カリウム)とTi(チタン)など

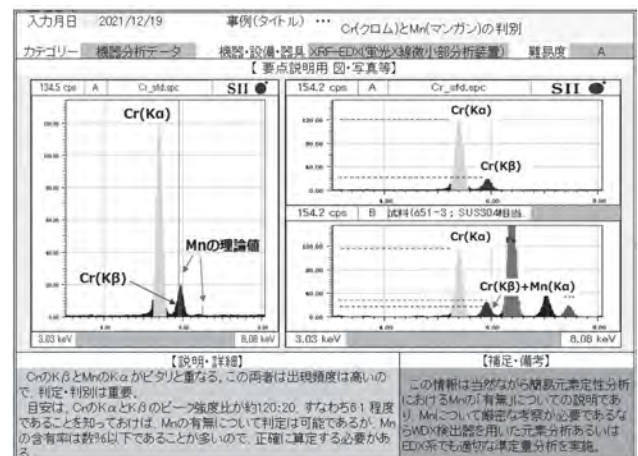


図10 Cr(クロム)とMn(マンガン)の判別

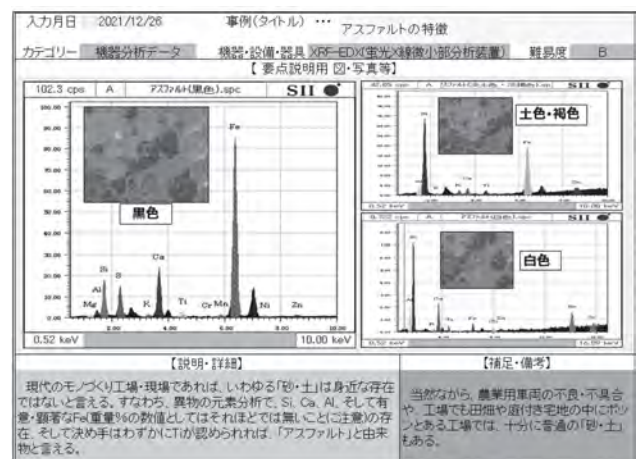


図11 アスファルトの特徴

「異物」の元素分析で、Si（ケイ素）、Ca（カルシウム）、Al（アルミニウム）、そして有意・顕著なFe（重量%の数値としてはそれほどは無いことに注意）の存在、そして決め手はわずかにTiが認められれば、「アスファルト」由来物と言える。

当然ながら、農業用車両の不良不具合や、工場でも田畑や庭付き宅地の中に立地している工場では、十分に普通の砂・土の混入もあることを理解しておく必要がある。

### 3.3 金属材料試験に関する評価解析事例

#### (1) ナイタル液とピクルル液でエッチングした鉄鋼組織の見え方 (図12)

ナイタル液（5%硝酸－エタノール溶液）、ピクルル液（2～4gピクリン酸－100mlエタノール溶液）、共に鉄鋼材料の金属組織試験におけるエッチングで使用する代表的な腐食液である。特徴としては、図のようにナイタル液による組織写真の方がピクルル液よりも

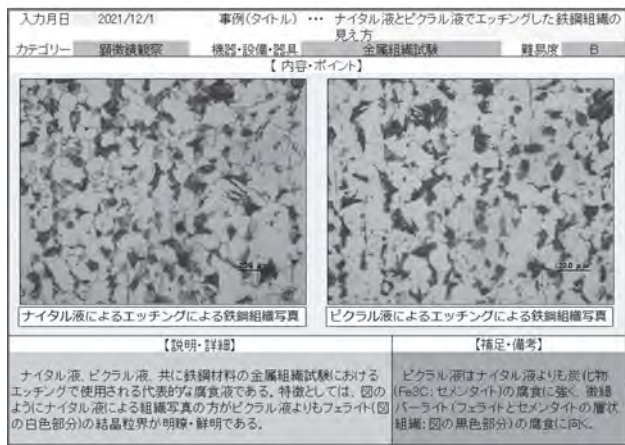


図12 ナイタル液とピクルル液でエッチングした鉄鋼組織の見え方

フェライト（図の白色部分）の結晶粒界が明瞭・鮮明である。

ピクルル液はナイタル液よりも炭化物（ $Fe_3C$ ：セメントタイト）の腐食に強く、微細パーライト（フェライトとセメントタイトの層状組織；図の黒色部分）の腐食に向く。

#### (2) X線残留応力測定結果の信頼性の確認方法 (図13)

残留応力測定は通常、結果が数値で表示される（「圧縮応力」は負の値、「引張応力」は正の値）。しかしその測定結果の信頼性を判断する方法や、数値以外の情報を読み取る方法については装置の説明書に明確な記載は無い。しかし、材料科が所有する機器では、数値だけでは無く、回折したX線で形成される「デバイリング（デバイ-シェラー環）<sup>7)</sup>」という同心円状のパターン図が可視化できるため、これを確認することが極めて有効となる。

通常、デバイリングは左図のように高さの均一なリング状となることが望ましい。しかし、例えば熱影響により結晶粒が粗大化している鉄鋼材の場合には、真ん中の図のようにデバイリングのX線強度が弱く、不均一となるため、測定結果の信頼性が低下する。また、試料の形状が複雑でX線の経路に障害物があるような場合には、右の図のようにデバイリングに「欠け」が認められる。この場合も、測定結果の信頼性が低下する。

### 3.4 めっき等表面処理に関する評価解析事例、その他

#### (1) 光沢Ni（ニッケル）めっき層と半光沢Niめっき層の判定・判別 (図14)

SEM（走査電子顕微鏡）による通常の二次電子像で観察すると研磨キズや加工痕などが写るため、

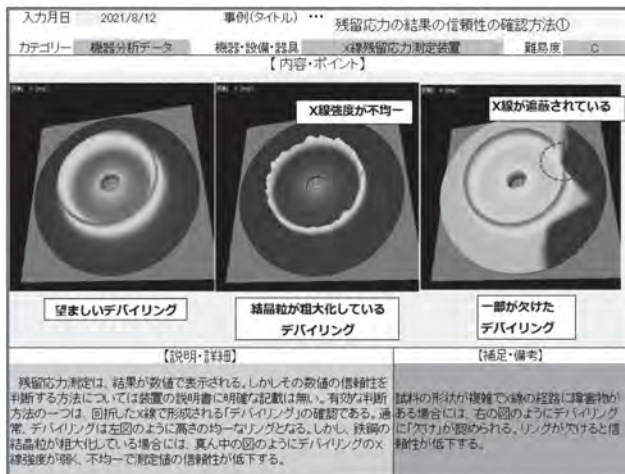


図13 残留応力の効果の信頼性の確認方法

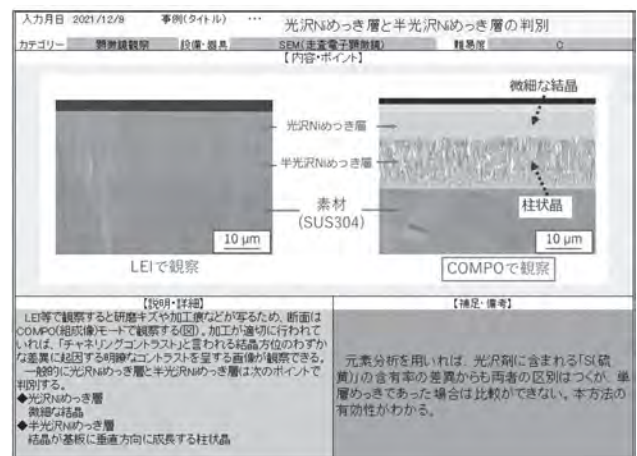


図14 光沢Niめっき層と半光沢Niめっき層の判別

断面はCOMPO（組成像）モードで観察する。加工が適切に行われていれば、「チャネリング<sup>8)</sup>コントラスト」と言われる結晶方位のわずかな差異に起因する白色、灰色、黒色のコントラストを呈する画像が観察できる。

一般的に光沢Niめっき層と半光沢Niめっき層は次のポイントで判別する。

◆光沢Niめっき層

…微細な結晶

◆半光沢Niめっき層

…結晶が基板に垂直方向に成長する柱状晶

元素分析を用いれば、光沢剤に含まれるS（硫黄）の含有率の差異からも両者の区別はつくが、単層めっきであった場合は比較ができない。

(2) 耐食性試験後の白色腐食生成物（白サビ）の評価に際して（図15）

アルミニウム製品やZn（亜鉛）めっき製品のような、

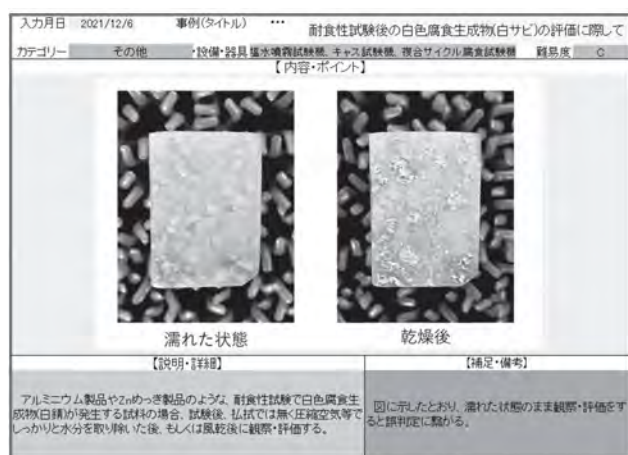


図15 塩水噴霧試験の試料の設置方法

耐食性試験で白色腐食生成物(白錆)が発生する試料の場合、図に示したとおり、濡れた状態のまま観察・評価をすると誤判定に繋がるため、耐食性試験後、払拭では無く圧縮空気等でしっかりと水分を取り除いた後、もしくは風乾後に観察・評価する。

4 まとめ

科員の担当業務、得意分野に関する知見・情報の共有と有効活用及び技術承継の促進・支援に向け、機器分析や金属材料試験等における評価解析

事例にポイントやノウハウ・コツを盛り込んだ技術資料集を作成した。

結果、当初の目標の50件を超える80件以上の評価解析事例・項目を記載するに至った。本研究により、担当職員だけが有する評価解析、考察の根拠・裏付けの「見える化」に繋がり、技術承継にかかる所要時間の短縮・効率化が図れ、既に一部は科内で技術共有・継承し、実際の依頼試験・相談業務等に活用している。

また実際の依頼試験・技術相談の場面で、顧客に対するデータの説明の際にも活用し、今後も通常業務の中で随時事例の追加を行う。

参考文献

- 1) 吉岡正行 他：材料解析のためのアドバンストキヤラクターゼーションに関する研究，静岡県工業技術研究所研究報告，第1号，131-134（2008）。
- 2) 吉岡正行 他：金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，208-213（2011）。
- 3) 植松敏明 他：ファンダメンタルパラメータ法による蛍光X線分析の信頼性評価，静岡県工業技術研究所研究報告，第9号，99-100（2017）。
- 4) 吉岡正行 他：各種金属腐食生成物及び表面処理工程液の元素及び化合物情報のデータベース化，静岡県工業技術研究所研究報告，第12号，111-116（2019）。
- 5) 吉岡正行 他：材料評価・解析のスキルアップに向けたサンプリングメソッドの開発（第2報），静岡県工業技術研究所研究報告，第14号，107-113（2021）。
- 6) 中西香爾：赤外線吸収スペクトル—定性と演習—一定性編（榊南江堂，東京），26（1960）。
- 7) 理学電機(株)：X線回折の手引き，改訂第四版，20（1986）。
- 8) 日本電子顕微鏡学会関東支部編：走査電子顕微鏡の基礎と応用，初版（共立出版(株)，東京），44-47（1983）。



## X線回折による非破壊、非接触の硬さ測定 (第2報)

— 表面粗さと加工変質層が鉄鋼材料の半価幅に及ぼす影響 —

材料科 小粥基晴 植松俊明  
パルステック工業株式会社 内山宗久 寺本圭伸

### Non-destructive and non-contact measurement of hardness by X-ray diffraction (2nd Report)

— Effect of surface roughness and damaged layer on half value breadth of steel —

OGAI Motoharu, UEMATSU Toshiaki, UCHIYAMA Munehisa and TERAMOTO Yoshinobu

Non-destructive and non-contact hardness testing is required in the quality control of heat treatment of steel materials. It is known that hardness can be estimated from the half value breadth of X-ray diffraction on the mechanically polished surface of steel materials. This paper investigated the effects of surface roughness and damaged layer on the half value breadth of steel materials after end-milling, abrasive cutting, and mechanical polishing.

The change in half value breadth with surface roughness was larger than the geometrically calculated diffracted X-ray width spread.

The dispersion of the half value breadth of the end-milled surface was equivalent to that of the polished surface. It was found that the thickness of the damaged layer, even as little as approximately 1  $\mu\text{m}$ , had an effect on the half value breadth.

Keywords : Non-destructive and non-contact hardness testing, Half value breadth, Surface roughness, Damaged layer

通常、鉄鋼材料の硬さの評価には、ビッカース硬さ試験やロックウェル硬さ試験が利用される。これらの試験では、試験片の大きさに制限があり、評価するために製品を破壊することが多い。そのため、非破壊・非接触の硬さ試験として、近年、X線回折を利用した試験が注目されている。この方法は、鉄鋼材料にX線を照射し、回折現象によって得られた半価幅から硬さを算出する。著者らは、これまでに機械研磨した試料について本手法が有効であることを示した。しかし、実際の製品は、機械加工等によって表面粗さが異なり、加工面には加工変質層が形成されている。X線回折を利用した硬さ試験を実際の製品に適用するためには表面粗さと加工変質層が半価幅に与える影響を明らかにする必要がある。本研究では、硬さの異なる鉄鋼材料について機械研磨、砥石切断、エンドミル加工で作製した試料を用いて、表面粗さと加工変質層が変化したときの半価幅について検討を行った。

表面粗さを変化させたときの半価幅の測定値の変化量は、加工面の最大高さ粗さから算出した回折X線のピーク幅の変化より大きな値であった。また、半価幅のばらつきは、いずれの加工面も同程度であった。

これらのことから今回検討した表面粗さでは、半価幅に与える影響が小さいと考えられた。一方、加工により形成された加工変質層は、1 $\mu\text{m}$ 程度の厚さであっても半価幅の値に影響を与えることが分かった。

キーワード：非破壊・非接触の硬さ測定、半価幅、表面粗さ、加工変質層

## 1 はじめに

輸送機器産業をはじめとする様々な産業で使用される鉄鋼材料は、使用目的に応じて熱処理により硬さ、強度、耐摩耗性などの特性を調整している。硬さは、製品設計における重要な設計数値となっているため、硬さ試験は熱処理を施した製品の品質管理や製品開発で欠かせない試験のひとつとなっている。通常、鉄鋼材料の硬さ試験は、ビッカース硬さ試験などの押し込み硬さ試験が利用されるが、試験片の大きさに制限があり、実製品の硬さを評価できないケースがある。

近年、製品の全数検査や大型製品でも対応可能な新たな硬さ試験としてX線回折を利用した非破壊・非接触の硬さ試験が注目されている<sup>1-3)</sup>。この方法は、鉄鋼材料にX線を照射し、回折現象によって得られたスペクトルのピークの半価幅から硬さを算出する方法である。

半価幅の測定には、X線回折装置やX線残留応力測定装置が使用されている。可搬型のX線残留応力測定装置を用いることで大型の試料の非破壊測定が可能となる。しかし、可搬型のX線残留応力測定装置は2次元検出器で半価幅を測定するため、回折X線の検出される距離が短くなることで、回折X線のスペクトル幅が増加し、半価幅に影響を及ぼすことが懸念される。そのため、半価幅を測定するには、測定面を平滑にすることが望まれる。

前報<sup>4)</sup>では測定面を平滑にするために鏡面研磨した鉄鋼材料を用いて半価幅とビッカース硬さの関係を評価し、本手法で半価幅からビッカース硬さを推定できることを示した。しかし、実際の製品では、機械加工等によって表面粗さが異なり、加工面には加工変質層が形成されている。本手法を実際の製品に適用するためには表面粗さと加工変質層が半価幅に与える影響を明らかにする必要がある。本研究では、高炭素クロム軸受鋼材の受け取りのまま材及び受け取りのまま材を熱処理した熱処理材に機械研磨、砥石切断、エンドミル加工を行い、表面粗さと加工変質層が変化したときの半価幅について検討を行った。

## 2 実験方法

### 2.1 試料調製

試料には50mm×30mm×20mmの高炭素クロム軸受鋼材SUJ2の受け取りのまま材と熱処理材を用いた。

熱処理材は表1に示す条件で焼入れ・焼戻しを行った。試料内部の硬さは、受け取りのまま材で180HV、熱処理材で700HVである。各試料は、図1に示す線位置で切り出し、aを機械研磨、bを砥石切断、c及びdをエンドミル加工によって表面粗さを調整した。機械研磨は、切り出した試料をエポキシ樹脂に包埋し、SiC研磨紙で面出し後、ダイヤモンド研磨剤、コロイダルシリカを用いて回転研磨機で研磨した。砥石切断は、水溶性切削油のクーラントを使用し、φ150mmのWA120A砥石で湿式切断した。エンドミル加工では、小径ボールエンドミルでピックフィードのピッチを変えて荒加工と仕上げ加工を行い、表面粗さが異なる2種類の加工面を作製した。ここで、機械研磨で作製した面を「鏡面」、砥石切断で作製した面を「切断面」、エンドミル加工で作製した面を「荒加工面」及び「仕上げ加工面」とする。

表1 熱処理条件

焼入れ		焼戻し	
加熱温度[°C]	時間[min]	加熱温度[°C]	時間[min]
840	90	200	70

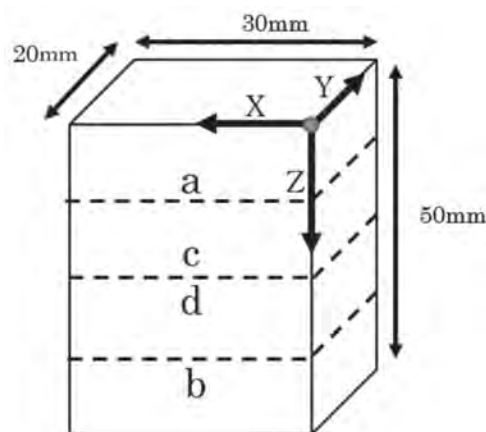


図1 試料の切り出し位置

### 2.2 半価幅測定

半価幅の測定は、写真1に示す可搬型X線残留応力測定装置μ-X360s（パルステック工業㈱製）を用いた。測定ユニットは、X線が加工面に対して垂直に入射できるように姿勢を固定し、X線の発生部と加工面の距離を30mmとした。測定条件はX線のコリメータ径φ1mm、X線の照射時間を15sとした。その他の条件を表2に示す。測定ユニットから照射されたX線は、加工面で回折し、2次元検出器で図2に示されるよう

にリング状に検出される（以下、リング状に検出されたX線をデバイリングとする）。デバイリングは、図中に示すとおりプロファイルの集合体であり、500点のプロファイルを同時に表示している。半価幅は、それぞれのプロファイルから算出された500点の平均値を測定結果とした。測定位置は、図3に示すとおり各加工面の(X、Y)=(15mm、9.5mm)からY方向に0.2mm間

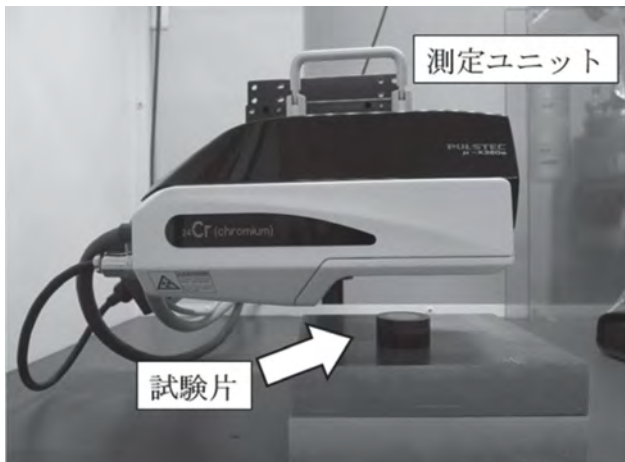


写真1 可搬型X線残留応力測定装置

表2 X線残留応力測定装置の測定条件

X線管球	Cr
管電圧	30kV
管電流	1.5mA
回折面	(211)

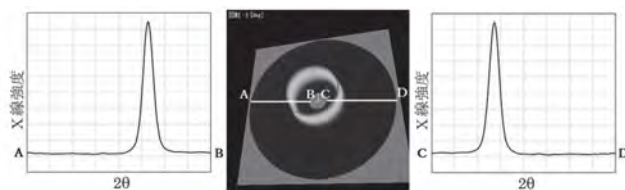


図2 X線回折により得られたデバイリング及びプロファイル

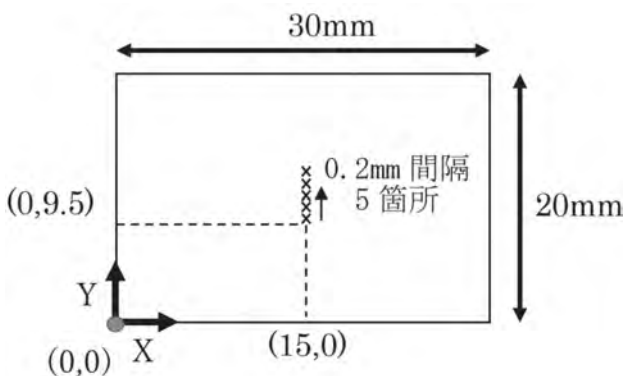


図3 各加工面における半価幅の測定位置

隔で5箇所とした。

### 2.3 表面粗さ測定

表面粗さは、最大高さ粗さ（以下、Rzとする）で評価した。測定は、接触式表面粗さ形状測定機フォーラムタリサーフM112-4581（アメテック㈱製）を用いた。測定条件を表3に示す。測定位置は、各加工面の中心付近とした。測定方向は、鏡面では任意の方向、切断面では、円弧状の加工傷の接線に対して直角方向、荒加工面と仕上げ加工面では、ボールエンドミルの送り方向に対して直角方向とした。

表3 表面粗さの測定条件

基準長さ[μm]	鏡面	80
	切断面	800
	仕上げ加工面	800
	荒加工面	2500
カットオフ比 $\lambda_c/\lambda_s$	鏡面	30
	切断面	300
	仕上げ加工面	300
	荒加工面	300

### 2.4 金属組織試験

金属組織及び加工変質層の観察面は、各加工面に対して垂直となる断面で、切断面では砥石の送り方向に対して平行、荒加工面と仕上げ加工面はボールエンドミルの送り方向に対して平行になるように切り出した。切り出した試料はエポキシ樹脂に包埋し、機械研磨で鏡面とした後、5%ナイトール液でエッチングした。観察には、電界放出型走査電子顕微鏡JSM-7610FPlus（日本電子㈱製）を用いた。また、加工変質層は、図4に示す金属組織が微細化した微細化層と金属組織が変形した流動層を合わせた領域

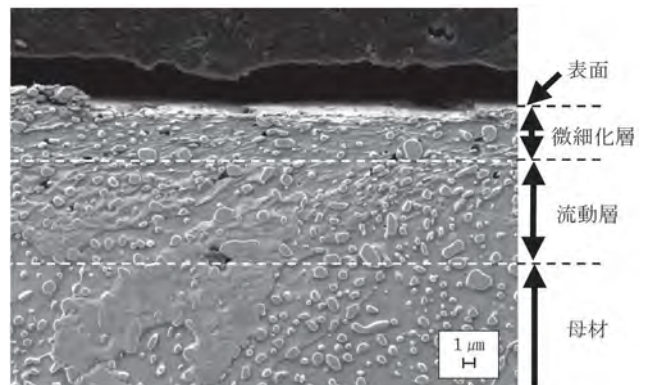


図4 加工変質層

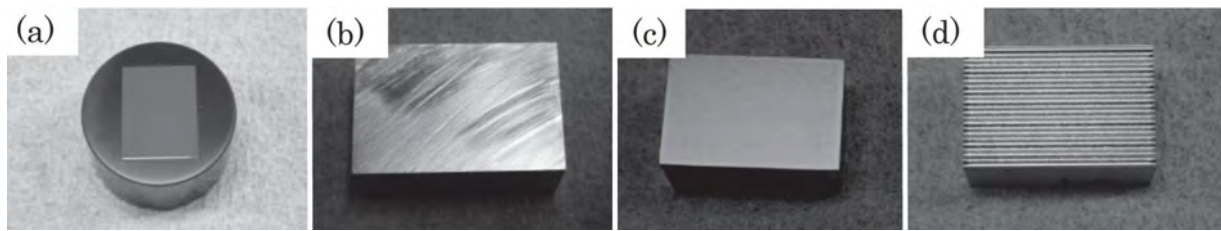


写真2 受け取りのまま材の外観

(a)鏡面、(b)切断面、(c)仕上げ加工面、(d)荒加工面

とした。また、加工変質層の厚さは、観察断面の任意の5箇所を測定し、平均値を算出した。

### 3 結果及び考察

#### 3.1 表面粗さによる半価幅の変化

受け取りのまま材の各加工面の外観を写真2に示す。熱処理材の外観は、受け取りのまま材と同様であった。鏡面は、試料によらず、目視で傷を確認できなかった。切断面は、各試料で円弧状の加工傷が観察され、加工傷の谷の間隔や深さは不規則であった。荒加工面及び仕上げ加工面では、ボールエンドミルの送り方向と平行な縞模様が観察され、ツールマークの谷の間隔は、試料によらず荒加工面で0.8mm程度、仕上げ加工面で0.1mm程度であった。

次に各加工面のRzを表4に示す。Rzは、いずれの試料も鏡面、切断面、仕上げ加工面、荒加工面の順に大きくなり、最大値は、受け取りのまま材の荒加工面の103 $\mu\text{m}$ であった。

各加工面の最大高さ粗さと半価幅の関係を図5、図6に示す。受け取りのまま材の半価幅は、鏡面で2.30deg、切断面で2.80deg、仕上げ加工で3.36deg、荒加工で3.47degとなり、Rzが増加すると半価幅は最大で1.17deg広がった。一方、熱処理材は、鏡面で6.34deg、切断面で5.87deg、仕上げ加工面で5.80deg、荒加工面で5.81degで、加工面によって最大0.54degの差があった。

本研究では、半価幅を測定する際のX線の照射領域を $\phi$ 2mm程度としたため、荒加工面の半価幅の測定は谷部もしくは山部を2か所含む。ここで、使用したX線残留応力測定装置のX線の行路を図7に示す。図中でX線発生部と加工面との距離をd、二次元検出器で回折X線が検出される距離をr、回折角を $2\theta$ と

表4 各加工面の表面粗さの測定結果

	Rz[ $\mu\text{m}$ ]			
	鏡面	切断面	仕上げ加工面	荒加工面
受け取りのまま材	0.02	1.8	81	103
熱処理材	0.03	1.4	5.1	85

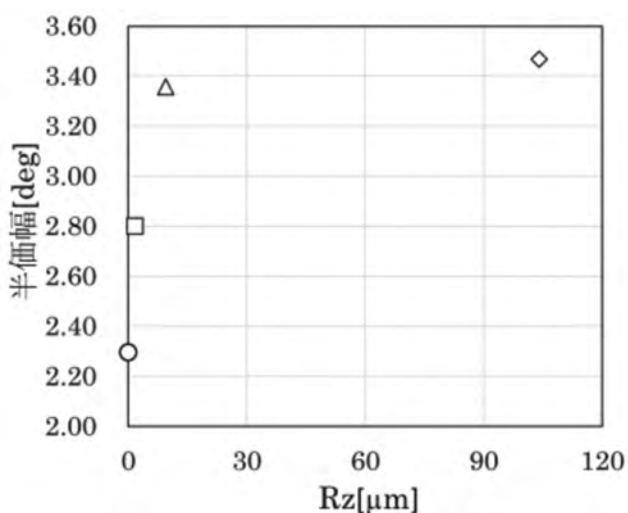


図5 受け取りのまま材における表面粗さと半価幅の関係  
○鏡面、□切断面、△仕上げ加工面、◇荒加工面

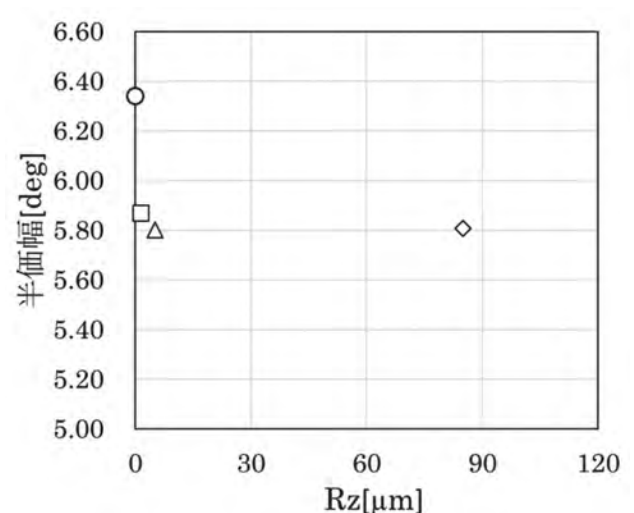


図6 熱処理材における表面粗さと半価幅の関係  
○鏡面、□切断面、△仕上げ加工面、◇荒加工面

する。図7(a)の測定面に凹凸がある試料の場合には図7(b)の平滑な試料よりもX線が回折する面が $\Delta d$ だけ近くなり、回折X線の検出される距離は式(1)で算出される $\Delta r$ だけ短くなる。

$$\Delta r = \tan(180 - 2\theta) \times \Delta d \quad (1)$$

式(1)の $\Delta d$ に受け取りのまま材の荒加工面の $Rz103\mu\text{m}$ 及び鉄(211)の回折角 $156.396\text{deg}$ を代入すると回折X線のスペクトル幅の変化から $\Delta r$ は $0.045\text{mm}$ と求めることができる。これは、回折角に換算すると $0.07\text{deg}$ となる。しかし、受け取りのまま材と熱処理材で $Rz$ が増加したことによる半価幅の変化は、計算上の広がりよりもはるかに大きい。

次に各加工面の半価幅のばらつきを表5に示す。切断面、仕上げ加工面、荒加工面の半価幅のばらつきは、鏡面と比較して、小さいもしくは同等の値で

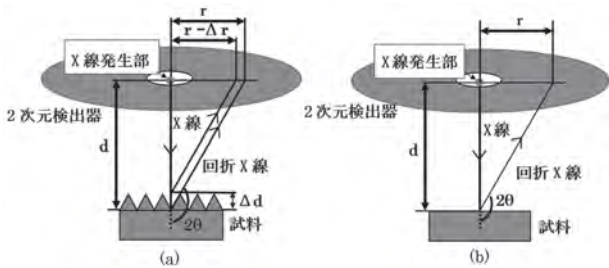


図7 二次元検出器における試料との距離の影響  
(a)凹凸がある試料、(b)平滑な試料

表5 各加工面の半価幅のばらつき

	半価幅のばらつき[deg]			
	鏡面	切断面	仕上げ加工面	荒加工面
受け取りのまま材	0.07	0.04	0.04	0.07
熱処理材	0.14	0.08	0.05	0.13

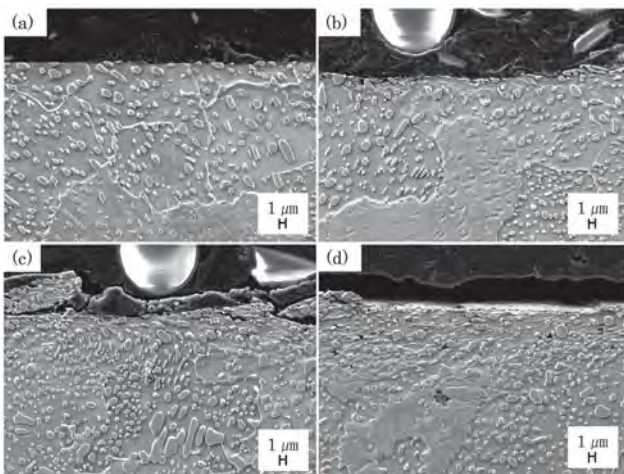


図8 受け取りのまま材の加工変質層  
(a)鏡面、(b)切断面、(c)仕上げ加工面、(d)荒加工面

あった。

これらのことから、検討した範囲の表面粗さでは、半価幅に与える影響が小さいと考えられる。

### 3.2 加工変質層の厚さの違いによる半価幅の変化

受け取りのまま材及び熱処理材の各加工面の断面を観察した結果を図8、図9に示す。鏡面の金属組織は、いずれの試料も加工面近傍と内部で差異はなく、受け取りのまま材では、母相のフェライトに球状化した炭化物が分散した状態、熱処理材では母相の焼戻しマルテンサイト組織に球状化した炭化物が分散した状態であった。その他の加工面では、加工時の加工力によってボールエンドミルと砥石の送り方向に金属組織が変形した加工変質層が観察された。受け取りのまま材の加工変質層の厚さは、切断面で $2.0\mu\text{m}$ 、仕上げ加工面で $5.7\mu\text{m}$ 、荒加工面で $10.5\mu\text{m}$ であった。熱処理材では、切断面で $0.8\mu\text{m}$ 、仕上げ加工面で $1.5\mu\text{m}$ 、荒加工面で $1.4\mu\text{m}$ で、いずれの加工面でも受け取りのまま材と比較して加工変質層が薄かった。加工変質層の厚さと半価幅の関係を図10、図11に示す。加工変質層が厚くなると半価幅は、受け取りのまま材で $2.30\text{deg}$ から $3.47\text{deg}$ に広がり、熱処理材で $6.34\text{deg}$ から $5.81\text{deg}$ に狭くなった。また、各試料における半価幅のばらつきは、受け取りのまま材の鏡面及び荒加工面で $0.07\text{deg}$ 、切断面及び仕上げ加工面で $0.04\text{deg}$ で、熱処理材の鏡面では $0.14\text{deg}$ 、切断面で $0.08\text{deg}$ 、仕上げ加工面で $0.05\text{deg}$ 、荒加工面で $0.13\text{deg}$ であった。いずれの試料においても鏡面で半価幅のばらつきが最も大きくなった。

受け取りのまま材を加工すると半価幅が広がった

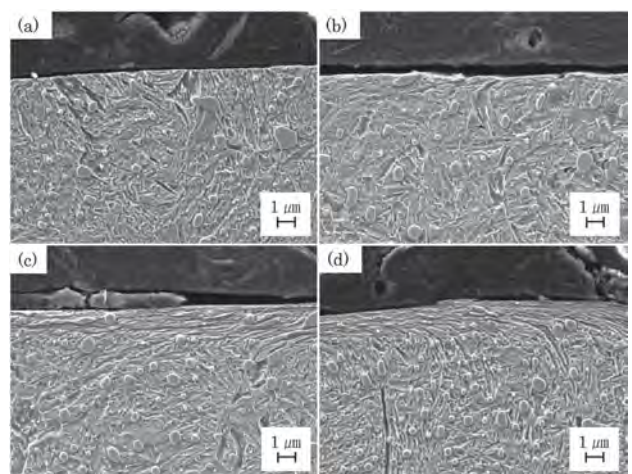


図9 熱処理材の加工変質層  
(a)鏡面、(b)切断面、(c)仕上げ加工面、(d)荒加工面

【報告】

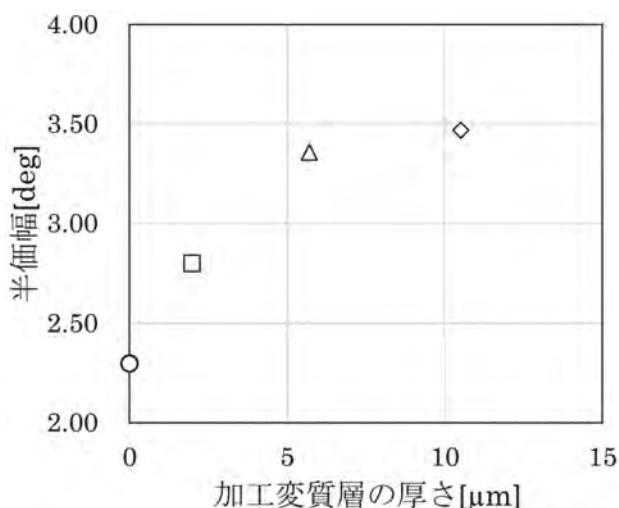


図10 受け取りのまま材の加工変質層の厚さと半価幅の関係

○鏡面、□切断面、△仕上げ加工面、◇荒加工面

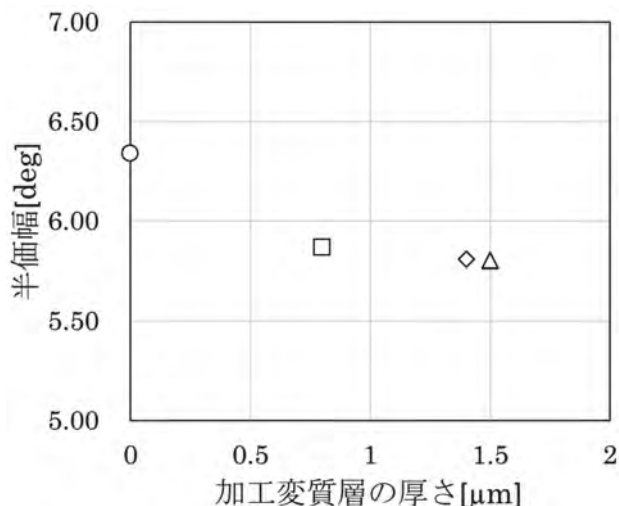


図11 熱処理材の加工変質層の厚さと半価幅の関係

○鏡面、□切断面、△仕上げ加工面、◇荒加工面

のは、加工時に発生した加工力によって加工変質層の領域が加工硬化し、硬さが上昇したためであるのに対して、熱処理材を加工すると半価幅が狭くなったのは受け取りのまま材よりも加工力が大きいため加工面の温度が上昇し、加工変質層の領域が焼戻されたことが原因と考えられる。このことから、前節で式(1)から算出した半価幅の変化と測定された半価幅の変化に差異が見られたのは、加工変質層の領域が硬化や軟化したことが一要因として挙げられる。

本研究で使用したX線残留応力測定装置の鉄鋼材料に対するX線の侵入深さは5μm程度であることから、各加工によって形成された加工変質層の深さが数μmであっても半価幅に影響を与えることが分かった。

4 まとめ

鉄鋼材料に機械研磨、砥石切断、エンドミル加工を行い、表面粗さと加工変質層の厚さが変化したときの半価幅について検討した結果、以下のことが得られた。

- (1) 砥石切断、エンドミル加工した加工面の半価幅の変化は、Rzから算出した回折X線のスペクトル幅の広がりよりも大きな値であった。
- (2) 半価幅のばらつきは、機械研磨、砥石切断、エンドミル加工のいずれの試料も同程度であった。
- (3) 加工方法ごとの加工変質層の厚さは、熱処理材よりも受け取りのまま材の方が増加した。加工変質層の厚さが増加したときの半価幅は、受け取りのまま材で広がり、熱処理材で狭くなる傾向を示した。
- (4) 半価幅の測定に使用する装置の鉄鋼材料に対するX線の侵入深さが浅い場合には、形成された加工変質層が半価幅に影響を与えることが分かった。

参考文献

- 1) 鷹合滋樹 他: X線回折による焼入れ鋼の表面硬さ評価. 材料試験技術協会誌, 61(2), 68-73(2016).
- 2) 小峰克朗 他: 焼入焼もどしされた鋼材料の半価幅とかたさの対応について, 日本材料学会(材料), 26(280), 24-30(1976).
- 3) 栗田政則 他: X線回折による焼入鋼の硬度測定, 日本材料学会(材料), 34(379), 91-97(1985).
- 4) 小粥基晴 他: X線回折による非破壊、非接触の硬さ測定 (第1報) -熱処理された鉄鋼材料の半価幅と硬さの関係-, 「静岡県工業技術研究所研究報告 第14号」, 静岡県工業技術研究所, P114-120(2021).

## 装飾用3価クロムめっき皮膜の評価解析

材料科 長田貴将 田光伸也

### Evaluation and analysis of decorative trivalent chromium plating films

OSADA Takamasa and TAKO Shinya

Decorative chromium plating film has excellent corrosion resistance and resistance to discoloration in the atmosphere. For this reason, it has been widely used in transportation equipment as a final finishing plating process. Generally decorative chromium plating solutions contain highly toxic hexavalent chromium, so accordingly many attempts have been made to replace it with a plating solution consisting of trivalent chromium with lesser toxicity as the chromium ion source. The substitution of trivalent chromium plating solution has not progressed much due to the color difference from hexavalent chromium plating. It is, therefore, necessary to obtain various data on trivalent chromium plating as soon as possible and to promote its substitution.

In this study, to build up knowledge on trivalent chromium plating, the authors conducted corrosion resistance tests, elemental analysis, surface and cross-sectional observation, and additionally crystal structure analysis of both the trivalent and hexavalent chromium plating.

All samples prepared by the trivalent chromium plating solution showed equal or better corrosion resistance than those prepared from the hexavalent chromium plating solution. In addition, the authors considered the factors that cause the variation in brightness of trivalent chromium plating film. It is considered that the elements, surface morphology and crystallinity of the plating films seem to be influenced depending on the type of plating solution used for the trivalent chromium plating.

Keywords : decorative chromium plating, trivalent and hexavalent, cross-sectional observation, crystal structure analysis

装飾用クロムめっきは、耐食性に優れ大気中で変色しにくいいため、最終仕上げめっきとして、輸送機器製品等に利用されている。一般的な装飾用クロムめっき(6価クロムめっき)液には、毒性の高い6価クロムが含まれるため、毒性の低い3価クロムをクロムイオン源とするめっき(3価クロムめっき)への代替が検討されている。3価クロムめっきへの代替は、6価クロムめっきとの色調の違い等の問題により進んでいないが、喫緊の課題である。このため、早急に3価クロムめっきの様々なデータを取得し、代替を進める必要がある。

本研究では3価クロムめっきに関する知見を蓄積することを目的として、耐食性試験、元素分析、表面及び断面の観察、結晶構造の解析を行い、従来の6価クロムめっきと比較した。

その結果、3価クロムめっき液により作製された試料は、いずれも6価クロムめっき液から作製された試料と同等以上の耐食性が示された。また、3価クロムめっき皮膜の明度が6価クロムめっきに比べ低下する要因を考察し、3価クロムめっきはめっき液の種類により、めっき皮膜を構成する元素や表面形態、結晶性等が異なる可能性があることを確認した。

キーワード：装飾クロムめっき、6価クロム代替、薄膜向け断面観察

#### 1 はじめに

装飾用クロムめっきは、耐食性に優れ大気中で変色しにくいいため、最終仕上げめっきとして、輸送機器製品等に利用されている<sup>1)</sup>。一方、一般的な装飾用クロムめっき(6価クロムめっき)液には毒性の高いクロ

ム酸塩が含まれ<sup>2)</sup>、めっき作業や工場周辺環境への悪影響が問題視されている<sup>3)</sup>。また、EUのREACH規制では6価クロムが高懸念物質に指定されており、早期の使用削減が望まれている<sup>1)</sup>。このため、毒性の低いクロム(Ⅲ)化合物をクロムイオン源とするめっ

【報告】

き(3価クロムめっき)液への代替が検討されている。従来の6価クロムめっきと比較すると、色調の違いやコスト等の問題により代替は進んでいないが、近年では6価クロムめっき皮膜と同程度の色調を得られる3価クロムめっき液が開発されている。3価クロムめっきへの代替は喫緊の課題であるため、早急に導入や量産時に参考となる様々なデータを取得する必要がある。

本研究では、3価クロムめっきに関する知見を蓄積することを目的として、輸送機器製品に重要な耐食性試験、めっきの品質管理に用いられる元素分析、表面及び断面の観察、結晶構造の解析を行い、従来の6価クロムめっきと比較した。

2 方法

2.1 試料

全てのクロムめっき試料は、サクラ工業株式会社より提供を受けた。試料には、6価クロムめっき液により作製された試料a、3価クロムめっき液により作製された試料b、cを用いた。試料aは現在輸送機器製品に利用されている装飾用クロムめっき皮膜の同等品である。また、試料b、cは試料aの代替候補として検討されているめっき皮膜の同等品であり、めっき液の組成の違いにより皮膜の色調が異なる。各試料の色調の違いを明度(L値)として表1に示す。試料bは試料a、cと比較するとL値が低く、外観はやや黒味を帯びている。

試料の断面模式図を図1に示す。各試料は、100 mm × 70 mm、厚さ1 mmのSUS304板を基材とし、半

表1 試料名称及び明度(L値)

名称	使用しためっき液	明度(L値)
試料a	6価クロムめっき液	80~85
試料b	3価クロムめっき液①	78.2(カタログ値)
試料c	3価クロムめっき液②	84.0(カタログ値)

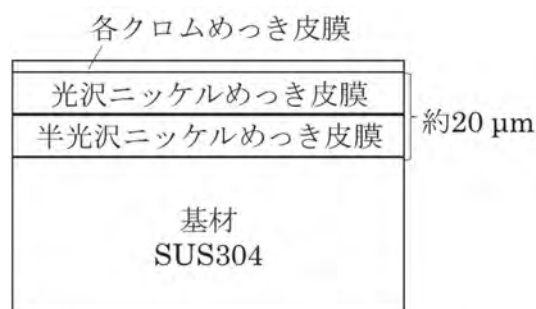


図1 断面模式図

光沢ニッケルめっき、光沢ニッケルめっき、各クロムめっきの順でめっきが施された。また、各めっき液の標準条件で処理されたため、クロムめっきの膜厚もそれぞれ異なる。めっき条件から計算されたクロムめっき膜厚の理論値を表2に示す。

試料は耐食性試験用と分析用の各2枚を用意した。分析用試料の中心付近を15 mm × 15 mmに切り出したものを分析試料①、5 mm × 10 mmに切り出したものを分析試料②とした。

表2 めっき条件から計算されたクロムめっき膜厚の理論値

名称	めっき時間	膜厚の理論値 [μm]
試料a	2分30秒	0.15~0.3
試料b	5分	0.2~0.5
試料c	7分	0.28~0.56

2.2 耐食性試験

耐食性試験機CASSER-11L-ISO(スガ試験機(株)によるキャス試験を行った。試験条件はJIS Z 2371に準拠した<sup>4)</sup>。試験時間は16時間の噴霧と8時間の噴霧停止を1サイクルとし、合計2サイクル(48時間)実施した。耐食性の判定にはレーティングナンバを用いた<sup>4,5)</sup>。

2.3 元素分析

分析用試料①を用い、電子線マイクロアナライザ(EPMA) EPMA-1720(株島津製作所製)によるめっき膜の定性分析を行った。分析条件は、加速電圧15 kV、ビーム電流100 nA、ビームサイズ100 μm、分析時間6分とした。

2.4 表面観察

分析用試料①の表面に導電性を付与するためにカーボン蒸着した後、走査型電子顕微鏡(SEM) JSM-7610FPlus(日本電子(株)による観察を行った。観察条件は、加速電圧5kV、ワーキングディスタンス(WD) 15mm、二次電子像観察(LEI)とした。

2.5 断面観察

分析用試料②を断面リング装置 IB-09010CP(日本電子(株)により断面加工した後、SEMによる観察を行った。断面加工条件は加速電圧6kV、加工時間4時間とした。観察条件は、加速電圧5kV、WD15 mm、反射電子像観察(COMPO)とした。

2.6 結晶構造解析

分析用試料①を用い、X線回折装置(XRD、(株)リガ



ク製RAD-2C) による解析を行った。測定条件は管電圧40 kV、管電流40 mA、走査角度1°、走査速度0.5° /minとした。

### 3 結果および考察

#### 3.1 耐食性試験

試験後のレイティングナンバは、試料aが8.5、試料bが9.5、試料cが9.7であった。JIS H 8617より、通常の屋外環境で使用する場合、キャス試験により16時間の連続噴霧を実施し、レイティングナンバ9以上が必要とされている<sup>6)</sup>。試料b、c共にレイティングナンバ9以上であり、輸送機器製品のめっきとして十分な耐食性が示された。

#### 3.2 元素分析

定性分析で得られたピーク強度を基にZAF補正により計算された<sup>7)</sup>各元素の含有率を表3に示す。試料により、CrとNiの含有率に大きく差が生じた。EPMAでは、Crの特性X線の発生深さは約0.6~0.8 μmとなる<sup>8)</sup>。そのため、試料a~cでは、クロムめっき皮膜下のニッケルめっき皮膜に含まれる元素も検出された。後述するように、クロムめっき皮膜の膜厚はb>a>cであり、クロムめっき皮膜が厚いほどCrの含有率は高く、Niの含有率は低くなった。このように、EPMAでは特性X線の発生深さと試料の層構造を対比して、検出元素と含有率を考える必要がある。

表3より、試料a、cのクロムめっき皮膜は、Cr以外の元素をほとんど含まなかった。一方、試料bのクロムめっき皮膜は、Cr以外の元素を含み、特に炭素(C)、酸素(O)、硫黄(S)の含有率が高かった。一般的にクロムめっき皮膜はCrの純度が高い程明るい色調を示すため<sup>2)</sup>、これが試料bの明度が低い要因の

表3 元素分析結果

検出元素	含有率 [mass %]		
	試料a	試料b	試料c
C	0.2	0.9	0.3
O	0.1	0.8	
Na		0.1	
S	0.1	2.1	0.3
K		0.1	
Cr	74.3	90.4	31.6
Fe	0.2	0.9	0.3
Ni	25.2	4.6	67.4

一つと考えられる。

#### 3.3 表面観察

表面観察結果を図2に示す。試料a、bでは直径数 nm~数十 nm、試料cでは直径約100 nmの粒子状の物質でめっき皮膜表面は構成されていた。さらに、試料bでは粒子状の物質が集合し、表面に直径約200 nmのドーム状の凹凸が認められた。この表面の凹凸による光の散乱も、試料bの明度を低下させる要因と考えられる。

#### 3.4 断面観察

断面観察結果を図3に示す。クロムめっき皮膜の膜厚は、試料aは約0.2 μm、試料bは約0.5 μm、試料cは約0.1 μmであり、試料cは表2で示した膜厚の理論値より薄かった。これは、実際のめっき作業工程で、ガスの発生など様々な要因が影響したためと考えられる。

試料a、cでは結晶由来と考えられるチャネリングコントラストが観察されたが<sup>9)</sup>、試料bでは観察されなかった。よって、試料bは非晶質もしくは微結晶の可能性がある。

#### 3.5 結晶構造解析

断面観察より、試料a、cと試料bではめっき皮膜の結晶性または結晶粒に違いがある可能性が確認され

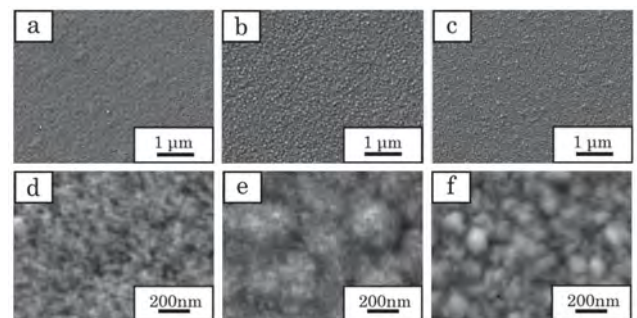


図2 表面観察結果

a : 試料a (低倍率)、b : 試料b (低倍率)、  
c : 試料c (低倍率)、d : 試料a (高倍率)、  
e : 試料b (高倍率)、f : 試料c (高倍率)

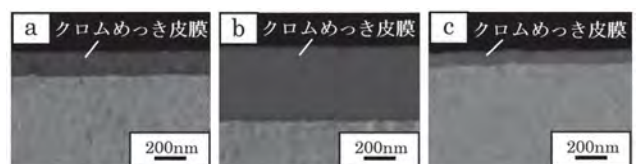


図3 断面観察結果

a : 試料a、b : 試料b、c : 試料c

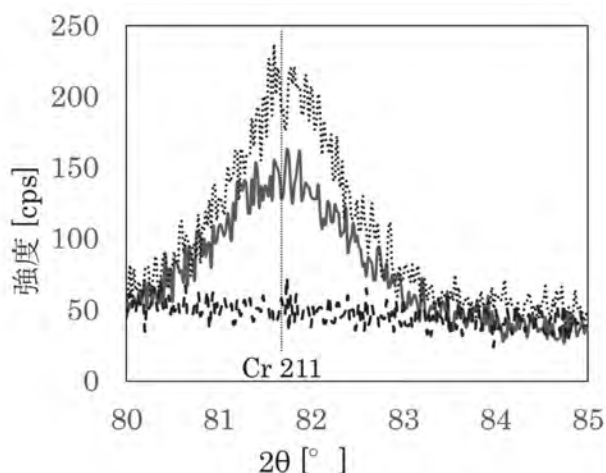


図4 結晶構造解析結果

— 試料a、- - - 試料b、..... 試料c

ため、XRDによる結晶構造解析を行った。

Crの211回折線のXRDパターンを図4に示す。試料a、cでは回折ピークが検出されたが、試料bでは検出されなかった。このため、断面観察の結果と併せ、試料bは非晶質もしくは微結晶であると考えられる。試料bは加熱により結晶化または結晶成長し、耐食性等へ影響が及ぶ可能性があるため、高温下で使用する場合は注意する必要がある。

#### 4 まとめ

3価クロムめっき液により作製された試料b、cは、いずれも6価クロムめっき液から作製された試料aと同等以上のレイティングナンバーが得られ、輸送機器製品に使用するために十分な耐食性が示された。

試料bは、クロムめっき皮膜にCr以外の元素を含み、凹凸のある表面形態が観察された。これらは試料bの明度が試料a、cと比較して低い要因と考えられる。また、試料bでは、断面観察によりクロムめっき皮膜にチャネリングコントラストは確認されず、結晶構造解析による回折ピークも検出されなかった。このため、試料bは非晶質もしくは微結晶であると考えられる。試料bは加熱により結晶化または結晶成長し、耐食性等へ影響が及ぶ可能性があるため、高温下で使用する場合は注意する必要がある。

試料cは、試料aと表面形態は異なったが、他の評価項目では両者は似た傾向を示した。また、試料b、cはいずれも3価クロムめっき液により作製されたが、両者の特徴は異なっていた。試料b、cのめっき条件は試料aと異なるため、試料b、cで使用しためっき液をそのまま代替とすることは難しく、製造工程の見直しなどの対策が必要である。

市販の3価クロムめっき液は、陽極の種類等によりいくつかに分類されるため<sup>10</sup>、代替を検討するにはめっき液ごとに十分な検証が必要である。

#### 謝辞

本研究はサクラ工業株式会社様との受託研究として実施し、試料提供等にご協力いただきました。この場をお借りして深く感謝いたします。

#### 参考文献

- 1) 小野寺浩行：3価クロムめっきの現況と海外動向，表面技術，69 (6)，234-236 (2018)。
- 2) 榎戸真哉：耐融雪塩用クロムめっき，表面技術，69(6)，230-233 (2018)。
- 3) 森川 務：環境リスク低減に向けたクロムめっき，表面技術，69 (6)，212-218 (2018)。
- 4) JIS Z 2371：2015 塩水噴霧試験方法，財団法人日本規格協会。
- 5) 須賀 蒔：レイティングナンバーについて，実務表面技術，19(7)，343-347 (1972)。
- 6) JIS H 8617：1999 ニッケルめっき及びニッケルクロムめっき，財団法人日本規格協会。
- 7) 木ノ内嗣郎：EPMA 電子プローブ・マイクロアナライザー第1版，195-246 (2001)。
- 8) 颯田耕三：表面処理層解析へのX線マイクロアナライザーの応用，金属表面技術，27 (3)，110-117，(1976)。
- 9) 杉山昌章 他：SEMによる先端解析技術，表面科学，36 (4)，158-165 (2015)。
- 10) 斎藤 圃 他：入門新めっき技術初版，(株)工業調査会，126-128 (2008)。

# サブナノ秒レーザーピーンフォーミングにおける走査方法の影響

光科 鷺坂芳弘

## Influence of scanning strategy on sub-nanosecond laser peen forming

SAGISAKA Yoshihiro

Keywords : bending, microchip laser, laser peen forming, laser induced shock wave

ImPACTプログラムにてサブナノ秒マイクロチップレーザーが開発され、その用途としてレーザーピーンフォーミングによる板曲げ加工を提案して、その変形特性を調査してきた。過去の研究から、本法では照射条件に加えてレーザーの走査方法も変形量に影響することが判明している。そこでパルスの照射密度は一定としつつ、走査方法を変えて板曲げ加工を行い、照射痕の配置のさせ方が曲げ変形量に与える影響を調査した。低速走査で走査方向への照射痕のオーバーラップが増えると曲げ効率が低下するため、高速走査が望ましいことが判明した。この挙動は他のレーザーでの板曲げのそれと共通していた。

キーワード：板曲げ、マイクロチップレーザー、レーザーピーンフォーミング、レーザー誘起衝撃波

### 1 はじめに

内閣府のImPACTプログラムにて、超小型のサブナノ秒マイクロチップレーザーが開発された<sup>1)</sup>。当センターではその試用プラットフォームを開発し、一般に開放している。一方で、本レーザーの用途としてレーザー誘起衝撃波を利用したレーザーピーンフォーミング(以下LPF)による板曲げ加工を提案した<sup>2)</sup>。フェムト秒レーザーによるLPFではレーザーの走査方法が成形効率に影響することが示されている<sup>3)</sup>。サブナノ秒レーザーについても類似の傾向があると推測された。そこで、パルスの照射密度一定の条件下で走査速度と走査ピッチを変化させて板曲げを行い、走査方法が変形効率に与える影響を調査した。

にある水面を通して板に照射した。成形効率の高い条件であることから<sup>2)</sup>、板は集光点から6mm光源側にずらして設置した。照射痕直径 $d$ は $\phi 0.4\text{mm}$ となる。

レーザーは試験片中央の長さ4mmの範囲に走査した。走査領域の概略を図2に示す。走査は試験片を

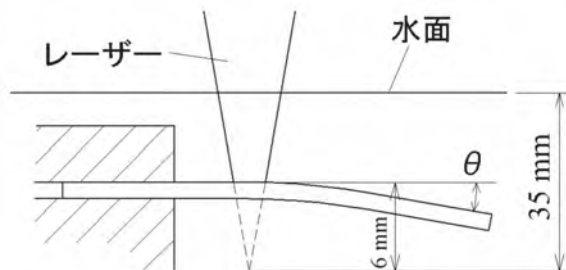


図1 実験方法概略

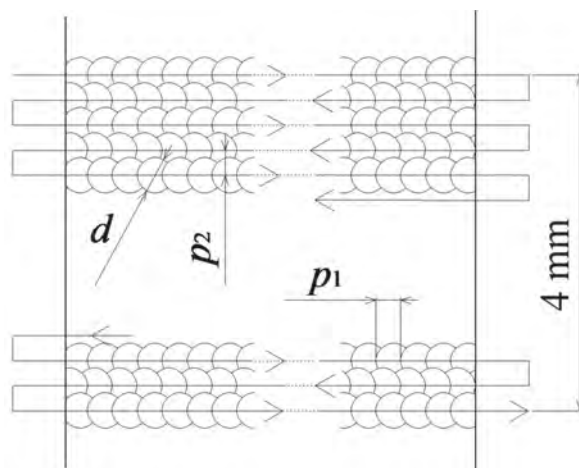


図2 走査領域の概略

### 2 方法

用いたレーザーの仕様を表1に示す<sup>2)</sup>。試験片には、板厚 $t=0.8\text{mm}$ の純アルミニウム板 (A1100)、および $t=0.15\text{mm}$ 、 $0.2\text{mm}$ の純チタン板 (Ti) を $10\text{mm} \times 50\text{mm}$ にせん断したものを用いた。図1のように試験片を片持ち固定して水槽中に設置し、焦点距離100 mmのレンズで集光した光を、集光点から35mm上方

表1 マイクロチップレーザーの仕様

波長	パルス幅	繰返し発振周波数	パルスエネルギー
1064 nm	700 ps	10 Hz	<100 mJ

表2 レーザーの走査条件

$v$ (mm/s)	$p_1$ (mm)	$p_2$ (mm)	$n$
0.25	0.025	0.4	11
0.5	0.05	0.2	21
1	0.1	0.1	41
2	0.2	0.05	81
4	0.4	0.025	161
8	0.8	0.0125	321
16	1.6	0.0063	641

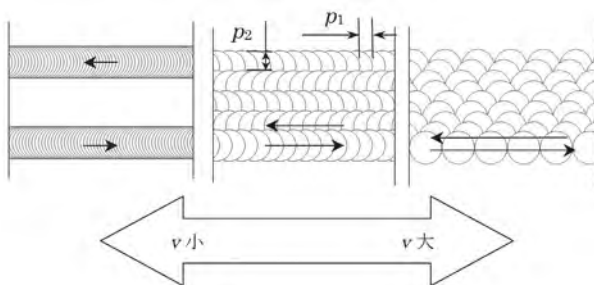


図3 走査速度による照射痕分布の変化のイメージ

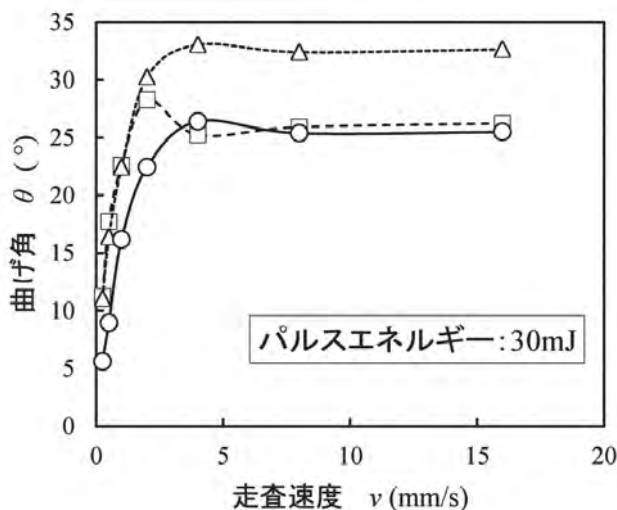


図4 走査条件による曲げ角の変化

□:Ti( $t=0.15$  mm) △:Ti( $t=0.2$  mm) ○:A1100( $t=0.8$ mm)

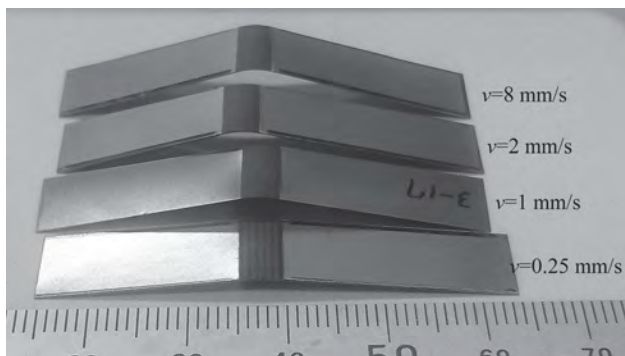


写真1 走査条件による試験片外観の変化  
(Ti 板厚0.2mmの場合)

固定したステージを走査速度 $v$ で動かすことで行った。走査方向のピッチ $p_1$ は $v$ に比例する。自由端側からピッチ $p_2$ ずつずらしながら試験片幅方向への線走査を $n$ 回行った。パルスの照射密度が一定となる条件として、表2に示す組合せを用いた。照射痕の分布は $v$ に対して図3のイメージで変化する。走査後に曲げ角 $\theta$ を測定した。

### 3 結果および考察

$v$ に対する $\theta$ の変化を図4、試験片の比較を写真1に示す。いずれの材料でも $\theta$ は $v$ が4mm/s以上ではほぼ一定となるのに対し、2mm/s以下では急激に低下した。低速で走査方向への照射痕のオーバーラップが過大(図3左図)になると成形効率が低下すると考えられる。成形効率を上げるには、 $p_1$ が照射痕の半分よりも大きくなる高速走査が望ましいといえる。なお、この結果はフェムト秒レーザーによるLPF<sup>3)</sup>の結果とも類似しており、複数のレーザーで共通する現象と考えられる。

### 4 まとめ

サブナノ秒レーザーでのLPFにて走査方法の影響を調査し、成形効率を向上するには高速での走査が望ましいことが判明した。

### 謝辞

本研究は総合科学技術・イノベーション会議が主導する革新的研究開発推進プログラム(ImPACT)の一環として実施したものです。

### 参考文献

- 1) 平等拓範：100MWに迫る手のひらサイズのマイクロチップレーザーの開発. OPTRONICS, 436, 156-161 (2018).
- 2) 鷺坂芳弘 他：サブナノ秒マイクロチップレーザーによるレーザーピーンフォーミングの変形特性. 塑性と加工, 62(720), 8-13(2021).
- 3) Sagisaka Y. et al. : Efficiency improvement of thin-sheet-metal bending by femtosecond laser peen forming. Procedia Manufacturing, 15, 1314-1321 (2018).

# 図形を投影するマイクロプリズムアレイの設計

光科 志智 亘

## Design of micro prism array for projecting pictograms

SHICHI Wataru

Keywords : micro prism array, pictogram projection, optical design, optical simulation

マイクロプリズムアレイ (MPA) は、微小なプリズムを2次元に配列した光学素子であり、光を通すだけで明暗による図形を投影することができる。従って、光源とMPAの二つの光学素子だけで構成されるコンパクトな図形投影装置を実現することができる。本研究ではMPAが投影する像質とMPAを構成するプリズム数の関係について数値シミュレーションを用いて調査した。調査の結果、投影したい像に求められる明るさむらに必要なプリズム数についての知見が得られた。

キーワード：マイクロプリズムアレイ、図形パターン投影、光学設計、光学シミュレーション

### 1 はじめに

マイクロプリズムアレイ (MPA) (図1)<sup>1)</sup>は、2次元に配列された各プリズムの傾斜角とその方向を制御することにより、光を通すだけで明暗による図形パターンを投影することができる (図2)。従って、光源とMPAの二つの光学素子だけで構成されるコンパクトな図形投影装置を実現することができる。

MPAによって投影される像は、MPAを構成する各プリズムが投影面に作る点像の集合で表現される。このため、投影したい図形の大きさに対して点像の数すなわちプリズム数が少ないと、点像の密度が低くなり明るさにむらのある投影像になる可能性がある。従って、プリズム数と投影される像の明るさむらの関係を把握することは、高品質な像を投影するMPAを設計するために重要である。そこで、本研究ではMPA

のプリズム数と投影像の明るさむらの関係について調査した。

### 2 方法

図3に示した200mm角の矩形像を、波長532nmの点光源を用いてMPAから1,000mm離れた投影面に投影するMPAを設計した (図4)。光源とMPAの距離は20mmとした。MPAはプリズムのサイズを0.08mm角

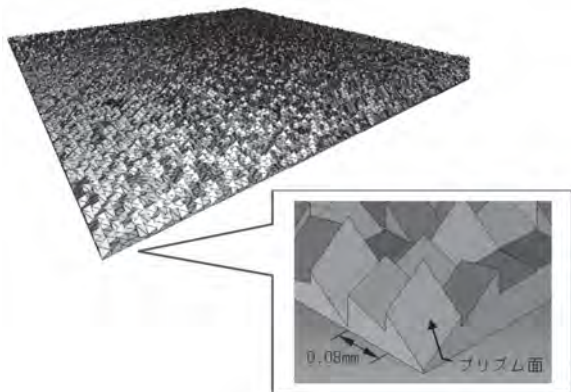


図1 マイクロプリズムアレイ (MPA)



図2 光源とMPAによる図形パターン投影の模式図

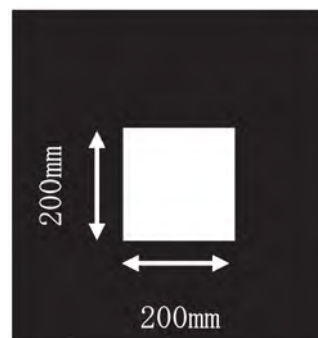


図3 MPAで投影する像の設計値

に固定し、プリズム数を50×50個から400×400個まで変化させた。投影像の明るさむらの評価は、設計したMPAによって得られる投影像の電場強度分布を数値シミュレーションにより求め、その最小値を平均値で割った値（均斉度）<sup>2)</sup>を指標とした。この値が1に近いほど明るさが均一であり、明るさむらが少ない像

となる。ただし、投影像の輪郭部周辺は輪郭のぼけによる電場強度の変化があるため、均斉度の評価領域に含めない。設計および数値シミュレーションは、マイクロプリズムアレイ設計ソフトウェア VirtualLab Fusion（LightTrans International GmbH製）にて実施した。

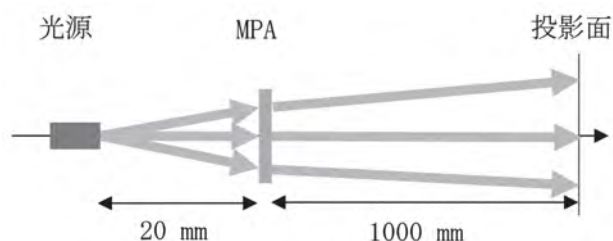


図4 MPAで像を投影するための光学配置

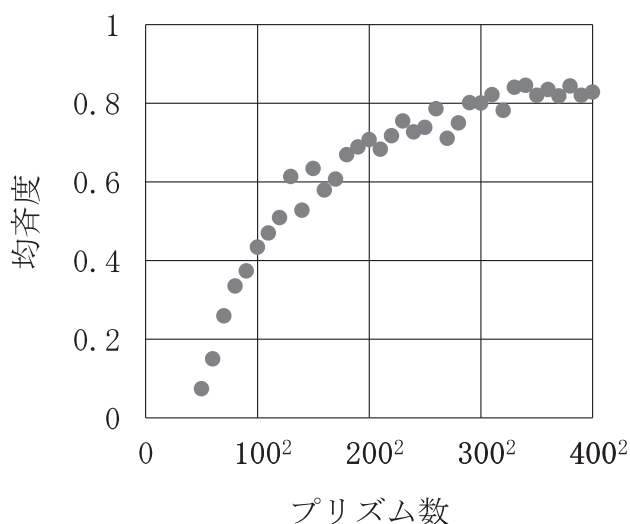


図5 数値シミュレーションで得られた投影像の均斉度とプリズム数の関係

### 3 結果および考察

MPAのプリズム数と投影像の均斉度の関係を図5に示す。図より均斉度はプリズム数が200×200個（図では200<sup>2</sup>と表示）以下の領域で大きく変化し、300×300個（図では300<sup>2</sup>と表示）を超えると値が0.8付近でほぼ変化しなくなる傾向がみられた。投影する矩形の面積が200×200mm<sup>2</sup>であることから、例えば、均斉度が0.8の像に必要な1mm<sup>2</sup>あたりのプリズム数は約3個以上であると計算できる。

### 4 まとめ

MPAのプリズム数と投影像の明るさむらの関係を調査した。その結果、所望の均斉度を満たす投影像の投影に必要なMPAのプリズム数に関する知見が得られた。これらの知見は高品質な像を投影するMPAの設計に役立つものと考えられる。

### 参考文献

- 1) 藤江龍登 他：マイクロ・プリズム・アレイを用いた屈折光学系の試作. 視覚の科学 第32巻第2号, 23-30 (2011).
- 2) 一般社団法人日本道路協会：道路照明施設設置基準・同解説. (平成19年10月).

# 計測用X線CTの活用事例

機械電子科 太田幸宏

## Application by using X-ray CT metrology

OHTA Yukihiro

Keywords : X-ray, Computed Tomography, Metrology

本センターの計測用X線CTは、非破壊で製品内部の観察に利用されることが多い装置である。それ以外に、解析処理システムの機能を使用することで、取得した3DCT像データとCADデータの比較や部品内部の欠陥解析なども行うことができる。今回、アルミニウム製部品の切削品と鋳造品を計測用X線CTで撮像し、取得した3DCT像を用いて解析することで、部品の実形状と設計値の差や、部品内部の欠陥の位置・大きさ等を可視化した。

キーワード：X線、コンピュータ断層撮影、メトロロジー

### 1 はじめに

本センターの計測用X線CTは、非破壊で製品内部の観察に利用されることが多い装置である。図1に非破壊で内部観察した事例を示す。図1 (a) は、電源プラグの根元を内部観察した事例で、断面像から断線していることが確認でき、その場所が3D像の丸い点線箇所であることが分かる。図1 (b) は、リ

チウムイオンバッテリーを内部観察した事例で、断面像からセパレータの並び具合や、その上部に内蔵されている回路部分を3D像として確認できる。このように非破壊で内部観察する以外に、解析処理システムの機能を使用することで、取得した3DCT像データとCADデータの比較や部品内部の欠陥解析なども行うことができる。今回、アルミニウム製部品の切削品と

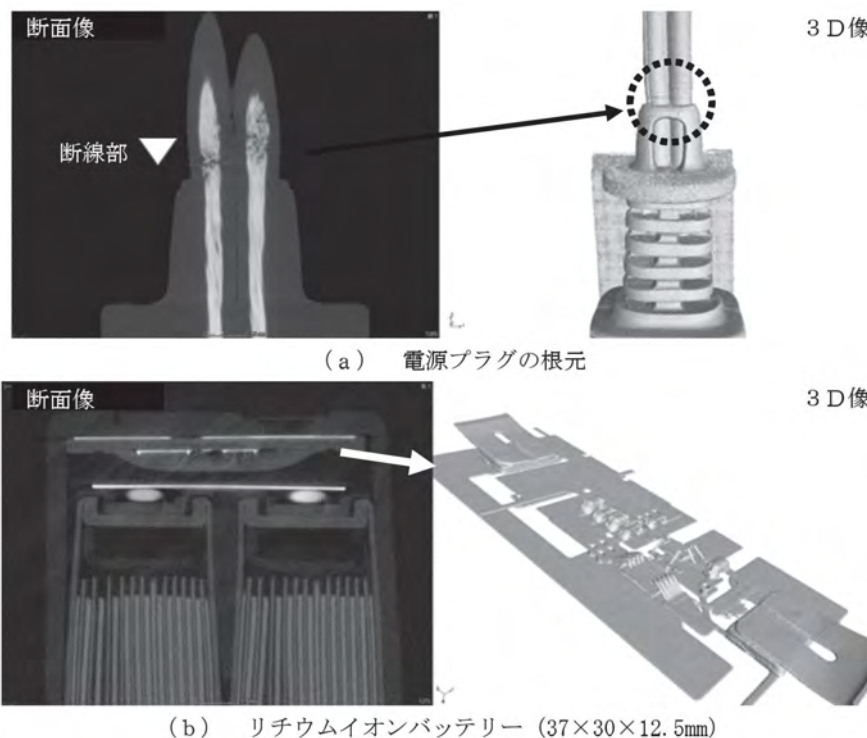


図1 非破壊で内部観察した事例

鋳造品を計測用X線CTで撮像し、取得した3DCT像データを用いて解析した事例を紹介する。

## 2 方法

計測用X線CT FF35CT Metrology（エクスロン・インターナショナル社製）で、図2のアルミニウム製部品の切削品と鋳造品を、表1の条件で撮影し、3DCT像を取得した。解析処理システム VG Studio MAX（ボリュームグラフィックス社製）を用いて解析した。

- ①取得した切削品の3DCT像データとCADデータを重ね合わせ、形状の違いを可視化した。
- ②鋳造品の3DCT像データを欠陥解析することで、部品内部の欠陥を可視化した。



切削品 鋳造品

図2 アルミニウム製部品の外観

表1 撮影条件

試料	切削品	鋳造品
管電圧[kV]	225	225
管電流[μA]	65	100
周波数[Hz]	1	1
撮像枚数	1440	1440
拡大率	5.38	4.25
金属フィルタ	Sn : 1.5mm	Sn : 0.5mm

## 3 結果及び考察

- ①CADデータと比較して、5段からなる切削品の円筒形状は、大きく凹んで形状変化している箇所を除くと、実形状と設計値の差が各段で±0.05mm以下であることを確認できた（図3）。
- ②欠陥解析した鋳造品の3D像を半透明表示することで、部品の肉厚の部分に大きな空洞（欠陥）が複数存在しているかを確認できた（図4）。

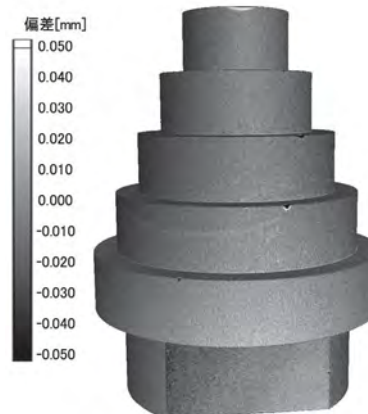


図3 アルミニウム製部品の形状解析事例  
(CADデータとの比較)

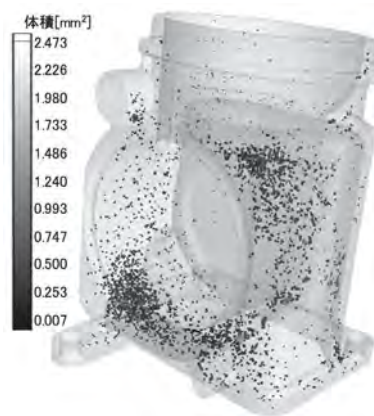


図4 アルミニウム製部品の欠陥解析事例  
(内部欠陥の可視化)

## 4 まとめ

計測用X線CTで取得した3DCT像データに対して解析処理システムの機能を用い、アルミニウム製部品の取得した3DCT像を用いて解析することで、部品の実形状と設計値の差や、部品内部の欠陥の位置・大きさ等を明らかにできることが確認できた。



# 炭素繊維強化プラスチックの基材となるUDテープ製造技術の確立

－ 24K炭素繊維を用いたUDテープ製造条件の検討 －

繊維高分子材料科 森田達弥 鈴木重好 針幸達也 鈴木一之\*

## Study in uni-directional (UD) tape production for carbon fiber reinforced plastics (CFRP)

－ Examination of production conditions for UD tapes using 24,000 carbon fiber filaments －

MORITA Tatsuya, SUZUKI Shigeyoshi, HARIKOU Tatsuya and SUZUKI Kazuyuki

Keywords : Carbon fiber reinforced plastics, Uni-directional tape

炭素繊維強化プラスチック（CFRP）は優れた軽量高強度材料であるが、成形時間が長く生産性が悪い。当センターではCFRPの短時間成形を目指し、一方向の炭素繊維を熱可塑性樹脂で固めたテープ状の成形材料（UDテープ）の製造技術開発に取り組んでいる。本研究では浜松地域CFRP事業化研究会が開発中のUDテープ製造装置を用いて、フィラメント数24,000本の炭素繊維を用いたUDテープの製造条件を検討し、ボイド率5%以下のUDテープが作製できた。フィラメント数24,000本の炭素繊維を用いることにより、12,000本の炭素繊維を用いたUDテープよりも、1.75倍生産効率が向上した。

キーワード：炭素繊維強化プラスチック、UDテープ

### 1 はじめに

炭素繊維強化プラスチック（CFRP）は優れた軽量高強度材料であるが、成形時間が長く生産性が悪い。当センターではCFRPの短時間成形を目指し、一方向の炭素繊維を熱可塑性樹脂で固めたテープ状の成形材料（UDテープ）の製造技術開発に取り組んでいる。昨年度はフィラメント数12,000本の炭素繊維（12KCF）を用いたUDテープの製造条件を検討し、内在する空隙の割合（ボイド率）が5%以下のUDテープを作製した<sup>1)</sup>。本研究ではUDテープの生産性向上のため、フィラメント数24,000本の炭素繊維

（24KCF）を用いたUDテープの製造条件を検討した。

### 2 方法

市販の24KCFと厚さ15 $\mu$ m、幅30mmのナイロンフィルムを用い、浜松地域CFRP事業化研究会が開発中のUDテープ製造装置（図1）でUDテープを作製した。作製したUDテープの断面を撮影し、二値化した後、UDテープと空隙のピクセル数を測定して、ボイド率を算出した。また、製造速度からUDテープの生産量を算出した。

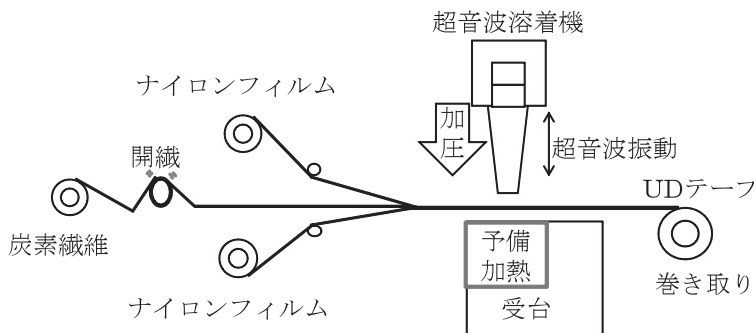


図1 UDテープ製造装置

\*現 機械電子科

### 3 結果および考察

#### 3.1 12KCFを用いたUDテープ製造条件の適用

昨年度検討したボイド率5%以下の12KCFを用いたUDテープの製造条件を参考に、超音波溶着機の振幅95 $\mu$ m、加圧荷重170N、製造速度10mm/sでUDテープを作製した結果、ボイド率は10%で、含浸が悪かった(図2)。これは、炭素繊維のフィラメント数が増え、含浸距離が長くなったこと<sup>2)</sup>や熔融、含浸するナイロンが増えたことが原因として考えられた。そこで、開繊と予備加熱機構を付加し、含浸の向上を図ることとした。

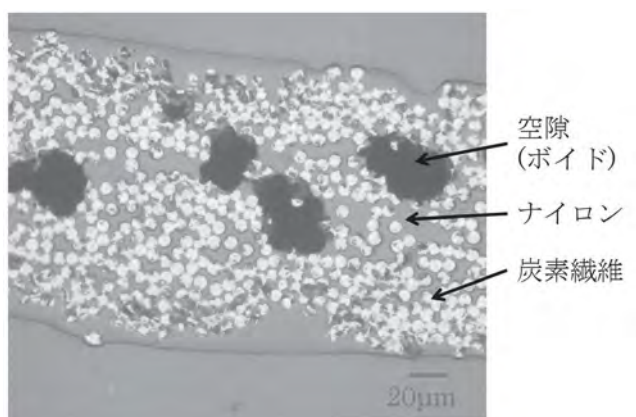


図2 振幅95 $\mu$ m、加圧荷重170N、製造速度10mm/sで作製したUDテープ断面( $\times$ 500)

#### 3.2 開繊と予備加熱機構の付加

開繊と予備加熱機構を付加した結果、ボイド率が低下し、製造速度13mm/s時、ボイド率5%以下のUDテープが作製できた(図3、4)。これは、開繊で炭素繊維が広がり、含浸距離が短くなったことや予備加熱でナイロンが熔融しやすくなったためと考えられる。

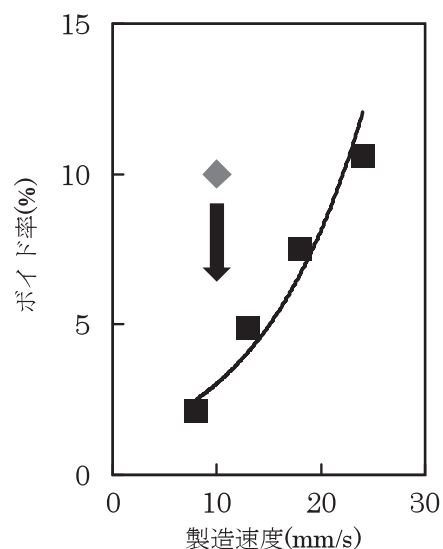


図3 開繊と予備加熱付加時

■開繊と予備加熱有り ◆開繊と予備加熱無し

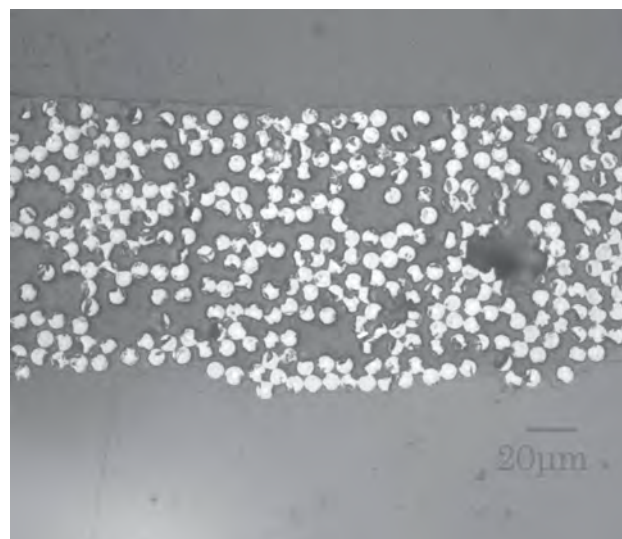


図4 開繊と予備加熱機構付加、振幅95 $\mu$ m、加圧荷重170N、製造速度13mm/s時のUDテープ断面( $\times$ 500)

### 3.3 UDテープの生産効率について

1時間あたりのUDテープ生産量を算出した結果、24KCFを用いることで、12KCFよりもUDテープの生産効率が1.75倍に向上した(表1)。

表1 UDテープ生産量

用いた炭素繊維	1時間あたりのUDテープ生産量 (ポイド率5%時) (g)
12KCF	84
24KCF	147

## 4 まとめ

開繊と予備加熱機構を付加し、超音波溶着機の振幅 $95\mu\text{m}$ 、加圧荷重170N、製造速度13mm/sでポイド率5%以下の24KCFを用いたUDテープが作製できた。また、24KCFを用いることで12KCFよりもUDテープの生産効率が1.75倍に向上した。

## 謝辞

協力頂いた浜松地域CFRP事業化研究会様に感謝致します。

## 参考文献

- 1) 長房秀幸 他：軽量高強度材料(CFRP)の高効率成形技術 I -CFRPの基材となるUDテープ製造技術の確立-。静岡県工業技術研究所研究報告,(14),125-127(2021).
- 2) 川邊和正 他：開繊された強化繊維束の樹脂含浸挙動。材料,47(7),735-742(1998).

静岡県工業技術研究所研究報告 第15号

令和4年10月31日（2022年）

編集・発行 静岡県工業技術研究所

企画調整部・編集委員会

〒421-1298 静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

電話（054）278-3028

FAX（054）278-3066