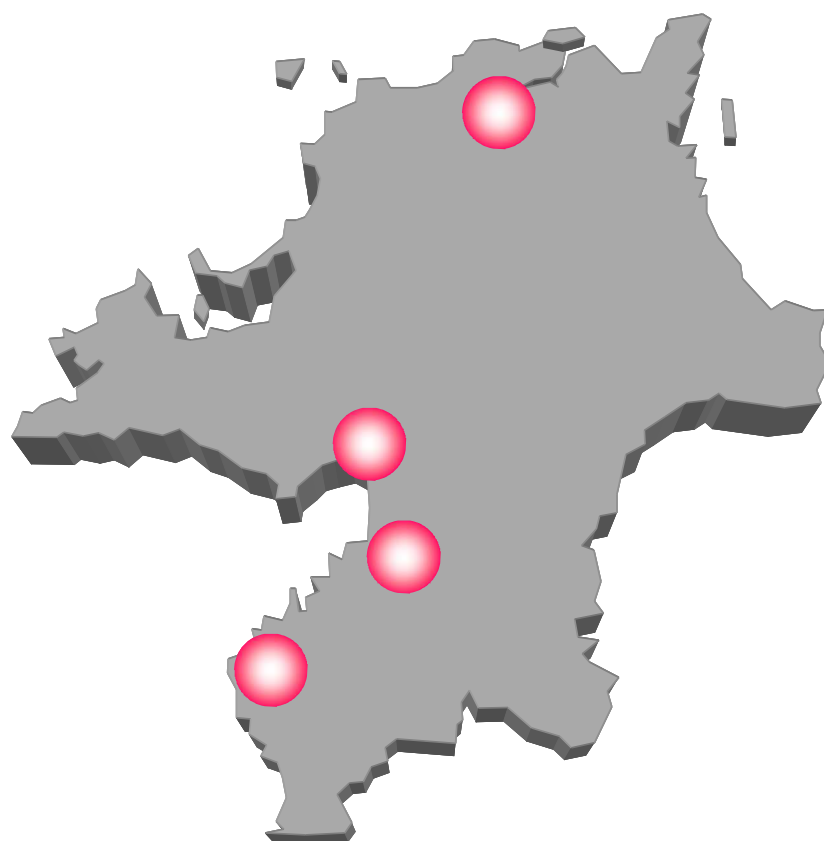


No.30 (20)

研 究 報 告



福岡県工業技術センター

福岡県工業技術センター研究報告 No.30 (2020) 目次

◆◆研究報告◆◆

反応染料による綿染色布の湿摩擦堅牢度向上 - 汚染状態の調査 -	1
堂ノ脇 靖巳 古賀 勘司	
高圧水素用Oリングの開発を目指して - フッ素ゴムにおける配合と耐水素性の評価 -	5
木村 太郎 野見山 加寿子 蓮尾 東海 浦川 稔寛 内山 直行 齋田 真吾 中西 太郎	
新奇有用微生物の分離とプロバイオティクスへの応用検討(第1報)	9
- Bacillus属細菌の分離方法の確立 -	
山下 聡子 水城 英一 齋藤 浩之	
新奇有用微生物の分離とプロバイオティクスへの応用検討(第2報)	13
- Bacillus coagulansの性状分析 -	
山下 聡子 日下 芳友 水城 英一 齋藤 浩之	
CAE応力解析による脚物家具の構造強度評価方法(第1報)	17
- CAE応力解析のための木材材料特性の設定 -	
楠本 幸裕 竹内 和敏	
福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業における製品開発事例(その1)	21
- オフィスデスク, デスクトップ周りの小物の商品開発 -	
石川 弘之 隈本 あゆみ 西村 博之 青木 幹太 酒見 史裕 酒見 典広 田中 敏憲	
福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業における製品開発事例(その2)	25
- 丸仙工業オリジナルシステムキッチンの開発 -	
石川 弘之 西村 博之 隈本 あゆみ 青木 幹太 田中 智範 飯田 真生 吉本高広 新関 ゆき枝	
福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業における製品開発事例(その3)	29
- 自社技術を活用した新たなダイニングセットの開発 -	
石川 弘之 西村 博之 隈本 あゆみ 青木 幹太 辻 直幸 渡部 浩行	
マグネシウム合金へのリン酸型化成処理における前処理	33
古賀 弘毅 中野 賢三 蔭山 和宏 御船 隆 津田 翔太 廣瀬 友典	
マグネシウム合金へのリン酸型化成処理における成膜機構	37
古賀 弘毅 中野 賢三 蔭山 和宏 御船 隆 津田 翔太 廣瀬 友典	
マグネシウム合金の黒色化成処理におけるL-システイン添加の効果	41
中野 賢三 古賀 弘毅 蔭山 和宏 大和 洋吉 御船 隆	
CFRP基板上へのドライプロセスを用いた導電性皮膜の開発	45
吉田 智博	
ガウス過程回帰を用いた漁具の多目的最適化	49
倉本 紘彰 内野 正和 高宮 義弘 表 一彦 黄 浩	
トポロジー・形状最適化による軽量構造の設計手法の開発	53
奥村 克博 川畑 将人 林 宏充 田口 智之 山田 圭一 倉本 紘彰	
毒劇物管理システムの開発	57
田口 智之 林 宏充 奥村 克博	

研究報告

反応染料による綿染色布の湿摩擦堅牢度向上

— 汚染状態の調査 —

堂ノ脇 靖巳*1 古賀 勘司*2

Improving Fastness to Wet Rubbing of Deep-Dyed Cotton with Reactive Dyes

- Investigate of the Low Fastness -

Kiyoshi Donowaki and Kanji Koga

先染め織物業界のニーズに対応するために、反応染料で染色した濃色（黒）綿布における湿摩擦堅牢度の向上を検討した。ここでは、現状レシピの見直し、染色布の洗浄効果、湿摩擦堅牢度試験後の染色布および汚染布表面の顕微鏡観測結果などから、綿布のフィブリル化が汚染の原因であることが示唆された。

1 はじめに

福岡県筑後地域には、1970年代から綿（わた）入れ半纏（はんでん）を多く生産した「先染め織物」業界があり、現在でも「久留米織」や「久留米縞」などの生産を行っている¹⁾。この織物は一般的に濃色を基調とした綿織物であり、以前から濃色品の湿摩擦堅牢度を向上させたいとの要望があった。

堅牢度の評価は、JIS L 0805「汚染用グレースケール」に定められた「級」で行っており、試験用サンプルの摩擦などの試験によって汚した試験用添付白布（以下、「白布」という。）の汚染部と、未汚染部との色差値 ΔE^*_{ab} との相関が定められている。湿摩擦堅牢度において一般的な濃色品の品質基準は2級（色差 ΔE^*_{ab} 18.1 \pm 1.0）以上であり²⁾³⁾、洗濯、汗、耐光など他の堅牢度（いずれも3~4級以上、 ΔE^*_{ab} 9.0 \pm 0.5~4.5 \pm 0.3）よりも低い設定となっている。このことから湿摩擦堅牢度向上の困難性が窺われる。

そこで、本研究では濃色である黒に染色した綿布における湿摩擦堅牢度においても、他の堅牢度と同様な3級（ ΔE^*_{ab} 9.0 \pm 0.5）以上を目指した検討を行ったので報告する。

2 実験

染料はRemazol Black B-N (Reactive Black 5) リキッドを用いた。この染料はビニルスルホン酸型の反応染料でアニオン性のスルホン酸基を複数持つため、水への溶解性が高く未反応の染料は容易に水で抽出され湿摩擦堅牢度では不利に働く可能性がある。

染色は、この染料に加えて浸透剤、助剤として硫酸ナトリウム、アルカリ（水酸化ナトリウム、または炭酸ナトリウム）を添加し、浴比1:10、反応温度60℃、60分間で染色し、水洗2回、60℃湯洗い1回、水洗2回行った。フィックス剤を用いる場合は、この後4% owfのカチオン系フィックス剤水溶液中、浴比1:10で15分間、室温で浸漬し、水洗し、乾燥した。

湿摩擦堅牢度試験はJIS L 0849の摩擦試験機II型（学振形）法にて行い、水に浸漬してピックアップ率100%の試験用添付白布（綿3-1号）で染色布を摩擦した。この評価は日本電色工業（株）製の色差計NF-333を用いて、色差値 ΔE^*_{ab} を求めた。また染色布の染色性も同じ装置で最大のK/S値で評価した。

浴中の染料濃度（mol/L）は日本分光（株）製紫外可視分光光度計V-650で吸光度を測定し、予め用意した検量線から算出した。

染色布のジメチルホルムアミド（DMF）洗浄は浴比1:10、60℃、60分間振盪機にて行った。ハイドロサルファイト還元洗浄も浴比1:10、ハイドロサルファイト2g/L、5.4ml/Lの48%水酸化ナトリウムを添加し、60℃、60分間振盪した。

電子顕微鏡観測は（株）日立製作所製S-4800を用いて行った。

3 結果と考察

3-1 レシピの見直し

湿摩擦堅牢度試験において、白布への汚染を抑えるためには、「染料の低減」、「繊維-染料の結合向上」が考えられ、後者には「塩の添加」および「カチオン系フィックス剤の添加」が挙げられる。塩の添加では、

*1 化学繊維研究所

*2 筑後染織協同組合

硫酸ナトリウムを使用して綿のカチオン化を行い、アニオン性染料との親和性を向上させる⁴⁾。カチオン系フィックス剤の添加は、綿に固着・堆積したアニオン性染料の中和・水不溶化が目的であり⁵⁾、いずれも湿摩擦堅牢度の向上が期待できる。

そこで、染料、硫酸ナトリウム、カチオン系フィックス剤の添加量について検討を行った。実験条件は、予め系統的な実験から浸透剤2 g/L、染料15 %owf、硫酸ナトリウム300 g/L、炭酸ナトリウム20 g/L、カチオン系フィックス剤10 g/Lを基本条件として、染料、硫酸ナトリウム、カチオン系フィックス剤、それぞれの濃度変化を行った。この時の染色性をK/S値（数字が大きいほど濃色）、湿摩擦堅牢度を汚染性として ΔE^*_{ab} （数字が小さいほど高堅牢度）で調査した。

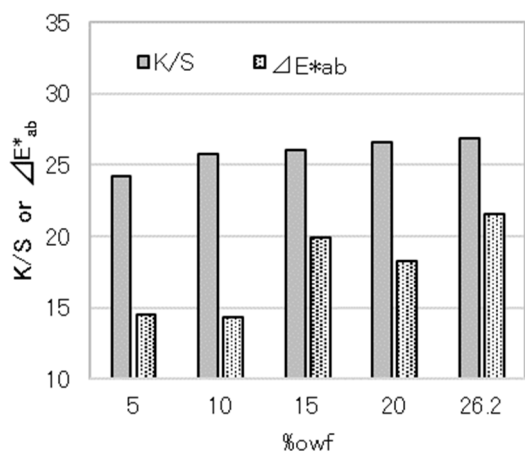


図1 染料によるK/Sおよび湿摩擦堅牢度の汚染性 ΔE^*_{ab} 挙動

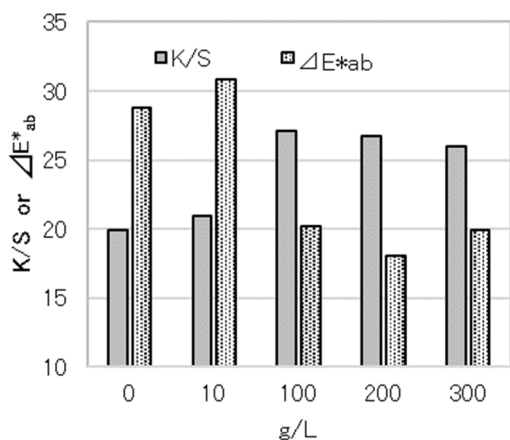


図2 硫酸ナトリウムによるK/Sおよび湿摩擦堅牢度の汚染性 ΔE^*_{ab} 挙動

図1に染料濃度によるK/Sおよび ΔE^*_{ab} を示す。この

ことから、染料濃度が増えるほど染色性は濃色になるが、汚染性も大きくなった。図2には硫酸ナトリウム濃度によるK/Sおよび ΔE^*_{ab} を示す。この結果からは、同じ染料濃度でも硫酸ナトリウムを添加することで染色性の向上と汚染性の抑制が達成できることが明らかとなり、塩の添加効果が明らかとなった。また、図3にはフィックス剤についての結果を示すが、染色性には影響はなく、汚染性抑制の効果は最大で ΔE^*_{ab} 7以上であった。

しかしながら、図1~3いずれの ΔE^*_{ab} も14以上（2級相当）であり、最も汚染性が低いもの（図1の染料濃度5および10 %owf）では所望の濃色が得られていなかった。これらの結果から、染料、硫酸ナトリウム、フィックス剤添加量の見直しでは汚染性の目標値（ ΔE^*_{ab} 9.0±0.5）達成は困難であると考えられる。

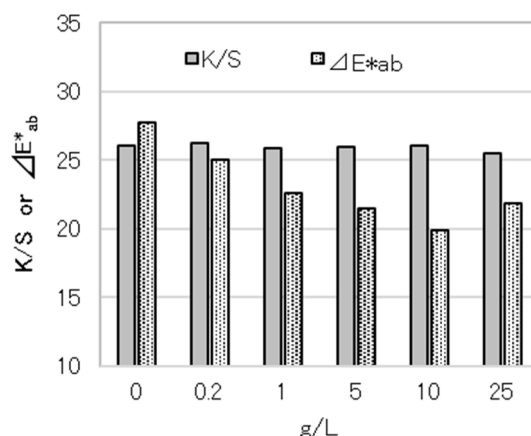


図3 フィックス剤によるK/Sおよび湿摩擦堅牢度の汚染性 ΔE^*_{ab} 挙動

3-2 染色布の洗浄

湿摩擦堅牢度試験で汚染する原因の一つとして、染料（色素）の脱落が考えられる。そこで、予め脱落する染料を除くことで堅牢度向上が図れる可能性がある。そこで、染色布をジメチルホルムアミド（DMF）洗浄、およびヒドロサルファイト還元洗浄を行った。

図4にDMF洗浄による染色性K/S、 ΔE^*_{ab} 、洗浄後にDMF浴中に抽出された染料濃度を示す。この結果から1回の洗浄でほとんど染料が抽出でき、染色布の色の影響もなかった。しかし、汚染性は洗浄前、洗浄回数を増やしても変化がなかった。

また、図5にはヒドロサルファイト還元洗浄の結果を示す。この方法はポリエステル染色において有効な洗浄方法である。洗浄浴中の抽出染料は徐々に減

少しだが、3回目の洗浄で染料濃度は 9×10^{-5} mol/Lであり、DMF1回目の洗浄よりも10倍以上も抽出でき、洗浄後の染色布の色にも影響しなかった。しかしながら、汚染性 ΔE^*_{ab} は2程度減少したのみで、DMF洗浄した時と同程度であった。

以上の結果から、染色布の洗浄によって染料（色素）を抽出・除去しても湿摩擦堅牢度は改善できないことが明らかとなった。

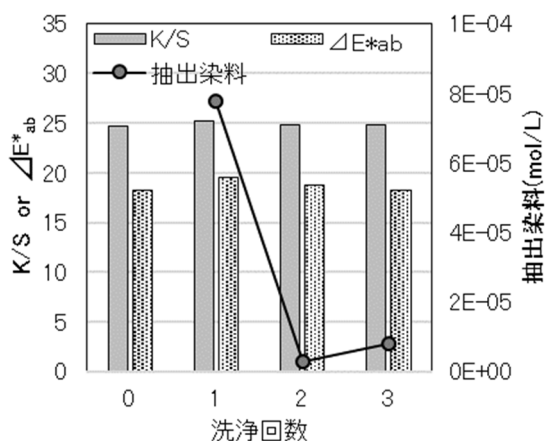


図4 染色布のDMF洗浄によるK/Sおよび湿摩擦堅牢度の汚染性 ΔE^*_{ab} 挙動

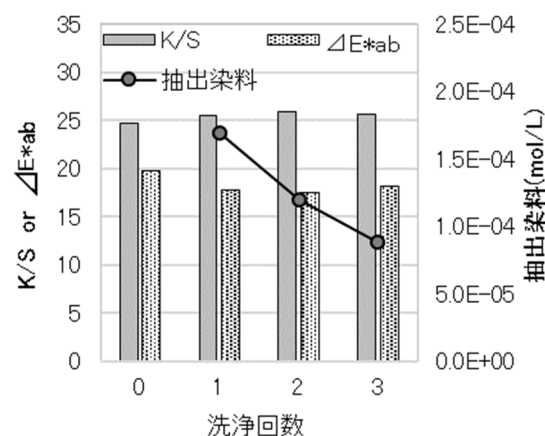


図5 染色布のハイドロサルファイト還元洗浄によるK/Sおよび湿摩擦堅牢度の汚染性 ΔE^*_{ab} 挙動

3-3 繰り返し湿摩擦堅牢度試験

次に、物理的な表面摩擦によって染色布の染料（色素）を除去する繰り返し湿摩擦堅牢度試験を実施した。この実験は、同じ染色布を、試験毎に新しい白布に代えて摩擦した。11回まで行った結果を図6に示す。この結果から、汚染性 ΔE^*_{ab} は18.7から最小10.2まで減少し、目標値（ 9.0 ± 0.5 ）に近づいた。

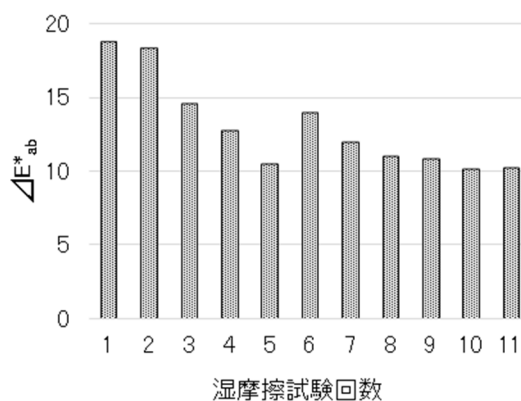


図6 繰り返し湿摩擦堅牢度試験の結果

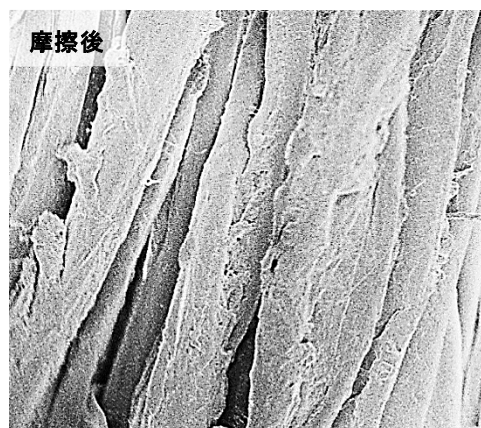
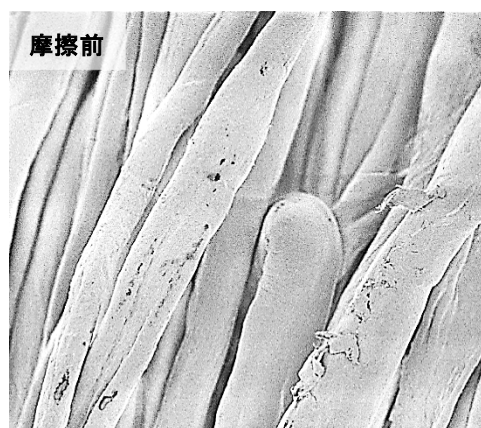


図7 染色布の電子顕微鏡写真（1000倍）
上：摩擦前，下：1回湿摩擦後

3-4 染色布、汚染布表面の電子顕微鏡観察

物理的な表面摩擦によって、汚染性の改善がみられたため、染色布および汚染した白布の表面を電子顕微鏡で観測した。この結果を図7，8に示す。図7は摩擦前（上写真），1回湿摩擦後（下写真）で、1000倍に拡大した染色布表面であるが、明らかに摩擦後は綿の表面が乱れており、フィブリル化した様子が見取れる。一方、図8は同じく摩擦前（上写真），と1回湿摩

擦後（下写真）における白布汚染部の電子顕微鏡写真である。湿摩擦後には摩擦前には見られない微細なフィブリルが図7よりも多く観測でき、電子顕微鏡のスケールから数 μm 以下であることが分かる。

以上の結果から、湿摩擦によるフィブリル化を抑制することができれば、湿摩擦堅牢度の向上が図れる可能性がある。

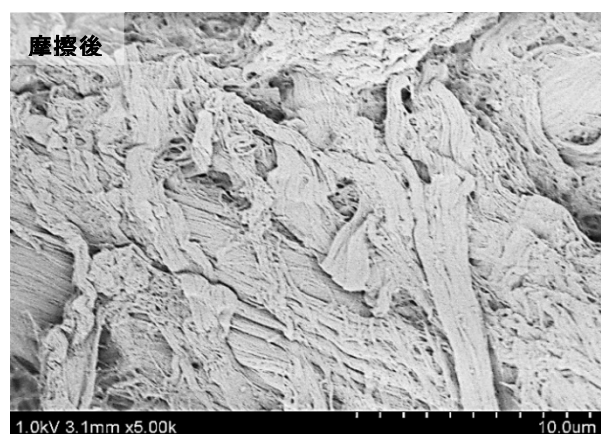
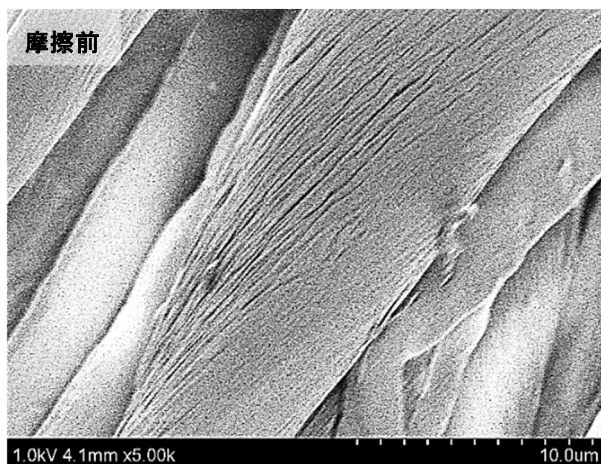


図8 汚染布（白布）の電子顕微鏡写真（5000倍），
上：摩擦前，下：1回湿摩擦後

3-5 フィブリル化抑制による湿摩擦堅牢度向上の調査

フィブリル化抑制効果の予備試験として、同じセルロース繊維のレーヨンを使って同じ実験を試みた。用いたレーヨンは短繊維の綿と異なって長繊維に紡糸しているためフィブリル化し難いと考えられる。

綿およびレーヨンの染色方法は同じ条件で行い、湿摩擦堅牢度試験では試験用添付白布も従来の綿に加えてレーヨンでも実施し、比較した。これらの汚染性 ΔE^*_{ab} の結果を図9に示す。まず、染色布を比較するとレーヨン染色布による汚染性は9.9となり、綿の約半分、堅牢度は向上した。また、白布をレーヨン白布wに変更すると、綿、レーヨン染色布とも ΔE^*_{ab} は4.5

以下となり、目標値（ 9.0 ± 0.5 以下）を十分達成でき、両方の染色布での差がなくなった。このことから、綿染色布のフィブリル化を抑えることができれば、湿摩擦堅牢度の向上が図れること、フィブリル化する綿は、主に水に浸漬・脱水した白布であることが示唆された。この結論は、染色布（図7）と白布（図8）の湿摩擦後の電子顕微鏡写真と整合性がある。

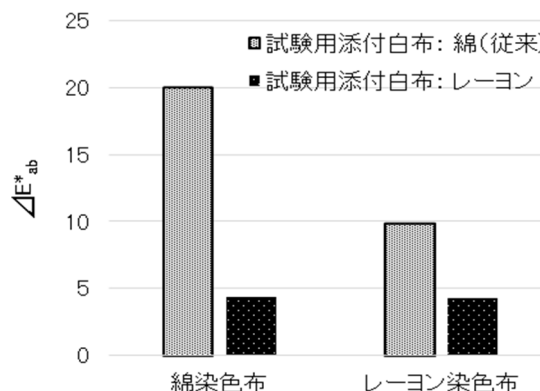


図9 レーヨンを用いた染色布および白布の効果

4 まとめ

以上の結果から、湿摩擦に対する堅牢度向上を図るためには、綿のフィブリル化を抑制する必要があることが示唆され、この結果は文献5)と同様な結論であった。今後は、綿の分子間架橋、表面の摩擦力を減少させる加工を検討し、公定法における湿摩擦堅牢度において3級（ ΔE^*_{ab} 9.0 \pm 0.5）以上の目標値達成を図る予定である。

5 参考文献

- 1) 竹内正敏：SEN'I GAKKAISHI（繊維と工業），52巻，No. 4，pp. 182-183（1996）
- 2)（一財）ボーケン品質評価機構：ボーケン基準（繊維製品）生地・製品検査 品質基準一覧（2019）（オンライン）[https://www.boken.or.jp/order/qstandard/qstandard\(japan\).pdf](https://www.boken.or.jp/order/qstandard/qstandard(japan).pdf)
- 3)（一財）カケンテストセンター：品質基準2020年改訂版（2020）（オンライン）https://www.kaken.or.jp/cms/kaken/files/KAKEN_STD_J.pdf
- 4) 今田邦彦：繊維機械学会誌（繊維工学），55巻，No. 3，pp. 122-123（2002）
- 5) 島田幸二郎，今田邦彦：SEN'I GAKKAISHI（繊維と工業），71巻，No. 12，pp. 612（2015）

高圧水素用Oリングの開発を目指して ～フッ素ゴムにおける配合と耐水素性の評価～

木村 太郎*1 野見山 加寿子*2 蓮尾 東海*1 浦川 稔寛*1 内山 直行*3 齋田 真吾*3 中西 太郎*1

Aiming at Development of O-ring for High-pressure Hydrogen -Durability of Fluoro-rubber O-rings under High Pressure Hydrogen-

Taro Kimura, Kazuko Nomiyama, Haruumi Hasuo, Toshihiro Urakawa, Naoyuki Uchiyama, Shingo Saita and
Taro Nakanishi

近年、水素ステーションの建設が国の施策として推進されている。この実現のためには、高圧水素に対応した高耐久、高信頼性シール材の開発が不可欠である。本文では、昇圧機のような高温環境下で使用する高圧水素用Oリングを開発するために、フッ素ゴムについての評価検討を行った。様々な配合のフッ素ゴムについて高圧水素曝露試験や高圧水素圧力サイクル試験を行ったところ、添加するカーボンブラックの粒径や量によって水素体積膨張率や耐摩耗性が大きく異なることが明らかとなり、高温用高圧水素用Oリングの開発における指標を得ることが出来た。

1 はじめに

低炭素社会の実現を目指して、水素をエネルギー媒体とした燃料電池自動車の普及、水素ステーションの建設が国の施策として推進されている¹⁾。しかし、水素ステーションの建設、運用にはガソリンスタンドの数倍の費用が掛かることが課題とされ、採算をとるための多角的なコストダウンが求められている。

その一環として、高耐久性、高信頼性を有する高圧水素用のシール材（Oリング）の開発が求められている。水素ステーションにおいてOリングは配管のつなぎ目やバルブなど、多くの箇所で使用されているが、超高圧（90 MPa）、過酷な使用温度域、摺動などによる激しい摩耗、といった厳しい環境であるため通常のOリングではすぐに劣化して漏れや破損を起こすことが知られている²⁾。このような現状を鑑みて、著者らはH27年度より県内ゴム製造企業と連携して高圧水素用Oリングの開発に取り組んでいる^{3,4)}。その結果、①高圧水素暴露においても体積膨張がほとんど起こらない低膨張ゴム配合設計、②温度特性に優れた高信頼性シール性能、③高圧や摺動に耐える高耐摩耗性に関する独自技術を確立し、高耐久で高信頼性を有するOリングの開発に成功しつつある。

本文では、昇圧機等耐熱性が求められる環境（室温～180℃）でも使用可能なフッ素ゴムについて評価を

行った。様々な配合のフッ素ゴムを系統的に試作し、配合と耐水素特性との相関について検討を行った。また、高圧水素圧力サイクル試験を実施し、配合と耐摩耗性について検討を行ったので報告する。

2 研究, 実験方法

2-1 フッ素ゴムサンプルの作製

フッ素ゴムについて様々な配合のゴムサンプルを作製した（表1）。標準的なフッ素ゴムポリマー（ダイエール ダイキン工業）をベースとし、ポリオール架橋とした。粒径の異なるカーボンブラック（CB）（シート9, S, TA：東海カーボン）を0～100 phr添加しそれぞれサンプルとした。各成分を混練装置（ブラベンダー社 PL2100-6）によって混練した後、ロールで更に混練、シート化した。これを熱プレス機と金型により、170℃で12～60分間（1次加硫）、次に230℃で24時間（2次加硫）加熱成形しサンプルシートを得た。

表1 フッ素ゴムの基本配合

品名等	配合比 (phr)
フッ素ゴムポリマー（ダイエール）	100
カルビット（加硫促進助剤）	6
酸化マグネシウム（受酸剤）	3
カーボンブラック（充填材）	0～100

*1 化学繊維研究所

*2 (公財)福岡県産業・科学技術振興財団

*3 福岡県商工部中小企業技術振興課

2-2 高圧水素曝露試験

作製したゴムシートをJISダンベル状7号形状（長辺35 mm, 厚さ2 mm）に打抜き試料とした。これを耐圧容器に入れて95 MPaの水素を注入し、12時間以上放置した後、急激（10秒以内）に大気圧まで脱圧した。サンプルを素早く取り出し、およそ10分後に寸法計測を行った。曝露前後の寸法比較より、体積膨張率を算出した。水素曝露は室温及び100 °Cで実施した。試験は（公財）水素エネルギー製品研究試験センターにて実施した。

2-3 高圧水素圧力サイクル試験

高圧水素圧力サイクル試験は図1の方法で行った。試作したフッ素ゴムOリングを自作の試験用器具にセットし、高圧水素を用いて常圧から95 MPaへの圧力変動を繰り返した。6~10秒を1サイクルとして断続的に昇圧と脱圧を繰り返した。試験温度は20 °C, 85 °C, 180 °Cの3水準で行った。また、試験前後でのOリングの重量変化（摩耗量）を試験前のOリングの重量に対する割合で表し、10000サイクルあたりに換算することで摩耗率を算出した。試験は（公財）水素エネルギー製品研究試験センターにて実施した。

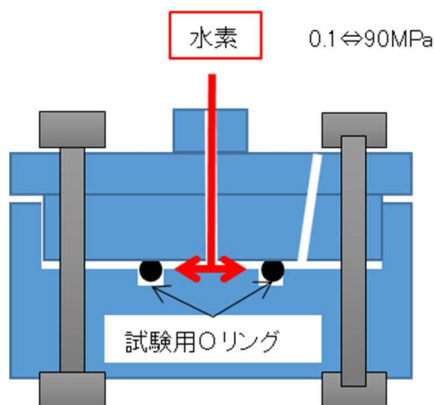


図1 高圧水素圧力サイクル試験の模式図

3 結果及び考察

3-1 ゴムサンプルに及ぼすCB添加の影響

フッ素ゴムに異なる粒径のCBを添加したゴムサンプルを作製した。CBとしてシースト9（平均粒径19 nm）、シーストS（平均粒径66 nm）、シーストTA（平均粒径122 nm）を使用した。得られたゴムサンプルの硬度を図2に示す。その結果、CB添加量が多いほど硬度が上昇することが示された。また、粒径の小さなCBの方が少量で硬度を上昇させる効果が高かった。これは、架橋の際にゴムポリマーの一部がCB表面と結合することによるものであり、比表面積の大きな小粒径のCBがよ

り大きな効果を発現することによるものである。

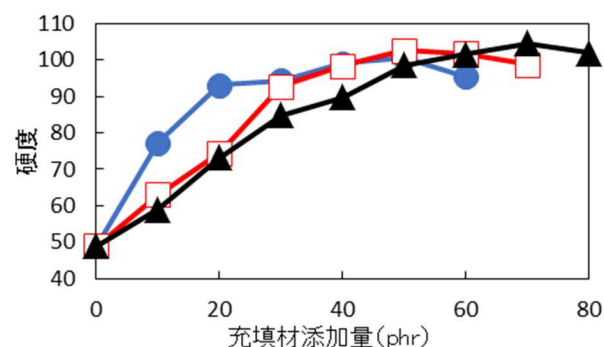


図2 フッ素ゴムサンプルにおける充填材の種類、添加量と硬度の関係. シースト9 (●), シーストS (□), シーストTA (▲)

3-2 高圧水素曝露によるゴムの水素体積膨張率の評価

一般にゴムを高圧水素曝露後に急激に常圧に戻すと一時的にゴムが体積膨張することが知られている。これは、曝露時にゴム中に溶解した水素が、脱圧の際ゴム中で膨張するためと思われる。作製したフッ素ゴムサンプルについて、水素体積膨張と添加したCBの粒径、量との相関について検討した結果(図3)、CBを添加しない場合は、フッ素ゴムは2.5倍近く体積膨張するが、CBの添加により体積膨張が抑制されることが明らかとなった。また、粒径の小さなCBほど抑制効果が大きかった。これは、CBの添加によりゴムの網目構造が強化されることで、内部に残留した水素の膨張に抵抗する力が増大したためと考えられる。結果的に、図2に示すゴムの硬度と体積膨張抑制効果が相関しているのもこの理由によるものといえる。

著者らはこれまでにNBR(ニトリルゴム)、EPDM(エチレンプロピレンジエンゴム)についても配合と水素体積膨張率との相関について検討しているが同じような傾向が得られている。

また、同じ配合でも二次架橋を行ったサンプルの方が行っていないサンプルよりも体積膨張が抑制される傾向にある(図4)。また、ゴムの硬度が低下する高温環境下では体積膨張が増大することも明らかとなった(図5)。これらの現象は、いずれも水素の膨張に抵抗するゴム内部の編目構造の強さによって説明することが出来る。

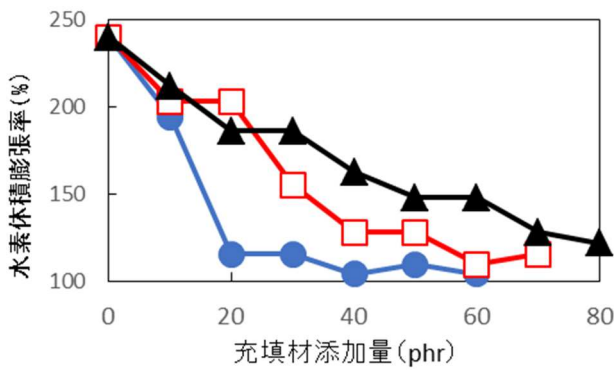


図3 フッ素ゴムサンプルにおける充填材の種類、添加量と水素体積膨張率の関係。シート9 (●)，シートS (□)，シートTA (▲)

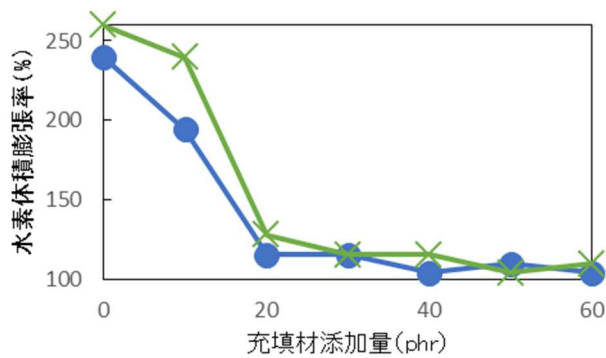


図4 二次加硫の有無が水素体積膨張率に及ぼす影響。充填料：シート9，二次加硫有 (●)，二次加硫無 (×)

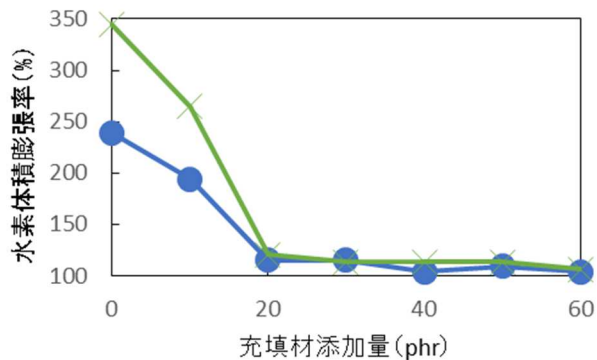


図5 水素曝露温度が体積膨張率に及ぼす影響。充填料：シート9，室温 (●)，100°C (×)

3-3 高圧水素圧力サイクル試験

表2に示す配合を用いてOリングを試作した。これらは、同じ粒径のCBを用いて添加量が異なる系列 (TA70, TA50, TA30) 及び粒径の異なるCBを同じ量添加した系列 (TA30, S-30, 9-30) として比較することができる。これらのOリングを試験体として高圧水素圧力サイクル試験を実施した。最も硬度が低いTA30は

458サイクルで破損し、水素が漏洩したため試験を中止した。回収したOリングの写真を図6 (上段) に示す。これによると、Oリング内側上部が大きく削り取られていた。また、外側上部も狭い範囲で損傷がみられた。削りかすの分布やマーキング試験の結果とも併せて考察すると、図6 (下段) に示すように、Oリングは昇圧時には外側の隙間に押し込まれ、脱圧時には内側の角に衝突することで損傷したと推測される。

また、回収時にはOリングの重量は試験前に比べておよそ20%程度減少していた。

同様のサイクル試験を他のOリングについても3000~3300サイクル実施した結果を図7に示す。これによると、粒径の小さなCBを添加するほど、また、CBの添加量が多いほど、Oリングの削れや損傷は少ないことが大まかな傾向としてみられる。

表2 高圧水素圧力サイクル試験に用いたフッ素ゴムサンプル

サンプル	充填剤種 (CB)	充填剤粒径 (nm)	配合量 (phr)	ゴム硬度*
TA70	シートTA	122	70	105
TA50	シートTA	122	50	99
TA30	シートTA	122	30	85
S-30	シートS	66	30	93
9-30	シート9	19	30	94

* マイクロゴム硬度計による (高分子計器, MD-1)

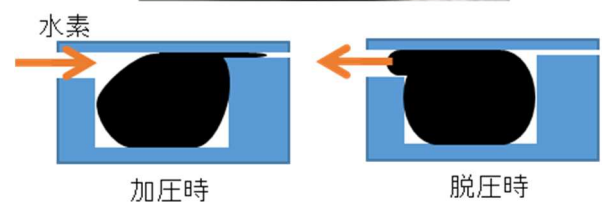


図6 水素圧力サイクル試験にて破壊されたOリング (TA30)：上段、および推定される破壊モード (下段)

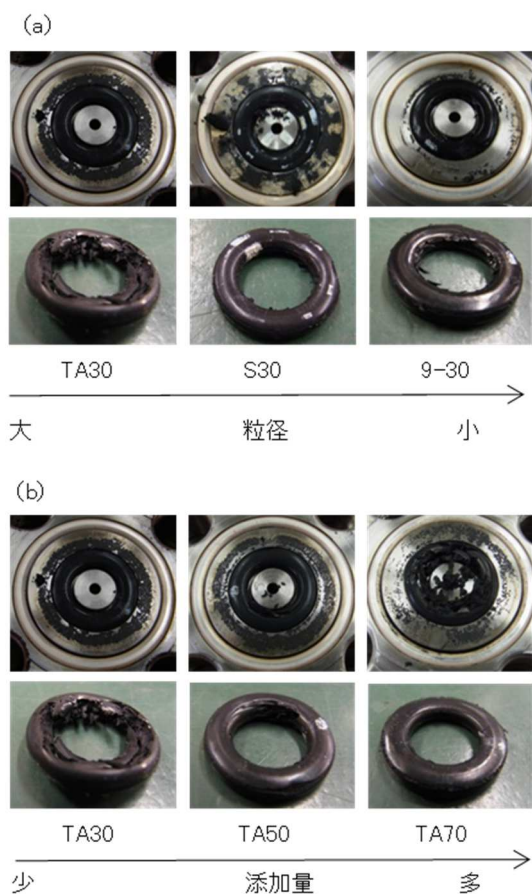


図7 水素圧力サイクル試験後のOリングの損傷状況の比較. 試験温度：180℃，圧力サイクル数：TA30 458サイクル，S-30 3300サイクル，他は3000サイクル，CB粒径の比較（a），CB添加量の比較（b）

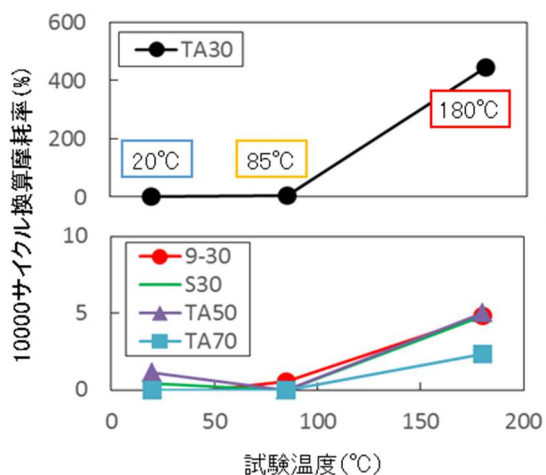


図8 水素圧力サイクル試験による摩耗率の比較. 試験温度：20℃，85℃，180℃，圧力サイクル数：TA30 458サイクル，S-30 3300サイクル，他は3000サイクル
更に，図8にOリングの重量減から算出した摩耗率を

示す。180℃におけるCB添加量の比較を行うとTA30>>TA50>TA70という傾向がみられた。一方で，粒径の比較を行うとTA30とS-30は大幅に差があるが，S-30と9-30はほとんど変わらず摩耗の改善は頭打ちになっていることが示された。また，試験温度については，20℃，85℃と比較して180℃では顕著に摩耗が激しいことが分かった。高温ではゴムの硬度が低下するため摩耗が激しくなったと思われる。従って，高圧水素用Oリングの開発に際して，高温用は特に摩耗対策に配慮する必要があるといえる。

4 まとめ

本文では，高温用高圧水素用Oリングの開発を念頭に，フッ素ゴムの配合と水素体積膨張の関係について検討した。その結果，充填材であるCBの粒径，添加量で大きく変わることが明らかとなった。また，水素圧力サイクル試験においてもCBの粒径や添加量によって摩耗や破損を大きく低減させ得ることが示された。

今回得られた知見をもとに，著者らは180℃においても高圧水素圧力サイクル試験6600サイクル以上漏れなく実施することが可能なOリングを開発することに成功している。今後もより実践的な検討を重ねることで高耐久性かつ高信頼性を有するOリングの開発を目指していきたい。

5 謝辞

本研究の一部は，平成29年度JST地域産学バリュープログラム“水素低膨張ゴム配合を核技術とする高耐久性高圧水素用Oリングの開発”の助成を受けたものです。

6 参考文献

- 1) NEDO: 燃料電池・水素技術開発ロードマップ 2010(2010)
- 2) J. Yamabe, A. Koga, S. Nishimura, Nippon Gomu Kyokaiishi, 2010, 83, pp. 159-166.
- 3) T. Kimura, K. Nomiya, H. Hasuo, T. Urakawa, N. Uchiyama, S. Saita, Polym. Prepr., Jpn. 2017, 66 (2).
- 4) 木村太郎，野見山加寿子，浦川稔寛，内山直行，齋田真吾：福岡県工業技術センター研究報告，NO.27, pp.13-16 (2017)

新奇有用微生物の分離とプロバイオティクスへの応用検討(第1報)

— *Bacillus*属細菌の分離方法の確立—

山下 聡子*1 水城 英一*1 齋藤 浩之*1

Isolation of Novel Beneficial Bacteria and Application to Probiotics (I)

- Screening Methods for the isolation of useful *Bacillus* species -

Satoko Yamashita, Eiichi Mizuki and Hiroyuki Saitoh

*Bacillus*属細菌は、熱や乾燥に安定な芽胞を形成することから、流通や取扱いが容易であるという利点がある。このうち*B. coagulans*は、炭素源からL-乳酸を産生する特徴を有しており、プロバイオティクスとしての利用事例があるが、分離の報告は多くない。本研究では、*B. coagulans*の収集及びプロバイオティクスとしての利用の可能性を検討すること目的に、様々な分離源から効率的に分離する方法の確立を試みた。その結果、351株の菌株を分離することができた。また、この分離手法を応用し、*B. subtilis*, *B. amyloliquefaciens*の分離も可能となった。

1 はじめに

有用微生物を利用したプロバイオティクス素材は整腸作用が期待されており、ヒトや家畜用の製品展開ニーズが高まっている。代表的なプロバイオティクスとして、腸内常在細菌であるビフィズス菌や乳酸菌の利用が知られているが、腸内常在細菌ではない*Bacillus*属細菌についてもいくつか利用例がある。

*Bacillus*属細菌は、休眠状況下では芽胞を形成することが知られており、この芽胞は熱や乾燥に安定であることから、保存や流通に優れているという利点がある。このうち、*B. coagulans*はL-乳酸を産生することから「有胞子性乳酸菌」とも呼ばれているが、効率的な分離方法が確立されておらず、国内での利用株はわずかである。

本研究では、有用微生物*B. coagulans*を効率的に分離する方法の確立を試みたので報告する。また、この過程で*B. subtilis*, *B. amyloliquefaciens*も効率的に分離することができたので併せて報告する。

2 研究, 実験方法

2-1 供試菌株

本研究で分離した各*Bacillus*属細菌(候補菌)、当研究所が保有する*B. coagulans* NBRC12583^T株、*B. subtilis* natto (高橋菌)、*B. amyloliquefaciens* B1144株(分離菌株)を用いた。

2-2 *Bacillus*属細菌の分離源(試料)

当研究所敷地内及び周辺地域の土壌、植物、地域農産物、及び福岡県農林業総合試験場より提供を受けた家畜糞を分離源(試料)とした。

2-3 *Bacillus*属細菌の分離方法

2-3-1 *B. coagulans*候補菌の分離

試料に10倍量の滅菌水を加え、よく懸濁した後、水層を98℃で5分、又は65℃で30分熱処理し、中條らの報告¹⁾を参考としたpH 4.6の分離用寒天培地に接種、55℃で約3日間培養して生育する菌を取得した。

上記の方法で分離が困難であった試料は、pH 4.6又はpH 7.0に調製した分離用液体培地を適量加え、37℃又は55℃で約7日間予備培養を行った後、培養液を65℃で30分熱処理し、pH 4.6の分離用寒天培地に接種、55℃の条件下で生育する菌を分離した。

分離した菌は、滅菌した爪楊枝を用い0.5%の炭酸カルシウムを添加したpH 7.0の分離用寒天培地に穿刺し、55℃で培養して、菌周辺の炭酸カルシウムの溶解(ハロー)を確認した。

最終的に、顕微鏡観察で*B. coagulans*の特徴的形態並びに芽胞の形成が確認されたもの、及び炭酸カルシウムの溶解能が認められたものを*B. coagulans*候補菌とした。

2-3-2 *B. subtilis*, *B. amyloliquefaciens*候補菌の分離

37℃で予備培養を行った試料について、pH 4.6の分離用寒天培地に接種、37℃の条件下で生育する菌のうち、粘性物質の生産が認められ、かつ、顕微鏡観察で*B. subtilis*, *B. amyloliquefaciens*両菌種の特

*1 生物食品研究所

微的形態並びに芽胞の形成が確認されたものを候補菌とした。

2-4 特定遺伝子の検出による種の判定

*Bacillus*属細菌の各種に特異的な遺伝子を基に primer を設計し、リアルタイムPCRで遺伝子の有無を検出、種を判定した。各種遺伝子の検索等は、National Center for Biotechnology Information (NCBI) のwebサイトが提供する検索ツールを利用した。*B. coagulans*については、遠田らが報告したITS領域²⁾及びL-乳酸脱水素酵素遺伝子 (*L-ldh*) を標的とした。*B. subtilis*, *B. amyloliquefaciens*についてはリン酸レギュロンの*phoR*遺伝子に primer を設定した。更に、*B. subtilis*と判定された菌株についてはビオチン生合成酵素にかかわるオペロン (*bio* operon) の*bioF*遺伝子の欠損の有無を確認し、*bioF*遺伝子が欠損した株を納豆菌と判定した。検出に用いた primer と増幅サイズは表1に示す (配列は非公開)。

2-5 *B. coagulans*分離菌株の16S rRNA遺伝子配列決定

*B. coagulans*と判定した菌株の一部について、定法³⁾に準じて16S rRNA遺伝子の配列を調べた。遺伝子の増幅には10F, 1500R primer⁴⁾, シーケンスには10F, 及びr1L, r2L primer³⁾を用いた。菌種の同定にはEZ Bio Cloudのwebサイトを使用した。

3 結果と考察

3-1 *B. coagulans*の効率的分離方法の確立

3-1-1 *B. coagulans*候補菌の分離

*B. coagulans*候補菌の分離は、土壌や家畜糞等*B. coagulans*の分離報告があり、一定量含まれることが期待される試料については、滅菌水に懸濁した溶液を

65 °Cで30分熱処理し、芽胞を形成する*Bacillus*属細菌以外の大半の微生物を排除すること、次にpH 4.6, 55 °Cの酸性かつ高温条件下で培養することで¹⁾, この条件下では生育できない多くの*Bacillus*属細菌を排除することにより、効率よく分離することができた。

一方、植物等の試料では、滅菌水に懸濁したのみの溶液からは*B. coagulans*候補菌は分離できなかった。植物等からの*B. coagulans*の分離報告は多くはないことから、試料中の存在量は極めて少ないのではないかと考えられたため、分離用培地を用いた予備培養の工程を加えることとした。予備培養は、酸性 (pH 4.6), 中性 (pH 7.0), 並びに高温 (55 °C), 中温 (37 °C) の条件を組み合わせで行った。予備培養後の試料溶液をpH 4.6の分離用寒天培地に接種、55 °Cの条件下で生育する菌を分離した結果、*B. coagulans*候補菌が分離された。

3-1-2 *B. coagulans*候補菌の顕微鏡観察及び性状確認

*B. coagulans*候補菌について、顕微鏡観察を行い、芽胞形成の有無を確認した。また、Bergey's manual⁵⁾に記載の、*B. coagulans*に特徴的な形態を確認した (図1)。菌体の長さや大きさは、菌株によって差が認められた (データ未掲載)。

分離した菌株の増殖能については、いずれも55 °Cでは良好であったが、37 °Cで培養した場合は増殖の速度に差が認められた。芽胞形成能は菌株によって大きな差があり、一部、形成率が極めて低い菌株も存在した。*B. coagulans*については、基準株: NBRC12583^T株に代表されるように芽胞形成率が低い菌株があることが知られており、試験結果はその知見を裏付けるものであった。

表1 *Bacillus*属細菌の種特異的遺伝子検出用 primer

菌種	標的遺伝子 (サイズ (bp))	Primer の名称	配列
<i>B. coagulans</i>	ITS 16S-23S rDNA (164, 166)	F: 101-22F R: 264-21R	文献 2)
	<i>L-ldh</i> (124)	F: P4-102B ldh F R: P4-102B ldh R	非公開
<i>B. subtilis</i> , <i>B. subtilis</i> natto	<i>phoR</i> (134)	F: B. sub- phoR F R: B. sub- phoR R	非公開
	<i>bioF</i> (F-R1/ WT:171, del:117) (F-R2/ WT:81, del:-)	F: B. sub- bioF F R1: B. sub- bioF R R2: B. sub- bioF R (del)	非公開
<i>B. amyloliquefaciens</i>	<i>phoR</i> (115)	F: B. amy- phoR F R: B. amy- phoR R	非公開

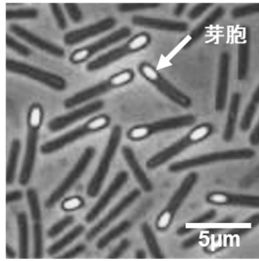


図1 オオシマザクラから分離した
B. coagulans 候補菌

*B. coagulans*の特徴の一つとして、炭素源からのL-乳酸の産生が挙げられる。そこで、*B. coagulans*候補菌を炭酸カルシウム、グルコースを添加したpH 7.0の分離用寒天培地に接種し、55 °Cで培養して、菌周辺の炭酸カルシウムの溶解（ハロー）をもって酸生成能を確認した（図2）。

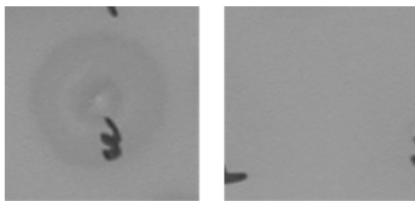


図2 *B. coagulans* 候補菌の酸生成確認
寒天培地中の炭酸カルシウムの溶解
左：候補菌接種，右：対照

3-1-3 *B. coagulans*の特異的遺伝子の検出

Bergey's manual⁵⁾を参照すると、*Bacillus*属細菌には*B. coagulans*以外にも高温、酸性で生育可能な種、及び*B. coagulans*と類似の形態を示す種が存在する。このため、3-1-1、並びに3-1-2の方法で分離した*B. coagulans*候補菌に別の種が存在する可能性は否定できない。そこで、取得した*B. coagulans*候補菌全てについて、*B. coagulans*に特異的な遺伝子を検出することとした。標的遺伝子は、既報¹⁾のITSのほか、*L-ldh*遺伝子にPCR用primerを設計し、NBRCのBLAST検索にて*B. coagulans*に特異的であることを確認した。また、基準株：NBRC12583¹株に対しリアルタイムPCRを行い、この2つの遺伝子の存在を確認した。以上の検討を基に、*B. coagulans*候補菌の分離過程の最後にリアルタイムPCRを実施し、両遺伝子とも陽性であった菌株を*B. coagulans*と判定した。最終的に、351株の*B.*

*coagulans*を取得することができた（表2）。

3-1-4 *B. coagulans*分離菌株の16S rRNA遺伝子配列決定

分離した候補菌のうち任意の18株について、16S rRNA遺伝子の前半約500 bpの配列を決定しsimilarityを調べたところ、*B. coagulans*基準株とのsimilarityが98.4-99.8%，次に挙げた*B. acidiproducens*基準株とのsimilarityが93.3-93.9%であったことから、分離した候補菌は*B. coagulans*であると示唆された（データ未掲載）。このことから、本研究で確立した分離方法で*B. coagulans*を効率よく分離できるものと考えられた。

3-2 *B. subtilis*, *B. amyloliquefaciens*の効率的分離方法の確立

3-2-1 *B. subtilis*又はその類縁種の候補菌の分離、顕微鏡観察及び性状確認

3-1-1に記載した、*B. coagulans*候補菌の分離目的で行った予備培養において、中温（37 °C）で予備培養した試料をpH 4.6の分離用寒天培地に接種し、同じく37 °Cで培養したところ、生育した菌のなかに粘性物質を産生するものが認められた。この特徴を有する菌は*B. subtilis*又はその類縁種であると推測された。*B. subtilis*や類縁種の*B. amyloliquefaciens*はプロバイオティクスとしての利用事例があることから、これらについても分離を行うこととした。

*B. subtilis*又はその類縁候補菌について顕微鏡観察を行い、芽胞形成の有無を確認するとともに、これらの菌種に特徴的な形態を確認した（データ未掲載）。*B. subtilis*又はその類縁候補菌の37 °Cでの増殖能、芽胞形成能はいずれも良好であった。

3-2-2 *B. subtilis*, *B. amyloliquefaciens*の特異的遺伝子の検出

収集した*B. subtilis*又はその類縁候補菌について、*B. subtilis*及び*B. amyloliquefaciens*の判定を試みた。Guoらの論文⁶⁾のAbstractに、リン酸レギュロンの*phoR*遺伝子が*B. subtilis*とその類縁種の分類学的マーカーになり得るとの記載があり、この情報を基に*B. subtilis*と*B. amyloliquefaciens*の各*phoR*遺伝子を標的にPCR用primerを設計し、BLAST検索で各種に特異的であることを確認した。次に*B. subtilis* natto（高橋菌）、*B. amyloliquefaciens* B1144株に対しリアルタイムPCRを行い、設計したprimer対が両種を区

別可能であることを確認した。

実際の分類にあたっては、まず、候補菌に対し*B. subtilis*の*phoR*遺伝子が陽性であった菌株を*B. subtilis*と判定した。次に、*B. subtilis*の*phoR*遺伝子が陰性であった菌株で*B. amyloliquefaciens*の*phoR*遺伝子が陽性であった菌株を*B. amyloliquefaciens*と判定した。

更に、*B. subtilis*と判定された菌株のうち、いわゆる納豆菌 (*B. subtilis* natto) と推定される菌株を確認するため、納豆菌の特徴の一つであるビオチン要求性に関係すると言われる*bio* operonの*bioF*遺伝子の欠損を標的とし^{7,8)}、欠損があれば増幅サイズが小さくなるprimer対 (*B. sub- bioF* F / *B. sub- bioF* R)、又は増幅されない (*B. sub- bioF* F / *B. sub- bioF* R (del)) primer対を設定 (表1)、*B. subtilis* natto (高橋菌) を比較対象とし、PCR産物の電気泳動、又はリアルタイムPCRで確認した。これらのprimer対を用いることで、*B. subtilis*候補菌の中から、納豆菌の遺伝的特徴を有した菌株を選別することが可能となった (データ未掲載)。

最終的に、*B. subtilis*と判定された菌株：99株 (うち、納豆菌に見られる*bioF*遺伝子欠損の特徴を持った菌株：9株)、*B. amyloliquefaciens*と判定された菌株：160株を取得することができた (表2)。

4 まとめ

*B. coagulans*の分離・収集を目的として、培地、培養温度、基本性状確認等を組み合わせ、候補菌を効率よく分離する方法を確立した。また、予備培養を行うことで、含有量が少ないと考えられる分離源からの分離も可能となった。更に、特異的遺伝子の検出により、16S rRNA遺伝子の配列決定を行わずに、*B. coagulans*を判定することが可能となった。この分離方法を応用

し、*B. subtilis*及び*B. amyloliquefaciens*の分離、判定法も確立することができた。なお、*B. amyloliquefaciens*については近年*B. velezensis*に再分類される菌株があることから⁹⁾、分離菌株の菌種判定には今後精査が必要である。

5 謝辞

分離に用いた家畜糞については、福岡県農林業総合試験場より提供を受けました。

6 参考文献

- 1) 中條均紀, 森山裕子: 日本食品工業学会誌, 41巻, 第4号, pp. 281-286 (1994)
- 2) 遠田昌人, 田口憲人: 東洋食品工業短大・東洋食品研究所 研究報告書, 27巻, pp. 77-83 (2009)
- 3) 鈴木健一郎, 平石明, 横田明 編: 微生物の分類・同定実験法, pp. 48-64, シュプリンガー・ジャパン (2001)
- 4) 第十六改正日本薬局方 (平成23年3月24日厚生労働省告示第65号), pp. 2029-2031
- 5) Rogan NA, De Vos P.: Bergey's manual of Systematics of Archaea and Bacteria, Bacillus, Online. John Wiley & Sons, Inc. (2015)
- 6) Guo Q, et al.: Can. J. Microbiol., Vol. 58, No. 11, p. 1295-1305 (2012)
- 7) Kubo Y, et al.: Appl. Environ. Microbiol., Vol. 77, No. 18, p. 6463-6469 (2011)
- 8) Sasaki M, et al.: Biosci. Biotechnol. Biochem., Vol. 68, No. 3, p. 739-742 (2004)
- 9) Dunlap CA, et al.: Int. J. Syst. Evol. Microbiol., Vol. 66, No. 3, p. 1212-1217 (2016)

表2 様々な環境からの有用微生物 (*Bacillus* 属細菌) の分離

分離源	分離菌株数		
	<i>B. coagulans</i>	<i>B. subtilis</i> (うち、納豆菌の特徴を有する菌株)	<i>B. amyloliquefaciens</i>
土 壤	21	- a)	- a)
植 物	285	93 (9)	79
農産物	0	6 (0)	19
家畜糞	45	0 b)	62 b)
計	351	99 (9)	160

a) 候補菌の分離を行っていない。b) 一部の分離源について分離を実施。

新奇有用微生物の分離とプロバイオティクスへの応用検討(第2報)

— *Bacillus coagulans*の性状分析—

山下 聡子*¹ 日下 芳友*¹ 水城 英一*¹ 齋藤 浩之*¹

Isolation of Novel Beneficial Bacteria and Application to Probiotics (II)

- Characterization of Isolated *Bacillus coagulans* Strains -

Satoko Yamashita, Yoshitomo Kusaka, Eiichi Mizuki and Hiroyuki Saitoh

当研究所では、プロバイオティクスとしての利用事例がある*Bacillus coagulans*の効率的な分離方法を確立し、様々な分離源から351株の菌株を取得、保有している。本研究では、これらの分離菌株のプロバイオティクスとしての利用の可能性を検討すること目的に、各種性状及び遺伝子の特徴を分析した。その結果、分離菌株は多様性に富んでいることが明らかとなった。

1 はじめに

*Bacillus*属細菌は、休眠状況下では芽胞を形成することが知られており、この芽胞は熱や乾燥に安定であることから、保存や流通に優れているという利点がある。本属は腸内常在細菌ではないが、アサヒカルピスウェルネス(株)の*B. subtilis*(製品名:枯草菌C-3102株)や三菱ケミカルフーズ(株)の*B. coagulans*(製品名:ラクリスTM)など、ヒトや家畜用のプロバイオティクスとして利用されている菌株も存在する。このうち、*B. coagulans*はL-乳酸を産生することから「有孢子性乳酸菌」とも呼ばれているが、国内で分離、利用されている株は、先に紹介したラクリスTMを含め、数株しかない。

我々は、前報「新奇有用微生物の分離とプロバイオティクスへの応用検討(第1報)」で報告したとおり、*B. coagulans*を様々な分離源(試料)から351株分離し、保有している。分離菌株はそれぞれ形態的特徴(大きさや長さ、芽胞の形)、増殖能、芽胞形成能、及びリアルタイムPCR産物の融解温度(T_m 値)に差があることが認められている。本研究では、分離菌株の性状分析並びに遺伝子の解析を行ったので報告する。

2 研究, 実験方法

2-1 供試菌株

当研究所で分離した各*Bacillus*属細菌(候補菌)、並びに保有する*B. coagulans* NBRC12583^T株を供試した。

2-2 有機酸分析

嫌気細菌用培地であるGAM液体培地(GAMブイヨン「ニッスイ」(日水製薬(株))より使用法に従い調製)に分離菌株を接種、三菱ガス化学(株)のアネロパックシステムを用い、37℃、嫌気条件下で4日間培養したのち、培養上清の有機酸濃度を測定した(n=1)。

2-3 炭素源の資化性

2-3-1 ラクトース(乳糖)の資化性

中條らの報告¹⁾にある分離用寒天培地を参考とし、炭素源をラクトースに換え、0.0025%のBromocresol purple (BCP)をpH指示薬として添加したpH 7.0の液体培地を96 wellプレートに100 μ L / well分注し、分離菌株を滅菌した爪楊枝で接種、41℃で培養し、資化による酸生成能をBCPの黄変で確認した(n=1)。

また、標準寒天培地に β -ガラクトシダーゼ(β -gal)の合成基質である5-Bromo-4-chloro-3-indolyl- β -D-galactoside (X-Gal)と発現誘導物質であるIsopropyl- β -D-thiogalactopyranoside (IPTG)を添加し分離菌株を接種、37℃で培養し、X-Galの分解をコロニーの青変で確認した(n=1)。

2-3-2 でんぷんの資化性

2-3-1の液体培地の炭素源を可溶性でんぷんに換え、分離菌株を接種、41℃で培養し、資化による酸生成能をBCPの黄変で確認した(n=1)。

2-4 遺伝子解析

*B. coagulans*の β -gal遺伝子、及び*acn* gene-like cluster²⁾を標的としたprimerを設計し、それぞれリアルタイムPCRで遺伝子の有無を検出した。各種遺伝子の検索等は、National Center for Biotechnology

*1 生物食品研究所

Information (NCBI) のwebサイトが提供する検索ツール並びに Carbohydrate-Active enZymes Database (CAZy) のwebサイトを利用した。検出に用いた primer と増幅サイズは表1に示す (配列は非公開)。

3 結果と考察

3-1 嫌気条件下での増殖能及び有機酸生成能

Bergey's manual³⁾ によれば, *B. coagulans* は通性嫌気性菌と言われている。そこで, 分離菌株を嫌気

細菌用培地である GAM 液体培地に接種し, 嫌気条件下で培養したところ, 菌株により差はあるものの, 時間が進むに従い培養液の白濁が認められた。嫌気培養4日後の培養培地中の各種有機酸 (リン酸, クエン酸, ピルビン酸, リンゴ酸, コハク酸, 乳酸, 蟻酸, 酢酸, ピログルタミン酸) の量を測定し, GAM 培地中の含有量と比較したところ, 菌株によって含有量に差が認められた (図1)。全ての物質において値が低く生育不良と推測されるものは351株中3株 (0.9 %) であった。

表1 *B. coagulans* 用 PCR primer

菌種	標的遺伝子 (サイズ (bp))	Primer の名称	配列
<i>B. coagulans</i>	<i>β-gal</i> (147)	F: <i>B. coa</i> - <i>beta-gal</i> F R: <i>B. coa</i> - <i>beta-gal</i> R	非公開
	<i>acn</i> gene-like cluster <i>acnA</i> (102)	F: <i>acnA</i> -like F1 R: <i>acnA</i> -like R1	非公開
	<i>acnA-acnC</i> (no-insertion:227, insertion:- (388, 21k))	F: <i>acnA</i> -like F2 (C-ter) R: <i>acnC</i> -like R (N-ter)	非公開

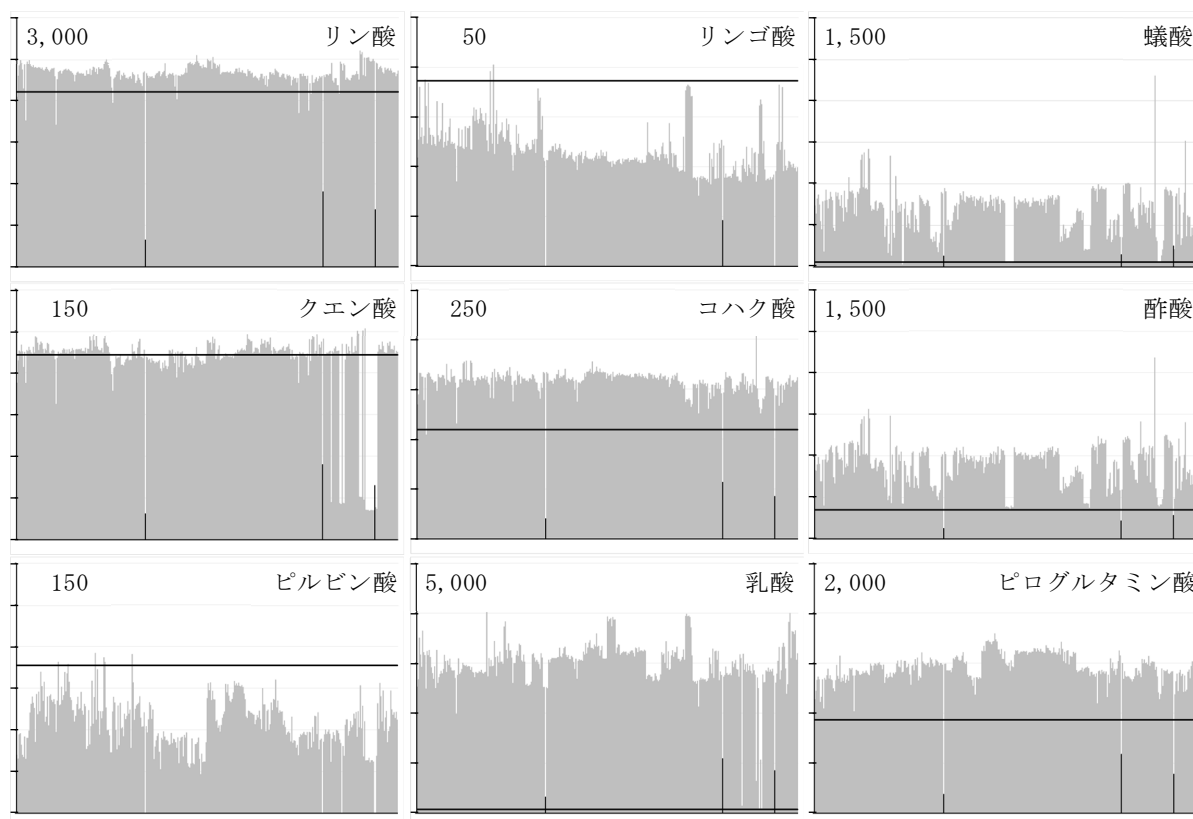


図1 *B. coagulans* 分離菌株嫌気培養上清の有機酸量

縦軸: 有機酸量 (mg/L)。左上の数値は各有機酸グラフの目盛りの最大値を,

太線は GAM 培地中の各有機酸の含有量を示す (blank 値)。

横軸: 分離菌株 (分離順に配列)。黒線は生育不良が想定される菌株。

このことから、分離菌株のほとんどは嫌気条件下でも増殖可能であることが判明し、プロバイオティクス用途を検討するにあたって、腸内環境での増殖が期待される結果となった。

コハク酸、乳酸、蟻酸、酢酸、ピログルタミン酸はGAM培地中の含有量と比較し多くの菌株で増加する傾向にあった。特に、乳酸、蟻酸、酢酸は菌株によって生成に著しい差が認められた。また、蟻酸、酢酸の増減は連動しているものと示唆された(図1)。一般に*B. coagulans*はL-乳酸を産生すると言われており、分離菌株の多くはGAM培地での培養においても多量の乳酸を産生したが、産生量が少ない、又はほとんど認められない菌株も存在することが明らかとなった。

一方、ピルビン酸、リンゴ酸は多くの菌株でGAM培地中の含有量より減少する傾向にあった。クエン酸については、ほとんどの菌株においてGAM培地中の含有量と大きな変化はなかったが、一部の菌株では著しい減少が認められ、これらの菌株においてはクエン酸が消費されているものと推測された(図1)。

3-2 炭素源の資化性

3-2-1 ラクトース分解活性と遺伝子の解析

3-2-1-1 ラクトースの資化性

ラクトースを炭素源とした培地に分離菌株を接種し好気条件下で培養を行ったところ、菌株により増殖能に差が認められた(データ未掲載)。ラクトースの資化による酸生成をBCPの黄変で確認したところ351株中327株に認められ(93.2%)うち、酸生成が明確なものが280株(79.8%)であった。24株ははっきりとした黄変が確認できなかった。ラクトースの資化速度は分離菌株によって差が認められ(データ未掲載)、これは増殖能の差に関連するものと考えられた。

3-2-1-2 X-Galの分解活性

ラクトースの資化による酸生成をBCPで確認する場合、黄変の程度に差があり、鮮やかに黄変する菌株がある一方、十分な黄変を待たず再度紫色に変色する菌株も認められた。このため、酵素活性をより明確に確認する目的で、 β -gal (EC 3.2.1.23)の合成基質であり分解により青色の不溶性物質を生じるX-Galを含有した標準寒天培地に菌株を接種し、コロニーの青変を確認した。その結果、334株(95.2%)で青変が確認された。陰性であった17株には、分離源を同じくするものが含まれていた(表2)。

3-2-1-3 *B. coagulans*の β -gal遺伝子

報告されている*B. coagulans*の β -gal遺伝子をCAZYで調べたところ、その転写産物はglycoside hydrolase (GH) familyのGH-42に属するものであった。*B. coagulans*の β -gal遺伝子を基にprimerを設計し、基準株：NBRC12583^T株並びにX-Gal分解能で陽性であった菌株に対しリアルタイムPCRを行い、遺伝子の存在を確認したうえで、X-Gal分解能で陰性であった菌株についてもリアルタイムPCRを行った結果、17菌株中9株には遺伝子が存在し、8株には遺伝子が確認できなかった。前者は β -gal遺伝子は存在するが、変異あるいは発現の問題等により、酵素活性が認められないのではないかと推察された。

3-2-2 でんぷんの資化性

可溶性でんぷんを炭素源とした培地での分離菌株の増殖能は、菌株によって差が認められた(データ未掲載)。資化性は251株に認められ(71.5%)、うち酸生成が明確なものが137株(39.0%)であった。可溶性でんぷんの資化速度も分離菌株によって差が認められた(データ未掲載)。

3-3 *acn* gene-like clusterの解析

B. amyloliquefaciens subsp. *plantarum* FZB42株(現在は*B. velezensis*とされている⁴⁾)の有する環状ペプチドamylocyclicin遺伝子(*acnA*)及びそのcluster(4.5 kbp)と類似の遺伝子が*B. coagulans* 36D1株に認められるとの報告²⁾があったため、他の*B. coagulans*菌株で該当する遺伝子を調査したところ、36D1株と同様に*acn* gene-like cluster(4.8 kbp)を有する菌株が存在する一方、基準株：NBRC12583^T株を含め*acnA*を持たない菌株も存在した。また、*acnA*とその後ろに位置する*acnC*の間に挿入が認められる菌株も存在することが判明し(LBSC株：161 bp, S-Lac株：21 kbp)、*B. coagulans*の*acn* gene-like clusterを解析すれば少なくとも3群に分けられると予想された。

そこで、まず、*acnA*を増幅するprimer対でリアルタイムPCRを行い、遺伝子の有無を確認した。基準株：NBRC12583^T株は*acnA*陰性であった。次に、*acnA*陽性であった菌株に*acnA*のC末端と*acnC*のN末端に設計したprimer対を用いてリアルタイムPCRを行い、増幅が認められた菌株は*acn* gene-like clusterが正常に保有されているもの、陰性であった菌株は標的領域に塩基

配列の挿入があるためリアルタイムPCRでは増幅が確認できなかったものと推察した。その結果、351株中、*acn* gene-like clusterを保有する菌株は178株 (50.7%)、clusterに変異があると推測される菌株が11株 (3.1%)、clusterを持たない菌株が162株 (46.2%)であった。

4 まとめ

プロバイオティクスとしての利用事例のある*B. coagulans*について、嫌気条件下での有機酸生成量、好気条件下でのラクトース資化性と β -gal遺伝子、でんぷんの資化性、及び*acn* gene-like clusterの解析を行った。その結果、例えば分離源（試料）が同じであっても、分離条件の違い等により炭素源の資化性や保有遺伝子に差がある菌株が得られた（表2、試料名及び分離条件については非公開）。性状分析においては、ラクトースの資化性とX-galの分解結果が一致しない菌株も認められるが（試料：W）、試験回数が少ないこともあり、今後精査が必要である。一方、GAM培地培養中の有機酸生成量に特徴が認められる菌株は、分離源を同じくするものも含まれていた（データ未掲

載）。

本研究において、分離した*B. coagulans*には性状及び遺伝子に多様性が認められることが明らかとなった。

5 参考文献

- 1) 中條均紀, 森山裕子: 日本食品工業学会誌, 41巻, 第4号, pp. 281-286 (1994)
- 2) Scholz R, et al.: J. Bacteriol., Vol. 196, No. 10, p. 1842-1852 (2014)
- 3) Rogan NA, De Vos P.: Bergey's manual of Systematics of Archaea and Bacteria, Bacillus, Online. John Wiley & Sons, Inc. (2015)
- 4) Dunlap CA, et al.: Int. J. Syst. Evol. Microbiol., Vol. 66, No. 3, p. 1212-1217 (2016)

表2 *B. coagulans* 分離菌株の多様性

試料 ^{a)}	分離条件 ^{a)}	ラクトース資化性		X-gal 分解		β -gal gene		でんぷん資化性		<i>acn</i> gene-like cluster		
		陽性	陰性	陽性	陰性	保有	欠失	陽性	陰性	保有	変異	欠失
D	-1	6		6		6		6				6
	-2	3		3		3		3				3
	-3	14		14		14		14		14		
	-4	1		1		1		1				1
		6		6		6		6	6			6
		8		8		8		8		8		
E	-1	7		7		7		7		7		
		3		3		3		3	3			
	-2	10		10		10		10				10
		5		5		5		5	5			5
	-3	4		4		4		4			4	
		1		1		1		1	1		1	
	7		7		7		7	7			7	
	2		2		2		2	2			2	
	6		6		6		6	6			6	
V	-1	1		1		1		1		1		
		1		1		1		1	1			1
		1		1		1		1		1		
W	-1	1		1		1		1		1		
		1		1		1		1	1			
	-2	1			1		1	1		1		
		1			1		1	1	1			
		4		4		4		4		4		

a) 非公開。

CAE応力解析による脚物家具の構造強度評価方法(第1報)

—CAE応力解析のための木材材料特性の設定—

楠本 幸裕*1 竹内 和敏*1

Development of Structure Analysis Method of Legged Furniture by CAE Stress Analysis

- Assignment of Wooden Material Properties for CAE Stress Analysis -

Yukihiro Kusumoto and Kazutoshi Takeuchi

脚物家具の設計において、強度面を重視し、既存商品をベースにした予測と経験に基づいた設計の場合、デザイン性に劣る。逆にデザイン性を重視した過去に実例のない形状の場合、強度を確認するための試作と強度試験の必要があり、手間や費用が掛かる上に、強度不足の場合、再び設計・試作・試験が必要となる。そのため設計段階で、ある程度の構造強度を評価できる手法が求められている。そこで本研究では、CAE解析ソフトを用いた応力解析による、脚物家具の構造強度の評価方法を開発する。なお本研究の目的は、限界の荷重値の推定ではなく、設計した形状に対し強度試験を行った場合に、どの部位に応力が加わりやすいのかを示し、デザイン修正の指標とすることである。1年目である本年はまず、CAE応力解析で使用する木材の材料特性の設定を行った。

1 はじめに

脚物家具を設計する際、強度面を考慮し、過去の経験から「これだけあれば十分」と言う予測に基づく設計や、既存商品から強度を落とさない程度に変更を加えるなど、経験や勘に頼ることが多く、デザイン性に優れたスタイリッシュな家具を設計し難い。

一方でデザイン性を重視し、過去に実例のない思い切った形状に設計した場合、それが十分な強度を有しているかは、試作して強度試験を実施し確認する必要があるため、手間や時間、費用が掛かるだけでなく、試験の結果、強度不足が判明した場合は再度、設計・試作・試験のプロセスが必要となる。

そのため設計の段階である程度その構造の強度の評価（応力が加わりやすい／変形を起こしやすい部位の推定）ができる手法が求められている。

そこで本研究では、実際に家具を製作して強度試験を行わずとも、設計の段階である程度の構造強度を評価できる手法を開発する。具体的には、対象とする脚物家具の3次元CADモデルを対象に、CAE解析ソフトを用いて有限要素法による応力解析を行い、JIS規格の強度試験を行った際に発生する応力や変形の分布、およびその度合いのシミュレーションを可能にする。得られた結果により、十分な構造強度を有し、かつスタ

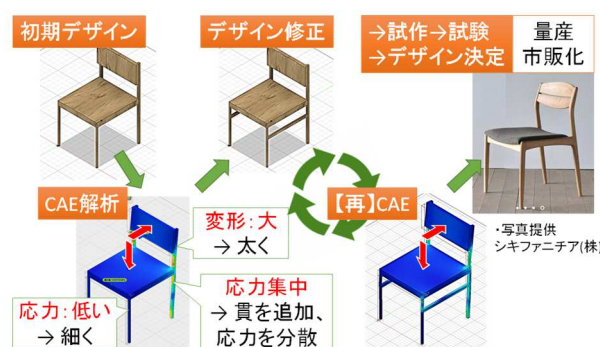


図1 CAE応力解析によるデザイン修正イメージ

イリッシュな脚物家具の設計が可能になる（図1）。

なおこのような手法は、機械金属や建築業界においては既に実用化が進んでいる。しかし家具業界（木製家具）においては「木材の異方性や非線形性を考慮した解析」や「ホゾやダボ等の接合手法による違いや、接着剤の有無／種類の違い」など木製家具特有の課題に対する技術の蓄積が無いことに加え、「家具」という比較的安価な商品であるが故に技術投資がなされてこなかったため、これまで実用化された例はない。

また本研究を進めるにあたり、木製家具特有の課題である「接合部」に関する考察は行わず、接合は『完全な接合』とみなしてCAE応力解析を行うこととしている。その主な理由は次の3点である。

- ① 接合は、手法の違い（ホゾ・ダボ・その他）やその条件（接着剤の有無や種類、勘合度）によ

*1 インテリア研究所

り多種多様で、解析条件が複雑化する

- ② あくまで構造の評価（応力分布の可視化や変形度合いの推定）が目的であり、限界を求めることが目的ではない
- ③ 企業への聞き取り調査の結果、接合まで含めた高度な解析よりも、完全な接合とみなした簡易的な解析に対するニーズが高い

2 研究, 実験方法

2-1 CAE解析ソフトの選定

本研究で得られた成果は、最終的には家具業界への普及を目標としており、企業自身での解析環境の整備、およびその技術の習得を目指している。中小零細企業が多く、設備投資に多額の金額を用意することが困難な家具業界への普及のためには、CAE応力解析のための環境の整備（CAE解析ソフトや3次元CADソフトに関するハードを含めた設備の新規導入、および人材の育成）にかかる費用は、少額であることが求められる。

一方、現在市場には様々なCAE解析ソフトが存在するが、そのほとんどは高額で、家具業界にとっては非現実的な規模の金額である。そのため、家具業界でも導入が可能なCAE解析ソフト（必要な機能を備え、かつ安価で、技術の習得がしやすい）の選定が重要となる。

2-2 『仮想木材』を定義(材料特性を適切に設定)

CAE解析には、解析対象物（今回の場合、木製脚物家具）の物質としての特性「材料特性」の数値が必要である。全ての物質は物理的、機械的、強度、熱等に関する様々な材料特性を持っている。その中でCAE応力解析に必要な材料特性は「ヤング率」「ポアソン比」「降伏応力」の3種類である。すなわち木材に関するこれら3種類の数値が必要である。Fusion 360（後述の本研究で使用するCAE解析ソフト）には、様々な物質に関する材料特性が標準ライブラリとして登録されており、CAE解析に使用可能である。しかし木材は、金属や樹脂のように均一な材料と異なり、異方性があるため、ヤング率とポアソン比は力の方向に対する木目の向き（板目／柾目／木口）によって値が異なる上に、非線形特性を有するため降伏応力そのものが存在しない。そのため木材はCAE応力解析に用いることができない（Fusion 360では、異方性材料のCAE応力解析は未サポート）。

そこで本研究では、Fusion 360でCAE応力解析が不可能な木材の代替物質として「材料特性が木材と同等」で、かつ「均一でかつ、降伏応力を有する材料」を『仮想木材』として新たに定義し、その材料特性を適切に設定してCAE応力解析に使用することとした。対象とする樹種は、家具として主に使用されているウォルナット、メイプル、オーク（ナラ）の3樹種とした。

3 結果と考察

3-1 CAE解析ソフトの選定

CAE解析ソフトに関する調査の結果、必要な機能を有し、中小企業でも導入しやすい価格であり、さらにWeb等での情報提供が多くなされていることから、これから3次元CADやCAEの活用を検討している中小企業でも導入しやすい、オートデスク（株）のFusion 360を選定した。

3-2 『仮想木材』を定義(材料特性を適切に設定)

新たに定義する仮想木材（ウォルナット、メイプル、オーク（ナラ））は、「均一な」材料としてその材料特性を設定するため、それぞれの板目と柾目の値の平均値とする（一般に家具の場合、木口を表に配置した木取はされないため、除外した）。さらに不要な端数を丸めた値を、材料特性として設定することとした。

ヤング率とポアソン比は、既存の値が文献等に記されているため、その値を調査し特定する。降伏応力については、非線形特性をもつ木材には降伏応力が存在しないため、「比例限度応力」を降伏応力として代替することとした。比例限度応力は既存の値が無いため、材料試験により測定し特定する（図2）。



図2 仮想木材の材料特性設定工程

3-2-1 文献値調査(ヤング率・ポアソン比)

調査には書籍とWEBを用いた。調査結果を表1に示す。調査の結果、以下のことが判明した。

- 文献により、値に幅がある
- 同一文献内で全ての値を網羅した文献がない

- 文献値は気乾状態（含水率15 %前後）での値で、家具で使用される材は人工乾燥材（含水率一桁）のため、本研究での用途には適さない

そこで本研究においては、ヤング率とポアソン比についても、比例限度応力と同様に材料試験により測定し特定することとし、さらにその試験片には、家具で使用される人工乾燥材を用いることとした。

表1 木材の材料特性に関する文献調査結果

出典	ウォルナット		メイプル		オーク(ナラ)		
	ヤング率 [Mpa]	ポアソン比	ヤング率 [Mpa]	ポアソン比	ヤング率 [Mpa]	ポアソン比 (LR/LT/RT)	
書籍	木材工業ハンドブック(丸善)	9,500	-	12,000	-	5,300	0.33/0.50 /0.64
	木材の物理(文永堂出版)	7,448~10,290	-	10,388~13,230	-	-	0.33/0.50 /0.64
	木材の知識(経済調査会)	-	-	10,290	-	-	-
	木材の辞典(新倉書店)	-	-	-	-	5,292	0.33/0.50 /0.64
WEB	(株)マルホン	11,584	-	12,600	-	7,102	-
	フェアウッド・パートナーズ	11,466	-	12,544	-	11,466	-

3-2-2 材料試験(ヤング率・ポアソン比・比例限度応力)

材料試験は、以下の要領で実施した

- 【試験方法】引張試験 (JIS Z2101, 1.0 mm/min)
- 【試験機】(株) 島津製作所製 オートグラフ AG-100kNX
- 【試験片】含水率：8 %
寸法：長200 mm × 幅20 mm × 厚5 mm
樹種：ウォルナット, メイプル, オーク (ナラ)
数量：各12枚 (板目 × 柾目 × n=6)

また図3に示すように試験片の中央に2枚のひずみゲージを直交する配置で貼り付け、試験中の縦と横方向の変位量 (ひずみ) を測定した。

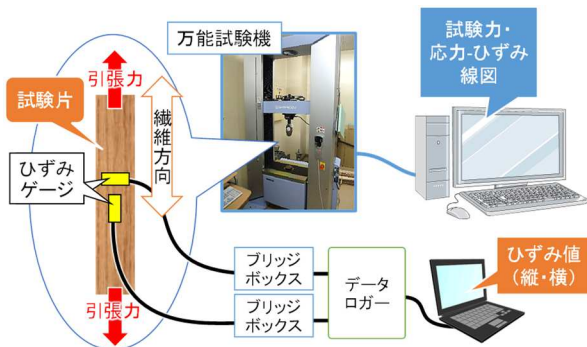


図3 引張試験の概要

この試験により、時系列での引張力 (試験力) [N] および縦と横方向のひずみ [-] が計測できる。さら

に試験片の断面積からその応力 [MPa] が算出され、同時に応力 - ひずみ線図が得られる。以上の結果を用いて、式 (1) よりヤング率を、式 (2) よりポアソン比を算出し、応力 - ひずみ線図より比例域を脱した時点の応力を、比例限度応力として割り出した (図4)。

$$\text{式 (1)} \quad E = (\Delta P \cdot l) / (\Delta l \cdot A)$$

E : ヤング率

ΔP : 比例域における1分間の荷重増加量

l : ひずみゲージ長

Δl : ΔP に対応する伸び

A : 試験片断面積

$$\text{式 (2)} \quad \nu = | \Delta \varepsilon_2 / \Delta \varepsilon_1 |$$

ν : ポアソン比

$\Delta \varepsilon_1$: 比例域における1分間の縦ひずみ

$\Delta \varepsilon_2$: $\Delta \varepsilon_1$ に対応する横ひずみ

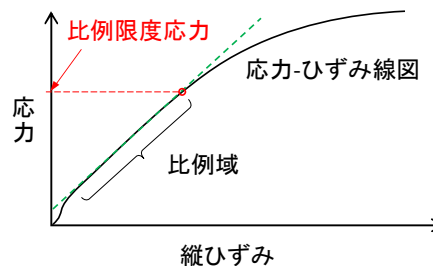


図4 比例限度応力

以上より算出した値から、試験片全12枚 (板目/柾目・混合) の平均値を算出し (表2中のカッコ内の数値)、さらに不要な端数を丸めた値を、CAE応力解析における仮想木材の材料特性の設定値とした (表2)。

表2 仮想木材の材料特性の設定値一覧

仮想木材樹種	設定値(特定値)		
	ヤング率 [MPa]	ポアソン比 [-]	比例限度応力 [MPa]
ウォルナット	12,500 (12,513.7)	0.46 (0.462469)	46.2 (46.24815833)
メイプル	15,800 (15,834.8)	0.44 (0.441112)	53.7 (53.69235833)
オーク(ナラ)	9,900 (9,911.6)	0.42 (0.415975)	51.2 (51.49781667)

3-2-3 テスト解析

次に、設定した材料特性の妥当性を確認するため、

簡易的な形状（A・Bの2種類，図5参照）のイスの3次元モデルを製作し，その材料特性に前項で設定した3種類の仮想木材（ウォルナット，メイプル，オーク（ナラ））を定義し，それぞれJIS規格の背もたれの静的強度試験（S1203，区分3，座面に1,300 Nを加えた状態で，背もたれに垂直に560 Nを加える）を想定したCAE応力解析を行った。全ての樹種において，エラー等が生じることもなく，解析が完了した。結果を図5および表3に示す。

まず最大変位量を比較すると，イスの形状A・Bの両タイプにおいて樹種による有意な差が認められた。これはヤング率の設定値が樹種によって大きく異なっていることと表れであると考えられる（ヤング率の値が大きいほど硬い特性を示す）。

これに対し最大応力値の場合，樹種の違いによる有意な差はほとんど見られなかった一方で，イスの形状の差による有意な差が認められた。これは，応力に関しては材料特性よりも解析対象の形状が大きな影響を与えることを示唆している。

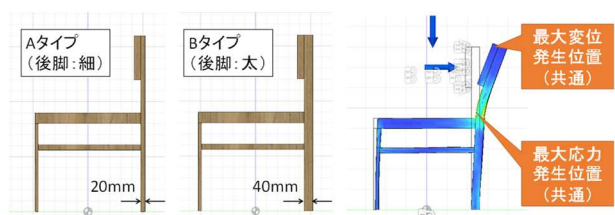


図5 テスト解析概要（形状・結果）

表3 仮想木材によるCAE応力解析結果

解析結果		最大変位量 [mm]		最大応力値 [MPa]	
イス形状タイプ		A	B	A	B
仮想木材樹種	ウォルナット	13.20		47.76	
			2.625		14.57
	メイプル	10.61		48.02	
			2.169		15.00
	オーク(ナラ)	17.00		47.92	
			3.467		15.09

4 まとめ

本研究では，脚物家具の構造強度を，設計段階である程度の評価が可能になる方法として，CAE応力解析による評価方法を開発する。本稿ではその最初の段階として，本来，異方性を有す上に降伏応力が存在しないためFusion 360ではCAE応力解析が不可能である木材の代替素材として，木材（ウォルナット，メイプル，

オーク（ナラ））と同等の材料特性（降伏応力を比例限度応力で代用）を有した均一な（異方性の無い）材料を『仮想木材』として新たに定義し，CAE応力解析に使用可能であることを確認した。定義にあたり設定した材料特性は引張試験の結果より算出し，その試験片には家具に使用される材と同じ「人工乾燥材」を用いた。

今後は今回設定した材料特性（定義した材料）を用いて，脚物家具を対象としたCAE応力解析を行い，その結果の検証を行う。具体的には次のとおりである。

- 協力企業より，木製イスとその図面を入手
- 木製イスの図面から3次元モデルを製作
- 材料特性として，今回設定した値を設定
- JIS規格の強度試験で使用する試験用具（試験床・ストップ・各種当て板）の3次元モデル製作
- B及びDで製作した3次元モデルを用い，JIS規格の強度試験をシミュレーション（CAE応力解析）
- Aで入手した木製イスで，同じJIS規格の強度試験を実施し，その時の応力を測定
- Eの結果とFの結果を比較
- 比較の結果，影響のある誤差が認められた場合，材料特性の修正や解析条件（荷重／拘束／接触）の修正を適宜実施し，誤差の解消を目指す

福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業における製品開発事例(その1)

-オフィスデスク, デスクトップ周りの小物の商品開発-

石川 弘之*1 隈本 あゆみ*1 西村 博之*1 青木 幹太*2 酒見 史裕*3 酒見 典広*3 田中 敏憲*4

The Project with which it's Supported to Improve the Furniture Branding The Outline of The Project with which its Supported to Advance The Product Planning Capability and The Example Support Product Development Part1

-The Product Development for Small Items Around The Desktop and The Office Desk-

Hiroyuki Ishikawa, Ayumi Kumamoto, Hiroyuki Nishimura, Kanta Aoki,

Fumihiko Sakemi, Norihiro Sakemi and Toshinori Tanaka

県内家具製造業者は、国内外の同業他社との厳しい競争を勝ち抜くために、企業のブランド価値を高める必要がある。そこで福岡県では、県内家具製造業者や各専門分野の有識者からなる製品開発グループで製品コンセプトを構築し、公募で選定されたデザイン事業者にデザインの具現化を担わせて、試作を重ね製品化を行う「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業」を実施した。本事業に参加した(有)丸惣は、オフィスデスクを主力製品とする自社ブランド「FIEL」のラインアップを増やして、更にブランド価値を高めるため新製品開発に取り組んだ。(有)丸惣は外部有識者からの意見を取り入れて、オフィス作業をサポートする等のコンセプトを構築し、アハト(株)にデザインを担わせることで、オフィス向けゴミ箱「o-Ne」を開発し製品化した。

1 はじめに

県内家具製造業者は、タンスや食器棚等の箱物家具を主力製品として大川地区を中心に成長してきたが、住居様式、生活スタイル、購買パターンの変化や、国外で製造した安価な輸入品等との価格競争の激化により、事業所数、従業者数、製造品出荷額等は10年前に比べていずれも減少している(工業統計調査票より算出した、福岡県の家具・装備品製造業の平成29年度における事業所数、従業員数、製造品出荷額は、平成19年度比でそれぞれ約39%減、約28%減、約24%減^{1) 2)})。このような中、県内家具製造業者が国内外の同業他社との厳しい競争を勝ち抜いていくためには、企業のブランド価値を高める必要がある。そのためには、顧客ニーズを的確に捉えてコンセプトを構築し、ターゲットを明確にした製品開発を行うことが必要となる。しかし、県内家具製造業者の約95%は従業員50人未満の事業者(約82%は従業員20人以下の小規模事業者)であり、製品企画、開発およびデザインの

部門を持たない、または1、2名の担当者しかいない企業がほとんどである。このように、県内家具製造業者は総合的な製品企画を行う専門的な人材が不足しているため、市場の動向や顧客ニーズ等を十分に調査した上で製品コンセプトを構築することが難しい状況にあり、他社製品との差別化を図った新製品開発ができず、売り上げは伸びない。一方、このような開発体制の課題を認識し、製品企画を行う力を強化し、売れる製品を開発できるように成長したいと考える企業は多い。

そこで、福岡県では平成30年度より、各企業のブランドの基幹となる製品の創出や、製品企画を行う力を強化することで、戦略的な製品開発ができる活力ある企業の育成を図ることを目的とした「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業」(以下、本事業という。)を実施することとした。本事業は、やる気を持った県内家具製造業1社1社に対して、製品コンセプトの構築から製品化までを一貫して支援する内容となっている。

*1 インテリア研究所

*2 九州産業大学 芸術学部

*3 (有)丸惣

*4 アハト(株)

2 方法

本事業は、「製品コンセプトの構築」から「製品化」までの過程において、一貫した支援を1年間で行うものである（図1）。まず、事業に参加する企業を公募にて3社募る（図1中の①）。参加企業は、九州産業大学芸術学部の青木幹太教授、インテリア研究所をはじめとする各専門分野の有識者で構成された製品開発グループの意見を取り入れ、「製品コンセプトの構築」を行う（図1中の②）。続いて、構築した製品コンセプトを具現化するため、プロポーザル形式の公募によって選定されたデザイン事業者が「デザイン」作業を担う（図1中の③、④）。そのデザインを基に試作品の製作を行い、試作品の検証を重ねることによって機能や意匠を洗練させ製品化へと導く（図1中の⑤、⑥）。以上が、本事業の参加企業に対する製品化支援の流れとなる（図1）。

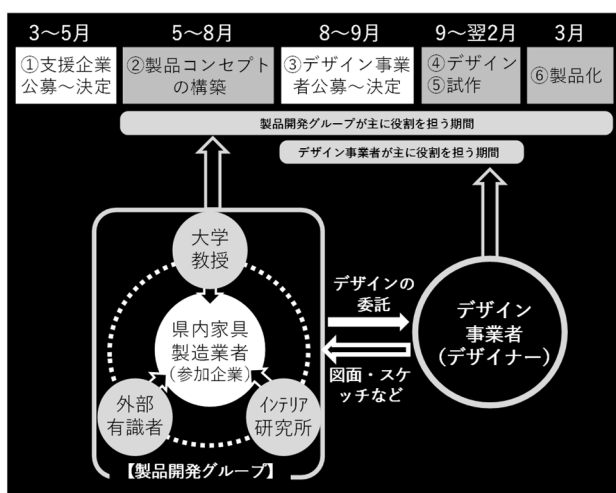


図1 本事業の製品化までの1年間の流れと、本事業に関わる有識者らの関係を示す概要図

3 事業の取り組み内容

3-1 製品開発の目的

本報では、本事業に参加した(有)丸惣(以下、丸惣という。)の製品開発の取り組みについて報告する。丸惣はこれまで、主にホームユース向けのタンス等の箱物家具を取り扱ってきたが、生活様式の変化による箱物家具市場の縮小や、国外で製造した安価な輸入品等との競争の激化により、箱物家具では今後安定した収益が見込めない状況であった（工業統計調査票より算出した、たんすと木製棚・戸棚の平成30年度全国出荷額の合計額は平成14年度比で約48%減¹⁾²⁾）。新

規市場の開拓の必要性を感じていた丸惣は、以前オフィスの設計業務に携わった担当者の経験を聞いて、木製のスタイリッシュなオフィスデスクが市場にないことに着目した。そこで、丸惣は長年の箱物家具の製造で培った木材加工技術を生かして、木質材料を主な材料としサイズオーダーが可能という特徴を持つオフィス向けデスクを製品化できれば、オフィス家具市場を寡占するメーカーの製品との差別化が図れ、顧客を獲得できると考えた。2015年に丸惣は、装飾や凝った形状を排除し実用性とデザイン性を両立させた「シンプル」、「ミニマル」をコンセプトとする新しいオフィス家具ブランド「FIEL」（フィール）を立ち上げ、オフィス家具市場に向けた新製品開発に着手し、主力製品のFL1やFL3を代表とするオフィスデスク（写真1）を製造・販売している。



写真1 FIELのオフィスデスク

これらのオフィスデスクは、木製の天板と木製又は金属製の脚部から構成され、洗練された無駄のないシンプルなデザインが特徴であり、オフィス設計事務所等の顧客から好評を得ている。一方、オフィス設計者からは、オフィスでのデスクワークをサポートするデスクトップ周りの上質な小物製品が欲しいという要望があった。そこで、丸惣は本事業に参加することで、外部有識者の意見を取り入れてコンセプトを構築し、ターゲットを明確にした製品開発を実現できると考え、デスクトップ周りの小物の製品開発に取り組んだ。また、本事業に関わった製品開発グループおよびデザイン事業者は表1の通りである。

表1 製品開発グループとデザイン事業者

製品開発グループ	デザイン事業者
<ul style="list-style-type: none"> 九州産業大学 芸術学部 青木幹太教授 有限会社丸惣 インテリア研究所 	<ul style="list-style-type: none"> アハト株式会社

3-2 製品コンセプトの構築とデザイン事業者の選定

製品コンセプトの構築では、デスクトップ周りの小物の製品開発につながる丸惣の得意技術を確認し整理することからはじめた。その結果、長年に渡って、百貨店顧客向けの箱物家具の製造で培った、面材同士の接合面の隙間を限りなく小さく美しいラインを作る技術や、高級な木材を扱うノウハウおよび、高品質の塗料を用いた塗装技術等が挙がり、これらの技術をデスクトップ周りの上質な小物製品の開発に活用できることを確認した。続いて、デスクワークで問題となっている事等について、製品開発グループで検討した（写真2）。



写真2 製品開発グループによる打ち合わせの様子

具体的には、デスクトップ上では作業中に文具が散乱しがちであること、OA機器の配線が作業の邪魔になる等がデスクワークでの問題点として挙がり、これらの問題を解決する製品の必要性を確認した。以上の情報を整理して製品コンセプトを構築し、構築したコンセプトに基づいた下記に示す内容のデザイン仕様書を作成し、これを基にデザイン事業者を公募した。

〈デザイン仕様書の主な内容〉

○ターゲットとする購買層

- ・従前のオフィス什器に満足できない、独自性のあるオフィス什器を求める層
- ・デザイナーやエンジニア等、デザインに対する意識が高いクリエイター層
- ・設計事務所のオフィスデザイン設計者

○主な製品コンセプト

- ・「ありそうでなかった」、「自分が使いたい」をキーワードに、FIELの木製オフィスデスクや有名ブランドのワークチェアと調和すること

- ・FIELの上質なクオリティを持ち合わせること

- ・デスクトップのノート等の文具を分類し、OA機器の配線を整理できる等、デスクワークをサポートする機能を有すること

- ・木質材料を中心に金属や樹脂、ファブリック等を組み合わせ、デスク上で使用できるサイズであること
- 公募の結果、複数のデザイン提案の中から、オフィスでのデスクワークをサポートする拡張性のあるデスクマットの提案内容やオフィスや宿泊施設の室内空間のプロデュースに実績がある点が評価されたアハト（株）（福岡市）（以下、アハトという。）を選定した。

3-3 デザイン事業者によるデザインと製品化

製品開発グループは、デザイン案を洗練させるためには、デスクワークをサポートする製品についての具体的なニーズを調査する必要があると考えた。そこでアハトの提案より、数多くの大手企業のオフィス設計を手掛ける東京のオフィス設計事務所に対して、オフィス家具市場におけるトレンドや、デスクワークを含めたオフィスにおける作業をサポートする製品に対して、どのようなニーズがあるか等を聞き取る調査を実施した。調査結果を以下に示す。

〈主な調査結果〉

- ・大規模オフィスは、一括発注によるコスト削減を目的に、導入するオフィス家具を大手メーカー1社を選択し一括購入する
- ・オフィスの規模に関わらず、ゴミ箱（隠し）やホワイトボード、コートハンガー等はデザイン性に優れた製品がない
- ・オフィス家具は素材の選定と価格設定が重要である
当初、アハトのデザイン提案に沿って製品開発を進めていく予定であったが、これらの調査結果を踏まえて、本事業ではデスクトップ周りの小物製品ではなく、オフィス向けのゴミ箱を開発対象とした。オフィス向けのゴミ箱は、優れたデザインの製品が市場になく新たな需要を掘り起こせると考えたことや、小規模オフィスでも使用されること、丸惣の木材加工技術を活用できると考えたこと等が理由である。開発するゴミ箱のデザインの方向性を以下に示す。

〈調査結果に基づくゴミ箱の主な方向性〉

- ・本事業で開発するゴミ箱がターゲットとする購買層は、30人規模の小規模オフィスを手掛ける設計事務所とする

・樹脂製品は金型製作にコストがかかるため、使用する素材は木質材料、金属材料、繊維材料等とし、市場での競合する製品と競争できる価格帯（10万円以下）とする

製品開発グループとアハトは、これらの方向性に沿ってゴミ箱の意匠について検討し、デザインのブラッシュアップ作業を進めた。そして、アハトが複雑な面構成を持つゴミ箱のデザイン案を作成した（図2）。



図2 ゴミ箱のデザイン案(4体並べた図)

一般的な箱物家具は、面材同士は角度90°で接合されるが、デザイン案のゴミ箱は三角形や四角形からなる複数の面材が、様々な角度で組み合わせられる意匠となっている。丸惣は、この複雑な意匠を形にするため、異なる角度で接する面材同士の接合面の隙間を限りなく小さくして接合させる難しい技術課題を試作を重ねることで解決し、ゴミ箱を試作した。続いて、試作品のゴミの投入口の形状やゴミ袋を取り付ける仕組みの改良を行った。そして、丸惣は木質材料を用いて特徴的な意匠を実現したスタイリッシュなゴミ箱「o-Ne（オネ：製品側面の意匠が、切り立った山脈の尾根を連想させることから名付けられた）」の製品化を実現した（写真3、写真4）。「o-Ne」は、FIELの主力製品であるオフィスデスクと調和する点や、単体でも複数台並べても、空間を引き立てる意匠となっている点の特徴である。



写真3 o-Neの外観（単体での設置）



写真4 o-Neの外観（複数台並べての設置（左）、ゴミの投入口（右））

4 まとめ

丸惣は、本事業に参加し製品開発グループの協力を得て、自社の得意技術や市場のニーズを把握して製品コンセプトを構築し、アハトにデザインを担わせることで「o-Ne」を製品化した。「o-Ne」は、自社の強みを生かした他にはない製品となり、現在、福岡県内および首都圏のインテリアショップ等の実店舗での販売のほか、オンラインショップでの販売も行っている。今後は、本事業で聞き取り調査を行った東京のオフィス設計事務所のコネクション等を活用し、全国に向けた営業展開を図っていく予定である。全国のオフィスに「o-Ne」が導入され、丸惣およびFIELの名が広くに認知されていくことで、丸惣のブランド力が向上していくことを期待したい。

5 参考文献

1) 経済産業省：工業統計表 平成19年 概要版
(2007) (オンライン)

<https://www.meti.go.jp/statistics/tyo/kougyo/result-2/h19/gaiyo/index.html>

2) 経済産業省：工業統計表 平成29年 概要版
(2017) (オンライン)

<https://www.meti.go.jp/statistics/tyo/kougyo/result-2/h29/gaiyo/index.html>

福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業における製品開発事例(その2) -丸仙工業オリジナルシステムキッチンの開発-

石川 弘之*1 西村 博之*1 隈本 あゆみ*1 青木 幹太*2 田中 智範*3 飯田 真生*3
吉本 高広*4 新関 ゆき枝*5

The Project with which it's Supported to Improve the Furniture Branding The Example Product Development by The Project with which its Supported to Advance The Product Planning capability Part2

-The Product Development of Original System Kitchen by Marusen-Kogyo-
Hiroyuki Ishikawa, Hiroyuki Nishimura, Ayumi Kumamoto, Kanta Aoki, Tomonori Tanaka, Masaki Iida,
Takahiro Yoshimoto and Yukie Shinseki

(株)丸仙工業は、主に食器棚等の箱物家具が主力製品であるが、住宅様式の変化等で箱物家具の需要は減少している為、箱物家具を開発してきたノウハウ等をベースに、システムキッチン市場への参入を試みている。しかし、当市場は大手メーカーのシェアが大きく新規参入にはこれらメーカーと差別化できる製品の開発が必要である。そこで、丸仙工業は外部からの意見を取り入れてコンセプトを構築し、ターゲットを明確にした製品開発が期待できる「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業」に参加し新製品開発に取り組んだ。本事業において、丸仙工業は天然木の無垢材をふんだんに用いる等のコンセプトを構築し、コンセプトに基づくデザインの具現化を(株)デザインアークに担わせ、「丸仙工業オリジナルシステムキッチン」を開発し製品化した。

1 はじめに

本報では、「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業」(以下、本事業という。)に参加した(株)丸仙工業(以下、丸仙工業という。)の製品開発の取り組みを報告する。本事業の目的や概要については、令和2年度研究報告掲載「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業における製品開発事例(その1)」内の「1 はじめに」におよび、「2 方法」を参照していただきたい。また、本事業に関わった製品開発グループおよびデザイン事業者は表1の通りである。

表1 製品開発グループとデザイン事業者

製品開発グループ	デザイン事業者
・九州産業大学 芸術学部 青木幹太教授 ・株式会社丸仙工業 ・インテリア研究所 ・株式会社健康住宅	・株式会社デザインアーク

- *1 インテリア研究所
- *2 九州産業大学 芸術学部
- *3 (株)丸仙工業
- *4 (株)健康住宅
- *5 (株)デザインアーク

2 事業の取り組み内容

2-1 製品開発の目的

丸仙工業は、主に食器棚等の箱物家具を主力製品として取り扱っているが、住宅様式の変化や国外の安価な製品との競争激化等によって、国内の箱物家具の需要は年々減少の一途を辿っている(工業統計調査票より算出した、たんすと木製棚・戸棚の平成30年度全国出荷額の合計額は平成14年度比で約48%減^{1) 2)})。そこで、丸仙工業は長年培った箱物家具の開発・製造技術や施工現場での造作家具の据付・施工のノウハウ、建築分野の知識や経験を生かして、ユーザーの細かなニーズに対応するシステムキッチンの開発に着手し、この市場での収益を高めることで新たな事業の柱にしたいと考えている。

システムキッチン市場は、大手メーカー4社が全体の計85%のシェアを占めて³⁾いる。そのため、当該市場に新たに参入するためには、製品の素材やデザイン等に特徴を持たせた、これらメーカーの製品と差別化できる製品の開発が必須である。そこで、丸仙工業は本事業に参加することで、外部の有識者からの意見を

取り入れてコンセプトを構築し、購買者のターゲットを明確にした製品開発を実現できると考え、丸仙工業オリジナルのシステムキッチンの開発に取り組んだ。

2-2 製品コンセプトの構築とデザイン事業者の選定

製品コンセプトの構築では、システムキッチンの開発につながる丸仙工業の得意技術や自社製品の特徴を確認し整理する作業からはじめた。そこでは、丸仙工業の持つ、箱物家具の美しいラインを保ちつつ十分に強度のある構造で部材同士を接合できる独自の「Vカット」技術（写真1）や、1 mm単位のサイズオーダーを実現する高精度の木質材料加工技術、及び箱物家具のサイズやカラー、材料等をweb上で簡単にオーダーできる自社開発したシステム「収納ソムリエ」⁴⁾、造作家具を現場で施工できる点等が自社の特徴として挙げられ、これらの技術を活かせるコンセプトの構築に取り組んだ。



写真1 Vカット技術による部材の接合面

続いて、福岡市近郊を営業拠点とする地場ハウスメーカーである(株)健康住宅の開発担当者を外部有識者として招き、キッチン空間のトレンドや顧客ニーズ等に関しての以下の情報を得た。また、以下を含めた本文中に示されているシステムキッチンの各部の名称⁵⁾については、図1を参照していただきたい。

- ・DIY (Do It Yourself の略語で、自分で家具を作ったり、家を修理したりする事) が認知されユーザー自らが天然木等の材料を入手して造作家具等を作る事も身近なものになっており、システムキッチンも「手作り感」を醸し出したラフな仕上げが人気であること
- ・ダイニングテーブルとフロアキャビネットを並べて配置するレイアウトを選択する場合が多いこと

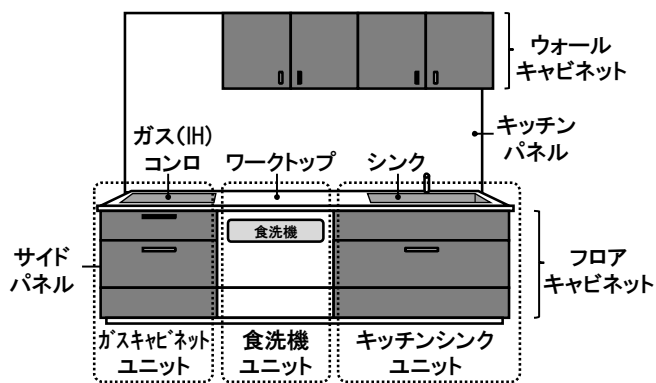


図1 システムキッチン本体の各部の名称

- ・製品によってサイズが異なるガスコンロや食洗機等のビルトイン家電は、ユーザーが好みの製品を指定する機会が多いため、これらを格納する各ユニットは、サイズオーダーへの対応が必要であること
- 製品開発グループは、大手メーカーの製品と差別化できる具体的な仕様を検討しコンセプトに盛り込むことを目的として、システムキッチンの開発に関する丸仙工業の得意技術と大手メーカーの技術を比較し、以下のように整理した。

<丸仙工業>

- ・天然木の無垢材の加工を得意とし、高級な材を含む多くの樹種から選択が可能である
- ・「収納ソムリエ」を用いる事で、システムキッチンを構成する各ユニットのサイズやカラー等のオーダーが可能である
- ・造作家具等の現場での施工が可能である
- ・フロアキャビネットやウォールキャビネットは、Vカット技術を用いることで、高い強度と面材同士の美しい接合ラインを持たせることが可能である

<大手メーカー>

- ・天然木は一部のハイエンドモデルのみに採用され、選択できる樹種も限られる
- ・工場での生産性を重視しているため、サイズは規格化されている数種類のサイズからしか選択できない
- ・工場で製造された製品を現場で据付けるのが一般的で、造作家具等の現場施工は実施していない

以上を踏まえて、製品開発グループでアイデアや意見を出し情報を整理して、コンセプトを構築した。構築したコンセプトを基に下記に示す内容のデザイン仕様書を作成し、デザイン事業者を公募した。

<デザイン仕様書の主な仕様>

○ターゲットとする購買者

システムキッチンには現場での施工を伴う点や、購入後のトラブル等発生時に迅速に対応できる等、きめ細やかなサービスを行いたいという丸仙工業の意向を踏まえ、まずは地場の建築関連業者を購買者のターゲットとし、販売実績を積み重ねることとした。

- ・福岡県内を拠点とする地場ハウスメーカー
- ・マンションのリノベーションを行っている業者
- ・一般住居の設計を行う設計事務所

○主な製品コンセプト

- ・丸仙工業が自社開発した、ユーザーがweb上で箱物家具のサイズや材料等をオーダーできるシステム「収納ソムリエ」を活用して、キッチンシンクユニット、食洗機ユニット等を自由に選択し組み合わせることでシステムキッチンを構成することができること
- ・ダイニングテーブルの天板とシステムキッチン本体をつなげて一体化させた構造とすること
- ・フロアキャビネットおよびウォールキャビネットの収納扉やダイニングテーブルの天板に無垢の木材をふんだんに用いること
- ・木材の経年変化を楽しむナチュラル志向の顧客のニーズに対応できる仕上げとすること

公募の結果、複数のデザイン提案の中から、丸仙工業の木質材料加工技術が十分に活用できるオリジナリティの高い提案内容（図2）と、全国のマンションや一般住居、施設の空間の設計に実績が評価された大和ハウス工業（株）（以下、大和ハウスという。）グループの（株）デザインアーク（以下、デザインアークという。）（大阪市）を選定した。



図2 デザインアークの提案内容

2-3 デザイン事業者によるデザインと製品化

製品開発グループとデザインアークは、デザインアークの提案内容に基づいてシステムキッチンのデザイ

ン全般について検討を重ね、主に以下の点に配慮してデザインのブラッシュアップ作業を進めた。

■天然木の無垢材の加工や、造作家具等の現場施工に対応できる丸仙工業が造るオーダー可能なシステムキッチンという特徴を前面に押し出す
(対応する具体的なデザイン案)

- ①「収納ソムリエ」を用いて、キッチンシンクユニット、食洗機ユニット等、システムキッチンを構成する各ユニットを自由に組み合わせ、顧客の幅広いニーズに対応できるようにする
- ②フロアキャビネットやウォールキャビネットの収納扉および、システムキッチン本体と一体化したダイニングテーブルの天板にはウォルナットやホワイトオーク等の天然木の無垢材をふんだんに用いる
- ③ワークトップやサイドパネル等には、複雑な形状にも成形可能であり、加えて現場での施工が必要となるイタリアのサンマルコ社が新たに開発した塗り壁材「コンティニューオ」⁶⁾仕上げとする

■細やかな気配りが見えるようにする
(対応する具体的なデザイン案)

- ④システムキッチンの壁面にオイルや調味料等のキッチンツールを置く場所を作る
 - ⑤ウォールキャビネットの底面には、清潔で手入れが簡単な金属製のポールを取り付け、タオルを掛けたり、S字フックを使って調理器具を吊り下げたりする等、ユーザーの発想で自由に使えるようにする
- 上記の点を反映させたデザイン案を図3に示す。また、図3には示されていない①、④についても、以下の通り対応したデザイン案となっている。

①：各ユニットを自由に組み合わせることが可能

④：キッチンパネルに無垢材の棚板を取り付けるなどして、キッチンツールを収納可能

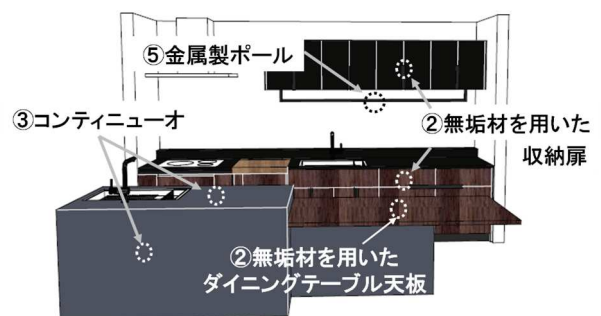


図3 システムキッチンのデザイン案

丸仙工業は、デザイン案を基に以下の特徴を持つシステムキッチンを製品化した。

- ・ウォルナット等の天然木の無垢材を各キャビネットの収納扉やダイニングテーブルの天板にふんだんに採用する
- ・現場施工が必要なため、大手メーカーの製品にはこれまで採用されていない塗り壁材「コンティニューオ」をワークトップやサイドパネル等に採用する
- ・収納ソムリエで自由に組み合わせやサイズ等のオーダーが可能である
- ・Vカット技術を用いることで、高い強度と面材同士の接合の美しいラインを持つフロアキャビネットとウォールキャビネットを実現する

3. まとめ

丸仙工業は、本事業に参加し製品開発グループの協力を得て、自社の得意技術や市場のニーズを把握して製品コンセプトを構築し、デザインアークにデザインを担わせることで、丸仙工業オリジナルのシステムキッチンの製品化を実現した。

開発後、大川での家具展示会への出展する等の営業活動を行い、健康住宅のモデルハウスへの納品（写真2、写真3）や、リノベーションマンション物件への納品を行った。今後は、健康住宅等の地場ハウスメーカーでの販売実績を積み上げ、本事業で繋がりができた大和ハウスグループのコネクション等も活用し、関東圏等を中心にさらに全国に向けた営業展開を図っていく予定である。地場ハウスメーカー等に加えて全国規模の企業が施工する住宅にシステムキッチンが導入され、丸仙工業の名が全国に認知されていくことで、会社のブランド力が向上していくことを期待したい。



写真2 モデルハウスに納入したシステムキッチン



写真3 モデルハウスに納入したシステムキッチン
(キッチンシンク周り)

4 参考文献

- 1) 経済産業省：工業統計表 平成14年 品目編 (2002) (オンライン)
<https://www.meti.go.jp/statistics/tyo/kougyo/result-2/h14/kakuho/hinmoku/index.html>
- 2) 経済産業省：工業統計表 平成30年 品目編 (2018) (オンライン)
<https://www.meti.go.jp/statistics/tyo/kougyo/result-2/h30/kakuho/hinmoku/index.html>
- 3) リフォーム産業新聞 1097号(2013/11/9発行 15面) (オンライン)
<https://www.reform-online.jp/story/3698.php>
- 4) 株式会社丸仙工業ホームページ 「収納ソムリエ」 (オンライン)
<https://www.marusen-k.jp/case-category/s-sommelier>
- 5) 渡辺優：図解インテリアワードブック, pp. 46 (1996)
- 6) 株式会社オンザウォールホームページ 「サンマルコ社 コンティニューオ」 (オンライン)
<https://sanmarco.jp.wordpress.com/2018/01/30/コンティニューオ/>

福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業における製品開発事例(その3) -自社技術を活用した新たなダイニングセットの開発-

石川 弘之*1 西村 博之*1 隈本 あゆみ*1 青木 幹太*2 辻 直幸*3 渡部 浩行*4

The Project with which it's Supported to Improve the Furniture Branding The Example Product Development by The Project with which its Supported to Advance The Product Planning capability Part3

-The Product Development of New Diningset which its Utilized In-house technology-

Hiroyuki Ishikawa, Hiroyuki Nishimura, Ayumi Kumamoto, Kanta Aoki, Naoyuki Tsuji and Hiroyuki Watabe

(株)辻製作所は、ダイニングチェアやダイニングテーブル等の脚物家具を主力製品としている。今後、国内の家具市場の縮小が予測される中、(株)辻製作所は既存の自社製品と比してワンランク上の価格帯の製品を新たに開発し、安定した収益を確保する事が必要と考えた。そこで、(株)辻製作所は外部からの意見を取り入れコンセプトを構築し、ターゲットを明確にした製品開発が期待できる「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業」に参加し、製品開発に取り組んだ。(株)辻製作所は、自社の製品や保有技術の分析等を行う事でコンセプトを構築し、ファニチャーデザインにデザインを担わせ「クラシック」、「エレガント」の両スタイルをウインザー様式(古い英国の家具様式)で表現したダイニングチェアとダイニングテーブル「GEORGE」を開発し製品化した。

1 はじめに

本報では、「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業」(以下、「本事業」という。)における(株)辻製作所(以下、「辻製作所」という。)の製品開発の取り組みを報告する。本事業の目的や概要については、前報「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業における製品開発事例(その1)」を参照していただきたい。また、本事業に関わった製品開発グループおよびデザイン事業者のメンバーは表1の通りである。

2 事業の取り組み内容

2-1 製品開発の目的

辻製作所は、主にシンプルな直線や柔らかな曲線をデザインの基調とする「北欧スタイル」や「和モダンスタイル」のダイニングチェアやダイニングテーブル(以下、「ダイニングセット」という。)等の脚物家具を主力製品として取り扱っている。ダイニングチェアは3万円前後、ダイニングテーブルは10万円前後の価格で、主に全国の大規模家具小売店にて販売している(図1)。

表1 製品開発グループとデザイン事業者

製品開発グループ	デザイン事業者
<ul style="list-style-type: none"> ・九州産業大学 芸術学部 青木幹太教授 ・株式会社辻製作所 ・インテリア研究所 	<ul style="list-style-type: none"> ・ファニチャーデザイン



図1 辻製作所の「北欧スタイル」、
「和モダンスタイル」の主力製品

*1 インテリア研究所
*2 九州産業大学 芸術学部
*3 (株)辻製作所
*4 ファニチャーデザイン

辻製作所は、今後縮小していくことが予測される国内の家庭用家具の市場¹⁾の中で、今後も安定した収益

を確保するため、新たな製品を開発し、製品のラインアップを拡充させることが必要であると考えている。具体的には、数値制御によって木材を任意の形状に加工できる NC 加工技術や、熟練の技術を要するろくろ加工技術といった自社の木材加工技術を活かして、これまで自社製品がターゲットとしていた層とは異なる層に訴求できる、自社の既存製品よりもワンランク上の価格帯の新しい製品を開発することである。しかし、辻製作所はワンランク上の価格帯の製品を開発するには、どのような製品コンセプトを構築すれば良いか分からない状況であった。そこで、辻製作所は本事業に参加することで、外部の有識者からの意見を取り入れてコンセプトを構築し、ターゲットを明確にした製品開発を実現できると考え、新たなダイニングセットの開発に取り組んだ。

2-2 製品コンセプトの構築とデザイン事業者の選定

製品開発グループは、自社の既存製品よりもワンランク上の価格帯という基本的な要件につながるコンセプトを構築することを念頭に置いて、製品コンセプトの構築に着手した。はじめに、製品開発グループでダイニングセットの開発につながる辻製作所の既存製品の特徴を確認し、整理する作業から始めた。製品開発グループは、自社製品の特徴を把握するため、「縦軸：軽快な-重厚な、横軸：クラシカル-モダン」等の独立した2軸の要素からなるポジショニングマップを複数作成し、辻製作所の製品の特徴を分析した。その結果、辻製作所の製品の基本的なデザインは、軽快かつ普遍的でシンプルなデザインが特徴であることが分かった。また、辻製作所の製品は「北欧スタイル」や「和モダンスタイル」を基本として、製品のデザインを少しだけ変化させながら製品ラインアップを増やしていく製品展開を行っている事も確認できた。本事業で開発するダイニングセットも、この様な製品展開の方法を踏襲したいという辻製作所の意向を踏まえ、現行商品群から少しだけデザインの方向性を変化させたスタイルを取り入れる事とした（図2）。

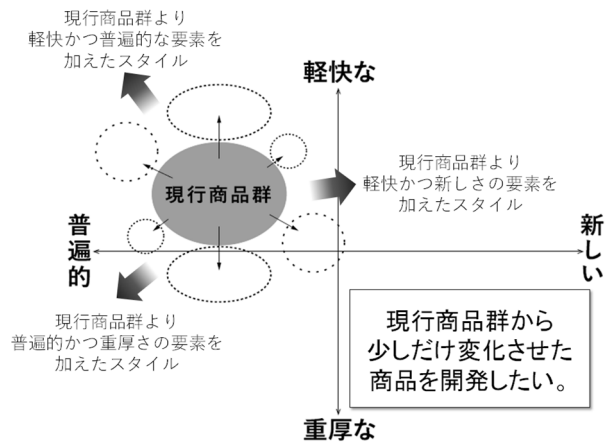


図2 自社製品の特徴とデザインの方向性を少し変化させたスタイルを示した図

続いて、開発する製品に取り入れるスタイルは、辻製作所より示された現在のトレンドとなっている「北欧」、「クラシック」、「エレガント」、「ロフト、ラステイック」、「インダストリアル、異素材ミックス」の5つスタイルの中から検討し選択する事とした。その結果、本事業で開発する製品のスタイルは、「北欧スタイル」や「和モダンスタイル」からは大きくデザインを変えずに、少し異なる方向性を打ち出せると考えた「クラシック」と「エレガント」の両方のスタイルを取り入れたものにする事にした。これらのスタイルを選択した理由は、各スタイルが持つ以下に示す特徴について、辻製作所の木材加工技術でも表現できる特徴であると考えたからである。

- ・クラシックスタイル：ウォルナット材等の重厚感のある濃色の無垢材を用い、曲線形状や昔ながらの装飾が施されている点が特徴
- ・エレガントスタイル：すっきりとした柔らかな曲線形状が主で直線的要素は控えめである点が特徴

また、ターゲットのメインとなる購買層は、30～40歳代を中心とした新築戸建て・新築マンション購入層や、60歳代以上のリフォームを行う層とし、その中でも高価格帯のダイニングセットを求める層とした。販路については、高価格帯の家具を取り扱うインテリアショップでの販売をメインの販路とし、加えて主要販路である全国の大規模家具小売店やインターネットでの販売も想定することとした。このようなインテリアショップでは、販売員が顧客に対して製品に使用される素材や製品の意匠等について、大規模家具小売店に比べて細かく丁寧に説明することで製品の魅力を伝

え、販売につなげるのが特徴である。そのため、開発するダイニングセットは、ウォルナット材等の高級な天然木の無垢材を使用して、木材の素材感が感じられる仕上げとする事や、部材毎に樹種を選択可能とする事で、製品の魅力を表現する事とした。

以上を踏まえて、製品開発グループで検討を重ね、製品コンセプトを構築した。構築したコンセプトを基に下記に示す内容のデザイン仕様書を作成し、これに基づきデザイン事業者を公募した。

〈デザイン仕様書の主な仕様〉

○ターゲットとする販路や購買層

- ・全国のインテリアショップや大規模家具小売店等での販売を想定
- ・30～40歳代を中心とした新築戸建て・新築マンション購入層や、60歳代以上のリフォームを行う層

○主な製品コンセプト

- ・「クラシックスタイル」, 「エレガントスタイル」を取り入れたデザインとすること
- ・無垢の木材の素材感が感じられるデザインとすること
- ・ウォルナット材, オーク材, メープル材, チェリー材といった高級な天然木の無垢材を使用し, 部材毎に樹種を選択可能とすること

公募の結果、複数のデザイン提案の中から、「クラシックスタイル」, 「エレガントスタイル」を、古い英国の家具の様式の一つであるウィンザー様式を取り入れることで表現したダイニングセットの提案内容（図3）や、熱海 MOA 美術館の能楽堂向けの観客席（図4）等のデザインの実績がある点が評価されたファニチャーデザイン（熊本市）を選定した。

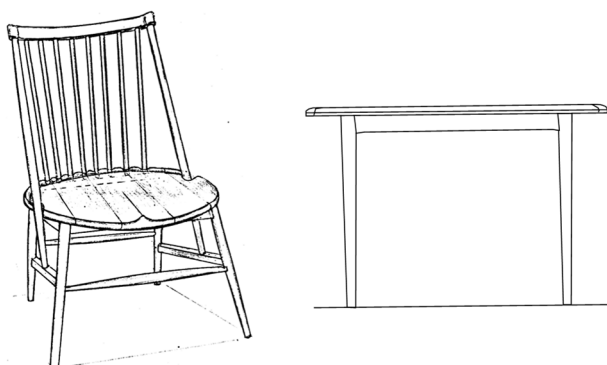


図3 ファニチャーデザイン提案のダイニングセット



図4 熱海 MOA 美術館能楽堂の観客席

2-3 デザイン事業者によるデザインと製品

製品開発グループとファニチャーデザインは、共にファニチャーデザインの提案内容に基づいてダイニングセットのデザイン全般について検討を重ね、デザインのブラッシュアップ作業を進めた。そして、辻製作所は、以下の特徴を持つダイニングセット「GEORGE（ジョージ）」（18～19世紀にかけての英国の家具様式のジョージアン様式を由来とする）を製品化した（写真1, 2）。

- ・ろくろ加工技術を用いて、ウィンザー様式の特徴である複数の細いスポーク形状の背柱や、中央から端部に向かって絞った意匠の脚部等によって、「クラシックスタイル」, 「エレガントスタイル」を表現した点
- ・NC加工技術を用いて、座面の側部や後部を凹凸の形状に加工し、凹部を複数の背柱が貫く組み立ての難易度が高い構造とした点
- ・ウォルナット材やオーク材等の高級な天然木の無垢材を用い、部材毎に樹種を選択できる点
- ・表面はオイル塗装として素材感を感じることができるとした点
- ・ダイニングテーブルは、脚部の形状をダイニングチェアの脚部と同様の意匠とし、同一の樹種を採用することで一体感を持たせた点（写真3）



写真1 ダイニングセット「GEORGE」



写真2 ダイニングチェアの複雑な形状の
座面と座面を貫く背柱



写真3 同じ意匠を採用した脚部

3. まとめ

辻製作所は、本事業に参加し製品開発グループの協力を得て、自社の木材加工技術や自社製品の特徴等を把握して製品コンセプトを構築し、ファニチャーデザ

インにデザインを担わせることで、ダイニングセット「GEORGE」を製品化した。辻製作所は、自社製品にこれまでなかった新しいスタイルを持つ「GEORGE」を開発したことで、辻製作所の既存製品より高い価格帯の製品を加えてラインアップを拡充させる事ができた。

開発後、首都圏で開催される家具展示会等へ出展し、ダイニングチェア10万円程度、ダイニングテーブル12万円程度の価格設定で、高価格帯のダイニングセットへの需要がある層に対して販売を予定している。また、辻製作所の既存製品よりも高い価格帯の家具を求める層にも「GEORGE」を通じて辻製作所の製品の魅力が認知されていくことで、辻製作所のブランド力が向上していくことを期待したい。

4 参考文献

- 1) 株式会社矢野経済研究所：矢野経済研究所ホームページ(オンライン)

https://www.yano.co.jp/pressrelease/show/press_id/2260

マグネシウム合金へのリン酸型化成処理における前処理

古賀 弘毅^{*1} 中野 賢三^{*1} 蔭山 和宏^{*2} 御船 隆^{*2} 津田 翔太^{*3} 廣瀬 友典^{*3}

Pretreatment for Phosphoric Acid Type Chemical Conversion Treatment on Magnesium Alloy

Hiroki Koga^{*1}, Kenzo Nakano^{*1}, Kazuhiro Kageyama^{*2}, Takashi Mifune^{*2}, Shota Tsuda^{*3}
and Tomonori Hirose^{*3}

マグネシウム合金のチクソモールド法やダイカスト法による成形品について、化成処理を行うための前処理方法を検討した。前処理工程の組み合わせを検討した結果、「ショットブラスト」→「脱脂」→「酸洗」→「デスマット」の順に処理することにより、試料表面の酸化物および離型剤等の汚染物を除去できた。また、表面に露出するβ相も除去可能であり、素地の表面近傍はほぼマグネシウムリッチなα相単一に調整することができた。前処理工程の諸条件を最適化したところ、「ショットブラスト」を複数方向から照射すること、また、「酸洗」→「デスマット」を二回繰り返す処理（ダブル酸洗）が塗装密着性の向上に大きな効果を示した。

1 はじめに

マグネシウム合金は実用金属中最軽量、かつ高い比強度を有することから自動車等の軽量化等に有用であり、今後、需要の拡大が期待される材料である¹⁾。一般社団法人日本マグネシウム協会によれば、国際マグネシウム協会の調査結果を引用して、今後、マグネシウム合金の自動車等への採用が本格化し、2025年までには世界のマグネシウム需要が倍増するとしている²⁾。耐食性に劣るマグネシウム合金は、通常、塗装仕上げとなるため、塗装密着性を向上させる下地処理が必要であり、低コストな化成処理が広く行われている³⁾。化成処理は処理剤に浸漬するだけで品物表面に化学的に安定な被膜を形成できるため、形状の複雑な成形品等への処理に適している。ただし、成形品の表面は成形時に付着した離型剤や酸化被膜等で汚染されており、適切な化成処理を行うためにはこれらの汚染を除去する前処理が必要不可欠である。マグネシウム合金の前処理については公開されている文献が少なく、各処理のメカニズムが十分理解されているとは言い難い。

本研究では、マグネシウム合金成形品への化成処理のための前処理方法を検討した。また、最も一般的なリン酸型化成処理について成膜機構を検討したので報告する。

2 実験方法

2-1 試料および試薬

試験片にはマグネシウム合金AZ91Dのチクソモールド法による射出成形品を使用した。組成表を表1に示す。射出成型品は場所によって金属組織や表面状態が異なることがあるため、全てゲート側の面を選んで試験に用いた。前処理に使用した薬品は全て試薬特級品を使用した。化成処理剤は当センターと(株)正信が共同開発した高耐食性化成処理剤N3000⁴⁾を使用した。化成処理剤の組成と処理条件を表2に示す。

表1 AZ91D組成表

成分名	Al	Zn	Mn	Si	Mg
重量%	8.8	0.70	0.16	0.02	Bal.

表2 化成処理剤組成と処理条件

項目	内容
組成	50 g·dm ⁻³ N3000化成処理剤
処理条件	pH 3.0 (NaOH, H ₃ PO ₄ で調整) 浴温: 35 °C
処理時間	3 min

2-2 前処理方法の検討

前処理方法は現在、最も一般的と思われる処理を基本として検討した。処理フローを図1に示す。また、検討した各処理の概要を表3に示す。

*1 機械電子研究所

*2 (株)正信

*3 ネクス(株)

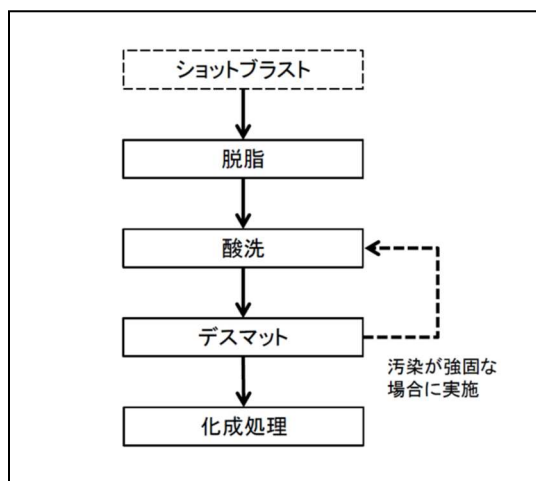


図1 前処理フロー図

表3 検討した前処理方法

方法	内容
ショットブラスト	1 mm前後の垂鉛粒子の投射
脱脂	(浴組成) 200 g・dm ⁻³ NaOH (条件) 浴温:80 °C, 時間: 5 min
酸洗	(浴組成) 100 g・dm ⁻³ NH ₄ F・HF 150 g・dm ⁻³ H ₃ PO ₄ (条件) 浴温:40 °C, 時間: 1 min
デスマット	(浴組成) 200 g・dm ⁻³ NaOH (条件) 浴温:80 °C, 時間: 5 min

2-3 塗装密着性評価

前処理の諸条件を変化させた化成処理品の塗装密着性試験を行った。塗料にはアクリルウレタン系の熱硬化性樹脂塗料を用い、塗装条件は実製品と同等（1 コート，膜厚 15 μm，焼き付け条件：160 °C，30 min）とした。塗装密着性は 100 マス基盤目試験で評価した。さらに塩水環境における塗装密着性を評価するため、クロスカットを入れた塗装試料について 72 時間の中性塩水噴霧試験（JIS Z2371）を行い、その後、テープ剥離試験を行った。試験条件を表 4 に示す。

表4 塗装密着性評価方法

項目	内容
一次密着性	100マス基盤目試験
二次密着性	恒温恒湿試験(温度50 °C, 湿度98 %, 時間:120 hr)後, 100マス基盤目試験
耐塩水試験	72 hrの中性塩水噴霧試験後, クロスカット部の外観観察及びテープ剥離試験

2-4 試料表面の分析

各前処理工程で得られた試料表面および化成被膜の観察にはX線分析装置付き走査型電子顕微鏡（日本電子製JSM-7001F型）（以下，「SEM-EDX」という。）を使用した。断面試料の作製にはクロスセクションポリッシャー（日本電子製IB-09010CP）を使用した。試料表面から深さ方向の元素分析にはグロー放電発光分析装置（堀場製作所製JY-5000RF型）（以下，「GD-OES」という。）を使用した。

3 結果

3-1 マグネシウム合金成形品の表面汚染状態

マグネシウム合金成形品の表面をGD-OESにより分析した結果を図2に示す。試料は表面には約50 nmの酸化物層が存在し，最表面には離型剤由来と思われる炭素とケイ素が検出されている。これらの汚染物が存在すると化成反応を阻害し，化成被膜の形成不良が生じることから，塗装時に十分な密着性が得られず膨れや剥離を生じるため，適切な前処理により除去する必要がある。

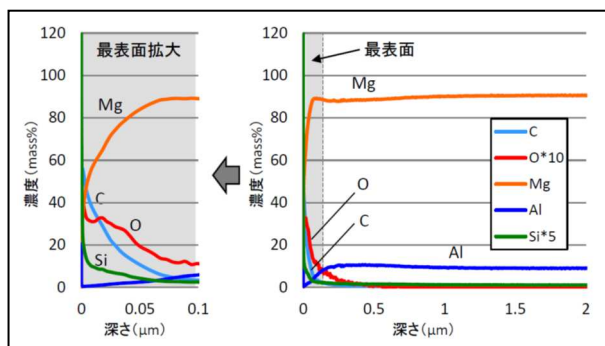
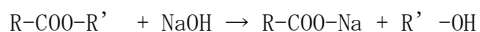


図2 マグネシウム合金成形品のGD-OESによる深さ方向分析結果

3-2 前処理における化学反応の考察

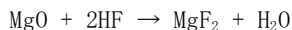
化学的前処理を「脱脂」→「酸洗」→「デスマット」の順で実施した場合を想定し，各処理の表面反応を考察した。

「脱脂」では，アルカリのケン化作用により付着した油脂を除去する。マグネシウム合金は強アルカリ溶液中では表面に安定な水酸化マグネシウムを形成するため，素地のエッチングを抑制した脱脂が可能である。

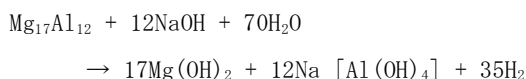
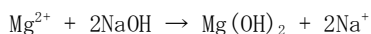


※R, R' はアルキル基

「酸洗」では、酸による酸化層の除去を目的としている。なお、含有するフッ化物イオンがマグネシウム素地と反応し、表面に安定なフッ化マグネシウムを形成することから過剰なエッチングを抑制することができる。



「デスマット」では、酸洗で露出した金属間化合物（β相：Mg₁₇Al₁₂）を除去することを目的とする。強アルカリ性で処理することにより、アルミリッチなβ相が溶解し、表面近傍の素地はほぼマグネシウム主体のα相となる。最表面は「脱脂」と同様に水酸化マグネシウムの被膜が形成される。



3-3 前処理における各工程の断面観察

前項の化学的前処理の冒頭に「ショットブラスト」を追加し、各工程後の試料表面の断面を観察した。SEM像を図3に示す。

「成形後」は最表面に黒色のコントラストで表され

る汚染層が表面全体に分布した。また、表面近傍の素地にβ相が表面に露出していることが確認された。

「ショット後」は「成形後」と比べて表面が平滑化され、表面に付着した汚染物の除去に有効であった。

「脱脂後」では最表面に被膜が形成され、SEM-EDXによる元素分析の結果、マグネシウムを主成分とした酸化層または水酸化層であることが確認された。なお、GD-OESによる分析では表面炭素濃度の低減を確認した。また、露出したβ相の一部には小さなピットが確認され、アルカリ溶液によりβ相の一部がエッチングされたものと考えられた。

「酸洗後」では最表面に膜が形成されており、元素分析の結果、フッ化物であることが確認された。なお、「脱脂」で見られたβ相のピットが大きくなっており、酸洗でエッチングが進んだものと考えられる。

「デスマット後」では、露出β相は完全に消失しており、試料表面はマグネシウム水酸化物の層に覆われた。これにより素地の表面近傍はほぼα相単一となり、均一な化成被膜を得られやすい条件が整ったと考えられ、前項の考察どおりの結果となった。

「化成処理後」では、表面に約1μmの被膜が均一に形成されていることが確認された。元素分析の結果、被膜構成物質は化成処理液成分のリン酸塩であった。

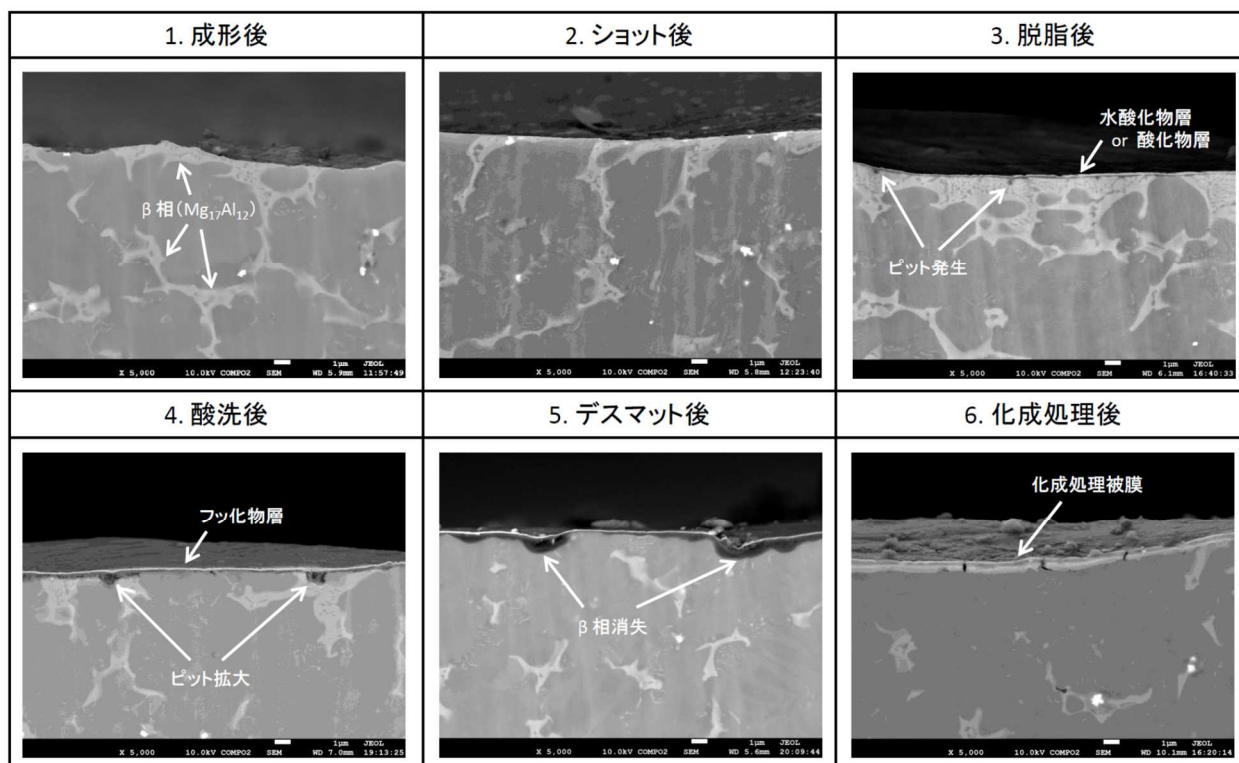


図3 マグネシウム合金の前処理工程における各段階の最表面断面のSEM像

表5 前処理条件および塗装厚みを変化させた塗装密着性試験結果

		A	B	C	D	E	F
作製条件	ショットブラスト	30秒×2方向			15秒×4方向		
	化学的前処理	シングル酸洗	ダブル酸洗	シングル酸洗	シングル酸洗	ダブル酸洗	シングル酸洗
	化成処理時間	180秒			180秒		
	塗装厚み	15μm	15μm	25μm	15μm	15μm	25μm
密着性評価	1次密着性	○	○	○	○	○	○
	2次密着性	○	○	○	○	○	○
	SST 72hr	○	○	×	○	○	○
	SST 240hr	×	○	×	○	○	×

※SST: 中性塩水噴霧試験 (JIS Z2371)

※○: 合格, ×: 不合格

3-4 塗装密着性

前処理条件, 化成処理条件, ならびに塗装条件を変化させて塗装密着性試験を行った結果を表5に示す。

「ショットブラスト条件」, 「化学的前処理条件」 「塗装厚み」を変化させて比較した。1次密着性, 2次密着性については剥離がないこと, 耐塩水試験については試験後のテープ剥離試験にてクロスカット部分から剥離がないことを合格の条件とした。化成処理時間は180秒で固定した。結果から, ショットブラスト条件が2方向よりも4方向の方が安定すること, また, 化学的前処理では「脱脂」後の「酸洗」と「デスマット」を二回繰り返す処理 (以下, 「ダブル酸洗」という。) を行うと優れた密着性を示すことが明らかとなった。ショットブラストは研削材の投射方向によって当たらない面ができるため, できるだけ多方面から投射することが望ましいと考えられる。一方, 化学的前処理ではダブル酸洗が有効であったことから, 表面汚染が強固な場合, 各工程一回の処理 (シングル酸洗) では不十分であり, ある程度素地のエッチングができるダブル酸洗が必要であったと考えられる。

4 まとめ

マグネシウム合金成形品への化成処理のための前処理方法について検討した結果, 以下の知見を得た。

- ・亜鉛粒子によるショットブラストは試料表面が平滑化され, 付着汚染物の除去に有効であった。
- ・脱脂では, 表面炭素成分の低減が確認され, 水酸化物被膜の形成が確認された。また, 露出β相の一部にピットが確認された。

- ・酸洗では, 脱脂で生成した水酸化物被膜は消失し, フッ化物からなる被膜の形成が確認された。また, 脱脂で見られたピットの拡大が見られた。
- ・デスマットでは, 露出β相が完全に消失し, 表面全面が水酸化物被膜で覆われた。
- ・「ショットブラスト」→「脱脂」→「酸洗」→「デスマット」の組み合わせで処理した試験片について化成処理したところ, ショットブラストについては複数方向から研削材を投射したもので, 化学的前処理では「脱脂」後の「酸洗」→「デスマット」を2回繰り返す「ダブル酸洗」したものが優れた塗装密着性を示した。

5 参考文献

- 1) 日本マグネシウム協会編: マグネシウム技術便覧, カロス出版(2000)
- 2) 日本マグネシウム協会: マグネシウムの基礎知識. 日本マグネシウム協会(オンライン)
<http://magnesium.or.jp/property/use/> (2019-12-13)
- 3) 特許庁: 平成17年度特許出願技術動向調査報告書, (2005)
- 4) 古賀弘毅, 宅野千秋, 御船隆, 大和洋吉: 特許第6083020号 (2017)

マグネシウム合金へのリン酸型化成処理における成膜機構

古賀 弘毅^{*1} 中野 賢三^{*1} 蔭山 和宏^{*2} 御船 隆^{*2} 津田 翔太^{*3} 廣瀬 友典^{*3}

Film Formation Mechanism of Phosphoric Acid Type Chemical Conversion Treatment on Magnesium Alloy

Hiroki Koga^{*1}, Kenzo Nakano^{*1}, Kazuhiro Kageyama^{*2}, Takashi Mifune^{*2}, Shota Tsuda^{*3}
and Tomonori Hirose^{*3}

マグネシウム合金への化成処理では、前処理工程においてマグネシウム合金表面が様々な反応生成物に覆われるため、これらの生成物が化成反応に大きな影響を与える。このため前処理において化成処理前にどのような表面状態にするのが極めて重要である。本研究ではデスマット後の化成処理における成膜機構について考察した。その結果、①マグネシウム水酸化物層のリン酸塩化による初期リン酸水素塩被膜成長に伴う重量増加過程、②下地からのリン酸塩被膜成長と初期リン酸水素塩被膜溶解に伴う重量平衡過程、③初期リン酸水素塩被膜が消尽した後のリン酸塩被膜の単純成長による重量増加過程の3つの段階を経て被膜が成長することが明らかとなった。

1 はじめに

マグネシウム合金は軽量かつ高い比強度を有し、軽量化が要求される構造部材に使用されている¹⁾。その多くが成形品であり、ダイカスト、射出成形、鋳造により生産されている。日本マグネシウム協会によれば、2019年に国内で構造部材に使用されたマグネシウム合金は7,590トンであり、その中で成形品の割合は85%を越える²⁾。成形品は複雑形状なものを少ない工数で製作できる利点があり、大量生産が可能であることから自動車部品等に多く使用されている³⁾。マグネシウム合金成形品への表面処理は用途によっていくつかの選択肢があるが、多くの場合、塗装仕上げが選択されていることから、密着性を高めるために化成処理が行われている⁴⁾。化成処理にはこれまで多くの方法が提案されてきたが⁵⁾、現在、最も多く使用されているものはリン酸塩型の化成処理である⁶⁾。リン酸塩型化成処理における成膜機構については複数の報告⁶⁻⁸⁾があり、その多くがマグネシウム合金素地近傍のpH上昇により難溶性リン酸塩が析出すると説明されている。しかし、デスマットにより水酸化マグネシウム被膜が形成されるなど、化成処理前のマグネシウム合金表面には何らかの被膜が形成されている場合がほとんどであり、実際の化成反応はさらに複雑であると考えられる。

本研究では、アルカリ溶液によるデスマット後のマグネシウム合金についてリン酸型化成処理を行った場合の化成処理膜形成メカニズムについて考察した。

2 実験方法

2-1 試料

試験片にはマグネシウム合金AZ91Dのチクソモールド法による射出成形品を使用した。射出成型品は場所によって金属組織や表面状態が異なることがあるため、全てゲート側の面を選んで試験に用いた。なお、試験片への前処理方法は、既報⁹⁾の処理法を一部改良し、「ショットブラスト→アルカリ脱脂→酸洗→デスマット→酸洗→デスマット」の順で処理した。各工程の処理液組成、処理条件を表1に示す。全ての試薬は特級品を使用した。

表1 前処理条件

方法	内容
ショットブラスト	1 mm前後の垂鉛粒子の投射
脱脂	(浴組成) 200 g·dm ⁻³ NaOH (条件) 浴温: 80 °C, 時間: 5 min
酸洗	(浴組成) 100 g·dm ⁻³ NH ₄ F·HF 150 g·dm ⁻³ H ₃ PO ₄ (条件) 浴温: 40 °C, 時間: 1 min
デスマット	(浴組成) 200 g·dm ⁻³ NaOH (条件) 浴温: 80 °C, 時間: 5 min

*1 機械電子研究所

*2 (株)正信

*3 ネクサス(株)

2-2 化成処理

化成処理剤は当センターと（株）正信が共同開発したリン酸型の高耐食性化成処理剤N3000¹⁰⁾を使用した。化成処理剤の組成と処理条件を表2に示す。化成被膜の成長過程を調べるため、処理時間を10秒から10分まで変化させた。

表2 化成処理剤組成と処理条件

項目	内容
組成	50 g・dm ⁻³ N3000化成処理剤
処理条件	pH 3.0 (NaOH, H ₃ PO ₄ で調整) 浴温:35 °C
処理時間	10 sec ~ 10 min

2-3 化成被膜の分析評価

各前処理工程で得られた試料表面および化成被膜の観察にはX線分析装置付き走査型電子顕微鏡（日本電子製JSM-7001F型）（以下、「SEM-EDX」という。）を使用した。試料表面から深さ方向の元素分析にはグロー放電発光分析装置（堀場製作所製JY-5000RF型）（以下、「GD-OES」という。）を使用した。化成被膜の付着量は、被膜の化学的除去による被膜除去前後の重量差から算出した。被膜除去方法はISO8407「Corrosion of metals and alloys - Removal of corrosion products from corrosion test specimens」のマグネシウム合金に対する化学的除去方法を用いた。処理条件を表3にまとめる。化成被膜の塗装密着性はクロスカットを入れた塗装試料について72時間の中性塩水噴霧試験（JIS Z2371）を行い、テープ剥離試験を行うことで評価した。なお、塗料にはアクリルウレタン系の熱硬化性樹脂塗料を用い、塗装条件は実製品と同等（1コート、膜厚15 μm、焼き付け条件：160 °C、30 min）とした。

表3 化成被膜の化学的除去方法

項目	内容
剥離液組成	200 g・dm ⁻³ CrO ₃ 10 g・dm ⁻³ AgNO ₃ 20 g・dm ⁻³ Ba(NO ₃) ₂
処理条件	浴温:25 °C, 処理時間:1 min

3 結果

3-1 化成反応時の水素発生挙動

図1に化成処理液中の試料表面近傍のpHを測定した結果を示す。化成処理液のpHは3であるから試料表面は溶解し、水素発生に伴う水素イオンの消費によってpHが上昇するはずであるが、浸漬開始から60秒程度までpHの上昇はなかった。その後、不安定ながらpHは上昇し、約180秒以降、pH 10.5付近で安定となった。外観観察でも60秒付近までは水素発生しておらず、その後、徐々に発生した。水素発生とpH変化の時間に対する挙動が一致しており、両者の相関が示唆された。試料表面はデスマットによりマグネシウム水酸化物被膜で覆われており、素地のバリアとなって素地の溶解を遅らせたと考えられる。

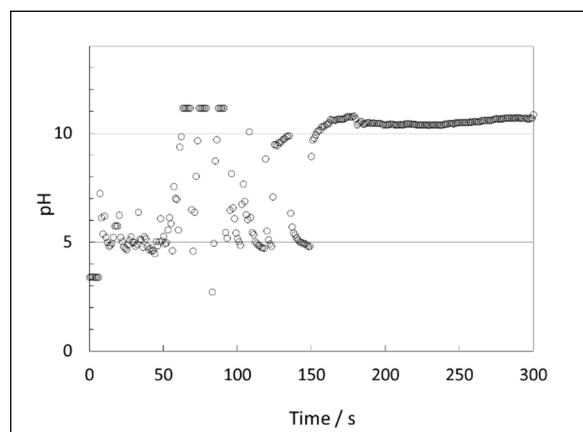


図1 化成反応時のマグネシウム合金表面近傍のpH変化

3-2 化成処理時間と化成被膜付着量の関係

化成処理時間と成形品一つ当たりの被膜付着量の関係を図2に示す。処理開始から約60秒までは付着量が直線的に増加したが、約60秒以降は横ばいとなり、約180秒以降で再び増加に転じた。処理開始直後から約60秒までは水素発生がないにもかかわらず被膜重量が増加した。これは素地溶解を伴わず重量が増加していることを示しており、デスマットにおいて生じた水酸化被膜がリン酸と反応してリン酸塩を形成したためと考えられる。その後、緩やかに水素発生が起これ、素地の溶解反応が始まったことが推測された。水素発生は時間経過とともに徐々に反応が激しくなった。このことから化成反応は何段階かのステップを経て成長することが示唆された。

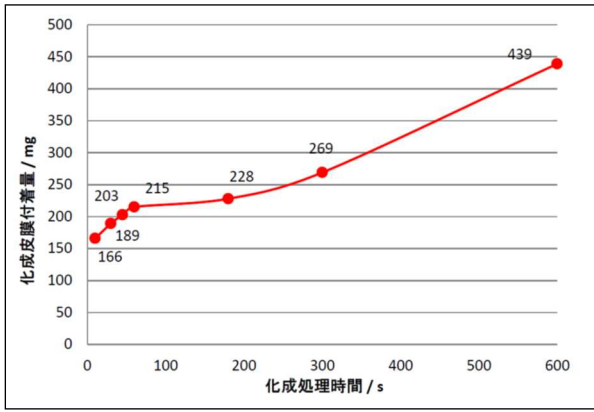


図2 化成被膜付着量と処理時間の関係

3-3 GD-OESプロファイルと成膜機構

化成被膜について処理時間とGD-OES深さ方向元素分析の結果との関係と、それより考察される被膜形成モデルを図3に示す。化成処理前の試料表面はマグネシウム水酸化物で覆われており、化成反応はこの水酸化物との反応から始まると考えられる。

GD-OESプロファイルについて60秒までの試料表面の元素分布を比較すると、マグネシウムは時間経過ごとに濃度が減少し、リン、酸素、ストロンチウムの濃度が増加した。これはマグネシウム水酸化物がリン酸塩化し、相対的にマグネシウム濃度が減少したためと考えられる。リン酸塩化すれば重量は増大するので図2の結果とも一致する。この時の表面のpHは高くないため、得られるリン酸塩はリン酸水素化合物と考えられる⁷⁾。水酸化物のリン酸化では水素発生は起こらないが、水酸化物とリン酸との中和反応により緩やかなpH

上昇が起こると推測され、この時、被膜中に侵入した化成成分のストロンチウム等も SrHPO_4 等の形態で共析すると考えられる。60秒からは被膜の弱い箇所から侵入した化成処理剤が素地を溶解し、水素発生を伴いながら化成反応を進行させると考えられる。図1によればこの時の被膜表面におけるpH上昇は約10.5であったが、被膜-素地界面では水素イオンの供給が追いつかず、pH上昇はさらに大きくなると考えられる。これより被膜-素地界面では $\text{Sr}_3(\text{PO}_4)_2$ 等の溶解度の低い塩が形成すると考えられる⁸⁾。素地溶解を伴う化成処理で生成するリン酸塩は素地側から成長することが確認されている⁷⁾。一方、化成被膜の膜厚は150秒まで差はなかった。これは素地側からの被膜成長とともに被膜表面が再溶解するためと考えられる。なお、再溶解する層は反応開始から約60秒までに水酸化マグネシウムがリン酸化した層であり、リン酸水素化合物などの比較的溶解度が高い物質で構成されると考えられる。

以上より、化成反応は以下のステップを経て進行すると考えられる。考察される化成被膜の成長メカニズムを図4にまとめた。ステップ1は水酸化物被膜がリン酸化する初期リン酸水素塩被膜成長過程であり、ステップ2は初期リン酸水素塩被膜と被膜-素地界面で新たに成長したリン酸塩が共存する過程であり、素地側からの被膜成長と表面からの被膜溶解が同時進行し重量が一定となりやすい。ステップ3では初期リン酸水素塩被膜が消尽し、単純にリン酸塩被膜が成長するため重量増加が進むと考えられる。

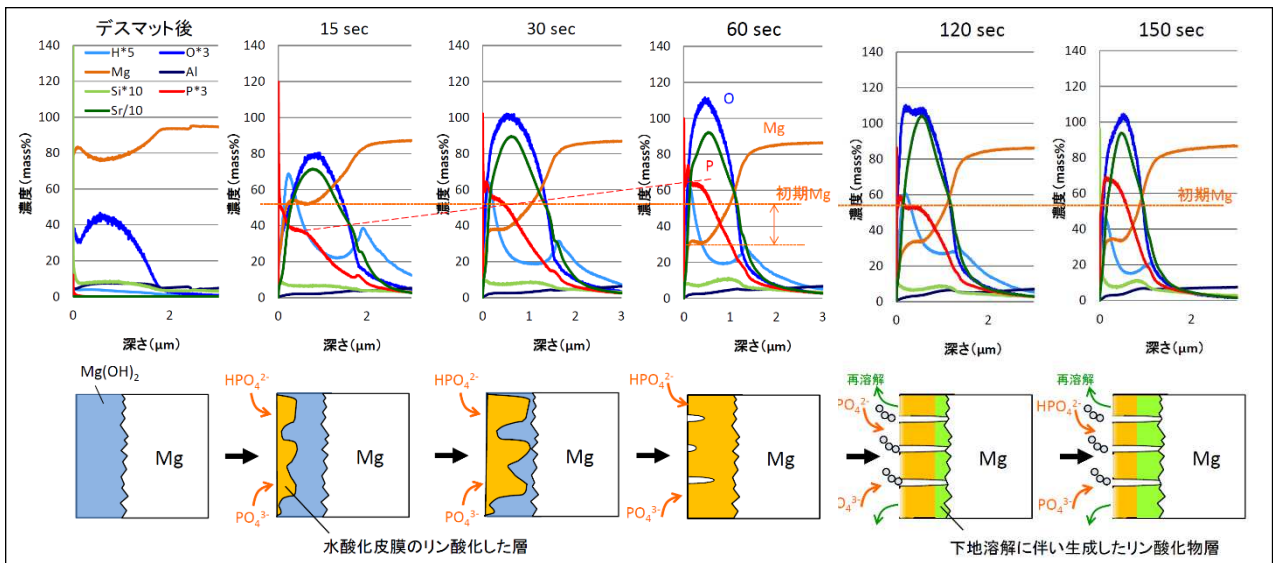


図3 化成処理における処理時間とGD-OESプロファイル

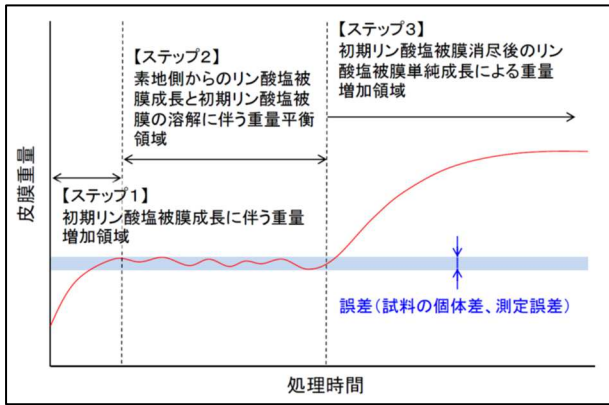


図4 化成被膜の成長メカニズム

3-4 塗装密着性

化成処理時間を変化させた塗装密着性試験の結果を表4に示す。密着性評価についてはテープ剥離試験で剥離がないものを合格とし、剥離があったものは不合格とした。この結果、化成処理は30秒以上で良好な密着性を示し、180秒と300秒では極めて強固な密着性を示した。このことから最表面がリン酸水素塩でも良好な密着性を示すが、リン酸塩化したほうがより強固な密着性を示すことが示唆された。一方、600秒ではやや密着性が低下しており、厚膜化しすぎると被膜が脆くなり密着性を低下させると推察された。

表4 化成処理時間を変化させた塗装密着性試験結果

作製条件		a	b	c	d	e	f	g	h
	ショットブラスト	30秒×2方向							
	化学的前処理	ダブル酸洗							
	化成時間(秒)	0	10	30	45	60	180	300	600
塗装厚み	15μm								
密着性評価	SST 72hr	x	x	○	○	○	○	○	○
	SST 240hr	x	x	x	x	x	○	○	x

※SST: 中性塩水噴霧試験(JIS Z2371)

※○: 合格, x: 不合格

4 まとめ

リン酸型化成処理における成膜機構について検討した結果、以下の知見を得た。

・化学的前処理工程におけるデスマット後のマグネシウム合金表面はマグネシウム水酸化物で覆われており、化成被膜の形成に影響を与える。

・化成被膜の成膜機構は以下の三段階のステップを経て成長する。

- ①マグネシウム水酸化物のリン酸反応による初期リン酸水素塩被膜成長に伴う重量増加過程
- ②被膜-素地界面のリン酸塩被膜成長と初期リン酸水素塩被膜溶解に伴う重量平衡過程
- ③初期リン酸水素塩被膜が消尽した後、リン酸塩被膜の単純成長による重量増加過程

・化成被膜の塗装密着性は、最表面がリン酸水素塩でも良好な密着性を示すが、リン酸塩ではさらに強固な密着性を示す。

5 参考文献

- 1) 国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構：技術戦略研究センターレポート，Vol. 25 (2018)
- 2) 一般社団法人日本マグネシウム協会：国内マグネシウム2019年需要実績/2020年需要予測 (2020)
- 3) 武田秀：まてりあ，第53巻，12号，pp.594-598(2014)
- 4) 部谷森康親：DNTコーティング技法，No.12，pp.34-40 (2012)
- 5) 一般財団法人日本規格協会：JIS H8651 (2011)
- 6) 網川美佳，嶋田雄太，中村嘉恵，菊地風斗，松村健樹，石崎貴裕：軽金属，第67巻，10号，pp.497-502 (2017)
- 7) 古賀弘毅，中村章紀，大上悟，中野博昭：表面技術，66巻，3号，pp.108-113(2015)
- 8) 中村章紀，大上悟，古賀弘毅，中野博昭：日本金属学会誌，第80巻，第11号，pp.684-690 (2016)
- 9) 古賀弘毅：表面技術，第71巻，3号，pp.244-246 (2020)
- 10) 古賀弘毅，宅野千秋，御船隆，大和洋吉；特許第6083020号 (2017)

マグネシウム合金の黒色化成処理におけるL-システイン添加の効果

中野 賢三*1 古賀 弘毅*1 蔭山 和宏*2 大和 洋吉*2 御船 隆*2

Effects of addition of L-cysteine on Black Conversion Treatment of Magnesium Alloy

Kenzo Nakano, Hiroki Koga, Kazuhiro Kageyama, Yokichi Yamato and Takashi Mifune

マグネシウム合金には黒色外観を付与する表面処理が期待されている。本研究では、化成処理におけるマグネシウム合金の黒色化を目的とし、リン酸塩浴へのL-システイン添加の影響を調査した。ニッケルまたは鉄イオンを含むリン酸塩浴にL-システインを添加した場合、得られた試料表面は無添加の場合より暗い外観であった。ニッケルと鉄イオンの両方を含む場合には、高い黒色度を有する化成被膜が得られた。また、L-システインを添加した場合、硫黄を含む化成被膜となっており、無添加の場合とは異なる表面微細構造となった。

1 はじめに

金属製品表面には、デザイン性、反射防止性、防眩性、光選択吸収性、熱伝導性などの点から黒色化処理が行われており¹⁾、近年では、光学機器などにも黒色度の高い表面処理が求められている²⁾。実用金属中で最も軽量で比強度が大きく、アルミニウム合金の代替として有望なマグネシウム合金においても、その黒色化への期待は高い。一般的な金属表面の黒色化処理としては、塗装^{1),3)}、めっき^{1),2),4)-6)}、アルマイト⁷⁾、化成処理¹⁾などの技術が知られているが、マグネシウム合金に対しては十分な黒色度を付加する有効な処理技術がないのが現状である。しかし、処理コストが低く実用的な化成処理において、マグネシウム合金の黒色化が実現すれば更なる用途拡大が期待される。化成処理としては、リン酸塩浴が一般によく用いられる^{8),9)}。その化成反応は次のようになることが知られている。まず、浴中に浸漬したマグネシウム合金基材が酸化溶解し、対する還元反応として水素イオンを消費して水素ガスが発生する。それに伴い、マグネシウム合金基材表面近傍のpHが高くなり、そこで酸解離したリン酸イオンと浴中金属イオンによりリン酸塩被膜が形成される。リン酸塩被膜構造は成分金属イオン種の影響を受け、適当な処理浴を用いることで基材との密着性、耐食性に優れた化成被膜が形成される⁸⁾。ところで、黒色化合物として、鉛、銅、ニッケル、鉄などの硫化物がよく知られている^{10),11)}。その粒子合成法は、一般に硫化物イオンと金属イオンを水溶液中で反応させ

る方法である。また、システインやシスチンといった含硫アミノ酸をアルカリ水溶液中で加熱分解し、酢酸鉛を加えると黒色硫化鉛が生成することがわかっている¹²⁾。マグネシウム合金の化成処理時の水素発生に伴う基材表面のpH上昇により黒色金属硫化物を含む被膜形成が可能となれば、新しい黒色化処理としての化成処理の可能性が広がると考えられる。本研究では、リン酸塩化成処理浴を調製し、含硫アミノ酸であるL-システインの添加によるマグネシウム合金の黒色化への影響を調査した。

2 実験方法

マグネシウム合金試験片として、AZ31板材（（株）スタンダードテストピース製）をエメリー紙（#600）で表面研磨した。試験片の前処理として、脱脂（濃度 $5.15 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 、 $80 \text{ }^\circ\text{C}$ のNaOH水溶液に5分間浸漬）、酸洗（濃度 $1.80 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ の $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$ 、濃度 $2.93 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ の H_3PO_4 を含む $30 \text{ }^\circ\text{C}$ の水溶液に1分間浸漬）、脱スマット（濃度 $5.15 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 、 $80 \text{ }^\circ\text{C}$ のNaOH水溶液に5分間浸漬）を行った。なお、各工程間には水洗処理を行った。次に、化成処理浴（pH 2.0、浴温 $30 \text{ }^\circ\text{C}$ ）に5分間浸漬した。表1に各化成処理浴の液組成を示す。

表1 各化成処理浴の液組成

試料No. 試薬 ($\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$)	No.1 Ni(システ イン無)	No.2 Ni(システ イン有)	No.3 Fe(システ イン無)	No.4 Fe(システ イン有)	No.5 Ni-Fe(シス テイン無)	No.6 Ni-Fe(シス テイン有)
リン酸	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
L-システイン 塩酸塩一水和物		0.010		0.010		0.010
硫酸ニッケル 六水和物	0.010	0.010			0.010	0.010
硫酸鉄(II) 七水和物			0.010	0.010	0.010	0.010
トリトンX-100	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001

*1 機械電子研究所

*2 (株)正信

含硫アミノ酸であるL-システイン塩酸塩は、食品添加物などにも用いられる比較的廉価な試薬である。また、金属塩には硫酸ニッケルおよび硫酸鉄(II)、ピット防止剤にはトリトンX-100を用いた。化成処理後、試験片は水洗し、室温でブローして乾燥させた。化成被膜の黒色度評価には分光色差計(コニカミノルタ製, CM-2600d)を用い、SCI(正反射光を含む)方式で測定したL*a*b*色座標(JIS Z878-4:2013)により評価した。L*値は明度, +a*値は赤方向, -a*値は緑方向, +b*値は黄色方向, -b*値は青方向を示しており, a*b*値が0に近いほど無彩色, L*値が0に近いほど暗く黒いことを表す。化成被膜の表面微細構造の観察および元素分析にはFE-SEM(日本電子製, JSM-7001F)-EDX(Ametek製, Pegasus)を用いた。元素分析における組成比(at%)は, ZAF法による半定量値を用いて評価した。

3 結果と考察

3-1 化成被膜外観および黒色度の評価

表1で調製した浴はいずれも沈殿物がなく安定な透明溶液であったため、化成処理液として用いた。図1に得られた各試料の外観写真を示す。L-システイン無添加の場合、ニッケル浴(No.1)から得られた試料外観は干渉色を示したことから、化成被膜は平滑な薄膜であると推察される。一方、鉄浴(No.3)およびニッケル-鉄複合浴(No.5)から作製した試料は、干渉色が見られないことから、生成したFe(II)塩が膜厚や粗さに影響したと考えられる。一方、L-システイン添加浴(No.2,4,6)から作製した試料は、いずれも無添加浴(No.1,3,5)よりも暗い外観であり、特にNo.6は黒色外観を呈した。

各化成処理浴から得られた試料のL*a*b*色座標を表2に示す。L-システイン添加浴(No.2,4,6)から作製した試料は、いずれもL-システイン無添加(No.1,3,5)よりもL*値が小さくなり、目視による結果と一致した。また、L-システイン添加の場合、ニッケル-鉄複合浴(No.6)、ニッケル浴(No.2)、鉄浴(No.4)の順に得られた試料表面のL*値が小さかった。特に、ニッケル-鉄複合浴(No.6)からは、L*値が最も小さく、鉄板上の黒色無電解ニッケルめっき²⁾より黒色度が高い被膜が得られた。

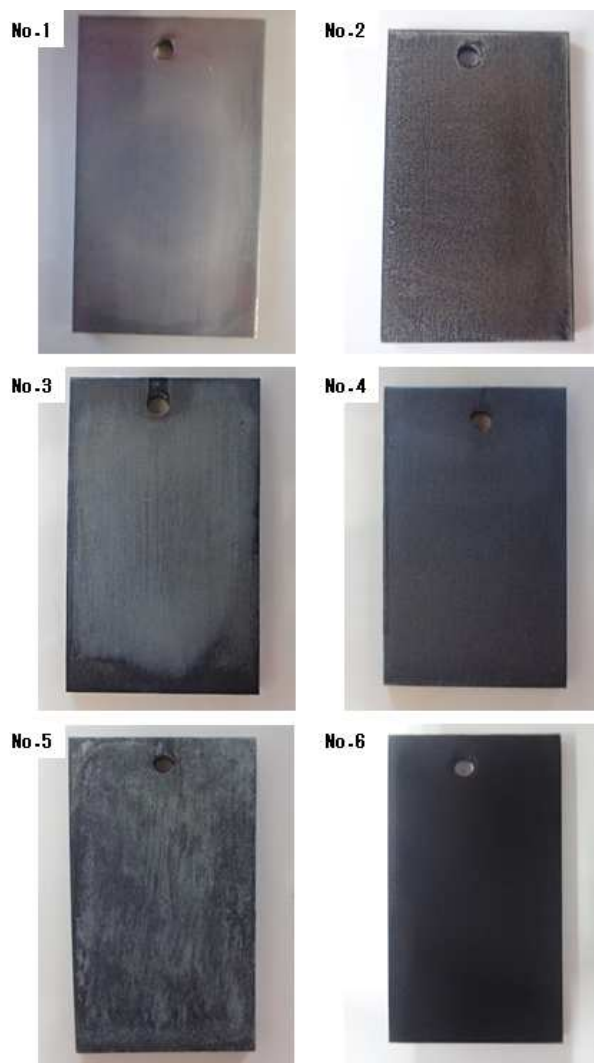


図1 各化成処理浴から得られた試料の外観写真; No.1 Ni(システイン無), No.2 Ni(システイン有), No.3 Fe(システイン無), No.4 Fe(システイン有), No.5 Ni-Fe(システイン無), No.6 Ni-Fe(システイン有).

表2 各化成処理浴から得られた試料表面の色座標

色座標 \ 試料No.	No.1 Ni(システイン無)	No.2 Ni(システイン有)	No.3 Fe(システイン無)	No.4 Fe(システイン有)	No.5 Ni-Fe(システイン無)	No.6 Ni-Fe(システイン有)
L*	67.80	26.23	49.52	39.96	43.82	19.72
a*	1.71	1.94	0.71	1.18	-1.06	0.36
b*	7.27	3.63	4.74	3.76	3.81	-0.10

3-2 化成被膜の表面微細構造の解析

各化成処理浴から得られた試料表面のSEM画像を図2に、EDX元素分析結果を表3にそれぞれ示す。EDX分析箇所は図中に+で示した。L-システイン無添加の場合、ニッケル浴(No.1)からは、主にリン酸ニッケル

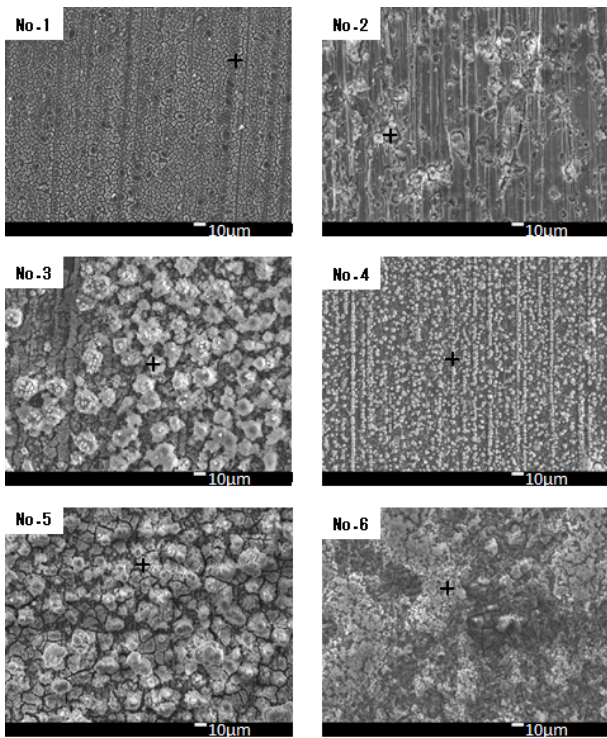


図 2 各化成処理浴から得られた試料の SEM 画像；
No. 1 Ni(システイン無), No. 2 Ni(システイン有), No. 3 Fe(システイン無), No. 4 Fe(システイン有), No. 5 Ni-Fe(システイン無), No. 6 Ni-Fe(システイン有).

表 3 各化成処理浴から得られた試料の組成比

組成比 (at%) \ 試料No.	No. 1 Ni(システイン無)	No. 2 Ni(システイン有)	No. 3 Fe(システイン無)	No. 4 Fe(システイン有)	No. 5 Ni-Fe(システイン無)	No. 6 Ni-Fe(システイン有)
Ni	1.52	2.98			8.52	9.39
Fe			19.59	38.25	10.20	13.36
P	6.12	12.17	13.29	1.74	10.05	11.46
S		0.82		8.43		4.08
O	24.79	49.64	50.71	37.72	60.36	42.79
Mg	57.85	23.33	16.41	13.86	10.86	16.9
Al	9.13	11.04				1.43
Zn	0.60					0.58

およびリン酸マグネシウムからなるクラックを有する薄膜が得られた。一方、鉄浴 (No. 3), ニッケル-鉄複合浴 (No. 5) から得られた試料には突起状生成物が現れた。リン酸鉄は突起状に成長しやすく, ニッケル-鉄複合浴 (No. 5) では, リン酸ニッケルがリン酸鉄と共沈することで, 複合リン酸塩が成長したと考えられる。

L-システイン添加の場合, ニッケル浴 (No. 2) から得られた試料においてSが検出されたことから, リン

酸塩とともに黒色の硫化ニッケルが生成したものと考えられる。また, 鉄浴 (No. 3) から得られた試料では, 主に硫化鉄からなる微小粒子が全面一様に観察され, 突起状リン酸鉄の生成は抑制された。ニッケル-鉄複合浴 (No. 6) においても, 突起状生成物は観察されず, 硫黄を含む複合リン酸塩被膜が得られた。ニッケル-鉄複合浴 (No. 6) において最も黒色度が高くなった要因について詳細は不明であるが, 黒色の硫化ニッケルが硫化鉄との共沈により複合化されることで, 析出粒子が微細化したためと推察される。本研究において, 高い黒色度を有する化成被膜が得られたが, 作製した試料は全て, テープ試験により容易に化成被膜が剥離しており, 実用に向けて更なる検討が必要である。

4 まとめ

本研究では, マグネシウム合金へのリン酸塩化成処理において, L-システインの添加による黒色化への影響を検討し, 以下の結果を得た。

- L-システインの添加により得られた試料は, 無添加の場合より暗い外観となり, L*値 (明度) は小さくなった。
- L-システインの添加により得られた試料は, 化成被膜からSが検出され, 無添加の場合と異なる表面微細構造であった。
- L-システイン, ニッケルおよび鉄イオンを含む化成処理浴から, 無電解ニッケルよりも高い黒色度を有する化成被膜が得られた。

5 参考文献

- 1) 榎本英彦: 表面技術, 49巻, 11号, pp. 1140-1146(1998)
- 2) 中里純一, 橋爪佳, 森本徹: 表面技術, 66巻, 11号, pp. 503-506(2015)
- 3) 加東隆: 表面技術, 66巻, 5号, pp. 205-207(2015)
- 4) 池山弘一, 宮本昌樹, 有山雄介, 山口文雄: 表面技術, 62巻, 12号, pp. 726-727(2011)
- 5) 丸田正敏: 表面技術, 49巻, 11号, pp. 1153-1157(1998)
- 6) 山本良雄: 表面技術, 49巻, 11号, pp. 1147-1152(1996)
- 7) 坂口雅章: 表面技術, 50巻, 4号, pp. 315-

321(1999)

- 8) 古賀弘毅, 中村章紀, 大上悟, 中野博昭 : 表面技術, 66巻, 3号, pp. 108-113(2015)
- 9) 網川美佳, 嶋田雄太, 中村嘉恵, 菊地風斗, 松村健樹, 石崎貴裕 : 軽金属, 67巻, 10号, pp. 497-502(2017)
- 10) 竹田淳一郎 : 化学と教育, 63巻, 7号, pp. 348-351(2015)
- 11) 原匠 : 化学と教育, 58巻, 9号, pp. 416-417(2010)
- 12) 冨田友貴, 井上正之 : 化学と教育, 65巻, 11号, pp. 584-587(2017)

CFRP基板上へのドライプロセスを用いた導電性皮膜の開発

吉田 智博*1

Development of conductive films deposited on CFRP substrates by dry process

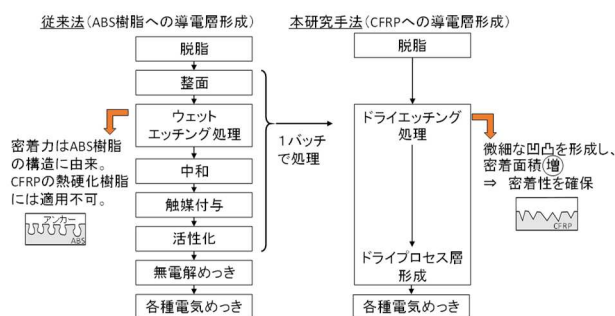
Tomohiro Yoshida*1

炭素繊維強化プラスチックは、軽量、高剛性という特性から広く産業利用が期待されている。従来の金属部材からの材料置換では炭素繊維強化プラスチックには表面導電性がないため、従来用いられてきた電気めっきによる表面処理が適用できない。本研究では、炭素繊維強化プラスチック表面への導電性付与を目的に、ドライプロセスであるRFマグネトロンスパッタを用いてプラズマによるエッチングとTiC皮膜形成を行い、電気銅めっきを形成した。TiC皮膜の密着性向上にはプラズマエッチングによるダメージ抑制と、酸化の抑止が重要であった。TiC皮膜上へのCuめっき成長においては、Cu素地へ成長させたCuめっきと類似の多結晶皮膜が得られた。

1 はじめに

炭素繊維強化プラスチック（以下、「CFRP」という。）、強化材である炭素繊維と母材である樹脂から構成される複合材料であり、軽量、高強度という性質から利用拡大が見込まれている。CFRPは炭素繊維の種類と樹脂の種類で大きく4つに分けられる。炭素繊維は低密度、高強度、高弾性率のPAN（ポリアクリロニトリル）系炭素繊維と、比較的安価で弾性率、強度、熱伝導率が低いピッチ系炭素繊維に分類される。母材の樹脂は熱硬化性樹脂を用いたもの（CFRP）と熱可塑性樹脂を用いた（CFRTP）に分けられる^{1,2)}。現在、航空機やテニスラケット、ゴルフクラブなどスポーツ用品に広く応用されているのはPAN系炭素繊維と熱硬化性樹脂をもちいたCFRPである。富士経済が2019年に発表した報告によれば、2030年にはグローバルでの炭素繊維複合材料の市場は3兆5,800億円規模になると予想されている。応用先では、自動車を始めATMなどの機器の静電部品、ギアや軸受のような摺動部品、家電・OA製品の部品にも応用されている³⁾。これらの部品は、従来金属部材が用いられていた。CFRPと金属材料の大きな違いとして部材表面に導電性がないため、摺動部品によく用いられる電気クロムめっきを用いた硬質皮膜形成や、家電・OA製品の外装に用いられる電気亜鉛めっきなどの表面処理を直接行うことができない。従来、樹脂めっきは構造に由来する密着性を担保するため、有害である6価クロムを含むクロム酸による選択エッチングが行われており、図1に示すように複数工程からなる湿式めっきで行われている⁴⁾。CFRP

はABSのような構造由来の選択エッチングによる密着性向上が図れないこと、有害な6価クロムを排水しない表面処理技術を目指すため、本研究ではPAN系炭素繊維と熱硬化樹脂のCFRP表面にドライプロセスの1つであるスパッタリング法を用いて、良密着性の導電性皮膜を形成し、CFRP利用拡大に伴う表面処理の要素技術の開発を目指す。スパッタリング法は、化学気相成長法（CVD）や、アーキオンプレATING（AIP）のように基板が数百度の高温になることがないため、樹脂への表面処理に適した手法である。



2 実験方法

本研究には、図2に示すRFマグネトロンスパッタを用いる。真空チャンバーはロータリーポンプと、油拡散ポンプで 10^{-4} Paまで真空引きした後、Ar、 O_2 ガスを2~8.4 sccmの流量で導入し、圧力を5 Paに調整した。エッチングは上下可動な基板ホルダーを用い、TiCターゲット上に形成されたプラズマ中に、アセトン、エタノール、純水で各5 min超音波洗浄を行ったCFRP基板を浸漬してエッチングを行った。

その後、CFRP基板を引き上げ、Ar流量5 sccmで流入

*1 機械電子研究所

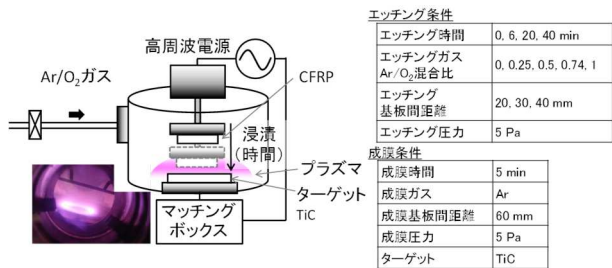


図2. 装置模式図と実験条件

し5 Paの圧力下でTiCをCFRP上に製膜した。TiC/CFRP基板上に、CuSO₄・5H₂O:200 mg/L, H₂SO₄:32.5 ml/L, 陰極電流密度:100 mA/dm², CFRP陰極面積 1 dm²で電気銅めっきを形成した。サンプルの導電率は4端子法による定電流印加で、補正係数 (RFC : Resistivity correction factor) は4.532として導電率を測定した。外観観、組成評価にはSEM-EDX, 結晶構造評価はXRDを用いた。

3 結果と考察

図3にAr流量2 sccm, ガス圧力5 Pa, 基板間距離 20 mmの条件で、エッチングなし (0 min), エッチング時間20 min, 40 minのサンプルの(a)表面粗さと(b)導電率を示す。表面粗さはサンプル断面をCross section polisher (以下, 「CP」という。)で加工し, 1,000倍の断面視野中で最大高さを計測した。エッチング時間の

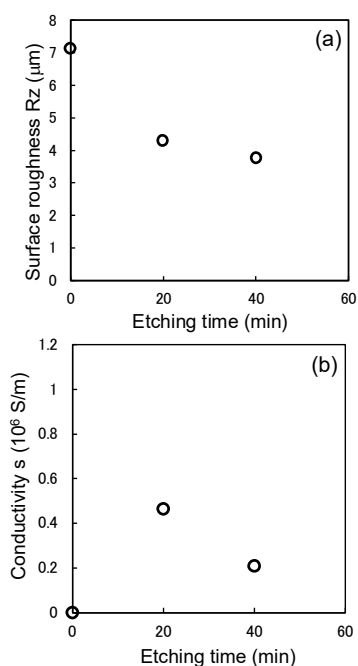


図3. CFRP 基板のプラズマエッチング時間と (a)表面粗さ, (b)導電率 (Ar 流量 2 sccm, 圧力 5 Pa, 基板間距離 20 mm)

増加により, 表面粗さは低下する傾向が見られた。導電率はエッチング時間20 minで最大値を取り, 時間増加に伴い減少した。

図4に酸素比O₂/(Ar+O₂)の流量比率を0, 0.25, 0.5, 0.74, 1とし, ガス圧力5 Pa, エッチング時間を20 minの条件で作製したサンプルの(a)表面粗さと, (b)導電率を示す。表面粗さはCPで断面を加工し, 15,000倍の断面SEM像の視野中で最大高さを計測した。表面粗さは酸素比0.25が微細な表面粗さを示し, 導電率では酸素比0.5で最大値を示した。主なプラスチックめっきであるABS基材の場合, 粒径約0.3 μmのブタジエン粒子⁴⁾の選択エッチングによるアンカー効果により密着性が確保されている。同程度の表面粗さを有しており, 導電率が高い酸素比0.25の条件について, 電気銅めっき皮膜を形成しテープ剥離による密着性の評価を行った。

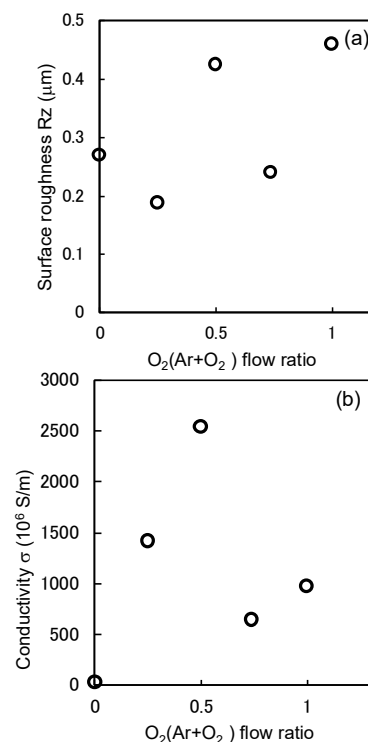


図4. エッチングガス O₂/(Ar+O₂)の流量比率と (a)表面粗さ, (b)導電率 (エッチング時間 20 min, 圧力 5 Pa, 基板間距離 20 mm)

図5に酸素比0.25の条件でエッチング, TiC皮膜を Ar3 sccmで流入させたガス雰囲気中で, 5 min製膜した上に電気銅めっきを成長させたサンプルの剥離試験前後の外観を示す。テープ剥離により, CFRP端部からCuめっき皮膜が剥離し, 剥離したCuめっき皮膜の裏面は緑青がみられた。破線部分で示す緑青部の剥離Cuめ

つき裏面のSEM像では微細な凹凸が確認でき、EDXの結果からTi, C, Oが検出されているため、剥離界面はTiC/CFRP基板界面から剥離したと考えられる。また、めっき浴組成の硫酸銅由来と考えられるSが検出されており、めっき皮膜成長過程で剥離が始まり、めっき液が残留した可能性が考えられる。また、剥離界面からは、CFRP基板もしくはAr/O₂混合ガスの残留に由来すると考えられるOが検出されている。CFRPのマトリックスであるエポキシ樹脂は160 °C程度が耐熱温度であるため、エッチング中にエポキシ樹脂が劣化した可能性が考えられる。

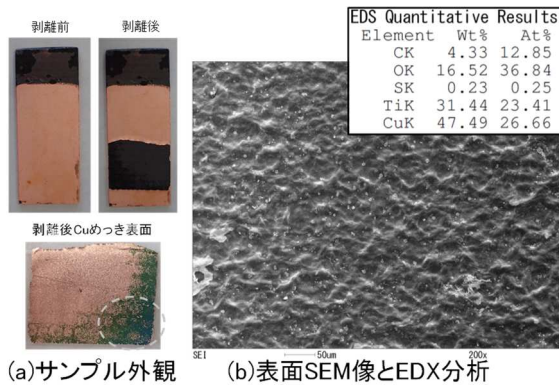


図5. テープ剥離前後のサンプル外観とSEM表面像
EDX分析 (エッチング:酸素比0.25, 時間 20 min,
圧力 5 Pa, 基板間距離 20 mm, 製膜: Ar 3 sccm,
時間 5 min)

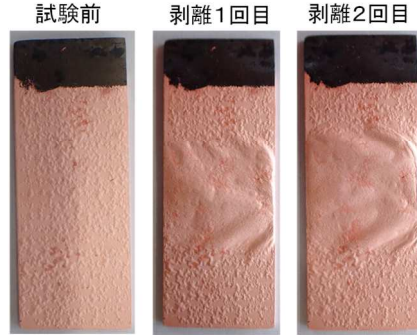
熱影響の軽減のため(1)エッチング時間の短縮, 残留酸素ガス影響除去のため(2) Ar/O₂混合ガスとArガスプラズマの2段階処理, (3)Arガスプラズマのみでのエッチングを実施し、テープ剥離試験を行った結果を図6に示す。(1)から(3)の処理条件変更により、2回の剥離試験でも剥離ないCuめっきが形成できており、密着性の低減にはCFRPの劣化, CFRPエッチングガス由来のO, CFRPを構成するOの放出による酸素の混入により密着性が低下した可能性が考えられる。

更に厳しい条件で密着性評価を行うため、1mmピッチ5×5のクロスカットを施したCuめっき/TiC皮膜/CFRP基板に対して、テープ剥離試験を実施した結果を図7に示す。プラズマによる損傷低減のため、TiC基板上からの距離を20, 30, 40 mmと距離(T-S : Target-substrate)を遠ざけエッチングを実施した。2回のテープ剥離試験で剥離が見られなかったT-S20 mmのサンプルでは剥離がみられ、T-S 30mmで剥離のないCuめっきが形成できた。一方で、T-S 40mmのサンプルではわずかな剥離がみられた。

(1)エッチング時間短縮(20→6 min)→TiC成膜



(2)Ar/O₂プラズマ後→Arプラズマ浸漬(各3min)→TiC成膜



(3)Arプラズマ処理(6min)→TiC形成

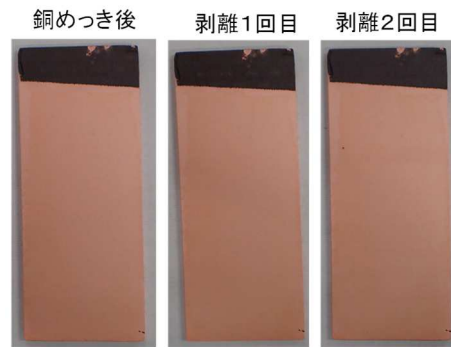


図6. エッチング時間の短縮, プラズマ処理工程変更によるテープ剥離前後のサンプル外観(エッチング:圧力 5 Pa, 基板間距離 20 mm, 製膜: Ar 3 sccm, 時間 5 min)

距離(T-S)	20 mm	30 mm	40mm
試験前			
試験後			

図7. クロスカット剥離試験サンプル外観(エッチング:時間 6 min, 圧力 5 Pa, 製膜: Ar 3 sccm, 時間 5 min)

図8にクロスカット剥離試験後のCFRP基板側の表面SEM像と、線で囲った部分のEDS分析結果、比較のためCFRP基材の結果を示す。剥離のなかったT-S 30 mmのサンプルは強制的に剥離を行った。剥離がなかったT-S 30mmのサンプルでは、検出されたOが約26 at%でT-S 20 mm, 40 mm は30 at%以上検出された。

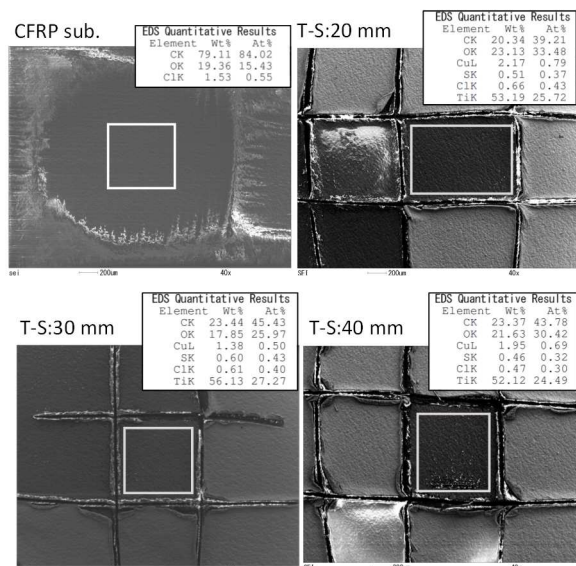


図 8. クロスカット剥離後試験サンプルの表面 SEM 像と EDS 分析

図9にCuめっき/TiC/CFRP基板のXRD 2 θ - θ , 2 θ パターンを示す。2 θ - θ パターンは、基板面直方向に配向した結晶面、2 θ には面直方向以外の結晶面に由来するピークがあらわれる。CFRP基板からは25°付近にカーボンファイバーに起因するgraphite 002ピークが現れた^{5,6)}。2 θ - θ , 2 θ パターン共にCu 111, 200, 220ピークがみられた。銅素地上への電気銅めっきにおけるXRDパターンについても、同様にCu 111, 200, 220ピークが報告されており⁶⁾、TiC上へのCuめっきにおいても銅素地と同様の多結晶構造を有する皮膜が成長したと考えられる。

4 まとめ

表面導電性がないCFRPに対して、ドライプロセスであるRFマグネトロンスパッタを用いてTiC導電性皮膜を形成して、表面粗さ、密着性の評価を行った。その後、電気銅めっきを施し、密着性評価を行った。エッチング時間の増加、プラズマのガスをArとO₂の混合ガスとすることで、エッチング効果が見られたものの、CFRP基板へのプラズマによる基板のダメージによる密着性の低下が見られた。密着性が良かったArプラズマの条件下で、プラズマまでの距離をパラメータとして

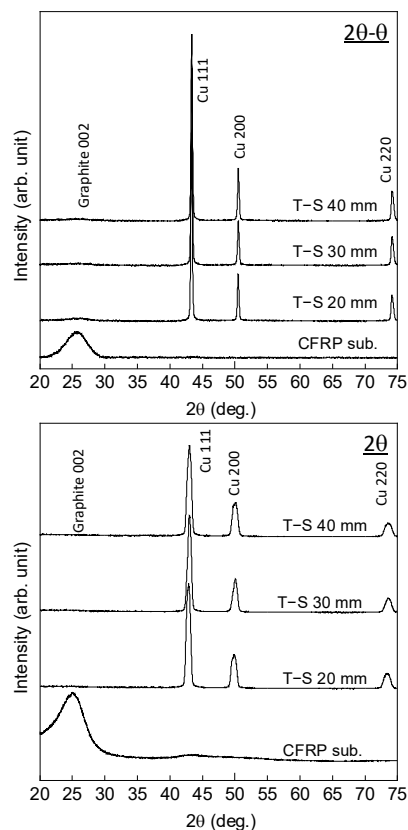


図 9. Cuめっき/TiC/CFRP サンプルの XRD パターン

サンプルを作製し、電気銅めっき後の密着性評価では、CFRPへのダメージとTiCの酸化が密着性に影響を与えることがわかった。TiC上へのCuめっきの結晶性においては、Cu素地上への電気銅めっきと似た多結晶構造を有する皮膜が確認された。

5 参考文献

- 1) 本塚智, 橋本了哉, 多賀谷基博, 小林高臣: 高分子論文集, Vol. 70, No. 6, pp. 242-252(2013)
- 2) 西本幸雄: 繊維機械学会誌, Vol.55, No.11, pp15-22, (2002)
- 3) 富士経済: 炭素繊維複合材料(CFRP/CFRTP)関連技術・用途市場の展望, (2019)
- 4) 北晃治: 表面技術, Vol. 64, No.12, pp622-627 (2013)
- 5) 原弘幸, 衣本太郎, 津村朋樹, 豊田昌宏: 炭素, No.255, pp245-253 (2012)
- 6) 松村一輝, 原弘幸, 衣本太郎, 津村朋樹, 豊田昌宏: 炭素, No.274, pp125-131(2016)
- 7) 津留豊, 蒲地耕三, 徳永純一: 表面技術, Vol.55, No.6, pp423-427, (2004)

ガウス過程回帰を用いた漁具の多目的最適化

倉本 紘彰*¹ 内野 正和*¹ 高宮 義弘*¹ 表 一彦*² 黄 浩*²

Multi-objective Optimization of Fishing Gear Using Gaussian Process Regression

Hiroaki Kuramoto, Masakazu Uchino, Kazuhiko Omote and Kou Kou

ガウス過程回帰を用いた多目的最適化は、目的同士にトレードオフ関係が内在する設計最適化問題において、複数のパレート最適解を一度に、かつ低い計算コストで獲得することが可能なため、産業界での利用が期待されている。本研究では、豊前海の桁網漁で使用される漁具の重量と剛性の改善を目的に、ガウス過程回帰を用いた多目的最適化を適用した。その結果、重量は従来品と同等で剛性を約8.7%改善できる構造が得られた。また、パレート最適解集合の分析により、漁具の設計に関する知見を得るとともに、ガウス過程により作成した回帰モデルは、設計範囲内において実用上十分な精度で解の推定が可能であることを確認した。

1 はじめに

豊前海で行われている桁網漁業は、海底の砂地を掻き起こしながら貝類などを獲る漁法である。網口に固定された図1に示すような鋼鉄製の鉤爪状の漁具には、強い曲げやねじりの負荷により変形や折損が起きるため、剛性の改善が課題となっている。一方で、剛性の向上に伴う重量増加は船舶の燃費や掻き起こしへの悪影響があるため避けなければならない。2つのトレードオフの関係にある目的を両立する設計、すなわち多目的最適化が求められている。

多目的最適化は、2個または3個の目的を持つ問題に対して、トレードオフ関係にある多数の最適解を一度に獲得する技術である。この計算には、NSGA-II (Non-Dominated Sorting Genetic Algorithms-II)¹⁾ に代表される多目的遺伝的アルゴリズムを用いた進化的計算を伴うため、関数値の評価にシミュレーションが必要な場合、その膨大な計算コストが問題となる。そのため、一般的には事前に準備されたデータを回帰して得られる関数をシミュレーションの代替とする応答曲面法が用いられる。この応答曲面法で用いる回帰モデルにガウス過程回帰 (Gaussian Process Regression, GPR) による教師あり学習を適用することで、線形回帰手法ではフィッティングが難しい非線形性を持つ応答の表現が可能になる。

ガウス過程回帰は、入力変数 x から出力変数 y を出力する関数 $y = f(x)$ を推定する回帰モデルの一

つである。特に、モデル化対象に関する前知識をほとんど必要とせずに直接モデル化が可能のため、様々な分野での応用が可能な柔軟なモデルである。^{2) 3)}

本研究では、ガウス過程回帰を用いた多目的最適化の適用により、重量を維持しながら剛性を高める新型漁具の開発をおこなった。



図1 漁具の外観

2 研究, 実験方法

2-1 問題定式化

漁具の重量 M と、平均コンプライアンス θ の2つを目的関数とする多目的最適化を行う。平均コンプライアンスとは、外力と変位の積で表される物理量で、剛性が大きいほど小さい値を示すため、剛性最大化は平均コンプライアンス最小化と同義である。図2に漁具の設計変数の定義を示す。網枠に固定される部分と分布荷重を受ける部分は寸法固定とした。根元部分の軸半径 r と、断面両側の平行部分に関する中心角度 ϕ を設計変数とし、中心線に対して対称に、根元か

*1 機械電子研究所

*2 松本工業(株) 研究開発本部開発センター

ら先端の鉤部に滑らかに接続する設計とした。設計条件を以下に示す。

設計変数 r, ϕ

制約条件 $6\text{ mm} \leq r \leq 10\text{ mm}, 45\text{ mm} \leq \phi \leq 85\text{ mm}$

目的関数 M, θ ; 最小化

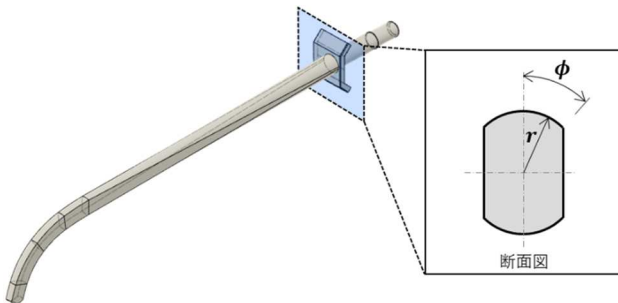


図2 設計変数の定義

シミュレーションにはオープンソースの構造解析ソフトであるSalome-Meca⁴⁾を用いた。サンプル点の生成、ガウス過程回帰、NSGA-IIの計算には、こちらもオープンソースの最適化フレームワークであるopenMDAO⁵⁾を用いた。計算に用いたソフトの構成とバージョンを表1に示す。計算の制御には、Pythonを用いたコードを作成した。

また、ガウス過程で用いるカーネル関数として、次式で表されるガウスカーネルを用いた。

$$k(\mathbf{x}, \mathbf{x}') = \exp(-\beta \|\mathbf{x} - \mathbf{x}'\|^2) \quad (1)$$

\mathbf{x}, \mathbf{x}' は設計変数ベクトルを表し、 n 個目のデータは、 $\mathbf{x}^n = \{r^n, \phi^n\}$ と表される。 β はハイパーパラメータで、対数尤度を最大化するように決定される。

表1 計算用PCとソフト構成

計算用PC	OS	Ubuntu 18.04 LTS
	CPU	Intel core-i7 8700K
ソフト	最適化	openMDAO 1.7.4
	CAD	FreeCAD 0.18
	FEM	Salome-Meca 2018

2-2 計算手順

最適化のアルゴリズムを図3に示す。手順はまず、必要な個数分のサンプル点をラテン超方格法⁶⁾により生成し、サンプル点ごとにシミュレーションを用いて重量と平均コンプライアンスを計算する。次に、全ての設計変数と目的関数のデータセットを使い、ガウス

過程回帰モデルの学習を行う。最後に、得られた回帰モデルを使って、NSGA-IIによりパレート解集合を求め、最適解を選択する。

ガウス過程回帰による推定の精度は、回帰計算に用いるサンプル数に依存する。今回は予備実験の結果に基づき、サンプル数を200、NSGA-IIの計算では、個体数を200、世代交代数を150とした。

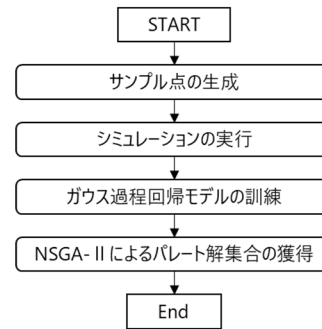


図3 最適化のアルゴリズム

3 結果と考察

3-1 計算結果

上記のアルゴリズムに基づいて得られたパレート解集合と、オリジナル形状の性能値を図4に示す。今回、目的関数は2つであるため、2次元空間上で左下に凸なパレート解集合が得られている。この図から、重量と平均コンプライアンスの間にあるトレードオフの関係を読み取ることができる。この結果から、最適解として重量が同等で平均コンプライアンスが改善できる解を選択した。選択した解の設計情報を表2に示す。平均コンプライアンスはオリジナルの0.606 [J]に対して、最適解が0.553 [J]と、約8.7%改善されていることが分かった。

次に、全てのパレート解を4次元の平行座標にプロットしたものを図5に示す。図より、重量と平均コンプライアンスは線分が互いに交差し、トレードオフ関係にあることを表している。また、半径 r は設計範囲内からほぼ均一に選択されているのに対し、中心角度 ϕ は上限値付近に集中していることが分かる。つまり、この漁具の最適化においては、中心角度を大きくすることが重要であり、半径に関しては設計の制約が少なく、比較的自由度が高いことを示している。

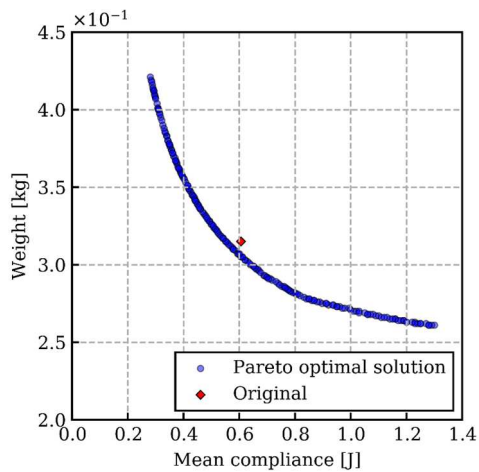


図4 パレート解集合

表2 選択した最適解とオリジナル形状の比較

	最適解	オリジナル
r [mm]	7.19	—
ϕ [deg]	84.80	—
M [g]	314.7	315.0
θ [J]	0.553	0.606

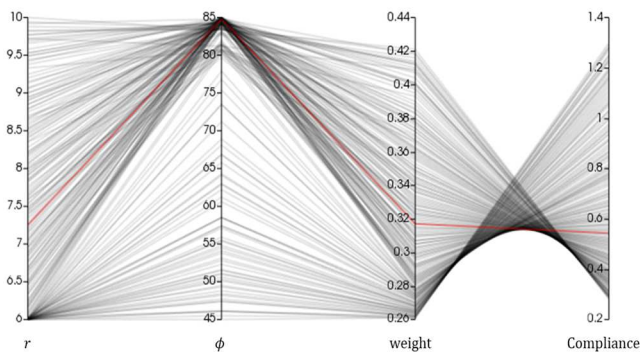


図5 4次元平行座標グラフ

3-2 回帰モデルの精度確認

これまでに得られた最適解は、ガウス過程回帰によって推定された解であるので、回帰モデルの精度の確認が必要である。表2の設計変数に基づいてシミュレーションで解析を行い、解析結果をガウス過程回帰による推定値と比較した結果を表3に示す。表より、推定値と解析結果はほぼ一致しており、この結果から最適解においては重量、平均コンプライアンス共に、精度良く推定できていることが分かる。

また、回帰モデル全体の精度についても確認を行った。その方法は、回帰モデルから新たに100個の設計変数と目的関数のデータセットをランダムに抽出し、

そのときの値をシミュレーション結果と比較をする。シミュレーションについては、事前に抽出した100個分の設計変数を使って計算することで、推定値とシミュレーション結果にどの程度誤差があるかが分かる。このようにして求めた計算結果の比較を図6に示す。図中の直線上にプロットがあれば、推定値と解析結果が一致していることを表している。計算の結果、最大誤差が重量で0.06%、平均コンプライアンスで0.33%となり、設計範囲全域で回帰モデルが真の解曲面を精度良く表していることが分かる。

表3 最適解の誤差

	推定値	解析値	誤差
M	314.7 [g]	314.7 [g]	0.012 %
θ	0.553 [J]	0.553 [J]	0.088 %

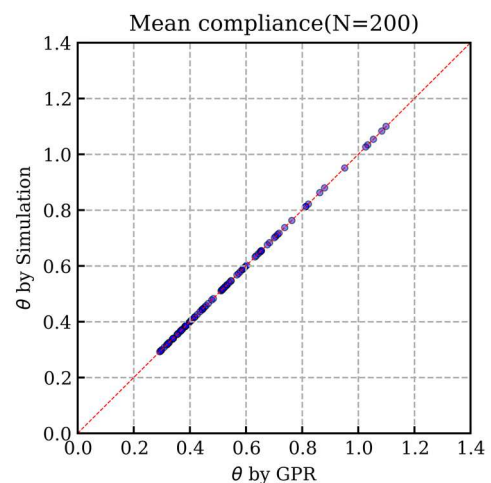
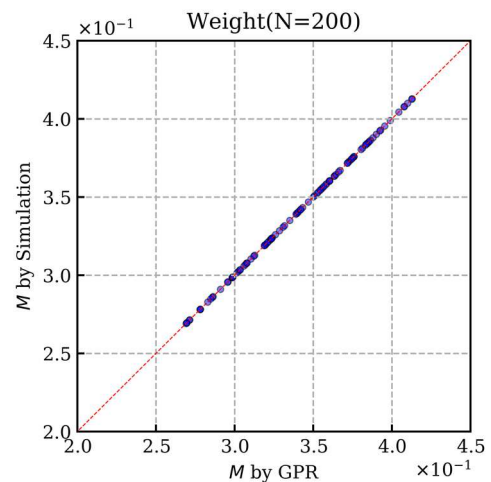


図6 ガウス過程回帰モデルの精度確認結果
(上：重量，下：平均コンプライアンス)

3-3 回帰モデルの可視化

今回、設計変数が2個のため、目的関数ごとに回帰モデルの可視化が可能である。図7に可視化した回帰モデルを示す。図中のプロットはシミュレーションの結果を、ワイヤフレームはガウス過程回帰によって求められた回帰モデルを表している。この図より、重量、平均コンプライアンス共に凹凸の少ない単純な曲面となっており、設計変数の変化に対して、応答が緩やかである事が読み取れる。漁具の最適化部分の形状が単純で、発生する荷重も曲げとねじりだけのため、このような挙動を示したと考えられる。

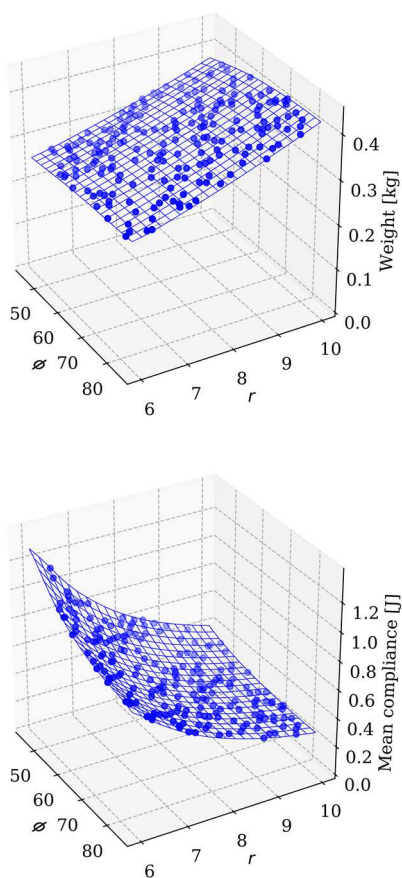


図7 シミュレーション結果とガウス過程回帰モデル
(上：重量，下：平均コンプライアンス)

4 まとめ

本研究では、漁具に対して、ガウス過程回帰を用いた多目的最適化により、重量を維持したまま剛性を高めた最適構造を求めた。また、パレート解集合の分析により、漁具の設計に関する知見を得るとともに、ガウス過程回帰の適用により、設計範囲全域において実用上十分な精度で解の推定が可能であることを確認した。

5 参考文献

- 1) K. Deb, S. Agrawal, A. Pratap, and T. Meyarivan : *A fast and elitist multi-objective genetic algorithm: NSGA-II*, IEEE Transactions on Evolutionary Computation, vol. 6, no. 2, pp. 182-197 (2002)
- 2) 赤穂昭太郎 : ガウス過程回帰の基礎, システム/制御/情報, Vol. 62, No. 10, pp. 390-395 (2018)
- 3) 持橋大地, 大羽成征 : ガウス過程と機械学習, 講談社 (2019)
- 4) Salome-Meca : <https://code-aster.org/spip.php?rubrique2> (2020年4月)
- 5) Gray, J. S., Hwang, J. T., Martins, J. R. R. A. et al. OpenMDAO: an open-source framework for multidisciplinary design, analysis, and optimization. *Structural and Multidisciplinary Optimization*, vol. 59, pp. 1075-1104 (2019).
- 6) McKay, M. D., Beckman, R. J., and Conover, W. J. : A Comparison of Three Methods for Selecting Values of Input Variables in the Analysis of Output from a Computer Code," *Technometrics*, Vol. 21, No. 2, pp. 239-245 (1979).

トポロジー・形状最適化による軽量構造の設計手法の開発

奥村 克博*1 川畑 将人*2 林 宏充*2 田口 智之*2 山田 圭一*2 倉本 紘彰*2

Development of lightweight structure design method by topology / shape optimization

Katsuhiko Okumura, Masato Kawabata, Hiromitsu Hayashi, Tomoyuki Taguchi,
Keiichi Yamada, and Hiroaki Kuramoto

ロボットや自動車、機械装置等の開発の中で永続的な課題である軽量化に対し、多くの場合は素材の高強度化や材料置換、設計上の工夫で軽量化されてきたが、より効果的な軽量化手法としてトポロジー最適化・形状最適化などの構造最適化解析の活用が注目されている。本開発では、構造最適化解析と3Dプリンタを組み合わせ、解析から設計、3D造形、検証、実利用に至るまでの開発工程で企業への支援が可能な軽量構造設計手法を構築し、軽量化に挑戦する県内中小企業への製品開発支援や技術移転を行った。同時に、3D-CADやCAEに関する「ものづくりの3D化」人材育成を行い、3D化率が約3割の地域中小製造業の3D化を促進した。本稿では、ドローン等の検査ロボットに対する開発支援、実施した3D化人材育成について報告する。

1 はじめに

地球温暖化対策のためのCO₂削減（エネルギー消費削減）の手段の一つとして、自動車や機械装置に対する軽量化ニーズが急激に高まっている。一般的な軽量化手法として、素材の高強度化や薄肉化、より軽量な素材への材料置換、小型化や肉抜きなどの設計上の工夫、製造上の工夫など、これまでに様々な軽量化手法が開発されてきた。近年、3Dプリンタに代表される付加製造技術（AM技術）が進展し、剛性と軽量化を両立させ得る手法である構造最適化解析と組み合わせられ、航空宇宙産業や自動車産業等で活発に利用されている。現在、構造最適化ソフトウェアの低価格化や既存の3D-CADへの実装により、設計者が構造最適化解析を利用する機会が増えており、解析専任者を抱えていない多くの中小企業でも活用が進展すると期待されている。

機械電子研究所では、3Dプリンタやトポロジー・形状最適化解析が可能な構造最適化ソフトウェアを導入し、県内中小企業を支援するための「支援基盤の整備」と、3D-CADやCAEに関する実習形式の人材育成セミナーを開催し技術者の3D化を図る「人づくり」を並行して実施し、技術向上を推進している。

本研究では、構造最適化解析を用いた軽量構造の設計提案、3Dプリンタによる軽量構造の造形、強度解析や試験機を用いた検証、製品までの各開発工程をフォローする軽量構造設計手法を構築し、企業の製品開発

支援を行った。

2 本開発で利用したツール

本開発では、構造最適化ソフトウェアに(株)くいんと社製HiramekiWorks、3DプリンタにStratasys社製Fortus450mcを使用した。両ツールは、(公財)JKAの補助を受けH30年度に導入された。

3 軽量構造設計手法を用いた開発支援の事例

3-1 配管内検査ロボットの構造の簡素化と軽量化

発電・石油・化学プラント等の配管の劣化診断や健全性評価ニーズに対し、新日本非破壊検査(株)を中心に配管内検査ロボット「エルボマスター」が開発された^{1~3)}。本研究を進めるにあたり、構造最適化解析の対象とした管径φ100~200 mm用エルボマスターの機構を図1に示す。前後移動用に2個、ローリング用に1個の合計3個のオムニホイールと2本のアームを用いた「への字」突っ張り機構を持ち、水平・垂直管の移動、エルボ通過、ローリングなど管内検査に必要な

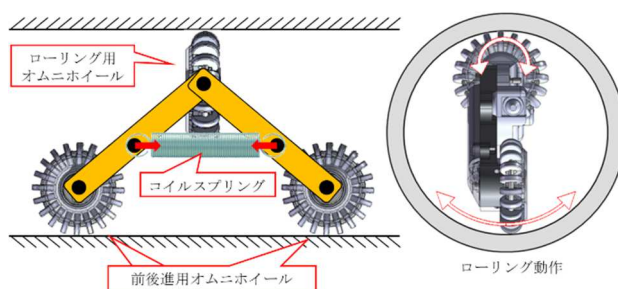


図1 管径φ100~200 mm用のロボット機構の概略図

*1 企画管理部
*2 機械電子研究所

動作が可能である。実用化後、現場での使用実績の増加に伴い整備性向上や運動性能向上のための部品点数の削減、軽量化が要望されていた。そこで、構造最適化解析による軽量化と 3D プリンタでの製作を前提とした新たな管径φ100 mm用ロボット構造を開発した。新構造は、最適化による軽量化の実現に加え、使用する柔軟素材の撓りを管内で突っ張るためのコイルスプリングの代替とすることで、複数の部品で構成されていたロボット機構を一部のみとし、部品点数の大幅な削減による機構の簡素化と軽量化を同時に実現した。

具体的な開発の流れを図2に示す。図2に示す通り、①～④にて構造最適化解析を行い、⑤にて必要な形状

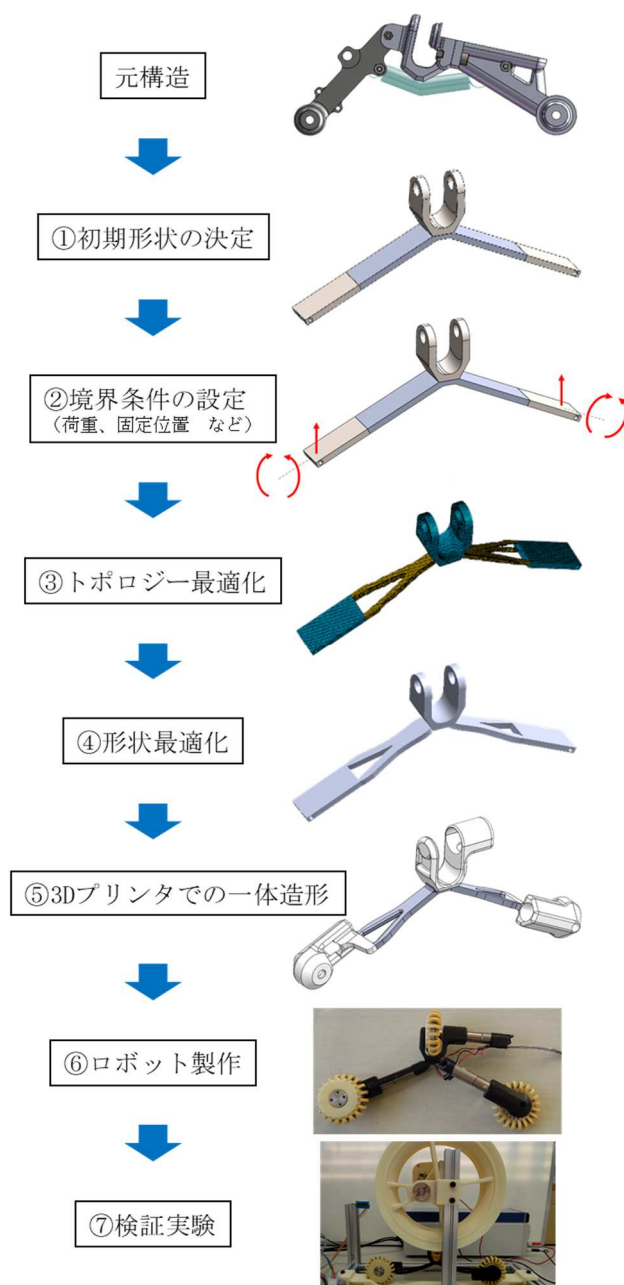


図2 最適化と3Dプリンタによる構造開発の流れを

追加した構造を Nylon12 樹脂を使用し一体造形した。その後、モータやギア等の部品を取り付け可動状態とし(⑥)動作テストを行った結果、水平・垂直移動、ローリング動作が可能であった。最適化前後でのロボット構造の部品点数や重量の比較を表1に示す。部品の種類数は13から1種へ(92%減)、部品点数は17から1個へ(94%減)、重量は81gから30.5g(62%減)へと大きな削減を実現した。なお、3Dプリンタによる造形部品は積層方向で強度が異なるため、解析で用いる強度値は強度が低いZ方向(高さ方向)での積層時の数値を使用し、得られる解析結果が安全側となるようにした。使用した強度値は、表2に示すStratasys社の公表データを用いた。

表1 元構造と新構造での部品点数や重量の比較

	最適化前	最適化後
部品の種類数 [種]	13	1 (92%減)
部品の点数 [個]	17	1 (94%減)
機構の重量 [g]	81	30.5 (62%減)

表2 Z方向積層の場合のNylon12の主なスペック

引張強度 [MPa]	38.5
ヤング率 [MPa]	1,138
曲げ強度 [MPa]	61
曲げ弾性率 [MPa]	1,180

3-2 実用化に向けた耐久性の確認

図2の⑤にて一体造形した Nylon12 樹脂製部品の内部構造を X 線 CT (ニコンインテック社製 MCT225K) にて撮影した結果、Fortus450mc の材料押出堆積法という造形原理に由来する多数の空洞が存在することが分かった(図3)。このように、理想的に密な形状となる CAD モデルと空洞が存在する実物との内部構造が一致しな

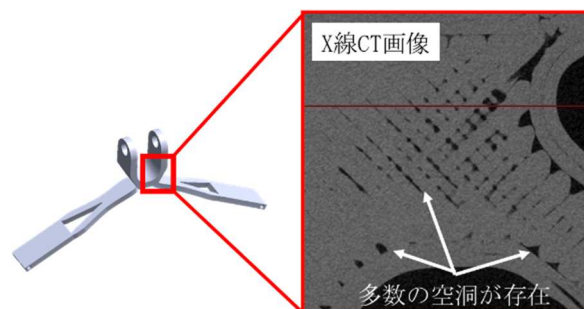


図3 3Dプリンタで造形した部品のX線CT画像

いため、数値解析にて強度や耐久性を正確に評価することは困難と判断し、実使用条件に即した変異を繰り返し与えることができる専用の耐久性試験装置を開発し、強度と耐久性の確認を行うこととした(図2 ⑦)。

耐久性試験の結果、実使用で想定される年間 1,000 回程度の負荷回数に対し 2,500 回以上耐えることが分かった。実際の運用では、部品の定期交換を行う予定のため、耐久性に問題はないと考えられる。

3-3 橋梁検査用ドローンの簡素化と軽量化

全国に存在する約 73 万本の橋梁と約 1 万本のトンネルを低コストかつ高効率で検査を行うために、新日本非破壊検査(株)では橋梁下面に車輪移動機構を押し付けながら移動し、カメラ映像を使用した画像検査や打音検査が可能な橋梁検査用ドローンを開発した^{4,5)}。橋梁点検の様子を図4に、全体概要を図5に示す。

本点検ドローンも配管内検査ロボットと同様に、検査の現場からは整備性向上を目的とした部品点数の削減、運動性能向上のための軽量化が要望されていた。そこで、構造最適化による軽量化および柔軟素材を用いた 3D プリンタでの製作を前提とした新たな構造を開発することとした。本稿では、紙面の都合により、



図4 点検中の橋梁検査用ドローン

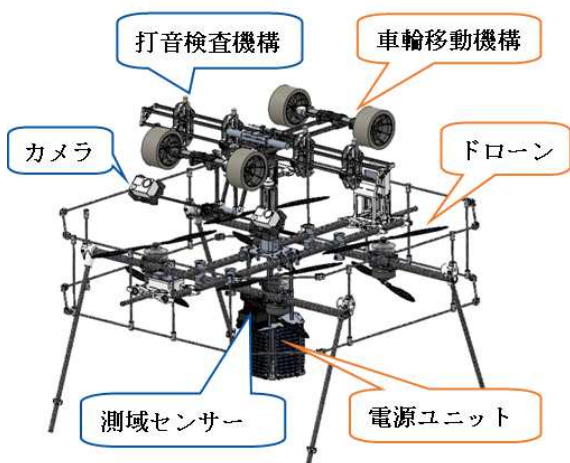


図5 橋梁検査用ドローンの全体概要

ドローン上部に搭載する車輪移動機構に関してのみ報告する。

具体的な開発の流れを図6に示す。図6の最上部に示される車輪移動機構の元構造は、中心部のユニバーサルジョイントと4本のコイルスプリングで構成され、前後左右へ $\pm 30^\circ$ の受動的な傾斜機能によって平常時の水平保持から傾斜した天井面や凹凸に対応することが可能である。一方で、部品点数が多く現場でのメンテナンス性に劣るという課題があった。そこで、柔軟な Nylon12 を 3D プリンタの材料として使用することで、外力に応じ自ら変形可能な車輪移動機構のための構造の開発を行った。構造の設計にあっては、図6の①に示す初期形状を設定し、まずトポロジー最適化を

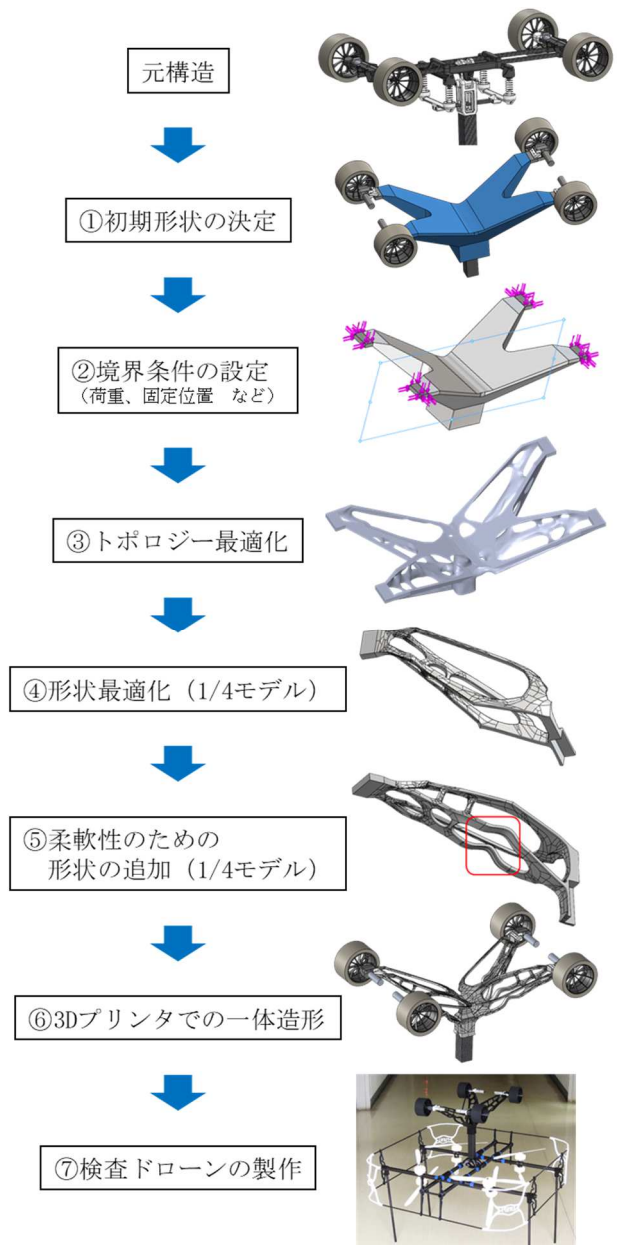


図6 最適化と 3D プリンタによる機構の開発の流れ

表3 元構造と新構造での部品点数や重量の比較

	最適化前	最適化後
部品の種類数 [種]	33	12 (64%減)
部品の点数 [個]	89	50 (44%減)
機構の重量 [g]	967	763 (21%減)

行い強度に関与が低い箇所が削り取られた形状を得た(図6の③)。次に、1/4モデルを用い形状最適化を行い、剛性と軽量化のバランスがとれた形状を得た(図6の④)。しかしながら、構造最適化は剛性の高い構造を導き出す手法であるため、得られた形状は柔軟性を発揮できる構造ではない。そこで、敢えて剛性を低下させ変形を誘発する構造を追加した(図6の⑤)の枠内部の湾曲構造)。この変形を狙った形状を用い、Nylon12樹脂にて車輪移動機構(図6の⑥)を製作した。開発前後での部品種や部品点数の比較を表3に示す。また、検査ドローンに取り付けた様子を(図6の⑦)に示す。

開発した車輪移動機構を用い、コンクリート壁面に押し付ける模擬実験を行ったところ、車輪のトリー角やキャンバー角の大きな変化が直進性へ悪影響を与え、実使用に大きな問題があることが分かった。今後、外力による変形も考慮した境界条件の再設定を行い、変形時の直進安定性を改善させた上で現場実験にて検証を行う必要がある。

4 人材育成セミナーによる中小企業のものづくりの3D化

ものづくり企業において、CAEや3Dプリンタなどの3Dデータの取り扱いが前提となるツールの活用は必須と考えられるが、北九州地域における製造業の3D化率は3割^⑧という調査結果もあることから、まずは入り口となる3D-CADを扱うことができる人材を育成し、CAEや3Dプリンタの活用を促すことで県内企業のものづくりの3D化を進めていくことが急務となっている。

そのため、機械電子研究所では中小企業の技術者を対象とした実習形式の3D関連技術人材育成セミナーを数年前より実施している。R1年度はオートデスク社のFusion360を使用し、3D-CAD、CAE(線形静解析、構造最適化解析)、CAM、3Dプリンタ造形体験、RE(リバーエンジニアリング)体験など、3Dデータの作成から活用までの総合的なセミナーを実施し、延

べ98名の参加があった。今後も「支援基盤の整備」と、3Dツールを活用できる人材を育成する「人づくり」を並行して実施し、地域企業の支援を進めていく。

5 まとめ

構造最適化と3Dプリンタを組み合わせた軽量構造設計手法を構築し、県内中小企業の開発支援を行った。具体例として、配管内検査ロボットや橋梁検査用ドローンに対する軽量化支援を行った結果、大幅な軽量化と部品点数の削減が可能であることが分かった。今後は現場での実験を通して本手法の有効性の検証を行っていく必要がある。また、県内中小企業自らがCAEや3Dプリンタを活用するために実習形式の3D化人材育成セミナーを実施した結果、延べ98名が参加した。今後も引き続き、県内中小企業への開発支援や軽量設計手法の技術移転、3D人材育成を行っていく。

6 参考文献

- 1) 奥村克博, 渡邊恭弘, 百合本淳, 和田秀樹, 大貝晴俊, 大屋勝敬, 大川不二夫, 井上美和, 御厨美和: 配管検査用ロボット機構の開発, 日本機械学会, 第61期総会・講演会九州支部講演論文集, No. 088-1, pp. 255-256(2008)
- 2) 新日本非破壊検査(株): エルボマスター, (オンライン) <http://www.shk-k.co.jp/business/technology/equipment/equipment07.html>
- 3) 奥村克博, 渡邊恭弘, 百合本淳, 和田秀樹: 小径管内検査ロボットの開発, 日本機械学会, 第66期総会・講演会九州支部講演論文集, No. 138-1, pp. 53-54(2013)
- 4) 奥村克博, 古賀文隆, 糸平圭一, 田中雅敏, 和田秀樹: 飛行ロボットによるインフラ点検ロボットシステムの開発, 日本機械学会九州支部第講演論文集, No. 168-1, pp. 371-372(2016)
- 5) 奥村克博, 古賀文隆, 山田圭一, 田中雅敏, 和田秀樹: マルチコプターを使ったインフラ点検ロボットシステムの開発, 日本機械学会九州支部第講演論文集, No. 178-1, pp. 327-328(2017)
- 6) 竹田陽子: 北九州地域における3次元ものづくりの実態と政策含意, 北陸先端科学技術大学院大学年次学術大会講演要旨集, 30:447-452(2015)

毒劇物管理システムの開発

田口 智之*1 林 宏充*1 奥村 克博*2

Development of Poisonous and Deleterious Substance Management System

Tomoyuki Taguchi, Hiromitsu Hayashi and Katsuhiko Okumura

IoTはIT業界のみならず、様々な分野で注目を集めている。IoT端末は今後さらに増加していくと予測されており、IoTを活用した新たなビジネスモデルやサービスの創出が期待されている。その中で、Raspberry Piと呼ばれる小型のコンピュータが、IoTを自作で導入できるツールとして注目されており、機械電子研究所では、Raspberry Piをベースとした、「IoT導入支援キット」の開発および導入支援を行ってきた。本研究では、IoT導入支援キットの応用展開として、毒劇物管理システムの開発を行った。毒劇物管理システムは、毒劇物の在庫管理や使用量管理を従来の手書きから電子化することで、業務の効率化を図ることを目的としており、本システムの導入・運用により、業務の効率化やヒューマンエラーの防止に有効であることを確認できた。

1 はじめに

あらゆるモノがインターネットで接続するIoTの発展により、従来の産業・社会構造が大きく変革する可能性がある。我が国においても新たなビジネスモデルの創出やサービスの展開が引き起されようとしている。IoTはIT業界のみならず、車の自動運転や工場設備の監視など様々な分野での発展が期待されており、注目を集めている。その中で、Raspberry Piと呼ばれる小型のコンピュータが、手軽にかつ安価でIoTの自作ができるツールとして注目されている。

これまでに機械電子研究所では、県内中小企業が「気軽にIoTをはじめ」ことができるための支援ツールとしてRaspberry Piをベースとした「IoT導入支援キット」を開発し、「WBGT測定システム」や「毒劇物管理システム」等への適用を図ってきた¹⁾。

前報では、「毒劇物管理システム」の基本的な機能（使用者・毒劇物のQRコード読み込み、電子天秤での重量測定、毒劇物の在庫管理・重量管理、管理簿作成）の開発を行った。本報告では、毒劇物を使用している現場へ導入し、実運用を行っている毒劇物管理システムについて述べる。本システムを現場へ導入・運用するにあたり、複数のIoT導入支援キットの使用・不具合の通知・データの定期バックアップ・貸出処理・返却処理などの機能を加えてシステム全体の再設計を行った。また、実装・テスト・現場で試用した結果のフィードバックを繰り返し行い、機能の改善とユ

ーザビリティの向上を図った。

2 研究, 実験方法

2-1 毒劇物管理

毒劇物の管理については「毒物及び劇物取締法」によって規制が行われている。毒物犯罪の増加に伴い、毒劇物の具体的な管理方法の指針が管理マニュアルとして厚生省から示され、「鍵付きの薬品庫」「在庫管理」「複数人で管理」「重量・容量の管理」「管理簿の作成」などが求められている²⁾。毒劇物を頻繁に使用する現場では、特に「在庫管理」「重量・容量管理」「管理簿作成」が大きな負担となっている。

そこで本研究では、毒劇物の在庫数と誰が、いつ、どれだけ利用し、残量が何グラムか、を利用者が手間をかけずに管理することができるシステムを開発した。システム利用者と毒劇物のQRコードをカメラで読み込み、電子天秤で重量を測定することにより、毒劇物の「受払簿（在庫管理）」「使用簿（重量・容量管理）」を管理するシステムである。

2-2 システム構成

システム構成を図1に示す。システムは1台のサーバ側のRaspberry Pi(以下、「サーバ」という。)と複数台の端末側のRaspberry Pi(以下、「端末」という。)とデータバックアップ先のNASで構成される。サーバと端末間および、サーバとPC間はLAN経由で通信が可能である。端末には電子天秤とカメラが接続されており、使用者・毒劇物情報・使用重量をサーバへ登録する。

*1 機械電子研究所

*2 企画管理部

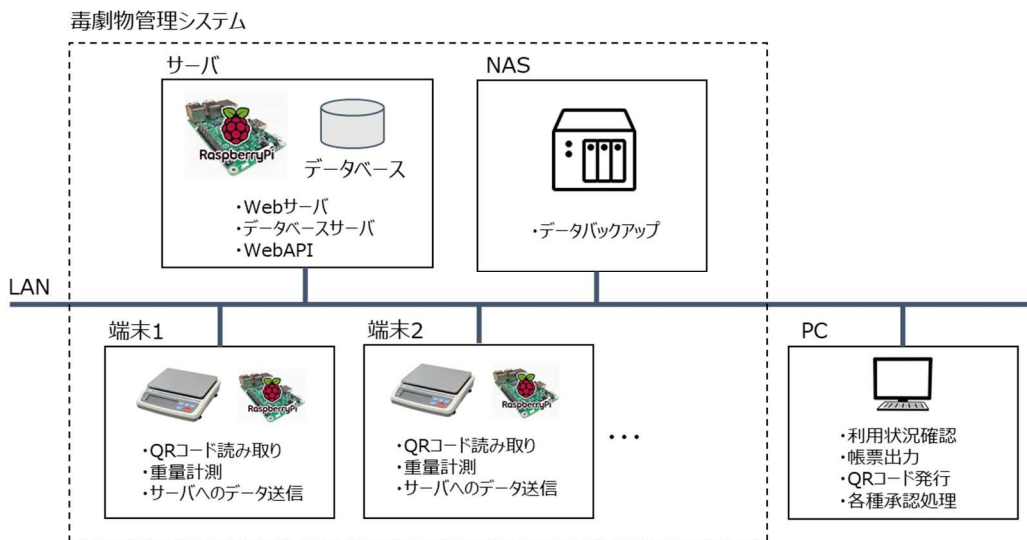


図1 システム構成



図2 端末外観

「貸出」「返却」「終了」「廃棄」の6種類の処理がある。



図3 端末画面 (受領処理)

サーバでは、端末から送信されたデータをデータベースに蓄積するとともに、LANに接続されたPCのWEBブラウザから日々の薬品の使用状況等の閲覧が可能である。

2-3 端末

端末の外観を図2に示す。端末はRaspberry Pi (3 Model B+), USBカメラ (BSWHD06MBK : バッファロー), 電子天秤 (EW-1500i, EW-12ki, FG-30KBM : A&D), プザー (UDB-05LFPN:DB Products), タッチスクリーン (5インチ 800x480 HDMI TFT LCD) で構成される。端末のソフトウェアはNode-RED (v1.0.3) およびPython (Ver.3.5) で書かれており、Linux OS (Raspbian Buster) 上で動作している。USBカメラでの画像取得処理とQRコードの読み取り処理では、それぞれ、PythonのOSS (Open Source Software) であるopencv-pythonとpyzbarを使用している。また、GUIやビジネスロジック、サーバとのHTTP通信、電子天秤とのRS232C通信ではNode-REDを使用している。

端末画面を図3に示す。端末では「受領」「払出」

各処理の操作手順は共通化させているため、シンプルな操作体系と端末のタッチスクリーンによる直感的な操作が可能となっている。以下に操作手順を示す。

- 手順① カメラで利用者のQRコードを読み込む。
- 手順② カメラで毒劇物のQRコードを読み込む。
- 手順③ 電子天秤で毒劇物の重量を計測する。
- 手順④ カメラで立会者のQRコードを読み込む。
- 手順⑤ 画面の登録ボタンをタップする。

「受領」処理は、毒劇物を購入し薬品庫へ保管するなど、新規の毒劇物をシステムに登録する処理である。毒劇物のQRコードは事前に発行し、容器へ取り付けておく必要がある。「受領」処理を行うことで、システムに薬品が登録されるとともに、在庫の数が1増加する。本処理では、手順①②⑤を行う必要がある。

「払出」処理は、毒劇物の利用開始 (開封) 時に行う処理である。「払出」処理を行うことで、毒劇物開封前の初期重量がシステムに登録されるとともに、在

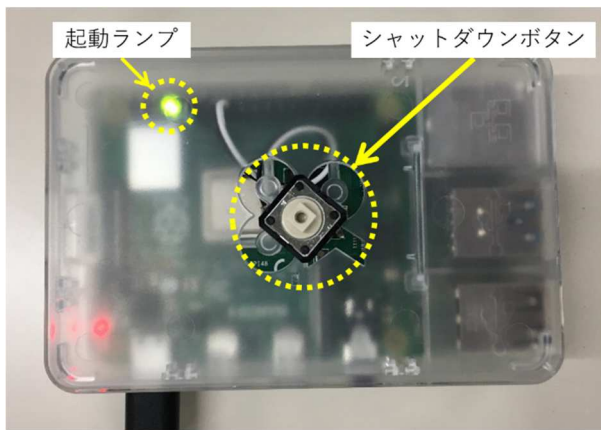


図4 サーバ外観

庫の数が1減少する。本処理では、手順①②③⑤を行う必要がある。

「貸出」処理は、毒劇物を薬品庫から取り出して使用する際に行う処理である。「貸出」処理を行うことで、薬品の使用前の重量がシステムに登録される。貸出される薬品が毒物の場合は手順①②③④⑤を、劇物の場合は手順①②③⑤を行う必要がある。

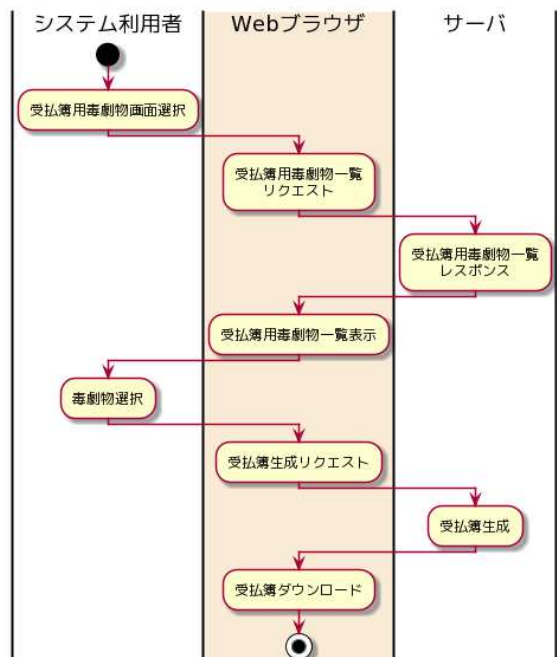
「返却」処理は、毒劇物の使用後に薬品庫へ戻す際に行う処理である。「返却」処理を行うことで、薬品の試用後の重量がシステムに登録される。返却する薬品が毒物の場合は手順①②③④⑤を、劇物の場合は手順①②③⑤を行う必要がある。

「終了」処理は、空になった毒劇物を使用済みとする際に行う処理である。「終了」処理を行うことで、毒劇物が空になったことがシステムに登録される。終了する薬品が毒物の場合は手順①②④⑤を、劇物の場合は手順①②⑤を行う必要がある。

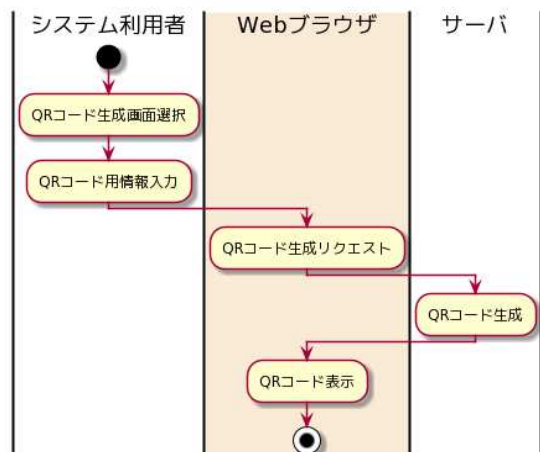
「廃棄」処理は、毒劇物の使用期限が切れた等の理由により、不要となった毒劇物を廃棄する際に行う処理である。「廃棄」処理を行うことで、毒劇物が廃棄されたことがシステムに登録される。本処理は、終了処理とは排他であり、どちらかの処理のみ行うことができる。本処理は、手順①②④⑤を行う必要がある。

2-4 サーバ

サーバの外観を図4に、操作フローを図5に、Webブラウザ画面を図6に示す。サーバはRaspberry Pi (4 Model B)、起動ランプ、シャットダウンボタンで構成される。サーバのソフトウェアはNode-RED (v1.0.3) およびPython (Ver. 3.5) で書かれており、Linux OS (Raspbian Buster) 上で動作している。また、デー



(a) 受払簿出力操作フロー



(b) QRコード生成操作フロー

図5 サーバ操作フロー

タベースとしてMariaDB (10.3) を使用している。

サーバでは、HTTP通信によるWebAPI、Webブラウザによる情報閲覧や受払簿・使用簿の生成、管理責任者による最終承認、QRコード生成の機能を有する。受払簿・使用簿の生成とQRコードの生成では、それぞれ、PythonのOSSであるopenpyxlとsegnoを使用している。また、GUIやビジネスロジック、端末やPCとのHTTP通信、データベースとのアクセスでは、Node-REDを使用している。

HTTP通信によるWebAPIでは、端末で読み込んだデータの登録や、毒劇物のステータス取得等の機能を有し

ている。LANに接続された端末からHTTP通信により特定のURLにアクセスすることで、遠隔で各種処理を行うことができる。

毒劇物受払簿								
←戻る		ダウンロード		管理部署	試験名	内容量	保管場所	
		電子技術課		メタノール		500ml		薬品庫
No.	日付	取扱主任者(代行者)	管理責任者	識別情報	摘要	受	払	在庫
1	2020/04/01	機電研太郎	機電研責任者	劇物2	受領	1		1
2	2020/04/01	機電研太郎		劇物3	受領	1		2
3	2020/04/30	機電研太郎		劇物3	払出		1	1

(a) 受払簿表示画面



(b) QRコード生成画面

図6 Webブラウザ画面

Webブラウザによる情報閲覧では、システムに登録されている毒劇物の「いつ」「だれが」「なにを」「どのくらい」の情報を確認することができる。また、情報の確認とともに、「受払簿」「使用簿」をExcelファイル形式でダウンロードし、ローカルのPCへの保存や印刷等が可能である。

管理責任者による最終承認は、端末で行った「受領」処理等の最終承認をWebブラウザで行う機能である。管理責任者に該当する者には予めユーザIDとパスワードを発行する必要がある。管理責任者はこれらを用いて、専用の承認フォームから最終の承認を遠隔で行うことが可能である。

QRコード生成は、システムの利用者のQRコード、毒劇物のQRコードの発行およびダウンロードができる機能である。本システム用の情報を持ったQRコードを発行できるため、新規に利用する職員や毒劇物への迅速な対応が可能である。

2-5 システム運用

システムの運用では、遠隔操作によりすべての端末

とサーバのメンテナンスやアップデート処理、不具合対応を行う。SSHの公開鍵認証によりシステムの管理者以外からの接続を排除し、安全な接続を確立することができる。また、すべての端末とサーバでは特定のIPアドレスのみアクセスできるようにファイアウォールを設定している。

端末やサーバのHTTP通信時やエラー発生時には、ログファイルに情報を出力している。また、エラー発生時には迅速な対応ができるように、システム管理者へメールによる通知を行う仕組みを構築している。

サーバが何らかの理由により故障した場合に備え、NASヘデータベースのデータをバックアップしている。バックアップは一日に一度行っているため、一日前の状態にシステムを復旧可能である。

3 結果

従来の手書き管理では、毒劇物の使用ごとに管理簿の中から当該管理簿を探し、使用前後の重量計測、使用実績の手書き記入をおこなっており、多くの手間を要していた。本システムの導入・運用により、毒劇物管理業務の効率化が実現し、さらに、手書き入力ミスや管理簿紛失等のヒューマンエラー防止に有効であることを確認した。また、キーワードによる検索により管理簿の検索機能向上や、紙の印刷コストが削減されるメリットが得られた。

4 まとめ

本研究では、QRコードの読み取りと重量計測により毒劇物を管理する毒劇物管理システムを開発した。本システムにより手書き管理から電子的な管理に変更されることで、毒劇物管理業務の効率化とヒューマンエラーの防止に繋がることを確認できた。なお、本システムは福岡県工業技術センター内で2020年4月より運用を開始している。

5 参考文献

- 1) 林宏充, 川畑将人, 奥村克博, 吉村賢二: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 29, pp. 41-44 (2019)
- 2) 厚生省: 毒劇物盗難等防止マニュアル (2005) (オンライン) <http://www.nihs.go.jp/mhlw/chemical/doku/manu/manu.pdf>

連絡先

研究報告の内容の他、技術的な課題は各研究所【技術総合支援室】までお問い合わせください

福岡県工業技術センター	
企画管理部 (情報交流課)	〒818-8540 筑紫野市上古賀 3-2-1 代表 TEL:092-925-7721 【問合せ TEL:092-925-5977】 FAX:092-925-7724
化学繊維研究所	〒818-8540 筑紫野市上古賀 3-2-1 代表 TEL:092-925-7721 【問合せ TEL:092-925-7402】 FAX:092-925-7724
生物食品研究所	〒839-0861 久留米市合川町 1465-5 代表 TEL:0942-30-6644 【問合せ TEL:0942-30-6213】 FAX:0942-30-7244
インテリア研究所	〒831-0031 大川市上巻 405-3 代表 TEL:0944-86-3259 【問合せ TEL:0944-86-3259】 FAX:0944-86-4744
機械電子研究所	〒807-0831 北九州市八幡西区則松 3-6-1 代表 TEL:093-691-0260 【問合せ TEL:093-691-0231】 FAX:093-691-0252

Fukuoka
Industrial
Technology
Center

<http://www.fitc.pref.fukuoka.jp/>

ISSN 0916-8230

福岡県工業技術センター研究報告

No.30 (2020)

令和2年10月発行

発行：福岡県工業技術センター
〒818-8540 福岡県筑紫野市上古賀 3-2-1
TEL 092-925-5977 FAX 092-925-7724

印刷：よしみ工業株式会社



無断複写・転載を禁じます。