

◆◆研究報告◆◆

藍の生葉易染性繊維を複合化した素材開発.....	1
	堂ノ脇 靖巳 實藤 俊彦 實藤 俊郎
セルロースナノファイバーを複合化した無機フィラーの機能性に関する研究.....	5
	齋田 真吾
使用済自動車由来廃プラスチックと廃炭素繊維による電磁波シールド材料の創成.....	9
ー混練時における炭素繊維切断メカニズムの解明と長繊維混練のための条件検討ー	
	木村 太郎 齋田 真吾 西田 治男 河津 博文 脇坂 港 土田 保雄
高圧水素用Oリングの開発を目指して.....	13
ーNBRゴムにおける高圧水素体積膨張現象を抑制するゴム配合の確立ー	
	木村 太郎 野見山 加寿子 蓮尾 東海 浦川 稔寛 内山 直行 齋田 真吾 中西 太郎 田中 大策
水素中微量一酸化炭素(CO)濃度計測装置の性能評価.....	17
	蓮尾 東海 木村 太郎 阪本 一平 阪本 昇平 梅原 未貴 木下 阿耶
評価グリッド法を用いた商品開発手順の確立に向けた研究.....	21
	隈本 あゆみ
木材曲げ加工技術の開発.....	25
ー木材の曲げ加工に適した前処理方法の開発(第2報)ー	
	羽野 泰史 竹内 和敏 岡村 博幸
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.....	29
ーキッズ用ツール及びテーブルの開発ー	
	友延 憲幸 楠本 幸裕 隈本 あゆみ 石川 弘之 青木 幹太 志岐 直樹 西田 亮太 佐藤 圭多
スパッタリング法を用いたABS樹脂上への電気めっき用銅シード層の形成.....	33
	吉田 智博 中野 賢三
微粒子析出反応を利用したマグネシウム合金への黒色化成処理.....	37
	古賀 弘毅 中野 賢三 御船 隆 蔭山 和宏 大和 洋吉
放電加工による微細凸形状を有する超撥水面創成技術の開発.....	41
	在川 功一 安部 年史
CAE回数を低減したスプリングバック見込み設計ツールの開発.....	45
	山田 圭一 内野 正和 濱田 貴志 戸北 浩二 兵頭 弘章 末松 拓也
PIVを用いた流体可視化技術の構築.....	49
	村田 顕彦
Ti-6Al-4V合金の室温から250°Cまでの応力-ひずみ曲線の計測.....	51
	内野 正和 山田 圭一

機械学習を用いたプレス機の異常評価.....55  
田口 智之 林 宏充 桑山 健太

IoT導入支援キットによる生産管理の見える化及び連携体制構築.....59  
ーオープンソースソフトウェアによる無償提供ー  
渡邊 恭弘 林 宏充 田口 智之 川畑 将人

# 藍の生葉易染性繊維を複合化した素材開発

堂ノ脇 靖巳\*1 實藤 俊彦\*2 實藤 俊郎\*2

## Development of Fabric Materials Containing Twisted Yarn that can be Dyed by Indigo Fresh-Leaves

Kiyoshi Donowaki, Toshihiko Sanefuji and Toshiro Sanefuji

簡便で添加物が不要な「藍の生葉染め」を活用した素材開発を行った。具体的には染色糸と未染色糸とを撚った糸で製織すると霜降り調柄の生地になることに着目し、この未染色糸を藍の生葉で染めることができる易染性の絹やアセテートに変更し、この複合糸を使った生地または繊維製品を後染めすることで消費者が意匠性を変化できる体験型の特徴ある素材開発を行った。ここでは、試作した複合糸が藍の生葉染めによって変色する挙動を調査した結果と共に、この複合糸で試織した生地の物性評価について報告する。

### 1 はじめに

合資会社ロオーリングでは緋（かすり）糸と単色糸とを撚り合わせた複合糸を用いることにより特徴的な霜降り調柄となる「からくり®織り」で商品を展開している（図1）。また藍の栽培から繊維製品の製造（縫製）、製品の藍染め、販売を行っており、6次産業化にも取り組んでいる。このため藍の生葉を強みとした繊維製品の開発を希望している。

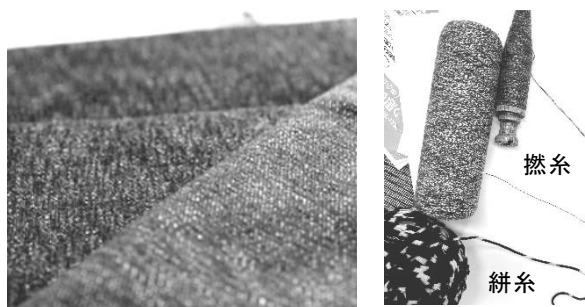


図1 からくり®織り（左）と撚糸（右）

一般的な藍染めは、図2に示すようにインジゴ（葉すくも）からアルカリや還元剤、その他助剤を添加して藍建てを行い、ロイコインジゴとし、これを繊維に付着させた後に酸化して再びインジゴに戻すため、時間と手間が掛かる。しかしながら、藍の生葉染めは、空气中、すり潰すとインディカンから酵素の作用でインドキシルとなり、繊維中でインジゴになる。この方法は常温で行うことができ、また添加物が不要である

ため安全な染色方法である。また藍は「ジャパンプルー」と呼ばれるように我が国の特徴的で代表的な色（意匠性）であると言える。このため消費者が染色し、繊維製品の意匠性を変化させる体験を行うには有用な方法であると考えられる。

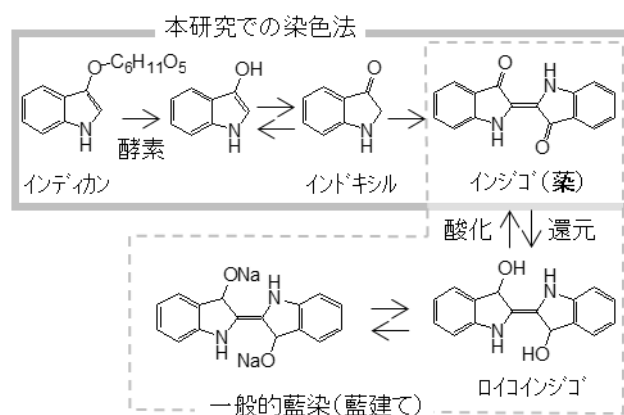


図2 本研究の染色方法と藍建てによる染色方法

しかしながら、藍の生葉染めは繊維の種類によって染色性が異なり、従来用いていた綿やレーヨンは染色できず、絹、毛、アセテートが易染性の繊維である。

そこで、本研究では絹またはアセテートと単色綿糸を撚り合わせて糸を試作した（表1）。単色綿糸には精練のみを行った白色、精練後染色した黒、黄、赤色の糸と撚り合わせて複合糸を試作し、藍の生葉染めによる染色性および意匠性を調査した。また、この試作した複合糸を緯（よこ）糸に用いた生地を試織し、従来の生地との繊維物性を評価・比較した。

\*1 化学繊維研究所

\*2 合資会社ロオーリング

表1 試作した緯糸の組成

No.	緯 (よこ) 糸		
	繊維 1	繊維 2	撚数 (回/m)
1	アセテート 35 番	綿 60 番 (白)	Z300
2		綿 60 番 (黒)	
3		綿 60 番 (黄)	
4		綿 60 番 (赤)	
5		綿 40 番 (白)	Z450
6		綿 40 番 (黒)	
7		綿 40 番 (黄)	
8	絹 35 番	なし	S558
9	絹 40 番	綿 60 番 (白)	Z300
10		綿 60 番 (黒)	
11		綿 60 番 (黄)	
12		綿 60 番 (赤)	
従来	レーヨン 60 番	綿 60 番/2	引き揃え

## 2 実験方法

実験に用いた絹は精練済みの絹紡糸を、アセテートは三菱ケミカル(株)製「ソアロン<sup>TM</sup>」を用いた。複合糸の試作における組成は表1に示す。糸の撚りは圓井繊維機械(株)製の撚糸機AMT-2WSにて行い、ZまたはS方向にそれぞれ表1に示す回数行った。栽培した藍の生葉染めは、既報<sup>1-2)</sup>に従って酵素を失活させるために電子レンジで乾燥させた生葉を使って室温で行った。色の評価は日本電色工業(株)製色差計NF-333を用いてL\*a\*b\*表色系で評価した。試織は経(たて)糸に綿40番とレーヨン40番の複合糸を用い、表1の緯糸を使ってシャトル織機で行った。試織した生地は表2に示す繊維物性を既報<sup>3)</sup>に従って行った。なお、寸法変化は2回繰り返し実施し、2回目のデータを採用した。

## 3 結果と考察

### 3-1 藍の生葉染め

代表的な試作糸としてNo. 10を図3の写真下に示す。未染色の絹糸と黒色の綿糸をZ方向に300回/m撚糸したところ従来品の様に黒の霜降り模様となった。この糸を藍の生葉染めを行ったところ、図4に示すようにL\*は55.7(図4○)から39.8(図4●)へ変化して暗く濃色になり(図3の写真上)、(a\*, b\*)は(-0.8, -1.1)から(-8.8, -4.8)に変化してネイビー色になった。この他の複合糸も濃色化して、No. 9は白糸(図4□)が青(図4■)に、No. 11は黄色の霜降り(図4△)

表2 繊維物性評価項目

大区分	小区分	単位
織密度		本/100 mm
嵩	軽さ	g/m <sup>2</sup>
	薄さ	mm
	圧縮し易さ	gf・cm/cm <sup>2</sup>
強度	最大引張強さ	N
	最大伸び率	%
	引裂き強さ	N
	摩耗強さ	回
イージーケアー性	乾燥し易さ	min
	防しわ性	%
	寸法変化	%
快適性	通気し易さ	cm <sup>3</sup> /cm <sup>2</sup> ・sec
	吸水し易さ	%
	保温し易さ	%
伸縮性		%
ドレープ性	滑らかさ(摩擦係数)	—
	平滑さ	μm
	曲げ易さ	gf・cm <sup>2</sup> /cm
	せん断し易さ	gf/cm・deg.

△)が緑(図4▲)に、No. 12は赤の霜降り(図4◇)が赤紫(図4◆)に変化した。このように糸、生地、製品として簡便な藍の生葉染めを行うことで色を変えて意匠性を変化できた。また、No. 1-7のアセテートを撚糸した緯糸でも藍の生葉染めを行い、同様に色を変えて意匠性を変化できた。

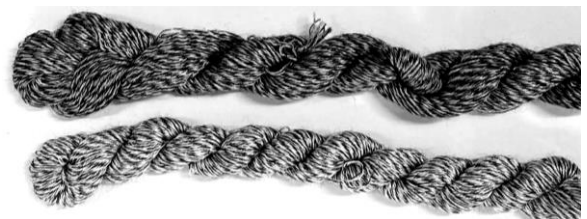


図3 No. 10 (下) と藍の生葉染めしたNo. 10 (上)

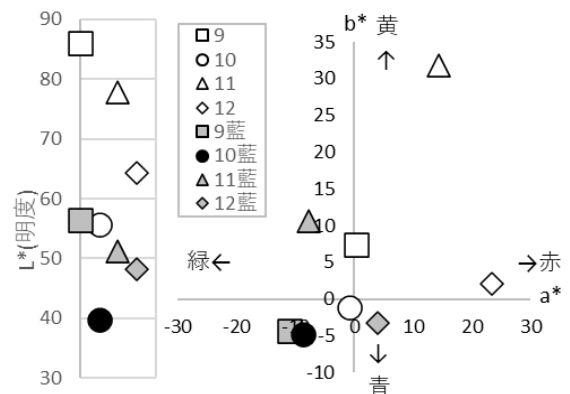


図4 No. 9-12の藍の生葉染めによる色彩変化

表3 繊維物性評価結果

小区分	単位	1-4 (アセテート Z300)		5-7 (アセテート Z450)		8(絹)		9-12(絹混紡)		従来品	
		タテ	ヨコ	タテ	ヨコ	タテ	ヨコ	タテ	ヨコ	タテ	ヨコ
織密度	本/100 mm	210	228	214	225.6	214	222.8	216	223.6	139.6	221.6
軽さ	g/m <sup>2</sup>	116.8		134.3		92.2		110.2		140.2	
薄さ	mm	0.72		0.77		0.68		0.72		0.91	
圧縮し易さ	gf・cm/cm <sup>2</sup>	0.212		0.232		0.201		0.212		0.320	
最大引張強さ	N	139	186	145	218	140	266	147	225.3	163	189
最大伸び率	%	21.0	7.4	23.8	9.2	15.0	15.4	18.0	12.3	21.9	13.0
引裂き強さ	N	53.8	31.9	51.0	25.7	57.5	56.7	55.2	49.8	59.0	48.3
摩擦強さ	回	106.6		101.2		96		115.2		127.2	
乾燥し易さ	sec	3300		3375		5130		4515		10125	
寸法変化	2回目 %	-0.1	-0.8	-0.4	-0.9	-0.4	-0.3	-0.6	-0.8	-3.3	-1
通気し易さ	cm <sup>3</sup> /cm <sup>2</sup> ・sec	84.2		93.2		79.6		62.1		60	
吸水し易さ	%	92.4		70.4		39.3		31.3		44.2	
保温し易さ	%	16.6		17.7		15.0		16.6		18.2	
伸縮性	%	9.2	1.5	9.3	1.6	6.4	2.6	7.2	2.3	10.3	4.1
滑らかさ (摩擦係数)	—	0.216	0.247	0.221	0.228	0.210	0.244	0.215	0.225	0.230	0.279
平滑さ	μm	4.9	10.5	8.6	8.9	5.3	12.1	6.0	9.6	11.7	7.9
曲げ易さ	gf・cm <sup>2</sup> /cm	0.0462	0.1103	0.0496	0.1068	0.0428	0.0370	0.0541	0.0574	0.0433	0.0608
せん断し易さ	gf/cm・deg.	1.220	1.190	1.077	1.147	0.483	0.547	0.800	0.760	0.443	0.450

### 3-2 繊維物性評価

表3にNo. 1-4の代表としてNo. 1, No. 5-7の代表としてNo. 5を, No. 8, No. 9-12の代表としてNo. 9および従来品の繊維物性評価結果を示す。従来品と比較すると今回試織した生地は全体的に軽くて薄く, 通気性と乾燥性が向上した。またアセテートを導入した生地では吸水性も2倍以上向上した。同じアセテートでもNo. 1-4とNo. 5-7の撚り回数で比較すると, 撚りが少ない方が吸水し易く, 平滑性が向上した。一方, 曲げ易さやせん断し易さでは数値が大きくなり, 従来品よりもドレープ性が小さくなった。これは, アセテート糸がフィラメント糸であるためであり, 従来品と同等のドレープ性を確保するにはステープル糸を用いることによって改善が可能であると考えられる。

### 4 おわりに

今回, 自社ブランドで展開している霜降り柄と藍の栽培を行っている強みを生かした独創的な素材開発を行った。この結果, 複合糸, 生地, 製品による後染めによる意匠性の変化が簡便にできることが確認できた。

また繊維物性評価では糸素材や撚り数を変えることによる物性変化を明らかとすることができた。このような客観的なデータを基に特徴ある素材開発を行い, この素材を用いた特徴ある繊維製品作りができると考えられる。

### 5 参考文献

- 1) 牛田智, 川崎充代: 日本家政学会誌, 52巻, 1号, pp. 75-79(2001)
- 2) 村井恒治, 田中昭人, 吉原均: 園芸学会中四国支部研究発表要旨, No. 57, pp. 32 (2018)
- 3) 堂ノ脇靖巳ら: 福岡県工業技術センター研究報告書, No. 29, pp. 1-4(2019)

# セルロースナノファイバーを複合化した無機フィラーの機能性に関する研究

齋田 真吾\*1

## Research on functionality of inorganic fillers complexed with cellulose nanofibers

Shingo Saita

生分解性プラスチックであるポリ乳酸(以下、PLA)は、植物由来原料から合成されるカーボンニュートラルな材料として注目されている。PLAは、汎用なプラスチックと比較して結晶化が遅いという特徴がある。結晶化速度の促進を目的として、セルロースナノファイバー(以下、CNF)と炭酸カルシウムから成る複合フィラーを作製し、これをPLAと熔融混練し、結晶化に与える効果について評価を行った。CNFで被覆していない炭酸カルシウムと複合フィラーを各々PLAに熔融混練して作製した複合物について等温結晶化測定を行ったところ、炭酸カルシウムの表面をCNFで被覆することにより半結晶化時間が短縮されることが確認できた。

### 1 はじめに

近年、低炭素社会の実現に向けて、非石油由来原料から製造されるプラスチックの活用が注目されている。その中でもポリ乳酸(以下、PLA)は、微生物の働きで分解される生分解性プラスチックであり、環境負荷低減可能な材料として期待されている。しかし、PLAは従来の石油由来の汎用プラスチックに比べて結晶化しにくいいため、十分に結晶化させるには金型内でアニールする必要がある等、成形に時間を要することから成形加工性に劣ると言われている<sup>1)</sup>。結晶化時間の短縮を目的として、結晶核剤としてタルクなどの利用がよく知られているが、近年、セルロースナノファイバー(以下、CNF)についてもいくつか利用例がある。近藤らは、CNF分散水をPLAに添加することで、結晶化速度を促進させることが可能であることを報告している<sup>2)</sup>。

CNFは、木材のパルプを原料としたナノ材料として注目されている。鉄鋼に比べて5分の1の軽さでありながら5倍の強度を有するなどの特徴を有することから、プラスチックやゴムなどの補強材としての用途に注目が特に集まっている。CNFは親水性が高いため水中では分散状態を維持しているが、疎水性の樹脂と複合化するには凝集するなど混練が容易ではない。乾式の熔融混練で樹脂と複合化するためには、CNFの表面を改質して疎水化するなど高度な化学処理が必要と言わ

れている。浅倉らは、CNFの水分散液中に無機フィラーを分散させた混合液をスプレードライすることで、CNFと無機フィラーの乾燥した混合粉末が得られることを報告している<sup>3)</sup>。さらに、このCNFと無機フィラーの混合粉末をPLAと混練することで、PLAの結晶化速度を促進させることが可能であることを報告している。

著者は、図1に示すようにCNFの水分散液に炭酸カルシウムを分散させた混合溶液を静置すると、CNFと炭酸カルシウムが複合化したと考えられるものが沈降することに着目した。水中のCNFを無機フィラーの表面に固定化することで、プラスチックへの混練が容易になるのではないかと考えた。本研究では、水中で形成されるCNFと炭酸カルシウムの複合フィラーを用いて、PLAの結晶化に与える効果について検討を行った。

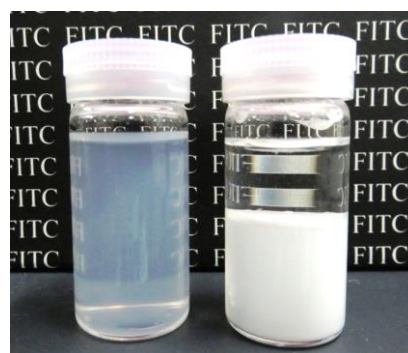


図1 (左) CNF 水分散液, (右)炭酸カルシウムを添加した CNF 水分散液

\*1 化学繊維研究所

## 2 実験方法

### 2-1 材料

実験にはPLAとして、PLA1 (Total Corbion, LX175, L体96 %) 及びPLA2(Total Corbion, L175, L体≥99 %) の2種類を使用した。CNFについては、針葉樹由来の約1 wt%の水分散液(中越パルプ工業(株), nanoforest-S)を使用した。無機フィラーとして炭酸カルシウム(キシダ化学(株))を使用した。

### 2-2 試料の作製

#### 2-2-1 複合フィラーの作製

最初に約1 wt%のCNF水分散液を純水で10倍に希釈し、その後所定の比率になるよう炭酸カルシウムを溶液に加え、12時間攪拌した。その後、その混合溶液を大過剰のエタノールに加えた後、乾燥後のフィラーの塊を解れ易くするためにポリエチレングリコールモノ4-ノニルフェニルエーテル (n=約10, 東京化成工業(株)) を炭酸カルシウムに対して1 wt%となるよう添加し、30分攪拌した。攪拌を止めた後、静置し、沈殿物をデカンテーションにより分離し、金属製バットに薄く広げ、110 °Cで3時間乾燥させることで複合フィラーを得た。また、CNFと複合化しない炭酸カルシウムについても、水中で12時間攪拌するなど同様の処理を行ったものを用いた。

#### 2-2-2 PLAとの混練

バッチ式の混練装置(ブラベンダー社, PL2100-6)を用いてPLAと各フィラーを190 °C, 60 rpm, 10 minの条件で混練した。フィラーを加えないPLAのみの試料についても同様の熱履歴を与えるために、同じ条件で処理を行ったものを用いた。各試料の配合組成を表

表1 各試料の配合組成

試料 No.	PLA (%)	フィラー (%)	フィラー内比率 (CaCO <sub>3</sub> : CNF)
1	100 (PLA1)	0	0:0
2	80 (PLA1)	20	100:0
3	80 (PLA1)	20	100:1
4	80 (PLA1)	20	100:0.5
5	80 (PLA1)	20	100:1.5
6	100 (PLA2)	0	0:0
7	80 (PLA2)	20	100:0
8	80 (PLA2)	20	100:1

1に示す。

### 2-3 熱分析

#### 2-3-1 使用した機器

示差走査熱量測定装置(略語: DSC, エスアイアイ・テクノロジー(株), DSC6220)を用いて、等温結晶化測定を行った。

#### 2-3-2 等温結晶化測定

結晶化速度の評価方法としてDSCを用いた等温結晶化測定がよく用いられる<sup>4)</sup>。試料を速度20 °C/minにて昇温し、融点以上(200 °C)にて溶解させた後、所定の温度まで急冷し、その温度を保持した時に結晶化の発熱ピークまでの時間をその温度での半結晶化時間とした。図2の温度プロファイルに示すように、95 °Cから115 °Cまで10 °C毎の結晶化時間を測定するために計3回の昇温降温を連続で行った。急速冷却については、装置の冷却能力の都合により、-40 °C/min程度が限界となった。また、冷却後の各保持温度における保持時間は60分とした。半結晶化時間の算出は、2回計測したものの平均値を採用した。

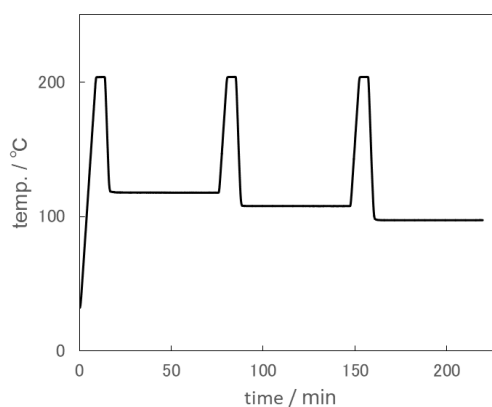


図2 等温結晶化測定温度プログラム

## 3 結果と考察

### 3-1 複合フィラーの作製

CNFと炭酸カルシウムの複合フィラーのSEM画像を図

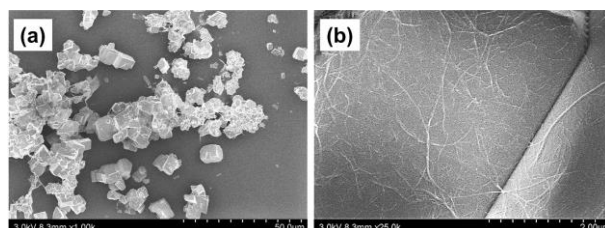


図3 複合フィラーのSEM像(a)1000倍(b)25000倍

3に示す。図3(b)に示すように、CNFが炭酸カルシウムの表面に被覆した状態であることが確認できた。CNFと炭酸カルシウムは静電的相互作用により水中で複合体を形成したものと考えられる。

### 3-2 半結晶化時間の測定

#### 3-2-1 CNFの被覆による結晶化への影響

表1に示す試料1～3の試料について等温結晶化測定を行い、半結晶化時間の比較を行った。測定結果の一例を図4に示す。熔融状態から急冷したのちに、結晶化による発熱ピークが観測された。結果を表2の試料1から試料3としてまとめた。PLA単独では約47分程度であった半結晶化時間が、炭酸カルシウムを添加することで大幅に短縮されることが確認できた。CNFを被覆した炭酸カルシウムでは、さらに短縮されており、CNFを被覆していない炭酸カルシウムと比較して約3割程度短縮されていることが明らかとなった。CNFを被覆することで、CNFの微細な構造を核として結晶化が進んだものと推測される。

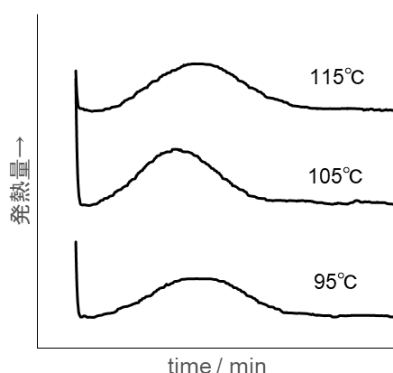


図4 試料3のDSCによる等温結晶化

#### 3-2-2 CNFと炭酸カルシウム比による結晶化への影響

炭酸カルシウムを被覆するCNFの比率による影響について比較を行った。試料3と試料4を比較したところ、CNFの比率が高いほうで結晶化時間が短くなる傾向にあり、CNFの増加に伴い結晶化速度が促進されていることが分かる。しかし、さらにCNFを増やした試料5では、逆に試料3よりも結晶化時間が長くなる傾向が一部の保持温度を除いて見られた。これは、過剰となったCNFがフィラーを凝集させる方向に寄与してしまうことで、逆に結晶核剤としての機能を低下させてしまうことが要因ではないかと推測される。

#### 3-2-3 L体比率が高いPLAにおける結晶化

次にL体比率が高い高純度なPLA2を用いた場合における、CNF複合フィラーの機能性について比較を行った。PLAの原料となる乳酸にはD体とL体の光学異性体が存在する。PLAのほとんどはL体から構成されているが、一定数のD体が存在する。一般的にはL体の比率が高まることでPLAの結晶化速度が速くなることが知られている<sup>5)</sup>。表2の試料6に見られるように、PLA単体でも比較的結晶化時間が短いことが分かる。また、炭酸カルシウムを配合した試料7は試料6と比べて1分程度結晶化時間が短縮する傾向が見られた。一方で、CNFを被覆したフィラーを用いた試料8では、試料7と比べて結晶化時間の変化はほとんど見られなかった。これは、光学純度が高いPLAの系においては、CNFの効果が発現しにくく、光学純度が低めの結晶化しにくいPLA中において、CNFの効果が特異的に発現している可能性が考えられる。しかし、一方では熱流束型DSCを用いることによる測定限界がもう一つの要因として考えられる。今回使用した装置では冷却速度が-40℃/min程度であるため、所定の保持温度に到達するまでに3分から4分程度の時間を要していることから、測定限界を超えており、多少の読み取り誤差を含んでいる可能性もある。結晶化が速い系では、200℃/min以上で降温できる入力補償型DSCを用いる必要があることから、装置由来の要因についても検証を行った上で、結晶化機構について更に検討を行う必要がある。

表2 各試料の半結晶化時間

試料 No.	半結晶化時間 (min)		
	95℃	105℃	115℃
1	48.8	47.5	46.7
2	33.0	29.3	32.0
3	22.7	18.2	22.8
4	27.1	21.7	28.8
5	22.2	22.4	32.4
6	3.5	2.7	4.3
7	2.1	1.9	3.5
8	2.1	1.9	3.6

## 4 まとめ

CNFを炭酸カルシウムの表面に固定化した複合フィラーを作製した。L体比率が96%のPLAと混練した場合、



CNFと複合化していない炭酸カルシウムと比較して、CNFを複合した炭酸カルシウムでは、半結晶時間が約3割程度短縮されていることが明らかになった。しかし、L体比率が99 %以上である光学純度の高いPLAと混練した場合には、CNFの複合化による効果は確認できなかった。今後は、更なる検証を進め、CNFの活用によるポリ乳酸の高機能化を図りたい。

## 5 参考文献

- 1) 木村良晴：高分子，57巻，pp. 430-433(2008)
- 2) 近藤哲夫：日本ゴム協会誌，85巻，pp. 400-405(2012)
- 3) 浅倉秀一：岐阜県産業技術センター研究報告，No.10，pp. 4-8(2016)
- 4) 木村豊恒，植村哲，足立茂寛，安田則彦：奈良県工業技術センター研究報告，No.34，pp. 5-8(2008)
- 5) 望月政嗣：繊維と工業，66巻，No.2，pp. 70-77(2010)

# 使用済自動車由来廃プラスチックと廃炭素繊維による電磁波シールド材料の創成

## －混練時における炭素繊維切断メカニズムの解明と長繊維混練のための条件検討－

木村 太郎\*1 齋田 真吾\*1 西田 治男\*2 河済 博文\*3 脇坂 港\*4 土田 保雄\*5

### Development of the Electromagnetic Wave Shelter Material Using ASR (Automobile Shredder Residue) Plastic and Carbon Fiber

#### - Effect of the Kneading Factors on the Length of Carbon Fiber -

Taro Kimura, Shingo Saita, Haruo Nishida, Hirofumi Kawazumi, Minato Wakisaka and Yasuo Tsuchida

著者らは、ASR（廃自動車破砕残渣）由来樹脂から付加価値の高い素材を創出する事を目指して、炭素繊維を混練することで電磁波遮蔽能の付与や強度向上を試みている。しかしながら、樹脂に混練する際に炭素繊維が切断され繊維長が大幅に短くなるという現象が見出され、炭素繊維の機能が十分に発揮されるか懸念される。そこで、混練条件の検討、及び炭素繊維切断メカニズムの解析を行い、長炭素繊維の混練を可能にする条件検討を行った。

#### 1 はじめに

廃棄自動車は、処分場においてシュレッダーにかけられ、有価金属や主要プラスチック部材は回収されてリサイクルに用いられる。しかしながら残った ASR（廃自動車破砕残渣）は付加価値が低く有効なリサイクルを行うことが出来ていない。ASR には一定量の樹脂成分が含まれているが、様々な素材の混合物であったりゴミや不純物が混入していたりする為、焼却以外の用途が限られていた。この様な現状において、(株)サイムは比重選別やラマン光選別を組み合わせることによって、ASR 由来混合樹脂を成分別、グレード別に選抜し、より付加価値の高い樹脂材料とする技術を確立している。

本研究では、ASR 由来の分別樹脂を用い更に付加価値の高い素材を創出する為に、廃炭素繊維を混練させることを試みている。炭素繊維の混練により、機械的強度の向上や電磁波遮蔽特性の付与が期待され、今後の IoT・AI 社会でニーズが高まると予想される電磁波シールド素材への応用が可能になると考えた (図 1)。

検討の過程において、炭素繊維を樹脂に混練すると繊維が大幅に短く切断される現象が明らかとなった。炭素繊維長が極端に短くなると、補強効果や電磁波遮蔽能が発現しにくくなることが懸念されるため<sup>1)</sup>、切断が起きにくい混練条件を把握する必要がある。そこで本文では、モデル試験により炭素繊維の切断メカニズムを解明し、適切な混練条件を確立することを目指した。また、得られた知見を基に ASR 由来樹脂に炭素繊維を混練し、長繊維の混練が出来ることを実証した。

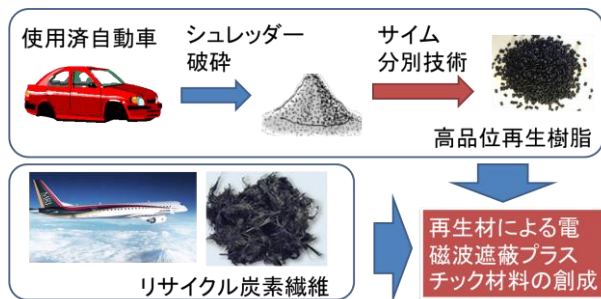


図1 ASR由来樹脂と炭素繊維による高機能材料の創成

#### 2 実験方法

##### 2-1 炭素繊維混練モデル実験

小型2軸押出機（ラボプラストミル2D15W 東洋精機）を用いてポリプロピレン（PP）への炭素繊維混練実験を行った。バージンPPペレット（ノバテックPP MA3H）を一定速度で投入し、炭素繊維（1 mmカット吉野）を0.1 gずつ投入した。特に記載がない場合は加熱温度200 °C、2軸スクリー回転速度10 rpmとした。

##### 2-2 炭素繊維の定量、炭素繊維長分布の評価

炭素繊維含有ペレットを白金パンに入れ、熱分析装

\*1 化学繊維研究所

\*2 プラス-N

\*3 近畿大学産業理工学部

\*4 九州工業大学大学院生命体工学研究科

\*5 (株)サイム

置 (TG/DTA6300 エスアイアイ・ナノテクノロジー) を用いて窒素気流下650℃で樹脂のみを分解除去した。得られた残渣を回収し、電子顕微鏡で炭素繊維を観察した。一定視野内の炭素繊維の長さを漏れなく計測し、平均繊維長、繊維長分布を算出した。

### 2-3 X線CTによる樹脂中の炭素繊維観察

高分解能X線CT (SKYSCAN2214 ブルカー・ジャパン) を用いて炭素繊維含有PPペレットの画像観察を行った。

## 3 結果と考察

### 3-1 スクリュー回転数・温度の炭素繊維鎖長への影響

炭素繊維の混練実験を行い、スクリュー回転数、温度を変えて、樹脂に混練された炭素繊維の長さを評価した。図2に示すように、バージンPP樹脂を連続的に投入しているところに、スポットで少量(0.1g)の炭素繊維を投入するものである。出てきた樹脂ストランドのうち、炭素繊維が含まれる黒く着色した部分を採用し、炭素繊維の長さ分布を計測した。なお、樹脂中の炭素繊維の濃度は最大1%前後であった。

図3に二軸のスクリュー回転速度を変えた場合の炭素繊維長分布を示す。回転数10rpmと100rpmで比較するといずれも炭素繊維長は数平均繊維長で250μm程度となり特に差は見られなかった。回転数を上げた方でせん断力が上昇し炭素繊維長が短くなると予想していたが、この範囲内では変わらないことが判明した。但し、より回転数を下げると繊維長が長くなる可能性はあると考えられる。

次に、加熱温度を変えて検討した結果を図4に示す。200℃、215℃、230℃で比較すると温度が上がるほど炭素繊維長は長くなる傾向が見られた。30℃の上昇で平均繊維長が1.4倍長くなったことになる。これは、温度が高い方が樹脂の流動性が増加するため、炭素繊維にかかるせん断力が低下するためと考えられる。

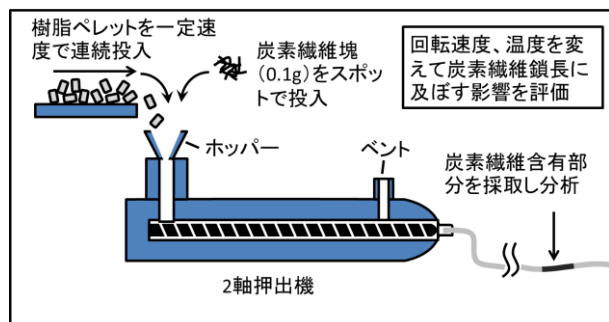


図2 混練時の回転数、温度の評価実験

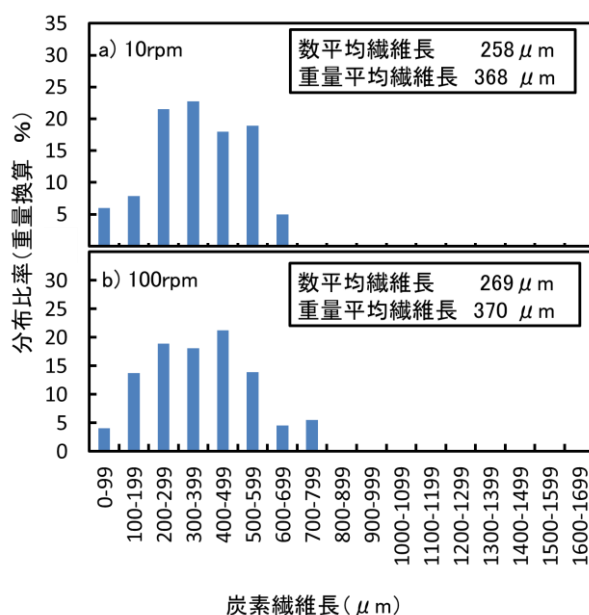


図3 スクリュー回転数を変えた際の炭素繊維長分布の比較

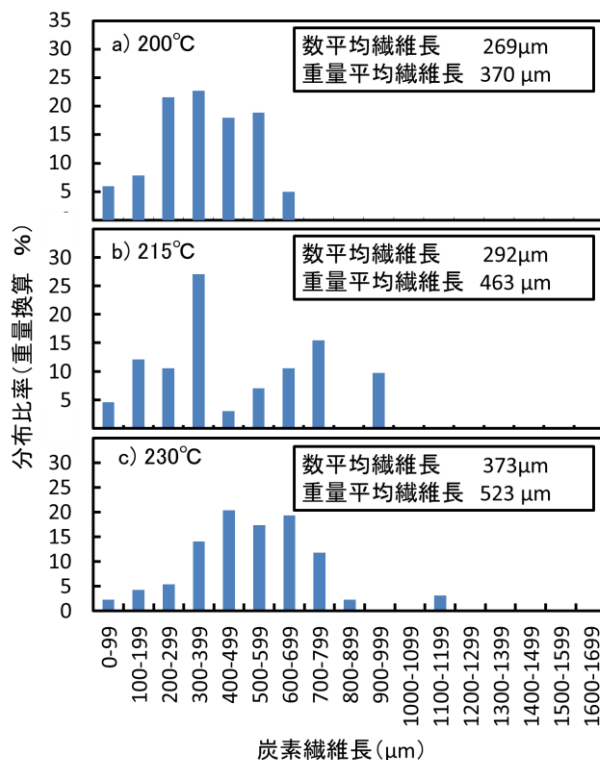


図4 加熱温度を変えた際の炭素繊維長分布の比較

### 3-2 二軸押出機中の切断挙動の解明

装置内の混練過程においてどの部分で炭素繊維の切断が起きているのか知るために以下の実験を行った(図5)。まず、バージンPP樹脂ペレットを投入しながら少量の炭素繊維を断続的に投入した。次に炭素繊維がスクリュー全域にいきわたったところで装置を止

めて、スクリーを引抜いた。スクリーの末端から先端までの各部所で混練途中の樹脂を採取し含まれている炭素繊維の長さを計測した。

表 1 及び図 6 に部所毎の平均繊維長の推移を示す。これは、投入された原料炭素繊維 (1.3 mm 程度) が二軸混練装置内を進むにつれて、短繊維化していく過程を示すものである。これによると、炭素繊維長はまずホッパー直下で大きく減少した。ホッパー直下は樹脂が十分に加熱熔融していないため炭素繊維へのせん断力が強くかかり切断が起きやすいと推測される。また、せん断部とフライト部の比較を行うと、繊維の切断はフライト部ではあまり起こらずせん断部で起きることが明らかとなった。従って、炭素繊維をなるべく切断しないためにはせん断部を含まないスクリー形状とした方が望ましいと考えられる。

### 3-3 炭素繊維投入箇所の影響

上記の結果を踏まえ、炭素繊維をホッパーではなくベントから投入することを試みた (図 2)。炭素繊維をホッパーから投入すると、十分に加熱されていない樹脂から強いせん断力を受けるが、ベントから投入することで樹脂から受けるせん断力を抑制出来ることが期待される。また、スクリーのせん断部を通過しない出口付近から炭素繊維を投入することも切断抑止に寄与すると思われる。実際にベントから炭素繊維を投入した場合の樹脂中の炭素繊維長分布を図 7 に示す。これによると 500  $\mu\text{m}$  以上の繊維が多く残っており、切断が抑制されていることが明らかとなった。図 3 (a) は、炭素繊維の投入箇所がホッパーであること以外は図 7 と同じ混練条件であるが、これと比較すると明確に長い炭素繊維が存在している事がわかる。また平均繊維長も数平均繊維長 725  $\mu\text{m}$ 、重量平均繊維長 909  $\mu\text{m}$  と図 3 (a) のホッパー投入時に比べて 2.4 倍以上長くなっていた。図 8 (a), (b) に回収した炭素繊維の SEM 画像を示すが、ホッパー投入 (a) に比べてベント投入 (b) の方が、長い炭素繊維が多く存在することが分かる。

### 3-4 炭素繊維混練樹脂の高分解能 X 線 CT 観察

図 9 に炭素繊維混練樹脂ペレットの高分解能 X 線 CT 画像を示す。(a) はペレットの押出方向に対する直径全体が写るように撮影したものであり、(b) はその一部を更に拡大して撮影した画像である。これによると炭素繊維は互いに凝集することなく、流れ方向に配

向した状態で混練されていることが明らかとなった。なお、図 9 (b) の球状の構造は気泡である。

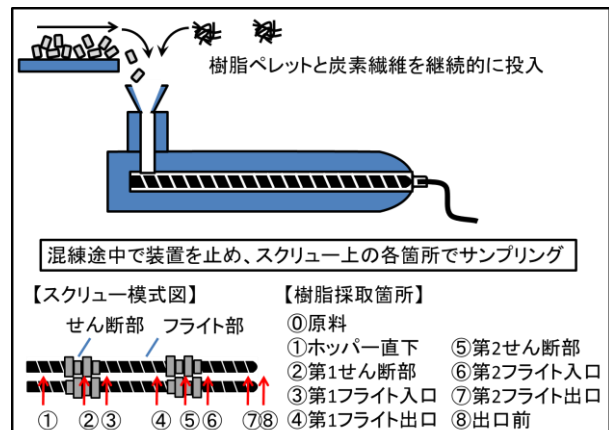


図 5 混練装置内の切断挙動の解析実験

表 1 混練装置内各部位での平均炭素繊維長

	数平均炭素鎖長 ( $\mu\text{m}$ )	重量平均炭素鎖長 ( $\mu\text{m}$ )
①原料	1255	1287
①ホッパー直下	684	814
②第1せん断部	524	738
③第1フライト入口	397	535
④第1フライト出口	412	553
⑤第2せん断部	399	461
⑥第2フライト入口	271	392
⑦第2フライト出口	301	377
⑧出口前	338	426

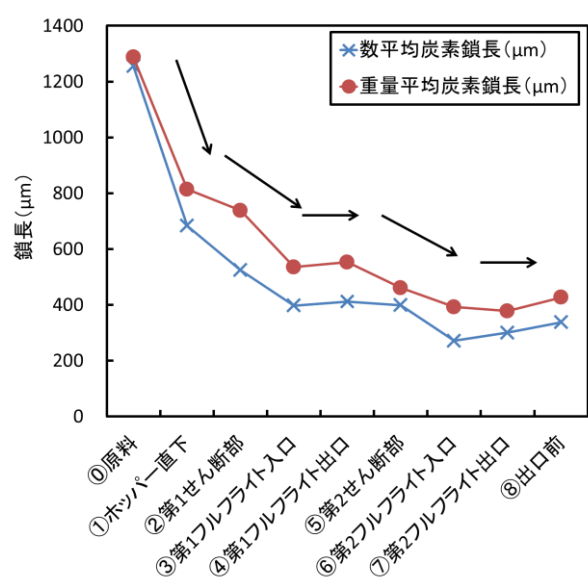


図 6 混練装置内での炭素繊維長の推移

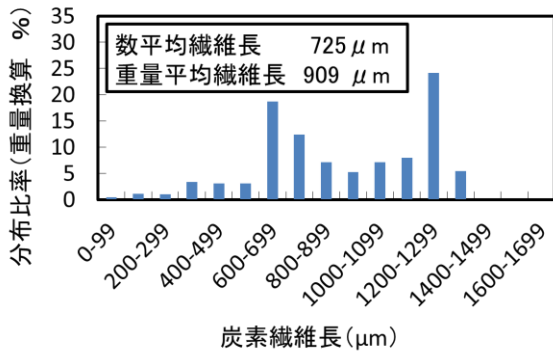


図7 炭素繊維をベント投入した際の繊維長分布

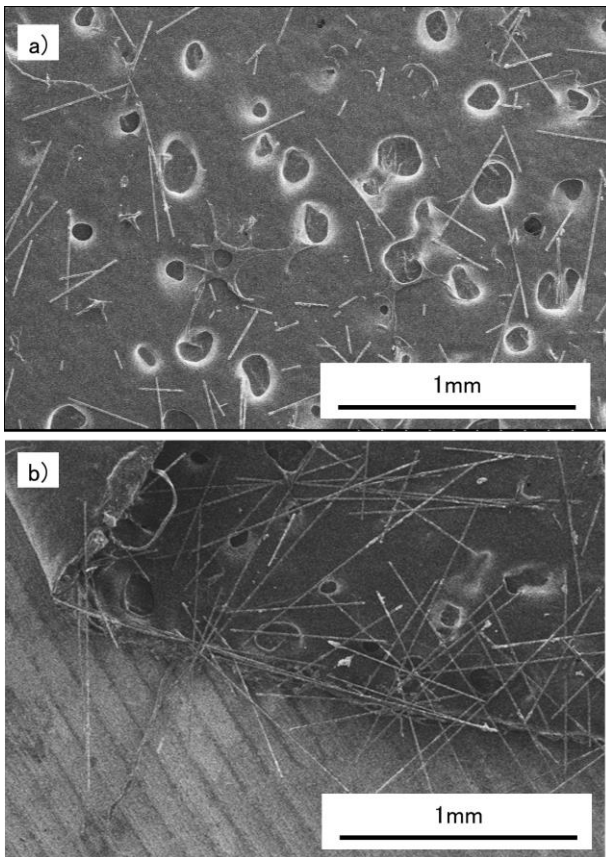


図8 樹脂中から回収した炭素繊維の SEM 画像. 混練温度 200 °C, スクリュー回転速度 10 rpm, 炭素繊維ホッパー投入 (a), ベント投入 (b)

### 3-5 ASR 由来樹脂への炭素繊維の混練

得られた知見を参考に混練条件を改良し、(株)サイムにおいて ASR 由来樹脂への炭素繊維の混練を行った。比重分別した ASR 樹脂に 30 wt%の炭素繊維を混練した結果、諸条件の改良により 200 μm 前後であった数平均繊維長が 300~500 μm まで長繊維化することに成功した。

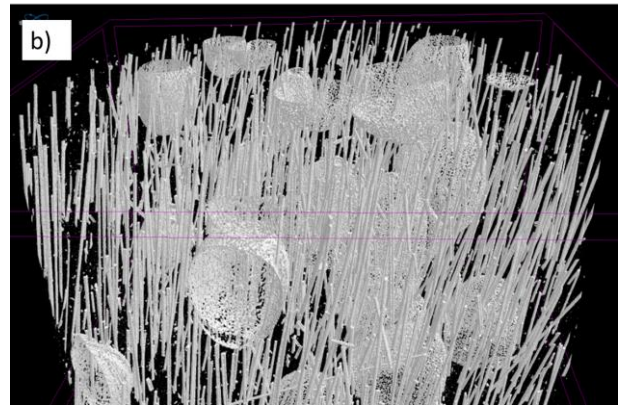
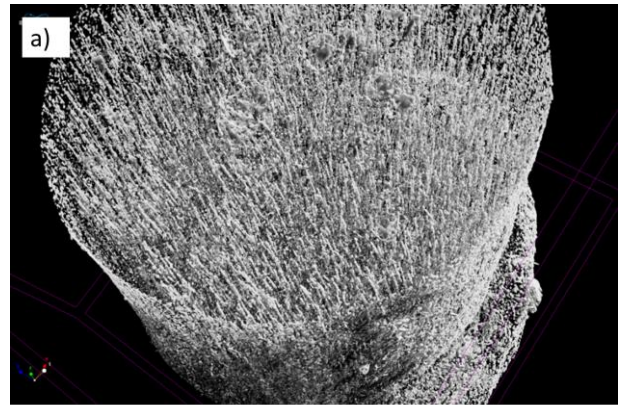


図9 炭素繊維混練樹脂ペレットの高分解能 X 線 CT 画像. 全体像 (a), 拡大像 (b)

### 4 まとめ

炭素繊維の樹脂への混練において、諸条件を変えることで炭素繊維の切断挙動は大きく変わることが明らかとなった。更に得られた知見を元に炭素繊維の切断メカニズムを理解することで、長繊維混練を可能にする条件確立を行うことが出来た。本研究が、これまで活用が困難であった ASR 樹脂の更なる高機能化、高付加価値化に寄与することを期待する。

### 5 謝辞

本研究の一部は公益財団法人福岡県産業・科学技術振興財団 I S T 研究開発 F S 事業により実施した研究の成果である。

### 6 参考文献

1) 西田 治男ら：繊維学会誌, 77(5), pp. 231-237 (2021)

# 高圧水素用Oリングの開発を目指して -NBRゴムにおける高圧水素体積膨張現象を抑制するゴム配合の確立-

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

## Aiming at Development of O-ring for High-pressure Hydrogen

### -The Relation between the Additives and Swell of NBR (Acrylonitrile-Butadiene Rubber) by High-Pressure Hydrogen-

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

筆者らは地域のゴム企業と連携して水素ステーション等の高圧水素環境下で使用可能なOリングの開発を進めている。耐久性、信頼性を高めるため、高圧水素の圧力変動に伴い発現するゴムの体積膨張現象に着目し、これを抑制するための技術を確認することを目指した。そのために、充填材や添加剤の量や種類を系統的に変えた様々な配合のサンプルを高圧水素に曝露し、体積膨張とゴム配合との関連について詳細な検討を行った。その結果、ゴムの体積膨張現象はゴム中の水素ガスの膨張とゴムの硬度とのバランスによって発現することが明らかとなった。得られた知見を活用することで、体積膨張を起こさない高圧水素用Oリングの開発が可能になると期待される。

#### 1 はじめに

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

その一環として、高信頼性、高耐久性を有する高圧水素用のシール材（Oリング）の開発が求められている。水素ステーションにおいてOリングは配管のつなぎ目やバルブ等といった多くの個所で使用されているが、厳しい使用環境であるため通常のOリングではすぐに劣化し破損すると言われている<sup>2)</sup>。このような現状を鑑みて、著者らはH27年度より県内ゴム製造企業と連携し高い信頼性と耐久性を有する高圧水素用Oリングの開発に取り組んでいる<sup>3-4)</sup>。

高圧水素がゴムに及ぼす特徴的な現象として、加減圧に伴う体積膨張（以下水素体積膨張と記す）が知られている。これは高圧水素に曝露されたゴムを急速に減圧し大気圧に戻すとゴムが一時的に膨張する現象で

ある。図1に示すように、ゴムを高圧水素に曝露すると水素がゴム中に浸透する。この状態で急激に大気圧に減圧すると、水素がゴムの内部に留まったまま膨張するためゴム自身も膨張するものである。

筆者らは、高圧水素配管内でOリングが水素体積膨張を繰り返すと、ブリスタ破壊<sup>2)</sup>、はみ出し破壊、座屈破壊といった破損のリスクが増えるのではないかと懸念し、高信頼性、高耐久性を有する高圧水素用Oリングの開発には「水素体積膨張しないゴム配合」が必要ではないかと考えた。そこで本文では、常温で用いられる汎用的なシール材であるNBR（アクリロニトリル・ブタジエンゴム）について、様々な配合のゴムを系統的に試作し、水素体積膨張とゴム配合等との相関

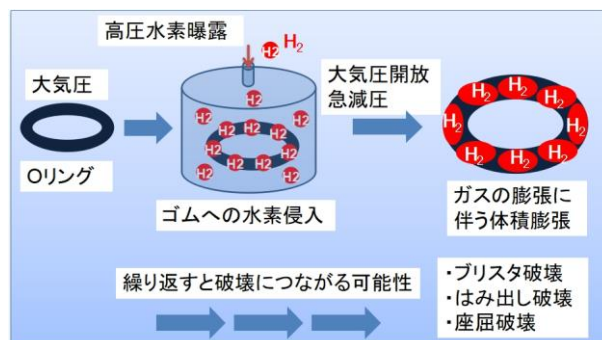


図1 水素加減圧におけるゴムの体積膨張

\*1 化学繊維研究所 \*2 工業技術センター 企画管理部  
\*3 福岡県 商工部 中小企業技術振興課

を見出すことを試みた。その結果、体積膨張を引き起こすメカニズムを十分に理解するための知見が得られ、体積膨張抑制に有用な指針を得ることが出来たのでここに報告する。

## 2 研究, 実験方法

### 2-1 NBRサンプルの作製

NBRについて様々な配合のサンプルを作製した。基本となる配合を表1に示す。各成分をニーダー（森山製作所 DS1-5MHH-S）によって混練した後、ロールでシート化した。これを熱プレス機と金型を用い、170 °C で7~15 分間加熱成形を行うことでサンプルシート（厚さ2 mm）を得た。

表1 NBR標準ゴムライブラリーの代表的な組成

組成	品名等	添加量 (phr)
ゴムコンパウンド	中高ニトリルゴム	100
補強材	カーボンブラック (シースト3, シースト9) 又は, シリカ (アエロジル200, ニブシールVN3)	0~100
架橋剤	硫黄	0.3
架橋助剤等	CBS	1.5
	TMTD	1.5
	酸化亜鉛	5
	ステアリン酸	1
	老化防止剤	2
	その他	X

### 2-2 高圧水素曝露試験

サンプルシートをJISダンベル7 号形状に打抜き試験料とした。これを耐圧容器に入れて95 MPaの水素を注入し、12 時間以上放置した後、急速（10 秒以内）に大気圧まで減圧した。サンプルを素早く取り出し、およそ10 分後に寸法計測を行った。曝露前後の寸法比較より、体積変化率を算出した（図2）。水素曝露は室温もしくは-40 °C, 40 °C, 100 °Cで実施した。試験は（公財）水素エネルギー製品研究試験センターにて実施した。

## 3 結果と考察

### 3-1 充填材の影響

図2に示すように、高圧水素曝露による体積膨張率はゴムの配合によって大きく異なることが分かる。図3に、充填材の種類と量を変えて作製したNBRサンプルについて水素体積変化率の評価を行った結果を示す。

これによると、充填材を入れない場合、体積変化率は350 %程度となり大きく膨張した。これに対し、カーボンブラック（CB）やシリカを添加すると体積膨張が抑制され、80 phr以上の添加で体積膨張がほとんど起きないことが明らかとなった。また、粒径の異なるカーボンブラックとしてシースト9（平均粒径19 nm）とシースト3（平均粒径28 nm）の比較を行ったが顕著な差異は観察されなかった。シリカについては製造方法の異なるものを比較したが、アエロジル（乾式）とニブシール（湿式）では特段の差は見られなかった。



図2 高圧水素曝露試験の様子

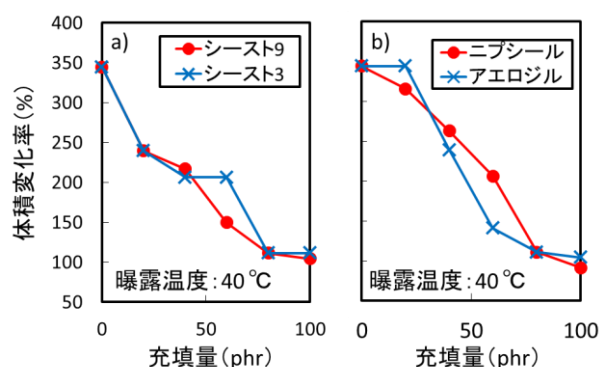


図3 充填材の種類、添加量と水素体積変化率の関係  
カーボンブラック (a) , シリカ (b)

### 3-2 ゴム物性と水素体積膨張率との相関

水素体積変化率とゴム物性との相関について検討を行った。図3で用いたゴムサンプルについてデュロメ

ーター硬度（タイプA），引張強さ，伸びを計測し充填材の添加量に対してプロットしたものが図4である。これによると，充填材の添加量の増大に伴い，（a）硬さは増加，（b）引張強さは増加した後に微減，（c）伸びは一旦増加した後，緩やかに減少するという傾向が見られた。これらの結果を水素体積膨張の傾向と対比させると，硬さがもっとも相関性が高いことが明らかとなった。図5（a）に水素体積変化率を硬度に対してプロットした結果を示す。これによると硬度70以下のゴムは体積変化率が200～300 %程度であるのに対し，硬度70以上では体積変化率が減少するという相関がみられた。また，硬度90以上ではほとんど体積変化が起こらなかった。

ゴムの様々な物性のうち硬度が水素体積変化率と相関する理由としては，硬度がゴムの局所的な反発力を反映しているためと考えられる（図5（b））。水素体積変化率はゴム中の水素ガスが膨張して周囲のゴムを押し広げようとする力と，ゴムの網目構造が抵抗する力とのバランスによって決定されると推測する。これに対し硬度は微細な針の押込みに対するゴムの抵抗力を計測しているため，結果的に似た傾向をとると説明出来る。従って，図3の様に充填材を加えると水素体積膨張率が減少するのは，カーボンブラックやシリカの添加によりゴム硬度が上昇することで，水素の膨張圧力に抵抗する力が増大したためと推察する。

### 3-3 架橋条件が水素体積変化率に及ぼす影響

図6に示すとおり架橋反応と水素体積変化率との相関について検討を行った。（a）はNBRに充填材を加えずに所定の加硫反応を行ったゴムの水素体積変化率を示す。これによると80℃で5分間加硫したゴムは約600%の体積変化率であったのに対し，加硫温度を上げ時間を長くすることで体積変化率は約300%にまで減少した。これはゴムの架橋点が増加するに従って，水素の膨張に対する抗力が強くなったためと思われる。

（b）はシリカ（ニプシール）を100 phr添加したゴムの水素体積変化率を示す。これによると80℃で5分間加硫したゴムの体積変化率は約300%と（a）の半分程度であった。これは，シリカを100 phr添加することでゴムサンプル中のポリマー成分が半分程度に減少しているためと考えられる。水素が溶解するのはポリマー成分のみであり全体積の半分程度を占めるシリカ部分には水素が溶解しないため，体積の膨張が半分

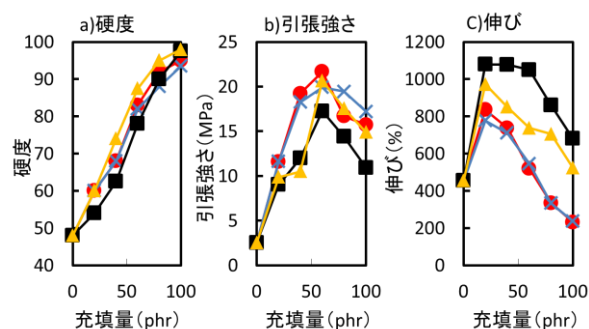


図4 充填材の添加量とゴム物性の関係

（a）デュロメーター硬度（タイプA），（b）引張強さ，（c）伸び，シート9（—●—），シート3（—×—），ニプシール（—▲—），アエロジル（—■—）

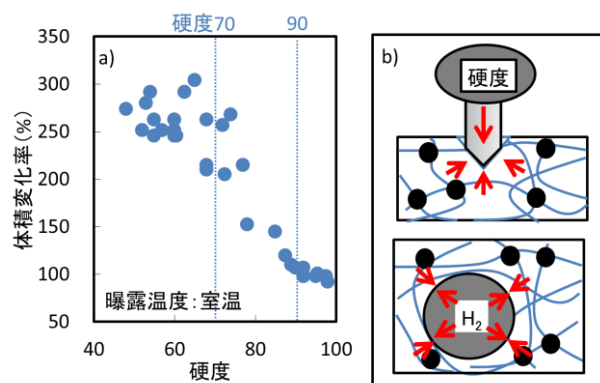


図5 デュロメーター硬度（タイプA）と水素体積変化率の相関（a），ゴム硬度と水素体積膨張の類似性（b）

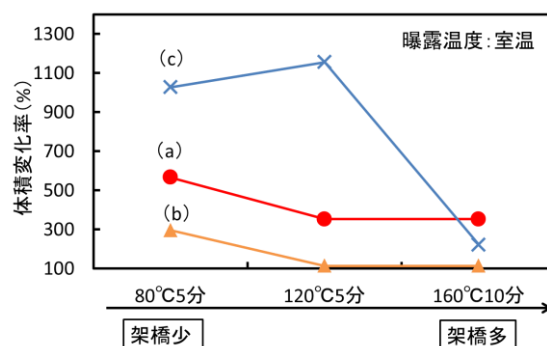


図6 架橋条件と水素体積変化率の関係

（a）充填剤無し（—●—），（b）シリカ100 phr配合（—▲—），（c）カーボンブラック50 phr配合（—×—）

程度に減少したと考えられる。更に架橋温度と時間を増加させることで体積変化率が低下している。これは、



シリカによる補強効果によるものと考えられる。

(c) はカーボンブラックを50 phr添加したゴムの挙動である。80 °Cで5 分間加硫したゴムの体積変化率は約1000 %と増大した。カーボンブラックは水素の吸着材として知られており、ゴム中でもより多くの水素を取り込むことで一層の体積膨張を引き起こしていると考えられる。但し、架橋反応を十分に行うことで体積変化率は大幅に減少した。カーボンブラックはゴムの優れた補強材として知られており、水素吸着効果を上回る補強効果が発現したためと推測する。

### 3-4 試験温度が水素体積変化率に及ぼす影響

図7に温度を変えて水素曝露試験を行った時の水素体積変化率を示す。これによると温度が高いほど体積変化率が大きくなる傾向が見られた。これは、温度が高い程ゴムの硬度が低下するため、水素の膨張に対する抗力が減少したのと考えられる。

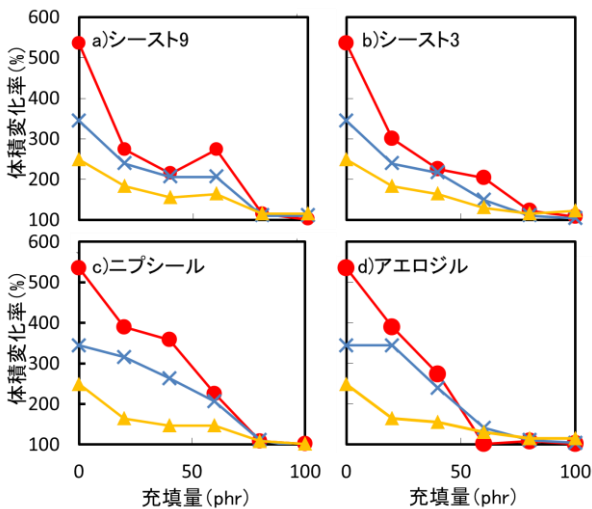


図7 曝露温度が水素体積変化率に及ぼす影響

100 °C (—●—), 40 °C (—×—), -40 °C (—▲—)

### 3-5 添加剤が水素体積変化率に及ぼす影響

表2にカップリング剤、可塑剤を添加したサンプルの水素体積変化率を示す。アエロジル40 phrを添加したNBRの体積変化率は268 %であるが、これにカップリング剤 (CARBRUS2, トリエチルアミン (TEA)) を添加すると体積変化は162 %と大幅に低下した。これはカップリング剤の添加によりゴム中のゴム-シリカ間の相互作用が増加し、補強効果が強くなったためと推測する。また、可塑剤 (アジピン酸ビス(2-エチルヘ

キシル (DOA)) の添加により、体積変化率は大幅に増加する傾向が観察された。これは可塑剤の添加によりゴムが軟化したためと推測する。

表2 カップリング剤、可塑剤の添加が水素体積変化率に及ぼす影響

サンプル略称	添加剤 (添加量 phr)	硬度*2	水素体積変化率 (%)
AER40*1	-	74	268
AER40+CAB	CABRAS(3.2), TEA(2.0)	79	162
AER40+DOA20	DOA(20)	66	444
AER40+DOA40	DOA(40)	52	623
AER40+DOA60	DOA(60)	38	750

\*1 表1に示す組成でアエロジル (40 phr) 含有

\*2 デュロメーター硬度 (タイプA)

## 4 まとめ

水素体積膨張現象はゴム中に溶解した高圧水素が、減圧時にゴム中で膨張することで発現する。そのため、水素体積変化率は、水素の溶解量とゴムの抗力のバランスで決まる。従って、充填材 (水素吸着性か非吸着性か、及び補強効果の強弱)、架橋の発達度合い (加硫条件)、添加剤 (カップリング剤や可塑剤等)、温度等が水素体積変化率に影響を与える。また、微小な変形に対する抗力が水素体積変化率の指標となるため、硬度との相関が高いことが明らかとなった。

今回の研究により、高耐久性かつ高信頼性を有するOリングの開発に資する知見を得ることが出来た。

## 5 参考文献

- 1) 経済産業省：2050年カーボンニュートラルに伴うグリーン成長戦略 (令和3年6月18日) (オンライン) <https://www.meti.go.jp/press/2021/06/20210618005/20210618005.html> (参照2022-3-31)
- 2) 山辺 純一郎 他：日本ゴム協会誌, 83巻, pp. 159-166 (2010)
- 3) 木村 太郎 他：福岡県工業技術センター研究報告, NO. 27, pp. 13-16 (2017)
- 4) 木村 太郎 他：福岡県工業技術センター研究報告, NO. 30, pp. 5-8 (2020)

# 水素中微量一酸化炭素(CO)濃度計測装置の性能評価

蓮尾 東海\*1 木村 太郎\*1 阪本 一平\*2 阪本 昇平\*2 梅原 未貴\*2 木下 阿耶\*2

## Performance evaluation of trace carbon monoxide (CO) concentration measuring device in hydrogen fuel

Haruumi Hasuo, Taro Kimura, Kazuhira Sakamoto, Shohei Sakamoto, Miki Umehara, Aya Kinoshita

燃料電池自動車 (FCV) 等車両用に供給される水素燃料の品質は、国際規格基準 (ISO14687) で規定されており、燃料電池の性能低下を引き起す不純物に対し厳しい濃度基準が設けられている。特に一酸化炭素 (CO) は不純物ガス成分の混入の指標となる成分でISO規格において連続監視を推奨している。しかし多くの既設水素ステーションでは、運用コストの関係から連続監視設備を導入せずに年数回の抜き取り検査による品質管理を実施しており、不純物混入に対する対応の遅れが懸念されている。本研究開発では、連続監視可能且つ低運用コストが期待できる「CO濃度計測装置」の開発・実用化を目的とし、開発装置の性能評価を行った。

### 1 はじめに

水素エネルギーは、様々な資源から製造することができ、また使用時に二酸化炭素を排出しない事より、脱炭素社会のキーテクノロジーとして製造・利用技術の確立が進められている。水素燃料を利用した高効率発電を行う技術として燃料電池 (FuelCell) が用いられるが、供給する水素燃料中の不純物が燃料電池性能に悪影響を及ぼすため国際規格基準：ISO14687<sup>1)</sup>において厳しい不純物濃度規制が設けられている。特に一酸化炭素 (以下CO) については、水素ガス製造・精製工程の不具合等により不純物として最も流出・混入しやすい成分であることより水素品質の指標とされ<sup>2)</sup>、ISO規格においても連続監視を推奨している。しかし、現在稼働中の水素ステーションでは、装置導入コスト、ランニングコストの面から連続監視可能な設備の導入はごく一部で、多くの水素ステーションでは年数回の抜き取り検査を実施するのみとなっている。

矢部川電気工業(株)は、九州大学グループが考案した検出原理<sup>3),4)</sup>を利用した燃料電池に悪影響を及ぼす水素燃料中への不純物混入の早期検出を目的とした微量COガス濃度の連続計測が可能で且つ装置価格及びランニングコストの低価格化も期待できるCO濃度計測装置の開発を行っている。本報告では、矢部川電気工業(株)が開発した「CO濃度測定装置」の性能評価を行ったので報告する。

### 2 研究, 実験方法

矢部川電気工業社製CO濃度計測装置の性能評価は、①「検出限界濃度」、②「指示誤差」及び③「繰返し性」の3項目とし、評価項目①「検出限界濃度」は検量線法により算出した。また、検量線作成に使用する同社製ガス希釈器についても、ガスクロマトグラフィーを使用しガス希釈精度の確認を行った。

評価試験を行った矢部川電気工業社製開発装置、使用したガスクロマトグラフィー (以下GC) システム及び使用ガス仕様は以下のとおりである。

#### 2-1 使用装置及び使用ガス

##### 【使用装置】

- CO濃度計測装置(評価対象):型式 HMD-2111 (図1)
  - ・センサーセル; No. Y201013-6 (校正値: 12.11)
- ガス希釈器: 矢部川電気工業社製
- GC分析システム: アジレントテクノロジー社製 7890A
  - ・検出器; 水素炎イオン化検出器 (FID) /  
メタンコンバーター使用
  - ・ガスサンプリング量; 1 mL

##### 【使用ガス】

- 水素ガス (G1グレード): 大陽日酸(株)社製
  - ・CO濃度計測装置ゼロガス及び希釈用ガス
- CO標準ガス (H<sub>2</sub>バランス)
  - ・CO濃度 0.2 ppm: 高千穂化学工業(株)社製
    - ※ 開発装置性能評価試験に使用
  - ・CO濃度 1.790 ppm: 高千穂化学工業(株)社製
    - ※ ガス希釈器精度確認に使用

\*1 化学繊維研究所

\*2 矢部川電気工業株式会社



図1 評価対象装置（標準機）及び希釈器

## 2-2 ガス希釈器精度の確認

ガス希釈器の精度確認試験では、GCの分析精度を考慮し、CO濃度1.790 ppmの標準ガスを使用した。

確認試験は、CO標準ガス（1.790 ppm）と水素ガス（ゼロガス）のガス希釈器で所定の率で希釈・混合し、全ガス流量100 mL/minをGCシステムに導入・定量分析を行い、理論計算値と比較することにより確認した。

## 2-3 CO濃度計測装置の性能評価試験

開発装置の性能評価試験では、CO濃度0.2 ppm（200 ppb）のCO標準ガスを使用した。

### 2-3-1 検出限界濃度評価試験方法

検出限界評価は、前述希釈器を用いて調製したCO濃度50, 100, 150, 200 ppbの希釈ガスの計測を行い、作成した検量線から式1により算出した<sup>5)</sup>。ここで、標準偏差 $\sigma$ は、ゼロガス（ブランク）計測において算出される標準偏差値とする。

$$\text{検出限界濃度 (ppb)} = 3.29 \times \text{標準偏差 } \sigma / \text{傾き} \quad \text{----- (式1)}$$

### 2-3-2 指示誤差及び繰返し性評価試験方法

指示誤差及び繰返し性評価は、同じ試験結果より算出した。評価試験は、CO標準ガス計測・ゼロガス計測を3回繰り返し実施し、それぞれの計測濃度平均値から下式により指示誤差及び繰返し性を算出した<sup>6)</sup>。また、比較としてGCシステムでも同試験を行った。

$$\begin{aligned} \text{指示誤差 (\%)} \\ = (\text{平均濃度} - \text{標準ガス濃度}) / \text{標準ガス濃度} \times 100 \quad \text{----- (式2)} \end{aligned}$$

繰返し性 (%) : 変動係数

$$= \text{標準偏差 } \sigma / \text{平均値} \times 100 \quad \text{----- (式3)}$$

## 3 結果と考察

### 3-1 ガス希釈器の精度確認

ガス希釈器の精度確認試験結果を表1及び図2に示す。理論濃度とGCによる定量濃度の誤差は最大でも1.1%となり、全流量100 mL/minの条件下では、矢部川電気工業社製のガス希釈器が正確に規定濃度に希釈されていることが確認された。

このことより、検量線作成による開発装置の検出限界性能の評価試験において、本希釈器による希釈ガスを使用することに問題がないと判断した。

表1 GCによるCO希釈ガス定量試験結果

標準ガス流量 設定値 [mL/min]	理論CO濃度 [ppb]	計測CO濃度 [ppb]	指示誤差 [%]
0	0	0	-
25	447.5	442.5	1.11
50	895	896.7	0.19
75	1342.5	1343.6	0.08
100	1790	1795.4	0.30

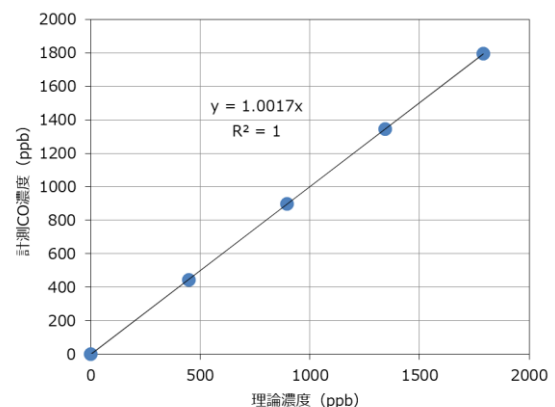


図2 評価対象装置（標準機）及び希釈器

### 3-2 開発装置の性能評価試験

#### 3-2-1 検出限界濃度

検出限界濃度の評価試験結果を図3、計測結果から作成した検量線を図4に示す。図4の検量線の傾き及びゼロガス計測時の標準偏差 $\sigma$  : 0.367 ppbから式1により検出限界濃度を算出したところ1.2 ppbとなった。

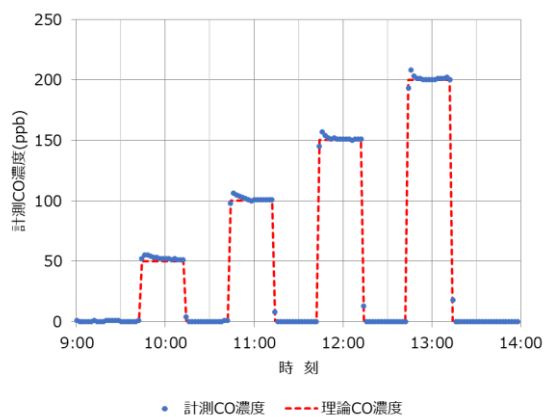


図3 開発装置による希釈ガス計測試験結果

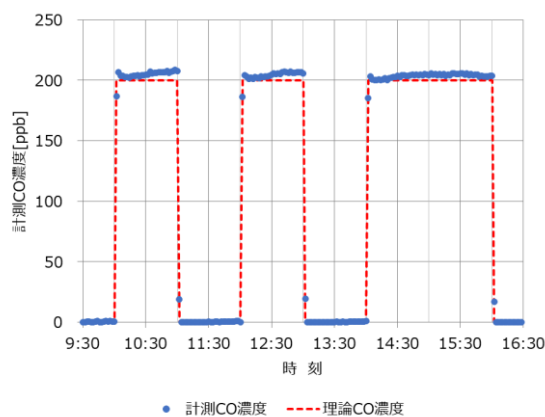


図5 開発装置による200 ppb標準ガス計測試験結果

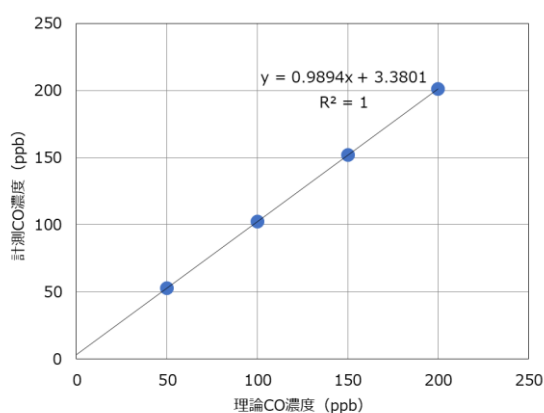


図4 希釈ガス濃度計測により作成した検量線

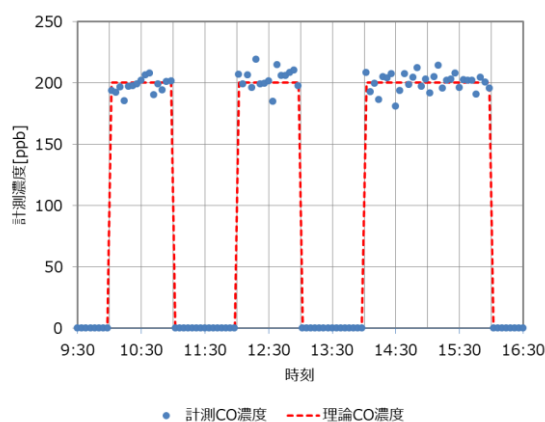


図6 GCシステムによる200 ppb標準ガス計測試験結果

この値はISO規格で定められているCO濃度200 ppbを大きく下回っているおり、極微量のCO不純物の検出が可能であることが確認された。

### 3-2-2 指示誤差及び繰返し性

開発装置の指示誤差及び繰返し性（相対標準偏差で評価）評価のための試験結果を図5，比較として実施したGCシステムの試験結果を図6に示す。また，試験結果から式2及び式3により算出した指示誤差及び繰返し性の値を表2に示す。

矢部川電気工業社製計測装置における指示誤差は平均2.3 %（最大2.7 %）とGCシステムにおける平均指示誤差1.1 %（最大：1.8 %）よりも大きい結果となった。しかし，繰返し性については，GCシステムの平均3.6 %（最大：4.1 %）と比較して，0.9 %と非常にバラつきが少ない計測装置であることが確認された。

本開発装置による計測の特徴として，計測開始時に一時高めの数値を示し，その後理論濃度付近に戻る傾向が確認された。この傾向の影響により指示誤差がや

表2 開発装置の指示誤差及び繰返し性

	計測濃度 (ppb)	指示誤差 (%)	繰返し性 (%)
開発装置	①	205.3	2.7
	②	204.6	2.3
	③	203.8	1.9
	平均	204.6	2.3
GCシステム	①	197.6	1.2
	②	203.7	1.8
	③	200.4	0.2
	平均	200.6	1.1

や大きく見積もられたが，これは装置校正（スパン校正）方法の最適化，若しくはセンサーセルの改良による改善可能と考えられる。

## 4 まとめ

カーボンニュートラル実現に向けて，水素は燃料及びエネルギーキャリアとして需要拡大が見込まれるが，

その品質管理については、ランニングコスト等の問題もありISOが推奨する連続監視が定着していない。矢部川電気工業が開発している「水素燃料中CO濃度計測装置」は、計測に使用するガス量が最大でも200 mL/min程度と既存の計測装置に比べ格段に少ないガス量で計測可能であるためランニングコストの低減でき、インライン連続監視技術として有効な装置として期待される。今回、矢部川電気工業の開発装置について各種計測性能評価を行い、下記のことが確認された（結果を表5にまとめる）。

表5 開発装置の性能評価試験結果（まとめ）

装置型番	HMD-2111(6号機)
センサー No.	Y201013-6 (校正値：12.11)
検出限界	1.2 ppb
指示誤差(平均)	2.3 %
繰返し性(平均)	0.9 %

① 今回評価を行った開発装置の検出限界濃度は1.2 ppbを示し、非常に高感度の計測装置であることが確認された。これは、ISOに規定されるCO濃度基準200 ppbよりも極めて低い濃度の検出が可能のため本装置による水素燃料ガスの連続監視により不純物混入の早期発見が期待できる。

② 開発装置の指示誤差は2.3 %、繰返し性は0.9 %となり、やや誤差が大きい傾向がみられるが、バラつきは少なくデータ再現性に優れた装置であることが確認された。既存装置では、指示誤差及び繰返し性ともにフルスケールの±2 %であることより、今後指示誤差の改善・改良が必要と思われる。指示誤差の改善には、校正方法の最適化やセンサーセル特性の改善が必要と考えられる。

## 5 謝辞

本研究は、福岡水素エネルギー戦略会議 製品開発支援事業（事業化研究枠）の支援を受け実施した。

## 6 参考文献

- 1) ISO 14687:2019 「Hydrogen fuel quality - Product specification」
- 2) 小島菜々子他：JXTG Technical Review, 第60巻, (1号), pp. 27-32 (2018)

- 3) Z.Noda et.al. : International Journal of Hydrogen Energy, 37, pp.16256-16263 (2012)
- 4) 東京瓦斯他：特許第5597004 (2014)
- 5) 上本道久：ぶんせき, 5号, pp.216-221 (2010)
- 6) 日本規格協会：JIS Z 8103「計測用語」(2000)

# 評価グリッド法を用いた商品開発手順の確立に向けた研究

隈本 あゆみ\*1

## Research for Establishing Product Development Procedures Using Evaluation Grid Method

Ayumi Kumamoto

市場にある8割の商品は女性が購入権を握っており、商品開発は女性もつ趣向と好ましさを理解して進めると効果的である。しかし、中小企業の商品開発現場は女性の目線を商品開発へ活用しにくい現状がある。そこで、本研究ではどのような企業でも女性の目線を活用した商品開発ができるよう、女性が感じる趣向や好ましさを明確にする手法の確立を目指した。その方法は、家庭用イスを対象製品に設定した上で男女合計42名へ評価グリッド法による面接式ヒアリング調査を実施、得られた意見を基にラフ集合分析を行い、趣向と好ましさに関係するイスの要素を特定する。その後、ラフ集合分析結果から外形デザインを導き、外形デザインに対するアンケートを実施した。その結果、イスの要素と要素から受ける印象が具体的に特定され、与えたい印象へ外形デザインを導くことができた。

### 1 はじめに

アメリカのマーケターであるブリジット・ブレナンは著書<sup>1)</sup>で、市場にある8割の商品は女性が購入権を握っており、家電、車、住宅といった男性が選ぶイメージのある製品へも及ぶと述べている。このことから、世の中にある製品は女性に選ばれる要素を持つと、購入される確率が高くなる、と言える。

株式会社シャープでは、1980年代から女性社員がチームで商品開発を行っており、LED(レディス・アイ研究グループ)が提案した「透明ポケットの冷蔵庫」は、どの冷蔵庫にも取り入れられる仕様となった<sup>2)</sup>。当時、責任者であった川島はLEDの商品開発に対して「男の発想からはできるものではなかった」と語っている。これらのことから、女性が購入権を握るものは女性自身で商品開発を行うと良いことがわかる。

しかし、福岡県の中小メーカーでは女性従業員数は全体の約3割と<sup>3)</sup>、女性の目線を商品開発へ活かすにくい現状がある。

そこで、本研究ではどのような企業でも女性の目線を活用した商品開発ができるよう、女性が感じる趣向や好ましさを明確にする手法の確立を目指し検証を行った。なお、本研究は2019年から2年間行った『女性向け商品のデザイン要素の調査・研究』(2019, 2020) (以下、先行研究という)を基にしている。

### 2 先行研究について

先行研究では、家庭用イスを対象製品に設定し、女性21名に評価グリッド法<sup>4)</sup>による面接式ヒアリング調査を実施した。

評価グリッド法の手順は、①被験者へ対象製品の画像を複数枚提示する。②好きな製品1位から5位選んでもらう。③嫌いな製品1位から5位を選んでもらう。④「1位と2位の差はなんですか」といった形で、順位付けの理由を掘り下げていく。⑤好ましさが対象製品のどの部分と関係しているのか具体的なイスの部分名称(以下、要素という)が出るまで、または、要素がどのような感情に結びついているのか、具体的な感情に辿り着くまで質問を繰り返していく。この評価グリッド法によるヒアリング調査で、20脚のイスに対して女性から意見を集めた。

次に、調査結果を「点数制によるランキング表」(以下、ランキング表という)と「The Kano Modelの品質分類表」(以下、品質分類表という)にまとめた。

ランキング表とは、評価グリッド法の対象製品を好ましさで順位付けする工程を活用し、好きなイス1位は5点、好きなイス2位は4点、…好きなイス5位は1点、嫌いなイス1位は-5点、嫌いなイス2位は-4点、…嫌いなイス5位は-1点、と点数を付け、20脚毎の総合得点を集計した表である。

品質分類表とは、マーケティングの分野で評価されている新製品開発における品質論を利用したまとめ方である<sup>5)</sup>。この表の特徴は、被験者が製品を選ぶ時に

\*1 インテリア研究所

重要視する意見が見える化できる点である。

以上2つの方法で調査結果をまとめ、より多くの女性に受け入れられることを狙い「リラックスできるイス」と、ニッチ市場を狙い「コミュニケーションがとりやすいイス」という2脚の製品コンセプトを立ち上げ筆者自身が外形デザインを行った。

「リラックスできるイス」は、ランキング表で1位となったイスの印象を基に「座面と背もたれが広く、クッションがあるとリラックスできそう」という品質分類表から得られた要素を付加した(図1)。

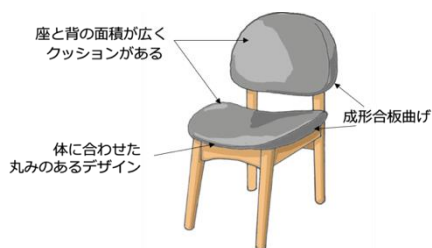


図1 リラックスできるイス最終スケッチ

「コミュニケーションが取りやすいイス」は品質分類表で「背もたれが低いと体を左右に回転しやすい」という要素を基にした(図2)。

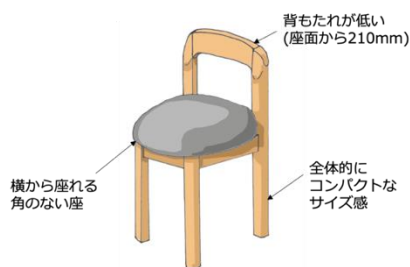


図2 コミュニケーションが取りやすいイス最終スケッチ

形にした2脚に対して、女性がどのような印象を受けるかアンケート調査をしたところ、より多くの女性に受け入れられることを狙った「リラックスできるイス」に対して「好き」「どちらかという好き」が合計44.4%であった。ニッチ市場を狙ってデザインした「コミュニケーションがとりやすいイス」は「どちらかという好き」の回答が11.1%であった。

アンケート調査の結果では「リラックスできるイス」に関して、「好き」「どちらかという好き」の回答が50%を切っており、より多くの女性に受け入れられる外形デザインであるとは言えない。

以上のことから、評価グリッド法によるヒアリング

調査からコンセプトを立案し、外形デザインを行うことはできたが、調査結果を外形デザインへ十分反映できていないことが分かった。

### 3 研究の方法

本研究では先行研究を実施することで見えてきた課題や疑問点を研究課題に設定し、解決策を検証した。

設定した研究課題は以下の通りである。

- 課題①女性と男性に趣向の違いがあるのか調査する
- 課題②ラフ集合分析を検討する
- 課題③外形デザインを委託する

#### 3-1 研究課題設定の背景と解決策

##### 課題① 女性と男性の趣向の違いがあるのか調査する

先行研究では、女性を被験者に調査を行ったが、女性と男性の趣向がどのように違うのか、という疑問が浮上した。

そこで、男性に対しても先行研究と同様の評価グリッド法による調査を実施した。

調査期間は2021年8月から11月、被験者20-30歳代、40-50歳代、60歳代以上、各7名合計21名の男性を対象に、対面、もしくはリモートで実施した。

##### 課題② ラフ集合分析を検討する

先行研究では、評価グリッド法の結果を分析する際にランキング表と品質分類表を活用した。しかし、前述の通り、評価グリッド法による調査結果を外形デザインへうまく反映することができなかった。

そこで本研究では、数値にできない複数の条件からルールを設定することで、求める情報の条件(組み合わせ)を導き出すことができるラフ集合分析<sup>6)</sup>の検証を行った。分析にあたって必要となる情報抽出には「決定クラス推定法ソフトウェア」(株式会社ホロンクリエイト販売)を使用した。

##### 課題③ 外形デザインを委託する

先行研究では、評価グリッド法の評価者である筆者自身が外形デザインを行った。しかし、実際の商品開発の現場は、評価者とコンセプト立案者・デザイナーは別であることが多い。そこで、本研究は開発現場で活用されることを想定し、評価グリッド法とラフ集合分析結果を基に設定したコンセプトを外部デザイナー

へ伝え、外部デザイナーが調査結果を外形デザインへ反映できるか検証することとした。

#### 4 結果と考察

##### 課題① 女性と男性の趣向の違いがあるのか調査する

表1は評価グリッド法の結果からイス1脚ずつに点数をつけ、総合点が高い(好まれる)イスの上位5脚、総合点が高い(好まれる)イスの下位5脚をまとめたものである。

表1 点数制によるランキング表

女性					男性				
総合点が高いイス					総合点が高いイス				
									
1位	2位	3位	4位	5位	1位	2位	3位	4位	5位
									
総合点が高いイス					総合点が高いイス				

その結果、男女の特徴的な違いは、女性の好き4位、男性の嫌い1位のイスに見られた。女性の好き4位のイスは座面高が低い印象を与える。特に60歳代以上の小柄な女性に好まれたことから、男女の体格の違いによる趣向の違いであることが推測される。

男性の嫌い1位は背もたれにリボンの様な装飾があり、厚塗りの白色塗装を施したイスである。このことから男性は装飾のあるイスを好まない傾向があると考えられる。

評価グリッド法を実施する中で被験者から抽出したイスの要素の中に「座にクッションがついている」「座や背が体に合わせてカーブしている」という意見があった。これらの要素を持つイスに対して、女性は「長時間座ることができそう」と感じる一方で、男性は「リラックスできそう」と感じていた。このことから、同じ要素を持つイスであっても男女で感じる好ましさが相違することが分かった。

以上のことから、男女で好みの基準が異なり、形状を構成する同じ要素であっても男女で印象の表現が異なるなど、女性と男性の趣向の違いが現れていると考えられる。

##### 課題② ラフ集合分析を検討する

ラフ集合分析を検討するにあたって、評価グリッド法を実施した際、被験者から自然に発せられた「座りたい」「リラックスできそう」「好き」「おしゃれ」と

いったイメージ用語を16個抽出した。次に、対象とするイス20脚に、16個のイメージ用語がどの程度あてはまるのかSD法を使ってアンケートをとった。

アンケートは2021年12月、被験者20-30歳代、40-50歳代、60歳以上、の男女各10名ずつ合計60名を対象にウェブ上で行った。

続いて、分析ソフトウェアを使って16項目のラフ集合分析を行った。分析の方法は、まずイスの要素を記号化するため属性表を作成した。次に、属性表に従い、例えば表1の女性の総合点が高いイス1位は、全体の印象が丸くて(=a1)、座面にクッション性があり(=b1)、背もたれが大きめ(=g1)、脚の数は4本(=s4)…というように、イス1脚ずつが持つ要素を記号化していく。そして、SD法の結果からイメージ用語16個ごとの平均値を出し、16個のイメージ用語がどんな要素と関係しているのか分析ソフトウェアで特定した<sup>6)</sup>。

分析を行う中で、「長時間座れそう」「リラックスできそう」といった機能面に関する項目については要素を特定できたが、「好き」「おしゃれ」といった項目は要素の特定に至らなかった。これは今回の調査対象が男女各10名ずつであったため、回答にばらつきが大きい項目は分析結果のばらつきも大きくなるのが原因であると考えられる。

「長時間座れそう」に対する分析結果を表2に示す。この表から、男女共に「座面にクッション性がある」、「座面と背もたれの距離が近い」要素を有すると長時間座れそうと感じることが分かった。女性だけに見られた意見として、「背もたれの面積が大きい」と長時間座れる」と感じる事が分かった。

以上のことから、調査対象が少なく要素を特定できない項目もあったが、ラフ集合分析からイスを構成する要素とイスが与える印象(イメージ)の関係性を特定することが分かった。

##### 課題③ 外形デザインを委託する

外形デザインを委託するためコンセプトを決める必要があった。そこで、社会の流れから人々のニーズを推測し新商品のコンセプト立案に活用する商品開発手法<sup>7)</sup>を使って、新型コロナウイルスによる在宅勤務の増加に注目し<sup>8)</sup>「在宅ワーク等で、長時間座ることを想定したダイニングチェアのデザイン」というコンセプトで外形デザインを委託した。



デザイン委託先の「なかにしデザイン」へコンセプトやターゲットユーザーをまとめた「デザイン仕様書」と「長時間座れる印象を与えるイスの要素」(表 2)を資料として提供、「Na-chair(図 3)」の提案を受けた。

表2 「長時間座れそうか」に関わるイスの要素

女性	長時間座れそう、と思う要素	
	20-30代	・座面にクッション性がある ・座面と背もたれの距離が近い
	40-50代	・背もたれが大きめで背貫がない
	60代 -	・背もたれの面積が大きめ ・座面にクッション性がある ・背もたれがある
全体	・背もたれの面積が大きい ・背貫がない ・座面と背もたれの距離が近い	
長時間座れなさそう、と思う要素		
全体	・座面にクッション性がなくて、 全体の印象が角ばっていて冷たい	
男性	長時間座れそう、と思う要素	
	40-50代	・座面と背もたれの距離が近い
	60代 -	・背もたれに背板がある ・座面に布がある ・座面にクッション性がある
	全体	・4本脚で、 背柱と後脚が一体となっていて、 座面が布で、笠木がない
長時間座れなさそう、と思う要素		
20-30代	・座面にクッション性がなく、 背もたれに曲げ加工がある ・座面が削り出し	
全体	・背柱がない ・脚が3本	

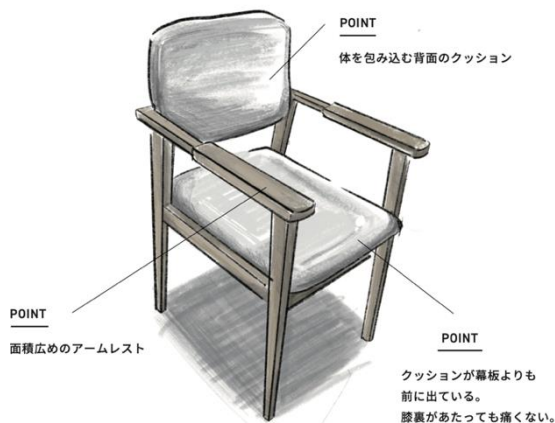


図3 Na-chair

調査結果と外形デザインの適合度を評価するため、一般消費者は Na-chair からどのような印象を受ける

か調査を行った。調査期間は2022年3月、評価者20-30歳代、40-50歳代、60歳以上の男女各3名合計18名を対象に、ウェブ上で16項目のイメージ用語に対してイスから受ける印象を5段階評価で尋ねた。

調査の結果、「長時間座れそうか」という問いに対して、「そう思う」「どちらかといえばそう思う」の回答が61%であった。中でもメインターゲットである20-30歳代は全員が「そう思う」「どちらかといえばそう思う」と回答し、与えたい印象を外形デザインに反映することができたと考えられる。

#### 4 まとめ

本研究は、女性人材に乏しい企業でも女性の目線を活用した商品開発ができるよう、女性が感じる趣向や好ましさを明確にする手法の確立を目指した。

その結果、男女には趣向の違いが存在し、性別・年代によって趣向や好ましさが異なっていることを確認できた。また、ラフ集合分析によって特定した与える印象に影響するイスの要素に留意してデザイン仕様書を作成することで、与えたい印象通りの外形デザインを行えることを確認できた。

本手法は、対象製品のどの要素がどのような印象を与えるのかを明確にできるため、県内中小メーカーに対するデザイン面の支援に活用が期待される。ただし、他の製品の場合に、本研究で示された良好な結果が得られるかについては、追加検討が必要である。今後は実践を通して手法の精度を高めていく予定である。

#### 5 参考文献

- 1)ブリジット・ブレナン：『女性のこころをつかむマーケティング』（2010）
- 2)川島透：産業訓練，33巻，12号，pp. 16-18(1987)
- 3)福岡県工業統計調査(2017)
- 4)辻村壮平：日本音響学会誌，73巻，12号，pp. 783-789 (2017)
- 5)土田義朗：日本建築学会技術報告集，14巻，27号，pp. 205-208(2008)
- 6)井上勝雄：感性デザイン(2018)
- 7)大田馨子：デザイン学会特集号，26巻，1号，pp. 26-31(2019)
- 8)令和3年版 情報通信白書(2021)

# 木材曲げ加工技術の開発

## —木材の曲げ加工に適した前処理方法の開発(第2報)—

羽野 泰史\*1 竹内 和敏\*1 岡村 博幸\*1

### Development of Wood Bending Technique - Development of Pretreatment Method Suitable for Bending and Curved Surface Processing of Wood(Ⅱ) -

Yasushi Hano , Kazutoshi Takeuchi and Hiroyuki Okamura

前報では、木材の曲げ加工性を向上させるための前処理方法として加水分解処理、漂白処理そしてアルカリ処理について検討を行い、加水分解処理で曲げ加工性が向上することを明らかとした。本報では、加水分解処理に供する木材の含水率の影響、その他家具樹種への加水分解処理、そして加水分解処理が寸法安定性に与える影響について検討した。その結果、加水分解処理に適した含水率や樹種毎の曲げ加工性向上効果が明らかとなった。さらに寸法安定性についても加水分解処理による影響はなく、乾燥後はほとんど変化しないことが解った。

#### 1 はじめに

大川地域の家具製造業では、従来箆笥等の「箱物家具」製造が主であったが、箱物家具の市場が縮小しているため、今後は箱物家具に加え、イス、テーブル等の「脚物家具」への展開が急務であり、「脚物家具」に多く使用されている曲げ加工技術の向上が求められている。

無垢の一枚板を曲げる曲げ木は、古くから木製品の製造に用いられてきた手法であり、曲げ木で行われている蒸煮処理は木材を高温度かつ高含水率にすることで木材の主成分の内、ヘミセルロースとリグニンを軟化させ<sup>1)</sup>、曲げ加工を容易に行うことができる状態にする。

一方、家具材として使用される樹種は多様化しており、これまで曲げ木にあまり使われてこなかった樹種が使用されている。樹種によって曲げ易さは異なるため、従来曲げ木に用いられなかった樹種が使用されることで割れ、シワなどの不良が発生することが問題となっており、加工条件の検討などが行われているが<sup>2) -5)</sup>、完全に不良をなくすに至ってはいない。

前報<sup>6)</sup>では、木材の軟化に関係が深いヘミセルロースとリグニンに着目し、表1に示す通り木材を処理することで選択的にヘミセルロースやリグニンと反応させ、曲げ加工性の向上が可能かどうか検討した。

その結果、検討した前処理法の中で加水分解処理に

よって曲げ加工性が向上することを明らかとした。

表1 前処理方法と反応する木材の主な成分

前処理方法	反応する主な成分
加水分解処理	ヘミセルロース
漂白処理	リグニン
アルカリ処理	ヘミセルロース・リグニン

そこで本研究では、まず加水分解処理に適した含水率の検討を行い、続いて前報で加水分解処理を実施したウォルナット材以外の家具用樹種(ホワイトオーク、レッドオーク、チェリー、ブナ、センダン、ヒノキ)に対しても同様に曲げ加工性が向上するか検討した。そして曲げ加工後の評価として、加水分解処理を実施した曲げ部材について寸法安定性の影響を調査した。

#### 2 実験方法

##### 2-1 供試材料

供試材料としてウォルナット、ホワイトオーク、レッドオーク、チェリー、ブナ、センダン、ヒノキを使用した。加水分解処理に適した含水率の評価用およびその他家具用樹種への加水分解処理の影響評価用に厚さ20 mm×幅30 mm×長さ280 mm、寸法安定性評価用に厚さ20 mm×幅30 mm×長さ510 mmの試験片を作製した。

##### 2-2 加水分解処理

オートクレーブ(三洋電機メディカル(株)製、MLS-3020)を用いて、温度条件121℃、処理時間2.4時間で処理を実施した。処理条件については、Pファク

$\tau = \int \exp(40.48 - 15106/T) dt$  (T: 絶対温度) で算出する加水分解時の温度と時間の積を指標に設定を行い、130 °C, 1時間処理した場合のPファクターと同程度になるよう設定した。

### 2-3 曲げ加工性評価

前処理を実施した試験体は、曲げ加工性の影響を調べるために、図1に示す曲げ半径100 mmの曲げ型を用いて評価を実施した。



図1 曲げ半径100 mmの曲げ型および評価の様子

加水分解処理を実施した試験体は材温を調整するために沸騰水の蒸気で30分間の蒸煮処理を行った。続いて0.5 mm厚ステンレス製帯鉄に試験体を固定し、万能試験機((株)島津製オートグラフ AG-100kNX)で荷重速度40 mm/min, スパン240 mmの条件にて曲げ加工試験を行った。無処理の試験体で割れが発生したたわみ量を100%として、加水分解処理を実施した試験体の曲げ加工性を評価した。

### 2-4 加水分解処理に適した含水率の評価

加水分解処理に供する木材の曲げ加工性が最も向上する含水率を検討するため、恒温恒湿器を用いて、含水率を調整したウォルナット材の試験体に対し、加水分解処理(121 °C, 2.4時間)を実施し、曲げ加工性の評価試験を実施した。

### 2-5 その他家具用樹種への加水分解処理の影響評価

樹種の違いによる加水分解処理の曲げ加工性向上効果の違いを確認するためにウォルナット, ホワイトオーク, レッドオーク, チェリー, ブナ, センダン, ヒノキに対し、加水分解処理(121 °C, 2.4時間)を実施し、曲げ加工性の評価試験を実施した。レッドオーク, チェリーについては、121 °C, 2.4時間の条件で

たわみ量に改善が見られなかったため、過度に加水分解処理が施されていると考え、121 °C, 1時間の加水分解処理を実施した。

### 2-6 寸法安定性

曲げ加工後の寸法安定性を評価するため、ウォルナット材を曲げ半径400 mmの曲げ型を用いて、曲げ加工を行い、形状を固定したまま乾燥した試験体について、室内環境下での乾燥直後, 1日後, 2日後, 5日後, 7日後, 14日後, 21日後の弦長と矢高の長さを測定し、試験体の曲げ半径を下記の式より算出した。

$$\text{曲げ半径 (mm)} = \frac{(W/2)^2 + h^2}{2h}$$

W: 弦長 (mm), h: 矢高の長さ (mm)

## 3 結果と考察

### 3-1 加水分解処理に適した含水率

加水分解処理に供する際の材の含水率毎の曲げ加工性の評価結果を図2に示す。加水分解処理を実施した曲げ部材において、加水分解処理に供する際の含水率が低い程、曲げ加工性が良い傾向にあり、気乾状態である含水率10%で最大120%たわみ量が向上した。一方、飽水状態(含水率67.5%)で加水分解処理を行うと、たわみ量が91%と悪くなる傾向が確認された。これは、木材中の結合水や自由水などの水分によって、加水分解の反応性が変化したためと考えられる。

また、気乾状態以下に含水率をさらに下げることによってさらに曲げ加工性が向上する可能性があるため、今後の課題としたい。

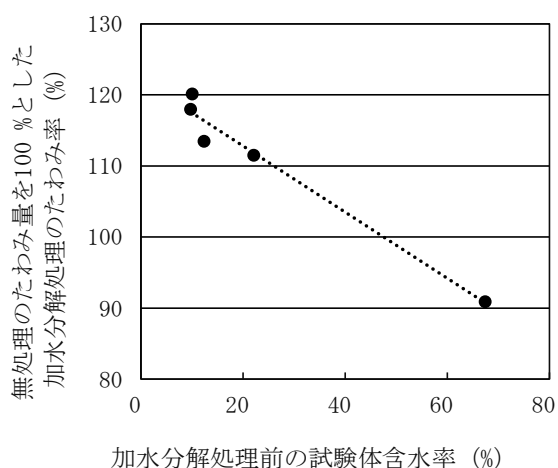


図2 含水率毎の曲げ加工性に与える影響

### 3-2 その他家具用樹種への加水分解処理の効果

家具用として使用されるウォルナット、ホワイトオーク、レッドオーク、チェリー、ブナ、センダンとヒノキに対して、加水分解処理（121℃、2.4時間）を実施した結果を図3に示す。ウォルナット、ホワイトオーク、ブナ、センダンにおいて曲げ加工性の向上効果が確認された。たわみ量は、加水分解処理によってウォルナット120%、ホワイトオーク118%、ブナ117%、センダン157%まで向上した。一方、レッドオークおよびチェリーでは、104%、98%と無処理とほとんど変わらなかった。

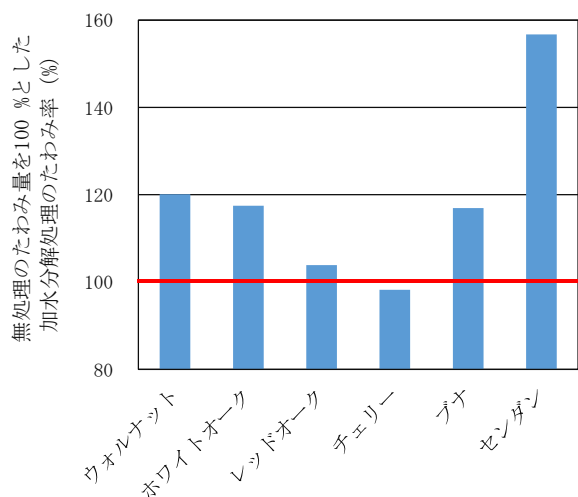


図3 樹種毎の曲げ加工性向上効果

レッドオークおよびチェリーでたわみ量に改善が見られなかったのは、過度に加水分解処理が施されているためと考えられたため、加水分解処理の条件を121℃、1.0時間に変更したところ、レッドオーク、チェリーともにたわみ量が119%と106%に改善した(図4)。

これらの結果より、樹種毎に加水分解処理の反応性が異なり、それぞれの樹種毎に最適な処理条件を検討する必要があると考えられる。今後、主要家具用樹種に対し、更なるデータの蓄積を行っていく予定である。

また、ヒノキについては、割れが発生する前に座屈してしまうため、評価できなかった。ヒノキのような割れよりも座屈が発生し易い樹種では、本研究の加水分解による処理は、無処理よりも軟化してしまい座屈の発生を促すことが予想されるため、不適當であると考

えられる。

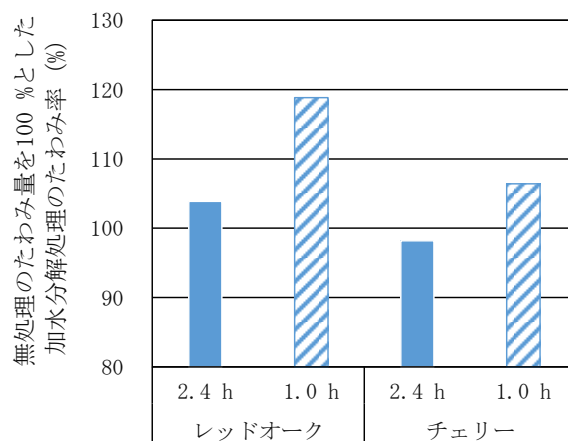


図4 加水分解処理条件変更による影響

### 3-3 寸法安定性への影響評価

加水分解処理による寸法安定性への影響を表2に示す。無処理、加水分解処理共に乾燥後の曲げ半径の変化はほとんどなく、また加水分解処理による影響も確認されなかった。よって、加水分解処理を実施した曲げ部材も通常の曲げ部材と同様に家具用部材として使用可能であることが確認された。

表2 曲げ半径の測定結果

	経過日数 (日)						
	0	1	2	5	7	14	21
無処理	397	399	400	405	406	405	405
加水分解処理	397	399	399	403	402	401	403

## 4 まとめ

木材の曲げ・曲面加工性の向上を図るための前処理方法として加水分解処理について検討した結果、以下の知見を得た。

加水分解処理に供する木材の含水率が低いほど加水分解処理の曲げ加工性向上効果が高くなる傾向が確認された。家具用樹種（広葉樹6種、針葉樹1種）に対して、加水分解処理（121℃、2.4時間）を実施したところ、広葉樹4種で曲げ加工性向上効果が確認でき、広葉樹他2種に関しても、加水分解処理の条件を調整することで（121℃、1.0時間）、曲げ加工性の向上効果を確認できた。加水分解処理を実施した曲げ部材の寸法安定性は、通常イスなどで使用される無処理の曲げ部材と変わらず、影響はないことを確認できた。

今後本研究の加水分解処理の適用が難しいヒノキの

ような樹種の曲げ加工性の向上が課題である。

## 5 参考文献

- 1) 高村憲男：木材学会誌 第14巻 第2号，pp. 75-79  
(1968)
- 2) 石原智佳，長谷川良一：岐阜県生活技術研究所研究報告，No. 14，pp. 15-19 (2011)
- 3) 石原智佳，三井勝也，伊藤国億，長谷川良一：岐阜県生活技術研究所研究報告，No. 17，pp. 36-42  
(2015)
- 4) 石原智佳，今井隆矢，三井勝也，伊藤国億，長谷川良一：岐阜県生活技術研究所研究報告，No. 18，pp. 30-33 (2016)
- 5) 石井信義，大内成司，北嶋俊朗：大分県産業科学技術センター研究報告，pp. 135-142 (1993)
- 6) 羽野泰史，竹内和敏，岡村博幸：福岡県工業技術センター研究報告，No. 31，pp. 9-12 (2021)

# 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 -キッズ用ツール及びテーブルの開発-

友延 憲幸\*1 楠本 幸裕\*1 隈本 あゆみ\*1 石川 弘之\*1 青木 幹太\*2 志岐 直樹\*3 西田 亮太\*3 佐藤 圭多\*4

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

-The Product Development of a kid's stool and a kid's desk made of solid wood-  
Noriyuki Tomonobu, Hiroyuki Ishikawa, Ayumi Kumamoto, Kanta Aoki,  
Naoki shiki, Ryota Nishida and Keita Sato

株式会社志岐（以下、志岐）は、テレビ台やチェストといった箱物家具の製造・販売を得意としている。しかし、それらの市場が飽和状態であることを感じ続けており、市場が比較的好調なキッズ家具への参入を考えていた。さらにキッズ家具の中でもニッチな市場である、机や椅子といった脚物家具の開発を希望していた。志岐は脚物家具の開発を行なったことはなく、1からの挑戦であった。そこで、外部の力を借りて開発ができる「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業」に参加し、製品開発に取り組んだ。

### 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）における株式会社志岐（以下、志岐）の製品開発の取り組みを報告する。本事業の目的や概要については、令和2年度研究報告掲載「福岡県家具ブランド力向上支援事業 製品企画力高度化支援事業における製品開発事例（その1）」内の「1 はじめに」と「2 方法」を参照していただきたい<sup>1)</sup>。また、本事業において志岐の製品開発に関わった製品開発グループおよびデザイン事業者のメンバーについて表1に示す。

表1 製品開発グループとデザイン事業者

製品開発グループ	デザイン事業者
<ul style="list-style-type: none"> <li>・九州産業大学 芸術学部 青木幹太教授</li> <li>・株式会社志岐</li> <li>・インテリア研究所</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ SATEREO</li> </ul>

- \*1 インテリア研究所
- \*2 九州産業大学 芸術学部
- \*3 株式会社志岐
- \*4 Satereo

### 2 事業の取り組み内容

#### 2-1 製品開発の目的

志岐は、主に箱物家具の製造を行う従業員 16 名（事業参加当時）の企業である。箱物家具の中でもテレビ台やチェストの製造（写真 1）を得意としていたが、それらの市場は飽和状態、また製品のコモディティ化が進展していると感じており、近年、あらゆる家具の中でも比較的好調なキッズ家具の市場に参入したいと考えていた。しかし、社内に専任で製品を企画する者、またデザイナーがいないこともあり、二の足を踏んでいたところ本事業を知り、専任者を立てて参加することとなった。



写真 1 志岐の既存製品「MABI」

## 2-2 製品コンセプトの構築とデザイン事業者の選定

製品コンセプトの構築は志岐が中心となり、適宜、製品開発グループがフォローを行う体制をとり、SWOT分析を用いて（図1）、参入するキッズ市場の分析や自社の技術的な強みや弱みの洗い出しなどを行い、その市場の中でどの製品を開発するか検討を行なった。それにより、ベビー・キッズ市場の中でもニッチな分野であり、また志岐にとっては新たな技術領域となるスツールやテーブルといった脚物家具を開発することとした。デザイン事業者に依頼する内容の仕様書の作成は製品開発グループのフォローを受け、「どのような書き振りをすることによって自分たちの意図する内容が伝わるか、理想のデザイン案が出てくるか」ということを踏まえながら、志岐が作成を行った。その結果、仕様書は、“木材の質感、手触りの良さを生かし、キッズ（幼児）から大人までのサイズバリエーションを備えた「スツール」、及び「キッズテーブル」の開発”というテーマを記載した内容となり、これに基づきデザインする事業者を公募した。

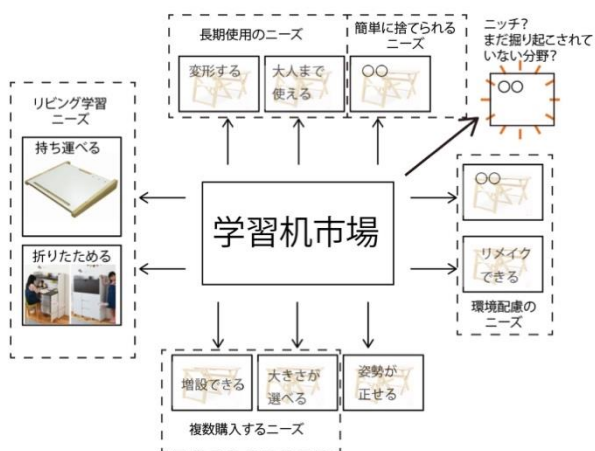


図1 SWOT分析にて市場の製品やニーズを図面化

### (基本コンセプト)

未来の大人である子どもたちが木を身近に感じ好きになる、上質で、質感や手触りの良さを感ぜられる、スκανジナビアンティストのデザインで永く愛される「キッズ用スツール・テーブル」

### (デザイン仕様書の主な仕様)

素材は無垢材もしくは無垢集成材とし、姿勢と座り心地を考えた形状とすること。「スツール」はキッズから大人まで使用できるサイズ展開を行うこと。

公募の結果、複数のデザイン提案の中から、現状設

備では内製が困難であるが、高い意匠性と座り心地の良さ、また使用している親子の姿がデッサンから想像できるとして SATEREO（東京都）の「totte（トッテ）」（図2）を採択した。

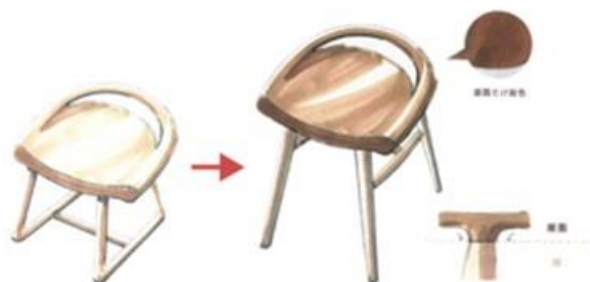


図2 採択した「totte スツール」のデッサン

## 2-3 デザイン事業者によるデザインと製品

製品開発グループと SATEREO は、特に加工が困難と思われるスツール（テーブルは、スツールが具現化できれば、同じように具現化できると想定した）については提案内容をできる限り変更せず形にするために、加工方法について検討を重ねた。座面と脚部は別々に加工を行い、のちに接合するが、ともに量産が可能となるように試作と図面の修正を重ねた。特に座面はNCによる加工が必須であるが、試作の時点で志岐が設備を保有していなかったため、NC加工機を有するインテリア研究所が主導して設計から加工まで行った。脚部は丸型形状で畳ずりの仕様となるため各部件の接合が難しかったが、様々な意見を取り入れながら志岐が主導して試作を重ね、具現化した。その結果、出来上がった「totte」スツール・テーブルは写真2である。



写真2 「totte（スツール&デスク）」

「totte」スツールは意匠の権利を保護することを目的として、志岐と福岡県との共同出願という形で、全体意匠を出願した<sup>2)</sup>。

### 3 まとめ

志岐は本事業に参加し、製品開発グループや外部有識者の協力を得て、SWOT分析などを用いて製品コンセプトを構築した。さらにそのコンセプトに基づいたデザインをSATEREOに担わせることで、高い意匠性と座り心地の良さを特徴としたスツールとスツールのデザインを反映させた「totte（スツール&デスク）」を製品化した。

製品化後、福岡デザインアワードに応募した結果、見事に金賞を受賞し、審査員からは「撫でたり座ったりすることで森に還る心地良さが味わえる」などのコメントをいただいた。

上述したとおり、試作の時点では、座面を加工する設備を保有していなかった志岐であるが、この度、事業再構築補助金に採択され設備の導入を進めて、内製による量産体制を築いている段階である。

### 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) 著作者：意願 2021-18552（2021）



# スパッタリング法を用いたABS樹脂上への電気めっき用銅シード層の形成

吉田 智博\*<sup>1</sup> 中野 賢三\*<sup>1</sup>

## Deposition of Copper Seed Layers for Electric Plating on ABS Resin Substrates by Using Sputtering Method

Tomohiro Yoshida and Kenzo Nakano

自動車や産業機械に用いられる樹脂部品には、表面硬度、導電性の向上を目的にめっきが用いられる。従来の樹脂めっきには有害な6価クロムや貴金属のパラジウムが用いられているが、低環境負荷、貴金属レスが求められている。本研究では、電気めっき用のシード層としてABS基板上に種々の条件で銅被膜を形成し、密着性と電気抵抗の評価を行った。各製膜条件で密着性には遜色がみられず、電気抵抗は特定の条件で低い値がみられた。製膜条件の違いによる銅被膜のクラックの線幅など幾何学的な要因が体積抵抗に影響を与える可能性が示唆された。

### 1 はじめに

自動車を始めものづくり産業のグローバル化に伴い生産拠点の海外シフトが進んでおり、国内のめっき事業所数は平成元年に約 2600 から令和 2 年には 1239 に半減している<sup>1,2)</sup>。一方で、環境対応やエネルギー効率化の要求を受けて樹脂素材への材料置換が進んでいる。CFRP (Carbon Fiber Reinforced Plastic) 製の軽量ロールを用いた印刷用グラビアロールや<sup>3)</sup>、ECU (Electric Control Unit) ケース、自動車用外装部品に対して、表面硬度向上、電磁波シールド特性向上、デザイン性付与の観点からめっきのニーズがあるが樹脂素材は導電性がないため、密着力の高い導電性下地層の形成が必要である。従来の樹脂めっきは、ABS 樹脂特有の構造に起因した選択エッチングによる凹凸にめっきが食い込むことで、主に機械的結合により高い密着力が得られていた。ABS 樹脂の選択エッチングには RoHS 指令対象の 6 価クロム、触媒として貴金属のパラジウムが必要であるため環境負荷が大きく廃液処理に大きな費用が必要である。代替技術の過マンガン酸エッチングでは浴安定性、酸化力が弱いことによる処理工程増加の課題があり、パラジウムは使用量低減技術が研究されているが、貴金属レスまでには至っていない<sup>4,5)</sup>。

本研究では ABS 樹脂を対象として、電気めっきシード層として Cu 被膜の製膜を目的としている。Cu 被膜の形成には、ドライプロセスの 1 つであるスパッタリング法を用い、ABS 基板上への Cu 被膜について、定性的な密着性、電気特性、表面観察を行った。

### 2 実験方法

図 1 にスパッタ装置の概略図を示す。真空チャンパー内は、油拡散ポンプ (D.P.) とロータリポンプ (R.P.) で  $10^{-3}$  Pa オーダーまで真空に引いたのち、アルゴン (Ar) ガスを流入させ圧力を 1~5 Pa の間で調整した。ターゲットには Cu を用いて、直流電力を 200~600 W の範囲で操作した。堆積時間は 2~10 min、Cu ターゲットと基板 (ABS, ガラス) 間距離 (以下 T-S : Target-substrate distance という。)を 20~80 mm で設定した。

密着性の評価はクロスカットテープ剥離試験を用い、1 mm×1 mm の切り込みを 5×5 の基盤の目状に入れ、テープを張り付け、引き剥がした後のサンプル表面の被膜の剥離状態をみて密着性を定性的に評価した。膜厚測定は平坦なガラス基板を ABS 基板と同時に製膜した。ガラス基板の一部をマスキングし、基板と被膜の高さを接触式粗さ計で 5 点測定し、平均値を膜厚とした。薄膜の電気抵抗は 4 探針法を用い測定された値に補正係数 RCF (Resistivity Correction Factor) を乗じた抵抗値  $R$  ( $\Omega$ ) に、膜厚  $t$  (m) を乗じて体積抵抗  $\rho = R$

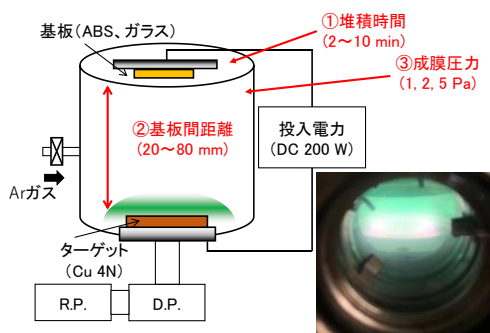


図 1 スパッタ装置の模式図と製膜パラメータ

\*1 機械電子研究所

×t (Ωm) を求めた。

図2にクラック比率の推定に用いたSEM像の例を示す。膜中のクラックと電気抵抗の相関を調べるため、図2(a)のようなSEM像を2値化し、図2(b)のSEM像を作成した。2値化のしきい値は0~255階調の明度で60に設定し、図2(b)の黒色部分の面積をクラック比率として抽出した。

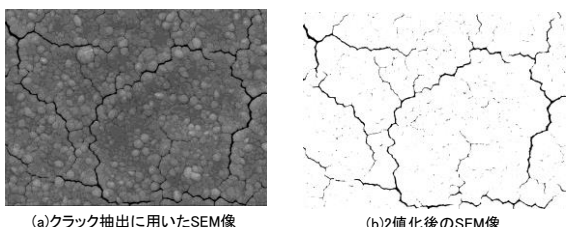


図2 クラック比率の抽出に用いたSEM像  
(Ar 圧力 5Pa, 投入電力 200 W, T-S 60 mm, 堆積時間 10 min)

### 3 結果と考察

#### 3-1 堆積時間が Cu 被膜の特性に与える影響の評価

図3に Ar 圧力 5 Pa, 投入電力 200 W, T-S60 mm の条件で作製した Cu 被膜の堆積時間と膜厚の関係を示す。堆積時間の増加に比例して膜厚が増加し、10 min の堆積時間で約 1.4 μm の被膜を形成した。堆積レートは線形近似を行うと、約 0.12 μm/min である。

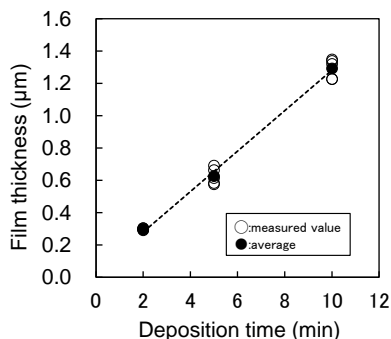


図3 堆積時間と膜厚の関係  
(Ar 圧力 5 Pa, 投入電力 200 W, T-S 60 mm)

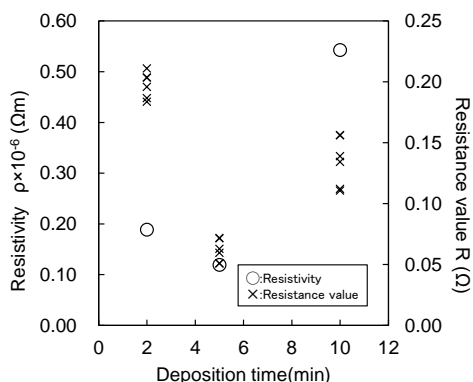


図4 堆積時間と体積抵抗, 抵抗値の関係  
(Ar 圧力 5 Pa, 投入電力 200 W, T-S 60 mm)

図4にCu被膜の堆積時間と体積抵抗、抵抗値の関係を示す。体積抵抗は5 minで最小の0.11 μΩmであり、2 min, 10 minの被膜では体積抵抗が高く、それぞれ0.19 μΩm, 0.54 μΩmであった。抵抗値も体積抵抗と同様の傾向を示しており、体積抵抗への膜厚の影響は少ないと考えられる。

図5に堆積時間とクロスカットテープ剥離試験後のサンプル表面写真を示す。すべての条件で被膜は銅色で金属光沢があり、写真中央には、撮影したカメラのレンズが円状に写っている。また被膜は剥離せず、堆積時間の増加による密着性への影響はみられなかった。

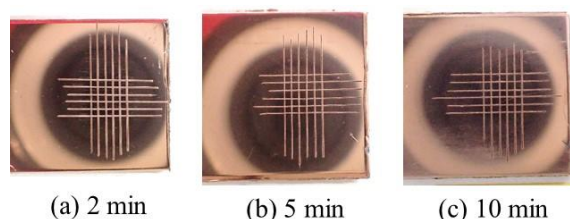


図5 堆積時間とクロスカットテープ剥離試験後のサンプル表面写真  
(Ar 圧力 5 Pa, 投入電力 200 W, T-S 60 mm)

図6に堆積時間の異なるCu被膜の表面SEM像を示す。なお、図6(c)は前掲図2(a)と同じものである。堆積時間2 minではCu被膜に無数にクラックが入っており、堆積時間の増加に伴いクラック比率は減少し、クラックの幅が大きくなる傾向がみられた。

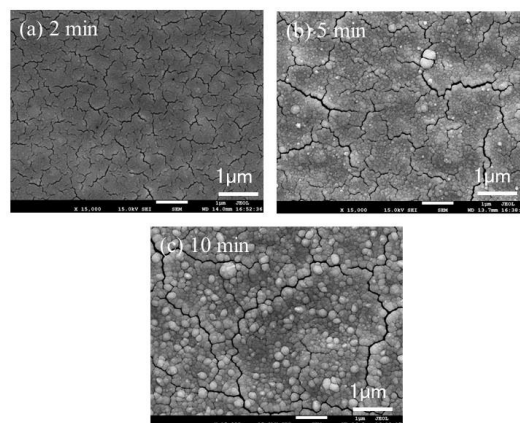


図6 堆積時間の異なる Cu 被膜の表面 SEM 像  
(Ar 圧力 5 Pa, 投入電力 200 W, T-S 60 mm)

#### 3-2 基板間距離が Cu 被膜の特性に与える影響の評価

図7にAr 圧力5 Pa, 投入電力200 W, 堆積時間5 min の条件で作製したCu被膜の基板間距離と膜厚の関係を示す。基板間距離の増加に伴い膜厚は減少し、T-S40 mmでは約1.1 μmであった。

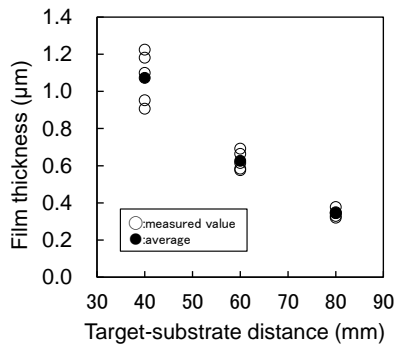


図7 基板間距離と膜厚の関係  
(Ar 圧力 5 Pa, 投入電力 200 W, 堆積時間 5 min)

図8に基板間距離と体積抵抗, 抵抗値の関係を示す。T-S 40 mm, 60 mm, 80 mmと増加に伴い, 体積抵抗は1.15  $\mu\Omega\text{m}$ , 0.39  $\mu\Omega\text{m}$ , 0.12  $\mu\Omega\text{m}$ と減少した。抵抗値はT-S 60 mmが40 mmおよび60 mmよりも値が小さく, 体積抵抗には膜厚の減少が大きく影響していると考えられる。

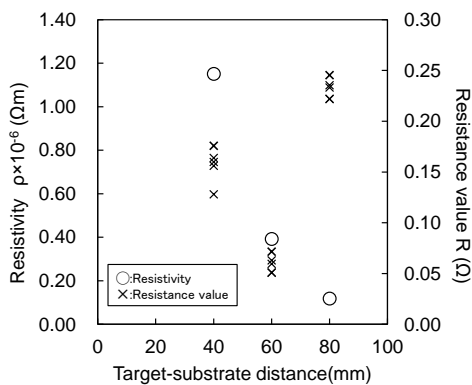


図8 基板間距離と体積抵抗, 抵抗値の関係  
(Ar 圧力 5 Pa, 投入電力 200 W, 堆積時間 5 min)

図9に基板間距離を変えたCu被膜のクロスカットテープ剥離後のサンプル表面を示す。すべてのサンプルで金属光沢がみられており, テープを引き剥がした後もCu被膜は剥離しなかった。

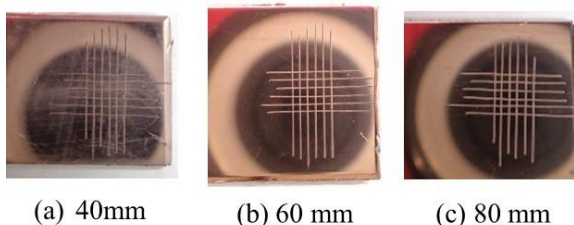


図9 基板間距離を変えた Cu 被膜のクロスカットテープ剥離後のサンプル表面写真  
(Ar 圧力 5 Pa, 投入電力 200 W, 堆積時間 5 min)

図10に基板間距離の異なるCu被膜の表面SEM像を示す。T-Sが60 mmから80 mmではT-Sの増加に伴い,

Cu被膜中のクラックの幅は減少し, クラック比率は増加した。T-S40 mmのCu被膜表面はクラックに沿って島状成長した被膜がみられた。

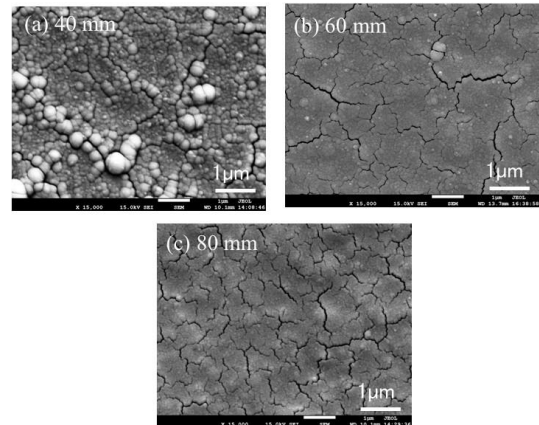


図10 基板間距離の異なる Cu 被膜の表面 SEM 像  
(Ar 圧力 5 Pa, 投入電力 200 W, 堆積時間 5 min)

### 3-3 製膜圧力が Cu 被膜の特性に与える影響の評価

図11に投入電力200 W, T-S60 mm, 堆積時間5 min, の条件で製膜したCu被膜の製膜圧力と膜厚の関係を示す。Ar圧力はArガス流量を1~3 sccmで変化させ, 排気側のバルブを用いチャンバー内の圧力を調整した。製膜圧力が増加しても膜厚に大きな変化はみられなかった。

図12に製膜圧力と体積抵抗, 抵抗値の関係を示す。圧力の増加に伴い, 電気抵抗は増加した。製膜圧力が

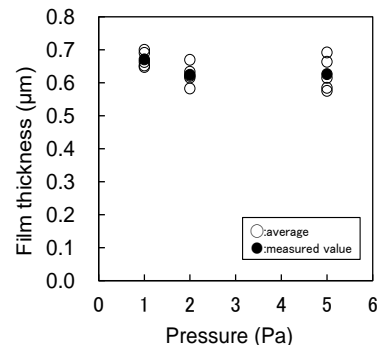


図11 製膜圧力と膜厚の関係  
(投入電力 200 W, T-S 60 mm, 堆積時間 5 min)

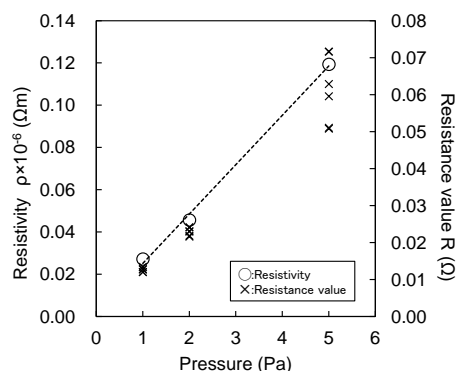


図12 製膜圧力と体積抵抗, 抵抗値の関係  
(投入電力 200 W, T-S 60 mm, 堆積時間 5 min)

1 Paから5 Paに増加するにつれて、 $0.027 \mu\Omega\text{m}$ 、 $0.045 \mu\Omega\text{m}$ 、 $0.12 \mu\Omega\text{m}$ と比例的に増加しており、近似直線の傾きは約 $0.0234 \mu\Omega/\text{Pa}$ で線形に増加した。抵抗値も圧力の上昇により増加しているため、体積抵抗への膜厚の影響は少ないと考えられる。

図13に製膜圧力の異なるCu被膜のクロスカットテープ剥離試験後のサンプル表面写真を示す。製膜圧力を変化させても、被膜は剥離せず良好な密着性を示した。

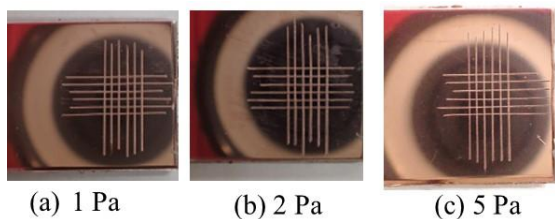


図 13 製膜圧力の異なる Cu 被膜のクロスカットテープ剥離試験後のサンプル表面写真 (投入電力 200 W, T-S 60 mm, 堆積時間 5 min)

図14に製膜圧力の異なるCu被膜の表面SEM像を示す。製膜圧力5 Paでは被膜表面に微細なクラックがみられた。製膜圧力2 Pa, 1 Paではクラックが見られず、平坦な被膜が得られた。1 Pa, 2 PaのCu被膜では、低い抵抗値を示しており、クラックの有無、形状がCu被膜の抵抗値に影響する可能性がある。

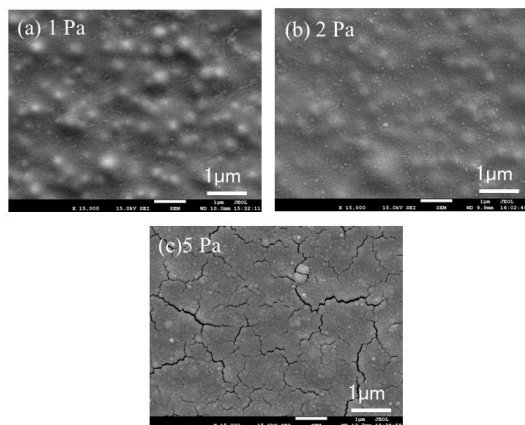


図 14 製膜圧力の異なる Cu 被膜の表面 SEM 像 (投入電力 200 W, T-S 60 mm, 堆積時間 5 min)

図15に堆積時間と基板間距離をパラメータとした前掲図6および前掲図10に示したSEM像から算出したクラック比率と体積抵抗の関係を示す。6枚のSEM像のうち1つは共通条件のため、図中は5条件について示す。表面にみられるクラック比率と抵抗値に相関は見られず、クラックの線幅や総延長などの幾何学的な要因が考えられる。R.M.Niuらにより<sup>6)</sup>、ポリマー基板の上

Cu被膜に一軸引張試験で臨界歪を加え、歪みとクラック密度、電気抵抗の関係が報告されている。引張試験により発生した複数のクラックは、膜中で平行に生じており、クラック密度は単位面積あたりのクラックの総延長で表されている。歪みの増加に伴い、クラック密度、電気抵抗は増加する傾向が示されている。本研究では、複雑なクラック形状をしており、クラックの線幅、比率などの幾何学的な要因によりCu被膜の抵抗値が変化する可能性が考えられ、単純に総延長と電気抵抗の関係を示すのは困難である。クラック線幅と体積抵抗の関係については、今後解析手法の検討が必要である。電気めっき用下地層としては、電気抵抗が低い値を示した堆積時間5 min、基板間距離80 mm、製膜圧力1~2 Paの範囲が適当だと考えられる。

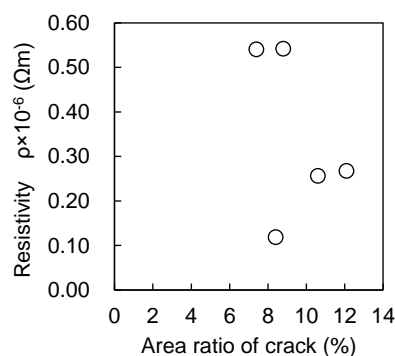


図 15 クラック比率と体積抵抗の関係

#### 4 まとめ

樹脂への電気めっき用下地層として、スパッタ法を用いてABS基板上へ堆積時間、基板間距離、製膜圧力をパラメータとしてCu被膜の密着性、電気抵抗の評価を行った。密着性は各製膜パラメータで差は見られず、電気抵抗では、製膜パラメータによる差がみられた。各パラメータによりCu被膜にクラックの発生の有無や、クラックの線幅、比率などの要因が電気抵抗に影響を与えた可能性が考えられる。

#### 5 参考文献

- 1) 伊藤麻美, 海老名伸哉, 鈴木一徳, 難波圭太郎, 吉野正洋, 河野俊輔, 喜多村康一: 表面技術, 72巻, 2号, pp. 2-13 (2020)
- 2) 全国めっき工業組合機関紙 全鍍連, No.578 (2020)
- 3) 岸谷直美, 邊吾一: 日本大学生産工学部第42回学術講演会, pp. 193-196 (2009)
- 4) 吉兼祐介, 長尾敏光, 吉川純二, 奥村元, 表面技術, vol.59, No.5, pp. 8 (2008)
- 5) 吉村純二, 精密工学会誌, vol.78, No. 12, pp. 1034 (2012)
- 6) R. M. Niu, G. Liu, C. Wang, G. Zhang, X. D. Ding and J. Sun, Applied Physics Letters, 90, 161907 (2007)

# 微粒子析出反応を利用したマグネシウム合金への黒色化成処理

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

## Blackening treatment for magnesium alloy using fine particle precipitation reaction

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

マグネシウム合金は、実用金属中最も軽量である特性を活かして、携帯機器や自動車部品等の軽量化のために使用されている。一方、黒色化表面処理技術は光の反射を抑えたい用途にニーズがあり、カメラやプロジェクタ等の迷光防止に活用されている。マグネシウム合金の黒色化成処理は、近年いくつかの成功事例が報告されている。一般的にマグネシウム合金への化成処理はリン酸反応による不溶性塩を析出させるものが多い。本研究では、リン酸塩析出反応に加えて金属微粒子の析出を併用することにより黒色度を高める方法を検討した。その結果、黒色度は明度としてL値<20、可視光域（360～740 nm）において反射率<3 %、かつ密着性に優れた化成処理方法を見出した。

### 1 はじめに

金属材料表面を黒色化するための表面処理としては、塗装<sup>1)</sup>、黒色めっき<sup>2, 3)</sup>、陽極酸化<sup>4)</sup>等がある。それぞれ特徴があり素材と用途の組み合わせを考慮して、最も適したものが使用されている。マグネシウム合金の黒色表面処理は、表面処理の困難性やリサイクル性を考慮して一般的には塗装が使用される<sup>5)</sup>。マグネシウム合金は卑な金属であることから材料表面が化学的に不安定であり、塗装密着性を担保することが困難なため、塗装には化学的に安定な層を付与するために化成処理が行われる。このためマグネシウム合金の塗装は高コストになりやすい。一方、亜鉛めっきでは黒色化成処理方法が確立されている<sup>6)</sup>。マグネシウム合金においてもいくつか黒色化成処理を検討した事例<sup>7)</sup>、<sup>8)</sup>が見られるが実用化されたものはほとんど見当たらない。マグネシウム合金の黒色化が化成処理で実現できれば大幅なコストダウンが可能となる。

本研究では、一般的な化成処理方法であるリン酸塩析出反応に加えて金属微粒子の析出を併用することにより黒色度を高める方法を検討した。光学部品の光反射防止膜として使用できるよう、黒色度（明度）L値20以下、反射率は可視光域において10 %以下、被膜密着性はテープ剥離試験で剥離なし、を目標とした。

## 2 実験方法

### 2-1 マグネシウム合金試験片

マグネシウム合金試験片には一般社団法人日本マグ

ネシウム協会製のAZ91試験片をエメリー紙（#1000）で表面研磨して用いた。さらに既報<sup>9)</sup>を参考に図1に示す化学的前処理を行い黒色化成処理に供した。

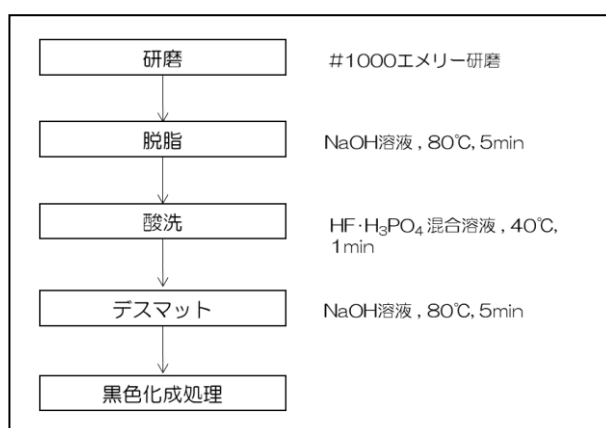


図1 マグネシウム合金の化学的前処理

### 2-2 浴組成および処理条件

リン酸、コバルト塩、硝酸塩等を主成分とした化成処理浴を検討した。浴組成と化成処理条件を表1に示す。リン酸濃度を $0.1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ に固定し、コバルト塩および硝酸塩の濃度を変化させ、それぞれの最適な濃度範囲を探索した。また、pHおよび処理時間についても適宜変化させて最適条件を探索した。

表1 浴組成および処理条件

	リン酸 ( $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ )	コバルト塩 ( $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ )	界面活性剤 ( $\text{ml} \cdot \text{dm}^{-3}$ )	硝酸塩 ( $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ )
濃度	0.1	0～0.005	0.1	0～0.05
条件	pH 1～3 処理温度：40°C 処理時間：20～600sec			

\*1 機械電子研究所

\*2 株式会社正信

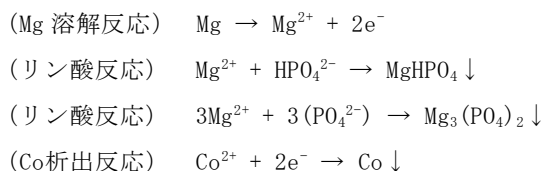
### 2-3 被膜の評価

黒色度の測定は分光測色計（CM-2600d，コニカミノルタ製）を用い，明度（L 値）により判定した。また，被膜の密着性についてはテープ剥離試験（JIS H8504 めっきの密着性試験方法）を用いて評価した。被膜表面の観察には走査電子顕微鏡（JSM-7001F，日本電子製）を用い，元素分析にはエネルギー分散型 X 線分析装置（Genesis APEX2，AMETEK 製）を用いた。

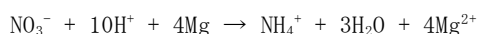
## 3 結果および考察

### 3-1 成膜反応の検討

本研究で検討するリン酸，コバルト塩を添加した化成処理では，リン酸とマグネシウム基材との反応によるリン酸塩形成ならびにマグネシウム溶解時の放出電子によるコバルト微粒子の還元析出反応が考えられる。反応式を以下に示す。



一方，硝酸イオンは酸化剤として作用することから，下式のとおりマグネシウム基材溶解時に自らが還元されて水素イオンを消費し，基材近傍の pH をアルカリ側にシフトするとともに水素ガス発生を抑制する。これにより上記製膜反応の速度をコントロールし，緻密な被膜形成に寄与することが期待される。



### 3-2 各添加成分の影響

#### 3-2-1 コバルト塩濃度の影響

コバルト塩濃度を0～0.05 mol・dm<sup>-3</sup>まで変化させて化成処理を行った。硝酸塩は無添加，pH2，処理時間は60秒，その他の条件は表1のとおりとした。結果を表2に示す。コバルト塩濃度が0.005 mol・dm<sup>-3</sup>の時，最もL値低い値となったが，目標値（L値=20）を満足することはできなかった。密着性はいずれも低かった。

表2 コバルト塩濃度と被膜特性の関係

Co塩濃度 (mol・dm <sup>-3</sup> )	0	0.005	0.01	0.03	0.05
明度 (L値)	30.01	26.51	32.13	33.98	39.98

密着性 <sup>(※)</sup>	×	×	△	×	×
--------------------	---	---	---	---	---

(※) ○：剥離なし，△：一部剥離，×：剥離

#### 3-2-2 硝酸塩濃度の影響

硝酸塩濃度を0.01～0.2 mol・dm<sup>-3</sup>まで変化させて化成処理を行った。コバルト塩濃度は0.005 mol・dm<sup>-3</sup>，pH2，処理時間は60秒，その他の条件は表1のとおりとした。結果を表3に示す。硝酸塩濃度が0.03～0.1 mol・dm<sup>-3</sup>でL値は20を下回り目標値を満足する黒色度を得ることができた。密着性はいずれも良好であった。

表3 硝酸塩濃度と被膜特性の関係

硝酸塩濃度 (mol・dm <sup>-3</sup> )	0.01	0.03	0.05	0.1	0.2
明度 (L値)	23.54	19.49	18.87	18.77	22.59
密着性 <sup>(※)</sup>	○	○	○	○	○

(※) ○：剥離なし，△：一部剥離，×：剥離

#### 3-2-3 pHの影響

pHを1～3まで変化させて化成処理を行った。コバルト塩濃度は0.005 mol・dm<sup>-3</sup>，硝酸塩濃度を0.1 mol・dm<sup>-3</sup>，処理時間は60秒，その他の条件は表1のとおりとした。結果を表4に示す。pHが1.5～2.5でL値は20を下回り目標値を満足する黒色度を得ることができた。一方，密着性はpH>2で良好であった。

表4 pHと被膜特性の関係

pH	1	1.5	2	2.5	3
明度 (L値)	28.35	16.50	18.68	17.63	22.85
密着性 <sup>(※)</sup>	×	×	○	○	○

(※) ○：剥離なし，△：一部剥離，×：剥離

#### 3-2-4 被膜付着量と黒色度の関係

被膜付着量は黒色度に大きな影響を及ぼすと考えられる。ここでは，被膜付着量と黒色度との関係を調査した。被膜付着量は処理時間20～600秒に変化させて調整した。コバルト塩濃度は0.005 mol・dm<sup>-3</sup>，硝酸塩濃度を0.1 mol・dm<sup>-3</sup>，pH2，その他の条件は表1のとおりとした。被膜付着量は化成処理した試験片を10%クロム酸溶液に浸漬することで化成被膜のみ溶解させ，クロム酸浸漬前後の重量差から算出した。試験結果を図2に示す。被膜付着量が増すごとにL値が減少し，直線的な相関が見られた。被膜付着量が4.5 g・m<sup>-2</sup>を越えるとL値が20以下となり良好な黒色度を示すことがわ

かった。

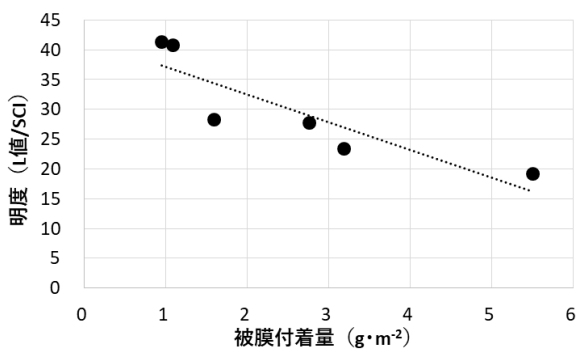


図2 被膜付着量と黒色度（明度）の関係

### 3-2-5 析出コバルト微粒子面積率と黒色度の関係

析出コバルト微粒子が被膜の黒色化に寄与することから、被膜表面におけるその面積率と黒色度の関係を調査した。コバルト微粒子面積率の異なるサンプルを作製し、SEM 観察から得られる反射電子像を用いて、リン酸塩被膜部とコバルト微粒子で生じるコントラストの二値画像処理を行うことでコバルト微粒子の面積率を算出した。反射電子像とその二値画像処理の一例を図3に示す。SEM 像の白い微粒子がコバルト微粒子であり、その背面にクラックを生じてグレーに見える箇所がリン酸塩である。両者の密度の違いから反射電子像では大きなコントラストを生じるため、二値画像化による面積率の算出が容易であった。算出されたコバルト微粒子の面積率と黒色度の関係を図4に示す。コバルト微粒子の面積率が大きくなるほどL値が低下することから黒色度が増すことがわかった。析出コバルトの面積率が15%以上でL値が20以下となることが明らかとなった。

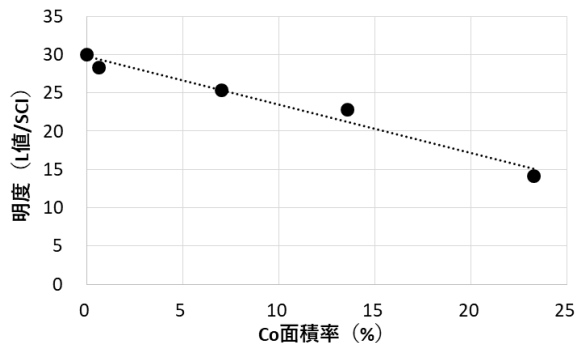


図4 コバルト微粒子面積率と黒色度（明度）の関係

### 3-2-6 黒色化成被膜の安定性

化成被膜の黒色度の時間経過に対する安定性について調査した。処理時間を変化させて作製した化成被膜について、室内で静置したときのL値の変化を測定した。結果を図5に示す。この結果から全ての条件で時間経過とともにL値の増大が確認されたが、いずれの条件においても2週間以降は概ね一定となった。1分間化成処理したものは製膜直後のL値が25付近でありその後30以上まで増大した。2~5分間化成処理したものはいずれも同じような挙動を示し、初期ではL値15付近のものが12週間には20付近まで増大した。一方、10分間化成処理したものは初期のL値15付近のものが12週間経過した後もL値が18程度であり、最も安定であった。このことから、化成処理が短いと製膜反応が不十分であり、その後の時間経過で被膜の組成が変化するのではないかと考えられる。黒色度の安定のためにはある程度長く化成処理時間をとることが必要であると考えられる。

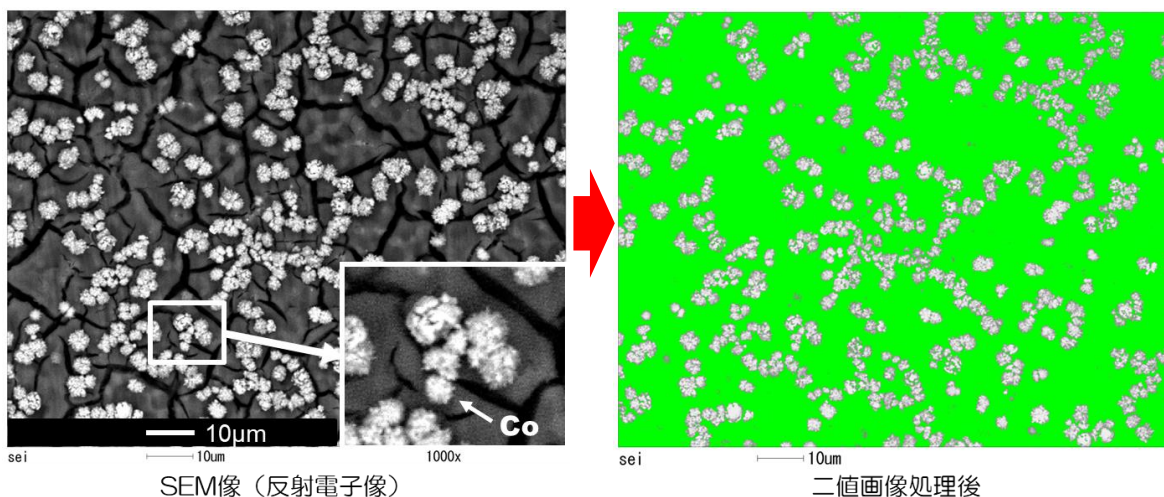


図3 化成被膜のSEM像（反射電子像）とその二値画像処理結果

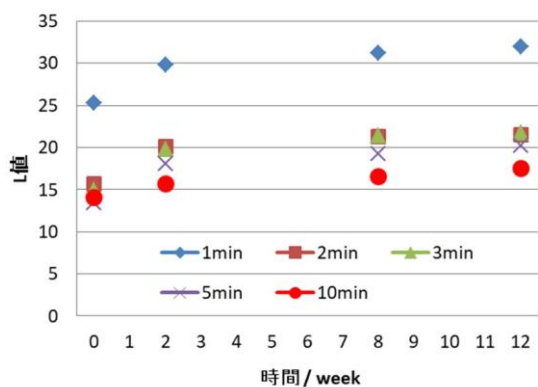


図5 処理時間が異なる化成被膜の時間経過とL値の変化

### 3-2-7 反射率の測定

得られた黒色化成被膜の反射率を測定した。化成処理条件は、コバルト塩濃度は  $0.005 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ 、硝酸塩濃度を  $0.1 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ 、pH2、処理時間は 600 秒とし、その他の条件は表 1 のとおりとした。測定機器には分光測色計 (CM-2600d, コニカミノルタ製) を用い、測定径 8 mm, 全反射率として可視光域 360~740 nm の範囲を計測した。なお、比較試料として亜鉛めっき黒色クロメート品、黒色塗装品を計測した。測定結果を図 6 に示す。開発品は全領域において 3 %以下の反射率となっており、光学機器において迷光対策に必要とされる反射率を満足した。

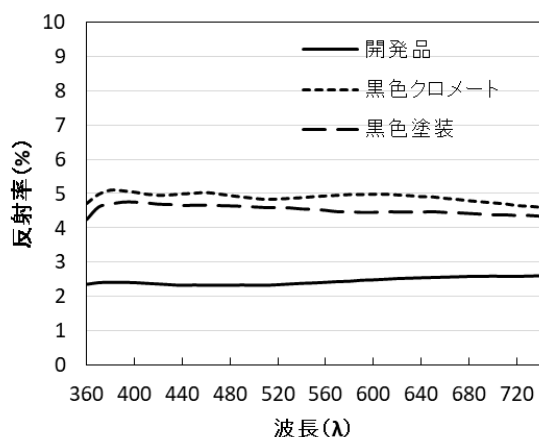


図6 処理時間が異なる化成被膜の時間経過とL値の変化

## 4 まとめ

リン酸塩析出反応と金属微粒子の析出反応を併用したマグネシウム合金の黒色化成処理方法を検討した結果、以下の知見を得た。

(1) コバルト塩は濃度が高くても黒色度に対する効果

が低く、 $0.005 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ が最適であった。

- (2) 硝酸塩は黒色化に極めて有効であり、 $0.03\sim 0.1 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ が最適であった。また、被膜密着性向上にも有効であった。
- (3) pHは2~2.5で黒色度および密着性を併せ持った被膜が得られた。
- (4) 被膜付着量と黒色度には直線的な相関があり、付着量が多いほど黒色度が高かった。
- (5) コバルト微粒子面積率と黒色度には直線的な相関があり、面積率が多いほど黒色度が高かった。
- (6) 被膜黒色度の安定性は処理時間を長くしたものが優れており変色が少なかった。
- (7) 本研究での最適条件で得られた被膜の可視光域での反射率を測定した結果、全波長域において3%以下であった。

## 5 参考文献

- 1) 吉田裕之, 他: 自動車技術会論文集, 47巻(6号), pp. 1453-1458 (2016)
- 2) 山本良雄: 表面技術, 49巻(11号), pp. 1147-1152 (1998)
- 3) 伊藤英彌: 表面技術, 50巻(4号), pp. 308-314 (1999)
- 4) 平山良夫: 実務表面技術, 32巻(11号), pp. 587-591 (1985)
- 5) 西川幸男: 鑄造工学, 71巻(12号), pp. 828-833 (1999)
- 6) 青江徹博: 表面技術, 49巻(11号), pp. 1158-1163 (1998)
- 7) 難波信次: 表面技術, 71巻(3号), pp. 219-223 (2020)
- 8) 中野賢三, 他: 福岡県工業技術センター研究報告書, No. 30, pp. 41-44 (2020)
- 9) 古賀弘毅, 他: 福岡県工業技術センター研究報告書, No. 30, pp. 33-36 (2020)



# 放電加工による微細凸形状を有する超撥水面創成技術の開発

在川 功一\*1 安部 年史\*1

## Addition of superhydrophobic structure to metal surface by electric discharge machining

Koichi Zaikawa, Toshifumi Abe

超撥水性を有する表面（超撥水面）は食品や医薬品、工業分野など様々な分野で広く用いられており、その表面は微細な凹凸で構成されている。この微細形状はフェムト秒レーザーやエッチングを用いて加工されているが、この加工法はコストが高いことや加工時間が増大しやすく量産化が難しいことが課題となっている。そこで本研究では、微粒子グラファイト電極に銅を含浸し、電気伝導率や熱伝導率、各種強度、硬さ等の向上を図った「微粒子銅グラファイト(CuGr)電極」を用いた放電加工により、金属表面への微細凸形状の加工性を検証し、超撥水性を有する表面を創成する技術を開発した。

### 1 はじめに

超撥水性を有する表面（超撥水面）は食品や医薬品、工業分野など様々な分野で広く用いられている。これらの超撥水面の加工には主にフェムト秒レーザーなどの表面マイクロテクスチャ加工が用いられ、微細な凹凸形状が作製されている。しかし、この加工法はコストが高いことや加工時間が増大しやすく量産化が難しいことが課題となっている。

このような微細な凸形状を安価・容易に加工すべく、グラファイト(Gr)、銅(Cu)などの電極材料に切削加工や放電加工で貫通もしくは止まり穴をあけ、その電極によって放電加工する、微細凸形状放電加工が研究開発<sup>1)</sup>されている。この方法では穴あけ部については放電が発生しないため、それ以外の部分のみ加工が進行し、同時に複数の凸形状が加工される。

微細形状の放電加工では電極消耗を重視するため、CuやCuWなどの金属電極を用いることが多いが、電極製作における微細穴の加工ではバリやカエリが発生しやすい。したがって、放電加工においては悪影響を及ぼす恐れがあるため、これまでは微粒子のGr電極を使用して研究<sup>2)</sup>を実施してきた。しかし、凸形状の微細化については、電極の加工特性（欠けの発生等）上、困難であった。

そこで本研究では、GrにCuを含浸させたCuGr電極に着目した。CuGr電極はGr電極と比較して、硬さや強度の増加、電気抵抗率の減少などの優位性が確認できており、これらが電極消耗率の低下、加工速度の

増加など放電加工特性の向上に寄与している。したがって、微細凸形状の微細化を図り、精密金型等を想定した金属表面に超撥水性を有する凸形状の加工可能性を探るとともに、凸形状と撥水性の関係を調査した。

### 2 実験方法

#### 2-1 CuGr電極

CuGr電極はGrの基材に対し、HIP法（熱間等方圧加圧法）を用いてCuを含浸して作製した。表1に銅含浸前後の2種のGr電極材料の特性を示す。いずれの電極材料においても電気抵抗率が低下し、かさ密度や曲げ強さは向上していることを確認した。

表1 銅含浸前後のGr電極の特性

	CuGr-A (粒径 4-5 $\mu$ m)		CuGr-B (粒径 2-3 $\mu$ m)	
	基材	含浸後	基材	含浸後
かさ密度 [Mg/m <sup>3</sup> ]	1.79	2.92	1.79	3.01
硬さ [HSD]	73	72	80	74
電気抵抗率 [ $\mu\Omega \cdot m$ ]	14	2.1	15.2	1.9
曲げ強さ [MPa]	71	114	73	124
圧縮強さ [MPa]	133	237	162	241

#### 2-2 電極加工

CuGr電極の切削工具はダイヤモンドコーティングを施したものを使用することが一般的となっている。本研究では、直径 0.2 mm、0.3 mm のダイヤモンドコ

\*1 機械電子研究所

ーティング工具と比較対象として、直径 0.3 mm のコーティングなしの工具を用いて微粒子 CuGr 電極材料への加工を行った。加工には電極加工機「 $\mu$ V1」(三菱重工工作機械㈱)を使用し、乾式にて加工を行った。表 2 に切削条件を示す。

表 2 CuGr 切削条件

工具	Dia-①	Dia-②	Non-coat
コーティング	ダイヤモンド		なし
刃径[mm]	0.2	0.3	0.3
刃長[mm]	0.6	0.3	0.6
回転数[ $\text{min}^{-1}$ ]	35000	33000	33000
送り速度[mm/min]	200	250	250
総切り込み量[mm]	0.55	0.6	0.55

### 2-3 放電加工

2-2 で加工した電極を用いて微細凸形状の放電加工を行った。放電条件を表 3 に示す。加工機には型彫り放電加工機「EA8PV-ADVANCE」(三菱電機㈱)を使用し、被削材としてプラスチック金型に使用される鋼材を 3 種類 (PX5, S-STAR, NAK80) 用意し、加工性を比較するとともに、加工深さを 0.1~0.4 mm まで 0.1 mm ずつ変化させた場合の撥水性への影響を評価した。

表 3 放電条件

電極材	CuGr-A, B ( $\phi$ 200 $\mu\text{m}$ )
被削材	PX5, S-STAR, NAK80
加工深さ[mm]	0.1, 0.2, 0.3, 0.4
放電電流[A]	5.0(Max), 1.0(Min)
放電 ON 時間[ $\mu\text{s}$ ]	24.0(Max), 2.0(Min)
放電 Off 時間[ $\mu\text{s}$ ]	12.8(Max), 8.0(Min)
ジャンプ速度[m/min]	3.0
ジャンプ量[mm]	1.4
ジャンプ間隔[s]	0.25
コンデンサ容量[pF]	19000(Max), 0(Min)
揺動[mm]	0, 0.05, 0.06, 0.065

## 3 結果と考察

### 3-1 電極加工

表 2 の条件にて CuGr-A, CuGr-B の 2 つの電極を加工した。形状に関しては穴の中心間が工具 Dia-①が 220  $\mu\text{m}$ , 工具 Dia-②が 320  $\mu\text{m}$  とし, 14.5 mm 四方の範囲に正三角形配列で可能な限り加工することとして, 隣接する穴の外周部の間隔が 20  $\mu\text{m}$  となるように設定した。加工後の顕微鏡写真を図 1, 図 2 に示す。銅含浸の効果で電極材料自体の強度が向上したため, いずれの工具においても目標となる 50  $\mu\text{m}$  以下となる隣接形状間 20  $\mu\text{m}$  の穴加工が可能であった。しかし, Non-coat の工具に関しては, 約 5,000 穴以上の加工において穴外周部に欠けが発生し, 中には隣接する穴どうしが繋がるという結果が見られた。

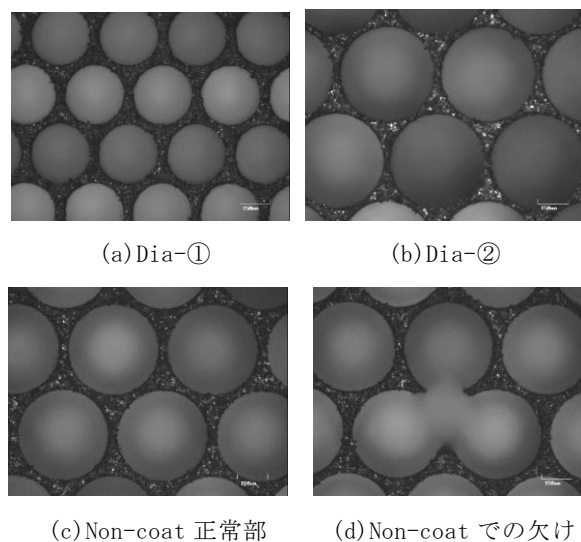


図 1 CuGr-A 加工結果

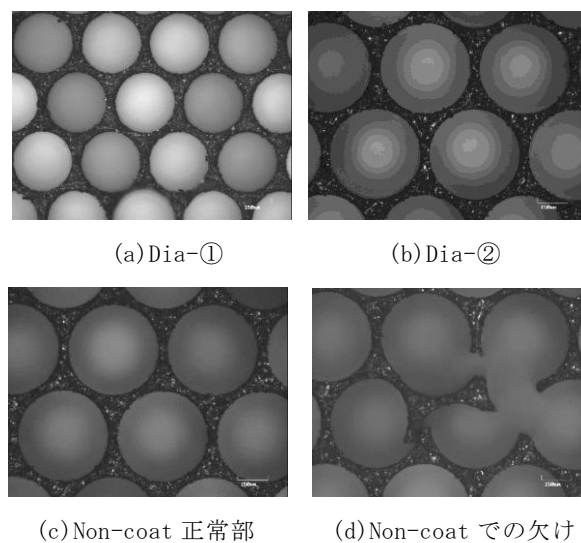


図 2 CuGr-B 加工結果

### 3-2 放電加工

加工深さを0.1 mmずつ変更して放電加工を行った際の1分あたりの体積加工量を図3に示す。CuGr-A, Bいずれの電極を使用した場合でも加工深さが大きくなるにつれて、体積加工量も増加するが、増加量は漸減している。これは電極消耗の影響が考えられる。また、加工深さ0.4 mmの条件における加工後のSEM像を図4, 5に示す。いずれの深さにおいても凸形状の根元部分に関しては丸みを帯びたような形状となっている。これは電極消耗が電極の角部から優先的に発生することに起因しており、放電加工での微細凸形状加工においては避けられない現象である。さらに、加工深さが大きくなるにつれ、凸形状の上部面積が小さくなる傾向が確認された。これは加工屑の滞留による2次放電の影響と考えられ、特にCuGr-Bの電極でPX5を加工した際は電極消耗が大きく、凸形状の上部形状が大きく崩れていることが確認された。

### 3-3 加工形状と接触角(撥水性)の関係

固体表面の“ぬれ”の程度を定量化するものが「接触角」であり、接触角とは「端点において、液滴輪郭曲線の接線と固体表面のなす角」と定義される。本研究では接触角計および純水を用い、 $\theta/2$ 法という方法で測定を行った。これは接触角 $\theta$ と接触半径 $r$ 、着滴高さ $h$ (図6)との間には以下の関係があることを利用したものである。

$$\tan\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{h}{r} \quad \dots \text{式(1)}$$

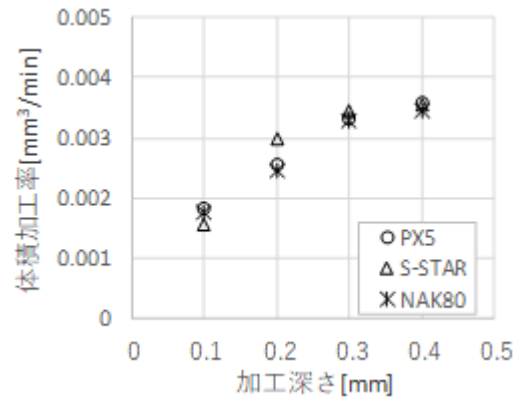
この式から、

$$\theta = 2 \tan^{-1}\left(\frac{h}{r}\right) \quad \dots \text{式(2)}$$

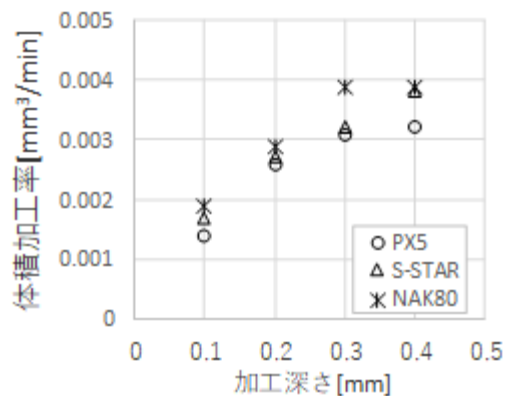
により接触角 $\theta$ を求める。液滴輪郭の左端点、右端点、頂点の座標が分かれば、 $r$ と $h$ はすぐに求まるから、非常に簡単に接触角を求めることができる<sup>3)</sup>。

被削材ごとの接触角の比較を行った結果を図7に示す。いずれの材料においてもほとんどの条件下で素材の状態から接触角の値が大きくなっており、CuGr-A電極におけるPX5の加工深さ0.4 mmに関しては $147^\circ$ となり撥水性の高い面ということが確認された(図8)、超撥水面の目安である $150^\circ$ に近い値を示した。傾向としては、加工深さに比例して接触角が大きくなる傾向にあったが、これは加工深さが大きくなる

につれ、凸形状上部の面積が小さくなったことが要因と考えられる。



(a)CuGr-A



(b)CuGr-B

図3 加工深さごとの体積加工率の比較

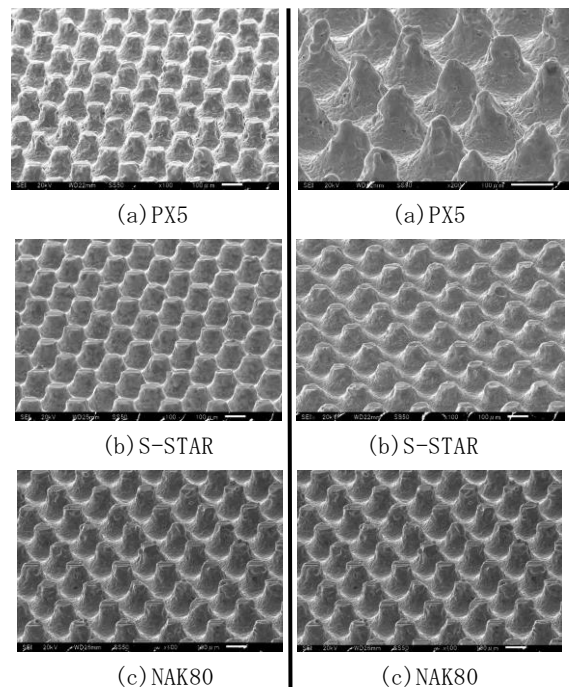


図4 CuGr-A 加工後

図5 CuGr-B 加工後

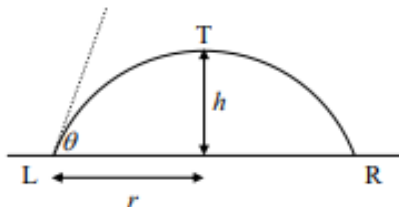
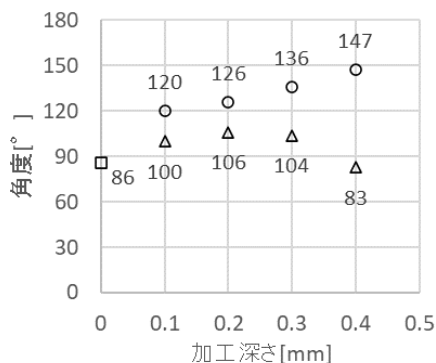


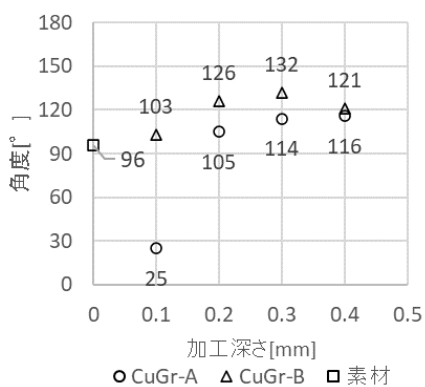
図6 接触角と液滴の関係



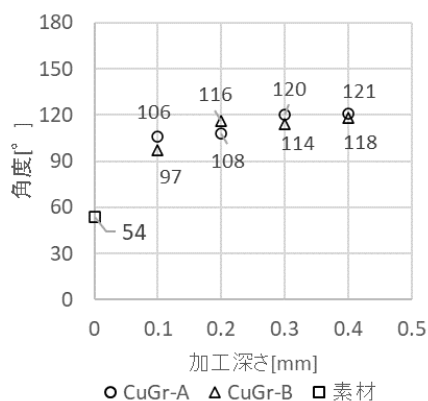
図8 接触角147°の撥水性表面



(a) PX5



(b) S-STAR



(c) NAK80

図7 被削材別加工深さと接触角との関係

#### 4 まとめ

2種のCuGr電極を使用して、3種のプラスチック金型材に対し、超撥水効果を想定した微細凸形状の放電加工を行った結果、以下の知見を得た。

- (1) 銅含浸による効果は、基材であるGr電極に対して電気抵抗率の低減、強度の向上が確認された。
- (2) CuGr電極は、Gr電極と同様、ダイヤモンドコーティングを施したエンドミル等の切削工具が有効であることを確認した。
- (3) 放電加工後の形状においては微細凸形状が確認され、加工深さが大きくなるにつれて凸形状上面の面積が小さくなり、接触角が増大する傾向であった。
- (4) PX5の金属表面にCuGr-Aの電極を用いて加工深さ0.4 mmで放電加工を行ったところ、接触角は147°となり、超撥水の指標となる150°に近い結果を示したとともに、水滴が転がる様子が確認された。

#### 5 謝辞

本研究は(一財)内藤泰春科学技術振興財団の令和2年度調査・研究開発助成によって実施いたしました。ここに感謝申し上げます。

#### 6 参考文献

- 1) 正木ら;電気加工学会全国大会講演論文集, pp. 47-48 (2000)
- 2) 在川功一ら;2014年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, pp. 901-902 (2014)
- 3) 福山紅陽;表面技術, Vol. 60, No. 1, pp. 21-26 (2009)

# CAE回数を低減したスプリングバック見込み設計ツールの開発

山田 圭一\*1 内野 正和\*1 濱田 貴志\*2 戸北 浩二\*2 兵頭 弘章\*2 末松 拓也\*2

## Development of Springback Compensation Design Tool with Reduced Number of Computer Aided Engineering

Keiichi Yamada, Masakazu Uchino, Takashi Hamada, Kouji Tokita, Hiroaki Hyoudou and Takuya Suematsu

板材プレス用金型ものづくり現場においてスプリングバックによる寸法精度不良の見込み設計は、寸法合わせこみが必要で試行錯誤が多い。本研究では協力社のタンクナックル部材実製品を題材とし多数プレス成形CAE結果のデータベース、回帰計算、最適化計算によるスプリングバック見込み設計ツールを作成した。過去実績設計値の回帰計算によるスプリングバック結果とCAE結果を比較した結果、差が1.6 mmとなった。今後、合格品質の誤差1.0 mm以内を目指し回帰計算結果と過去実績値の比較、回帰計算結果の補正等を行う。

### 1 はじめに

板材プレス用金型ものづくり現場では日常的にスプリングバックによる寸法精度不良、シワ不良、ワレ不良の対策を行っている。設計現場において繰り返しCAE、製造現場において追加押し、金型の削り、肉盛り等の不良対策が行われるが製品CADとの寸法合わせ込みが必要になるスプリングバック対策で試行錯誤が多く時間を費やしてしまう。

設計現場のスプリングバック見込み方法についてはCAE結果スプリングバック形状と製品CADの形状差を比較し金型形状のスプリングバック見込み設計可能なCAEソフトがあるが導入できない、活用できていない中小企業もある。理由には著者が調べた限りソフトが高額なこと、ソフトの計算機能維持のための更新料金が高額であること、人の入社退社が比較的多くCAE人材育成が難しいこと、CAE精度が現場要求まで達しておらず費用対効果が合わないことが挙げられる。

本研究では設計現場におけるCAE回数低減を目的に、スプリングバック自動見込み設計ツールを作成した。このツールでは多数CAE結果のデータベースを学習させたガウス過程回帰計算<sup>1)</sup>、遺伝的アルゴリズム等の最適化計算を行いスプリングバック見込み3次元CADを生成する(図1)。プログラム言語には計算ライブラリが豊富なPythonを使用した。研究協力社設計現場担当者から要望がありユーザーインターフェースをエクセルソフトとした。

本報告はスプリングバックの回帰計算結果とCAE結果を比較した内容についてである。

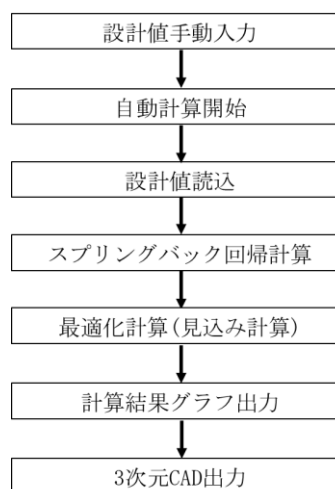


図1 ツールの計算フロー

### 2 方法

#### 2-1 題材のタンクナックル曲げ成形法

研究協力県内企業から要望があるタンク用ナックル部材実製品のナックル曲げ成形を題材とした。このナックル曲げ成形のスプリングバック見込み設計では成形圧の荷重値を変更し多数CAEを実施する必要がある。産業用タンクの概要図、対象のタンクナックル部材、整理したナックル部材の設計範囲の一部を図2、表1に示す。液化ガス等を低温貯蔵するタンクで使用され、産業用タンクの屋根部、側板部をつなぐ箇所用いられる。

ナックル部材の成形法については次の手順で行う。

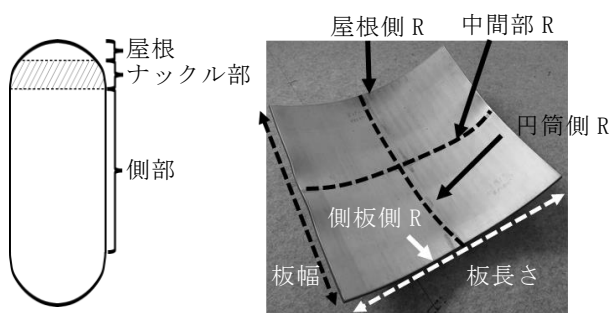
\*1 機械電子研究所  
\*2 株式会社しろみず

板材を板長さ分カット，円筒側方向にロール曲げ，ロール曲げ済み板材を下金敷に置き合格品質を満たすまで上金敷によるプレス成形を行う。プレス成形の際に形づくりのための板材回転と寸法検査を繰り返し行う。

## 2-2 回帰モデルによるスプリングバック計算

ナックル曲げ成形で使用する上金敷形状，下金敷形状の見込み設計を行うために作成した。研究協力社提供の過去の製品曲率，材質，板厚，板幅，板長さ，金敷幅の設計変数を整理しCAEパターンを決定した。データ数が20,000個を超え人手では困難なためCADソフトによる設計変更，書出しの単純作業，CAEソフト(JSTAMP N/V, ver.:2.18, JSOL社製)によるメッシュ作成，拘束条件入力，結果書出し等の単純作業をpythonコードで自動化し効率よく作業を進めた。

CAE結果の板長さ方向，板幅方向をそれぞれ9分割し計81箇所の深さ方向スプリングバック量を目的変数としCSV形式データベースを作成した。そのデータベースを用い81個のガウス過程回帰モデルを出力した。回帰モデルの計算式については全データに対する検証データの割合を0.25に設定し過去に倉本氏<sup>2)</sup>らが実製品で精度検証したガウскарネルを用いた。



(a) タンク概要図 (b) ナックル部材  
図2 タンク概要図，ナックル部材

表1 ナックル部材の設計範囲の一部

板厚(mm)	9~50
板幅(mm)	1,400~4,400
板長さ(mm)	2,500~5,000
円筒側R(mm)	1,450~4,700
側板側R(mm)	4,200~38,900
中間部R(mm)	4,600~43,000
屋根側R(mm)	7,500~63,000

## 2-3 回帰計算結果とCAE結果の比較方法

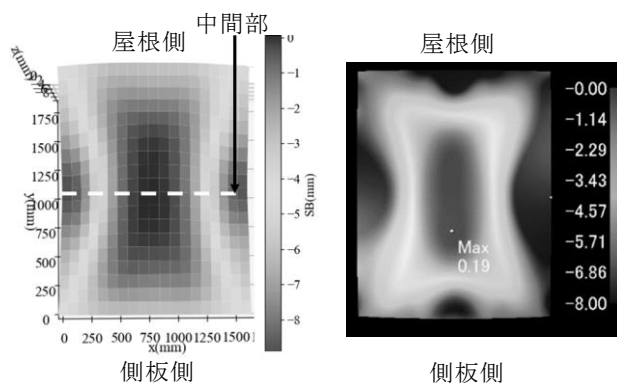
研究協力社の計9パターンの過去実績設計値において回帰モデルのスプリングバック結果，CAEのスプリングバック結果の差を比較した。回帰計算結果とCAE結果のスプリングバック分布の確認を行い，次に円筒側，側板側，中間部，屋根側のそれぞれのスプリングバック量の差の全平均値を計算した。

## 3 結果

### 3-1 回帰計算結果とCAE結果の比較

スプリングバック分布の比較画像例を図3に示す。円筒側，側板側，中間部，屋根側のそれぞれのスプリングバック量の比較結果を図4に示す。回帰モデルとCAEモデルのスプリングバック分布は概ね一致していた。回帰計算結果とCAE結果の差については円筒側の差平均値2.94 mm，側板側の差平均値1.77 mm，中間部の差平均値0.20 mm，屋根側の差平均値1.50 mm，比較箇所全ての差平均値1.6 mmであった。

今後，回帰計算スプリングバック値と研究協力社の過去実績スプリングバック値の比較，回帰計算結果の補正を行う。



(a) 回帰モデル (b) CAEモデル  
図3 スプリングバック分布画像の比較

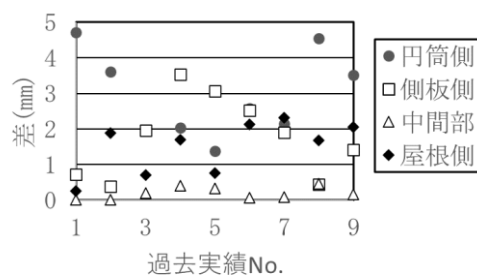


図4 回帰計算結果とCAE結果の差

#### 4 まとめ

- 1) タンク用ナックル部材のプレス成形を題材にCAEを活用しスプリングバック計算回帰モデルを作成した。
- 2) ナックル部材成形の過去実績設計値のスプリングバック量の回帰計算結果とCAE結果を比較したところ、差が1.6 mmとなった。

#### 5 参考文献

- 1) 持橋大地，大羽成征：ガウス過程と機械学習，講談社(2019)
- 2) 倉本 紘彰，内野 正和，他3名：福岡県工業技術センター研究報告，No. 30， pp. 49-52 (2020)

# PIVを用いた流体可視化技術の構築

村田 顕彦\*1

## Construction of Fluid Flow Visualization Techniques using PIV

Akihiko Murata

多くの産業分野で、装置内外や、室内の流体の挙動把握のニーズが高まっている。特に近年においては感染症対策や、熱中症対策のための効率的かつ効果的な空気の流れを作るために、可視化が重要視されている。流体の挙動を把握する手段として、CAE（Computer Aided Engineering）を用いる方法があるが、解析結果の妥当性を確認するためには実計測が必要である。そこで当所に導入された熱流体可視化システムを用いて、物体の外部に形成される流れの可視化について粒子画像流速測定（PIV：Particle Image Velocimetry）を実施し、解析結果と比較し、実験において流れの可視化が可能であることを確認した。

### 1 はじめに

多くの産業分野で、装置内外や、室内の流体の挙動把握のニーズが高まっている。特に近年においては感染症対策や、熱中症対策のための効率的かつ効果的な空気の流れを作るために、可視化が重要視されている。

流体の挙動を把握する手段として、CAEを用いる方法がある。これにより、流れの流速を三次元分布で得ることができるが、解析結果の妥当性を確認するためには実計測を行う必要がある。機械電子研究所では、これまで、熱線流速計、位相レーザードップラ粒子分析計を用いて、流体の速度や温度の計測を行ってきたが、いずれの計測器も単一点における局所値しか計測できず、三次元空間のCAE解析結果と比較するための速度の空間分布を得ることができないため、県内中小企業の要望に応えることができていなかった。

そこで、機械電子研究所では、機械装置の周囲または内部に形成される流れ場を、レーザー光源及びカメラを用いたPIVにより、可視化する「熱流体可視化システム」を導入した。

本研究では、風洞実験や流体解析での再現が容易な自動車を単純化したモデルである簡易車体モデル Ahmed Body<sup>1)</sup>を参考事例とし、熱流体可視化システムを用いて実験による可視化を実施し、CAEを用いた解析結果と比較評価した。

### 2 実験、解析方法

#### 2-1 PIVを用いた実験方法

本研究で用いる簡易車体モデルの1/10形状を図1に、図2にPIVによる実験装置の模式図を示す。

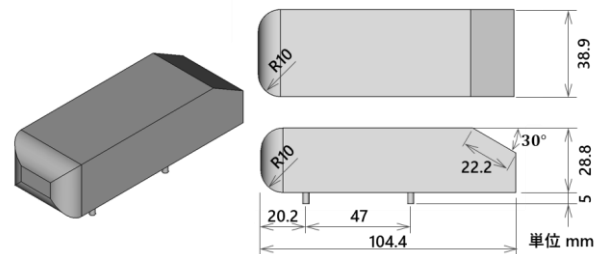


図1 簡易車体モデルの1/10形状

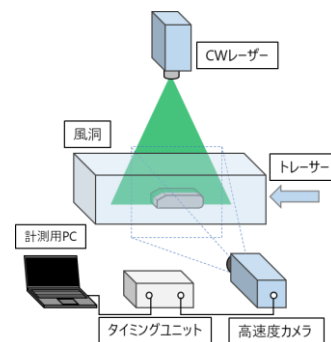


図2 PIV実験装置の模式図

まず、簡易車体を風洞内に設置し、ファンによって車体周囲に気流を発生させた状態で、風洞内にトレーサーを投入する。CWレーザーによってレーザーシートを風洞の上部から照射する。これにより、車体周囲の気流が可視化されるので、その様子を高速カメラを用いて撮影する。撮影は少なくとも2時刻行う必要がある。ここで撮影した画像上の連続する2時刻のトレーサー粒子像からその変位を求め、これと画像記録の時間間隔から、流れ場の局所の速度を求める。これがPIVの速度計測の基本原理である<sup>2)</sup>。

\*1 機械電子研究所



本測定ではレーザー光源にはCWレーザー（DPSS532-3W-CW）を用いてレーザーシート光を照射し、図3の撮影には高速度カメラ（フォトロン製：FASTCAM Nova S6, 1000 fps）を使用した。また、ANTARI製Z-1000II フォグマシンとフォグリキッドFLR5を使用してトレーサーを発生させた。可視化ソフトウェアとしてはDaVis10を使用した。

## 2-2 流体解析方法

解析範囲は、実験にて用いた風洞と同サイズのH:100 mm×W:100 mm×D:430 mmとし、乱流モデルにはSST  $k-\omega$ モデルを使用した。入口と出口以外の壁は風洞を模擬するために、全て滑りなしの壁とした。入口流速は実験と同等の0.59 m/sとし、解析ソフトウェアにはscFLOWを使用した。

## 3 結果と考察

簡易車体周りの空気の流の様子を撮影した画像を図3に、PIVの結果を図4に、scFLOWの解析結果を図5に示す。

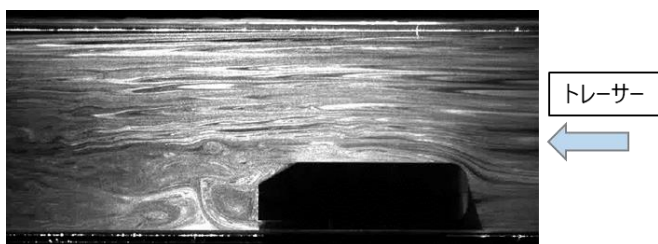


図3 高速度カメラ撮影画像

今回の測定によって、車体底面を通った流れが、車体後部から出てきたところで巻き上がり、車体後部に流速の遅い領域を形成していることが確認できた。scFLOWの結果においても車体後部において流速の遅い領域を確認でき、また、速度オーダーもどちらも1.0 m/s程度であることを確認できた。しかし、車体上方においては、scFLOWではほぼ速度が一様であるのに対して、PIVにおいては速度のムラが見受けられた。これは、風洞の整流部や、トレーサーを一旦充填するチャンパー等の影響で、トレーサーが一様には流れていないことが原因だと思われる。現状は風洞の整流にはハニカムのみを使用しているが、メッシュの追加や、チャンパーを大型化することによって、トレーサーの偏りを低減する必要があると考えられる。

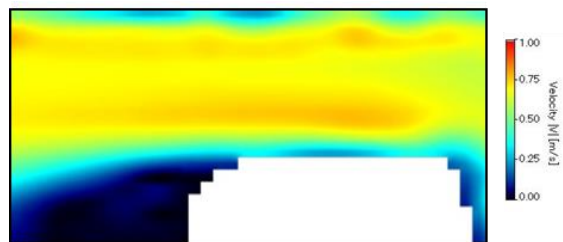


図4 PIVの速度コンター

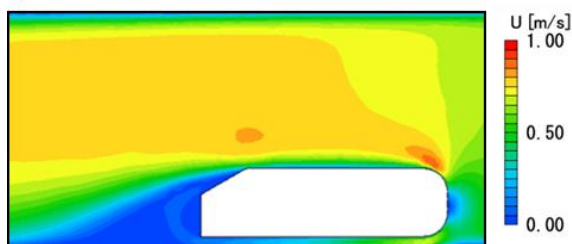


図5 scFLOWの速度コンター

## 4 まとめ

簡易車体周りの流れについて、熱流体可視化システムを用いて可視化し、PIVによって速度の空間分布も得ることができた。しかし、トレーサーを一様に、目的の箇所に流す技術については現状構築できていないため、引き続き実験を継続し、流体解析の結果との比較を行いながら、実製品への適用を進めていく。

## 5 謝辞

本研究は、R1年度(公財)JKA補助物品熱流体可視化システムを用いて行った。

## 6 参考文献

- 1) S.R. Ahmed, G. Ramm : Some Salient Features of the Time-Averaged Ground Vehicle Wake, SAE-Paper 840300, 1984
- 2) 一般社団法人可視化情報学会：PIVハンドブック（第2版），pp. 5-6（2018）

# Ti-6Al-4V合金の室温から250℃までの応力-ひずみ曲線の計測

内野 正和\*1 山田 圭一\*1

## Measurement of Stress Strain Curve of Ti -6Al-4V Alloy from Room Temperature to 250 degrees

Masakazu Uchino and Keiichi Yamada

チタン合金は極低温から600℃程度まで他の素材に比べ比強度に優れるという特徴を持つことから航空機部品等に広く用いられるが、チタンの強度特性はひずみ速度と温度環境に依存性を持つことが知られている。そこで本研究では、64チタン(64Ti)についてひずみ速度と温度環境をパラメータとした応力-ひずみ線図の取得を目的とし、加熱炉を付属する材料試験機とデジタル画像相関法(DIC)を組み合わせた計測法で室温から250℃までの引張計測を実施した。その結果、引張試験時においてDICによる高温環境下でのひずみ計測手法を確立し、64Tiのひずみ速度と温度環境に依存する強度特性を計測した。

### 1 はじめに

航空機部品には純チタンやチタン合金が多く用いられているが、強度特性はひずみ速度と温度環境に依存性がある<sup>1-3)</sup>。この特性を評価するためには高温環境でひずみを計測する必要がある。ひずみ計測はひずみゲージを用いた計測が一般的であるが、通常のひずみゲージは80℃まで、それ以上の温度環境では高温用のひずみゲージが必要で、接着方法も特殊となる。また10%を超えるようなひずみ領域の計測はできない。接触式の伸び計もあるが、定型の計測法で汎用性が低く、高温用は装置が大型となる。また試験片との接触部のズレによる計測誤差の問題もある。一方で、近年、デジタル画像を用いてひずみ分布計測が可能なデジタル画像相関法(DIC)<sup>4)</sup>が普及している。DICは基本的に測定物表面の変位を計測する手法である。変位の計測精度は1画素の数10分の1程度のため、変位は撮影する画像の大きさに依存する。例えば1画素が1mmの場合、計測精度が1/50とすると0.05mmが計測分解能となる。この分解能で10μのひずみを評価するためにはひずみの基となる基長は5000mm(0.05mm/10μ)となり、ひずみを評価するための計測精度は十分ではない。しかしながらDICは画像全体にわたって変位を評価することが可能である。1点では不十分であるが多数点を評価し、平均化などの後処理を実施することで計測精度を補うことが可能である。本研究では、加熱

炉を付属する材料試験機とDICを組み合わせた計測手法で64チタン(64Ti)について室温から250℃までの引張試験計測を実施し、ひずみ速度と温度環境をパラメータとした応力-ひずみ曲線の取得を目指す。

### 2 実験方法

#### 2-1 DICによる計測法

DICはデジタル画像を利用した非接触の変位分布計測手法である<sup>4)</sup>。図1にデジタルカメラで撮影した試料表面の画像を示す。試料表面には白と黒のスプレーでランダム模様がつけてあり、このランダム模様を基に表面の変位分布を計測する手法である。具体的には初期画像内に基準となるサブセット(数10画素角程度)を決め、変形などを与えた後の比較画像内でこのサブセットに近い輝度値分布を探索し、この輝度値分布の中心位置と初期画像中のサブセット中心位置から移動量(変位)を求める。サブセットは任意に画像中から選択できるため分布計測が可能で、評価にはデジタル画像のみを使用するため簡便な手法である。

図2に今回実施した引張試験の全体図を示す。引張

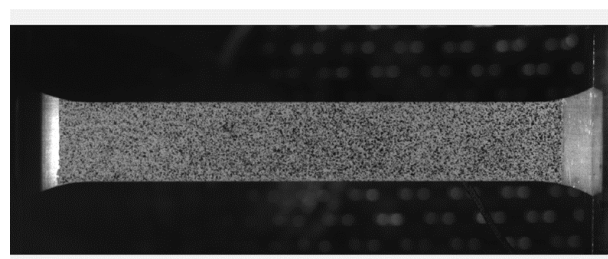


図1 試験片のデジタル画像

\*1 機械電子研究所

試験機は島津製作所製のAG-100 k NX，加熱炉は島津製作所製のTCE-N300，DICの計測はGOM社製のARAMISを使用している。また加熱炉にある観察用の窓は幅60 mm，高さ300 mm程度と狭いため加熱炉を使用する場合は1台のカメラ（画素）で計測を実施する。1台のカメラによる計測ではカメラと試料を正対させる必要があり，カメラは3軸，回転，傾斜が可能なステージ上に固定し，最適な位置で固定できるようにしている。

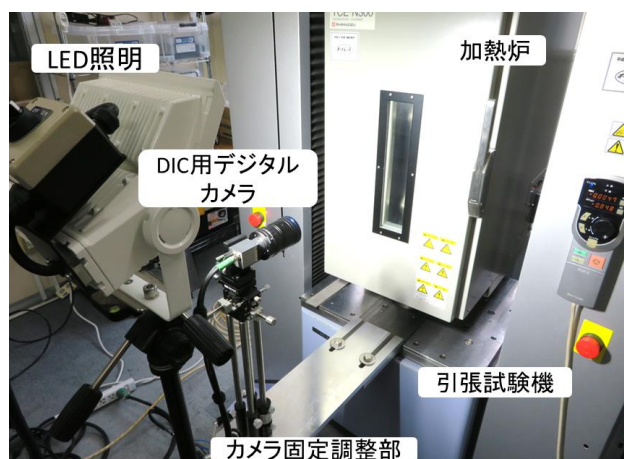


図2 DICによる計測風景

## 2-2 DICを用いた引張試験

今回使用した試験片形状はJIS 13Bで平行部の長さ70 mm，幅12.5 mm，厚み1 mmで，ワイヤー放電加工で作製した。引張試験は，室温，80，150，200，250 °Cの環境温度で，引張速度を0.01，0.1，1 mm/sの3種類で実施した。

次に，DICを用いた引張試験の計測手順を以下に示す。試料表面に艶消し白のスプレー塗料を塗布し，ある程度乾いたところで艶消し黒のスプレー塗料で斑点模様を付ける。塗料が硬化しすぎると塑性変形中にスプレーが剥離するため，完全には硬化しない状態で試験を実施することが破断まで計測を実施する上で重要である。斑点模様のサイズは数ピクセル程度である。引張試験時は試験実施中，時系列に試験片表面のデジタル画像を取り込む。その際，試験機からの荷重データを併せて取り込み，荷重データと関連付けている。なお，ARAMISでは試験中に画像の取り込み枚数を変えることが可能で，微細な変形情報が必要な弾性域は枚数を多く，詳細な情報が必要とならない塑性域は少なく，破断直前などは多くするなどし，解析時間の短縮

や計測データの効率化が可能である。試験終了後，DICにてひずみ評価を行う。ARAMISには予め応力-ひずみ曲線やヤング率，ポアソン比などを評価するツールが用意されており，それを活用した。

## 3 評価結果

図3は引張速度が0.1 mm/s，室温（22 °C）の環境温度で64Tiを応力-ひずみ線図を計測した例で，破断までのひずみが得られているのが分かる。ヤング率を求める範囲を200-600 MPaと設定，ヤング率は115.6 GPaとなった。0.2 %耐力は約980 MPa，引張強さは1021.6 MPaとなった。これらの値は製造メーカーが公表している数値と同等の結果であった<sup>1)5)6)</sup>。図4は引張速度を0.1 mm/sで，異なる試験環境温度で得られた応力-ひずみ線図の計測例である。試験環境温度が高く

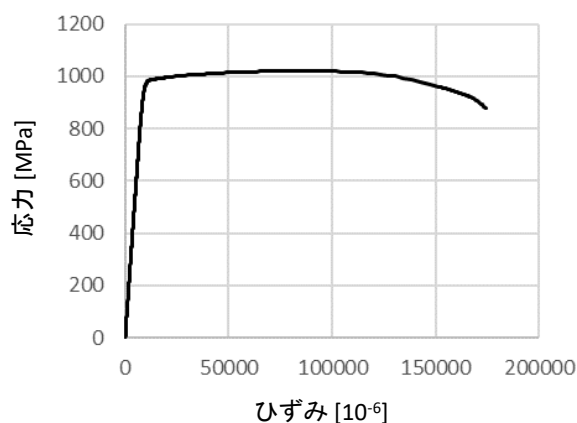


図3 64Tiの応力-ひずみ線図（引張速度：0.1 mm/s，試験環境温度22 °C）

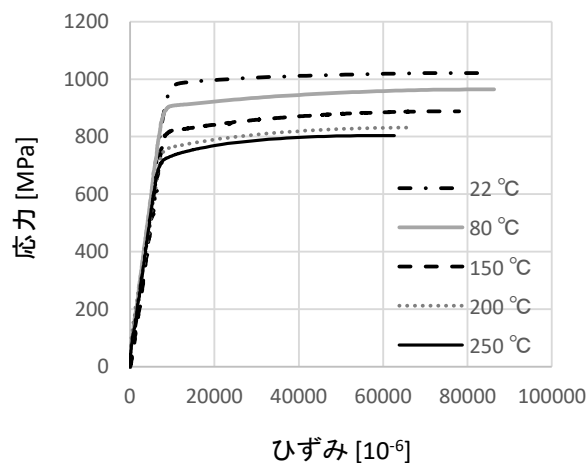


図4 64Tiの試験環境温度別の応力-ひずみ線図（引張速度0.1 mm/s）

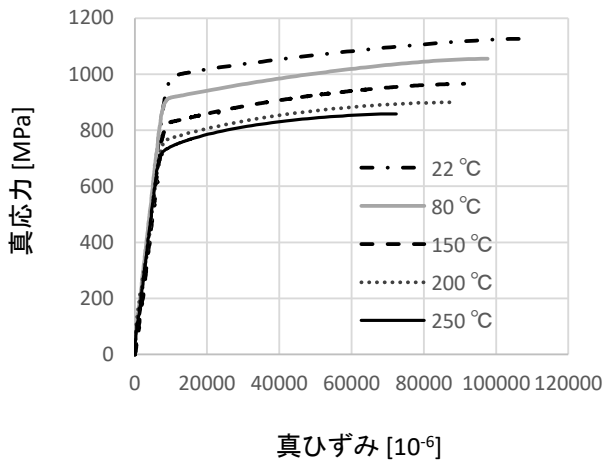


図5 64Ti の試験環境温度別の真応力-真ひずみ線図  
(引張速度 0.1 mm/s)

なるにつれて応力-ひずみ線図が下側に推移しており、温度上昇とともに降伏点、引張強さが低下することが確認できた。これはチタンの強度が温度に依存し、温度が高くなると強度が低下していることを示している。図5は図4の結果を基に、真応力-真ひずみ線図を求めた結果で、構造解析における弾塑性解析で使用するための材料物性値となる。ひずみゲージはひずみ計測で最もよく利用されているが、10%を超えるような塑性変形計測用のひずみゲージは80℃までの計測は可能であるが、それ以上の温度での計測は対応できない。また高温用のひずみゲージは10%を超えるようなひずみ計測はできない。今回使用したDICでは環境温度250℃でも10%を超えるようなひずみ計測が可能であり、高温下での応力-ひずみ線図を計測するための有効な計測手法であることが確認できた。

表1に今回実施した引張試験の結果を示す。図6は表1の結果より引張速度0.1 mm/sの時の引張強さの温度依存性をまとめた結果である。200℃までは引張強さがほぼ線形に低下するが、250℃では低下が緩やかになる特徴がみられる。図7は表1の結果全てについて縦軸に引張強さ、横軸に引張速度でまとめたものである。試験環境温度の違いが区別できるようにしている。室温から200℃までは引張速度が速いほど引張強さが大きい結果が得られており、ひずみ速度が速いほど強度が強くなる結果が得られている。一方で、250℃の環境温度では引張速度0.01 mm/sの引張強さが最も大きな値となり、室温から200℃での結果と

表1 試験結果

	試験速度 [mm/s]	試験温度 [°C]	引張強さ [MPa]
1	0.01	16	1,028.0
2	0.1	16	1,033.6
3	1	16	1,053.3
4	1	17	1,051.0
5	0.1	22	1,020.1
6	0.1	22	1,021.6
7	0.1	22	1,025.7
8	0.1	22	1,024.0
9	0.1	28	1,016.1
10	0.1	28	1,017.1
11	0.01	80	953.6
12	0.1	80	961.5
13	1	80	972.6
14	0.01	150	876.3
15	0.01	150	876.0
16	0.1	150	885.4
17	0.1	150	883.2
18	1	150	898.0
19	1	150	900.4
20	0.01	200	826.0
21	0.01	200	828.8
22	0.1	200	832.4
23	0.1	200	833.9
24	1	200	846.2
25	1	200	847.0
26	1	200	843.9
27	0.01	250	810.0
28	0.01	250	809.8
29	0.1	250	804.7
30	0.1	250	797.8
31	1	250	801.2
32	1	250	807.9

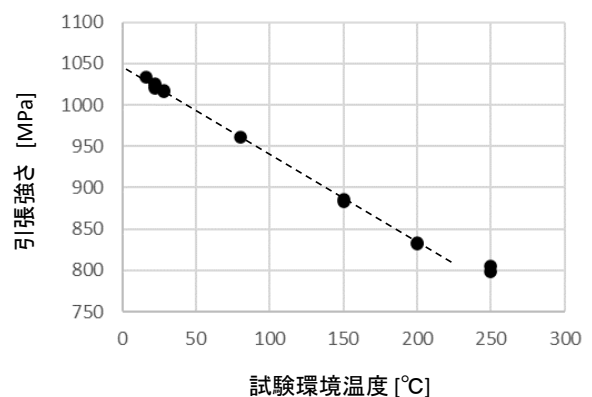


図6 64Ti の試験環境試験温度の違いによる引張強さの比較結果 (引張速度 0.1 mm/s)

異なる。試験終了後、250 °Cの環境温度では、200 °Cまでの試験片では見られなかった試料表面の酸化が観察されており、この酸化が250 °Cでの引張強さに影響を及ぼしているのではないかと推測されるが、現時点では明確にはなっていない。

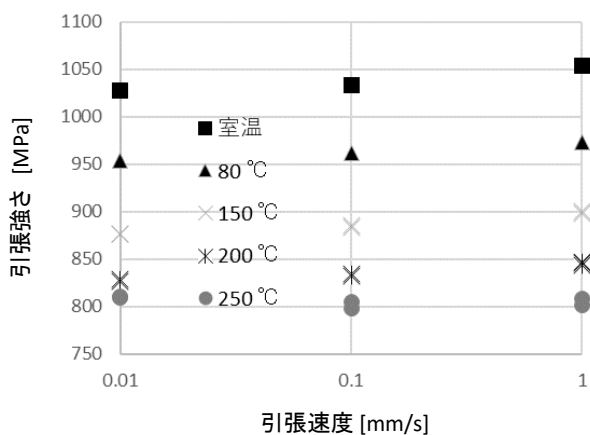


図7 64Tiの試験環境温度別の引張速度の違いによる引張強さの比較結果

#### 4 まとめ

64Tiについてひずみ速度と温度環境をパラメータとした応力-ひずみ線図を取得するため既存の加熱炉を付属する材料試験機とDICを組み合わせた計測手法で室温から250 °Cまでの計測を実施し、DICによる高温環境下で応力-ひずみ計測手法を確立した。また以下の知見が得られた。

- ・試験環境温度として室温から250 °Cで引張試験を実施し、温度が高くなるにつれて降伏点、引張強さが低くなる強度の温度依存性を確かめた。
- ・引張速度が0.01, 0.1, 1 mm/sの試験条件で引張試験を実施し、環境温度200 °Cまではひずみ速度が速くなるにつれて降伏点、引張強さが高くなる強度のひずみ速度依存性を確かめた。ただし、試験環境温度250 °Cでは明確なひずみ速度依存性が得られなかった。理由として表面の酸化の影響があり、今後の検討課題となった。

最後に、これら本研究で得られた知見はデータベース化することで、県内企業の航空機産業参入のための技術試験を実施する。

#### 5 参考文献

- 1) 稲垣育宏, 武智勉, 白井善久, 有安望: 新日鉄住金技報, 396号, pp.23-28 (2013)
- 2) 守谷英明, 長井寿, 河部義邦, 岡田厚正: 鉄と鋼, 82巻, 10号, pp.78-82(1996)
- 3) 小川鉄也, 野島武敏: 材料, 37巻, 421号, pp.41-47 (1988)
- 4) M. A. Sutton, S. R. McNeill, J. D. Helen, and Y. J. Chao: Photomechanics Topics in Applied Physics, Springer-Verlag, vol.77, pp.323-372 (2000)
- 5) 一般社団法人 日本チタン協会ホームページ「技術情報物理的性質」[http://www.titan-japan.com/technology/physical\\_properties.html](http://www.titan-japan.com/technology/physical_properties.html)
- 6) KOBELCO ホームページ「チタンの特性詳細データ」<https://www.kobelco.co.jp/products/titan/files/details.pdf>

# 機械学習を用いたプレス機の異常評価

田口 智之\*1 林 宏充\*1 桑山 健太\*2

## Evaluation of Press Machine Anomalies using Machine Learning

Tomoyuki Taguchi, Hiromitsu Hayashi and Kenta Kuwayama

近年、コンピュータの性能向上やクラウドサービス等による膨大な計算リソースを獲得したことから、機械学習等のAI技術の本格的な活用が始まっている。本研究ではプレス機の音を対象とし、プレス機の異常を音から判断して数値化するAIモデルを開発した。開発したAIモデルの有効性を検証するために、プレス機の正常な状態と明確な異常が発生した状態の評価を実施した。その結果、プレス機に異常が発生する前後で異常値の分布に統計的に有意差があったことから、開発したAIモデルの有効性の確認ができた。

### 1 はじめに

機械から異音が発生する原因の多くは機械及び部品の不良や異常であるが、わずかな音の変化から機械の異常を検知することは、熟練の技術者の経験や勘が頼りであった。しかし、熟練の技術者の退職や労働人口減少により、技術の継承が困難となってきている。そのため、熟練の技術者の知見をAIに学習させることで、機械の異常を数値化し、個人の感覚に依存せず定量的な判断が可能な仕組みを求めるニーズがある。

福岡県の工業統計調査（令和2年度）<sup>1)</sup>によれば、金属製品製造業は県内製造業の中で食料品に次いで2位の事業所数（706）を占め、出荷額（5,679億円）も輸送機械、食料品、鉄鋼に次ぐ4位である。特に北九州地域では、主要な産業の1つとなっている。その金属製品製造においては、様々な機械加工を原材料に施しており、その中でプレス加工は他の機械加工と比較して生産性が高いとされている。そのため、プレス機の不具合が大きな生産性の低下に直結する。

本研究では、機械学習の一種であるディープラーニング（深層学習）により、プレス機から発生する音を異常値として可視化するAIモデル開発とその評価を行った。AIの性能は学習させるデータに依存するため、機械の様々な状態のデータを計測する必要がある。しかし、工場設備の異常発生は稀であり異常な状態も様々である。そこで、正常な音のみを学習する教師なし学習により異常値を算出するAIモデル開発を行った。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 周波数解析

##### 2-1-1 プレス機の録音

プレス機の録音はTASCAM社製DR-70Dを使用した。図1に録音装置の概要を示す。プレス機天井部にはプレス駆動用のモータがあり、センサをモータ台座部に直接固定して録音した。録音はCD品質である、44.1 kHz・16ビットで行った。

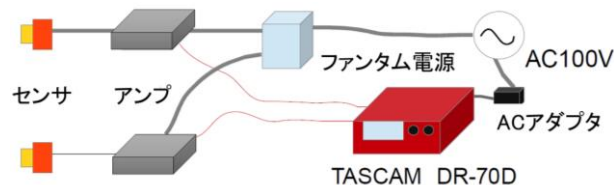


図1 録音装置概要

##### 2-1-2 音声の周波数解析

音データはサイズが非常に大きく、コンピュータのリソースが限られていたため、音データをAIに直接学習させることが困難であった。そこで、周波数解析により特徴的な情報を抽出し、その情報を画像化することでデータ量を抑えることとした。

周波数解析は、抽出した一定区間の音データに短時間フーリエ変換（STFT）処理を行った。STFTは音データの区間の一部領域をオーバーラップさせながら窓関数を掛けフーリエ変換を実行するアルゴリズムである。周波数解析にはプログラミング言語の一種であるPythonと、その言語の数値計算ライブラリであるSciPyを使用した。STFTのパラメータを表1に示す。

\*1 機械電子研究所

\*2 株式会社山本工作所

表1 STFTパラメータ

項目	値
窓関数	カイザー窓 ( $\alpha=4$ )
ウィンドウサイズ	16384
オーバーラップ数	15360
モード	振幅

2-1-3 周波数解析結果の画像化

プレス機の音の低周波数領域は鋼材をプレスする際のインパクト音が支配的であり、異常音がプレス音に紛れてしまうと考えた。そのため、周波数解析結果の画像化は図2のように、インパクト音を除いた区間の周波数の高いほうから1/8の区間（19.29375 kHz～22.05 kHz）を抽出し正規化することで、グレースケール画像を作成した。作成されたグレースケール画像を図3に示す。

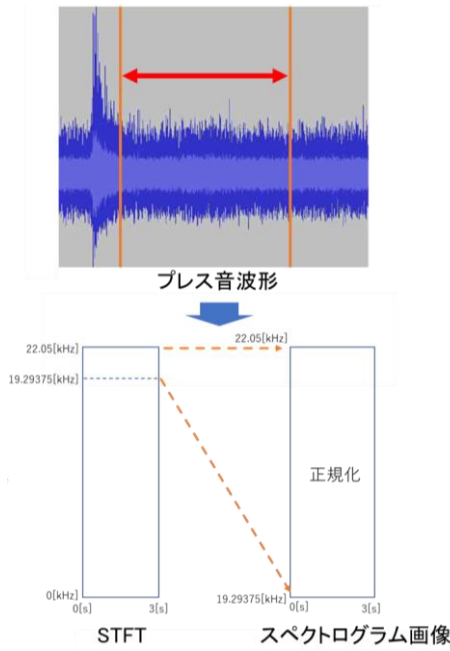


図2 周波数解析結果の画像化

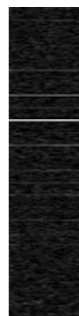


図3 周波数解析結果のグレースケール画像

2-2 AIモデル構築

2-2-1 AIモデルネットワーク

本研究では、教師なし学習の手法であるAutoencoder（自己符号化器）を用いた。Autoencoderとは、ニューラルネットワークの一種であり、入力されたデータを一度圧縮し、重要な特徴量だけを残した後、再度もとの次元に復元処理を行うアルゴリズムである。異常値は、本アルゴリズムにより得られた入出力の差から算出する。

AIモデルの構築および学習にはPythonと、その言語のディープラーニング用のライブラリであるKerasを使用した。AIモデルは、入力層が1層、中間層が13層、出力層が1層の計15層で構成される。入力層と出力層は128（縦）x 128（横）x 1（色）= 16384個である。図4にAIモデルネットワーク全体を示す。

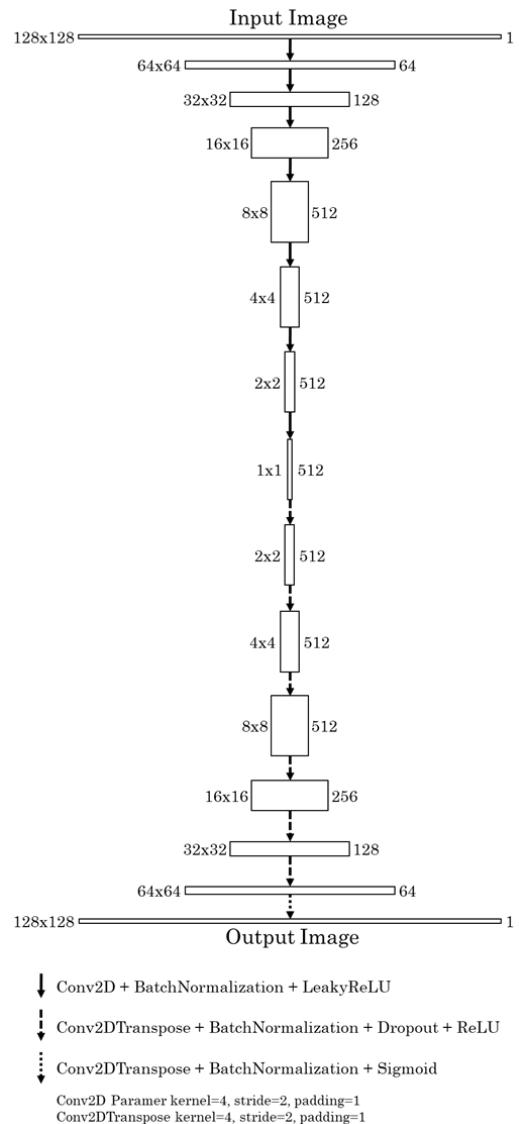


図4 AIモデルネットワーク

## 2-2-2 AIモデルの学習

AIモデルのネットワークを使用して、正常な音の画像データを学習させた。学習データ数は40000、最適化関数はAdam<sup>2)</sup>、損失関数はSSIM<sup>3)</sup> (Structural Similarity)、バッチサイズは16、エポック数は100とした。また、画像化データは128 (縦) x 128 (横) にリサイズしたものを入力としている。

ここでSSIMとは、2つの画像の類似性を測定する手法の一種であり、人間が感じる2つの画像の違いを指標化したものである。数式を(1)に示す。

$$SSIM(x, y) = \frac{(2\mu_x\mu_y + c_1)(2\sigma_{xy} + c_2)}{(\mu_x^2 + \mu_y^2 + c_1)(\sigma_x^2 + \sigma_y^2 + c_2)} \quad (1)$$

SSIMは図5の画像内の小領域毎に算出される。 $x$ 、 $y$  は入力画像と出力画像の小領域の各画素を要素とするベクトルである。また、 $\mu_x$ 、 $\mu_y$ は小領域内の画素値の平均値、 $\sigma_x$ 、 $\sigma_y$ は同小領域内の画素値の標準偏差、 $\sigma_{xy}$ は $x$ と $y$ の共分散、 $c_1$ 、 $c_2$ は定数であり、一般的な値である $c_1=0.01$ 、 $c_2=0.03$ とした。学習の際にはすべての小領域でSSIMを算出し、その平均値を損失関数として使用した。

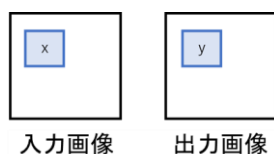


図5 SSIMの小領域

## 2-3 異常値の算出

異常値は学習済みのAIモデルへ入力した画像と出力画像から算出する。まず、入出力された画像の差分の絶対値を取り、一定のしきい値で二値化画像を作成する。次に、全画素数に対する白色画素数の割合で異常値を算出する。今回は、しきい値を画素値の5%である12とした。

## 3 結果と考察

### 3-1 構築したAIモデルによる異常値の算出

図6および図7に正常時と異常時の音の入出力画像とその差分および二値化画像を示す。異常データは、モータ台座締結部のボルトが破断した際のデータである。このときの正常時と異常時の音の異常値はそれぞ

れ0.0014、0.6419であり、正常時から外れた程度が大きいほど異常値が大きくなることが確認できた。

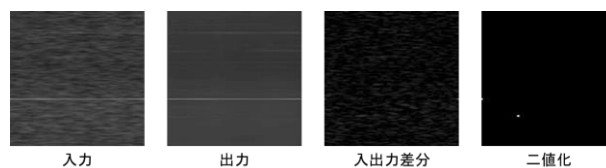


図6 正常音の入出力画像とその差分および二値化

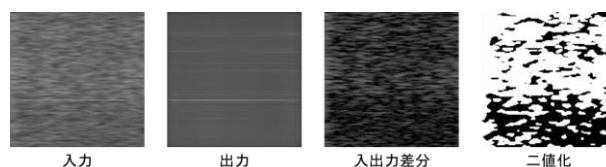


図7 異常音の入出力画像とその差分および二値化

### 3-2 異常値の時系列評価

鋼材をプレスした際に発生するインパクト音をトリガーとして、プレス機の異常値を算出する。異常が発生していない日(2019/12/13)の音データの異常値の時系列グラフを図8に示す。異常が発生していない場合には、終日異常値が0.05未満で推移することが確認できた。

同様に異常が発生していない日(2020/1/20)の音データの異常値の時系列グラフを図9に示す。日中は異常値が0.05未満で推移しているが、18時直前から異常値が上昇する結果が得られた。プレス機の稼働停止前に異常値が上昇する現象は、2020/1/20のみではなく頻発していることが確認された。いずれの場合にも、日中は異常値が0.05未満で推移している。

2020/10/8に実施したプレス機のメンテナンスにて、モータ台座部の4本のボルト全ての破断が確認された。モータ台座部のボルトが破断されたと考えられる期間中の日(2020/9/17)の異常値の時系列グラフを図10に、破断したボルトを図11に示す。ボルトが破断されたと考えられる期間中は、日中の異常値が0.05を大きく超えた数値で推移していることが確認された。この現象は、破断したボルトが交換されるまで続いた。このとき、異常の発生前後の1日間の異常値の分布のp値は $p < 0.001$ となった。p値とは、帰無仮説が正しい場合に、実際に観察された、あるいはそれ以上の2群の差が観察される確率である。今回の結果では、統計的に有意に異常値が変化したといえるため、開発したAIモデルの有効性を確認できた。



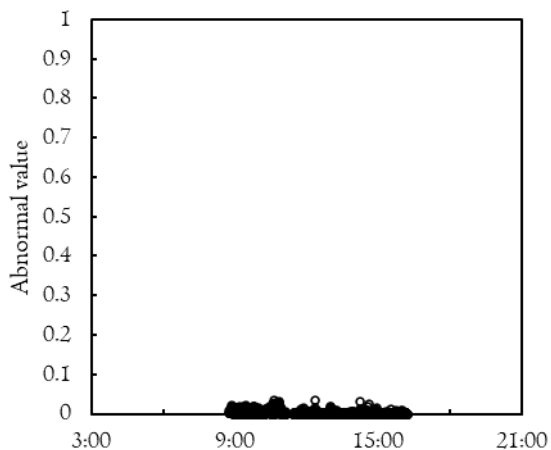


図8 正常時の時系列グラフ (2019/12/13)

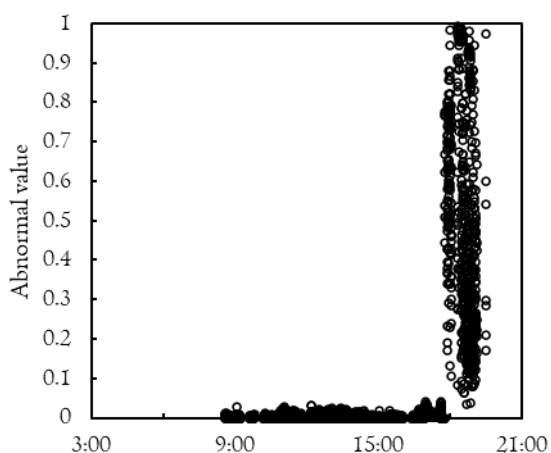


図9 正常時の時系列グラフ (2020/1/20)

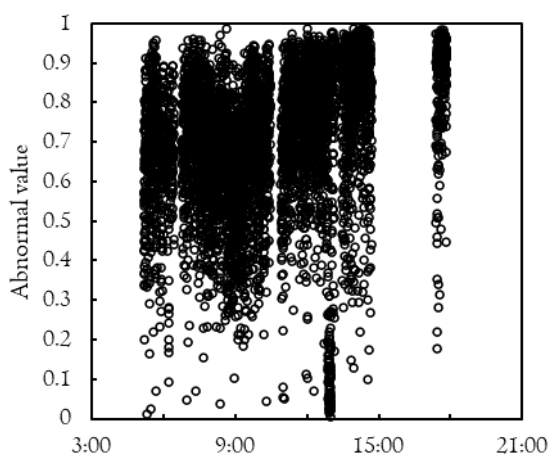


図10 異常時の時系列グラフ (2020/9/17)

### 3-3 考察

プレス機の稼働停止前に異常値が上昇する際の機械的な異常は判明できなかったが、人が知覚できていない異常が発生している可能性はある。また、メンテナンスによる部品の交換や部品の経年劣化等により機械



図11 破断したボルト

の状態は日々変化しているため、正常な状態も日々変化していると考えられる。そのため、正常な状態であるにもかかわらずAIにその状態を学習できていなかったために、プレス機の稼働停止前に異常値が大きい数値で推移した可能性も考えられる。一度AIモデルを構築した後も正常データを継続的に学習し、AIの性能向上に務める必要がある。

### 4 まとめ

本研究では、プレス機の音を対象にAutoencoderを用いたプレス機の異常値を算出するAIモデルの開発と、開発したAIモデルの評価を行った。その結果、プレス機に異常が発生した際には継続的に異常値が0.05を超える値で推移したことから、開発したAIモデルの有効性の確認とプレス機の異常の可視化ができた。

### 5 参考文献

- 1) 福岡県：福岡県 令和2年工業統計調査，福岡県 (2021) (オンライン)，[https://ckan.open-governmentdata.org/dataset/401000\\_kougyoutoukeityousa\\_r2](https://ckan.open-governmentdata.org/dataset/401000_kougyoutoukeityousa_r2)
- 2) D. P. Kingma and J. L. Ba : Adam: a Method for Stochastic Optimization, ICLR, 2015
- 3) Paul Bergmann, Sindy Lowe, Michael Fauser, David Sattlegger, and Carsten Steger : Improving Unsupervised Defect Segmentation by Applying Structural Similarity to Autoencoders, arXiv:1807.02011(2019)

# IoT導入支援キットによる生産管理の見える化及び連携体制構築 ーオープンソースソフトウェアによる無償提供ー

渡邊 恭弘\*1 林 宏充\*1 田口 智之\*1 川畑 将人\*1

## Visualization of Production Management and External Collaboration by IoT Starter Kit - Free Provision by Open Source Software -

Yasuhiro Watanabe, Hiromitsu Hayashi, Tomoyuki Taguchi and Masato Kawabata

製造業の生産性向上のためにはIoT・AIの活用が有効であるが、技術・ノウハウの不足や費用対効果が不明などの理由により、中小企業の生産現場におけるIoT導入は進んでいない。本研究では、県内中小企業が「容易にIoT体験」でき、「効果を実感」できる「IoT導入支援キット」を開発した。本キットは、様々なセンサを備え、生産現場の見える化だけでなく、生産管理の見える化、外部機器・システムとの連携を実現した。更に、開発したソフトウェアをオープンソースソフトウェアとして無償提供することにより、企業自身によるカスタマイズを可能とした。また、支援機関やIoTベンダーと連携して、IoT普及促進のための体制強化を図った。

### 1 はじめに

日本の時間当たり労働生産性は、OECD加盟38カ国中23位（2021年）となっており、主要先進7カ国で見ると、データが取得可能な1970年以降、最下位の状況が続いている<sup>1)</sup>。製造業の生産性向上のためにはIoT・AIの活用が有効であるが、中小企業の生産現場におけるIoT導入は進んでおらず、導入予定を含めても2割強に留まる<sup>2)</sup>。

IoT導入が進まない理由として、技術・ノウハウを持った人材の不足や、活用イメージ・費用対効果が不明、等が挙げられる。つまり、IoT導入を促進させるためには、中小企業自らが「容易にIoT体験」でき、「効果を実感」できる必要がある。

本研究では、WBGT測定システム<sup>3)</sup>や毒劇物管理システム<sup>4)</sup>で培った技術を基に「IoT導入支援キット」を開発した。本キットは、企業ニーズの高い様々なセンサを備え、生産現場の遠隔監視だけでなく、生産管理の状況も遠隔監視可能であり、外部信号出力機能により既存の生産管理システムや外部機器との連携も可能である。また、開発したソフトウェアをオープンソースソフトウェアとして無償提供することにより企業自身によるカスタマイズを可能とした。

本稿では、本キットの構成や機能を報告するとともに、IoT普及促進のための仕組みづくりについても報告する。

### 2 IoT導入支援キットの開発

#### 2-1 ハードウェア構成

中小企業自らが「容易にIoT体験」でき、「効果を実感」できる支援ツールとして「IoT導入支援キット」を開発した（図1参照）。企業自身による製作、カスタマイズを可能とするため、表1に示す汎用品のみで構成している。各種センサデータは本体に逐次保存し、PCやスマートフォン等のWebブラウザを用いて、ネットワーク経由にて遠隔監視が可能である。

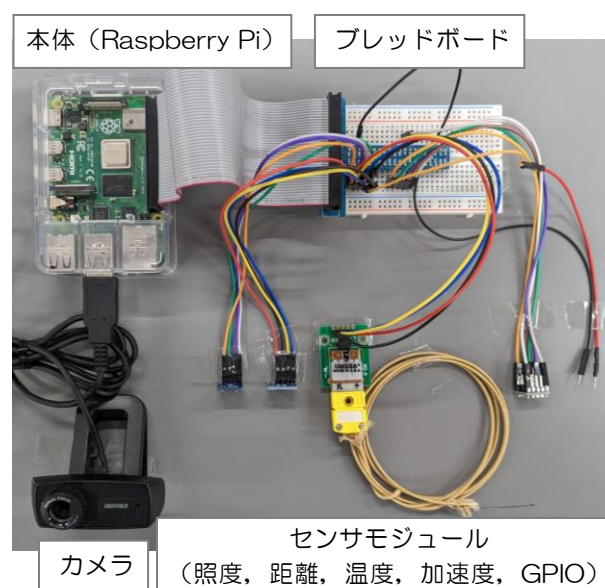


図1 IoT導入支援キットの外観

\*1 機械電子研究所

表1 IoT導入支援キットの主なハードウェア構成

機材	仕様
シングルボードコンピュータ	Raspberry Pi 4 Model B
温度センサ	熱電対温度センサモジュール MCP9600 -200~1350℃
加速度センサ (振動センサ)	9軸センサモジュール (3軸加速度のみを使用) MPU9250 ~2G (~400Hz)
距離センサ	ToF距離センサモジュール VL53L0X ~2m
照度センサ	可視光センサ+赤外光センサ TSL2561 16ビット分解能
カメラ・マイク	マイク内蔵120万画素USBカメラ BSWHD06MBK

## 2-2 ソフトウェア構成

本キットのソフトウェアは、表2に示す汎用ソフトウェアで構成しており、膨大なデータの管理や必要なデータの検索が容易なデータベースを構築した。

ダッシュボードにて様々なデータを統合して表示しており、各種センサデータの現在値及び各種データ・カウンタの時系列表示を確認できる（図2参照）。

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 32bit
開発環境	Node-RED
センサドライバ	Pythonで開発 Node-RED用にデータ形式を変換
ライブラリ	node-red-dashboard:標準ダッシュボード Epoch.js, Plotly:グラフ表示 MJPEG-Streamer:カメラ用入力プラグイン SMBus:I2C通信 spidev:SPI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	InfluxDB:時系列データベース

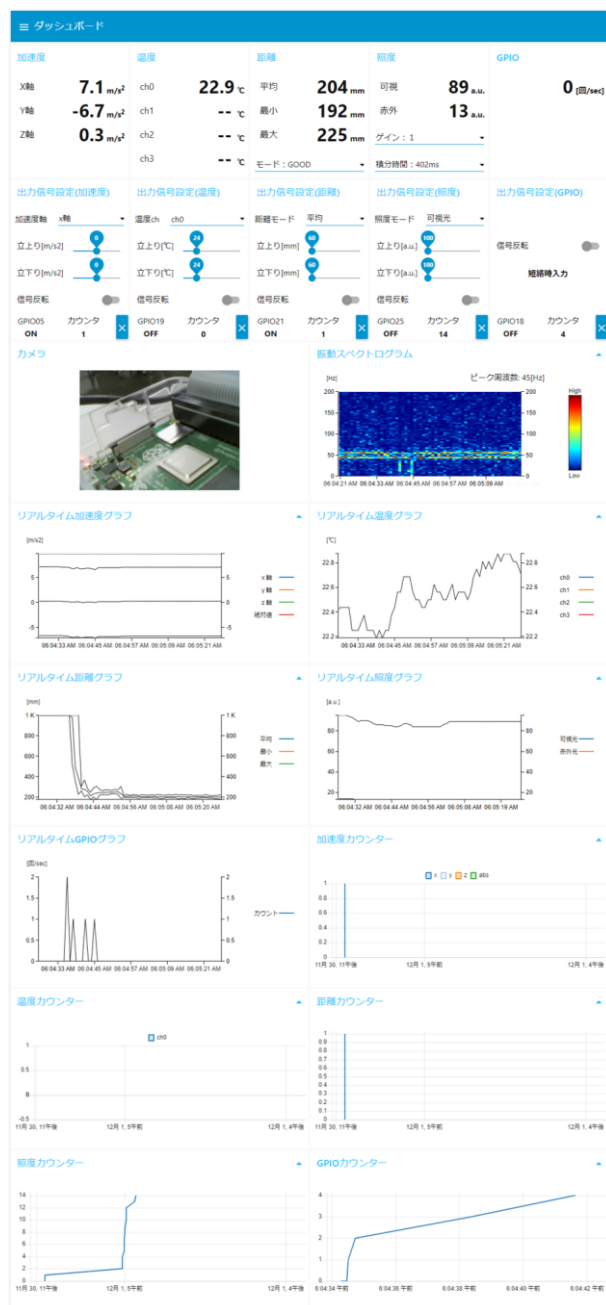


図2 IoT導入支援キットのダッシュボード

## 2-3 生産現場(機器の状態)の見える化

本キットによって「容易にIoT体験」でき、「効果を実感」できる構成を図3に示す。各種センサデータをリアルタイムに表示するとともにデータベースに蓄積することで、任意時間のログ表示（図4参照）を可能とし、生産現場（機器の状態）の見える化を実現した。更に、加速度センサ（振動センサ）の時系列データから周波数スペクトルを計算し、周波数毎の信号成分の強さをリアルタイム表示する振動スペクトログラムを実装した。同じくログ表示（図5参照）で長期間に渡って監視できるため機器の故障予知等に活用できる。

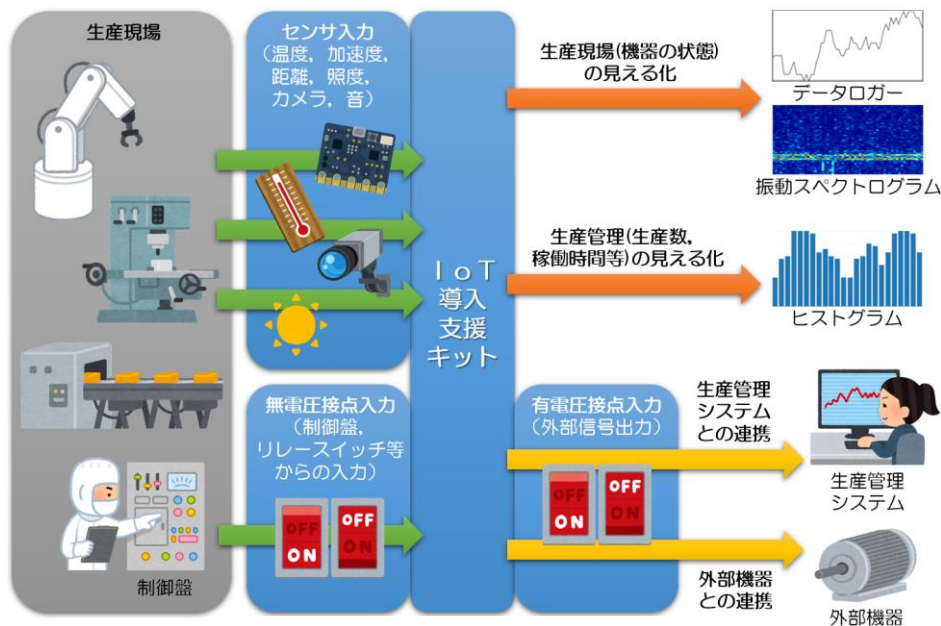


図3 IoT導入支援キットの構成図

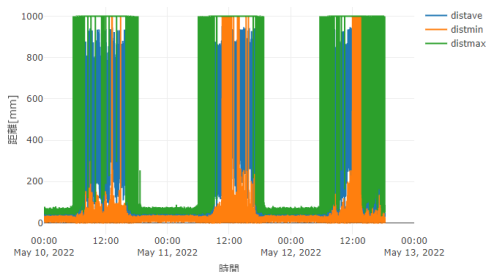


図4 任意時間のログ表示

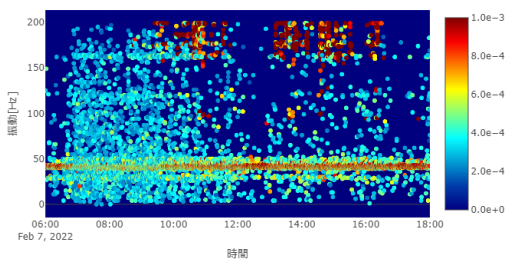


図5 振動スペクトログラムのログ表示

**外部信号出力機能**  
出力端子名：GPIO 05  
状態：ON

出力信号設定(距離)

距離 最大

立上り[mm] 70

立下り[mm] 50

信号反転

GPIO05 カウンタ 4558

図6 カウンタ機能（外部信号出力機能）



図7 カウントグラフ

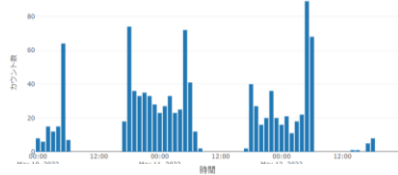


図8 カウントヒストグラム

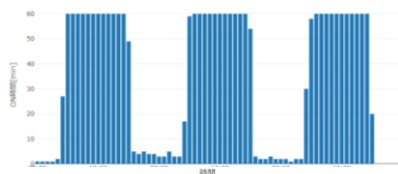


図9 ON時間ヒストグラム

#### 2-4 生産管理(生産数, 稼働時間等)の見える化

生産管理への適用を図るために、各種センサデータをトリガとしたカウンタ機能を実装した（図6参照）。立上り・立下りの閾値に幅を持たせることが可能であるため、データふらつきによる誤カウントを軽減できる。本機能によって、カウント回数をグラフ化でき（図7参照）、生産管理等に応用することができる。

また、単位時間毎のカウント数のヒストグラム表示により、生産効率、サイクルタイム等を可視化でき（図8参照）、単位時間毎のON時間のヒストグラム表示により、装置の稼働時間等を可視化できる（図9参照）。

#### 2-5 外部機器・システムとの連携

既存の生産管理システムや外部機器との連携を可能とするため、各種センサデータのトリガに連動して外部に信号を出力する機能を実装した（図6参照）。この出力信号を他の生産管理システムが受け取ることで連

携が可能となる。同様に、ファンやパトランプ等の外部機器とも連携可能である。

### 3 オープンソースソフトウェアによる無償提供

企業自身によるカスタマイズを可能とするため、開発したソフトウェアにはオープンソースソフトウェアとして表3に示すライセンス<sup>5)</sup>を適用し、キットの作製方法、操作マニュアルとともに福岡県工業技術センターホームページにて2021年3月26日より無償提供を開始した<sup>6)</sup>。

表3 ソフトウェアの適用ライセンス

Apache License, Version 2.0
商用（私用）利用と修正，再配布が可能
修正，再配布の際は，著作権の表示，変更箇所の明示が必要
使用や配布に伴うトラブルについては，自己責任

### 4 活用状況

2022年3月31日時点で本キットに関連して直接支援した企業（22社），連携しているIoTベンダー（6社），普及活動を共にしている支援機関（5機関）を図10に示す。支援企業は県内全域に渡っており，支援機関による間接支援した企業も増加している。また，同時点にてソフトウェアのダウンロード数は約450件であり，県内外で利用企業が拡大している。

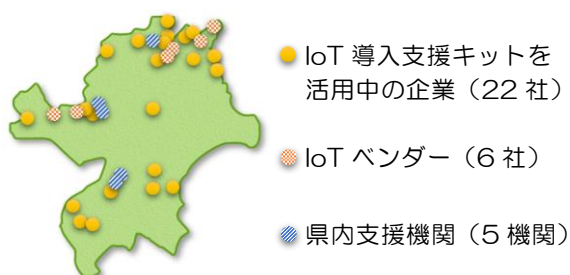


図10 IoT導入支援キットの活用分布

本キットの活用事例を図11に示す。様々な業界，様々な目的でIoTの現場検証が進んでおり，「効果を実感」した企業が本格的にIoTシステム導入を検討するケースも出てきている。そのため，IoTベンダーとの連携強化を積極的に図っており，導入企業のニーズに応じて，適切なIoTベンダーをマッチングするための仕組みづくりにも取り組んでいる。

今後も支援機関やIoTベンダーとの連携を強化・拡

大し，IoT普及促進のためのプラットフォームを構築するとともにそのスケールアップを図っていく。



図11 IoT導入支援キットの活用事例

### 5 まとめ

生産現場の見える化，生産管理の見える化，外部機器・システムとの連携によって，中小企業が「容易にIoT体験」でき，「効果を実感」できる「IoT導入支援キット」を開発した。オープンソースソフトウェアによる無償提供によって，県内外で広く活用されており，IoT普及促進に貢献している。

今後，支援機関，IoTベンダーとの連携を強化し，IoT普及促進のためのプラットフォームを構築する。

### 6 参考文献

- 1) 日本生産性本部：労働生産性の国際比較2021，pp. 1-17(2021)
- 2) 総務省：令和2年通信利用動向調査，pp. 7(2021)
- 3) 林宏充，川畑将人，奥村克博，吉村賢二：福岡県工業技術センター研究報告，No. 29，pp. 41-44(2019)
- 4) 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)
- 5) The Apache Software Foundation：“Apache License, Version 2.0”，The Apache Software Foundation(2004)（オンライン）  
<https://www.apache.org/licenses/LICENSE-2.0>  
 （参照2021-12-24）
- 6) 福岡県工業技術センター：「IoT導入支援キットダウンロードページ」，福岡県工業技術センター（2022）（オンライン）  
<https://www.fitc.pref.fukuoka.jp/information/downloadpage.htm>（参照2022-1-5）