ISSN 1883-2350
CODEN : SKGKBP

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE

No.16　NOVEMBER　2023

静岡県工業技術研究所研究報告

第 16 号
令和５年11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）

沼津工業技術支援センター

富士工業技術支援センター

浜松工業技術支援センター

Ⅰ　報　　告

Ⅱ　研究ノート

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

摩擦攪拌接合した半溶融成形アルミニウム合金継手の引張特性

金属材料科　岩澤　秀　鈴木洋光　大竹正寿*
株式会社浅沼技研　上久保佳則　高橋正詞　杉浦泰夫

Tensile properties of thixocast aluminum alloy joints fabricated by friction stir welding

IWASAWA Shigeru, SUZUKI Hiromitsu, OTAKE Masatoshi, KAMIKUBO Yoshinori, TAKAHASHI Masashi and SUGIURA Yasuo

This study focused on investigating the effects of friction stir welding (FSW) conditions and Pre- and Post-T5 heat treatments on the tensile properties of thixocast Al-7% Si-0.5% Mg-1% Cu alloy joints fabricated using FSW. The tensile strength and elongation of an as-FSWed joint were 272 MPa and 8%, respectively. Pre-T5 slightly increased the tensile properties, but the effect of welding speed was small. Post-T5 resulted in a noticeable improvement in tensile strength of as-FSWed joints, especially at high welding speed. The tensile strength and elongation reached 295 MPa and 6% respectively for the Post-T5 FSWed joint to which 185℃ × 2.5h was applied with more than 5.0 mm/s of welding speed. These tensile properties of FSWed joints depend mainly on the HAZ characteristics. Therefore, in order to enhance the mechanical properties of FSWed joints, suppressing softening of the HAZ by controlling the coarsening of precipitates through reducing heat input from FSW process and increasing the hardness of the HAZ by Post-T5 were considered to be of great importance.

keywords : Friction stir welding, Semi-solid process, Aluminum alloy casting, T5 treatment,Tensile properties

半溶融成形法で製造したAl-7%Si-0.5%Mg-1%Cu合金を用いた摩擦攪拌接合（FSW）継手の引張特性に及ぼす接合条件及びT５処理（接合前の熱処理：Pre-T５及び接合後の熱処理：Post-T５）の影響を調べた。熱処理を行わない継手（F材）の引張強さ及び伸びは、それぞれ272MPa及び８％であり、Pre-T５は引張特性をわずかに増加させたが、接合速度の影響は小さかった。Post-T５は、FSW継手の引張特性を大きく向上させ、特に速い接合速度で顕著であった。接合速度5.0mm/s以上、185℃×2.5hのPost-T５を施したFSW継手の引張強さ及び伸びは、それぞれ295MPa並びに６％に達した。また、FSW継手の引張特性は、摩擦熱の影響により軟化する熱影響部（HAZ）の性状に大きく依存することが明らかになった。従って、FSW継手の機械的性質を向上させるためには、HAZの軟化を抑えるためFSWプロセスから導入される入熱を小さくし析出相の粗大化を抑止すること、及びPost-T５によりHAZの硬さを増加させることが重要であると結論づけた。

キーワード：摩擦攪拌接合、半溶融成形法、アルミニウム鋳造合金、T５熱処理、引張特性

１　はじめに

溶融接合とは異なり、固相状態で接合する摩擦攪拌接合（FSW：Friction Stir Welding）は、ダイカスト及び鋳造材に有効な接合技術として、最近多く研究されている[1,2]。著者らは、高強度・高延性継手の製造を目的として、Al-7%Si-0.5%Mg-1%Cu合金（%はmass%を示す）半溶融成形材を用いたFSW継手を作製し、組織及び引張特性

＊ 現工業技術研究所　食品科

を調べた[3]。その結果、鋳造のまま（F）材及びT６処理を施した継手の引張強さと伸びは、それぞれ246MPa、5.2%並びに253MPa、5.3%となり、既存の普通鋳造材やダイカスト材の継手に比べて高い継手強度が得られた。

一般に継手の破断は硬さの最も低い領域で生じるため、FSWでは熱影響部（HAZ:Heat Affected Zone）で破壊することが多い[3,4]。HAZは、時効析出型のアルミニウム合金では、接合中の入熱により、溶質元素の再固溶よりも析出相の粗大化により、過時効状態となって硬さが大きく低下することが知られる[4,5]。このことは、継手のHAZの硬さの軟化を抑制、または接合後の硬さを向上させることで、継手強度の向上が期待できることを示している。

本研究では、継手の高強度化を目的として、継手の引張特性に及ぼす（１）接合条件及び（２）Ｔ５処理の影響について調べた。（１）では、接合速度を速めてHAZへの入熱を低くし、析出物の粗大化を抑制させる、（２）では、Ｔ５処理によりHAZの硬さを向上させることを意図した。

２　方法

2.1　供試材及び摩擦攪拌接合(FSW)

FSWの供試材には、Al-7%Si-0.5%Mg-1%Cu合金板材（長さ120mm×幅50mm×厚さ５mm）の半溶融成形したまま材（以下、F材）及びＴ５材を用いた。最適なＴ５条件を検討するため時効硬化曲線を作成し、母材硬さの異なるＴ５条件として、Ｔ５Ａ：185℃×4.5時間（硬さ100HRB)、Ｔ５Ｂ；185℃×2.5時間（硬さ90HRB)及びＴ５Ｃ；160℃×2.5時間（硬さ78HRB）を決定した。なお、Ｔ５材について、接合前にＴ５処理した試料をPre-Ｔ５、F材を接合した後Ｔ５処理した試料をPost-Ｔ５とし、Ｔ５条件の種類を表す場合、Ｔ５の後にA、B、Cを追記した。図１にＴ５処理条件及び試料の概略を示す。引張特性に及ぼす接合条件の影響を調べるために、接合ツールの回転速度ωを1400及び2000rpm、接合速度vを2.5、5.0及び7.5mm/sに変化させた試料を用意した。なお接合方法及びツール形状は既報と同様とした[3]。

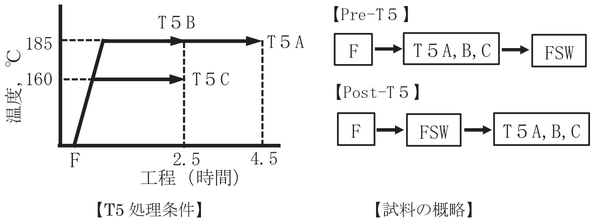


図１　Ｔ５処理条件及び試料の概略

2.2 組織及び機械的性質の評価

接合後の継手の外観観察に加えて、接合方向と垂直断面のマクロ組織観察では改良タッカー氏液（塩酸10%：硝酸10%：フッ酸５%：蒸留水75%)、ミクロ組織観察は、鏡面研磨後、0.5%HF水溶液を用いて組織を現出させ、光学顕微鏡 DMi８ C（ライカナイクロシステムズ㈱ 製）及び走査型電子顕微鏡SU3900（㈱ 日立ハイテク製）を用いて撮影した。金属間化合物相の分布はエネルギー分散型X線分析装置Aztec Live（オクスフォード・インスツルメンタル㈱ 製）を用いて調べた。継手の硬さ分布はマイクロビッカース硬度計 HMV-G20ST（㈱ 島津製作所製）を用いて、接合断面の板厚中央部の硬さを測定した。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4.5mm、肩部半径10mmとし、接合材両面を0.25mmずつ機械加工し、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-25TA（㈱ 島津製作所製）を用いて、室温、引張速度0.017mm/sの条件で行った。

３　結果および考察

3.1 外観及び組織

接合プロファイルの外観写真を図２に示す。ASはツール回転方向と接合方向が同じで、RSはその逆を示している。ωが1400rpmでは、vが2.5～7.5mm/sの範囲で接合不良は認められず、健全に接合することができた（図２（a)、(b）及び（c))。

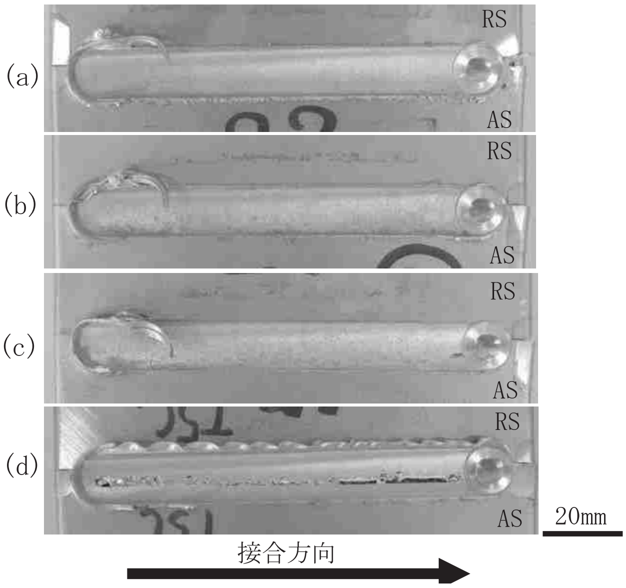


図２　接合プロファイルの外観写真

(a)v:2.5mm/s、ω:1400rpm、(b)v:5.0mm/s、ω:1400rpm
(c)v:7.5mm/s、ω:1400rpm、(d)v:7.5mm/s、ω:2000rpm

一方、ω=2000rpmでは、バリが大きく発生し、接合面に沿って未接合領域が生じた（図２（d））。これは、ツール回転速度が速すぎると、ツールのショルダー部と供試材の接触面で発生する入熱が過剰となることにより、供試材が著しく軟化し、塑性流動が容易になったためと考えられる[6]。未接合領域は、空洞となっており、バリに消費された材料が接合中補填されなかったためと考えている。したがって、以後の試験では、vを1400rpmとした。

図３には、供試材（F材）のミクロ組織を示す。半溶融成形材特有の粒状α-Al相とそれらを取囲む共晶領域（α-Al+Si相）から構成される。共晶領域では、共晶Si相が微細な珊瑚状として晶出している（図３右BSE：反射電子像）。

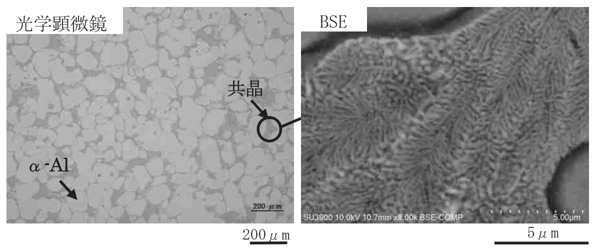


図３　供試材（Ｆ材）のミクロ組織

接合方向に垂直な接合断面のマクロ組織を図４に示す。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、図中の簡略図のように母材組織（BM：Base Metal）（図３参照）とは大きく異なる強攪拌を受けた攪拌部（SZ：Stir Zone)、その外側で塑性変形の痕跡を残す熱加工影響部（TMAZ:Thermo-Mechanically Affected Zone）及び熱影響部（HAZ）の３つの領域に区分けできた[5,7]。ASとRSでは、接合部中心に対して非対称で、RSは、TMAZ領域が広く、SZとの境界が不明瞭であった。これは、RSに比べてASでは、攪拌による入熱及び剪断力が大きいために材料の塑性流動が容易になったためと思われる[7,8]。また、接合速度が速くなると、攪拌領域（SZ＋TMAZ）が幾分狭くなり、SZのRSに不均一組織が見られた[8]。これは、接合速度が速いほど、攪拌領域の攪拌時間が短くなることで、十分な攪拌作用が得られなかったためと思われる。

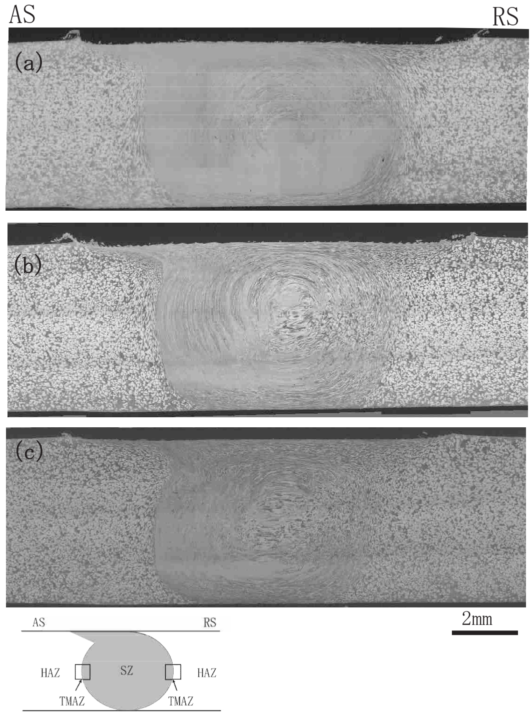


図４　接合断面のマクロ組織

(a)v:2.5mm/s、(b) v:5.0mm/s、(c)v:7.5mm/s

本系合金では、共晶Si相に加えてMg_2Si、Al_2Cu（θ）、$Al_5Cu_2Mg_8Si_6$（Q）、Al-Fe系化合物相（β-Fe、π-Fe）が晶出する[9]。θ相及びQ相は、時効析出により母相の強度を向上させるため、本系合

金の強度特性の向上に大きな役割を示す。一方、Al-Fe系化合物相は、T６処理において容易に固溶されず、粗大な化合物相として晶出した場合、合金の伸びを低下させる。したがって、共晶Si相及び金属間化合物相の接合中の形態変化は、継手強度に大きく影響するものと考えられる。組織構成相の形状変化に及ぼす接合速度の影響を調べるために、各部における共晶化合物の形状を比較した。図５にSZの共晶Si相の形状変化を示す。接合時の撹拌作用は、珊瑚状（図３）の共晶Si相を分断し、粒状化させた。v=2.5mm/sでは、分断・粒状化したSi相は、個々に独立しているのに対して、接合速度が速くなるにつれて微細なSi相が凝集しているように見える。これは、接合速度が速いと、珊瑚状の共晶Si相が完全に分断されず、微細な珊瑚状の痕跡が残存し、接合速度が遅く、撹拌時間が長くなると、共晶Si相の分断が進み、分断した共晶Si相同士の合体及び粒状化が進むためと思われる。

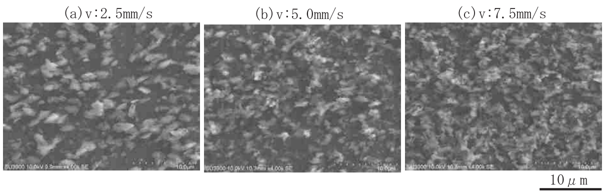


図５　SZの共晶Si相

図６にv=5.0mm/sで接合したF材の各部の溶質元素の分布を示した。BMでは、共晶領域にCu、Mg及びFeの濃縮が確認され、これらの元素を含む金属間化合物が晶出している。TMAZでは、それらの濃縮が小さく、SZでは、微細なMgの濃縮がみられるものの、Cu及びFeの濃縮はほとんど観察されなかった。このことは、撹拌作用により、金属間化合物相が分断・微細化し、加えて入熱による材料温度の向上により、Cu及びMgの一部が母相内に固溶したためと考えられる。

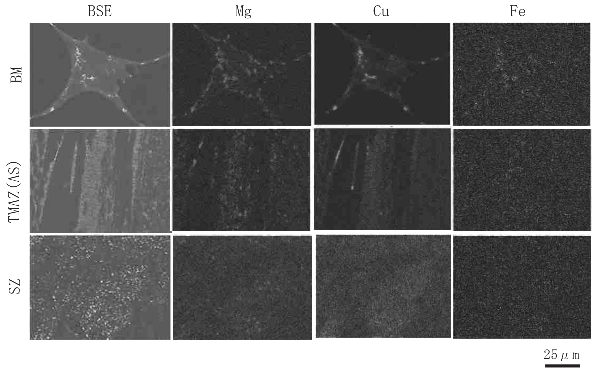


図６　溶質元素の分布

3.2 硬さ分布及び引張特性

図７に接合断面の硬さ分布に及ぼす接合速度の影響を示す。硬さは接合部断面の板厚中央部の接合中心（位置０）からAS及びRS方向に10mmまで測定した。接合中心から約22mm離れたところを母材硬さとした（後述の図８）。いずれの接合速度とも、SZで最も硬さが高く、TMAZからHAZへの移行領域（AS、RSとも５mm付近）で軟化し、それより外側で硬さの回復が見られた。

摩擦撹拌接合では、ツールの回転及び移動により摩擦熱による入熱が発生し、材料温度が急激に上昇し、SZ中央部で最高温度に達する。したがってSZから母材にかけての温度勾配が生じる。この温度勾配により継手各部で時効析出相の再固溶、粗大化が生じ、異なる硬さが生じる要因となる。SZでは、入熱により時効析出相の再溶解及びその後の時効現象による硬さの増大、HAZでは、再溶解するだけの温度に達せず、析出相の粗大化、つまり過時効状態による硬さの低下が生じたと言える。

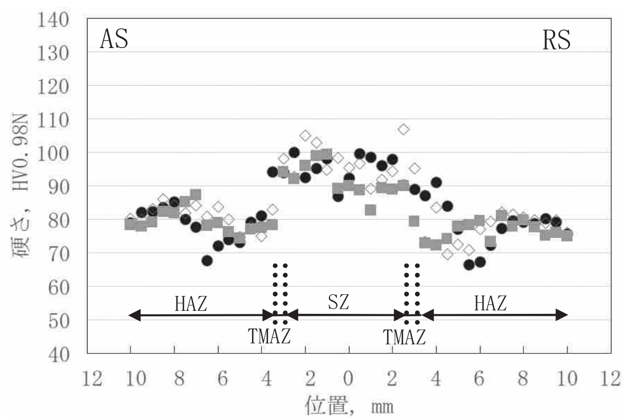


図７　硬さ分布（接合速度の影響）

● 2.5mm/s、◇ 5.0mm/s、■ 7.5mm/s。

HAZの硬さは、RSに比べてASの方が高い傾向にあった。HAZの最軟化部の硬さ値は、接合速度が速いほうが高く、また、SZを挟むAS－RS間の最軟化点の距離は短かった。接合中の最高温度は、接合速度が速いほうがツールの滞留時間が短くなるため、低くなり、HAZの温度上昇が、遅い接合速度よりも低くなり、その結果析出相の粗大化がある程度抑制されるため、HAZの硬さ値が高くなり、また、AS及びRSにおける最軟化点の距離が短くなった要因と考えられる[4)]。

図８には、接合断面の硬さ分布に及ぼすPost-T５の影響を示す。F材の15～20mm付近では、接合中に発生した摩擦熱による鋳造ひずみの緩和及び時効析出初期段階における前駆構造相の溶解と思われる軟化が見られ、HAZで最も低い硬さを示した。Post-T５処理は、F材のHAZ（AS及びRS：15～20mm付近）の硬さを増加させ、最軟化点の位置もTMAZの直外（AS、RS：５mm付近）に移動させた。ピーク硬さに近い強度が得られるPost-T５処理をした方が、SZ及びHAZの硬さの増加が見られ、TMAZ直外のHAZの硬さも高い傾向にあった。

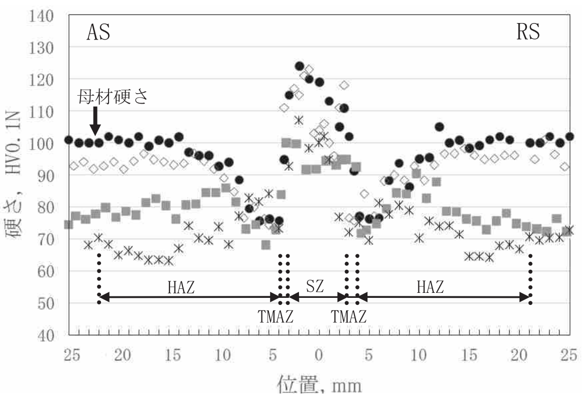


図８　硬さ分布（Post-T５の影響）
＊F、● Post-T5A、◇ Post-T5B、■ Post-T5C。

このPost-T５処理による硬さ分布の変化は、次のように説明できる。F材の最軟化領域（AS、RSとも15～20mm付近）では、接合中の入熱が小さいため、時効析出がそれほど進展せず、時効硬化に寄与する溶質元素がほぼF材の母材部と同様の過飽和固溶状態であると考えられる。そのためPost-T５後、この領域の硬さは、母材と同程度の時効析出硬化を示したと考えられる。一方、TMAZ直外のHAZでは、接合により時効析出が進み溶質元素の過飽和度が小さくなったため、その後熱処理を行っても小さな時効析出硬化しか示さなかったと思われる。さらに、TMAZ直外のHAZにおいて、Post-T５Aの硬さが最も高いのは、ピーク硬さに近いPost-T５の方が、高い時効析出硬化を示したものと考えられる。

接合速度及びPost-T５を変化させせることで、接合部の硬さ分布をコントロールできることが明らかになった。今回行った条件の中では、接合速度が速く、母材硬さが高くなるT５処理を施したPost-T５A材が最も高い硬さのHAZを得ることができた。

図９に引張特性に及ぼすPre-T５及び接合速度の影響を示す。接合前にT５処理しても引張強さは幾分向上し、伸びは僅かに低下しただけだった。また、Pre-T５処理条件や接合速度の大きな影響は見られなかった。図10に引張特性に及ぼすPost-T５及び接合速度の影響を示す。接合後にT５処理することで、引張強さは増加し、一方、伸びは低下した。また、速い接合速度の方が、引張強さに及ぼすPost-T５処理の効果が顕著だった。この中で、接合速度5.0mm/s以上で接合したPost-T５B材の引張強さは約290MPa、伸びは約６％となり、引張強さと伸びのバランスの良い結果が得られた。

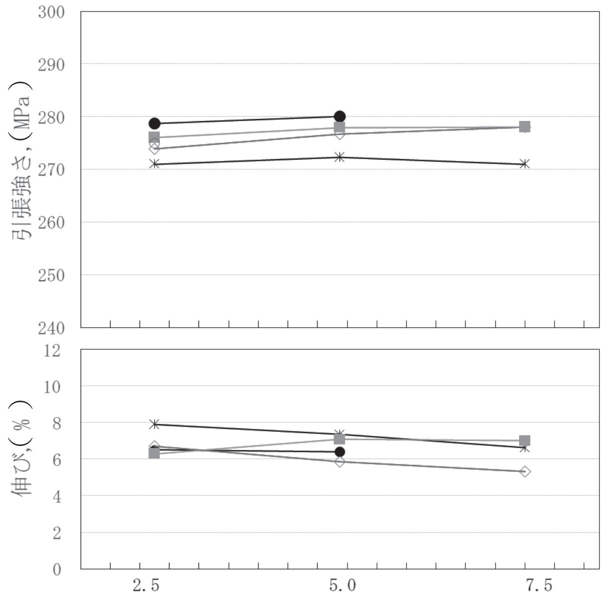


図９　引張試験結果（Pre-T５処理の影響）
＊F、● Pre-T5A、◇ Pre-T5B、■ Pre-T5C。

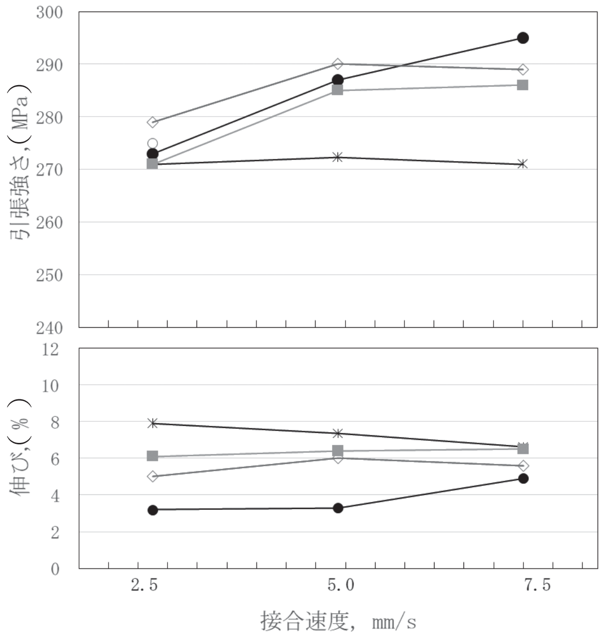


図10　引張試験結果（Post-T５処理の影響）

✶F、● Post-T5A、◇ Post-T5B、■ post-T5C。

引張破断は、F材では、接合中心から15mm程度離れたHAZ、Pre-T５及びPost-T５材はTMAZ直外のHAZで破断した。ASかRSの優位性は無かった。硬さ分布（図７及び８）と対応させると、破断は硬さの最軟化領域にほぼ対応していた。図11に典型的な光学顕微鏡による亀裂伝播プロファイルと破断面のSEM写真を示す。試料は、v:5.0 mm/s、ω:1400rpmで接合したPost-T5B材である。亀裂は、ほぼ、接合面に対応する試験片上部で発生した。ここはツールのショルダのエッジ部分に対応しているため最も入熱が大きく、軟化が進んだ領域と考えられる[7)]。亀裂は主にα-Al相と共晶Si相の界面近傍（図11a、b）をSZに向かって約45°の方向で進展した。その後亀裂は試験片下部に向かって進展し、そこではTMAZの伸長したα-Alに沿って、分断・微細化した共晶Si相の界面近傍を進展していた。

以上の結果から、摩擦攪拌接合した継手の強度向上には、破壊の亀裂及び伝播経路になる軟化領域の組織制御が必須であると考えられた。本研究では、接合速度及びPost-T５の影響を検討することで接合中の材料への入熱を抑え、HAZの時効析出相の粗大化をある程度抑制できた。さらに、Post-T５によりHAZの時効析出を促進させることで、継手強度の向上を達成することができた。

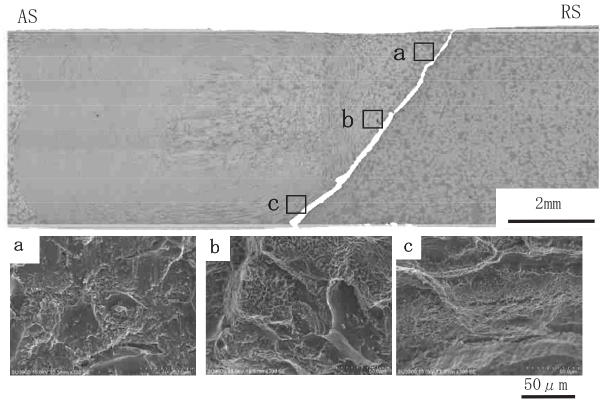


図11　亀裂伝播プロファイル（上）と破断面のSEM写真（下）

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、硬さ分布及び引張特性に及ぼす接合条件及びT５熱処理の影響を調べた。

１．ツール回転速度1400rpm、接合速度7.5mm/s以下では健全な摩擦攪拌接合継手を作製できたが、回転速度2000rpmでは未接合領域が発生した。

２．接合前の熱処理（Pre-T５）は、F材の引張特性を僅かに向上させただけだった。F材とPre-T５材の引張特性は接合速度にほとんど影響されなかった。

３．接合後の熱処理（Post-T５）は、F材の引張特性を向上させ、接合速度の速い方が顕著だった。接合速度が速い条件の方が、溶質元素が過飽和固溶体として残存するため、Post-T５でHAZの時効析出硬化が進んだためと考えられる。

４．強度と伸びのバランスの良い引張特性は、接合速度5.0mm/s以上で接合し、その後185℃×2.5時間のT５を施したPost-T５B材で得られた。

５．摩擦攪拌接合した継手の強度特性は、HAZの性状をどう制御するかが重要であり、入熱による析出相の粗大化による軟化抑制及び接合後の硬さを回復させる熱処理技術の最適化が必要である。

参考文献

１） Hidetoshi Fujii et al.：Estimation of Materials Flow in Stir Zone during Friction Stir Welding by Distribution Measurement of Si Particles. Meter.Trans., 47（１）, 224-232（2006）.

２）篠田剛：摩擦撹拌接合（FSW）技術と製品への適用事例．軽金属，64（５），196-202（2014）．

３）岩澤秀他：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．静岡県工業技術研究所研究報告，第15号，４-９（2022）．

４）田中直他：Al-Cu-Mg-Si系合金の摩擦撹拌接合の継手強度に及ぼす接合速度の影響．軽金属，55（10），479-482（2005）．

５）佐藤裕：摩擦攪拌（FSW）プロセス．まてりあ，42（２），214-220（2003）．

６）鈴木理一他：アルミニウム合金の摩擦攪拌接合における予熱の効果について．溶接学会論文集，24（３），281-286（2006）．

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).

８）柴柳敏哉：摩擦攪拌接合の材料組織学的描像．軽金属，57（９），416-423（2007）．

９）岩澤秀他：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．静岡県工業技術研究所研究報告，第15号，10-15（2022）．

ADC12合金の引張特性に及ぼす溶体化処理条件の影響

金属材料科　岩澤　秀　鈴木洋光　大竹正寿*
株式会社浅沼技研　上久保佳則　高橋正詞　杉浦泰夫

Effect of solutionizing conditions on tensile properties of ADC12 alloys

IWASAWA Shigeru, SUZUKI Hiromitsu, OTAKE Masatoshi, KAMIKUBO Yoshinori, TAKAHASHI Masashi and SUGIURA Yasuo

In this study, the effects of T6 heat treatment, in particular with regard to solutionizing temperature and holding time, and T5 heat treatment on the age-hardening characteristics and tensile properties of ADC12 alloys were investigated. The microstructure of an as-received ADC12 alloy(F) consists of dendritic α-Al phases, Al-Si eutectic, Al-Si-Fe system and Cu-rich intermetallic compounds. Higher solutionizing temperature and longer holding time result in spheroidization to some degree, followed by coarsening of eutectic Si phases to some extent, in which the former had a noticeable effect. Increasing the solutionizing temperature not only promoted the greater dissolution of Cu-rich intermetallic compounds into the α-Al matrix, but also increased the age-hardening characteristics, and at solutionizing temperatures greater than 440° C, a holding time of 1 h or more exhibited the same tendency with regard to age-hardening characteristics. The tensile strength in the T6 specimens increased as the solutionizing temperature increased, demonstrating maximum tensile strength at a holding time of 2 h. The T5 specimen showed a tensile strength of 318 MPa, 17% higher than that of the F specimen and comparable with the specimen solutionized at 460° C for 2 h. Tensile strength was greatly influenced by the size, morphology and distribution of Al-Si-Fe system and Cu-rich intermetallic compounds as well as by eutectic Si phases and also by the amounts of Cu and Mg in the supersaturated α-Al matrix.

keywords : ADC12 alloy, Solutionizing, Tensile properties, Microstructure

本研究では、ADC12合金の時効硬化特性および引張特性に及ぼすＴ６処理、特に溶体化処理温度と時間、およびＴ５処理の影響を調べた。金属組織は、初晶α-Al相デンドライト、Al-Si共晶、Al-Si-Fe系、Cuリッチ化合物相から構成される。溶体化処理温度および時間の増加に伴い、共晶Si相の粒状化および粗大化が進み、特に溶体化処理温度の方が短時間で顕著な傾向を示した。溶体化処理温度の上昇は、Cuリッチ化合物相の過飽和固溶体を一層促進させた。

溶体化処理温度が高いほど高い時効硬化特性を示し、溶体化処理温度440℃以上では、保持時間１ｈで同等の時効硬化特性を示した。引張強さは、溶体化処理温度の増加により向上し、保持時間２ｈで最大引張強さを示した。Ｔ５材は、F材に比べて、17%向上および460℃×２ｈと同等の引張強さを示した。引張強さは、共晶Si相、Al-Si-Fe系、Cu-リッチ化合物相の性状変化および溶質元素CuおよびMgの過飽和度により影響されると考えられる。

キーワード：ADC12合金、溶体化処理、引張特性、ミクロ組織

*現工業技術研究所　食品科

1　はじめに

ダイカストで多く使用されているADC12合金[1)]は、Si、CuおよびMgを含むためT６処理（溶体化処理後、自然・人工時効処理）による時効析出硬化を利用した強度特性の向上が期待できる。しかしながら、ダイカストでは、T６処理時、特に高温から急冷する溶体化処理において、ふくれや変形などの熱処理不良が発生するため、T６処理はほとんど適用されていない。一方最近では、ふくれの原因となるガスの巻込みを低減させるプロセスの改良・開発が進み、同時に熱処理の適用による機械的性質の改善が強く望まれている[2,3)]。

固相線温度直下に数時間保持した後、急冷する溶体化処理は、鋳造偏析低減、共晶相の形状変化、溶質元素の過飽和固溶体の形成を目的としている。強度の向上には、溶質元素の過飽和度を高めるため、高い溶体化処理温度が望ましいが、前述のような熱処理不良を抑制するため、強度を犠牲にして制限されているのが現状である。一方、溶体化処理を行なわず、鋳造のままの材料を200℃付近で数時間保持するT５処理は、T６処理に比べて強度特性は低いものの、低コストで熱処理不良の発生頻度が低いため、T６処理に変わる熱処理として有望視されてきている[4-6)]。しかしながら、T５およびT６処理により、ADC12合金の機械的性質がどのように変化するのか調べた報告はあまり見られない。本研究では、ADC12合金の時効硬化特性および引張特性に及ぼす溶体化処理条件の影響およびT５処理の効果を調べた。

2　方法

2.1　供試材および熱処理

供試材は、市販のADC12合金（受入れのまま材、以後F材）で、蛍光X線分析の検量線法による分析結果を表１に示す。T６処理材の機械的性質に及ぼす溶体化処理の影響を調べるため、表２に示すように溶体化処理温度と時間を変化させた。溶体化処理後、室温で48hおよび180℃、3.5hの時効処理時間を行った。T５処理は、180℃、3.5hとした。溶体化および時効処理時間は、昇温時間0.25hとして保持時間には含まない。また、溶体化および時効処理条件を記述する場合、保持温度×保持時間と略記した。

表１　供試材の化学組成（mass%）

Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Ni	Zn	Ti	Al
9.2	2.2	0.26	0.60	0.19	0.06	0.53	0.03	bal.

表２　溶体化処理条件

溶体化温度，℃	400、420、440、460、480、495
溶体化時間，h	0（A.Q.）、0.25、1、2、4

2.2　組織および機械的性質の評価

F材およびT６材のミクロ組織観察では、バフ研磨後、0.5%HF水溶液に数秒浸漬してエッチングした後、光学顕微鏡 DMi8 C（ライカマイクロシステムズ㈱ 製）を用いて撮影した。同じ試料を用いて、晶出相の定性分析およびT６処理に伴う溶質元素の分布を走査型電子顕微鏡SU3900（㈱日立ハイテク製）に搭載したエネルギー分散型X線分析装置Aztec Live（オックスフォード・インストゥツルメント㈱ 製）を用いて調べた。本装置を使用した分析をSEM-EDX分析と称す。

時効時間に伴うT５及びT６材の硬さ変化をロックウェル硬度計DRH-M型（松沢精機 ㈱）を用いて測定し、時効硬化特性を調べた。また、各条件で溶体化処理したT６材およびT５材について引張特性に及ぼす溶体化処理温度および保持時間の影響を調べた。引張試験は、ダンベル形状（平行部長さ40mm、平行部幅６mm、厚さ３mm、肩部半径15mm）に機械加工した後、オートグラフ AG-25TA（㈱ 島津製作所製）を用いて、引張速度0.017mm/sの条件で行った。

3　結果および考察

3.1　時効硬化特性及び引張試験結果

図１に時効硬化曲線を示す。図中のA.Q.は溶体化処理材（溶体化処理後、室温放置したままの状態）を示している。

溶体化処理温度420℃以下では、時効硬化量（T６材の硬さ－A.Q.の硬さ）は小さく、いずれのT６材の硬さは、F材に比べて低かった。いずれも溶体化処理材に比べて時効初期（～0.25h）において硬さが低下した。これは、溶体化処理における焼入歪みの緩和による母相の軟化挙動、析出過程初期における前駆構造相の溶解によるものと思われる。

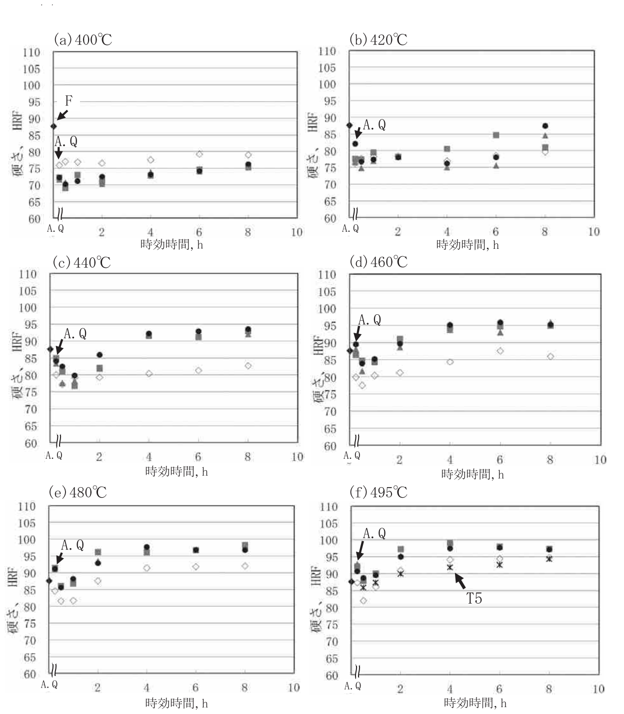


図１　時効硬化曲線

◇0.25h、■1h、▲2h、●4h、＊T5

溶体化処理温度が高いほど、Ｔ６材の硬さおよび最大硬さは増加し、最大硬さに到達する時効時間も短くなる。440℃以上では、いずれも溶体化処理時間0.25hが低い硬さ変化を示し、溶体化処理時間１h以上では、ほとんど同じ時効硬化特性を示した。Ｔ５処理（図１(f)に挿入）においても顕著な時効硬化を示し、時効時間８hで最大硬さ95HRFとなった。Ｔ５処理は、溶体化処理温度460℃では、１h以上、495℃では0.25hの溶体化処理と同等の時効硬化能を示した。

以上のように、本研究で用いた溶体化処理条件において、溶体化処理温度の方が溶体化処理時間よりも時効硬化挙動に及ぼす影響が大きかった。また、溶体化処理温度が高いほど高い時効硬化特性を示す一方、どの温度でも、保持時間1h以上でそれはほぼ飽和した。

溶体化処理温度および溶体化処理時間が引張強さに及ぼす影響を図２に示す。F材およびＴ５材の引張強さは、それぞれ270MPa並びに315MPaであった。これに対して溶体化処理温度420℃のＴ６材では、いずれの溶体化処理時間においてもF材以下の引張強さであった。溶体化処理温度が高くなるにつれて、いずれの溶体化処理時間においても、引張強さは向上した。特に処理温度の高い480℃および495℃において顕著な引張強さの向上がもたらされた。F材以上の引張強さを得るためには、440℃で0.25h以上の溶体化処理が必要であり、Ｔ５材は、460℃で２h、480℃以上では0.25hの溶体化処理と同様な引張強さを示した。

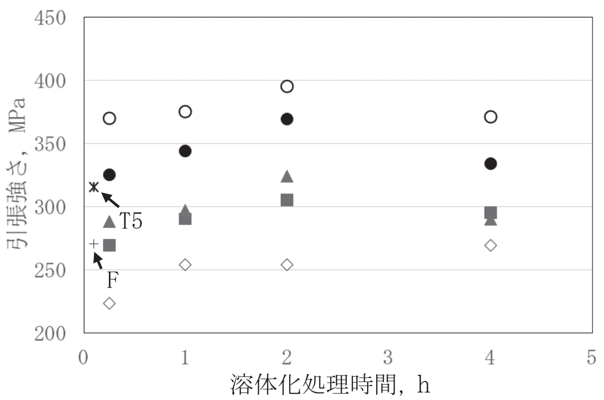


図２　引張試験結果

◇420℃、■440℃、▲460℃、●480℃、○495℃、＊T5、+F

3.2　ミクロ組織及び引張特性に及ぼす溶体化処理の影響

一般にADC12合金の機械的性質は、共晶Si相およびAl-Si-Fe系などの金属間化合物相の大きさ、形状及び体積率に加えて、母相の析出状態に大きく影響される[1,7]。そこで、時効硬化特性及び引張強さに及ぼす熱処理中の組織変化について調べた。

図３にF材のミクロ組織を示す。初晶α-Al相と微細な共晶組織から構成されている。共晶組織は、針状又は板状に観察される共晶Si相（図３ Aの濃灰色）、塊状に晶出したCuリッチ（図３ Bの薄灰色）と塊状および漢字状のAl-Si-Fe系金属間化合物相（図３　Cの薄灰色）が観察された（後述）。

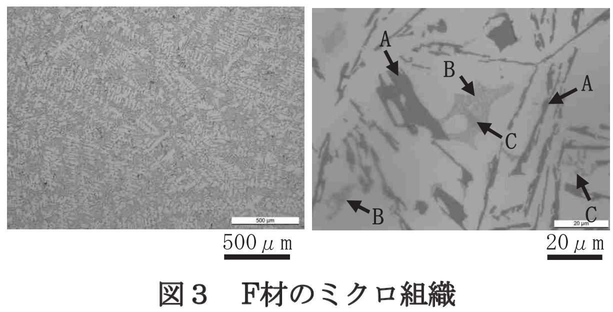


図３　F材のミクロ組織

溶体化処理に伴う金属組織の変化を図４に示す。溶体化処理温度420℃では、溶体化処理時間２hまでは、共晶Si相および金属間化合物相（図中薄灰色）の形状、大きさはF材とほとんど同様であった。４hに延長すると、それらの先端部が僅かに丸みを帯びるが、共晶Si相は、アスペクト比の大きい針状を示した。溶体化処理温度460℃では、共晶Si相および金属間化合物相の形状変化は短時間側に移行した。溶体化処理時間４hにおいて、共晶Si相の先端は、丸みを帯びたアスペクト比の小さな棒状へ、塊状のAl-Si-Fe系化合物相（図中→）では粒状化が進んでいた。Cuリッチ化合物相（図中■）は、CuおよびMgが母相内に拡散固溶するため保持時間の延長に伴いその面積が小さくなっていた。溶体化処理温度495℃では、0.25hで共晶Si相の先端部の粒状化が進み、溶体化処理時間の延長に伴い化合物相の形状変化は、速やかに進行しており、４hでは、共晶Si相の粒状化が顕著に認められた。溶体化処理により、共晶Si相および金属間化合物相の形状および大きさの変化は、溶体化処理温度が高いほど、短時間で進行することが示された。

本合金系では、初晶α-Al相の晶出に続いて、多元系共晶反応により様々な金属間化合物相が晶出する[8)]。これまで凝固組織に関して多くの研究例はあるが、金属間化合物相の化学量論的組成、量および形状、熱処理に伴う性状の変化などは添加元素の相互作用や冷却速度により様々に変化するため統一された見解がなされていない。本研究では、SEM-EDX分析により、溶質元素の分布と金属間化合物相の定性分析を行い、晶出相を推定した。

図５にF材のSEM-EDX分析結果を示す。BEI(反射電子像）に示すように、共晶Si相の他に塊状（図中a）および漢字状（図中b）の金属間化合物相が観察された。マッピング分析では、それらの金属間化合物相に対応してMg、CuおよびFeの濃縮が確認できた。CuとMgが濃縮した金属間化合物相はラメラー状形態となっており、AlとCuの検出ピークが高い化合物相（Al-Cu系）とAlおよびCuに加えてMg、Siが検出された化合物相（Al-Si-Cu-Mg系）が存在した。一方、Feの濃縮した金属間化合物相は、Al、Si、Fe、Mn、Cu、M（Mは、Ni、Crなどの遷移元素）が検出された。過去の報告例を参照すると、Al-Cu系はAl_2Cu、Al-Si-Cu-Mg 系は$Al_5Cu_2Mg_8Si_6$と思われる[8,9)]。Al-Si-Fe-Cu-Mn-M系化合物相は、これまで詳細な報告はほとんど無いため、ここでは、Al-Si-Fe系化合物相又はAl-Si-(Fe,Cu,Mn,M）化合物相[10)]と称する。

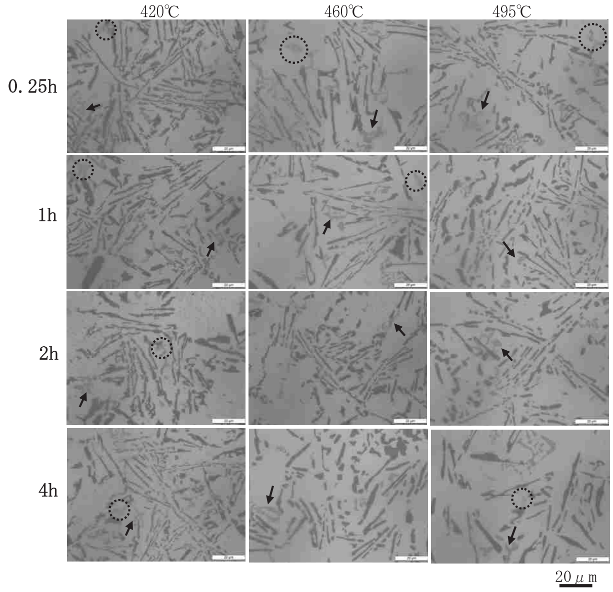


図４　溶体化処理に伴う金属組織の変化

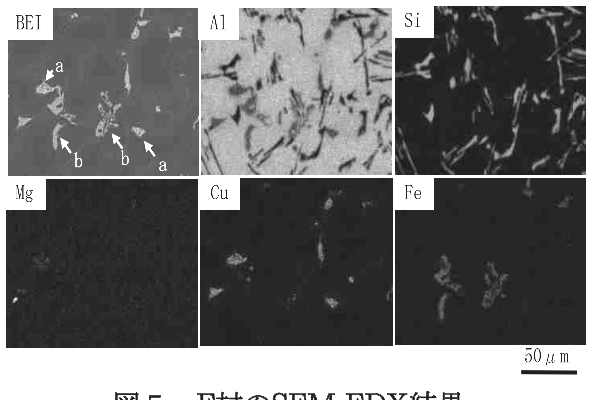


図５　F材のSEM-EDX結果

本系合金では、溶体化処理中に時効硬化に寄与する金属間化合物相（本研究では、Al_2Cuおよび$Al_5Cu_2Mg_8Si_6$相と推定）からCuおよびMgが固溶し、過飽和固溶体が形成され、時効析出相の形成により母相が強化される。したがって、溶体化処理温度および時間は、母相へのCuおよびMgの過飽和度および時効析出硬化挙動に影響を及ぼすと考えられる。そこで、溶体化処理に伴う母相へのCuおよびMgの固溶状態を調べた結果を図６に示す。F材では、CuおよびMgが同調した粗大なCuリッチ相が観察されるのに対して、420℃×１hの

溶体化処理で、それらは幾分面積が減少している。溶体化処理温度が高くなると、Cuリッチ化合物相の分断および固溶が一層進み、495℃×２hでは、CuおよびMgの濃縮がほぼ見られなくなった。このCuおよびMgの濃縮の減少は、Al_2Cuと$Al_8Si_6Mg_3Cu$相が、溶体化処理により母相内に拡散固溶するためであり、それは、溶体化処理時間よりも溶体化処理温度の方が、固溶の進行に影響することがわかった。

熱処理に伴う金属組織の変化と時効硬化特性および引張特性の関係について以下に示す。

溶体化処理温度の上昇に伴い、高い時効硬化特性（図１）を示したのは、時効析出に寄与するCuおよびMgの母相の過飽和度が高く、時効処理において析出密度が高まったためと考えられる。また、溶体化処理温度が高いほど、急冷時に凍結された空孔濃度が高まり、その結果析出速度が速くなりピーク硬さに達する時効時間が短時間側に移行したと考えられる。溶体化処理温度440℃以上では、溶体化処理時間１h以上で同様な時効硬化特性を示した。これは、それぞれの溶体化処理温度においてCuおよびMgの固溶状態が保持時間1hでほぼ飽和したためと考えられる。

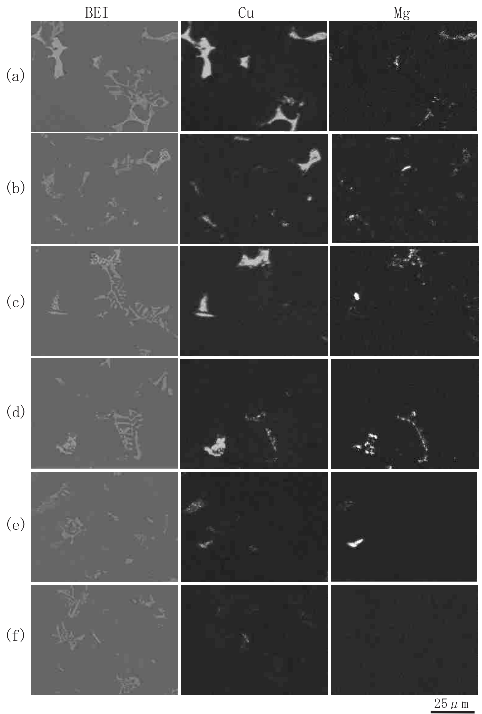


図６　Cu及びMgのマッピング結果

(a) F、(b) 420℃×4h、(c) 460℃×0.25h、(d) 460℃×4h、(e) 495℃×0.25h、(f) 495℃×2h

引張試験結果（図２）において、溶体化処理温度の上昇に伴い引張強さが向上した。これは、溶体化処理温度が高いほど、母相の時効析出硬化が大きいためである。溶体化処理温度440℃以上では、溶体化処理時間２hで引張強さが最大値となった。これらの溶体化処理温度では、溶体化処理時間の進行に伴い共晶Si相および金属間化合物相の形状変化および一部が母相内に固溶するためその体積率が減少する。特に共晶Si相は、針状から先端部が丸みを帯び、粗大化する傾向にある（図３）。共晶組成付近のAl-Si合金の引張特性に及ぼす溶体化処理時間の影響を調べた研究では、溶体化処理時間の延長に伴い、共晶Si相の粒状および粗大化、Al-Si-Fe系化合物相などの金属間化合物相の固溶に伴う面積率の減少により引張特性が低下する報告もある[11-13]。溶体化処理時間４hにおける引張強さの低下は、このような共晶Si相並びに金属間化合物相の性状変化が影響しているものと考えられる。

以上のように、Ｔ６処理したADC12合金の引張強さは、溶体化処理温度が高い方が引張強さは増加したが、溶体化処理時間２h以上で最大となり、それ以上の保持時間は引張強さの向上をもたらさなかった。また、溶体化処理温度の上昇および溶体化処理時間の延長は、ふくれ、変形などの熱処理不良を誘発する恐れがある。従って、実用的には、熱処理不良を考慮した溶体化処理条件やＴ５処理など製品に適した熱処理の適用を考慮すべきと考えている。

４．まとめ

ADC12合金の時効硬化特性および引張強さに及ぼす溶体化処理温度、および時間の影響さらにはＴ５処理の効果を調べた。

１．溶体化処理温度が高いほど、溶質元素CuおよびMgの過飽和度が進み、その結果時効処理における析出密度が高まり、高い時効硬化特性を示した。

２．共晶相は、溶体化処理により針状から丸みを帯びた形状に遷移し、溶体化処理温度が高いほど、その進行は速やかであった。

３．引張強さは、溶体化処理温度の上昇に伴い高い引張強さを示し、保持時間２hで最大値を示

した。

4．溶体化処理温度の上昇および保持時間の延長は熱処理不良の発生を高めるため、ダイカストで製造したADC12合金の引張特性を向上させるためには、適切な溶体化処理条件又はT５処理の適用が必要である。

参考文献

１）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.231-246 (1980).
２）神戸洋史：自動車の電動化とダイカスト技術への期待．素形材，60（3），14-20（2019）．
３）岩本典裕他：ダイカストランナー加圧による鋳巣発生の抑制とダウンサイジング化の技術開発．素形材，62（12），50-57（2021）．
４）岩澤秀他：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．静岡県工業技術研究所研究報告，第15号，10-15 (2022).
５）尾辻奈生子他：高真空ダイカスト下Al-Si-Mn-Mg-Cr-Cu合金平板における溶体化処理温度の低温化．鋳造工学，93（12），802-808 (2021).
６）土屋大樹他：Al-Si-Mg系鋳造合金におけるT５処理後の時効析出組織の観察．軽金属，71 (4)，166-170（2021）．
７）M.Okayasu et al.：
Influence of microstructural on mechanical properties of ADC12 aluminum alloy．Materials Science and Engineering：A，592（1），189-200（2014）．
８）M.H.Abdelaziz et al.：Mechanical Performance of Zr-Containing 354-Type Al-Si-Cu-Mg
Cast Alloy: Role of Additions and Heat Treatment. Advances in Materials Science and Engineering，Article ID 5715819.
９）T.Szyｍｃｚak et al.：Microstructural Characteristics of AlSi9Cu3(Fe) Alloy with High Melting Point Elements．Journal of Materials Engineering and performance，29，6640-6651（2020）．
10）菅谷直也他：断熱鋳型式連続鋳造法で作製した鍛造用Al-Si系合金の組織と高温強度に及ぼす銅濃度の影響．軽金属，73（1），9-16 (2023).
11）D.A.Lados et al.：solution treatment effects on microstructure and mechanical properties of Al-(1 to 13pct)Si-Mg cast al loys．Metallugical and Materials Transactions B，42B（2），171-180（2011）．
12）S.K.Chaudhury et al.：Fluidized Bed Heat Treatment of Cast Al-Si-Cu-Mg alloys．Metallugical and Materials Transactions A，37A（7），2295-2311（2006）．
13）E.Tillova et al.：Evolution of the Fe-rich Phases in Recycle AlSi9Cu3 Cast Alloy During Solution Treatment.
Communications Scientificl_letters of the University of Zilina,12（４），95-101（2010），https://doi.org/10.26522/com.C.2010.4.95-101.

ポリ乳酸へのめっき技術の開発（第２報）

― セルロース繊維複合材の検討 ―

金属材料科　田中宏樹　岩澤　秀　大竹正寿*
環境科学衛生研究所　望月玲於

Development of plating technology for polylactic acid (2nd Report)

- Examination of cellulose composite materials -

TANAKA Hiroki, IWASAWA Shigeru, OTAKE Masatoshi and MOCHIZUKI Reo

As a result of investigating a high adhesion plating method for cellulose fiber composites of polylactic acid, a biomass plastic, we found that plating samples with a good appearance and an average adhesion strength of about 3 N/cm can be obtained by plasma treatment for 2 minutes, UV treatment for 3 minutes, and alkali treatment with 2 g/L sodium hydrate for 1 minute.
From these results, it was suggested that there is a suitable duration and concentration for the etching process, and that when the etching is excessive, the adhesion of the plating cannot be maintained due to deterioration of the resin or the like.

keywords : plating, polylactic acid, biomassplastic, cellulose fiber composites

バイオマスプラスチックであるポリ乳酸のセルロース繊維複合材への高密着なめっき方法を検討した結果、プラズマ処理２min、UV処理３min、水酸化ナトリウム濃度２g/Lのアルカリ処理１minで外観が良好で平均密着強度３N/cm程度のめっき密着強度が得られた。このことから、エッチング処理には適した時間や濃度があり、エッチングが過剰な場合、樹脂の劣化等を伴うことでめっきの密着力が保てないことが示唆された。

キーワード：めっき、ポリ乳酸、バイオマスプラスチック、セルロース繊維

1　はじめに

CO_2排出量削減等に対応するため、ポリ乳酸（PLA）等のバイオマスプラスチックが利用されている。特に、PLAセルロース繊維複合材（PLA/CMF）は、自然由来の原料として環境に配慮したうえで、耐熱性、耐衝撃性、耐食性、成形性等の特性を向上でき、日用品をはじめとして利用が広がりつつある。一方、PLA/CMFにめっきを施すことができれば、電磁波シールド性や耐候性、意匠性を付与し、自動車部品や家電筐体への更なる用途展開が期待できる。当研究所では、これまでにPLAへのめっき方法を検討し、エッチングにアルカリ処理（溶液温度50°、処理時間１h、水酸化ナトリウム200g/L）を実施することでめっきが全面析出し、３N/cm程度の密着強度が得られることを確認している[1)]。しかしながら、現在、PLAセルロース繊維複合材（PLA/CMF）に対するめっきは検討された例はほとんどない。そこで、本研究では、PLA/CMFに対して密着強度の高いめっき方法を検討した。

*現　食品科

2　方法

2.1　エッチング方法およびめっき処理方法

PLA/CMFの樹脂板を試料とし、表に示したプラズマ、UV、アルカリ処理によるエッチングを実施し、表面改質効果を評価した。その後、コンディショニング、酸浸漬、触媒付与、活性化および無電解ニッケルめっきを実施し、更に置換銅めっきおよび硫酸銅めっきを実施した（図１）。

エッチング

コンディショニング：30℃、３min
（CPコンディショナーBD、キザイ㈱製）

酸浸漬：室温、１min
（ 50ml/L塩酸水溶液）

触媒付与：30℃、３min
（CPキャタ5T、キザイ㈱製）

活性化：40℃、３min
（ 100ml/L硫酸水溶液）

無電解ニッケルめっき：35℃、10min
（ナイコ8K01、キザイ㈱製）

置換銅めっき：30℃、１min
（CP-SCA、キザイ㈱製）

硫酸銅めっき：25℃、１h、３A/dm^2
（トップルチナ870、奥野製薬工業㈱製）

図１　めっき工程

2.2　評価方法

(1)　エッチングによる表面改質効果の評価

エッチング後の試料を用いて、表面粗さ（算術平均高さSa、表面の面積展開比Sdr）および試料表面の濡れ性（水接触角）を求めた。Saはエッチングによって形成した凹凸の深さ方向の大きさを示す指標である。また、Sdrは樹脂とめっき皮膜が結合する面積を示す指標となることから、めっき密着力に対する影響が大きいと考えられる。SaおよびSdrは白色光干渉計　Talysurf CCI HD（アメテック㈱製）、水接触角は接触角計測装置Theta（Biolin Scientific社製）を用い、１試料につき３ヶ所を測定し、平均値を求めた。また、エッチング後の表面形態について、走査電子顕微鏡SU3900（㈱日立ハイテク製）を用いて観察した。

(2)　めっき密着力の評価

めっき後の試料について、目視で外観を確認し、良好であった場合に、密着強度試験を実施した。密着強度試験は、硫酸銅めっき後の試料へ幅5mmの切れ込みを入れて皮膜の一部を試料から引き剥がした後、専用の冶具で掴み、引き剥がし速度0.40mm/sで90°方向へ剥離した際の密着強度（引き剥がし強度）を　精密万能試験機　AG-X plus（㈱島津製作所製)を用いて測定した。測定の間隔は0.1sとし、平均値、最大値および最小値から密着強度のばらつきの度合いを評価した。

3　結果および考察

3.1　エッチングによる表面改質効果の評価

エッチング後の水接触角は、UVで１～３min、プラズマで１～２minの処理時間で親水性が向上したが、両者とも、５min以上の処理での親水性向上は認められなかった（図２）。一方、アルカリ処理（溶液温度30℃、浸漬時間１min）では、水酸化ナトリウム濃度１～20g/Lの範囲で水接触角80°付近で推移し、40g/Lで70°、100g/Lで35°を示し、高濃度で水接触角が大きく低下した（図３）。プラズマ処理では酸素ラジカル等による樹脂表面への水酸基やカルボニル基などの極性官能基の導入、UV処理では光エネルギーや処理時に

表　エッチング方法及び条件

エッチング方法	条件
プラズマ処理	気相：大気、圧力：40Pa、放電時間：１、２、５min、励起周波数：約２MHz、印加電圧（高周波側）：60V、印加電圧（高周波側）：600V 電極間距離：100mm、照射距離：150mm
UV処理	処理時間：１min、３min、５min、10min 照射強度（184nm）：７mW/cm^2、（254nm）：57mW/cm^2、照射距離30mm
アルカリ処理	１、２、５、10、20、50、100g/L水酸化ナトリウム水溶液浸漬、30℃、１min

発生したオゾンによる樹脂表面の改質による水酸基等の導入などが行われ、親水化したことが考えられるが、官能基の生成速度が緩やかになったため、一定の処理時間からは親水性が大きく変化しなかったと考えられる。また、アルカリ処理ではポリイミドの水酸化カリウム水溶液への浸漬処理によりめっき密着力の向上とともにカルボキシル基およびカルボキシラートイオンが形成されるという報告[2)]があるが、ポリ乳酸でも同様に、エステル結合の加水分解等により、水酸基、カルボキシル基等の親水基の導入が行われ、親水性が上昇したと考えられる。

エッチング後の算術平均高さSaは、いずれのエッチング処理（UV処理、プラズマ処理およびアルカリ処理）とも処理時間や処理濃度に対して大きな変化を示さなかった（図４、５）。処理前の樹脂試料の算術平均高さSaが大きいため、エッチングによる変化が評価出来なかったと考えられる。

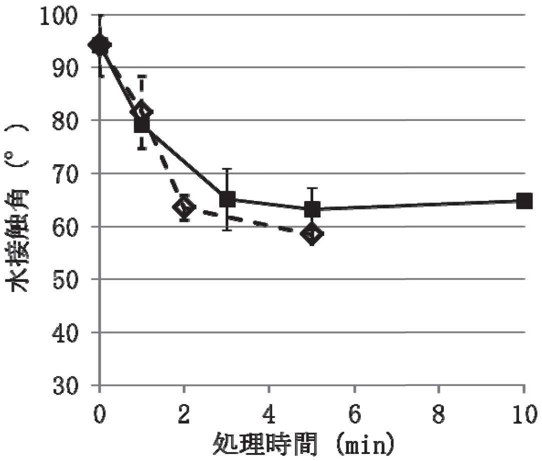


図２　UV処理、プラズマ処理後の水接触角
エラーバー：標準偏差
■：UV 処理、◇：プラズマ処理

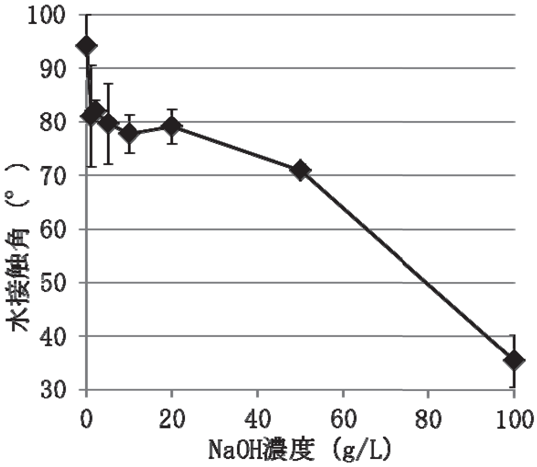


図３　アルカリ処理後の水接触角
エラーバー：標準偏差

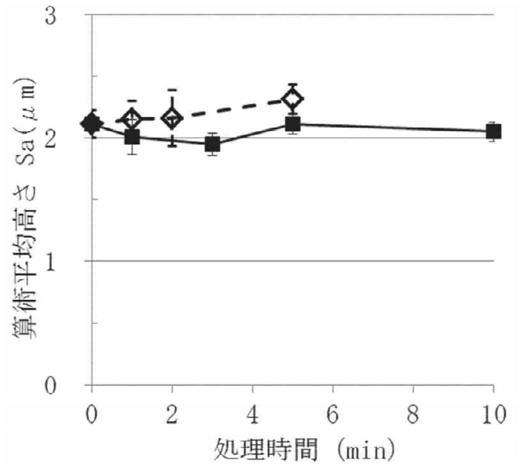


図４　UV処理、プラズマ処理後の算術平均高さ
エラーバー：標準偏差
■：UV 処理、◇：プラズマ処理

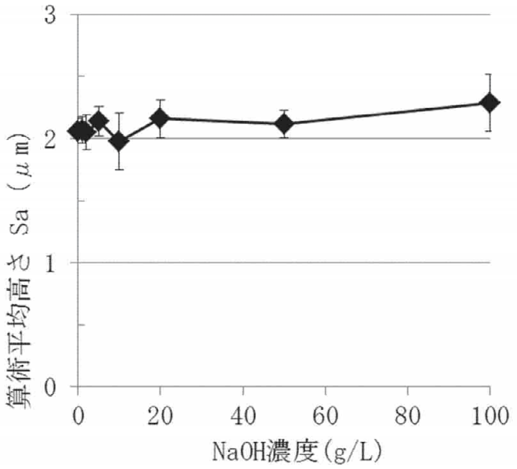


図５　アルカリ処理後の算術平均高さ

エラーバー：標準偏差

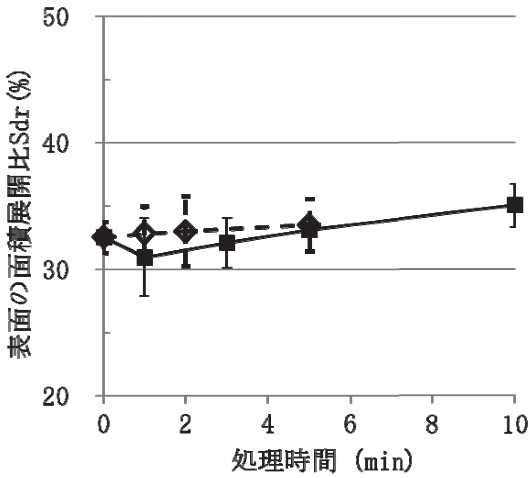


図６　UV処理、プラズマ処理後の表面の面積展開比
エラーバー：標準偏差
■：UV 処理、◇：プラズマ処理

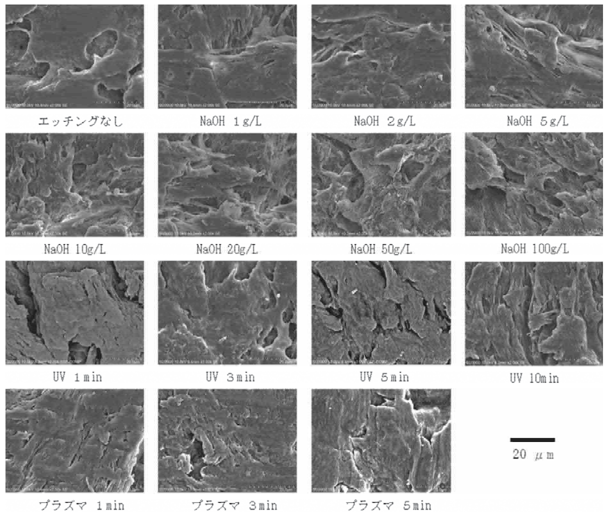


図８　各エッチングにおける表面SEM像

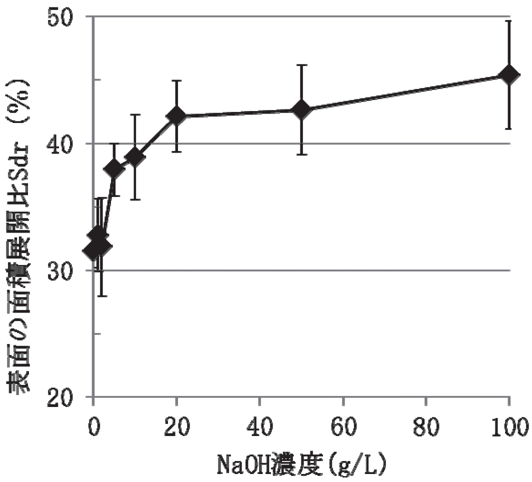


図７　アルカリ処理後の表面の面積展開比
エラーバー：標準偏差

一方、表面の面積展開比Sdrは、UV処理、プラズマ処理においては処理時間に対して大きな変化を示さなかったが、水酸化ナトリウム濃度５～20 g/Lまで急激に、それ以降緩やかな上昇が見られた（図６、７）。また、表面形態においては、アルカリ処理について、アルカリ濃度が上昇するほど、エッチング後の表面が荒れている様子が観察された（図８）。アルカリ処理においては、水酸化ナトリウム濃度が高くなるにつれ、エステル結合の切断等による表面粗化が進行したと見られる。

3.2　めっき密着力の評価

エッチング方法として、UV処理またはプラズマ処理を実施しためっき試料と、同様にエッチング方法として、水酸化ナトリウム濃度10g/L以下のアルカリ処理を実施しためっき試料について、いずれもめっき皮膜の未析出部分や剥がれの発生等は認められず、良好な外観であった。水酸化ナトリウム濃度20g/Lのアルカリ処理においては、めっき後の表面にざらつきが見られた。水酸化ナトリウム濃度50g/L以上の処理においては、めっき析出後に容易に皮膜が剥離したために、めっき密着強度の測定が行えなかった。めっき密着強度は、UV処理においては３min、プラズマ処理においては２minで平均密着強度は３N/cm程度であり、最も高くなる傾向が見られ、５min以上の処理では密着強度が低下する傾向が見られた（図９）。また、アルカリ処理では、水酸化ナトリウム濃度２g/Lにおいて平均密着強度は３N/cm程度で最も高くなる傾向が見られ、５g/L以上ではめっき密着強度が低下した（図10）。

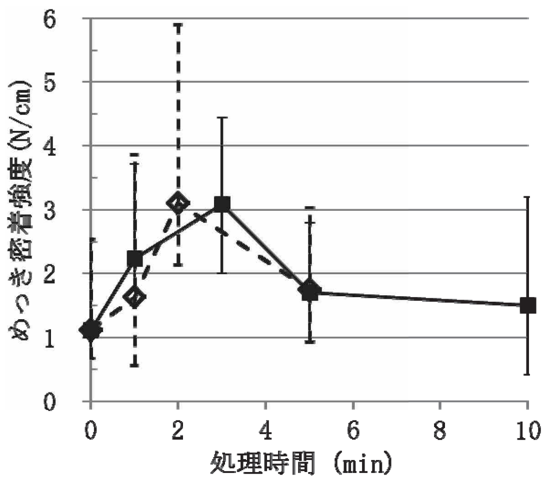


図９　UV処理、プラズマ処理のめっき密着強度
エラーバー：最大値及び最小値
■：UV 処理、◇：プラズマ処理

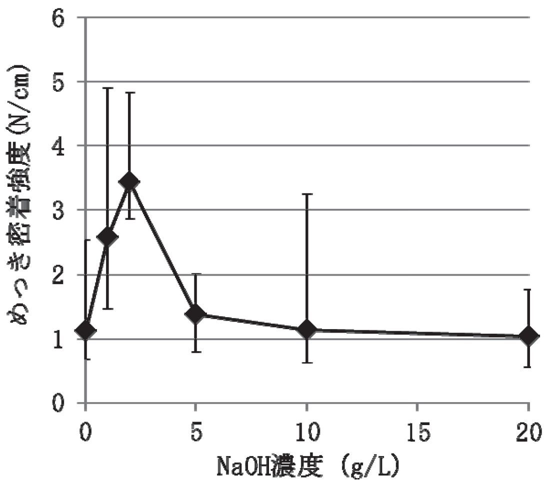


図10　アルカリ処理のめっき密着強度
エラーバー：最大値及び最小値

水接触角が小さく濡れ性が高いほど、触媒付与量の増加並びにめっき金属および樹脂間の化学結合力の向上によりめっき密着力が向上すると考えられている[3,4]。しかしながら、処理が過剰となった場合、樹脂表面がダメージを受け、めっき剥離時に樹脂の強度が十分でなく、密着強度が低下した可能性が考えられる。５g/L以上のアルカリ処理において、表面粗化が進行したこととエッチングが過剰となったことは対応しており、５min以上のUV処理またはプラズマ処理を実施した場合には表面粗さに大きな変化が見られなかったものの、樹脂の強度への影響があったことが示唆される。これは、ポリプロピレンやポリエチレン等の樹脂に対して異種接合の前処理として２minプラズマ処理を実施した場合に比べ、３min以上プラズマ処理を実施した場合に接着力が低下したという報告[5]と傾向が一致する。これらから、エッチングは短時間（２～３min以内）のUV処理またはプラズマ処理か、２g/L以下の低濃度のアルカリ処理が適切であり、５min以上のUV処理やプラズマ処理や５g/L以上の高濃度のアルカリ処理では親水性が向上するものの、樹脂の強度低下等を伴うことでめっき密着力が保てないことが示唆された。また、PLAはセルロース繊維と複合化することで、PLAに対するアルカリ処理（溶液温度50°、処理時間１ｈ、水酸化ナトリウム200g/L）[1]よりも低温、低濃度、短時間（溶液温度30°、処理時間１min、水酸化ナトリウム２g/L）の処理でめっきが可能となることがわかった。

４　まとめ

本研究では、PLA/CMFに対して密着強度の高いめっき方法を検討した。その結果、エッチング方法として、プラズマ処理２min、UV処理３minまたはアルカリ処理２g/L１minを実施した場合に平均密着強度３N/cm程度のめっき密着強度が得られた。エッチング処理には適した時間や濃度があり、エッチングが過剰な場合、樹脂の劣化等を伴うことでめっきの密着力が保てないことが示唆された。本研究で得られた知見は、低環境負荷のエッチング法でめっきを施したPLA/CMFを利用した家電筐体や自動車部品等の製品化への貢献が期待される。

謝辞

本研究を行うにあたり、試料提供にご協力いただきましたエフピー化成工業株式会社の赤澤様に感謝申し上げます。

参考文献

１）望月玲於　他：ポリ乳酸へのめっき技術の開発―エッチング方法の検討―．静岡県工業技術研究所研究報告第15号，50-52(2022).

２）高徳誠：平滑樹脂表面／めっき皮膜間の密着力向上　関東学院大学大学院工学研究科　博士学位論文(2016)．

３）森川務　他：めっき皮膜の密着力とその改善方法　表面技術，表面技術，58（５），9-16

(2007).
4）北晃次：ABS樹脂の前処理方法．表面技術，64（12），12-17(2013).
5）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７報）―プラズマ照射による接着性向上―．静岡県工業技術研究所研究報告第13号，71-74(2022).

工業技術研究所のIoT導入支援について（第３報）

― 静岡県IoT推進ラボ（第四期）の紹介 ―

機械電子科　赤堀　篤*、望月紀寿、望月建治**、大澤洋文***、岩崎清斗、松下五樹
研究調整官　中山　洋****

Support of introduction of IoT by Industrial Research Institute of Shizuoka Prefecture (3rd Report)

Establishment of the IoT competence center of Shizuoka Prefecture, fourth phase

AKAHORI Atsushi, MOCHIDUKI Kazutoshi, MOCHIDUKI Kenji, OSAWA Hirofumi, IWASAKI Kiyoto, MATSUSHITA Itsuki, and NAKAYAMA Hiroshi

Industrial Research Institute of Shizuoka Prefecture has been enhancing since 2019 the support for the introduction of IoT by small and medium-sized manufacturing industries in the prefecture through research into new growth strategies (a prefectural research project) and the promotion of the utilization of IoT by small and medium-sized enterprises. Established as a base for the support of the introduction of IoT, the "Shizuoka IoT Acceleration Lab" has entered its 4th phase, with 8 booths in Shizuoka, 4 in Hamamatsu, and 3 in Numazu, for a total of 15 booths. In Shizuoka, two booths for collaboration projects by two companies, involving AI analysis by causal searching (visualization of causal data relationships), have been added and in Hamamatsu, an exhibition on air pressure control has been added.

In 2022, 371 visitors were accepted, and a total of 2,214 visitors were accepted from November 2019 to the end of March 2023. Furthermore, a total of 13 seminars were held, attended by 131 people from 112 companies.

The Shizuoka IoT Introduction Promotion Consortium, which was reorganized in April 2022, was certified as a regional DX promotion lab in April 2023, and has strengthened support for automation and efficiency improvement such as the introduction of robotics in addition to support for the introduction of IoT.

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

工業技術研究所は、令和元年度から県内中小企業製造業現場へのIoT導入支援を強化してきた。IoT導入支援拠点として開設した「静岡県IoT推進ラボ」は、第四期を迎え、静岡８、浜松４、沼津３、合計15ブースの体制となった。静岡に２社によるコラボレーション企画が２ブースと因果探索によるAI解析（データの因果関係の可視化）が、浜松に空圧制御に関する展示が新たに加わった。

令和４年度は820名の見学を受け入れ、令和元年11月から令和５年３月末までの累積で2,214名の見学者となった。セミナーは延べ13回開催し、112社131人が受講した。令和４年４月に改組した静岡県IoT導入推進コンソーシアムは、令和５年４月に、地域DX推進ラボに認定され、IoT導入に加え、ロボット導入などの自動化、効率化について支援を強化する。

キーワード : IoT（Internet of Things)、普及、推進ラボ、展示

*現　研究統括官　　** 現　沼津工業技術支援センター機械電子科
*** 現　浜松工業技術支援センター機械電子科　　**** 現　企画調整部長

１　はじめに

工業技術研究所（以下、当所）は、令和元年度から、中小製造業向けのIoT導入支援を強化してきた。新成長戦略研究（県プロジェクト型研究事業）「IoT導入支援のための技術拠点と先進事例モデルの構築」[1)～5)] による企業の課題解決への取組みに加え、「中小企業IoT活用促進事業」による県内企業への普及啓発[3)～5)]を進めている。これらの事業は、地方版IoT推進ラボとしての活動の一環であり、支援拠点として開設した静岡県IoT推進ラボ（以下、ラボ）[6)～8)] では、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に、「見て」、「触れて」、「試せる」環境を提供している。ラボは、「展示体験室」と「IoT研修室」で構成され、「展示体験室」は、第４期現在、民間企業の協力により、静岡８、浜松４、沼津３、合計15ブースの体制となった。

「IoT研修室」では、IoT実装支援を強化した「IoT大学連携講座」[9)] による、座学⇒実習⇒現場実装⇒成果発表までの伴走型に加え、「展示体験室」への出展企業によるセミナーを実施した。

なお、地方版IoT推進ラボは、令和５年４月から地域DX推進ラボに移行を開始しており、本県も静岡県IoT導入推進コンソーシアム（図１）として認定され、IoT導入に加え、ロボット導入などの自動化、効率化について支援を強化する。

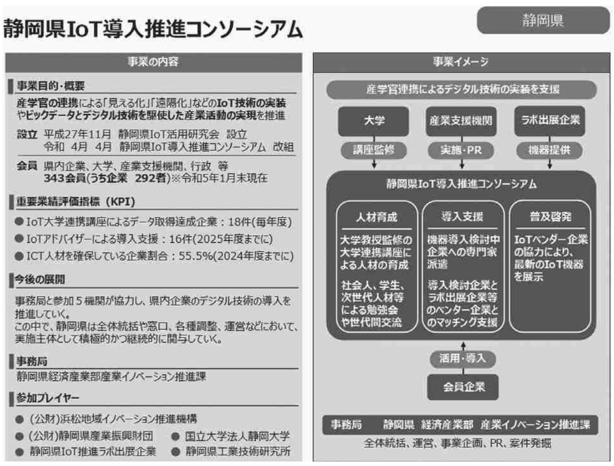


図１　静岡県IoT導入推進コンソーシアム

２　方法

2.1　静岡県IoT推進ラボ（第四期）出展者の公募

第四期は公募では、新たに２箇所以上での相互通信に加え、２社以上でのコラボレーション(以下コラボ)企画の提案は加点することで、最新機器類の展示が提案されることを期待した。

2.2　インターネットを活用した情報発信

展示内容や支援事例の普及啓発には、当所HPでの情報提供に加え、グーグルストリートビューによるラボの３Dバーチャル見学やyoutubeによる動画配信を用いた。

３　結果

3.1　静岡県IoT推進ラボ（第四期）

今回の展示では、15ブース中２ブースがコラボ企画となった。㈱特電と村田製作所㈱によるsim内蔵センサを用いた生産状況見える化ツール「Jiglet®」及び協働ロボット展示室の紹介、及び県水産振興課とアールエフ・アンテナ株式会社によるLPWA(低消費電力広域通信)を用いた養鱒場の遠隔監視システムの紹介（いずれも静岡）である。また、新たに浜松のSMC株式会社の空圧機器の監視制御システム、静岡のニュートラル株式会社の因果探索によるAI解析（データの因果関係の可視化）ツール「NTech Predict」が加わった。展示体験室のレイアウトを図２、３に示す。

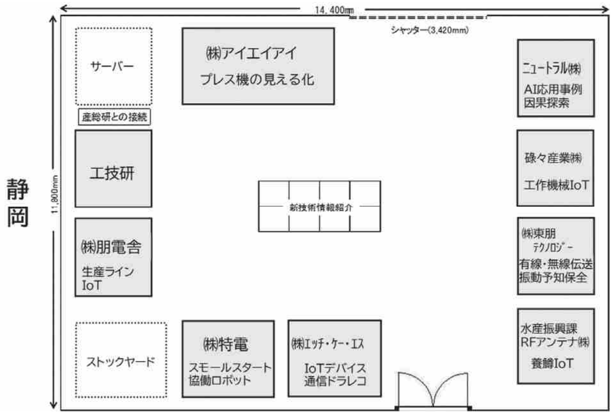


図２　静岡県IoT推進ラボ（第四期）展示レイアウト

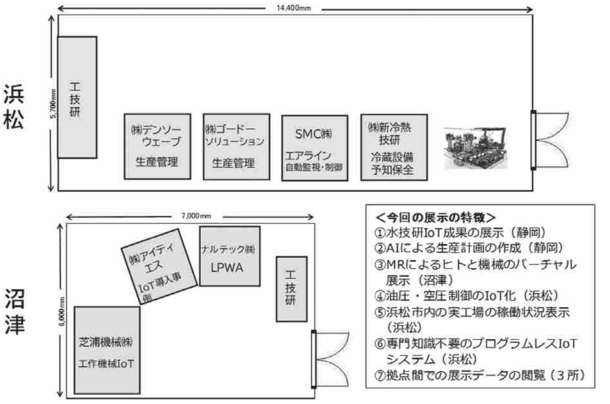


図3　サテライト浜松・沼津（第二期）展示レイアウト

見学やセミナー開催の実績を表1に示した。

見学は、令和4年度に820人を受け入れ、令和元年の開設以降令和5年3月までの累積で2,214人となった。

セミナーは延べ13回開催し、112社131人が受講した。なお、大学連携講座の詳細は、別途報告する。

表1　見学者および各種セミナーの開催実績

	第1期	第2期	第3期	第4期
	R元.11～R2.10	R2.11～R3.10	R3.11～R4.10	R4.11～R5.3
見　学　者	649	356	838※	371
PLCプログラミングセミナー	7社15人			
IoTを使用した生産管理セミナー	7社15人			
初心者向けIoTセミナー	10社10人	11社11人		
		10社10人		
わかりやすいIoTを用いた現場実装講座（大学連携講座）		28社28人	23社23人	7社10人
スモールスタートIoTセミナー				9社9人

※静岡350、沼津182、浜松306の合計

3.2　インターネットを活用した情報発信

グーグルストリートビューの閲覧は、356回（令和3年8月6日～令和5年3月31日）、youtube動画の閲覧は、1,202回（令和3年1026日～令和5年3月31日）となった。主な情報のlink先を図4、5に示した。

静岡県 IoT 推進ラボ　　サテライト浜松　　サテライト沼津

図4　グーグルストリートビューによる情報発信(link先)

静岡県のIoT導入支援の取り組み　　工業技術研究所の IoT 導入支援について　　IoT 大学連携講座による導入支援

図5　youtubeでの動画配信(link先)

4　まとめ

これらの成果は、令和4年10月21日に開催された第16回TKFフォーラムへの参加や、同年11月11、12日に開催された産業振興フェアin磐田への出展など、県内外に発信した。また、令和元～3年度に実施した新成長戦略研究において共同研究を実施した宮川工業㈱がDXセレクション2023の優良事例に選ばれるなど、着実に成果を挙げてきた。令和5年4月からは、地方版DX推進ラボ（静岡県IoT導入推進コンソーシアム）として、今報の「静岡県IoT推進ラボ」によるIoT導入支援活動に加え、ロボット導入などの自動化、効率化について、ベンダーやSierとのマッチングを進める計画である。

なお、地域DX推進ラボへの移行に合わせて本県所管ページ(https://local-iot.ipa.go.jp/lab?k=shizuoka-pref-iot)に最新情報を追記したので、ご一読いただきたい。

謝辞

展示体験室への出展に協力いただいている、㈱アイエイアイ、㈱アイティエス、RFアンテナ㈱、SMC㈱、㈱エッチ・ケー・エス、㈱ゴードーソリューション、芝浦機械㈱、㈱新冷熱技研、㈱デンソーウェーブ、東朋テクノロジー㈱、㈱特電、ナルテック㈱、ニュートラル㈱、㈱朋電舎、碌々産業㈱にこの場を借りて感謝の意を表する。

参考文献

１）望月建治　他：ポータブルIoT導入パックの開発，静岡県工業技術研究所研究報告，第15号，35-40（2022）.

２）岩崎清人　他：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―，静岡県工業技術研究所研究報告，第15号，32-34（2022）.

３）岩崎清人　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）.

４）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）.

５）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）.

６）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）.

７）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）.

８）赤堀　篤　他：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―，静岡県工業技術研究所研究報告（第15号），26-31（2022）.

９）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）.

海洋由来乳酸菌を用いた静岡チーズの開発

食品科　　袴田雅俊*、淺沼俊倫**、松野正幸、堀池隼雄
東海大学海洋学部　　久保田かおり***
うしづまチーズ工場株式会社　　松下正明

Development of Shizuoka Cheese fermented with marine-derived lactic acid bacteria

HAKAMATA Masatoshi, ASANUMA Toshimichi, MATSUNO Masayuki, HORIIKE Hayao, KUBOTA Kaori and MATSUSHITA Masaaki

In recent years, food development using local microorganisms has been actively carried out. In this study, we selected strains suitable for cheese production from lactic acid bacteria isolated from Suruga Bay, Shizuoka Prefecture, and worked on the development of Shizuoka cheese using prefectural milk and lactic acid bacteria derived from the prefecture's ocean.

43 non-gas-producing strains were selected from 70 strains of lactic acid bacteria derived from Suruga Bay. From there, 13 strains with high lactose degradability were selected, and a further 4 strains with good milk coagulability were selected from those. Using these 4 strains, an acid-coagulation-type cheese was experimentally produced at the Ushizuma Cheese Factory (in Shizuoka City), and *Lactococcus lactis* In17 derived from whitebait was determined as a strain suitable for cheese production. It was found that the cheese produced as a trial using the selected lactic acid bacterium contains a large amount of diacetyl, which is known as a metabolic component of lactic acid bacteria and constitutes the aroma of butter. A joint research company carried out repeated trial production and commercialized the cheese as Shizuoka Cheese.

keywords : Lactic acid bacteria, cheese and Suruga bay

近年、地域の微生物を利用した食品開発が盛んに行われている。本研究では静岡県で単離した駿河湾由来の乳酸菌からチーズ製造に向く菌株を選抜し、県産牛乳と県由来の乳酸菌による静岡チーズの開発に取り組んだ。

駿河湾由来の乳酸菌70株からガス非産生の43株を選抜した。そこから、乳糖高分解性の13株を選抜し、さらに牛乳凝固性の良い４株を選抜した。この４株を用いて、うしづまチーズ工場㈱（静岡市内）で酸凝固タイプのチーズを試作し、シラス由来の乳酸菌 *Lactococcus lactis* In17株をチーズ製造用乳酸菌として決定した。この乳酸菌で試作したチーズは乳酸菌の代謝成分として知られ、バターの香りであるジアセチルが多いことがわかった。共同研究企業で試作を重ね、静岡チーズとして商品化した。

キーワード：乳酸菌、チーズ、駿河湾

1　はじめに

国内のチーズ消費量は堅調に増加しており、円安の背景も重なることで、国産ナチュラルチーズに注目が集まっている。日本におけるチーズ工房数も増加しており、国産チーズの種類が豊富になり、消費者の選択肢が増えている。一方、生産者

*現　沼津工業技術支援センター　バイオ科　　**現　工業技術研究所　企画調整部
***現　東海大学海洋学部　卒業

には独自性の高いチーズが求められており、一般的に使用されている海外産の乳酸菌スターターの代わりに地域微生物をチーズ製造に活用することで差別化を目指す取組みがなされている。例えば、(国研）農業・食品産業技術総合研究機構と北海道、栃木県の企業や研究機関のコンソーシアムによる取組みや、北海道や長野県等で独自の乳酸菌によるチーズ製造の取組みが行われてきた[1-3]。しかし地域の乳酸菌でチーズ製造を検討している事例はまだ少ない。

静岡県では、地域の微生物を産業に使いやすくするため、平成27年度から29年度に自然界から微生物を収集し、しずおか有用微生物ライブラリーを構築した*。さらに地域微生物資源の拡充を目指して、令和２年度から４年度には駿河湾由来の微生物を収集してきた。

そこで静岡県が保有する乳酸菌からチーズ製造に利用できる株を選抜し、静岡市内のチーズ工房で「静岡チーズ」を生産することを目的に研究を行った。

２　方法

選抜には、駿河湾から収集した乳酸菌70株を用いた。乳酸菌の選抜は、①ガスを産生せず、②乳糖をよく分解し、③牛乳凝固性の高い株を順次選抜した。

2.1　ガス非産生（ホモ型）乳酸菌の選抜

試験管にダーラム管と５ mLのYGP培地を入れて、オートクレーブで121℃、15分間加熱した。YGP培地の組成を表１に示す。冷却後、一晩MRS液体培地（OXOID社製）で培養した乳酸菌培養液100 μLを添加した。30℃で72時間培養し、ダーラム管の中のガスの有無を目視で確認した。

表１　YGP培地の組成

成分	培地１Lあたりの添加量(g)
酵母エキス	20.0
グルコース	10.0
ペプトン	10.0
酢酸ナトリウム三水和物	5.0
硫酸マグネシウム七水和物	0.2
硫酸マンガン四水和物	0.01
硫酸鉄七水和物	0.01
塩化ナトリウム	0.01
Tween80	10.0

2.2　乳糖高分解株の選抜

方法2.1で使用したYGP培地のグルコースをラクトースに置き換えた乳糖培地を調製し、試験管に２ mL入れオートクレーブで121℃、15分間加熱した。一晩MRS液体培地で培養後、滅菌生理食塩水で10倍希釈した乳酸菌培養液100 μLを、室温まで冷却した乳糖培地に添加した。30℃で72時間培養後、１ mol/Lの水酸化ナトリウム水溶液で中和滴定を行った。中和滴定の指示薬にはニュートラルレッドとブロモチモールブルーを溶解した混合指示薬を用い、赤色がなくなったところを終点とした。

2.3　牛乳凝固性株の選抜

200 mLのMRS液体培地で乳酸菌を24時間培養後、8,000 rpmで５分間遠心分離を行い、上清を捨てた。ペレットを滅菌生理食塩水10 mLで懸濁し、再度同条件で遠心分離を行った。この操作を２回繰り返すことで乳酸菌を洗浄した。洗浄後、乳酸菌を滅菌生理食塩水20 mLで懸濁し、市販の牛乳30 mLに300 μL添加し、30℃で24時間保温した。発酵後に目視とpH測定により牛乳の凝固を評価した。

2.4　チーズ試作による株の選抜

静岡市内のうしづまチーズ工場㈱にて、選抜し

＊ 静岡県：公式ホームページ「しずおか有用微生物ライブラリーを公開します。
https://www.pref.shizuoka.jp/sangyoshigoto/kenkyukaihatsu/fujinokunikenkyujo/1025649.html（2023.5.23アクセス）

た乳酸菌を使用して酸凝固チーズを試作した。酸凝固チーズは牛乳を低温殺菌後、乳酸菌とごく微量のレンネットを添加し、30℃で24時間保温した。成型後、天地を定期的に返しながらホエイを抜いた。チーズの固まりと味を評価することでチーズに使用する乳酸菌株を絞り込んだ。

2.5　チーズ中の香気成分分析

試料0.5 gをバイアルに秤量し、GC-MSを用いて、動的ヘッドスペース法によりテナックス管に香気成分を捕集した。その後、テナックス管を250℃で加熱し、GC-MS本体へ香気成分を導入した。GC-MSの分析条件を表２に示す。

表２　GC-MS分析条件

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（アジレント・テクノロジー㈱製） （長さ 60 m、内径 0.2 mm、膜厚 0.2 µm）
カラムオーブン昇温条件	40℃（2 分）→8℃/min で昇温→250℃（2 分） 合計 30 分

3　結果および考察

3.1　ホモ型乳酸菌の選抜

供試乳酸菌70株のガス産生試験結果を表３に示す。ガスが発生しなかった43株をホモ型乳酸菌として選抜した。

表３　供試乳酸菌の分離源とガス発生試験の結果

	微生物分離源	菌株番号	ガス		微生物分離源	菌株番号	ガス		微生物分離源	菌株番号	ガス
1	用宗海水	Is1	−	26	マクサ	Is59	＋	51	ヒラミル	Is108	−
2	用宗海水	Is2	−	27	マクサ	Is60	＋	52	カジメ	Is109	−
3	用宗海水	Is3	−	28	マクサ	Is61	＋	53	カジメ	Is110	−
4	用宗海水	Is4	−	29	マクサ	Is62	＋	54	カジメ	Is111	−
5	用宗海水	Is5	−	30	マクサ	Is63	＋	55	ワカメ	Is112	−
6	焼津海洋深層水	Is8	＋	31	マクサ	Is64	＋	56	ワカメ	Is113	−
7	焼津海洋深層水	Is9	＋	32	マクサ	Is65	＋	57	ワカメ	Is114	−
8	焼津海洋深層水	Is10	＋	33	海水　表層水	Is72	−	58	ワカメ	Is115	−
9	焼津海洋深層水	Is11	＋	34	海水　表層水	Is73	−	59	ワカメ	Is116	−
10	焼津海洋深層水	Is12	＋	35	海水　表層水	Is74	−	60	タンバノリ	Is117	−
11	焼津海洋深層水	Is13	＋	36	海水　表層水	Is75	−	61	タンバノリ	Is118	−
12	アオノリ	Is30	−	37	海水	Is76	−	62	タンバノリ	Is119	−
13	カジメ	Is45	−	38	海水	Is77	−	63	タンバノリ	Is120	−
14	カジメ	Is46	−	39	海水	Is78	−	64	シラス	In12	−
15	カジメ	Is47	＋	40	海水	Is79	−	65	シラス	In15	−
16	カジメ	Is48	＋	41	アオメエソ	Is91	−	66	シラス	In17	−
17	カジメ	Is49	＋	42	アオメエソ	Is92	−	67	クローバー	TIG2	＋
18	カジメ	Is50	−	43	アオメエソ	Is93	−	68	トンガリヒゲ腸管	SUG58	−
19	カジメ	Is51	＋	44	アオメエソ	Is94	＋	69	ヒメ腸管	SUG139	＋
20	マクサ	Is52	＋	45	生シラス	Is98	−	70	カツオ腸管	SUG215	−
21	マクサ	Is53	＋	46	生シラス	Is99	−				
22	マクサ	Is54	＋	47	エンドウモク	Is104	−				
23	マクサ	Is55	＋	48	ヒラミル	Is105	−				
24	マクサ	Is57	＋	49	ヒラミル	Is106	−				
25	マクサ	Is58	＋	50	ヒラミル	Is107	−				

3.2　乳糖高分解株の選抜

ホモ型乳酸菌43株について乳糖分解試験を行った。培地中の乳糖のうち、50%以上を乳酸に代謝する株として13株を選抜した（図１）。

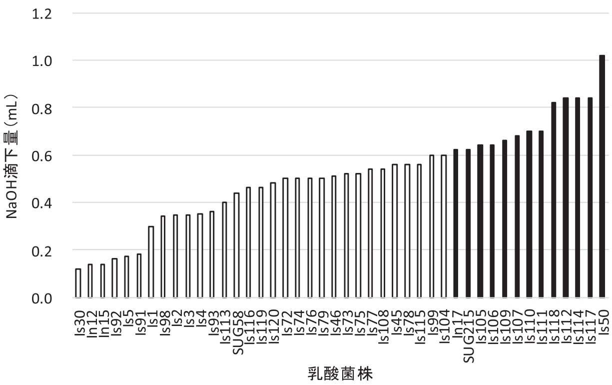


図１　乳糖分解試験でのNaOH水溶液滴下量

3.3　24時間で牛乳を凝固できる株の選抜

牛乳中の雑菌増殖の抑制、レンネットを働かせるための補助、ホエイの排出促進などの理由から、チーズ製造用乳酸菌には、素早く牛乳のpHを下げる能力が求められる。また本研究にて開発する酸凝固タイプのチーズはレンネットに頼らずに乳酸菌の力でタンパク質を固めて作られる。そのため、今回は、乳酸菌を添加して24時間以内に牛乳のpHを下げてタンパク質を固めることができる乳酸菌を選抜することとした。選抜した乳糖分解能力の高い13株について、それぞれを牛乳に添加し、30℃で24時間静置した結果を表４に示す。In17株、Is50株、Is117株、およびIs118株の４株で良好なpHの低下およびタンパク質の凝固が確認できた。

表４　牛乳のタンパク質凝固とpH

菌株番号	牛乳凝固	pH
Is50	○	4.5
Is105	△	5.3
Is106	△	5.5
Is107	△	5.6
Is109	△	5.5
Is110	△	5.6
Is111	△	5.6
Is112	×	5.7
Is114	×	5.7
Is117	○	4.7
Is118	○	4.5
In17	○	4.8
SUG215	×	5.7

3.4　チーズ試作による株の選抜

結果および考察3.3で選抜したIn17株、Is50株、Is117株、およびIs118株の４株について、外部に依頼して16SrDNA解析により属種を同定した結果、In17株が *Lactococcus lactis*、Is50株が *Leuconostoc mesenteroides*、Is117株とIs118株が *Lactiplantibacillus plantarum* であった。これらはいずれも食経験のある乳酸菌であった。なお、*Leuconostoc mesenteroides* はヘテロ型乳酸菌として知られている。そこで、Is50株について再度ガス産生を調べたところ、ガスの産生が認められた。結果および考察3.1では、ガスの産生が弱く、選抜を通過したと考えられた。しかし、市販乳酸菌スターターには *Leuconostoc mesenteroides* が使われることがある[4]ことや、Is50株の乳糖分解能力が高いことを考慮して、Is50株を含めた４株の乳酸菌を用いて酸凝固チーズを試作した。

いずれの乳酸菌でも酸凝固チーズを製造することが可能であった。Is117株、Is118株で製造したチーズは酸味が強く、味のバランスが悪かった。Is50株で製造したチーズは、風味は良好だが、製造中のpH低下速度が遅い傾向であった（図２）。In17株で試作したチーズは、風味が良く、製造中のpH低下も良好であり、酸凝固チーズ製造用乳酸菌として使用できると考えられた。

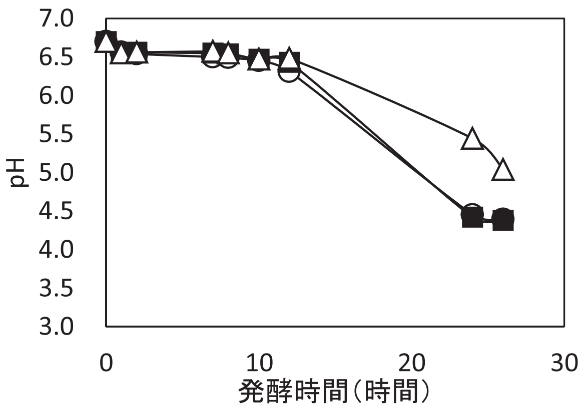


図２　選抜乳酸菌を使用したチーズ試作時のpH変化
○In17株、△Is50株、■Is117株

3.5　*Lactococcus lactis* In17株で試作したチーズの香気成分分析

共同研究企業にて商品化している、市販乳酸菌スターターで作った酸凝固チーズと、今回選抜した *Lactococcus lactis* In17株で試作した酸凝固チーズについて香気成分を分析した。その結果 *Lactococcus lactis* In17株で試作したチーズにジアセチルが多く含まれていることがわかった（図３）。ジアセチルは乳酸菌が作り出す香気成分で、バターやチーズ様の香り成分である[5]。今回選抜した乳酸菌で作ったチーズは、市販のチーズと異なる香味を有する可能性が示された。

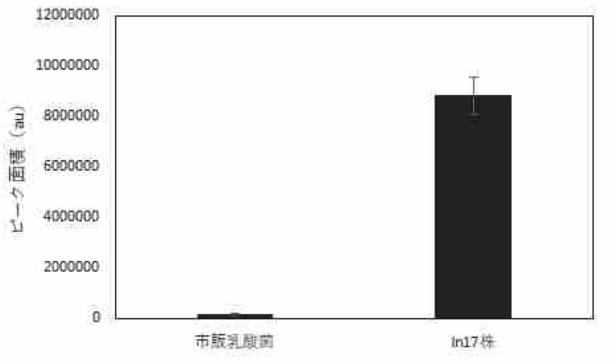


図３　市販チーズと試作チーズ中のジアセチル含量の比較

現在、シラス由来の乳酸菌 *Lactococcus lactis* In17株で製造した酸凝固チーズは「静岡チーズ」として販売されている。市販乳酸菌を使用した従来品よりもバター様の香りを感じられ、クリーミーな味わいとなっている。

4　まとめ

駿河湾由来の乳酸菌70株からガス非産生の43株を選抜した。そこから、乳糖高分解性の13株を選抜した。さらに牛乳凝固性のよい４株を選抜した。この４株を用いて共同研究企業にて酸凝固チーズを試作し、シラス由来の乳酸菌 *Lactococcus lactis* In17株をチーズ製造用乳酸菌として決定した。*Lactococcus lactis* In17株で製造したチーズにはジアセチルが多い傾向が見られた。共同研究を実施した静岡市内のうしづまチーズ工場㈱では静岡チーズとして販売を開始した。

謝辞

本研究の一部は静岡市地域課題に係る産学共同研

究委託事業で取組んだ。

参考文献

１）八十川大輔　他：北海道の食品から分離した乳酸菌を用いたチーズ用補助スターターの開発．北海道立総合研究機構　食品加工研究センター研究報告，15，1-9（2020）

２）濱岡直裕　他：北海道内で分離した乳酸菌 *Streptococcus salivarius* ssp. *thermophilus* を利用したモッツァレラチーズ製造技術．日本食品科学工学会誌，64 (3)，132-138 (2017)

３）荻原一晃：漬物から分離した植物性乳酸菌を使用したチーズの開発．長野県工業技術総合センター研究報告，13，216-218（2018）

４）三浦　孝之　他：乳酸菌がチーズの製造と品質に及ぼす影響．日本乳酸菌学会誌，22(2)，93-99（2011）

５）濱岡　直裕　他：北海道の食素材から分離したジアセチル高酸性乳酸菌による発酵乳製品製造の試み．Milk Science，70(1)，22-26 (2021)

海洋由来乳酸菌を用いた発酵甘酒の開発

食品科　袴田雅俊*、堀池隼雄、淺沼俊倫**、松野正幸、長房秀幸
東海大学　菅沼早紀***
髙嶋酒造株式会社　髙嶋一孝

Development of amazake fermented with marine-derived lactic acid bacteria

HAKAMATA Masatoshi, HORIIKE Hayao, ASANUMA Toshimichi, MATSUNO Masayuki, NAGAFUSA Hideyuki, SUGANUMA Saki and TAKASHIMA Kazutaka

With the aim of making amazake refreshing and easy to drink even in summer, we worked on the development of fermented amazake using lactic acid bacteria isolated from the ocean. In order to produce amazake at a sake brewery, alcohol-sensitive lactic acid bacteria were selected as strains that would not affect the brewing of sake. Furthermore, from the selected lactic acid bacteria, the Is105 and Is117 strains (both *Lactiplantibacillus plantarum*) were selected as lactic acid bacteria for amazake, which lowered the pH of amazake well and had no unpleasant taste. Furthermore, characteristic components were found in the Is105 and Is117 strains, and similar lactic acid bacteria of the Is315, Is332, and Is363 strains were acquired using these components as indicators. Fermented amazake prototyped in a collaborative research project with the company using the Is332 strain had a distinct acidity due to the increase in lactic acid and acetic acid. There was no increase or decrease in B vitamins, but there was an increase in γ-aminobutyric acid (GABA) which is known to be functional.

keywords : Lactic acid bacteria, amazake

夏場でもすっきりと飲みやすい甘酒を目指して、海洋資源から単離した乳酸菌を使用した発酵甘酒の開発に取り組んだ。酒造会社において甘酒を製造するために、日本酒の醸造に影響を及ぼさない株として、アルコール感受性の乳酸菌を選抜した。この選抜株の中から、甘酒のpHをよく下げ、雑味がないIs105株、Is117株（いずれも *Lactiplantibacillus plantarum*）を甘酒用乳酸菌として選択した。さらに、Is105株、Is117株に特徴的な成分を見出し、その成分を指標として、同類の乳酸菌Is315株、Is332株、Is363株を取得した。Is332株を用いて共同研究企業で試作した発酵甘酒は、乳酸や酢酸が増加することではっきりとした酸味を有していた。ビタミンB群の増減は見られなかったが、機能性が知られているγアミノ酪酸（GABA）が増加していた。

キーワード：乳酸菌、甘酒

1　はじめに

甘酒には米麹から作られる麹甘酒と酒粕を利用して作られる酒粕甘酒がある。麹甘酒は、千年以上前の記述にも見られる日本の伝統的な発酵食品であり、江戸時代には現在の製法で作られていた飲料である[1)]。近年では飲む点滴と言われ、豊富な栄養素が注目されたことから消費量が増加している。

本県ではマリンバイオ産業の振興を進めており、海洋からの微生物の収集とライブラリーの作成、

* 現　沼津工業技術支援センター　バイオ科　　** 現　工業技術研究所　企画調整部
*** 現　東海大学海洋学部　卒業

および発酵食品の開発に取り組んできた。その中のひとつとして、甘酒の消費量が落ち込む夏場でもすっきりと飲みやすい甘酒をめざし、乳酸菌発酵の麹甘酒を開発した。本報告では、甘酒用乳酸菌の選抜と発酵甘酒の成分分析の結果について報告する。

2　方法

2.1　使用した微生物

研究に用いた乳酸菌は、工業技術研究所にて海洋資源から単離した菌株を利用した（菌株の識別番号としてIsのあとに通し番号をつけて区別している）。菌株はグリセロールストックとして－80℃で保存しており、使用時にMRS寒天培地に塗抹した。

2.2　アルコール感受性試験

濃度10%となるようにエタノールを添加したMRS液体培地200　μLを96wellプレートに分注した。前培養した乳酸菌培養液２　μLを添加して30℃で24時間培養した後、吸光マイクロプレートリーダーInfinite® F50（TECAN社製）を用いて650 nmの吸光度にて濁度を測定した。

2.3　選抜乳酸菌を用いた甘酒の試作と評価

使用する乳酸菌は、MRS寒天培地で培養したコロニーをディスポーザブルループでとり、５　mLのMRS培地に接種して30℃で24時間培養した。培養後、8,000　rpmで５分間遠心分離をして上清を除去した。さらに滅菌生理食塩水１　mLで菌体を懸濁し、8,000　rpmで５分間の遠心分離後、上清を捨てることで菌体を洗浄した。この操作をもう一度繰り返し、最後に滅菌生理食塩水１　mLで菌体懸濁液を調製した。

共同研究企業である髙嶋酒造㈱で市販している甘酒「白隠正宗」を用い、甘酒100　mLに乳酸菌懸濁液１　mLを添加し、30℃で24時間発酵した。

試作した甘酒について、pH、乳酸量、香気成分を測定した。乳酸はUHPLCを用いて表１に示す条件で測定した。香気成分はGC-MSを利用して表２に示す条件で測定した。また、食品科職員及び共同研究企業職員で味と香りを評価し、意見交換をした。

表１　UHPLCによる乳酸の測定条件

区分	内容
装置	UHPLC：Acquity UPLC（Waters 社製）
カラム	Acquity HSST3　(2.1x100 mm, 1.8 μm) (Waters 社製)
溶離液	A　20 mM NaH_2PO_4 B　60 % acetonitrile
流速	0.4 ml/min
カラム温度	40℃
注入量	2 μl
検出波長	UV 210 nm

表２　GC-MSによる香気成分分析条件

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-5ms　(アジレント・テクノロジー㈱製) (長さ 60 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm)
カラムオーブン昇温条件	40℃（2 分）→8℃/min で昇温→250℃（2 分） 合計 30 分

2.4　代謝成分を指標とした乳酸菌の選抜試験

優れた甘酒用乳酸菌を特定の試料から探索できるようにする目的で、UHPLC-TOFMSを利用して甘酒用乳酸菌に特徴的な成分を探索した。UHPLC-TOFMSの分析条件を表３に示す。さらに、探索した指標をもとに、海水から新たに取得した乳酸菌92株について甘酒用乳酸菌を選抜した。

表３　UHPLC-TOFMSによる成分分析条件

区分	内容
装置	UHPLC－TOFMS：Acquity UPLC-LCTpremierXE (Waters 社製)
カラム	Acquity HSST3　(2.1x100 mm, 1.8 μm) (Waters 社製)
溶離液	A　0.1 % formic acid B　0.1 % formic acid / アセトニトリル
流速	0.3 mL/min
グラジエント	時間（min）　%A　%B 0　100　0 0.5　100　0 11　20　80
カラム温度	40℃
イオン源	ESI (POS/NEG)
Scan 範囲	50-1500 m/z
分離モード	TOF w-mode
キャピラリ	POS 3000 V　NEG 2800 V
コーン電圧	POS 30 V　NEG 50 V
温度	Desolvation 400 ℃　Corn 120 ℃
ガス流量	Desolvation 800 ml/min. Corn 800 ml/min.
RockMS	Leucine Enkephaline

2.5　甘酒の成分分析

甘酒用乳酸菌として選抜したIs332株を用いて、共同研究企業にて、製造規模で試作を実施した。この発酵甘酒の試作品について、アミノ酸、有機酸、ビタミンB群の成分分析を行った。

2.5.1　アミノ酸分析

甘酒試料２ mLにエタノール４ mLを加えてボルテックスミキサーでよく混合した。４℃で15分間静置後、1,700×gで15分間遠心分離を行った。この上清を、10 mLメスフラスコに１ mLとり、移動相で用いるクエン酸リチウム溶液で10 mLにメスアップした。0.22 μmフィルターでろ過をした後、HPLC（ポストカラム法）にて表４の条件で分析を実施した。

表４　HPLCによるアミノ酸分析条件

区分	内容							
装置	LC-20AD 一式（㈱島津製作所製）（LC-20AD×2 台、DGU-20A3、FCV-11AL、LC-10ADVP×2 台、DGU-14A、SIL-20AC、CTO-20A、RF-10AXL、CBM-20A）							
カラム	Shim-pack AMINO-Li（㈱島津製作所製）							
溶離液	アミノ酸分析用移動相キット Li 型 A 液、B 液、C 液（㈱島津製作所製）							
反応液	アミノ酸分析用反応液キット OPA 試薬（㈱島津製作所製）							
流速	0.6 mL/min							
グラジエント	時間（min）	%A	%B	%C	時間（min）	%A	%B	%C
	0.00	100	0	0	86.01	56	44	0
	16.00	100	0	0	105.00	49	51	0
	18.00	99	1	0	105.01	39	61	0
	22.50	99	1	0	109.00	32	68	0
	22.51	96	4	0	109.01	0	100	0
	50.00	94	6	0	137.70	0	100	0
	50.01	91	9	0	137.71	0	0	100
	64.00	91	9	0	142.70	100	0	0
	79.00	66	34	0	160.00	100	0	0
	86.00	66	34	0				
カラム温度	39℃							
検出波長	Ex 348 nm、Em 450 nm							
試料注入量	5 µL							

2.5.2　有機酸分析

甘酒500 μLをイオン交換水9.5 mLで希釈した。2,000×gで５分間遠心分離後、上清を0.22 μmフィルターでろ過をし、HPLCにて表５の条件で分析を実施した。

表５　HPLCによる有機酸分析条件

区分	内容
装置	LC-10ADVP（㈱島津製作所製）一式（LC-10ADVP×2 台、DGU-14A、SIL-10ADVP、CTO-10ACVP、SPD-10AV、SCL-10AVP）
カラム	Shodex RSpak KC-811（㈱レゾナック・ホールディングス製）
溶離液	4.8 mM HClO4 溶液
流速	0.8 mL/min
反応液	ブロモチモールブルー溶液
カラム温度	60℃
検出波長	440 nm
試料注入量	20 µL

2.5.3　ビタミンB群分析

分析はビタミンB2、ナイアシン（ニコチン酸相当量）、ビタミンB6、葉酸について実施し、（一財）食品分析開発センターSUNATECに依頼した。

3　結果および考察

3.1　甘酒用乳酸菌の選抜試験

今回の甘酒開発は、日本酒製造企業と共同で行った。日本酒の醸造において、火落ち菌と呼ばれる乳酸菌は日本酒の品質を低下させる。火落ち菌はアルコール耐性があることが知られている[2)]ことから、アルコール存在下で増殖しない乳酸菌を選抜した。海洋由来の60株について10％のアルコールを添加したMRS培地で培養した結果、アルコール存在下で増殖しにくい13株を選抜した（図１）。

選抜した13株を用いて発酵甘酒を試作し、pHと乳酸量を測定した結果を表６に示す。また、外部にて16SrDNA解析を実施して明らかになった菌株の属種を表６にあわせて記載する。Is46株、Is58株、Is59株で発酵した甘酒はpHの低下が鈍かった一方、Is105株、Is117株ではpHが大きく下がった。乳酸量を調べた結果、乳酸が多いほどpHが下がっていることが確認できた。実際に口にしてみると、pHの低下が鈍かったIs46株、Is58株、Is59株で発酵した甘酒は、発酵前の甘酒と違いがわずかであった。Is264株、Is266株で発酵した甘酒には、不快臭が感じられた。共同研究企業との相談の結果、雑味が出ず、はっきりとした酸味が付与できるIs105株、Is117株を甘酒用乳酸菌として選抜した。

表６　選抜した乳酸菌の種類と試作した甘酒のpH及び乳酸濃度

菌株番号	分離源	同定結果	pH	乳酸濃度 (% W/V)	香味の評価
未添加	—	—	5.4	—	—
Is 46	カジメ	*Ligilactobacillus animals*	4.8	0.043	△
Is 58	マクサ	*Weissella muntiaci*	5.0	0.045	△
Is 59	マクサ	*Weissella muntiaci*	5.2	0.052	△
Is 62	マクサ	*Leuconostoc mesenteroides*	4.0	0.248	△
Is 105	ヒラミル	*Lactiplantibacillus plantarum*	3.4	0.710	◎
Is 117	タンバノリ	*Lactiplantibacillus plantarum*	3.5	0.735	◎
Is 146	千本松海水	*Enterococcus mundtii*	4.6	0.100	△
Is 147	千本松海水	*Enterococcus mundtii*	4.6	0.110	△
Is 264	沼津海水	*Enterococcus hirae*	4.6	0.222	×
Is 266	沼津海水	*Enterococcus hirae*	4.4	0.236	×
Is 273	沼津海水	*Lactiplantibacillus plantarum*	4.0	0.445	○
Is 282	沼津海水	*Enterococcus hirae*	4.4	0.257	△
Is 303	沼津海水	*Enterococcus faecium*	4.6	0.267	△

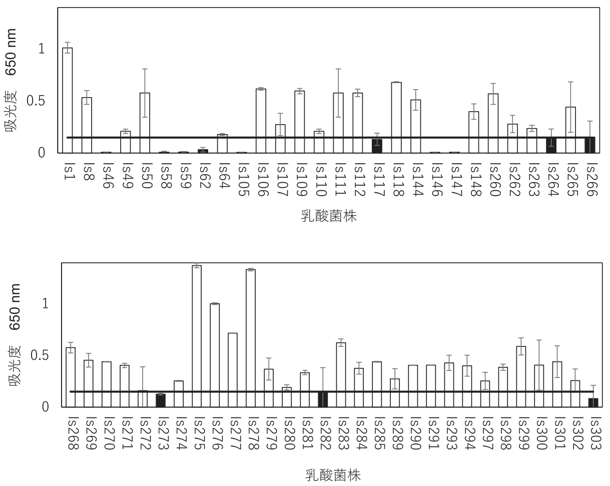


図１　10%アルコール存在下での乳酸菌増殖性評価

3.2　試作甘酒の香気成分分析

Is105株、Is117株で発酵した甘酒の特徴を知るために、結果および考察3.1にて試作した13種類の甘酒について、GC-MSによる香気成分分析を実施した。主成分分析の結果から、Is105株、Is117株で発酵した甘酒は、他の11種類の甘酒とは傾向が異なっていることが明らかとなった。特徴的な香気成分を図２に示す。3-Methylbut-3-en-1-ol、Tridecan-2-oneは果物様の香りがするとされており、2-Undecanoneは柑橘様の香りを持つ成分であることから、発酵甘酒に感じられるフルーティな香りにこれらの香気成分が関与していることが示唆された。また、ブルーチーズ様の香りである2-Heptanoneも増加しており、発酵食品様の香りを付与していると考えられた。

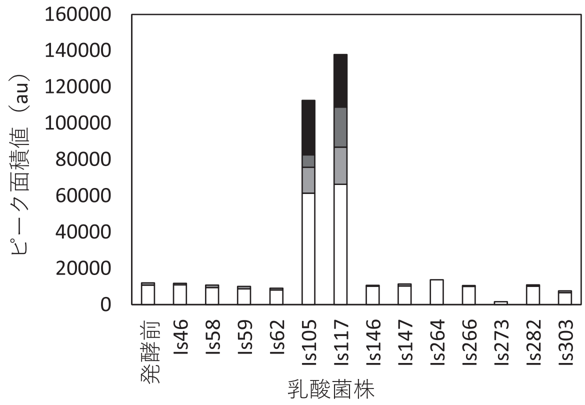
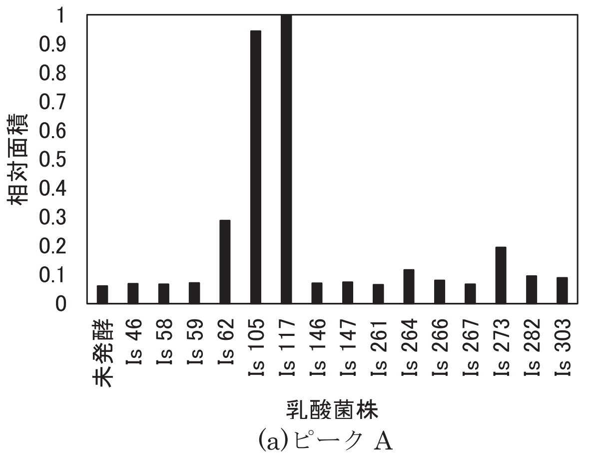


図２　乳酸菌Is105株、Is117株を用いた発酵甘酒で増加した香気成分

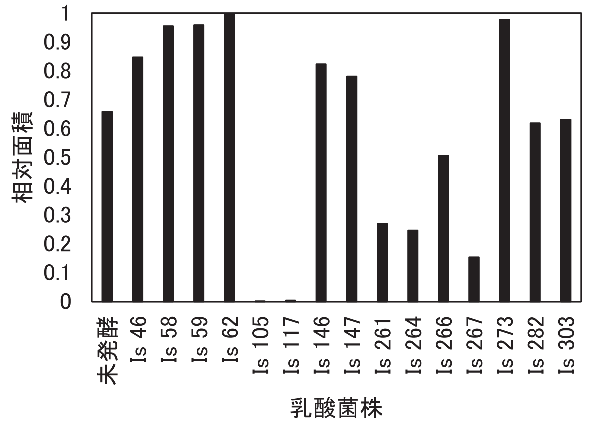
2-Heptanone、　Tridecan-2-one、
2-Undecanone、　3-Methylbut-3-en-1-ol

3.3　特徴成分を指標とした乳酸菌の取得

選抜したIs105株、Is117株は海藻から単離した乳酸菌であった。商品開発にあたり、共同研究企業近くの海水から同様の乳酸菌単離を試みた。乳酸菌を取得するにあたり、Is105株とIs117株に特徴的な成分をUHPLC-TOFMSにて分析した。およそ2,000ピークを検出し、主成分分析を実施することで、Is105株、Is117株で顕著に増加したピークAと、顕著に減少したピークBが得られた（図３）。このピークAとピークBについては同定には至っていない。次に、新たに県東部の海水から乳酸菌90株を単離して甘酒を発酵し、ピークAとピークBについて成分を分析したところ、ピークAが増加し、ピークBが減少する３株（Is315株、Is332株、Is363株）を得た（図４）。この３株について10%アルコール存在下での増殖試験を実施したところ、基準とした濁度を３株ともに下回り、増殖が抑制された（図５）。

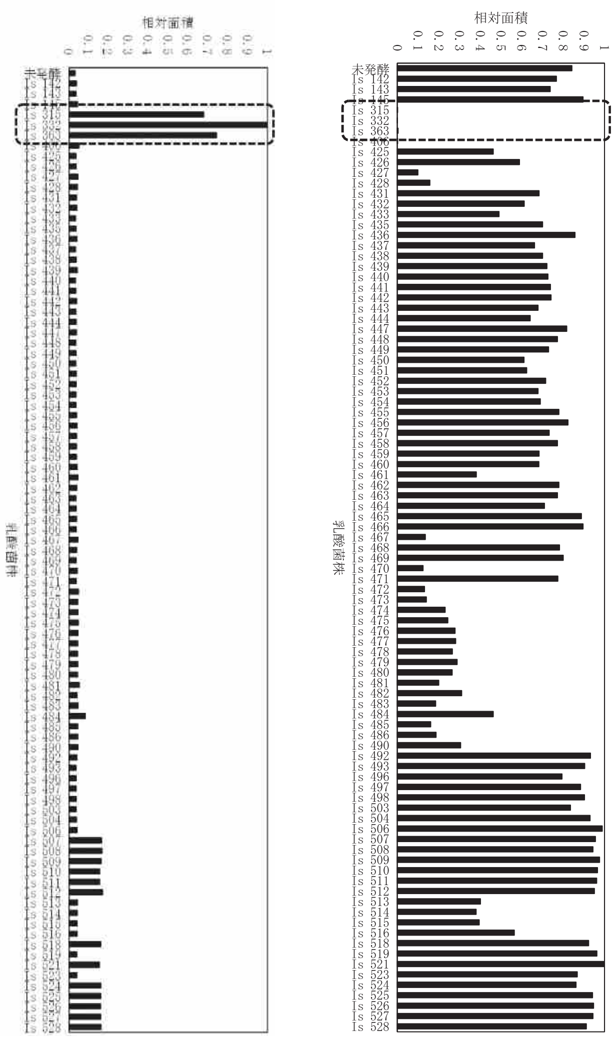


(a)ピーク A



(b)ピーク B

図３　甘酒用乳酸菌Is105株とIs117株に特徴的なピークの探索



(a)ピーク A　(b)ピーク B

図４　ピークAおよびピークBによる乳酸菌の選抜

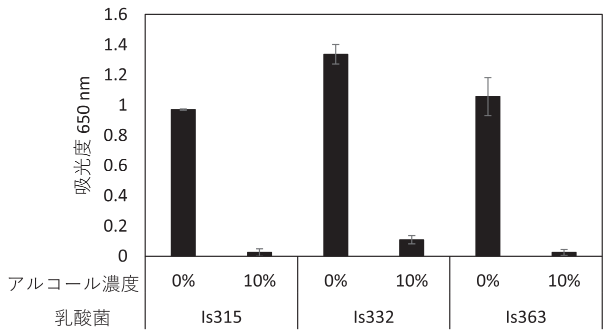


図５　選抜乳酸菌の10%アルコール添加培地での増殖抑制

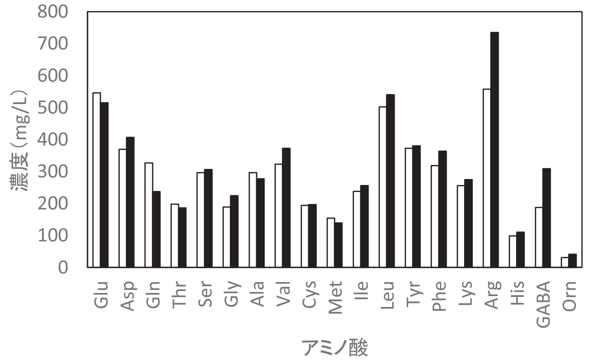


図６　甘酒中のアミノ酸含量

□甘酒（発酵前）　■発酵甘酒（乳酸菌Is332株使用）

3.4　製造規模で試作した甘酒の評価

共同研究企業にて製造ラインを利用した発酵甘酒の試作試験を行った。乳酸菌には、復帰突然変異試験とラット単回経口投与毒性試験の結果から安全性を確かめたIs332株を用いた。できあがった発酵甘酒について、成分分析を実施した。アミノ酸分析の結果、γアミノ酪酸（GABA）が増加していた。GABAはグルタミン酸脱炭酸酵素によりグルタミン酸から合成される。血圧低下作用やストレス軽減作用が知られている[3,4]。

有機酸の測定結果について図７に示す。乳酸菌による発酵のため、乳酸が著しく増加した。酢酸は2.5倍程度増加し、コハク酸も1.6倍程度増加した。一方で、クエン酸は減少した。これまでにTCA回路が不完全な *Lactiplantibacillus plantarum* でコハク酸が蓄積する可能性が報告されていることから[5]、今回使用した乳酸菌の代謝経路においてもコハク酸の代謝が弱く蓄積している可能性が考えられた。

麹甘酒にビタミンB群が含まれていることや、乳酸菌発酵によりビタミンB群の量が変化することが報告されていることから[6,7]、ビタミンB2、ナイアシン（ニコチン酸相当量）、ビタミンB6、葉酸の４成分について分析を依頼した。表７に示したように、今回の発酵甘酒ではビタミンB2は検出限界以下であった。ナイアシン、ビタミンB6、葉酸については発酵前後での変化は見られなかった。

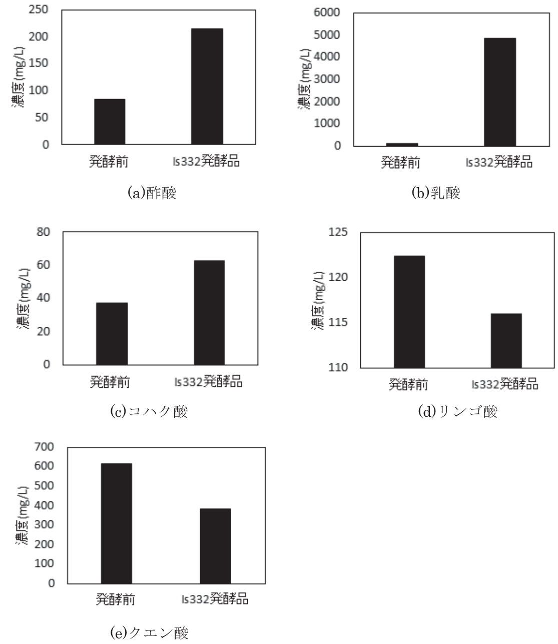


図７　甘酒の乳酸菌発酵における各有機酸の濃度変化

表７　乳酸菌発酵前後の甘酒中のビタミンB群

成分	甘酒（発酵前）	発酵甘酒（Is332 株使用）
ビタミン B2	N.D.	N.D.
ナイアシン	0.16 mg/100g	0.17 mg/100g
ビタミン B6	0.021 mg/100g	0.019 mg/100g
葉酸	6 μg/100g	5 μg/100g

4　まとめ

甘酒用乳酸菌としてIs105、Is117、Is315、Is332、Is363の５株を選抜した。いずれも *Lactiplantibacillus plantarum* であり、10%アルコール存在下では増殖が抑制された。これらの株による発酵甘酒は、雑味がなく酸味が強くフルーティな香りが付与された。

参考文献

１）倉橋敦：美味しいだけじゃない我が国の伝統甘味飲料「麹甘酒」. 日本家政学会誌, 74 (2), 101-106 (2023).

２）Koji S. et al. ：Sake and Beer Spoilage Lactic acid bacteria. Journal of the Institute of Brewing, 114 (3), 209-223 (2008).

３）吉川弥里　他：GABAの血圧降下作用に対す

る系統的レビューおよびメタアナリシス．就実大学薬学雑誌， 7， 1-9 (2020).
4）藤林真美　他：GABA経口摂取による自律神経活動の活性化．日本栄養・食糧学会誌，61 (3)， 129-133 (2008).
5）佐藤英一　他：代謝改変を利用した *Lactobacillus plantarum* によるコハク酸生産．　日本食品保蔵科学会誌，　34 (2)，　59-64 (2008).
6）倉橋敦　他：麹甘酒に含まれる成分について．日本醸造協会誌，112 (10)，668-674 (2017).
7）Yoshifumi O. et al.：Metabolite profile of koji amazake and its lactic acid fermentation product by *Lactobacillus sakei* UONUMA．Journal of Bioscience and Bioengineering，124 (2)，173-183 (2017).

県産材の屋外使用に向けた防腐・防蟻処理技術の開発

― ホウ酸系薬剤の浸透性向上と溶脱防止処理 ―

工芸科　　菊池圭祐*　村松重緒　田村克浩
エイ・エフ・エム・ジャパン株式会社　　山下典子

Preservative and termiticidal treatment methods for outdoor use on Shizuoka prefectural lumber

- Treatment to improve penetration of boric acid chemicals and prevent leaching -

KIKUCHI Keisuke, MURAMATSU Shigeo, TAMURA Katsuhiro and YAMASHITA Noriko

Shizuoka Prefecture is promoting the revitalization of local industry by increasing the use of prefectural lumber. The use of wood contributes to proper forest management and a decarbonized society. In particular, outdoor use such as exteriors, where metal materials are often used, will lead to the increased use of wood. However, sugi and hinoki, which are the main timbers produced in Shizuoka Prefecture, need to be impregnated with wood preservatives (chemicals) because they are not durable enough for outdoor use if untreated.

Under these circumstances, we are developing a simple preservative treatment available to small and medium-sized companies using chemicals that do not require pre-drying or decompression/pressure injection treatment. In this report, we examined improvements to the penetration of boric acid-based chemicals into wood and techniques to control chemical leaching. Although polyethylene glycol complexed with disodium octaborate tetrahydrate (DOT) improved the penetration of DOT into wood, its resistance to leaching was very low. Therefore, silicone rubber emulsion was used to add water repellency to the wood surface, and it was found that the leaching of DOT could be inhibited.

keywords : Prefectural wood, Preservative and termiticidal treatment, Disodium octaborate tetrahydrate, DOT, Leaching

静岡県は、県産材の使用率向上による“地域産業の活性化”を進めている。木材を使用することは、森林の適正管理や脱炭素化社会にも貢献する。特に、アルミ等金属材料が多用されているエクステリアなどの屋外利用分を代替すれば、木材使用拡大につながる。しかしながら、県産材の中心となるスギやヒノキは、そのままでは屋外使用に対する耐久性が低いため木材保存剤（薬剤）を含浸する必要がある。このような中、我々は木材の事前乾燥や減圧加圧注入が不要な薬剤を用いて「中小事業者でも処理できる簡易な防腐・防蟻処理」の開発を進めている。本報では、「ホウ酸系薬剤の木材内部への浸透性向上」と「薬剤の溶脱を抑制する技術」を検討した。八ホウ酸二ナトリウム四水和物（DOT）にポリエチレングリコールを複合化することで木材への浸透性が向上したが、耐溶脱性は非常に低かった。そこで、シリコーンゴムエマルジョンを用いて木材表面への撥水性を付与したところ、DOTの溶脱を抑制できることが明らかとなった。

キーワード：県産材、木材保存、八ホウ酸二ナトリウム四水和物、DOT、溶脱

* 現　環境エネルギー科

1　はじめに

静岡県は、全国的にも豊富な人工林を有し、その約９割が木材利用の適齢期である40年を超えている。しかし、木材利用は低調であり、林業生産活動は停滞し、森林の有する多面的機能の低下が懸念される状況となっている。このような現状において、県産材の需要を拡大することは、林業の再生と森林の適正な整備・保全につながり、山村をはじめとする地域経済の活性化に加え、森林の有する多面的機能の持続的な発揮に資するものである[1)]。

木材利用率を向上させるため、近年は屋外使用が注目されており、外構部の木質化に対する国の支援事業等も立ち上がっている。木材を屋外で使用する際には、腐朽やシロアリ対策のため、木材保存剤を含浸させる防腐防蟻処理が必要である。従来の防腐防蟻処理では、乾燥機や圧力釜、インサイジング機を要し[2)]、設備の整った所でしか行えない。

そこで我々は、木材への拡散浸透性に優れるホウ酸系薬剤を用いることで、特別な設備を要しない「中小事業者でも処理できる簡易な防腐防蟻処理」の開発を進めている。ホウ酸系薬剤は、一般的に雨水によって木材から溶脱してしまうため、屋外使用には適用できないとされている。本研究では、「木材への拡散浸透性をさらに向上させたホウ酸系薬剤の溶脱性の評価」と、「耐溶脱性を改善するための溶脱防止処理」を検討したので報告する。

2　方法

2.1　試験片の作製

JIS K 1571に準拠し、防腐試験用（木口面：５mm×20mm、板目面：５mm×40mm、柾目面：20mm×40mm）および防蟻試験用（木口面：10mm×10mm、板目面：10mm×20mm、柾目面：10mm×20mm）の試験片を作製した。防腐試験用の試験片は、エポキシ樹脂（ネオゴーセー#6000、神東塗料株式会社）を木口面に塗布して塞いだ。試験片は室温20°C・相対湿度65%（恒温恒湿条件）に設定した部屋で７日以上養生した。

2.2　薬剤処理

薬剤として、八ホウ酸二ナトリウム四水和物（DOT）を用いた。DOT単独使用（DOTのみ）と、ポリエチレングリコール（PEG）との複合化使用（DOT＋PEG）の２条件を検討した。PEGは一般的に木材の寸法安定剤として用いられ、乾燥時の木材繊維間の収縮を抑制する作用があることが知られている[3)]。ここでは、PEGによって木材繊維間が広がっている状態を維持することで、DOTをより内部まで拡散させることを目的に複合化した。DOTのみは、ティンボアPCO®（株式会社エコパウダー）をイオン交換水に溶解し約15wt%の濃度になるよう調製した。DOT＋PEGは、DOT：PEG＝40：60の重量比で複合化されているボラケア®（ナイサス社）をイオン交換水で４倍希釈（体積比）して用いた（DOT濃度としては約13wt%）。調製した薬剤に、2.1で作製した試験片を含浸し、試験片１㎡あたり110±10gの吸収量となるよう処理し（防腐試験用は木口以外の面積で計算）、恒温恒湿条件で７日以上養生した。

溶脱防止処理に用いる薬剤として、ナフテン酸銅系薬剤（QNAP®、ナイサス社）、シリコーンゴムエマルジョン（ウッドエイドライト®、日本マテリエイド株式会社）、亜鉛酸化物系薬剤（WA-F®、日本マテリエイド株式会社）を採用し、それぞれDOT処理済み試験片に対し、表面１㎡あたり25～35gの吸収量となるよう刷毛で塗布した。

以降、上記溶脱防止処理を施したサンプル名を順に+Cu、+Si、+Znと示す。

2.3　溶脱操作

JIS K 1571に準拠し、試験片をその体積の10倍量のイオン交換水に浸せきし、室温で５時間静置した。その後、試験片を取り出し表面を軽く拭き、40°Cの恒温槽で19時間以上乾燥した。この操作を10回繰り返した後、試験片を60°Cの恒温槽で48時間以上乾燥した。10回の溶脱操作で得られた溶脱液は、以降のICP分析に用いた。

2.4　DOTの含浸状況と耐溶脱性の評価

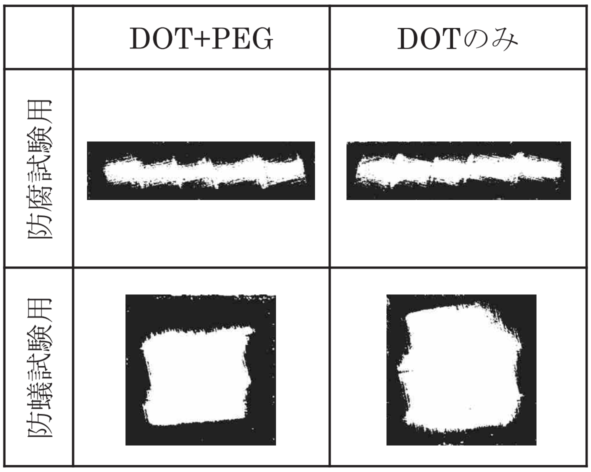
試験片の長手中央の断面を切り出し、これをDOT含浸状況の観察に用いた。JAS 1083に準拠して、クルクミンエタノール溶液（黄色）とサリ

チル酸を飽和させた塩酸（無色）を調製し、それぞれ順に試験片断面に噴霧してDOTが存在している部分を赤色に呈色させた。呈色させた面をスキャンしてデジタル画像を取り込み、二値化（赤色が黒、黄色が白）することで赤色部分の面積を算出した。面積算出は５本ずつ行い、比較には平均値を用いた。

溶脱操作で得られた10回分の溶脱液については、ICP発光分光分析装置（Avio 500、株式会社パーキンエルマージャパン）を用いてホウ素濃度を測定し、DOTの耐溶脱性を評価した。

３　結果および考察

図１に、DOTのみ及びDOT+PEGの溶脱操作前の呈色試験の結果を示す。ここではDOTの浸透度が平均に近いものを代表として載せた。防腐試験用、防蟻試験用ともに、防腐試験用では僅かな差であるが、DOT+PEGの方がDOTのみに比べて内部まで浸透している様子が確認できる。



※黒い部分にDOTが存在

図１　溶脱操作前のDOTの含浸状況

浸透度を数値化し、それらの平均値と標準偏差を図２にまとめた。防腐試験用、防蟻試験用ともに、PEGを複合化することにより、DOTのみに比べて防腐試験片では７％、防蟻試験片では36％浸透度が向上した。2.2に記載したPEG複合化の効果が予想通りに現れたと考えられる。

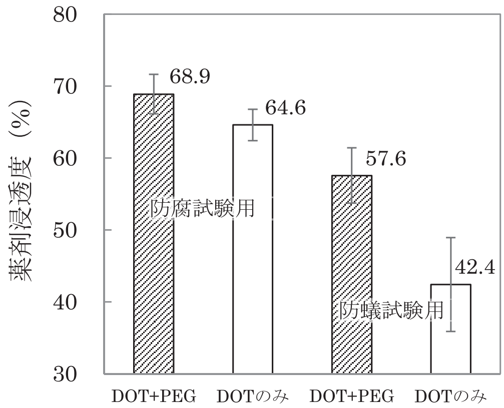


図２　木材へのDOT浸透度の比較

一方、10回の溶脱操作後の呈色試験の結果は、赤く呈色した部分が存在しなかった。溶脱液中のホウ素濃度を分析した結果を図３に示す。防腐試験用、防蟻試験用ともに１回目の溶脱液のホウ素濃度が非常に高く、２回目以降はほぼ平坦なグラフとなったことから、１回の溶脱操作でほとんどのDOTが溶脱したことが示唆された。

溶脱防止処理を施した試験片の断面呈色の様子を図４に示す（比較として溶脱防止処理を施していないDOT+PEGを記載した）。

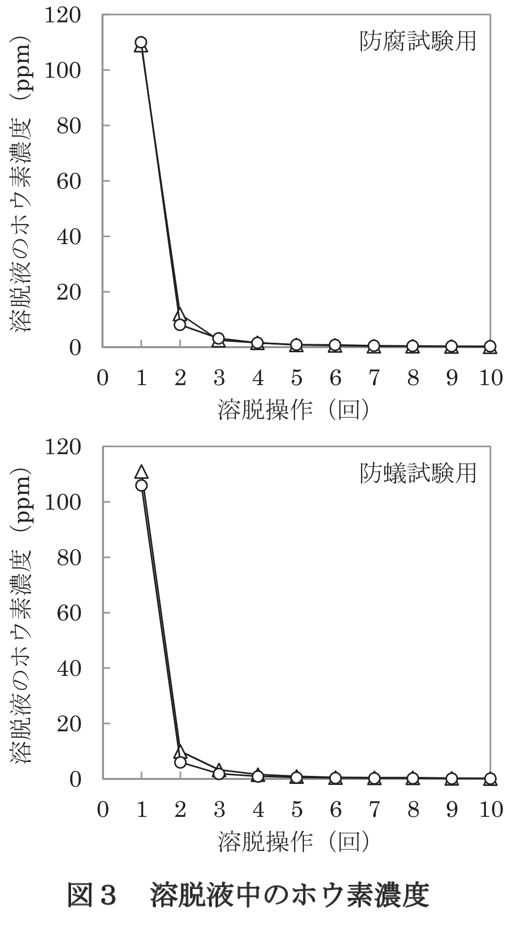


図３　溶脱液中のホウ素濃度

+Cuは表面付近にDOTが残存していたが、部分的に溶脱している所も確認された。+Cuにより溶脱を抑制できる可能性が示唆されたが、実際に処理した木材は青色に着色し、ナフテン臭も強く木質感が失われていたため、人が触れるような場所への実用には適さないと判断された。

+Siは広範囲でDOTの存在が確認されたが、表面付近が少ない状態となっていた。二値化すると白黒で境界が区切られてしまうが、実際には微かに赤色も含まれているような色であったため、表面付近にもDOTは残っていると推察される。+Siはシリコーンゴムによる撥水効果を付与するため、表面で溶脱が進んでいた部分は撥水膜の欠陥の可能性がある。

+Znは、+Cuや+Siよりも白い部分が多く、DOTの溶脱を抑制する効果が比較的小さいことが伺える。+ZnはDOTと反応して水に不溶なホウ酸亜鉛（防腐防蟻効果もある）を形成するが、今回は反応が十分に進行しなかった可能性があり、処理温度を上げるなどの対策が必要である。

上記のほか、+Siと+Znを組み合わせた処理（+Si→+Znと+Zn→+Si）も検討し、それぞれDOTの存在が断面全体に亘って確認された。

図５に溶脱液のホウ素濃度から推定した試験片中のDOT残存率を示す。
いずれのグラフも溶脱操作１回目で52～87wt%のDOTが溶脱し、その後は変化が小さかった。１回目の溶脱量の違いが10回後のDOT残存率に大きく影響していると考えられる。10回の溶脱操作後のDOT残存率は、+Znが12wt%、+Siが28wt%であった。+Siと+Znの組合せ処理は、+Si→+Znが28wt%、+Zn→+Siが21wt%となり、+Siと同程度であった。呈色試験では+Siより+Siと+Znの組合せ処理の方がDOTの残存が広範囲で確認されたが、呈色試験による評価はあくまでも一断面を見ているに過ぎず、ICP分析によるDOT残存率は試験片全体の残存率を表していると考えられる。また、+Siと+Znの組合せ処理においては、+Zn→+Siの方が不溶物形成→撥水コートという処理手順になるため、耐溶脱性をより向上できると予想していたが効果が薄れるという結果となった。

以上の結果から、+Siは耐溶脱性を向上させる効果が最も大きいと考えられる。さらなる性能向上には、２回塗布するなど撥水膜の質を高める検証が必要である。

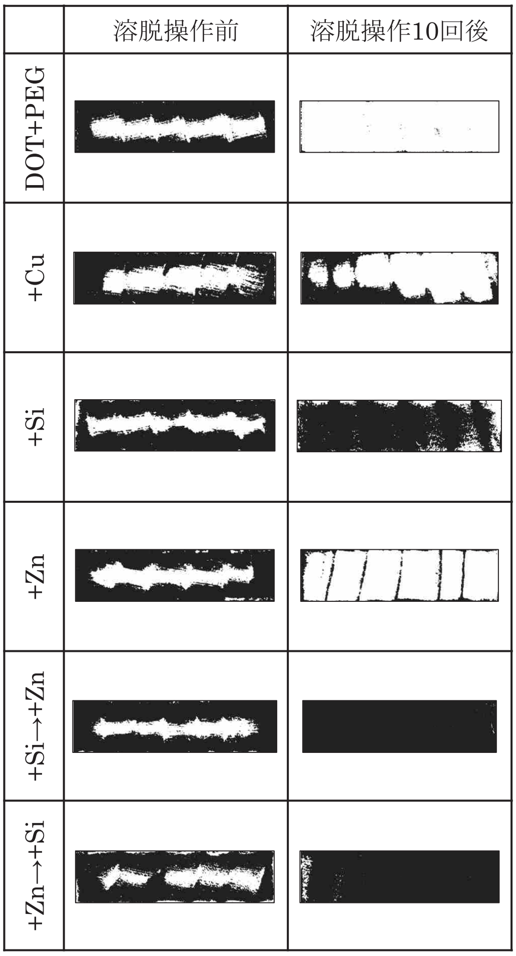


図４　溶脱防止処理によるDOT残存効果

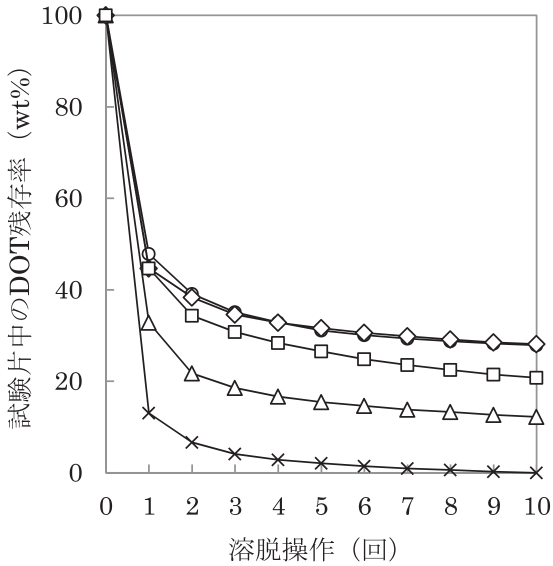


図５　試験片中のDOT残存率

◇：+Si→+Zn、○：+Si、□：+Zn→+Si
△：+Zn、×：DOT+PEG

4　まとめ

ホウ酸系薬剤（八ホウ酸二ナトリウム四水和物(DOT)）の木材への浸透性向上のため、ポリエチレングリコール（PEG）複合化を行った。またDOTの耐溶脱性を改善するため、木材表面への溶脱防止処理を検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

・PEGを複合化することで、DOTの木材浸透度が防腐試験片では７%、防蟻試験片では36%向上した。

・PEGの複合化によるDOTの耐溶脱性向上は見込めなかった。

・撥水力を有するシリコーンゴムエマルジョンを木材表面に処理することで、溶脱操作10回後においてDOTの溶脱を28wt%抑制できた。

参考文献

１）木材需要拡大庁内会議：“ふじのくに”公共建築物等木使い推進プラン（2018.3公表）

２）蒔田章：木材・木質材料の加圧式保存処理方法．木材保存，42（３），138-144（2016）．

３）石丸優：PEGと木材のはなし．木材保存，19（５），2-16（1993）．

非接触表面形状測定機における傾斜面の粗さ測定性能

― 光干渉計と共焦点顕微鏡の測定誤差の評価 ―

照明音響科　　柳原　亘　豊田敏裕
浜松工業技術支援センター　光科　　中野雅晴

Slope measurement performance of roughness for non-contact surface profilers

- Evaluation of measurement errors for a coherence scanning interferometry and a confocal microscopy -

YANAGIHARA Wataru, TOYOTA Toshihiro and NAKANO Masaharu

keywords : coherence scanning interferometry, confocal microscopy, slope, roughness

光干渉計と共焦点顕微鏡は、非接触かつ高分解能であり、工業部品の粗さ測定に利用されている。測定面は測定光学系に対して水平に設置することが望ましいが、粗さ測定値に対する測定面の傾きの影響は明らかではない。本研究では、両測定機における、傾斜した測定面に対する粗さ測定値への影響を評価した。

粗さ標準片を０～15度（５度刻み）に傾けた際の標準片の表面粗さを測定した。粗さパラメーターRaは、光干渉計の方が測定面の傾きの影響を受けにくいことがわかった。RΔqは、粗さの大きさによって、測定面の傾きが大きくなると、光干渉計の誤差が極端に大きくなることがわかった。また、RSmは、測定面の傾きの影響が少なかった。

キーワード：光干渉計、共焦点顕微鏡、傾斜面、粗さ

１　はじめに

光干渉計と共焦点顕微鏡は、非接触かつ高分解能であり、金型や樹脂部品の粗さ測定に利用されている。両測定機は、測定面からの反射光を検知しており、測定面は測定光学系に対して水平にすることが望ましい。しかし、工業部品の測定では、測定面を傾けたまま測定する場合や、ヘアラインなどのように測定面の法線が離散的に変化している場合も少なくない。

本研究では、光干渉計と共焦点顕微鏡について、粗さ標準片を使い、傾けた測定面に対する粗さを対象に、粗さパラメーターの大きさによって測定面の傾きに対する誤差量が変わる結果を得たので報告する。

２　方法

表１に評価に使用した測定機を示す。

試料は周期的な断面波形で構成されている7種類の粗さ標準片とした（図１）。測定装置の試料台に設置されたゴニオステージ上に標準片を設置し、ステージが水平の状態を０度とし、標準片を５度，10度，15度に傾けた状態で測定した（図２）。測定した三次元曲面から二次元断面曲線を抜き出し、断面曲線の平均線が水平になるように傾きを補正した。測定長さは0.8mmとし、JIS B 0633:2001の規定に沿ってλcフィルタ、λsフィルタを決定した。得られた粗さ曲線から粗さパラメーターRa（算術平均粗さ：山谷の高さ方向の大きさの平均)、RΔq（二乗平均平方根傾斜：山谷の傾きの大きさの平均)、及びRSm（平均長さ：山谷の幅の大きさの平均）を算出した。測定値は５ラインの二次元断面曲線から算出した粗さ結果の平均値とした。

表１　測定機の概要

	光干渉計	共焦点顕微鏡
メーカー及び型式	アメテック㈱ テーラーホブソン事業部 Talysurf CCI HD XL	レーザーテック㈱ OPTELICS HYBLID L7
高さ測定の スケール分解能	0.01nm	0.1nm
使用した対物レンズ (100倍)の開口数	0.7	0.9

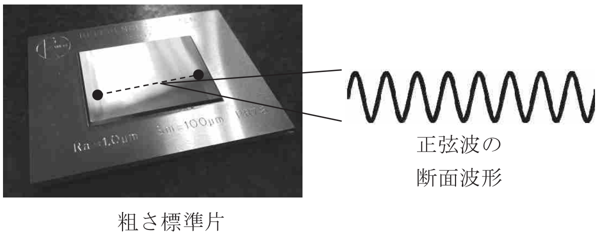


図１　粗さ標準片の断面波形

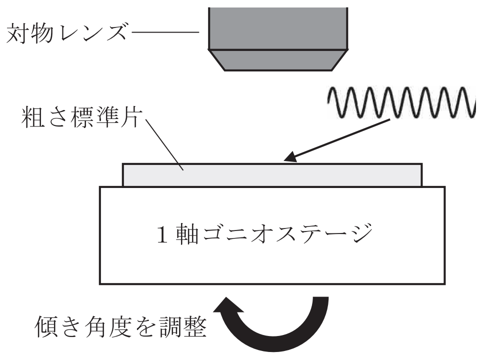


図２　表面粗さ測定時の試料の姿勢

測定誤差は、基準値に対する、測定値と基準値との差分のパーセント比とした（測定値と基準値が一致した場合は０％となる）。なお、触針式粗さ計を用いて水平の姿勢で測定した粗さパラメーターを基準値とした。

３　結果および考察

Raの測定誤差については、光干渉計の方が少なかった（図３）。光干渉計の方が高さ方向の測定分解能が高く、Raに対する測定ノイズの影響が小さいことに起因すると考える。RΔqの測定誤差については、粗さが比較的小さいRΔq3.6度までは光干渉計の方が誤差が小さいが、RΔq4.0度と7.5度では測定面の傾きが大きい時に光干渉計の誤差が極端に大きくなった（図４）。これは、光干渉計の対物レンズの開口数が共焦点顕微鏡より小さいことに起因して、測定データのS/Nが低下し、測定ノイズが粗さプロファイルの局所傾斜を計算するRΔqの結果に影響したためであると考える。一方、RSmの測定誤差は、測定機の違いはほとんどなく、かつ、測定面の傾きに対しても堅牢な測定が可能であることがわかった（図５）。

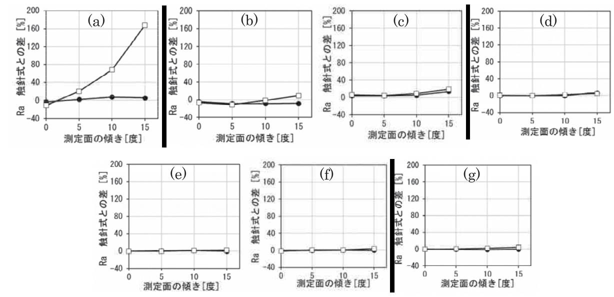


図３　粗さパラメーターRaの測定誤差結果

●：光干渉計　□：共焦点顕微鏡

(a)Ra0.02μm (b)Ra0.1μm (c)Ra0.44μm (d)Ra0.5μm (e)Ra1.0μm (f)Ra3.0μm (g)Ra6.3μm

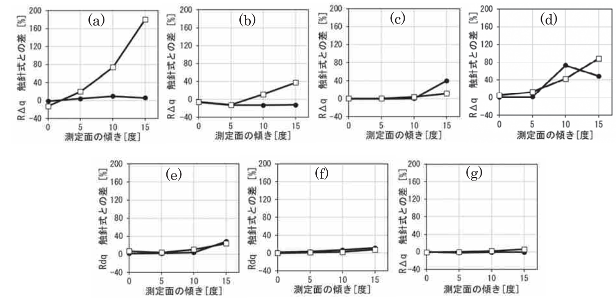


図４　粗さパラメーターRΔqの測定誤差結果

●：光干渉計　□：共焦点顕微鏡

(a)RΔq2.7度(b)RΔq3.6度 (c)RΔq4.0度 (d)RΔq7.5度 (e)RΔq11.7度 (f)RΔq13.6度 (g)RΔq18.2度

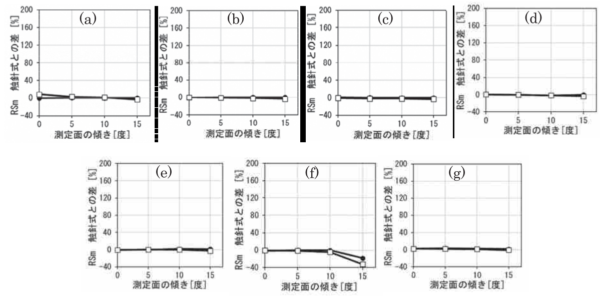


図５　粗さパラメーターRSmの測定誤差結果

●：光干渉計　□：共焦点顕微鏡

(a)RSm2.5μm(b)RSm10.0μm (c)RSm15.1μm (d)RSm50.0μm (e)RSm94.6μm (f)RSm101.8μm (g)RSm131.3μm

４　まとめ

光干渉計と共焦点顕微鏡において、測定面の傾きが測定誤差に影響することを定量的に示した。今回対象としたRa0.02μm～6.3μmの範囲において、検査対象の部品を評価するための有用な指標とすることができる。

物体表面凹凸の違いが反射特性に与える影響

照明音響科　　田代知範*

Effects of different surface roughness on reflection characteristics

TASHIRO Tomonori

keywords : Optical simulation, Reflection characteristics, Surface texture

コミュニケーションライティングによる投影図形の品質評価のために、物体表面の凹凸の違いが光の反射特性に与える影響を光学シミュレーションにより検討した。正方形タイル状の凹凸モデルに対し、円形スポット光の入射角を変えながら、反射光の広がりを比較したところ、凹凸が細かくなるほど反射特性に歪みが生じることが示された。また、光が路面により平行に入射する場合、その影響が大きくなることも示された。本研究により、コミュニケーションライティングによる投影像の評価では、物体表面の凹凸の違いによる反射特性の歪みを考慮する必要があることが明らかとなった。

キーワード：光学シミュレーション、反射特性、表面性状

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、運転者や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、スクリーンとなるアスファルト表面の反射特性を正確に把握する必要がある。アスファルト表面は多様性に富むため、オンサイトでの実測により反射特性を求めることが望ましいが、技術的に困難である。そこで本研究では、機能性によって異なる路面表面の凹凸の違いに着目し、アスファルト表面の反射特性を光学シミュレーションにより予測することが可能かどうかを検討した。

2　方法

2.1　凹凸モデルの作成

最も単純な凹凸パターンとして正方形のタイル状の凹凸モデルを３Ｄ作成ソフトBlenderのディスプレイスメントマッピング機能により作成した。正方形一辺の長さを２mmから200mmと平面Flatの計11パターンとし、凹凸の出現パターンはランダム、最大最小高さおよび平均高さは全ての条件で同じに設定した（図１）。

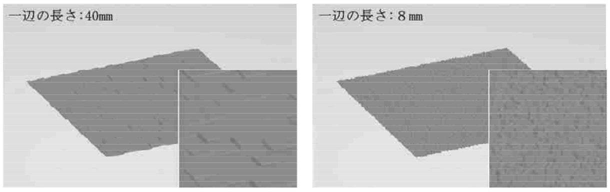


図１　凹凸モデルの例

2.2　シミュレーション条件

光学シミュレーションソフトウェア Lumicept を使用して、モンテカルロ法による光線追跡を実施し３次元空間内の光の挙動を計算した。拡散反射率20％のみを持つ凹凸モデルに対し、ビーム径が50mmの円形ビーム光源を０度、45度、85度で入射させ、反射光の強度を極座標系における鉛直角 θ ＝０～90度、水平角 ϕ ＝０～360度を１度間隔で取得した（図２）。

＊ 退職

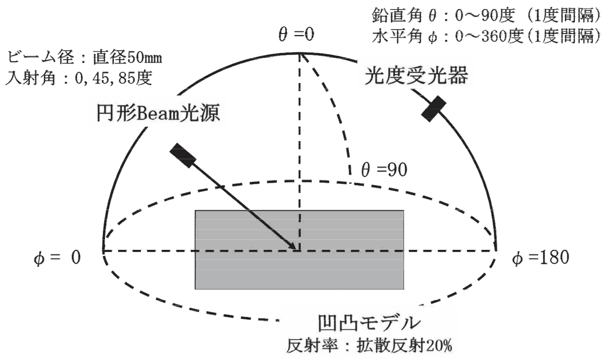


図２　シミュレーション環境

３　結果と考察

本研究では、入射光と反射光が同一平面上にある場合を対象とし、反射光の広がりを検討する(鉛直角θ＝０～90度、水平角φ＝０、180度)。Flat および一辺の長さが40mm、８mmの時のシミュレーション結果を図３に示す。Flat条件の場合、入射光の入射角が変化しても反射特性に変化は見られなかった。一方、凹凸モデルの一辺の長さが短くなると、入射光の入射角度に応じて反射特性に歪みが生じることが明らかとなった。反射特性の歪みをグラフの左右の面積差と定義し、一辺の長さとの定量的関係性を図４に示す。結果より、一辺の長さが短くなると反射特性の歪みが大きくなることが分かった。また、入射光の入射角が浅くなると、その変化の割合が大きくなることも分かった。以上のことから、物体表面の凹凸の違いは反射特性に歪みを生じさせ、入射光の入射角の違いによって影響が変化することが明らかとなった。

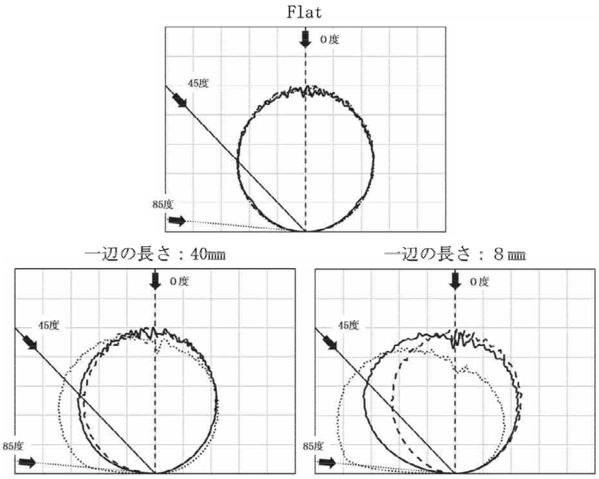


図３　シミュレーション結果

入射光方向および各入射角度に対する反射光の広がりを、０度は点線、45度は実線、85度はドット線でそれぞれ示す

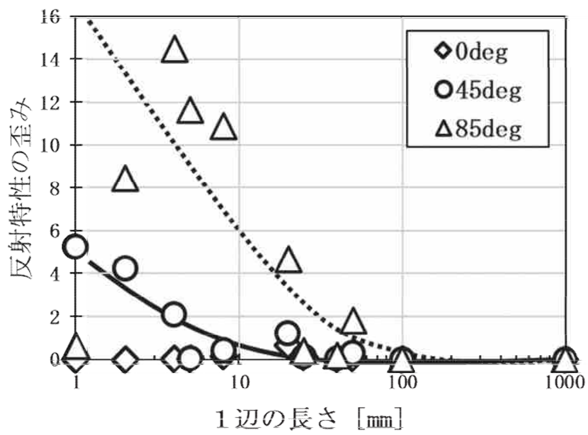


図４　反射特性の歪みと一辺の長さとの関係

◇は入射角度０度、○は入射角度45度、△は入射角度85度をそれぞれ示す

４　まとめ

物体表面の凹凸が細かくなるほど反射特性に歪みが生じることが分かった。また、光が路面により平行に入射する場合、その影響が大きくなることも明らかとなった。今後は、アスファルト路面を模擬した様々な凹凸パターンに関しても検討していく。

ピクトグラムを投影可能なマイクロプリズムアレイの開発

― 投影能力と金型作製の実証 ―

工業技術研究所　　照明音響科　豊田敏裕　栁原　亘
浜松工業技術支援センター　光科　　志智　亘　中野雅晴

Development of micro-prism arrays for pictogram projection

- Demonstration of projection capability and mold making -

TOYOTA Toshihiro, YANAGIHARA Wataru, SHICHI Wataru and NAKANO Masaharu

keywords : Micro-prism array, image projection, communication lighting, additive manufacturing

路面にピクトグラムを投影する「コミュニケーションライティング」は、人とクルマの円滑な意思疎通に役立つ次世代の車載照明機能である。ピクトグラムを投影可能なマイクロプリズムアレイ（MPA）とその金型の試作に成功したので、それらの結果を報告する。

MPAは光造形により試作した。そして、熱ナノインプリント成形を想定した金型は精密電気鋳造により試作した。試作したMPAのピクトグラムの投影能力と、試作したMPAと金型の形状精度（マイクロプリズムの傾斜面の傾き）と表面粗さを評価した。

その結果、MPAにピクトグラムを投影する能力があること、その量産に必要な金型は精密電気鋳造により作製可能であることを明らかにした。

キーワード：マイクロプリズムアレイ、映像投影、コミュニケーションライティング、付加製造

1　はじめに

路面にピクトグラムを投影する「コミュニケーションライティング」は、人とクルマの円滑な意思疎通に役立つ次世代の車載照明機能である。ピクトグラムを投影可能なマイクロプリズムアレイ（MPA）とその金型の試作に成功したので、それらの結果を報告する。

2　方法

体積が１㎣未満のMPAは、マイクロプリズムを配列した構造で、単一光源からの光を複数の微小光源に分割する機能を持つ。マイクロプリズム群の傾斜を制御して微小光源の光軸を操作し、スポット光の集合でピクトグラムを描画する。

MPAは光造形により試作した。そして、熱ナノインプリント成形を想定した金型は精密電気鋳造により試作した。試作したMPAのピクトグラムの投影能力と、試作したMPAと金型の形状精度（マイクロプリズムの傾斜面の傾き）と表面粗さ（Sa）を評価した。

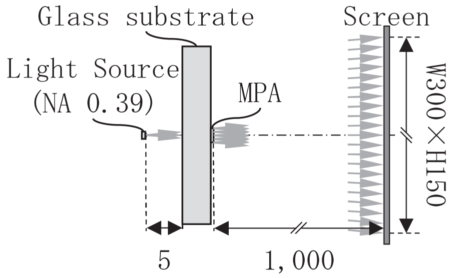
一連の実証には、ピクトグラムを投影できるよう設計された、一辺が0.1mm、高さが数十μm程度のマイクロプリズム群（横20個×縦20個）からなるMPAモデル（図１）を用いた。

2.1　MPAの試作

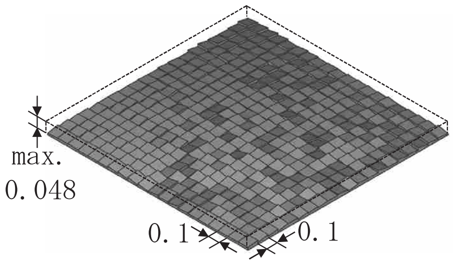
造形には光造形装置（MultiPhoton Optics GmbH製LithoProf3D-GSII）を用いた。光学特性と機械特性に優れたハイブリッドポリマー（micro resist technology GmbH製OrmoComp）を用いて、光学ガラス基板上にMPAを造形した。

2.2　金型の試作

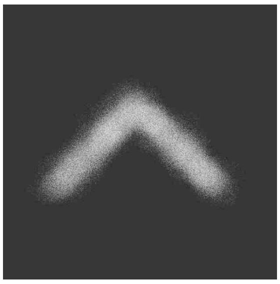
精密電気鋳造により金型を試作した。原盤には、導電膜処理された、2.1で試作したMPAを用いた。



（ア）光学配置



（イ）表面構造



（ウ）予測投影像

図１　MPAモデル

図中の数値の単位はmm。MPAから1,000mm先のスクリーン上の横300mm×縦150mmの範囲にブーメランシェイプを投影するよう設計されたモデル。

2.3　MPAと金型の評価

試作したMPAで投影されたピクトグラムはデジタルカメラで撮影した。MPAと金型の形状はハイブリッド共焦点顕微鏡（レーザテック製OPTELICS HYBRID L7）、表面粗さは白色干渉顕微鏡（AMETEK製CCI HD XL）を用いて測定した。

3　結果

ピクトグラムを投影できるMPAとその金型が試作できた。

3.1　MPAの試作

写真１に、試作したMPAの一部を拡大した顕微鏡写真を示す。写真２に示す通り、試作したMPAは、設計（図１）と同等のピクトグラムを投影できた。

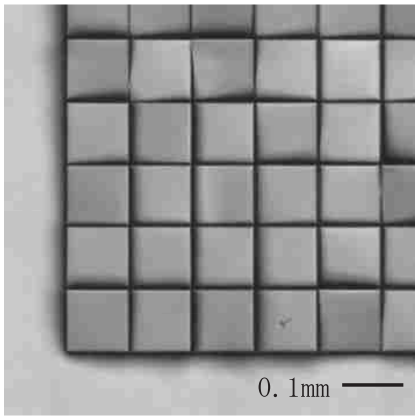


写真１　試作したMPAの顕微鏡写真

試作したMPAの表面の一部を拡大した顕微鏡写真。不規則に傾斜するマイクロプリズム群が造形されている。

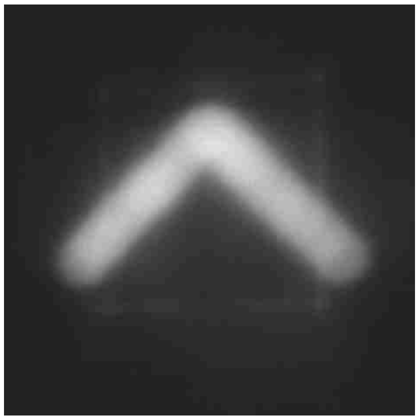


写真２　MPAで投影したピクトグラム

設計と同等のピクトグラムを投影できた。一方、MPAの入光面が矩形であるのに対し、光源は放射状に広がる性質があるため、周囲に漏れ光が観察された。

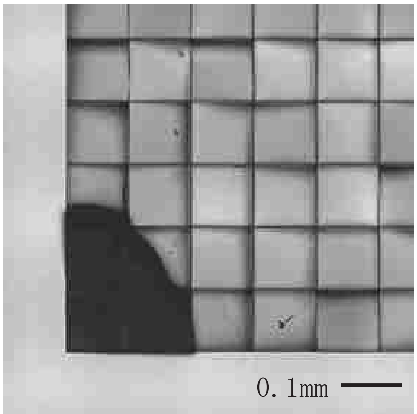


写真３　試作した金型の顕微鏡写真

試作した金型の表面の一部を拡大した顕微鏡写真。原盤（MPA）上で不規則に傾斜するマイクロプリズム群の反転形状が金型に転写されている。左下部には、原盤を金型から脱型した際に、原盤の一部が剥離して金型表面に残存している様子が捉えられている。

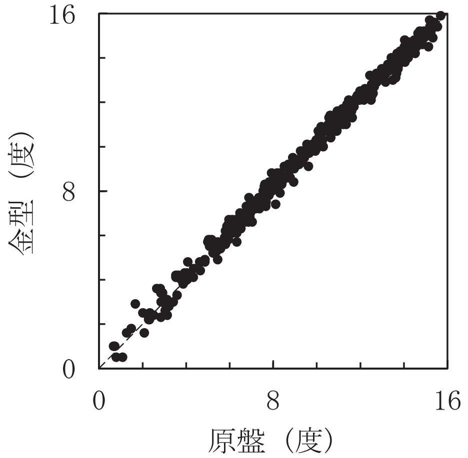


図２　原盤と金型の形状精度の比較

MPAに含まれるマイクロプリズムの傾斜面の傾きを評価した結果。原盤の形状が金型に転写されている。

3.2　金型の試作

写真３に金型の一部を拡大した顕微鏡写真を示す。原盤（MPA）を金型から脱型した際に、原盤の一部が剥離し金型表面に残存した（写真３左下）。

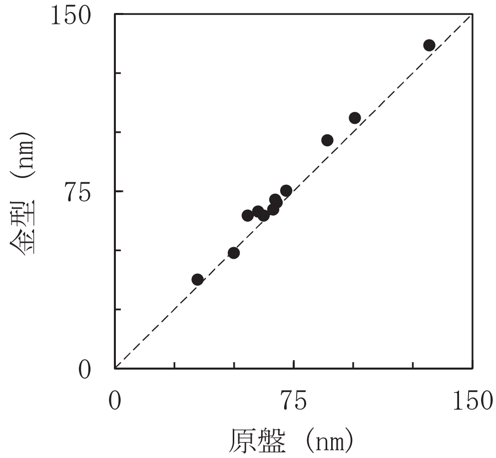


図３　原盤と金型の表面粗さの比較

MPAを構成するマイクロプリズムのうち、代表的な傾斜角度を持つ面の表面粗さを比較した結果、原盤のナノオーダーの表面粗さが金型に転写されている。

3.3　MPAと金型の評価

MPAと金型の傾斜面の傾きは高い相関性を示した（図２）。表面粗さも同様の傾向が見られたが、金型のほうが若干大きくなった（図３）。

4　考察

金型の形状評価で見られた標準偏差0.3度程度のばらつきは、測定のヒューマンエラー相当であり、正確に形状が転写されたと判断できる。また、金型の表面粗さは、原盤に由来する残渣や、積層に由来する段差により大きくなったと考えられる。

5　まとめ

MPAにピクトグラムを投影する能力があること、その量産に必要な金型は精密電気鋳造により作製可能であることを明らかにした。

今後は、熱ナノインプリント成形されたMPAの評価を通して、MPAの形状公差と投影像の関係を調査する。

IoT大学連携講座による導入支援

機械電子科　　岩﨑清斗　赤堀　篤*　望月紀寿　望月建治**　大澤洋文***　松下五樹

Support for introduction of IoT through seminar in collaboration with the University

IWASAKI Kiyoto, AKAHORI Atsushi, MOCHIZUKI Kazutoshi, MOCHIZUKI Kenji, OSAWA Hirohumi and MATSUSHITA Itsuki

keywords : IoT (Internet of Things), Visualization of Production Process, Seminar

県内中小企業へのIoT導入支援の一環として、静岡大学監修の座学から現場実装までを体験できるIoT大学連携講座は、これまでに７回開催し、延べ61社中44社の約７割の参加企業がIoT実装を実現した。IoT導入は、生産機器の稼働状況や工場内の温湿度監視から、収集したデータを分析することで、生産計画策定の精度向上や生産効率化が期待できる。

キーワード：IoT（Internet of Things)、セミナー

１　はじめに

静岡県では、県内中小企業へのIoT導入を支援するため、令和２年度から、IoT大学連携講座を開催している[1)]。この講座は、静岡大学情報学部峰野博史教授の監修により、座学⇒実習⇒現場実装⇒成果発表会を体験することで、実際の現場へのIoT導入を体験することができる。本稿では、実際にIoT導入に至った支援事例について紹介する。

２　方法

この講座は、IoT技術に関する講演を静岡大学、実習及び現場実装を工業技術研究所と静岡県IoT導入推進コンソーシアム（事務局：静岡県産業振興財団）のアドバイザーが行う、約２ヶ月半の講座である。実習用機材には、教育用途として開発されたシングルボードコンピュータやビジュアルプログラミング言語（図１）を用いることで、初心者でも簡単に機器の制御やデータ処理が可能となるようにカリキュラムを用意した（図２）。実習後は、機材を持ち帰り、実際の現場で抱える課題を解決するためのIoT実装に取り組み、効果を検証した。

図１　ビジュアルプログラミング言語の記載例

図２　機材（左）と実習風景（右）

３　結果

講座は、これまでに７回開催し、延べ58社中44社の約７割の参加企業が生産機器の稼働状況や工場内の温湿度監視等を実現した。導入事例の一部を表及び図３に示す。

＊現　研究統括官　　＊＊現　沼津工業技術支援センター機械電子科

＊＊＊現　浜松工業技術支援センター機械電子科

表　IoT導入事例の一例（令和４年度実施）

主たる業種	困りごと	方法	結果
葉物野菜の生産販売	ミスト発生装置の死活監視	装置の記憶領域にアクセス	温室内の温湿度を遠隔監視
醤油の製造販売	発酵工程の遠隔監視	麹室に温度センサを設置	異常発生時に通知
自動二輪、四輪部品等の製造販売	加工機の稼働状況監視	制御機械から信号取得（図３）	遠隔監視や稼働率を分析

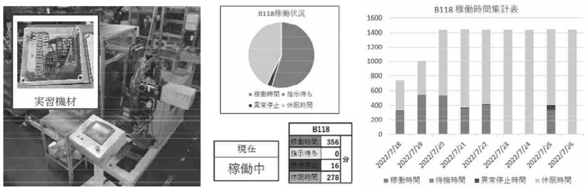


図３　加工機械に取り付けた実習機材（左）と収集データの分析結果（右）

４　考察

本稿で紹介したIoT大学連携講座参加企業では、生産機器の稼働状況や工場内の温湿度監視等のIoTの直接的な効果をはじめ、収集したデータの分析によって、生産計画策定の精度向上や生産効率化に結び付いた事例を確認した。

５　まとめ

県内中小企業へのIoT導入を支援するIoT大学連携講座では、参加企業の設定した課題に合わせて、段階的にIoTを実装するための支援体制を構築することができた。収集したデータを活用することにより、更なる生産向上が期待できるため、IoT大学連携講座終了後においても、参加企業への段階的な支援の継続を進めていく。

謝辞

本研究の実施にあたり、IoT導入事例紹介の機会をいただいた参加企業の方々に感謝いたします。

参考文献

１）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 (2021)

数理最適化による生産計画の自動作成

機械電子科　　松下五樹　岩﨑清斗　赤堀　篤*
愛工業株式会社　　織田直樹　荒津有希

Automatic creation of production plans by mathematical optimization

MATSUSHITA Itsuki, IWASAKI Kiyoto, AKAHORI Atsushi, ODA Naoki and ARATSU Yuki

keywords : Production planning, Multi-objective optimization, Genetic algorithm

製造業において生産計画は生産効率等に直結する重要な項目であるが、多くの中小企業では現状、経験を持つ担当者が長時間を掛け、人手により作成をしている。本研究では数理最適化の手法を用いて、生産計画を自動で作成する手法について検討を行った。生産計画における様々な要求事項を考慮するため計14項目の目的関数を設定し、多目的最適化の枠組みを導入した遺伝的アルゴリズムによって探索を行った。目的関数の重みを調整することで、納期遅れを防ぐといった優先項目を満たしながら、各目的関数を改善する解の探索を行った。

キーワード：生産計画、多目的最適化、遺伝的アルゴリズム

1　はじめに

製品の生産スケジュールを決める生産計画は、生産効率やコストに直結する重要な要素である。プラスチック射出成形では生産製品の変更時に金型や原料の交換が必要となるため、効率化のためには同じ製品を出来る限り連続して生産する必要がある。しかし、生産計画は表１のような膨大な組み合わせから決める必要があり、従来は担当者が経験を元に毎週約８時間掛けて作成していた。本研究では生産計画作成の負担軽減や属人化解消のため、数理最適化による生産計画の自動作成を試みた。

表１　生産計画の作成条件

項目名	値
成形機数	14 機
製品種類数	約 140 種
計画期間	２週間分
総組合せ数	約 10^{260} 通り

2　方法

生産計画で要求される項目を表２に示す目的関数として設定した。いずれの項目も値が小さい方が良い生産計画となる。このうち、納期遅れを示す⑬在庫ショート量、金型の所有数を超過している回数を示す⑭金型重複回数は、優先して改善すべき項目である。

探索手法は多目的最適化遺伝的アルゴリズムのDRMOGA（Divided Range Multi-Objective Genetic Algorithm）[1)] を使用した。多目的最適化は複数の目的関数を考慮して探索を行う枠組みであり、DRMOGA は多目的最適化を適用した遺伝的アルゴリズムの手法である。プログラムは Python により実装し、PyTorch で GPU 計算を行うことにより処理の高速化を図った。なお、使用したPCのスペックはCPU：Intel Core i9-9900K、メモリ：32GB、GPU：NVIDIA GeForce RTX2070 である。

＊現　研究統括官

表２　設定した目的関数

	目的関数名	設定目的
①	在庫スコア	余分な在庫を減らす
②	装置優先度合計	優先度の高い装置を使う
③	先行日数超過（休日最小）	後工程を考慮した納期遅れ(1)
④	先行日数超過（休日最大）	後工程を考慮した納期遅れ(2)
⑤	段替え回数合計	部品交換を減らす
⑥	段替え回数最大	部品交換の最大値を減らす
⑦	段替え回数幅	部品交換を平準化する
⑧	金型交換回数	金型交換を減らす
⑨	材料交換コスト	材料交換時の消耗品を減らす
⑩	人的コスト合計	作業者の作業量を減らす
⑪	人的コスト休日加重	平日以外の作業量を減らす
⑫	稼働工場数	工場単位での休日を増やす
⑬	在庫ショート量（優先項目）	納期遅れを無くす
⑭	金型重複回数（優先項目）	金型所有数の制限考慮

３　結果

遺伝的アルゴリズムにより探索を行った際の各目的関数の推移を図１に、条件を表３に示す。図１横軸は探索サイクル数であり、各グラフの灰色部分は並行して探索される1,600個の解候補の最小から最大の範囲を、実線は平均値を示す。グラフは概ね右肩下がりであり、探索を進めるに従い目的関数の値が改善していることが分かる。また、優先して改善すべき２項目（図１最下段）は目的関数の重みを調整することにより、探索序盤で下限値に達していることが分かる。得られた結果はエクセルファイルに一覧を出力し（図２）、フィルター機能で望ましい生産計画案を選定できるようにした。

４　考察

出力した生産計画を現場担当者に評価してもらった結果、おおよその生産計画は作成できているが、複数の製品を交互に生産している等の非効率な箇所が一部見受けられる、という意見を頂いた。遺伝的アルゴリズムの要素変更はランダムに行われるため、目的関数が適切でも局所的に非効率な計画が生成されてしまったものと考えられる。

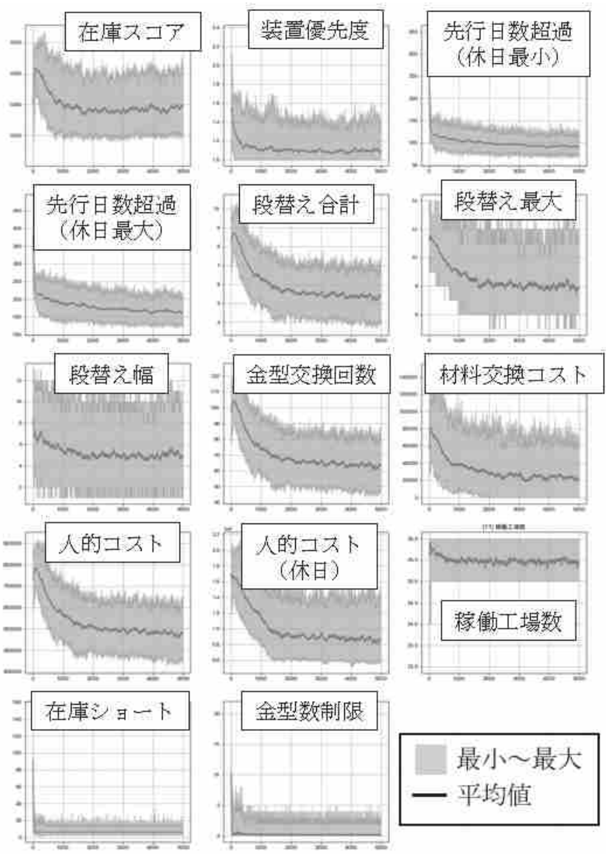
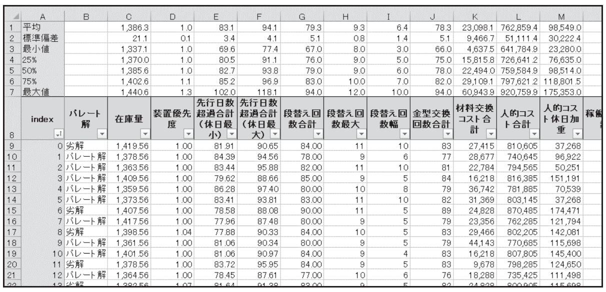


図１　遺伝的アルゴリズムでの探索における各目的関数の推移

表３　遺伝的アルゴリズムの探索条件

項目名	値
世代数（探索サイクル数）	5,000 回
個体数（解候補数）	1,600 個
交叉方式	一様交叉
交叉確率	0.05
突然変異率	0.005



	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
1	平均		1,386.3	1.0	83.1	94.1	79.3	9.3	6.4	78.3	23,098.1	762,859.4	98,549.0
2	標準偏差		21.1	0.1	3.4	4.1	5.1	0.8	1.4	5.1	9,466.7	51,111.4	30,222.4
3	最小値		1,337.1	1.0	69.6	77.4	67.0	8.0	3.0	66.0	4,637.5	641,784.9	23,280.0
4	25%		1,370.0	1.0	80.5	91.1	76.0	9.0	5.0	75.0	15,815.8	726,641.2	76,635.0
5	50%		1,385.6	1.0	82.7	93.8	79.0	9.0	6.0	78.0	22,494.0	759,584.9	98,514.0
6	75%		1,402.6	1.1	85.2	96.9	83.0	10.0	7.0	82.0	29,109.1	797,621.2	118,801.5
7	最大値		1,440.6	1.3	102.0	118.1	94.0	12.0	10.0	94.0	60,943.9	920,759.9	175,353.0
8	index	パレート解	在庫量	装置優先度	先行日数超過合計（休日最小）	先行日数超過合計（休日最大）	段替え回数合計	段替え回数最大	段替え回数幅	金型交換回数合計	材料交換コスト合計	人的コスト合計	人的コスト休日加重
9	0	劣解	1,419.56	1.00	81.91	90.65	84.00	11	10	83	27,415	810,605	37,268
10	1	パレート解	1,378.56	1.00	84.39	94.56	78.00	9	6	77	28,677	740,645	96,922
11	2	パレート解	1,363.56	1.00	83.44	95.88	82.00	11	10	81	22,784	794,565	50,251
12	3	パレート解	1,409.56	1.00	79.62	88.66	85.00	9	5	84	16,218	816,385	151,191
13	4	パレート解	1,359.56	1.00	86.28	97.40	80.00	10	8	79	36,742	781,885	70,539
14	5	パレート解	1,373.56	1.00	83.41	93.81	83.00	11	10	82	31,369	803,145	37,268
15	6	劣解	1,407.56	1.00	78.58	88.08	90.00	11	5	89	24,828	870,485	174,471
16	7	パレート解	1,417.56	1.00	77.96	87.48	80.00	9	5	79	23,356	762,285	121,794
17	8	劣解	1,398.56	1.04	77.88	90.33	84.00	10	5	83	29,466	802,205	142,081
18	9	パレート解	1,361.56	1.00	81.06	90.34	80.00	9	5	79	44,143	770,685	115,698
19	10	パレート解	1,401.56	1.00	81.06	90.97	84.00	9	4	83	16,218	807,805	145,400
20	11	劣解	1,378.56	1.00	83.72	95.95	84.00	9	5	83	9,678	798,285	124,650
21	12	パレート解	1,364.56	1.00	78.45	87.61	77.00	10	6	76	18,288	735,425	111,498

図２　出力された生産計画案の一覧

５　まとめ

多目的最適化遺伝的アルゴリズムを用いた生産計画の作成を試みた。今後、パラメーターの最適化や遺伝的アルゴリズム中の変更・選択操作を改良し、出力される生産計画の精度改善に取り組む予定である。

参考文献

１）廣安知之　他：領域分割型多目的遺伝的アルゴリズム．情報処理学会論文誌，41，pp.79-89 (2002)

海洋由来乳酸菌を用いた発酵ハバネロソースの開発

食品科　　堀池隼雄　袴田雅俊*
鳥居食品株式会社　　鳥居大資

Development of habanero sauce fermented with marine-derived lactic acid bacteria

HORIIKE Hayao, HAKAMATA Masatoshi and TORII Daishi

keywords : Lactic acid bacteria, Habanero, Fermentation

静岡県は、海産物や海水等から微生物を分離してライブラリー化し、それらを用いた様々な発酵食品の開発を行っている。工業技術研究所では、ハバネロを用いた乳酸発酵辛味調味料（以下、発酵ハバネロソース）を開発し、発酵が行われない国産の唐辛子ソースとの差別化を目指している。雑菌汚染や風味劣化を抑制するため、発酵ハバネロソースは低温かつNaCl存在下での製造を開発条件とした。県で保有する乳酸菌のうち23株を候補として、耐低温および耐塩性試験を行い、Is117株を選抜した。また、発酵条件の検討を行った結果、発酵温度15℃、０～３％のNaCl添加で、１週間発酵を行う条件が適切であることが分かった。

キーワード：乳酸菌、ハバネロ、発酵

１　はじめに

静岡県は、駿河湾等の海洋資源を活用した産業振興についての提言「マリンバイオ産業振興ビジョン」を推進しており、海産物等から分離した微生物を用いて様々な発酵食品の開発を行っている。工業技術研究所では、ハバネロを用いた乳酸発酵辛味調味料（以下、発酵ハバネロソース）の商品化を目指した開発を行っている。国内で製造される唐辛子を用いた調味料のほとんどは発酵が行われていないが、メキシコ・タバスコ州の唐辛子から作る本場のTabasco®は、最長で３年間の発酵が行われる。そこで、県独自の海洋由来乳酸菌を用いて発酵ハバネロソースを開発し、国産唐辛子ソースとの差別化を目指した。雑菌汚染等を抑制するため、発酵ハバネロソースは低温かつNaCl存在下での製造を開発条件とした。これらの条件下でも良好に増殖可能な乳酸菌株を選抜し、発酵ハバネロソースの製造に最適な発酵条件を検討したので報告する。

２　方法

2.1　製造に用いる乳酸菌株の選抜

県で収集した海産物や海洋深層水を分離源とし、同定された乳酸菌23株を候補として選抜を行った。各菌株をMRS液体培地及びNaClを7.5％添加したMRS液体培地に接種し、耐低温試験では10℃、耐塩性試験では30℃で３日間培養した。乳酸菌の増殖の指標として濁度（OD600）を可視光度計CO7500（WPA製）で測定した。

2.2　低温かつNaCl存在下におけるハバネロソースの発酵条件検討

鳥居食品（株）が浜松市浜北区にて自家栽培したハバネロを材料とした。フードプロセッサーMK-K61（パナソニック（株）製）を用い、ハバネロ：水＝２：１の重量比でペースト化した。このペーストに１～３％のNaClを添加したのち、2.1で選抜した乳酸菌株を0.1％添加し、10℃及び15℃にて発酵を行い、pHの経時的変化を測定した。なお、一般的なタバスコ（Tabasco®）のNaCl濃度は1.7％である。

＊現　沼津工業技術支援センター　バイオ科

３　結果および考察

3.1　製造に用いる乳酸菌株の選抜

濁度（OD600）の値が大きいほど増殖能が強いと判断した。耐塩性試験において十分良好な増殖が見られた菌株のうち、耐低温性試験で最も良好な増殖が見られた乳酸菌Is117株を選抜した（図１）。

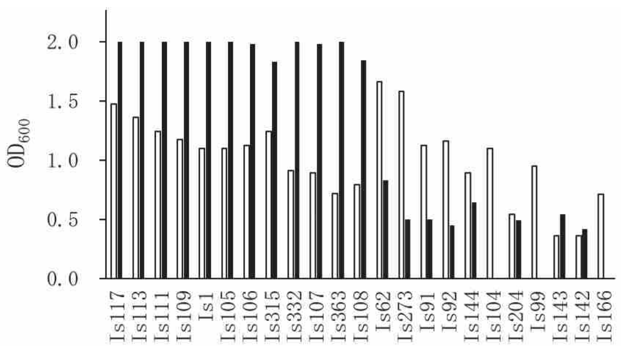


図１　製造に用いる乳酸菌の選抜

□耐低温試験（10℃）　■耐塩性試験（7.5%）

3.2　低温かつNaCl存在下におけるハバネロソースの発酵条件検討

乳酸菌無添加の群に比べ、Is117株を添加した群では、いずれのNaCl濃度及び温度においてもpH低下が良好であり、10℃ではおよそ３週間、15℃ではおよそ１週間でpHがおよそ3.5まで低下した（図２）。pHの低下は、乳酸菌の発酵が進んで乳酸を主とした成分が生成し、風味が付与されたことの指標となる。また、pHがおよそ3.5まで低下すれば、大半の雑菌の繁殖が抑制される。これらのことから、Is117株は低温かつNaCl存在下での製造に利用可能であり、特に、15℃、０～３％ NaCl添加の条件での発酵が適切であることがわかった。

15℃、３％NaCl添加の条件で１週間発酵したハバネロペーストを試食した結果、乳酸菌無添加群で強く感じたハバネロ由来の青臭さが減弱し、辛みもまろやかになった。このことから、Is117株を用いた発酵ハバネロソースは、国産唐辛子ソースと差別化が可能であると考えられた。

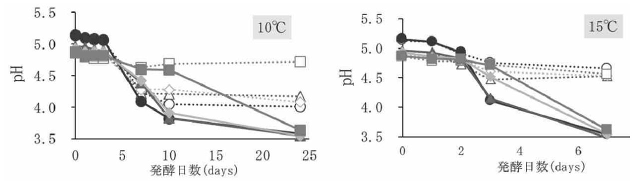


図２　低温かつNaCl存在下での発酵ハバネロソースのpH変化

乳酸菌無添加　0%　1%　2%　3%
Is117 添加　0%　1%　2%　3%

４　まとめ

乳酸菌Is117株を用いて、15℃、０～３％ NaCl添加の条件で１週間発酵を行う条件が製造に適していると考えられた。現在、この条件をもとに食品メーカーの製造設備において試験製造を行っており、来年度商品化予定である。

テラヘルツ時間領域分光法によるセルロースナノファイバー強化樹脂複合材料の非破壊・非接触評価

浜松ホトニクス株式会社　　中西篤司　里園　浩
静岡県工業技術研究所　　　菅野尚子

Nondestructive and noncontact evaluation of cellulose nanofiber-reinforced composites using terahertz time-domain spectroscopy

NAKANISHI Atsushi, KANNO Naoko and SATOZONO Hiroshi

Scientific Reports, 12, 19284 (2022)

keywords : terahertz time-domain spectroscopy, cellulose nanofiber (CNF), thermoplastic resin composites, concentration, mechanical properties

キーワード：テラヘルツ時間領域分光法、セルロースナノファイバー（CNF）、熱可塑性樹脂複合材料、濃度、力学的特性

セルロースナノファイバー（CNF）は、植物や木質繊維などの天然資源から得られる。この CNF で強化した熱可塑性樹脂複合材料は、優れた機械的強度を含むさまざまな特性を示す。CNF 強化樹脂複合材料の力学的特性は繊維の配合量によって影響を受けるため、成形後のマトリックス中の CNF 濃度を明らかにすることが重要である。本報では、CNF 濃度とテラヘルツ波吸収係数との間に良好な直線性があることを確認した。1 wt% の CNF 濃度の違いはテラヘルツ時間領域分光法で区別できた。さらに、テラヘルツ波光学特性から得られる情報を用いて、CNF 強化樹脂複合材料の力学的特性を推定した。

通常大豆および11S欠損大豆を用いて実験室にて調製した蒸発濃縮豆乳の粘度

静岡県立大学　　下山田真　増田勇人*　村上和弥
マルサンアイ㈱　　江草信太郎
静岡県工業技術研究所　　松野正幸

Viscosity of evaporated soymilk prepared in the laboratory using normal and 11S-lacking soybean seeds

SHIMOYAMADA Makoto, MASUDA Hayato, MURAKAMI Kazuya, EGUSA Shintaro and MATSUNO Masayuki

Journal of the Science of Food and Agriculture, jsfa.12288(2022)

keywords : aggregation, Nanahomare, oil body, protein particle, soymilk

キーワード：凝集、ナナホマレ、オイルボディ、タンパク質粒子、豆乳

（背景）

豆乳は飲料としてだけでなく、ヨーグルトやクリームなど、牛乳の代替品としても活用されている。蒸発濃縮された豆乳は、練乳としての活用が期待される。実験室で調製した生豆乳と加熱豆乳のサンプルを蒸発濃縮し、粘度測定に供した。豆乳サンプルは、7Sおよび11Sグロブリンを含むフクユタカと、11Sを欠失したナナホマレの２種類を用いて調製した。

（結果）

フクユタカ生豆乳は、加熱豆乳（約250 g kg^{-1}）に比べて粘度が低く、固形分300 g kg^{-1}以上まで蒸発濃縮できたが、ナナホマレ豆乳の粘度の変化は逆の傾向を示した。75℃で濃縮すると7Sグロブリンだけが変性し、タンパク質とオイルボディの相互作用に影響を与えた。この傾向は、ナナホマレ豆乳で顕著であった。蒸発濃縮したナナホマレ豆乳特有な粘度変化、タンパク質粒子の量、固有蛍光および流動挙動から、熱変性した7Sグロブリンはオイルボディ間の相互作用を促進する一方、未変性状態の11Sグロブリンは、変性した7Sグロブリンの働きを抑制していると考えられる。

（結論）

未変性状態のグロブリンを含む生豆乳は、蒸発濃縮時の粘度上昇が緩やかである。しかし、変性した7Sグロブリンは、オイルボディ間の相互作用を促進し蒸発濃縮時の粘度上昇を加速させる。個々のタンパク質の変性状態が相互作用に及ぼす影響について明らかにすることは、タンパク質間の相互作用を理解し、その性質や機能を制御する上で有用であると期待される。

* 現　大阪公立大学

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（第２報）

― ベンチスケール及びプラントスケール試作 ―

バイオ科　　横澤　賢*　勝山　聡**　鈴木雅博　髙木啓詞***

Development of sour beer utilizing marine derived microorganisms (2nd report)

- Bench scale and plant scale prototyping -

YOKOZAWA Ken, KATSUYAMA Satoshi, SUZUKI Masahiro, TAKAGI Hiroshi

Based on the proposals of the Marine Bio Industry Vision, Shizuoka Prefecture is working to create new industries utilizing the power of the prefecture's location, the ocean. In addition, as of August 2022, Shizuoka Prefecture is home to 27 craft-beer breweries, making it one of the most famous craft beer-producing regions in Japan. Craft-beer breweries in the prefecture have been requesting the development of unique styles of beer. As such, the objective of this study was to create a sour beer, from bench-scale trial production to commercialization, that is unique to Shizuoka Prefecture using lactic acid bacteria and yeast derived from the prefecture's oceans. In the bench scale trial, 12 different sour beers with different pairs of yeast and lactic acid bacteria were created and subjected to sensory evaluation. The result was that the sour beer using SUG-0126 from deep-sea fish as the lactic acid bacteria and NMY-9 from whitebait as the yeast received the highest evaluation for sourness and fruity aroma, and the highest overall evaluation. These strains were prepared on a commercial scale and sensory evaluations were conducted along with commercial beer. The prototype had a lactic acid concentration 1.7 times higher than the bench scale, and was evaluated as having a strong, but sharp and pleasant acidity. On the other hand, as there were some who said that the strong acidity made it not generally well received, it was considered necessary to control the amount of lactic acid by the kettle-souring method. The prototype sour beer was sold under the name "Deep Sea Sour" and immediately sold out due to popular demand.

keywords : sour beer, marine baio, lact acid bacteria, yeast

静岡県は、マリンバイオ産業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。また、令和４年８月において静岡県には27のクラフトビールメーカーが存在し、国内有数のクラフトビールの名産地となっており、県内クラフトビールメーカーからは、独自性のあるビアスタイルの開発の要望が寄せられている。そこで、本研究では、本県海洋由来の乳酸菌及び酵母を用いて静岡県独自のサワービールを作製することを目的とし、本報告では、サワービールのベンチスケール試作から商品化までを報告する。ベンチスケール試作では、酵母と乳酸菌の組み合わせが異なる12通りのサワービールを作製し、官能評価を行った。その結果、乳酸菌に深海魚由来のSUG-0126、酵母にシラス由来のNMY-9を用いたサワービールが酸味と果実香について評価が高く、総合評価が最も高くなった。これらの菌株を用いて商業規模で作製を行い、市販酒と併せて官能評価を行った。試作品は、ベンチスケールよりも1.7倍程度乳酸濃度が高くなり、「強いが、キレがあり心地よい酸味」という好評価が得られた。一方で、酸味の強さから「一般受けしない」という意見もあり、ケトルサワーリング法によって乳酸量をコントロールする必要性が考えられた。また、試作製造したサワービールは「Deep Sea Sour」という名前で販売され、好評により直ちに完売となった。

キーワード：サワービール、マリンバイオ、乳酸菌、酵母

* 現　環境衛生科学研究所　大気水質部　　** 現　経済産業部　商工振興課　　*** 退職

1　はじめに

静岡県では、マリンバイオ産業ビジョンの提言に基づき、深海域の駿河湾や岩礁域の相模湾など多種多様な環境を持ち、本県の場の力となっている「海洋」を活用した新たな産業創出に取り組んでいる。また、県内には令和４年度８月末時点において27のクラフトビールメーカーが存在し、国内有数のクラフトビールの名産地となっている。このような中で、県内のクラフトビールメーカーから当センターに対し、独自性のあるビアスタイルの商品や、差別化を図ることができる商品、設備面では設備新規導入コストの低減や、醸造安全性の確保などの要望が寄せられている。そこで、本研究では、本県海洋から得られた微生物と静岡の名産品であるクラフトビールを組み合わせることで、静岡県独自のサワービールを開発することを目的とした。サワービールとは、乳酸菌による発酵や果実の添加によって酸味を付与したビールのことであり、用いる乳酸菌や酵母の組み合わせによって、多種多様なうま味を形成することが知られている。また、サワービール醸造は、乳酸菌による乳酸発酵後に煮沸し、酵母を添加することで、他製品への乳酸菌の混入を防ぐことができるケトルサワーリング法が一般的に用いられる。そのため、サワービール醸造において乳酸菌には、麦汁中での速やかな増殖能や高い酸生成能が求められ、酵母には乳酸発酵により生成された乳酸含有下での速やかなアルコール生成能が求められる。第1報では、以上に述べたような特性を有する乳酸菌及び酵母を海洋資源から分離し、選抜した。本報では、それらを用いてベンチスケールにて試作品を作製し、官能評価試験を行った。その中で高い評価を得られた乳酸菌と酵母を用いてプラントスケールにてサワービールを作製及び商品化したので報告する。

2　方法

2.1　選抜乳酸菌及び酵母を用いたベンチスケール試作

ベンチスケール試作では、前報[1)]で選抜された乳酸菌３株、酵母２株に加え、市販されている乳酸菌及び酵母をそれぞれ１株ずつ加えた４×３の12通り（表１、表２）について試作品を作製した。麦汁の作製にはMuntons社製のSPLAY MALT mediumを用いて液量7.5Lに対しBrix値（%）が13になるように加熱しながら溶解し、１分間沸騰させ、水浴で40℃まで急冷した。その後前培養液75mLを添加し、NMB-16は20℃で３日間、それ以外の乳酸菌は40℃で２日間乳酸発酵を行った。また、乳酸発酵の際はサンプリングを行い、HPLCにて既報[2)]に基づいて乳酸濃度を測定し、十分な乳酸が生成されていることを確認した。乳酸発酵後は、培養液を加熱して、乳酸菌を殺菌し、ナゲットホップペレットを1.6g添加し、90分間沸騰及び撹拌し、20℃まで急冷した。その後Brix値が、13になるように滅菌水で調整し、加熱による凝集物を除去しながら、上清を2.25Lずつ三角フラスコに分注し、前培養した酵母を250mL添加した。アルコール発酵は、培養液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）にて測定し、海洋由来株酵母については4.5%、市販酵母については5.0%に達するまで行った。所定アルコール度数になったところで瓶詰めし、12℃で５日間、および４℃で10日間熟成を行った。完成した試作品はHPLCにより有機酸を、GC-MSにより香気成分を分析した。

2.2　ベンチスケール試作の官能評価試験

官能評価試験は、県内ビールメーカー製造担当者などビールのきき酒に精通している11名を評価者として実施した。評価方法は、「苦味」「コク」「キレ」等の一般評価を３点法（１：すばらしい～３：難点あり）、総合評価を５点法（１：すばらしい～５：難点あり）で行い、それらに加え自由記述欄を設けた。順位は、評価者の総合評価平均点により決定した。

2.3　プラントスケールによるサワービール醸造

商業規模による試作は、ベンチスケール試作品の官能評価において総合評価が最も高かった乳酸菌と酵母の組み合わせとし、沼津市にあるRePuBrew合同会社に製造を依頼した。その際、麦汁は、Rahr Pale 2 row、三島小麦、Rahr Wheat maltをそれぞれ40%、40%、20%の割合で作製し、ホップはS arima T90を300g用いた。また、商業規模によるビールについても官能評価

試験を行った。試験は、前項2.2と同様の方法で、評価酒は試作品１点と既製品７点の計８点であり、評価者は８名とした。

表１　ベンチスケール試作で用いた乳酸菌

株名	属種	由来	特徴
市販菌*		-	-
NMB-28	*Lactiplantibacillus plantarum*	海藻（ヒラミル）	乳酸高生産性
SUG-0126		深海魚（トンガリヒゲ）	
NMB-16	*Leuconostoc mesenteroides*	深海魚（サンゴイワシ）	低温培養可能 酢酸高生産性

＊LALLEMAND 社　Sour Pitch

表２　ベンチスケール試作で用いた酵母

株名	属種	由来	特徴
市販菌**		-	-
NMY-13	*Saccharomyces cerevisiae*	海藻（アオサ）	乳酸含有麦汁にて 良好なアルコール生成
NMY-9***		シラス	

*：Wyeast 社　London Ale Ⅲ

**：清酒用酵母の分離・選抜試験にて取得した株

3　結果および考察

3.1　ベンチスケール試作による官能評価

ベンチスケール試作品のアルコール分及び有機酸を表３に、香気成分及び官能評価の総合評価を表４に示す。乳酸菌にSUG-0126、酵母にNMY-9を用いた試作品が最高評価であった。評価として、サワービールらしい酸味や、洋ナシやバナナのような果実香が、高い評価を得ていたことから、SUG-0126の高い酸生成能及びNMY-9の吟醸香の一つである酢酸イソアミル高生成能と、オフフレーバーであるアセトアルデヒドを生成しなかったことが高評価の要因であったと考えられる。また、低温培養が可能で、酢酸の生成量が多いという理由で選抜した乳酸菌NMB-16については、高い評価を得ることができなかった。NMB-16の一般評価では、甘味が目立つという評価が多くみられたことから、酢酸は多く生成するものの、今回利用した乳酸菌が生成する乳酸の50%程度しか生成していなかったことが原因であると考えられる。また、一般評価と総合評価の相関解析において、「酸味の強度」よりも「酸味の快さ」に高い相関がみられ、その相関係数は0.92と高い正の相関がみられた。以上から、酸の総量よりも酸のバランスが重要であると考えられる。さらに、各有機酸と「酸味の快さ」の相関解析では、乳酸に負の相関がみられただけでなく、クエン酸に正の相関がみられた。以上からサワービール醸造には、乳酸だけでなくクエン酸についても評価する必要があると考えられる。

表３　ベンチスケール試作品のアルコール分及び有機酸（一部抜粋）

No	乳酸菌	酵母	アルコール分	有機酸（mg/L）乳酸	有機酸（mg/L）酢酸
1		市販菌	4.75	2,832	51
2	市販菌	NMY-9	4.60	2,887	167
3		NMY-13	4.50	2,840	65
4		市販菌	4.85	3,464	72
5	NMB-28	NMY-9	4.46	3,258	200
6		NMY-13	4.25	3,540	106
7		市販菌	4.80	3,465	49
8	SUG-0126	NMY-9	4.60	3,562	212
9		NMY-13	4.45	3,434	82
10		市販菌	4.45	1,509	272
11	NMB-16	NMY-9	4.30	1,680	363
12		NMY-13	4.30	1,644	307

表４　ベンチスケール試作品の香気成分及び官能評価（一部抜粋）

No	乳酸菌	酵母	香気成分（mg/L）酢酸イソアミル*	香気成分（mg/L）カプロン酸エチル**	香気成分（mg/L）アセトアルデヒド***	官能評価 評点	官能評価 順位
1		市販菌	2.55	ND	187	3.82	12
2	市販菌	NMY-9	3.76	1.35	135	3.18	5
3		NMY-13	2.40	ND	226	3.45	10
4		市販菌	2.67	ND	237	3.00	3
5	NMB-28	NMY-9	2.94	1.28	129	3.00	3
6		NMY-13	1.90	1.29	184	3.18	5
7		市販菌	2.35	ND	ND	2.73	2
8	SUG-0126	NMY-9	3.28	1.23	ND	2.27	1
9		NMY-13	1.90	ND	ND	3.64	11
10		市販菌	2.36	ND	ND	3.36	9
11	NMB-16	NMY-9	3.73	ND	ND	3.27	7
12		NMY-13	1.91	ND	ND	3.27	7

ND:検出限界以下

*：バナナ様の香り

**：リンゴ様の香り

***：やや青臭い香り

3.2　プラントスケールによる官能評価

プラントスケールの試作ではベンチスケールの官能評価において最も評価が高かった深海魚由来乳酸菌 SUG-0126 とシラス由来酵母NMY-9を用いて行った。官能評価では、他商品と比べて総合評価は低かったものの、「強いがキレがあり心地よい酸味」等の評価が得られ、商業規模でも問題なく利用可能であることが確認された。各評価酒の有機酸成分を図１に示すが、ベンチスケール試

作品よりも乳酸量が1.7倍となった。これは、ベンチスケール試作では40℃で乳酸発酵を行ったのに対して、プラントスケール試作では35℃で行ったことから、今回用いた乳酸菌の増殖に適した温度が35℃であると考えられる。また、ベンチスケール試作では好気的な環境で培養を行っているが、商業規模試作ではタンク内の空気を炭酸ガスに置換することで嫌気的な環境で培養を行っている。このことから、本乳酸菌が嫌気的な環境を好むことが考えられる。さらに、総有機酸量が多い評価酒については、評価が低くなる傾向がみられた。試作品のコメントにも、上述したように強い酸味に好ましい評価もみられた一方で、「ピリピリとした酸味」や「一般客には受けない」という否定的な意見もみられた。そのため、SUG-0126を用いる際には、ケトルサワーリング法によって、乳酸発酵を煮沸殺菌によって止めることで、好ましい乳酸量に留める必要があると考えられる。なお、今回試作したサワービールについては、「Deep Sea Sour」という名前で、製造会社の直営オンラインショップで販売をしたが、好評により直ぐに完売となった。

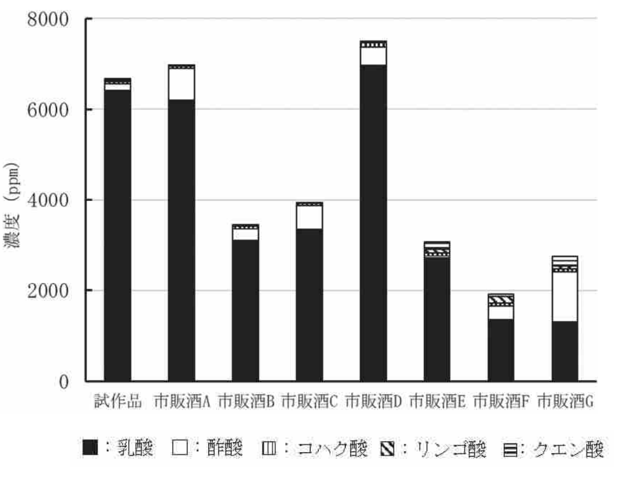


図１　プラントスケール試作品及び市販酒の有機酸組成

４　まとめ

本研究では、静岡県海洋から得られた乳酸菌及び酵母を活用してサワービールの開発を目指した。ベンチスケール試作品として12点作製したところ、深海魚由来乳酸菌SUG-0126とシラス由来酵母NMY-９を用いたものが酸味や香りの評価が高く、総合評価が最も高くなった。これらの結果を用いてクラフトビールメーカーに商業規模での製造を依頼し、商業規模でも問題なく利用可能であることを確認した。さらに、商業規模で製造したビールについて他の市販品とともに官能評価を行った。商業規模で製造したサワービールはベンチスケールよりも乳酸が1.7倍程度高くなっており、「強いが、キレがあり心地よい酸味」という評価の一方、「ピリピリした酸味」や「一般受けしない」という意見もあった。このことから、乳酸菌による乳酸発酵をケトルサワーリング法でコントロールする必要性が考えられた。

謝辞

本研究を行うにあたり、実験方法等について、ご指導いただきました東京農業大学応用生物科学部醸造科学科進藤斉准教授、商業規模試作を行っていただいたRePuBrew合同会社様、官能評価試験に参加していただいた評価者の皆様に深く感謝いたします。

参考文献

１）横澤　賢　他：海洋由来微生物を活用したサワービールの開発．静岡県工業技術研究所研究報告，(15)，75-77 (2022).

２）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，(14)，80-81 (2021).

県内分離乳酸菌を活用したサワービールの開発

バイオ科　　勝山聡*　望月玲於**　鈴木雅博　横澤賢***　黒瀬智英子****　髙木啓詞*****　岩原健二*****

Development of sour beer brewed by lactic acid bacteria isolated in Shizuoka Prefecture

KATSUYAMA Satoshi, MOCHIZUKI Reo, SUZUKI Masahiro, YOKOZAWA Ken, KUROSE Chieko, TAKAGI Hiroshi and IWAHARA Kenji

日本食品科学工学会誌，第69巻，第５号，225－233（2022）

keywords : Sour beer, Kettle souring method, Isolated microorganisms, Lactic acid bacteria, Yeast

キーワード：サワービール、ケトルサワーリング法、分離微生物、乳酸菌、酵母

近年、日本においてサワービールの製造数量は徐々に増加傾向にある。一般的に、サワービールは自然発酵や木樽長期熟成、ケトルサワーリング法によって醸造されている。これらの方法のうち、現場でのハンドリングや汚染を避ける点で優れるケトルサワーリング法を採用した。静岡県独自のサワービールを開発するため、乳酸菌は県内から分離し、酵母には以前開発した県独自のビール酵母 *Saccharomyces cerevisiae* NMZ-0688 を用いた。乳酸菌は、分離した147株の中から、30℃で前培養を行った後に40℃の麦汁中で高い乳酸生成能を示す４株（*Lactiplantibacillus plantarum* TIG-0372, *L. plantarum* NMZ-1139, *Lacticaseibacillus casei* TIG-0429, and *Schleiferilactobacillus harbinensis* NMZ-1200）を最適株として選抜した。酵母は、麦汁中のアルコール発酵能を改善するため、*S. cerevisiae* NMZ-0688をもとに2-デオキシグルコース耐性株を育種した。この耐性株は、アルコール発酵能が市販ビール酵母と同等まで増強し、これを最適株とした。これら株を様々に組合わせて８種類の小仕込み試験を行った。専門家による官能評価の結果、静岡県由来の微生物を用いたサワービールは、酢酸イソアミルを主体としたフルーティな香りと乳酸による爽やかな酸味を有していることが分かった。

* 現　経済産業部　商工業局　商工振興課　　** 現　環境衛生科学研究所　医薬食品部
*** 現　環境衛生科学研究所　大気水質部　　**** 現　総務課沼津分室　　***** 退職

パワー分散効率を用いて熱間加工中の動的再結晶化率を定量的に予測する新たな構成式の提案

静岡県工業技術研究所　沼津工業技術支援センター　　是永宗祐　本多正計
東北大学　金属材料研究所　　山中謙太　千葉晶彦

Novel constitutive equation for predicting dynamic recrystallization during hot working considering the efficiency of power dissipation

KORENAGA Sosuke, HONDA Masakazu, YAMANAKA Kenta and CHIBA Akihiko

Metallurgical and Materials Transactions A，Vol.53，Issue 6，2163－2173（2022）

keywords : Dynamic recrystallization, efficiency of power dissipation, titanium alloys, hot forging

キーワード：動的再結晶、パワー分散効率、チタン合金、熱間鍛造

熱間加工では、加工中の動的再結晶により結晶粒を微細化することによって機械的特性の向上が期待できる。動的再結晶の発現は加工条件に依存するため、優れた機械的特性を有する製品を製造するためには、動的再結晶が生じやすい加工条件を予測する技術が重要となる。動的材料モデルに基づいて提案されたパワー分散効率は、動的再結晶が支配的となる熱間加工条件を定性的に予測する手法として用いられてきた。しかし、従来技術では、パワー分散効率から動的再結晶化率の定量的な値を予測できないという課題があった。そこで本論文では、パワー分散効率から動的再結晶化率を定量的に予測する新たな構成式を提案した。提案式は、動的再結晶速度がパワー分散効率に依存し、動的再結晶挙動が反応速度式で表せるという仮定に基づいて導出したものである。この提案式の妥当性を、等軸状組織を有するチタン合金（Ti-6Al-4V ELI）の高温圧縮試験により評価した。各種条件で高温圧縮試験を行って得られた動的再結晶化率の実験値は、提案式の予測値と概ね一致した。さらに、提案式の予測精度は、従来から用いられている Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) 式の予測精度と同程度であった。以上より、提案した新たな予測式により、等軸状組織を有するTi-6Al-4V ELI合金を熱間加工したときの動的再結晶化率を定量的に予測できることが示された。さらに提案式は、従来の JMAK 式と比較して、少ないパラメータと定数項で表される簡便な式である。したがって、提案式を用いることにより、動的再結晶化率を定量的かつ簡便に予測することが可能になると期待される。

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
静岡県富士市大渕2590番地1

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

ポリプロピレン／ミクロフィブリル化セルロース複合材のリサイクル性

CNF科　　山下晶平　田中翔悟　中島大介　前田研司*　山崎利樹
静岡大学グローバル共創科学部　　青木憲治

Study on recyclability of polypropylene/microfibrillated cellulose composite

YAMASHITA Shohei, TANAKA Shogo, NAKASHIMA Daisuke, MAEDA Kenji, YAMAZAKI Toshiki and AOKI Kenji

The construction of a sustainable society requires a reduction in carbon emissions. In the automotive industry, efforts to replace metal parts with lightweight resin composites such as glass-fiber-reinforced plastic are expanding as a means of energy conservation for automobiles. However, recycling of conventional FRPs is difficult as their mechanical strength is reduced due to fiber fractures inside them during the recycling process. Therefore, we evaluated the recyclability of polypropylene (PP)/microfibrillated cellulose (MFC) composite that was molded using plant-derived highly flexible fibers mixed with PP. After repeating the recycling process three times, the degradation rates of tensile strength, flexural modulus and Charpy impact strength for PP/MFC30wt% composite remained 16% or less, whereas those characteristics for PP/glassfiber10wt% composite decreased in the range of 15% to 42%.

keywords : microfibrillated cellulose, MFC, recyclability, fiber reinforced plastic, automotive parts

持続可能な社会の構築のために炭素排出削減が必要とされる。輸送機器関連産業では自動車の省エネルギー対策として、金属部品をガラス繊維強化樹脂等の軽量な樹脂複合材で代替しようとする取組が拡大している。しかしながら、そのような従来の繊維強化樹脂のリサイクルは困難である。その理由として、リサイクル時の材料内部における繊維の破断により機械的強度が低下することが挙げられる。そこで植物由来で柔軟性の高いミクロフィブリル化セルロース（MFC）繊維をポリプロピレン（PP）と混練して成形したPP/MFC複合材についてリサイクル性を評価した。リサイクル３回後においてPP/MFC30wt%複合材の引張強さ、曲げ弾性率およびシャルピー衝撃強さの低下率は16%以下であったが、PP/ガラス繊維10wt%複合材については15%から42%の範囲で低下した。

キーワード：ミクロフィブリル化セルロース、MFC、リサイクル性、繊維強化プラスチック、自動車部品

1　はじめに

世界的にカーボンニュートラル実現に向けた対策が進む中、我が国は2050年までにこれを目指すことを宣言した。本県産業界における製造品出荷額の約４分の１を占める輸送機器関連産業がこの取組に対して担う役割は大きく、持続可能な社会の実現に向けて製造・使用・廃棄というライフサイクル全体における環境負荷の低減が一層求められている。また、近年、バッテリーを搭載した電気自動車等の次世代自動車開発が活発となり、車体の軽量化がますます重視されることから、対策の一つとして、金属部品を樹脂部品で代替するケースが増え、これを反映した形で樹脂材料の使用量が増加している。自動車用樹脂部品は家庭用品等、他の樹脂部品に比べて高い機械的特性を要求される場合が多く、これまでガラス繊維や炭素繊維等を配合してその向上が図られてきた。しかしながら、これらの材料は廃棄時の環境負荷が高く、また使用済み樹脂を粉砕・再成形する際、樹脂中において繊維の破断を生じ、繊維強化樹脂としての機械的特性が著しく低下するとの指摘もあることから、一般的にリサイクルが困難であると考えら

＊ 現　工業技術研究所　工芸科

れている。

一方で近年、植物由来の新素材として注目され、研究開発が進められるセルロースナノファイバー（以下、CNFと表す）を配合した複合樹脂は、ガラス繊維強化樹脂等と同様に高い機械的特性を有しながら、粉砕時等にも繊維の破断を生じ難く、リサイクルを繰り返した際の強度低下が緩やかであることが報告されている[1)]。また、世界のCNF市場において製造品出荷額が2025年時点で75億2,000万円と予測されている[2)]ことからも、カーボンニュートラルに向けた新素材として、その活用技術に関する今後の研究開発への期待感が伺える。その反面、人工繊維と比較して価格が高止まりしていることや樹脂中への繊維の分散配合が難しいことに加え、特にリサイクル性に関する知見が少ないことが県内外の産業に対し、複合樹脂としてのセルロース材料の活用に向けた研究開発を躊躇させる一因となっているものと推察される。そこで本報では、CNFよりも解繊度を抑えることで比較的安価に製造できるミクロフィブリル化セルロース（以下、MFCと表す）繊維を利用してこれまでに県内で開発されたMFC複合樹脂を用い、その成形品のリサイクル性について検証した。

2　方法

2.1　試料の調製

MFC複合樹脂（静岡大学農学部 青木憲治特任教授提供、MFC濃度30wt%、無水マレイン酸変性ポリプロピレン[3)]含有）を用い、射出成形機（㈱日本製鋼所製J110AD-180H、スクリュ径φ40mm）により試験片（JIS K 7139：2009、多目的試験片タイプA）を作製した。

比較対象として、ポリプロピレン樹脂（㈱プライムポリマー製プライムポリプロJ707G；以下、PPと表す）、ガラス繊維強化樹脂（ガラス繊維濃度10 wt%、㈱プライムポリマー製プライムポリプロK7000；以下、GFRPと表す）および炭素繊維強化樹脂（炭素繊維濃度10wt%、三菱ケミカル㈱製パイロフィルペレットPP-C-10A；以下、CFRPと表す）を用いた。PPは芝浦機械㈱製EC100SXⅡ-2A（スクリュ径φ32 mm）、GFRPは㈱日本製鋼所製J110AD-180H（スクリュ径φ40mm）およびCFRPは日精樹脂工業㈱製NEX140（スクリュ径φ40mm）の各射出成形機によりMFC複合樹脂と同様に試験片を作製した。

2.2　試料のリサイクル

粉砕機（㈱ホーライ製一軸中速剪断式P-1328、ヘリカル刃使用）を用いて各試料を粉砕し、目幅５mmのスクリーンを通過した粒体を2.1に記した各成形機により再成形した。これを３回繰り返した。

2.3　試験方法

(1)　機械的強度

引張強さはJIS K 7161-1：2014に準拠し、精密万能試験機（㈱エー・アンド・デイ製テンシロンRTC-2410）を用い、ロードセル５kN、試験速度10mm/minおよびつかみ具間距離115mmで試験を行った。曲げ弾性率はJIS K 7171：2016に準拠し、同試験機を用い、ロードセル250kN、試験速度２mm/minおよび支点間距離64mmで３点曲げ試験を行った。衝撃強さはJIS K 7111-1：2012に準拠し、シャルピー衝撃試験機（㈱オリエンテック製CIT-25J-CI）を用い、切削ノッチ付き（形状A）とした試料についてハンマー容量２Jおよび支点間距離62mmで試験を行った。

(2)　耐熱性

JIS K 7191-1, -2：2015に準拠し、HDT試験装置（㈱東洋精機製作所製3M-2V）を用い、支点間距離64mm、曲げ応力0.45MPa、規定たわみ0.3mmおよび昇温速度120℃/hで荷重たわみ温度を測定した。

(3)　変色性

色差はJIS Z 8781-6：2017に、黄変度はJIS K 7373：2016にそれぞれ準拠し、紫外・可視分光光度計（日本分光㈱製V-770）を用い、光源D65（JIS Z 8781-1：2012）により視野角２度で試験を行った。リサイクル前の試料の色に対するリサイクル後の各試料の色差および黄変度を算出した。

その他変色の要因となり得るリサイクル時の無機成分の混入を確認するため、蛍光X線分析装置（㈱リガク製ZSX PrimusⅣ）による元素分析を行い、10種類の元素（Mg、Al、Si、P、S、K、Ca、Fe、SrおよびZr）についてX線強度の平均値（検体数３）をそれぞれ算出した。

3　結果および考察

3.1　機械的強度

(1)　MFC配合によるPPの強度向上効果

PP（単一素材）とMFC複合樹脂を比較した結果を示す（表１）。PPに比べてMFC複合樹脂は引張強さが1.7倍および曲げ弾性率が2.4倍向上した。またMFC複合樹脂は曲げ弾性率および衝撃強さについてGFRP（メーカー製品カタログ値）と同等であった（表２）。

(2)　リサイクルによる強度への影響

引張強さ、曲げ弾性率および衝撃強さに対するリサイクルの影響を示す（図１～図３）。GFRPおよびCFRPはいずれも強度低下が著しく、リサイクル３回後において、引張強さが28%および29%、曲げ弾性率が15%および22%、衝撃強さが42%および35%それぞれ低下した。これに比べてMFC複合樹脂は引張強さが11%および衝撃強さが16%と低い低下率に留まり、曲げ弾性率については強度低下が認められなかった。以上のことからMFC複合樹脂が他と比べて強度に及ぼすリサイクルの影響が相当低いことを確認した。参考としてMFC複合樹脂およびGFRPの衝撃強さ試験後の各試験片の破断部を観察したところ、GFRPにおいて、基材であるPPから剥離したガラス繊維が顕著に認められた（写真１）。これらの繊維がリサイクル時の粉砕あるいは成形プロセスにおいて破断することで強度低下を生じることが示唆された。

表１　PP(単一樹脂)と比較したMFC複合樹脂の強度物性値

試験体	引張強さ(MPa)	曲げ弾性率(MPa)	衝撃強さ(kJ/m²)
PP※1	27	1,200	6
MFC 複合樹脂	45	2,900	5

※1　製品名プライムポリプロ J707G（株式会社プライムポリマー製）

表２　GFRPとCFRPの強度物性値

試験片	引張強さ(MPa)	曲げ弾性率(MPa)	衝撃強さ(kJ/m²)
GFRP※1	60 (55)	3,300 (2,800)	6 (5)
CFRP※2	90 (100)	6,600 (8,100)	4 (4)

注　(　)内はメーカー製品カタログ値
※1　製品名プライムポリプロ K7000（株式会社プライムポリマー製ガラス繊維強化樹脂、 PP/GF10wt%
※2　製品名パイロフィルペレット PP-C-10A（三菱ケミカル株式会社製炭素繊維強化樹脂、PP/CF10wt%

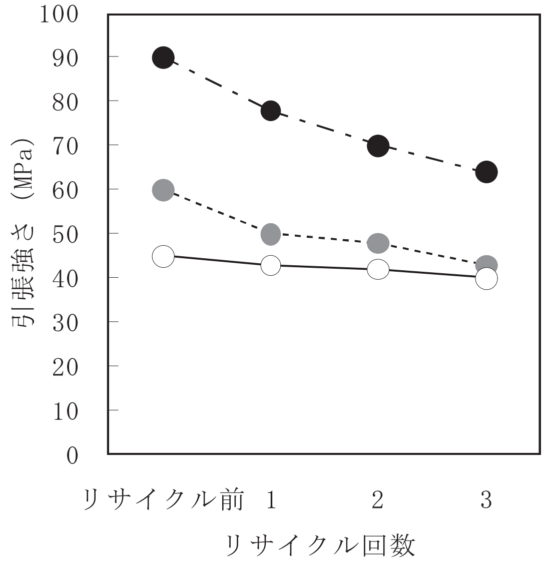


図１　リサイクル回数と引張強さ

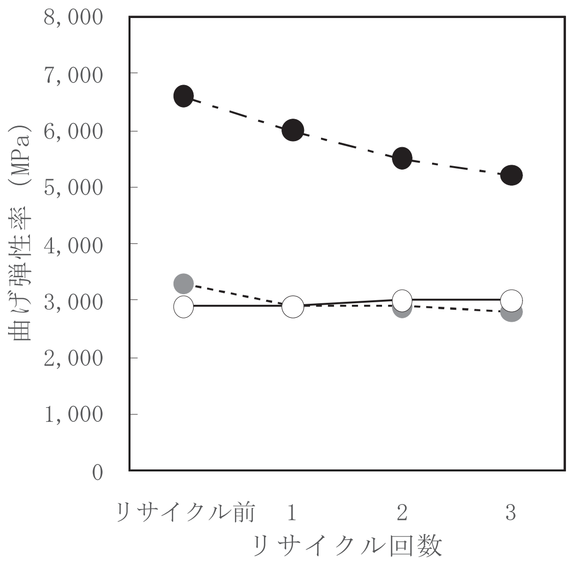


図２　リサイクル回数と曲げ弾性率

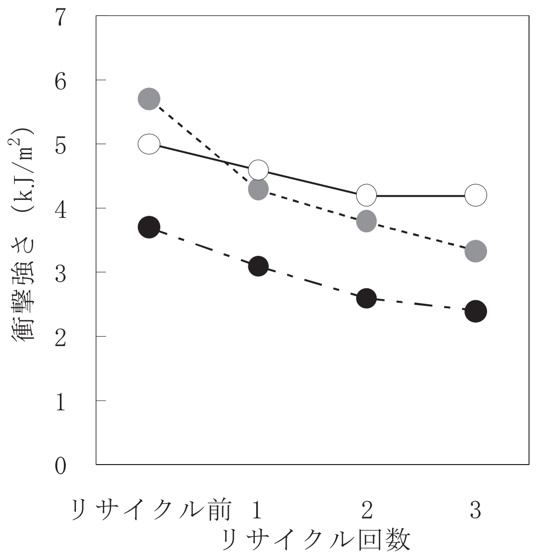


図３　リサイクル回数と衝撃強さ

—○— MFC複合樹脂 ---●--- GFRP —●— CFRP

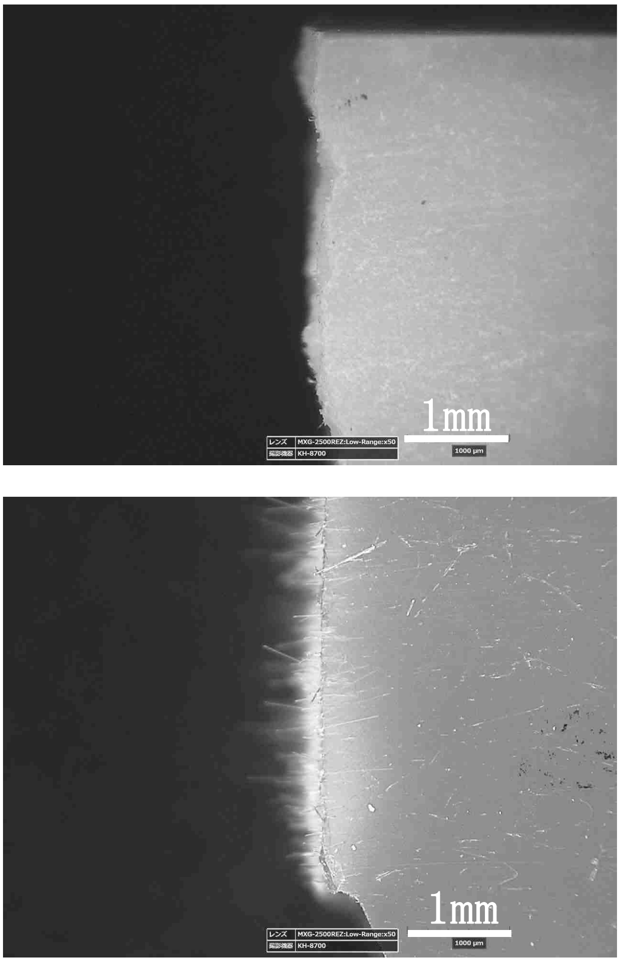


写真１　衝撃試験片の破断部画像

（上：MFC 複合樹脂、下：GFRP）

3.2　耐熱性

GFRPおよびCFPRともにリサイクル回数とともに荷重たわみ温度が低下し、リサイクル３回後において、それぞれ14℃および５℃の低下が認められたが、MFC複合樹脂はほぼ140℃と一定し、リサイクルによる影響が認められなかった（図４）。

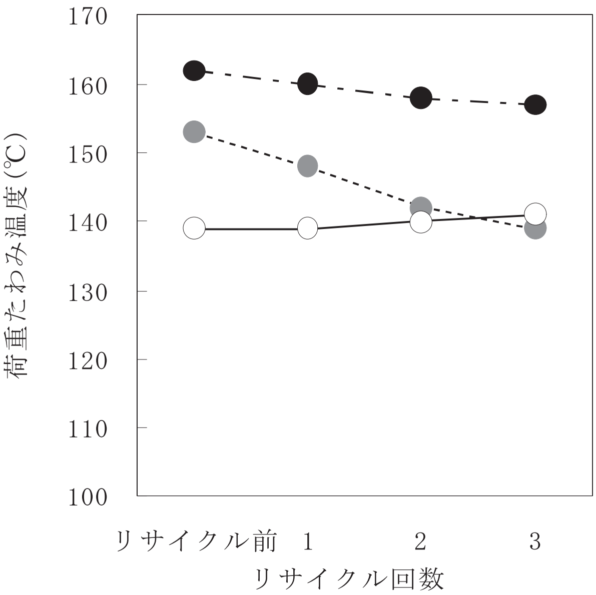


図４　リサイクル回数と荷重たわみ温度

—○— MFC複合樹脂 ---●--- GFRP —●— CFRP

3.3　変色性

MFC複合樹脂はリサイクル回数とともに色差が上昇したが、リサイクル３回後において４未満と他の樹脂に比べて低かった。ただし、CFRPについては、いずれの試料も５前後を示したものの、同一樹脂の試料間における数値差は３種類の樹脂の内で最も低く、概ね一定していた。一方、GFRPはリサイクル回数とともに色差が著しく上昇し、リサイクル３回後において18以上となった（図５）。

MFCの主要成分として、セルロース以外にヘミセルロースおよびリグニンの存在が知られているが、これらの成分の熱変性による黄変が想定されたため、黄変度について調べた。CFRPについては黄変が殆ど認められなかったが、MFC複合樹脂およびGFRPはリサイクル回数とともに黄変の進行が認められた。但しリサイクル３回後における黄変度はいずれも１未満であり、人の視覚において僅かに認識される程度の変化に留まった（図６）。なお、MFC複合樹脂のみならず、GFRPも同様の

挙動を示したことから、共通の基材であるPPの黄変も示唆された。すなわちMFC素材そのものに起因する黄変度は観測値よりもさらに低いものと考えられた。

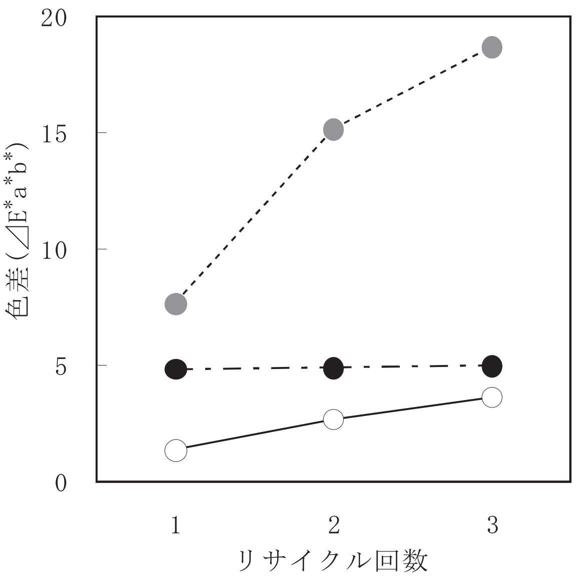


図５　リサイクル回数と色差

—○— MFC複合樹脂 ---●--- GFRP —●— CFRP

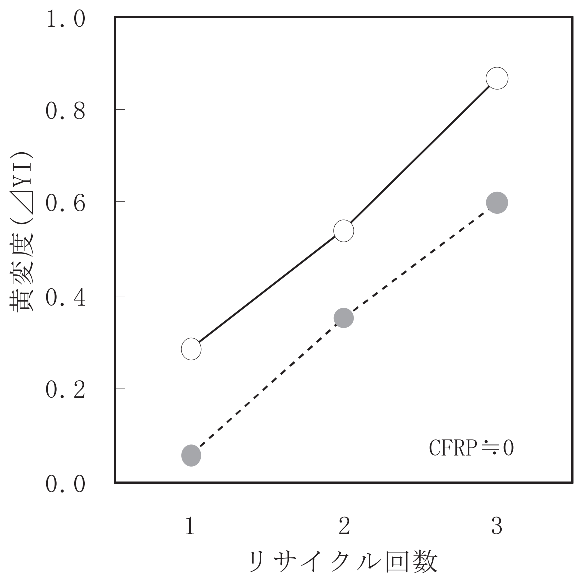


図６　リサイクル回数と黄変度

—○— MFC複合樹脂 ---●--- GFRP

一方、GFRPの色差が顕著に上昇した要因についてリサイクル時における無機成分の混入が疑われたため、３種類の樹脂について蛍光X線分析を行った（表３～５）。リサイクル後の試料において検出されたX線強度について、リサイクル前の試料と同等の数値を示したものを除外した結果、MFC複合樹脂についてはリサイクル回数によらず、いずれもリサイクル前の試料に対し、大きな変化が認められなかったが、GFRPにおいてリサイクル回数とともに鉄成分に係るX線強度の増大が顕著に認められた。そこでGFRPについてリサイクル回数との相関を調べた結果、図７に示す高い相関が認められたことから、リサイクル時の粉砕あるいは成形プロセスにおける鉄成分の混入が示唆された。今回対象とした材料の中でGFRPの繊維径が最も大きく、硬さも比較的高いため、リサイクル時に破断した繊維が粉砕機の刃物、成形機のスクリュあるいは金型等の摩耗を引き起こし、鉄成分の混入を生じたことが推察された。

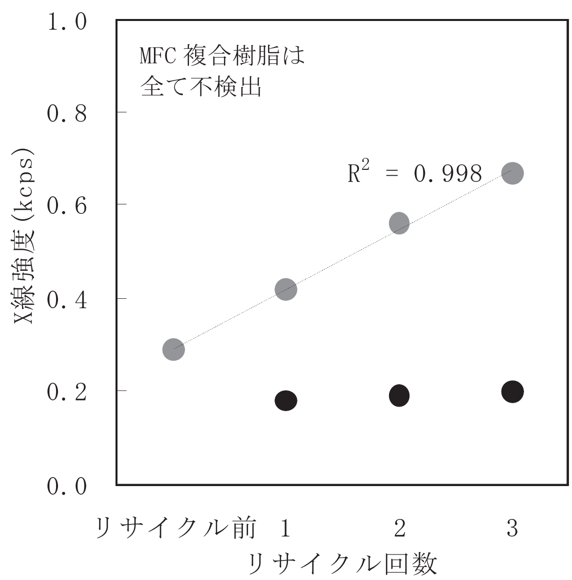


図７　リサイクル回数と鉄成分に係るX線強度

● GFRP　● CFRP

表３　MFC複合樹脂に含まれる金属成分に係るX線強度（kcps）

リサイクル回数	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Fe	Sr	Zr
リサイクル前	ND	0.04	0.03	0.04	ND	ND	0.07	ND	ND	ND
１回	ND	0.03	0.03	0.05	ND	ND	0.08	ND	ND	ND
２回	ND	0.03	0.02	0.04	ND	ND	0.08	ND	ND	ND
３回	ND	0.03	0.03	0.05	ND	ND	0.08	ND	ND	ND

表４　GFRPに含まれる金属成分に係るX線強度（kcps）

リサイクル回数	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Fe	Sr	Zr
リサイクル前	0.02	0.85	3.04	0.06	0.21	0.06	7.70	0.29	1.51	0.97
１回	0.01	0.83	3.11	0.06	0.22	0.05	7.72	0.42	1.40	0.99
２回	0.02	0.84	3.24	0.06	0.21	0.06	7.90	0.56	1.42	0.84
３回	0.02	0.87	3.40	0.06	0.20	0.05	7.89	0.67	1.48	0.82

表５　CFRPに含まれる金属成分に係るX線強度（kcps）

リサイクル回数	Mg	Al	Si	P	S	K	Ca	Fe	Sr	Zr
リサイクル前	ND	0.07	0.04	0.14	ND	ND	ND	ND	ND	ND
１回	ND	0.06	0.04	0.12	ND	ND	ND	0.18	ND	ND
２回	ND	0.06	0.05	0.16	ND	ND	ND	0.19	ND	ND
３回	ND	0.07	0.04	0.15	ND	ND	ND	0.20	ND	ND

４　まとめ

一般に耐衝撃性が劣るといわれるセルロース系複合樹脂について、MFC複合樹脂がGFRPと同等の衝撃強さ５kJ/㎡を示し、曲げ弾性率も同等以上であったことから、次世代自動車の内装部材等への適用が期待される。

リサイクル３回後においてMFC複合樹脂の引張強さの低下率は11%と低く、さらに曲げ弾性率は強度低下が認められなかった。衝撃強さは16%低下したものの、GFRPおよびCFRPの強度の絶対値と比較して、それらを超える高い水準を維持していたことから、資源循環に適した材料であることを確認した。

一方、MFC複合樹脂の耐熱性に関し、リサイクル回数によらず140℃以下での耐熱変形性を示したこと、さらにリサイクル時の熱履歴による著しい変色を生じなかったことから、高温環境下での耐熱性が要求される自動車部材への適用が期待される。

本県において、大学ならびに自動車用樹脂製品や資源循環分野の先進企業等、産学官金により構成されるCNF活用資源循環研究会を令和４年２月に設立し、自動車部材へのCNF活用による循環型経済のビジネスモデル構築を目指した活動を実施しているため、本成果を活用することにより、MFC 複合樹脂の自動車関連製品として適用可能な部材候補選定に役立てるとともに社会実装に向けた研究開発を継続していく。

謝辞

MFC複合樹脂等、試料の成形について多大な御協力を賜りましたイオインダストリー株式会社豊田峻大様に厚くお礼申し上げます。

参考文献

１）トヨタ車体株式会社：『セルロースナノファイバーリサイクルの性能評価事業委託業務（セルロースナノファイバーを用いた自動車部品のリサイクル性に関する検討）成果報告書』（平成30年度）

２）矢野経済研究所：『セルロースナノファイバー世界市場に関する調査を実施（2023年）』（令和５年４月３日プレスリリース）
https://www.yano.co.jp/press-release/show/press_id/3237

３）青木憲治：ポリプロピレン系複合材料における無水マレイン酸変性PPの機能と役割．日本接着学会誌，57 (2)，65-70，(2021)

廃棄コットンを利用した製紙技術の開発

製紙科　　伊藤　彰　河部千香　深沢博之
富士共和製紙株式会社　　井出茂貴

Development of paper making technology using waste cotton

ITO Akira, KAWABE Chika, FUKASAWA Hiroyuki and IDE Shigeki

keywords : waste clothing, recycle, paper manufacture technorogy

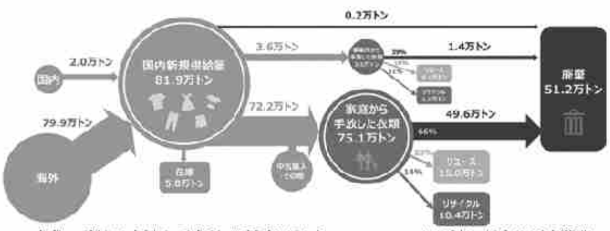
近年、ファストファッションの台頭により、衣料のライフサイクルが短期化し、廃棄量が増大している。本研究では、衣料廃棄物を有効活用することでサステナブルファッションの取組に貢献するため、廃棄衣料を原料に利用した紙の開発を検討した。今回は、通常、紙の原料として使用される木材パルプと同様にセルロースを主成分とするコットンを利用し、木材パルプとの混抄紙を作成し、コットンリサイクル紙の特徴を把握した。

その結果、コットンの繊維長の長さやコットンの配合割合により紙の引張強さ、表面強さ、地合いなどが異なることが分かった。

キーワード：廃棄衣料、リサイクル、製紙技術

1　はじめに

2020年度の衣料のマテリアルフロー（図１）によると、国内新規供給量81.9万トンのうち、51.2万トンが廃棄されている[1]。大量の廃棄衣料は社会的な課題となっており、近年、国や民間団体などでサステナブルファッションに関する取組が積極的に行われている。廃棄衣料を有効活用することもサステナブルファッションの取組であり、その取組に貢献するため、本研究では、廃棄コットンを原料とした紙の開発を行うこととした。



出典：(株)日本総合研究所 環境省R2年度ファッションと環境に関する調査業務
-「ファッションと環境」調査結果-

図１　2020年度の衣類のマテリアルフロー

2　方法

2.1　廃棄コットンの解繊条件

コットン生地を紙の原料に利用するため、写真１のような繊維状に解繊した。解繊度合いを変えて繊維長が短、中、長の３種類の解繊コットンを作製した。

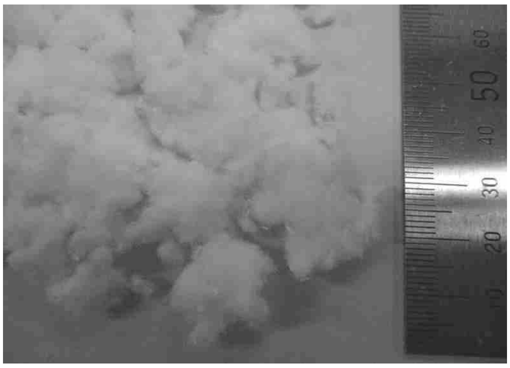


写真１　解繊したコットン

木材パルプと解繊コットンを１：１に混合し、調湿後の坪量80g/m²の手抄き紙を作製し、密度、比引張強さ、印刷時の表面強さ、地合いを測定した。密度はJIS P 8118、比引張強さはJIS P 8113

に準じて測定した。表面強さは写真２の万能印刷適性試験機（熊谷理機工業(株)製）を用い、TV（タックバリュー）30のインキ0.6ml、印圧20kg/cmの条件で試験印刷し、紙の表面が剥けるまで印刷速度を変えて試験した。地合いは３Dシートアナライザー（M/Ksystems.inc.製）で測定を行った。

写真２　万能印刷適性試験機を用いた表面強さの評価

2.2　廃棄コットンの配合割合

コットンの配合割合による紙の物性を把握するため、コットンの配合割合が25、50、75%の木材パルプ・コットンの混抄紙及び木材パルプ100%、コットン100%の紙を作製し、密度、比引張強さ、表面強さを比較した。使用したコットンは繊維長が中の解繊コットンとした。調湿後の坪量が80g/㎡となるように手抄き紙を作製し、密度、引張強さなどの試験方法は2.1と同様に行った。

3　結果及び考察

3.1　廃棄コットンの解繊条件

解繊コットンを50%混合した紙の密度（図２）及び比引張強さ（図３）については、繊維長が短と中のコットンでは、ほぼ変化がみられなかった。繊維長が長のコットンでは、繊維長が短、中と比較し、密度は低下し、比引張強さは上昇するという結果となった。

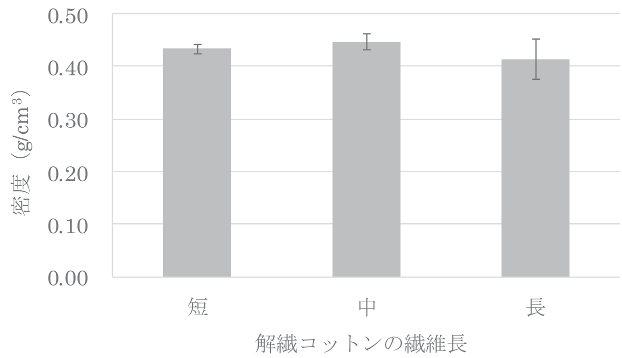


図２　解繊コットンの繊維長と密度の関係
（木材パルプ：解繊コットン＝１：１）

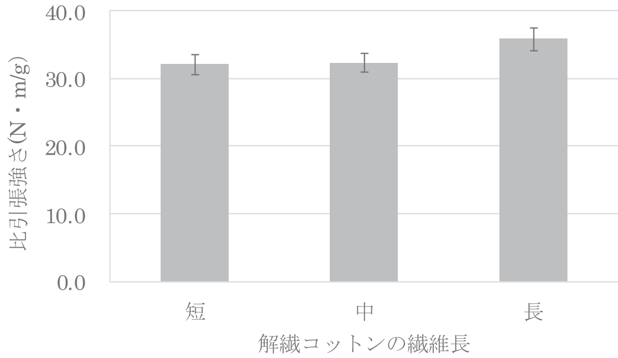


図３　解繊コットンの繊維長と比引張強さの関係
（木材パルプ：解繊コットン＝１：１）

印刷用紙として利用することを想定し、印刷時の表面強さを評価した。表面強さは、繊維長が長い程、上昇した（表１）。

表１　解繊コットンの繊維長と表面強さの関係

		解繊コットンの繊維長		
		短	中	長
印刷速度(m/s)	1	△	○	
	2	×	△～×	○
	3			△
	4			×

○：剥け無し　△：少し剥け有り　×：剥け有り

地合いについては、繊維長が長のものが短、中と比較して極端に悪くなるという結果となった（図４、写真３）。

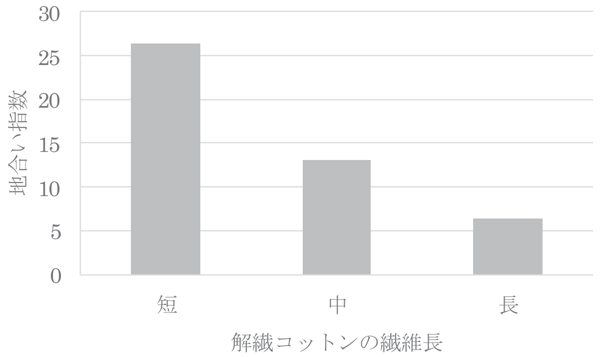


図４　解繊コットンの繊維長と地合い指数の関係
（木材パルプ：解繊コットン＝１：１）

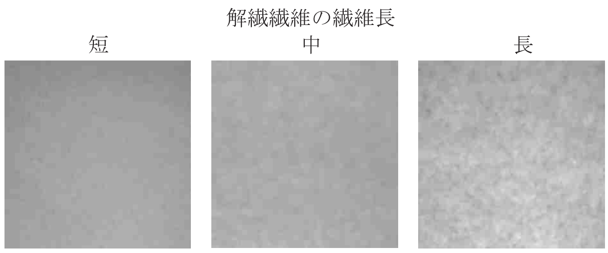


写真３　解繊コットン50%配合の紙の繊維長による比較

強度、地合いなどを総合して判断し、繊維長が中のものが製紙原料として適していると考えられる。

3.2　廃棄コットンの配合割合

コットンの配合割合が多くなるに従い、密度及び比引張強さが低下した（図５、図６）。また、表面強さについても、コットンの配合割合が多くなるに従い、低下した（表２）。

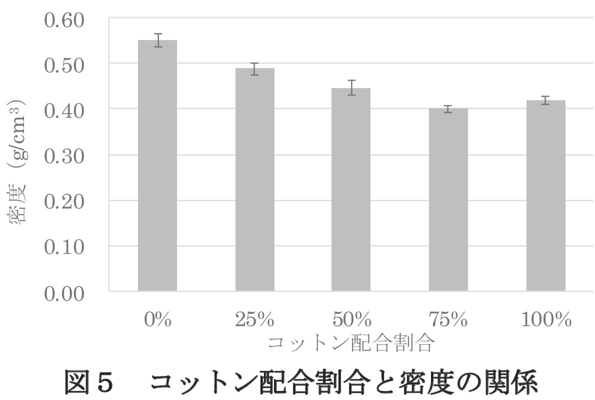


図５　コットン配合割合と密度の関係
（繊維長が中のコットンを使用）

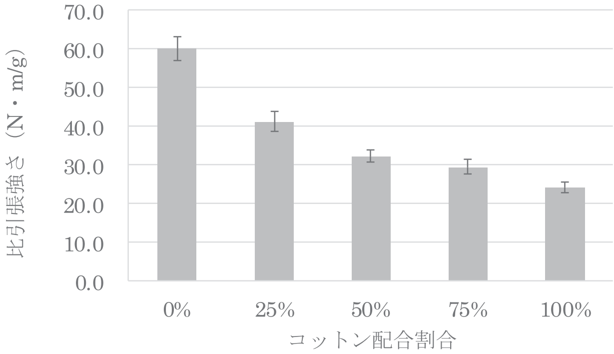


図６　コットン配合割合と比引張強さの関係
（繊維長が中のコットンを使用）

表２　コットンの配合割合と表面強さの関係（繊維長が中のコットンを使用）

		コットン配合割合				
		0%	25%	50%	75%	100%
印刷速度（m/s）	1			○	○	○
	2			△～×	×	×
	3	○	○			
	4	×	×			

○：剥け無し　△：少し剥け有り　×：剥け有り

4　まとめ

コットンを配合した紙の特徴について把握することができた。今後、今回の研究で課題として抽出された引張強さ、表面強さの向上を検討した上で、工場実機での試作を行い、製品としての評価を行う予定である。

参考文献

１）株式会社日本総合研究所：環境省 令和２年度 ファッションと環境に関する調査業務―「ファッションと環境」調査結果―.（2021.3 公表）

加温処理による紙の低密度化に関する現象について

製紙科　　河部千香　伊藤彰　深沢博之
東京農工大学農学部　　齋藤拓真　小瀬亮太

Increasing sheet bulk by heat treatment of pulp

KAWABE Chika, ITO Akira, FUKASAWA Hiroyuki, SAITO Takuma and KOSE Ryota

keywords : heat treatment, increase in sheet bulk, low density of paper

IT技術の伸展などに伴い紙の消費量が落ち込み、県内製紙会社は製品のさらなる品質向上とコストダウンが必要である。

そこで、当センターでは、コストダウンにつながる技術開発として、令和元年度から紙の低密度化に関する研究を進めており、その過程でパルプを単純に加温処理するだけで、紙が低密度化する現象を発見した。今回、濃縮したスラリーを45℃で24時間加温処理するだけで、５～６％の低密度化が可能であることが分かった。また、低密度化は、より膨潤した繊維について行い、抄紙工程以降、なるべく圧力をかけず、乾燥工程に入る前にできるだけ脱水し、乾燥工程では短時間・高温で行うことで、より低密度化が進む事が分かった。

キーワード：低密度化、加温処理

1　はじめに

当センターでは令和元年度から紙の低密度化に関する研究を進めており、その過程でパルプを単純に加温処理するだけで紙が低密度化する現象を発見した[1)]。加温処理による低密度化が可能となれば、直接のコストダウンも期待できる。本研究では、様々な条件で原料調成や加温処理、抄紙を行い、最も低密度化に効果のある条件を調べた。

2　方法

2.1　加温処理による低密度化に効果のある製紙条件

市販の広葉樹漂白クラフトパルプ（以下、LBKP）に、水酸化ナトリウムを０～１wt%（対パルプ）加えて離解した。ビーターで０～60分間こう解し、目開き106μmの篩を用いて10wt%に濃縮した。70℃の湯浴中で24時間加温処理し、目標絶乾坪量80.0　g/㎡で抄紙した。ただし、吸取紙は乾燥あるいは湿潤のろ紙を１～２枚重ねて使用し、コーチングのロールがけは２～10セット行った。プレスは205あるいは410kPaで１～10分間行い、乾燥は、回転ドライヤーにより90～110℃で１～４分間行った。

2.2　最適加温処理条件

2.1と同様の方法で抄紙した。ただし、加温処理時間は０～96時間、最適加温処理温度の実験については、温度を25～95℃、湿度を98%r.h.に設定した恒温恒湿槽で行った。

2.3　紙の密度評価

23℃、50%r.h.の環境下で24時間以上放置した後、JIS の方法により密度を測定した。

3　結果および考察

3.1　加温処理による低密度化に効果のある製紙条件

(1)　原料調成工程

水酸化ナトリウムを0.5wt%（対パルプ）添加し、10分間程度の軽微なこう解を行うことにより、より低密度化することが分かった（図１）。これは、原料調成の段階で、繊維へのダメージは少ない状態で、できるだけ繊維を膨潤させることが、更なる低密度化に繋がると言える。

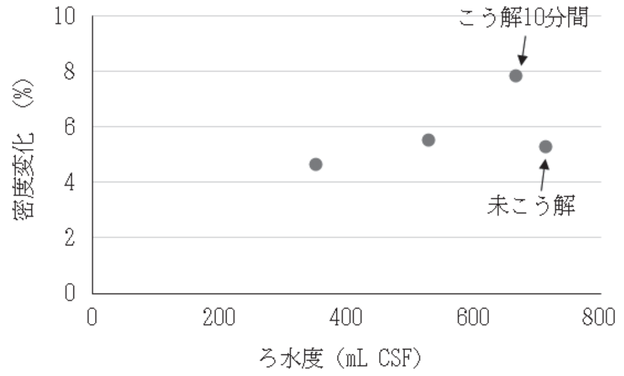


図１　ビーターで０～60分間こう解した際のろ水度と加温処理を施したパルプから作製した紙の密度変化

((密度変化(%))＝100－(加温処理24hのシートの密度)/(加温処理なしのシートの密度)×100)

(2) 抄紙・乾燥工程

全体的に圧力は低く（図２）し、乾燥工程に入る前にできるだけ水分を除去して、乾燥工程では高温で乾燥することで、より低密度化した。

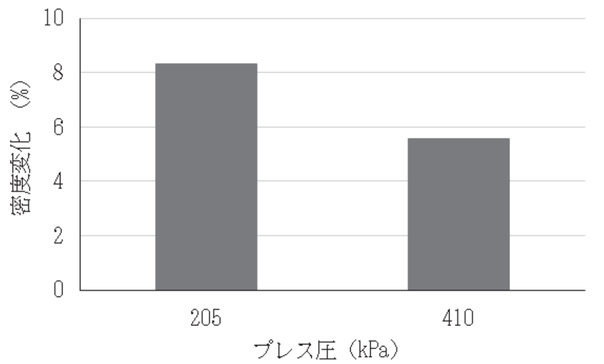


図２　加温処理を施したパルプから、脱水プレス圧を変えて作製した紙の密度変化

((密度変化(%))＝100－(加温処理24hのシートの密度)/(加温処理なしのシートの密度)×100)

3.2　最適加温処理条件の探索

最適時間について、長時間加温処理した方が低密度化が進む傾向があるが、24時間程度で大きな変化がなくなり、24時間程度の加温処理が妥当であると考えられる（図３）。

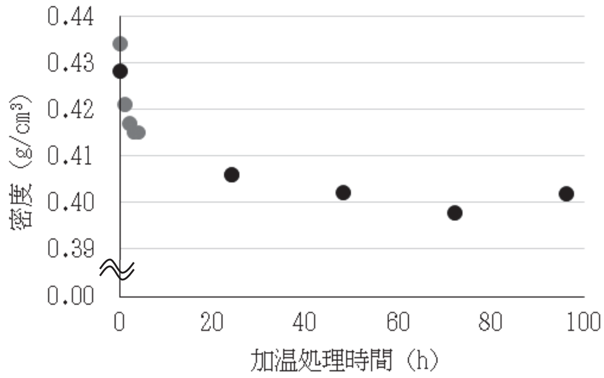


図３　加温処理時間を変えて作製した紙の密度変化

最適温度については、70℃や95℃といった高温の方が低密度化が進む傾向があったが、45℃以降大きな変化がみられなかった。工場実機での運転を考慮すると、現在のところ45℃程度が妥当であると考える。

4　まとめ

今回、加温処理に伴う低密度化について次の３点が示された。

①原料調成で、繊維を膨潤させることで、より低密度化する。

②抄紙工程以降、プレスなどの圧力を低めにし、乾燥工程に入る前にできるだけ水分を除去し、高温で乾燥することで、より低密度化する。

③最適加温処理条件は、24時間、45℃程度である。

今後、各機関と協力し、低密度化のメカニズムを解明するとともに、工場実機での効果について検証していく。

参考文献

１）齊藤和明　他：再生紙の低密度化に関する研究. 紙パルプ技術タイムス, 64（５）, 37－46 (2021).

繊維廃棄物の分別へのAI活用の試行

機械電子科　　齊藤和明　井出達樹　本間信行*

Trial use of artificial intelligence for separation of textile waste

SAITO Kazuaki, IDE Tatsuki and HONMA Nobuyuki

keywords : AI, machine learning, classification, separation

中小企業のデジタル化や産業全体のDXは国や地方自治体の政策として推進されている。
AIはディープラーニングによって精度が大きく向上し、AI等を導入した企業では効果が認められるものの、企業への導入はまだ途上にある。
我々はものづくりにAIを活用してDXを推進することを目的に、製造業等の課題解決にAIを用いた事例を示すことで企業のAI導入の動機付けになると考えた。
そこで、再生紙工場の原料として用いられるようになった廃棄衣料について、素材が分かれば古紙原料として利用しやすくなると考え、AIを活用して綿とポリエステルとで分別できるか試みた。結果、AIを活用して分別したり、混合割合を出力したりできる可能性が示唆された。

キーワード：AI、機械学習、クラス分類、分別

1　はじめに

中小企業のデジタル化の支援や産業全体のDXは、デジタル社会形成基本法（令和３年）に基づき強力に推進されている。

本県では新ビジョン後期アクションプラン（令和４年３月）においてDXによる産業構造の改革等を政策として打ち出している。

AIはディープラーニングによって精度が大きく向上し、AI等の導入効果は認められるものの、企業への導入は途上にある[1)]。

我々はものづくりにAIを活用してDXを推進することを目的に、製造業等の課題解決にAIを用いた事例を示すことで企業のAI導入の動機付けになると考えた。

一方、再生紙工場では原料不足等により廃棄衣料を原料に用いる状況にある。繊維の素材は紙質に影響を及ぼすため、廃棄衣料（布）の素材別の割合が分かれば古紙原料として利用しやすくなると考えた。AIを活用して、布を主な天然繊維である「綿」と、主な化学繊維である「ポリエステル」とで分別できるか試みた。

2　方法

表１の布を、フーリエ変換赤外分光光度計FT/IR-6000（日本分光株式会社製）を用いてATR法でスペクトル測定し、結果はCSVファイルで得た。

表１　実験に用いた布

素材と割合	サンプル名
綿100％（単一試料）	C100
ポリエステル100％（単一試料）	PE100
綿45％ポリエステル55％（混合試料）	C45PE55
綿35％ポリエステル65％（混合試料）	C35PE65
綿10％ポリエステル90％（混合試料）	C10PE90

機械学習には、シンプルな構文、豊富な標準ライブラリ・外部ライブラリが利用でき、広く使われているプログラミング言語「Python」を用いた。

表２に示すような機能を有し、機械学習の一連の作業を自動化できるオープンソースの機械学習パッケージ「PyCaret」で処理した。

＊ 現　工業技術研究所　環境エネルギー科

表２　PyCaretの主な機能

機能	関数
データ前処理の自動化	setup()
学習モデルの精度の比較の自動化	compare_models()
ハイパーパラメーターの自動最適化	tune_model()
モデルの評価指標の確認、可視化	evaluate_model()
作成したモデルで他のデータを予測	predict_model()
モデルの可視化	plot_model()
モデルの保存	save_model()
モデルのロード	load_model()

単一試料は50回ずつ測定し、測定結果そのままのデータ（3,736測定点）にターゲット（C100またはPE100）を追加してデータセットとした。PyCaret の分類のモジュールを用いた。

混合試料は５回ずつ測定し、同様にデータセットとし、作成したモデルで予測を実行し、得られた各素材の確率を平均して混合割合とした。

	Model（モデル）	Accuracy（正解率）
lr	Logistic Regression（ロジスティック回帰）	1.0000
knn	K Neighbors Classifier（K近傍法分類器）	1.0000
nb	Naive Bayes（単純ベイズ）	1.0000
dt	Decision Tree Classifier（決定木分類器）	1.0000
ridge	Ridge Classifier（リッジ回帰分類器）	1.0000
rf	Random Forest Classifier（ランダムフォレスト分類器）	1.0000
gbc	Gradient Boosting Classifier（勾配ブースティング分類器）	1.0000
lda	Linear Discriminant Analysis（線形判別分析）	1.0000
et	Extra Trees Classifier（エクストラツリー分類器）	1.0000
lightgbm	Light Gradient Boosting Machine（ライトジービーエム）	1.0000
svm	SVM - Linear Kernel（サポートベクターマシンの一種）	0.9857
ada	Ada Boost Classifier（アダブースト分類器）	0.9571
qda	Quadratic Discriminant Analysis（二次判別分析）	0.7667

図２　各モデルの精度比較結果（一部抜粋）

３　結果および考察

単一試料の測定結果を図１に示す。２種のスペクトルには特徴があり、目視で分別可能である。

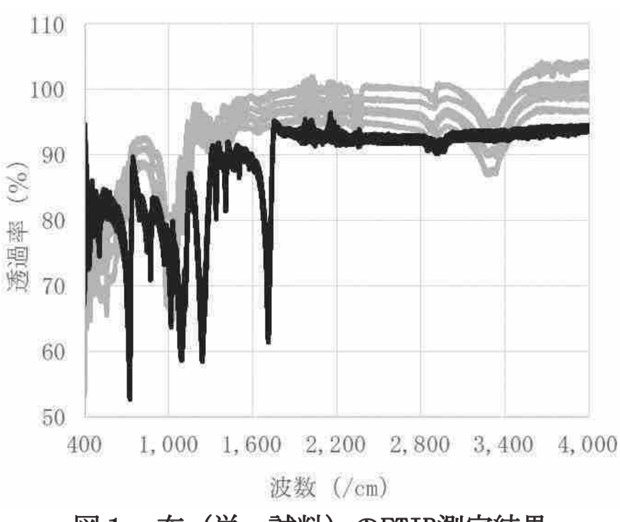


図１　布（単一試料）のFTIR測定結果
ー：C100、ー：PE100。

単一試料の測定データについて PyCaret で前処理し、各モデルの精度比較した結果（一部を抜粋）を図２に示す。多くのモデルで良く分類できている。

一例としてエクストラツリー分類器（et）のモデルを作成・最適化し、評価指標を可視化した図の一つを図３に示す。分類できていることが良く分かる。

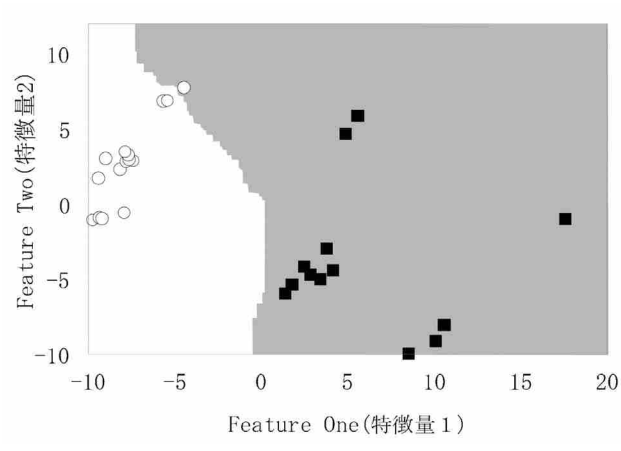


図３　解析結果の一例（Decision Boundary（決定境界））
■：C100、○：PE100。
（特徴量はデータセットの特徴を数値化したもので、tune_model関数で抽出される）

単一および混合試料の測定結果を図４に示す。混合割合は目視では判別が難しい。

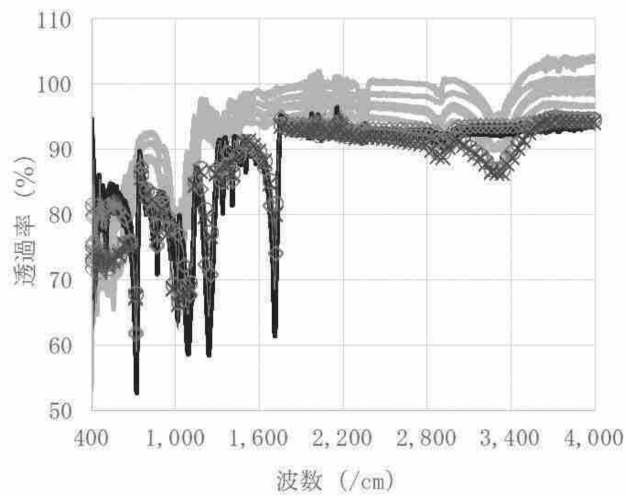


図４　布（単一及び混合試料）のFTIR測定結果
—:C100、◇:C10PE90、⊖:C35PE65、✕:C45PE55、━:PE100。

混合試料の測定データについて、先に作成したモデルで、予測した結果を表３に示す。表３から、綿とポリエステルの混合割合を概数程度には知ることができた。布の綿とポリエステルの混合割合を出力できる可能性が示唆された。

表３　混合試料を作成したモデルで予測した結果（et）

サンプル名	予測結果		予測結果から算出した混合割合
	C100の確率	PE100の確率	
C10PE90	0.1833	0.8167	綿18% ポリエステル82%
C35PE65	0.3425	0.6575	綿34% ポリエステル66%
C45PE55	0.3286	0.6714	綿33% ポリエステル67%

分別する技術や方法を確立すれば、ハイパースペクトルカメラや自動選別機と組み合わせることで、実際に分別できると考える。

４　まとめ

布の繊維の素材の混合割合を、AIを用いて簡単に概数を知ることができた。

AIの工業利用の動機付けになれば幸いである。

参考文献

１）総務省：令和３年版情報通信白書.（2021.7.30発行）

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３報）

― 粗さ推定精度の評価 ―

光科　　中野雅晴
株式会社パパラボ　　岡田　楓　加藤　誠

Surface roughness estimation using color imaging (3rd Report)

- Evaluation of roughness estimation accuracy -

NAKANO Masaharu, OKADA Kaede and KATOH Makoto

A method to quantitatively measure macroscopic differences in surface roughness in a short period of time based on the color distribution of the sample surface measured by a camera has been developed. A two-dimensional colorimeter, which can accurately measure color, was used for the camera. The colorimetric values of the sample surface measured by the colorimeter were mapped to an x-y chromaticity diagram, and the relationship between the spread of the distribution and the surface roughness was evaluated to create a calibration curve. The estimation accuracy of the surface roughness was estimated from the slope of the calibration curve and the amount of variation in color measurement. It was confirmed that the arithmetic average height Sa, which was a type of roughness parameter, was estimated with an accuracy of ±0.91 μm. In addition, it was found that the estimation accuracy is affected by the pixel resolution of the image measured by the colorimeter, the color of the illumination light source, and the size of the area where the surface roughness is evaluated.

keywords : Surface roughness, colorimetry, imaging, colorimeter

カメラで測定した試料表面の色の分布から、表面粗さの巨視的な違いを短時間で定量的に測定する方法を開発した。カメラには、色を正確に測定することができる２次元色彩計を用いた。色彩計で測定した試料表面の測色値をxy色度図にマッピングし、その分布の拡がり幅と表面粗さとの関係を評価して検量線を作成した。両者の関係を近似した回帰直線の傾きと、色測定のばらつき量から表面粗さの推定精度を見積もった。粗さパラメータの一種である算術平均高さSaを±0.91μmの精度で推定できることを確認した。また、推定精度は、色彩計で測定した画像の画素分解能と、照明光源の色、および表面粗さを評価する領域の面積に影響されることがわかった。

キーワード：表面粗さ、測色、イメージング、色彩計

１　はじめに

製品の品質検査工程において、加工面の表面粗さを評価するために、目視や触診といった官能検査が使われてきた。官能検査では、高度な検査技術を有する人材が必要で、定量的な品質管理が難しいことが課題となっている。一方、面の表面粗さを定量測定するために、近年では、共焦点顕微鏡や光干渉計を使った三次元形状計測が用いられている。これらの機器では、微細領域の表面粗さを正確に測定することができる。しかし、顕微計測のため一度に測定できる面積が狭く（50倍対物レンズで測定した場合、0.3mm角程度）、広い領域を短時間で測定する必要がある製品検査等の用途には適さない。

そこで、我々は、試料表面の色をカメラでイメージング（２次元測定）することで、広い領域において巨視的な表面粗さの違いを短時間で定量的に評価する方法の基礎を確立した[1,2]。本方法では、カメラで２次元測定した試料表面の測色値が、表面の凹凸状態によって変わることを利用する。予

め測色値と表面粗さとの関係を調べておき、測定した試料表面の色から検量線を使い表面粗さを推定する。本報告では、作成した検量線と測色値の差分から表面粗さの推定精度を見積もった結果について示す。

2　方法

2. 1　測色による表面粗さ推定

図１に、測色による表面粗さ推定の方法について概略図を示す。試料面の法線に対し斜め方向から平行光で試料を照明し、拡散反射した試料表面の色をカメラで２次元測定した。カメラには、15 fps の速度で正確に色を測定できる２次元色彩計 RC-300（㈱パパラボ製）を用いた。次に、色彩計で測定した画像における各画素の測色値（XYZ表色系）を色表現で用いるxy色度図にマッピングして、その分布（以下、色分布）の拡がり幅と表面粗さの相関を評価した。一般的なカメラと同様に、２次元色彩計でも受光量の減少に従いSN比が低下し、結果として測色値のばらつきが増加した[3)]。また、表面粗さが大きいほど、表面形状は複雑化し測定画像の輝度分布が拡がる傾向にあった。このことから、２次元色彩計の測定では、表面粗さに起因する輝度分布の違いが色分布の違いとなって現れた。輝度分布と比べて色分布の方が、情報量が多いため、表面粗さ推定において優位であると思われる。拡がり幅は、色分布の分散が最大となる方向の幅（標準偏差）とした。

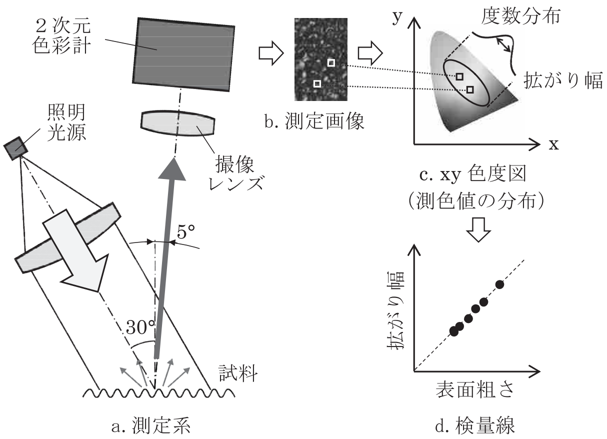


図１　測色による表面粗さ推定の概略図

2. 2　表面粗さの推定精度評価

試料として、表面をブラスト処理した、表面粗さが異なる10個のアルミ平板（幅19mm×長さ76 mm×厚さ10mm）を用いた。図２に、一部の試料における表面の共焦点顕微鏡像を示す。共焦点顕微鏡 OPTELICS HYBRID L7（レーザーテック㈱製）で測定した三次元形状から、粗さパラメータの一種である算術平均高さSaを算出した。10個の試料は、Saが異なり0.7μm〜11μmであった。

次に、色彩計の視野中心で測定した色分布の拡がり幅と表面粗さの関係を評価し、回帰直線を求めた。また、視野中心から離れた位置でも同様に色分布を測定し、拡がり幅について回帰直線からの偏差量を測定ばらつきとして２乗平均平方根誤差RMSEで評価した。さらに、色彩計で測定した画像の画素分解能、照明光源の色、および評価領域の面積といった要因が、回帰直線の傾きと拡がり幅のばらつきに与える影響も検討した。また、回帰直線の傾きと拡がり幅のRMSE値の比から表面粗さの推定精度を見積もった。

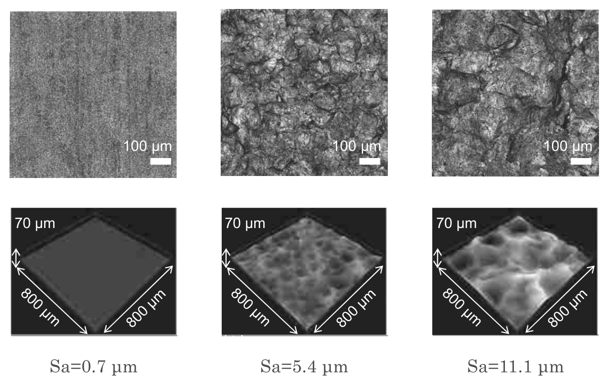


図２　共焦点顕微鏡で測定した試料表面
上：輝度画像、下：表面形状

3　結果および考察

3. 1　視野内の測定ばらつき

図３に、図２に示した試料表面の色分布を測定した結果を示す。表面粗さが増加するとxy色度図の色分布が拡大した。図４に、色彩計の視野中心で測定した色分布の拡がり幅と表面粗さSaの関係を示す。色彩計で測定した画像の画素分解能は0.1 mm/pxとした。このとき、色彩計の視野は205

mm×154mmであった。Saが増加すると色分布が拡がり、その拡がり幅とSaにはSa=0.7μm～11μmの範囲で線形関係が認められた。両者に線形関係が見られるSaの範囲は、画素分解能に依存することが確認された[2)]。画素分解能を粗くすれば、Saが11μmより大きな表面粗さも推定できる可能性がある。

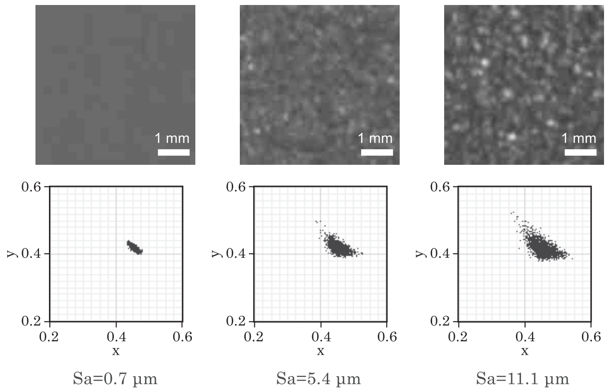


図３　各試料における測色結果

上：色彩計で測定した試料表面の画像、
下：測色値の分布（xy色度図）

次に、図４の下図に示すように、評価領域を視野中心から横方向に移動させながら同様な測定を行い、回帰直線を求めた。移動量が試料サイズより大きい場合は、試料を固定した状態で、撮像レンズと色彩計を平行移動させた。周辺視野における色分布の拡がり幅と表面粗さSaとの関係を、図４に併記する。色分布の拡がり幅は視野中心より狭くなり、Saの増加に伴いその差が増加した。

図５に視野中心からの距離と回帰直線の傾きの関係を示す。表面粗さとの関係を表す回帰直線の傾きは、視野中心から30mm以上離れると減少する傾向がみられた。これは、撮像レンズの収差に起因し、周辺視野では十分なレンズ性能が得られなかったためだと推察される。これらの結果から、本報告では、回帰直線の傾きが一定であった、視野中心から±30mm以内における色分布のばらつき量から表面粗さの推定精度を算出することとした。

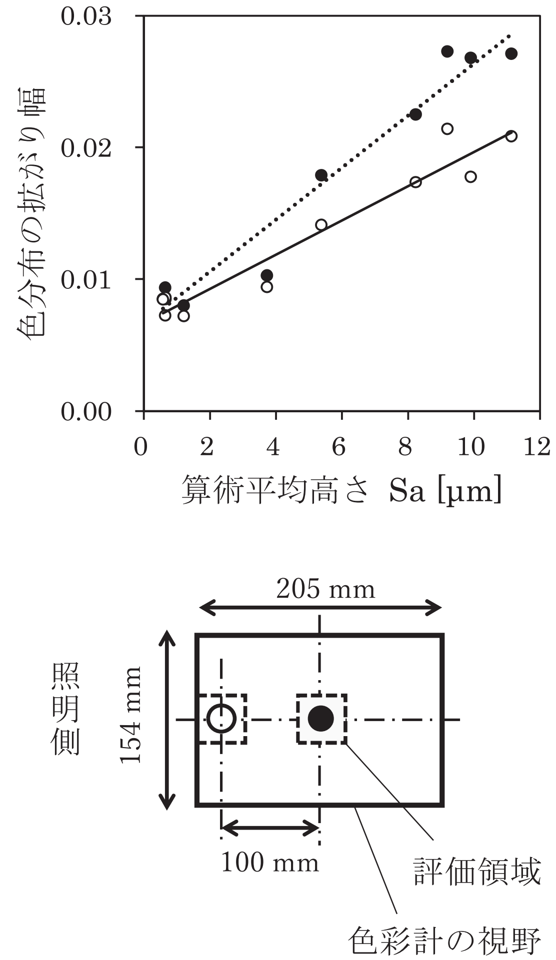


図４　表面粗さSaと色分布の拡がり幅の関係（測定位置による違い）

●：視野中心、○：周辺視野（視野中心から照明側に100mm離れた位置）で測定、光源はハロゲン光源。

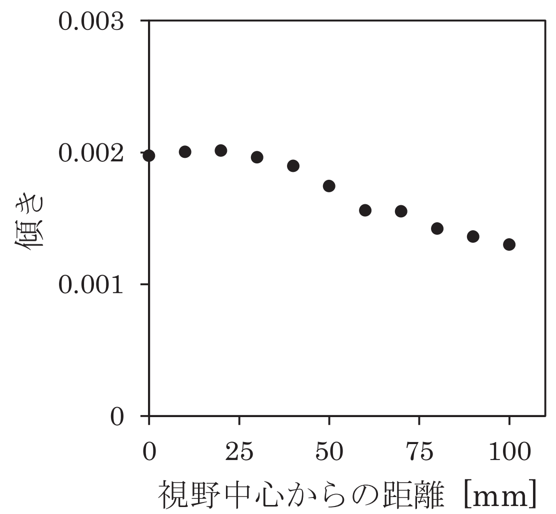


図５　測定位置と回帰直線の傾きの関係

3.2　測定画像の画素分解能の違い

図６に、色彩計で測定した画像の画素分解能が異なる場合の、表面粗さと色分布の拡がり幅との関係を示す。色彩計と試料の距離を調整して色彩計の視野を拡大縮小させることで、画素分解能を変化させた。照明光源は、ハロゲン光源を用いた。画素分解能の細かい方が、傾きが増加し、表面粗さの変化に対して大きく色分布が拡がった。これは、画素分解能が細かい方が表面形状の違いを高精細に撮像することができるためである。一方、視野中心から±30mm内における色分布の拡がり幅のばらつきは、画素分解能の粗い方が減少した（図７）。これは、画素分解能によって視野内の測定位置が変わり、画素分解能が粗い方が、撮像レンズの収差が小さい視野中心近傍で測定できるためである。傾きは大きく、ばらつきは小さい方が望ましいことから、画素分解能は0.05mm/px ～0.1mm/pxがよいと考えられる。

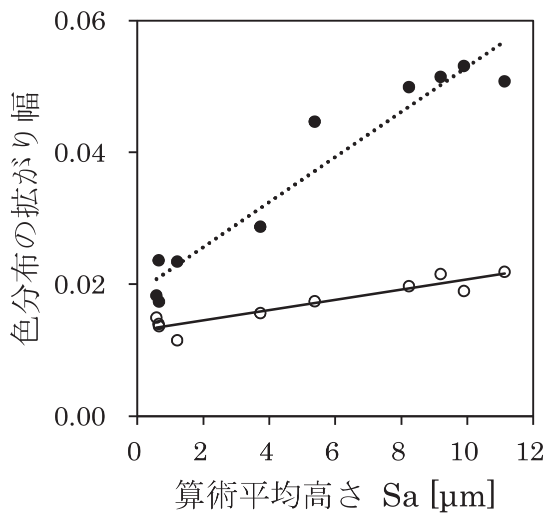


図６　表面粗さSaと色分布の拡がり幅の関係（測定画像における画素分解能の違い）
●：0.025mm/px、○：0.2mm/px、光源はハロゲン光源。

3.3　照明光源色の違い

図８に、各色の照明光源における、表面粗さと色分布の拡がり幅の関係を示す。画素分解能は0.1 mm/pxとした。光源の色によって色分布の拡がり幅に違いが見られ、回帰直線の傾きも変化した。

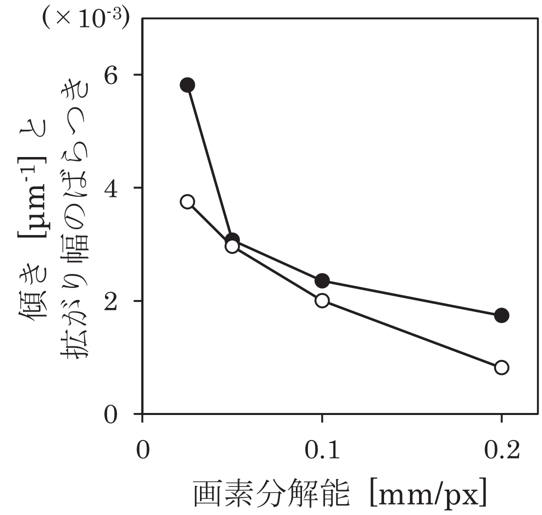


図７　画素分解能に対する回帰直線の傾きと拡がり幅のばらつきの関係
●：拡がり幅のばらつき（RMSE）、○：回帰直線の傾き。

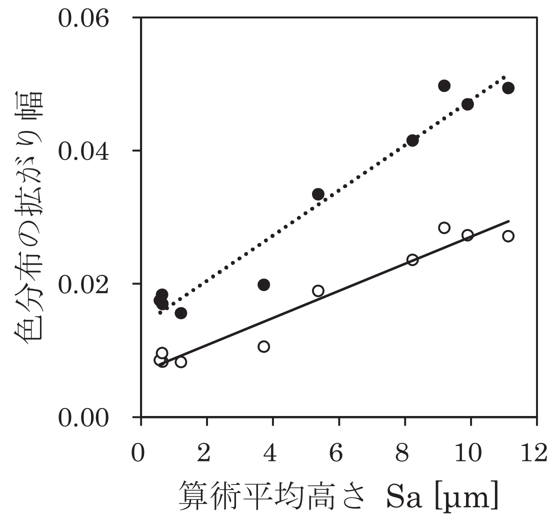


図８　表面粗さSaと色分布の拡がり幅の関係（照明光源の違い）
●：LED(Green)、○：ハロゲン光源、画素分解能は0.1mm/px。

緑色のLEDはハロゲン光源と比べてSaに対して大きく色分布が変化することがわかった。光源の色によって、傾きに違いが生じた理由は、xy色度図における色の分布の不均等性にあると考えられる。xy色度図では、違いを判別できる色間の距離が、例えば、青色に比べて緑色の方が遠い。このため、緑色の方が少しの色変化で分布が大きく拡がる。

一方、色分布のばらつき量は、緑色のLEDが最も大きい結果となり、傾きが大きくても表面粗さの推定精度は向上しないことがわかった（図９）。精度を向上させるためには、傾きが拡がり幅のばらつき量より大きい、ハロゲン光源と赤色のLEDが優位であることが確認された。

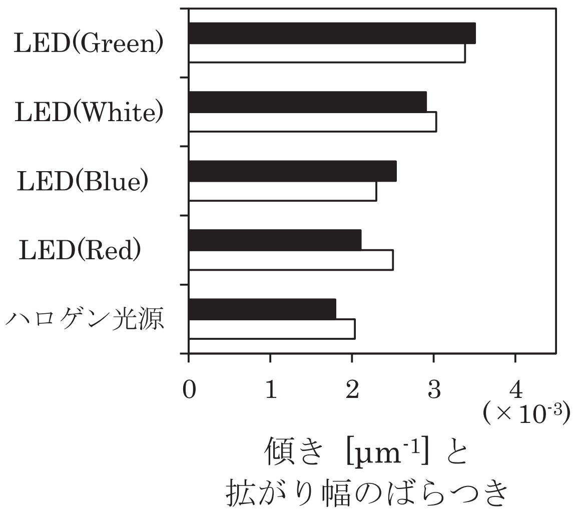


図９　各光源における回帰直線の傾きと拡がり幅のばらつき
黒：拡がり幅のばらつき（RMSE）、
白：回帰直線の傾き。

3．4　評価面積の違い

表面粗さを評価するために必要な最小の面積を評価した。図10に、表面粗さと色分布の拡がり幅の関係における評価面積の違いを示す。ハロゲン光源で試料を照明し、画素分解能は0.1mm/pxとした。評価面積を広げると、傾きには大きな変化がみられないが、拡がり幅のばらつきが小さくなった。

図11に、評価領域の画素数と傾き、および拡がり幅のばらつきの関係を示す。画素数を増やしても、100（縦10×横10）画素以上では傾きにほとんど変化はみられなかった。拡がり幅のばらつきは、画素数が多い方が減少し、625（縦25×横25）画素以上では飽和状態になった。このことから、表面粗さの評価に必要な領域は、画素分解能0.1mm/pxの場合、縦25×横25画素（縦2.5mm×横2.5mmに相当）以上あればよいことがわかった。

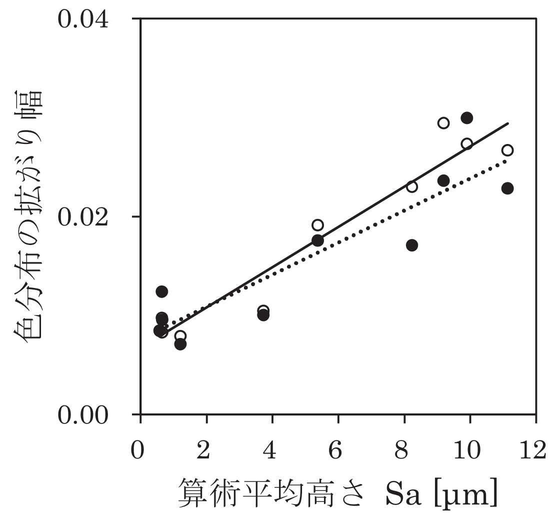


図10　表面粗さSaと色分布の拡がり幅の関係（評価面積の違い）
●：６×６画素、○：25×25画素、画素分解能は0.1mm/px、光源はハロゲン光源。

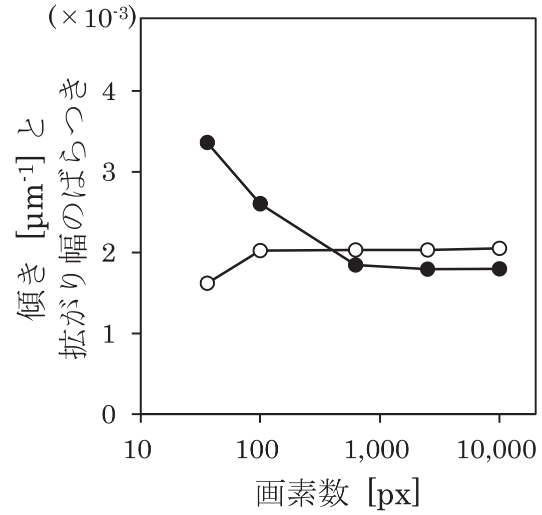


図11　各画素数における回帰直線の傾きと拡がり幅のばらつき
●：拡がり幅のばらつき（RMSE）、
○：回帰直線の傾き。

3．5　表面粗さの推定精度

図12に、Sa=0.7μm～11μmの表面粗さに対して最適化した測定系における表面粗さと拡がり幅の関係を示す。また、表に測定条件を示す。回帰直線の傾きは、2.0×$10^{-3}\mu m^{-1}$、視野中心から±30

mmの範囲内における拡がり幅のばらつきはRMSEで1.8×10^{-3}であった。このことから、Saの推定精度（回帰直線の傾きに対する拡がり幅のばらつき量RMSE）は、±0.91μmと考えられる。

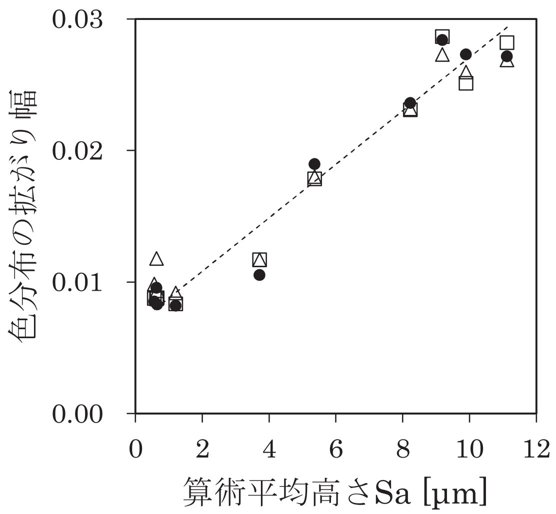


図12　最適化した測定系における表面粗さSaと色分布の拡がり幅の関係

●：視野中心、△：中心から照明側に30mm近づいた位置、□：中心から照明30mmの位置で測定した色分布の拡がり幅。

表　測定条件

画素分解能［mm/px］	0.1
照明光源	ハロゲン光源
評価面積［px］	50×50
撮像レンズ	
・焦点距離［mm］	15
・絞り値	2.2
積算回数［回］	16

4　まとめ

２次元色彩計で測定した試料表面の測色値の分布から表面粗さを推定する方法について、推定精度を評価した。表面粗さと色分布の拡がり幅の関係から回帰直線を求め、その傾きと視野中心から±30mmの範囲内における拡がり幅のばらつき量を評価した。

(1)　画素分解能が細かくなると、傾きは増加し大きく色分布が変化するが、拡がり幅のばらつきも増加した。両者のバランスを考慮すると画素分解能は0.05mm/px～0.1mm/pxが適当であった。

(2)　照明光源の色によって、傾きと拡がり幅のばらつき量が変化した。ばらつき量に対して傾きが大きいハロゲン光源と赤色のLEDが優位であった。

(3)　表面粗さを評価するための領域を広くすると、拡がり幅のばらつき量が減少した。評価領域は画素分解能0.1mm/pxの場合、2.5mm角以上あれば推定精度が変わらないことがわかった。

(4)　傾きと拡がり幅のばらつき量から見積もった表面粗さSaの推定精度は、Sa=0.7μm～11μmの表面粗さに最適化した測定系では、±0.91μmであった。

本方法は、検査対象の色測定と同時に、表面粗さに起因する質感の違いを定量的に評価する用途にも利用することができる。また、製品加工面の表面粗さを短時間で定量的に評価できれば、品質検査を自動化することができ、生産性を向上できる。

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）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).

3）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３報）．2022年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集，p.187-188，オンライン (2022).

80MHz以下における車載電子機器の放射イミュニティ試験用アンテナの検討

機械電子科　　山田浩文

Study of antenna used for radiated immunity test method for a vehicular electrical/electronic sub assembly at frequencies below 80 MHz

YAMADA Hirofumi

An antenna for radiated immunity testing for electrical/electronic sub assembly for vehicle in frequencies range of 20 to 80 MHz was investigated. We were able to satisfy the test configuration specified in the international standard ISO11452-2 and achieve an electric field strength of 100 V/m with a forward power of 1.5 kW by using a biconical antenna with upper and lower elements of different lengths in a vertical polarization.

keywords : electromagnetic compatibility, ISO11452-2, ALSE, below 80MHz, vertical polarization

車載機器の放射イミュニティ試験において20～80MHzの周波数範囲で試験を行うためのアンテナについて検討した。垂直偏波において上下の素子の長さが異なるバイコニカルアンテナを用いることにより、国際規格ISO11452-2に規定される試験配置を満たし、100V/mの電界強度を1.5kWの進行電力で達成することができた。

キーワード：EMC、ISO11452-2、ALSE法、80MHz以下、垂直偏波

1　はじめに

車載電子機器への連続波のイミュニティ試験には、ALSE法（国際規格ISO11452-2:2019[1)]）、TEMセル法（国際規格ISO11452-3:2016[2)]）やハーネス励磁法（バルク電流注入（BCI）法、国際規格ISO11452-4:2020[3)]）などの方法がある。国際連合発行の規則であるECE Regulation No.10.06[4)]など多くの場合、200MHzや400MHzなどの周波数により試験法方法を分け、これらの周波数以下ではTEMセル法（10kHz～200MHz）やBCI法（100kHz～400MHz）などを用い、それ以上ではALSE法（垂直: 80MHz ～、水平: 400MHz～）を用いることが多い[4)]。しかし、一部のメーカや製品などによっては、20MHzからALSE法による試験を要求されることがある。しかしながら、この周波数帯域ではより大きなアンテナや電力増幅器が必要となり、試験を実施できる機関は極めて限られるため、企業から複数の相談が寄せられている。本報では、これに対応するため20～80MHzの周波数範囲で放射イミュニティ試験用のアンテナについて検討した結果について報告する。

2　方法

物理的に満たすことのできない試験配置を除き、国際規格ISO11452-2に規定される方法で電界強度校正を行った。この規格では、その際のグランドプレーンやアンテナの配置などが詳細に規定されている（図１）。

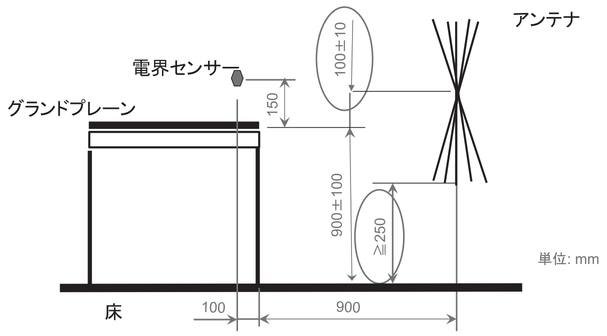


図１　国際規格ISO11452-2の電界強度校正時の試験配置

すなわち、アンテナの位相中心（給電部）の高さは床から1,000mmに、アンテナ素子の最下部は床から250mm以上になるように設置しなければならない。今回の周波数範囲20～80MHzでは、電磁波

の波長が15～3.75mであり、それに伴いアンテナ(の素子)も大きくなる傾向があるのでこの規格に規定する配置を満たすのは難しくなる。

電磁波の発生にはバイコニカルアンテナ（BC、Schwarzbeck VHBD9134+BBFA9146）を用いた。このアンテナはインピーダンス比が1:4のGuanella Balun （VHBD9134）と円錐状に展開可能な素子（BBFA9146）を組み合わせたものである。この素子は、付属の延長金具（長さ990mm）を素子に取り付けることにより比較的低い周波数領域でのアンテナ特性を改善することができる。今回は、延長金具を取り付けない状態で素子の直径LDが1,350mmになるように、素子の開き角を固定して使用した。また、垂直偏波の場合について、①上側の素子のみ延長金具を付けた場合（写真１）と②上下の両素子に延長金具を付けた場合(写真２）とについて測定し、比較した。

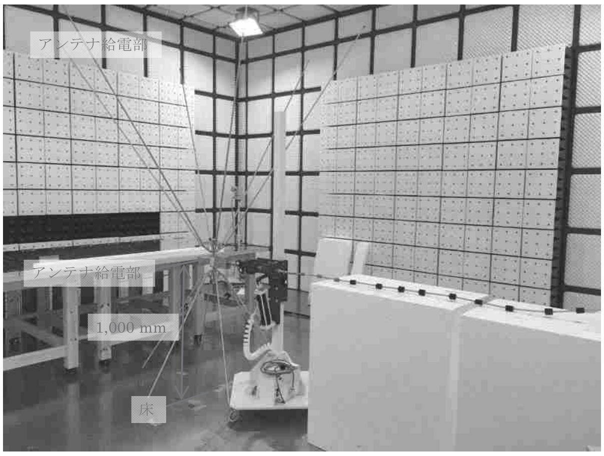


写真１　バイコニカルアンテナ　上側のみ延長金具付床からアンテナ給電部までの高さ1,000㎜

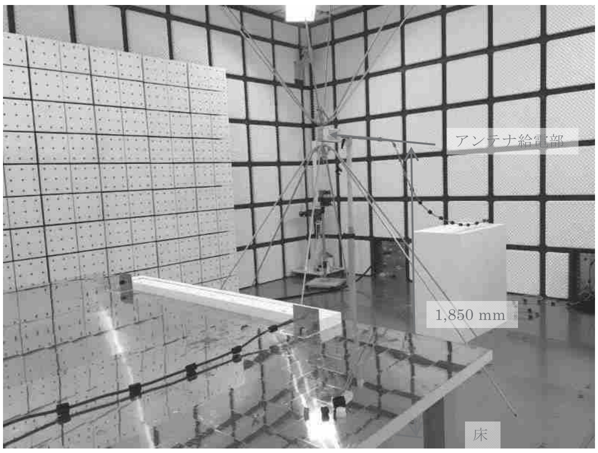


写真２　バイコニカルアンテナ　上下とも延長金具付床からアンテナ給電部までの高さ1,850㎜

電界強度校正時の試験構成を図２に、使用した装置を表１に示す。電界強度校正は、20～80MHzの周波数範囲において２MHzステップで周波数ごとに行った。信号発生器により発生した高周波信号を高周波アンプにより増幅し電波暗室内のアンテナに供給した。各周波数において電界センサで100V/mの電界強度が観測されるように信号発生器の信号レベルを調整し、そのときの進行電力と反射電力を記録した。

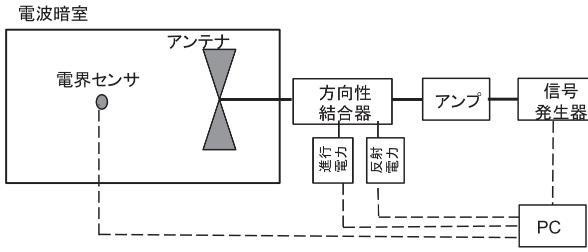


図２　電界強度校正時の構成図

表１　試験装置

装置名	メーカ	形式
バイコニカルアンテナ	Schwarzbeck	VHBD9134+BBFA9146
電界センサ	ETS-Lindgren	HI-6006
信号発生器	Keysight Technologies	N5171B
アンプ、方向性結合器	（株）アールアンドケー	A010K221-6767R
進行、反射電力計	Keysight Technologies	N1912A, E9304A×2

３　結果

図３に、100V/m の電界強度を発生させるのに必要な進行電力を示す。②上下の両素子に延長金具が付いた状態から①延長金具が上側のみの状態に変えると、必要な最大の進行電力は3.6kWから1.5kWに減少した。これは、床からアンテナ給電部の高さが減少することにより電界センサまでの直線距離が短縮されることが影響していると考えられる。

図４に電圧定在波比VSWRを示す。②上下の両素子に延長金具が付いた状態から①延長金具が上側のみの状態に変えると、50MHz以下の周波数ではVSWRが増大する傾向がみられるとともに、50 MHz以上の周波数ではVSWRが低下し、特に26 MHz付近で大きな増大がみられた。

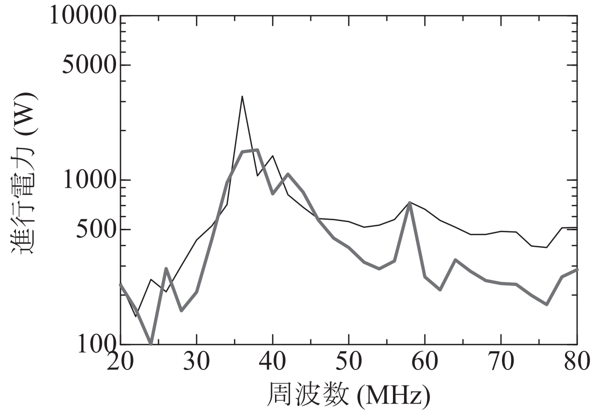


図３　電界(100V/m)発生に必要な入力電力
— 上側素子のみ延長金具付
— 上下両素子に延長金具付

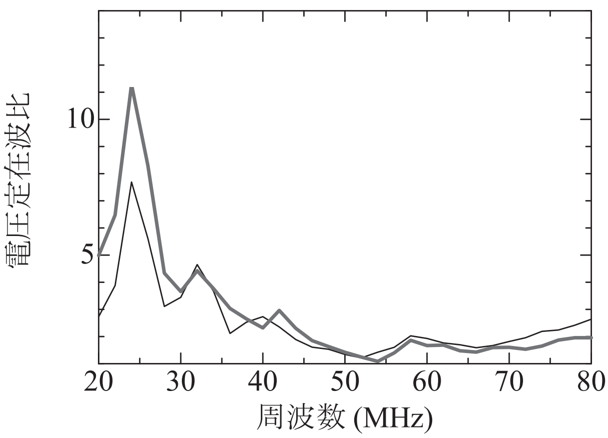


図４　電圧定在波比
— 上側素子のみ延長金具付
— 上下両素子に延長金具付

４　考察

バイコニカルアンテナは、通常、②上下の両素子に延長金具を付けた場合のように、上下対称の素子で使用するのが一般的である。しかしながら、この方法を用いると、20～80MHzといった低い周波数領域では国際規格ISO11452-2に規定する「アンテナの位相中心はグランドプレーンから100mmの高さにしなければならない」と「アンテナ素子の最下部は床から250mm以上離さなければならない」を満たすことが難しい。一方、①上側素子のみ延長金具を付けた方法ではこれらの規定を満たすことができる。また、より少ない進行電力の1.5kWで100V/mの電界強度を発生させることができる。このことは、より出力の小さい安価な電力増幅器でより高い電界強度を発生できることを示している。以上より、①の上側素子のみ延長金具を付けた方法について推奨する。

５　まとめ

20～80MHzの垂直偏波の放射イミュニティ試験において、上下の素子の長さが異なるバイコニカルアンテナを用いることにより、国際規格ISO11452-2に規定される試験配置を満たし、100V/mの電界強度を1.5kWの進行電力で達成することができた。

参考文献

１）ISO11452-2:2019 Road vehicles -Component test methods for electrical disturbances from narrowband radiated electromagnetic energy- Part 2: Absorber-lined shielded enclosure.
２）ISO11452-3:2016 Road vehicles -Component test methods for electrical disturbances from narrowband radiated electromagnetic energy- Part 3: Transverse electromagnetic (TEM) cell.
３）ISO11452-4:2020 Road vehicles -Component test methods for electrical disturbances from narrowband radiated electromagnetic energy- Part 4: Harness excitation methods.
４）ECE Regulation No. 10 Revision 6, Uniform provisions concerning the approval of vehicles with regard to electromagnetic compatibility, United Nations, 2019.
５）佐藤智典：ECE Regulation No. 10.06の概要，株式会社ｅ・オータマ，p.8 (2020).

高周波焼入ロボットの研究開発

機械電子科　　鈴木悠介*　長津義之　太田幸宏　長谷川和宏
榎本工業株式会社　　川村健広　呂　明杰　杉浦佳之

Research and development of robot for induction hardening

SUZUKI Yusuke, NAGATSU Yoshiyuki, OHTA Yukihiro, HASEGAWA Kazuhiro,
KAWAMURA Takehiro, LU Mingchieh and SUGIURA Yoshiyuki

Induction hardening is a commonly used processing method for surface hardening to improve wear resistance and fatigue resistance. The processing is used for various metal parts, including those of transportation equipment. Currently, induction hardening is processed manually by craftsmen for parts in small quantities that are of many types and that have complex shapes. Therefore, there is a demand for the development of robots that can handle such production process. As such, in order to solve this problem, we prototyped a three-axis (X, Y and θ) drive robot. This report describes the results of induction hardening of cam parts using this prototype robot. The results were as follows; (1) The prototype robot was able to perform induction hardening along the shape of the cam parts using the machining program that had been created. (2) After induction hardening, the depth of hardening and hardness was uneven in the thickness direction of the cam parts. (3) The effect of induction hardening was stronger at the edge and weaker in the center.

keywords : Induction hardening, Heat treatment, Robot, Automation

高周波焼入れは、耐摩耗性、耐疲労性の向上を目的に、輸送機器をはじめ一般機械部品など様々な金属部品に対して行われる熱処理である。現在、少量多品種で複雑形状の部品に対する高周波焼入れは、熟練工による手作業でしか対応できないことから、この様な生産に対応できるロボットが求められている。そこで、本研究では少量多品種で複雑形状の部品の高周波焼入れを自動化できる高周波焼入ロボットの開発に取り組み、X、Y、θの３軸駆動のロボットを試作した。本報告では、試作したロボットを用いて複雑形状のカム部品に対する高周波焼入れを行うための加工プログラムの検証及び加工後のカム部品の焼入れ品質として全硬化層深さ及び硬度を評価した結果について示す。その結果として、作成した加工プログラムにより、カム全周にわたりロボットによる高周波焼入れ加工を施すことができた。一方、今回、ロボットにより、試験加工を施したカム部品を評価した結果、厚み方向において全硬化層深さ及び硬度が不均一であり、端部ほど高周波焼入れの効果が強く、中央部ほど効果が弱いことがわかった。

キーワード：高周波焼入れ、熱処理、ロボット、自動化

1　はじめに

高周波焼入れは、耐摩耗性、耐疲労性の向上を目的に、カムや歯車、シャフトなど多種多様な機械部品に利用されている表面熱処理手法である。高周波焼入れは、短時間で加工が可能なこと、交流電流の周波数の調整により焼入れ深さを調整できること、部分的に必要な箇所のみを焼入硬化させることができる、といったメリットがある。一方、被加工物が複雑形状部品の場合、電流が一定に流れないため、加工が非常に難しいといったデメリットがある。そのため、複雑形状部品に対して高周波焼入れを行うためには、形状に適した誘導加熱コイルを設計、作製する必要が生じる。また、少量生産部品に対しては、自動化が進んでい

＊現　工業技術研究所　機械電子科

ないため、熟練工による手作業により加工が行われている。これらの工程には、熟練工の知識と経験が重要であり、工期や費用を要することや作業者により品質が変化するといった課題が生じている。

本研究では、誘導加熱コイルと被加工物との間隔、加工速度をNC制御により精確に数値制御することで少量多品種、複雑形状部品の高周波焼入れに対応できるロボットの開発を目指し、令和３年度より研究開発を開始した。本報告では、令和３年度に試作した高周波焼入れロボットを用いて、現在、手作業により高周波焼入れが行われている複雑形状のカム部品に対し、加工を行うための加工プログラムの検証及び加工後の品質について評価した結果を報告する。

２　方法

試作した高周波焼入ロボットの概要を図１及び写真１に示す。試作したロボットは汎用焼入ロボットとして設計された高周波電源と誘導加熱コイルを有しており、多様な被加工物の形状に対応できるよう、X、Y、θの３軸の加工軸による移動制御及び加工速度制御（mm/min）が可能である。試作した高周波焼入ロボットを用いて写真２に示すカム部品（材質：球状黒鉛鋳鉄FCD600）に対する加工をテストケースとし、高周波焼入ロボットの動作確認及び加工後のカム部品の高周波焼入れ品質の評価を行った。

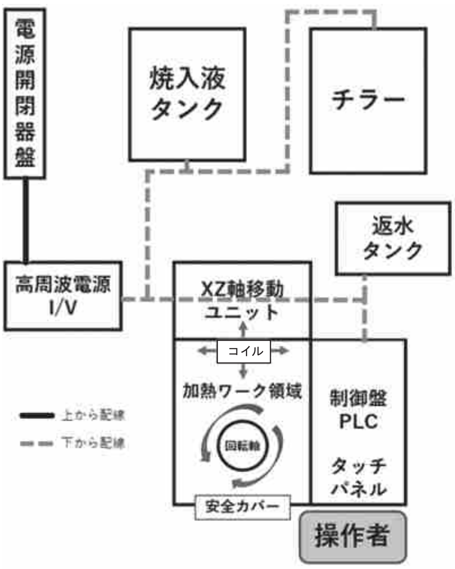


図１　高周波焼入ロボットの構成

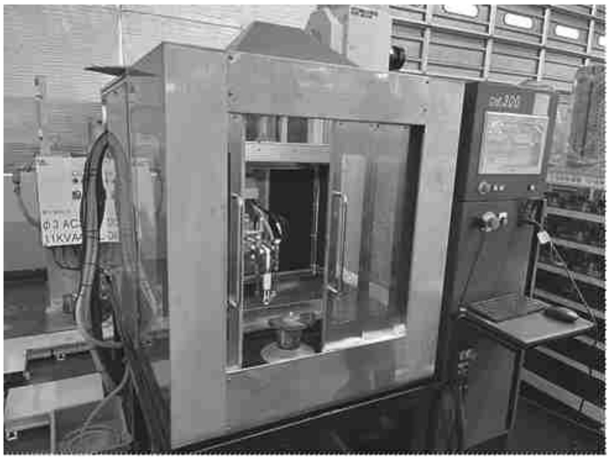


写真１　試作した高周波焼入ロボット

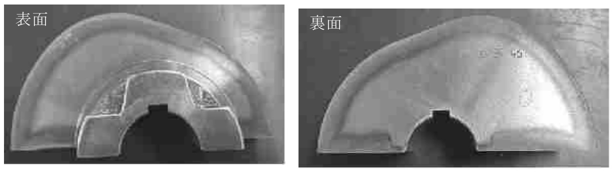


写真２　高周波焼入れテスト加工用カム部品
（160㎜×90㎜×40㎜※）
※焼入加工部は厚さ15㎜

2.1　高周波焼入ロボットの動作確認

(1)　NCプログラムの検証

今回開発した高周波焼入ロボットのNCプログラム作成法では、エッジ部を除き、カム部品の輪郭線に対して外側に一定量オフセットしたものを軌道とすることでコイルとカム部品間にクリアランスを与えている。一方、エッジ部は、過加熱されやすく、また、計算上加熱時にカム回転角度θが急激に変化し、運動精度の確保が難しいため、図２のように、カム部品の輪郭に仮想のR面を加え、さらにオフセット量を増加させたものを軌道とした。今回の軌道のオフセット量は１mmで、エッジ部のみ３mmとし、その際に追加する仮想Rを１mmとした。なお、NCプログラムでは、全体のコイル軌道を、最大長さ２mmの直線の集合で構築した。

以上により作成したNCプログラムによる軌道の確認のため、コイル軌道をシミュレートした。

プログラムのコードからX、Y及びθの指令値を抽出し、それらの値より予想されるコイル軌道を算定し、２DCADデータ化した。２DCADソフトウェアは、フリーソフトウェアのJw_CADを用いた。その２DCADデータと目標軌道のデータを対象とし、両者の輪郭間の距離を計測することによって、比較を行った。距離測定は、Jw_CADの点間距離測定機能により実施した。

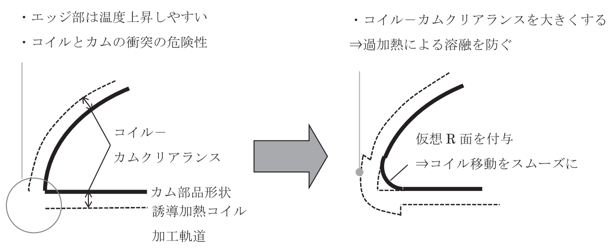


図２　エッジ部の加工制御

(2)　高周波焼入ロボットの軌道計測

作成したNCプログラムを入力した際のロボットの運動をDIC（デジタル画像相関法）によって計測した。なお、誘導加熱コイルの電流はなしで加熱を行わず、移動のみとした。カメラはDIC用３Dカメラ（ATOSCore185、GOM社、写真３）を用い、誘導加熱コイル及びカム部品の表面に貼付したポイントマーカーから、コイルのX方向、Y方向及びカムの回転角度θの変位を計算した。変位計算はDICソフトウェア（ARAMISPro2018、GOM社）を用いた。カメラ撮影は毎秒２フレームの取り込みとした。

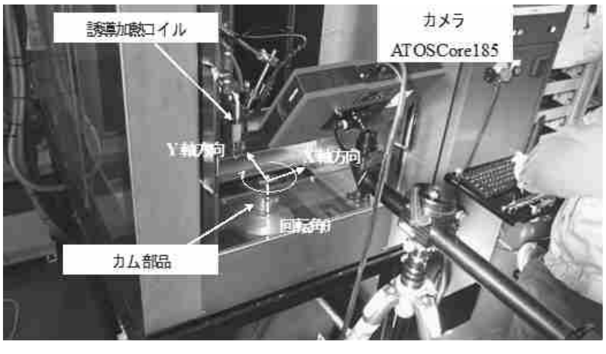


写真３　焼入ロボット運動計測の様子

2.2　高周波焼入れ品質の評価

高周波焼入ロボットにより全周に高周波焼入れ加工を施したカム部品に対して高周波焼入れ品質を評価した。焼入れ品質は、JIS G 0559（鋼の炎焼入及び高周波焼入硬化層深さ測定法）に準じたマクロ組織試験による全硬化層深さの測定1)及びJIS Z 2244（ビッカース硬さ試験）に準じた硬度測定2)により評価した。

試作したカム部品を図３に示す①～⑤の位置で加熱面に対し垂直に評価試料（断面）を切り出した。試料の切断面を観察面として樹脂で包埋した。観察面を耐水研磨紙＃320、＃400、＃600、＃800、＃1200で粗研磨した後、ダイヤモンドペースト（オイルベース）１μm、アルミナ砥粒0.3μm、0.05μmを用いて研磨を行い、仕上げた。

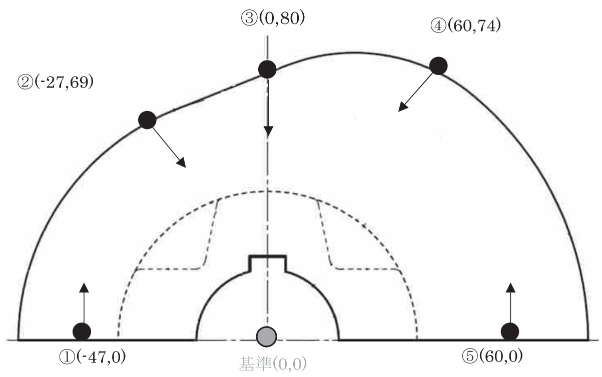


図３　評価用試料（断面）切り出し位置

(1)　マクロ組織試験

マクロ組織試験は、観察面を５%ナイタール液で明瞭な着色状態となるよう腐食させ、金属顕微鏡（GX71、オリンパス㈱）を用いて金属組織を観察した。焼入硬化層は、全硬化層深さにて評価した。全硬化層深さは、カム部品の高周波焼入れ時の加熱面からマルテンサイト組織とパーライト組織の境界までの距離である。金属顕微鏡で得られた画像を用いて、カム部品の表面側から２mm間隔で全硬化層焼入深さを計測した。

(2)　硬度測定

硬度測定は、マクロ試験に供した試料の観察面をアルミナ砥粒１μm、0.3μm、0.05μmで再研磨した後、ビッカース硬さ試験機（AVK　㈱ア

カシ）で試験力30kgfにより硬さ推移曲線を作成した。硬さ推移曲線は、カム部品の加熱面から焼入れ深さ方向に0.5mm、0.8mm、1.0mm、1.5mm、2.0mmの位置を、カム部品の厚さ方向に表面から２mmを空け、隣合う圧痕が重ならないよう１mmずつずらしながら測定した。

３　結果

3.1　高周波焼入ロボットの動作確認

(1)　NCプログラムの検証

図４は、開発した手法で作成したNCプログラムによる高周波焼入ロボットの加工軌道をシミュレートした結果である。エッジ部にR面が付加され、クリアランスが増加し、スムーズな軌道となる指令が出力されたことが示された。目標軌道と生成したNCプログラムの軌道シミュレーションとの差は0.093mm以下であった。この差の要因として、NCプログラムの軌道は最大２mmの直線で構成されており、それらの直線の形状偏差と推測される。

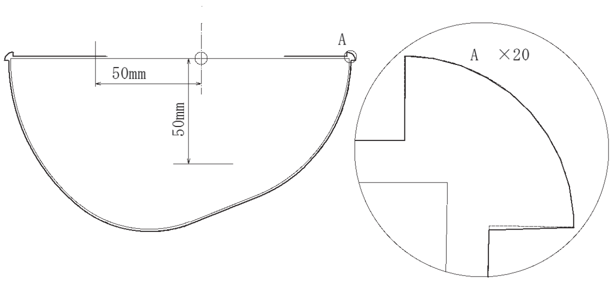


図４　作成したNCプログラムの軌道シミュレーション
―：カム部品形状（設計）、-・-：目標軌道（設計）、━ 生成したNCプログラムの軌道。

(2)　高周波焼入ロボットの軌道計測

(1)で検証したNCプログラムを用いて高周波焼入ロボットを制御し、その際の加工軌道を測定した結果を図５に示す。実測データの抜けは、運転中に誘導加熱コイルもしくはカム部品の一部がカメラのフレーム外に移動したために発生した。指令と実測の軌道の差は最大で0.364mmであった。この差は、回転角θが大きく変動するエッジ部付近をコイルが通過する際に増大している。その誤差には、制御系の位置決め誤差も含まれるが、誘導加熱コイル初期位置のずれ（マーカーシールの貼付のずれ）による座標変形の計算誤差の方がより影響が大きいと推測される。

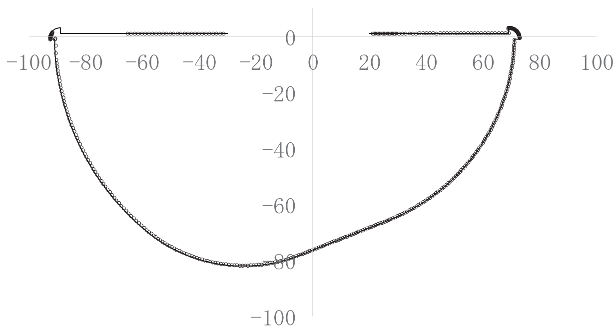


図５　高周波焼入ロボットの加工軌道の確認
○：実測した軌道、　―：生成したNCプログラムの軌道。

3.2　高周波焼入れ品質の評価

(1)　マクロ組織試験

高周波焼入ロボットで高周波焼入れしたカム部品の金属組織の観察結果を図６に示す。高周波焼入れ加工により、パーライト組織はマルテンサイト組織に変化したことが確認できた。各評価試料の金属組織の観察画像から計測したカム部品の厚み方向における全硬化層深さの推移を図７に示す。

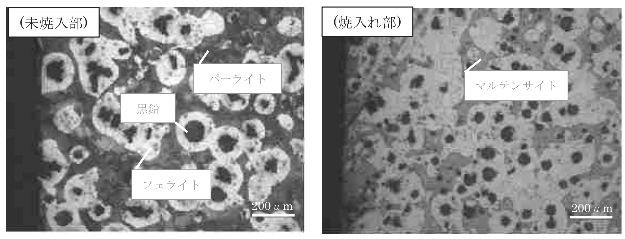


図６　焼入れによる金属組織の変化（×100観察）

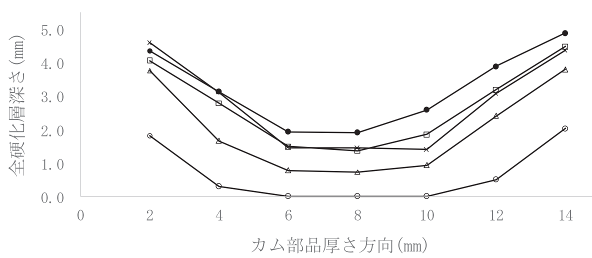


図７　カム部品厚さ方向における全硬化層深さの推移
○ 断面①、× 断面②、△ 断面③、□ 断面④、● 断面⑤。

全硬化層深さは、カム部品中央部で1.5～2.5mm程度、表面及び裏面近傍では4.0～4.5mm程度と全硬化層深さが深くなっており、厚さ方向にバラツキが大きいことがわかった。

(2)　硬度測定

測定した硬さ推移曲線を図８、図９に示す。図８は評価試料内の同じ焼入れ深さ位置で測定したビッカース硬さの平均値をＹ軸、焼入れ深さ方向がＸ軸を示している。図９は、評価試料内の同じ厚さ位置で測定したビッカース硬度の平均値をＹ軸、カム部品の厚さ方向がＸ軸を示している。

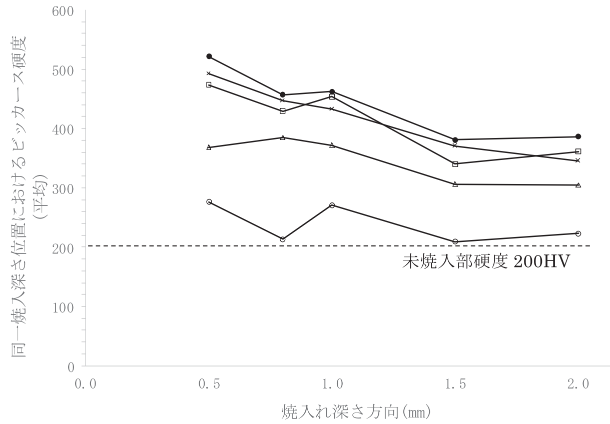


図８　焼入れ深さ方向におけるビッカース硬度の推移

○ 断面①、× 断面②、△ 断面③、□ 断面④、● 断面⑤。

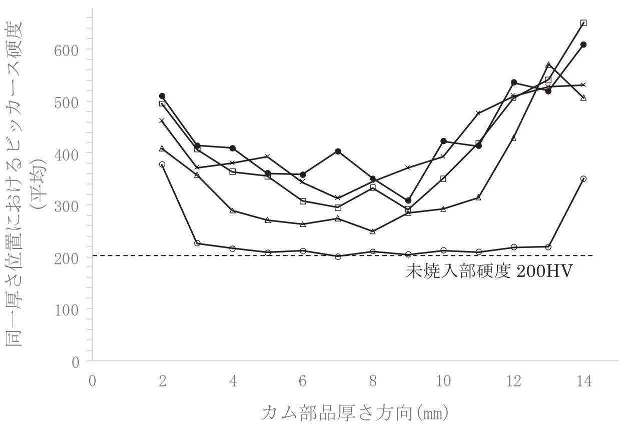


図９　カム部品厚さ方向におけるビッカース硬度の推移

○ 断面①、× 断面②、△ 断面③、□ 断面④、● 断面⑤。

図８より、硬度は加熱面近傍が最も高く、焼入れ深さ方向に内部に行くほど低下する。本カム部品で目標とした高周波焼入れ後の硬度は450～500HVであり、断面②、断面④、断面⑤においては目標硬度を達成しており、狙い通りの加工ができたことがわかった。一方、断面①及び断面③は硬度の上昇が不十分であり、位置による加工品質にバラツキがあることがわかった。

また、図９より、硬度は(1)マクロ組織試験による全硬化層深さの計測結果と同様に、表面及び裏面近傍で高く、中央部は低いことがわかった。今回の高周波焼入ロボットによる加工では、カム部品の厚み方向に大きく不均一であることがわかった。

４　考察

開発中の高周波焼入ロボットにより複雑形状のカム部品の全周に高周波焼入れ加工を行い、全硬化層焼入深さと硬度を測定し、高周波焼入れ加工の品質の評価を実施した。

位置や厚み方向に硬度や全硬化層深さにばらつきがみられたものの、全周にわたり高周波焼入れ加工を施すことができ、一部では目標とする焼入後の硬度450～500HVを達成したことが確認できた。

位置や厚み方向におけるばらつきの原因として主に材質による影響と加熱時の温度の影響が考えられる。今回、試験に供したカム部品は球状黒鉛鋳鉄であり、金属組織が不均一である。高周波焼入れにより硬度が上昇するためには、3.2.(1)のマクロ組織試験で述べたとおり、パーライトが非常に硬いマルテンサイトに変態する必要がある。しかし、球状黒鉛鋳鉄には高周波焼入れによる硬度上昇が生じないフェライト層が点在しており、測定位置におけるばらつきの要因となると考えられる。また、高周波焼入れ加工時のカム部品加熱部の温度履歴を放射温度計を用いて計測した結果を図10に示す。今回、加工したカム部品において放射温度計による測定温度が950℃にて高周波焼入れを行った際に目標硬度となることが分かっている。図10より、加熱時の温度に関しては振れ幅が大きく安定していない。この加熱温度の差が焼入れ後の硬度に影響を及ぼしていると考えれる。

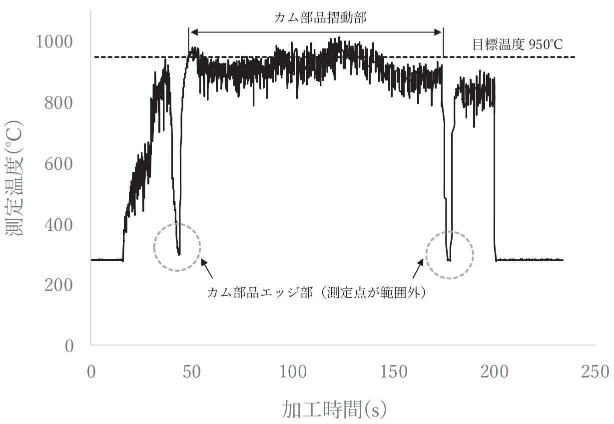


図10　加工時の温度履歴

5　まとめ

高周波焼入ロボットにより、複雑形状のカム部品に対し高周波焼入れを行うことができた。現状、位置により焼入れ品質が不均一であった。今後は、加工時のロボットの設定条件の最適化を進めるほか、放射温度計で測定した加熱時の温度を基に加工条件にフィードバック制御をかけるなど品質の改善を進めていく予定である。

謝辞

本研究は（公財）静岡県産業振興財団の令和３～４年度新成長産業戦略的育成事業産学官連携研究開発助成事業の一環として実施しました。

参考文献

１）JIS G 0559：2019　鋼の炎焼及び高周波焼入硬化層深さ測定方法、財団法人日本規格協会.
２）JIS Z 2244-1：2020　ビッカース硬さ試験－第１部：試験方法、財団法人日本規格協会.

積層造形を活用した新たなモノづくり技術の開発に向けた調査研究

材料科　　田光伸也　吉岡正行　植松俊明　長田貴将* 小粥基晴**　木野浩成
新産業集積課　　二宮龍斗

Investigation for the development of new manufacturing technologies using additive manufacturing

TAKO Shinya, YOSHIOKA Masayuki, UEMATSU Toshiaki, OSADA Takamasa, OGAI Motoharu, NIMOMIYA Ryuto and KINO Hironari

Metal 3D printers are attracting attention as a digitalization tool for manufacturing sites, and can fabricate complex or minute shapes, undulating holes, and other shapes that cannot be achieved with conventional processing methods.

Such printers can assist in making products more functional and lightweight, significantly reducing development costs and CO2 emissions, so their use is rapidly expanding. In addition, metal 3D printers are beginning to be used for the mass production of aircraft and automobile parts, because it is possible to fabricate repair parts, jigs, and tools by selecting the appropriate molding method.

Companies in Shizuoka Prefecture are also highly interested in metal 3D printers and the industrial sector has made requests for metal/resin laminated modeling.

The objective of this investigation was to accumulate knowledge on the manufacturing of automobile parts using 3D printers at the Hamamatsu Industrial Technology Support Center and to respond to requests from the industrial sector in the prefecture. We established an environment in which companies in Shizuoka Prefecture can use metal 3D printers by surveying technical data, creating prototypes using 3D printers, developing a system for using metal 3D printers, and introducing metal 3D printers.

These efforts included the preparation of technical information reports on the mechanical properties of resin and metal 3D printer fabricated objects, the fabrication of samples, the establishment of the Shizuoka Prefecture Additive Manufacturing Technology Council, the establishment of a specialized website for metal 3D printers, and a survey of metal additive manufacturing activities to understand corporate needs for fabricated objects and materials, etc., which can be used to support digital manufacturing by companies in the prefecture. The project has obtained information with which we can assist companies in Shizuoka Prefecture with digital manufacturing.

keywords : additive manufacturing, metal 3D printer, digital manufacturing

製造現場のデジタル化ツールとして注目される金属3Dプリンタは、複雑形状及び微細形状、うねりのある穴形状など、従来の加工方法では実現不可能な形状を作製できる。これにより、製品の高機能化や軽量化、開発コストやCO_2排出の大幅な削減をアシストできるため、急速に利用が拡大している。また、適切な造形方式を選択することで、部品や治工具等の作製及び補修が可能となるため、航空機や自動車部品の量産に利用され始めている。

静岡県においても県内企業の金属３Dプリンタへの関心は高く、産業界からの金属・樹脂積層造形についての要望が寄せられている。

本研究では、浜松工業技術支援センターにおいて、３Dプリンタによる自動車部品製造の知見を蓄積し、県内産業界からの要望に対応することを目的として、技術資料調査、３Dプリンタによる試作造形、金属３Dプリンタ活用のための体制整備、金属３Dプリンタの導入を行い、県内企業が金属３Dプリンタを活用できる環境を構築した。

＊現　経済産業部　新産業集積課　　＊＊現　経済産業部　産業政策課

その結果、樹脂及び金属3Dプリンタ造形物の機械的特性等の技術情報報告書の作成、サンプル試作、静岡県積層造形技術協議会の設立等の体制整備、金属3Dプリンタ特集サイトの開設、金属積層造形への取組状況の調査による造形物や材料等に関する企業ニーズの把握を行うことで、県内企業のデジタルものづくり支援に活用できる情報を得ることができた。

キーワード：樹脂及び金属積層造形、3Dプリンタ、AM（Additive Manufacturing）、デジタルものづくり

1　はじめに

製造現場のデジタル化ツールとして注目される金属３Ｄプリンタは、複雑形状及び微細形状、うねりのある穴形状など、従来の加工方法では実現不可能な形状を作製できる。これにより、製品の高機能化や軽量化、開発コストやCO_2排出の大幅な削減をアシストできるため、急速に利用が拡大している[1)]。また、適切な造形方式を選択することで、熱マネジメントに優れた小型で高性能な熱交換器、軽量で高強度な構造部品、開発コスト削減に寄与する試作、生産能力の高い金型や治工具等の作製及び補修が可能となるため、航空機や自動車部品の量産に利用され始めている[2)]。

静岡県においても県内企業の金属３Ｄプリンタへの関心は高く、産業界からの金属・樹脂積層造形についての要望（情報調査、試作、協議会の設立、相談窓口の設置、金属３Ｄプリンタの導入等）が寄せられている。

本研究では、浜松工業技術支援センターにおいて、３Ｄプリンタによる自動車部品製造の知見を蓄積し、県内産業界からの要望に対応することを目的として、技術資料調査、３Ｄプリンタによる試作造形、金属３Ｄプリンタ活用のための体制構築、金属３Ｄプリンタ導入を行い、県内企業が金属３Ｄプリンタを活用できる環境を構築した。

2　方法

３Ｄプリンタを用いた次世代自動車部品製造の知見を蓄積するため、表１に示す４つの小課題に取り組んだ。

表１　小課題のタイトルと取り組み内容

小課題タイトル	内容
3D プリンタ情報の収集・提供	・樹脂及び金属 3D プリンタ情報の収集 ・企業が活用できるデータベースの作成
樹脂及び金属 3D プリンタによるサンプルの試作	・3D プリンタのメリット／デメリットを理解するためのサンプルの試作
金属 3D プリンタ活用体制の整備	・技術相談窓口の設置 ・協議会の設置 ・情報提供体制の構築
積層造形取組み状況の調査	・県内企業への訪問、聞き取り調査

2.1　３Ｄプリンタ情報の収集・提供

次世代自動車に係る企業連携ワークショップにおける積層造形ワーキンググループの報告書によれば[3)]、３Ｄプリンタを活用するためには造形の基礎データとなる金属および樹脂３Ｄプリンタの材料特性や、公設試所有の装置情報、研究報告情報をまとめたものが必要であるとされている。

そこで、３Ｄプリンタ造形物の機械的特性、公設試で所有する３Ｄプリンタ、公設試の研究報告等の技術情報を、インターネット、３Ｄプリンタ及び材料メーカーのカタログ、論文などの公開されている情報と、３Ｄプリンタメーカー及び各県公設試の担当者への聞き取り調査により収集した。企業が活用できる樹脂および金属３Ｄプリンタに関するデータベースを構築することを目的とし、収集した調査内容をまとめた。

2.2　樹脂及び金属３Ｄプリンタによるサンプルの試作

金属と樹脂の３Ｄプリンタで何ができるか、実例を知りたいという県内企業からの要望に対し、３Ｄプリンタのメリットやデメリットを理解するためのサンプル（金型や治具、形状比較用モデル等）を試作した。試作した部品サンプルを表２に示す。これらの部品サンプルは企業への調査情報をもとに決定した。樹脂の造形は浜松工業技術支

援センターの所有する樹脂３Dプリンタ及び外部委託で実施した。金属の造形は外部に委託した。金属３Dプリンタ試作した模擬金型の冷却効果の評価にはサーモグラフィ Vario CAM Reserch（JENOPTIK AG製）を用いた。

表２　試作した部品サンプルの一覧

材種		サンプル名	装置（メーカー）
樹脂	ABS	マフラー保持治具	FORTUS 400mc-L (Stratasys)
	ABS	クラッチケース	FORTUS 400mc-L (Stratasys)
	ABS	微小部品ホルダ	FORTUS 400mc-L (Stratasys)
	ABS	簡易座標決め治具	FORTUS 400mc-L (Stratasys)
	ABS	把持力微調整可能ﾋﾟﾝｾｯﾄ	FORTUS 400mc-L (Stratasys)
	PLA	形状比較用モデル	Adventurer3 (Apple Tree)
	ABS	形状比較用モデル	FORTUS 400mc-L (Stratasys)
	UV 硬化樹脂	形状比較用モデル	Photon Mono X (ANYCUBIC)
金属	AlSi12	形状比較用モデル	ProX300 (3D Systems)
	AlSi10Mg	形状比較用モデル	M2 cusing (Concept Laser/ GE)
	AlSi10Mg	形状比較用モデル	EOSINT M280 (EOS)
	AlSi10Mg	形状比較用モデル	TruPrint1000(TRUMPF)
	SUS316L	形状比較用モデル	Shop System(Desktop Metal)
	SUS316L	形状比較用モデル	Studio System (Desktop Metal)
	ﾏﾙｴｰｼﾞﾝｸﾞ鋼	形状比較用モデル	SLM280 (SLM Solutions)
	ﾏﾙｴｰｼﾞﾝｸﾞ鋼	水管入り金型（∩字形）	OPM250L (ソディック)
	ﾏﾙｴｰｼﾞﾝｸﾞ鋼	水管入り金型（M 字形）	OPM250L (ソディック)

2.3　金属３Dプリンタ活用体制の整備

金属３Dプリンタ等を活用したデジタルものづくりを進展させるため、それらの活用及び支援体制を整備した。具体的には、技術相談窓口の設置や収集した情報の提供に関する要望への対応のため表３の項目に取り組んだ。

表３　3Dプリンタ活用体制の整備のために取り組んだ項目

項目	内容
技術相談窓口の設置	工業技術研究所及び工業技術支援センターに県内企業の要望する「積層造形についてワンストップで相談できる技術相談窓口」を設置する。
協議会の設置	金属 3D プリンタ関連事業や研究に県内企業の意見を活かすための協議会を設置する。
情報提供体制の構築	工業技術研究所及び工業技術支援センターが集めた 3D プリンタに関する様々な情報を企業に提供するための体制を構築する。

2.4　積層造形取組み状況の調査

積層造形（Additive Manufacturing: AM）に関する現場の取り組みや技術的課題を把握し、金属３Dプリンタの活用や、令和５年度からの新成長戦略研究に反映させることを目的に、県内企業を訪問し聞き取り調査を実施した。

訪問先企業は、次世代自動車に係る企業連携ワークショップ（令和３年度　新産業集積課主催）の旧積層造形ワーキンググループ(WG)メンバー企業、３Dプリンタ受託造形を行う企業、AMへの取り組みをホームページで公表している企業、ダイカストまたは射出成型金型を取り扱う企業等とした。

3　結果

3.1　３Dプリンタ情報の収集・提供

収集した情報を、全七章から成る報告書「樹脂及び金属３Dプリンタ造形物の物性情報と公設試験機関の取り組み」にまとめた。報告書の目次を表４に、報告書冊子の外観を図１に示す。報告書冊子は、県内企業や令和５年２月３日開催のセミナー参加者等に配布した。

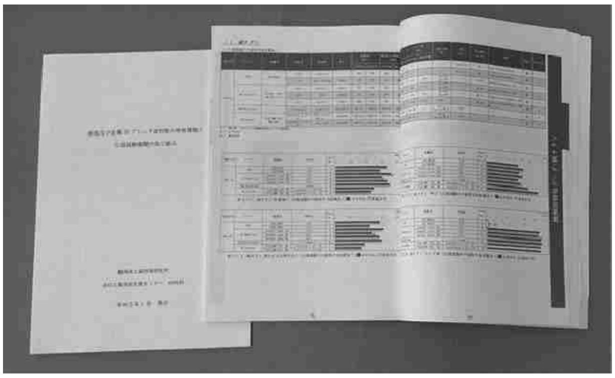


図１　報告書冊子

表４　報告書冊子の目次

章	各章のタイトル
1	3D プリンタの概要
2	樹脂 3D プリンタ造形物　機械的特性データ一覧
3	金属 3D プリンタ造形物　機械的特性データ一覧
4	樹脂及び金属 3D プリンタ造形物　機械的特性データ出典
5	公設試の 3D プリンタ所有情報
6	公設試　積層造形技術に関する研究報告
7	浜松工業技術支援センター導入機器

3.2　樹脂及び金属３Dプリンタによるサンプルの試作

樹脂８点（図２～７）、金属９点（図８、９）の計17点を試作した。

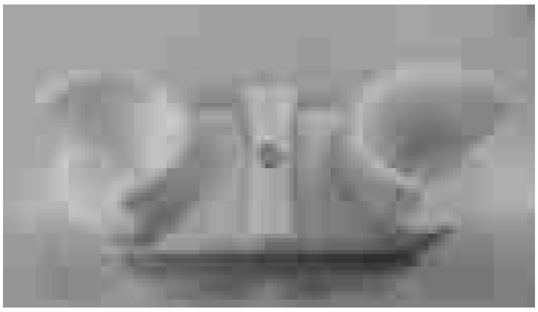


図２　マフラー保持治具の外観

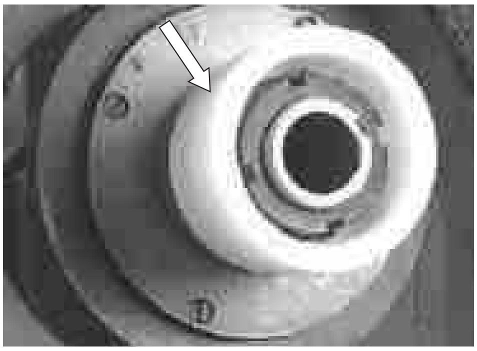


図３　クラッチケース（矢印指示部）の外観

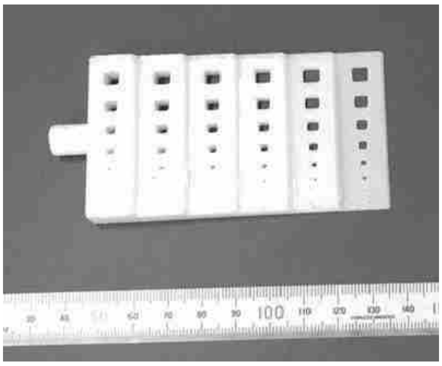


図４　微小部品ホルダの外観

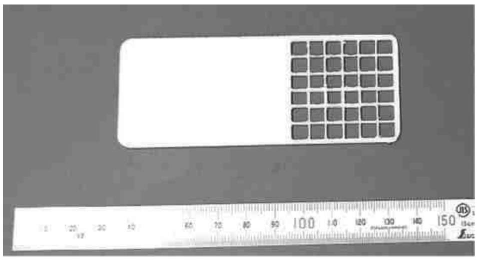


図５　簡易座標決め治具の外観

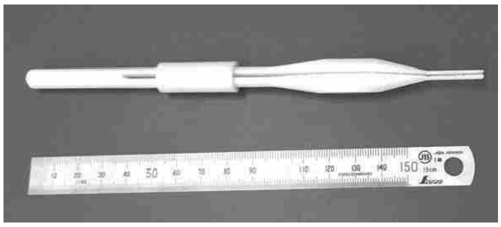


図６　把持力微調整可能ピンセットの外観

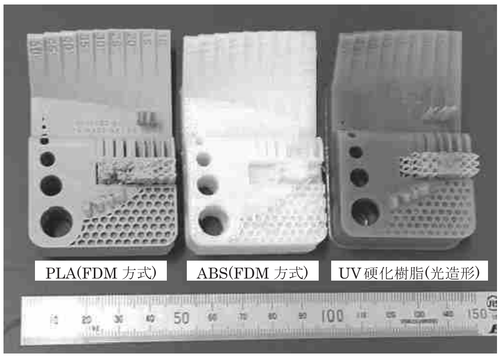


図７　形状比較用モデル（樹脂）の外観

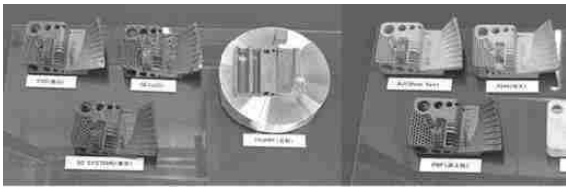


図８　形状比較用モデル（金属）の外観

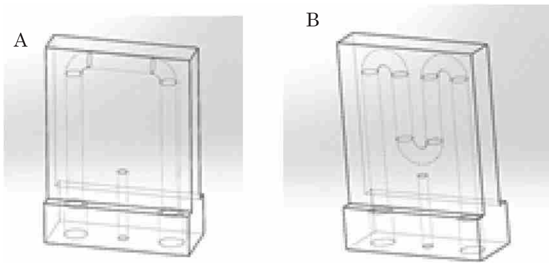


図９　水管入り金型のモデル

A　単純水管（∩字形）、B　複雑水管（M字形）

樹脂３Ｄプリンタによる試作では、県内企業の要望を聞き取り、企業と協力して生産工程で使える治具を作製した。表５に試作した治具の名称、用途、使用者の感想等を示す。

表５　樹脂3Dプリンタで試作した治具

名称	企業名（所在地）	用途（目的）	使用した感想・使い勝手
マフラー保持ジグ（図2）	サクラ工業㈱（浜松市）	マフラー組立て、位置決め時の保持・固定に使用。	熱加工後のマフラーを保持・固定するため、耐熱性の高い樹脂で造形できるとより有用。（現行は ABS 樹脂）
クラッチケース（図3）	朝日電装㈱（浜松市）	クラッチを手動でつないだり、切ったり、動力の伝達方向を変える操作をするノブ。	削り・肉付け等の調製不要で、即取付・使用できた。強度があり、剛性も高く、操作がし易く、治具使用者に好評。
微小部品ホルダ（図4）	アオイテック㈱（浜松市）	回路基板構成部品の取り付け、取り外し時の紛失を防ぐ。	これまでこういったものは無かったので、重宝している。
簡易座標決めジグ（図５）	三光製作㈱（浜松市）	めっき表面の色ムラ、しみ、キズ等のチェック、不具合の位置情報共有に使用。	フィルムにマス目を書いたモノに比べ、不具合部分を見やすく、触りやすくなった。
把持力微調整可能ピンセット（図6）	浜松光電㈱（磐田市）	軟らかい試料を移行・移動させたい時に、掴む力を微調整できる。	通常のピンセットでは砕けたり落とし易い試料を、容易かつ確実に掴むことができた。

一般的な機械加工で作ることを想定した直線の単純な水管が金型内部に施された模擬金型（図９A）、金属３Ｄプリンタでなければ作製できない入り組んだ水管を設けた模擬金型（図９B）の冷却効果の違いを確認するためのデモ装置を作製した（図10）。それぞれの模擬金型を金属３Ｄプリンタで試作し、冷却効果をサーモグラフィで比較した結果を図11に示す。加熱した模擬金型に冷却水を流すと水管部分から冷却され、約10秒後には複雑水管入り金型は全体が冷却された。このとき単純水管入り金型の中央部は十分に冷却されておらず、金属３Ｄプリンタで適切な冷却水管を形成することで高い冷却効果が得られることを確認した。デモ装置では、サーモグラフィの写真や動画だけでなく、実際に触れて冷却効果を実感することもできるため、ワークショップ等を通じて県内企業に体験する場を提供することも可能である。

3.3　３Ｄプリンタ活用体制の整備

3.3.1　技術相談窓口の設置

工業技術研究所本所と浜松、沼津、富士の３カ所の支援センターに「デジタルものづくり相談窓口」を令和５年１月に開設した。デジタルものづくりに関する相談窓口が明確になり、県内企業は３Ｄプリンタに関する相談や情報提供を受けやすくなった。

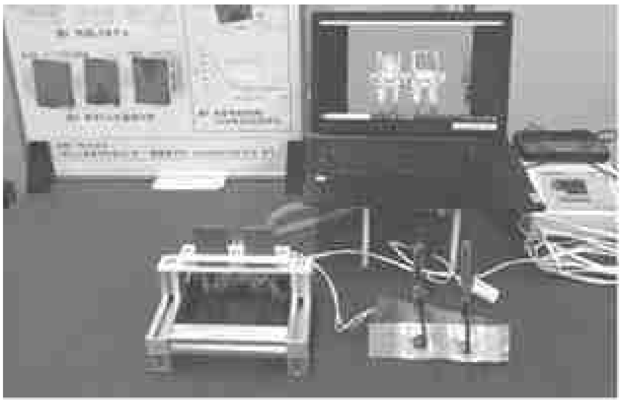


図10　試作した水管入り金型とデモ装置の外観

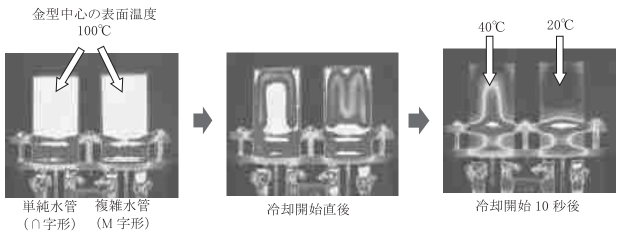


図11　水管形状が金型の冷却に及ぼす影響

3.3.2　協議会の設置

金属３Ｄプリンタの活用に対して、利用者である企業目線での意見や提案を取り込むために、産学官で連携するための枠組みとして、「静岡県積層造形技術協議会（略称：静岡県AM協議会）」を令和５年１月23日に設立した。会長は望月達也静岡文化芸術大学名誉教授とし、企業５社、産業支援機関７機関、大学関係者３名を設立時のメンバーとした。

3.3.3　情報提供体制の構築

令和５年２月、静岡県工業技術研究所ホームページ内に金属３Ｄプリンタ特集サイト(https://www.iri.pref.shizuoka.jp/printer/)を開設し、技術調査や実験結果、セミナー情報などの情報発信を行う環境を整備した。

金属３Ｄプリンタ特集サイトは、「金属３Ｄプリンタ関連装置の紹介（金属３Ｄプリンタ、ワイヤーカット放電加工機、ブラスト装置、ミリング加工機、計測用X線CT、非接触三次元ひずみ・変位測定機、三次元測定機、X線残留応力測定装置）」、

「ご利用・ご相談」、「静岡県積層造形技術協議会について」等から構成される。金属３Dプリンタを利用したことのない企業や利用してみたい企業に対し、利用を促す内容となるよう留意した。

3.4　積層造形取組み状況の調査

本調査により、水管入り金型や、熱処理用コイルなど、県内企業が希望する造形物の情報や、県内企業が利用したい金属粉末材料の種類に関する情報など、金属３Dプリンタの運用に有用な情報を得ることができた（表６）。金属３Dプリンタに関する情報は、企業内で秘匿される傾向にあるが、公的機関で調査する目的を説明することで、今回のような詳細な情報獲得に繋がったと考えられる。

表６　本調査で得られた情報（一部を抜粋）

項目	企業の課題、要望
企業で検討している具体的な造形対象	・水管入り樹脂射出成形用金型 ・高熱伝導金型 ・熱処理用高周波コイル ・高性能ヒートシンク ・排気管の複合化（ロストワックスの代替）　他
企業における金属3Dプリンタに対する課題	・高コスト（装置、試作費、材料費等） ・情報不足 ・担当者不足 ・データ作成のノウハウ　他

4　まとめ

３Dプリンタ情報の収集・提供では、樹脂、金属３Dプリンタ造形物の機械的特性他の技術情報を調査し、140ページの報告書にまとめた。また、調査結果は、金属３Dプリンタ活用セミナーにより県内企業に報告した。

活用が見込まれるサンプルの試作では、樹脂による治具･部品（７点）、形状比較用モデル（３点）、金属による冷却効果確認デモ用水管入り金型モデル（単純水管、複雑水管の２点）、装置/造形条件の違いによる形状比較用モデル（７点）の造形を行った。

金属３Dプリンタ活用体制の整備では、静岡県積層造形技術協議会の設立（令和５年１月23日、15社・団体）、デジタルものづくり相談窓口の設置（令和５年１月４日）、静岡県工業技術研究所ホームページに金属３Dプリンタ特集サイトを令和５年３月１日に開設した。

金属積層造形への取組状況の調査では、企業や団体など61社を調査し、造形物や材料等に関する企業ニーズを把握した。

得られた研究成果は金属３Dプリンタ特集サイト等で公開し、今後のセミナーや令和５年度以降の研究内容に反映させ、県内企業のデジタルものづくり支援に活用する。

参考文献

１）京極秀樹: 金属材料を中心とした３Dプリンティングの現状と展望, 工業材料2022年夏号, 70(4), 8-12 (2022).
２）みずほリサーチ&テクノロジーズ㈱: 令和３年度重要技術管理体制強化事業（金属積層造形技術動向調査）調査報告書. (2023.３.13日公表)
３）公益財団法人浜松地域イノベーション推進機構次世代自動車センター: 令和３年度　次世代自動車に係る企業連携ワークショップ開催業務最終報告書. (2022.３月公表)

新成長分野発展に貢献する軽量高強度材料（CFRP）の高効率成形技術の確立

繊維高分子材料科　　鈴木重好　針幸達也　森田達弥*　大木結以

Carbon fiber reinforced plastics (CFRP) molding for new growth industries using an efficient productivity method

SUZUKI Shigeyoshi, HARIKO Tatsuya, MORITA Tatsuya and OKI Yui

Recently, effective uses of energy are needed for environmental treatment and fuel consumption regulations in the automotive industry. And replacing heavy metals with lightweight materials is an important task for many industries. Carbon fiber reinforced plastics (CFRP) may be one solution for this. In this research project, a highly efficient productivity molding method of CFRP were investigated by using thermoplastics.

The efficient method of making the base material form a tape shape (UD tape) was building it up with bundles of carbon fiber solidified by thermoplastic films.

Then, a novel molding method was proposed using a material made by cutting UD tape into constant lengths. The CFRP plate made with this molding method has a bending strength above 500 MPa and a specific strength that is 2.4 times that of aluminum die-cast plate. This method is able to make possible the molding of parts with complex shapes in a short period of time.

keywords : Carbon fiber reinforced plastics, UD tape, Transfer molding

近年、自動車業界における環境・燃費規制など、エネルギーを有効に活用する技術が必要とされており、中でも材料の軽量化は多くの産業に共通する課題である。炭素繊維強化複合材料（CFRP）はその解決策の一つといわれており、本研究プロジェクトでは、軽量・高強度を特徴とするCFRPについて、熱可塑性樹脂を用いた生産性の高い成形技術について検討を行った。

その結果、炭素繊維の束を熱可塑性樹脂で固めたテープ状の成形基材（UDテープ）を効率よく作製する技術を確立した。

また、UDテープを一定長に細断した材料の新たな成形技術を提案し、本技術により作製したCFRP板の曲げ強度は500MPa以上、軽量性を考慮した比強度は、アルミダイカストの2.4倍で、複雑形状の部品を短時間で成形することが可能となった。

キーワード：炭素繊維強化プラスチック、UDテープ、トランスファ成形

1　はじめに

次世代自動車、ロボット、航空宇宙などの成長産業の育成は、県の重要な政策課題の一つであり、県は進出を目指す県内企業に対し、研究開発や事業化支援等を実施している。また、自動車業界の世界各国における環境・燃費規制や持続可能な開発目標（SDGs）の実施など、エネルギーを有効に活用する技術が成長産業分野発展のための喫緊の課題となっており、課題解決のため、材料の軽量化技術は各産業に共通するキーテクノロジーといえる。

軽量高強度材料として期待されている炭素繊維強化複合材料（CFRP）は航空機分野ですでに多くの部品に採用されており、今後大きく市場が拡大すると予測されている。CFRP は軽量・高強度という点で非常に優れている一方、強化繊維の方向や長さによって強度が大きく変化する。また、鉄の代替候補であるアルミニウムなどの軽量金属

＊現　地域産業課

材料と加工方法が全く異なる上、一般的なプラスチックの加工方法と比較しても成形速度が遅く、大量生産のための成形時間短縮が最も重要な課題となっている。

一方、平成21年に発足した浜松地域CFRP事業化研究会では、浜松地域の自動車部品メーカー、金型、樹脂フィルム、繊維、織物、加工機など非常に幅広い企業が参加し、課題解決のための活動を行っている。

本研究プロジェクトは、令和２年度から令和４年度まで新成長戦略研究事業として、浜松地域CFRP事業化研究会、静岡大学の協力を得ながら、軽量・高強度を特徴とするCFRPについて、熱可塑性樹脂を用いた生産性の高い成形技術を確立するとともに、CFRP製品設計の指針となるデータを蓄積することを目的とした。本報では、３年間の活動の成果について概説する。

２　方法

浜松地域CFRP事業化研究会ではCFRPの実用化と商品化に向けCFRPの高速成形技術（基材の製造技術、通電抵抗加熱金型による成形、トランスファ成形）の開発に取り組んでいる。本研究プロジェクトでは、研究会が進める高速成形技術の確立及びその応用に向け、表１に示した炭素繊維、樹脂を用いて以下の方法により検討を行った。高速成形の課題解決の技術ポイントは、炭素繊維に樹脂を隙間なく入れる（含浸）技術である。含浸状態は強度試験や繊維束内部の樹脂の含浸状態を確認することで評価した。

表１　本研究で用いた材料

材料	内容
炭素繊維	東レT700SC 12K（単繊維12,000本の束） 24K（単繊維24,000本の束） 50K（単繊維50,000本の束）
樹脂	ナイロンフィルム 厚さ15μm

2.1　CFRPの基材となるUDテープ製造技術の確立

基材は成形時間短縮のために製品形状に賦形する前にあらかじめ炭素繊維に樹脂を含浸しておく必要がある。その方法として、浜松地域CFRP事業化研究会は令和元年度までに、薄く広げた炭素繊維を上下から樹脂フィルムで挟み、超音波溶着技術を応用してテープ状の中間基材（UDテープ）を作製する技術を開発した。本研究では、高品質のUDテープ製造が安定して高効率で製造可能な技術を検討した。UDとは、Uni-Directionの略で、UDテープとは一方向に並んだ炭素繊維を樹脂で固めたテープを意味する。

2.2　チョップドUDテープを用いた成形技術の確立

UDテープを一定長に細断したチョップドUDテープを用いて、まず試験用熱プレス機を用いた成形試験を行い、その基礎物性データを収集した。UDテープを一定長に細断する理由は、炭素繊維の方向をランダムに配置することで擬似等方性材料として扱いやすくすることと、繊維を短くすることで樹脂の流動性を上げ、成形性を向上させることにある。

次に、生産性を向上させる成形方法として「通電抵抗加熱による成形」及び「トランスファ成形」技術について検討した。

金型の通電抵抗加熱による成形は金型表面に高周波電流を流すことで、金型表面を樹脂溶融温度まで短時間で加熱し、加圧賦形した後に急速冷却することで成形時間を大幅に短縮する技術である（図１）。

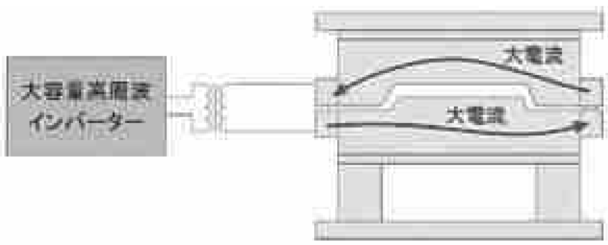


図１　通電抵抗加熱模式図

トランスファ成形は、溶融した成形基材を強化繊維の折損を抑えながら金型内に注入・成形する

方法で、射出成形に近い成形サイクルを確立できれば成形時間の大幅な短縮が期待される（図２）。本研究では、成形温度、成形圧力、保圧時間が成形品物性に与える影響について検討した。

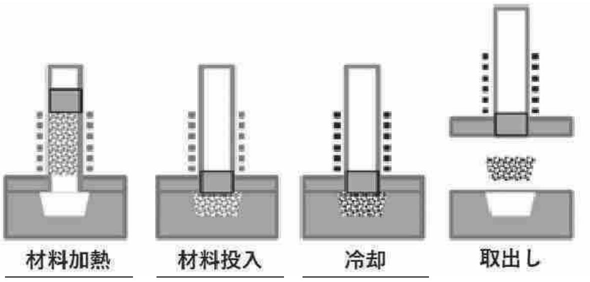


図２　トランスファ成形模式図

2.3　地域企業が提案する部品の開発支援

トランスファ成形による新しい成形技術を用いて、県内企業から提案があった製品について試作を行った。

３　結果と考察

3.1　CFRP の基材となるUDテープ製造技術の確立[1)]

浜松地域 CFRP 事業化研究会が開発、試作した UD テープ製造装置を用いて UD テープ製造条件を検討し、装置に改良を加えることで、高品質の UD テープ製造が安定して高効率で製造可能な条件を導き出した。図３に、UD テープ製造装置の模式図を示す。

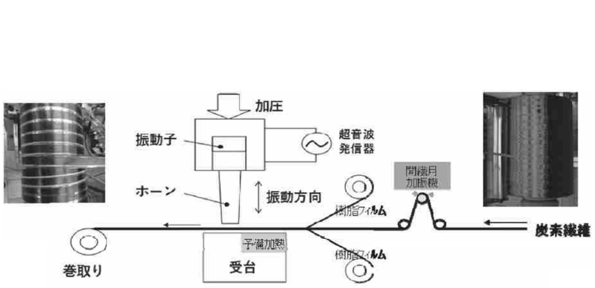


図３　UDテープ製造装置模式図

(1) 安定して効率的に作製するための開繊装置、予備加熱装置の開発

炭素繊維を予め薄く広げることにより、溶融樹脂が炭素繊維間に入り込みやすくなる。開繊装置を超音波溶着工程の前に設けることにより、12K炭素繊維（12,000本の炭素繊維の束）で７mm幅の炭素繊維を21.6mmに、24K炭素繊維（24,000本の炭素繊維の束）で８mm幅を40mm以上に安定して開繊することができ（図４）、作製したUDテープの品質向上（内部に含まれる空隙の量（ボイド率）の低下）を確認した。

また、超音波溶着工程の直前に予備加熱装置を導入することにより、加工速度の向上（装置なしと比べて1.6倍）、品質の向上（ボイド率の低下）ともに達成することができた。

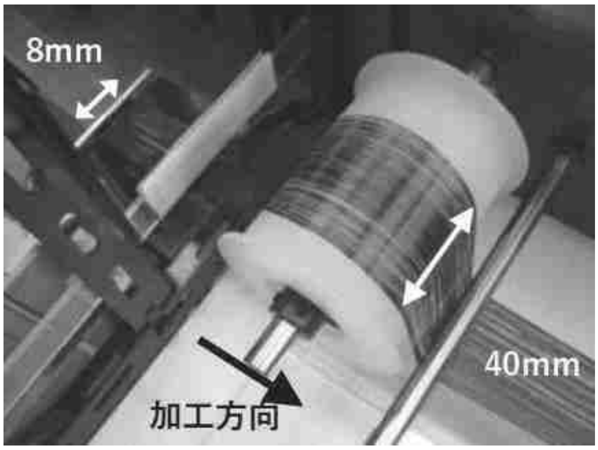


図４　作製した開繊装置
（24K炭素繊維の開繊）

(2) 高品質UDテープの製造条件の確立

開繊装置、予備加熱装置を併用して、12K炭素繊維を用いた超音波溶着条件を検討し、安定して UD テープを製造する条件を見出した。作製した UD テープの断面を顕微鏡で観察し、ボイド率と厚さを測定した結果、ボイド率３％、厚さ89 μm であり、目標であるボイド率５％以内、厚さ100 μm以内の高品質 UD テープが作製できた（図５）。

(3) 太い炭素繊維束を用いて生産量を上げる試験[2)]

24K、50K炭素繊維（50,000本の炭素繊維の束）でも開繊装置、予備加熱装置、超音波溶着機の各パラメータを検討し、上記目標品質の UD テープを作製することができた（図６）。装置を通過す

る炭素繊維の本数が増えたことにより、単位時間当たりに作製できるUDテープの量が増加し、12K炭素繊維を用いる場合より、24K、50Kについてそれぞれ、1.8倍、2.2倍の生産効率向上を達成することができた（図７）。

ダイカストと比較しても十分な強度であることがわかった。さらに、強度を比重で除した値は軽量性を考慮した比強度として用いられるが、本成形品の比曲げ強度は、アルミダイカストの2.4倍であり、高い軽量高強度性を示すことがわかった（図９）。

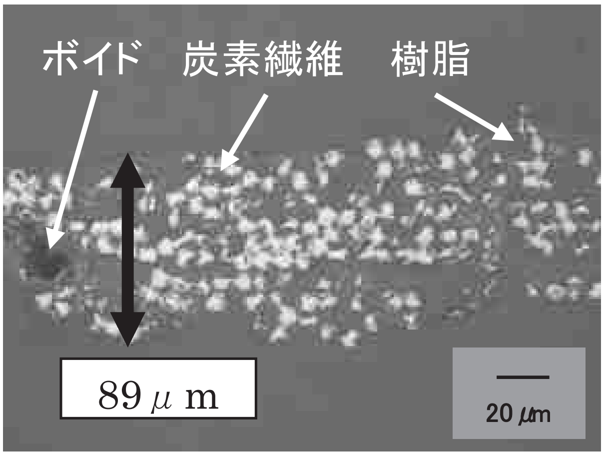


図５　UDテープ断面写真

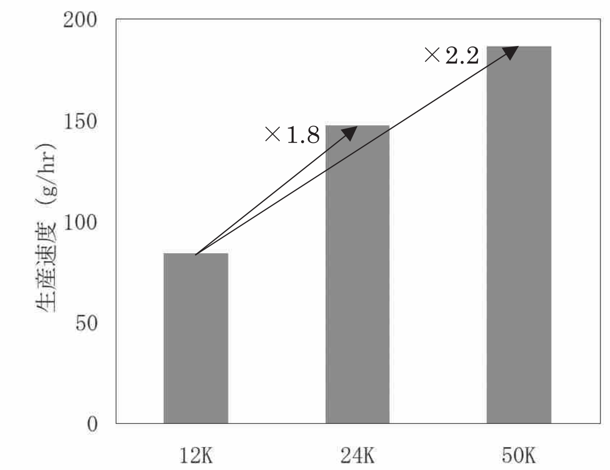


図７　繊維束とUDテープ生産速度

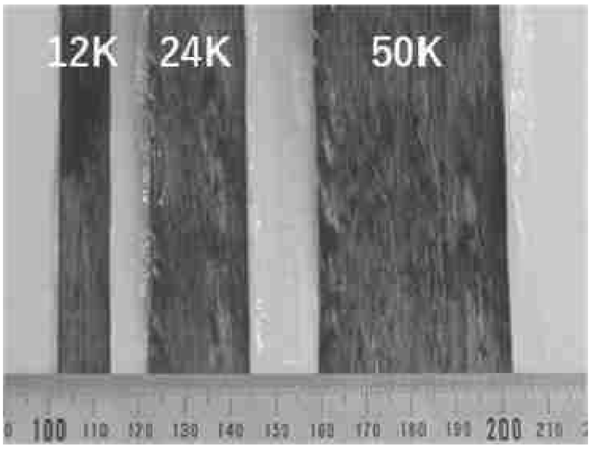


図６　UDテープ外観

図８　チョップドUDテープ

3.2　チョップドUDテープを用いた成形技術の確立[3)]

(1) 試験用熱プレス機による成形品の基礎物性評価

チョップドUDテープ（図８）をランダムに金型内に投入し、試験用熱プレス機を用いて、成形温度、成形圧力を変えて成形試験を行い物性を評価した。その結果、成形した200×200×２mmのCFRP板について、最適成形条件で作製した成形品の曲げ強度は547MPaであり、一般的なアルミ

成形品の断面を顕微鏡で観察したところ、図10のように成形品内部に欠陥（ボイド）がなく、樹脂が炭素繊維束の中にしっかり充填していることが確認でき、本成形品の高強度の要因を指示する結果となった。

(2) 通電抵抗加熱金型による圧縮成形

浜松地域CFRP事業化研究会会員が開発した通電抵抗加熱金型による圧縮成形により、チョップドUDテープを用いた200×200×２mmのCFRP板を成形し、その曲げ強度を測定した。強度は508

MPa、弾性率は30GPaとなり、アルミダイカスト以上の十分な強度であることがわかった。また、成形時間について通常の圧縮成形では１時間以上を要するところ、本方法では９分程度の成形時間を達成した。

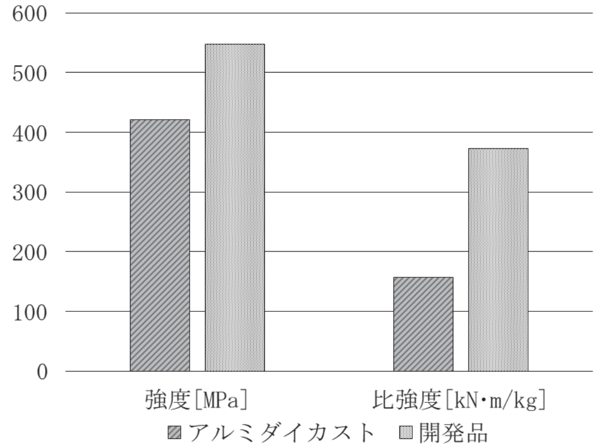


図９　最適成形条件で成形した成形品（開発品）とアルミダイカストの曲げ強度の比較

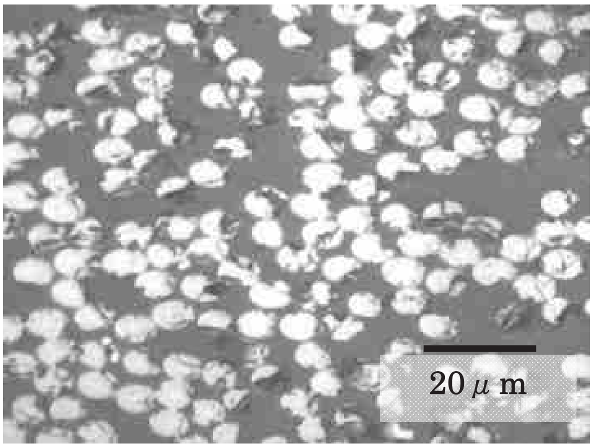


図10　成形品の断面写真

(3)　トランスファ成形

トランスファ成形技術は、一般的には熱硬化性樹脂の成形に使用されているが、スクリューを用いず、プランジャで樹脂を金型内に注入することから、炭素繊維の折損がない成形が期待できる。しかし、熱可塑性樹脂を用いたCFRPの成形のためには、温度制御や樹脂の注入機構等に改良を加える必要がある。

トランスファ成形機の仕様を決定するにあたって、CFRP研究会会員企業が保有する既存の熱硬化性樹脂用トランスファ成形機を用いた成形などの予備試験を重ねた。その結果、以下の主な改良点を加えた設計により、新たに熱可塑性CFRP用トランスファ成形機を導入し、UDテープを用いたCFRPを成形可能とした（図11、12）。

①UDテープの予備加熱機構・・・成形工程中に次に投入する材料を予め加熱溶融させて待機する

②炭素繊維を切断しないゲート・・・最長30mm程度に切断されたチョップドUDテープが折損することなく通過するための大口径ゲート

③シリンダ温度制御・・・樹脂の溶融状態を常時保持するシリンダと加熱冷却を繰り返す金型温度を独立に制御する

④金型の急速加熱／冷却システム・・・赤外線加熱システムを導入し、金型表面のみを加熱することで、金型を急速加熱冷却する技術

導入したトランスファ成形機の設定項目は、温度、注入速度、樹脂圧力、時間等があり、それぞれ各部位、各工程で設定できるように作製した。この中で、材料の物性に大きく影響すると思われる、成形温度、成形圧力、保圧時間に着目し、200×200×２mmの平板形状の成形品を様々な成形条件で作製し、テストピースを切り出して、曲げ強度等の機械物性を測定した。その結果、成形温度230℃以上、成形圧力８MPa以上、保圧時間２分以上にて良好な成形品を作製できることがわかった。

また、トランスファ成形は樹脂を金型内に移動させる成形方法のため、樹脂流動による炭素繊維配向の偏りが発生する。作製した成形板について、X線検査装置 FF35CT Metrology（コメットテクノロジーズ㈱製）を用いた透過像を撮影したところ、注入ゲートを中心とした同心円状に炭素繊維が配向していることを確認した（図13）。

3.3　地域企業が提案する部品の開発支援

トランスファ成形による新しい成形技術を用いて、県内企業から提案があった製品について試作を行った。

前述のとおり、トランスファ成形は樹脂流動による繊維配向が特徴となるため、この繊維配向を生かした製品を検討したところ、県内歯車メーカーより、かさ歯車の提案があり、本成形に適した金型を検討・作製して試作品を成形した（図14）。

また、同様に県内企業よりモーター用構造部材の提案があり試作を行った（図15)。いずれも、複雑形状成形品の細部まで樹脂及び繊維が充填して

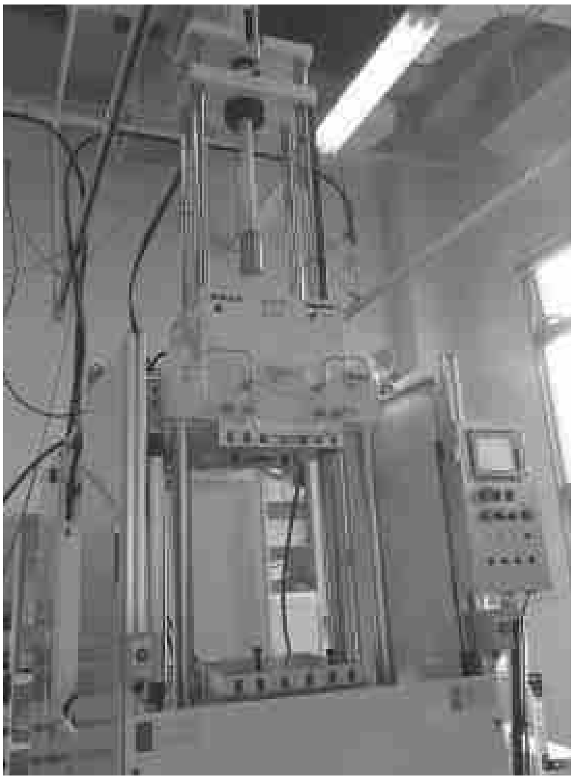


図11　熱可塑性CFRP用トランスファ成形機

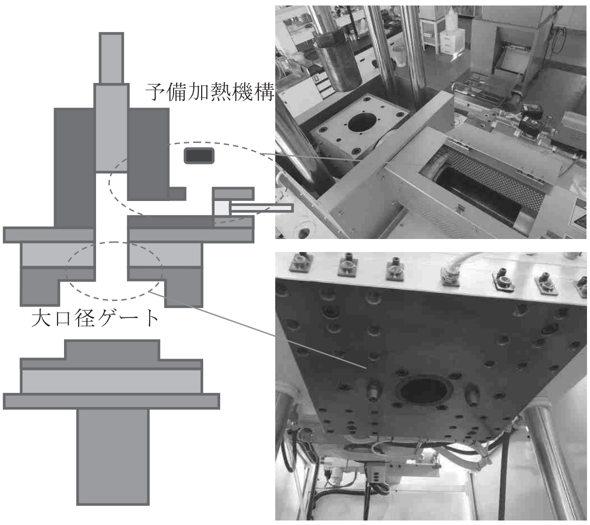


図12　熱可塑性CFRP用トランスファ成形機の模式図、及び予備加熱部、ゲート部写真

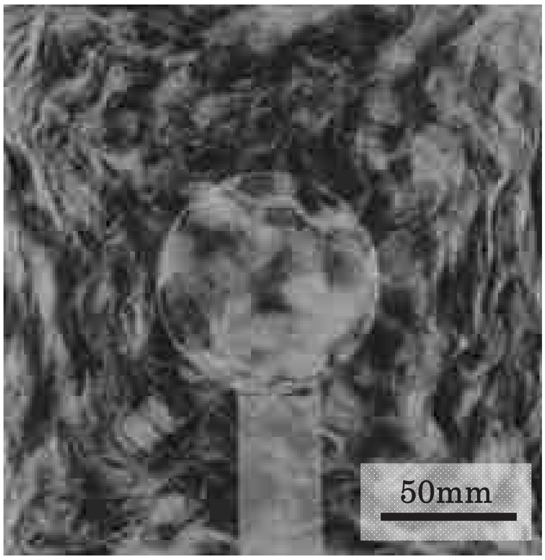


図13　トランスファ成形品のＸ線透過像
(200×200×2mm板)

※繊維配向を明瞭にするため、炭素繊維の一部をガラス繊維に替えて成形した材料
※中央の円形部は、ゲート痕（φ80mm)
※下部の長方形部は、試料保持材

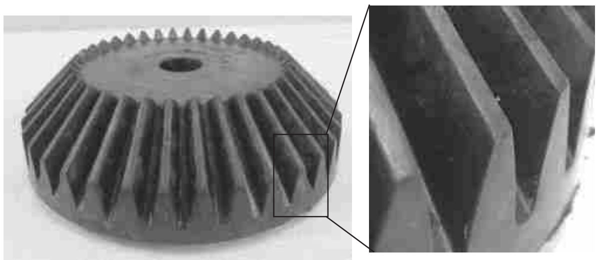


図14　かさ歯車（直径150mm)

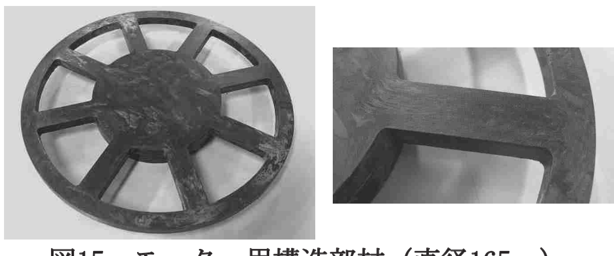


図15　モーター用構造部材（直径165mm)

5　まとめ

炭素繊維の束を熱可塑性樹脂で固めたテープ状の成形基材（UDテープ）を効率よく作製する技

術を確立した。

UD テープを一定長に細断した材料を成形するために、高強度の炭素繊維が短く切断されないよう特別に設計したトランスファ成形機を導入した。本技術により作製した CFRP 板の曲げ強度は500 MPa以上、軽量性を考慮した比強度は、アルミダイカストの2.4倍で、複雑形状の部品を短時間で成形することが可能となった。

謝辞

本研究を進めるにあたり、浜松地域 CFRP 事業化研究会の室井國昌氏及び会員企業の皆様、静岡大学の島村佳伸氏、早川邦夫氏、には、多くのご協力、ご助言をいただきました。この場をお借りして、深く感謝申し上げます。

参考文献

１）長房秀幸　他：軽量高強度材料（CFRP）の高効率成形技術の確立Ⅰ.静岡県工業技術研究所研究報告,（14）, 125-127（2021）.
２）森田達弥　他：軽量高強度材料（CFRP）の高効率成形技術の確立.静岡県工業技術研究所研究報告,（15）, 132-134（2022）.
３）森田達弥　他：軽量高強度材料（CFRP）の高効率成形技術の確立II.静岡県工業技術研究所研究報告,（14）, 128-130（2021）.

細断したUDテープを用いたCFRTPのトランスファ成形

繊維高分子材料科　　森田達弥*　大木結以　針幸達也　鈴木重好

Transfer molding for carbon fiber reinforced thermoplastic using chopped uni-directional tape

MORITA Tatsuya, OKI Yui, HARIKO Tatsuya and SUZUKI Shigeyoshi

Carbon fiber reinforced thermoplastic (CFRTP) is a lightweight, high-strength material for which there are expectations that it will enable molding in a short period of time. However, a CFRTP molding technology that achieves both the required mechanical properties and productivity has not yet been established. On the other hand, transfer molding, which is used to mold thermosetting plastics, presses the material into the mold with a plunger and heats and hardens it. Transfer molding can mold complex shapes without breaking the reinforcing fibers as it does not use a screw. However, transfer molding has rarely been used to mold CFRTP. If CFRTP can be molded with transfer molding technology, it is expected that both the required mechanical properties and productivity expect can be achieved. Therefore, we developed an improved transfer molding machine for CFRTP in March 2022. In this study, we molded CFRTP square board with the transfer molding machine that had been developed and 15 mm long chopped uni-directional tape. We also evaluated the molding conditions and mechanical properties of the CFRTP square board. As a result, at a mold temperature of 230° C and a molding pressure of 8 MPa, it was possible to mold CFRTP square board with almost the same bending strength as aluminum die-casting (ADC12). In addition, regardless of the molding conditions, the fibers of the molded CFRTP square board flowed concentrically from the injection point of the material. Furthermore, it was oriented uni-directionally along the wall of the mold.

keywords : CFRTP, Transfer molding, Uni-directional tape

熱可塑性炭素繊維強化プラスチック(CFRTP)は短時間成形が期待できる軽量高強度材料として注目されているが、物性と生産性が両立した効率的な成形技術は確立されていない。一方で、熱硬化性プラスチックの成形に用いられているトランスファ成形は、成形材料を補助ラムで金型に注入して加圧硬化する成形方法で、スクリュを使用しないため強化繊維の折損がなく、複雑な形状を成形できるが、CFRTPなどの熱可塑性プラスチックへの適用事例はほとんどない。しかし、トランスファ成形でCFRTPを成形することができれば、炭素繊維の折損がなく、複雑な形状を短時間で成形することが可能となり、物性と生産性の両立が期待できる。そこで、当センターでは、令和３年度にCFRTPに適した仕様に改良したトランスファ成形機を導入した。本研究では、長さ15mmに細断したテープ状の成形材料（UDテープ）を用い、導入したトランスファ成形機でCFRTPの平板を成形して、成形条件や成形品の機械的特性を評価した。その結果、金型温度230℃、成形圧力８MPaでアルミダイカスト（ADC12）と同程度の曲げ強度を持つ平板が成形できた。また、成形した平板の繊維は、成形条件にかかわらず、材料注入部から同心円状に配向し、金型壁面では壁面に沿って一方向に配向する傾向がみられた。

キーワード：CFRTP　トランスファ成形　UDテープ

１　はじめに

熱可塑性炭素繊維強化プラスチック（CFRTP）は短時間成形が期待できる軽量高強度材料として注目されている。CFRTP の成形方法としては、プレス成形（積層成形）や射出成形などが挙げられるが、プレス成形は成形材料の積層に手間や時

＊現　地域産業課

間がかかる。射出成形は成形機のスクリュで炭素繊維が切断されてしまい、炭素繊維の性能を十分に活かせないなど課題がある[1)]。一方、熱硬化性プラスチックの成形に用いられているトランスファ成形は成形材料を加熱軟化させた後、補助ラムで金型に注入して加圧硬化する方法で、スクリュを使用しないため強化繊維が折損せずに、複雑な形状を成形することができるが[2)]、CFRTPへの適用事例はほとんどない。しかし、トランスファ成形でCFRTPを成形することができれば、炭素繊維の折損がなく、複雑な形状を短時間で成形することが可能となり、物性と生産性の両立が期待できる[3)]。そこで、当センターでは、令和３年度に金型の加熱冷却機構や大口径のゲート（材料注入部）など、CFRTPに適した仕様に改良したトランスファ成形機を導入した（図１）*。本稿では、導入したトランスファ成形機を用い、CFRTPの平板を成形して、成形条件や成形品の機械的特性を評価した結果を報告する。

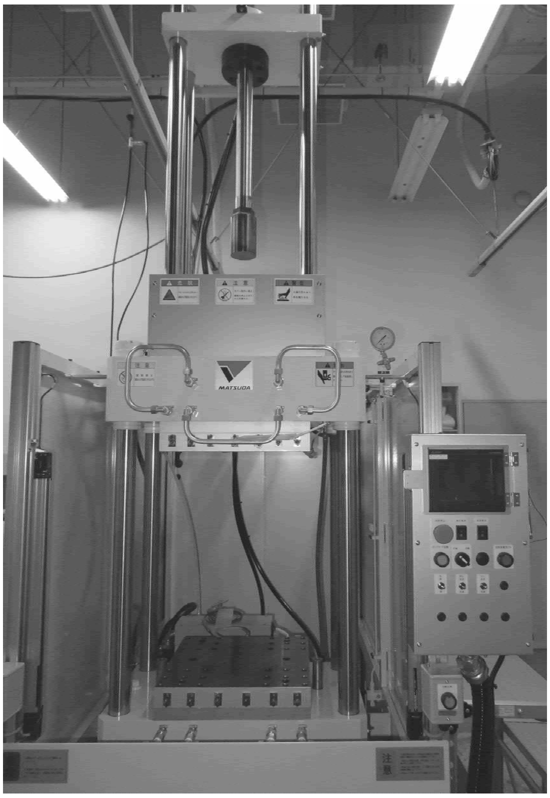


図１　導入したトランスファ成形機

２　方法

2.1　成形材料

曲げ試験及び炭素繊維体積含有率の評価に供する平板の成形では炭素繊維（東レ㈱製T700SC-12K-60E）に市販のナイロンを含浸させた長さ15mm、繊維体積含有率50％のUDテープ[4)]60gを直径70mm、高さ約15mmのタブレット形状に固めた予備賦形材（図２）を２個用いた。繊維配向の確認に供する平板の成形では炭素繊維のUDテープ36g及びガラス繊維（日本電気硝子㈱製ER1150F-165K/SRZT）に市販のナイロンを含浸させた長さ15mm、繊維体積含有率50％のUDテープ30gを混ぜて、直径70mm、高さ約15mmのタブレット形状に固めた予備賦形材を２個用いた。

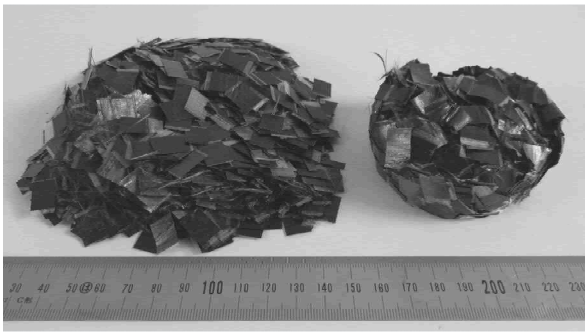


図２　長さ15㎜のUDテープ(左) とその予備賦形材(右)

2.2　成形

トランスファ成形機を用い、金型温度及び成形圧力を変えて、200mm角、厚さ２mmの平板を成形した（図３）。詳細な成形条件を表1に示す。

2.3　評価

(1)　曲げ試験

成形した平板から図４のとおり、曲げ試験片１、２を切り出し、精密万能試験機　AG-50kNX Plus（㈱島津製作所製）を用い、JIS K 7074 A法を参考に、曲げ強度を測定した。曲げ試験片は試験前に真空乾燥機　DRV422DE（アドバンテック東洋㈱製）を用いて1.3kPa、110℃で72時間乾燥させた。また、比較として、アルミダイカスト(ADC12-F)の曲げ強度を測定した。

---

* 静岡県工業技術研究所：静岡県工業技術情報（2021）No25.
https://www.iri.pref.shizuoka.jp/wp/wp-content/uploads/2022/03/R3jyouhou25.pdf（2022.10.24アクセス）

図３　成形した200mm角、厚さ２mmの平板

表１　成形条件

材料加熱部、ゲートの設定温度（℃）	300
上下金型の設定温度（℃）	220、230、240、260、280
材料加熱時間（s）	600
型締力（kN）	5.3×10^{2}
注入速度（mm/s）	132
成形圧力（MPa）	4、6、8、10、12
保圧時間（s）	300
冷却時間（s）	500

(2)　繊維配向及び内部欠陥の確認

X線CT装置　FF35CT Metrology（コメットテクノロジーズ・ジャパン㈱製）を用いて、成形した平板及び曲げ試験片のX線透過像を撮影し、繊維配向や空隙等の内部欠陥の有無を目視で確認した。

(3)　炭素繊維体積含有率の評価

成形した平板から図５のとおり、15mm角の試料D1〜D4を切り出し、水中置換法密度計DENSITOMETER H（㈱東洋精機製作所製）を用いて、密度を測定した。測定した各試料の密度と（1）式から、各試料の炭素繊維体積含有率を算出した[5)]。

$V_{cf}=(\rho_{cfrtp}-\rho_{p})/(\rho_{cf}-\rho_{p})\times100$・・・(1)

V_{cf}：炭素繊維体積含有率（%）　ρ_{cfrtp}：試料の密度（kg/m³）　ρ_{cf}：炭素繊維の密度 1.80×103（kg/m³）　ρ_{p}：ナイロンの密度 1.17×103（kg/m³）

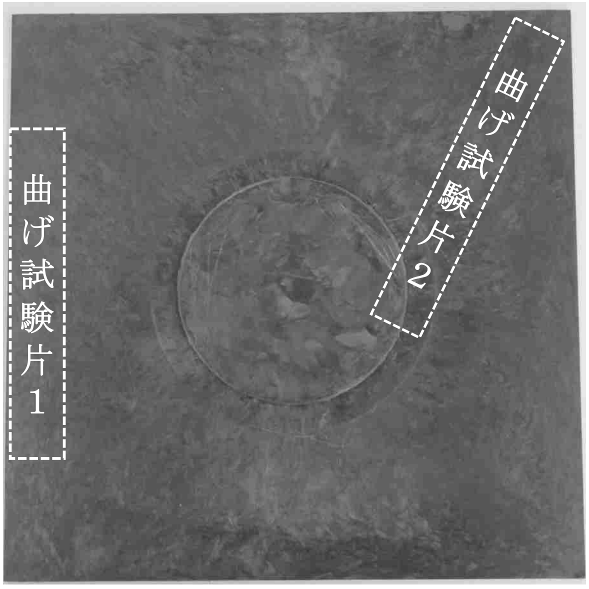


図４　曲げ試験片の切り出し箇所

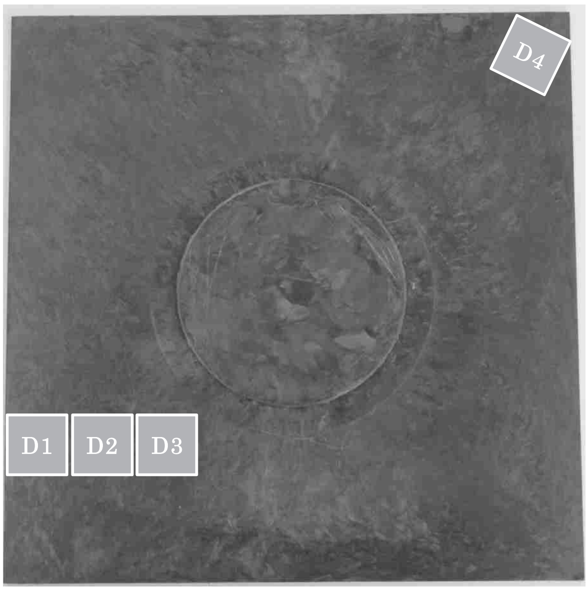


図５　炭素繊維体積含有率評価用試料の切り出し箇所

(4)　比曲げ強度の算出

(3)で用いた密度計で曲げ試験片１、２の密度を測定した。各曲げ試験片の密度と曲げ試験の結果を用い、(2) 式から比曲げ強度を算出した[6)]。

$S=\sigma/\rho$・・・(2)

S：比曲げ強度（MPa/kgm^{-3}）　σ：曲げ強度（MPa）　ρ：曲げ試験片の密度（kg/m³）

3　結果および考察

3.1　金型温度の検討

成形圧力８MPaで金型温度を変えて成形した平板の曲げ強度を図６に示す。また、金型温度280℃で成形した平板のＸ線透過像を図７に示す。なお、金型温度220℃では平板の隅部まで材料が充填できず、平板が成形できなかったため、評価しなかった。

曲げ強度は金型温度にかかわらず、試験片１が高く、試験片２が低い傾向がみられた。しかし、曲げ強度が低い試験片２においても、400MPa以上の曲げ強度となった。金型温度230℃及び280℃で成形した平板のX線透過像を観察した結果、230℃、280℃ともに、空隙等の内部欠陥はみられず、繊維はゲートから同心円状に配向し、金型壁面では壁面に沿って一方向に配向する傾向がみられた。また、炭素繊維体積含有率を算出した結果、試料の切り出し箇所や金型温度で、差はほとんどなく、すべての試料でUDテープの炭素繊維体積含有率とほぼ同じ50%となった。そのため、成形した平板の炭素繊維及びナイロンは偏在することなく、隅部まで所定の比率で充填されていると考えられる。また、平板の内部に欠陥が観察されないことから、各曲げ試験片の強度の差は繊維配向による影響が大きいと推測され、試験片１は試験片２に比べて０°方向に炭素繊維が配向していることから、曲げ強度が高くなったと考えられる[7)]。

以上の結果から、本試験の平板の成形では230℃以上の金型温度が必要であると考えられる。また、繊維配向の傾向は、金型温度で大きく変わらず、ゲートから同心円状に配向し、金型壁面では壁面に沿って一方向に配向すると考えられる。

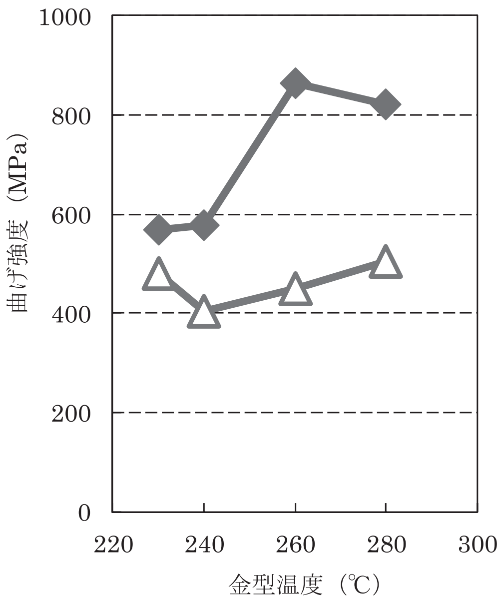


図６　曲げ強度と金型温度

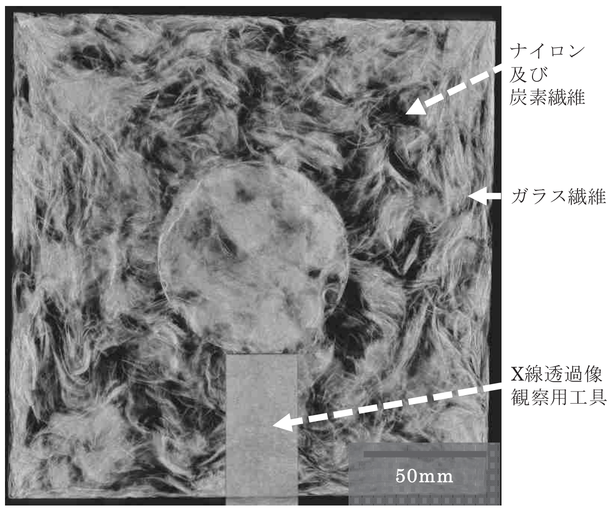


図７　金型温度280℃で成形した平板のX線透過像

3.2　成形圧力の検討

金型温度230℃で成形圧力を変えて成形した平板の曲げ強度を図８に示す。また、成形圧力12MPa で成形した平板のX線透過像を図９に示す。なお、成形圧力４MPaでは、平板の隅部まで材料が充填できず、平板が成形できなかったため、評価しなかった。

成形圧力６MPaで成形した平板の曲げ強度は成形圧力８MPa以上で成形した平板よりも低くなった。成形圧力８MPa以上で成形した平板の曲げ強度は試験片１が高く、試験片２が低い傾向がみられたが、試験片２においても、400MPa以上の曲げ強度となった。成形圧力12MPa及び８MPaで成形した平板のX線透過像を観察した結果、空隙等の内部欠陥はみられず、繊維はゲートから同心円状に配向し、金型壁面では壁面に沿って一方向に配向する傾向がみられた。成形圧力６MPaで成形した平板においても、同様の繊維配向の傾向が

みられたが、平板及び曲げ試験片の内部に空隙がみられた（図10）。これは、成形圧力が不十分で、成形材料を金型内に十分に充填できなかったことが予想され、曲げ強度が低下した原因と考えられる。成形圧力８MPa以上で成形した平板の炭素繊維体積含有率を算出した結果、試料の切り出し箇所や成形圧力による差はほとんどなく、UDテープの炭素繊維体積率とほぼ同じ50%となった。そのため、成形圧力８MPa以上で成形した平板では、炭素繊維とナイロンは偏在することなく、隅部まで所定の比率で充填されていると考えられる。また、成形圧力８MPa以上で成形した平板の内部には欠陥も見られないことから、成形圧力８MPa以上の各曲げ試験片の強度の差は繊維配向による影響が大きいと推測され、試験片１は試験片２に比べて０°方向に炭素繊維が配向していることから、曲げ強度が高くなったと考えられる[7)]。

以上の結果から、本試験の平板の成形では８MPa以上の成形圧力が必要と考えられた。また、繊維配向の傾向は、成形圧力で大きく変わらず、ゲートから同心円状に配向し、金型壁面では壁面に沿って一方向に配向すると考えられる。

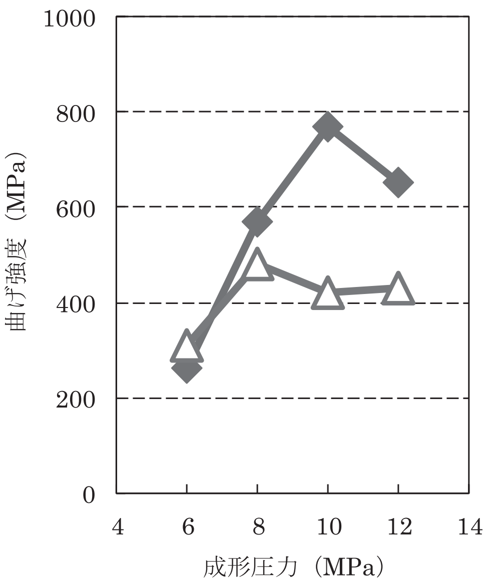


図８　成形圧力と曲げ強度

試験片１　試験片２

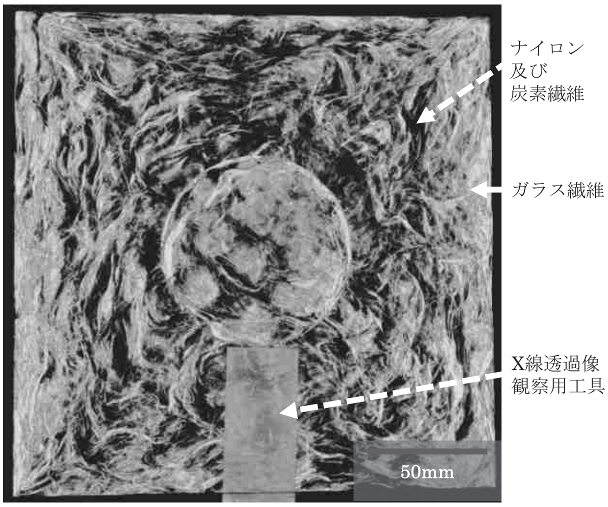


図９　成形圧力12MPaで成形した平板のX線透過像

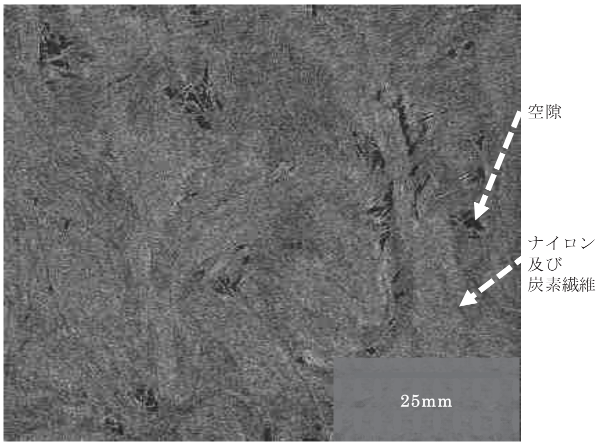


図10　成形圧力６MPaで成形した平板から切り出した曲げ試験片１

3.3　アルミダイカストとの強度比較

金型温度230℃、成形圧力８MPaで成形した平板の曲げ強度とアルミダイカストの強度の比較結果を表２に示す。曲げ強度が低い試験片２おいても481MPaで、アルミダイカストと同程度の曲げ強度であった。また、重量を考慮した比曲げ強度ではアルミダイカストの2.1倍となった。

表２　成形した平板とアルミダイカストの比較

	試験片	曲げ強度（MPa）	密度（kg/m^3）	比曲げ強度（$MPa/kg\ m^{-3}$）
トランスファ成形	試験片１	569	1.48×10^3	384×10^{-3}
	試験片２	481	1.48×10^3	325×10^{-3}
アルミダイカスト		421	2.69×10^3	157×10^{-3}

5　まとめ

CFRTPに適した仕様に改良したトランスファ成形機を用いて、金型温度230℃、成形圧力８MPaでアルミダイカストと同程度の強度を持つ平板が成形できた。また、成形した平板の繊維は、成形条件にかかわらず、ゲートから同心円状に配向し、金型壁面では壁面に沿って一方向に配向する傾向があった。そのため、本成形技術を製品に適用する際には、繊維配向を考慮し、製品設計を行う必要があると考えられる。

謝辞

本研究を進めるにあたり、静岡大学の島村佳伸氏、早川邦夫氏、浜松地域 CFRP 事業化研究会の室井國昌氏及び会員企業の皆様には、多くのご協力、ご助言をいただきました。この場をお借りして、深く感謝申し上げます。

参考文献

１）髙野菊雄：熱可塑性プラスチックの成形技術,「これでわかるプラスチック技術」，初版（㈱工業調査会,東京），新谷滋記　発行，pp.144-202（2000).

２）髙野菊雄：熱硬化性プラスチックの成形技術「これでわかるプラスチック技術」，初版（㈱工業調査会,東京），新谷滋記　発行，pp.203-204（2000).

３）室井國昌：熱可塑性UDテープカット材のランダム配向材の成形．ぷらすとす，１（７)，8-12（2018)．

４）長房秀幸　他：軽量高強度材料（CFRP）の高効率成形技術の確立Ⅰ．静岡県工業技術研究所研究報告，(14)，125-127（2021)．

５）末益博志：素材の力学特性と複合則,「入門複合材料の力学」，初版（㈱培風館，東京）日本複合材料学会　監修，pp.71-72（2009)．

６）D.ハル：繊維とマトリックス,「複合材料入門」，初版（㈱培風館,東京)，宮入祐夫　他　共訳，pp21-22（1984)．

７）D.ハル：幾何学的観点,「複合材料入門」，初版（㈱培風館,東京)，宮入祐夫　他　共訳，pp.55-200（1984)．

白色干渉計による傾斜面の形状測定

― 傾斜基準面を用いた角度測定範囲の拡張 ―

光科　　中野雅晴
工業技術研究所　照明音響科　　柳原　亘　豊田敏裕

Slope measurement using coherence scanning interferometry

- Extending angle measurement range using a slope reference plane -

NAKANO Masaharu, YANAGIHARA Wataru and TOYOTA Toshihiro

keywords : Coherence scanning interferometry, profilometry, slope measurement, non-contact shape measurement

白色干渉計では、勾配が大きい傾斜面の形状測定において、測定誤差が大きい課題がある。本研究では、傾斜基準面を用いることで、勾配が大きい傾斜面の形状を高精度に測定する方法を確立した。本方法では、傾斜基準面を参照面にして評価対象を傾けて測定する。これにより、評価対象から十分な反射光が得られるため、測定した形状曲線に重畳するノイズの影響を抑制できる。また、傾斜基準面の角度だけ見かけの測定範囲がシフトする。このため、角度が異なる複数の基準面を用いることで傾斜角の測定範囲を拡張することができる。20倍対物レンズで測定した場合、角度測定範囲は49度まで拡張し、精度は約±１度であることが確認された。

キーワード：白色干渉計、形状測定、傾斜角度、非接触形状測定

１　はじめに

金属や樹脂の加工面における微細な表面形状を非接触で評価する手段として、白色干渉計による三次元形状計測がある。白色干渉計は、ナノメートルオーダーの高さ測定が可能なため、鏡面に近い加工面の評価に向いており、金型等の形状評価に用いられている。一方で、勾配が大きい評価対象では、表面で反射した光のうち測定機の方向に戻る光量が少ないため、測定誤差が大きくなる（図１(a))[1]。

そこで、本研究では、傾斜基準面を用いることで、光干渉式測定機で傾きが大きい傾斜面の形状でも高精度に測定する方法を確立した。

２　方法

本手法では、角度が既知の傾斜基準面を参照平面として、評価対象を傾けた姿勢で形状を測定した（図１(b))。形状測定には、白色干渉計 Talysurf CCI HD（アメテック㈱製）を用いた。次に、得られた形状データを基準面の傾斜角で座標回転させて水平姿勢に戻し、評価対象の形状とした。本方法では、急勾配の面を水平姿勢に近い状態で測定することにより、評価対象から十分な反射光量が得られる。さらに、評価対象の姿勢制御機構で傾き誤差が影響しないことから測定誤差を小さくすることができる。また、傾斜基準面の角度だけ見かけの測定範囲がシフトするため、測定できる最大傾斜角が実質的に大きくなる。さらに、角度が異なる複数の基準面を用意することで、傾斜角の測定範囲を拡張することができる。

基礎検討として、視野が広く、評価対象を傾けても物理的に干渉しない20倍対物レンズを使って本方法の有効性を検証した。検証用の試料として、傾斜角が異なる直角プリズム群で構成されたプリズムアレイを用いた（図２)。プリズムアレイはフェムト秒パルスレーザーを用いた樹脂の三次元

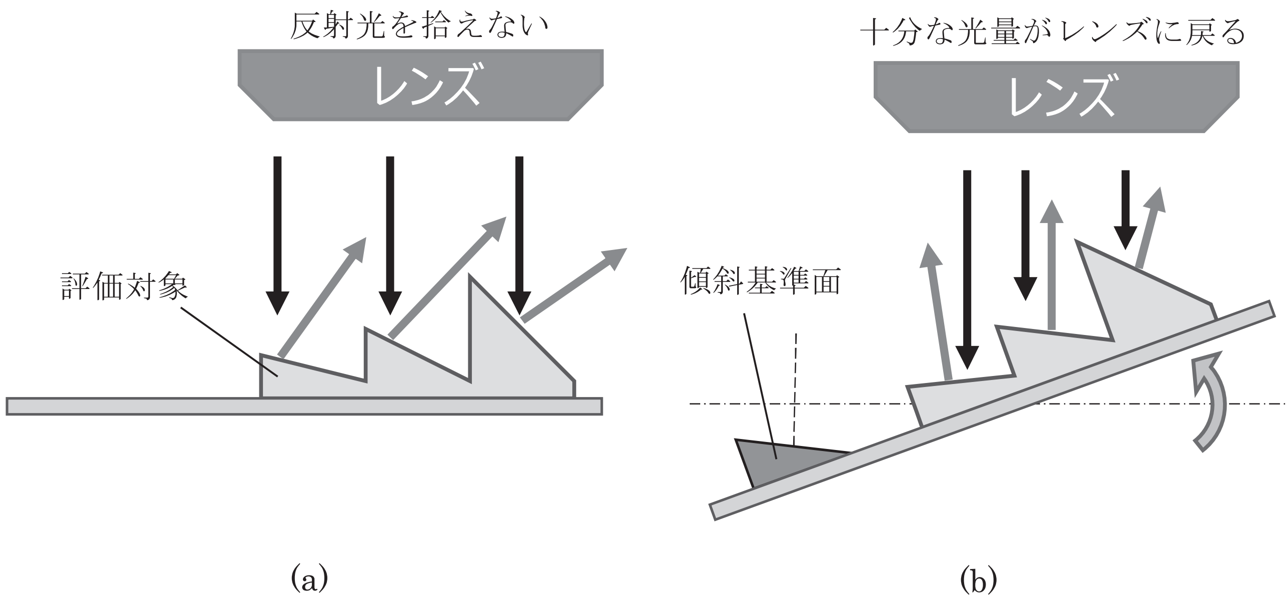


図１　測定法の概略図
(a) 従来法（試料台を水平)、(b) 本手法（基準面を水平）

光造形で作製した。予め、試料の傾斜角を、測定面の傾きに対して堅牢な測定ができる共焦点顕微鏡で測定し、精度評価の基準値とした。プリズム群の一部（４種類）を傾斜基準面として使い、その他のプリズムの傾斜角測定値と基準値を比較して精度を評価した。

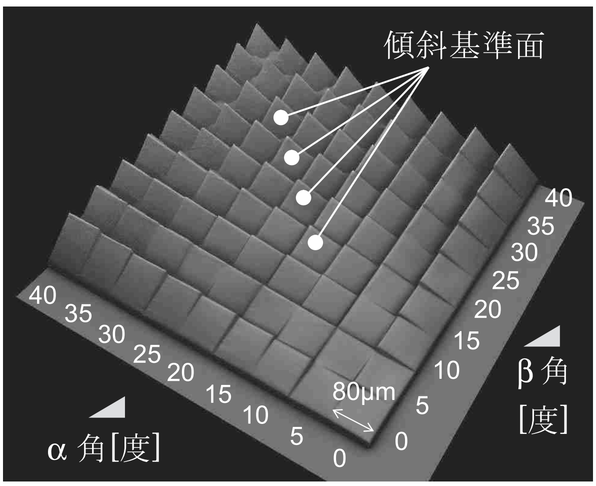


図２　精度評価に用いたプリズムアレイ
共焦点顕微鏡OPTELICS HYBRID L7
（レーザーテック㈱製）で測定した三次元形状

３　結果および考察

傾斜基準面を用いた傾斜角測定の精度を、水平姿勢の測定と比較した（図３)。水平姿勢の測定では15度以下であった測定範囲を、傾斜基準面を使うことで49度まで拡張できた。測定誤差は約±１度以内であった。特に、傾斜角が36度以下では水平姿勢と同等の精度であり、本手法が傾斜面の形状を高精度に測定する方法として有効であることが確認された。36度以上で誤差が増加した原因は、計算機上での座標回転の方法にあると考える。

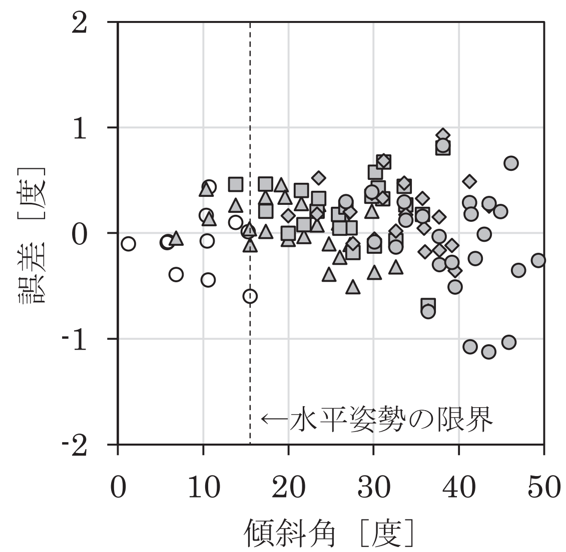


図３　傾斜角の測定精度
傾斜基準面の角度は、○：水平、▲：21度、■：27度、◆：33度、●：39度

４　まとめ

白色干渉計と傾斜基準面を組み合わせることで、勾配が大きい傾斜面の形状を高精度に測定する方法を確立した。本手法は、傾斜角の測定のみならず、急斜面の表面粗さ測定において測定誤差が増加する課題[1)]の解決にも有効である。

参考文献

１）柳原　亘　他：非接触形状測定機による傾斜面測定の誤差評価．2023年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集，p.410-411，東京(2023).

レーザーピーニングの簡易評価法の検討

― 水噴射方法の評価 ―

光科　　鷺坂芳弘*　山下清光**

Study of simple evaluation method for laser peening

- Evaluation of water injection systems -

SAGISAKA Yoshihiro and YAMASHITA Kiyomitsu

keywords : laser peening, laser peen forming, nanosecond green laser, bending, laser induced shock wave

レーザーピーニングは部品表面に圧縮残留応力を付与して疲労寿命を向上させる表面処理である。施工品質の評価は残留応力分布測定で行なわれるが、測定工数が大きい上に加工パラメータが多いため、加工条件の最適化に難があった。そこで同じ加工原理に基づくレーザーピーンフォーミングによる板曲げを簡易評価法とすることを提案し、その可能性を検証した。グリーンナノ秒レーザーでは封じ込め層として用いる水がデブリで汚れると曲げ角が顕著に低下することが判明した。そこで、水のろ過供給装置を追加し、照射面への水の供給方法による本法の再現性を調査した。レーザーと同軸に供給するのが有効だが、流速に上限があることが判明した。

キーワード：レーザーピーニング、レーザーピーンフォーミング、ナノ秒グリーンレーザー、板曲げ、レーザー誘起衝撃波

1　はじめに

レーザーピーニング（以下LP）はレーザー誘起衝撃波で表面に圧縮残留応力を付与して部品の疲労寿命を向上させる表面処理である[1)]。施工品質は残留応力分布で評価されるが、その測定工数と加工パラメータの多さ故に条件の最適化が難しく、簡便な評価法が望まれていた。LPと同じ原理を利用した成形法にレーザーピーンフォーミング[1)]（以下LPF）がある。LPFでの板曲げは、単純にはLPでの施工品質が良いほど曲げ角が大きくなり、視覚的に条件の良否を判断できる。そこでLPFをLPの簡易評価に用いることを提案した。本報では本評価法で照射面への複数の水供給方法について再現性を評価し、より有効なLP処理装置を検討した。

2　方法

実験には表１に示す仕様のナノ秒グリーンレーザーを用いた。板厚１mmの純チタン板（Ti）を10mm×50mmにせん断して試験片とした。ナノ秒レーザーで衝撃波を得るには水中での照射が有効である[1)]。そこで試験片を片持ち固定して水中に設置し、水槽側面に固定した焦点距離50mmのレンズでレーザー光を集光照射した（図１）。デフォーカス量 z は４mmとし、スポット径 d は約１mmである。照射面の概略を図２に示す。レーザーは試験片中央の長さ４mmの範囲に速度８m/sで幅方向に線走査した。照射痕のピッチ p_1 は0.8 mmとなる。下方の自由端側からピッチ p_2 =0.1mmずつずらしながら線走査を41回繰返した。加工後の試験片を写真１に示す。この曲げ角 θ を測定した。

＊現　工業技術研究所　化学材料科　　** 現　工業技術研究所　機械電子科

表１　ナノ秒グリーンレーザーの仕様

波長	パルス幅	繰返し発振周波数	パルスエネルギー
532 nm	8 ns	10 Hz	<500 mJ

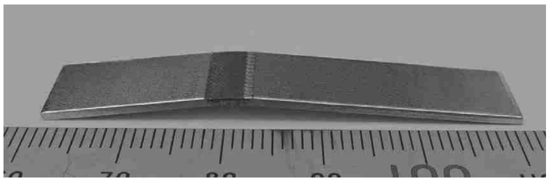


写真１　曲げ試験片の例

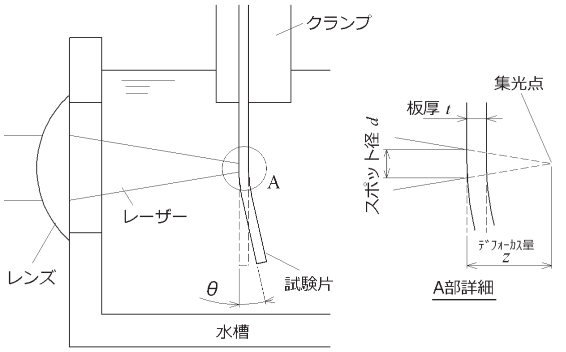


図１　実験方法概略

実験を複数回行うと、レーザー照射で生じたデブリ（削りカス）が増えて水中でレーザー光を遮り、成形性が悪化した。ナノ秒グリーンレーザーは他のレーザーに比べても特にデブリに敏感であった。そこで照射部にろ過した水を噴射させるよう図３の３種類の装置を追加して θ の再現性を比較した。各装置での噴射口での流速と吐出量を表２に示す。側方噴射（図３(a)）は光路上にデブリが入り込む恐れがあるが、ノズル径の異なる２つの同軸噴射（図３(b),(c)）はその恐れがない点で有利である。

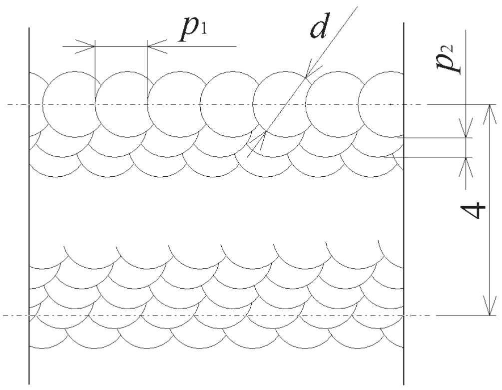


図２　照射面の概略

表２　ろ過水供給装置の流速と吐出量

供給装置	側方噴射	同軸噴射(φ12)	同軸噴射(φ8.5)
流速(m/s)	0.56	0.50	0.97
吐出量(L/min)	3.8	3.4	3.3

3　結果および考察

各装置で同一条件にて繰返し実験を行った際の θ の変化を図４に示す。ろ過循環なしでの θ は小さく、実験回数と共に急速に低下した。側方噴射では θ が大きくなったが、まだ明確に低下していく。これらの方法では大面積をLPした際、導入さ

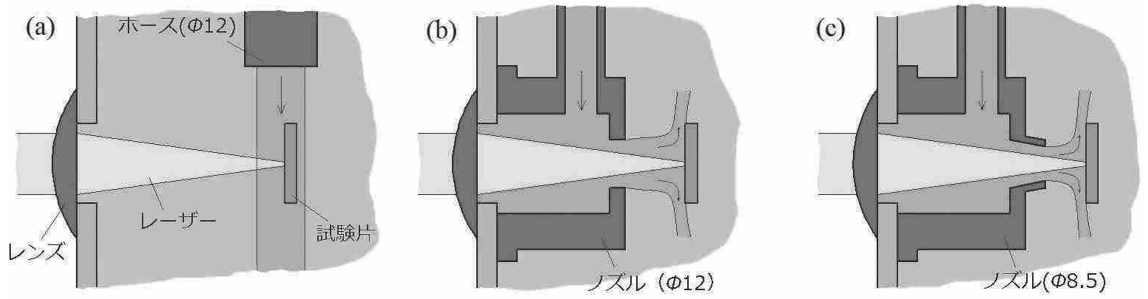


図３　ろ過水の供給方法
(a)　側方噴射　(b)　同軸噴射（ノズル径 φ12）　(c)　同軸噴射（ノズル径 φ8.5）

れる残留応力が施工中に劣化してしまい品質を維持できない。一方、同軸噴射ではθの変化が小さく、再現性が向上した。高流速はデブリの排除に有利なはずだが、低速なφ12のノズルの方がφ8.5よりθが大きく、ばらつきも小さい。φ8.5では水流の乱れによるレーザー光の屈折、散乱が悪影響したと推定される。

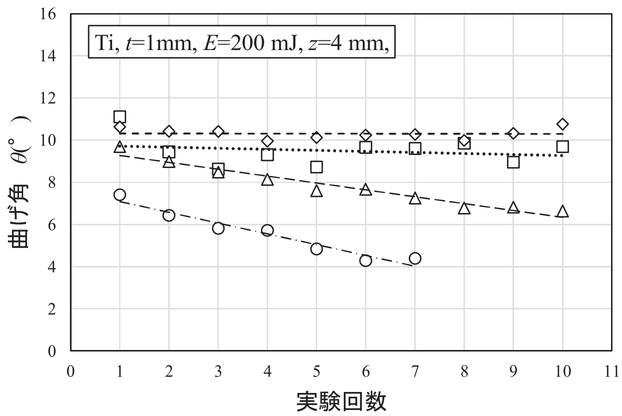


図４　ろ過水供給法による再現性の変化

□:同軸噴射(φ8.5)　◇:同軸噴射(φ12)

△:側方噴射　○:ろ過循環なし

４　まとめ

純チタンのLPではφ12のノズルでろ過水を同軸噴射する装置が再現性の点で最良と判断された。

謝辞

試験片の製作では静岡大学工学部早川研究室にご協力いただいた。

参考文献

１）鷺坂芳弘：超短パルスレーザーピーンフォーミングによる薄板のダイレス曲げ．ぷらすとす，1(3)，180-184 (2018).

微細カラーマーキングのための光学系構築と染料層の厚さの制御方法の検討

光科　　山下清光*
シキボウ株式会社　　辻本 裕

Construction of an optical system for color micro-marking and examination of controlling dye layer thickness

YAMASHITA Kiyomitsu and TSUJIMOTO Yutaka

keywords : Color marking, Dye, Laser

ブランド品の偽造被害による損害は大きく、アパレル業界も同じ状況にある。繊維への微細カラーマーキングは偽造防止の点でアピール性が高く、業界からの期待も大きい。
繊維への微細なカラーマーキングは、浜松工業技術支援センターが先導的に開発を進めた技術であり、マイクロメートルサイズのカラーマーキングを可能とする。本報では、企業への導入に向けて、レーザーの光学系や繊維への染料塗布方法を新たに構築した結果を報告する。

キーワード：カラーマーキング、染料、レーザー

1　はじめに

アパレル業界のブランド品の偽造防止方法の一つとして、レーザーによる繊維へのマーキングの技術開発をシキボウ株式会社と共同で行っている。マーキングした繊維を衣服の一部に使用することでブランドの秘匿性を高め、衣類等のブランド品の偽造防止に役立つ。これまでサイズ20μmの文字をカラーマーキングする技術を開発したが生産性の点で実用化は見送りとなっている。そこで、マーキングを大きいサイズ（200μm程度）のロゴに変更することで生産性の改善を図り、実用化を目指す。

マーキングサイズを制御するために重要なレーザーのビーム径と、塗布する染料層の厚さの制御の基礎実験を行ったので報告する。

2　方法

サイズ200μmのロゴをドットでマーキングする際に必要なドットサイズを5μmとした。そのためには、レーザーのビーム径は10μm程度が必要と考えられたため、この値を目標にマーキングする光学系を構築した。

今回、光源は、染料の色による光の吸収率のバラツキの少ない波長405nm（紫色）の半導体レーザーNDHV310APC（日亜化学工業㈱製）を採用した。半導体レーザーから出力されるビームの広がり方は、縦横で異なるため、楕円形となる。そこで、ビーム断面の強度分布を円形、かつ、平行にした後、平凸レンズで集光する光学系を構築した（写真１）。ビームの径は、ビームプロファイラBeamMaster BM-7 UV（コヒレント製）で測定した。

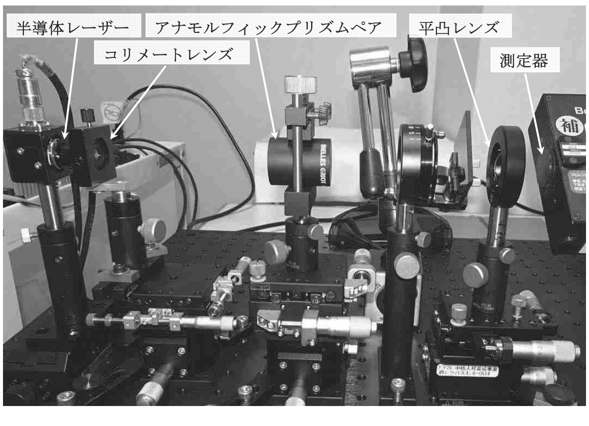


写真１　構築した光学系

＊現　工業技術研究所　機械電子科

染料層の厚さは染料溶液と基材の親和性で制御される。今回、染料溶液に粘り気と流動性を加え、均一にするために、なせん糊を使用した。

染料層の厚さを制御する方法は、図１に示すように繊維と同素材のPET板にマスクのためのテープを貼り、なせん糊と染料溶液を混ぜた溶液に浸した後、傾けたステージに乗せ、余剰の溶液をエアで除去後、乾燥させ、マスクしたテープを剥がし、染料層の厚さをレーザー顕微鏡 LEXT OLS3000（オリンパス㈱製）で測定した。

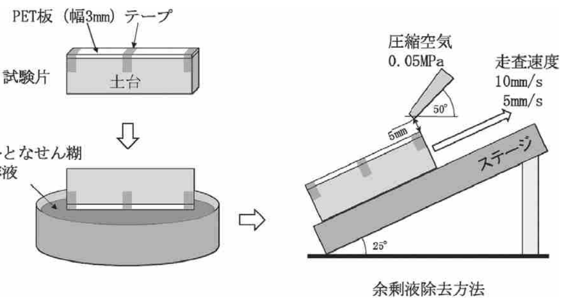


図１　染料の塗布方法

３　結果および考察

図２に集光点前後におけるビーム径を測定した結果を示す。集光点を中心として±0.2mmの領域で目標の10μm以下にできることがわかった。図３になせん糊率とステージ速度を変化した際の染料層の厚さを測定した結果を示す。なせん糊率が高い方が厚くなることがわかった。これは、なせん糊率が高いほど粘性が高くなるためと考えられる。また、ステージ速度が速い方が厚くなることもわかった。これはエアによる除去する時間が短いためと考えられる。

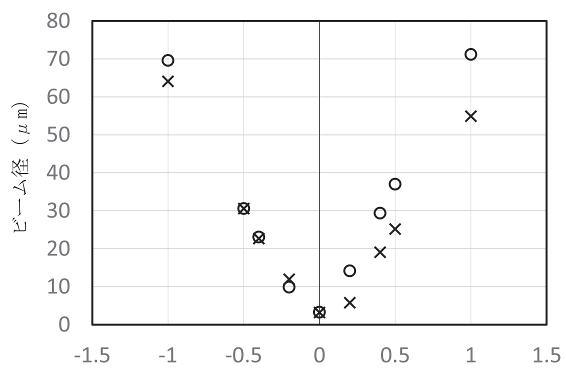


図２　集光点前後のビーム径

○縦軸、×横軸

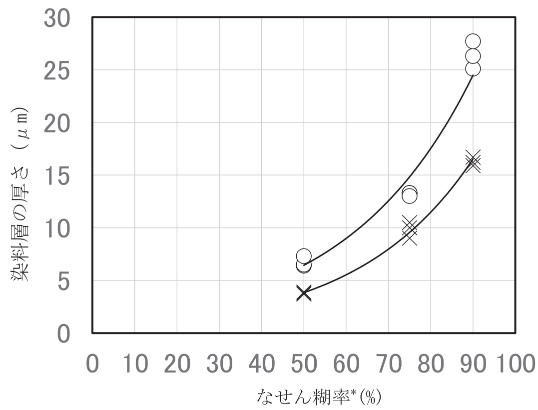


図３　ステージ速度、比率に対する染料層の厚さ

ステージ速度　○ 10mm/s，× 5mm/s

※　染料溶液に対するなせん糊量の比率

４　まとめ

今回は、ビーム径を目標値の10μm以下にする光学系を構築できた。また、考案した染料の塗布方法で染料層の厚さを制御できることを確認した。今後は、今回構築した光学系と染料層の厚さを制御する方法を用いて、レーザーの照射条件と染色するドット径の関係を調査した上で、予定しているマーキング形状を形作る際のドットサイズの最適化を行う。それとともに、実際の繊維にマーキングするための実験系を構築しての実験も進めていく。

マイクロプリズムアレイを用いた図形投影装置の投影性能評価

― マイクロプリズムの傾斜角度誤差が投影像質に与える影響の光線追跡シミュレーション予測 ―

光科　　志智　亘、中野雅晴
工業技術研究所　　照明音響科　豊田敏裕

Projection performance evaluation of pictogram projector using micro-prism array

- Prediction of effect of error in micro-prism tilt angle on projected image quality by ray-tracing simulation -

SHICHI Wataru, NAKANO Masaharu and TOYOTA Toshihiro

keywords : Micro-prism array, tilt angle error, optical simulation, projection performance

傾斜角度とその方位を個別に制御した、微小な直角プリズムが２次元アレイ上に多数配置されたマイクロプリズムアレイの成形による個々のマイクロプリズムの傾斜角度誤差が投影像質に与える影響を光線追跡シミュレーションにより予測した。マイクロプリズムアレイが投影する像は、傾斜角度に誤差が生じると、投影面内の光軸から放射方向に像がぼける結果を得た。このことにより、光軸から放射方向に沿う図形に比べ、放射方向に直交する図形は像のぼけが目立つことを明らかにした。

キーワード：マイクロプリズムアレイ、傾斜角度誤差、光学シミュレーション、投影性能

１　はじめに

マイクロプリズムアレイ（MPA）は微細な直角プリズム（マイクロプリズム）群が２次元アレイ状に配置されており、それらの傾斜角度とその方位を個別に変えることで光の進行方向をプリズム毎に変化させることができる。この機能を用いることで、MPAは個々のマイクロプリズムを透過した光がスクリーン上に作るスポット光の集合で図形像を表現できる（図１）[1]。このようなMPAの投影性能は、これを構成するマイクロプリズム形状の造形精度に左右される。我々は、微細構造を造形することができる光造形技術を用いてMPAの作製を試みている。そこで本研究では、光造形の造形精度によって生じる個々のマイクロプリズムの傾斜角度誤差が投影像質に与える影響を評価するため、光線追跡シミュレーションを実施した。

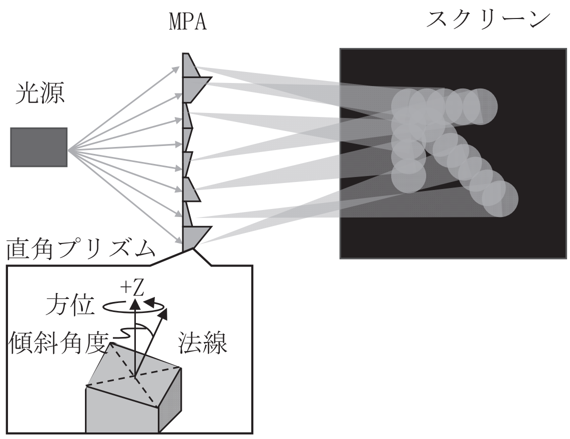


図１　マイクロプリズムアレイ（MPA）による図形像の投影

２　方法

国連欧州経済委員会（UN/ECE）が標準化を進めている、自動車の運転支援に関する路面投影図形の一つの「逆走の警告」（図２）を目標投影図形とし、これを10m離れたスクリーン上に幅２mの大きさで投影するMPAの形状モデルを、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）を用いて設計した。MPAは0.1mm角のマイクロプリズムプリズムを縦方向に100列、横方向に100列の計10,000個で構成した。成形精度を評価するために試作したMPAの形状計測結果に基づき、個々のマイクロプリズムの傾斜角度誤差は、傾斜角度の設計値を中央値とする標準偏差1.6度の正規分布に従ってばらつくものとした。投影像は光学設計支援システム　OpticStudio（Zemax, LCC製）を用いて予測した。

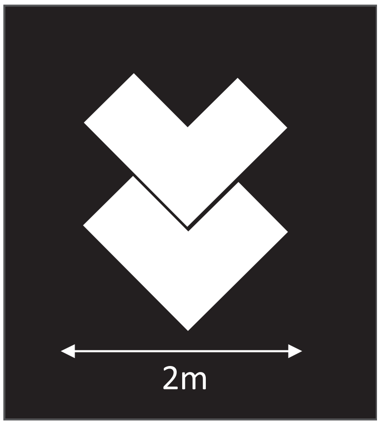


図２　目標とする投影図形

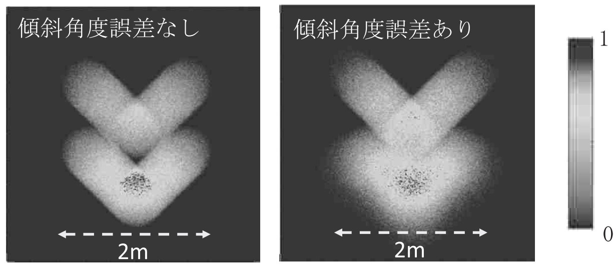


図３　光線追跡による投映像の相対放射照度分布の予測結果

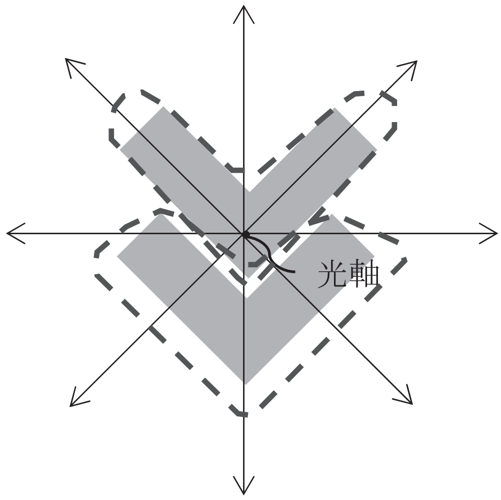


図４　個々のマイクロプリズムが投影するスポット光の設計位置（塗りつぶされた図形領域）に対して、傾斜角度誤差によって投影位置が変化する方向（矢印）および、それらの集合で形成される像の領域（破線）の概念図

３　結果と考察

図３に傾斜角度誤差がない場合とある場合の図形像の予測結果を示す。二つの結果を比較すると傾斜角度誤差により、上側のブーメラン形状に比べて下側のブーメラン形状がぼけていることがわかる。これは、マイクロプリズムの傾斜角度が設計値からずれると、投影するスポット光の位置が設計位置から光軸方向に前後し、それらの集合で形成されるMPAの投影像が、光軸を中心にして放射方向にぼけるためである。したがって、今回目標とした図形の投影像において、放射方向に沿う形状に比べて、放射方向に直交する形状でよりぼけたものと考えられる（図４）。

４　まとめ

MPAの個々のマイクロプリズムの傾斜角度が設計値からずれると、投影する形状により像のぼけ方が異なることが明らかになった。得られた知見は、MPAで投影する図形像の形状や大きさを検討する際に役立つものと考えられる。

参考文献

１）志智亘：図形を投影するマイクロプリズムアレイの設計. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第15号, 128-129 (2022)

IoT・機械学習を活用した機器の稼働状態評価（第１報）

機械電子科　　太田幸宏

Evaluation of operational status of equipment using IoT and machine learning (1st Report)

OHTA Yukihiro

長時間稼働する生産設備を正常に維持するには、多くの作業員が現場で日常的に点検する必要がある。また、一旦、不具合が発生すると修理が終わるまで生産ができないため、企業にとって多大な損失となる。そのため、僅かな予兆から異常を即座に診断する技術が求められている。
そこで、後付けでIoT化して機器の稼働状態を見える化したデータを用いて機械学習モデルを作成し、機器の稼働状態を評価する技術の開発を行った。第１報では、扇風機のモーターの回転による振動を、市販されている小型IoTデバイスを活用して計測したデータを用いて、MT法で稼働状態を評価することで、正常稼働か否かの判定の閾値を容易に設定できることを報告する。

キーワード：IoT、機械学習、MT法

１　はじめに

長時間稼働する生産設備を正常に維持するには、多くの作業員が現場で日常的に点検する必要がある。また、一旦、不具合が発生すると修理が終わるまで生産ができないため、企業にとって多大な損失となる。そのため、僅かな予兆から異常を即座に診断する技術が求められている。

そこで、後付けでIoT化して機器の稼働状態を見える化したデータを用いて機械学習モデルを作成し、機器の稼働状態を評価する技術の開発を行った。また、取得した振動データを用いて、品質工学的な機械学習手法であるMT法[1)]で、稼働状態の評価を行った。

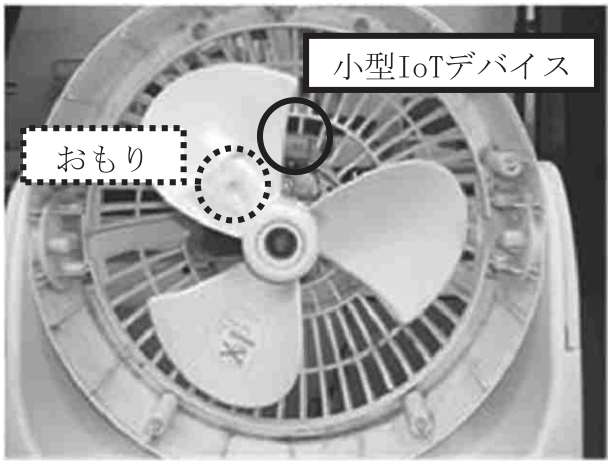


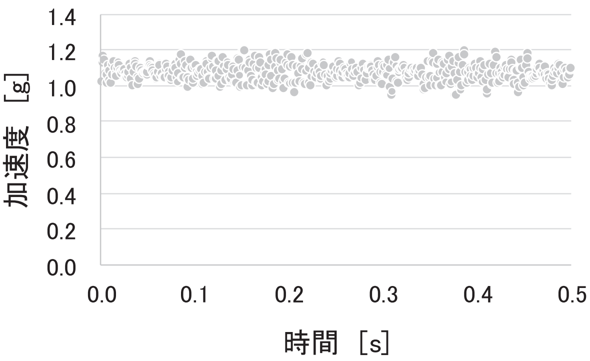
図１　実験風景（異常稼働状態）

２　方法

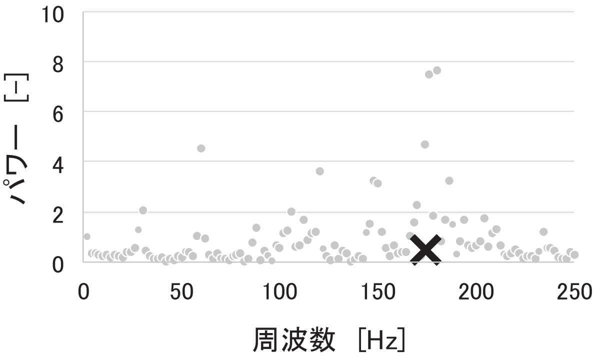
小型IoTデバイスとして、モーターの回転で発生する振動を計測できる慣性計測ユニットを持つ「M5StickC Plus（M5Stack社製）」を用いた。この小型IoTデバイスをモーターの回転軸受け付近に固定し、サンプリング周波数1kHzで振動計測した。また、通常とは異なる稼働状態を模するため、扇風機の羽の一枚におもり（0.31g）を付けて偏心させた（図１）。

稼働状態の評価は、MT法を用いたFFT重心監視[2)]を用いた。この手法は、小型IoTデバイスで取得した0.5秒分の振動データをフーリエ変換したスペクトルデータの周波数軸及びパワー軸それぞれの重心位置を計算し（図２）、その２値をMT法の入力データとする。おもりがない状態で扇風機を稼働したときを正常稼働、おもりが付いた状態で扇風機を稼働したときを異常稼働とした。正常稼働時に計測した振動データ（単位空間）10サンプルを用いて数値モデル（MT法）を学習させ、

異常稼働時に計測した振動データ（信号空間）10サンプルの数値モデルの出力値（マハラノビスの距離）で稼働状態を判定できるか評価した。



（a）振動データ



（b）スペクトルデータ

図２　データ変換と重心位置（×）

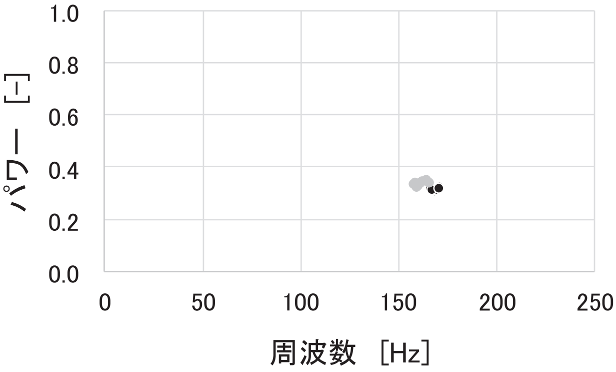


図３　MT法の入力値（重心位置）

●　正常稼働　　●　異常稼働

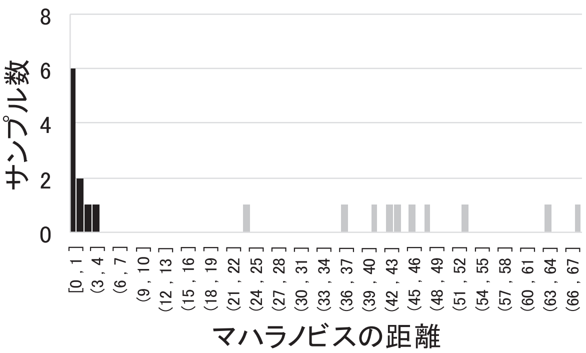


図４　MT法の出力値のヒストグラム

■　正常稼働　　■　異常稼働

３　結果および考察

図３にMT法の入力値の散布図を、図４にMT法の出力値：マハラノビスの距離のヒストグラムを示す。図３では正常稼働データと異常稼働データの重心位置が近接しているが、図４ではそれぞれのマハラノビスの距離が大きく離れているため、正常稼働と異常稼働を判定する閾値を容易に設定できることが確認できる。

４　まとめ

市販されている小型IoTデバイスを、扇風機のモーターの回転によって発生する振動の計測に応用し、サンプリング周波数１kHzで振動データが取得できた。取得した振動データを使用して、MT法により、扇風機の稼働状態が正常か否かを判定できる可能性を確認した。

参考文献

１）鈴木真人：「試して究める！品質工学 MTシステム解析法入門」，初版（㈱日刊工業新聞社，東京）(2012).

２）鈴木真人：「MT法を用いたFFT重心監視」による信号監視システムの提案．品質工学会誌，26 (6)，16-22 (2018).

X線CTによるCFRTPの繊維配向観察

繊維高分子材料科　　針幸達也　森田達弥*　大木結以　鈴木重好

X-ray CT observation of fiber orientation of CFRTP

HARIKO Tatsuya, MORITA Tatsuya, OKI Yui and SUZUKI Shigeyoshi

keywords : CFRTP, X-ray CT, fiber orientation

熱可塑性炭素繊維強化プラスチック（CFRTP）の強度は繊維配向に依存する。当センターでは炭素繊維の束を熱可塑性樹脂で含浸したテープ状の成形基材を15mm程度に細断したチョップドUDテープを型内にランダムに投入し、CFRTPを成形している。この様なCFRTPは全体では等方性となっているが、局所的には炭素繊維が配向しているので場所によって強度が異なると考えられる。そのためCFRTPを用いる際には繊維配向を調査する必要がある。本報ではX線CTを用い繊維配向を調査した。

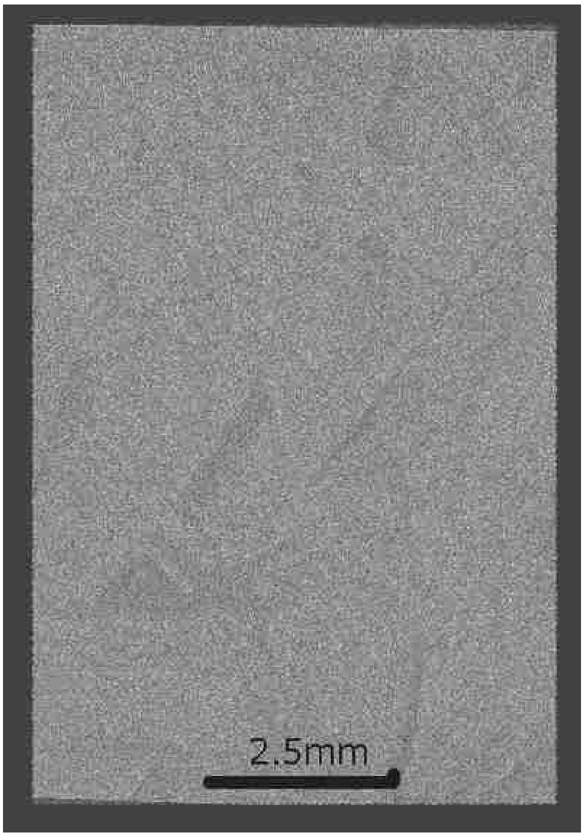
キーワード：CFRTP、X線CT、繊維配向

1　目的

炭素繊維強化プラスチック（CFRP）は、その優れた軽量・高強度特性から航空機業界などへ活用されている。CFRPの材料強度は繊維の配向に大きく依存する。当センターでは一方向に引き揃えられた炭素繊維に熱可塑性樹脂を含浸させたテープ状の成形材料を長さ15mmに細断したチョップドUDテープにより熱可塑性炭素繊維強化プラスチック（CFRTP）を成形している。[1)] この成形法では成形時にチョップドUDテープをランダムに配置するため全体としては配向のない疑似等方性を有している。しかし局所的に見れば繊維は配向しており、方向による強度の違いがある。そのため、このようなCFRTPを使用する際には繊維の配向を把握する必要がある。本報告ではX線CTを用い繊維配向を観察した事例について報告する。

2　方法

X線CTの撮影にはFF35CT Meteorology（コメットテクノロジーズ株式会社製）を用いた。CFRTPは炭素繊維もマトリックス樹脂も炭素が主な構成元素であるため、X線透過率に違いが無く、通常の撮影条件ではコントラストがつかず炭素繊維を観察することができない（図１）。



プレス成形によって成形した平板（200㎜×200㎜）45KV、100μA、1,080枚撮影、厚さ方向中央付近の断面。

図１　一般的な撮影条件でのCFRTPのCT像

＊現　地域産業課

今回、メーカー推奨の撮影条件ではない条件で撮影を行い、炭素繊維を観察できるようになった。（図２）トランスファ成形によって成形されたCFRTPを今回決定した撮影条件で撮影し炭素繊維の配向調査し、曲げ試験により強度を調べた。

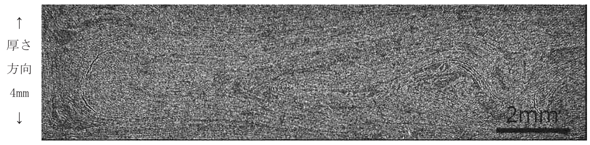
プレス成形によって成形した平板（200㎜×200㎜×２㎜）120KV、45μA、1,080枚撮影、厚さ方向中央付近の断面。

図２　新たに設定した撮影条件でのCFRTPのCT像

X線CTの拡大率はX線管から被写体までの距離とX線管から検出器までの距離の比で、CT像を拡大するためには被写体をX線管に近づける必要がある。工業用X線CTは撮影時に被写体を回転させるため、大きい被写体をX線管に近づけると被写体とX線管が衝突してしまう。そのため、大きい被写体は拡大撮影することはできず、径の細い炭素繊維の繊維配向を調べることができない。そこでマーカーとして樹脂とは成分が異なるガラス繊維を成形時に加え（炭素繊維：ガラス繊維＝３：２（体積比））炭素繊維の配向を調べた。

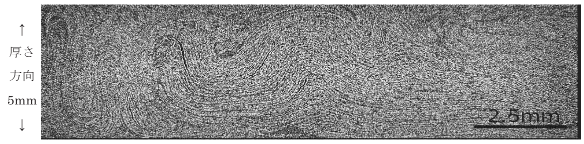
３　結果と考察

厚さの異なるCFRTPの平板をトランスファ成形によって作成し、CT撮影した。厚さ４mmのサンプルは図３の様に繊維が直線的に配向しており、その曲げ強度は532MPa、厚さ５mmのサンプルは図４の様に繊維が蛇行しており、曲げ強度は364MPaであった。厚さ５mmのサンプルは繊維が荷重方向と同じ向きに配向している部分があるため強度が低くなったと考えられる。



トランスファ成形によって成形した平板（200㎜×200㎜×4㎜）120KV、45μA、1,080枚撮影、幅方向中央付近の断面。

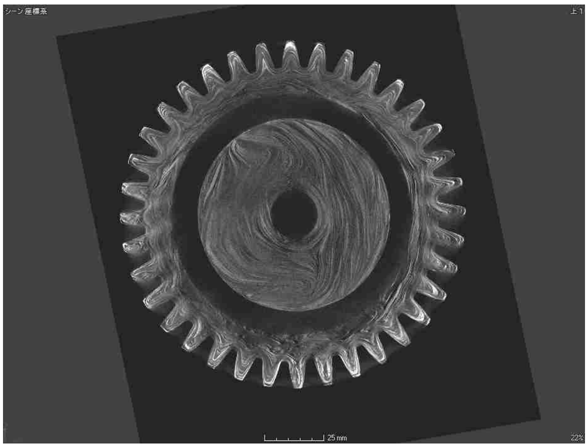
図３　厚さ4㎜のCFRTPの平板のCT像



トランスファ成形によって成形した平板（200㎜×200㎜×5㎜）120KV、45μA、1,080枚撮影、幅方向中央付近の断面。

図４　厚さ５㎜のCFRTPの平板のCT像

トランスファ成形によって作製したベベルギア（φ150mm）のCT像を図５に示す。炭素繊維の40％をガラス繊維に置き換え成形したサンプルでは炭素繊維の配向を推定できるようになり成形時の樹脂と炭素繊維の流れを推定できるようになった（図５）。



トランスファ成形によって成形したベベルギア
（ガラス繊維入り、φ150mm×50mm）
120KV、45μA、1,080枚撮影、
高さ方向中央付近の断面。

図５　ガラス繊維入りベベルギアのCT像

４　まとめ

X線CTはCFRTP中の炭素繊維の配向を調べる有効な手段になりうると考えられる。

１）室井國昌：熱可塑性UDテープカット材のランダム配向材の成形，ぷらすとす，１（７），8-12 (2018)

静岡県工業技術研究所研究報告　第16号

令和5年11月30日（2023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

紙にリサイクル可