

目 次

I 戦略技術開発研究

1. マグネシウム合金による複雑形状部品の鍛造・プレス加工技術の
確立と用途開発（第3報）
2. 逐次張出し成形機と成形法に関する研究
3. MEMS プロセス技術の開発研究（第1報）

II 共同研究

1. 新規機能薄膜の研究
2. SCM415 と SUS303 の摩擦圧接
3. CSP（チップサイズパッケージ）用極小径穴打ち抜き金型の研究
4. ステレオビジョン画像処理技術の実用化研究
5. アモルファス電波アンテナに関する研究

III 実用研究

1. 新機能性触媒の開発
2. 高窒素 Ni フリーステンレス鋼の加工性向上及び
製品実用化に関する研究
3. 焼入れ鋼の深リブ加工技術の研究
4. 異方性電解エッチングによる多数個穴あけ加工技術の研究
5. 食品冷却装置の冷却効率向上に関する研究
6. 繊維産地アクションプラン支援研究
(チーズ染色機を使用した餅調染色)
7. 繊維製造への IT 活用支援研究
(着尺織物ドピー機の電子化支援)
8. 化学加工による編織素材の開発
(酸性スペック染色法の開発)

IV 先導的戦略研究調査事業

1. マイクロ・メゾ領域における小型・超精密加工技術に関する調査研究
2. 次世代デバイス設計とその応用製品開発
3. ニューメタルマテリアルとその加工法に関する調査研究
4. 機能性ナノ材料に関する調査研究

V 地域コンソーシアム型研究受託事業

1. ナノテク技術とデバイス加工の研究及び技術評価
(チタンと Co-Cr 合金の拡散接合)
2. 先端レーザ等を用いた加工技術の研究

戦 略 技 術 開 発 研 究

マグネシウム合金による複雑形状部品の 鍛造・プレス加工技術の確立と用途開発(第3報)

渡邊 健次郎* 杉井 伸吾* 田辺 寛* 折笠 仁志* 片山 聡* 小林 泰則*

Establishment of Forming Technologies for Complicated Shaping Parts and Development of Application Using Magnesium Alloy

WATANABE Kenjirou*, SUGII Shingo*, TANABE Hiroshi*, ORIKASA Hitoshi* ,
KATAYAMA Satoshi* and KOBAYASHI Yasunori*

抄 録

マグネシウム合金の鍛造・プレス加工における製品化技術を確立するため、(1) 再絞り加工技術の開発、(2) マグネシウム合金板のスプリングバック性の評価、(3) 金型加熱時の温度分布解析、(4) 大型プレス部品の形状精度評価、(5) 表面研磨を行ったサンプルの陽極酸化処理技術の開発を行った。各々の研究課題について、マグネシウム合金の加工技術をさらに高める結果を得た。とくに、(1) ではマグネシウム合金に適用可能な再絞り率を明らかにし、(2) ではマグネシウム合金板を温間加工した際のスプリングバック性を把握した。また(3) では金型をヒータで加熱した際の温度分布シミュレーションを行ったのでここに報告する。

1. 緒 言

マグネシウム合金は、比重が約 1.8 と実用金属中では最も軽く、比強度や振動減衰性に優れ、リサイクルの際に使用するエネルギーが少ない等、他の材料にはない特性を有している。現在マグネシウム合金は、パソコンや携帯電話等の情報機器、携帯家電製品、自動車部品に使用されている。成形方法の主流はダイカストやチクソモールドイングであるが、当研究所では平成 11 年度よりマグネシウム合金の展伸材を使った鍛造・プレス加工の研究に着手し、平成 12 年度からは表面処理の技術開発も行って、その研究成果を県内企業へ普及すべく積極的に技術移転を行っている。また、平成 14 年度からは県央地域地場産業振興アクションプランが始まり、技術的支援を行っているが、マグネシウム

合金を製品化する上での塑性加工に関するデータは不足しており、複雑化する製品に対応していくためには、様々な加工に対するデータベースが必要と考える。そこで、本年度は、(1) 再絞り加工技術の開発、(2) マグネシウム合金板のスプリングバック性の評価、(3) 金型加熱時の温度分布解析、(4) 大型プレス部品の形状精度評価、(5) 表面研磨を行ったサンプルの陽極酸化処理技術の開発等の研究を行ったので報告する。

2. マグネシウム合金の再絞り加工技術の開発

2.1 概 要

一般にマグネシウム合金の絞り加工による製品は、一回の絞り成形と数回のリストライクで加工される場合が多く、そのため、比較的絞り高さの低い製品が多い。しかし、バラエティに富んだマグネシウム合金の製品展開を図ってい

*研究開発センター

くためには、アスペクト比の大きい製品も必要となってくると考えられるため、本年度はこれまでの文献にデータがなく、深い絞り高さが得られる再絞り加工¹⁾に取り組んだ。

2.2 試験方法

実験に用いた供試材は AZ31B-O 材で、その化学的組成を表 2.1 に、引張試験の結果を図 2.1 に示す。第一絞りは、素材板厚 0.8mm を用い、パンチ径 ϕ 40, 絞り比 3.0 で成形した後、フランジ部をトリミングし、高さ 60mm の成形品とした。再絞りの成形性評価では、各成形温度で成形できる再絞り率 = (再絞りパンチ径 / 第一絞りパンチ径) をもってその評価とすることとし、再絞り率 80, 70, 60% の 3 種類のワークを作製した。再絞り金型のパンチ径、パンチ肩半径、ダイス肩半径を表 2.2 に、再絞り金型の外観を図 2.2 に示す。しわ押さえ力はバネにより 2.3kN で一定となる構造とし、加工速度は 2 ~

3mm/sec、ダイス及びしわ押さえの温度（以下、成形温度と呼ぶ。）は 150, 175, 200, 225 °C に設定し、その際のパンチ温度はそれぞれ 130, 155, 175, 200 °C で実験した。潤滑剤は、しわ押さえ面に CF-853（日本工作油(株)製）を塗布し、ダイス面は PTFE シート（厚さ 0.05mm）を用いた。なお、試験装置は(株)アミノ製複動式油圧プレスを基本とした塑性加工万能試験機（インナー 1274kN、アウター 686kN）を使用した。

2.3 試験結果

図 2.3 に再絞り実験の結果を示す。成形温度 150 °C では、成形品底部で脆性的な破断が生じて加工はできなかった。これは、成形温度が十分に上がっていないために、マグネシウム合金

表 2.1 供試材の化学的組成

	(wt%)			
	Al	Zn	Mn	Mg
AZ31B-O	3.46	0.85	0.39	Bal.

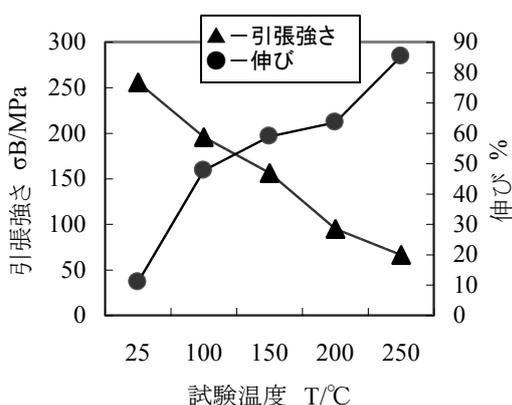


図 2.1 供試材の引張試験結果

表 2.2 再絞り金型の各寸法

再絞り率	80%	70%	60%
パンチ径	ϕ 32	ϕ 28	ϕ 24
ダイス肩半径	R8	R9	R11
パンチ肩半径	R3	R3	R3

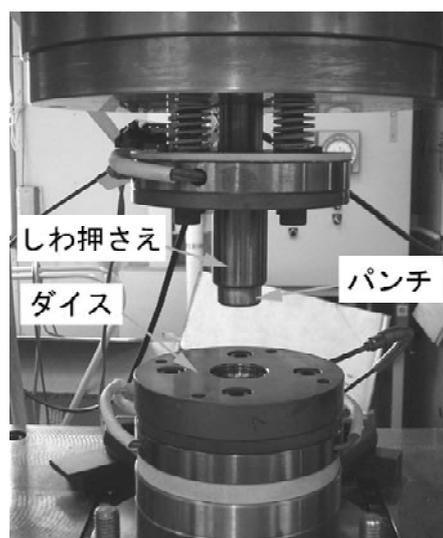


図 2.2 再絞り金型の外観

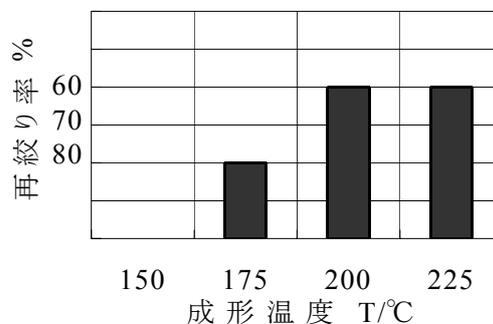


図 2.3 再絞りの実験結果

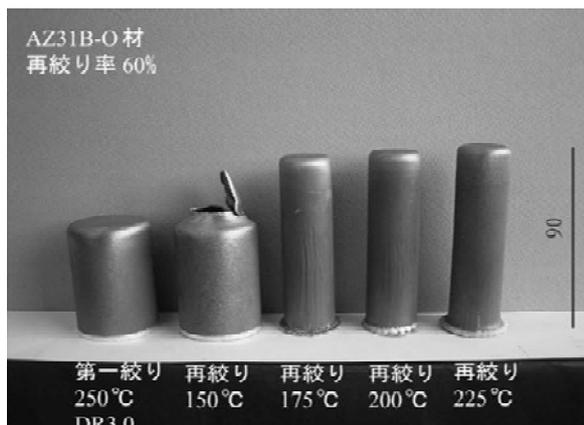


図2.4 再絞り率60%の成形品の外観

の結晶における底面以外のすべり系が働かなかつたためと考えられる。成形温度 175℃では再絞り率は 80%まで可能となり、成形温度 200℃～225℃では、再絞り率 60%までの成形が可能であった。マグネシウム合金の深絞り成形では²⁾³⁾⁴⁾、一般に成形温度として 250℃～280℃程度の範囲で加工が行われることが多いが、再絞り率 60%までの実験では、深絞り成形よりも 25℃～50℃程度低い成形温度でも加工が可能ながわかった。成形品外観を図 2.4 に示す。再絞り率 60%で絞り高さ 90mm という非常にアスペクト比の高い加工が可能となった。

3. 温間スプリングバック評価試験

3.1 試験概要

JIS H 7702「自動車用アルミニウム合金の引張曲げによるスプリングバック評価試験方法」を参考に、温間スプリングバック評価金型を製作、プレス成形機にて試験を実施した。試験概要を図 3.1 に示す。金型にはパンチとダイス、しわ押さえにヒーターを設置し、常温から 250℃までの範囲で試験を行えるようにした。

3.2 試験方法

JIS H 7702 より、スプリングバック量 η は負荷時の曲率半径 r と除荷後の曲率半径 r' より式(1)にて求まる。試験片に生じる張力 T_{ten} はパンチ押し込み荷重 P と試験片のダイス肩部

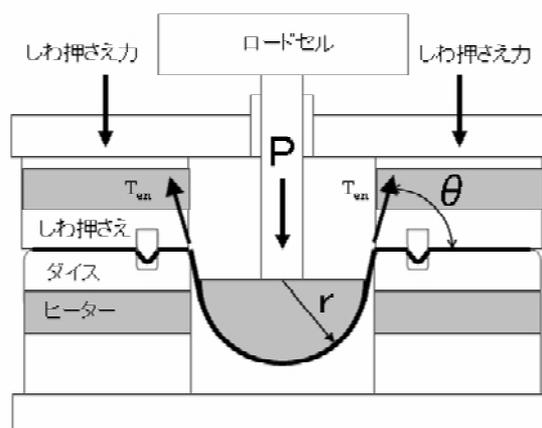


図3.1 温間スプリングバック試験概要

における角度 θ より式(2)にて求まる。

$$\eta = |r' - r| / r' \dots (1)$$

$$T_{\text{ten}} = P / 2 \sin \theta \dots (2)$$

本試験では試験中の角度 θ の測定が困難であったため、レーザ変位計によりパンチ位置を計測し、そこから角度 θ を算出した。パンチ押し込み荷重 P はロードセルにより測定した。除荷後の半径 r' は(株)ミツトヨ製輪郭形状測定器コントローサ CV-648 を用いて弧の最下点とそこから左右にそれぞれ 10mm の点を測定し、その 3 点より円弧を描いて求めた。

試験温度は 150、175、200、225、250℃とし、しわ押さえ力は 14、56、112、168、224kN (見かけの断面積に対するしわ押さえ圧力 1～16MPa) とした。潤滑には試験片とパンチ・ダイス・しわ押さえの間に PTFE シート (厚さ 0.05mm) を使用した。試験片は AZ31B 圧延材 (長さ 500mm × 幅 50mm × 板厚 0.6mm) を用い、長さ方向は圧延方向に平行とした。

3.3 試験結果

図 3.2 に 200℃で試験を行った後の試験片形状を示す。実験当初、面圧分布の不均一により片側からのみ肉流れを生じ、望んだ形状に成形

できなかった。これは断熱板に用いた樹脂板の表面精度や各部材の取り付け精度によるものと思われる。その傾向は温度、しわ押さえ力とも低い条件下において顕著であった。そのためスペーサーで調整し、最終的には図のように成形することができた。

図 3.3 に張力・温度とスプリングバック量の関係を示す。スプリングバック量が張力の増加とともに減少していることが分かる。また各温度においてグラフの傾きはほぼ同一であり、張力がスプリングバックに及ぼす影響は温度に依存しないことが分かる。

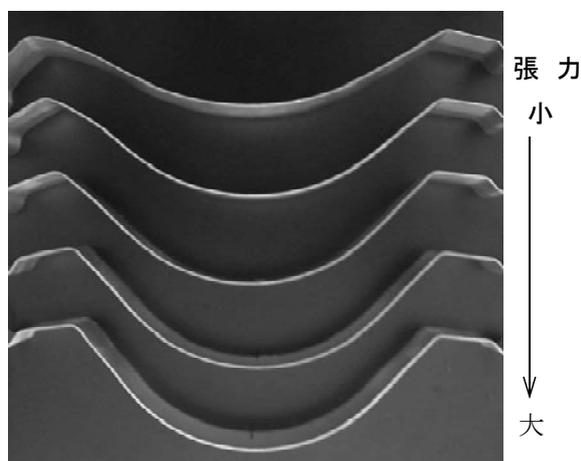


図3.2 試験後の試験片

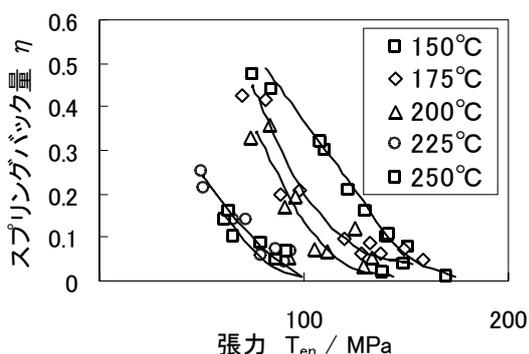


図3.3 張力とスプリングバックの関係

4. 金型加熱時の温度分布解析

4.1 概要

温間プレス成形ではヒーターにより金型を加

熱するが、ヒーターの配置によっては金型に温度ムラが生じ、金型形状精度や成形性の低下を招くことがある。これを防ぐためには有限要素法解析等を用いてヒーター配置を最適化する必要があるが、金型の熱伝導だけではなく周辺雰囲気との熱伝達や熱対流を考慮しなければならず、計算が複雑となる。また一般の構造解析ソフトウェアでは熱対流を取り扱うことができず、他の因子で代用する必要がある。

そこで本研究では、熱伝導解析において、金型表面の熱対流の影響を、周辺雰囲気との熱伝達率を変化させて反映した場合の有効性について調査した。具体的には、実際の金型表面温度を先に測定し、それと一致するような解析値が得られるよう熱伝達率を設定し、その値が加熱温度の異なる場合においても有効であるか調査した。

4.2 試験方法

4.2.1 金型および表面温度測定位置

実験に用いた温間角筒絞り金型および表面温度測定位置を図 4.1 に示す。金型材質はダイスが SKD11、伝熱板が C1100、その他が S45C である。金型温度は金型に取り付けられた熱電対部で 150、200、250 °C とし、金型表面温度は熱電対により測定した。

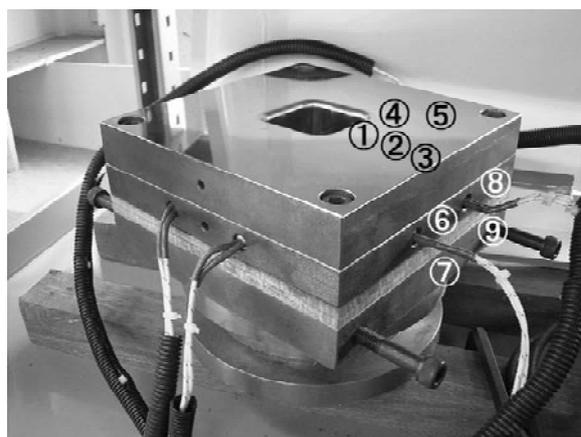


図4.1 金型および表面温度測定位置

4.2.2 有限要素法解析概要

有限要素法解析に用いたモデルを図 4.2 に示

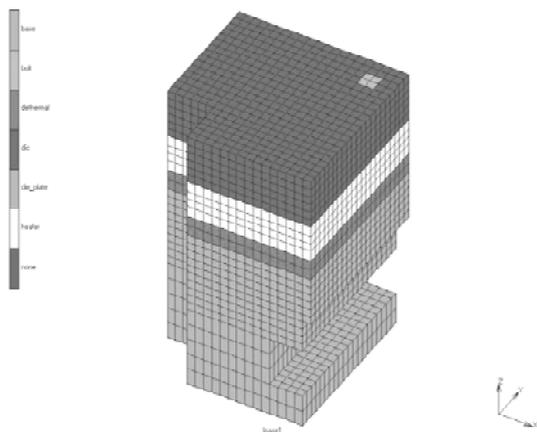


図4.2 解析モデル

す。対象性を考慮した1/4モデルで、要素には8接点三次元熱伝導要素（要素数 10932、節点数 12757）を用いた。解析には MENTAT / MARC を用い、熱伝達率は各部材の内外面について設定するようにした。

解析は、まず金型温度 250℃での実測値と解析値が一致するよう熱伝達率を設定し、その値を用いて金型温度 200℃、150℃の解析を行い、実測値と比較した。

4.3 結果

図 4.3 に金型温度 250℃における金型表面の実測値と解析値の差を示す。初期状態では、特に測定点⑥と⑨において実測値との差が大きくなった。しかし、表面の熱伝達係数をヒーターからの距離により変化させて補正したところ、差を小さくすることができた。傾向として、ヒーターから離れるにつれて熱伝達率を小さくすると実測値に近づいた。

金型温度 250℃で得られた熱伝達率を用いて金型温度 200℃、150℃について解析を行った。各温度における実測値と解析値の差を図 4.4 に示す。異なる温度条件下で得られた熱伝達率を用いても、実測値に対し-1.0～2.2℃程度の値が得られていることが分かる。

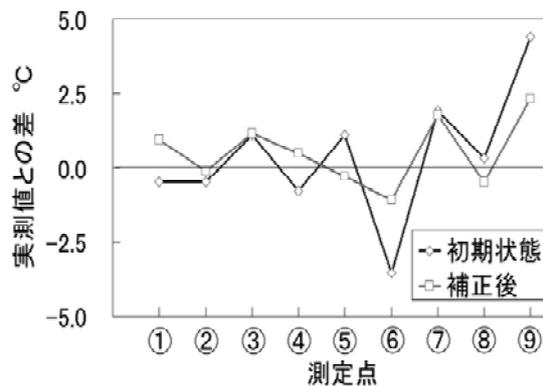


図4.3 実測値と解析値の差 (250℃)

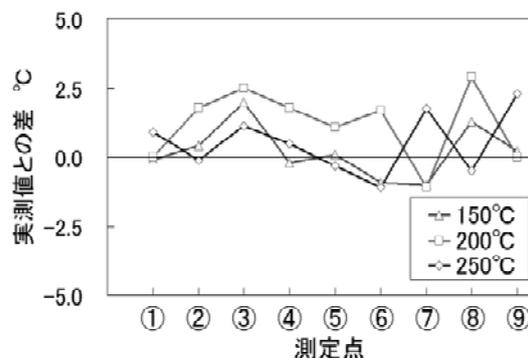


図4.4 各温度における解析結果

5. 大型形状プレス成形品の形状精度評価

5.1 概要

マグネシウム合金の最大の特徴は軽量であることであり、その特徴を生かすためには大型部品への適用が効果的である。このため、マグネシウム合金板とアルミニウム合金板で大型部品の張り出し成形を行い、各成形温度における形状精度を測定してその特徴を比較した。

5.2 試験方法

成形形状は図 5.1 に示すドーム型スクリーンの構成部品で、図 5.2 に示すように大きさ約 780×380mm、ドーム部の曲率は SR1500、板厚 1.2mm である。試験に用いた板材は、AZ31B-O、A5052P-H34 の 2 種で、それぞれの化学組成は表 5.1 に示すとおりである。試験条件は KONGO

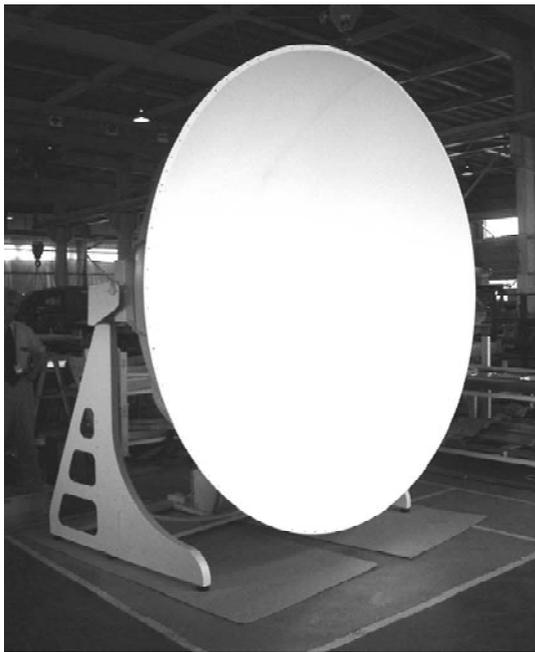


図5.1 ドーム型スクリーン

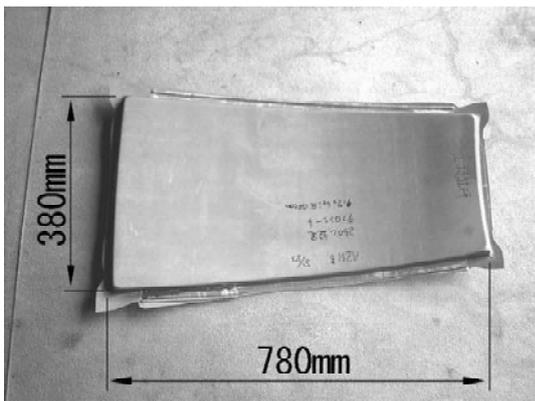


図5.2 大型成形品

表5.1 化学組成 (wt%)

AZ31B	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Ni
	2.87	1.00	0.40	0.003	0.01	0.003	0.001
A5052P	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn
	0.07	0.2	0.02	0.01	2.72	0.18	0.06

製 400 トン油圧プレスを用い、金型温度は 150 °C～250 °C で成形可能な温度で加工し、加工速度は約 1 mm/sec、潤滑には厚さ 0.05mm の PTFE シートを用いた。ダイクッション荷重は AZ31B では 390kN、A5052P では 49kN とした。また、それぞれの加工においてパンチを目的のストローク押し込んだ後、形状固定のため 2450kN の荷重を负荷した。(成形状況：図 5.3)

評価方法は、成形したドーム曲率をH15年度

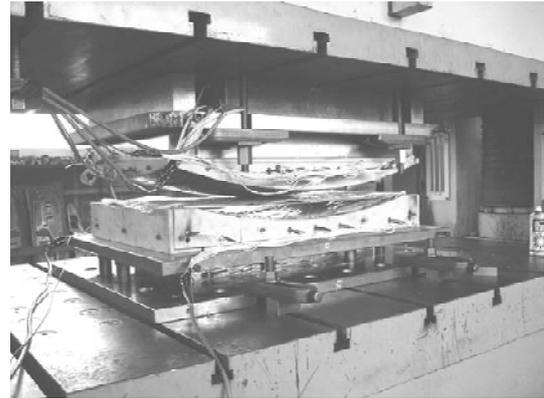


図5.3 成形状況

表5.2 設計曲率半径との偏差 (mm)

材 料	成形温度(°C)	長 辺	短 辺
AZ31B	225	+56	+153
AZ31B	250	+66	+112
A5052P	150	+516	+2180
A5052P	200	+434	+1947

に逐次張り出し成形プロジェクトで開発した機上計測システム⁵⁾で長辺方向と短辺方向の二方向測定し、それぞれ設計値からの偏差を求めた。

5.3 試験結果

AZ31B では成形温度 225 °C 及び 250 °C で成形が可能で、A5052P では 150 °C 及び 200 °C で成形が可能であった。それぞれの材料の各成形温度における設計曲率半径との偏差を表 5.2 に示す。A5052P 材は AZ31B に比べてどの成形品でもスプリングバックが大きく、偏差は桁違いに大きな値となった。また A5052P では面内の一部にゆがみが見られた。

6. 装飾加工を加えた表面処理に関する取り組み

従来のマグネシウム製品は防錆防食の観点から、下地処理と塗装を余儀なくされていた。それゆえ、プラスチック製品と区別しにくく、マグネシウム製品はアピール力に欠けていた。平成14年度より当所で行ってきた表面処理の研究の主たる目標は、マグネシウム製品の本来の金属表面を見せることによる高付加価値化(高級化)を図ることであった。研究開発の結果、新たな陽極酸化技術(マグシャイン)を開発し、

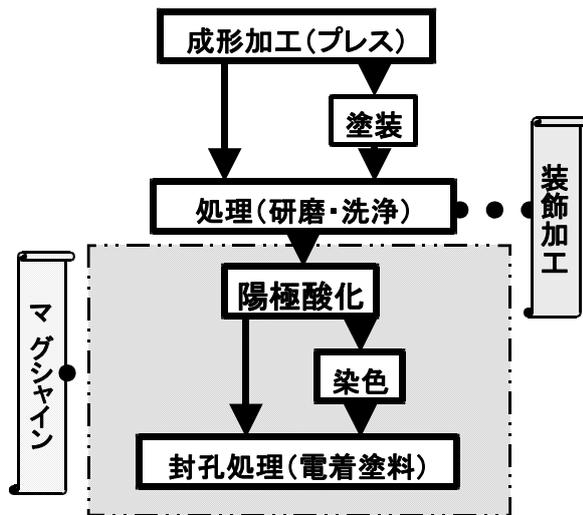


図6.1 装飾加工を含めた表面処理の流れ

図 6.1 にある一連の工程を組み立て、金属光沢を持った表面処理が完成した。

前処理には

- ① ヘアライン研磨
- ② 鏡面研磨
- ③ ダイヤカット

等が考えられる。プレス用の展伸材は、素材の状態ですでに研磨しており、それだけでもマグシャインによる金属表面を表現できるが、前処理（装飾研磨）を加えることでさらに光沢がまし、高級感が引き出せる。

図 6.2 にダイヤモンドを含めた処理の一例を示す。全体塗装後、予め刻印によって凸になっている部分をダイヤモンドする。後工程のマグシャインはアルカリ性の溶液を用いた浸せき処理であるが、40℃程度の比較的低温で行うため、塗装面にほとんど影響はない。よって削った部分のみマグシャインが処理され、デザイン性のある表面処理になる。また、染色についてもマスキング処理により色分けができることを確認している。

5. 結 言

- (1) マグネシウム合金板を使った再絞り実験を行い、成形温度 200℃～225℃の間で再絞り率 60%の成形が可能となることがわかった。とくに、再絞り率 60%では絞り高さ約 90mm と非常にアスペクト比の高い加



図 6.2 a



図6.2b

図6.2 処理例

(図6.2a 新潟県ロゴ 図6.2b 朱鷺)

工が可能となった。

- (2) マグネシウム合金の新しい成形性評価方法として温間スプリングバック評価試験を実施し、その有効性を確認することができた。また張力がスプリングバックに及ぼす影響は温度に依存しないことが分かった。
- (3) 金型加熱時の温度分布解析を行い、実測値と解析値の比較により、熱伝達率を変化させることで熱対流の影響を解析に反映することが分かった。また、異なる温度条件下で得られた熱伝達率を用いても実測値に近い解析値を得ることができた。今回は外面を2分割して熱伝達率を設定したが、ヒーターからの距離との相関を明確にして設定することで、ヒーター配

置を変えた場合であっても精度良く解析が行えるようになり、ヒーター配置の最適化にかかる時間を短縮できると考えられる。

- (4) AZ31B 及び A5052P 材で、大きさ 780×380mm、SR1500 のプレス成形実験を行い、成形形状を比較した結果、設計値に対する偏差は AZ31B 材の方が小さく、形状凍結性が高いことがわかった。また、同じ金型で成形温度やブランク形状を変更しても A5052P では同様の形状精度が得られないことがわかった。
- (5) マグネシウム表面に装飾加工を加えた表面処理を施すため、当所の開発した陽極酸化処理（マグシャイン）に予め研磨等の装飾加工を加えた実験を行い、製品の高光沢、高級化、意匠性向上の可能性を確認した。

参考文献

- 1) 日本塑性加工学会編, ” 塑性加工技術シリーズプレス絞り加工”, コロナ社,1994,p38.
- 2) 相田収平, 田辺 寛, 須貝裕之, 高野 格, 大貫秀樹, 小林 勝, ” AZ31 マグネシウム合金板の深絞り成形”, 軽金属, 第 50 巻, 第 9 号,2000,p456-461.
- 3) 早川ら, ” マグネシウム合金による複雑形状部品の鍛造・プレス加工技術の確立と用途開発(第 2 報)”, 新潟県工業技術総合研究所 工業技術研究報告書,No.33,2004,p7-13.
- 4) 高野ら, ” マグネシウム合金による複雑形状部品の加工技術の確立と用途開発(マグネシウム合金板による深絞り成形性)”, 新潟県工業技術総合研究所 工業技術研究報告書, No.29,2000,p19-23.
- 5) 丸山ら, ” 逐次張出し成形機と成形法に関する研究”, 新潟県工業技術総合研究所 工業技術研究報告書, No.33,2004,p14-19.

逐次張出し成形機と成形法に関する研究

宮下 孝洋* 坂井 修* 相田 収平* 石川 淳*

A Study on Incremental Forming Machine and Forming Process

MIYASHITA Takahiro*, SAKAI Osamu*, AIDA Shuhei* and ISHIKAWA Atsushi*

抄 録

本研究では、汎用 NC フライス盤を活用した逐次成形技術の実用化について検討している。今年度は、本研究の最終年度であり、これまで開発してきた成形技術や応用技術について、企業で展開・活用を図ることを主な目的として活動を行った。その結果、いくつかの企業化支援の事例を通じて、実用化への道すじをつけることができた他、今後の課題等も明らかとなった。

1. 緒 言

国内の製造業を取り巻く環境は、多品種・少量化と製品サイクルの短期化が急速に進んでいるとともに、試作用成形品や一品注文生産の要求も高い。このため、型を必要としないフレキシブルな板成形技術である逐次張出し成形法は、金型のすべて、または一部が不要となるために注目され、様々な研究が行われている^{1)~4)}が、実用化を進めていくために解決すべき問題点もある⁵⁾。

本研究では平成 14 年度から、これらの問題を解決し逐次成形技術の実用化を図ることを目的として研究を行ってきた。今年度は、研究の最終年度でもあり、これまでに開発してきた基本的な成形技術、および周辺技術を実際の企業において展開・活用を図ることを主な目的として活動を行ってきた。以下に、

これまでに得られた成果、および企業化支援事例について報告する。

2. 逐次張出し成形の概要

図 1 に、逐次張出し成形の概略を示す。逐次張出し成形とは、三次元 CAD/CAM によって成形する形状の設計および成形プログラムを作成し、このプログラムを数値制御により、工作機械の主軸に取り付けた棒状の工具を動かすことによって、金属板を所望の形状に張出しさせる塑性加工法である。

図 2 には、本研究で使用した成形機、および逐次張出し成形用ジグの外観を示す。本成形機は、既存の NC フライス盤を流用することで、新たな設備投資の負担を軽減できるだけでなく、機上で型枠やマンドレルの加工ができるといった利点がある。

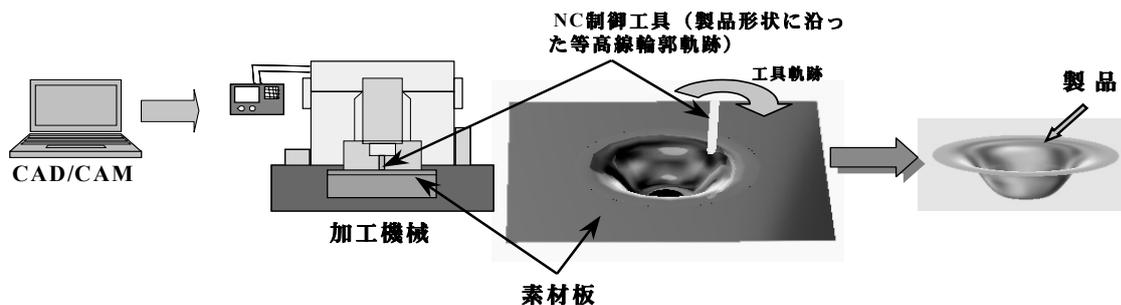


図 1 逐次張出し成形の概略

* 研究開発センター

3. 研究開発の成果

3.1 NCフライス盤を活用した成形機

逐次張出し成形の専用機としては、数年前に開発が行われ市販されているが、逐次成形専用機であり、かつ高価なために十分な普及には至っていない。そこで、本研究では汎用的な加工機である NC フライス盤を利用した成形機の提案を行ってきた。NC フライス盤およびマシニングセンタは広く普及しており、既設備として保有している企業も多く、これらを活用することは、本成形技術の実用化に極めて有効な手段と考えられる。

これらを活用する利点としては、回転主軸による切削加工機能を有していることより、成形機上で型枠やマンドレル加工と張出し成形の両方を同一成形機上で実現できるため、工程の点からも効率的である。なお、本研究で開発した成形機・ジグにおける最大成形寸法は $700 \times 450 \times 200$ (mm) であるが、これらの値は加工機各軸の可動ストローク、および成形ジグの大きさに依存する。



図2 逐次張出し成形機およびジグ



図3 棒状工具と成形用ジグ

3.2 垂直壁を有する形状の逐次張出し成形

逐次張出し成形における局部的板厚 t と加工前の板厚 t_0 と半頂角 θ との間には、ほぼ

$$t = t_0 \sin \theta \quad (1)$$

の関係が成り立つ¹⁾ことから、成形後の板厚がその形状の傾き角に依存するために、垂直壁を有する形状の成形が難しく、これを実現する成形方法の提案がこれまでもなされている^{4), 5)}。本研究においても、逐次張出し成形の実用化にはずみをつけることを目的として、従来の成形方法では加工が困難である垂直壁を持つ形状の加工方法について検討を行ってきた。一例として、形状の一部に垂直壁を持つ半球殻についての成形例を示す。

半球殻は、形状の一部に垂直壁を有するために 1 工程での成形が困難であり、従来の成形方法では、成形途中で破断に至った。

そこで、半頂角 θ が小さくなることによる板厚減少を抑え、なるべく形状全体について均一な板厚とすべく、複数の工程に分割することによる成形を試みた。まず第 1 工程では、フランジ部から頂部（底部）に向かって張出し加工を行う。第 2 工程以降は逆に頂部からフランジ部に向かって張出し加工を行うことで、加工に伴う板厚減少を極力抑え、均一に張出すことで、最終的に垂直壁の成形を行う方法である。本成形法による成形実験の結果、冷間圧延鋼板 SPCC、ステンレス鋼板 SUS304 等において半球殻の張出し成形が可能であった。加工に要した工程数は 14、加工時間は約 50 分であった（図 4）。

また、さらに長い直線部の垂直壁を有する形状である円形皿（図 5）、および正方形皿（図 6）においても成形が可能であり、本研究で開発した、複数の工程を組み合わせる方法による成形が垂直壁を持つ形状の成形に有効であることを確認した。

3.3 逐次成形用 CAM の開発

逐次張出し成形を行うためには逐次張出し用の NC プログラムが必要である。しかし、現在一般に普及している切削用の CAM では様々な問題があり、逐次張出し成形に適した NC プログラムを作成することが容易ではな

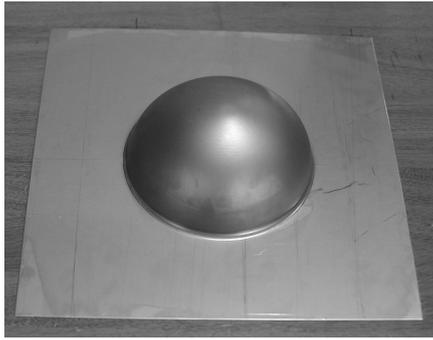


図 4 半球殻の成形例 (SUS304)

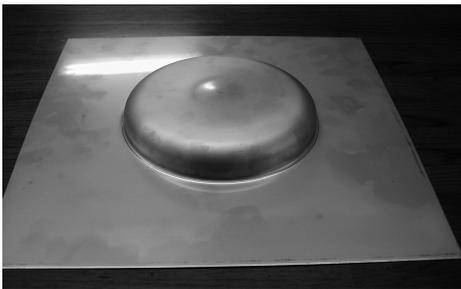


図 5 円形皿の成形例 (SUS304)

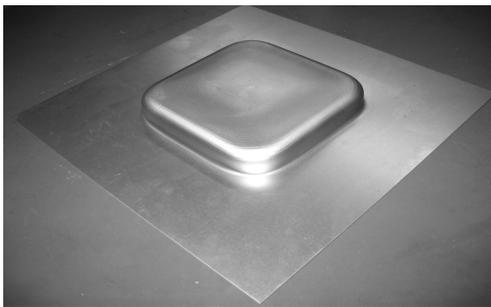


図 6 正方形皿の成形例 (SPCC)

い。そこで逐次張出し成形に適した NC プログラムが簡単に作成できる専用 CAM の開発を進めてきた。これまでに、各種成形パラメータを入力することで丸や角などの定形形状の成形データを容易に作成する機能、および CAD で設計された比較的簡単な自由曲面からツールパスを作成する機能を有する Windows に対応した CAM を開発した (図 7)。これにより、垂直壁形状の成形に対応した工程分割法のツールパスを容易に作成することが可能となり、逐次張出し成形の実用化にはずみをつけることができた。

今後の課題としては、自由曲面形状への完全対応、加工条件の自動選定機能の付加など、

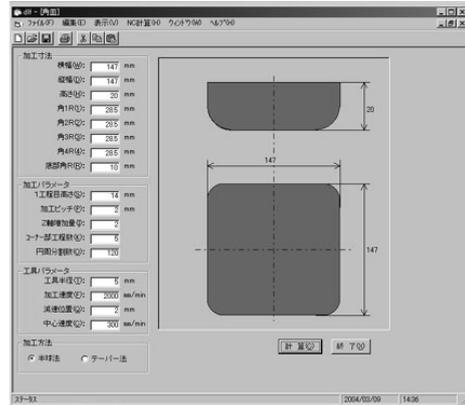


図 7 逐次張出し専用 CAM

さらに実用性を高めたシステムとして開発を進めていくことも必要である。

3.4 高温逐次成形技術の開発

マグネシウム合金は、実用金属としては最も軽い材料であり、リサイクル性にも富んだ金属として注目を集めている。成形性については、その結晶構造などから常温での絞り成形性は悪いが、温間加工を行うことで良好な成形性を示すことが明らかとなっている⁶⁾。そこで、本研究においても、マグネシウム合金の逐次張出し成形を評価し、試作品等への適用可能性を探ることを目的として、基礎的な成形性試験を行った。なお、成形した形状は、円錐形状 (フランジ部直径 84mm、高さ 25mm)、および半球殻 (直径 84mm) を取り上げ、実験を行った。

表 1 に円錐形状の成形実験結果を示す。表中○印は成形成功、×印は成形途中での破断を表している。逐次張出し成形が可能になる温度は 523K 以上であり、温度を上げていくことにより成形限界半頂角 α も小さくなり成形性が向上する。特に 623K 付近で $\alpha=35^\circ$ と顕著な向上が認められるが、それ以上の温度では、成形温度による顕著な成形性の向上は認められず、 $\alpha=33^\circ$ とほぼ横ばい状態となった。また、多工程分割成形による半球殻の成形では、673K~773K の範囲で成形を試みたが、いずれも最終工程で破断を生じ、成形できなかった。

表 1 AZ31 Mg 合金 成形性試験結果

	成形温度 T K (°C)									
	473 (200)	523 (250)	573 (300)	623 (350)	648 (375)	673 (400)	698 (425)	723 (450)	748 (475)	773 (500)
47	×	○								
46										
45		○								
44		×	○							
43		×								
42			○							
41			×							
40				○						
39				○						
38				○						
37				○		○				
36				○	○	○				
35				○	×	○				
34				×	×	○	○	○		
33						×	×	○	○	○
32						×		×	×	×

半頂角 α

成形可能範囲

以上の結果より、マグネシウム合金の張出し性は、成形温度や形状といった点において、絞り性ほど良好ではないと考えられる。しかしながら、今後、マグネシウム合金プレス成形の実用化が進んでいった場合には、加熱を必要とする型構造のため、室温で加工できる他の金属とは異なり、簡易型などによる試作成形が容易ではない。このため、試作工程における逐次張出し成形への要求が高まってくるものと考えられる。今後は、複雑な形状についても逐次張出し成形を可能とするための加熱方法などについても検討を進めていく必

要がある。

3.5 機上計測システムの開発

逐次張出し成形を意匠製品や試作品製作用のツールとして普及するために、立体モデルや形状見本から容易に形状データを読み取るための手段が必要不可欠との認識から、加工機上で簡単にワークの形状測定ができる「機上計測システム」を開発した。

前述したように、逐次張出し成形には NC プログラムが必要である。あらかじめ三次元 CAD で設計されたものであれば比較的容易

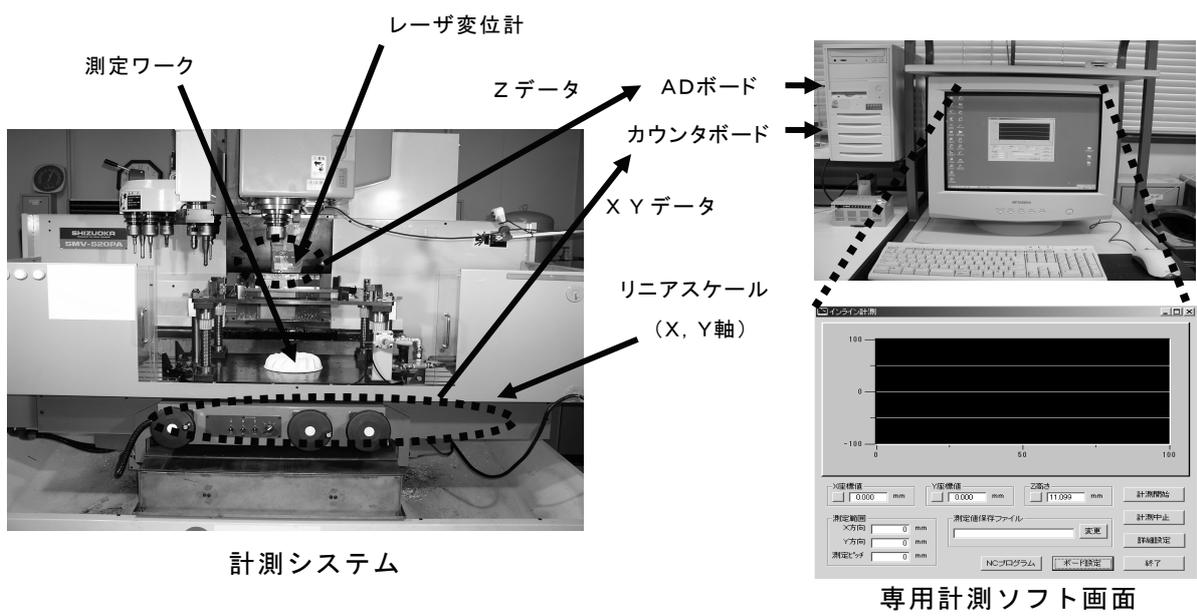


図 8 機上計測システムの構成

に NC プログラムを作成することが可能であるが、立体モデルや形状見本などから NC プログラムを作成するためには、まずこれらの形状データを三次元 CAD に取り込む必要がある。現状では三次元測定機やデジタイザのような測定機器を使用することで形状データの取り込みが可能であるが、高価で取り扱いが容易でない、さらには測定や CAD にデータを取り込むためのデータ処理などにも時間がかかるといった問題もある。これらを解決し、機上で簡単にワークの形状測定ができるシステムを開発した。図 8 に、開発した機上計測システムの構成を示す。

このシステムは加工機の XY テーブルの各軸にリニアスケール（最小読み取り $1\mu\text{m}$ ）を取り付け、テーブルの移動量をカウンタを介してパソコンに読み込むと共に、加工機の主軸に取り付けたレーザ変位計（分解能 $10\mu\text{m}$ ）で加工機テーブル上に置かれた測定ワークの表面高さをパソコンに読み込むことで、ワーク表面形状の三次元データを数値として取り込む構成になっている。

4. 実用化支援事例の紹介

4.1 はじめに

これまでに県内外の企業から、相談や提案

があったものの中から、逐次張出し成形適用の事例を紹介する。

4.2 浄水器カバーの試作

図 9 に製作工程および製作品を示す。板厚 $t=1.0\text{mm}$ 、SUS304 製で製作個数は 10 個であり、量産型を製作する前の形状検討として必要であった。通常では、簡易型を製作してプレス成形で製作するところであるが、納期が 1 週間程度と短いこと、および今後もデザイン変更が生じる可能性が高いために、より柔軟に対応できる成形方法として、逐次張出し成形により製作を行った。

カバー頭部をその水平断面に対応した型枠（SS400 $t=4.5\text{mm}$ ）を用いて逐次成形を行った。形状的には、最終部分でほぼ垂直壁になるため、本研究で開発した工程を分割するツールパスを専用 CAM によって作成して成形を行った。その後、焼鈍→トリム→溶接→研磨を経て製作を行った。

生産性における簡易型による従来方法との比較について、まずコストでは、頭部成形用簡易型の製作費が約 6 万円に対し、逐次張出し成形費用（頭部 10 個製作）が約 2 万円と見積もられる。一方、時間については、簡易型製作に約 3 日を要するのに対し、逐次張出



図 9 浄水器カバーの製作工程

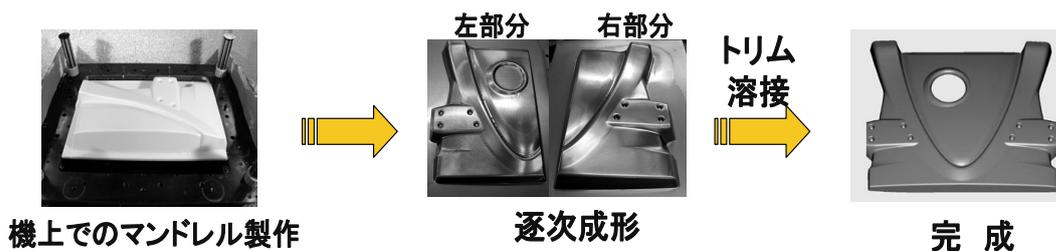


図 10 スポーツカー用エンジンカバーの製作工程と製作品

し成形では、約 6 時間で製作できた。また今回は、製作途中で楕円形状から図に示すようなトラック状のデザインに変更が生じたにも拘わらず、型枠を取り替え、新たにツールパスを作成することで柔軟に対応できたことも付け加えておきたい。

4.3 スポーツカー用エンジンカバーの試作

図 10 にスポーツカー用エンジンカバーの製作工程および製作品を示す。板厚 $t=1.0\text{mm}$ 、SPCC 製で製作個数は 3 個であった。製作の意図としては、前述の事例と同様に量産型を製作する前の形状検討である。本研究で開発した成形機での加工範囲を超える大きさ、および自由曲面を持つ複雑な形状のために、形状を左右 2 分割し、それぞれについて機上にて ABS 樹脂を切削加工することでマンドレルを製作して、分割成形後に三次元レーザ加工機によるトリム、その後溶接により接合して製作した。従来は、やはり簡易型によるプレス成形に加え、成形が難しい部分では熟練技能者による手加工を加えて製作する。これに対して、逐次張出し成形では NC データによる成形であり、熟練を必要としないばかりではなく、量産型を製作する場合に CAD データを活用できるといったメリットもある。

生産性における比較についても、簡易型による方法が約 30 日程度要するのに対し、逐次張出し成形では、約 2 週間程度で可能な点を考えても、逐次成形による効果があったと考えられる。

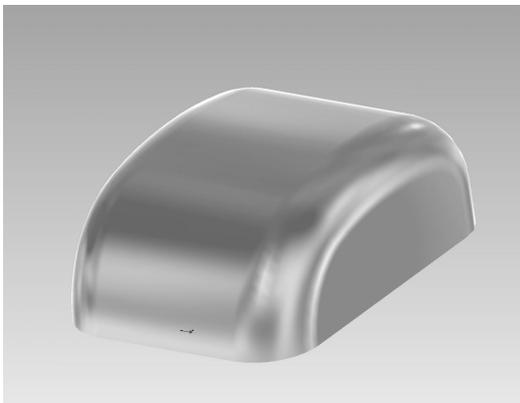


図 11 除雪ロボット筐体の製作

4.4 除雪ロボット筐体カバーの試作

「愛・地球博」で運用デモンストレーションを行うロボットの開発に対する(独)新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)『21世紀ロボットチャレンジプログラム』に(財)にいがた産業創造機構と連携して応募し、採択された、除雪ロボットの筐体について逐次張出し成形により、製作を試みた。

図 11 に示すような形状の筐体に対し、左右各 3 箇所について逐次成形を適用し、上面部、側面部と接合して製作を行った。デモ用の試作ロボットのために成形用の型を製作することなく、筐体を製作することができた。

5. 結 言

- (1) NC フライス盤を活用したフォーミングセンタを提案し、工具軌跡、中間形状、工程分割等の工夫を行うことで、垂直壁を有する各種形状の逐次張出し成形を可能とした。
- (2) 逐次張出し成形用 CAM システムの開発を行い、逐次成形の実用化にはずみをつけた。
- (3) マグネシウム合金の逐次張出し成形を試み、523K 以上に加熱することにより逐次張出し成形が可能であることを確認した。
- (4) ワーク形状を加工機上で簡単に測定することのできる、機上計測システムを開発した。
- (5) 各種の企業化、実用化案件の成形試験を行うことで、本技術の普及、支援を行った。

参考文献

- 1) 松原茂夫, 平 5 春塑加講論(1993), 611.
- 2) 北澤ほか, 軽金属, 46-5(1996), 219.
- 3) 吉川ほか, 平 11 春塑加講論(1999), 305.
- 4) 井関ほか, 平 6 春塑加講論(1994), 573.
- 5) 田中ほか, 新潟工技総研研究報告書(2002), 22.
- 6) 相田ほか, 軽金属, 50-9(2000), 476.

MEMS プロセス技術の開発研究（第1報）

渡邊 健次郎* 坂井 朋之* 長谷川 直樹* 佐藤 健*

Development of MEMS Process Technology

WATANABE Kenjirou*, SAKAI Tomoyuki*, HASEGAWA Naoki* and SATOU Takeshi*

抄 録

MEMS プロセス技術についての研究を行った。この研究は、MEMS プロセスの要素技術、シミュレーション技術や MEMS 製品の試作を目的として、3 か年の予定で行う。本年度は、要素技術である、微細パターン露光技術、エッチングの異方性等方性制御、CNT の成長制御についての検討を行った。また、光導波路についてのシミュレーションも行った。

1. 緒 言

「MEMS」は Micro Electro Mechanical Systems の頭文字を並べたもので、文字通り微小電気機械システムのことであり、数 mm 四方の小さなチップの上に、メカニカルに動く部分と、それを制御する電子回路がコンパクトに納められたもので、いくつもの部品や装置を使った大きなシステムと同じ働きをすることができる。図 1 に、MEMS の例として、自動車に使われている「エアバッグシステム」のセンサーを示す。

従来の機械式エアバッグシステムでは、自動車の衝突に連動して移動するオモリ、これを支えるバネ、バネ長さの変化を検出する装置、爆薬に点火する電気信号処理装置等が必要である。MEMS によるエアバッグシステムでは、これらが、10mm 四方ほどの一つのチップに収められている。写真中央部がオモリに相当し、周囲に検出機能が配置されている。

この製造技術は、半導体製造プロセスを基盤としているが、メカニカルな部分があることから、より立体的かつ複雑な形状を含むのが特徴である。このために基板平面上の線幅ルールでは、半導体 IC ほどの微細化は進んでいないが、より深くエッチングするといった特殊な技術が使われている。

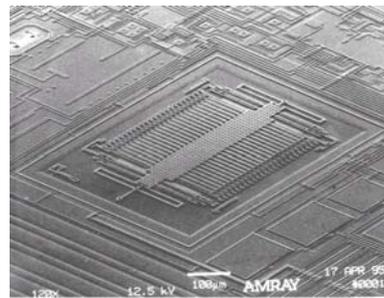


図 1 加速度センサー
(出展：アナログデバイセズ社HP)

MEMS 技術は、光通信用デバイス、各種センサー類やインクジェットヘッドなどの製品はもとより、将来はエネルギーや医療等、幅広い産業への応用が期待されている。

昨年度の先導的戦略研究¹⁾において、MEMS プロセス技術の調査研究を行ったが、本研究ではさらに MEMS プロセスの要素技術を詳細に検討し、将来的には、県内企業のニーズに沿った製品試作を行うことを目的とする。

今年度は、微細パターン露光技術、エッチングの異方性・等方性制御技術、CNT の成長実験についての検討を行った。さらに光導波路のシミュレーションも行っており、これについても報告する。

* 研究開発センター

2. MEMSプロセスの基盤技術

MEMSプロセス技術は、半導体ICの製造プロセスを基盤としているが、最も基本的な技術はフォトリソグラフィーである。

フォトリソグラフィーの基本フローを図2に示す。まず、シリコンウェハー等の被加工物に感光性レジスト（図はネガレジストの例）を塗布する。ガラスマスクを通してUV光を照射すると、遮光部のレジストは硬化しないために、現像液で除去され、マスクのパターンが形成される。更にレジストで被覆されていない部分を薬液や反応ガスでエッチングした後、レジストを剥離すると、マスクのパターンが基板に転写された形状が得られる。このプロセスを繰り返すことで、様々な形状や回路が形成される。

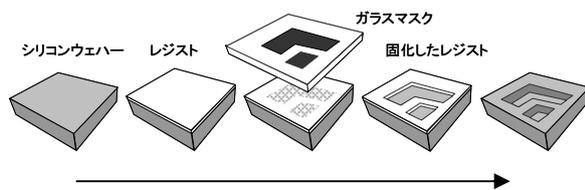


図2 フォトリソグラフィーのフロー

この工程を行うには、スパッタリング装置、スピナー、マスクアライナー、エッチング装置等が必要となる。

本年度は、マスクアライナーを導入し、露光実験に使用した。

スパッタリング装置、ドライエッチング装置については、NICO ナノテク研究センターに導入される装置を使用した。これらの導入に当たっては、当所でも装置選定など技術的な協力を行った。

3. 微細パターン露光技術

3.1 検討の概要

マスクアライナー装置（ユニオン光学に製作委託）を導入し、露光技術の検討を行った。

4インチウェハー用のコンタクト露光装置であり、UVランプとレンズ系をg、h、i線のインテグレート方式、フォトマスクとウェハーのコンタクトモードを3方式（プロキシ、ソフト、

ハード）とした。波長フィルターも搭載できる仕様とし、種々の実験パラメータを検討できるようにした。

メーカーの解像保証値はラインアンドスペース（以下、L/S）で $3\mu\text{m}$ であるが、条件の最適化により $1\mu\text{m}$ の解像を目標とした。

3.2 実験

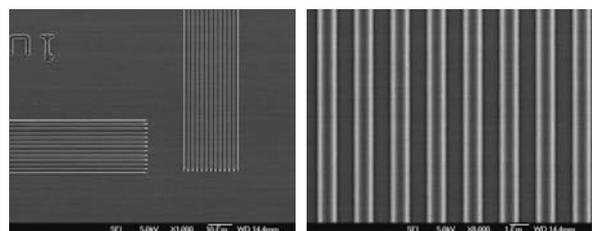
基板には、4インチのシリコンウェハー、同ウェハーに $0.32\mu\text{m}$ の酸化膜を成膜したウェハーを使用した。酸化膜は芝浦メカトロニクス製スパッタリング装置CFS-4EP-LLを用いて成膜した。

基板にスピナーでHMDSを塗布し、続いてポジ型フォトリソレジスト（東京応化製OFPR800）を厚さ $1\mu\text{m}$ でスピナー塗布、乾燥した後、マスクアライナーで1、2、 $3\mu\text{m}$ のL/Sパターンを照射し、現像した後に顕微鏡で観察した。

3.3 結果と考察

種々の条件を検討した結果、コンタクト方式は窒素吹き上げによるハードコンタクト、露光量 $30\text{mJ}/\text{cm}^2$ で行ったものが最も良く解像した。

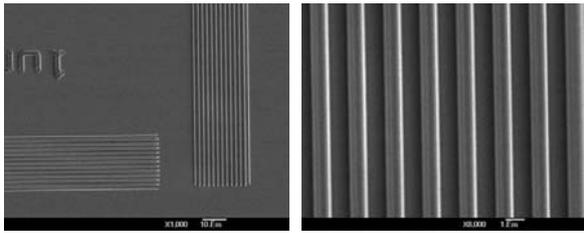
図3は、シリコンウェハーに $1\mu\text{m}$ のL/Sパターンを形成した写真である。（1）はパターン全体、（2）は拡大したもので、この条件では、 $1\mu\text{m}$ のL/Sを解像できているのがわかる。



(1) $1\mu\text{m}$ パターン (2) L/S部拡大

図3 Siウェハー上のL/Sパターン

また、図4には酸化膜付シリコンウェハーを用いたときの現像後の状態を示す。コンタクト方式は、シリコンと同様ハードコンタクトとしたが、露光量は $40\text{mJ}/\text{cm}^2$ とした。この基板でも $1\mu\text{m}$ のL/Sを解像できた。



(1) 1 μmパターン全体 (2) L/S部拡大
図4 酸化膜付ウェーハ上のL/Sパターン

4. エッチングの異方性・等方性制御

4.1 エッチングの方式

シリコンのエッチングにはウェットとドライ方式がある。前者は薬液、後者は反応性ガスによりエッチングをするのでこのような呼び方をする。等方性エッチングの場合、ウェットとドライのどちらも起点から等方的に削られるので側壁が丸まった形状になるのに対し、異方性の場合は方式により異なる。

ウェットの異方性エッチングの場合は、エッチング速度がシリコンの結晶面により異なる性質を利用する方法であり、最終的にはシリコンの特定の結晶面が現れた形状になる。エッチング液には、KOH水溶液やTMAHなどのアルカリ溶液が使用される（等方性では、弗酸、硝酸、酢酸の混合液を使用する）。

ドライの異方性エッチングは、ボッシュプロセスと呼ばれる、シリコンを削るエッチングガス(SF₆)と側壁を保護するデポジションガス(C₄F₈)を交互に切替えることで、高アスペクト比の溝形状が得られる。

それぞれの概略図を図5、6に示す。

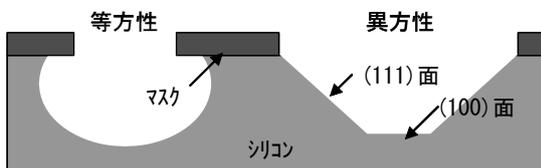


図5 ウェットエッチングの溝形状

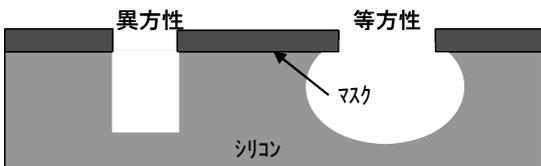


図6 ドライエッチングの溝形状

4.2 ウェットエッチングの検討

4.2.1 実験

(100) シリコンウェーハに酸化膜 0.32 μm をスパッタリング装置（芝浦メカトロニクス製 CFS-4EP-LL）で成膜した。

この基板にスピコートでフォトリソ（東京応化製 OFPR800）を厚さ 1 μm で塗布し、ベーク、露光、現像を行い、レジストマスクを形成した。さらにホットプレートで 165°C 10 分のポストベークをした。

3% HF 水溶液に 1 分間浸漬し、レジストに被覆されていない部分の酸化膜を除去し、マスクを形成した。

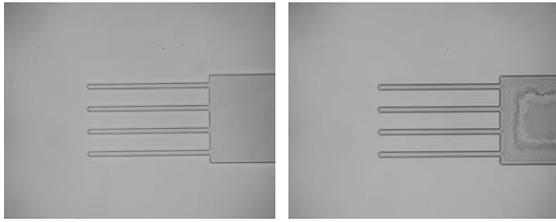
加熱した 50% KOH 水溶液に基板を浸漬し、シリコンのエッチングを行った。

4.2.2 結果と考察

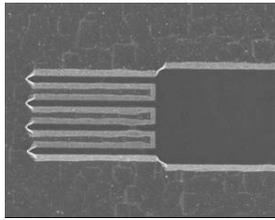
レジスト形成後、酸化膜除去後、エッチング後の状態を図7(1)～(3)に示す。エッチングは 66°C に加熱した液で 20 分間行った。その結果、シリコンは約 6 μm エッチングされていた。

図7(1)、(2)より、レジストパターンの形成と酸化膜除去は外観上良好であった。

また、(3)より、シリコンをエッチングした後の状態は、斜めに側壁が現れている。これはシリコンの(111)面であり、異方性エッチングの特徴が現れていることがわかる。ただし、直線部分を詳細に観察すると、形状に凹凸があり、エッチング条件の最適化に課題を残した。この原因としては、フォトリソと酸化膜の密着性が十分でなく、酸化膜マスクに微小な欠陥があること、シリコンウェーハの結晶方向とパターン形状のアライメントが不十分であったことなどが推測される。



(1) レジスト形成後 (2) 酸化膜除去後



(3) シリコンエッチング後

図7 ウェットエッチングの状態

4.3 ドライエッチングの検討

4.3.1 実験

4インチのシリコンウェーハに前項と同じ条件でレジストを塗布し、1、2、3 μ mのL/Sパターンを形成した。さらにホットプレートで125°C5分のポストバークをした。

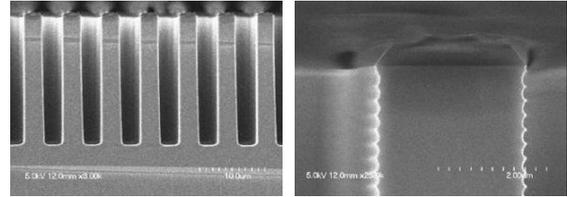
次にドライエッチング装置（住友精密製MUC-21）を用いて、ボッシュ法によりエッチングを行った。エッチングレート2.5 μ mの設定で処理時間を8分とした。

4.3.2 結果と考察

3 μ m L/Sパターンでエッチングしたシリコン基板の断面を図8に示す。図8(1)は、全体形状を観察したもので、3 μ mの幅で22 μ mの深さまでエッチングされており、高アスペクト比の溝が形成できている。側壁角度を計測した結果、89.5°であり、表面に対してほぼ垂直にエッチングがなされている。

図8(2)は、溝の一つを拡大したものである。ボッシュ法では、デポジションとエッチングを交互に繰り返すため、原理上スカロップと呼ばれる凹凸が側壁に形成されてしまうのが、この方式の特徴でもある。スカロップはエッチング条件により変化するが、この条件では56nmと比較的小さい値となっている。試作するデバイスにより条件の調整が必要である。

また、図示はしないが、1 μ mと2 μ mのL/Sパターンでは、レジストマスクがプロセス中に剥離するなどの不具合により、適正な形状が得られなかった。レジストの耐性を高めるなど、プロセス条件や材質の検討が必要である。



(1) エッチング断面 (2) マスク部拡大

図8 ドライエッチングの状態

5. カーボンナノチューブの成長制御の検討

5.1 概要

カーボンナノチューブ（以下、CNT）は、その形状や電気的性質が、今後MEMSデバイスの中で活用されていくことが予想される。例としてフィールドエミッションディスプレイの電子銃、単電子トランジスタ、AFMプローブの探針などが挙げられる。

このようなデバイスに応用するには、CNTを位置、直径、長さなどを制御して成長させる必要がある。本研究でもCNTの成長技術をMEMSプロセスの要素技術の一つととらえ、その成長制御を検討した。

5.2 実験

成長装置は管状炉（いすゞ製作所製EPKRO-14K）とガスコントロールユニット（自作）を組合わせて製作した。加熱部は内径55mmの石英管とし、ガスはアルゴン、メタン、水素の3系統とした。

シリコン基板と石英基板に触媒となる鉄、コバルト、ニッケルをスパッタリング装置（エリオニクス製ESC-101）で10分間成膜した。膜厚を計測するとそれぞれ約10nmの厚さで成膜されていた。この基板を管状炉に入れ、次の条件でCNTを成長させた。

アルゴン1000sccmの気流中で900°Cまで約80分で昇温し、900°Cに達した時点でアルゴン

を止め、原料ガスのメタンと水素をそれぞれ 900sccm、180sccm を流した。20 分維持した後、再び原料ガスからアルゴンに切り替え、室温まで自然冷却した。

また、ニッケル触媒について、成膜の厚さをパラメータとして成長実験を行った。厚さは、2、5、10nm の 3 水準とし、上と同様にスパッタリングで成膜した。なお、基板はシリコン、成長時間は 15 分とした。

5.3 結果と考察

図 9 (1) ~ (3) にシリコン基板に成長させた結果を示す。すべての触媒で CNT の成長は確認されたが、CNT の直径や成長方向にはバラツキが大きかった。

また、図示はしないが石英基板についても各触媒による成長が確認された。

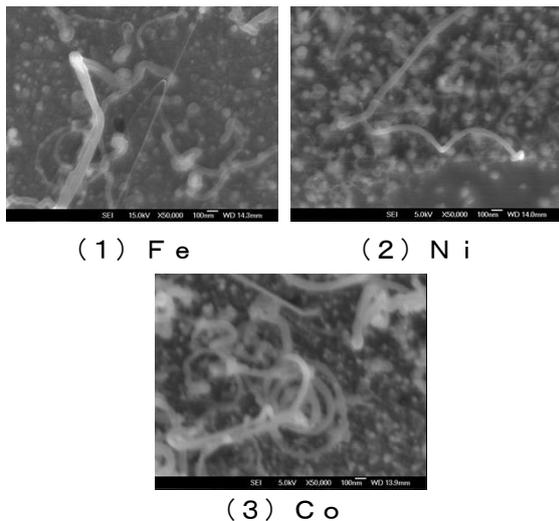


図 9 シリコン基板上的 CNT 成長の状態

図 10 にニッケルを触媒の厚さを変えて CNT を成長させた結果を示す。

触媒厚 2nm では、成長が局所的で量も少なかった。また、10nm でも同様に成長は少なく、径のばらつきも大きかった。しかし、5nm では、他の条件に比べて、成長密度は高く、径も揃っていた。図からもわかるように、触媒は nm オーダで成膜されているので、実験温度では、融点以下であっても容易に微粒化する。CNT は触

媒粒子を起点として成長するので、触媒の微粒化の状態と密接に関連する。

したがって、CNT の成長には、触媒の膜厚が重要なパラメータの一つである。

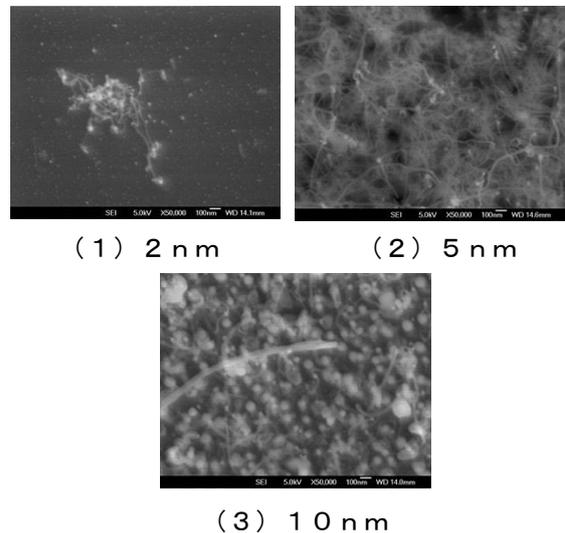


図 10 CNT 成長の状態 (ニッケル)

6. 光導波路の設計と試作

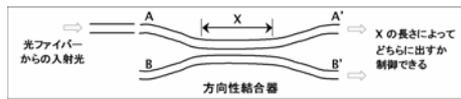
6.1 概要

日本アールソフトデザイングループの設計解析ソフトを使用して、光導波路のシミュレーション計算を行った。光デバイスを試作する上で基本的な素子となる方向性結合器のシミュレーションを行った。

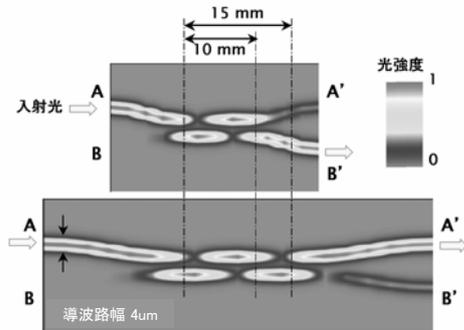
6.2 解析

方向性結合器は、2 本の光導波路間の距離と結合長さを変えることによって、2 本に等分に分岐したり、もう一方の光導波路に光を移すなど、光の分岐比率を可変でき、光送受信器などレーザーダイオードとフォトダイオードを同一基板上に配置する場合に必要な素子である。

図 11 (1) に模式図、(2) に導波路の近接部の長さを 10mm と 15mm で設計したときの光路を計算した結果を示す。なお、導波路の幅を 4 μ m、近接部の距離を 3 μ m として計算した。図より、近接部の長さにより光路が変化の様子がわかる。



(1) 方向性結合器の模式図



(2) 近接長による光伝播の変化

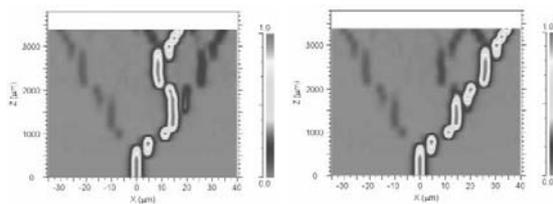
図 1 1 方向性結合器の解析

図 12 は、方向性結合器を組み合わせた光スイッチである。(1) は設計図で、丸で囲んだ近接部に屈折率変調を加えた場合の光路変化を

(2) に示す。出力位置が変化する様子がわかる。このように方向性結合器は、近接部の長を変化させる方法の他に外部からの作用で導波路の屈折率を変化させることにより、光スイッチとして機能させることができる。



(1) 設計図と変調領域



(2) 屈折率変調を加えた場合の光路

図 1 2 方向性結合器を用いた光スイッチ

今年度は、上のように基本的な光素子の解析を開始した状況であるが、今後は AWG (光波長合成分波器) など、より複雑な光素子の設計、試作を検討する予定である。

7. 結 言

- (1) 微細パターン露光の検討を行い、フォトマスクと基板のコンタクトモード、露光量の最適化により、シリコンウェーハ、酸化膜付シリコンウェーハで $1\mu\text{m}$ の L/S を解像した。
- (2) シリコンの異方性エッチングをウェットとドライの方式で行った。ウェットでは、異方性は現れていたが、マスクの形成、結晶軸とのアライメントに課題が残ったが、ドライではボッシュ法により、高アスペクト比の溝形状が得られた。
- (3) CNT の成長実験を行い、鉄、ニッケル、コバルトを触媒として、CNT が成長することを確認した。触媒の厚さが成長に関する重要なパラメータであることがわかった。
- (4) 基本的な光素子である方向性結合器の光路解析を行った。今後は AWG などの光素子の設計、試作へ展開を検討する。

8 謝 辞

本研究の試作実験を行うにあたって、大阪大学松本教授、長岡技術科学大学安井助教授には、CNT の成長実験について、東京工業大学小林教授には、光導波路の設計についての御指導を頂きました。

また、東北大学江刺教授には、MEMS プロセス全般について、多大な御指導を頂きました。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 坂井他 “MEMS プロセス技術の調査研究”, 工業技術総合研究所工業技術研究報告書 No.33 (2004), p97-103.

共 同 研 究

新規機能薄膜の研究

鎌田 義隆* 山下 紘治*
宮下 孝洋** 諸橋 春夫** 笠原 勝次** 高山 浩一**

Study of New Functional Thin Films

KAMATA Yoshitaka*, YAMASHITA Kouji*, MIYASHITA Takahiro**,
MOROHASHI Haruo**, KASAHARA Katsuji** and TAKAYAMA Kouichi**

抄 録

本研究では、物理的気相成長（PVD）法である蒸着法とスパッタ法を用いて携帯電話用キーシートに各種金属薄膜を作製した。さらに金属薄膜のレーザー加工とプラズマによる表面改質についても検討した。その結果、薄膜作製時に薄膜の膜厚と構造の制御を行うことにより各種機能を有する薄膜が作製できた。また、金属薄膜のレーザーによる文字抜き加工条件と金属薄膜の保護膜密着性向上のための表面改質法を確立した。

1. 結 言

携帯電話の重要な操作部であるボタン部分は、キーシート（図1）と呼ばれ、多様なデザイン（形、色、光沢、文字等）と複雑な機能が求められている。近年、携帯電話は外装部分への金属調加飾が増えており、その製法の主流はメッキである。しかしメッキは、製造工程における廃水等の環境的問題があり、また、キーシートに求められる機能の付加やレーザーによる文字抜き加工等が困難である。



図1 キーシート

そこで本研究では、環境への負荷が少ない蒸着法、スパッタ法を用いたキーシートへの金属薄膜作製に関する研究を行い、主として金属薄膜の

- (1) ハーフミラー機能付加
- (2) 静電破壊防止機能付加
- (3) レーザー文字抜き加工
- (4) プラズマによる表面改質

について検討を行った。

2. ハーフミラー機能付加

2.1 概要

ハーフミラーとは、通常は鏡として見えるが、その裏面から光が照射された時にはその照射光が見えるものである。このハーフミラー機能は、光の反射機能と透過機能を兼ね備えた薄膜によって実現できる。光を効率良く反射するためにメッキが利用されているが、さらに透過機能も付加することは、メッキの膜厚が厚いことから困難である。そこで本研究では、真空蒸着法、スパッタ法¹⁾により、反射膜に最もよく使われているアルミニウム (Al) の薄膜を作製し、その際に膜厚制御を行ってハーフミラー機能の実現を検討した。

* サンアローモバイルデバイス株式会社

** 研究開発センター

さらにハーフミラー薄膜と文字抜き塗装との組み合わせによる新規加飾キーシートの作製も行った。

2.2 実験

本実験では真空蒸着装置およびスパッタ装置を用いて薄膜を作製した。

薄膜作製時の真空度は、真空蒸着、スパッタ共に 1Pa 以下とした。また真空蒸着では、RF イオンプレーティング法による薄膜作製を行った。

作製した薄膜の評価は、透過率測定および目視で行い、その際の基板はガラスを使用した。

また、ハーフミラー薄膜と文字抜き塗装との組み合わせによる加飾キーシートの作製は図 2 に示した構造で作製した。



図 2 加飾キーシートの構造

2.3 結果および考察

本実験においてスパッタ法によるナノメートルオーダーでの膜厚制御技術を確認した。真空蒸着法では安定した膜厚の制御が困難であったが、スパッタ法では成膜時間と膜厚に定まった関係を見出すことができた。また、作製したサンプルは、膜厚 30nm 付近でハーフミラーとなり、膜厚の異なる 3 種類の Al 薄膜について光の透過率を測定した結果 (図 3)、ハーフミラーとなっている膜厚 24.83nm のサンプルの透過率は、10%以下であった。膜厚が 20nm 以下のサンプルは、反射が少ない透き通った膜となっており、透過率は 20%以上であることが分かった。

ハーフミラー薄膜と文字抜き塗装とを組み合わせさせた結果、図 4 に示した加飾機能を有するキーシートが作製できた。図のようにキーシート下部の光源が消灯時は、鏡になり、点灯時は光の透過が高く裏面に塗装した抜き文字をはっきりと写せる機能を付加させることができた。

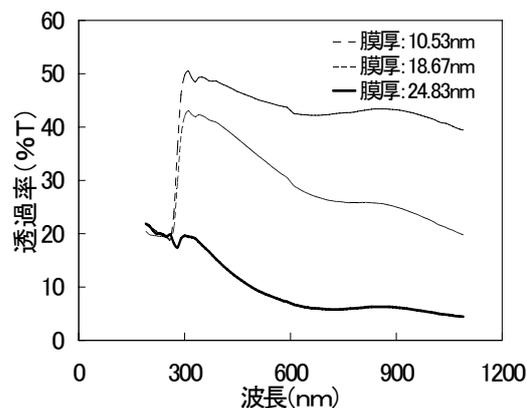


図 3 Al 薄膜の光透過率

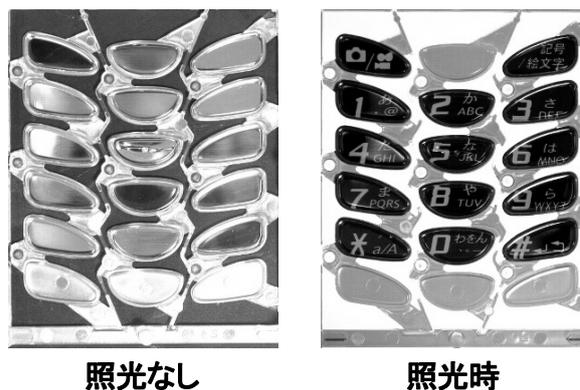


図 4 ハーフミラー応用キーシート

3. 静電破壊防止機能付加

3.1 概要

静電破壊とは、静電気による IC や LSI のゲート酸化膜破壊や拡散層のジャンクション破壊、アルミ配線の溶断などの破壊現象のことである。そして静電気を帯びている人が頻繁に接触する携帯電話において静電破壊は重要な問題である。その対策として内部回路的な対策の他に外装部分であるキーシートにも対策が必要となる。特に金属薄膜がコートされたキーシートにおいては静電破壊

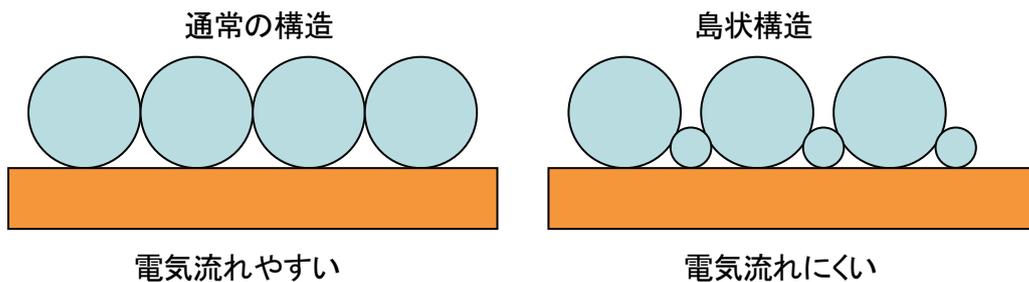


図5 薄膜の微構造

防止機能が重要となる。金属薄膜に静電破壊防止機能を付加するには、薄膜内部の欠陥を多くして接触抵抗を大きくし²⁾、電気抵抗率を高くすることが必要である。欠陥および接触抵抗の増大は、図5に示したような島状構造によって可能になると考えられる。そこで本研究では、真空蒸着法、スパッタ法により、島状構造制御を行ったアルミニウム (Al) およびスズ (Sn) の薄膜を作製して静電破壊防止機能を検討した。

3.2 実験

本実験では真空蒸着装置およびスパッタ装置を用いて、2.2章に記した製法で薄膜を作製した。作製した薄膜の特性評価は、表面抵抗率、気中放電試験、微構造観察について行った。表面抵抗率は、抵抗率計(三菱化学(株)製ハイレスタUP MCP-HT450)を用いて測定を行い、気中放電試験は、静電気許容度試験機(ノイズ研究所製ESS-200AX)を用いて8kVでの試験を行った。微構造観察は、走査プローブ顕微鏡(セイコーインスツルメンツ(株)製SPA-500/SPI3800)を用いて行った。

3.3 結果および考察

スパッタ法で作製したSn薄膜と真空蒸着法で作製したAl薄膜の表面抵抗率の測定結果を図6、図7に示す。この結果から、どちらの薄膜も膜厚50nm以下から表面抵抗率が高くなるのが分かる。しかし、これらの薄膜が絶縁状態になるのは膜厚10nm以下であり、金属光沢の無い透き通った膜であった。

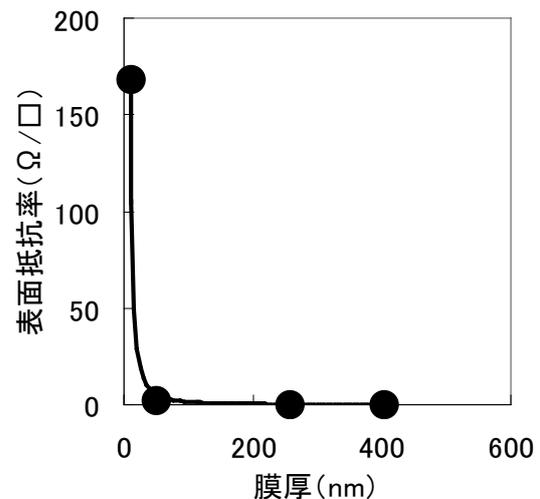


図6 蒸着Al薄膜の表面抵抗率

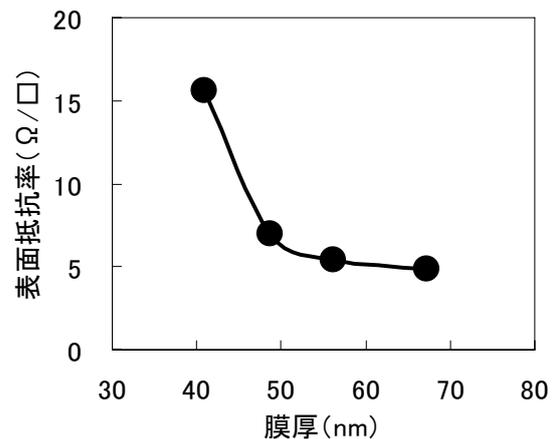


図7 スパッタSn薄膜の表面抵抗率

また、真空蒸着法で作製したSn薄膜の表面抵抗率測定においては、膜厚100nm以下で絶縁状態であることが確認できた。そして膜厚50nm以下では8kVの気中放電試験でも電気を通さないこと

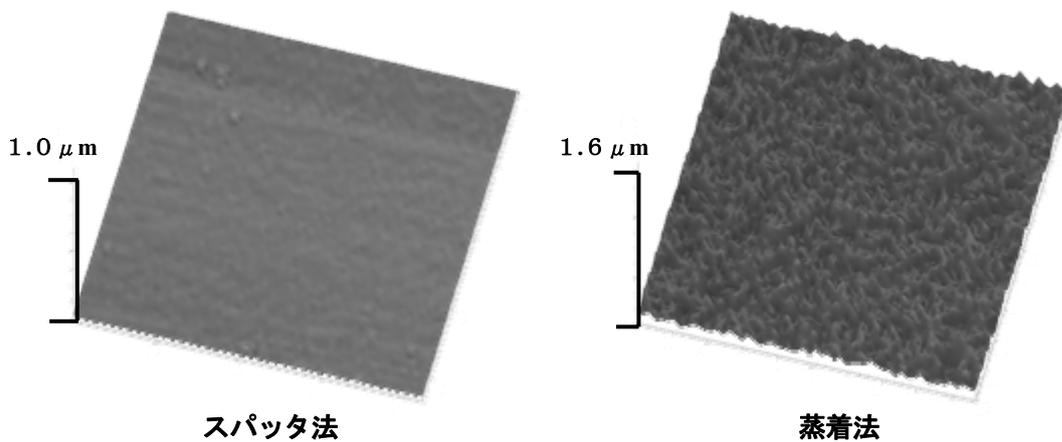


図8 SPM測定結果

が確認できた。

この結果と静電破壊を起こす静電気の電圧が数kV以下であることから、膜厚50nm以下の真空蒸着Sn膜には静電破壊防止機能が付加されたことが分かった。

静電破壊防止機能が付加された蒸着Sn薄膜と付加されなかったスパッタSn薄膜の走査プローブ顕微鏡（SPM）による観察結果を図8に示す。この図から蒸着Sn薄膜の微構造は凹凸があるのに対し、スパッタSn薄膜は平らであることが確認できる。このことは、蒸着法では島状構造が形成されるが、スパッタ法ではスパッタされた原子のエネルギーが大きいため原子は高速で基板に衝突し、島状構造の成長が阻害されたためと考えられる。

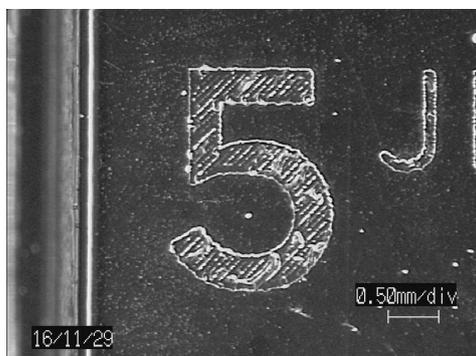
4. レーザー文字抜き加工

4.1 概要

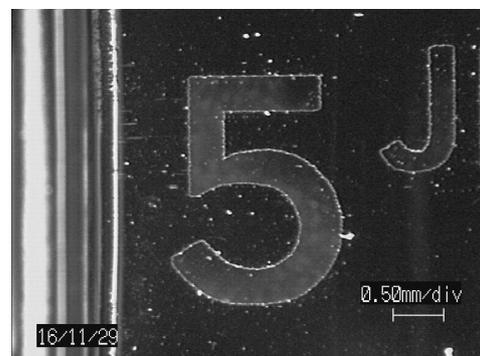
現在、プラスチックの金属加飾の主流はメッキであり、その膜厚は通常5~10μmである。従って、このメッキをレーザーで文字抜き加工するには多くのエネルギーが必要となり、シャープに文字抜きできない、素地のプラスチックまでダメージを与える、という問題点がある。そこで本実験では、膜厚をメッキの百分の一以下にした薄膜を作製し、文字抜き状態がシャープで、素地にダメージを与えないレーザー加工条件の確立を行った。

4.2 実験

本実験では真空蒸着装置を用いて、2.2章に



ミドルコート塗布薄膜



薄膜のみ

図9 レーザー文字抜き加工結果

記した製法で膜厚 50~100nm の Al 薄膜を作製した。作製した薄膜にマーキング用レーザー加工装置を用いて文字抜き加工を行い、最適加工条件を求めた。加工した薄膜は、デジタルマイクロスコープおよび目視によって加工状態を観察した。

4.3 結果および考察

膜厚 100nm 以下の Al 薄膜のレーザー加工条件（電流値、スキャンスピード、周波数）が確立できた。Al 薄膜のレーザー加工状態を図 9 に示す。ここに示されている様に Al 薄膜にミドルコートが塗布されたサンプルのレーザー加工では、シャープな文字抜きができず付着物も残ったが、Al 薄膜のみのレーザー加工ではシャープな文字抜きが実現できた。

5. プラズマによる表面改質

5.1 概要

金属は柔らかくて傷つき易く、薄くなるほど歪み易い。そこで金属薄膜には保護膜（UV 硬化樹脂）が必要となる。金属薄膜と UV 硬化樹脂との反応性が乏しいため、通常は図 10 に示すように金属薄膜の上にミドルコートを塗布することで付着性を高めている。しかし、クロム（Cr）は、ミドルコートとも反応性が乏しく、保護膜の剥がれが起ることがある。一方、Cr の反応性を高めるためにその表面をプラズマで処理することは、非常

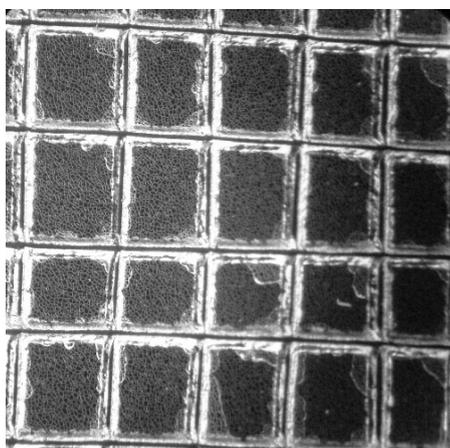


図 10 保護膜の構造

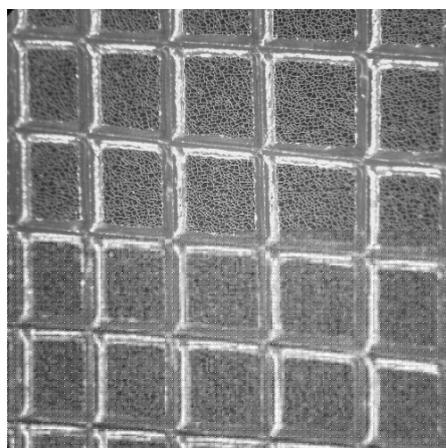
に効果的であると考えられる。プラズマの作用として極性基の導入などの化学修飾があり、プラズマ処理は化学試薬を使用した湿式法に比べ工程が簡単である等の利点がある。そこで本実験では、Cr 薄膜とミドルコートとの反応性を高めるためプラズマによる表面改質を検討した。

5.2 実験

本実験では真空蒸着装置を用いて、2.2 章に記した蒸着法で Cr 薄膜を作製した。作製した Cr 薄膜表面にプラズマ装置を用いて大気圧でプラズマ処理を行った後、ミドルコートを塗布してサンプルを作製した。ミドルコートの密着性評価は、基盤目テープ密着試験（JIS-K5600）により行った。またプラズマ処理を行った Cr 薄膜の接触角測定を行って薄膜表面の極性状態も調べた。



処理なし



処理あり

図 11 基盤目テープ密着試験結果

5.3 結果および考察

基盤目テープ密着試験の結果を図 11 に示す。図に示した様に未処理の場合は、カッターの刃を入れたエッジの部分からミドルコートが剥がれたが、処理を行った場合は、ミドルコートの剥がれは無かった。このことからプラズマ処理により Cr 薄膜へのミドルコートの密着性が、向上することが確認された。また、Cr 薄膜の接触角測定の結果、処理前の 70.5° から処理後は 7.4° へと変化しており、親水性の向上が確認できた。以上に記した密着性と親水性の向上は、プラズマ処理によって Cr 薄膜表面に極性基が導入されたためと考えられる。

6. 結 言

- (1) スパッタ法による膜厚制御技術を確立した。
その膜厚制御 (30nm) によりハーフミラー機能の付加された Al 薄膜が作製できた。
- (2) 蒸着法による島状構造制御技術を確立して、蒸着 Sn 薄膜に静電破壊防止機能を付加できた。
- (3) Al 薄膜のレーザー文字抜き加工条件を確立した。
- (4) プラズマ処理による Cr 薄膜の表面改質により、ミドルコートの密着性を向上させることができた。

参考文献

- 1) G. K. Wehner and D. Rosenbery, "Angular distribution of sputtered material", *Journal of Applied Physics*, Volume 31, Issue 1, 1960, p 177-179.
- 2) K. L. Chopra, L. C. Bobb and M. H. Francombe, "Electrical resistivity of thin single-crystal gold films", *Journal of Applied Physics*, Volume 34, Issue 6, 1963, p1699-1702.

SCM415 と SUS303 の摩擦圧接

大平 宏樹 安部 彰 渡邊 健次郎* 桂澤 豊* 中川 昌幸*

A Study on Friction Welding of SCM415 and SUS303

OODAIRA Hiroki, ABE Akira,

WATANABE Kenjirou*, KATSURAZAWA Yutaka* and NAKAGAWA Masayuki*

抄 録

被削性の良いオーステナイト系ステンレス鋼 SUS303 と、浸炭焼入れにより表面を硬化させたクロムモリブデン鋼 SCM415 を接合することにより、一部は加工性が良く、他の部位は耐摩耗性の高い複合材を作ることが出来る。本研究では、このような異種材料の接合方法として摩擦圧接法を試みた結果、良好な継ぎ手が得られた。同径φ8mmの供試材の場合、アプセット寄り代が2mm以上得られた場合には、接合界面全面がほぼ接合され600MPa程度の引張強さを示した。また、接合機、供試材の材質、硬さ等を変更した場合、適切なアプセット寄り代を得るための指針として、変更すべき接合パラメータとそれらがアプセット寄り代に及ぼす影響について検討した。

1. 緒 言

材料の機械的性質は、材質、熱処理や加工により決定されるが、たとえば、製品とするための加工性と強度や耐摩耗性などを両立することは難しく、材料、加工コストともに高くなってしまふ。比較的安価な材料を用い、製品に要求されるさまざまな機能、性能の一部を満たすような材料を複合化することにより、コストを押さえより付加価値の高い製品をつくることが出来る。本研究では、浸炭焼入れにより表面を硬化させたクロムモリブデン鋼 SCM415 (以下 SCM) の丸棒と、被削性の良いオーステナイト系ステンレス鋼 SUS303 (以下 SUS) の丸棒の接合を検討した。接合方法として、より加工コストを抑えることが出来、十分な接合強度が期待できる摩擦圧接法を用い、その最適な加工条件について調べた。

2. 摩擦圧接について¹⁾

2.1 接合原理

摩擦圧接は被接合材を溶かさずに接合する固相接合である。接合原理は、接合界面における酸化膜、汚染層などの接合を阻害する表面層を破壊し、新生面同士を凝着、拡散させて接合するというものである。摩擦圧接の加工工程は、接合界面を摩擦することによって、表面層を破壊しながら摩擦熱により発熱させ、その後、軟化した接合部付近を塑性変形させ、酸化物等の汚染層をバリとして排出すると同時に新生面同士を押し付けて凝着させ、接合面積を増加させるというものである。破壊された表面層がバリとともに接合界面から排出されるため、それに起因する欠陥が残留しにくいこと、マクロ的には材料を溶解させないため、接合強度を低下させる脆い金属間化合物が生成しにくいこと、などの理由から溶融接合では困難な異材の接合に適している。また、接合界面が雰囲気に触れないため、大気中でのプロセスが可能であ

* 研究開発センター

る。さらに、被接合部材自身の摩擦熱により接合部が発熱するため、他の熱源が不要である。つまり、異種材の接合において、加工コストを大幅に低減でき、信頼性の高い接合が出来る可能性のあるプロセスであると考えられる。

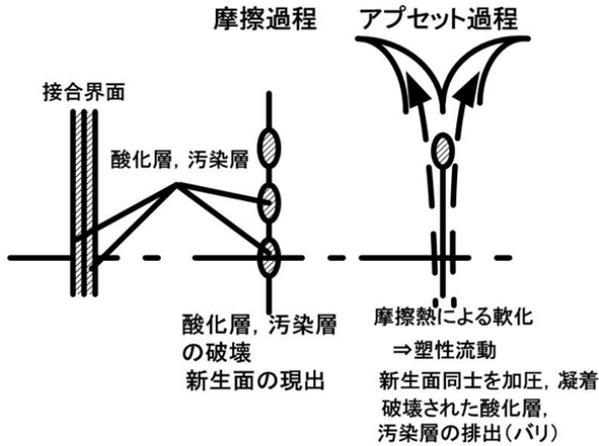


図1 接合原理

2.2 加工工程

本研究ではブレーキ式と呼ばれる摩擦圧接機を用いて実験した。その加工プロセスの概略図を図2に示す。また、本研究で用いた各接合パラメータに対応する記号を表1に示す。

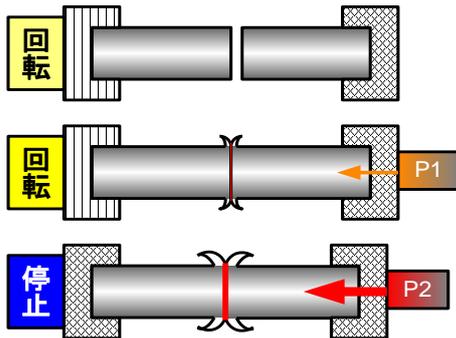


図2 摩擦圧接工程の概略図

摩擦圧接機は、2本の被接合部材の一方を主軸に取り付けて回転させ、もう一方を回転軸と同軸に互いの端面が正対するように固定する。固定側は油圧によって回転軸と平行にスライドし回転側に押し付けることができる構造となっている。主

軸を回転開始した後両者の端面を接触させ、一旦低い荷重（摩擦圧力 $P1$ ）で軸方向に押し付けることで、摩擦熱を発生させ、さらに大きな加圧（アプセット圧力 $P2$ ）を行うと同時にブレーキによって回転停止する。その際に摩擦熱によって軟化した接合部付近に大きな塑性変形（アプセット寄り代 $U2$ ）を引き起こし、塑性流動した材料の一部が接合部付近から押し出され盛り上がったバリとなる。バリは必要に応じて除去する。

各段階における、主軸の回転数（ \longrightarrow ）、加圧力（ $\leftarrow \cdot \rightarrow$ ）、軸方向の変形量（寄り代）（ \cdots ）を図3に模式的に示す。

表1 各接合パラメータに対応する記号

パラメータ	単位	
N	rpm	主軸回転数
$P1$	MPa	摩擦過程における軸方向の加圧圧力
$P2$	MPa	アプセット過程における軸方向の加圧圧力
$U1$	mm	摩擦寄り代(設定値)
U	mm	全寄りしろ(= $U1+U2$)
$U2$	mm	アプセット寄り代
$T1$	sec	摩擦時間(摩擦寄り代が $U1$ に達するまでの時間)
$T2$	sec	アプセット時間
V	mm/sec	接合部断面周速
$P2L$	sec	アプセット遅れ時間
UTS	MPa	引張強さ

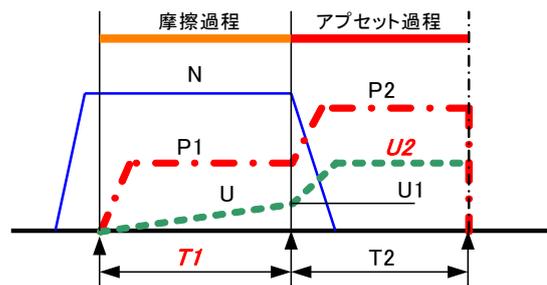
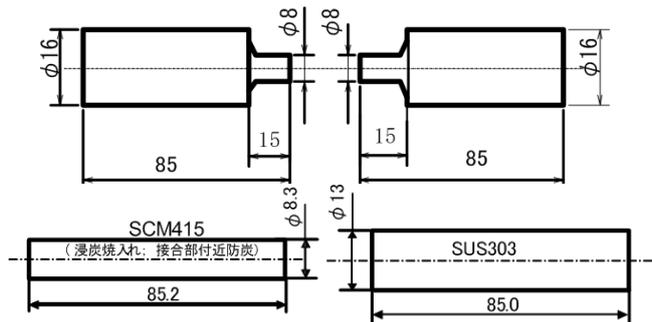


図3 摩擦圧接工程の模式図

3. 供試材および実験方法



(上：同径φ8 下：異径φ8-φ13)

図4 供試材形状概略図 (単位：mm)

3.2 接合条件

供試体の周速は、すべての実験において、およそ1.6m/secとなるように主軸の回転数を設定した。φ8SCM-φ13SUS 異径の場合は細径側の周速で設定した。φ8 同径の場合の接合条件（摩擦圧力 P1、アプセット圧力 P2、摩擦寄り代 U1）を表2に、φ8SCM と φ13SUS の異径の場合の接合条件を表3に示す。

表2 φ8 同径の場合の接合条件

P1	P2
MPa	MPa
40	100
60	150
80	200
100	250
120	300

U1=0.5、1.0、2.0、3.0、4.0mm

表3 φ8、φ13 異径の場合の接合条件

P1	P2
MPa	MPa
80	200
100	250
120	300

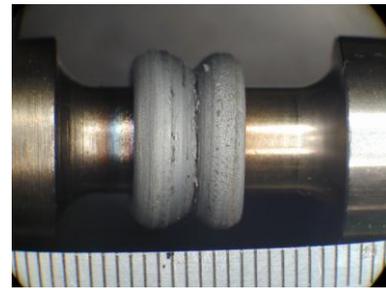
U1=0.5、1.0、2.0mm

4. 実験結果及び考察

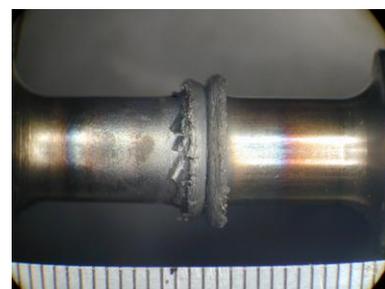
4.1 接合部の特徴

摩擦圧接では、前述のとおりアプセット時に塑性変形を引き起こすことにより、大きなバリを生

成する。その一例を図5(a)、(b)に示す。接合条件



(a) アプセット寄り代が大きい場合



(b) アプセット寄り代が小さい場合

図5 接合部バリ生成の様子为例

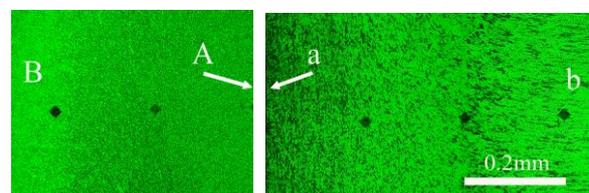
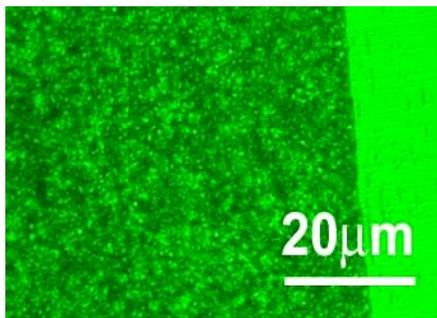


図6 接合界面周辺 (左：SCM、右：SUS)

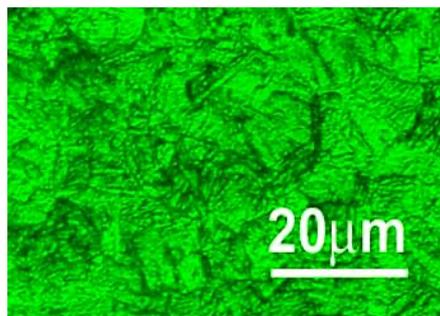
の違いにより、バリの生成状態が異なることが分かる。

図6に接合界面付近の断面組織を示す。A、a部が接合界面付近であり、左側がSCM、右側がSUSである。

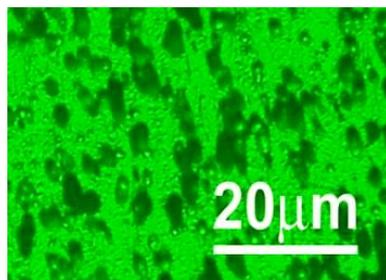
また、図7に接合界面付近A、B部（SCM側）a、b部（SUS側）の組織の拡大写真を示す。接合界面付近ではアプセット時における塑性流動によって組織が微細化していることが分かる。



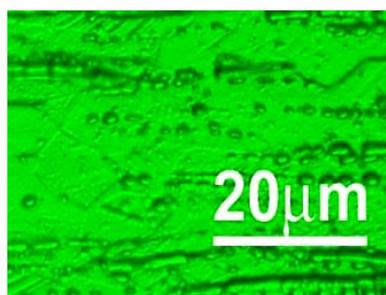
(a) SCM 側 A 部



(b) SCM 側 B 部



(c) SUS 側 a 部



(d) SUS 側 b 部

図7 接合界面付近断面組織

4.2 引張試験による接合強度評価

表2に示した条件(摩擦圧力P1、アプセット圧力P2、摩擦寄り代U1)で接合した供試材を引張試験した結果を表4に示す。摩擦圧力、アプセット圧力の大きい条件では、引張強さがほぼ同等の

590-600MPaという結果となったが、摩擦、アプセット圧力が小さい条件では引張強さが小さくなった。引張強さが612MPa、333MPaとなった供試材の引張破面写真を図8(a)(b)にそれぞれ示す。

引張強度が600MPa程度となる接合条件ではほぼ全面接合しているのに対し、摩擦圧力、アプセット圧力が小さく接合強度が小さくなる条件では部分的な接合となっており、これが接合強度の差になっていると考えられる。

表4 各接合条件(P1、P2、U1)における引張強さ(MPa)(複数の結果の平均値)

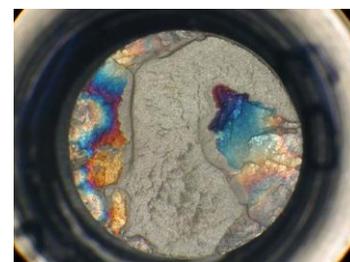
P1 MPa	P2 MPa	U1(mm)				
		0.5	1	2	3	4
40	100	453	429	340	---	234
60	150	612	609	557	---	337
80	200	603	609	591	583	571
100	250	607	609	607	581	598
120	300	612	606	608	612	600

■ 最大値の98%以上 ■ 95%以上



(a) 引張強さ 612MPa

(P1=120MPa、P2=300MPa、U1=3.0mm、U2=4.6mm)



(b) 引張強さ 333MPa

(P1=40MPa、P2=100MPa、U1=2.0mm、U2=0.5mm)

図8 引張破断面

4.3 アプセット寄り代と接合強度

アプセット過程は、摩擦過程後に摩擦圧力よりもさらに大きな圧力を軸方向に付加し、大きな変形を与えバリを排出させる過程であり、そのパラメータであるアプセット寄り代は接合状態を直接表している重要なパラメータといえる。図9にφ8mm 同径供試材におけるアプセット寄り代と引張強さとの関係を示す。

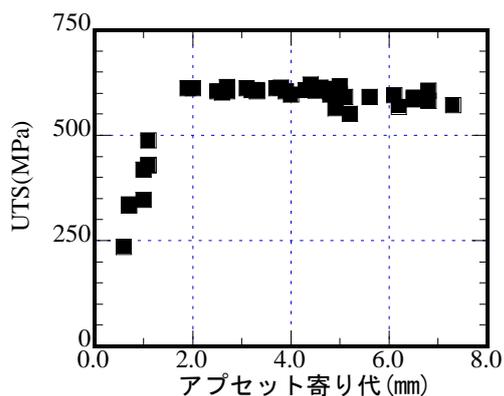


図9 アプセット寄り代と引張強さとの関係

アプセット寄り代が 2.0mm 程度以上になると引張強さが飽和値に達している。引張破断面観察より、2.0mm 以上のアプセット寄り代が得られる条件では、ほぼ界面全面が接合されたのに対し、2.0mm 以下の場合では、破面に非接合面が観察された。アプセット寄り代 2.0mm 以下の場合では、引張強度は実際の接合面積に依存していると考えられる。また、5.0mm 程度以上のアプセット寄り代が得られる条件で引張強さが若干低下する傾向がみられた。図10に接合界面付近の断面軸方向の硬さ分布と図11に引張破断面断面 SCM 側のマクロ写真を示す。

SUS の接合界面付近で硬さが低下しており、SCM 側破断面に SUS の破面が残留していることから、破断経路は SUS の熱影響部であると考えられる。全面接合される条件では、この SUS 熱影響部が破断経路となるため、発熱量が大きくなる条件、すなわちアプセット寄り代が大きくなる条件で、接合強度が低下傾向を示すものと考えられる。

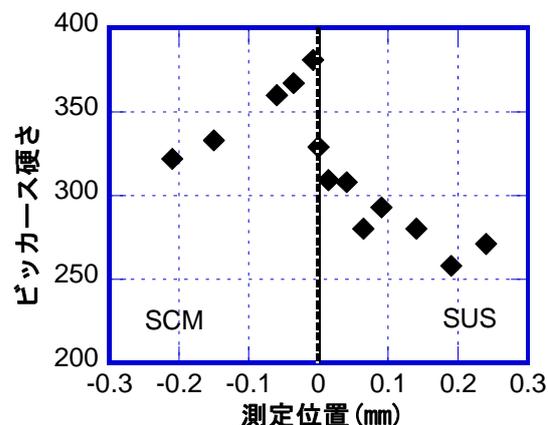


図10 接合界面付近の硬さ分布

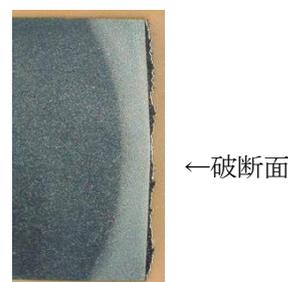


図11 引張破断面断面 (SCM 側)

4.4 アプセット寄り代に影響を与える接合パラメータ

4.4.1 摩擦過程のパラメータ

摩擦過程は接合界面発熱のための過程であり影響するパラメータは周速、摩擦圧力、摩擦寄り代、摩擦時間である。本研究では、周速一定で行っているためそれ以外の摩擦過程のパラメータが相互にどのように関連し、アプセット寄り代に影響を与えるかを検討した。図12に摩擦寄り代と摩擦時間との関係を示す。これらは、加圧条件により傾きは異なるが、比例関係が見られる。このことは、摩擦圧力による変形が一定の速度で進むことを示している。その変形は、摩擦圧力が大きくなるほど速くなり、一定の寄り代を得るための時間、すなわち摩擦時間が短くなる。

また、熱により材料が軟化すると変形抵抗が低下するため、摩擦過程における発熱量はアプセット寄り代で類推できると考えられる。図13に摩擦

時間とアプセット寄り代との関係を示す。

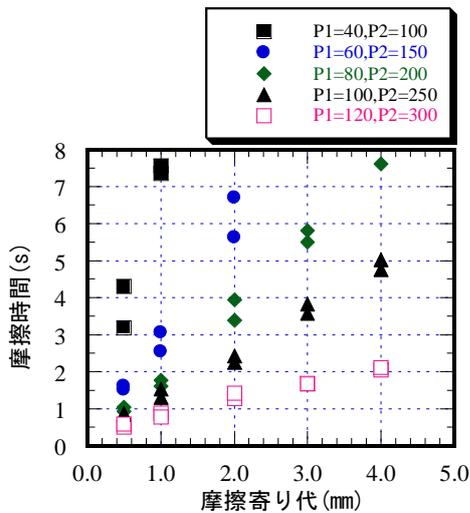


図 12 摩擦寄り代と摩擦時間との関係

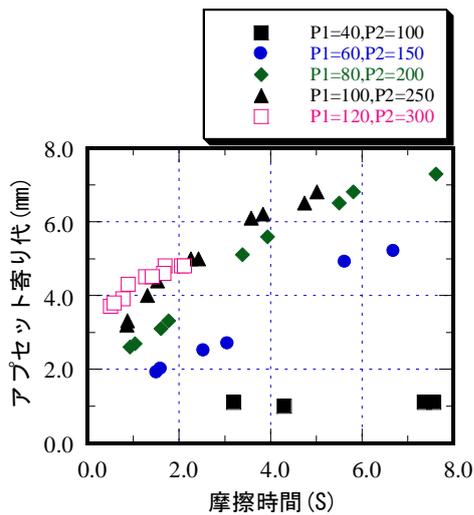


図 13 摩擦時間とアプセット寄り代との関係

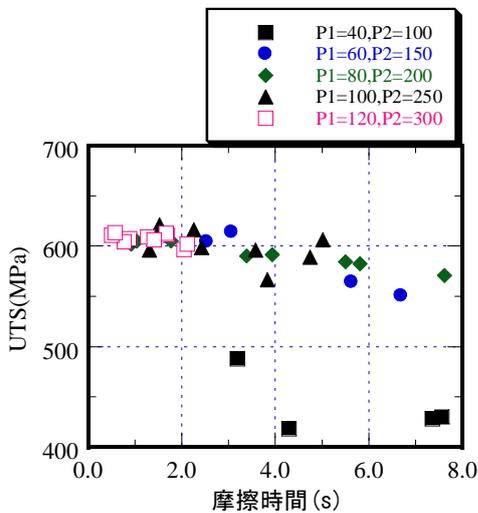


図 14 摩擦時間と引張強さとの関係

各加圧条件において、(全面接合しなかった P1=40MPa、P2=100MPa の条件を除いて) 摩擦時間が長くなるほどアプセット寄り代が大きくなっており、摩擦時間が長くなるに従い、発熱量が大きくなっていることを示している。加圧力に注目すると、例えば、最も加圧力の大きい P1=120MPa、P2=300MPa の条件では、必要な摩擦寄り代を得るための時間が短く、摩擦時間が短くなる結果、発熱量があまり大きくなりえないため、アプセット圧力は最も大きい条件であるにもかかわらず、アプセット寄り代は、他のアプセット圧力の小さい条件より小さい値にとどまっている。これは、より大きなアプセット寄り代を得るためには、アプセット圧力を大きくするよりも、摩擦圧力を低下させ、摩擦時間を適当に長くすることで発熱量を大きくした方がアプセット寄り代の増加に対して効果的であることを示している。しかし、接合時の発熱量は、十分なアプセットを得るための変形抵抗の低下にも寄与するが、熱影響による接合強度の低下の原因となる。図 14 に、摩擦時間と引張強さとの関係を示す。

摩擦圧力の小さい P1=40、P2=100MPa の条件では、摩擦圧力が小さすぎるため、図 13 からわかるように、アプセット寄り代も不十分でその結果として接合強度が非常に小さい。一方、図 14 において、全面接合になっていると思われるその他の条件では、摩擦時間の増加に伴い引張強度が漸減している。この結果からも、破断経路が SUS 熱影響部であること、摩擦時間が必要以上に長くなると発熱量が大きいため、軟化の度合いも大きく、接合強度が低下するというを確認できる。

4.4.2 接合機固有の接合パラメータ

同じ供試材の接合であっても、異なる接合機で最適な接合条件が異なる場合がある。この原因として考えられるパラメータは、アプセット時における接合機の主軸の制動特性である。装置依存パラメータとしては、主軸のイナーシャ、ブレーキの構造、容量、応答性などが挙げられる。これら

は、制動指令が出てから完全に回転停止するまでの時間の増加として表れる。これと関係する制御パラメータは、制動指令からアプセット圧力を付与されるまでの時間、すなわちアプセット遅れ時間である。これを変化させることにより、主軸が完全に停止するまでにアプセット圧力が付加される時間を変化させることが出来る。本研究では、アプセット遅れ時間というパラメータがアプセット寄り代、接合強度に及ぼす影響を検討し、接合機変更の際に起こると予想される接合条件の変化への対処方法について検討した。図 15 に ϕ 8SUS- ϕ 13SCM 供試材におけるアプセット遅れ時間の影響を示す。アプセット遅れ時間は 0sec、0.2sec の 2 条件である。

アプセット遅れ時間 0sec では 0.2sec の条件に比べ、アプセット寄り代が大きくなり、結果として引張強さが大きくなっている。これは、回転しながらアプセット圧力が付加される場合、より大きな塑性変形量つまりアプセット寄り代が得られるためであると考えられる。この結果から、接合機の制動性能の変化で、回転停止時間が変化したことによりアプセット寄り代が変化した場合、アプセット遅れ時間を変化させることでアプセット寄り代を制御できると考えられる。

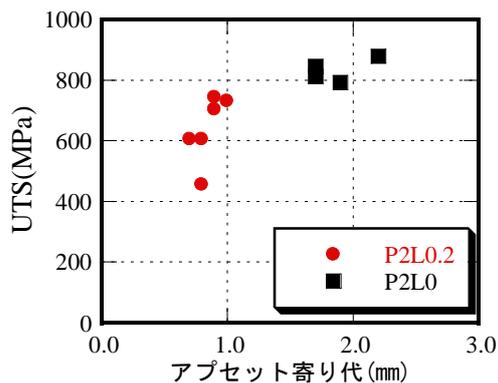


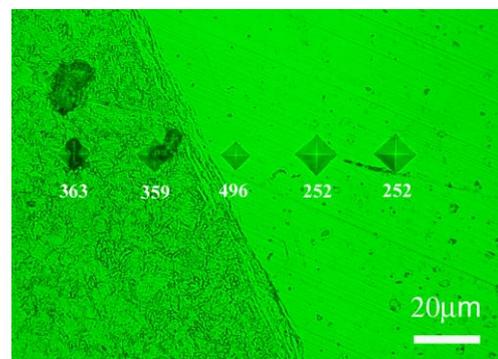
図 15 アプセット遅れ時間によるアプセット寄り代、引張強さの変化

4.5 異径材における接合強度の向上について

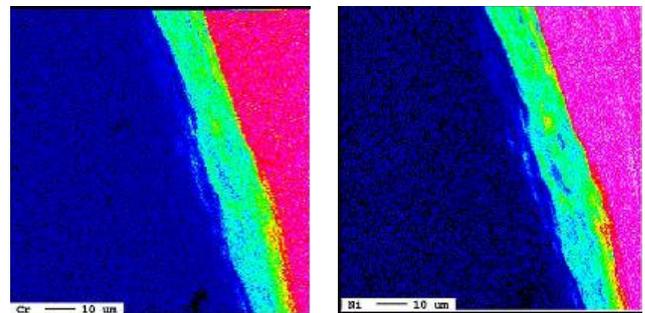
4.5.1 接合界面における硬化層の生成

図 15 は ϕ 8SUS- ϕ 13SCM の異径の供試材の結果である。異径の供試材では同径の場合と異なり、

引張強さが 600MPa 程度で飽和せず、条件によってはアプセット寄り代の増加に伴い引張強度が向上している。前述のとおり、同径の場合では接合界面付近の熱影響部が破断経路となり、引張強度がその熱影響部の強度に収束した。異径の場合の接合界面付近の軸方向の硬さ分布の一例を図 16(a)に示す。また、Cr、Ni のマッピングをそれぞれ図 16(b)、(c)に示す。接合界面付近が硬化しており、母材とは成分の異なる硬化層が生成している事が分かる。



(a) 軸方向硬さ分布



(b) Cr マッピング

(c) Ni マッピング

図 16 硬化層周辺硬さ分布と元素マッピング

((a)、(b)、(c)ともに 左: SCM 右: SUS)

この硬化層において簡易定量分析を行った結果、およそ Cr (4.1%) Mn(1.1%)、Fe(87.3%)、Ni(1.5%)であった。また、炭素量は母材である SCM、SUS と同程度であると仮定すると 0.1~0.2%程度である。これから Cr 当量=4.1%、Ni 当量=1.5+30×(0.1~0.2)+0.5×1.1=(5~8)%となり、図 17 の schaeffler (シェフラー) の組織図²⁾と照らし合わせるとマルテンサイト相の領域であり、この中間層における硬化の要因はこのマルテンサイト相によるもの

ではないかと考えられる。

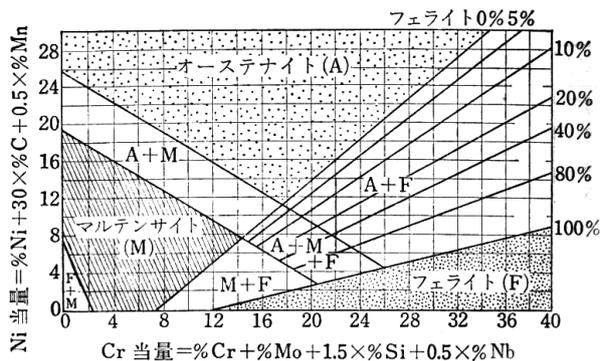
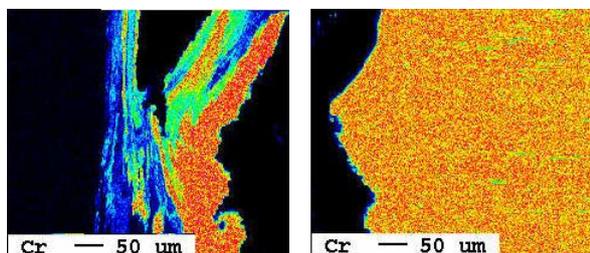


図 17 schaeffler の組織図²⁾

4.5.2 破断経路の変化による接合強度の向上

図 18 に引張破断部の断面における Cr マッピングを示す。Cr 量の多い SUS 側で破断しているのが確認できる。従って、異径の場合も同径の場合同様、破断経路は SUS 側の熱軟化部であると考えられる。しかし、前述のとおり、異径の場合には同径の場合よりも引張強さが大きな値となり、アプセット寄り代に比例し増加する傾向を示している。この理由として、SUS303 の軟化が抑えられたこと、または、材料が強化されたとは考え難い。なぜなら、アプセット寄り代が大きい場合には十分な発熱が得られているため、接合部付近の熱影響は避けられず、図 19 に示されるように φ8-φ8 同径の試験片と同程度もしくはそれ以上の硬さ低下が見られるからである。以上のことから、この引張強度の向上は、破断経路の変化による破断部実面積の増加によるものではないかと考えられる。



(a) SCM 側

(b) SUS 側

図 18 引張破断部断面の Cr マッピング

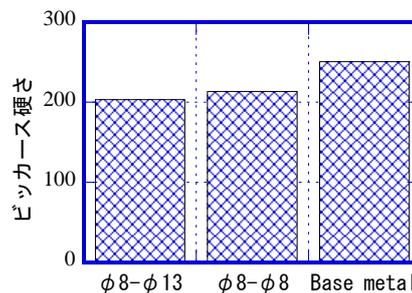


図 19 接合界面付近 SUS 軟化部の硬さ

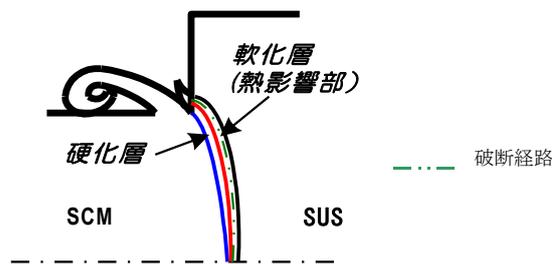


図 20 φ8-φ13 異径の場合の破断経路

接合界面にはマルテンサイト相が生成されると考えられる硬化層と、接合時の熱影響による SUS の軟化層が生成している。また、接合界面は硬い SCM が凸、SUS が凹の形状になっており SUS 側に食い込んでいる。破断経路である SUS の軟化層も径の大きい SUS 側に食い込んだ形状であるため、破断面積は φ8 の SCM の断面積よりも大きくなっており、強度の上昇に寄与していると考えられる。

5. 結 言

- (1) SCM415 と SUS303 の異材の接合に摩擦圧接を適用した結果、良好な継ぎ手を得ることが出来た。φ8 同径の接合では十分なアプセット寄り代が生じる条件で、600MPa 程度の引張強さを示した。
- (2) アプセット寄り代が増加するに従い接合強度は増大し、ある値に達すると接合強度は飽和し、若干減少する傾向を示す。アプセット寄り代を管理することで接合品質を管理できる。

- (3) 適切なアプセット寄り代を得るために、接合パラメータをどのように調整すべきかを検討し、いくつかの知見を得た。摩擦過程のパラメータ、アプセット遅れ時間を変化させることで、アプセット寄り代を有効に調整できることが分かった。
- (4) $\phi 8\text{SCM}-\phi 13\text{SUS}$ の異径の接合では、接合界面付近に硬化層が出来ること、破断経路となる SUS の熱影響部が SUS の内部の方に湾曲し、破断面積が大きくなることによって、接合強度が向上することが分かった。

参考文献

- 1) (社)溶接学会編, “溶接・接合便覧”, 丸善, 2003,p444-445.
- 2) (社)溶接学会編, “溶接・接合便覧”, 丸善, 2003,p658-659.

CSP（チップサイズパッケージ）用極小径穴

打ち抜き金型の研究

進藤 賢士* 和久井 敏夫* 舟見 豊* 宮下 孝洋** 紫竹 耕司** 石川 淳**

Study of micro-hole punching metal mold for CSP(Chip Size Package)

SHINDOU Kenji*, WAKUI Toshio*, FUNAMI Yutaka*,
MIYASHITA Takahiro**, SHICHIKU Kouji** and ISHIKAWA Atsushi**

抄 録

半導体の実装に使用されるポリイミドフィルムに $\phi 0.1\sim 0.2\text{mm}$ 程度の小径穴を多数個打ち抜くための金型製造技術の確立を目的に研究を行った。対象金型のなかで、ダイプレートとストリッパプレート材料である硬さが60HRC程度の金型鋼に、必要となる小径穴をドリルにて直接加工するための加工条件について検討した。その結果、ドリル回転数は高回転であること、チップロードならびにステップ量は最適値があることを見いだした。

1. 緒 言

近年、携帯電話に代表されるように電子機器の小型化・薄型化・高機能化が進んでいる。これらに用いられる半導体パッケージも小型化が要求され、BGA（Ball Grid Array）構造のCSP（Chip Size Package）が多く用いられるようになってきている。このCSPの基板材料であるポリイミドフィルムにはハンダボールが搭載される $\phi 0.1\sim 0.2\text{mm}$ 程度の導通用の穴が0.5mm程度の間隔で加工される。ポリイミドフィルムへの穴あけにはレーザや金型が用いられる。レーザは加工速度が遅いため量産向きではないが、穴パターンの変更への対応が容易であり、多種少量に向く。また金型を用いた方法は金型費用やメンテナンスに難点があるが、加工速度が速く量産に向いている。

本研究では金型による穴の打ち抜きのための金型設計ならびに金型製造技術について、コストダウンや品質向上を目的として研究を行った。

小径穴の打ち抜き金型製造技術のなかで、ダイプレートとストリッパプレートに打ち抜き穴径とほぼ同一寸法の穴を加工する必要がある。この加工プロセスは通常、熱処理前の鋼材にドリル加工で下穴をあけてから熱処理を行い、硬度を60HRC程度にし、その後ワイヤ放電加工にて所定の穴に仕上げている。しかし、工程数・加工時間の面でコスト高になる、仕上げ加工面品質が悪いなどの問題がある。そこで、加工能率や加工精度などの点で優位性があるといわれているドリル加工にて、熱処理済みの金型鋼に直接、所定の小径穴加工を行う技術の確立を目指して研究を行った。

* 株式会社南雲製作所

**研究開発センター

2. 加工機械

小径穴加工実験には高速加工試験装置（東芝機械(株)製 ASV40）を使用した。おもな仕様を表 1 に示す。また、小径穴加工においては回転するドリルの振れが加工に大きく影響すると考えられる。そこで主軸にドリルの代わりにドリルと同一シャンク径（φ3mm）の超硬ピンゲージを取り付けて、静電容量型変位計（ADE 社製マイクロセンス）を用いて振れ量を測定した。測定結果を図 1 に示す。

表 1 加工機械の主な仕様

主軸回転数	3,000~30,000min ⁻¹
クーラント	ミスト（田中インポート製ドライカットシステムⅡ）
移動指令最小値	X, Y, Z 0.001mm
NC 設定	ステップ退避 Z 座標 +0.2mm クリアランス 0.2mm

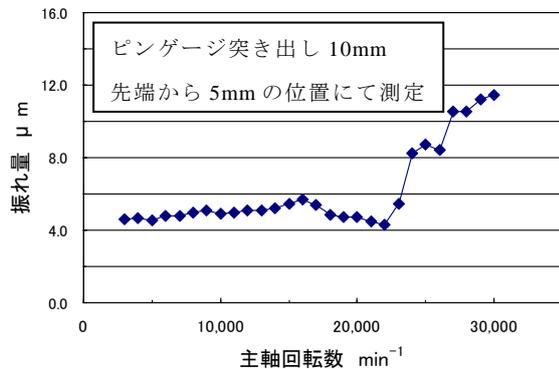


図 1 回転振れ量の測定結果

ピンゲージ先端における振れ量は 3,000~23,000min⁻¹ の範囲においては 5 μm 前後であるが、これより高回転になると振れ量は増加していく。これは本機械の工具把持方式がコレットチャックであり、回転の増加に伴う遠心力の影響で把持力が低下していくことに起因していると思われる。

3. 金型材

研究対象となる打ち抜き金型のなかで、ダイプレートとストリッパプレートは硬さが 60HRC 程度の冷間金型用鋼を使用する予定である。熱処理性や耐摩耗性などの点から一般的には JIS の SKD11 相当材が使用されるが、熱処理後の当材料は難削材として知られている。実際に目標とする φ0.1mm のドリル加工を試みたところ、すぐにドリルが折損し、加工が困難であった。そこで SKD11 と同等の性能でかつ被削性を向上した材料について調査を行った結果、A 社の鋼材がそのひとつとして可能性があったため、これを対象金型材と想定し、小径穴加工実験に供した。図 2 に SKD11 と A 社鋼材（ともに焼き入れ・焼き戻し処理、60HRC）の金属組織写真を示す。いずれもマルテンサイト素地に未溶解炭化物が存在する組織であるが、SKD11 はこの炭

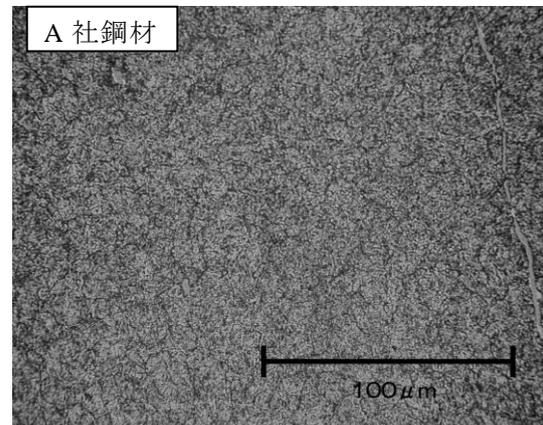
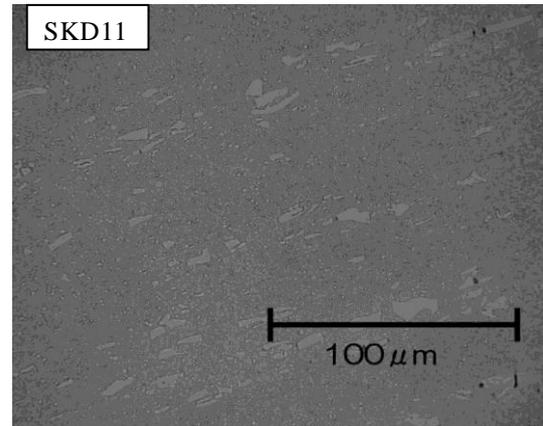


図 2 金型用鋼の金属組織

化物が粗粒である。一般的にいう硬さは両鋼材とも 60HRC (700HV) であるが、ミクロ的にこの炭化物のみの硬度を測定すると 1,300HV 程度とさらに高硬度である。小径ドリル加工になるとこの炭化物の大きさの影響が顕著に現れて、加工が困難になるものと容易に推測できる。一方、A 社鋼材はこの炭化物が微細・分散化されており被削性が向上している。

4. 実験

前記 A 社製の金型用鋼 (60HRC、表面粗さ Ra0.02) に $\phi 0.1\text{mm}$ 、深さ 1mm の止まり穴加工実験を行った。小径ドリル加工条件としては、

- a) 主軸回転数 (ドリル回転数)
- b) ステップ量
- c) チップロード (ドリル 1 回転あたり送り量)

のパラメータが考えられる。これらのパラメータが加工可能穴数 (ドリル寿命) に及ぼす影響を実験により、明らかにする。なお、これらのパラメータの組み合わせにより加工条件が決まるが、加工条件としては 1 穴あたりの加工時間が 10 分程度以内になるようにした。

4.1 ガイド穴加工

小径穴のドリル加工においては、本研究のように加工穴のアスペクト比が 10 程度と大きくなると、ドリルの剛性が低くなり、ドリル食い付き時の逃げや曲がりが生じる。そこで、これらの防止のために加工穴と同一径のガイド穴をあらかじめあけておくこととした。ガイド穴加工条件を表 2 に示した。

4.2 使用工具

超硬ドリル (TiN 系コーティング、先端角 120° 、溝長 1.2mm)、機械取付け時の突出し長さ 10mm。

表 2 ガイド穴加工条件

使用工具	超硬センタードリル $\phi 0.1\text{mm}$ 、溝長 0.3mm、先端角 90°
回転数	$20,000\text{min}^{-1}$
送り速度	20mm/min
ステップ送り量	$20\mu\text{m}$
加工深さ設定	0.1mm

4.3 主軸回転数の影響

チップロードを $1.0\mu\text{m/rev}$ 、ステップ量を $5\mu\text{m}$ と一定にして、主軸回転数を表 3 に示すとおり $5,000\sim 30,000\text{min}^{-1}$ の範囲で変化させて、穴あけ加工を行い、工具が折損するまでの加工穴数を実験により求めた。表 3 に加工条件と 1 穴あたりの加工時間をまとめた。

表 3 加工条件 (主軸回転数変化)

主軸回転数 min^{-1}	送り速度 mm/min (チップロード $1.0\mu\text{m/rev}$)	ステップ 量 μm	1穴加工 時間 分'秒
5,000	5	5	11' 36
10,000	10	5	6' 43
15,000	15	5	5' 08
20,000	20	5	4' 23
25,000	25	5	3' 46
30,000	30	5	3' 26

主軸回転数と加工穴数の関係を求めた実験結果のグラフを図 3 に示す。

加工機械の振れ量測定結果 (図 1) から、加工実験結果の $5,000\sim 20,000\text{min}^{-1}$ の範囲では主軸回転数が高いほど加工可能穴数が多くなる。 $(15,000\text{min}^{-1}$ では振れ量が大きいため加工可能穴数が低下したと判断する) $20,000\text{min}^{-1}$ 以上になると振れ量が增大するため回転数の効果よりも振れ量の影響が大きくなり、加工可能穴数の増加につながらないと考えられる。

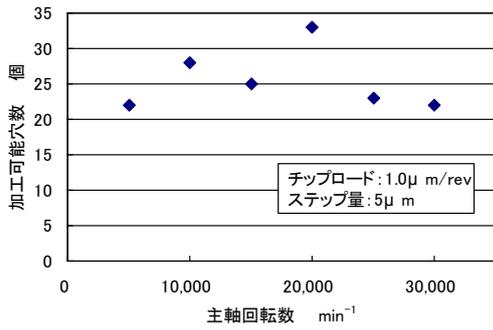


図3 主軸回転数と加工穴数

4.4 ステップ量の影響

主軸回転数 20,000min⁻¹、チップロードを 1.0μm/rev と一定にして、ステップ量を表 4 に示すとおり 2~10μm の範囲で変化させて、穴あけ加工を行い、工具が折損するまでの加工穴数を実験により求めた。

表4 加工条件（ステップ量変化）

主軸回転数 min ⁻¹	チップロード* μ m/rev	ステップ量 μ m	1穴加工時間 分' 秒
20,000	1.0	2	10' 27
20,000	1.0	4	5' 19
20,000	1.0	5	4' 23
20,000	1.0	8	2' 40
20,000	1.0	10	2' 10

ステップ量と加工穴数の関係を求めた実験結果のグラフを図 4 に示す。

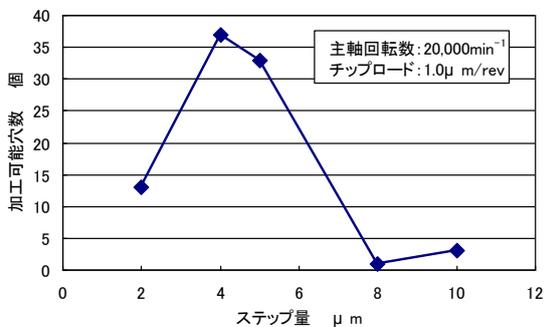


図4 ステップ量と加工穴数

図 4 のグラフから、ステップ量には最適値があり、本実験においては 4~5μm が最適であり、この値からずれると極端に加工可能な穴数が少なくなり、工具寿命が低下することがわかる。ステップ量が低すぎても寿命低下につながる理由としては“低ステップ量=工具のワーク突入回数の増加”となり、工具の負荷変動回数が増えることから疲労による折損を起こしやすくなるためと考えられる。

4.5 チップロードの影響

主軸回転数 20,000min⁻¹、ステップ量を 4μm と一定として、チップロードを表 5 に示すとおり 0.5~3.0μm/rev の範囲で変化させて、穴あけ加工を行い、工具が折損するまでの加工穴数を実験により求めた。

表5 加工条件（チップロード変化）

主軸回転数 min ⁻¹	チップロード* μ m/rev	ステップ量 μ m	1穴加工時間 分' 秒
20,000	0.5	4	8' 23
20,000	1.0	4	5' 19
20,000	1.5	4	4' 19
20,000	2.0	4	3' 44
20,000	2.5	4	3' 21
20,000	3.0	4	3' 07

チップロードと加工穴数の関係を求めた実験結果のグラフを図 5 に示す。

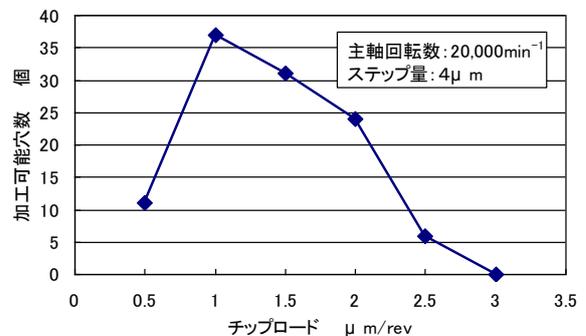


図5 チップロードと加工穴数

図5のグラフよりチップロードに関しても最適値が存在し、本実験の条件の範囲では、 $1.0\mu\text{m}/\text{rev}$ において加工穴数がピーク値を示し、その前後において減少することがわかった。チップロードが低すぎても寿命が低下する原因としては、チップロードが低いほど工具切れ刃とワークとのこすれ回数が多くなり、これによる発熱等が多くなることから、工具寿命が低下すると考えられる。

4.6 加工穴の外観品位

図6に主軸回転数 $20,000\text{min}^{-1}$ 、ステップ量 $4\mu\text{m}$ 、チップロード $1.0\mu\text{m}/\text{rev}$ の条件で1本のドリルにて加工した穴について、加工順に1、13、25穴目のそれぞれの外観写真ならびに1～25穴全体の外観写真を示す。

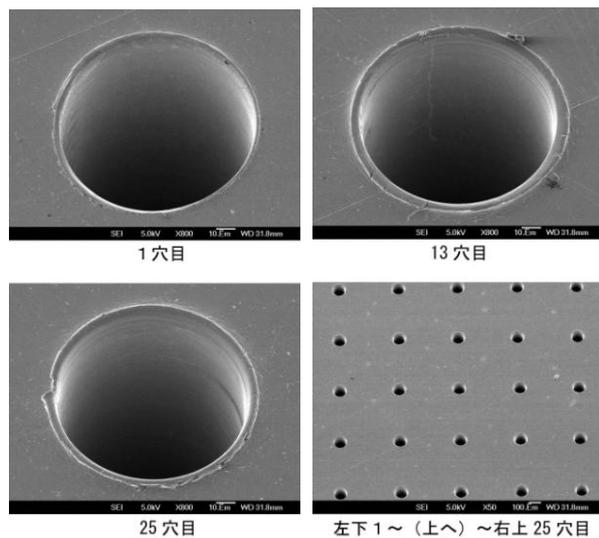


図6 加工穴の外観写真

穴の内面性状については比較的良好であり、ドリル加工のみで仕上げ面にできる可能性がある。しかし、穴の端面にはバリが発生し、加工の進行に伴い、大きくなっている。

5. 結 言

極小径穴打ち抜き金型の製造技術のうち、60HRCの金型鋼に対して、ドリル加工で小径

穴 ($\phi 0.1\text{mm}$) をあける技術の確立を目指して研究を行い、次のことが明らかになった。

- (1) 金型鋼への小径穴ドリル加工の可否は鋼材のミクロ的な硬さ分布に大きく影響される。このため鋼材選定には金属組織の面からの検討も必要となる。
- (2) 小径穴ドリル加工条件について、工具(ドリル)寿命の点から検討した結果、主軸回転数は高いほど良好であり(ただし、振れが小さい範囲)、ステップ量とチップロードには最適値があることがわかった。
- (3) 加工穴の品位については、穴内面の性状は比較的良好であるが、穴端面には加工による顕著なバリが発生する。今後、このバリを低減するための方策について検討する必要がある。

ステレオビジョン画像処理技術の実用化研究

金田 憲明* 成田 十一* 大滝 雄一郎* 本間 智之*
渡邊 健次郎** 伊関 陽一郎** 大野 宏**

A Study of Implementing a Stereo Vision System

KANEDA Noriaki*, NARITA Soichi*, OHTAKI Yuichiro*, HONMA Tomoyuki*,
WATANABE Kenjiro**, ISEKI Yoichiro** and OHNO Hiroshi**

抄 録

2 台のカメラ画像の視差から距離画像を求めるステレオビジョン画像処理技術の実用化に関する研究を行なった。これまでよく使われてきた距離計算アルゴリズムには、対象物の境界がぼけてしまい、また対象にテクスチャの特徴がないと誤った距離画像が計算されるという欠点がある。本研究では、これらの問題を解決しかつ高速で計算できる距離画像計算手法を開発した。また、小型で計算速度の速い実用的なシステムを実現するための DSP ボードを製作した。実際の移動ロボットに搭載して障害物を避けて移動する実験を行ない、その有効性を確認した。

1. 緒 言

CCD カメラやコンピュータの高機能低価格化が進み、大量の画像データを処理する時代が到来しつつある。一部高級車には画像処理を使った安全運転補助装置が導入され、最近研究開発が盛んな移動ロボットには、複数台のカメラ画像から距離画像を求めるステレオビジョンが利用されつつある。ただ、パーソナルコンピュータを利用したステレオビジョンは、寸法と消費電力が大きく、また、専用のハードウェアを開発する場合は、価格が高くなるためあまり普及していない。

本共同研究では、ステレオ画像から既存のシステムより精度よく高速に距離画像を求めるステレオビジョンのアルゴリズムを開発する。

また、DSP (Digital Signal Processor) を使った小型で高速なステレオビジョンを構築し、実用的なシステムの開発を目指す。

本論文では、2 章でステレオビジョンの概要に

ついて述べる。次に、3 章でステレオビジョンの一般的な計算方法である窓相関法について述べる。4 章では新しい手法としての節による対応付けによる方法とその評価実験について説明する。5 章では DSP による小型化、6 章では移動ロボットへの応用について述べ、7 章ではまとめと今後の課題について記す。

2. ステレオビジョンの概要

2.1 原理

ステレオビジョンは、カメラを使ったレンジ (距離) センサの一種で、通常のカメラ画像が視線と交差する対象表面上の一点の明度や色データからなっているのに対し、カメラと対象表面までの距離データ (距離画像) を出力する。

図 1 に計測原理を示す¹⁾。左カメラ画像を基準画像とし、この画面上の点 P_l に対応する右カメラ画像 (参照画像) の点 P_r を求める。直線 l と直線 r は点 P で交わるため、 P の 3 次元座標 (X, Y, Z) は、 $P_l(x_l, y_l)$ と $P_r(x_r, y_r)$ から求まる。 P が手前にあるほど P_l と点 P_r の位置の差 (視差) は大きく、奥にあるほど視差は小さい。

*株式会社マイクロビジョン

**研究開発センター

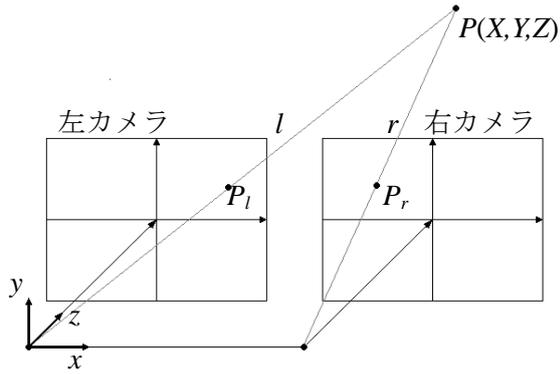


図1 ステレオビジョンの原理

点 P_l に対応する点 P_r は必ず直線上に存在するため、この直線上に沿って対応点を探索すればよい。この直線のことをエピポーラ線とよぶ。カメラの平行化を行えば、エピポーラ線は x 軸に平行となるため、 x 軸に沿って対応点を探索すればよく処理速度が速くなる。

2.2 ステレオビジョンの位置づけ

画像を使ったレンジセンサは、ある形状パターンや濃淡、スペクトルなど何らかの意味を持った光を対象に照射する能動的手法と、外部から何もせず撮像した画像のみから算出する受動的手法に大別される。

ステレオビジョンは受動的手法の一つで、能動的手法に比べてシステム構成が簡単で、広い範囲の距離データを短時間で計算できるという長所がある。その反面、距離精度が悪い、照明の変動に弱いという欠点がある。そのため、実際に使用する場合は他の能動的センサを併用することが多い。

2.3 歴史と現状

ステレオビジョンの理論は30年以上も前に提案されていた。しかし、計算量が非常に多いため、当時のコンピュータの計算能力では、1フレーム (320×240 画素) の距離画像を計算するために数十分もかかり、画像データを計算機に取り込むことも大変で、実用化にほど遠いものであった。ただ、新しい計算アルゴリズムの提案などの研究は盛んに行なわれていた。

その後、半導体技術とカメラの進歩により10年ほど前から再び活発化した。これは、計算量

を劇的に減らすアルゴリズムの開発、低価格の演算プロセッサの開発およびこれらプロセッサに複数の計算を同時に行なえる並列処理機能が搭載され、計算速度が飛躍的に速くなったためである。

最近の特徴としては、専用ハードウェア (FPGA や ASIC) により小型高速化を実現しており、実際の民生用ロボットや高級車向けの車間距離計測センサとして利用されている。車間距離計測では、ステレオビジョン単独ではなく、ミリ波レーダを併用している。

計算アルゴリズムは、次章に述べる窓相関法が一般的である。この方法は、計算量が多いものの計算自体が単純なため、ハードウェア化に向いている。しかし、誤った対応付けが起りやすいため、カメラの台数をステレオビジョンに最低限必要な2台から、5台や9台に増やして、誤対応を減らしている。ただ、カメラ台数が増えるとその分計算量も増加し、システム全体が大型化するという欠点がある。そのため、本研究では、2台のカメラ画像からなるべく精度良く高速に距離画像を計算する手法の開発を目指した。

3. 窓相関法

2台のカメラ画像の対応点探索では、片方の画像の $n \times n$ の窓領域に対して、もう一方の画像の対応する窓領域を求める。窓領域の相関値を求める方法が古くから提案されている²⁾。

3.1 アルゴリズム

各画像の画素 (x, y) での輝度値 $I_1(x, y)$ 、 $I_2(x, y)$ 、その値域を $0 \leq x, y < N$ 、相関演算の窓 i, j の値域を $0 \leq i, j < W$ 、相関演算の探索範囲 d の領域を $0 \leq d < D$ とすると、相関値は単純に輝度値の差の絶対値とし次式で表わされる³⁾。

$$S(x, y, d) = \sum_{i, j} |I_1(x+i, y+j) - I_2(x+i+d, y+j)|$$

窓領域の相関値から距離画像を計算する方法では、対応点探索において再帰相関演算を用いて計算量を減らすことができる。相関値の計算

では、参照画像において最初に計算した領域から全体的に右へ 1 画素ずらして相関値を計算する。この時、新たに右端の縦 1 列分の差の絶対値を加え、左端の縦 1 列分を引けばよく、他の領域は前の計算結果を使うことができる。この方法で求めた距離画像の例を図 2 に示す。

3.2 MMX による高速化

MMX とは、Multi Media eXtention の略で、画像処理など大量の計算処理を高速に実行する必要がある場合、複数のデータに対して同じ処理を同時に実行するための拡張命令セットのことである。インテル社が開発し、1997 年の初頭に発表され、Pentium プロセッサに搭載された。1 つの命令で複数のデータを同時に処理するという機能は、一般的には SIMD (Single Instruction Multiple Data) と呼ばれ、画像処理では、複数のデータに対して同じ計算処理を行なう場面が少なくなく、非常に有効である⁴⁾。

MMX では、8bit×8 個 (64bit) のデータを同時処理することができ、演算の種類も多い。例えば、PADDB mm1,mm2 という命令を使うと図 3 に示すとおり、1 回の命令で 8bit のデータを 8 個同時に加算できる。最新の Pentium4 プロセッサでは、さらに改良され 16bit×8 個 (128bit) のデータを同時処理することができる。

より高速で動作させるためには、最初から MMX でプログラムした方が良いが、C コンパイラにも自動で MMX 命令に変換し高速化する機能がある。この機能を利用すると、最初から MMX を使う場合にくらべて 8 割程度の処理速度を実現できる。

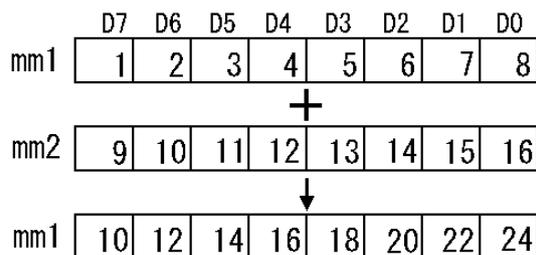


図 3 MMX 命令 PADDB mm1,mm2 の動作 (表の各値は 8bit のデータ値を示す)

3.3 特徴

窓相関法による距離画像計算は、計算量が多いものの加算や積算といった計算が主で、ハードウェアによる高速化に向いている。

図 2(c)の計算結果をみると、ある大きさの窓領域の相関を計算するため、その中に強い特徴があるとこれに影響を受けて誤対応が起き、境界がぼけてしまう。また、窓領域に明るさの変動がなく単一の場合、似たような候補が沢山あるため誤対応が起きやすくなる。その結果、図 2(c)に示すとおり、椅子の背もたれの白い部分の中に黒い誤った部分が生じる。

4. 節による対応付け

これまで述べた窓相関法は、すでに知られた方法であるが、境界がぼけたり、窓領域に特徴がないと誤対応が起きたりするという欠点がある。そこで、これらの問題を解消する方法として、節の対応付けによる距離画像計算手法を提案する。



(a) 左カメラ画像 (基準)

(b) 右カメラ画像 (参照)

(c) 距離画像 (手前ほど白い)

図 2 窓相関法で求めた距離画像

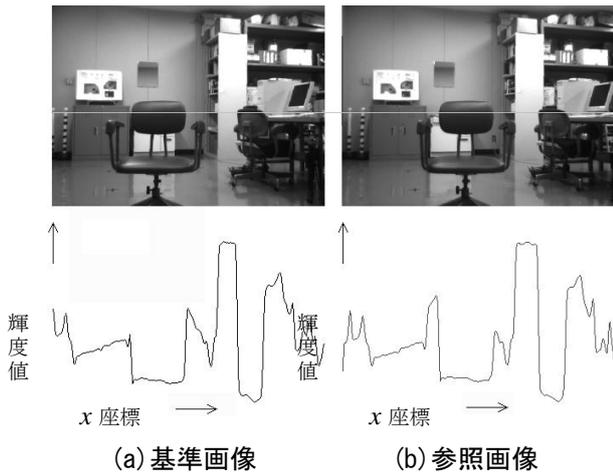


図4 1ラインの画素の輝度値

4.1 アルゴリズム

図4に示すとおり、基準画像の1ラインの画素の輝度値とこれに対応する参照画像の輝度値を取り出す。次に図5に示すとおり、ある基準で節を作成する。この節を対応付けの基準とし、図6に示すとおり、参照画像の1ラインの対応する節を計算する。窓相関法では、窓領域の計算を行なうため計算量が多くなってしまいが、本手法は1ラインのみの値を比較して計算するため計算量が少なくてすむ。

本手法ではどのような基準で節を設定するかが重要なポイントとなる。画像の対象の境界が正しく検出できればこれが節の区切りとなり、距離画像における対象の境界がはっきり求まる。

本手法でも誤対応が発生するが、その周辺で誤対応が発生しなければ、中間値フィルタ処理による平滑化で誤対応を抑え、図7のような距離画像を求めることができる。

図2(c)の窓相関法で求めた距離画像と図7(b)の節対応付けで求めた距離画像を比較すると、

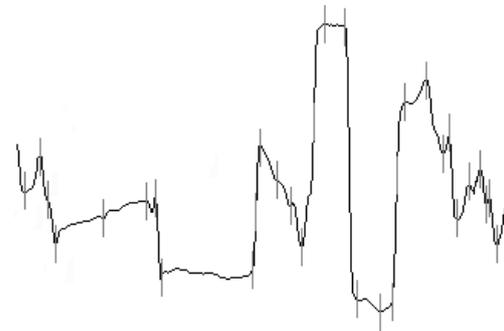


図5 節の作成



(a) 基準画像 (b) 参照画像

図6 節を基準とした対応付け



(a) 中間値フィルタ処理前 (b) 同処理後

図7 節対応付けで求めた距離画像

節による対応付けの方はカメラに映っている椅子の境界がはっきりしている。また、椅子の背もたれの部分は特徴がないため窓相関法は誤対応により部分的に黒くなったり白くなったりしているが、節対応付けではほぼ均一の色になっている。

4.2 評価実験

ここで提案した節による対応付けによるステレオビジョンシステムを評価するために、距離



(a) 左カメラ画像

(b) 右カメラ画像

(c) 真の距離画像

図8 評価用の基準画像

画像の精度と処理速度について、窓相関法との比較を行なった。

(1) 距離画像の精度

図 8 に示す画像はステレオビジョンシステムを評価するための基準画像としてよく利用されており、左右のカメラ画像と正確な距離画像がネット上で公開されている⁵⁾。この左右カメラ画像から窓相関法と節対応付けによって求めた距離画像を図 9 に、真の距離画像との差を図 10 に示す。

図 10 より、節対応付けの方が窓相関法にくらべて誤りの少ないことがわかるが、数値を使って二つの方法を比較する。具体的には、計算で求めた距離画像のうち正しくない割合がどのくらいかを、誤対応率として次式で求める⁶⁾。

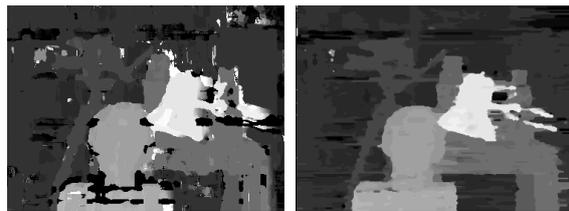
$$B = \frac{1}{N} \sum_{(x,y)} (|d_C(x,y) - d_T(x,y)| > \delta_d)$$

ここで、 N は距離画像を求める全画素数、 $d_C(x,y)$ は計算で求めた距離画像、 $d_T(x,y)$ は真の距離画像、 δ_d は誤対応と判定する閾値である。この式を使って求めた誤対応率を表 1 に示す。節対応付けは窓相関法にくらべ誤対応と判定された画素の数は半分に減少している。

(2) 処理速度

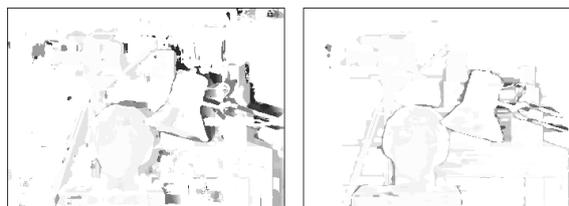
1 フレームの距離画像の計算時間を、窓相関法と節対応付けで比較した。結果を同じく表 1 に示す。ここで、窓相関法の窓の大きさは 13×13 で、両者とも 1 フレームの画像の大きさは 320×240 、対応する箇所探索範囲は横方向に 32 である。また、使用したパソコンの CPU は 1.6GHz の Pentium M プロセッサである。

結果は、節対応付けの処理速度が若干速かった。これは、節対応付けが 1 ライン値を、窓相関法では 13×13 の領域の値を計算するため、節対応付けの方が計算量は少ないからである。ただ、窓相関法は前の計算結果をうまく使うことで全体の計算時間を短くしているため、それほど差はなかった。



(a) 窓相関法 (b) 節対応付け

図 9 距離画像



(a) 窓相関法 (b) 節対応付け

図 10 計算で求めた距離画像と真の距離画像の差 (黒いほど差が大きい)

表 1 窓相関法と節対応付けの比較 (距離画像は 255 階調で $\delta_d=20$ とした)

	窓相関法	節対応付け
誤対応率 (%)	14.0	6.9
処理速度 (ms)	61.0	57.1

5. DSP による小型化

DSP (Digital Signal Processor) は、音声信号を実時間で処理するために開発されたプロセッサである。当時の一般的な低価格プロセッサは、パーソナルコンピュータ用に開発されたもので、高機能であるものの処理速度が遅く音声信号の実時間処理が不可能であった。そのため、各社から音声信号の実時間処理に適したアーキテクチャの DSP が開発・製品化された。

現在 DSP も高機能化し、画像などの大量データが高速に処理できるようになった。ただ、カメラからの映像信号をデジタル化して DSP に転送する回路を自前で製作する必要があり、利用が難しかった。(株) マイクロビジョンは、以前から各種 DSP ボードを開発しており、今回の共同研究では、カメラ画像を DSP 用に入出力するボードと、距離画像計算を行なう DSP ボードを開発した。主な仕様は次のとおりである。

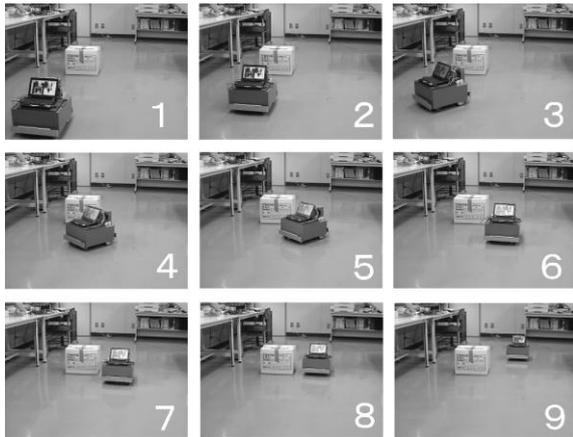


図 11 移動ロボットの障害物回避実験

[MV-39] 画像入出力ボード

- ・カメラからのデジタル信号(LVDS)を入力し、アナログ信号(NTSC)で出力する。
- ・画像データをDSPボード(MV-40)に送る。

[MV-40] DSPボード

- ・DSPにて画像処理を行なう。
- ・USBにてPCと接続。
- ・LANにて画像出力が可能。

なお、設計変更等によりDSPボードの開発が遅れたため、DSPを使ったステレオビジョン画像処理にどのくらいの時間を要するか、また、DSPの並列処理機能を利用したり、複数個のDSPを使用したりする場合、どのくらいの処理速度が得られるか等に関し、(株) マイクロビジョン⁷⁾では引き続き開発を行なう。

6. 移動ロボットへの応用

実環境での応用を想定して、昨年度の先導的戦略研究調査事業で開発した小型移動ロボットにステレオビジョンシステムを搭載し、障害物を避けて通る実験を行なった。図 11 に示すとおり、障害物である段ボール箱を正しく認識し避けて通ることを確認した。

さらに、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)からの受託研究で開発中である除雪ロボットに障害物検出センサとして搭載する。今年度愛知県で開催される「愛・地球博」にて、6月9日から19日まで展示・実演を行なう。

また、障害物検出および高度測定用に小型化



図 12 飛行機

したステレオビジョンを搭載する目的で、図 12 に示す小型飛行機を委託で製作し実験を行なった。

7. 結 言

- (1) ステレオ画像から精度よく高速に距離画像を求めるステレオビジョンのアルゴリズムを開発した。
- (2) 小型で高速なステレオビジョンを実現するための DSP ボードを開発した。
- (3) 実際の移動ロボットに搭載して障害物を回避する実験を行ない、その有効性を確認した。
- (4) (株) マイクロビジョンでは引き続き研究を行ない、小型で高速なステレオビジョンシステムの製品化に取り組む。

参考文献

- 1) 佐藤淳, “コンピュータビジョン—視覚の幾何学”, コロナ社, 1999
- 2) 松山隆司ほか, “コンピュータビジョン: 技術評論と将来展望”, 新技術コミュニケーションズ, 1998
- 3) 金出武雄ほか, “ビデオレートステレオマシンの開発”, 日本ロボット学会誌, Vol15, No2, p.261-267, 1997
- 4) 岡田慧ほか, “PCによる高速対応点探索に基づくロボット搭載可能な実時間視差画像・フロー生成法と実現”, 日本ロボット学会誌, Vol18, No6, p.896-901, 2000

- 5) Middlebury College Stereo Vision Research
Page
<http://cat.middlebury.edu/stereo/data.html>
- 6) D. Scharstein, “A Taxonomy and Evaluation
Of Dense Two-Frame Stereo Correspondence
Algorithms”, *IJCV*, 2002
- 7) (株) マイクロビジョン
<http://www.mvision.co.jp>

アモルファス電波アンテナに関する研究

井浦 博男* 浅間 正剛* 片原 義浩* 浜谷 剛* 山田 義樹*
渡邊 健次郎** 伊関 陽一郎** 石井 啓貴**

A Study on Amorphous Antenna of Radio Wave for Frequency and Time Standard

IURA Hiroo*, ASAMA Masatake*, KATAHARA Yoshihiro*, HAMAYA Takeshi*, YAMADA Yoshiki*,
WATANABE Kenjiro**, ISEKI Yoichiro** and ISHII Hiroataka**

抄 録

日本標準時が重畳された標準電波を受信し、時刻を自動的に修正する腕時計内蔵型の標準電波受信アンテナに関する開発を行った。従来、標準電波受信アンテナに用いられているアンテナコア材料であるフェライトは、機械的強度が低く、透磁率の周波数特性が不安定である等の問題があることから、アモルファス材料の活用を検討し試作アンテナを作製した。アモルファス材料の磁気特性および熱処理による特性向上について検証した。

また、アモルファス薄帯を積層したアンテナを構成する上での条件を確認した。さらに、電磁界解析ソフトを活用し、アンテナ特性のシミュレーションを行うとともに、コア形状による特性の変化について確認した。

1. 緒 言

「日本標準時」を載せた標準電波(JJY)を受信し、時刻修正を行い、常に正確な時刻を刻む電波時計が普及し始めている。標準電波受信アンテナ小型化の進展に伴い、腕時計内蔵型も製品化されるようになった。

新デンシ(株)と工業技術総合研究所は、平成12・13年度の共同研究事業「標準電波受信アンテナに関する研究」において、フェライト素材のドラム型コアを用いた標準電波受信アンテナを開発した。

腕時計の高付加価値化の流れの中で腕時計の薄型化が進展し、内蔵される受信アンテナの更なる小型化が望まれると共に、腕時計に対する購買意欲を訴求する観点から、耐衝撃性と耐環境性能の向上が要求されるようになった。

フェライト材は、低コストで加工性に優れた磁性材料であるが、耐衝撃性能や耐環境性能の観点から問題があり、アンテナの特性向上を図るためアモルファス金属材料が注目されている。そこで本研究では、アモルファスをコア材料として活用した電波アンテナの開発を行った。

2. 標準電波と電波時計

標準電波は、時間と周波数の標準ならびに協定世界時(UTC)に基づく日本標準時(JST)を広く国の内外に供給するために、(独)情報通信研究機構で運用されている電波である(表1)。送信される電波は電離層の影響などで精度が低下するため電離層の影響を受けにくい長波帯を利用しており、時刻に関する情報としてタイムコードを送信している。電波時計とは、この標準電波を受信して、時刻およびカレンダーを自動修正する時計である。

表1 標準電波の諸元

	J J Y(標準周波数局)	
送信局	おおたかどや山 標準電波送信所 (福島局)	はがね山 標準電波送信所 (九州局)
空中線電力	50kW (実効輻射電力 10kW)	
搬送周波数	40 kHz	60 kHz
アンテナ	傘型 250m高	傘型 200m高
備考	1999(平成11 年)6.10 開局	2001(平成13 年)10.1 開局

* 新デンシ株式会社 新潟工場

** 研究開発センター

3. 標準電波受信アンテナのコア材の特性

3.1 アモルファスの物性

「アモルファス」とは、構造的には結晶のように原子配列が周期構造を持つのではなく、短距離秩序はあるが、長距離秩序がない固体のことである。アモルファス合金は結晶磁気異方性を持たない均質等方な構造を持っているため、磁化されやすい物質、つまり高透磁率の磁性材料を得ることができる。

3.2 アモルファスの熱処理と磁気特性

アモルファス合金は、必ずしも理想的に均質等方的な磁気状態にはない。このような磁氣的異方性もしくは不均質性は、アモルファス状態を破壊しない程度に熱処理を施すことによって緩和することができ、軟磁性を向上させることができる。

また、アモルファス合金箔からアンテナのコア形状を形成するために、プレスによる打ち抜きを行うが、その結果アモルファス合金に内部応力が生じる。熱処理は、アモルファス構造を緩和し、内部応力を取り去ることができるので、機械的切断による磁歪から生じている磁気異方性を除去でき、軟磁性が増し透磁率の向上につながる。

3.3 熱処理条件の検討

3.3.1 温度および保持時間

目標とするのは、透磁率をできるだけ大きくし、かつコア損失を小さくすることである。無処理の試料の測定値を 1.0 として、各種処理後の値を比較した。

なお、熱処理の雰囲気としては、いずれの場合も高純度窒素気流中で行った。

図 1 は、10℃毎分で 200～500℃まで昇温しそれぞれの温度で 30 分保持した後炉冷した試料についての透磁率 (μ) とコア損失 (P_c) を示したものである。同様に図 2 および図 3 は、保持時間を変化させた場合の透磁率とコア損失の変化を示したものである。結果、一定温度での保持・炉冷処理では理

想とする特性を得ることは困難であった。

3.3.2 加熱・冷却速度の効果

単純な定速昇温炉冷の条件では所望の特性が得られがたいと考えられたため、窒素雰囲気を保ったまま加熱炉内で試料を移動できるようにし、試料を加熱帯から常温の炉端部へ移動させ、急速に冷却あるいはその逆に急加熱する方法を試みた。温度推移について図 4 に、測定結果を表 2 に示す。結果は前項と同様に、適当な条件は得られなかった。

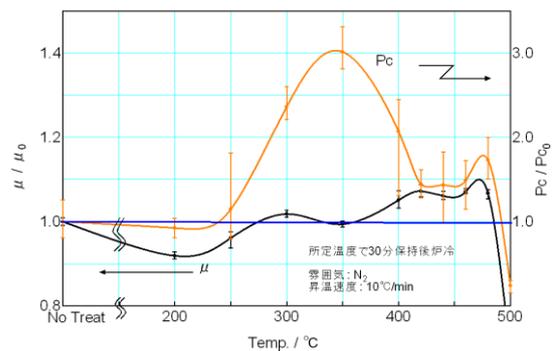


図 1 処理温度と磁気特性の関係

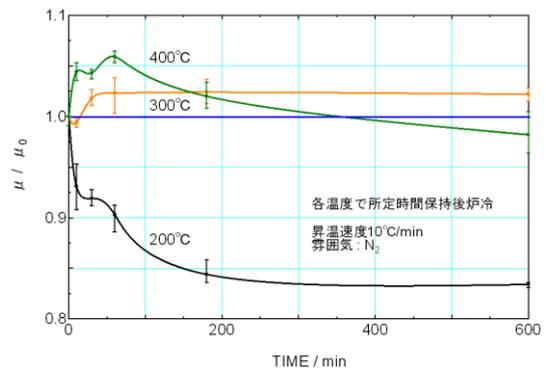


図 2 保持時間と透磁率の関係

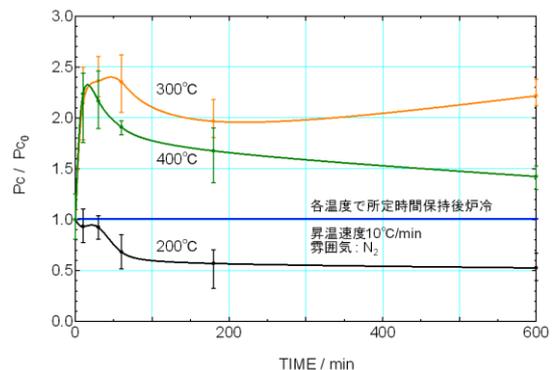


図 3 保持時間とコア損失の関係

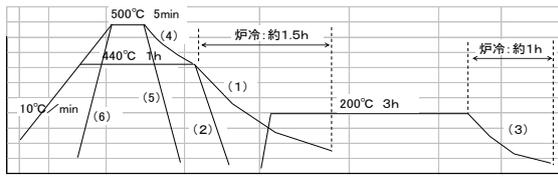


図4 急熱急冷の処理の温度推移

表2 加熱・冷却速度による特性の違い

440°C 1時間保持後	透磁率 μ	コア損失 P_c
(1) 炉冷	1.02	1.16
(2) 空冷	1.05	1.79
(3) 急冷後 200°Cで 3時間保持炉冷	1.02	1.25
500°C 5分間保持後		
(4) 炉冷	1.03	2.07
(5) 空冷	1.03	1.58
(6) 急熱・空冷	1.05	1.97

4. アモルファスコア材を用いた標準電波受信アンテナのアンテナ構造について

4.1 積層枚数によるアンテナ特性変化

標準電波受信アンテナにおけるコアは、アモルファス薄帯を積層することにより形成する。そこで、アモルファス薄帯の積層枚数とアンテナ特性の関係について、アモルファスの処理条件、巻き線条件を同一にし、アモルファス箔の枚数を変化させたときのインダクタンス値(L 値)および Q 値の変化を調べた。その測定結果を図5に示す。

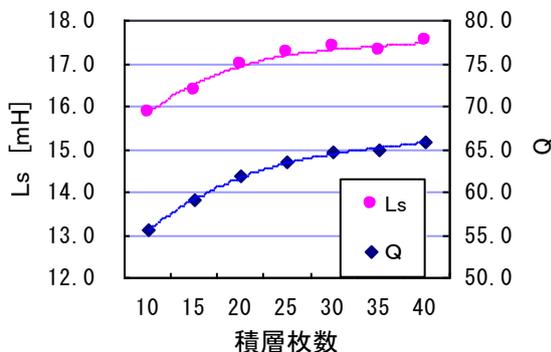


図5 アモルファス積層枚数-アンテナ特性

実験の結果、インダクタンス値および Q 値はアモルファス積層枚数に比例して上昇す

るのではなく、上昇率は低下し緩やかに飽和していくことが確認された。表皮効果により磁束は磁性体の表面に集中する。コア内部の磁束がコア断面に均一に分布するのではなく、表面に集中するため枚数を増加させてもコア断面積に比例したインダクタンス値の上昇が望めないためと考えられる。

4.2 積層処理について

アモルファスなどの磁性体コアを用いたオーディオ用磁気ヘッドでは、ラミネートと呼ばれる積層、接着加工処理を施すことがある。磁性材を精密加工により積層コアにすることにより、硬度を高め、固有抵抗を上げて高周波損失の少ないコアにできることが期待されるためである。標準電波受信アンテナにおいてこの積層処理を施すことが有効か否かを、実際に簡易的なアンテナを試作し、アンテナ特性を比較することにより検証した。コア条件および巻線条件を同一にし、積層処理の有無によるアンテナ性能の差について調べた(表3)。その結果、積層処理を施していないアンテナの方が高いインダクタンス値を示した。アモルファスを含めた磁性材料には、逆磁歪効果が知られており、積層処理によりアモルファス箔に応力が掛かり、逆磁歪効果によりアモルファス内部の磁化が変化し L 値の低下が生じたものと考えられる。

表3 積層処理による効果

	積層有り	積層無し
枚数	30	
巻数	1170	
線径 [mm]	0.08	
Ls [mH]	17.65	19.06

4.3 アモルファス層間絶縁の効果

アモルファス箔の層間で絶縁を取るため、絶縁紙を挿入し、Q 値の向上効果を調べた(表4)。巻き線等同一条件で作成した層間絶縁が取られていないアンテナに比べ、Q 値が約4上昇した。コア損失のうち、層間絶縁に

よりうず電流損失が低減され、その結果 Q 値が向上したと思われる。層間絶縁を取った積層状態におけるコア損失の値の検証およびコア損失とコイルの Q 値の関係に関する検証が今後の課題である。

表 4 層間絶縁による効果

	絶縁無し	絶縁有り
枚数	30	
巻数	1170	
線径 [mm]	0.08	
Q	64.69	68.99

5. 電磁界シミュレーション

5.1 概要

アモルファスコアを用いた標準電波受信アンテナにおいて、コア形状を検討するため、受波部形状を変化させたときのインダクタンス値について、有限要素法により解析した。

5.2 解析条件

解析モデルの設定は以下のとおりである。

- ・ 計算方法

$$\Phi = L \cdot I$$

の関係式より求める。

ここで、 Φ :磁束、 L :インダクタンス、 I :印加電流である。

- ・ コア材 (等方性、線形特性と仮定)

解析に必要な、 μ' (比透磁率実部)、 μ'' (同 虚部) および σ (電気伝導率) の値は、全て使用材料の実測値を使用

- ・ 形状

図 6 のような単純 H 形状とし、受波部の長さをアンテナ長さ (コアの長手方向長さ) の 4.5% から 8.0% まで変化させた寸法で解析した。

※アンテナ長さ、巻き線部を含めたアンテナ幅、コアの厚さおよび巻き線部の電流方向に鎖交する断面積 (つまり

巻き線可能面積) を固定し、受波部 (ツバ) の大きさとコア中央部の幅について設定した。この拘束条件により、受波部の大きさとコア中央部幅はトレードオフの関係となる。

- ・ コア アモルファス 30 枚に相当する厚さとする。
- ・ 解析周波数 40 kHz
- ・ 巻き線数 1170 turn

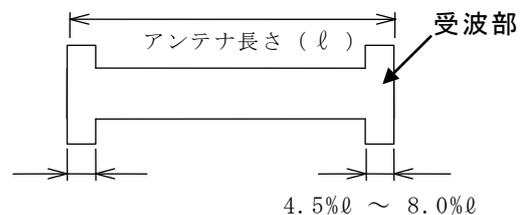


図 6 コア形状

5.3 解析結果

結果を図 7 に示す。インダクタンス値は受波部長さ (つまり受波部面積) の増大に伴い増加していくが、比例的ではなく緩やかに飽和していくことが分かった。

また、変化させた範囲内ではインダクタンス値の極値は見られないことが分かった。

なお、解析に用いた拘束条件では、前述のように受波部を長くするに従いコア中央部の幅は細くなり、強度的にアンテナを形成できなくなることが予想されるため、受波部面積の増加には限界がある。

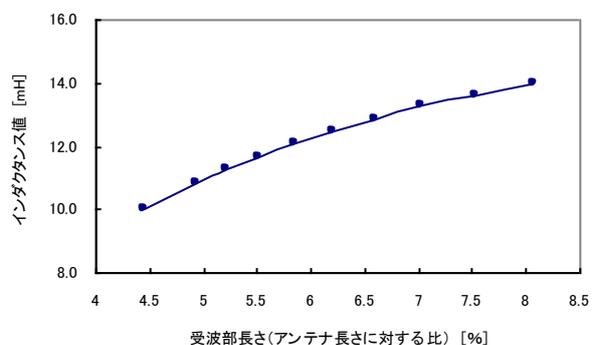


図 7 コア形状とアンテナ特性

6. 試作アンテナ

これらの結果をもとに、アモルファス合金コアを採用した腕時計内蔵型標準電波受信アンテナを試作した(図 8)。

同品は国内腕時計メーカーにサンプルを出荷し、採用が内定している。



図 8 標準電波受信アンテナ試作品

7. 結 言

- (1) アモルファス薄帯を用いた腕時計内蔵型標準電波受信アンテナを試作した。
- (2) 種々のアモルファス素材の特性を検討するとともに、アモルファスの熱処理条件による磁気特性の制御について把握し、最適な熱処理条件について検討した。
- (3) 標準電波受信アンテナを構成する上での、各種パラメータとアンテナ特性の関係について調べた。
- (4) 電磁界解析ソフトを活用し、アンテナ特性のシミュレーションを行うとともに、コア形状による特性の変化を確認した。

实 用 研 究

新規機能性触媒の開発

横田優治*、磯部錦平*、山田昭博*、岡田秀樹*

Development of new advanced catalyts

YOKOTA Yuji*, ISOBE Kohei*, YAMADA Akihiro*, OKADA Hideki*

抄 録

環境対応型の新規機能性触媒の検討を行うため、燃料電池に適した白金系触媒およびシリカ系触媒の合成を行い反応特性の検討を行った。燃料電池用電極触媒についてバインダーなどを用いずに評価できる多孔質マイクロ電極を用いた電気化学的評価系により、一酸化炭素 (CO) による被毒に対して効果的な Ru 含有量の検討をコロイド法により合成した触媒を用いて行った。またシリカにアミンを担持した不均一系の分子触媒は、ルイス塩基触媒として高い活性を持ち水溶媒中でも触媒活性を示した。

1. 緒 言

近年環境保護意識の高まりから、あらゆる産業活動に対し環境負荷の低減が求められておりエネルギーや資源の効率的な利用が急務となっている。触媒は化学反応においてその反応を促進させる物質であり、触媒自身は当該反応の影響（主に反応中間体を形成）を受けるが、最終的には反応に対して（見かけ上）不変であると定義されるが、種々の化学反応において必要不可欠のものであり化学工業において重要な位置を占めている。このため、効率的な触媒の開発は、製造プロセスの効率化、省エネルギー、省資源にとって重要な位置を占めている。本研究ではこれらの観点から新規機能性触媒としてリサイクル可能な分子触媒の開発および燃料電池に適した白金触媒の開発を行った。

2. リサイクル可能な分子触媒の開発

環境対応型触媒として、回収容易でリサイクル性の高い不均一系の固体触媒が注目を集めている。環境的な側面からすると有機分子触媒は金属を含まない、容易な再生、触媒設計の容易さなどの利点を有する反面、リサイクルおよび安定性に問題がある。これらの問題は、触媒を化学的、機械的に安定であり広い表面積を持つシリカに固定する

ことで解決される。触媒担体としての SiO₂ は、化学的にニュートラルな性質を持つため、反応溶媒を選ばない、成形が容易、規則正しい多孔質構造をもつなどの優れた特性から広く不均一系触媒の担体として用いられている。本研究では、このシリカを触媒担体として用いた分子触媒を合成しその反応性を調べた。

2.1 触媒の調製

100 ml フラスコ中、3-Aminopropyl-trimethoxysilane (8.8 cc, d=1.016) と 120 °C で 7 時間乾燥させた SiO₂ powder (Merck シリカゲル 60 40~63µm) (10.2385 g) を Toluene (30 ml) と一緒に 110 °C で 21 時間 reflux させた。その後ジエチルエーテルで 5 回洗浄してから溶媒を減圧除去し、担持触媒 1 (13.9460 g) を得た。同様に [3-(methylamino)propyl]-trimethoxysilane を用いて触媒 2 を合成した。

燃焼分析結果 (CN 元素分析)

分析装置 Yanako CN Corder MT-700

触媒 1 (NAP) 1.62 (N mmol/g), 6.72 (C mmol/g), 3486 (C Area), 6328 (N Area), 4.1 (C/N 比)

触媒 2 (NMAP) 0.98 (N mmol/g), 4.27 (C mmol/g), 2582 (C Area), 3353 (N Area), 4.4 (C/N 比)

* 下越技術支援センター

の水素源として天然ガス、灯油などの化石資源を“改質”により水素リッチガスとして供給するが、このガス中には改質過程で発生する一酸化炭素 (CO) が存在する。この CO が電極触媒である白金 (Pt) と結合し、触媒の活性を低下させてしまう (被毒) ことから、CO 被毒に強い触媒が望まれている。CO 被毒に強い電極触媒を開発するためには触媒を正しく評価する技術が必要となる。そこで、長岡技術科学大学の梅田教授らが開発した手法である多孔質マイクロ電極を用いた電気化学的評価手法¹⁾に着目し、先導的戦略研究にて電極の CO 被毒を正確に評価できる手法の確立を行った。その結果、バインダーなどを用いずに直接粉末である電極触媒に対する CO 被毒を CO ストリッピングに由来するピークの立ち上がり電位を用いて評価できる系を確立できた²⁾。ここでは CO 被毒に効果のあるルテニウム (Ru) を Pt 触媒にコロイド溶液を用いて合成した電極触媒について、Ru 含有量に対する CO 被毒の軽減作用に対する検討を行った。

3.2 コロイド法により合成した Pt-Ru/C を用いた CO 被毒に対する Ru 添加効果の検討

現在市販されている触媒に付着している Pt 粒子の大きさは 2~5 nm 程度であり、小さすぎても大きくなっても触媒性能を低下させることが報告されている。また、触媒合成方法としても含浸法、コロイド法などいくつかの方法が検討されており、Pt と Ru が合金化している方がよいのか、粒子が隣り合っていればいいのかといった議論もはっきりとはしていない。そこで今回はコロイド法による合成により Pt-Ru/C 触媒を合成し、Ru 含有量の変化による CO 被毒解消に与える効果を検討した。

触媒の合成は、Ru を付ける基材としてエレクトロケム (株) 社製 20 wt%担持 Pt/C (20 % Pt/C) を用いた。基材への Ru の付着は Ru のコロイド溶液 (直径数 nm のコロイド粒子分散溶液 (4%)) を用いて以下のように行った。

- ① 20% Pt/C に純水 100 ml を加え、目的量となるように Ru コロイド溶液を加える。
- ② 室温から 70 °C で 1 時間加熱、攪拌し、Ru

コロイドを付着させる。

- ③ フィルターにてろ過し、純水にて洗浄する。
- ④ 一晩自然乾燥を行った後、120°C にて 1 時間真空乾燥を行う。

合成した触媒における Pt と Ru の比率を表 2 に示す。組成は EPMA の ZAF 法による定量値を用いた。

合成した触媒を用いて CO 入り水素におけるボルタモグラムの測定を行った。例として、Ru 含有量 0 % (基材の 20 % Pt/C)、Ru 13.6 %、および Ru 59.2 % の結果を図 1 に示す。Ru 100% を除く全てにおいて、先ほど同様に 1 回目の掃引では水素酸化に伴う酸化電流の立ち上がり、CO ストリッピングに伴う酸化電流の立ち上がりは認められ、2 回目の掃引では CO ストリッピングに伴う酸化電流の立ち上がりはほとんど認められなかった。

CO 被毒に与える Ru の最適な含有量を求めるために、CO ストリッピングに伴う立ち上がり電位に対し、Ru の含有量をプロットすると図 2 のようになった。これを見ると、基材である 20 % Pt/C に比べて立ち上がり電位にほとんど変化は認められなかった。これは、今回の合成がコロイド法によるため、Pt と合金化していないことによるのか、合成した触媒の活性部位を Ru 粒子が覆ってしまっているために活性部位が減少したためなのかは現時点では不明である。

表 2 合成した Pt-Ru/C の原子組成

	Pt (atom %)	Ru (atom %)
20 % Pt/C	100	0
Ru 14%	86.4	13.6
Ru 28%	72.1	27.9
Ru 46%	53.6	46.4
Ru 59%	40.8	59.2
Ru 100%	0	100

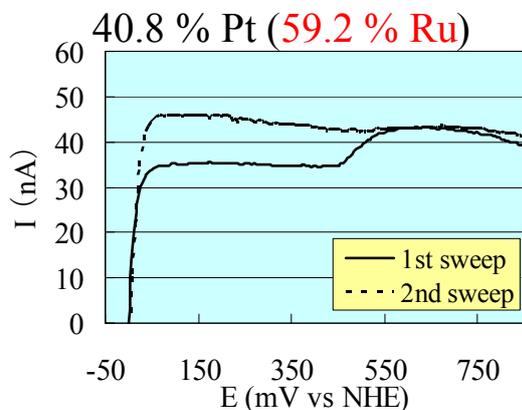
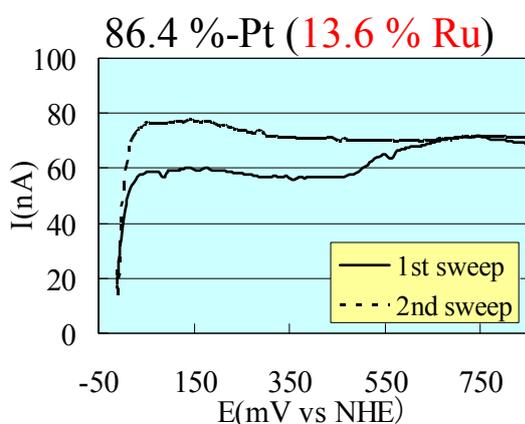
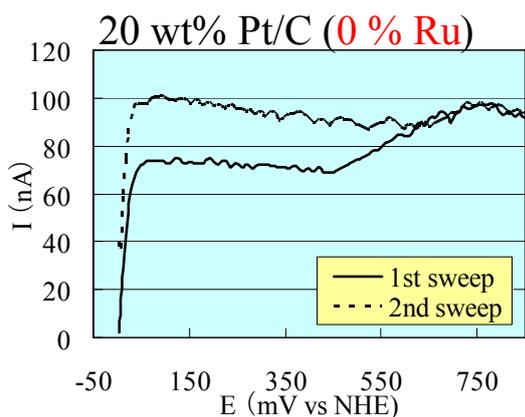


図1 合成した Pt-Ru/C 触媒の評価の一例
 (ガスには 1,000 ppm 入り水素を用いた。1st sweep および 2nd sweep は 1 回目および 2 回目の掃引をそれぞれ示す。)

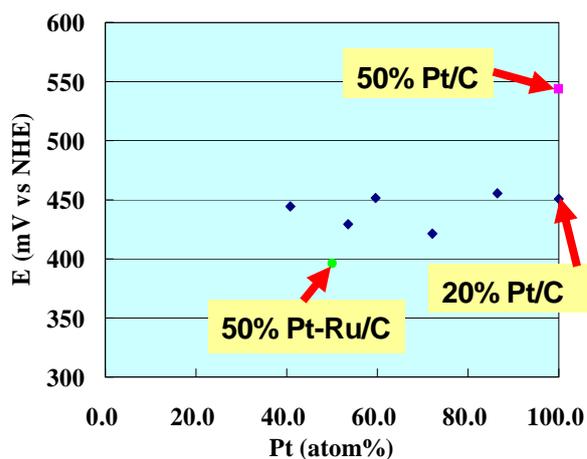


図2 Ru 含有量と CO ストリッピングに由来する立ち上がり電位の比較

3.3 まとめ

以上のように合成した触媒を用いて CO 被毒に対する Ru の添加効果について検討を行った。しかしながら、コロイド法による合成法では Ru の添加による CO 被毒に対して最も適した Ru 含有量を見いだすことは出来なかった。

参考文献

- 1) Porous-microelectrode study on Pt/C catalysts for methanol electrooxidation. Minoru Umeda, Mitsuhiro Kokubo, Mohamed Mohamedi and Isamu Uchida, *Electrochimica Acta*, 48, 1367 (2003).
- 2) 磯部他 “機能性ナノ材料に関する調査研究” 新潟県工業技術総合研究所工業技術研究報告書 No.34, 2005, p112-117.

高窒素 Ni フリーステンレス鋼の 加工性向上及び製品実用化に関する研究

三浦 一真* 丸山 英樹* 天城 裕子* 田村 信**

A Study on Improvement of Workability and Productive Application of
Nickel-free Stainless Steel with High Nitrogen-bearing.

MIURA Kazuma*, MARUYAMA Hideki*, AMAKI Yuuko* and TAMURA Makoto**

抄 録

(独)物質・材料研究機構が研究している高窒素 Ni フリーステンレス鋼 (Fe-24%Cr-2%Mo-1%N) は強度や耐食性に優れている反面、加工が難しく、現状材では製品化が困難である。そこで本研究では、窒素を含有する前 (フェライト組織) の状態で薄板状に成形し、その後窒素吸収熱処理させることで組織をオーステナイト化し加工性の向上を図った。厚さ 1mm の薄板について加工性評価 (コニカルカップ試験) を行ったところ、D 値は SUS430 と同等の絞り加工性を確認した。また、圧延を繰り返すことで 1mm 厚の板材から微細な組織を持つ約 0.2mm 厚の薄板の試作に成功した。

1. 緒 言

(独)物質・材料研究機構が開発した新しいオーステナイト系ステンレス鋼は、Ni を含まないフェライト系ステンレス鋼に高濃度の窒素を吸収させたもので高窒素 Ni フリーステンレス鋼と呼ばれている。機械的強度のひとつである引張強伸度を SUS316 と比較した場合、強度は 1.4 倍で、伸びは 2 倍以上と強く^{1), 2)}、耐食性についても、海水中でのすきま腐食や孔食に非常に強く、非磁性で生体適合性にも優れていることから、医療分野において SUS316 が使われている部分の代替として期待されている^{3), 4)}。

高窒素 Ni フリーステンレス鋼は、窒素ガスを充填した加圧容器内で溶解母材を消耗電極として再溶解する ESR (Electro Slag Remelting) 法により製造されるが⁵⁾、高コストであり、固溶した N は加工硬化により硬度を増すため、高濃度の窒素を添

* 県央技術支援センター

** 県央技術支援センター加茂センター

加したインゴットからの加工は非常に難しく、この製造技術は未だ確立していない。この問題を解決する方法として成形加工と窒素吸収処理を組み合わせた製造技術がある⁶⁾。我々は窒素を含有する前のフェライト組織の状態で薄板成形し、その後窒素吸収処理させることで組織をオーステナイト化した薄板を試作し、絞り加工性を評価した。また、この板の金属組織を SUS304、SUS430 など、汎用ステンレス鋼と比較することでこの材料の製品適用性について検討した。

2. 実験方法

供試品は高 Cr フェライト系である Fe-24 mass%Cr-2 mass%Mo (以後 mass%省略) と製造コストの低減を目的にこの材料と組成が類似している既存の SUS445J2 (Cr21~23、Mo1.75~2.50、Nb~0.8) をそれぞれ所定の厚さ (約 0.2~1mm) に圧延後、窒素吸収処理 (1200°C、12~24hr) した Fe-24Cr-2Mo-1N (以後、「Ni フリーステンレス

鋼」と呼ぶ) と SUS445J2 相当ステンレス鋼 (以後「445J2 鋼」と呼ぶ) である。組織観察は試料表面を 3 μ m のダイヤモンドペーストまで研磨、10% シュウ酸溶液で電解エッチング (5V、30 秒) した後、金属顕微鏡を用いて観察した。絞り性評価 (コニカルカップ試験、JISZ2249) は図 1 に示すようなダイスに試験片 (ϕ 50mm、厚さ 1mm) をセットし所定のポンチで底部が破断するまでカップ状に成形し、そのときの頂部の外径 (D 値) を求めた。なお、比較材として SUS304 と SUS430 についても同様の試験を行った。成形品表面と亀裂部分の破面はデジタルマイクロ스코プおよび走査型電子顕微鏡を用いて観察した。

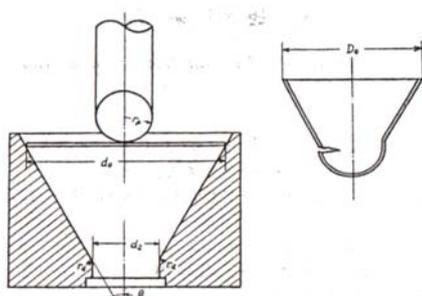


図 1 コニカルカップ試験の概略

3. 実験結果と考察

厚さ 1mm 板材のコニカルカップ試験結果一覧を表 1 に、試験後のサンプル外観、および亀裂部分の破面写真を図 2 にまとめて示す。Ni フリーステンレス鋼の D 値は平均 43.4mm で SUS304 よりは劣るが SUS430 とほぼ等々の値である。それに対して 445J2 鋼はほとんど絞ることができず、試験中に二つに破断するものもあった。

表 1 コニカルカップ試験結果

	D1	D2	平均値
SUS304	40.0	39.9	40.0
SUS430	43.0	43.3	43.2
Niフリーステンレス鋼	43.3	43.5	43.4
445J2鋼	—	—	—

(窒素吸収条件: 1200°C、24hr)

(単位:mm)

亀裂部の破面を観察すると SUS304 についてはディンプル模様を呈しており、延性的な破壊と推察されるのに対して、Ni フリーステンレス鋼と 445J2 鋼は脆性的な破面を示している。図 3 はコニカルカップ試験品の底部表面についてデジタルマイクロ스코プを用いて観察した結果である。SUS304 がもっとも平滑であり、SUS430 は SUS304 よりやや粗くなっている。Ni フリーステンレス鋼はさらに粗く、拡大して観察したところ、ところどころに亀裂が生じており、既存のステンレス鋼に比べ、加工により表面が荒れることがわかった。

図 4 はコニカルカップ試験に用いた厚さ 1mm の薄板の金属組織観察結果である。これより、Ni フリーステンレス鋼は既存の SUS304、SUS430 に比べると組織が粗くなっていることが判る。また、445J2 鋼の組織は Ni フリーステンレス鋼より結晶粒は小さくなっているものの、全域にわたり微細な析出物が認められる。なお、各板材の硬度をマイクロビッカース硬度計で測定したところ、SUS304 で 230Hmv、SUS430 が 255Hmv であったのに対して、Ni フリーステンレス鋼では 350Hmv、445J2 鋼では 330Hmv であり、汎用ステンレス鋼に比べ、硬度が高くなっていた。

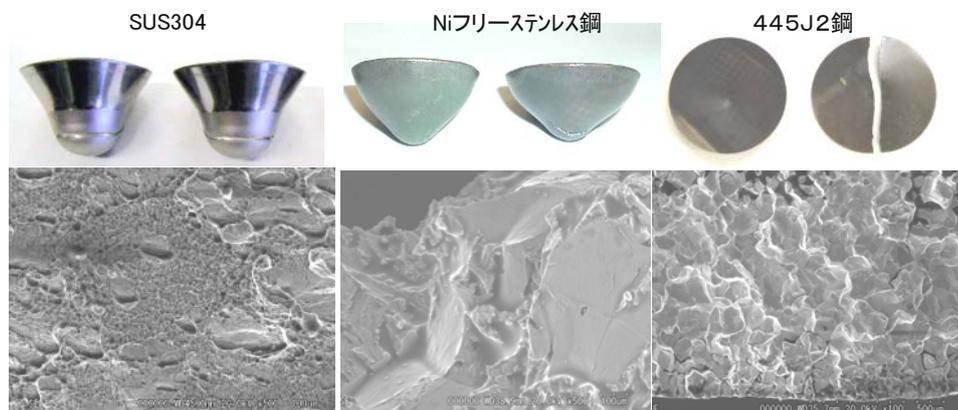


図 2 試験後のサンプル外観、および亀裂部分の破面写真

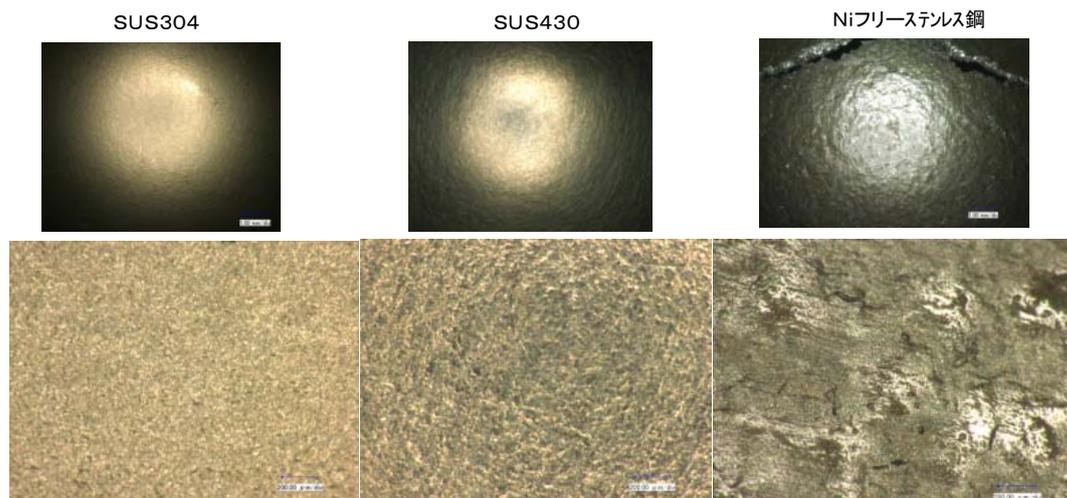


図3 コニカルカップ試験品の底部表面観察結果

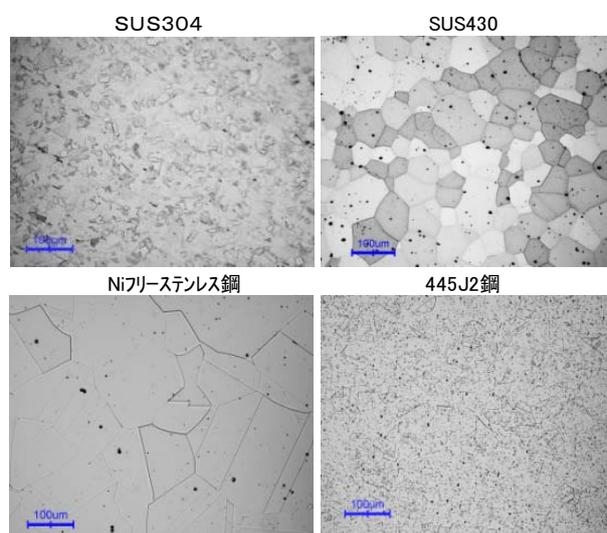


図4 コニカルカップ試験に用いた厚さ1mm薄板の金属組織観察結果

コニカルカップ試験の結果、Niフリーステンレス鋼の絞り性（D値）はフェライト系ステンレス鋼である SUS430 とほぼ同等であるが SUS304 に比べると劣っており、脆性的な割れを示している。結晶粒は SUS304, 430 といった既存のステンレス鋼に比べ大きくなっている。加工性を上げるためには現状より結晶粒を微細化する必要がある。また、窒素吸収処理が 1200℃もの高温で行うため、処理時間を長くすると当然結晶粒が粗大化する懸念がある。したがって、結晶粒を微細化し、かつ粗大化を防ぐためには、例えば板であれば窒素吸収前のフェライトの状態ですらに圧延を行い、板

厚を薄くすることが有効であると推察された。

窒素吸収処理時間は板が薄いほど短時間の処理で済むので、薄くすることで結晶粒の粗大化も防ぐことができると考えたのである。

そこで、結晶粒の微細化を目的に Fe-24Cr-2Mo と SUS445J2 の 1mm 厚さの薄板（ともにフェライト組織）をさらに圧延後、1200℃で約 12hr 窒素吸収処理を行った。図5に板厚が 0.19 および 0.37mm である Ni フリーステンレス鋼の金属組織、図6に厚さが 0.17 及び 0.52mm の 445J2 鋼の組織を示す。

Ni フリーステンレス鋼の場合、圧延を行い、板をさらに薄くすることでコニカルカップ試験に使用した 1mm 厚さの場合に比べ、結晶組織を微細にすることができた。Ni フリーステンレス鋼と 445J2 鋼の金属組織を比べると 445J2 鋼のほうが組織はより細くなっており、Ni フリーステンレス鋼を上回る絞り成形性を期待したが、ほとんど絞ることができず、予想とは異なる結果となった。現在、原因について解析中であるが、金属組織で Cr-N 化合物と推察される微細な析出物が全域にわたって確認されているところから、窒素は金属中に固溶されず、化合物として存在しこのことが絞り性に影響しているのではないかと推察される。また、Nb など 445J2 鋼に添加されている元素が絞り性に何らかの影響を与えている可能性もある。さらに、X線回折ではオーステナイト相の一部が

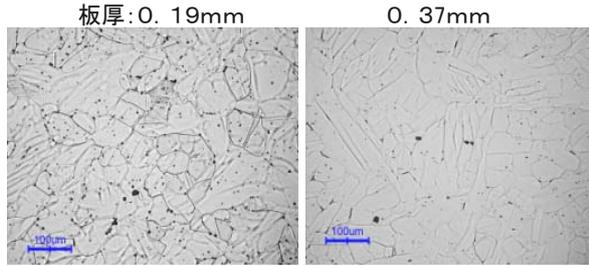


図5 Ni フリーステンレス鋼の金属組織

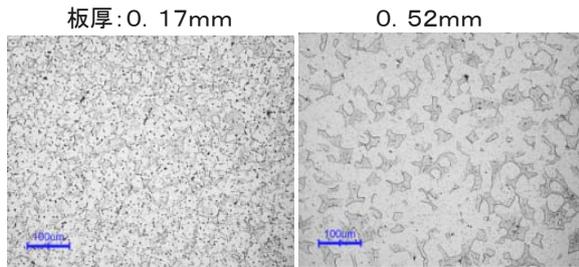


図6 445J2鋼の金属組織

マルテンサイト相になっている模様で、異なる組織が混在することで板の脆化を引き起こしている可能性がある。

Ni フリーステンレス鋼の実用化には、窒素吸収処理前のフェライト組織の状態での加工後、窒素吸収を行うプロセスの方がコスト的に有利であり、更なる窒素吸収処理時間の短縮、結晶粒の微細化が求められる。現在、窒素吸収処理は減圧で行っているが、大気圧、あるいはそれ以上の圧力で行うことができれば、結晶粒微細化との相乗効果によりNの拡散が促進され、処理時間を大幅に短縮することが期待できる。将来的に圧延と窒素吸収処理を連続で行うプロセスを構築することができれば、量産性が大幅に向上し、既存のステンレス鋼の製造コストに近づくものと考えられる。

市場については非磁性で強度に優れていることから現在、医療分野、特に SUS316 の代替で考えられているが、耐食性にもすぐれており、金属アレルギーが懸念される Ni を含まないことから将来的には非医療分野にも適用されていくのではないかと考えている。図7は Ni フリーステンレス鋼を用いて試作したトレイを示す。Ni フリーステンレス鋼はバルクからの加工は非常に難しいが薄板からはこのような加工が可能である。

今後、県央地区で素材・一次加工品の製造技術を確認させ、Ni フリーステンレス鋼の製造拠点を

築くことができれば、県内の医療器具関連企業のみならず、県外企業らの受注も期待でき、県内産業の活性化につながるものと考えられる。



図7 Ni フリーステンレス鋼で試作したトレイ

4. 結 言

難加工である Ni フリーステンレス鋼の実用化を目的にフェライト組織の状態での薄板に成形後、窒素吸収処理を施した Ni フリーステンレス鋼および 445J2 鋼の絞り性評価（コニカルカップ試験）を行い、以下の結論を得た。

- (1) Ni フリーステンレス鋼の絞り性は SUS304 よりは劣るが SUS430 とほぼ同等であった。それに対して 445J2 鋼はほとんど絞れなかった。
- (2) 試験品の亀裂部の破面写真を観察したところ、Ni フリーステンレス鋼と破断した 445J2 鋼については脆性的な破面を示している。
- (3) 試験品の底部表面を観察したところ、Ni フリーステンレス鋼の表面は荒れており、ところどころに亀裂が生じている。
- (4) 厚さ 1mm の板の場合、Ni フリーステンレス鋼の結晶粒は SUS304 や SUS430 に比べ大きくなっている。445J2 鋼の組織は Ni フリーステンレス鋼より結晶粒は小さくなっているものの、全域にわたり微細な析出物が認められる。
- (5) 圧延を追加し、板厚を 1mm より薄くすることで Ni フリーステンレス鋼の結晶粒は微細になった。

5. 今後の課題

実用化のためには窒素吸収処理時間の短縮、更なる結晶粒の微細化を図ると共に、圧延と窒素吸収処理を連続で行うプロセスの構築が課題である。また、試作品の強度、および腐食評価、など実用化試験を行う必要がある。

参考文献

- 1) 黒田大介, “ニッケルフリーステンレス鋼”,
まてりあ Vol.43, No.8, 2004, p643-646.
- 2) Daisuke Kuroda, Takao Hanawa, Takaaki Hibiru,
Syuji Kuroda and Masaki Kobayashi,
“Mechanical Properties of Thin Wires of
Nickel-Free Austenitic Stainless Steel with
Nitrogen absorption Treatment”, Materials
Transactions, Vol.44, No.8, 2003, p.1577-1582.
- 3) 相原雅之, 宇野秀樹, 片田康行, 小玉俊明,
“海水環境における窒素添加ステンレス鋼の局
部腐食特性に及ぼす合金元素の影響とすきま
腐食の発生評価”, 鉄と鋼, Vol.88, No.10,
2002, p.86-91.
- 4) 相原雅之, “高窒素ステンレス鋼の耐食性”,
ふえらむ Vol.7, No.11, 2004, p.22-23.
- 5) 片田康行, “加圧式 ESR 法による高濃度窒素
鋼の製造”, ふえらむ Vol.7, No.11, p.12-13.
- 6) Daisuke Kuroda, Takao Hanawa, Takaaki Hibiru,
Syuji Kuroda, Masaki Kobayashi and Takeshi
Kobayashi, “New Manufacturing Process of
Nickel-Free Austenitic Stainless Steel with
Nitrogen Absorption Treatment”, Materials
Transactions, Vol.44, No.3, 2003, p.414-420.

焼入れ鋼の深リブ加工技術の研究

宮口 孝司* 樋口 智* 須藤 貴裕**

A Study on the Deep Tapered Trench Milling on the Hardened Steel

MIYAGUCHI Takashi*, HIGUCHI Satoru* and SUTOU Takahiro

抄 録

N-MACH 加工を焼入れ鋼の深リブ加工に適用し、その切削特性を明らかにした。溝形状は、深さ 43 mm、溝底巾 2.5 mm、片側テーパ角 0.75° で、工具には先端径が $\phi 3.0$ mm および $\phi 2.5$ mm の 2 種類のテーパエンドミルを用いた。等高線加工では、工具に著しいびびりが生じて切れ刃が破損し、切削が困難であった。往復加工では、びびりの発生もなく、正常に加工することができたが、工具先端径 $\phi 2.5$ mm のエンドミルによる加工では溝巾が最大で 0.5 mm 大きくなるという課題が残った。

1. 緒 言

小径エンドミルを用いた高硬度材の高回転高送りミーリング加工法 (N-MACH 加工) は、金型を高能率・高精度に加工する有効な手段として、多くの研究が行われてきた。これまで、①主軸に用いている空気静圧軸受は、振動が小さく、高周波数領域での動的コンプライアンスが低いため、高回転領域での工具寿命が転がり軸受主軸より伸張すること¹⁾、②特定の回転数で発生するびびりを回避し、低切込み高送りを行なうことで、 L/D (工具の突き出し長さ L と工具直径 D の比) が 10 に達する加工が可能であること²⁾、③40 k Hz を超える測定帯域を有する動的切削力測定装置と 3 軸方向の動的切削力を直接測定することによって、高回転高送りミーリングの切削機構を明らかにし、工具剛性を最適化することによって工具寿命が伸張すること³⁾、等が明らかになった。さらに、軸受の磨耗が無く、特別な軸受潤滑の必要が無いため、軸受寿命が半永久的であることなど、既存の加工法に比べて有利な点が多く、熱間鍛造用金型等に実用化されている。

直彫り加工の適用範囲を広げる試みは、ダイキャスト金型等に展開されようとしているが、ダイキャスト金型の加工では、 L/D が 10 を超え

る溝加工が必要になるため、適用された例が少なく、切削機構も明らかになっていない。

そこで、本研究では、ダイキャスト金型に N-MACH 加工を適用するため、典型的なモデルとして、深さ 43 mm、溝底巾 2.5 mm、片側テーパ角 0.75° のテーパ溝を、テーパエンドミルによって加工し、切削特性を明らかにした。加工法には、等高線加工および往復加工の 2 種類を用いて、それぞれの加工特性について検討した。

2. 等高線加工実験

2.1 予備実験

2.1.1 予備実験方法

等高線加工に先立ち、送り速度 100、200、300、400 および 1000 mm/min の 5 条件で直線加工を行い、工具刃先の振れおよび加工形状を目視にて確認した。

表 1 に予備実験加工条件を示す。

工具は TiAlN コーティングが施された超硬 2 枚刃ボールエンドミルを使用し、加工機は、最大主軸回転数 N が $5.0 \times 10^4 \text{ min}^{-1}$ の空気静圧軸受主軸を搭載した CNC 立型フライス盤を使用した。

* 中越技術支援センター

** 下越技術支援センター

表 1 予備実験加工条件

被削材	SKD61 (HRC40)
使用工具	日進工具 MRB230 R1×35
主軸回転数 min^{-1}	3.0×10^4
送り速度 mm/min	100-1000
軸方向切込(Ad)mm	0.1
冷却方法	Air

2.1.2 予備実験結果

図 1 および図 2 に被削材上の切削痕の写真を示す。図 1 では写真右側から送り速度 100、200、300、400mm/min の加工形状を表しており、図 2 では中央が送り速度 1000mm/min の加工形状を表している。

図に示したとおり、送り速度 100-300mm/min までは、加工開始点（溝上端部）で工具刃先の振れが少なく、直線的に加工できている。しかし、送り速度 400mm/min では加工開始点で刃先が若干振れており、送り速度 1000mm/min においては刃先が大きく振れており、直線的に加工できていないことがわかる。

以上のことより、溝加工実験では送り速度を 300mm/min に設定することにした。



図 1 被削材上の切削痕 1

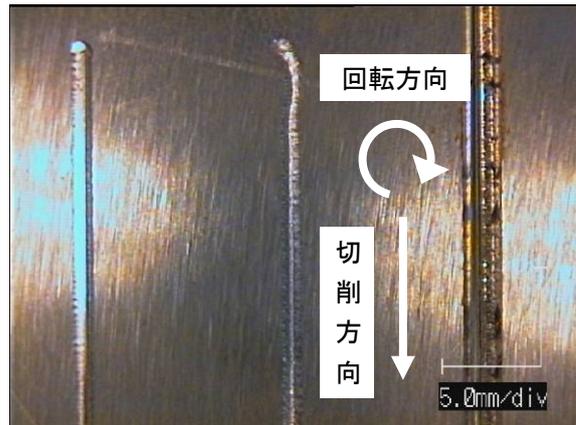


図 2 被削材の切削痕 2

2.2 溝加工実験

2.2.1 溝加工実験方法

長さ 60mm×幅 3.0mm×深さ 3.0mm の等高線加工を行った。

表 2 に溝加工実験条件を示す。

表 2 溝加工実験条件

被削材	SKD61 (HRC40)
使用工具	日進工具 MRB230 R1×35
主軸回転数 min^{-1}	3.0×10^4
送り速度 mm/min	300
1 刃当りの送り mm/tooth	0.005
軸方向切込(ad) mm	0.1
軸直角方向切込(Rd)mm	0.4
冷却方法	Air
切削方向	Down cut

2.2.2 溝加工実験結果

図 3 に溝加工後の工具刃先の写真を示す。

加工時には工具先端の大きな振れなどは確認できなかったが、図から刃先に欠損が生じていることがわかる。

また、加工後の溝寸法について、溝巾 3.0mm の設計値に対して、2.7-2.8mm の仕上がりとなっており、十分な加工精度が得られていないことがわかった。

これは工具の剛性が低く、溝の立ち壁部を加工する際に、工具先端が大きく撓むことによる

ものと考えられる。

以上の結果から、この加工方法では、設計形状を精度良く加工することは不可能と思われる、他の加工方法を検討することとした。

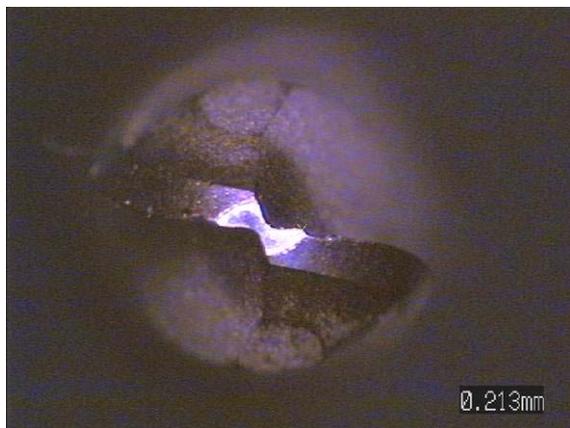


図3 加工後のエンドミル刃先

3. 往復加工実験

等高線加工による問題を解消するため、工具両側を拘束し撓みを生じさせないような切削方法（往復加工）を考案し、実験を行った。

3.1 予備実験

3.1.1 予備実験方法

目標とするテーパ溝形状と同じ角度をもったテーパエンドミルを用い、図4に示すような往復加工を行った。

表3および表4に予備実験加工条件を示す。工具はTiAlNコーティングが施された超硬4枚刃テーパエンドミルを、加工機は、最大主軸回転数Nが $3.0 \times 10^4 \text{ min}^{-1}$ の空気静圧軸受主軸を搭載したCNC立型フライス盤を使用した。

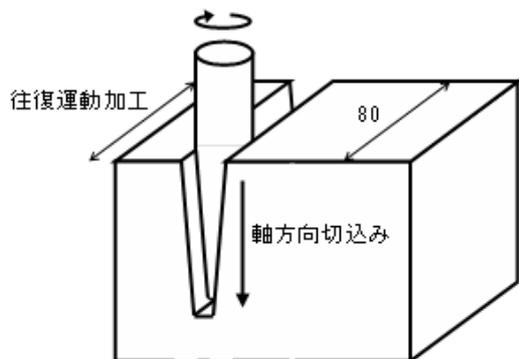


図4 予備実験概略図

表3 予備実験加工条件-I

被削材	SKD61 (HRC40)
使用工具	①日進工具 MRT425 3.0M×25×30' ②日進工具 MRT425 2.5M×30×30'
主軸回転数 min^{-1}	3.0×10^4
切削送速度 mm/min	2000
軸方向切込(Ad)mm	0.01 および 0.02
冷却方法	Oil mist 田中インポートグループ ドライカットシステムII

表4 予備実験加工条件-II

条件	使用工具	切込量	突出長さ
条件-1	①	0.01mm	35mm
条件-2	①	0.02mm	35mm
条件-3	②	0.02mm	45mm

3.1.2 予備実験結果

条件-1では加工途中（切削距離：113.2m）で火花が発生したため中止した。条件-2、条件-3については良好な加工が行えた。

実験後の工具先端の状態を図5～図7に示す。条件-1では刃先に欠損がみられた。条件-2、条件-3でも明らかな欠損はないものの若干の磨耗がみられた。

溝の立ち壁部の形状測定結果を図8に示す。ただし、工具①と工具②の測定結果を深さ方向において結合し表示してある。工具①では比較的誤差は少なかったものの、工具②では最大で0.4mm溝巾が広がっていた。

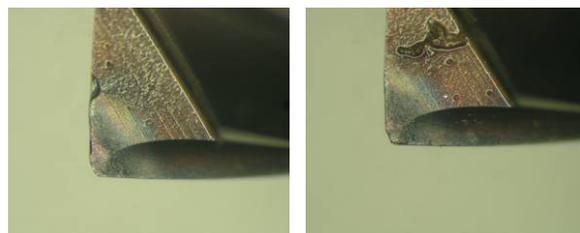


図5 切削後の工具先端（条件-1）

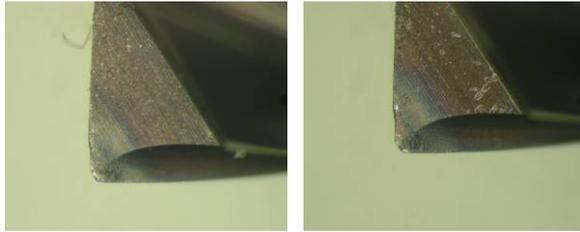


図6 切削後の工具先端 (条件-2)

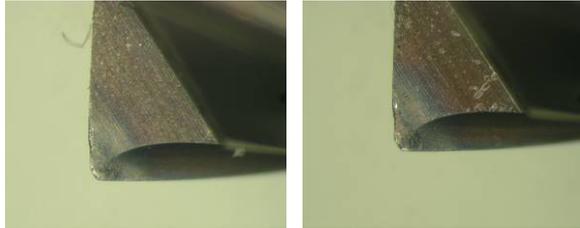


図7 切削後の工具先端 (条件-3)

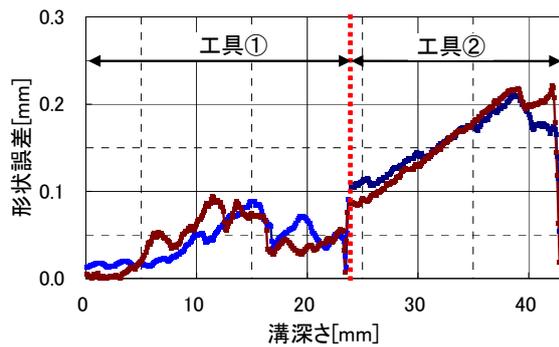


図8 形状誤差

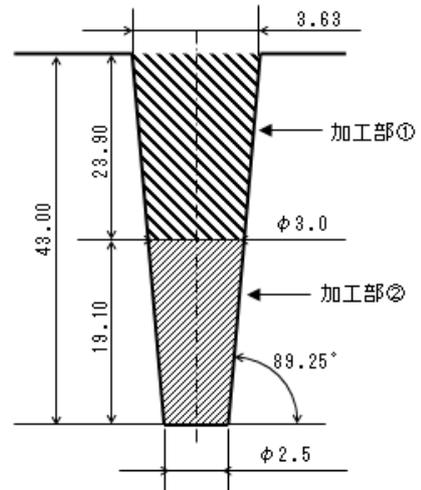


図9 溝断面概略図

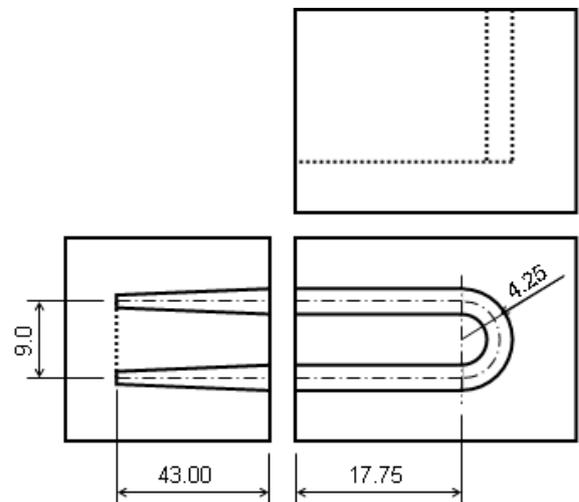


図10 溝概略図

3.2 U字型溝加工実験

3.2.1 実験方法

目標とするテーパ溝を図9に示すように2段に分け、1段目を加工部①、2段目を加工部②とし、それぞれ工具先端径の異なるテーパエンドミルによりU字往復加工(図10参照)を行った。

表5に溝加工実験条件を示す。

工具はTiAlNコーティングが施された超硬2枚刃テーパエンドミルを使用した。

表5 溝加工実験条件

被削材	SKD61 (HRC40)
使用工具	①ユニオンツール UNIMAX 3.0M×25×45° ②ユニオンツール UNIMAX 2.5M×25×45° を追加工
主軸回転数 min^{-1}	2.5×10^4
送り速度 mm/min	500 および 2000
軸方向切込(Ad)mm	0.02
冷却方法	Oil mist 田中インポートグループ ドライカットシステムII

3.2.2 実験結果

目標としていた深さ 43mm まで、工具のびびりもなく加工することができた。

加工面の表面粗さは Rz (JIS B 0601:2001) で 10 μ m 以下と良好な結果が得られた。

溝の立ち壁部の形状測定結果を図 1 1 に示す。予備実験と同様に工具①では比較的誤差は少なかったものの、工具②では最大で 0.5mm 溝幅が広がっていた。

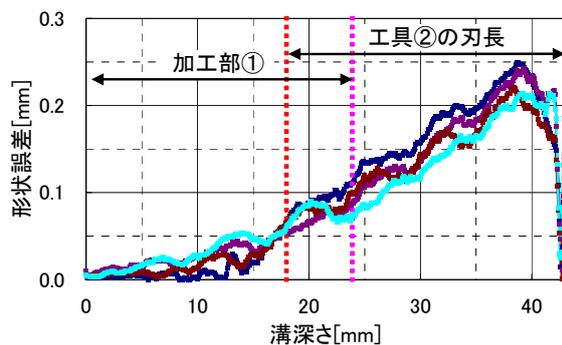


図 1 1 形状誤差

4. 結 言

高回転高送り加工をダイキャスト金型に適用するために、深さ 43mm、溝底巾 2.5mm の溝モデルをミーリング加工する方法について検討し、以下の結論を得た。

- (1) 等高線加工では工具にびびりが発生し切れ刃が破損した。
- (2) 往復加工では工具のびびりもなく正常に加工することができた。
- (3) 往復加工により目標とする溝深さまで加工するための十分な工具寿命が得られた。しかし仕上りの形状誤差は最大で 0.5mm となった。

5. 今後の課題

形状誤差をいかに小さく抑えるかが今後の課題となる。誤差要因としては、工具の剛性および切削能力不足、冷却不足などが考えられるが、前者は工具底刃数を増やし、主軸回転数を低減させ、一刃あたりの送りを下げることによって工具変形を低減させることにより、後者は冷却用ノズル形状の変更によりそれぞれ改善できる。

参考文献

- 1) 嶽岡悦雄, 宮口孝司, 岩部洋育 “高硬度材の高速エンドミル加工に関する研究 (第 2 報)”, 精密工学会誌, 65 巻, 第 2 号, 1999, p209-213.
- 2) 嶽岡悦雄, 宮口孝司, 岩部洋育 “高硬度材の高速エンドミル加工に関する研究 (第 3 報)”, 精密工学会誌, 65 巻, 第 8 号, 1999, p1131-1135.
- 3) Takashi Miyaguchi, Masami Masuda, Etsuo Takeoka, Hiroyasu Iwabe, “Effect of tool Stiffness upon tool wear in high spindle speed milling using small end mill”, Precision Engineering, 25, 2001, p145-154.

異方性電解エッチングによる多数個穴あけ加工技術の研究

佐藤 清治* 宮口 孝司* 斉藤 雄治*

Study on the Multiple Hole Etching of High Aspect Ratio Using Micro Electrode

SATOU Seiji*, MIYAGUCHI Takashi* and SAITOU Yuuji*

抄 録

電解エッチングは、電極の消耗がないため、金属に微細で高アスペクト比の穴を高品質かつ効率的に加工することができると考えられている。本研究では、微細穴加工に電解エッチングを適用するための電極として、表面を絶縁物で被覆した直径数十 μm の電極を形成する方法を検討し、大気開放 CVD を利用する方法、ガラスを熔融延伸する方法、電鍍による微細ニッケルチューブを用いる方法の 3 種類の加工法を開発した。ガラスを熔融延伸して導体に被覆する方法では、導体の曲がりやを矯正し、加工に十分耐えられるだけの剛性を電極に付与することができた。

1. 緒 言

金属の微細深穴は、半導体、バイオテクノロジー、IT 家電など広範な分野で必要とされている。微細な穴をあけるには、レーザー加工、ドリル加工、放電加工などが使われるが、レーザー加工では、穴の形状品質が悪く、長さ L と直径 D の比であるアスペクト比 (L/D) を大きくすることができない。ドリルでは、最小で $\phi 30 \mu\text{m}$ の穴を品質良くあけることができるが、 L/D が小さいうえ高硬度の材料に対しては加工が困難である。放電加工では $10 \mu\text{m}$ 以下の穴をあけることが可能であるが、電極の先端が徐々に細るために、先端が細いテーパ形状となってしまう。また、電極は超硬合金などを回転させ繰り出ししながら、ワイヤー放電加工によって、徐々に細らせていくため、材料の内部応力の不均衡に起因する電極の屈曲が発生しやすい、等の理由で穴精度を確保することが難しいうえ、表面粗さを数 μm 以下にすることが困難である。

電解エッチングは、電極が消耗することなく、電流と電解質によって決まる溶出量と電極の送り速度をコントロールすることで、垂直な異方穴を形成することが可能である。しかし、微細

穴を加工するためには、直径数十 μm の導線を絶縁膜で被覆した電極を作成する必要があるが、報告された例はない。

そこで、本研究では、微細な導体に絶縁膜によって被覆し、微細穴加工用電極を作成する方法について、検討した。

2. 電極製造方法の検討

穴あけ加工では、電解液中で、電極を陰極に、被加工物を陽極にして、電圧をかけ、一定の速度で両者を接近させ、電流で被加工物を溶出しながら、微細な穴をあけていく。電極は先端以外を絶縁物で包んであるため、側壁の溶出が抑制されるうえ、電極の消耗がないため、深さ方向に対して直径が一定で、 L/D の大きい穴を

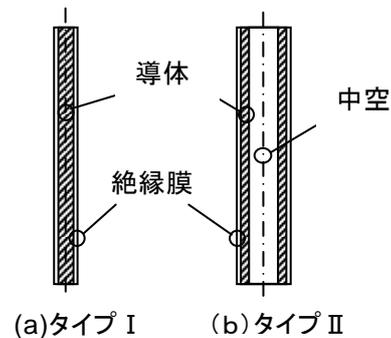


図 1 電極の構造

* 中越技術支援センター

あけることができる。電解液は金属が溶出すると、徐々に金属イオン濃度が上昇し、溶出量が減少してくる。そのため、新鮮な電解液を加工部分に供給し続ける必要がある。

図1(a)および(b)に電極の構造を示す。図1(a)は、中心の導線の周りを絶縁体で包んだタイプIの電極である。同図(b)は導線にチューブを用いたタイプIIの電極である。

タイプIは電極を導体で包んだだけの単純な構造のため、電極全体の直径を小さくすることが容易であり、直径 $100\mu\text{m}$ 以下の電極を作る場合に適用する。しかし、そのままでは、外部から電解液を供給することが困難であるので、電極を上下させ、強制的に液を循環させる必要がある。一方、タイプIIは中心の中空部分から、電解液を注入することができるため、電極を上下させる必要はないが、中空部分に液を通すためには高圧が必要になる。

ハーゲンポアズイユの式で摩擦係数を求め、ファニングの式で圧力損失を求める。粘性係数 $0.001\text{Pa}\cdot\text{s}$ 、密度 $1000\text{kg}/\text{m}^3$ 、長さ $2.5\times 10^{-2}\text{m}$ 、管壁の表面粗さ $1\times 10^{-4}\text{m}$ 、流量 $1\times 10^{-8}\text{m}^3/\text{s}$ のもとで、圧力損失は、直径 $5\times 10^{-5}\text{m}$ のとき 1.6MPa 、直径 $6\times 10^{-5}\text{m}$ のとき 0.79MPa に達する。加工する場合には、側壁と電極の間を電解液が流出するので、圧力降下はさらに激しくなる。一般的に入手できるダイヤフラム型ポンプの最大吐出圧力は 1.6MPa であり、配管その他の損失を考慮すると、タイプIIの電極では、内径 $60\mu\text{m}$ 以上の電極に適用する必要がある。

本研究ではタイプIの電極2種類とタイプIIの電極1種類の製造方法を検討した。

2.1 タイプI電極の製造方法

タイプI電極には、中心にタングステンの細線($10\mu\text{m}$ 、 $40\mu\text{m}$)を用い、絶縁膜形成について2種類の電極製造方法を検討した。

2.1.1 大気開放CVD法による絶縁膜の形成

大気開放CVD法は、有機金属をヒータで過熱蒸発させ、分解温度以上に加熱した被加工物

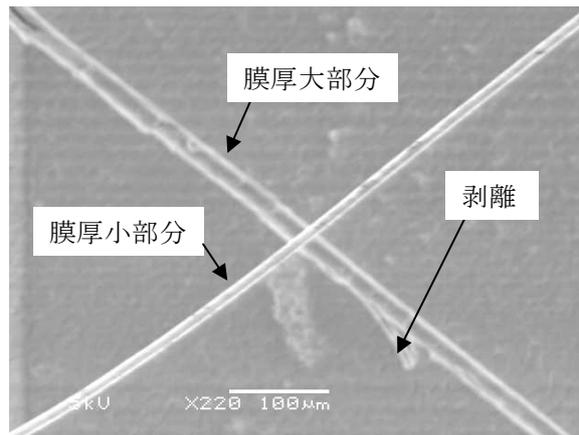


図2 大気開放CVD法によって形成した電極

に吹きつけて分解・酸化させ、金属酸化物による絶縁膜を形成する方法である。導体には、直径 $10\mu\text{m}$ のタングステン線を用い、絶縁膜にはアルミニウムの有機金属化合物を用いてアルミナを形成した。

図2に大気開放CVD法によって形成した電極のSEM写真を示す。一様に絶縁膜を形成できたが、一部に剥離が生じている。特に噴射ノズル付近の有機金属ガス濃度の高い部分で、膜厚が厚く剥離が激しい。ガスが噴射ノズルから遠く、膜厚が薄い部分では剥離が生じていないことから、膜の残留応力によって剥離が生じると考えられる。また、形成した電極には、導線の曲がりがあるまま残ってしまうため、電極に適用するには導線をあらかじめ熱処理等で矯正しておく必要がある。

2.1.2 ガラス熔融延伸被覆法

電極の曲がり矯正する方法には前述の熱処理による方法のほか、導体を剛性の高い絶縁膜の鞘(さや)で包んで矯正させる方法が考えられる。そこで、導線を剛性の高いガラスの鞘で包むことで曲がり矯正する方法(ガラス熔融延伸被覆法)について検討した。

生化学分野では、微細なハンドリングを必要とする場合、中空のガラス管をバーナーで熔融延伸し、中空の微細管を作成する方法が広く用いられている。ガラスは、ヤング率が高いため、導線の周りにガラスを被覆することによって、導体の曲がり矯正し、さらに緻密な絶縁膜を

形成できると考えた。ガラス熔融延伸被覆法の概要を図3に示す。あらかじめ、外径1mm程度に延伸したガラス管中にタングステン細線を通し、A部を熔融接合したうえで、B部を熔融させ、管が自重で落下する際の変位を利用して電極をコーティングする。

作成したガラス熔融延伸電極を図4に示す。絶縁物を含めた管の外径は61 μm 、導体の直径は38 μm である。ガラスの剛性によって、長さ30mm以上の電極でも、加工に十分な剛性を付与することができた。

2.2 タイプII電極の製造方法

タイプII電極に使用したニッケルチューブの仕様を表1に示す。

ニッケルチューブは、芯となる細線にニッケル電鍍を施し、所定の膜厚に達したら芯線を引き抜く方法で作られる。電極として使用するためには、導体を絶縁する必要があるが、今回は電極に使われる導体部分の設計のみを行った。今後、絶縁膜の形成、加工実験を行う計画である。

3. 結 言

金属に微細で深い穴を明けるため、微細電極の加工方法を検討し、以下の結論を得た。

- (1) 大気開放CVD法により、直径10 μm のタングステン細線に均質なアルミナ皮膜を形成することができた。
- (2) タングステンをガラス管に挿入し、熔融させ、自重で落下させるガラス熔融延伸被覆法を開発し、均一なガラス皮膜を形成することができた。
- (3) 電解液を加工点に効率的に供給することの可能なニッケルの中空チューブを設計製作した。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、株式会社トクサイ様には、実験で使用したタングステン等の細線を提供して頂きました。御礼申し上げます。

表1 ニッケルチューブの仕様

材質	純ニッケル
内径	60 μm
外径	90 μm
長さ	200mm

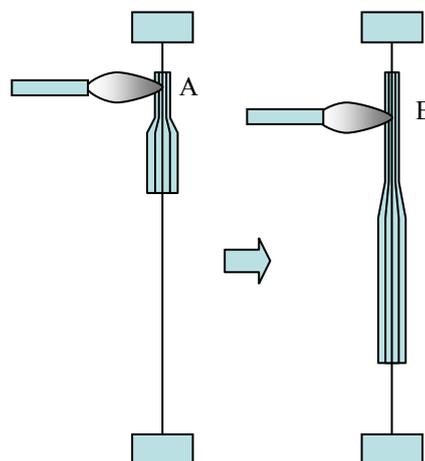


図3 ガラス熔融延伸被覆法の概要

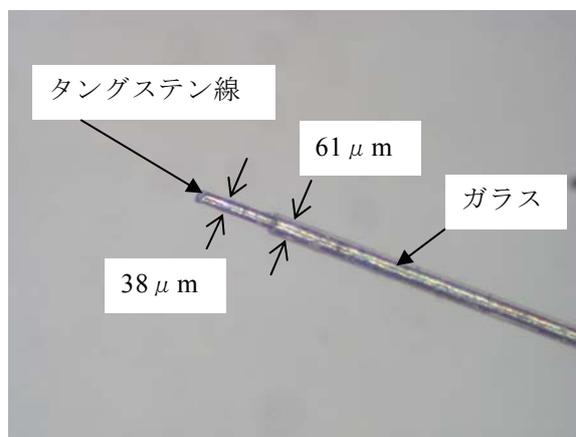


図4 ガラス熔融延伸電極

食品冷却装置の冷却効率向上に関する研究

浦井 和彦* 本多 章作* 佐藤 亨* 木嶋 祐太*

Research on the improvement in cooling efficiency of a food cooler

URAI Kazuhiko*, HONDA Shosaku*, SATO Toru* and KIJIMA Yuuta*

抄 録

冷蔵食品の無菌化包装技術の一つである半殺菌チルド法¹⁾は、パッケージング後に加熱水槽で加熱殺菌して速やかに冷蔵温度まで冷却する方法である。この方法では食品内部の温度管理が重要であるため、装置を設計するにあたって食品内部温度が目標値になるように処理条件を決定する必要がある。本研究では、この方法による豆腐の加熱殺菌装置を対象としてその冷却過程に注目し、豆腐内部温度を目標値まで低下させるために必要とされる冷却装置の処理条件について検討した。

1. 緒 言

近年、食品の偽装表示事件などを契機として食品の安全に対する消費者の関心が高まっており、食品加工業では冷蔵食品の殺菌処理を益々徹底し信頼性を高めることが重要になっている。

豆腐やかまぼこなど冷蔵食品の殺菌処理方法の一つとして、パッケージング後に加熱水槽で加熱殺菌した後に冷却する方法（半殺菌チルド法）がある。この方法は、常圧・低温の下で処理できるため容器やパッケージング方法を選ばないが、完全には滅菌できないため、加熱温度・時間の管理はもちろんのこと、細菌増殖温度以下への速やかな冷却も重要となる。また、食品の処理温度は内部まで目標どおりに制御されることが必要となるが、内部温度の変化は同一条件下においても食品の種類や形状によって異なるため、食品の種類毎に処理条件を検討する必要がある。本研究では、製造の現場で稼働している豆腐の加熱殺菌装置を対象として冷却処理直後の豆腐内部温度を冷蔵温度まで低下させることを目的とし、装置の改善方法を検討した。その手段として熱伝導シミュレーションを用いて殺菌工程における豆腐内部の温度変化を推定し、殺菌処理装置に要求さ

れる処理条件を導き出した。

2. 装置概要

改善対象とした装置は、食品加工業者で使用されているパッケージ入り豆腐の加熱殺菌装置である。コンベアに載せられた豆腐は加熱水槽、冷却水槽の順に一定速度で通過して殺菌処理される。加熱時間は 35 分、加熱水槽から冷却水槽までの移行時間は 10 分、冷却時間は 40 分、冷却水温度は 2°C に設定されている。

3. 豆腐の温度測定

始めに冷却過程における豆腐の各部温度変化を測定し、豆腐の冷却状況を調査した。

豆腐の温度測定箇所は、豆腐の中心、豆腐パッケージ上面の中央、豆腐の周辺温度として豆腐パッケージから 2cm 離れた場所の計 3 箇所とし、サーミスタ型薄膜温度センサーを取り付けた。データの収集には小型データロガー（図 1）を用い、豆腐と共にコンベアに載せて測定した。

測定結果を図 2 に示す。豆腐の中で最も温度追従の遅れる中心温度が冷却直後に約 18°C になっているが、これを冷蔵温度の 10°C 以下にすることが目標となる。

* 上越技術支援センター



図1 データロガーと豆腐

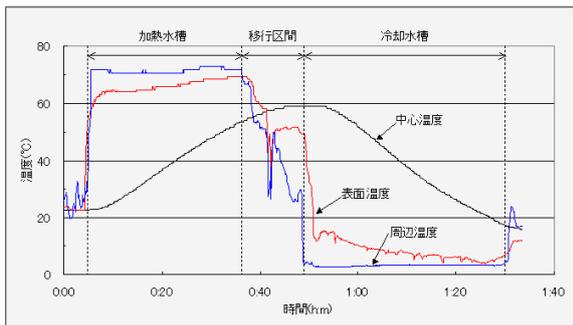


図2 豆腐の温度変化

4. 対策の検討

温度測定結果を考察し豆腐内部温度の低減対策について検討した。

4.1 表面温度の低減

豆腐の表面温度は表面上の冷媒による熱の伝え易さ（熱伝達特性）に影響を受ける。その物理量である熱伝達係数が十分に大きければ豆腐の表面温度は冷媒の温度に近づいて豆腐内部の熱勾配が大きくなるため熱放出が増えて豆腐の温度が下がり易くなる。すなわち、表面温度の高い区間で豆腐表面の熱伝達係数を上げる工夫をすることで冷却効率を向上させることができると考えられる。測定結果では表面温度が高い部分が冷却水槽に入る前の移行区間と冷却水槽に入った直後からしばらくの間に見られる。

4.1.1 移行区間の冷却

加熱水槽から冷却水槽への移行区間では約 10 分間空気中にさらされる。この区間では現在井戸水（約 15°C）のシャワーで 1~2 分間ほど冷却しているが、それ以外の 8~9 分間では豆腐の表面温度が高い状

態となっている。空気より熱伝達係数の大きい水かける範囲を増やして表面温度を下げることによって冷却効果を上げる余地があると考えられる。

4.1.2 冷却水槽内の流速増加

冷却水槽中では、豆腐の表面温度は冷却水槽入口付近で最も大きく、冷水との温度差は 10°C ほどある。熱伝達係数は流速の増加によって大きくなるため、なんらかの方法で豆腐表面の流速を増すことによって冷却効果が上がると考えられる。

4.2 冷却時間の延長

冷却時間を延長した場合についてその冷却効果を検討する。その手段としてコンベアの移動速度を低下させた場合と冷却水槽を延長した場合の 2 通りを考える。

5. 熱伝導シミュレーション

流速の増加と冷却時間の延長をした場合について、熱伝導計算によって豆腐内部温度変化のシミュレーションを実施し、その効果を推定した。

熱伝導計算で必要となる豆腐の物性値のうち、熱容量は熱物性測定装置 (TPA-501) で測定した。また、熱伝導率、熱伝達係数は、豆腐の温度測定曲線に対して熱伝導計算でカーブフィッティングすることによって導き出した。

5.1 冷却水槽内の流速増加

測定結果では冷却水槽に入った直後に表面温度の一時的な低下が見られるが、これは流速の早い水面付近をコンベアが通過するためと考えられる（図 3）。水面から冷水に入ったコンベアはやがて水槽底部に至り隙間無く並んだ豆腐収容ケースが流れと平行に進むため、底部移動時は豆腐に冷水が通り抜けにくい状況にあると思われる。冷水に入った直後の熱伝達係数は底部移動時の $400\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ に対して 2 倍の $800\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ で計算曲線とほぼ一致する。

図 4 は、底部移動時の熱伝達係数 $400\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ から値を増加させた場合について熱伝導シミュレーションを行い、冷却直後の豆腐中心温度を計算したもの

である。熱伝達係数を冷却水槽内全域で水面付近と同じ $800\text{W/m}^2\text{K}$ にした場合に 2°C 程度低下することが予想される。このことは、冷却水循環ポンプ能力の増強による増流がなくても豆腐表面の流速が増えるように流路を改善することでこの程度の効果が期待されることを示唆している。具体的な方法としては、収容ケースの開口率を上げること、水面の水流が下部へ抜けて豆腐周辺に流れができるように流路を変更することなどが考えられる。

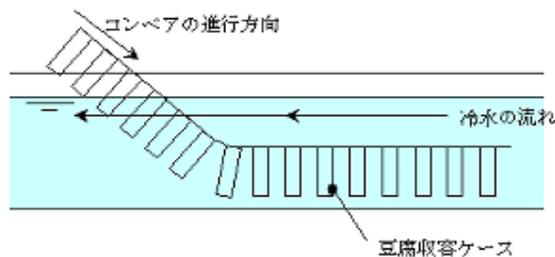


図3 冷却水槽内の水流

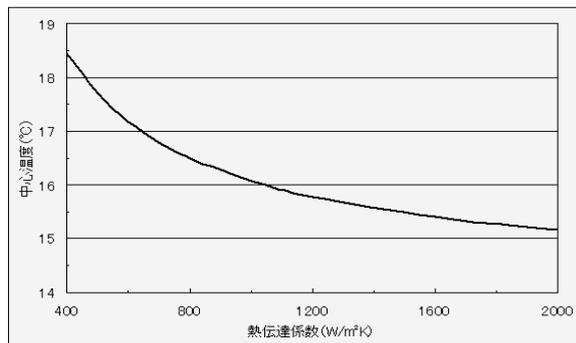


図4 豆腐中心温度の熱伝達係数依存性

5.2 冷却時間の延長

コンベアを速度を落とした場合を想定し、加熱水槽、移行区間、冷却水槽を通過する時間を延ばしてシミュレーションを実施した(図5)。その結果、冷却直後の中心温度を目標の 10°C まで低下させるには40%の時間延長(全工程で34分の延長)が必要になると予想された。また、速度をそのままに冷却水槽の長さを延長した場合には40%の延長で目標を達成できることが予想された。

6. 移行区間の冷却試験

移行区間における井戸水シャワーの冷却効果につ

いてはシミュレーションが困難であるため、実際に仮設シャワーを設置して実験した。シャワー区間をおよそ5分間に拡張して豆腐の温度を測定したが、既設シャワー使用時と比べて明確な効果の違いが見られなかった。測定結果では仮設シャワーで表面温度が十分に低下しておらず、収容ケースに阻まれて井戸水が効率よく豆腐に当たっていないことが原因と考えられる。

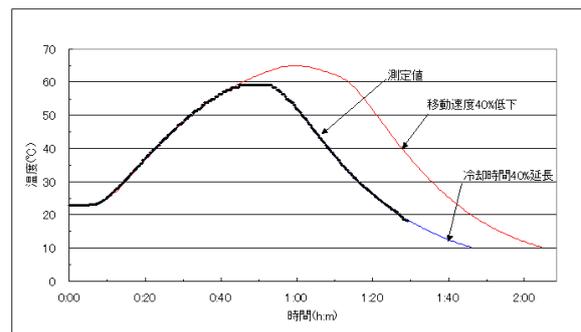


図5 豆腐中心温度の熱伝導計算
(冷却時間を延長した場合)

7. 結 言

- (1) 熱伝導シミュレーションの結果では、冷却水槽内の水流改善によってある程度の冷却効率の向上は見込めるが、それだけでは目標の達成が難しいと推測された。
- (2) 目標を達成する方法としてコンベアを速度低下または冷却水槽の延長をした場合、いずれも40%程度の時間延長が必要であると推測された。
- (3) 移行区間の冷却方法については、収容ケースの開口率を上げてシャワーが掛かり易くするなどまだ検討する余地があると思われる。
- (4) 今回、冷却対策の検討とその効果の予測はできたが、実機の改良と検証をするまでには至らなかったため、その信頼性の評価が今後の課題となる。

参考文献

- 1) 横山理雄, “豆腐の包装技術”, 豆腐年鑑, 1999, P146.

繊維産地アクションプラン支援研究

(チーズ染色機を使用した絣調染色)

五十嵐 宏 * 吉田 正樹 * 白川 正登 * 明歩谷 英樹 * 森田 渉 * 本田 崇 * 皆川 森夫 *

A Support to Textile Producing District
("KASURI" Dyeing Method by use of Cheese Dyeing Machine)

IKARASHI Hiroshi *, YOSHIDA Masaki *, SHIRAKAWA Masato *,
MYOUBUDANI Hideki *, MORITA Wataru *, HONDA Takashi * and MINAGAWA Morio *

抄 録

チーズ染色機を使用した新規的な染色手法として、チーズ形状の糸を部分的に染め分ける絣調染色を試みた。その結果、チーズ染色機を使用して、チーズ形状の糸の一部分だけを染めて、絣調に染色できることを確認した。部分的に染め分けるにあたって、準備工程のチーズソフト巻き時のテンション、糸の層厚、およびチーズ染色機の循環流量が染色形態に大きく影響を及ぼすことがわかった。

1. 緒 言

チーズ染色機は、円錐台状に巻いた糸をそのまま染色する機械で、先染織物・ニット製品に使用する糸の染色に広く利用されている。

しかし、差別化した商品が求められるなかで、チーズ染色機を使用して、単色に染めるだけでは十分な付加価値が望めなくなっており、チーズ染色機を使用した新規的な染色手法の開発が期待されている。

一方、織物に用いる糸には、経緯に用いる糸を部分的に防染して白く染め残したり、他の色を部分的に染め加えたりして、意識的に染め分けた絣糸というものがある。しかし、この技法は総糸を対象にしたものであり、生産性は必ずしも高くない。チーズ染色機を使用して、総糸で染色したものと同様に絣調に染色できれば、生産性を上げ、コストを低下させることができる。本研究では、チーズ染色機を使用して、糸を絣調に染色する手法について検討した。

2. チーズ染色機を使用した絣調染色

使用したチーズ染色機は、㈱日阪製作所製 HUHT-250/350、処理量 1kg の装置である。

2.1 絣調染色手法の検討

チーズ染色では、糸を樹脂製中空ボビンに巻き、キャリアに装填し、染色槽にセットした後、染液をボビン中心から糸の外層へ通過、循環させて染色を行う。

中空ボビン (図 1) は、多くの孔が空いており、その孔を染液が通り抜け、さらに糸の内層から外層へと抜けていく構造になっている。

今回は、中空ボビンの孔を一部ふさぐこと (図 2) によって、孔をふさいでない部分にのみ染液を通り抜けさせる手法を試みた。染液はチーズ全体に行き渡らず、孔の空いている部分の内層から外層へと抜けていくので、チーズの一部分だけが染色される。

また、通常は、チーズ全体が染液に浸った状態 (1kg に対して液量約 10 l) で染色が行われるが、今回は、チーズの一部分だけを染色したいので、チーズの底が染液に浸らずに、なおかつ染液が十分に循環する量として、液量は 3 l で染色した。

* 素材応用技術支援センター



図1 中空ポビン



図2 中空ポビン
(孔をふさいだもの)

さらにチーズを抑えているキャリアの上部から循環時に漏れ出る染液が、チーズの上部へと流れ出し、チーズの外層を汚染するのを防ぐため、チーズの外層にはビニール袋をかぶせた。

これらの手法によって、チーズを部分的に染色できることが確認できた。そこで液流などの条件を変化させたときに、併調の染色形態にどのような影響があるか調べ、適切な染色条件を検討した。

2.2 染色条件の検討

チーズ染色は、染液の循環によって染色するので、以下のパラメーターの変化が、染色形態に大きく影響すると考えられる。今回の試験では、これらを変化させたときの染色形態の違いを調べた。

- ・被染物の巻き硬度
- ・被染物の層厚（糸量）
- ・流量

上記以外の染色処方とは図3のとおりで、すべて共通とした。

被染材：綿 30 番単糸	(チーズソフト巻き)	
使用染料：Cibacron Navy FN-B	10g	
ほう酸：	80g/l	
ソーダ灰：	40g/l	
液量：	31	
染料	60°C	水洗→ソーピング
ほう硝	20分	→水洗
ソーダ灰	15分	リポートル RK-5 1g/l
	常温	95°C 15分

図3 染色処方

表1 染色条件

条件	巻き硬度(°)	糸量(g)	流量(l/min)
A	38	250	30
B	24	250	30
C	39	500	30
D	42	250	10

巻き硬度、糸量、流量を表1のように変化させ、染色形態の違いを調べた。結果は図4にまとめて示す。

Aを基本条件とし、巻き硬度を小さくする(条件B)と、染色されている部分が増えている。つまり、本来はふさがれて染液が循環しない領域へのしみ込みの度合いが大きくなっている。チーズのソフト巻き時に、巻きテンションを小さくしたため、チーズの糸層間に染液がしみ込みやすくなったためと考えられる。

糸量を増加させる(条件C)と、最外層の部分が十分に染まっていない。これは、糸量が増え、糸層の厚みが増したため、チーズの内層から外層に十分に染液が通り抜けきっていないためと考えられる。



条件 A

条件 B



条件 C

条件 D

図4 各条件での染色形態

流量を少なくする(条件 D)と、染色されている部分が増えている。これは流量が少ないため、チーズの内層から外層へ染液が抜ける際の圧力が小さくなり、その結果、糸層部分を通り抜ける時の時間が多くかかるようになり、本来は染液が循環しない領域へのしみ込みが大きくなったと考えられる。

全体的な傾向としてはチーズの最内層が、最外層に比べて、染色されている面積が広い。染液の循環流は、チーズの内側から外側へと向かっているため、染液は外層よりも内層部分でしみ込みやすくなっていると考えられる。

また本来は染液が行き渡らないチーズの上部分の内層部分が染まっている(図5)。これも、さきほどと同じ要因で、中空ボビンと糸層の間にしみ込んだ染液による移染と考えられる。

今回の試験条件の中では、条件 A のものが、本来は染色したくない部分への染液のしみ込みが少なく、適当な条件であった。



図5 チーズ上層部分

2.3 製品試作

今回の技法を利用して、紺調に染めた糸を使いニット製品を試作した(図6)。異なる形態に染めた糸を、3本組み合わせることで、複雑な色の変化を表現できた。

原 材 料 : 30番単糸 3本どり
編み組織 : 天竺
ゲージ数 : 12G

2.4 課題

2.4.1 再現性

今回の試験において、巻き硬度は同条件のテンションでソフト巻きしても、差が生じている。こ

の巻き硬度の相違は、チーズ染色機の循環液流に大きく影響すると考えられるため、完全なる再現を行うには、前工程のソフト巻き時のテンション管理にも十分に注意を払う必要がある。

2.4.2 スケールアップ

チーズが染液に浸らないことが必要なので、チーズが縦に並ぶ形のタイプ(2kg以上の染色機)では、染液が上方のチーズまで十分に行き渡らないことが予想され、現状の手法では、チーズを積み上げての染色は困難である。



図6 試作ニット製品

3. 結 言

- (1) チーズ染色機を使用してチーズ形状の糸を紺調に染色することができた。
- (2) この技法を使用して紺調に染色した糸を使用して、ニット製品を試作した。

繊維製造への I T 活用支援研究

(着尺織物ドビー機の電子化支援)

小海 茂美* 吉田 正樹* 白川 正登* 牧野 齊* 本田 崇*

A study of Textile Manufacturing Process using Information Technology
(Computerization of Dobby Weaving System)

KOKAI Shigemi*, YOSHIDA Masaki*, SHIRAKAWA Masato*,
MAKINO Hitoshi* and HONDA Takashi*

抄 録

ドビー織機の柄出しを電子的に制御する装置を開発した。紋栓データ作成ソフトで柄データを作成し、そのデータに基づき PLC でエアシリンダーを制御する。本装置を使うことで、データの作成時間を大幅に短縮することができ、管理、再利用も容易となる。また、従来の方式ではデータ読み込み部の重量制限により作成できなかった長尺の織物作成が可能となった。

1. 緒 言

県内織物産地が低価格輸入品に対抗するためには、差別化商品の多品種生産と短納期生産の体制を確立しなければならない。そのため、IT (Information Technology) を活用した織物企画設計の迅速化や生産情報の一元管理が必要となる。

本研究では、ドビー織機で生産される織物の柄を電子的に制御する装置を開発した。経糸を開口するにはドビー機の紋栓カードによって多数のナイフをペグで押し上げ、フックによって連結されているヘルドを、上下動させることによって紋柄を織り出している。研究ではドビー機のウッドカードとペグ部分を、エアシリンダーによって制御する装置を開発した。紋柄データ作成ソフトは、見本織機自動制御システムの開発 (2003 年度実用研究)¹⁾ で開発したデータ作成ソフトを

着尺織物用ドビー織機に対応できるように改良した。

本装置で織物製造を行うことにより、データの作成時間を大幅に短縮することができるようになっただけでなく、従来の方式ではウッドカード部の重量制限により作成できなかった長尺柄織物の作成が可能となった。

2. 装置の概要

開発した装置の構成概要を図 1 に示す。ナイフを制御するエアシリンダー、開始位置検出センサ、ロータリーエンコーダ、装置全体を制御する PLC (プログラマブルコントローラ)、エアシリンダーを動作させるコンプレッサー、各種動作設定を行う操作パネルからなる。

本研究で開発した装置はウッドカード式ドビー機用である。ウッドカード式ドビー機における柄の作成は、柄に対応したナイフをヘルドに連結

* 素材応用技術支援センター

したフックに引っ掛けて織物の柄を作成する。これまでウッドカード式ドビー機では、図2のようなベッグ（紋栓）を埋め込んだウッドカードでナイフの動作を制御していたが（図3）、本装置では、エアシリンダー36個で直接ナイフの動作を制御する。図4に改良後のナイフ制御部を示す。

エアシリンダーを動作させるタイミングはドビー機の伝動軸に取り付けたロータリーエンコーダからの信号で決定する。（ロータリーエンコーダは360度を8分割して、それぞれの角度に対応した信号を出力する。）伝動軸は織機本体のクランク軸と同期して回転しており、伝動軸から織機本体のタイミングを検出することができる。フックはドビー機の伝動軸が2回転する間に奇数ナイフと偶数ナイフを1回ずつ交互に引っ掛けるため、運転開始時にフックの位置をセンサにより検出して奇数・偶数の整合性を確認する。運転中は次にフックにかかるナイフが奇数どちらかをPLCのプログラムで判別し動作させるエアシリンダーを決定する。奇数行の緯糸から運転する場合の動作タイミングの例を図5に示す。

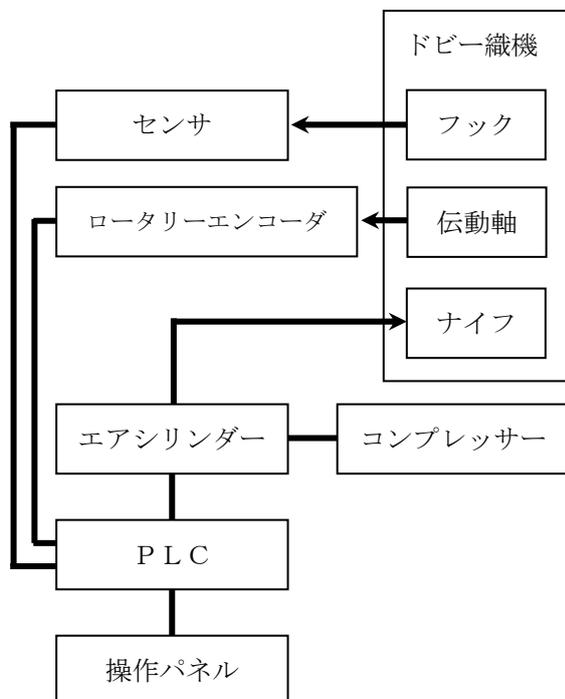


図1 装置の構成の概要



図2 ウッドカード

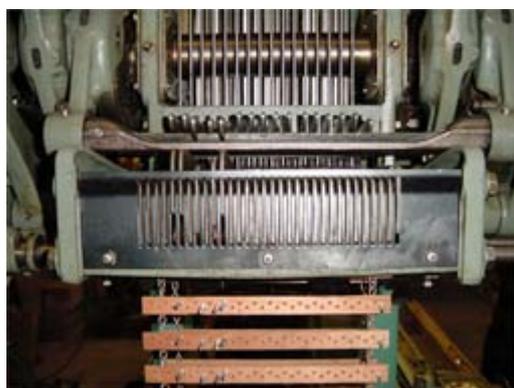


図3 ウッドカードによるナイフ制御



図4 エアシリンダーによるナイフ制御

3. PLCプログラム

PLC プログラムの概要を図 6 に示す。最初に PC でデータを作成し、コンパクトフラッシュカードを介して、PLC のメモリに書き込む。次にスタート行の設定を行い、運転モードに切り替える。織機を動作させるとメモリから紋柄データを読み取り、伝動軸のタイミングに合わせてエアシリンダーを動作させる。糸切れなどのトラブル時には、操作パネルでデータ行を再セットすることで修正した糸の本数分のデータを戻すことができる。また、作業状況はメモリに自動保存しており、任意のタイミングで作業の中断・再開が可能である。

4. データ作成プログラム

今回自動化した着尺織物用ドビー機は 2003 年度に当センターの実用研究で開発した見本織機制御システムとは、制御するエアシリンダーの本数が異なっている。また、見本織機は自動パンチングマシンと併用で使用するが、着尺織物用ドビー機は単体で使用する。この違いに対応できるように見本織機用のデータ作成ソフトを着尺織物用ドビー機用に改良した。なお、データ作成プログラムは表計算ソフト EXCEL の VBA を使用したプログラムである。

5. 結 言

着尺織物用ドビー機の柄出しを電子的に制御する装置を開発した。これまでのドビー機による紋柄データ作成はウッドカードとペグで作成

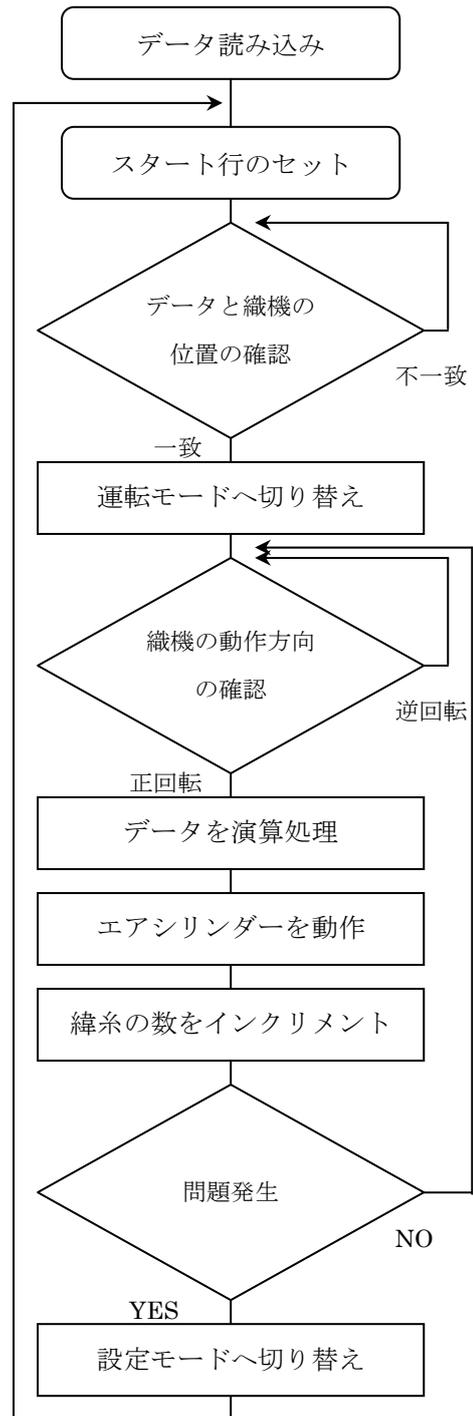


図 6 PLC プログラム概要

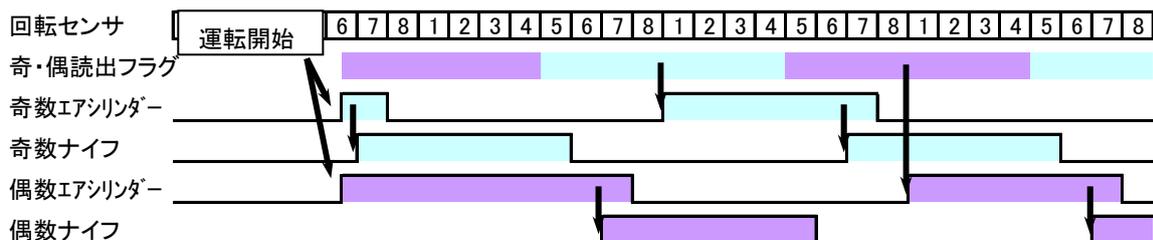


図 5 奇数行から運転する動作タイミング例

していたが、本装置を使えばパソコンで作成した電子データで直接ドビー機を動作させることができる。そのため、紋柄データの作成が容易であり、データ作成時間の短縮、ペッグの誤植防止、データの管理、データの再利用等のメリットがある。また、ドビー機にセットするウッドカードの重量による制限から、織ることができなかった長尺の織物も作成できるようになり、新しい商品開発も可能となった。

本研究の成果について下記の名称で特許出願済みである。

【発明の名称】

ドビー機

【出願番号】

特願 2005-125697

参考文献

- 1) 大野宏, 牧野斉, “I T活用織物企画設計システムの開発”, 工業技術研究報告書, No.32, 2003, p97-99.

化学加工による編織素材の開発

(酸性スペック染色法の開発)

毛利 敦雄 * 土田 知宏 * 山崎 武 *

A study of knit and weave material by chemical processing
Development of acid speck dyeing method

MOURI Atsuo *, TSUCHIDA Tomohiro * and YAMAZAKI Takeshi *

抄 録

繊維業界の新製品開発を支援するため、「酸性染料によるスペック染色法」を開発した。

スペック染色とは、染料を粒子化して、斑点状に染める手法で、糸に部分的な色の濃淡を付けることで色彩表現力を高めている。これまでの染色法は、直接染料が用いられ、主に綿糸に染色が行われていた。昨年までの反応染料によるスペック染色の研究では、綿以外に、羊毛、絹などの染色も可能になり、堅牢度も向上したが、手間が掛かる点などから実用化されていないのが現状である。今回、酸性染料によるスペック染色法を開発し、羊毛、絹などの染色も直接染料によるスペック染色とほぼ同じ工程で可能になり、これまでの染色にない、面白い表現をした製品に仕上がった。

1. 緒 言

繊維業界は、輸入品の増大による生産量の減少とデフレ経済による価格低下に苦しんでいる。この状況に対応するとともに、付加価値の高いものづくり研究に取り組み、業界の新製品開発を支援するために、酸性スペック染色(ムラ染め)による製品試作を行った。

スペック染色とは、染料を粒子化して、斑点状に染める手法で、糸に部分的な色の濃淡を付けることで色彩表現力を高めている。これまでの染色法は、直接染料が用いられ、主に綿糸に染色が行われていた。

昨年までの研究で技術を確立した反応染料によるスペック染色¹⁾は、綿以外に、羊毛、絹などの染色も可能であり、さらに、堅牢度も向上した。

それを基にして、繊維業界の新製品開発を支援するため、製品試作を行い、PRを行った。しかし、機械化が難しいことや手間が掛かる点や、さらに、

黒などの濃い色や、鮮やかな色相に対応できないなどから、実用化されていないのが現状である。

そこで、今回、これまでの直接染料によるスペック染色とほぼ同じ工程で処理できる、酸性染料でのスペック染色法を開発し、製品試作を行い、実用化を目指して技術支援を行った内容を報告する。

2. 実験

2.1 使用素材

県内企業より提供された、羊毛、絹糸を使用した。

2.2 染料の選定

これまでの染色法は、均一に染めることを目的に染色が行われていた。そのため染料も均一に染まるように作られている。試行錯誤を繰り返しスペック染色に適した5色の酸性染料を選定した。

2.3 染色方法

染色方法の概要を図1に示す。酸性染料/メチルセルロース混合水溶液をボウ硝(硫酸ナトリウム)で塩析させ、染料を含んだメチルセルロースを総状の糸に吸着させた後、蒸して染着させる。

*素材応用技術支援センター

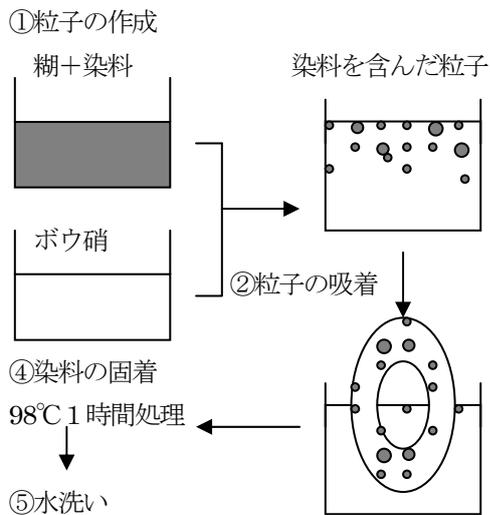


図1 スペック染色の概要

2.4 染浴のpHによる影響

酸性染料は染浴のpHにより、吸着性や均染性に大きく影響を受けることが知られている。スペック染色法もこの影響の確認実験を行った。

- ・ pH調整液
- ・ ボウ硝 10owf% (pH7)
- ・ ボウ硝 10owf%+酢酸 1owf% (pH3)
- ・ ボウ硝 10owf%+ギ酸 2owf% (pH2)

その結果、いずれの条件も染色仕上がりに影響を及ぼさないことが分かった。これは、スペック染色法が染料を含んだ粒子を吸着させて染めるため、化学吸着よりも物理吸着の効果が大きいと推察される。そのため、モール糸やネップ糸など表面性状が異なる物には染料濃度などを調整する必要があると考えられる。

2.5 染色見本の作成

以上の結果を基に、図2のような染色見本を作成し、企業にPRを行った。

現在、好感触を得られた企業からの要望による試作を更に進め、スペック染色の普及に努めている。



図2 作成した染色見本 (pH7) で処理

3. 結 言

- (1) 当支援センターで開発した「酸性染料によるスペック染色」を発展させ、企業の新製品開発を支援することができた。
- (2) 「酸性染料によるスペック染色」の特徴
 - ・ 羊毛、絹、ナイロンなどが染色可能
 - ・ 色相は鮮やかである
- (3) 羊毛、絹にスペック染色を施した。スペックの形態も面白い製品に仕上がった。
- (4) 今後、企業からの要望による試作を更に進め、スペック染色の普及に努めたい。

参考文献

- 1) 古畑雅弘, 土田知宏, 五十嵐宏, 明歩谷英樹, “繊維素材の複合化技術に関する研究”, 工業技術研究報告書, No.31, 2002, p113-115.

先導的戰略研究調查事業

マイクロ・メゾ領域における 小型・超精密加工技術に関する調査研究

杉井 伸吾^{*1} 宮口 孝司^{*2} 丸山 英樹^{*3} 石川 淳^{*1} 本多 章作^{*4} 片山 聡^{*1}

Research of Technologies for Ultra Precision Machining

SUGII Shingo^{*1}, MIYAGUCHI Takashi^{*2}, MARUYAMA Hideki^{*3}, ISHIKAWA Atsushi^{*1},
HONDA Shosaku^{*4} and KATAYAMA Satoshi^{*1}

抄 録

小型・超精密な加工技術の中で、主に機械加工分野による超精密加工を用いた製品化の動向と、県内企業における精密加工に関する取り組みについて調査を行い、今後新潟県で取り組むべき研究の方向性について検討を行った。また、超精密加工機を使用した加工実験を通して加工における留意点を明らかにするとともに、加工物の評価を測定原理の異なるいくつかの測定機で行い、その特徴を調べた。さらに、今後金型材料として適用が拡大すると考えられるセラミックス材料の超音波援用加工実験を行い、その有効性を確認した。

1. 緒 言

光学部品、半導体、電子部品は自動車等の電子化や電子家電製品の発達に伴い、市場が急速に拡大している。一方、こうした部品の高度化には、部品の微細化、精密化が不可欠であり、超精密・微細加工技術の向上が望まれている。こうした中で、本研究では機械加工による超精密加工技術について、新潟県内企業の取り組みの状況を調査するとともに、加工実験と加工物評価を通して、超精密加工の概要を把握し、今後新潟県で取り組むべき研究の方向性について検討を行った。

また、精密加工が必要となる金型関連企業で要求が高い、硬脆性材料の高効率加工が可能な超音波援用加工の加工実験を試みた。

2. 県内企業調査結果

県内で超精密加工に関連すると考えられる光学部品、精密プラスチック部品、精密金型等を製造する企業を対象に、超精密加工技術への取り組み、あるいはその方針について調査を行った。

2.1 光学部品、精密プラスチック部品関連企業

県内において超精密加工を必要とする光学部品やプラスチック部品を製造する企業は限られる。しかし、光学部品ではサブミクロンから数十ナノメートルレベルの形状精度がその特性を左右することから、関連企業では関心が非常に高く、すでにこうした高精度加工に取り組んでいる、あるいは今後取り組むとすることがあった。

精密プラスチック部品の製造では、製品の装飾性、美観の確保と製造工程の効率化、短納期化といった点で興味を持つところがあった。

* 1 研究開発センター

* 2 中越技術支援センター

* 3 県央技術支援センター

* 4 上越技術支援センター

2.2 精密金型関連企業

金型関連企業では、光学部品金型を手掛けるところは少なく、今回の調査では超精密加工を行っている企業はなかった。この領域の加工を行うためには設備投資が多額になることから、現在の市場では取り組みを始めることは困難との判断が多いものの、次世代技術としての認識は高く、多くの企業で情報収集を進めている。

また、現在の金型製造においては加工の効率化と、ミクロン、サブミクロンの形状、寸法の測定、評価法に問題があり、今後改善を進めたいとする意見が多かった。

3. 超精密加工実験および加工物評価

3.1 加工実験概要

ファナック（株）において、同社のナノ加工機 ROBONANO α -0iA による台形溝加工実験を行い、加工前段取りの手順と加工の際の留意点を確認した。実験概要を図 3-1 に示す。被削材の材質は無酸素銅で、予め平面出しバイトにより平面加工されたものを用いた。工具は溝と同形状の単結晶ダイヤモンドを先端に有するミリングバイトである。加工条件は工具回転数 $28,000\text{min}^{-1}$ 、切削送り $3\text{mm}/\text{min}$ 、切り込み $3\ \mu\text{m}/\text{pass}$ とした。加工の様子を図 3-2 に示す。

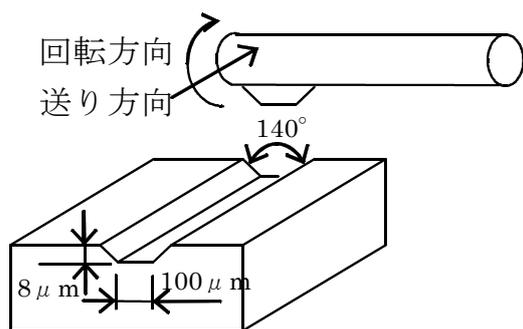


図 3-1 加工実験概要

3.2 加工前段取り

加工前段取りについて、実際の工程順に説明する。大きな流れとしては、通常の工作機械による精密加工と同様の手順であるが、調整量が小さいことが特徴である。

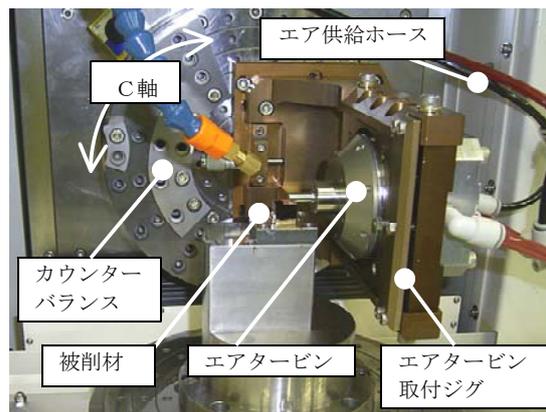


図 3-2 加工の様子

(1) C 軸バランス調整

エアタービンスピンドルは C 軸上にジグを用いて固定されるが、その重量により C 軸の重量バランスが崩れる。そのため、カウンターバランスにより重量バランスを調整する必要がある。その際、エアタービンのエア供給ホースの張力によってもバランスが崩れるため、取り扱いには注意が必要である。

(2) 回転軸平行出し

工具回転軸と送り軸の平行は、エアタービン取り付け面にて、軸を移動させた際の傾き量を電気マイクロメータにより測定して求める。調整は C 軸を回転させて行い、最終的に傾き量が電気マイクロメータの指示精度 $0.1\ \mu\text{m}$ と同等になるようにする。

(3) 動バランス調整

加速度センサにより動バランス調整を行う。最低でも調整重量 3mgf のところまでは調整を繰り返す必要がある。なお、調整錘を取り付ける面はチャック両端面となっている。

(4) 工具接触確認

工具と被削材の接触はファイバースコープ観察で確認する。被削材が鏡面に近いため、工具先端が映りこみ、ある程度の目安をつけることができる。しかし、最下点に焦点を合わせるのは難しく、接触しそうな距離となったら超微動送り ($1\text{nm}/\text{パルス}$) にて近づけていく必要がある。

3.3 加工実験

加工した台形溝（加工終了点付近）を上面よりファイバースコープで観察した画像を図 3-3 に示す。線が太くなっている部分が台形の斜辺部分である。切削量が小さいこともあり、加工状況を監視することは困難であった。切り込み過多による工具折損などは段取り時点で注意を払う必要がある。また加工時には環境の変化（振動・温度）に注意が必要である。

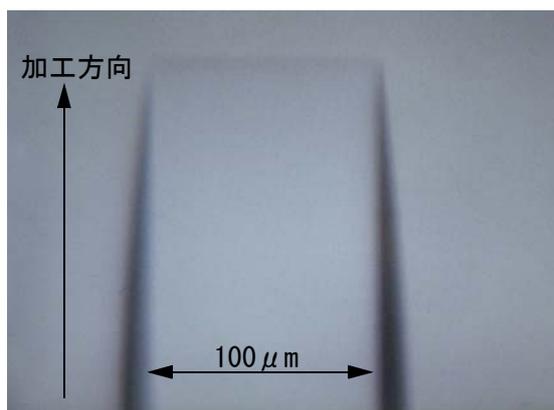


図 3-3 加工した台形溝
(上面からの観察画像)

3.4 加工物の評価

図 3-4 に示す交差 V 溝加工をファナック (株) に委託し、その形状を走査電子顕微鏡、三次元構造解析顕微鏡、非接触三次元測定機、レーザ顕微鏡により評価した。溝ピッチは $100\ \mu\text{m}$ ($4 \times 4\text{mm}$ 上に 90° 交差、縦横 40 本ずつ)、深さは $50\ \mu\text{m}$ である。

走査電子顕微鏡 (日本電子 (株) 製 JSM-6330F) による観察結果を図 3-5 に示す。観察倍率は 6,500 倍である。頂点付近において約 $1\ \mu\text{m}$ 角の未切削部が確認できた。未切削部はどの頂点にも見られるため、送り機構による誤差が累積されてきたものではないと推測される。また斜面上に加工方向と平行な傷をいくつか確認できた。

三次元構造解析顕微鏡、非接触三次元測定機、レーザ顕微鏡では、走査電子顕微鏡で確認された未切削部と斜面上の傷の原因を解明するた

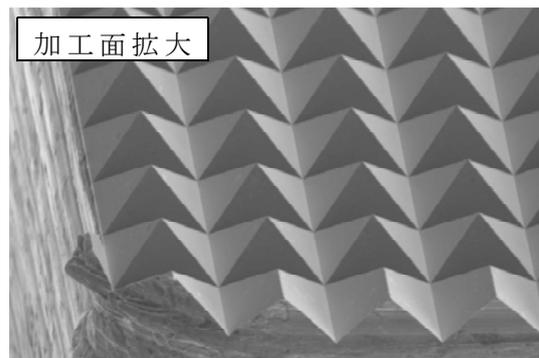
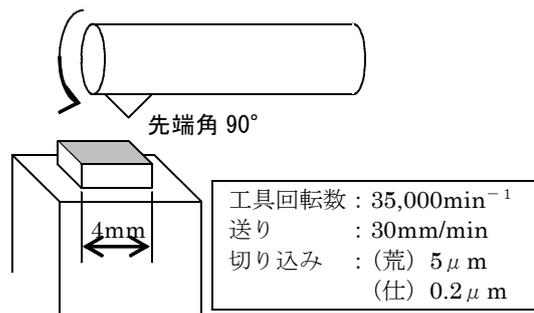


図 3-4 交差 V 溝加工概要

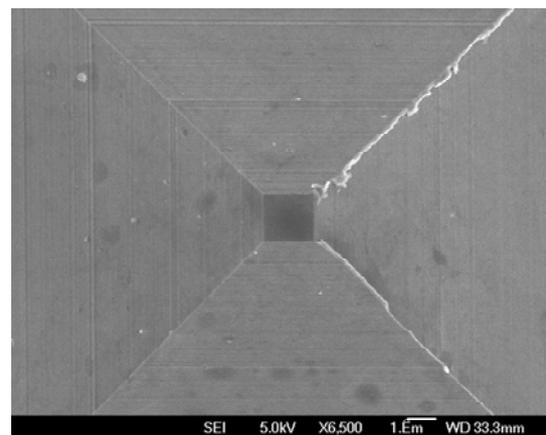


図 3-5 走査電子顕微鏡による観察画像

め、溝高さおよび溝角度の測定を試みた。しかし、三次元構造解析顕微鏡と非接触三次元測定機では、斜面が鏡面で且つ 45° であることから反射光を得ることができず、上面からの測定は行えなかった。レーザ顕微鏡では形状を確認することができたが、図 3-6 に示すようにレーザスポット径以下の寸法である頂点・谷交差部においてノイズが発生し、溝高さおよび溝角度の正確な測定は行えなかった。



図 3-6 レーザ顕微鏡測定結果

斜面上の傷については、加工物を傾けて測定したところ、全ての測定機において加工方向と平行な傷を確認することができた。この傷は二種類のパターンを持ち、斜面上のほぼ同じ位置に生じていることがわかった。ただし、その大きさについては測定機によって大きく異なり、三次元構造解析顕微鏡では 8nm、非接触三次元測定機では 40nm、レーザ顕微鏡では 50nm であった。この違いは、各測定機のスポット径以下の領域における処理の違いによるものと思われる。

今回の測定においては反射の問題が大きく、溝高さ・溝角度を正確に測定できなかったため、未切削部が生じた原因については解明することができなかった。これについては測長走査電子顕微鏡による測定や、光学系の測定機であっても回転テーブルを用いることで測定できる可能性がある。

斜面上の傷については、その規則性から工具表面の凹凸が転写されたものと推測される。ただし、測定機により傷の大きさが異なっているため真の値は不明である。測定機の横方向分解能が問題となるため、未切削部同様、測長走査電子顕微鏡による観察が有効であると思われる。また、工具表面観察を実施することで、その因果関係を明確にできると予想される。

4. 超音波援用加工実験

超音波を加えて同時 3 軸加工が可能な装置を使って加工実験を行い、その加工能力を確認した。

加工機は、超音波振動を与えたメタルボンドダイヤモンドホイール工具を、回転させながら被加工物に接触させて加工を行うものである。

加工材料はジルコニアセラミックスとして、加工形状は階段状の形状を試みた。以下に実験条件と結果を示す。

4.1 加工材料及び加工条件

加工材料：ZrO₂

(日本ファインセラミックス (株) 製)

加工装置：ULTRASONIC 50

(日本 DMG (株))

使用工具：円筒状ダイヤモンド砥石

φ 10mm #200 (粒径 76 μm)

(メタルボンド+セラミックス粒子)

超音波周波数：20.9kHz

クーラント：水溶性

加工内容：図 4-1 階段状形状

加工方法：図 4-1 加工面①→⑤の順に加工

最後に最上段を超音波なしで仕上げ加工

加工条件：

《形状加工》回転数 3,000 min⁻¹, 切り込み 10 μm, 送り 700mm/min, アップカット/ダウンカット交互

《仕上げ加工》回転数 3,000 min⁻¹, 切り込み 10 μm × 10 パス + 2 μm × 4 パス (超音波あり) + 回転数 4,500 min⁻¹, 2 μm × 1 パス (超音波なし), 送り 400mm/min, アップカット/ダウンカット交互

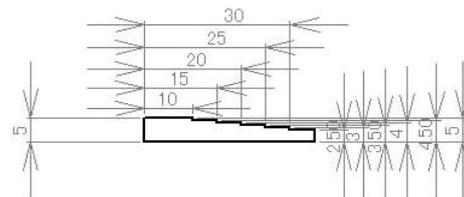
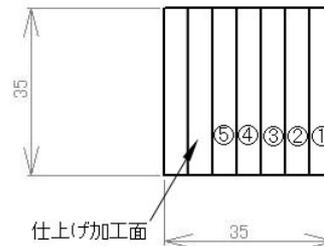


図4-1 加工形状



図4-2 加工後写真

4.2 加工結果及び考察

加工品を図 4-2 に示す。加工面①、⑤および仕上げ加工面の表面形状測定結果を図 4-3、図 4-4 および図 4-5 にそれぞれ示す。

これらの結果から、加工初期（加工面①）よりも加工終盤（加工面⑤）の方が表面粗さが小さくなっており、工具状態が変化したと考えられる。また、仕上げ加工においては超音波を付加しない加工で、表面粗さを向上させることができています。

各面を加工するのにかかった時間は表 4-1 に示す通りで、5 段の加工をおよそ 1 時間で完了した。このことから、超音波援用加工によりセラミックス等の硬脆性材料を効率よく加工できることが確認できた。

表 4-1 加工時間

	加工時間 (min)
加工面①	21
加工面②	17
加工面③	12
加工面④	8
加工面⑤	4
計	62

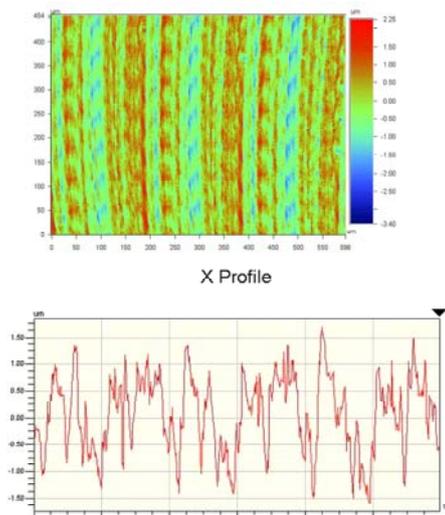


図4-3 加工面①形状測定結果

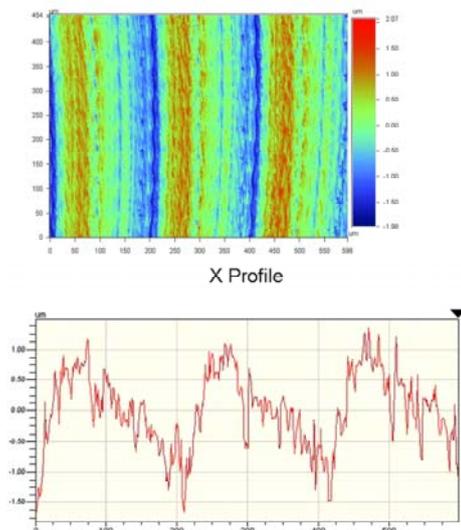


図4-4 加工面⑤形状測定結果

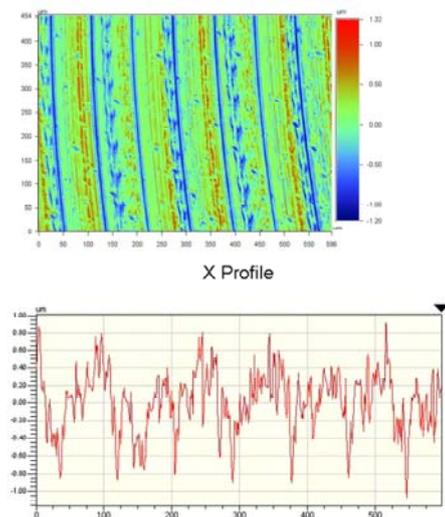


図4-5 仕上げ加工面形状測定結果

5. 結 言

- (1) 新潟県内企業でサブミクロンから数十ナノメートルレベルの形状加工といった超精密加工技術への取り組みの状況を調査した結果、直接こうした精度の製品を扱う企業は限られるものの、光学部品、精密プラスチック部品関連企業では既に取り組みを進めているところがあり、精密金型関連企業では、次世代技術としての認識が高く、多くの企業で情報収集を進めている状況であった。
- (2) 超精密加工機を用いて台形溝加工実験を行い、加工前段取りの手順と加工の際の留意点など、超精密加工の概要を把握した。また、その加工品を測定、評価する上で、測定原理の違いによる結果の相違が明らかになり、測長走査電子顕微鏡による観察を検討する必要があることがわかった。
- (3) 超音波振動を与えたダイヤモンド砥石を同時3軸制御できる超音波援用加工機を用いてジルコニアセラミックスの加工実験を行い、効率よく加工できることを確認した。また、加工中における砥石状態の変化により加工面性状が変化することがわかった。
- (4) 県内の多くの企業にとって超精密加工技術は、加工、評価の両分野で、その工程や特長が広く理解されていないのが現状であり、今後こうした分野への参入を促進するためには、加工、評価技術の特長を明らかにし、製品開発を進める県内企業の研究を支援できる体制を早期に築く必要がある。

次世代デバイス設計とその応用製品開発

天城 和哉* 長谷川 直樹** 大野 宏** 小林 豊*** 石井 啓貴**

Research of Designing Technique and Application Development
on Next Generation Electronic Device

AMAKI Kazuya*, HASEGAWA Naoki**, OHNO Hiroshi**,
KOBAYASHI Yutaka*** and ISHII Hirotaka**

抄 録

近年、電子機器は小型化、高機能化を目指して新製品開発が繰り返し行われている。これには電子回路のシステム LSI 化が不可欠である。一方、製品の低価格化、ライフサイクルの短期化に伴い低コストかつ迅速な電子回路の設計開発が重要視されてきている。県内中小企業でも製品の高付加価値化のために IC 化の必要性を感じている企業が多いが、設計技術者の不足や開発コスト負担の不安から取り組みに躊躇しているのが現状である。本調査研究では、電子デバイスの現状、その設計技術、および現存する開発支援体制について調査し、具体的に幾つかのデバイスについて設計・試作に取り組み、県内中小企業による次世代デバイス利用促進のための支援体制構築について検討する。コストおよび納期を考慮すると、プログラマブルデバイスに着目した開発支援体制作りが有効である。

1. 緒 言

電子・半導体産業は、デジタル家電、携帯電話などに代表されるように小型化、高性能化を目指し新製品開発に取り組んでいる。製品の小型化、高付加価値化には電子回路のシステム LSI 化が不可欠である。システム LSI は、動作検証済みの設計資産である IP (Intellectual Property) を組み合わせ合わせて大規模な機能システムを 1 チップ上に形成した半導体集積回路であり、高集積化、高速化、多機能化などの高付加価値半導体集積回路である点で、既成の半導体製品とは異なる新たな市場を創出する製品として期待されている。このデバイス技術は、ASIC やフルカスタム LSI といわれる顧客専用のデバイス、FPGA、DSP などプログラムで書き換えることができるプログラマブルロジックデバイス、およびマイコンなどソフト

ウェアで制御する組み込みデバイスの大きく 3 つに大別される。

これらのデバイス活用は、県内でも多くの企業が開発に取り組んでいる。IT 関連企業など既に LSI 化技術を必須とする企業があり、また、これからも小型化・高性能な IC 化技術を必要とする企業が増加してくると思われる。

本調査研究は、様々な進展を見せているシステム LSI を中心とした次世代デバイスについて、その要素技術、設計技術、開発体制を調査する。また、幾つかの要素技術について設計、試作に取り組み。そして、県内外の動向を踏まえ、次世代デバイス利用促進のための支援体制構築について検討した結果を報告する。

2. デバイスの動向

2.1 市場

世界半導体市場統計によると、2004 年の市場規模は世界では 2,100 億ドル、日本では 460 億ド

* 下越技術支援センター
** 研究開発センター
*** 中越技術支援センター

ルである。何れも前年比 20%を超える増加であった。市場規模は、シリコンサイクルと呼ばれる周期的な変動が特徴であり、2005 年の伸びは鈍化する予測が出ているが、今後は自動車市場への拡大が見込まれ、変動しながらも増加していくことは間違いない。日本の動向としては、生産主体がこれまでの DRAM から今後成長が見込まれるシステム LSI に動きつつあり、設備投資が盛んに行われている状況である。

2.2 動向に関する調査結果

半導体製造プロセスやデバイス生産技術動向について、企業訪問やセミナー受講を通じて分かったことを以下に列記する。

(1) 半導体業界は、デジタル家電の伸びが国内では鈍化し始めたといわれているが、世界規模ではまだまだこれからである。さらに、自動車は、カーナビなど電子機器の塊になりつつあるので、車載される半導体は今後爆発的に進展するといわれている。ますますシステム LSI の発展が見込まれる。

(2) 大企業はシステム LSI 化に力を入れているが独自の EDA (Electric Design Automation) を利用しており、汎用性が限られているので、中小企業では扱えないという問題がある。中小企業もシステム LSI に興味があるが、大規模な仕事は自社規模から考えて請け負えない実情がある。

(3) システム LSI の開発にはこれまで多くのコストと時間が必要であった。電子機器の短命化が進む中で、LSI 評価の高速化対応が重要である。

(4) システム LSI の中でも FPGA は、半導体の最先端のプロセスを用いて数千万素子まで規模が大きくなっており、ロジックデバイスとして有力になる。従来デジタル回路だけであったがアナログ混載の FPGA も登場しているのでさらに発展する可能性がある。

3. デバイス開発支援体制の現状

一般に、LSI および関連デバイスのハードウェア並びにソフトウェアの開発には多くの工数と

コストがかかる。これを支援するため、学会活動や民間のデバイス設計支援、製造受託機関が近年増えてきている。一方、公的機関でも多くの取り組みを行っている。主なものを以下に示す。

3.1 大規模集積回路設計教育センター

VDEC(VLSI Design and Education Center)¹⁾は、東京大学に本部を持つ大規模集積回路の設計教育センターで、日本の国公立大学と工業高等専門学校における VLSI 設計教育の充実と研究活動の推進のために平成 8 年 5 月に全国共同利用施設として発足している。VLSI 設計に必要な最新 CAD ツール、設計技術情報、チップ試作、設計セミナー、研究集会等を全国に向け継続的に企画・提供している。低価格で LSI チップを試作できるが、設立の趣旨から支援対象は大学等に限られる。

3.2 組み込み技術開発支援

独立行政法人産業総合研究所を中心に、宮城県産業技術センターなど全国 27 の公設試験研究機関が集まって組み込み技術研究会を結成している。ここでは ITRON、FPGA、組み込み LINUX を柱としてその普及と支援に力を入れている。

そのほか、東京大学坂村教授を中心に民間企業 200 社が集まった T-engine²⁾ という NPO を設立し、組み込み ITRON の普及を目指しているものや名古屋大学高田教授らが TOPPERS³⁾ という μ ITRON の普及を目指して NPO を設立し活動している。

3.3 福岡システム LSI 総合開発センター

福岡システム LSI 総合開発センター⁴⁾ は、システム LSI 設計開発拠点の構築を目指す「シリコンシーベルト福岡プロジェクト(SSB プロジェクト)」の活動の一環で、独立行政法人中小企業基盤整備機構の補助を受けて、2004 年 11 月に開設された。総事業費は 30 億円である。現在、財団法人福岡県産業・科学技術振興財団(ふくおか IST)により管理運営されている。主な施設・機

能として、インキュベーションルーム、九州大学システム LSI 研究センター、知的クラスター研究所、福岡システム LSI カレッジ、共同設計ラボ、検証ラボがあり、LSI 開発支援、企業育成のため様々な取り組みを行っている。

4. 新潟県内の状況

新潟県内にも LSI や FPGA の開発を支援する企業が近年進出してきている。

また、県内大学でも VDEC に登録し、県内の企業と共同開発すべく IC 化に取り組んでいる研究室が多々ある。テーマの例を上げると、長岡技術科学大学の荻原等の高速誤り訂正符号理論⁵⁾、新潟大学の菊池、村松等の画像処理分野のディンタレース技術⁶⁾、FPGA を利用した画像処理高速化、新潟工科大学の角山等のネットワークデータ圧縮アルゴリズムなどである。

このようにシステム LSI 技術は、産業界ばかりでなく、学术界や公的試験機関がそれぞれさまざまな形態での普及活動している技術であり、デジタル家電や携帯電話に代表されるように電子機器製品の小型化や付加価値創出には必要不可欠とされ、日本企業が世界でリードしている分野でもある。今後産業界の基盤をなすものであるため、当所では、本調査研究を通して、以下の具体的取り組みを行い、開発支援方法を探る。

5. 具体的取り組み

支援方法を探るため、現在注目されているデバイスや今後発展しそうなデバイスを取り上げてセミナーに参加し、開発ツールを購入し、実際に設計・試作を行った。また、EDA の一連の流れを習得し、動作シミュレーションやハードウェア設計などを行った。以下に具体的取り組みの例を示す。

5.1 PSoC (Programmable System on Chip)

5.1.1 PSoC の特徴

PSoC は Programmable System on Chip の頭文字を取ったサイプレスマイクロシステムズ社

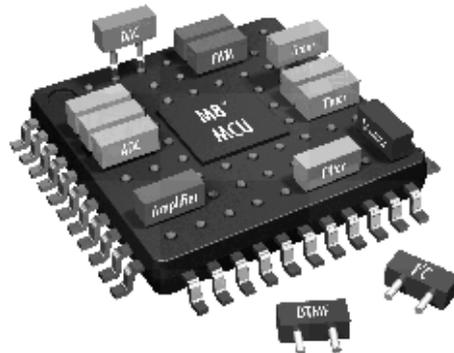


図1 PSoC のイメージ図

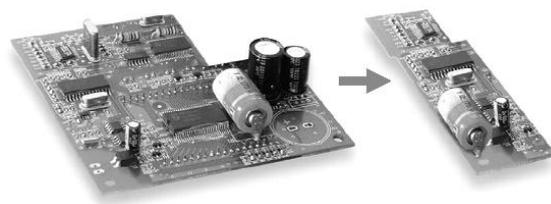


図2 磁気カードリーダーの小型化例

の製品⁷⁾で、アナログ回路、デジタル回路、マイコンを一つに収めた新しいタイプのワンチップ・マイコンである。2001年に販売が開始され、日本国内では2004年に技術情報誌⁸⁾に掲載され、注目度が上がった。PSoC のイメージ図を図1に示す。

従来のマイコンには、CPU と基本的で固定されたブロックが内蔵されており、機能固定の専用ブロックしかないため、アプリケーションごとに外部回路を作り込まなくてはならなかった。一方、PSoC は、チップ内部に汎用的に使える、アナログとデジタル信号を扱うことができるブロックを多数用意し、これらを組み合わせでさまざまな機能ブロックを作り上げられるようになった。これらを相互に結線してアプリケーション向け専用回路をチップ内部に実現できるため、回路を小型化することができる。

磁気カードリーダーを例にして、PSoC の長所を図2に示す。従来のマイコンを使った場合は外部回路として多くの部分を別に作らなければならなかったが、PSoC を使うことで、外部回路はかなり小さくなる。部品点数も大幅に削減できるため、基板コストや実装コストも大幅に削減できる。

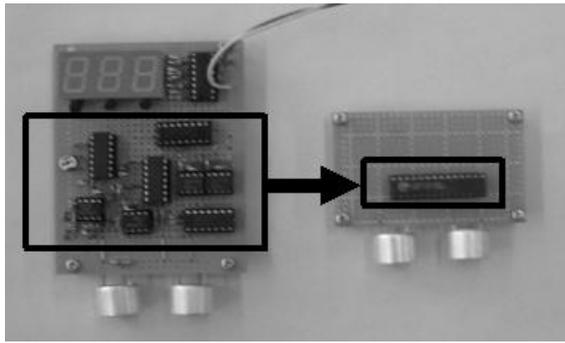


図3 超音波回路の小型化実施例

また、動作中に再コンフィギュレーション可能であることも特徴である。

5.1.2 取り組みの具体例

具体的に、PSoC を利用した場合で、回路の大きさを比較した（図3）。この回路は、超音波パルスを発生し、障害物に反射して戻ってくるものを受信し、その時間からセンサから障害物までの距離を計算するものである。

5.1.3 まとめ

もちろん PSoC は万能ではなく、現状では扱える周波数帯域は専用ブロックに比べて制約があり、ブロック数の不足を感じることもある。しかし、プログラムでアナログ回路を組めること、回路全体を小さくできることなどの長所があり、PSoC で実現できるアプリケーションが数多く考えられる。

5.2 デインタレース

5.2.1 概要

現行のテレビでは、動画像の表示・伝送・記録に奇数フィールドと偶数フィールドを交互に表示するインタレース映像が用いられている。テレビ信号の規格が考えられた当時は、電子回路技術が現在ほど発達しておらず、なるべく低い周波数で、ある程度の解像度を保つ伝送方式が必要であった。人間の眼は、映像の急激な変動にさほど敏感でないため、この方式で表示しても動く画像として感じる事ができる。

このインタレース映像をパソコン等に取り込んでディスプレイに表示した場合、ディスプレイ



図4 デインタレース処理前



図5 デインタレース処理後

ではフレーム単位で映像を表示するため、問題が起きる。被写体が高速で動いている場合、奇数フィールドと偶数フィールドの表示に時間差あるため、図4のように、動いている被写体の輪郭にギザギザが生じる。このギザギザの発生は、くし状効果とも呼ばれる。このくし状効果を抑える処理がデインタレースである。

5.2.2 デインタレースの一手法

調査研究で共同研究を行った新潟大学工学部菊池教授の研究室では、画像符号化の点からデインタレースの一手法を提案している⁶⁾。画像符号化とは、画像を伝送するために、質をなるべく落とさず圧縮することである。インタレース映像を単純な合成でフレーム化し圧縮すると、くし状部分の高周波成分が復号時に切り捨てられ、動画像にちらつきとなって発生する。そのため、符号化

する前にデインタレースを行い、くし状効果を抑える必要がある。菊池研究室では、くし状効果を抑えかつ復号化した信号から元のインタレース映像が復元できる、可変係数型可逆デインタレースを提案している。

5.2.3 性能評価

デインタレース処理をC言語でプログラムし、パソコンで性能評価を行った。図4に示す処理前の単純なフィールド合成画像をデインタレース処理した結果を図5に示す。単純なフィールド合成に比べて、くし状効果を削減できることがわかった。なお、処理パラメータを変えることでくし状効果をさらに小さくできるが、上下の画素の影響が大きくなってしまい、垂直方向の解像度が悪くなることもある。

最新のマイクロプロセッサはクロックも速く、VGAの解像度で毎秒30フレームに近い処理が可能であるが、パソコンではシステムが冗長で消費電力も大きく、また解像度の高い画像では、専用ICによる処理が必要になる。

5.2.4 ハードウェア設計

VDECを受講し、LSIおよびFPGA共通の設計手法を習得した。SystemC言語でデインタレース処理の動作記述を行い、コンパイラ上で正常動作を検証した。

5.3 スパイラルインダクタの設計

5.3.1 目的

スパイラルインダクタとはうずまき状の配線パターンで構成した高周波用素子で、IC内に装填するインダクタンスである。現在、IC内部にこの素子が装填されつつあり、今後はIC回路には欠かせないキーデバイスになると考えられる。さらに、この技術はIC回路だけでなく、無線アンテナや医療技術など次世代デバイスのキーテクノロジーとなる可能性がある。しかし、IC内に装填できてもインダクタンス量が小さく、幅広い利用までは至っていないのが実状である。

一方、この問題点を解決するための特許をいくつか保有している県内企業があるが、設計評価が

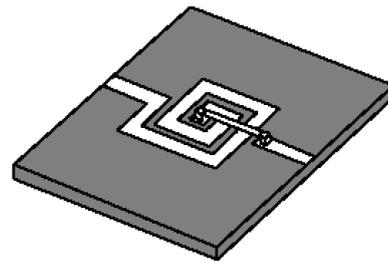


図6 スパイラルインダクタの外観

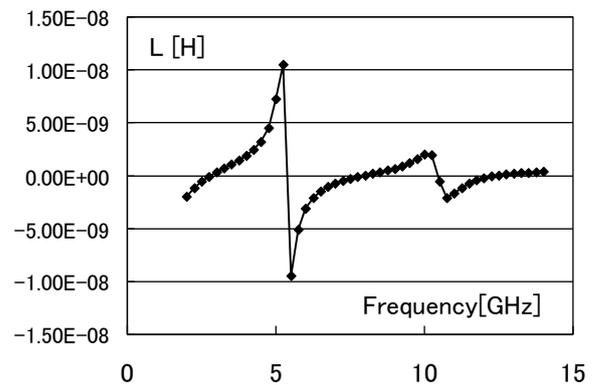


図7 インダクタンスの解析例

未着手のため、具体化されていない。

そこで、本調査研究でこのスパイラルインダクタを取り上げ、設計および評価解析シミュレーションを行う。電磁解析シミュレータは、Ansoft社のensemble v.8を利用する。

5.3.2 解析結果

スパイラルインダクタの三次元モデルを作成し、ensembleを用いてスミスチャートおよびSパラメータのシミュレーションを行い、それぞれの特性を評価する。設計したインダクタの一例を図6に示す。コイルの外形寸法は4.4mm、誘電体層はアルミナ635 μ mである。2GHzから14GHzまでのインダクタンスの周波数特性を解析して求めた結果を図7に示す。

5.3.3 まとめ

スパイラルインダクタモデルを作成し、シミュレーションできることを確認した。今後、材料、構造パラメータなどを変えて、シミュレーションを実施する。また、同等品を作成してシミュレー

ションとの整合性について評価したい。

ジスタ技術, 2004年4~9月号, CQ出版社.

6. 結 言

- (1) LSI や関連デバイスの最新情報から、FPGA、PSoC 等のプログラマブルデバイスの需要が高まりつつあることが分かった。LSI 設計支援を行うには多額の費用とノウハウが必要である。プログラマブルデバイスに着目した支援が有効である。
- (2) 具体的取り組みとして、アナログ・デジタル混在プログラマブルデバイス PSoC の回路設計、試作を行った。また、デインタレース処理について新潟大学菊池研究室と共同研究を行い、C 言語ベースでの LSI 設計方法を習得した。更に、スパイラルインダクタのシミュレーション手法を習得した。MEMS の駆動回路および IC 内無線などに発展する可能性がある。
- (3) 今後、我々としては、引き続き調査研究を行うと共に、公設試で行っている組み込み技術研究会に参加し先端技術の習得と教育者の養成を行うことが必要である。また、県内中小企業を対象にデバイスメーカーと共同でセミナーを開催するなどの支援をして行きたい。そして、産学官連携による研究事業への展開を図りたい。

参考文献

- 1) <http://www.vdec.u-tokyo.ac.jp/>
- 2) <http://www.t-engine.org/>
- 3) <http://www.toppers.jp/>
- 4) <http://www.ist.or.jp/lsi/index.html>
- 5) 荻原, 大橋, “ターボ符号—接続符号化・繰り返し復号—”, 電子情報通信学会誌, 2001年3月号, 184-188.
- 6) 石田, 村松, 菊池, 久下, “可変係数型可逆デインタレース処理”, 電子情報通信学会論文誌, Vol.J87-A, No.2, 2004, 336-342.
- 7) <http://www.cypress-japan.co.jp/>
- 8) 桑野, “PSoC マイコンで行こう!”, トラン

ニューメタルマテリアルとその加工法に関する調査研究

三浦 一真*¹ 白川 正登*² 田辺 寛*³ 平石 誠*⁴ 田村 信*⁵

Newly-developed Metallic Materials and their Plastic-working

MIURA Kazuma*¹, SHIRAKAWA Masato*², TANABE Hiroshi*³,
HIRAISHI Makoto*⁴ and TAMURA Makoto*⁵

抄 録

医療・健康産業や輸送機器産業で注目され今後の成長発展が期待される生体材料や軽量化材料などの新金属材料について、開発動向・技術動向の調査を行った。また、チタン合金の温間・冷間鍛造性評価やニッケルフリーステンレス鋼の絞り性評価などの試験を行い、高精度塑性加工・高効率加工技術等高付加価値な加工技術に関する可能性の検討、課題の把握を行った。さらに、調査対象材料ごとにロードマップとしてまとめるとともに、今後取り組むべき研究開発課題の提案を行った。

1. 緒 言

県内には、県央地域を中心とした金属製品製造業の集積、金属加工技術の蓄積があるが、近年は輸入品との競合や素材価格の高騰により厳しい経営環境に置かれている。そのような中で、県内金属製品製造業は、従来からステンレス鋼やチタンなど新しい材料の加工に取り組み、産地の再生・活性化に努めてきた。最近では、地場産業振興アクションプランを策定し、マグネシウム合金の加工技術、商品開発などを積極的に推進している。

一方で社会環境に目を向けると、高齢化社会を迎える中、今後ますます医療・健康分野の重要性が高まると同時に、関連市場の大幅な拡大が見込まれている。また、地球温暖化や資源・エネルギー問題などの環境問題が顕在化し、CO₂排出量の低減やリサイクル・省エネルギーの必要性が高まっており、自動車を始めとした

輸送機器の軽量化やリサイクル技術の確立が急務となっている。

そこで、本調査研究では、医療・健康分野、環境分野等で注目される先進軽量化材料、医療用新材料などのニューメタルマテリアル（新金属材料）について、材料特性や成形性、利用分野とその市場性の調査研究を行った。併せて、新材料を成形するのに必要な加工技術、特に塑性加工技術を中心に高精度化・高効率化について調査研究を行い、新製品開発、金属加工業の新分野への展開の可能性を探った。

2. 関連産業・市場の動向と将来展望

2.1 医療・健康分野関連動向

医療機器産業は世界市場 13 兆円、うち米国が 42%、日本が 15%のシェアを占め、国内市場 2 兆円程度の産業である¹⁾。

日本の医療機器産業の課題として、需要拡大の著しい治療機器の分野が弱く、輸入比率が高いことが指摘されている。特に、人工関節などの手術・外科用品、医科用鋼製器具などが、近年急激な成長を遂げているが、極めて輸入依存の高い品目である²⁾。一方で、国内医療機関が

*1 県央技術支援センター

*2 素材応用技術支援センター

*3 研究開発センター

*4 下越技術支援センター

*5 県央技術支援センター・加茂センター

らは、日本人の体形や生活様式にあった人工関節や使いやすい医療器具の開発要望があり、優れた製品の開発により、輸入比率を減らし大きな市場を得る可能性がある分野である。

図1に、主にインプラントを対象とした生体用金属材料の展開を示す。インプラント材料は、ステンレスに始まり、耐食性、生体適合性の面から、Co-Cr合金、TiおよびTi合金へとその主力が移り変わってきた。細胞毒性元素の排除や力学的な生体親和性などの要求から新しいチタン合金やニッケルフリーステンレスの開発が注目されている。

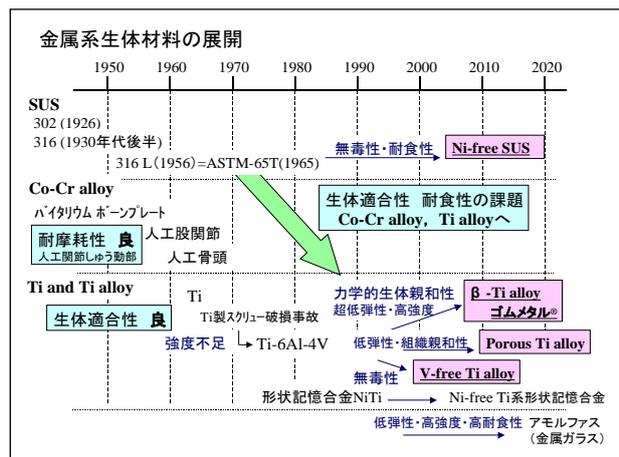


図1 金属系生体材料の展開

2.2 軽量化関連動向

2005年2月に京都議定書が発効された。同議定書では、先進国全体が2008-2012年の第一約束期間に温暖化ガスの排出量を1990年比で少なくとも5%削減する目標を掲げており、日本には6%の削減が義務付けられている。自動車を含む運送部門から排出されるCO₂ガスは、2002年で、1990年比20.4%増と大幅に増えている³⁾。自動車のライフサイクルにおけるCO₂ガス排出量の内80~90%は走行中に排出されるとされており、燃費の向上が自動車に課せられた最重要課題となっている。このような中、構造合理化、高張力鋼板などによる鋼板の高強度化、軽量材料への置換等の手法により、各自動車メーカーは車両軽量化を急ピッチで進めている。

鉄系材料としては、すでに高張力鋼板の実用化が始まり、さらに超高強度化の方向に向かっている。

さらには、微細な多孔質構造を持つ発泡金属やポーラスメタルも注目されており、軽量化材料として、自動車や工作機械等の構造材への採用に向けて、研究開発が進められている。

また、省資源・省エネルギーの観点から、リサイクル性に優れた材料開発も求められている。(独)物質・材料研究機構を中心として行われている「超鉄鋼プロジェクト」では、リサイクルしやすいように希少合金元素を使わずに、材

質の構造自体を変えて性能を高めようといった取り組みが行われている。その他にも、「スーパーメタル」や「ナノメタル」といった結晶粒や結晶構造を微細化することにより、優れた材料特性を得ようといったプロジェクトがなされており注目されている。

3. 新生体用チタン合金

3.1 チタン合金の鍛造性評価

各種チタン合金の冷間鍛造および温間鍛造の可能性を調査するため、端面拘束圧縮試験を行った。試験には(株)コマツ製110tonクランクプレスを使用した。試験片は直径10mm×高さ15mmの円柱形状のものを用いた。鍛造性の評価は据え込み率で行い、据え込み率が高いほど、鍛造成形性は良好である。室温および温間で評価を行い、温間加工は試験片を加熱して行った。

試験結果を図2に示す。β型合金は体心立方晶の結晶構造で滑り系が多く塑性変形能が高い。溶体化処理状態での鍛造性は高く、据え込み率は90%以上であることを確認した。

α-β型のTi-6Al-2Nb-1Ta合金はJISに規格され、人工股関節等に用いられている。生体に害があるといわれるバナジウムが添加されていないバナジウムフリー合金で、近年、利用量が増加している。端面拘束圧縮試験の結果、常温での据え込み率は30%であった。ワーク温度を変え

ることにより据え込み率は向上し、500℃で据え込み率 80%が得られ、Ti-6Al-4V 合金と同等かそれ以下の加工性であることがわかった。

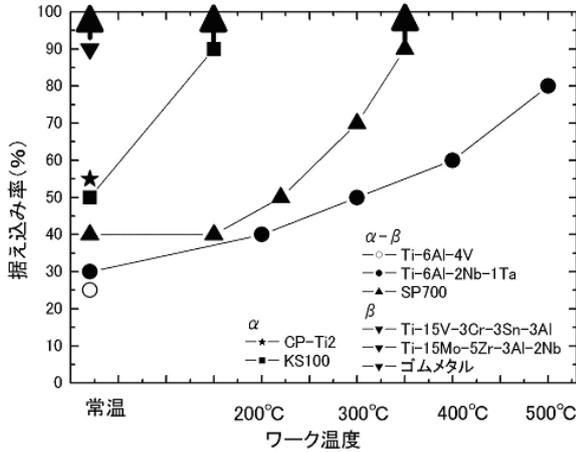


図 2 各種チタン合金の鍛造性

3.2 チタン合金の水素吸蔵加工

チタン合金の高精度冷間加工の可能性を調査するため水素吸蔵加工を試みた。

調査した $\alpha + \beta$ 型合金の Ti-6Al-4V ELI 合金および SP700 は水素吸蔵処理により材料の軟化が確認されたが、材料の据え込み性は向上しなかった。また、水素吸蔵時および水素脱蔵時に大きな体積変化があることに加え、水素脱蔵処理に 600℃程度の加熱が必要であるため熱変形も予想される。本加工方法による高精度鍛造加工の実現可能性は少ないと考えられる。

3.3 チタン合金のまとめ

生体用チタン合金の材料開発動向と本調査より得られた情報を元に作成した生体用チタン合金のロードマップを図 3 に示す。

生体用金属材料で最も注目を浴びている分野が低弾性材料の開発である。各種開発されている生体用 β 型チタン合金は無毒性元素のみで構成され、また、従来の生体用金属材料に比べ低弾性率であることから、次世代の生体用金属材料としての期待が大きい。骨と同等の弾性率が目標とされており、低弾性率、高強度な合金

開発が進められている。この β 型チタン合金は優れた冷間加工性を有しているが、弾性率が低くなることによりスプリングバック等の問題を生じやすくなると考えられる。低弾性チタン合金に対する取り組み、また、医療分野で注目されている超弾性・形状記憶合金などへの取り組みが必要である。

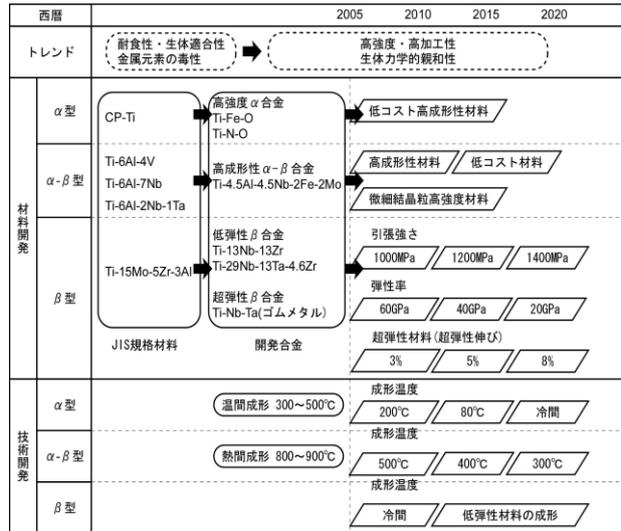


図 3 生体用チタン合金ロードマップ

4. ニッケルフリーステンレス鋼

4.1 ニッケルフリーステンレス鋼の概要

オーステナイト系ステンレス鋼は機械的特性や耐食性が良く、加工性にも優れていることから、民生品から産業用まで広く用いられている。

欧州を中心に、Ni のアレルギー性が重要視され、Ni を含まないオーステナイト系ステンレス鋼の研究開発が進められている。国内においては(独)物質・材料研究機構が、Ni を含まないフェライト系の組成のステンレス鋼に窒素(N)を吸収させることで、金属組織がオーステナイトに変態することを見いだし、Ni フリーステンレス鋼(以下 Ni フリー材)の研究開発および歯科部材などでの実用化に取り組んでいる。^{4),5)}

県内でも、ニッケルフリーステンレス鋼の板材製造技術の確立および事業展開を目的に実用化に向けた検討を行っている。

4.2 成形性評価

Ni フリー板材を製造し、その板材で既存のステンレス鋼に近い絞り加工性を実現することを目的とし、成形性の評価を行った。金属組織観察、絞り性評価、絞り加工後の表面観察および破面観察を行った。絞り性の評価は、JIS Z 2249（コニカルカップ試験方法）により行った。

供試材には、Ni フリー材（Fe-24Cr-2Mo）の箔材（厚さ $80\mu\text{m}$ ）と板材（1mm）、高Crフェライト系の SUS445J2 板材（1mm）のそれぞれを窒素吸収処理（ 1200°C で 24hr）したものと、比較のために SUS304 と SUS430 の板材（1mm）を用いた。

金属組織写真を図4に示す。窒素吸収処理後の Ni フリー材、特に板材では、SUS304 に比べ非常に組織が大きくなっていった。SUS445J2 においては Ni フリー板材より組織は細かいものの全域にわたり微細な析出物が認められた。

図5に試験後のサンプル外観および亀裂部分の破面電顕写真を示す。コニカルカップ試験の結果、Ni フリー板材の絞り性は、SUS304 よりは劣るが SUS 430 とほぼ同等であった。それに対して SUS445J2 窒素吸収材はほとんど絞ることができず、試験中に二つに破断した。亀裂部破面観察では、SUS304 については延性的な破壊であるのに対して、Ni フリー材と SUS445J2 については脆性的な破面を示していた。

Ni フリー材の加工性を上げるためには、結晶粒の微細化が必要と考える。窒素吸収処理を高

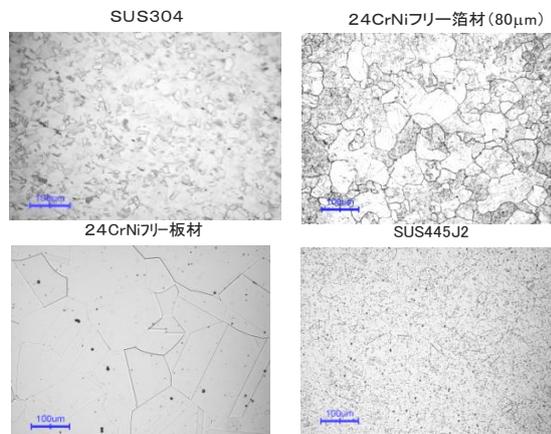


図4 金属組織観察結果

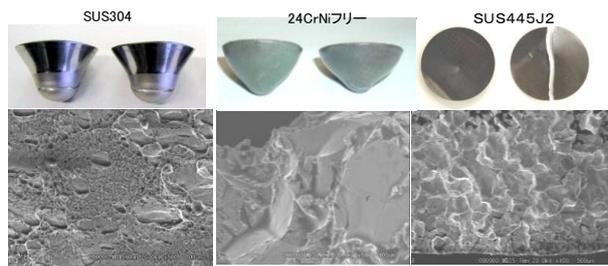


図5 サンプル外観および破面電顕写真

温で長時間行うために結晶粒が粗大化していると考えられ、フェライト状態で圧延を繰り返すなどの強加工によりできる限り結晶粒を微細化するなどの対策を施し、窒素吸収時間を短くし、粗大化を防止する必要がある。なお、低コスト化を狙い、既存 SUS445J2 に窒素吸収処理を試みたが、良い絞り性は得られなかった。組織全域に微細な析出物が生成されており、Cr-N 化合物ではないかと推察される。N が固溶しておらず、もろい析出物の形になって存在し、成形性に影響を与えているものと考えている。

4.3 ニッケルフリーステンレス鋼のまとめ

図6と図7に技術面および市場面のニッケルフリーステンレス鋼のロードマップを示す。ニッケルフリーステンレス鋼は強度、耐食、非磁性など既存ステンレス鋼に比べ優れた特性を有しているが、実用化のためには加工性の向上と製造コストの低減が必要であり、製造プロセスの改善、窒素吸収処理の簡易化、結晶粒の微細化が課題である。現在減圧化で行っている窒素吸収処理を大気圧中で行うことができれば、結晶粒微細化との相乗効果によりNの拡散が促進され、処理時間の大幅な短縮が期待できる。将来的に圧延と窒素吸収処理を連続で行うプロセスを構築することで、量産化の実現、製造コストの低減が可能になるものと考えている。

市場については現在、医療分野における SUS316 の代替として考えているが、優れた耐食性や金属アレルギー要因である Ni を含まないことから、これら特性を生かした非医療分野にも適用されていくのではないかと考えている。

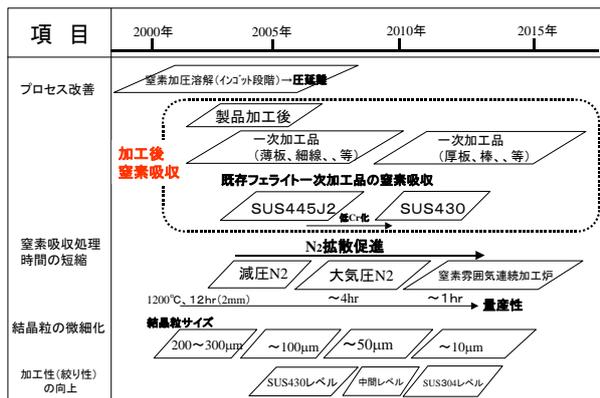


図6 Niフリーステンレス鋼の技術ロードマップ

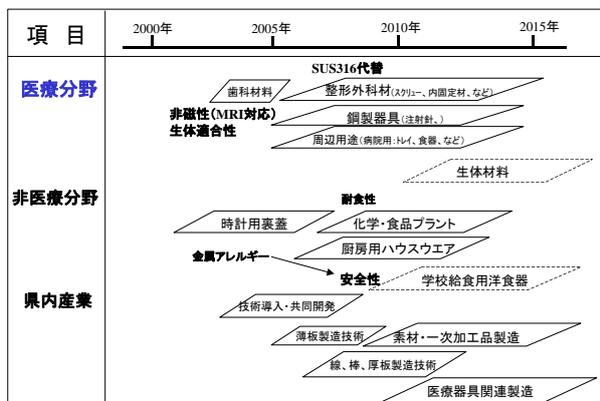


図7 Niフリーステンレス鋼の市場ロードマップ

5. 高張力鋼板

5.1 材料の開発動向と材料特性の調査

高張力鋼板は、1998年頃から自動車の車体材料として急速に需要を伸ばしている材料である。その背景には燃費の向上を目的とした車両重量の低減や衝突安全性の向上があり、自動車メーカーと鉄鋼メーカーとの密接な協力関係の下で、多種多様な鋼種の開発が続けられている。強化機構によって区別すると概略次のようである。

- ・IF (Interstitial Free) 鋼：固溶強化型。340～440 MPa 級の鋼板で高い成形性を持つ。極低炭素鋼に Si, Mn, P 等強化元素を添加して、フェライト地の強化を図ったもの。

- ・BH (Bake Hardened) 鋼：固溶強化型。270～340 MPa 級。プレス成形時には低降伏点で高い成形性を持ち、焼付け塗装後には高い降伏強度を示す。鋼板中の C, N が焼付け塗装処理中に転位へ拡散し、転位を固着することで降伏点を

上げる。BH 量は 30～50MPa 程度である。

- ・HSLA (High Strength Low Alloy) 鋼：析出強化型。490～980 MPa 級。Ti, Nb 等の炭化物、窒化物を微細に分散させた鋼。成形性は劣るが高強度で、比較的安価である。

- ・DP (Dual-Phase) 鋼：複合組織。590～980 MPa 級。フェライト中にマルテンサイトを分散させた鋼で、高い引張強さと同時に、成形性もある程度確保されている。

- ・TRIP (Transformation Induced Plasticity) 鋼：複合組織。590～980 MPa 級。～20%の残留オーステナイトが含まれており、これがプレス時の塑性変形によって硬質マルテンサイトに変態する。高い加工硬化特性のため、良好な張り出し成形性、深絞り成形性を示す。

さらに、最近のトピックスとしては、HSLA 鋼中の炭化物を数 nm レベルまで微細化することにより、高い強度を維持しながら伸びや穴広げ率を改善したもの (NANO ハイテン; JFE スチール)⁶⁾や、TRIP 鋼の結晶粒をサブ μm サイズに微細化することにより、成形性を維持しながら高強度化を図ったもの (‘微細粒 TRIP 鋼’ と記す; 神戸製鋼と信州大学)⁷⁾なども開発されている。以上の鋼種について引張強さと伸びの関係をもとめると図8のようになる。

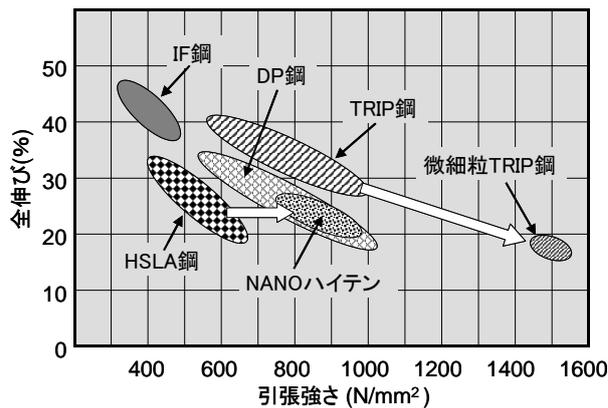


図8 各種高張力鋼板の引張強さと伸びの関係

5.2 プレス成形の課題と成形技術

高張力鋼板では、プレス成形に際して次のような問題が生ずる。

- ・ 成形性の低下
(割れ・シワ・スプリングバックの発生)
- ・ 金型の強度不足・寿命低下
- ・ プレス機的能力不足

割れ、シワ、スプリングバックの発生については、型修正を繰り返すことにより対応している。修正の回数は鋼板の引張強さの上昇とともに多くなり、590MPa級で3~4回、980MPa級では7~8回を要するとのことである。また、以下のような成形性の低下を補ういくつかの技術が提案、実用化されている。

- ・ 成形シミュレーション

FEM 解析による成形シミュレーションを行い、金型形状の最適化が図られている。最近では、成形シミュレーションによる検討が金型メーカーに義務付けられているケースも見られる。

現状では「破断時の成形量や破断箇所は予測可能だが、スプリングバックの定量的な解析は困難」との見解が一般的であるが、スプリングバックの予測が概ね可能なソフトも出てきた。

- ・ 割れ防止技術

液圧潤滑成形⁶⁾や対向液圧成形などの技術が報告されている。液圧潤滑成形では金型から高圧の液体を供給しながら成形が行われる。絞り成形においては材料と金型間の摩擦力が低減され、割れの抑制・縮みフランジ部のシワの抑制ができる。また、張り出し、伸びフランジ部での成形可能範囲も著しく拡大される。

- ・ スプリングバック抑制技術

張力制御成形⁶⁾、形状凍結ビード^{8),9)}、対向液圧成形などが提案されている。張力制御成形は、成形中にシワ押さえ力をコントロールして成形初期にはゆるいR成形から始め、最後に張力を付与することにより応力分布を均一にしてスプリングバックを抑える。単純形状であれば 980 MPa 材でも軟質材と同等の寸法精度が得られるとする報告がある。

形状凍結ビードも、金型表面に設けた凹凸形状の装飾により応力分布に変化を与え、板厚方向の応力分布制御を図っている。

5.3 高張力鋼板のまとめ

調査結果をロードマップ形式にまとめたものが図9である。成形性の高い鋼板の開発や成形技術の進歩に伴って、使用される高張力鋼板の強度レベルは年々高まっている。現在は 590MPa が主流であるが、今後は 780MPa 級や 980MPa 級の割合が増加するものと思われる。ただし、冷間成形では 1180MPa 級が限界とされており¹⁰⁾、強度の増加傾向も頭打ちとなるであろう。1 GPa 超級の強度が必要な部品については、ホットプレスが多用される可能性がある^{11),12)}。

一方、ドアやフードなどの外板パネルは部品性能に引張強さが寄与しない。これらの部品では、軽量化のためにアルミ化、さらにはマグネシウム化・プラスチック化へと展開するものと思われる。

高張力鋼板の使用率は今後も増加を続け、2008 年には 60~70%が高張力鋼板化することが予測されている¹⁰⁾。

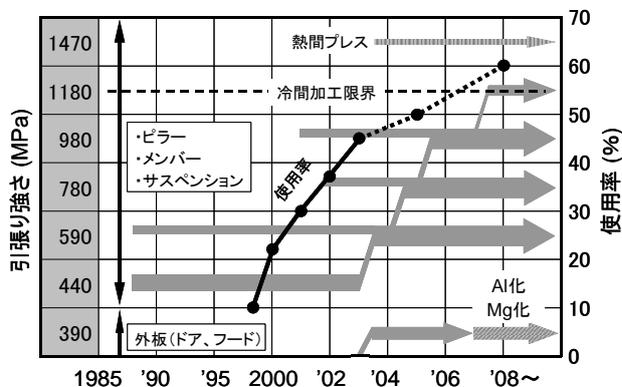


図9 自動車用高張力鋼板の現状と将来動向

6. 微細結晶粒金属材料

6.1 微細結晶粒の概要

一般に、材料を強化させる機構には、幾つかの種類がある。その一つが「結晶粒微細化による強化」である。これを示す式としてホール・ペッチの関係式がある。結晶粒径が小さくなると降伏強度が高くなるということを示した経験的な式で、つまりは、結晶粒を細かくすること

で転位を結晶粒界で止めて、材料強化が可能となることを示している。また、マトリックス内に微細な析出物を分散させ、転位の移動を阻害し、材料強化する手法も微細粒金属には使用されている。

6.2 材料の開発動向調査

6.2.1 微細粒鋼研究プロジェクト

微細粒金属に関するプロジェクトは、1996年度から2年間実施された「スーパーメタル先導研究」(鉄系・アルミ系)から始まった。現在実施中の研究を含め、鉄系の微細粒金属に関する研究プロジェクトを下記に示す。

- ・ スーパーメタルの技術開発 (鉄系)
- ・ 新世紀構造材料「超鉄鋼材料」(STX-21)
- ・ 環境調和型超微細粒鋼創製基盤技術の開発
- ・ ナノメタル技術開発 (鉄系)

6.2.2 非鉄系微細粒金属研究プロジェクト

非鉄系微細粒金属に関するプロジェクトを下記に示す。

- ・ スーパーメタルの技術開発 (アルミ系)
- ・ ナノメタル技術開発 (アルミ系, 銅系)

研究が終了したアルミ系スーパーメタルでは、「 $3\mu\text{m}$ 程度以下の微細結晶粒径を有する組織制御材料で、工業的特性(強度、耐食性)が既存同種材料の1.5倍以上かつ板幅が約200mm以上のアルミ系大型素材創製技術の確立」を目標に研究開発が行われた。大圧下圧延、極低温圧延、異周速圧延、溶湯圧延、温間圧延などの加工プロセスについて研究開発を行い、一定の成果を得ている。¹³⁾

6.2.3 微細粒金属の実用化動向

2001年11月に(株)中山製鋼所が微細粒熱延鋼板を世界に先駆けて工業的に製造可能にし、軽量・高強度鋼板の生産・販売を開始した¹⁴⁾。この微細粒熱延鋼板は(株)中山製鋼所が川崎重工業(株)と共同で開発を行ったもので、結晶粒径は従来材の1/3以下で $2\sim 5\mu\text{m}$ である。

6.3 微細粒金属のまとめ

前述のプロジェクト内容を中心に、技術開発動向について調査し、各プロジェクトの位置付け等について把握・整理することができた。微細粒金属に関する将来予測は、研究開発が現在も進行中であることから難しく、各プロジェクトについて時系列に整理し、ロードマップにまとめた。図10および図11に示す。

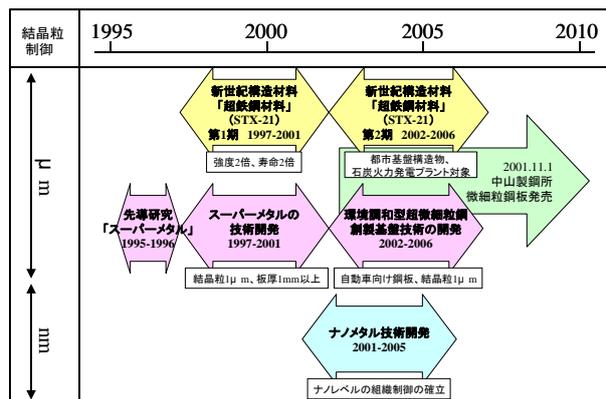


図10 微細粒鋼ロードマップ

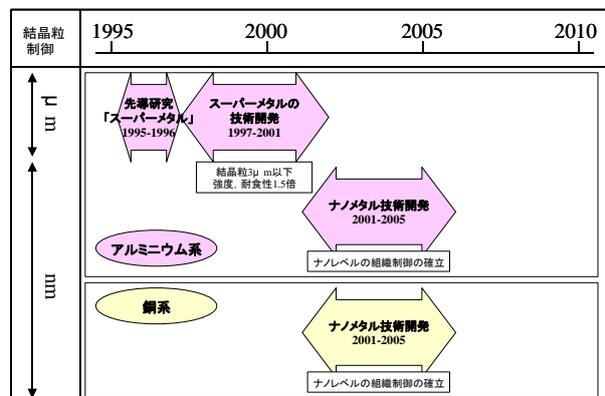


図11 非鉄系微細粒金属ロードマップ

7. ポーラスメタル

7.1 ポーラスメタルの開発動向

金属の多孔質材料は、ポーラスメタルや発泡金属などと呼ばれ、吸音性、高比表面積、微細孔形状から、吸音材、熱交換部材、フィルター材料、電池材料等で応用が図られている。その構造は、大きく分けて、すべての孔が連結し外部に対して開いているオープンセル構造と、気泡が金属材料内部に閉じた形で分散しているク

ローズドセル構造の2種類に分類される。それらの製造プロセスの例について以下に示す。

- ・ 溶融・ガス注入法（クローズドセル）
- ・ 溶融・発泡剤法（クローズドセル）
- ・ インベストメント鋳造法（オープンセル）
- ・ めっき法，気相合成法（オープンセル）
- ・ スラリー塗布法（オープンセル）
- ・ スペーサ法（オープンセル）
- ・ 粒子間浸透法（オープンセル）
- ・ ロータス型ポーラスメタル

7.2 ポーラスメタルの応用展開

7.2.1 ポーラスメタルの構造材料利用

最近では、軽量性に加え、衝撃吸収性や制振性を生かして、ポーラスメタルを工作機や自動車等の構造部材として利用しようといった動きが出ている。ポーラスメタルによる構造体が一定圧縮応力下において著しく大きなエネルギー吸収をするため、自動車用衝撃エネルギー吸収材料として期待されている¹⁵⁾。

革新的温暖化対策技術プログラム「自動車軽量化のためのアルミニウム合金高度加工・形成技術の開発事業」の中でも、「高信頼性ポーラスアルミニウム材料の開発」に取り組まれている。車体前後部の衝突力緩和装置（バンパー、クラッシュボックスなど）、高強度躯体材料（ピラー、サイドインパクトビームなど）などを対象に、ポーラス構造において衝撃エネルギー吸収性能に優れた超軽量構造部材の設計、製造技術を開発することを目標としている¹⁶⁾。

このような構造体に利用しようとする場合、ポーラスメタルを必要な製品形状に成形する必要がある。その代表的な手法として、プリカーサ法が挙げられる。これは、例えば、金属粉末と発泡助剤を混練した原料粉末を圧縮成型したもの（プリカーサ）を、金型あるいは型材内部に入れ、外部から加熱することで型内部が満たされるまで発泡し、任意の形状のポーラスメタルを得ようというものである。プリカーサとしては、この他に、混合粉末を発泡しない程度に

焼結した後粒状にしたものや、混合粉末をバインダーによりスラリー状にしたものなどが用いられる。

7.2.2 ポーラスメタルの生体材料利用

ポーラス形状への細胞侵入や、ポーラス体することでヤング率が骨に近い低い値となり力学的な生体親和性があるといった特徴から、生体用インプラント材料として注目されている。

例えば、生体親和性の高い金属材料である純チタンで空孔径が200~500 μ m、空隙率が80%以上というような連通孔構造を実現すると、骨芽細胞が容易に進入し、治癒期間が著しく短くできることが明らかになりつつある¹⁵⁾。従来は、骨と接する金属表面の一部を、ショットブラストなどで粗くしたり、ビーズ・メッシュ・粉末などを使用してポーラス構造にしたりすることで、ポーラス化を図ってきた。最近では、さらにその部分に生体活性に富む材料をコーティングして骨との接合性を改善する処理も積極的におこなわれるようになってきている。

7.2.3 ポーラスメタルのまとめ

多くの分野において応用展開が図られているポーラスメタルであるが、医療・健康分野、軽量化技術についてまとめたポーラスメタルのロードマップを図12に示す。

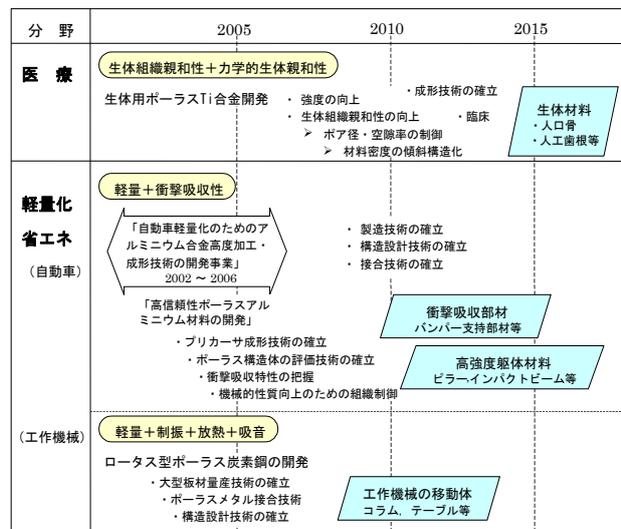


図12 ポーラスメタルのロードマップ

8. 今後の展開

8.1 戦略研究への提案課題とその概要

本調査研究をとおり、新金属材料は、主に調査対象とした自動車を代表とする輸送機器産業や医療・健康・福祉機器産業に限らず、多くの分野で期待され、開発が進められていることが分かった。

本調査研究で得られた内容から提案した戦略技術開発研究課題とその概要を以下に述べる。

(1) 「チタン合金の冷間・温間塑性加工技術の研究」

低温度でのチタン合金の塑性加工が可能となることで、高精度化・低加工コスト化が図れ、高機能材料であるチタン合金の普及が期待される。チタン合金の水素吸収による相変態技術や金型への超音波利用による摩擦低減技術などを利用し、冷間・温間塑性加工の実現を目指す。

(2) 「高張力鋼板のスプリングバックレス成形技術に関する研究」

高張力鋼板の成形性の中でも最大の課題とされているスプリングバックの除去を目的とし、解決のための要素技術として、マルチ制御による高精度成形加工技術とレーザフォーミングを応用した高速局所加熱成形（矯正）によるスプリングバック除去技術の確立を目指す。

(3) 「無潤滑プレス加工技術および金型技術に関する研究」

無潤滑プレス加工技術は、環境負荷低減の観点から理想とされる塑性加工技術であり、大学等で研究が行われている。実用化のためには、低コスト化は勿論であるが、金型となるセラミックス等難加工材料の超音波援用による高精度・高効率加工技術や複雑形状への DLC 等低摩擦表面処理皮膜の高硬度・高密着処理技術の確立が必要となる。

8.2 他機関との連携による研究開発推進

8.2.1 地域新生コンソーシアム研究開発事業ものづくり革新事業への提案

「高度塑性加工技術の統合による車両用軽量シ

ートフレームの開発」

易成形性・高性能マグネシウム合金の材料開発と温間対向液圧成形、高速温間逐次成形、ハイブリッド金型等の技術開発により、高性能・軽量・低コストな車両用シートフレームを開発する。この技術開発により、軽量金属材料の輸送機器への幅広い展開を図る。

8.2.2 新都市エリア事業への提案

「安全高度医療を実現するナノメディスン産業の創出と発展，サブテーマ名：摩擦摩耗特性および骨親和性を改善した人工関節の開発」

人工関節を構成するチタンやコバルト-クロム(Co-Cr)合金およびポリエチレン等の摩擦摩耗特性および骨親和性の改善を図る。

9. 結 言

- (1) 医療・健康産業、輸送機器産業を中心に、生体材料や軽量化のための新金属材料およびその加工法について調査を行い、調査対象とした新チタン合金、ニッケルフリーステンレス鋼、高張力鋼板、微細結晶粒金属およびポーラスメタルのロードマップを作成することができた。これは、各材料の技術面や市場面についての現状と今後の展開をまとめたもので、今後の研究開発や実用化の方向を検討する上で参考となる資料ができたものとする。
- (2) 調査研究結果に基づき今後の研究開発課題の検討を行い、戦略研究開発課題およびコンソーシアム型研究課題の提案を行うことができた。
- (3) チタン合金の鍛造性評価試験を行い、 $\alpha + \beta$ 型合金の温間・冷間鍛造加工の実用化の可能性を示した。また、 β 型合金の冷間加工性について確認するとともに、生体材料などで将来的に期待される材料であることがわかった。
- (4) 試作ニッケルフリーステンレス鋼板の金属組織観察、絞り成形性評価試験を行い、

結晶粒の粗大化などの課題があることがわかった。実用化のためには板材の成形性の向上と製造コストの低減が必要と考える。

参考文献

- 1) 社団法人日本機械工業連合会, 財団法人日本産業技術振興協会, “平成 15 年度産業化をめざす健康医療メカトロニクスの新技術シーズと社会ニーズに関する調査研究報告書”, 2004.
- 2) 財団法人国民経済研究協会, “開発型中堅・中小企業が目指す社会需要拡大に関する調査報告書 (医療機器産業の現状と課題)”, 2003.
- 3) 環境省, “平成 16 年版環境白書”, 2004
- 4) 黒田大介, “ニッケルフリーステンレス鋼”, まてりあ, vol.43, No.8, 2004.
- 5) 黒田大介, 埴隆夫, “安価でアレルギー性の低い歯科部材の開発”, (独)物質・材料研究機構広報誌 NIMS NOW, vol.4, No.7, 2004.
- 6) 関田貴司, 金藤秀司他, “自動車用材料と利用技術”, JFE 技報, No.2, 2003, p1-16.
- 7) “神鋼と信州大、加工性に優れた超高張力鋼を共同開発”, 日経 BP 社ホームページニュース記事(2004/7/23).
- 8) 比良隆明, “最近の高強度鋼板と加工上の課題”, 第 54 回自動車技術講習会.
- 9) 塩崎克美, 吉永直樹他, “980MPa 級ハイテン材の車体骨格部品への適用開発”, (社)自動車技術会 学術講演会前刷集, No.81-04, 2004, p25.
- 10) 鶴原吉郎他, “軽量化狂騒曲”, D&M 日経メカニカル, No.590 (2003), p71-89.
- 11) 末広正芳, 真木純他, “ホットプレス用アルミニウムめっき鋼板の諸特性”, 新日鉄技報, No.378, 2003, p15-20.
- 12) 市川正信, 山崎信昭他, “Zn めっき鋼板を適用した熱間プレス技術の開発”, (社)自動車技術会 学術講演会前刷集, No.83-04, 2004, p13.
- 13) 財団法人金属系材料研究開発センター, “スーパーメタルの技術開発「アルミニウム系メゾスコピック組織制御材料の技術開発成果報告書」(平成 13 年度), 2002.
- 14) “世界初の微細粒熱延鋼板を開発、生産・販売を本格展開”, 中山製鋼所ホームページニュース記事(2001/11/1).
- 15) 朝比奈正, “新しい用途を拓くポーラス金属”, AIST TODAY, vol.2, No.2, 2002, p13.
- 16) 藤原武則, “JRCM 受託平成 14 年度新規プロジェクト「自動車軽量化のためのアルミニウム合金高度加工・成形技術開発」の研究計画概要”, JRCM NEWS, No.194, 2002, p2-3.

機能性ナノ材料に関する調査研究

磯部 錦平* 阿部 淑人* 佐藤 健** 山田 昭博*
天城 裕子*** 岡田 英樹*

A Research Report of Functional Nano-materials

ISOBE Kohei*, ABE Yoshito*, SATO Takeshi**, YAMADA Akihiro*,
AMAKI Yuuko*** and OKADA Hideki*

抄 録

21世紀の最重要技術と捉えられているナノテクノロジーの一分野である機能性ナノ材料に関する調査研究を行った。本研究では、機能性ナノ材料の創成技術やその応用製品に関する研究開発動向、マーケットの将来性、県内の大学や企業の状況について調査した。特にウェット処理による材料生成に注目して試作検討および評価を行なった。

1. 緒 言

ナノテクノロジーとは原子や分子の配列をナノスケール（ 10^{-9} m）で自在に制御することにより、望みの性質を持つ材料、望みの機能を発現するデバイスを実現し、産業に活かす技術のことである。ナノテクノロジーは素材、IT、バイオなど広範な産業の基盤に関わるものであり、21世紀の最重要技術と捉えられている。

ナノテクノロジーが注目されている理由としては、その重要な要素である「観察する」、「加工する」、「合成する」ことが揃ってナノの領域に達し、その領域で今までにない機能を発現するという点である。

本調査研究では、ナノテクノロジーの一分野のナノ材料について、シーズ・ニーズ・市場などの調査を行い、期待される機能性ナノ材料の種類と応用製品の可能性を探り、特にウェット処理による材料生成に注目して試作検討および評価を行なった。

2. ナノ材料の技術動向

以下の4つのテーマに分けて説明する。

2.1 ナノカーボン

ナノカーボンとは、ボトムアップ手法で形成されたナノサイズの炭素材料の総称であり、その代表的な材料としては、フラーレン、カーボンナノチューブ（CNT: Carbon Nano Tube）やその類似物質（ナノホーンなど）が挙げられる。これらは、ナノ材料の中でも、研究の歴史が比較的長いので、その分、技術的にも進展しているといえる。CNTも単電子トランジスタや電界放出ディスプレイ（FED: Field Emission Display）などのデバイスへの応用もさることながら、大量合成や品質向上の研究が盛んになってきている。例えば、産業技術総合研究所ナノカーボン研究センターのスーパーグロース法（単層CNT）や信州大学遠藤教授による二層CNTの大量合成法などが最近発表され、注目されている。その他のナノカーボンには、ナノカプセル、ナノファイバなどが挙げられる。表1にナノカーボンの応用分野についてまとめたものを示す。表1の応用例のようにナノカー

* 下越技術支援センター

** 研究開発センター

*** 県央技術支援センター

ボンの利用分野は、エネルギー・環境・エレクトロニクスなどさまざまな産業分野での利用が期待されているが、これらの多くはまだ研究開発段階であるといえる。

2.2 ナノ粒子

粒子のサイズがナノメートルのレベルになると更に興味深い現象が発現することから、盛んに開発が進められるようになってきている。例えば金は通常金色を示すが、ナノ粒子まで微粒子化することで界面の効果によるプラズモン共鳴現象を生じ、赤色を示す。これはステンドグラスの赤色に用いられている。また、微粒子化することでこれまで安定と思われていた金も触媒作用を示すことが明らかとなった。しかし、ナノ粒子に関して安全性に関する問題が浮上

してきており、合成、使用などに関して注意が必要である。

2.3 インターカレーション

空孔や細孔、層空間などの「空間」を有する化合物が、特殊な機能を期待できる材料として注目を集めている。これらの中で、粘土やグラファイトなどの層状化合物は、その二次元構造を保持したまま内部に原子や分子、イオンなどを取り込むことのできる化合物であり、取り込んだ状態の化合物は層間化合物（インターカレーション化合物）と呼ばれている（図1）。

インターカレーション材料は、ナノレベルでの無機／有機複合物質の構築に有効で、層間吸着や分離、イオン交換、反応触媒、酸化還元、キラル識別、磁性、光機能など、

表1 ナノカーボンの応用分野

項目	エネルギー・環境	エレクトロニクス	バイオ・医療	メカトロニクス
CNT	吸着剤 触媒担体 燃料電池 など	FED トリオード 導電性高分子 など	DNA 分析 バイオセンサ など	SPM チップ 強化ポリマー MEMS アンテナ など
フラーレン	プロトン導電膜 太陽電池 ガス吸着材 など	分子コンピュータ FET 単電子デバイス など	X線増感剤 ガン治療薬 MR増感剤 など	磁性剤コーティング 超薄膜コーティング など
ナノカプセル	燃料電池触媒 水素吸蔵材 など		化粧品 薬剤 など	
ナノファイバ	燃料電池電極 ガス吸蔵 など			複合メッキ など

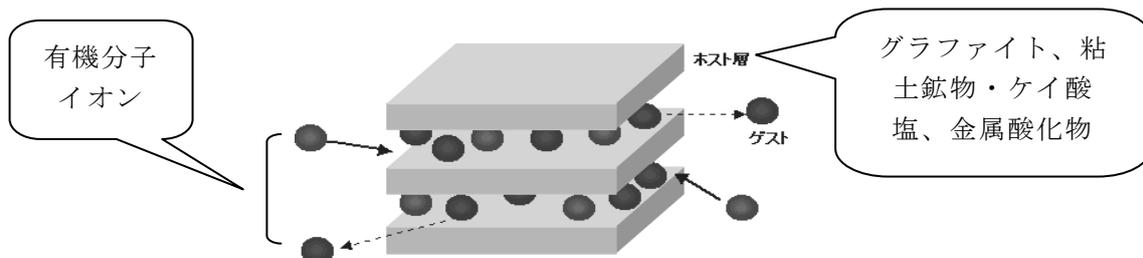


図1 層状化合物のインターカレーション

様々な分野でそれぞれ反応、構造、物性を高度に制御するナノ複合材料の設計のために用いられている。一般にインターカレーションのホストとして用いられている層状化合物は無機化合物が多く、層内に電荷を持たない中性のグラファイト、金属カルコゲン化合物、金属酸化物と、負の電荷を持つモンモリロナイトなどの粘土化合物・ケイ酸塩、金属リン酸塩、ニオブ酸塩やチタン酸塩などの金属酸化物塩とに大別される。これら負の電荷をもつ層状物質では、層間に何らかの陽イオンが取り込まれることによって層の負電荷が補われ、イオン交換や静電相互作用などによってゲスト分子の取り込みが行われる。

2.4 ナノ構造体

ナノ構造創成技術は多様な手法で研究が行われているが、ここではゾルゲル法について述べる。

ゾルゲル法は、1971年に Dislich がパイレックスガラス類似のホウケイ酸ガラスのレンズを創成したが、これが材料合成の手法としてゾルゲル法が注目されるきっかけとなり、1990年前後から有機／無機ハイブリッドおよびナノコンポジットのゾルゲル合成が加わるに及んで、無機材料分野以外の高分子化学工業、化学工業、生体材料分野の注目を受けるようになった。ゾルゲル分野には以下のようなトピックスがある。

- ・ 自己組織化、自己集合、分相に基づくメソ構造体およびメソ多孔体の合成
- ・ マイクロパターンニング
- ・ ゾル-ゲルプロセスの低温化
- ・ プラスチックのコーティング
- ・ 透明電極膜、強誘電体膜などの電子部材への応用
- ・ ガスバリア膜
- ・ TiO_2 光触媒膜
- ・ 厚いコーティング膜の作製

3. 有機 Ni ペーストのハイブリッド化

3.1 背景と目的

積層セラミックコンデンサ (MLCC) は、誘電体層と内部電極が多層積層された形状であり (図 2)、共に薄膜化が要求されている。現状、誘電体では $2\sim 3\mu\text{m}$ 、内部電極では $1\sim 2\mu\text{m}$ だが、小型化、多積層化に伴い薄膜化がさらに進展すると考えられる。

当所では、H14~15年にナミックス株式会社と共同研究を行い、新規の導電性ペーストの有機 Ni (ニッケル) ペーストを開発した^{1), 2)}。このペーストは、金属有機塩を有機溶剤に溶解させるという簡易な手法で、低コストでサブミクロンの焼結膜が形成できるので、電極層の薄膜化には有効だが、焼成時の膜厚減少が大きいという課題があった。

本実験では、金属粒子とのハイブリッド化により、膜厚減少の低減を検討した。

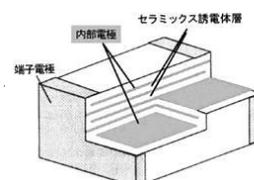
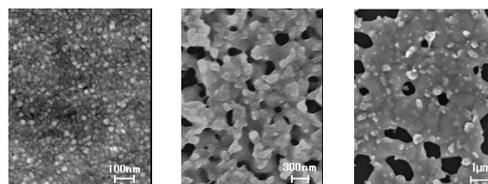


図 2 MLCC の構造

3.2 有機 Ni ペーストの概要

有機 Ni ペーストは、酢酸ニッケル 4 水和物とテトラエチレングリコールが主原料であり、加熱攪拌により作製される。

このペーストを焼成すると、 400°C 程度の低温でナノ粒子が析出し、高温になると融着するので、薄膜の形成が容易である。図 3 に各温度の焼結膜の SEM 写真を示す。



(1) 400°C (2) 600°C (3) 800°C

図 3 有機 Ni ペーストの焼結膜

しかし、このペーストは塩と溶剤を 1:1 程度の比率で混合するので、金属含有率が約 10%と低く、焼成時の膜厚減少が大きいという課題があった。このため、MLCC に適用した場合にクラックやデラミネーションが生じるという問題がある。

3.3 実験内容

サブミクロンの焼結膜を形成できるという特長を保持しつつ、膜厚減少の課題改善を目的として、Ni 粒子とのハイブリッド化を検討した。試料は以下のように作製した。

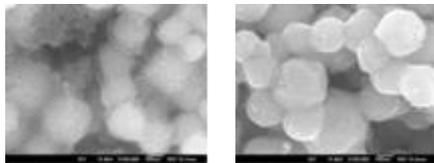
- ・有機 Ni ペースト
Ni 含有率 11wt% のもの
- ・ハイブリッドペースト
上の有機 Ni ペースト、径 0.2 μm の Ni 粒子、溶剤を 2:5:2 の割合で混合分散したもの
- ・分散型ペースト
Ni 含有率 38wt% のもの

これらを 400 メッシュのスクリーン版で 1mm \times 30mm のジグザグ回路を印刷し、窒素気流中で 30 分焼成した。

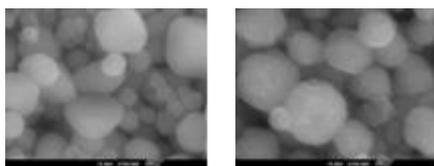
なお、版の乳剤厚は各ペーストについて最適化し、最小膜厚が得られるようにした。

3.4 実験結果

図 4 にハイブリッドペーストと分散型ペーストの焼結膜を SEM 観察した結果を示す。ハイブリッドでは 400 $^{\circ}\text{C}$ で Ni 粒子の間隙に有機 Ni ペーストからナノ粒子が析出し、



(1) ハイブリッドペースト



(2) 分散型ペースト

図 4 400 $^{\circ}\text{C}$ (左) と 600 $^{\circ}\text{C}$ (右) の焼結膜

600 $^{\circ}\text{C}$ でニッケル粒子を融着させているが、分散型では特に大きな変化は見られない。

図 5 に各温度の焼結膜の抵抗値を示す。ハイブリッドペーストは有機 Ni ペーストと同様に低温で導電性が発現するが、分散型では 900 $^{\circ}\text{C}$ まで現れない。これは SEM で観察した結果と一致する。

図 6 は、各温度で焼成したときの厚さを示したものであるが、ハイブリッドペーストの膜厚減少は、有機 Ni ペーストに比べ、大きく軽減されている。

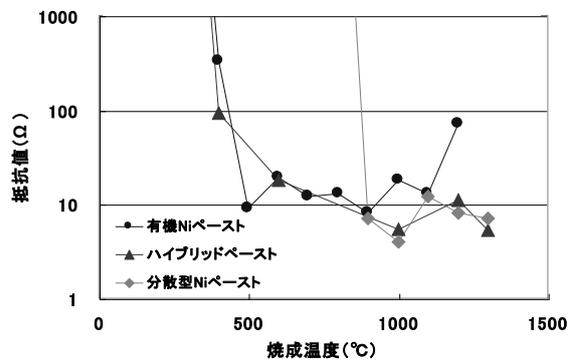


図 5 ペーストの抵抗値

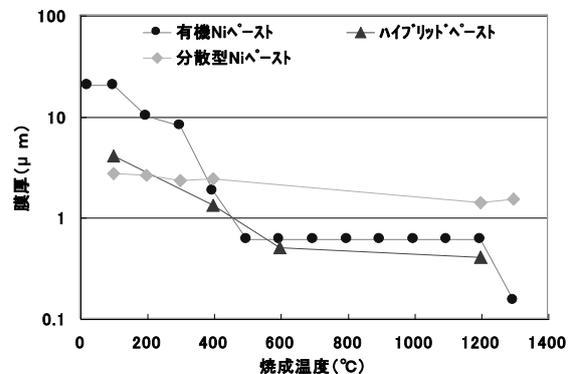


図 6 ペーストの膜厚

3.5 まとめ

本実験により、有機 Ni ペーストは、ニッケル粒子とのハイブリッド化により、課題であった焼成時の膜厚減少を大幅に軽減できることがわかった。今後、材料構成などを詳細に検討することで、さらに改善が進めば、MLCC への適用も可能と考えられる。

4. 燃料電池用電極触媒の評価

4.1 背景と目的

燃料電池はそのクリーン性、エネルギー効率の高さなどから、近年のCO₂削減対策技術の一つとして注目されている。近年盛んに開発が行われている燃料電池（固体高分子形）ではあるが、燃料として供給する水素ガスにメタンなどからの改質ガスを用いた際に微量に混入してくる一酸化炭素（CO）ガスにより電極触媒の性能が低下する“被毒”が問題となっている。被毒に強い触媒開発を行うにあたり、被毒をきちんと評価する手法が必須である。現在は触媒とバインダーなどを混ぜた膜-電極接合体（MEA）とするか、もしくは回転ディスク電極法などにより評価されているが、バインダーなどを用いることからこれらの影響が出てしまう。そこで、長岡技術科学大学化学系の梅田教授らが開発した手法である多孔質マイクロ電極を用いた電気化学的評価手法³⁾を用いて電極触媒のみを評価するための評価手法について検討を行った。

4.2 CO被毒影響評価手法の確立

燃料電池に用いられている電極触媒は、酸性環境に強く、かつ電子を通すことの出来るカーボンブラックに触媒となるPt、Ruなどの合金を担持させた粉末状のものである。昨

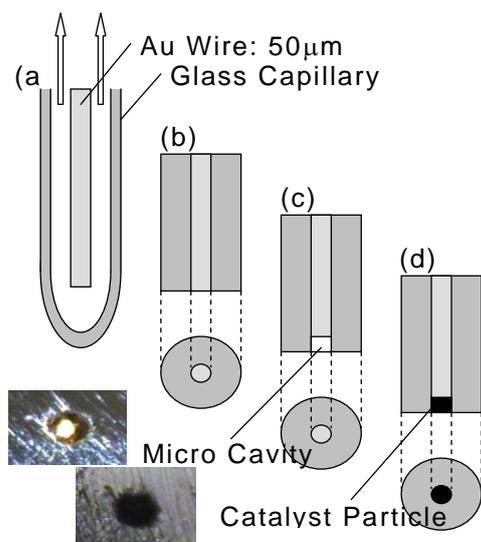


図7 多孔質マイクロ電極作製法の概略図

年度の先導的戦略研究にて、燃料電池用電極触媒を粉末のまま多孔質マイクロ電極により測定するための基礎検討を行った⁴⁾。そこで今回は電極触媒のCO被毒を評価するために、1,000 ppmのCO入り水素ガスを用いて評価を行うこととした。

まず、使用する多孔質マイクロ電極の作製法の概略図を図7に示す。詳細な作製法および電気化学的測定法は昨年度報告書を参照⁴⁾。

得られたマイクロ電極に電極触媒として田中貴金属工業（株）社製 50 wt%白金担持カーボン（50 % Pt/C）および50 wt%白金-ルテニウム担持カーボン（50 % Pt-Ru/C）を用いてCO被毒に対する評価を行った。

純水素では30分、1,000 ppmのCO入り水素ガスでは1時間 rest potential にてバブリングを行った後、rest potential より貴側へ50 % Pt/Cでは約1,000 mV、50 % Pt-Ru/Cでは約800 mV vs NHEまで1 mV/sの速度で掃引を行った。その後直ちに rest potential より同じ条件で掃引を繰り返した。

4.3 50 % Pt/Cの評価

電極触媒として、50 % Pt/Cを用いて評価を行った。水素のみを用いた場合（図8中太線）には、約0 mV vs NHE付近より現れる水素酸化に伴う電位の立ち上がりが認められるのみで、その他には目立ったピークは見られなかった。

次にCO入り水素を用いて同様に評価したところ、1回目の掃引（図8中実線）において、水素のみと同じ位置から立ち上がる、水素酸化に伴うと思われる酸化電流の立ち上がり、その後約550 mV vs NHE付近から立ち上がる2段目の酸化電流の立ち上がりが認められた。直後に行った2回目の掃引（図8中黒破線）においてはほぼ1段目の酸化電流の立ち上がりのみが認められたことから、1回目の掃引における2段目の酸化電流がCOストリッピング（COが垂離する）に伴う酸化電流であると考えられる。また、2回目の掃引においてはCOストリッピングによる酸化電流はほとんど観察されないことから、1

回目の掃引により白金に吸着した CO がほぼ外れたものと思われる。

4.4 50 % Pt-Ru/C を用いた評価

次に、50% Pt-Ru/C を用いて同じ実験条件により検討を行った結果を図 9 に示す。その結果、50 % Pt/C 同様に水素のみでは約 0 mV vs NHE 付近より立ち上がる水素酸化に伴う酸化電流のみが認められ、CO 入りの水素における 1 回目の掃引では水素酸化に伴う電流の立ち上がり、その後約 400 mV vs NHE 付近より立ち上がる CO ストリッピングに伴う 2 回目の酸化電流の立ち上がりが認められた。また、直後の 2 回目の掃引におい

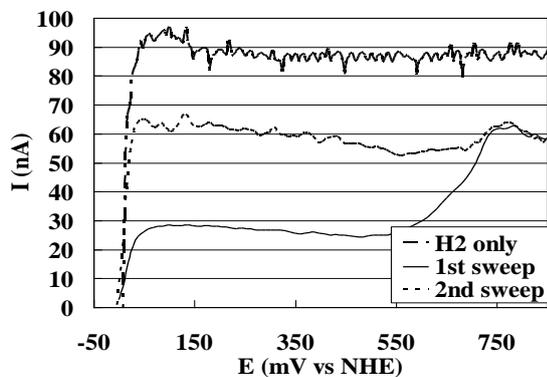


図 8 50% Pt/C を用いたボルタモグラム
H₂ only では水素のみを、1st および 2nd sweep では 1,000 ppm の CO 入り水素を用いた結果を示している。

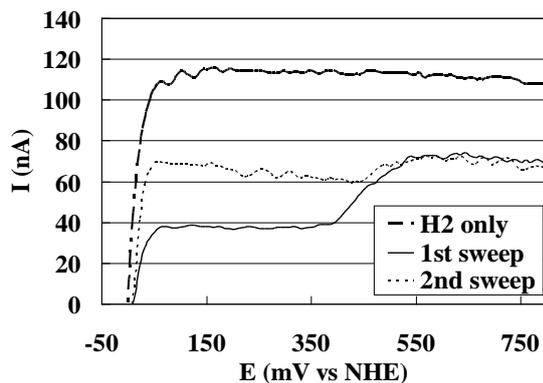


図 9 50% Pt-Ru/C を用いたボルタモグラム
H₂ only では水素のみを、1st および 2nd sweep では 1,000 ppm の CO 入り水素を用いた結果を示している。

ては 1 段目の水素酸化に伴う酸化電流のみが認められ、CO ストリッピングに伴うと思われる酸化電流はほとんど認められなかった。

4.5 まとめ

先ほどの 50 % Pt/C と 50 % Pt-Ru/C における 1 回目の掃引結果のボルタモグラムを比較すると、CO ストリッピングに伴う酸化電流の立ち上がり電位が Ru を加えた触媒で約 150 mV ほど卑側（マイナス側）にシフトしていることがわかった。この差が電極触媒の CO 被毒に対する影響を示すと思われることから、合成した触媒を用いて、この立ち上がり電位を比較することで CO 被毒に対する評価が可能な測定系を確立することが出来た。

5. 結 言

- (1) ナノ材料分野の成長は大きく期待されており、周辺分野への波及効果も大きい。
- (2) 県内企業から要望の多いナノ領域の分析・評価技術についてさらなる調査が必要であると考え、平成 17 年度の先導的戦略研究調査のテーマとして提案した。
- (3) 都市エリア産学官連携推進事業の発展型の一テーマとして、ナノ材料を利用して摩擦摩耗特性の向上を目的とし、提案した。

参考文献

- 1) 新潟県工業技術総合研究所 研究報告書 2003, p.42-46.
- 2) 新潟県工業技術総合研究所 研究報告書 2004, p.23-27.
- 3) Porous-microelectrode study on Pt/C catalysts for methanol electrooxidation. M. Umeda, et al., Electrochimica Acta, 48, 1367 (2003).
- 4) 新潟県工業技術総合研究所 研究報告書 2004, p.109-112.

地 域 コ ン ソ ー シ ア ム 型
研 究 受 託 事 業

ナノテク技術とデバイス加工の研究及び技術評価

(チタンと Co-Cr 合金の拡散接合)

嶽岡 悦雄^{*}、堀 祐爾^{**}、小奈 一雄^{*}、磯部 錦平^{**}、斎藤 博^{**}、平石 誠^{**}、
山田 昭博^{**}、須藤 貴裕^{**}、岡田 英樹^{**}、遠藤 ミゲル雅崇^{***}、長谷川 孝則^{***}

Development of device processing technique based on nanotechnology
(Diffusion bonding of Titanium and Co-Cr Alloy)

TAKEOKA Etsuo^{*}, HORI Yuj^{**}, ONA Kazuo^{*}, ISOBE Kohei^{**}, SAITO Hiroshi^{**},
HIRAISHI Makoto^{**}, YAMADA Akihiro^{**}, SUTO Takahiro^{**}, OKADA Hideki^{**},
ENDO Miguel Masataka^{***} and HASEGAWA Takanori^{***}

抄 録

優れた骨親和性を有するチタンと耐摩耗性の高い Co-Cr 合金を複合化し、機能性に優れた人工関節の開発に寄与するため、チタンと Co-Cr 合金の拡散接合を行い、接合面の引張強度について検討した。その結果、接合界面の液相部にカーボンを供給し炭化物粒子を分散させることによって、液相凝固部の強度を向上させることができることを明らかにした。

1. 緒 言

国内の人工関節の術例は年間約 10 万例と報告されている。人工関節を構成する生体用材料の接合技術が向上すれば、人工関節の摩耗等による再手術時期の延長に貢献できる。チタンは、生体内で化学的に安定であるため、インプラント材料として多用されている。人工関節に求められる機能として骨との親和性があり、股関節や膝関節などのように大きな荷重負荷がかかる箇所では、関節摺動面の耐摩耗性も同時に要求される。Co-Cr 合金は耐摩耗性に優れた合金であり、人工関節用として実績のある材料であるが、骨との接合性に劣ること、加工性が悪いこと、高価であること等から適用範囲が限られている。優れた骨親和性を持つチタンと Co-Cr 合金を接合し一体化することにより、両者の長所を併せ持った人工関節を構成することが期待される。

本研究では、純チタンと Co-Cr 合金であるステラライトおよびバイタリウムを、600~1100°Cの温度で拡散接合したときの接合面の引張強度について実験的に検討した。また、組織、硬さおよび腐食電位についても検討を加えた。

2. 実験方法

チタンには純チタンを用いた。Co-Cr 合金には、バイタリウムが極めて高価であるため、その代替材料としてステラライト No.6 を用いた。バイタリウムは最終的な確認実験にのみ使用した。表 1 にバイタリウム F75 とステラライト No.6 の化学組成を示す。両材料の差異は、ステラライトには C および W が含まれること、バイタリウムには Mo が含まれていることである。

図 1 に試験片を示す。φ10mm の面が接合面である。チタンと Co-Cr 合金を付き合わせて接合した。試験片は、接合面を #1000 エメリー紙により研磨した後、アセトン中で超音波洗浄し、接合に使用した。

* 企画管理室

** 下越技術支援センター

*** 瑞穂医科工業株式会社

表1 化学組成 単位 %

Co-Cr合金	C	Cr	Mo	W	Co
ステライトNo. 6	1	28	----	4	Bal.
バイタリウムF75	0.1	29	6	----	Bal.

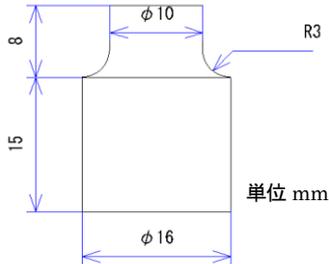


図1 試験片形状

2.1 接合方法

図2に接合に用いた装置（インストロン製真空高温チャンバー付材料試験機）およびチャンバー内に試験片を取り付けた様子を示す。右図の試験片上下にあるジグは、試験片に圧縮圧力を加えるためのもので、カーボン製である。接合温度を測定および制御するため、上部圧縮ジグにφ3.2mmのK熱電対を取り付けた。その位置は上部圧縮ジグの下端から7.5mmであり、熱電対の先端がジグの直径の中心に位置するようにした。

油拡散ポンプによりチャンバー内を真空に引き、圧力が 5×10^{-4} Paになった後、加熱を開始した。昇温速度は $0.33^\circ\text{C}/\text{sec}$ とした。加熱開始から約10分程度でチャンバー内の圧力は 1×10^{-4} Paに達し、接合はこの圧力下で行った。温度が設定値（以下、接合温度とする）に到達すると同時に試験片に圧縮力（以下、加圧力とする）を負荷した。この

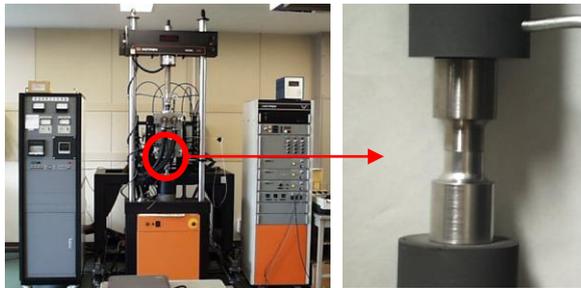


図2 接合装置

表2 接合条件

雰囲気	1×10^{-4} Pa
加圧力	1、10MPa
接合温度	600~1100°C
接合時間	5~120min

時点で試験機は位置制御から荷重制御に切り替わり、試験片の熱膨張や高温変形に関わりなく一定の加圧力が試験片に負荷される。接合温度で一定時間（以下、接合時間とする）保持した後、加圧力を除荷した。さらにチャンバー内に高純度アルゴンガスを導入し、試験片をガス冷却した。各種接合条件を表2に示す。

得られた接合体の引張強さを、引張試験機を用いて測定した。また、接合部の断面について金属顕微鏡による組織観察や硬さ試験、そしてエネルギー分散形X線検出器（EDS）による元素分析を行った。

一方、Co-Cr合金とチタンの接合体は、異種金属の接触による腐食が懸念されるため、腐食電位測定を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 ステライトの接合

3.1.1 引張強さ

図3に接合温度が比較的低温の場合の温度と引張強さの関係を示す。接合時間は1800秒とした。接合温度の上昇とともに引張強さは上昇している。図4は接合時間と引張強さの関係である。接合温

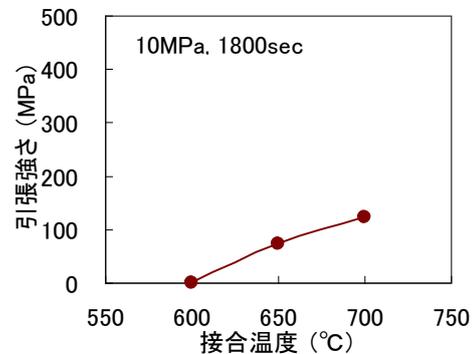


図3 接合温度と引張強さの関係
(接合温度 600-700°C)

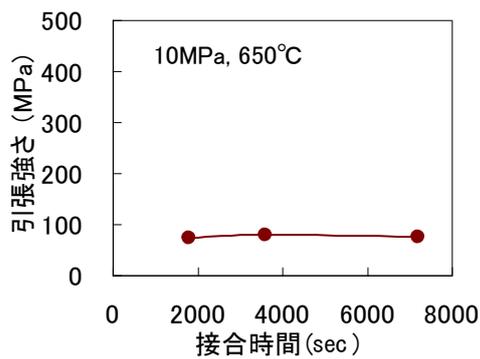


図4 接合時間と引張強さの関係

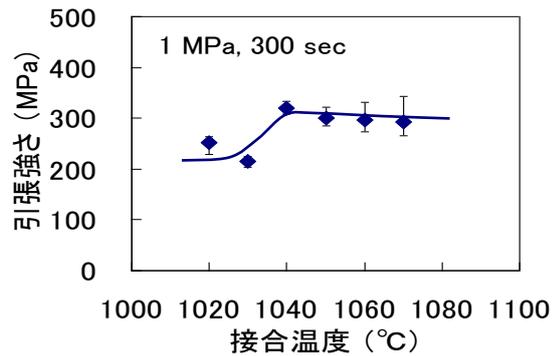


図6 接合温度と引張強さの関係

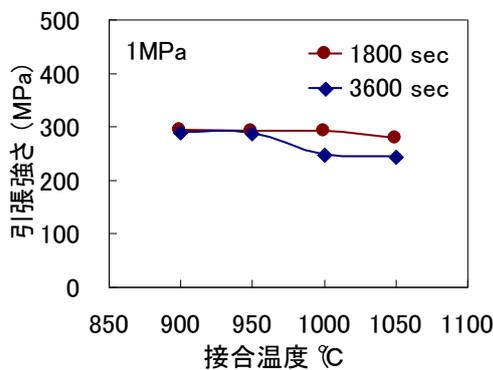


図5 接合温度と引張強さの関係
(接合温度 900–1050°C)

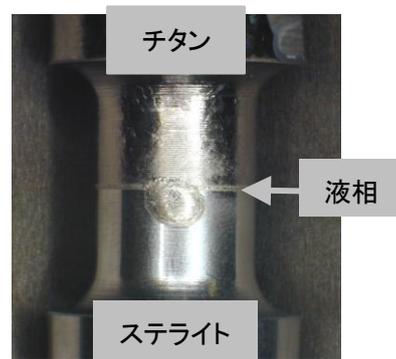


図7 接合部外観 (1050°C)

度は 650°C とした。引張強さは、接合時間 1800～7200 秒において 80～90 MPa であり、接合時間を長くしても接合強さにはほとんど影響しないことが分かる。

図 5 に接合温度が比較的高温の場合の接合温度と引張強さの関係を示す。接合時間は 1800 秒および 3600 秒とした。接合時間が 1800 秒のとき、接合温度を変化させても接合強さの変化は認められなかった。一方、接合時間を 3600 秒にしたとき、1000°C 以上の接合温度では接合強さが低下した。

ところで、接合温度が 1050°C のとき、接合界面には液相が形成された。すなわち、液相拡散接合により、接合時間を極めて短くできる可能性がある。そこで、接合時間を 300 秒とし、接合温度の影響を検討した (図 6)。接合温度が 1040°C 以上になると接合強さは急激に上昇した。接合部の外観を目視により調べた結果、1040°C 以上の接合温度で液相が生じていた。図 7 に 1050°C における接合部の外観を示す。なお、接合温度を 1100°C にした

場合、接合界面から多量の液相が生じ、接合体が得られなかった。

3.1.2 断面組織

接合界面に液相が生ずる条件では、接合時間が短くても高い接合強さが得られる。液相が出ない温度 1030°C と液相が生ずる温度 1050°C の接合部の断面を図 8 に比較して示す。接合温度が 1030°C の場合、界面には厚さが約 30 μm の拡散層が認められる。接合温度が 1050°C になると、拡散層の厚さは約 200 μm にまで大きくなり、また、層内には樹枝状の凝固組織が観察される (以下、この層を液相凝固部とする)。液相凝固部を EDS により面分析した結果を図 9 に示す。(a) は SEM 像、(b)、(c)、(d)、(e) はそれぞれ Ti、Co、Cr、C の元素分布である。Ti は液相凝固部の全面にほぼ均一に分布しているが、Co は (a) に矢印 i で示した網目状組織に偏在している。また、C はステライト側に偏って分布している。さらに Cr は、Co や C が

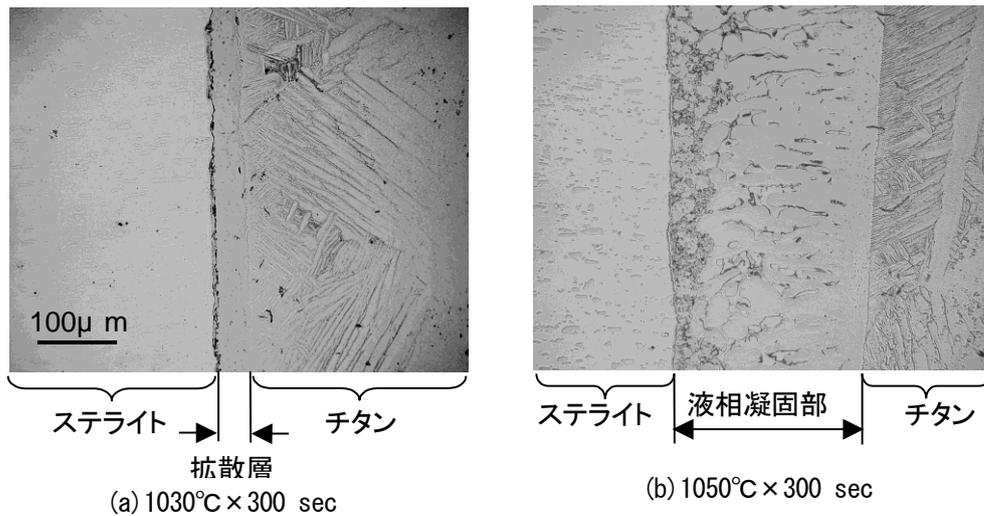


図8 接合部断面

存在する部分では少ないが、基地組織には均一に分布している。定量分析の結果も併せて、(a)に矢印 i ~ iii で示した各相は次のように同定される。

- i : 網目状組織 : $TiCo$ (金属間化合物)
- ii : 液相凝固部の基地組織 : Ti_2Co (金属間化合物) + Ti (初晶)
- iii : ステライト側粒状組織 : TiC

ただし、i、iiにはCrも検出されたが、簡単のためここでは無視した。iiiの TiC はTiがステライト中のCr炭化物を還元して生成したものと思われる。

3.1.3 硬さ分布

図10は、図9(a)に示した観察面上の硬さ分布を調べた結果である。図の横軸はステライトと液相凝固部の境界を基準とし、ステライトからチタンに向かう方向を正とした。なお、試験に用いた試験片と同じ熱履歴を受けたステライトとチタンそれぞれの硬さはHV410およびHV143であった。ステライト側は液相凝固部との境界の直近から母材硬さになっているのに対し、チタン側は境界から0.5mmの領域まで硬さの上昇が認められた。このうち液相凝固部の厚さは0.2mmであり、硬さはHV390以上であった。これは上述のように金属間化合物 $TiCo$ や Ti_2Co が生成したことによると思われる。また、最も硬い個所は上述の TiC 粒状組織が分布している層でありHV1000に達した。

3.2 バイタリウムの接合

ステライトとバイタリウムではわずかながら組成が異なる(表1)。これが接合性に影響する可能性があるため、両者の接合性を比較した。

3.2.1 引張強さ

ステライトを用いた実験から最適条件として判断された $1050^{\circ}C \times 300sec$ の条件でバイタリウムとチタンの接合実験を行った。引張試験の結果を図11に示す。バイタリウムを用いた場合、ステライトと比較して引張強さは約20%低下した。

図12(a)、(b)に、引張試験後の接合部を金属顕微鏡で観察した結果をステライトとバイタリウムで対比して示す。ステライト、バイタリウムのいずれを用いた場合も、破断はステライト、バイタリウムの母材と液相凝固部の境界に沿って生じた。ただし、ステライトの場合、破断位置には図12に示したように TiC 粒子が密に分布する層が存在した。このことは TiC 粒子の分布層が接合強度に影響することを示唆している。

ところで、バイタリウムの場合に TiC 粒子が認められないのは、組成中にC(カーボン)がほとんど含まれていないためである。そこで図13(a)のようにバイタリウムとチタンの接合界面に平均粒径 $5.5\mu m$ の SiC 粉末を散布し接合した。散布方法は、30mlのエタノールに0.1gの SiC 粉末を混合し、これを強く攪拌した状態でスポイトにより、

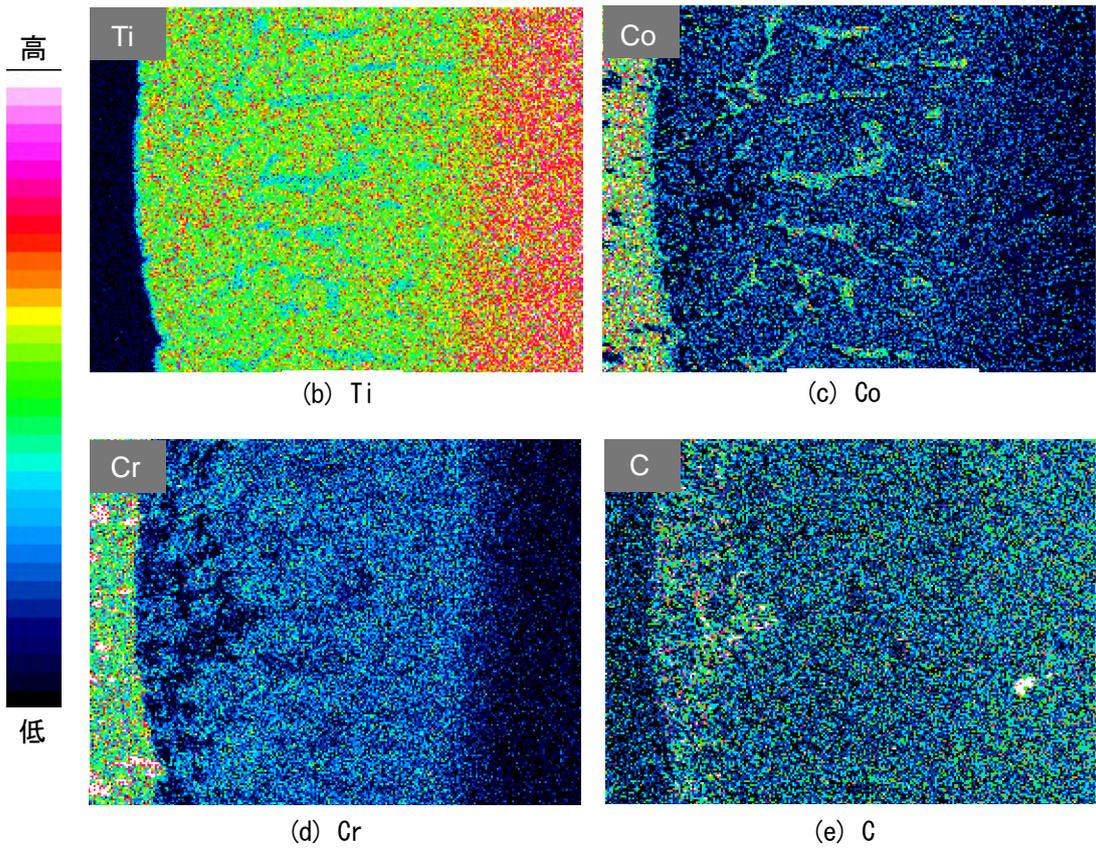
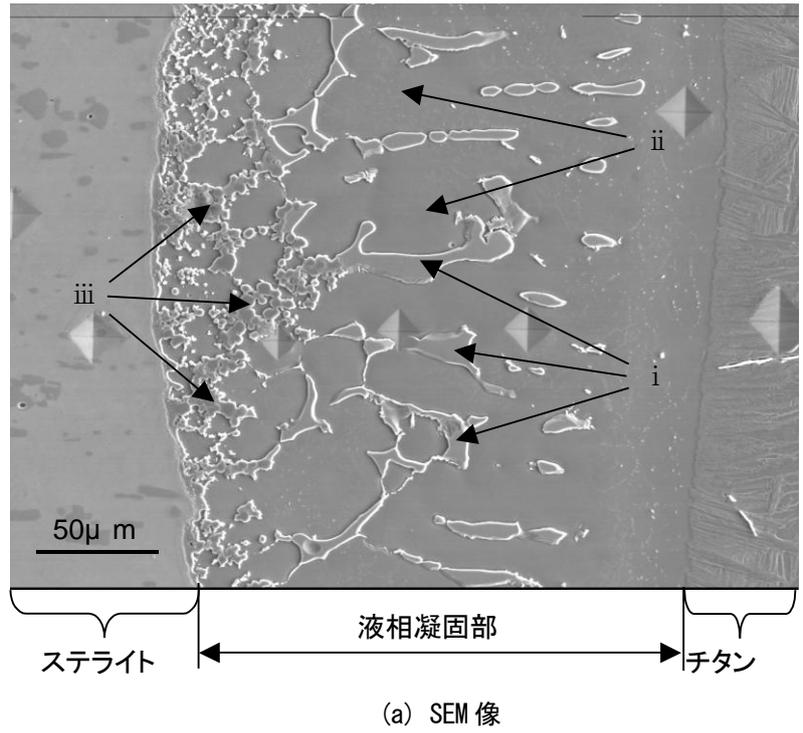


図9 接合部の元素分析

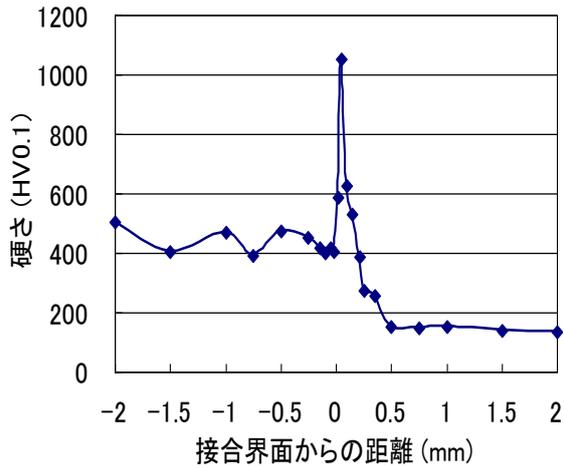


図10 硬さ分布

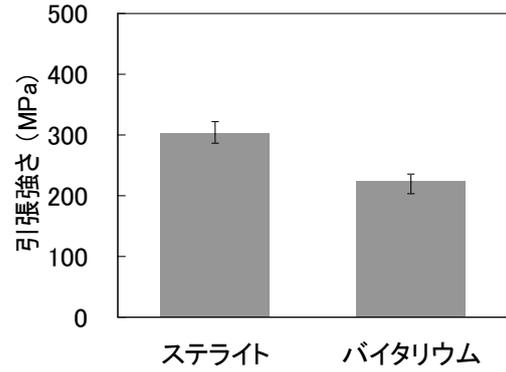


図11 引張強さ (1050°C×300sec)

混合液を採取し、バイタリウムの接合面に滴下した。図13(b)にSiCを散布した状態を示す。φ10mmの接合面への散布量は約0.5mgである。SiC粉末を用いたときの引張強さを図14に示す。SiCを散布することにより引張強さが向上したことが分かる。引張試験後の接合部の観察結果を図15に示す。液相凝固部には、SiCを用いずにバイタリウムを接合した場合(図12(b))には観察されなかった微細な粒子が認められた。EDSによる元素分析およびX線回折の結果、この粒子はTiCであることを確認した。散布したSiC粒子が液相のTiと反応したものである。

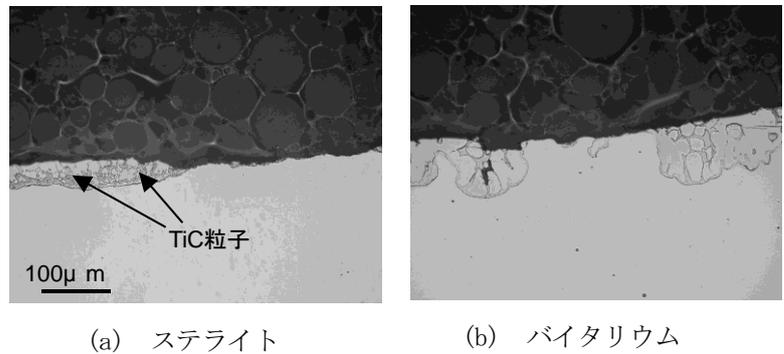


図12 接合部の断面

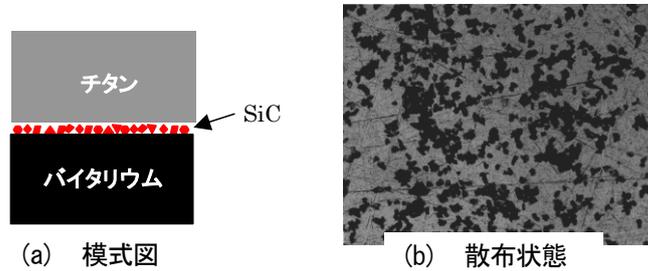


図13 SiC粉末の散布

以上のことから、液相にカーボンを供給し炭化物粒子を分散させることによって液相凝固部の強度を向上できることが明らかとなった。

次に、バイタリウムとチタンの接合界面に散布するSiC量の最適化を図るため、散布量の検討を行った。図16にSiC量と引張強さの関係を示す。SiC量0.01kg/m²以上の散布量で引張強さが飽和することがわかった。

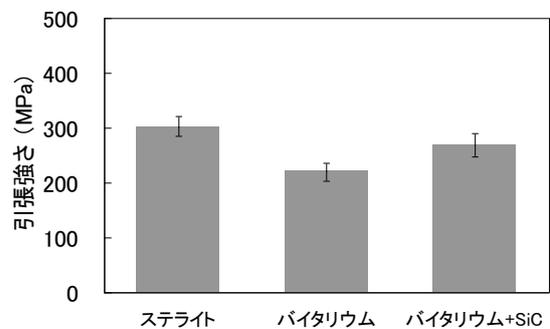


図14 引張強さ (1050°C×300sec)

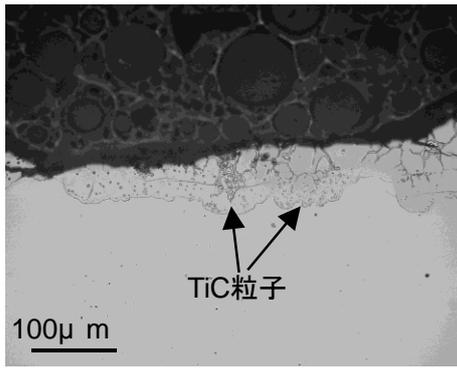


図 15 接合部の断面

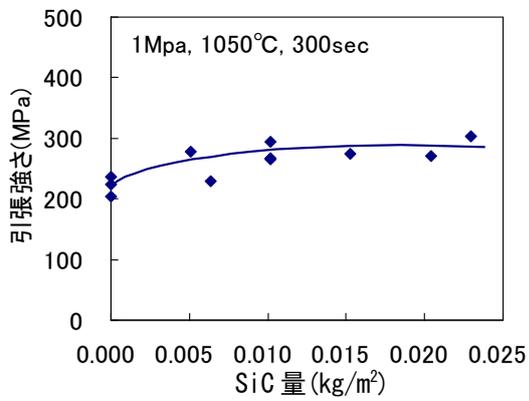


図 16 SiC 量と引張強さの関係

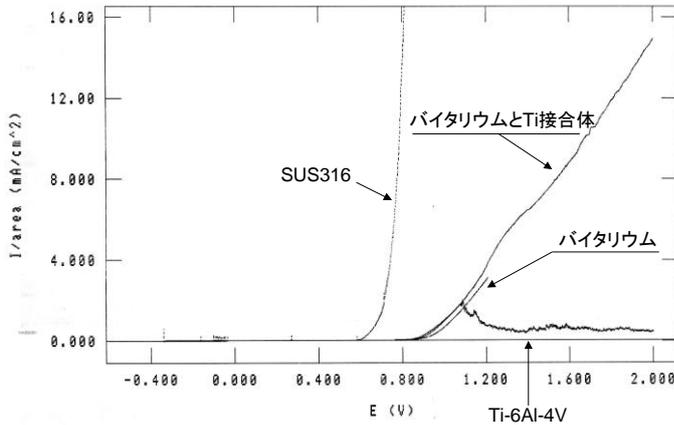


図 17 腐食電位

3.3 腐食電位

図 17 にステンレス (SUS316)、チタン合金 (Ti-6Al-4V)、バイタリウムおよび Co-Cr 合金とチタンの接合体の腐食電位を示す。Co-Cr 合金とチタンの接合体の耐食性は、バイタリウム単体には若干劣るものの、インプラントとして実績のあるステンレスよりも優れていることが確認された。

4. 結 言

- (1) 純チタンと Co-Cr 合金であるステライトを拡散接合したとき、接合温度 1030°C で液相拡散接合となり、固相拡散と比較して大幅な接合時間の短縮が可能である。
- (2) 純チタンとバイタリウムを拡散接合した場合の引張強さは、ステライトを用いた場合と比較して約 20% 低いものの、接合界面の液相部にカーボン (SiC) を供給し炭化物粒子を分散させることによって引張強さが向上する。
- (3) 純チタンとバイタリウムとの接合界面に散布する SiC 量は 0.01kg/m² 以上の散布量で引張強さが飽和する。
- (4) Co-Cr 合金とチタンの接合体の耐食性は、バイタリウム単体には僅かに劣るものの、インプラントとして実績のあるステンレスよりも格段に優れている。

先端レーザー等を用いた加工技術の研究

長谷川 雅人* 宮口 孝司* 小林 豊* 齊藤 雄治*
樋口 智* 本田 崇** 田村 信***

A Study on the Properties of the Advanced Laser Processing Technology

HASEGAWA Masato*, MIYAGUCHI Takashi*, KOBAYASHI Yutaka*,
SAITO Yuji*, HIGUCHI Satoru*, HONDA Takashi** and TAMURA Makoto***

抄 録

高エネルギー密度レーザー光であるファイバーレーザーを使ったマグネシウム等各種材料の高速・高精度切断加工および微細加工の可能性の検討を目的として 10W-PW（パルス）レーザーと 100W-CW（連続波）レーザーの特性調査、切断および穴あけの加工実験を行った。さらに有限要素法を用いて穴あけ加工の熱伝導シミュレーションを行った。

1. 緒 言

近年、小型携帯機器の普及、機能の高度化による部品点数の増加などの理由により高精度微細加工が求められている。本研究ではこれまでの加工用レーザーに比べ、ビーム品質に優れエネルギー密度が高いことから次世代レーザーとして期待されているファイバーレーザーを用いて微細加工技術への応用を検討した。

2. ファイバーレーザーについて

ファイバーレーザーは励起、発振、伝送を全てファイバーの中で行うシンプルな構造のレーザーである。発振用ファイバーはダブルクラッド構造をとり、外側クラッド層に導入された半導体レーザーにより中央部の内部コアを励起してレーザー光を発生する。固定した共振器をもたないためアライメント調整が不要で安定した出力が得られる。また微小径の内部コアの中を伝達することで優れたビーム品質のシングルモードの高密

度エネルギー光を発生する。もともとは通信用途に開発されたが、近年大出力化が進み切断、曲げ、溶接など精密微細加工への応用が期待されている。¹⁾ 図1に発振原理を示す。

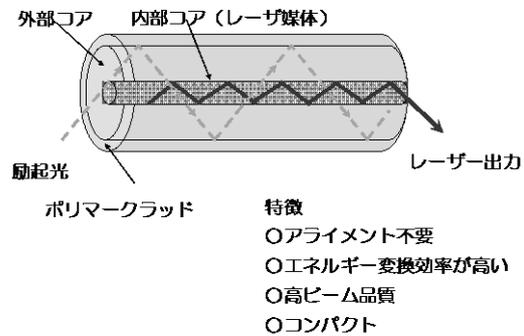


図1 ファイバーレーザーの発振原理

3. 10W-PW ファイバーレーザーによる加工実験

3.1 レーザー発振器

使用したファイバーレーザーの型式と主な仕様を表1に示す。実験は出力10W、周波数100kHzに固定して行った。

* 中越技術支援センター

** 素材応用技術支援センター

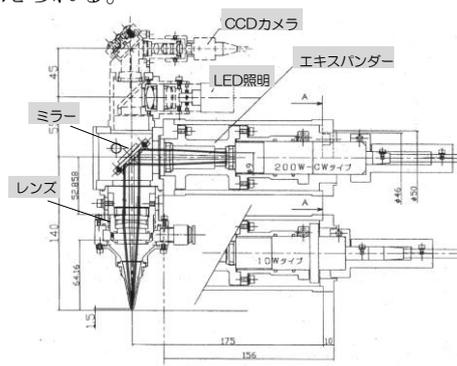
*** 県央技術支援センター加茂センター

表1 使用したファイバーレーザーの仕様

メーカー・型式	IPG フォトニクスジャパン YLP-0.5/40/10
最高出力	10W
出力モード	PW(20k~100kHz 可変)
波長	1064nm
M ²	<2

3.2 光学系

図2に光学系を示す。光ファイバーから出たレーザー光はコリメートレンズを通った後エキスパンダー（1.5倍）でビーム径を広げられ、ミラーで90°向きを変えてレンズで集光され照射される。ビーム径は計算値で約25μmであるが実際にはレンズの収差があるため30μm程度と考えられる。



☆ビーム径は約24μm (計算値)

図2 光学系

3.3 加工機

レーザー発振器を図3に示すような5軸の加工機に取り付けて実験を行った。また、戻り光による破損防止のためレーザー光は加工材料に対し10°傾けて照射した（図4参照）。

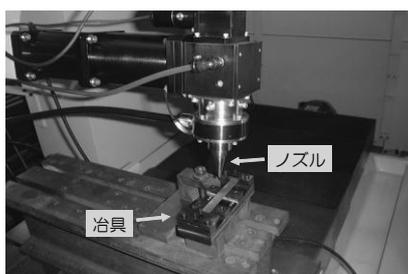


図3 加工ヘッド

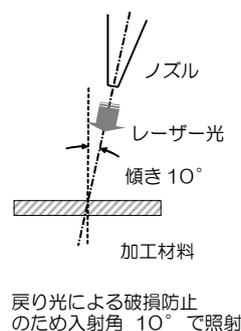


図4 レーザー光の照射角度

3.4 レーザー光の基本特性

3.4.1 出力

光ファイバーから出射されてコリメートされたレーザー光（光学系通過前）、およびその後エキスパンダー、集光レンズの光学系を通過したレーザー光の出力をパワーメーターで測定した結果を図5に示す。光学系による減衰率は5~8%程度であった。

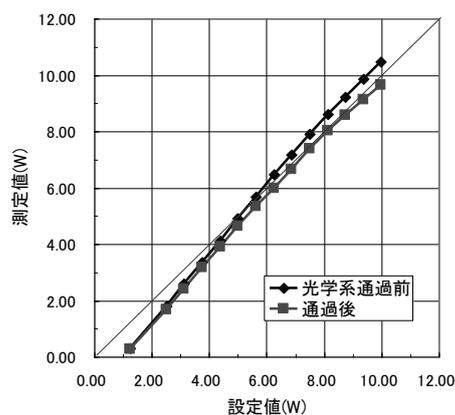


図5 出力測定結果

3.4.2 溶け込み深さによる焦点位置の確認

加工材料表面からノズル先端までの距離をワークディスタンス (WD) とし、これを変えてレーザー光を照射し、その断面の溶け込み深さを観察することによって焦点位置を確認した。加工材料には250μmの厚さの市販のフィラージ（炭素工具鋼）を使った。レーザー光を照射しながらワークを移動して加工した後、その断面を10%シュウ酸水溶液中で電解腐食して金属顕微鏡で観察した。加工条件を表2に示す。

表 2 加工条件

加工材料:炭素工具鋼 (t=200 μ m)
加工速度: 0.5m/sec (F500)
アシストガス(N ₂)の圧力:0.01MPa

図6にWD=0.6mmのときの結果、図7にWDと溶け込み深さの関係を示す。写真の白い部分が熱影響を受けて溶け込んだと思われる部分である。その脇の中間色の部分は熱影響部であるが熱影響部は比較的小さな範囲に収まっている。図7からWDが0.5mm~0.6mmのところでも最も溶け込みが深く、溶け込み幅が小さい(溶け込み深さのおよそ1/3)ことからこの付近に焦点位置があると考えられる。また、WDが0.1~0.3mm、0.8~1.0mmの間では溶け込み方が非対称であり、それぞれの区間で溶け込みの大きい側が逆になっていることからビームが一点に均一に集光されていないものと思われる。逆に一点にきれいに集光するように改善することができればさらなる性能の向上が期待できる。

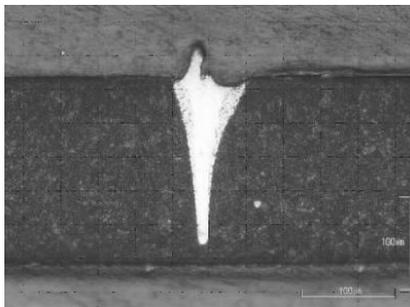


図 6 熱影響部の断面写真

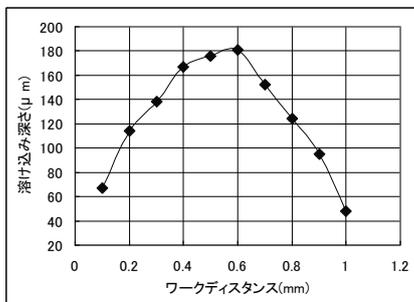


図 7 WD と溶け込み深さの関係

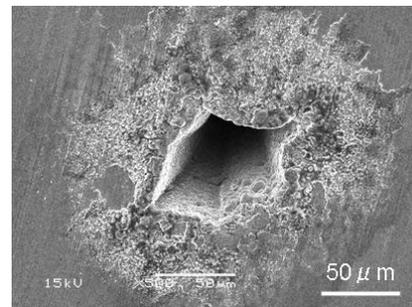
3.4.3 ビームの強度分布

ビームの強度分布を簡易的に検証するため、穴加工後の穴形状と断面形状を SEM と金属顕微鏡でそれぞれ観察した。加工条件を表3に示す。

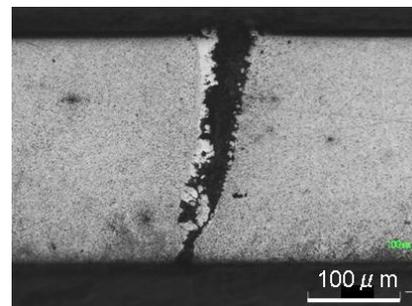
表 3 加工条件

加工材料:炭素工具鋼 (t=250 μ m)
レーザー照射時間: 30sec
WD=0.5mm
アシストガス(N ₂)の圧力: 0.05MPa

図8に穴加工を行ったときの表面のSEM写真と断面の金属顕微鏡写真を示す。穴の形状は円形ではなくゆがんだ多角形をしている。この結果は前項の実験結果と一致するものであり、ビームの集光が均一でないことによると考えられる。原因としては、光学系のずれ等に起因することが考えられるが現段階では不明である。光学系の再調整を行い確認が必要であると考え。また、断面写真からは熱影響部分の広がりはないことが分かる。



(a) 表面



(b) 断面

図 8 穴形状の観察

3.5 各種条件での切断実験

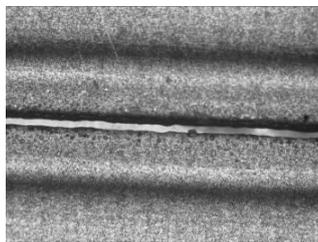
3.5.1 アシストガスの圧力の影響

アシストガスの圧力を変えて切断実験を行い、切断面を実体顕微鏡で観察した。表4に加工条件を示す。

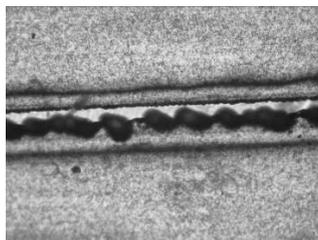
図9は切断面の裏側の写真である。アシストガスの圧力が高くなると周辺の熱影響部分は狭くなるもののドロスの付着が多くなった。また切断幅は約30 μm でビーム径の理論計算値25 μm とほぼ同じである。アシストガスとドロスの付着の関係については通常の結果と逆の傾向を示しており、この理由については切断幅、板厚と関連があると推測するが詳しい理由は不明である。

表4 加工条件

加工材料:炭素工具鋼 ($t=40\mu\text{m}$)
加工速度: 0.5m/min
WD:0.5mm
アシストガス (N_2) の圧力: 0.01~0.80MPa



(a) 0.01MPa



(b) 0.8MPa

図9 アシストガスの圧力による切断面の違い

3.5.2 板厚と加工速度の関係

加工材料の板厚と加工速度を変えて切断を行い相関を調べた。表5に加工条件、図10に結果を示す。板厚は最大70 μm まで切断可能であり、

加工速度3m/min以上では40 μm 以上の板厚は切断できなかった

表5 加工条件

加工材料:炭素工具鋼 ($t=30\sim 100\mu\text{m}$)
加工速度: 0.5~3m/min
WD:0.5mm
アシストガス (N_2) の圧力: 0.005MPa

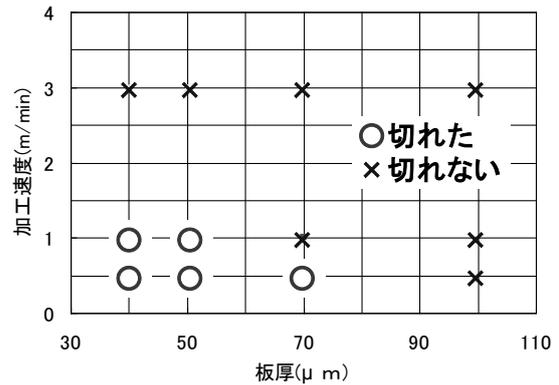


図10 板厚と加工速度の関係

4. 100W-CW ファイバーレーザーによる加工実験

100W-CW ファイバーレーザーについて基礎的な加工実験を行った。以下に主な実験結果を示す。発振器はIPG フォトニクス社製 YLR-100-M を使用した。

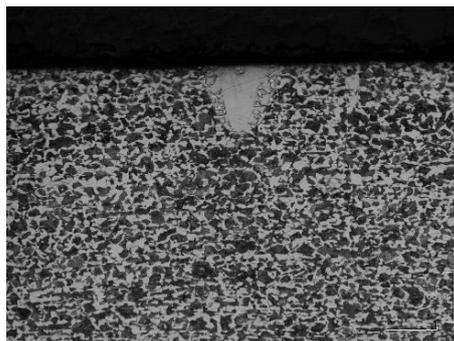
4.1 レーザー照射による断面の溶け込み

加工速度およびレーザーの出力を変えたときのレーザー照射による断面の溶け込みの状態を調べた。表6に加工条件、図11に加工速度0.2m/minと30m/minのときの写真を示す。加工材料は断面を研磨および5%ナイトール溶液で腐食させ金属顕微鏡で観察した。図12は加工速度と溶け込み深さおよび幅の関係を示す。

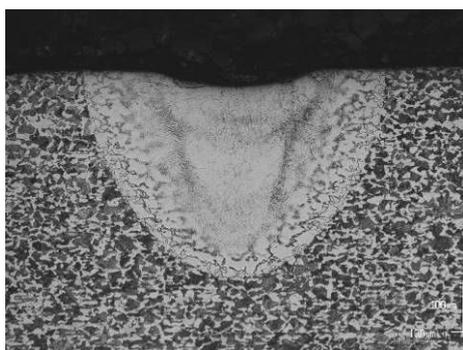
表6 加工条件

加工材料:S45C (寸法 20×12×300mm)
加工速度: 0.2~30m/min
WD:0.8mm
アシストガス (N_2) の圧力: 0.43MPa

図11、12から加工速度が小さいほど溶け込み深さ、幅ともに大きく、溶け込み深さは最大330 μm である。また、溶け込み深さと幅が同程度



(a) 加工速度 0.2m/min



(b) 加工速度 30m/min

図 1 1 溶け込み深さの観察

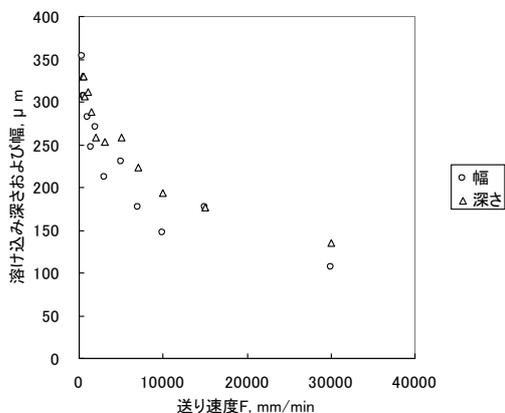


図 1 2 加工速度と溶け込み深さおよび幅の関係

であり、10W-PW の溶け込み幅が深さの 1/3 程度であったことと比較すると熱影響を受ける面積が広いことがわかる。

4.2 マグネシウム圧延材の切断

レーザーの出力と加工速度を変えてマグネシウム合金の切断実験を行った。表 7 に加工条件を、図 13 にレーザーの出力と加工速度の関係を、図 14 に切断面の観察写真の一例を示す。出力 81W

表 7 加工条件

材料:マグネシウム合金 (幅 38mm、厚さ 53 μ m)
加工速度 : 0.1~30m/min
WD:0.4mm
ガス圧 (N ₂) :20kPa

図 1 3 レーザー出力と加工速度の関係

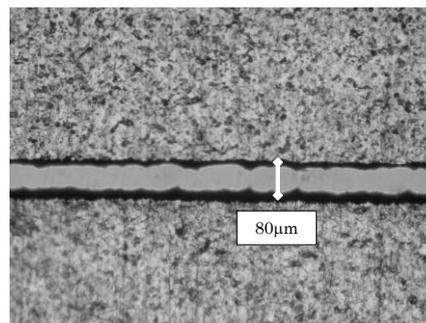
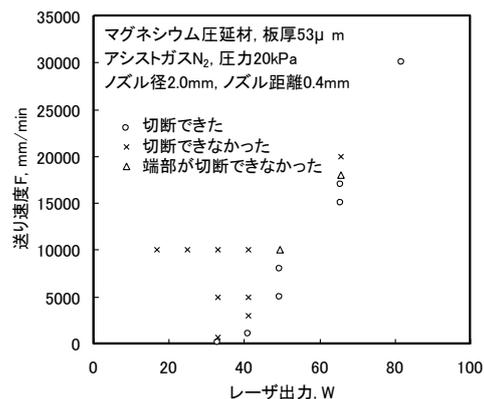


図 1 4 切断面の一例 (加工速度 1m/min、アシストガスの圧力 0.05MPa、WD=0.4mm)

(最大出力) の場合、加工速度 30m/min で切断可能であった。また切断幅は約 80 μ m でビーム径の理論値 29 μ m に比べ大きかった。

5. 有限要素法による熱伝導解析

ファイバーレーザーによる穴あけ加工における穴形状や熱影響の違いを調べるため、有限要素法による熱伝導解析を行った。解析は汎用の非線形構造解析プログラム MARC (日本マーク株) を用いて行った。

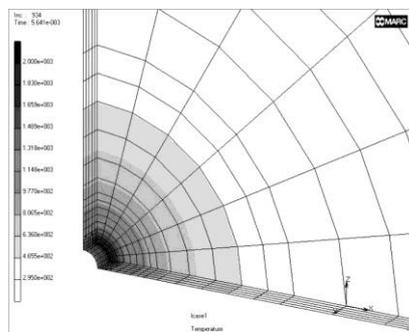
5.1 解析条件

100W-CW、10W-PW、10W-PW の 3 種類について

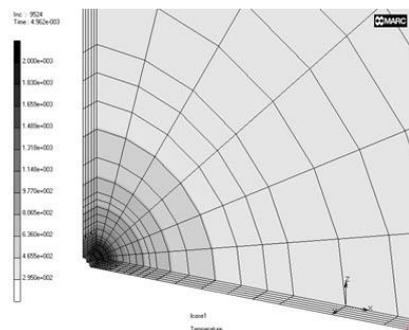
て解析を行った。レーザーの出力分布は焦点の径における出力の値とレーザー中心におけるピーク値との比が $1/e^2$ となるように設定した (e は自然対数)。パルス出力の 10W は平均での値であり、レーザー照射の ON/OFF が単純に繰り返されると仮定して解析を行った。

表 8 解析条件

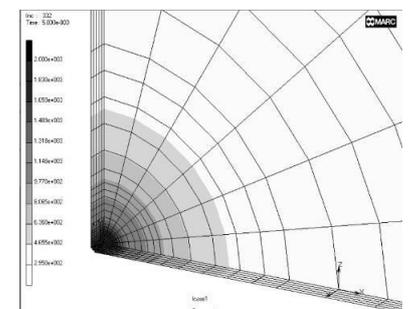
出力方式	CW	PW
出力 (W)	100、10	10(平均値)
周波数 (kHz)	—	20
ビーム径 (μm)	40	40



(a) 100W-CW



(b) 10W-PW



(c) 10W-CW

図 15 解析結果

5.2 解析結果

図 15 にステンレス (SUS304) 板 ($t=40\mu\text{m}$) にレーザーを照射したときの解析結果を示す。

レーザー光の吸収率は 35%、照射時間 0.005sec とした。100W-CW と 10W-PW ではどちらも穴は貫通しており 100W-CW のほうが熱影響が大きく穴の大きさも大きい。この結果は前述の実験結果とも一致する。10W-CW と 10W-PW では 10W-CW のほうが穴の大きさは小さいが熱影響は大きい結果となった。これはパルス波のほうが出力のピーク値が大きいため融解温度に達する体積が大きくなり、連続波では加熱時間が長いために熱影響を受ける面積が広がるものと考えられる。

6. 結 言

1 10W-PWファイバーレーザーによる加工実験

- (1) 厚さ $70\mu\text{m}$ の炭素工具鋼の板材を切断できた。このときの切断幅は約 $30\mu\text{m}$ で、ビーム径の理論値 ($25\mu\text{m}$) とほぼ一致した。
- (2) レーザー照射によって生じる溶け込みの幅は、溶け込み深さの約 $1/3$ であった。
- (3) 穴加工の形状は円形とならずに多角形となった。この原因については今後検討する。

2 100W-CWファイバーレーザーによる加工実験

- (1) 厚さ $53\mu\text{m}$ のマグネシウム合金の板材を加工速度 $30\text{m}/\text{min}$ で切断できた。このときの切断幅は約 $80\mu\text{m}$ で、ビーム径の理論値 ($29\mu\text{m}$) に比べて大きかった。

3 穴あけ加工の熱伝導シミュレーション

- (1) 熱影響を受ける範囲および穴の大きさは 100W-CW のほうが 10W-PW よりも大きい。
- (2) 同じ出力 10W で CW は PW に比べ融解する体積は小さいが、その分周囲に広がる熱量は大きい結果となった。

参考文献

- 1) 朴, 大家, 宮本, ” シングルモードファイバーレーザーによる精密微細溶接”, レーザ加工学会誌, vol.11, No1(2004)