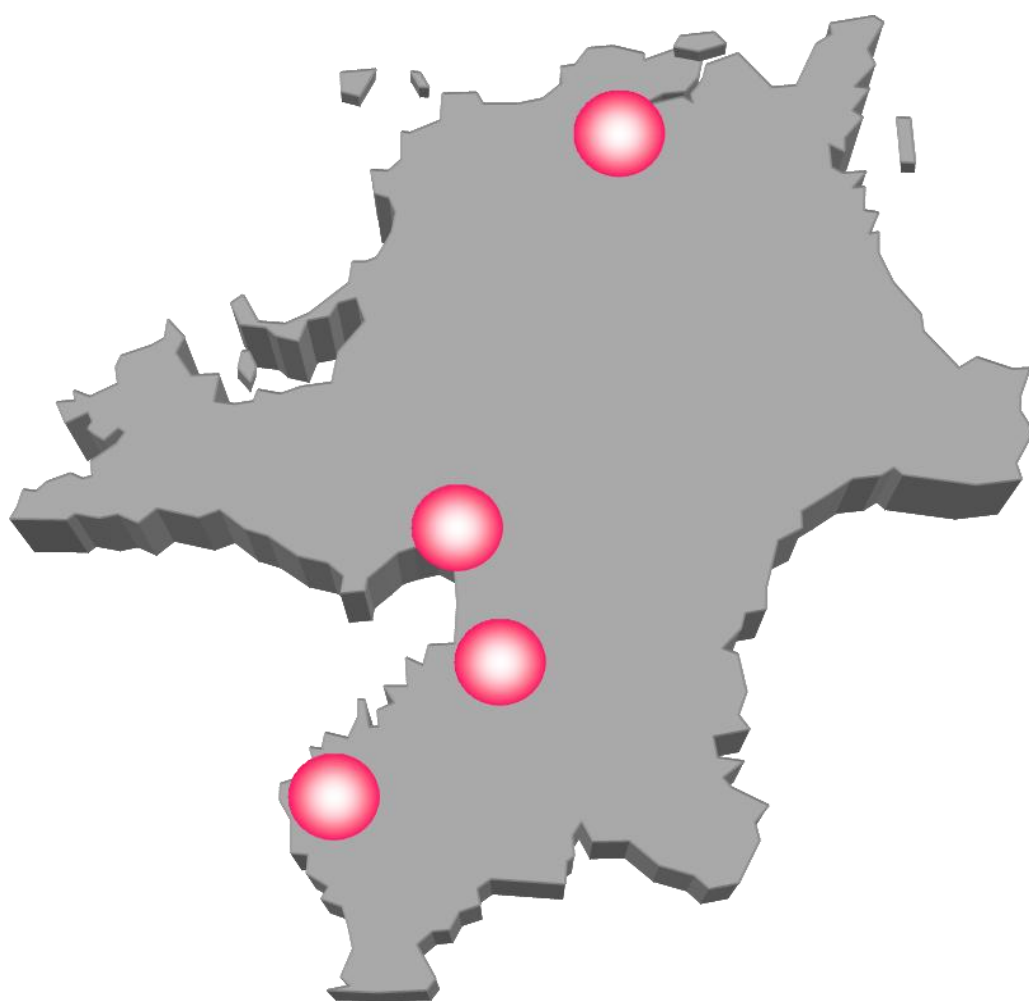


No.35 (2025)

研 究 報 告



福岡県工業技術センター

◆◆研究報告◆◆

廃棄木材を活用した熱可塑性樹脂複合材のリサイクル性評価	1
田中 大策	
直鎖状低密度ポリエチレン(L-LDPE)の分子構造に及ぼす溶融混練の影響	5
齋田 真吾 田中 大策 中西 太郎 内山 直行 野見山 加寿子	
衛生管理導入による清酒中のオフフレーバー成分 4-ビニルグアヤコールの低減	9
富永 陽大 大場 孝宏 堺 早恵子	
清酒醸造技術を応用した香り豊かなクラフトビールの開発	11
片山 真之 堺 早恵子 山下 将輝	
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	14
ーネコと使う収納家具の開発ー	
楠本 幸裕 富永 由佳 青木 幹太 横田 圭蔵 溝口 瑛	
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	17
ー読書という趣味に特化したサイドテーブルの開発ー	
隈本 あゆみ 楠本 幸裕 青木 幹太 田中 克典 溝口 瑛	
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	20
ーノックダウンキッズデスク・チェアの開発ー	
隈本 あゆみ 富永 由佳 青木 幹太 福山 直樹 田中 孝	
建築物の内装制限に対応した高意匠性防火材料の開発 (第2報)	23
羽野 泰史 岡村 博幸 古賀 賢一 行田 那奈	
スクラッチ試験機を用いためっき膜の密着性評価法の検討	26
奥田 龍之介	
圧力と通電加熱を用いた合金鋼同士の接合	30
菊竹 孝文	
圧力と通電加熱を用いた炭素鋼と合金鋼の接合	34
菊竹 孝文	
レーザ粉体肉盛法を用いたTiC肉盛技術の検討	38
ーTiCとNi合金の混合粉末肉盛ー	
島崎 良	
低合金鋼の組成データに対する多次元尺度構成法の適用と鋼種推定	40
古賀 義人	

指向性エネルギー堆積法 (DED) で作製したSUS316Lステンレス鋼における窒素雰囲気の影響	4 4
山田 泰希 菊竹 孝文 内野 正和	
金属粉末射出成形における捨てボスのウェルドライン抑制効果の調査	4 8
田尻 智基 山本 圭一朗 内野 正和 中村 憲和	
材料押出 (MEX) 方式で作製したステンレス鋼の内部構造と機械的性質	5 2
山田 泰希 内野 正和	
指向性エネルギー堆積法 (DED) を用いた金型材料の補修技術に関する研究	5 4
山田 泰希 菊竹 孝文	
金属粉末射出成形における形状精度向上に関する研究	5 7
西澤 崇 田尻 智基 中村 憲和	
トポロジー最適化を基にした形状の寸法最適化手法の検討	6 0
中井 太地 内野 正和	
筐体用ファンにおける空力音の予測に関する研究	6 4
山本 圭一朗	
IoT導入支援キットVer. 4とIoT/DX汎用モジュラーデバイスBraveJIGの開発	6 6
前田 洋征 田口 智之 奥村 克博 西村 圭一 小橋 康成	
新毒劇物管理システムの開発	7 0
前田 洋征 田口 智之	
照明設計解析を活用した害虫防除効果評価手法及び設計技術の開発	7 4
西村 圭一 前田 洋征	
◆◆学協会誌掲載論文の概要◆◆	
イヌの尿路上皮がんおよび前立腺がんにおける遺伝子変異の簡単で高感度な新規検出方法	7 7
奥村 史朗 大里 義治	
水系泳動電着と無電解めっきの二段階法によるNi-P/黒鉛複合めっきの作製	7 9
中野 賢三 奥田 龍之介 芦江 伸之 山元 亮平 松尾 知紘 中野 寛文	

研究報告

廃棄木材を活用した熱可塑性樹脂複合材のリサイクル性評価

田中 大策^{*1}

Evaluation of Recyclability of Thermoplastic Composite Materials using Waste Wood

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熔融し、再成形することも可能であるが、押出成形の繰り返しによる、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、木粉配合プラスチックのリサイクルについて、材料の粉碎や押出処理による引張強度への影響を検討した。その結果、木粉粒径に応じた粉碎サイズを選択的に使用すること、または木粉粒径が十分小さいもの(約 150 μm 未満)を使用することにより、強度低下を抑制したマテリアルリサイクル(水平リサイクル)が可能であることが示された。

1 はじめに

脱炭素志向の高まり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)の機運が高まっている。プラスチックにおいては、3R(Reduce, Reuse, Recycle)+R(Renewable)への対応が求められており、令和4年4月にはプラスチック資源循環促進法が施行された。

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が検討されている。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、再び熔融し再成形することも可能である。しかし、ポプラ木粉を用いたWPCにおいては押出成形を繰り返すと、木粉繊維が微細化(463 μm →218 μm (4-time recycles))し、強度が低下することが報告されている¹⁾。そのため、WPCをマテリアルリサイクル(MR)するには、木粉繊維が微細化されにくいリサイクル条件が必要である。

WPCのMRは、①粉碎、②押出(ペレット化)、③成形工程により構成され、中でも木粉繊維の微細化が懸念される工程は①粉碎及び②押出工程である。①粉碎ではWPCの粉碎に伴う木粉の微粉化が、②押出工程ではスクリーンのせん断力による木粉の微細化が懸念される。また、木材の種類によって木材強度が異なる(表1)ため、樹種が木粉微細化に影響することも懸念される。

そこで本研究ではWPCのMRにおいて強度低下が発生しないリサイクル条件を見出すことを目的とし、WPC粉碎時の粉碎サイズが強度に及ぼす影響、及び木材の強度が異なる木粉において、押出成形を繰り返すことが強度に及ぼす影響を評価した。

表1 各種木材の曲げ強さ
(the modulus of rupture:MOR)

樹種	MOR (MPa)
ホワイトオーク ²⁾	113
アカシアマンギウム ³⁾	102
日本杉 ⁴⁾	64
イエローポプラ ⁵⁾	69

2 実験方法

2-1 材料

本研究において、樹脂は植物由来の熱可塑性樹脂である高密度ポリエチレン(HDPE)(Braskem A.S., SHC7260)を使用した。相溶化剤はポリエチレン-graft-マレイン酸無水物(Aldrich)を使用した。

木粉はホワイトオーク(以降、W0と表記)の廃棄木材を粒径109 μm 未満または粒径109 μm ~350 μm に粉碎したもの((株)井上企画より提供)、及びバイオマス発電用のアカシア(以降、ACと表記)ペレットから発生する廃棄粉末(宮若STM石灰(株)より提供)、杉(以降、CDと表記)木粉150 μm パス品((株)那賀ウッド)を使用した。全ての木粉は80 $^{\circ}\text{C}$ ×5時間以上乾燥させて使用した。

^{*1} 化学繊維研究所

2-2 WPCペレット作製

高密度ポリエチレン(HDPE)を67 重量% (以降, %と記載), 相溶化剤を3 %, 木粉30 %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 °C, スクリュー回転速度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は空冷し, ペレタイザ((株)東洋精機製作所, PETEC3)を用いて3~5 mm長さでカットし, ペレットを作製した。

2-3 WPCの粉砕及びシート作製

得られたペレットを粉砕機(ヴァーダー・サイエンティフィック(株), カuttingミル SM300)を用いて, 1,500 rpm(V字型ロータ)及び目開き2 mmのスクリーンを用いて粉砕した。得られた粉砕品を目開き1 mmのふるいで分級し, 残留物(>1 mm)と通過物(<1 mm)を得た。さらに, 試料をシート化するため, 粉砕前後の試料を加熱プレス機((株)東洋精機製作所, ミニテストプレスMP-SCH)を用いて180 °C×6分加熱することで, 1 mm厚のシートを作製した(図1)。

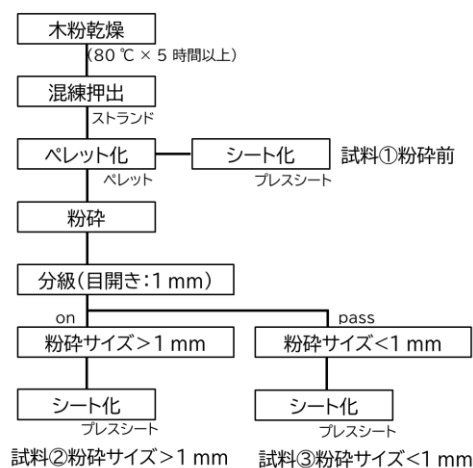


図1 粉砕処理前後の試料作製のフロー図

2-4 木粉配合プラスチックシートの繰り返し押出成形

押出成形により得られたペレットを加熱プレス機((株)東洋精機製作所, ミニテストプレスMP-SCH)を用いて180 °C×6分加熱することで, 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 °C×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・押し出しし, ペレタイザを

用いてペレット化して, 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2)。

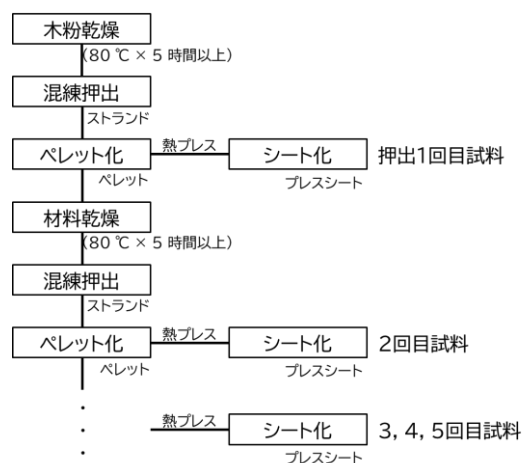


図2 二軸押出機による混練繰り返しのフロー図

2-5 引張強さ試験

プレスシートからダンベル状6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にて引張強さ試験を行い, n=3の平均値を引張強さとした。

2-6 溶融特性評価

メルトインデクサ((株)東洋精機製作所, G-02)を用い, 温度190 °C, 荷重2.16 kgの条件における, 試料(ペレット)のメルトマスフローレート(MFR)を測定することにより溶融特性を評価した。

2-7 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, 室温から200 °Cまで昇温した後, 0 °Cまで冷却し, 再び200 °Cまで昇温した際の吸熱挙動を計測した。昇・降温速度は10 °C/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(ω_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, ΔH_m は試料の融解熱量(J/g), ϕ は木粉配合率(0.3), ΔH_m^0 はPE完全結晶の融解熱量(292 J/g)⁶⁾である。

2-8 木粉配合プラスチック中の木粉粒子径解析

試料内の木粉粒子径分布を評価するため, X線CT

(Computed Tomography) (Bruker, SKYSCAN2214) を用い、加速電圧40 kV、電流130 μ A、ピクセルサイズ1 μ m/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線透過像は、三次元再構成ソフトウェア (Bruker, NRecon) により三次元再構築し、数値解析ソフトウェア (Bruker, CTan) を用いて任意の5断面における木粉最大径の平均値及び標準偏差を解析した。

3 結果と考察

3-1 粉碎処理による影響評価

W0木粉（粒径109 μ m未満または粒径109 μ m～350 μ m）を配合したWPCに対し、粉碎処理を実施した。粉碎前（①）、粉碎後（②粉碎サイズ>1 mm及び③<1 mm）の試料から作製したプレスシートの引張強さ（図3）及び融点、結晶化度（図4）を測定した。その結果、木粉粒径が小さいWPCでは粉碎サイズが小さいものでも、粉碎前と比較して引張強さの変化は認められなかった。一方、木粉粒径が大きいWPCは粉碎サイズが小さくなると、粉碎前と比較して引張強さが低下する傾向が認められた。

WPCの融点及び結晶化度はどちらの木粉粒径によらずほぼ同等であった。すなわち、粉碎による樹脂自身の劣化は生じていないことが推測された。

木粉粒径が大きいWPCのみ、粉碎が引張強さへ影響が認められた要因は、粉碎による木粉粒径の減少の可能性、または、粉碎によって樹脂から木粉が脱離することにより粉碎サイズが小さい試料には木粉が多く配合された可能性があるものと推察された。

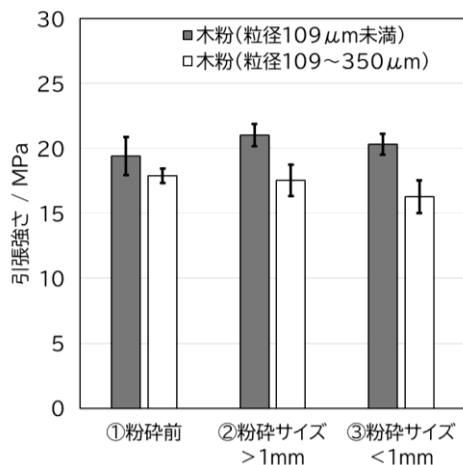


図3 粉碎前後の引張強さの変化

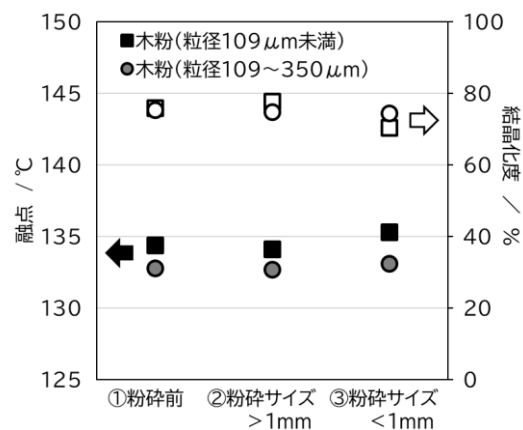


図4 粉碎前後の融点と結晶化度の変化

3-2 押出成形の繰り返しによる影響評価

3-2-1 外観の変化

W0木粉（粒径109 μ m未満）、AC木粉及びCD木粉を用いて作製したプレスシートの外観を比較した（図5）。どの木粉配合品においても、押出回数増加による色味の変化（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ものと考えられた。

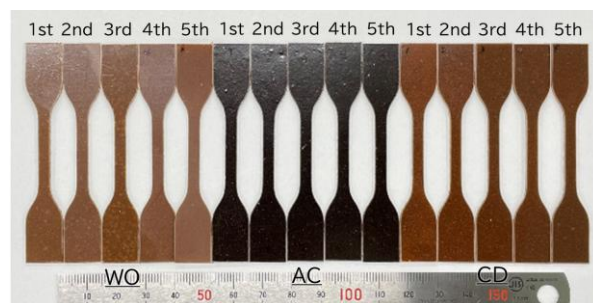


図5 作製したプレスシート（押出1～5回目）

3-2-2 物性の変化

押出成形を1～5回繰り返したWPCに対し、引張強さとMFR（図6）、融点と結晶化度（図7）を測定した。押出成形を繰り返すことで、引張強さ及び融点と結晶化度に僅かな変動が認められたものの、傾向を有する変化は認められなかった。一方で、MFRについては押出成形を繰り返すことにより増加する傾向が認められた。

このMFRの増加は、HDPEの融点や結晶化度に変化が認められないことを考慮すると、HDPEの分子量低下によるものではなく、木粉とHDPEの相容性向上（ペレット内のボイド消失）に起因する可能性が考えられた。

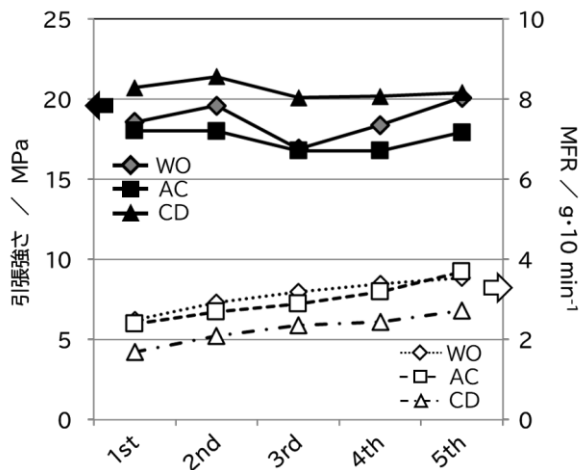


図6 押出成形の繰り返し（1回～5回）による引張強さとMFRの変化

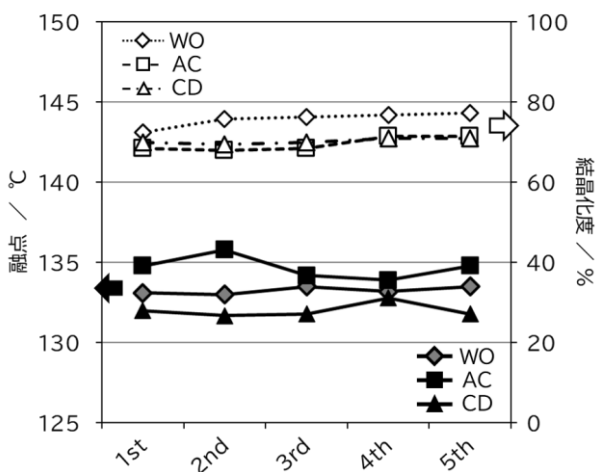


図7 押出成形の繰り返し（1回～5回）による融点と結晶化度の変化

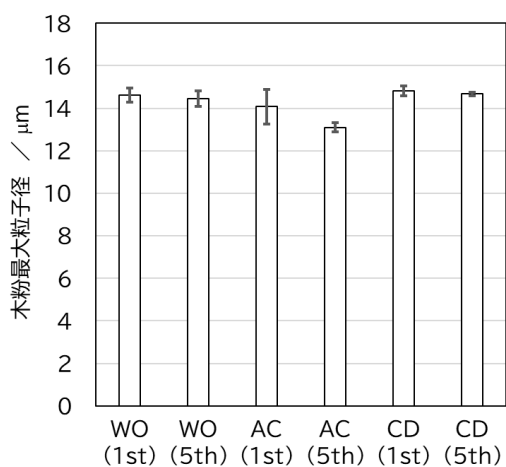


図8 押出成形繰り返し前後（1回目及び5回目）における木粉最大粒子径の平均値

3-2-3 木粉粒子径の変化

押出1回目及び5回目のWPC（プレスシート）の木粉粒子をX線CTにより観察した。その観察結果に対し、任意の5か所の断面（2 mm×1 mm）内に存在する木粉最大径の平均値及び標準偏差を解析した（図8）。

比較の結果、特にWOとCD木粉については、1回目と5回目の木粉粒子径にほぼ変化がなく、木粉粒子の微細化は生じなかった。つまり、今回用いたような粒子径150 μm未満の木粉であれば、今回の加工条件において、樹種の強度に関わらず木粉粒子の微細化は生じないことが示された。

4 まとめ

WPCのリサイクルについて、材料の粉碎や押出処理による引張強度への影響を検討した。その結果、以下の結果及び知見が得られた。

- (1) WO木粉粒径109 μm～350 μmのものは、1 mm未満に粉碎すると強度低下を生じたが、1 mm未満の粉碎物を取り除くことで強度低下が抑えられた。
- (2) WO木粉粒径109 μm未満のものは、1 mm未満に粉碎しても強度低下は生じなかった。
- (3) 木粉粒径150 μm未満のものは木材強度が小さいものでも、5回の押出サイクルによる引張強度の低下及び融点・結晶化度の変化は生じなかった。
- (4) MRにあたって木粉粒径に応じた粉碎サイズを選択的に使用する、または木粉粒径が十分小さいもの（約150 μm未満）を使用することにより、強度低下を抑制したWPCのマテリアルリサイクル（水平リサイクル）が可能であることが示された。

5 参考文献

- 1) Elham Nadali et al.: Materials Research, 21(2), e20170301 (2018)
- 2) Marly G. Carmona Uzcategui, et al.: BioResources, 15(3), pp.4960-4971 (2020)
- 3) Mohd Hamami Sahri et al.: Pertanika J. Trop. Agric. Sci., 21(2), pp.73-81 (1998)
- 4) Yusuke Takahashi et al.: Holzforschung, 75(2), pp.105-113 (2021)
- 5) Marly G. Carmona Uzcategui et al.: Forest Products Journal, 70(3), pp.326-334 (2020)
- 6) Bernhard Wunderlich et al.: Macromolecules, 10(5), pp.906-913 (1977)

直鎖状低密度ポリエチレン(L-LDPE)の分子構造に及ぼす 溶融混練の影響

齋田 真吾^{*1} 田中 大策^{*1} 中西 太郎^{*2} 内山 直行^{*1} 野見山 加寿子^{*1}

Effect of Melt Mixing on Molecular Structure of Linear Low Density Polyethylene(L-LDPE)

Shingo Saita, Daisaku Tanaka, Taro Nakanishi, Naoyuki Uchiyama and Kazuko Nomiyama

資源循環促進の観点からプラスチックのマテリアルリサイクルは重要な取り組みであるが、再生プラスチックの機械的物性はバージン材と比較して低下する傾向にあり、その改善が課題となっている。本研究では、マテリアルリサイクルにおける溶融混練がポリエチレンの分子構造と物性に及ぼす影響について検討を行った。異なる溶融混練条件下で得られたポリエチレンを比較した結果、高温での溶融混練は引張特性を大幅に低下させ、分子鎖の切断と架橋による長鎖分岐の形成が要因として大きく影響していることが明らかになった。

1 はじめに

プラスチックは、その軽量性、加工性、量産性の高さから、人々の生活に深く浸透しており、袋や雑貨といった身近なものから、自動車部品のような工業製品に至るまで、幅広く利用されている。近年、カーボンニュートラルの実現に向け、プラスチック使用量の削減が強く求められているが、プラスチックを完全に排除することは現実的には困難である。

2019年5月に「プラスチック資源循環戦略」¹⁾が策定され、2020年7月にはレジ袋の有料化が開始された。また、様々なところで使用済みプラスチックの回収を目にする機会も増え、日常生活にも着実に浸透してきている。また、2024年6月に経済産業省が、「成長志向型の資源自律経済戦略の実現に向けた制度見直しに関する中間とりまとめ案」を公表するなど、プラスチックの再生利用を促し、脱炭素化の促進を図ることが社会的課題となっている。この中で、事業者に対しプラスチックなどの再生材の利用に関する計画の策定、実績の定期報告の義務化に関する方針が示された。循環型社会の実現に向け、使用済みプラスチックを粉碎・再ペレット化して、再び資源として活用するマテリアルリサイクルの推進は喫緊の課題となってきた。しかしながら、再生材はバージン材と比較して機械的物性が低下することが、主要な障壁の一つと考えられ

ている²⁾。著者らは、既報³⁾において異なる溶融混練条件下で作製したポリプロピレンについて検討を行い、高温下の溶融混練では分子鎖切断に伴う平均分子量の低下が生じ、引張特性が大きく低下することを報告している。本研究では、廃プラスチックの中で最も排出量が多いとされるポリエチレンを研究の対象として、溶融混練がポリエチレンの分子構造と物性に与える影響について検討を行った。

2 実験方法

2-1 材料

県内のリサイクル業者で直鎖状低密度ポリエチレン(L-LDPE) フィルムから再生されたペレットを検討に用いた。

2-2 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に示す条件にて再生ペレットを混練した。得られた混練物は、熱プレス((株)東洋精機製作所製、MP-SCH)によりシート化した。混練物約15 gをフッ素樹脂製シートに挟み、200℃に設定した熱プレスにより、加圧をせずに2分間加熱し、次に2 MPaにて2分間加圧を行い、最後に5 MPaで8分間加圧した後、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。また、混練していないペレットについても同じ条件でシート化し、比較のため用いた。

*1 化学繊維研究所

*2 企画管理部

表1 各シートの作製条件

試料 No.	混練条件		
	ミキサー 温度(℃)	スクリュ 回転速度 (rpm)	混練時間 (分)
1	190	70	5
2	230	70	5
3	混練無 (ペレットを直接シート化)		

2-3 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-50kNXplus）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す。試験回数は各シートとも5回を行い、平均値を物性値として採用した。

2-4 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）の測定は、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 190 ℃、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。

2-5 分子量測定(GPC)

各試料の平均分子量（M）と分子量分布（MWD）を、高温GPC装置（東ソー（株）製、HLC-8321GPC/HT）を使用して分析した。溶離液にオルトジクロロベンゼンを用いて、流速1.0 mL/min及び温度145 ℃の条件下で測定を行った。標準試料には分子量が589から8,420,000までのポリスチレンを使用した。

2-6 動的粘弾性評価

動的粘弾性は回転型レオメーター（Anton Paar, MCR301）を用いて測定した。直径12 mmの平行プレートを使用し、ひずみ0.5 %、ギャップ距離1 mmかつ180 ℃における、貯蔵弾性率（ G' ）、損失弾性率（ G'' ）、複素弾性率（ $|G^*|$ ）、および位相角（ δ ）を、0.1 rad/sから100 rad/sの角周波数（ ω ）の関数として測定した。

約0.5 gの試料を1 mmのスペーサーを入れたフッ素樹脂製シートで挟み、200 ℃に設定した熱プレスにて、加圧をせずに2分間余熱し、次に2 MPaにて2分間加圧

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たものから、直径12 mmのコイン状に切り出して測定に用いた。

3 結果と考察

3-1 引張特性評価結果

引張試験の結果を図1に示す。未混練の試料3の破断点応力が23.8 MPaと最も高く、試料1は22.3 MPa、試料2は19.5 MPaであった。試料2は試料3と比較して約2割、引張特性が低下しており、熔融混練時の温度が高くなるにつれて、機械的物性の低下が進むことが明らかになった。

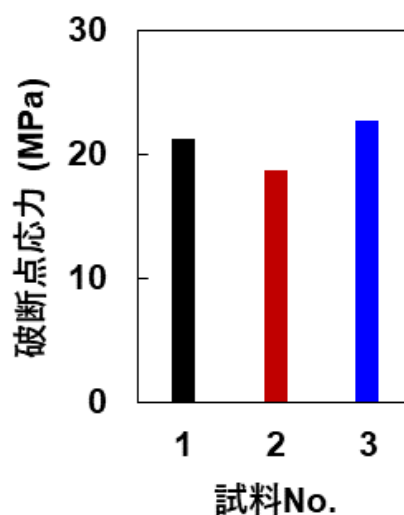


図1 引張試験結果

3-2 流動特性評価結果

流動特性試験の結果を図2に示す。試料3と比較して熔融混練を行った試料1及び試料2はいずれもMFR値が低下しており、熔融混練温度が高くなるにつれ、より顕著な低下を示すことが明らかになった。MFRの低下は、ポリエチレンの熔融粘度の上昇を示唆している。これは、高温での熔融混練により、L-LDPEの分子鎖が長鎖分岐や架橋などの構造変化を起こし、熔融状態における流動性が低下したためと考えられる。そのため、230℃における混練はL-LDPEの分子構造に顕著な変化をもたらす、熔融粘度を大幅に上昇させているものと考えられる。MFR値の変化はL-LDPEの成形性に影響を与えるため、機械的物性のみならず成形不良をもたらす要因にもなりえる。

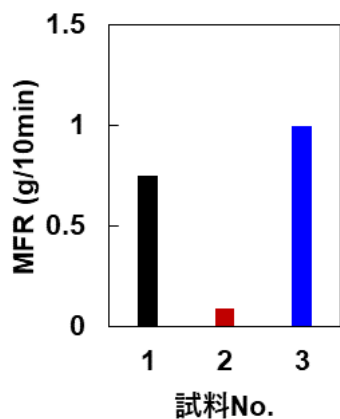


図2 流動特性試験結果

3-3 分子量測定結果

高温GPCの測定結果を図3に示す。未混練の試料3と試料1は比較的類似した分子量分布を示しており、190℃における混練では分子構造の変化は小さいと見込まれる。一方で、試料2では試料1および試料3と比較して高分子量側の分布の増加が確認された。これは、高温下の熔融混練によりL-LDPEの分子鎖間で架橋反応などが起こり、高分子量成分が生成した可能性などが考えられる。

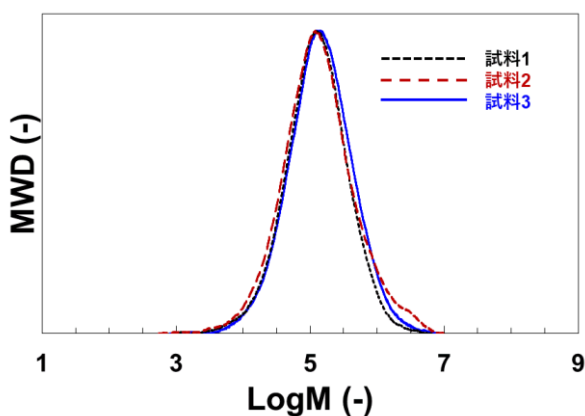


図3 高温GPC測定結果

3-4 動的粘弾性評価結果

動的粘弾性測定の結果を図4に示す。試料1は試料3に比較的近い粘弾性挙動を示した。一方で、試料2は、未混練の試料3と比較してクロスオーバーポイント ($G' = G''$) が大きく変化し、低周波数側かつ低弾性率側へのシフトを示した。このことから、大幅な分子量上昇や分子量分布の拡大が見込まれるが、高温GPCの結果からは、高分子量成分の著しい増加は認められ

ていない。そこで、分子鎖における分岐の形成を判断する方法として、複素弾性率に対して位相角をプロットする、いわゆる van Gurp-Palmen プロット⁴⁾による検討を行った。直鎖状高分子の場合は、複素弾性率が擬平衡弾性率付近にかけて増加するにつれて位相角は90° から滑らかに低下していき、上に凸の曲線を示す。分岐を有する高分子は、直鎖状高分子のカーブよりも曲線が左に位置し、山を持つ滑らかではない曲線を示すことが実験的にも報告されている⁵⁾。試料1～3の van Gurp-Palmen プロットの結果を図5に示す。試料3は直鎖状の高分子構造が比較的維持されているものの、190℃以上の混練では曲線が左に移り、分子の直線性が少しずつ崩れ、長鎖分岐構造が形成されていることが示唆されている。230℃の高温では特に、分子鎖間の反応が著しく促進されるため、より顕著に分子構造が変化しているものと考えられる。

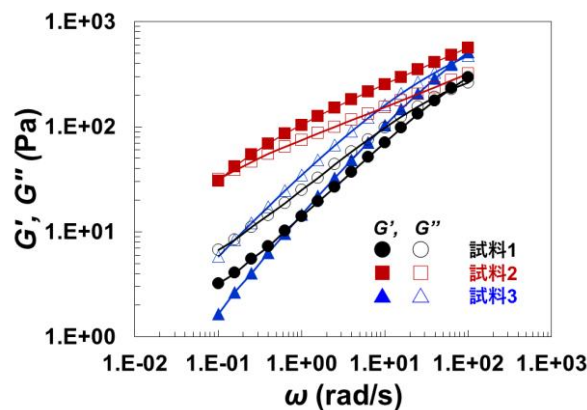


図4 動的粘弾性測定結果

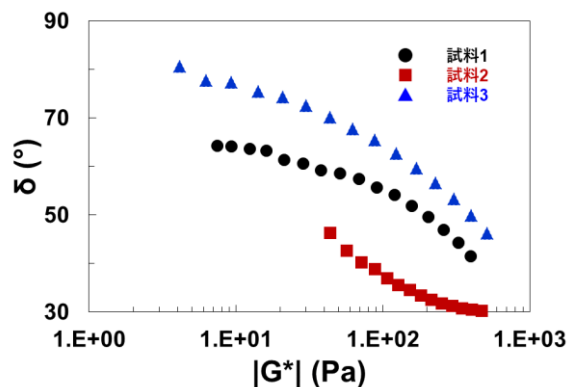


図5 van Gurp-Palmenプロット

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L-LDPEの機械的物性に及ぼす影響とその要

因について検討を行った。引張試験の結果から、熔融混練温度の上昇に伴い破断点応力が低下することが明らかになった。また、MFR値については、熔融混練温度が高くなるにつれて低下する傾向にあり、分子構造の大きな変化を示唆する結果が得られた。

この分子構造の変化について検討を行うため、高温GPC測定及び動的粘弾性測定を行った。これらの測定結果は、分岐や架橋による高分子量成分の存在を示唆するものであり、これらの分子構造の大幅な変化に伴い、引張特性の低下や熔融時の流動特性が変化したものと考えられる。

190℃における熔融混練においても僅かに分岐の形成が認められることから、化学的な劣化を抑制しながらマテリアルリサイクルを進めるには、さらに低温で再生を行うなどの対策や、酸化防止剤の添加が必要であると考えられる。

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>
- 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. 34，pp. 14-16 (2024)
- 4) M. Van Gurp, J. Palmen: Rheol. Bull., 67巻，
pp. 5-8 (1998)
- 5) D. J. Lohse et al.: Macromolecules, 35巻，pp.
3066-3075 (2002)

衛生管理導入による清酒中のオフフレーバー成分 4-ビニルグアヤコールの低減

富永 陽大*1 大場 孝宏*1 堺 早恵子*1

Reduction of 4-Vinylguayachol in Sake through Adoption of Sanitation Control

Akihiro Tominaga, Takahiro Oba and Saeko Sakai

4-ビニルグアヤコール（以下「4-VG」という）は、清酒において煙臭・薬品臭・香辛料臭と指摘されるオフフレーバーの一種である。4-VGは麴中に混入した微生物によって原料米由来のフェルラ酸から生成されるため、有効な対策は微生物の低減であり、製麴工程における手洗いの徹底やゴム手袋の着用等の衛生管理が重要とされている。本研究において、県内酒造会社から提供された衛生管理導入前後の清酒試料について4-VG分析を行った結果、導入前の4-VG含有量は検知閾値である52ppbを超える71ppbであったが導入後では検知閾値以下の46ppbとなっており、衛生管理の導入によって約35%低減したことが明らかになった。以上のことから、衛生管理導入による4-VG低減効果を数値的に明らかにすることができた。

1 はじめに

清酒において香りは品質に大きな影響を与えることが知られており、特に異臭と言われるオフフレーバーはわずかな含有量であっても品質を大きく低下させる。4-VGは煙臭・薬品臭・香辛料臭の原因となるオフフレーバーの一種であり、検知閾値が52ppbと微量であるため、清酒中の含有量がわずかであっても検知される。実際に、全国新酒鑑評会において例年数十点が「香辛料様・4-VG」の指摘を受けており、この指摘を受けた出品酒は総合評価が悪くなる傾向がある¹⁾。4-VGは原料米の細胞壁成分であるフェルラ酸の脱炭酸反応によって生成される。清酒酵母はフェルラ酸を4-VGに変換する酵素活性を有さない²⁾が、麴中にはこれらの酵素活性を有する細菌や清酒酵母以外の酵母が混入することがあり、これらの微生物がもろみに移行すると4-VGが生成されることが明らかになっている³⁾。そのため、4-VGの生成を防ぐには製麴工程における衛生管理による混入微生物の低減が重要とされている。

本県では、ある県内酒造会社が福岡国税局主催の令和5年酒類鑑評会出品酒に対する4-VGの指摘を受けて製麴工程に衛生管理を導入するように改善した事例があり、当該酒造会社から衛生管理の導入による4-VGの低減効果を数値的に明らかにしてほしいとい

う依頼があった。そこで、本研究ではまず4-VGの定量分析系を当所に確立することとした。次に、確立した分析系を用いて、衛生管理導入前後の清酒中の4-VGを分析し、衛生管理導入による4-VGの低減効果を数値的に明らかにすることを目的に取り組んだ。

2 研究、実験方法

2-1 試料

試料は、令和4年福岡県酒類鑑評会において4-VGの指摘を受けた出品酒（精米歩合60%の純米酒）及び県内酒造会社から提供された衛生管理導入前後の同一仕様の清酒（精米歩合50%の純米大吟醸酒）を用いた。

2-2 標準溶液の調製

標準原液（1mg/mL）は、4-VG（東京化成工業株式会社製）を秤量しエタノールで溶解して調製した。0.25～1.00mg/mLの検量線用標準溶液は、標準原液を20%エタノールで希釈して調製した。

2-3 4-VG分析条件

分析は、高速液体クロマトグラフAlliance e2695及び蛍光検出器2475（日本ウォーターズ株式会社製）、分離用カラム（YMC-Triart C18（株式会社ワイエムシイ製）4.6mm I.D.×25cm）を用いた逆相クロマトグラフィーで行った。溶離液としてA液：超純水，B液：アセトニトリルを用いたリニアグラジエントを行い、グラジエント条件は、0→2分：5% B液，2→32分：5→

*1 生物食品研究所

100% B液, 32→35分: 100% B液, 35→40分: 5% B液とした。注入量は20 μ L, 流速は0.4mL/min, カラム温度は37 $^{\circ}$ C, 検出波長は励起波長280nm, 蛍光波長320nmとした。

2-4 試料の濃縮条件

濃縮は, Sep-Pak C18 Plus Short Cartridge (日本ウォーターズ株式会社製) に試料20mLを通液後, 吸着された4-VGをアセトニトリル1mLで溶出し、分析用試料とした。

3 結果と考察

3-1 福岡県酒類鑑評会における4-VG指摘酒の分析

福岡県酒造組合主催の令和4年福岡県酒類鑑評会において4-VGの指摘を受けた出品酒1点について、4-VGの定量分析を行った。結果、試料中の4-VG含有量は検知閾値52ppbを超える56ppbであった。以上のことから、本研究で当所に確立した分析系は、官能評価で指摘を受けた出品酒に対して検知閾値以上の4-VGを検出できることが明らかとなった。

3-2 衛生管理導入による4-VG低減効果の数値化

確立した4-VGの定量分析系を用いて、4-VGの指摘を受けた県内酒造会社から提供された衛生管理導入前後の清酒試料を分析した。当該酒造会社では、製麹工程における手洗いの徹底や使いきり手袋(ニトリルゴム製)の着用、布類や器具等の洗浄による衛生管理を導入した。衛生管理導入前の試料の4-VG含有量は検知閾値を超える71ppbであったが、導入後の試料は検知閾値以下である46ppbとなっており、衛生管理の導入によって約35%低減したことがわかった(図1)。当該試料については、専門パネル3名による官能評価を行った結果、衛生管理導入後の試料は導入前の試料で感じられたオフフレーバーが低減され、よりクリアな吟醸香が認められた。以上のことから、衛生管理の導入による4-VGの低減効果を数値的に明らかにすることができた。

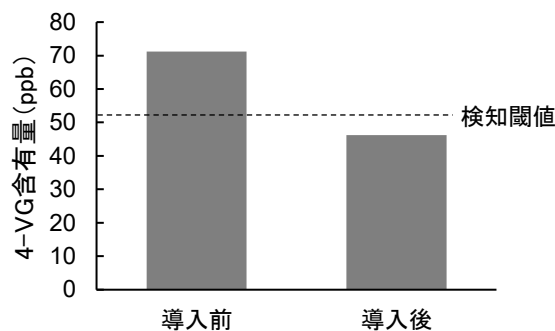


図1 衛生管理導入前後の試料中の4-VG含有量

4 まとめ

本研究によって、清酒中の4-VG対策として推奨されている衛生管理の導入が清酒の品質向上に有効であることを成分分析による数値化から明らかにできた。4-VGの生成を防ぐには麹1g中の細菌数を 10^6 CFU以下にする必要があり、そのためには製麹工程における入室時の手洗い・着替え・履物替えや布類・器具の洗浄殺菌といった衛生管理が重要であると報告されている³⁾。今後は、麹中の細菌数測定や本分析系を用いた4-VG分析による科学的知見に基づいた技術指導を行い、県産酒の品質向上に貢献したいと考えている。

5 参考文献

- 1) 磯谷 敦子, 神田 涼子, 飯塚 幸子, 藤井 力: 日本醸造協会誌, 111巻, 7号, pp.483-492 (2016)
- 2) 向井 伸彦, 岡田 明彦, 鈴木 昭紀, 高橋 利郎: 日本醸造協会誌, 93巻, 12号, pp.967-975 (1998)
- 3) 金桶 光起: 日本醸造協会誌, 109巻, 5号, pp.320-326 (2014)

清酒醸造技術を応用した香り豊かなクラフトビールの開発

片山 真之^{*1} 堺 早恵子^{*1} 山下 将輝^{*2}

Developing Aromatic Craft Beer Using Sake Brewing Techniques

Masayuki Katayama^{*1}, Saeko Sakai^{*1} and Masaki Yamashita^{*2}

近年、独自性・地域性を持たせたクラフトビール造りを目的に、清酒吟醸酵母を使用したクラフトビールの開発依頼が増加している。この開発を実現するためには、①ホップ香と吟醸香のバランスが取れた酵母育種、②クラフトビールの主原料である麦汁中のマルトースを清酒酵母が資化可能なグルコースへ変換する技術開発を行うことが課題であった。そこで、課題解決に取り組んだ結果、吟醸香を生成する酵母育種技術や酵素剤を使用した清酒醸造技術をクラフトビール醸造に応用することで、清酒酵母を使用した香り豊かなクラフトビールの開発に県内で初めて成功した。

1 はじめに

生物食品研究所では、新規清酒用酵母の育種や新規醸造技術の開発を通じて、県内清酒メーカーの事業化支援を行っている。一方、アルコール飲料業界では、清酒以外の市場であるクラフトビール市場が活況を呈している。令和5年度における全国のクラフトビール醸造所数は803場(県内では24場)であり、過去5年間で醸造所数は2倍以上増加している¹⁾。

そのような背景の中、県内ブルワリーである合同会社ギャランドゥ(以下、ギャランドゥ(令和元年から県内で個性豊かなクラフトビールを醸造))から、独自性・地域性を持たせたクラフトビール造りを目的に、福岡県オリジナルの清酒酵母(カブロン酸エチル高生産酵母)を使用したクラフトビールの開発依頼があった。しかし、①クラフトビール中に含まれるホップ由来の香気成分とバランスを取るため通常より吟醸香の生成に優れた酵母であることが必要、②一般的な清酒酵母はクラフトビールの主原料である麦汁を含むマルトースの資化能が低いためアルコール製成が困難、という課題が考えられた²⁾。そこで、本研究では、①および②の課題解決に取り組み、清酒酵母を使用したクラフトビールの開発を進めた。これにより県産酒類製品の多様化及び特徴づけに大きく寄与することが期待できる。

2 研究、実験方法

クラフトビールの開発については、図1に示す方法

で実施した。

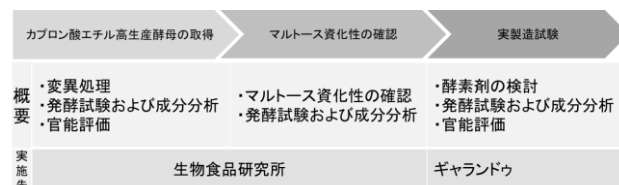


図1 本研究におけるクラフトビールの開発フロー

2-1 カブロン酸エチル高生産酵母の選抜

酵母の取得には地域性を考慮し、福岡県醸造試験所が保有する福岡県独自の酵母(K1-S)を親株とし、カブロン酸エチルを非常に多く生産する酵母(10ppm以上)の取得を目標とした。突然変異を誘導するEMS処理を行い、滅菌水により適宜希釈した後、セルレニン含有YMプレート(0.3%酵母エキス、0.3%麦芽エキス、0.5%ペプトン、1%グルコース、2%寒天、0.025%セルレニン)に塗布し、30℃、3日間培養を行った。生育してきた酵母をそれぞれ10mlのYM-10培地に一白金耳接種し、30℃で1週間静置培養後、上清についてガスクロマトグラフィーを用いて香気成分分析を行った。

次に、取得した酵母を用いて、総米300g、麴歩合20%、汲水歩合140%の清酒の小仕込試験を行った。麴米には乾燥麴(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。最高品温を13℃とし留添後21日目に遠心分離により上槽した。製成酒について香気成分分析を行い、カブロン酸エチルの生成能に優れた酵母を取得した。なお、対照

^{*1} 生物食品研究所

^{*2} 合同会社ギャランドゥ

試験として、一般的なカブロン酸エチル高生産酵母である明利酵母を使用した発酵試験を実施した。

2-2 酵母のマルトース資化性試験

選抜した酵母がマルトース資化性を有しているか確認を行うために、10mlのYM-10培地に一白金耳接種し30℃で2日間静置培養後、1Lの麦汁に酵母を植菌し30℃、7日間培養後、糖およびエタノールを高速液体クロマトグラフィーにより分析した。

2-3 クラフトビールの実製造試験

ギャランドゥにおいて、総仕込み量300Lのクラフトビール実製造試験を実施した(図2)。最高品温を20℃とし、10日間の発酵期間を経て製成酒とした。また、酵素剤(「アマノSD」(天野エンザイム(株)社製))を麦芽の糖化工程(60℃、1時間)および発酵工程(20℃、10日間)でそれぞれ5gずつ使用した。発酵中サンプルおよび製成酒について香気成分、糖・エタノール分析を行った。なお、対照試験として、ビール酵母(非公表)を使用した実製造試験を実施した。

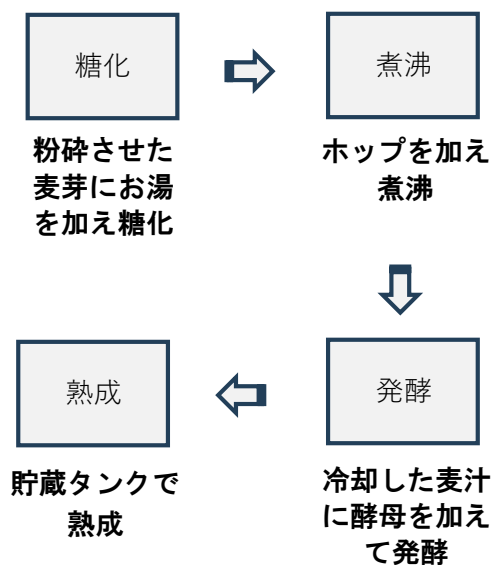


図2 今回のクラフトビールの製造工程

2-4 クラフトビールの成分分析

香気成分の分析は、ガスクロマトグラフィー(アジレント社製、使用カラム:DB-WAX)で行った。また糖・エタノール分析は、高速液体クロマトグラフィー(日本分光(株)社製、使用カラム:Aminex HPX-87H)で行った。

3 結果および考察

3-1 カブロン酸エチル高生産酵母の取得

K1-S酵母を変異処理して得られた約1000株の変異株を対象にカブロン酸エチル生産能を測定したところ、高生産株K1-S-ep13を取得することができた。さらに、清酒小仕込み試験において、K1-S-ep13酵母は一般的なカブロン酸エチル高生産酵母である明利酵母と比較して、カブロン酸エチルを2倍程度生成することが分かった(表1)。

表1 清酒小仕込み試験の香気成分およびエタノール濃度

酵母名	カブロン酸エチル (ppm)	エタノール (%)
K1-S-ep13	15.8	12.4
明利酵母	7.3	15.5

当所で行った清酒の官能試験において、K1-S-ep13酵母で製造した清酒は、「リンゴ様の香りに加えマンゴーやパイナップルなどのトロピカルな果実を連想させる香り」といった評価であった。カブロン酸エチルはリンゴ様の香りであることから、製成酒の特徴香は複数の香気成分が寄与している可能性が考えられた。今後は、GC/MS等を使用して詳細な香気成分の分析を行う予定である。

3-2 K1-S-ep13酵母のマルトース資化性

麦汁を用いてK1-S-ep13酵母の発酵試験を行った結果、グルコース濃度は未検出(N.D.)、マルトース濃度は5.4%、エタノール濃度は1.2%であった(表2)。初期麦汁のグルコース濃度は1.5%、マルトース濃度は6.0%、エタノール濃度は未検出(N.D.)であったことから、本酵母はマルトース資化性をほぼ有していないことが明らかとなった。

表2 麦汁発酵試験の糖およびエタノール濃度(%)

	グルコース	マルトース	エタノール
初期麦汁	1.5	6.0	N.D.
発酵後麦汁	N.D.	5.4	1.2

3-3 クラフトビールの実製造試験

K1-S-ep13酵母はマルトース資化性を有していないことから、麦汁中のマルトース（二糖）をグルコース（単糖）へ分解する必要があることが分かった。そこで、麦汁中のマルトースを清酒酵母が資化可能なグルコースへ分解する方法として、清酒の製造現場で使用される酵素剤の添加に着目し、K1-S-ep13酵母と酵素剤を用いたクラフトビールの実製造試験を実施することとした。

その結果、醸造中のグルコースおよびマルトース濃度は、発酵経過とともに減少し、発酵10日目にはクラフトビール中にほぼ含まれなくなった(図3)。また、本酵母は、ビール酵母と比較して同程度の発酵性を有していた(図4)。さらに、本酵母はビール酵母ではほぼ生成されないカプロン酸エチルを約30ppmと非常に高い濃度で生成していた(表3)。当所およびギャランドゥで実施したクラフトビールの官能試験では、「吟醸香や熟した果実香の複合的な香り」といった評価であったことから、本酵母を使用することで清酒の香りを活かしたクラフトビールの醸造が可能となった。

K1-S-ep13 を使用したクラフトビール実製造試験において、グルコース濃度が発酵4日目まで上昇していた。これは、糖化工程で酵素剤の作用により分解されなかったマルトースが、発酵工程でグルコースへ分解されていることが示唆された。また、本酵母のカプロン酸エチル生成能は、清酒製造条件下よりもクラフトビール製造条件下の方が高かった。この要因については調査中であるが、ビール原料の一部が脂肪酸合成経路を活性化している可能性や、本酵母がクラフトビールの発酵温度(20℃)においてカプロン酸エチルを高生産しやすい特徴を有している可能性が考えられた。

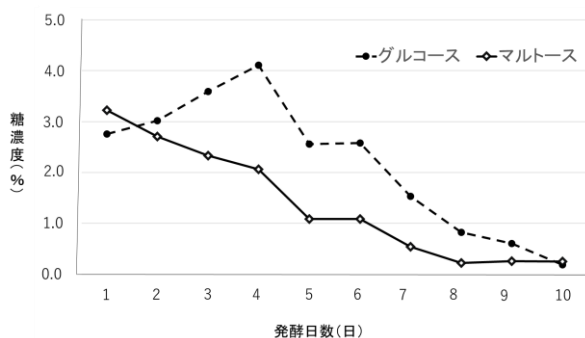


図3 K1-S-ep13 を使用したクラフトビールの糖濃度

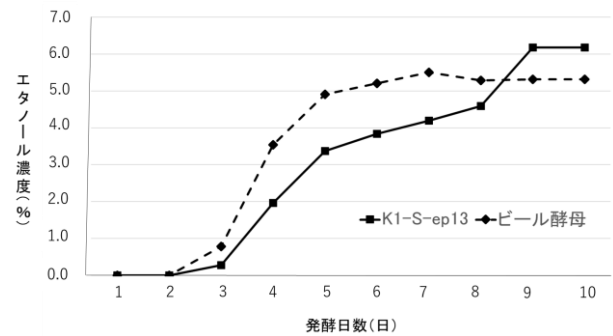


図4 製造したクラフトビールのエタノール濃度

表3 クラフトビールの香気成分濃度 (ppm)

使用酵母	カプロン酸	酢酸イソ	イソアミル
	エチル	アミル	アルコール
K1-S-ep13	33.2	3.7	80.2
ビール酵母	1.0	1.0	121.2

4 まとめ

本開発では、①吟醸香を生成する酵母育種技術、②清酒製造現場で使用される酵素剤を糖化工程だけでなく発酵工程にも使用することで、清酒酵母を使用したクラフトビールの製品化に県内で初めて成功した。清酒醸造技術を応用した新規製造方法は、これまでビール製造に清酒酵母を使用した際に生じる発酵性低下やホップ香と吟醸香のバランスが低下する課題を解決するものである。従来の顧客からは、「清酒の様な甘い香りがあってとてもフルーティ」という評価があり、清酒酵母の特徴を活かした酒質となった。今後は、開発した技術を県内のブルワリーに広く普及し、特徴あるクラフトビールの製造支援に役立てる予定である。

5 参考文献

- きた産業：クラフトビール全国醸造所リスト，きた産業株式会社（2024）（オンライン）
<https://kitasangyo.com/beer/MAP.html>
（参照2025-3-25）
- 渡部 貴志ら：群馬県立産業技術センター研究報告 令和2年度(2020)，pp. 29-33（2020）
- 岸本 徹：J. Japan Association on Odor Environment, Vol. 44, No. 1, pp. 13-20（2013）

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 ーネコと使う収納家具の開発ー

楠本 幸裕*1 富永 由佳*1 青木 幹太*2 横田 圭蔵*3 溝口 瑛*4

Development of Storage Furniture for Using with Cats and Owners

Yukihiro Kusumoto, Yuka Tominaga, Kanta Aoki, Keizou Yokota and You Mizoguchi

有限会社ヨコタウッドワークは大川唯一の机専門メーカーとして 60 年以上、木製机の製造を続け、近年では「多機能」に注力した製品を製造している。同社は、コロナ禍を機に在宅勤務が浸透したことで自宅でペットと過ごす時間が増えた飼い主に、ペットとの時間をより楽しめる家具に対するニーズがあると感じた。そこで、人とペットとが共に使用できる家具の商品化を目指し「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、「住宅のリビングで使用」、「あつと驚く機能性を持った家具」というコンセプトを構築し、スタジオ・ヨーがデザインを担った収納棚「Koban Shelf」を開発・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）における有限会社ヨコタウッドワーク（以下、「ヨコタ」という）による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）」¹⁾内の「1 はじめに」と「2 方法」を参照していただきたい。また、本事業においてヨコタによる製品開発に関わった製品開発グループ及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 ・有限会社ヨコタウッドワーク ・インテリア研究所	・スタジオ・ヨー

2 事業の取り組み内容

2-1 製品開発の目的

ヨコタは、大川唯一の机専門メーカーとして、創業者である先々代から机を追求し、低～高価格帯まで幅広い製品を生産し続けている、従業員 10 名（事業

参加当時）の企業である。現代表となってからは、折りたたみ等の機能性に特徴がある机の開発にも取り組んでいる（写真 1）。



写真 1 主力製品例(左)と機能性が特徴の製品例(右)

コロナ禍に伴い、在宅勤務など自宅で過ごす時間が増えペット及びペットインテリアへの需要が増加していると考えたヨコタは、独自にペットインテリア商品を展開した。しかし、既存のペットインテリアはペットだけが使うもので、飼い主はそれを眺めるだけであることに気づき、飼い主がペットと一緒に使うことでその距離を縮め、かつ狭小空間を有効に使うことができるペットインテリアを新たに開発したいと考えていた。更に、これまで自社の製品は全て代表を務める横田によるデザインであるため、デザインに偏りが生じていた(図 1)。そこで本事業に参加し、外部デザイナーによるデザインを取り入れた商品開発を行うこととなった。

*1 インテリア研究所

*2 九州産業大学

*3 有限会社ヨコタウッドワーク

*4 スタジオ・ヨー



図1 横田自身の考案によるペットインテリア

2-2 製品コンセプトの構築とデザイン事業者の選定

本事業における製品コンセプトの構築はヨコタが中心となり、適宜、製品開発グループがフォローをする体制で行った。まずはヨコタの企業分析のために、インテリア研究所独自のフレームワークを実施し、ヨコタの「技術」「強み」「特徴」等を整理した（内部分析）。次に本事業で開発する商品に関して、同様にフレームワークによる分析・整理した（外部分析）。その結果、「住宅のリビングで使用」、「人とネコがそれぞれの目的で一緒に使える」「あっと驚く機能性を持った家具」という製品コンセプトが構築された。

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（図2）。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。

（基本コンセプト）

・人（飼い主・家族）とペット（ネコ）とが一緒に使える家具

→ 家具としての機能を備えた上で、飼いネコが遊びに来て、それを飼い主が眺められる工夫
→ 本格的なイス以外。机、棚、TV台、キャビネット、踏み台等（簡易的な腰掛は可）

・シンプルな形、あっと驚く機能性を備えた家具

（デザイン仕様書の主な仕様）

- ・自宅のリビングでの使用を想定
- ・素材は木製がベース。国産のスギ・ヒノキが望ましい（外材も不可ではない）
- ・自社デザインから脱却した斬新なデザイン

図2 仕様書の概要

公募に対し、5件寄せられたデザイン提案の中から、ヨコタで生産可能、ネコが水平・垂直どちらの動きも可能、ネコの興味を掻き立てる工夫が特徴（後述）、であるスタジオ・ヨー（福岡県）が提案した「Koban Shelf」（図3）が採択された。



図3 採択された「Koban Shelf」

2-3 デザインの具現化(製品の製作)

製品開発グループとスタジオ・ヨーは、「Koban Shelf」開発において、以下2点の課題を解決し具現化した。

① スムーズな回転を実現する金具

「Koban Shelf」は、小判状の仕切り板がネコに触れて回転することで、ネコの興味を掻き立てる点が特徴である。そのため回転時には余韻が残る程度のスムーズな動きが必要であった。家具においてこのような仕掛けは無く、スムーズな回転を実現する回転金具を新たに開発する必要があった。そこでヨコタが、それぞれ別用途の既存の金具（ピン・受け）の組み合わせによる独自の回転金具の開発に着手し、試作を重ねてスムーズな回転を実現する回転金具を開発した。

② 剛性の向上

「Koban Shelf」は“透け感”を重視したデザインとなっており、開口部が多く設けられているため、剛性不足が懸念された。そこで最初の試作前の段階から、“透け感”を損なわない程度の剛性向上のためのデザイン修正を行ったうえで試作を開始した。その後もインテリア研究所によるCAE解析や簡易補強による検証結果に基づく、デザイン修正と試作を経て、最終デザインを決定した。

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



写真 2 完成した「Koban Shelf」

「Koban Shelf」は意匠権の保護を目的として、ヨコタと福岡県の共同で全体意匠を出願・登録された²⁾。

3 まとめ

ヨコタは本事業へ参加し、製品開発グループの協力を得て、「あっと驚く機能性を備え、ネコと飼い主がそれぞれの目的で一緒に使える家具」という製品コンセプトを構築した。更に、そのコンセプトに基づくデザインをスタジオ・ヨーが担当することで、「Koban Shelf」を製品化した。

事業終了後、ヨコタは大川市で行われる家具展示会に「Koban Shelf」を出品し、プロモーション活動を積極的に行っている。

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，No. 30，pp. 21-24（2020）
- 2) 意匠登録 第1795292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 ー読書という趣味に特化したサイドテーブルの開発ー

隈本 あゆみ^{*1} 楠本 幸裕^{*1} 青木 幹太^{*2} 田中 克典^{*3} 溝口 瑛^{*4}

Development of a Side Table which Specialized for the Reading Hobby

Ayumi Kumamoto, Yukihiro Kusumoto, Kanta Aoki, Katsunori Tanaka and You Mizoguchi

一龍木工有限会社は、宿泊施設や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。企業からの委託に基づき製作される家具の売り上げ比率が 96 %と高く、外的要因の影響を受けやすいため、自社ブランド製品の売り上げ比率を向上する目的をもって「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、「読書」に特化し、「読書」における困りごとやモヤモヤを解決する、テーブルなどの小型家具、というコンセプトを構築し、スタジオ・ヨーがデザインを担ったサイドテーブル「BOOKMARKER」を開発・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）における一龍木工有限会社（以下、「一龍木工」という）による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）」¹⁾内の「1 はじめに」と「2 方法」を参照していただきたい。また、本事業において一龍木工による製品開発に関わった製品開発グループ及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 ・一龍木工有限会社 ・インテリア研究所	・スタジオ・ヨー

2 事業の取り組み内容

2-1 製品開発の目的

一龍木工は宿泊施設や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、従業員 5 名（事業参加当時）の企業である。B to B（企業間取引）の売り

上げ比率が 96 %と高く、外的要因の影響を受けやすいため、影響を受けにくい自社ブランド製品の売り上げ比率を上げる必要性を感じていた。既存の自社ブランド「Kifto(キフト)」(写真 1) はキッズ市場に向けたブランドであり、一定の売り上げはあるものの、大人に向けた第二の自社ブランドの立ち上げを望んでいた。そこで、本事業に参加し、新ブランド第一弾となる商品の開発を行うこととなった。



写真 1 キッズ市場向けの自社ブランド「Kifto」製品

2-2 製品コンセプトの構築とデザイン事業者の選定

本事業における製品コンセプトの構築は一龍木工が中心となり、適宜、製品開発グループがフォローをする体制で行った。一龍木工は当初、日本の伝統的な木工技法である継ぎ手²⁾を使い、自社の技術力をアピールするブランドを立ち上げようと考えていた。しかしながら、市場調査を行う中で技術力をアピールするコンセプトだけでは競合に打ち勝つことができないことが分かった。そこで、新たに立ち上げるブランドでは一龍木工の技術力を使い「趣味」にフォーカスした小型家具への展開を目指し、本事業においては「趣味」

*1 インテリア研究所
*2 九州産業大学
*3 一龍木工有限会社
*4 スタジオ・ヨー

の中でも市場規模が大きい「読書」に特化した製品を開発する、という製品コンセプトを構築した。

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（図 1）。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。

（基本コンセプト）

- ・「読書」を日常的に行う人が抱えている困りごとやモヤモヤを特定しそれを解決する「小型家具」
→小型の家具であれば、種類は問わない
小型家具の例）スツール、座椅子、小型のテーブル、本を運ぶためのワゴン、小型の本棚など
- ・愛着をもって長く使用できる、シンプルでミニマムな外観であること

（デザイン仕様書の主な仕様）

- ・華美でない、スタンダードになり得るデザイン
- ・機能性とインテリア性のバランスが取れた、暮らしに馴染むデザイン
- ・おおよそ 600mm 四方に収まるサイズを想定例として、女性がひとりで楽々と運び、設置できるサイズ感
- ・主材には「ヒノキ柾目（国産）」を使用する

図 1 仕様書の概要

開発グループによる議論を重ね、“脇役としてユーザーに寄り添う、「読書」を極める小型家具のデザイン”という開発する製品のテーマを構築し、これに基づきデザイン事業者を全国から募集した。

公募に対し、8 社から 9 件寄せられたデザイン提案の中から、最もコンセプトに沿い、安定性も高い、スタジオ・ヨー（福岡県）の提案によるサイドテーブル「BOOKMARKER」（図 2）が審査委員会によって採択された。

2-3 デザインの具現化(製品の製作)

製品開発グループとスタジオ・ヨーは、「BOOKMARKER」開発において、以下 2 点の課題を解決し具現化した。

①製品コンセプトの実現

スタジオ・ヨーが提案した「BOOKMARKER」は 1 枚

の板から各部材を余すことなく切り出す点がポイントであった。しかし、提案当初のサイズでは NC ルーターでの加工上、必要な切削幅が考慮されていなかった。そこで、天板を含めたサイズ調整を行い、審美性を備えながら 1 枚の板から切り出しできるように修正を行った。

②安定性の向上

「BOOKMARKER」は提案当初、上端から下端まで同じ幅であった。しかし、一龍木工が製作したモックアップ（写真 2）により、天板に物を置いた時の安定性が不足しているという課題が見つかった。そこで、安定性を向上する目的で下部の幅を広げ台形状とするデザイン変更を行った。その結果、安定性を向上できたことが確認された。



図 2 採択された「BOOKMARKER」



写真 2 一龍木工が作成したモックアップ

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

「BOOKMARKER」は意匠権の保護を目的として、一龍木工と福岡県の共同で全体意匠を出願・登録された³⁾。

3 まとめ

一龍木工は本事業へ参加し、製品開発グループの協

力を得て、読書という趣味に特化したサイドテーブルという製品コンセプトを構築した。更にそのコンセプトに基づくデザインをスタジオ・ヨーが担当することで、「BOOKMARKER」を製品化した。

事業終了後、一龍木工はスタジオ・ヨーとパッケージの製作や製品ホームページの立ち上げ等、プロモーションに関わる取り組みを行い、2025年6月10日に製品販売に至った。今後はBtoBをメインに、販売を展開していく予定である。



写真3 完成した「BOOKMARKER」

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，No. 30，pp. 21-24（2020）
- 2) 鳥海 義之助：図解木工の継手と仕口，理工学社（1980）
- 3) 意匠登録 第1795955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 ーノックダウンキッズデスク・チェアの開発ー

隈本 あゆみ*1 富永 由佳*1 青木 幹太*2 福山 直樹*3 田中 孝*4

Development of Kids' Desks and Chairs with Knock-down Style

Ayumi Kumamoto, Yuka Tominaga, Kanta Aoki, Naoki Fukuyama and Takashi Tanaka

福山木工株式会社は、無垢材を使用したダイニングテーブルやテレビボードなどの製造・販売を行っている企業である。数年前から、ららぽーと福岡「おもちゃ美術館」における販売を開始したが、子供向けの高品質な家具を求めるニーズに対応できていなかった。そこで、自社製品の特徴である無垢材を使用した子供用家具の開発を目指して「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、組み立て易く持ち帰りしやすい、木の質感を生かした温かみのあるキッズデスク・チェアというコンセプトを構築し、有限会社 TOMORROW がデザインを担ったノックダウン式の「キッズデスク・チェア」を開発・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）における福山木工株式会社（以下、「福山木工」という）による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）」¹⁾内の「1 はじめに」と「2 方法」を参照していただきたい。また、本事業において福山木工による製品開発に関わった製品開発グループ及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 ・福山木工株式会社 ・インテリア研究所	・有限会社 TOMORROW

2 事業の取り組み内容

2-1 製品開発の目的

福山木工は、無垢材を使用したダイニングテーブルやテレビボード（写真 1）などの製造・販売を行っている、従業員 11 名（事業参加当時）の企業である。

創業 100 年の間に培った高品質で確かな木工技術を有するものの、知名度の低さが課題であった。その折、ららぽーと福岡「おもちゃ美術館」（以下、「おもちゃ美術館」という）に出店したことで問い合わせが増え、その宣伝効果を実感すると同時に、子供用の家具を求める声が多いことを認識した。しかし、福山木工は子供用家具の開発ノウハウを保有していないため、本事業に参加し、おもちゃ美術館で販売する子供用家具の開発を行うこととなった。



写真 1 福山木工の既存製品

2-2 製品コンセプトの構築とデザイン事業者の選定

本事業における製品コンセプトの構築は福山木工が中心となり、適宜、製品開発グループがフォローをする体制で行った。福山木工は、おもちゃ美術館に出店している強みを活かし、来店者へのヒアリングを実施した。その結果、来店者の多くは公共交通機関を利用していること、未就学児へ贈る高品質な家具を求めていることが分かった。そこで、開発する子供用家具は、持ち帰ることが容易にできるコンパクトな組み立

*1 インテリア研究所

*2 九州産業大学

*3 福山木工株式会社

*4 有限会社TOMORROW

て式で、無垢材の良さを感じる製品、という製品コンセプトを構築した。

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（図 1）。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。

（基本コンセプト）

- ・ 無垢材を使用した高品質な未就学児用の「デスク」と「チェア」
- ・ 子供が愛着を持って長く使い続け、子供自身にとって大切なものになる子供用家具
- ・ 就学前の子供（1歳～6歳）が、座って絵本を読んだりお絵描きをしたりする際に使用できるもの
- ・ 持ち帰りやすい、パッケージングも踏まえたデザイン

（デザイン仕様書の主な仕様）

- ・ 北欧テイストの部屋に合うシンプルで柔らかに愛らしさを感じるデザイン
- ・ 無垢材
- ・ 樹種は、ウォールナット、ホワイトオーク、ブラックチェリー、ホワイトアッシュ、センダン
- ・ かわいいパッケージで、電車などでも簡単に持ち帰ることができ、自宅で簡単に組み立てられる

図 1 仕様書の概要

開発グループで議論を重ね、“組み立て易く持ち帰りしやすい、木の質感を生かした温かみのあるキッズデスク・チェア”という開発する製品のテーマを構築し、これに基づきデザイン事業者を全国から募集した。

公募に対し、5件寄せられたデザイン提案の中から、最もイメージと合致し、かつ所在地が近い有限会社 TOMORROW（福岡県）（以下、「TOMORROW」という）の「キッズデスク・チェア」（図 2）が審査委員会によって採択された。

2-3 デザインの具現化(製品の製作)

製品開発グループとTOMORROWは、「キッズデスク・チェア」開発において、以下2点の課題を解決し具現化した。

①子供の使用に耐えられる強度の実現

提案時の「キッズデスク・チェア」は組み立て解体可能な収納家具用の金具を使用予定であったが、強度面に不安があった。そこで、十分な強度を確保できる大きな金具に仕様を変更し、加えて金具が目立たないように接続位置を考慮したデザイン変更を行った。

②容易に組み立てが可能となる工夫

「キッズデスク・チェア」は購入者自身が組み立てる製品形態である。そこでパーツは共通形状とし、部材同士を正しい方向で組めるよう溝を入れる等の工夫を行った。

以上、2点の課題を解決し、「キッズデスク・チェア」の製品化に至った（写真 2）。



図 2 採択された「キッズデスク・チェア」



写真 2 製品化した「キッズデスク・チェア」

製品化の目処が付いた段階で、TOMORROWによるパッケージの提案を受け、製作した（図 3）。

完成した製品は意匠権の保護を目的として、福山木工と福岡県の共同で、デスクは部分意匠を、チェアは全体意匠を出願・登録された²⁾。

3 まとめ

福山木工は本事業へ参加し、製品開発グループの協力を得て、ロックダウン式のキッズデスク・チェアという製品コンセプトを構築した。更にそのコンセプトに基づくデザインをTOMORROWが担当することで、「キッズデスク・チェア」を製品化した。

事業終了後、福山木工は「キッズデスク・チェア」
をおもちゃ美術館において販売している。



図3 パッケージのイメージ

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，No. 30，pp. 21-24（2020）
- 2) 意匠登録 第1796633号，第1796634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（第2報）

羽野 泰史*¹ 岡村 博幸*¹ 古賀 賢一*¹ 行田 那奈*¹

Development of Highly Designed Fire Protection Materials Against the Restriction of Building Interior Finishing (Ⅱ)

Yasushi Hano, Hiroyuki Okamura, Kenichi Koga and Nana Yukita

前報に続き、防火材料認定基準を満たす防火材料の最適構成を迅速に判断できる環境を構築するため、防火材料の構成材料毎の発熱性データベースを拡充した。今年度は、高級ホテル等から強い要望がある壁紙として使用できる伝統工芸品を対象に、発熱量のデータを取得した。その結果、福岡県の伝統工芸品である「筑後織」および「八女和紙」を表面材とした防火材料についても精度良く予測できるデータベースを作成することができ、防火材料の基準を満たせることが判明した。本発熱性データベースを用いることにより、防火材料の大臣認定を取得していなかったため、建築分野への参入機会をこれまで損失していた伝統工芸品等に対し、防火材料基準を満たせるような構成を予測することによる、迅速な開発支援が可能となることを確認した。

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おり、特別感のある内装材として地域に根差した伝統工芸品を使用した壁紙等の内装材の需要が高い。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」により施工することが建築基準法の中で規定されている。

「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、不燃性能に関して政令が定める技術的基準に適合し、国土交通大臣の定める材料または、国土交通大臣の認定を受けた材料を使用する必要がある。国土交通大臣の認定を取得するためには、①燃焼しないもの（コーンカロリメータによる発熱性試験で総発熱量が 8.0 MJ/m^2 以下、最高発熱速度が 10 秒以上継続して 200 kW/m^2 を超えない）、②防火上有害な変形、融解、き裂その他の損傷を生じないもの、③避難上有害な煙又はガスを発生しないもの、という3点を満たすような製品仕様を検討・開発しなければならない。

前報¹⁾では、塗料7種、接着剤7種、表面材6種、裏打ち材3種に対して、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の予測値を算出する発熱性データベースを作成した。その発熱性データベースを使用し、素材毎にデータを取得した下地材のデータと合わせることで、開発する防火材料の総発熱量が予測可能となった。

そこで本報告では、開発した発熱性データベースの展開として、ホテル等の内装材として需要が高い福岡県の伝統工芸品である「筑後織」および「八女和紙」の発熱性データの取得および開発支援を実施した。

2 実験方法

2-1 供試材料

表1に試験に供した材料を示す。

表1 供試材料の目付量・坪量 (g/m^2)

表面材No.	筑後織 (染織が異なる)	八女和紙 (染織有り)	八女和紙 (染織無し)
1	109	68	14
2	117	95	45
3	127	104	93
4	138	143	
5	139		
6	146		
7	159		
8	252		
9	253		
10	301		

2-2 コーンカロリメータによる発熱性試験

発熱性試験は、 $100 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ 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メータ

*1 インテリア研究所

C4により、国土交通大臣が指定する性能評価機関の耐火性能試験・評価業務方法書²⁾に準じて行った。なお、前報のとおり、表面材部分の発熱性データベース構築時は難燃材の基準時間である5分以内に表面試験が燃え尽きてしまうため、燃焼時間を5分間とした。基材と表面材を合わせた防火材料として評価する時は、燃焼時間を20分間とした。

2-3 発熱性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る発熱量の結果から、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の予測値を算出するデータベースを構築した。

3 結果と考察

3-1 筑後織の発熱性試験

図1に試験に供した筑後織10種の目付重量と総発熱量の関係を示す。染織の種類に依らず、供試された材料において重量と総発熱量に高い正の相関が確認され、重量から総発熱量が予測可能であることが示された。

3-2 八女和紙の発熱性試験

図2に試験に供した八女和紙7種の坪量と総発熱量の関係を示す。染色の有無に関わらず、供試材料において重量と総発熱量に高い正の相関が確認された。これは、染色に使用される染料の添加量は和紙に対して相対的に極微量であることから、総発熱量への寄与が僅かであったためと推測される。

3-3 伝統工芸品を表面材とした防火材料開発

今回作成した筑後織と八女和紙の発熱性データベースと既存の発熱性データベースを組み合わせ、伝統工芸品を表面材とした防火材料の構成仕様について新規構成の提案を実施した。

図3に発熱性データベースによって算出した予測値と、実際に作成した試験体をコーンカロリメータで評価した20分間における総発熱量の測定値を示す。

筑後織および八女和紙を表面材とした防火材料の燃焼時間20分間における総発熱量は、発熱性データベースから予測された値と比較してそれぞれ0.3 MJ/m²の差であり、発熱性データベースを活用することによって防火材料の構成から総発熱量を精度良く予測できる

ことが確認された。

また、提案した防火材料の総発熱量は、判定基準となる8.0 MJ/m²よりも顕著に低いため、表面改質のための塗装処理や基材を安価なものに変更する等の構成仕様変更柔軟に対応できる余裕があることを確認できた。

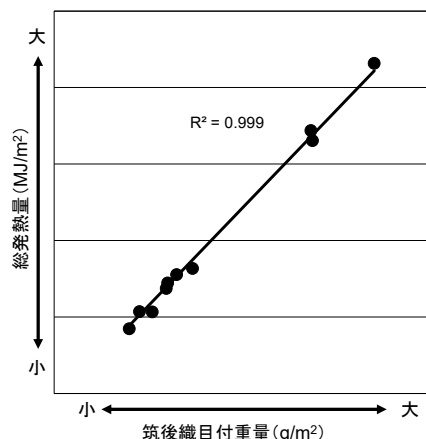


図1 筑後織目付量と総発熱量との関係

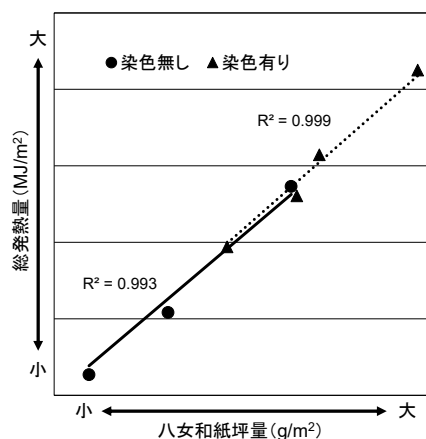


図2 八女和紙坪量と総発熱量との関係

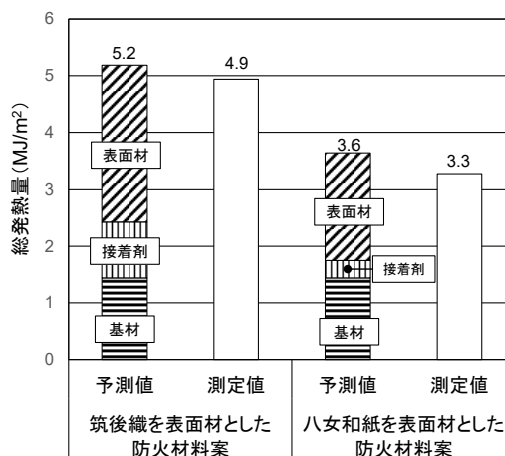


図3 20分間における総発熱量の予測値と測定値

4 まとめ

防火材料認定基準を満たす最適構成を迅速に判断できる防火材料の発熱性データベースの開発を目指し、福岡県の伝統工芸品である「筑後織」および「八女和紙」を対象に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高い正の相関が確認され、筑後織や八女和紙では染料の種類や有無に関わらず総発熱量を予測可能であることが示された。さらに、筑後織および八女和紙の発熱性データベースを用いて実際に防火材料の構成における総発熱量を予測可能か検証した結果、発熱性データベースから予測された値と実際の測定値を比較すると、それぞれ0.3 MJ/m²の差であり、伝統工芸品を表面材とする防火材料の構成予測が可能であることを確認した。今後はさらなる発熱性データベースの拡充と発熱性データベースを活用した防火材料の開発支援を進めて行く。

5 参考文献

- 1) 羽野 泰史, 岡村 博幸, 古賀 賢一: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 34, pp. 45-48 (2024)
- 2) (財) 建材試験センター: 防耐火性能試験・評価業務方法書

スクラッチ試験機を用いためっき膜の密着性評価法の検討

奥田 龍之介^{*1}

Study on Adhesion Evaluation Method for Plating Film Using Scratch Tester

Ryunosuke Okuda

近年、素材の多機能化、軽量化が一段と求められており、複合めっき、樹脂めっきや軽金属へのめっきなど、高度な技術を要するめっきの需要が増加している。これらの高度なめっきは従来と比較して剥離しやすい傾向にあり、その密着性の評価法が重要となっている。本研究では、めっき膜の密着性評価にスクラッチ試験を適用するために検討を行うことを目的とする。市販のめっき試験片にダイヤモンド圧子による連続荷重を加え、剥離地点から臨界荷重を求めて評価したところ、特に垂直荷重変化量が臨界荷重に大きく影響を及ぼすことが明らかとなった。

1 はじめに

めっき膜と基材の間の密着性は製品の優劣を決定づける極めて重要な要素であり、要求される性能はますます厳しくなっている。とりわけ、近年は素材の多機能化、軽量化が一段と求められており、複合めっき、樹脂めっきや軽金属へのめっきなど、高度な技術を要するめっきの需要が増加している。これらの高度なめっきは従来と比較して剥離しやすい傾向にあり、その密着性の評価法が重要となっている。めっきの密着性の評価法は、やすり試験や熱衝撃試験、テープ剥離試験、はんだ付け試験（引張試験）など、多岐にわたっている¹⁾。しかし、評価法ごとに適用できるめっきが限定されており、多くは定量性に乏しい。スクラッチ試験は、主にダイヤモンドからなる硬質の圧子を膜の上から基板に向かって荷重を次第に負荷しながら移動させ、膜が剥離する臨界荷重 F_c (N)を求める手法である。スクラッチ試験は膜の密着性を定量できる評価法の一つである。臨界荷重の算出方法には、圧子に付帯する音響センサーを用いて膜破断時の音響を基に求める方法²⁾、摩擦係数の変化から求める方法³⁾、内蔵されるカメラにより得られたパノラマ画像から剥離位置を求め、臨界荷重を算出する方法⁴⁾の主に3通りが用いられている。音響センサーは硬質コーティング膜の剥離の判定に有効と考えられるが、それをめっき膜に適用した場合に膜破断時の音響を検出できるかどうかは明らかになっていないという課題がある。スクラッチ試験に専用の装置が必要であることからめっき膜への適用例は少なく、JIS等の規格に定められていないが、微小領域や細長い領域、曲面や凹凸面に成膜され

た膜の密着性評価法としては、唯一とっていい評価法である。本研究ではめっき膜にスクラッチ試験を適用するための検討を行うことを目的とする。

2 実験方法

2-1 供試試料

試験片は0.3(μm)厚3価有色クロメート/17(μm)厚Znめっき/1(mm)厚Fe板を用いた。

2-2 スクラッチ試験

スクラッチ試験はアントンパール製RST3を使用し、円錐形で先端径200(μm)、先端角度120度のダイヤモンド圧子を用いて行った(図1)。図2に示す1辺が25(mm)の真鍮製立方体の試料台を装置のバイスに固定し、試験片を試料台に複数のネジで固定した。連続荷重を加える本測定前後に、それぞれ1(N)の一定垂直荷重によるプレスキャンとポストスキャンを行うことで、スクラッチ痕の塑性変形量である残存深さ R_d (μm)を求めた。最小荷重は1(N)に固定しており、最大荷重との差を垂直荷重変化量 ΔF (N)と定義した。引っ掻き速度 v ($\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$)は水平方向の移動速度である。

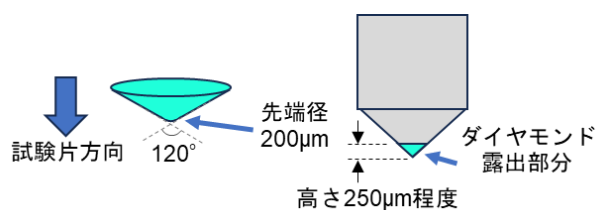


図1 使用したダイヤモンド圧子の模式図

^{*1} 機械電子研究所

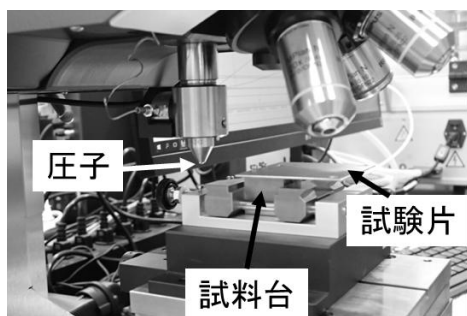


図2 試験片の固定方法

スクラッチ試験は直線的な連続荷重変化のもと、水平方向に等速直線運動で行うので、試験条件について式(1)が成り立つ。

$$\Delta F/W = L/v \quad \dots \dots \dots (1)$$

ΔF : 垂直荷重変化量, W : 負荷速度, L : スクラッチ距離, v : スクラッチ速度である。式(1)により, 3条件が決まれば残りの1条件が決定される。本検討ではスクラッチ距離が約5(mm)となるように他の条件を設定した。スクラッチ条件は表1に示す条件で行った。

表1 スクラッチ条件

条件番号	終了荷重 $F_e(N)$	垂直荷重変化量 $\Delta F(N)$	負荷速度 $W(N \min^{-1})$	引っ掻き速度 $v(mm \min^{-1})$	引っ掻き距離 $L(mm)$
1	50	49	50	5	4.90
2	50	49	100	10	4.90
3	75	74	75	5	4.93
4	100	99	50	2.5	4.95
5	100	99	100	5	4.95
6	100	99	200	10	4.95
7	150	149	150	5	4.97
8	200	199	100	2.5	4.97
9	200	199	200	5	4.97

3 結果と考察

図3に各条件での残存深さを示す。垂直荷重に対する残存深さは条件1, 3~9でほぼ同じであり, 他の条件に大きく依存しないことがわかる。条件2では他と異なり30(N)以下で残存深さが浅い傾向が見られた。条件2では引っ掻き速度が速く, かつ, 最大荷重も小さいため, 圧子がめっき膜に侵入して切削できず, 表面を滑っていた可能性がある。

図4に, 摩擦係数の変化を示す。摩擦係数は物性値

であり, 圧子がめっき層から基板に到達したときに値あるいは傾きが変わることが予想されたが, 実際には連続的に傾きが変わるなどらかな曲線となっていた。変曲点を一意に定め臨界荷重を求めることは困難であるが, グラフの形状に着目すると条件によらずほぼ重なるため, 解析できれば臨界荷重を安定して求められる可能性があることがわかった。

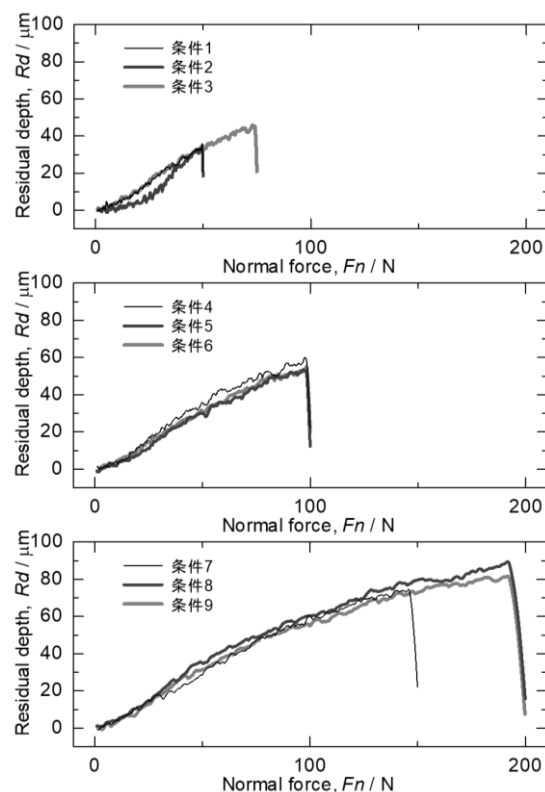


図3 スクラッチ条件ごとの垂直荷重に対する残存深さ, (a)条件1~3, (b)条件4~6, (c)条件7~9

図5に圧子に付帯する音響センサーから得られた値を示す。これは, 硬質膜では膜が破断したときの音を拾うことが知られており⁵⁾, 臨界荷重を求める指標の一つとなりうる。条件1, 3, 4, 6~8では20~30(N)の位置にピークがあるが, 他の試験片では大幅に位置がずれ, 条件5では目立ったピークが現れないという結果が得られた。このことから, めっきのように塑性変形する可能性のある金属皮膜をスクラッチ試験する場合は, 明確な破断音が現れない可能性があり, N数を増やして音響ピークが観察されたデータのみを平均化するなどの工夫が必要であることが明らかとなった。

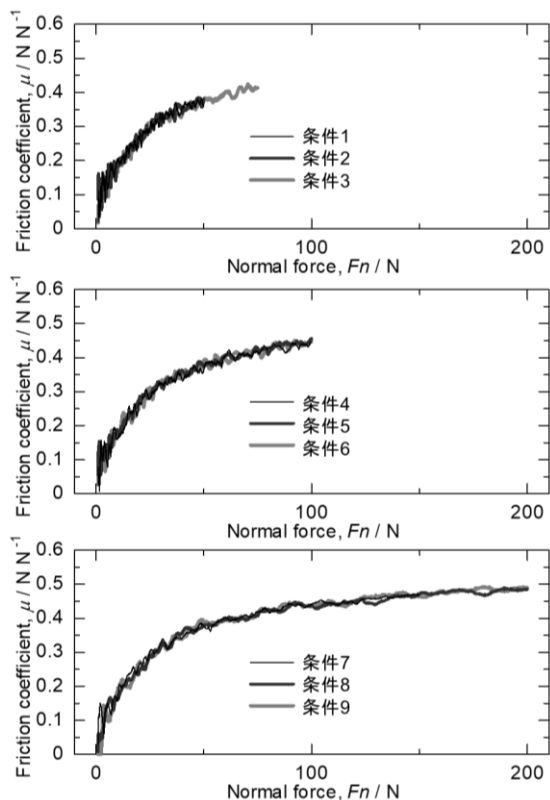


図4 スクラッチ条件ごとの垂直荷重に対する摩擦係数の変化, (a)条件1~3, (b)条件4~6, (c)条件7~9

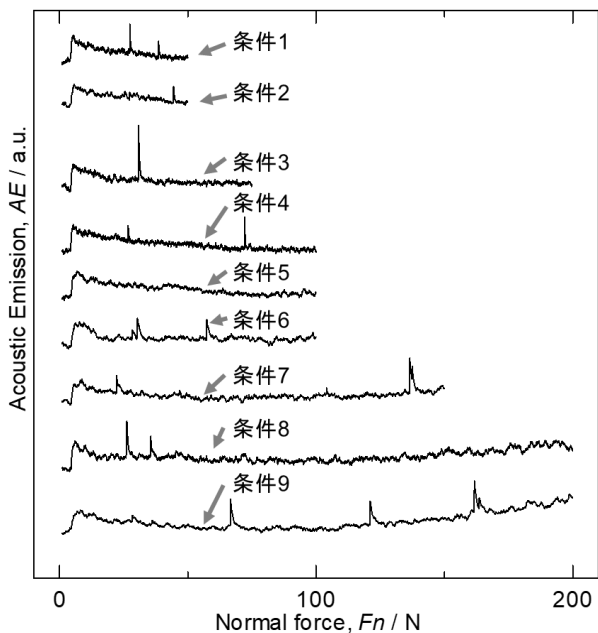


図5 垂直荷重に対する音響センサー値

図6に装置に付属する顕微鏡で撮影した画像を示す。図中の左側、スケールの0(mm)の位置からスクラッチ試験が始まり、右端で終了する。圧子によって亜鉛めっきが伸びて薄くなった後に黒変し、途中から基板の鉄が部分的に露出して、最終的に鉄基板が完全に露出

していく様子を確認できる。報告では、光学顕微鏡で取得したパノラマ画像を用いて基板が露出を始めた位置を臨界荷重の位置としている⁶⁾。その報告を参考に、黒矢印の位置を臨界荷重の位置とした。

図7に負荷速度、引っ掻き速度、垂直荷重に対する臨界荷重を示す。負荷速度及び引っ掻き速度に対する有意な相関は認められず、両者は臨界荷重にあまり影響を及ぼさないことが示唆された。一方で、垂直荷重変化量に対する正の相関が認められ、臨界荷重に影響を及ぼすことが示唆された。

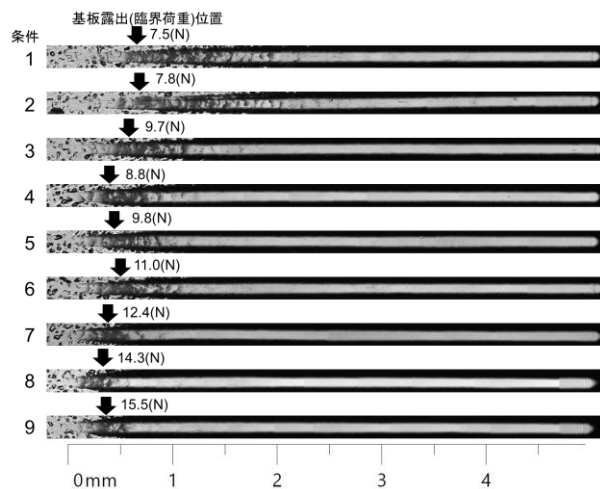


図6 スクラッチ痕の顕微鏡画像と臨界荷重位置(矢印)

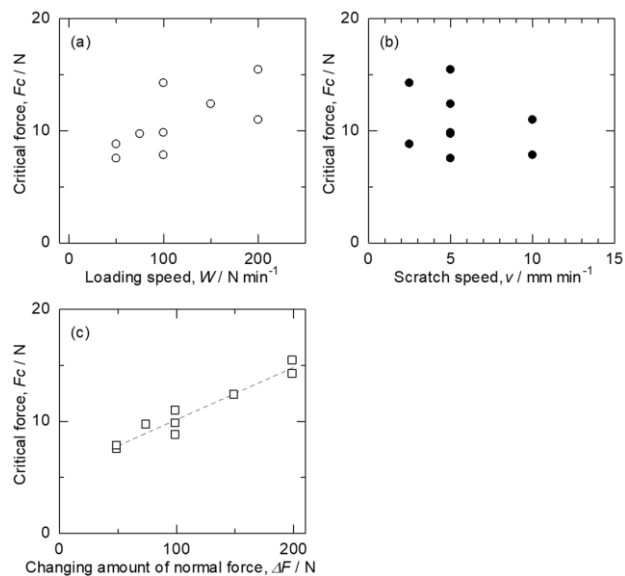


図7 (a)負荷速度 W , (b)引っ掻き速度 v , (c)垂直荷重変化量 ΔF に対する臨界荷重 F_c

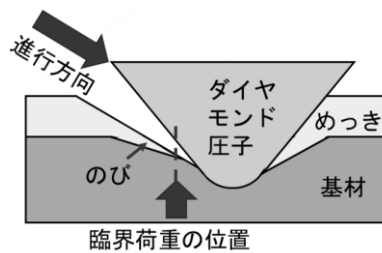


図8 スクラッチ方向のスクラッチ痕断面の模式図

図8にスクラッチ痕断面の模式図を示す。圧子により押し付けられためっき膜が金属の延性で伸びて薄くなり、途中で膜が破断し基板が露出していくと考えられる。垂直荷重の変化量が大きくなると発生する伸びの量も大きくなるため、臨界荷重が大きく見積もられることが推察された。

4 まとめ

本研究では、試験片は3価有色クロメート/Znめっき/Fe板にスクラッチ試験を実施した。結果から、スクラッチ距離あたりの荷重増加量が臨界荷重に影響を与えることが明らかとなった。スクラッチ試験を用いてめっきの密着力を比較する際には、荷重増加量などの実験条件が臨界荷重に影響する可能性があるため、条件を統一した試験を行う必要があるという知見が得られた。

5 参考文献

- 1) 長瀧 敬行, 中出 卓男, 森河 務: 大阪府立産業総合研究所報告, 28, pp.15-20 (2014)
- 2) J. Sekler, P. A. Steinmann, H. E. Hintermann: Surface and Coatings Technology, 36, pp.519-529 (1988)
- 3) 武藤 睦治, 許 金泉, 宮下 幸雄, 黒石 友明, 佐々木 優: 日本機械学会論文集A編, 68, pp.909-915 (2002)
- 4) A. T. Akono: Journal of Nanomechanics and Micromechanics, 6, pp.1-8 (2011)
- 5) 熊谷 泰, 西口 晃: 金属表面技術, 37, pp.575-579 (1986)
- 6) 池田 朋弘: 鋳造工学, 97, pp.2-8 (2025)

圧力と通電加熱を用いた合金鋼同士の接合

菊竹 孝文*¹

Joining of Alloy Steel by Pressure and Energization Heating

Takafumi Kikutake

金属材料の接合は高度な熟練技術と冶金学的知識を要する。県内中小企業の技術伝承や人材不足等の課題解決のため、デジタル制御による圧力と通電加熱を用いた接合方法が求められている。本研究は、放電プラズマ焼結装置を用いた、圧力と通電加熱に関する基礎的な接合条件を調査することを目的とした。アルゴン雰囲気および低真空下で合金鋼同士を接合した結果、すべての条件において接合率は約 98%であり、十分な引張強度、延性が得られた。一方、高温下の加圧接合によって、接合面近傍における幅が膨張した。

1 はじめに

金属材料の接合は、高度な熟練技術と冶金学的知識が必要である。しかしながら、県内中小企業では熟練技術の伝承や人材不足等の問題が深刻であり、個人の技能や知識によらないデジタル制御による接合手法が望まれている。

近年、圧力と通電加熱を用いた接合技術が注目されている。その中の一つである放電プラズマ焼結は、抵抗発熱によって接合界面の極近傍のみを溶融(拡散)接合する技術である。本手法は、加圧力と電流量を制御することで接合することが可能である。また、材料を溶融せずに接合できる摩擦圧接と比べ、接合面形状の制約や中心部と外周部の温度差が少ない等の利点がある¹⁾。

これまで放電プラズマ焼結を用いた接合に関する研究がいくつか報告されている^{2, 3)}。しかしながら、鉄鋼材料に放電プラズマ焼結を用いた実用化例は少なく、基礎的なデータが十分とはいえない。そこで本研究では、放電プラズマ焼結を用いた、圧力と通電加熱による接合技術の基礎的な接合条件を調査することを目的とした。

2 実験方法

2-1 供試材および接合条件

供試材料は、一般的な合金鋼である Cr, Mo 含有鋼 (SCM440)を用いた。接合材として $\phi 28\text{mm}$, 長さ 60mm の円柱形状を用い接合した。図 1 に装置の外観, 図 2



図 1 放電プラズマ焼結装置外観

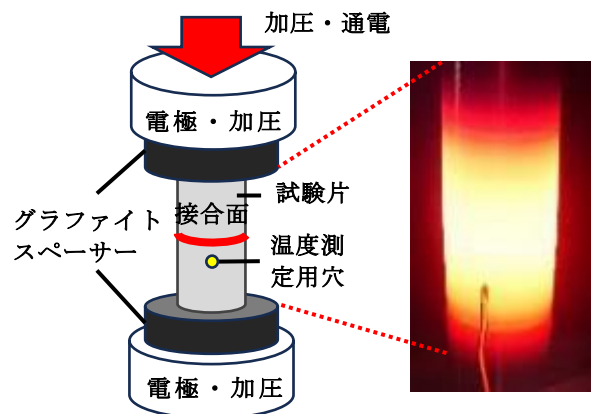


図 2 放電プラズマ焼結を用いた接合法の模式図および接合時の様子

に接合方法の模式図および接合時の様子を示す。表 1 に示した 4 種類(①～④)の条件により接合を行った。加圧力は 4700kgf (応力に換算すると 75MPa) とした。均熱温度は、 850°C および 1000°C とした。雰囲気は、低真空およびアルゴンとした。低真空雰囲気は、 10Pa 程度までロータリーポンプを用いて減圧し、接合中も減圧を継続した。アルゴン雰囲気は、低真空雰

*1 機械電子研究所

囲気に減圧後，ガス置換を3回繰り返し，接合中もアルゴンガス流入を継続した。接合面は十分な脱脂を行い，接合界面から10mmの位置にφ2mm×4mmの穴を開け，シース熱電対により内部温度を測定した。

表1 接合条件

試験片	①	②	③	④
加圧力 (MPa)	75	75	75	無し
均熱温度 (°C)	850	850	1000	850
雰囲気	低真空	アルゴン		

2-2 特性評価

引張試験は，板厚3mm，平行部の幅10mm，評点間距離30mm，平行部の長さ40mmの試験片により行った。接合した円柱中央からそれぞれ引張試験片を1本ずつ採取し，降伏強度(YS)，引張強度(TS)および歪(EL)を評価した。比較のため，非接合材も同様に評価した。寸法変化は，予め試験片の側面に5mm間隔の印を付け，接合前後の幅と長さの変化率から評価した。接合面積の割合は，破面観察により算出する方法が提案されている⁴⁾。しかしながら，本研究では簡易的にレーザ光学顕微鏡(OLS5100-EAT)により，断面組織における接合界面中央10mm幅(引張試験片と同じ)から算出した。算出方法は，10mm幅から未接合領域の長さの合計を差し引き(接合長さ)，10mm幅に対する接合長さの割合を接合率とした。金属組織は，接合断面を3%ナイトールによるエッチング後，光学顕微鏡(オリンパス製，BX-60)により観察した。

3 結果

3-1 接合後の外観

図3に接合後の試験片外観を示す。すべての試験片において，接合界面近傍の側面は，雰囲気制御によっ

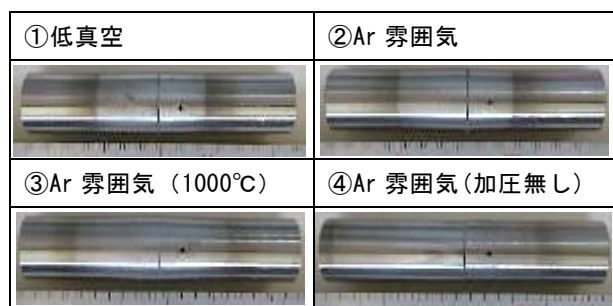


図3 接合後の外観

て金属光沢が維持されていた。

3-2 形状変化

図4に接合前後の幅と長さの最大寸法変化の割合を示す。①，②，④は線形関係にあるが，③は膨張率側に遷移した。④の加圧無しの場合は，寸法の変化はほとんど見られなかった。一方，①の「低真空」，②の「Ar雰囲気」③の「Ar雰囲気(1000°C)」の順に膨張率と圧縮率が大きかった。

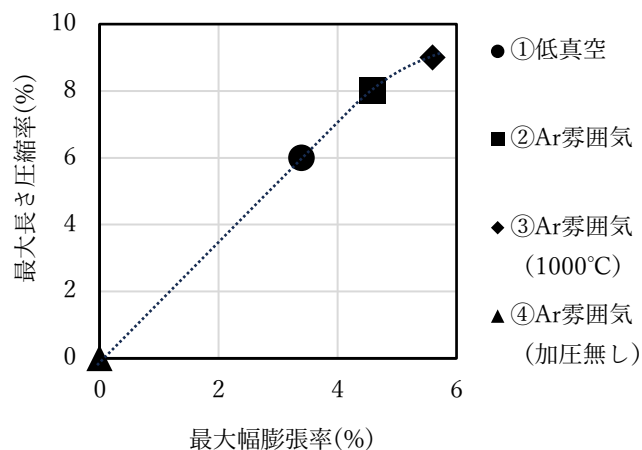


図4 接合前後の幅と長さの最大寸法変化

3-3 引張試験結果

図5に引張試験結果を示す。白抜きは降伏強度，塗りつぶしは引張強度を示す。接合材の降伏強度はすべて400MPa程度，引張強度はすべて700MPa程度といずれの接合においても同等であった。一方，歪は20～30%の範囲にあり，①と②がわずかに高かった。非接合材の降伏強度と引張強度は接合材に比べて1.5倍以上高く，歪は①および②の半分以下であった。破断位置はすべての試験片で接合面であった。

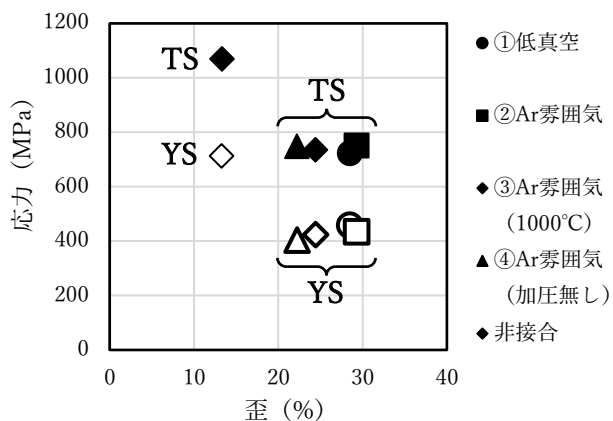


図5 引張試験結果

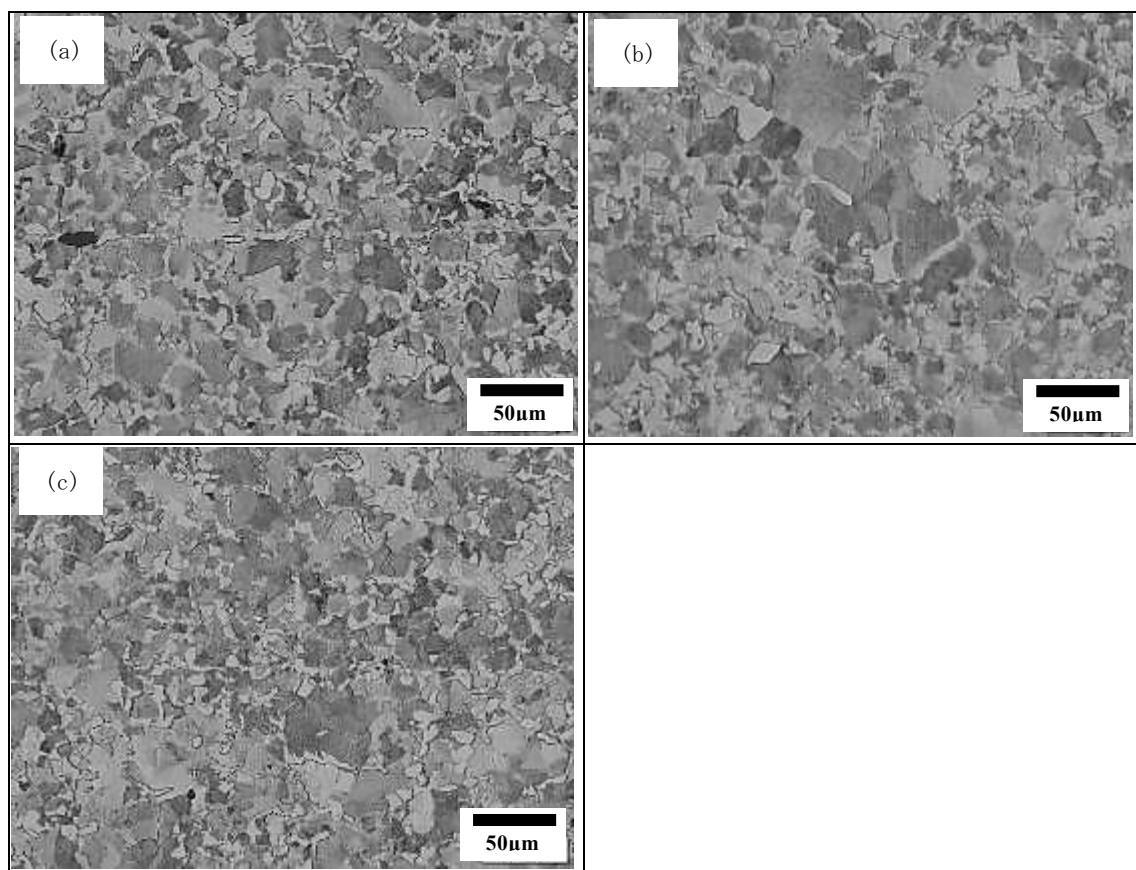


図6 接合面近傍の光学顕微鏡観察結果(表1の①)。(a)エッジ部, (b)幅1/4部, (c)幅1/2部。

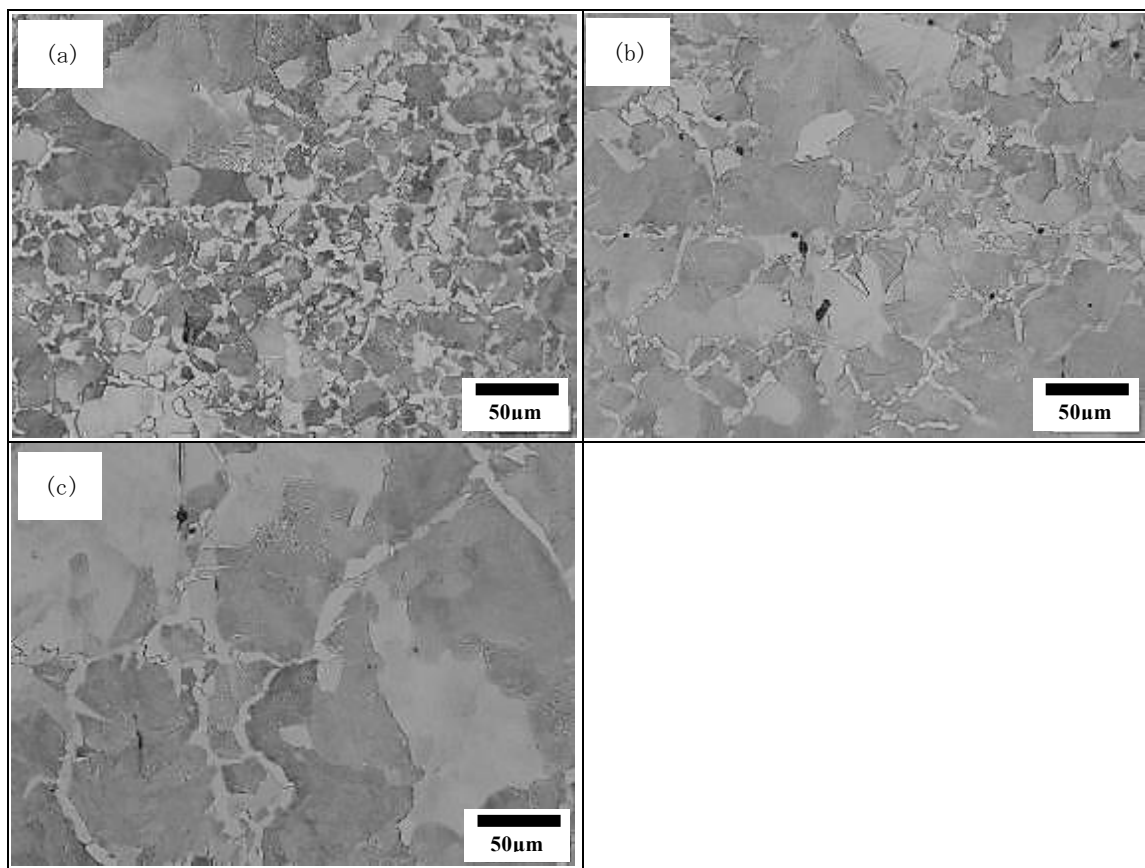


図7 接合面近傍の光学顕微鏡観察結果(Ar 雰囲気, 1/4 幅部)。(a)850℃(表1の②), (b)1000℃(表1の③), (c)加圧無し(表1の④)。

3-4 接合率

接合率を測定した結果、中央部(10mm)においてはすべての試料で約98%と同等かつ高い値を示した。

3-5 組織観察

図6および図7に光学顕微鏡による組織観察結果を示す。図6は低真空(表1の①)における、エッジ部、1/4幅部、1/2幅部の組織を示す。すべての部位でフェライト相およびパーライト組織が観察された。エッジ部に比べて、1/4幅部と1/2幅部の組織は結晶粒の粗大化が認められた。

図7はAr雰囲気における接合界面近傍の組織を示す。(a)850℃(表1の②)，(b)1000℃(表1の③)，(c)加圧無し(表1の④)，(各1/4幅部，①の低真空は図6(b)を参照)の組織を示す。低真空と同様、すべての部位でフェライト相およびパーライト組織が観察された。また、図7(a)は一部，(b)，(c)は接合界面全体で結晶粒の粗大化が観察された。1000℃および加圧無しにおいては、850℃よりも結晶粒の粗大化が顕著であった。

4 考察

低真空およびAr雰囲気下における接合の場合、本実験条件においては降伏強度および引張強度はすべて同等であった(図5)。延性は850℃で接合した低真空およびAr雰囲気が同程度であり、最も高かった。Ar置換には時間を要するため、低真空の方が実用的な条件であると考えられる。しかしながら、破断面はすべての試験片において接合界面であった。一方、接合率はすべての試験片で高かったため、接合が十分にできており、高い強度および延性が得られたと考えられる。

油圧による機械的な加圧が無くても接合が可能であった(表1の④)のは、グラファイトスペーサーおよび電極・加圧軸に自重があり、接合界面が部分的に密着したことも要因として考えられる。一方、結晶粒の粗大化は最も顕著であった。これは、接触面積が小さく、通電加熱のため局所的に加熱が急激に進んだためと推察される。しかしながら、寸法変化は加圧無しの条件が最も小さく、寸法に精度が求められる場合は、加圧力を下げることが有効であることが示唆された。

本実験において最も高温である1000℃で接合した場合は、寸法変化が最も大きく、結晶粒もやや粗大にな

った。合金鋼の変態点である A_3 点および A_1 点は実験式が提案されており、SCM440の場合、 A_3 点は約1060℃、 A_1 点は約1020℃(成分によって前後する)と概算される⁵⁾。本接合方法は抵抗発熱によって加熱を行うため、接合界面近傍の温度が急激に上昇する。よって、昇温時にオーバーシュートによって A_3 点以上に加熱され、結晶粒の粗大化が起こった可能性が考えられる。本手法を用いてより高温で接合したい場合、特に昇温時の温度管理に注意が必要である。

5 まとめ

合金鋼(SCM440)を対象に低真空、アルゴン雰囲気下で850℃における接合を行い、雰囲気、接合温度、加圧の影響を調査した。強度、延性および実用性の観点から、10Pa程度の低真空雰囲気下における接合が本実験条件において最適な条件であることがわかった。また、接合界面近傍が膨張するため、寸法精度が重要な場合は、加圧を低減する事が有効である。しかしながら、結晶粒が粗大化することが示された。1000℃で接合した場合は、強度と延性への影響は小さいものの、接合部の膨張が大きくなり、結晶粒もやや粗大になることが示された。

6 参考文献

- 1) 劉 恢弘，宮垣 徹也，釜井 正善，藤井 英俊：溶接学会秋季全国大会講演概要，12巻，3号，pp. 178-179 (2019)
- 2) 才田 一幸：溶接学会誌，71巻，3号，pp. 30-34 (2002)
- 3) 鴫田 正雄：塑性加工学会 接合・複合分科会 講演配布資料，pp. 1-10 (2017)。
- 4) 古畑 肇，大橋 修：日本金属学会誌，67巻，9号，pp. 448-451 (2003)
- 5) 中崎 一之，井上 達雄：材料システム，20巻，pp. 105-114 (2002)

圧力と通電加熱を用いた炭素鋼と合金鋼の接合

菊竹 孝文*¹

Joining of Carbon Steel and Alloy Steel by Pressure and Energization Heating

Takafumi Kikutake

異鋼種の接合は、高度な熟練技術と冶金学的知識を要する。県内中小企業の技術伝承や人材不足等の課題解決のため、デジタル制御が可能な圧力と通電加熱(ジュール熱)を用いて炭素鋼と合金鋼の異鋼種を接合した。大気、アルゴン雰囲気、低真空下で接合した結果、低真空下が最も強度と延性が高かった。低真空下では、接合時の温度が上昇するにつれて接合界面の未接合部が減少したことに加え、界面近傍に延性の高いフェライト相が生成した。また、ニッケル系ろう材を使用することで接合界面にニッケル相が生成し、破断伸びが向上した。しかしながら、接合時の温度が上昇するにつれて、接合面近傍の幅が膨張した。

1 はじめに

熱交換器等の配管用鋼管には、Cr-Mo 含有合金鋼が用いられることが多く、実際の設備施工の際は合金鋼と炭素鋼(異鋼種)の溶接を要することがある。実際の施工時には溶接環境が様々であるため、溶接の難易度が高く、溶接不良による品質低下につながる可能性がある。そこで、すでに異鋼種の継ぎ手を作製しておけば、同種鋼材の溶接になるため、溶接の難易度が低減される。

近年、圧力と通電加熱(ジュール熱)を用いた異材接合技術が注目されている。その中の一つである放電プラズマ焼結は、抵抗発熱によって、接合界面の極近傍のみを熔融(拡散)接合するため、異材接合に適している。基本的な接合条件は、加圧力と電流量であり、これらを制御することで接合が可能であるため、熟練の技術や冶金学的知識を必要としない。また、材料を溶かさず接合できる摩擦圧接と比べ、接合面形状の制約や中心部と外周部の温度差が少ない等のメリットがある¹⁾。

これまで放電プラズマ焼結を用いた鉄鋼材料の異材接合に関する研究はいくつか報告されている²⁾。しかしながら、炭素鋼と合金鋼を対象とする放電プラズマ焼結を用いた異鋼種接合の実用化例は少なく、基礎的なデータが十分とはいえない。そこで本研究では、放電プラズマ焼結による炭素鋼と合金鋼の接合における基礎的な接合条件を調査することを目的とした。

2 実験方法

供試材料は S45C(炭素鋼)と SCM440(合金鋼)を用い、表 1 に示す 6 種類(A~F)の条件により接合した。図 1 に装置の外観、図 2 に接合方法の模式図および接合時の様子を示す。雰囲気は、大気、アルゴン雰囲気、低真空雰囲気とした。アルゴン雰囲気においては、低真空雰囲気に減圧後アルゴンガス置換を 3 回行い、接合中もアルゴンガス流入を継続した。低真空雰囲気は、10Pa 程度まで減圧した環境下で接合した。ろう材は、市販の Ni-Si-B 系アモルファスろう材(MBF-30、厚さ 40 μ m)を用いた³⁾。接合材はそれぞれ 19mm 角 $\times$ 42mm とし、接合面を#2000 の湿式研磨後、十分な脱脂を行った。熱電対は SCM440 側の接合界面から 10 mm の位置に ϕ 2mm $\times$ 3mm の穴開け、シース熱電対により内部温度を測定した。引張試験は、接合した試料か



図 1 放電プラズマ焼結装置外観

*1 機械電子研究所

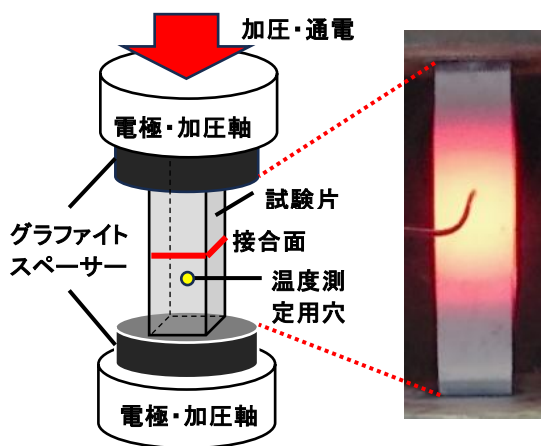


図2 放電プラズマ焼結の模式図および
接合時の様子

ら、板厚 2mm の試験片をそれぞれ 2 本採し、平均の引張強度、破断伸びを評価した。膨張率の測定は接合界面の縦×横の幅を測定し、元の面積 (19mm 角) と比較した。組織観察は、断面を鏡面研磨し、3% ナイタールによるエッチング後、光学顕微鏡 (オリンパス製、BX-60) により観察した。試料 F については、接合界面近傍の EPMA (電子線マイクロアナライザー) 観察を行った。観察条件は、加速電圧 15kV、照射電流 5.0×10^{-8} A、ビーム径最小、ピクセル当たりの時間 15ms、点数 200×200 、間隔 $0.5 \times 0.5 \mu\text{m}$ とした。

3 結果

3-1 外観および形状変化

図 3 に接合後の試験片外観を示す。試験片 A の大気雰囲気では側面に酸化が見られた。試験片 B のアルゴン雰囲気では、接合界面近傍の酸化は少なかった。試験片 C～F の低真空雰囲気では、700℃ には若干酸化が見られたが、酸化は概ね抑制された。試験片 F のろう材を用いたものは側面にろう材がはみ出しており、ろうは十分に熔融したと考えられる。

図 4 に接合界面の断面膨張率を示す。700、900℃

表 1 接合条件

試験片	A	B	C	D	E	F
加圧力 (MPa)	80					
温度 (℃)	900			700	1100	
時間 (分)	15					
ろう材	無					有
雰囲気	大気	Ar	低真空			

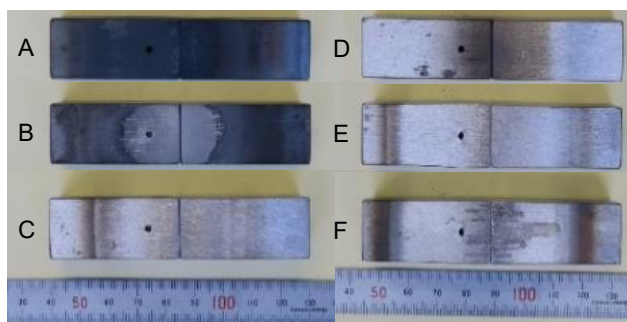


図3 接合後の外観 (表 1 の条件 A～F に対応)

で接合した場合の膨張率において、雰囲気の影響はほとんど無く、2% 程度であった。一方、1100℃ で接合した場合、ろう材の有無に関わらず膨張率が 10% 程度と大きくなった。

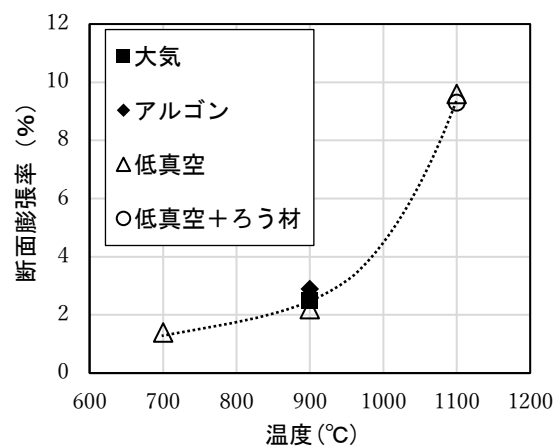


図4 接合界面の断面膨張率

3-2 機械的性質

図 5 に接合温度が 900℃ の場合について、それぞれの雰囲気において接合した試験片の引張試験結果を示す (条件は表 1 中の A～C)。大気中で接合した場合、引張強度、破断伸びがほとんど無かった。アルゴン雰囲気と低真空下では引張強度は同等であったが、破断伸びは低真空下の方が大きかった。また、すべての試験片において破断位置は接合部であった。

図 6 に低真空下での引張試験結果および接合温度が 1100℃ においてろう材を使用した結果を示す (条件は、表 1 中の C～F)。ろう材が無い場合は、接合時の温度が高くなるにつれて引張強さ、破断伸びが上昇した。同じ接合温度でろう材有無の影響を比較すると、破断伸びが倍以上に増加した。破断位置はろう材無しの場合は、すべての試料で接合部であった。一方、ろう材有りの場合は、破断位置はすべての試料において母材部であった。

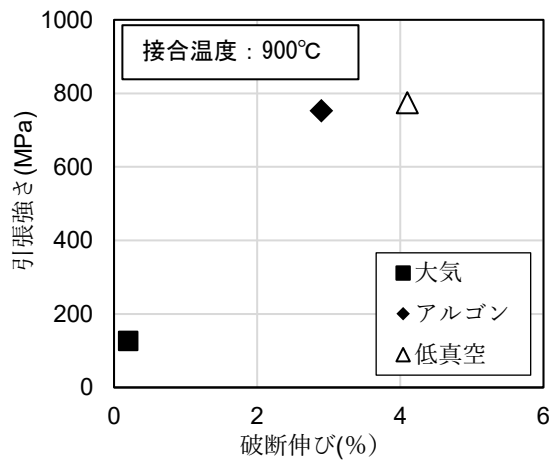


図5 引張強度および破断伸びに及ぼす接合雰囲気の影響

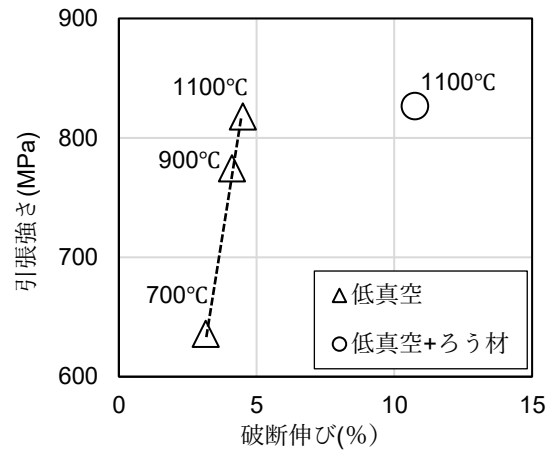


図6 引張強度および破断伸びに及ぼす接合温度およびろう材の影響

3-3 組織

図7に低真空下で接合した試験片(条件は、表1中のC~F)における接合界面近傍の組織観察結果を示す。700°Cで接合した場合は、接合界面上に連続する未接合部が観察された。900°Cで接合した場合は、部分的に未接合部が観察された。1100°Cで接合した場合は、

ろう材無しでは接合界面にフェライト相が、ろう材有りでは接合界面にNi相が一様に観察され、いずれも未接合部はほとんど観察されなかった。

図8に試験片FのEPMA観察結果を示す。接合界面近傍において、Niろうが溶融、拡散していた。また、接合界面の著しい酸化は見られなかった。

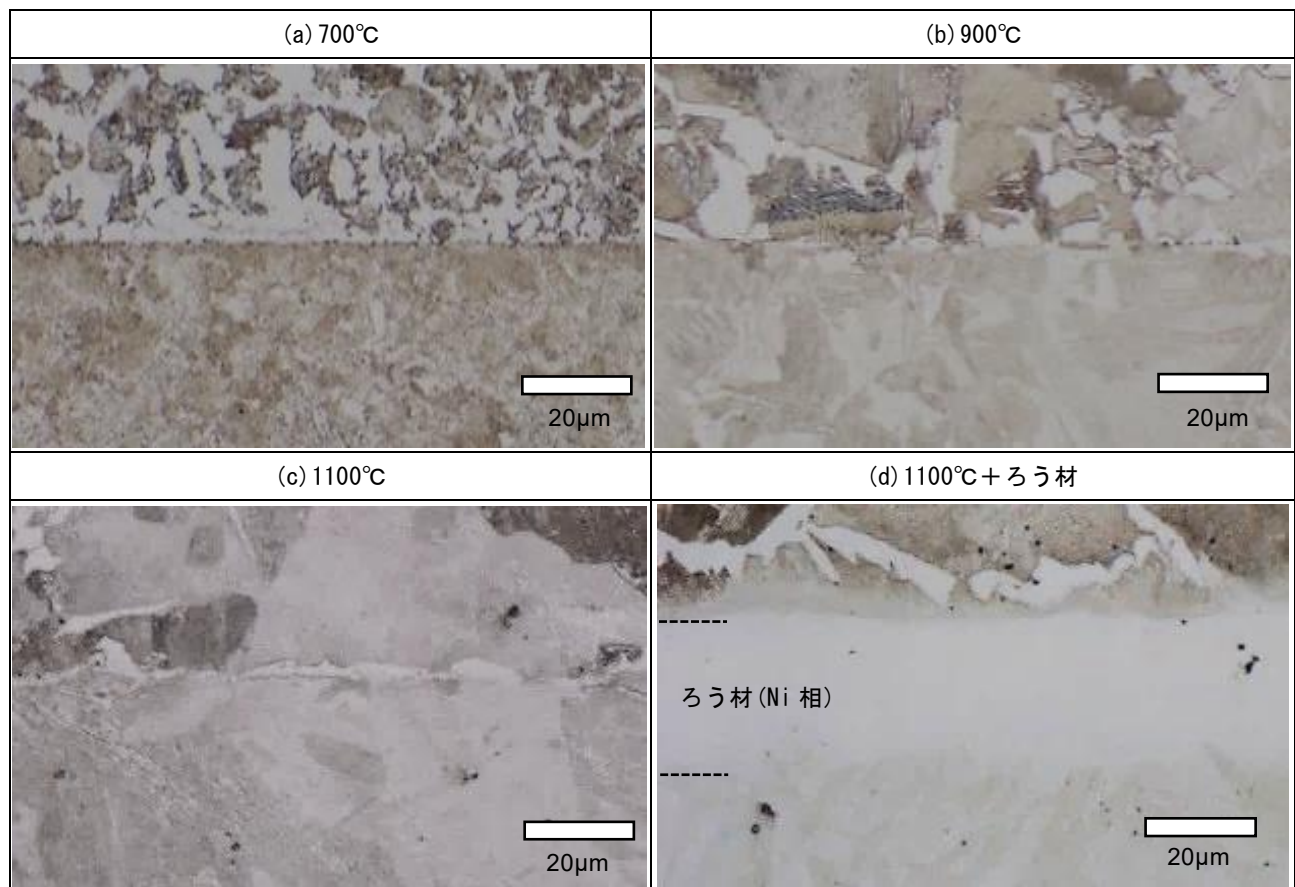


図7 接合界面近傍の断面組織(接合面より上：S45C，下：SCM440)

4 考察

900℃の条件で炭素鋼(S45C)および合金鋼(SCM440)を大気、アルゴン、低真空の雰囲気下で接合を行い、雰囲気の影響を調査した。大気雰囲気では、引張強度および破断伸びがほとんど無く、表面の酸化により接合ができなかったと考えられる。アルゴン、低真空雰囲気(10Pa程度)では、同程度の引張強度および破断伸びが得られたため、接合雰囲気の酸素濃度を低減することが重要であることがわかった。しかしながら、すべての試料において破断位置が接合部であった。図7(b)で示した様に、接合温度が900℃では未接合部が存在するため、接合強度が低下したと考えられる。

低真空下において接合温度の影響を調査した結果、接合温度を高くすることで接合強度と破断伸びが上昇した。この要因は、温度を高くすることで接合界面の溶融部が増え、未接合部が減少したためと考えられる。さらに、1100℃における接合界面には延性の高いフェライト相が一様に存在しており、延性が向上したと考えられる。しかしながら、700、900℃と同様に1100℃における破断位置も接合部であった。今回は10Pa程度の低真空下で接合を行ったが、油拡散ポンプ等を用いた高真空雰囲気下で接合を行うことで、さらなる接合品質の向上が期待できる。

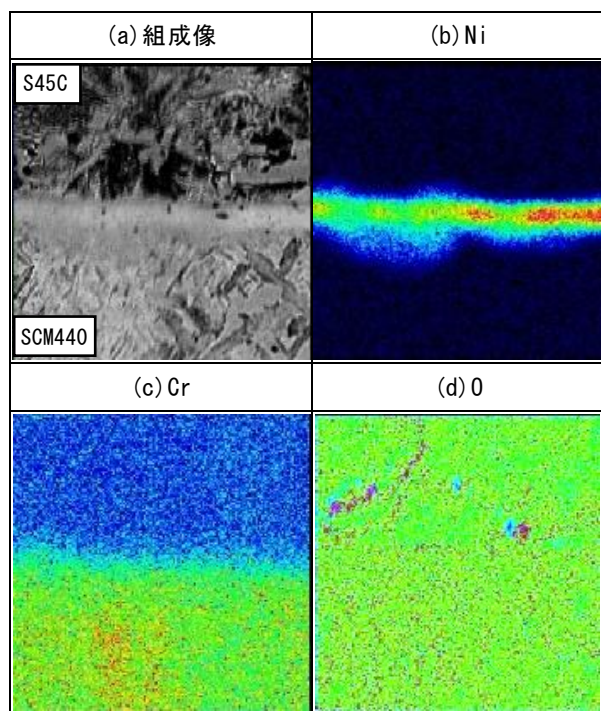


図8 試験片FのEPMA分析結果。(a)組成像、(b)Ni、(c)Cr、(d)O

また、1100℃の低真空下においてろう材を用いることで、ろう材無しの場合に比べて延性が倍以上に向上した。また、破断位置は母材側であった。本試験条件では、低真空、1100℃の温度でろう材を用いた接合が最も接合品質に優れていた。これは、接合界面でろう材が溶融、拡散し延性の高いNi相が形成したためと考えられる。

一方、形状の変化については、雰囲気やろう材の有無に関わらず、接合温度の上昇に伴って接合界面の断面膨張率が増加した。温度が1100℃の場合、断面膨張率は10%程度あり、実際に本手法を用いて接合をする場合は、形状を修正する後工程が生じる可能性がある。今回使用したNi-Si-B系ろう材(MBF-30)の液相線温度は約1040℃⁴⁾であり、少なくとも約1070℃以上の接合温度が必要と考えられるため、変形を抑制するためにはより低温で溶融するろう材を検討する必要がある。また、接合時の形状変化を抑制できるような治具を用いることで、変形を改善できる可能性が考えられる。今後は変形を考慮した接合温度、強度および延性のバランスを考慮した最適接合条件を確立する必要がある。

5 まとめ

炭素鋼(S45C)および合金鋼(SCM440)を大気、アルゴン、低真空の雰囲気下で接合し、雰囲気が接合に与える影響を調査した。アルゴン雰囲気と低真空雰囲気は引張強さが同等であり、延性は低真空雰囲気が高かった。低真空雰囲気において、700～1100℃の温度で接合を行った場合は、1100℃が最も強度および延性が高く、接合面にろう材を挟むことで延性は倍以上に向上した。

6 参考文献

- 1) 劉 恢弘, 宮垣 徹也, 釜井 正善, 藤井 英俊: 溶接学会秋季全国大会講演概要, 12巻, 3号, pp. 178-179 (2019)
- 2) 才田 一幸: 溶接学会誌, 71巻, 3号, pp. 30-34 (2002)
- 3) 西尾 一政, 中村 憲和, 加藤 光昭: 溶接学会論文集, 20巻(4号), pp. 523-530 (2002).
- 4) 中尾 嘉邦, 西本 和俊, 篠崎 賢二, 姜 晶允, 堀裕仁: 溶接学会論文集, 7巻, 3号, pp. 83-89 (1989)

レーザ粉体肉盛法を用いたTiC肉盛技術の検討

－TiCとNi合金の混合粉末肉盛－

島崎 良^{*1}

Examination of TiC Cladding Technology by Laser Metal Deposition

- Mixed Powder Cladding with TiC and Ni Alloy -

Ryo Shimasaki

レーザ粉体肉盛法はレーザで母材表面を溶融し、溶融池に粉末を投入することで肉盛溶接を行う方法であり、入熱を制御することで、割れやすい高硬度材料についても高品質な被膜を得ることを期待できる。そこで、本研究では、TiC粉末のレーザ粉体肉盛加工条件を検討した。TiC粉末のみの場合は、被膜の割れやはく離が発生した。そこでバインダとしてNi合金を添加したが、いずれの混合割合でも割れが発生した。この割れは、TiCがバインダに溶融、再晶出することで被膜が脆化したためと考えられる。

1 はじめに

レーザ粉体肉盛法はLMD (Laser Metal Deposition) とも呼ばれ、高出力レーザで加熱溶融した母材表面の溶融池に、粉末を投入することで肉盛溶接を行う方法である。レーザは局所加熱が可能であり、従来のアーク溶接による肉盛と比べて歪みが少ない高品質な被膜を得られる。土木機械や鉱物粉砕機の部品は過酷な摩耗環境で使用されるため、高硬度の被膜が必要であるが、高硬度被膜は割れやすく、高品質な被膜を得ることは難しい。そこで、本研究では、LMDによって高硬度TiC被膜を得るための加工条件を検討した。

2 実験方法

母材を板厚10 mmのSS400板とし、TiC粉末（ヘガネス，Amperit 570.002，粒径45～90 μm ）にバインダとしてNi合金粉末（ヘガネス，1520-00，粒径53～150 μm ）を種々の比率で混合しながら加工した。粉末キャリアには10 L/minのアルゴンガスを用いた。レーザはYAGディスクレーザ（TRUMPF，TruDisk 5000）を使用し、肉盛ヘッド（PRECITEC，YC52）により加工した。スポット径約3 mm，ワーキングディスタンス13 mm，加工姿勢前進角15°，レーザ出力1,500 W，加工速度10mm/sec，シールドガス流量20 L/minを固定条件とし、1.5 mm間隔で5本のビードを肉盛した。

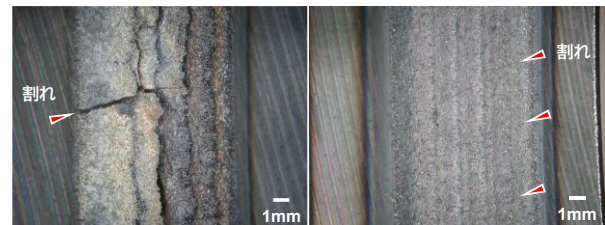
試験片は横断面を鏡面研磨後、3%ナイトールでエッチングし、光学顕微鏡観察及び硬さ測定を行った。

3 実験結果および考察

表1に示すTiC-バインダ割合で作製したLMD被膜の外観を図1に示す。100% TiCでは大きな割れが発生し、ビードを重ねると割れが拡大した。TiC自体は非常に硬く脆い材料であるため、LMDに伴う凝固及び冷却収縮に耐えられずに割れたものと考えられる。また、Ni合金バインダを添加した場合は、いずれの割合においてもビードに横割れが生じた。

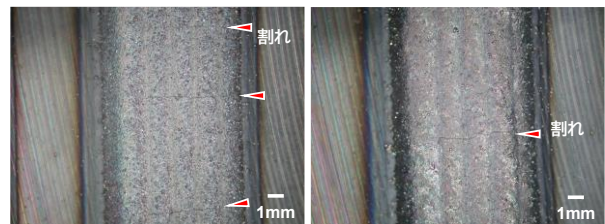
表1 TiCとバインダ（Ni合金）の供給量

試験片	粉末供給量 (g/min)		TiC率 (%)
	TiC	Ni合金	
100% TiC	13.0	0.0	100.0
90% TiC	13.0	1.4	90.3
50% TiC	13.0	12.9	50.2
10% TiC	2.6	23.4	10.0



(a)100% TiC 被膜

(b)90% TiC 被膜



(c)50% TiC 被膜

(d)10% TiC 被膜

図1 TiC粉末のLMD被膜外観

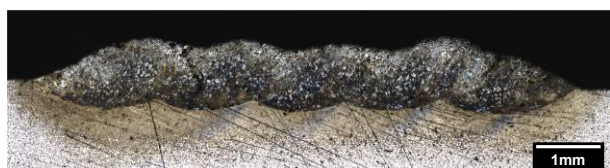
^{*1} 機械電子研究所

次に、各試験片のビード断面を図2 に、断面組織の拡大を図3に示す。100% TiCでは、1ビード目のみ溶解した母材がバインダとなり被膜が形成されたが、2ビード目以降は母材が溶解せず、割れとはく離が発生した。90～10% TiCはいずれも被膜が形成されたが、バインダ量増加に伴い気泡が増加した。これは、WCを肉盛した場合¹⁾と同様に、TiCが酸素と反応してCOガスが発生したためと考えられる。組織は、数十 μm の大きなTiC粒と、数 μm の小さなTiC粒が混在していた。大きなTiCは粉末が溶け残ったものであり、小さなTiC粒は粉末が溶解後に再晶出したものと考えられる。また、TiCが一度溶けたことによる母相の脆化と、気泡による強度低下のため、割れが生じたと考えられる。

次に、各被膜のビッカース硬さ（荷重1 kgf, 10 s）を図4に示す。100% TiCは、TiCそのもの（約3,000 HV）よりやや低い2,000 HVであった。これは、母材の希釈による軟化と考えられる。一方、バインダを添加した90～10% TiCでは、400～800 HVと硬さが著しく低下した。これは、硬質粒子であるTiC粒子同士が組織内で接触しておらず、硬さが発揮されなかったためと考えられる。また、圧痕内のTiC粒の有無により硬さが大きく異なり、バラツキが大きくなったと考えられる。



(a) 100% TiC 被膜



(b) 90% TiC 被膜

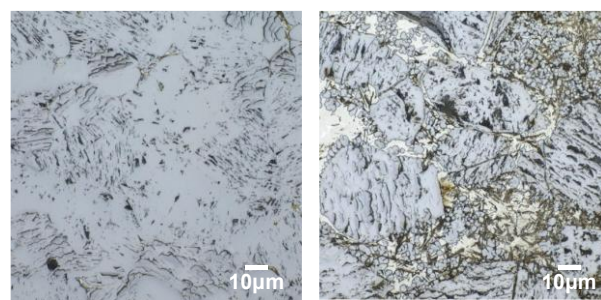


(c) 50% TiC 被膜



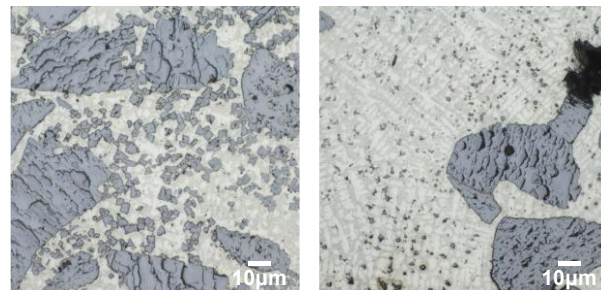
(d) 10% TiC 被膜

図2 TiC 粉末の LMD 被膜断面



(a) 100% TiC 被膜

(b) 90% TiC 被膜



(c) 50% TiC 被膜

(d) 10% TiC 被膜

図3 TiC 粉末の LMD 被膜内組織
(3%ナイトールエッチング)

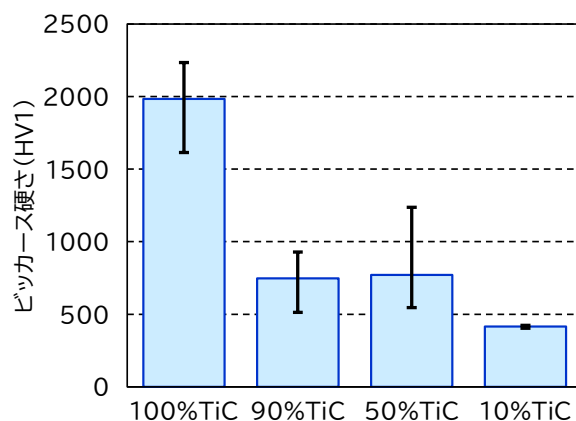


図4 TiC-Ni 合金粉末の LMD 被膜硬さ

4 まとめ

TiC粉末をLMDで肉盛するためNi合金をバインダとして添加すると、いずれの混合比でも割れが発生し、硬さもTiCそのものと比べると著しく低くなった。バインダの種類や量を最適化する必要があることが明らかとなった。

5 参考文献

- 1) 山口 拓人: FORM TECH REVIEW, Vol. 31, pp.78-82 (2022)

低合金鋼の組成データに対する多次元尺度構成法の適用と鋼種推定

古賀 義人^{*1}

Application of Multi Dimensional Scaling about Low-Alloy Steel Composition Data and Metal Grade Identification

Yoshito Koga^{*1}

日本産業規格（JIS）には一般機械構造用鋼や工具鋼などの低合金鋼として、100種類前後が規格化されている。機械電子研究所では現在、鋼種推定の相談を受けた際は組成分析による特徴的な元素を手がかりに、それらがJISを満たしているかを手動で照合している。しかし、この手法は分析結果確認から照合まで時間がかかり、見落としのリスクも否定できない。そこで、本報告では迅速かつ簡便に鋼種を推定できる手法として低合金鋼のJIS組成に多次元尺度構成法（Multi Dimensional Scaling, MDS）を適用し、得られた多次元尺度構成図による推定を試みた。その結果、未知試料の組成を構成図上にプロットすることで、JIS組成との類似性を把握できることが確認された。

1 はじめに

未知試料の分析・同定は化学や材料工学、環境調査など多岐にわたる分野で行われる比較的一般的なプロセスである。多くの場合、未知試料から得られた分析結果を既存のデータベースと照合し、適合度を判定することで分析や同定を試みる¹⁻³⁾。このような手法は有用である一方、対象となる試料数が限定的である場合、検索頻度がそれほど高くない場合に大規模データベースを商用契約して利用することは、経済的・運用的な負担となり頻度の低い分析業務に導入しづらい。

低合金鋼の照合に関しては、合金組成に関する日本産業規格（以下、規格）が公表されており、規格数も100種前後にとどまることから、比較的容易に全規格データを入手でき試料分析結果を人力で規格と比較して鋼種推定を行うことが可能である。しかし、低合金鋼の規格組成は多い場合は十数元素を含む高次元データとなるため、組成表を用いた比較作業は煩雑で見落としのリスクがある。

一方で、多次元尺度構成法（Multi Dimensional Scaling, MDS）は、データ間の類似度に基づいて統計的尺度を近似的に保つよう、高次元データを低次元空間に再配置する可視化手法であり、データ間の位置関係や傾向を直感的に把握しやすくなる⁴⁾。このため、MDSを低合金鋼の規格と未知試料に適用できれば、従来の全てを手作業に頼る照合より見落としリスクを低

減できる手法として期待できる。

そこで本研究では、規格の低合金鋼組成データにMDSを適用し、未知試料の組成とともに多次元尺度構成図上にプロットすることで、未知試料がどの規格と類似性が高いか簡易な推定することを試みた。

本報告では、低合金鋼の規格組成をMDSに適用する際のデータ化方法と解析手順について述べ、次に実際に未知試料を解析した事例を示し、提案手法の有用性を検討する。

2 計算方法

MDSの計算はR(version 4.4.1)⁵⁾およびRstudio(viserion 2024.04.1)⁶⁾を用いた。Microsoft Excelに整理したデータをRスクリプトにより処理した。付録に処理手順とスクリプトを例示する。解析にあたって低炭素鋼における炭素組成の重要性を考慮し、炭素組成の値を4倍にした値を炭素組成の代わりに用いている。

低合金鋼組成は規格により異なる種類の元素によって構成されているが、調査した低合金鋼の規格全体で11元素が用いられていた。本研究では全ての低合金鋼の規格に11元素の組成値を割り振り、これと未知試料の組成をデータとして用いた。この際、各元素の値は規格が示す最高値と最低値の平均を用い、最低値の規定のない組成は0%を最低値としてデータを作成した。

^{*1} 機械電子研究所

3 試料

模擬的な未知試料(以下, Un1)としてS45Cの鋼材を入手し, 履歴不明の鉄塊 (以下, Un2) とともに発光分光分析機 (サーモフィッシャーサイエンティフィック (株) 社製 iSpark8880) による組成分析を行った。Un1およびUn2の組成分析結果の一部を表1に示す。

表1 未知試料の組成

試料名	C (wt.%)	Si (wt.%)	Mn (wt.%)	P (wt.%)	S (wt.%)
Un1	0.462	0.2063	0.788	0.019	0.017
Un2	0.318	0.618	1.396	0.011	0.024

4 計算結果

計算結果として出力された多次元尺度構成図を図1, 図2に示す。これらの図は一般的なPCで数秒程度の実行時間で出力される。MDSにおける横軸縦軸はデータ間の統計的距離情報を低次元空間に再現するため, 新しく作られた座標 (軸) であり具体的な意味を持たない。このため, 図形の回転, 反転等を行っても統計的

意味は保たれる。

図1にはUn1とUn1に近い組成の規格を, 図2にはUn2とUn2に近い組成の規格をプロットした。各規格組成を表わす点は重ならない位置にプロットされており, この多次元尺度構成図上で分別可能であり, 分析値と規格値による明瞭な多次元尺度構成図を作図可能であることが判る。

図1においてUn1がS45Cの点の近くにプロットされたことから, 規格を満足する未知試料は類似する規格組成の近傍にプロットされることを示していると考えている。

図2においてはUn2がSMn433近傍にプロットされた。このため, SMn433などの規格組成との比較を行ったが, 一部成分が規格を満たしておらず, 未知試料Un2はSMn433の規格品ではないことが判った。来歴不詳であるのでこれ以上の調査は出来なかったが, SMn433を製造する際にできた規格外品の可能性も考えられる。

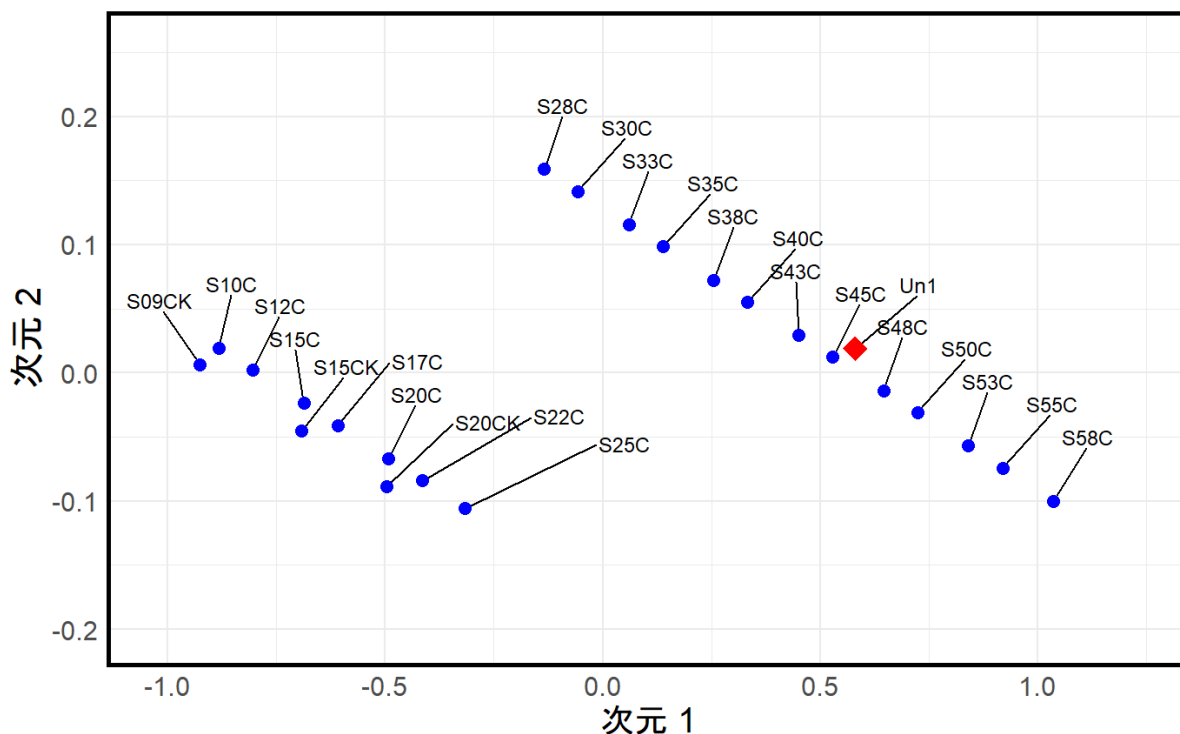


図1 Un1および低合金鋼規格 (一部) の多次元尺度構成図

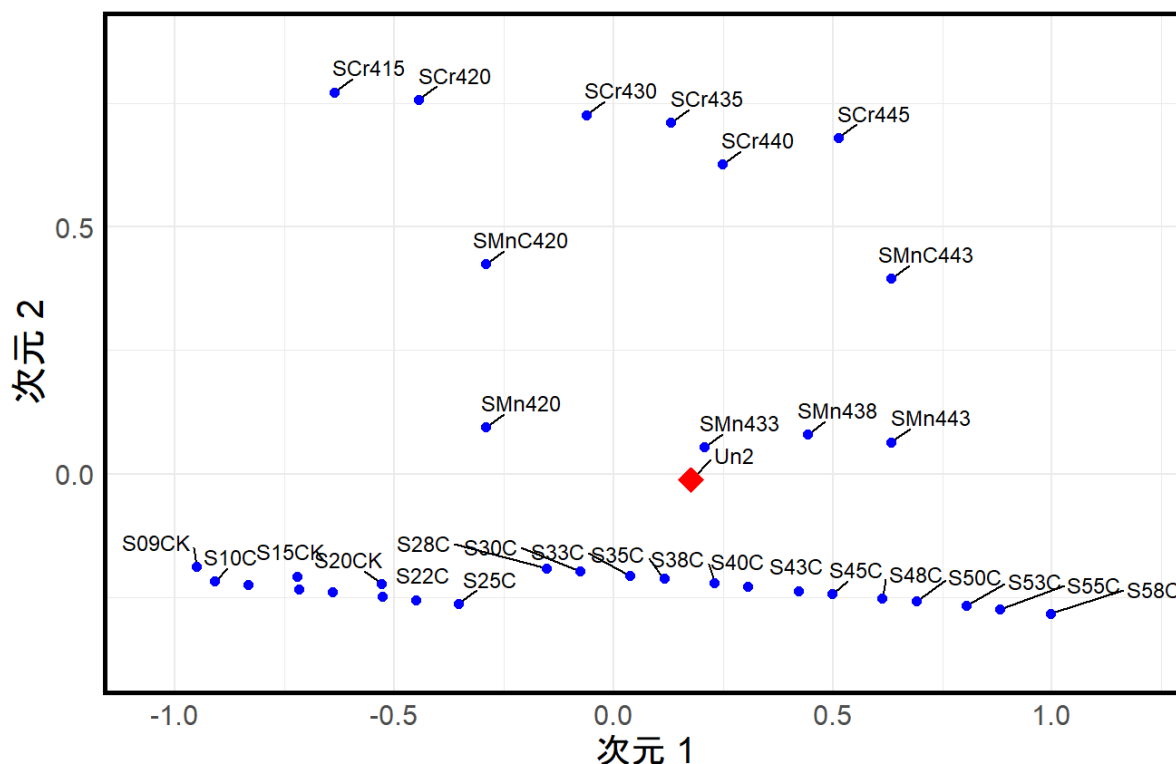


図2 Un2および低合金鋼規格（一部）の多次元尺度構成図

5 考察

一般的なMDSではプロットされるデータは平均0，標準偏差1に正規化されることが多い。本報告の場合であれば各組成ごとに正規化を行うことになるが，値のほとんどが0である組成もあるため，正規化すると極端な値を示す可能性があり，図1，図2の計算においては正規化を行っていない。

また，参照する規格によっては未知試料が規格値の近傍にプロットされないケースもあり，必ずしも最近接の点に対応している規格とは限らないことが判った。

現時点では規格を満たす低合金鋼材としてS45Cの分析しか例がなく，今後も検討・拡充を行っていく予定である。また，多次元データの低次元化による可視化には，MDS以外にも主成分分析法や階層的クラスター分析などもある⁷⁾。令和7年度以降はこれらの方法についても検討する。

6 まとめ

低合金鋼の鋼種の推定の簡便化を目的として，規格組成と模擬的なものを含む未知試料組成をMDSにより解析した結果，以下のことが判明した。

1. 鋼材分析値と規格値による多次元尺度構成図により各規格・分析値を分別できる。

2. 規格を満たす鋼材はその規格の近傍にプロットされる。
3. 任意の鋼材は構成図で近傍にある規格を必ずしも満たすとは限らない。

7 参考文献

- 1) 中山 正雄：軽金属，50巻，5号，pp.246-251 (2000)
- 2) 島 政英：Journal of Surface Analysis, Vol.26, No.1, pp.41-48 (2019)
- 3) 増谷 浩二，落合 周吉：分光研究，第59巻，第3号，pp.149-165 (2010)
- 4) 齋藤堯幸：計測と制御，Vol.22, No.1, pp.126-131 (1983)
- 5) R Core Team：R (v4.4.1)，R Foundation for Statistical Computing (2024) (オンライン) <https://cran.r-project.org/>
- 6) RStudio Team：RStudio (v2024.04.1)，Posit, PBC (2024) (オンライン) <https://posit.co/>
- 7) 秋光 淳生：データの分析と知識発見，pp.231-251，(一財)放送大学教育振興会 (2024)

付録：Rスクリプト

Excelのデータをクリップボードにコピーしたのち、以下のスクリプトをRstudioに実行させれば多次元尺度構成法の図がプロットされる。なお、Excelのデータは下表の形式を用いた。

<pre> # ggplot2 の自動インストールと読み込み if (!require("ggplot2", character.only = TRUE)) { install.packages("ggplot2", dependencies = TRUE) library(ggplot2, character.only = TRUE) } # ggrepel の自動インストールと読み込み if (!require("ggrepel", character.only = TRUE)) { install.packages("ggrepel", dependencies = TRUE) library(ggrepel, character.only = TRUE) } # クリップボードからデータを読み込む data <- read.table("clipboard", header = TRUE, sep = "\t") # 最初の列をデータ名として取り出し data_names <- data[, 1] data_for_mds <- data[, -1] # 定数列またはゼロ列を除去 data_for_mds <- data_for_mds[, apply(data_for_mds, 2, var) != 0] # データの標準化 #data_for_mds_scaled <- scale(data_for_mds) data_for_mds_scaled <- data_for_mds # 特定の列(ここでは1列目)に重みを加える data_for_mds_scaled[, 1] <- data_for_mds_scaled[, 1] * 4 # 1列目の影響をn倍にする # 距離行列を作成(ユークリッド距離を使用) dist_matrix <- dist(data_for_mds_scaled) # 多次元尺度構成法(MDS)を実行(2次元配置) mds_result <- cmdscale(dist_matrix, k = 2) # MDSの結果とデータ名を結合 plot_df <- data.frame(Name = data_names, Dim1 = mds_result[, 1], Dim2 = mds_result[, 2]) </pre>	<pre> # 1行目のみ赤色・filled diamond, サイズを6, それ以外は青色・filled circle, サイズを3とする plot_df\$point_color <- ifelse(1:nrow(plot_df) == 1, "red", "blue") plot_df\$point_shape <- ifelse(1:nrow(plot_df) == 1, 18, 16) # 18: filled diamond, 16: filled circle plot_df\$point_size <- ifelse(1:nrow(plot_df) == 1, 6, 2) # 結果をプロットし, 各点にデータ名を表示 ggplot(plot_df, aes(x = Dim1, y = Dim2, label = Name)) + geom_text_repel(size = 4, nudge_x = 0.08, # X軸方向への微調整 nudge_y = 0.05, # Y軸方向への微調整 direction = 'x', force = 1, # 押しのける強さ max.overlaps = 3 # 重なりを許容する最大数) + geom_point(aes(color = point_color, shape = point_shape, size = point_size)) + scale_color_identity() + # point_color に指定された色をそのまま使用 scale_shape_identity() + # point_shape に指定されたシンボルをそのまま使用 scale_size_identity() + # point_size に指定されたサイズをそのまま使用 theme_minimal() + theme(text = element_text(size = 18), axis.title = element_text(size = 19), plot.title = element_text(size = 22), panel.border = element_rect(colour = "black", fill = NA, size = 2)) + expand_limits(x = c(min(plot_df\$Dim1) - 0.1, max(plot_df\$Dim1) + 0.2), y = c(min(plot_df\$Dim2) - 0.1, max(plot_df\$Dim2) + 0.1)) + xlab("次元 1") + ylab("次元 2") + ggtitle("") </pre>
--	---

表 Excel のデータ形式

規格名	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	W	V
Un2	0.31762	0.61766	1.39631	0.01124	0.02365	0.0796	0.09022	0.01396	0.15576	0.00297	0.03903
S10C	0.105	0.25	0.45	0.015	0.175	0.1	0.1	0	0.15	0	0
S12C	0.125	0.25	0.45	0.015	0.175	0.1	0.1	0	0.15	0	0
S15C	0.155	0.25	0.45	0.015	0.175	0.1	0.1	0	0.15	0	0
S17C	0.175	0.25	0.45	0.015	0.175	0.1	0.1	0	0.15	0	0

指向性エネルギー堆積法(DED)で作製したSUS316L ステンレス鋼における窒素雰囲気の影響

山田 泰希*¹ 菊竹 孝文*¹ 内野 正和*¹

Influence of Nitrogen Atmosphere on SUS316L Fabricated by Directed Energy Deposition

Taiki Yamada, Takafumi Kikutake and Masakazu Uchino

SUS316Lは、耐食性、溶接性に優れることから、金属AMにおいて代表的な材料として活用されている。オーステナイト系ステンレス鋼では、窒素原子の侵入型固溶により、機械的性質や耐食性が向上することが知られており、積極的に窒素原子を添加することが工業的に行われている。本研究では、雰囲気ガスの造形体への影響を調べるため、DED法によるSUS316Lの造形において、窒素雰囲気およびアルゴン雰囲気で造形体を作製し、比較評価を行った。

1 はじめに

三次元積層造形(Additive Manufacturing : AM)技術は、材料を結合・接合することによって三次元物体を作製するプロセスである。近年、欧米を中心に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ており、中空構造や薄肉化による部品集約、剛性を維持した軽量化など、従来の加工法では困難な形状を実現できるようになっており、従来工法との組み合わせにより、加工領域が大きく広がる可能性を秘めている¹⁾。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、1から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、ニッケル基合金、コバルト合金、チタン、その他特殊材料や混合材料を含む、広範囲の材料への適用が進んでいる。特に、オーステナイト系ステンレス鋼であるSUS316Lは、強度特性、耐食性、溶接性に優れることから、航空宇宙分野の熱交換機、機械部品のマニホールドやノズル、さらには宝飾品等に使用されており、金属AM技術における代表的な鋼種の1つとなっている。

SUS316Lを含むオーステナイト系ステンレス鋼では、窒素による固溶強化によって機械的性質や耐食性が向上する²⁾ことが知られている。工業的には、ステンレス鋼を1,000℃以上の高温窒素ガス中で保持することで、材料表面から窒素原子を固相内に拡散させる固相窒素吸収法が代表的な方法である。しかし、材料全体に窒素を吸収させるために長時間の処理が必要であり、

適用できる材料が細線や薄板状の小型部材に必然的に限定されることが課題である。

DEDでは、比表面積の大きい金属粉末をキャリアガスによって加工点に供給して熔融するため、造形体への影響は無視できないと考えられる。金属AMの雰囲気ガスには、酸化・窒化を防ぐため、一般に窒素およびアルゴンが用いられるが、SUS316Lの造形時に積極的に窒素を固溶させることによって、部材の大きさ、厚みに依らない機能性強化を期待できる可能性がある。本研究では、指向性エネルギー堆積法によって作製したステンレス鋼SUS316Lにおける窒素雰囲気の影響を明らかにするため、窒素およびアルゴン雰囲気で造形体を作製し、それぞれの機械的性質と金属組織を比較することで、窒素による固溶強化の効果を検証した。本報告は、先に3)で報告した内容を基に、詳細な評価と考察を加えたものである。

2 実験方法

実験には、半導体レーザー(最大出力 200W, 中心波長 915nm)を搭載した(株)ニコン製 Lasermeister 100Aを使用した。材料粉末には、SUS316Lのガスアトマイズ球状粉末を使用しており、材料粉末の平均粒径は75 μmである。

DEDの原理を図1に示す。指向性エネルギー堆積法は、レーザー光の照射によって母材上に形成した熔融池(メルtpool)に金属粉末を供給し、熔融・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。本装置は造形中の酸化を防ぐために、加工室内に不活性ガス

*1 機械電子研究所

を充填し、0.1%以下の酸素濃度で造形を行っている。積層条件が造形体に含まれる窒素含有量に与える影響を明らかにするため、表1に示す条件で造形を行い、造形の雰囲気ガスには窒素およびアルゴンを用いた。造形中の入熱エネルギーの指標として、単位面積あたりに与えられる熱量であるエネルギー密度 ε [J/mm²]を以下の式で計算した。

$$\varepsilon = P / (v \cdot h)$$

P [W]はレーザ出力、 v [mm/s]はノズルの走査速度、 h [mm]は水平方向のピッチである。造形の雰囲気ガスにはアルゴンおよび窒素を用い、造形体に含まれる含有窒素量を、酸素・窒素・アルゴン分析装置(LECO製TC-436AR)を用いて、不活性ガス溶解法により測定した。レーザ走査パターンは、図2に示すように、走査方向(X, Y)を一層毎に変えながら造形を行った。

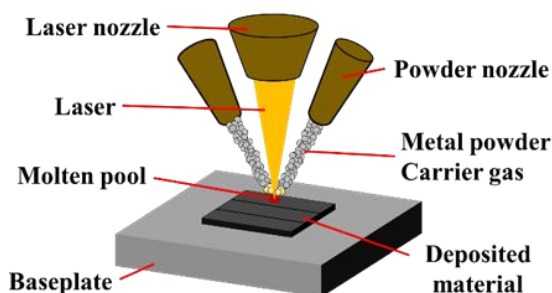


図1 DEDの原理³⁾

表1 造形条件

Laser power	W	150, 200
XY Scan speed	mm/s	3.0, 4.0, 6.0
Layer thickness	mm	0.1
Powder supply	g/min	2

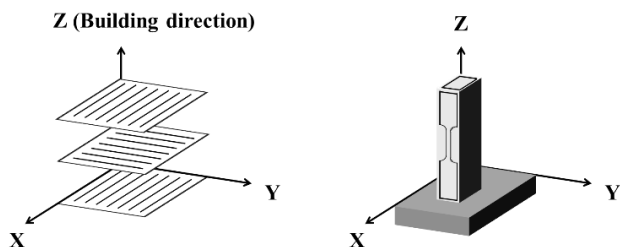


図2 レーザ走査パターン³⁾ 図3 引張試験片の造形³⁾

引張試験片は、図3に示すように、長手方向が積層方向(Z)の平行となる直方体(X4mm×Y8mm×Z80mm)を造形し、平行部長さ20mm、平行部幅8mm×2mmのダンベル状に機械加工した。また、ひずみ計測は、デジタル画

像相関法(Digital Image Correlation : DIC)により行った。硬度試験はビッカース硬度計を使用し、試験荷重100gf、保持時間15sとした。造形後の固溶化熱処理(Solution Heat Treatment : SHT)は、800℃で90 min予熱後、1,030℃で60 min保持し、ガス冷した。組織観察試料の観察面は積層方向(Z)に垂直な断面とし、湿式研磨にて鏡面研磨した後、電子線後方散乱回折法(EBSD法)による結晶方位解析を行った。

3 実験結果と考察

3-1 造形体の窒素含有量

各条件における造形体に含まれる窒素含有量の測定結果を表2に示す。アルゴン雰囲気における造形体(以下、Ar材)の窒素含有量0.03%であったのに対し、窒素雰囲気における造形体(以下、N₂材)では約0.1%と高く、N₂材は雰囲気中の窒素を含有していると考えられる。また、N₂材においてエネルギー密度 ε が高いほど、窒素の含有量が増加する傾向がみられ、積層条件によって窒素の含有量を制御できる可能性が示唆された。そこで、N₂材として最も窒素含有量が多かったサンプル③と、Ar材としてサンプル④を選択し、それぞれの機械的性質と金属組織の比較を行った。

表2 窒素含有量

Specimens	P [W]	v [mm/s]	ε [J/mm ²]	N content [mass %]
① As built, N ₂	150	6.0	50	0.10
② As built, N ₂	200	4.0	100	0.11
③ As built, N ₂	150	3.0	100	0.12
④ As built, Ar	150	3.0	100	0.03

3-2 引張特性およびビッカース硬さ試験

造形体の引張強度、0.2%耐力、破断伸びを表3および応力-ひずみ線図(図4)に示す。ひずみは試験片中央部(8mm×10 mmの範囲)をDICで計算し、その平均値を用いている。As built材では、N₂材が耐力、引張強度ともにAr材より60 MPa以上高く、破断伸びについても同等以上の結果が得られた。

硬度試験の結果を図5に示す。As built材においては、N₂材の硬度がAr材より高く、引張試験の結果と同様の傾向が見られた。また、固溶化熱処理材については、N₂材およびAr材ともに硬度が低下したものの、N₂

材がAr材を上回る傾向は維持されていた。造形雰囲気におけるこれらの機械的性質の違いは、ミクロ偏析の影響は小さく、結晶粒径や固溶元素などの組織因子に起因すると考えられる。

表3 引張試験の結果

Specimens	Tensile strength (MPa)	Yield strength (MPa)	Break Elongation (%)
As built, N ₂	618.8	407.0	78.8
As built, Ar	550.0	298.6	75.3

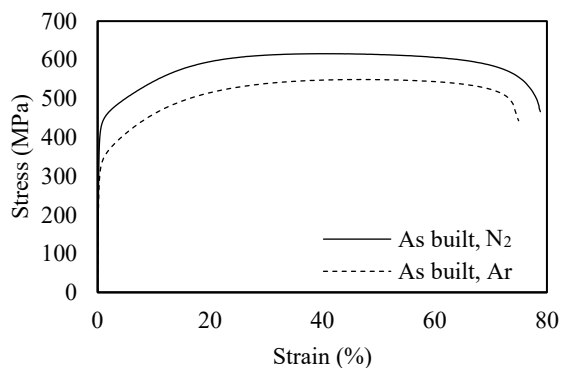


図4 応力-ひずみ線図³⁾

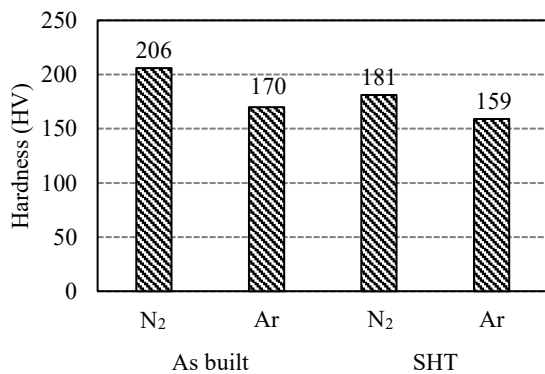


図5 硬度試験の結果

3-3 結晶方位解析および粒径の測定結果

N₂材およびAr材における積層方向に垂直な断面の結晶方位解析結果(Inverse Pole Figure : IPF map)と平均結晶粒径を図6および表4に示す。N₂材はAr材に比較して結晶粒径が大きく、平均結晶粒径は約3倍であることが分かった。

一般的に、金属材料は、結晶粒径が小さいほど、降伏応力(σ_y)が増大し、その結晶粒微細強化は、次式に示すホール・ペッチの関係式(Hall-Petch relation)として知られている。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k/\sqrt{d}$$

ここで、 d は平均結晶粒径、 σ_0 と k は材料固有の定数である。N₂材とAr材における機械的性質の差異は、ホール・ペッチの関係と逆の傾向を示しており、結晶粒の微細化によるものではないと考えられる。これらの結果から、DEDによるSUS316Lの造形において窒素の固溶によって機械的性質が向上していると考えられる。

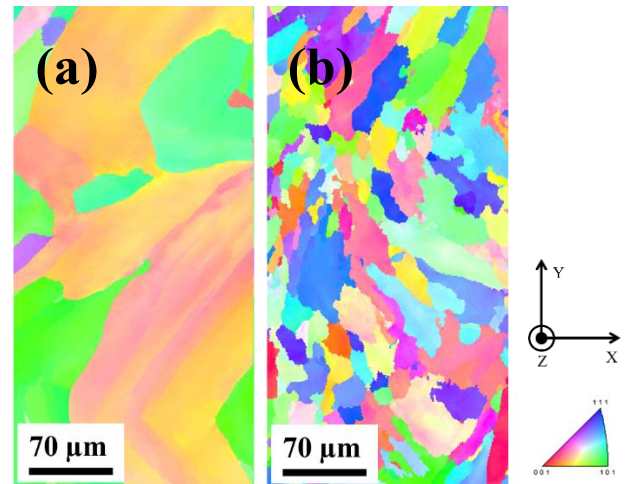


図6 積層方向と垂直な断面の結晶方位マップ

(a) As built, N₂ (b) As built, Ar

表4 結晶粒径の測定結果

Specimens	Average grain size(μm)
As built, N ₂	196.8
As built, Ar	59.9

3-4 SUS316Lにおける窒素固溶と加工硬化

SUS316Lはオーステナイト系ステンレス鋼の中でも優れた耐食性を有しており、外科用器具をはじめとする医療機器の製造に広く用いられている。日本ステンレス鋼便覧では、透磁率1.5以下の材料を非磁性体と定義しており、SUS304やSUS316などのオーステナイト系ステンレス鋼は、一般に非磁性材料として扱われる。しかしながら、冷間加工によって加工誘起マルテンサイトが生成されると、磁性を帯びる場合があり、MRI装置のような強磁場環境下ではアーチファクトを引き起こす可能性がある⁴⁾。

一方で、窒素はオーステナイト相を安定化させる元素であり、その添加によって加工誘起マルテンサイト変態が抑制されることが報告されている⁵⁾。そこで、N₂材とAr材における加工硬化の程度を比較検討するため、図7に示すとおり、引張試験片の破断部(約10

mm)をワイヤ放電加工機で切断し、振動試料型磁力計(VSM)を用いて磁化特性を測定した。磁束密度の算出には、5 emuのNi標準試料を使用した。N₂材およびAr材の破断部における磁束密度の測定結果を表5に示す。

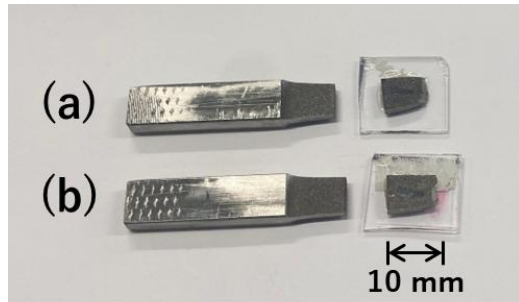


図7 引張試験片破断部の写真

(a) As built, N₂ (b) As built, Ar

表5 引張試験片破断部の磁気特性の測定結果

Specimens	Magnetic Flux Density (mT)
As built, N ₂	3.63
As built, Ar	14.56

Ar材の破断部における磁束密度は15 mTであったのに対し、N₂材の磁束密度がその約1/4にまで抑制されていた。オーステナイト系ステンレス鋼において、加工中に発現するマルテンサイト変態は磁性の発現に直結することが知られており、窒素の固溶によって、加工誘起マルテンサイト変態を抑制し、それに伴う磁性の発現を抑える効果を有する可能性が示唆された。すなわち、窒素の固溶によってオーステナイト相の安定性が向上し、ひずみによるマルテンサイトへの変態が抑制されたものと考えられる。

窒素による固溶強化は、窒素濃度の上昇に伴って増加することが知られている。DED法におけるステンレス鋼への窒素の固溶は液相からの固溶過程によるものであり、固相中の窒素拡散を利用する固相窒素吸収法と比較して固溶量は限定的であり、本研究においては約0.1%に留まった。しかしながら、本研究では、造形時の不活性ガスとして窒素を利用するという比較的簡便な方法によって、機械的性質の向上および加工硬化の抑制に寄与する可能性が示された。固相窒素吸収法のような長時間処理を必要とせず、造形プロセス中に

その場で特性を改質できる点がDED法の大きな利点である。

さらに、本研究では、積層条件によって造形物の窒素含有量が増加する傾向が観察され、窒素の固溶量が造形パラメータにより制御可能である可能性が示唆された。DEDプロセスにおける機械的性質の最適化に向けて、今後の詳細な検討が期待される。

4 謝辞

本研究において、VSM測定にご協力いただきました九州工業大学竹澤教授に心より感謝いたします。

5 まとめ

指向性エネルギー堆積法によって、窒素およびアルゴン雰囲気におけるステンレス鋼SUS316Lの造形体を作製しそれぞれの金属組織と機械的性質を確認した。その結果、以下のような知見を得た。

- (1) N₂材は約0.1 wt%の窒素を含有しており、Ar材と比較して、0.2%耐力、引張強さ、ビッカース硬度の全てにおいて向上が確認された。
- (2) 金属組織の観察および固溶化熱処理後の硬度測定結果から、指向性エネルギー堆積法におけるSUS316Lの造形においては、窒素の固溶強化によって機械的性質が向上していると考えられる。
- (3) 引張試験片破断部のVSM測定において、N₂材では磁束密度がAr材に比べて大幅に低下しており、窒素固溶によって加工誘起マルテンサイトの生成が抑制されたものと考えられる。

6 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) 土山 聡宏: 固相窒素吸収法の特徴と得られる高窒素ステンレス鋼の特性, Electric Furnace Steel, 77, pp.163-169 (2006)
- 3) 山田 泰希: 精密工学会講演論文集2024年度春季大会, pp.529-530 (2024)
- 4) 松村 明, 日磁医誌, 10, 6, pp.558-562 (1990)
- 5) 増村 拓朗: 準安定オーステナイト系ステンレス鋼のM_d30に及ぼす炭素および窒素の影響, 鉄と鋼, 105, 12, pp.1163-1172 (2019)

金属粉末射出成形における捨てボスのウェルドライン抑制効果の調査

田尻 智基^{*1} 山本 圭一朗^{*1} 内野 正和^{*1} 中村 憲和^{*1}

Investigation of the Weld Line Suppressive Effect on a Dummy Boss at Metal Injection Molding

Tomoki Tajiri, Keiichiro Yamamoto, Masakazu Uchino and Norikazu Nakamura

金属粉末射出成形（以下、MIM）は樹脂の射出成形と同様の成形不良が発生する。成形不良の一つにウェルドラインがあり、焼結時に傷のような外観不良として現れ、強度低下も懸念されることから、製品設計のハードルになっている。ウェルドラインを抑制する対策の一つとして捨てボスという手法が用いられているが、ウェルドラインの抑制効果については調査されていない。そこで、本研究では捨てボスのゲートサイズによるウェルドライン抑制効果の確認と焼結体の強度評価を行った。

1 はじめに

MIMとは金属粉末と樹脂を混練した材料を可塑化し、金型内に充填することで目的の形状に成形し、その後、脱脂工程により樹脂を取り除き、焼結工程で金属粉末を結合するで、金属製品を製造する方法である。

McKinsey & Companyが発行した調査書「Factory of the Future」¹⁾によると、将来的に発展する技術として、3Dプリンターと共に期待されている。その特徴は、難削材が扱えることや、形状の自由度が高いことであり、ニアネットシェイプで大量生産が可能な有用なプロセスである。

しかし、成長が見込まれる技術であるにも関わらず、福岡県内でMIMを活用している企業は少ない。MIMによる製品の製造を行うためには、材料選定や射出成形および脱脂・焼結条件の最適化等、様々なノウハウが必要であり、普及を阻害する要因になっている。そこで、機械電子研究所ではMIMの普及促進のために、令和4年度に「金属粉末造形技術研究会」を立ち上げ、参加企業と意見交換を行いながら製品化に向けた研究を実施している。

本研究では、MIMの成形不良の中から、ウェルドラインとその対策に用いられる捨てボスに着目し、捨てボスを設けた場合のウェルドライン抑制効果の確認と焼結体の強度評価を行った。捨てボスとは、図1のようにウェルドラインが現れる成形材料同士の合流部付近に、成形材料を逃がす領域を設けるものである。

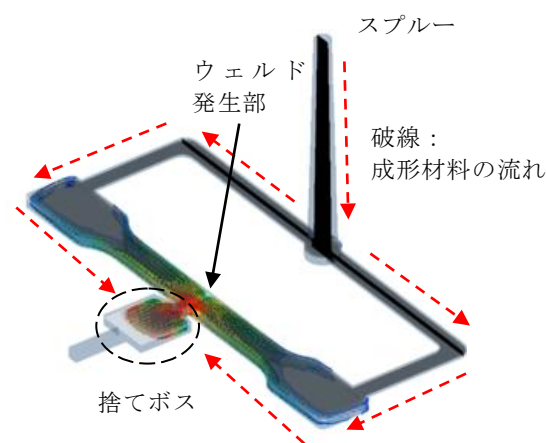


図1 成形材料合流部付近に設けられる捨てボス

2 研究、実験方法

2-1 使用機器および材料

本研究において使用した機器および材料を表1、2に示す。

表1 使用機器

機器名	型式	メーカー
射出成形機	TR20-EHV	(株) ソディック
脱脂焼結炉	VESTA	(株) 島津産機システムズ
熱流体解析ソフトウェア	scFLOW	エムエスシーソフトウェア (株)
非接触式三次元表面形状測定機	Talysurf CCI-Lite	アメテック (株)
引張試験機	AG-100kNX	(株) 島津製作所

^{*1} 機械電子研究所

表2 使用材料

品名	型式	メーカー						
フィード ストック	MMJ-S304-070 (SUS304L)	太盛工業（株）						
化学成分（wt%）								
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
≤0.03	≤ 1.00	≤ 1.00	Max 0.045	Max 0.030	12.00- 15.00	16.00- 18.00	2.00- 3.00	Bal.



図3 試作した金型

2-2 成形実験

図2に成形品の形状を示す。成形品は強度評価を行うための引張試験片とし、試験片の中央で成形材料同士を合流させ、合流部付近に設けた捨てボスのゲート形状は矩形とした。また、通常捨てボスは半円等の形状を持つゲートにより接続されるが、試験片の表裏のウェルドの状態を等しくするため、試験片と同じ厚みを持つ四角形のゲート形状とした。捨てボスゲート幅を変化させて成形を行い、ウェルドラインの生成状況を観察した。各部の寸法を表3に示す。成形条件については図3の金型を用いたテスト成形によってウェルドライン以外の成形不良が発生しない条件を検討し、表4に示す成形条件とした。

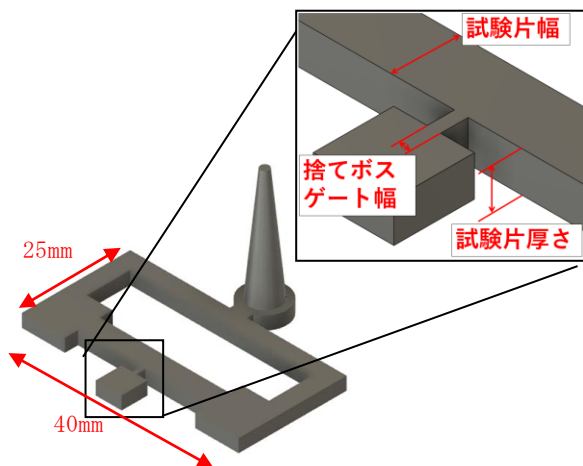


図2 設計した成形モデル

表3 各箇所の設定寸法

試験片幅	6mm
試験片厚さ	3mm
捨てボスの ゲート幅	1, 1.5, 2, 2.5, 3 (mm) もしくは捨てボス無し

表4 成形条件

成形条件	
射出温度	185℃
金型温度	50℃
射出速度	45mm/s
保圧	30MPa
保圧時間	3s

2-3 熱流体解析ソフトウェアによる流動解析の方法

図2の成形品を解析対象として、非定常VOF法（Volume of Fluid 法）を用いて成形時の充填状況の評価した。材料の密度や粘度等のパラメーターは、材料メーカー提供の資料や過去の実験²⁾において測定したデータを用いた。粘性係数は温度とせん断速度の依存性を考慮したカラーモデルを用いた。表4の射出速度から流量に換算した一定流量 $4.522 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ とし、射出温度は185℃、キャビティ表面に50℃を与え、熱伝導により解析領域外へ熱移動するものとした。

成形時の充填状況を解析するのにあたり、パーティング面から空気を逃がすこととし、一般的なエアベント隙間である $10 \mu\text{m}$ 程度の流路にて解析を行うと、クーラン数の観点から時間刻みを小さく取る必要があり、解析に時間を要することになる。そこで、成形材料合流部付近のパーティング面に厚さ0.4mmの流路を設けて解析を行った。成形品のメッシュサイズと形状は、材料合流箇所近傍を0.325mm、他の部分は0.75mmのポリヘドラルメッシュとした。パーティング面に設けた厚さ0.4 mmの流路には0.1875mmのメッシュを挿入した。境界層は厚み係数0.2、変化率1.1の3層とした。解析領域は、対称境界を用いて成形品の半分の領域とした。

2-4 強度評価用試験片の作製方法

試験片幅5mm、厚さ3mmとし、ウェルドラインが生じた捨てボスのゲート幅1mmのものと、ウェルドラインが生じなかった捨てボスのゲート幅1.5mm、3mmの条件

のものを選択した。成形後に捨てボスを除去し、アルゴン雰囲気にて1, 350℃×2hの脱脂焼結を行うことで、図4に示す強度評価用の引張試験片を作製した。

また、比較のために図5に示す金型を用いて成形材料同士の合流が生じない条件で試験片を成形し、合流ありの引張試験片と同じ条件で焼結した。焼結体を図6に示す。



図4 引張試験片

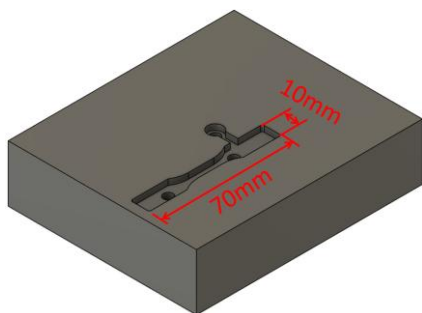


図5 合流部の無い金型の設計モデル

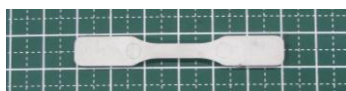


図6 合流部の無い試験片

3 結果と考察

3-1 成形実験および流動解析の結果

試験片幅6mm、厚さ3mm、捨てボスのゲート幅1mmで成形を行った場合、図7、8に示すように、捨てボスから遠く、ガスが逃げにくい下金型底面の位置にウェルドラインが現れた。その位置において表面形状測定を実施した。試験片幅6mm、厚さ3mmとし、捨てボスを設けなかった試験片の測定結果を図9に示す。また、試験片幅3mm、厚さ3mmとし、捨てボスゲート幅1mmと2mmにおける表面形状測定結果を図10、11に示す。



図7 グリーン体（試験片幅6mm、厚さ3mm、捨てボスのゲート幅1mm）

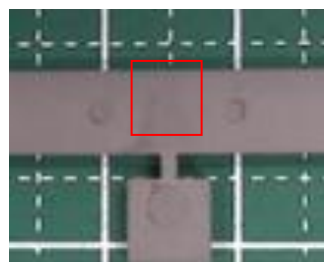


図8 ウェルド部の測定位置

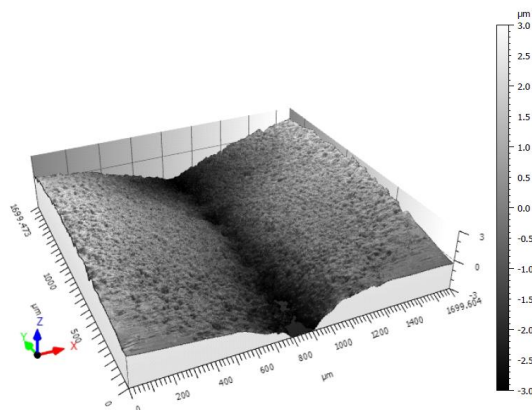


図9 試験片幅6mm、厚さ3mm、捨てボスなしでのウェルド部における表面形状測定結果

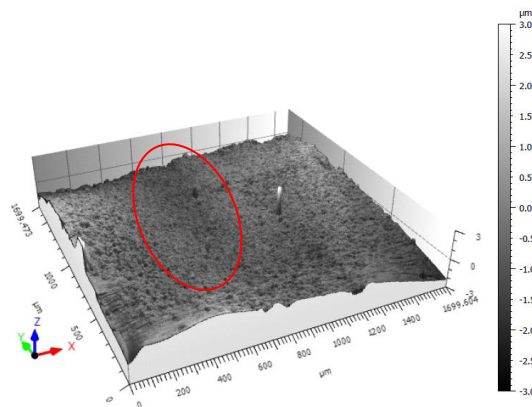


図10 試験片幅6mm、厚さ3mm、捨てボスのゲート幅1mmでのウェルド部における表面形状測定結果

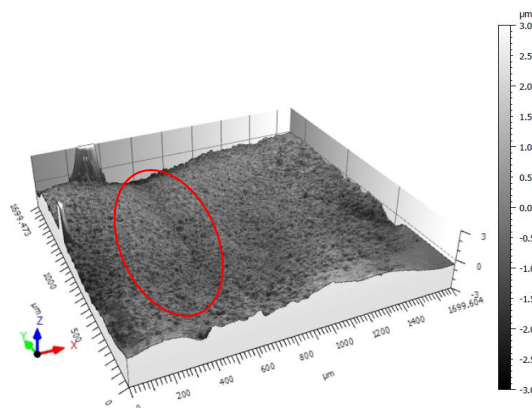


図11 試験片幅6mm、厚さ3mm、捨てボスのゲート幅2mmでのウェルド部における表面形状測定結果

捨てボスのゲート幅が大きいほど溝形状の深さは小さくなっており、捨てボスのゲート幅が大きいほどウェルドラインを抑制できることが確認できた。

熱流体解析により得られた解析結果を図12に示す。捨てボスへ材料が流入する時刻における成形材料合流部付近を拡大した、成形品中央断面における流速のY成分のコンター図である。試験片の幅6mm、厚さ3mmに対し、捨てボスのゲート幅を1mm、2mm、3mmとした場合、捨てボスのゲート幅が大きいほど成形材料が捨てボス方向に向かう範囲が大きくなった。このことから、捨てボスのゲート幅を大きくすることがウェルドラインの抑制に有効であると考えられる。

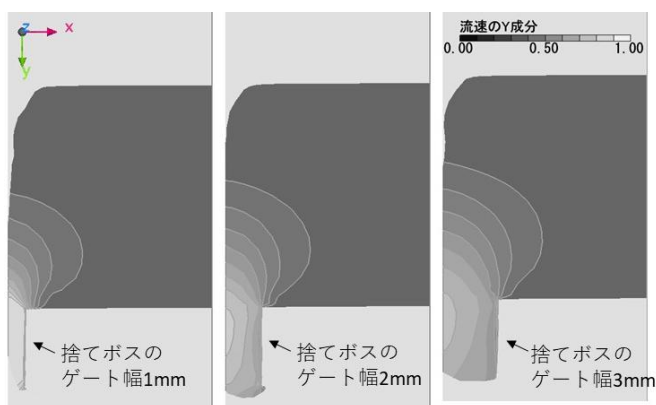


図12 捨てボスへ材料流入時の流速のY成分

3-2 強度評価結果

各試験片の引張試験の平均値を図13に示す。

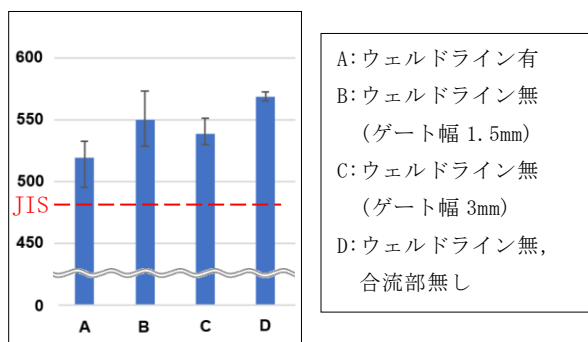


図13 各試験片の引張強さ

引張強さは、合流部無しの試験片が一番大きく、捨てボスを設けずウェルドラインを有する試験片が一番低いという結果が得られた。ただし、すべての試験片でJIS規格規定の480MPa以上の強度を維持していた。

ウェルドライン有りの試験片については、ウェルドライン部（溝深さ約7μm）からのき裂進展の他、引張試験後の破断面に図14、15に示すような空孔の跡が確

認された。このことから、空孔によって有効な断面積が減少し、その結果として強度が低下したのと考えられる。

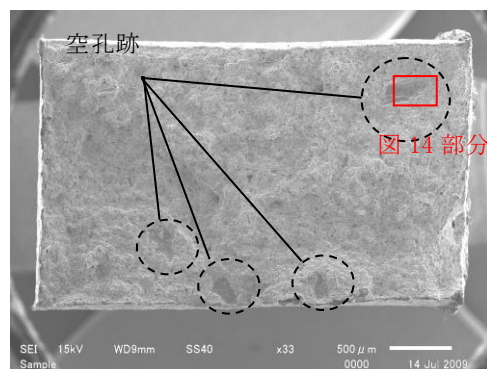


図14 破断面のSEM像

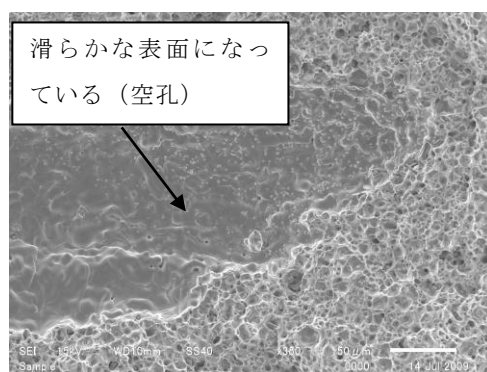


図15 空孔部の拡大画像

4 まとめ

捨てボスによるウェルドライン抑制効果の評価した結果、以下の結論が得られた。

- ・捨てボスのゲート幅毎にウェルドライン部の形状を測定し、捨てボスによって、溝形状の深さが浅くなっていく様子を確認した。解析結果から、捨てボスにウェルド発生部の材料が流入することで、抑制効果が得られると考えられる。
- ・ウェルドラインは、焼結により結合していたが、溝形状や空孔による強度低下が認められた。捨てボスによってそれらの原因を取り除くことで、強度低下の防止を見込むことができる。

5 参考文献

- 1) Ben Sheppard 他： Factory of the Future, McKinsey & Company (2014)
- 2) 山本 圭一郎 他： 福岡県工業技術センター研究報告, No. 33, pp. 77-80 (2023)

材料押出(MEX)方式で作製したステンレス鋼の内部構造と機械的性質

山田 泰希^{*1} 内野 正和^{*1}

Internal Structure and Mechanical Properties of Stainless Steel Fabricated by Material Extrusion (MEX) Method

Taiki Yamada and Masakazu Uchino

材料押出法（MEX）は金属AM技術の中でも安全性や費用対効果に優れており、近年、その実用化に向けて注目が高まっている。本研究では、MEXで造形したステンレス鋼SUS316Lの内部構造を変化させた試験体を作製し、機械的性質への影響を評価することで、軽量化と強度を両立可能な構造設計について検討した。

1 はじめに

金属AM技術の1つである材料押出法（Material Extrusion：MEX）は、粉末床溶融結合法（Powder Bed Fusion：PBF）や指向性エネルギー堆積法（Directed Energy Deposition：DED）と比較して、金属粉末やレーザー等の高出力源を必要とせず、安全性および費用対効果に優れているため、近年大きな注目を集めている。

このプロセスは、金属粉末を流動性物質（バインダー）と混練後、射出成形・脱脂焼結によって高精度複雑形状の三次元製品を製造する、金属粉末射出成形（Metal Injection Molding：MIM）の技術が応用される。図1に示すとおり、成形プロセスを積層造形に置き換えることで、ステンレス鋼、銅、ニッケル基合金を含む様々な金属部品の製造が行われており、造形および後処理パラメータを最適化することで、MIM同等の機械的特性が得られることが報告されている¹⁾。

金属材料を対象としたMEXの研究開発は、積層造形に適した材料の開発や、高い相対密度および機械的性質を得るための造形パラメータ制御に注力されている。今後のさらなる実用化に向けては、AM以外では製造が困難な内部構造の設計により、必要な構造特性を実現することが求められるが、PBFと比較して研究事例は限定的であり、今後の検討が望まれる分野である。

本研究では、材料押出法（MEX）を用いてステンレス鋼SUS316Lの試験体を作製し、内部構造を変化させることで得られる機械的性質の違いを評価する。これにより、内部構造が機械的性能に及ぼす影響を明らかにし、軽量化と強度の両立に向けた最適な設計指針の構築を目指す。

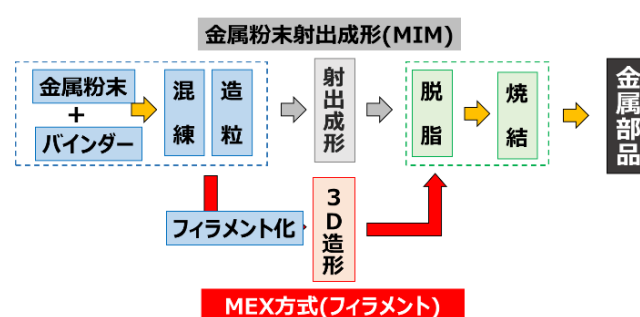


図1 MIMとMEXの工程

2 研究、実験方法

試験片の寸法を図2に示す。実験にはFrashforged社製のフィラメント式3Dプリンタ「Adventure 5M Pro」を使用し、材料には第一セラモ株式会社製のSUS316Lフィラメントコンパウンド「DM-6300C」を用いた。

試験片は長手方向に造形を行い、代表的な造形パラメータである充填率、シェルカウント、および充填パターンを変更した計18サンプルを作成した。充填率は30%、50%、80%の3種類とし、外郭の積層数を設定するシェルカウントは2層および4層の2種類とした。また、充填パターンは、スライスソフトウェア「Frashprint」に含まれるパターンのうち、ハニカム構造、ライン構造、3Dインフィルの3種類（図3）を選択して試験片を作形した。ハニカム構造は六角形の格子構造であり、ライン構造は90度交差する直線が交互に積層する2次元周期構造に分類される。一方、3DインフィルはXYZ方向に周期性を持つ3次元周期構造であり、強度特性の異方性が小さいことが特徴である。

試験片の造形、脱脂および焼結の各工程後の試験片の外観を図4に示す。図4(c)に示すように、焼結後の

^{*1} 機械電子研究所

試験片は金属光沢を呈し、金属粉末同士の結合が確認された。造形後および焼結後の試験片については、電子天秤により質量を測定するとともに寸法を計測し、各試験片の収縮率および相対密度を算出した。

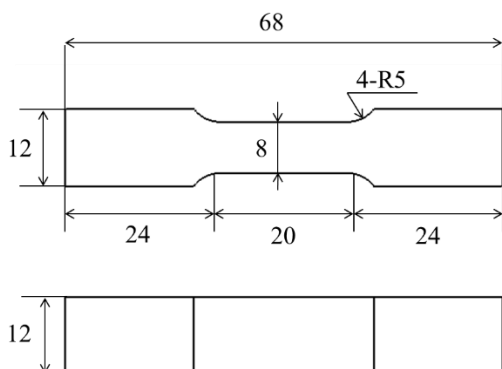


図2 造形した試験片と寸法

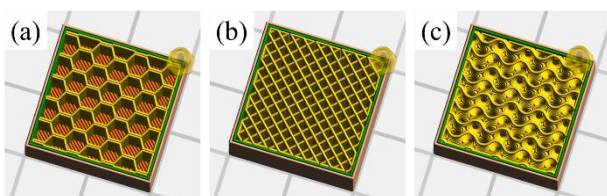


図3 内部充填パターン
(a)ハニカム構造 (b)ライン構造 (c)3Dインフィル

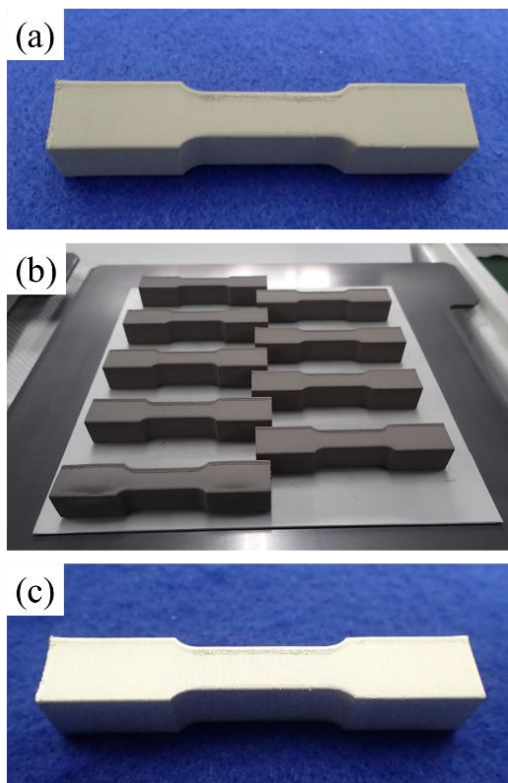


図4 MEX方式で作製された試験片
(a)造形後 (b)脱脂後 (c)焼結後

3 結果と考察

図5に、各種内部構造における相対密度と引張強度の関係を示す。図中のマーカーは、塗りつぶしがシェルカウント2、白抜きがシェルカウント4の条件を示している。全体として、相対密度が高くなるほど引張強度も増加する傾向が確認された。この傾向は、密度の向上に伴って材料内部の空隙が減少し、応力がより均等に分散されることに起因していると考えられる。ハニカム構造を採用した試験片は、他の充填パターンと比較して高い引張強度を示した。これは、ハニカム構造が積層方向の断面形状が一定であり、応力集中が生じにくいと考えられる。引張試験では、断面積の小さい部位に応力が集中し破断しやすいが、断面が一定なことでその影響が抑制されたと推察される。

また、焼結されたSUS316L材料については、米国粉末冶金連盟 (MPIF) により450 MPaの引張強度が基準として設定されている。本研究において、図中の黒矢印で示したハニカム構造の試験片は、MPIF規格の基準を満たしており、積層造形による焼結材として十分な機械的性能を有することが確認された。

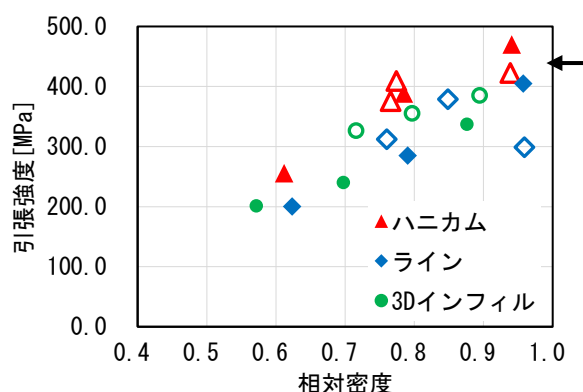


図5 各充填パターンにおける引張強度

4 まとめ

MEX方式で造形したハニカム構造の試験片は、MPIF規格におけるSUS316Lの基準引張強度（450 MPa）を満たしており、軽量化と高強度を両立する有効な内部構造であることが示唆された。

5 参考文献

- 1) 山田 龍之介：材料押出 (MEX) 技術の最近の動向と展望. 粉体及び粉末冶金, 71, 12, pp. 639-648 (2024)

指向性エネルギー堆積法(DED)を用いた 金型材料の補修技術に関する研究

山田 泰希^{*1} 菊竹 孝文^{*1}

Study on Repair Technologies for Die Materials Using Directed Energy Deposition (DED)

Taiki Yamada and Takafumi Kikutake

指向性エネルギー堆積(Directed Energy Deposition : DED)方式は、三次元造形に加え、既存部品に付加造形で
きることから、金型のカケや摩耗が生じた箇所に、必要な機能性を付与できる技術として期待されている。本研
究では、プレス金型材料である合金工具鋼(SKD11)に対して、耐摩耗性・靱性の優れた高速度工具鋼(SKH51)を堆
積し、接合界面をの硬度分布および金属組織について調査した。

1 はじめに

金属AM技術の一方式である指向性エネルギー堆積
(Directed Energy Deposition : DED)方式は、レー
ザ光によって粉末層を選択的に溶融する粉末床溶融結
合法(Powder Bed Fusion : PBF)とは異なり、金属
粉末とレーザエネルギーを同時に供給し、母材上に金
属を堆積する手法である。本手法は、密度と冶金的結
合に優れ、母材への影響を最小限に抑えられ、精密な
堆積が可能であることから、高付加価値部品の補修に
最適な手法であると考えられている。

合金工具鋼であるSKD11は、高い硬度を有し、良好
な機械的特性を示すため、冷間プレス金型をはじめと
する金型部品の製造に広く使用されている。しかしな
がら、近年の自動車産業における安全性や軽量化の要
求から、先進高強度鋼を含む鋼材の板金成形時に発生
する破損、割れ、および早期摩耗が課題となっている。

本研究では、合金工具鋼SKD11の高機能化を目的に、
耐摩耗性に優れた高速度工具鋼SKH51を堆積し、DEDに
よる造形が母材および堆積層の金属組織、硬さに与え
る影響について調べた。また、SKD11およびSKH51の接
合部材に最適な熱処理条件についても検討した。本
報告は、先に文献1)で報告した内容を基に、詳細な評
価と考察を加えたものである。

2 実験方法

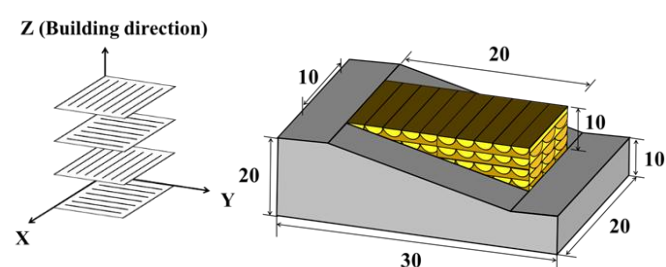
実験に用いた装置は、半導体レーザを搭載した株式
会社ニコン製の「Lasermeister 100A」(最大出力200W)
を使用した。母材には、合金工具鋼SKD11を使用し、

造形材料は、高速度工具鋼SKH51の金属粉末を使用し
た。積層条件(レーザ出力、走査速度、積層ピッチ)は、
表1に示す値とした。高速度工具鋼は、耐摩耗性・耐
衝撃性に優れ、高負荷・高温環境で使用される金型や
各種工具に使用されている。図1に示すように、レー
ザ走査パターンは各層ごとにX方向およびY方向を交互
に変更する方法を採用した。図2に試験片の作製方法
を示す。母材上の傾斜した領域に、SKH51を堆積し、
ワイヤ放電加工によって母材と造形材を含む領域の中
央部を長手方向に切断した。湿式研磨による鏡面研磨
後に、10%ナイトール溶液でエッチングを行い、光学
顕微鏡を用いて組織観察を行った。また、As built材
の組織を、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察した。

造形後の熱処理として、表2に示す条件で焼入れと
焼戻しを行った。焼入れ温度は、SKH51で一般的に採
用されている、1170℃に加え、SKD11およびSKH51両方
で高い硬度が得られる条件を検討し²⁾、1080℃とし
た。硬度試験はビッカース硬度計を使用し、試験荷重
300 gf、保持時間15 sとした。

表 1 積層条件

Laser power	W	150
X Y Scan speed	mm/s	3.0
Layer thickness	mm	0.1
Powder Supply	g/min	2.0



^{*1} 機械電子研究所

図 1 レーザ走査パターン¹⁾ 図 2 試験片の作製方法¹⁾
表 2 熱処理条件

Conditions	Heating	Cooling	Tempering
As built	None	None	None
T550℃	None	None	550℃
H1,170℃-T550℃	1,170℃	Air cooling	550℃
H1,080℃-T550℃	1,080℃	Air cooling	550℃

3 結果と考察

3-1 断面組織

図3に、As built材の断面組織写真を示す。堆積層において、レーザの走査方向の違いに起因するコントラストが観察され、溶融池中心部は溶融池境界部に比べて強くエッチングされた。なお、母材において強くエッチングされた領域は、熱影響部であると考えられる。溶融池の境界部および中心部をSEMで観察した結果を図4に示す。両領域ともに、高速度工具鋼の凝固組織に見られるデンドライト間隙に生成したネットワーク状の共晶炭化物が見られた。しかし、組織形態には差異が認められ、境界部では造形方向に伸びた柱状晶が多く観察されたのに対し、中心部では等軸晶が支配的であった。

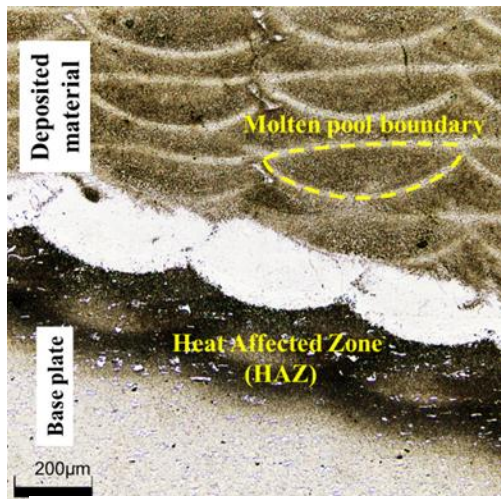


図 3 As built 材の断面の光学顕微鏡写真¹⁾

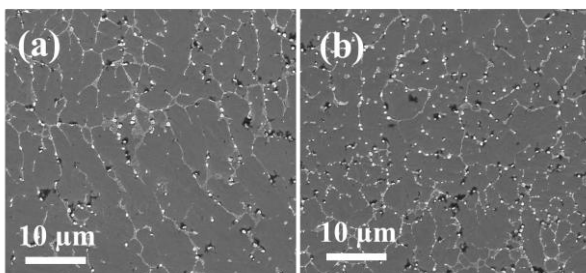


図 4 SEM 像 (a) 溶融池境界部 (b) 溶融池中心部¹⁾

3-2 堆積層の硬度分布

溶融池の中心部と境界部における硬度の差異を明らかにするため、As built材の堆積層において微小硬度試験を行った。図5に示すように、100 μm間隔で計25点のビッカース硬度を測定した。図中の破線は、溶融池の境界を示す。

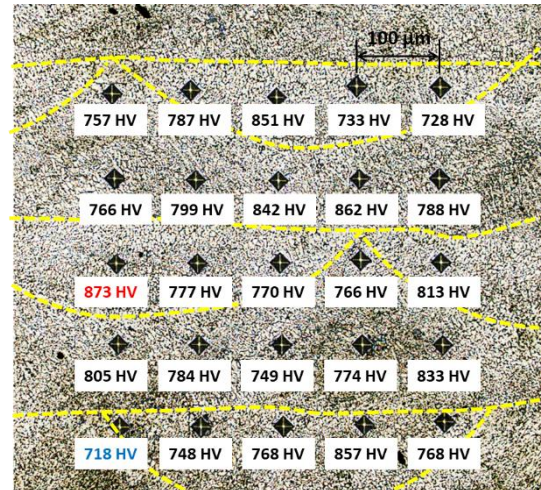


図 5 As-built 材の堆積層断面における
ビッカース硬度分布

測定の結果、25点の平均硬度は789 HVであった。最大値は溶融池中心部で観察された873 HV、最小値は溶融池境界部で観察された718 HVである。この結果から、測定箇所によって最大で約155 HVの硬度差が生じていることがわかる。全ての測定点が700 HV以上という高い硬度を示したものの、溶融池の中心部と境界部では機械的性質にばらつきが生じる可能性が示唆された。この硬度分布の不均一性は、積層プロセスにおける不均一な熱履歴に起因すると考えられる。DEDでは、新たな層が積層される際に、その直下の層が再加熱される。溶融池の境界部は、この上層の積層時の熱影響を強く受けることで焼戻し効果が生じ、組織が軟化したために硬度が低下したと推察される。したがって、堆積層は硬い中心部と比較的軟らかい境界部が混在した不均一な状態となっていると考えられる。

3-3 熱処理による硬度変化

各種熱処理が母材と堆積層の界面近傍の硬度分布に及ぼす影響を調査した。図6に、各熱処理条件における界面からの距離と硬度の関係を示す。As built材では、境界部近傍が軟化しているのに対し、焼戻しのみを行うことで、境界部を含む全体の硬度が690 HV

(HRC 59相当) 以上となることが確認できた。一方、1,170℃で焼入れを行った場合、SKH51の硬度は880 HV以上に上昇したものの、SKD11には一般的な焼入れ条件(約1,050℃)より100℃以上高いため、硬度が400 HV程度まで軟化した。これは、焼入れ温度が高すぎたことで、残留オーステナイト量が増加したことが原因と考えられる。1,080℃で焼入れを行った試験片では、SKD11およびSKH51の両方で750 HV (HRC 62相当) 以上の硬度であった。堆積層の硬度は、As built材および焼戻し材に比べ、わずかに低いものの、高速度工具鋼において、靱性の向上を目的に、通常より低い温度で焼入れを行う「アンダーハードニング」と呼ばれる熱処理法が適用される場合もあり、プレス金型で使用する場合には耐衝撃性の面で有利となる可能性がある。

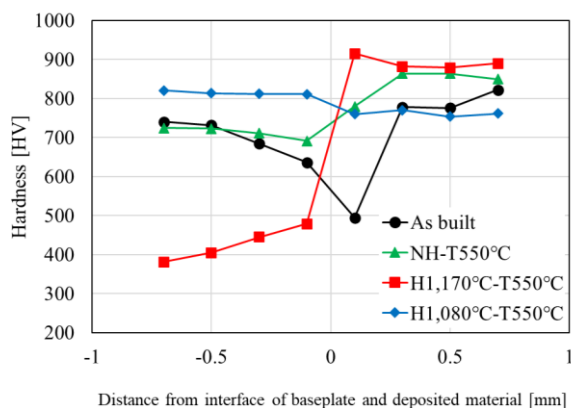


図6 各熱処理条件の違いによる硬度試験の結果¹⁾

4 まとめ

- (1) 堆積層の凝固組織は、デンドライト及びデンドライト間隙に生じた共晶炭化物から構成され、溶融池の境界部と中心部で組織に違いがみられた。
- (2) As-built 材の堆積層は溶融池中心部で硬く境界部で軟化する不均一な硬度分布を示した。
- (3) 母材、堆積層、接合部を含む全体の硬度は、造形後 550℃で焼戻しを行った場合、690 HV 以上である。また、1,080℃で焼入れ後に 550℃で焼戻しを行った場合は、750 HV 以上である。

5 謝辞

本研究は、公益財団法人三井金型振興財団の研究助成によるものであり、ここに付記して深く感謝の意を表します。

6 参考文献

- 1) 山田 泰希：精密工学会学術講演会講演論文集，2025年度精密工学会春季大会，pp. 509-510 (2025)
- 2) 杉山 道生：合金工具鋼(SKD)の焼入加熱時間と機械的性質の関係．鉄と鋼，60巻，1号，pp. 85-95 (1974)

金属粉末射出成形における形状精度向上に関する研究

西澤 崇*¹ 田尻 智基*¹ 中村 憲和*¹

Study on Improving Shape Accuracy in Metal Injection Molding

Takashi Nishizawa, Tomoki Tajiri and Norikazu Nakamura

金属粉末射出成形(Metal Injection Molding, MIM)は、複雑形状の小型部品をニアネットシェイプで大量生産可能であるため、自動車業界や医療機器業界等で注目されている。しかし、焼結時の収縮が大きく、変形を生じやすいことから形状精度の向上が課題となっている。本研究ではMIMの形状精度向上を目標に、射出成形工程と脱脂焼結工程の両面から加工条件と変形挙動との関係性を調査し、変形量低減に繋がる射出成形条件・脱脂焼結条件を明らかにした。

1 はじめに

金属粉末射出成形(MIM)は、プラスチック射出成形と金属粉末冶金を組み合わせた製造技術であり、複雑な三次元形状を高精度に量産できることから、自動車業界や医療機器業界等で注目されている。一方で、MIMは金属粉末にバインダーを高い割合で添加するため、焼結時の収縮が大きく、変形を生じやすいという課題がある。この課題を解決するべく、焼結時の形状の制御や変形挙動の研究が盛んに行われており、成形品焼結時に、①部位毎の微小な温度差、②重力、③試料と敷板間の摩擦拘束、④試料内部の密度差、に起因する変形が発生することが明らかになっている¹⁾。したがって、MIM技術の普及のためには焼結時の変形挙動に応じた射出成形条件・脱脂焼結条件の最適化が必要であるが、部品形状が多岐にわたることから変形対策の事例報告は少ない。

本研究は射出成形条件・脱脂焼結条件の最適化によるMIMの形状精度向上を目的とした。本報では福岡県内企業から要望があったSUS304L、超硬合金、チタンを対象に、ゲートフローによる変形、厚肉部のヒケによる変形、重力による変形、試料と敷板間の摩擦拘束による変形対策を検討した結果を報告する。

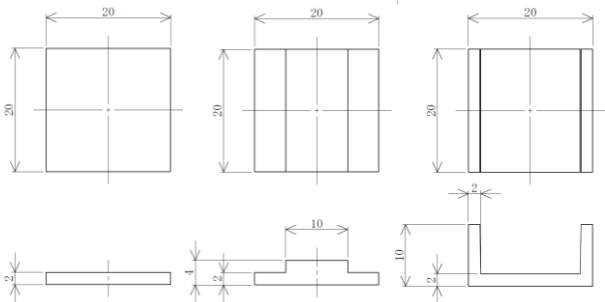
2 実験方法

2-1 使用MIM原料

MIMで広く使用されるSUS304L、及び難加工材である超硬合金、チタンの3材料を対象とした。SUS304LのMIM原料は太盛工業(株)製、超硬合金及びチタンは(株)アテクト製のMIM原料を使用した。

2-2 試料形状

図1に射出成形・脱脂焼結時の形状精度を評価用の試料形状を示す。試料Aは平板形状とし、試料Bは中央部が厚肉の凸形状、試料Cはコの字形状とした。



試料A(平板形状) 試料B(凸形状) 試料C(コの字形状)

図1 試料形状

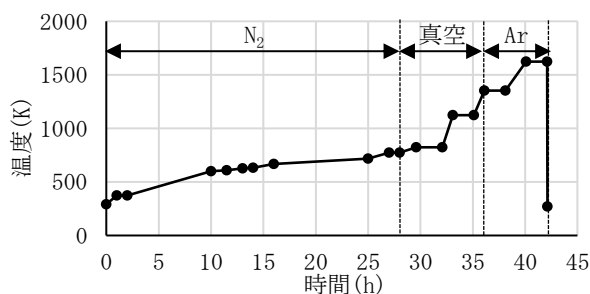
2-3 成形品・焼結品の作製方法

射出成形には(株)ソディック製の堅型射出成形機TR20EHV(MIM仕様)を、脱脂焼結には島津産機システムズ(株)製の小型真空加圧焼成炉VESTAを用いた。試料を作製した射出成形条件を表1に、脱脂焼結条件を図2に示す。

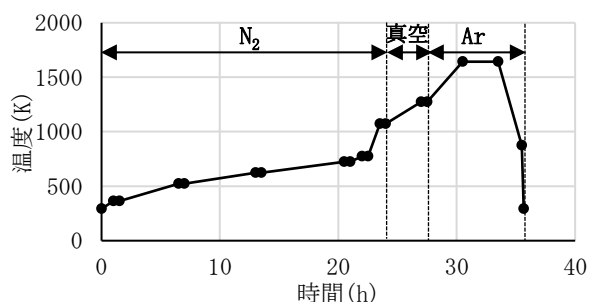
表1 射出成形条件

MIM 原料	SUS304L	超硬	チタン
射出温度(K)	453	443	443
金型温度(K)	323, 333, 343	313	303, 323
射出速度(mm/s)	20	20	20
保圧(MPa)	20, 40, 60, 80	70	50, 100
保圧時間(s)	4	4	3

*1 機械電子研究所



(a) SUS304L



(b) 超硬合金

図2 脱脂焼結条件

2-4 形状評価方法

成形品及び焼結品の形状測定については、GOM 社製の 3D スキャナ ATOS5 を使用した。測定データは三次元形状で表現されるため、2 つの 3D モデルを位置合わせて表面偏差を評価することが可能である。本研究では、まず成形品と焼結品の寸法から収縮率を計算し、その収縮率分縮ませた成形品と焼結品の表面偏差から焼結時の変形量を評価した。

3 結果と考察

3-1 ゲートフローによる変形への対策

MIMはバインダーを添加した金属粉末を射出成形するが、成形中に金属粉末とバインダーが不均一となり、成形品表面が黒色化する現象がある。特にゲート近傍で発生するものはゲートフローと呼ばれており、ゲートフローは焼結時の変形要因となるため、射出成形の時点で対策が必要になる。そこで、ゲートフローが顕著に見られたチタンを対象に、ヒケを抑制できる射出成形条件を検討した。

図2にチタンMIM原料から作製した試料Aの成形品外観を示す。ゲートフローは、保圧を低く、金型温度を高くすることで抑制できることを確認した。保圧と金型温度はいずれもゲートにかかる成形圧力に影響する

ため、ゲートフローの抑制には成形圧力の低減が有効であると考えられる。

		保 圧	
		50MPa	100MPa
金型温度	303K		
	333K		

図3 チタン成形品の外観

3-2 厚肉部のヒケによる変形への対策

MIMの厚肉部では、プラスチック射出成形と同様に、成形品表面に凹みが発生するヒケという現象が生じる。図4にCADデータとヒケが発生した試料B成形品 (SUS304L) の表面偏差を示す。最終製品である焼結品の形状精度向上のためには成形品を精度良く作る必要があるため、SUS304Lを対象にヒケを抑制できる射出成形条件を検討した。

図5にSUS304L MIM原料から作製した試料B成形品及び焼結品の平面度を示す。成形品平面度から、保圧を高くすることで成形品を平面度良く作製することができ、金型温度を高くすることで平面度が良好な範囲を広くできることを確認した。特に、金型温度の上昇が平面度の向上に有効であり、これはMIM原料の熱伝導率が高いことにより金型温度の変化が反映されたためと考えられる。また、焼結品の平面度は成形品より悪化しており、成形品平面度が良好であった金型温度333Kの条件では、一様に約0.07mmの平面度の悪化が確認された。焼結品平面度の向上には、脱脂焼結条件（温度、雰囲気）の最適化が必要と考えられる。

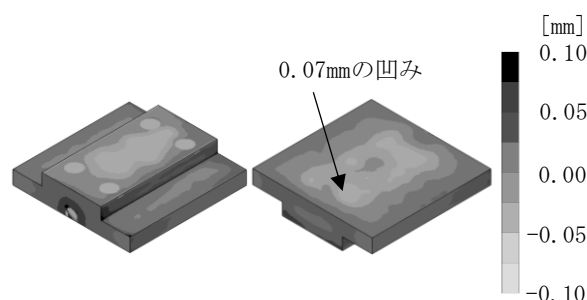


図4 CADデータと成形品との表面偏差測定結果

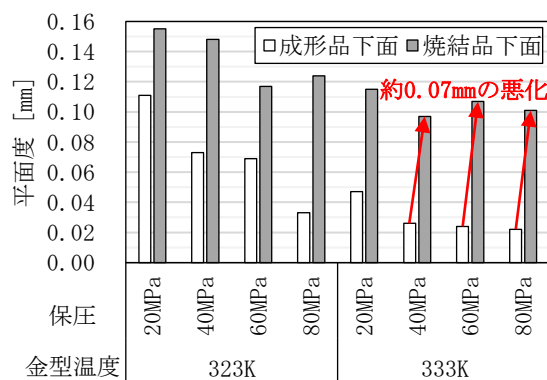


図5 SUS304L成形品及び焼結品の平面度測定結果

3-3 重力による変形への対策

MIMの脱脂焼結工程では成形品を敷板(セッター)上に設置し、脱脂焼結するが、敷板が支えていない箇所は自重により変形する。そこで、敷板が支えていない箇所への支持台(サポート材)の配置を検討した。

図6に試料Bを脱脂焼結する時の炉内設置方法を示す。支持台は、成形品の収縮を考慮し、試料Bと同じ材質の平板成形品及び Al_2O_3 (アルミナ)とした。図7に支持台を利用した場合のSUS304L MIM原料から作製した試料B焼結品の変形量測定結果を示す。支持台を設けることで、敷板に支えられていない箇所の重力による変形を抑制できることを確認した。

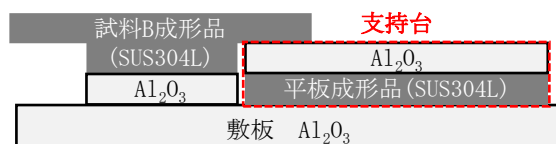


図6 支持台を設けた炉内設置方法

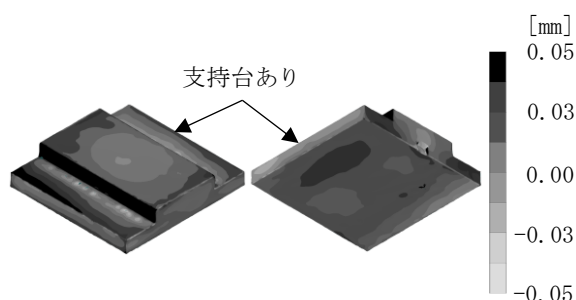


図7 支持台を設けた焼結時の変形量測定結果

3-4 摩擦による変形の対策

MIMの脱脂焼結工程では、成形品と敷板間の摩擦拘束による焼結時の収縮妨害が生じ、不均一な収縮が発生する。そこで、摩擦の影響が顕著に見られた超硬合金を対象に、敷板の材質変更を検討した。

超硬MIM原料から作製した試料B成形品をアルミナ及びBN敷板上で焼結し、焼結時の変形量を測定した結果を図8に示す。試料Cは焼結時に左右の壁部が内側へ変形するが、アルミナを用いた場合は敷板と接触している箇所は内側への変形量が小さく、上方に向けて徐々に変形が大きくなっており、接触箇所に生じる摩擦の影響が見られる。一方で、BNを使用した場合は内側への変形量は大きいものの、上下方向には一様に変形した。以上より、BN敷板を使用することで、摩擦による変形を抑制できることを確認した。

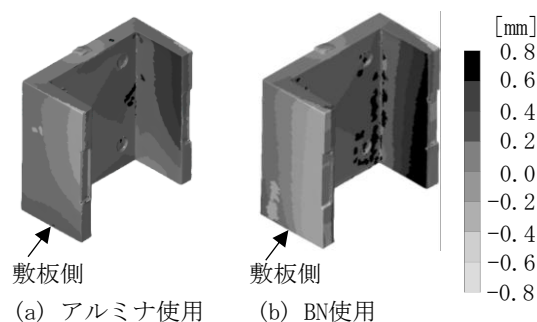


図8 敷板の材質を変更した焼結時の変形量

4 まとめ

SUS304L、超硬合金及びチタンの3材料を対象に、射出成形・脱脂焼結工程において発生する4種の変形への対策を検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) ゲートフローは、金型温度を上げることで抑制できる。
- (2) 厚肉部のヒケは、材料と金型との温度差を小さく、射出圧力を大きくすることで抑制できる。
- (3) 脱脂焼結時の重力による変形は、収縮率を成形品と合わせた支持台を使用することで抑制できる。
- (4) 敷板との摩擦による変形は、敷板の材質を Al_2O_3 からBNに変更することで抑制できる。

5 参考文献

- 1) 瀧澤 将, 渡辺 龍三, 川崎 亮: 粉体および粉末冶金, 48巻, 第5号, pp. 445-450 (2001)

トポロジー最適化を基にした形状の寸法最適化手法の検討

中井 太地*¹ 内野 正和*¹

Study on Size Optimization Problem Using Topology Optimization as Initial Shape

Daichi Nakai and Masakazu Uchino

省エネルギー化や低コスト化の観点から、軽量で高強度な構造は製品の重要な要素の一つである。そのため、様々な設計最適化技術が開発されている。本研究ではトポロジー最適化で得られる形状を基に寸法定義した形状について、寸法最適化する方法について検討した。寸法最適化の方法として、応答曲面法と勾配法を比較した。一般的に勾配法は局所最適解に陥りやすいという欠点があるが、ケーススタディでは応答曲面最適化と勾配法で最終的に得られる形状に大きな差はなかった。ただし勾配法のほうが少ない解析数で最適解へ収束したため、トポロジー最適化で得られる形状を基にした寸法最適化の場合は、勾配法が有力な方法であることが示唆された。

1 はじめに

省エネルギー化や低コスト化の観点から、軽量で高強度な構造は製品の重要な要素の一つである。そのため、様々な設計最適化技術が開発されている。

代表的な構造最適化技術として、トポロジー最適化と寸法最適化がある。前者のトポロジー最適化は、設計空間上で効率的な材料配置を提案する手法である。

トポロジー最適化は設計自由度が高いため改善の期待値が高い¹⁾。一方で、その自由度ゆえにしばしば複雑かつ製造困難な形状が提案される。また提案形状が製造可能であっても自由曲面を持っていることから、製造するために図面化するには、CAD (Computer Aided Design) ソフトを用いて人の手による修正を必要とする。後者の寸法最適化はCAD上で定義した寸法を設計変数として最適化する方法である¹⁾。設計自由度が低いため、改善効果は低い一方で、最適化後の形状が予測可能という利点がある。

上記のとおり、トポロジー最適化と寸法最適化には一長一短がある。そこで、本研究ではトポロジー最適化と寸法最適化を組み合わせた最適化について検討した。具体的には、まずトポロジー最適化を実施して得た形状にCADで変更し、寸法を定義した。次に、定義した寸法を設計変数として寸法最適化を試みた。

寸法最適化の方法には、応答曲面法や勾配法がある。前者の応答曲面法は、少数の解析結果から解析結果を予測する近似関数を作成し、この近似関数から最適形

状を得る方法である^{1), 2)}。一方、勾配法は、寸法をごくわずかに変化させた解析を行い、解析結果を比較して勾配を算出し、勾配から寸法を更新していく方法である。そこで、本研究では応答曲面法と勾配法の1種である混合整数逐次二次計画法(MISQP)³⁾による寸法最適化を行い、その比較も行った。

2 研究方法

本研究ではケーススタディを設定して、Ansys Mechanical 2022R2を用いた静的構造解析、トポロジー最適化、寸法最適化を行った。

2-1 トポロジー最適化とその形状修正

板厚1 mm、ヤング率200 GPa、ポアソン比0.33、比重7.85の条件で2次元静的構造解析を行った。図1にトポロジー最適化の条件を示す。制約条件は初期質量の35%で、コンプライアンス最小化を目的として密度法によるトポロジー最適化を行った。

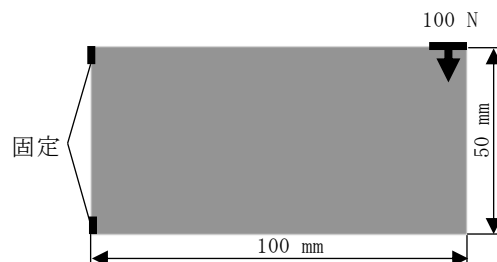


図1 トポロジー最適化条件

*1 機械電子研究所

図2, 3にトポロジー最適化の結果として得られた形状とそれにCADで修正を加えた形状をそれぞれ示す。本研究では設計寸法として17種の寸法を定義した。なお図1に示した100 × 50 mmの寸法は図3においても固定の値とした。

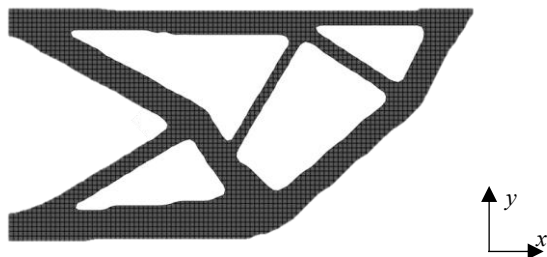


図2 トポロジー最適化結果

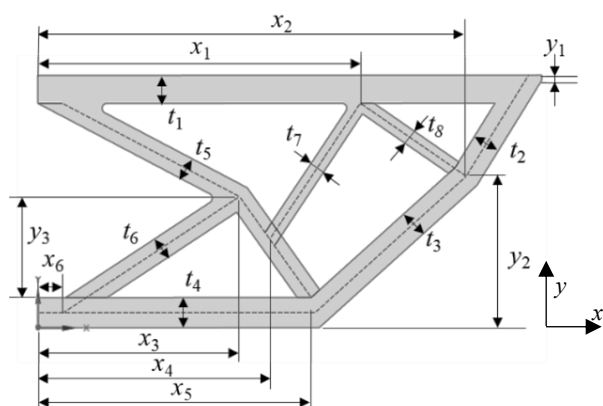


図3 CADによって修正を加えた
トポロジー最適化形状(初期値)

2-2 寸法最適化条件

図3に定義した形状について、質量を制約条件として、変位を最小化する寸法最適化を行った。式(1)に設定した寸法最適化条件を示す。

$$\begin{aligned} & \text{Minimize } |y_m(\mathbf{x})| \\ & \text{Subject to } m(\mathbf{x}) \leq m_t \\ & \mathbf{x} = [x_1 \dots x_6 \ y_1 \dots y_3 \ t_1 \dots t_8]^t \end{aligned} \quad (1)$$

ただし、 y_m は100 Nの荷重が加わった面におけるy方向の変位の平均値、 m は質量、 m_t は図1に示すトポロジー最適化で得られた形状の質量(14.03 g)である。表1に設計寸法の定義範囲を示す。今回、Case1~3の3種類の条件について寸法最適化を行った。Case1では寸法 $x_1 \sim x_6$ の6種類のみを最適化し、その他の寸法は初期値で固定した。また、Case2では $x_1 \sim x_6$ および $y_1 \sim y_3$ の9種類、Case3では17種類の寸法を対象に最適化を行った。

表1 設計寸法の定義範囲と最適化する寸法

寸法	初期値 (mm)	範囲 (mm)	Case 1	Case 2	Case 3
x_1	64	[60, 68]	✓	✓	✓
x_2	85	[83, 88]	✓	✓	✓
x_3	40	[37, 43]	✓	✓	✓
x_4	46	[44, 48]	✓	✓	✓
x_5	55	[52, 58]	✓	✓	✓
x_6	5	[2, 8]	✓	✓	✓
y_1	1	[0.5, 3.5]		✓	✓
y_2	29	[27, 30.5]		✓	✓
y_3	20	[16, 24]		✓	✓
t_1	5.5	[4, 7]			✓
t_2	5.5	[4, 7]			✓
t_3	5.5	[4, 7]			✓
t_4	5.5	[4, 7]			✓
t_5	4.5	[4, 5]			✓
t_6	4.5	[4, 5]			✓
t_7	3	[2, 4]			✓
t_8	3	[2, 4]			✓

(✓: 最適化する寸法)

2-3 応答曲面最適化

本研究では応答曲面最適化を以下のような手順で行った。

- Step1 実験計画法(最適空間充填設計)による解析寸法の決定(20, 50, 100, 200パターン)
- Step2 Step1で決定した解析寸法で構造解析
- Step3 構造解析結果から近似関数 $\hat{y}_m(\mathbf{x})$, $\hat{m}(\mathbf{x})$ を作成(応答曲面)
- Step4 近似関数 $\hat{y}_m(\mathbf{x})$, $\hat{m}(\mathbf{x})$ と多目的遺伝的アルゴリズムを用いた最適解の取得
- Step5 取得した最適寸法での構造解析

Step3の近似関数作成方法として、本研究ではKriging, ニューラルネットワーク(3層, 隠れ層のセル数6), 遺伝的集合(Genetic Aggregation)の3種類を採用した。なお、遺伝的集合は複数の手法(完全2次多項式, 非パラメトリック回帰, Kriging, 移動最小2乗法)から応答曲面を自動生成する方法である⁴⁾。

2-4 勾配法による最適化

本研究では、混合整数逐次二次計画法(MISQP)を用いて、表1で示した初期値から最適化を開始した。MISQPでは構造解析, 解析結果からの勾配算出, 寸法の更新を繰り返す。そして勾配が十分に小さくなると収束したと判定され、最適寸法が得られる。今回は収束基準を許容収束率0.1%に設定した。

3 結果と考察

図4, 5に最適化によって得られた形状の m と $|y_m|$ をそれぞれ示す。図4, 5の横軸は構造解析の回数である。3種類の応答曲面最適化, 勾配法の1種であるMISQPとともに, 最適化時間の大部分が構造解析に費やされるため, 構造解析の回数は最適化時間にほぼ比例する。

MISQPでは, 表1で示す初期値から寸法を更新している。初期寸法の m は13.86 gであり, 剛性を高くするため, 制約条件である14.03 gを上限として m が増加している(図4)。また $|y_m|$ の最小化を目標としているため, $|y_m|$ が小さくなる方向に寸法は変化している(図5)。なお m や $|y_m|$ が大きく変化しているところで寸法更新されており, 寸法更新の間に勾配を計算するのに必要となる解析が実施されている。解析数が少ない段階の寸法更新では, $|y_m|$ の大幅な低下が確認できるが, 寸法更新回数が増えるにつれて $|y_m|$ の低下量は少なくなっている。また, Case 1, 2, 3では, それぞれ55, 86, 189解析終了後に収束基準に達したため, それ以降のMISQPの解析は行われていない。

最適化寸法数が最も少ないCase 1の場合, 応答曲面最適化, MISQPともに50解析で十分に最適化されてい

ることが分かる。図4の質量は50解析で制約条件である14.03 gに近い値を示しており, 図5の $|y_m|$ についても, 50, 100, 200解析の間で明確な差は確認できない。

最適化寸法数が9個のCase 2の場合, Case 1と比較して, $|y_m|$ が収束するまでの解析数が増加している。図5に示すように, 50解析の時点でMISQPの $|y_m|$ が0.388 mmであるのに対して, 応答曲面最適化は最も $|y_m|$ が小さい遺伝的集合であっても0.392 mmであり, MISQPのほうが少ない解析回数で最適解に収束している。

最適化寸法数が最も多いCase 3の場合, 図5に示すように, 3種類の応答曲面最適化で得られた寸法はMISQPと比較して大きな $|y_m|$ の値を示している。200解析した場合であっても, 応答曲面最適化はMISQPの収束時の $|y_m|$ よりも明確に大きな値を示し, 応答曲面最適化で最適化するには解析数が不足していることが示唆される。また20解析で遺伝的集合はMISQPよりも小さな $|y_m|$ を示しているが, 図4に示すように20解析の遺伝的集合の m は, 制約条件である14.03 gを大幅に超過している。

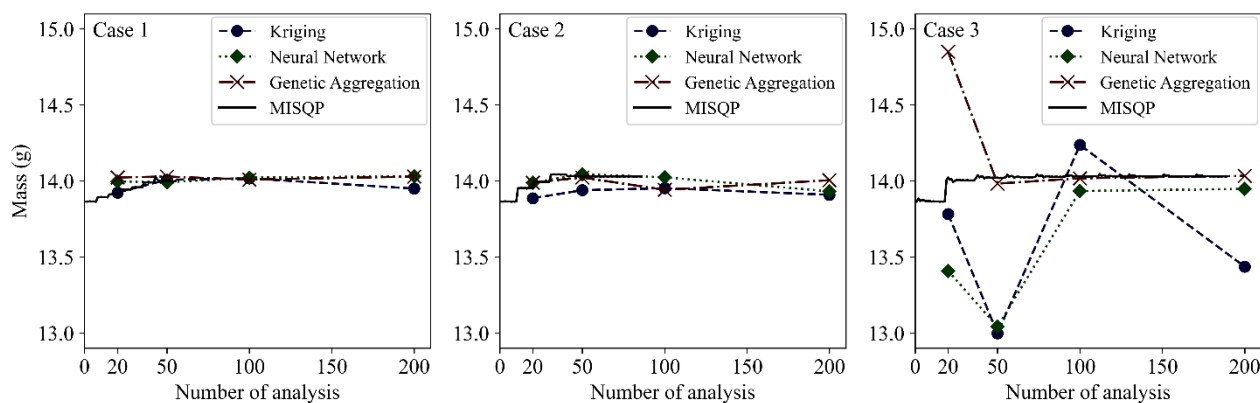


図4 最適化で得られた形状の質量 m と解析数の関係

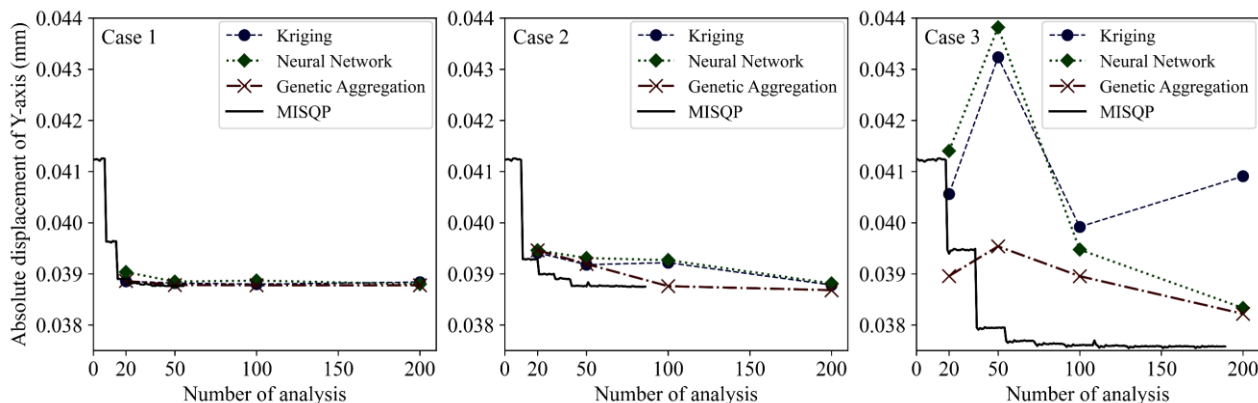


図5 最適化で得られた形状の変位 $|y_m|$ と解析数の関係

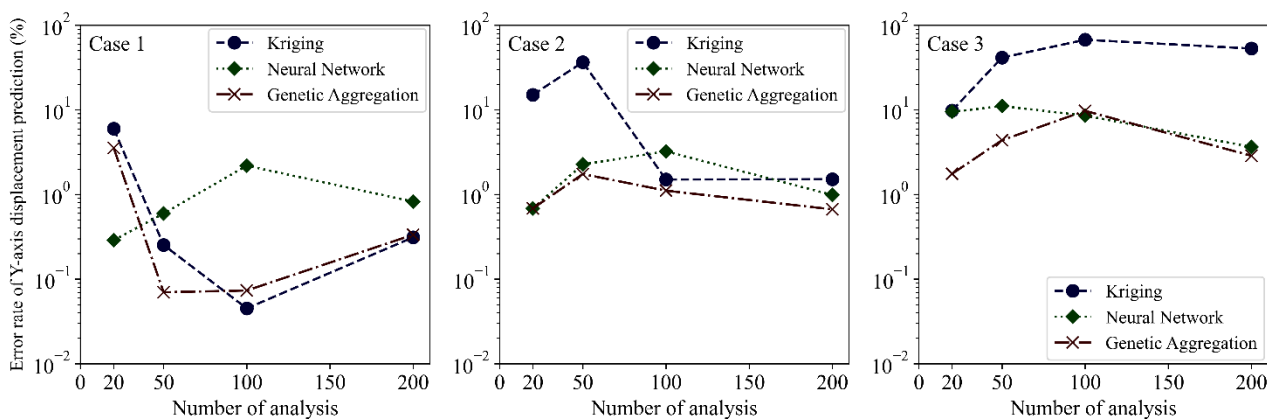


図6 応答曲面最適化の $\tilde{y}_m(\mathbf{x})$ の誤差率

図6に応答曲面最適化で得られた寸法における予測変位 $\tilde{y}_m(\mathbf{x})$ と解析変位 $y_m(\mathbf{x})$ との誤差率を示す。この誤差率は $100 \cdot |(y_m(\mathbf{x}) - \tilde{y}_m(\mathbf{x})) / y_m(\mathbf{x})|$ により計算した。最適化寸法数が多くなるにつれて、誤差も大きくなっている。 $|y_m|$ がMISQPの収束値とほぼ同じ値を示したCase 1の50解析以上の場合やCase 2の遺伝的集合による100解析以上の場合では、例外もあるが概ね1 %以下の解析誤差である。このように、応答曲面最適化で $\tilde{y}_m(\mathbf{x})$ 、 $\tilde{m}(\mathbf{x})$ の予測誤差が大きいと最適寸法が得られないと考えられる。

図7に静的構造解析を行った結果を示す。トポロジー最適化したものが最も $|y_m|$ の値が小さく、CADで修正した形状(初期値)は $|y_m|$ の値が大きくなっており、トポロジー最適化よりも低強度な形状である。そしてMISQPで最適化した形状はトポロジー最適化に近い $|y_m|$ である。また、応答曲面最適化の中で最も $|y_m|$ が小さい遺伝的集合であっても(図5)、MISQPと比較すると $|y_m|$ の値は大きく、低強度であることが分かる。

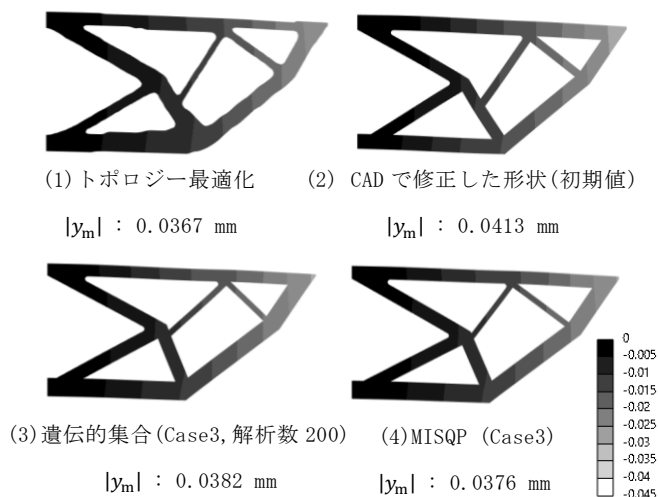


図7 静的構造解析結果(y方向変位(mm))

Case 1, 2の結果では、MISQPと応答曲面最適化がほぼ同じ $|y_m|$ に収束した。ところで、勾配法は初期値によって大域最適解ではなく局所最適解に収束しやすい、という問題が指摘されている⁵⁾。しかしながら、今回のようにトポロジー最適化した形状を基とした場合は、ある程度大域最適解に近い形状が得られていると想定される。ゆえに局所最適解に収束しやすいという勾配法の弱点は大きな問題にならないと考えられる。

4 まとめ

本研究ではトポロジー最適化と寸法最適化の2つを組み合わせ最適化を検討した。寸法最適化の方法として応答曲面法と勾配法を比較したところ、勾配法のほうが少ない解析数で最適解を得ることができた。一般的に勾配法には局所最適解に収束しやすいという欠点があるが、トポロジー最適化した形状を基とした場合は大きな問題にならないと考えられる。

5 参考文献

- 1) 西脇 眞二, 泉井 一浩, 菊池 昇: トポロジー最適化, pp.1-24, 丸善出版 (2012)
- 2) 倉本 紘彰: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 29, pp.37-40 (2019)
- 3) O. Exler, K. Schittkowski, T. Lehmann: Mathematical Programming Computation, Vol.1, pp. 383-412 (2012)
- 4) Ansys, Inc.: DesignXplorerユーザーガイド2022R2, pp. 95 (2022)
- 5) 梅谷 俊治: しっかり学ぶ数理最適化 モデルからアルゴリズムまで, pp. 93, 講談社 (2020)

筐体用ファンにおける空力音の予測に関する研究

山本 圭一朗^{*1}

Study on Computation of Aerodynamic Sound Generated from Case Fan

Keiichiro Yamamoto

機械電子研究所ではCAEを活用した県内企業の製品開発支援を行っているが、音響に関する支援は騒音測定にとどまっているため、製品開発における支援分野の拡大を目的に流体騒音の予測に取り組んでいる。小型の筐体用ファンを対象として全要素数約570万で行った解析結果は、精密騒音計での測定結果と比較し、周波数のピークは捉えられていないものの周波数特性の傾向は概ね再現できており、オーバーオール音圧レベル（A特性）は測定値41.4 dBに対して解析値43.1 dBとなった。

1 はじめに

機械電子研究所では、CAEを活用した県内企業の製品開発支援を行っている。導入している流体解析ソフトウェアは、LES（Large Eddy Simulation）による圧力の時間変動を元にした分離解法による流体騒音予測機能を有している。また、音響に関する技術支援が騒音測定にとどまっていることから、製品開発における支援分野の拡大を目的に流体騒音の予測に取り組んでいる。

ファンから発生する空力音の予測には、HPC（High Performance Computing）を活用したLESによる研究¹⁾が行われているが、HPCを活用せずに保有するPC（Xeon W-2255 10Core）を用いた、限られた計算環境における予測結果を報告する。

2 研究、実験方法

2-1 対象とする筐体用ファン

図1に対象とする市販筐体用ファンを示す。フレームサイズ92 mm角の小型軸流ファンである。流体解析を行うために、翼を三次元デジタルで撮影し、CADモデルを作成した。



図1 対象とする市販の筐体用ファン

2-2 流体解析による空力音の評価方法

図2に示す解析モデルにて、SST $k-\omega$ モデルによる定常解析を行った後、LESにて時間刻み 2×10^{-6} 秒、70,000サイクルの非定常解析を行った。流体場の圧力と音圧を別々に扱う分離解法により空力音を評価することとし、非定常解析初期の3,000サイクルを除いた音圧の時系列データを対象にFFT解析を行った結果にA特性を適用した。解析ソフトウェアにはscFLOW V2023.1（ソフトウェアクレイドル社）を使用し、解析領域はポリヘドラル要素で分割した。メッシュサイズは0.25 mm～1.6 mmとし、翼周りは0.25 mmとした。境界層は、厚みの変化率1.1 層数8層とし、全要素数は約570万であった。縦渦の直径は、回転数4,400 rpmにおける翼端周速19.3 m/sを用いて文献^{1) 2)}を参考に推定すると、0.58 mmとなる。翼周りのメッシュサイズ0.25 mmでは、縦渦の解像に十分とは言えないが、保有しているPCで可能な並列計算数の制限により、半月程度で計算結果が得られる規模の要素数となるメッシュサイズとした。

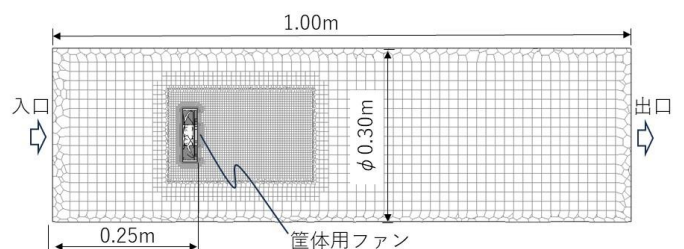


図2 流体解析の解析モデルとメッシュ生成状況

^{*1} 機械電子研究所

2-3 流れの可視化と騒音測定方法

ファン周りの流れを可視化するために、フォグマシンで発生させたトレーサーをファン吸込み側に供給し、レーザーシート光を照射した。撮影には、高速度カメラを用いた。

騒音測定は無響室で行い、精密騒音計をファンの吸込み側より1 m上流の位置に設置し、測定を行った。

3 結果と考察

3-1 流体解析の結果

LESによる流体解析結果から、図3のように速度勾配テンソルの第二不変量の等値面を用いた渦構造の可視化を行った。翼の表面に多数の渦管が発生しており、図4に示す可視化画像からも、翼表面で生成された渦が下流に運ばれていく様子が分かる。

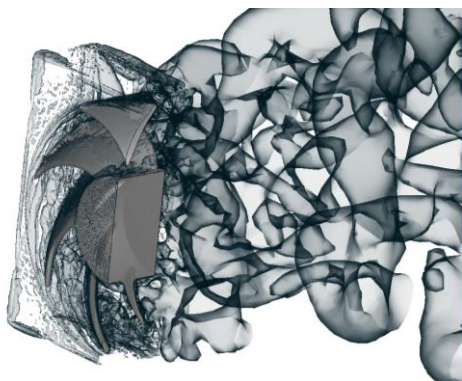


図3 ファン周りのLES解析による速度勾配テンソルの第二不変量の等値面で表した渦構造

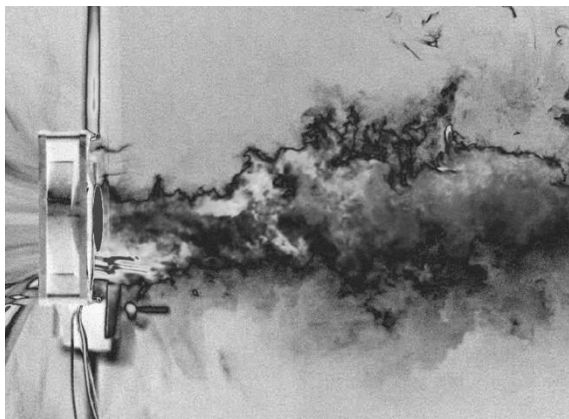


図4 ファン周りの流れの可視化撮影画像

3-2 空力音の解析結果

流体解析から得られた音圧のFFT解析結果（A特性）と騒音計による測定結果を図5に示す。測定結果と解析結果の周波数分解能をそろえるために、測定結果の周波数スペクトルを解析結果に合わせて離散化した。

解析結果では、周波数のピークは捉えられていないものの、周波数特性の傾向を概ね再現できたと考えている。オーバーオール音圧レベル（A特性）は、測定値41.4 dBに対して解析値43.1 dBとなり、解析値の方が1.7 dB高い結果となった。

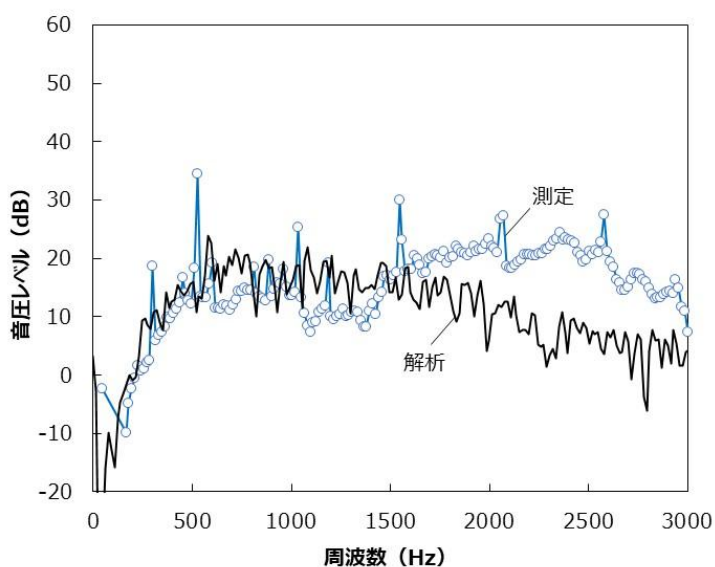


図5 ファンにおける音圧レベルの周波数特性

4 まとめ

小型の筐体用ファンを三次元デジタイザで撮影したデータを基に、LESによる流体解析を行った。解析のメッシュサイズは、空力音の予測に重要となる縦渦を十分解像できるサイズではないものの、周波数特性の傾向を概ね再現できたと考えている。

5 参考文献

- 1) 岩瀬 拓ら：ターボ機械，50巻（12号），pp. 24-37（2022）
- 2) 加藤 千幸：ターボ機械，37巻（7号），pp. 387-393（2009）

IoT導入支援キットVer.4と IoT/DX汎用モジュラーデバイスBraveJIGの開発

前田 洋征*1 田口 智之*1 奥村 克博*1 西村 圭一*1 小橋 康成*2

Development of IoT Starter Kit Ver.4 and BraveJIG

Hiroyuki Maeda, Tomoyuki Taguchi, Katsuhiko Okumura, Keiichi Nishimura and Yasunari Kohashi

製造現場における現場課題の解決や生産性向上にはIoT/AI等のデジタルツールの活用が有効とされているが、専門知識が必要になること、人材不足や費用対効果が不透明等の理由から、中小企業のIoT導入はあまり進んでいない。そこで機械電子研究所では、自社だけではIoTを始められない企業を支援するために、簡単にIoTを始めることができ導入効果を実感できるツールとしてIoT導入支援キットを開発し、県内企業への継続的なIoT導入支援を行っている。本研究では、より幅広い製造現場におけるIoT導入を支援するためにIoT/DX汎用モジュラーデバイス「BraveJIG（ブレイブジグ）」を株式会社Braveridge（ブレイブリッジ）と共同開発し、BraveJIGに対応したIoT導入支援キットVer.4の無償公開を開始した。本稿ではBraveJIGの特徴とIoT導入支援キットVer.4についてまとめる。

1 はじめに

ものづくり中小企業は、人材不足、製造コスト増大、後継者不足などの問題を抱えており、生産性向上は喫緊の課題になっている。生産性向上の実現にはIoT/AI等のデジタルツールを活用し、作業時間の短縮や省力化、収集したデータの有効活用を進めることが不可欠である。しかしながら、総務省が公開した令和5年通信利用動向調査における「IoT・AI等のシステム・サービス導入状況」の結果では、「導入している」と回答した企業の割合は16.9%に留まっており増加傾向ではあるものの、IoT/AIを活用している企業は少ない¹⁾。

機械電子研究所では県内中小企業のIoT導入を支援するために、令和1年度より誰でも簡単にIoTを始められるツールとして「IoT導入支援キット」を開発し、県内企業への普及活動を続けている^{2,3)}。令和5年には株式会社BraveridgeとIoT導入支援 組立てモジュール「BravePI（ブレイブパイ）」を共同開発し、BravePIに対応したIoT導入支援キットVer.3を開発した。BravePIは、BravePIメインボードをRaspberry Pi®に接続し、各種センサーボードをメインボードに有線接続するか、専用のBluetooth®トランスミッターに繋げることでセンサーの無線化が可能になっている。センサーボードはコネクタを接続するだけですぐに使うことができ、電源整備が困難な場所では、センサーの

電池駆動と無線化によって設置が可能になる。

しかし、Raspberry Pi®には瞬停等によるSDカードの突発的なデータ消滅の可能性がある、信頼性に問題がある。また、Raspberry Pi®やBravePIは基板が露出しており、現場設置が困難な場合がある。そこで本研究では、信頼性・耐久性を向上させ、多様な現場設置を簡単化するIoTデバイスとしてBraveJIGを株式会社Braveridgeと共同開発し、BraveJIGに対応したIoT導入支援キットVer.4を開発した。

2 IoT/DX汎用モジュラーデバイス「BraveJIG」

BraveJIG はセンサーの無線ネットワークを構築でき、高い設置性と防水・防塵仕様を備えた IoT デバイスである。各“センサー”と Bluetooth®通信をする“ルーター”，それらに電源を供給する“給電”部がそれぞれモジュール化された構成になっており、モジュールを組み合わせた構成になっており、現場設置を可能にしている。BraveJIG と IoT 導入支援キットの構成を図 1 に示す。USB ルーターは、USB ケーブルを用いて Windows パソコンまたは Raspberry Pi®と接続して使用する。ルーターとモジュールは、天面同士を合わせることで簡単にペアリングでき、1 台のルーターに対して 100 台の接続が可能である。モジュールは、ルーターと超低消費電力の Bluetooth®通信を行い、見通しで約 200m の通信が可能である。

*1 機械電子研究所

*2 株式会社Braveridge



図1 BraveJIGとIoT導入支援キットの構成

表 1 BraveJIG センサーモジュールの仕様

センサー	センサーIC	測定範囲	精度
照度	TEXAS INSTRUMENTS製 OPT3001	40 ～ 83865 [Lux]	<100[lux] : ± 20 [%] ≥100[lux] : ± 10 [%]
加速度	STMicroelectronics製 LIS2DW12	0 ～ 8 [G]	± 50 [mG]
温湿度	SENSIRION製 SHTC3	温度: -10 ～ 60 [°C] 湿度: 10 ～ 85 [%]	± 0.8 [°C] ± 6% [RH]
測距	STMicroelectronics製 VL53L1X	40 ～ 1100 [mm]	<100mm : ± 40 [mm] ≥100mm : ± 30 [mm]
気圧	STMicroelectronics製 LPS22DF	260 ～ 1260 [hPa]	± 1.0 [hPa]

令和 7 年 4 月時点では、USB ルーターと照度、加速度、温湿度、測距、気圧センサーモジュールがラインナップされており、各センサーの仕様は表 1 に示すとおりである。モジュールには、さまざまな給電方法が用意されており、給電アダプターを用いた制御盤や AC からの給電、専用バッテリーモジュールからの給電や USB Type-A 変換ケーブルを用いてモバイルバッテリー等からの給電も可能になっている。更に、専用ケーブルにより 1 台のルーターから複数台のモジュールへのリレー給電も可能になっている。

BraveJIG ルーターとモジュールは、IP65 相当の防水・防塵仕様(※各種ポートに専用ケーブル、アンテナが正しく接続され、保護キャップが装着されている状態において。なお、USB ポート部分は防塵・防水仕様ではないため、必要に応じて対策が必要)になっているため、粉塵や蒸気、水しぶきが掛かるような過酷な環境に設置でき、さまざまな製造現場で利用できる。

ルーターとモジュール、バッテリーモジュールは図 2 に示すように、ワンタッチレバー&フックでモジュールとバッテリーを積み重ねて固定することができる。また、マグネット、両面テープや T スロット、Φ28mm パイプなどの汎用部材に対応した取付ベースが用意されており設置を簡単化できる。

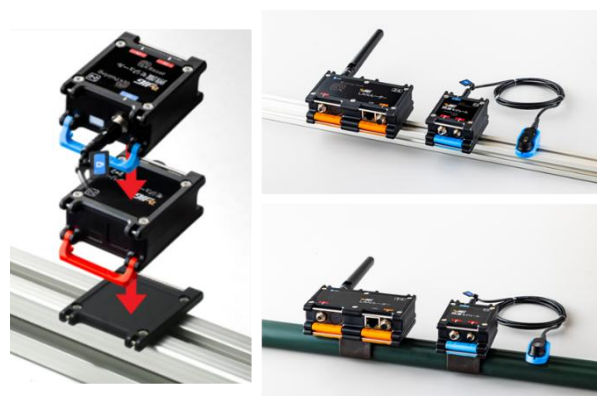


図 2 ワンタッチレバーと取付ベース

3 IoT導入支援キット(ソフトウェア)

従来のBravePIに加えて新たにBraveJIGに対応し、新機能を実装したIoT導入支援キットVer. 4を開発した。Ver. 4では、Ver. 3と同様にRaspberry Pi®上で動作する「IoT導入支援キットVer. 4」とWindowsパソコン上で動作し、BraveJIGのみに対応した「IoT導入支援キットVer. 4 for BraveJIG」の2種類を開発した。

3-1 IoT導入支援キットVer.4

IoT導入支援キットは、BravePI/BraveJIGのセンサーデータを管理できるWebアプリケーションである。Webブラウザから閲覧でき、画面操作で 사용할 ことができる。ソフトウェアの主な構成を表2に示す。

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(64-bit)
開発環境	Node-RED
有線センサー ドライバ	Python3で開発 Node-RED用にデータ形式変換
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
	Moment.js：日付操作
データベース	xlsx-js-style：エクセル作成
	InfluxDB：時系列データベース
	MariaDB：関係データベース

接続したセンサーには、任意の名称を付けて登録することができ、センサーデータはリアルタイムにグラフ表示される。取得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、CSVやExcel形式でダウンロードすることができる。また、センサー情報や各機能の設定情報はリレーショナルデータベースであるMariaDBに保存される。

IoT導入支援キットは、閾値を設定して閾値を超え

図3 センサー設定画面

た時にトリガーをかけるトリガー出力機能が備わっている。トリガー出力を設定するセンサー設定画面を図3に示す。閾値には立上りと立下りを設定し、立上りの値を超えた時または立下りを下回った時を条件として、接点出力デバイスを用いた外部機器の駆動やカウントアップ、メール通知、MQTT通信による外部システムとの連携が可能である。

Ver. 4の新機能として、オフセット機能とデバウンス機能を実装した。オフセット機能は、取得したセンサーデータに対してゼロ点補正（基準設定）を行い、センサーデータの基準値（ゼロ点）を調整する機能である。加減算の値で設定し、測定誤差やセンサーの個体差等による値のバラつきを補正できる。デバウンス機能はチャタリングを防止するための機能で、取得したセンサーデータが指定した秒数の間に連続して閾値の条件を満たした時だけトリガーをかける機能である。

IoT導入支援キットVer. 4においてBraveJIGを使用する場合は、USBルーターとRaspberry Pi®をUSBケーブルで接続するだけで、すぐにルーターにペアリングされたセンサーモジュールのデータを取得・表示することができる。

さらに、BraveJIGルーターとモジュールに対するアップデート機能（DFU）と通信設定機能の実装も行った。BravePIのアップデートや各種通信設定にはiOSアプリが必要になったが、BraveJIGではIoT導入支援キットから設定できる。ルーターに対しては、ファームウェアのアップデートやペアリングされているデバイスIDの確認、ペアリング解除が可能である（図4）。モジュールに対しては、BLE通信モードの変更や計測モードの変更、Advertise間隔（センサーデータ送信間

隔)やUplink間隔(センサーデータ取得間隔)を設定でき、モジュールのファームウェアアップデートも可能である(図5)。



図 4 BraveJIG ルーター詳細画面

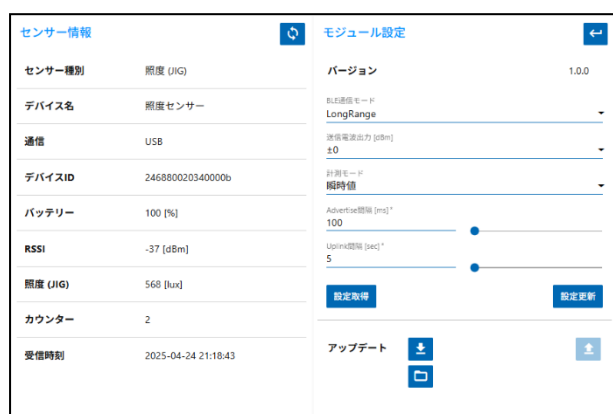


図 5 BraveJIG モジュールの設定画面

3-2 IoT導入支援キットVer.4 for BraveJIG

IoT導入支援キットVer.4 for BraveJIGは、Windows 10/11上で動作し、BraveJIG専用のIoT導入支援キットになっている。WindowsパソコンにはBroadcom社の仮想マシンソフトウェアであるVMWare Workstation Proをインストールして使用する。なお、VMWare Workstation Proは、2024年11月より商用利用も含めて無料で使用できるようになった。VMWare Workstation Pro上でUbuntu OSを起動してNode-REDを実行することで、IoT導入支援キットVer.4 for BraveJIGを使用する仕組みになっている。USBルーターはWindowsパソコンと接続し、VMWare Workstation ProにUSBルーターを認識させることで、すぐに使い始めることができる。

IoT導入支援キットVer.4及びIoT導入支援キットVer.4 for BraveJIGは、オープンソースソフトウェアのライセンスを適用し、福岡県工業技術センターホームページ上で操作マニュアルと共に無償公開しており、簡単なアンケートに答えることで誰でもダウンロードして利用できる。

4 IoT普及エコシステム

弊所ではIoT導入支援キットを使用し、さまざまな機関や企業等と相互に連携を深めながらIoTを普及させる取り組みとして、「IoT普及エコシステム」を推進している。県内の支援機関や他都道府県の公設試験研究機関と連携し、1社毎の支援だけではなく、各業界に向けた導入支援や人材育成をとおして、多くの企業へのIoT普及を目指しており、IoT導入支援キットのカスタマイズなどより高度な案件は、ITベンダーとも連携を図ることで、幅広い企業へのIoT導入を目指している。今後は、新しい支援ツールとして加わったBraveJIGも活用した幅広いIoT普及支援を進めていく。

5 まとめ

本研究では、IoT/DX汎用モジュラーデバイスBraveJIGとIoT導入支援キットVer.4の開発を行った。IoT導入支援キットは、より安価にIoTを導入したい場合はBravePIを使用し、信頼性や設置性を重視する場合はBraveJIGを使用するなど、用途や環境に合わせて使用するIoTデバイスを選択できるようになった。

今後は、BraveJIGの新ルーターやモジュールの共同開発を継続しつつ、より幅広い業界や企業へのIoT普及活動を続けていく。

6 参考文献

- 総務省：令和5年度通信利用動向調査，p.7
- 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）
- 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）
- 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：福岡県工業技術センター研究報告，No.34，pp.80-83（2024）

新毒劇物管理システムの開発

前田 洋征^{*1} 田口 智之^{*1}

Development of a New Management System for Poisonous and Deleterious Substances

Hiroyuki Maeda and Tomoyuki Taguchi

業務上で取り扱う毒物および劇物（毒劇物）は、不適切な流通や漏洩等を防止するために適切な管理が求められている。福岡県工業技術センターでは管理の効率化と自動化に向けて、毒劇物の使用状況等をデジタル管理する毒劇物管理システムを内製し 2020 年から運用してきた。本システムによって、管理時間の短縮や人的ミスによる管理漏れの防止は図られていたものの、拡張性が低く誤登録データの修正にはシステム開発者が対応する必要があり、今後の永続的な運用に懸念が生じていた。そこで本研究では、旧システムの問題点の解消と新機能を実装し、永続的な運用を見越した新しい毒劇物管理システムを開発した。前述の問題を解決するために、新システムではサーバを一新し、Windows タブレット PC を使用する構成とした。本稿ではこの新毒劇物管理システムについて報告する。

1 はじめに

福岡県工業技術センターの各研究所（化学繊維研究所、生物食品研究所、インテリア研究所および機械電子研究所）では購入や保管、使用した毒劇物の適切な管理が求められている。過去には記録用の受払簿・使用簿を整備し手書きで管理していたが、人的ミスによる管理漏れや記入誤り等が発生していた。このような状況を踏まえて、管理作業の効率化とデータ管理を自動化するために、毒劇物管理システム（旧システム）を内製し2020年4月より運用してきた¹⁾。旧システムはサーバ側のRaspberry Pi®と、ユーザ側が使用する端末としてカメラ、電子天秤およびタッチスクリーンを接続したRaspberry Pi®で構成されている。ユーザは、タッチスクリーンから毒劇物に対する処理（受領、貸出、返却等）を選択し、職員用QRコードと試薬QRコードを読み取り、質量計測を行うことで、サーバに使用状況が登録される仕組みになっている。この旧毒劇物管理システムの導入によって、毒劇物の管理業務を効率化し人的ミスの防止に貢献してきた。

しかしながら、旧システムの運用ではいくつかの問題が生じていた。まず、旧システムは拡張性が低く、運用中のさまざまな要望に対応することが困難であった。また職員が誤った操作を行い、意図しないデータが登録されてしまっても、その場で訂正する機能が無

くシステム開発者に訂正を依頼する必要があった。さらに、ユーザが使用する端末であるRaspberry Pi®において、電源ケーブルを誤ってそのまま抜いてしまった場合や、計画停電時のシャットダウンを忘れた場合など、適切にシャットダウン操作をせずに強制終了したことでSDカードが破損して正常に起動しなくなる事例が複数件発生しており、安定利用に懸念があった。

そこで本研究では、拡張性を備え安定的に利用することができ、永続的な運用も見越した新しい毒劇物管理システムの開発を行った。

2 毒劇物の取り扱い

日常流通する有用な化学物質のうち、人体に健康被害の恐れがある物質は毒物または劇物として指定され、不適切な流通や漏洩を防止するために「毒物及び劇物取締法（毒劇法）」によって規制されている。業務で毒劇物を取り扱う事業者や機関には、毒劇法に基づき適切な管理が求められているが、厚生労働省のホームページには毒劇物の盗難・紛失・流出・漏洩の事故情報が毎年報告されており、各所で所在不明や漏洩等が発生してしまっている²⁾。厚生労働省では、毒劇物の具体的な管理方法の指針として「毒劇物盗難等防止マニュアル」や「毒劇物盗難防止ガイド」を作成しており、「鍵付き保管庫の整備」「在庫管理」「複数人で管理」「質量の計測」「管理簿の作成」等が求められている^{3), 4)}。本所では、本マニュアル・ガイドを参考に開発

^{*1} 機械電子研究所

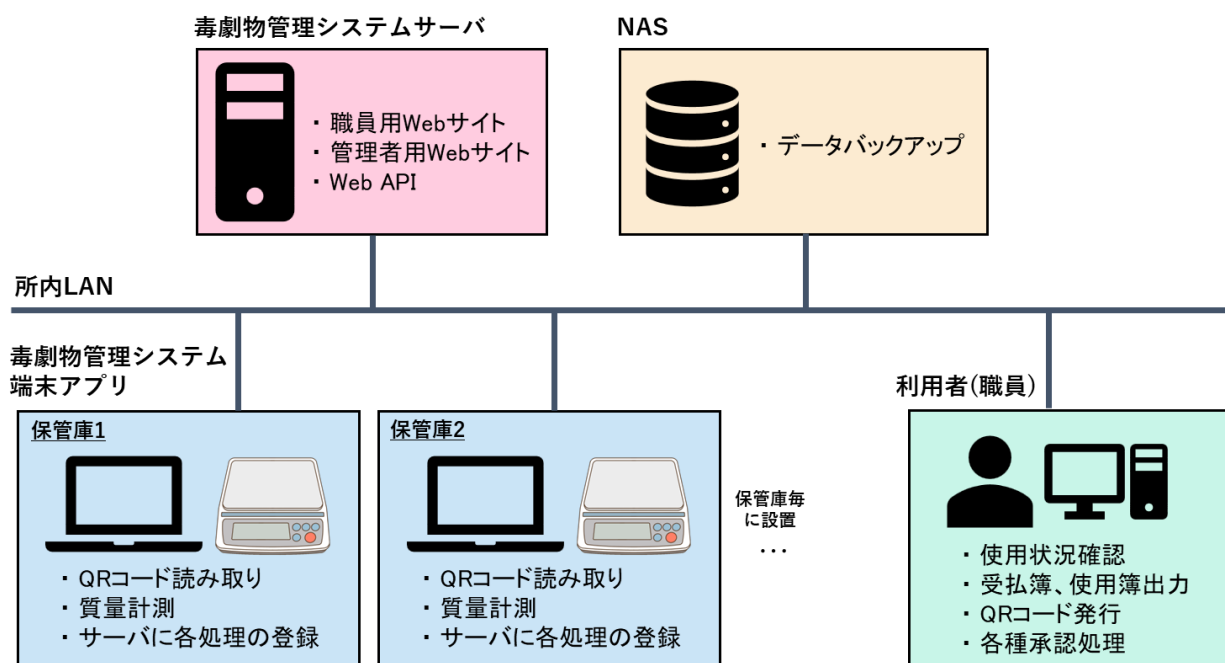


図1 新毒劇物管理システムの構成

した旧毒劇物管理システムを用いた管理体制を整備し、毒劇物のデジタル管理を実施してきた。

本研究では、この旧システムの機能を踏襲して「毒劇物の在庫数」や「誰が」「いつ」「どれだけ利用したか」「残量」をデジタル管理する新しい毒劇物管理システムの開発を行った。

3 新毒物劇物管理システムの構成

新毒物劇物管理システムの構成を図1に示す。本システムでは、毒劇物の使用履歴等を集中管理する1台のサーバと各研究所の保管庫毎に1台ずつ設置する端末アプリ、さらにデータバックアップ先のNASで構成される。利用者が操作する端末にはWindowsタブレットPCを採用し、電子天秤やUSBカメラを接続して使用する。端末アプリはWindowsアプリケーションになっている。サーバと端末アプリは、所内LANを経由して通信を行う。

利用者である職員は、端末アプリを操作して試薬(毒劇物)に対する処理(受領、払出、貸出、返却等)を選択し、自身の職員QRコードと試薬QRコードを読み取り、電子天秤を用いて質量を計測し登録操作を実施することで、試薬の「受払簿(在庫管理)」や「使用簿(質量管理)」がサーバに登録される。サーバは職員用Webサイトと管理者用Webサイトで構成され、職員および管理者は、所内LANに接続したパソコンのWEBブ

ラウザからサイトにアクセスして閲覧や各操作が可能になっている。

3-1 新毒物劇物管理システム 端末アプリ

新毒劇物管理システムの端末の外観を図2に示す。



図2 新毒劇物管理システム 端末の構成

端末にはWindows11搭載の2in1タブレットノートパソコン(GLM-10-128)を採用し、電子天秤(EW-1500i, EW-12ki, FG-30KBM: A&D)、USBカメラとUSB-A/LAN変換アダプターを接続して使用する。端末アプリは、Windowsアプリケーションになっており、開発環境にはVisual Studio 2022とXAML style for Visual Studio 2022を使用し、プログラミング言語C#(WPF)を用いて開発を行った。使用した主なライブラリを表2に示す。

表 1 使用した主なライブラリ

名称	機能
MaterialDesignThemes.Wpf	WPF 用デザインツール
MahApps.Metro	UI フレームワーク
ReactiveProperty.WPF	Reactive プログラミング
OpenCvSharp4	画像処理
ZXing.NET	バーコード解析

端末アプリは毒劇物管理システムサーバの WebAPI 機能を用いて HTTP 通信を行い、試薬に対する各処理の登録を行う。電子天秤は 3 台まで接続して使用することができ、種類の異なる電子天秤を用途に応じて使い分けることができる。また、アプリケーションのバージョンアップ機能を備えている。

試薬に対する具体的な処理は、「受領」「払出」「貸出」「返却」「終了」「廃棄」「棚卸」である。各処理の内容は次の通りである。

- ・ 受領：購入した試薬を保管庫に格納する処理
- ・ 払出：受領済みの試薬を開封する処理
- ・ 貸出：試薬を使用する処理
- ・ 返却：貸出した試薬を保管庫に戻す処理
- ・ 終了：試薬を使い終わった際に実施する処理
- ・ 廃棄：使い終わる前の試薬を廃棄する処理
- ・ 棚卸：試薬の定期点検を実施する処理

アプリ起動時の画面には、上記の処理が一覧で表示されており、任意の処理を選択して操作する。各処理の操作手順は共通化しており、基本的な操作手順は次の通りである。

- ① 職員 QR コードの読み取り
- ② 試薬 QR コードの読み取り
- ③ (払出・貸出・返却時のみ) 試薬の質量計測
- ④ 備考欄の記入 (省略可能)
- ⑤ 処理の実行ボタン

上記の基本的な操作に加えて、受領処理では試薬を格納する保管庫の選択が必要になる。また毒物を貸出・返却・終了する場合は立会いが必要になり、処理する職員とは別の職員 QR コードも読み取らせる必要がある。処理画面の例として貸出処理画面を図 3 に示す。処理画面は主に QR コードから読み取った職員情報や試薬情報が表示される部分とカメラ映像で構成される。貸出処理では必要な QR コードを読み取り、質

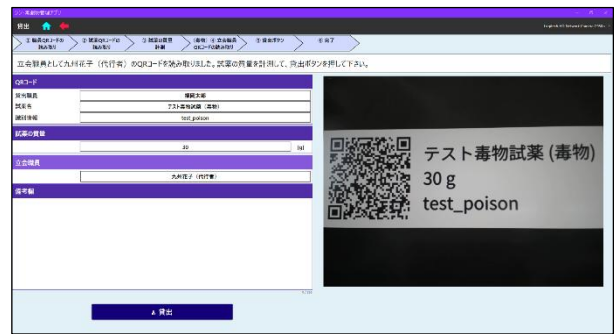


図 3 貸出処理画面

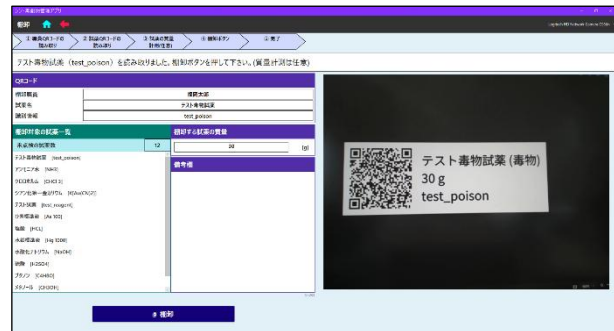


図 4 棚卸処理画面

量計測が完了すると「貸出ボタン」が有効化され貸出を実行可能になる。旧システムには無かった新機能として実装した棚卸処理画面を図 4 に示す。棚卸は、年に 2 回実施している試薬の定期点検を行う機能である。サーバで棚卸を開始し、職員の QR コードを読み取らせるとその職員が所属する課が保有している試薬が一覧表示される。職員は試薬毎に QR コードを読み取り、棚卸の実行を繰り返すことで、保管庫の全試薬の点検が可能である。

3-2 新毒物劇物管理システム サーバ

サーバの主なシステム構成を表1に示す。

表2 サーバの主なシステム構成

システム	仕様
ハードウェア	Raspberry Pi® 5
OS	Raspberry Pi OS(64-bit)
開発言語	Python
Webフレームワーク	Django
データベース	PostgreSQL
Webサーバ構成	Nginx + uWSGI

サーバ用のハードウェアにはRaspberry Pi® 5を採

用し、プログラミング言語のPythonとWebアプリケーションフレームワークであるDjango、データベースとしてはPostgreSQLを使用し、WebサーバにはNginx + uWSGIを用いて構築を行った。サーバはWebブラウザから閲覧可能な職員用Webサイトと管理者用Webサイトで構成され、HTTP通信によるWebAPI機能を備えている。職員用Webサイトの外観を図5に示す。



図 5 職員用 Web サイト

職員は毒劇物管理システムの URL にアクセスし、あらかじめ登録しておいたユーザ名とパスワードを入力してログインする必要がある。職員用 Web サイトでは、端末アプリを用いて登録した各試薬の使用状況の確認、受払簿・使用簿のダウンロード、棚卸の開始、管理責任者による承認が可能になっている。受払簿・使用簿は、試薬名、内容量、課、保管庫情報から検索でき、Excel 形式ファイルとして一括ダウンロードができる。また、職員や試薬の QR コードの発行が可能で、試薬の名称、内容量、識別情報、受領日を入力し、毒物・劇物の選択やグループ分け等に使用できる任意の文字列によるタグ付けも可能であり、その試薬固有の QR コードを発行できる。各研究所の所長である管理責任者には承認を行う役割が与えられており、職員が実施した「受領」「払出」「毒物使用」「毒物終了」「廃棄」の処理内容の閲覧・承認ができる。

管理者用 Web サイトは、サーバ内のデータを閲覧・追加・修正・削除をするためのサイトになっており、システム開発者と管理者のみがアクセスできる。図 6 に管理者用 Web サイトの外観を示す。管理者用 Web サイトは、本所の毒劇物管理を担う部署（企画管理部情報交流課）が使用する事を想定しており、旧システムでは出来なかったサーバのデータ編集が可能になっている。具体的には、メンテナンスの実施、試薬に対す

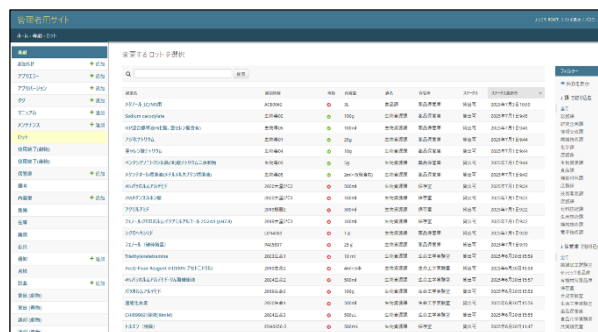


図 6 管理者用 Web サイト

る誤って登録した処理の取り消しや試薬情報の編集、人事異動等が発生した場合を想定したアカウント情報の変更、追加や削除が可能になっている。

4 まとめ

永続的な運用を見越し、拡張性を向上させた新毒劇物管理システムの開発を行った。旧システムでは誤登録データの修正やアカウント情報の編集が可能になり、開発者が人事異動等で不在になった場合でも運用可能なシステムを開発することができた。また、端末が Windows タブレット PC になったことで安定的に動作し、操作性も向上している。

さらに、旧システムの運用で要望のあった棚卸機能や備考欄（メモ）記入の機能などの新機能も追加したことで、より使いやすく効率的な毒劇物管理体制の構築に貢献することができた。

新毒劇物管理システムは、2025 年 4 月より福岡県工業技術センターの全研究所で運用を開始している。

5 参考文献

- 1) 田口 智之, 林 宏充, 奥村 克博: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 30, pp. 57-60 (2020)
- 2) 厚生労働省: 毒劇物の安全対策(オンライン)
<https://www.nihs.go.jp/mhlw/chemical/doku/dokuindex.html>
- 3) 厚生労働省: 毒劇物盗難等防止マニュアル(オンライン)
<https://www.nihs.go.jp/mhlw/chemical/doku/manu/manu.pdf>
- 4) 厚生労働省: 毒劇物盗難等防止ガイド(オンライン)
<https://www.nihs.go.jp/mhlw/chemical/doku/guide/guide.pdf>

照明設計解析を活用した害虫防除効果評価手法及び設計技術の開発

西村 圭一*1 前田 洋征*1

Development of Evaluation Methods and Design Techniques for Pest Control Effectiveness Using Lighting Design Analysis

Keiichi Nishimura and Hiroyuki Maeda

多様な生物が存在する高温多湿の日本では、家畜や農作物等に悪影響を及ぼす害虫も多く畜産農家の脅威となっている。害虫防除を怠ると畜産農家の利益損失に繋がるため定期的な薬剤散布等の対策が行われているが、害虫の特性に合わない農薬の選択や薬剤耐性の獲得等、問題解決に至ってはいない。本研究では、照明設計解析を活用して照射範囲最適化を実現する害虫防除LED照明の設計技術を開発することで県内照明メーカの製品開発を支援し、害虫防除効果を検証して畜産農家への普及を目指す。

1 はじめに

本研究では、鶏舎害虫¹⁾に対し光学シミュレーションを活用して害虫発生箇所から鶏飼養ケージへの経路における必要最低限の範囲のみへの光照射を実現するLED防除照明の設計を行う。また、開発した防除照明の特性評価を行うことで設計効果を検証する。

2 鶏舎害虫防除照明の設計

2-1 設計条件

本研究で開発する鶏舎害虫防除照明の設計条件及び照明環境は以下のとおりとした。図1に開発照明の概要を示す。

- 設計条件
1. 照射距離 a: 20mm 以内
 2. 柱幅 b: 100mm (4面全て)
 3. 許容照明筐体長 c: 20mm 程度

照明環境 100mm の光帯が柱面を1周する光

2-2 照明設計解析

2-2-1 光学レンズの選定

本研究では日亜化学工業(株)製のNCSシリーズのLEDパッケージを候補光源として照明設計を進めた。図2は定格電流350mAを流した時に光源が20mm先の鉛直面に生成する放射照度分布シミュレーション結果である。開発照明では100mm幅の光帯生成が必要であるが、図2では50mm程度の照射範囲しか得られておらず不十分であることが分かる。そこで、放射照度幅を目的の100mmに近づけ、かつ一様な放射照度分布が

得られるよう、図3の光学レンズを採用した。図4に光学レンズ採用時の放射照度分布シミュレーション結果を示す。

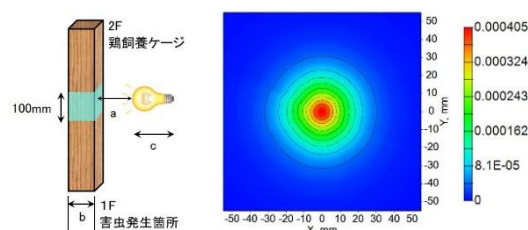


図1 開発照明概要 図2 放射照度分布(光源のみ)

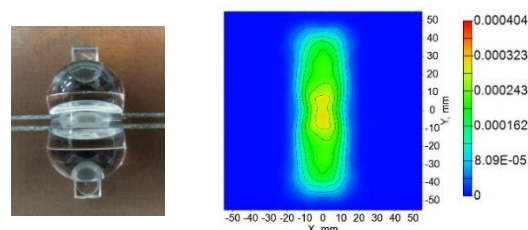


図3 光学レンズ 図4 放射照度分布(レンズあり)

2-2-2 照射角の検討

2-2-1項では図3のレンズユニットに対し照射距離20mmの条件で検討を行ったが、このレンズユニットは実際は開発照明の筐体内部に配置されるため、照射距離や照明筐体による遮光により図4の結果とは異なってくる。そこで、図5のような簡易な照明筐体モデルを考え、先端からレンズユニットまでの距離 d[mm] を可変として、レンズユニットからの放射光の照射角をパラメータとすることで、照明筐体モデルの20mm先の放射照度分布を検討した。図6は照明筐体モデルの先端からレンズユニットまでの距離 d を 0mm から 15mm まで 2.5mm 毎に大きくしていった時の、照明筐体

*1 機械電子研究所

から 20mm 先の放射照度分布シミュレーションにおいて d が 5mm から 15mm までの結果を表したものである。図 6 より、d が大きくなると照射角度が小さくなるため、放射照度幅が目標である 100mm に対して小さくなることが分かる。逆に、d が小さくなると放射照度幅は大きくなるが、放射照度レベルの高い範囲は照射範囲に対して狭くなることが分かる。以上の検討から照射幅と放射照度の高い領域のバランスが良い d=10mm を設計値とした。

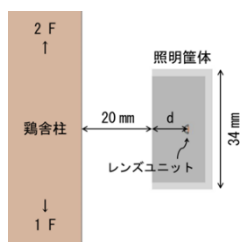


図5 照射角の検討

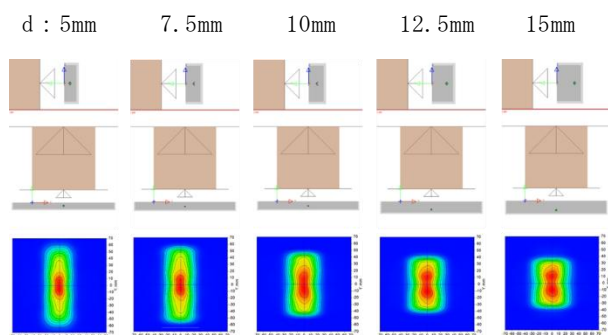


図6 光源位置による放射照度分布の検討

2-2-3 光源配置数及び配置間隔の検討

2-2-2 項の検討結果より、照明筐体モデルの先端からレンズユニットまでの距離を 10mm とし、他は 2-2-2 項と同一条件の照明筐体モデルを考え、レンズユニットの配置数及び配置間隔をパラメータとして、鶏舎柱全面に広く均一な放射照度領域を形成できる組み合わせを検討した。図 7 に鶏舎柱正面図を、図 8 に主要な検討結果を示す。図 8 の (a) と (c) は配置個数は異なるが配置間隔は同じもので、図 8 (c) における両端のレンズユニットを取り除いたものが図 8 (a) に相当する。双方を比較すると、配置間隔が同じであるため中央部の放射照度が高い領域の分布は等しくなるが、図 8 (a) では同図 (c) に対し両端の光源がなくなる分、放射照度が高い領域の幅が狭くなる。更に図 8 (a) における両端の光源は鶏舎柱幅の内側に配置されているため、鶏舎柱幅の全域に放射照度が高い

領域が形成されていないことが分かる。これに対し図 8 (b) ~ (e) では両端の光源が鶏舎柱幅の外側に配置されていることから、鶏舎柱幅の全域が最も高い放射照度レベルで照射されていることが分かる。鶏舎柱が害虫の移動経路であることから、横方向に放射照度レベルの低い領域が形成されることは回避する必要があるため、鶏舎柱幅の外側への光源配置は必須とした。次に、図 8 (b) ~ (e) では (b) から (e) に進む程、LED の配置数が多く配置間隔も狭くなる。本検証のみを考慮すれば図 8 (e) の条件が最も高い効果が期待できるが、害虫防除に必要な光量や製造コスト等を考慮すると図 8 (e) の光源数は必須ではないと考えられるため、今回の検討では、図 8 (c) の条件を採用することとした。

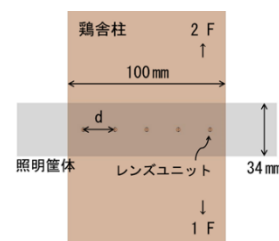


図7 配置数・配置間隔の検討

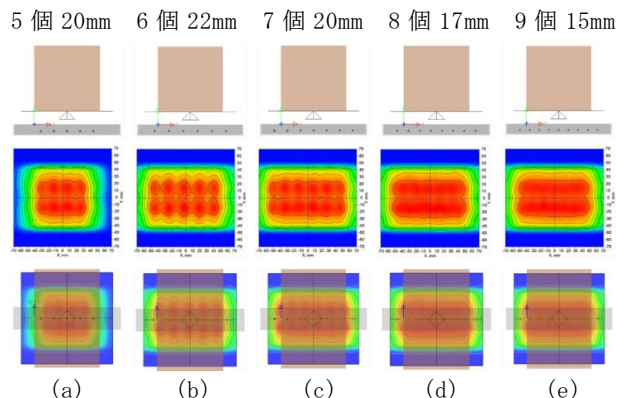


図8 配置数及び配置間隔による放射照度分布の検討

3 まとめ

本研究では鶏舎柱を想定した放射照度分布シミュレーションにより、鶏舎害虫による鶏舎柱の這い上がりを抑制する上下幅が100mmとなる害虫防除LED照明を設計した。今後は設計した照明を試作し、実際の害虫に対する這い上がり抑制効果を検証する予定である。

4 参考文献

- 1) 村野 多可子：日本獣医師会雑誌，68巻，pp. 509-514（2015）

学協会誌 掲載論文の概要

イヌの尿路上皮がんおよび前立腺がんにおける遺伝子変異の 簡単で高感度な新規検出方法

奥村 史朗*¹ 大里 義治*²

A Novel Rapid Detection Method for a Single-nucleotide Substitution Mutation Derived from Canine Urothelial and Prostatic Carcinoma Cells

Shiro Okumura and Yoshiharu Ohsato

イヌの尿路上皮がん及び前立腺がんの早期発見のために、これらのがん固有で既知の BRAF 遺伝子における一塩基置換変異を簡便かつ迅速に検出する方法を開発した。尿沈査に含まれるがん細胞の変異検出はペットのがんの早期診断に有効であるが、尿沈査には正常な細胞も多く含まれ、がん細胞含有割合が小さい場合は従来法による検出は困難であった。従来法と今回開発した新法で 38 のイヌの尿沈査サンプルを検査し結果を比較したところ 34 サンプルで結果が一致し、残りの 4 サンプルはすべて従来法で陰性、新法では陽性であった。不一致の検体の変異遺伝子の存在率を次世代シーケンサーで調べたところ、変異遺伝子が少数（0.1～1.4%）ながら存在し、我々が開発した新しい検出法は PCR 法と同等の手間とコストで高感度な検出が可能であることが示された。

1 はじめに

通常の PCR において一塩基置換変異に特異的なプライマーを設計する場合はプライマーの 3' 末端に一塩基置換部分を配置するが、ほとんどの場合で野生型遺伝子においても増幅が生じる。そこで野生型遺伝子に特異的に結合してプライマーとの結合を阻害する“Blocker”を添加し、野生型遺伝子の PCR 増幅が起きにくい新規高感度判定法を開発した（図 1）。Blocker は変異部分を中央付近に配置し、野生型遺伝子に対して完全に相補的な一本鎖 DNA であり、3' 末端にリン酸を修飾しており伸長反応が生じない構造となっている。変異遺伝子からのみ増幅が起きるようにするには、遺伝子に対する Blocker とプライマーの親和性を適切に調整する必要があるため、相転移温度の異なる複数の Blocker とプライマー候補を設計し、適切な組み合わせを検討した。

2 研究, 実験方法

2-1 プライマーとBlockerの選択の予備試験

プライマーと Blocker の選択は、最終濃度 0.4 μM の Blocker を用いた PCR によって検討した。反応総量 10 μL で、鋳型 DNA 40 ng, TB Green Premix Ex Taq II (Tli RNaseH Plus)（タカラバイオ製）5 μL , 各

プライマーの最終濃度 0.4 μM の反応液を用意し 95°C で 30 秒間プレヒートした後、95°C で 5 秒間の変性、30 秒間のアニーリング、および 59°C での伸長の 3 ステップを 90 サイクルの PCR を実施し、増幅結果から適切なプライマーと Blocker の組み合わせを選択した。

2-2 感度試験によるプライマーとBlockerの決定

変異遺伝子と野生型遺伝子の標準サンプルを等量混合して変異遺伝子が9000コピー/ μL の濃度で含まれる溶液を調製し、この溶液を野生型遺伝子の標準サンプルにより3倍の段階希釈し、がん細胞の存在量が異なるイヌ尿沈査のDNA抽出物を模倣した、変異遺伝子濃度が9000, 3000, 1000, 333, 111, 37コピー/ μL の希釈列を作製した。2-1で選択したプライマーとBlockerの組み合わせ3種類について、希釈列各 1 μL のサンプルをテンプレートとする感度テストを行ない、高感度かつ偽陽性が出にくい組み合わせを1種類決定した。

2-3 検体による検証

実際にイヌの尿沈査から得た DNA 抽出物 38 サンプルについて、2-2 で決定したプライマーと Blocker を用いた PCR を行い、増幅があったものを陽性、なかったものを陰性と判定し、従来法と結果を比較した。

2-4 第3世代シーケンサーによる検証

検体による検証を行った結果、従来法と判定が相違した 4 検体と、比較のため従来法と新規方法両方で陽性であった 5 検体および陰性であった 5 検体について第 3 世代シーケンサー（Flongle セル：ナノポア社

*1 生物食品研究所

*2 有限会社カホテクノ

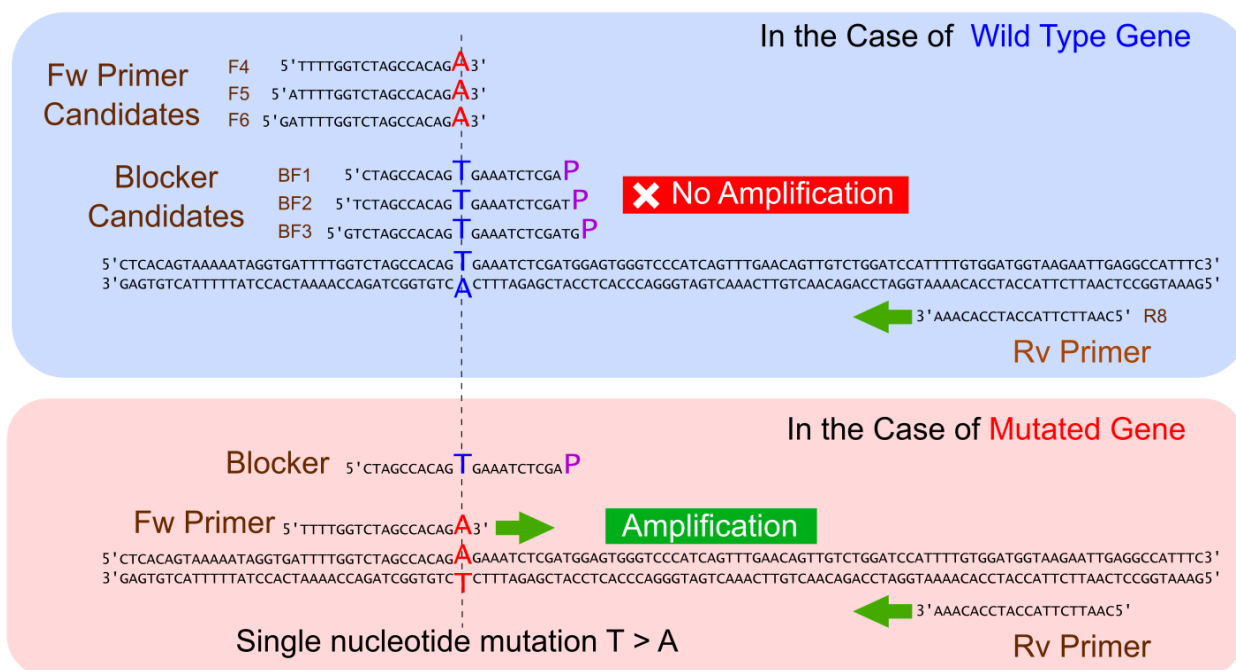


図1 新規検査方法の概要

製)を用いて、検体ごとに1000回以上ずつ当該部分の塩基配列を決定し、変異遺伝子含有率を決定した。これは尿沈渣中に含まれるサンプル中のがん細胞の割合を示唆する値となる。

3 結果と考察

3-1 適切なプライマーとBlockerの選択と従来法との比較

それぞれ相転移温度が異なるフォワードプライマー6種類、リバープライマー8種類、Blocker6種類を設計し、その組み合わせの合計288種類の中から、予備試験と感度試験を通して、変異遺伝子の検出感度が高く、偽陽性が生じにくかった1種類の組み合わせを選択した。この組み合わせを用いて、実際にイヌの尿沈渣38サンプルについて変異遺伝子の有無の判定を行い、従来法と結果を比較したところ、34サンプルについて結果が一致し、4サンプルについては一致しなかった。一致しなかった4サンプルは、すべて従来法で陰性、新法で陽性だった。

3-2 第3世代シーケンサーによる検証

従来法と判定が相違した4検体(表1 網掛あり)と、比較のため従来法と判定が一致した10検体(表1 網掛なし)について第3世代シーケンサーで変異遺伝子含有率を決定したところ、判定が陰性で一致したサンプルの変異遺伝子含有率はすべて0.0%で、陽性で一致したサンプルでは14~50%であった。また、判定が

一致しなかったサンプルでは変異遺伝子含有率0.1~1.4%と少ないながら変異遺伝子が存在していることを確認できた。

4 まとめ

本検証においては、新法は偽陽性がなく、従来法に対して100倍程度(検出できる変異遺伝子含有率の下限が、従来法14%に対して新法では0.1%)高い検出感度を有することが示された。

5 掲載論文

PLoS One: 18(9), e0286229 (2023)

Sample ID	Sanger Method	Our New Method	Match or Not	Mutation Ratio(%)
1-11	—	—	Match	0.0
1-12	—	—	Match	0.0
1-14	—	—	Match	0.0
2-2	—	—	Match	0.0
2-12	—	—	Match	0.0
1-15	+	+	Match	14.3
1-17	+	+	Match	49.6
2-3	+	+	Match	43.8
2-8	+	+	Match	18.9
2-9	+	+	Match	37.6
1-4	—	+	Not	0.1
1-6	—	+	Not	0.4
1-20	—	+	Not	1.2
2-11	—	+	Not	1.4

表1 従来法との判定比較と変異遺伝子割合

水系泳動電着と無電解めっきの二段階法による Ni-P/黒鉛複合めっきの作製

中野 賢三^{*1} 奥田 龍之介^{*1} 芦江 伸之^{*2} 山元 亮平^{*2} 松尾 知紘^{*2} 中野 寛文^{*2}

Synthesis of Ni-P / Graphite Composite Coatings by Two Step Method of Aqueous Electrophoretic Deposition and Electroless Plating

Kenzo Nakano, Ryunosuke Okuda, Nobuyuki Ashie, Ryohei Yamamoto, Tomohiro Matsuo and Hirofumi Nakano

水系泳動電着と無電解めっきを組み合わせた二段階法により黒鉛粒子複合 Ni-P めっきを作製した。第一段階で黒鉛粒子が基板上に堆積し、第二段階では Ni-P めっきが基板表面から黒鉛粒子間隙を埋めながら成長した。Ni-P/黒鉛複合めっきは黒鉛粒子がめっき膜内に取り込まれ、その一部が膜表面に多く露出した構造であり、黒鉛粒子含有率 25.4wt%，黒鉛面積率 41.0%であった。プレッシャークーカークッカー試験 240 時間後の電気抵抗は、Ni-P めっきで急増したのに対し Ni-P/黒鉛複合めっきではほとんど変化せず、高温高湿環境において高い安定性を示した。

1 はじめに

近年、カーボンニュートラル社会の実現に向けて再生可能エネルギーや水素エネルギーの利用が推進されており、エネルギー分野における電気接点部品の重要性は増している。本研究では、コストと高温高湿環境での耐食性を両立する電気接点用めっきとして、Ni-P/黒鉛複合めっき膜を検討した。この複合めっき構造の目的は、耐酸化性に優れる黒鉛粒子をめっき膜中に取り込み、多くの黒鉛粒子を部分的にめっき膜表面に露出させて、Ni-Pめっき膜の表面酸化による電気抵抗増加を抑制することである。本研究では、陽イオン界面活性剤を含む水系サスペンションの泳動電着と無電解めっきを組み合わせた二段階法により Ni-P/黒鉛複合めっき膜を作製するとともに、高温高湿環境における電気抵抗の安定性について調査した。

2 研究, 実験方法

純水に陽イオン界面活性剤 (BDTA) と黒鉛粒子 (平均粒径 $5\mu\text{m}$) を所定量投入して攪拌し、黒鉛サスペンションを調製した。第一段階の泳動電着では、SUS304 板を陽極、Ni めっき付き Cu 板を陰極として定電圧で電解した後、純水で洗浄した。第二段階の無電解めっきでは、無電解 Ni-P めっき浴に 30 分間浸漬した。得られた複合めっき膜表面の余分な堆積粒子は刷毛で除去した。高温高湿試験における電気抵抗の安定

性は、 150°C 、98%RH に 240 時間保持するプレッシャークーカークッカー試験 (PCT) 前後の電気抵抗値を比較して評価した。

3 結果と考察

泳動電着浴における黒鉛濃度、BDTA 濃度、電解時間、印加電圧をそれぞれ変え、黒鉛堆積量および電流値への影響を調査した。黒鉛濃度 40gdm^{-3} 、BDTA 濃度 1.0gdm^{-3} において、高い堆積量が得られた。また、黒鉛堆積量は電解時間とともに増加し、印加電圧 10～50V では黒鉛の脱落が少ない緻密な堆積膜が得られた。異なる印加電圧で得られた堆積膜の水洗後のレーザー顕微鏡像を図 1 に示す。印加電圧 10V、20V では、いずれも表面粗さ S_a は $1.5\mu\text{m}$ と平坦であり、以降は電圧増加に伴い S_a が増加する傾向を示した。また、印加電圧 100V 及び 200V では、発生した水素ガスの痕跡と思われる直径 $200\mu\text{m}\sim 300\mu\text{m}$ の複数のクレーターが観察され、大量の水素ガス発生による堆積膜上部の密着阻害の影響が窺える。

Ni-P/黒鉛複合めっき膜の断面及び表面の SEM 像を図 2 に示す。Ni-P/黒鉛複合めっき膜の厚みは $2\mu\text{m}$ 程度、表面 EDX 分析による Ni-P 合金中の P 濃度は 6.2wt% であった。この複合めっき膜は空隙のない緻密な構造であったことから、基板表面から無電解めっき反応が開始し、堆積した黒鉛粒子間隙を Ni-P 合金が埋めながら成長したと考えられる。Ni-P めっき膜表面には

^{*1} 機械電子研究所 ^{*2} 株式会社九州電化

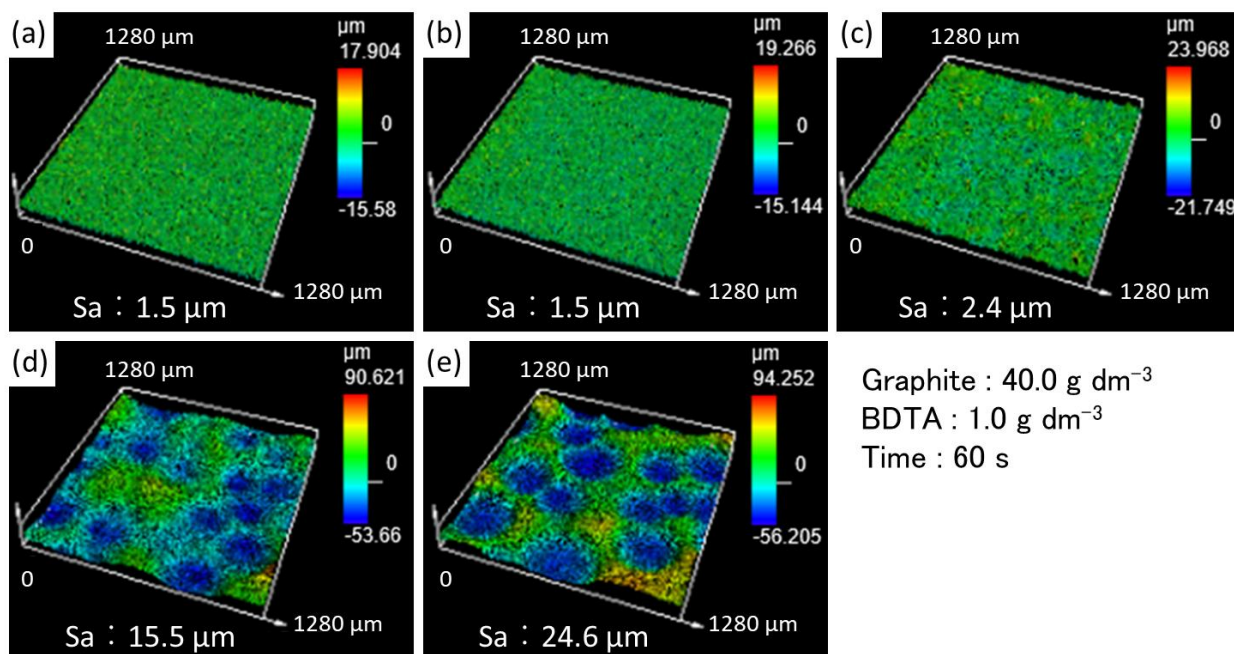


図1 泳動電着膜表面のレーザー顕微鏡像;印加電圧(a)10 V, (b)20 V, (c)50 V, (d)100 V, (e)200 V.

露出した黒鉛粒子が多数観察され、黒鉛含有率25.4wt%, 黒鉛面積率41.0%であり、黒鉛粒子がめっき膜内に取り込まれ、かつ、粒子が部分的に膜表面に多く露出した構造であることがわかった。高温高湿環境における電気抵抗の安定性について、無電解 Ni-P めっきにおける抵抗は PCT 前後で平均値が 0.041Ω から 2.61Ω へ急激に増加したのに対し、Ni-P/黒鉛複合めっきでは PCT 前後の平均値はそれぞれ 0.033Ω , 0.036Ω でほとんど変化しなかった。また、GD-OES および表面 EDX 分析の結果より、PCT により Ni-P めっき膜の表面酸化は進行したが、膜内部には酸化の兆候は観測されなかった。

4 まとめ

陽イオン界面活性剤を含む水系サスペンションの泳動電着と無電解めっきを組み合わせた二段階法による Ni-P/黒鉛複合めっき膜の作製を検討し、以下の結果を得た。

- (1) 泳動電着において、黒鉛堆積量と電流値は浴中の黒鉛粒子濃度、BDTA濃度、電解時間及び印加電圧の影響を受けた。浴中の黒鉛粒子濃度 40gdm^{-3} に対して BDTA 濃度 1.0gdm^{-3} の場合、高い黒鉛堆積量が得られた。また、黒鉛堆積量は電解時間とともに増加し、印加電圧 $10\text{V} \sim 50\text{V}$ では黒鉛の脱落が少ない緻密な堆積膜が得られた。

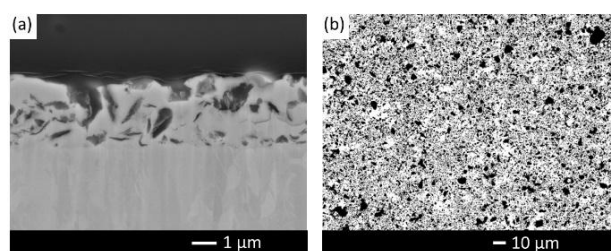


図2 Ni-P/黒鉛複合めっき膜における(a)断面および(b)表面の SEM 像

- (2) Ni-P/黒鉛複合めっきでは黒鉛粒子がめっき膜内に取り込まれ、その一部が膜表面に多く露出した構造であり、黒鉛粒子含有率25.4wt%, 黒鉛面積率41.0%であった。
- (3) PCT240時間後の電気抵抗はNi-Pめっきで急激に増加したのに対し、Ni-P/黒鉛複合めっきではほとんど変化しなかった。また、GD-OESおよび表面 EDX分析の結果、PCTにより Ni-P/黒鉛複合めっき膜の表面酸化は進行したが、Ni-Pめっき膜内部に酸化の兆候は観測されなかった。

本研究により、二段階法で作製された Ni-P/黒鉛複合めっきには、高温高湿環境における電気抵抗の増加を抑制する効果があることが示された。

5 掲載論文

表面技術: Vol. 75, No. 7, pp. 334-338 (2024)

連絡先

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

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



<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.35 (2025)

令和7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。