

ISSN 1883-2350

CODEN : SKGKBP

REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE  
No.14 OCTOBER 2021

静岡県工業技術研究所研究報告

第 14 号  
令和 3 年10月

静岡県工業技術研究所研究報告

第14号

(二〇二一)

静岡県工業技術研究所  
静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE  
2078 Makigaya, Aoi-ku, Shizuoka city, Shizuoka, 421-1298 Japan

## 目次

## 静岡県工業技術研究所（静岡）

## I 報 告

- 1 高密着な樹脂めっきの作製  
— ポリカーボネート、PP/CNF 複合材へのめっき技術の検討 —  
..... 田中宏樹、望月玲於、篠原恵吾 1
- 2 高濃度 CNF のマスターバッチを用いた PP/CNF 複合材料の試作と評価  
..... 菅野尚子、小泉雄輔、木野浩成、青木憲治、  
安倍賢次、岡本暢彦、横尾大輔、渡邊隆弘 8
- 3 表面性状の高精度測定と光学シミュレーションへの活用  
— 微小表面幾何構造からの光散乱特性の予測 —  
..... 豊田敏裕、志智 亘、柳原 亘、木野直樹、鬼久保郁雄、鈴木敬明 13
- 4 切削加工面の三次元表面性状測定による反射光分布の計算  
..... 志智 亘、豊田敏裕、柳原 亘 22
- 5 家畜ふん尿の乾燥及び燃料化技術の開発  
..... 岡本哲志、宮原鐘一、佐藤克昭 30

## II 研究ノート

- 1 射出成形における部材金属の表面特性向上に関する研究  
— 剥離性評価試験条件の検討 —  
..... 稲葉彩乃、小泉雄輔、菅野尚子、木野浩成 34
- 2 CNF を活用したプラスチック製品の試作開発  
..... 小泉雄輔、菅野尚子、木野浩成、山田政臣、長橋秀育 37
- 3 微細曲面の表面性状評価技術について  
..... 柳原 亘 40
- 4 曲面が発光する照明器具の配光測定方法（第1報）  
..... 豊田敏裕、田代知範、大久保和明、山内泰樹 43
- 5 工業技術研究所の IoT 導入支援について  
— 静岡県 IoT 推進ラボのリニューアル —  
..... 赤堀 篤、望月紀寿、望月建治、大澤洋文、竹居 翼、岩崎清斗、  
山口智之、鬼久保郁雄、鈴木敬明 47

6	中小企業へのIoT導入支援の実例(第2報) —自作型IoTシステムの使いやすさ評価について— .....	岩崎清斗、山口智之、宮川昌久、山下敏弘	50
7	中小企業へのIoT導入支援の実例IV —大学連携講座について— .....	山口智之、赤堀 篤、望月紀寿、望月建治、 大澤洋文、竹居 翼、岩崎清斗	52
8	静岡県で収穫された山椒の芳香蒸留水 .....	渡瀬隆也、松野正幸、山下里恵	54
9	小児・嚥下困難者向け錠剤粉碎技術の開発 —病院・薬局での調剤作業簡易化を目指して— .....	松野正幸、宮寄靖則、森野和喜	59
10	CNFを活用したアロマ基礎化粧品の開発 .....	石橋佳奈、山下里恵、柏木 敏、伊藤圭祐、寺田祐子	61
11	衝撃荷重を用いた椅子の背もたれの強度試験方法の提案 .....	菊池圭祐、渡邊雅之、村松重緒、長澤 正	63
12	木工プレス機の荷重管理状況調査 —プレス荷重の「見える化」について— .....	渡邊雅之、菊池圭祐、村松重緒、長澤 正	65
13	積層板の音響特性における接着剤の影響 .....	村松重緒、長澤 正、菊池圭祐、渡邊雅之	68

### Ⅲ 抄 録

1	互跪姿勢による疲労感の軽減効果 —酪農業における搾乳中の作業姿勢の提案— .....	大賀久美、船井 孝	70
2	脱灰処理による竹活性炭の細孔構造変化と電気二重層キャパシタ特性の向上 .....	菊池圭祐、山下里恵、蓮見啓悟	71

## 沼津工業技術支援センター

### I 報 告

1	医療用チタン合金の鍛造条件を探索するためのシミュレーションシステムの開発 .....	是永宗祐、松下五樹、本多正計	73
---	-----------------------------------------------	----------------	----

- 2 データ圧縮アルゴリズムを活用した画像認識 AI における効率的学習手法の開発  
 ..... 松下五樹 76

## II 研究ノート

- 1 海洋資源からのサワービール用乳酸菌の分離と評価  
 ..... 黒瀬智英子、勝山 聡 80

## 富士工業技術支援センター

### I 報 告

- 1 リファイナーを用いた CNF 製造の試み  
 ..... 河部千香、田中翔悟、大竹正寿、武安裕也、山村延彦 83
- 2 計測・センシング技術の動物繁殖現場への応用展開（第2報）  
 ..... 井出達樹、齊藤将人、真野 毅、小熊亜津子、大村学海、永田浩章、  
 小林信明、一言貴則 89

## II 研究ノート

- 1 X線 CT による PP/CNF 複合材の分散性評価  
 ..... 田中翔悟 95

## 浜松工業技術支援センター

### I 報 告

- 1 カラーイメージングによる表面粗さ推定  
 ..... 中野雅晴、太田幸宏、岡田 楓、加藤 誠 97
- 2 光散乱解析による不透明な試料の偏光計測の可否判定  
 ..... 太田幸宏 103
- 3 材料評価・解析のスキルアップに向けたサンプリングメソッドの開発（第2報）  
 ..... 吉岡正行、田光伸也、植松俊明、長田貴将、小粥基晴、伊藤芳典 107
- 4 X線回折による非破壊、非接触の硬さ測定（第1報）  
 — 熱処理された鉄鋼材料の半価幅と硬さの関係 —  
 ..... 小粥基晴、植松俊明、内山宗久、寺本圭伸 114

## II 研究ノート

- 1 計測用 X線 CT の精度評価  
 ..... 針幸達也、岩澤 秀、長津義之、渥美博安 121
- 2 EPMA および XRF を用いた黒色クロムめっきの元素分析  
 ..... 長田貴将、田光伸也 123



3	軽量高強度材料 (CFRP) の高効率成形技術の確立 I — CFRP の基材となる UD テープ製造技術の確立 — .....	長房秀幸、森田達弥、鈴木重好、鈴木一之	125
4	軽量高強度材料 (CFRP) の高効率成形技術の確立 II — 成形条件が成形品の品質に与える影響 — .....	森田達弥、長房秀幸、鈴木重好、鈴木一之	128

### Ⅲ 抄 録

1	サブナノ秒マイクロチップレーザーによるレーザーピーンフォーミングの変形特性 .....	鷺坂芳弘、川崎泰介、Vincent YAHIA、平等拓範、佐野雄二	131
2	塩化ニッケルめっき浴によるラフネス構造を利用した撥水性皮膜の作製 .....	田光伸也、望月智文、仲山昌宏、小土橋陽平、田代雄彦	132
3	塩化ニッケルめっき浴による2層ラフネス構造を利用した撥水性皮膜 .....	田光伸也、望月智文、仲山昌宏、小土橋陽平、田代雄彦	133
4	シアン化金めっき浴によるラフネス構造の形成と撥水化 .....	田光伸也、谷口 諒、仲山昌宏、小土橋陽平、田代雄彦	134

# 分野別目次

## バイオ分野

### I 研究ノート

- 1 海洋資源からのサワービール用乳酸菌の分離と評価  
 ..... 黒瀬智英子、勝山 聡 80

## 食品分野

### I 研究ノート

- 1 静岡県で収穫された山椒の芳香蒸留水  
 ..... 渡瀬隆也、松野正幸、山下里恵 54
- 2 小児・嚥下困難者向け錠剤粉碎技術の開発  
 — 病院・薬局での調剤作業簡易化を目指して —  
 ..... 松野正幸、宮寄靖則、森野和喜 59

## 環境分野

### I 報 告

- 1 家畜ふん尿の乾燥及び燃料化技術の開発  
 ..... 岡本哲志、宮原鐘一、佐藤克昭 30

## 光分野

### I 報 告

- 1 表面性状の高精度測定と光学シミュレーションへの活用  
 — 微小表面幾何構造からの光散乱特性の予測 —  
 ..... 豊田敏裕、志智 亘、柳原 亘、木野直樹、鬼久保郁雄、鈴木敬明 13
- 2 切削加工面の三次元表面性状測定による反射光分布の計算  
 ..... 志智 亘、豊田敏裕、柳原 亘 22
- 3 カラーイメージングによる表面粗さ推定  
 ..... 中野雅晴、太田幸宏、岡田 楓、加藤 誠 97
- 4 光散乱解析による不透明な試料の偏光計測の可否判定  
 ..... 太田幸宏 103

### II 研究ノート

- 1 曲面が発光する照明器具の配光測定方法（第1報）  
 ..... 豊田敏裕、田代知範、大久保和明、山内泰樹 43

### III 抄 録

- 1 サブナノ秒マイクロチップレーザーによるレーザーピーンフォーミングの変形特性  
 ..... 鷺坂芳弘、川崎泰介、Vincent YAHIA、平等拓範、佐野雄二 131

## 材料分野

### I 報 告

- 1 高密着な樹脂めっきの作製  
— ポリカーボネート、PP/CNF 複合材へのめっき技術の検討 —  
..... 田中宏樹、望月玲於、篠原恵吾 1
- 2 高濃度 CNF のマスターバッチを用いた PP/CNF 複合材料の試作と評価  
..... 菅野尚子、小泉雄輔、木野浩成、青木憲治、  
安倍賢次、岡本暢彦、横尾大輔、渡邊隆弘 8
- 3 リファイナーを用いた CNF 製造の試み  
..... 河部千香、田中翔悟、大竹正寿、武安裕也、山村延彦 83
- 4 材料評価・解析のスキルアップに向けたサンプリングメソッドの開発 (第2報)  
..... 吉岡正行、田光伸也、植松俊明、長田貴将、小粥基晴、伊藤芳典 107
- 5 X 線回折による非破壊、非接触の硬さ測定 (第1報)  
— 熱処理された鉄鋼材料の半価幅と硬さの関係 —  
..... 小粥基晴、植松俊明、内山宗久、寺本圭伸 114

### II 研究ノート

- 1 射出成形における部材金属の表面特性向上に関する研究  
— 剥離性評価試験条件の検討 —  
..... 稲葉彩乃、小泉雄輔、菅野尚子、木野浩成 34
- 2 CNF を活用したプラスチック製品の試作開発  
..... 小泉雄輔、菅野尚子、木野浩成、山田政臣、長橋秀育 37
- 3 CNF を活用したアロマ基礎化粧品の開発  
..... 石橋佳奈、山下里恵、柏木 敏、伊藤圭祐、寺田祐子 61
- 4 X 線 CT による PP/CNF 複合材の分散性評価  
..... 田中翔悟 95
- 5 EPMA および XRF を用いた黒色クロムめっきの元素分析  
..... 長田貴将、田光伸也 123
- 6 軽量高強度材料 (CFRP) の高効率成形技術の確立 I  
— CFRP の基材となる UD テープ製造技術の確立 —  
..... 長房秀幸、森田達弥、鈴木重好、鈴木一之 125

- 7 軽量高強度材料（CFRP）の高効率成形技術の確立Ⅱ  
 ー 成形条件が成形品の品質に与える影響 ー  
 ..... 森田達弥、長房秀幸、鈴木重好、鈴木一之 128

### Ⅲ 抄 録

- 1 塩化ニッケルめっき浴によるラフネス構造を利用した撥水性皮膜の作製  
 ..... 田光伸也、望月智文、仲山昌宏、小土橋陽平、田代雄彦 132
- 2 塩化ニッケルめっき浴による2層ラフネス構造を利用した撥水性皮膜  
 ..... 田光伸也、望月智文、仲山昌宏、小土橋陽平、田代雄彦 133
- 3 シアン化金めっき浴によるラフネス構造の形成と撥水化  
 ..... 田光伸也、谷口 諒、仲山昌宏、小土橋陽平、田代雄彦 134

## 機械電子分野

### Ⅰ 報 告

- 1 医療用チタン合金の鍛造条件を探索するためのシミュレーションシステムの開発  
 ..... 是永宗祐、松下五樹、本多正計 73
- 2 データ圧縮アルゴリズムを活用した画像認識 AI における効率的学習手法の開発  
 ..... 松下五樹 76
- 3 計測・センシング技術の動物繁殖現場への応用展開（第2報）  
 ..... 井出達樹、齊藤将人、真野 毅、小熊亜津子、大村学海、永田浩章、  
 小林信明、一言貴則 89

### Ⅱ 研究ノート

- 1 微細曲面の表面性状評価技術について  
 ..... 柳原 亘 40
- 2 工業技術研究所の IoT 導入支援について  
 ー 静岡県 IoT 推進ラボのリニューアル ー  
 ..... 赤堀 篤、望月紀寿、望月建治、大澤洋文、竹居 翼、岩崎清斗、  
 山口智之、鬼久保郁雄、鈴木敬明 47
- 3 中小企業への IoT 導入支援の実例（第2報）  
 ー 自作型 IoT システムの使いやすさ評価について ー  
 ..... 岩崎清斗、山口智之、宮川昌久、山下敏弘 50
- 4 中小企業への IoT 導入支援の実例Ⅳ  
 ー 大学連携講座について ー  
 ..... 山口智之、赤堀 篤、望月紀寿、望月建治、  
 大澤洋文、竹居 翼、岩崎清斗 52

5 計測用 X 線 CT の精度評価	針幸達也、岩澤 秀、長津義之、渥美博安	121
--------------------	---------------------	-----

## ユニバーサルデザイン・工芸分野

### I 研究ノート

1 衝撃荷重を用いた椅子の背もたれの強度試験方法の提案	菊池圭祐、渡邊雅之、村松重緒、長澤 正	63
2 木工プレス機の荷重管理状況調査 — プレス荷重の「見える化」について —	渡邊雅之、菊池圭祐、村松重緒、長澤 正	65
3 積層板の音響特性における接着剤の影響	村松重緒、長澤 正、菊池圭祐、渡邊雅之	68

### II 抄 録

1 互跪姿勢による疲労感の軽減効果 — 酪農業における搾乳中の作業姿勢の提案 —	大賀久美、船井 孝	70
2 脱灰処理による竹活性炭の細孔構造変化と電気二重層キャパシタ特性の向上	菊池圭祐、山下里恵、蓮見啓悟	71

REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE

静岡県工業技術研究所研究報告

静岡県工業技術研究所  
静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE  
2078 Makigaya, Aoi-ku, Shizuoka city, Shizuoka, 421-1298 Japan

## 高密着な樹脂めっきの作製

— ポリカーボネート、PP/CNF 複合材へのめっき技術の検討 —

金属材料科 田中宏樹 望月玲於  
丸長鍍金株式会社 篠原恵吾

## Preparation of highly adherent resin plating

— Examination of plating on polycarbonate, polypropylene, and polypropylene/cellulose nanofiber composites —

TANAKA Hiroki, MOCHIZUKI Reo and SHINOHARA Keigo

In this paper, the authors examine an alternative plating method that involves the use of low environmental load etching without chromic acid treatment on polycarbonate (PC), polypropylene (PP), and polypropylene/cellulose nanofiber composites (PP/CNF composites).

When PC plating was performed by using a plating method that included chromic acid treatment as a reference experiment, the average adhesion strength was about 12 N/cm. When a plating method that included both ozone gas treatment and alkali treatment was employed as an alternative to chromic acid treatment, the maximum adhesion strength was about 3 N/cm. Furthermore, when a plating method that included alkali treatment was employed, the maximum adhesion strength was about 12 N/cm, although the measurement error was large in this case.

The results of an examination of the plating method that included ozone gas treatment on PP and PP/CNF composites showed that the CNF compounding tends to improve plating adhesion. The authors obtained a maximum plating adhesion strength of about 1 N/cm by applying an aging treatment after electroless plating.

The results obtained in this paper are expected to be utilized in the commercialization of automotive parts by employing PC and PP plating that involves the use of low environmental load etching.

Keywords : plating, polycarbonate, polypropylene, cellulose nanofiber, ozone

本研究では、ポリカーボネート (PC)、ポリプロピレン (PP) 及びPPとセルロースナノファイバーの複合材 (PP/CNF 複合材) へクロム酸を用いない低環境負荷のエッチングによる高密着なめっき法を検討した。

PCにおいて、対照実験として行ったクロム酸処理を含むめっき法で平均約12 N/cm、クロム酸処理の代替としてオゾンガス処理及びアルカリ処理を用いためっき法では最大約3N/cm、クロム酸処理の代替としてアルカリ処理を用いためっき法では、ばらつきが大きいものの最大約12 N/cmの密着強度のめっき試料が得られた。

また、PP、PP/CNF 複合材において、オゾンガス処理を用いためっき法を検討した結果、CNF 複合化によってめっき密着力が向上する傾向が見られ、無電解めっき後のエイジングによって最大約1N/cm程度のめっき密着強度が得られた。

本研究で得られた知見は、低環境負荷のエッチングを用いてめっきを施したPCやPPを材料とした自動車部品等の製品化への貢献が期待される。

キーワード : めっき、ポリカーボネート、ポリプロピレン、CNF、オゾン

## 1 はじめに

EVシフトによる車体軽量化のため、自動車部品の材料を金属から樹脂へ置き換える動きが加速している。樹脂材料に高品質なめっきを施すことが出来れば、耐久性、意匠性や電磁シールド性を付与でき、樹脂材料の用途拡大が期待できる。しかし、現行技術ではクロム酸等を用いた前処理（エッチング）の環境負荷が大きいことや、ABS樹脂以外の樹脂へのめっきが難しいことが普及の課題となっている。

ポリカーボネート（PC）は軽量、高靱性、成型加工性に優れるという利点からガラスの代替として検討されており<sup>1)</sup>、蒸着等によって表面に金属薄膜を形成させることでミラー材料としての活用も期待されてい

る。また、透明PCを用いてめっきをすることにより、ハーフミラーや透光性のあるフィルタを作製することができる<sup>2)</sup>。

ポリプロピレン（PP）は、樹脂の中では比重が小さく、優れた機械物性や成形加工性等を持つことから、自動車部品用の樹脂材料の約半分を占め、自動車用樹脂材料の主流となっている<sup>3)</sup>。また、近年、自動車業界ではPPのさらなる機械特性の向上や化石資源由来原料の使用量削減等を目的として、植物由来であり、鉄鋼に対して5倍程度の引張強度を持つとされる、セルロースナノファイバー（CNF）をPPに複合化する技術への取組みが盛んになっている<sup>4)</sup>。

本研究ではPC、PP及びPP/CNF複合材を対象

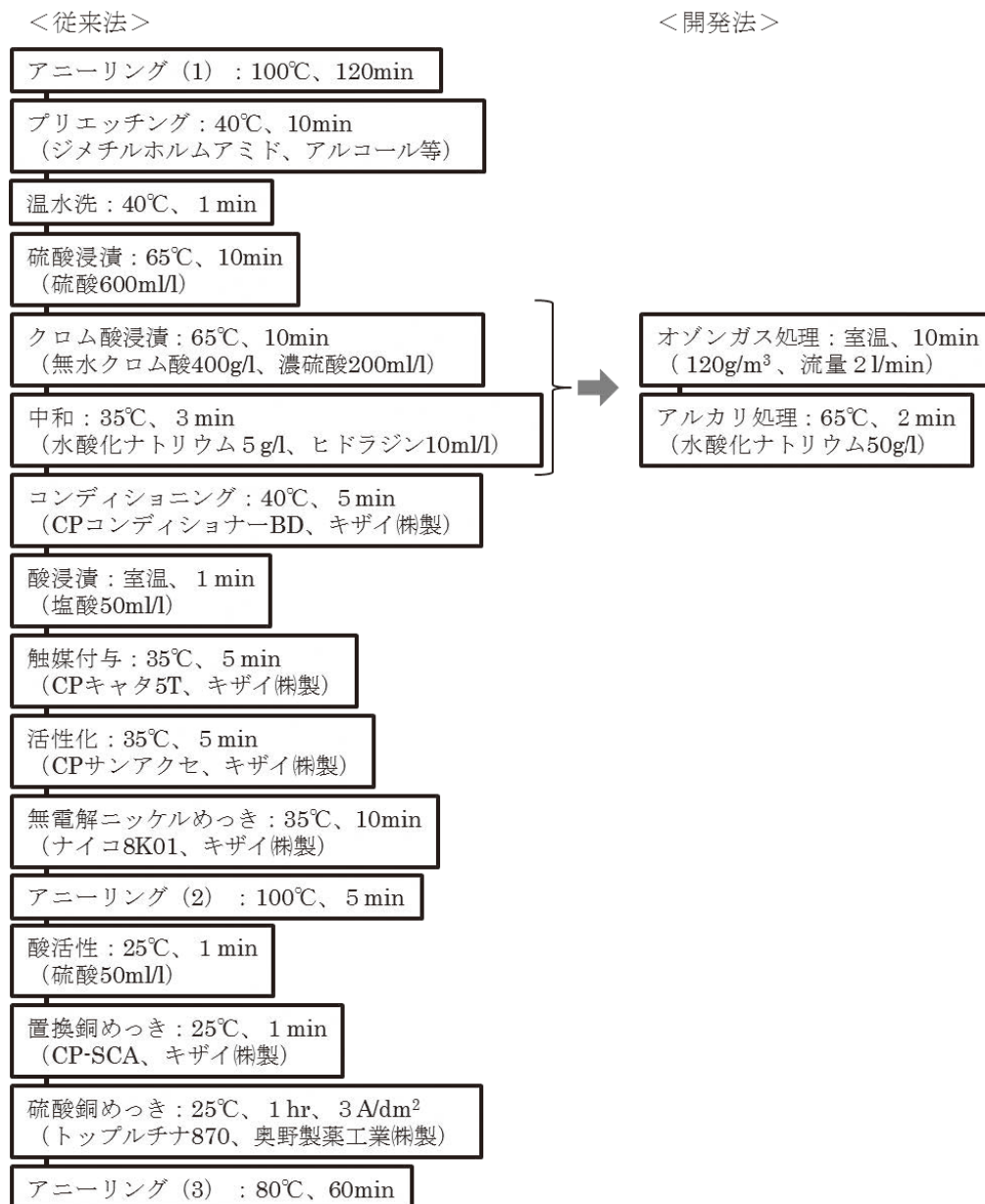


図1 PCの標準めっき工程



に、環境負荷の少ないエッチング法による高密着なめつき技術の開発を目指した。

## 2 方法

### 2.1 低環境負荷のエッチング法での樹脂へのめつき作製方法

#### (1) PC へのエッチング方法とめつき作製方法

PC へのめつき法は、エッチング処理としてクロム酸を用いためつき法（従来法）、並びにエッチング工程の環境負荷の低い方法としてオゾンガス処理及びアルカリ処理を用いためつき法（開発法）を検討した（図1）。

従来法では、アニーリング（1）による応力除去の後、表面改質のために有機溶剤浸漬（プリエッチング）、温水洗、硫酸浸漬及びクロム酸浸漬を行った。なおプリエッチングの液組成は佐藤らの報告<sup>5)</sup>を参考とした。その後、中和、コンディショニング、酸浸漬、触媒付与、活性化及び無電解ニッケルめつきを実施した。さらに、酸活性、置換銅めつき及び硫酸銅めつきを実施した。無電解ニッケルめつき及び硫酸銅めつき後には、めつき時に付着した水分及び水素ガス除去等のためにアニーリング（2）及び（3）を行った。

開発法では、従来法を基本として、硫酸浸漬後にオゾンガス処理を実施し、その後、梅田らの条件<sup>6)</sup>を参考としてアルカリ処理を実施した。プリエッチング、硫酸浸漬及びオゾンガス処理の処理時間を変化させてめつきを施し、めつき密着強度試験用の試料とした。

#### (2) PP/CNF 複合材の樹脂調製方法

PP/CNF 複合材は、PP、CNF10wt%及び相溶化剤を混練して樹脂板を調製した。混練には2軸混練押出機（テクノバル株式会社 KZW20TW-45MG-NH-1100-SKG）を用いた。混練時のスクリー回転数は200rpm、温度は180℃として押出を行いフィラメントとし、ペレタイザを用いてペレット調製した。ペレットは80℃で8時間以上乾燥したのちに、樹脂プレス機を用いて、180℃、4.1kPa、5分の条件でプレス成型を行って樹脂板とした。

#### (3) PP 及び PP/CNF 複合材へのめつき方法

PP 及び PP/CNF 複合材へのエッチングはオゾンガス処理及びアルカリ処理を用いた（図2）。プリエッチング およびオゾンガス処理の処理時間を変化させた各条件でオゾンガス処理の工程まで行った後、表面改質効果を評価した。また、同様に処理時間を変化させてめつきを施し、めつき密着強度試験用の試料とした。

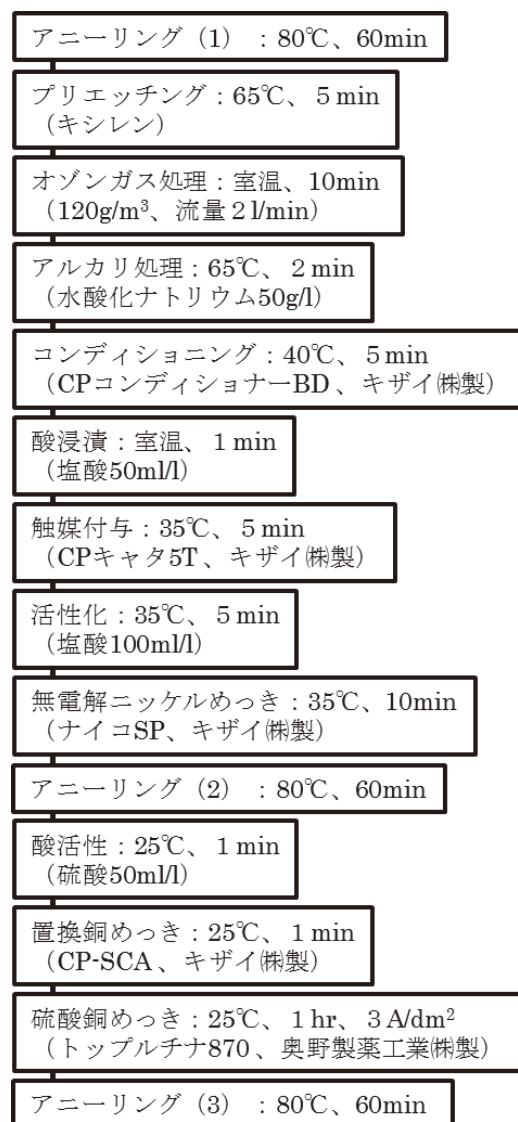


図2 PP 及び PP/CNF 複合材の標準めつき工程

## 2.2 評価方法

### (1) 表面改質効果の評価

2.1 (3) の試料を用いて、表面粗さ（面の算術平均高さ Sa）及び試料表面の濡れ性（水滴接触角）を評価した。Sa は白色光干渉計 Talysurf CCI HD（アメテック株式会社）、水滴接触角は接触角計測装置 Theta（Biolin Scientific 社製）を用いて評価した。

### (2) めつき密着力の評価

2.1 (1)、2.1 (3) のアニーリング（2）の後の試料（図1）を用いて、めつき密着力の評価として、テープ剥離試験及び密着強度試験を行った。テープ剥離試験においてめつきの剥離量が少なかった条件に対して、さらに硫酸銅めつき及びアニーリング（3）まで行い、その後、密着強度試験を実施し密着力を評価した。密着強度の目標値は JIS H 8630 で必要とされる

5.0 N/cm とした。

テープ剥離試験は、無電解ニッケルめっき及びアニーリング (2) 後の試料について、セロハンテープ (JIS Z 0237 に従い測定した粘着力 3.93 N/cm) を密着させた後に引き剥がし、剥離した無電解ニッケルめっきの面積を解析ソフトを用いて算出し、めっきの剥離面積が小さいほどめっきの密着力が高いとして評価した。

密着強度試験は、硫酸銅めっき及びアニーリング (3) 後の試料へ幅 10mm の切れ込みを入れて皮膜の一部を試料から引き剥がし、専用の治具で掴み、90° 方向へ、引き剥がし速度 0.40mm/s で剥離した際の密着強度 (引きはがし強度) を 精密万能試験機 AG-X plus (梶島津製作所製) を用いて測定した。測定の間隔は 0.1s とし、密着強度の平均値、最大値、最小値を求めた。

### 3 結果および考察

#### 3.1 PC のめっき密着力の評価

従来法において、無電解ニッケルめっき後の剥離はなく、密着強度は平均 11.7N/cm、最大 12.7N/cm、最小 10.3N/cm であり、目標値以上となった。

オゾンガス処理及びアルカリ処理を用いためっき法においてプリエッチング液の処理時間を検討した結果、プリエッチング時間が6分の場合無電解めっき後のテープ剥離試験においてめっき皮膜の剥離がほぼ見られず、最もめっき密着力が高い傾向が見られた (図3)。このことから、プリエッチング時間を6分、オゾンガス処理時間を 10 分に固定して硫酸浸漬時間を変化させて密着強度試験を行った結果、処理時間7分以上でめっき密着強度が上昇する傾向が見られた (図4)。ポリスチレンの硫酸への浸漬処理によりめっき密着力が向上するとともにスルホ基が形成されるという報告<sup>7)</sup> や、ポリイミドの水酸化カリウム水溶液への浸漬処理によりめっき密着力の向上とともにカルボキシル基及びカルボキシラートイオンが形成されるという報告<sup>8)</sup> があり、これらの官能基は樹脂表面の濡れ性を向上させる効果がある。本研究でも同様の処理を行っているため、処理後の PC にこれらの親水基が形成され、めっき密着力が向上した可能性がある。

さらに硫酸浸漬時間を 10 分に固定し、オゾンガス処理時間を 0～10 分に変化させた。オゾンガス処理0分の場合の密着強度は平均約 8N/cm、最大約 12N/cm、

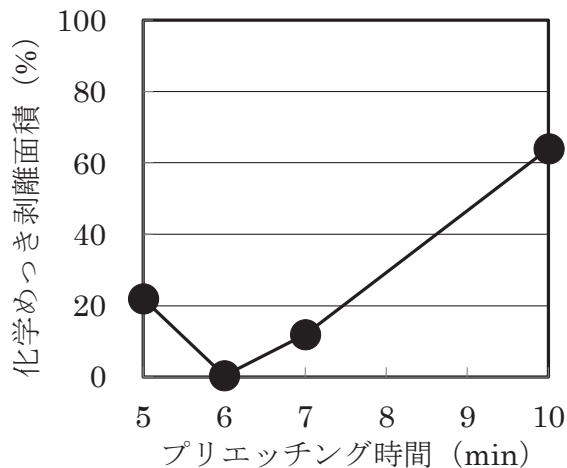


図3 プリエッチング時間とめっき密着性 (PC)

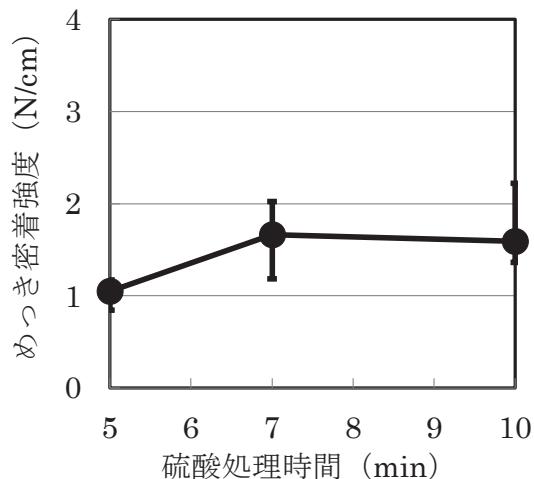


図4 硫酸処理時間とめっき密着力 (PC)  
エラーバー：最大値及び最小値

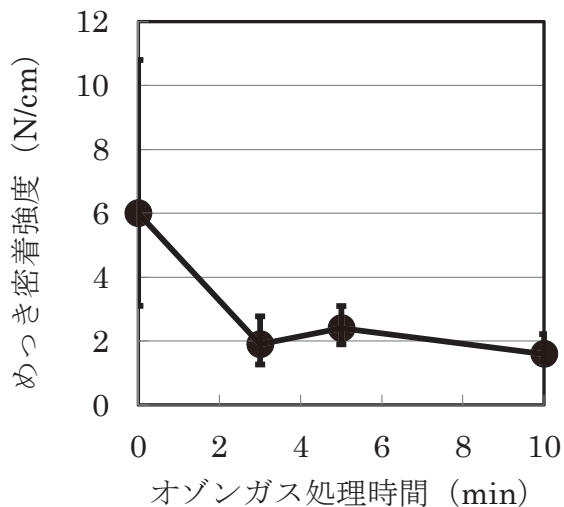


図5 オゾンガス処理時間によるめっき密着強度 (PC)  
エラーバー：最大値及び最小値

最小約3N/cmであり、めっき密着強度のばらつきは比較的大きいが、最も従来法に近いめっき密着強度が得られた(図5)。オゾンガス処理を実施した場合はいずれもめっき密着力が低下する傾向がみられた(図5)。硫酸浸漬処理により形成された官能基(スルホ基等)がオゾンガス処理により消失したことで、めっき密着力が低下したことが考えられる。オゾンガス処理により樹脂表層の強度が低下し、めっき密着力の低下を引き起こした可能性も考えられる。

### 3.2 PP及びPP/CNF複合材の表面改質効果の検討

めっき密着力へ影響すると考えられている樹脂表面改質効果(表面粗さの増加及び濡れ性の向上)を評価した。表面粗さが大きい程アンカー効果の発生等によりめっき密着力が向上すると考えられている<sup>9)</sup>。また、水滴接触角が小さい程濡れ性が高いと考えられ、これによる触媒付着量の増加並びにめっき金属及び樹脂間の化学結合力の向上によりめっき密着力が向上すると考えられている<sup>9, 10)</sup>。

ブリエッチングを0~30分に変化させ、オゾンガス処理5分後の表面粗さ(Sa)を図6に、水滴接触角を図7に示す。また、ブリエッチングを5分とし、オゾンガス処理時間を0~60分に変化させた際の表面粗さを図8に、水滴接触角を図9に示す。

図6より、PP/CNF複合材の表面粗さはブリエッチング処理5分以上で上昇する傾向が見られた。また、図7より、PP、PP/CNF複合材ともに、水滴接触角は処理時間の増加に伴い上昇する傾向がみられた。これは、ブリエッチングによる樹脂の膨潤が影響したと考え

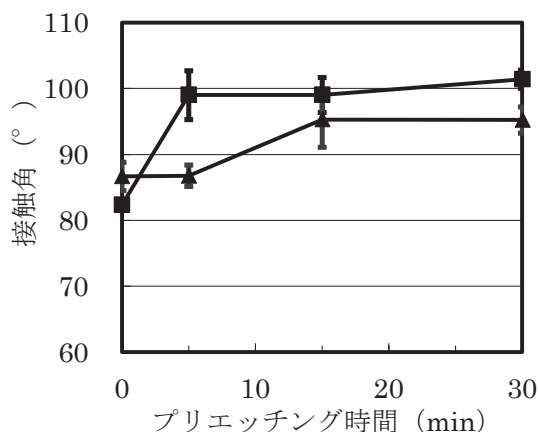


図7 プリエッチング時間と接触角  
(オゾンガス5min)

エラーバー：標準偏差 (N=3) ▲: PP ■: PP/CNF 複合材

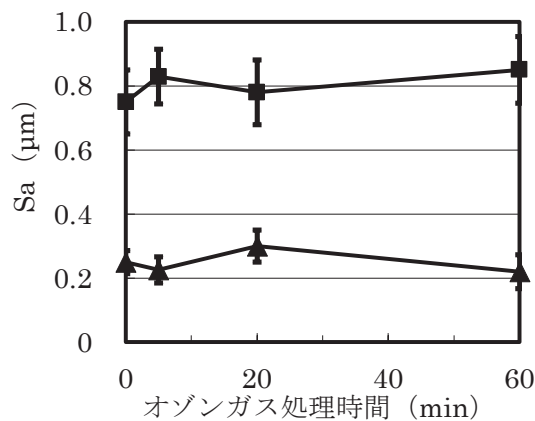


図8 オゾンガス処理時間と表面粗さ  
(ブリエッチング5min)

エラーバー：標準偏差 (N=3) ▲: PP ■: PP/CNF 複合材

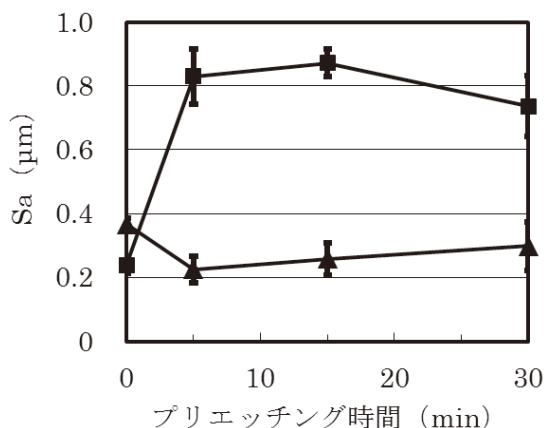


図6 プリエッチング時間と表面粗さ  
(オゾンガス5min)

エラーバー：標準偏差 (N=3) ▲: PP ■: PP/CNF 複合材

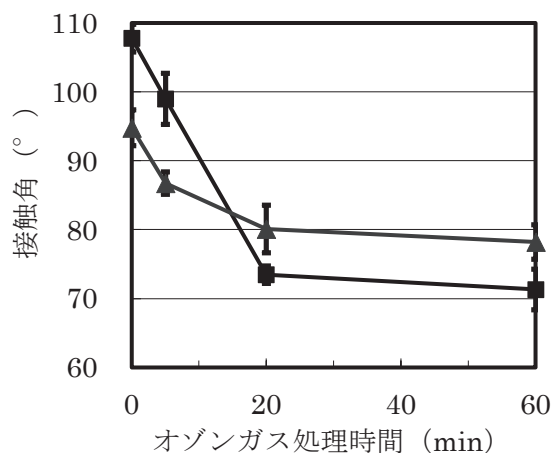


図9 オゾンガス処理時間と接触角  
(ブリエッチング5min)

エラーバー：標準偏差 (N=3) ▲: PP ■: PP/CNF 複合材

られる。

図8より、PP、PP/CNF 複合材ともに、表面粗さについてはオゾンガス処理時間による大きな差は見られなかった。図9より、PP、PP/CNF 複合材ともに、水滴接触角はオゾンガス処理によって低下し、濡れ性が向上する傾向が見られた。

### 3.3 PP 及び PP/CNF 複合材のめっき密着力の評価

PP 及び PP/CNF 複合材へプリエッチング時間に対するめっき密着力の変化を図 10 に、オゾンガス処理時間に対するめっき密着力の変化を図 11 に示す。PP は

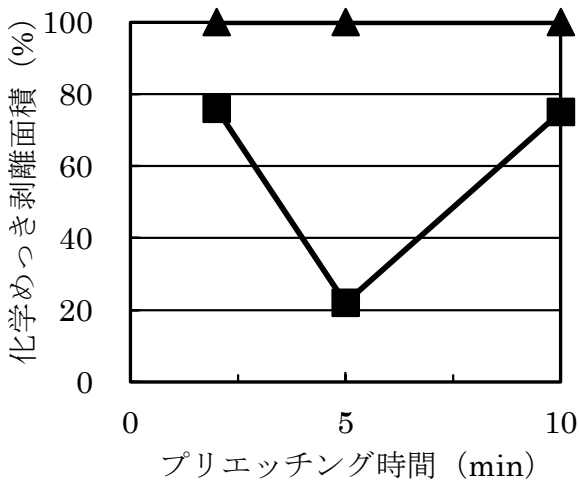


図 10 プリエッチング時間による密着性 (オゾンガス 10 min)

▲ : PP ■ : PP/CNF 複合材

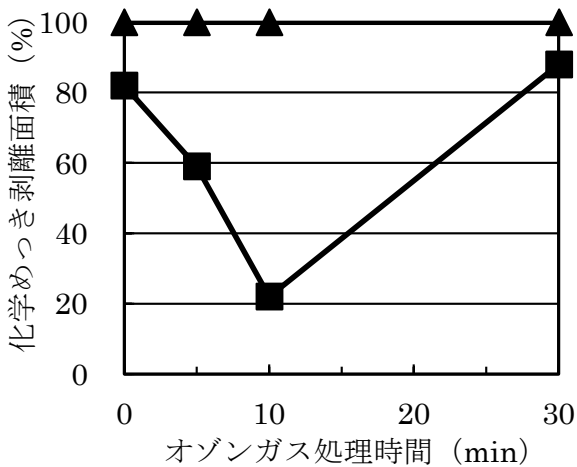


図 11 オゾンガス処理時間による密着性 (プリエッチング 5 min)

▲ : PP ■ : PP/CNF 複合材

無電解めっき後のテープ剥離試験でいずれのプリエッチング時間及びオゾンガス処理時間でも全面剥離し、密着力が得られなかったが、PP/CNF 複合材ではいずれの条件でも PP よりも剥離面積が減少し、PP は CNF 複合化によってめっき密着力が向上することがわかった。また、プリエッチング時間 5 分、オゾンガス処理時間 10 分で最も剥離面積が減少し、密着力が高いことがわかった。PP/CNF 複合材はプリエッチング 5 分以上で PP と比べて表面粗さが大きく上昇していることから (図 6)、プリエッチングによるアンカー効果の向上がめっき密着力の向上に寄与した可能性が示唆された。また、プリエッチング 5 分、オゾンガス処理 10 分でさらに無電解めっき後にエイジング処理を実施し、その後硫酸銅めっきを実施した結果、エイジング時間が長いほどめっきの密着力は上昇し、72 時間のエイジング処理で約 1 N/cm の密着強度のめっき試料を得た (図 12)。PP へのクロム酸処理を用いためっきに関する既報<sup>11)</sup>においても考察されているとおり、エイジング処理によって、無電解めっきと樹脂間に存在する水分の除去や無電解めっき処理時に発生する水素等の気体が除去され、無電解めっき皮膜と樹脂間の空隙が減少することで、接触面積が増加し、アンカー効果及び化学結合によって密着強度が向上したことが考えられる。さらなるめっき密着力の向上のためには、于建らの報告にて実施されている<sup>12)</sup>ように、クロロホルム等の有機溶媒を用いためっき前処理や、オゾンガス濃度の検討が考えられる。

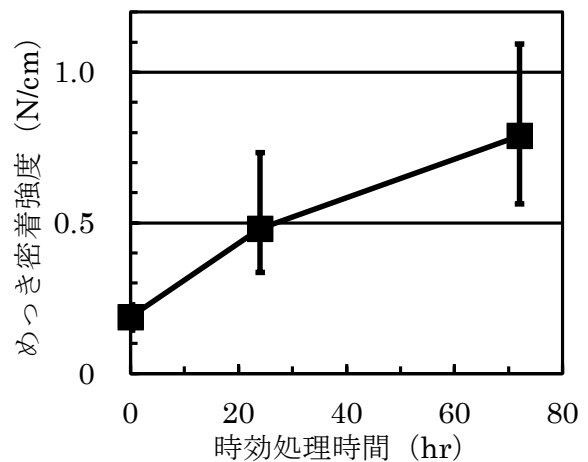


図 12 エイジングによる PP/CNF 複合材のめっき密着強度 (プリエッチング 5 min、オゾンガス 10min) エラーバー：最大値及び最小値

#### 4 まとめ

本研究では、PC、PP及びPP/CNF複合材に対してクロム酸を用いないエッチングによる高密着な樹脂めっきの作製条件を検討した。その結果、PCについては、硫酸及びアルカリ処理（プリエッチング6min及び硫酸処理10min）で、めっき密着強度のばらつきは比較的大きいが、最も従来法に近いめっき密着強度が得られた。

また、PPはCNF複合化によってめっき密着力が向上する傾向がみられた。PP/CNF複合材については無電解めっき後にエイジングを行うことでめっき密着力が向上する傾向がみられた。本研究で得られた知見は、低環境負荷のエッチング法でめっきを施したPCやPPを材料とした自動車部品等の製品化への貢献が期待される。

#### 参考文献

- 1) 福井博之：ポリカーボネート樹脂自動車窓ガラス 欧州の現状と開発動向. NEW GLASS, 25 (1), 24-26 (2010).
- 2) 上村善一 他：ポリカーボネート (PC) へのめっき. 実務表面技術, 33 (12), 7-15 (1986).
- 3) 藤田祐二：自動車用ポリプロピレンの開発現場. Polyfile, 46 (539), 32-34 (2009).
- 4) 秋山宏介 他：ナノセルロース1本の弾性率と引張強度, ポリプロピレンとセルロースナノファイバーの複合方法, 「図解よくわかるナノセルロース」, 初版, (株)日刊工業新聞社, 東京), ナノセルロースフォーラム 編集, pp. 114-115, 158-159 (2015).
- 5) 佐藤一也：各種プラスチックのエッチング技術. 表面技術, 49 (19), 16-23 (1998).
- 6) 梅田泰 他：ウルトラファインバブルと低濃度オゾン水を使用したABS樹脂の高密着めっき法. エレクトロニクス実装学会誌, 19 (7), 492-500 (2016).
- 7) 森川務 他：スルホン化したポリスチレン樹脂への銅めっきの密着挙動. 大阪府立産業技術総合研究所報告, 17, 113-120 (2003).
- 8) 高德誠：平滑樹脂表面／めっき皮膜間の密着力向上 関東学院大学大学院工学研究科 博士学位論文 (2016).
- 9) 森川務 他：めっき皮膜の密着力とその改善方法 表面技術, 表面技術, 58 (5), 9-16 (2007).
- 10) 北晃次：ABS樹脂の前処理方法. 表面技術, 64 (12), 12-17 (2013).
- 11) 本間英夫：ポリプロピレン樹脂に対するプリエッチング液およびエッチング液の作用について. 金属表面技術, 26 (4), 22-25 (1975).
- 12) 于建 他：ポリプロピレンのオゾン処理による低温ニッケルめっき. 表面技術, 40 (11), 106-110 (1989).



## 高濃度 CNF のマスターバッチを用いた PP/CNF 複合材料の試作と評価

化学材料科 菅野尚子 小泉雄輔 木野浩成  
 静岡大学農学部 青木憲治  
 芝浦機械株式会社 安倍賢次 岡本暢彦 横尾大輔 渡邊隆弘

### Trial polymer processing and evaluation of PP/CNF composites by using highly concentrated CNF master batches

KANNO Naoko, KOIZUMI Yusuke, KINO Hironari, AOKI Kenji, ANBAI Kenji, OKAMOTO Nobuhiko, YOKOO Daisuke and WATANABE Takahiro

In this paper, the authors manufacture test samples of polypropylene/cellulose nanofiber composites (PP/CNF composites) by using master batches with a 50% CNF concentration and then evaluate their mechanical properties and CNF dispersibility. The tensile properties, bending properties, and CNF dispersibility of samples with a 20% CNF concentration were good, but the properties of samples with a low CNF concentration did not improve. We verified the cause of this result by conducting microscopic observations and infrared microscopic image analysis.

Keywords : infrared microscopic image analysis, dispersibility, cellulose nanofiber, mechanical properties

我々は、50% CNF 濃度のマスターバッチを用いて PP/CNF 複合材料を試作し、物性及び CNF 分散性の評価を行った。CNF 濃度 20% の試料は、引張特性や曲げ特性、CNF 分散性が良好であったが、低濃度の試料は物性が向上しなかった。この理由について、顕微鏡観察や赤外分光イメージングにより検証を行った。

キーワード：赤外分光イメージング、分散性、セルロースナノファイバー、物性

#### 1 はじめに

自動車部品の軽量化やライフサイクル全体での資源循環を想定したプラスチック複合材料の物性強化を目指し、我々は昨年度から、高濃度のセルロースナノファイバー (CNF) を含むマスターバッチ (MB) を用いて、ポリプロピレン (PP) /CNF 複合材料を試作する取組を行っている。試作によって得られた試料は、物性、CNF 分散性及び顕微鏡観察等の評価を行い、検証し課題を明らかにした上で次の試作に繋げている。昨年度は、同じ CNF 濃度の MB を用いて PP/CNF 複合材料を試作し、赤外分光イメージング測定や力学的試験等の結果から、試料中の茶色斑点の抑制と物性向上等の課題があることを報告した<sup>1)</sup>。今回はこれらの課題を解決するため、初期混練条件に変更を加えて試作を行い、得られた試料の CNF 分散性、物性、顕微鏡観察等の評価を行った。

#### 2 方法

##### 2.1 試料の調製

試料として CNF 濃度 50% MB (静岡大学製、無水マレイン酸変性 PP (MAPP) 配合粉末) 及びブロック PP (楨プライムポリマー製 J707G) を用いた。MB をホッパーより投入し、PP をサイドフィードして熔融混練を行い、CNF 濃度 20% 試料を作製した (初期混練)。本試料の一部を PP と熔融混練し、CNF 濃度 5% 及び 1% とした (希釈混練)。これら試料を用いて、射出成形により試験片を作製した。なお、初期混練条件について昨年度と変更した点を表 1 に示し、表 1 に示した以外の混練条件は、二軸混練機：芝浦機械(株)製 TEM-26SX-12/2V、スクリュ径：φ 26mm、スクリュ回転数：

表 1 初期混練条件の比較

	今回	昨年度
原料投入	MB (粉)：トップフィード PP (ペレット)：サイドフィード	MB (粉)、PP (粉) ともに トップフィード (フィーダ 2 個使用)
バレル内温度	160°C	130°C→160°C

100rpm、L/D=48、吐出量:5kg/h、希釈混練工程のバレル内温度:130℃→160℃とした。

試料は、射出成形機(芝浦機械(株)製 EC100SXIII-2A、スクリュー径φ32mm)を用い、ダンベル型試験片(JIS K7139(2009))A1変形、厚さ4mm)を作製した。

## 2.2 試験方法

### (1) 物性試験

引張特性は、精密万能試験機(株)エー・アンド・デイ製テンシロン RTC-2410)を用いて、試験条件;ロードセル5kN、試験速度5mm/min、つかみ具間距離115mmにより引張試験を行った。また曲げ特性は、同装置を用いて試験条件;ロードセル250N、試験速度5mm/min、支点間距離64mmにより3点曲げ試験を行った。

### (2) 赤外分光イメージング測定及び数値的評価

試料の断面を調整し、ATR(Attenuated Total Reflection)イメージング測定(顕微赤外分光分析装置:PerkinElmer社製 Frontier-Spotlight400、分解能 $8\text{cm}^{-1}$ 、積算回数4回、ピクセルサイズ $1.56\mu\text{m}$ 、測定サイズ $200\mu\text{m} \times 200\mu\text{m}$ )を行った。

上記測定結果から、「 $1050\text{cm}^{-1}$ ピーク面積(CNF)/ $1380\text{cm}^{-1}$ ピーク面積(PP)」を測定領域内の各ピクセルで計算した16,384点の値を用い、岡田らの方法<sup>2,3)</sup>により窓枠サイズ(Window size)の異なる平均化フィルタを適用してCV値(変動係数)を算出し、窓枠サイズとの関係をグラフに表した。

### (3) 偏光顕微鏡観察

断面試料をスライドガラス及びカバーガラスに挟み、190℃プレスし、偏光顕微鏡(ライカ マイクロシステムズ(株) DM750P)のクロスニコル法を用いて観察した。

### (4) 破断面観察

上記(1)の引張試験で破断した試験片破断面について、走査型電子顕微鏡(株)日立ハイテクノロジーズ S-3700N)を用いて観察した。

## 3 結果および考察

### (1) 物性試験

引張強さについては、CNF濃度20%試料はneatPP(CNF濃度0%)と比較し39%向上したが、CNF濃度5%試料は8%の向上に留まり、CNF濃度1%試料はneatPPと殆ど同じであった(図1)。また、CNF濃度が高くなると破断伸びが低下し、すなわち塑性ひずみ領域が狭くなるため、耐衝撃性が低下すると推察さ

れる(図2)。

曲げ特性については、CNF濃度20%試料はneatPPと比較し、強さで49%、弾性率で68%向上したが、CNF濃度5%試料は15%前後の向上であり、CNF濃度1%試料は引張特性同様、neatPPと殆ど同じであった(図3)。一方で、CNF濃度20%の破断ひ

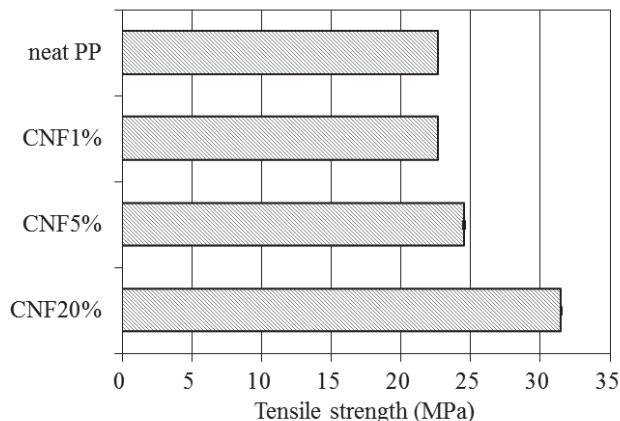


図1 試料の引張特性

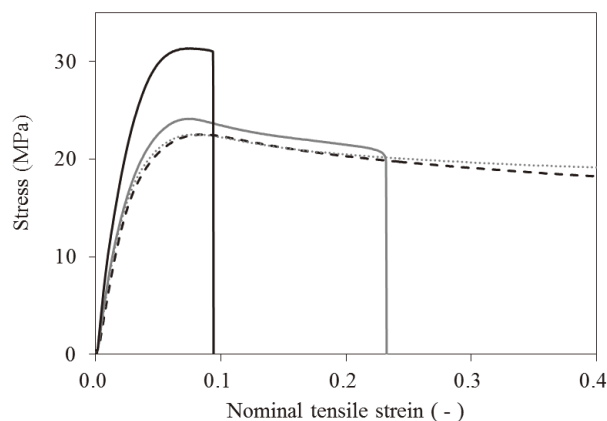


図2 試料の引張応力-ひずみ線図

--- : neatPP、---- : CNF濃度1%、  
- : CNF濃度5%、- : CNF濃度20%

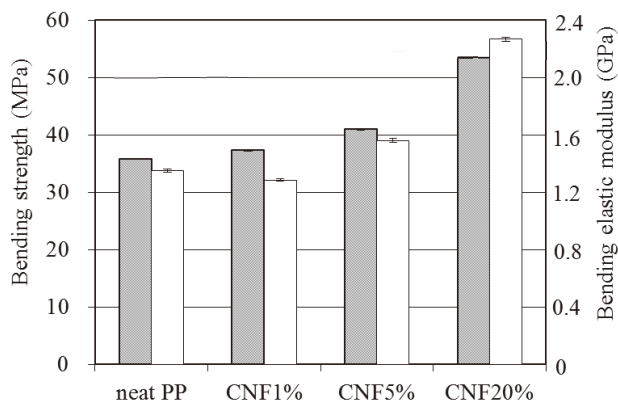


図3 試料の曲げ特性

■ : 曲げ強さ、□ : 曲げ弾性率

ずみは約8%であり、PPがブロック体であるため、それほど大きく低下しなかった(図4)。

(2) 赤外分光イメージング測定及び数値的評価

まず、CNF濃度20%試料について、CNF分散性の水準を明確にするため、濃度は異なるが昨年度試作のCNF濃度10%試料との数値的比較を行った(図5)。図5右の画像は、赤外吸収スペクトルにおける、PPに対するセルロースのピーク面積の比を画像として表したものであり、カラーバーが上の色ほどセルロースが多く分布していることを示している。また左のグラフは、右の画像を16,384個の数値として取り出し、統計処理を行ったものであり、CNF分散性を変動係数CV値で表した。縦軸の数値が低いほど、CNF分散性が良好であることを示している。

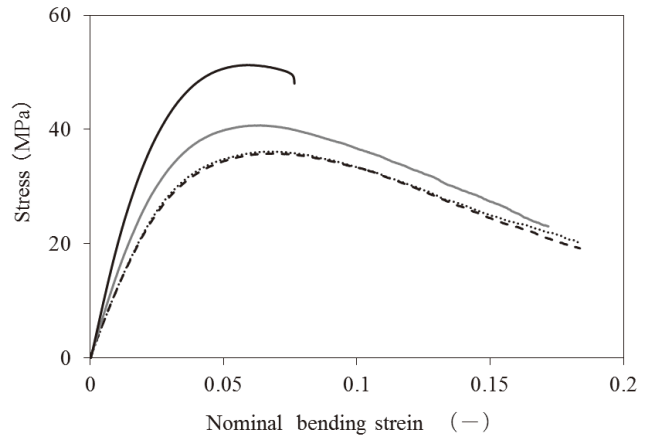


図4 試料の曲げ応力-ひずみ線図

--- : neatPP、---- : CNF濃度1%、- · - : CNF濃度5%、— : CNF濃度20%

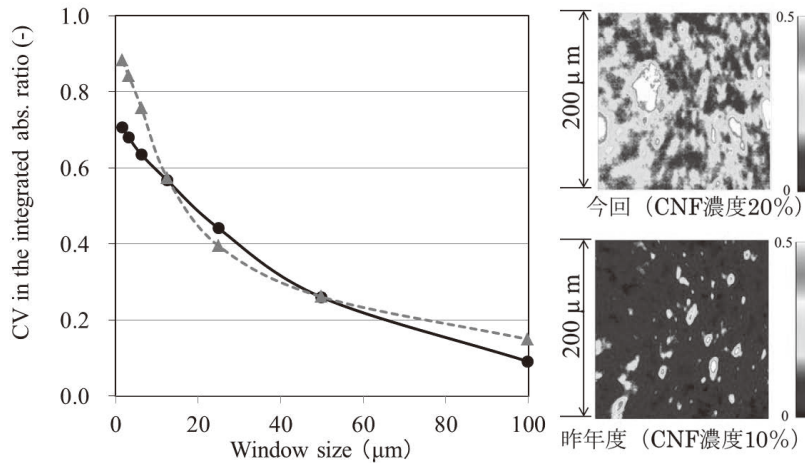


図5 CNF分散性の比較

● : 今回 (CNF濃度20%試料)、▲ : 昨年度 (CNF濃度10%試料)

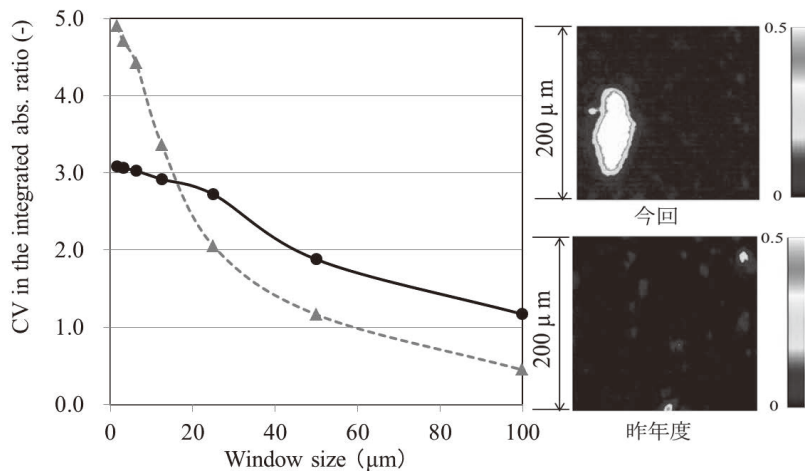


図6 CNF分散性の比較 (CNF濃度1%試料)

● : 今回、▲ : 昨年度



CNF 濃度 20% 試料は、画像ピクセルサイズ  $1.56\mu\text{m}$  における CNF 分散性が昨年度試料より良好であり、CNF が領域全体に分布していることが分かった。また、画像で確認される数十  $\mu\text{m}$  径のセルロース濃度の高い箇所は、成形試験片において観察される茶色斑点と考えられる。

次に、CNF 濃度 1% 試料の CNF 分散性を同濃度の昨年度試作試料と比較した (図 6)。今回試作の試料は、グラフにおいて窓枠サイズ (Window size)  $20\mu\text{m}$  以上の CNF 分散性が悪化しており、画像でも約  $100\mu\text{m}$  径のセルロース濃度が高い箇所が確認された。成形試験片も茶色斑点が目立つ外観であった。

上記の茶色斑点箇所について、赤外分光イメージングによる化学種の解析を行ったところ、セルロース、エステル、酸無水物の分布が確認された (図 7)。茶色斑点は、原料の組成から「CNF + MAPP 関連反応

物 + MAPP 未反応物」の集合体が含まれ、大きさは径数十  $\mu\text{m}$  ~  $100\mu\text{m}$  であると考えられる。

### (3) 偏光顕微鏡観察

CNF 濃度 20% 及び CNF 濃度 1% の試料断面における、茶色斑点とその周辺を偏光顕微鏡観察により確認した (図 8)。CNF 濃度 20% 試料では、マトリクス樹脂との境界が不明瞭で、周辺と一体化しており、茶色斑点からセルロース繊維が周辺の PP に伸びている様子も観察された。一方、CNF 濃度 1% 試料では、茶色斑点がマトリクス樹脂中に明確な形状を有して存在していることが確認された。また、両試料とも茶色斑点の大きさは径  $100\mu\text{m}$  以下であり、大きさが変化していないこともわかった。このことから、初期混練工程で一度発生した茶色斑点は、その後の希釈混練工程においてもマトリクス樹脂中で破碎されることなく、ほぼそのままの大きさを維持し移行したことが推察される。

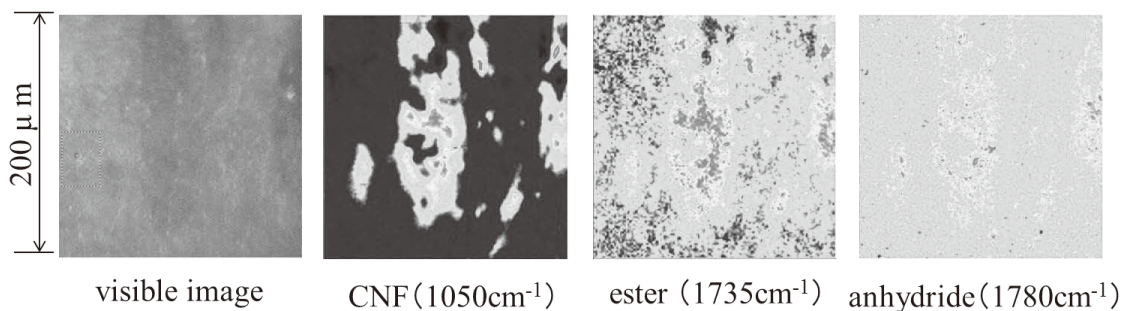


図 7 イメージングデータから得られた各化学種の分布  
(CNF 濃度 20% 試料の茶色斑点箇所)

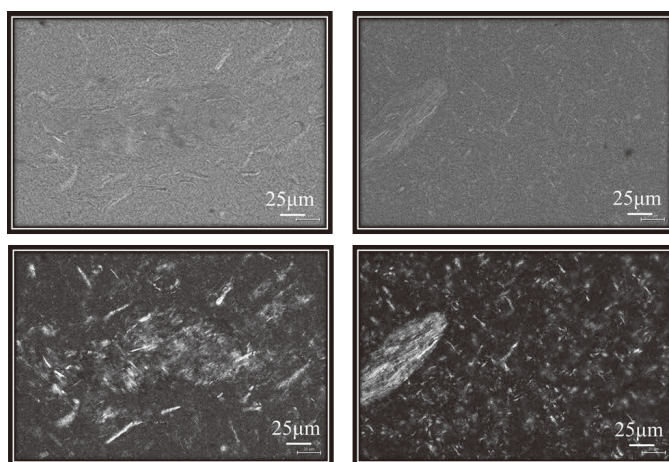


図 8 試料断面の光学顕微鏡画像  
(上：透過観察画像、下：偏光観察画像、左：CNF 濃度 20% 試料、右：CNF 濃度 1% 試料)

#### (4) 破断面観察

CNF 濃度 20% 試料の破断面では、茶色斑点は周辺と一体化して区別できなかったが、CNF 濃度 1% 試料では茶色斑点部分に窪みが確認された (図9)。引張試験時における CNF 濃度 1% 試料の破断メカニズムとしては、茶色斑点が周辺のマトリクス樹脂の挙動とは無関係に先に破断し、その後マトリクス樹脂だけが伸長し破断に至ったと考えられる。

CNF 複合材料の物性向上には、CNF が MAPP を介してマトリクス樹脂とネットワークが形成されることが重要である。物性試験の結果及び上記破断面の観察から、CNF 濃度 1% 試料ではその形成が十分でなかったと考えられるので、今回の試作では、原因と考えられる茶色斑点の発生防止のため、更なる対策を行う予定である。

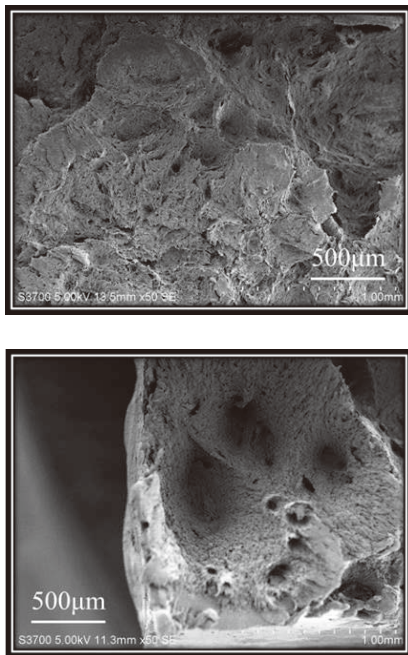


図9 引張試験後の試料の破断面

(上 : CNF 濃度 20% 試料、下 : CNF 濃度 1% 試料)

#### 4 まとめ

昨年度行った試作の初期混練条件に変更を加えて PP/CNF 複合材料を作製し、得られた試料の物性、CNF 分散性、顕微鏡観察等の評価を行ったところ、以下のことが明らかとなった。

- (1) neat PP と比較し、CNF 濃度 20% 試料は引張・曲げ特性ともに 1.4 倍以上向上したが、CNF 濃度が低い場合では殆ど向上しなかった。
- (2) CNF 分散性の数値的比較では、CNF 濃度 20% 試料は良好であったが、CNF 濃度 1% 試料は主にマクロレベルでの数値が悪化していた。
- (3) 今回の試作でも改善されなかった茶色斑点は、径 100 $\mu$ m 以下の「CNF + MAPP 関連反応物 + MAPP 未反応物」の集合体であると考えられる。
- (4) CNF 濃度 20% 試料及び CNF 濃度 1% 試料の双方において、茶色斑点の大きさが変化していないことから、初期混練工程で一度発生した茶色斑点は、その後の希釈混練工程において剪断により散らすことができなかったと考えられる。
- (5) CNF 濃度 1% 試料においては、茶色斑点がマトリクス樹脂中に明確な形状を有して存在し、引張試験時には周辺のマトリクス樹脂の挙動とは無関係に先に破断したと推察される。また、物性結果と併せると、本試料は MAPP を介した CNF とマトリクス樹脂とのネットワークが十分に形成されていなかったと考えられる。

茶色斑点の発生を抑制するには、初期混練時の早い段階で、樹脂の粘性を介した剪断により MB 成分を分散させる必要がある。今後は、投入原料の性状、二軸混練機のバレル内温度、吐出量、スクリュ回転数について検討を行う予定である。

#### 参考文献

- 1) 菅野尚子 他:赤外分光イメージングを用いた PP/CNF 複合材料の CNF 分散性評価－試料間の数値的比較－. 成形加工 '20, 159-160 (2020).
- 2) 岡田きよみ 他: FT-IR イメージングを用いたポリマーコンポジット中の添加剤の分散評価法. 高分子論文集, 75 (2), 212-220 (2018).
- 3) 岡田きよみ 他: FT-IR を用いたポリプロピレン中のセルロースナノファイバーの分散性解析. 成形加工 '17, 251-252 (2017).

## 表面性状の高精度測定と光学シミュレーションへの活用

— 微小表面幾何構造からの光散乱特性の予測 —

照明音響科 豊田敏裕 志智 亘\* 柳原 亘 木野直樹  
研究統括官 鬼久保郁雄\*\*  
企画調整部長 鈴木敬明

## High precision measurements of surface textures and their utilization in optical simulations

— Estimation of the characteristics of light scattered from a surface geometric microstructure —

TOYOTA Toshihiro, SHICHI Wataru, YANAGIHARA Wataru, KINO Naoki, ONIKUBO Ikuo  
and SUZUKI Taka-aki

Geometrically regular roughness on surface like hair-lines causes light diffraction so called rainbow effect. This phenomenon is often observed on the high-precision machined surfaces of injection molding dies. Such regular roughness unexpectedly transferred by injection molding on the optical components result degradation of optical properties as light scattering.

Gonio-spectrophotometric color measurement instruments have been used to measure these light scattering characteristics which depend on light incident angles and scattering angles. These instruments provide the light scattering characteristics on a surface as their mean values over a certain area. For this reason, optical measurements only produce degenerated characteristic data for regular surface roughness.

Meanwhile, the surface geometrical structure can be digitized as set of high-density point cloud based on the light interference principle. These set of point cloud are used to evaluate surface roughness parameters such as Ra and Sa. Although light diffraction phenomena such as the rainbow effect are caused by the regularity of surface microstructures, most discussions of light scattering characteristics do not pay attention to them.

This report demonstrates that light scattering characteristics, including light diffraction, can be estimated precisely by using micro-area geometrical structures.

Keywords : high-precision machining, surface roughness, optical diffraction, wave optical simulation

ヘアラインのような幾何学的な規則性のある表面凹凸は、虹目と呼ばれる光の回折現象を引き起こす。この現象は射出成形金型の高精度な加工面でしばしば観察される。また、射出成形によって光学部品に転写された予期せぬ規則的な凹凸は、光散乱として光学特性の劣化を引き起こす。

このような光散乱特性を光の入射角と光の散乱角に対応付けて捉えるために、従来は変角分光測色装置が用いられてきたが、表面の光散乱特性はある面積の平均値として得られる。そのため、光学測定では表面の規則的な粗さの特徴は縮退する。

一方、表面の幾何学的な構造は、光干渉の原理により、高密度の点群としてデジタル化することができる。このような点群は、RaやSaなどの表面粗さパラメータの評価に利用されている。虹目のような光の回折は、表面の微細構造の規則性によるものであるにもかかわらず、光の散乱特性を議論する際にはそれらは考慮されていない。

本報告では、微小面積の表面幾何構造から、光回折を含む光散乱特性を高精度に推定できることを示す。

キーワード：高精度機械加工、表面性状、光の回折、波動光学シミュレーション

\*現 浜松工業技術支援センター 光科

\*\*現 沼津工業技術支援センター 研究統括官



## 1 はじめに

ヘアラインのような幾何学的な規則性のある表面凹凸は、虹目と呼ばれる光の回折現象を引き起こす。この現象は射出成形金型の高精度な加工面でしばしば観察され、加工現場で解決すべき課題となっている。このような微細な周期構造は、射出成形によって光学部品にも転写され、光散乱など、光学特性の劣化を引き起こす原因となっている。

このような光散乱特性を光の入射角と光の散乱角に対応付けて捉えるために、変角分光測色装置が用いられているが、表面の光散乱特性はある面積の平均値として得られる。そのため、光学測定では表面の規則的な粗さの特徴は縮退し、虹目の特徴である鮮やかな光散乱を正確に捉えることができない。

一方、表面の微細な周期構造は、光干渉の原理により、高密度の点群としてデジタル化することができる。このような点群は、Ra や Sa などの表面粗さパラメータの評価に利用されてきた。虹目のような光の回折は、表面の微細構造の規則性によるものであるにもかかわらず、光の散乱特性を議論する際にはそれらは考慮されていない。

本報告では、光干渉の原理を用いて微細な表面幾何構造をデジタルデータ化し、そのデータを用いた光学シミュレーションにより、表面幾何構造から回折を含む光の散乱現象を予測できることを示す。

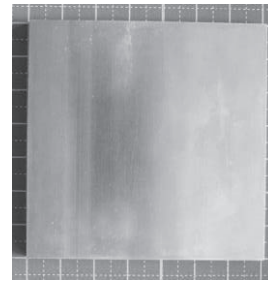
## 2 方法

まず、光干渉の原理で表面の幾何構造を非接触でデジタルデータ化し、接触式の表面性状測定結果と比較することで非接触測定の精度を検証する。次に、表面幾何構造のデジタルデータを用いて光学シミュレーションを行い、回折を含む光の散乱現象を予測した結果と実測結果を比較することで予測結果を評価する。本章では、その方法及び手続きについて述べる。

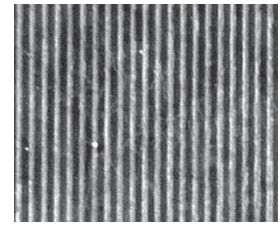
### 2.1 表面幾何構造のデジタルデータ化

#### (1) 測定試料

以前の報告<sup>1)</sup> で使用した、樹脂成型用金型に使用されるクロム合金ステンレス工具鋼（通称：STAVAX）の平板の表面をミーリング加工した試料を用いた（写真1）。試料は、マシニングセンター（芝浦機械㈱製 UVM-450C）を用いて、2枚刃ボールエンドミル（日進工具株㈱製 MRBH230、先端半径：1mm）を一定方向に走査（工具回転数：58,000rpm、送り速度：



(ア) 測定面全体



1.0mm

(イ) 測定面を拡大

#### 写真1 測定試料

試料の大きさは70mm×70mm。そのうち、中央の0.3mm×0.3mmの範囲を測定した。表面にエンドミルの走査によってできた規則的な加工痕がみられる。

400mm/min、走査ピッチ0.09mm) し、表面が加工されている。

#### (2) 測定装置及び測定の諸条件

白色光干渉方式の非接触表面性状測定機（アメテック㈱テーラーホブソン事業部製 Talysurf CCI HD XL）（写真2）を使用して試料の表面性状を測定した。測定視野は横0.33mm（X軸）×縦0.33mm（Y軸）、水平方向（X軸方向及びY軸方向）の分解能は0.165μm、垂直方向（Z軸方向）の分解能は0.01nmであった。測定試料の中央部分1箇所を1視野の範囲で測定し、2,048点×2,048点のデジタルデータ（ポイントクラウド）を得た。

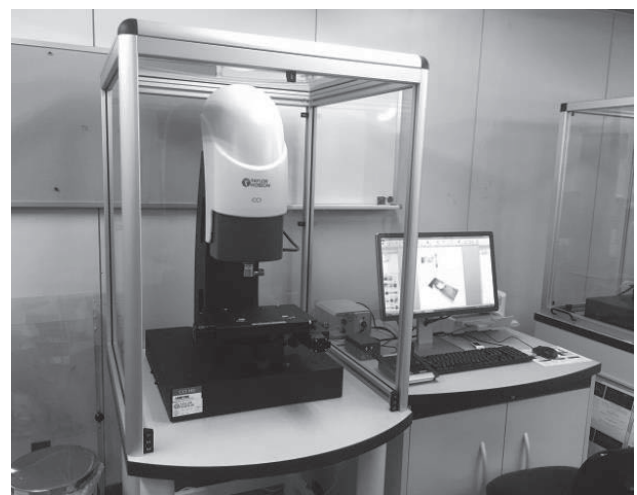


写真2 非接触表面性状測定機

#### (3) 非接触測定の精度検証

触針式表面粗さ形状測定機（アメテック㈱テーラーホブソン事業部製 Form Talysurf PGI 840）（写真3）

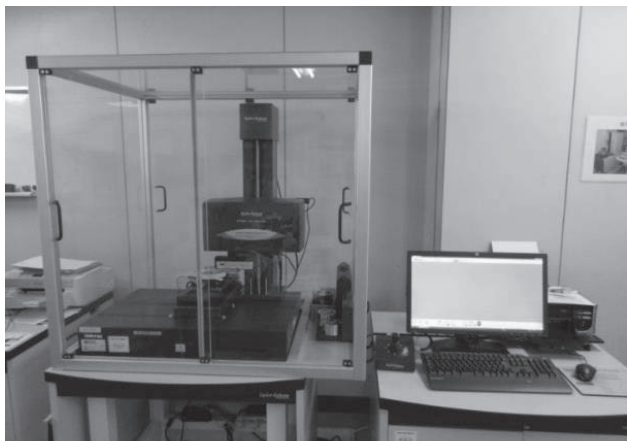


写真3 触針式表面粗さ形状測定機

で測定した表面性状結果と比較した。試料の中央付近9箇所をエンドミルの走査方向に平行な方向と直交する方向に輪郭測定し、測定断面曲線を得た。測定機の水平方向（長さ方向）の分解能は $0.125\mu\text{m}$ 、垂直方向（高さ方向）の分解能は $0.8\text{nm}$ であった。測定には、先端半径 $2\mu\text{m}$ 、テーパ角度 $60$ 度の触針スタイラスを使用した。測定により得られた断面曲線に位相補償フィルタ（ガウシアン、 $\lambda_c = 0.25\text{mm}$ 、 $\lambda_s = 2.5\mu\text{m}$ ）<sup>2)</sup>を適用し、粗さ曲線を得た。表面粗さの評価方法<sup>3,4)</sup>に従い、得られた粗さ曲線から算術平均粗さ $R_a$ 、平均長さ $R_{Sm}$ 、二乗平均平方根傾斜 $R_{dq}$ を基準長さ $l_r = 0.25\text{mm}$ で算出した。なお、非接触表面性状測定機の測定結果と比較するため、評価長さは、基準長さ1個分に相当する $0.25\text{mm}$ とした。

一方、非接触表面性状測定機を用いて測定したデジタルデータからも、同様の場所から粗さ曲線を抽出した。抽出した断面データの中央部分 $0.25\text{mm}$ の範囲を対象に、触針式表面粗さ形状測定機と同様に所定の手順を経て粗さパラメータを算出した。

非接触測定に基づく表面粗さパラメータ $N_p$ 、接触測定に基づく表面粗さパラメータ $C_p$ を用いて、それらの差異 $E_p = (C_p - N_p) / C_p$ を求め、差異の平均 $E = (1/9) \sum_{p=1}^9 E_p$ を評価した。

#### (4) 表面粗さパラメータによる測定分解能の評価

2.1 (3) で得た非接触測定に基づく断面曲線を対象に、測定点を間引く、または補完して、測定の長さ方向で異なる測定分解能を模擬した粗さ曲線に対し、表面粗さパラメータがどの程度変わるかを検証した。断

面曲線（2,048点の測定点）に対し、長さ方向の測定分解能が $0.33\mu\text{m}$ 相当（1,024点）、 $0.66\mu\text{m}$ 相当（512点）、 $1.32\mu\text{m}$ 相当（256点）、 $2.64\mu\text{m}$ 相当（128点）となるよう測定点数を間引いた粗さ曲線と、補間により長さ方向の測定分解能が $0.0825\mu\text{m}$ 相当（4,096点）となる粗さ曲線を得た。得られた粗さ曲線に基づいて求めた表面粗さパラメータ $R_a$ 、 $R_{Sm}$ 、 $R_{dq}$ と測定分解能の関係を評価した。

## 2.2 表面幾何構造からの光散乱特性の予測

### (1) 光散乱特性の予測とBSDFデータの記述

ミーリング加工では、エンドミルの走査と回転による周期的な構造が加工面に生じ、これらの加工痕が光の回折を生じさせる要因となる。そこで、2.1の手順で得られた高密度かつ高精度な表面幾何構造のデジタルデータから、フラウンホーファー回折領域における回折散乱光の角度依存性を計算した。詳細は本稿では割愛するので、別稿<sup>5)</sup>を参照されたい。計算結果は双方向散乱分布関数（BSDF）\*として記述した。BSDFデータでは、図1で示す光の入射方向に関する2つの角度（反射面の法線を北極とする極角 $\sigma$ とこの軸回りの方位角 $\psi$ ）及び光の反射方向に関する2つの角度（正反射軸を北極とする極角 $\theta$ とこの軸回りの方位角 $\varphi$ ）の合計4つを変数として反射強度が記述されている。

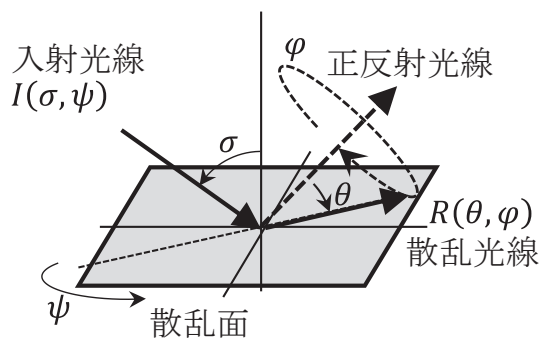


図1 BSDFデータの座標定義

### (2) 反射面の見えの予測

光線追跡ソフトウェア（Zemax, LLC 製 Zemax OpticStudio）を用いてBSDFデータを組み込んだシミュレーションモデルを作成し、ノンシーケンシャルモード機能を使用して反射の見えを予測した。本報告

\* Zemax, LLC : BSDF Data Interchange file format specification.

<https://my.zemax.com/en-US/Knowledge-Base/kb-article/?ka=KA-01372> (2020.4.1アクセス)

では、図2 (ア) に示すような、反射面を実際に写真撮影する状況を模擬し、図2 (イ) のようなシミュレーションモデルを作成した。入射光は、サンプル表面の加工方向に垂直な方向となる方向（極角 $\sigma=15^\circ$ 、方位角 $\varphi=90^\circ$ ）からの平行光のみとし、微小平面の表面幾何構造を BSDF データに置き換えて反射面を再現した。そして、反射面から 150mm 離れた位置にある仮想的な観察面で反射光を画像として記録した。観察面は縦 80mm × 横 80mm の矩形（解像度 0.31mm / 画素）とし、観察面の中心が反射面の法線に一致し、反射面と平行となるよう配置した。入射光は、波長 450nm、550nm 及び 650nm とし、波長毎のエネルギーは一定とした。この光学配置では、点光源から出た光線が反射面全体で散乱し、観察面（人間の瞳もしくはカメラ）に到達する。光線追跡法（図3 (ア)）で拡散性が強い反射面を対象とした場合、生成した光線が観察面に届く確率が低くなるため、反射面で良好な予測結果を得るにはより多くの光線を評価する必要が生じる。また、あらゆる光の入射方向及び反射方向に対応する BSDF データをあらかじめ用意する必要もあり、計算コストの増大につながる。そこで本報告では、逆光線追跡法（図3 (イ)）により、観察面と入射光の役割を仮想的に入れ替えることで、観察面に確実に到達する入射光と BSDF の組み合わせの光線のみをシミュレーションに用いた。

なお、本報告では、特定の入射光の角度（極角 $\sigma=15^\circ$ 、方位角 $\varphi=90^\circ$ ）に対する反射特性（極角 $\theta: 0^\circ \leq \theta \leq 30^\circ$  ( $\Delta\theta=0.1^\circ$ )、 $30^\circ < \theta \leq 180^\circ$  ( $\Delta\theta=1^\circ$ )、方位角 $\varphi: 0^\circ \leq \varphi < 360^\circ$  ( $\Delta\varphi=1^\circ$ )、合計 162,811) を BSDF として記述した。

### (3) 反射面の見えの可視化

光線追跡シミュレーションで得られる観察像  $S_\lambda(x, y)$  は、波長  $\lambda$  での分光画像と考えることができる ( $x$  及び  $y$  は画素の位置)。また、入射エネルギーを波長間で一定にしたことから、この分光画像は相対分光反射率画像を近似していると捉えることができる。

そこで、重畳係数<sup>6)</sup>を用いて D65 光源下の反射面の見えの RGB 画像として可視化した。なお、シミュレーション結果で得られる相対反射率画像  $S_\lambda(x, y)$  は3波長であるため、これらの3波長がおおむね中心波長となるような波長範囲 (380nm ~ 490nm、500nm ~ 590nm、600nm ~ 780nm) で既定の重畳係数 (380nm ~ 780nm、10nm 間隔、D65、参考文献6の表 17) を

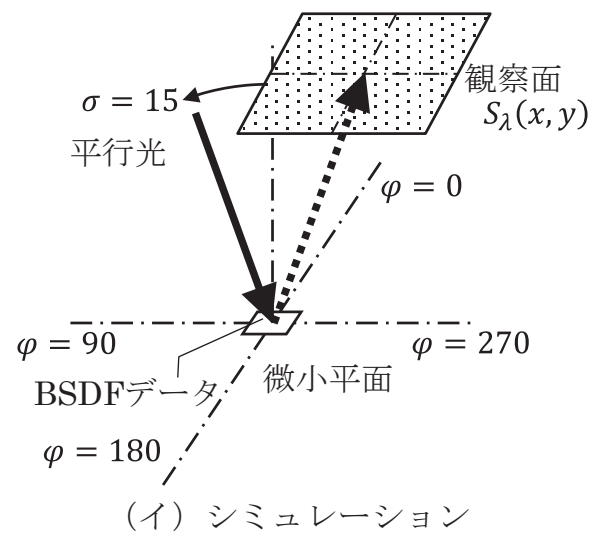
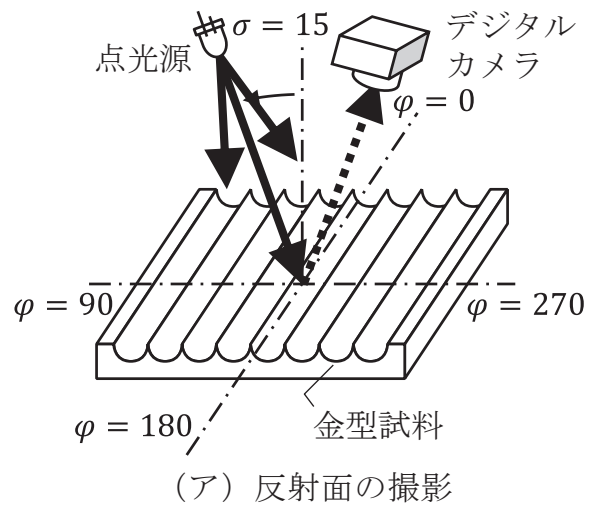


図2 光学配置

——> 入射光    .....> 反射（散乱）光

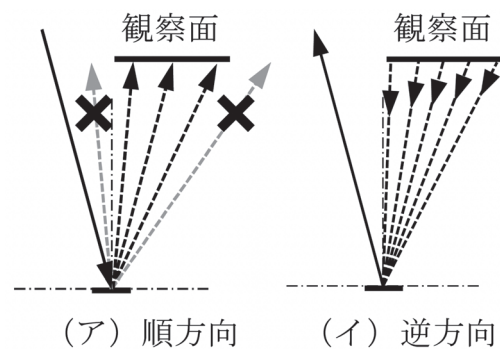


図3 光線追跡法の種類

——> 入射光  
.....> 反射（散乱）光



積分し、3波長での重係数  $W_k$  を近似した(式(1))。

$$W_k = \begin{bmatrix} 17.97 & 39.13 & 39.95 \\ 6.12 & 75.87 & 18.01 \\ 102.88 & 5.99 & 0.01 \end{bmatrix} \dots\dots\dots (1)$$

次に、式(2)に示す通り、この重係数  $W_k$  を観察像の画素値  $I_\lambda(x, y)$  に乗じることで三刺激値 XYZ<sup>7)</sup> を得た。

$$\begin{bmatrix} X(x, y) \\ Y(x, y) \\ Z(x, y) \end{bmatrix} = W_k \begin{bmatrix} S_{\lambda=450}(x, y) \\ S_{\lambda=550}(x, y) \\ S_{\lambda=650}(x, y) \end{bmatrix} \dots\dots\dots (2)$$

そして、この三刺激値 XYZ を sRGB<sup>8)</sup> に変換することで RGB 画像を得た。

(4) 反射面の実測

シミュレーション結果の比較対象として、デジタルカメラを用いて実際の反射面の見えも撮影した。図2(ア)に示す光学配置において、白色 LED 光源 (B-Y 型) を使い、エンドミルの走査方向 (カッターパス) と直交する方位角  $\psi=90^\circ$  の方向から、極角  $\sigma=15^\circ$  で試料の中心に向かって光を照射した。光源及びデジタルカメラの反射面までの距離は約 150mm とし、鏡面反射の方向から撮影した。

3 結果および考察

3.1 表面性状の測定結果

図4に、高さ (Z 軸) 方向をヒートマップで表示した測定結果を示す。ミーリング加工の送りで生じた筋目

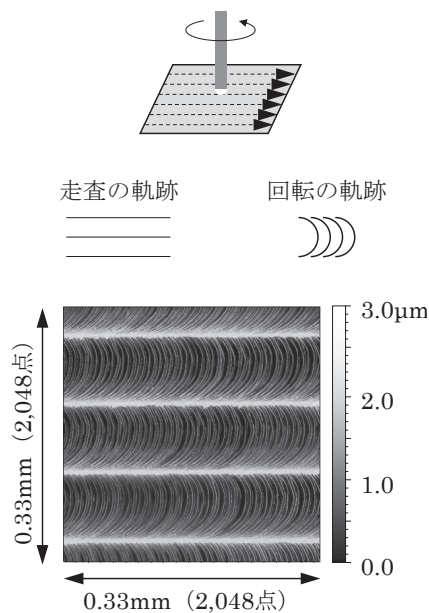
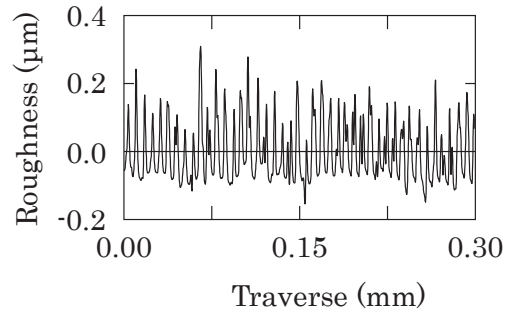


図4 表面性状の非接触測定結果

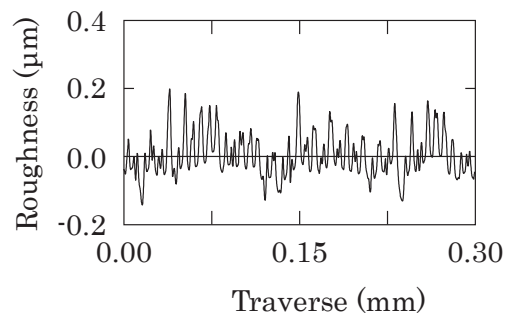
(線状)、及び工具回転で生じた筋目 (円弧状) をデジタルデータ化できた。

3.2 非接触測定の精度検証結果

図5及び図6に測定で得られた粗さ曲線の一部を示す。測定方法の違いによらず、測定の長さ方向に沿っ

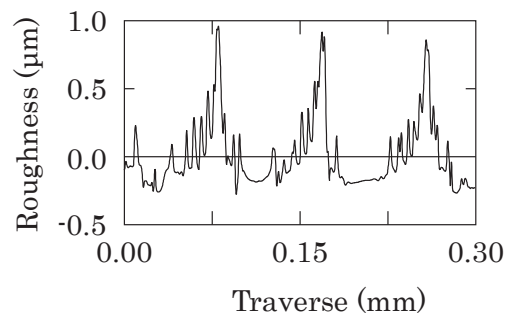


(ア) 非接触表面性状測定機で測定

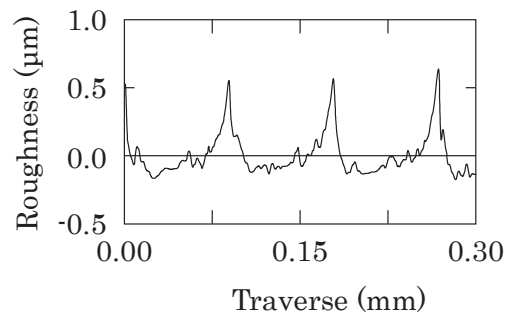


(イ) 触針式表面性状測定機で測定

図5 粗さ曲線 (エンドミルの走査方向に平行)



(ア) 非接触表面性状測定機で測定



(イ) 触針式表面性状測定機で測定

図6 粗さ曲線 (エンドミルの走査方向に直交)

て凹凸の高さが波打つように変化するうねりの傾向は定性的に一致したが、凹凸の高さには違いがみられた。

算術平均粗さ Ra (図7) は、非接触測定は接触測定より30%程度値が大きくなった(図10内の左)。接触測定で用いる触針スタイラスは先端形状より小さな形状(溝)には入り込めないが、非接触測定は光が測定媒体であることからより狭い形状も測定できるためと考えられる。

平均長さ RSm (図8) は粗さ曲線に含まれる周期構造の長さを示すが、エンドミルの走査方向に平行な粗さ曲線では、測定方法に依存しない結果となった(図

10内の中央)。これは、断面曲線がエンドミルの走査でできた溝に沿っており、ほぼ中心線(断面曲線の平均高さ)から対称であることから、高さ方向で変化が生じて、凹凸の平均間隔はさほど変わらないためと考えられる。一方、エンドミルの走査方向に直交する方向の粗さ曲線では、非接触測定の方が40%程度小さくなった。直交方向の粗さ曲線では、エンドミルの先端形状に由来するマクロな表面性状が捉えられており、中心線は曲線の下側に位置することになる。そのため、マクロな表面性状に含まれるマイクロな形状変化も表面粗さパラメータに影響した結果、RSm は、非接触

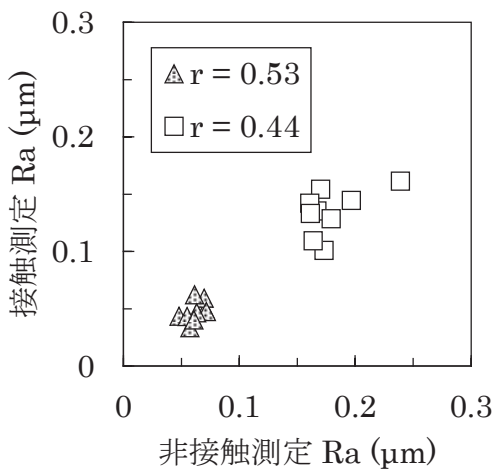


図7 表面粗さパラメータ Ra

▲エンドミルの走査方向に平行  
□エンドミルの走査方向に直交

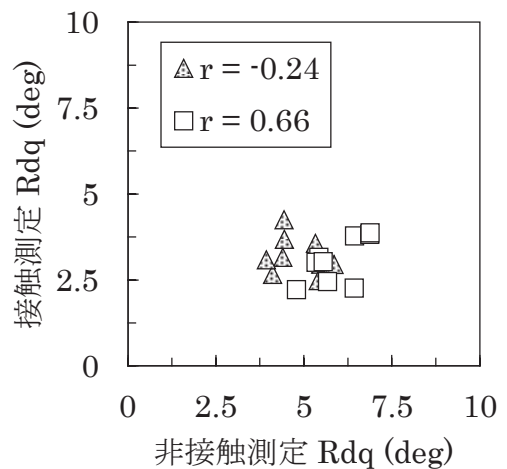


図9 表面粗さパラメータ Rdq

▲エンドミルの走査方向に平行  
□エンドミルの走査方向に直交

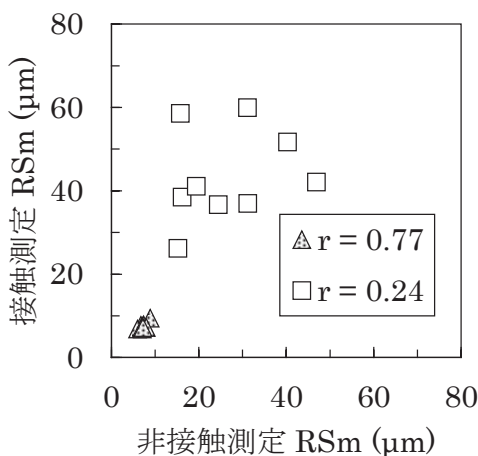


図8 表面粗さパラメータ RSm

▲エンドミルの走査方向に平行  
□エンドミルの走査方向に直交

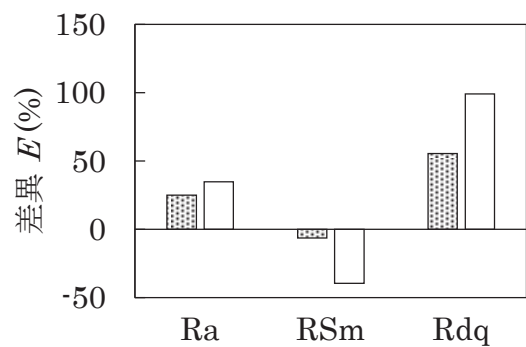


図10 測定方法の異なる表面粗さパラメータの比較結果

■ エンドミルの走査方向に平行  
□ エンドミルの走査方向に直交

接触測定に基づく表面粗さパラメータに対する、非接触測定に基づく表面粗さパラメータの誤差割合(パーセント値)。



測定で値が小さくなったと考えられる。

二乗平均平方根傾斜  $Rd_q$  (図9) は粗さ曲線の局所的な傾きを示すが、非接触測定では、エンドミルの走査方向に平行方向な粗さ曲線では 55%、エンドミルの走査方向に直交する方向では 99% 触針測定より大きい値となった (図 10 内の右)。 $Rd_q$  は、粗さ曲線 (凹凸) の高さに比例すること、非接触測定では、接触測定では捉えられない細かな凹凸も捉えられた結果と考えられる。

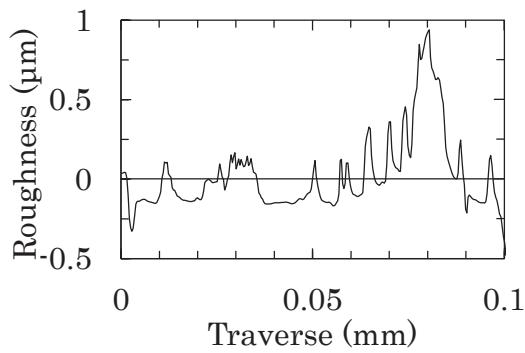
以上より、非接触測定は、よりマイクロな表面性状を測定できることが分かった

### 3.3 測定分解能の評価結果

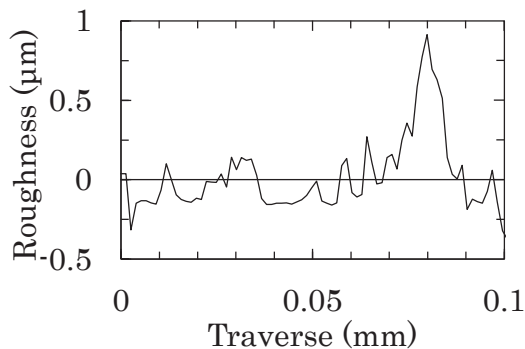
長さ方向の測定分解能が異なると、局所的な凹凸の変化の傾向が異なった (図 11)。

算術平均粗さ  $Ra$  は、測定分解能  $2.64\mu\text{m}$  (測定点数 128 点) の場合を除き、測定分解能にほぼ依存しない傾向がみられた (図 12)。この傾向は、 $Ra$  の評価での一般性を示すものではなく、本報告が対象とした試料では、 $2.64\mu\text{m}$  より細かい周期での凹凸が  $Ra$  の計算に影響した結果と考えられる。

平均長さ  $RSm$  は、測定分解能が  $0.66\mu\text{m}$  (測定点数 512 点) より低くなる、すなわち、測定点の点間ピッ



(ア) 測定分解能  $0.33\mu\text{m}$



(イ) 測定分解能  $1.32\mu\text{m}$  相当

図 11 測定長さ方向の測定分解能が異なる粗さ曲線

チがこの数値より広くなると値が変化する傾向がみられた (図 13)。これは、分解能の低下により細かい凹凸の変化を測定できなくなることから、うねり曲線のような波長の長い表面性状の変化しか捉えられなくなった結果と考えられる。

二乗平均平方根傾斜  $Rd_q$  は、 $Ra$  や  $RSm$  とは異なり、測定分解能に依存する結果となった (図 14)。 $Rd_q$

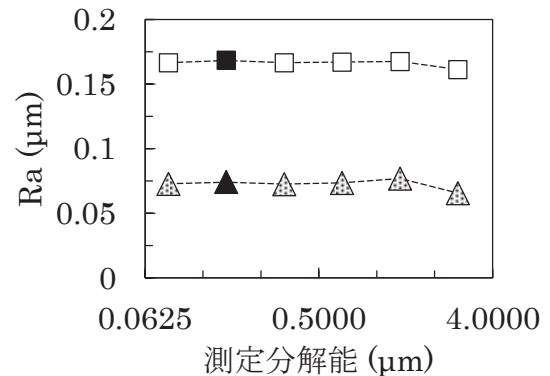


図 12 長さ方向の測定分解能と  $Ra$  の関係

- ▲ エンドミルの走査方向に平行
- エンドミルの走査方向に直交

横軸は対数表示。黒色のシンボルは実測結果。灰色のシンボルは測定データを間引きまたは補完して測定分解能の異なる測定を模擬した結果。

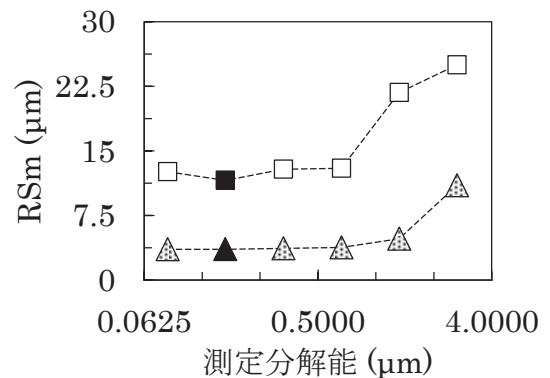


図 13 長さ方向の測定分解能と  $RSm$  の関係

- ▲ エンドミルの走査方向に平行
- エンドミルの走査方向に直交

横軸は対数表示。黒色のシンボルは実測結果。灰色のシンボルは測定データを間引きまたは補完して測定分解能の異なる測定を模擬した結果。

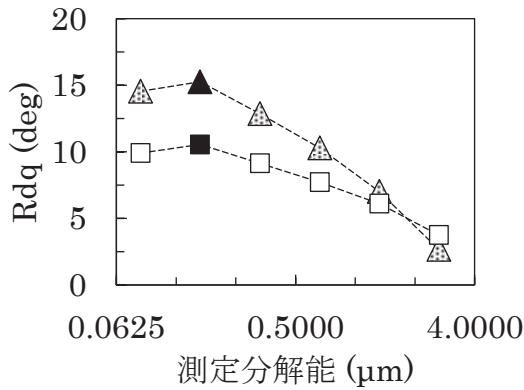


図14 長さ方向の測定分解能とRdqの関係

- △エンドミルの走査方向に平行
- エンドミルの走査方向に直交

横軸は対数表示。黒色のシンボルは実測結果。灰色のシンボルは測定データを間引きまたは補完して測定分解能の異なる測定を模擬した結果。

は局所的な断面曲線の傾きに基づくものであることから、言い換えれば、本報告で用いた測定試料は、表面性状を正確に測定するには  $0.165\mu\text{m}$  以上の測定分解能が必要であったということを意味すると考えられる。

非接触測定では、測定に用いる視野（対物レンズ）によって測定分解能が決まる。いわゆる、ナノレベルの機械加工結果の評価にはより視野の狭い、あるいは、より高解像度のイメージセンサーによる非接触測定が望ましいと考えられる。また、広範囲の表面性状を効率的に測定するために視野の広い対物レンズを使用すると測定分解能の低下を招き、表面粗さパラメータを過少あるいは過大評価する可能性がある。

### 3.4 光散乱特性の予測結果

反射面を撮影した観察像（図15、実際はカラー画像）では、白色の正反射光（像の中心にある円形のスポット）の周辺に白色と有彩色の散乱光が縦縞状に発生しているが、表面幾何構造から予測した光散乱特性に基づくBRDFデータを用いた光学シミュレーション（図16、実際はカラー画像）でもこの傾向を良好に予測できた。

これらの光散乱は、エンドミルの回転に由来するミクロで周期的な加工痕、エンドミルの走査方向に由来するマクロで周期的な加工痕によって生じたものであると考えられる。

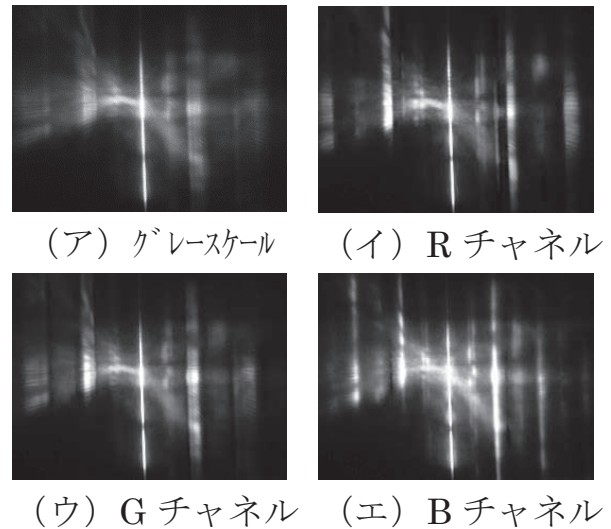


図15 反射面を撮影した写真

実際はカラー画像。カラーチャンネル毎で異なる位置に、光の回折による特徴的な縦縞が表れている。中央には白色の縦縞が生じている。

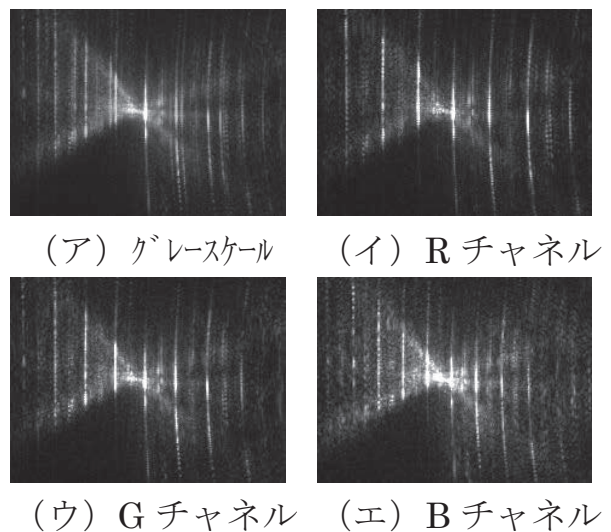


図16 シミュレーション結果

実際はカラー画像。カラーチャンネルごとで異なる位置に、光の回折による特徴的な縦縞が表れることを予測している。中央にスポット状の白色の輝点（正反射）が生じている。

回折光は散乱方向が幾何構造の周期と入射する光の波長に依存する。回折光の散乱角度は、波長に比例し、幾何構造の周期の長さには反比例する特徴がある。

エンドミルの回転由来の加工痕は、波長ごとに光の散乱方向が異なる程度の周期構造（約  $7\mu\text{m}$ ）となっていたため有彩色の散乱光を生じさせ、エンドミルの走

査方向由来の加工痕は、光の散乱方向が波長で変化しない程度の周期構造（約 82 $\mu\text{m}$ ）であったために白色の散乱光を生じさせたと考えられる。

なお、デジタルカメラで撮影した反射像が不鮮明となっているのは、有彩色の縦縞がグラデーションになっているためであり、これは撮影の際に使用した LED 光源（波長の連続性）に由来している。一方、シミュレーションでは離散的な3波長で構成した狭帯域光であることから特定の波長が相対的に強調された結果であると推察する。反射像を撮影した際に使用した白色 LED と同等の波長範囲でシミュレーションを行えば、有彩色の回折光の連続的な色調の変化も予測可能であると考えられる。

以上の通り、高精度にデジタルデータ化された表面幾何構造を用いることで、回折による光散乱を高精度かつ高解像度に予測できることが分かった。本報告の手順で得られる BSDF データは様々な照明シミュレーションシステムでも利用可能である。ヘッドアップディスプレイなどの車載光学機器のモデルベース評価<sup>9)</sup>においても、テスト加工した平板での BSDF データを作成し、加工条件と対応付けておけば、レンズや凹面鏡の性能を試作レスで予測できるようになると考えられる。

#### 4 まとめ

本報告では、光干渉方式による非接触表面性状測定技術を用いることで、接触式の表面性状測定技術では捉え切れない微小な表面の凹凸を正確にデジタルデータ化できることを示した。また、このデジタルデータを用いた光学シミュレーションにより、表面幾何構造から光の反射特性を高精度に予測できることを示した。従来の光学測定による反射特性の測定では微小面積に対する測定が困難であったが、本技術を用いることで、微小領域での光反射特性を予測し、光学シミュレーションに利用可能な BSDF データとして記述できることを示した。

表面幾何構造を捉えたデジタルデータに対し、縦横比を変えるなどの操作を加えることで、異なる機械加工の条件を模擬し、実際に加工を行うことなく加工後の光反射特性を予測する技術に発展できるものと考えられる。

今後は、本技術の有効性及び一般性を示すため、透過特性への応用や材質依存性などの検討を進める。

#### 参考文献

- 1) 柳原亘 他：表面の光学特性に影響する粗さパラメータの解明．静岡県工業技術研究所報告，第 13 号，4-8 (2020)．
- 2) JIS B 0651:2001 製品の幾何特性使用 (GPS) - 表面性状：輪郭曲線方式-触針式表面粗さ測定機 の特性．
- 3) JIS B 0601:2013 製品の幾何特性使用 (GPS) - 表面性状：輪郭曲線方式-用語，定義及び表面性状パラメータ．
- 4) JIS B 0633:2001 製品の幾何特性使用 (GPS) - 表面性状：輪郭曲線方式-表面性状評価の方式及び手順．
- 5) 志智亘 他：三次元表面性状測定による表面散乱光の予測．静岡県工業技術研究所報告，第 14 号，掲載予定，(202)．
- 6) JIS Z 8722:2009 色の測定方法-反射及び透過物体色．
- 7) JIS Z 8781-3:2016 測色-第3部：CIE 三刺激値．
- 8) IEC 61966-2-1:1999/AMD1:2003 Amendment 1 - Multimedia systems and equipment - Colour measurement and management - Part 2-1: Colour management - Default RGB colour space - sRGB．
- 9) 豊田敏裕：光源データの配光測定方式の違いがヘッドアップディスプレイの表示シミュレーションに与える影響 -ファーフィールド配光データとニアフィールド配光データの比較-．静岡県工業技術研究所研究報告，第 13 号，9-14 (2020)．

## 切削加工面の三次元表面性状測定による反射光分布の計算

照明音響科 志智 亘\* 豊田敏裕 柳原 亘

### Calculation of reflected light distribution by using measurements from the areal surface texture of a machined surface

SHICHI Wataru, TOYOTA Toshihiro and YANAGIHARA Wataru

Optical simulations using the ray tracing method allow the performance of optical equipment to be evaluated in a virtual environment, thereby enabling product design procedures, such as prototype development, testing, and defect identification, to be performed more efficiently. With this method, the scattering phenomenon that occurs when light reflects off an object can be reproduced by using light scattering data. However, few studies have reported data indicating a property where light scattered with a widely spread diffraction using a high density surface texture that included complex microstructures ranging from smaller than a micrometer to up to 100  $\mu\text{m}$  were obtained by a non-contact areal surface texture measuring instrument. In this report, the distribution of colored scattering light caused by the diffraction phenomenon generated on a machined surface by using measurements from its surface texture was calculated. The calculation results reproduced patterns similar to the actual measurements and provided more detailed information about the scattering phenomena. In addition, the calculation results was described as bidirectional scattering distribution function (BSDF) data and some reflection appearances simulation of the scattering light on a machined surface was carried out by using BSDF data. The simulation results reproduced the appearances of actual scattering light well. Based on these methods, this report discusses the appearances of light reflected from a machined surface under different machining conditions that are reproduced virtually by modifying the aspect ratio of the measured machined surface data.

Keywords : Precision machining process, 3D surface profile data, Reflection scattering, Diffraction

光線追跡法を用いた光学シミュレーションは、光学機器の性能を仮想空間上で評価することができるため、製品の試作・実験や不具合箇所の特定などをより効率的に行うことが期待できる。この手法において、光線が物体から反射する際に生じる散乱現象は、散乱特性データを使用することで再現される。しかしながら、これまでに非接触3次元表面性状測定機で得られたマイクロメートル以下のマイクロで複雑な周期構造から100マイクロメートル程度のマクロな周期構造を同時に含む高密度な表面性状データを用いて、広範囲に広がる回折現象を含む散乱光を記述した散乱特性データに関する報告はほぼなされていない。本報告では、機械加工面の表面性状測定データからその表面で生じる回折現象による色のついた散乱光の分布を計算した。計算結果は実測値と同様の傾向を再現するとともに、より詳細な散乱に関する情報が得られた。また、計算結果を双方向散乱分布関数 (BSDF) データとして記述し、機械加工面の散乱光の見えのシミュレーションを行った。シミュレーション結果は実際の散乱光の見えをよく再現することが確認できた。一連の手法を応用して、表面性状測定データの縦横比を変化させてシミュレーションを行うことで、仮想的に異なる加工条件下における反射光の見えを議論する。

キーワード : 機械加工、微細加工、虹目、表面散乱、回折

---

\*現 浜松工業技術支援センター 光科



## 1 はじめに

光線追跡法を用いた光学シミュレーションは、光学機器の性能を仮想空間上で評価することができ、製品の試作・実験や不具合箇所の特定制などをより効率的に行うことが期待できる。この手法において、光線が物体から反射する際に生じる散乱現象は、散乱特性データを使用することで再現される。散乱特性データは様々なモデルが提案されているが<sup>1)</sup>、精密な機械加工によって生じる回折現象を含む複雑で広範囲な散乱を正確に再現することは難しい。このような場合は実際の加工面の表面性状データから回折現象を取り入れた散乱分布を推測する必要がある<sup>2)</sup>。しかしながら、これまでに非接触3次元表面性状測定機で得られたマイクロメートル以下のミクロで複雑な周期構造と100マイクロメートル程度のマクロな周期構造を同時に含む表面性状データから、広範囲に広がる回折を含む散乱光を記述した散乱特性データに関する報告はほぼなされていない。

このような現実の機械加工面からの散乱特性データがあれば、よりリアルな見えを表現することができ、散乱光による迷光やぼやけなどといった光学性能を低下させる原因もより詳細に調べることができる。

本報告では上述した複雑な表面性状を持つ機械加工面で生じる反射散乱光の散乱特性を、機械加工面の3次元表面性状測定データ<sup>3)</sup>と回折理論を用いて算出し、その再現性を変角分光測色測定による実測値<sup>3)</sup>と比較する。次に求めた散乱特性データを用いて反射散乱光の見えの光線追跡シミュレーションを実施し、計算に用いた機械加工面の実際の反射散乱光の見えと比較する。最後に、得られた表面性状測定データの縦横比を編集することで切削加工条件を仮想的に変更した状況を作り出し、この時の反射散乱光の見えを予測する。

## 2 方法

### 2.1 表面性状測定データを用いた反射散乱光の計算

回折現象を含む表面散乱を、ホイヘンスの原理に基づく二次波の概念を用いて計算することを考える。図1は表面性状測定データ（データは離散的な点群）を反射面とした際の入射および出射する光のある時刻の波面の広がり方を示している。波面は図1に示した様に波動の位相が等しい面のことである（例えば、図2に示した様に波動の山の部分を結んだ面や谷の部分

を結んだ面など）。図1において波面は点光源から球面波として伝搬し、反射面に到達すると面内の全ての測定データ点で二次波が発生する。発生した二次波は球面波として伝搬する。観測点での反射光の振幅強度はこの地点に到達した二次波の足し合わせとなり、次式のキルヒホフの回折積分で表される<sup>4)</sup>。

$$U = \frac{1}{i\lambda} \int K_{r,s} \frac{\exp(ik(r+s))}{rs} dS \quad (1)$$

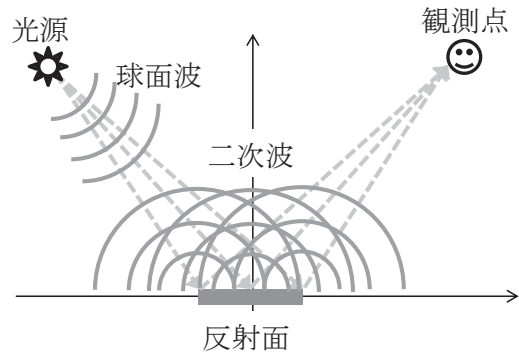


図1 ホイヘンスの原理

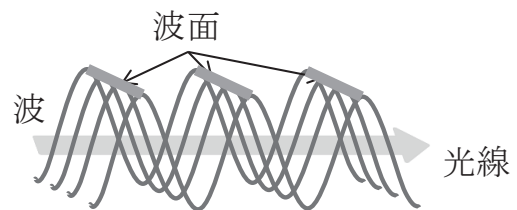


図2 光線と波面

ここで、 $\lambda$ は光の波長、 $r$ と $s$ はそれぞれ、反射面で二次波が発生した点から観測点までの距離および光源までの距離である。 $K_{r,s}$ は二次波の振幅の方向依存性を表す傾斜係数であり次式で表される。

$$K_{r,s} = \frac{1}{2}(\cos \alpha + \cos \beta) \quad (2)$$

ここで、 $\alpha$ と $\beta$ はそれぞれ反射面で二次波が発生した点から光源方向および観測点方向と反射面の法線方向のなす角度とする。式1の積分は反射面内で発生する二次波について行うことを意味する。なお、今回は無偏光の反射散乱を考えているため、偏光状態による反射光強度の角度依存（フレネル反射）の効果は考慮されていない。また、光線追跡ソフトで使用する双方向散乱分布関数（BSDF）データを式1から求める場合は、点光源および観測点がそれぞれ反射面から十分離れており反射面が点と見なすことができる以

下の関係式が成り立つ状況（フラウンホーファー回折領域）となる<sup>4)</sup>。

$$\frac{a^2}{8s} \ll \lambda \quad \text{かつ} \quad \frac{a^2}{8r} \ll \lambda \quad (3)$$

ここで、 $a$ は反射面の幅とする。

これらを踏まえて、今回の取り組みでは図3に示した様に、光源方向から反射面に入射し、観測点方向に射出する波長 $\lambda$ の光強度を次式を用いて計算した。

$$I(\sigma, \psi, \theta, \varphi) = \left| \frac{K}{\lambda} \int \exp(ik(\mathbf{e}(\sigma, \psi) + \mathbf{e}(\theta, \varphi)) \cdot \mathbf{Q}) dS \right|^2 \quad (4)$$

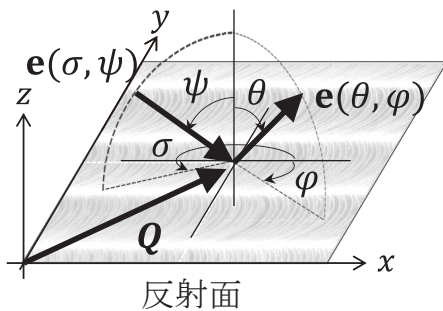


図3 式4における反射面（表面性状測定データ点群）の入射光の単位ベクトル、出射光の単位ベクトルおよびデータ点の位置ベクトル

ここで、式4の $\sigma$ と $\psi$ は光源方向の反射面の法線方向を北極とした時の極角とこの軸回りの方位角であり、 $\mathbf{e}(\sigma, \psi)$ は光源方向から反射面への単位ベクトルである。 $\theta$ と $\varphi$ は観測点方向の極角と方位角であり、 $\mathbf{e}(\theta, \varphi)$ は反射面から観測点方向への単位ベクトルである。また、 $\mathbf{Q}$ は反射面内の表面性状データ点の位置ベクトルである。ただし $\mathbf{Q}$ は離散的なデータ点群であるため、式4の積分はすべてのデータ点を足し合わせたものとなっている。傾斜係数 $K$ は

$$K = \frac{1}{2}(\mathbf{e}(\sigma, \psi) + \mathbf{e}(\theta, \varphi)) \cdot \mathbf{n} \quad (5)$$

とした。ここで $\mathbf{n}$ は反射面の法線ベクトルである。なお、今回使用した光線追跡ソフトウェア（Zemax, LLC社 OpticStudio）のBSDFデータの射出角は正反方向を北極とする極角 $\theta'$ とその軸回りの方位角 $\varphi'$ で記述されている<sup>5)</sup>ため（図4）、 $\theta'$ と $\varphi'$ をそれぞれ $\theta$ と $\varphi$ に変換し、式4と式5を波長毎に計算した。

図5に本取り組みで使用したサンプル1から4の表

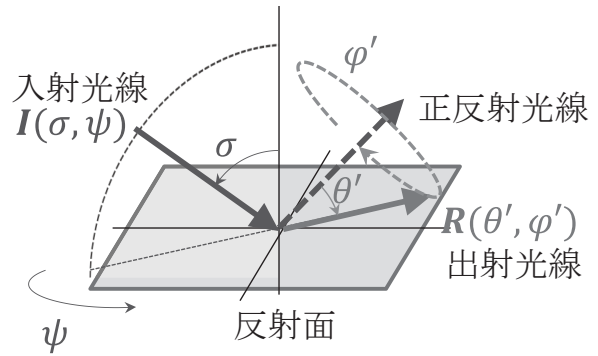


図4 光線追跡ソフトウェアで用いるBSDFデータの入射光と出射光の角度

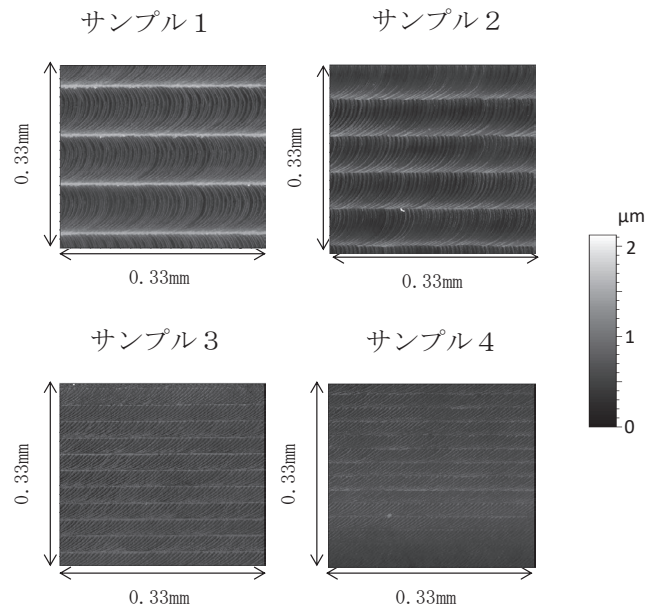


図5 機械加工面における微小領域の非接触3次元測定点群データの高さ分布

面性状測定点群データの高さ分布を示す。使用した表面性状測定データは点間隔が約166nmで縦方向に2048点、横方向に2048点の格子状に配置されている。したがって反射面の大きさはおおよそ縦0.33mm×横0.33mmである<sup>3)</sup>。ここで表面性状データ点の間隔が入射光の波長程度になると、この点間隔の周期性によって回折光が生じるため、測定点群の間隔は波長以下が望ましい。表面性状データには加工面に切削工具の送り操作によるマクロな周期をもつ横方向（加工方向）に伸びる加工痕と、切削工具の回転による円弧状のマイクロな周期を持つ加工痕が確認できる。シミュレーションでは白色光が入射した際の散乱を再現できるように波長450nm（青色に対応）、550nm（緑色に対応）、650nm（赤色に対応）が含まれる入射光を想

定した。また、図4に示す入射光の方位角は加工方向に平行な方向を $\psi=0^\circ$ とした。それぞれの波長のBSDFデータは、入射光の極角を $\sigma=15^\circ$ 、方位角を $\psi=0^\circ$ および $\psi=90^\circ$ の2条件とした。反射方向の角度条件は極角 $\theta'$ を $0^\circ \leq \theta' \leq 30^\circ$ の範囲では $0.1^\circ$ 刻み、 $30^\circ \leq \theta' \leq 180^\circ$ の範囲では $1^\circ$ 刻みとし、方位角 $\varphi'$ を $0^\circ \leq \varphi' \leq 360^\circ$ の範囲で $1^\circ$ 刻みと定めた。ただし、出射光が反射面を透過する状況になる極角の場合はBSDFの値を0とした。また、反射面内では出射光が別のデータ点でさらに反射する状況は考慮しない。

## 2.2 BSDF データを用いた散乱光シミュレーション

点光源で照明した反射面を人間の眼もしくはカメラで観察する光学配置の断面図を図6に示す。この状況を光線追跡ソフトにてシミュレーションを行う場合、反射面で散乱した光線が観測点に到達する確率は一般に非常に小さい。したがって、良好なシミュレーション結果を得るためには大量の光線を生成する必要がある。今回の取り組みでは、より効率的なシミュレーションの実施を目的に、図7に示した様な光学配置を考案した。これは、図6に示した光学配置において入射光が平行光であり、反射面のどの位置の散乱も同様のBSDFで記述された状況を近似的に再現している。図7の光学配置は、反射面で散乱した多くの光線を受光することができる。ディテクタ平面の大きさは $80\text{mm} \times 80\text{mm}$ の矩形（解像度 $0.31\text{mm}/\text{画素}$ ）とし、反射面から正反射方向に $150\text{mm}$ の距離に配置した。この光学配置では生成した光線の約85%がディテクタ平面に到達する。一方、図6の光学配置では生成した光線の0.1%程度が瞳もしくはカメラに到達する（ただし、到達する光線は瞳もしくはカメラの絞り径によって変化するが、図7の光学系ほどは到達しない）。入射光の波長と入射角は2-1と同様の条件とし、波長毎のエネ

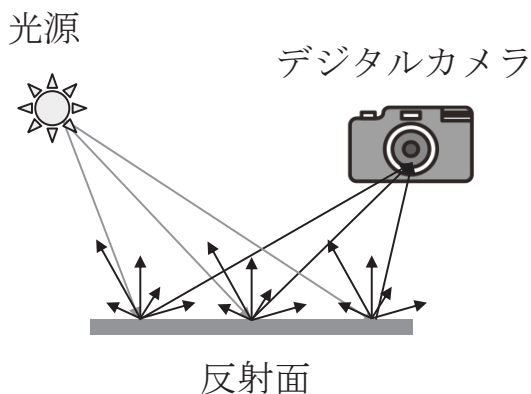


図6 反射面での散乱光を観察する光学系

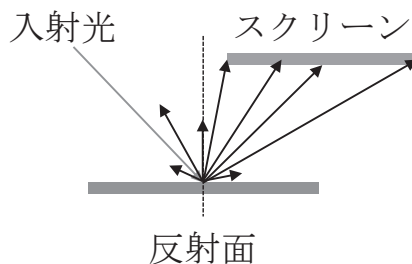


図7 今回の取り組みで実施した光線追跡シミュレーションの光学配置

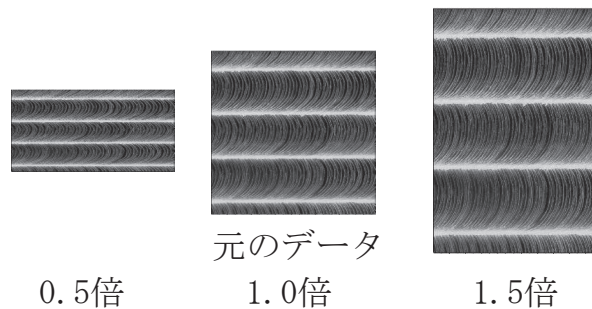
ルギーは一定とした。各波長のシミュレーションで得られるディテクタ平面の各画素における値からRGB画像を作成し、デジタルカメラで撮影した実際の反射散乱光の見えと比較した。なおRGB画像の作成は参考文献6を参照のこと。また、各シミュレーション画像は適当なガンマ補正をかけている。

## 2.3 表面性状データ編集による反射散乱光のシミュレーション予測

図8、図9に図5に示したサンプル1の表面性状データを縦方向と横方向に拡大・縮小した結果を示す。図8は元の測定データを加工方向と直交する方向（元データの縦方向）に拡大（1.5倍）・縮小（0.5倍）したデータで、図9は元の測定データを加工方向と平行な方向（元データの横方向）に拡大（1.5倍）と縮小（0.5倍）したものである。図8は、切削工具の送りによって生じる横方向に伸びる加工痕の間隔が変化している。これは切削工具の先端形状の大きさが変化し



小 ← 切削工具の先端形状 → 大



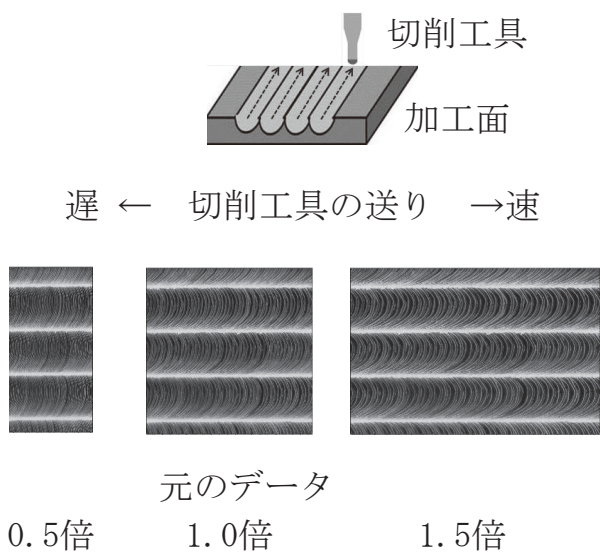
デジタルデータの縦方向の拡大率

図8 表面性状測定データの縦方向への拡大縮小編集



たと見なせる。したがって、間隔が広い場合と狭い場合はそれぞれ、先端形状が大きい切削工具と小さい切削工具で加工する状況を模している。一方、図9は、切削工具の回転によって生じる円弧状の微細な周期構造の幅が変化している。これは切削工具の送り速度が変化したと見なせる。したがって、微細な周期構造の幅が広い場合と狭い場合はそれぞれ、切削工具の送りが速い状態と遅い状態で加工する状況を模している。

これらの編集した表面性状データを用いて、BSDFデータを計算し、それらの状況における反射散乱の見え方をシミュレーションした。



測定データの横方向の拡大率

図9 表面性状測定データの横方向への拡大縮小編集

### 3 結果と考察

#### 3.1 表面性状測定データを反射光の計算結果

図10は図5のサンプル1に入射光が方位角 $\psi=0^\circ$ で入射したときの出射光強度分布の正反射面内（出射光の方位角が $\varphi'=0^\circ$ および $180^\circ$ ）（図11）における波長450nm（ア）、550nm（イ）、650nm（ウ）の計算結果（実線）と、同サンプルの偏角分光測色計により反射光を同条件の入射角で測定した実測結果（点線）である<sup>6)</sup>。図10の横軸は反射光の極角であり、横軸の正の領域は方位角 $\varphi'=180^\circ$ の極角 $\theta'$ の値、負の領域は方位角 $\varphi'=0^\circ$ の極角 $\theta'$ を負の値にしたものである。図10よりすべての波長において、計算結果は正反射光（極角 $\theta'=0^\circ$ ）のピークの肩に非対称な裾を持つ実測結果のおおよその傾向を再現していることが確

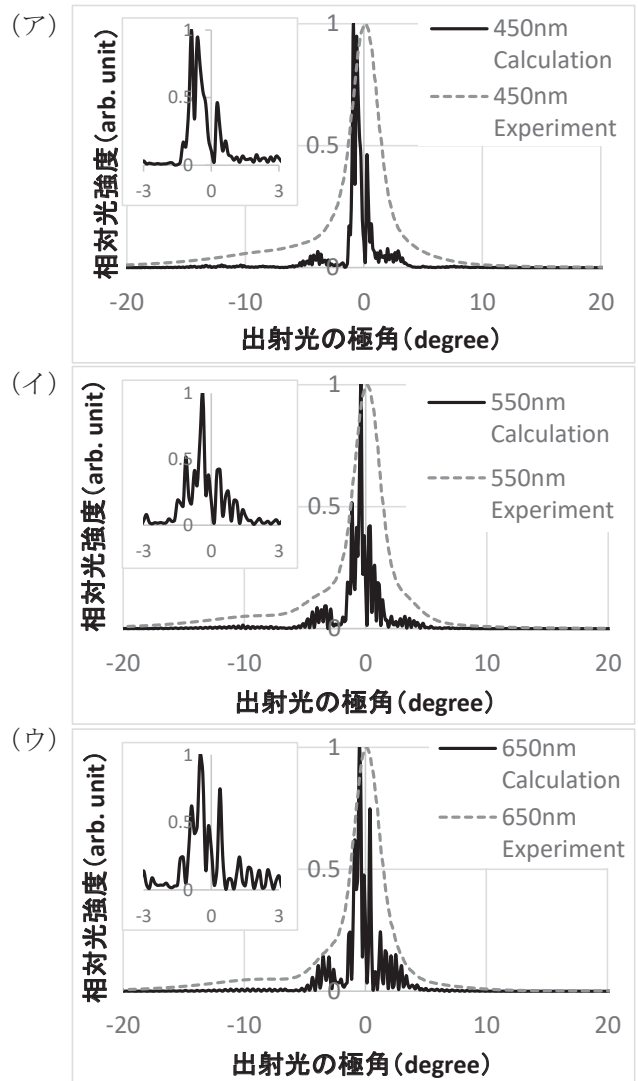


図10 サンプル1に入射光を極角 $\sigma=15^\circ$ 、方位角 $\psi=0^\circ$ で入射した光の正反射断面（ $\varphi'=0^\circ$ および $180^\circ$ ）における波長450nm（ア）、550nm（イ）、650nm（ウ）の出射光強度の極角 $\theta'$ 依存性

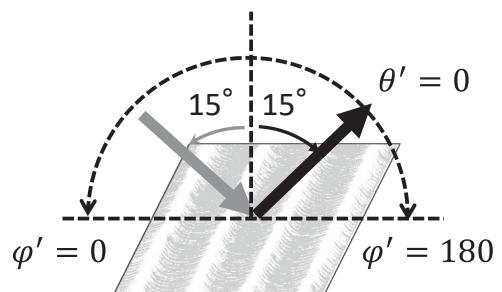


図11 サンプル1に入射光を極角 $\sigma=15^\circ$ 、方位角 $\psi=0^\circ$ で入射した光の正反射断面（ $\varphi'=0^\circ$ および $180^\circ$ ）

認できる。また、計算結果には、図10（ア）、（イ）、（ウ）のそれぞれの挿入図に示した様に、実測結果に



は見られない微細なピークが複数存在している。これらのピークの間隔の平均は波長 450nm では約  $0.30^\circ$ 、550nm では約  $0.36^\circ$ 、650nm では約  $0.41^\circ$  であった。回折の式<sup>7)</sup> からこれらのピーク間隔に対応する回折格子の周期を計算すると、どの波長の計算結果も加工方向に伸びる加工痕の間隔 (約  $90\mu\text{m}$ ) に近い値であった。したがって、微細なピークはこの加工痕の周期性に伴う回折光であると考えられる。また、各波長の出射光強度分布がほぼ同じ傾向となっていることから、この入射光の正反射面内の散乱光は白色に近いことがわかる。

図 12 はサンプル 1 に入射光が方位角  $\psi=90^\circ$  で入射したときの出射光強度分布の正反射面内 (図 13) における波長 450nm (ア)、550nm (イ)、650nm (ウ) の計算結果 (実線) と、同サンプルの偏角分光測色計により反射光を同条件の入射角で測定した実測結果 (点線) である。計算結果には実測結果と同様に正反射光 ( $\theta'=0^\circ$ ) のピークのほかに  $\theta'=0^\circ$  から正負の両方向に (ア) ではおおよそ  $3.8^\circ$ 、(イ) では  $4.8^\circ$ 、(ウ) では  $5.8^\circ$  間隔でピークが複数確認できる。これらのピーク間隔に対応する回折格子の周期を計算すると、どの波長も切削工具の回転による微細で周期的な加工痕の間隔 (約  $7\mu\text{m}$ ) に近い値となった。したがって、計算結果や実測結果でみられるピークはこの加工痕の周期性に伴う回折光であると考えられる。また、回折光のピークの角度が波長により各ピークの幅以上に異なっていることから、その波長に対応した有色彩の散乱光となっていることがわかる。

なお、計算結果と実測結果のピーク幅の違いは極角  $\theta'$  についてのそれぞれの分解能によるものと考えられる。

以上のように、計算結果には実測では測定機の分解能の制限により失われる情報も再現することができ、より詳細な反射光の評価が可能になるものと考えられる。

### 3.2 BSDF データを用いたシミュレーションの結果

図 14 から図 17 に図 5 に示した 4 つのサンプルの反射散乱光シミュレーション画像の R (赤色) 成分、G (緑色) 成分、B (青色) 成分および各サンプルの反射光をデジタルカメラで観察した画像の R 成分、G 成分、B 成分を示す。入射光はすべてのサンプルにおいて 2-1 の条件であり、カメラ画像およびシミュレーション画像の縦方向が入射光の方位角  $\psi=0^\circ$  方向であ

る。各サンプルのシミュレーション画像にはサンプルによって異なる表面性状を反映した反射散乱光が確認できる。どのシミュレーション画像もデジタルカメラ画像

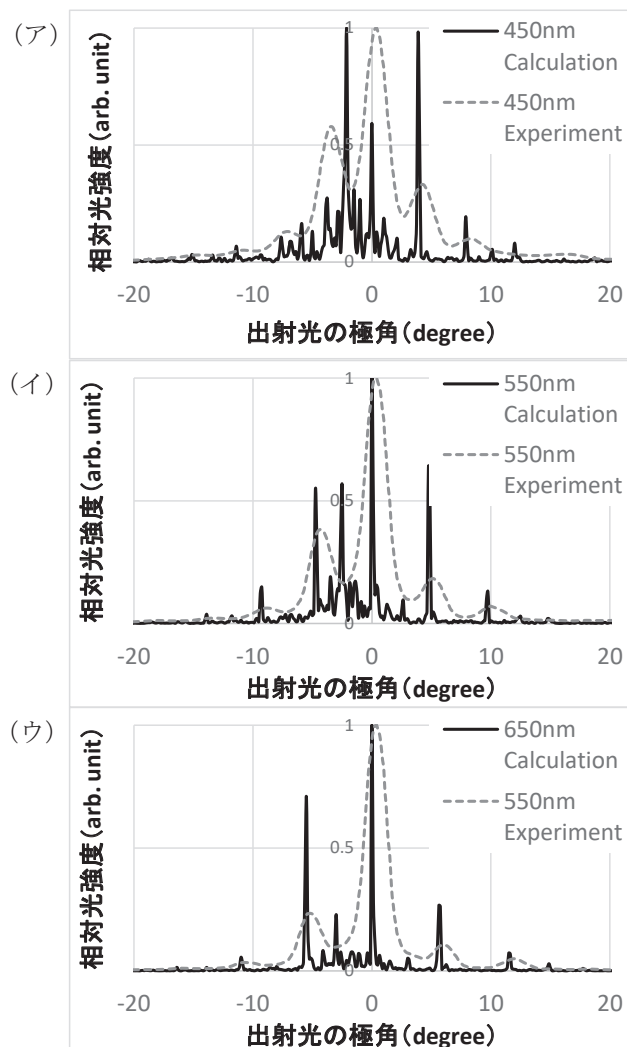


図 12 サンプル 1 に入射光を極角  $\sigma=15^\circ$ 、方位角  $\psi=90^\circ$  で入射した光の正反射断面 ( $\varphi'=0^\circ$  および  $180^\circ$ ) における波長 450nm (ア)、550nm (イ)、650nm (ウ) の出射光強度の極角  $\theta'$  依存性

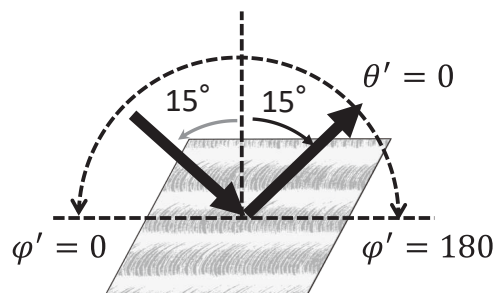


図 13 サンプル 1 に入射光を極角  $\sigma=15^\circ$ 、方位角  $\psi=90^\circ$  で入射した光の正反射断面 ( $\varphi'=0^\circ$  および  $180^\circ$ )

の中心付近に白色の正反射光とその周辺に各色成分で間隔が異なる縦縞の分布傾向を良好に再現していることが確認できる。

回折光の回折角は波長に比例し、周期構造の周期に反比例する。したがって、各サンプル表面の円弧状のマイクロな周期を持つ加工痕では、波長ごとに異なる角度で回折するため、R、G、B成分で横方向に異

なった間隔の回折光が生じ、切削工具の送り方向に由来するマクロな周期を持つ加工痕では、回折する角度が非常に小さいため、縦方向は連続した散乱光が生じ、縦縞の散乱分布になっていると考えられる。なお、シミュレーション画像とカメラ画像では縦縞の太さが異なっているが、これはシミュレーションと実測における光源の分光分布の違いによるものであると考えられる。

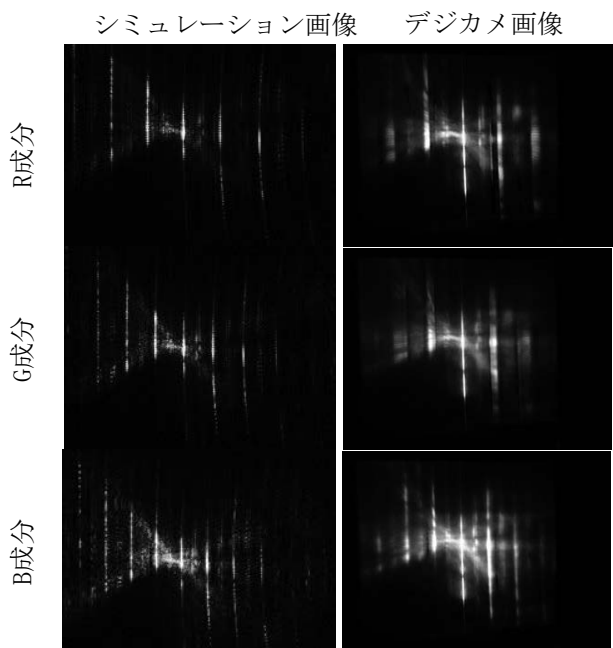


図14 サンプル1のシミュレーション画像と実測によるデジタルカメラ画像

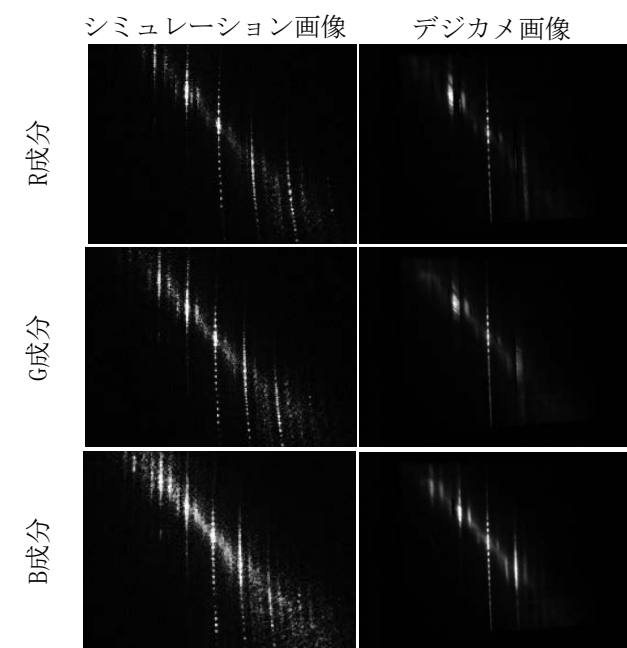


図16 サンプル3のシミュレーション画像と実測によるデジタルカメラ画像

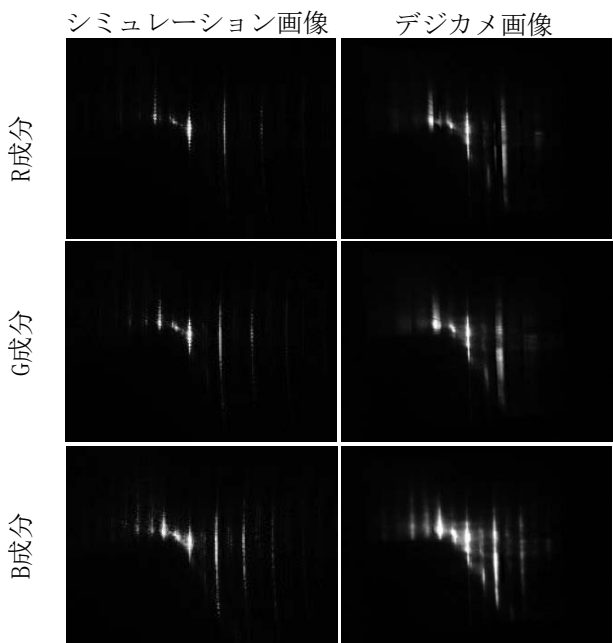


図15 サンプル2のシミュレーション画像と実測によるデジタルカメラ画像

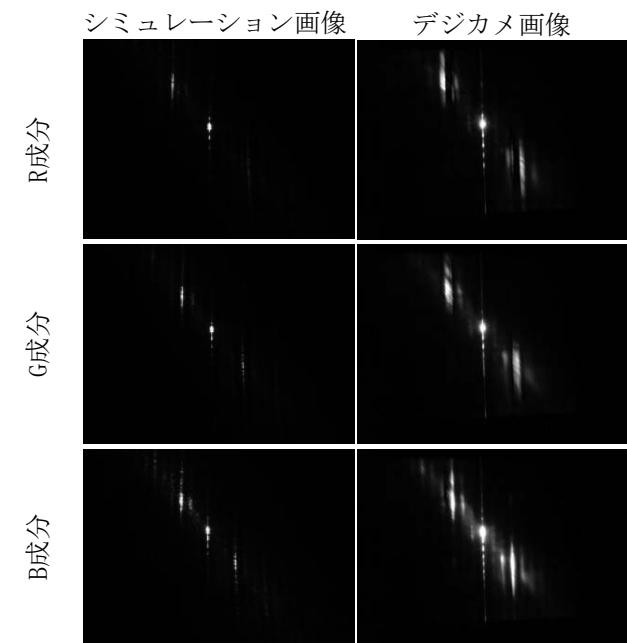
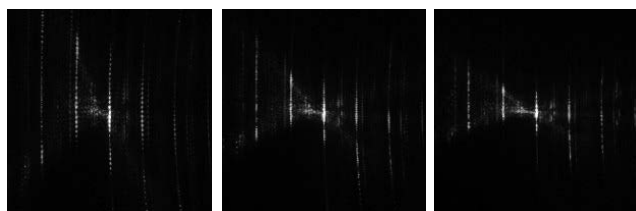


図17 サンプル4のシミュレーション画像と実測によるデジタルカメラ画像

### 3.3 表面性状データ編集による反射散乱光の見えのシミュレーション結果

図18と図19はそれぞれ図8と図9に示した表面性状に対応する反射散乱光の見えにおけるシミュレーションのグレースケール画像（実際はカラー画像）である。画像の中央の明るい点が正反射光である。図18では、切削工具の先端形状が大きくなると縦縞が短くなっており、正反射光の周辺に明るい散乱光が確認できる。一方で、先端形状が小さくなると縦縞が長くなっており、広範囲に散乱光が分散している。縦縞の間隔はほとんど変化しない。図19では、切削工具の送りが増えると縦縞の間隔が小さくなり、正反射光付近に明るい散乱光が集中している。一方、送りが遅くなると縦縞の間隔が大きくなり、散乱光が分散している。縦縞の長さはほとんど変化しない。これらのことより、切削工具の先端形状が小さく、送りが遅い場合は回折による散乱が卓越し、正反射光から離れた領域に色のつ

小 ← 切削工具の先端形状 → 大

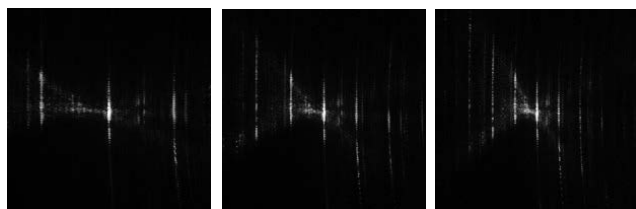


0.5倍                  元のデータ                  1.5倍

測定データの縦方向の拡大率

図18 表面性状測定データ（サンプル1）を縦方向に変形した（図8）時のシミュレーション画像（実際はカラー画像）

遅 ← 切削工具の送り → 速



0.5倍                  元のデータ                  1.5倍

測定データの横方向の拡大率

図19 表面性状測定データ（サンプル1）を横方向に変形した（図9）時のシミュレーション画像（実際はカラー画像）

た散乱光が分布する傾向があり、反対に、先端形状が大きくなり送りが速い場合は幾何光学的な散乱が卓越し、正反射光付近に白色に近い散乱光が分布する傾向があることが推測される。

## 4 まとめ

本報告では、実際に加工された表面の表面性状測定データからその表面で生じる回折現象による色のついた散乱光の分布を計算した。計算結果は同様の散乱分布の実測値と同様の傾向を再現するとともに、より詳細な散乱に関する情報が得られた。また、計算結果をBSDFデータとして記述し、機械加工面の散乱光の見えのシミュレーションを行った。シミュレーション結果は実際の散乱光の見えをよく再現することが確認できた。一連の手法を応用して、表面性状測定データの縦横比を変化させてシミュレーションを行うことで、仮想的に異なる加工条件下における反射光の見えを予測した。

今回の取り組みで行った手法は、光学部品の実際の表面の散乱光をシミュレーションすることができ、より現実に即した光学系の迷光解析が実施できるものと考えられる。

## 参考文献

- 1) Y. Mukaigawa, IPSJ SIG Technical Report, Vol.2010-CVIM-172 No.34, pp.1-11 (2010).
- 2) Z. Doneg, et al., ACM Transactions of Graphics, 35 (1), pp.1-13 (2015)
- 3) 柳原 亘 他：表面の光学特性に影響する粗さパラメータの解明．静岡県工業技術研究所報告，第13号，4-8 (2020)．
- 4) 渋谷 眞人 他：回折の基礎，「回折と結像の光学」，初版（朝倉書店，東京），pp.1-20 (2013)
- 5) Zemax, LLC : BSDF Data Interchange file format specification.  
<https://my.zemax.com/en-US/Knowledge-Base/kb-article/?ka=KA-01372> (2020.4.1 アクセス)．
- 6) 豊田 敏裕 他：表面性状と光学シミュレーションへの活用．静岡県工業技術研究所報告，第14号，掲載予定 (2021)．
- 7) 河合 滋：光学設計の手法，「光学設計のための基礎知識」，初版（オプトロニクス社，東京），pp.195-239 (2013)．

## 家畜ふん尿の乾燥及び燃料化技術の開発

環境エネルギー科 岡本哲志 宮原鐘一\*  
静岡県畜産技術研究所 佐藤克昭

### Development of a fuel-conversion drying technology for livestock manure

OKAMOTO Tetsuji, MIYAHARA Shoichi and SATO Katsuaki

About 87 million tons of livestock manure are discharged annually, which is equivalent to about 27% of the organic waste generated in Japan, and much of it is returned to compost and other organic matter. However, compost production exceeds demand in some livestock concentration zones, causing environmental pollution and compost retention due to excess supply. Therefore, in this study, the authors developed a fuel-conversion drying technology for dairy cow manure, which has the highest water content in livestock manure. The Shizuoka Prefectural Research Institute of Animal Industry, which is a joint research organization, prototyped a dried dairy cow dung fuel using a variety of drying technologies, including pre-treatment technologies. To fulfill the share of work assigned to our laboratory, we evaluated the following: 1) the effect of removing nitrogen and sulfur from dairy cow manure by pre-treatment; and 2) the discharge characteristics of nitrogen oxides and sulfur oxides when pelletized dried dairy cow dung was burned in a biomass boiler. The results of our evaluation were as follows.

1) The quality standard of nitrogen and sulfur (wood chips for fuel [Class 4]) was met by combining solid-liquid separation and drying for dairy cow manure.

2) If dried dairy cow dung can be completely burned, the nitrogen oxides and sulfur oxides present in the exhaust gas can be reduced to below the regulated value.

Keywords : livestock manure, drying, combustion, nitrogen oxide, sulfur oxide

家畜ふん尿は国内で発生する有機性廃棄物のおよそ27%に相当する年間約8,700万トンが排出されており、その多くは堆肥等に還元されている。しかし、堆肥の生産は一部の畜産集中地帯で需要を超え、過剰供給による環境汚染や堆肥の滞留を引き起こしている。そこで本研究では、家畜ふんの中で最も含水率の高い乳牛ふんを対象に、乾燥させて燃料化する技術を開発した。共同研究機関の静岡県畜産技術研究所が前処理技術を含む各種乾燥技術により乾燥乳牛ふん燃料を試作した。当研究所の分担として、1) 前処理による乳牛ふん中の窒素及び硫黄の除去効果と、2) ペレット化した乾燥乳牛ふんをバイオマスボイラーで燃焼させた時の窒素酸化物及び硫黄酸化物の排出特性を評価し、以下のことがわかった。

1) 乳牛ふん尿に対し、固液分離と乾燥を組み合わせることで窒素及び硫黄の品質基準（燃料用木質チップClass4）をクリアした。

2) 乾燥乳牛ふんを完全燃焼させることができれば、排ガス中の窒素酸化物及び硫黄酸化物を規制値以下にすることが可能であった。

キーワード：家畜ふん尿、乾燥、燃焼、窒素酸化物、硫黄酸化物

---

\*現 浜松工業技術支援センター 研究統括官



1 はじめに

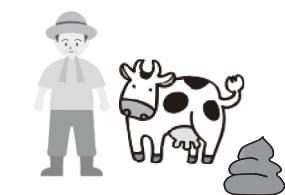
家畜ふん尿は国内で発生する有機性廃棄物のおよそ27%に相当する年間約8,700万トンが排出されており、その多くは堆肥等に還元されている。しかし、堆肥の生産は一部の畜産集中地帯で需要を超え、過剰供給による環境汚染や堆肥の滞留を引き起こしている。一例として県内の朝霧地区では、乳牛・肉牛合わせて6,500頭が飼育されているが、乳牛100頭規模で年間1,000万円の処理・流通経費が掛かっている。

家畜ふん尿は高含水率であることから、そのエネルギー利用技術は、湿式メタン発酵が最も一般的であるが、太陽熱等の自然エネルギーを利用した乾燥を行えば、焼却によるエネルギー回収も可能である。そこ

で本研究では、家畜ふんの中で最も含水率の高い乳牛ふんを対象に、乾燥させて燃料化する技術を検討した。図1に研究で検討したシステムの全体像を示した。最初に、畜産農家側で乳牛ふんを乾燥させる。本研究では、条件検討した前処理や開発した天日乾燥装置により、乾燥乳牛ふんとした。次に、乾燥乳牛ふんを燃料として流通させるため、ペレット状に成型加工し、ガス化発電システムやバイオマスボイラーの燃料としてエネルギー実需者に供給する。

本研究における技術的課題と解決策について表1にまとめた。最初に、乾燥においては、含水率の高い乳牛ふんをエネルギー利用可能な含水率（30%以下）まで下げる必要があり、乾燥過程で微生物による

1. 乾燥



畜産農家



前処理

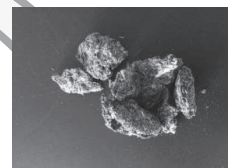
固液分離機



乾燥

ロータリー式  
天日乾燥装置

乾燥乳牛ふん



成型加工



ペレタイザ



燃料

ペレット



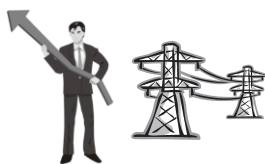
輸送

発電・熱利用



バイオマス  
ボイラー

2. 燃料化



エネルギー  
実需者

図1 本研究で開発した技術によるシステムの全体像

表1 本研究の技術的課題と解決策

1 乾燥		2 燃料化	
技術的課題	解決策	技術的課題	解決策
含水率が高い（乳牛ふん85%）	乾燥促進剤の添加及び太陽熱温水パネルの加熱により、エネルギー利用可能な含水率（30%以下）まで短期間で下げる。	木質バイオマスより低い発熱量 窒素・硫黄が多く、排ガス中の窒素酸化物・硫黄酸化物が増える可能性	前処理（固液分離及び加水・圧搾）により窒素及び硫黄を除去し、熱量アップと燃焼時の排ガス低減を図る。
乾燥過程で微生物による分解（堆肥化）が進む恐れ			



分解が進むと、乳牛ふんの持つ熱量が失われるため、短期間で乾燥を完了する必要がある。これらの解決策として、乾燥促進剤の添加や太陽熱温水パネルによる加熱を利用した。次に、燃料化においては、乳牛ふんの持つ熱量は木質バイオマスよりも低く、熱量アップが必要であった。また、木質バイオマスと比べると、乳牛ふんには窒素・硫黄分が多く、燃焼させた場合、排ガス中の窒素酸化物、硫黄酸化物が増える可能性があった。これらの解決策として、固液分離及び加水・圧搾等の前処理で窒素及び硫黄を除去した。

本稿では、当研究所が実施した、1) 前処理による乳牛ふん中の窒素及び硫黄の除去効果と、2) 乾燥乳牛ふんをバイオマスボイラーで燃焼させた時の窒素酸化物・硫黄酸化物の排出特性の評価について、以下に報告する。

## 2 方法

### 2.1 前処理による乳牛ふん中の窒素及び硫黄の除去効果

静岡県畜産技術研究所（以下、畜技研）で発生する乳牛ふん尿に対し、3種類の前処理（①圧搾による固液分離のみ、②固液分離後、加水せず再度圧搾、③固液分離後、加水し再度圧搾）を行い、105℃で2時間乾燥させることで、乾燥乳牛ふんを調製した。次に、各前処理条件の乾燥乳牛ふんについて、窒素及び硫黄を定量・比較した。

乾燥乳牛ふん中の窒素の定量には、有機微量元素分析装置 2400（株）パーキンエルマー・ジャパン製）を用いた。また、乾燥乳牛ふん中の硫黄の定量には、燃焼イオンクロマトグラフ分析を用いた。具体的には、酸素フラスコ燃焼法<sup>1)</sup>により試料中の硫黄を硫酸イオンとして水溶液に回収し、回収液中の硫酸イオンをイオンクロマトグラフ Integriion（サーモフィッシャーサイエントフィック（株）製）で定量した。イオンクロマトグラフ分析の測定条件は表2のとおりであった。

### 2.2 乾燥乳牛ふんの燃焼特性（窒素酸化物・硫黄酸化物の排出特性）の評価

畜技研の乳牛ふん尿に対し、2.1と同様に前処理を行い、天日乾燥装置（図1）により含水率が30%以下になるまで乾燥させた。次に、この乾燥乳牛ふんに対し、県内企業が保有するバイオマスボイラー（図1）を用い、空気比をパラメータとして燃焼試験を行い、排ガス中の窒素酸化物及び硫黄酸化物を測定した。

表2 イオンクロマトグラフ分析条件

項目	内容
カラム	Dionex IonPac AS12A（分離カラム） Dionex IonPac AG12A（ガードカラム）
カラム温度	30℃
溶離液	2.7mM Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + 0.3mM NaHCO <sub>3</sub>
流量	1.5mL/min
検出器	電気伝導度（サブレッサー使用）
試料注入量	10 μL

排気ガス中の窒素酸化物及び硫黄酸化物を測定については関連する日本産業規格<sup>2,3)</sup>を参考にした。具体的には、図2のような試料ガス採取装置を用い、ダクト内の排ガスを定量ポンプで毎分2Lの速度で吸引することで、ガス吸収瓶2本に吸収させた。次に、吸収瓶内の水溶液中の亜硝酸イオン、硝酸イオン、及び硫酸イオンをイオンクロマトグラフでそれぞれ定量した。亜硝酸イオン及び硝酸イオンの濃度から窒素酸化物、硫酸イオン濃度から硫黄酸化物の各濃度を算出した。

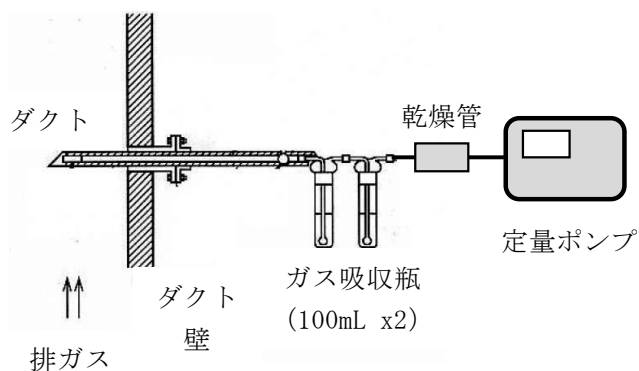


図2 試料ガス採取装置

## 3 結果および考察

### 3.1 乳牛ふんの乾燥における前処理条件の検討

乾燥乳牛ふんに含まれる窒素及び硫黄含有量と前処理条件の関係を表3に示した。前処理無しでは乾燥乳牛ふん中の窒素が2.20[wt%]、硫黄が0.30[wt%]だったが、固液分離のみの前処理により窒素は0.81[wt%]、硫黄は0.10[wt%]に減少した。一方、固液分離後、乳牛ふんに対し等量の水を加え再度圧搾することで、窒素の含有量は0.62[wt%]まで減少したが、硫黄は減少しなかった。燃料用木質チップの品質

規格<sup>4)</sup>によれば、最も規格の低いClass4で窒素1.0[wt%]以下、硫黄0.10[wt%]以下と定められており、乳牛ふんは固液分離と乾燥の組み合わせで窒素及び硫黄の品質基準をクリアできた。

表3 固液分離及び加水・圧搾による窒素・硫黄の変化

前処理条件	窒素 [wt%]	硫黄 [wt%]
固液分離前 (生ふん尿)	2.20	0.30
固液分離のみ	0.81	0.10
固液分離後加水せず 圧搾	0.72	0.11
固液分離後 加水(等量)して圧搾	0.62	0.11
固液分離後 加水(4倍量)して圧搾	0.71	0.10

### 3.2 乾燥乳牛ふんの燃焼特性の評価

次に、前処理は固液分離のみでパイロットスケールで生産した乾燥乳牛ふんに対し、空気比をパラメータとしてバイオマスボイラー(炉内容積:2.3[m<sup>3</sup>]、電熱面積:18[m<sup>2</sup>]、空気比:4.4~22.2[m<sup>3</sup>/kg])で燃焼した時の、排ガス中の窒素酸化物及び硫黄酸化物の変化を図3に示した。検討した空気比は完全燃焼の状態であり、本図より、乾燥乳牛ふんを完全燃焼させれば、排ガス中の窒素酸化物及び硫黄酸化物を規制値以下にすることが可能であることがわかった。

## 4 まとめ

本研究では、家畜ふんの中で最も含水率の高い乳牛ふんを対象に、乾燥・燃料化する技術を静岡県畜

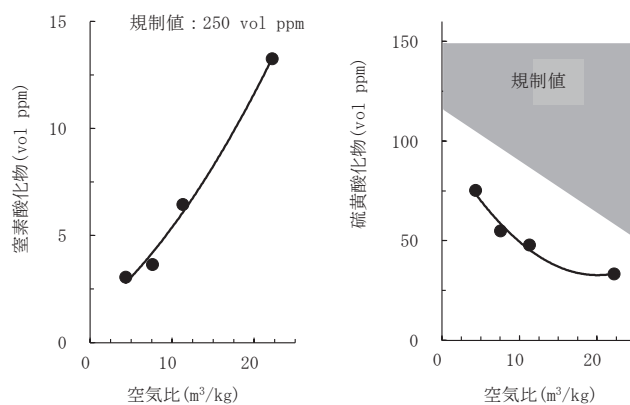


図3 空気比の調整による排ガス(窒素酸化物・硫黄酸化物)の変化

産技術研究所と開発した。当研究所の分担として、(1)前処理による乳牛ふん中の窒素及び硫黄の除去効果と、(2)ペレット化した乾燥乳牛ふんをバイオマスボイラーで燃焼させた時の窒素酸化物及び硫黄酸化物の排出特性を評価し、以下のことがわかった。

(1) 前処理による乳牛ふん中の窒素及び硫黄の除去効果

乳牛ふん尿に対し、固液分離と乾燥を組み合わせることで窒素及び硫黄の品質基準(燃料用木質チップClass4)をクリアした。

(2) ペレット化した乾燥乳牛ふんをバイオマスボイラーで燃焼させた時の窒素酸化物・硫黄酸化物の排出特性 乾燥乳牛ふんを完全燃焼させれば、排ガス中の窒素酸化物及び硫黄酸化物を規制値以下にすることが可能であった。

### 参考文献

- 1) 厚生労働省:第十七改正日本薬局方. 一般試験法1.06(酸素フラスコ燃焼法), (2016).
- 2) 経済産業省:日本産業規格JIS K0103(排ガス中の硫黄酸化物分析方法). (2011).
- 3) 経済産業省:日本産業規格JIS K0104(排ガス中の窒素酸化物分析方法). (2011).
- 4) 木質バイオマスエネルギー利用推進協議会:燃料用木質チップの品質規格. (2014).

# 射出成形における部材金属の表面特性向上に関する研究

## — 剥離性評価試験条件の検討 —

化学材料科 稲葉彩乃 小泉雄輔 菅野尚子 木野浩成\*

## Research for improving the surface properties of metallic components in injection molding machines

### — Examination of conditions for the evaluation of separating loads —

INABA Ayano, KOIZUMI Yusuke, KANNO Naoko and KINO Hironari

Keywords : separating load, metal-surface treatment, injection molding

射出成形で発生する不良のひとつである黒点は、成形機内で長期間滞留した樹脂が成形機内壁に付着し発生する。これを防ぐには、成形機内の金属表面と樹脂の剥離性を把握して対策する必要がある。これまでに、金属表面と樹脂の剥離荷重を測定する試験装置を開発し、アクリル樹脂と金属板の剥離性評価を試みてきたが、測定の再現性が得られないという課題があった。そこで、試験片の押し当てる力の偏り低減に取組み、測定値への影響について検討を行った。また、表面処理を施した金属板と未処理の金属板に対し、アクリル樹脂試験片との剥離性評価を行った。

キーワード：剥離荷重、金属表面処理、射出成形

### 1 はじめに

射出成形では、成形機内部に付着し炭化した樹脂が成形品に混入して生じる『黒点』と呼ばれる不良があり、透明樹脂成形品では特に目立ちやすく、歩留まりを下げる要因となっている。透明樹脂との剥離性が高く、射出成形機に適した表面処理を選択するため、剥離性評価装置（写真1）を開発し、アクリル樹脂と

成形機部材間の剥離荷重測定を行ってきた<sup>1)</sup>が、再現性に問題があった。この問題を解決するために、本研究ではまず、要因の一つとして考えられる押し当て力の偏りに着目し、それを改善するための装置等の改良とその効果を調査した。また、改良した評価装置で表面処理を施した金属板の剥離荷重測定を行ったので併せて報告する。

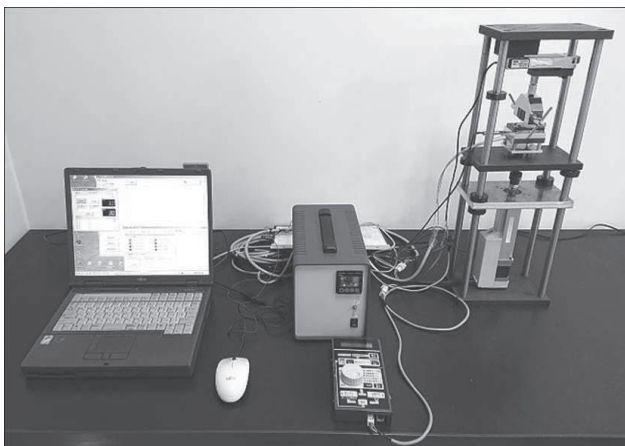


写真1 剥離性評価試験機

### 2 方法

#### 2.1 試験片を押し当てる力の偏りの低減

##### (1) チャック接続部の改良

従来の装置では試験片を保持するチャック接続部に自由座を用いており、試験片取り付け時の傾きにより押し当て力に偏りが生じていた（写真2）。そこでチャック接続部を固定座に改良し、その効果を表1（I）の測定条件により調べた。

##### (2) 試験片形状の改良

押し当て面の形状に由来する偏りを低減させるため、押し当て面積を従来の1/3（3mm×6mm）とした1/3

\* 現 浜松工業技術支援センター 材料科

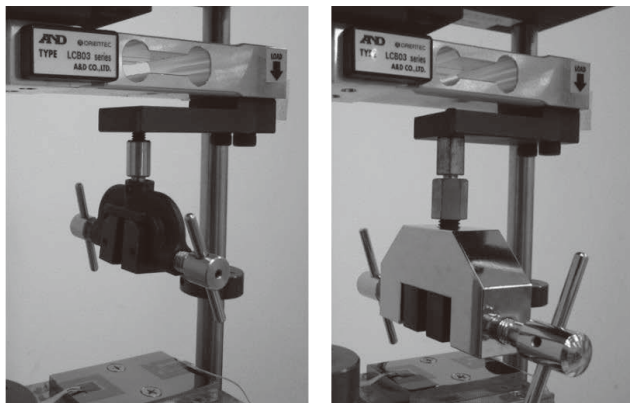


写真2 自由座（左）と固定座（右）

自由座のチャック接続部が自在接手になっており、試験片を押し当てる際にチャックの角度が決まるため、測定値がばらつく要因になっていた。  
接続部が固定されておりチャックの角度が一定になる固定座を用い検討を行った。

表1 測定条件<sup>1)</sup>

	I	II	III
押し当て力 <sup>2)</sup>	60%	40%	40%
樹脂試験片	アクリル樹脂製 供試試験片	アクリル樹脂製 1/3 試験片	アクリル樹脂製 1/3 試験片
金属板	SCM440 処理無し	SCM440 処理無し	SCM440 処理無し クロムめっき ダブルクロムめっき 窒化チタン処理

1) いずれの実験条件も、金属板温度 150℃、押し当て時間 60 秒とし、同一試験片で 10 回繰り返し測定を行った。  
2) 押し当て面積が異なるため、装置の設定上可能な範囲で単位面積あたりの押し当て力が近くなるよう設定した。

試験片を作製し、その効果を (1) の改良評価装置を使い表1 (II) の試験条件により調べた。また、測定前後の押し当て面にインクを塗布し転写して、形状変化を従来試験片と比較した。

### 2.2 表面処理を施した金属板の剥離性評価

各表面処理を施した金属板と未処理の金属板に対する剥離荷重を測定した。測定条件は表1 (III) とした。

## 3 結果および考察

### 3.1 試験片を押し当てる力の偏りの低減

#### (1) チャック接続部の改良

固定座を用いることで、試験片取り付け時の傾きの影響が低減され、自由座 (図1) と比較し同一試験片での測定値の変動を抑えられた (図2)。

#### (2) 試験片の改良

1/3試験片では、全面が均一に押し当てられていることが確認できた (図3)。また、単位面積あたりの剥離荷重は、従来試験片と同様、最小値と最大値の差

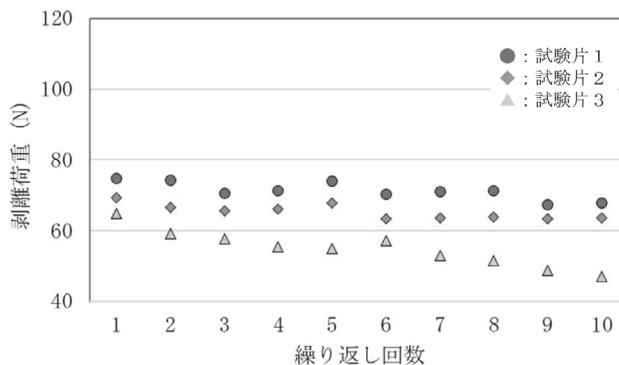


図1 剥離荷重（自由座使用）

●：試験片1、◆：試験片2、▲：試験片3

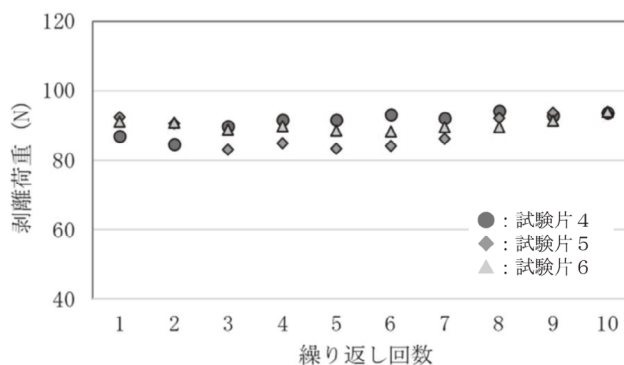


図2 剥離荷重（固定座使用）

●：試験片4、◆：試験片5、▲：試験片6

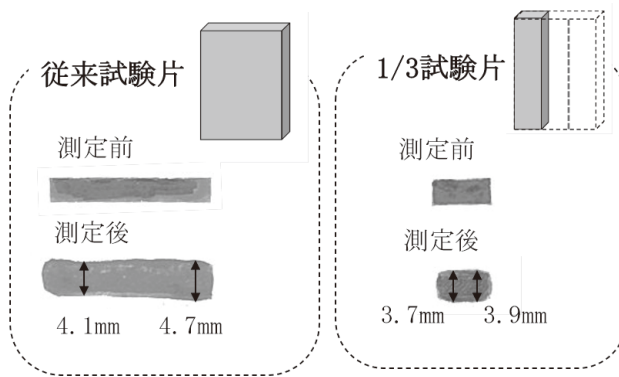


図3 従来試験片と1/3試験片の押し当て面の形状変化

は0.4N/mm<sup>2</sup>であったが、平均値の2割程度に抑えることができた。

### 3.2 表面処理を施した金属板の剥離性評価

表面処理を施すことにより15~18%程度剥離荷重が低下した (図4)。表面処理の種類による剥離荷重の差はわずかであった。



表2 供試験片と 1/3 試験片の剥離荷重とCV値

	剥離荷重 9回測定値平均* (N)	単位面積当たり の剥離荷重 (N/mm <sup>2</sup> )	9回測定値 CV値* (%)
供試験片	69.8	1.2	6.1
	80.3	1.3	4.8
	94.5	1.6	1.5
1/3 試験片	40.5	2.0	3.7
	34.7	1.8	4.4
	42.1	2.2	3.8

\*10回の測定中、最初の1回を除く9回から求めた。

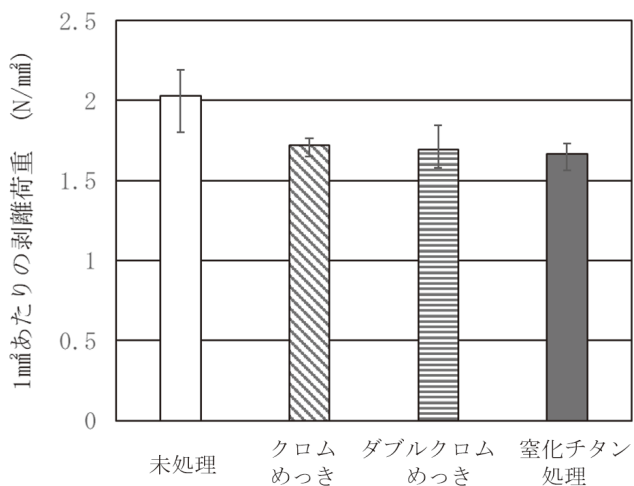


図4 樹脂試験片との剥離荷重測定結果  
(単位面積当たりの荷重に換算)

エラーバーは最小値最大値の幅を示した。

#### 4 まとめ

固定座を使用し、1/3試験片を用いることで取付け時の傾きの影響を小さくできた。これにより同一試験片の測定値の変動が抑えられ、ばらつきが若干低減された。

表面処理によりアクリル樹脂との剥離荷重が低下する傾向が認められたが、表面処理の種類による差はわずかであった。

#### 謝辞

本研究を進めるにあたり試験片と金属板を提供下さいました県内企業様に御礼申し上げます。

#### 参考文献

- 1) 小泉雄輔 他：成形機部材金属と樹脂の剥離荷重に関する研究. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第13号, 23 - 25 (2020).



## CNF を活用したプラスチック製品の試作開発

化学材料科 小泉雄輔 菅野尚子 木野浩成\*  
株式会社川口化成 山田政臣 長橋秀育

## Trial production of plastic bottles containing cellulose nanofibers for blow molding

KOIZUMI Yusuke, KANNO Naoko, KINO Hironari, YAMADA Masaomi and NAGAHASI Hideyasu

Keywords : cellulose nano-fiber, mechanical property, blow molding

本研究では、PEにCNFを高濃度に含有させたMBを、ブロー成形に適用できるか検討した。成形条件を検討することで小型ボトルを成形することができ、ブロー成形へ適用できることが確認できた。成形した小型ボトルの寸法安定性はPEより優れており、CNFの分散性も良好であった。MBの使用によりMFR値は上昇したが、MBに含まれるPEが原因であると考えた。引張強さ、曲げ強さ、曲げ弾性率は上昇したが、衝撃強さは低下した。今回のMBを使用する場合、衝撃耐性の低下について検討する必要があることがわかった。

キーワード：セルロースナノファイバー、ポリエチレン、ブロー成形、物性

## 1 はじめに

セルロースナノファイバー（CNF）は、植物由来の繊維状物質であり、樹脂強化材としての利用が期待されている。現在、高濃度のCNFを含むマスターバッチ（MB）を使用した報告が多くされているが<sup>1)</sup>、ほとんどがポリプロピレンの射出成形に対してであり、ポリエチレン（PE）のブロー成形に対して適用した報告例は少ない。

本研究では、ブロー成形によるボトルの成形に、PE/CNFのMBを検討した。

## 2 方法

## 2.1 ボトル成形試験

星光PMC(株)製MBと京葉ポリエチレン(株)製PEから、CNF濃度10%のPE/CNF複合材（以下複合材とする）を調整し、ブロー成形機でボトル（全長約100mm、胴径約50mm）を成形した。ボトルの胴径と全長の経時変化から寸法安定性を評価した。ボトルから得た薄片のCNF分散性を、岡田らの方法<sup>2,3)</sup>により、顕微赤外分光分析装置を使用して評価した。ボトルを粉砕し、メルトインデックサを用いて熔融流動性（MFR値）を測定した（表1）。

表1 MFR値測定条件

試験方法	JIS K 7210:2014 A法(重量測定法)
試験荷重	2.16kg
試験温度	190°C
計量時間	5 min
測定数	10

## 2.2 各種試験片による物性試験

成形した試験片で、引張強さ、引張破断時の伸び、曲げ強さ、曲げ弾性率及びシャルピー衝撃強さを求めた（表2、表3、表4）。

表2 引張試験条件

試験方法	JIS K 7161-1:2014
試験速度	5 mm/min
つかみ具間距離	115mm
破断時伸び(%)の判定基準	降伏後、応力が1 MPaを下回った測定点
測定数	5

\* 現 浜松工業技術支援センター 材料科

表3 曲げ試験条件

試験方法	JIS K 7171:2016
試験速度	5 mm/min
圧子の先端半径	5 mm
支持台コーナーの半径	2 mm
支点間距離	48mm
測定数	5

表4 シャルピー衝撃試験条件

試験方法	JIS K 7111-1:2012 エッジワイズ (ノッチあり)
ハンマー容量	4 J
支点間距離	62mm
測定数	10

### 3 結果および考察

#### 3.1 ボトル成形試験

成形条件を検討することでボトルを成形できた(写真1)。寸法安定性は、複合材製ボトルが優れていた(表5)。赤外分光イメージング測定結果(図1)を元に得たプロット(図2)から、CNF分散性は良好と判断した。複合材のMFR値は、PEと比べ上昇した(表6)。



写真1 成形した小型ボトル  
(左: PE、右: PE/CNF 複合材)

表5 成形した小型ボトルの寸法収縮量

計測箇所	24時間後の寸法収縮量(mm)		PEと複合材の収縮量の差(mm)	
	PE	複合材		
胴径(PL)	上	0.25	0.26	-0.01
	中	0.29	0.31	-0.02
	下	0.24	0.24	0.00
胴径(反PL)	上	0.24	0.17	0.07
	中	0.20	0.21	-0.01
	下	0.22	0.20	0.02
全長	0.16	0.13	0.03	

成形したボトル各1個ずつの、胴径6箇所と全長を測定した。成形直後と成形後24時間経過した後の寸法を測定し、その差を比較することで寸法安定性を評価した。

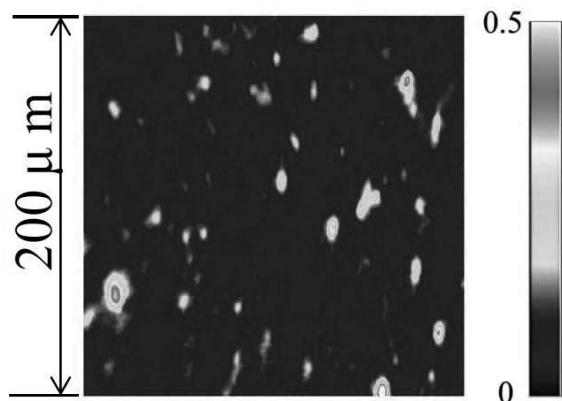


図1 赤外分光イメージング測定結果

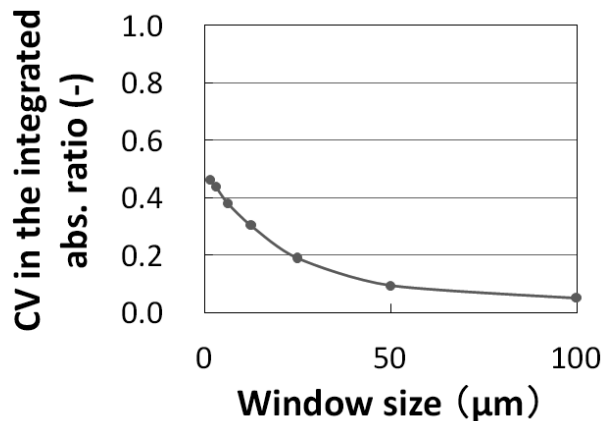


図2 相対標準偏差(CV値)と窓枠サイズのプロット  
図1のイメージング測定結果から、岡田ら<sup>2,3)</sup>の方法により、横軸に窓枠サイズ(μm)、縦軸にCV値(%)をプロットした。

表6 MFR値測定結果

試料名	平均値(g/10min)	S. D.
PE	0.243	0.00215
PE/CNF 複合材	0.357	0.00520

### 3.2 各種試験片による物性試験

成形した試験片の引張強さ、破断時の伸び、曲げ強さ、曲げ弾性率、シャルピー衝撃強さを示す（表7、表8、表9）。引張強さ、曲げ強さ、曲げ弾性率は上昇し、破断時の伸び、シャルピー衝撃強さは低下した。

表7 引張試験結果

試料名	引張強さ		破断時伸び	
	平均値 (MPa)	S. D.	平均値 (%)	S. D.
PE	28.0	0.094	40.2	2.33
PE/CNF 複合材	35.1	0.0806	26.7	4.17

表8 曲げ試験結果

試料名	曲げ強さ		曲げ弾性率	
	平均値 (MPa)	S. D.	平均値 (GPa)	S. D.
PE	32.0	0.118	1.18	0.0209
PE/CNF 複合材	40.5	0.245	1.78	0.0459

表9 シャルピー衝撃強さ測定結果

試料名	平均値 (kJ/m <sup>2</sup> )	S. D.
PE	12.2	1.55
PE/CNF 複合材	9.78	4.03

### 4 まとめ

成形条件を検討することでボトルを成形できた。複合材製ボトルの寸法安定性は優れており、CNFの分散性も良好であった。分散した繊維により、引張強さ、曲げ強さ、曲げ弾性率は上昇したが、衝撃強さは低下した。低下の原因について検討する必要がある。

### 謝辞

本研究にあたり、ボトル及び試験片の成形にご協力いただいた株式会社川口化成様に感謝します。

### 参考文献

- 1) 環境省：平成30年度セルロースナノファイバーの性能評価事業委託．[https://www.env.go.jp/earth/ondanka/cnf/mat49\\_kyoto-univH30.pdf](https://www.env.go.jp/earth/ondanka/cnf/mat49_kyoto-univH30.pdf) (2021.3.23 アクセス)
- 2) 岡田きよみ 他：FT-IR イメージングを用いたポリマーコンポジット中の添加剤の分散評価法．高分子論文集，75 (2)，212-220 (2018)．
- 3) 岡田きよみ 他：FT-IR を用いたポリプロピレン中のセルロースナノファイバーの分散性解析．成形加工 '17, 251-252 (2017)．

## 微細曲面の表面性状評価技術について

照明音響科 柳原 亘

### Evaluation technology for evaluating the surface texture of micromachining curved surfaces

YANAGIHARA Wataru

Keywords : evaluation technology, surface texture, micromachining curved surface

車載光学機器に搭載されているレンズやミラー等の光学部品に施された複雑な微細構造の測定が難しくなっている。

微細加工で製作したマイクロレンズアレイ (MLA) に対して、樹脂製の転写材を用いて形状を反転し、加工物と転写物の表面性状を測定比較した。その結果、表面粗さRaが数nmの僅かな差で一致し、粗さ曲線の傾向も近似することが分かった。

曲率の大きなMLAに対して、傾斜面を測定しやすいように測定範囲を分割し、各箇所に応じた傾き姿勢で測定した。各測定データを手動で合成し、粗さを評価した。通常測定では難しい傾斜面も含めて広範囲に測定が可能となることが分かった。

キーワード：表面性状の反転、転写材、手動スティッチング

#### 1 はじめに

ナノレベルの表面性状を評価する測定方法として、非接触光干渉方式があるが、傾斜面の測定が難しく、測定センサと接触する恐れがある。このことから、車載光学機器に搭載されているレンズやミラー等の光学部品に施された複雑な微細構造の測定が難しくなっている (写真1)。光学部品の表面性状評価は、品質管理上重要であり、産業界からのニーズも多い。そこで、大型の構造物など試料を直接測定することが難しい場合に有効な転写材による反転技術と、傾斜面上に施された微細構造の表面性状を評価するための手動スティッチングについて検証した。

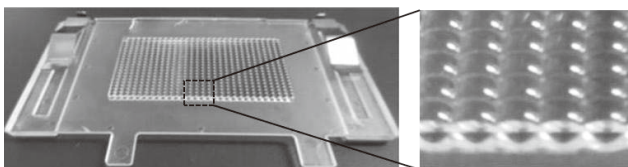


写真1 車載光学機器に搭載されている部品例 (MLA部拡大写真)

#### 2 方法

##### 2.1 転写材を用いた表面性状反転

光学部品に多く見られる微細構造 (MLA: マイクロレンズアレイ) を有する試料 (金型用鋼材) を評価対象とした。微細構造を樹脂製転写材 Microset202 (マイクロセット社製) で反転し (写真2)、金型材と転写物において同一箇所の MLA を光干渉方式の非接触表面性状測定機 Talysurf CCI HD (アメテック(株)製) で測定比較した。

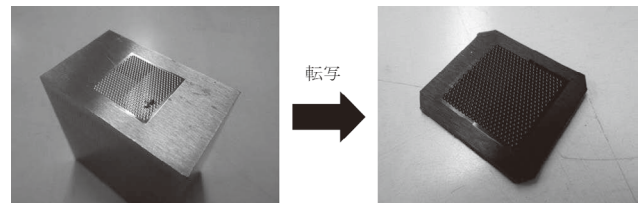


写真2 MLAの転写 (左: MLA金型 右: 転写物)

##### 2.2 手動スティッチングによる曲面形状測定

急峻な傾斜面を持つ MLA は、一方向の姿勢だけでは傾斜が大きい端部の測定が難しい。そのため、測定範囲を8分割して各部分の傾斜面に応じて測定しやすいように姿勢を調整し、各測定データ同士を手動

で合成する方法（スティッチング）をとった。測定の際は、姿勢ごとにオプティカルフラットを同時に測定し、測定データの傾斜補正に使用した（写真3）。



写真3 分割測定  
（左：測定の様子 右：試料設置の外観）

### 3 結果および考察

#### 3.1 転写材を用いた表面性状反転技術

金型材と転写物各々のMLAの中央付近において、曲面形状除去した断面曲線結果を図1に示す。転写物の断面曲線は比較のため上下、及び左右を対称変換して表示している。断面曲線の傾向はほぼ近似しており、表面粗さRaの結果も2nmの僅かな差であり、転写材を用いた表面性状反転技術でナノレベルの表面性状を評価できることが分かった。

#### 3.2 手動スティッチングによる曲面形状測定

合成後のデータ、及び曲面形状除去した表面性状データを図2に示す。粗さ評価に支障の無い程度に滑

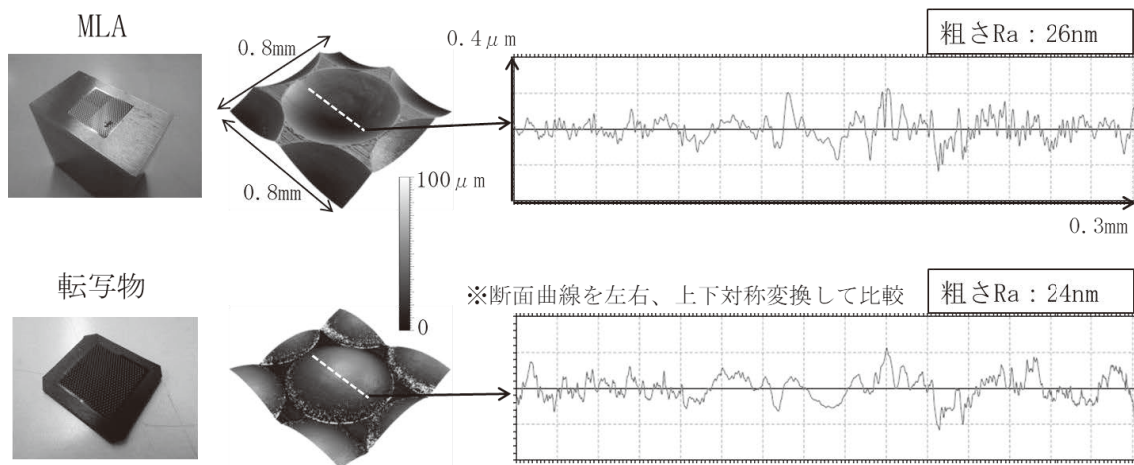


図1 金型試料と転写物の表面性状比較  
使用した対物レンズ：50倍（NA0.55）

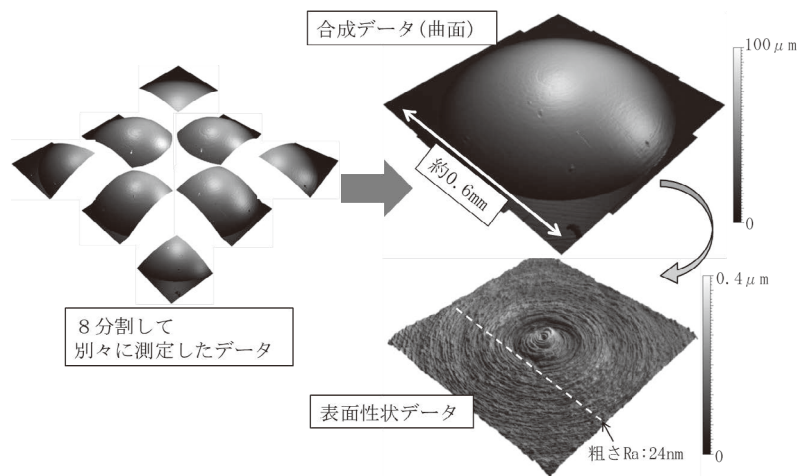


図2 手動スティッチングによる合成データ

使用した対物レンズ：50倍（NA0.55）。各データの合成は、重複する部分の表面性状（段差や筋目のつなぎ）を参考に行った。



らかに合成できている。本評価試料はミーリング加工しており、表面に規則的な筋目が発生しているため、合成時に目安としやすかった。不規則な筋目を有する表面など、様々な形状に対応可能かどうかは今後の検討課題である。本評価方法は、別々に測定したデータを手動で合成するため時間を要するが、通常測定では難しい傾斜面も含めて広範囲に測定できる有効な手法であると考ええる。

#### 4 まとめ

傾斜面上に施された微細構造の表面性状評価方法として、転写材を用いた表面性状反転技術、及び手動ステッチングは有効である。表面性状は、CAD データに反映されることが少なく、加工や表面処理等の製作過程で出来るため、実部品を測定してデータ化することで光散乱シミュレーション等に応用することも可能である。

## 曲面が発光する照明器具の配光測定方法（第1報）

照明音響科 豊田敏裕  
山形大学大学院 田代知範\* 大久保和明 山内泰樹

## Study on the goniophotometry of luminaires emitting on non-planar surfaces (1st Report)

TOYOTA Toshihiro, TASHIRO Tomonori, OHKUBO Kazuaki and YAMAUCHI Yasuki

Keywords : FOLEDs, Goniophotometry, Total luminous flux measurement, Near-field goniophotometry

フレキシブルOLED照明は、LEDをアレイ状に配置した疑似面光源とは異なり、面全体が発光する特徴を有している。発光面の形状にも自由度があり、車載照明への採用も期待されているが、曲面全体が発光する照明の光学測定技術は確立されていない。本稿では、ニアフィールド配光測定技術により配光特性及び全光束値に対する発光面の形状依存性を調査した。フレキシブルOLED照明を対象に、治具を用いて発光面の形状を系統的に固定し、ニアフィールド配光測定技術により配光特性及び全光束値を評価した。その結果、照明器具の自己遮蔽が生じない限り、発光面の形状が配光特性に与える影響は小さいことが分かった。

キーワード：フレキシブル OLED、配光測定、全光束測定、ニアフィールド配光測定

### 1 はじめに

フレキシブル OLED 照明は、LED をアレイ状に配置した疑似面光源とは異なり、面全体が発光する特徴を有している（写真1）。発光面の形状にも自由度があり、車載照明への採用も期待されているが、曲面全体が発光する照明の光学測定技術は確立されていない。本稿では、ニアフィールド配光測定技術<sup>1)</sup>により配光特性及び全光束値に対する発光面の形状依存性を調査した結果を報告する。



(ア) 平面発光



(イ) 曲面発光

#### 写真1 フレキシブルOLED照明

従来光源とは異なり、面が発光し、フレキシブルに形状を変えて発光させられる特徴がある。

### 2 方法

#### 2.1 測定試料 (DUT)

フレキシブルOLED照明 (LG Display製LL081FR1-53P1、写真2 (ア)) を発光面の形状ごとに4枚、合計12枚を用いた。発光面での相互反射を軽減するため、中央に30mm×30mmの開口を設けた低反射率の遮光シートを用いて発光面を制限した (写真2 (イ))。



(ア) マスク取り付け前



(イ) マスク取り付け後

#### 写真2 測定試料 (OLED照明パネル)

測定試料の中心30mm×30mmの範囲のみが発光し、遮光面での光反射も軽減するよう、中央に開口を設けた低反射の遮光シートで作成したマスクを測定試料の発光面に貼り付けた。

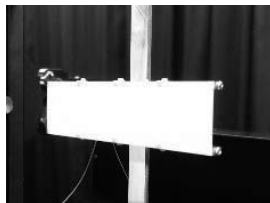
\* 現 工業技術研究所 照明音響科

## 2.2 DUTの固定

専用の測定治具（写真3）を用い、平面または試料の長手方向が曲率半径 100mm で凹面または凸面に湾曲するように DUT を固定した。湾曲した発光面は見かけの横幅は約 0.4% 狭くなり、約 1mm のたわみが生じた。



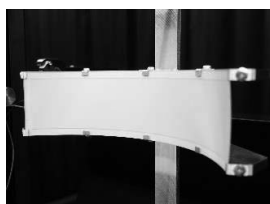
(ア) 平面固定治具



(イ) 平面



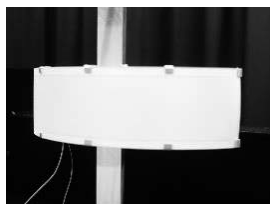
(ウ) 凹面固定治具



(エ) 凹面



(オ) 凸面固定治具



(カ) 凸面

写真3 測定用治具と測定試料の固定状態

測定試料の長手方向を固定し、測定試料全体が特定の形状で保持されるように設計されている。発光面の形状によらず、測定試料の裏側の中心が測光中心に一致するようになっている。

## 2.3 DUTの点灯条件

ソースメーター（KEYSIGHT 製 B2901A）を用いて、定電流（175mA）を印加し、30 分程度の予備点灯を経て測定に供した。

## 2.4 測定装置

ニアフィールド配光測定装置（写真4、Radiant Vision System 製 PM-NFMS400 及び ProMetric IC-PMI16-XBND3）を使用した。測定距離は 2,060mm とし、測定視野は 60mm × 60mm とした。

## 2.5 測定条件及び測定結果の取得

配光測定規格<sup>2)</sup>を参考に、傾斜角  $0 \leq \theta \leq 80$ 、



写真4 ニアフィールド配光測定装置

測定試料を固定する回転台（写真内左側）と、2次元色彩輝度計（写真内右側）で構成されている。回転台で測定試料の姿勢を制御し、傾斜角と方位角で指定する方向への発光状態をニアフィールドイメージとして測定する。

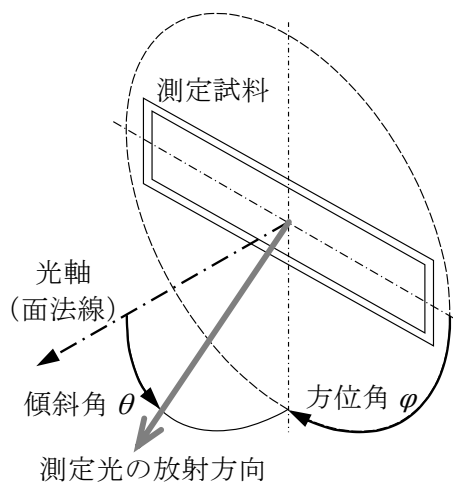


図1 測定座標系

配光測定規格（JIS C 8105-5）に従い、平面発光時の光軸を基準に、傾斜角  $\theta$  と方位角  $\phi$  で測定座標系を定義した。それぞれの角度パラメーターが取りうる値は、 $0 \leq \theta \leq 90$ 、 $0 \leq \phi < 360$  である。光軸が傾斜角 0 度、向かって右が方位角 0 度に対応し、方位角は発光面に向かって時計回りに角度が大きくなる。

方位角  $0 \leq \phi < 360$  の範囲（図1）について、それぞれの軸を 8 度ずつ変化させながら、発光状態を 495 枚の輝度画像として測定した。専用のソフトウェア（Radiant Vision Systems 製 ProSource バージョン 10.2.12）を用い光線追跡法（光線本数 10,000,000 本）

で計算された、傾斜角  $0 \leq \theta \leq 80$  (1度ステップ)、方位角  $0 \leq \phi < 360$  (45度ステップ)の範囲でのファーフールド配光特性と全光束値を取得した。

### 3 結果および考察

輝度画像群は、発光面の観察(測定)角度に依存した発光面の見かけの大きさの変化を捉えた(図2)。湾曲方向に直交する方向では、配光特性(図3内の点線)は発光面の形状に依存しないことが分かった。

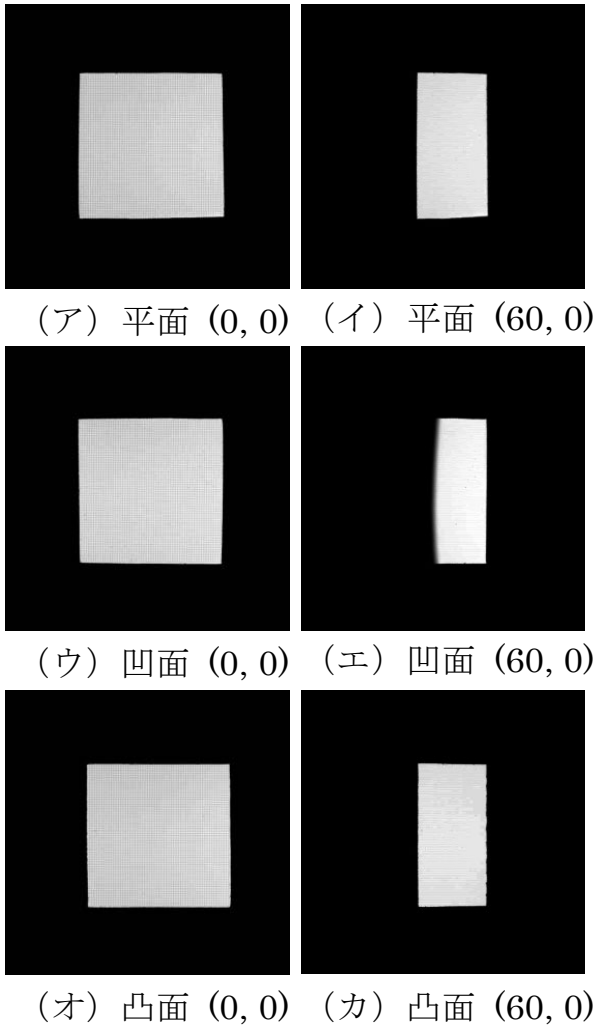
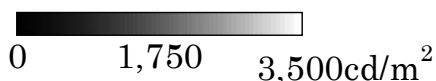


図2 ニアフィールドイメージの測定結果 (一部)



測定視野60mm×60mmでの輝度画像(ヒートマップ表示)。測定解像度は約0.095mm/画素。かっこ内の数値は測定角度を表しており、傾斜角 $\theta$ 、方位角 $\phi$ の順に記している。

湾曲方向に沿う方向(図3内の実線)では、凹面発光時に傾斜角が約55度より大きくなると光度が急激に小さくなった。この傾向は測定試料自身による遮光の影響と考えられる(図4)。図2(エ)のように、当該の傾斜角では装置の被写界深度の影響で明暗の境界が不鮮明となり、発光面の一部が遮蔽された状況が捉えられている。また、平面発光時の全光束値の平均値で正規化した相対全光束値(図5)も、凹面発光

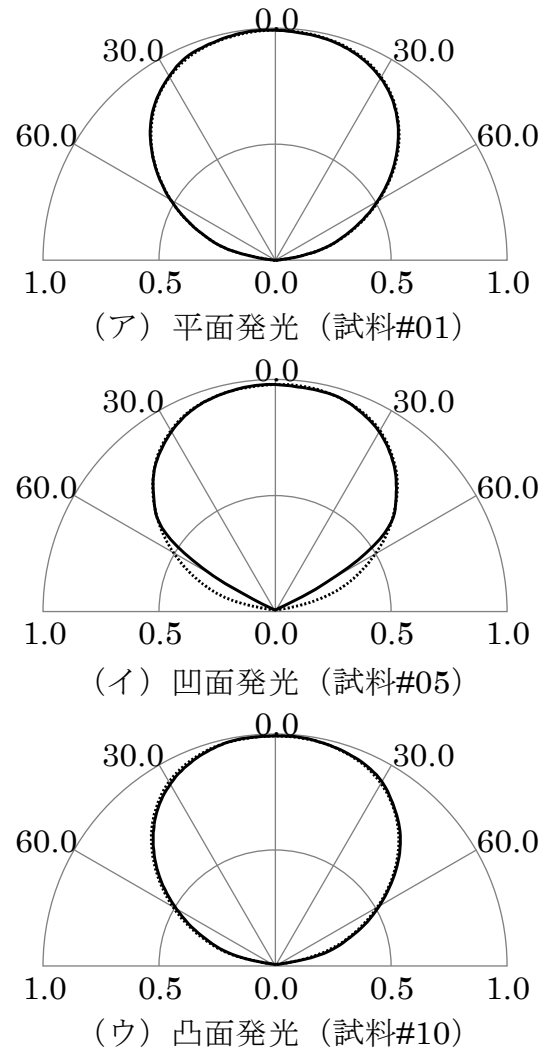


図3 ファーフールド配光特性 (結果の一部)

—  $\phi = 0$  度及び  $180$  度  
 .....  $\phi = 90$  度及び  $270$  度

放射状に伸びる軸は鉛直角 $\theta$ 、円周方向の大きさは、平面発光時の平均全光束値で正規化した相対光度を示している。右半分は水平角 $\phi = 0$ 度及び90度、左半分は水平角 $\phi = 180$ 及び270度の配光特性。

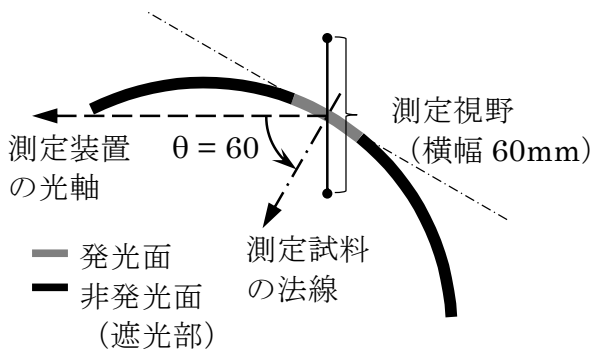


図4 発光面が凹面の場合の自己遮蔽

測定試料を長手方向からみた断面図。傾斜角  $\theta = 60$  度、方位角  $\phi = 0$  度の測定では、測定視野の半分程度がパネルによって遮光されてしまう。

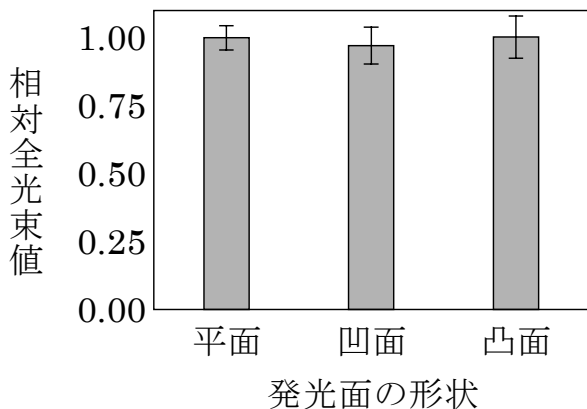


図5 全光束値の比較

平面発光時の全光束値の平均値で正規化した相対全光束値。エラーバーは標準誤差の10倍。

時は全光束値が3%程度低くなった。

#### 4 まとめ

照明器具の自己遮蔽が生じない限り、発光面の形状が配光特性に与える影響は小さいことが分かった。今後は、平面発光時の配光特性を曲面モデルに適用した照明シミュレーションにより、この結果の妥当性を検証していく。

#### 参考文献

- 1) 豊田敏裕：光源データの配光測定方式の違いがヘッドアップディスプレイの表示シミュレーションに与える影響 —ファースフィールド配光データとニアフィールド配光データの比較—。静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，9-14 (2020)。
- 2) JIS C 8105-5:2014 照明器具—第5部：配光測定方法。



## 工業技術研究所のIoT導入支援について

## — 静岡県IoT推進ラボのリニューアル —

機械電子科 赤堀 篤 望月紀寿 望月建治 大澤洋文 竹居 翼 岩崎清斗 山口智之\*  
 研究統括官 鬼久保郁雄\*\*  
 企画調整部長 鈴木敬明

## IoT support efforts of the Industrial Research Institute of Shizuoka Prefecture

## — Renewal of the IoT Competence Center of Shizuoka Prefecture —

AKAHORI Atsushi, MOCHIZUKI Kazutoshi, MOCHIZUKI Kenji, OSAWA Hirofumi,  
 TAKEI Tasuku, IWASAKI Kiyoto, YAMAGUCHI Tomoyuki, ONIKUBO Ikuo  
 and SUZUKI Taka-aki

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

工業技術研究所では、令和2年11月に「静岡県IoT推進ラボ」をリニューアルオープンした。ラボは、県内中小企業へのIoT技術の支援拠点として民間企業の協力により最新情報を伝える「展示体験室」と「IoT研修室」で構成されている。令和2年度は、公募により選定した9社のIoT機器に「見て」「触れる」ことができるほか、IoT技術を身近に体験できる実習を開催した。令和元年11月から1年間の見学者は延べ650名、リニューアル後の見学者は3ヶ月で166名であった。実習は、2年間で6回開催し、55社71人の技術者が参加した。令和3年度11月に、展示体験室の展示物更新及び沼津、浜松工業技術支援センターへのサテライトラボの開設を予定している。

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

## 1 はじめに

工業技術研究所（以下当所）は、令和元年11月に、静岡県IoT推進ラボ（以下ラボ）を開設し、県内中小製造業へのIoT導入支援を強化している。ラボは、「展示体験室」と「IoT研修室」で構成され、「展示体験室」は、民間企業の協力により、毎年展示物の更新を計画しており、今回、公募により9社の協力を得て展示内容を刷新し、令和2年11月にリニューアルオープンした。見学・体験、実習を通じて、IoTにおける疑問を払拭し、導入のきっかけとなることを期待している。

## 2 概要

公募期間を令和2年5月25日から7月31日までとし、8月24日に表1の項目に従って審査を行った。

公募にあたり、募集案内に昨年の審査項目に加え、①最新の技術（5G、XR（VRなど）、RF-IDタグなど）、②実際に稼動する工作機械類の提案を加点することを記載し、最新の機器類の展示が提案されることを期待した。

また、当所は、令和2年8月から国立研究開発法人産業技術総合研究所と「つながる工場テストベッド事

表1 審査項目と内容

	審査項目	審査内容
ア	事業目的との適合性	中小企業がIoT活用のメリットを理解し、IoT導入に向けて自社に役立つ仕組みをイメージできる展示内容か。
イ	県内産業への波及性	静岡県の産業にとって社会的・経済的・技術的ニーズが高い展示内容か。
ウ	講習会・商談会の企画	講習会・商談会の内容が効果的なものとなっているか。
エ	研究所との協体制	研究所の分担内容は適切か。
オ	業務実施体制	事業を円滑かつ適正に執行できる体制が整っているか。
カ	事業スケジュール	事業スケジュールは妥当であるか。
キ	加点対象	①最新の技術（5G、XR（VRなど）、RF-IDタグなど） ②実際に稼動する工作機械類

\* 現 新産業集積課

\*\* 現 沼津工業技術支援センター 研究統括官

業」による共同研究「静岡県地域企業等へのIoT導入強化に関する研究」を開始しており、株式会社アイエイアイの電動サーボプレス機を用いたIoT化の実証を行う。

### 3 結果

「展示体験室」は、応募した9社いずれも目的、展示内容とも県内中小企業への普及効果が高いと判断され、全て採択された。展示物は、図1に示したように、入り口に新型コロナウイルス感染防止用IoT入退室監視システムを配置、生産状況や機器の稼働状況の見える化が6社、遠隔通信デバイスが2社となっている。

当所ブースでは、写真1に示したように、電動サーボプレス機にセンサ類を取付け、機器の稼働状況の見える化をわかりやすく紹介している。扉の開閉を超音波

センサで検知し、これをトリガーとして作業時間を算出し、webブラウザで閲覧可能なダッシュボードに生産出来高や平均作業時間(サイクルタイム)、稼働履歴(ガントチャート)を表示する仕組みとなっている(図2)。

「IoT研修室」における実習では、簡単なIoT教材を用いた初心者向け実習に加え、静岡大学、静岡県IoT活用研究会と協力し、現場の生産設備への接続までサポートする「大学連携講座」も開始した。この大学連携講座は、受講者がRaspberryPi等の機材類を有償で購入し、静岡大学情報学部峰野教授による座学⇒工業技術研究所による実習⇒静岡県IoT活用研究会のコーディネーターによる実装サポートの流れで行い、2ヶ月の期間で、受講した10社中6社が現場の環境データの取得や稼働状況の確認まで達成することができた。



図1 R2静岡県IoT推進ラボの概要

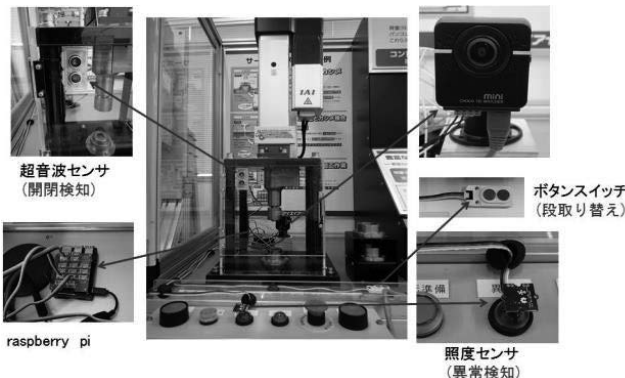


写真1 プレス機の見える化システム



図2 ダッシュボードによる表示

#### 4 まとめ

開所から1年間の見学者は、企業、各種団体、金融機関等 650 人であり、リニューアル後の見学者は3ヶ月で 166 人であった。実習は、2年間で6回開催し、55 社 71 人の技術者が参加した（写真2、3）。共同



写真2 展示体験室見学の様子



写真3 実習の様子

研究や受託研究による直接の導入支援<sup>1,2)</sup>に加え、見学を通じて具体的導入に結びついた案件も出始めている。

令和3年度は、沼津及び浜松工業技術支援センターにサテライトラボを整備するとともに、大学連携講座も3カ所で開催することで、IoT 普及支援体制をさらに強化する計画である。当所では、引き続きこの施設を有効に活用し、県内中小企業へのIoT 技術の導入を推進していく。

#### 謝辞

大学連携講座で監修をいただいた静岡大学情報学部峰野博史教授、展示体験室への出展に協力いただいている、(株)アイエイアイ、(株)エッチ・ケー・エス、協立電機(株)、(株)新冷熱技研、ナルテック(株)、東邦テクノロジー(株)、(株)特電、(株)朋電舎、碌々産業(株)にこの場を借りて感謝の意を表する。

#### 参考文献

- 1) 岩崎清斗 他：中小企業へのIoT導入支援の実例 I—プレス加工現場へのIoT導入支援の実例—，静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，28-29 (2020)。
- 2) 山口智之 他：中小企業へのIoT導入支援の実例 II—鍍金加工工場へのIoT導入支援の実例—，静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，30-31 (2020)。
- 3) 赤堀 篤 他：静岡県IoT 推進ラボの開設，静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，26-27 (2020)。

## 中小企業へのIoT導入支援の実例 (第2報)

### — 自作型IoTシステムの使いやすさ評価について —

機械電子科 岩崎清斗 山口智之\*  
宮川工業株式会社 宮川昌久 山下敏弘

## Support for the utilization of IoT technologies for small and medium-sized enterprises (2nd Report)

### — Evaluation of the usability of proprietary IoT system —

IWASAKI Kiyoto, YAMAGUCHI Tomoyuki, MIYAKAWA Yoshihisa and YAMASHITA Toshihiro

Keywords : IoT (Internet of Things), visualization, press working, usability

企業が生産性向上のため、現場の生産機械にセンサを取り付け、データ収集、見える化する自作型IoTの取り組みが全国的に行われている。一方、これらのシステムを有効活用するには、ユーザの要求を踏まえた上で効果的に情報を提示する必要がある。本研究では、共同研究先企業を自作型IoTシステム導入のモデル企業と位置付け、アンケートを実施した結果、自作型IoTシステムに対する期待値は高い反面、実務に活用しきれていないことが分かった。そこで、生産中の製品情報を把握することを第一目標として、自作IoTの改良を行った。

キーワード : IoT (Internet of Things)、見える化、プレス加工、ユーザビリティ

#### 1 はじめに

当所では、現場の困りごとに対しIoT導入により解決を図るPDCAサイクルを基に、県内企業のIoT導入支援を行ってきた<sup>1)</sup>。共同研究先である宮川工業株式会社では、プレス加工による部品製造を行っており、現場の生産状況を見える化するため、内製による生産加工機の稼働状況監視システム、自作IoTシステム(以下、自作IoT)を構築した<sup>2)</sup>。全国的にもこのような自作IoTの取り組みが盛んに行われている一方、これらのシステムを有効活用するためには、ユーザの要求を踏まえた上で効果的に情報を提示する必要がある。本稿では、共同研究先企業を自作IoT導入のモデル企業と位置付け、ユーザの要求や課題を整理するためのアンケートを実施、分析した結果について報告する。

#### 2 方法

共同研究先の協力者14名に対し、自作IoTに関する34問のアンケートを実施した(図1)。アンケートは、

回答者の属性情報から、日ごろの業務で抱える困りごとや要望、自作IoTの認知具合や使いやすさ(ユーザビリティ)の5段階評価等の質問で構成されている

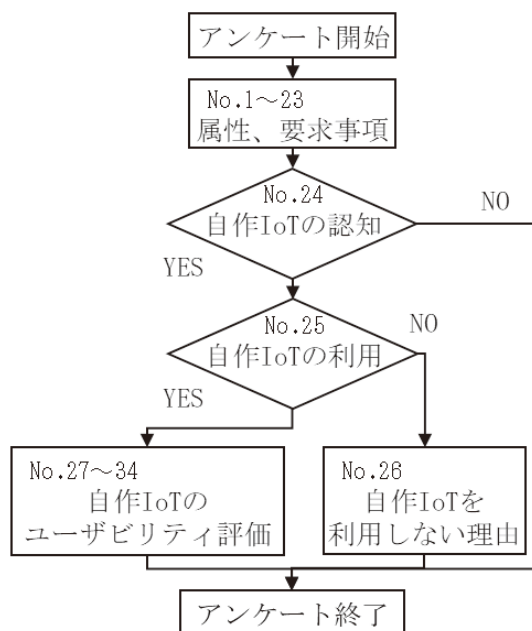


図1 アンケートのフローチャート

\* 現 新産業集積課



(表1)。質問 No.12～13 は自由記述となっており、要点をカテゴライズし、重要度の優先順位付けを行った。質問 No.27～34 は【思う (5点)、やや思う (4点)、どちらでもない (3点)、あまり思わない (2点)、思わない (1点)】から一つを選択することとし、集計した回答の平均点を求めた。

表1 アンケートの質問例

No	質問文	項目
29	自作IoTの情報は役に立つと思いますか	有用性
30	自作IoTの利用で早く作業できるようになったと思いますか	作業効率の改善
31	自作IoTの情報は見やすいと思いますか	視認性
32	自作IoTは操作しやすいと思いますか	操作性
33	自作IoTの情報は正確だと思いますか	情報の信頼性
34	自作IoTの動作は安定していると思いますか	安定性

### 3 結果

質問 No.12～13 の分析結果 (表2)、質問 No.27～34 の分析結果 (図2) より、自作IoT に対する期待は大きい一方、ユーザが要求する情報が不足しているため、業務に活用しきれていないことが読み取れた。

表2 ユーザーの要求事項 (質問No. 12～13)

質問文	優先度
自作IoTにユーザが要求する情報が不足しているため、自作IoTを業務に活用することができない	高
自作IoTの情報のタイムラグや誤差が発生しているため、リアルタイムに正確な情報が把握できない	中
設備のメンテナンスが十分に実施できず、設備のトラブルが発生した際に対応が後手に回ってしまう	中
生産計画の急な変更やアンバランスな生産計画の設定に現場が混乱している	低
人材不足と配置が最適化されていない	低
収集したデータを活用しきれていない	低

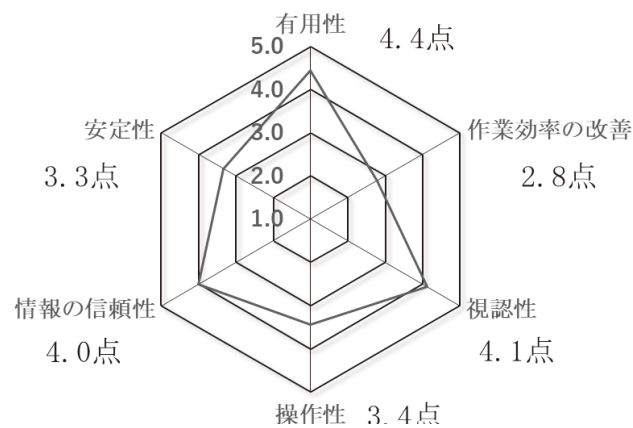


図2 自作IoTの使いやすさ

### 4 考察

ユーザが要求する情報の一つとして、生産中の製品情報を把握することを第一目標に、自作IoTの改良を試みた。一例として、加工の際に確認を行う作業標準書にQRコードを貼り付け、作業開始時に読み込むことで加工機の加工履歴と共に製品情報を付与し、情報掲示板に表示を行った (図3)。

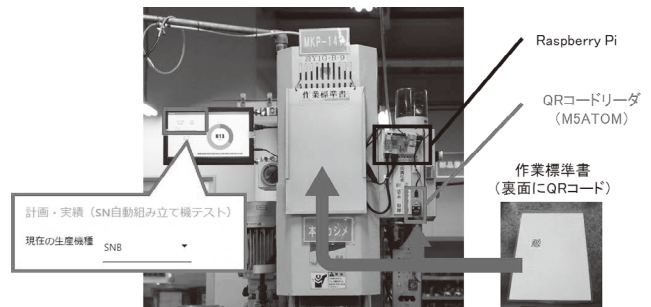


図3 自作IoTの改良例 (QRコードによる製品情報の付与)

### 5 まとめ

自作IoT 導入企業に対してアンケートを実施することで現在の自作IoTへの要求を抽出し、システム改善のための優先順位付けを行った。その結果、ユーザが要求する情報を付与できるようなシステム拡張を行うことで、使いやすさの向上や生産性向上が期待できることが分かった。

### 参考文献

- 1) 岩崎清斗 他：プログラミング教材活用による中小企業のIoT導入支援事例，静岡県工業技術研究所研究報告，第12号，41-42 (2019)。
- 2) 岩崎清斗 他：中小企業へのIoT導入支援の実例 Iープレス加工現場へのIoT導入支援の実例一，静岡県工業技術研究所研究報告，第13号，28-29 (2020)。



## 中小企業へのIoT導入支援の実例IV

— 大学連携講座について —

機械電子科 山口智之\* 赤堀 篤 望月紀寿 望月建治 大澤洋文 竹居 翼 岩崎清斗

### Support for the utilization of IoT technologies for small and medium-sized enterprises (case study IV)

— Seminar in collaboration with the university —

YAMAGUCHI Tomoyuki, AKAHORI Atsushi, MOCHIZUKI Kazutoshi, MOCHIZUKI Kenji,  
OSAWA Hirohumi, TAKEI Tasuku and IWASAKI Kiyoto

Keywords : IoT(Internet of Things), Raspberry Pi, Visualization of Production Process, Seminar

県内企業へのIoT導入支援の一環として当所で開催した大学連携講座について紹介する。IoT導入が進まない多くの企業が抱えている問題として、「具体的にどのようなことができるのかわからない」、「専門の人材がないため手が出せない」、「費用対効果が見積れず投資ができない」ということが挙げられる。これらの問題を解決・サポートするために、静岡大学や静岡県IoT活用研究会と連携し大学連携講座を開催した。一般的なセミナーとは異なり、座学・実習・現場実装を一貫して行う内容とした。これにより、受講者がIoTに関する知識・技術・経験を身に付けることを目指した。

キーワード : IoT (Internet of Things)、ラズベリーパイ、見える化、セミナー

#### 1 はじめに

昨年度開設した静岡県IoT推進ラボでは、県内企業へのIoT技術の導入促進のため、IoT技術の展示や研究所の支援事例の紹介等を常設している。見学者からは、「具体的にどのようなことができるのかわからない」、「専門の人材がないため手が出せない」、「費用対効果が見積れず投資ができない」という声が多くある。そこで、当科では企業の抱える問題を解



図1 実習中の様子

消・サポートするための実習を開催した。(図1)。今回は、静岡大学情報学部峰野教授や静岡県IoT活用研究会と連携して開催した大学連携講座について紹介する。

#### 2 方法

一般的なセミナーでは、話を聞くだけで終わってしまい、セミナー後に個人で現場実装まで行い、効果を上げることは難しい。そのため大学連携講座では、現場実装までサポートし、IoT導入による効果検証まで体験できる内容とした。座学を峰野教授、実習を静岡県工業技術研究所、現場実装を静岡県IoT活用研究会のコーディネータがサポートする形の3部構成とした。初心者でも取り組みやすくするために、センサの制御やデータ処理に関してはビジュアルプログラミングソフト(Node-RED)を使用した(図2)。実習内容としては、現場実装に向けた機器(Raspberry Pi、Grove Pi+等)のセットアップからデータの見える化やデータの保存等

\* 現 新産業集積課

を実践した（図3）。現場実装では、まず受講者はそれぞれコーディネータと現場で打ち合わせを行い、取り組む課題を決めた。課題決定後は、技術的なサポートを受けながら各自課題に取り組み、効果検証を行った。その後、成果発表会として各社の取り組みを発表してもらい、他社の取り組みからIoT活用のアイデアを広げることを目指した。

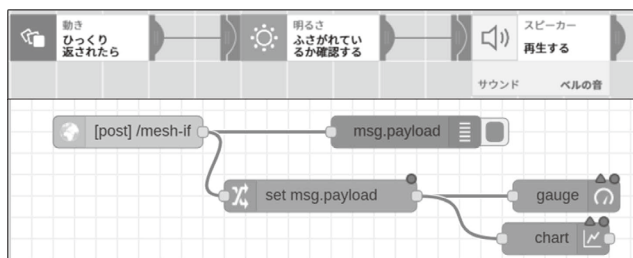


図2 ビジュアルプログラミング  
(上：MESH、下：Node-RED)

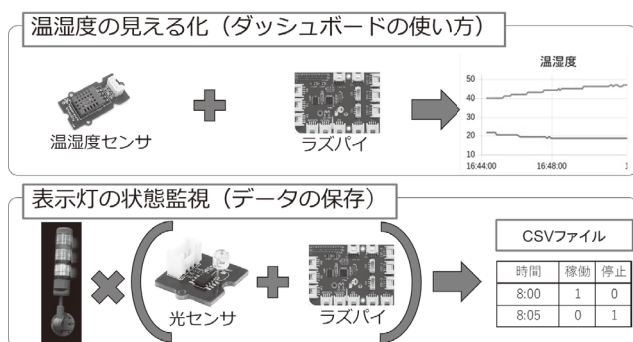


図3 大学連携講座での実習内容の例

### 3 結果

大学連携講座では、受講者10社中5社は実習のサポート期間でそれぞれの課題を解決するためのIoTシステムとして“温湿度センサを用いた温湿度の自動記録”や“光センサを用いた設備稼働データの自動記録”、“超音波センサを用いた生産数の見える化”等を実装することができた。残りの5社については、コーディネータからのアドバイスを受け、センサの変更や通信環境の整備等を検討し、引き続き取り組んでいる。受講者からは、“今後もIoTを使うことで解決できる課題が見えてきた”、“現場実装まで試すことでIoTの導入効果を体験できた”との高評価を得た。一方で、“使用した機器の操作は簡単ではあったが、一人で使いこなすにはハードルが高い”という意見もあり、継続してレベルアップできる取り組みを検討する必要性を感じた。

### 4 まとめ

IoT導入を検討する機会の提供や、実際に導入に繋がる活動ができ、参加企業からは高評価を得ることができた。今後も企業ニーズに合った内容に更新しながら実習を開催する。また、実習だけではなくオンライン配信等、より広く普及できる発信方法の検討を行う。

## 静岡県で収穫された山椒の芳香蒸留水

食品科 渡瀬隆也 松野正幸 山下里恵

### Aromatic distilled water of Japanese pepper harvested in Shizuoka Prefecture

WATASE Takaya, MATSUNO Masayuki and YAMASHITA Rie

Keywords : Japanese pepper, aromatic distilled water, aroma, reduced pressure distillation

静岡県で収穫された山椒の加工を支援する目的で、山椒を用いた芳香蒸留水の試作及び試作品の香りの特性評価を行った。卓上ロータリーエバポレータを利用した減圧蒸留により、「フレッシュ感のある若い山椒の香り」と感じられる芳香蒸留水が得られた。静岡県内での山椒の生産量はまだまだ少ないが、枝葉からも強い香りを有する芳香蒸留水を得ることが出来たことから、実の収穫が本格化する前でも山椒を利用した商品開発の可能性が示唆された。

キーワード：山椒、芳香蒸留水、香り、減圧蒸留

#### 1 はじめに

山椒は英語で Japanese Pepper (学名 *Zanthoxylum piperitum* (L.) DC. f. *inerme* Makino) といい、日本を代表する香辛料の一つである。品種としては、ブドウサンショウ、アサクラサンショウ、タカハラサンショウなどが商業生産されている<sup>1)</sup>。全国の生産量は735.7tで、生産府県は11府県ある\*。また、山々椒(ヤマザンショウ)が自生している<sup>2)</sup>。

今回、静岡県で収穫された山椒の加工を支援する目的で、山椒の枝葉部位別及び山椒を用いた芳香蒸留水の試作と香りの特性評価を行った。

#### 2 方法

##### (1) 原材料

2020年10月13日に遠州山椒グループ(森町、代表大屋哲治)から提供された、森町三倉で収穫された山々椒の枝葉を用いた(写真1)。

##### (2) 部位別の香気成分サンプル調製

自然乾燥後の枝葉を、せん定ばさみを用いて長枝、中枝、葉柄、種子、果皮に分離した(写真1~4)。卓上粉碎器(岩谷産業(株)製ミルサー)で粉碎した。参考とするため、山椒を活用した商品「春野天狗山椒煎餅」(販売者春野山椒組合、製造所(株)岩本製菓、監修遠州特産品開発協議会)(以下、山椒



写真1 山々椒の枝部  
枝から葉を切り取り、長枝と中枝に分割した



写真2 山々椒の葉柄部  
枝から葉を分離した部分

\* 農林水産省：平成29年特産果樹生産動態等調査。

<http://www.e-stat.go.jp/stat-search/file-download?statInfId=000031912760&fileKind=0> (2021.5.21 アクセス)

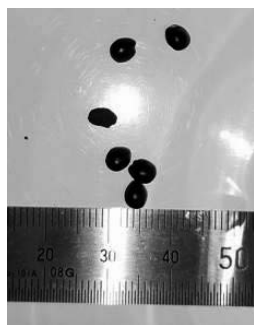


写真3 山々椒の種子  
自然乾燥により果実が裂けて分離した種子



写真4 山々椒の果皮  
自然乾燥により、果実が裂け種子が分離した後に残った果皮

煎餅)についても、同様に粉碎した。

### (3) 芳香蒸留水の試作方法

山々椒の枝葉 24g (写真5) を数 cm に刻んで 1,000ml ナスフラスコへ入れ (写真6)、イオン交換水 20ml を加えた。小型ロータリーエバポレータ (東京理化 (株) 製 N-1100VF-W) を用いて 20hPa まで減圧し、50℃の水浴で加熱した (写真7)。冷却トラップされた約 10ml の枝葉芳香蒸留水を回収し (写真8)、分析に供した。



写真5 遠州山椒グループから提供された山々椒の枝葉



写真6 1000 ml ナスフラスコへ入れた山々椒の枝葉



写真7 小型ロータリーエバポレータによる枝葉芳香蒸留水の試作



写真8 冷却トラップにより回収された枝葉芳香蒸留水

### (4) 香りの特性評価

GC/MS (香気成分分析装置:アジレントテクノロジー (株) 製 GC7890A/5975MSD (ダイナミックヘッドスペース (DHS) 式オートサンプリング付 (ゲステル(株)製 MPS2)) を用いた。枝葉芳香蒸留水はフルエバポレーション DHS 法で分析した。20ml スクリューネックバイアルへサンプルを 10  $\mu$ l 入れ、セプタム付きスクリューキャップで密栓し、DHS で全量揮発させて (40℃、ヘリウム 100ml/min で 100 分間ヘッドスペースガスをパージ)、吸着管 (ゲステル(株)製 TENAX TA) に吸着し、加熱脱着装置 (ゲステル(株)製 TDU) とクライオフォーカス装置 (ゲステル(株)製 CIS) 付きのインジェクションで GC/MS へ導



入した後、ヘリウムをキャリアガスに用いて定圧制御 (202kPa) でカラム (アジレントテクノロジー(株)製 DB-WAX UI, 0.25mm × 60m、膜厚 0.25 $\mu$ m) を用いて成分分離した。カラムオープン後は 40 $^{\circ}$ C 2分間保持後、8 $^{\circ}$ C /min で 250 $^{\circ}$ C まで昇温した。粉末のサンプルは 50mg を同様のバイアルへ入れ DHS (40 $^{\circ}$ C 窒素ガス 50ml/min) でヘッドスペースガスを 20 分間 TENAX 管に吸着し、以下同条件で測定した。

### 3 結果および考察

GC/MS での山椒の香気成分分析での TIC (トータルイオンクロマトグラム) チャートを図に示した。TIC は

ピーク一つ一つが検出された成分を示している。表に山椒の香気成分分析結果を示した。各成分名は、分析装置付属のデータ解析ソフトウェアとその他香気成分解析ソフトウェアの解析結果、及び文献<sup>1-6)</sup> を参考に推定した。

図中のクロマトグラムピークの数字と、表中の No. の数字、以下成分名のかっこ内の数字は、同じ成分であることを示す。また、図の上下で同じ位置にあるピークは、同じ成分である可能性が高い。既に知られている山椒の香気成分として、Myrcene (7)、Limonene (11)、 $\beta$ -Phellandrene (13)、Terpinolene (18)、Citronellal (27)、Linalool (29)、 $\beta$ -Caryophyllene (31)、Geranyl

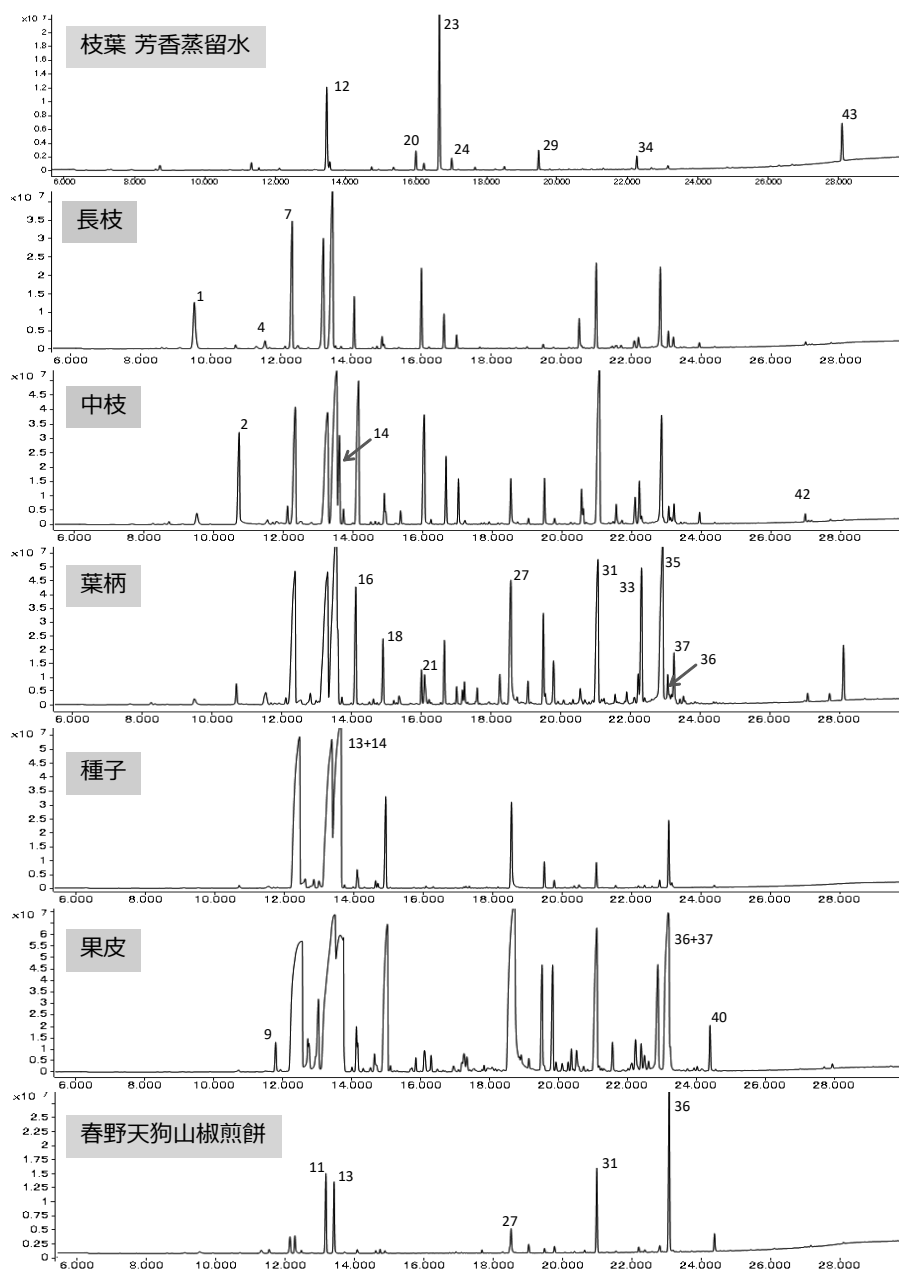


図 山椒の香気成分分析での TIC チャート



表 山椒の香気成分分析結果

No.	RT min	枝葉 芳香蒸留水	長枝	中枝	葉柄	種子	果皮	香野天狗山椒煎餅
1	9.5		$\alpha$ -Pinene	$\alpha$ -Pinene	$\alpha$ -Pinene			
2	10.7		Hexanal	Hexanal	Hexanal	Hexanal		
3	11.3		$\beta$ -Pinene					$\beta$ -Pinene
4	11.5		Sabinene	Sabinene	Sabinene	Sabinene		
5	11.8						unknown	
6	12.1							unknown
7	12.3		<b>Myrcene</b>	Myrcene	<b>Myrcene</b>	<b>Myrcene</b>	<b>Myrcene</b>	Myrcene
8	12.5		$\alpha$ -Phellandrene	$\alpha$ -Phellandrene	$\alpha$ -Phellandrene	$\alpha$ -Phellandrene	$\alpha$ -Phellandrene	$\alpha$ -Phellandrene
9	12.8			$\alpha$ -Terpinene	$\alpha$ -Terpinene	$\alpha$ -Terpinene	$\alpha$ -Terpinene	
10	13.0							
11	13.3		<b>Limonene</b>	<b>Limonene</b>	<b>Limonene</b>	<b>Limonene</b>	<b>Limonene</b>	<b>Limonene</b>
12	13.5	<b>1,8-Cineol</b>						
13	13.5		<b><math>\beta</math>-Phellandrene</b>	<b><math>\beta</math>-Phellandrene</b>	<b><math>\beta</math>-Phellandrene</b>	<b><math>\beta</math>-Phellandrene</b>	<b><math>\beta</math>-Phellandrene</b>	<b><math>\beta</math>-Phellandrene</b>
14	13.6	2-Hexenal	2-Hexenal	2-Hexenal	2-Hexenal	2-Hexenal	2-Hexenal	
15	13.7		Ocimene	Ocimene	Ocimene	Ocimene		
16	14.2		$\beta$ -Ocimene	$\beta$ -Ocimene	$\beta$ -Ocimene	$\beta$ -Ocimene	$\beta$ -Ocimene	$\beta$ -Ocimene
17	14.6		$\rho$ -Cymene	$\rho$ -Cymene	$\rho$ -Cymene	$\rho$ -Cymene	$\rho$ -Cymene	$\rho$ -Cymene
18	14.9		Terpinolene		Terpinolene	Terpinolene	Terpinolene	Terpinolene
19	15.4	2-Pentenol		2-Pentenol				
20	16.0	Hexanol	Hexanol		Hexanol			
21	16.1				Isobutyl hexanoate	Isobutyl hexanoate	Isobutyl hexanoate	
22	16.2	3-Hexenol	3-Hexenol	3-Hexenol	3-Hexenol	3-Hexenol		
23	16.7	<b>Hex-3-enol</b>	Hex-3-enol	Hex-3-enol	Hex-3-enol		Hex-3-enol	
24	17.0	2-Hexenol	2-Hexenol	2-Hexenol	2-Hexenol			
25	18.5	2-Ethylhexanol						
26	18.3				Sabinene hydrate			
27	18.5			Citronellal	Citronellal	Citronellal	<b>Citronellal</b>	Citronellal
28	19.0		$\alpha$ -Copaene	$\alpha$ -Copaene	$\alpha$ -Copaene		$\alpha$ -Copaene	$\alpha$ -Copaene
29	19.5	Linalool	Linalool	Linalool	Linalool	Linalool	Linalool	Linalool
30	19.8				Linalyl acetate	Linalyl acetate	Linalyl acetate	Linalyl acetate
31	21.1		<b><math>\beta</math>-Caryophyllene</b>	<b><math>\beta</math>-Caryophyllene</b>	$\beta$ -Caryophyllene	$\beta$ -Caryophyllene	$\beta$ -Caryophyllene	<b><math>\beta</math>-Caryophyllene</b>
32	21.6			Citronellyl acetate	Citronellyl acetate	Citronellyl acetate	Citronellyl acetate	
33	22.2		$\alpha$ -Humulene	$\alpha$ -Humulene	$\alpha$ -Humulene	$\alpha$ -Humulene	$\alpha$ -Humulene	$\alpha$ -Humulene
34	22.3	$\alpha$ -Terpineol						
35	22.9		$\gamma$ -cadinene	$\gamma$ -cadinene	<b><math>\gamma</math>-cadinene</b>		$\gamma$ -cadinene	
36	23.1		Geranyl acetate	Geranyl acetate	Geranyl acetate	Geranyl acetate	Geranyl acetate	<b>Geranyl acetate</b>
37	23.1			Citronellol	Citronellol		Citronellol	
38	23.2		unknown					
39	23.9		2-Tridecanone	2-Tridecanone				
40	24.4			Geraniol	Geraniol		Geraniol	Geraniol
41	27.0		2-Pentadecanone	2-Pentadecanone				
42	27.1				Nerolidol			
43	28.1	Methyl cinnamate			Methyl cinnamate			

注) GC/MSにて検出された成分のTIC (Total Ion Chromatogram)の面積値割合を基に、香気構成成分の一覧を作成。

記載 : > 0.05%、色セル : > 1.0%、太字 : > 10%

acetate (36)などが検出された。枝葉芳香蒸留水で検出された1,8-Cineol (12)は、他の試料ではLimonene (11)のピークに重なっており、蒸留することにより表に出てくると思われた。長枝、中枝、葉柄を比較すると、葉柄が最もピーク数やピーク強度が大きくみえる。また長枝よりも中枝のほうがピーク数、ピーク強度が大きい。種子と果皮はMyrcene (7)とLimonene (11)のピーク幅が広く、Terpinolene (18)とCitronellal (27)もピーク面積が大きかった。山椒煎餅からも、Myrcene (7)、Limonene (11)、 $\beta$ -Phellandrene (13)、Citronellal (27)、Geranyl acetate (36)などが検出された。

香りの解析結果から、山椒煎餅の香りパターンは、山椒の乾燥種子及び果皮のそれに近かった。山椒の実、特に乾燥果皮のピーク面積が大きかった。

また、枝葉から芳香蒸留水を試作した。低温(ウォーターバス温度50℃)での芳香蒸留水を調製した。得られた芳香蒸留水の香気成分を解析した結果、主要な香り構成成分のパターンは原料山椒の葉柄部、枝、種子、果皮のどの部位とも異なり、テルペンアルコール

ルやエステル、アルデヒドといった香気への寄与が高いとされる成分が主体であり、その香りは十分に強く、「フレッシュ感のある若い山椒の香り」と感じられる香気であった。

#### 4 まとめ

森町で収穫された山々椒を用いて枝葉の部位別の香気特性分析と、芳香蒸留水の試作を行った。長枝、中枝、葉柄を比較すると、葉柄が最もピーク数やピーク強度が大きく、また長枝よりも中枝のほうがピーク数、ピーク強度が大きかった。種子と果皮はMyrceneとLimonene、Terpinolene、Citronellalのピーク面積が大きかった。山椒煎餅からは、Myrcene、Limonene、 $\beta$ -Phellandrene、Citronellal、Geranyl acetateなどが検出された。卓上ロータリーエバポレータを利用した減圧蒸留で得られた芳香蒸留水は「フレッシュ感のある若い山椒の香り」がしたほか、1,8-Cineolが検出され、蒸留することにより表に出てくると思われた。

## 謝辞

この研究は静岡県中小企業団体中央会からの委託を受け受託研究で実施した。遠州山椒グループからは山椒を提供して頂いた。

## 参考文献

- 1) 坂井至通 他：サンショウ栽培品種（タカハラサンショウ・アサクラザンショウ・ブドウサンショウ）の成分比較研究. 岐阜県森林研研報, 38, 1-10 (2009).
- 2) 廣田智子 他：アサクラサンショウ果実の香気成分と加工適性. 兵庫県農林水産技術総合センター研究報告〔農業編〕, 64, 6-12 (2016).
- 3) Sakai T. et al. : Constituents of Fruit Oil from Japanese Pepper. Bulletin of the Chemical Society of

Japan, 41, 1945-1950 (1968).

- 4) 飯島（関和）陽子 他：ヘッドスペースガス分析法を用いた産地別山椒果実の香気分析. 日本食品科学工学会誌, 49 (5), 320-326
- 5) Jiang, L. et al : Differences in the volatile components and their odor characteristics of green and ripe fruits and dried pericarp of Japanese pepper (*Xanthoxyum piperatum* DC.). J. Agric Food Chem, 52 (13), 4197-4203 (2004).
- 6) 才木充 他：完熟山椒から抽出した香気成分のウルトラファインバブル生成装置を用いた水への導入. 日本調理科学会誌, 53 (4), 238-245 (2020).

## 小児・嚥下困難者向け錠剤粉碎技術の開発

— 病院・薬局での調剤作業簡易化を目指して —

食品科	松野正幸
静岡県立大学	宮寄靖則
株式会社ビートセンシング	森野和喜

## Development of tablet crushing technology for children and adults with dysphagia

— Simplifying dispensing work in hospitals and pharmacies —

MATSUNO Masayuki, MIYAZAKI Yasunori and MORINO Kazuyoshi

Keywords : Planetary centrifugal mixer, tablet crushing

㈱ビートセンシング製自転公転式ミキサー“おくすりmiksi<sup>®</sup>”により、錠剤の粉碎試験を行った。モデル製剤について至適粉碎時間及び処理量を検討した結果、前者は1段階目30秒+2段階目60秒、後者は1回の粉碎につき2.5～15gが適正值であった。このことから、同装置は我々が想定した使用条件で、十分に性能が発揮されることを確認した。また、素錠、フィルムコート錠及び糖衣錠に対する同装置の粉碎効率を検討した結果、現在想定している粉碎方法では、糖衣錠の微細化が不十分であったものの、素錠及びフィルムコート錠は適正に粉碎された。

キーワード：自転公転式ミキサー、錠剤粉碎

## 1 はじめに

経口投与される医薬品の多くは成人用製剤（錠剤、カプセル等）であり、小児や嚥下機能が低下した患者には、臨床現場で錠剤粉碎・脱カプセル等によって散剤化される。この際使用される機器は主に乳棒・乳鉢であるため、粉碎物の品質は担当した薬剤師の技量に左右される。この問題を解消すべく、我々は新たな錠剤粉碎機として自転公転式ミキサー（Planetary centrifugal mixer;PCM）に着目した。PCMは容器回転式であり、自転と公転により連続的に渦状の上下対流が生じる。臨床現場では軟膏の混合調剤に使用されているが、粉碎調剤に応用された報告はない。

そこで本研究では、㈱ビートセンシングのPCM試作機が錠剤粉碎用として臨床現場で導入可能であるか、まずは粉碎の基本条件となる運転時間が粉碎物の粒度に及ぼす影響について検討した。更に、1回の粉碎処理量が粒度に及ぼす影響及び錠剤の剤形（素錠、フィルムコート錠、糖衣錠）による粉碎物の粒度の違いを評価した。

## 2 方法

PCMとして、“おくすりmiksi<sup>®</sup>”（MW-N300DS-1）を使用し、粉碎容器にはステンレス製容器（MB-AD-SUS01）およびブレード（BM-BR-SUS01）を使用した（3種とも㈱ビートセンシング製、図1参照）。

至適粉碎時間の検討試験を図2の内容で実施し、粉碎到達度を算出した。

次に、至適粉碎処理量の検討は、粉碎量10～60



図1 おくすりmiksiの外観（左）及び粉碎容器・ブレード（右）

① 至適粉碎時間  
 ・使用錠剤: グリチロン配合錠(ミノファージェン製薬製)  
 ・粉碎量: 40錠(約10g)  
 ・試験条件: 粉碎1段階目(30秒間) → 篩過(目開き500μm)  
                   → 粉碎2段階目(篩上残存物を30、45、60秒間粉碎)  
                   → 篩上に残った粉碎物の質量から、粉碎到達度を算出  

$$\text{粉碎到達度}(\%) = \frac{[\text{投入量}] - [\text{篩上残存量}]}{[\text{投入量}]} \times 100$$

図2 至適粉碎時間の検討試験概要

錠(2.5~15g)について図3の内容で試験を行い、目標粉碎物取得率を算出した後、乾式粒度分布測定装置LA-950V2+LY-9505(株堀場製作所製)で粒度分布を測定することにより実施した。

また、装置の汎用性を検討するため、表1の錠剤を各々粉碎し、先と同様に目標粉碎物の粒度分布を測定した。更に、粉碎物の形状を電子顕微鏡TM-1000(株日立ハイテクノロジーズ製)で観察した。

② 至適粉碎処理量  
 ・使用錠剤: グリチロン配合錠(ミノファージェン製薬製)  
 ・粉碎量: 10、20、40、60錠(2.5、5、10、15g)  
 ・試験条件: 粉碎1段階目(30秒間) → 篩過  
                   → 粉碎2段階目(篩上残存物を60秒間粉碎)  
                   → 篩を通った粉碎物の質量から、取得率を算出  
                   平均粒度も測定  

$$\text{目標粉碎物取得率}(\%) = \frac{\text{篩を通過した粉碎物の質量}}{\text{投入量}} \times 100$$

図3 至適粉碎処理量の検討試験概要

表1 粉碎試験使用医薬品

区分	薬品名	製造社
素錠	インデラル錠	アストラゼネカ
フィルムコート錠	アーチスト錠	第一三共
糖衣錠	メスチノン錠	共和薬品工業

### 3 結果及び考察

至適粉碎時間については、図4から、2段階目の粉碎時間が長くなるほど粉碎到達度が高くなり、今回の条件で最長の60秒が最も望ましい結果であった。

次に至適粉碎量については、表2から、1回の粉碎量が2.5~15gの範囲内であれば投入量に対して9割前後の粉碎物が取得でき、適正に粉碎可能であった。

また、各種錠剤に対する装置の粉碎効率については、図5から、3種の錠剤で粉碎物の粒度が異なっていた。小児等向け散剤の粒度は、粒度500μm未満が目安とされており、素錠及びフィルムコート錠は十分に微細化できた一方、糖衣錠は粒度500μmを超える粉碎物が残存しており、更なる微細化が必要であった。

### 4 まとめ

“おくすりmiksi”による錠剤の粉碎について、モデル製剤の粉碎時間は、今回の試験条件では1段階目

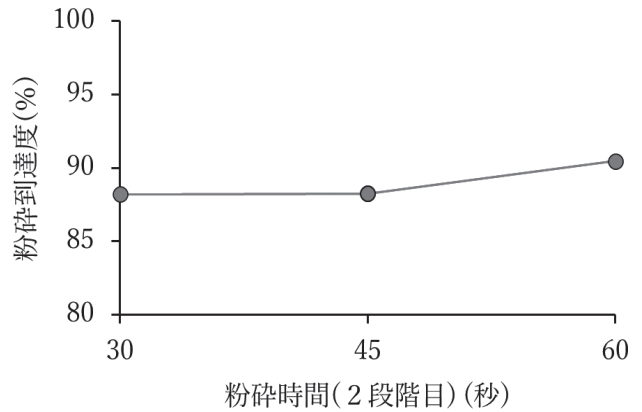


図4 グリチロン配合錠の粉碎時間(2段階目)と粉碎到達度の相関

表2 粉碎容器へのグリチロン配合錠投入数と目標粉碎物取得率

錠剤の投入数(錠)	10	20	40	60
(錠剤の重量(g))	(2.5)	(5.0)	(10)	(15)
取得率 (%)	88.3	87.5	90.9	91.1

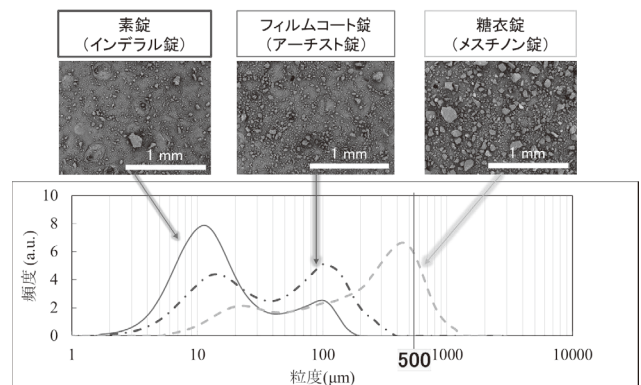


図5 各種錠剤の粉碎後電子顕微鏡像(上)及び粒度分布(下)

30秒、2段階目60秒が最適条件であった。また、モデル製剤を1回につき2.5~15gの範囲内で容器に投入すれば、目標粉碎物が適正量得られた。更に、錠剤の種類によって粉碎効率は異なり、糖衣錠と比べて素錠およびフィルムコート錠は粉碎が容易であった。

### 謝辞

本研究は、公益財団法人静岡県産業振興財団による令和2年度「医療機器産業基盤強化推進事業」の助成により実施した。

### 参考文献

1) 石川洋一: 薬剤学, 75 (1), 28-31 (2015).

## CNF を活用したアロマ基礎化粧品の開発

食品科 石橋佳奈 山下里恵  
株式会社コーヨー化成 柏木 敏  
静岡県立大学 伊藤圭祐 寺田祐子

## Development of aroma cosmetics by using cellulose nanofibers

ISHIBASHI Kana, YAMASHITA Rie, KASHIWAGI Satoshi, ITO Keisuke and TERADA Yuko

Keywords : Cosmetic, Aroma, Cellulose nanofiber

セルロースナノファイバー（CNF）は幅が数nm～数十nm程度の繊維状物質であり、様々な特異的物性を有す。その1例として、CNFは水-油溶性成分に混合するとピッカリングエマルジョン（PE）を形成する。我々は、これを利用し水溶媒中に油溶性香料とCNFを混合し、PEを形成させることで香りが徐放することを見出している。

そこで、機能性を有する香料が徐放されるアロマ乳液化粧品の処方設計を試みた。ベースとなる乳液に直接CNFと香料を加える方法では乳化剤によるPE形成の阻害が想定された。その解決法として、ベース乳液へ水、スクワラン、香料及びCNFでPEを形成させた別の乳液を混合することで徐放性をもつ安定した乳液が得られた。この時CNFは0.5wt%、乳化剤は5.0wt%、乳化安定剤は2.25wt%であった。

キーワード：化粧品、香り、セルロースナノファイバー、徐放性

## 1 はじめに

近年、香り成分には心理・生理機能が見出されており<sup>1)</sup>、香り成分を徐放させ、持続的にその機能を作作用させることが期待される。セルロースナノファイバー（CNF）は、幅が数nm～数十nm程度の繊維状物質であり、様々な特異的物性を有する。その1例としてCNFを水-油溶性成分に混合するとピッカリングエマルジョン（PE）を形成する。我々は、これを利用し水溶媒中に油溶性香料とCNFを混合し、PEを形成させることで香りが徐放することを見出した。そこで、CNFを用いて香り成分を内包し、その成分が徐放されることで機能を持続できるアロマ乳液化粧品の処方の検討・評価を行ったので報告する。

## 2 方法

### 2.1 アロマ乳液化粧品の1段階処方による調整

ホモジナイザーに乳化剤や保湿剤、乳化助剤、油剤に水、機能性香料（リナロール）及びCNFを順に加えて乳化、調整した。（図1）

### 2.2 アロマ乳液化粧品の2段階処方による調整

乳化剤が過剰に存在する場合、PE形成の阻害が想定されるため、乳化剤、保湿剤、乳化助剤、油剤及

び水をホモジナイザーで乳化した第1乳液と、リナロール、スクワラン、CNF、水をホモジナイザーで乳化した第2乳液を別に調整した後、1対1の体積比で混合（図1）し、アロマ乳液化粧品を調整した。

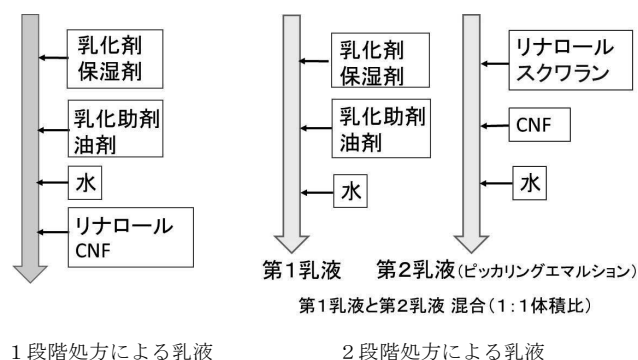


図1 アロマ乳液化粧品の処方フロー

### 2.3 アロマ乳液化粧品のリナロールの徐放性の評価

アロマ乳液化粧品から揮発するリナロールは、捕集管により回収し加熱脱着GC-MSにて表1に示す条件で気中濃度を定量し、その多寡により徐放性を評価した。



表1 GC-MS測定条件

加熱脱着装置	Thermal Desorption Unit (GERSTEL製)
捕集管	Tenax®TA (GERSTEL製)
脱着条件	TDU 30 °C - (720 °C/min) - 250 °C(3 min) CIS 10 °C - (12 °C/sec) - 250 °C(5 min)
分析用トラップ管	Tenax TA (CIS4 Glass insert forTDU)
GC/MS装置	Agilent Technologies 7890A (GC system) Agilent Technologies 5975C (MSD)
分析カラム	DB-Wax UI (Agilent Technologies Co.) 60 m×0.25 mm i.d., 0.25 μm film thickness
オープン温度	40 °C (4 min) - (10 °C/min) - 250 °C (5 min)
キャリアガス	ヘリウム

### 3 結果

#### 3.1 アロマ乳液化粧品の乳化安定性

2段階処方における第2乳液へ添加するCNF濃度を変え、第1乳液と混合し、4日間静置した時の乳化状態を目視により判定した。CNF濃度が、0.5wt%の時に乳化が安定した(表2)。この第2乳液に第1乳液の乳化剤と乳化助剤の濃度を変え、同様に目視により判定した。乳化剤が5wt%、乳化助剤が2.25wt%の時に安定した。(表3)

#### 3.2 アロマ乳液化粧品のリナロールの徐放性

2段階処方によるアロマ乳液化粧品のリナロール放散量は、1段階処方と比較して5分後の気中濃度は71 μg/m<sup>3</sup>少なかったが、1時間及び3時間後には47 μg/m<sup>3</sup>高くなった(図2)。これより、2段階処方によるアロマ乳液化粧品はPEが形成し、かつ安定していたためリナロールの揮発が緩やかになったと推定した。

このことは、例えばアロマ乳液化粧品を肌に塗った場合、香り成分の揮発が抑制されたまま肌に保持され、機能性の持続効果が高まることが期待された。

表2 2段階処方乳液における乳化安定性のCNF濃度による影響



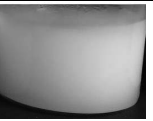
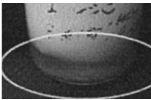
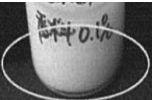
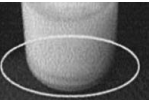

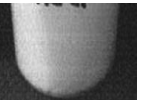
CNF濃度(wt%)	0	0.25	0.5
乳化状態			
	分離	分離	安定

表3 2段階処方の乳液における乳化安定性の乳化剤及び乳化助剤濃度の影響

乳化剤 (wt%)	1.5	1.5	5.0	5.0	5.0
乳化安定助剤 (wt%)	-	0.75	0.75	1.5	2.25
乳化状態					
	分離	分離	分離	分離	安定

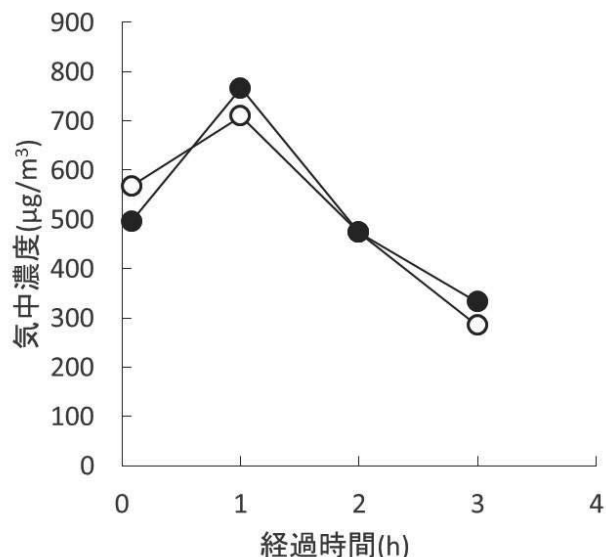


図2 アロマ乳液化粧品中におけるリナロールの気中濃度の経時変化

○ 1段階処方 ● 2段階処方

### 4 まとめ

CNFによるPE形成を利用し、機能性を有する香り成分(リナロール)をCNFにより内包し、乳化が安定し、徐放性を有するアロマ乳液化粧品の処方設計を行った。

### 謝辞

本報告の一部は、公益財団法人静岡県産業振興財団の令和2年度新成長産業戦略的育成事業(代表:株式会社コーヨー化成)の一環として、令和1年度から実施した。

### 参考文献

- 1) 蓬田 勝之, 現代バラとその香り, におい・かおり環境誌, 41 (3), 164-174 (2010).

# 衝撃荷重を用いた椅子の背もたれの強度試験方法の提案

工芸科 菊池圭祐 渡邊雅之 村松重緒 長澤 正

## Proposal of a chair backrest test that assumes an impact load

KIKUCHI Keisuke, WATANABE Masayuki, MURAMATSU Shigeo and NAGASAWA Tadashi

Keywords : chair backrest, impact load, hammer fall, strength test

椅子の背もたれに衝撃荷重を負荷する試験方法を提案するため、実際に人が勢いよく椅子に座った時に背もたれにかかる荷重を計測した。その結果、荷重の特徴として、約50msの短時間で約600Nに達する衝撃的な負荷であることが明らかとなった。この衝撃荷重の特徴を再現するため、ハンマー落下による衝撃負荷を考案した。ハンマー落差が45mmの時に、約8msで約600Nに達する衝撃荷重を安定的に負荷することが可能であった。今後は、衝撃荷重を想定した椅子の背もたれの試験として普及させていく。

キーワード：椅子の背もたれ、衝撃負荷、ハンマー落下、強度試験

### 1 はじめに

当研究所では、様々な家具の強度試験を行っているが、椅子の背もたれの試験の割合が36%以上と高い。これは、背もたれの破損によるクレーム案件が多いためである。使用状況を調査すると、人が勢いよく座った時に、座面と背もたれの接合部で破損する事例が多いことが分かった。椅子の背もたれの試験はJIS S 1203:1998に規定されているが、荷重をゆっくり加えることとされており、衝撃的な負荷とは異なる。

そこで本研究では、人が椅子に勢いよく座った時に、背もたれにかかる衝撃荷重を計測し、それを再現できる新しい試験方法を提案することを目的とした。

### 2 方法

#### 2.1 衝撃荷重の測定

新家具総合試験機 STARPHA2000 (楸ボードウィン製) の水平アクチュエータに、椅子の背もたれに見立てた木板を取り付け、その手前に座面に見立てたスツールを固定した。これらは一般的な木製椅子の寸法、角度等に合わせて調整した。人が座って背もたれに力がかかると、水平アクチュエータに内蔵されているロードセルから荷重が検出される(図1)。7人の試験実施者A~G(体重51~85kg)を対象に、椅子に勢いよく座った時の衝撃荷重を測定した。座る動作は10回繰り返し、得られた荷重データのうち、最も高い荷重ピークをかかりうる最大の衝撃荷重として選出した。



図1 衝撃荷重の測定の流れ

また、荷重のかかり始め(5N以上)から荷重ピークに達するまでの時間を算出した。

#### 2.2 ハンマー落下による衝撃荷重の再現

6.5kgのハンマーを振り子にして持ち上げた後、新家具試験機の水平アクチュエータに取り付けた背もたれに衝突させることで衝撃負荷を与えた(図2)。ハンマーの落差を変化させて、荷重ピークとピークに達する時間を測定した。

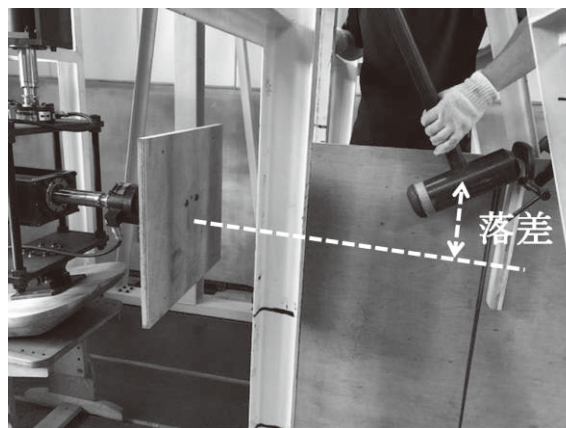


図2 ハンマー落下による衝撃負荷

### 3 結果および考察

図3に、試験実施者の体重に対して最大の衝撃荷重をプロットした。体重が大きい者ほど衝撃荷重が大きくなる傾向が見られた。衝撃荷重は座り方の個人差にも大きく影響されると考えられたが、個人差も含め全体としては、約600Nを最大の衝撃荷重として得ることができた。図4に、試験実施者ごとにピーク到達時間の最も短いものをまとめた。平均すると約50msでピークに達することが分かった。以上の結果から、衝撃荷重として再現すべき特徴は、約50msの時間で約600Nに達する負荷であることが明らかとなった。

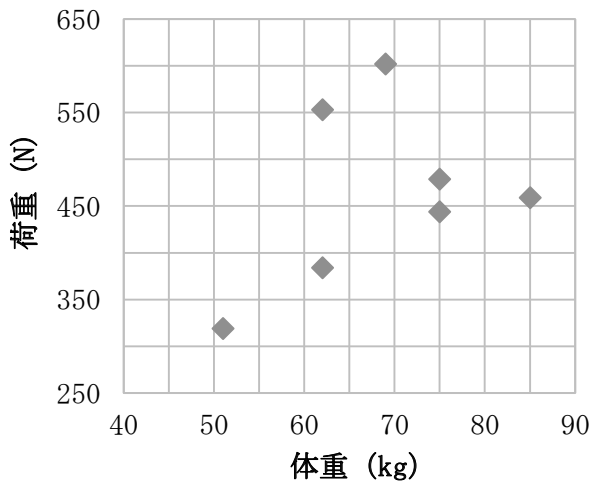


図3 試験実施者の体重に対する最大の衝撃荷重

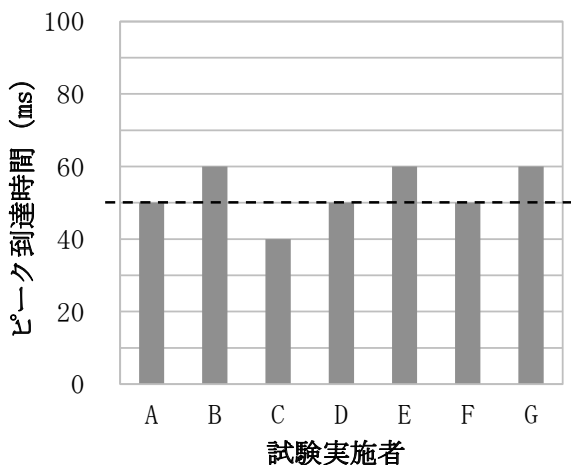


図4 試験実施者ごとのピーク到達時間と平均値 (破線)

図5は、ハンマー落差に対するピーク荷重とピーク到達時間である (5回実施の平均値)。ピーク荷重に関しては、ハンマー落差が大きくなるほど直線的にピーク荷重が増加した。グラフにはエラーバーも挿入してあるが、それが見えないほど小さく、非常に安定した負荷が付与される。ハンマーの落差が45mmの時に約600Nを負荷できることが分かる。ピーク到達時間に関しては、ハンマー落差とともに僅かに短くなった。こちららばらつきは小さく、45mmの時に約8msの到達時間となった。ピーク到達時間は非常に短い結果となったが、より衝撃的な負荷が付与されるという意味では新しい試験として差別化されると考えられる。

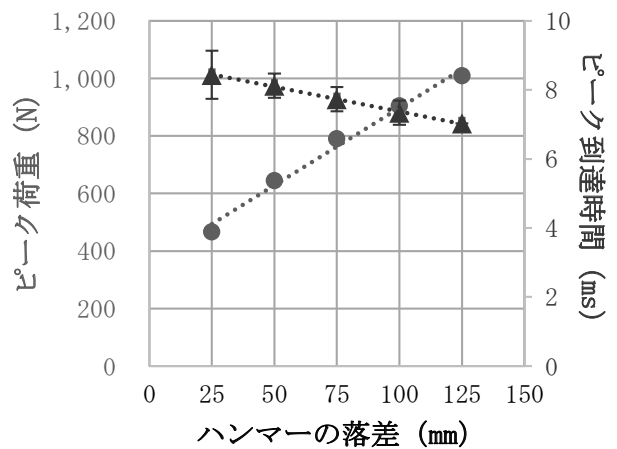


図5 ハンマー落差に対するピーク荷重とピーク到達時間

● : ピーク荷重、▲ : ピーク到達時間

### 4 まとめ

人が勢いよく座った時に背もたれにかかる荷重の特徴として、約50msの時間で約600Nに達する衝撃荷重であることを明らかにした。このような荷重を再現するには、ハンマー落下による衝撃負荷が有効であり、約8msの時間で約600Nに達する衝撃を安定して付与することが可能であった。今後は県内家具メーカーと連携し、新試験の有用性を確認していく。

# 木工プレス機の荷重管理状況調査

## — プレス荷重の「見える化」について —

工芸科 渡邊雅之 菊池圭祐 村松重緒 長澤 正

## Survey of the load management status of woodworking presses

### — Visualization of the press load —

WATANABE Masayuki, KIKUCHI Keisuke, MURAMATSU Shigeo and NAGASAWA Tadashi

Keywords : Woodworking press, Visualization, Press load, Raspberry Pi

フラッシュパネルなどの製造で用いられる木工プレス機の現地調査を行ったところ、ばねの収縮を荷重制御に用いている装置が多く、それらでは荷重設定が強弱のみの表示であったり、値が表示されていても実測荷重とずれがあるものが多かった。それらに対応した荷重表示システムを、距離センサーやRaspberry Piを用いて開発した。製造現場に適用したところ、良好に機能した。

キーワード：木工プレス機、見える化、プレス荷重、ラズベリーパイ

### 1 はじめに

木工プレス機は、フラッシュパネルなど平板状の部材の製造過程で、常温で接着圧縮する用途で用いられる装置である。当所では、企業の要望に応じ、木工プレス機の荷重測定を行っているが、正確な荷重が把握されていない事例も見られていた。圧縮圧の過不足は、接着不良の原因となり得るため、荷重の実測を伴う現地調査を行い、荷重管理の状況の把握と、管理機能が不足しているプレス機に対する解決策の提示を目的とした。

### 2 方法

#### 2.1 現地調査

静岡県家具工業組合を通じ募集した事業所等で、荷重管理状況等の聴取と、環状ばね型力計（榊丸東製作所製）で1機あたり数点の荷重測定を行った。

#### 2.2 荷重表示システムの開発と現場試行

Raspberry Pi、距離センサーと小型モニター等を用い、荷重制御をばねの縮み幅で行う木工プレス機（以下、ばね式装置と略す：写真1）の荷重表示システム（以下、システムと略す）を開発した。現場試行では、①センサーの設置、②換算用の荷重・距離測定、③換算用データのシステムへの反映、④実稼働試験を行った。



写真1 ばね式装置の例

（上部定盤とスクリューの間のばねが設定位置まで縮むと、定盤の下降が停止する機構）

### 3 結果と考察

#### 3.1 現地調査

8事業場、44機の現地調査を行った。結果を表1に示す。荷重の数値設定が可能な装置は、最大の実測荷重が設定値の±20%内となるかで区分した。

ばね式装置が26機と多く、うち、設定表示が「強」-「弱」のみなど数値指定できない装置と、実測値と設定値が20%以上かい離れた装置が合計21機あった。



表1 現地調査結果

(単位：機)

測定総数	荷重管理方式	設定荷重の数値表示		実測値と設定値の比較		
		有り	無し (強弱のみ等)	±20%未満	±20%以上	
44 (28台)*	ばね式装置	26	16	10	5	11
	油圧式装置	7	6	1(ラム径不明)	3	3
	不明(モータ電流?)	10	0	10	-	-
	エア圧(ON、OFFのみ)	1	0	1	-	-

\*1台のプレス機で、複数の定盤に分かれている多列型の装置は、それぞれ1機と計上した

これを受け、ばね式装置をターゲットにシステムの開発に取り組んだ。

### 3.2 システムの開発と現場試行

荷重センサー等での計測は、容量や実装の面で困難と考えられたため、ばねの長さを距離センサーで計測し、荷重に換算する方式を採用した。精度等からセンサーは赤外線/PSD方式の測距モジュールGP2Y0E03(株シャープ製)を選定し、現場使用を念頭に、距離-荷重換算機能、プレス時間表示機能等を組み込んだ。システムの表示画面を図1に示す。

現場試行の様子とセンサーの設置状況を写真2、3に、測定した換算用データを図2に示す。対象の装置は、荷重設定の表示が「弱」「強」のみで数値設定



写真2 現場試行の様子

(設定荷重が「強」「弱」の表示の装置 環状ばね型力計で実測荷重を測定)



図1 完成したシステム表示画面

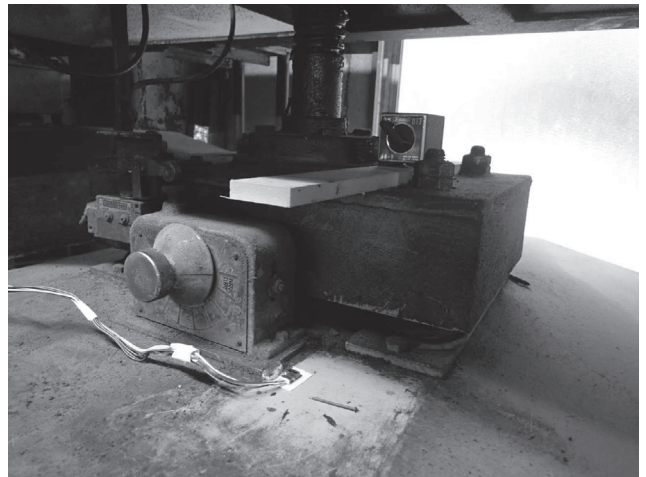


写真3 センサーの設置状況

(適当な測定対象がなかったため、板を固定して測定対象とした)

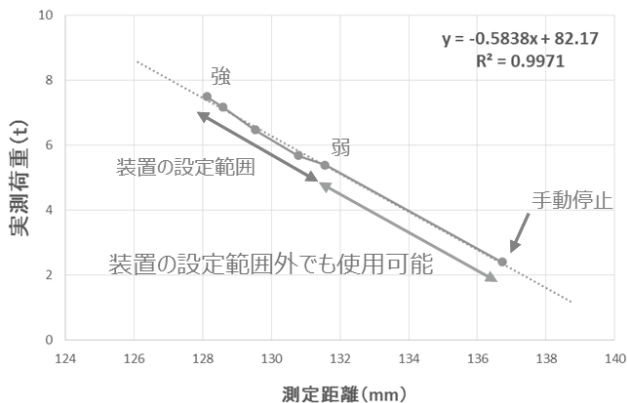


図2 測定距離と実測荷重の関係 (換算用データ)

できない装置で、「弱」と「強」の実測荷重は、5.4tと7.5tであり、設定可能な荷重の範囲が狭いことが判明した。そこで、僅かな荷重で定盤を手動停止させ、この時の距離と荷重(図2の手動停止の点)も測定した。これを含めても $R^2=0.997$ と直線性は良好であり、「弱」「手動停止点」間も直線関係があると推察される



ことから、手動停止によりこの間での荷重設定が可能となることが示唆された。

換算用データをシステムに反映し、プレス機を稼働させ、実測荷重とシステムの表示荷重を比較したのが図3である。よく一致しており、十分な精度を有することが確認できた。別事業所の1台でも同様に良好な結果であった。

#### 4 まとめ

木工プレス機の荷重管理状況を把握し、現場での使用が多かったばね式装置用の安価なシステムを完成させた。2機のプレス機で試行し、実用上十分な精度を有することが確認できた。

試行を行った現場の担当者からも高い評価が得られた。今後、システムの普及を図り、管理の改善に役立てていく。

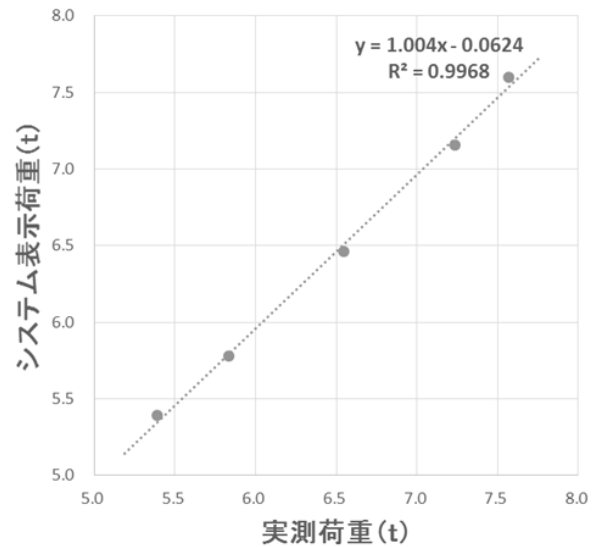


図3 実測荷重とシステム表示荷重の関係

# 積層板の音響特性における接着剤の影響

工芸科 村松重緒 長澤 正 菊池圭祐 渡邊雅之

## Influence of adhesives on the acoustic features of a laminated plate

MURAMATSU Shigeo, NAGASAWA Tadashi, KIKUCHI Keisuke and WATANABE Masayuki

Keywords : laminated plate, adhesive, acoustic features, cellulose nanofiber

楽器に使用する木材（無垢板や合板）は、残響を活かすために、高剛性・低振動減衰率であることが求められる。セルロースナノファイバー（CNFと略記）を添加した接着剤は、引張弾性率が向上することから、合板製造時に使用する接着剤にCNFを添加することで、楽器に求められる特性を向上させる可能性がある。そこで本研究では、CNF添加接着剤使用積層板を作製し、CNFが接着剤の振動特性に与える影響を確認した。接着剤強度はCNF添加で補強効果が認められ、特に長繊維CNFの添加が有効であった。CNF添加接着剤使用積層板の音響特性は、高強度接着剤や長繊維CNF添加接着剤使用時に、動的弾性率向上と対数減衰率減少が確認された。

キーワード：積層板、接着剤、音響特性、セルロースナノファイバー

### 1 はじめに

静岡県は楽器生産が盛んな県である<sup>1)</sup>。ピアノや弦楽器に使用する木材（無垢板、合板）は、残響を活かすために、高剛性・低振動減衰率であることが求められる<sup>2)</sup>。セルロースナノファイバー（CNFと略記）を添加した接着剤は、無添加と比べ引張弾性率が向上する<sup>3)</sup>ことから、合板製造時に使用する接着剤にCNFを添加することで、楽器に求められる特性が得られる可能性がある。そこで本研究では、CNF添加接着剤を使用した積層板を作製し、CNFが接着剤の振動特性に与える効果を確認した。

### 2 方法

本研究で使用した資材を表1に示す。

CNF添加接着剤は、酢酸ビニル樹脂エマルジョン接着剤（PVAcと略記）にCNFを固形分換算で5部相当を添加し、自転公転攪拌機HM-200WD（共立電気（株）製）で所定時間攪拌脱泡をして得た。

引張強度・伸度は、CNF添加接着剤をテフロン枠にキャストし、恒温恒湿室（20℃/65%RH）で1週間養生後、ダンベルカッターSDK-300D（株ダンベル製）で型抜きし、オートグラフAG-50kNXDPlus（島津製作所（株）製）にて引張試験を行った。測定は恒温恒湿室で行い、引張速度は50mm/min.とした。

積層板は、20cm角に切断したツキ板にCNF添加接

着剤または市販接着剤を塗布して10枚貼り合わせ、卓上型テストプレスSA-202（テスター産業（株）製）にて10kg/cm<sup>2</sup>で24時間圧縮後、恒温恒湿室で1週間以上養生して得た。乾燥後、180mm×20mmに切断し、ダンピング測定システム（FFTアナライザ）DS-3200（株小野測器製）にて振動特性を計測した。

表1 実験に使用した資材

種別	名称	備考
ツキ板	メープル	厚さ0.5mm
接着剤	酢酸ビニル樹脂エマルジョン接着剤 (PVAc)	コニシ(株) 酢酸ビニル樹脂41%・水分59%
	タイトボンド (にかわ)	市販楽器補修用接着剤 (株オーシカ) コラーゲン52%・水分48%
CNF	タイトボンド	市販木工用接着剤 (株オーシカ) 有機高分子化合物52%・水分48%
	レオクリスタ	第一工業製薬(株)・濃度2%
	BiNF <i>i</i> -s極短	スギノマシン(株)・濃度2%
	BiNF <i>i</i> -s短	〃
	BiNF <i>i</i> -s標準	〃
	BiNF <i>i</i> -s長	〃
	BiNF <i>i</i> -s極長	〃

### 3 結果及び考察

接着剤フィルムの引張強度・伸度を図1・図2、積層板の動的弾性率・対数減衰率を図3・図4に示す。

図1・図2より、PVAcにCNFを添加すると強度の向上が確認され、特に長繊維CNFの添加が有効で

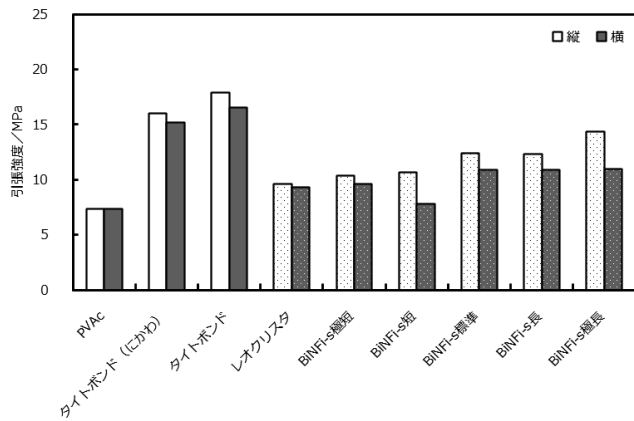


図1 接着剤フィルムの引張強度

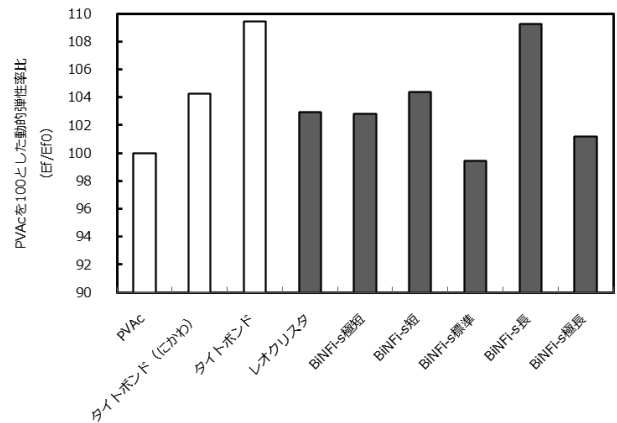


図3 積層板の動的弾性率

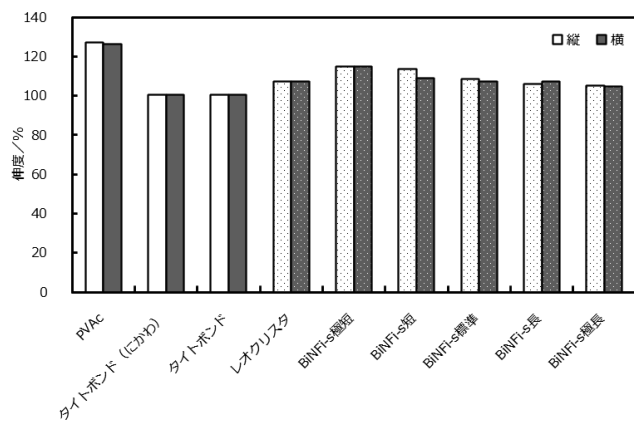


図2 接着剤フィルムの伸度

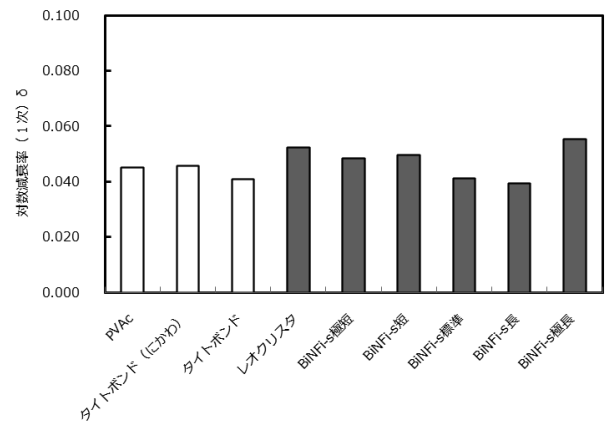


図4 積層板の対数減衰率

あった。

振動板は、動的弾性率の数値が高く、対数減衰率の数値が低いほど響きやすい。図3・図4より、タイトボンド（高強度接着剤）を用いることで、積層板の動的弾性率向上・対数減衰率低下が確認された。CNFを添加した接着剤では、長繊維のCNFを使用することで響きやすくなる傾向が確認されたが、BINFi-s極長を添加すると対数減衰率が増加しており、CNFが振動減衰原因物質になっていることから、使用するCNFの種類と添加量を留意が必要あると考えられた。

#### 4 まとめ

CNF添加接着剤使用積層板を作製し、CNFが接着剤の振動特性に与える影響について確認した。PVAc

へのCNFの添加で強度の向上が確認され、特に長繊維のCNFの添加が有効であった。高強度接着剤・長繊維CNF添加接着剤の使用で、響きやすい試料が得られた。

#### 参考文献

- 1) 経済産業省：平成30（2018）年工業統計表 品目別統計表。（2019.8.23公表）
- 2) 平工達也：楽器の接着．木材工業，74（11），511-512（2019）．
- 3) 前田研司 他：セルロースナノファイバーによる地域産業の活性化ー接着剤への応用ー．静岡県工業技術研究所研究報告，11，70-71（2018）．

## 互跪姿勢による疲労感の軽減効果

— 酪農業における搾乳中の作業姿勢の提案 —

静岡県工業技術研究所 大賀久美 船井 孝\*

## Reduction of Feelings of Tiredness by a Half-Kneeling Posture

— Suggestion for Working Posture during Milking in Dairy Farming —

OGA Kumi and FUNAI Takashi

人間工学, Vol.57, No.3, 129-134 (2021)

Keywords : Balance ability, Base of support, Intermediary position, Squatting posture, Half-kneeling posture, Feelings of tiredness

キーワード : バランス能力、支持基底面、中間体位、蹲踞姿勢、互跪姿勢、疲労感

酪農業における搾乳中の作業姿勢は、両足の足底を床に接地させるしゃがみ姿勢（蹲踞（そんきょ）姿勢）である。本研究では、搾乳中の疲労感を軽減させるため、片膝を床に接地させるしゃがみ姿勢（互跪（ごき）姿勢）を提案した。互跪姿勢は蹲踞姿勢に比べて支持基底面の面積が大きい。酪農現場で互跪姿勢がとれるように、牛舎の床上に片膝を間接的に接地するための補助具を設計した。研究協力者は健康な若年の成人 10 名とし、2条件（片膝に補助具を着用

して互跪姿勢をとる（互跪条件）、膝に何も着用せずに蹲踞姿勢をとる（蹲踞条件）における搾乳を模擬したタスクを行い、課題中の所要時間や疲労感を比較した。互跪条件は、蹲踞条件と所要時間が同等であったが、蹲踞条件に比べてしゃがんでいる間の疲労感が有意に低いことを確認した。以上より、補助具を着用して互跪姿勢をとると、作業効率の改善は見られないが蹲踞姿勢に比べて疲労感は軽減することが示唆された。

---

\*現 沼津工業技術支援センター 機械電子科

## 脱灰処理による竹活性炭の細孔構造変化と電気二重層キャパシタ特性の向上

静岡県工業技術研究所 菊池圭祐 山下里恵  
サンコール株式会社 蓮見啓悟

### Pore structure change of bamboo-derived activated carbon by ash removal and the improvement of electric double layer capacitor performance

KIKUCHI Keisuke, YAMASHITA Rie and HASUMI Keigo

木質炭化学会誌, 第 17 巻, 第 1 号, 27-33(2020)

Keywords : bamboo, ash, specific surface area, pore size distribution, electric double layer capacitor

キーワード : 竹、灰分、比表面積、細孔分布、電気二重層キャパシタ

竹活性炭の比表面積を向上させるため、炭化の前後に脱灰処理を施した。灰分が低減することで賦活触媒作用が弱まり、緻密なマイクロ孔が形成され、比表面積が著しく増加した。炭化後の脱灰処理においては、マイクロ孔に加え7nm 付近のメソ孔も同時に発達することが分かった。これら細孔構造を変化させた竹活性炭を

用いて電気二重層キャパシタ特性を評価したところ、20℃では炭化前脱灰が、-40℃では炭化後脱灰が市販ヤシ殻活性炭よりも良好な性能を示すことが分かった。脱灰処理により竹活性炭の細孔構造を変化させることで、使用環境に応じた電気二重層キャパシタが製造できると考えられる。





REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE  
NUMAZU TECHNICAL SUPPORT CENTER

静岡県工業技術研究所  
沼津工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所  
沼津工業技術支援センター  
沼津市大岡3981番地1

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE  
NUMAZU TECHNICAL SUPPORT CENTER  
3981-1 Ooka, Numazu city, Shizuoka, 410-0022 Japan

## 医療用チタン合金の鍛造条件を探索するためのシミュレーションシステムの開発

機械電子科 是永宗祐 松下五樹\* 本多正計

## Development of a simulation system to design a forging process for the manufacture of orthopedic implants

KORENAGA Sosuke, MATSUSHITA Itsuki and HONDA Masakazu

Titanium alloys with excellent biocompatibility are widely used in medical devices such as orthopedic implants, and these products are manufactured by hot die forging. In hot die forging, it is important to not only obtain the desired product shape but also control the microstructure because the latter affects the mechanical properties. Therefore, many trials need to be conducted to identify suitable manufacturing conditions, but this leads to increased development costs.

In recent years, forging simulations have been widely used to reduce development costs. However, in a general forging simulator, basic data is not sufficient to allow the accurate prediction of the shape and microstructures of a product. For these reasons, a stress-strain curve for titanium alloy has been acquired to facilitate the accurate prediction of the shape of a product, while a tool for predicting the microstructure (processing map) of a product has also been constructed.

In this report, the above data are incorporated into a forging simulator in order to build a simulation system that enables the shape and microstructure of a product to be predicted. In addition, as an example of how this system can be used, the optimum shape of a raw material is examined. The use of this system enabled the optimum shape of the raw material to be clarified, the volume of the material to be reduced, and the material costs to be reduced by about 10%.

Keywords : titanium, forging, simulation, finite element method, processing map.

整形外科用インプラント等の医療機器には生体適合性に優れたチタン合金が広く用いられ、熱間鍛造等によって製造される。これらの製品には高い信頼性が要求されるため、製品形状を得ること以外に、機械的特性に影響を及ぼす金属組織を、目的とする状態に制御する技術も重要となる。そのため、製造条件の探索等に多くの試作や実験が必要となり、開発コストの増大を招いている。

近年は有限要素法による熱間鍛造シミュレーションを用いることにより、開発コストを低減する試みがなされている。しかし、一般的な鍛造シミュレータでは、チタン合金等の生体適合性材料の熱間鍛造を高精度に予測するための材料特性データ（真応力-真ひずみ曲線）が不足していることに加え、金属組織を予測するための機能も十分に備わっていない。

筆者らは、正確なシミュレーションに必要な材料特性データを取得するとともに、金属組織を簡易的に予測するためのツール（processing map）を構築してきた。本研究では、これらのデータを鍛造シミュレータに組み込み、高精度な形状予測と金属組織の簡易的な予測が可能なシミュレーションシステムを構築する。また、本システムの活用事例として、最適な原材料形状を検討した事例を紹介する。原材料形状を検討したことにより、原材料の体積を低減することが可能となり、材料コストを10%程度低減できた。

キーワード：チタン合金、鍛造、シミュレーション、有限要素法、プロセッシングマップ

---

\*現 工業技術研究所 機械電子科

## 1 はじめに

整形外科用インプラント（以下、インプラント）等の医療機器には生体適合性に優れたチタン合金が広く用いられ、熱間鍛造等によって製造される。これらの製品には高い信頼性が要求されるため、製品形状を得ること以外に、機械的特性に影響を及ぼす金属組織を、目的とする状態に制御する技術も重要となる。例えば、動的再結晶が生じる条件で製造することにより、結晶粒が微細化され、機械的特性の向上が期待できる<sup>1)</sup>。しかし、このような最適な製造条件の探索には、多くの試作や実験が必要となり、初期の開発コストが高くなるのが問題となる。

近年は有限要素法（FEM）による熱間鍛造シミュレーションを用いることにより、開発コストを低減する試みがなされている<sup>2)</sup>。しかし、一般的な鍛造シミュレータでは、インプラント等に用いられる医療用チタン合金の材料特性データ（真応力-真ひずみ曲線：材料を圧縮したときの力、変形量、変形速度、温度の関係を表したもの）が不足しており、高精度な予測が困難なことに加え、金属組織を予測するための機能も十分に備わっていない。

このような背景から、筆者らは、医療用チタン合金の材料特性データを取得するとともに<sup>3)</sup>、金属組織を簡易的に予測するためのツール（processing map）を構築してきた<sup>4)</sup>。本研究では、これらのデータを鍛造シミュレータに組み込むことによって、高精度な形状予測と、簡易的な金属組織の予測が可能なシミュレーションシステムを構築する。また、本システムの活用事例として、最適な原材料形状を検討した事例を報告する。

## 2 方法

### 2.1 シミュレーションシステムの構築

既往の研究において、医療用チタン合金（Ti-6Al-4V ELI:ASTM F136）の材料特性データを取得し<sup>3)</sup>、

金属組織を予測するためのツールである processing map を構築した<sup>4)</sup>。また、これらのデータは点群データ（離散的なデータ）であるため、データ点間を補間するため、回帰分析や機械学習により近似式で表した<sup>5)</sup>。これらの近似式を計算させるためのサブルーチンを作成し、鍛造シミュレータ（DEFORM™:Scientific Forming Technologies Corporation）に組み込んだ。

### 2.2 シミュレーションシステムの活用事例（最適な原材料形状の検討）

最適な原材料形状を検討することにより、材料歩留まりを向上させ、製造コストの低減が期待できる。原材料の体積が大きい場合は、バリ（廃材となる箇所）が大きくなり、材料の無駄が多くなる。一方で、原材料の体積が小さい場合、材料が金型に充填されない箇所が発生し、目的とする形状が得られない。したがって、材料が金型に充填され、かつ、バリが少なくなるような最適な原材料形状を検討することが重要である。

本研究では、図1に示した骨接合プレートの形状を模した試作品の原材料形状を検討するため、原材料形状を変化させながら熱間鍛造シミュレーションを実施した。

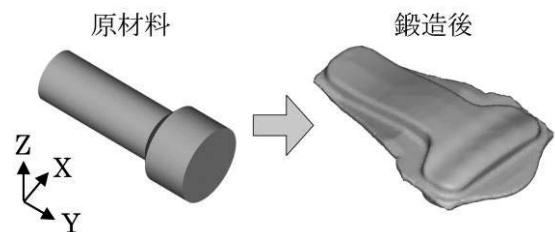


図1 骨接合プレートの試作形状

## 3 結果および考察

### 3.1 構築したシミュレーションシステムの概略

構築したシミュレーションシステムの概略を図2に示す。材料特性データや processing map を独自に取得し<sup>3-5)</sup>、鍛造シミュレータに組み込んだことで、高精度な形状予測と金属組織の予測が可能となった。

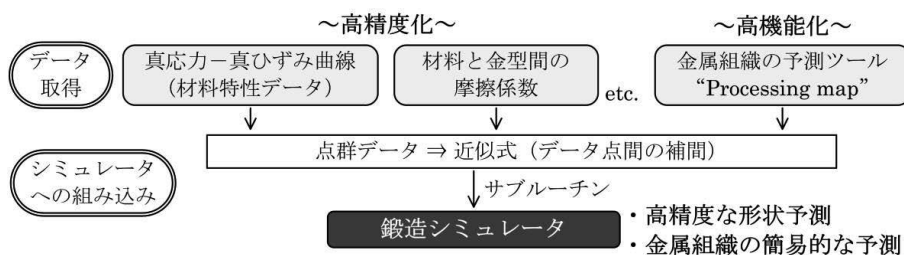


図2 構築したシミュレーションシステムの概略

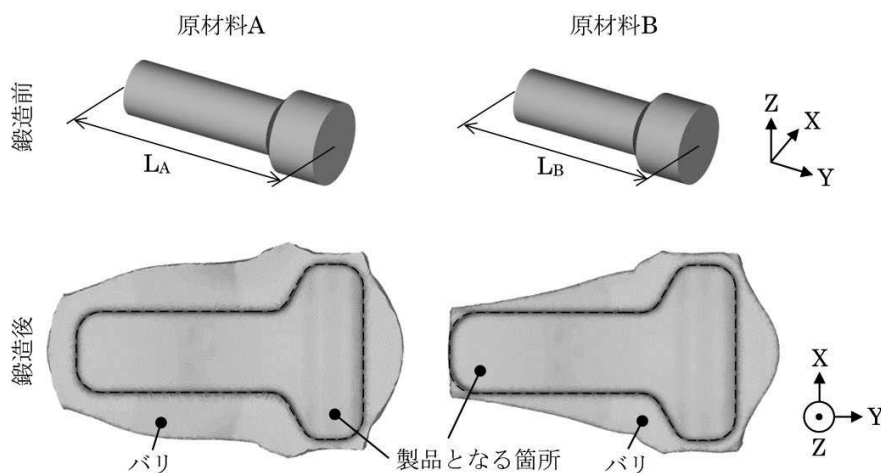


図3 最適な原材料形状の検討

### 3.2 シミュレーションシステムの活用事例（最適な原材料形状の検討）

形状が異なる2種類の原材料 A 及び B で熱間鍛造シミュレーションを実施した結果を図3に示す。図3に示すように、原材料 A 及び B は、軸方向の長さ  $L_A$  及び  $L_B$  が異なっており、 $L_A$  は  $L_B$  に比べて長い。図3中の破線の内側が製品となる箇所であり、破線の外側がバリ（廃材となる箇所）である。原材料 A では、バリが多く、材料の無駄が多いことがわかる。原材料形状を変化させながら、最適な原材料形状（材料が金型に充填し、かつ、バリが少なくなる原材料形状）を検討した結果、最終的に原材料 B が得られた。原材料 B では、原材料 A に比べて鍛造後のバリが少なくなっており、原材料の体積は 10% 程度低減された。したがって、原材料 A から B に変更することにより、材料コストを 10% 程度低減できると期待される。

今後は、上記のような形状の予測だけでなく、金属組織の予測についても有効性を検証していく予定である。以上より、開発したシミュレーションシステムを用いることにより、製造コストを低減又は品質を向上できる製造条件を低コストかつ短期間に導き出すことができると期待される。

## 4 まとめ

インプラント等の医療機器の製造条件を短期間かつ低コストで探索するための鍛造シミュレーションシステムを構築した。正確なシミュレーションに必要なチタン合

金の材料特性データ（真応力-真ひずみ曲線）や、金属組織を簡易的に予測するためのツール（processing map）を鍛造シミュレータに組み込むことにより、製品形状と金属組織の同時予測を実現した。

また、本シミュレーションシステムの活用事例として、最適な原材料形状の検討を行った。この事例では、原材料の体積を低減することが可能となり、材料コストを 10% 程度低減できた。

以上より、開発したシミュレーションシステムを用いることにより、製造コストを低減又は品質を向上できる製造条件を導き出すことができると期待される。

### 参考文献

- 1) 李云平 他：生体用 Co-29Cr-6Mo-0.16N 合金の高温圧縮試験における摩擦／加工発熱補正と高精度 Processing Map の構築．塑性と加工，51（590），221-226（2010）。
- 2) 石川孝司：鍛造における数値シミュレーション技術の現状と動向．電気製鋼，73（3），169-175（2002）。
- 3) 是永宗祐 他：生体適合性材料（チタン合金）の高温圧縮試験による材料特性データの取得．静岡県工業技術研究所研究報告，12，66-67（2019）。
- 4) 是永宗祐 他：医療用チタン合金の最適鍛造条件探索のためのシミュレーションシステムの構築．型技術，35（12），108-109（2020）。
- 5) 松下五樹 他：鍛造シミュレーションの高度化—進化的計算手法と機械学習の活用—．型技術，35（12），114-115（2020）。



# データ圧縮アルゴリズムを活用した画像認識 AI における効率的学習手法の開発

機械電子科 松下五樹\*

## Development of an efficient learning method for image recognition AI by using a data compression algorithm

MATSUSHITA Itsuki

In image recognition AI, a large amount of training data is required to ensure high performance, and the huge costs associated with data collection are a barrier to the introduction of AI. In this study, the authors propose a model that can efficiently learn from a small amount of data by incorporating an image data compression algorithm into image recognition AI. The results of a validation performed using CIFAR-10 indicated that the proposed method was able to reduce the training data by up to 55.6% compared to conventional methods. The results of predicting an object's hardness from microstructural images revealed that the proposed method was able to improve the prediction accuracy and reduce the training time compared to conventional methods.

Keywords : image recognition, algorithm, data compression, artificial intelligence

画像認識AIにおいて、高い性能を得るためには大量の学習用データが必要であり、莫大なデータ収集コストがAI導入の障壁となっている。本研究では、画像のデータ圧縮アルゴリズムを画像認識AIに組み込むことにより、少ないデータから効率的に学習を行うことが出来るモデルの作成を試みた。CIFAR-10<sup>1)</sup>を用いた検証の結果、提案手法は通常手法と比較して、最大で55.6%の学習データ削減効果を得ることが出来た。また、金属組織写真から硬さの予想を行った結果、提案手法は通常手法よりも予測精度が向上し、学習時間を削減出来る傾向が見られた。

キーワード：画像認識、アルゴリズム、データ圧縮、人工知能

### 1 はじめに

人工知能（以下、AI）は様々な技術分野において活用が進んでおり、その一つに画像認識分野がある。AIを活用した画像認識（画像認識AI）は、現在では人間よりも高い認識性能を得られる例も多く報告されている。画像認識AIでは、識別性能を高めるために大量の学習データ（数千～数十万枚の画像）が必要であり、少ない学習データでは十分な性能が得られず実用性が低下してしまう。この学習データの収集には莫大な時間とコスト（人件費、材料費等）が掛かるため、画像認識AIの普及を阻害している要因の一つとなっている。

そこで本研究では、画像データの圧縮アルゴリズムに着目した。データ圧縮においては、出来るだけ画像の見た目を損なわずに、情報量を削減することが求められる。このためデータ圧縮アルゴリズムでは、画像の

持つ情報を見た目への影響が大きい情報と、見た目への影響が小さい情報に分別し、後者を削ることでデータ量の圧縮を実現している。一般的に画像認識AIで使用されている畳み込み処理では、画像データの1ピクセルごとの情報に対して学習を行っている。この処理に圧縮アルゴリズムを導入することにより、学習の対象を情報量の多いデータに厳選すれば、画像の特徴を損なうことなく、より効率的に学習を進められるのではないかと考えた。

### 2 方法

Python用機械学習ライブラリのPyTorchを使用し、画像圧縮アルゴリズムを組み込んだレイヤーをカスタムレイヤーとして作成した。作成したカスタムレイヤーを使用し、画像認識モデルを構築した。

\*現 工業技術研究所 機械電子科

## 2.1 学習データ数削減効果の検証

構築した提案手法の性能を評価するため、畳み込み層等を重ねたモデル（以下、通常手法）と、jpeg等のファイルで使用されている圧縮アルゴリズムを畳み込みに導入したモデル（以下、提案手法）を用いて性能比較を行った。モデル構造はVGG16<sup>2)</sup>を参考に、畳み込み層3層と最大値プーリングを重ねてブロック構造とし、ブロックを2~4個繋げた後に全結合層を通してから出力させた。比較を行うため、通常手法と提案手法ではブロック数やフィルターサイズ等のパラメータを同等としたモデルを使用した。学習データには、画像認識問題用データセットとして一般公開されているCIFAR-10<sup>1)</sup>を用いた。CIFAR-10は32×32ピクセルのカラー画像で、画像に写っている物体を10種類のラベルに分類する問題を取り扱うデータセットである。データセット合計60,000枚のうち、学習用データ枚数を100~50,000枚で変化させた際の、検証用データ10,000枚に対する分類正答率を6分割の交差検証により評価した。

## 2.2 実験データに対する性能評価

金属組織写真からの硬さの予測を行った。材料は

機械構造用炭素鋼S35Cを使用し、熱処理や塑性加工を行って種々の金属組織とした16種類の試料を製作し、金属組織写真の撮影およびマイクロビッカース硬さ(HV)の測定を行った(図1)。組織写真は元画像(2,592×1,944ピクセル)から240×240ピクセルのサイズで48枚(縦6枚×横8枚)を切り出した後、グレースケール化、回転や反転による画像拡張を行い、総データ数を6,144枚とした。金属組織の画像から硬さの数値をモデルに予測させる回帰分析を、4分割の交差検証により行った。なお、学習に用いた金属組織写真の枚数は変化させず一定とし、観察倍率は500倍で固定とした。

## 3 結果

### 3.1 学習データ数削減効果の検証

図2に学習データ数を変化させた場合の分類正答率の変化を示す。学習データ数が少なくなるほど、いずれのモデルにおいても正答率は低下しているが、提案手法では通常手法に比べ、学習データが少ない場合の正答率が高くなった(図2(a))。各々の学習データ数の結果について正答率の差を取ると(図2(b))、

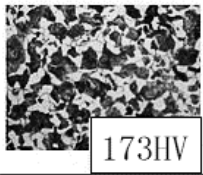
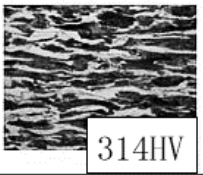
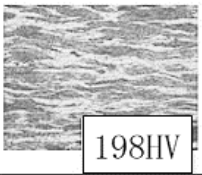
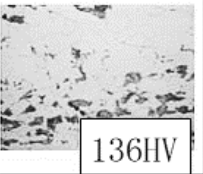
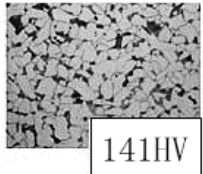
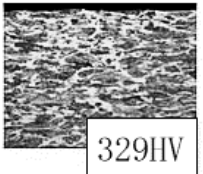
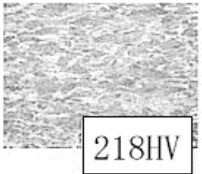
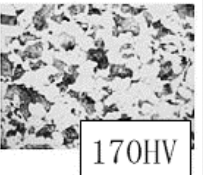
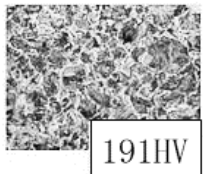
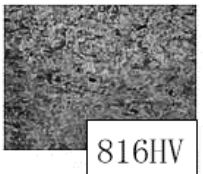
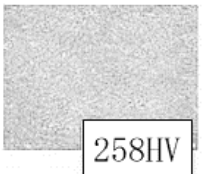
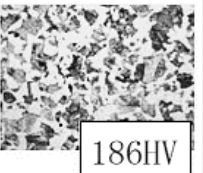
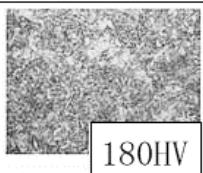
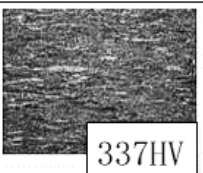
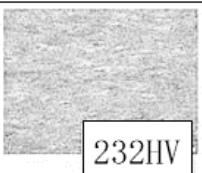
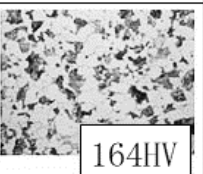
	①：熱処理	②：①+圧縮	③：②+600℃炉冷	④：②+830℃炉冷
①-A 895℃ 炉冷	 173HV	 314HV	 198HV	 136HV
①-B 895℃ 空冷	 141HV	 329HV	 218HV	 170HV
①-C 895℃ 水冷	 191HV	 816HV	 258HV	 186HV
①-D 895℃ 水冷 + 600℃ 水冷	 180HV	 337HV	 232HV	 164HV

図1 学習データとして使用した金属組織写真および硬さ

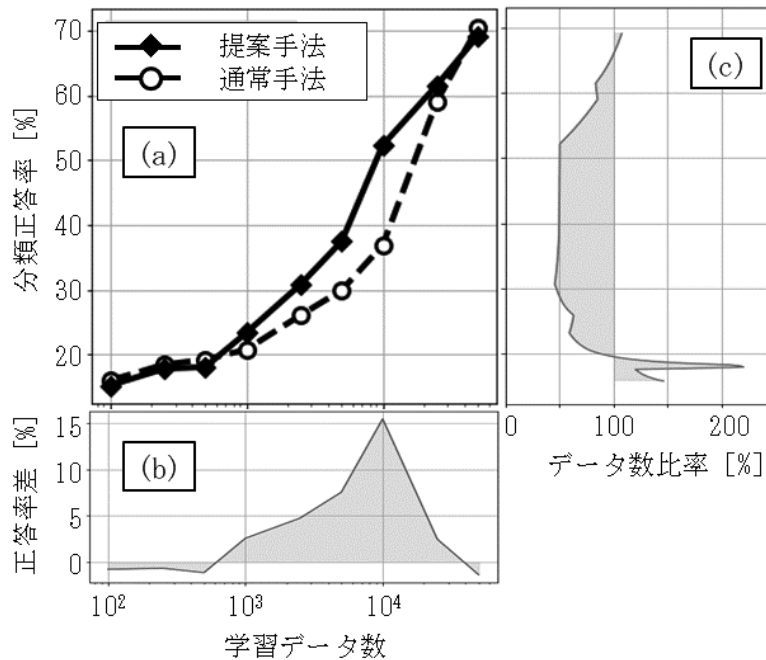


図2 CIFAR-10を用いた検証結果。(a)は2種類のモデルにおいて学習データ数を変化させた際の分類正答率の変化、(b)は2種類のモデルでの正答率の差を取ったグラフ、(c)は各正答率における2種類のモデルの学習データ数の比率を示す。

データ数が10,000枚の条件において、提案手法が通常手法に対して最大15.5%正答率が上昇していた。学習データ数が50,000枚の場合と、500枚以下の場合は通常手法の方が提案手法よりも正答率が高くなっているが、その差は1%程度であった。今回の条件においては、提案手法はいずれのデータ数においても、通常手法と比較して正答率は向上もしくは同等となった。

図2(c)は各正答率に相当する2つのモデルのデータ数の比を示しており、一定の正答率を得るために必要なデータ数が、通常手法に対して提案手法がどの程度かを割合で表している。正答率30~50%の範囲において比率は50%程度となっていることから、この範囲ではデータ数を通常手法の半分程度に削減しても、提案手法では同等の正答率を得られることが分かった。

### 3.2 実験データに対する性能評価

提案手法と通常手法を用いて、金属組織写真からマイクロビッカース硬さ(HV)を予測した際の性能比較を行った。各モデルでブロック数や畳み込みフィルターサイズ等のパラメータを変化させた際の結果を図3に示す。縦軸に示す評価指標には、予測値と正答値の平均二乗誤差を用いており、図中の下に位置する点ほど実験値と予測値の差が小さく、性能が高いこと

を示す。全体的な傾向として、提案手法は通常手法よりも予測時の誤差が小さく、高い性能を得られたことが分かる。また、学習に要した時間(図3横軸)についても、提案手法を使用したモデルの方が非常に短時間で学習を完了している他、時間のバラつきも小さいことが分かる。この中で最も誤差の小さかったモデル(フィルターサイズ:  $3 \times 3$ 、ブロック数: 2)の平均平

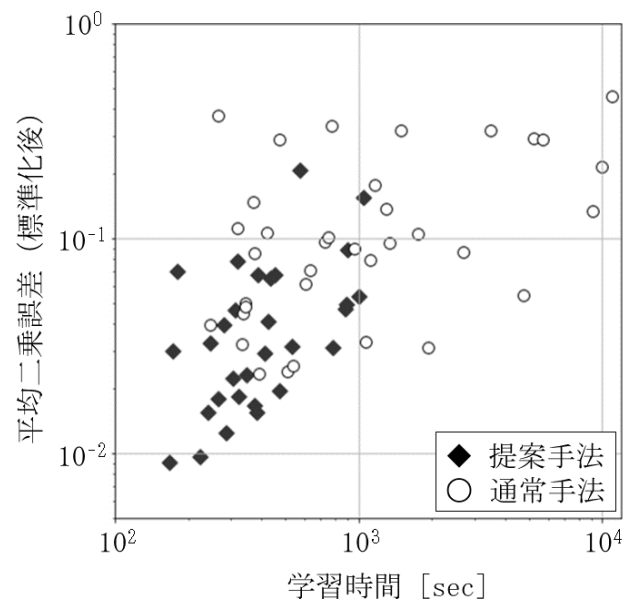


図3 金属組織写真からの硬さの予測性能と学習時間の分布

方二乗誤差 (Root Mean Square Error、以下RMSE) は11.8HVで、およそ8%程度の誤差で予測出来ていることになる。硬さ測定は、同じ試料であっても測定箇所で値の変化が生じやすい測定手法であることを考慮すると、画像からの特性予測の精度としては実用に足るものであると考えられる。

#### 4 考察

提案手法と通常手法の性能比較を行った結果、条件によるものの、学習データを削減した場合の精度向上の効果が見込めることが示唆された他、学習時間を削減する効果が確認された。

以上のような結果になった要因の一つとしては、学習で調節する必要のあるパラメータが少ないことが挙げられる。提案手法では圧縮アルゴリズムを用いて次元削減を行っているため、結果として学習パラメータも削減されており、モデル形状によっては通常手法の1割以下のパラメータ数となっている。このように少ない

パラメータ数で学習させることで、データ数が少ない場合にも過学習が起きにくく、計算負荷が軽くなったことにより処理時間が短縮されたと考えられる。

#### 5 まとめ

画像圧縮アルゴリズムを画像認識 AI に適用した結果、学習用のデータ数が少ない場合にも、通常手法と比べて正答率は向上もしくは同等であった。

また、作成したモデルで実際の金属組織写真からの特性値予測を行った結果、通常手法よりも学習時間を削減した上で、予測精度を向上させることが出来た。

#### 参考文献

- 1) Alex K. : Learning Multiple Layers of Features from Tiny Images, (2009).
- 2) Karen S. et al. : Very Deep Convolutional Networks for Large-Scale Image Recognition, ICLR2015 (2015).



# 海洋資源からのサワービール用乳酸菌の分離と評価

バイオ科 黒瀬智英子\* 勝山 聡

## Isolation and evaluation of lactic acid bacteria for sour beer derived from marine resources

KUROSE Chieko and KATSUYAMA Satoshi

Keywords : beer, beer brewing aptitude, lactic acid bacteria, marine bio

静岡県では、県沿岸の海洋を活用した新たな産業創出に取り組んでいる。その一環として、海洋由来微生物を活用した新たな香味のサワービールの開発を目的に、海洋資源から乳酸菌の分離及び評価を行った。分離源として静岡県沿岸で採取した海水及び水産物等を用い、乳酸菌12株を分離した。これらについて麦汁モデル培地を用い、サワービールの一般的な乳酸発酵条件である40℃、及びそれよりも低温の20℃にて3日間培養し、培養後の乳酸濃度を測定した。結果、5株の乳酸菌はいずれの温度でも市販サワービールと同等以上の乳酸を生成したため、サワービール醸造適性があり、乳酸発酵時における麦汁加熱コストの削減が期待された。

キーワード：ビール、ビール醸造適性、乳酸菌、マリンバイオ

### 1 はじめに

静岡県では、マリンバイオ産業振興ビジョン<sup>1)</sup>の提言に基づき、本県の特徴的な場の力である「海洋」を活用した新たな産業創出に取り組んでいる。その一環として、海洋由来微生物を活用した新たな香味のサワービールの開発を目的に、各種海洋資源から乳酸菌の分離及び評価を行ったため報告する。

### 2 方法

#### 2.1 乳酸菌の分離

静岡県沿岸で採取した海水や水産物等の海洋資源計45種類を乳酸菌の分離源として用いた(表1)。これらを、シクロヘキシミドを10 ppm含むBrix. 13に調整した麦汁モデル培地(Muntons社製SPRAY MALT medium)に加え、40℃で2~7日間静置培養

表1 供試した海洋資源一覧

海水*	沖合海水 7種類 (2カ所×3回+1カ所×1回)
	海洋深層水 8種類 (2カ所×4回)
食経験のある水産物**	7種類 サクラエビ(春・秋)、シラス(春・秋)、ヒトエグサ、ナマコ腸管、カツオ腸管
	海藻類 11種類 ワカメ×2回、カジメ×2回、アカモク、オオバモク、マクサ、ヘラヤハズ、エンドウモク、ヒラミル、タンバノリ
食経験のない水産物**	深海性魚介類消化管 12種類 アオメエソ、ニギス、サンゴイワシ、オキアナゴ、トウジン、ヘリダラ、ミズダコ、ボウズイカ、青ナマコ、赤ナマコ、ヒゲナガエビ、コシオリエビ

\*：海水はろ過したフィルターを用いた。

\*\*：魚介類や海藻等の水産物は細断したものを用いた。

\*現 産業政策課



し、乳酸菌の増殖を培地の濁りや沈殿にて判断した。次いで、それら培養液を  $10^6 \sim 10^7$  倍程度に希釈して 0.5% の  $\text{CaCO}_3$  を含む MRS 寒天培地に塗抹し、 $37^\circ\text{C}$  で2日間培養後、ハローが形成されたコロニーを釣菌し分離株とした。

## 2.2 分離した海洋由来乳酸菌のサワービール醸造適性の評価

分離した海洋由来乳酸菌 12 株について、2.1 同様の麦汁モデル培地にて、 $40^\circ\text{C}$  及び  $20^\circ\text{C}$  で3日間静置培養した。培養液上清について、既報<sup>2)</sup> に従い HPLC により乳酸濃度を定量した。

## 3 結果及び考察

静岡県沿岸で採取した海洋資源等から乳酸菌 12 株が分離された。これら乳酸菌を、サワービールの一般的な乳酸発酵条件である  $40^\circ\text{C}$  にて3日間培養後の乳酸濃度は No. 54、52、53、51、49 において  $4,000 \text{ mg/L}$  以上であった (図1)。ここで、市販サワービールの有機酸組成を調べた結果、乳酸が主体であった<sup>3)</sup>。その平均濃度は  $4,080 \text{ mg/L}$  であったことから上記5株はサワービール醸造適性があると考えた。また、 $20^\circ\text{C}$  でもサワービール醸造適性がある乳酸菌を用いることで、乳酸発酵時における麦汁加熱コストの削減が期待できる。そこで、これら5株について  $20^\circ\text{C}$  における乳酸生成を検討した結果、 $4,000 \text{ mg/L}$  以上の生成が認められた (図1)。

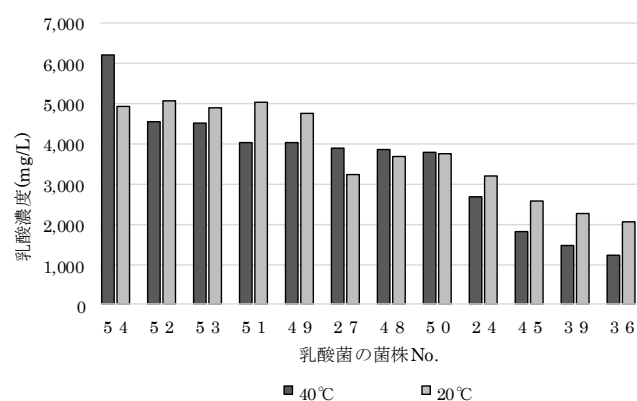


図1 各培養温度における麦汁中の乳酸生成量

## 4 まとめ

静岡県沿岸で採取した海洋資源から乳酸菌 12 株を分離した。このうち5株は、 $40^\circ\text{C}$  及びそれよりも低温の  $20^\circ\text{C}$  でのサワービール醸造適性があり、乳酸発酵時における麦汁加熱コストの削減が期待できる。

## 参考文献

- 1) マリンバイオ産業振興ビジョン検討協議会：マリンバイオ産業振興ビジョン. <https://maoi-i.jp/wp-content/uploads/2020/06/d058e2cced111e9de5f3b3705a8e92aa.pdf> (2021.3.15 アクセス)
- 2) 望月玲於 他：様々な酒類醸造用酵母株のビール醸造特性の評価．静岡県工業技術研究所研究報告第 13 号，55-57 (2020)
- 3) 望月玲於 他：しずおか有用微生物ライブラリを活用した静岡サワービールの開発 (第1報) —最適乳酸菌株の選抜—．静岡県工業技術研究所研究報告第 12 号，59-60 (2019)。



REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE  
FUJI TECHNICAL SUPPORT CENTER

静岡県工業技術研究所  
富士工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所  
富士工業技術支援センター  
静岡県富士市大淵2590番地1

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

## リファイナーを用いた CNF 製造の試み

CNF 科 河部千香 田中翔悟 大竹正寿  
相川鉄工株式会社 武安裕也 山村延彦

## Trial manufacture of CNFs by using a refiner

KAWABE Chika, TANAKA Shogo, OTAKE Masatoshi, TAKEYASU Yuya and YAMAMURA Nobuhiko

Cellulose nanofibers (CNFs) are thought to have great potential in a wide range of industrial applications. At present, however, the high cost of the equipment used for their manufacture makes CNFs so expensive that the development of CNFs applications has been slow. In this study, the authors study a method of manufacturing CNFs with only a refiner with the aim of developing equipment that can manufacture CNFs inexpensively in large quantities.

The use of a newly developed refiner to perform defibrillation enabled the production of slurry containing many nanometer-sized fibers (hereafter referred to as "refiner CNFs") that was equivalent to commercially available CNFs along with micrometer-sized fibers. In addition, these refiner CNFs exhibited less damage to the fibers in comparison with the commercially available CNFs.

The authors made composites of the refiner CNFs and polypropylene (PP), whose measured tensile strength was equivalent to that of pulp/PP composites and stronger than that of commercially available CNFs/PP composites. Furthermore, CNFs/PP composites that had bleached chemi-thermo mechanical pulp (BCTMP) as their raw material exhibited the highest tensile strength.

Keywords : cellulose nanofibers, composite, nanofibrillation, refiner

セルロースナノファイバー（以下、CNFという。）は幅広い産業分野への利用が期待されているが、現状のCNF製造機器では、コストが高く、CNFが非常に高価であるため、CNFの用途開発の足かせとなっている。本研究ではリファイナーのみを用いたCNF製造を検討し、多量かつ低コストのCNFが製造できる機器の開発を目指している。

開発型の刃物を用いて解繊することで、ミクロンオーダーの繊維も含まれているものの、市販CNF並みのナノオーダーの繊維を多く含んだスラリー（以下、リファイナーCNFという。）が作製できることが分かった。また、リファイナーCNFは市販のCNFと比較して繊維へのダメージが小さいことが分かった。

リファイナーCNFとポリプロピレン（以下、PPという。）の複合材を作製し、引張強さを測定したところ、パルプ/PP複合材と同程度で、市販CNF/PP複合材よりも強いものが作製できることが分かった。さらに、原料としてサーモケミ漂白機械パルプ（以下、BCTMPという。）を用いたCNF/PP複合材が最も強い強度を示すことが分かった。

キーワード：セルロースナノファイバー、リファイナー、解繊、樹脂・CNF複合材

## 1 はじめに

CNFは幅広い産業分野への利用が期待されているが、現状のCNF製造機器では、コストが高く、CNFが非常に高価であるため、CNFの用途開発の足かせとなっている。本研究では、従来から広く製紙工程で利用されているリファイナーを用いてCNFを製造することについて検討し、県内で、多量かつ低コストのCNF

が製造できる機器の開発を目指す。

## 2 方法

### 2.1 リファイナーCNFの作製

市販の針葉樹漂白クラフトパルプ（以下、NBKPという。）に水を加えて3% (w/w) になるように調製し、ラボ低濃度パルパー（相川鉄工(株)製）で離解した。続

いて、開発刃である FINEBAR® (相川鉄工(株)製) を取り付けたラボリファイナー SDR-14 型を用いて、周速 24 m/s、流量 150 L/min、クリアランス約 0.1 mm の条件で計 70 回こう解した。この手法で作製した懸濁液をリファイナー CNF と呼ぶこととする。一方、比較対象として、離解後、鋳鋼刃 (相川鉄工(株)製) を取り付けたラボリファイナーで 8mL CSF までこう解したもの (以下、鋳鋼刃懸濁液という。) 及びウォータージェット法により作製された市販 CNF (BiNF-i-s® WMa-10002 (株)スギノマシン製) も評価に供した。

## 2.2 CNF の評価

### (1) 粘度

デジタル粘度計 DV2T (英弘精機(株)製) を用いて行い、サンプル濃度 0.5% (w/w)、温度 25°C、測定時間 60 秒、回転数 20 rpm (せん断速度 26.4 s<sup>-1</sup>)、スピンドル SC4-18 の条件で 3 回ずつ測定した。

### (2) クリル値

クリル値とは、透過する短波長と長波長の光に懸濁液中の繊維が干渉する特性から分析した値であり、サブミクロンオーダー程度の繊維 (クリル) の量を相対的な数値として表せるものである。0.05% (w/w) に希釈した試料 200g を採取し、繊維長分布測定装置 L&W ファイバーテスタープラス (ABB 社製) により有効繊維が 2 万本に達するまでの測定を行い、その際に得られるクリル値を採用した。なおクリル値はそれぞれ 3 回ずつ測定した。

### (3) 相対重量

2.2 (2) と同様の方法により繊維長分布を測定し、測定可能な繊維 (繊維長 7μm かつ繊維幅 4μm 以上の繊維) について、以下の式 (A) を用いて各サンプルの測定用投入試料 1g (絶乾) あたり、測定可能な繊維の相対重量を算出した。(原料がすべて木材パルプであることから、密度がほぼ等しいと仮定し、体積を相対重量とした。)

$$(\text{相対重量 (mm}^3/\text{g)}) = ((\sum LW) V) / (v n w) \dots\dots (A)$$

ただし、L は各繊維の長さ (mm)、W は各繊維の幅 (mm)、V は希釈後の測定用溶液の体積 (mL)、v は 1 視野の撮影に必要な溶液の体積 (mL)、n は撮影枚数、w は投入した繊維の重量 (g) とする。

### (4) 光学顕微鏡観察

0.1% (w/w) に希釈した試料をシステム顕微鏡 BX43 (オリンパス社製) により観察した。

### (5) 原子間力顕微鏡観察

1 × 10<sup>-5</sup>% (w/w) に希釈した試料を自転公転式脱泡攪拌機ハイマージャー HM-2000 (共立精機(株)製) 及び超音波ホモジナイザー US-150W (株)日本精機製作所製) を用いて分散させ、シリコンウェハ上に数滴垂らしたものを減圧乾燥し、原子間力顕微鏡 AFM5500M (株)日立ハイテクサイエンス製。以下、AFM という。) を用いて観察を行った。ただし、繊維が凝集している箇所は観察できないため、観察可能な箇所を選択して観察し、走査エリアは 10μm 及び 2μm 角とした。また、2 μm 角の視野の観察は 5 か所で行い、それぞれについて任意の 5 本の幅を測定し、計 25 本の繊維幅を測定した。

### (6) 結晶化度

2.1 の手法により作製したリファイナー CNF のほか、遊星ボールミル処理により作製した懸濁液 (以下、「ボールミル CNF」という。)、ウォータージェット法により作製された「市販 CNF」、及び、ビーターによりマイルドな条件でこう解したパルプ (以下、「ビーターパルプ」という。) の計 4 種類を用いた。

具体的には、「ボールミル CNF」は、NBKP に水を加えて 3% (w/w) になるように調製し、1 回の処理量を 200~240 g として、1,000 分間の粉碎処理を行った。なお、粉碎に用いた遊星ボールミル PM400 (株)レッチェ製) は容量 500mL で、内側がジルコニア製の円柱型容器 4 つから成り、この中に平均直径 2cm のジルコニア製ボールを 25 個投入し、回転数 100rpm の条件で行った。また、「ビーターパルプ」は、NBKP に水を加えて 3% (w/w) に調製したスラリーを 30L の試験用パルパー (熊谷理機工業(株)製) で 20 分間離解した後、さらに水を加えて 2% (w/w) に調製し、23L の試験用ビーター (熊谷理機工業(株)製) で 370mL CSF になるまでこう解した。

「リファイナー CNF」、「ボールミル CNF」、「市販 CNF」については、懸濁液を 0.1% (w/w) になるように水で希釈し、メンブレンフィルターを用いた吸引ろ過により湿紙を作製し、105°C の熱風乾燥機で 2 日間以上乾燥し、シート状の試料を作製した。「ビーターパルプ」については、懸濁液を 0.5% (w/w) になるように水で希釈し、25cm × 25cm の角型シートマシン (熊谷理機工業(株)製) で絶乾坪量 60g/m<sup>2</sup> になるように手すきシートを作製した。乾燥は回転ドライヤーで 90°C、4 分間として行った。



作製したそれぞれのシートについて、ガラス板の試料測定部に試料を貼り付け、X線回折装置RINT-1100（株式会社リガク製）を用いて行い、加速電圧40kV、電流30mAで、回折角 $2\theta$ を $5\sim 45^\circ$ の間でX線回折パターンを観測した。Segal法<sup>1,2)</sup>によりMiller指数である200のピーク強度 ( $I_{200}$ ) と回折角 $2\theta = 18.5^\circ$  のピーク強度 ( $I_{18.5}$ ) により、以下の式 (B) により相対結晶化度を算出した。

$$(\text{相対結晶化度}(\%)) = (I_{200} - I_{18.5}) / I_{200} \times 100 \dots\dots (B)$$

### 2.3 樹脂・CNF 複合材の作製

5種類の原料（NBKP、広葉樹漂白クラフトパルプ（以下、LBKPという。）、針葉樹未漂白クラフトパルプ（以下、NUKPという。）、合成木材パルプ（以下、SWPという。）、BCTMPについて、2.1と同様の方法によりリファイナーCNFを作製した。各CNFとPP（ポリプロピレンJ-107G（株式会社プライムポリマー製））及び分散剤（無水マレイン酸PP（MAPP））を遊星ボールミルで混合し、減圧乾燥して得られた固形物を家庭用ミキサーで粉碎し、10%（w/w）CNF/PP粉体を得た。小型攪拌機で混練した後、小型射出成型機で成型してダンベル型の試験片を作製した。この手法で作製した複合材をリファイナーCNF/PP複合材と呼ぶこととする。なお、比較対象として2.2（6）の方法で作製した「ビーターパルプ」と市販CNFのPPとの複合材（以下、それぞれビーターパルプ/PP複合材、市販CNF/PP複合材という。）も作製した。

### 2.4 樹脂・CNF 複合材の評価

引張・圧縮万能材料試験機テンシロンRTF-1250（株式会社エー・アンド・デイ製）を用いて、引張強さを測定した。引張試験はJIS K 7161に準じて $23^\circ\text{C}$ 、50% R.H.の恒温恒湿室内で引張速度は2mm/minで行った。

## 3 結果および考察

### 3.1 CNF の評価

#### (1) 粘度

粘度は繊維が長く細いものほど高くなる傾向がある。粘度は試料として用いた懸濁液全体の評価が可能であるものの、解繊が進んでいるかどうか、つまり、繊維幅が細くなったかどうかだけではなく、繊維長や温度、繊維以外の含有成分など、様々な影響を受けるため、一概に解繊度合いを評価するのは困難である。図1に鋳鋼刃懸濁液とリファイナーCNF、市販CNFの3種類のサンプルの粘度測定結果を示す。この結果

から、市販CNFと比較して、鋳鋼刃懸濁液やリファイナーCNFの粘度が高いことが分かった。これは、リファイナーCNFの繊維幅が細くなったことのほか、市販CNFよりも今回作製したものは全体的に長い繊維であることを示していると言える。また、リファイナーCNFが鋳鋼刃懸濁液よりも粘度が低くなったのは、開発刃によるリファイナー処理によりパルプ繊維が解繊されると同時に、繊維長が短くなったためであると考えられる。

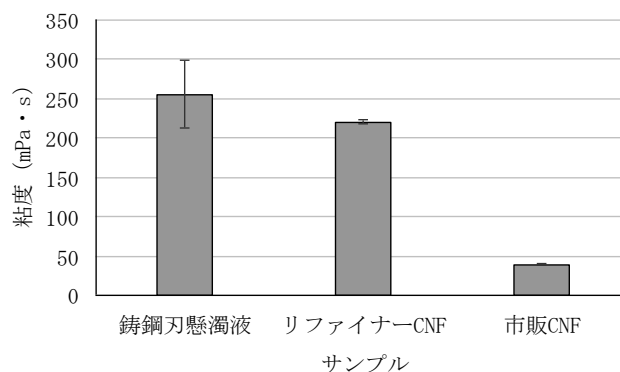


図1 各サンプルの粘度

#### (2) クリル値

クリル値は絶対量ではないことや、サンプル中の粗大な繊維については直接評価できないこと、実際にどの範囲の繊維が測定可能かどうか不明な点などがデメリットとして挙げられるものの、クリルの量を数値評価可能な点において評価しやすい指標である。実際に、当センターにおいて、ウォータージェット法やボールミル法により解繊を進めるにしたがって、クリル値は大きくなることを確認できた。図2に鋳鋼刃懸濁液とリファイナーCNF、市販CNFの3種類のサンプルのクリル値測定結果を示す。鋳鋼刃懸濁液よりもリファイナーCNFの方が、クリル値が高くなった。これは、開

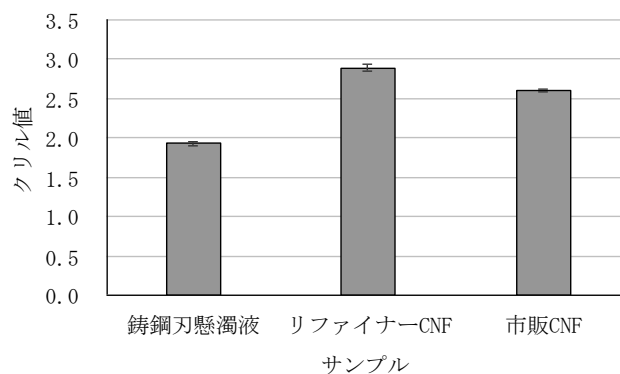


図2 各サンプルのクリル値

発刃を用いたリファイナー処理により、微細繊維が増加したことを示している。また、市販 CNF よりもリファイナー CNF の方がクリル値は高くなった。リファイナー CNF には、多くのサブミクロン程度の繊維が含まれていると言える。

### (3) 相対重量

相対重量は、クリル値とは逆に繊維長 $7\mu\text{m}$ かつ繊維幅 $4\mu\text{m}$ 以上の太い繊維の量が評価可能である。ただし、ナノレベルの繊維の量は評価できず、また、密度を考慮していない点において、相対重量だけの評価では十分解繊度合いを表せるとは言えない。図3に鋳鋼刃懸濁液とリファイナー CNF、市販 CNF の3種類のサンプルの相対重量測定結果を示す。鋳鋼刃懸濁液に比べてリファイナー CNF の相対重量が減少したのは、太い繊維の解繊が進んだからである。一方で、市販 CNF の相対重量が $1.77\text{ mm}^3/\text{g}$ であるのに対し、リファイナー CNF の相対重量は $8.23\text{ mm}^3/\text{g}$ と非常に高い値となった。これは、リファイナー CNF 中には未解繊の太い繊維も多く存在しているからであると考えられる。

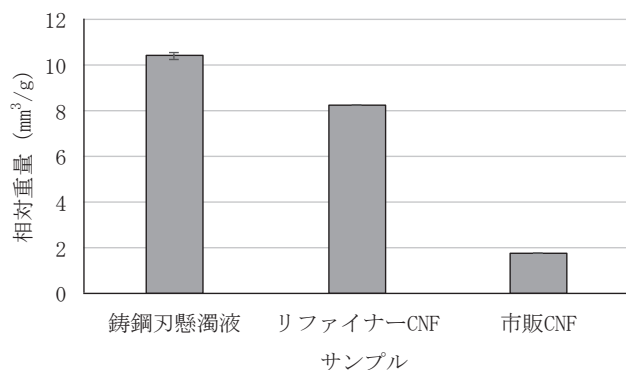


図3 各サンプルの相対重量

### (4) 光学顕微鏡観察

光学顕微鏡は、ナノオーダーの細い繊維が観察できないものの、懸濁液全体の様子が観察でき、視覚的に懸濁液全体の様子を捉えやすい。図4に光学顕微鏡によって観察された、各解繊工程における懸濁液の変化の様子を示す。リファイナー未処理(0回処理)の時、繊維幅が $60\mu\text{m}$ 程度の太い繊維が多く存在していたが、リファイナー処理を進めていくと、 $60\mu\text{m}$ 程度の太い繊維は細くなるとともに、徐々に減少していき、リファイナー処理70回ではほとんど観察されなくなり、繊維幅が数 $\mu\text{m}$ 程度のもののみとなった。

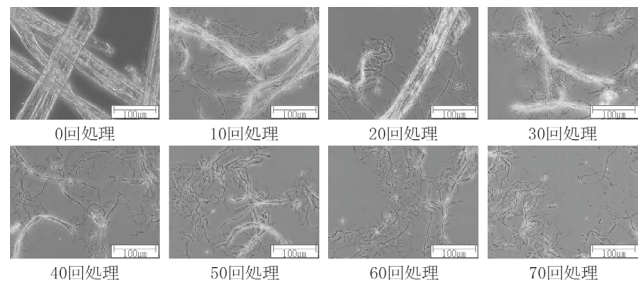


図4 各リファイナー処理回数における光学顕微鏡観察画像

### (5) AFM 観察

次に、より細かい領域を観察するため、AFMにより鋳鋼刃懸濁液とリファイナー CNF、市販 CNF の3種類のサンプルを観察した(図5)。鋳鋼刃懸濁液には結束した太い繊維も多数観察されたが、リファイナー CNF では少なくなり、市販 CNF 並みに細い繊維が多く観察された。実際に任意の25本の繊維の幅を測定したところ、リファイナー CNF 中の繊維の平均繊維幅は $16.1\text{ nm}$ 、市販 CNF 中の繊維の平均繊維幅は $17.8\text{ nm}$ であり、リファイナー CNF は市販 CNF と同程度の繊維幅だった。一方で、繊維長は市販 CNF に比べると、リファイナー CNF の繊維は長かった。AFM では部分的に観察できるのみであるが、開発刃を用いたリファイナー処理により、ナノレベルに繊維が解繊できることが分かった。

以上の結果から、今回作製したリファイナー CNF は市販 CNF と同程度の細い繊維(ナノオーダーからサブミクロンオーダーの範囲)も太い繊維(繊維長 $7\mu\text{m}$ かつ繊維幅 $4\mu\text{m}$ 以上の範囲)も多く、ブロードな分布、あるいは2つ以上に局在化した分布をもつ可能性があると言え、マイクロフィブリル化セルロースに相当するものが作製できたと考えている。

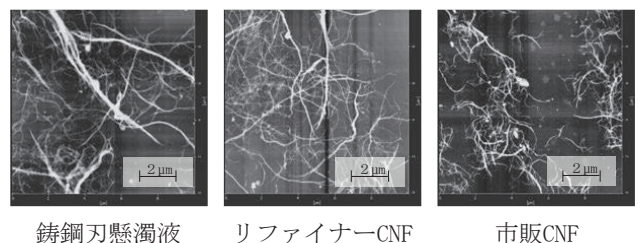


図5 各サンプルの原子間力顕微鏡観察画像

### (6) 結晶化度

リファイナー CNF とボールミル CNF、市販 CNF 及びビーターパルプの結晶化度測定結果を図6に示す。ビーターパルプの結晶化度は $81.6\%$ であったの

に対し、リファイナー CNF は 81.2%と大きく低下しなかった。また、リファイナー CNF は、ボールミル CNF や市販 CNF よりも結晶化度が高かった。市販 CNF よりも未解繊の太い繊維が多かったことが影響していると考えられるものの、市販 CNF 並みの細さの繊維も多く含まれており、リファイナー CNF は繊維へのダメージの小さな処理方法であると言える。

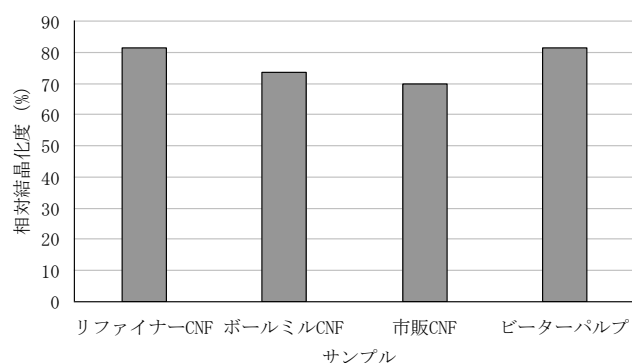


図6 各サンプルから作製したシートの相対結晶化度

### 3.2 樹脂・CNF 複合材の評価

#### (1) NBKP から作製したリファイナー CNF と樹脂の複合材の評価

図7に原料としてNBKPを使用して作製したリファイナー CNF/PP 複合材の引張強さを示す。今回複合材を作製した方法が簡易なものであるため、分散が十分であるとは言えないが、リファイナー CNF/PP 複合材はビーターパルプ /PP 複合材とほぼ同じ引張強さを示し、市販 CNF/PP 複合材よりも引張強さが向上した。今後、より分散性を改善させられる手法<sup>3)</sup>を用いてリファイナー CNF/PP 複合材を作製していく予定であるが、リファイナー CNF はナノフィブリル化しており、幅広い繊維幅分布も持つため、PP を介したネットワーク

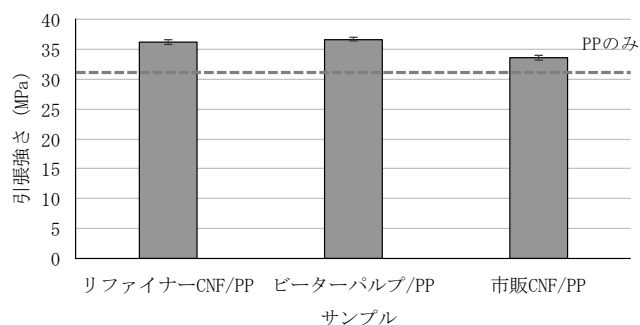


図7 NBKPから作製したリファイナーCNF、ビーターパルプ及び市販CNFとPPの複合材の引張強さ (CNF 配合量は 10 % (w/w))

構造がより強固なものとなり、CNF 樹脂複合材に適しているものと期待する。

#### (2) 各原料から作製したリファイナー CNF と樹脂の複合材の評価

5種類の各原料から一定のリファイナー運転条件下でリファイナー CNF を作製し、CNF 樹脂複合材の引張強さを測定した。その結果を図8に示す。リグニンを多く含むBCTMPとPPの複合材が最も強い結果となった。また、SWP/PP が最も弱い結果となったが、今回パルプと同様の扱いをしたため、SWPの種類やこう解の仕方、混練における条件など、最適化することにより、より強度が向上する可能性もあるものと考えられる。

パルプ中に含まれるリグニンと樹脂・CNF 複合材の引張強さの関係を図9に示すが、リグニンが多いほど樹脂・CNF 複合材の引張強さは向上することが分かった。これは、繊維中にリグニンが多く存在すると、樹脂と繊維がリグニンを介してなじみやすくなるからであると考えられる。

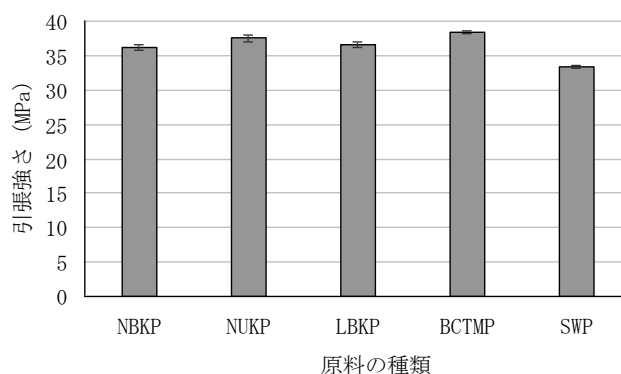


図8 各原料から作製したリファイナーCNFとPPの複合材の引張強さ (CNF 配合量は 10 % (w/w))

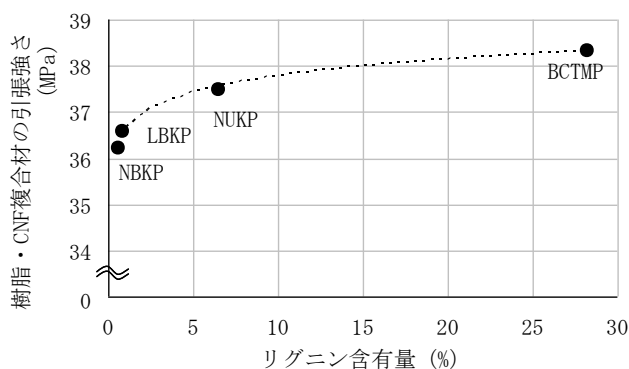


図9 パルプ中に含まれるリグニン量とCNF樹脂複合材の引張強さの関係 (CNF 配合量は 10% (w/w))

#### 4 まとめ

今回リファイナーを用いて CNF を作製する試みにおいて、ミクロンオーダーの繊維も、ナノオーダーの繊維も含んだ懸濁液の調製が可能であることが分かった。今後、リファイナー運転条件を最適化し、より細かい繊維の作製に向け、研究を進める予定である。

また、リファイナー法により作製した繊維と PP の複合材の作製において、パルプ / PP 複合材と同程度で、市販 CNF / PP 複合材よりも引張強さが強いものが作製できた。さらに、原料として BCTMP を用いた樹脂・CNF 複合材が最も高い強度を示すことが分かった。今後は、今回得られた知見を元に、リファイナー CNF と PP のマスターバッチの作製について検討していく予定である。

#### 謝辞

本研究を進めるにあたり、CNF 樹脂複合材に関する有益な御助言及び設備を借用させていただいたトクラス株式会社 WPC 開発室の皆様へ深く感謝いたします。

#### 参考文献

- 1) Somwang K. et al. : Changes in crystallinity and re-swelling capability of pulp fibers by recycling treatment. Japan Tappi J., 56, 863-869 (2002).
- 2) ISOGAI Akira et al. : Crystallinity indexes of cellulosic materials. SEN-I GAKKAISHI, 46 (8), 324-329 (1990).
- 3) 菅野尚子 他 : 高濃度 CNF のマスターバッチを用いた PP / CNF 複合材料の試作と評価. 静岡県工業技術研究所研究発表会要旨集, p.29, 静岡 (2021).



## 計測・センシング技術の動物繁殖現場への応用展開（第2報）

機械電子科 井出達樹 齊藤将人\* 真野 毅\*\*  
 静岡県畜産技術研究所 小熊亜津子 大村学海 永田浩章  
 株式会社メディカルプロジェクト 小林信明 一言貴則

## Application development of a Measurementmeasurement-sensing technology for animal breeding sites (2nd Report)

IDE Tatsuki, SAITO Masato, MANO Tsuyoshi, OGUMA Atsuko, OMURA Manami, NAGATA Hiroaki,  
KOBAYASHI Nobuaki and HITOKOTO Takanori

A non-invasive, non-restraint cow calving detection system is has been developed by applying the a technology developed for nursing care monitoring systems. In order toTo improve the versatility of the system and reduce the its costs of the system, a sensor sheet for connected cows, which is commonly used on dairy farms, was developed , which is commonly used in dairy farms, and prepared a demonstration test environment was prepared. By using convolutional neural networks (CNNs) as a sensing technology, it wasthe authors were able to found determine that labor pains in cows can be detected with a high degree of accuracy. The This pattern recognition by CNNs is highly versatile, and it can be applied to animals other than cows and as well as in other industrial fields.

Keywords : cow, delivery, unrestraint, detection, convolutional neural network (CNN)

我々がこれまでに開発した介護用見守りシステムの技術を応用して、非侵襲・無拘束の牛分娩検知システムの開発を行った。本研究では、システムの汎用性向上、低コスト化のため、酪農家で一般的なつなぎ飼いのセンサシートの開発、実証試験環境の整備とともに、分娩検知方法の検討を行った。深層学習の手法の一つである畳み込みニューラルネットワーク（CNN）の活用により、高い精度で牛の陣痛が検知可能であることが明らかとなった。CNNによるパターン認識は汎用性が高く、牛以外の動物や工業分野等への応用も可能である。

キーワード：牛、分娩、無拘束、検知、畳み込みニューラルネットワーク（CNN）

### 1 はじめに

我々は、これまでに要介護者の状態（呼吸、脈拍、離床、在床、活動量等）を無拘束で見守ることのできる介護用見守りシステムを開発し、製品化した<sup>1-3)</sup>。ここで開発した技術は、人ばかりでなく、動物への適用が可能である。家畜、競走馬、ペット、動物園等の動物を扱う繁殖現場では、昼夜の継続勤務となり労働負担が大きく、高いリスクを伴う出産は失敗すると経済的損失も大きい。この問題を解決するために、牛の分娩検知技術の開発に取り組んできた<sup>4,5)</sup>。この中で、様々な繁殖環境に適応できる陣痛報知システムの構築が必

要であることがわかった。

本研究では、これまでの実証試験環境（分娩房）に加え、酪農家で一般的な「つなぎ飼い」環境に対応可能なシステム開発を行った。本報は、システムの普及・導入を容易とするためのセンサマットの低コスト化、深層学習を用いた牛分娩検知システムの開発について報告する。

### 2 方法

静岡県畜産技術研究所内にある牛分娩房の床にセンサマット及びビデオカメラを設置し、分娩時の牛の動

\* 現 企業局西部事務所

\*\* 現 工業技術研究所 化学材料科



作についてセンサデータ及び映像データを取得した。これらのデータを基に分娩検知方法の検討を行った。

### 2.1 改良型センサシートの開発

牛分娩房で使用しているセンサマット(図1左)は、ポリカーボネート板とゴム板の間にセンシング用シリコンチューブを挟み込んだ構造である。現地での設置が煩雑であり、設置に時間、労力もかかり、価格も30万円程度と高価であった。この問題を解決するため、センサマットの改良を行い、センサシートを開発した(図1右)。シートとチューブが一体化しているため設置が容易であり、価格も3万円程度に抑えることができた。センサの構造を変えることにより、センサ出力及び波形に変化が生じる可能性がある。このため、2.2の検討でセンサシートを使用し、センサマットと同様に使用できるか確認した。

### 2.2 つなぎ飼いでの実証試験環境の整備

一般的に、分娩房を所有する酪農家は少なく、つなぎ飼環境で分娩させることが多い。分娩房、つなぎ飼いの両方に対応するシステム構築を行うことで製品としての汎用性を高めることができる。しかし、つなぎ飼環境では、分娩房と違い、牛が自由に動き回ることができないため、行動パターンが変化する可能性がある。

2.1 で作成したセンサシートを用いて、つなぎ飼いでの実証試験環境の整備を行った(図2)。畜産技術研究所内の牛のつなぎ飼環境を使用し、牛の足元にセンサシートとシート保護用のゴム板を設置した。また、牛の頭上に赤外線カメラを設置し、牛分娩房と同様に、分娩時のセンサデータ及び映像データを取得した。得られたデータを基に、センサ出力を調整し、分娩検知方法の精度検証を行った。

### 2.3 深層学習を用いた分娩検知方法の検討

深層学習の手法の1つである畳み込みニューラルネットワーク(CNN)による分娩検知システムの開発を行った。CNNモデルにはセンサマット及びセンサシートから得られる波形データ(0~5Vで出力される電圧の数値データ)を入力データとして使用した。この入力データから予測を行い、陣痛時の特徴的動作である「いきみ」を1、「いきみ以外」を0として出力するモデルを作成した。数値データを用いるため、今回は1次元CNNを利用している。

#### (1) データのラベリング

使用するデータの精度を高めるため、得られたセンサデータのラベリングは牛分娩の専門家である畜産技術研究所の獣医師3名が行った。センサ波形についてビデオカメラの映像と照合し、いきみか、それ以外の

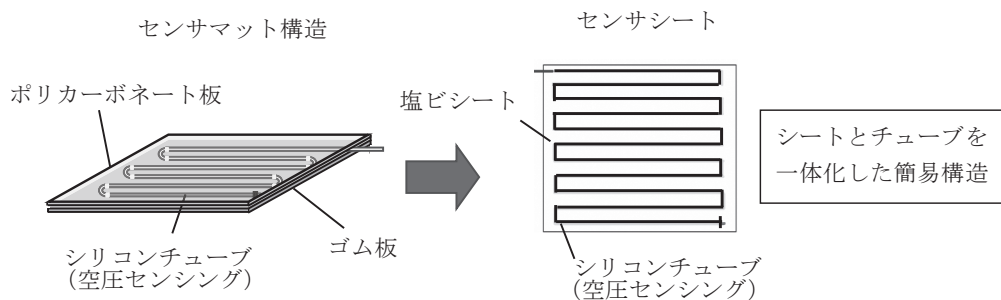


図1 分娩房のセンサマット(左)とつなぎ飼用に改良したセンサシート(右)の構造

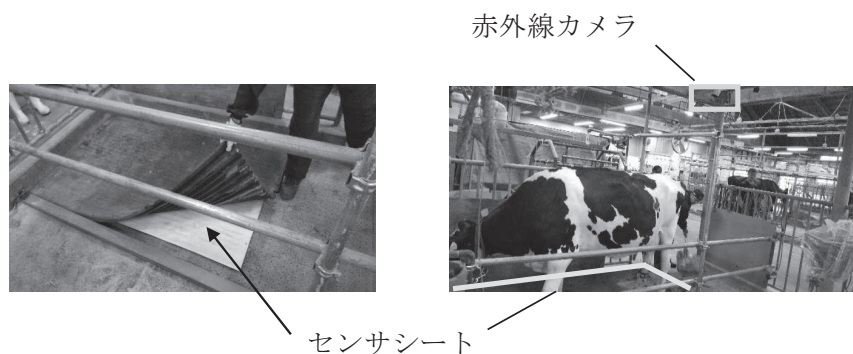


図2 試作した牛分娩検知システムの実証試験環境

動作かを多数決によって決定した。ラベリングの結果を基に、動作ごとにデータを分類し、CNN モデルの検証及び最適化に使用した。

### (2) CNN モデルの検証、最適化

令和元年度までに分娩房にて40頭分の牛分娩データを取得している。本報告では、これらのデータを使用し、k-分割交差検証という手法を用いて作成したCNNモデルの検証、最適化を行った(図3)。40頭のデータを8頭ずつの5つのブロックに分割し、そのうち4つを学習用データとしてモデルの学習に使用し、残った1つをテストデータとしてモデルの精度検証に使用する。学習用、テストデータの組み合わせは図3のように5つの組み合わせがあるため、全5パターンでモデルの精度を算出し、その平均値をモデルの精度として検証を行う。

### (3) 分娩検知プログラムの作成及び精度検証

最適化したCNNモデルを使用した分娩検知プログラムを作成し、精度の検証を行った。令和2年度は新たに分娩房で16頭、つなぎ飼いで8頭の牛分娩データを取得した。これらのデータは、CNNモデルの検証、最適化に使用せず、分娩検知プログラムの精度検証に使用した。

## 3 結果

### 3.1 深層学習を用いた分娩検知方法の検討

#### (1) CNNモデルの検証、最適化

CNNモデルを複数のパターン作成した後、k-分割交差検証にて精度を検証し、最適モデルを決定した。また、モデルの計算に使用する関数やハイパーパラメータについても最適化を行った。

最適化したCNNモデルの精度検証を行った結果を図4に示す。平成30年度の研究で作成したクロス点判定プログラム<sup>4,5)</sup>では出力の弱いいきみ波形(図4(1))、ノイズが多いいきみ波形(図4(2))については失検知があり、また、牛の足踏み等(図4(3))のいきみに近いパターンの波形については誤検知を起こしていた。これに対して、最適化したCNNモデルでは、いずれの波形からも牛の行動を高い精度で判定することができた。また、図5の実線で囲まれている部分はノイズが少ないいきみ波形であるが、破線で囲まれている部分はノイズが多く、ラベリングの際に獣医師が見逃したいいきみ波形である。このようなデータに対してもCNNモデルは正しくいきみを判別することができた。



図3 k-分割交差検証によるモデルの最適化

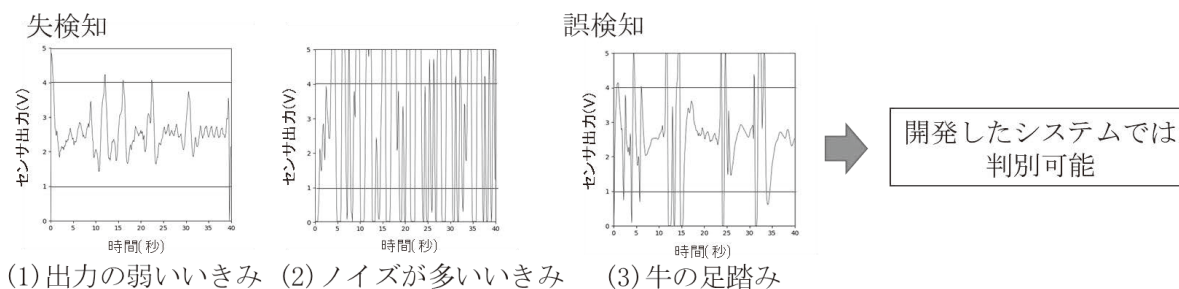


図4 クロス点判定では判別できなかった波形

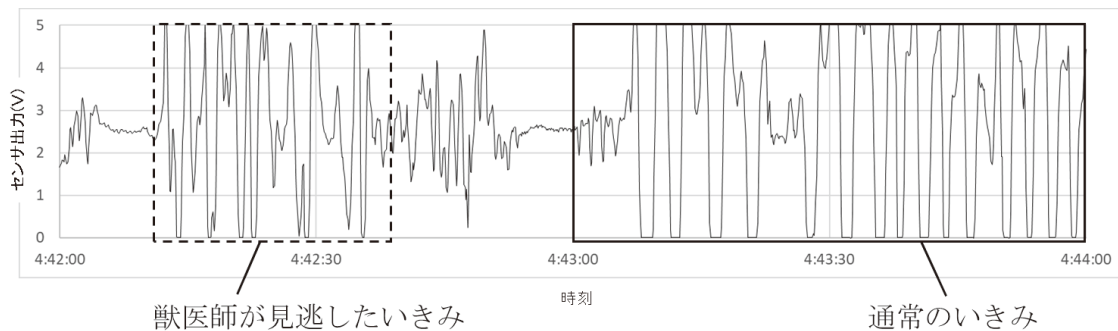


図5 獣医師が見逃したいきみ波形

(2) 分娩検知プログラムの作成及び精度検証

作成した分娩検知プログラムの概要を図6に示す。サンプリング周期 0.1 秒でセンサ波形を取り込み、CNN モデルによる予測を行う。モデルが一定回数以上のいきみを予測した場合、陣痛として報知をするプログラムである。作成したプログラムについて、令和2年度に得られた分娩房での 16 頭分の分娩データを適用した結果を表1に示す。いきみを正しく検知できたものを正検知 (TP)、実際はいきみではないが、誤っ

ていきみと判定したものを誤検知 (FP)、実際はいきみであるが、いきみと判定できなかったものを失検知 (FN) としている。全体の検知精度 (TP / (TP+FP)) は 0.993 と非常に高い精度で分娩を検知することができた。また、令和2年度に得られたつなぎ飼い環境での8頭分の牛分娩データを適用した結果を表2に示す。全体の検知精度が 0.976 となり、高い精度で分娩検知が可能であることが分かった。

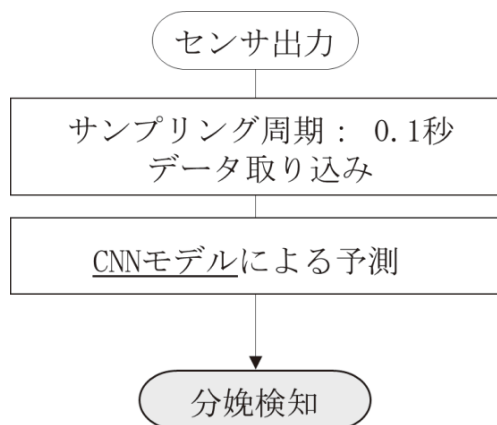


図6 分娩検知プログラム概要

表2 分娩検知プログラムをつなぎ飼いでの実証データに適用した結果

牛番号	TP	FP	FN
No.1	4	0	3
No.2	13	0	3
No.3	4	0	0
No.4	12	1	1
No.5	15	1	0
No.6	10	0	0
No.7	9	0	13
No.8	16	0	0

TP: いきみを正しく検知 FP: いきみを誤検知  
FN: いきみを失検知

表1 分娩検知プログラムを分娩房での実証データに適用した結果

牛番号	TP	FP	FN	牛番号	TP	FP	FN
No.1	6	0	0	No.9	21	0	0
No.2	7	0	0	No.10	3	0	1
No.3	9	0	0	No.11	3	0	1
No.4	7	0	0	No.12	8	0	15
No.5	3	0	4	No.13	13	0	0
No.6	5	0	0	No.14	10	0	1
No.7	2	0	0	No.15	8	1	2
No.8	23	0	0	No.16	8	0	1

TP: いきみを正しく検知 FP: いきみを誤検知  
FN: いきみを失検知

4 考察

平成30年度に作成したクロス点判定プログラムを令和2年度に得られた分娩房での16頭分の牛分娩データに適用した結果を表3に示す。全体の検知精度は0.553であった。判定条件が今回作成した分娩検知プログラムとは異なるため、単純な比較はできないが、CNNモデルを使用した分娩検知プログラムは、クロス点判定と比較して(表1と表3)明らかに精度が高い。CNNモデルはいきみ波形の特徴量を正しく学習できているため、クロス点判定では判定できなかった波形データに対応できたことが分かる。また、分娩房での

表3 クロス点判定プログラムを分娩房での実証データに適用した結果

牛番号	TP	FP	牛番号	TP	FP
No.1	6	5	No.9	13	7
No.2	3	0	No.10	1	2
No.3	7	2	No.11	1	9
No.4	3	1	No.12	2	0
No.5	0	0	No.13	1	5
No.6	2	0	No.14	6	3
No.7	1	0	No.15	-	-
No.8	11	4	No.16	-	-

TP: いきみを正しく検知 FP: いきみを誤検知  
FN: いきみを失検知

牛番号15、16は判定プログラムを組み込んだ装置の不具合により適用できなかった

実証データによる最適化を行った CNN モデルがつなぎ飼い環境に対応できたことから、モデルの高い汎用性が確認できた。

一方、表1、表2の結果から分かるように、いきみの失検知 (FN) が一定数みられる。失検知を起こしたセンサ波形の例を図7に示す。一定の間隔で出力の大きい波形が出ており、獣医師は容易にいきみと判定可能である。失検知を起こした理由としては、製品化を想定

し、誤検知 (FP) が少なくなるように CNN モデルを設計、最適化したため、いきみの判定が厳しくなっていること、また、学習データの不足によるものと考察される。

これについては、学習データを追加することでモデルの精度が向上する可能性は高い。また、分娩検知プログラムの判定条件を変更することで、報知回数、報知のタイミングを調整可能である。今回、すべての症例で正しくいきみを検知できたことを考えると、プログラムの判定条件の調整のみで製品化に対応可能であると考えている。今後、酪農家で実証試験を行い、改めてプログラムの調整する予定である。

### 5 まとめ

CNN を用いた牛分娩検知プログラムにより、高い精度での検知が可能となった。今回作成したプログラムは分娩房とつなぎ飼い環境の両方に適用可能であり、システムとしての汎用性を向上させることができた。また、改良したセンサシートはシステムの低コスト化に寄与する。

今回の成果を基に平成 30 年度に作成した牛分娩検知試作システム (図8) を改良し、酪農家にて実証試験を行う。令和3年度中に製品化する予定である。

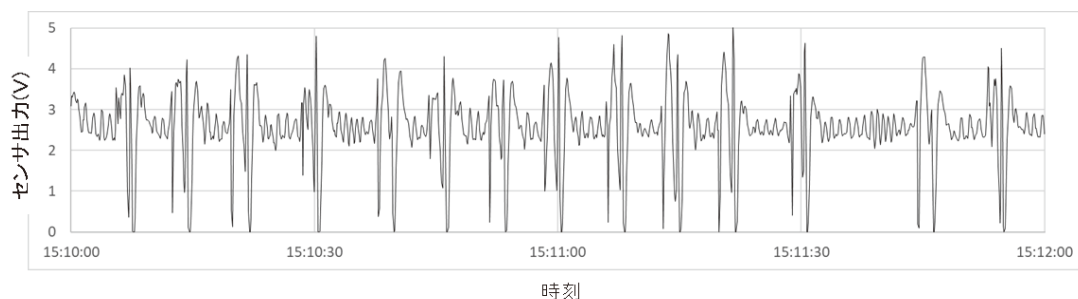


図7 プログラムが失検知を起こした波形

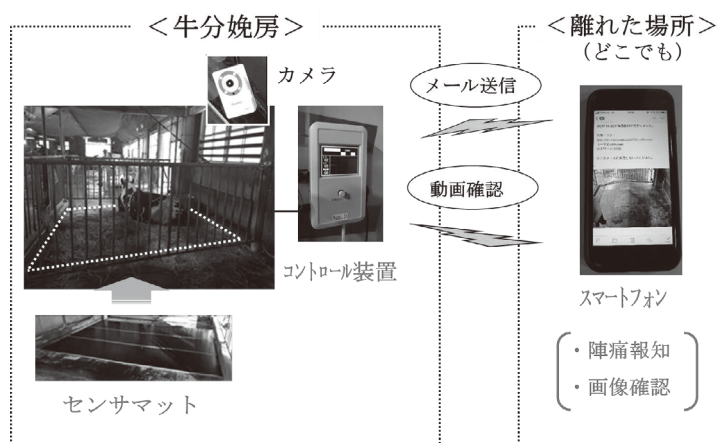


図8 試作した陣痛報知システム

### 参考文献

- 1) 岡田慶雄 他：無拘束見守りセンサシステムの開発（第1報），静岡県工業技術研究所研究報告，第9号，64-66（2017）.
- 2) 白井圭 他：無拘束見守りセンサシステムの開発（第2報），静岡県工業技術研究所研究報告，第9号，67-70（2017）.
- 3) 中山洋 他：無拘束見守りセンサシステムの開発（第3報），静岡県工業技術研究所研究報告，第9号，71-74（2017）.
- 4) 中山洋 他：牛の分娩検知システムの開発（第1報），静岡県工業技術研究所研究報告，第11号，95-98（2018）.
- 5) 中山洋 他：牛の分娩検知システムの開発（第2報），静岡県工業技術研究所研究報告，第12号，91-93（2019）.



## X線CTによるPP/CNF複合材の分散性評価

CNF科 田中翔悟

## Evaluation of the CNF dispersibility of PP/CNF composites by X-ray CT

TANAKA Shogo

Keywords : CNF, Cellulose nanofiber, CNF Composite, polypropylene, X-ray CT

木材等の植物繊維を微細化した素材であるセルロースナノファイバー（CNF）は、樹脂の強化材として使用すると多くの付加価値を付与できることが期待されている。当センターでは県の新成長戦略研究として、従来の素材を代替して軽量化することができるポリプロピレン（PP）/CNF複合材の開発を行っている。開発中のPP/CNF複合材について、X線CTにより材料内部のCNFの分布状態を観察した結果、CNFを20wt%含む複合材でもセルロース繊維の凝集は生じていないことがわかった。また、CT画像を二値化法により抽出し、セルロース繊維の量を簡易的に数値評価した結果、CNFの配合率に応じて観察されたセルロース繊維の量が増加することがわかった。

キーワード：CNF、セルロースナノファイバー、CNF複合材、ポリプロピレン、X線CT

## 1 はじめに

木材等の植物繊維を微細化した素材であるセルロースナノファイバー（CNF）は、樹脂の強化材として使用すると多くの付加価値を付与できることが期待されている。当センターでは令和元年度から県の新成長戦略研究として、従来の素材を代替して軽量化することができるポリプロピレン（PP）/CNF複合材の開発を行っている。CNFを樹脂に複合する際、強化材として有効に働くためには、CNFの繊維が樹脂中に良好に分散している必要がある。開発中のPP/CNF複合材について、X線CTを使用して試料内部のCNFの分布状態を観察し、さらに二値化法によりセルロース繊維の量を簡易的に数値評価した。

## 2 方法

試料の作成条件を表に示す。CNFと分散剤(MAPP)の反応混合物（種材）を二軸混練機によりPPと混練し、マスターバッチ（MB）を作製した。MBをPPと希釈混練し、PP/CNF複合材ペレットを得た。

X線CT測定には高分解能3D X線顕微鏡 nano 3DX（㈱リガク製）を使用し、PP/CNF複合材ペレットを1mm×1mm×3mm程度の角柱状に調製したものを測定に供した。測定条件を以下に示す。

X線源（ターゲット）：Cu（管電圧40kV、管電流30mA）  
測定視野：φ 0.9mm×0.7mm

画素サイズ：0.81μm/voxel

撮影枚数：600枚

照射時間：16sec/枚

1試料あたりのCT撮影時間：2時間54分

グレースケールのCT画像をもとに、0.5mm×0.5mm×0.7mmの観察領域において画素の輝度を基準とした二値化法によりセルロース分を抽出し、観察されたセルロース繊維の量（体積率）を求めることにより数値評価を行った。また、観察されたセルロースの体積率をCNF配合量と比較した。

表 試料作成条件

試料名	CNF濃度 (wt%)			PPグレード
	種材	MB	複合材ペレット	
トライ1	50	10	1,5,10	ホモ
トライ2	50	20	1,5,20	ブロック

## 3 結果および考察

PP/CNF複合材のCT像について、トライ1の結果を図1に、トライ2の結果を図2に示す。今回測定した中で最も高濃度のPP/CNF20wt%複合材においてもセルロース繊維の凝集は観察されず、分散性は良好だった。一方で、マトリックス樹脂相に比べて明度の高い（密度の高い）領域が点在していることが観察された。マトリックス相であるPPの密度が0.9g/cm<sup>3</sup>、セルロースの真密度が1.5 g/cm<sup>3</sup>であり、分散剤として添加

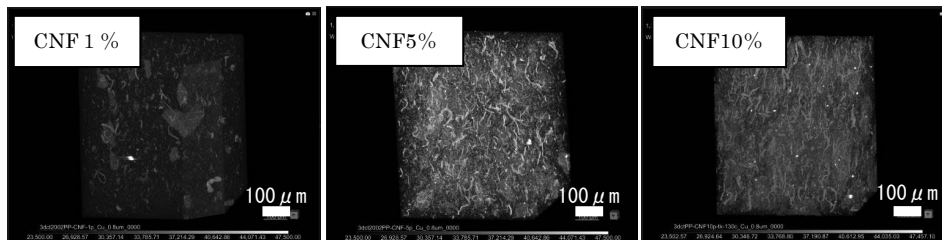


図1 PP/CNF 複合材 (トライ1) のCT像

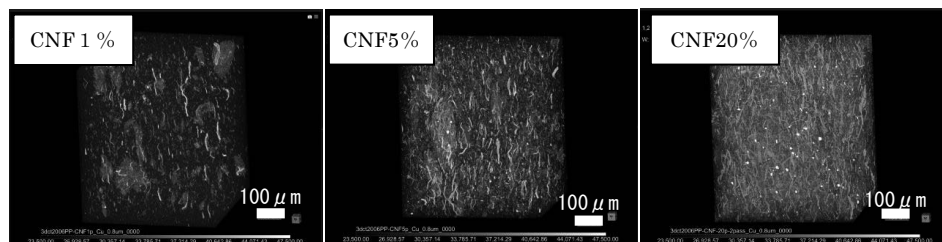


図2 PP/CNF 複合材 (トライ2) のCT像

しているMAPPの密度はPPと同様0.9g/cm<sup>3</sup>程度であるため、この塊は周囲よりCNFを多く含む領域であり、種材の粒子が一部残留していることが示唆されたものと考えられる。

CT画像をもとに画素の輝度を基準とした二値化法によりセルロース繊維の量を数値評価した結果(図3)、

CNF配合量に応じて、観察されたセルロースの体積率が増加することがわかった。また、トライ2は、トライ1に比べて配合量に対する観察されたセルロースの体積率の増加量が小さく、セルロース繊維の分散性が向上したことがわかった。

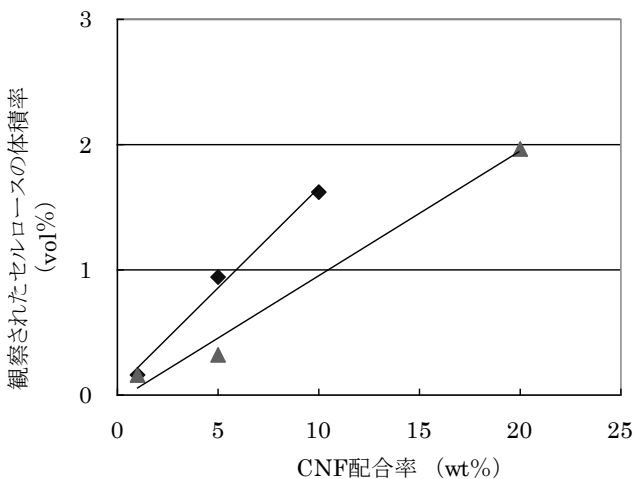


図3 CNF 配合率に対する観察されたセルロースの体積率

◆ : トライ1、▲ : トライ2

#### 4 まとめ

本研究で作製したPP/CNF複合材のペレットをX線CT測定により観察した結果、PP/CNF20wt%複合材においてもセルロースの繊維がPP樹脂中で凝集を生じずに良好に分散していることが確認できた。また、CT画像をもとに画素の輝度を基準とした二値化法によりセルロース繊維の量を数値評価した結果、CNF配合量に応じて、観察されたセルロースの体積率が増加した。また、トライ2は、トライ1に比べてセルロース繊維の分散性が向上したことがわかった。

REPORTS  
OF THE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE  
OF SHIZUOKA PREFECTURE  
HAMAMATSU TECHNICAL SUPPORT CENTER

静岡県工業技術研究所  
浜松工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所  
浜松工業技術支援センター  
浜松市北区新都田1丁目3番3号

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE  
HAMAMATSU TECHNICAL SUPPORT CENTER

1-3-3 Shinmiyakoda, Kita-ku, Hamamatsu city, Shizuoka, 431-2103 Japan

## カラーイメージングによる表面粗さ推定

光科 中野雅晴 太田幸宏\*  
株式会社パパラゴ 岡田 楓 加藤 誠

## Estimation of surface roughness by using color imaging

NAKANO Masaharu, OHTA Yukihiro, OKADA Kaede and KATOH Makoto

A method of estimating surface roughness by using colorimetric data from an object's surface has been developed in order to allow the macroscopic distribution to be measured quantitatively in a short time. Surface roughness was estimated from the distribution of colorimetric data that was obtained using an imaging colorimeter and plotted on an xy chromaticity diagram. The relationship between several areal roughness parameters that were measured using a confocal microscope and the colorimetric distribution was evaluated by using roughness comparison specimens. The width of the colorimetric distribution was approximated to an exponential function of  $S_a$  within the range of 0.3 to  $47\mu\text{m}$ , where  $S_a$  is the arithmetical mean height of the scale limited surface and one of the height roughness parameters. In addition, the authors confirmed that the newly developed method could be applied to estimate other roughness parameters, as well.

Keywords : Surface roughness, colorimetry, imaging, colorimeter, confocal microscope.

検査対象の巨視的な表面粗さの違いを、短時間で定量測定するために、非接触で高精度に測定した試料表面の色から表面粗さを推定する方法を開発した。本方法では、試料表面の反射像を2次元色彩計で測色し、各画素の測色値を色表現で用いるxy色度図にマッピングしたときの測色値の分布の拡がり幅から表面粗さを推定する。粗さが異なる複数の試料面で構成された粗さ比較見本板を試料に用いて、共焦点顕微鏡で測定した三次元の表面粗さパラメータと、試料表面の測色値の分布との関係性を評価した。高さ方向の粗さパラメータである輪郭曲面の算術平均高さ $S_a$ と分布の拡がり幅との関係は、指数関数で近似でき、 $S_a=0.3\sim 47\mu\text{m}$ の範囲で表面粗さを推定できることを示した。また、表面加工法によって、近似曲線が異なることから、 $S_a$ 以外の粗さパラメータも測色値の分布から推定できる可能性があることがわかった。

キーワード：表面粗さ、測色、イメージング、色彩計、共焦点顕微鏡

## 1 はじめに

検査対象の表面性状を評価する方法として、短時間で評価できる官能検査（目視や触診）は、製造現場で広く使われてきた。しかし、官能検査は、専門的な技術を有する人材が必要なうえに、定量的な品質管理が困難であるといった課題がある。近年、定量的な測定が求められる表面粗さの評価では、共焦点顕微鏡等による三次元形状計測が用いられている<sup>1, 2)</sup>。これらの測定機では、微細な表面凹凸の形状を高精度に測定できる特長があるが、一度に測定できる面積が狭

い（例えば、50倍の対物レンズで $0.1\text{mm}^2$ 程度）ため、大面積の測定では測定時間が長くなってしまふ。このため、共焦点顕微鏡等による表面粗さ測定は、インライン検査といった測定速度が求められる用途には向いていない。

そこで、本研究では、2次元色彩計等を用いて非接触で試料表面の色を高精度に測定することで、巨視的な表面粗さの違いを短時間で定量測定する方法の確立を目指している。本報告では、共焦点顕微鏡で測定した表面粗さと、2次元色彩計で測定した試料

\* 現 機械電子科

表面の測色値との関係性を評価した結果について報告する。

## 2 方法

### 2.1 試料

試料は、各加工面の表面形状を有する粗さ比較見本板（放電加工面 KB013、ショットブラスト加工面 KB058、グリットブラスト加工面 KB129、全て Rubert 社製）を用いた。材質はニッケルである。写真1に、放電加工面の粗さ比較見本板の外観を示す。粗さ比較見本板は、輪郭曲線方式の粗さパラメータ（JIS B 0601:2013）<sup>3)</sup> である算術平均粗さ Ra が異なる複数の試料面で構成されている。

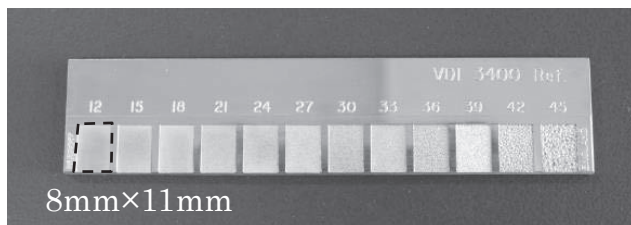


写真1 粗さ比較見本板（放電加工面）

### 2.2 共焦点顕微鏡による表面粗さ測定

試料の表面粗さは、共焦点顕微鏡 OPTELICS HYBRID L7（レーザーテック株式会社製）で表面形状を測定し、三次元の粗さパラメータ（JIS B 0681-2:2018）<sup>4)</sup> を算出した。放電加工面は、試料形状の制約があったため作動距離が長い100倍対物レンズ（NA0.90）で、ブラスト加工面は50倍対物レンズ（NA0.95）で形状を測定した。これらの対物レンズは視野が狭いため、複数の視野をつなぎ合わせるスティッチング処理を用いて評価領域を広げた。粗さパラメータの算出では、測定した輪郭曲面に対して傾斜補正とローパスフィルタであるSフィルタのみを適用し、ハイパスフィルタであるLフィルタを使わなかった。この理由は、2次元色彩計で測定した試料表面の測色値には、高い周波数の粗さ成分だけでなく低い周波数のうねり成分の影響も含まれており、同様な条件で測定した粗さパラメータと比較するためである。各周波数フィルタの詳細は、JIS B 0681-3:2019<sup>5)</sup> を参照されたい。

### 2.3 測色による表面粗さ推定

図1に、2次元色彩計で測定した試料表面の測色値から表面粗さを推定する方法の概略図を示す。同軸光学系を用いて、面発光型の白色LED（RGB 3色の

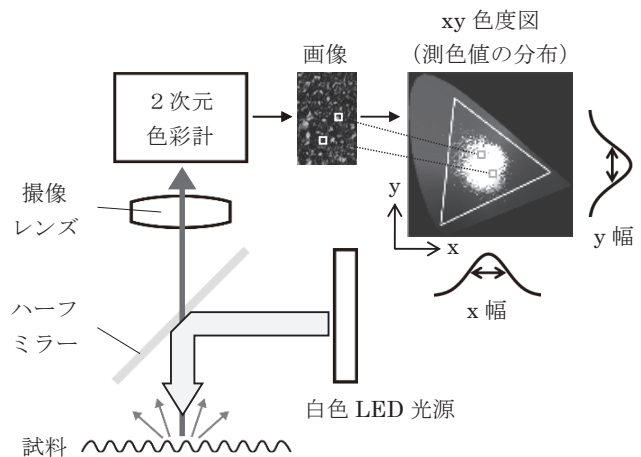


図1 測色による表面粗さ推定の概念図

LEDを混色)で試料を照明し、反射像を2次元色彩計RC-300（株）パパラゴ製）で測色した。本色彩計は、3つのイメージセンサとカラーフィルターで構成されており、30Hzの動画速度で試料の表面画像と、各画素におけるXYZ表色系の測色値が得られる<sup>6,7)</sup>。各画素の測色値を色表現で用いるxy色度図にマッピングしたとき、その測色値の分布（以下、色分布）が表面粗さの違いによって異なった。この現象を利用して色分布を比較することで、試料表面の色から表面粗さを推定した。本方法の利点は次のとおりである。

- (1) CCD等のイメージセンサを使って測色するため、一度に広い面積を検査できる。
- (2) 人の目と同様に明るさと色を測定するため、目視検査の代替法として有望である。
- (3) 巨視的な表面粗さの違いを定量的に測定でき、同一基準での検査が可能である。

色分布の比較は、xとyの2方向の拡がり幅（標準偏差）を指標とした。撮像レンズは、焦点距離fが8mmと15mmの2種類（絞り値はともに2.8）を用いて、測色結果を比較した。また、評価領域の大きさと色分布の拡がり幅との関係も調べた。

## 3 結果および考察

### 3.1 共焦点顕微鏡で測定した試料表面形状と粗さ

図2に、共焦点顕微鏡で測定した試料表面の輝度画像と点線部における断面形状の結果の一部を示す。これらの試料は表面形状に方向性がなく非周期的なテクスチャを有している。放電加工面は、溶けて形成された滑らかな形状、ショットブラストとグリットブラストの加工面は、それぞれ球形と鋭角の粒を衝突させて



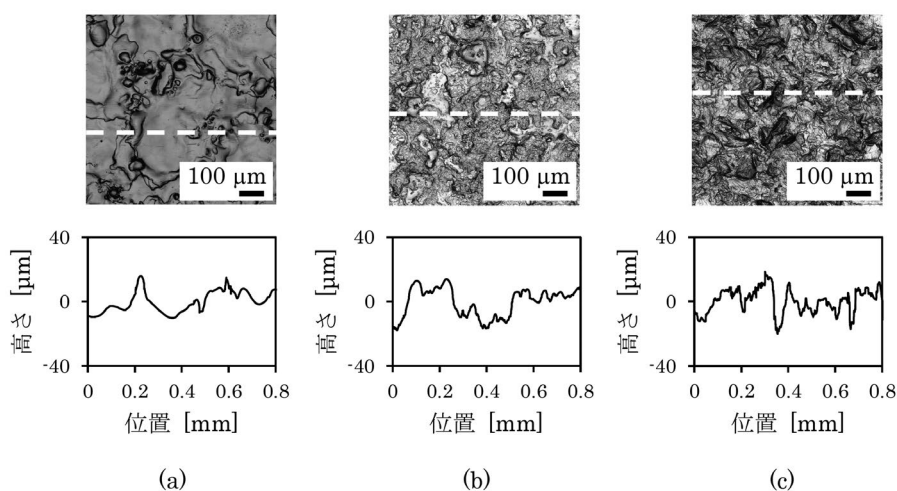


図2 試料表面の輝度画像（上）と断面形状（下）

各加工面の表面粗さは、(a) 放電加工 :  $Sa=6.2\mu\text{m}$ 、 $Sal=88\mu\text{m}$ 、(b) ショットブラスト :  $Sa=7.7\mu\text{m}$ 、 $Sal=109\mu\text{m}$ 、(c) グリットブラスト :  $Sa=6.6\mu\text{m}$ 、 $Sal=45\mu\text{m}$ である。

作られた形状に特徴がある。このことから、図2に示した3つの試料は、表面形状の高さ方向に関する粗さパラメータである輪郭曲面の算術平均高さ  $Sa$  は同等な測定値であったが、面内方向の目の細かさによって違いが現れる粗さパラメータの自己相関長さ  $Sal$  は大きく異なった。図3に、 $Sa$  とその他の粗さパラメータとの関係性を評価した結果を示す。評価領域は、 $Ra$ （粗さ比較見本板の仕様値）が  $6.3\mu\text{m}$  以上の試料面では  $2\text{mm}$  角、それ以下では  $0.8\text{mm}$  角とした。粗さパラメータの測定値は、試料面内における5箇所の平均値である。 $Sal$  は、 $Sa$  が増加すると同様に大きくなる傾向が見られ、表面加工法によって傾きに違いが現れた。一方、 $Sa$  と輪郭曲面の二乗平均平方根勾配  $Sdq$  の関係からは、表面加工法を判別できる顕著な違いを確認できなかった。この他に、輪郭曲面の二乗平均平方根高さ  $Sq$  と輪郭曲面の展開界面面積  $Sdr$  といった粗さパラメータも  $Sa$  との関係性を調べたが、同様に  $Sa$  が増加すると測定値が大きくなった。今回用いた試料では、これらの粗さパラメータも、 $Sa$  と同じように変化したことから、試料表面の色との関係性を調べる粗さパラメータを  $Sa$  とした。

### 3.2 試料表面の測色値と表面粗さの関係

図4に、二次元色彩計で測定した試料表面（放電加工面）の輝度画像（各図の右上）と、各画素の測色値をマッピングした  $xy$  色度図を示す。測色では、 $f=8\text{mm}$  の撮像レンズを用いた。色彩計で測定した領域は、縦  $8.4\text{mm}$  × 横  $5.6\text{mm}$ （画素分解能 :  $51\mu\text{m}$ ）で

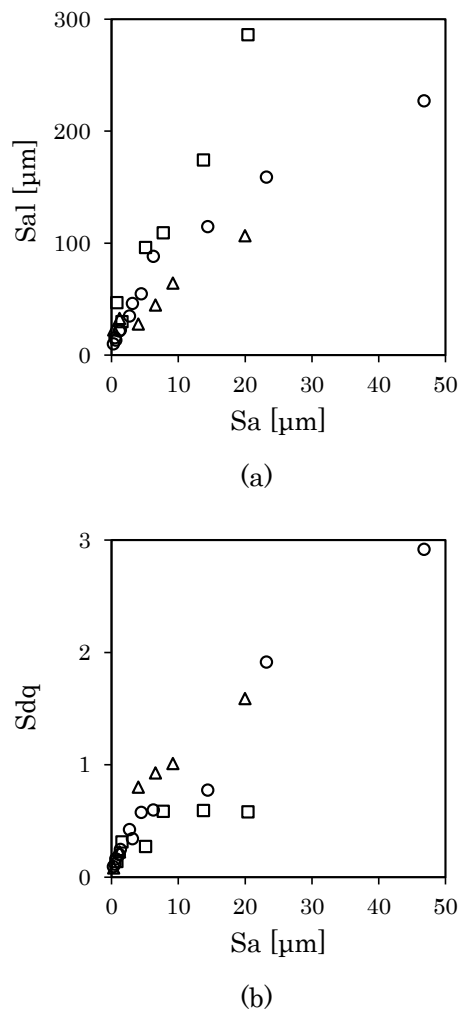


図3  $Sa$  とその他の粗さパラメータとの関係  
 $Sa$  と比較した粗さパラメータは、(a) 自己相関長さ  $Sal$ 、(b) 二乗平均平方根勾配  $Sdq$  である。○ : 放電加工、□ : ショットブラスト、△ : グリットブラスト

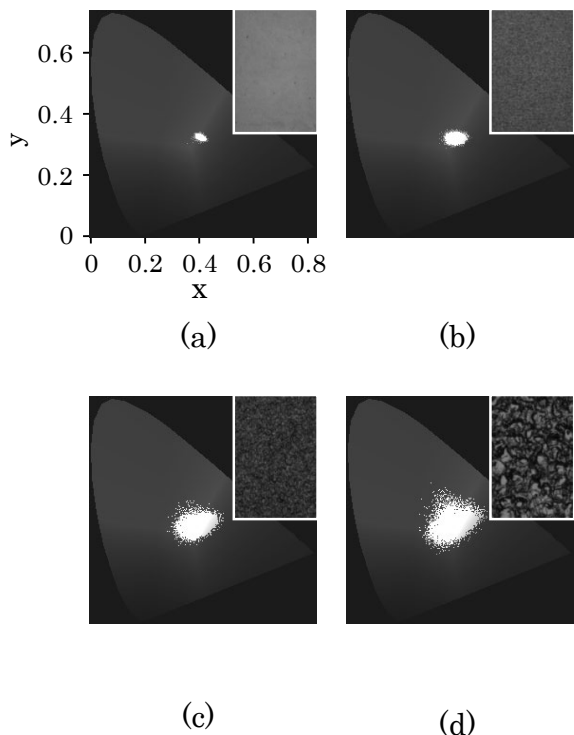


図4 表面粗さと試料表面の色との関係 (f=8mm レンズ)

(a) Sa=0.3 $\mu$ m、(b) Sa=2.7 $\mu$ m、(c) Sa=14.4 $\mu$ m、(d) Sa=46.8 $\mu$ m

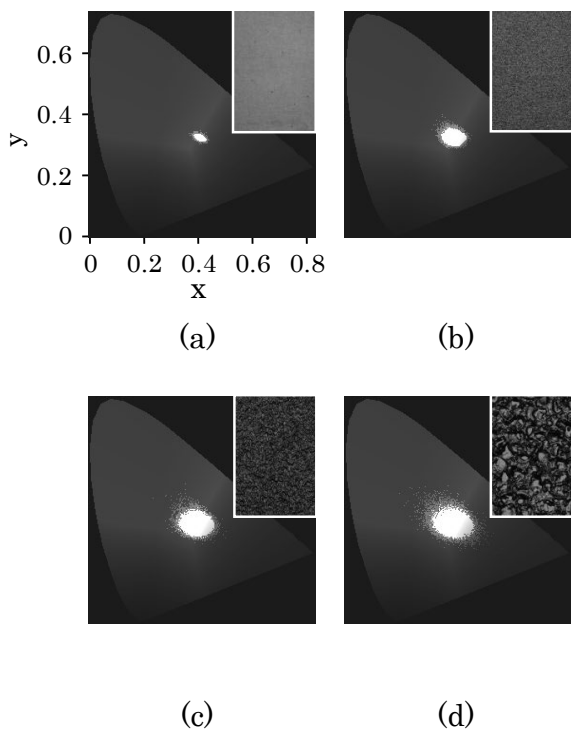
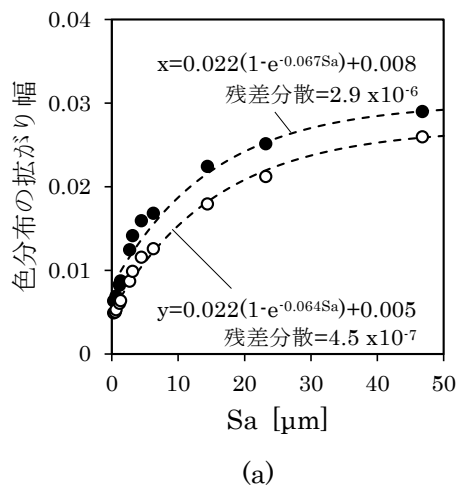


図5 表面粗さと試料表面の色との関係 (f=15mm レンズ)

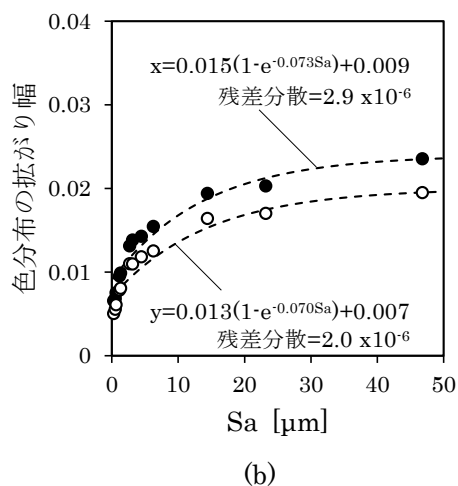
(a) Sa=0.3 $\mu$ m、(b) Sa=2.7 $\mu$ m、(c) Sa=14.4 $\mu$ m、(d) Sa=46.8 $\mu$ m

ある。Saが増加するとxy色度図上で色分布が広がっている。次に、撮像レンズをf=15mmに替えて同様な測定をした結果を、図5に示す。試料と色彩計の距離を変えていないため、画素分解能は28 $\mu$ mになった。図4に示したf=8mmのレンズを使った測定結果と比較すると、輝度画像の違いは視認できないが、xy色度図における色分布の形状には違いが見られる。

これらの測色結果をもとに各撮像レンズで測定したSaとxy色度図における色分布の拡がり幅(x、y方向)の関係を評価した。図6に示すように、Saの増加に対して拡がり幅は非線形に増加し、Sa=50 $\mu$ m付近まで変化が見られた。両者の関係は、指数関数で表した近似曲線とよく一致した。この関係を利用すれば、色分布の拡がり幅からSaを推定することが可能である。ま



(a)



(b)

図6 Saと色分布の拡がり幅との関係

拡がり幅の方向は、●: x方向、○: y方向である。撮像レンズは、(a) f=8mm、(b) f=15mmを用いた。近似曲線は、対数に変換して線形回帰で求めた。

た、 $f=8\text{mm}$ のレンズの方が拡がり幅の変化量が大きいことから、粗さ推定には有利である。このような違いが見られた理由は、画角や画素分解能の違いに要因があると推察する。

次に、評価領域の大きさと色分布の拡がり幅との関係を調べた。図7に、評価領域の画素数と色分布の拡がり幅との関係を示す。表1に示した範囲で評価領域の大きさを変えたときの拡がり幅を測定した。2,500px（縦2.6mm×横2.6mm）以上では、xとy方向とも画素数が変わっても拡がり幅に顕著な違いが見られず、粗さによる拡がり幅の違いを識別できる。

表面形状がブラスト加工面（ショット、グリット）の試料についても同様にSaと色分布の拡がり幅との関係を評価し、放電加工面の測定結果と比較した。色彩計

表1 評価領域の大きさ

評価領域	縦 (mm)	横 (mm)	画素数 (px)
1	0.5	0.5	100
2	1.3	1.3	625
3	2.6	1.3	1,250
4	2.6	2.6	2,500
5	5.1	2.6	5,000
6	5.1	5.1	10,000
7	8.4	5.6	18,150

での測定では、 $f=8\text{mm}$ のレンズを用いた。評価領域は、縦8.4mm×横5.6mmとした。図8 (a)、(b)に示すように、表面加工法によって曲線が異なっており、拡がり幅の変化量や傾きに違いが現れた。図8 (c)に示したSaが $20\mu\text{m}$ 付近の試料におけるxy色度図の色分布を比較すると、分布の形状が異なっている。特に、グリットブラスト加工面では、xとy方向で拡がり幅に顕著な違いが見られた。このことから、色分布の拡がりには、高さ方向の粗さパラメータであるSa以外の要因も含まれていると推察する。

4 まとめ

高精度に測定した試料表面の色から表面粗さを推定する方法を確立するために、表面粗さと2次元色彩計で測定した試料表面の色との関係を評価した。

- (1) 測定画像の各画素の測色値をxy色度図にマッピングして、その分布の拡がり幅を測定することで、表面粗さをSa=0.3～47 $\mu\text{m}$ の範囲で推定できることがわかった。
- (2) 測定画像の色分布は撮像レンズによって変化し、今回の実験構成では焦点距離fは15mmよりも8mmのレンズの方が有利であった。また、評価領域は2.6mm角以上あれば同等な測定が可能であることがわかった。
- (3) 表面加工法が異なると、色分布の形が変化し表面粗さと色分布の拡がり幅との関係を表す曲線に違いが見られた。このことから、高さ方向だけでなく、自己相関長さSalといった面内方向の特徴を表す粗さパラメータも推定できる可能性がある。

本方法により、大きな検査対象に対して、動画速度で巨視的な表面粗さの違いを定量測定できるようになれば、評価すべき領域の全面に対して同一基準の検査をインラインで行うといった高レベルの品質管理での利用を期待できる。

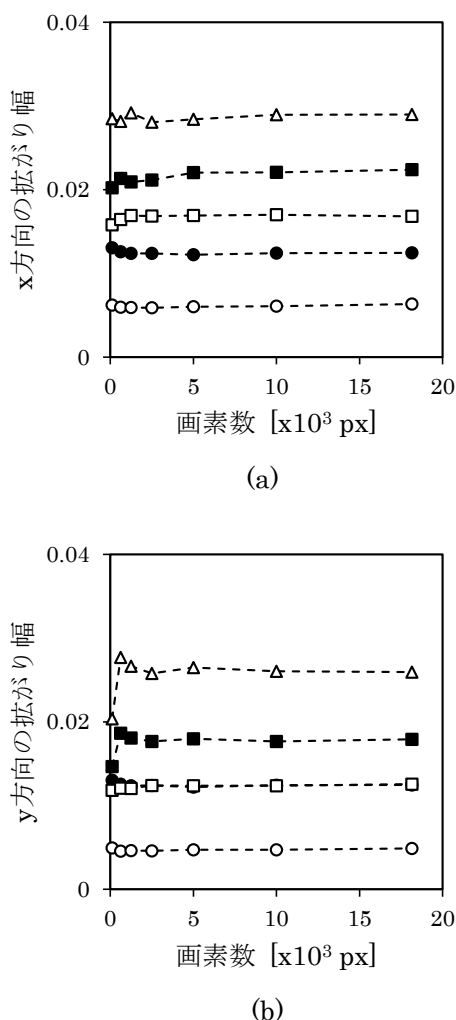


図7 評価領域の大きさと色分布の拡がり幅との関係 (a)x方向、(b)y方向の色分布拡がり幅。○：Sa=0.3 $\mu\text{m}$ 、●：Sa=2.7 $\mu\text{m}$ 、□：Sa=6.2 $\mu\text{m}$ 、■：Sa=14.4 $\mu\text{m}$ 、△：Sa=46.8 $\mu\text{m}$

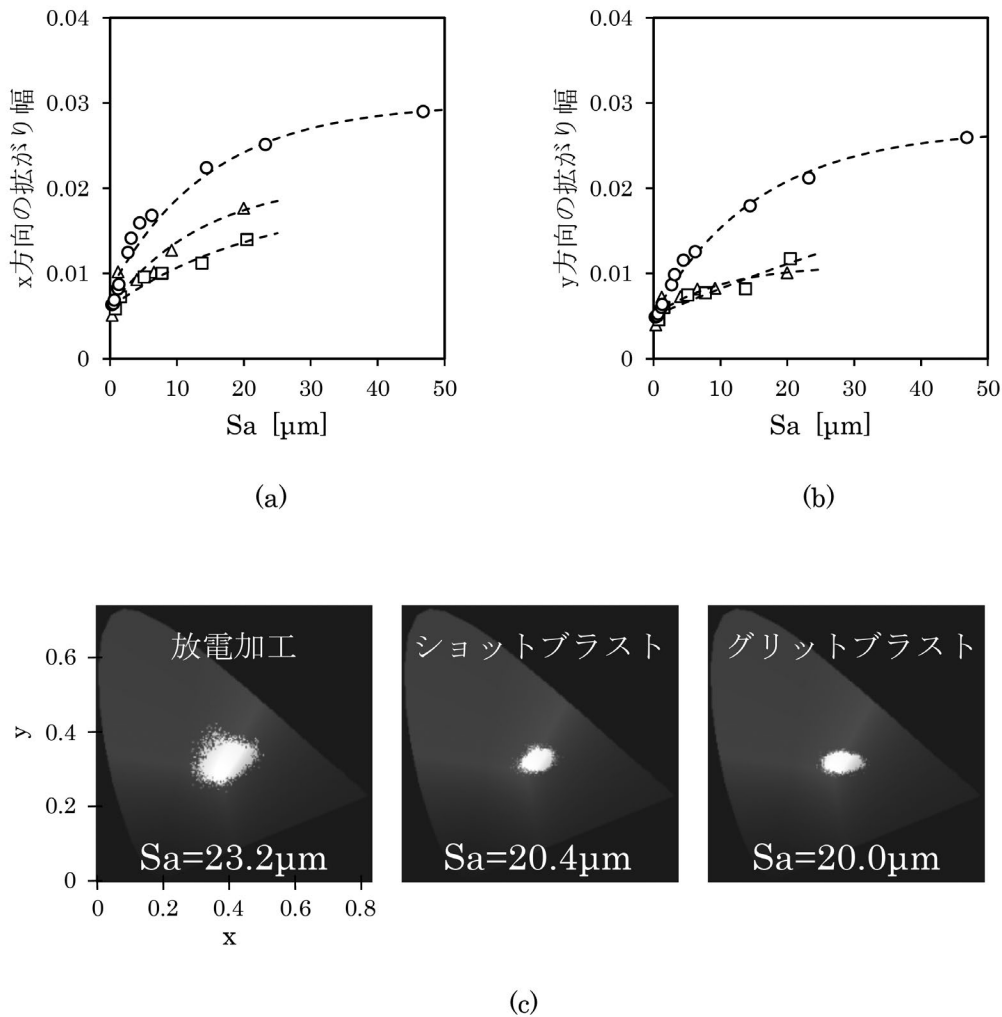


図8 表面加工法による色分布拡がりの違い  
 (a) x方向、(b) y方向の色分布拡がり幅とSaの関係  
 (○：放電加工、□：ショットブラスト、△：グリットブラスト)  
 (c) Sa=20µm 付近の試料におけるxy色度図の色分布

謝辞

本研究は、JSPS科研費 JP20K04221の助成を受けて行いました。

参考文献

1) 佐藤敦：非接触による三次元表面性状の測定の現状—三次元規格の意義とものづくりへの活用—はじめての精密加工. 精密工学会誌, 81 (10), 922-925 (2015).  
 2) 藤井章弘 他：特集 裾野が広がる共焦点顕微鏡 3D測定レーザー顕微鏡 OLS4000 による3D表面性状計測. O plus E, 31 (6), pp.640-644 (2009).  
 3) JIS B 0601：2013 製品の幾何特性仕様 (GPS)

—表面性状：輪郭曲線方式—用語，定義及び表面性状パラメータ. 財団法人 日本規格協会.  
 4) JIS B 0681-2:2018 製品の幾何特性仕様 (GPS) —表面性状：三次元—第2部：用語，定義及び表面性状パラメータ. 財団法人 日本規格協会.  
 5) JIS B 0681-3:2019 製品の幾何特性仕様 (GPS) —表面性状：三次元—第3部：仕様オペレータ. 財団法人 日本規格協会.  
 6) 加藤誠 他：人の目と等価な分光感度を持つカメラとその応用. 電子情報通信学会誌, 94 (7), 579-584 (2011).  
 7) 加藤誠：二次元色彩計による色・質感測定法とその応用. 色材協会誌, 89 (4), 129-134 (2016).

## 光散乱解析による不透明な試料の偏光計測の可否判定

光科 太田幸宏\*

## Availability judgments for polarization measurements using light scattering analysis on opaque samples

OHTA Yukihiro

In this paper, the authors propose applying a light scattering analysis to select an appropriate light source wavelength with the aim of visualizing the residual stress in opaque resins. The photoelastic method can be used to visualize the residual stress of transparent resin products without destruction and contact. To apply this method to opaque resin products, it is important to select an appropriate light source wavelength. Therefore, the amount of light transmitted through the sample is predicted by performing light scattering analysis based on the Monte Carlo method in order to select an appropriate light source wavelength. In this study, the authors performed a basic verification by using a model constructed with a glass cell filled with pure water and dispersed particles. The results demonstrated that the measured values agreed with the analyzed values. In addition, the same model was used to create a polarization measurement propriety determination diagram which selected the light source wavelength and the particle concentration as variables. The effectiveness of the propriety determination diagram is also discussed based on the polarization measurement results in this report.

Keywords : Photoelastic method, Monte Carlo method, Light scattering analysis

不透明な樹脂内部の残留応力を可視化することを目的として、適切な光源波長の選定に光散乱解析を応用することを提案する。光弾性法は非破壊・非接触で透明な樹脂製品の残留応力を可視化することができる。この方法を不透明な樹脂製品に適用するには、適切な光源波長の選定が重要となる。そこで、モンテカルロ法による光散乱解析で試料を透過する光量を予測し、適切な光源波長を選定する。

本研究では、ガラスセルに粒子が分散した純水を満たしたモデルで基礎検証を行い、実測値と解析値が一致することを示した。また、同モデルを用いて、光源波長と粒子濃度を変数として偏光計測可否判定図を作成した。

また、偏光測定結果に基づいて、可否判定図の有効性も議論します。

キーワード：光弾性法、モンテカルロ法、光散乱解析

## 1 はじめに

近年、製品の軽量化のために金属・ガラスからプラスチックへの代替が進んでいる。その樹脂製品の品質管理において、破損の原因となる製造時の残留応力の把握は重要である。非破壊・非接触で残留応力を把握する手法として、偏光を利用した光弾性法があり、透明な樹脂製品の検査に応用されている<sup>1)</sup>。しかし、工業製品には不透明な樹脂が多用されており、透明な樹脂製品用の検査機器で用いている可視域の光で

は十分な透過光量が取得できない。そのため、不透明な製品に光弾性法を適用するには、適切な光源波長の選定が重要になる。そこで、不透明な樹脂を顔料やフィラーなどの散乱体が含有する試料に見立て、モンテカルロ法による光散乱解析で試料を透過する光量を予測することを提案する。

本研究では、ガラスセルに粒子が分散した純水を満たした解析モデルを用いて、光散乱解析で予測した正透過率と実測した正透過率の比較検証を行った。ま

\* 現 機械電子科



た、同モデルを用いて、光源波長と粒子濃度を変数として偏光計測の可否判定図を作成し、測定システムの光源波長の選定を行った。

## 2 方法

### 2.1 光散乱解析による透過率の予測

図1はモンテカルロ法による光散乱解析のフローチャート、図2は光子の挙動のイラストである<sup>2)</sup>。1光子ずつ媒質に照射し、初期で与えたエネルギーが、散乱や媒質透過による吸収で設定した閾値まで減少するまで、あるいは、媒質から反射または透過するまで、光子の挙動を追跡する。これを多くの回数行うことで、透過率、反射率および吸収率の予測に利用することが可能となる。そのうちの一つである透過率の予測は、透過したときに光子が持っていたエネルギーの和を、初期で与えたエネルギーに解析回数を掛けた値で割ることで求める。モンテカルロ法は乱数を活用する手法である。この光散乱解析では、図1中の①光子が移動する距離の決定、②粒子と衝突したときに新たに光子

が進む方向の決定、③光子が媒質の境界に到達するときに反射して媒質に戻るのか、透過して次の媒質に進むのかの決定に乱数を活用する。

### 2.2 試料と解析モデル

モンテカルロ法による光散乱解析を行うためには、粒子径、光の波長、媒質や粒子などの複素屈折率、および、粒子濃度といった物性値を入力する必要がある。本研究では、解析値と実測値を比較検証ができるように、物性値が全て既知のもので試料を用意する必要がある。そこで、ガラスセルに粒子径が揃ったポリスチレンの標準粒子（3200A モリテックス製）が分散した純水を満たした試料を作製した。図3に、試料の外観と解析モデルを示す。この試料を用いて自記分光光度計（UV-3150 島津製作所製）で正透過率を実測し、解析モデルを用いて光散乱解析で正透過率を予測した。解析による正透過率は、モデルに対して垂直に光子を照射したとき、その進行方向が変わらない、つまり、純水に分散した粒子に衝突しないでモデルを透過した光子を用いて計算した値である。

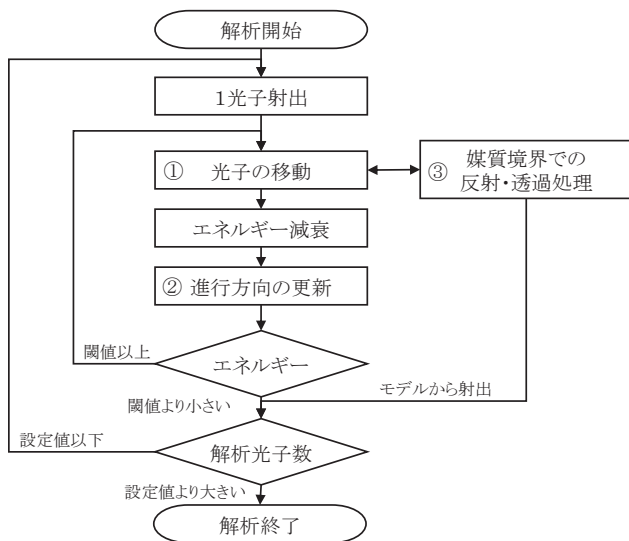


図1 光散乱解析のフローチャート

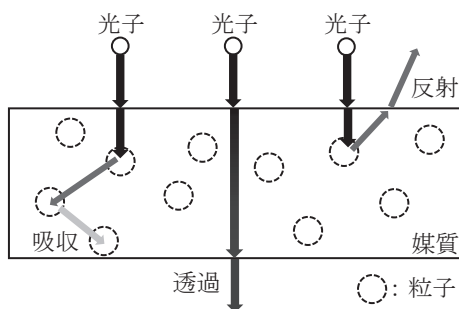


図2 光子の挙動のイラスト

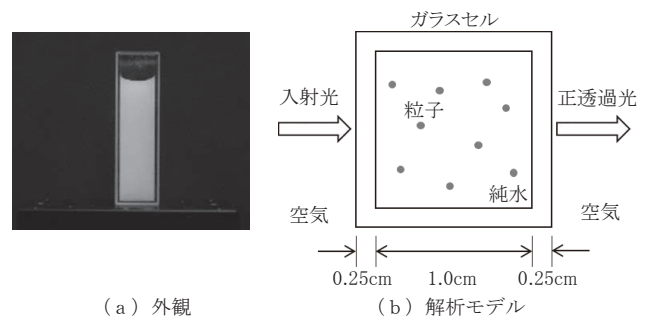


図3 試料

## 3 結果および考察

### 3.1 光散乱解析による正透過率の予測

図4に、光散乱解析の入力値として必要な、異なる粒子濃度で作製した試料の物性値を示す。図中 (a) の物性値一覧の中で、物質の複素屈折率は光源波長により異なるため、(b) および (c) に横軸を光源波長としたグラフで示す。複素屈折率とは、光がその物質を透過するときの速度に関する屈折率と、光がその物質を透過するとき吸収される度合いに関する消衰係数からなる物性値である。図5に、光散乱解析で予測した正透過率と、自記分光光度計で実測した正透過率を示す。図5において線で示す実測値は、光源の波長の増加に伴い正透過率も増加し、波長 0.9 $\mu$ m 付近から減少に転じている。これは、一般に波長が大

きくなるほど、粒子による散乱の影響は小さくなるが、図4 (b) に示すように純水の光の吸収に寄与する消衰係数が波長 0.9 $\mu\text{m}$  付近から大きくなるのが原因である。図5において記号で示す解析値は、実測値の増加から減少に転じる変化によく一致していることが確

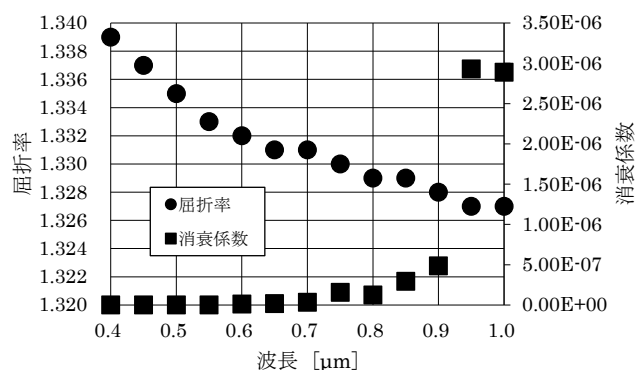
認できる。これより、光散乱解析が試料の正透過率の予測に有効であることが検証できた。

### 3.2 測定システムの光源波長の選定と検証

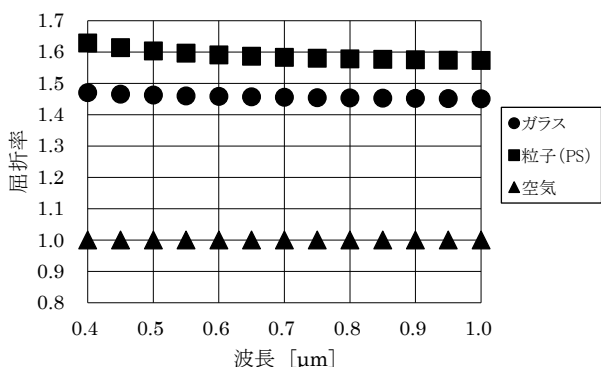
測定システムの光源波長を選定するため、図6の物性値を入力して光散乱解析を行った。光源波長の選定を目的としているため、図4と比較して、入力値の光源波長の範囲は2倍に拡大した。この解析結果を用いて、測定システムのSN比を考慮し正透過率1%を閾値として、1%以上を偏光計測可能領域、1%未満を偏光計測不可能領域に2分割する偏光計測の可否判定図を作成した(図7)。図5で見られた長波長領域での正透過率の低下は、図7でも確認できる。これも図6 (b) に示す長波長領域での純水の消衰係数の増加が原因である。図7より、波長 1.2 $\mu\text{m}$  付近の光源が、他の波長と比較して、粒子濃度が高くて1%以上の正透過率が得られるため、この解析モデルにおいて最適な光源波長と考えられる。

粒子径	203[nm]
光源波長	0.4~1.0[ $\mu\text{m}$ ]
粒子濃度	1 : $4.15 \times 10^{-5}$ 2 : $7.41 \times 10^{-5}$ 3 : $1.56 \times 10^{-5}$
物質の複素屈折率 <sup>3)</sup>	(b)、(c)参照

(a) 物性値一覧



(b) 純水の複素屈折率



(c) ガラス・粒子・空気の屈折率  
※ 消衰係数はゼロとする

図4 実測値との比較用光散乱解析の入力値

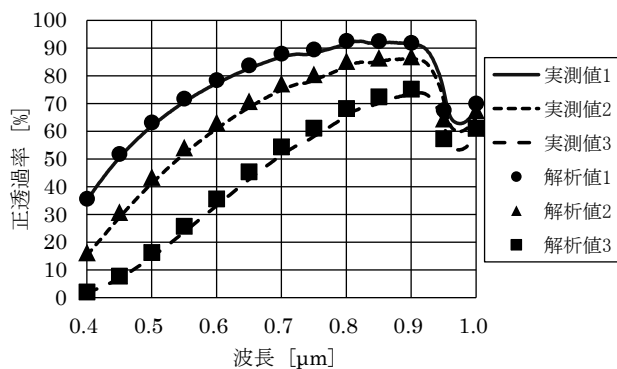
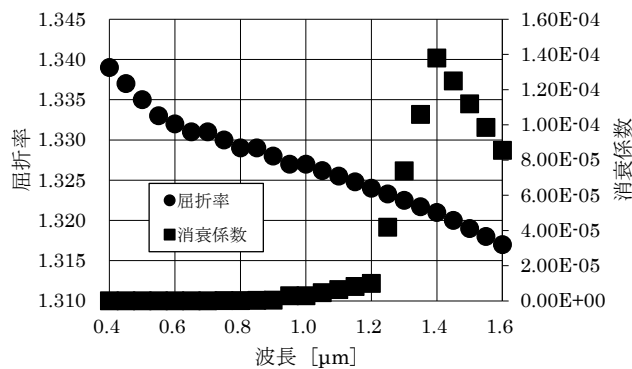


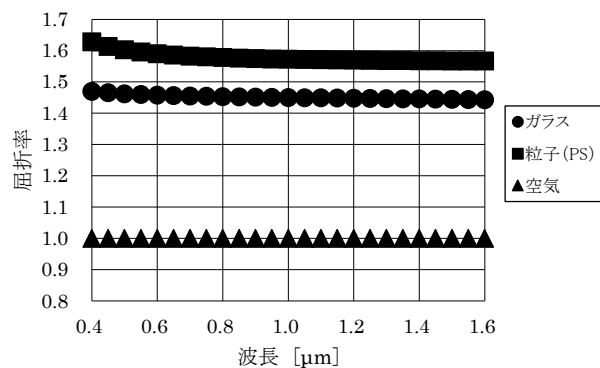
図5 実測値と解析値の比較

粒子径	203[nm]
光源波長	0.4~1.6[ $\mu\text{m}$ ]
粒子濃度	0.0001~0.01
物質の複素屈折率 <sup>3)</sup>	(b)、(c)参照

(a) 物性値一覧



(b) 純水の複素屈折率



(c) ガラス・粒子・空気の屈折率  
※ 消衰係数はゼロとする

図6 光源波長選定用光散乱解析の入力値

図7中、光源波長  $0.9\mu\text{m}$  において、可否判定の境界線付近となる偏光計測可能領域に属する粒子濃度  $0.002\text{m}^3/\text{m}^3$  の試料を作製し、試料内での光の散乱による偏光計測の影響を調べた。偏光計測は、図8の測定システムを用いて検光子回転法<sup>4)</sup>で行った。光源は波長  $910\text{nm}$  のLED照明、受光器は  $\text{NA}=0.045$  のテレセントリックレンズ (MML1-HR110 モリテックス製) と露光時間を制御できる取得画像サイズ  $640 \times 480$  のモノクロカメラ (XCD-SX910 ソニー製) を用いた。図9に、偏光計測した結果を検光子の角度毎の光量を極座標系でプロットしたグラフで示す。図9から、試料の有無によらず、偏光計測した8の字状の形状および傾きがほとんど変わらないことから、露光時間の増加による影響、および、試料内部の粒子による散乱光の影響をほとんど受けないことが確認できる。このことから、光散乱解析を用いて作成した偏光計測の可否判定図は測定システムの光源波長の選定に有効であることが検証できた。

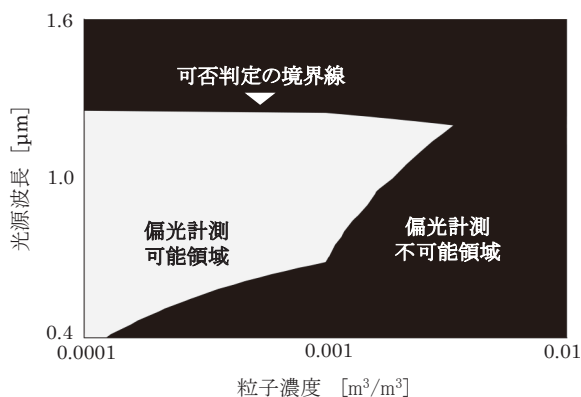


図7 偏光計測の可否判定図  
※閾値：正透過率1%

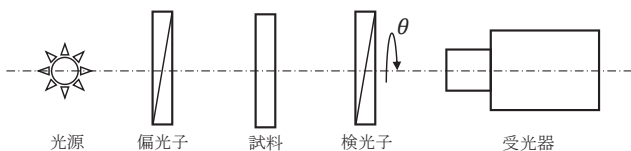


図8 測定システム

試料	なし	あり
露光時間	0.0625 [s]	1.0 [s]
取得画像の一枚		
光量波形		

図9 偏光計測結果

#### 4 まとめ

光散乱解析に必要な粒子径や複素屈折率などの物性値が用意できれば、偏光計測で重要な計測対象を正透過する光量の予測が可能であることを、ガラスセルに粒子が分散した純水を満たした試料の実測した正透過する光量と比較検証することで確認した。

物性値の一部を変数として光散乱解析で正透過する光量を予測することで、測定システムの光源波長の選定に応用できる偏光計測の可否判定図を作成することが可能となり、偏光計測可能領域に属する粒子濃度の試料を実測することで、この手法の有効性を確認した。

#### 参考文献

- 1) 高橋勉 他：「LCD／光学材料における偏光・複屈折の制御・測定と応用」，第1版（㈱技術情報協会，東京），pp.195-310（2008）.
- 2) Lihong Wang, Steven L. Jacques：Monte Carlo Modeling of Light Transport in Multi-Layered Tissues in Standard C, (1992).
- 3) M. N. Polyanskiy：Refractive index database. (<https://refractiveindex.info>).
- 4) 中楯末三 他：「学生実験のための検光子回転法による偏光測定」，東京工芸大学紀要 Vol.18 No.1, pp.17-27（1995）.

## 材料評価・解析のスキルアップに向けたサンプリングメソッドの開発（第2報）

材料科 吉岡正行 田光伸也 植松俊明 長田貴将 小粥基晴 伊藤芳典\*

Development of sampling methods for improving material evaluation and analysis skills  
(2nd Report).YOSHIOKA Masayuki, TAKOH Shinya, UEMATSU Toshiaki, OSADA Takahiro, OGAI Motoharu  
and ITOH Yoshinori

In recent years, the number of samples in complicated states and conditions has been increasing in the tests, analyses, technical consultations, and other activities requested by our center. The difficulty involved in preparing these samples is a matter of concern.

Because setting these samples in various test and analysis instruments can be difficult, it is not always possible to conduct an evaluation or analysis. Moreover, even if an evaluation or analysis can be performed, it may be extremely time inefficient in some cases.

Therefore, for materials such as these that are difficult to prepare, the authors aim to develop a preparation method that will allow samples for evaluation or analysis to be prepared efficiently and appropriately.

The authors have developed a number of methods that may be considered useful for various types of instrumental analysis, such as SEM and FT-IR, and various metal material tests.

These methods are currently being used in actual testing, analysis, and technical consultation services.

Keywords : difficult-to-preparing materials, preparing method, instrumental analysis, material test

近年、不良・不具合が発生した製品や、それに関与したと考えられる異物等の試料において、微小化や状態・状況が複雑化する傾向を示す「難サンプリング材」が増えている。それらは各種試験分析機器に導入やセッティングをすること自体が困難であることが多いため、評価・解析の実施に至らないケースや、実施が可能であったとしても、時間効率が極めて悪いケース等が懸案事項となっている。

そこで、これらの「難サンプリング材」に対して評価解析用の試料調製を効率的・効果的かつ適切に行うための「サンプリングメソッド」を開発することを目的とした。

初年度（第1報）<sup>1)</sup>から引き続き、電子顕微鏡、FT-IRなどの各種機器分析や金属材料試験等に有用と考えられる多数のメソッドを開発した。

それらのメソッドは実際の依頼試験・分析、技術相談業務に活用している。

キーワード：難サンプリング材、サンプリングメソッド、機器分析、材料試験

## 1 はじめに

材料の評価・解析において、一般に「試料調製」が適切でないと、取得データの信頼性・再現性・バラつき等に影響が出る。

しかし、当センターに持ち込まれる実際の依頼試験・分析や技術相談等においては、「試料調製」に

至らない案件がある。すなわち、不良不具合が発見された製品・部品の状態や状況が複雑化する傾向及び異物が微小化する傾向等、様々な事由を有する「調製が難しい試料」が増えている。それらの試料はそのままの状態では各種試験分析機器に導入することやセッティングをすることが不可能や困難であることが多

\* 現 産業イノベーション推進課



い。そのため、評価・解析の実施に至らないケースや、実施が可能であったとしても、時間効率が極めて悪いケース等が懸案事項となっている。

そこで本研究では、企業から持ち込まれる様々な事由を有する調製が難しい試料を、効果的・効率的かつ適切に調製する方法を開発（試作・試行・発案等）することを目的とした。

これにより、企業への支援体制の充実に向けた材料科職員における材料の評価・解析業務のスキルアップ・技術継承が実現できる。

## 2 方法

一般に、材料評価・解析で必要とされる試料調製には、①保持・固定系、②採取・抽出系、③切断・加工系など、様々な項目・カテゴリーが存在する。本研究内では便宜的にそれらをまとめて以下と定義・呼称する。

【試料調製 ⇒ サンプルング】

【調製が難しい試料 ⇒ 難サンプルング材】

【試料調製方法 ⇒ サンプルングメソッド】

### 2.1 メソッドを開発する難サンプルング材の例

2.1 (1) から 2.1 (4) に挙げる例に対応できるサンプルングメソッドを開発した。

#### (1) 保持・固定することが困難な例

①金属組織観察や EPMA（電子線マイクロアナライザー）分析のためには一般に試料を鏡面研磨する必要があるが、一つの試料内に評価対象面が複数あることから樹脂に包埋することができない金属試料

②歪（いびつ）な形状をしていて切断・加工もできず、機器の純正ホルダーに保持や固定ができない不定形金属試料

#### (2) 採取・抽出することが困難な例

①透明な袋に入れて持ち込まれた、1mm 以下のサイズで、砕けやすい（脆い）試料や粘着性のある異物試料

②異常磨耗したベアリングやボールネジなどの金属部品に残っている黒ずんだグリス中の金属磨耗粉や、異常摩耗を引き起こした可能性のある異物（砂・土等）といった固形物分の分析

その他にも、輸送機器部品等の狭幅部・底部にある異物や、軟質材の内部にめり込んでいる軟質異物等、このカテゴリーは難サンプルング材の種類が最も多い。

#### (3) 切断・加工することが困難な例

①小さい試料をさらに小さくする必要があるケース

②透明・半透明のプラスチックの深部に発見された微小異物を取り出すための切断加工が必要なケース

その他にも、ガラスや砂・土等の硬質・脆性物を削る必要があるケースもあり、加工に苦慮する場面は多い。

#### (4) その他の例

①セロハンテープ等に貼り付けられて持ち込まれた微小異物に付着した粘着剤を洗浄する必要があるケース

②金属の腐食に関する評価解析のための電気化学的促進腐食試験を高い再現性で実施したいケース

なお、これら以外にも、持ち込むことができない大きなもの（自動車のボディ・タイヤ、家屋の床・壁など）に付着している異物や、持ち込めたとしても、観察用の実体顕微鏡やマイクロスコープのステージに載せられないサイズのもの（数十mm 以上の自動車内装機器、樹脂成形品など）に付着している異物等、様々な種類のものがあるが、本報告では割愛する。

### 2.2 開発したメソッドの整理とデータベース化

本研究で開発する各メソッドは、それぞれ多種多様な「難サンプルング材」に対応し得るものであること、また材料科職員が共有して使用することを想定している。

そこで、職員それぞれが担当する実際の依頼試験・分析、技術相談業務において携わったサンプルングが難しい各種事案に対し、図1のフローに従い、①記入様式を作成（Excel ファイル: xls 形式）、② Sheet1 には、各事例について、概要や困難ポイント、現時点での対応、開発したメソッド（試作・試行・発案）内容

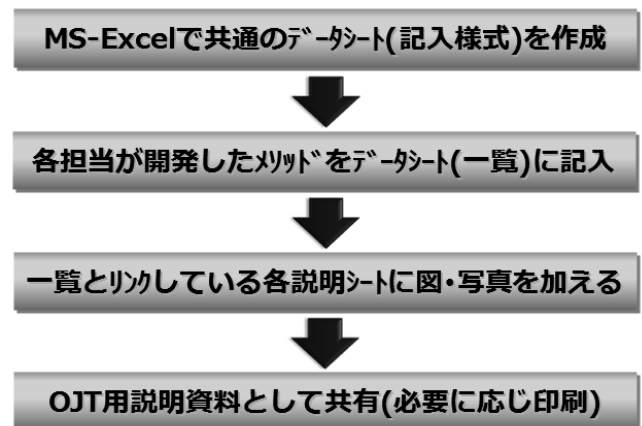


図1 難サンプルング材向けサンプルングメソッドのデータベース化のフロー



等を事例1件につき1行に入力（図2）、③ Sheet2 以降のシートには、②で入力した各事例が1件につき1枚の Sheet にリンクするように設定し、そこでは図や写真

を加えたデータベースとし（図3）、④ OJT 用説明資料として共有した。

整理番号	入力月日	事柄・懸案(タイトル)	内容・状況・詳細	困難ポイント	現時点のスキル&知識での対応内容と結果	トライ結果・提案等
42	2020/9/20	樹脂埋め込みせずに試料を鏡面研磨する方法	一つのサンプルについて2箇所以上の面の金属組織観察を行うため、種々の理由によりサンプルを樹脂に埋め込みたくないケースは多い。	これまでの「常識」から、不可能・困難と考えられていた。	サンプルを手で直接掴み、研磨を行っていた。当然ながら、キレイに研磨することは難しい。	所定の外径のアルミ製の厚手のパイプ状材料を切断し、側面にキップで貫通穴を開け、イモネジでサンプルを締め付けることができる保持ジグを作製した。これにより、自動研磨機もセットでき、高品質の研磨面を得ることができた。
43	2020/10/7	約20mm以下のサイズのサンプルのダイヤモンドソーによる切断を可能にする抑えジグ	小さくて硬い（ニッパーや金切りサミ等で切れない）等のサンプルを、さらに小さくすることが必要なケースがある。しかし、現有スキルと現有器具・機器だけでは極めて難しい。	砥石カッターの精密切断機のバイスで抑えられれば良いが、小さいものは難しい。暗い、切削液がかかって見づらい、またそもそも切削液をかけたくないケースがある。	こうしたケースにおいては、「ダイヤモンドソー」で切断するのが有効であり、現在はサンプルの端部をベンチで掴むようにして切断しているが、ブレる（真っ直ぐ切れない）、危険などリスクが大き。	ミニバイス2個を、木材を使用して作製した部品に取り付け、小さなサンプルを抑えながらダイヤモンドソーで切断できるジグを作製した。
44	2020/10/28	めっき治具	熱水めっきは浴温70℃以上で使用するため、めっき液の蒸発が激しく管理に手間がかかる。極板、試料、温度計の位置を決める治具が水蒸気で濡れる。また、通電を取るためのクリップが濡れて腐食する。	めっき液の蒸発を防ぐためラップを被せ、ある程度は蒸発を防ぐことができる。しかし、極板や試料との間の隙間を完全に塞ぐことが難しく、液量の減少やクリップの腐食が発生する。	セル、極板等がパッケージ化された市販品を用いれば解決するが、次のような問題点がある。 ・セルがベーカーに比べ非常に高価。 ・消耗するタイプの極板を事前に買い替える必要となり、ランニングコストが高い。 ・試料サイズに制限がある。	一般的なベーカーに合う蓋を、耐熱温度の高いポリエチレンで作製する。実験条件のバラつきを防ぐため、極板、温度計、試料位置を固定できるような加工を蓋に施す。
45	2020/10/28	透明・半透明のプラスチックの表面からやや内部に埋め込まれている異物の取り出し	透明・半透明中に黒、褐色、原色系等は、小さくても発見されやすい（目立つ）。	数mm以上の大きな異物であれば、切断工具で応答を切断すれば済むが、1mm以下のサイズでは困難。	相応しい工具が存在しない。尖刃刀で地面に削りながら掘り進んでいると、視界が悪くなり取り出しにくい。市販のカッターの刃は折れやすい。	フェーザー社製のナイフが有り、剛性が低い代わりに、通常の使用では有用ではないが、切れ味は鋭い。そこで、一方から刃を差入れスライスし、その端部に垂直に刃を入れスライス部分を除去する方法を繰り返すことで、異物を露出させることが可能となった。

図2 開発した方法を整理したExcelファイル（Sheet 1）のイメージ

整理番号	17
入力月日	2019/8/27
事柄・懸案(タイトル)	常温硬化樹脂の型からの安全・確実な取り出し
具現の難易度	C
利用の容易さ	S
【内容・状況・詳細】	硬化した樹脂を型から取り出す際にハンマー等を用いて叩いて取り出している。
【困難ポイント】	叩き方や力加減が実は難しく、樹脂もしくは型を破壊・破損させてしまうリスクがある。
【現時点での対応等】	樹脂を流し込む前に、通常は型内面へ離型剤を塗布するが、それを入念かつ丁寧にを行い、取り出す際も慎重に叩いて取り出すようにしている。
【トライ結果・希望・提案等】	試料を入れずに樹脂のみを固め、面取りをした「ガイド」「スモウサー」的なダミーを作製した。これを型から取り出したい樹脂に載せ、このダミーごとハンマーで叩くことで樹脂や型を破壊するリスクを限りなく減らすと同時に簡便に取り出すことを可能とした。
整理番号	17

図3 メソッドを整理したExcelファイルの各Sheet（Sheet 2以降）の例

### 3 結果

#### 3.1 保持・固定に関するサンプリングメソッド

(1) 樹脂埋め込みせずに試料を鏡面研磨する方法

従来、金属組織観察や EPMA 分析用に試料の評価・解析対象面を鏡面研磨しようとする、フェノール樹脂やエポキシ樹脂等のいわゆる熱硬化タイプや常温硬化タイプの包埋用樹脂に埋め込む必要がある。

しかし、試料を包埋したくないというニーズや同一試料の別の面の評価・解析も実施したいというニーズは多い。従来であれば1面だけ研磨をするか、試料を複数用意するか、試験後に包埋樹脂を切断あるいは破壊して試料を取り出し、再度試料調製する必要があった。

そこで、外径 32mm、内径 22mm のアルミ製の厚手のパイプ状材料を切断し、その側面に 4 方向からタップで貫通穴を開け、いわゆるイモネジで試料を締め付け押さえることができるジグを作製した (図4)。

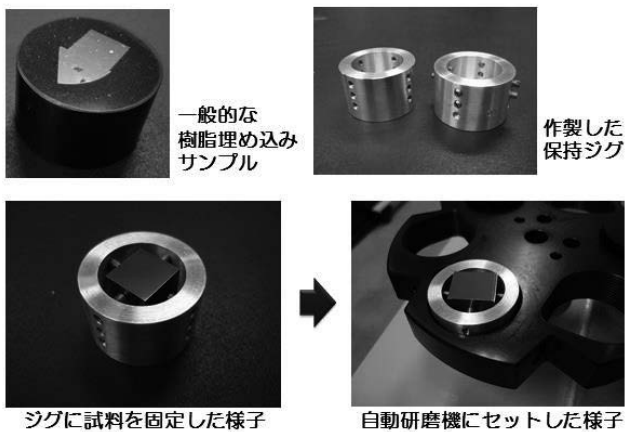


図4 開発したサンプリングメソッドの例①  
【樹脂埋め込み不要で試料を鏡面研磨する方法】

これを通常の包埋樹脂と同様に自動研磨機にセットし、通常の研磨を行うことで、評価・解析に適切な研磨面を得ることができる。その面の観察や評価・解析後に、容易に別の面の研磨や観察等が可能となる。

(2) 非薄板状試料・不定形試料のX線回折測定 (XRD) を可能にする方法

XRD 測定では一般に、試料はおよそ 15mm × 15mm (厚さ数 mm 程度) のサイズが必要となる。しかし、面積が十分に確保できないサンプルや、厚さを薄くできない、薄くしたくないというサンプルも多い。通常、試料裏面の左右端部を粘土で押さえることでホルダーに固定しているが、10mm × 10mm 以下のサイズでは粘土 (SiO<sub>2</sub>) の回折ピークが出てしまう、また厚さにして

3mm 以上や、不定形の試料になると粘土で押さえることができない。

そこで、専用サンプルホルダーの裏側にスライドガラスを任意に切断したガラス片を両面テープ等で貼り付け、「奥行き」を設けた (図5)。

これにより、サンプルの背中側に隠れるように付けた粘土を使って、裏側のガラス板に押しつけることで固定できるようにした。このメソッドであればほとんどの試料の XRD 測定が可能となる。

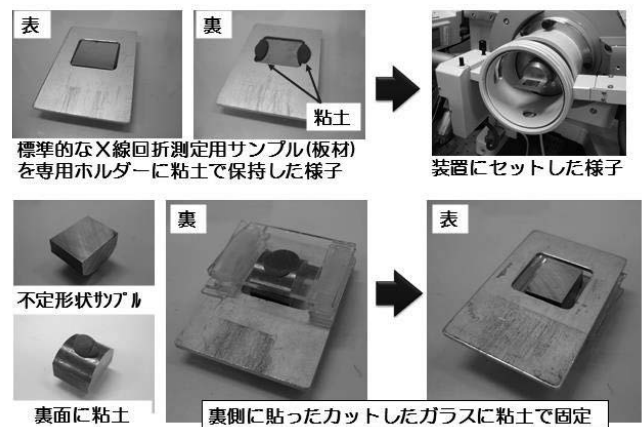


図5 開発したサンプリングメソッドの例②  
【非薄板状試料・不定形試料のX線回折測定 (XRD) を可能にする方法】

#### 3.2 採取・抽出に関するサンプリングメソッド

(1) 透明な袋内の微小異物の取り出し方法

透明な袋に入れて持ち込まれた1mm 以下の微小異物サンプルについて、取り出そうとする際に砕けてしまう脆いものや、袋の内面に付着してしまっているものなど、袋から取り出すことが難しい場合は多い。

実際の場面ではピンセットを使用するケースがあるが、ピンセットは原理・構造上、袋の奥のものは掴みづらい。また掴めたとしても袋から出すタイミングと、出した後に移動させるタイミングで微小異物を消失・紛失するリスクが高い。

そのため、袋の中でスパーテル等の先端部分に載せるなどして引き出している。しかしスパーテルの先端部分の厚さは細いスパーテルであっても厚く、小さな異物試料を載せることが難しい場合は多い。

そこで、スパーテルのヘラ側の端部付近に、ボール盤で微細なドリルを用いて数種の微小な径・深さのくぼみを設けたツールを作製した (図6)、実体顕微鏡観察下でこの穴に異物を載せた状態で袋側を引っ張

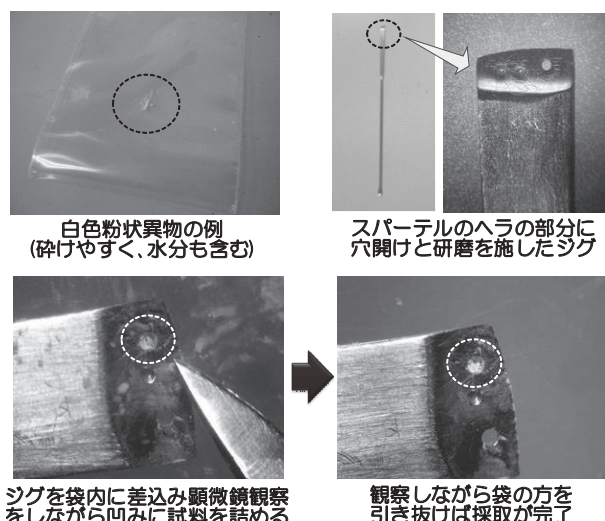


図6 開発したサンプリングメソッドの例③  
【透明な袋内の微小異物の取り出し方法】

れば、容易に取り出しは可能であり、消失・紛失リスクが顕著に低下する。

なお、本メソッドの応用として、「掴む」や「挟む」といった原理・機構ではなく、加工によって先端部分に穴・凹みを持たせた、「捕獲」を目的としたピンセットも発案した。

(2) ピンポイントフィルタリング方法

異常磨耗したベアリングやボールネジなどの金属部品に残っている黒ずんだグリス中の金属磨耗粉や、異常磨耗を引き起こした可能性のある異物（砂・土等）といった固形物分を分析するため、分離・抽出を要する場合がある。黒ずんだグリスをそのまま元素分析することも可能であるが、通常グリス割合が高いため、微量元素は検出されにくい。

固形物とグリスをフィルターを用いて吸引ろ過分離する場合、通常の方法ではろ紙全体に広がってしまうため極めて難しい。そこで、フィルターの中央φ数mm程度の範囲内に固形物を集めることを考えた。

まず、金属アルミニウム板をメンブレンフィルターとほぼ同じサイズ（φ38mm）に丸く切ったものを用意した。その中央付近にφ3mm程度の穴を開け、その上にメンブレンフィルターを乗せて、黒ずんだグリスを溶剤で希釈した液をフィルターの中央部分に少しずつ垂らして吸引ろ過を実施した。

図7のように、ほぼ中央付近に固形物を集めることができた。この後、実際のケースで固形物の元素分析を行ったところ、Si、Ca等の存在が確認され、砂・土の混入が示唆された。

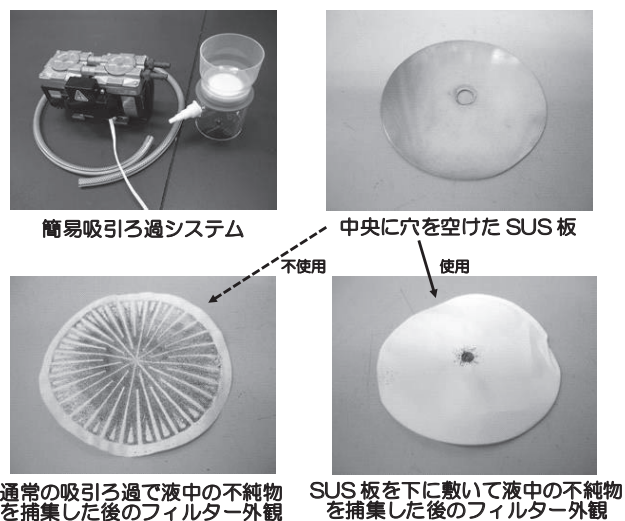


図7 開発したサンプリングメソッドの例④  
【ピンポイントフィルタリング方法】

3.3 切断・加工に関するサンプリングメソッド

(1) 約20mm以下のサイズの試料をバンドソーで安全・確実に切断する方法

ニッパーや金切バサミ等では切断が難しい硬い試料や、既に小さいために指で掴むことや保持することが難しい試料を、さらに小さくすることが必要な場合がある。

精密切断機のバイスで抑えることができれば切断は可能であるが、精密切断機はアクリル製のフードを被せて切削液をかけながら切断するため切断の様子は見えず、緻密な切断は難しい。また案件によっては切削液をかけたくない場合もある。

このような時は、「バンドソー」で切断するのが有効である。現在は試料の端部をペンチやプライヤーで掴んで切断しているが、真っ直ぐに切ることが難しいこと、また危険であることなどリスクが大きい。

そこで、市販のミニバイス2個を木材で作製した部品に取り付け、小さな試料を保持・固定できるジグを作製した（図8）。これをそのままジグごと前方に移動させることで、簡便・確実・安全に切断することが可能になる。

(2) 透明硬質プラスチック内部の微小異物採取用切断加工する方法

透明で硬いプラスチックの「内部」にある微小な異物を取り出して分析をするケースがある。異物が製品・部品の表面から数mm程度の部分に存在していれば、刃物系のツールを使って掘り出すことも可能である。しかし、異物が数mmよりも深い部分にある場合、取り出すために異物近傍までをニッパー等の工具類を使って加工しようとする、想定外の箇所割れが生じ



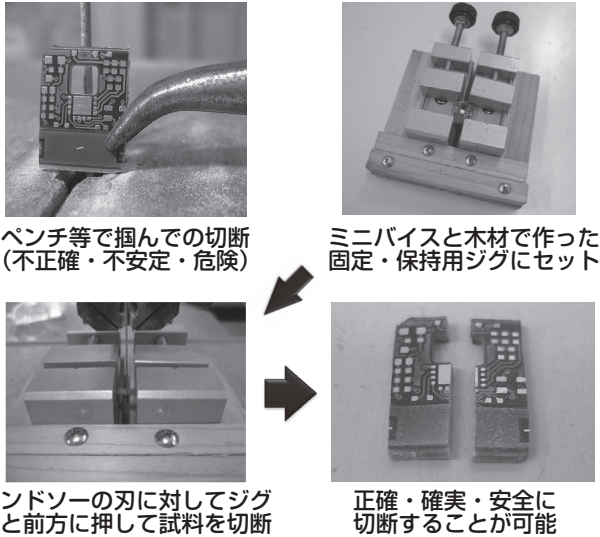


図8 開発したサンプリングメソッドの例⑤  
【約20mm以下のサイズの試料をバンドソーで安全・確実に切断する方法】

たり、異物を含んだ塊として飛散し、紛失してしまう恐れがある。

また、精密切断機やバンドソーでは微小異物の近傍までを確実に切断することには限界がある。

そこで、図9に示すように、実体顕微鏡、市販のミニルーター、簡易2軸ステージなどを組み合わせた顕微観察機能付き微小部トリミングツールを開発した。20

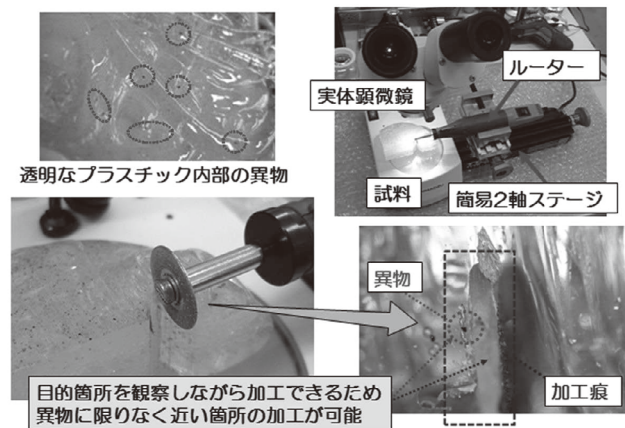


図9 開発したサンプリングメソッドの例⑥  
【透明硬質プラスチック内部の微小異物採取用切断加工する方法】

倍、又は40倍の倍率で観察しながら、回転するダイヤモンドホイールで異物の近傍までを切断加工できるので、容易に異物を取り出すことが可能になる。

### 3.4 その他の場面におけるサンプリングメソッド

(1) テープに貼り付けられて持ち込まれた微小異物

### の洗浄方法

200 $\mu$ m × 25 $\mu$ m 程度の繊維状物1本が持ち込まれた場合、FT-IR (フーリエ変換赤外分光分析) で、例えばポリエステル繊維やアクリル繊維は判別は容易である。

しかし綿か紙 (どちらもセルロース系)、またナイロン等のポリアミドかタンパク質 (ウール・シルクなど) を判別する必要がある場合には、セロハンテープの粘着剤 (天然ゴム系化合物) や、両面テープやシールなどの粘着剤 (アクリル樹脂系化合物) が付着していると、判別は困難になる。

繊維表面に付着した粘着剤をツール等を用いて刮げ落とすことができれば良いが、繊維1本を押さえることは難しく、切れてしまうこともある。

これまでは、実体顕微鏡による観察下で、粘着剤が付着した繊維状異物をスパーテルの先端部分の凹みに置き、そこにエタノールを滴下し、すすいだ後、分析していたが、熟練が必要な方法であるため汎用的ではなかった。

そこで、粘着剤が付着した繊維状異物を、一般的な市販のコンタクトレンズ洗浄・消毒液に附属しているフタ付きの「コンタクトレンズ消毒・保管用ケース」に入れ、そこにエタノールを少量垂らし、フタをしてそのまま超音波洗浄器に入れて洗浄する方法を開発した (図10)。これにより、熟練者で無くとも簡単に粘着剤を洗浄することが可能となる。

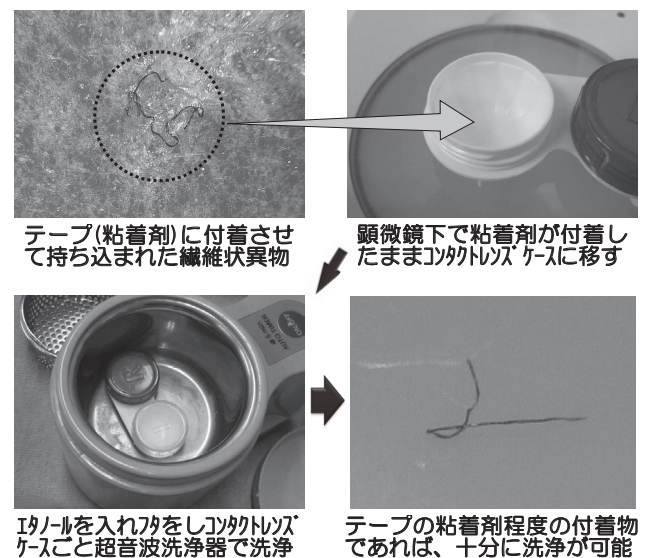


図10 開発したサンプリングメソッドの例⑦  
【テープに貼り付けられて持ち込まれた微小異物の洗浄方法】

【報告】

なお、これらのケースはPP（ポリプロピレン）製やABS樹脂（アクリロニトリル・ブタジエン・スチレン）製であることが多いことから、洗浄用の溶剤としてアセトンやシンナー等は使用しないことを推奨する。

(2) 電気化学的促進腐食処理を高い再現性で実施する方法

金属材料の腐食に関する評価解析のため、意図的に金属板試料に電気化学的促進腐食処理を施すケースがある。しかし、電気化学実験の多くは浴温 70℃以上で行うため、液の水分の蒸発が激しく、管理が難しい。

通常は、ビーカーにラップを被せることである程度は蒸発を防ぐことができるが、隙間を完全に塞ぐことは難しい。試料、電極、温度計の差し込み部分から水蒸気として漏れやすく、またそれにより通電のための金属クリップやクランプが腐食してしまう。

電極用の穴の空いたフタや電極板がパッケージ化された市販品を用いれば解決するが、極めて高価であ

る。また実験できる試料サイズに制限がある、電極間距離が決まってしまう等の問題がある。

そこで、耐熱温度の高い透明なポリエステル樹脂で一般的なビーカーに合うサイズのフタ状ジグを作製した。

これにより水分の蒸発や温度などの実験条件のバラつきを抑え、再現性の高い安定した試験が可能となる。透明であるため試料、電極板、温度計を所定の位置に固定できる（図 11）。

4 まとめ

電子顕微鏡やFT-IRなどの各種機器分析や金属材料試験、電気化学実験において、調製が難しい試料に対して有用と思われるサンプリングメソッドの開発（試作・試行・発案）を行った。

開発したサンプリングメソッドを活用して、従来実施不可能・困難であったケースに対しても対応できるようになり、所要時間も大幅に短縮した。

また、1つのメソッドが複数の案件で有用・有効となることから、これまで以上に多くの企業からの多種多様な依頼分析・技術相談への対応も可能となる。

既に一部のメソッドは実際の依頼試験・分析、相談業務に活用している。その適用と実践を通じて、メソッドの有用性の検証・ブラッシュアップ、さらに職員相互による使い勝手の検証・ブラッシュアップも続ける予定である。それにより、科内におけるメソッドの共有と技術継承も図ることができる。

参考文献

1) 吉岡正行 他：材料評価・解析のスキルアップに向けたサンプリングメソッドの開発（第1報），静岡県工業技術研究所研究報告，13，108-109（2020）。

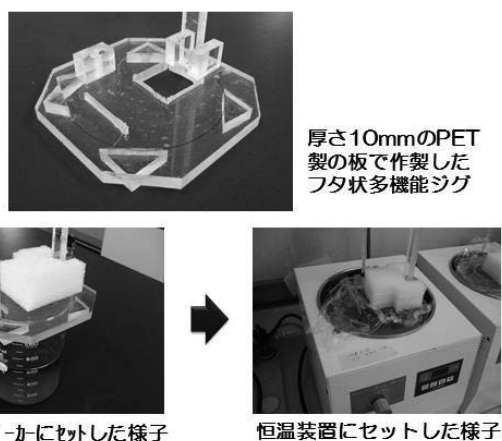


図 11 開発したサンプリングメソッドの例⑧【電気化学的促進腐食処理を高い再現性で実施する方法】



## X線回折による非破壊・非接触の硬さ測定 (第1報)

— 熱処理された鉄鋼材料の半価幅と硬さの関係 —

材料科 小粥基晴 植松俊明  
パルステック工業株式会社 内山宗久 寺本圭伸

### Non-destructive and non-contact measurement of hardness by X-ray diffraction (1st Report)

— Relationship between the half value breadth and the Vickers hardness of  
heat-treated steel materials —

OGAI Motoharu, UEMATSU Toshiaki, UCHIYAMA Munehisa and TERAMOTO Yoshinobu

The hardness of steel materials is one of the most important features in an evaluation of mechanical properties. The Vickers hardness test or the Rockwell hardness test are mainly used for hardness measurements. Non-destructive and non-contact hardness measurements are required in the performance of quality control for steel products.

In this paper, the authors investigate the relationship between the half value breadth (HVB) and the Vickers hardness for heat-treated steel to evaluate the reliability of hardness measurements by X-ray diffraction.

The results obtained in this investigation are as follows.

(1) Coarse grain increased the dispersion of the HVB within the Debye ring. (2) The range of the HVB was larger for the quenched specimen than it was for the tempered specimens and the as-received specimens. (3) There was an inflection point in the relationship between the HVB and Vickers hardness. The approximate equation was different when the HVB was wider or narrower than the inflection point. (4) The proposed method could be used to estimate the Vickers hardness from the HVB by obtaining the approximate equation for each steel type.

Keywords : Steel, Vickers hardness, Half value breadth, Dispersion of the half value breadth, The relation between the half value breadth and hardness

鉄鋼材料の硬さは、機械的特性において重要な指標のひとつで、主にビッカース硬さ試験やロックウェル硬さ試験が利用されている。これらの試験は試料調製で製品を破壊してしまうことや測定面に圧痕が残ることが課題として挙げられる。そのため、非破壊の硬さ測定としてX線を利用する方法が検討されている。これは、試料表面にX線を照射し、回折により得られた半価幅から硬さを算出するため、非破壊での測定が可能である。しかし、本手法による硬さ測定は、測定値の信頼性に関する報告が少ない。そこで、本研究では、本手法による硬さ測定の信頼性を確認するために、種々の鉄鋼材料を用いて半価幅と硬さの関係を評価した。

半価幅の測定は、2次元検出器を搭載した装置を使用したため、回折したX線はリング状（以下、デバイリング）に検出された。デバイリングは、熱処理された材料で均一な形状、受け取りのまま材で不均一な形状であった。不均一なデバイリングから算出された半価幅は、ばらつきが大きかった。

半価幅は、鉄鋼材料のビッカース硬さが高くなると、広くなった。また、鋼種や金属組織により半価幅とビッカース硬さの関係が異なるものの、いずれの鉄鋼材料も関係式で表現することができた。以上から本手法は、鋼種や熱処理を限定すれば、半価幅から硬さの算出が可能であることが分かった。

キーワード：鉄鋼材料、ビッカース硬さ、半価幅、半価幅のばらつき、半価幅とビッカース硬さの関係

## 1 はじめに

鉄鋼材料の硬さは、機械的特性において重要な指標であるため、熱処理を施した製品の品質管理や製品開発で欠かせない試験のひとつとなっている。通常、硬さ試験には、ロックウェル硬さ試験やビッカース硬さ試験が利用されている。これらの試験は、試験片に所定の荷重をかけて圧子を押込み、測定面についてくぼみの大きさや深さから硬さを算出している。正しく試験を行うためには、測定面が、圧子軸に垂直でなければならない、切断や研磨などの試料調製が必要となる場合がある。よって、部品は、試験後に破壊されて使用できないことや試験までに時間がかかることなどの欠点がある。

そのため、非破壊、非接触、短時間の硬さ測定として X 線を利用する方法が検討されている<sup>1-3)</sup>。鉄鋼材料に X 線を照射し、回折現象によって得られたスペクトルのピーク強度の 1/2 となる 2 点を結んだ幅 (図1) (以下、半価幅) は、硬さと関係があることが知られて

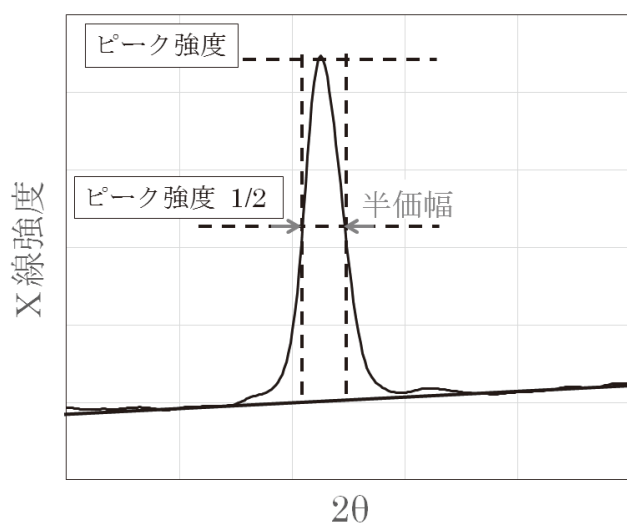


図1 X線スペクトルから算出される半価幅

いる。近年、2次元検出器を利用して短時間で半価幅を測定できる装置が市販されたことから、この関係を利用した硬さ測定の実用化が期待されている。本手法による硬さ測定を実用化するためには、軟質材から硬質材まで幅広い鉄鋼材料の硬さを測定できることが求められる。しかし、本手法を多くの鋼種で検討した報告は少なく、測定値の信頼性に関するデータが不足している。そこで、本研究では、X線回折による硬さ測定の信頼性を確認するため、種々の鉄鋼材料を用いて、金属組織による半価幅の変化や半価幅と硬さの関係性について評価した。

## 2 実験方法

使用した鉄鋼材料及び JIS で規定された化学成分を表1に示す。各鉄鋼材料は、φ 20mm × L 200mm に加工した後、850℃ × 0.5h で加熱し油冷で焼入れした。硬さを調整するために焼入れ材から、L 10mm の円柱を切り出し、200℃から 600℃の間の 100℃ごとの温度で2h 焼戻した。焼戻した鉄鋼材料は、熱処理による脱炭層などの影響を除去するため、軸方向の中央 (L 5mm) を砥石で切断した。また、焼入れ材と受け取りのまま材も焼戻し材と同様のサイズに切断した。切断後の材料は、切断した面が測定面となるように、樹脂に埋め込み、バフ研磨し、これらを試験片とした。ここで各試験片は、焼入れ材を Q、焼戻し材を T- 焼戻し温度、受け取りのまま材を AR とし、材質名に下付けして表記する。(例 300℃で焼戻した SCM420 を SCM420<sub>T-300</sub> とする)

金属組織試験は、SCM420 及び SCM440、SK105、SUJ2 の焼入れ材、600℃焼戻し材、受け取りのまま材を5%ナイトールで腐食し、金属顕微鏡 MA200 (株ニコン) を使用して、実施した。

表1 化学成分

Steel	C[%]	Si[%]	Mn[%]	P[%]	S[%]	Cr[%]	Mo[%]
SCM420	0.17~0.23	0.15~0.35	0.55~0.90	~0.030	~0.030	0.85~1.25	0.15~0.35
SCM440	0.37~0.44	0.15~0.35	0.55~0.90	~0.030	~0.030	0.85~1.25	0.15~0.35
SK105	1.00~1.10	~0.35	~0.50	~0.030	~0.030	-	-
SUJ2	0.95~1.10	0.15~0.35	~0.50	~0.025	~0.025	1.30~1.60	-

半価幅の測定には、写真1に示す可搬型 X 線残留応力測定装置  $\mu$ -X360s (パルステック工業株) を用いた。装置の仕様を表2に示す。測定ユニットは、X 線が試料表面に対して、垂直に入射できるように姿勢を固定し、X 線の発生部と測定面の距離を30mmとした。X 線のコリメータ径は、 $\phi$  1mmとし、このときの X 線の照射領域は  $\phi$  2mm 程度であった。1回の測定における X 線照射時間は、6 ~ 15 秒とした。測定ユニットから照射された X 線は、測定面で回折し、2次元検出器で図2に示すようにリング状に検出される (以下、リング状に回折された X 線をデバイリングとする)。デ

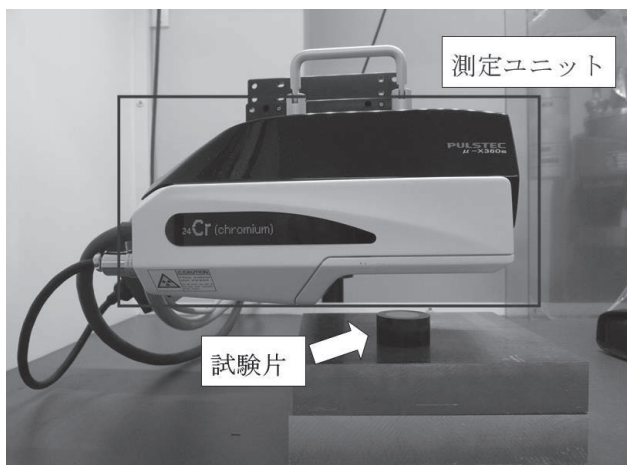


写真1 X線残留応力測定装置

表2 装置の仕様

X線	管球	Cr
管電圧		30kV
管電流		1.5mA
回折面		(211)

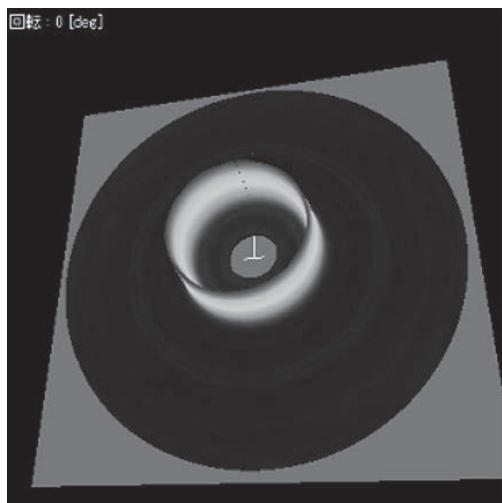


図2 デバイリング

バイリングは、図3に示すように X 線スペクトルの集合体であり、500 点のスペクトルを同時に表示している。半価幅は、それぞれのスペクトルから算出された 500 点の平均値を測定結果とした。半価幅の測定位置は、各試験片の任意の5箇所とした。また、SCM440 及び SUJ2 は、同一箇所において5回連続で繰り返し測定も行った。

ビッカース硬さ試験は、微小硬度計 FM-ARS9008 (株)フューチュアテック) を使用し、荷重 2.942N (300 gf) で、各試験片の任意の5箇所を測定した。

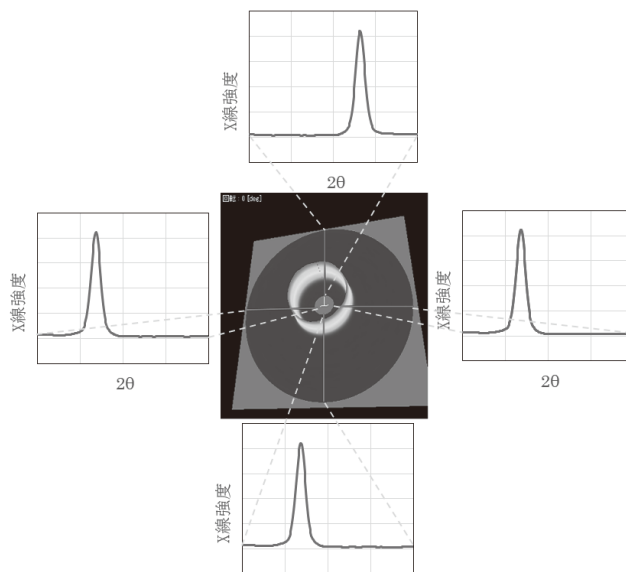


図3 X線回折によるスペクトル及びデバイリング

### 3 結果および考察

#### 3.1 半価幅に及ぼす金属組織の影響

SCM420、SCM440、SK105、SUJ2 の受け取りのまま材、焼入れ材、600°C 焼戻し材の金属組織を図4に示す。受け取りのまま材では、SCM420<sub>AR</sub> 及び SCM440<sub>AR</sub> は、いずれもフェライトと層状のパーライトの混合組織で、SCM420<sub>AR</sub> の方が SCM440<sub>AR</sub> よりもパーライト量は少ない。炭素量が多い SK105<sub>AR</sub> 及び SUJ2<sub>AR</sub> はそれぞれフェライトと炭化物であった。焼入れを行うことで、SCM420<sub>Q</sub> は少量のマルテンサイトとベイナイトの混合組織、SCM440<sub>Q</sub> はマルテンサイトと少量のベイナイトの混合組織、SK105<sub>Q</sub> 及び SUJ2<sub>Q</sub> はマルテンサイトと未溶解炭化物の混合組織になった。本研究では、鋼種によらず焼入れ条件を同一にしたことから、SCM420 では、冷却速度がマルテンサイトに変態するためには不十分となり、少量のマルテンサイトとベイナ



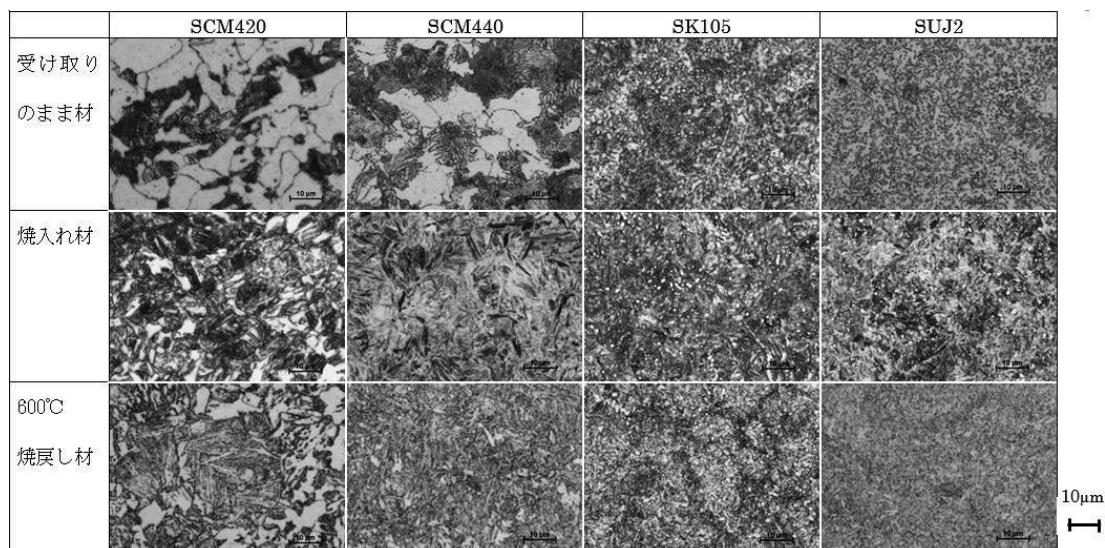


図4 熱処理による金属組織の変化

イトの混合組織となった。また、SK105 及び SUJ2 では、オーステナイトと炭化物の2相域から焼入れしたことで未溶解炭化物が残留した。600°C焼戻しを行うことで、SCM420<sub>T-600</sub> はフェライトと炭化物の混合組織、SCM440<sub>T-600</sub> がソルバイト、SK105<sub>T-600</sub> はソルバイトと微細パーライトと未溶解炭化物、SUJ2<sub>T-600</sub> はソルバイトと未溶解炭化物の混合組織になった。

次に鉄鋼材料の代表的な金属組織であるマルテンサイト、ソルバイト、パーライト、フェライトが含まれる SCM440 及び SUJ2 について、デバイリング及び半価幅の評価を行った。図5に各試験片の任意の1箇所を測定した時のデバイリングを、表3に半価幅の平均値及び標準偏差、変動係数を示す。半価幅の平均値及び標準偏差、変動係数は、1つのデバイリングに存在する 500 点の X 線スペクトルから算出した。

受け取りのまま材のデバイリングの形状は、SCM440 及び SUJ2 とともに斑点状であった。焼入れ材は、各試験片ともデバイリングの形状が均一となり、受け取りのまま材と比較してデバイリングの幅は広がった。600°C 焼戻し材も焼入れ材と同様にリング形状は均一であったが、各試験片とも焼入れ材よりもデバイリングの幅は狭くなった。これらのことから熱処理を行うことでデバイリングの形状及び幅が大きく変化することが分かった。

受け取りのまま材のデバイリングの形状が斑点状になった要因として、フェライトやパーライトの結晶粒が 15µm 程度であったことから、X 線を照射した領域の回折に寄与した結晶が減少したことが挙げられる。また、熱処理を行うことでマルテンサイト変態時に結晶が微

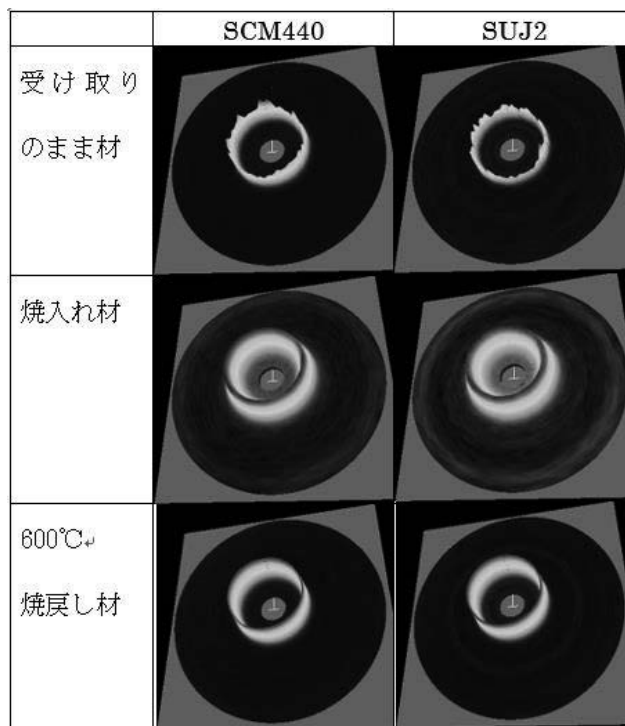


図5 SCM440 及び SUJ2 のデバイリング

表3 熱処理による半価幅の変化

試験片名	半価幅		
	平均値 [deg]	標準偏差 [deg]	変動係数
SCM440 <sub>AR</sub>	2.48	0.079	0.032
SCM440 <sub>Q</sub>	6.40	0.095	0.015
SCM440 <sub>T-600</sub>	2.73	0.013	0.005
SUJ2 <sub>AR</sub>	2.33	0.160	0.069
SUJ2 <sub>Q</sub>	7.46	0.113	0.015
SUJ2 <sub>T-600</sub>	2.72	0.026	0.010

細化するとともに多くのひずみが結晶内部に発生したことで、デバイリングは均一で幅が広くなり、焼戻し時に結晶の回復や再結晶が起こることでひずみが減少し、デバイリングは均一のまま、幅が狭くなったと考えられる。

各試験片のデバイリングから算出された半価幅の平均値は、SCM440<sub>AR</sub>で2.48deg、SCM440<sub>Q</sub>で6.4deg、SCM440<sub>T-600</sub>で2.73deg、SUJ2<sub>AR</sub>で2.33deg、SUJ2<sub>Q</sub>で7.46deg、SUJ2<sub>AR</sub>で2.72degとなった。いずれの材料も焼入れ材の半価幅が最も広く、600℃焼戻し材、受け取りのまま材の順に狭くなった。各スペクトルから算出された500点の半価幅の変動係数は、600℃焼戻し材が小さく、焼入れ材と受け取りのまま材が大きくなる傾向であった。ここで変動係数が大きくなった

SCM440<sub>Q</sub>及びSCM440<sub>AR</sub>のピーク強度と半価幅の関係を図6に示す。SCM440<sub>Q</sub>では、半価幅にばらつきがみられるが、ピーク強度による傾向は見られない。一方、SCM440<sub>AR</sub>では、ピーク強度が上昇すると半価幅は、減少する傾向が見られた。このことから、SCM440<sub>AR</sub>のようにデバイリングが斑点状になる金属組織では、ピーク強度によって半価幅が変化することが分かった。

次に繰り返し測定を行ったときの半価幅のばらつきを評価するために同一箇所を連続で5回測定したときと、任意の5箇所を測定したときの半価幅の範囲（最大値-最小値）及び平均値を求めた結果を表4、表5に示す。同一箇所を測定したときの半価幅の範囲は、SCM440<sub>Q</sub>で0.03degであった。その他の試験片

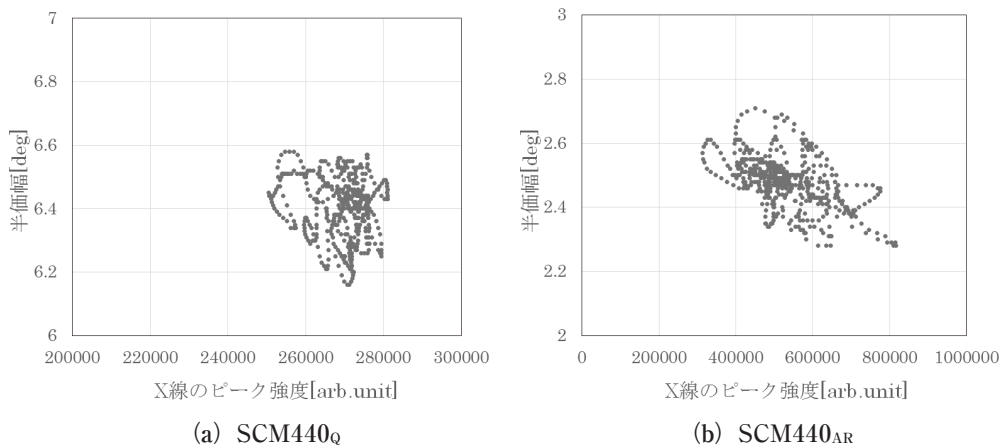


図6 X線のピーク強度と半価幅の関係

表4 同一箇所を5回測定した半価幅の測定値及びその平均値と範囲

試験片名	測定回数					平均値	範囲 (最大値-最小値)
	1	2	3	4	5		
SCM440 <sub>AR</sub>	2.48	2.48	2.49	2.49	2.49	2.49	0.01
SCM440 <sub>Q</sub>	6.53	6.54	6.55	6.55	6.56	6.55	0.03
SCM440 <sub>T-600</sub>	2.73	2.73	2.73	2.72	2.72	2.73	0.01
SUJ2 <sub>AR</sub>	2.32	2.31	2.32	2.32	2.32	2.32	0.01
SUJ2 <sub>Q</sub>	7.53	7.54	7.54	7.53	7.53	7.53	0.01
SUJ2 <sub>T-600</sub>	2.72	2.72	2.71	2.71	2.72	2.72	0.01

表5 5箇所を測定した半価幅の測定値及びその平均値と範囲

試験片名	測定回数					平均値	範囲 (最大値-最小値)
	1	2	3	4	5		
SCM440 <sub>AR</sub>	2.53	2.54	2.54	2.53	2.51	2.53	0.03
SCM440 <sub>Q</sub>	6.46	6.27	6.45	6.28	6.47	6.39	0.20
SCM440 <sub>T-600</sub>	2.72	2.73	2.71	2.72	2.72	2.72	0.02
SUJ2 <sub>AR</sub>	2.32	2.34	2.36	2.31	2.32	2.33	0.05
SUJ2 <sub>Q</sub>	7.42	7.43	7.44	7.40	7.45	7.43	0.05
SUJ2 <sub>T-600</sub>	2.72	2.73	2.69	2.71	2.70	2.71	0.04



表6 各試験片のビッカース硬さ

試験片名	ビッカース硬さ [HV]					範囲 (最大値-最小値)	
	平均値	測定回数					
		1	2	3	4		5
SCM440 <sub>AR</sub>	188	184	190	187	194	186	10
SCM440 <sub>Q</sub>	628	641	630	633	611	623	30
SCM440 <sub>T-600</sub>	304	323	292	300	301	307	31
SUJ2 <sub>AR</sub>	188	183	192	198	183	182	16
SUJ2 <sub>Q</sub>	773	780	761	766	775	780	19
SUJ2 <sub>T-600</sub>	300	295	300	295	297	311	16

は、鋼種によらず 0.01deg となり、小さい値であった。任意の5箇所を測定したときの半価幅の範囲は、同一箇所を測定したときと同様に SCM440<sub>Q</sub> で 0.20deg と大きくなり、同一箇所の7倍程度となった。その他の試験片における両者の差は、0.05deg 以下であった。

ここで半価幅の繰り返し測定を行った各試験片について任意の5箇所を測定したビッカース硬さの平均値及び範囲を表6に示す。ビッカース硬さの平均値は、受け取りのまま材では SCM440<sub>AR</sub>、SUJ2<sub>AR</sub> ともに 190HV 程度であった。焼入れを行うことで、SCM440<sub>Q</sub> は 630HV 程度、SUJ2<sub>Q</sub> で 770HV 程度までビッカース硬さは上昇し、600℃焼戻しによって SCM440<sub>T-600</sub>、SUJ2<sub>T-600</sub> ともに 300HV 程度に低下した。ビッカース硬さの範囲は、SCM440<sub>AR</sub> が最小で 10HV、SCM440<sub>Q</sub> 及び SCM440<sub>T-600</sub> が最大で 30HV であった。よって同一箇所を繰り返し測定するよりも測定位置を変えたときの方が半価幅の範囲が大きくなったのは、測定位置で硬さの異なる金属組織となっていたためと考えられる。以上のことから、半価幅は、金属組織のばらつきや結晶粒サイズによって、ばらつきが大きくなる懸念はあるものの、本研究で使用した装置では、コリメータによって X 線の照射領域を制限しているため、ビッカース硬さやロックウェル硬さと同様に微小領域の硬さ測定の使用に期待できることが分かった。

### 3.2 半価幅とビッカース硬さの関係

各試験片の半価幅とビッカース硬さの関係を図7に示す。図中のプロット点は、半価幅が広いものが焼入れ材で、焼戻し温度の上昇とともに狭くなり、最も狭いものが受け取りのまま材を示している。ビッカース硬さは、鋼種によらず、半価幅が広くなるとともに高くなった。また、半価幅が 2.8deg 付近に変曲点がみられ、変曲点の前後で鋼種ごとに線形近似を行った。変曲点より半価幅が広い領域における各鋼種の近似式を (1) から (4) に示す。

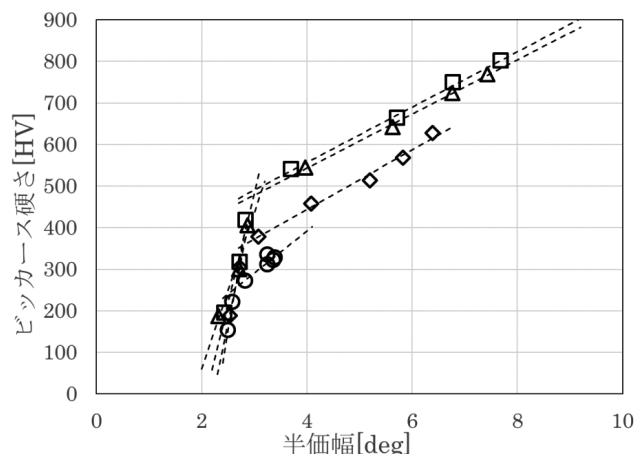


図7 半価幅とビッカース硬さの関係

○ : SCM420、◇ : SCM440、△ : SUJ2、□ : SK105

SCM420:

$$\text{ビッカース硬さ (HV)} = 101[\text{半価幅 (deg)}] - 12 \quad (1)$$

SCM440:

$$\text{ビッカース硬さ (HV)} = 72[\text{半価幅 (deg)}] + 157 \quad (2)$$

SK105:

$$\text{ビッカース硬さ (HV)} = 65[\text{半価幅 (deg)}] + 283 \quad (3)$$

SUJ2:

$$\text{ビッカース硬さ (HV)} = 67[\text{半価幅 (deg)}] + 291 \quad (4)$$

半価幅の広い領域から得られた関係式の第1項の係数は SCM420 のみが高い値を示したが、その他の鋼種は 70 程度であった。上述したように本研究の焼入れ条件では SCM420 は不完全な焼入れとなり 200℃ から 400℃ の焼戻しを行っても金属組織及び硬さに明瞭な変化が起きなかった。これによって、硬さと半価幅の測定値がそれぞれ 320 ± 15HV 程度、3.3 ± 0.1deg 程度の位置に集中してしまったことで正しい関係式を求められなかったと考えられる。切片の値は、SCM420、SCM440、SK105、SUJ2 の順で大きくなっており、炭素量が多いものほど、高い値を示した。

次に、変曲点より半価幅が狭い領域における各鋼

種の近似式を (5) から (8) に示す。

SCM420:

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 751[\text{半価幅 (deg)}] - 1728 \quad (5)$$

SCM440:

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 613[\text{半価幅 (deg)}] - 1362 \quad (6)$$

SK105:

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 530[\text{半価幅 (deg)}] - 1108 \quad (7)$$

SUJ2:

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 375[\text{半価幅 (deg)}] - 691 \quad (8)$$

半価幅が狭い領域から得られた関係式は、いずれの鋼種でも半価幅の広い領域と比較して第1項の係数が大きくなり、半価幅に対するビッカース硬度の変化が大きくなった。ただし、SK105 及び SUJ2 の第1項の係数は、SCM420 及び SCM440 と比較し、低い値を示し、鋼種によって数値に差がみられた。また、切片は、炭素量が多くなると値が大きくなる傾向が見られた。しかし、各鋼種で半価幅が最も狭い受け取りのまま材のデバイリングは、いずれも斑点状となっており、半価幅にばらつきがある状態であった。そこで、半価幅が変曲点よりも狭い領域において、受け取りのまま材を除外したときの半価幅とビッカース硬度の関係を図8に示す。半価幅とビッカース硬度の関係から式(9)を得られ、鋼種よらず、ひとつの線形の近似式で表すことができた。

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 725[\text{半価幅 (deg)}] - 1728 \quad (9)$$

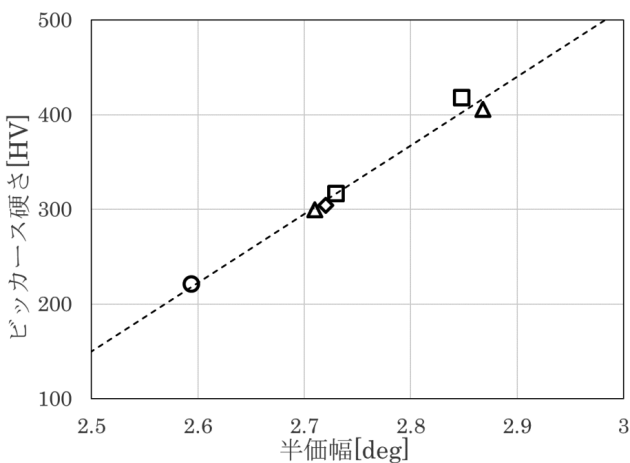


図8 受け取りのまま材を除いた半価幅とビッカース硬度の関係

○ : SCM420、◇ : SCM440、△ : SUJ2、□ : SK105

以上のことから、半価幅が広い領域において、半価幅からビッカース硬度を算出する場合には、鋼種ごとに関係式が異なることから、予め測定対象となる鋼種で関係式を作成する必要があることが分かった。また、デバイリングが不均一になる金属組織をもつ試験片を測定する場合には、得られた半価幅にばらつきが生じるため測定値の信頼性には注意が必要となる。

#### 4 まとめ

本研究では、金属組織による半価幅の変化や半価幅と硬度の関係性について評価を行い、以下のことが得られた。

- (1) 半価幅は、金属組織の結晶粒サイズが大きくなると、デバイリングが不均一になり、500 点の半価幅のばらつきが大きくなった。
- (2) 同一箇所を繰り返し測定したときの受け取りのまま材の半価幅の範囲は、デバイリング全体を利用することで焼戻し材と同程度になった。
- (3) 半価幅とビッカース硬度の関係は、いずれの鋼種も変曲点が存在し、変曲点の前後で関係が異なった。
- (4) 変曲点よりも半価幅が広いときは、鋼種により関係式の切片が異なるため、事前に測定する鋼種で関係式を作成することで、本手法による硬度測定が可能になると考えられた。
- (5) 変曲点よりも半価幅が狭いときは、受け取りのまま材を除外することですべての鋼種がひとつの関係式で表すことができた。ただし、デバイリングが不均一になる金属組織をもつ試験片を測定する場合に注意が必要であることが分かった。

#### 参考文献

- 1) 鷲合滋樹 他 : X 線回折による焼入れ鋼の表面硬度評価 . 材料試験技術協会誌, 61(2), 68-73(2016).
- 2) 小峰克朗 他 : 焼入焼もどしされた鋼材料の半価幅とかたさの対応について . 日本材料学会 (材料), 26 (280), 24-30 (1976).
- 3) 栗田政則 他 : X 線回折による焼入れ鋼の硬度測定 . 日本材料学会 (材料), 34 (379), 91-97 (1985).

## 計測用 X 線 CT の精度評価

機械電子科 針幸達也\* 岩澤 秀\*\* 長津義之 渥美博安

## Measurement accuracy evaluation for X-ray CT

HARIKO Tatsuya, IWASAWA Shigeru, NAGATSU Yoshiyuki and ATSUMI Hiroyasu

Keywords : X-ray CT, Measurement accuracy evaluation

寸法計測のための装置は様々ある。そのひとつにX線CTがある。X線CTによる計測は接触式の三次元測定機や光学式形状測定機では測定できない深い穴や高いフィン形状、複雑な形状も測定可能である。X線CTによる寸法計測はいかに正しい三次元像を得るかが非常に重要である。そこで撮影条件を変えた時のX線CTの計測精度の違いを検証した。解析には2つの誤差発生モデルを想定した。

キーワード : X 線 CT、計測精度評価

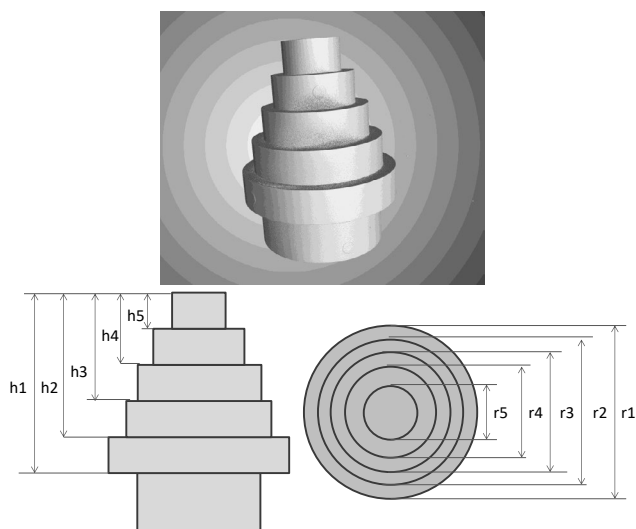
## 1 背景

X線CTによる寸法計測は撮影後にコンピュータによって再構成された三次元モデルから寸法を計測するため、接触式の三次元測定機や光学式の形状測定機では計測できない深い穴や高いフィン形状も計測可能である。しかし実際の物を測っていないので、いかに撮影によって正しい三次元像を得るかが非常に重要である。そこでX線CTによる寸法計測において、撮影条件を変えたときの真値からのずれ(偏差)とばらつきを検証した。

## 2 方法

評価対象は図1に示したとおり、径の異なる円筒が積み重なっている。各円筒の直径、最上面からの面間距離の10項目を計測し、評価した。

評価項目の真値は接触式の三次元測定機での計測値とした。被写体の姿勢(斜め、垂直)、撮影枚数(1080枚、1440枚)、撮影モード(クイック、クオリティ)、X線用フィルター(フィルター無し、2mmの鉄)を変えてX線CT装置(YXLON FF35CT METROLOGY)で撮影し3次元像を得た。この像を用い直径、面間距離を計測し偏差とそのばらつきを調査した。



測定箇所はh1からh5、r1からr5の10箇所

図1 評価対象

## 3 結果

初めに寸法によらず偏差は均一に発生すると想定し、各寸法における偏差の平均を求め評価した。

この想定に基づいた結果を図2に示す。被写体の姿勢、フィルターの有り無しは水準が変わると偏差の平均が大きく変わり、偏差に対し寄与が大きいことが分かった。

次に寸法の大きさによる偏差とそのばらつきを調べ

\* 現 繊維高分子材料科

\*\* 現 工業技術研究所 金属材料科

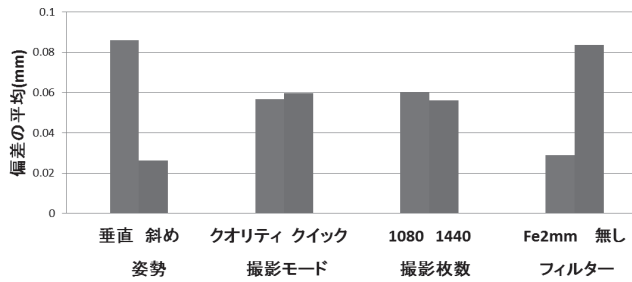


図2 均一に偏差が発生するモデルの結果

た。寸法と偏差の関係を図3に示す。偏差やばらつきは一定ではなく寸法が大きくなるにつれ大きくなっていった。これにより初めに想定したモデルは間違っていることが確認できた。そこで図4の数式によって誤差全体の分散  $V_n$  を求め評価した<sup>1)</sup>。これは真値と実測値の散布図における近似式の傾きのばらつきを評価する方法である。結果を図5に示す。結果の傾向としては最初のモデルと同じであったが、寄与の大きい姿勢とフィルターの水準の違いの効果が顕著に現れていた。

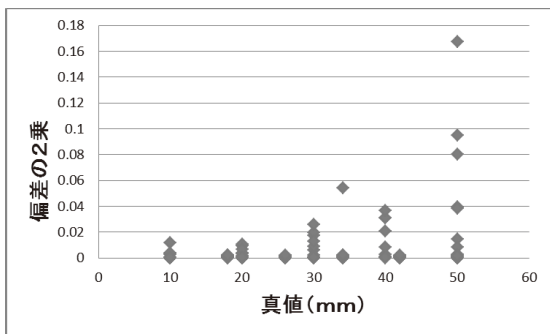


図3 真値と偏差の関係

信号 (真値)	$M_1, M_2, \dots, M_{10}$
測定値	$Y_{11}, Y_{12}, \dots, Y_{110}$ $Y_{21}, Y_{22}, \dots, Y_{210}$

全変動  $S_T = Y_{11}^2 + Y_{12}^2 + \dots + Y_{210}^2$   
 有効序数  $r = r_0 n (M_1^2 + M_2^2 + \dots + M_{10}^2)$   $r_0$ : 繰り返し  $n$ : 水準

線形式  $L_1 = Y_{11}M_1 + Y_{12}M_2 + \dots + Y_{110}M_{10}$   
 $L_2 = Y_{21}M_1 + Y_{22}M_2 + \dots + Y_{210}M_{10}$

信号の効果  $S_B = \frac{1}{r} (L_1 + L_2)^2$

誤差全体の変動  $S_N = S_T - S_B$   
 誤差全体の分散  $V_N = S_N / (r_0 n k - 1)$

図4 誤差全体の分散の計算法

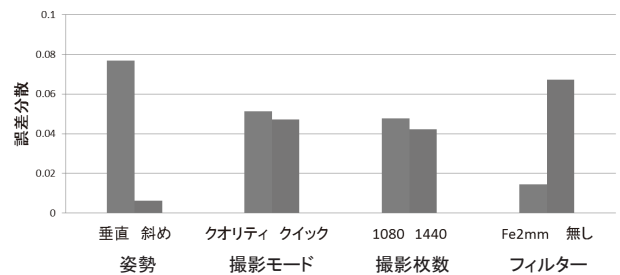


図5 寸法が大きくなると偏差も大きくなるモデル結果

#### 4 まとめ

計測機の誤差はどの寸法でも均一に発生するのではなく、寸法が大きくなれば真値からのずれもそのばらつきも大きくなる。単純に真値からのずれの平均をとっていたのでは現実に即していない評価になってしまう。評価の方法は慎重に選ぶ必要がある

#### 参考文献

- 1) 田口玄一: 品質工学講座 1, 「開発設計段階の品質工学」, (日本規格協会, 東京), 吉澤正孝 編集 pp. 73-90 (1988).

# EPMA および XRF を用いた黒色クロムめっきの元素分析

材料科 長田貴将 田光伸也

## Elemental analysis of black chrome plating by means of an electron probe micro analyzer (EPMA) and X-ray fluorescence analysis (XRF)

OSADA Takamasa and TAKO Shinya

Keywords : Elemental analysis, Depth of emission in X-ray fluorescence

めっきの品質管理や開発には、構成元素の情報を知ることが重要であるため、元素分析による評価解析が多く用いられる。本報告では、代表的な元素分析装置（電子線マイクロアナライザ（EPMA）および波長分散型蛍光X線分析装置（XRF））を用いて黒色クロムめっき試料の元素分析を行い、その結果から評価する際の留意点を得た。めっき試料の元素分析では蛍光X線の発生深さを把握すること、層構造のめっき試料の場合、定性分析から得られる含有率の補正計算結果（特に原子番号の小さい元素）については妥当性に留意する必要があることを確認した。

キーワード：元素分析、蛍光X線の発生深さ

### 1 はじめに

めっきの品質管理や開発には構成元素の情報を知ることが重要であるため、評価解析の一環として元素分析が多く用いられる。本報告では、元素分析によるめっきの評価解析をする際の留意点を得るため、当センターで所有する代表的な2種類の元素分析装置を用いて元素分析を行った。

## 2 方法

### 2.1 試料

光沢性のある黒色クロムめっき試料を用いた。試料断面の模式図を図1に示す。

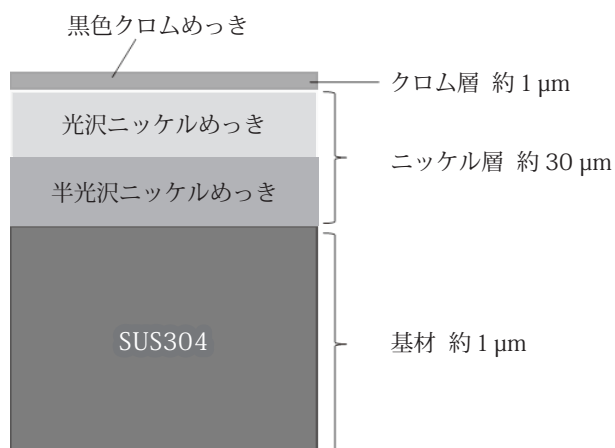


図1 試料断面模式図

### 2.2 元素分析

電子線マイクロアナライザ（EPMA、(株)島津製作所製 EPMA-1720）および波長分散型蛍光X線分析装置（XRF、(株)リガク製 ZSX primus IV）を使用した。各装置の特徴を表1に示す。試料を切断し、エタノールで洗浄後、表2の条件で定性分析をした。

表1 各装置の特徴

分析装置	原理	蛍光X線発生深さ	分析領域	補正方法
EPMA	電子線を照射	数μm程度	φ約1~200 μm	ZAF法
	蛍光X線を検出	(元素によって異なる)		
XRF-WDX	X線を照射	数十μm程度	φ約0.5~35 mm	FP法
	蛍光X線を検出	(元素によって異なる)		

表2 分析条件

分析装置	分光結晶	[分析元素]	加速電圧	ビーム電流	照射径
EPMA	LSA(120,70)	[B~O]	15 kV	100 nA	200 μm (試料サイズ 25mm×25mm)
	RAP	[O~Al, Cr~Kr]			
	PET	[Si~Ti, Kr~Ba, Lu~U]			
	LiF	[Ca~Ge, Sn~Hg]			
XRF-WDX			管電圧	管電流	20 mm (試料サイズ 25mm×25mm)
	RX(26,35,40,61,85)	[B~Mg]	30 kV	100 mA	
	PETH	[Si,Al]			
	GeH	[P~Cl]			
	LiF(200)	[K,Ca]			
LiF(200)	[Ti~Cm]	40 kV			75 mA
			50 kV	60 mA	

## 3 結果および考察

定性分析で得られたピーク強度を基に、補正計算された各元素の含有率を表3に示す。

表3より、めっき各層の主な構成元素であるCrとNiの含有率は、EPMAではそれぞれ39%、8.9%、XRFでは2.6%、60%と差が生じた。これはEPMAでは、蛍



光X線の発生深さが数 $\mu\text{m}$ のためクロム層の情報が多く得られ、XRFでは蛍光X線の発生深さが数十 $\mu\text{m}$ のためニッケル層の情報が多く得られたためと考えられる。よって、元素分析では装置により蛍光X線の発生深さが異なることに留意し、層構造と対比して含有率を考える必要がある。

クロム層の元素含有率は、蛍光X線の発生深さの違いにより、XRFではEPMAより1桁程低い値になるはずである。しかし、表3のS、Kでは僅かに低い値であり、

表3 補正計算した各元素の含有率

検出元素	含有率[mass%] (推定値)	
	EPMA	XRF-WDX
C	3.59	3.79
N	6.93	8.85
O	14.35	16.5
Na	0.71	1.53
Al		0.0062
Si		0.0106
S	6.87	5.28
Cl		0.0018
K	0.98	0.39
Cr	38.73	2.57
Mn	2.69	0.213
Fe	0.7	0.209
Co	15.55	0.722
Ni	8.85	60
Mo		0.0159

C～NaではEPMAより高い値となった。一般的に、蛍光X線を検出する分析装置では、軽元素(Be～F)の検出感度が低い<sup>1)</sup>ため、含有率の補正計算結果に誤差が生じる場合が多い。さらに、含有率の補正計算では均質な試料を想定しているため<sup>1)</sup>、本試料のように層構造の場合、蛍光X線の再励起や吸収の影響が十分に考慮されない。これらの理由により、XRFでは層構造に原子番号の小さい元素(特にK以下)が含まれる場合、含有率の補正計算結果の妥当性に留意する必要がある。

また、XRFではEPMAで検出されなかったAl、Si、Cl、Moが検出された。これは、XRFは蛍光X線の発生深さが深く、分析領域が広いことから、EPMAと比較して強いX線強度が得られ<sup>2)</sup>、微量に存在する元素のピークを検出しやすくなったためと考えられる。微量元素を検出したい場合、直径3mm以上の分析領域を確保し、XRFを用いると良い。

#### 4 まとめ

めっき試料の元素分析では蛍光X線の発生深さ及び、含有率補正計算結果の妥当性に留意する必要がある。また、微量元素を検出したい場合は分析領域を広くしXRFを用いると良い。

#### 参考文献

- 1) 木ノ内嗣郎：EPMA 電子プローブ・マイクロアナライザー第1版，pp. 131-140, 195-246 (2001)。
- 2) 理学電機工業株式会社編：けい光X線分析の手引 初版，p. 18 (1982)。

# 軽量高強度材料（CFRP）の高効率成形技術の確立 I

## — CFRP の基材となる UD テープ製造技術の確立 —

繊維高分子材料科 長房秀幸\* 森田達弥 鈴木重好 鈴木一之

### Establishment of a high-efficiency molding technology for lightweight and high-strength materials (CFRP)

#### — Establishment of a UD-tape production technology for the base materials of CFRP —

NAGAFUSA Hideyuki, MORITA Tatsuya, SUZUKI Shigeyoshi and SUZUKI Kazuyuki

keywords : Carbon fiber reinforced thermoplastic, Uni-directional tape

炭素繊維複合材料（CFRP）は、優れた材料特性を持ち活用が期待されているが、成形時間が長いという欠点がある。これを克服し、熱可塑性CFRPの高効率成形技術を確立するために、浜松工業技術支援センターは浜松地域CFRP事業化研究会に協力し、中間基材であるUDテープ製造技術の確立を目指している。浜松地域CFRP事業化研究会が開発したUDテープ製造装置におけるテープ製造条件の検討を行った結果、超音波振動装置単独では振幅95 $\mu$ m、荷重170N、送り速度8mm/sec以下においてボイド率5%以内、厚さ100 $\mu$ m以下、予備加熱装置の設置により送り速度1.6倍を達成した。予備開織においても、開織幅12mm以上を達成した。

キーワード：炭素繊維複合材料（CFRP）、熱可塑性CFRP、UDテープ

## 1 はじめに

炭素繊維複合材料（CFRP）の一種である熱可塑性CFRPは量産材料として期待されているが、作製に用いる樹脂の熔融粘度が高く繊維束への含浸が困難である<sup>1)</sup>。浜松工業技術支援センターは、一方向炭素繊維の両面に熱可塑性樹脂を接合した圧縮成形可能な中間基材（UDテープ）の開発に取り組む浜松地域CFRP事業化研究会に協力し、製造条件等に関する研究を進めている。高樹脂含浸のUDテープを作製することができれば、成形時の含浸時間短縮に繋がり、熱可塑性CFRP成形の効率化に寄与すると考えられる。本研究では超音波含浸技術を用いた製造装置のテープ製造条件と品質の関係を確認した。品質の目安として、安定したプレス成型が可能と思われるボイド率5%以下、厚さ100 $\mu$ m以下を目標値とした。加えて、含浸には開織が重要な役割を果たす<sup>2)</sup>ことから、本製造装置で安定的にテープを作製できる開織幅12mmを目標に、予備開織に関する検討を実施した。

## 2 方法

### 2.1 超音波含浸

図1の装置により、超音波加工条件毎のUDテープを製作し、テープの断面写真からボイド率、厚さを測定した。

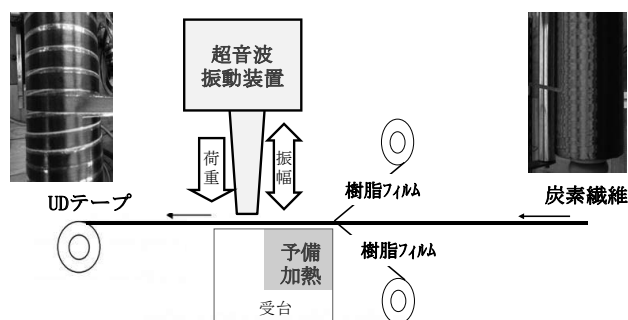


図1 UDテープ製造装置

### 2.2 予備開織

図2の装置により、開織加工後の各種条件毎の開織幅を測定した。

\* 現 工業技術研究所 食品科

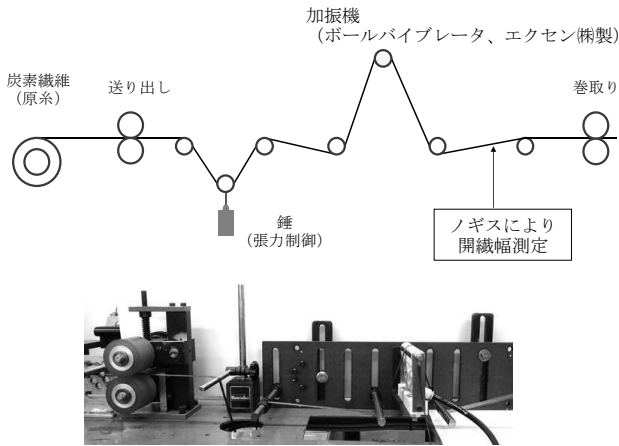


図2 予備開繊検討装置

### 3 結果および考察

#### 3.1 超音波含浸

超音波振動装置の条件（振幅、荷重、送り速度）を各5水準に設定し、実験計画法に基づく要因効果分析をした結果、振幅・荷重が大きく、送り速度が遅いほどボイド率が低下した（図3）。この結果より、振幅・荷重を安定稼働できる振幅 95 $\mu$ m、荷重 160–170N に

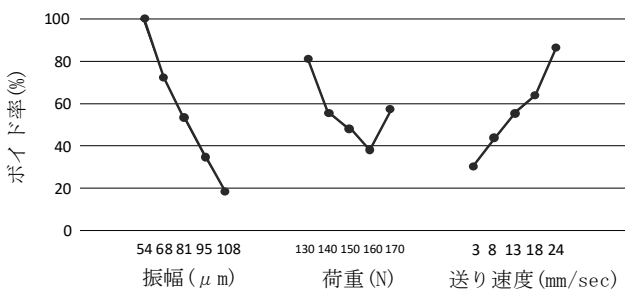


図3 実験計画法に基づく要因効果分析の結果

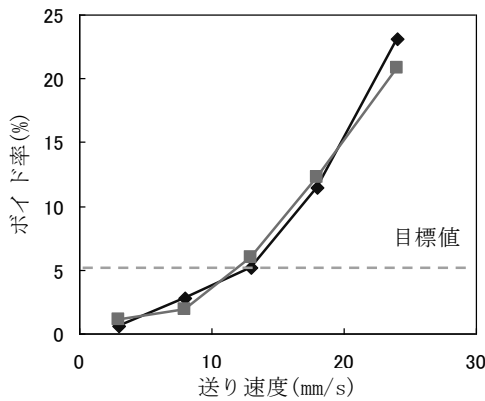


図4 振幅 95 $\mu$ m、荷重 160N、170Nにおける送り速度とボイド率の関係

■：荷重160N時、◆：荷重170N時

設定したところ、送り速度8mm/sec 以下においてボイド率5%以下（図4）、厚み 100 $\mu$ m 以下であった（図5）。また、材料の予備加熱を行うことで、ボイド率5%以下のテープを送り速度 1.6 倍以上で加工できることが確認された（図6）。

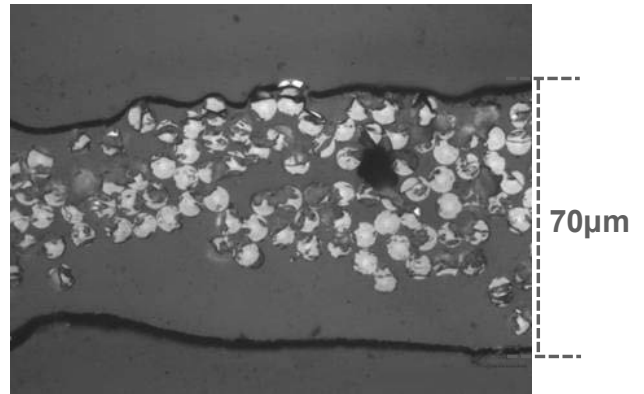


図5 振幅 95 $\mu$ m、荷重 170N、送り速度 8mm/sec で作製したUDテープの断面

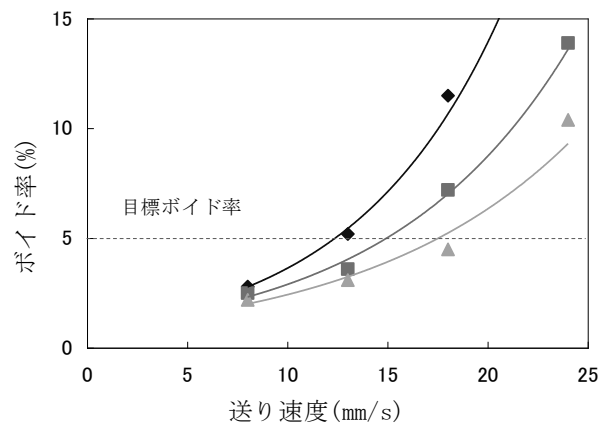


図6 振幅 95 $\mu$ m、荷重 170N、送り速度 8mm/sec における送り速度とボイド率の関係と予備加熱装置の効果

◆：予備加熱無し、■：150 $^{\circ}$ C加熱、▲：200 $^{\circ}$ C加熱。

#### 3.2 予備開繊

開繊装置の条件（加振機への繊維導入角度、加振機周波数、送り速度、錘の重さ）を各3水準に設定し、要因効果分析をした結果、角度・送り速度が小さく、周波数を大きくすると開繊幅が大きくなることがわかった（図7）。錘に関しては0g、200g では安定しなかった（図8）。これらの結果を踏まえ、送り速度について検討したところ、錘 104g、送り速度 40mm/sec 以下で目標値の開繊幅 12mm 以上となった（図9）。

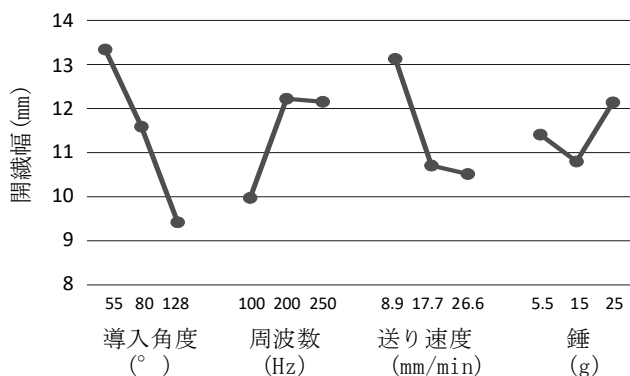


図7 実験計画法に基づく要因効果分析の結果

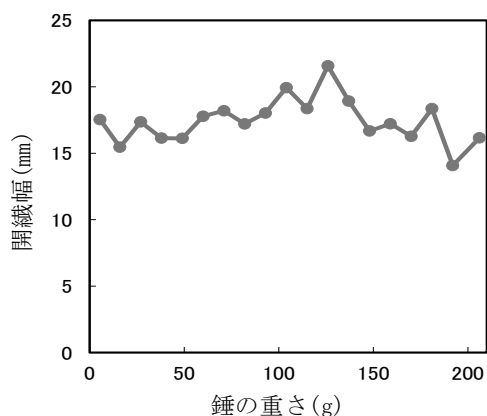


図8 導入角度55°、周波数240Hz、送り速度10mm/secにおける錘と開繊幅の関係

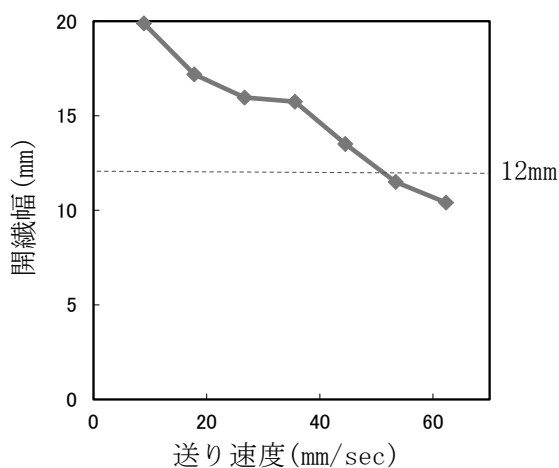


図9 導入角度55°における送り速度と開繊幅の関係

◆ : 周波数239-245Hz、錘104g

#### 4 まとめ

UDテープ製造装置の条件を検討した。超音波振動装置単独では振幅95 $\mu$ m、荷重170N、送り速度8mm/sec以下においてボイド率5%以内、厚さ100 $\mu$ m以下を達成し、予備加熱装置により送り速度1.6倍を達成した。開繊においても、繊維導入角度55°、周波数230Hz、錘104g、送り速度40mm/sec以下にて開繊幅12mm以上を達成した。

#### 謝辞

協力頂いた浜松地域CFRP事業化研究会様に感謝致します。

#### 参考文献

- 1) 米山猛：CFRP量産成形のための塑性加工．日本塑性加工学会会報誌，1（7），471-477（2018）．
- 2) 川邊和正 他：開繊された強化繊維束の樹脂含浸挙動．材料，47（7），735-742（1998）．

# 軽量高強度材料 (CFRP) の高効率成形技術の確立 II

— 成形条件が成形品の品質に与える影響 —

繊維高分子材料科 森田達弥 長房秀幸\* 鈴木重好 鈴木一之

## Establishment of a high-efficiency molding technology for lightweight and high-strength materials (CFRP)

— Effect of molding conditions on molding quality —

MORITA Tatsuya, NAGAFUSA Hideyuki, SUZUKI Shigeyoshi and SUZUKI Kazuyuki

keywords : CFRP, molding technology, carbon uni-directional tape

当センターでは、令和2年度から開始した新成長戦略研究として、熱可塑性樹脂を母材とした一方向テープ (UDテープ) を用いた生産性の高い炭素繊維強化プラスチックの成形技術の確立に取り組んでいる。今回は、加熱圧縮成形の条件及びテープの細断長が曲げ強度に与える影響を実験により評価した。その結果、成形品の曲げ強度は、高温でテープの細断長が長いほど向上したが、275℃、15mm付近ではほぼ一定となった。一方、成形圧力は曲げ強度に影響しなかった。

キーワード：炭素繊維強化プラスチック、成形技術、UD テープ

### 1 はじめに

炭素繊維強化プラスチック (CFRP) は優れた軽量・高強度材として注目されているが、成形時間が長く生産性に課題がある。

センターでは生産性の高いCFRPの成形技術の確立を目指し、熱可塑性樹脂を母材とした一方向テープ (UDテープ) を用いた成形技術の確立に取り組んでいる。開発中の工法ではUDテープを細断して成形性を改善しようとしているが、成形条件や成形品の力学特性は明確になっていない。そこで、各種成形条件で作製した成形品の曲げ強度試験と断面観察を行い、成形条件が成形品に与える影響について確認した。

### 2 方法

#### 2.1 成形材料

成形材料はナイロンを母材とした炭素繊維体積含有率が50%のUDテープを長さ5、10、15、20mmに細断して成形材料とした。

#### 2.2 試料の成形

加熱圧縮成形機を用いて表1に示した条件で、200×200mm、厚さ2mmの平板を作製して試験に供した。

表1 成形条件

UDテープの細断長(mm)	加熱設定温度(℃)	成形圧力(MPa)
10	245	1.3
10	260	1.3
10	275	1.3
10	290	1.3
10	305	1.3
10	320	1.3
10	335	1.3
10	275	0.3
10	275	0.8
10	275	2.3
5	275	2.3
15	275	2.3
20	275	2.3

#### 2.3 評価

##### (1) 曲げ強度試験

曲げ強度試験はJIS K 7074 A法に準じた。試験片

\* 現 工業技術研究所 食品科



は、成形試料から作製し、試験前に真空乾燥器で80℃、72時間乾燥した。

(2) 断面観察

成形試料から15×15mmの試験片を切り出し、エポキシ樹脂で包埋して研磨後、金属顕微鏡で断面を観察した。

3 結果および考察

曲げ強度試験及び断面観察の結果から加熱圧縮成形機の加熱設定温度、成形圧力、UD テープの細断長の成形条件が成形品の力学特性と成形性に与える影響を確認した。

3.1 成形機の加熱設定温度について

図1に加熱設定温度の増加による曲げ強度の変化を示す。

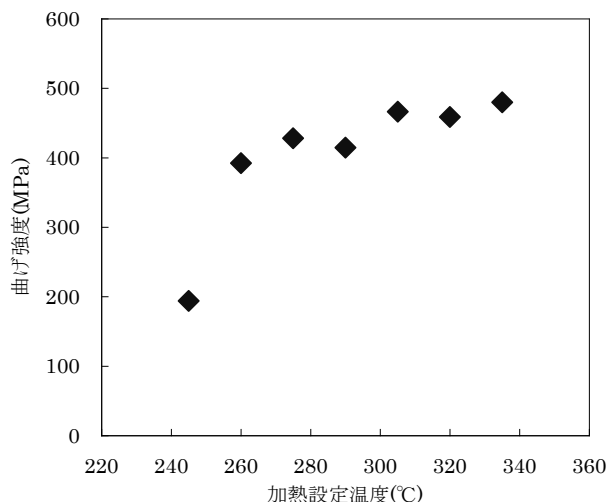


図1 加熱設定温度と曲げ強度  
UDテープの細断長10mm 成形圧力1.3MPa

加熱設定温度が260℃までは曲げ強度が大きく向上したが、260℃以上では大きな差は生じなかった。

断面観察の結果から、260℃では成形品内部に空隙が確認され、母材樹脂の熔融不足が考えられたが、275℃以上に設定することで空隙は少なくなった(図2、3)。成形品内部の空隙は成形品の力学特性に影響することから、使用した成形機では275℃以上の温度設定が必要と考えられた。

3.2 UDテープの細断長について

図4にテープ細断長の増加による曲げ強度の変化を示す。

15mmまで曲げ強度は向上したが、15mmと20mm

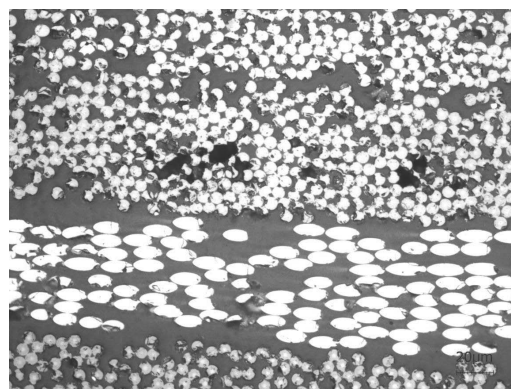


図2 加熱設定温度260℃試験片断面  
UDテープ細断長10mm 成形圧力1.3MPa

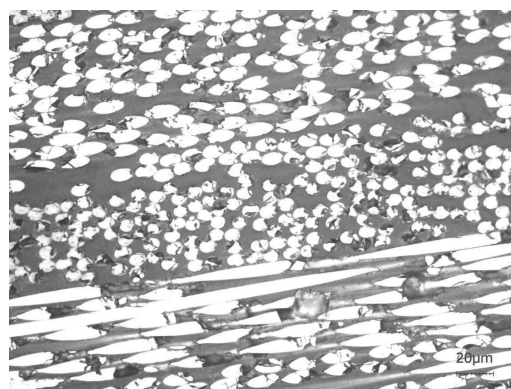


図3 加熱設定温度275℃試験片断面  
UDテープの細断長10mm 成形圧力1.3MPa

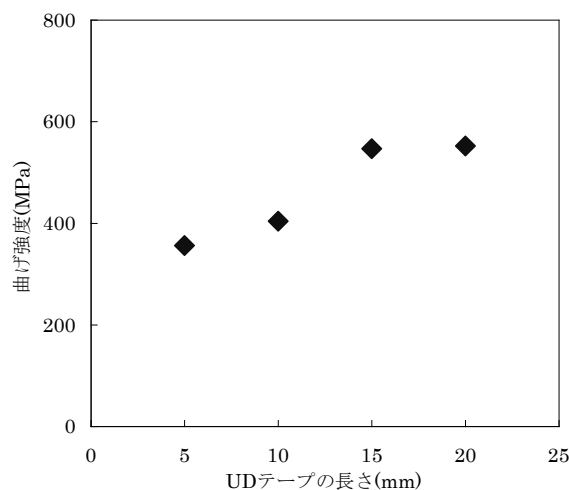


図4 UDテープ細断長と曲げ強度  
加熱設定温度275℃ 成形圧力2.3MPa

に大きな差はなかった。そのため、曲げ強度の力学特性は成形材料の繊維長が15mmで十分であると考えられる。

### 3.3 成形圧力について

成形圧力の増加による曲げ強度の変化を図5に、断面観察写真を図6、7に示す。

成形圧力が異なっても、空隙、曲げ強度に違いは認められなかった。そのため、成形圧力は成形品の力学特性に影響していないと考えられる。

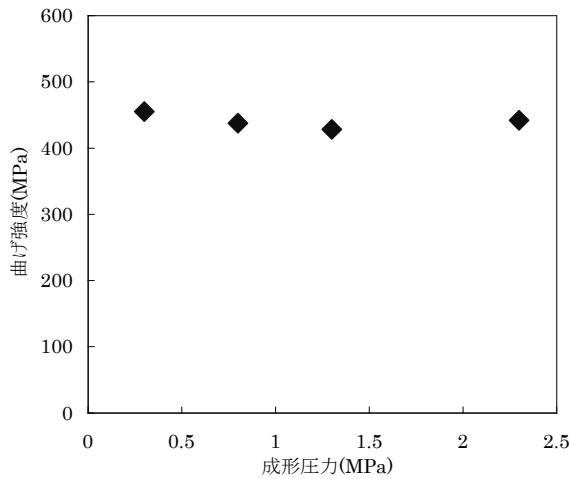


図5 成形圧力と曲げ強度

UDテープの細断長10mm 加熱設定温度275℃

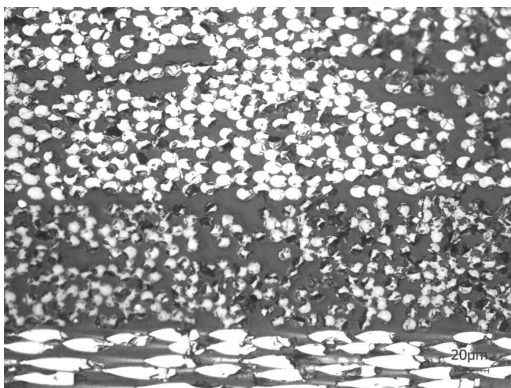


図6 成形圧力0.3MPa試験片断面

UDテープの細断長10mm 加熱設定温度275℃

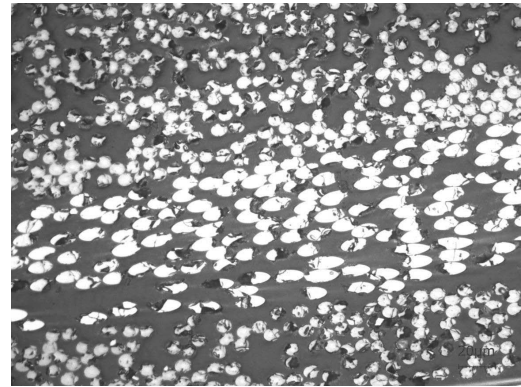


図7 成形圧力2.3MPa試験片断面

UDテープの細断長10mm 加熱設定温度275℃

### 4 まとめ

成形品の曲げ強度は、高温でテープの細断長が長いほど向上したが、275℃、15mm付近ではほぼ一定となった。一方、成形圧力は曲げ強度に影響しなかった。

### 謝辞

本研究を進めるにあたり浜松地域 CFRP 事業化研究会様から多大なご協力、ご助言を賜りました。厚くお礼申し上げます。

## サブナノ秒マイクロチップレーザーによるレーザーピーンフォーミングの変形特性

浜松工業技術支援センター	鷲坂芳弘
分子科学研究所、理化学研究所	川崎泰介
分子科学研究所	Vincent YAHIA
理化学研究所、分子科学研究所	平等拓範
分子科学研究所、大阪大学	佐野雄二

## Deformation Properties of Laser Peen Forming Using Sub-nanosecond Microchip Laser

SAGISAKA Yoshihiro, KAWASAKI Taisuke, Vincent YAHIA, TAIRA Takunori and SANO Yuji

塑性と加工, Vol.62, No.720, 8-13 (2021)

Keywords : bending, incremental forming, forming property, laser peen forming, sub-nanosecond laser, microchip laser, laser-induced shock wave

キーワード : 曲げ、逐次成形、成形特性、レーザーピーンフォーミング、サブナノ秒レーザー、マイクロチップレーザー、レーザー誘起衝撃波

サブナノ秒オーダーのパルス幅を持つ高出力のマイクロチップパルスレーザーが開発された。集光されたマイクロチップレーザーパルスは、照射された金属表面を塑性変形させるのに十分な衝撃波を誘起することができる。金属板表面に集光したレーザーを走査させて、このような塑性変形を蓄積させることでレーザーピーンフォーミングと呼ばれるダイレス板成形を実現することができる。著者らは本法を金属板曲げ加工に応用した。照射面の上に水のような封じ込め層を配置するとより強力なレーザー誘起衝撃波が得られる。そこで金属板への照射は水中にて実施した。純アルミニウム、純チタン、リン青銅、ステンレス鋼について曲げ

加工を実施し、本法の有用性が確認された。デフォーカス、パルスエネルギー、試験片の硬度、板厚などの成形パラメータに対する基礎的な変形特性を調査した。これらの知見は成形を試みる際の有用な基礎データとなる。本法は、類似の加工原理を持つピーンフォーミングで得られている変形モードと類似の変形モードをもっていることが定性的に確認された。一方、集光やパルスエネルギーの増大によってフルエンス（単位面積当たりのパルスエネルギー）が過剰に増大すると、水によるレーザー吸収によって光が減衰し、曲げ変形量が減少することも判明した。

なお、本稿は J-Stage にて公開されている。

## 塩化ニッケルめっき浴によるラフネス構造を利用した撥水性皮膜の作製

浜松工業技術支援センター	田光伸也
静岡県工業技術研究所	望月智文
仲山貴金属鍍金株式会社	仲山昌宏
静岡理科大学理工学部	小土橋陽平
関東学院大学材料・表面工学研究所	田代雄彦

### Preparation of hydrophobic surface applying roughness structure of electro nickel deposits from chloride bath

TAKO Shinya, MOCHIZUKI Tomofumi, NAKAYAMA Masahiro, KOTSUCHIBASHI Yohei  
and TASHIRO Katsuhiko

表面技術, 第71巻, 第11号, 696-702 (2020)

Keywords : Hydrophobic, Electroplating, Nickel roughness structure.

キーワード : 撥水性、電気めっき、ニッケル凹凸構造

様々な分野で撥水性皮膜が活用されており、多くの撥水化技術が提案されている。我々は、めっきにより作製するラフネス構造と、極めて薄い有機物層を組み合わせた撥水化技術を提案する。本研究では塩化ニッケルめっき浴を用い、電流密度、浴pH、浴温及びホウ酸濃度を種々変化させ、得られるニッケル皮膜のラフネス構造と撥水性との関係について検証を行った。

その結果、めっき条件により表面形態及び配向性が

変化する事を確認した。また、表面粗さの大きくなる条件で接触角も高くなる傾向が認められた。具体的には、低電流密度 (1.0 A/dm<sup>2</sup>)、弱酸性域 (pH 3~5)、高い浴温 (70~80°C) でめっきを施した場合、表面粗さ及び接触角共に高い値を示した。これらの結果は、今後撥水性に適した複雑なラフネス構造を作製するための基礎データとして活用できる。

## 塩化ニッケルめっき浴による2層ラフネス構造を利用した撥水性皮膜

浜松工業技術支援センター	田光伸也
静岡県工業技術研究所	望月智文
仲山貴金属鍍金株式会社	仲山昌宏
静岡理科大学理工学部	小土橋陽平
関東学院大学材料・表面工学研究所	田代雄彦

## Water-repellency and surface roughness with the structures of double layers using electroplated nickel deposit from a chloride bath

TAKO Shinya, MOCHIZUKI Tomofumi, NAKAYAMA Masahiro, KOTSUCHIBASHI Yohei and TASHIRO Katsuhiko

Transactions of the IMF, Vol. 99, No. 2, 80-86 (2021)

Keywords : Water repellency, Nickel electroplating, Nickel electrodeposition, Chloride bath, Roughness structure, Double layers, Hydrophobic treatment, Surface morphology

キーワード：撥水性、電気ニッケルめっき、ニッケル皮膜、塩化浴、凹凸構造、2層、疎水処理、表面形態

撥水化技術は様々な分野で利用されている。我々は、めっきにより作製したラフネス構造を用いた撥水化技術について研究を行ってきた。本報告では、単純な塩化ニッケルめっき浴を用い、浴温等を種々変化させ2層から成るニッケル構造体の表面形態と撥水性の関係を検討した。

その結果、1層目と異なる浴温で2層目のラフネスめっきを施すことで、めっきの表面形態を様々に変化可能であることを確認した。2層化したラフネスめっき

は、表面粗さ (Sdq) の大きくなる条件で接触角も高くなる傾向が認められた。特に、浴温 80°C、通電量 1500 C/dm<sup>2</sup> 以上でラフネスめっき2層目を施した場合、表面粗さ (Sdq) 及び接触角共に高い値を示した。

本研究では、表面粗さ (Sdq) と接触角は比較的良好な相関性を示した。また、ラフネスめっきの2層化条件を変化させることで構造体表面の撥水制御が期待できる。



## シアン化金めっき浴によるラフネス構造の形成と撥水化

浜松工業技術支援センター

仲山貴金属鍍金株式会社

仲山貴金属鍍金株式会社

静岡理科大学理工学部

関東学院大学材料・表面工学研究所

田光伸也

谷口諒

仲山昌宏

小土橋陽平

田代雄彦

### Preparation of roughness structures with water repellency by the electro gold deposits using a cyanide bath

TAKO Shinya, YAGUCHI Satoru, NAKAYAMA Masahiro, KOTSUCHIBASHI Yohei and TASHIRO Katsuhiko

材料の科学と工学, 第58巻, 第1号, 22-28 (2021)

Keywords : Water repellency, Gold electroplating, Roughness structure, Surface morphology.

キーワード : 撥水性、電気金めっき、凹凸構造、表面形態

撥水化技術は様々な分野で必要とされている。本報告では、シアン化浴金めっき液を用い、めっき条件を種々変化させ、得られた金めっき膜のラフネス構造と撥水性を検証した。

その結果、高い電流密度、低い金濃度で通電量を増加させた場合に高い撥水性が得られた。ただし、浴温の影響は認められなかった。特に電流密度 1.0 A/dm<sup>2</sup>、金濃度 2.0 g/dm<sup>2</sup>、浴温 70 °C のめっき条件 (撥

水条件) において、通電量 600 C/dm<sup>2</sup> 以上で接触角は 150 ° 以上となり超撥水性を示した。撥水条件により通電量 360 C/dm<sup>2</sup> 以上めっきした場合、粒状と板状の2種類の結晶析出が認められ、板状結晶は粒状結晶に比べ成長速度は速かった。また、撥水条件によるめっき膜は、一般的なシアン浴と異なり特異的な配向性を示した。

静岡県工業技術研究所研究報告 第14号

令和3年10月29日（2021年）

編集・発行 静岡県工業技術研究所

企画調整部・編集委員会

〒421-1298 静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

電話（054）278-3028

FAX（054）278-3066