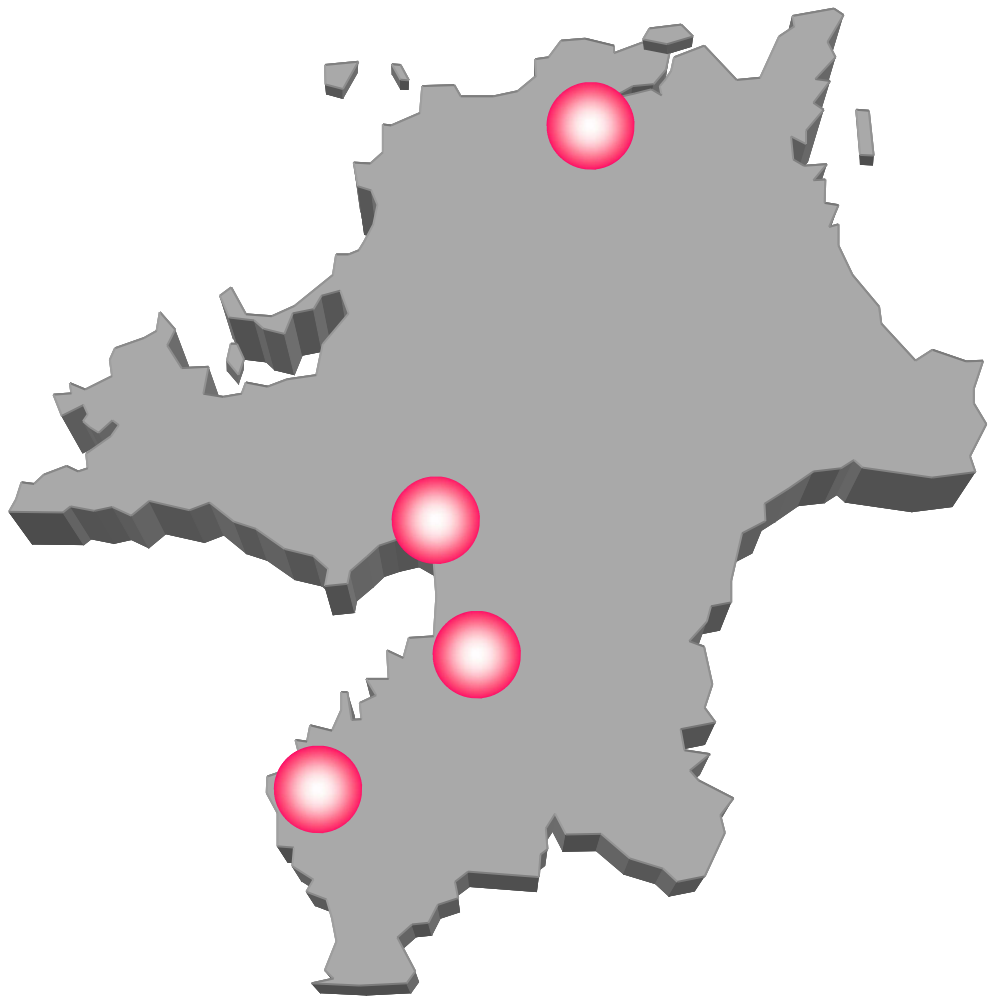


No.34 (2024)

# 研 究 報 告



福岡県工業技術センター

◆◆研究報告◆◆

|                                                                              |    |
|------------------------------------------------------------------------------|----|
| 石けん木材塗布液のエクステリア，水回り建材への展開・・・・・・・・・・・・・・・・                                    | 1  |
| 堂ノ脇 靖巳 大島 雄三 林 真一 関光 信也 田嶋 達彦                                                |    |
| 抗菌性能を有する漆染めの臭気対策用布マスク・・・・・・・・・・・・・・・・                                        | 4  |
| 泊 有佐 田村 貞明 大島 雄三 三木 博文                                                       |    |
| 簡易的抗菌試験の実施に関する検討・・・・・・・・・・・・・・・・                                             | 8  |
| 田村 貞明                                                                        |    |
| 藍染め生地の色濃度とスクモに含まれるインジゴ量の関係・・・・・・・・                                           | 10 |
| 大島 雄三 堂ノ脇 靖巳                                                                 |    |
| プラスチック再生利用に関する技術の高度化研究・・・・・・・・                                               | 14 |
| 齋田 真吾 田中 大策 中西 太郎 野見山 加寿子 津山 圭太 横地 佳彦                                        |    |
| 木粉配合プラスチックのリサイクル性評価・・・・・・・・                                                  | 17 |
| 田中 大策                                                                        |    |
| ゴム製造時の予備加熱工程におけるボイド低減方法の検討・・・・・・・・                                           | 21 |
| 田中 大策 野見山 加寿子 藤吉 国孝 内田 智之                                                    |    |
| 低温高圧水素用ゴムシール材の開発・・・・・・・・                                                     | 25 |
| 田中 大策 内山 直行 浦川 稔寛 野見山 加寿子 木村 太郎 蓮尾 東海 齋田 真吾 中西 太郎<br>田籠 賢祐 吉山 雄一 益永 幸博 児玉 洋典 |    |
| メタゲノムライブラリの構築および新規耐熱性酵素の開発・・・・・・・・                                           | 29 |
| 奥村 史朗                                                                        |    |
| 長期保存中に植物性発酵エキスを生じた混濁の構成成分解析・・・・・・・・                                          | 32 |
| 川口 友彰 田崎 麻理奈 坂口 優紀 井元 樹里                                                     |    |
| 味わいに優れた低アルコール清酒の開発・・・・・・・・                                                   | 36 |
| 片山 真之 大場 孝宏 堺 早恵子 山下 修司 田中 建太郎                                               |    |
| 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・・・・・・・・                              | 39 |
| -ペット用家具の開発-                                                                  |    |
| 隈本 あゆみ 富永 由佳 友延 憲幸 青木 幹太 馬場 末広 松本 豊                                          |    |
| 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・・・・・・・・                              | 42 |
| -JAPANDI空間に合うコンパクトな桐筆筒の開発-                                                   |    |
| 隈本 あゆみ 友延 憲幸 富永 由佳 青木 幹太 加島 功一 佐々木 健五                                        |    |

|                                               |    |
|-----------------------------------------------|----|
| 建築物の内装制限に対応した高意匠性防火材料の開発                      | 45 |
| 羽野 泰史 岡村 博幸 古賀 賢一                             |    |
| 電流分布・熱流体解析による電気めっきの「やけ」シミュレーションの検討            | 49 |
| ーニッケルめっきのハルセル試験ー                              |    |
| 中野 賢三 古賀 文隆 大内 崇史 山本 圭一朗 村田 顕彦 奥田 龍之介         |    |
| 炭素鋼におけるレーザ焼入れ条件の探索（第3報）                       | 53 |
| ーラップ間隔と硬さ分布の関係ー                               |    |
| 菊竹 孝文                                         |    |
| レーザ肉盛における希釈率バラツキの原因調査                         | 57 |
| ーレーザ出力及びワーキングディスタンスの影響ー                       |    |
| 島崎 良 小川 俊文 丸山 貴三 澤井 直久                        |    |
| CIM（Ceramic Injection Molding）を用いた微細金型製造技術の開発 | 60 |
| 谷川 義博 山本 圭一朗 芳賀 善九 山口 大輔 白鳥 俊宏 鈴木 昌人 青柳 誠司    |    |
| 航空機部品を想定したInconel 718のAM造形体に関する仕上げ加工技術の検討     | 64 |
| 在川 功一 山田 泰希                                   |    |
| 指向性エネルギー堆積法で作製したSUS316Lステンレス鋼の機械的特性           | 68 |
| ーデジタル画像相関法を用いたSUS316L積層造形体の変形挙動の解析ー           |    |
| 山田 泰希 内野 正和 安部 年史                             |    |
| 溶接ヒュームを含む流体挙動の可視化と解析に関する研究                    | 72 |
| 村田 顕彦                                         |    |
| 分配ヘッドにおける流れの均一化に関する研究                         | 76 |
| ー粒子画像流速測定装置と熱流体解析による流れの可視化ー                   |    |
| 大内 崇史                                         |    |
| IoT導入支援キットVer.3の開発                            | 80 |
| ーIoT組立てモジュールBravePIの共同開発と外部システム連携機能の実装ー       |    |
| 田口 智之 渡邊 恭弘 林 宏充 古賀 文隆 川畑 将人 前田 洋征 小橋 泰成      |    |
| ◆◆学協会誌掲載論文の概要◆◆                               |    |
| 食品有害菌産生バイオフィルムに対するフマル酸、乳酸、フェルラ酸の併用効果          | 84 |
| 塚谷 忠之 坂田 文彦                                   |    |
| バイオフィルム殺菌活性を有する食材（エタノール抽出物）の探索：甘草の主要フラボノイドである |    |
| グラブリジン単独およびε-ポリ-L-リジン併用におけるバイオフィルム殺菌活性        | 86 |
| 塚谷 忠之 黒田 理恵子 川口 友彰                            |    |
| 付加価値向上のための個別企業支援技術の確立                         | 88 |
| 川口 友彰 田崎 麻理奈                                  |    |

◆◆学協会誌掲載論文の概要のつづき◆◆

組み込み開発向けスクリプト言語mruby/cを支援するハードウェアアクセラレーションの開発・・・・・・・・・・ 90

前田 洋征 田中 和明



# 研 究 報 告

# 石けん木材塗布液のエクステリア，水回り建材への展開

堂ノ脇 靖巳\*1 大畠 雄三\*1 林 眞一\*2 関光 信也\*3 田嶋 達彦\*4

## Preservative Effect of Soap-Finished Wood to be Used on Exteriors and Humid Place

Kiyoshi Donowaki, Yuzo Ohata, Shin-ichi Hayashi, Nobuya Sekimitsu, and Tatsuhiko Tajima

石けん成分とミネラル成分の二液から構成される撥水性を付与した石けん塗料液を開発し，屋内木材用途に限定して商品展開を行っている。しかし，近年，屋外や水回り木材への使用も要望されている。そこで，本研究では石けんを塗布した杉の木片に腐朽菌を積極的に接触させた際の防腐効果を検討した。また紫外線と浸水による影響を調べるために，石けん塗布木材の劣化促進試験を実施し，防腐効果を検討した。この結果，石けん塗布木材は屋外や水回り環境下においても防腐効果があり，二液の塗布方法によって効果が異なることが示された。また劣化促進試験から防腐効果が最低1年間維持できること，またメンテナンス期間は半年毎が好ましいことが明らかとなった。

### 1 はじめに

我々は，脂肪酸ナトリウムから成る石けん成分A液を木材に塗布，乾燥した後に，ミネラル成分から成るB液を塗布することによって，木材表面に脂肪酸金属塩を生成させ，木材本来の色の変化（例えば，濡れ色）や肌触りの変化なしに撥水性を向上できる石けん塗料液を開発した<sup>1, 2)</sup>。この塗料液は人や動物，環境に対して悪影響を与えないこと，有害な揮発性有機化合物（VOC）が発生しないため，一般消費者でも手軽に扱うことができる安心・安全な木材塗料液として長年にわたり，製造販売している。適応用途としては，一般的に脂肪酸から成る石けん成分は生分解性があると言われていることから屋内木材製品であるインテリア，家具，床，壁に限定して商品展開していた。しかし，近年，安心・安全性が重視され，消費者から屋外や水回り木材にも石けん塗料を使いたいとの要望を受けている。

一方，先行文献<sup>3)</sup>には，脂肪酸塩を含有する防腐用木材保存材が記載されており，脂肪酸塩が高濃度で木材内部に含浸でき，長期間安定して存在して木材防腐効果をもたらすことを示している。そこで，我々は屋外にウッドデッキを作製し，A液を塗布・乾燥させた後，B液を塗布し，1年に1回以上の同様なメンテナンスを実施した。図1に10年経過したウッドデッキの写真を示す。若干の色変化はあるものの，腐食は見られ

ず，木肌の劣化も観測できなかった（図1下写真）。

そこで，本研究では石けん塗料液で処理した木片に木材腐朽菌を積極的に接触させた悪条件下での防腐効果を明らかにすることを目的とした。また紫外線，浸水による石けん塗布木材の劣化促進サンプルを作製し，防腐効果の維持や推奨されるメンテナンス期間を明らかにすることを目的とした。



図1 10年間石けん塗料液でメンテナンスした屋外に設置したウッドデッキ（上）と木材表面（下）

\*1 化学繊維研究所

\*2 まるは油脂化学(株)

\*3 関光デザイン事務所

\*4 (株)Re Flora

## 2 実験方法

### 2-1 サンプルの作製

石けん塗料液で処理した木片の作製は、50 x 50 x 5 mmの杉材を高温高压蒸留した後、この木片をA液に浸漬させ、乾燥後、B液に浸漬・乾燥させて作製した（以下、「A→B」とする）。またA→Bとの塗布方法の違いを調べるために、A液とB液を等量混ぜ合わせて脂肪酸金属塩を析出させた液を調整し、これに木片を浸漬・乾燥させて作製した（以下、「A+B」とする）。併せて石けん塗料液で処理しない木片（以下、「未処理」とする）も同じ試験に供した。

### 2-2 光、水による劣化促進試験の方法

スガ試験機（株）製紫外線フェードメーターU48HBBRを用いて2-1で作製したサンプルをブラックパネル温度63℃で20時間照射し、放冷後、1時間純水に浸漬させた。これを15回繰り返す300時間照射サンプル（以下、「300hx1」とする）、及び7回と10時間照射（150時間照射）後に、未処理以外は再び2-1のように石けん塗布でメンテナンスを行い、さらに7回と10時間照射したサンプル（以下、「150hx2」とする）を作製した。なお、150時間照射が半年分、300時間が1年分<sup>4)</sup>の照射量として取り扱った。

### 2-3 腐食試験

木材腐朽菌として沖縄県のトリュフ腐朽菌を純水に分散させ、この液に木片を一部浸漬させて恒温恒湿中、1ヶ月放置して、生じたコロニー数を顕微鏡で数えた。

## 3 結果及び考察

### 3-1 木材表面の観測

図2に紫外線および浸水による劣化促進前と後のサンプルを示す。この写真は、A→B、A+B、未処理の3つの群に分かれており、それぞれ上段が劣化促進前、下段が促進後であり、左側が300hx1、右側が150hx2で、各サンプルの上下左右は同じようにレイアウトした。劣化促進前のA+Bは析出した脂肪酸金属塩のため木材表面が白華しているが、促進後は見られなかった。また杉の特徴である赤身（心材）と白太（辺材）の境界部分（図2 ▶, ◀）は、劣化促進後、曖昧になった。特に、未処理は劣化促進後も境界が確認できるが、A→B、及びA+Bは境界が曖昧になる、または無くなる傾向が見られた。杉の心材には着色原因の一つであるフェノール性成分<sup>5)</sup>が含まれており、石けん成分がこの

成分をマイグレーションさせたと考えられる。

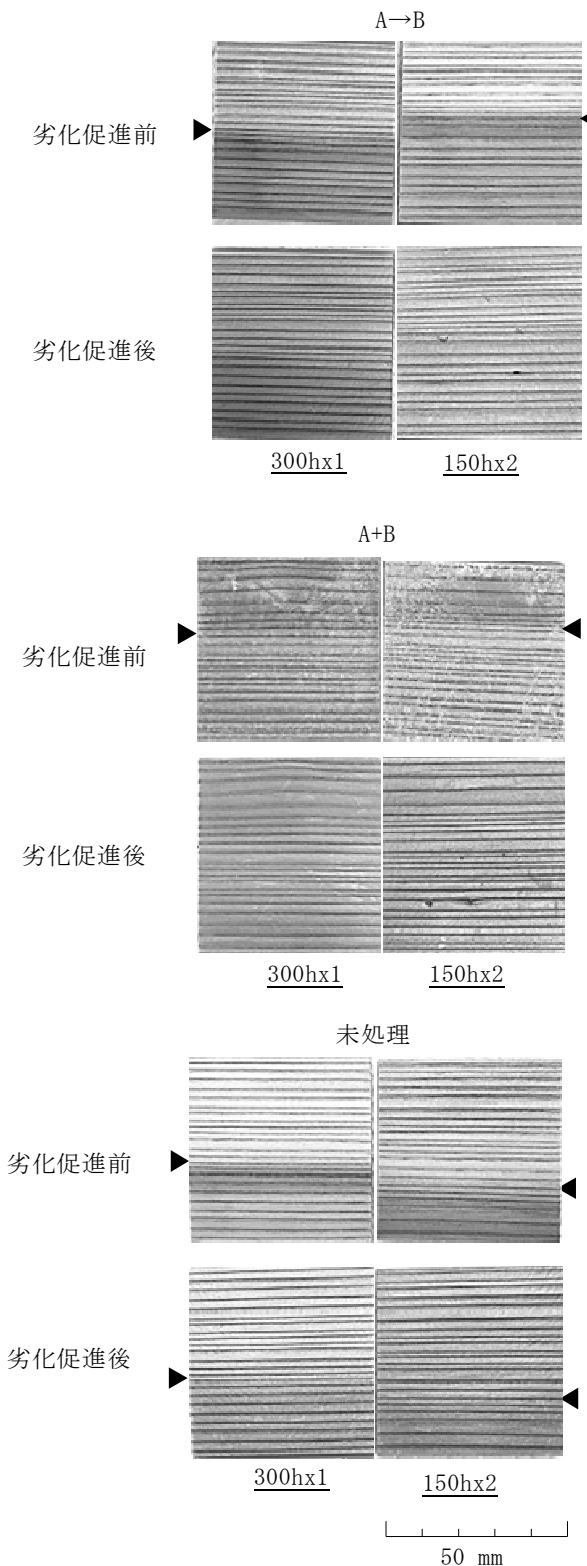


図2 劣化促進試験前後の表面写真  
(▶, ◀: 赤身（心材）と白太（辺材）の境界部分)

### 3-2 防腐効果

表1に腐食処理を1ヶ月行った木片のコロニー数を示す。劣化促進前を比べるとA→B > A+B > 未処理

の順に防腐効果があり、石けん塗布による防腐効果が示され、また塗布方法によって効果が異なることが明らかとなった。これはA→BはA+Bよりも石けん成分やミネラル成分が木材内部まで浸透できるため、木材内部に撥水成分である脂肪酸金属塩が生成する<sup>1)</sup>ことに起因すると考えられる。図3に試験結果の写真を示す。黒い部分がカビであり、未処理、A+Bに比べてA→Bには黒い部分が少なく、防腐効果があることが分かる。特に、未処理の木材断面（下右写真）ではカビが木材内部まで進入していたが、石けん塗布木材にはこの現象は見られなかった。

表1 1ヶ月腐食試験後のコロニー数

| 劣化促進条件        | 未処理 | A+B | A→B |
|---------------|-----|-----|-----|
| 劣化促進前         | 14  | 8   | 2   |
| <u>300hx1</u> | 7   | 12  | 4   |
| <u>150hx2</u> | 8*  | 7   | 3   |

\* 石けん塗料液による処理なし

一方、劣化促進前後で比較すると未処理の防腐効果までが向上した。150hx2では劣化促進前と同様の順番で防腐効果があったが、未処理とのコロニー数の差は12から5に縮まり、300hx1ではA→B > 未処理 > A+Bとなり、未処理がA+Bを逆転した。この理由は今後の課題としたが、劣化促進試験を行った石けん塗布木材の比較では150hx2 > 300hx1 の順に安定に効果を維持できたことから、石けん塗布のメンテナンスは1年後よりも半年毎に行う方が良いことが明らかとなった。

#### 4 まとめ

以上の結果から、屋外環境下においても石けん塗布木材の防腐効果が明らかとなった。また塗布方法は石けん成分A液を塗布し、乾燥させた後にミネラル成分B液を塗布する工程のA→Bで、かつ半年毎のメンテナンスが好ましいことが明らかとなった。今後は、石けん成分、ミネラル成分の種類や濃度、木材種による防腐効果の違いを明らかにする必要がある。

これまで、木材への石けんを塗布することによる色彩、木材のニオイ、手触り感に変化がないこと、そして撥水性、防汚性、防炎性を明らかにしてきた<sup>1)</sup>。さらに、今回の研究により、防腐効果も確認でき、安心・安全な木材の石けん塗料液としてエクステリア、

水回り建材への展開が可能であると考えられる。

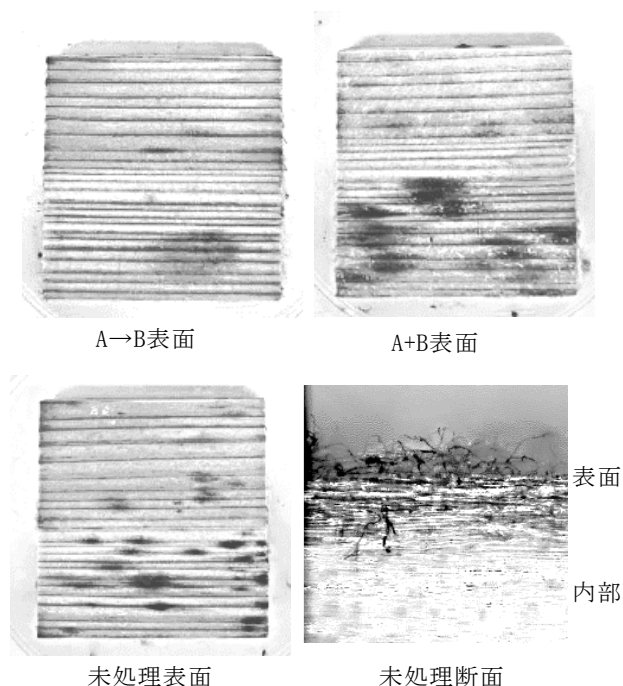


図3 劣化促進前サンプルの1ヶ月腐食試験後の写真

#### 5 文献

- 1) 堂ノ脇靖巳，林 眞一，吉田美裕紀，関光信也：福岡県工業技術センター研究報告，No. 16，pp. 8-11（2006）
- 2) 関光信也，福岡県，まるは油脂化学(株)：特許第5181099号
- 3) 吉田慎治：特開2001-187401
- 4) 早川 淨 監修：プラスチック諸材料の長期耐久特性，pp. 270，(株)アイピーシー(2004)
- 5) 高橋孝悦：木材学会誌，Vol. 27，No. 8，pp. 654-657（1981）

# 抗菌性能を有する漆染めの臭気対策用布マスク

泊 有佐\*1 田村 貞明\*1 大島 雄三\*1 三木 博文\*2

## Deodorizing and Antibacterial Fabric Mask Dyed with Lacquer Tree Extract

Arisa Tomari, Sadaaki Tamura, Yuzo Ohata and Hirofumi Miki

医療従事者に対する清潔・安心安全のニーズに応えるべく臭気対策用布マスクについて開発を行った。本研究では、当該マスクのホルムアルデヒド消臭効果の確認及び抗菌性の付与を検討した。抗菌性は、漆の抗菌効果に着目して漆材抽出液による染色を検討した。この結果、ホルムアルデヒド消臭効果及び漆染めをした布マスクの抗菌効果を確認した。

### 1 はじめに

病院や大学の医療従事者が解剖、病理検査、標本作製等の作業を行う際に、許容濃度\*1を超えたホルムアルデヒドの曝露を受けていることが問題になっている。ホルムアルデヒドはシックハウス症候群の原因物質として知られており、その濃度低減による医療従事者の健康リスク軽減が求められている。

(有)明光メディカル（以下、「明光メディカル」という。）は、当センターの支援を受けて医療従事者に対して臭気対策用布マスク「ケミカルファブリック 働く人のためのマスク」を開発し、販売している。開発した臭気対策用布マスク（以下、「布マスク」という。）は、綿、ケミカルフィルター、ポリエステル/ポリウレタンで構成される（図1）。ケミカルフィルターは、明光メディカルと（株）博有が共同開発して消臭加工したものである。消臭加工は、ケミカルフィルターに酸化鉄、アルミニウム及びケイ素から成る吸着材を含浸したものであり、酸性臭気と塩基性臭気の同時除去が可能である。ケミカルフィルターは、既に一般的な悪臭物質であるアンモニア等については外部機関で消臭効果を確認しているが、ホルムアルデヒドに対する消臭効果は確認していない。

また、清潔・安心安全に対するニーズが高まっている

※1 厚生労働省「職域における屋内空気中のホルムアルデヒド濃度低減のためのガイドライン」では、職域における屋内空気中では0.08ppm以下（ただし、特定作業場では0.25ppm以下）。

\*1 化学繊維研究所

\*2 有限会社明光メディカル

ることから、ホルムアルデヒド消臭効果だけでなく布マスクに抗菌性を付与することを検討した。抗菌剤は合成抗菌剤ではなく天然の漆の抗菌効果に着目した。漆材は黄色を呈しており、フスチン、フィセチン等のフラボノイドを多く含有することが知られている<sup>1)</sup>。フィセチン等の漆材抽出成分は、抗酸化性、抗菌性等の有用な生物活性があることが知られている<sup>2)</sup>。

本研究では、布マスクについてホルムアルデヒド消臭効果の確認を行うとともに抗菌性を付与することを目的とした漆材抽出液による染色の検討を行った。

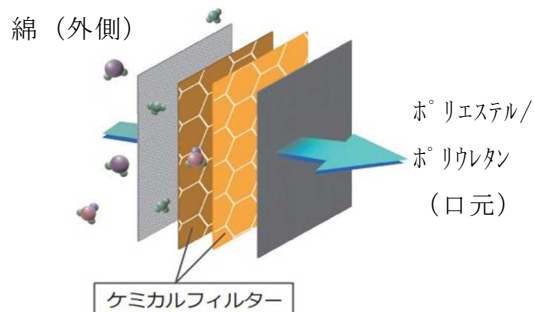


図1 布マスクの構成

### 2 方法

#### 2-1 ホルムアルデヒド消臭効果確認試験

ホルムアルデヒド消臭効果確認試験は、（一社）繊維評価技術協議会の定めるSEKマーク繊維製品認証基準<sup>3)</sup>（以下、「SEK」という。）を参考にして行った。布マスクを入れたサンプリングバッグに、ホルムアルデヒド液（富士フィルム和光純薬（株）製）を用いて濃度調整した5ppm<sup>4)</sup>ホルムアルデヒドガス2Lを封入し、1分後のガス濃度を検知管で測定した。対照試料は、消臭加工なしのフィルターを入れた布マスクを用いた。消臭率は、次式（1）により求めた。

$$\text{消臭率 (\%)} = (A-B) / A \times 100 \quad \cdot \cdot (1)$$

A: 試料なしの試験容器の臭気濃度

B: 試料の入った試験容器の臭気濃度

## 2-2 漆材成分の抽出・染色

漆材成分の抽出は、既報<sup>5)</sup>に従い水抽出またはアルカリ抽出で行った。水抽出は、水 300ml を加熱し、沸騰後に漆材 10g (布 10g の場合) を加え、煮沸しながら 30 分抽出した。また、アルカリ抽出は、抽出時に炭酸ナトリウムを漆材に対して 4.0wt% を添加し、その他の操作は水抽出と同様の方法で行った。

染色特性の検討は、JIS L 0803 で規定された多織交織布 (交織 1 号) を用いた。その後、既存布マスク素材の綿と染色性の高い素材 (ナイロン 6 タフタ (以下ナイロン)、毛、絹 (14 目付)) を用いて試験を行った。

漆材抽出液を用いた染色は、既報<sup>5)</sup>に従い行った。水抽出液から漆材を取り除き、布 10g を入れ、煮沸、攪拌しながら 30 分間染色を行った。アルカリ抽出液には、水抽出と同様に弱酸性に調整するため 1.2ml の酢酸を添加した後、染色を行った。アルカリ条件の染色は、フィセチン等の水酸基が解離し、繊維への固着性が低下するため、酢酸で中和した。染色後、布を取り出して水洗し、一晚自然乾燥した。

水抽出液とアルカリ抽出液中に含まれる抗菌効果の成分とされるフィセチンの分析は、(一財) 食品分析センターに委託した。

## 2-3 評価

染色した布について、分光色差計 (NF-333, 日本電色工業 (株) 製) を用いて未染色の白布に対する色差 ( $\Delta E^*_{ab}$ ) を算出し、染色性を評価した。

湿摩擦堅牢度試験は JIS L 0849 の摩擦試験機 II 型 (学振形) 法にて行った。

洗濯堅牢度は、試験液として SEK 抗菌試験用の標準配合洗剤を使用し JIS L 0844 A-2 法に従って繰り返し 3 回行った。その後、湿摩擦堅牢度と洗濯堅牢度を実施した布について処理前後の色差を測定して堅牢性を評価した。

抗菌性試験は、JIS L 1902 菌液吸収液に準じて行った。供試菌は、納豆菌を用いた。

## 3 結果及び考察

### 3-1 ホルムアルデヒド消臭効果確認試験結果

図2に消臭性試験の結果を示す。布マスクでは、1分後の消臭率は80%となった。一方、対照試料では消臭率が26%であった。SEKマーク繊維製品認証基準は、消臭率80%以上であることから布マスクはホルムアルデヒド消臭効果を示すといえる。1分後で布マスクと対照試料で消臭率に顕著な差があったことから、ケミカルフィルターがホルムアルデヒドの消臭速度を増大させていると言える。

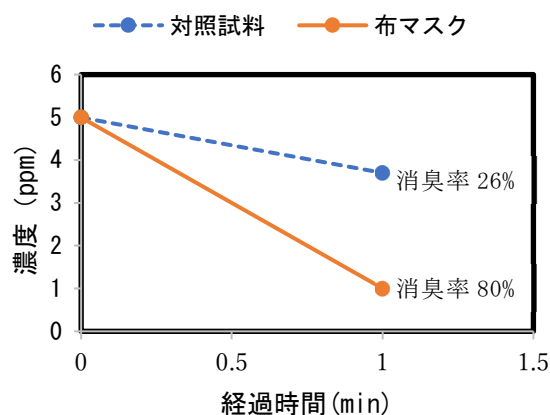


図2 ホルムアルデヒド消臭効果

### 3-2 漆材抽出液による布の染色特性

水抽出、アルカリ抽出で多織交織布を染色し、色差を比較した (図 3, 表 1)。図 3 及び表 1 に示すように、抽出条件は、水抽出よりアルカリ抽出の方が、色差値が大きく染色性が高い。含窒素繊維であるナイロンと毛及び絹は良好な染色性を示した。一方、綿、アセテート、レーヨンは染色性が低く、アクリル、ポリエステルはほとんど染色されなかった。染色性が高かった素材 (ナイロン、毛、絹) から、布マスク生地として最適と考えたナイロンについて、染色特性をさら



図3 水、アルカリ抽出の染色特性

に検討した。綿とナイロンの抽出条件による染色特性は表1の通りである。ナイロンは、水、アルカリ抽出のどちらも綿より良好な染色性を示した。

表1 染色布と白布に対する色差

| 素材     | 抽出条件 | 色差 ( $\Delta E^*_{ab}$ ) |
|--------|------|--------------------------|
| 綿      | 水    | 20.12                    |
|        | アルカリ | 31.17                    |
| ナイロン   | 水    | 37.86                    |
|        | アルカリ | 40.48                    |
| アセテート  | 水    | 25.19                    |
|        | アルカリ | 37.42                    |
| 毛      | 水    | 39.31                    |
|        | アルカリ | 43.74                    |
| レーヨン   | 水    | 27.62                    |
|        | アルカリ | 38.71                    |
| アクリル   | 水    | 12.85                    |
|        | アルカリ | 23.50                    |
| 絹      | 水    | 29.42                    |
|        | アルカリ | 41.20                    |
| ポリエステル | 水    | 9.22                     |
|        | アルカリ | 17.55                    |

表1の綿、ナイロンに対して湿摩擦堅牢度試験の結果は2つの抽出条件において4級以上という良好な結果が得られた。図4に2つの抽出条件で染色した綿とナイロンの洗濯堅牢度の結果を示す。この結果は、洗濯処理前に対する洗濯処理後の色差比（洗濯処理後の $\Delta E^*_{ab}$ /洗濯処理前の $\Delta E^*_{ab}$ ）で評価し、どちらもナイロンは洗濯回数3回まで洗濯での色差比の低下は認められなかった。

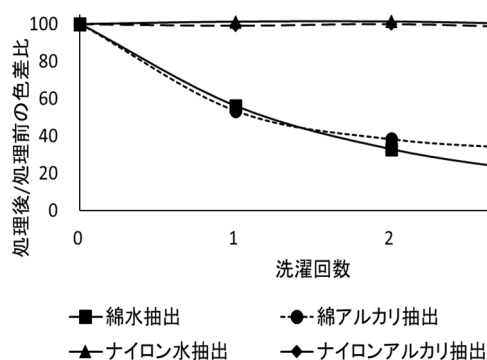


図4 洗濯堅牢度の結果

### 3-3 漆材染色布の抗菌性

表2に水、アルカリ抽出条件で染色した綿、ナイロン、毛について納豆菌を用いた抗菌試験の結果を示す。抗菌活性値は、2以上で抗菌の効果が有り、さらに3以上だと強い効果と言える<sup>6)</sup>。表2より綿は、水抽出では抗菌の効果が全く発現せず、アルカリ抽出条件では抗菌活性値が2未満まで向上した。一方、ナイロンは、水とアルカリ抽出条件で抗菌活性値が2.94と4.73と強い効果が認められた。絹では、アルカリ抽出条件で抗菌の効果が認められた。毛は、2未満で抗菌の効果は弱い。

フィセチンの分析結果は、100gあたり水抽出液で、5.5mg、アルカリ抽出液で、38mgとアルカリ抽出液は水抽出液の6.9倍のフィセチンが検出された。フィセチンはフェノール成分であり、一般にフェノール成分はアルカリ性で溶解度が増加する。よって水抽出よりアルカリ抽出の方が、染色性と抗菌性において条件として優れていることが明らかになった。

表2 納豆菌を用いた抗菌試験結果

| 素材   | 抽出条件 | 抗菌活性値 |
|------|------|-------|
| 綿    | 水    | -0.02 |
|      | アルカリ | 1.54  |
| ナイロン | 水    | 2.94  |
|      | アルカリ | 4.73  |
| 絹    | アルカリ | 2.95  |
| 毛    | アルカリ | 1.24  |

## 4 まとめ

本研究では、開発した布マスクについて医療作業現場での測定濃度5ppmのホルムアルデヒドについて消臭効果があることを確認した。

また、布マスクへ漆染めにより抗菌性を付与することに成功し、以下の結論を得た。

- ・漆材の効率的な抽出条件はアルカリ抽出である。
- ・抽出染料は、ナイロン、毛及び絹に対して良好な染色性を示した。
- ・ナイロン染色布は、湿摩擦堅牢度と洗濯堅牢度の低下は見られなかった。
- ・抗菌効果は、綿と毛は抗菌性が弱く、抗菌活性が認められる2以上の抗菌活性値を示したのは、ナイロ

ンと絹であった。

## 5 参考文献

- 1) 長谷川正男ら：日本化学雑誌，72，223-224，  
1951
- 2) Lee, J, C., et.al.:Biochim.Biophys.Acta.1570,  
181-191, 2002
- 3) 一般社団法人繊維評価技術協議会：JEC301 SEK  
マーク繊維製品認証基準（2024年4月1日改訂版）  
<https://www.sengikyo.or.jp/sek/?eid=00004>
- 4) 佐々木昭彦ら：保健医療科学，52(1)，64－6，  
2003
- 5) 橋田光ら：木材学会誌，60(1)，48-54，2014
- 6) JIS L 1902 繊維製品の抗菌性試験方法及び抗菌  
効果



# 簡易的抗菌試験の実施に関する検討

田村 貞明<sup>\*1</sup>

## Study on a Simple Evaluation Method for Determination of Antibacterial Activity

Sadaaki Tamura

近年、生活様式の変化とともに消費者の清潔志向や快適志向は非常に高くなっており、それに伴って繊維製品の抗菌加工のニーズと関心が高まっている。そこで本研究では、入手しやすい市販の納豆から抽出した菌（以下「納豆菌」という。）が、JIS L 1902指定の黄色ぶどう球菌の代替として適用可能かを調べるために、市販の抗菌製品や抗菌加工剤で加工した生地への抗菌試験を行い、簡易的抗菌試験として有効であることを見出した。

### 1 はじめに

近年、世界中に拡大した新型コロナウイルス感染症によって、消費者の清潔志向や快適志向は非常に高くなっており、それに伴って繊維製品への抗菌性機能付与に対する要望が高まっている<sup>1, 2)</sup>。このため、試験等の相談が多く寄せられているが、化学繊維研究所では微生物に関する試験を行っておらず、外部の試験機関を紹介していた。

繊維製品の抗菌性試験方法は、JIS L 1902 (2015)<sup>3)</sup>において菌液吸収法、トランスファー法、菌転写法、及びハロー法の4種類が規定されている。また機能性繊維を対象にした製品認証であるSEKマークの抗菌防臭加工（青）及び制菌加工（橙、赤）の認証は、定量試験である菌液吸収法の結果が必須であるが、試験菌株は、黄色ぶどう球菌または肺炎球菌であり、いずれもバイオセーフティレベルが2に指定されているため、取り扱うためには法規制に照らし合わせて適切な設備や環境が必要となる。

県内の企業では、市販の加工剤を用いて、自社での抗菌加工は可能だが、微生物を扱う抗菌性試験の実施は不可能であることがほとんどであり、外部の検査機関に抗菌性試験を依頼することになる。検査機関に依頼すると1件数万円の費用と数週間の時間が必要となり、様々な条件で加工した多くの試作品全てについて抗菌性試験を依頼するためには、高額な費用が必要となり課題となっている。

そこで、JIS試験を簡易的に再現し、最終的な抗菌性試験を実施する前のスクリーニング試験が可能か検討を行った。

### 2 研究、実験方法

#### 2-1 試験機器、試薬及び培地

試験機器、試薬及び培地はJIS L 1902に準じたものを使用した。

#### 2-2 代替菌の選定

簡易な設備で対応できるバイオセーフティレベル1の菌株の中で、入手しやすさと安全性の面から、市販の納豆から抽出した菌（以下「納豆菌」という。図1）を選定した。



図1 納豆菌（10倍希釈系列）

#### 2-3 試験手順

試験手順は、JIS L 1902 (2015) の8.1 菌液吸収法に準じたが、試験菌液の前培養は行わず、納豆から菌を抽出し、希釈して試験に用いた。また、簡易試験のため検体数は1で実施し、接種試験菌数を基準として、培養後の菌数から増殖値を計算した。

対照試料には、JIS L 0803 準拠の試験用添付白布（綿または毛）を用い、試験前のサンプルの滅菌は121℃でオートクレーブを実施した。

#### 2-4 抗菌製品及び抗菌加工剤

市販の抗菌製品としては、表1に示す4種のSEK認証製品を使用した。市販の抗菌加工剤としては、小林製薬株式会社製のKOBAGUARDを使用した。加工方法は、綿及び毛生地に対して、含浸後加熱処理した。

<sup>\*1</sup> 化学繊維研究所

表1 市販のSEK認証製品

|   | 商品名       | SEKカラー    |
|---|-----------|-----------|
| ① | 業務用ぞうきん   | 抗菌防臭加工（青） |
| ② | 制菌タオル     | 制菌加工（橙）   |
| ③ | 制菌枕カバー    | 制菌加工（橙）   |
| ④ | 吸水速乾防水シート | 制菌加工（橙）   |

### 3 結果と考察

市販のSEK認証製品での試験結果を表2に示す。接種菌数が $1.60 \times 10^4$  CFU (Colony Forming Unit) に対して、対照では培養後の菌数が $2.20 \times 10^7$  CFUまで増加しているが、抗菌製品ではいずれも菌の増殖が抑制されている。表2の増殖値とは、試験前後での菌数の常用対数の差を示し、抗菌活性値は対照とサンプルの増殖値の差を示す。抗菌活性値では、いずれも抗菌防臭加工の基準<sup>4)</sup>である2.2以上の値を示した。さらに、制菌加工（橙）認証である②～④については、抗菌活性値が対照試料の増殖値を上回る結果となっており、制菌の評価基準<sup>4)</sup>を満たすことが分かった。

表2 市販抗菌製品の試験結果

| 試料      | 接種菌数               | 培養後の菌数             | 増殖値   | 抗菌活性値 |
|---------|--------------------|--------------------|-------|-------|
| 添付白布（綿） | $1.60 \times 10^4$ | $2.20 \times 10^7$ | 3.14  | —     |
| ①       |                    | $2.44 \times 10^4$ | 0.18  | 2.96  |
| ②       |                    | $3.20 \times 10^2$ | -1.70 | 4.84  |
| ③       |                    | $3.00 \times 10^2$ | -1.73 | 4.87  |
| ④       |                    | $2.36 \times 10^3$ | -0.83 | 3.97  |

次に、加工生地での抗菌性試験結果を表3に示す。接種菌数が $1.85 \times 10^4$  CFUに対して、対照の綿と毛では培養後に $10^7$  CFUまで増加しているが、抗菌加工を施した綿と毛は $6.20 \times 10^2$ 及び $3.28 \times 10^3$  CFUまで菌数が減少している。抗菌活性値では綿で4.38、毛で3.89とSEK認証で制菌加工レベルの結果を示し、市販加工剤で処理した生地も納豆菌で相当な結果が得られることが分かった。

表3 市販抗菌加工剤での試験結果

| 試料      | 接種菌数               | 培養後の菌数             | 増殖値   | 抗菌活性値 |
|---------|--------------------|--------------------|-------|-------|
| 添付白布（綿） | $1.85 \times 10^4$ | $1.50 \times 10^7$ | 2.91  | —     |
| 綿（抗菌加工） |                    | $6.20 \times 10^2$ | -1.47 | 4.38  |
| 添付白布（毛） |                    | $2.58 \times 10^7$ | 3.14  | —     |
| 毛（抗菌加工） |                    | $3.28 \times 10^3$ | -0.75 | 3.89  |

### 4 まとめ

本検討で、納豆菌での抗菌性試験は、化学繊維研究所の設備で実施可能ということが分かった。また SEKマークを取得している製品での抗菌活性値は、納豆菌でも認証基準以上の値を示すことが明らかとなった。

しかし、化学繊維研究所で安定的に抗菌試験を実施するためには、菌種による抗菌活性の違いや、対照試料の増殖具合のばらつき、前処理の滅菌条件による抗菌活性の違いなど、まだ不明確な点が残されている。

今後は、生物食品研究所と連携して抗菌性に関する研究を実施する。その中で、さらに適切なスクリーニング試験条件について検討するとともに、抗菌性とその他の機能性との両立について研究を進める予定である。

### 5 参考文献

- 岡嶋克也：繊維学会誌，60巻，3号，pp. 335-342(2004)
- 坂上吉一：加工技術，57巻，3号，pp. 145-150(2022)
- 日本規格協会：JIS L 1902「繊維製品の抗菌性試験方法及び抗菌効果」（2015）
- 一般社団法人繊維評価技術協議会：JEC301 SEKマーク繊維製品認証基準（2024年4月1日改訂版）  
<http://www.sengikyo.or.jp/sek/?eid=00004>（参照2024-07-23）

# 藍染め生地の色濃度とスクモに含まれるインジゴ量の関係

大島 雄三\*<sup>1</sup> 堂ノ脇 靖巳\*<sup>1</sup>

## Investigation of Quantifying Textile Color and Indigo Dye in *Sukumo*

Yuzo Ohata and Kiyoshi Donowaki

福岡県内では、糸や生地染色手法として、藍の葉を堆肥化させた天然染料「スクモ」を用いた藍染めが行われている。県内企業で利用されるスクモについて、藍色の色素であるインジゴの定量評価はされておらず、また、企業における製品づくりにおいては、藍染め製品の染色性評価は目視判断している状況にある。本研究では、数種類のスクモについてインジゴの定量分析を行うとともに、藍染綿布の染色性を評価した。この結果、スクモに含まれるインジゴ量と藍染綿布の染色性は、高い相関関係にあることがわかった。

### 1 はじめに

福岡県内では、糸や生地染色手法として、藍の葉を堆肥化させた天然染料「スクモ」を用いた藍染めが行われている。スクモに含まれる染色成分は、主に藍色の色素であるインジゴであり、インジゴの生成スキームを図1に示す。藍葉（生葉）にはインジカンという物質が存在する。このインジカンは、葉の乾燥や粉碎により葉に含まれる酵素と触れてインドキシルに分解され、インドキシルは空気中で速やかに酸化されてインジゴとなる<sup>1)</sup>。藍の葉には、インジゴが約1%含まれているが<sup>2)</sup>、スクモではインジゴが2～3%<sup>3,4)</sup>まで増加する。このインジゴの量は、藍の品種や堆肥化の条件（温度、期間など）によって変化するが、県内企業で利用されるスクモについて、定量評価はされていない。

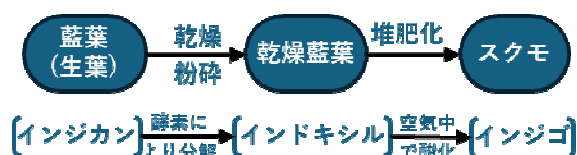


図1 インジゴの生成スキーム

また、スクモを用いた藍染めの手順を図2に示す。スクモに含まれるインジゴは、水に溶けない性質があり、このままでは染色できない。このため、インジゴをアルカリ還元して、水に可溶なロイコインジゴに変換する。この染色液に糸や布を浸すと、ロイコインジゴが繊維表面に吸着するとともに、酸化させることにより再び不溶性のインジゴに変換されて染着される<sup>5)</sup>。

染色液の調製手法は、図2に示す発酵建てと化学建ての二種類ある。これらの調製手法は、用いるスクモの種類や量、材料の混合量、攪拌頻度や保管温度などの条件によって、染色性が異なる。特に、染色性はスクモの分量に依存しないことがわかっている。しかしながら、藍染めを行う県内企業では、藍染め製品の染色性評価は、染色技術をもった職人による目視確認に頼っている現状にある。

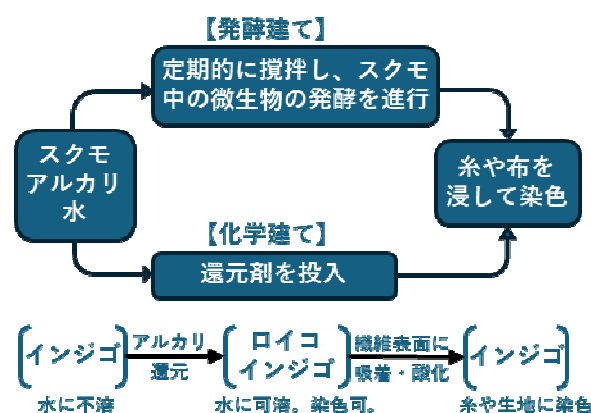


図2 藍染め手順

現在行われていないスクモの定量評価により、品質を知ることができれば、藍染めの染色性を予測できる。また、染色性を客観的に評価することで、安定した品質の製品開発につながると考えられる。

我々は、これまでに、スクモのインジゴ含有率及びスクモで染色した綿布の色差値(白色綿布との差)を評価し、両者に相関がある可能性を指摘している<sup>6)</sup>。本研究では、この相関を明らかにするため、複数のスクモについてインジゴ含有率と染色性を分析した。

\*1 化学繊維研究所

## 2 研究、実験方法

### 2-1 インジゴ定量分析手順

表1に示すスクモについて、既報<sup>6)</sup>の手順に従い、ジメチルホルムアミド(DMF)を溶媒とした吸光度測定により、インジゴ含有率の定量分析を行った。また、スクモの原材料である藍葉を入手できたS2とS3については、乾燥後のインジゴ定量分析も行った。

### 2-2 スクモによる綿布の藍染め

藍染めは、表1に示すスクモS1～S5を用いた。アルカリ還元は、微生物の発酵状態による影響をなくすため、化学建てで染色液を調製し、表2に示す薬品を用いた。具体的には、スクモと炭酸ナトリウムをイオン交換水に混合し、40℃で1時間振とうさせた。次に、ハイドロサルファイトナトリウムを添加して全て溶解させた。染色は添付白布（（一財）日本規格協会製、JIS L 0803準拋染色堅ろう度試験用添付白布 綿（カナキン3号））約5 cm四方を投入して1時間ゆつくりと撈拌して行った。その後、染色綿布を取り出して水洗、乾燥した。なお、各スクモの染色液について、水素イオン濃度(pH)と酸化還元電位(ORP)を測定し、いずれもpH：9.0～11.0、ORP：-700～-900の範囲内であることを確認した。

染色（綿）布の評価は、分光色差計（日本電色工業（株）製SE7700）により添付白布を基準とした $L^*a^*b^*$ 及び色差値 $\Delta E^*_{ab}$ を測定して評価した<sup>7)</sup>。

表1 スクモの試料一覧

| 試料 | 産地  | 藍葉の品種 |
|----|-----|-------|
| S1 | 福岡県 | 不明    |
| S2 | 〃   | 小上粉   |
| S3 | 〃   | 千本    |
| S4 | 徳島県 | 不明    |
| S5 | 〃   | 小上粉   |

表2 藍染に用いたスクモや薬品の分量

| 薬品等              | 分量    |
|------------------|-------|
| スクモ              | 1 g   |
| 炭酸ナトリウム※         | 1 g   |
| ハイドロサルファイトナトリウム※ | 1 g   |
| イオン交換水           | 30 mL |

※いずれも富士フィルム和光純薬（株）製

## 3 結果と考察

### 3-1 スクモ及び藍葉のインジゴ定量結果と吸光度測定

スクモ及び藍葉に含まれるインジゴ含有率の定量結果を表3に示す。今回測定した試料のインジゴ含有率は1～2%であり、従来のスクモ<sup>3,4)</sup>よりも低かった。同一の品種でもインジゴ含有率が異なることから、産地によってスクモに含まれるインジゴ含有率が大きく変化したと考えられる。

S2, S3, S5について、藍葉とスクモのインジゴ含有率を比較すると、両者は強い相関（相関係数0.88）にあり、藍葉のインジゴ含有率が高いほどスクモのインジゴ含有率も高いことが明らかとなった。

表3 スクモ及び藍葉に含まれるインジゴ含有率

| 試料 | 産地  | 藍葉の品種 | インジゴ含有率(%) |      |
|----|-----|-------|------------|------|
|    |     |       | スクモ        | 藍葉   |
| S1 | 福岡県 | 不明    | 1.0        | —    |
| S2 | 〃   | 小上粉   | 1.3        | 0.9  |
| S3 | 〃   | 千本    | 2.0        | 1.4  |
| S4 | 徳島県 | 不明    | 1.7        | —    |
| S5 | 〃   | 小上粉   | 1.9        | 1.1※ |

※文献値<sup>2)</sup>（徳島県主力品種の小上粉白花）

次に、スクモの吸光度スペクトルを図3に示す。なお、参考として合成インジゴの吸光度スペクトルも併せて示す。一般的に、インジゴの吸光度は610 nm付近を極大点としたピークが現れる。今回の吸光度測定で、いずれの試料もインジゴ由来の610 nm付近（緑青）のピークが確認されたが、S1～S5で400 nm付近（黄緑）に、S1とS2で670 nm付近（青緑）に、それぞれピークが確認された。これらのピークは合成インジゴでは確認されなかったことから、スクモ中のインジゴ以外の染色成分<sup>1,8,9)</sup>に由来すると唆される。

各試料について、インジゴ以外の染色成分に由来するピーク最大値を、インジゴのピーク最大値で除し、インジゴ以外の染色成分の相対比を算出した（表4）。これらの数値を比較すると、全ての試料で確認された400 nm付近のピークについては、S2>S1>S3>S4>S5、670 nm付近のピークは、S2>S1の順であった。このため、S1とS2に含まれるインジゴ以外の染色成分量は比較的多く、染色性に影響すると考えられる。なお、これらの染色成分については、特定できていない。

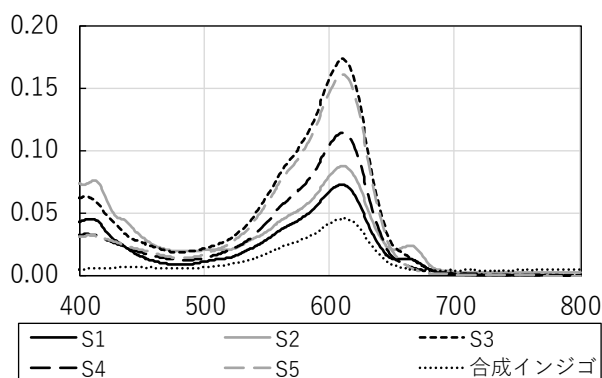


図3 スクモの吸光度スペクトル(溶媒:DMF)

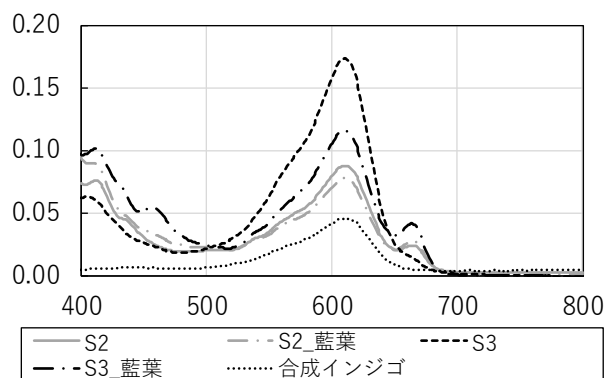


図4 藍葉及びスクモの吸光度スペクトル(溶媒:DMF)

表4 インジゴ以外の染色成分の相対比

| 試料 | 400 nm/610 nm |      | 670 nm/ 610 nm |      |
|----|---------------|------|----------------|------|
|    | スクモ           | 藍葉   | スクモ            | 藍葉   |
| S1 | 0.62          | —    | 0.19           | —    |
| S2 | 0.87          | 1.22 | 0.28           | 0.36 |
| S3 | 0.36          | 0.87 | —              | 0.36 |
| S4 | 0.29          | —    | —              | —    |
| S5 | 0.20          | —    | —              | —    |

※「—」は試料がない、もしくはピークが得られなかった。

また、S2とS3の藍葉及びスクモの吸光度スペクトルを図4に示す。藍葉の測定においても、インジゴ由来の610 nm付近のピークに加え、400 nm付近、670 nm付近にピークが確認され、インジゴ以外の染色成分の存在が示唆された。これらのピーク最大値をインジゴ由来の610 nmピークで除して相対比較すると(表4)、いずれのピークも藍葉で高くスクモで低いことから、堆肥化によってインジゴ以外の染色成分量は減少したと考えられる。一方、610 nm付近のピーク最大値は、藍葉で低くスクモで高いことから、堆肥化前後でセルロース等の分解が進み、相対的にインジゴ含有率が増加したと考えられる。以上のことから、堆肥化を充分行うことで、インジゴ含有率が高く、他の染色成分が少ないスクモになると示唆された。

### 3-2 藍染め生地染色濃度

表1に示すスクモで染色した藍染綿布を写真1に、色濃度 $L^*a^*b^*$ の測定値を図5に示す。写真1の藍染綿布を確認すると、S1とS2が淡色に、S3、S4、S5が濃色に見えた。

図5に示した $L^*a^*b^*$ のうち、明度を表す $L^*$ は、S1とS2が明るく、S3、S4、S5が暗く、写真1の目視判断と同じ傾向であった。色度を表す $a^*$ 、 $b^*$ は、 $a^*$ は+方向が赤色、-方向が緑色、 $b^*$ は+方向は黄色、-方向は青色を示し、数値が大きくなるにしたがって色あざやかになり、中心になるにしたがってくすんだ色になる<sup>7)</sup>。今回の試料における $b^*$ は、S5が-22と最も低く、その他の試料は-15~-18の範囲内にあった。目視ではS3やS4同程度の濃色であったS5は、 $b^*$ では数値に差が生じ、あざやかな青色であることを示した。また、 $a^*$ も変動しており、淡色に見えたS2が-11と最もあざやかな緑色を示し、濃色に見えたS5が-5と最もくすんだ緑色を示した。このことから、藍色の色素であるインジゴだけでなく、他の染色成分によって緑色のあざやかさが変化したと考えられる。

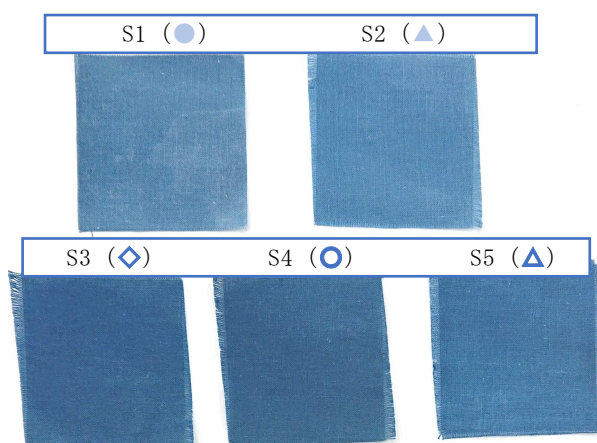


写真1 染色後の綿布



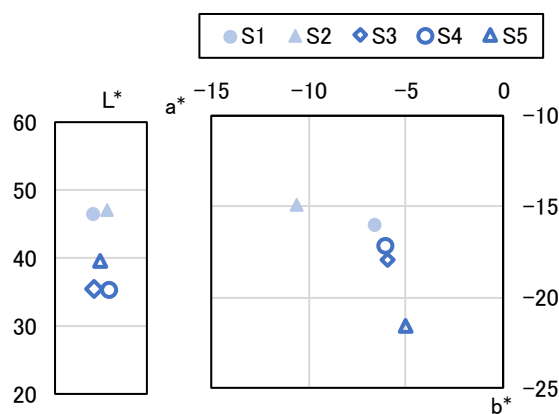


図5 藍染綿布のL\*a\*b\*グラフ

### 3-3 スクモのインジゴ含有率と藍染綿布の色差値の関係

スクモのインジゴ含有率と藍染綿布の色差値 ( $\Delta E^*_{ab}$ ) との関係を図6に示す。この図より、スクモのインジゴ含有率と染色綿布の色差値は非常に強い相関があり (相関係数0.92)、スクモのインジゴ含有率が高いほど、藍染綿布の色差値が高いことが明らかとなった。

また、染色性の低かったS1やS2において、スクモの分量を増やして藍染めしたものの、染色性は向上しなかった。この理由は明らかにできていないものの、スクモ中の夾雑物、染色液中のロイコインジゴの濃度による染色性への影響が考えられる。染色性の向上 (濃色に染色する) には、3.1項で示した藍葉とスクモのインジゴ含有率より、インジゴ含有率の高い藍葉で製造したスクモを用いることが有効であると考えられる。

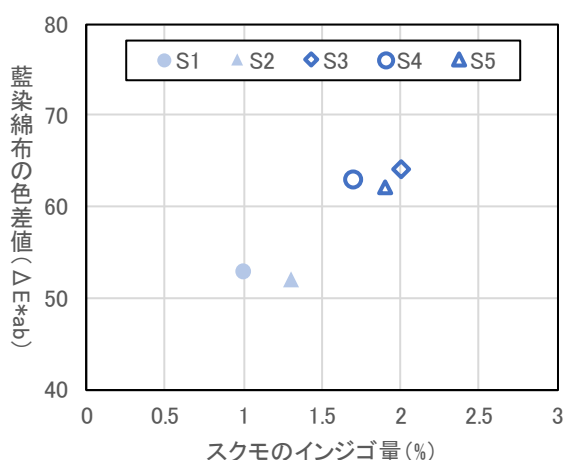


図6 藍染綿布の色差値とスクモのインジゴ量の相関

## 4 まとめ

藍染めの染色性を客観的に評価するために、数種類のスクモ中のインジゴ含有率の定量分析、及び藍染めした綿布の色差値の測定評価を行った。この結果、スクモ中のインジゴ含有率と藍染綿布の色差値は高い相関があることが明らかとなった。また、藍葉とスクモのインジゴ含有率にも高い相関があるため、染色性の向上にはインジゴ含有率の高い藍葉で製造したスクモを用いる必要があると考えられる。

上記のように、スクモのインジゴ含有率を知ることによって、藍染めの染色性を予測でき、染色性の評価により安定した製品の製品開発ができると考えられる。

## 5 参考文献

- 1) 南善子: 化学と生物, 39巻, 3号, pp. 202-207 (2001)
- 2) 中西謙二, 宮崎絵梨, 武知博憲, 村井恒治: 徳島県工業技術センター技術報文, 18巻, pp. 21-24 (2009)
- 3) 中村正子, 村岡雍一郎: 平安女学院短期大学紀要, 9巻, pp. 67-72 (1978)
- 4) 安藤義則, 向吉郁郎, 平俊博: 鹿児島県大島紬技術指導センター業務報告書, pp. 68-70 (1998)
- 5) 牛田智: 化学と教育, 64巻, 8号, pp. 406-407 (2016)
- 6) 大島雄三, 堂ノ脇靖巳, 甲斐美由紀, 吉田博之, 横溝哲郎: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 33, pp. 7-9 (2023)
- 7) コニカミノルタ株式会社: 色色雑学, 測色計で色を数値化\_色の数値化には、表色系を使用します。1 (2024) <https://www.konicaminolta.jp/instruments/knowledge/color/section2/02.html> (参照2024-4-30)
- 8) 木村光雄: ポピュラー・サイエンス 藍染めの歴史と科学, p. 41, 裳華房 (1992)
- 9) 牛田智, 太田真析: 日本家政学会誌, 46巻, 12号, pp. 1167-1171 (1995)

# プラスチック再生利用に関する技術の高度化研究

齋田 真吾<sup>\*1</sup> 田中 大策<sup>\*1</sup> 中西 太郎<sup>\*1</sup> 野見山 加寿子<sup>\*1</sup> 津山 圭太<sup>\*2</sup> 横地 佳彦<sup>\*2</sup>

## Research to Advance Technology for Plastic Recycling

Shingo Saita, Daisaku Tanaka, Taro Nakanishi, Kazuko Nomiyama, Keita Tsuyama and Yoshihiko Yokochi

マテリアルリサイクルは、環境負荷が小さく、二酸化炭素削減効果も大きいため、有効なリサイクル方法の一つである。しかし、マテリアルリサイクルによって得られた再生プラスチックは、未使用のバージン材と比較して機械的物性が低下する傾向にあり、プラスチックの資源循環における課題の一つといわれている。本研究では、マテリアルリサイクルにおける熔融混練が物性に及ぼす影響を評価するために、異なる条件下で作製されたプラスチックシートの機械的物性について比較を行った。高温での熔融混練では分子鎖切断に伴う平均分子量の低下が大きいことから、物性低下の抑制を図るためには、温度等の条件を最適に制御する必要があることが明らかになった。

### 1 はじめに

プラスチックは、軽量で加工性や量産性に優れることから、日常生活でもゴミ袋や雑貨をはじめ機械部品など非常に多くのものに使用されている。近年では、焼却に伴う二酸化炭素排出の観点からプラスチックの使用量を減らす取り組み等が進められているが、プラスチックを一切使わない選択は難しいのが実情である。

国内では、2019年5月に「プラスチック資源循環戦略」<sup>1)</sup>が策定され、これに基づき、2020年7月にはレジ袋の有料化が開始されるなど、身近なところでも具体的な取り組みが浸透してきている。一方、海外では、欧州委員会が2023年7月に現行の使用済み自動車指令を大幅に改定する「車両設計および廃自動車の管理に関する循環性要件規則案」を公表した。同規則案では、自動車の循環性の観点から、使用されるプラスチックの25%以上を再生プラスチックとすることや、新たに販売される車両に部品の取り外し等に関するデジタル情報を備えた「循環車両パスポート」を付けることなどが盛り込まれた。循環型社会の構築に向けて、使用済みプラスチックを粉砕し、再ペレット化するなどして再生利用するマテリアルリサイクルの促進は一層重要な取り組みになってきている。しかし、使用済プラスチックから再生したリサイクル材は、未使用のバージン材と比較して、機械的物性が低下することがあり、課題の一つとされている<sup>2)</sup>。著者らは、既報<sup>3)</sup>におい

てポリプロピレン系成形端材を粉砕して得られたフレーク（粉砕物）を用いて押出成形でシートを作製し、物性の低下が著しく抑制できたことを報告している。本研究では、異なる熔融混練条件下で作製されたプラスチックシートの機械的物性について比較を行うことで、熔融混練がプラスチックの物性に及ぼす影響と物性低下の要因について検討を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 材料

材料は、西日本モダンパッケージ(株)にて真空成形後に成形品をトリミングすることで発生するポリプロピレン(PP)系端材を用いた。なお、本研究では、PPと添加剤の配合割合が異なる2種類のPP系端材（PP-A、PP-B）を用いた。

#### 2-2 端材の粉砕

パワーカッターで投入口の大きさ以下に切断した端材をカッティングミル（ヴァーダー・サイエンティフィック(株)製、SM300）にて粉砕し、フレークを得た。

#### 2-3 シート作製

試験用混練機（(株)東洋精機製作所製、ラボプラストミル4M150：ミキサータイプR60）を用い、表1に示す条件にて各端材の粉砕物を混練した。得られた混練物を、熱プレス（(株)東洋精機製作所製、MP-SCH）を使用してシート化した。フレーク約15 gをフッ素樹脂製シートに挟み、220℃に設定した熱プレスにて、加圧をせずに2分間加熱し、次に2 MPaにて2分間加圧

\*1 化学繊維研究所

\*2 西日本モダンパッケージ株式会社

を行い、最後に5 MPaで8分間加圧したのち、熱プレスから取り出し、室温で十分に冷却してからサンプルのシートを取り出した。シートの作製概略を図1に示す。

表1 各シートの作製条件

| 試料<br>No. | 端材<br>種別 | 混練条件          |                       |             |
|-----------|----------|---------------|-----------------------|-------------|
|           |          | ミキサー<br>温度(℃) | スクリュ<br>回転速度<br>(rpm) | 混練時間<br>(分) |
| 1         | PP-A     | 190           | 70                    | 5           |
| 2         | PP-A     | 230           | 70                    | 5           |
| 3         | PP-B     | 190           | 70                    | 5           |
| 4         | PP-B     | 230           | 70                    | 5           |

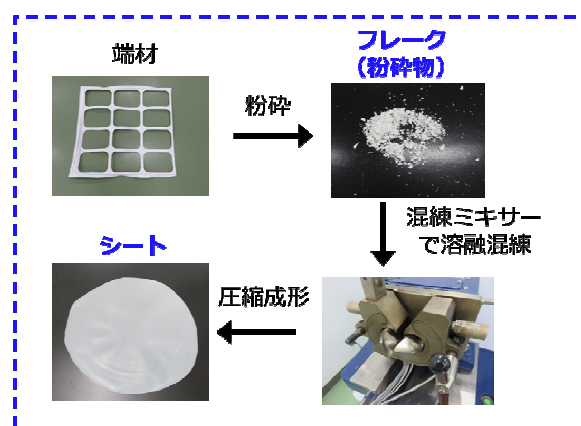


図1 シートの作製概略

## 2-4 引張特性評価

各シートからダンベル型5号の形状に打ち抜いた試験片を、万能試験機（島津製作所（株）製、AG-50kNplus）を用い、クロスヘッド速度 50 mm/min にて引張試験を行い、破断点応力及び破断点呼びひずみを求めた。ここで、破断点応力は、試験片が破断したときの最大荷重を断面積で割った値を指し、破断点呼びひずみは、つかみ具間距離の破断に至る増加量を初めのつかみ具間距離で除した値を指す。試験回数は各シートとも5回行い、物性値は平均値を採用した。

## 2-5 流動特性評価(MFR)

熱可塑性樹脂の溶融時の流動性を表す指標であるメルトマスフローレイト（MFR）は、メルトフローレイト試験機（（株）東洋精機製作所製、G-02）を用い、試験温度 230 ℃、負荷荷重 2.16 kg にて行った。試料は、各シートを3 mm角以下に細かくしたものをを用いた。また、未混練のフレークの測定については、端材を粉

砕したものをそのまま用いた。

## 3 結果と考察

### 3-1 引張特性評価結果

PP-A及びPP-Bシートの引張試験結果を各々図2及び図3に示す。PP-A及びPP-Bともに、190 ℃で混練して得られたシートと比較して230 ℃で混練して得られたシートの方が破断応力や破断点呼びひずみが小さくなる傾向にあり、大幅に機械的物性が低下することが明らかになった。また、試料1は既報<sup>2)</sup>で報告しているものと同種のPP-Aであり、既報において粉砕物を溶融混練せずに圧縮成形によりシート化したものと同程度の機械的物性が得られていることから、190 ℃での溶融混練は物性低下が比較的小さいと考えられる。

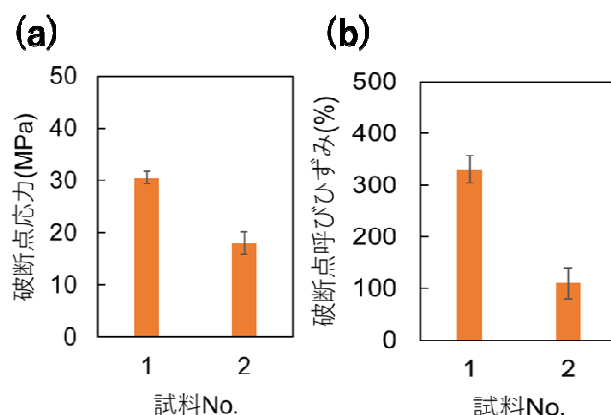


図2 引張試験結果 (PP-A)

(a) 破断応力, (b) 破断点呼びひずみ

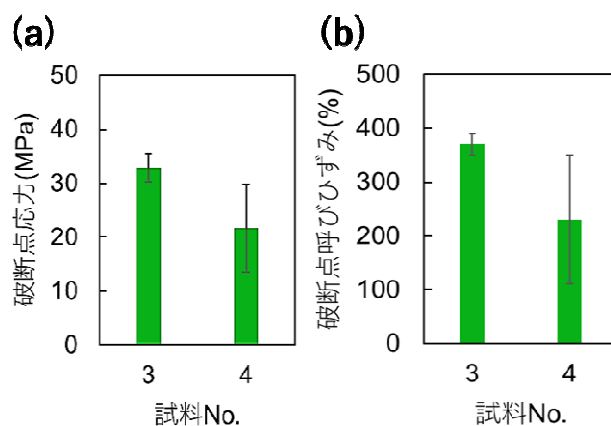


図3 引張試験結果 (PP-B)

(a) 破断応力, (b) 破断点呼びひずみ



### 3-2 流動特性評価結果

流動特性評価の結果を図4及び図5に示す。190℃の温度条件下で混練した試料1及び試料3は、未混練のフレークで得られたMFR値と比較的近い値が得られた。それに対して230℃の温度条件下で混練した試料2及び試料4については、いずれもMFRが大幅に上昇していることが確認された。MFR値は、ポリマーの平均分子量と相関があると考えられている<sup>4)</sup>。ポリマーの平均分子量の低下に伴い熔融時の流動性は大きくなることから、MFR値は増加する傾向にある。そのため、今回の流動特性評価結果は、230℃の温度条件下での混練は平均分子量の低下を引き起こしていると考えられる。

以上のことから、破断応力や破断点呼びひずみといった引張特性の大幅な低下は、230℃での混練により分子鎖の切断が起こり、平均分子量が低下したことが

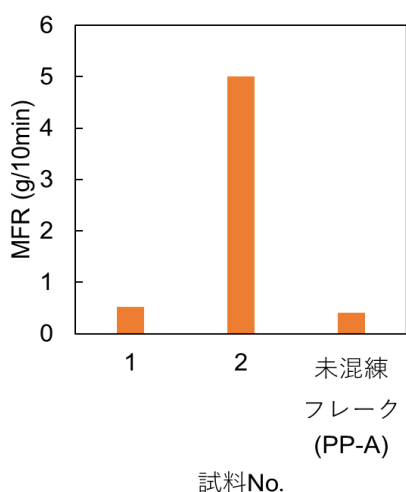


図4 流動特性試験結果 (PP-A)

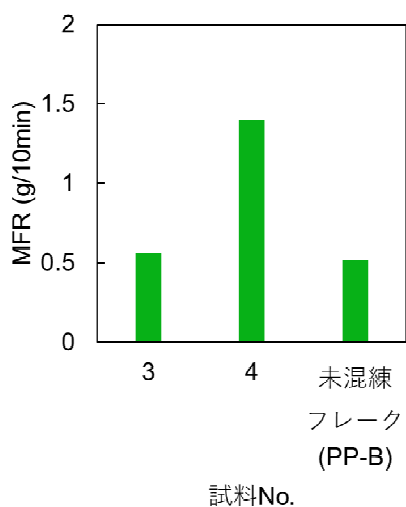


図5 流動特性試験結果 (PP-B)

主要要因であると考えられる。一方で、190℃での熔融混練では、分子鎖切断に伴う平均分子量の低下は限定的であり、機械的物性の低下は比較的小さいと見込まれる。

また、未混練のフレークのMFR値は各々PP-Aで0.41 g/10min, PP-Bで0.52 g/10minと同程度であるにもかかわらず、温度230℃でスクリュ回転速度70 rpmの同条件で熔融混練を行った後のMFR値はPP-Aで5.0 g/10min, PP-Bで1.4 g/10minと大幅な差が見られた点は非常に興味深い。このMFR値の大幅な差を生じた要因を解明するためには、酸化防止剤の添加量なども含め、配合組成との関係などについて詳細な検討が今後必要であると考えられる。

### 4 まとめ

本研究では、異なる温度で熔融混練した試料を用い、熔融混練がプラスチックの機械的物性に及ぼす影響と機械的物性低下の要因について検討を行った。190℃で混練して得られたシートと比較して、230℃で混練して得られたシートの方が破断応力や破断点呼びひずみが小さくなる傾向にあることが明らかになった。MFR値の測定結果において、190℃で熔融混練した試料と比較して230℃で熔融混練した試料のほうがMFR値が大きくなっていることから、機械的物性の低下要因は分子鎖の切断による平均分子量の低下であると推測される。今後は、分子鎖の切断を抑制する酸化防止剤の活用や混練時の温度とスクリュ回転速度の最適化など、物性低下抑制に有効な手法に関する検討を進める。

### 5 文献

- 1) 環境省：プラスチック資源循環戦略，環境省(2019) (オンライン) <https://www.env.go.jp/press/files/jp/111747.pdf> (参照2024-03-31)
- 2) 高取永一：日本ゴム協会誌，87巻，pp. 441-446，(2014)
- 3) 齋田真吾ら：福岡県工業技術センター研究報告書，No. 33，pp. 10-12(2023)
- 4) 小川俊夫：材料システム，5巻，pp. 17-26，(1986)

# 木粉配合プラスチックのリサイクル性評価

田中 大策\*1

## Evaluation of Recyclability of Plastics Containing Wood Powder

Daisaku Tanaka

プラスチックの使用量削減を目的として、プラスチックに廃棄木粉を複合化させた材料が検討されている。これらの木粉配合プラスチックは製品として使用した後に、再び溶融し再成形することも可能であるが、押出成形を繰り返すことで、木粉の微細化や樹脂の低分子量化による材料物性の低下が懸念されている。本研究では、木粉を配合したプラスチックのリサイクルの可能性について検討するため、木粉配合プラスチックに対し、押出成形を繰り返すことによる各種物性の変化について検討した。その結果、今回の材料及び加工条件においては、木粉配合プラスチックをマテリアルリサイクル(水平リサイクル)できる可能性が確認された。

### 1 はじめに

日本では令和4年4月にプラスチック資源循環促進法が施行され、あらゆる場面でプラスチックの3R (Reduce, Reuse, Recycle) +R (Renewable) への対応が求められている。また、脱炭素化や石油価格高騰などにより、世界的に循環経済(サーキュラーエコノミー)の機運も高まっており、使用したプラスチックを再加工して再利用する、マテリアルリサイクル技術が重要となっている。例えば、欧州においては、新車製造時のプラスチック材料を、少なくとも25%は再生材に義務化することが検討されている<sup>1)</sup>。しかしながら、マテリアルリサイクルは、熱劣化に伴う高分子の分子鎖切断や、不純物混入による欠陥生成などに起因した機械特性の低下が問題となっている。

また、プラスチックの使用量削減を目的に、バイオマス材料をプラスチックと複合化させたバイオマス配合プラスチックも検討されている。その一例として、プラスチックに廃棄木粉を複合化させたウッドプラスチックコンポジット(WPC)があげられる。プラスチックに熱可塑性樹脂を使用することにより、製品として使用したWPCを、再び溶融し再成形することも可能である。しかし、使用済みの木粉配合プラスチックを再生させるために押出成形を繰り返すと、木粉粒子が微細化され強度が低下することも報告されている<sup>2)</sup>。

ここで我々は、この木粉配合プラスチックに着目し、プラスチックの分子鎖切断や木粉粒子の微細化が生じない条件で再加工ができれば、強度低下は引き起こさ

れず、製品の水平リサイクルも可能であると考えた。

そこで本研究では、木粉配合プラスチックに対し、押出成形による加工を繰り返すことによる物性(機械特性、熱特性、流動特性)への影響を評価し、木粉配合プラスチックのマテリアルリサイクルの可能性について検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 材料

本研究において、プラスチックには、熱可塑性樹脂である植物由来の高密度ポリエチレン(HDPE)(Braskem A.S., SHC7260)を使用した。

相溶化剤には、ポリエチレン-graft-マレイン酸無水物(Aldrich)を使用した。

木粉には、ホワイトオークの廃棄木材を粒径0.109 mm未満に粉碎したもの((株)井上企画より提供)を80℃×5時間以上乾燥させて使用した。

#### 2-2 木粉配合プラスチックシートの作製

高密度ポリエチレン(HDPE)を67重量%、相溶化剤を3重量%、木粉30重量%の割合で配合したものをボウルで混合(ドライブレンド)した。この混合物を二軸押出機((株)東洋精機製作所、ラボプラストミル2D25S, L/D=25)に投入し、フィーダー回転速度20 rpm、シリンダー温度160℃、スクリュウ回転速度40 rpmの条件で混練、押し出してストランドを作製した。

押し出されたストランドを空冷し、ペレタイザ((株)東洋精機製作所、PETEC3)でペレット化した。

得られたペレットを(株)東洋精機製作所ミニテストプレスMP-SCHを用いて、180℃×6分加熱するこ

\*1 化学繊維研究所

とで1 mm厚のシートを作製した（押出1回目）。また、得られたペレットを80℃×5時間以上乾燥させた後、同様に二軸押出機を用いて混練・押し出し、ペレタイザを用いてペレット化し、熱プレスすることで2回目の試料とした。以後、同様に繰り返し、シート化3, 4, 5回目の試料を作製した（図1）。

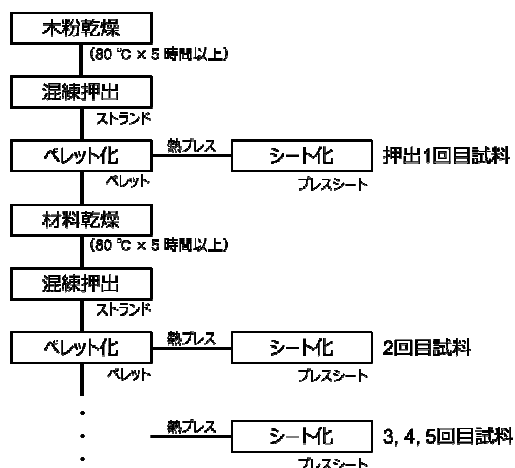


図1 木粉配合プラスチックシート作製のフロー

### 2-3 木粉配合プラスチック中の木粉粒子サイズ評価

押出成形の繰り返しにより、試料内の木粉粒子のサイズが変化するかを評価するため、X線CT（Computed Tomography）（Bruker, SKYSCAN2214）を用い、加速電圧40 kV、電流130 μA、ピクセルサイズ1 μm/pixelの条件にてプレスシートのX線透過像を観察した。また、得られたX線透過像に対し、三次元再構成ソフトウェア（Bruker, NRecon）にて三次元再構築し、数値解析ソフトウェア（Bruker, CTan）にて木粉粒子を二値化処理し体積球相当径を解析した。

### 2-4 引張強さ測定

プレスシートからダンベル状2号形（JIS K 6251）に打ち抜いた試験片に対し、万能試験機（島津製作所（株）、AG50kNXplus）を用い、引張速度50 mm/minにて試験し、n=3の平均値を引張強さとした。

### 2-5 引張弾性率測定

プレスシートから短冊形（5 mm幅）に打ち抜いた試験片に対し、動的粘弾性測定装置（（株）日立ハイテクサイエンス、DMA7100）を用い、歪振幅10 μm、周波数1 Hzにて試験した。

### 2-6 融点及び結晶化度の測定

示差走査熱量計（（株）日立ハイテクサイエンス、

NEXTA DSC600）を用い、試料（ペレット）を室温から200℃まで昇温した後、0℃まで冷却し、再び200℃まで昇温した際の吸熱挙動を計測した。昇・降温速度は10℃/分に設定した。融点は得られた吸熱ピークの頂点を解析し、結晶化度（ $\omega_c$ ）は式（1）から算出した。

$$\omega_c = \Delta H_m / ((1 - \phi) \times \Delta H_m^0) \times 100 \quad \text{式 (1)}$$

ここで、 $\Delta H_m$ は試料の融解熱量（J/g）、 $\phi$ は木粉配合率（0.3）、 $\Delta H_m^0$ はPE完全結晶の融解熱量（293 J/g）<sup>3)</sup>とした。

### 2-7 熱重量減少測定

試料（ペレット）の熱分解挙動について、熱重量示差熱分析装置（（株）日立ハイテクサイエンス、NEXTA STA300）を用い、室温から550℃までの重量減少を計測した。昇温速度は10℃/分に設定し、窒素雰囲気中で測定した。

### 2-8 溶融特性評価

メルトインデクサー（（株）東洋精機製作所、G-02）を用い、温度190℃、荷重2.16 kgの条件で、試料（ペレット）のメルトマスフローレート（MFR）を測定することで溶融特性を評価した。

## 3 結果と考察

### 3-1 押出成形の繰り返しによる外観変化

作製したプレスシートの外観を図2に示す。色味の変化（例えば、焦げなど）は観察されず、今回の材料及び押出条件では、押出成形の繰り返しによる木粉の熱分解は生じていないと考えられた。

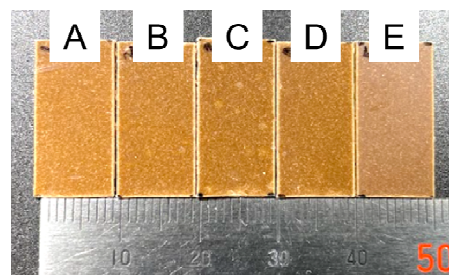


図2 作製したプレスシート（A：押出1回目，B：2回目，C：3回目，D：4回目，E：5回目）

### 3-2 押出成形の繰り返しによる木粉粒子サイズの変化

押出1回目及び5回目の試料（プレスシート）に対す

る、X線CT観察結果（断層像）を図3に示す。また、単位体積（2 mm×1 mm×0.5 mm）内に存在する木粉粒子の体積球相当径の度数分布を図4に示す。その結果、断層像及び度数分布ともに、1回目と5回目で木粉粒子サイズはほぼ変化がなかった。よって、今回の材料及び押出条件では、押出成形の繰り返しによる木粉粒子の微細化は生じていないと考えられた。

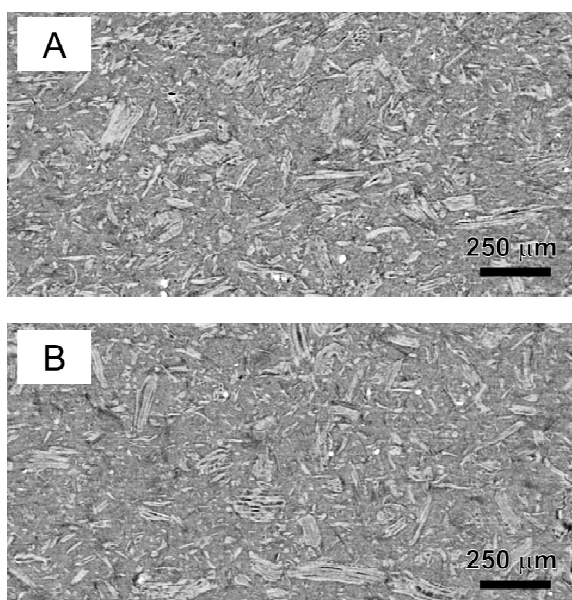


図3 プレスシート内部の断層像  
(A：押出1回目，B：5回目)

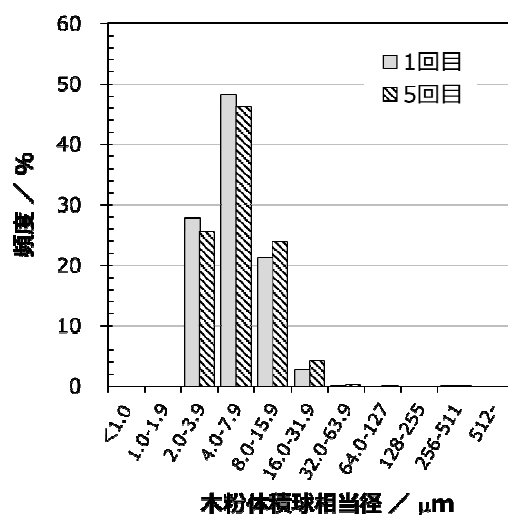


図4 木粉体積球相当径の度数分布

### 3-3 押出成形の繰り返しによる物性の変化

押出成形の繰り返しによる引張強さと引張弾性率の変化を図5に示す。押出成形を繰り返すことで、引張強さ及び引張弾性率は僅かに変動しているものの、大

きな変化は認められなかった。

押出成形の繰り返しによる、融点と結晶化度の変化を図6に示す。融点は、押出成形回数によらず、ほぼ一定の結果を示した。一方で、結晶化度は、押出成形の繰り返しに伴い、僅かに増加する傾向が認められた。

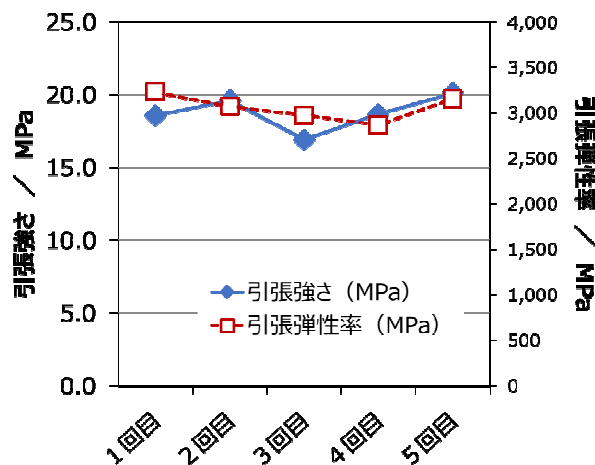


図5 押出成形の繰り返し（1回～5回）による引張強さと引張弾性率の変化

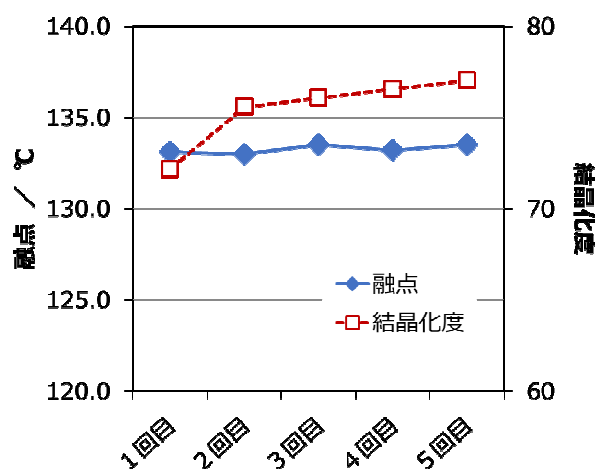


図6 押出成形の繰り返し（1回～5回）による融点と結晶化度の変化

押出成形の繰り返しによる、MFRの変化を図7に示す。押出成形を繰り返すと、MFRが増加することが明らかとなった。MFRの増加は材料の流動性の向上によるものであり、HDPEの分子量低下や木粉とHDPEの相容性向上の可能性が考えられる。

ここで、HDPEの分子量が低下している場合、融点や引張強さも変化することが考えられるが、それらの特性は押出成形を繰り返しても、ほぼ一定の結果であっ

た。

また、試料（ペレット）の熱分解挙動を評価した結果を図8に示す。一般的に、高分子量のPEよりも、低分子量のPEの方が、より低温で重量減少が見られる<sup>4)</sup>が、本研究においては、押出成形を繰り返しても、PEの熱分解に由来すると考えられる460℃付近の重量減少挙動に大きな変化が見られなかった。

よって、押出成形の繰り返しによるMFRの増加は、HDPEの分子量低下によるものではないと考えられ、木粉とHDPEの相容性向上に起因するものではないかと推察された。

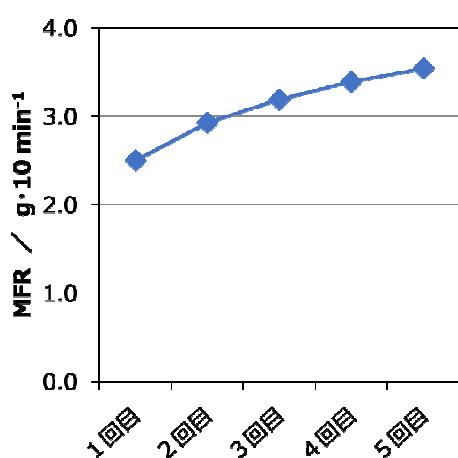


図7 押出成形の繰り返し（1回～5回）によるMFRへの影響

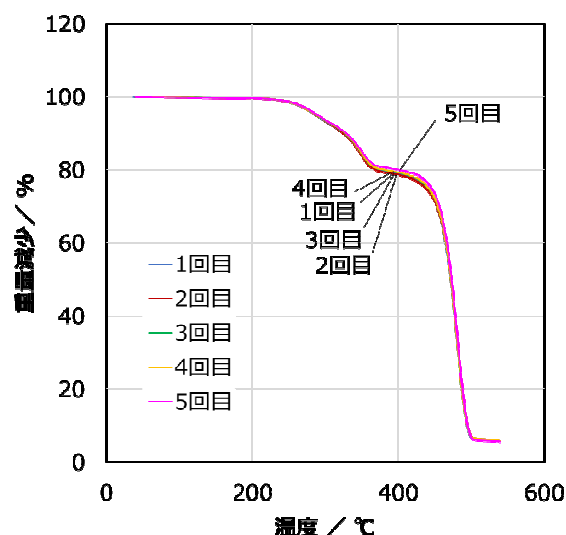


図8 押出成形の繰り返し（1回～5回）による試料（プレスシート）の熱重量減少挙動

#### 4 まとめ

木粉配合プラスチックに対し、押出成形を5回繰り返し、外観や木粉粒子サイズ、各種物性（機械特性、熱特性、流動特性）を評価した。その結果、以下の知見が得られた。

- (1) 今回の材料及び押出条件では、押出成形を繰り返しても、外観、木粉粒子サイズ、引張強さ、引張弾性率、融点に大きな変化は見られなかった。
- (2) 押出成形を繰り返すことで、MFRが増加し流動性が向上したが、これはHDPEの分子量低下による影響ではなく、木粉とHDPEの相容性向上に起因するものと推察された。
- (3) 木粉配合プラスチックのマテリアルリサイクル（水やりサイクル）の可能性が確認された。

#### 5 参考文献

- 1) Directorate-General for Environment: End-of-Life Vehicles, (オンライン) [https://environment.ec.europa.eu/topics/waste-and-recycling/end-life-vehicles\\_en](https://environment.ec.europa.eu/topics/waste-and-recycling/end-life-vehicles_en) (参照2024-3-31)
- 2) Elham Nadali et al., Materials Research, 21(2), e20170301(2018)
- 3) Roger L. Blaine: TN48. Polymer Heats of Fusion, TA Instruments, (オンライン) <https://www.tainstruments.com/pdf/literature/TN048.pdf> (参照2024-3-31)
- 4) 中島江梨香 他, 高分子論文集, Vol. 69, No. 11 pp. 631-638 (2012)



# ゴム製造時の予備加熱工程におけるボイド低減方法の検討

田中 大策<sup>\*1</sup> 野見山 加寿子<sup>\*1</sup> 藤吉 国孝<sup>\*2</sup> 内田 智之<sup>\*3</sup>

## Study of Void Reduction Method in Preheating Process during Rubber Manufacturing

Daisaku Tanaka, Kazuko Nomiyama, Kunitaka Fujiyoshi and Tomoyuki Uchida

加硫前のゴム材料（未加硫ゴム）に対し、予備加熱条件（温度や時間）がゴム材料内部のボイド発生や架橋の進行に及ぼす影響について検討した。その結果、ボイドの発生を低減させるためには、未加硫ゴム中への水分の混入をできるだけ抑え、より低温、より短時間で予備加熱を行うことが効果的であった。また、今回検討した試料において、ゴムの架橋は120℃以上で進行するが、予備加熱を低温または短時間で行うことで架橋の進行は抑えられることが示された。それゆえ、ボイドが試料内に発生したとしても、加硫時の加圧やガス抜き（パンピングなど）によって製品内に残留するボイドは抑制できることが示唆された。

### 1 はじめに

ゴムは柔らかく、力を加えると大きく変形し、またその力を取り除くと変形が元に戻るという特徴を有しており、輪ゴムやタイヤ、パッキンや防振ゴムまで日常生活で多岐にわたり使用されている。

ゴム製品は、一般的に、原料混合、押出、成形・加硫の各工程によって製造される（図1）が、成形・加硫工程において、ゴム製品に上下から温度と圧力を一定時間付加することで、ポリマーの分子鎖同士が硫黄などの加硫剤により架橋されることにより、ゴム特有のエントロピー弾性が得られる。

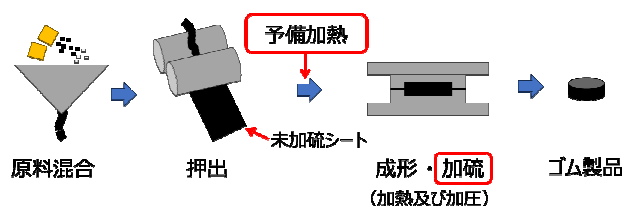


図1 ゴム製品製造工程の一例

ここで、加硫工程ではゴム製品内で架橋反応をいかに均一に進行させるかが重要となる。特に試料サイズが大きい製品ほど、製品表面と内部の架橋のムラが発生しやすい。架橋に大きなムラがあると、製品の機械的特性や耐久性低下の要因となる。

架橋のムラを小さくするためには、加硫工程の前に、未加硫ゴムを加硫温度付近まで予め加熱しておくこと

（予備加熱）が有効な方法の一つである<sup>1)</sup>。予備加熱により、加硫時における表面と内部での温度差が小さくなり、ゴム製品内の架橋ムラを低減することが可能である。

一方、未加硫ゴムに対し、加圧せずに加熱（加硫途中で除圧）すると、ゴム内部にボイドが発生することも知られている<sup>2)</sup>。発生したボイドが加硫後もゴム製品の内部にそのまま残存すると、製品使用時の破壊の起点となるため、予備加熱の際にボイドの発生を低減させることが重要である。

そこで本研究では、ボイドの発生を低減させる予備加熱条件について検討するために、様々な予備加熱条件において未加硫ゴム内のボイドの発生状態を評価した。

また、ボイドが未加硫ゴム内に発生したとしても、架橋が進行していない段階では、加硫時の加圧やガス抜き（パンピングなど）をすることで製品内に残留するボイドは抑制できる。そのため、加硫が進行しない予備加熱条件についても併せて検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 材料

ゴム試料は宝産業(株)において、ゴムマット製品の製造に使用される未加硫ゴムを使用した。この未加硫ゴムは、天然ゴム（NR）、スチレンブタジエンゴム（SBR）、カーボンブラック、加硫剤、加硫助剤などを混合し、押出成形したものである。

#### 2-2 予備加熱

予備加熱の温度条件を検討するため、50、60、70、

\*1 化学繊維研究所 \*2 福岡県商工部新産業振興課

\*3 宝産業(株)

80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160 °Cに設定した恒温槽中に未加硫ゴムを1 時間静置した。また、予備加熱時間を検討するため、温度は150 °Cに固定した恒温槽中に、0.5, 1, 2, 3, 5, 10, 20, 30 分静置した。

予備加熱後の未加硫ゴムに対し、内部構造と加硫状態を評価した。

### 2-3 X線CT観察

予備加熱後の未加硫ゴムを縦、横、高さの長さが約10 mmの立方体状に切断し、X線CT（Computed Tomography）（Bruker, SKYSCAN 2214）を用い、加速電圧80 kV、電流90  $\mu$ Aの条件でX線を照射し、ピクセルサイズ10  $\mu$ m/pixelの条件にてX線透過像を撮影し、試料内部のボイドの発生状況を観察した。

### 2-4 試料内部のボイド数及び寸法の算出

得られたX線透過像は、三次元再構成ソフトウェア（Bruker, NRecon）を用いて三次元再構築し、試料内部の断層像を得た。得られた断層像について、数値解析ソフトウェア（Bruker, CTan）を用いてボイドを二値化し、体積球相当径を解析することで、試料内部のボイドの数や寸法を算出した。

### 2-5 水分量測定

ゴムの予備加熱時に発生するボイドは、一般的に、ゴム内の水分や低沸点成分が加熱により揮発することで発生すると考えられている。そこで本研究では、加熱装置（ADP-511）付きカールフィッシャー水分計（京都電子工業（株）、MKC-510N）を用い、60, 80, 100, 120, 140, 160 °Cに設定しておいた加熱装置中に、未加硫ゴムを投入し、発生した水分量を測定することで、予備加熱時の水分揮発量を評価した。

### 2-6 ゴム架橋進行度の評価

予備加熱後のゴムについて、JIS K6300-2「ダイ加硫試験 A法（ねじり振動式ディスク加硫試験）」に基

づき、キュラストメーター7 TYPE R（JSRトレーディング）を用いて、一定温度（150 °C）下でのねじり振動に対する抵抗トルクを計測し、加熱開始直後の最小トルク値（ $M_L$ ）を測定することで、ゴムの架橋進行度を評価した。

## 3 結果と考察

### 3-1 未加硫ゴムの予備加熱後の内部構造観察

未加硫ゴムに温度を変えて予備加熱を行い、X線CTを用いてゴムの内部構造観察を行った。例として、100 °C×1 時間予備加熱した未加硫ゴムのX線CT三次元像を図2に示す。コントラストを調整し、ゴムを際立たせた画像を図2(A)に、ボイドを際立たせ着色処理した画像を図2(B)に、ゴムとボイドを重ね合わせた画像を図2(C)に示す。図2から、ボイドは試料表面には存在しないこと、また、ボイドは試料の内部全体に渡って発生していることが確認された。さらに、50～160 °Cで予備加熱した各試料についても観察を行ったところ、同様に、ボイドは試料の内部全体に渡って発生していた。

試料内部のボイドの状態を詳細に把握するため、50～160 °Cの各予備加熱を行った試料のX線透過像から試料内部の断層像を再構築した（図3）。その結果、80 °C以上でボイドが増加しており、温度が上昇するほどボイドの数及び大きさが増加している様子が見られた。また、130 °Cになると、複数のボイドが繋がったような孔も確認されている。

### 3-2 ボイド発生数及び寸法の予備加熱時の温度依存性

さらに詳細にボイドの発生状況を評価するため、得られた画像の数値解析を行った。各試料の断層像を画像解析し、ボイドの数を計測した。その結果、図4のように、加熱温度を高くするほど、ボイドの数が増加することが明らかとなった。

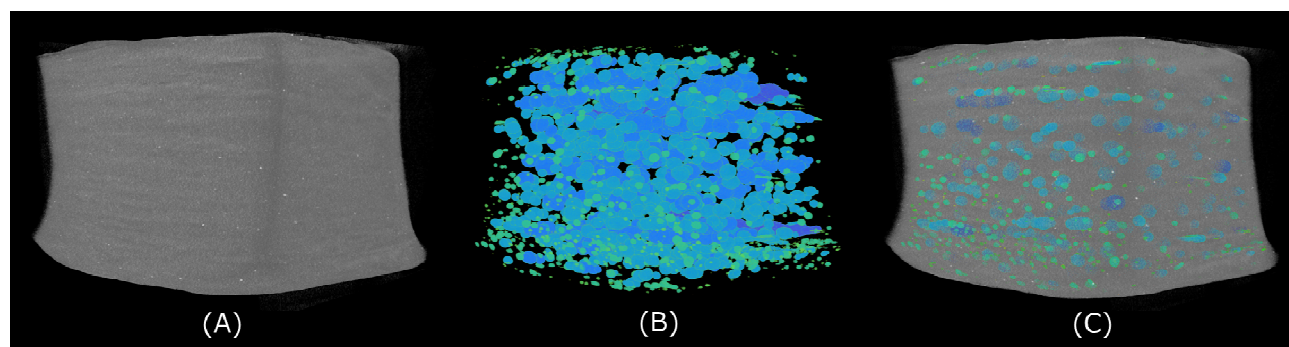


図2 100 °C×1 時間予備加熱した未加硫ゴムのX線CTによる三次元像  
(A) ゴムの三次元像, (B) ボイドの三次元像, (C) ゴムとボイドの重ね合わせ像

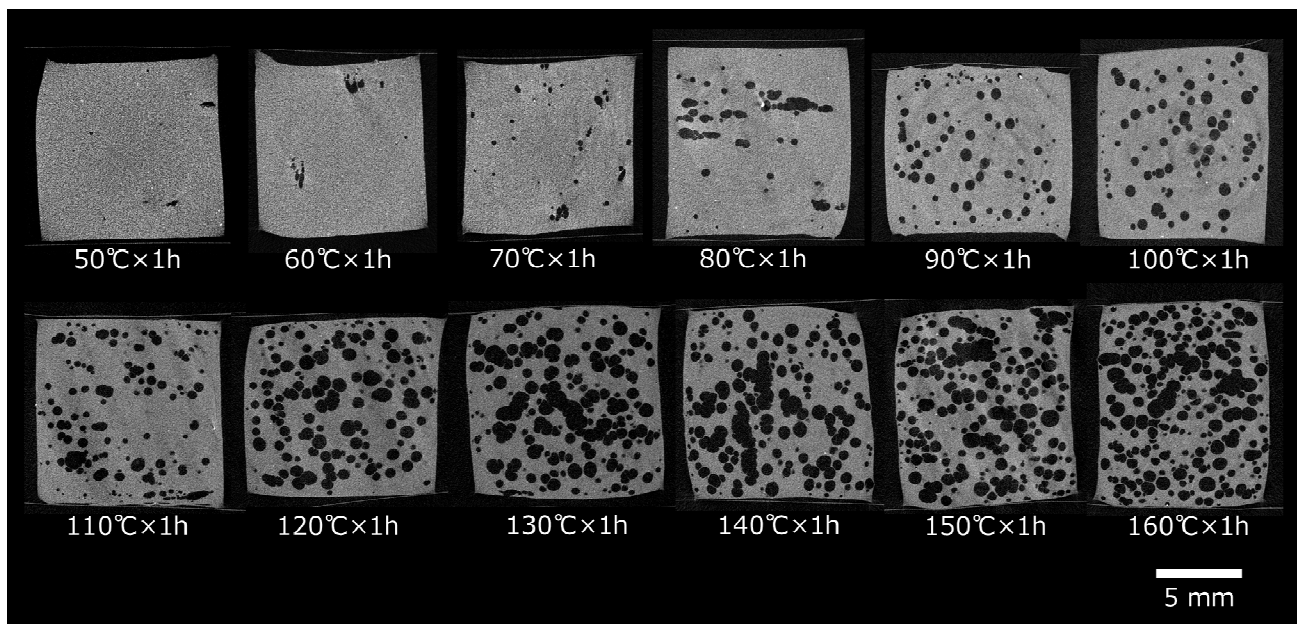


図3 予備加熱した未加硫ゴムの断層像

また、未加硫ゴムを加熱した時に発生する水分量についても測定した。その結果、図4のように、ボイドの発生量と同様に、加熱温度を高くするほど、水分の発生量も増加した。これらのことから、ゴムの予備加熱時に発生するボイドは、ゴム内の水分等が加熱により揮発することで発生すると考えられる。

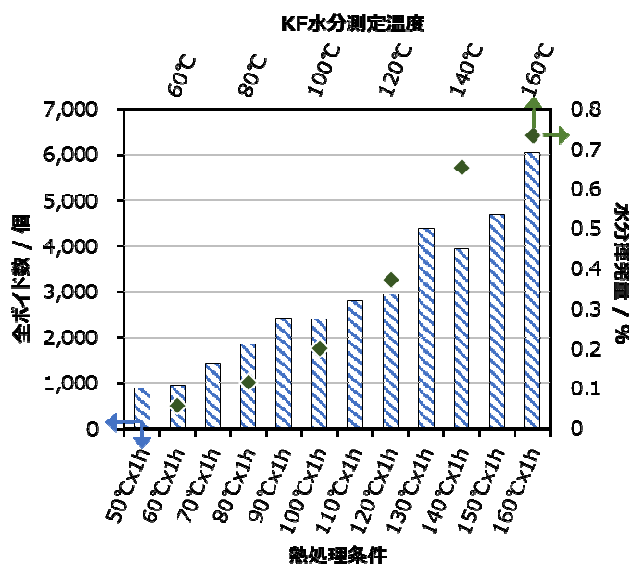


図4 熱処理条件（予備加熱温度）とボイド発生数及びカールフィッシャー（KF）水分測定温度と水分揮発量の関係

次に、観察されたボイドを球状と仮定し、その球の直径を度数分布として解析した。その結果、図5に示すように、加熱温度が高くなるに従い、より大きなボ

イドが増加することが、度数分布においても示された。

また、予備加熱の際に、温度を一定（150℃）とし、加熱時間を変化させた場合のボイド数を解析した結果を図6に示す。その結果、予備加熱時間を長くするほど全ボイド数が増加することが示された。

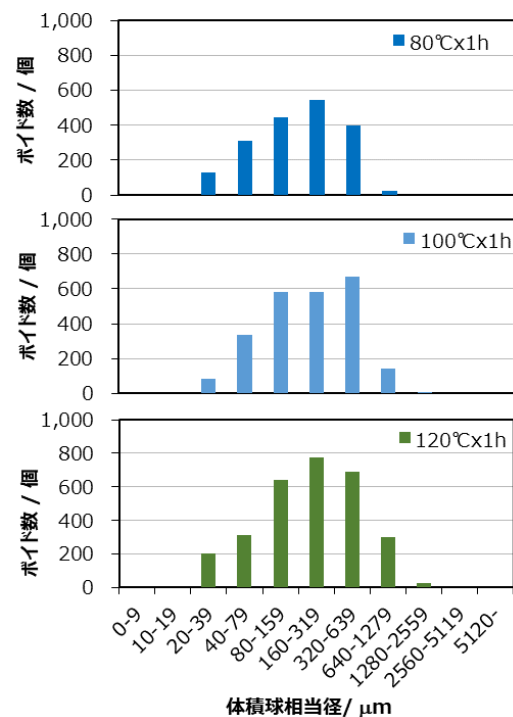


図5 発生したボイドの体積球相当径分布

以上の結果から、ボイドの発生を抑えるためには、未加硫ゴム中への水分の混入をできるだけ抑え、より低温、より短時間で予備加熱を行うことが効果的であ



ることが明らかとなった。

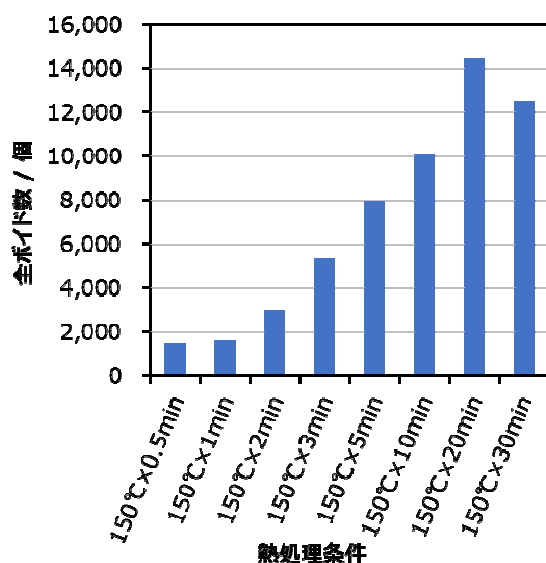


図6 熱処理時間とボイド発生数との関係

### 3-3 未加硫ゴムの架橋進行度の検討

前節にてボイドの発生は、予備加熱を、より低温かつ短時間にすることで抑えられることが示されたが、ボイドが試料内に発生している、予備加熱の段階で架橋が進行していなければ、加硫時の加圧やガス抜き（バンピングなど）をすることで製品内に残留するボイドは抑制できる。そのため、予備加熱の条件は、架橋が進行しない条件とすることが必要である。

ゴムの架橋の進行度をキュラストメーターにて評価した結果を図7、8に示す。予備加熱により架橋が進行していない場合、最小トルク（ $M_L$ ）は低い、架橋が進行した場合は粘度が増大し、 $M_L$ が上昇する。予備加熱温度を変化させた場合（図7）、120℃以上の条件で、 $M_L$ が増加した。また、予備加熱温度150℃で時間を変化させた場合（図8）では、20分以上の条件で、 $M_L$ が増加した。

すなわち、それらの条件より低い温度及び短時間の予備加熱条件では、架橋は進行しておらず、製品内にボイドが残らない加工も可能であることが示唆された。

## 4 まとめ

加硫前のゴム材料に対し、予備加熱条件（温度や時間）がゴム材料内部のボイド発生や架橋の進行に及ぼす影響について検討した結果、以下の知見が得られた。

- (1) ボイドの発生を低減させるためには、未加硫ゴム中への水分の混入をできるだけ抑え、より低温、

より短時間で予備加熱を行うことが効果的である。

- (2) 120℃×1時間以上及び150℃×20分以上の条件でゴムの架橋が進行するが、予備加熱を低温または短時間で行うことで架橋の進行は抑えられ、ボイドが試料内に発生している、加硫時の加圧やガス抜き（バンピングなど）によって製品内に残留するボイドは抑制できることが示唆された。

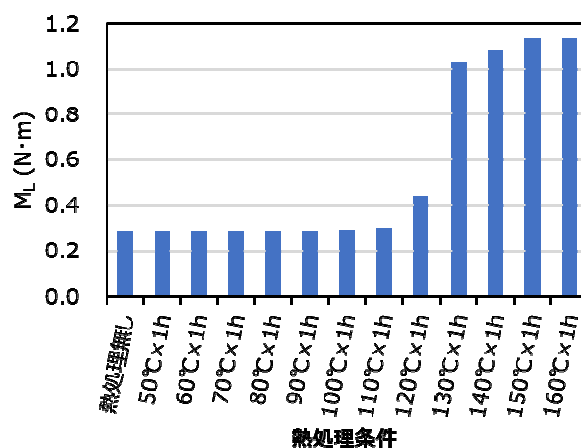


図7 熱処理条件（温度）と最小トルク $M_L$ （ゴム架橋進行度）の関係

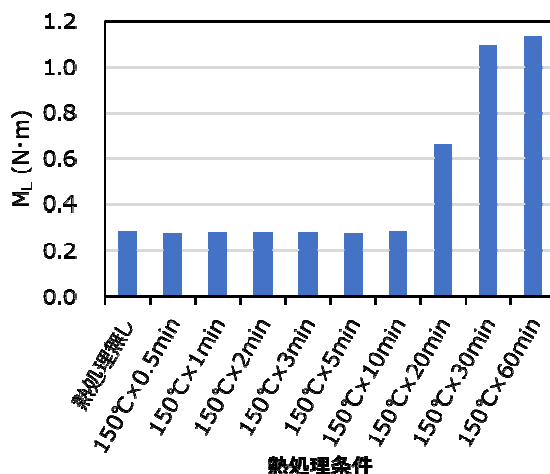


図8 熱処理条件（時間）と最小トルク $M_L$ （ゴム架橋進行度）の関係

## 5 参考文献

- 1) 前田禎美：日本ゴム協会誌，52巻，pp. 415-422（1979）
- 2) 佐藤有二：日本ゴム協会誌，90巻，pp. 382-388（2017）

# 低温高圧水素用ゴムシール材の開発

田中 大策<sup>\*1</sup> 内山 直行<sup>\*2</sup> 浦川 稔寛<sup>\*2</sup> 野見山 加寿子<sup>\*1</sup> 木村 太郎<sup>\*3</sup> 蓮尾 東海<sup>\*1</sup>  
齋田 真吾<sup>\*1</sup> 中西 太郎<sup>\*1</sup> 田籠 賢祐<sup>\*4</sup> 吉山 雄一<sup>\*4</sup> 益永 幸博<sup>\*4</sup> 児玉 洋典<sup>\*4</sup>

## Development of Rubber Sealing Material for High-pressure Hydrogen in Low-temperature Environments

Daisaku Tanaka, Naoyuki Uchiyama, Urakawa Toshihiro, Kazuko Nomiyama, Taro Kimura, Haruumi Hasuo, Shingo Saita, Taro Nakanishi, Kensuke Tagomori, Yuichi Yoshiyama, Yukihiro Masunaga and Hironori Kodama

著者らは水素ステーション等の高圧水素環境下で使用可能なOリングの開発を進めた。水素ステーションから燃料電池車へ水素を供給する際、水素ガスはプレクールとして-40℃に冷却され、約90MPaと非常に高い圧力の状態で供給される。この様な、低温高圧環境下でも高圧水素をシール可能なゴム材料の開発を目指し、ポリブタジエンゴムを主成分としたゴム材料に対し、低温特性評価や低温環境下での高圧水素サイクル試験を実施した。その結果、開発した材料は、良好な低温弾性回復特性を有し、-40℃という製品使用環境でも十分にシールが可能なが示された。ゆえに、今後、水素ステーションでの低温用のシール材へはもちろんのこと、低温弾性が必要とされる場面での活用が期待される。

### 1 はじめに

2050年のカーボンニュートラル実現に向けて、水素の社会実装が国の施策として推進されている<sup>1,2)</sup>。しかし、水素は酸素と一定の割合以上で混合すると爆発性を有するため、その取り扱いには十分注意が必要である。

ここで、水素ステーションから燃料電池車（FCV）へ水素を充填する場合、充填時の圧力変化により昇温するため、水素ガスを予め-40℃に冷却し、さらに約90MPaと非常に高い圧力の状態で供給している。現在、水素ステーションにおける継手やバルブ等といった多くの個所で、Oリングが多数使用されているが、-40℃の極低温に冷却され高圧の水素にさらされるといった厳しい使用環境であるために、シール機能が低下し水素が漏洩することが多数報告されている<sup>3,4)</sup>。

このような観点から、高信頼性、高耐久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おり、著者らは平成27年度より県内ゴム製造企業と連携し、高い信頼性と耐久性を有する高圧水素用Oリングの開発に取り組んでいる<sup>5-7)</sup>。

高圧ガスをシールするためには、高圧から大気圧ま

で急減圧しても破壊しない（ブリストアが発生しない）こと、急激な圧力変化に伴い-40℃より低温に下振れしてもゴム弾性を保持することが必要である。一般的にゴム材料は、常温においてゴム弾性を有しており伸び縮みするが、低温においては分子運動性が低下し、ゴム弾性が低下する。現在、高圧水素機器の低温用のOリングとしては、エチレンプロピレンジエンゴム（EPDM）やシリコンゴムが主に使用されている。著者らはそれらのゴムと匹敵する又はそれ以上の耐寒性を有するゴムである、ポリブタジエンゴム（以下「BR」という）に着目し、本研究では、低温高圧水素用シール材料の開発を目的として、BRを主成分としたシール材を作製し、低温特性や高圧水素サイクル試験による耐久性を評価した。

### 2 実験方法

#### 2-1 高圧水素サイクル試験用Oリング及び物性評価用シート作製の作製

BRは種々のゴム材料の中でも、低温特性に優れたゴム材料であり、分子構造の立体規則性を制御することによって、-100℃を下回るガラス転移温度(Tg)を有する構造設計も可能である<sup>8)</sup>。著者らはこれまでに、そのようなBRの中でも、-65℃以下のTgを有する低シスタイプのBRを主成分とし、BRの分子構造やフィラー、添加剤等について種々検討し、低温高圧水素シールに

\*1 化学繊維研究所

\*2 工業技術センター 企画管理部

\*3 (公財)福岡県産業・科学技術振興財団

\*4 (株)テクノ月星

適した組成<sup>9)</sup>を見出している。本研究では本組成に基づき、熱プレス機（（有）小藤油圧工業、50TON手動式成型機）と金型を用いてOリング（内径11.9 mm，外径19.0 mm，線径3.5 mm）を作製し、高圧水素サイクル試験に使用した。

また、熱プレス機と金型を用いて2 mm厚のシートを作製し、低温弾性回復試験及び圧縮永久ひずみ試験に使用した。なお、比較品には一般的に低温用として使用されているEPDMを使用した。

## 2-2 低温弾性回復試験(TR試験)

ゴム材料の低温特性を評価するために、JIS K6261-4「加硫ゴム及び熱可塑性ゴム—低温特性の求め方—第4部：低温弾性回復試験（TR試験）」を参考に、伸長した状態で低温凍結されたゴム試験片が、温度上昇に伴い弾性回復して一定の収縮率に戻るときの温度を測定した。具体的には、熱機械測定装置（日立ハイテクサイエンス(株) TMA7100）に短冊状試験片（幅×厚さ：2 mm×0.5 mm）を取り付け（チャック間5 mm），室温で50 %伸長させた後，冷却した。-120 °Cに到達後，荷重を開放した状態で10 分以上保持した後，3 °C/minで昇温しながら試験片の長さを測定し，式（1）を用いて弾性回復率を算出した。

$$r = (l_1 - l_2) / (l_1 - l_0) \times 100 \quad \text{式 (1)}$$

ここで， $r$ は弾性回復率（%）， $l_0$ は伸びを与える前の試験片の長さ（mm）， $l_1$ は既定の伸びを与えたとき（昇温を開始したとき）の試験片の長さ（mm）， $l_2$ は測定した温度での試験片の長さ（mm）である。

## 2-3 圧縮永久歪み測定

JIS K6262「加硫ゴム及び熱可塑性ゴム—常温，高温及び低温における圧縮永久ひずみの求め方」に基づき，圧縮永久歪みを測定し，低温でのへたりに性を評価した。具体的には，2 mm厚のシートから直径13 mmの試験片を打ち抜いたものを3 枚重ね，6 mmから4.72 mmまで25 %圧縮させた後に-40 °Cまで冷却し，72 時間保持した。その後，試験片を取り出した直後に厚さを測定し，式（2）を用いて圧縮永久歪みを算出した。

$$CS = (h_0 - h_1) / (h_0 - h_s) \times 100 \quad \text{式 (2)}$$

ここで， $CS$ は圧縮永久歪み（%）， $h_0$ は圧縮する前の

試験片の厚さ（mm）， $h_s$ は使用したスペーサの厚さ（4.72 mm）， $h_1$ は圧縮治具から取り外した直後の試験片厚さ（mm）である。

## 2-4 高圧水素サイクル試験

作製したOリングを図1に模式図で示した高圧水素サイクル試験用治具にセットし，水素ガスにより，加圧（90 MPa）2 秒，脱圧（0.6 MPa未満）3 秒を1サイクルとして90 MPa⇔0.6 MPa未満の圧力サイクル試験を実施した。8,300 サイクルまでは，水素ステーションでの使用を想定した治具表面温度-40 °Cとし，その後，加速劣化試験の目的で，試験装置の低温限界温度（-67 °C）まで冷却して圧力サイクル試験を行った。最終的に試験体に負荷した圧力サイクル数は10,500 回である。なお，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。

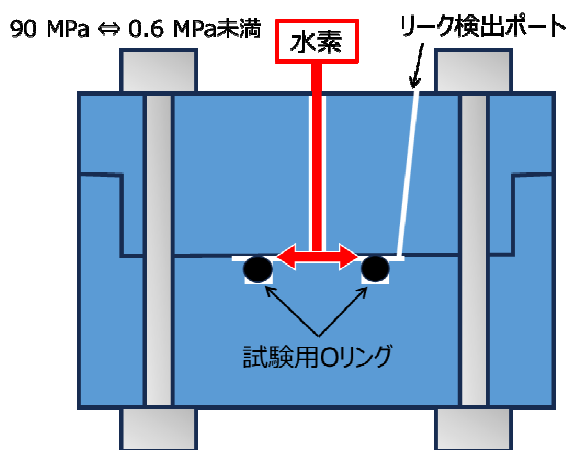


図1 高圧水素圧力サイクル試験の模式図

## 3 結果と考察

### 3-1 ゴム材料の低温特性評価

低温環境において，弾性がどの程度維持されているかを，TR試験にて評価した。開発品及び比較品の低温弾性回復率を図2に示す。また，図2から読み取った，弾性回復率10 %時の温度（TR10）及び-40 °Cでの弾性回復率（%）を表1に示す。

その結果，比較品（一般的に低温用Oリングとして使用されているEPDM）のTR10は-45.2 °Cであるのに対し，開発品では-87.5 °Cと非常に低温まで弾性を保持していた。さらに，-40 °Cでの弾性回復率（%）は，比較品が15 %であるのに対し，開発品では91 %と室温時と同程度の弾性を維持していた。Oリング製品の実使用温度が-40 °Cの場合，比較品では弾性回復が小

さく、使用温度が下振れした場合は、弾性を消失する可能性が懸念されるが、開発品では、仮に-60℃でも弾性回復率は約80%と非常に良好な低温特性を有していることが示された。

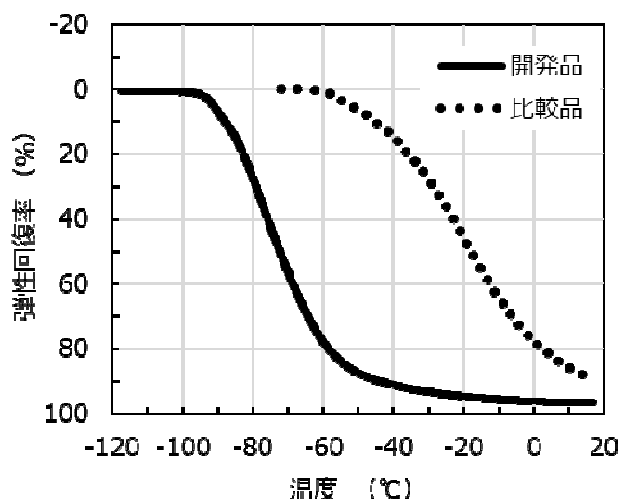


図2 低温弾性回復試験（TR試験）結果

表1 低温弾性回復試験（TR試験）結果

|                 | 開発品   | 比較品   |
|-----------------|-------|-------|
| TR10 (°C)       | -87.5 | -45.2 |
| -40℃での弾性回復率 (%) | 91    | 15    |

0リングは使用時の圧縮変形に対し、永久変形による面圧不足が生じて、シール性が低下することが懸念される。そのため、使用環境（圧縮率や雰囲気温度）における圧縮永久歪み（CS）が、0リングのシール性を評価する上で重要な指標となる。開発品と比較品（EPDM）を低温環境（-40℃×72時間）で評価したCSを表2に示す。

表2 圧縮永久歪み試験結果（-40℃×72時間）

|        | 開発品 | 比較品 |
|--------|-----|-----|
| CS (%) | 12  | 87  |

一般的に、0リングは圧縮永久歪みの増加に伴い面圧が低下し、CSが80%程度を超えると寿命と判定される<sup>10)</sup>。さらに、高圧下での使用を想定する場合はより低いCSが求められる。

比較品のCSは87%と不良であったが、開発品のCS

は12%と非常に低く良好であり、-40℃かつ90MPaといった低温高圧ガス用0リングとしての性能を十分満たしていると考えられる。

### 3-2 低温高圧水素によるシール性評価

ゴムを高圧水素に暴露すると、水素がゴムの内部に浸透する。この状態で急激に大気圧に減圧すると、水素がゴムの内部に留まったまま膨張するため、0リングの体積が著しく膨張するという現象が起こる。

著者らによるこれまでの研究開発において、高圧水素配管内で、0リングが水素ガスの吸脱に伴い体積膨張及び収縮しやすいものほど、ブリストア破壊、はみ出し破壊、座屈破壊といった破損の可能性が高まること、水素ガスによる体積膨張及び収縮のしにくさとゴム硬度の相関が高いこと、高圧水素の圧力サイクルにおいて摩耗性を抑制することが耐久性向上につながることを明らかにしてきた<sup>5-7)</sup>。それらの結果を考慮し作製したBRを主成分とする低温用0リングを図3に示す。



図3 低温用0リング（開発品）

この0リングに対し、-40℃（治具表面温度）の低温環境にて高圧水素圧力サイクル試験を実施し、高圧水素シール性を評価した。圧力サイクル（0.6MPa未満⇔90MPa）により、水素ガスの温度は-56℃から-30℃間を上下し、平均温度は-43℃であった。圧力サイクルを8,300回実施した結果、水素ガスの漏洩は確認されなかった。さらに、試験装置の低温限界温度（治具表面温度：-67℃）まで冷却し、圧力サイクルを再開しても、水素が漏洩することなく、-67℃の環境下でも水素ガスをシールできることが示された。それらの試験後の0リング外観写真を図4に、0リング内部の状態をX線CT（Computed Tomography）（Bruker, SKYSCAN 2214）により観察した結果を図5に示す。0リ

ングの外観及び内部には、Oリングの破損や大きな削れ、亀裂は認められず、摩耗粉もほとんど観察されなかった。Oリングの試験後の重量減から算出した摩耗率は0.2 wt%であり、ほぼ削れていないことが示された。

以上のことから、BRを主成分とする低温用Oリングは、 $-40^{\circ}\text{C}$ という低温環境においても高圧水素ガスのシール性が良好なこと、圧力サイクルをかけても水素ガスの漏れがないこと、合計10,500回圧力サイクルをかけても摩耗が少なく耐久性が良好なことが確かめられた。



図4 低温高圧水素試験後のOリング

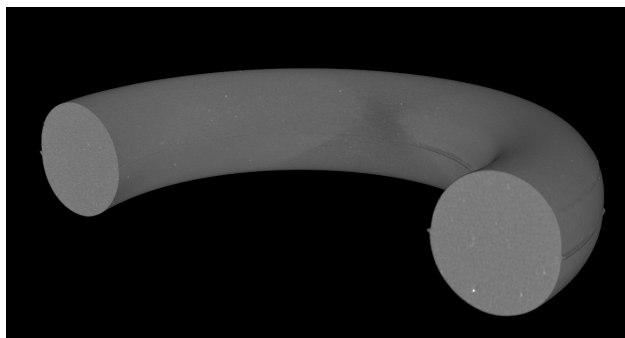


図5 試験後のOリング（内部）のX線CT観察結果  
（Oリング線径：約3.5 mm）

#### 4 まとめ

今回開発したOリングは、 $-40^{\circ}\text{C}$ という製品使用環境でも十分なゴム弾性を有し、高圧水素（90 MPa）による圧力サイクルに対してもシール可能で、十分な耐久性も有する材料であることが示された。また、より低温（治具表面温度： $-67^{\circ}\text{C}$ ）でも高圧水素をシール可能であるため、プレクール温度（ $-40^{\circ}\text{C}$ ）より低温側のシール性が要求される場合でも、候補となり得る

ことが期待される。加えて、今回開発したOリングの使用は、低温高圧水素に限られるものではなく、低温が要求されるような様々な場面に好適である。

#### 5 参考文献

- 1) 経済産業省：2050年カーボンニュートラルに伴うグリーン成長戦略（令和3年6月18日），（オンライン）[https://www.meti.go.jp/policy/energy\\_environment/global\\_warming/ggs/pdf/green\\_honbun.pdf](https://www.meti.go.jp/policy/energy_environment/global_warming/ggs/pdf/green_honbun.pdf)（参照2024-3-31）
- 2) 経済産業省 資源エネルギー庁：水素社会実現に向けた取組，（オンライン）[https://www.enecho.meti.go.jp/category/saving\\_and\\_new/advanced\\_systems/hydrogen\\_society/](https://www.enecho.meti.go.jp/category/saving_and_new/advanced_systems/hydrogen_society/)（参照2024-3-31）
- 3) 高圧ガス保安協会：2020/03/25 水素スタンドにおける事故の注意事項，（オンライン）[https://www.khk.or.jp/Portals/0/khk/hpg/accident/2019/2019\\_03-02\\_suiso.pdf](https://www.khk.or.jp/Portals/0/khk/hpg/accident/2019/2019_03-02_suiso.pdf)（参照2024-3-31）
- 4) 高圧ガス保安協会：2022/02/22 水素スタンドにおける充てんノズルの高圧ガス事故の注意事項，（オンライン）[https://www.khk.or.jp/Portals/0/khk/hpg/accident/2021/2021\\_suiso2.pdf](https://www.khk.or.jp/Portals/0/khk/hpg/accident/2021/2021_suiso2.pdf)（参照2024-3-31）
- 5) 木村太郎 他：福岡県工業技術センター研究報告，No. 27，pp. 13-16(2017)
- 6) 木村太郎 他：福岡県工業技術センター研究報告，No. 30，pp. 5-8(2020)
- 7) 木村太郎 他：福岡県工業技術センター研究報告，No. 32，pp. 13-16(2022)
- 8) 山下晋三：日本ゴム協会誌，36巻，pp. 883-909（1963）
- 9) 福岡県，（株）テクノ月星：特許第6312183号
- 10) 津田総雄：日本ゴム協会誌，67巻，pp. 339-347（1994）

# メタゲノムライブラリの構築および新規耐熱性酵素の開発

奥村 史朗<sup>\*1</sup>

## Construction of metagenomic library and development of new thermostable enzymes

Shiro Okumura

ペットボトルや半導体の洗浄に広く利用されている過酸化水素の排水処理については近年環境負荷が少ないカタラーゼによる分解処理が普及してきた。しかし過酸化水素分解時の発熱のため、使用するカタラーゼには耐熱性が要求されている。そこで、高温環境中の微生物群のメタゲノムを採取し、そこからカタラーゼ遺伝子を探索し、単離・培養を介さずに耐熱性に優れたカタラーゼの開発を目指した。作製したメタゲノムライブラリに対して、カタラーゼ遺伝子保存領域を対象とした縮重プライマーを設計し、PCR 法によるスクリーニングを行い、増幅産物の塩基配列を決定した。また、その際に得られた増幅産物を In-Fusion クローニングにより既存のカタラーゼ遺伝子の相当部分に置換し、その一部が高温環境微生物由来である組換えカタラーゼを作製してその耐熱性を調べた。

### 1 はじめに

現在ペットボトルや半導体の洗浄に、過酸化水素を含有した洗浄液が多く用いられている。こうした工場からは過酸化水素を含む排水が排出されるが、過酸化水素は発がん性があるとされていることから、排水処理が必要である。これまでは活性炭や還元剤などの化学薬品による処理が行われてきたが、近年、カタラーゼによる酵素処理が行われるようになってきた。

カタラーゼによる排水処理は従来法に比べて高コストであるが、取り扱いが簡単で環境負荷の小さな処理法であることからシェアが伸びている。カタラーゼによる過酸化水素の分解は発熱反応であり、1%の過酸化水素水を完全に分解すると約 6℃の温度上昇が見込まれる。工場では 10～30%の濃度の過酸化水素が用いられており、特に夏季には発熱によるカタラーゼの失活が見られるため、耐熱性に優れたカタラーゼが求められている。そこで本研究においては、高温湧水環境からメタゲノムライブラリを構築し、それを用いたカタラーゼの耐熱性の向上に取り組んだ。

### 2 研究、実験方法

#### 2-1 メタゲノムの抽出

塚原地獄（大分県）、雲仙地獄（長崎県）、栗野岳地獄（鹿児島県）（図 1）において 50℃～82℃の環境にある土砂を採取し、Zhou らの方法<sup>1)</sup>の方法を改変し、これらのサンプル中のメタゲノムを抽出した。具体的

には 5 g のサンプルに 13.5 mL の DNA extraction buffer (100 mM Tris, 100 mM EDTA, 100 mM Sodium phosphate, 1.5 M NaCl, 1% CTAB, pH8.0) および 100  $\mu$ L の Proteinase K (10 mg/mL) を加え、225 rpm で 37℃、30 分振とうし、次に 1.5 mL の 20% SDS を加えて、65℃の温水浴で穏やかに攪拌しながら 2 時間インキュベートした。インキュベート後のサンプルを 6,000  $\times$ g、10 分遠心して上清を回収し、これに同量の Chloroform と Isoamyl alcohol の混合液 (24:1, vol/vol) を加えて十分攪拌した後、遠心により水溶液層を回収し、0.6 倍量の Isopropanol を加え、室温に 1 時間静置した。沈殿を 16,000  $\times$ g、20 分遠心して回収し、70% 冷 Ethanol で洗浄し、軽く乾燥後、滅菌水に溶解した。

#### 2-2 メタゲノムライブラリの構築

前項で抽出したメタゲノム DNA を BamH I, Pst I, EcoR I の 3 種類の制限酵素で切断し、3 パターンの断片化 DNA を作製した。それぞれの断片化 DNA を、同じ制限酵素で処理した pSTV28 (TaKaRa 製) とライゲーション後、*E. coli* DH5  $\alpha$  に形質転換し、高温湧水環境のメタゲノム DNA のライブラリを作製した。

#### 2-3 カタラーゼ遺伝子のスクリーニング

複数存在するカタラーゼ保存領域のうち特定の 2 か所を対象とした縮重 Primer を設計し、これを用いて、前項で構築したライブラリをテンプレートとするリアルタイム PCR によるスクリーニングを行った。このスクリーニングによりメタゲノム由来のカタラーゼ遺伝子のうち縮重 Primer に挟まれた部分の増幅物を得る

<sup>\*1</sup> 生物食品研究所





### 3-2 カタラーゼ遺伝子のスクリーニング

構築した高温湧水環境メタゲノムライブラリを対象にリアルタイム PCR によるカタラーゼ遺伝子のスクリーニングを行った。保持するクローンのうち 1,356 クローンについてスクリーニングを行い、38 個の耐熱性カタラーゼ遺伝子候補が得られた。増幅があったクローンについてサンガー法により DNA 配列を決定したが、決定した範囲ではカタラーゼの全長配列やそのプロモータは見つからなかった。リアルタイム PCR で得られた耐熱性カタラーゼ遺伝子候補についても DNA 配列を決定し、BLAST 検索により相同性のある遺伝子を検索して近縁の生物種を決定した上で、増幅物間の相同性から系統樹を作製した (図 2)。

### 3-3 新規耐熱性カタラーゼ遺伝子の発現とその耐熱性

次に、既存のカタラーゼの遺伝子を発現用ベクター (pET30a+) に導入して発現系を構築し、前項のスクリーニングで得た耐熱性カタラーゼ遺伝子候補のうち 5 つについて、In-Fusion 法を用いて耐熱性カタラーゼ遺伝子候補を既存のカタラーゼの遺伝子の相当部分に入れ替えて導入し、既存のカタラーゼと耐熱性カタラーゼ遺伝子候補のキメラ遺伝子を作製し、それを発現させてカタラーゼの耐熱性を調べたところ、既存のカタラーゼと比較して約 10℃耐熱性が向上しており (図 3)、高温環境メタゲノムを用いたカタラーゼの耐熱性向上が有効な手法であることを確認できた。

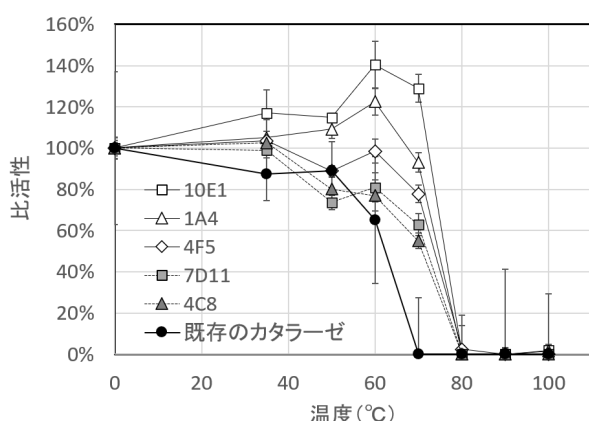


図 3 キメラカタラーゼの耐熱性  
凡例の記号はクローンの整理番号

### 4 今後の展開

まず、今回既存のカタラーゼに組み込んだ5つの候補以外にも33個の耐熱性カタラーゼ遺伝子候補が得られていることから、これらについても同様に

*Rhizobium*属細菌のカタラーゼに組み込んだ上で、その耐熱性を検討する必要がある。

次に、耐熱性カタラーゼ遺伝子候補が得られたメタゲノムライブラリのクローンについて、得られた遺伝子の前後の配列を決定し、耐熱性遺伝子部分の前後を拡張してから既存のカタラーゼに組み込むことで、カタラーゼ遺伝子全体に対する耐熱性カタラーゼ遺伝子の構成割合を高め、より高い耐熱性を持つカタラーゼの作出を検討する。

さらに、高温環境メタゲノムライブラリについては、今後も継続的に拡充を進め、これを用いた他の産業用酵素の耐熱性の向上への応用を進めていくこととした。

### 5 謝辞

久留米工業高等専門学校富岡寛治教授には、研究の進め方や枠組みについて有益な助言をいただきました。また株式会社MKバイオからはカタラーゼ製剤およびその遺伝子情報を提供いただきました。心より御礼申し上げます。

この研究は2016年度の公益財団 柿原科学技術研究財団 バイオベンチャー等育成事業助成金交付により研究が遂行されたものです。この場を借りて深く御礼申し上げます。

### 5 文献

- 1) Zhou J. et al., Appl. Environ. Microbiol., 62, 316-322 (1996)
- 2) Nakayama M. et al., J. Biosci. Bioeng., 106, 554-558 (2008)
- 3) Morita H. et al., Microbes Environ., 22, 214-222 (2007)

# 長期保存中に植物性発酵エキスを生じた混濁の構成成分解析

川口 友彰<sup>\*1</sup> 田崎 麻理奈<sup>\*1</sup> 坂口 優紀<sup>\*2</sup> 井元 樹里<sup>\*2</sup>

## Analysis of Constituents of Haze Developed in Fermented Vegetable and Fruit Extract during Prolonged Storage

Tomoaki Kawaguchi, Marina Tasaki, Yuki Sakaguchi and Juri Imoto

野菜や果物を発酵させて製造する植物性発酵エキスは、緑茶等の茶飲料やビール、ワイン等の発酵飲料と同様、稀にはあるものの長期保存中に混濁が発生することがある。混濁が発生した植物性発酵エキスは全量回収・廃棄処分されており、商品信頼性及び収益性低下につながる課題であることから、混濁原因の解明が求められる。そこで本研究では、微生物学的混濁及び非生物学的混濁それぞれの観点から、植物性発酵エキスの混濁原因及び混濁構成成分を調べた。その結果、混濁が生じた植物性発酵エキス中に顕著な微生物の増加は認められず、微生物学的混濁である可能性は低いことがわかった。また、成分分析・呈色試験、溶解性試験の結果、混濁物は主に多糖類及びタンパク質から構成されており、混濁形成にタンパク質が関与していることが示唆された。

### 1 はじめに

緑茶や紅茶、烏龍茶等の茶飲料、ビール、ワイン、果汁飲料等の各種容器詰飲料は、多くの場合、清澄であることが求められる。一方、これらの飲料では、製造直後や長期保存中に混濁を生じる場合があることが知られている。混濁には微生物の混入に起因する微生物学的混濁と、飲料成分の凝集等に起因する非生物学的混濁とがあり、適切な条件で製造された場合、非生物学的混濁が主な発生要因となる<sup>1)</sup>。

非生物学的混濁の身近な例として、緑茶や紅茶、烏龍茶等の茶飲料で生じる「クリームダウン」という白濁化現象がある。これは、茶浸出液において液中のカフェインとタンニンが結合・析出して白濁する現象で、冷却により白濁形成が促進される<sup>2)</sup>。家庭においても、お茶を淹れてすみやかに冷やした際に観察することができる。ビールにおける非生物学的混濁の発生要因としては、麦芽由来タンパク質と麦芽及びホップ由来ポリフェノールの結合が原因となるもの、デキストリン等の炭水化物が原因となるもの、タンパク質と多糖によるもの、金属が触媒となり生じるもの等、混濁に関わる原因物質や混濁発生機構は多岐にわたることが知られている<sup>1, 3)</sup>。このように飲料ごとに混濁要因が異なることに加え、茶葉や麦芽等の原材料植物中に存在する混濁原因物質の種類と含有量にロット間のばらつきがあるため、製造した飲料で常に混濁が生じるわけではなく、混濁条件が揃った特定ロットでのみ生じる

こともあり、原因解析や混濁対策をより困難としている。このような混濁が製品に生じた場合、外観を損なう上、微生物の混入（腐敗）と誤認されるなどの点で消費者や販売者からの苦情対象となることから、混濁発生は飲料製造者の大きな問題となっている。

暁酵素産業（株）では、野菜を中心に果物等数十種類の原材料に酵母及び糖を添加することで、原材料成分を浸透圧により抽出し、熟成発酵させた植物性発酵エキスを製造している。製造後、長期保存中にエキス中に混濁が生じることが稀にあり、混濁原因が不明であったため、全量廃棄処分としていた。そのため、混濁発生は収益性及び商品信頼性の低下につながる課題であり、その原因解明が求められていた。そこで本研究では、植物性発酵エキス保存中に生じる混濁原因解明を目的とし、混濁物の構成成分解析を行った。

### 2 研究、実験方法

#### 2-1 試料

暁酵素産業（株）から提供された表1に示す試料を使用した。

表1 試料

| 試料名         | 瓶詰日         | 混濁確認        | 保存条件   |
|-------------|-------------|-------------|--------|
| 2021 混濁品    | 2021. 4. 21 | 2021. 5. 24 | 常温未開封  |
| 2019 混濁品    | 2019. 3. 26 | 2019. 6. 07 | 常温未開封  |
| 2019 混濁前冷凍品 | 2019. 3. 26 | —           | 少量分注冷凍 |
| 通常品         | 2021. 5. 24 | —           | 常温未開封  |

\*1 生物食品研究所

\*2 暁酵素産業（株）

2019混濁前冷凍品は、2019混濁品と同一ロットの植物性発酵エキスであり、瓶詰後に一部冷凍保存していたものである。

## 2-2 微生物検査

一般生菌数は、リン酸緩衝生理食塩水で希釈した試料1mLを標準寒天培地に混釈し、35℃で48時間培養後、出現コロニー数から試料1 mLあたりの生菌数を測定した。乳酸菌は、ペトリフィルム（スリーエムジャパン（株））を用いて測定した。真菌数は、試料0.1 mLを塗抹したクロラムフェニコール加ポテトデキストロス寒天培地を25℃で72時間培養し測定した。

## 2-3 分析

試料の水分活性は電気抵抗式水分活性測定器LabSwift-aw（Novasina社製）、pHはガラス電極式pHメータLAQUA F-71（（株）堀場製作所）、有機酸は有機酸分析システム（Prominence、（株）島津製作所）を用いて測定した。なお、混濁試料については加熱溶解後、フィルター濾過し、有機酸分析に供した。混濁粒子中の構成成分及びそれらの分布については、スライドガラス上で混濁品遠心沈殿物に染色液<sup>3)</sup>を滴下し顕微鏡で観察した。その他の成分分析、呈色試験、溶解性試験、白濁形成試験は結果と考察に記載の方法により実施した。

## 3 結果と考察

### 3-1 微生物学的混濁の評価

植物性発酵エキスを生じた混濁が微生物学的混濁であるかを調べるため、微生物検査（一般生菌、乳酸菌及び真菌）を行った（表2）。その結果、一般生菌、乳酸菌及び真菌いずれも検出限界以下であった。

表2 微生物検査結果（CFU/mL）

| 試料名         | 一般生菌 | 乳酸菌 | 真菌   |
|-------------|------|-----|------|
| 2021 混濁品    | <30  | <30 | <100 |
| 2019 混濁品    | <30  | <30 | <100 |
| 2019 混濁前冷凍品 | <30  | <30 | <100 |
| 通常品         | <30  | <30 | <100 |

水分活性、pH、有機酸分析結果を表3に示す。水分活性及びpHについては、混濁の有無で顕著な差は認められなかった。同様に、有機酸（乳酸、酢酸、リン

酸）についても、非混濁試料（2019混濁前冷凍品、通常品）の濃度と比べ、微生物の活動に伴って生じる増加は認められなかった。

表3 pH、水分活性、有機酸分析

| 試料名         | 水分活性  | pH   | 乳酸 (g/L) | 酢酸 (g/L) | リン酸 (g/L) |
|-------------|-------|------|----------|----------|-----------|
| 2021 混濁品    | 0.898 | 3.16 | 2.63     | 5.35     | 0.17      |
| 2019 混濁品    | 0.887 | 3.17 | 1.97     | 3.68     | 0.17      |
| 2019 混濁前冷凍品 | 0.892 | 3.18 | 1.95     | 3.72     | 0.22      |
| 通常品         | 0.893 | 2.93 | 3.91     | 5.93     | 0.19      |

一般細菌が増殖可能である水分活性の下限は0.90、pHは4.2程度である。そのためこれらの微生物は、植物性発酵エキス中で増殖困難と考えられる。一方、一般的なカビが増殖可能である水分活性の下限は0.80、酵母は0.88、pHは2前後であることから増殖可能な溶液条件にあると考えられた。

以上の結果から、植物性発酵エキス中では、一般細菌は増殖困難である一方、真菌類が増殖可能と考えられるものの、混濁試料中にこれらの微生物の増殖は認められなかったことから、微生物学的混濁である可能性は低いと考えられた。

### 3-2 非生物学的混濁の評価

植物性発酵エキスを生じた混濁の構成成分を調べるため、2021混濁品から遠心分離により回収した混濁物を洗浄後、凍結乾燥し、成分分析を行った（表4）。その結果、混濁物は主に糖類とタンパク質から構成されることがわかった。

表4 2021混濁品の混濁物構成成分分析

| 成分          | 含有量 (%) | 測定方法             |
|-------------|---------|------------------|
| 全糖量         | 81.4    | フェノール硫酸法         |
| タンパク質       | 8.5     | BCA法             |
| 総ポリフェノール    | N. D.   | Folin-Ciocalteu法 |
| 水分          | 10.8    | 乾燥減量法            |
| N. D. : 未検出 |         |                  |

染色試薬により構成成分を調べた結果（表5及び図1）も、表4の結果と一致して、タンパク質と糖類の存在を示すものであった。また、混濁物中の被染色成分の分布から、多糖類や澱粉は部分的に存在する一方、

タンパク質は混濁物全体に存在しており、混濁形成にタンパク質が重要な役割を果たしていることが示唆された。

表5 呈色試験

| 判定対象            | 判定基準  | 2021混濁品<br>遠心沈殿物                                                                      | 2019混濁品<br>遠心沈殿物                                                                      |
|-----------------|-------|---------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| タンパク質           | 紫～青紫  | (+)  | (+)  |
| 木化組織<br>(リグニン)  | 赤紫    | (-)  | (-)  |
| デンプン質           | 紫～黒   | (-)  | (-)  |
| 植物繊維<br>(セルロース) | 褐色～黒色 | (+)  | (-)  |

遠心沈殿物をスライドガラスに塗布・乾固後、異物鑑定団（ビジョンバイオ）の各判定試薬を滴下した

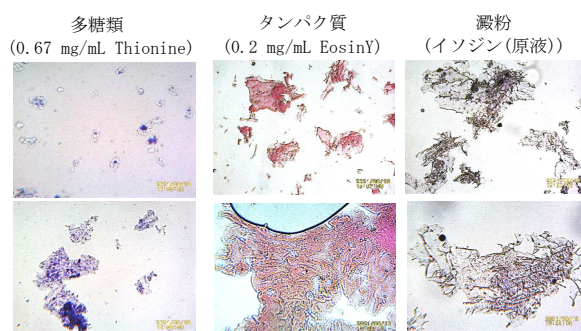


図1 呈色試験（顕微観察）

（試料：2019混濁品遠心沈殿物の凍結乾燥物）

次に、混濁物の溶解性<sup>4)</sup>を調べた結果を表6に示す。混濁物は、50 %エタノール、10 %塩酸に対して溶解せず、0.1 N水酸化ナトリウム、8 M尿素に溶解したことから、混濁の主な要因はタンパク質であると考えられ、呈色試験の結果を支持するものであった。

表6 混濁物の溶解性

| 溶媒         | 2021混濁品 | 2019混濁品 |
|------------|---------|---------|
| 50 % EtOH  | —       | —       |
| 10 % HCl   | —       | —       |
| 0.1 N NaOH | +       | +       |
| 8 M 尿素     | +       | +       |
| 熱水         | +       | +       |

（+は透明化，—は混濁を示す）

また、混濁物は熱水に溶解したが、室温放置することで再び混濁が生じることがわかった。図2は、再混濁化の温度依存性を調べた結果である。4 °C（■）では顕著な変化は認められなかったが、室温（▲）、45 °C（●）下で経時的な濁度（OD 550 nm）上昇を確認できた。なお、60 °C及び75 °Cでは、メイラード反応と考えられる褐変が生じ、再混濁化を評価することができなかった（データ未掲載）。以上の結果から、混濁形成は可逆反応であり、温度依存性を示すことがわかった。これらの性質は、タンパク質の変性・凝集とよく一致するものと考えられ、混濁形成の主要因がタンパク質であるとするこれまでの結果を支持するものであった。

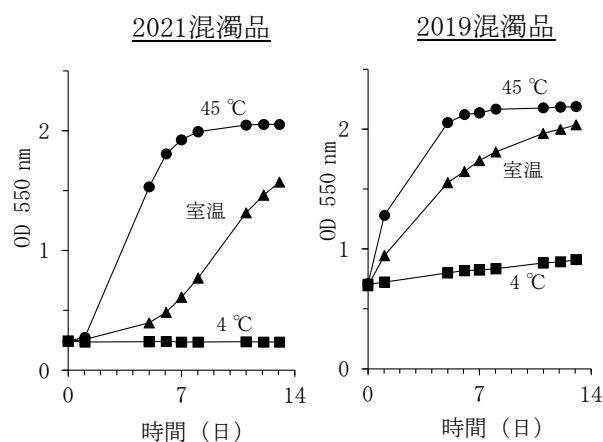


図2 混濁再形成の温度依存性

（試料：混濁品を湯煎で透明化したもの）

図2の結果は、45 °C保存により植物性発酵エキスの混濁性を短期間で評価できる可能性を示唆するものであった。一方、混濁品の加熱溶解物は、混濁形成の核となることが想定される混濁原因物質を含む凝集体が部分的に残存したことにより、再混濁化できた可能性がある。そのため、未混濁の植物性発酵エキスに対して、45 °C保存試験で混濁性を評価できるかを調べた（図3）。2019混濁前冷凍品は、試験開始当初は混濁がなく濁度も低値を示したが、保存開始8日後から濁度が上昇し、混濁が生じた。長期保存で混濁が生じなかった通常品では、顕著な濁度上昇・混濁は認められなかった。以上の結果から、45 °C保存試験により未混濁エキスの混濁化を加速し、混濁性を評価することができるとわかった。

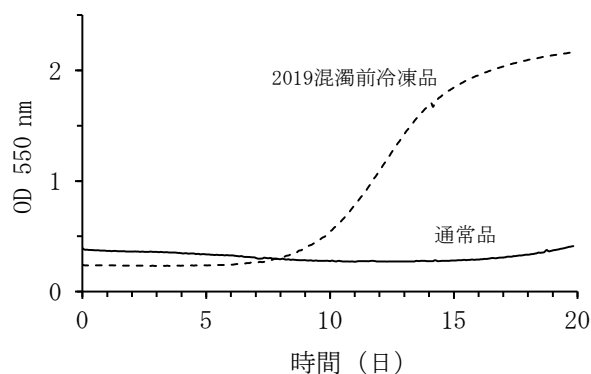


図3 45 °Cにおける未混濁試料の混濁形成  
(45 °C設定のプレートリーダーで2時間毎に測定)

なお、2022年1月から全ロットを対象に保存試験を実施した結果、室温保存、加速試験ともに混濁の発生は認められず、発生頻度が低い現象であることを確認している。

#### 4 まとめ

本研究の結果から、植物性発酵エキスの混濁にタンパク質が主に寄与していること、45 °C保存試験により混濁の発生を予測できることを明らかにすることができた。一方、原因物質の同定はできておらず、混濁発生の原因解明にはさらなる検討が必要である。

#### 5 文献

- 1)Y. Wang, L. Ye : Foods, 10, No.12, pp.3114  
(2021)
- 2)小菅充子：和洋女子大学紀要.家政系編. 38,  
pp. 43-55(1998)
- 3)E. Steiner, T. Becker,M. Gastl: Journal of the  
Institute of Brewing, 116, No. 4, pp.360-368  
(2010)
- 4)AWRI: Grapegrower and Winemaker, No. 620, p.87  
(2015)



# 味わいに優れた低アルコール清酒の開発

片山 真之<sup>\*1</sup> 大場 孝宏<sup>\*1</sup> 堺 早恵子<sup>\*1</sup> 山下 修司<sup>\*2</sup> 田中 建太郎<sup>\*2</sup>

## Development of Low Alcohol Sake “Yuuma”

Masayuki Katayama, Takahiro Oba, Saeko Sakai, Shuji Yamashita and Kentaro Tanaka

七曜酒造株式会社（以下、「七曜酒造」という）は、令和4年から新規に清酒製品を製造、販売する企業である。七曜酒造がスタートアップ商品として低アルコール清酒（アルコール度数がワインと同程度の12 %程度）の開発を進める中で、「爽やかな酸味」と「しっかりとした甘味」を目標酒質として設定した。商品の実現には、有機酸比率が整い、グルコースを豊富に含む製造方法が課題であった。そこで、七曜酒造と生物食品研究所が共同して課題解決に向けて取り組んだ結果、酸味と甘味バランスに優れた低アルコール清酒を開発することに成功した。

### 1 はじめに

新型コロナウイルス感染症の拡大を背景とした在宅時間の増加やリモートワークなど「新しい生活様式」の定着に伴い、消費行動が変容している。家庭内では家飲みが増えたことで「気軽さ」、「飲みやすさ」の観点から低アルコール清酒の需要が増加している。そのような消費者ニーズに対応するために、新商品開発に挑戦する県内酒造メーカーが増加傾向にある。

一般的に、低アルコール清酒を製造する際、製造した清酒に加水する方法が採用される<sup>1)</sup>。しかし、加水による方法は、いわゆる「味が薄い酒」となり、バランスが取れた清酒の製造が困難である。そこで、加水によるバランス低下の解決策として、酸味や甘味の補填が考案されている。七曜酒造は、目標酒質の設計にその手法を採用し、清酒の味わいに寄与する有機酸やグルコースを添加することによる酒質検討を行った。その結果、清酒中の有機酸バランスが乳酸：クエン酸：リンゴ酸＝3：2：1であり、さらにグルコース濃度が約4 %となる時に、七曜酒造が求める酒質が得られることが分かった。本研究では、その酒質を実現するために様々な検討をおこなった。

### 2 研究、実験方法

一般的な清酒は、乳酸、コハク酸、リンゴ酸の3種類が全有機酸の約80 %を占めること、クエン酸が非常に少ないことから、七曜酒造が求める有機酸バランスを得るのは困難である<sup>2)</sup>。また、令和3年度に国税庁

が実施した全国市販酒類調査結果によると、一般的な清酒のグルコース濃度は約2 %であるため、通常の醸造方法では製造が困難である<sup>3)</sup>。

本研究における清酒の製造工程および用語を図1に示す。七曜酒造が求める酒質設計を達成するために、次の方法が考えられた。まず、有機酸バランスについては、清酒製造工程の酒母に乳酸及びリンゴ酸を添加することに着目した。しかし、酒母中に添加した乳酸及びリンゴ酸の比率は、酵母の代謝により変化するため、それを考慮した添加が必要である。また、クエン酸については酒税法により清酒への添加が認められていない。そのため、クエン酸を多く生産する白麹菌に着目した。白麹は、発酵による影響を可能な限り少なくするために、上槽直前の醪に添加する四段液で使用することにした。次に、グルコースについては、四段液のグルコース濃度を測定し、添加割合を調整した。

酒質設計の追求において、本研究では、①酒母に添加する乳酸・リンゴ酸の比率検討、②四段液添加前醪の有機酸濃度の測定、③白麹を使用した四段液中の有機酸濃度の測定及び添加割合の検討、④白麹を使用した四段液中のグルコース濃度の測定及び添加割合を検討し、小仕込み試験および成分分析を実施した。

#### 2-1 清酒の小仕込み試験方法

清酒の小仕込み試験の配合は総米300 g、麹歩合20 %、汲水歩合140 %で行った。麹米には乾燥麹（徳島金長（株）製 TG-50）を使用し、掛米にはα化米（徳島金長（株）製 AA-50）を用いた。酒母に添加する乳酸及びリンゴ酸の比率を表1の様に变えた試験系を構築し、最高品温13℃、発酵期間21日で試験を実施した。

\*1 生物食品研究所

\*2 七曜酒造(株)

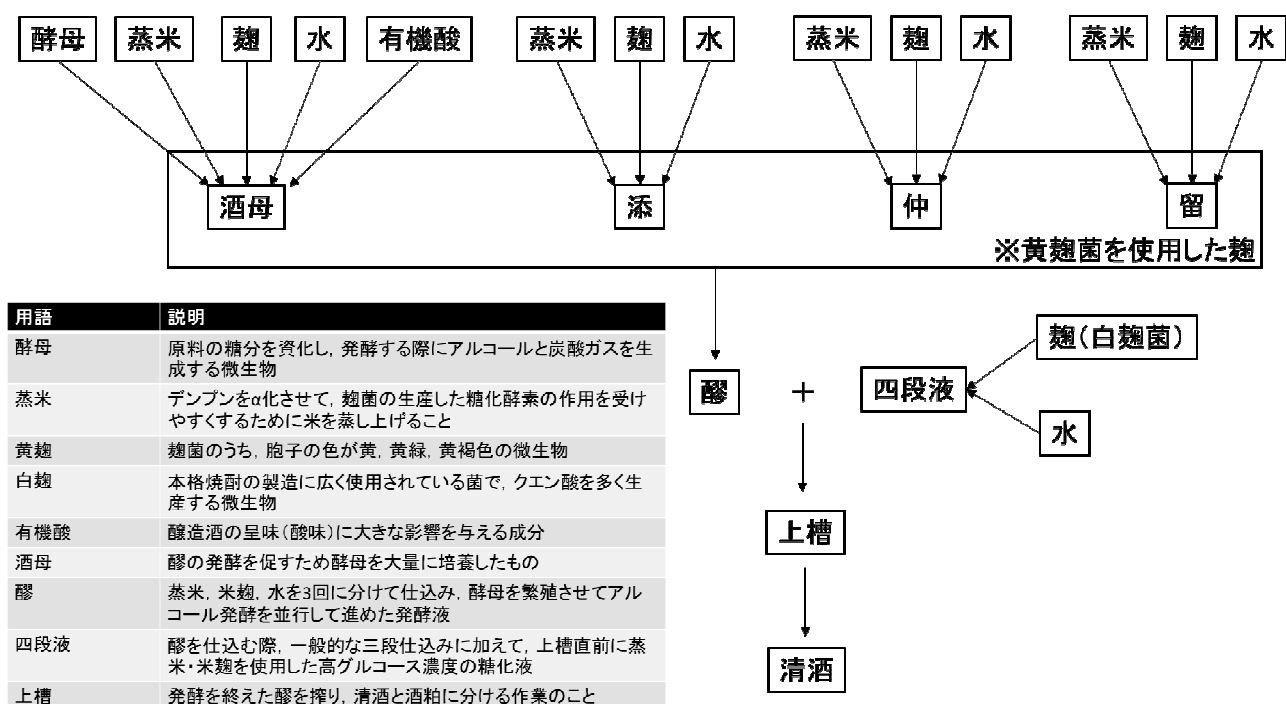


図1 本研究における低アルコール清酒の製造工程および用語説明

表1 乳酸及びリンゴ酸の添加比率を変えた試験系

| No. | 使用する酸       |
|-----|-------------|
| 1   | 全て乳酸        |
| 2   | 全てリンゴ酸      |
| 3   | 乳酸:リンゴ酸=1:1 |
| 4   | 乳酸:リンゴ酸=2:1 |
| 5   | 乳酸:リンゴ酸=3:1 |

## 2-2 成分分析の方法(有機酸・グルコース・エタノール)

清酒の小仕込試験について、遠心分離した上清を有機酸及びグルコース、エタノール分析に供した。培養上清中の有機酸分析は、(株)島津製作所製の高速液体クロマトグラフィー(島津有機酸分析システム、使用カラム Shim-pack SCR-102H)で行った。エタノール及びグルコースの分析は、東ソー(株)製の高速液体クロマトグラフィー(TOSOH 8010、使用カラム: Aminex HPX-87C、検出器: RI)で行った。

## 2-3 白麹菌を使用した四段液の作製

徳島製麹(株)製の白麹菌 IDK1-60 を使用して製麹した米麹に水を加えて、55℃で5時間糖化したものを四段液とした。

## 3 結果と考察

### 3-1 小仕込み試験における酒母に添加する乳酸・リンゴ酸の比率検討

酒母に添加する乳酸及びリンゴ酸の比率について表1に示す試験系において検討した結果、乳酸:リンゴ酸=1:1となるように添加した時に、清酒中に含まれる乳酸とリンゴ酸の比率が3:1となることが分かった。次に、経時的な発酵経過を図2に示す。上記試験サンプルでは、順調に発酵が進むことが確認できた。

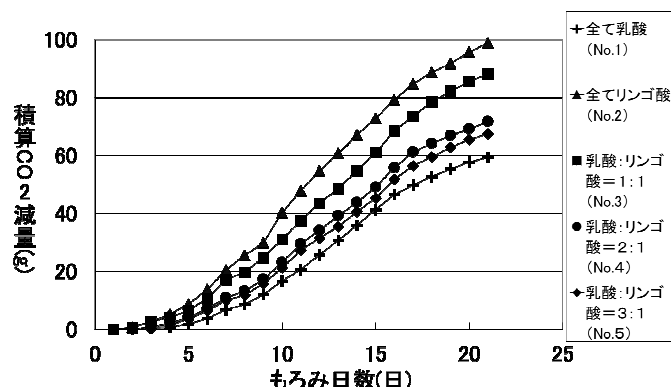


図2 小仕込み試験の発酵経過

### 3-2 小仕込み試験における四段液添加前醪の有機酸濃度の測定

四段液添加前醪の有機酸濃度について測定した結果

乳酸濃度は約2200 ppm, クエン酸濃度は約100 ppm, リンゴ酸濃度は約700 ppmであった。

### 3-3 白麹を使用した四段液中の有機酸濃度の測定及び添加割合の検討

白麹菌を使用した四段液の有機酸濃度を測定した結果, 乳酸濃度はN.D., クエン酸濃度は約9300 ppm, リンゴ酸濃度は約200 ppmであった。これらの結果から, 七曜酒造が求める有機酸含有比率(乳酸:クエン酸:リンゴ酸=3:2:1)を実現するための四段液の添加割合は, 約15 %であることが分かった(表2)。

表2 四段液の添加割合と有機酸比率

| 成分項目      | 四段液添加前醪 | 四段液<br>(13%添加) | 上槽前醪 | 比率 |
|-----------|---------|----------------|------|----|
| 乳酸(ppm)   | 1855    | 0              | 1855 | 3  |
| クエン酸(ppm) | 80      | 1280           | 1360 | 2  |
| リンゴ酸(ppm) | 579     | 26             | 605  | 1  |

### 3-4 小仕込み試験における白麹を使用した四段液中のグルコース濃度の測定及び添加割合の検討

四段液中のグルコース濃度を測定した結果, 約20 %であった。四段液添加前醪のグルコース濃度は約1 %であったことから, 約4 %のグルコース濃度を実現するための四段液の添加割合は, 約15 %であることが分かった。

試作品の成分値を表3に示す。以上の結果から, 味質バランスに優れた低アルコール清酒の製造方法を確立した。本商品は冷酒で飲用されることが多く, 顧客は, 「爽やかな酸味で新感覚の低アルコールの清酒」と評価する声が多かった(七曜酒造へのヒアリング結果)。これは, 一般的な清酒とは異なり, 温めて美味しく感じる乳酸(温旨酸)の配合比率が低く, 冷やして美味しく感じるクエン酸やリンゴ酸(冷旨酸)の配合比率が高いことによるものと考えられる。

表3 試作した低アルコール清酒の成分値

| 成分項目        | 成分値        |
|-------------|------------|
| アルコール度数(%)  | 12.5       |
| グルコース濃度(%)  | 4.3        |
| 乳酸濃度(ppm)   | 1855 (3.1) |
| クエン酸濃度(ppm) | 1360 (2.2) |
| リンゴ酸濃度(ppm) | 605 (1.0)  |

※成分値の( )は比率

## 4 まとめ

本研究により, 有機酸比率の調整技術, グルコースを豊富に含む低アルコール清酒の製造方法を構築し, 七曜酒造に技術移転を行った。七曜酒造はこれらの技術を応用することで, 味わいに優れた低アルコール清酒の製品化に成功した(図3)。



図3 開発した低アルコール清酒

## 5 参考文献

- 1) 武宮重人: アルコール濃度の低い清酒の開発, 独立行政法人 酒類総合研究所(2004) (オンライン)  
<https://www.nrib.go.jp/data/kouen/pdf/39kou02.pdf> (参照2024-2-27)
- 2) 浅野忠男: 生物工学会誌, 85巻(2号), pp. 63-68(2007)
- 3) 国税庁: 全国市販酒類調査結果(令和3年度調査分), 国税庁(2022) (オンライン)  
<https://www.nta.go.jp/taxes/sake/shiori-gaikyo/seibun/2022/pdf/001.pdf> (参照2024-2-27)

# 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 ーペット用家具の開発ー

隈本 あゆみ\*<sup>1</sup> 富永 由佳\*<sup>1</sup> 友延 憲幸\*<sup>1</sup> 青木 幹太\*<sup>2</sup> 馬場 末広\*<sup>3</sup> 松本 豊\*<sup>4</sup>

## 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 - The Product Development of Furniture for Pets -

Yuka Tominaga, Noriyuki Tomonobu, Ayumi Kumamoto,  
Kanta Aoki, Suehiro Baba and Yutaka Matsumoto

株式会社馬場木工は、玄関収納家具を中心として、公共施設・商業施設・マンションなどのオーダー家具の製造・販売を行っている企業である。株式会社馬場木工は以前、震災時にペット用靴を開発した企業からペット用靴箱の製作を依頼され、生活環境の変化によるペット用家具の新たなニーズがあることを掴んだ。そこで、「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、新たな市場参入及び基幹製品の開発を目的に、主力である箱物家具とは異なるペット用家具の開発に取り組み、猫用のテーブルなどを開発し、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）における株式会社馬場木工（以下、「馬場木工」という）の製品開発の取組を報告する。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「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）」<sup>1)</sup>を参照していただきたい。また、本事業において馬場木工の製品開発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について表1に示す。

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<br>・株式会社馬場木工<br>・インテリア研究所 | ・松本意匠   |

### 2 事業の取り組み内容

#### 2-1 製品開発の目的

馬場木工は、玄関収納家具を中心として、公共施設・商業施設・マンションなどのオーダー家具（写真1左 参照）の製造・販売を行っている企業である。設計から開発まで自社内でしか行ったことがなく、同じような商品が生まれやすいという課題があり、新たな視点で商品開発を行いたいという意向があった。また、以前、震災時にペット用靴を開発した企業からペット用靴箱（写真1右 参照）の製作を依頼されたことがあり、生活環境の変化によるペット用家具の新たなニーズがあることを掴んでいた。そこで、本事業では、主力である箱物家具とは異なる、新たな市場参入及び基幹製品の開発を目的に、ペット用家具の開発に取り組んだ。



写真1 馬場木工の既存製品

オーダー家具の AV ボード(左) ペット用靴箱(右)

\*1 インテリア研究所  
\*2 九州産業大学 芸術学部  
\*3 株式会社馬場木工  
\*4 松本意匠

## 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は馬場木工が中心となり、適宜、製品開発グループがフォローを行う体制で行った。

馬場木工は、ペット用家具を開発する上で、「ペットが快適に過ごせること」を最も重視していた。その理由は、市場に出回っているペット用家具の中には、人間用の家具をペットのサイズに合わせて小さくしたような製品もあるが、ペットにとって必ずしも使い心地が良いとは言えないのではないかと感じていたためである。そこで、ペットにとっての使いやすさや心地良さを重視し、ペットが快適に使用できる機能を兼ね備えた家具を開発することとした。

また、デザイナーから自由な提案をしてもらうため、対象とするペットの種類に少し幅を持たせ、小動物(小鳥・ハムスター・うさぎ・ハリネズミなど)から猫・中型犬までとした。そして、製品サブテーマを3つ設け、その中からデザインしたいものを選択してもらう方式とした(図1)。

### 【製品サブテーマ①】

飼い主とペットと一緒に食事をするための椅子  
(例：テーブル用ペット専用椅子)

### 【製品サブテーマ②】

一般的な照明(人に合わせた照度や輝度の照明)や(温度)環境変化に弱いペットのための居室  
(例：屋根付き部屋、移動型ゲージなど)

### 【製品サブテーマ③】

介護期において環境ストレスを感じない(バリアフリー対応)寝床  
(例：スロープ付ベッドなど)

図1 製品テーマ

以上を踏まえ、開発したい製品のテーマを“人とペットが、自然素材(木材)で、あたたかさ、ぬくもりを感じながら、共に暮らしていける優しさを感じる木製用具や木製家具のデザイン”として図2に基づき仕様書を作成し、デザイン事業者を全国から公募した。

公募の結果、複数のデザイン提案の中から、最もコンセプトに合致しており、安全性も高いデザインである松本意匠(福岡県)の「ねこの所作を整える家具」

(図3参照 ねこイスA, ねこイスB, ねこハコの3アイテム)を採用した。

### (基本コンセプト)

人の暮らしに溶け込み、ペットが快適に過ごせるための機能性家具

### (デザイン仕様書の主な仕様)

- ・自然素材(木材)で木のあたたかさ、ぬくもりが感じられるもの
- ・木質を生かしたインテリア性があるもの
- ・室内、主にリビングで使用するもの
- ・事故(怪我)を起こさないように配慮したデザイン

図2 仕様書の概要



図3 採択した「ねこの所作を整える道具」  
ねこイスA(左上), ねこイスB(右上),  
ねこハコの使用例(下)

## 2-3 デザインの具現化(製品の製作)

製品開発グループと馬場木工は、猫にとって快適な製品かどうかは実際に猫が使用することが最適であると判断した。まず、第一試作を作り、猫(松本意匠の飼い猫)が実際に使用し、課題を抽出した。その結果、

ねこイス A とねこイス B において、大きい猫にとっては棚板が小さく、強度が弱いということが分かったため、棚板のサイズを大きくし、棚板が棚ダホを完全に覆うような構造にすることで強度を向上させた。また、ねこイス B は、イスをテーブルにセッティングした際に、猫がハンモックの壁に隠れることができるよう、餌台を回転できる仕様にしていた。(図 3 右上 参照)しかし、コスト削減のため餌台の取り付けは、ねこイス A と同じ構造にし、ねこイス A, B ともに、ハンモックの壁の位置を変更できる構造に修正した。

ねこハコにおいては、ハンモック仕様(図 3 下 参照)にする際、平らな面を下にしていたが、曲面を下にすることで、猫がくつろげるスペースが広くなり、かつ、ハンモックのように揺れる楽しさを味わえると考え、曲面を下にする構造に変更した。

また、商品を販売するに当たって、「ねこイス A」は「キャットテーブル Rin」、「ねこイス B」は「キャットテーブル Sora」、「ねこハコ」はサイズごとに「ユニット S, M, L」という商品名を採用した。

完成した製品は写真 2 の通りである。

主力製品となる「キャットテーブル Sora」は意匠の権利を保護することを目的として、馬場木工と福岡県との共同出願という形で全体意匠を出願し、登録された<sup>2)</sup>。

### 3 まとめ

馬場木工は本事業に参加し、製品開発グループの協力を得て、製品コンセプトを構築した。さらにそのコンセプトに基づいたデザインを松本意匠が担当することで、「キャットテーブル Rin」及び「キャットテーブル Sora」「ユニット S, M, L」を製品化した。

現在、展示会への出展(写真3)や、ペットショップへの持ち込みなど精力的に販促活動を行っている。



写真 2 完成した製品  
キャットテーブル Rin (左上)、  
キャットテーブル Sora (左下)、  
ユニット S, M, L (右)



写真 3 展示会出展の様子

### 4 参考文献

- 1) 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：福岡県工業技術センター研究報告、No30, pp. 21-24 (2020)
- 2) 著作権：意匠登録 第1760352号



# 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 -JAPANDI空間に合うコンパクトな桐箆笥の開発-

隈本 あゆみ<sup>\*1</sup> 友延 憲幸<sup>\*1</sup> 富永 由佳<sup>\*1</sup> 青木 幹太<sup>\*2</sup> 加島 功一<sup>\*3</sup> 佐々木 健五

## 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

-The Product Development of A Compact Paulownia Chest of Drawers that Fits The JAPANDI Space -  
Ayumi Kumamoto, Noriyuki Tomonobu, Yuka Tominaga, Kanta Aoki,  
Kouichi Kashima and Kengo Sasaki

株式会社総桐箆笥和光は、桐箆笥、及び桐製品の製造販売を行っている企業である。伝統産業の枠にとらわれない先進的な取組の実践を実践しており、その一環で「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。その結果、少ない枚数の着物を所有する着物ビギナーに向けた、圧迫感を与えず、JAPANDIな雰囲気にも調和する和モダンな桐箆笥収納というコンセプトを構築し、佐々木健五デザイナーがデザインを担い、JAPANDI空間に合うコンパクトな桐箆笥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）における株式会社総桐箆笥和光（以下、「和光」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）」<sup>1)</sup>を参照していただきたい。また、本事業において和光の製品開発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を表1に示す。

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<br>・株式会社総桐箆笥和光<br>・インテリア研究所 | ・佐々木健五  |

駆使し、伝統的な桐箆笥（写真1左参照）や桐の特徴を活かした様々な製品の製造販売を行っている企業である。特に「組子ベッド」（特許取得済）は伝統工芸である組子をベッド床板に取り入れる画期的な製品として人気がある（写真1右参照）。しかし、主力である桐箆笥の販売が年々減少する中、従来とは違う新しい客層を取り込みたいと考え、本事業に参加し現代のニーズに合った桐箆笥の商品開発を行うこととなった。



写真1 和光製品 桐箆笥（左）と  
特許取得技術で製造した組子ベッド（右）

### 2 事業の取り組み内容

#### 2-1 製品開発の目的

和光は、伝統的な技術と NC 加工機等の精密機器を

#### 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は和光が中心となり、適宜、製品開発グループがフォローをする体制で行った。

まず、和光が呉服店に桐箆笥のニーズ調査を行った。その結果、大型で古風な装飾が施された伝統的な

\*1 インテリア研究所  
\*2 九州産業大学 芸術学部  
\*3 株式会社総桐箆笥和光

桐箆笥ではなく、小型でモダンな桐箆笥のニーズがあることが分かった。また、和光では「優（ゆう）」という既存製品があり（写真 2）、この製品を発表した際に、組み合わせ可能な点やコンパクトな点がバイヤーから好評であった。これらのことから、従来の大型の桐箆笥ではなくモダンな外観で、着物が増えてきた時に買い足すことで収納容積を増やすことができる“カスタマイズできる桐箆笥”を開発することとした。モダンな外観については和光の希望に従い、日本的な要素と北欧的な要素をミックスさせた JAPANDI というインテリアテイストを目指した。



写真 2 バイヤーから好評だった  
和光の既存製品「優（ゆう）」

次に、製品開発グループはデザイン仕様書の作成を行った。デザイン仕様書とは、デザイン事業者に委託する製品デザインの内容を細かく記載したものである（図 1）。開発グループで議論を重ね、“着物ビギナーに向けた、「桐箆笥ユニット」と「その他のユニット」を生活スタイルに合わせてカスタマイズできる収納家具”というコンセプトを構築し、これに基づきデザイン事業者を全国から募集した。

公募の結果、複数寄せられたデザイン提案の中から、最もコンセプトに添い、JAPANDI の雰囲気を持った佐々木健五氏（以下、佐々木氏）（神奈川県）の「NEW LAYER（ニューレイヤー）」（図2）を採択した。

### 2-3 デザインの具現化(製品の製作)

製品開発グループと佐々木氏は、「NEW LAYER」開発において、以下 2 点の課題を解決し具現化した。

（基本コンセプト）

- ・「桐箆笥ユニット」を収納家具のベースとする
- ・後から「桐箆笥ユニット」を買い足すことで着物の収納容積を増やし、「その他のユニット」と自由に組み合わせることで使用者に合わせた使い方ができる

（デザイン仕様書の主な仕様）

- ・リビングや自室での使用を前提とし、現代の狭小住宅でも圧迫感を与えない外形デザインであること
- ・伝統的な桐箆笥(和箆笥)の印象ではなく、和モダンな外観デザインであり、JAPANDI な雰囲気のインテリアとの調和が取れること
- ・たとう紙に入れた着物を数着、平置き状態で引出しに収納・保管できる桐箆笥
- ・着物の収納・保管を目的とするユニットのため、引出しの気密性を保つこと
- ・桐材のほか、ウォールナット、オーク、ホワイトアッシュ、パインなど一般的な家具に使用される木材を使用可
- ・スチール、真鍮、ガラス、レジンなど異素材を使用可

図 1 仕様書の概要



図 2 「NEW LAYER」

#### ① シンプルで洗練されたデザイン

和光は軽微な金属溶接は行えるが、「NEW LAYER」のように金属フレームが製品デザインの要となるような高度な金属加工には対応できなかった。そこで、高度な金属加工が可能な鉄工所へフレームの製造を外注することとなった。外注先と議論を重ね、強度を考慮したフレーム寸法の微調整を行い、最終的に既成のパイプとスチール板を活用し黒焼き付け塗装で仕上げることとなった。

## ②横揺れ、たわみへの対応

デザイン提案当初のデザインは桐箆箭の側板に脚が組み込まれた構造であった（図2右参照）。しかし、この構造では水平方向に対する剛性が不足しており、強度が不足する恐れがあった。加えて、本開発のコンセプトである「組み合わせできる」という点において、ユニットを重ねることで重量が増し、底面がたわむことが予想された。

そこで、佐々木氏から横揺れ、たわみを考慮した複数案のデザインの再提案を受けた。再提案されたデザインの中から加工性と外観において、最も優位性のあるデザインを製品に採用した（図3）。



図3 最終デザイン

以上、2点の課題を解決し、「NEW LAYER」の製品化に至った（写真3）。

「NEW LAYER」は意匠権の保護を目的として、和光と福岡県の共同出願という形で、全体意匠を出願し、登録された<sup>2)</sup>。



写真3 完成した「NEW LAYER」

## 3 まとめ

和光は本事業へ参加し、製品開発グループの協力を得て、JAPANDI空間に合うコンパクトな桐箆箭の製品

コンセプトを構築した。更にそのコンセプトに基づいたデザインを佐々木氏が担当することで、「NEW LAYER」を製品化した。

現在、展示会へ出展するなど精力的な販促活動に努めている（写真4）。



写真4 展示会出展の様子

## 4 参考文献

- 1) 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：福岡県工業技術センター研究報告，No30，pp. 21-24 (2020)
- 2) 著作者：意匠登録 第1760354号

# 建築物の内装制限に対応した高意匠性防火材料の開発

羽野 泰史\*<sup>1</sup> 岡村 博幸\*<sup>1</sup> 古賀 賢一\*<sup>1</sup>

## Development of Highly Designed Fire Protection Materials for Interior Finishing Restriction of Buildings

Yasushi Hano, Hiroyuki Okamura and Kenichi Koga

建築基準法などに規定されている内装制限により「特殊建築物」に使用する建築材料は、防火材料である必要がある。しかし、認定取得のためには構成材料毎に厚さや質量などの仕様を決定する必要があるため、開発に非常に長い期間がかかることが問題となっていた。そこで、本研究では防火材料の構成材料毎の発熱量のデータベース化を行い、防火材料認定基準を満たす最適な防火材料の構成を実験せずに予測可能な環境を構築する。さらにこれまで防火材料の大臣認定を取得していなかったため、機会を損失していた伝統工芸品等に対し、防火材料基準を満たすような構成を確立し、新規の高意匠性防火材料を開発する。本年はまず、構成材料毎の発熱量のデータベースを構築し、評価を行った。

### 1 はじめに

近年、円安によるインバウンド需要の高まりから、高級ホテル等が多く建設されている。しかし、ホテルの様な特殊建築物等では、火災発生時の安全確保のために内装材を燃え難い「防火材料」で施工することが建築基準法に規定されている。

「防火材料」には、防火性能が高いものから不燃材料、準不燃材料、難燃材料の3種類が存在し、国土交通大臣の認定を受けたものを使用する必要がある。例えば「不燃材料」の国土交通大臣の認定を取得するためには、コーンカロリメータによる20分間の発熱性試験で①燃焼しないものであること（総発熱量が8.0 MJ/m<sup>2</sup>以下、最高発熱速度が10秒以上連続して200 kW/m<sup>2</sup>を超えない）、②防火上有害な変形、溶解、き裂その他の損傷を生じないものであること、③避難上有害な煙又はガスを発生しないものであることの3点を満たす製品仕様を検討・開発しなければならない。

ホテル等で使用される壁装材料には突板や壁紙などが使用されており、意匠性を有する表面材などを不燃材料の下地と組み合わせて、防火材料の認定を取得している。防火材料の認定を取得するためには、構成毎に使用量や厚さ等の仕様を図1のように規定する必要

があり、これまでに壁紙の施工に用いるデンプン系接着剤等の単位質量当たりの発熱量の検討<sup>1)</sup>やビニル壁紙および織物壁紙の発熱量について有機質量と発熱量の相関から発熱量を推定する検討がなされてきた<sup>2)</sup>。

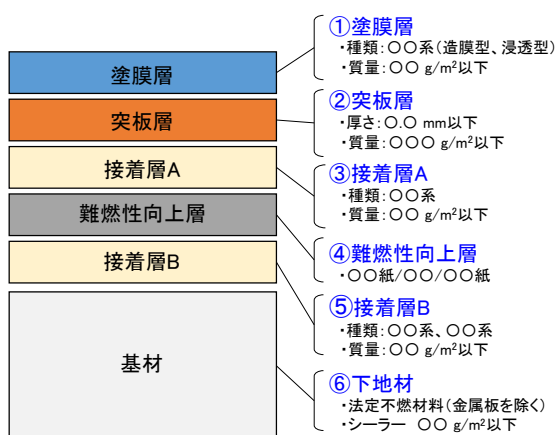


図1 防火材料構成例（突板張り）

しかし、突板で用いられる塗料や接着剤等の構成材料がどの程度発熱量を有しているか判明していないため、製品仕様を決定するためには幾度も発熱性試験に供する必要があるため、開発に非常に長い期間を要するという問題があった。そこで、本研究では、防火材料認定を目指す企業が認定基準を満たす最適な構成を迅速に判断できるように、防火材料の構成材料毎の発熱量データベースの構築を実施した。

\*1 インテリア研究所



## 2 実験方法

### 2-1 供試材料

供試材料を表1に示す（詳細な製品名は省略）。

表1 供試材料一覧

|            |                                                                                                                                                                             |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 塗料<br>7種   | ウレタン系サンディング<br>ウレタン系トップコート<br>セラミックウレタン系サンディング<br>セラミックウレタン系トップコート<br>ガラス塗料<br>オイル塗料<br>蜜蝋                                                                                  |
| 接着剤<br>7種  | 酢酸ビニル系接着剤<br>デンプン系接着剤<br>アクリル系接着剤<br>ウレタン系接着剤:2種<br>シリコン系接着剤<br>高分子イソシアネート系接着剤                                                                                              |
| 表面材<br>6種  | ヒノキ<br>スギ<br>ホワイトオーク<br>ウォルナット<br>織物<br>藁草                                                                                                                                  |
| 裏打材<br>3種  | エレガント和紙<br>和紙<br>薄葉紙                                                                                                                                                        |
| 下地材<br>10種 | 12.5 mm石膏ボード<br>9 mm石膏ボード<br>10 mmケイ酸カルシウム板<br>6 mmケイ酸カルシウム板<br>亜鉛メッキ鋼板<br>SUS430板<br>15 mm繊維混入ケイ酸カルシウム板:2種<br>6 mm両面薄葉紙張アルミニウムはく張/火山ガラス質複層板<br>24 mmアルミニウムはく張/12.5 mm石膏ボード |

### 2-2 コーンカロリーメータによる発熱性試験

発熱性試験は、塗料や接着剤は亜鉛メッキ鋼板上に塗布したものを、表面材、裏打材、下地材は100 mm×100 mmの試験片を切り出したものを東洋精機製作所製コーンカロリーメータ C4により国土交通大臣が指定する性能評価機関の防災性能試験・評価業務方法書<sup>3)</sup>に準じて行った。下地材は、燃焼時間5分間（難燃材）、10分間（準不燃材）、20分間（不燃材）のときの総発熱量を測定し、下地材以外の表面部分については、図2に示すとおり、難燃材の基準時間である5分以内に燃え尽きてしまうため燃焼時間5分間（難燃材）のときの総発熱量を測定した。

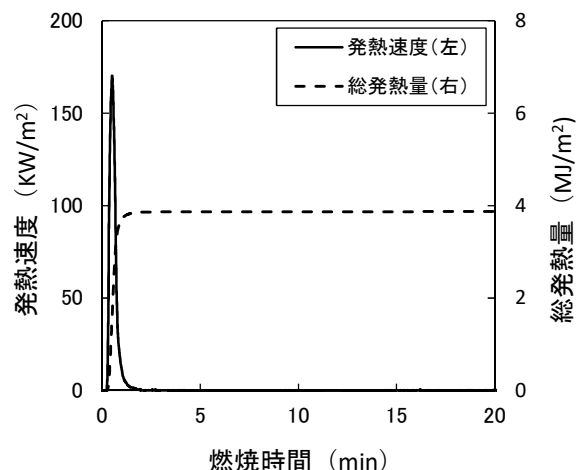


図2 燃焼時間と発熱速度および総発熱量の関係  
例) イソシアネート系接着剤 2.6 gの評価結果

### 2-3 データベースの構築

供試材料の質量と発熱性試験から得られた発熱量の結果から切片が0となる近似直線を求め、その傾きから材料重量あたりの発熱量予測値を算出するデータベースを構築した。また、下地材については下地材毎のデータを取得しデータベースに入力した。

### 2-4 データベースの評価

構築したデータベースを評価するために図3に示す構成の試験体をそれぞれ3片ずつ作製し、データベースから予測された計算値とコーンカロリーメータの発熱性試験によって評価した実測値を比較することで、データベースの妥当性を評価した。

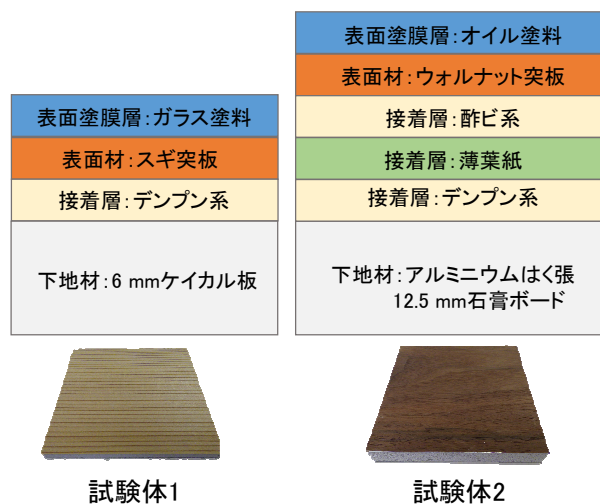


図3 評価用試験体構成

### 3 結果と考察

#### 3-1 データベース構築

図4に試験に供した接着剤3種の重量と総発熱量の関係を示す。いずれの供試材料においても重量と総発熱量に正の高い相関が確認され、塗布した重量から総発熱量が予測可能であることが示された。また、例に示した接着剤3種以外の試験体においても、同様に正の高い相関を確認することができた。これは図2の燃焼時間と総発熱量の関係から分かるように、試験に供した材料が短時間で全て燃焼して発熱量として評価されるため、高い相関が得られたと考えられる。

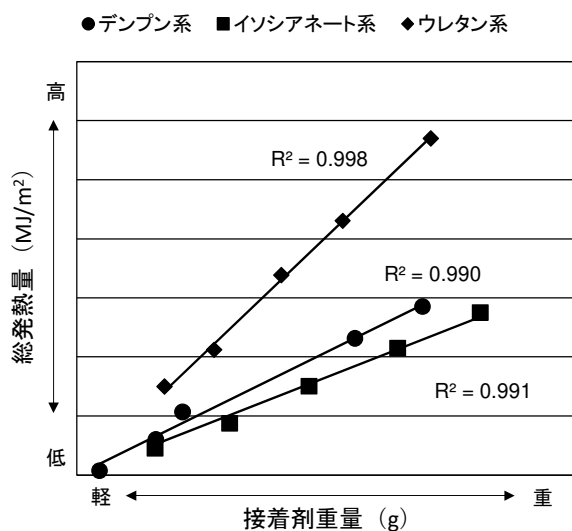


図4 接着剤重量と総発熱量との関係

#### 3-2 データベースの評価

塗料、表面材、接着剤および裏打ち材については使用重量から、また下地材については使用した下地材の総発熱量から各構成材料の予想発熱量を算出し、試験全体の総発熱量は各構成の加成性が成り立つと仮定して20分間の総発熱量を計算した。

計算した試験体1と試験体2の20分間の予想総発熱量を表2、3に示す。計算による試験体1の予想総発熱量は4.5 MJ/m²、試験体2の予想総発熱量は3.7 MJ/m²であった。

図5に計算で予想した総発熱量とコーンカロリメータで行った試験体の発熱性試験結果を示す。試験体1では燃焼時間20分間の総発熱量5.5 MJ/m²で予想された総発熱量が4.5 MJ/m²より1.0 MJ/m²高くなった。試験体2では燃焼時間20分間の総発熱量が4.3 MJ/m²で予想された総発熱量3.7 MJ/m²よりも0.6 MJ/m²高くなっ

た。結果から、いずれの試験体においても計算値よりも測定値が高くなる傾向が確認された。

原因としては、下地材へ塗布あるいは貼付した接着剤や表面材等の燃焼により下地材単体試験時よりも下地材が高温に晒されることで、下地材からの発熱量が単体試験時より増加したことが考えられる。実際に試験体2では、表面材等の燃焼により表面温度が上昇することで、下地材を被覆したアルミ箔が破損していた。アルミ箔が破損すると通常では加熱が抑制されている石膏ボード内部が加熱され、これにより石膏ボードからの発熱量が増加したことが考えられる。

今後は、下地材と表面材等の相互作用について精査し、精度の高い予測ができるように改善を行いたい。

表2 試験体1の予想総発熱量計算結果

| 構成名 | 表示名           | 予想総発熱量 (MJ/m²) |
|-----|---------------|----------------|
| 塗料  | ガラス塗料         | 1.2            |
| 表面材 | スギ突板          | 0.9            |
| 接着剤 | デンブン系接着剤      | 0.5            |
| 下地材 | 6mm ケイ酸カルシウム板 | 1.9            |
|     |               | 計4.5           |

表3 試験体2の予想総発熱量計算結果

| 構成名  | 表示名                    | 予想総発熱量 (MJ/m²) |
|------|------------------------|----------------|
| 塗料   | オイル塗料                  | 0.7            |
| 表面材  | ウォルナット突板               | 1.6            |
| 接着剤  | 酢酸ビニル系接着剤              | 0.7            |
| 裏打ち材 | 薄葉紙                    | 0.1            |
| 接着剤  | デンブン系接着剤               | 0.3            |
| 下地材  | 25μmアルミ箔 +12.5mm 石膏ボード | 0.3            |
|      |                        | 計3.7           |

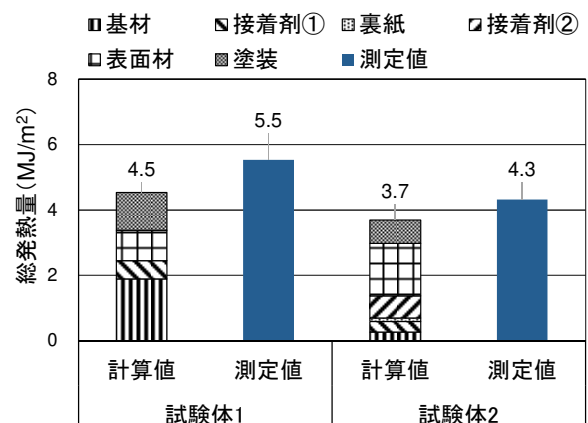


図5 試験体1と2の20分間における総発熱量のデータベース計算値と測定値比較



#### 4 まとめ

防火材料認定基準を満たす最適な構成を迅速に判断できる防火材料の構成材料毎の発熱量のデータベースの開発を目指し、防火材料での使用を想定した材料のコーンカロリメータによる発熱性能を評価した。その結果、いずれの供試材料においても重量と総発熱量に正の高い相関が確認され、製品仕様から総発熱量が予測可能であることが示された。また、データベースを用いて実際に総発熱量が予測可能か検証した結果、ケイ酸カルシウム板を下地として、ガラス塗料を塗布したスギ突板を貼り付けた試験体1では1.0 MJ/m<sup>2</sup>程度、12.5 mm石膏ボードに25 μmのアルミ箔を貼り付けた下地材にオイル塗料を塗布したウォルナット突板を貼り付けた試験体2では、0.6 MJ/m<sup>2</sup>程度、実際の測定値が高くなった。

今後はデータベースで予測した総発熱量とコーンカロリメータでの測定値の差が少なくなるように、データベースの拡充と改良を進める必要がある。

#### 5 参考文献

- 1) 中尾亮, 遊佐秀逸, 吉田正志: 日本建築学会講演梗概集 (2011)
- 2) 池田武史, 吉田正志, 中尾亮: 日本建築学会講演梗概集 (2011)
- 3) (財) 建材試験センター: 防耐火性能試験・評価業務方法書

# 電流分布・熱流体解析による電気めっきの「やけ」シミュレーションの検討 ーニッケルめっきのハルセル試験ー

中野 賢三<sup>\*1</sup> 古賀 文隆<sup>\*1</sup> 大内 崇史<sup>\*1</sup> 山本 圭一朗<sup>\*1</sup> 村田 顕彦<sup>\*1</sup> 奥田 龍之介<sup>\*1</sup>

## Estimation of Burnt Deposit in Electroplating by Numerical Simulations of Current Distributions and Fluid Dynamics

- Nickel Plating Using Hull-Cell -

Kenzo Nakano, Fumitaka Koga, Takafumi Ouchi, Keiichiro Yamamoto, Akihiko Murata and Ryunosuke Okuda

めっき不良の一つに、拡散限界電流を超過したことにより生じる「やけ」がある。本研究では、電流分布解析と熱流体解析を併用して、ニッケルめっきにおける「やけ」のシミュレーションを検討した。チャンネルフロー電極を用いた分極測定によりめっき液流速と限界電流の関係式を算出した。熱流体解析により試験片表面近傍のめっき液流速を推定し、関係式を用いて限界電流に換算した。電流分布解析から求めた電流密度と熱流体解析から求めた限界電流密度の差から「やけ」推定のための限界電流超過判定コンター図を得た。ハルセル試験では、無攪拌、7Aの電解により解析結果と同様「やけ」が発生したが、一部で一致しない箇所が見られた。一方、限界電流より低い2Aの電解では、膜厚の実測値は解析値と概ね一致した。

### 1 はじめに

一般に、電気めっきではワークの凸部や端部に電流が集中して電析速度が大きくなりやすいため、陽極やワークの形状、配置、電解槽の設計を工夫して電流密度を制御することで、膜厚の均一化が図られる。これらの設計において、電流分布解析はワーク上の電流分布やめっき膜厚分布を推定する有効な手段である<sup>1),2)</sup>。

また、生産性の点から、膜品質や電流効率に問題ない範囲で高電流の電解が望ましいが、高速めっきや低濃度浴のめっきにおいて、攪拌が不十分な場合、陰極表面への金属イオンの拡散が電析反応速度に追いつかない拡散限界電流域に達し、「やけ」と呼ばれる品質不良が発生する。そのため、「やけ」のシミュレーションには、めっき液の流れも考慮した電流分布解析が必要となる。本研究では、汎用の電流分布解析ソフトと熱流体解析ソフトを併用し、ニッケルめっきにおける「やけ」のシミュレーションを検討した。また、めっき膜厚について解析値と実測値を比較した。

## 2 研究、実験方法

### 2-1 ハルセル試験

ニッケルめっきはハルセル試験器を用いて実施した。ハルセル試験では、試験片（陰極）の左側ほど陽極と

の距離が近く、電流密度が高くなる<sup>3)</sup>。ニッケルめっき液は  $\text{NiSO}_4$ 、 $\text{NiCl}_2$ 、 $\text{H}_3\text{BO}_3$ 、SDS をそれぞれ 0.91mol/L、0.19mol/L、0.56mol/L、5mg/L 添加して調製し、pH3.9、浴温 50℃とした。ハルセル試験は、陽極板（ニッケル）、試験片（銅）を所定位置に設置して10秒後、めっき浴を全電流7Aで2分間、あるいは2Aで10分間電解した。なお、めっき浴を十分攪拌することで限界電流は高くなることが予想されたが、本実験では「やけ」発生を目的として無攪拌とした。得られた試験片の表面観察および成分分析には SEM-EDX（日本電子株式会社、JSM-7001F）を用いた。めっき膜の厚みは、断面 SEM 観察および XRF（アメテック株式会社、Orbis）により評価した。

### 2-2 分極曲線の測定

めっき液の流速が電流分布に与える影響を調査するため、チャンネルフロー電極セルを用い、ポンプによりセル内にめっき液を流しながら陰分極曲線を測定した。図1にセルの模式図を示す。チャンネルの深さ  $2b$  は 1mm、チャンネルの幅  $d$  は 10mm、作用極の幅  $w$  と長さ  $x_1$  はそれぞれ 4mm、0.3mm とした。なお、対極には Pt 電極を用い、セル出口側に設置した。チャンネルを流れる平均流速  $V_m$  と作用極表面から 0.5mm 離れた位置 ( $y=0$ ) における流速（最大流速  $V_0$ ）には  $V_0=1.5V_m$  の

<sup>\*1</sup> 機械電子研究所

関係が成立する。

## 2-3 電流分布解析, 熱流体解析

電流分布解析ソフトには Femtet (ムラタソフトウェア株式会社) を使用し, 限界電流到達前の分極曲線データを取り込み, 限界電流付近以降を外挿して, ハルセル試験片の電流分布解析を行った。また, 熱流体解析ソフトには scFLOW (株式会社ソフトウェアクレイドル) を使用し, 無攪拌のハルセル試験浴槽の解析を行った。

## 3 結果と考察

### 3-1 ハルセル試験片の表面分析

図 2 に, 全電流 7A および 2A で電解した試験片の外観写真を示す。7A では左端から 28mm 付近までの高電流域に黒みを帯びた「やけ」が見られたのに対し, 2A ではこのような「やけ」は観察されなかった。7A で電解した試験片(図 2(1))の各位置における表面 SEM 像を図 3(a)および(b)に, 図 3(a)の各位置における EDX

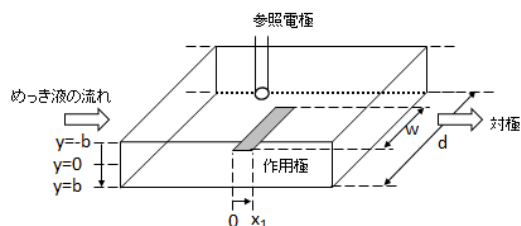


図 1 チャンネルフロー電極の模式図

点分析のプロファイルを図 3(c)および(d)にそれぞれ示す。図 3(b)より, 7A の電解では左端から 40mm の低電流部 (図 2(1)-b) は微細かつ平坦な表面構造であったのに対し, 図 3(a)より, 「やけ」のある図 2(1)-a は凹凸の大きな表面であった。また, EDX プロファイルより, 凸部 (図 3(a)-c) では Ni のみが検出され, 凹部 (図 3(a)-d) では O ピーク ( $K\alpha : 0.525\text{keV}$ ) が高い強度を示した。これは「やけ」のある高電流部において陰極表面への Ni イオンの拡散が律速となり, 金属 Ni が突起状に成長するとともに, 水素ガスの発生が顕著になり陰極近傍の pH が上昇した結果, 水酸化ニッケル等が形成したことを示唆している。

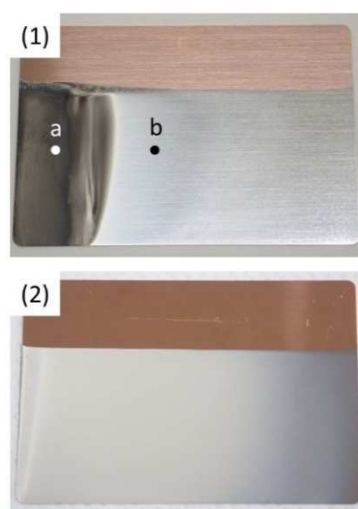


図 2 各電解条件で電解した試験片の外観;  
(1) 7A, 2 分間, (2) 2A, 10 分間

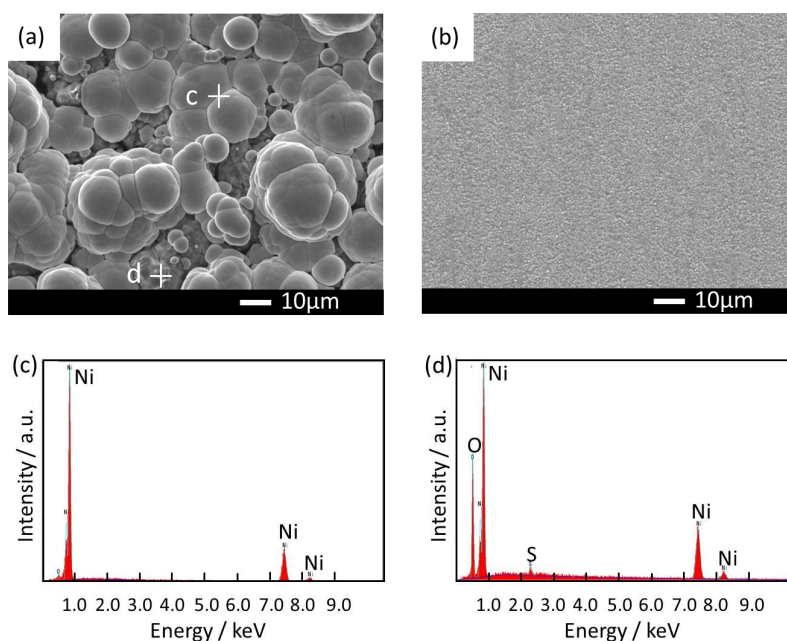


図 3 7A で電解した試験片の SEM 像および EDX プロファイル; 左端から (a) (c) (d) 10mm, (b) 40mm

### 3-2 分極曲線に及ぼす流速の影響

平均流速  $V_m$  が 0.833mm/s, 1.67mm/s, 3.34mm/s における分極曲線を図 4 に示す。いずれの流速においても、電流密度は -1.25V(vs. Ag/AgCl) 付近で最大に達した後、より卑な電位になるにつれて低下した。これはニッケル電析が限界電流に到達して以降、水酸化ニッケルの形成等により抵抗が増加したことによるものと考えられる。チャンネルフロー電極を流れる拡散限界電流  $i_{lim}$  は以下の Levich の理論式で表され、 $V_m^{1/3}$  と比例関係にある<sup>4),5)</sup>。

$$i_{lim} = 1.165nFwDc(V_m X_i^2 / Db)^{1/3} \quad (1)$$

異なる流速における拡散限界電流  $i_{lim}$  と  $V_m^{1/3}$  の関係を図 5 に示す。図より原点を通る直線  $|i_{lim}| = 0.0439V_m^{1/3}$  が得られた。また、 $V_0 = 1.5V_m$  より拡散限界電流  $i_{lim}$  と最大流速（作用極表面から 0.5mm 離れた位置） $V_0^{1/3}$  の関係式 (2) を算出した。

$$|i_{lim}| = 0.0383V_0^{1/3} \quad (2)$$

### 3-3 ハルセル試験の電流分布、熱流体解析

全電流 7A および 2A で電解した試験片の電流分布解

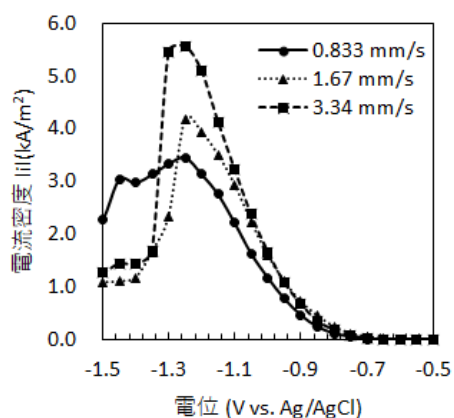


図 4 異なる流速における分極曲線

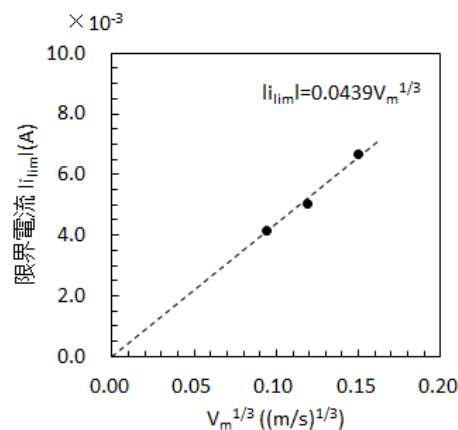


図 5 拡散限界電流  $i_{lim}$  と  $V_m^{1/3}$  の関係

析結果を図 6 に示す。「やけ」が見られた 7A の電解において、試験片左端付近が高い電流密度を示したのは、限界電流付近以降を外挿した分極曲線を用いて解析したためである。次に、熱流体解析により試験片表面の流速の推定、および各位置での流速における限界電流分布の算出を試みた。図 7(a) は試験片浸漬 1 分後における試験片表面から 0.5mm 離れた位置でのめっき浴の流速  $V_0$  の分布を示す。試験片浸漬直後、めっき浴との温度差により下降流が生じ、徐々に流れが弱まるものの、1 分後も緩やかな流れが残存した。また、流速  $V_0$  を用いて式 (2) より求めた限界電流密度分布 (図 7(b)) から、試験片中央付近において限界電流が高いことが示唆された。

図 8 は各電流における電流密度分布 (図 6) と限界電流密度分布 (図 7(b)) の差を示した限界電流超過判定のコンター図である。図の白色部およびその左側 (高電流部) は、それぞれ限界電流付近および限界電流を超過したことを意味する。図 8(a) において、7A の試験片では、上下側で広い限界電流超過域を示したが、中央付近では左端から 10mm 程度までが限界電流超過域であった。これは左端から 28mm 付近まで「やけ」が観察された実試験片の結果と異なる。実試験片では、限界電流超過域において水酸化物生成による抵抗増加が生じ、残った中央付近に電流が集中したため、時間経過とともに「やけ」領域が広がったものと推察される。また、無攪拌において時間経過とともにめっき液流速が変動すること、水素ガス発生に伴う流動の影響も不一致の要因として考えられる。一方、2A の電解では、図 8(b) に示すとおり試験片全面で限界電流以下であった。

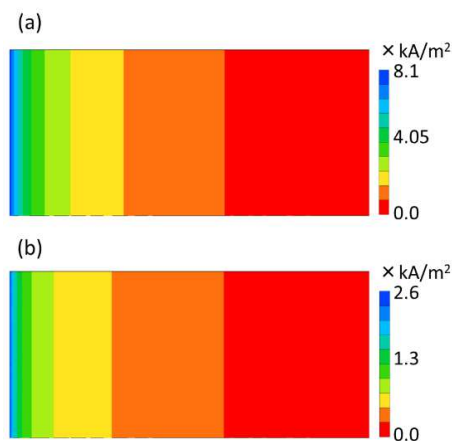


図 6 電流密度分布コンター図; (a) 7A, (b) 2A

### 3-4 ハルセル試験片の膜厚評価

「やけ」のない 2A の試験片における膜厚を測定し、電流分布解析結果を検証した。なお、電流効率は 100% と仮定した。めっき膜の断面 SEM 像を図 9(a) および図 9(b) に、電流分布解析結果から換算した膜厚分布および膜厚実測値を図 9(c) にそれぞれ示す。限界電流以下の 2A で電解した試験片において、膜厚分布は実測値と概ね一致した。

## 4 まとめ

本研究では、電流分布解析ソフトと熱流体解析ソフトを併用してめっき不良「やけ」シミュレーションを検討し、次の結果を得た。

- ・チャンネルフロー電極法により、ニッケルめっきの限界電流値  $i_{lim}$  と試料表面近傍における流速  $V_0$  との関係式が得られた。
- ・熱流体解析により試験片表面近傍の流速分布を推定することで限界電流密度分布が得られ、解析した電流

密度分布との差から、「やけ」推定のための限界電流超過判定コンター図が得られた。

- ・ 7A 電解における「やけ」領域を解析できたが、実測値と一致しない箇所があった。2A 電解における膜厚は、解析値と実測値で概ね一致した。

## 5 参考文献

- 1) 小林和幸，川向博史：表面技術，Vol. 48，No. 9，pp. 873-878 (1997)
- 2) 小原勝彦：表面技術，Vol. 64，No. 10，pp. 537-542 (2013)
- 3) 小岩仁子，山本渡：表面技術，Vol. 63，No. 8，pp. 489-494 (2012)
- 4) 板垣昌幸，Electrochemistry，Vol. 74，No. 3，pp. 254-257 (2006)
- 5) 青木幸一，徳田耕一，DENKI KAGAKUE，53，No. 8，pp. 567-570 (1985)

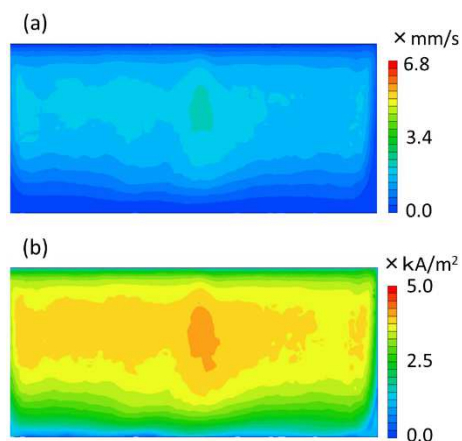


図 7 (a) 流速および(b)限界電流密度のコンター図

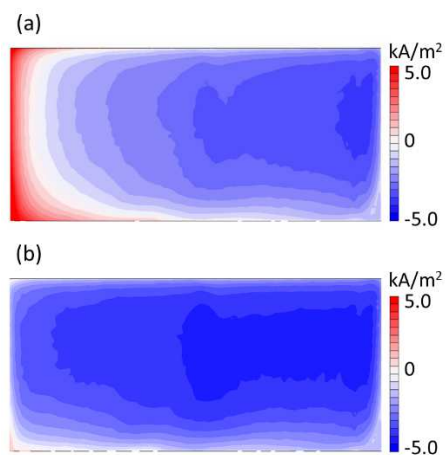


図 8 限界電流超過判定コンター図；(a) 7A，(b) 2A

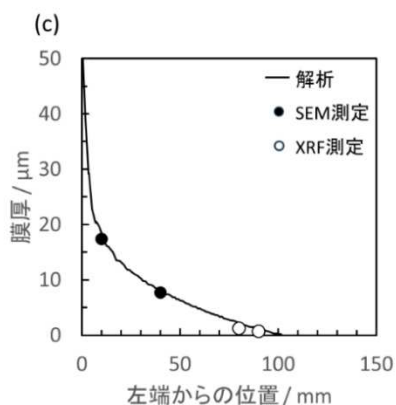
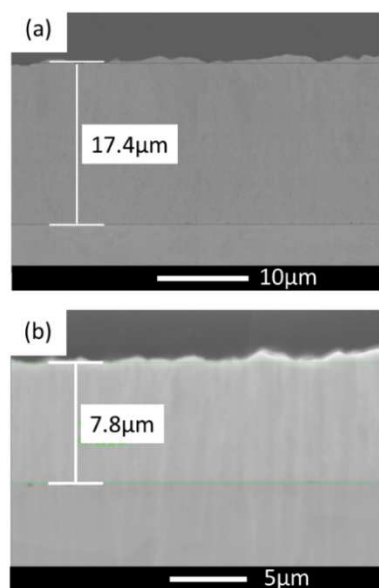


図 9 試験片の断面 SEM 像（左端から (a) 10mm，(b) 40mm）および(c)膜厚分布（解析値と実測値）

# 炭素鋼におけるレーザ焼入れ条件の探索(第3報) — ラップ間隔と硬さ分布の関係 —

菊竹 孝文\*1

## Exploring Laser Hardening Conditions for Carbon Steel (Ⅲ)

- Relationship between Lap Spacing and Hardness Distribution -

Takafumi Kikutake

近年、レーザ光を使った焼入れ方法が注目されている。本研究では、「ディスクレーザ」を用いて、炭素鋼におけるレーザ焼入（ライン状の加工）時のラップ間隔（照射幅方向の重なり）と硬さ分布の関係を調査した。その結果、出力が1kW、走査速度が10mm/sでは、2mmのラップ間隔が最も硬さの低い領域が狭かった。また、1mm以下および3mmのラップ間隔では、未焼入れ領域および焼戻しによる軟化によって、硬さの低い領域が広がった。

### 1 はじめに

ものづくりの基盤となる金属加工（溶接、肉盛、熱処理、切断等）に数kW級の高出力のレーザを用いる技術がすでに実用化され、急速に普及しつつある。レーザを熱処理に適用する場合、最も多い用途が「焼入れ」である。「レーザ焼入れ」は、局所加熱と自己冷却によって、主に鉄鋼材料の表面を硬化する技術である。

レーザ焼入に関する研究は、比較的早く高出力化された「CO<sub>2</sub>レーザ」を用いた報告が多い<sup>1)</sup>。しかしながら、「CO<sub>2</sub>レーザ」は波長が10  $\mu$ m程度であり、鋼に対する吸収率が非常に低いため、表面に吸収剤を塗布する必要がある<sup>2)</sup>。また、「CO<sub>2</sub>レーザ」は波長が長いためにファイバー伝送ができない。そのため発振器からミラー伝送で対象物にレーザ光を照射する必要があり、加工ヘッド（照射口）をロボット等に取り付けた自由な加工ができない。さらに、「CO<sub>2</sub>レーザ」は変換効率（電気から光への変換エネルギー効率）が約10%と低い。これらの理由から、「CO<sub>2</sub>レーザ」のレーザ焼入れに関する研究は少なくないが、実用化に至った報告はほとんど無かった。

近年では、数kW級の高出力かつ波長が約1  $\mu$ mの「半導体レーザ」、「ディスクレーザ」、「ファイバーレーザ」等を用いた金属加工技術の開発が進んでいる。レーザ焼入れにおいては、比較的広範囲で熱処理が可能な「半導体レーザ」が主流である<sup>3)</sup>。一方、「ディス

クレーザ」や「ファイバーレーザ」を用いた適用事例は少ない<sup>4)</sup>。一般に、レーザの種類が異なると、加工条件等を直接適用することは難しい。そこで筆者は、第1, 2報において、「ディスクレーザ」を用いた炭素鋼のレーザ焼入れにおける基礎的なレーザ焼入れ条件（出力および走査速度の影響）について報告した<sup>5, 6)</sup>。既報では1ラインのレーザ焼入れを行ったが、実際の加工においては、ライン状の加工を連続的に実施して面状に加工することが多く、幅方向における重なりである「ラップ間隔」も重要な加工条件の一つである。また、ラップ時の深さ方向の硬さ分布も重要である。本報では、最適なラップ間隔と硬さ分布の関係について報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 レーザ加工機およびレーザ焼入れ方法

本報で用いたレーザ加工機の発振器はトルンプ(株)製のディスクレーザ (TruDisk 5000) であり、最大出力は5kW、ロボットは(株)安川電機製のMOTOMAN-MC2000 IIを用いた。

発振器より出力されたレーザ光は、光ファイバーを通して伝送され、ロボットアーム先端に取付けた熱処理用加工ヘッドから試料表面に照射される。レーザ光を照射された試料表面は急速に加熱され、その後試料自身の自己冷却により急冷されることで焼入（硬化）される。また、照射されるレーザ光は、トップハット型と呼ばれる幅方向に比較的均一なエネルギー密度分布を有する。レーザ焼入の模式図を図1に示す。

\*1 機械電子研究所



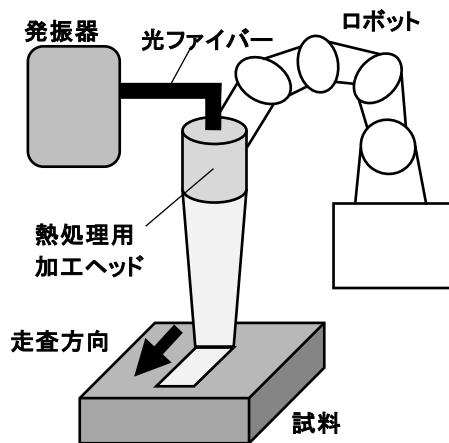


図1 レーザ焼入の模式図

## 2-2 加工条件および供試材料

照射ビームは、縦1mm、横8mmとし、40mmのライン状に2本ずつ照射した。図2に示す様に、ラップ間隔（照射幅方向の重なる長さ）は、1mm毎の-2～3mmとした。レーザの照射条件は、第1, 2報<sup>5,6)</sup>の結果を参考に、出力1kW、走査速度10mm/sとした。焦点距離は300mmとし、戻り光対策として、表面温度測定器があるため進行方向とは逆に10° 傾斜した。

供試材料は市販のS50Cを用い、幅150mm、長さ50mm、厚み10mmに切断した。レーザを照射する試料表面は、フライス仕上げ面とした。

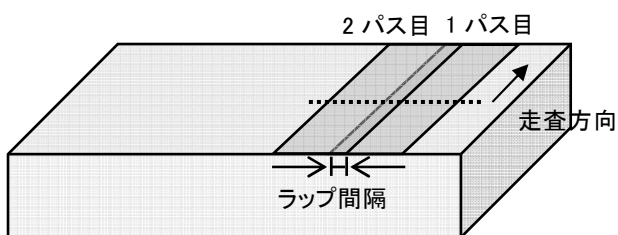


図2 ラップ間隔の模式図

## 2-3 評価方法

試料の機械的性質は、自動測定機能付きマイクロビッカース硬さ試験機(株)フューチャテック製、FM-ARS 9000)により硬さ分布を評価した。測定面は、図2に点線で示した長さ方向中央断面とし、走査方向と同じ方向から見た断面（左側が2パス目、右側が1パス目）を測定した。試験荷重は4.90N (500gf)とした。また、試験は、表層から0.1, 0.3, 0.5, 0.7mmの深さを照射幅方向に0.5mm間隔で測定した。また、JIS 0559（鋼の炎焼入及び高周波焼入硬化層深さ測定方法）に従い、HV450以上をS50Cの有効硬化層とした。

さらに、隣り合う測定位置の硬さがHV450以上とHV450以下の境界の場合のみ、追加してその中間位置（0.25mm間隔）の硬さを測定した。

3%ナイトル(硝酸エタノール)液によりエッチングして断面組織を観察した。観察にはレーザ顕微鏡（株）エビデント製、OLS5100-EAT）を用いた。

## 3 結果

### 3-1 外観観察結果

図3に試験後の外観を示す。2つのラインのうち、右側が1パス目、左側が2パス目である。すべての条件において、表面の溶融が無く、加工開始と終了までほぼ均一な幅の焼入れができ、レーザによる加熱と自己冷却のバランスが良い条件であった。

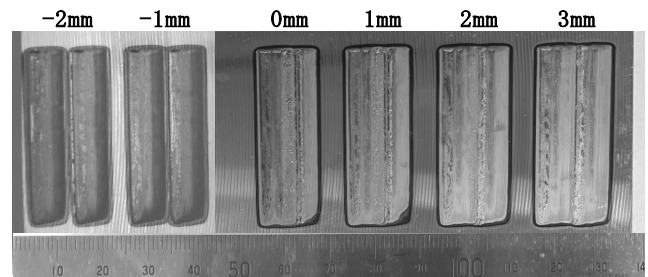


図3 レーザ焼入後の外観  
(数値はラップ間隔を示す)

### 3-2 組織観察結果

図4 a)～f)に各ラップ間隔におけるマクロ組織観察結果を示す。右側が1パス目、左側が2パス目の組織である。第1報<sup>5)</sup>で有効硬化層領域について、単一パスのマクロ組織は薄いレンズ形状を示した。また、ミクロ組織は硬いマルテンサイト相であり、母相は柔らかいフェライト相とパーライト相で構成される。マクロ組織で照射面から深さ方向に観察されるマルテンサイト相の深さと有効硬化層深さは概ね一致することを報告した。これより、マクロ組織における硬化領域がレンズ形状のため、両端の有効硬化層深さは浅くなると考えられる。面状の焼入れを行いたい場合は、幅方向に均一な硬化層深さを得るために、有効硬化層の両端を重ねることによって深さを補う必要がある。-2～3mmのラップ間隔において、図4 a)～f)に示すマクロ組織観察から、ラップ間隔が2mm以上あれば、有効硬化層深さの浅い領域を補えることがわかった。

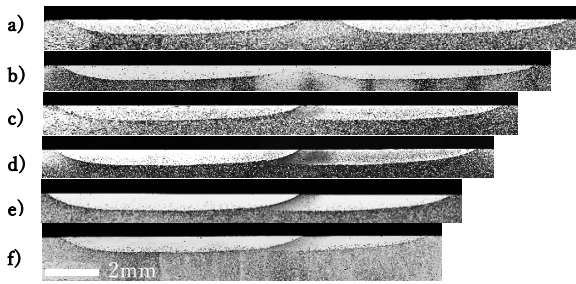


図4 各ラップ間隔のマクロ組織；a)-2mm, b)-1mm, c)0mm, d)1mm, e)2mm, f)3mm

図5にラップ間隔2mmのパス間境界近傍のミクロ組織観察結果を示す。点線で示す深さ0.1, 0.3, 0.5mmの位置におけるパス間の境界は、深くなるにつれて約0.5, 0.75mm左側にシフトした。

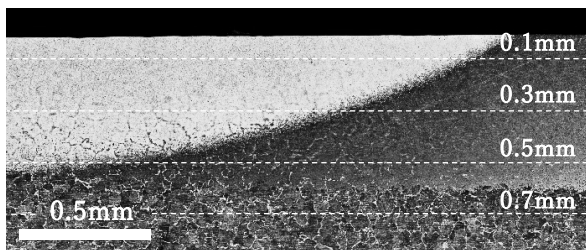


図5 ラップ間隔2mmにおけるパス間境界近傍のミクロ組織観察結果

### 3-3 硬さ試験結果

図6にラップ間隔が-2, 0, 2mmにおける硬さ分布試験結果を示す。横軸は幅方向の位置、縦軸は硬さを示す。右側が1パス目、左側が2パス目の硬さ試験結果である。横軸の原点は2パス目の深さ0.1mmにおける硬さが急激に低下する前の右端とした。

図6 a)に示す深さ0.1mm位置においては、すべてのラップ間隔に共通して、1パス目および2パス目のどちらも最高硬さは、約800HVと非常に高かった。また、ラップ間隔が0および2mmのいずれも幅約2mmの範囲に軟化域が見られた。最低硬さはHV400程度と最高硬さの約半分まで低下した。一方、ラップ間隔が-2mmにおいて、最低硬さは約HV250と母材並みの硬さであった。図6 b)および c)に示す深さ0.3mm, 0.5mm位置においては、ラップ間隔2mmでは、最低硬さが約HV400であった。一方、ラップ間隔-2, 0mmでは最低硬さが約HV250と母材並みの硬さであった。図6 d)に示す深さ0.7mm位置においては、ラップ間隔-2, 0, 2mmでは幅方向のすべてにおいて約HV250と母材並みの硬さであった。

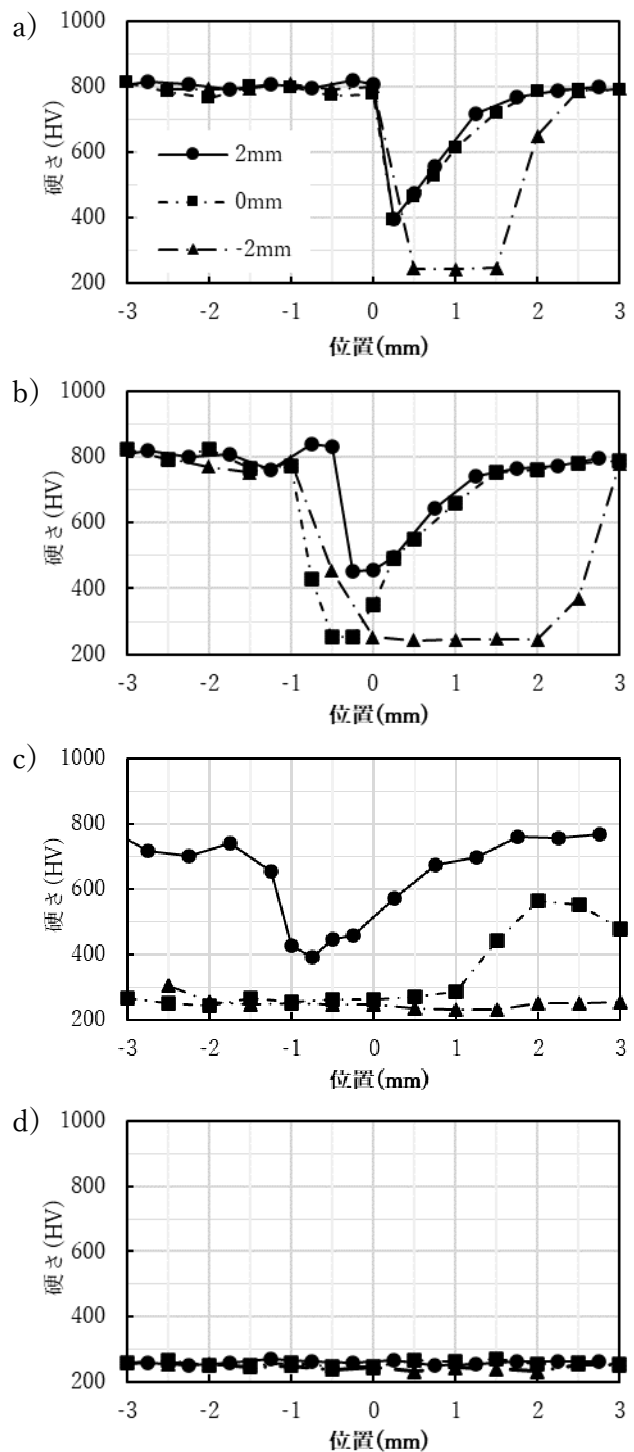


図6 ラップ間隔0および2mmにおける幅方向の位置毎の硬さ；a)深さ0.1mm, b)深さ0.3mm, c)深さ0.5mm, d)深さ0.7mm

ラップ間隔毎の最低硬さを図7に示す。深さ0.1mmではラップ間隔が0~3mmの最低硬さはすべてHV400程度であった。一方、ラップ間隔が-1, -2mmでは母材並みの硬さであった。深さ0.3mmおよび0.5mmではどちらもラップ間隔2mmの最低硬さが高かった。また、ラップ間隔2mmの深さ0.3mm以外の最低硬さはHV450以下であった。

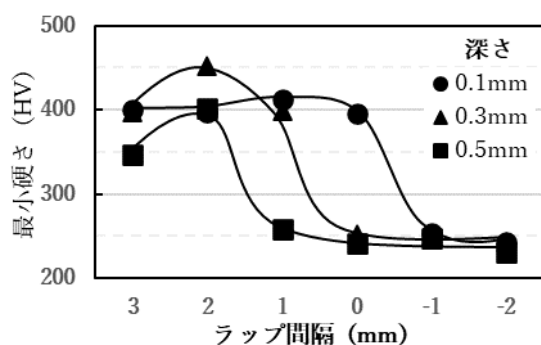


図7 ラップ間隔毎の最低硬さ

図6の各ラップ間隔および深さについて、HV450以下である硬さの低い領域の最大幅を軟化幅とし、図8に示す（白抜きは未焼入れ領域の幅を示す）。深さ0.1mmにおけるラップ間隔0～3mmおよび深さ0.3mmにおけるラップ間隔1～3mmにおいて、軟化幅は0mm（測定間隔の0.25mm以下）であった。また、深さ0.5mmにおいてラップ間隔2mmが最小の軟化幅であった。

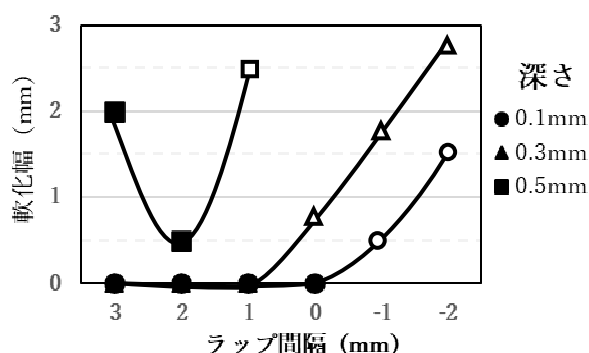


図8 ラップ間隔毎の軟化幅

#### 4 考察

レーザ焼入れで得られる硬化層が薄いレンズ形状であるため、ラップ間隔1mm以下においては、パス間境界近傍で焼入れされない領域が生じる。図7において硬さが母材並みの約250HVである位置が焼入れされていないと考えられ、図8に白抜きで示した。一方、ラップ間隔3mmの深さ0.5mmでは、ラップ間隔2mmと比べて焼戻し領域の増加によって軟化領域が広がったと考えられる。よって、ラップ間隔2mmが最も軟化領域が狭くなったといえる。また、焼入れ端部の浅い硬化領域は幅約2mm程度（図5）であり、これを補う事ができる最小ラップ間隔が最も軟化領域が小さくなることが示唆される。さらに、図6のラップ間隔2mmにおける深さ0.1、0.3、0.5mmの最低硬さの位置は、図5におけるパスの境界と概ね一致した。よって、パス間境界近傍

が最も焼戻しの影響が大きくなると考えらる。しかしながら、レーザ出力や走査速度によって硬化領域は変化する<sup>5)6)</sup>。よって加工条件に対する適正なラップ間隔が存在するため、今後は様々な条件下におけるラップ間隔を調査し、検証していく。

#### 5 まとめ

「ディスクレーザ」を用いた、照射幅8mmのライン状レーザ焼入において、2つのラインのラップ間隔と硬さ分布の関係を調査し以下の知見が得られた。

- (1) 出力1kW、走査速度10mm/sにおいて、ラップ間隔を1mm毎に変えた材料断面の硬さ分布を測定した結果、表層～深さ0.5mmの範囲において最も軟化領域が小さいのは、ラップ間隔が2mmの場合であった。
- (2) (1)の条件におけるマクロ組織観察により、薄いレンズ状の焼入れ組織が観察され、端部の曲線部分が完全に重なるラップ間隔の最小値は2mmであった。
- (3) (1)および(2)のラップ間隔以上の場合、2パス目の加熱に伴う焼戻しの影響が大きくなるため、軟化領域が拡大すると考えられる。

#### 5 謝辞

本研究において、硬さ試験に佐賀県工業技術センターの自動硬さ試験機を使用させていただいた。設備提供とともに、機器操作等のご助言を頂いた平井智紀部長、永石尚昭特別研究員に感謝の意を表する。

#### 6 参考文献

- 1) 大村悦二，難波義治：日本機械学会論文集(A編)，51巻(469)，pp. 2231-2238(1985)
- 2) 萩野秀樹，山口拓人：J. Vac. Soc. Jpn. 56 No.8 (2013) pp315-321.
- 3) 江嶋亮：レーザ加工の最新動向，（園家啓嗣監修，シーエムシー出版，2022）pp. 250-258
- 4) 安田武司等：鉄と鋼，108 巻(7)，pp. 405-416(2022)
- 5) 菊竹孝文：福岡県工業技術センター研究報告 2023, No. 33(2023)，pp. 44-47
- 6) 菊竹孝文：福岡県工業技術センター研究報告 2023, No. 33(2023)，pp. 48-51

# レーザ肉盛における希釈率バラツキの原因調査 ーレーザ出力及びワーキングディスタンスの影響ー

島崎 良\*<sup>1</sup> 小川 俊文\*<sup>1</sup> 丸山 貴三\*<sup>2</sup> 澤井 直久\*<sup>2</sup>

## Investigation about the Cause of Dilution Rate Variation in Laser Metal Deposition - Effect of Laser Power and Working Distance -

Ryo Shimasaki, Toshifumi Ogawa, Takamitsu Maruyama and Naohisa Sawai

過酷な摩耗・腐食環境で使用される機械部品には、表面の耐摩耗性及耐食性向上のため、アーク溶接による肉盛を行われているが、近年では、アーク肉盛に比べて低希釈かつ低歪みの加工ができるレーザ肉盛が注目されている。しかし、レーザ肉盛技術を持つ企業は少なく、基礎技術からの積み上げが必要である。実際にレーザ肉盛を行うと、低希釈な肉盛は可能であるものの、大きなバラツキが認められた。そこで、本研究では、バラツキに及ぼすレーザ出力及びワーキングディスタンスの影響を明らかにし、バラツキの低減方法を検討した。

### 1 はじめに

製鉄プラントで使用される搬送ロール等、機械部品には過酷な摩耗・腐食環境で使用されるものがある。これらは、長寿命化のために表面改質処理を施して使用されることがあり、肉盛溶接は表面改質プロセスの中の1つである。従来、肉盛溶接はアーク溶接により行われていたが、近年、希釈率や歪みが小さい加工法としてレーザ肉盛が注目されつつある。しかし、レーザ加工装置は高価であるため、レーザ肉盛技術を持つ企業は少なく、知見が不足している。したがって、基礎技術を積み上げていく必要がある。

これまでの研究で、レーザ肉盛の基礎技術として低希釈（希釈率10 %以下）かつ低歪み（アーク溶接比で約50 %）の肉盛が可能な加工条件を見出した<sup>1)</sup>。しかし、この条件で繰り返し加工を行うと希釈率のバラツキが大きく、目標とした希釈率10 %を超える場合があった。そこで、本研究では、レーザ肉盛における希釈率のバラツキ要因とその影響を調査し、安定して希釈率10 %で加工できるバラツキの低減方法を検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 試験片の作製

本研究で用いたレーザ加工装置の外観を図1に、レーザ肉盛の概略を図2に示す。本装置は、YAGディスクレーザ発振器（TRUMPF TruDisk 5000）から発振され

た波長1,030 nmのレーザ光を光ファイバで加工ヘッド（PRECITEC YC52）に伝送し、ヘッド先端から照射する。ワーキングディスタンス（ノズル先端から加工面までの距離、以下WDと記す）が加工ヘッド標準である13 mmのとき、照射スポット径は、直径約4 mmにデフォーカスされている。また、加工ヘッドには、粉末送給装置（GTV PF2/2M）からキャリアガス（Ar, 10 L/min）により粉末が送給され、シールドガス（Ar, 20 L/min）とともに熔融池に投射することで肉盛を行う。加工ヘッドは、6軸ロボット（安川電機製 MOTOMAN-2000 II）で把持し、プログラムに従い加工動作を行う。

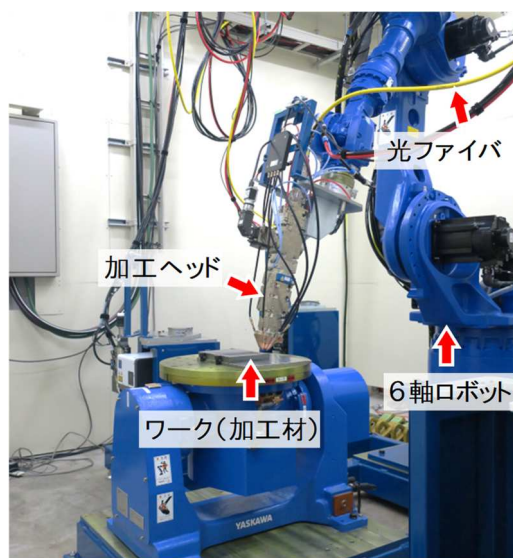


図1 レーザ加工装置外観

\*1 機械電子研究所

\*2 (株)黒木工業所

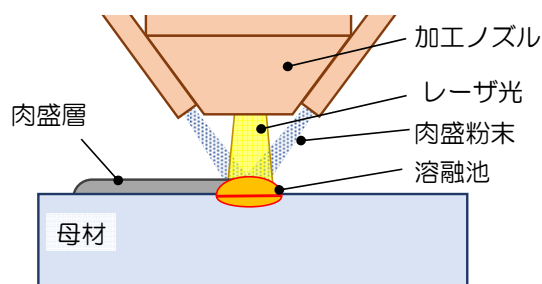
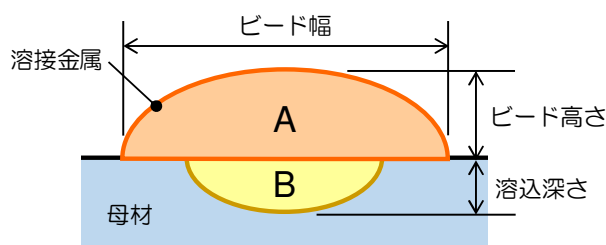


図2 レーザ肉盛の概略図

母材は低炭素鋼の板材（材質SS400、大きさ200×300×19 mm）、肉盛材はマルテンサイト系ステンレス鋼粉末（材質SUS420J2、粒径50～150 μm、ガスアトマイズ粉）を使用し、所定の条件でレーザー肉盛を行った。光ファイバ及び発振器への戻り光の防止のため、レーザー光の照射角は前進角15°で加工した。

## 2-2 断面観察及び希釈率測定

作製した試験片の肉盛方向に対して直角にビードを切断し、鏡面研磨後、腐食液（1 %ピクリン酸-15 %塩酸-エタノール）に15～60 s浸漬して金属組織を現出させた。また、図3の定義に従い、溶接金属の断面積から希釈率を測定した。



$$\text{希釈率 (\%)} = \frac{B\text{の面積}}{A+B\text{の面積}} \times 100 (\%)$$

図3 希釈率の測定方法

## 3 結果と考察

### 3-1 レーザ出力の影響

加工部におけるレーザー出力変動の影響を評価するため、出力3.4～3.6 kWで1ビードの肉盛加工を行った。その他の加工条件は、粉末送給速度 55 g/min, WD13 mm（標準）、加工速度 3.3 mm/s（幅 12 mm, 周波数 2 Hz のウィービングあり）とした。レーザー出力に対する希釈率の変化を図4に示す。

レーザー出力が大きいほど希釈率が高くなり、その影響は0.1 kW当たり2.3ポイントであった。これは、

0.1 kW当たり約23 %の大きな希釈率変動に相当する。発振器出口のレーザー出力は装置側で制御されており、発振器から出た時点ではバラツキは小さい。しかし、その先の光路において、光ファイバの劣化、保護窓の汚れ、加工時に発生するヒュームやスパッタ等によりレーザー光が吸収、散乱されれば、実際に加工部に照射されるエネルギーが変動する。したがって、希釈率を安定させるには、加工ノズル先端における日常的なパワーチェック、保護窓の清掃、ガスジェットによるヒューム除去等による管理が必要と考えられる。

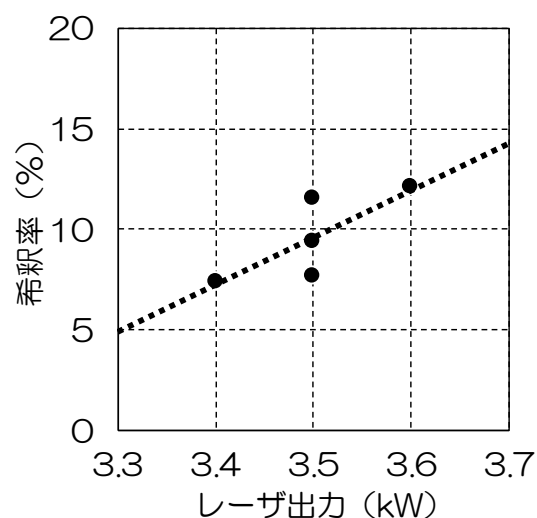


図4 希釈率に及ぼすレーザー出力変動の影響

### 3-2 WDの影響

位置ずれによるWD変動の影響を評価するため、標準のWD13 mmに対し、WD11～18 mmで1ビードの肉盛加工を行った。その他加工条件は、出力 3.5 kW, 粉末送給速度 55 g/min, 加工速度 3.3 mm/s（幅 12 mm, 周波数 2 Hz のウィービングあり）とした。WD変化に対する希釈率の変化を図5に示す。

WDが15 mm（標準+2 mm）のとき、希釈率が最低の2.5 %となり、そこからWDが外れるほど希釈率が高くなった。希釈率を10 %以下にするために許容されるWDのずれは±2 mmであった。標準WDは、投射された粉末が母材表面で収束するようなWDであるが、実際には図6（a）のように、肉盛ビードの形成によりWDが標準より小さくなる。そのため、溶融池から外れる粉末が多く、その分、母材への溶込が深くなることで希釈率が上昇すると考えられる。図6（b）のようにWDを予め大きくとれば、肉盛ビード形成後のWDが標準に近くなるので、希釈率が低減できると考えられる。

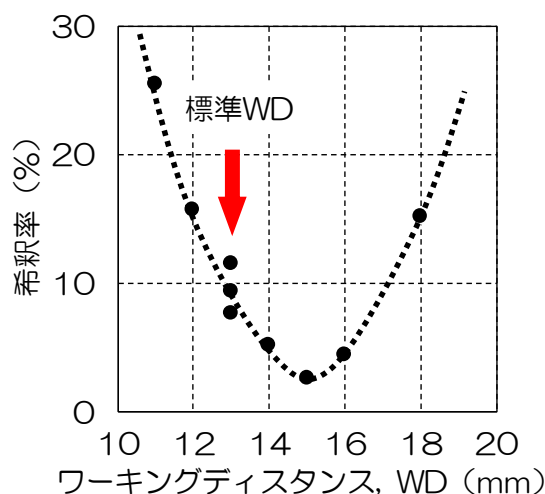


図5 希釈率に及ぼすWDの影響

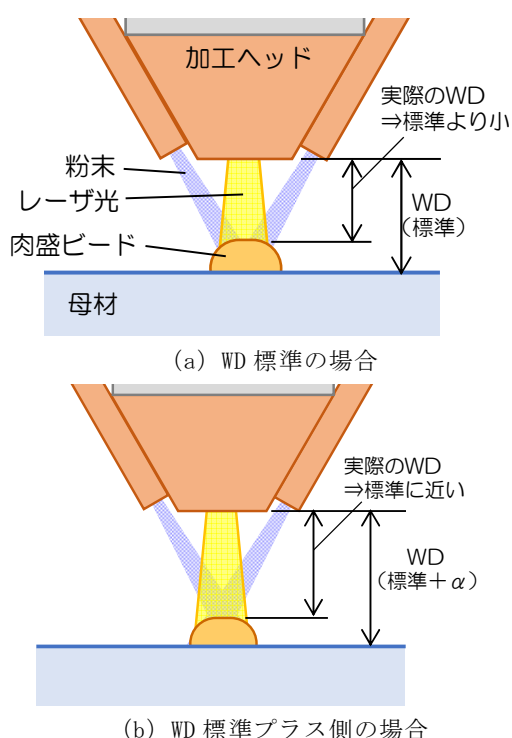


図6 WDによる肉盛状況の違い

希釈率が最小となるWD15 mm付近のビード断面を図7に示す。WD15 mmの場合、母材の溶込みが不足し、融合不良が生じた。これは、WDを大きくとったことでスポット径が広がり、母材表面近傍でのパワー密度が低下したためと考えられる。よって、加工する際には図7 (b)のように、希釈率が最低となるWDよりもわずかにずらすような対策が必要である。

また、WDが標準の13 mmのまま加工した場合は、希釈率がおよそ10 %になるものの、その他のバラツキによって10 %を超過する可能性がある。例えば、加工中に母材に反りが発生し、WDがマイナス側に数mm

ずれることが考えられる。これを防ぐには、適切な治具を使用した変形及び位置ずれの防止、材料の反りを考慮した加工プログラムの作成が必要である。WDは希釈率に与える影響が大きく、重要な管理項目である。よって、肉盛ビード形成を考慮した、標準よりプラス側での最適値探索と、ずれ量1 mm以下の厳密なWD管理が必要と考えられる。

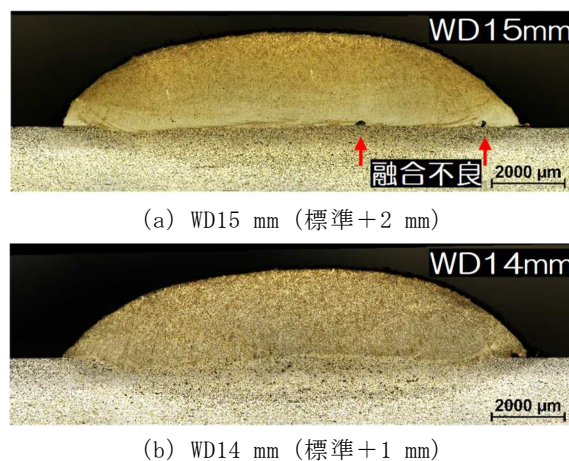


図7 希釈率最低WD付近の肉盛ビード断面

#### 4 まとめ

希釈率のバラツキ抑制のため、希釈率に及ぼすレーザ出力及びWDの影響を調査し、どちらも希釈率に影響を与える重要なパラメータであることがわかった。特に、WDは希釈率への影響が大きく、ずれ量1 mm以下の厳密な管理が必要である。また、WDは加工ヘッド標準が最適値ではなく、標準よりプラス側で加工する必要がある。

#### 5 参考文献

- 1) 島崎良, 小川俊文, 小野本達郎, 丸山貴三, 澤井直久: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 33, pp. 58-60 (2023)



# CIM(Ceramic Injection Molding)を用いた微細金型製造技術の開発

谷川 義博\*<sup>1</sup> 山本 圭一朗\*<sup>1</sup> 芳賀 善九\*<sup>2</sup>  
山口 大輔\*<sup>3</sup> 白鳥 俊宏\*<sup>3</sup> 鈴木 昌人\*<sup>3</sup> 青柳 誠司\*<sup>3</sup>

## Development of micro mold manufacturing technology using CIM(Ceramic Injection Molding)

Yoshihiro TANIGAWA, Keiichiro YAMAMOTO, Zenku HAGA,  
Daisuke YAMAGUTI, Toshihiro SHIRATORI, Masato SUZUKI and Seiji AOYAGI

医療現場では、痛みや出血等の患者への負担軽減のため低侵襲医療機器の開発が進められている。一方、微細な生物の形状を模倣することでこれまでにない機能を持たせるバイオミメティクス技術が注目されている。関西大学では、バイオミメティクス技術を活用し蚊の針を模倣した痛くない注射針の研究開発を進めている。しかし、このマイクロニードルを射出成形で製造するためには、針先端に数 $\mu\text{m}$ の鋸歯状突起を成形するための凹形状を有する金型を作製する必要があるが、従来の金型加工技術では作製は困難である。本研究では、CIM (Ceramic Injection Molding) を活用することで、県内企業に依頼があった蚊の針を模倣した痛くない樹脂製マイクロニードル成形のための新規な金型製造技術の開発を目指す。

### 1 はじめに

医療現場では、患者への負担軽減を目的に、低侵襲性マイクロニードルの研究開発が進められている。その一つに、関西大学が研究を進めている蚊の針を模倣した樹脂製マイクロニードルがある。蚊の針を模倣したマイクロニードルは、針先端部に高さ数 $\mu\text{m}$ 程度の鋸歯状突起を有しており、関西大学では、高精度3D光造形装置を用いて作製した樹脂製マイクロニードルをマスターとして電鍍金型を作製し、マイクロニードルを試作してきた。<sup>1)</sup>しかし、電鍍金型では製造コスト、取扱い、強度の面で課題が残る。

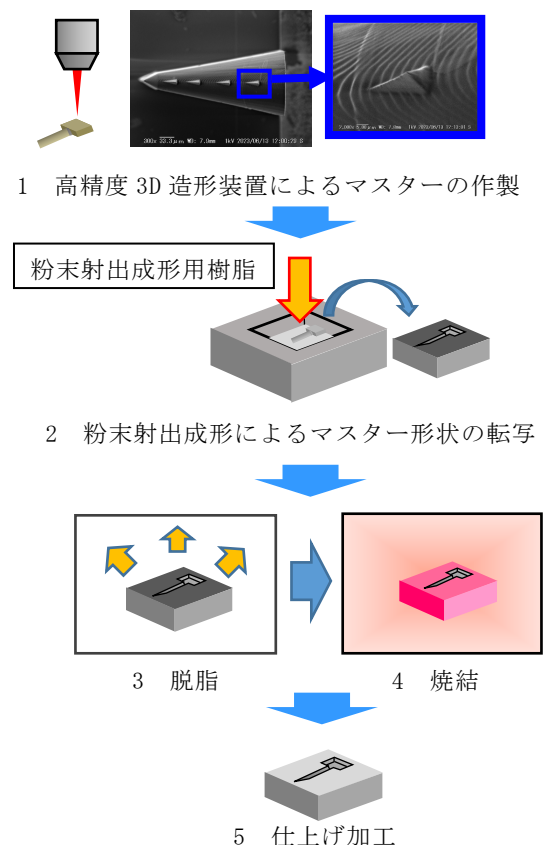
この課題を解決するため、本研究では高精度3D光造形システムで作製された高さ16 $\mu\text{m}$ の鋸歯状突起を有する樹脂製マイクロニードル形状を、CIM技術を活用し転写することで金型を作製する新規な金型製造技術を開発し、鋸歯状突起を有するマイクロニードルの成形が可能であることを確認したので報告する。

### 2 CIMを活用した金型製造技術の開発

#### 2-1 CIMを活用した金型製造技術の概要

今回開発したCIM技術を活用した金型製造技術工程を図1に示す。CIMとは微細なセラミックス粉末を混入

した熱可塑性樹脂を金型内に射出し、得られた樹脂成形品を脱脂・焼結することで、セラミックス製品を製造する方法である。



\*1 機械電子研究所  
\*2 株式会社メイホー  
\*3 関西大学

図 1. CIM 技術を活用した金型製造技術工程概要

開発した金型製造技術は、図1に示すような機械加工では製造できない鋸歯状突起を有するマスターニードル先端のみを高精度3D光造形装置で作製し、この形状を、CIM技術を使い高精度に転写することで、鋸歯状突起を有するマイクロニードル成形用セラミックス金型を製造する技術である。

## 2-2 CIMによるマイクロニードル形状の射出成形実験

図2に示すように、高精度3D光造形装置で作製した鋸歯状突起を有するマイクロニードル先端のマスター型を、切削加工で作製した金属製マイクロニードル金型入れ子の先端部にエポキシ系接着剤で固定した後、この金型入れ子2個をモールドベースに組込み2個取の射出成形用実験金型とした。

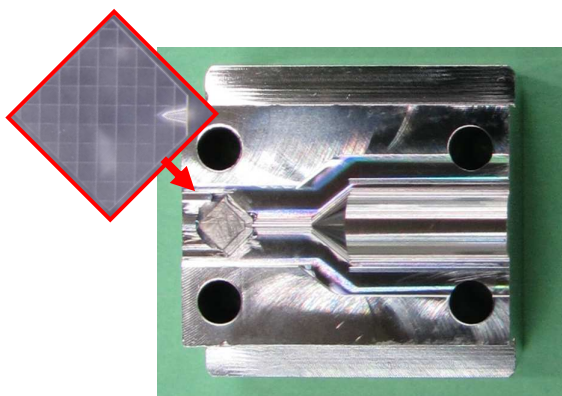


図2 マイクロニードル成形用金型入れ子<sup>2)</sup>

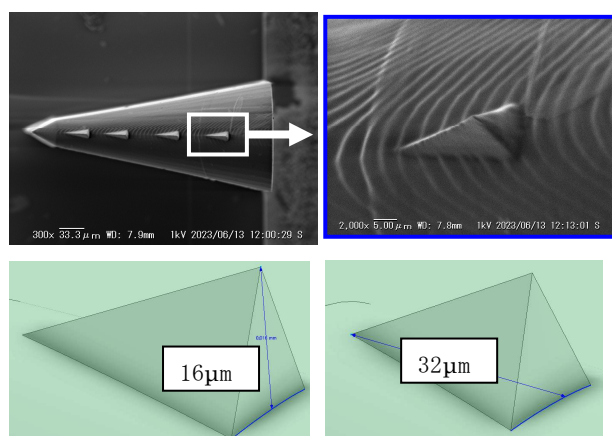


図3 鋸歯状突起形状寸法

今回高精度3D造形装置で作製した鋸歯状突起の寸法は図3に示す通り、最大高さ部で16  $\mu\text{m}$ の微細突起である。開発技術で作製する樹脂製マイクロニードルの曲率半径は50  $\mu\text{m}$ である。CIM技術は射出成形品であるグリーン体を脱脂焼結することでセラミックス部品を得

る技術である。一般的に焼結品寸法はグリーン体寸法に対して30%程度収縮する。本実験では、平均粒径0.18  $\mu\text{m}$ のジルコニア粉末と樹脂を混練した第一セラモ(株)社製CIM原料DZF-101Aを使用した。本CIM原料で事前実施したブロック形状のCIM実験において収縮率は30%程度であった。本研究で開発する金型は曲率半径50  $\mu\text{m}$ のマイクロニードルを成形用金型であるため、金属製マイクロニードル針部の曲率半径は焼結時の収縮を考慮し曲率半径70  $\mu\text{m}$ とした。

射出成形実験には(株)ソディック社製の精密金属粉末射出成形用単動型射出成形機R20EHV (MIM仕様)を用いた。CIM原料のメーカー推奨射出成形条件と本研究での射出成形実験条件を表1に示す。

表1 射出成形実験条件

| メーカー推奨射出成形実験条件 |               |
|----------------|---------------|
| 射出温度 (K)       | 458~468       |
| 金型温度 (K)       | 293~313       |
| 射出成形実験条件       |               |
| 射出成形温度 (K)     | 458, 463, 468 |
| 金型温度 (K)       | 323, 328, 333 |
| 射出圧力 (MPa)     | 150           |
| 射出速度 (mm/sec)  | 60            |
| 保圧 (MPa)       | 140, 145, 150 |
| 保圧時間 (sec)     | 15            |

## 2-3 マイクロニードル形状の射出成形実験結果

図4に射出成形実験で得られたCIMグリーン体のマイクロニードル形状部のSEM像を示す。

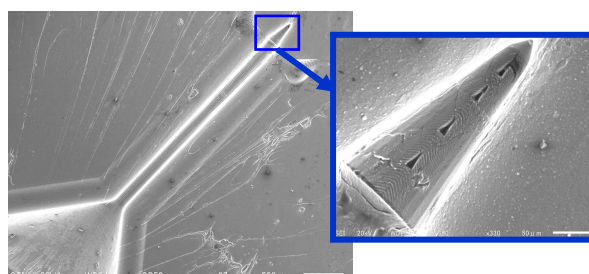


図4 CIM射出成形品SEM像

図4に示すように、CIM射出成形で、高さ16  $\mu\text{m}$ の鋸歯状突起の転写が可能であることが確認できた。本開発技術では、樹脂製マイクロニードル先端マスターに対

し高温の樹脂を高い圧力で射出するため、微細な鋸歯状突起の折損が懸念されたが、射出温度458K、射出圧力150MPaの成形であれば40ショット程度成形しても鋸歯状突起は折損することなく成形可能であることが確認できた。成形されたグリーン体は、成形時の上型側は平面形状、下型側にマイクロニードル反転形状が成形されている状態である。グリーン体の平面度を三鷹光機(株)社製非接触三次元測定機NH-3SPで測定した。測定結果を図4に示す。図5に示すように上型側となる平面側の平面度は金型温度が高いほど悪くなる傾向にあり、射出温度458K、金型温度333K、保圧145MPa条件で射出成形した時の平面度が最も大きく14.568 $\mu\text{m}$ であった。形状側で最も良い平面度が得られたのは、射出温度468K、金型温度328K、保圧140MPaの条件で平面度3.739 $\mu\text{m}$ であった。

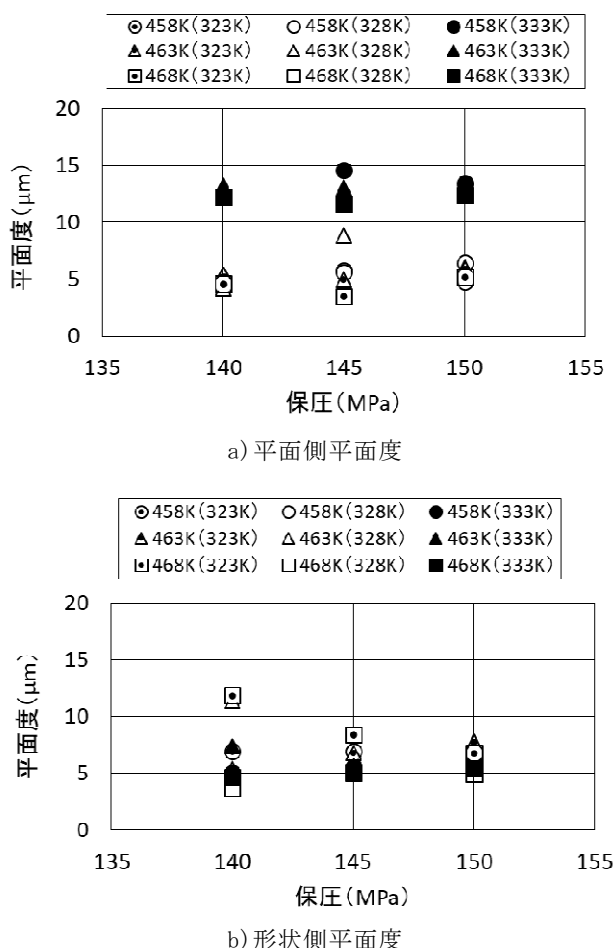


図5 CIM成形品平面度測定結果

今回高精度3D造形装置で作製した鋸歯状突起を有するマイクロニードル先端部を金属製マイクロニードル入れ子に取り付けCIM原料を使い射出成形した結果、鋸

歯状突起を有するマイクロニードル形状が高精度に転写された成形品を得ることが可能であることが確認できた。

## 2-4 マイクロニードルグリーン体の脱脂焼結

射出成形により作製したグリーン体を脱脂焼結することでマイクロニードル成形用セラミックス金型入れ子を作製する。脱脂焼結は同一炉内で、図6に示す条件で実施した。

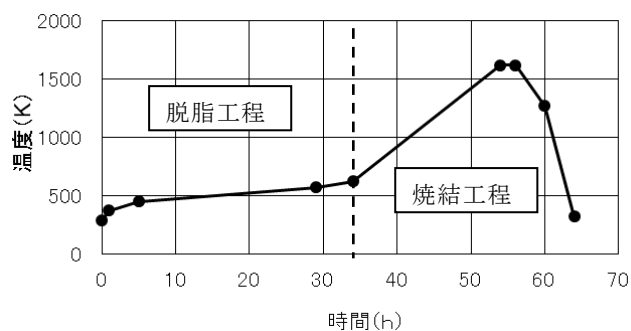


図6 CIMマイクロニードル成形品脱脂焼結条件

図6の条件で脱脂焼結したマイクロニードル成形用金型入れ子写真を図7に示す。

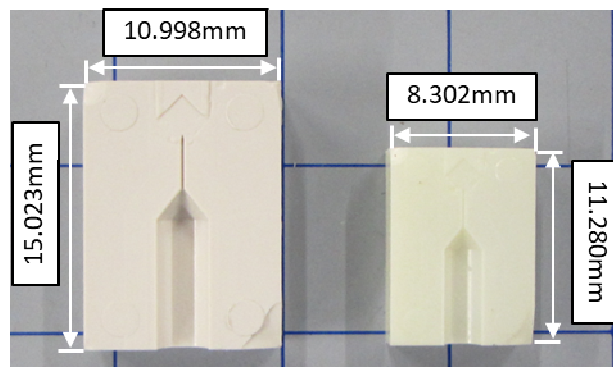
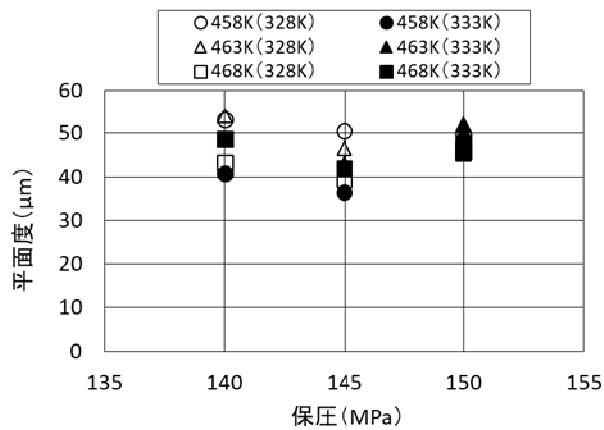
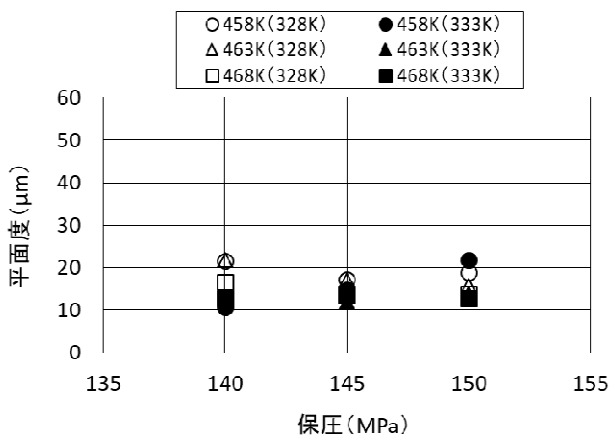


図7 CIMグリーン体と脱脂焼結品外観寸法比較

今回の脱脂焼結では、図7に示すように長さ方向の収縮率24.9%、幅方向で24.4%であった。厚さ方向に関してはグリーン体5.01mmに対して焼結体3.781mmと収縮率24.5%となり、マイクロニードルの曲率半径は52 $\mu\text{m}$ であった。焼結品についても、グリーン体同様平面側と形状側の平面度を測定した。測定結果を図8に示す。グリーン体を脱脂焼結することでソリが発生し、平面側で平面度は最大54.15 $\mu\text{m}$ 、形状側で最大21.72 $\mu\text{m}$ となった。



a) 焼結品平面側平面度



b) 焼結品形状側平面度

図 8 CIM 焼結品平面度測定結果

しかし、形状側での平面度は、10～13 μm 程度であり、マイクロニードルの傾きは1～3 μm であったため、形状側を基準とし、脱脂焼結品をマイクロニードル成形用金型に組込めるように加工した。加工したマイクロニードル金型入れ子先端部SEM像を図9に示す。

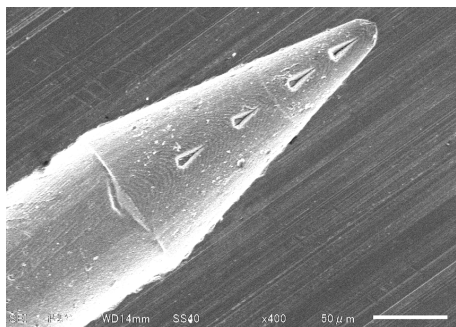


図 9 マイクロニードル金型入れ子針部 SEM 像

図9のSEM像からマイクロニードル先端の鋸歯状突起成形用凹形状を焼結後も確認することができる。

### 3 CIM金型を用いたマイクロニードル射出成形結果

作製したCIM金型を使用して鋸歯状突起を有するマイクロニードルの射出成形テストを関西大学において実施した。成形材料にはポリ乳酸を使用し、(株)メイホー社製卓上射出成形機 μ MV-2 ((株)メイホー社製)を使用し射出成形テストを行った。射出成形した鋸歯状突起を有するマイクロニードル先端部SEM像を図10に示す。

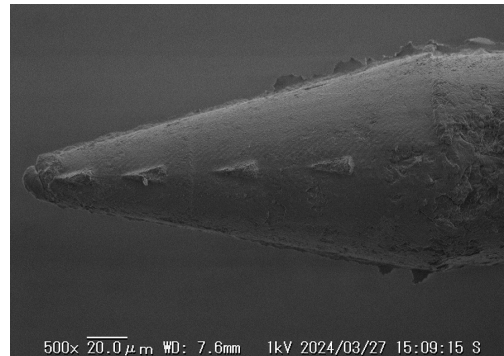


図 10 CIM 金型で射出成形したマイクロニードル SEM 像

図10に示すように今回開発したCIM金型で鋸歯状突起を有する曲率半径50 μmのマイクロニードルを成形することが可能であることが確認できた。

### 4 結論

今回の研究で、以下の結論を得た。

- 1) 高精度3D造形装置を使い作製した高さ16 μmの鋸歯状突起を有するマスター型形状を、CIM技術を活用する事で高精度にその形状を転写したセラミックス金型入れ子製造技術を開発することができた。
- 2) 開発したセラミックス金型入れ子を使い鋸歯状突起を有する樹脂製マイクロニードルの成形が可能であることが確認できた。

### 5 参考文献

- 1)元彪, 佐藤潤哉, 鈴木昌人, 高橋智一, 青柳誠司, 松本真一, 鈴木康一郎, 植田浩之, 芳賀善九, 都博之: 2016 年度精密工学会春季大会学術講演論文集, 2016, pp. 321-322
- 2)谷川義博, 山本圭一朗, 芳賀善九, 山口大輔, 白鳥俊宏, 鈴木昌人, 青柳誠司: 2023精密工学会春季学術講演論文集, 2023, pp. 713-714

# 航空機部品を想定したInconel 718のAM造形体に関する 仕上げ加工技術の検討

在川 功一\*1 山田 泰希\*2

## Examination of finishing technology for Additive Manufacturing materials of Inconel 718 assuming aircraft parts

Koichi Zaikawa, Taiki Yamada

航空機産業においては耐熱合金Inconel 718がタービンプレード等の重要部品に用いられているが、難削材であることから現在は金属AM、MIM（金属射出成形技術）等のニアネットシェイプによる作製が望まれている。しかし、これらの製造方法では仕上げ精度、特に表面粗さに課題があり、要求される面粗度とは大きな差が生じている。このため、様々な仕上げ技術が検討されているが、Inconel 718は難削材であることから、従来の機械加工と異なる低コストで容易かつ環境に配慮した技術が求められている。そこで、本研究では金属AMで造形されたInconel 718に対して、電解研磨およびショットブラストによる表面粗さの低減を目指した。

### 1 はじめに

航空機に用いられる重要部品については、耐熱性や耐衝撃性、耐食性など様々な特性が求められている。中でもタービンプレードやエンジン部品など、耐熱性が求められるものについてはニッケル合金Inconel 718が用いられている。Inconel 718は一般的に難削材として知られており、熱伝導率が低いため、切削加工、研削加工などの機械加工では加工時の熱がワークにこもりやすいことや、延性が高く、切れ刃に溶着することで工具摩耗が大きくなる特徴から、工具寿命が短くなるという問題がある<sup>1)</sup>。

それを解決すべく、近年ではInconel 718粉末を用いた金属AMの研究開発が進んでおり、ニアネットシェイプによる造形が可能になってきている<sup>2)</sup>。一方で金属AM造形物はInconel 718に限らず、造形後の表面粗さが増大する傾向にあり、要求仕様に対して大きな隔りがあることが課題となっている。したがって、金属AMによる製造技術普及のためには、後工程となる造形後の仕上げ技術の開発が重要である。

そこで本研究では、金属AMで造形したInconel 718に対する仕上げ加工技術として、ステンレスやチタンの仕上げにも用いられる電解研磨とショットブラストを適用し、造形後の表面粗さ改善の可能性を検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 Inconel 718粉末を用いた金属AM造形

仕上げ加工に用いるInconel 718試験片は金属3Dプリンタ、ニコン社製lasermeister 100Aにて造形を行った(図1)。造形条件を表1に示す。

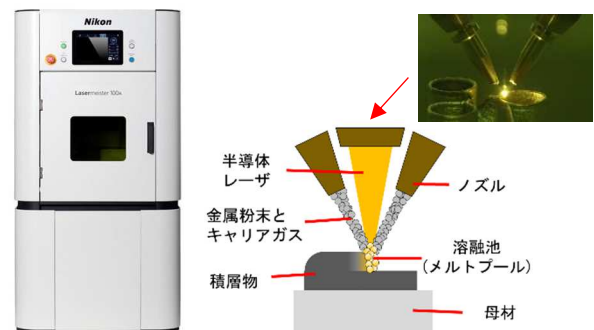


図1 金属3Dプリンタと模式図

表1 使用粉末および造形条件

|        |                                                 |
|--------|-------------------------------------------------|
| 合金名    | INCONEL 718(山陽特殊製鋼(株)製)                         |
| 粒度     | -105/+53 $\mu\text{m}$ (平均粒径 75 $\mu\text{m}$ ) |
| レーザー出力 | 150 W                                           |
| 走査速度   | 5 mm/s                                          |
| 粉体供給量  | 3.3 g/min                                       |
| レイヤー高さ | 0.1 mm                                          |
| ライン幅   | 0.8 mm                                          |
| 造形雰囲気  | Ar ガス                                           |

\*1 (公財)飯塚研究開発機構

\*2 機械電子研究所



## 2-2 電解研磨

電解研磨とは電解液中で研磨対象物を陽極、電極を陰極に接続し、双方に電位差を生じさせることで陽極側を電気化学的に溶出させて平滑化する技術である(図2)。本研究では陽極にInconel 718、陰極に白金(箔)を接続し、純チタンの電解研磨で良好な結果を示した<sup>3)</sup>、エチレングリコールに塩化ナトリウム(NaCl)または硝酸ナトリウム(NaNO<sub>3</sub>)を混合した電解液中において電解研磨を行い、電圧や研磨時間が仕上げ面粗さに及ぼす影響を調査した。電解研磨条件を表2に示す。

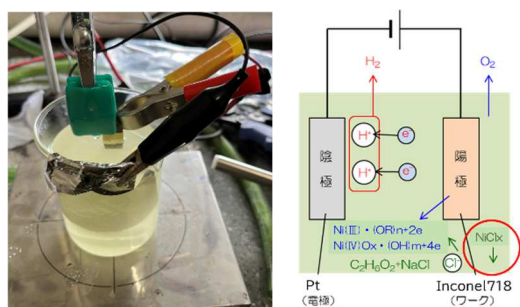


図2 電解研磨と模式図

表2 電解研磨条件

| 電解液     | エチレングリコール<br>+NaCl (5 wt%) または +NaNO <sub>3</sub> (5 wt%) |
|---------|-----------------------------------------------------------|
| 電圧[V]   | 5, 15                                                     |
| 時間[min] | 30, 60                                                    |

## 2-3 ショットブラスト

ショットブラストとは硬質な金属やセラミックスなどの微粒子を研磨対象物に投射することで表面を平滑化させる技術である(図3)。本研究では熱・電気・化学的に不活性な白色アルミナ(WA)と高い研削力を持つステンレスビーズ(SUS-B)を用いて圧力や投射距離を変化させて仕上げ面粗さに与える影響を調査した。ショットブラスト条件を表3に示す。



図3 ショットブラストと模式図

表3 ショットブラスト条件

| No. | 研磨材<br>粒径                                   | 圧力   | 投射距離 |
|-----|---------------------------------------------|------|------|
|     |                                             | MPa  | mm   |
| ①   | 白色アルミナ                                      | 0.1  | 100  |
| ②   | (WA)                                        | 0.3  | 100  |
| ③   | 180~425 $\mu\text{m}$                       | 0.5  | 100  |
| ④   | ステンレスビーズ<br>(SUS-B)<br>75~250 $\mu\text{m}$ | 0.1  | 100  |
| ⑤   |                                             | 0.3  | 100  |
| ⑥   |                                             | 0.5  | 100  |
| ⑦   |                                             | 0.58 | 30   |

## 2-4 表面粗さの測定

各仕上げ加工後の表面粗さについては、アメテック社製表面形状測定機Form Talysurf-PGI 1240を用いて測定を行った。測定パラメータは一般的に金属表面の性状評価に用いられる平均粗さRa, 最大粗さRzに加えて光沢度と密接な関係がある粗さ曲線間隔RSmとした。

## 3 結果と考察

### 3-1 金属3Dプリンタを用いた試験片造形

金属3Dプリンタにより造形した試験片を図4に示す。造形後はベースプレートからワイヤ放電加工により切り離し、長さ25 mm、幅10 mm、厚さ2 mmの試験片とした。表面粗さを測定したところ、13.29  $\mu\text{mRa}$ , 89.56  $\mu\text{mRz}$  (n=5平均値)であり、一般的な切削加工の表面粗さと比較すると大きい値を示した。また、造形表面には粉末の粒子が残存している部分も観察された(図5)。

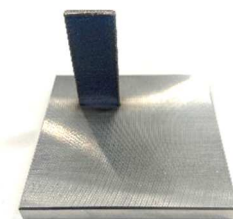


図4 金属3Dプリンタ造形後のInconel 718試験片

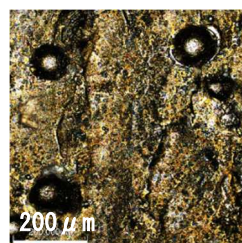


図5 造形表面(顕微鏡画像)



### 3-1 電解研磨

#### 3-1-1 NaCl混合エチレングリコール電解液での研磨

印加電圧5 Vで電解研磨を行った際の表面粗さの推移を図6に示す。このとき、研磨時間30分経過後に一度表面粗さが増大し、60分経過後には造形直後の粗さを若干下回ったことから、研磨効果が低いことが確認された。これは、造形物の表面に生じた酸化被膜の影響によるものと考えられた。印加電圧を15 Vに増加して、酸化被膜の除去と表面粗さの低減を試みたところ、図7に示すように研磨時間に比例して表面粗さ(Ra, Rz)が低下し、60分の電解研磨後には2.70  $\mu\text{mRa}$ を示した。表面の光沢度に関係する粗さ曲線間隔であるRSmも増大しており、造形直後に比較して平滑化が進んでいることが確認された。印加電圧5 Vおよび15 Vの研磨後の外観写真を図8に示す。

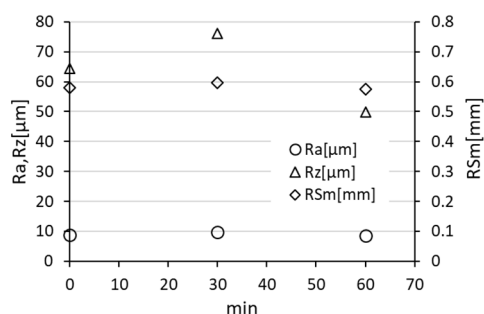


図6 研磨時間による表面粗さの推移(印加電圧5 V)

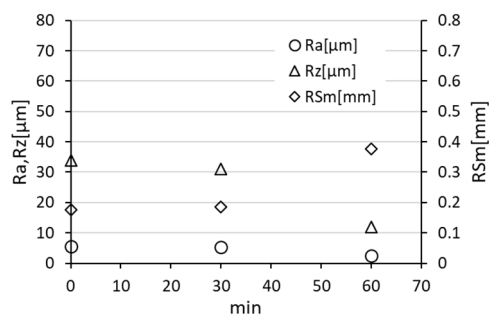


図7 研磨時間による表面粗さの推移(印加電圧15 V)

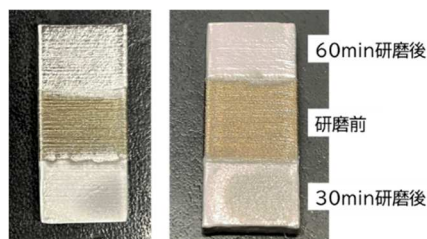


図8 NaCl電解液での電解研磨前後の外観  
(左:5 V, 右:15 V)

#### 3-1-2 NaNO<sub>3</sub>混合エチレングリコール電解液での研磨

3-1-1で良好な結果が得られた印加電圧15 Vの条件にて同様に電解研磨を実施した。このときの表面粗さの推移を図9に示す。Ra, Rzは低減しているが、NaClと比較すると低減量が小さいことが確認された。RSmの推移はNaClと差がないが、図10に示すように光沢度合いは若干劣ることが確認された。これはRzの値が低下しておらず、光が拡散反射していることが原因と考えられる。

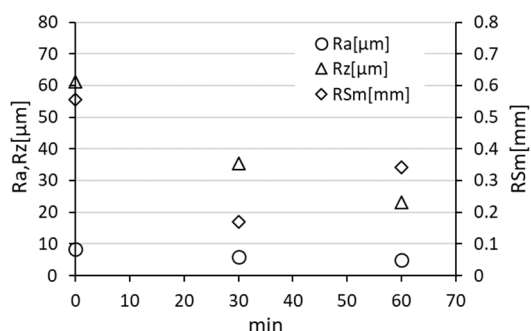


図9 研磨時間による表面粗さの推移(NaNO<sub>3</sub>)

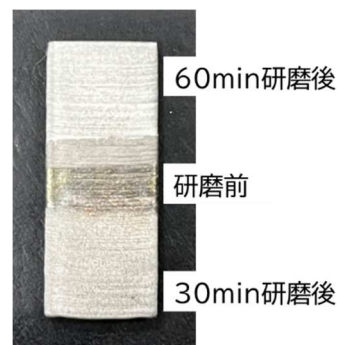


図10 NaNO<sub>3</sub>電解液での電解研磨前後の外観

### 3-2 ショットブラスト

表3の条件①～⑦でショットブラストを実施し、前後の表面粗さを測定した(図11)。ブラスト投射時間は、テスト投射を実施し表面粗さの低減量が飽和状態となる時間、すなわち15秒と設定した。いずれの投射条件においても造形後から表面粗さが低下し、圧力に比例して低下が進んでいることを確認したが、研磨後の数値は平均粗さで3.0  $\mu\text{mRa}$ 以上となり、電解研磨と比較すると大きい値を示した。これらの結果から、ショットブラストは比較的大きな凹凸の除去には適するが、最終仕上げ工程には不向きであると考えられる。

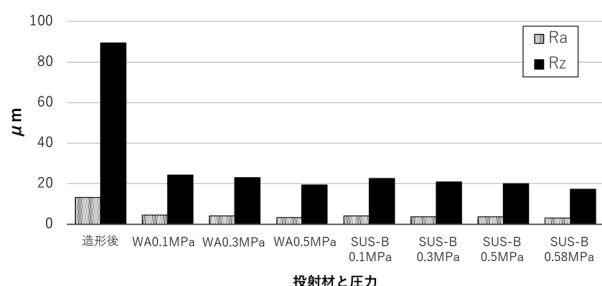
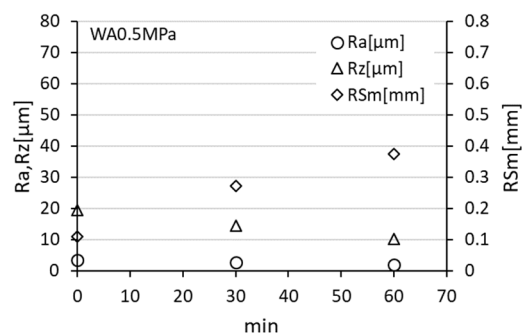


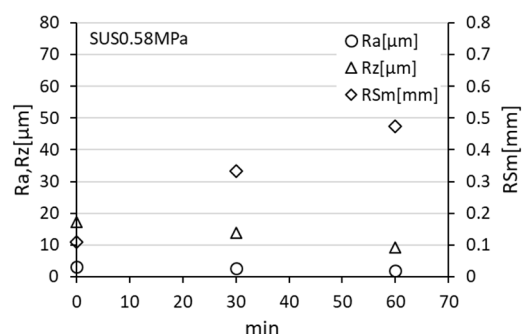
図11 ショットブラスト条件別の表面粗さ

### 3-3 ショットブラスト後の電解研磨

さらなる表面粗さ低減を目的として、ショットブラスト後に電解研磨を実施した。ショットブラストについては粗さ低減効果が大きかった表3に示した条件③、⑦における研磨を実施し、その後NaCl混合電解液、15 Vによる電解研磨を実施した。研磨時間と表面粗さの推移を図12に示す。投射材の種類(WA, SUS-B)に限らず、単独の電解研磨を実施した場合の表面粗さと比べるとRa, Rzともに大きく低下しており、投射材SUS-B、圧力0.58 MPaの条件でショットブラストした試験片を電解研磨した場合、1.97  $\mu\text{m}$ Ra, 9.28  $\mu\text{m}$ Rzとなった。したがって、粗さ低減には前処理としてショットブラストを行い、その後電解研磨を実施することが効果的であると確認された。



(a) WA0.5 MPaショットブラスト試験片の電解研磨



(b) SUS0.58 MPaショットブラスト試験片の電解研磨

図12 ショットブラスト後の電解研磨表面粗さ推移

## 4 まとめ

本研究では、AM造形されたInconel 718試験片に対してショットブラストおよび電解研磨を用いて仕上げ技術の検討を行った。得られた結果を以下に示す。

- ・電解研磨ではエチレングリコールを溶媒としてNaClもしくは $\text{NaNO}_3$ をそれぞれ5 wt%で混合したものを電解液として用いた。NaClを混合した電解液の方が表面粗さの低下が進み、光沢を有する表面が得られた。

- ・電解研磨における印加電圧について、5 Vでは電解液への溶出不良が発生し表面粗さが低減しなかった。一方で、15 Vの場合は研磨直後から溶出が継続し、表面粗さが低下した。これは造形物表面の酸化物が影響したものと考えられる。

- ・ショットブラストにおいてはWA, SUS-Bそれぞれの投射材について表面粗さの低下が確認できた。低下量については電解研磨よりも小さかった。

- ・ショットブラスト後に電解研磨を行うことでさらなる表面粗さの低下を達成でき、投射材SUS-B、圧力0.58 MPaによりショットブラストした試験片を電解研磨したところ、Raは1.97  $\mu\text{m}$ となった。

## 5 参考文献

- 1) 関谷克彦：精密工学会誌，Vol.70，No.8，pp. 1086-1090 (2004)
- 2) 橋本隆：軽金属，第72巻，第10号，pp. 613-617 (2022)
- 3) 在川功一：福岡県工業技術センター研究報告，No.26，pp.29-32 (2016)

# 指向性エネルギー堆積法で作製したSUS316Lステンレス鋼の機械的特性 ーデジタル画像相関法を用いたSUS316L積層造形体の変形挙動の解析ー

山田 泰希\*<sup>1</sup> 内野 正和\*<sup>1</sup> 安部 年史\*<sup>1</sup>

## Mechanical Properties of SUS316L Fabricated by Directed Energy Deposition -Digital Image Correlation Analysis of Deformation Behavior in Laser Additively Manufactured 316L- Taiki Yamada, Masakazu Uchino and Toshifumi Abe

指向性エネルギー堆積法 (DED) は、金型の補修のような肉盛造形や異種材料の接合などの用途が期待されており、その接合界面における強度に関心が集まっているが、関連する研究の多くはひずみゲージを用いた局所的なひずみの計測である。本研究では、DEDで作製されたステンレス鋼SUS316Lについて、デジタル画像相関法 (DIC) を用いて、引張破壊過程における変形状態を可視化し、一般的な溶製材との引張特性の違いを明らかにした。

### 1 はじめに

切削加工、塑性加工等に次ぐ第3の加工法とされる三次元積層造形 (Additive Manufacturing : AM) 技術は、従来のモノづくりでは困難な三次元形状を造形できることから新しい製造プロセスの確立や大幅な生産性向上をもたらす技術として注目を集めており、近年では金属材料に適用可能なプリンティング方式が実用化されはじめている<sup>1)</sup>。金属AM技術の1方式である指向性エネルギー堆積 (Directed Energy Deposition : DED) 方式は、ベースプレート上の三次元造形に加えて既存部品に付加造形できることから、金型や航空機タービンブレードの補修、耐熱性や耐摩耗性などの機能性付与を目的とするコーティング、異種金属の接合など、より実用的な用途への適用が広がっている。

一方で、金属AM技術に共通する課題として、造形物の金属組織や造形物中に発生する内部欠陥等 (図1) に起因する機械的性質の低下が挙げられる。特にDEDにおいては、レーザー出力や送り速度といった造形条件によって決定される入熱エネルギーや、母材と造形金属の組み合わせによって接合状態が大きく左右される可能性がある。そこで、接合界面の強度に関心が集まっているが、関連する研究の多くがひずみゲージ等を用いた局所的なひずみの計測であり、三次元的な異方性や接合界面を含む積層造形材のひずみ分布を計測した報告は少ない。

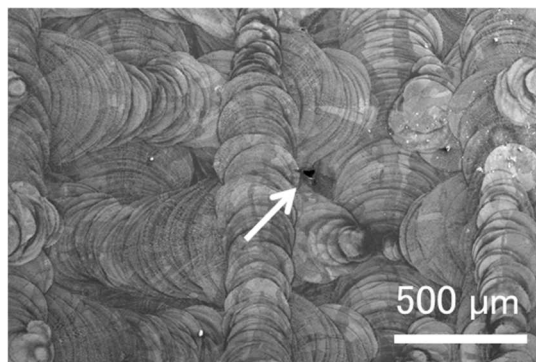


図1 造形物断面のSEM像<sup>2)</sup>

本研究では、DEDで作製したステンレス鋼SUS316Lについて、デジタル画像相関法 ((Digital Image Correlation : DIC) により、引張破壊過程における変形状態を可視化し、一般的な溶製材との引張特性の違いを明らかにすることでDEDの実用性を確認した。

### 2 研究、実験方法

#### 2-1 引張試験片の作成方法

実験に用いた装置は、半導体レーザー (最大出力200 W、中心波長 915 nm) を搭載した (株) ニコン製の lasermeister 100Aである。材料粉末には、ステンレス合金SUS316Lのガスアトマイズ球状粉末 (山陽特殊製鋼 (株)) を用いた。SUS316Lはオーステナイト系ステンレスの代表的な鋼種であり、耐食性、加工性、溶接性に優れ、機械部品や医療機器など幅広い分野で使用されている金属である。なお、金属粉末の平均粒径 ( $D_{50}$ ) は 75 μmである。

\*1 機械電子研究所

DEDの原理を図2に示す。DEDは、レーザ光の照射によって母材上に形成した溶融池(メルトプール)に金属粉末を供給し、溶融・凝固を繰り返しながら三次元形状を造形する方式である。造形条件(レーザ出力、走査速度、積層ピッチ)は、高い相対密度が得られる条件を検討して、表1に示す値とした。

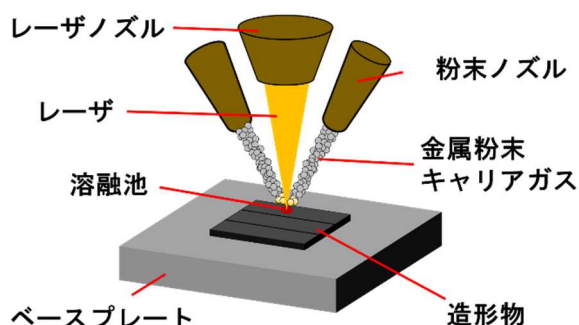


図2 DEDの原理<sup>2)</sup>

表1 造形条件

|           |       |         |
|-----------|-------|---------|
| レーザ出力     | W     | 150     |
| 送り速度      | mm/s  | 3       |
| 積層ピッチ     | mm    | 0.1     |
| 粉体供給量     | g/min | 2       |
| 金属粉末      |       | SUS316L |
| 金属粉末の平均粒径 | μm    | 75      |

## 2-2 造形物の引張特性評価

造形物の機械的性質を確認するために、計5種類の引張試験片を作製した。図3に示す通り、長手方向が積層方向と水平(Z)および垂直(Y)となる直方体(8 mm×8 mm×80 mm)を造形し、平行部長さ 20 mm、平行部幅 8×2 mmのダンベル状に機械加工して試験片とした。試験片(d)、(e)については、SUS316L溶製材またはSUS304溶製材の上にSUS316Lを造形した後、平行部の中央が接合部となるように加工を行っている。

図4に、今回実施した引張試験の全体図を示す。DICは、試料表面に塗布した白黒のランダムな斑点模様を基に、デジタル画像を利用して表面の変位分布を取得する手法である<sup>3)</sup>。具体的には、初期画像内に基準となるサブセット(数10画素角程度)を決め、引張などの変形を与えた後の比較画像内においてこのサブセットに近い輝度値分布を探索し、輝度値分布の中心位置とサブセット中心位置から移動量(変位)を求める。サブセットは任意に画像中から選択でき、非接触で広範囲

のひずみ分布を測定できることに加え、ガスタービンやジェットエンジンなどひずみゲージでの測定困難な高温環境下においても、ひずみの計測が可能であることから、航空宇宙や自動車を始めとする様々な産業用途における活用が進んでいる<sup>4)</sup>。引張試験機には島津製作所製のAG-300kNV、DICの計測にはGOM社製のARAMISを使用した。

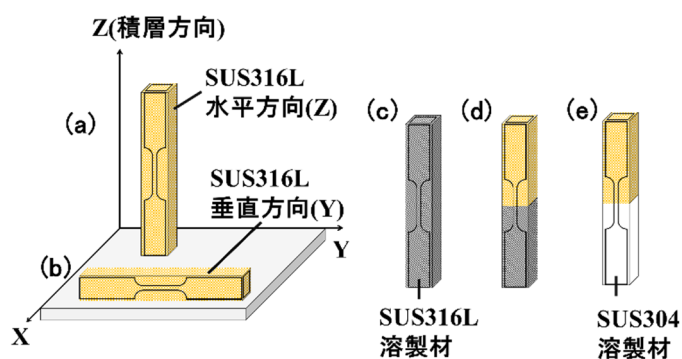


図3 引張試験片の作製<sup>2)</sup>

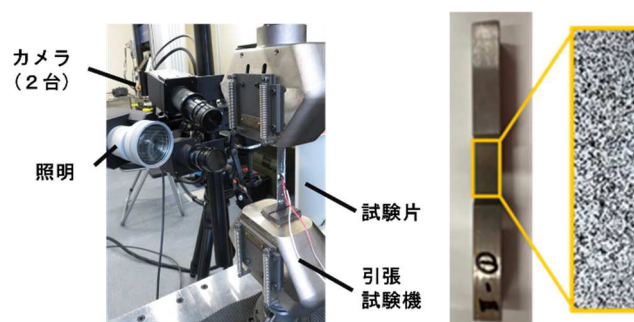


図4 DICによる撮影風景と試験片表面の様相<sup>2)</sup>

## 3 結果と考察

引張試験の結果を表2に示す。造形物の引張強度は水平方向(Z)626 MPa、水平方向(Y)632 MPaとなり、溶製材が示した604 MPaを上回る結果となった。これらの強度は、JIS G 4303に規定されているSUS316Lの引張強度480 MPa以上を満たしている。

図5は、試験片(a)～(c)における応力-ひずみ線図であり、ひずみは評価エリアの平均値を採用した。水平方向(Z)に比べ、垂直方向(Y)の引張強度は僅かに大きく、破断伸びが小さくなる異方性が存在することが分かる。また、溶製材と比較すると、破断伸びは水平方向(Z)で5%程度小さく、垂直方向(Y)では半分以下となった。そのため、DEDを実製品に適用する上では、想定される負荷方向を考慮した上で、積層方向を決定することが重要である。

表2 引張試験の結果

| No  | 試験片                      | 引張強度<br>MPa |
|-----|--------------------------|-------------|
| (a) | SUS316L 造形 水平方向(Z)       | 626         |
| (b) | SUS316L 造形 垂直方向(Y)       | 632         |
| (c) | SUS316L 溶製材              | 604         |
| (d) | SUS316L 溶製材 + SUS316L 造形 | 603         |
| (e) | SUS304 溶製材 + SUS316L 造形  | 632         |

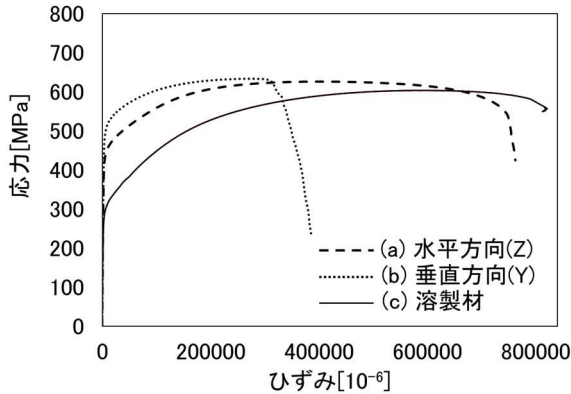


図5 試験片(a)～(c)の応力-ひずみ線図

図6に、試験片(d), (e)における引張試験後の写真を示す。試験片(d)において SUS316L溶製材側で破断が起きたことから、造形物の引張強度が溶製材より大きいことを確認できる。

図7は、試験片(e)の応力-ひずみ線図であり、ひずみはSUS304とSUS316Lを含む評価エリア全体の平均値である。図8は、図7中①～④における試験片表面のひずみ分布を示したものであり、コンターの濃淡は濃くなるほどひずみが大きいことを示している。図8より、引張破壊過程の初期において、①SUS304溶製材の中央付近に応力が集中し、その後、②均一に伸びが進展していることが確認できる。その後、③SUS316L造形物の中央付近に応力の集中が見られ、伸びが進展した後、最終的に、④SUS316L造形物側で破断が確認された。

DICで測定された試験片(e)における破壊メカニズムは、SUS304が有する顕著な加工硬化特性に起因するものと考えられる。オーステナイト系ステンレス鋼は、ひずみの付与によって加工誘起マルテンサイト変態を生じ、マルテンサイト( $\alpha$ )相はオーステナイト( $\gamma$ )相に比べ著しく硬いことから、引張破壊過程における引張強度が向上することが知られている。杉本らは、引張加工

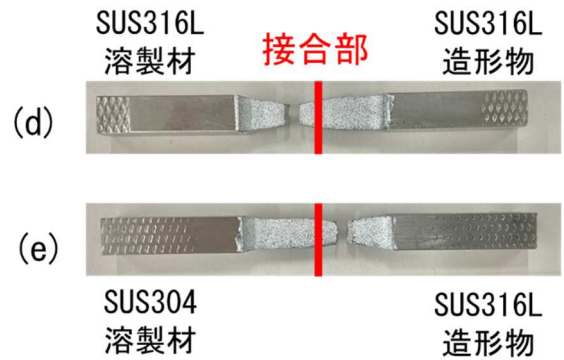


図6 試験片(d), (e)における引張試験後の写真<sup>2)</sup>

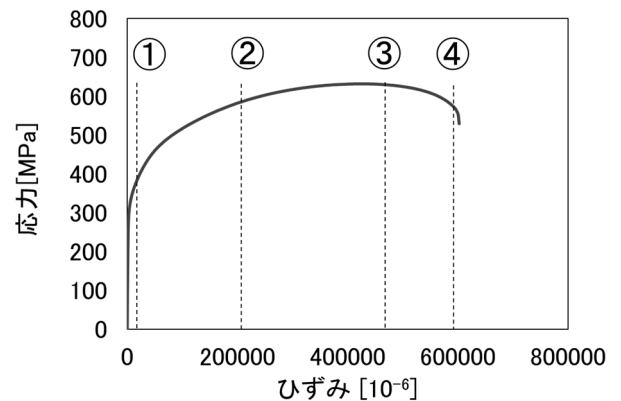


図7 試験片(e)の応力-ひずみ線図<sup>2)</sup>

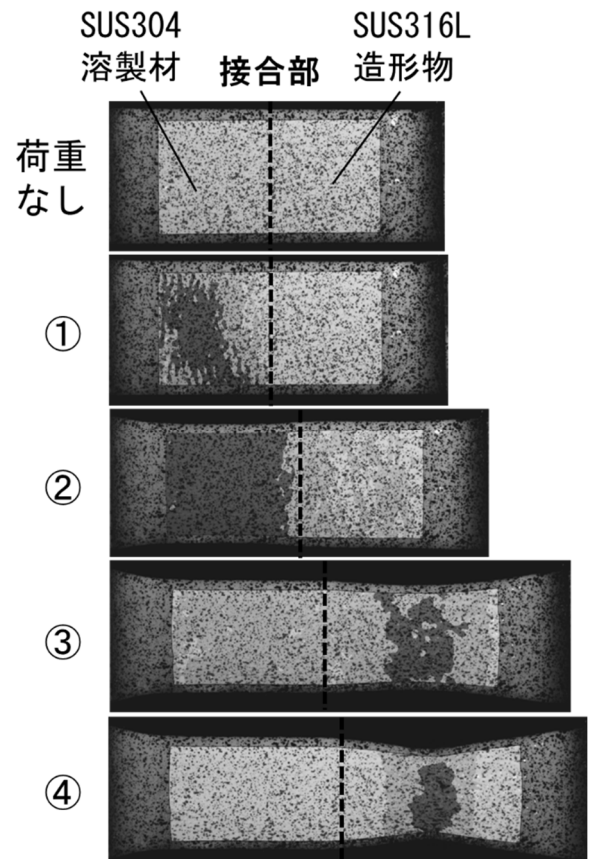


図8 試験片(e)におけるDICの結果<sup>2)</sup>



によってオーステナイト系ステンレス鋼がマルテンサイト相に変態する割合を調べており、伸び40%において、SUS304では30%以上変態するのに対し、SUS316Lではほとんど変化しないことを報告している<sup>5)</sup>。図9は、DICによって計算したSUS316LとSUS304それぞれの領域における、引張試験中のひずみ変化を表しており、SUS304とSUS316Lではひずみの増加傾向が大きく異なることを確認できる。

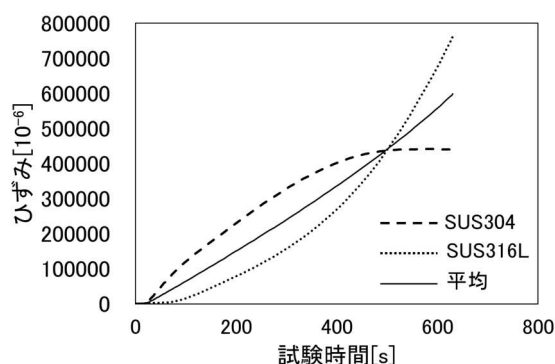


図9 引張試験中の各領域のひずみの変化

つまり、引張破壊過程の初期において、SUS304溶製材側の強度が、伸びの進展に伴う加工誘起マルテンサイト変態によってSUS316L造形物の強度を上回るため、最終的には、引張強度が低くなるSUS316L造形物側が破断するという破壊メカニズムを可視化できていると考えられる。

DEDによってSUS316Lを接合した試験片(d), (e)について、どちらも界面で破断することなく、接合部における応力集中は見られなかった。小池らは、DEDによって接合したニッケル基合金Inconel 625とステンレス鋼SUS316Lの引張試験において、界面で破断することなく十分な接合強度を有していることを報告しており<sup>6)</sup>、高い接合強度が得られることから、金型等の補修やコーティング、異種金属接合等に有効な製造プロセスであると考えられる。DEDは、レーザによる短時間の溶融・凝固によって金属組織が緻密化し、硬脆性が高まることが指摘されており、今後補修工程に適用する上で、金属組織を改善する熱処理の影響についても検討する必要がある。

#### 4 まとめ

指向性エネルギー堆積法によってSUS316Lの造形物および溶製材との接合部材を作製し、DICにより、一般

的な溶製材との引張特性の違いを確認した。その結果、以下の知見を得た。

- (1) 指向性エネルギー堆積法を用いて造形したSUS316Lの引張強度はSUS316L溶製材よりも大きく、造形物は十分な強度を有していた。
- (2) 指向性エネルギー堆積法によって造形した溶製材と造形物の接合部材について、引張破壊過程は各材料の内部において進展し、接合界面は十分な強度を有していた。

#### 5 参考文献

- 1) 技術研究組合次世代3D積層造形技術総合開発機構 (TRAFAM), 設計者・技術者のための金属積層造形技術入門, ウィザップ, (2016)
- 2) 山田泰希: 精密工学会講演論文集2023年度春季大会, p. 625-626 (2023)
- 3) M. A. Sutton, S. R. McNeill, J. D. Helen, and Y. J. Chao: Photomechanics Topic in Applied Physics, Springer-Verlag, vol. 77, pp. 323-372 (2000)
- 4) 内野正和: JETI, 71巻, 4号, pp. 84-87 (2023)
- 5) 杉本貴紀: 金属, 87巻, 5号, pp. 38-42 (2017).
- 6) 小池綾: Int. J. of Automation Technology, 13巻, 3号, pp. 338-343



# 溶接ヒュームを含む流体挙動の可視化と解析に関する研究

村田 顕彦<sup>\*1</sup>

## Study on Flow Visualization and Computational Fluid Dynamics Analysis of Welding Fume

Akihiko Murata

労働安全衛生法の改正により溶接ヒュームが規制され、溶接作業のある工場では全体換気装置等の設置が必要となった。工場の形状は工場ごとに異なるため、換気装置の明確な設置指針は確立されておらず、流体解析による溶接ヒュームを含む流体挙動の解明が要望されている。本研究では、暗室とレーザーを用いて実験室内における溶接ヒュームの挙動を可視化し、その結果を流体解析へフィードバックすることで、溶接ヒュームを含む流体挙動を模擬する解析条件を見出した。

### 1 はじめに

労働安全衛生法の改正により溶接ヒュームが規制され、令和3年4月1日から溶接作業のある工場では、全体換気装置による換気の実施、またはこれと同等以上の措置を講じることが必要となった<sup>1)</sup>。加えて、熱中症対策やコロナ対策においても全体換気は必要とされている。工場の形状は工場ごとに異なるため、換気装置の明確な設置指針は確立されておらず、数値流体力学<sup>2)</sup> (CFD: Computational Fluid Dynamics) による微粒子を含む流体挙動の解明が県内企業より要望されているが、解析結果の妥当性を確認するためには計測結果と比較する必要がある。当所では、これまで、機械装置の周囲又は内部に形成される流れ場を、レーザー光源及びカメラを用いた測定により、可視化する熱流体可視化システムを用いた研究を実施してきた<sup>3)</sup>。

本研究では、上記システムを用いて、実験室内における溶接ヒュームの挙動を可視化し、その結果をCFDによる解析へフィードバックすることで、溶接ヒュームを含む流体挙動を模擬できる解析条件を検討した。

棒φ1.6 mm (スター電機製造製: PB-07) を、溶接機は直流インバーターアーク溶接機 (スター電機製造製: STK-80) を使用した。CWレーザーによってレーザーシートを溶接者側面から照射し、可視化した溶接ヒュームを、溶接者前面からデジタルカメラ (SONY製: α 6000) を用いて撮影した。実験時の室温は10℃であった。なお、この溶接はあくまでも溶接ヒュームを

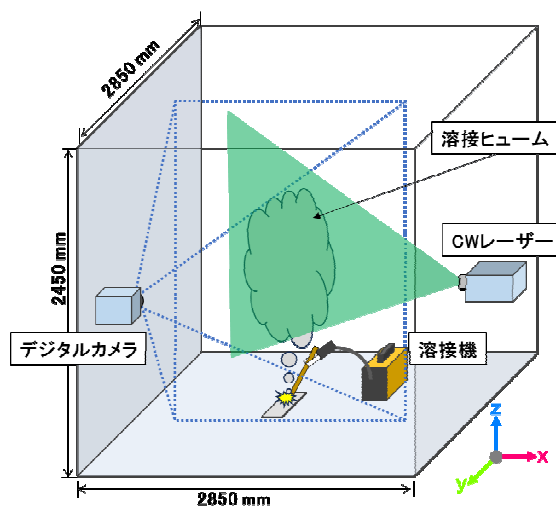


図1 可視化実験の模式図

### 2 実験、解析方法

#### 2-1 溶接ヒュームの可視化実験

溶接ヒューム可視化実験の模式図を図1に示す。暗幕で覆った可視化用の実験室内 (幅: 2,850 mm, 奥行き: 2,850 mm, 高さ: 2,450 mm) において、表1の条件で溶接を実施した。溶接板は板厚9 mmのSS400を、溶接棒は高酸化チタン系低電圧軟鋼用被覆アーク溶接

表1 溶接条件

|      |            |
|------|------------|
| 溶接方法 | 被覆アーク溶接    |
| 溶接棒  | 高酸化チタン系溶接棒 |
| 溶接電流 | 約40 A      |
| 溶接時間 | 約10 秒      |

<sup>\*1</sup> 機械電子研究所

発生させることが目的であり、溶接すること自体は目的としていない。

## 2-2 模擬溶接ヒュームのCFD解析

2-1の可視化実験との比較用解析モデルと解析範囲を図2に示す。本解析では、模擬溶接部を中心とした部屋の半分を解析対象とし、解析範囲は横幅1,425 mm, 高さ2,450 mm, 計算負荷を低減するために奥行きはなしの2次元解析とした。乱流モデルにはSST  $k-\omega$  モデルを使用し、気相は圧縮性の空気、境界条件は床面を断熱面、解析領域の上面と側面は流体の出入りは無しの等温面 (10 °C)、部屋の中心を対称面とした。模擬溶接部 (横幅0.8 mm, 高さ1.6 mm) には最初の10秒間は5,000 °C, 11秒からは30 °Cの温度固定条件を設定した。実際の溶接において生じる溶接部の熔融や蒸発は解析できないため、模擬溶接部の物性は5,000 °Cでも変化しない設定とした。溶接ヒュームの挙動を模擬するために、非定常の粒子追跡解析を用い、模擬溶接ヒューム (以下「粒子」という。) として投入する質量熱粒子は、密度4,000 kg/m<sup>3</sup>とし、直径0.2  $\mu$ m, 1  $\mu$ m, 10  $\mu$ m, 20  $\mu$ m, 30  $\mu$ mをそれぞれ5個ずつ0.05秒ごとに10秒間投入した。実際の溶接ヒュームには粒度分布がある<sup>4)</sup>が、結果を見やすくするために、前述のとおりの粒度によらず同数としている。粒子の投入面は、模擬溶接部上面である粒子投入面①と、模擬溶接部上面から1.6 mm 上方の粒子投入面②の2種類設定し、それぞれ解析を実施した。投入面を2種類設定した理由は後述する。解析領域のメッシュ生成に用いた八分木オクタントサイズは全体に20 mm, 模擬溶接部周辺10層の範囲を0.1 mmに設定した。境界層の厚み係数は0.2, 厚みの変化率は1.1, 層数2としてメッシュを生成させた。解析ソフトウェアには株式会社ソフトウェアクレイドルのscFLOW (V2023.1) を用いた。

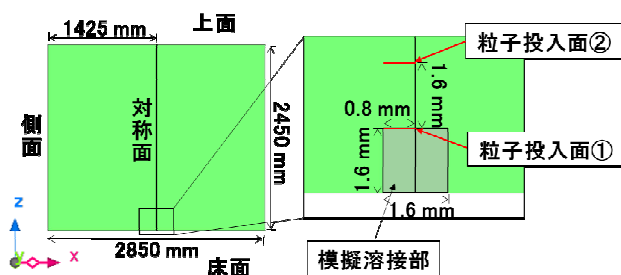


図2 模擬溶接ヒュームの解析モデルと解析範囲

## 3 結果と考察

### 3-1 溶接ヒュームの可視化実験

溶接ヒュームの可視化実験の結果を図3に示す。図3左図は照明あり、レーザーシートなしで撮影した画像、図3右図は照明なし、レーザーシートありで撮影した画像であり、両画像とも溶接開始12秒後を撮影したものである。レーザーシートを用いることで、溶接ヒュームを鮮明に可視化できることを確認した。続けて、レーザーシートを用いて、溶接ヒュームの流動状況を可視化した (図4)。溶接によって上昇気流が発生し、その流れに乗って溶接ヒュームが上昇していることを可視化できた。また、溶接開始10秒~11秒後までの画像では溶接の光によって確認が困難であるが、12秒後

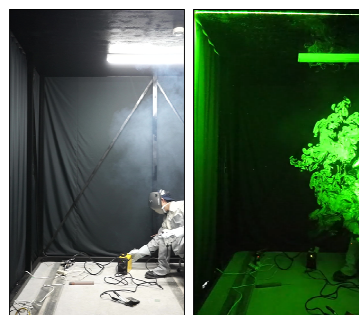


図3 溶接ヒューム可視化結果  
(左：照明あり，レーザーシートなし  
右：照明なし，レーザーシートあり)

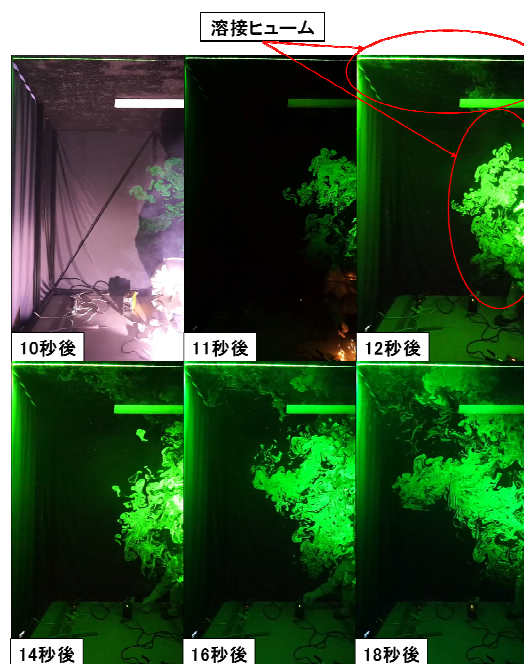


図4 溶接ヒューム流動状況可視化結果

の画像では溶接ヒュームが既に天井に到達していた。今後、溶接中でもヒュームの上昇挙動をとらえるために、レーザー光（波長532 nm）のみを通すバンドパスフィルターを導入する予定である。

### 3-2 模擬溶接ヒュームの解析

粒子を粒子投入面①から投入したscFLOWの解析結果を図5に示す。粒子投入開始から、10秒、11秒、12秒、14秒、16秒、18秒後の粒子の挙動を示している。高温の模擬溶接部により、周囲の空気が暖められ、上昇気流が発生し、その流れに乗って粒子が上昇していることを確認できたが、上昇しているのは粒径の小さい粒子の一部のみであり、粒径の大きい粒子は上昇していなかった。粒子投入開始から12秒後に模擬溶接部上方に存在する粒子数をカウントしたところ576個であり、投入した全粒子5,000個の1割程度しか上昇していなかった。投入開始9秒後の模擬溶接部周辺を拡大し、速度コンターとベクトル（図6）を確認したところ、模擬溶接部上面付近に速度が遅いよどみ領域が発生しており、これにより粒子が上昇しにくくなっていた。このように、解析においてのみよどみ領域が発生するのは、前述のとおり模擬溶接部は5,000℃でも溶融や蒸発が起きない設定となっているからである。そこで、粒子の投入面を粒子投入面②に変更し、再度解析を実施した。その結果を図7に示す。表示する時間は図5と同様である。粒子投入面②に投入面を変更した結果、

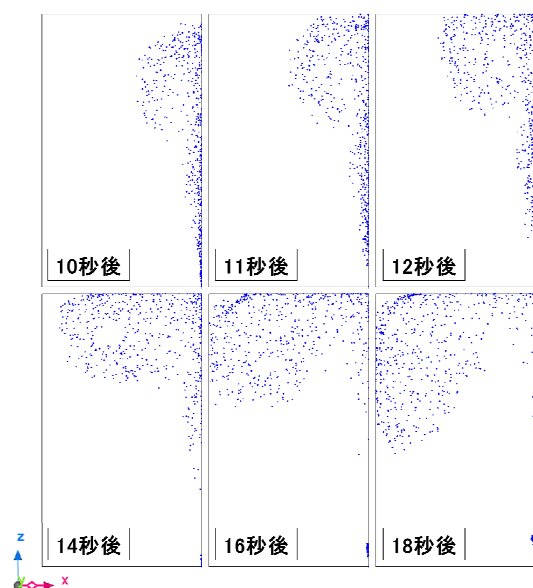


図5 模擬溶接ヒュームの挙動解析結果  
(粒子投入面①より粒子を投入)

粒径の大きな粒子も含めてほぼすべての粒子が上昇した。粒子投入開始12秒後の模擬溶接部上方に存在する粒子数は4,998個であった。また、粒子の天井到達時刻は約11秒であったことから、粒子の上昇挙動については、可視化した溶接ヒュームの挙動をおおよそ模擬できたと考えられる。

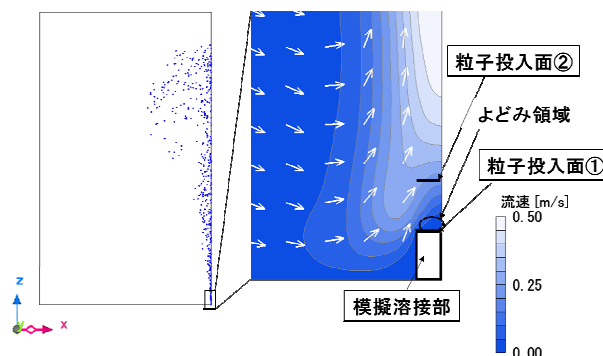


図6 模擬溶接部付近の速度コンターとベクトル

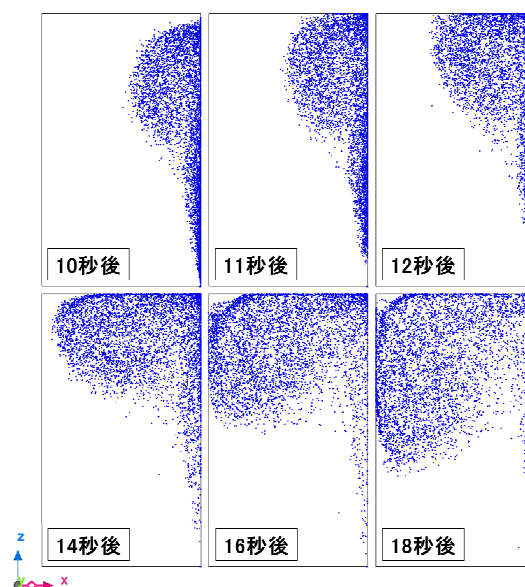


図7 模擬溶接ヒュームの挙動解析結果  
(粒子投入面②より粒子を投入)

## 4 まとめ

被覆アーク溶接時の溶接ヒュームの流れについて、暗室とレーザーによる可視化を行った。また、CFDを用いた解析においては、粒子の投入面を工夫することで、可視化の結果におおよそ一致する解析条件を見出した。これらの結果を活用し、今後は解析領域を実験室から工場等の大空間に拡張するための検討を実施していく。

## 5 参考文献

- 1) 厚生労働省：金属アーク溶接等作業を継続して屋内作業場で行う皆さまへ（2020）（オンライン）  
<https://www.mhlw.go.jp/content/11305000/000654441.pdf>（参照2024-6-13）
- 2) H.K. Versteeg, W. Malalasekera（松下洋介ほか3名共訳）：数値流体力学（第2版），pp. 1-7，森北出版（2011）
- 3) 村田顕彦：福岡県工業技術センター研究報告，No. 32，pp. 49-50（2022）
- 4) 大熊洋一郎，秋葉勇，雪竹次太：日立評論，61巻（2号），pp. 67-70（1979）

# 分配ヘッダにおける流れの均一化に関する研究 —粒子画像流速測定装置と熱流体解析による流れの可視化—

大内 崇史<sup>\*1</sup>

## Study on Flow Uniformization in a Dividing Header

- Flow Visualization with Particle Image Velocity and Computational Fluid Dynamics -

Takafumi Ouchi

工業用途で流体を配管等の管路網内で循環あるいは槽内空間に噴出する際などにおいて、均一に分配させる要求があることが多い。本研究では、円管側面に10個の噴出口を設けた水中の分配ヘッダを対象に、水の分配に及ぼす噴出口径（分岐支管径）の影響を調べた。調査手法は、管路損失ヘッドの計算と数値流体力学による分配量の比較、数値流体力学と粒子画像測定による解析と実験の両者での噴流構造の可視化による比較である。結果として、噴流口径が大きいほど、分配量のばらつきが大きくなることがわかった。また、このような分配ヘッダにおいて、ばらつきを低減する汎用性のある手段として、主管径を大きくすることが効果的であることを確認した。

### 1 はじめに

工業製品や生産設備などにおいて、流体を配管等の管路網内で循環あるいは槽内空間等に噴出させる際に、均一に分配させる要求があることが多い<sup>1)</sup>。このような場合、分配直後の各流路に流量計および流量制御機構を設けて、所望の分配量とすることは可能である。しかしながら、分岐流路構造そのものを適切に設計して各流路での制御を必要としない構造とすれば、流路全体を低圧損化することができ、配管設備としても簡素なものにすることが可能となる。

分岐流路における分配量の計算方法としては、管路損失ヘッドによる計算法がある。この計算法において、水道管インフラのように分岐後の配管による摩擦損失が圧倒的に大きい場合には、分岐損失を無視できるが、摩擦損失がそれほど大きくない場合には、分岐損失を考慮する必要がある。

分岐損失係数は、単純なT字分岐流路形状に対して提案されており<sup>2)</sup>、円形断面<sup>3, 4)</sup>や正方形断面<sup>5)</sup>ではそれぞれ分岐流量比の二次関数の形式で整理されている。なお、乱流の場合、分岐損失係数はレイノルズ数にはほぼ関係なく形状によって決まるといわれている<sup>3)</sup>が、層流の場合<sup>5)</sup>や分岐部が干渉する場合<sup>6)</sup>なども考慮すると、分岐部が複数連なった多分岐管のような場合には、分岐損失係数の見積もりだけでも非常に複雑あるいは困難となる。そのため、多分岐管等の流体設計に

における分配流量の見積もりは、数値流体力学<sup>7)</sup> (Computational Fluid Dynamics, 以下「CFD」という) による検討が一般的であると考えている。

そこで、本研究では、円管側面に10個の噴出口を設けた水中の分配ヘッダを対象に、水の分配に及ぼす噴出口径（分岐支管径）の影響を調べた。最初に、円形断面のT字分岐損失係数の整理式を用いて、管路損失ヘッドの計算により分配量を予測した。続いて、当研究所が保有<sup>8)</sup>するCFDおよび粒子画像流速測定装置 (Particle Image Velocity<sup>9)</sup>, 以下「PIV」という) により、解析的および実験的に流れを可視化した。これらを基に、多分岐流路における流れの均一化について、汎用性のある設計指針を検討した。

### 2 研究, 実験方法

本研究が対象とする分配ヘッダの模式図を図1に示す。内寸294 mm角の透明性アクリル水槽内に水位240 mmで水を満たし、水中に設置した分配ヘッダを対象とした。分配ヘッダは外径φ25 mm, 内径φ19 mm, 全長230 mmのアクリル管であり、下部先端を封止した。先端封止面から7 mmの側面に噴出口を1つ設け、ここから軸方向に20 mm間隔でさらに9個の噴出口を設けた。水は、主管の上端面から鉛直下向きに3 L/minで供給した。分配ヘッダに設けた各噴出口には、水の供給口側から順に1, 2, …, 10の番号を割り当てた。本研究では、合計10個の噴出口径を全て同一径とし、水の分配量におよぼす噴出口径の影響を調べるため、φ2,

<sup>\*1</sup> 機械電子研究所







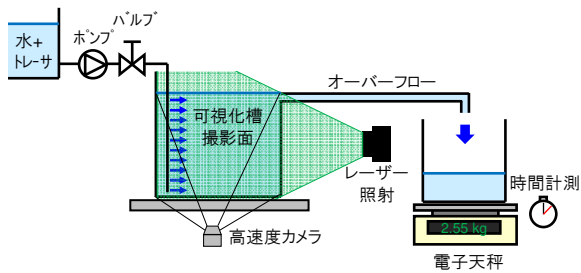


図3 PIVによる可視化実験装置

### 3 結果と考察

#### 3-1 管路損失ヘッドの計算による方法

図4に、供給水量に対する各噴出口からの分配比率を噴出口径ごとに示す。噴出口径 $\phi 2$  mmでは、ほぼ均一な分配となったが、噴出口径を大きくするとばらつきが大きくなった。噴出口径 $\phi 8$  mmにおいては供給口に最も近い1番の噴出口に対する分配量が均一分配の場合の半分以下、最も遠い10番の噴出口では均一分配の約1.4倍の流量であった。

#### 3-2 CFDによる方法

図5に、scFLOWで噴出口径ごとの解析により得た、噴流断面での流速コンター図を同一の等値範囲で示す。噴出口径が大きくなるほど、噴流の向きが下方に変化する傾向がみられた。また、図6には、各噴出口からの分配比率を図4と同様に示す。この結果から、管路損失ヘッドの計算とCFDによる分配量はおおむね一致する傾向を示した。管路損失ヘッドの計算に用いた分岐損失係数の整理式は、干渉のないT字分岐路に対するものであり、本研究における噴出口からの流れを、支管の流れとして取り扱うこととなる。図5から、噴出口径が大きくなると、噴流の向きが主流の流れの影響を受け、噴流が主管に対してT字とはいえない分岐形状となっている。すなわち、分岐損失係数の整理式から逸脱した流れとなる。そのため、管路損失ヘッドの計算による分配量と、CFDによる分配量は、噴出口径が大きい領域で、ばらつきの程度がやや異なる結果

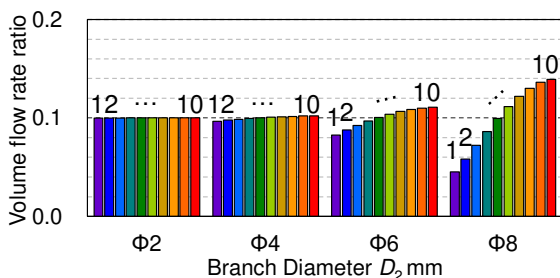


図4 管路損失ヘッドの計算による分配量

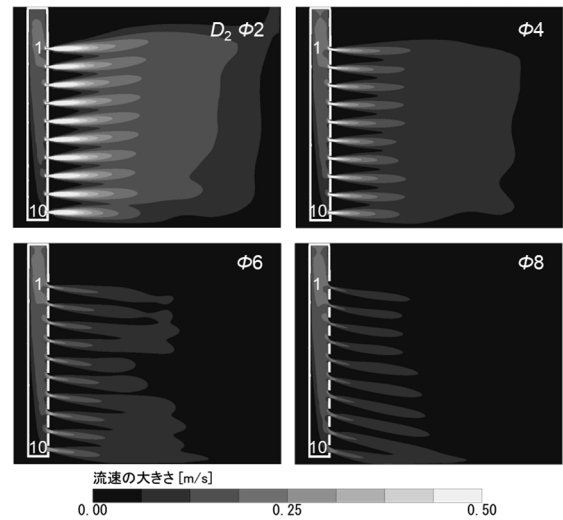


図5 流体解析に基づく分配量

を示したと推察している。

#### 3-3 PIVによる方法

噴出口径ごとの撮影像100枚に対するPIV解析により得た流速分布を図7の上段に示す。ここでは、それぞれの噴出口径で等値範囲を変更している。なお、比較のため、CFDにより得た噴流断面の流速コンター図を図7の下段に示している。CFDの解析結果は、PIV解析結果と速度範囲を合わせて、等値表示もなるべく統一している。PIV解析では、噴出口近傍の流速が速い部分は捉えられていないが、10個の噴流による水槽内での流れの全体構造は概ね捉えられているように見える。特に、噴出口径が大きくなるほど、噴流の向きがやや下向きに変化する傾向が、PIVとCFDで一致した。

#### 3-4 分配ヘッドの均一化についての考察

ここまでで、主管径および噴出口間隔がそれぞれ一定の場合の噴出口径の影響について検討し、噴出口径が小さいほど均一な分配となることが確認できた。本報告の最後に、主管径および噴出口間隔を変えた場合の分配量のばらつきについて、管路損失ヘッドの計算により考察した。分配量のばらつきが大きかった噴流口径 $\phi 8$  mmにおいて、主管径および噴出口間隔を変化

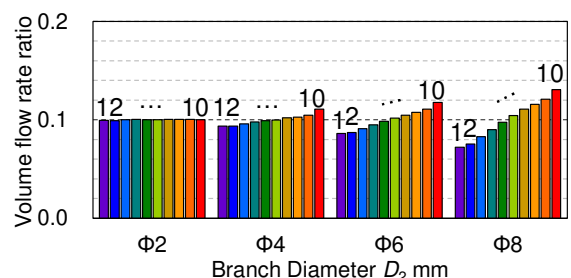


図6 CFDによる分配量

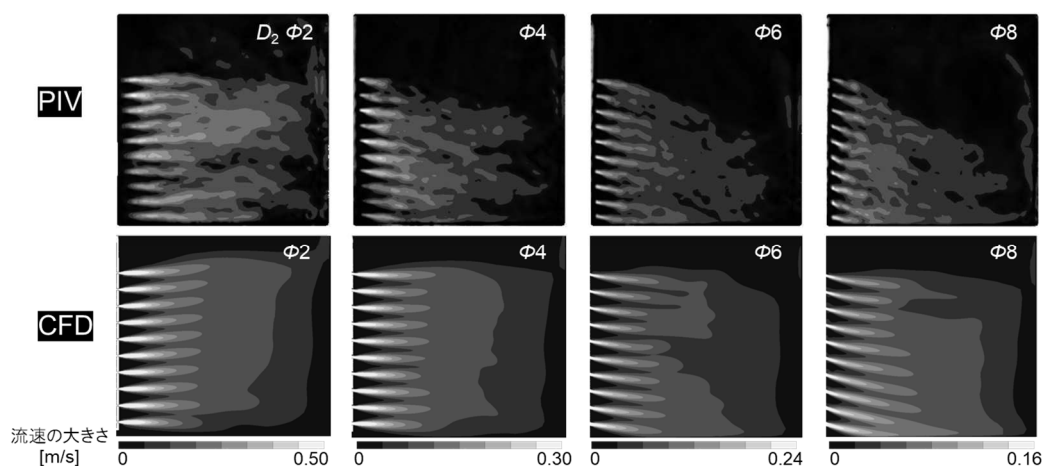


図7 PIVによる水槽内流れ可視化（CFD との比較）

させた場合の分配量を管路損失ヘッドの計算により算出した。結果を図8および9にそれぞれ示す。これらの結果から、主管径を太くして主管内流速すなわち慣性力を小さくすることで、分配量は均一化することがわかった。また、噴出口間隔を長くして主管部の摩擦損失を大きくすることで、供給口から遠い噴出口の流量を抑制できたが、一方で供給口に近い噴出口への分配量が大きくなりやすく、必ずしも均一化には至らなかった。そのため、噴出量を均一化する汎用性のある手段は、支管径は小さく、主管径は大きくすることであることを確認した。

#### 4 まとめ

本研究では、円管側面に10個の噴出口を設けた水中の分配ヘッドを対象に、水の分配に及ぼす噴出口径の影響を調べた。結果として、噴流口径が大きいほど、分配量のばらつきが大きくなることがわかった。また、このような分配ヘッドにおいて、ばらつきを低減する汎用性のある手段として、支管径は小さく、主管径は大きくすることが効果的であることを確認した。今後は、流れの均一化などを目的とした熱流体分野の最適設計技術の研究に展開していく。

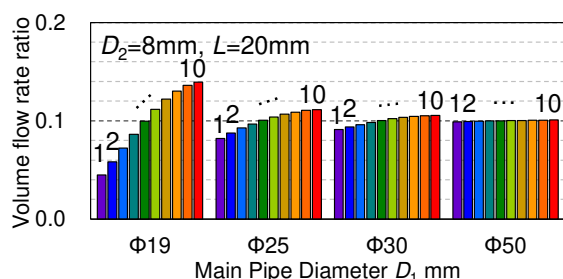


図8 主管径を変えた場合の分配量

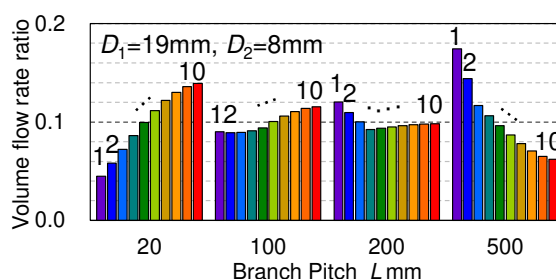


図9 噴出口間隔を変えた場合の分配量

#### 5 参考文献

- 1) 津島孝雄ほか3名：空気調和・衛生工学会論文集，26巻(82号)，pp. 67-76(2001)
- 2) 日本機械学会：管路・ダクトの流体抵抗，pp. 86-95，丸善(1979)
- 3) 津島孝雄，森川敬信：空気調和・衛生工学会論文集，10巻(28号)，pp. 21-31(1985)
- 4) 日本機械学会：分岐・合流管における流れの静特性 研究分科会研究成果報告書（1968）
- 5) 澤田亮一ほか2名：日本機械学会論文集，81巻(828号)(2015)
- 6) 細川歆延，森川敬信：空気調和・衛生工学，48巻(4号)，pp. 251-261(1974)
- 7) H. K. Versteeg, W. Malalasekera（松下洋介ほか3名共訳）：数値流体力学（第2版），pp. 1-7，森北出版(2011)
- 8) 村田顕彦：福岡県工業技術センター研究報告，No. 32，pp. 49-50(2022)
- 9) 一般社団法人可視化情報学会：PIVハンドブック（第2版），pp. 1-15，森北出版(2018)

# IoT導入支援キットVer.3の開発

## －IoT組立てモジュールBravePIの共同開発と外部システム連携機能の実装－

田口 智之<sup>\*1</sup> 渡邊 恭弘<sup>\*1</sup> 林 宏充<sup>\*1</sup> 古賀 文隆<sup>\*1</sup> 川畑 将人<sup>\*2</sup> 前田 洋征<sup>\*1</sup> 小橋 泰成<sup>\*3</sup>

### Development of IoT Starter Kit Ver.3

#### - Collaborative Development of IoT Assembly Module BravePI and Implementing Functionality for External System Cooperation -

Tomoyuki Taguchi, Yasuhiro Watanabe, Hiromitsu Hayashi, Fumitaka Koga,  
Masato Kawabata, Hiroyuki Maeda and Yasunari Kohashi

中小企業の製造業においては、生産性向上のためにIoTやAIの活用が有効である。しかし、技術やノウハウの不足、費用対効果の不透明さなどの理由から、これらの技術の生産現場への導入は進んでいない。筆者らはこれまで、県内の中小企業が容易にIoTを体験し、効果を実感できる支援をするための「IoT導入支援キット」を開発してきた。本研究では、コネクタ接続のみで使用可能となるIoT組立てモジュール「BravePI」を株式会社Braveridgeと共同開発することで、Bluetooth® によるセンサーデータの無線収集を可能とし、センサーデータをトリガーとした通知やWebAPIによる外部との連携機能を実現した本キットのVer.3を開発した。本キットのソフトウェアはオープンソースとして無償公開しており、中小企業が手軽にIoTを始めるきっかけとなることが期待できる。

#### 1 はじめに

日本の時間当たり労働生産性は、OECD加盟38カ国中30位（2023年）となっており、1970年以降で最も低い順位となっている<sup>1)</sup>。製造業の生産性向上のためにはIoT・AIの活用が有効であるが、中小企業の生産現場におけるIoT・AI導入は進んでおらず、予定を含めても導入は2割強に留まる<sup>2)</sup>。IoT導入が進まない理由として、技術やノウハウを持った人材の不足、活用イメージ・費用対効果の不明確さ等が挙げられる。つまり、IoT導入を促進させるためには、企業自らがIoTを体験し、その効果を実感できるきっかけを作る必要があると考えられる。

機械電子研究所では、県内中小企業がIoT を手軽に始めることができる支援ツールとして、小型コンピュータである Raspberry Pi® をベースとした「IoT導入支援キット」を開発してきた<sup>3, 4)</sup>。しかし、キットの自作が困難、自作したセンサーが不安定等の理由から、これまでIoT導入支援キットを利用してきたユーザーからメーカーによる完成品の販売に対する需要があった。また、生産現場へIoTを導入する場合は電源や通信環境整備も必要であり、これらの作業には多

大な労力や時間がかかるという問題があった。これらの問題を解決するために、株式会社BraveridgeとIoT組立てモジュール「BravePI」<sup>5)</sup>を共同開発し、「BravePI」を使用できる「IoT導入支援キット」Ver.3を開発した。本報告では、新たに開発した「BravePI」と「IoT導入支援キット」Ver.3の構成及び外部センサー・システムとの連携機能について述べる。

#### 2 BravePIとIoT導入支援キットVer.3のソフトウェア開発

##### 2-1 IoT組み立てモジュールBravePI

中小企業が容易にIoTを体験し、効果を実感できる支援ツールとして「IoT導入支援キット」Ver.3を開発した（図1）。本キットは、株式会社Braveridgeと共同開発したIoT組立てモジュール「BravePI」のメインボードをRaspberry Pi® に接続し、表1に示す専用のセンサーのデータ収集が可能である。電池駆動のトランスミッターと専用センサーをコネクタ接続することで、Bluetooth® 5.0 Coded PHY/Long Range による見通し500 mの長距離無線通信が可能である。また、メインボードとセンサーを直接接続する有線通信も可能である。「BravePI」の共同開発により、はんだ付けによるセンサー部の自作が不要となり無線通信ができるようになった。さらに、表1以外のセンサーも、本キット

\*1 機械電子研究所

\*2 企画管理部

\*3 株式会社Braveridge

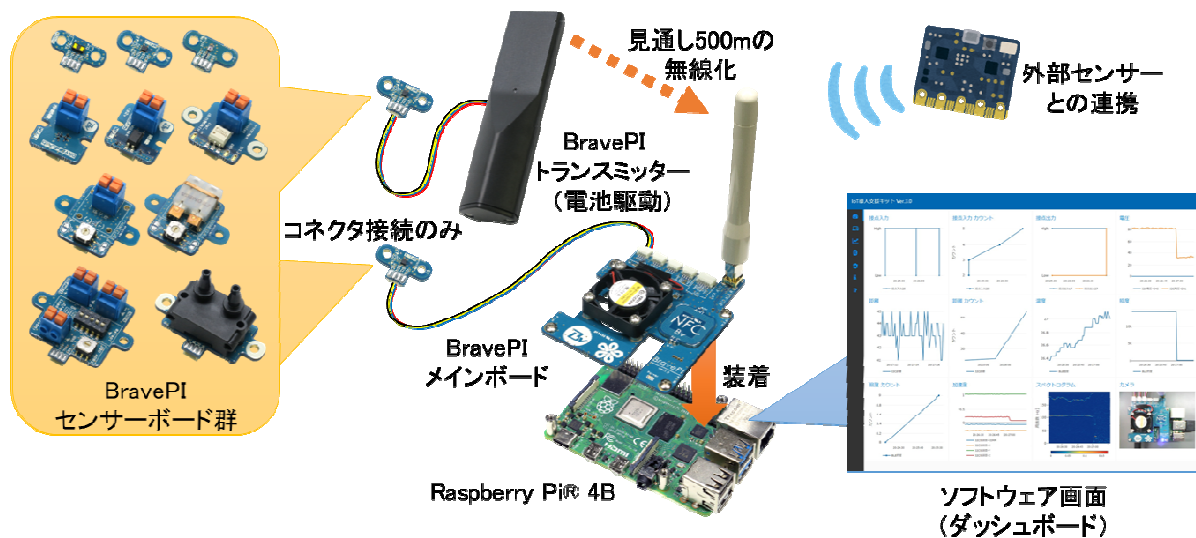


図1 BravePIとIoT導入支援キットVer. 3の全体構成

表1 IoT導入支援キットVer. 3の主なハードウェア構成

| ハードウェア            | 仕様                                                                                                                                      |
|-------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| シングルボード<br>コンピュータ | Raspberry Pi® 4 Model B                                                                                                                 |
| メインボード            | BravePI メインボード BVPMB-01                                                                                                                 |
| トランスミッター          | BravePI トランスミッター (CR123A) BVPTB-01<br>BravePI トランスミッター (USB) BVPTU-01                                                                   |
| 照度センサー            | BravePI 照度センサーボード BVPSB-01<br>センサー: Texas Instruments 製 OPT3001                                                                         |
| 加速度センサー           | BravePI 加速度センサーボード BVPS3-01<br>センサー: STMicroelectronics 製 LIS2DUXS12                                                                    |
| 接点入力<br>ドライセンサー   | BravePI 接点入力ドライボード BVPSID-01<br>制御用 FET: ローム製 RUM001L02T2CL                                                                             |
| 接点入力<br>ウェットセンサー  | BravePI 接点入力ウェットボード BVPSIW-01<br>フォトカプラ: ライトン製 LTV-814S                                                                                 |
| 接点出力センサー          | BravePI 接点出力ボード BVPSO-01<br>リレー: 東芝製 無接点 フォトリレー TLP3546A                                                                                |
| 温度センサー            | BravePI 熱電対センサーボード プッシュコネクタ BVPSTP-01<br>センサー: Microchip 製 MCP9600<br>BravePI 熱電対センサーボード オメガコネクタ BVPSTO-01<br>センサー: Microchip 製 MCP9600 |
| 測距センサー            | BravePI 測距センサーボード BVPSR-01<br>センサー: STMicroelectronics 製 VL53L1CXV0FY/1                                                                 |
| ADC センサー          | BravePI ADC センサーボード BVPSA-01<br>センサー: Microchip 製 MCP3427                                                                               |
| 差圧センサー            | BravePI 差圧センサーボード BVPSP-01<br>センサー: SENSIRION 製 SDP810-500Ps                                                                            |

に実装したWebAPIを使用することで、専用センサーと同様に扱うことが可能となる。

## 2-2 IoT導入支援キットVer.3のソフトウェア

「BravePI」の無線通信に対応し、センサーごとに任意の名称をつけて登録・管理ができるソフトウェアを開発した。本キットのソフトウェアは、表2に示すソフトウェアで構成されており、センサーの登録・トリガーの設定・膨大なデータ管理・必要なデータの検索が容易なデータベースが含まれる。本キットで使用するセンサーの情報やセンサーデータがしきい値を超えた際に動作するトリガー設定は、関係データベースであるMariaDBに保存される。また、受信したセンサーデータは、時系列データベースであるInfluxDBに保存され、任意時間のログのグラフ表示やCSV・Excel形式でのダウンロードが可能である。

表2 IoT導入支援キットの主なソフトウェア構成

| ソフトウェア | 仕様                                       |
|--------|------------------------------------------|
| OS     | Raspberry Pi OS 64bit                    |
| 開発環境   | Node-RED                                 |
| 有線センサー | Python3 で開発                              |
| ドライバ   | Node-RED 用にデータ形式を変換                      |
| ライブラリ  | node-red-dashboard: 標準ダッシュボード            |
|        | Plotly: グラフ表示                            |
|        | MJPEG-Streamer: カメラ用入力プラグイン              |
|        | smbus2: I2C 通信                           |
|        | RPi.GPIO: GPIO 制御                        |
|        | NumPy, SciPy: 数値・科学計算                    |
| データベース | Moment.js: 日付操作                          |
|        | xlsx-js-style: エクセル作成                    |
|        | MariaDB: 関係データベース<br>InfluxDB: 時系列データベース |

本キットのダッシュボード画面は、タブレット・スマートフォン・PC等のWebブラウザからで閲覧が可能であり、各種センサーデータの現在値やトリガーの発生回数等をリアルタイムに確認可能である（図2）。



図2 IoT導入支援キット Ver. 3 のダッシュボード例

## 2-3 外部機器・システムとの連携

トリガー設定は、本キットで受信したセンサーデータがしきい値を超えた際に動作する設定である。設定された立上り・立下りしきい値を上回った、若しくは下回った場合に、その回数のカウント、表1に示す接点出力センサーによる High/Low 出力、MQTT 通信によるトピックのパブリッシュ、メール送信といった各種通知を行うことができる（図3）。この各種通知をファンやパトランプ等の外部機器や外部のシステムが受け取ることで、本キットとの連携が可能となる。

図3 IoT導入支援キットVer. 3の測距センサー設定例

### 3 オープンソースソフトウェアとしての無償提供

企業自身によるソフトウェアカスタマイズや、本キットのソフトウェアを組み込んだ製品開発を無償で可能とするために、本キットのソフトウェアにはオープンソースソフトウェアライセンスを適用している<sup>6)</sup>。キット操作マニュアルや外部センサーのサンプルプログラムとともに、福岡県工業技術センターホームページにおいて2023年11月9日より無償提供を開始した<sup>7)</sup>。

### 4 IoT普及促進について

機械電子研究所では、IoTの普及を促進させるためのエコシステムを次の順序で推進している（図4）。①IoT導入支援キットの技術情報（ソフトウェア、活用方法）を無償公開する。②全国の支援機関・公設試と連携し、勉強会等の相互向上の場を提供する。③IoTの普及が進むことで、中小企業間のコミュニティ活動を活性化させる。④中小企業のAI/IoT需要が喚起され、IoTベンダーへの支援に発展する。⑤支援機関・公設試・中小企業・IoTベンダーの知見で、IoT導入支援キットの改良・連携を加速する。

2024年4月1日時点での具体的な成果としては、IoT導入支援キットのソフトウェアが累計800件以上ダウンロードされていること、全国16都道府県の支援機関と連携して、それぞれの支援機関が独自に開発したIoT関連ツールの相互提供による相互向上に取り組んでおり、一つの機関だけでは成し得なかった規模の支援体制構築を目指している。さらに、積極的にIoTベンダーとの連携強化を図ることで、新製品や新サービスの開発・普及支援を進めている。

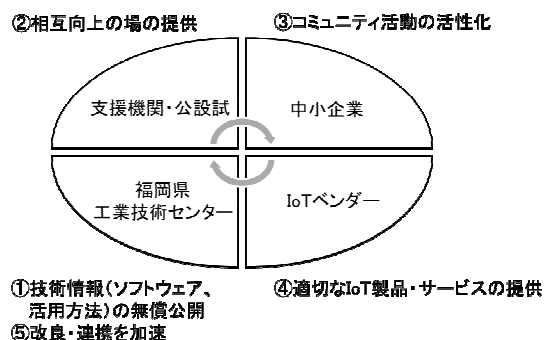


図4 IoT普及エコシステム

### 5 まとめ

中小企業が容易にIoTを体験し、効果を実感できるIoTツールとして開発していた「IoT導入支援キット」を改良し、株式会社Braveridgeと共同開発したIoT組立モジュール「BravePI」に対応した「IoT導入支援キット」Ver.3を開発した。コネクタ接続のみで無線によるセンサーデータの収集を可能とし、収集したセンサーデータをトリガーとした通知やWebAPIによる外部との連携を実現した。本キットのソフトウェアにはオープンソースソフトウェアライセンスを適用しており無償で使用可能である。BravePIの活用により、電源や通信環境がない生産現場のセンサーデータ取得が可能であり、センサー部の自作も不要であるため、IoTを手軽に始めるきっかけとなることが期待できる。

今後も、支援機関やIoTベンダーとの連携強化によりIoT普及促進のためのエコシステムを強化し、中小企業の支援拡大を図っていく。

### 6 文献

- 1) 日本生産性本部：労働生産性の国際比較2023，日本生産性本部（2023）（オンライン）<https://www.jpc-net.jp/research/detail/006714.html>
- 2) 総務省：令和4年通信利用動向調査，総務省（2023）（オンライン）[https://www.soumu.go.jp/johotsusintokei/statistics/data/230529\\_1.pdf](https://www.soumu.go.jp/johotsusintokei/statistics/data/230529_1.pdf)
- 3) 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）
- 4) 渡邊恭弘，林宏充，田口智之，川畑将人：福岡県工業技術センター研究報告，No. 32，pp. 59-62（2022）
- 5) 株式会社Braveridge：BravePI（ブレイブパイ），株式会社Braveridge（オンライン）<https://www.braveridge.com/product/bravepi>
- 6) The Apache Software Foundation：Apache License，Version 2.0，The Apache Software Foundation（2004）（オンライン）<https://www.apache.org/licenses/LICENSE-2.0>
- 7) 福岡県工業技術センター：「IoT導入支援キットダウンロードページ」，福岡県工業技術センター（2024）（オンライン）<https://www.fitc.pref.fukuoka.jp/case-study/iot.php>



学協会誌  
掲載論文の概要

# 食品有害菌産生バイオフィルムに対するフマル酸、乳酸、フェルラ酸の併用効果

塚谷 忠之\*1 坂田 文彦\*1

## Combined effects of fumaric, lactic, and ferulic acid against food-borne pathogenic biofilms

Tadayuki Tsukatani, Fumihiko Sakata

微生物が産生するバイオフィルムは食品の変敗や食中毒の大きな要因となることが知られている。そこで、本研究ではバイオフィルム殺菌活性スクリーニング法を用いて、バイオフィルム殺菌活性を有する食品添加物の選抜を試みた。その結果、酸味料やpH調整剤として汎用されているフマル酸が大腸菌及び黄色ブドウ球菌産生バイオフィルムに対して高い殺菌活性を示すことが分かった。また、フマル酸、乳酸、フェルラ酸を併用することにより、低濃度でサルモネラ菌や緑膿菌を含めた食品有害菌が産生するバイオフィルムを殺菌できることを明らかとした。さらに、フマル酸、乳酸、フェルラ酸の混合液を適用することで浅漬け野菜の保存性を向上させることが可能となった。

### 1 はじめに

バイオフィルムは、水と接触する固体表面に付着し形成される微生物の共同体のことであり、菌体外多糖などに覆われた内部では多くの微生物が共存し、薬剤などの外的要因から保護されている。バイオフィルムは、食品の腐敗や食中毒の大きな要因となることが知られており、近年、抗バイオフィルム素材を探索する研究が活発化している。

本研究では96ピンマイクロプレート（フタ）へのバイオフィルム形成法と水溶性テトラゾリウム塩WST微生物検出法を組み合わせたバイオフィルム殺菌活性スクリーニング法を用いて、バイオフィルム殺菌活性を有する食品添加物の探索を行った。

### 2 研究、実験方法

#### 2-1 バイオフィルムの形成

バイオフィルム形成用培地で調製した微生物懸濁液を96ウェルマイクロプレートへ分注し、これに96ピンマイクロプレート（フタ）を被せて37℃で一定時間インキュベーションし、96ピンへバイオフィルムを形成させた。バイオフィルム産生菌として下記6菌株を使用した。

- ・大腸菌 *Escherichia coli* NBRC15034
- ・緑膿菌 *Pseudomonas aeruginosa* NBRC13275
- ・サルモネラ菌 *Salmonella enterica* NBRC3313

- ・セラチア菌 *Serratia marcescens* NBRC102204
- ・乳酸菌 *Lactobacillus brevis* NBRC107147
- ・黄色ブドウ球菌 *Staphylococcus aureus* NBRC13276

#### 2-2 バイオフィルム殺菌活性の測定

96ウェルマイクロプレートへミュラーヒントンブロス (MHB) で調製した種々の濃度の食品添加物（24種類）を200μl分注し、バイオフィルムを形成させた96ピンマイクロプレート（フタ）を被せ、37℃で30分間または24時間インキュベーションした。さらに、96ピンに形成させたバイオフィルムを生理食塩水で3回洗浄後、WST-8検出試薬含有MHBを分注した受けプレートへ移し、一定時間反応させた。反応後、マイクロプレートリーダーを用いて受けプレートの吸光度測定（460nm）を行った。阻害率はコントロールの吸光度に対するサンプルの吸光度の比から求めた。阻害率99%以上を示す食品添加物の最小濃度を最小バイオフィルム殺菌（撲滅）濃度（MBEC）とした。

#### 2-3 併用効果

併用効果は Fractional Inhibition Concentration (FIC) index を用いて算出した。FIC は、相乗：≤0.5、相加：>0.5、1.0<、不関：≥1.0、4.0<と定義した。

### 3 結果と考察

#### 3-1 バイオフィルム殺菌活性を有する食品添加物の探索

食品添加物24種類を本スクリーニング法へ適用し、大腸菌及び黄色ブドウ球菌産生バイオフィルムに対す

\*1 生物食品研究所

る殺菌活性を測定したところ、インキュベーション時間が30分間、24時間とも両バイオフィルムに対して高い殺菌活性を示したのはフマル酸（酸味料）であった。フマル酸のMBECは大腸菌，黄色ブドウ球菌とも30分間で0.8%，24時間で0.4%であった。

### 3-2 フマル酸，乳酸，フェルラ酸の併用効果

次にフマル酸と他の食品添加物の併用効果を検討した。インキュベーション時間が30分間の場合，フマル酸と他の食品添加物の相乗効果は認められなかった。このため，殺菌洗浄など短時間処理の場合は0.8%フマル酸単独の使用が有効であると考えられた。

一方，インキュベーション24時間の場合，フマル酸，乳酸（酸味料），フェルラ酸（酸化防止剤）の併用により，代表的な食品有害菌産生バイオフィルムに対して，相乗・相加的殺菌効果が認められた。結果を表1に示す。特に大腸菌，黄色ブドウ球菌の産生バイオフィルムに対して相乗的殺菌効果を示した（FIC $\leq$ 0.5）。

以上の結果から，フマル酸，乳酸，フェルラ酸の併用は，食品有害菌産生バイオフィルムの殺菌に対して有効であることが示唆された。

### 3-3 野菜浅漬けへの適用性

バイオフィルムに汚染された食材のモデル系として，緑膿菌バイオフィルム形成させたキャベツの試験片（約8×8mm）を調製した。電子顕微鏡画像を図1に示す。まず，0.8%フマル酸による試験片の殺菌洗浄試験（10分間）を試みた。フマル酸の処理により初期のバイオフィルム内菌数 $1.07 \times 10^9$  cfu/pieceを $1.40 \times 10^4$  cfu/pieceまで低下させることができた。一方，野菜の殺菌洗浄剤として汎用されている次亜塩素酸ナトリウムでは $5.40 \times 10^7$  cfu/pieceへの低下にとどまった。この結果より，0.8%フマル酸が野菜の殺菌洗浄には有効であることが確認できた。

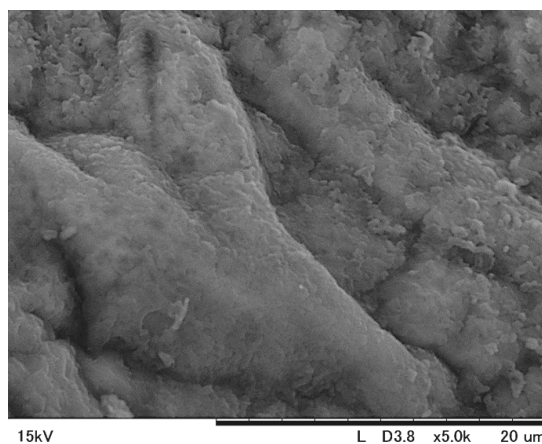


図1 キャベツに形成したバイオフィルム（SEM）

さらに，0.8%フマル酸処理した試験片を通常の浅漬け液（0.4%酢酸含有）と0.2%の酢酸を0.1%フマル酸，0.05%乳酸，0.05%フェルラ酸の混合液に置き換えた浅漬け液へ20時間浸漬した際のバイオフィルム内菌数を比較した。その結果，通常の浅漬け液では $6.67 \times 10^1$  cfu/pieceの菌数が残存していたのに対して，0.1%フマル酸，0.05%乳酸，0.05%フェルラ酸に置き換えた浅漬け液では検出下限値以下となった。

以上の結果から，浅漬け液に含まれている酢酸の一部をフマル酸，乳酸，フェルラ酸の混合液に置き換えることで殺菌効率を向上させることができた。

## 4 まとめ

フマル酸，乳酸，フェルラ酸の併用により食品有害菌産生バイオフィルムの殺菌が可能であることが示された。また，バイオフィルムに汚染された食品の保存性向上にも有効であることが示唆された。

## 5 掲載論文

Food Control, Vol.138, 109024 (2022).

表1 フマル酸，乳酸，フェルラ酸の併用効果

| バイオフィルム産生菌                              | 単独 MBEC (%) |       |      | 併用 (乳酸 / フェルラ酸 / フマル酸) |                  |    |
|-----------------------------------------|-------------|-------|------|------------------------|------------------|----|
|                                         | 乳酸          | フェルラ酸 | フマル酸 | MBEC (%)               | Lowest FIC index | 効果 |
| <i>Escherichia coli</i> NBRC15034       | 0.8         | >0.2  | 0.4  | 0.05 / 0.025 / 0.1     | 0.38             | 相乗 |
| <i>Pseudomonas aeruginosa</i> NBRC13275 | 0.4         | >0.2  | 0.2  | 0.05 / 0.05 / 0.1      | 0.75             | 相加 |
| <i>Salmonella enterica</i> NBRC3313     | 0.2         | >0.2  | 0.2  | 0.05 / 0.025 / 0.1     | 0.81             | 相加 |
| <i>Serratia marcescens</i> NBRC102204   | 0.4         | >0.2  | 0.4  | 0.05 / 0.05 / 0.1      | 0.50             | 相乗 |
| <i>Lactobacillus brevis</i> NBRC107147  | 1.6         | >0.2  | 0.4  | 0.1 / 0.1 / 0.2        | 0.81             | 相加 |
| <i>Staphylococcus aureus</i> NBRC13276  | 0.8         | >0.2  | 0.4  | 0.05 / 0.05 / 0.1      | 0.44             | 相乗 |

# バイオフィルム殺菌活性を有する食材(エタノール抽出物)の探索： 甘草の主要フラボノイドであるグラブリジン単独およびε-ポリ-L-リジン併用 におけるバイオフィルム殺菌活性

塚谷 忠之\*1 黒田 理恵子\*1 川口 友彰\*1

## Screening biofilm eradication activity of ethanol extracts from foodstuffs: Potent biofilm eradication activity of glabridin, a major flavonoid from licorice (*Glycyrrhiza glabra*), alone and in combination with ε-poly-L-lysine

Tadayuki Tsukatani, Rieko Kuroda, Tomoaki Kawaguchi

微生物が産生するバイオフィルムは、歯周病やう蝕（虫歯）など口腔感染症の原因となることが知られている。そこで、本研究ではバイオフィルム殺菌活性スクリーニング法を用いて、薬用植物を含む155種類の食材のエタノール抽出物からバイオフィルム殺菌活性を有する食材の選抜を試みた。その結果、甘草のエタノール抽出物が歯周病菌及びう蝕菌の産生バイオフィルムに対して高い殺菌活性を示した。甘草のエタノール抽出物の主要活性成分はglabridinと推察された。さらに、glabridinとε-poly-L-lysineを併用することで黄色ブドウ球菌、大腸菌、緑膿菌を含めた幅広い菌種のバイオフィルムの制御が可能であることが明らかとなった。

### 1 はじめに

バイオフィルムは、微生物や微生物が産生する菌体外物質などが集合してできた構造体である。歯の表面に形成されるプラークはバイオフィルムの代表例であり、歯周病やう蝕（虫歯）など口腔感染症の原因となることが知られている。

本研究では96ピンマイクロプレート（フタ）へのバイオフィルム形成法と水溶性テトラゾリウム塩WST微生物検出法を組み合わせたバイオフィルム殺菌活性スクリーニング法を用いて、薬用植物を含む155種類の食材のエタノール抽出物からバイオフィルム殺菌活性を有する食材の探索を行った。

### 2 研究、実験方法

#### 2-1 バイオフィルムの形成

バイオフィルム形成用培地で調製した微生物懸濁液を96ウェルマイクロプレートへ分注し、これに96ピンマイクロプレート（フタ）を被せて37℃で一定時間インキュベーションし、96ピンへバイオフィルムを形成させた。バイオフィルム産生菌として下記5菌株を使用した。

- ・歯周病菌 *Porphyromonas gingivalis* JCM12257
- ・う蝕菌 *Streptococcus mutans* NBRC13955

- ・黄色ブドウ球菌 *Staphylococcus aureus* NBRC13276

- ・大腸菌 *Escherichia coli* NBRC15034

- ・緑膿菌 *Pseudomonas aeruginosa* NBRC13275

#### 2-2 バイオフィルム殺菌活性の測定

96ウェルマイクロプレートへミューラーヒントンブロス(MHB)190μl及び食材エタノール抽出液10μlを分注し、バイオフィルムを形成させた96ピンマイクロプレート（フタ）を被せ、37℃で20時間インキュベーションした。さらに、96ピンに形成させたバイオフィルムを生理食塩水で3回洗浄後、検出試薬含有MHBを分注した受けプレートへ移し、一定時間反応させた。反応後、マイクロプレートリーダーを用いて受けプレートの吸光度測定(460nm)を行った。阻害率はコントロールの吸光度に対するサンプルの吸光度の比から求めた。阻害率99%以上をバイオフィルム殺菌活性ありと判定した。また、阻害率99%以上を示す被検試料（成分）の最小濃度を最小バイオフィルム殺菌濃度（MBEC）とした。

#### 2-3 併用効果

併用効果は Fractional Inhibition Concentration (FIC) index を用いて算出した。FIC は、相乗：≤0.5、相加（不関）：>0.5、拮抗：≥4.0と定義した。

### 3 結果と考察

#### 3-1 バイオフィルム殺菌活性を有する食材の探索

\*1 生物食品研究所

食材のエタノール抽出物155種類を本スクリーニング法へ適用し、歯周病菌及びう蝕菌産生バイオフィルムに対する殺菌活性を測定したところ、両バイオフィルムに対して99%以上の殺菌活性を示したのは甘草と黄柏であった。さらに、甘草は黄色ブドウ球菌産生バイオフィルムにも99%以上の殺菌活性を示した。しかし、甘草は大腸菌及び緑膿菌産生バイオフィルムに対して殺菌活性を示さなかった。

### 3-2 甘草成分の最小バイオフィルム殺菌濃度

甘草の代表的なエタノール可溶性抗菌成分である glabridin, licochalconeA, liquiritin, liquiritigenin, isoliquiritin, isoliquiritigenin の最小バイオフィルム殺菌濃度 (MBEC) を表1に示す。Glabridin は歯周病菌、う蝕菌及び黄色ブドウ球菌産生バイオフィルムへ高い殺菌活性を示した (MBEC=25~50)。一方、大腸菌及び緑膿菌産生バイオフィルムに対しては活性を示さなかった (MBEC>400)。この結果は、甘草のエタノール抽出物のバイオフィルム殺菌活性の結果と一致しており、甘草の主要活性成分は glabridin と推定された。

### 3-3 Glabridin及びε-poly-L-lysineの併用効果

Glabridinはグラム陰性菌である大腸菌及び緑膿菌

の産生バイオフィルムに対しては活性を示さなかった。そこで、グラム陰性菌に対して殺菌効果が期待できる ε-poly-L-lysine (ε-PL) と glabridin の併用効果を検討した。表2に示すように、ε-PLは単独で大腸菌及び緑膿菌産生バイオフィルムに対して殺菌活性を示した (MBEC=25, 400)。ε-PLと glabridin の併用では相乗効果を示さなかったものの (FIC: ≥1.0, 2.0<), グラム陰性菌に対する拮抗作用はなかったことから、両者の併用は可能であることが確認された。一方、glabridinとε-PLの併用により、う蝕菌ではFIC=0.5, 黄色ブドウ球菌ではFIC<0.50を示し、これらの併用による相乗効果が示された。

## 4 まとめ

甘草の主要活性成分である glabridin と ε-PL の併用により幅広い菌種のバイオフィルムの制御が可能であることが示された。特に、両者の併用は特にグラム陽性菌産生バイオフィルムの殺菌に対して有効であった。

## 5 掲載論文

World Journal of Microbiology and Biotechnology, Vol. 38, Article number 24 (2022).

表1 甘草成分の最小バイオフィルム殺菌濃度

| 甘草成分<br>(μg/ml)   | う蝕菌<br><i>S. mutans</i> | 歯周病菌<br><i>P. gingivalis</i> | 黄色ブドウ球菌<br><i>S. aureus</i> | 大腸菌<br><i>E. coli</i> | 緑膿菌<br><i>P. aeruginosa</i> |
|-------------------|-------------------------|------------------------------|-----------------------------|-----------------------|-----------------------------|
| Glabridin         | 25                      | 25                           | 50                          | >400                  | >400                        |
| LicochalconeA     | 200                     | 25                           | 200                         | >400                  | >400                        |
| Liquiritin        | >400                    | >400                         | >400                        | >400                  | >400                        |
| Liquiritigenin    | >400                    | >400                         | >400                        | >400                  | >400                        |
| Isoliquiritin     | >400                    | >400                         | >400                        | >400                  | >400                        |
| Isoliquiritigenin | >400                    | >400                         | >400                        | >400                  | >400                        |

表2 Glabridin及びε-poly-L-lysineの併用効果

| バイオフィルム<br>産生菌       | Glabridin    | ε-Poly-L-lysine | 併用 ( glabridin and ε-poly-L-lysine) |               |        |
|----------------------|--------------|-----------------|-------------------------------------|---------------|--------|
|                      | MBEC (μg/ml) | MBEC (μg/ml)    | MBEC (μg/ml)                        | FIC           | 効果     |
| <i>S. mutans</i>     | 25           | 400             | 6.25 / 100                          | 0.5           | 相乗     |
| <i>S. aureus</i>     | 50           | >400            | 12.5 / 25                           | <0.5          | 相乗     |
| <i>P. gingivalis</i> | 25           | >400            | 25 / 0 - 400                        | ≥1.0 and <2.0 | 相加(不関) |
| <i>E. coli</i>       | >400         | 25              | 0 - 400 / 25                        | ≥1.0 and <2.0 | 相加(不関) |
| <i>P. aeruginosa</i> | >400         | 400             | 0 - 400 / 400                       | ≥1.0 and <2.0 | 相加(不関) |

# 付加価値向上のための個別企業支援技術の確立

川口 友彰\*1 田崎 麻理奈\*1

## Establishment of Technologies to Support Individual Companies for Adding Value to Their Products

Tomoaki Kawaguchi and Marina Tasaki

福岡県内の食品関連企業は多種多様であり、それぞれの企業が様々な製品を製造販売している。これらの企業の製品開発・改良・付加価値づくりにおいて、自社単独での技術課題解決は困難である場合も多い。このような県内企業に対する技術支援では、同種の製品であっても企業ごとに配合・製造設備・保有技術・求める品質・原価率等に違いがあることから、異なる企業の課題を一律に解決するような指導や支援技術の開発は困難である。そこで、個別企業ごとの課題を、企業個別の開発・製造条件と目標に沿って効率的且つ効果的に解決できる技術の整備を試みた。技術移転が容易な一般的且つ簡便な汎用技術を幅広く整備した結果、個別企業の開発・製造条件とその課題に応じた技術を選択・応用することで課題解決できるようになり、迅速な製品化・実用化支援が可能となった。

### 1 はじめに

福岡県には豊富な農林水産物生産量と物流拠点という特徴から食品加工業者が多く、食品製造業が本県製造業中第二位の重要産業となっている。機能性食品・化粧品関連の通販企業や、関連する製品企画・製造・分析・コールセンター・物流等の企業が集積している他、明太子・ラーメン・和洋菓子等の加工食品製造企業とそれらを支える調味料製造・製粉・製餡企業など多種多様である。これらの企業のほとんどは中小企業であり、限られた技術・設備・人材・資金の中で、独自に新製品・新技術の開発・改良や付加価値づくりに取り組んでいるものの、自社単独では技術課題の解決に至らないことも多い。これらの多種多様な食品関連企業の広範にわたる製品開発・付加価値づくり支援のため、機能性食品・化粧品開発に必要な技術、副産物・未利用資源加工技術、高保存性・時短・個食対応のフリーズドライ・レトルト・冷凍食品等の製造技術、コロナ禍による内食需要増に対応する鮮度保持剤等による賞味期限延長技術、これらの基盤且つ生産性向上及び今後のフードテック対応に必要な不可欠な衛生管理・数値管理による製造管理支援技術の整備を展開し、製品開発から製造・流通に至る一連の個別企業の課題解決を可能とした取り組みについて紹介する。

### 2 機能性を付加価値とする食品・化粧品開発支援

機能性を特長とする食品・化粧品開発に対しては、

県内企業が必要とする基礎的な研究から製造に至る一連の技術を整備することとした。基礎的な研究段階での支援として、県内企業からの相談が多いスキンケア関連を中心とする機能性評価技術、成分単離・同定技術、分析技術を、試作・製造段階での支援として、一般的且つ簡便な汎用技術を中心に抽出・濃縮・高純度化・富化・乾燥・粉末化技術を整備した。その結果、製品開発・製造全体を俯瞰して技術相談に対応することができ、企業ごとに実現可能性の高い課題解決方法を提示できるようになった。また、一般的且つ簡便な汎用技術の応用で課題を解決することが奏功し、企業への技術移転及び実用化を円滑にすることができた。

### 3 食品加工による付加価値向上支援

食品製造副産物・未利用資源の活用・付加価値向上や、フリーズドライ等乾燥食品・冷凍食品・レトルト食品等の即食性・保存性に優れたおいしい食品（高品質・高付加価値製品）の開発支援についても、一般的且つ簡便な汎用技術を幅広く整備し応用することとした。その結果、企業個別の条件と目標に基づき、整備した技術を選択応用することで解決技術を開発・提供し、製品開発の促進及び製品化に貢献できるようになった。また、本質的な技術課題の抽出及び解決策の提案ができるようになり、試作・実験等することなく技術相談段階で課題解決に導ける案件も増加し、効率的且つ効果的な支援が可能となった。

\*1 生物食品研究所



## 4 安定品質・安定製造による付加価値向上

### 4-1 衛生管理による品質安定化支援

製品開発後、一定品質の製品を製造することが収益性や企業の信用上極めて重要である。HACCP（Hazard Analysis and Critical Control Point；危害要因分析重要管理点）に沿った衛生管理が制度化や、新型コロナウイルスの感染拡大に伴い拡大した賞味期限の長い加工食品の開発ニーズに対応するため、これらの基盤である衛生管理技術の向上支援を行うこととした。衛生管理への理解や意識が低いことが課題であったため、相談企業の製造現場・従業員に付着した微生物や汚れを「見える化」することで、意識喚起と衛生管理技術向上をはかった。培地上のコロニーやATP等で、自社設備や自身の手に付着した微生物や汚れを見える化して提示することで、多くの場合、大きな衝撃をもって受けとめられ、衛生状態への問題意識喚起につながった。その結果、ATP検査等による洗浄指導、区画化や動線確保等の改善指導、衛生管理・微生物検査に関する当所開催セミナー受講につながり、各企業の施設・資金で対応可能な部分から改善することができた。これらの改善活動により、相談企業において、衛生管理体制が認められ新たな商談が成立する等の成果も得られるようになった。

### 4-2 鮮度保持剤による賞味期限延長支援

消費・賞味期限延長を希望する県内企業において、原材料や配合、製造方法の変更は困難であることが多い。そのため、包材に封入するだけで酸化や微生物の制御が期待できる鮮度保持剤に着目し支援を実施することとした。個別企業の製品に対し、香味・テクスチャー・外観及び菌数を指標に各種鮮度保持剤を検討することで、消費・賞味期限の延長を実現する鮮度保持剤を個別製品ごとに決定し、製品化に導くことができた。その結果、企業が目標としていた遠方への販売をはじめとする販路拡大や廃棄率低減による収益性向上につなげることができた。このように、鮮度保持剤という極めて一般的且つ簡便な方法ではあるものの、個別製品への効果を科学的に検証することで、企業の課題を解決することが可能であることを示すものであった。

### 4-3 製造の数値管理による生産性向上支援

労働人口減少やグローバル化により、生産性向上やデジタル技術の活用は県内中小企業にとっても、いず

れ避けては通れなくなる課題であると同時に、収益性向上とノウハウ製品化といったビジネス展開上のチャンスとも考えられる。実際、これまで熟練従業員の経験と勘によって製造及び品質の安定性を確保してきた企業から、熟練者ではなくともできる製造の標準化等、生産性向上への相談が増加してきている。そのため、企業個別の製造工程を解析し、製品品質に密接に関連する管理項目の選定、管理方法の設定・開発を支援した。カット済み食品（形状、部位不揃い）の加熱工程標準化支援では、カット品個別及び集団としての物性変化を解析し、管理方法の開発に成功した。工程標準化の結果、熟練度に関わらず作業可能となった他、加工時間の半減と品質向上につながった。衛生管理指導の際と同様、データと実物で自社の課題・解決策・効果を説明するため、関係者の理解・納得も得られやすく、企業への技術移転を円滑に進めることができた。

## 5 まとめ

一般的且つ簡便な汎用技術を中心に幅広く整備し応用することで、多種多様な企業個別の技術課題に対し、基礎研究段階から開発製造、管理に至る一貫支援ができるようになった（図1）。

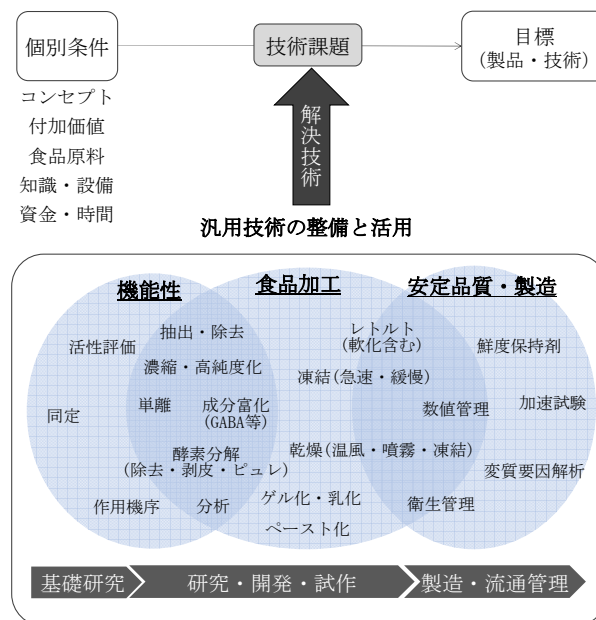


図1 確立した個別企業型支援  
（掲載文献から一部改変）

## 6 掲載文献

- 1) 食品と容器, Vol. 64, No. 9, pp. 548-554 (2023)

# 組込み開発向けスクリプト言語mruby/cを支援する ハードウェアアクセラレーションの開発

前田 洋征\*1 田中 和明\*2

## Hardware Acceleration for Embedded Scripting Programming Language ‘mruby/c’

Hiroyuki Maeda, Kazuaki Tanaka

スクリプト言語はプログラムを短く記述でき、読みやすい特徴から開発効率に優れているが、言語処理系がプログラムを実行する仕組みになっているため、処理速度が遅い問題がある。そこで本研究では、小型な組込み開発向けスクリプト言語mruby/cを対象にボトルネック処理の解析を行い、ボトルネック処理を支援するハードウェアアクセラレーションを設計した。設計したハードウェアアクセラレーションと連携して動作するmruby/cの実行環境になるSoC (System On a Chip) をFPGAに構築し、性能評価した結果、約1.4倍の高速化を実現した。

### 1 はじめに

スクリプト言語は、自然言語に近い表現でプログラムを記述でき、可読性も高いため開発効率に優れるプログラミング言語である。近年ではWebアプリケーション開発だけでなく組込み開発でも利用されている。しかしながら、スクリプト言語は仮想マシン等の言語処理系がプログラムを実行するインタープリタ方式であるため、処理速度が遅い問題がある。そこで本研究では、IoT等の組込み開発で利用されているmruby/cを対象に仮想マシンのボトルネック処理を解析し、解析結果からボトルネック処理を支援するハードウェアアクセラレーションを設計した。設計したハードウェアアクセラレーションとmruby/cの実行環境をFPGAに構築し、仮想マシンが各ハードウェアと連携してプログラムを実行するSoCを構築し、性能評価を行った。

### 2 mruby/c

mruby/cは、Rubyの開発効率の良さを引き継ぎつつ、組込み開発向けに省メモリ化したスクリプト言語である。特に小さなデバイスを用いたIoT開発を対象にしており、ワンチップマイコンなどの50 KB以下のメモリ容量が厳しい環境でも動作する。また、独自機能として複数のプログラムを同時に実行するマルチタスク機能が備わっている<sup>1)</sup>。実行時は、プログラムをバイトコードに変換し、仮想マシンがバイトコードを読み取ることで実行する仕組みになっている。

### 3 mruby/c仮想マシンのボトルネック処理の解析

本研究では、mruby/cの仮想マシンにおける遅延の要因を解析し、それらを支援するハードウェアアクセラレーションを設計した。解析には、mruby/cの実行環境を構築したFPGAを使用し、仮想マシンに負荷がかかる「10までのフィボナッチ数列を計算するプログラム」を実行して各処理の頻度及び合計時間を測定するプロファイルを実施した。結果を表1に示す。

表1 プロファイル結果

| 処理内容         | 関数                     | 処理回数 [回] | 合計処理時間 [ミリ秒] |
|--------------|------------------------|----------|--------------|
| メモリ確保及び解放    | mrbc_init_alloc        | 1        | 2.97         |
|              | mrbc_raw_alloc         | 283      | 823.53       |
|              | mrbc_raw_alloc_no_free | 21       | 62.58        |
|              | mrbc_raw_free          | 418      | 267.81       |
| バイトコードの識別・取得 | mrbc_load_mrb          | 1        | 3.92         |
| 命令実行         | mrbc_vm_run            | 1206     | 771.84       |
| クラス・メソッド定義   | mrbc_init_class        | 1        | 515.72       |
|              | mrbc_define_class      | 27       | 101.52       |
|              | mrbc_define_method     | 164      | 485.44       |
| メソッド呼び出し     | mrbc_get_trap_symbol   | 136      | 3.81         |
|              | str_to_symid           | 321      | 21.19        |
|              | find_method_by_class   | 110      | 7.15         |
| タスク管理        | mrbc_create_task       | 1        | 4.54         |
|              | mrbc_init_tcb          | 1        | 0.02         |
| 参照カウント       | mrbc_dup               | 329      | 1.31         |
|              | mrbc_release           | 1958     | 9.79         |

表1の結果から処理頻度が高く、合計の処理時間が長い処理は、「メモリ確保及び解放」「命令実行」「クラス・メソッド定義」「メソッド呼び出し」である。これらの処理が仮想マシンにおけるボトルネックになっていると判明した。そこで、「メモリ確保及び解放」を支援するためのMalloc回路、「命令実行」を支援するLoad\_Decode回路、「クラス・メソッドに関する処理」を支援するSymbol回路の設計を行った。

\*1 機械電子研究所

\*2 九州工業大学情報工学部

#### 4 開発したハードウェアアクセラレーションの構成

開発環境には、Intel製FPGAを搭載したDE0-NanoボードとNios IIシステムを使用した。Nios IIシステムは、FPGAを書き換えてソフトコアプロセッサを構築し、メモリや周辺回路を組み合わせて、独自にSoCを構築できるシステムである。図1にシステム構成を示す。

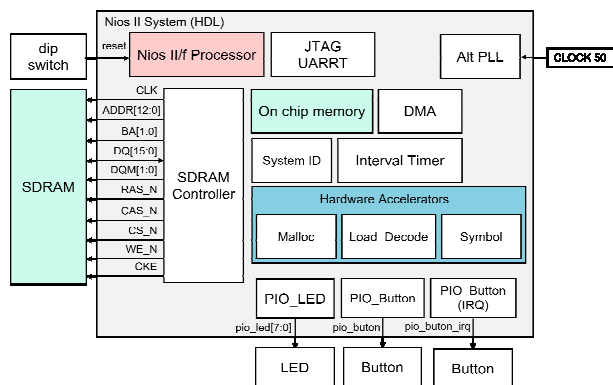


図 1 FPGA に構築したシステム構成

本システムは、Nios II/fプロセッサとメモリであるSDRAMとOn chip memory、その他の周辺回路と独自設計したMalloc回路、Load\_Decode回路、Symbol回路で構成される。mruby/cの仮想マシンが各回路と連携してプログラムを実行する流れを図2に示す。

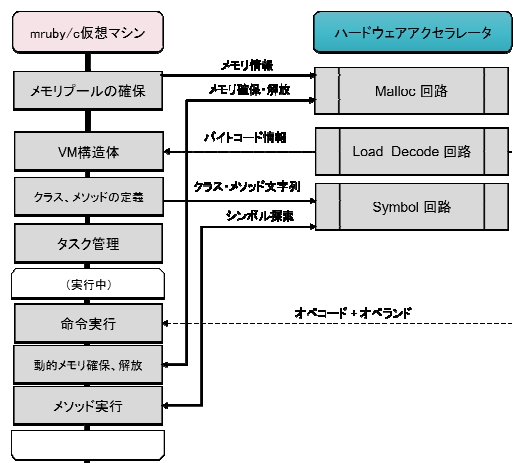


図 2 仮想マシンと各回路の動作

Malloc回路がサイズ毎の空きメモリ情報を管理しており、仮想マシンの処理中にメモリが必要な時は、Malloc回路が要求サイズから割り当てるメモリブロックを算出する。また、Load\_Decode回路がバイトコードの取得と命令フェッチ・デコードを行い、仮想マシンは結果を受け取って命令を実行する。Symbol回路は、

クラス・メソッドに関する処理の支援を行う。シンボルとは、クラス・メソッド等の文字列のことである。クラス・メソッドの定義では、Symbol回路がシンボルからハッシュ値の計算とシンボルIDの算出、シンボルテーブルの登録を行う。メソッド呼び出しでは、Symbol回路がシンボルからハッシュ値の計算を行い、シンボルテーブルのハッシュ値が合致するシンボルIDを探索し、仮想マシンがこのシンボルIDに対応する処理を行うことでメソッドが実行される。

#### 5 性能評価

10までのフィボナッチ数列を計算するプログラムと50個のランダムな数値をマージソートするプログラムを実行し、処理速度を測定した。結果を表2に示す。

表2 処理速度の測定結果

| ベンチマークプログラム    | 仮想マシンのみ[ミリ秒] | HW有り[ミリ秒] | 向上率[倍] |
|----------------|--------------|-----------|--------|
| フィボナッチ数列計算(10) | 1175.41      | 836.39    | 1.41   |
| マージソート(50)     | 4489.52      | 3128.65   | 1.43   |

mruby/c仮想マシンにハードウェアアクセラレーションを適用することで異なる2種類のプログラムにおいて、約1.4倍の高速化を実現した。

#### 6 まとめ

本研究では、FPGAボードに組み込み開発向けスクリプト言語mruby/cの仮想マシンを支援するハードウェアを設計・実装し、mruby/cが専用ハードウェアと連携してRubyプログラムを実行するSoCを構築した。評価の結果、プログラムの種類に依存せず、必ず実行されるボトルネック処理を対象にハードウェア化したことで、処理速度の高速化を実現した。

#### 7 参考文献

- 1) Kazuaki Tanaka, Hiroyuki Maeda, Hirohito Higashi, Concurrent execution in Scripting Programming Language 'mruby', Computational Science and Its Applications-ICCSA2018, pp.136-146

#### 8 掲載論文誌

日本ソフトウェア科学会 コンピュータソフトウェア, 2024年41巻2号, pp. 60-79

## 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<br>(情報交流課)      | 〒818-8540 筑紫野市上古賀 3-2-1<br>代表 TEL:092-925-7721 【問合せ TEL:092-925-5977】 FAX:092-925-7724    |
| 化学繊維研究所<br>(技術総合支援室)  | 〒818-8540 筑紫野市上古賀 3-2-1<br>代表 TEL:092-925-7721 【問合せ TEL:092-925-7402】 FAX:092-925-7724    |
| 生物食品研究所<br>(技術総合支援室)  | 〒839-0861 久留米市合川町 1465-5<br>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<br>(技術総合支援室) | 〒831-0031 大川市上巻 405-3<br>代表 TEL:0944-86-3259 【問合せ TEL:0944-86-3259】 FAX:0944-86-4744      |
| 機械電子研究所<br>(技術総合支援室)  | 〒807-0831 北九州市八幡西区則松 3-6-1<br>代表 TEL:093-691-0260 【問合せ TEL:093-691-0231】 FAX:093-691-0252 |



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

ISSN 0916-8230

### 福岡県工業技術センター研究報告

No.34 (2024)

令和6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：株式会社ジェイ・ピー



無断複写・転載を禁じます。