

工業技術研究報告書

Report of the Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture No.42 2012

No. 42 平成 24 年度



新潟県工業技術総合研究所

Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture

〒950-0915 新潟県新潟市中央区鋳西 1-11-1
1-11-1 Abumi-nishi, Chuo Ward, Niigata City, Niigata 950-0915, Japan

平成 25 年 6 月

目 次

I 研究論文

1. バラ積み鋳鉄品の自動ピッキングシステムの開発	3
2. 力覚モニター付バフ研磨機の開発	9
3. 新しいナノ切削装置によるソフトマターの表面構造解析技術の開発	14
4. 汎用クロム系ステンレス鋼の窒素吸収処理に関する研究	19
5. セルロースを効率よく分解する触媒組成の探索 (第2報)	
一触媒反応効率の簡易な定量的評価一	26

II ノート

1. 分光分析におけるイメージング測定と解析技術の研究	35
2. ワイドレンジカメラを使用した三次元形状測定装置の開発	38
3. 簡易な非接触真円度測定法の研究	41
4. 産業資材の紫外線照射による強度劣化とその予測	45
5. リン酸イットリウム共沈分離—誘導結合プラズマ発光分光分析	
による銅中の微量鉛の定量の検討—	48
6. MSE 法による鋼の表面物性評価	51
7. 繊維に付着した鉄に対する発色試験および機器分析の比較検討	53
8. 絨織機製織に関する簡易電子補助装置の開発研究	56
9. 鋸器銅器の形状モデリングと質感サンプリングに関する研究	59
10. 文化財収蔵庫向け桐建材の有機酸ガス濃度評価	62
11. 有限要素法によるウェハの自重たわみ量分布の解析	65
12. 質感の測定技術・表現技術の研究	68
13. 超微細成形技術によるシート型微小針アレイの開発 (第3報)	72
14. 超微細成形技術によるシート型微小針アレイの開発 (第4報)	76
15. 超音波キャビテーション処理により形成される	
表面加工層の評価法に関する研究	79

Ⅲ 調査・報告

1. エネルギー関連分野における表面機能性 付与技術に関する調査研究	86
2. 電力変換研究会報告	89
3. エネルギーハーベスティング技術研究会報告	92
4. CFRP 成形技術研究会報告	95
5. 塑性加工を用いた軽量化技術の調査研究	98
6. 航空宇宙分野参入研究会報告	103
7. 植物工場研究会報告（第2報）	106
8. ナノテク機器利用技術講習会	110

※ 平成 24 年度に実施した研究 115 テーマのうち、研究成果を公表できるものを報告しています。

I 研究論文

バラ積み鋳鉄品の自動ピッキングシステムの開発

小林 豊* 大野 宏** 五十嵐 晃* 中部 昇* 坂井 朋之*
内山 照嘉*** 中澤 義人*** 山森 正人***

Development of Bin Picking Robotics for Cast Metals

KOBAYASHI Yutaka*, OHNO Hiroshi**, IKARASHI Akira*, NAKABE Noboru*, SAKAI Tomoyuki*,
UCHIYAMA Teruyoshi***, NAKAZAWA Yoshito*** and YAMAMORI Masato***

抄 録

鋳鉄品の外観検査工程の自動化システムの完成を目的に、検査工程への鋳鉄品供給機構として、バラ積み鋳鉄品の自動ピッキング（つかみあげる）システムの開発を行った。システムはバラ積みからの取り出し部、鋳鉄品の整列部で構成した。取り出し部は、三軸直交ロボットをベースとして、距離画像センサにより鋳鉄品を認識させ、電磁石によりピッキングする機構を開発した。整列部は、ロータリーシリンダを用いる機構とした。また、鋳鉄品の外観検査プログラムについては、二次元画像による検査を三次元形状を測定して欠陥を判別するように改良し、検査精度の向上を図った。

1. 緒 言

鋳鉄品は複雑な形状部品を大量に製造できるため、安価な量産部品として製造されている。しかし、鋳型に不具合が生じたり、鋳造条件が不適切であったりすると鋳鉄品に欠陥が発生してしまう。そのため、現状では目視による外観検査が行われているが、検査員による個人差や疲れによるばらつきが生じるため自動化が望まれている。これらの解決のため、平成 21 年度に画像処理による鋳鉄品の外観検査システムの開発を行った。¹⁾

本研究では、このシステムの性能をさらに向上させるために、バラ積み状態の鋳鉄品（以下ワークと呼ぶ）から外観検査システムへワークを供給するピッキングシステムと整列部の開発、および検査工程の精度向上を図ったので、報告する。ここで、ワーク 1 個をつかんでバラ積みの山から持ち上げることを「ピッキング」と呼ぶことにする。

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

*** (株) 三条特殊鋳工所

2. 研究概要

2.1 ワークの形状

検査対象となるワークの形状および欠陥の例について、図 1 に示す。



(a) 検査対象 (b) 欠陥例

図 1 検査対象と欠陥例

ワークの重量は 135g で、以下に示す特徴を有している。

- ① 鋳肌表面はざらざらしており、欠陥部と正常部の見分けが難しい。
- ② 複雑形状であり、曲面と垂直面がある。
- ③ 製品番号の意味で、凹状または凸状の刻印を付けているが、刻印と欠陥との区別が付きにくい。

2.2 ワークの供給部

最も高い位置にあるワークを見つけ、その位置にピッキング機構を移動し、つかみ上げる方法を説明する。ワークの高さおよび位置の測定には距離画像センサを用い、ピッキングは電磁石で吸着する方法を用いた。ピッキング機構を移動するロボットは設置面積が大きくなるが、比較的移動範囲の広い直交型を用いた。

2.2.1 装置の外観

開発した装置の外観を図2に示す。距離画像センサはマイクロソフト社の KINECT[®]、三軸直交ロボットは(株)アイエーアイ社のものを用いた。距離画像センサはロボットの可動域の中心上部に取り付け、バラ積みを上部から測定した。Z軸の先端には電磁石が取り付けられており、これによりワークの吸着、脱着を行った。これらの機構はすべて PC でプログラム制御とした。



図2 装置の外観

2.2.2 距離画像センサ

KINECT[®]はマイクロソフト社のゲーム機用に開発されたモーションキャプチャセンサである。通常のカラーカメラと物体の3次元座標を測定する赤外線カメラが搭載されている。安価なことと比較的性能が良いことから PC 用のドライバが開発されており、本研究でも PC に接続して使用した。距離の測定精度は長さの異なるブロックゲージを測定し確認したところ約 7mm であった。その他の主な仕様を表1に、プログラムの開発環境を表2に示す。

表1 KINECT[®]の主な仕様

カメラ入力	カラーカメラ 0.8~4.0m
距離	赤外線カメラ 0.8~4.0m
視野角度	垂直方向 43°, 水平方向 57°
解像度	カラーカメラ : VGA(640×480 ピクセル) 赤外線カメラ : VGA(640×480 ピクセル)

表2 距離画像センサの開発環境

センサ本体	KINECT [®] (XBOX360 用)
ドライバ	OpenNI(Windows32 ビット用 Ver1.3.4.3) NITE1.4.2.4(ミドルウェア)
画像表示ライブラリ	OpenCV2.1
プログラム	VisualC++2008
開発環境	

2.2.3 ワークの判別プログラム

バラ積みの最も高い位置にあるワークの三次元座標を求めるプログラムを作成した。図3は KINECT[®]でバラ積みを上部から撮影したカメラ画像および距離画像(センサからの距離を色で表現した画像)である。この画像をもとに検出範囲内で最も高い座標値を計算してカーソルおよび数値で表示した。

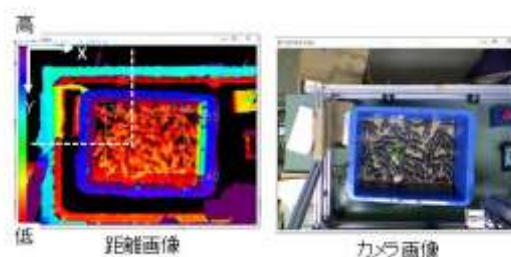


図3 バラ積みされたワークの距離画像とカメラ画像

2.2.4 座標変換

カメラからワークまでの距離方向を Z 軸, Z 軸に垂直な方向を XY 方向とする。KINECT[®]が出力する座標値は Z 座標がミリメートル単位で XY 座標はピクセル単位(解像度は 640×480)であるため, XY 座標はロボットに距離

を渡すときにミリメートル単位に変換する必要がある。また、Z 軸方向の距離が変化するとピクセル単位の座標と実際の位置が変化するため変換するときには Z 軸方向の距離を考慮する必要がある。以下ピクセル単位の XY 座標をロボットの座標へ変換する方法を説明する。

KINECT®で求めた距離(Z 座標値)を L, X 軸座標のピクセル単位の値を xp, X 軸方向の解像度を 640, 赤外線カメラの視野角を 2θ , 距離 L のときの X 軸方向視野の端点から中心までの実距離を H とすると赤外線カメラの視野中心から xp までの実距離 h は

$$h = \frac{(320 - xp) * H}{320} = \frac{(320 - Xp) * L * \tan\theta}{320}$$

・・・①

xp : X 軸座標値(ピクセル)

H : X 軸方向視野の端点から中心までの実距離

L : 距離(Z 座標値)

2θ : 視野角(°)

となる。

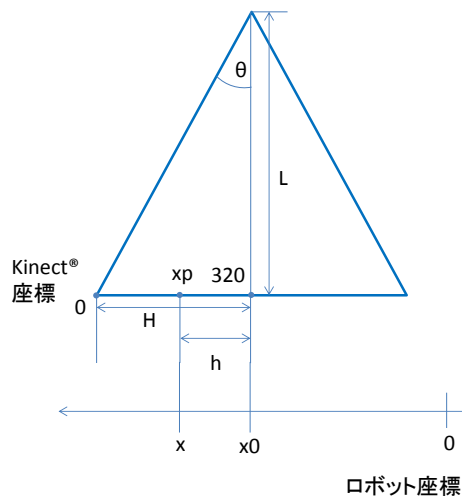


図4 座標変換の原理

次にロボットのX座標がキネクトX座標と平行で、x0をKINECT®の赤外線カメラの視野中心でのロボットのx座標値とするとロボットのx座標値は①式を使って

$$x = x0 + h \quad \dots \dots \textcircled{2}$$

となる。

Y軸も同様に計算できるため、プログラムで

はこの式に基づいて座標変換を行った。図4に変換原理を示す。

2.2.5 座標変換の計算値と測定値の比較

前節で求めた計算値と実測値との比較を行った。ロボットの可動範囲内の任意の3箇所について733~874mmまで4段階に距離を変えてKINECT®およびロボットそれぞれで座標を測定した。図5(a)~(d)にx軸の測定結果を示す。各距離で計算値と測定値がほぼ一致しておりz方向の距離を考慮した座標変換ができていることがわかる。

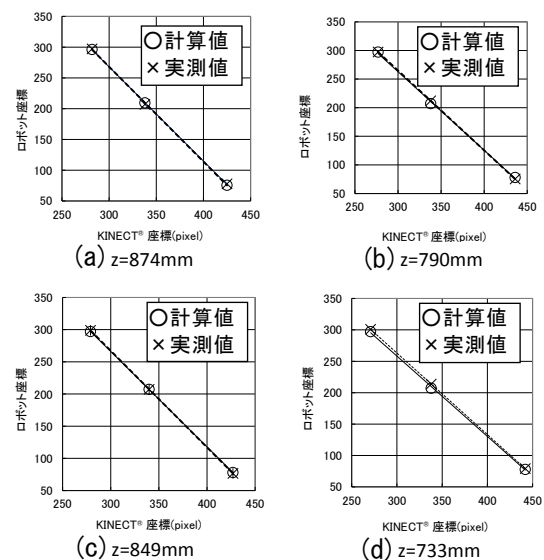


図5 KINECT®とロボットの座標変化の実測値と計算値の比較

2.2.6 ピッキング機構

図6にロボットのz座標先端に取り付けたピッキング機構を示す。取り付け板と電磁石の間にプッシュスイッチが入っておりz軸アームが下降を始め、ワークに接触するとプッシュスイッチがONになり吸着を検知してアームは上昇する。このときワークは電磁石に吸着して持ち上げられる。また、電磁石の吸着力が小さいと吸着の失敗が増え、大きいと2個同時に吸着することが多くなるため、吸着力の異なる数種類を検討し単位面積あたりの吸着力が 0.81N/mm^2 のものを選定した。

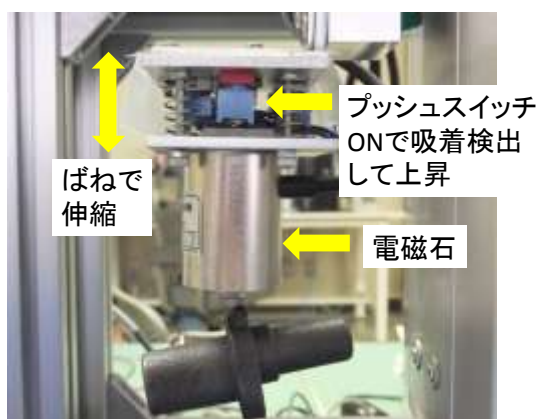


図6 ピッキング機構

2.2.7 ピッキングの成功率，サイクル時間および課題

開発したピッキング装置を実際に動かした時の成功率とサイクルタイムを測定したところバラ積みからワークを1個だけ選別し受渡し位置まで移動する動作の成功確率はおよそ85%であり，1サイクルに要する時間は約40秒であった。ピッキングの失敗の主な原因はワークと電磁石外周部の干渉によって吸着部が接触しないためであった。また，1～2%は2個同時に引き上げるることによる失敗であった。今後検査部と連携をとる際には引き上げた個数の判定が必要となるため重さによる判別などを行う必要がある。成功率およびサイクルタイムについて現状では，後工程の検査に90秒程度かかっていることから判断すると現在の性能でも実用化は十分可能と考える。今後さらに成功率を上げる必要がある場合は，外周部の干渉を少なくするためにより精度の高い位置検出アルゴリズムの採用などが考えられる。

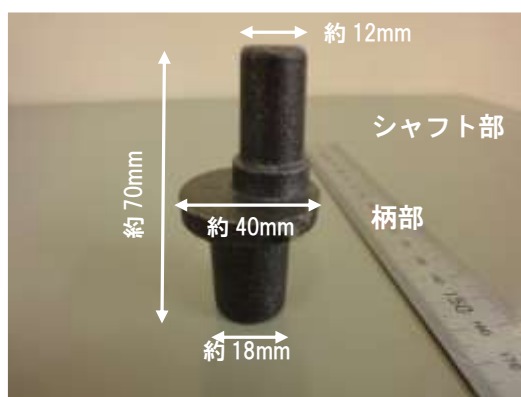


図7 ワークの概略寸法

2.3 ワークの整列部の検討

バラ積み状態から取り出したワークを次の外観検査工程のロボットへ渡すために，铸铁品の整列部について検討した。

今回，外観検査の対象としているワークの概略の寸法を図7に示す。

これらの寸法より，姿勢制御は，ジョウゴ型の治具を用いることとし，その外観を図8に示す。また，同治具の寸法図を図9に示す。ワークが図7のように縦になり，上部または下部のシャフト部分を真下にした状態でジョウゴ型治具に入れば，柄の部分がジョウゴ型治具の下穴のフチに引っかかるため，図7のような向きとなり，外観検査工程のロボットがつかみやすい姿勢を実現できる。

ただし，この際，ワークが縦以外の状態になってジョウゴ型治具に入った場合は，ロータリーシリンダを矢印の方向に揺動し，上下いずれかのシャフトがジョウゴ型治具の下穴に入るよ



図8 ジョウゴ型治具の外観

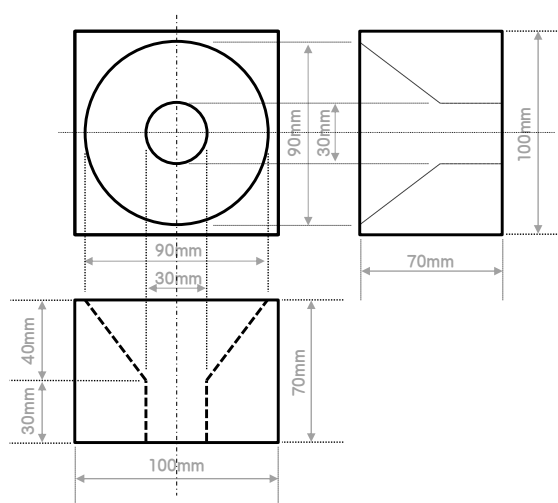


図9 ジョウゴ型治具の寸法図

うにする。また、同時に、治具とロータリーシリンド全体を重量を計測しており、ワークが1個か2個かを判断する。もし2個入っていると判断されれば、時計回りの矢印の方向に大きく角度分揺動させ、ワーク2つをもとのバラ積みの山へ戻すこととする。

2.4 ワーク外観検査部プログラムの改良

2.4.1 概要

平成21年度の共同研究では二次元画像処理で欠陥を検出していたが、検査精度を上げるために三次元形状を測定して欠陥を判別するよう改良した。

鋳物の表面にできる凹凸の欠陥は、斜めから強い光をあてると影となり黒くなる。これを二次元画像として取り込み、画像処理して欠陥の有無および良品・不良品の判別を行った。この方法では、鋳肌の突起も欠陥として検出される

場合もあった。そもそも鋳物の形状は三次元であるが、二次元に縮退させて検査しているため、一部の情報が欠落してしまい正確さに欠けてしまう。そこで、本研究では、ワークの三次元形状を測定し、良品か不良品かを判別するよう改良した。

2.4.2 三次元形状測定による欠陥の検出

図10に三次元形状測定の原理を示す。ラインレーザーを測定対象にあてカメラで撮像し、ラインのピーク値を画像処理で求める。測定対象を少しずつ動かしながらこの操作を繰り返すと、測定対象全体の三次元形状を測定できる。

図11に実際に製作した装置の外観を示す。ラインレーザーはキコー技研株式会社製レーザーポインターMLXKG-A13-640-10、カメラはレーザー検出用の photonfocus 社製ワイドダイナ

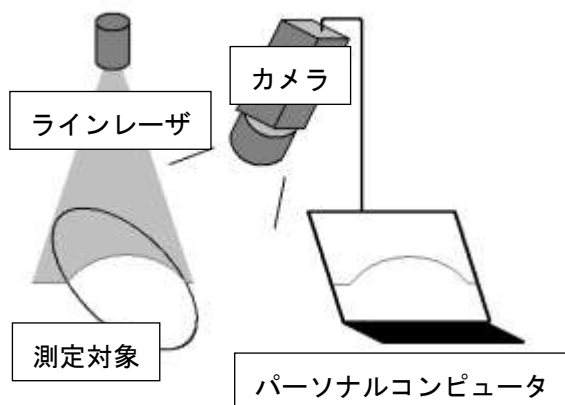


図10 三次元形状測定の原理



図11 検査装置の外観

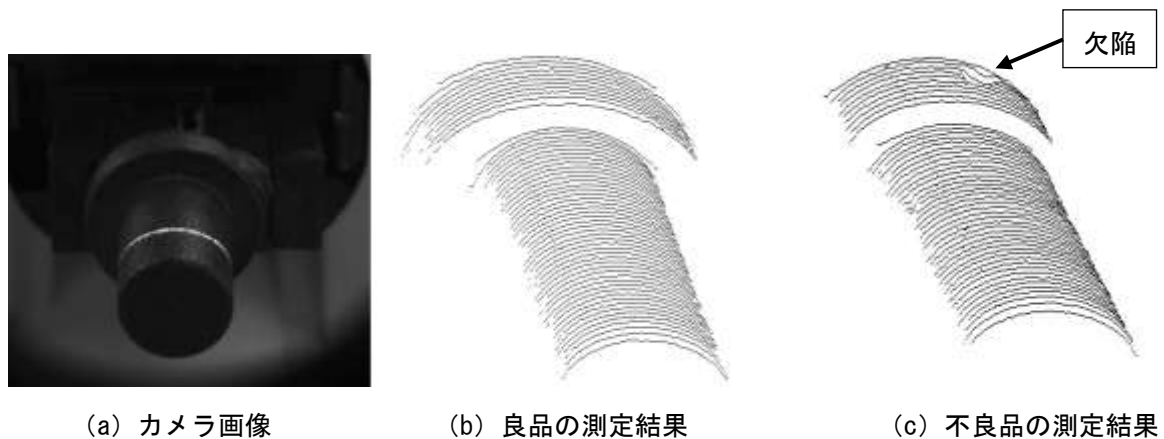


図12 三次元形状測定結果の一例

ミックレンジカメラ MV1-D1312-80, 6 軸多関節ロボットは三菱電機株式会社製 RV-1A を使用した。

図 12 に, カメラで撮像した画像, 良品および不良品の三次元形状測定結果の一例を示す。不良品では, 鑄巣による欠陥を確認できた。

2.4.3 欠陥検出手順

ワークの端面は平面のためラインレーザーは直線となる。鑄造品の表面に出っ張りや欠けがあるとラインレーザーは直線から外れる。次の手順で欠陥があるかどうか調べる。

- ①画像処理範囲を設定する。
- ②ラインレーザーのピークを求める。
- ③ハフ変換で基準となる直線を求める。
- ④欠陥を調べる始点と終点を求める。
- ⑤その範囲で②のラインレーザーのピークが③の基準直線から外れていないか調べ, ずれが大きい箇所が続けば欠陥のある不良品と判別する。

ワークの側面は円柱になっているためラインレーザーは円弧を描く。次の手順で基準の円弧から外れていないか調べる。

- ①画像処理範囲を設定する。
- ②ラインレーザーのピークを求める。
- ③ハフ変換で基準となる円弧を求める。

④中心の前後の範囲で②のラインレーザーのピークが③の基準円弧から外れていないかどうか調べ, ずれが大きい箇所が続けば欠陥のある不良品と判別する。

3. 結 言

- (1) 三軸直交ロボットをベースとし, 距離画像センサによる位置検出プログラム, および電磁石を用いた, ワークのピックアップ機構を開発した。
- (2) ロータリーシリンダを用いることで, ワーク整列部機構確立の目処がついた。
- (3) 前回の共同研究では二次元画像処理で欠陥を検出していたが, 精度を上げるために三次元形状を測定して欠陥を判別するよう改良した。

参考文献

- 1) 大野宏ほか, ” 画像処理を利用した鑄鉄品の外観検査の自動化についての研究”, 工業技術総合研究報告書, No.38, 2009, p56-61
- 2) 中村薫ほか, ” KINECT for Windows SDK プログラミング”, 秀和システム, p6,41,46

力覚モニター付バフ研磨機の開発

中部 昇* 五十嵐 晃* 小林 豊* 坂井 朋之*
長谷川 博** 長谷川 聡** 佐藤 高幸** 高島 伸之**

Development of Buffing Machine with a Force Feedback Function

NAKABE Noboru*, IKARASHI Akira*, KOBAYASHI Yutaka*, SAKAI Tomoyuki*
HASEGAWA Hiroshi**, HASEGAWA Satoshi**, SATO Takayuki** and TAKASHIMA Nobuyuki**

抄 録

バフ研磨作業において作業者がワークを押し付ける力とその際にバフとの間に発生する摩擦力をリアルタイムに計測、作業者にフィードバックすることが可能なバフ研磨機を開発した。まず、研究用試作機を開発することにより、研磨時において主軸に作用する荷重を計測する軸受機構およびモータの電流変化を基にした軸トルク推定手法を確立し、実験によりこれらの妥当性を確認した。これらの結果を基に、研磨現場で実証試験を行う実証用試作機を製作した。

1. 緒 言

バフ研磨作業は図1に示すように高速回転する布製の円盤（バフ）に工作物（ワーク）を接触させて鏡面などに研磨する作業であり、現在大量生産向けに機械化は進んでいるものの、大型、複雑形状のワークでは未だ職人による手作業に依存している。近年、研磨職人の高齢化に伴い熟練技能の伝承が急がれており、県内でも燕市磨き屋一番館での後継者育成活動などが知られている。研磨作業者はワークをムラなく均一に研磨するために、バフに押し付ける際の力加減を微妙に調整し、さらにその感覚の変化から両者の摩擦状態を読み取ることで研磨剤の投入タイミングを計るなど、作業時における力覚は仕上がりに大きく影響する要素であるといえる。

工業技術総合研究所ではこれまでバフ研磨作業の伝承支援を目的として、作業時におけるバ

フの動かし方や力覚を計測する装置を開発し¹⁾、特に力覚において熟練者・非熟練者に差があることを明らかにした²⁾。この結果は外観から窺うことができない力覚情報を、指導する側・される側で共有することの難しさを表しており、力覚情報を可視化することは両者の情報共有を助け、より円滑な技術伝承の実現に有用である

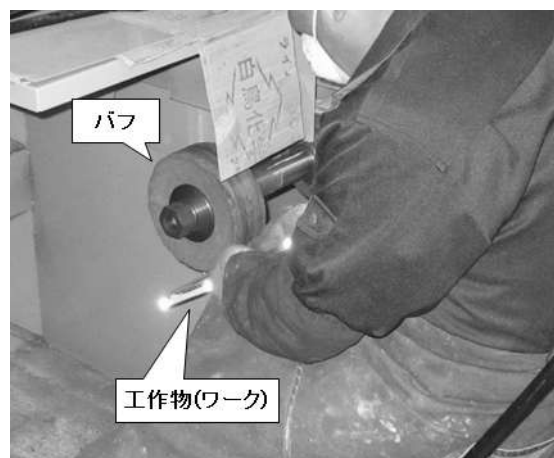
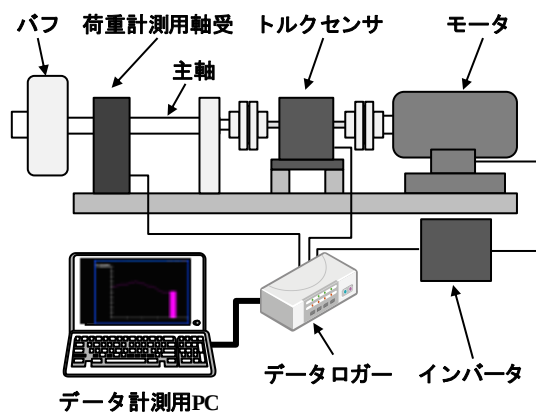


図1 バフ研磨作業

* 研究開発センター

** 株式会社ハセガワマシーナリ



(a) 装置概略



(b) 装置外観

図2 研究用試作機

と考えられる。また、生産管理の観点からも、例えば比較的大量の製品を複数の作業員で分担して加工する場合や、以前に他の作業員が行った作業を引き継ぐ場合などにおいて、作業時における力覚情報を作業員間で共有することは困難であり、仕上がり品のばらつきが問題になることも多い。

そこで、本研究では研磨時における作業員の力覚、すなわち作業員がワークを押し付ける力（以下押付力）とその時に発生するバフ／ワーク間の摩擦力をリアルタイムでモニター・表示可能なバフ研磨機を開発することを目的とした。

本研究ではまず力覚計測技術の確立を目的として研究用試作機を開発し、その結果を基に研磨現場で実証試験を行う実証用試作機を開発を行った。

2. 研究用試作機の開発

はじめに力覚計測技術の確立を目的として、図2に示す研究用試作機を開発した。以下、押付力および摩擦力計測手法について述べる。

2.1 押付力計測手法の開発

ワークの押付力を直接計測することは困難であることから、本研究では主軸を介して軸受に

作用する力（以下軸受荷重）を計測し、これから押付力を間接的に推定することとした。

軸受荷重の計測には専用の荷重計測用軸受を試作して用いた。本軸受は内部に変形部を設け、その変形を計測することで軸受に作用する荷重を計測することが可能である。なお、使用者がワークを押し付ける方向が一定でないことから、変形部は使用者に対して上下および前後方向に設け、両者の変形を計測することで任意の方向における荷重が測定できるようにした。

本手法の妥当性を議論するために、荷重計測用軸受を設置した研究用試作機を用いてバフ研磨作業を行い、押付力と軸受荷重を同時に測定してその関係を比較した。ここで、押付力は自

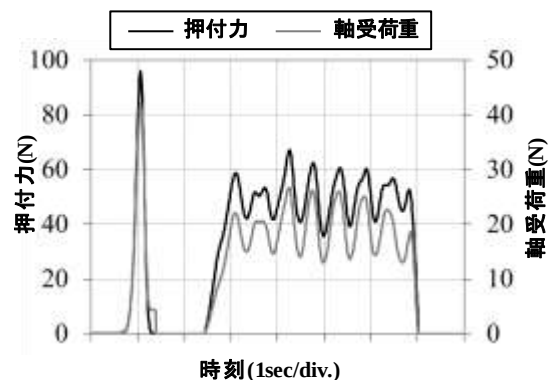


図3 押付力，軸受荷重の時系列変化

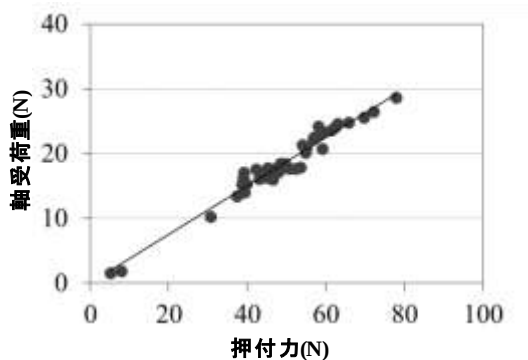


図4 軸受荷重－押付力の関係

作したロードセル内臓のワーク台を用いて測定した。

図3に研磨時における押付力と軸受荷重の時系列変化の一例を、図4に同時刻における両者の関係をプロットした結果をそれぞれ示す。両者の作用点が異なるため、荷重の絶対値は異なるが、両者の波形パターンやピークの発生時刻はほぼ一致しており、また高い相関を示していた。以上の結果から、軸受荷重により押付力の推定は可能であると判断された。

2.2 摩擦力計測手法の開発

バフ／ワーク間の摩擦力の測定は、モータの電流変化から軸トルクを計算し、これを基に推定することとした。モータの電流変化はインバータから出力される電圧信号（以下モータ電流）を計測した。研究用試作機を用いて研磨作業を行い、研磨時におけるモータ電流を、試作機に取り付けたトルクセンサの出力値（以下トルク）と同時に測定し、両者の関係を比較した。

図5にトルクとモータ電流の時系列変化の一例を示す。トルクの変化に対応してモータ電流は変化することが認められるが、その応答はトルク増加時・減少時ともに遅れる傾向がみられ、特に減少時において顕著であった。そのため、ピーク発生時刻についても遅れが認められた。その結果、図6に示すように両者の相関は低い

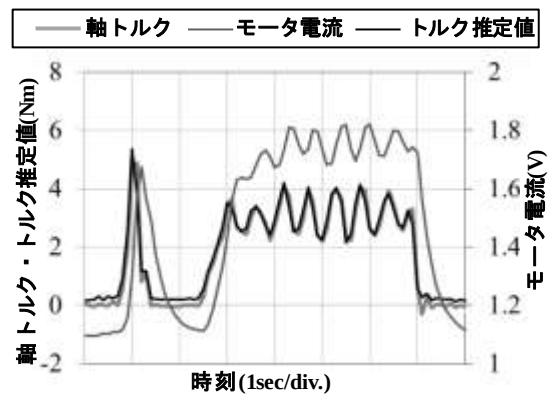


図5 軸トルク，モータ電流の時系列変化

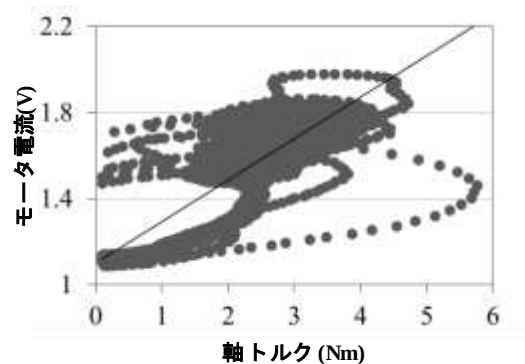


図6 モータ電流－軸トルクの関係

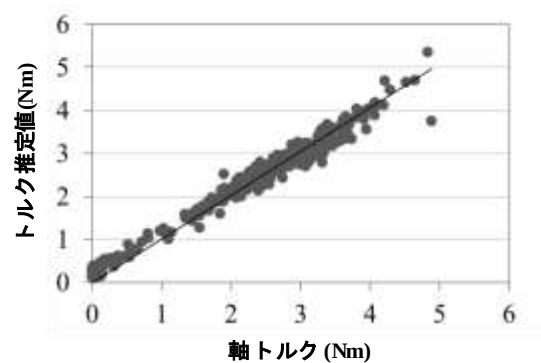


図7 トルク推定値－軸トルクの関係

ことから、モータ電流の線形変換によるトルク推定は困難であることが明らかとなった。

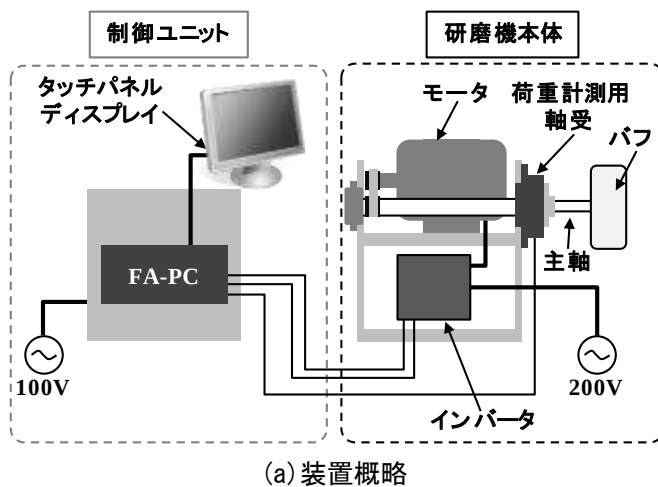


図8 開発した実証用試作機

以上の結果を踏まえ、本研究ではトルク推定に電流の応答遅れを考慮した補正を行うこととした。図5に併せて示したように、本手法によってモータ電流から推定したトルク（以下トルク推定値）は実測したトルクとよく対応しており、図7に示すように高い相関が得られた。

以上の結果より、本手法を適用することによってモータ電流からトルクを推定することが可能であった。

3. 実証用試作機の開発

研究用試作機で得られた知見を基に、研磨現場で使用可能な実証用試作機を開発した。

図8(a)および(b)に実証用試作機の概略と外観をそれぞれ示す。試作機は研磨機本体と制御ユニットから構成される。研磨機本体についてはモータとインバータ、主軸および荷重計測用軸受で構成され、主軸はタイミングベルト駆動とした。また、制御ユニットはデータ計測・処理を行う工業用PCと、使用者との入出力インタフェースとなるタッチパネル式液晶ディスプレイから構成される。研磨時において本体がセンシングした軸受荷重、モータ電流および主軸回転数の信号をリアルタイムで入力、処理して押付力、摩擦力を推定し、使用者へのフィード

バックを行う。なお、サンプリング周期は研磨動作を考慮して10Hzとした。

また、押付力、摩擦力のフィードバックについては、使用者が研磨作業をしながら、すなわちワークから目を離すことなく認識できることが重要であることから、これらの情報を直感的にフィードバックできる手法について検討した。使用者の視覚、聴覚、触覚に対するフィードバック手法を検討し、いくつかの方法を提案した。これらについては今後の実証試験においてそれぞれの有効性や問題点の検証を行っていく予定である。

4. 結 言

研磨時における作業者の力覚、すなわちワーク押付力とその時に発生するバフとの摩擦力をリアルタイムでモニター・表示可能なバフ研磨機の開発を行い、以下の結果を得た。

- (1) 開発した専用の荷重計測用軸受によって、ワーク押付力の推定が可能であることを確認した。
- (2) 応答遅れを補正したモータ電流による軸トルク推定手法を提案し、その妥当性を確認した。

- (3) 以上の結果を基に，研磨現場で実証試験が可能な実証用試作機を開発した。

参考文献

- 1) 五十嵐，中部，他，“ICTを活用した遠隔技能伝承アシストシステムに関する研究開発

（第2報）”，工業技術研究報告書，41，2012，p.22-30.

- 2) 中部，五十嵐，“バフ研磨作業における技能伝承支援システムに関する研究”，日本機械学会 SHD2011，2011，p.476-480.

新しいナノ切削装置によるソフトマターの表面構造解析技術の開発

永井 直人* 岡田 英樹* 櫻井 貴文*

A New Approach to Investigate Thin Surface Layers of Soft Matters

NAGAI Naoto*, OKADA Hideki* and SAKURAI Takafumi*

抄 録

新しいナノ切削装置によりポリマーなどのソフトマターの表面構造解析法を検討した。汎用表面構造解析法である ATR 法に比べて、より表面を詳細に解析できる可能性があることが分かった。また、切削のせん断応力による「フレックス状態」を解析することで分子間の相互作用解析ができる可能性があり、ポリカーボネートの疲労試験プロセスの解析に適用した。

1. 結 言

表面の硬さや薄膜の剥離強度を評価する手法としてSAICAS法が知られている¹⁾。本装置は表面を斜めに精密に切削できることから、表面の化学構造の深さ方向分析の前処理装置としても有効に利用できる²⁻⁴⁾。この分析は切削で得られた傾斜面を利用するものである。一方、切削片を分析することで新たな情報が得られる可能性がある。そこで、切削片をダイヤモンド切刃の上に載せ、切片をそのまま刃の上で分光分析を行うことに特化した装置「ナノキャッチャー (NC)」を開発して評価してきた⁵⁾。本装置により従来評価が困難であった情報が得られる可能性が出てきたので、検討を行った結果を報告する。

2. 評価方法

2.1 評価方法

本手法は、刃幅100 μm ほどのダイヤモンド切刃で検出感度1 mNのロードセルおよび1 nm精度の駆動ステージの切削システムを用いて、試料表面を削り、ダイヤモンド切刃の上にサンプルを載せ、ダイヤモンドの基材反射をバックグラウンドとして赤外反射スペクトルを得たり、直接切片のラマン散乱を測定することにより切削

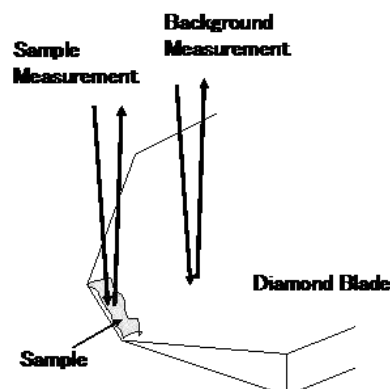


図1 NC法による切片の赤外分光分析の配置

切片の化学構造情報を取得するというものである(図1)。赤外においてはダイヤモンドの多重フォノン吸収(2200 cm^{-1} 付近)が気になるところであるが、この吸収の消衰係数は実際のところかなり小さい上にダイヤモンド切刃の先端にはテーパーがついているため、屈折率に依存した反射のみが現れ、この吸収は全く問題とならない。

一方、ラマン散乱においては1333 cm^{-1} 付近にダイヤモンドのフォノン散乱が強く現れるため、この周波数帯を避けて測定する必要がある。本報告では赤外分光分析の結果のみを示す。

本手法による分析ターゲットは二つある。赤外分光分析で表面分析の汎用テクニックとなっ

* 下越技術支援センター

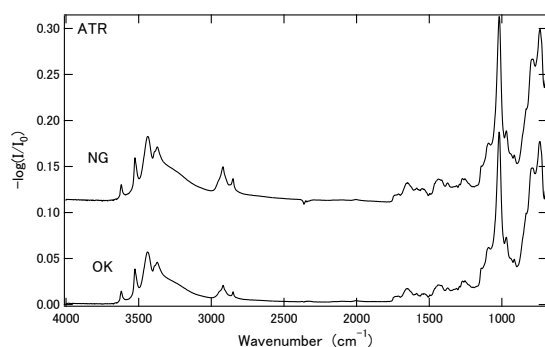


図2 紙の上のシミ部 (NG) と正常部 (OK) の顕微 ATR スペクトル

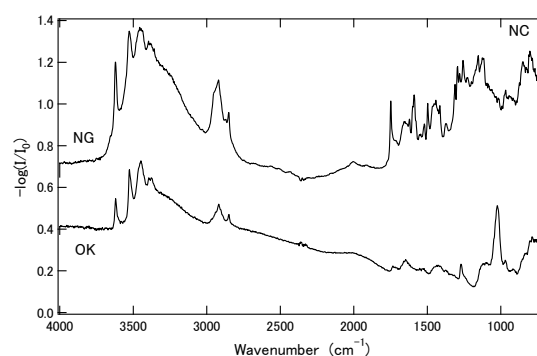


図3 紙の上のシミ部 (NG) と正常部 (OK) の NC スペクトル

ている全反射減衰法 (ATR法) でも評価困難である材料表面の劣化や変色の問題も多く存在しており、そのような問題に対応できる表面分析法なのかどうかという点である。もう一つは、切削すると被切削物の分子流動が起こるため、切削前の分子構造とは異なった状態となっているが、この流動後の構造を詳しく調べることによって、新たな情報が取得できないかという点にある。

2.2 評価サンプル

第1の可能性を探るために紙の上にシミが発生した実際のトラブルサンプルを用意した。第2の可能性を探るためにポリカーボネート (PC) サンプルを用いて、疲労試験による化学構造変化を調べた。サンプルの詳細および測定条件は参考文献⁶⁾を参照のこと。

3. 評価結果

3.1 表面異物分析

第1の可能性に関して紙の上のシミの分析例を示す。図2には顕微 ATR 法にて測定したシミなし部 (OK) とシミ部 (NG) の結果を示す。両者ともセルロースとタルクのシグナルが主成分でほとんど差異は認められない。図3には NC 法の測定結果を示した。シミ部からは色素と思われるシグナル、それもどのようなタイプの色素か判定できるレベルでシグナルが得られており、本手法の明確な効果が見える。

3.2 分子構造解析

第2の可能性については原理的なところから検討する必要がある。切削の場合には試料表面に付与される力学的な効果としては引っ張りや圧縮とは根本的に異なるせん断応力が強く付与されるという特徴がある。せん断応力による分子鎖の動きは熔融状態では種々のアプローチがあるが、ガラス状態のような固体の場合は明らかとなっていない。Robertsonはせん断応力による分子鎖のコンフォメーションの変化を1966年に分子内相互作用の観点から理論展開した⁷⁾。その後、Argonが分子間相互作用も考慮してモデルを立てた⁸⁾。実験的には引っ張り試験によるデータを解析することで、せん断応力成分の効果を考察する試みが行われてきたが、分子の伸びによる影響が大きくせん断による効果を直

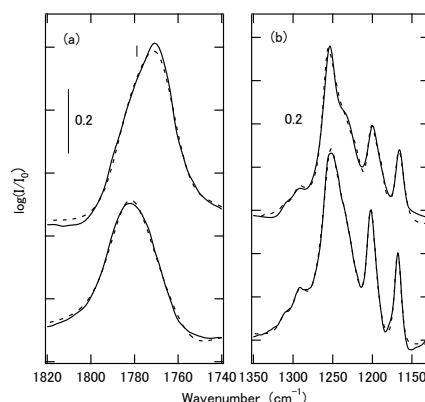


図4 PCの疲労試験前(下)と疲労試験破壊時(上)の NC スペクトル

接観察することは困難な状況が続いていた。

一方、図4に示したようにPCの未処理試料と3点曲げの疲労試験で割れが入ったサンプルをNC法で測定するとカルボニル領域およびエーテル領域のスペクトルが顕著に異なる結果が得られる。カルボニル領域に関してはコンフォメーションの違いが反映されていることが判明していることから、これらの結果は、せん断応力によって流動した状態はもともとのガラス状態のPCに起こっている構造変化と関係があることを示唆している。しかしながら、これらの試料表面をそのままATR測定しても違いを見出すことはできない。Robertsonはこのようなせん断応力によって転移した構造を「フレックス状態」と呼んでおり、疲労破壊前後の「フレックス状態」に違いがあることが推定されることになる。このフレックス状態を概念的に示したものが図5である。本来、PCの安定構造は非晶のtrans-transコンフォメーションであるが、せん断応力が加えられるとコンフォメーションがポテンシャルエネルギーの高い結晶性のtrans-trans構造やcis-trans構造に転移し準安定的に固定されたものと考えられる。分子周りの相互作用や環境を反映して転移する構造やその割合が変化することはであり、逆に、このような「フレックス状態」を評価してやることにより本来の分子鎖がどのような相互作用ポテンシャル環境にあったかを想定することができ、新規材料開発に生かせるのではないかと考えられる。そこで、まずはPC樹脂の疲労劣化メカニズムの解析をターゲット

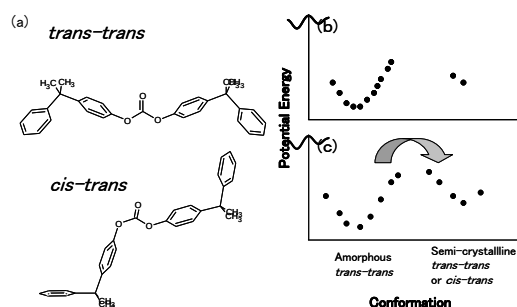


図5 PCのコンフォメーションの構造(a)とフレックス状態を説明するポテンシャルモデル図(b),(c)

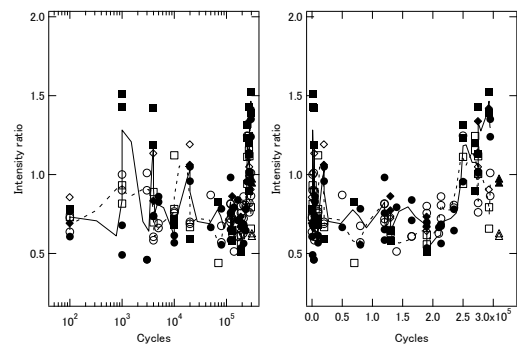


図6 PCのコンフォメーションパラメータの疲労サイクル依存性(黒:結晶性trans-trans, 白:cis-trans)

ットとした。

本測定と解析では疲労劣化メカニズムを解析する際にいくつか問題点が考えられる。ひとつには赤外反射スペクトルで評価しているため、反射ピーク固有のスペクトル歪が結果に重畳していること、切削条件の再現性のある切り方を検討する必要があること、疲労劣化試料を評価している間に回復が起こるのではないかという点、本法で行った評価結果が素性の分かっているサンプルに適用した際に、その素性を反映した結果が得られるかのバリデーションが行われているかなどの検討が必要である。これらの問題に対してある程度検討を行い参考文献⁶⁾にまとめている。

反射歪を避けて試料固有の情報を引き出すために誘電関数によるスペクトルシミュレーションを行っている。図4の点線は計算によって得たスペクトルであり、スペクトルをできるだけ再現することで得られた誘電関数の構造パラメータを疲労サイクルとともにプロットすることで疲労プロセスを解析できる。

振動子の誘電関数は通常はガウス・ローレンツ型で解析するが、本報でもコンフォメーションを反映しているカルボニル領域はガウス型で解析した。一方、エーテル領域はいくつかの光学的な現象が含まれており、空孔に関する情報も得ることができる関数形を選択したが、ここでは詳細を省略する。

図6には非晶性trans-transコンフォメーションに対する結晶性trans-trans構造の相対強度(黒い

マーカー)と非晶性trans-transコンフォメーションに対するcis-trans構造の相対強度(白いマーカー)の疲労試験サイクル依存性をプロットした結果を示した。三角マーカーは長時間高温熱処理で結晶化を進めたPCの解析結果である。他の形状マーカーは異なるいくつかのサンプルで実験した結果である。疲労試験の初期を拡大するために対数スケールで表示したもの(左図)と疲労試験の後期を拡大するためにリニアスケールで表示したもの(右図)を示した。この結果から数万回の間でこれらのパラメータが大きく変動する傾向があり、その後20万回サイクル帯までは非晶trans-trans構造が主体となり変動の少ないサイクル帯が現れる。そして最後にこれらのパラメータが急激に増加するサイクル帯が現れる。最後のサイクル帯では、結晶性trans-transは亀裂がサンプリングポイントに到達しても増加傾向にあるが、cis-transは亀裂がサンプリングポイントに近づくで減少をはじめる。このように、疲労サイクルとともに「フレックス状態」はおおむね3つに分けられる構造変化を示すと考えられる。赤外分光は官能基サイズレベルの局所構造を見る手法である(そのため、通常のATR法ではその差は検出されない)が、疲労サイクルで分子鎖の周辺の相互作用様式が変化していくため「フレックス状態」で差異が現れてきているものと考えられる。Argonはこのような空間領域をshear activation volumeと呼んでいる⁸⁾。

このようなコンフォメーションパラメータの変化から想定される構造変化を図7に示す。もともとポリマーの分子鎖は分子内および分子間の相互作用、あるいは絡み合いのもと準安定構造にあると考えられるが、疲労試験の力学ストレスが付与されると、絡み合いがほどけたり相互作用が変動して、「フレックス状態」は種々のコンフォメーションを刻々変化させる。次第に分子鎖の絡み合いがほどけてくると、分子鎖の相互作用が弱く均一化して安定な非晶trans-transコンフォメーションをとるようになり、最後のクラックが入り破断していく過程で、分子鎖が並び結晶化するとともに空孔が増加していくものと考えられる。なお、絡み合いには物理的に分子鎖が相互貫入す「物理的絡み合い」と、

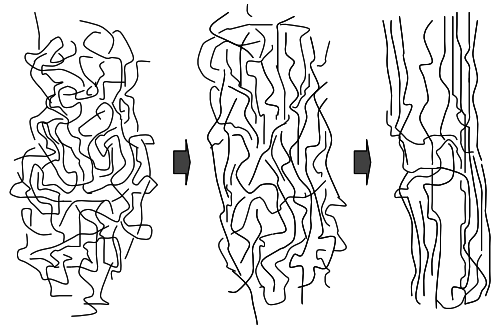


図7 PCの疲労サイクル試験で想定される「フレックス状態」の構造変化

極性をもった双極子部分や分子鎖がかなり近づいてvan der Waals力で相互作用する「凝集絡み合い」が考えられるが、ここでの「絡み合い」は特に両者を区別していない。

以上より、これまで不明であったガラス樹脂の分子鎖間の相互作用に関する知見が得られる可能性が出てきたことと、反対に、マクロの力学特性などがこのようなミドルレンジの相互作用領域で支配されている可能性が示されたものと考えられる。

本手法は一般にポリマー全般に適用できるものであり、今後は、成型条件による性能の違い、アニールやエイジングなどの熱処理の意味や、ポリマーアロイの分散性・添加剤の効果などを分子レベルで解明できていくのではないかとと思われる。

4. 結 言

- (1) 新たに開発したナノ切削装置で汎用表面分析手法であるATR法では検出が難しい表面の問題に対して、構造情報が取得できる可能性がある。
- (2) 切削によるせん断応力で「フレックス状態」を発現させ、分子内・分子間相互作用に関する情報を取得できる可能性がある。

参考文献

- 1) 西山逸雄, 永井直人, “劣化ポリカーボネート樹脂の強度および組成の深さ方向分析”, マテリアルライフ学会誌, Vol. 15(2003), pp.66-68.

- 2) N. Nagai, "Depth profile analysis of infrared spectroscopy", *ANALYTICAL SCIENCE*, vol.17 supplement(2001), pp. i671-673.
- 3) N. Nagai, T. Imai, K. Terada, H. Seki, H. Okumura, H. Fujino, T. Yamamoto, I. Nishiyama, A. Hatta, "Depth Profile analysis of Ion-implanted Photoresist by Infrared Spectroscopy", *Surf. Interface Anal.* Vol.34(2002), pp.545-551.
- 4) N. Nagai, H. Okumura, T. Imai, I. Nishiyama, "Depth profile analysis of the photochemical degradation of polycarbonate by infrared spectroscopy", *Polymer Degradation and Stability*, Vol.81(2003), pp. 491-496.
- 5) N. Nagai, I. Nishiyama, Y. Kishima, K. Iida, K. Mori, "Infrared Surface Analysis Using a Newly Developed Thin-Sample Preparation System", *Applied Spectroscopy*, Vol. 63(2009), pp.66-72.
- 6) N. Nagai, I. Nishiyama, H. Shimada, H. Ito, K. Endo, "A New Approach to Investigate Thin Surface Layers of Polymers: Fatigue Analysis of Polycarbonate", *Applied Spectroscopy*, Vol.67(2013), pp.420-432.
- 7) R.E. Robertson, "Theory for the Plasticity of Glassy Polymers", *J. Chem. Phys.*, Vol.44(1966), pp.3950-3956.
- 8) A. S. Argon, "A Theory for the Low-Temperature Plastic Deformation of Glassy Polymers", *Philos. Mag.*, Vol. 28(1974), pp. 839-865.

汎用クロム系ステンレス鋼の窒素吸収処理に関する研究

三浦 一真* 林 成実**

Study on Nitrogen-absorption Process of General Chrome-based Stainless Steel

MIURA Kazuma* and HAYASHI Narumi**

抄 録

特殊な添加元素を含まない汎用ステンレス鋼のひとつである Fe-16~18mass%Cr（以後、Fe-16Cr）の窒素吸収処理に関する研究を行った。素材を窒素雰囲気・高温で処理することで、窒素(N)を添加する。Fe-16mass%Cr に N を添加すると表面部から窒素が吸収されて相変態し、硬い窒素吸収層（改質層）を形成する。この層の厚さは処理温度・時間と相関がある。この層を X 線回折により解析したところ、オーステナイト相とマルテンサイト相の 2 相から成り、窒素含有率は 0.6wt%前後であった。塩化第二鉄腐食試験を実施したところ、耐食性はオーステナイト系ステンレス鋼である Fe-18Cr-8Ni に匹敵することを確認した。

1. 緒 言

ステンレス鋼は耐食性を向上させる目的でクロム(Cr)又はCrとニッケル(Ni)を合金させた合金鋼で、一般にはCr含有量が約11mass%（以後mass%を省略）以上の鋼をいい、主としてその組織によって、マルテンサイト系、フェライト系、オーステナイト系、オーステナイト・フェライト系（二相ステンレス）および析出硬化系の五つに分類される。

鉄(Fe) 以外はCr が必須合金元素でJIS において100種類程度のステンレス鋼種が規定されている。ステンレス鋼は厨房器具・台所用品・ガス・石油器具などに代表される家庭用、ビルの内外装パネル・サッシ類や大規模展示場・空港の屋根等の建材，一般機械，産業機械，化学・食品プラント，車両・自動車の排気系・エンジン部品などの輸送機器，電気機器など多方面の分野で用いられ，先端分野，腐食環境製品を中心に要求される特性が厳しくなっている¹⁾。

ステンレス鋼は従来からオーステナイト系を

中心に希少金属であるNi，モリブデン(Mo)を含んだ鋼種が多く存在する。さらに，最近では耐食性，加工性，溶接性などの改善を目的にCrの含有量を高めたり，ニオブ(Nb)，チタン (Ti)をはじめとする希少金属を微量添加した鋼種が数多く開発されている。ところが，これらの希少金属は耐用年数の短いものが多く，産出地域が偏在化しており，価格も変動しやすい。

ステンレス鋼は2006～2007年にかけて，Niの高騰によるオーステナイト系の価格上昇と鋼材不足を招き，代替鋼種として，18Cr以上の高Cr系のフェライト系ステンレス鋼が数種開発された²⁾。

このような状況のもと，我々は高 Cr のフェライト系ステンレス鋼に窒素吸収することにより，オーステナイト化することで耐食性をはじめとする優れた特性が得られることに着目し，当初 Fe-24Cr-2Mo（研究開発材）の素材に窒素を 1%強吸収させてオーステナイト相へ変態させ，既存のオーステナイト系ステンレス鋼と同等以上の特性を有する Ni を含まない Ni フリーステンレス鋼の研究開発を行ってきた^{3), 4)}。

* 中越技術支援センター

** 研究開発センター

さらに、誘導加熱と真空ガス置換による窒素吸収処理技術を開発し、Fe-24Cr-2Mo の類似組成で市場に流通している素材である SUS445J1 相当鋼種の窒素吸収処理ステンレス鋼の開発に成功し、数例の製品試作を行うとともに、事業展開を図っているところである⁵⁾。

本研究では、流通量が多く、価格も安定な汎用ステンレス鋼の付加価値を高めることを目的に汎用鋼種への窒素吸収処理を試み、その適用可能性について、昨年度より基礎研究を開始し、マルテンサイト系ステンレス鋼である Fe-13Cr-0.3C については実用化の目途をつけた⁶⁾。フェライト系ステンレス鋼 Fe-16Cr については継続研究中である。目標は窒素吸収処理による完全オーステナイト化であるが、現状では完全オーステナイト化を得ることは難しく、短時間処理により表面に薄い窒素処理層を施す研究を併用して行っている。

本報告では現在までに得られている研究結果と実用化へ向けての課題について述べる。

2. 実験方法

2.1 窒素吸収処理

窒素吸収処理に用いた素材はフェライト系ステンレスの汎用鋼種で SUS430 に相当する Fe-16Cr であり、化学組成を表 1 に示す。特性改善を目的としたレアメタルなどの微量添加元素を含んでいない。

窒素吸収処理は誘導加熱方式の真空ガス置換機構付加熱装置（SK メディカル電子（株）製、MD-1700D）で行った。装置外観を図 1 に示す。なお、一部加圧処理は企業所有の真空熱処理設備にて行った。処理可能なサンプルの大きさは 50×50mm、厚さ 0.8mm の板材である。処理手順は、脱脂・洗浄した板材サンプルを炉内に設置後、真空排気によるガス置換を行い、窒素ガス充填後、大気圧窒素雰囲気にて加熱を開始した。所定の加熱温度に到達後、一定時間保持し、加熱終了後は窒素ガスで冷却した。

処理条件は 850℃、30min で焼鈍を行った後、

1150℃まで昇温し、一定時間保持後、直ちに急冷した。

処理終了後は、金属顕微鏡やX線マイクロアナライザー(EPMA)による断面組織観察やマイクロビッカース硬度測定を行った。また、波長分散型蛍光X線分析装置（S8 TIGER 4kW、フブルカー・エイエックスエス（株）製）を用い、素材に含まれる窒素の定量分析を行った。さらに、グロー放電発光分析装置（以下、GD-OES、（株）堀場製作所製）を用いて、処理材の表面近傍の元素分析を試みた。

2.2 耐食性評価方法

耐食性の評価は昨年是一定の速度で電位をあげ、食孔が発生した時の孔食電位を測定する試験（JIS G 0577『ステンレス鋼の孔食電位測定方法』に準拠）を行った。この試験は試験時に補湯面を研磨するため、表層のみ処理する今回の試験には不向きであり、今回は浸漬試験の塩化第二鉄腐食試験により評価した。

塩化第二鉄腐食試験は素材を幅 20mm、長さ 30mm の板状試験片に加工し、JIS G 0578 に準拠した方法により行った。試験は、表面積・質量とも測定した試験片を塩化第二鉄水溶液に 24h 浸漬し、試験前後の質量変化を測定する方

表 1 処理に用いた素材の化学組成 (wt.%)

鋼 種	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
Fe-16Cr	0.05	0.27	0.14	0.023	0.003	16.14	0.03

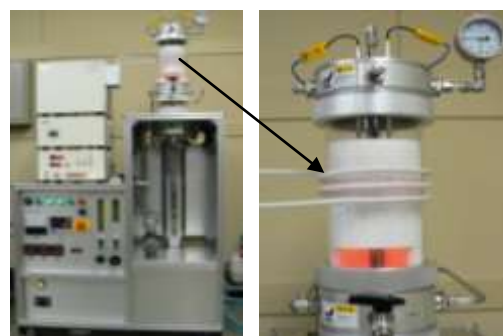


図 1 真空ガス置換機構付加熱装置



図2 塩化第二鉄腐食試験の様子

法で行った。塩化第二鉄腐食試験水溶液は、0.05 mol/l の HCl 水溶液に $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を溶解することにより調製した 6% $\text{FeCl}_3 \cdot \text{HCl}$ 水溶液を用い、試験温度は 50℃で行い、試験片は図 2 に示すように樹脂性の 3 点ホルダーの上に寄せ、サンプル全体をビーカー内に浸漬し保持した。

3. 結果と考察

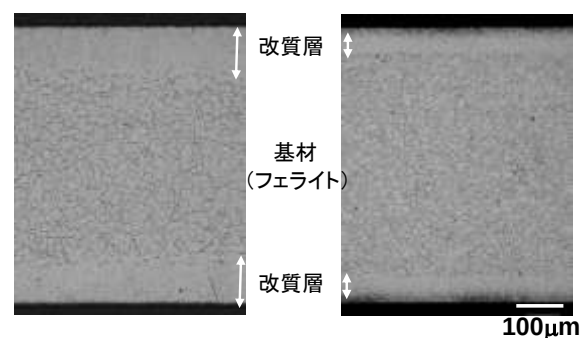
3.1 窒素吸収処理後の金属組織観察

図 3 は Fe-16Fr フェライト系ステンレス鋼に 1150℃で窒素吸収処理後の断面金属組織を示す。(A)は処理時間が 10min、右側は処理時間が 1min と短時間で処理した結果を示す。組織写真には表面付近に改質層が観察され、それ以外はエッチングにより結晶粒界が観察された。

粒界が見られる部分はもともとのフェライト組織でありこの部分の硬さを測定したところ 250HV であった。一方、表面付近の改質層の硬さは 550~600HV と基材に比べると非常に硬い。図 3 (A) サンプルの改質層の窒素濃度を表面から蛍光 X 線分析装置で測定したところ、窒素が 0.65wt%検出された。改質層の表面から深さ方向の元素を分析する目的でグロー放電発光分光分析を行った。図 4 は図 3 (B) のサンプルについて最表面から 0.1μm までの GD-OES 深さ方向の各元素のプロファイルを示す。各元素とも最表面近傍で高い濃度を示している。これは表面汚染層、酸化皮膜に由来するものと考えられ、酸素濃度プロファイルより数 nm の酸化皮膜が形成されている。なお、0.01μm を境に O, C は急激に濃度は下がっている。Cr はもともとの素材の組成である 16%前後を示す。窒素は

0.6~0.8%であり、これは先の蛍光 X 線定量分析で得られた値に匹敵する。したがって、表面に形成された改質層は窒素を 0.6wt%含んだ層であると考えられる。

この窒素を含んだ改質層の厚さは窒素吸収温度・処理時間と相関があり、データベース化することができる。図 3 で示すように処理時間が 10min の場合、その厚さは 100μm (120μm) , 1min では 50μm 強 (60μm) の改質層が形成される。図 5 は処理時間と形成される窒素を含む



(A):1150℃、10min (B):1150℃、1min

図3 窒素処理後の金属組織

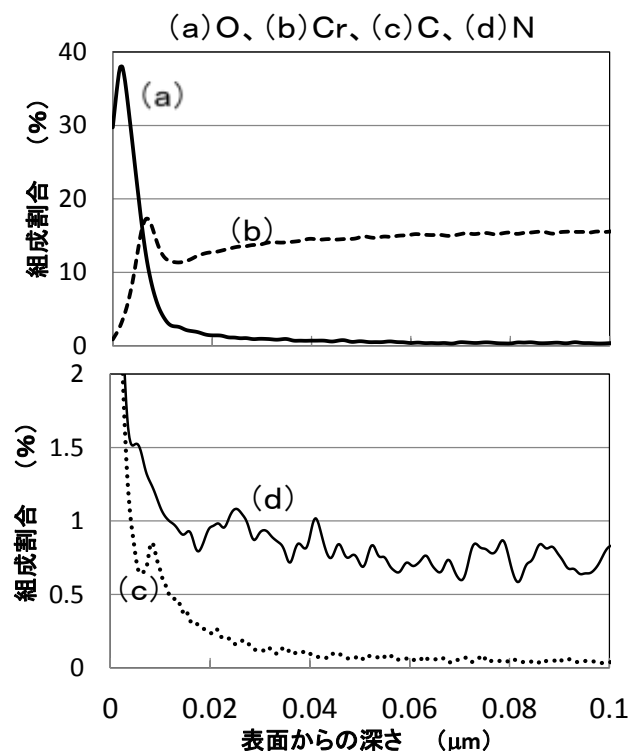


図4 1150℃、1min 処理後の最表面から深さ方向の GD-OES 分析結果

改質層厚さとの関係を示す。処理時間が120min(2h)で改質層厚さは400 μm となる。これは0.8mmの板厚の1/2にあたり、2hの処理でほぼすべてが改質層になったことを示す。

3.2 塩化第二鉄腐食試験結果

図6に試験温度50 $^{\circ}\text{C}$ で24h行った塩化第二鉄腐食試験結果および試験終了後のサンプル(20 $\times$ 30mm、板厚0.8mm)外観を示す。横軸は鋼種である。図の縦軸は単位面積・時間あたりの腐食減量に示す。横軸は各種ステンレス鋼種であり、430Nは窒素吸収処理を行ったサンプルであり、処理条件は1150 $^{\circ}\text{C}$ 、1minである。処理前のFe-16Cr(SUS430)の腐食減量の値は大

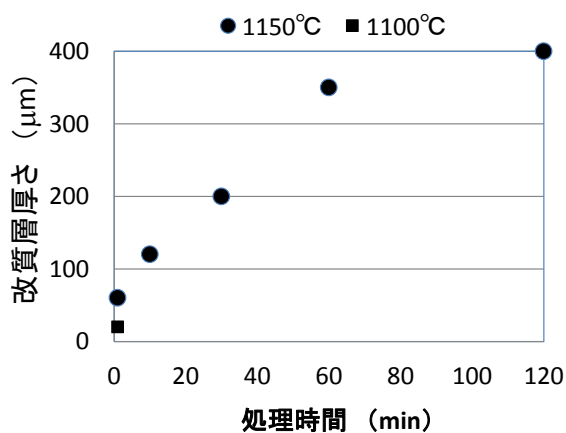


図5 処理時間と改質層厚さとの関係

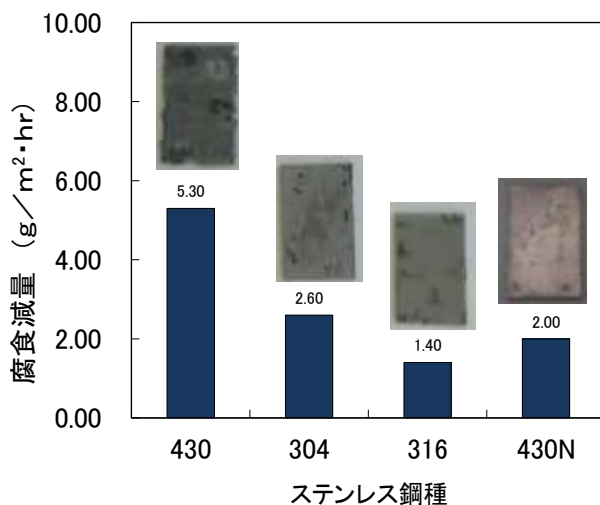


図6 塩化第二鉄腐食試験結果と試験後のサンプル外観

きい。それに対して、短時間ではあるものの、窒素吸収処理を行ったサンプルの腐食量は未処理に比べて大幅に低くなり、オーステナイト系ステンレス鋼であるSUS304とSUS316との中間の耐食性を示した。

3.3 引張強さ測定結果

図7に(a)未処理材と(b)1150 $^{\circ}\text{C}$ で1min処理後の引張試験後の破断面写真と引張強さを示す。(a)は引張強さが400MPaでディンプル状の延性破面を示すのに対して、短時間処理の(b)は引張強さは750MPaと未処理の1.8倍の高い値を示したが、脆性破面を呈し、伸びも未処理が20%を超えたのに対して、窒素処理材は5%以内で破断した。

3.4 実用化のための技術課題

図8はFe-16Cr-0.1C-NでCrとCの組成を固定し、縦軸に温度、横軸に窒素組成割合をとった垂直断面状態図であり、温度とN組成でいろいろな相に変化する。塗りつぶし部分は γ 相(オーステナイト相)が単独であり、この温度範囲とN組成範囲で囲まれる部分はオーステナイト相が安定に存在する。Fe-16Cr-Cは窒素成分にもよるが、900 $^{\circ}\text{C}$ から1400 $^{\circ}\text{C}$ で幅広くオ

(A): 未処理材(SUS430) (B) 1150 $^{\circ}\text{C}$ 、1min処理

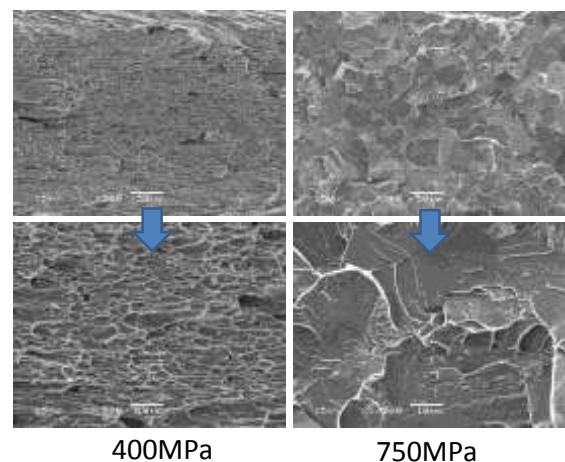


図7 引張試験後のサンプル破断 SEM 写真

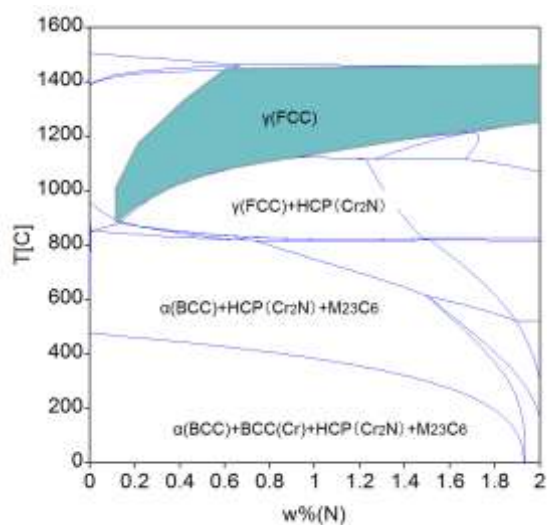


図8 Fe-16Cr-0.1C-Nの
垂直断面計算状態図

ーステナイト相が安定である。窒素が吸収される改質層のN含有率は0.6~0.7%であったことから処理温度1150℃の時はオーステナイト相であると考ええる。室温まで徐冷するとフェライト+窒化物+炭化物の金属相となる。室温まで急冷すればオーステナイト相を維持する可能性がある。そこで、X線回折により窒素吸収処理後に形成された改質層に形成される金属相を調査し、既存のステンレス鋼と比較検討した結果を図9に示す。(a)はFe-16Crに1150℃で10minの窒素吸収処理を施したサンプルの回折パターンを示す。この処理では改質層厚さが100μmを超えているため、改質層のみの回折パターンと考える。(b)は比較のために示す処理前のFe-16Crのパターンでありこれはフェライト相の回折パターンと完全に一致する。(c)はオーステナイト系ステンレス鋼であるFe-18Cr-12Ni(SUS316)材のX線回折パターンで、これについてはオーステナイト相の回折パターンと完全に一致する。

改質層(a)ではオーステナイト相の回折パターンは比較的強く出ているが、一方でフェライトの回折角に近い部分の回折角が45°と85°付近のところで強いピークがややブロード状に出ており、これは2つのパターンが存在するこ

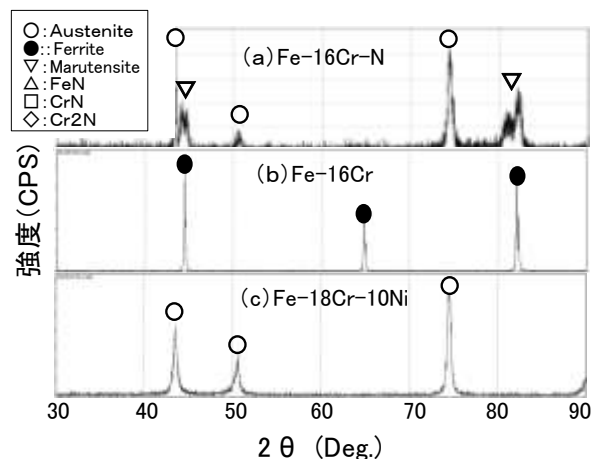


図9 窒素吸収処理材および各種ステンレス鋼のX線回折パターン

とを示している。この2カ所の回折角部分にはマルテンサイトの標準回折ピークが二つずつ存在する部分であり、このことからマルテンサイト相の回折パターンである。したがって、改質層はオーステナイト相とマルテンサイト相の2相からなっているものと考ええる。改質層には硬いマルテンサイト相を含むためにビッカース硬さが高くなっているものと推察される。改質層について断面サンプルをより詳しく調査した結果を図10に示す。これは断面サンプルをArスパッタして観察面をエッチング後、EPMAで観察・分析を行った結果を示す。これより、改質層は2相に分かれ、表面側には介在物と思われる微細組織が全域に分散している。なお、この介在物を含む(a)を分析したところ、窒素が3%弱検出された。したがって、この介在物は窒化物を含んでいると考える。マトリクスである(b)は窒素が検出されていないが1%以下の濃度である可能性はある。したがって、引張試験で低い伸びで脆性破断したのは最表面の窒素濃化部分が基点になっている可能性がある。

20Crを超える高Cr系にステンレス鋼は窒素吸収処理によりCr-Ni系ステンレス鋼と同じオーステナイト組織に相変態することが知られている。Fe-16Crについてもオーステナイト組織

への変化を期待したが、一部マルテンサイト変態を起こしていることがわかった。室温より高い温度で Ms 点（マルテンサイト変態開始温度）が存在するものとする。一般に Cr や Mo は C や N 同様、Ms 点を下げる金属であり、Cr 濃度が低い場合や Mo が添加されていない汎用鋼種では Ms 点は結果的に上がったと考える。窒素吸収処理に関する研究は Fe-13Cr のマルテンサイト系ステンレス鋼は一部行われているが、多くは 20%以上である高 Cr 系であり、窒素吸収後の金属組織は耐食性等の特性に優れているオーステナイト組織である⁷⁻¹⁰⁾。

一方、Cr が 20%以下の窒素吸収に関する研究報告例は少ない。Fe-16Cr 系（SUS5430）では、加圧雰囲気で窒素吸収を行った研究報告例がある¹⁰⁾⁻¹²⁾。この場合、オーステナイト単相組織を得るための窒素添加量は約 0.4%以上であるが、窒素含有量が低いと冷却中に一部マルテンサイトに変態する。オーステナイト単相組織を得るためには約 0.7%以上の窒素量が必要との報告例がある¹²⁾。本研究の窒素を含む改質層における N 量は 0.6~0.7%であることから、本研究の場合では窒素添加量を上げるか MS 点を下げる元素である C を添加するなどプロセスの改良が必要となる。完全オーステナイト化については今後研究を継続する予定である。図 11 に窒素雰囲気 2 気圧に加圧して 1150℃、4h 窒素吸収処理したサンプルの金属組織と X 線回折パターンを示す。組織を見ると一部オーステナイトに類似した組織が確認された。X 線回折ではよりオーステナイトのパターンが強く出ている。ただし、加圧処理は量産性が低く、炉の維持管理が難しいため、今後は大気圧でのプロセス開発を研究する。

なお、耐食性は高 Cr ステンレス鋼を窒素吸収して得られるオーステナイト組織よりは劣るもの窒素吸収処理前からは大幅に改善されることが明らかになった。本研究で得た改質層は、最終形状に加工後、窒素吸収するのが有効であるが、コストの上昇を抑えるためには量産技術

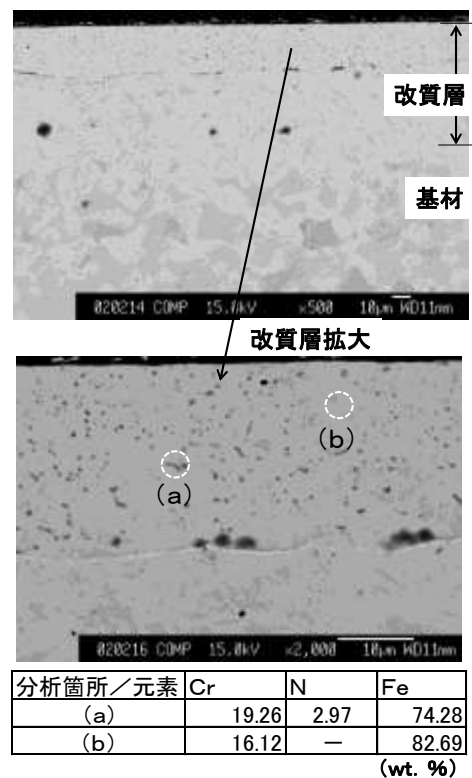


図 10 1150℃、1min 処理サンプルの改質層の組成像並びに EPMA 分析結果

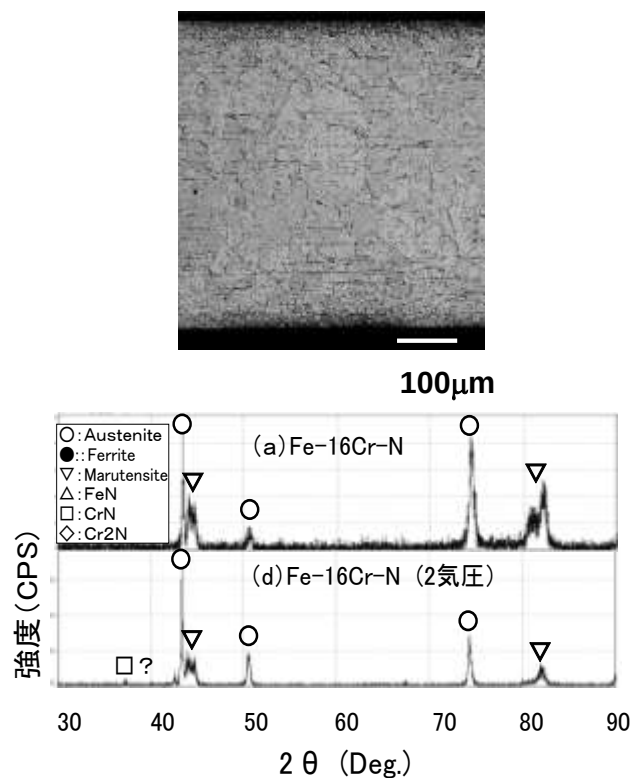


図 11 窒素雰囲気 2 気圧で処理後の断面金属組織及び X 線回折パターン

の確立が必要で、そのためには板材などの一次加工品に窒素吸収処理を施してから成形加工するのがより効果的である。今後は Fe-16Cr について、加工が可能な窒素吸収板材の開発研究を行い、SUS304 代替材としての実用化を目指す。

4. 結 言

- (1) Fe-16Cr に窒素吸収処理を行うと、表面から素材組織と異なる改質層が形成される。この層に 0.6~0.7wt.% の窒素が吸収される。硬度は約 500-550HV で、素材の硬度 200HV に比べると硬い。塩化第二鉄腐食試験を行ったところ、Cr-Ni 系のオーステナイト系ステンレス鋼に匹敵する耐食性が得られ、処理前に比べ、耐食性は大幅に向上することがわかった。
- (2) Fe-16Cr で得られた改質層は 20Cr を超える高 Cr 系の処理で得られるオーステナイト単相とは異なり、マルテンサイト相を含む 2 相からなる。したがって、冷却過程で一部マルテンサイト変態が起こるものと考ええる。
- (3) 窒素は C, Mo, CrFe-16C とともに Ms 点を下げる。Fe-16Cr の場合は Cr が低く、Mo を含まないため、Ms 点が下がらず一部マルテンサイト変態が起こったものと考えられる。今後も窒素吸収処理プロセスの研究を継続し、SUS304 の代替材の開発を目指す。

参考文献

- 1) 根本力夫, “ステンレス鋼の選び方・使い方とトラブル対策”, (株) 情報技術センター主催講演資料, 2007, p.8-21.
- 2) 三浦一真, “ニッケルフリーステンレス鋼の特性と開発動向”, プレス技術, Vol.45, No.15, 2007, p.37-41.
- 3) 黒田大介, 岡村一伯, 中村晃規, 大澤康暁, 三浦一真, 白木原香織, “冷間圧延した Fe-24Cr-2Mo-1.2N の機械的性質”, Journal of JACT, Vol.14, No.3, 2009, p.29-34.
- 4) 三浦一真, 小林泰則, 内藤隆之, “窒素吸収素ステンレス鋼の開発”, 新潟県工業技術総合研究所研究報告書, No.38, 2009, p.39-44.
- 5) 三浦一真, “窒素含有ニッケルフリーステンレス鋼の実用化研究”, 新潟県工業技術総合研究所研究報告書, No.39, 2010, p.33-40.
- 6) 三浦一真, 林成実, “窒素含有汎用クロム系ステンレス鋼の実用化研究”, 新潟県工業技術総合研究所研究報告書, No.41, 2012, p.14-21.
- 7) 遅沢浩一郎, 小林裕, “窒素鋼の耐食特性ー特にステンレス鋼に関してー”, 窒素が拓く鋼の新しい展開とその利用 (190 回西山記念講座), 2006, p.73-91.
- 8) 馬場晴雄, 片田康行, 木村秀夫, “オーステナイト系ステンレス鋼のすきま腐食と再不動態化に及ぼす窒素の影響”, 日本金属学会誌, Vol.71, No.7, 2007, p.570-577.
- 9) 八代仁, “窒素鋼の耐食性に関する課題と今後の指針”, CAMP-ISIJ, Vol.22, 2009, p.1130-1133.
- 10) Hajime, M. and Shinsuke, K., “Solution Nitriding Treatment of Fe-Cr-Alloys under Pressurized Nitrogen Gas”, ISIJ International, vol.47, No.3 (2007), pp.479-485.
- 11) 栗花信介, 光井啓, “ニッケルフリー高耐食ステンレス材の開発”, 平成 17 年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 2006, p.48-50.
- 12) 福島県ハイテクプラザ, “窒素固溶によるステンレス鋼の高機能化に関する研究開発”, 平成 20 年度福島県ハイテクプラザ研究報告書 (公募型新事業プロジェクト), 2009, p.1-35.

セルロースを効率よく分解する触媒組成の探索（第2報） —触媒反応効率の簡易な定量的評価—

笠原 勝次* 渡邊 亮*

Research for Composition of Catalyst for Catalytic Thermal Decomposition of Cellulosic Materials (II)
—Simplified Quantitative Assessment for Reaction Efficiency of Catalysis—

KASAHARA Katsuji* and WATANABE Ryo*

抄 録

筆者らは昨年度、「セルロースを効率よく分解する触媒組成の探索¹⁾」として、セルロースの迅速熱分解法にある種の金属塩を適用することにより、10数種類におよぶ分解生成物がフルフラール(Furfural)単一の生成物になることを報告した。今回、筆者らは基質のセルロース材料に適用する触媒量と、反応温度を適宜調整することにより、Furfuralへの変換が完了せず、熱分解物との混合物になる条件を検討し、前回報告したZnCl₂に加えて、ZnSO₄およびFeCl₃を触媒として用いた時のセルロースからFurfuralへの変換効率を比較した。

1. 緒 言

セルロースを主体とする木質バイオマスの熱分解によって得られる「バイオオイル」は石油など化石資源に代わる代替資源として期待されており、燃料などエネルギー資源のみならず、化成品原料としての期待も大きい。「バイオオイル」を得る手段としては、「迅速熱分解法」(Fast Pyrolysis)が検討されている²⁾が、微量生成物を含む十数種類以上の複雑な生成物系と、それら生成物間の反応や物性の多様性により、品質が安定せず、このことが普及を滞らせる一因となっている。この点では、従来より一部普及している「バイオエタノール」や「バイオディーゼル燃料」のほうが優位性があるかもしれない。だが、このことは、逆にいえば、「バイオオイル」からは多様な化成品が得られる可能性を含んでいるということでもあり、生成物から有用な物質のみを分離して取り出したり、選択的な反応を行わせることで、目的物質を高純

度を得ることができれば、従来、化石資源から複雑な工程を経て得られていた化成品を単純なプロセスで得られるようになるかもしれないということでもある。

木質バイオマスから得られる「バイオオイル」から、単一の物質を作り出す試みとしては、「迅速熱分解法」の分解条件をコントロールすることで行う方法もあるが、これは、プラントを新造するごとに、新たに条件探索を行う必要があり、非常に煩雑といえる。一方、「迅速熱分解法」に触媒、または反応助剤を加えて行うことで生成物の組成を制御する方法がある。こちらは、熱分解を促進する触媒、目的物質へ変換する触媒などを目的に合わせて適宜選択することで、目的の生成物を効率よく得られる可能性がある。

そこで、筆者らは、昨年度「セルロースを効率よく分解する触媒組成の探索」を行い、いくつかの金属塩がセルロースからFurfuralを選択的に生成するという知見を得た¹⁾が、基質セルロースに対する触媒添加量や反応温度などの反

* 下越技術支援センター

応条件の検討が不十分であるため、活性があるかどうかを確認するのみにとどまった。今回、筆者らは、「セルロースを効率よく分解する触媒組成の探索」にて活性があることを確認した ZnCl_2 について、反応条件を検討し、いくつかのその他の触媒の反応効率を定量的に評価することを試みた。また、簡易に実験室スケールの実験装置で試作実験を行い、反応効率の評価を行ったので報告する。

2. 実験

2.1 熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置による触媒の反応効率測定試験

2.1.1 機器および測定条件

・ダブルショットパイロライザ - (フロンティア・ラボ (株) 製) 搭載 熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置 (py-GC/MS) : JMS-AMII50 型ガスクロマトグラフ質量分析装置 (日本電子 (株) 製)

・熱分解条件

熱分解炉温度 : 300°C

インターフェース温度 : 300°C

・ガスクロマトグラフ (GC) 条件

インレット温度 : 280°C

キャリアガス : He を用いた。また、熱分解炉の流量を $85\text{ml}/\text{min}$ とし、GC のインレットで 1/50 にスプリットし、カラムの流量を $1.7\text{ml}/\text{min}$ とした。

カラム : アジレント・テクノロジー (株) 製 溶融シリカキャピラリーカラム HP-5 (微極性, 固定相 crosslinked 5% Phenyl Methyl Siloxane, length=30m, ID=0.25mm, Film Thickness=0.25 μm)

カラム温度 : 測定開始後 40°C で 3 分間保持後, $10^\circ\text{C}/\text{min}$ で 280°C まで昇温後, 3 分間保持して, 終了とした。

検出部の質量分析装置は 70eV の電子衝撃イオン化イオン源を用いた四重極型質量分析装置である。

2.1.2 試料および触媒

試料は、触媒機能の評価ということで、組成を単純化するため、籾殻や木粉などの天然材料ではなくて、リグニンを含まない、セルロース

純度の高いものとして、分析用濾紙 (東洋濾紙 (株) 製 ADVANTEC 定性濾紙 No. 1) を用いた。なお、試料は約 0.5mg の細片に裁断して用いた。触媒は、 ZnCl_2 (和光純薬工業 (株) 製 試薬特級 ZnCl_2) , ZnSO_4 (和光純薬工業 (株) 製 試薬特級 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) および FeCl_3 (和光純薬工業 (株) 製 試薬特級 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) をそれぞれ無水塩換算で 1wt% の濃度の水溶液を調製して、熱分解直前に $5\mu\text{l}$ を試料 0.5mg に浸透させて用いた (触媒添加量 : 試料重量に対して 10wt%) 。

2.2 ビーカースケールでの試作実験

2.2.1 試料

試料は大判分析用濾紙 (東洋濾紙 (株) 製 ADVANTEC 定性濾紙 No. 1) を用いた。また、試料は事務用シュレッダー (明光商会 (株) 製 MS-F2 型 : クロスカット方式 細断寸法 $4.0\text{mm} \times 25.0\text{mm}$) を用いて細断し、触媒は ZnCl_2 を無水塩換算で 10wt% の濃度の水溶液に調製して、 5ml を試料 5g に浸透させて用いた。

2.2.2 試作実験装置の検討

触媒性能の評価は py-GC/MS を中心に行ったが、py-GC/MS では、気化した成分の評価しかできず、測定に使用する試料が約 1mg と微量であるため、残った Char (コゲ状炭化物) などの固形成分については、目視で有無を確認する程度しかできない。そのため、反応前後のトータルの収支を確認するためにも、試作実験との比較を行う必要があった。

そのため、試作実験を行うための実験装置をいくつか検討した。

2.2.2.1 開放系還流留去式試作実験装置 (以下装置 I)

試作実験を簡易に行う装置として、図 1 に示すように、ステンレス製セパラブルフラスコを反応容器として、パイレックスガラス製還流管を取り付け、さらに、揮発した生成物を留去

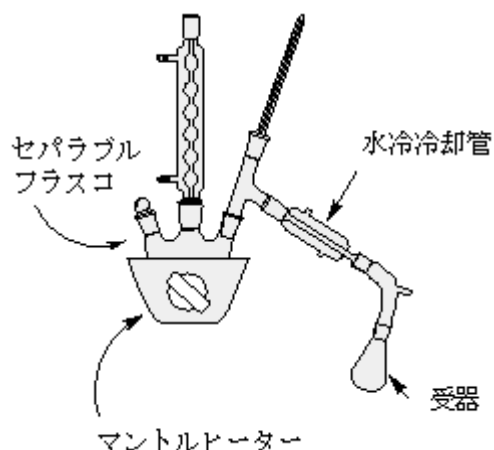


図 1 開放系還流留去式実験装置（装置 I）

し、水冷管付側管を経て反応系からとりだして先端に取り付けたナスフラスコに回収する装置を実験装置とした。反応は 300℃で 1 時間行った。

2.2.2.2 不活性ガス雰囲気下開放系還流留去式実験装置（装置 II）による試作実験

前項の装置は開放系であり、反応雰囲気は大気であったが、大気中の酸素による生成物の酸化分解の影響を排除するため、不活性ガス（アルゴンガス）を吹き込むように装置を改造し、反応系を不活性ガス雰囲気にして試作実験を行った。

装置は基本的には装置 I のとおりであるが、新たに、セパラルフラスコの蓋部にシリコーンチューブをつなぎ、アルゴンガス吹込み口を設けたものである。

反応は 2.2.2.1 と同様に 300℃で 1 時間行い、アルゴンガスの吹き込みは 5ℓ/min で 15 分間系内を置換した後、反応時間を通して 5ℓ/min でガスを吹き込み続けた。

2.2.2.3 密閉型試作実験装置（装置 III）による試作実験

密閉型実験装置として、オートクレーブ（耐圧硝子工業（株）製 TAS-065 型反応装置 パイレックスガラス製内筒使用）を用いて、試作実験を行った。反応容器内が 100℃になるまで、

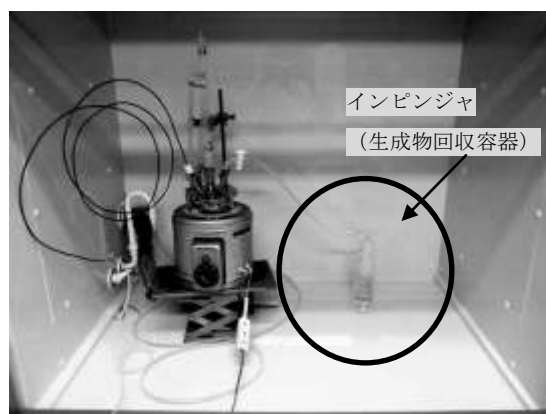


図 2 改良型不活性ガス吹込み式開放系還流留去式実験装置（装置 IV）

排気バルブを開放し、触媒を溶解して添加するのに用いた水が蒸発して発生した水蒸気で反応系内の空気を置換した後、排気バルブを閉じて、最終的に反応温度 300℃で 1 時間反応を行った。なお、この時反応容器内圧力は最大 70kgf/cm² であった。

2.2.2.4 改良型不活性ガス雰囲気下開放系還流留去式実験装置（装置 IV）による試作実験

2.2.2.2 項で検討した装置 II において、生成物の回収効率を向上させるため、生成物を含む蒸気を水冷管で冷却・回収する方式に代えて超純水 50ml を吸収液として使用するインピンジャを回収装置として使用する方式を採用した（図 2）。

3. 結果と考察

3.1 熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置による触媒の反応効率測定試験

まず、比較のために、原料の濾紙の熱分解物のガスクロマトグラム（パイログラム）を取得し（図 3）、セルロースの熱分解物を特定した。その結果、単糖の無水生成物であるレボグルコサンをはじめ、いくつかの単糖の脱水生成物、および、各種アルデヒド、ケトンなどが生成することが確認できた。

参考までに、Nist98 ライブラリからの検索で各ピークの質量スペクトルから簡易にピークを

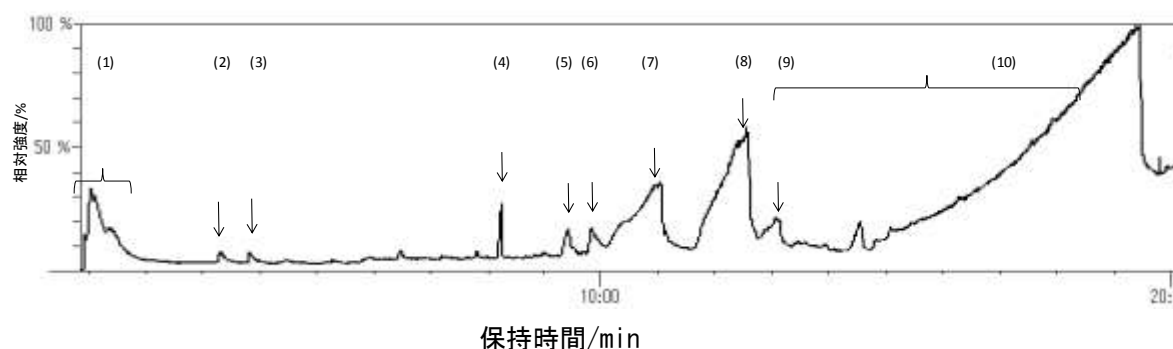


図 3 濾紙のパイログラムの例

表 1 濾紙のパイログラム（図 3）の各ピークの
帰属

ピーク No.	推定される物質名
(1)	H ₂ O, CO ₂ , Acetaldehyde etc.
(2)	2,5-cyclohexadiene-1,4-dione etc.
(3)	Furfural
(4)	Dihydro-3-methylene-2(3H)-furanone
(5)	Heptanal etc.
(6)	1,4:3,6-dianhydro- α -glucopyranose
(7)	Tridecanone
(8)	Tetradecanol etc.
(9)	1-O-Methyl-D-fructose
(10)	Levogluconan, α -Glucopyranose etc.

帰属した結果を表 1 に示す。

なお、検索結果の類似度(SI:Similarity Index)が 600 以上のものを採用した（数字が大きいほど、質量スペクトルが似ている）。

表 1 の生成物のうち、(2)から(9)までの生成物は前報で実施したような 600℃以上（前報では 700℃）の迅速熱分解条件では、全く見られないか、あっても痕跡程度の極微量生成物であ

る。

触媒として、ZnCl₂を原料濾紙に対して 60%という高濃度で迅速熱分解条件で使用した場合、生成物のほとんどが Furfural に変換され、その他の生成物が得られないことは前報¹⁾で報告したとおりであるが、今回、ZnCl₂の濃度を試料に対して 10%まで低減して、反応温度を迅速熱分解条件である 600℃以上から、300℃まで落として熱分解することで、Furfural 以外の反応生成物のピークが確認できるレベルまで増大することを確認した。また、迅速熱分解条件で反応した場合、触媒添加量にかかわらず Char 状の固形残渣は確認できなかったが、300℃での反応では、触媒組成によっては Char 状の黒色固形残渣が残ることを確認した。図 4 に ZnCl₂を触媒として使用した時のパイログラムを示す。なお、このパイログラムについては、保持時間 2 分以前に触媒の添加に用いた水が巨大なピークを形成するので、水のピークを故意

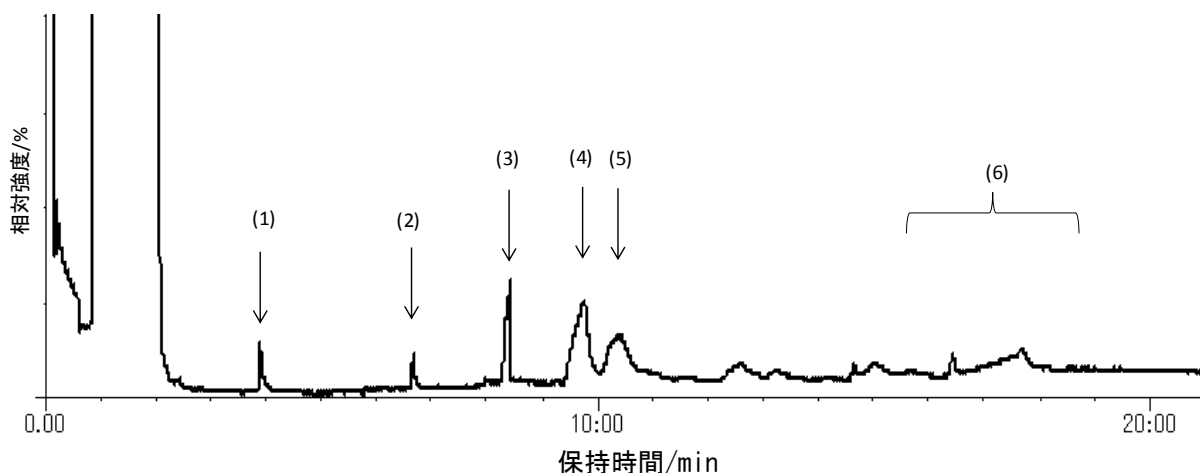


図 4 ZnCl₂を触媒として使用した時のパイログラム

表2 ZnCl₂を触媒として使用した時のパイログラム(図4)の各ピークの帰属

ピークNo.	推定される物質
(1)	Furfural
(2)	Pentanal
(3)	Dihydro-3-methylene-2(3H)-furanone
(4)	Heptanal etc.
(5)	1,4:3,6-Dianhydro- α -glucopyranose
(6)	Levogluconan, α -Glucopyranose etc.

に振り切らせてパイログラムを拡大している。

また、これについても、参考までに Nist98 ライブラリからの検索で各ピークをそれぞれの質量スペクトルから簡易に帰属した結果を表2に示す(これも、SIが600以上のものを採用した)。

ピーク(1)よりも早い保持時間で確認できる巨大なピークは大部分が触媒を添加するために用いた水であり、その他にCO₂などの低沸点生成物などを含む。また、触媒を用いた場合も、(2)から(5)までに低温熱分解に特有と思われる生成物が見られているが、前報¹⁾で行ったような迅速熱分解条件での反応ではほとんど見られなくなる生成物であるため、本報では、これらの生成物について議論しないこととし、前報¹⁾でも扱った Furfural と Levogluconan について定量的評価を行うこととした(表3)。

触媒として ZnSO₄を加えたのは、ZnCl₂は濃厚水溶液では均一な水溶液として得られるが、希釈の程度によっては容易に水酸化物の沈殿を生じ、不均一な白濁液となってしまうことから、実用上の濃度管理を考慮すると、広い濃度範囲で安定なものを検討する必要があると考えた。

表3 各触媒の生成物の比較

触媒	クロマトグラムのピーク面積比/%	
	Furfural	levoglucosane
Control	0.16	13.55
ZnCl ₂	3.17	13.50
ZnSO ₄	1.70	26.70
FeCl ₃	0.77	47.97

めである。

FeCl₃については、文献調査の結果、古くからインクとして使われている没食子酸鉄が Fe²⁺ および Fe³⁺ イオンの触媒作用によって紙の分解を促進する^{3),4)}という記述を発見したことから、利用できるかどうかを確認するため追加した。

表3から Furfural の生成比を見ると ZnCl₂が最も多く、ZnSO₄は ZnCl₂の半分程度の変換能力があることがわかる。FeCl₃については Furfural への変換能力は ZnCl₂の1/4程度であるが、levoglucosanの生成能力は逆に4倍近く大きい。

実際、py-GC/MSによる分析時に熱分解後の試料容器を回収して観察すると、ZnCl₂および ZnSO₄を触媒として使用したもの、触媒を使用していないもの(control)では、Charが確認できたが、FeCl₃を触媒として用いたものでは Char は確認できなかったことから、FeCl₃は ZnCl₂よりも「Furfural への変換能力」には劣るが、「セルロースの熱分解」を促進する能力に優れていると考えられる。

熱分解プロセスによる Furfural の生成機構については、実は、まだ十分には解明されていないところが多い^{5),6)}が、Glucose, Levo-glucosane や 1,4:3,6-Dianhydro- α -D-glucopyranose など単糖およびそれらの脱水生成物からのさらなる脱水反応や脱カルボニル、脱炭酸を経て生成すると考えられている^{7),8)}ようである。したがって、Furfural を効率的に生成するには、Levogluconane を効率よく生成する必要があると考えられ、反応条件的には、迅速熱分解条件で ZnCl₂を用いるか、十分な反応温度が得られない場合には、FeCl₃を併用する必要があるかもしれない。

3.2 ビーカースケールでの試作実験

それぞれの試作実験について、反応後に反応容器内に残った固形物を秤量し、得られた固形物の重量と仕込んだ濾紙重量(5g)の差の仕込んだ濾紙重量に対する割合を濾紙分解率とした。

3.2.1 装置 I による試作実験

淡黄色の油状物 0.05g を得た。GC/MS により組成を確認したが、大部分が水で、微量の Heptanal を含むのみで、Furfural の存在を確認できなかった。濾紙分解率は 8.0%であり、反応容器中に未反応の濾紙と Char 状の炭化物が残った。

3.2.2 装置 II による試作実験

装置 I による試作実験では、微量の油状物が得られたが、Furfural の生成を確認できなかった。Furfural は空気中の酸素により、容易に酸化分解されるので、反応系内の酸素による酸化分解を受けたものと考え、酸素の影響を受けない不活性雰囲気置換する目的で、装置内に Ar ガスを吹き込み、反応を行った。前項の装置 I による分解時よりも、大量の黄色煙が発生したが、装置 I のものと異なり、液体生成物が得られなかった。一方、濾紙分解率は 21.8%であった。液体生成物が得られなかったのは、吹き込まれた Ar ガスにより生成物の蒸気分圧が下がり、水冷程度では凝集せず、回収できなかったものと考えられる。残留物は装置 I のものと同様に、未反応の濾紙と濾紙が部分的に炭化した Char であった。

3.2.3 装置 III による試作実験

装置 I および装置 II は、開放系でいったん揮発した生成物を冷却によって凝集し、回収する方式であったが、回収率が 10%に満たなかったため、生成物を気化させず、反応容器内にとどめておくことを考え、密閉系の反応装置として、オートクレーブによる反応を検討した。

濾紙分解率は 6.5%に留まったが、装置 I や II のものと異なり、ほとんど濾紙の繊維形状をとどめない、粉状の炭化物に液体が染み込んだ泥状物として得られた。静置して上清部分を回収し、残った固形物を清浄な濾紙で挟んで液体を吸い取り、風乾して秤量した。液体生成物は

0.5g が得られたが、GC/MS により組成を確認したところ、ほとんどが水であり、Furfural の生成を確認できなかった。反応系内の水が蒸発して生成する水蒸気で反応雰囲気置換しようと試みたが、置換が不完全だったために、残留した酸素による酸化分解が起こった可能性がある。また、反応速度論的平衡状態を考えれば、反応系内から Furfural や水などの生成物を留去することで、セルロースから Furfural への変換反応が進むとも考えられ、セルロースの接触熱分解反応には、密閉系は適さないのかもしれない。

3.2.4 装置 IV による試作実験

装置 II による試作実験の時と同様に、大量の黄色煙が発生している様子が観察された。反応容器内に残った固形残留物は 1.92g であったので、濾紙分解率は 61.7%であった。インピンジャ内には茶褐色の水溶液と黄褐色のペースト状水不溶物が回収された。そこで、水溶液に食塩を飽和するまで溶解し、酢酸エチルで抽出した。黄褐色のペースト状水不溶物はほとんど酢酸エチルに溶解し、水溶液部分は淡褐色でほぼ透明になって、淡黄色の酢酸エチル溶液が得られた。得られた酢酸エチル抽出物は無水硫酸ナトリウムで一晩乾燥し、窒素ガスを吹き付けて濃縮した、GC/MS で組成を確認して酢酸エチルのほかに水と Furfural のみを含むことを確認したので、さらに窒素を吹き付けて酢酸エチルと水を除き、得られた淡黄色の液体を秤量した。1.35g が回収された。GC/MS で組成を確認したところ、GC 面積比で Furfural 99.8%であった。次に、物質収支を計算すると、回収された固形物重量は 1.92g であったため、反応で失われた濾紙重量は 3.09g であった。ここで、Furfural : glucose の分子量比は 96.08 : 180.16 であるから、変換効率が 100%であれば、理論収量は $3.09 \times (96.08/180.16) = 1.65\text{g}$ である。回収された液体生成物の重量が 1.35g であることから、収率はほぼ 82.3%であった。100%に満たなかった分は吸収液として用いた超純水に溶解されたもの

が、酢酸エチルによる抽出操作で回収できなかったものと考えられる。

4. 結 言

- (1) ZnSO_4 は ZnCl_2 よりも濃度管理が容易と思われるが、セルロースから、Furfural への変換効率が ZnCl_2 の 1/2 程度であった。
- (2) FeCl_3 を触媒として用いると、Furfural 生成の直接の基質と考えられる Levoglucosane の生成量が触媒を用いないときや触媒として同じ対セルロース重量比の ZnCl_2 を用いたときの 4 倍近くまで増大した。一方で、Furfural への変換効率は 1/4 程度であった。
- (3) 反応温度 300℃程度では、単糖の開環生成物である低分子量のアルデヒドやケトンのような Furfural 生成に直接つながらない物質の生成が増大するので、通常の迅速熱分解法と同様の 600℃以上での反応が望ましい。
- (4) 密閉系での反応では、生成物が反応系（反応容器）内から除去されないために反応が進まない可能性がある。開放系で生成物を留去しながら行う方法が望ましい。

参考文献

- 1) 笠原勝次ほか, “セルロースを効率よく分解する触媒組成の探索”, 新潟県工業技術総合研究所 工業技術研究報告書, No. 41, (2012), pp. 55-57.
- 2) Bridgwater, A. V., “Fast Pyrolysis of Biomass for Energy and Fuels,” in *Thermochemical Conversion of Biomass to Liquid Fuels and Chemicals*, M. Crocker, ed., RSC Publishing, (2010) pp.146-191.
- 3) Neevel, J. G., “Phytate: a Potential Conservation Agent for the Treatment of Ink Corrosion caused by Iron Gall Inks”, *Restaurator*, vol.16, Issue3, (1995) pp. 143-160.
- 4) Reissland, B., “Visible Progress of Paper Degradation caused by Iron Gall Inks”, *Postprint of the Iron Gall ink meeting*, September (2000) pp. 67-72.
- 5) Adam, J. etc., “Pyrolysis of Biomass in the presence of Al-MCM-41 Type Catalysts.” *Fuel*, vol. 84, Issue12-13, (2005) pp. 1494-1502.
- 6) Encinar, J. M. etc., “Pyrolysis/gasification of Agricultural Residues by Carbon Dioxide in the presence of Different Additives: Influence of Variables. *Fuel Processing Technology*,” vol. 55, Issue3, (1998) pp. 219-233.
- 7) Shafizadeh, F. & Lai, Y.Z., “Thermal Degradation of 1,6-Anhydro-β-D-Glucopyranose.” *J. Org. Chem.*, vol. 37, Issue2, (1972) pp. 278-284.
- 8) Shimada, N. etc., “Different Action of Alkali/Alkaline Earth Metal Chlorides on Cellulose Pyrolysis.” *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, vol. 81, Issue8, (2008) pp. 80-87.

II ノート

分光分析におけるイメージング測定と解析技術の研究

岡田 英樹* 天城 裕子* 永井 直人*

Measurement Techniques and Analytical Methods for Chemical Imaging by Spectroscopy

OKADA Hideki*, AMAKI Yuko* and NAGAI Naoto*

1. 緒 言

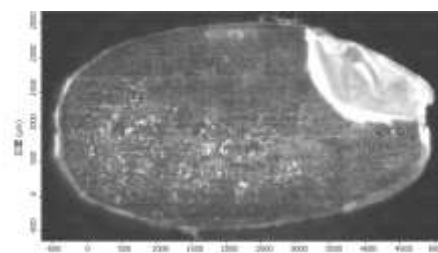
イメージングとは元素や物性など面内での分布を可視化する技術である。可視像と一致した情報が得られたり、可視像では判別できない違いなどを発見できるといったことから、様々な分析手法でイメージング測定は行われるようになってきている。近年、装置能力の向上によって、赤外分光分析やラマン分光分析といった分光分析の分野でもイメージング測定が普及してきている。こういった分析では、電子線マイクロアナリシスや蛍光 X 線分析で得られる元素情報ではなく、化学構造の情報が得られるため、異物や付着物、変色などの製造現場で発生する様々なトラブルの解決には欠かせないものとなっている。

そこで本研究では、昨年度導入した顕微赤外イメージングを使用し、得られるイメージングの測定方法やその解析技術について検討を行った。また、ラマン分光分析についても検討を行った。

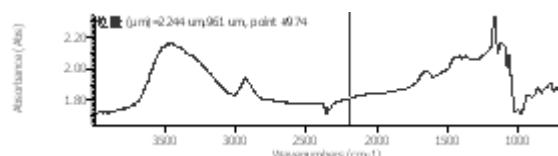
2. 実験方法と結果

2.1 使用装置

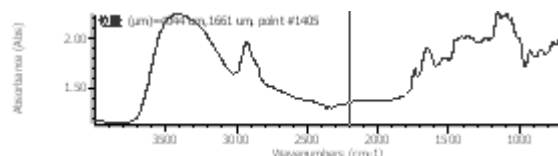
イメージング測定に使用した装置は、サーモフィッシャーサイエンティフィック（株）製の赤外イメージングシステム Nicolet iN10MX、日本日本分光（株）製レーザラマン分光光度計 NRS-3100 を用いた。



(a) 玄米断面の観察像



(b) 胚乳の赤外スペクトル



(c) 胚芽の赤外スペクトル

図1 玄米断面の観察像と赤外スペクトル

2.2 実験結果

多層フィルムや樹脂の劣化層などの工業材料や食品などのイメージング測定を行ったが、ここでは紙面の都合上、玄米の断面について、赤外分光分析によるイメージングとラマン分光分析によるイメージングを行った結果について示す。図1に玄米の断面の観察像と胚乳と胚芽の赤外スペクトルを示す。測定条件は表1のとおり。反射測定のため、一部スペクトルが歪んでいるが、胚乳、胚芽の測定部位の赤外スペクトルは異なっていることが分かった。そこで、1170、1560、1750 cm^{-1} のピークに着目し、それぞれピーク高さでイメージングを行った。その結果を図2に示す。1170 cm^{-1} は多糖（でんぷ

* 下越技術支援センター

表 1 測定条件

測定方法	反射法
分解能	8cm^{-1}
積算回数	16 回 (3.06 秒)
ピクセルサイズ	$100\mu\text{m}$
測定エリア	$5800\times 3300\mu\text{m}$
スペクトル数	2006
測定時間	102 分
Au ミラーをバックグラウンドにして測定	

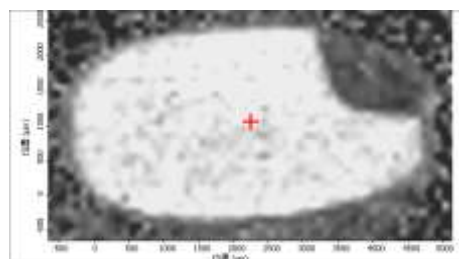
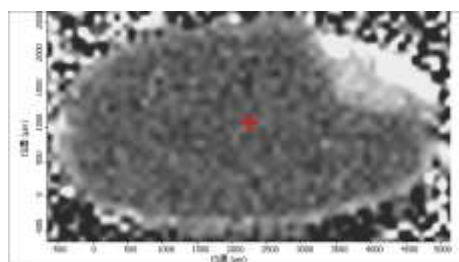
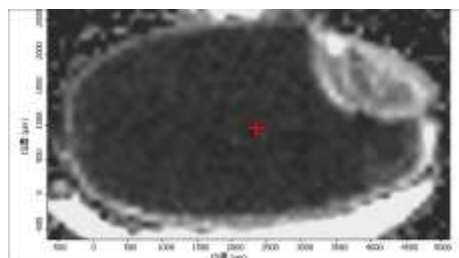
(a) 1170cm^{-1} のイメージング(b) 1560cm^{-1} のイメージング(c) 1750cm^{-1} のイメージング

図 2 玄米断面の赤外イメージング

ん), 1560cm^{-1} はアミド (タンパク質), 1750cm^{-1} はエステル (油脂) を示している。胚芽の部分にはタンパク質や油脂が多く, 油脂は表面付近に多いことが分かる。また, 胚芽の中でもタンパク質や油脂の分布があることも分かった。

同じサンプルをラマン分光分析によるイメージング測定を行った。図 3 に胚乳と胚芽, その

表 2 測定条件

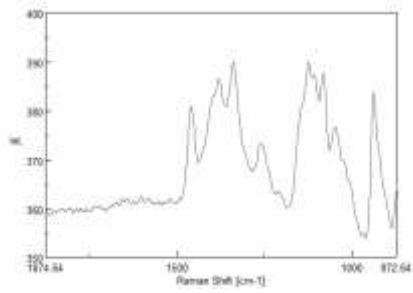
レーザ波長	532nm
露光時間	1 秒
積算回数	20 回
ピクセルサイズ	$100\mu\text{m}$
測定エリア	$5800\times 3200\mu\text{m}$
スペクトル数	1856
測定時間	619 分

境界のラマンスペクトルを示す。測定条件は表 2 のとおり。

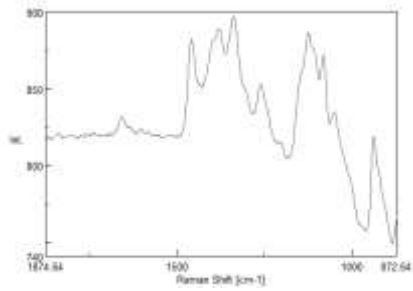
ラマン分光分析でも胚乳と胚芽のスペクトルが異なっており, 胚乳で見られるスペクトルはでんぷん, 胚芽で見られているスペクトルはカロテノイドのスペクトルと一致している。胚芽と胚乳の境界部分ではでんぷんのスペクトル以外に油脂やタンパク質に由来する 1660cm^{-1} 付近にピークがみられるが, 油脂の不飽和結合とタンパク質のアミド I のラマンシフトはほぼ同じ位置に出るため, 分離した解析が難しい。 940 , 1520 , 1660cm^{-1} のピークに着目し, それぞれピーク高さでイメージングを行った。その結果を図 4 に示す。 940cm^{-1} は多糖 (でんぷん), 1520cm^{-1} はカロテノイド, 1660cm^{-1} は油脂とタンパク質を示している。ラマンイメージングでも赤外イメージングとほぼ同じような像が得られているが, ラマンイメージングでは赤外イメージングでは確認できなかったカロテノイドの分布を知ることができている。ただ, カロテノイドの分布は見えてはいるものの, 胚芽の部分では蛍光が強く, その他の情報が得られにくい。油脂のカルボニル基の感度も赤外分光分析のほうが良いため, 油脂の分析するためには赤外を使用するほうが望ましい。

3. 結 言

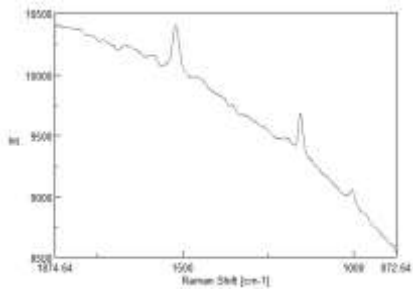
化学構造の情報が得られる赤外分光分析とラマン分光分析によるイメージング測定により, 製品や食品中の成分の分布状態を把握することができることがわかった。



(a) 胚乳のラマンスペクトル

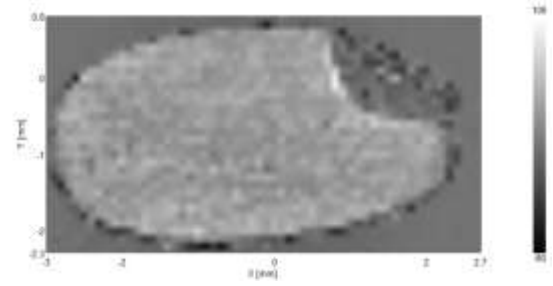


(b) 胚芽と胚乳の境界のラマンスペクトル

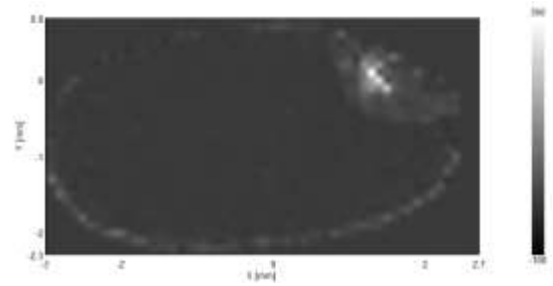


(c) 胚芽のラマンスペクトル

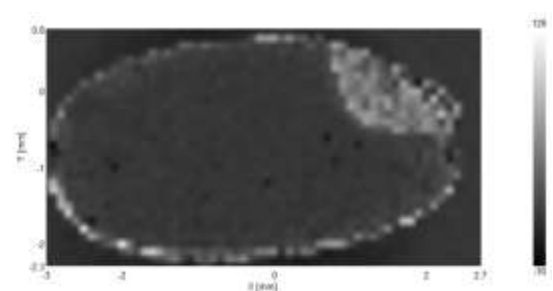
図3 玄米断面のラマンスペクトル



(a) 940cm^{-1} のイメージング



(b) 1520cm^{-1} のイメージング



(c) 1660cm^{-1} のイメージング

図4 玄米断面のラマンイメージング

ワイドレンジカメラを使用した 三次元形状測定装置の開発

大野 宏* 須藤 貴裕*

Development of Three-dimensional Shape Measuring System Using a Wide Range Camera

OHNO Hiroshi* and SUTOH Takahiro*

1. 緒 言

平成 22～23 年度の事業でニッパの刃付け作業の技能伝承を支援する装置を開発した。この装置は、ニッパの刃の表側の三次元形状を変位センサで測定し、作業者が刃付けをした部分の熟練度を数値にして表示する。作業者はこの値を参考にすることで技能を円滑に習得することができる。一方、県央地区の金属加工業では、製造した金属製品の三次元形状を現場で短時間に測定したいという要望がある。作業工具を製造している企業では、仕上げを人手で行っているが、その前行程では機械で加工しており、その精度測定に技能伝承支援装置を使えないか、との要望があった。

本研究では、レーザー光とワイドレンジカメラを使用し、金属製品の三次元形状を高速に測定する装置を開発した。市販のセンサと違いレーザー光の画像を直接処理できるため、市販のセンサでは測定が困難だった対象も測定可能となった。

2. 三次元形状測定

2.1 測定原理

ラインレーザーを測定対象に投影し、このラインが物体の表面形状に応じて変化した様子を観察すると、物体の断面形状が得られる。測定対象を少しずつ移動させながらこの測定を繰り返すと物体全体の三次元形状を得ることができる。この測定方法は光切断法と呼ばれており、

基本原理は三角測量に基づいている。図 1 の光学配置では、測定対象物体の上の点 P までの距離 Z は次式により与えられる。

$$Z = \frac{\tan \alpha \tan \beta}{\tan \alpha + \tan \beta} L$$

ここで、角度 α 、 β は図 1 のとおりであり、基線長は L として事前に決定されている。基線長が長い方が測定の精度は高くなる。

2.2 レーザーの位置計算

測定対象に投影されたラインをカメラで撮像すると、幅を持った帯状の光となる。この帯が狭いほど測定精度が高まるが、何らかの方法で帯の中心位置を求めなければならない。ここでは、帯の中心位置を求める方法について述べる。

均等拡散面にレーザーを照射した場合、図 2 (a) に示す画像が得られ、図 2 (b) に示すとおり左右対称の輝度分布となり、この中央が輝度のピークとなるため、これをレーザー位置と

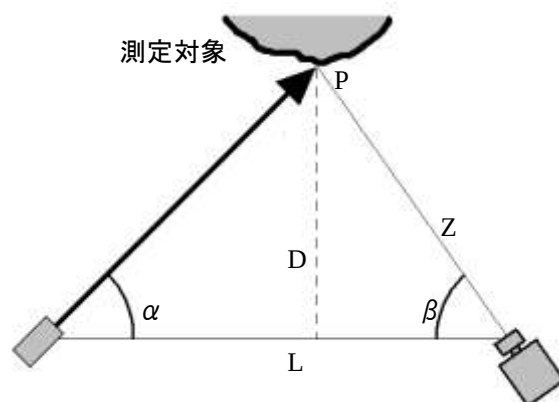


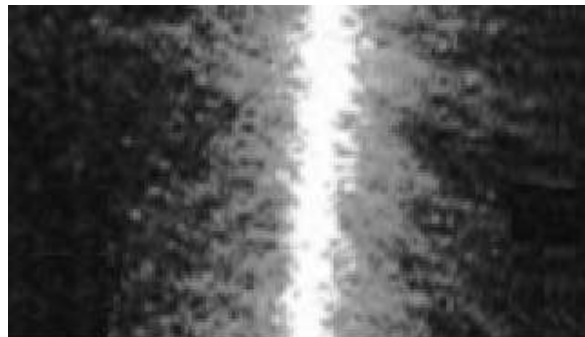
図 1 光切断法の基本原理

* 下越技術支援センター

する。しかし、実際の輝度分布は図 2 (c) に示すとおりに左右対称対にならず、また、ピークの頭がつぶれてしまうことが多い。そのため、左右の面積が同じになる直線を求め、この値をレーザーの中心位置とする。

2.3 ワイドレンジカメラ

レーザーは光が強いためダイナミックレンジが 60dB 程度の一般的な工業用カメラでは、光が滲んで幅が広がってしまう。一方、ダイナミックレンジが 120dB のワイドレンジカメラでは、工業用カメラにくらべてレーザー光の幅が狭く



(a) カメラ画像

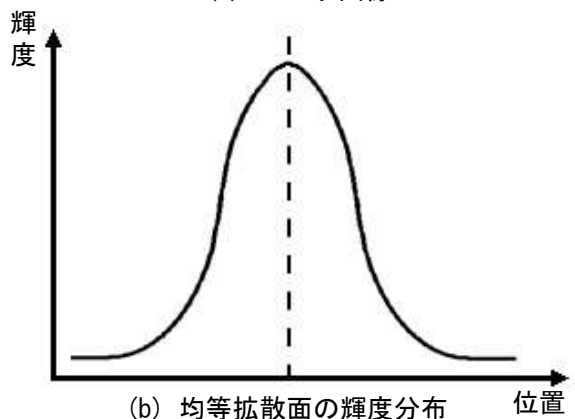


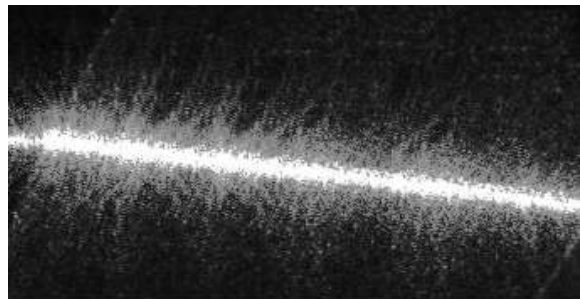
図 2 レーザーの位置計算方法

高精度の測定が可能になる。光沢のある金属製品にレーザー光を投影し、一般的な工業用カメラで撮像した画像を図 3 (a) に、ワイドレンジカメラで撮像した画像を図 3 (b) に示す。ワイドレンジカメラの方がレーザー光の幅が約 1/3 に狭くなり、高精度の測定が可能となる。

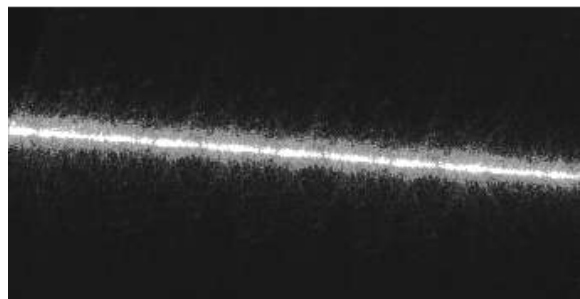
3. 測定実験

3.1 装置の概要

開発した装置の外観を図 4 に示す。一軸電動シリンダー（株式会社 IAI 製 ERC2-SA6C-I-PM-12-100-SE-P）の上に測定対象を設置し、ライン



(a) 一般的な工業用カメラ



(b) ワイドレンジカメラ

図 3 ラインレーザーカメラの比較

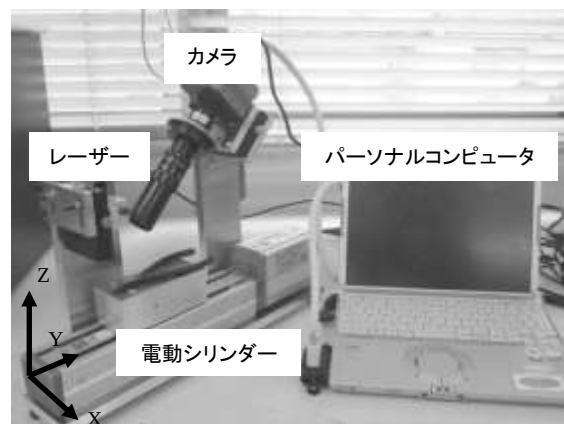


図 4 装置の外観

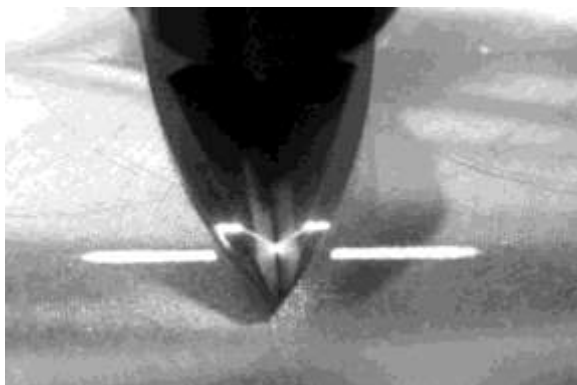


図5 ニップの刃の裏側のラインレーザー

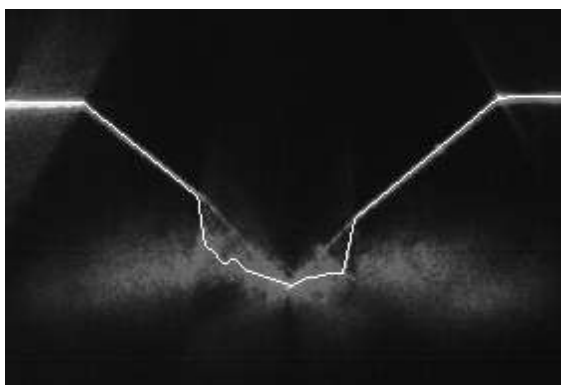


図6 二次元変位センサでの測定結果

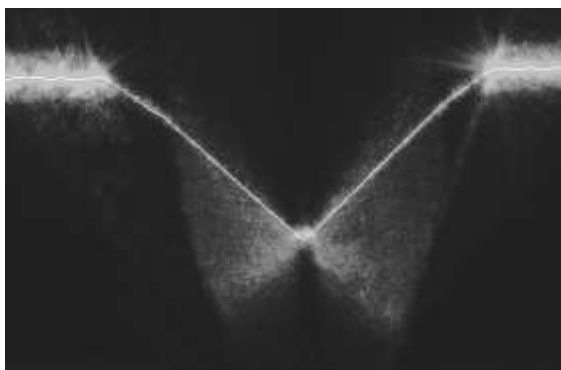


図7 開発した装置での測定結果

12-100-SE-P) の上に測定対象を設置し、ラインレーザー（株式会社キコー技研製 MLXKS-D13-640-10）をこれに投影し、その画像をワイドレンジカメラ（photonfocus 製 MV1-D1312-40）で撮像し、パーソナルコンピュータに送る。パーソナルコンピュータはこの画像を処理して

形状を計算し、電動シリンダーを少しずつ動かしながら測定対象全体の三次元形状を測定する。1回の測定では、図4のX軸上を $10\mu\text{m}$ おきに800点の形状高さを測定する。図4のZ軸の高さの測定分解能は $10\mu\text{m}$ である。図4のY軸方向の分解能は $20\mu\text{m}$ である。また、長さ15mmの測定対象を 0.5mm ごとに30回測定する場合、要する時間は10秒である。

3.2 ニップの刃の裏側の測定

開発した装置を使いニップの刃の裏の三次元形状を測定した。刃の裏側は角度があるためレーザー光が反射し、図5に示すとおり左右の刃が接触する部分に帯が2本発生する。そのため、市販の二次元変位センサ（株式会社キーエンス製 LJ-G015）で刃の裏側を測定すると、図6のような結果になり正しい形状を測定できない。一方、今回製作した測定装置は、カメラで撮像した画像を直接処理できるので、反射によるレーザー光の写り込みの影響を抑え、刃の裏側の三次元形状を正しく測定できる。測定結果を図7に示す。

また、幅の細いナイフの刃の形状測定を試みたが、レンズの倍率を上げ、露光時間を長くし光量を多くすることで測定できた。

4. 結 言

- (1) ワイドレンジカメラを使用した三次元形状測定装置を開発した。
- (2) 一般的な工業用カメラとワイドレンジカメラを比較し、後者の方がラインレーザーを使った三次元形状に適していることがわかった。
- (3) 開発した装置はレーザー画像のデータを直接処理できるため、市販の変位センサにくらべて測定対象が広がった。

簡易な非接触真円度測定法の研究

石井 啓貴* 齋藤 雄治*

A simple method of non-contact roundness measurement

ISHII Hirotaka* and SAITO Yuji*

1. 緒 言

真円度測定は、機械部品などについて円形状であるべき部分が幾何学的な円からどの程度ずれているかを測定するものである。一般的に、精度を要する真円度の測定は真円度測定機で行われている。

当センターの真円度測定機の外観を図1に示す。図1において、測定物の中心軸は、測定機の回転テーブルの中心軸と一致するようにあらかじめ調整されている。真円度は、回転テーブルを一定速度で回転しながら、測定子を測定物に押し当てて、テーブルの回転角と測定子の変位を同時に計測し、得られたデータを処理することによって求める。

上記のように、一般的な真円度測定機は測定物に測定子を押し当てて測定するため、測定子を押し当てる力で測定物に変形する薄肉部材や軟質材料の測定には適さない。このため非接触で測定物の変位を測定する方式の真円度測定機も市販されているが、きわめて高価であり当研究所では未整備である。これまでに、当センターに薄肉部品や軟質材の部品などの真円度測定に関する相談があったが、十分な対応ができなかった。

本研究では、真円度測定機に市販の非接触変位計を取り付けて測定物の形状を測定し、得られた形状データを数値処理して真円度および円筒度を求めるプログラムを作成した。さらに、非接触変位計による方法と通常の測定子による方法により、同一の測定物を測定して値を比較

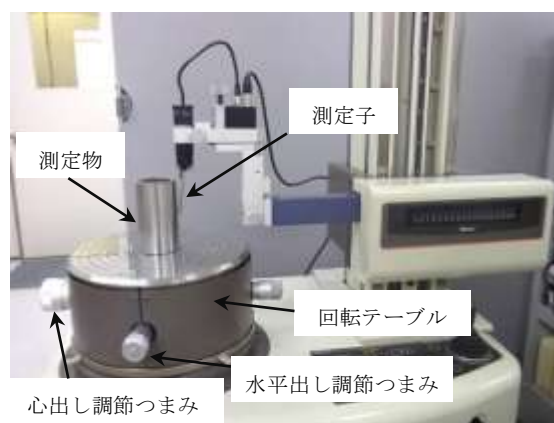


図1 真円度測定機

した。

2. 非接触変位計による真円度測定

2.1 測定概要

図2のように、当センターの真円度測定機（（株）ミットヨ製 RA-736）の変位計を取り外して非接触変位計を取り付けて測定を行った。非接触変位計の仕様について表1に示す。レーザー変位計は導体、不導体に関わらず測定できるが、比較的ノイズが多い。静電容量変位計は導体しか測定できないが、ノイズが少ない。ゆ



(a) レーザー変位計 (b) 静電容量変位計

図2 非接触による測定の様子

* 中越技術支援センター

表 1 非接触変位計の仕様

レーザー 変位計	メーカー・型式	(株) キーエンス LK-H025S
	基準距離	20 mm
	測定範囲	±3 mm
	スポット径	25×1400 μm
静電容量 変位計	メーカー・型式	MicroSence 3890J
	基準距離	0.5 mm
	測定範囲	±250 μm
	プローブセンサ径	5 mm

えにレーザー変位計では真円度が大きい測定物を、静電容量変位計では真円度が小さい金属製の測定物をそれぞれ測定することとし、前者の測定では塩ビ管（外径 97 mm，高さ 84 mm），後者の測定では鋼製の円筒スコヤ（外径 60 mm，高さ 100 mm）を測定物に選んだ。

ここで、非接触変位計を用いた測定の場合、非接触変位計の出力を真円度測定機の制御装置に入力することができないため、測定物の心出しおよび水平出しの作業を自動で行うことができない。このため、本研究では心出しおよび水平出し調整つまみを手で回して、測定物の心出しおよび水平出しの作業を行った。

真円度および円筒度を求めるために必要な真円度曲線は、次のように求めた。

まず、種々の高さ（Z 軸の値）について、回転テーブルが一回転する間の変位を非接触変位計で測定した。測定した変位は、動ひずみ計（（株）東京測器研究所製 DC-204R）でデジタル形式で保存した。回転テーブルの回転数は 2 rpm，変位計測のサンプリング間隔は 2 ms とした。真円度測定機のコンピュータ画面にリアルタイムで表示される角度により，変位計測の開始と終了のタイミングをはかった。

次に，測定した変位に角度情報を付加するため，計測開始のデータを 0°とし，上記回転数とサンプリング間隔から 1 データあたりの角度

を計算し，全ての変位データに対して角度を割り当て，これを測定真円度曲線とした。

この測定真円度曲線に次節で述べる数値処理を行って真円度と円筒度を求め，その結果を通常の方法（測定子をワークに接触させる方法）による結果と比較した。

3. 真円度および円筒度の数値処理

3.1 真円度の数値処理（フィルタ処理）

前節で求めた測定真円度曲線にガウシアンフィルタによる処理を行った。減衰率は JIS B7451¹⁾の 5.4 節の振幅伝達率となるようにし，山の数（カットオフ値）は真円度測定における標準的な値である 50 upr とした。

3.2 真円度の数値処理（最小二乗中心の計算）

真円度を求めるには，測定真円度曲線をフィルタ処理したデータに最小二乗法で当てはめた円（最小二乗平均円）の中心と，回転テーブルの中心のずれ量が必要となる。このずれ量は JIS B7451¹⁾の付属書 2 の式から求めるが，計算の際，測定真円度曲線をフィルタ処理したデータについて，角度と変位から直交座標に変換する必要がある。

さらに，最小二乗平均円の中心を直交座標の原点に移動させるため，上記ずれ量の分だけ，直交座標化した測定真円度曲線データを補正する。最後に直交座標の原点を中心とした最大半径と最小半径を求め，最大半径と最小半径の差を真円度として算出した。

3.3 円筒度の数値処理

円筒度とは，JIS B0621²⁾の 4.4 節において，円筒形体を二つの同軸の幾何学円筒で挟んだとき，同軸二円筒の間隔が最小となる場合の二円筒の半径の差で定義されている。ただし，円筒面に内外接する同軸真円筒の半径差を最小にする問題は，高度な最適化問題であり，容易に得られているが，接触方式であり，測定点が

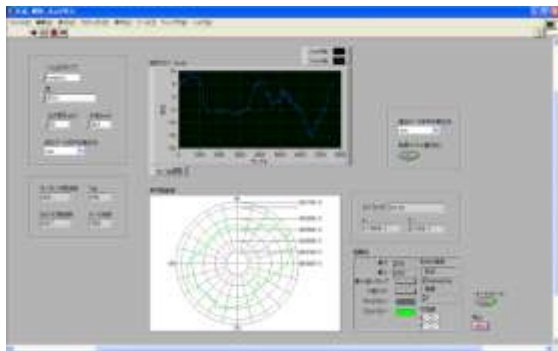


図3 真円度計算プログラム画面

多いほか測定作業が複雑である。

そこで本研究の狙いとする非接触変位計などを用いた簡易的な円筒度の測定法として、前項で測定した真円度曲線を活用して簡易的に円筒度を計算することとした。計算方法として以下の二つの方法を用いて算出した。

- ・方法 1 測定した全ての真円度曲線の直交座標の最小二乗中心により求めた座標を同軸真円筒が通る軸として仮定。中心軸と各座標の距離から、最大および最小半径を算出し、円筒度を計算。
- ・方法 2 各真円度曲線の中心点のうち、高さが最小の点と最大の点を結ぶ線を円筒の中心軸として仮定し、中心軸と各真円度曲線から半径の最大値と最小値を算出し円筒度を計算。

3.4 真円度、円筒度の処理プログラムの作成

3.1 項から 3.3 項までの、真円度算出におけるフィルタ処理及び最小二乗中心計算、ならびに円筒度計算プログラムは、ナショナルインストルメント社製のグラフィカル開発環境である「Labview」により作成を行った。プログラム表示画面の例を図3に示す。フィルタの種類や山の数を入力し任意に設定できるようにし、真円度曲線や真円度を表示することができる。

4. 測定結果および考察

4.1 塩ビ管の測定結果

表3、4には通常の方法とレーザ変位計で測定した結果を、図4にはレーザ変位計で測定し

表3 真円度の測定結果（塩ビ管）

測定高さ [mm]	真円度 [μm]	
	接触式	非接触式 (レーザ変位計)
10	58.3	61.6
40	255	268
50	104	103

表4 円筒度の測定結果（塩ビ管）： μm

接触式	非接触（レーザ変位計）	
	方法 1	方法 2
256	273	95.0

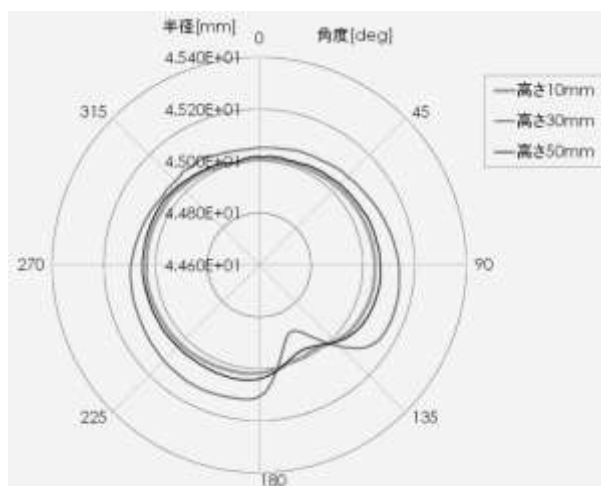


図4 真円度曲線の結果
（塩ビ管—非接触測定）

先の計算プログラムで計算した真円度曲線結果を、それぞれ示す。これらの測定結果から、レーザ変位計と通常の方法で得られた真円度はほぼ一致していることがわかる。円筒度については、方法1における測定結果が、通常の接触式測定に近い値となった。測定高さの最大点（50 mm）と最小点（10 mm）における真円度曲線形状が大きく異なっていたことから、測定高さ最小点と最大点を結ぶ直線と、測定物の幾何学的な円筒軸の、ずれが大きかったためと考えられる。

4.2 円筒スコヤの測定結果

表 5, 6 には通常の方法と、静電容量変位計で測定した結果を、図 5 には静電容量変位計で測定した真円度曲線結果をそれぞれ示す。これらの測定結果から、静電容量変位計と通常の方法で得られた真円度はほぼ一致していることがわかる。円筒度についても、ほぼ同等な結果となったが、方法 2 による測定結果が、接触式に対し近い値となった。測定物の傾き補正によるものか、計算方式に起因するかは今後より多くの測定物を測定するなどして検討していく必要がある。

5. 結 言

- (1) 真円度測定機に市販の非接触変位計を取り付けて測定物の形状測定を行い、得られた形状データを数値処理して真円度および円筒度を求めるプログラムを作成した。
- (2) 非接触変位計による方法と通常の方法により、同一の測定物を測定して値を比較した結果、真円度についてはほぼ同等な結果を得られることが確認できた。円筒度については計算方法により差異がみられ、今後の検討課題とした。

参考文献

- 1) JIS B7451 (1997).
- 2) JIS B0621 (1984).

表 5 真円度の測定結果（円筒スコヤ）

測定高さ [mm]	真円度 [μm]	
	接触式	非接触式 (静電容量変位計)
10	0.20	0.14
30	0.43	0.32
50	0.58	0.58
70	0.89	0.87
90	1.38	1.31

表 6 円筒度の測定結果（円筒スコヤ）： μm

接触式	非接触（静電容量変位計）	
	方法 1	方法 2
1.39	3.02	1.74

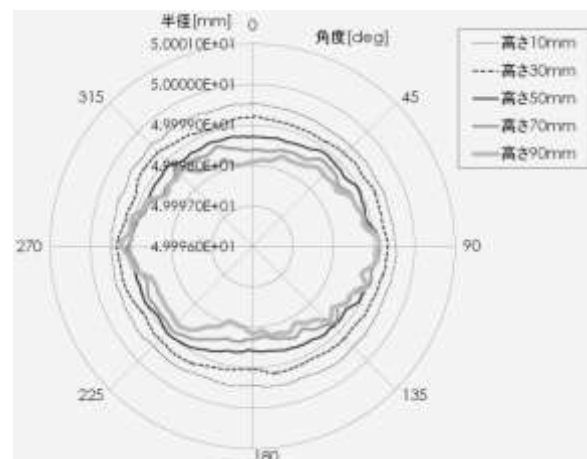


図 5 真円度曲線の結果
(円筒スコヤー非接触測定)

産業資材の紫外線照射による強度劣化とその予測

古畑 雅弘* 菅家 章* 久保田 順一*

Intensity degradation by an ultraviolet exposure and its prediction method of an industrial material

FURUHATA Masahiro*, KANKE Akira* and KUBOTA Junichi*

1. 緒 言

農業や屋外で用いられる産業資材（図 1）は、太陽光下で長時間放置されると変色や強度低下が発生する。一般にこのような素材の耐久性評価は、耐候試験機を用いて可視・紫外線光照射前後における変退色や強伸度試験により行っているが、試験が長期にわたるといった課題がある。

そこで、比較的短い照射時間後の強伸度試験結果から、所定時間照射後の強伸度を外挿する試験法の実用化を目的に、いくつかの試料について照射時間と強伸度との相関分析を行い、外挿法の適用可能性について検討した。

2. 実験方法

2.1 試料

本研究では、県内企業より提供を受けた織物および不織布材料の寒冷紗（以下、織物および不織布）について試験を行った。

2.2 耐光試験

スガ試験機（株）製紫外線ロングライフフェードメーターU48（以下、紫外線カーボン）を使用し、ブラックパネル温度は 63℃で行った。照射時間は、0hr, 200hr, 400hr, 600hr とした。

2.3 分光放射輝度の測定

（株）トプコン製分光放射計 SR-2A（測定波長範囲は 380nm～780nm）を用いて、紫外線カーボン光と北空昼光の分光放射輝度を測定した。

紫外線カーボン光の測定には減光フィルター ND-100 を使用した。耐光試験機の扉を開けた状態で、試料ホルダーに取り付けた酸化アルミニウム白色板の反射光を測定し光源データとした。測定角は 0.1°、白色板との距離は 1m で測定した。

北空昼光の測定日時は 2013 年 3 月 26 日 11:50（E158°55′, N37°32′, 高度 55 度）で、天候は曇りであった。減光フィルター ND-100 を使用し、地上から 0.8m の高さの架台へ置いた酸化アルミニウム白色板の反射光を測定した。

また、大塚電子（株）製瞬間マルチ測光検出器 MCPD-100（測定波長範囲は 220nm～800nm）を用いて、紫外線カーボン光と北空昼光の発光スペクトルを確認した。測定日時および光源までの距離は前述と同様である。

2.4 強伸度試験

オリエンテック（株）製万能材料試験機 UCT-500 を使用した。織物、不織布について、照射前後の試料から幅 25mm×長さ 200mm の試験片を採取し、つかみ間隔 100mm, 引張速度 100mm/min で試験した。試験回数は 2 回とした。



図 1 産業資材

* 素材応用技術支援センター

3. 結果

3.1 光源の分光放射輝度

図2に紫外線カーボン光と北空昼光の相対強度を示す。紫外線カーボンのカタログ¹⁾では700nm以上の赤外領域でピークはほとんどみられないが、実測ではブロードな発光が認められた。また酸化アルミニウム白色板に反射させたそれぞれの光の強度は、紫外線カーボン光 1,300cd/m²、北空昼光 290cd/m² となり、紫外線カーボン光が北空昼光の約4.5倍の強度であった。太陽光の1年間の放射露光量 4,500MJ/m² は、 $4,500 \times 10^6 / (3,600s \cdot 24hr \cdot 365d) = 142.7W/m^2$ であり、紫外線カーボン 300~700nm の放射照度は 500W/m² (ランプから 254mm) である²⁾から、 $500/142.7=3.5$ となり概ね一致した。

3.2 強伸度

図3, 4に織物の照射時間と強伸度の関係を示す。照射時間が増加するに従い強伸度は低下した。不織布では図5に示すように、光照射時間によらず強度の変動が大きかった。

4. 考察

当センターでは、紫外線カーボン光による光照射前後の試料について強伸度試験を行い産業資材等の耐久性評価を行っている。これまでの知見から、照射後の強伸度の低下は指数関数的となり、試料の高分子鎖が光の照射とともに照射表面から深部へ向かって1つずつ破断していくもの(図6)と考えられたことから、照射後の強伸度の低下は、以下の一次反応式で表すことができると仮定した。

$$A' = A \times \exp(-K) t$$

A' : t時間照射後の強伸度

A : 初期値

t : 照射時間

K : 反応定数

所定 t 時間照射後の強伸度は、実測強伸度から反応定数 K を求めることで導くことができる。

ここで、この仮定を検証するために、照射時間と強伸度との相関分析を行った。前述の図3, 4の指数関数グラフを片対数グラフにプロットしたも

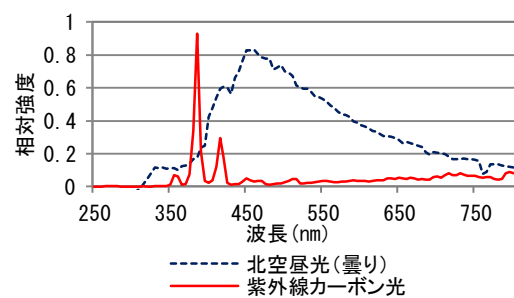


図2 光源の相対強度

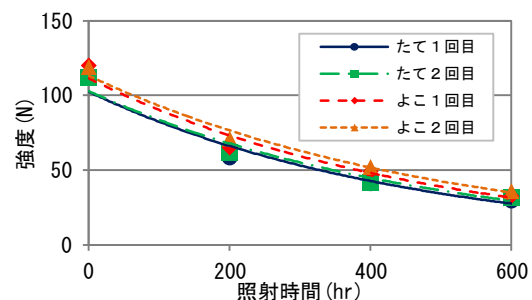


図3 織物の強度変化

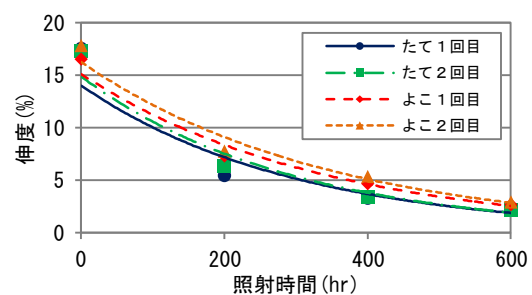


図4 織物の伸度変化

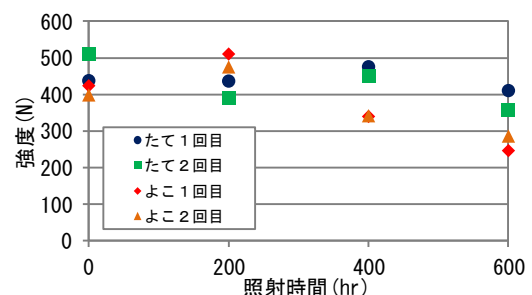


図5 不織布の強度変化

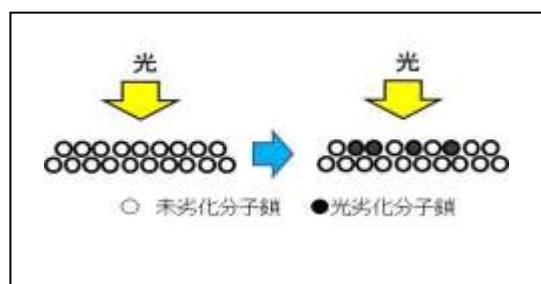


図6 光劣化模式図

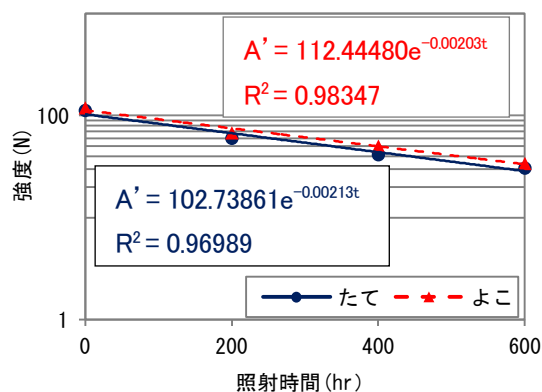


図 7 織物の強度変化

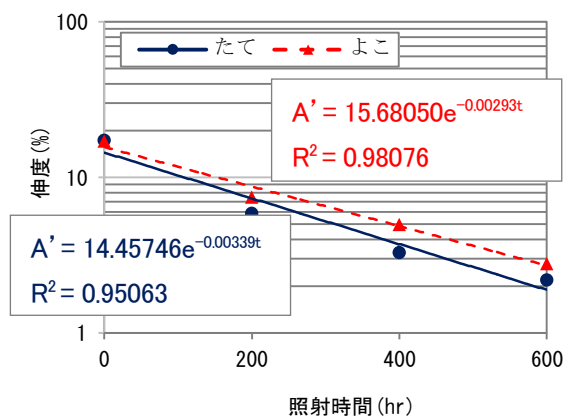


図 8 織物の伸度変化

表 1 強伸度のパラメータと相関係数

		強度			伸度		
		初期値 A	反応定数 K	相関係数 R ²	初期値 A	反応定数 K	相関係数 R ²
織物 1	たて	150.43	1.84×10^{-3}	0.9158	10.44	1.83×10^{-3}	0.9881
	よこ	132.21	2.21×10^{-3}	0.9485	14.65	1.69×10^{-3}	0.9720
織物 2	たて	102.74	2.13×10^{-3}	0.9699	14.46	3.39×10^{-3}	0.9506
	よこ	112.44	2.03×10^{-3}	0.9835	15.68	2.93×10^{-3}	0.9808
織物 3	たて	108.51	0.53×10^{-3}	0.9855	12.32	0.91×10^{-3}	0.9861
	よこ	102.91	0.56×10^{-3}	0.9100	14.96	0.75×10^{-3}	0.9941
織物 4	たて	148.01	1.29×10^{-3}	0.9942	9.32	0.90×10^{-3}	0.9758
	よこ	134.39	1.62×10^{-3}	0.9606	13.64	0.81×10^{-3}	0.9719
不織布1	たて	130.34	0.98×10^{-3}	0.6766	61.12	1.72×10^{-3}	0.9710
	よこ	73.21	0.43×10^{-3}	0.9558	82.26	1.00×10^{-3}	0.9340
不織布2	たて	500.78	0.35×10^{-3}	0.6484	20.22	0.65×10^{-3}	0.9456
	よこ	441.29	0.75×10^{-3}	0.8684	19.25	0.72×10^{-3}	0.9549

のを図 7,8 に示す。また、各試料の強伸度のパラメータと相関係数を表 1 に示す。織物ではいずれも 0.9 以上の高い相関係数で近似できたが、不織布ではこれほど高い相関は得られなかった。これは前述したように、光照射時間によらず強度の変動がみられることから、同一試料において強伸度のバラツキが大きいためと考えられる。

以上の結果から、織物については外挿法の適用が期待できるので、試料数を増やして色による影響なども検討し、より精度を上げていきたい。

5. 結 言

- (1) 紫外線カーボンによる比較的短い時間で光照射した試料の強伸度試験結果から、所定時間照射した場合の強伸度の低下を外挿する方法について検討した。
- (2) 織物ではいずれも一次反応式近似の相関係数

が高く、外挿法が適用できる可能性が高い。しかし、不織布については相関係数が低く、適用が難しいと考えられる。この原因として、同一試料において、強伸度のバラツキが大きいことがあげられる。

- (3) 引き続きいろいろな素材について試験し、精度を上げていきたい。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、ご協力をいただいた県内企業に深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) スガ試験機(株)総合カタログ (2009 年 10 月)
- 2) 愛産研ニュース, “高分子材料の耐候・耐光性評価の現状”, 愛知県産業技術研究所企画連携部, 10 月号, 2007, p2

リン酸イットリウム共沈分離—誘導結合プラズマ発光分光分析 による銅中の微量鉛の定量の検討—

渡邊 亮* 内藤 隆之*

Determination of Trace Lead in Copper by ICP-OES after
Coprecipitation with Yttrium Phosphate

WATANABE Ryo* and NAITO Takayuki*

1. 緒 言

誘導結合プラズマ発光分光分析は各種元素の定量に幅広く利用されている方法である。その中で、金属材料中に含まれる微量元素を定量する場合、マトリックス成分の影響で定量値の正確さ、精度の低下が問題となってくる。一般に、マトリックス成分の影響を補正するために検量線溶液にマトリックス成分を追加して定量を行うが、ppb レベルになると、マトリックス成分の分光干渉により、その目的元素のピーク検出が不可能となる。その場合には、共沈法などを用いてマトリックス成分を含む試料溶液から目的元素の分離・回収操作を行い、目的元素を定量することが行われている。

そこで、近年研究が行われているリン酸イットリウム共沈分離法^{1),2)}により、銅中の微量鉛の定量について検討を行った。

2. 実 験

2.1 装置及び測定条件

誘導結合プラズマ発光分光分析装置はサーモフィッシャーサイエンティフィック（株）製 iCAP63000DUOを用いた。測定条件を表1に示す。

2.2 溶液調製

2.2.1 試薬調製

市販の鉛標準液(1000mg/L)を100μg/L鉛溶液

* 下越技術支援センター

A, Bとして各々0.1mol/L硝酸と6.0mol/L硝酸で希釈定容し、500μg/L鉛溶液として6.0mol/L硝酸で希釈定容した。純銅溶液として、高純度銅（99.999%, キンダ化学㈱製）2.0gを王水10mLで加温溶解させ100mLに定容した。イットリウム溶液として、酸化イットリウム(99.99%, 和光純薬工業㈱製) 1.0gを5mL塩酸に加温溶解させ、100mLに定容した。1級試薬の銅溶液として、関東化学㈱製の1級試薬銅(粒状)100mgを王水4mLで加温溶解した。

2.2.2 検量線溶液の調製

2.2.2.1 検量線溶液①

100μg/L鉛溶液Aをホールピペットで0, 1, 2, 5および10mL分取し、各々100mLメスフラスコに添加した。次に銅純溶液をホールピペットで5mL分取し、各々100mLメスフラスコに添加した。最後に0.1mol/L硝酸を加えて定容して、鉛の濃度0, 1, 2, 5および10μg/Lの検量線溶液①を調製した。

表1 測定条件

高周波出力 (kW)	1.15
測光方向	アキシヤル
プラズマガス流量 (L/min)	16.5
補助ガス流量 (L/min)	0.5
キャリアガス流量 (L/min)	0.7
パージガス流量 (L/min)	5
測定回数 (回)	5
積算時間 (sec)	45
測定波長 (nm)	182.205

2.2.2.2 検量線溶液②

100 μ g/L鉛溶液Aをホールピペットで0, 1, 2, 5および10mL分取し, 各々100mLメスフラスコに添加し, 0.1mol/L硝酸を加えて定容して, 鉛の濃度0, 1, 2, 5および10 μ g/Lの検量線溶液②を調製した。

2.2.2.3 検量線溶液③

はじめに, ホールピペットで100 μ g/L鉛溶液Bを0, 1および2mL分取し, 500 μ g/L鉛溶液を1および2.5mL分取し, 各々50mLメスフラスコに添加した。次に, 100mLビーカーにイットリウム溶液2mLと0.5mol/Lリン酸溶液6mLを入れて軽く揺すり, 液を攪拌しながら(1+1)アンモニア水をパスツールピペットで1滴ずつ滴下し, 生成する白色の沈殿が消えなくなるまで加えた後, ビーカーを30分ほど静置した。この生成させた沈殿はメンブレンフィルター (日本ミリポア製オムニポアメンブレン, ϕ 25mm, 孔径1.0 μ m) を用いて吸引ろ過し, 純水10mLで洗浄した。この沈殿物をメンブレンフィルターと共に元のビーカーに入れ, 6.0mol/L硝酸を加えて溶解させた後, 先に鉛溶液を添加した50mLメスフラスコに各々加えた。ビーカー内壁およびメンブレンフィルターは6.0mol/L 硝酸で洗い, 50mLメスフラスコに流し入れた。最後に6.0mol/L 硝酸を加えて定容し, 鉛の濃度0, 2, 10および25 μ g/Lの検量線溶液③を調製した。

2.2.3 回収率確認用溶液の調製

100mLビーカーに

イ) 純銅溶液

ロ) 鉛溶液

ハ) イットリウム溶液

ニ) 0.5mol/Lリン酸

の各試薬を, イ) からニ) の順で表2に示す量をホールピペットで分取して加えた。

2.2.3.1 回収率確認用溶液 I

表2に示す量の溶液が入った各々の100mLビ

表2 溶液調製量

種類 試薬	回収率確認 用溶液 I			回収率確認 用溶液 II		
イ) 純銅溶液 (mL)	5			5		
ロ) 鉛溶液* (mL)	2	5	10	1	2	5
ハ) イットリウ ム溶液(mL)	1			1		
ニ) 0.5mol/L リン酸(mL)	3			3		

* 回収率確認用溶液 I は100 μ g/L鉛溶液Aを,
回収率確認用溶液 II は100 μ g/L鉛溶液Bを使用

ーカーを軽く揺すり, 液を攪拌しながら(1+1)アンモニア水をパスツールピペットで1滴ずつ滴下し, 生成する白色の沈殿が消えなくなるまで加えた後, ビーカーを30分ほど静置した。この生成させた沈殿はメンブレンフィルターを用いて吸引ろ過し, 純水10mLで洗浄した。この沈殿物をメンブレンフィルターと共に元のビーカーに入れ, 3.0mol/L硝酸を加えて溶解させた後, 100mLメスフラスコに各々加えた。ビーカー内壁およびメンブレンフィルターは0.1mol/L硝酸で洗い, 100mLメスフラスコに流し入れた。最後に, 0.1mol/L硝酸を加えて定容し, 回収率確認用溶液 I を調製した。

2.2.3.2 回収率確認用溶液 II

回収率確認用溶液 I と同様の操作により回収した沈殿物はメンブレンフィルターと共に元のビーカーに入れ, 6.0mol/L 硝酸を加えて溶解させた後, 25mL メスフラスコに各々加えた。ビーカー内壁およびメンブレンフィルターは6.0mol/L 硝酸で洗い, 25mL メスフラスコに流し入れた。最後に, 6.0mol/L 硝酸を加えて定容し, 回収率確認用溶液 II を調製した。

2.2.4 1級銅液の調製

1級試薬の銅溶液を2.2.3.2項の沈殿生成以降と同じ操作により1級銅液を調製した。

3. 結果と考察

検量線溶液①、②および③の測定結果から算出した検出下限、定量下限を表3に示す。検量線溶液①の検出下限、定量下限と比べて、検量線溶液②と③の検出下限、定量下限は向上し、マトリックスの銅を除外した効果が確認できた。また、検量線溶液③は検量線溶液②よりも検出下限と定量下限が若干悪くなる傾向がみられた。検量線溶液③が検量線溶液②と比べて、リン酸イットリウムを添加していることと、そのリン酸イットリウムの溶解に6.0mol/L硝酸を使用したためと考えられる。その結果、溶液中の硝酸やリン酸イットリウムがマトリックスとして影響したものと考えられる。なお、0.1mol/L硝酸では、リン酸イットリウムの溶解が困難であった。

次に、検量線溶液②と③の定量下限付近の回収率を確認するために行った、回収率確認用溶液ⅠとⅡの測定結果を表4に示す。表4から全ての回収率に関して、100%を超える結果となった。リン酸イットリウムによる共沈ではpH3以上になると、銅が微量に含まれるため³⁾、回収率確認用溶液の調製においても、マトリックスの銅が含まれたと考えられる。銅について、10 μ g/L鉛溶液への添加量における鉛(182.205nm)の発光強度の変化を図1に示す。銅が溶液中に100mg/L以上含まれると、発光強度が5%以上増加した。回収率確認用溶液の調製において、沈殿の洗浄に使用した10mlの純水では銅の除去が不十分であり、検量線の調製において銅をマトリックスとして添加する必要性が確かめられた。

以上のことから、銅中の微量鉛の定量について、通常操作では銅数gを採取したのに対し、本操作により銅の採取量が100mgで定量できることを確認した。

最後に、1級銅液中の微量鉛の含有量は3.6 μ g/gとなった。

4. 結 言

(1) 本装置・条件での銅溶液中の微量鉛の定量

下限は、検量線溶液②の場合で4.3 μ g/Lだった。

- (2) リン酸イットリウム共沈操作は、銅溶液中の微量鉛を高い収率で回収できることを確認できた。
- (3) 銅中の微量鉛の定量下限は、採取量 100mgの場合、リン酸イットリウム共沈操作により、1.4 μ g/g まで可能であることを確認した。

参考文献

- 1) 加賀谷 重浩, 遠藤 浩司, “ICP発光分光分析のための微量元素の分離濃縮技術”, 富山大学機器分析センター報, 7, 2007, p38-p41.
- 2) 加賀谷 重浩, 梯 佳世子, 長谷川 淳, “リン酸イットリウム共沈分離—電気加熱原子吸光分析による鉄鋼中の微量鉛の定量”, 鉄と鋼, 93, 2, 2007, p80-p84.
- 3) S.Kagaya, Y.Araki, N.Hirai, K.Hasegawa, “Coprecipitation with yttrium phosphate as a separation technique for iron(III),lead,and bismuth from cobalt,nickel,and copper matrices”, *Talanta*,67,1,2005,p90-p97

表3 検量線溶液の測定結果

検量線溶液	検出下限 (3 σ) (μ g/L)	定量下限 (10 σ) (μ g/L)
①	1.5	6.0
②	1.3	4.3
③	1.4	5.4

表4 回収率確認溶液の結果

回収率 確認用 溶液	回収率(%)			
	鉛添加量(μ g)			
	0.1	0.2	0.5	1
I	108	109	106	104
II		110	109	

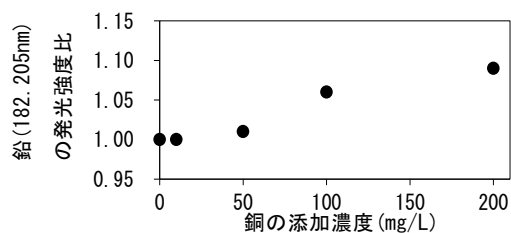


図1 10 μ g/L鉛溶液に添加した銅の影響

MSE 法による鋼の表面物性評価

田中 互* 三浦 一真* 斎藤 雄治*

Surface Physical Properties Evaluation of Steel by the MSE Method

TANAKA Tohru*, MIURA Kazuma* and SAITO Yuji*

1. 緒 言

MSE(Micro Slurryjet Erosion)法は、(株)パルメソ¹⁾で開発された表面物性の評価法である。材料表面に微細粒子を投射し摩耗を発生させ、摩耗進行速度が材料強さに応じて異なることを応用して材料表面の強さを計測する。強さの指標は「摩耗率」という新しい指標で表すことができ、高速に投射された粒子量(g)を分母に、そのとき発生した摩耗深さ(μm)を分子にし、単位粒子量当りの摩耗深さとして表している。投射力、粒子量の精密制御や摩耗痕プロファイルの精密測定により薄膜などの極薄い層の評価ができる点が大きな特徴である。そのため、多層薄膜の各層の摩耗率を計測することで層別の評価をおこなうことができる。

本研究では、この MSE 法で鋼、銅合金を評価し、従来からの耐摩耗性の指標である硬さと MSE 法による評価との関係を調べる。両者に相関があれば、従来は難しかった鋼、銅合金の極表面層の硬さによる評価と同等な評価法として MSE 法を適用することができる。

2. 試験方法

2.1 試験片

硬さの違う試験片として、200HV～900HV の 8

個のマイクロビッカース硬さ基準片を使用した。500HV～900HV の 5 試験片の材質は SK85 で、200HV～400HV の 3 試験片の材質は C1720 である。

2.2 試験条件

MSE 法は、表 1 の試験条件で試験をおこない摩耗率($\mu\text{m/g}$)を算出した。投射と摩耗深さの計測というサイクルを繰り返すことで各深さにおける摩耗率を求めることができる。すべての試験片の摩耗率は表面から深さ約 20 μm までの各サイクルにおいて、ほぼ一定値を示した。硬さの値は基準片に添付されている検査表の値を用いた。

表 1 MSE 法の試験条件

粒子		球形ジルコニア10-30 μm
スラリー濃度		3wt%
分散剤濃度		0.2wt%
ノズルサイズ		□1mm
摩耗痕 プロファイル 測定	測定方法	白色光干渉法
	測定エリア	X1.7mm Y1.3mm
	分解能(Z)	50nm

3. 試験結果

図 1 にビッカース硬さ HV と摩耗率の関係を示す。また、図 2 に測定後の 500HV と 900HV の試験片の投射面の電子顕微鏡写真を示す。図 1 より、鋼 SK85 とベリリウム銅 C1720 において、MSE 法による評価に異なる傾向が見られた。鋼では硬

* 中越技術支援センター

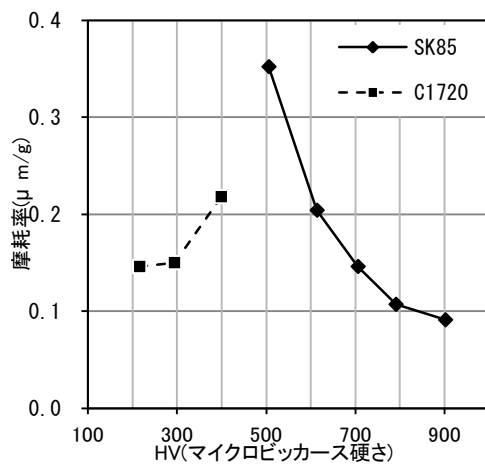


図1 HVと摩耗率の関係

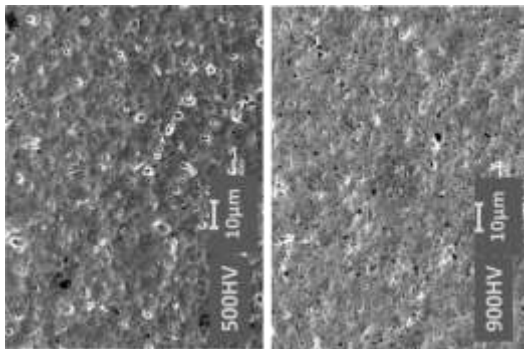


図2 投射面のSEM観察

いものほど摩耗率が減少するという相関が認められた。一方、ベリリウム銅は、鋼のような傾向はなく、硬いものほど摩耗率が小さくはならなかった。図2より鋼の2つの投射面とも数 μm 以下のピット状の欠落部が多数観察され、全面均一な摩耗形態ではないことがわかった。

4. 結 言

硬さの異なる2種類の材質について硬さとMSE法による評価の相関を調べた結果、次のことがわかった。

- (1) 鋼SK85とベリリウム銅C1720でMSE法による評価に異なる傾向が見られた。
- (2) 鋼では硬いものほど摩耗率が減少するという相関が認められた。鋼の極表面層における硬さと同等な評価がMSE法で可能であることがわかった。

参考文献

- 1) (株) パルメソ ホームページ,
<http://www.palmeso.co.jp/>

繊維に付着した鉄に対する発色試験および機器分析の比較検討

山崎 武* 古畑 雅弘* 小海 茂美*

The coloring test of the iron attached to cloth, and comparison with instrumental analysis

YAMAZAKI Takeshi*, FURUHATA Masahiro* and KOKAI Shigemi*

1. 緒 言

繊維製品の変色に関する相談の中で、鉄に起因した事例が多く発生している。鉄も含めた重金属の場合は、走査型電子顕微鏡に付属のEDS（エネルギー分散型 X 線分析装置）を用いて確認しているが、付着量が少ないなどの理由により検出に至らなかったことも多々ある。

鉄の確認方法としては、フェロシアン化カリウムを用いた発色試験が有効かつ簡便な手法として知られている。本報告では、発色試験および機器分析（EDS、蛍光 X 線分析）で判別比較を行い、それぞれの有用性について検討を行った。

2. 鉄を付着させた生地作成

2.1 塩化鉄（Ⅲ）溶液の調製、鉄の定量操作

塩化鉄（Ⅲ）を水に溶かし、鉄濃度約 30g/L の塩化鉄（Ⅲ）水溶液を調製した。

鉄の定量は、JIS K0400-57-10（水質－鉄の定量－1,10-フェナントロリン吸光光度法）を参考にし、表 1 に示した操作により鉄濃度 0, 1, 10, 100, 1000 および 10000mg/L の水溶液を調製した。

2.2 鉄の添付白布（綿）への付着方法

6cm×6cm の染色堅ろう度試験用添付白布（綿）（JIS L0803）を各濃度の塩化鉄（Ⅲ）水溶液に浸せきさせた後、溶液の付着量が添付白布（綿）と同じ重量になるよう、ローラー部分にラップを巻いたマングルで絞りを、自然乾燥した。

表 1 塩化鉄（Ⅲ）水溶液の調製手順

鉄濃度約 30g/L 塩化鉄（Ⅲ）水溶液を水で 20000 倍および 50000 倍に希釈した溶液 10ml
↓
硫酸 2 滴を加える
↓
塩化ヒドロキシルアンモニウム水溶液(*1)0.2mL を加え、混合
↓
酢酸塩緩衝液(*2)0.8mL を加え、pH4～5 に調節
↓
1,10-フェナントロリン水溶液(*3)0.4mL を加え、混合
↓
15 分後、波長 510nm における吸光度を分光光度計(*4)を用いて測定
↓
鉄標準液を水で希釈し、鉄濃度を 0, 0.25, 0.5, 1 および 2.5mg/L とした水溶液で同様の操作を行ったもので検量線を作成し、鉄濃度約 30g/L 塩化鉄（Ⅲ）水溶液の鉄濃度を算出(*5)
↓
鉄濃度約 30g/L の塩化鉄（Ⅲ）水溶液を水で希釈し、鉄濃度 0, 1, 10, 100, 1000 および 10000mg/L の水溶液を調製
↓
*1 塩化ヒドロキシルアンモニウム 10g を水に溶かし、100mL とする
*2 酢酸アンモニウム 40g 及び酢酸 50mL を水に溶かし、100mL とする
*3 塩酸 o-フェナントロリン 0.5g を水に溶かし、100mL とする
*4 (株)日立製作所製 U-3210
*5 鉄濃度 0mg/L の水溶液についての吸光度を対照とした

* 素材応用技術支援センター

3. フェロシアン化カリウム溶液による発色試験

3.1 発色試験

フェロシアン化カリウム 0.50g を塩酸 (1 + 9) 10mL に溶解し、フェロシアン化カリウム溶液を得た。鉄が付着した添付白布 (綿) にフェロシアン化カリウム溶液を滴下し、約 4 時間乾燥後、フェロシアン化カリウム溶液により青色に発色した箇所と添付白布 (綿) との色差を、汚染用グレースケール (JIS L0805) で判定した。

試験結果を表 2 に、判定時の添付白布 (綿) を図 1 に示す。鉄濃度 10mg/L の水溶液を付着させた場合 (鉄 10 μ g / 添付白布 1g) で汚染用グレースケール 3 号の色差が確認できた。また、鉄濃度 1000mg/L のもので汚染用グレースケール 1 号の色差に達したため、これより高濃度のものは試験を省略した。

3.2 反射光の強度試験

JIS Z8722²⁰⁰⁹ (色の測定方法—反射及び透過物体色) 5.3.3 により、同一添付白布の発色させなかった箇所を対照とし、分光光度計に付属の 150mm ϕ 積分球装置で測定した。発色は経時変化が生じるため、測定は汚染用グレースケールで色差を判定した後速やかに行った。

試験結果を図 2 に示す。波長 680nm 近辺で OD が極大となった。

4. EDS 分析および蛍光 X 線分析

4.1 EDS 分析結果

試験機器は、日本電子 (株) 製 JED-2200 を用いた。鉄を付着させた添付白布 (綿) の試験結果を表 2 に示す。

鉄濃度 10000mg/L の水溶液を付着させたもの (鉄 10mg / 添付白布 1g) のみ鉄の存在が確認でき、その他の濃度のものは、鉄のシグナルが現れる箇所に有位な信号を確認できなかった。鉄濃度 10000mg/L の水溶液を付着させた添付白布のスペクトルを図 3 に示す。

4.2 蛍光 X 線分析結果

試験機器は、(株) 堀場製作所製 MESA-500 (エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置) を用い、真空中で測定した。試験結果を表 2 に示す。

鉄濃度 100mg/L のもの (鉄 100 μ g / 添付白布 1g) で小さなシグナルとして確認され、鉄濃度 10mg/L 以下の濃度では検出されなかった。鉄濃度 100mg/L の水溶液を付着させた添付白布のスペクトルを図 4 に示す。

表 2 試験結果一覧

添付白布に付着させた塩化鉄 (III) 溶液の鉄濃度	添付白布 1g に付着させた鉄量	フェロシアン化カリウム溶液による発色試験の色差	EDS 分析	蛍光 X 線分析
0mg/L	0 μ g	汚染用グレースケール 4 - 5 号	検出されず	検出されず
1mg/L	1 μ g	汚染用グレースケール 4 - 5 号	検出されず	検出されず
10mg/L	10 μ g	汚染用グレースケール 3 号	検出されず	検出されず
100mg/L	100 μ g	汚染用グレースケール 1 - 2 号	検出されず	小さなシグナルとして検出
1000mg/L	1000 μ g (1mg)	汚染用グレースケール 1 号	検出されず	検出
10000mg/L	10000 μ g (10mg)		小さなシグナルとして検出	検出

5. 結 言

フェロシアン化カリウム溶液を用いた発色試験は、EDS 分析やエネルギー分散型蛍光 X 線分析に比べ低濃度の鉄でも検出された。これは、これらの機器分析では検出できない濃度の鉄でも、発色

試験により検出できる場合があることを示している。しかし、濃色や柄物の繊維の場合、発色させた色が見づらくなり、低濃度の鉄の検出が難しくなると思われる。

また、蛍光 X 線分析のほうが EDS 分析に比べ低濃度の鉄でも検出できた。

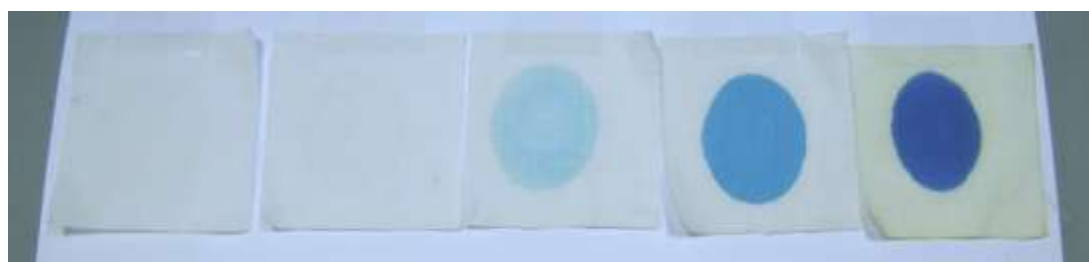


図1 フェロシアン化カリウム溶液を滴下・乾燥した添付白布（綿）
（左から順に鉄濃度 0, 1, 10, 100, 1000mg/L の溶液を付着させたもの）

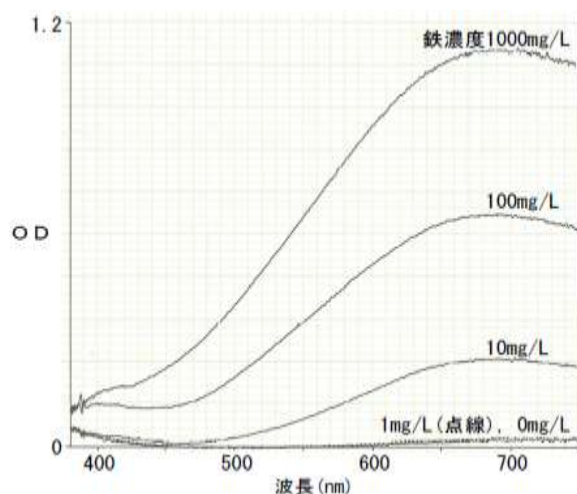


図2 塩化鉄(Ⅲ)水溶液を付着させた添付白布の反射光強度

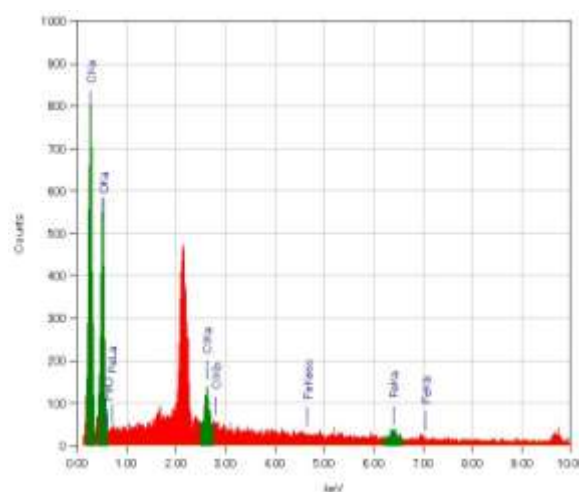


図3 鉄濃度 10000mg/L の塩化鉄(Ⅲ)水溶液を付着させた添付白布の EDS 分析結果

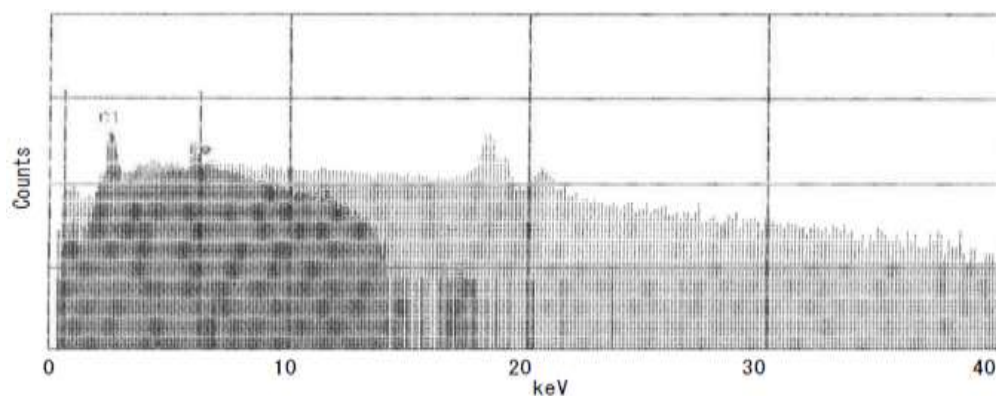


図4 鉄濃度 100mg/L の水溶液を付着させた添付白布の蛍光 X 線分析結果

絣織機製織に関する簡易電子補助装置の開発研究

小海 茂美* 長谷川 直樹**

Development of simple electronic auxiliary equipment on Kasuri weaving loom

KOKAI Shigemi* and HASEGAWA Naoki**

1. 緒 言

県内の絣織物は、十日町・小千谷・塩沢の各産地で、年間数億円の規模で生産されている。

数年前から、各地域の絣織り就業者の高齢化がますます進んでいることや、模様の施された緯糸を一本一本織込んで行く製織作業が辛苦なことから若年の新規就業者がほとんど無い状況にあり、近い将来県内での絣織物の工業的生産が困難になることが懸念されている。

このため未経験者でも容易に作業に従事でき、かつ作業疲労度を軽減する製織支援装置の開発が喫緊の課題となってきた。

2. 織機の改良と電子制御系の試作

開発内容は、絣織機の運転起動部分の改良、関連するセンサの追加と制御回路及びプログラマブルコントローラのプログラム作成である。

2.1 絣織機運転起動部分の改良

図1は改良前の運転起動部分で、人の手や、連結する足ペダルでハンドルを右側に移動するとクラッチが入り織機が回転する。ハンドルを左側に戻すとクラッチが切れて運転が停止する。この部分を人手からエアシリンダで行うための改良を行った。図2が改良後の運転起動部分である。エアシリンダが引込まれると織機が回転し、押出されると織機の回転が停止する。手前に取り付けられ

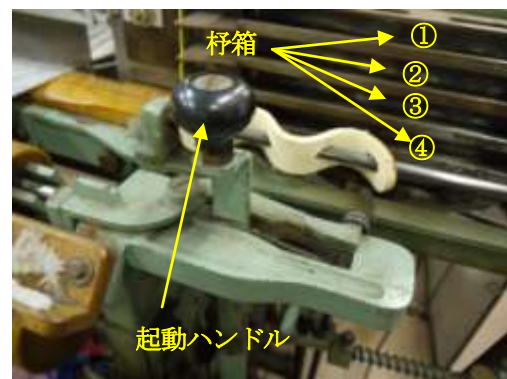


図1 運転起動部分（改良前）

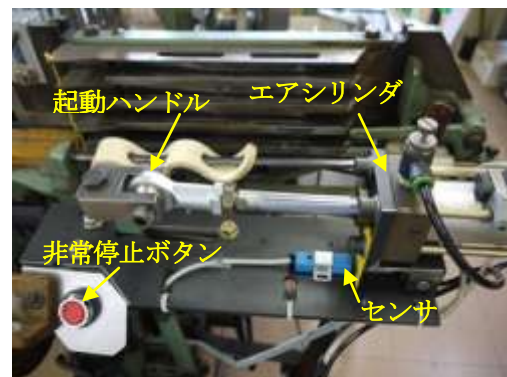


図2 運転起動部分（改良後）

ているセンサはエアシリンダの装着を確認し、運転モードを検出する。運転の信号は足下に設置したフットスイッチを踏むことでスタートする。

2.2 緯糸杼入れ動作センサの追加

図3は杼が入る杼箱を裏側から撮影したスエール部で、丸い部品が杼の入箱を機械的に感知するボウル部である。今回は図4のようにこのボウル部

* 素材応用技術支援センター

** 中越技術支援センター

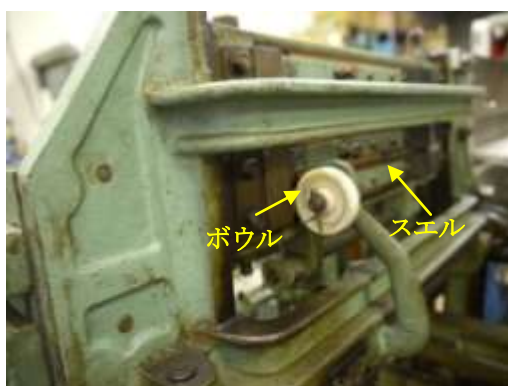


図3 枠の裏側

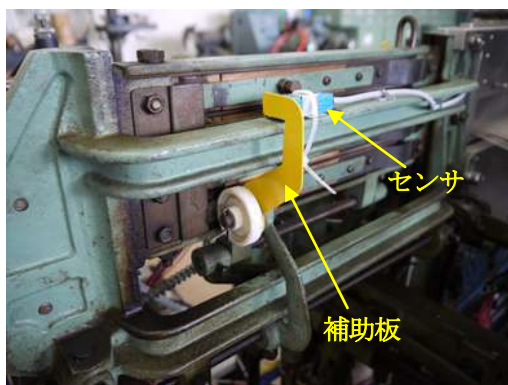


図4 枠センサ

にプラスチックの補助板を取り付け先端部に金属板を張り付け、枠の出入りを感じ取るセンサを取り付けた。

2.3 織機停止タイミングセンサの追加

織機の回転は、クランク軸が一回転すると織機も一回転する機構になっている。このクランク軸に図5のような突起物の付いたカラーを取り付け、この突起物を感じ取るセンサを取り付けた。突起

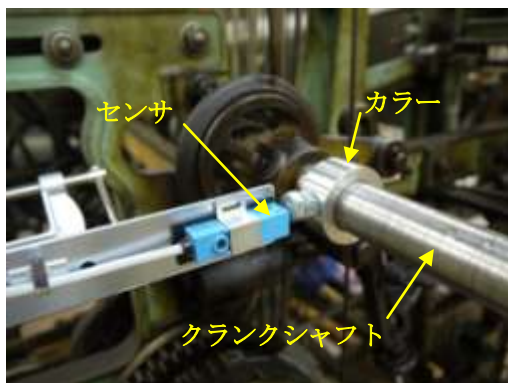


図5 停止タイミングセンサ

物をクランク軸の回転方向に移動すると、停止タイミングが早まり、逆回転方向に移動すると停止タイミングが遅くなる。このカラーの位置を調整することによって、柄合わせ作業がしやすい織機の停止位置を決定する。

2.4 非常停止ボタンスイッチの追加

安全性を考慮して非常停止ボタンスイッチを追加した(図2左下部分)。非常ボタンを押すとエアシリンダが押出され織機は停止する。

3. 織機の運転動作手順と回路設計及び制御プログラム作成について

織機の運転は足元のフットスイッチを踏むことで織機が一回転して停止する。

動作手順は概ねの以下①～⑥の手順で行われる。回路図を図6に、制御プログラムを図7に、制御装置を図8に示す。

①フットスイッチを踏む (ON)

↓

②エアシリンダのセンサ ON 確認

↓

③左右の枠センサ ON・OFF 確認

↓

④エアシリンダ引込動作

↓

⑤クランク位置センサ ON 確認

↓

⑥エアシリンダ引き出し動作

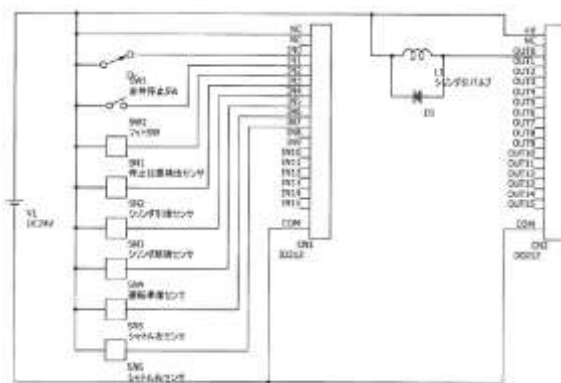


図6 制御回路図

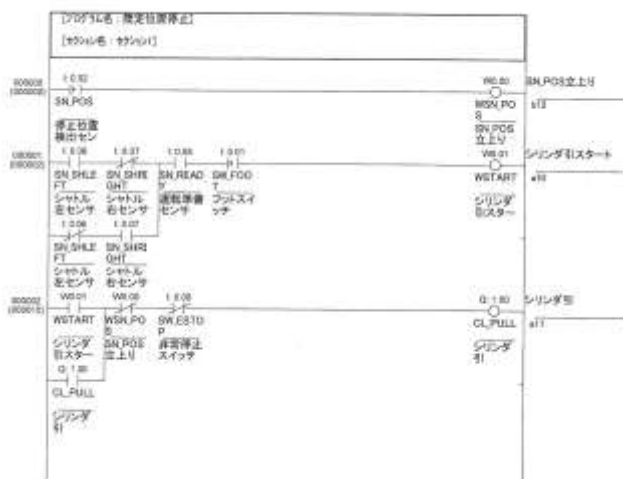


図 7 制御プログラム



図 8 制御装置

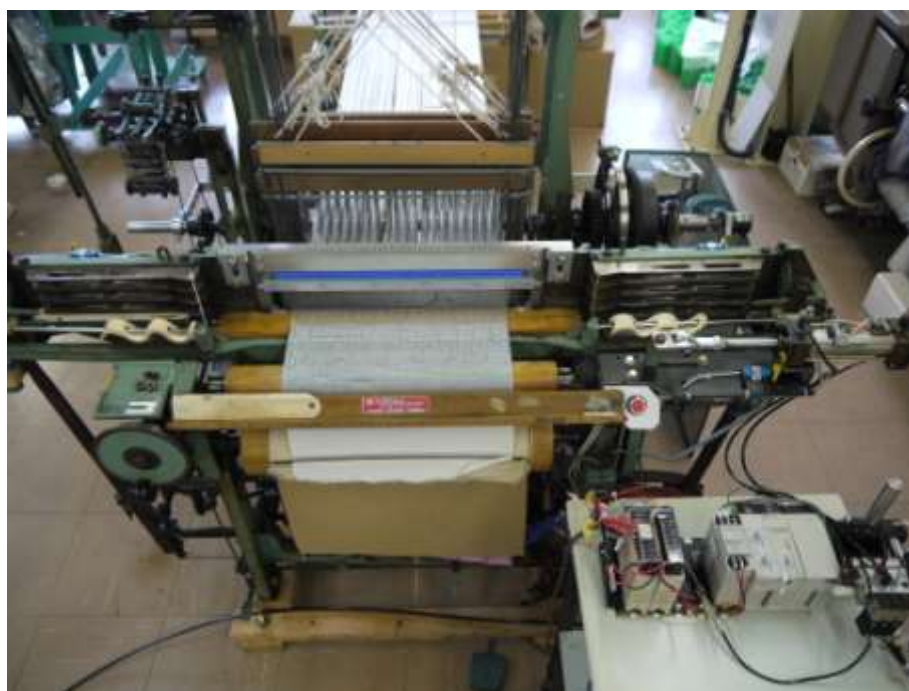


図 9 織機全体

4. 結 言

既存の絣織機にセンサを 4 個追加し、エアシリンダを支持固定する基板を取り付ける簡単な改良で、織機を定位置に停止させる装置を試作し、動作試験を行い、目的の定位置停止性能が確認できた。織機全体を図 9 に示す。今後は各産地企業に導入を図っていく。

鎚器銅器の形状モデリングと質感サンプリング に関する研究

阿部 淑人* 中部 昇** 橋詰 史則*** 玉川 洋基**** 玉川 勝之****

Shape Modeling and Texture Sampling Methods for Hand Hammered Copperware A.K.A the Tsuiki-doki

ABE Yoshito*, NAKABE Noboru **, HASHIZUME Fuminori***,
TAMAGAWA Hiroki**** and TAMAGAWA Katsuyuki****

1. 緒 言

鎚起銅器には多様な形状の製品があり表面修飾也多岐にわたる。その企画・設計時に高品位な CG 画像を用いることで設計品質を高めることができると考え写實的 CG によるデザインレビュー手法の技術開発に取り組んだ。

昨今は高品位な CG 画像を生成できるレンダリングソフトウェアが容易に入手できるようになったがそれによって画像を生成するためには形状データと質感データ（テクスチャ）が必要であり、それらはユーザーが独自に用意する必要がある。ここでは製品の形状と質感を取得して再現するための技術を開発した。

以下、2.には研究内容、3.には研究結果を記し、4.でまとめる。

2. 研究内容

2.1 形状データのモデリング

伝統工芸品では実体やイメージスケッチなどがあるだけで形状の数値データがほとんど存在しないため、形状データのモデリング手法について検討し既存製品については実体の3面写真図を元にした3次元モデリングツールによる方法とレーザースキャナを利用することとし、新

規製品の企画・設計をかねる場合にスカルプトツールによる方法を利用することとした。レーザースキャナによる方法とスカルプトツールによる模擬造形方法については今回省略する。

2.2 質感データのサンプリング

実体を使わないで外観のデザインレビューを的確に行うためにはリアリティの高い CG が不可欠であり、形状データと併せて質感データ（テクスチャマップ）がないと写實的 CG は生成できない。そこで本研究では実体のテストピースを撮像した画像をもとにカラーマップ（拡散反射画像）、グロスマップ（鏡面反射画像）、ノーマルマップ（法線方向画像）の3テクスチャマップを生成するソフトウェアを独自開発した。

3. 研究結果

3.1 3次元モデラーによる形状モデリング

3次元モデリングツールとしては、造形分野で普及している Rhinoceros®を用いて実証を行った。手順としては実体の3面写真を撮影してそれをツール上の最下位レイヤーに貼付して、外形を直線や円弧あるいは NURBS 曲線や Bezier 曲線などでトレースした後に立体化するというのを、パーツごとに繰り返して全体をモデリングした。幾何学的な形状や単純な形状であれば比較的簡単に済み、パーツ毎の分解も容易であるというメリットがある。また、実体

* 下越技術支援センター

** 研究開発センター

*** 企画管理室

**** 株式会社玉川堂（燕市）

がなくとも形状イメージが確定していればモデリングが可能である。図1にビアカップとティーポットのモデリング結果のワイヤーフレーム画像を示す。

3.2 テクスチャマップの生成

図2に示したように様々な質感を有するテストピースがありこれらを高品位にCGに反映させるためのテクスチャマップを生成するソフトウェアを開発した。具体的には金槌で銅板を叩きだすことを計算機内でシミュレーションすることによってリアリティの高い凹凸形状（ノーマルマップ）を生成している。詳細は省略するが3次元のガウス関数で記述した金槌面により板を叩き凹ますことを繰り返し計算した。出来上がった高低マップから法線方向を計算してノーマルマップとしたり、彩色してカラーマップとした。図3には例として3種のテクスチャマップを示す。左側がカラーマップで右側がノーマルマップないしグロスマップである。

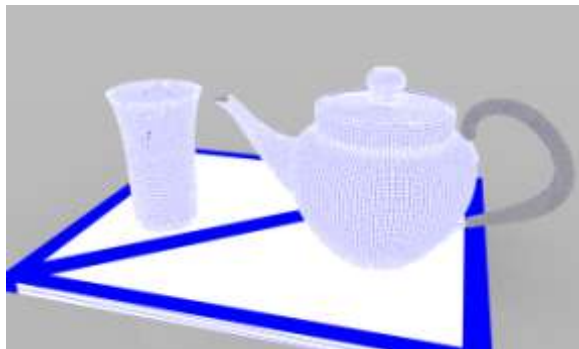


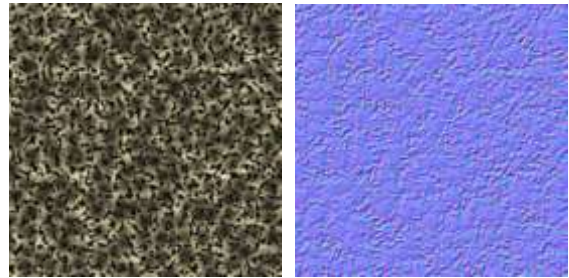
図1 Rhinoceros によるモデリング結果



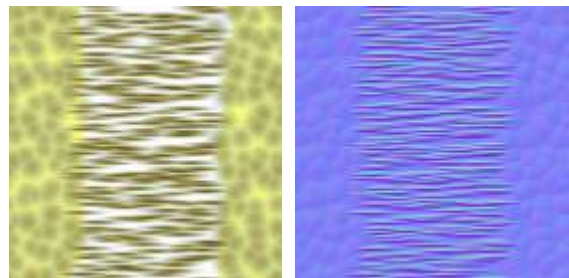
図2 様々な質感のテストピース

3.3 生成したCG画像の比較

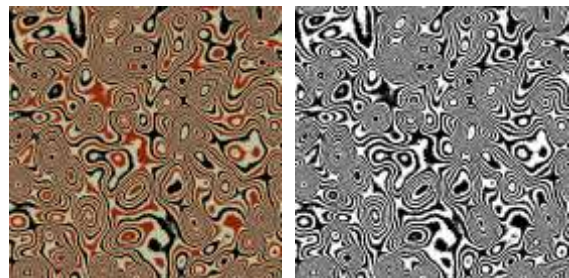
生成した形状データと質感データを用いてレンダリングソフトウェア KeyShot によってCG画像を生成した。白色拡散材料で表現すると図4のようになりいかにもCG的で現実感がない。



いぶし銀模様



交角紋模様



木目金模様

図3 テクスチャマップの例



図4 チョークのような素材

次にノーマルマッピングを施した画像を図 5 に示す。形状の写実性が向上することがわかる。さらに彩色を施すと図 6 のようになり一層写実性が向上することがわかる。ここまでくると十分デザインレビューにたえうることが期待できる。一方、図 7 には本研究で生成した鋸起銅器専用のノーマルマップでなくレンダリングソフトウェア添付の鋸目用ノーマルマップを適用した例を示す。残念ながらこれでは写実性が不十分であることがわかる。

さらにデザインレビューでは多様な表面修飾に自在に着せ替えることが有用であるためテクスチャを着せ替えてみた例を図 8 と図 9 に示す。



図 5 ノーマルマッピング



図 6 カラーマッピング+ノーマルマッピング



図 7 既存のノーマルマップ適用

図 8、図 9 の模様は創作物であり、多彩な外観シミュレーションを実際の試作を行わずにできることが CG によるデザインレビューのメリットのひとつである。図 10 に示すように背景画像との融合によってより臨場感をあげることもできる。

4. 結 言

鋸起銅器の企画・設計・製作をスムーズにつなぐために CG による外観のデザインレビューを実現する技術開発を行った。今後は実際に試用を行なって効果の確認と改善を行う。



図 8 着せ替えその 1



図 9 着せ替えその 2



図 10 背景との融合

文化財収蔵庫向け桐建材の有機酸ガス濃度評価

矢内 悦郎* 土田 知宏**

Organic acid gas concentration evaluation of the building materials for cultural-assets storehouses

YANAI Etsurou* and TSUCHIDA Tomohiro**

1. 緒 言

加茂市およびその周辺は桐箆簀全国シェア7割を占める桐製品の産地であるが、桐材の特性を活かした新たな用途展開を試みる企業も出てきている。その中で文化財収蔵向け桐建材の開発に取り組む企業から文化財保管に適した建材の評価について相談を受け、原木や後処理の異なる桐建材について、文化財劣化の要因となる放散ガス濃度の比較評価を試みた。

文化財保存環境においては、有機酸ガス濃度175ppbを基準値、80ppb以下を推奨濃度とし、アンモニアガス濃度30ppbを基準値・推奨濃度に行っている¹⁾。近年、精密分析以外の簡易試験法として、ガステック社製パッシブインジケータ®を用いて検知剤の色の変化からガス濃度を判定する方法を採用する収蔵施設も増えつつあり、有機酸インジケータの変色傾向と精密分析による酢酸およびギ酸を合計した放散量とが概ね一致することも確認されている²⁾。

そこで本研究においてもパッシブインジケータ®を用い、木材からの放散が懸念される有機酸ガス濃度について試験を行うこととした。

ただし、通常はインジケータが完全変色するまでの日数で濃度を判定するが、本研究では48時間後の色調を測色して濃度を割り出すこととした。また、使用予定の接着剤については、ガス検知管で放散酢酸ガス濃度を測定した。

2. 木材の放散有機酸ガス濃度測定

* 県央技術支援センター加茂センター

** 県央技術支援センター

2.1 試料

(1) 5～10ヶ月間天日乾燥した単板7mm厚

・国産材 ・中国材

(2) 2～3ヶ月間天日乾燥した巾ハギ材7mm厚

・国産材 ・中国材

なお、国産材は、天日乾燥前に1週間

30℃温水に漬け込み渋抜きを行っている。

中国材の渋抜きは不明。また、接着剤はどちらも酢酸ビニル系である。

(3) 中国産丸太を剥いたスライス単板2mm厚

・渋抜き前 ・渋抜き後

なお、渋抜きは3日間水中に漬込み、その後2日間人工乾燥を行っている。

2.2 方法

(1) 1日以上養生した120×100mmの試験片を小口と切断面をパラフィンで密封して試料別に複数枚をデシケーター(12L)に入れ、20℃・60%RHの環境下で48時間放置した。この時パッシブインジケータ®は、試料より30mm上方の中央に設置した。(図1)

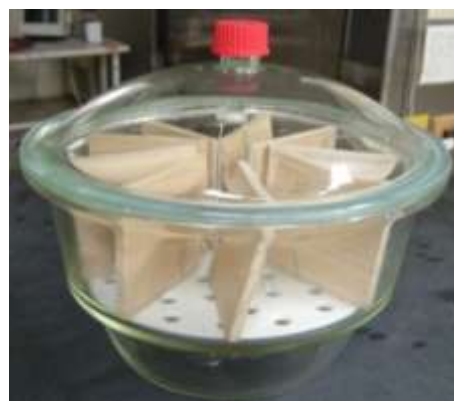


図1. 試験の様子

- (2) 48 時間後パッシブインジケータ®を回収し、(株)フミテックにて、測色による放散ガス濃度の判定を行った。

2.3 結果

測色による有機酸濃度は、以下のとおり。

(1) 単板

・国産材：71ppb ・中国材：111ppb

(2) 巾ハギ材

・国産材：97ppb ・中国材：170ppb

(3) スライス単板（中国材）

・渋抜き前：220ppb ・渋抜き後：97ppb

2.4 収蔵庫における有機酸ガス濃度の予想

建築予定の収蔵庫の具体的仕様は未定であるが、例えば九州国立博物館の収蔵庫の気積率（壁天井面積／部屋容量比）は0.51である。それに対し、本実験における気積率（小口・切断面を除く試料表面積／{デシケーター容積－試料体積}）は0.35～0.36と小さい。そこで収蔵庫の初期有機酸ガス濃度を予想するため、単純に濃度が建材の表面積に比例すると仮定して気積率 0.51 における有機酸ガス濃度を求めた³⁾。なお、実際の収蔵庫では自然換気や強制換気により濃度は低下するが、予想値は換気を考慮していない。結果を図2に示す。

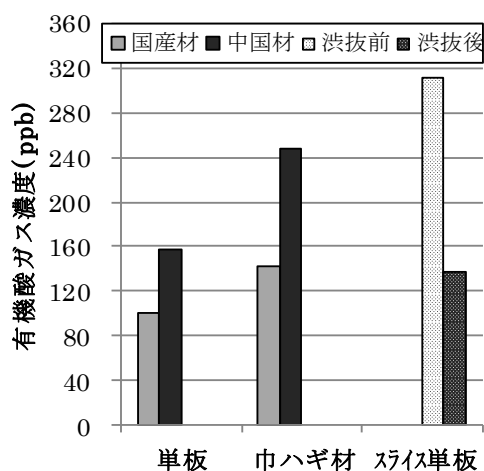


図2 収蔵庫内で予想される有機酸ガス濃度

3. 接着剤の放散酢酸ガス濃度測定

文化財保管庫用建材に適した接着剤を選別するため、使用予定の接着剤について簡便な試験法を試みた。

3.1 試料

接着剤：HG4 と SH20L

3.2 方法

180mm×290mm のアルミホイルに接着剤を50g 量り取り、ドラフトチャンバー内で放置（図3）し、24時間ごとにガス検知管で測定した（図4）。なお、ガス検知管は、ガステック酢酸用(0.125～25ppm)を用いた。

3.3 結果

結果を表1に示す。



図3 試験開始直後



図4 試験の様子

表 1 測定の結果

試料 \ 放置時間 (h)	24	48	72
HG4	500ppb	125ppb	< 125ppb
SH20L	500ppb	125ppb	< 125ppb
気温(℃)	21	20	22

4. 結 言

- (1) 中国材を使った建材は、国産材の建材と比較して有機酸ガス濃度が 55～65%ほど高い。天日乾燥は県内で行ったことから、産地特性とも考えられるが、原因確認は必要である。
- (2) 巾ハギ材は単板と比較して、有機酸ガス濃度が 40～60%ほど高い。接着剤を使用していること、あるいは天日乾燥が短期間であることが原因と考えられる。
- (3) スライス単板は短期間の渋抜き・乾燥処理で、国産の巾ハギ材とほぼ同程度の濃度になった。繊維が切断されていることや厚さなどの影響で、後処理が促進されたと考えられる。

- (4) 収蔵庫内で予想される有機酸ガス濃度を比較すると、基準値の 175ppb 以下だったのは、単板、スライス単板および国産材を使った集成材であった。その中でも国産材を使った単板は、推奨濃度である 80ppb 以下にもっとも近かった。
- (5) 接着剤の試験において、試料による差はなかったが、接着剤選定のための確認試験として有効な方法であることがわかった。また、放置時間 1 日後には 500ppb あった酢酸ガス濃度が 3 日後には 125ppb 以下に減少したことから、建材の養生が重要であることが確認できた。

参考文献

- 1) 佐野千絵，“美術館・博物館の空気室の現状と望ましいレベル・対策”，空気清浄，第 38 巻，第 1 号，2000，p24-25.
- 2) 呂俊民ほか，“文化財保存のための保管空間に影響するガス放散体の簡易試験法”，保存科学，No.49，2010，p146-147.
- 3) 佐野千絵ほか，“文化財収蔵庫用建築材として使用される国産杉材の試験法に関する検討”，保存科学，No.42，2003，p65-66.

有限要素法によるウェハの自重たわみ量分布の解析

石井 啓貴* 片山 聡*

Analysis of the quantity of gravity bend distribution of the wafer by the finite element method

ISHII Hirotaka* and KATAYAMA Satoshi*

1. 緒 言

電子デバイスの高集積化に伴い、半導体加工の微細化が急速に進展している。これに伴い、半導体ウェハは高い精度と平坦度が要求されており、ウェハの厚さや表面形状を評価する測定機においても測定精度が求められている。

半導体ウェハの形状測定機では、円周部を指定の箇所支持し、非接触でウェハ表面の測定を行うが、国際的な測定規格に基づき重力によるたわみ量を補正する必要がある。

そこで本研究では、ウェハの円周部3箇所を支持したときの自重によるたわみ量の平面分布を、有限要素法により求めることとする。

2. 使用ソフトウェア

有限要素法解析における各処理工程において、表1に示すソフトウェアを使用して、解析を行った。

3. 計算対象

円板（φ50～200，1/2対称）に対し、中心より0.5mm間隔で格子状に面分割したサーフェスモデルを計算対象とした。なお、支持点（外周より1mm，120度間隔）近傍のみ、格子形状を修正した。（図1）

4. 有限要素モデル

ANSYSの自動分割機能より、格子ごとに1つの4節点4辺形要素を作成した。

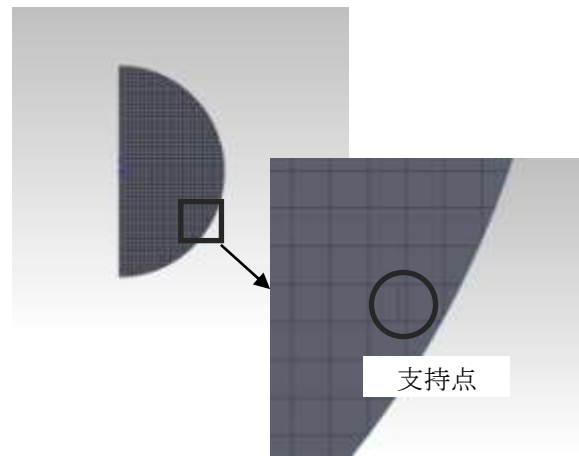


図1 計算対象（φ50mmモデル）

5. 材料モデル

ヤング率 130GPa，ポアソン比 0.177，密度 2,330kg/m³の等方性弾性モデルとした。

6. 計算条件

支持部の鉛直方向変位のみ拘束し、モデル全体に重力加速度を付与した（図2）。解法は静的陰解法とし、大変形アルゴリズムを用いた。

また、形状剛性を強制的に更新させるため、10ステップに分けて計算した。

表1 解析ソフトウェア

処理工程	ソフトウェア
CAD モデル作成	Solidworks Premium 2010SP5
プリ・ポスト処理	ANSYS Workbench 13.0 Ls-Prepost2.4
計算ソルバー	LS-DYNA971R5.0 ANSYS Mechanical 13.0

* 中越技術支援センター

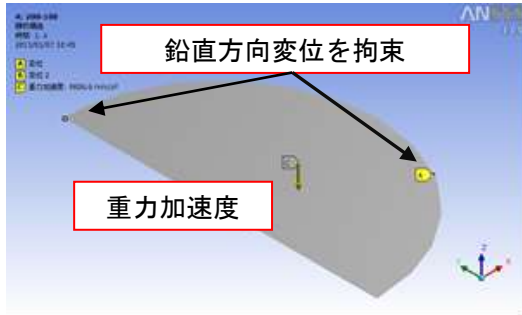


図2 境界条件

表2 計算結果（最大たわみ量：mm）

ウェハ径－ 厚さ	LS-DYNA	ANSYS
φ200mm－ t100μm	1.51×10^{-1}	1.53×10^{-1}
φ100mm－ t300μm	1.45×10^{-2}	1.45×10^{-2}
φ50mm－ t500μm	2.96×10^{-4}	2.96×10^{-4}

7. 計算条件

7.1 LS-DYNA と ANSYS との比較

本研究では変形後の節点座標を出力するため、計算ソルバーにポスト処理が容易な LS-DYNA を用いた。ただし、当所において LS-DYNA を用いて静的構造解析を行った例は少なく、精度検証が十分でないことから、まず静的陰解法ソルバー ANSYS との計算精度比較を行った。

計算結果を表2、図3、4に示す。どの計算条件においても差は小さく、変形分布も相似形であることが分かる。このことから、LS-DYNA によるウェハたわみ量計算は十分な計算精度を有しているといえる。

7.2 各モデルのたわみ量

表3、4に計算結果を示す。表5、6にはφ50mmの最大たわみ量に対する各直径－板厚のたわみ量比率を示す。大きく変形する条件においては初期形状との剛性差が大きくなり、相似形が崩れていることが確認できる。

8. ポスト処理

計算後に出力された節点座標点群のうち、一定間隔で分布する座標点を抽出し、有限要素法解析において形状の対称性により有限要素モデルから省略したウェハ平面における第2、3象限部分（X軸における負の部分）の点群を生成するため、上記の点群のうち各点のX座標のみY軸を中心に反転させたうえでY座標、Z座標を複写し追記することにより、各解析条件にお

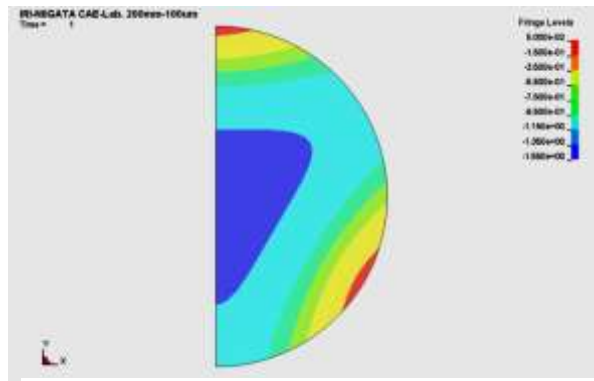


図3 鉛直方向の変形量分布
(φ200mm－t100μm) (LS-DYNA)

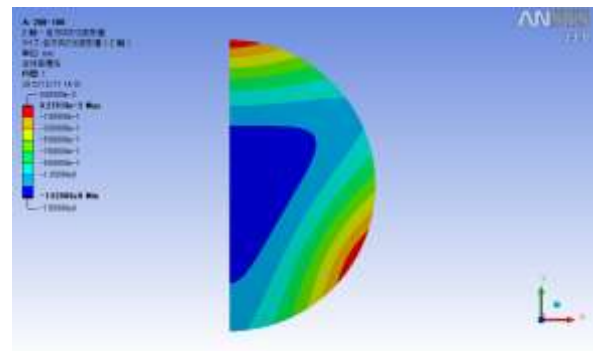


図4 鉛直方向の変形量分布
(φ200mm－t100μm) (ANSYS)

けるたわみ量の点群テーブルを作成した。

9. 結 言

ウェハの円周部3箇所を支持したときの自重によるたわみ量の平面分布を、有限要素法により求めた。

表 3 鉛直方向の最大たわみ量（板厚 100～400 μm 、単位：mm）

直径 (mm)	板厚 (μm)					
	100	125	150	200	300	400
50	7.36×10^{-3}	4.72×10^{-3}	3.28×10^{-3}	1.85×10^{-3}	8.21×10^{-4}	4.62×10^{-4}
75	3.99×10^{-2}	—	—	—	4.45×10^{-3}	—
100	1.28×10^{-1}	—	5.79×10^{-2}	—	1.45×10^{-2}	—
125	3.08×10^{-1}	2.04×10^{-1}	1.43×10^{-1}	8.12×10^{-2}	3.62×10^{-2}	—
150	6.01×10^{-1}	4.13×10^{-1}	2.95×10^{-1}	1.70×10^{-1}	7.60×10^{-2}	—
200	$1.51 \times 10^{+0}$	$1.14 \times 10^{+0}$	8.65×10^{-1}	5.26×10^{-1}	2.43×10^{-1}	1.37×10^{-1}

表 4 鉛直方向の最大たわみ量（板厚 500～1000 μm 、単位：mm）

直径 (mm)	板厚 (μm)					
	500	600	700	800	900	1000
50	2.96×10^{-4}	2.06×10^{-4}	1.51×10^{-4}	1.16×10^{-4}	9.18×10^{-5}	7.45×10^{-5}
75	1.60×10^{-3}	—	8.19×10^{-4}	—	4.96×10^{-4}	—
100	5.23×10^{-3}	—	2.67×10^{-3}	—	1.62×10^{-3}	—
125	1.30×10^{-2}	—	6.66×10^{-3}	—	4.03×10^{-3}	—
150	2.74×10^{-2}	—	1.40×10^{-2}	—	8.46×10^{-3}	—
200	8.80×10^{-2}	6.11×10^{-2}	4.49×10^{-2}	3.44×10^{-2}	2.72×10^{-2}	2.20×10^{-2}

表 5 $\phi 50\text{mm}$ に対する最大たわみ量の比率（板厚 100～400 μm ）

直径 (mm)	板厚 (μm)					
	100	125	150	200	300	400
75	5.4	—	—	—	5.4	—
100	17.4	—	17.7	—	17.7	—
125	41.9	43.2	43.7	44.0	44.1	—
150	81.7	87.5	90.1	92.0	92.6	—
200	205.2	240.7	264.1	285.2	295.4	297.1

表 6 $\phi 50\text{mm}$ に対する最大たわみ量の比率（板厚 500～1000 μm ）

直径 (mm)	板厚 (μm)					
	500	600	700	800	900	1000
75	5.4	—	5.4	—	5.4	—
100	17.7	—	17.7	—	17.6	—
125	44.0	—	44.0	—	43.9	—
150	92.5	—	92.3	—	92.1	—
200	297.1	297.0	296.7	296.3	295.9	295.6

質感の測定技術・表現技術の研究

阿部 淑人* 中部 昇** 橋詰 史則***

Research of Texture Analysis and Synthesis Method used for Appearance Engineering

ABE Yoshito*, NAKABE Noboru** and HASHIZUME Fuminori***

1. 緒 言

伝統工芸品を始めとして工業製品でも、質感が外観上重要な位置を占める製品の企画・設計から製作において、質感の測定や制御がうまく定量的に行えないため、官能的あるいは印象的に取り扱わざるを得ず様々な障害が発生している。例えば、工程間やメーカーユーザー間の意思疎通が十分でできなかったり品質の安定性を定量的に計ることができなかったりということがある。

機構部品の設計・製造において3次元形状の寸法や強度などの共通尺度が必要なように、質感部品の設計・製造においては質感を表現する共通尺度が本来は必要である。従来は客観的な共通尺度が無いままに主観尺度のみに頼ってきたことによりコミュニケーションの齟齬が発生したり、計測・制御が属人的・官能的になるという状況に陥っていたと考えられる。従って客観的な共通尺度やデジタルデータによる質感管理体制 (Texture Management System) の構築を志向し、当面の課題としてそのための質感尺度の計測技術、表現シミュレーション技術の開発を目指している。当該技術の運用によるメリットは以下のとおりである。

- ・ 定量的な客観尺度やコンピュータシミュレーションした精細なデジタル画像によりコミュニケーションギャップが減少する。

- ・ 実体の数値管理が可能になり、計算機シミュレーションとの対比が可能になる。
- ・ 制御条件と測定データの関連付けにより品質管理を自動化できる。
- ・ 生成したデジタルデータを企画・開発・製造・品質管理・販売の部門間に跨って利用できる。

一方、デメリットは以下のとおりである。

- ・ 客観評価のための測定器の導入が必要。
- ・ 既存のワークフローと異なるために導入や運用に際して心理的障壁が伴う。

工技総研でこれまでに導入した設備 (多角度分光測色計とリアルタイムレンダリングシステム (高速で写実的なCGシステム)) により、質感測定と質感表示について一部実現のめどが立ったがまだ実現しなければならない課題が多いため2か年計画で研究開発を行うこととした。

2. 研究内容

本研究ではまず、実物の質感測定と仮想的な試作品の表示 (CGによるデジタルプロトタイプ) のための技術を確立する。

- ① CAD データのない手工芸品の形状データを迅速にモデリングしパーツ化する技術の開発
- ② さまざまな表面修飾材料や製品パーツの質感データを迅速にサンプリングしテクスチャマップ化する技術の開発
- ③ デジタルプロトタイプの臨場感を高めるために背景画像を安価に取得する技術の開発

* 下越技術支援センター

** 研究開発センター

*** 企画管理室

- ④ ①～③のデータを用いて高品位なデジタルプロトタイプを表示する技術の開発
 - ⑤ 表面修飾や材料製造の工程における品質制御と質感測定を実現する技術の開発
- この内①～③までを1年目の課題として実施することとした。

2.1 形状データのモデリング

大量生産する工業製品では3次元CADが普及しているために形状データが設計時点で存在することが多いが、伝統工芸品では実体やイメージスケッチなどがあるだけで数値データが存在しないことが多い。そこで形状データのモデリング手法について3種類を比較検討することとした。まず第1は実体の3面写真図を元にした3次元モデリングツールによる方法、第2にはレーザースキャナによる方法、そして第3にはスカルプトツールによる方法である。

2.2 質感データのサンプリング

実体を使わないで外観のデザインレビューを的確に行うためにはリアリティの高いCGが不可欠であり、形状データと併せて質感データ(テクスチャマップ)がないと写実的CGは生成できない。そこで本研究では実体のテストピースを撮像した画像をもとにカラーマップ(拡散反射画像)、グロスマップ(鏡面反射画像)、ノーマルマップ(法線方向画像)の3テクスチャマップを自動生成するシステムを開発することとした。撮像サブシステムと分析サブシステム、合成サブシステムが必要であるが、現時点では撮像サブシステムの設計を完了し製作中であり、また合成サブシステムについては2種のソフトウェアが実装済みである。分析サブシステムは実画像を元にテクスチャマップ計算機合成するためのパラメータを抽出するソフトウェアであり現在設計中である。

2.3 背景画像の取得

外観のデザインレビューのために臨場感を高

めるには写実性の高い製造物CGが実背景に溶け込んでいる必要がある。大規模な映像プロダクションでは数百万円~数千万円程度のパノラマカメラ例えば PanoScan®や SceneCam®, iStar®などを用いて周囲の背景画像を取得しているが今回はより安価で簡便な方法を模索することとし、デジタルカメラ NEX-5N とパノラマ雲台 Panoland による方法と3眼式パノラマカメラ GiroCam による方法を比較検討した。

3. 本年度の成果

3.1 形状モデリング手法の比較検討結果

3次元モデリングツールとしては、造形分野で普及している Rhinoceros®を用いて実証を行った。手順としては実体の3面写真を撮影してそれをツール上の最下位レイヤーに貼付して、外形を直線や円弧あるいは NURBS 曲線や Bezier 曲線などでトレースした後に立体化するというのを、パーツごとに繰り返して全体をモデリングした。幾何学的な形状や単純な形状であれば比較的簡単に済み、パーツ毎の分解も容易であるというメリットがある。また、実体がなくとも形状イメージが確定していればモデリングが可能である。図1にピアカップとティーポットのモデリング結果のワイヤフレーム画像を示す。

3次元スキャナとしては非接触式のレーザースキャナや接触式の CNC 測定器あるいはハイブリッド式など多様にあるが、本用途では寸法精度的にそれほど要求が高くないことから簡便で安価なことを優先して簡易式のレーザースキャナ NextEngine® HD Pro を用いて実証を行った。NextEngine は投光部と受光部の入った小型ボックス 3D Scanner HD Pro と、回転ステージ MultiDrive、点群データ編集ソフト ScanStudio HD Pro からなるレーザースキャニングシステムである PC にソフトウェアをインストールして USB インターフェースで接続し起動すると自動でステージを回転させながら順次点群データを取り込み断片的な点群データを合成して形

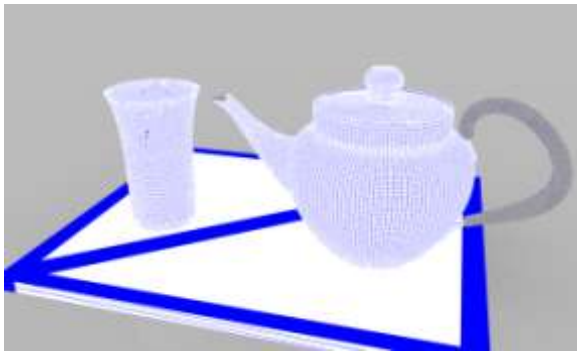


図1 Rhinocerosによるモデリング結果



図2 NextEngineによるモデリング



図3 NextEngineによる急須のモデリング結果

状データを生成する。急須程度の小型物であればオートスキャンが可能であるため手軽に形状モデリングができるというメリットがあるが、一体構造で表面修飾が複数異なるような製品の場合にはパーツに分解する編集操作が必要である。また金属光沢を有するような材料あるいはガラスのような透明な材料については取得が困難であるというデメリットもある。光沢材料などの場合には表面に防汗スプレー（例えば AG⁺ など）などの白色微粉末を噴霧するとスキャン

性が向上する。図2と図3にNextEngineによるモデリング途中の様子とモデリング結果を示す。

スカルプトツールとはコンピュータのタッチパネルディスプレイなどを用いて仮想的に粘土細工のように形状を造形するCGツールで自然物などの形状モデリングに適している。Avatarなどの映画に登場する動植物のCGに多用されている。比較的安価で普及しているツールとしてZBrush®を用いて実証を行った。なおZBrushはスカルプト単体のツールでなく通常の3次元モデリングやレンダリングもできる統合3次元CGツールである。<http://oakcorp.net/zbrush/zbrush/features/ZBrush4R5/index.php>の業界事例をみればわかるとおり、複雑な造形物の形状をはじめとして生体医療関連や工芸品の造形などを効率的にデータ化できる能力があることがわかる。金工や彫刻などの工芸品の造形に通じるところがあるため新商品の企画・設計時のモデリングに適していると考えられる。若干操作性が独特なため慣れるには時間が必要である。図4に片口のモデリング結果例を示す。

前述の通り3種類のモデリング手法について比較検討を行ったがそれぞれ一長一短があり、次のように用途によって使い分けることが現実的であることが分かった。比較的簡易形状で定番的な製品の場合には通常の3次元モデリングツールを用いるのが適している。表面修飾が複数に分かれることなく単一のテクスチャで表現できる物体であって複雑形状（ただし、できるだけ凹部のない形状）については、レーザースキャナを用いるのが適している。また、企画設計時に試行錯誤的に造形を行うにはスカルプトツールを用いるのが適している。



図4 ZBrushによる片口のモデリング結果

3.2 テクスチャマップの分析合成システム

テクスチャマップを生成するために実材料を撮像して分析合成するシステムの撮像サブシステムの概略を図5に示す。アクリルドーム（半球）の内面を硫酸バリウムでコーティングし下方から高演色性 LED ライト（CCS-INC 製自然光 LED, EXLN-NW022050E11JK）で照らして完全拡散光とし，上方の開口部から FoveonX3 撮像方式でカラーモザイク処理のないデジタルカメラ DP1 Merrill で撮像することで拡散反射画像を得る。その他に方位照明を備えていてそれぞれを点灯・消灯することで陰影を取得して鏡面反射画像や凹凸画像を得る。図5に淡色で示した下方のランプが拡散照明用，濃色で示した上方のランプが方位照明用である。テストピースはドームの中心下方に配置する。

画像の分析合成サブシステムのうち分析部分については，現在設計中で合成サブシステムは2種類を実装した。図6には鋳起銅器のために生成したカラーマップとノーマルマップの例を示す。図7に図1にテクスチャマップを適用した CG 画像例を示す。



図5 撮像サブシステムの概略

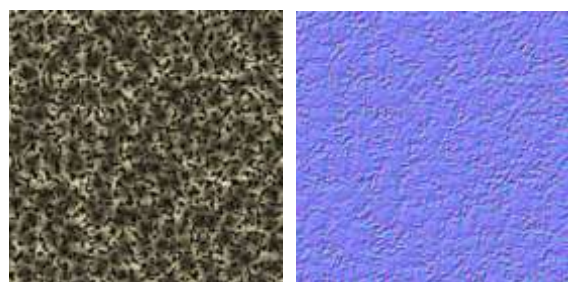


図6 テクスチャマップの例

3.3 背景画像の取得

安価に背景画像（ $360^{\circ} \times 180^{\circ}$ ）を取得する方法としてパノラマ雲台にデジタルカメラを装着して複数枚画像を撮像して合成する方法と研究期間中に新発売されたため急遽入手した3眼式パノラマカメラで自動生成する方法を比較検討した。結論としては3眼式を当面採用することにした。図8にパノラマ画像例を示す。

4. 結 言

本研究の初年度は，写実的なCGによる外観のデザインレビューを実現するために形状モデリングと質感サンプリング，背景画像取得について技術開発を行い，実現の見通しが立った。



図7 人工テクスチャを適用した CG 画像の例



図8 パノラマ画像の例



図9 パノラマ背景にCGを合成した例

超微細成形技術によるシート型微小針アレイの開発

(第3報)

佐藤 健* 樋口 智* 山田 敏浩* 伊関 陽一郎* 斎藤 博**

Development of Hollow Microneedle Array by using Ultra Fine Injection Molding III

SATO Takeshi*, HIGUCHI Satoru*, YAMADA Toshihiro*, ISEKI Yoichiro* and SAITO Hiroshi**

1. 緒 言

医療機器産業では、患者の肉体的・精神的負担の軽減などの観点から、注射針を使用したときの痛みや皮膚ダメージなどの軽減が求められている。本研究では、プラスチック成形技術を高度化した超微細成形技術を用いて、無痛・低侵襲のシート型中空微小針アレイを開発する。

MEMS プロセスで、多数の微小突起をシリコン基板上に一括形成し、これをマスター基板として電鋳した後、超精密切削加工機で穴あけなどの微細加工を付加することによって成形金型を作製する。

マスター基板の作製について、昨年度まではドライエッチングでシリコン基板の表面に微小突起を形成する方法を検討した。^{1),2)}

今年度は、MEMS 分野において、主に高アスペクト比構造体の形成に用いられる化学増幅型の厚膜フォトリソ（以下、単にレジストと呼ぶ）を利用した突起形成プロセスを検討したので報告する。

2. 突起形成プロセス

図1は、試作目標とした突起の形状と配置であり、高精度のパターニングを必要とする寸法公差となっている。

レジストには、日本化薬（株）製のネガ型レジスト KMPR-1035 を使用し、シリコンウェーハを切断したものを基板とした。図1の突起の形成にあたって、

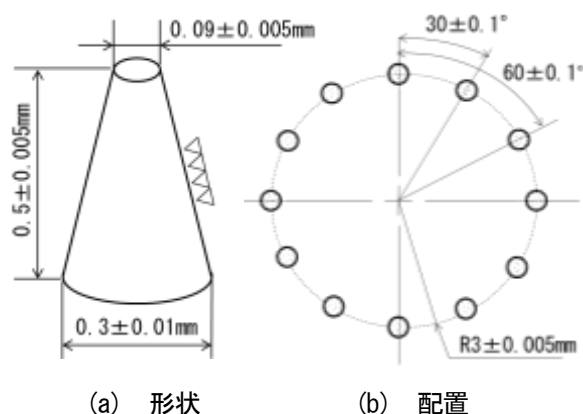


図1 マスター基板に形成する突起

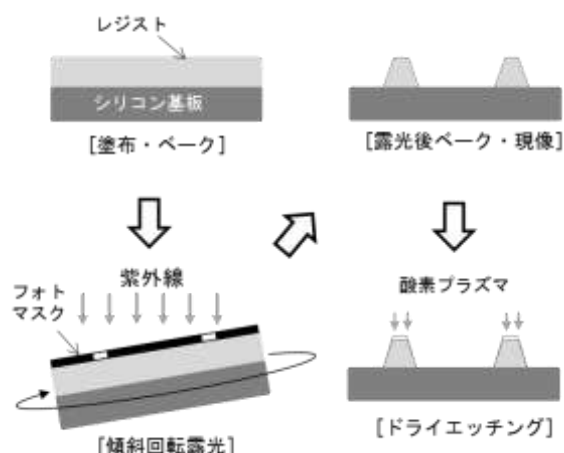


図2 突起形成プロセス

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

①スキージ法によるレジスト成膜
 ②傾斜回転露光法による円錐台の形成
 ③ドライエッチングによる高さ調整
 について検討し、プロセスを最適化した。図2にプロセスの概略を示す。

2.1 レジスト成膜

KMPR-1035 は、高粘度のレジストであるが、一回のスピン塗布で成膜できる厚さは 100 μ m 程度である。本研究で必要な 500 μ m をスピン塗布で成膜するには、塗布とベークの繰返しが複数回必要となり実用的ではない。このため、スキージ法によるレジスト成膜を検討し、以下の手順を試作に適用した。

厚さ 1mm のスペーサを使用してレジストをスキージングしたのち、100℃のホットプレート上でベークして溶剤を除去する。

なお、塗布はパターン形成領域のみとし、次工程で必要なスペーサを置く領域を確保しておく。

厚さ 0.5mm のスペーサをレジストが塗布されていない領域に置き、これを介してガラス製のフォトマスクをレジストに加圧密着させる。レジストを軟化させるため、この作業は 50℃のホットプレート上で行う。フォトマスクを密着させることによって、レジストはスペーサと同等の厚さで平坦に成膜される。さらに、フォトマスクとのパターン変換のばらつきを抑制することができるので、上・底面径の精度が向上する。

露光後にはレジストから剥離する必要があるため、フォトマスクにはあらかじめ離型処理をしておく。

2.2 傾斜回転露光法

傾斜回転露光法³⁾とは、図3のように、傾斜させたステージに基板を置き、一定速度で回転させながら紫外線を照射する方法である。レジストは円錐台状に感光し、ステージ傾斜角を変えることによって、円錐台斜辺の勾配

角を制御できる。ステージ傾斜角とフォトマスクの開口径によっては、突起内部に未露光となる領域が生じ、現像中に形状が崩れる要因となる。このような場合には、所定角よりも小さい傾斜角、あるいは傾斜なしの露光を付加することによって、

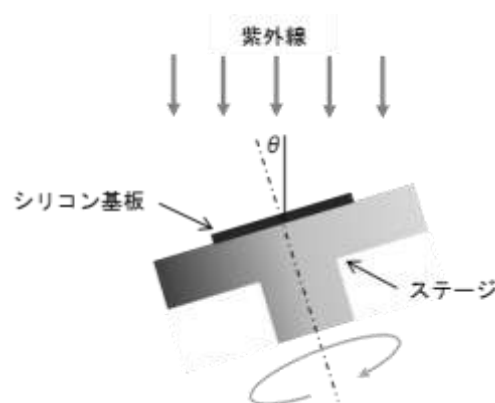


図3 傾斜回転露光法

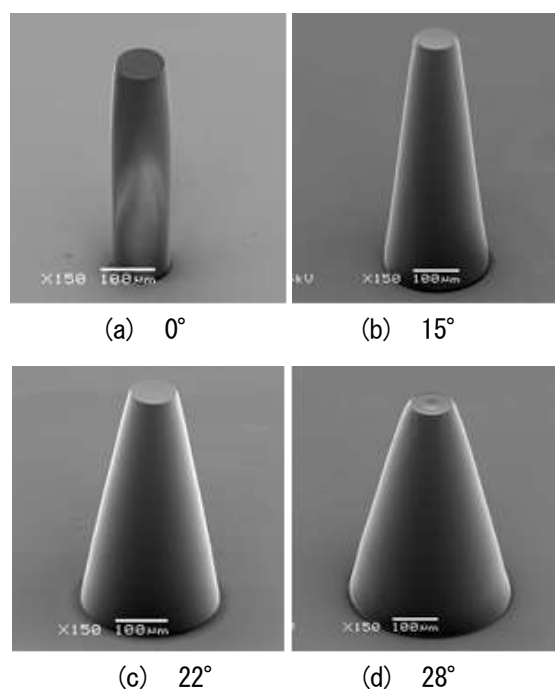


図4 ステージ傾斜角と突起形状

表1 突起形状測定値

ステージ傾斜角	上面径 (μm)	底面径 (μm)	高さ (μm)	突起勾配角
15°	92	231	565	83°
22°	91	288	485	79°
28°	93	368	522	75°

突起全体を感光させることが必要である。

図 4(a)は傾斜なしの露光，(b)～(d)は 3 種類の傾斜角で露光した場合の突起の形状である。ステージ傾斜角に応じて，それぞれ勾配角の異なる円錐台となっており，形状の制御が可能であることを示している。

また，表 1 に上記の突起の上・底面の径と高さの測定値，これらから計算した勾配角の値を示す。図 1(a)の設計値から計算される突起の勾配角は 78° であり，露光条件としては，これと同等の形状が得られる 22° のステージ傾斜角が適当である。

なお，ここで使用したフォトマスクの開口径は $\phi 89\mu\text{m}$ であり，この値で概ね設計どおりの上面径が得られることがわかった。

2.3 ドライエッチングによる高さ調整

突起の高さには，公差 $\pm 1\%$ という高い精度が要求されている。2.1 項で検討した成膜方法は，一基板内の突起高さの均一性には優れるものの，基板ごとのばらつきまで含めるとこの公差を実現することは困難である。そこで，酸素によるドライエッチングを突起の高さ調整に利用することを試みた。

レジストでパターン形成した基板を電鍍用マスターとして用いる場合には，基板表面のレジスト残渣を除去するために，酸素プラズマで処理することが一般的である。通常は，

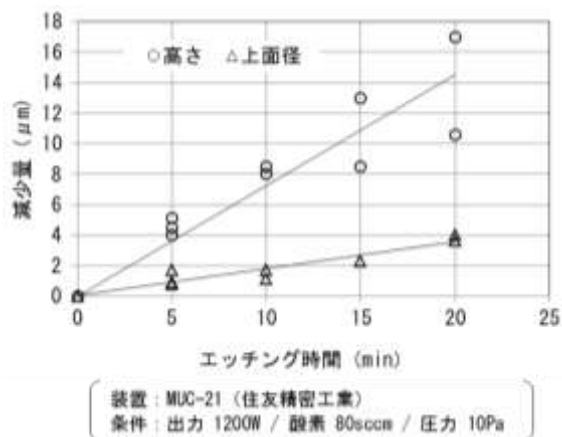


図 5 エッチング時間による寸法変化

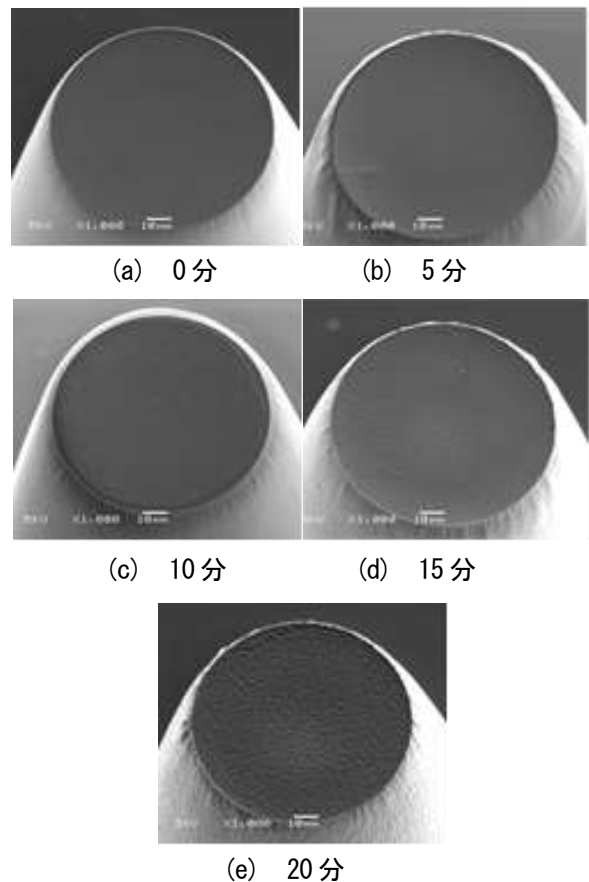


図 6 ドライエッチングによる突起表面の変化

レジストの寸法変化が生じないように，低出力で短時間の処理が行われる。本研究では，これを高出力で行い，高さを減少させる手段として利用する。パターニング後に設計上限の $505\mu\text{m}$ を超えた場合でも，高さを減少させることで公差内に収めることが可能になり，レジストの成膜精度を実質的に緩和することができる。

図 5 にエッチング時間に対する高さと上面径の寸法変化を示す。どちらも時間との相関が見られるが，上面径の変化量は比較的小さいので，ドライエッチングは高さ調整の有効な手段と考えられる。

また，図 6 にエッチング時間に対する突起表面の状態変化を示す。長時間化によって表面が荒れて行く様子が観察されており，平滑性が必要な場合には，処理時間の上限を設定しておく必要がある。

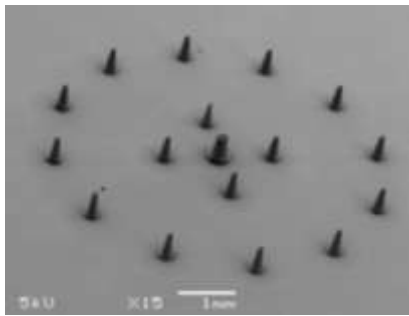


図7 マスター基板

表2 形状測定結果

	上面径 (μm)	底面径 (μm)	高さ (μm)
平均値	95	294	498
最小値	94	290	496
最大値	96	296	499

3. マスター基板の作製

電鍍用マスター基板を作製した。これまでの検討結果をもとに、ステージ傾斜角を 22° 、ドライエッチングによる高さ調整で生じる上面径の減少を考慮し、フォトマスクの開口径を $\phi 94\mu\text{m}$ とした。作製後の外観を図7に示す。図2(b)に表示のない中央部の突起は、電鍍後の機械加工の位置合せマークとして追加したものである。表2に測定顕微鏡（オリンパス製STM）を用いて、外周12個の突起の形状測定を行った結果を示す。

フォトマスクの開口径に若干調整の余地があるものの、概ね設計どおりの形状であり、高精度のパターニングができた。

4. 結 言

レジストを使用した円錐台形状の微小突起形成プロセスを検討し、以下の結果を得た。

- (1) スキージ法およびスペーサを用いたフォトマスクの加圧密着により、厚さ $500\mu\text{m}$ でレジストを成膜した。
- (2) 傾斜回転露光法により、円錐台形状の微小突起を形成した。
- (3) ドライエッチングが突起高さの調整手段として有効であることがわかった。
- (4) 最適化した条件により高精度のパターニングを行い、電鍍用マスター基板を作製した。

なお、本研究は、平成24年度戦略的基盤技術高度化支援事業の成果の一部であり、経済産業省の委託を受けて行ったものである。

参考文献

- 1) 平石誠ほか，“超微細成形技術によるシート型微小針アレイの開発”，新潟県工業技術総合研究所工業技術研究報告書，No40, 2010, p32-34.
- 2) 山田敏浩ほか，“超微細成形技術によるシート型微小針アレイの開発（第2報）”，新潟県工業技術総合研究所工業技術研究報告書，No41, 2011, p45-48.
- 3) 花井計ほか，“傾斜回転露光法による三次元加工法”，電気学会論文誌E, Vol.126, No6, 2006, p.222-227.

超微細成形技術によるシート型微小針アレイの開発

(第4報)

伊関 陽一郎* 樋口 智* 佐藤 健* 山田 敏浩* 斎藤 博**

Development of Hollow Microneedle Array by using Ultra Fine Injection Molding IV

ISEKI Yoichiro*, HIGUCHI Satoru*, SATO Takeshi*, YAMADA Toshihiro* and SAITO Hiroshi**

1. 緒 言

医療機器産業では、患者の肉体的・精神的負担の軽減などの観点から、注射針を使用したときの痛みや皮膚ダメージなどの軽減が求められている。本研究では、プラスチック成形技術を高度化した超微細成形技術を用いて、無痛・低侵襲のシート型中空微小針アレイを開発する。

開発する微小針は樹脂製であるため、金属製針に比べて外力の影響を受けやすいことが懸念される。そのため、皮膚に穿刺した際の挙動はどうなるのか、変形または破壊はどの程度の荷重で起こるのかを把握しておく必要がある。

昨年度は、中間試作段階のポリプロピレン製中空針および金属針（非中空）の刺通特性について報告した¹⁾。

今年度は開発の最終段階として、長さ1.2mmの針をポリグリコール酸（以下、PGA）

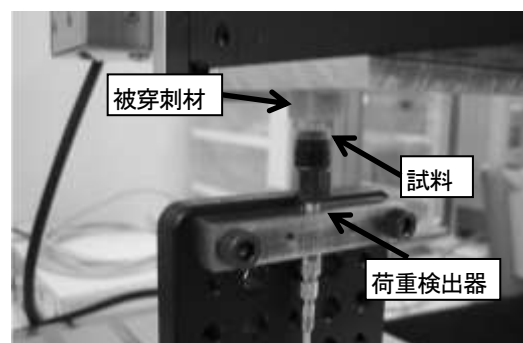
を用いて成形した（図1）ので、この成形品について刺通特性試験（押し込み荷重試験）および曲げによる強度試験を行った。

なお、本報告で試験した成形品は、研究プロジェクト全体の中でMEMSプロセスと同時進行した、機械加工による黄銅マスター型を利用して成形されたものである。

2. 試験装置および試験条件



(a) 全体



(b) 計測部

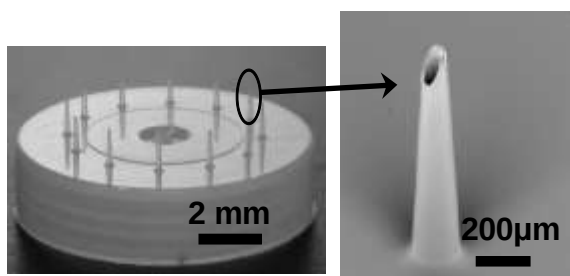


図1 成形品外形と針拡大 SEM 像

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

図2 刺通特性試験装置

図 2 に用いた試験装置を示す。一昨年度構築したもので、三軸電動ステージによる変位制御部、荷重計測・記録部および針先端部の観察装置で構成されている。

試験に用いる成形品は 12 針であるが、被穿刺材に複数本同時に刺さるのを避けるため針を間引いて、1 本で試験を行った。

被穿刺材にはシリコンゴムの他、エーテル系ポリウレタンで人の皮膚に近い硬さを持ち、衝撃・振動吸収材として使われるソルボシート²⁾(三進興産(株))を用いた。このシートは標準品として硬さの異なる S, M, H の 3 種類がある。

また、針を押し込む際の送り速度は毎秒 0.1mm とした。

強度試験については、刺通特性試験に用いたものと同一の装置を用い、針の側方から加重する形で曲げ試験を行った。その様子を図 3 に示す。

この場合も針を適当に間引き、1 本ずつ試験を行った。

針の基底部から 0.7mm の位置に押し治具の先端が当たるようにし、送り速度は毎分 0.8mm とした。

3. 試験結果

3.1 刺通特性試験

硬さ JIS A70 のシリコンゴムに穿刺した場合の荷重変化を図 4 に示した。図には 4 本の針についての試験結果を一緒に示してあり、図中の番号はそれぞれの識別を示す。



図 3 曲げ試験の様子

なお、横軸の押し込み量は、実測値ではなく送り速度と経過時間から計算した値である。

押し込み量 300~400 μ m のところで明瞭に曲線の傾向が変化する点（以下、屈曲点）が観察され、ここで穿刺が生じているものと考えられる。このときの荷重は 0.2~0.3N であり、この値は昨年度同様に試験を行った金属製針の結果から予想されたものとほぼ一致する。

図 5 はソルボシート (M) (ShoreOO 硬度 50: カタログ値) に穿刺した場合の結果で、シリコンゴムの場合と異なり、荷重曲線に明瞭な屈曲点は観察されない。

針が対象物に刺さって行くに従い荷重変化は曲線から直線になるとの報告³⁾があり検討したところ、押し込み量 500~600 μ m を境として前半は 2 次曲線で、後半は直線でそれぞれ近似できることが分かった。そこで、この分界点を順次移動させてそれぞれの近似曲（直）線の信頼係数を求め、それが最大とな

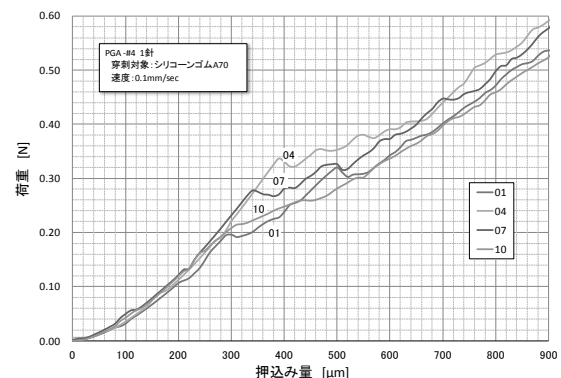


図 4 穿刺時の荷重変化（シリコンゴム）

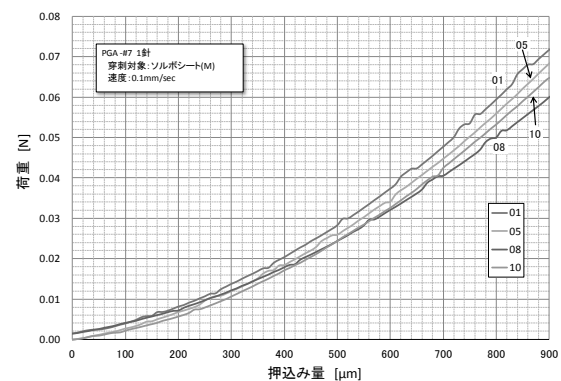


図 5 穿刺時の荷重変化（ソルボシート）

る点を屈曲点（穿刺開始点）と判断した。その荷重は約 0.04~0.05N であり，シリコーンゴムの場合のほぼ 1/10 の値である。

3.2 強度試験

曲げ試験を行った際の荷重変化と状態観察の一例を図 6 に示した。

押し込み量 200 μ m ほどの時点で最大荷重となり（図 6(b)），以降変形が進む。

針が 90 度まで曲がりきるまで押し治具に押し込んだ時点で押し込みを終了し，試験開始位置まで戻したが，変形は残るものの破断はしていないことが分かる。（図 6(c)，(d)）

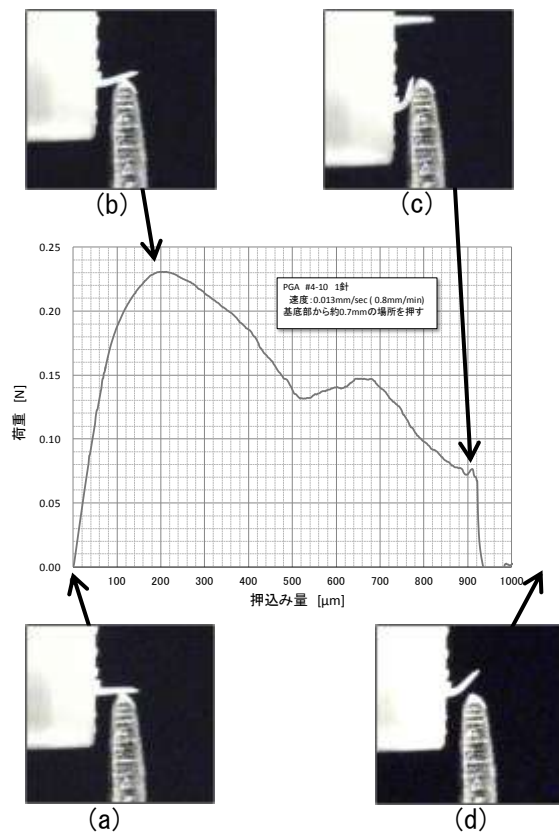


図 6 曲げ試験結果

試験した針はいずれも同様の荷重変化傾向を示し，今回の試験条件での最大荷重は約 0.25N であった。

4. 結 言

PGA 製試作針について，刺通特性試験および曲げ強度試験を行い，以下の結果を得た。

- (1) シリコーンゴム（硬さ A70）に穿刺すると，荷重曲線に明瞭な屈曲点が観察され，そこでの荷重は 0.2~0.3N であった。
- (2) ソルボシート（M）に穿刺した場合は明瞭な屈曲点は観察されないが，近似曲線の計算値からそれを求めることができ，そこでの荷重は 0.04~0.05N であった。
- (3) 針が 90 度まで曲がりきる状態となっても変形が残るだけで，針が破断することはなかった。

なお，本研究は，平成 24 年度戦略的基盤技術高度化支援事業の成果の一部であり，経済産業省の委託を受けて行ったものである。

参考文献

- 1) 山田敏浩ほか，“超微細成形技術によるシート型微小針アレイの開発（第2報）”，新潟県工業技術総合研究所工業技術研究報告書，No41，2011，p45-48.
- 2) 三進興産ホームページ SORBO 工業品カタログ，<http://www.sorbo-japan.com/sorbo/measure.html>，2013年3月28日閲覧
- 3) 横堀壽光，“細径医用穿刺針の穿刺抵抗高精度評価技術”，新技術説明会配付資料（主催：科学技術振興機構，東北大学），2007.6.8

超音波キャビテーション処理により形成される 表面加工層の評価法に関する研究

中川 昌幸*, 林 成実**

Investigation of Evaluation Procedures of Microscopic Strain Induced
by Ultrasonic Cavitation in the Surface Layer

NAKAGAWA Masayuki* and HAYASHI Narumi**

1. 結 言

水中におけるキャビテーション崩壊圧を金属材料表面に作用させることにより、表面の塑性変形を引き起こし、圧縮残留応力を付与できることが示されている¹⁾。類似したプロセスとしてショットピーニングなど、固体粒子を表面に衝突させ、表面に塑性変形を与える方法がある。固体衝突による著しい塑性変形により形成された結晶粒破壊を伴う組織変化と比較すると、キャビテーション処理では、個々の気泡の衝撃圧は強力であるが、気泡サイズがショットに比べて非常に微細なため、金属顕微鏡観察では塑性流動層のような顕著な変形が認められず、表面残留応力付与や断面硬さ測定で間接的に評価されるにとどまっている。顕微鏡的に塑性変形のメカニズムが明らかでない一方で、SUS304 圧延薄板に対し超音波キャビテーション処理を施すことにより引張疲労強度を向上させる効果が実験的に示されている²⁾。

そこで、静的な強度向上に寄与するような結晶粒の微細化など組織変化ではなく、繰り返し動的負荷における疲労特性向上の効果が認められる微視的なひずみ状態の評価方法を検討した。

このような微視的なひずみは、動的再結晶などによる結晶粒の微細化の前段階である転位の増殖から 2 次すべり系の活動による転位の絡み合い、さらには亜粒界などサブストラクチャー

形成の段階と考えられ³⁾⁴⁾、結晶粒内における微視的なひずみ領域の評価法が必要となる。

このような評価は TEM を用いることで可能と考えられるが、試料片の作製など観察に熟練が必要なこと、高分解能な反面、極微細な領域しか評価できないことから、より汎用的な方法が望まれる。

本研究では、このような微視ひずみ領域の評価法として、結晶塑性の初期段階である転位の増殖、すべり変形、サブストラクチャー形成に伴って起こる結晶方位の回転を捉えることが有効であると考えた。結晶方位の測定法として EBSD による方位測定が挙げられるが、近年普及は進んでいるものの、まだ汎用的な分析方法とは言い難い。そこで、SEM の COMPO 像、FIB の SIM 像による方位コントラスト観察と EBSD 解析を比較し、より簡便で汎用的な微視的加工層評価方法を検討した。

2. 供試材およびキャビテーション処理

供試材には比較的方位コントラストが強いとされる Cu 板を用いた。試料サイズは板厚 1 mm, 30x30mm の表面の ϕ 25mm の範囲に超音波キャビテーション処理を施した。評価断面は ϕ 25mm の処理部のおよそ中央部を切り出し、イオンポリッシャーにより断面を仕上げ、観察面の酸化層、変質層を除去した。超音波発振周波数は 19.5kHz であり、ホーン先端における振

* 県央技術支援センター

** 研究開発センター

幅が 45 μm -p となるよう電力を加えた。キャビテーション液体には水道水を用いた。

3. 評価法

3.1 結晶方位コントラスト

結晶方位コントラストは、金属組織などの結晶方位の違いにより観測されるコントラストの差である。表面における結晶面の稠密度によりプローブの侵入深さが変わるためコントラストが得られる。

本研究では、SEM による COMPO 像観察と集束イオンビームによる SIM 像観察を検討した。さらに、結晶粒内における方位差を確認するため EBSD による方位測定を行い比較した。

4. 結果と考察

4.1 COMPO 像観察

SEM 観察において組成像と呼ばれる反射電子像が COMPO 像である。元素成分の違いがコントラストとなる。一方、均一組成の材料の場合、結晶方位差に起因する電子チャネリングのコントラストを観察することができる。

図 1, 2 に表面に超音波キャビテーション処理を施した表面の断面 SEI 像と COMPO 像を示す。SEI 像では結晶粒がわずかに確認できる程度であるが、COMPO 像では個々の結晶粒を明確なコントラストの違いで確認することができる。また、最もひずみ付与されている最表面付近では塑性流動のようなコントラストが確認できる。

図 3 に図 2 における最表面付近の断面拡大写真を示す。最表面付近およそ 10 μm の深さの領域では、塑性流動または結晶粒微細化領域と考えられるが、その下の 10~20 μm 領域には同一結晶粒内で、コントラストがグラデーション状に徐々に変化する領域が見てとれる。成分は同一と考えて差し支えないので、このパターンも方位コントラストであると推測される。この点は、4.3 EBSD 解析の項で述べる。

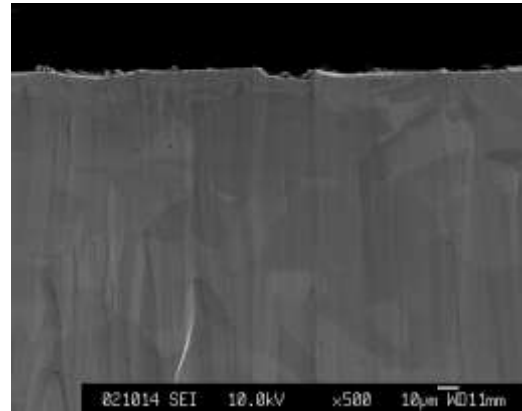


図 1 キャビテーション処理面の断面 SEI 像 (写真上方が表面)

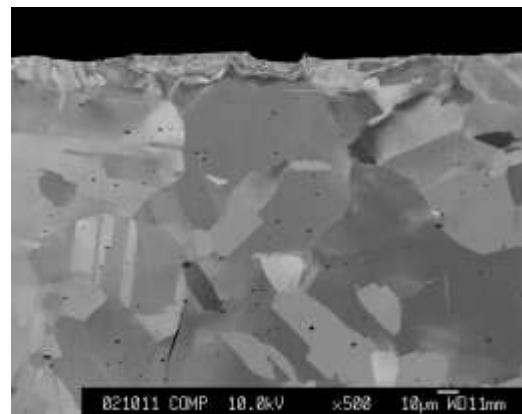


図 2 キャビテーション処理面の断面 COMPO 像 (写真上方が表面)

4.2 SIM 像観察

集束イオンビームによる二次電子像が SIM 像である。COMPO 像と同様、組成コントラスト、方位コントラストが得られる。図 4 に超音波キャビテーション処理を施した表面の断面の SIM 像を示す。図 3 の COMPO 像と同様、結晶粒ごとに明確なコントラストの違いを確認できる。しかし、COMPO 像で見られた、最表面における加工変質層のような部分を確認することができない。また、その下方に見られたグラデーション状のコントラストも COMPO 像と比較すると不明瞭である。これらは、SEM の電子ビームと比較すると FIB のイオンビーム径が大きいこと分解能が低いことに起因すると考えられる。

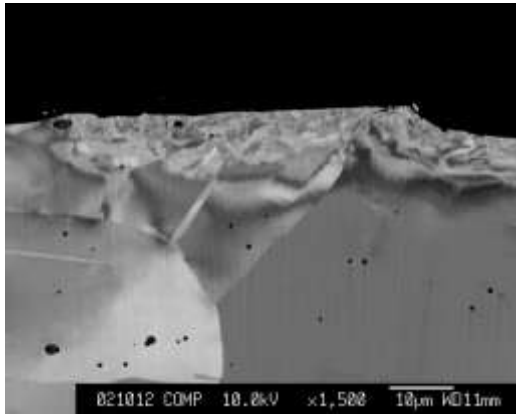


図3 キャビテーション処理面の断面 COMPO 像（写真上方が表面）

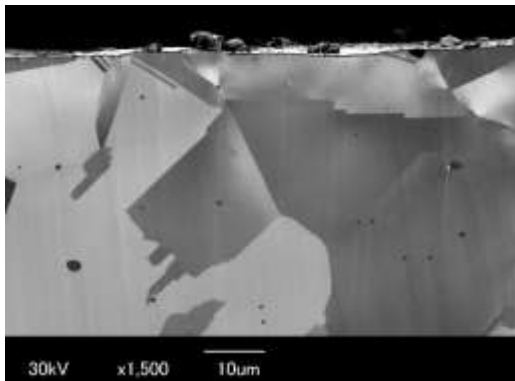
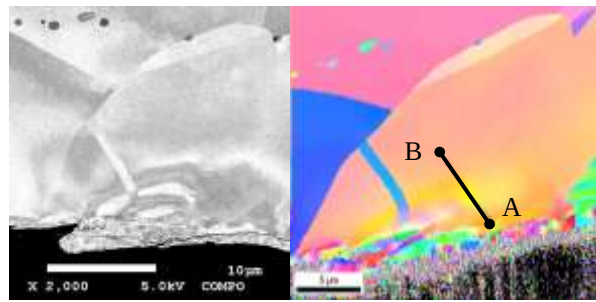


図4 キャビテーション処理面の断面 SIM 像（写真上方が表面）

4.3 EBSD による結晶粒内ミスオリエンテーションの確認

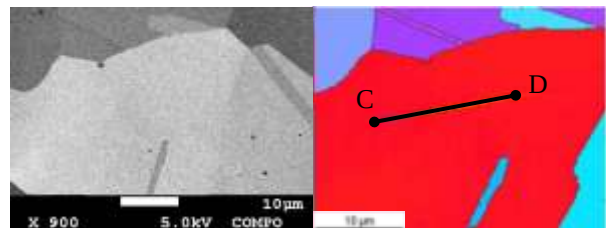
COMPO 像で明確に確認されたグラデーショ状のコントラストの変化について、結晶方位の変化との関連を調べるため EBSD による方位測定を行った。図5に加工層断面の最表面付近における(a)COMPO 像と(b)EBSD による ND 方向の IPF 像を示す。図5(b)中の A-B の黒線は図5(a)COMPO 像においてコントラスト変化がグラデーショ状に認められた位置であり、EBSD データからミスオリエンテーション(方位差)データを取得した位置を示している。

また、比較のために、図6に同じ試料の板厚方向のおよそ中央部の加工の影響がほとんどないと考えられる位置における(a)COMPO 像、(b)EBSD による ND 方向の IPF 像を示す。C-D



(a) COMPO 像 (b) IPF 像 (ND 方向)

図5 キャビテーション処理断面（写真下方が表面）



(a) COMPO 像 (b) IPF 像 (ND 方向)

図6 母材断面

の黒線はミスオリエンテーション(方位差)データを取得した位置である。

図7に A-B 間(Deformed), C-D 間(Annealed)におけるミスオリエンテーション(方位差)プロファイルを示す。

C-D 間は同一結晶粒内で基本的に方位差は生じておらず、その値は 1° 未満である。通常の結晶粒はこのような状態であると考えられる。COMPO 像でも特にコントラストの変化は認められない。COMPO 像のコントラスト、IPF 像

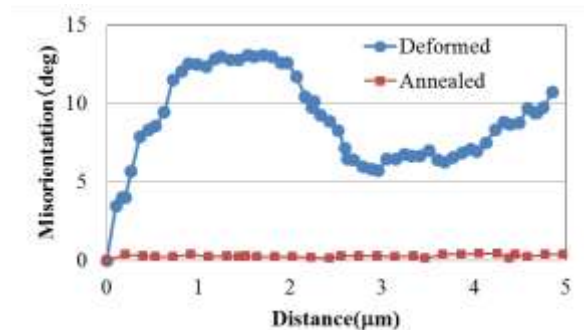


図7 A-B 間(Deformed), C-D 間(Annealed)におけるミスオリエンテーション(方位差)プロファイル

のカラーマップの変化のいずれも顕著な領域である A-B 間は方位差が最大で $12^{\circ} \sim 13^{\circ}$ 程度になっており、非常に大きい。一般的には立方晶において、方位差 15° 以上で大傾角粒界とみなされることを考えると、同一結晶粒内での方位差としては極めて大きいと考えられる。

このように、EBSD におけるミスオリエンテーションプロファイルから、COMPO 像で見られるコントラストの変化は結晶方位差によるものであると考えられる。そして、キャビテーション処理面の表面から $30 \sim 40 \mu\text{m}$ 程度までの深さに見られる同一結晶粒内における方位コントラストの変化は、結晶粒破壊を伴う塑性流動や動的再結晶による結晶の微細化ではなく、結晶粒界の生成を伴わない結晶方位変化であり、超音波キャビテーション処理により生じたひずみ領域を示していると考えられる。

COMPO 像では結晶の方位差を定量的に求めることはできないが、ひずみ状態、ひずみ領域を簡便かつ迅速に、また比較的高分解能で評価できる有効な方法であると考えられる。

5. 結 言

本研究では、超音波キャビテーション処理による加工層の顕微鏡的な評価方法を検討し、微視的なひずみに起因する結晶方位コントラストの変化を観察する方法を提案した。得られた結果は以下のようにまとめられる。

- (1) 顕微鏡的なひずみ領域評価法として、SEM を用いた COMPO 像、FIB を用いた SIM 像を比較した結果、分解能の点で COMPO 像の方がより明確に方位コントラストの変化を捉えることができた。
- (2) COMPO 像における同一結晶内での方位コントラストのグラデーション状の変化は EBSD 測定のミスオリエンテーションプロ

ファイルより、 $12^{\circ} \sim 13^{\circ}$ 程度までの連続的な方位差によるものであることが確認された。

- (3) 超音波キャビテーション処理による加工は、結晶粒内における方位変化を引き起こし、その領域は COMPO 像観察をはじめとする方位コントラストにより評価できることが明らかとなった。

本研究で提案する方法を用いて超音波キャビテーション処理による塑性変形、ひずみ付与のメカニズムを微視的な観点から明らかにしていくことによって、今後、強圧延加工された金属薄板の超音波キャビテーション処理による疲労特性向上のメカニズム解明と有効な処理条件の検討を進めたい。

参考文献

- 1) 中川昌幸, 渡辺健彦, “ホーンを介した水中超音波照射による金属材料表面への圧縮残留応力の付与”, 溶接学会論文集, 22, 4, 2004, p.587-594.
- 2) 小平知弘, 中川昌幸, 渡辺健彦, 佐々木朋裕, 柳沢敦, “オーステナイト系ステンレス鋼薄板に対する超音波キャビテーションピーニング”, 日本金属学会講演大会概要, 2011.
- 3) 牧正志, 田村今男, “動的再結晶の組織的特徴および静的再結晶との比較”, 鐵と鋼, 70, 15, 1984, p.2073-2080.
- 4) M.Sato et al., “Formation of nanocrystalline surface layers in various metallic materials by near surface severe plastic deformation”, *Science and Technology of Advanced Materials*, no. 5, 2004, pp.145-152.

Ⅲ 調査・報告

エネルギー関連分野における表面機能性付与技術に関する調査研究

林 成実* 菅野 明宏* 三浦 一真** 中川 昌幸*** 岡田 英樹**** 櫻井 貴文****

Report of Functionalization technology of Surface in New Energy

HAYASHI Narumi*, KANNO Akihiro*, MIURA Kazuma**, NAKAGAWA Masayuki***,
OKADA Hideki**** and SAKURAI Takafumi****

1. 緒 言

東日本大震災を受け、エネルギー政策の方向性として、原発依存度を低減し、化石燃料依存度を下げるべく、省エネルギーを進めるとともに、再生可能エネルギーや蓄電システムなどにエネルギー構造の重点を大きくシフトしていく。その際、エネルギー需給においても、個々がエネルギー生産者として再生可能エネルギーや蓄電システムを駆使することで、分散型エネルギーシステムに転換していく方向性である¹⁾。そこで蓄電池や燃料電池の果たす役割および必要性が重要度を増している。

新潟県では、めっき、化成処理、研磨、洗浄、熱処理、塗装など様々な表面処理技術に関連する企業が多く、基盤産業となっている。これら表面技術は、ニーズの多様化、環境問題、安全性など「ものづくり」を行ううえで製品には必要不可欠である。しかし、近年、産業グローバル化に伴う海外製品との性能・価格競争も激化しており、いかに品質の高い製品を安定して製造していくかが鍵となっている。また、新たな分野への対応に関しても課題となっている。

そこで本調査研究では、需要が急拡大している蓄電池や燃料電池に関する現状を把握し、市場・技術動向や技術課題を調査するとともに、県内企業における表面機能性付与技術シーズの

適用可能性を探り、新たな分野への対応として、研究テーマ提案を目的として行った。

活動内容は市場・技術動向調査、県内外企業調査、課題抽出、要素技術研究、研究テーマ提案である。

2. 活動概要

2.1 市場・技術動向調査

蓄電池や燃料電池に関する現状を把握するとともに、その市場・技術動向調査を実施した。

現状としては、東日本大震災を受け、エネルギー構造が大きくシフトしており、蓄電池・燃料電池は需要が急成長している。その必要性としては、再生可能エネルギーの大幅な導入拡大における余剰電力活用での大型蓄電池の需要、ピークカット・ピークシフト対策および停電時バックアップ対策における定置用蓄電池、自動車用途（駆動・回生）における蓄電池、燃料電池の需要拡大が挙げられる。

市場動向は、蓄電池について、特にリチウムイオン電池では、定置用および車載用の需要拡大を背景に 2020 年には現在と比較して 4 倍の市場に、燃料電池は燃料電池自動車の市場投入を機に 2025 年には 70 倍強の市場に急拡大すると予測されている。

技術動向では、蓄電池および燃料電池とも、大容量化、コンパクト化、低コスト化、高耐久化など多岐に渡って技術開発が実施されている。特に、車載用への対応が活発化している。

* 研究開発センター

** 中越技術支援センター

*** 県央技術支援センター

**** 下越技術支援センター

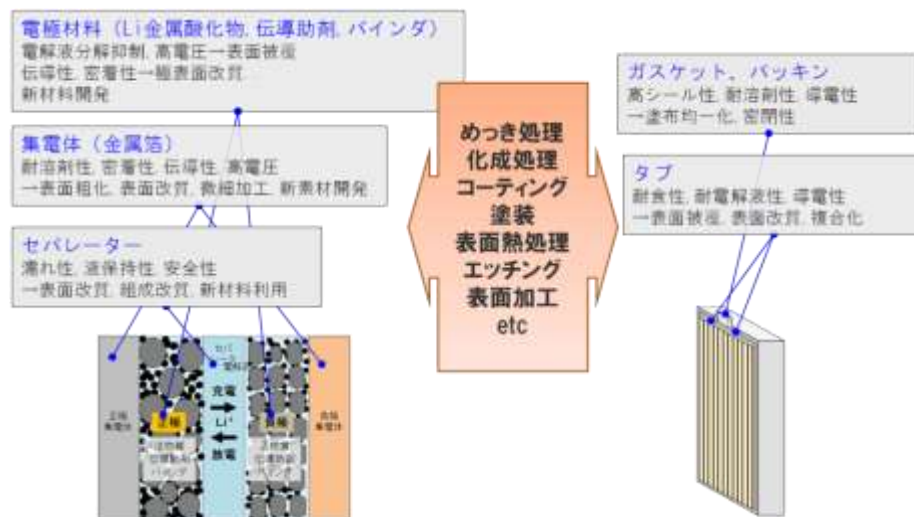


図1 リチウムイオン電池における表面機能性付与技術

2.2 課題およびその対応

蓄電池および燃料電池の課題における県内表面機能性付与技術シーズとその適用可能性を探った。蓄電池では、高容量化、安全性、長寿命化、低コスト化など需要対応に係る様々な技術課題がある。また、燃料電池については需要対応するために低コスト化、高耐久化が急務といえる。特に、車載用としてコンパクト化に係る課題が多い。

その課題に対する対応としては、蓄電池・燃料電池の製造開発は大手企業が大半を占めているが、県内の表面機能性付与技術シーズを応用し、関連する構成部材の課題解決を図ることにより、この分野への展開可能性が出てくると考える。例として、図1にリチウムイオン電池における表面機能性付与技術について示す。リチウムイオン電池は、電池セルとして電極材料・集電体・セパレーター・電解液等、外装部材としてタブ・ガスケット・パッキン・製缶など様々な材料・部材で構成されている。蓄電池および燃料電池には課題も多く、研究開発を行うことで、この分野への展開可能性があると考ええる。その場合、いかに製造開発を手がける大手企業とコンタクトをとるかが重要課題であるため、当研究所としても今後対応していきたいと考えている。

2.3 工業技術総合研究所での取り組み

研究課題の創出については、市場・技術・課題等調査および企業と当研究所シーズなどにより研究テーマ提案を行った。その結果、国の競争的資金研究を1件獲得することができた。この競争的資金を獲得するためには、論文・学会発表や特許出願の実績が非常に重要視されるため、調査に基づいた企業ニーズ・シーズに当研究所シーズを組み合わせた要素技術研究を5件実施し、技術蓄積を図った。

来年度の研究課題提案については調査研究の成果を基に3件、国の競争的資金研究および当研究所共同研究へ提案した。このうち2件については来年度事業として、採択された。

3. 結 言

- (1) 本調査研究は、特に需要が急拡大している蓄電池や燃料電池に関する現状を把握し、市場・技術動向や技術課題を調査するとともに、県内企業における表面機能性付与技術シーズの適用可能性を探り、新たな分野への研究テーマ提案を目的とし活動した。
- (2) 蓄電池・燃料電池が急成長している背景としては、再生可能エネルギーの大幅な導入拡大、ピークカット・ピークシフト対策および停電時バックアップ対策、自動車用途

が挙げられる。市場動向では、特にリチウムイオン電池が定置用および車載用の需要拡大を背景に 2020 年には現在と比較して 4 倍の市場に、燃料電池は燃料電池自動車の市場投入を機に 2025 年には 70 倍の市場になると予測されている。

- (3) 課題への県内表面機能性付与技術シーズとその適用可能性を探った。蓄電池では、高容量化、安全性、長寿命化、低コスト化など需要対応に係る様々な技術課題がある。また、燃料電池については需要対応するために低コスト化、高耐久化が急務といえる。その対応としては、県内の表面機能性付与技術シーズを応用し、関連する構成部材の課題解決を図ることにより、この分野への

展開可能性が出てくると考える。

- (4) 研究課題の創出については、国の競争的資金研究を 1 件獲得した。また、来年度の研究課題提案については調査研究の成果を基に 3 件提案した。
- (5) 本年度は、蓄電池および燃料電池に関して、県内シーズとその適用可能性を探り、開発テーマを提案することができた。そこで来年度においても蓄電池等電力貯蔵分野をターゲットとして、次世代を見据えた調査研究を実施する方向である。

参考文献

- 1) 経済産業省 蓄電池戦略プロジェクトチーム, “蓄電池戦略” 平成 24 年 7 月, p2.

電力変換研究会報告

五十嵐 晃* 小林 豊* 中川 昌幸** 馬場 大輔***

Report of Study Group for Power Conversion Related Technology

IKARASHI Akira*, KOBAYASHI Yutaka*, NAKAGAWA Masayuki** and BABA Daisuke***

1. 緒 言

東日本大震災を経験した日本において、エネルギー、特に電力の有効活用が急務となっている。それには、太陽光や風力等再生可能エネルギーで発電した電力をいかに効率良く、使用できる電力に変換するかが重要となる。そこに必要な技術が、「電力変換技術」である。電力変換とは、直流から交流への変換および交流から直流等への変換動作を指し、別名：パワーエレクトロニクス（以下パワエレ）と言われる。電力変換は、電気で駆動する機器にはいずれにおいても必要な技術であり、応用範囲は広い。

本研究会は、このように応用範囲が非常に大きく、今後、その重要性がますます高まっている、電力変換関連市場への参入を目指す、県内中小製造業を対象としている。

そこで本報告では、電力変換について、その技術動向、市場動向を示し、さらに(株)東芝の新型 Li イオン電池の SCiB を利用した試作開発について示しながら、電力変換技術をメインで扱う機器を製造するメーカおよび電力変換技術を機器の一構成要素として扱うユーザの両者の面からの課題抽出を行っている。

2. 関連技術セミナー

県内製造業が今後電力変換機器などの関連産業へ参入するにあたり必要とされる、電力変換関連技術の動向、関連産業構造の状況などの情報提供を目的として、電力変換関連技術セミナー

* 研究開発センター

** 県央技術支援センター

*** 上越技術支援センター



図1 開催セミナーの様子

ーを各奇数月の末を目処に、合計 5 回開催した。セミナー参加人数は、のべ83名であった。電力変換技術の原理から、産業への応用事例、さらに電力変換技術の未来についてまで、様々な情報提供を行った。

また、3月には、当所主催の「注目技術 注目分野 調査報告会」というイベントに際し、電力変換研究会として参加した。そこでは、県内企業から、電力変換関連の取組について説明を行っていただいた後、全体の質疑応答を含め、ミニディスカッションを行った。ここでも約 50 名の参加があり、関心の高さがうかがえた。

3. 調査活動

3.1 技術動向

パワエレ技術は、エレクトロニクス産業を支える基盤技術であり、技術開発の方向は、省エネルギー、機器の小型化、電力変換効率の高効率化である。県外における展示会や学会などの調査においても、その大きなトレンドは変わらず、具体的対応策としては、電力変換デバイス

(素子)の開発およびそのデバイスの制御アルゴリズムの開発等が目立った。特に、デバイス開発では、従来の Si 基板に代わる材料として、「SiC (シリコンカーバイド) や GaN (ガリウムナイトライド)」が注目されており、それらの特性、用途、展開に関するセミナーが多かった。今後、具体的な製品化が期待される。

3.2 市場動向

2012 年現在、パワーレ機器で約 6 兆円の市場規模を持っている。それらの機器に使われているパワーデバイスの市場規模は、約 1.1 兆円である。ここで、電力のより効率的な利用が実現できるパワーデバイスの市場は、2050 年に約 10 兆円と現在の約 10 倍規模になると予想されており、単純計算では、関連機器の市場も 10 倍の 60 兆円規模と大きくなるため、中小企業の参入可能性も十分あると考えられる。¹⁾²⁾

4. 電力変換器の試作

電力変換研究会では、国などの競争的資金獲得への研究テーマ提案を大きな目的のひとつとしているが、研究テーマを設定するためには、関連技術の現状と自社の技術レベルを認識し、その間のギャップを正確に見極める必要がある。そのギャップをより具体的に認識することを目的として、電力変換関連技術を用いた機器の試作を行った。完成した試作品の外観を図 2 に示す。また、図 3 に示すように、第 5 回のセミナーで完成披露を行った。

試作品は、1.1kWh の SCiB を搭載し、太陽光や風力などで発電される電力を直流・交流を問



図 3 試作品完成披露の様子

わず、電圧範囲 15~300V であればシステム内の電力変換機器で制御し充電可能である。また、交流 100V の出力端子を装備している。なお、SCiB を合わせてシステム重量は 31kg である。

5. 技術的課題とその対応方法

5.1 技術的課題と対応

電力変換技術は、エレクトロニクスの基盤技術でもあり、様々な工学の集合体となっている。そのため、関連機器を開発するに際し、電気工学、機械工学、化学工学など幅広い分野についての知識が必要であり、さらに、電気工学の中でも、電力工学や電子回路、それらを制御するデジタル回路や組み込みソフトなど実に様々な分野の技術を総合して必要とされるため、参入のハードルが高いという課題が考えられる。

しかし、これを逆手に取れば、これらの知識をマスターすれば、そのハードルの先には、広大な市場が広がっていると言える。エネルギー分野の必要性は今後も継続して見込まれる現在の状況を考慮すれば、この市場に参入するべく、継続的に技術習得、知識習得を図っていくことは有効であると考えられる。

5.2 ユーザとしての課題と対応

電力変換技術の市販デバイスを使いこなし、自社製品を開発するような企業の場合、市販デバイスをそのまま使用しているだけでは、電力変換効率の高効率化などが図れないという課題がある。このような場合は、自社製品の用途に



図 2 試作品の外観

応じて、各電力変換デバイス（パワーデバイスや電池、モータ等）の制御方法を最適化する手法が有効であると考えられる。具体的には、様々な制御回路や制御ソフト、アルゴリズムを習得しておくことが必要であり、それらの制御手法と、自社製品の必要仕様との整合を取ることが必要である。そのうえで、現在市場に出回っている各電力変換デバイスの情報を入手し、デバイスの機能だけでどこまで実現可能かを見極め、それらデバイスを使いこなす必要がある。制御は、基本的には、アルゴリズムをソフトウェアで実現することになるが、必要に応じてハードウェアにまで手を出すこともある。それができれば、自社の優位性がさらにはっきりする。

5.3 メーカーとしての課題と対応

電力変換機器として例えば電源を開発するようなメーカーでは、電力変換機器を構成する各デバイスにまで踏み込むことが有効であると考えられる。例えば、パワーデバイスを例にとると、パワーデバイスそのものを自社で開発することは難しいが、高効率を実現できる新しいパワーデバイスが市場に投入されるような場合は、いち早く入手し、自社製品に適用していく姿勢は重要である。大学や産業技術総合研究所で研究されているようなデバイスは、なかなか市場に出回らないため、必要に応じて、NEDOなどの国家プロジェクトに積極的に参画し、新規のデバイスにいち早く触れる機会をもうけることが重要である。また、自社製品に適用した際には、客観的な計測データや理論的裏付けを取りながら適用していくことが必要である。一方、電源等、自社製品に対して、ユーザが何を求めているかも常に意識しながら、適確なユーザニーズを吸い上げる必要があると考えている。

6. 工業技術総合研究所の取り組み

上記の状況を踏まえ、工業技術総合研究所としては、上記ユーザおよびメーカーとしての企業に不足している機能を支援することが必要であ

る。そこで本研究会では、新しいデバイスを導入した際に、その製品を高精度評価するための、精密電力計を導入した。また、ノイズ対策も大きな課題になると想定されるため、電波暗室の積極的な活用等による EMC 試験による企業支援なども有効になると考えている。

全体としては、有益な情報提供を行いながら、個別開発ニーズを汲み上げて、研究テーマ提案へ持っていくことで対応していく必要があると考えている。なお、来年度は、高効率で省エネルギー効果の高い、次世代パワーデバイスを用いた試作を通じて、県内企業のニーズ調査、開発案件のシーズ調査を継続していく予定である。

7. 結 言

- (1) 電力変換技術は、パワーエレクトロニクスとも言われ、主な構成要素は、①パワーデバイス、②制御のための電子回路、③制御アルゴリズムを実現するマイコンである。
- (2) 中小企業が電力変換関連市場への参入を図るためには、開発品の要求仕様をはっきりさせたうえで、それに必要な適切なハードウェアおよびソフトウェアを選定し、それらをもとに開発を行うことが重要である。
- (3) 新規パワーデバイスなどを使用するよう場合は特に、電力量などの計測やノイズ試験などで、逐次評価対策検討をする必要があり、それらの場合には、工業技術総合研究所や大学などを有効に活用できる。
- (4) 電力変換技術の動向は、省エネルギー、高効率、小型化に向かっているため、新規パワーデバイスである SiC や GaN などを用いたデバイスに注目し、それらの適用をいち早く手掛けることが重要である。

参考文献

- 1) 産業競争力懇談会 2011 年度 プロジェクト最終報告, 2012 年, p7
- 2) 産業競争力懇談会 2008 年度推進テーマ報告, 2009 年, p14

エネルギーハーベスティング技術研究会報告

星野 公明* 阿部 淑人* 大野 宏* 石井 啓貴**

Report of Market and Technology Trend of Energy Harvesting

HOSHINO Kimiaki*, ABE Yoshito*, OHNO Hiroshi* and ISHII Hirotaka**

1. 緒 言

エネルギーハーベスティング技術とは別名「環境発電」とも呼ばれ、周りの環境（光，熱，振動，電波など）から未利用エネルギーを収穫（ハーベスト）して電力に変換する技術である。発電量は μW ～ W レベルだが，電池や配線の代替えとして国内外で研究開発や製品開発が進められている。特に，近い将来，様々なモノやセンサがネットワークに繋がる「モノのインターネット化」が進むことが予想され，その独立電源としてエネルギーハーベスティング技術の利用に期待が高まっている。

このような背景の中，県内企業がエネルギーハーベスティング技術を活用した高付加価値製品の開発に繋げる方策を検討するため当事業を開始した。まずは情報提供するためセミナー形式の研究会を開催するとともに，県外の研究機関や企業におけるの開発状況，県内企業の動向やニーズなど要素技術や市場状況の調査を行い，県内企業における技術開発の可能性と，県が取り組むべき課題について検討を行った。

2. 活動概要

2.1 研究会の開催

県内企業や自治体関係者を対象に，セミナー形式の研究会を合計3回実施した（図1）。また，当所主催の「注目分野・注目技術 調査報告会」において活動報告を行った。

・第1回（平成24年7月4日）

* 下越技術支援センター

** 中越技術支援センター

「エネルギーハーベスティング技術～注目されている環境発電技術の現状と事業化に向けた課題～」

株式会社 NTT データ経営研究所

社会・環境戦略コンサルティング本部

シニアスペシャリスト 竹内 敬治 氏

（エネルギーハーベスティングコンソーシアム事務局）



図1 研究会の様子

エネルギーハーベスティング技術を利用した製品事例として，ドイツ EnOcean 社の「無線スイッチ」がある。人がスイッチを押す動作で発電して電波を出し，照明器具の ON/OFF をさせる。ヨーロッパでは石造りの家が多く配線が困難という理由から 20 万棟に普及している。

エネルギーハーベスティング技術の事業化フィールドとして，

①1次電池，2次電池の代替，補完

②配線（電源配線＋通信配線）の代替

③「モノのインターネット化」推進市場

がある。特に，③については，ユビキタス社会の実現に向けて国際的にも大きな期待の持てる分野である。対象は，医療福祉，環境，災害対

策、交通物流、産業、生活娯楽と多分野にわたる。エネルギー変換技術や電圧変換技術・蓄電技術などの周辺技術の進歩とともに、エネルギーハーベスティング技術の利用分野は今後ますます広まるであろう。しかし、大企業は巨大なマーケットが見えないと動きが遅い。周辺機器も充実しており参入のハードルが下がっているので、中小企業が参入するチャンスではないか。

・第2回（平成24年10月5日）

《講演1》

「エネルギーハーベスティングへの応用を目指した熱電変換技術～熱電材料、フレキシブル熱電変換素子の研究開発～」

長岡技術科学大学機械系 准教授 武田 雅敏 氏
熱電材料の発電効率は概ね10%程度。その性能指数 ZT の定義式から分かるように、良い熱電材料とはゼーベック係数が大きい、電気を通し易い、熱を伝えにくいという材料である。熱電変換素子の用途として、小型冷蔵庫などの冷却や NASA 惑星探査機の電源として使われている。自動車の排熱回収は研究のホットな分野。実際の排熱は200℃以下が圧倒的に多く、また多くの素子は機械的衝撃や熱衝撃に弱い。これらの課題を克服するために、200℃以下の排熱利用を想定したフレキシブル熱電素子の研究を行っている。熱電材料の性能向上や、機器の省電力化技術も進歩している。排熱は大きな国産エネルギーであり、これを利用する熱電変換は重要な技術である。

《講演2》

「村田製作所におけるエネルギーハーベスティングの取り組み」

株式会社村田製作所 技術・事業開発本部
商品開発統括部 堀口 睦弘 氏
エネルギーハーベスティングの用途としてセンサネットワークを中心に、エネルギー源、変換器、デバイス、これらを一体として研究開発を進めている。センサネットワークの課題はバッテリー交換なので、エネルギーハーベスティングの目標はコイン電池の代替え。断続的な使用

でデータが得られれば十分であるような用途に活用できる。様々な環境でも発電できるように、室内光で発電効率の高い色素増感太陽電池、圧電セラミックスまたはエレクトレットを使った圧電変換素子、コンデンサの製造技術を用いた積層型熱電変換素子の開発を行っている。人間の位置確認のため歩行の振動で発電するアクティブ RFID を開発した。また、国内で初めて圧電素子を利用した無線スイッチシステムを、戸田建設（株）との共同で実証実験を開始する。

・第3回（平成24年12月13日）

《講演1》

「圧電振動発電デバイスの開発・技術動向と具体的な応用事例および今後の展開」

株式会社セラテックエンジニアリング

代表取締役社長 岡本 正昭 氏

リオンの子会社としてライターやコンロの点火素子、圧電セラミックを製造し、現在はインパクトバッテリー®の製品名で振動発電の製品開発に取り組んでいる。開発事例としては、

- ・人が踏んで LED が点灯する「圧電マット」
- ・鉄道の「騒音低減システム」（JR 総研と共同）
- ・道路工事現場の「車両接近警報システム」
- ・工事現場の「土砂崩落事前感知警報システム」
- ・圧電スピーカーを使った「ヘルメット通信」

など多岐にわたる。用途先の振動・衝撃条件に応じた圧電素子の開発が可能であり、その性能は材料の成分よりも形状の方が要因として大きい。圧電素子は様々な場面で利用できるので、是非とも新潟県の企業と一緒に開発を進めて行きたい。

《講演2》

「熱電技術の発電鍋への応用と商品化」

株式会社 TES ニューエナジー

代表取締役 CEO 藤田 和博 氏

2000年に産業技術総合研究所で発見されたP型酸化物半導体の製品化を進めるため、2010年5月に設立された産総研発の技術移転ベンチャー企業である。酸化物系の発電素子は300℃以上の温度領域で発電効率が高いが、他の素子と

併用することで幅広い温度領域に対応できる。発電鍋は災害やアウトドア、更にはアフリカなどの電力網未整備の地域でのニーズがある。工場排熱利用事例では、工業炉の排熱から 220℃の過熱蒸気と 90℃の温水と約 1kW の電力を回収した。排熱は有効的なエネルギー源であるので、排熱利用に興味のある新潟県の企業と一緒に開発を進めて行きたいと考えている。

2.2 県外における調査活動

エネルギーハーベスティングに関連した技術動向および市場動向の把握を目的として、セミナーの参加や展示会などの調査を行った。環境発電を称した展示会の他、スマートエネルギー関連やエレクトロニクス関連の展示会においても変換素子、電源管理、蓄電、無線、開発ツールの展示が見受けられ、今後の技術開発に期待が持てる分野であることがうかがえる。

また、NTT データ経営研究所を事務局として「エネルギーハーベスティングコンソーシアム」が 2010 年に設立され、会員企業 56 社が国内の企業の力を結集し、エネルギーハーベスティング技術を国際的に競争力のあるビジネスとして早期に実現化を目指した活動が行われている。

2.3 県内企業の動き

県内のエネルギーハーベスティング技術動向の把握を目的として、県内企業の訪問調査を行った。ペレットストーブを製造している企業が、熱電発電を組み合わせたストーブを開発している事例があった他、県央地区の企業を中心として「熱電発電研究会」が設立されていた。その他の県内企業は、エネルギーハーベスティング技術の開発に取り組んだことがあるものの、発電量がアプリケーションの必要とする電力量まで足らなかったなど、製品化まで至っていない企業がほとんどである。また、依然として工場排熱からのエネルギー回収について興味を持っている企業もいくつかあった。

2.4 工業技術総合研究所の取り組み

排熱回収の有効手段として熱音響機関の活用を検討するため、実験装置を作製し実証試験を行った。熱音響機関は、熱で音波を発生させる作用を用いてエネルギー変換を行う比較的新しいエンジンである。この振動エネルギーは、リニア発電機で電気エネルギーに変換することが可能であり、また、この音波をスタックに供給すると両端に温度差が発生し、高熱から冷熱を作ることができる。当所の実験では、下端に設置したスピーカで音を鳴らす。スチールウールの上端は 43.2℃、下端は 8.1℃と、35.1℃の温度差が発生することを確認した（図 2）。

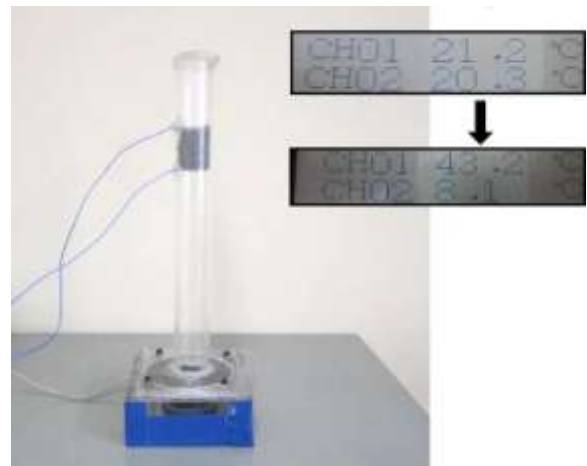


図 2 温度差発生装置

3. 結 言

- (1) 研究会の開催により、参加企業においてエネルギーハーベスティング技術などの理解を深めることができた。
- (2) 県内企業においては、ペレットストーブに熱電発電を利用した事例が見受けられた。また、熱電発電に興味を持っている企業も数社あった。
- (3) 今後、センサーネットワークの独立電源としてエネルギーハーベスティング技術の利用が期待され、県内の中小企業が取り組む絶好のチャンスと言える。

CFRP 成形技術研究会報告

古畑 雅弘* 小海 茂美* 吉田 正樹** 橋詰 史則***

Report of Market and Technology Trends of Carbon Fiber Reinforced Plastics Molding

FURUHATA Masahiro*, KOKAI Shigemi*, YOSHIDA Masaki** and HASHIZUME Fuminori***

1. 緒 言

炭素繊維複合材料（以下 CFRP と呼ぶ）は、航空宇宙や風力発電用途などで活用されているが、近年では環境・エネルギーの観点から、自動車をはじめとする産業用途のほか、ロボット、医療機器、スポーツ用品、電気機器など多岐にわたり活用が見込まれている¹⁾。現在広く利用されているものは、母材に熱硬化性樹脂を用いるものであるが、強度や耐熱性に優れているものの、成形サイクルが長く、設備費や材料コストも高いことから、大量生産が必要な用途には適用が難しく、用途が限定されていた。

こうした中、近年では母材に熱可塑性樹脂を活用した成形技術が注目されているが、実用化には多くの課題があるといわれている。そこで本事業では、熱可塑性樹脂を母材とする CFRP について技術的課題やニーズを調査し、県内企業が得意としている金属の塑性加工技術の適用の可能性について検討を行うとともに、開発テーマを提案することを目的に活動を行った。

2. 活動概要

2.1 技術セミナーの開催

協同組合三条工業会と共催で、セミナー、成形実習および先進地の視察を開催した。参加者の中には初めて炭素繊維や CFRP に触れる方も多く、繊維の特性や成形の難しさなどを体験することが



図1 視察の様子

でき、取り組みのきっかけの場として大変有意義なセミナーであった（図1）。

・第1回 8月29日

「CFRP の設計・成形方法及び力学的特性について」

湘南マテリアルテクノロジー 染谷 佳昭 氏

・第2回 10月26日

「熱可塑性樹脂複合材料の成形実習」

サンワトレーディング(株) 馬場 俊一 氏

・第3回 12月13日～14日

「いしかわ次世代産業創造支援センター」および「ぎふ技術革新センター」視察

2.2 市場・技術動向調査

CFRP に関連した展示会や他機関主催のセミナーに参加し、情報収集や用途探索調査を行った。

国内では、炭素繊維メーカーがレーシングカー製造メーカーを買収したり、欧州の自動車メーカーと提携するなど自動車用途への展開が積極的になってきている。しかしその一方で、材料や製造

* 素材応用技術支援センター

** 下越技術支援センター

*** 企画管理室

表 1 熱硬化性 CFRP と熱可塑性 CFRP の特徴

		熱硬化性	熱可塑性
プリプレグの性能		劣化する (冷凍保管必要)	劣化しない (冷凍保管不要)
粘着性		有り	無し
積層作業性		容易	困難
成形性	温度	低い	高い
	圧力	低い	高い
	時間	長時間	短時間
特 性		高強度、高弾性 化学的に安定 精度が高い	靱性が高い 耐衝撃性、耐疲労性に優れる
接合、再融着		不可能	可能
リサイクル性		不可能	可能

コストが高価なことから商品開発が進まず、用途開発が大きな課題になっている。用途開発に当たっては先行事例の後追いではなく、CFRP の特徴を活かした新たな用途や技術開発による優位性を持った用途開発が望まれている。①「軽量化+αの機能」を付与できる用途、②製造コストだけではなく、CFRP を活用することでトータルコストを削減可能な用途」などを探索していくことが重要となっている²⁾。

また、CFRP 成形技術については、①炭素繊維のコストダウン、性能向上、②耐熱性や不燃性等機能性樹脂の開発、③低コスト中間基材の開発、④生産性の高い成形技術の開発、⑤CFRP の評価技術、データベース化などが課題として挙げられる。特に今後は、自動車用途へ適用していくためには成形サイクルの短縮化が求められており、この一つの方法として、熱可塑性樹脂を活用したプレス成形技術が注目されている。熱可塑性樹脂と熱硬化性樹脂の特徴を表 1 に示す³⁾。また、図 2 に一般的な熱可塑性樹脂を使用したプレス成形技術の概略を示すが、①材料コストの削減、②精度

の高い成形技術の確立、③成形サイクルの短縮化などに課題がある。

2.3 県内企業調査

県内企業を訪問し、CFRP に関する情報提供や課題などの調査を行った。県内では、先行企業としてスポーツ関連や電子部品メーカーがあるが、従来の GFRP (ガラス繊維複合材料) メーカーが CFRP に参入している事例も多い。こうした企業は成形技術に関するノウハウを有しており、比較的容易に参入が可能となっている。新たな動向としては、県央地域を中心にプレス機や射出成形機を用いた熱可塑性樹脂の成形技術の開発を行う企業が現れてきているが、こうした企業は CFRP の需要拡大を見越して技術の確立を目指している企業が多く、用途が曖昧な状態で技術開発に取り組んでおり、用途開発が大きな課題となっている。また、成形技術に関する情報も入手困難なことから、試行錯誤しながらノウハウを蓄積している状況にある。

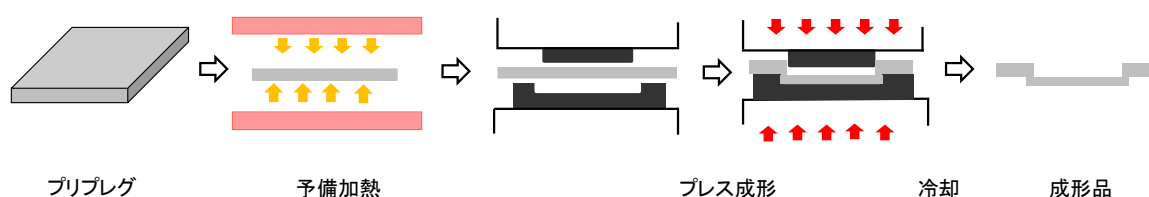


図 2 プレス成形の概略

3. 工業技術総合研究所の取り組み

前述したように、汎用的な用途へ市場を拡大していくためには、成形サイクルの短縮化など多くの課題が残っている。現状では、技術開発については、企業独自で試行錯誤によりノウハウを蓄積せざるを得ない状況であるが、将来的には自動車をはじめとする産業用途などで広く活用が期待されており、早期に成形サイクルの短縮化や低コスト化技術を確立することができれば、大きな優位性を得ることができると考えられる。こうしたことから、当研究所においても、従来から行っている情報提供を行う一方で、一步踏み込んで成形技術に取り組み、得られた知見を広く情報提供していくことが必要であると考えている。また、用途探索についても、県内の最終商品を取り扱う企業と交流の場を設けるなど「きっかけ作りの場」を設けていくことが必要であると考えている。

4. 結 言

- (1) セミナーをとおして、CFRP の特性や成形技術に関して理解を深めることができた。また、多くの企業が CFRP に関心を持っていることが分かった。
- (2) CFRP の市場は、自動車をはじめとした産業用途で活用が拡大すると予測されている。この対応として、成形サイクルの早い熱可塑性

CFRP のプレス成形技術が注目されているが、材料の低コスト化や精度の高い成形条件の確立が課題となっている。

- (3) 用途開発も大きな課題であるが、自動車用途は技術的ハードルが高く、参入初期はスポーツ用品、生活用品、福祉関連分野での参入が容易と考えられる。
- (4) 県内では、県央地域を中心に熱可塑性 CFRP のプレス成形技術や射出成形技術に取り組む企業が現れてきているが、技術的情報が入手できず、独自で試行錯誤を繰り返しながら行っている。
- (5) 当研究所としては、用途探索や技術情報の提供のみならず、成形技術について取り組み、得られた知見を広く情報提供していくことが必要である。

参考文献

- 1) 井塚 淑夫, “CFRP の製造方法とその利用方法”, 2013.1.26 講演会資料
- 2) 伊牟田 守, “CFRP の適用動向及び今後の展開 ～航空機から自動車へ～” 2012.11.16 講演資料
- 3) “炭素繊維&CFRP の最新動向”, (株)大阪ケミカル・マーケティング・センター

塑性加工を用いた軽量化技術の調査研究

宮口 孝司* 相田 収平** 本田 崇** 白川 正登*** 坂井 修* 宮口 弘明* 片山 聡****

A Research on Weight Reduction Using Plastic Working

MIYAGUCHI Takashi*, AIDA Shuhei**, HONDA Takashi**, SHIRAKAWA Masato***,
SAKAI Osamu*, MIYAGUCHI Hiroaki* and KATAYAMA Satoshi****

1. 緒 言

新潟県には、金属製品や生産用機械関連で金属の塑性加工や機械加工などを行う多くの企業が集積している。しかし、新興国の追い上げや継続的な円高により、電子部品・デバイスや輸送用機械などを中心に海外流出が続いており、グローバルな競争に打ち勝つ技術の導入が不可欠になっている。工業製品にはその製品の本来必要とされる機能以外に、可搬性の向上やエネルギー消費量の削減のために軽量化が要求されることが多い。図 1 に軽量化の要求が強い製品群の例を示す。介護福祉関連機器や携帯端末、タブレット端末など重量に比較して単価の高い製品では、アルミニウムやマグネシウムなどの軽量合金やプラスチックなどの軽量材料を多用する。航空機では、消費する燃料が膨大であるため、軽量化に比較的大きなコストをかけても総合的にみればコストを削減することが可能になるため、高価な素材や工法を取り入れることが可能であり、アルミニウム合金や CFRP などを多用している。

自動車は、車体重量の増加に伴い燃料消費が多くなるため、車体重量の低減は大きな課題である。しかし、電気自動車（EV）や近年急速に販売が伸びているハイブリッド自動車（HV）では、電池やその他部品の重量の割合が大きく、従来の自動車に比べむしろ重くなる傾向にある。

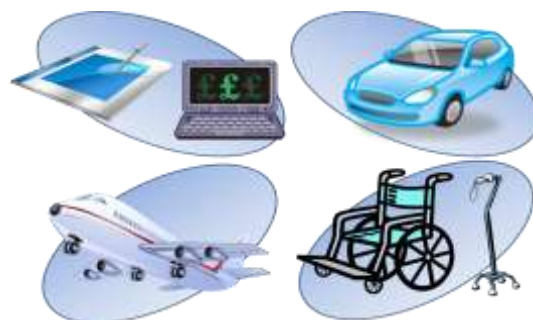


図 1 軽量化の要求が強い製品群の例

自動車は軽量化と安全性の確保を両立させるため、鉄系の低合金鋼である高張力鋼板（ハイテン材）が積極的に採用され始めている。この素材は、マグネシウム合金に匹敵する比強度を持ちながら、比較的低価格で入手できることから、自動車産業以外でも注目されている。

また、複数の部品を一体化することで、軽量化することのできる冷間鍛造の一種である板鍛造が注目されている。板鍛造は、鋼板を順送りプレス加工またはトランスファープレス加工によって冷間鍛造する技術であり、軽量化のみならず切削加工や粉末成形など他工法からの置き換えも可能であり、大幅なコストダウンを実現できる可能性がある。

本調査研究では、県内の金属製品製造業者が現有のプレス製造ノウハウを適用して、ハイテン材や板鍛造などの加工プロセスを獲得するために必要な課題などについて調査を行った。

2. 活動概要

主な活動内容は、県内外技術動向調査、セミ

* 県央技術支援センター

** 研究開発センター

*** 企画管理室

**** 中越技術支援センター

ナー開催，課題抽出，要素技術に関する実現可能性研究および研究テーマ提案である。

セミナーは，ハイテン材や板鍛造に関する技術動向調査と県内関連企業への普及啓蒙活動の一環として開催した。

2.1 市場・技術動向調査結果

ハイテン材に関する技術課題としては，塑性変形領域が非常に狭いことに起因する成形性の低さ，スプリングバック，高硬度と金型との面圧上昇に起因する激しい型損耗などが挙げられる。これらの課題に対しては，成形工程の分割，成形品の形状変更，変形量を見込んだ金型の設計，熱間加工，硬質膜による金型表面処理などで対応している。また，工程の設計や成形性の低下に対する解決手段の一つとして成形シミュレーションが有効である。

成形法に関しては，国内では冷間加工を中心に開発が進んでいるが，欧米では引張強さ1GPaを超すハイテン材の成形を実現するため，ホットスタンプと呼ばれる熱間加工が主流である。ホットスタンプに関しては今後の技術動向と導入動向を注視する必要がある。

ハイテン材の市場動向に関しては，引張強さ980MPa以上のハイテン材が自動車を中心に採用されつつあり，さらに高強度ハイテン材の開発が進んでいる。

板鍛造は，軽量化とともに他工法からの転換で，自動化やリードタイムの大幅な短縮などが図れることから，自動車産業では必須の技術になると考えられている。板鍛造に関する技術課題としては，工程設計に多くの知見やノウハウが必要であるうえ，プレス装置には高い剛性と加工精度を必要とすることである。板鍛造は加工部位を限定したり，1回の加工量を小さくすることで金型や機械にかかる負担を低減させ，材料を順次送ることによって加工を行うことから，工程が多くなり複雑になる。成形時の変形量や力を推測するため，ハイテン材と同様にシミュレーションの果たす役割は大きい。

2.2 県内の動向調査結果

県内企業では，ハイテン材用の金型の製造や雪止め金具，建設用資材への適用が見られるものの，本格的な普及は進んでいない。

地域としての共通の課題は，ハイテン材の入手が困難なことがあげられる。ハイテン材は，高強度であるにも関わらず低価格であり，金属材料としては理想的であるので，使用を検討している例は多い。しかし，材料メーカーは大口の発注者との契約から独占的に販売を行っており入手が困難である。このため，中小企業が当該材料の使用を検討することができず，参入をあきらめる例が散見された。

スプリングバックの大きさや成形性の低さをカバーするためには，シミュレーションが不可欠である。最新のソフトウェアと解析手法を活用することで，試作の費用や期間を大幅に削減することができるものの，県内の中小企業でソフトウェアを導入し，運用する人材を確保・育成することは，時間と費用の負担が大きい。

板鍛造に関しては，軽量化に有効な手段であるうえ，その生産性の高さゆえ，導入に前向きな企業は多いが，実際に技術導入に成功した企業は極めて少ない。県内での成功例としては，歯車類を成形する金型の開発であった。板鍛造導入に関しては，緒についた段階であり，課題が系統的に整理されていない。県内のプレス関連企業が板鍛造分野へ参入する際の大きな課題としては，板鍛造はプレス加工に比べて金型にかかる力がけた違いに大きくなり，金型を損傷するリスクが高くなることである。課題の解決には冷間鍛造の基礎的な知識の習得が必要になる。また，板鍛造においても，シミュレーションが重要な役割を担うが，ハイテン材の場合と同様にソフトウェアの導入と運用に係る人材の確保が課題である。

県内企業においては，板鍛造による部品製造の打診が散見されはじめた段階であるが，当該技術に関する知見の不足から，適用可能性の判断すらできないのが現状である。当該技術は機

密性が高く、一部の基礎的なデータ以外に情報がほとんど入ってこない。大学などでも共同研究企業との研究内容を発表することが少ないため、ターゲットとする部品に対しては基礎的な知見とシミュレーションを駆使して個別に対応するほかはない。逆に、他企業からの参入が非常に難しいことから、価格を含めた競争力は長期に渡って維持されやすいといえる。

2.3 セミナーの開催

図 2 に塑性加工技術セミナーの様子を示す。本調査研究では、にいがた産業創造機構の先進的金型研究会および日本塑性加工学会新潟ブロックと連携して、塑性加工技術セミナーを 3 回開催した。セミナーは、県内企業からのべ 181 人の参加者を得た。当該分野への期待の大きさを如実に示している。各回の概要を以下に示す。

○第 1 回塑性加工セミナー

日時：平成 24 年 7 月 2 日（月）

場所：燕三条地場産業振興センター

参加者：72 人

【概要】

①「板鍛造の要素技術と成形事例」

テクノオフィス凜 中野 隆志 氏

板鍛造は高精度で複雑形状の成形が可能な技術であり、プレス部品の付加価値を高め、グローバル競争に打ち勝つプレス成形部品の提供を可能にした技術である。板鍛造は高度な総合技術との視点から、鍛造工法、金型、表面処理、プレス機械などの要素技術と成形事例について紹介した。

技術者の知見や創造力が基本となるソフトウェア技術として、塑性変形の基本を理解する塑性理論、製品の用途と塑性加工を意識して寸法精度や形状を検討する製品設計、素材から部品にいたるまでの成形法や潤滑、熱処理、後加工などを検討する工程設計、金型の強度、構造や精度などを検討する金型設計がある。さらに、主に外部技術を活用するハードウェア技術とし



図 2 塑性加工技術セミナーの様子

て、製品の強度や特性と成形時の変形抵抗・変形能に関連する被加工材、生産能力や素材の搬送装置、金型交換装置などを含む生産システムとしての鍛圧機械、熱処理や表面処理を含めた金型の製作技術、焼付きや摩耗による金型寿命や製品の表面粗さに影響する潤滑技術がある。板鍛造を実行するためには、これらの統合的な検討が必要である。板鍛造は高精度・複雑形状の成形を行うため、従来のプレス機械よりも精度・剛性に高い性能が求められる。

②「板鍛造高精度化への我社の取り組み」

(株) サイベックコーポレーション

代表取締役 平林 巧造 氏

板鍛造に早くから取り組み、CFP（Cold Forging Progressive）工法と呼ばれる独自の板鍛造技術で、従来にない高精度なプレス成形を実現してきた。CFP 工法は冷間の鍛造順送プレスであり、高精度と低コストを実現する工法である。金型には、マイクロメートルオーダーの精度と高い加工力に耐えうる高剛性が必要になる。同工法を適用した製品例として、最厚部 3.0mm、最薄部 0.8mm の部品を紹介した。また、環境対応車への取り組みとして、モーターの減速機に使われるサイクロイドギアや燃料電池車のセパレーターなどがある。動的精度やコーティング膜の高度化も並行して行っている。

○第 2 回塑性加工セミナー

日時：平成 24 年 9 月 7 日（金）

場所：三条商工会議所

参加者：53 人

【概要】

①「次世代構造用鋼（超高強度低合金 TRIP 鋼）の材料特性と応用分野」

信州大学工学部 教授 杉本 公一 氏

次世代の 1.5～2.0GPa 級構造用鋼として期待されている、ハイテン材の一種「超高強度低合金 TRIP 鋼」の微細組織、成形性、機械的性質（強靱性、疲労強度、遅れ破壊強度）などの特徴と、いくつかの応用例について紹介した。杉本氏が開発した低合金 TRIP 鋼の特徴を他の高強度鋼と比較して述べた。TRIP 鋼は、フェライト相などの母相に残留オーステナイトを意図的に残して、加工歪によってオーステナイトをマルテンサイト化して硬化させる。実用化には、製鋼会社の協力が必要である。

②「超高強度鋼部材のプレス成形」

豊橋技術科学大学工学部

教授 森 謙一郎 氏

ハイテン材の冷間プレス成形、超ハイテン材のホットプレスなど自動車部材への適用について紹介した。ハイテン材の比強度はマグネシウム合金並みである。さらに、流通量が多く、低価格であるため、広く使用されている。ハイテン材を冷間で加工する場合のスプリングバックは、ビード形状や、リストライクなどで対応する。伸びフランジ曲げの割れの対策には部分逐次接触ダイが有効。引張強さ 980MPa 以上のハイテン材では、ホットプレスが不可欠である。実験室レベルでは通電加熱で比較的簡単に試作が可能である。

○第3回塑性加工セミナー

日時：平成 24 年 11 月 21 日（水）

場所：燕三条地場産業振興センター

参加者：46 人

【概要】

①「サーボプレスと板成形技術への適用」

コマツ産機株式会社 熊谷 久男 氏

AC サーボモーターによりスライドモーシ

ョンを自在にコントロールできるサーボプレス機が注目されており、スライドモーションコントロールによる生産性向上や加工品質の向上事例について紹介した。プレス成形に最適なスライドモーション制御とサーボダイクッションによるクッション圧力制御を合わせ、品質向上と生産性の向上、さらには省エネルギー、低騒音化を実現する加工技術について紹介した。

②「鍛造加工シミュレーションの概要と解析システム「AFDEX」のご紹介」

株式会社 JSOL 浜田 知己 氏

鍛造加工シミュレーションをデモンストレーションをまじえて紹介した。材料の流動や割れ・巻き込みなどの不具合解析が可能である。解析専門家でなくとも、設計者が CAD 同様の設計ツールとして CAE を自由に使いこなせるよう作られた解析システムである。

2.4 実現可能性研究の実施

板鍛造を県内企業に普及させるため、実現可能性研究では軽量化関連部品を板鍛造によって成形する際の技術課題について検討した。板鍛造を実現するための加工方案をシミュレーションによって検討し、実現可能性の高い工程設計を行ったうえで、金型の設計、部品の成形実験を行い、板鍛造によって製造できる可能性が高いことを示した。この結果を受けて、来年度以降の共同研究課題として提案し、採択された。

3. 結 言

塑性加工を用いた軽量化技術に関して、セミナー開催、県内外の先進的企業等に対する聞き取り調査などを実施することによって以下の結論および成果を得た。

- (1) ハイテン材は、入手が困難で参入の障壁は高いものの、比強度がマグネシウム合金並みに高い上、合金成分が少ないため低価格であり、軽量化と低コストを両立する強力な手段である。
- (2) ハイテン材成形時の代表的な課題として、

成形性の低下，スプリングバック等に起因する形状不良，金型の耐久性があげられる。ハイテン材の高強度化が進み，積極的な採用がみられる引張強さ 980MPa 以上のハイテン材では，これらの課題がより一層顕著に現れ，重要課題となっている。

- (3) プレス関連企業の板鍛造技術分野への参入意欲は強いものの，同分野への参入を希望

する企業の多くは，冷間鍛造に関する知見やシミュレーションの経験が不足しており，参入の障壁となっている。

- (4) 軽量化部品の板鍛造によるシミュレーション実験と実証実験による実現可能性研究を実施することで，有効な加工方案を見出し，共同研究の採択につなげた。

航空宇宙分野参入研究会報告

田辺 寛* 坂井 朋之* 相田 収平* 須藤 貴裕**

Report of Market and Technology Trends for aerospace industries

TANABE Hiroshi*, SAKAI Tomoyuki*, AIDA Shuhei* and SUTOH Takahiro**

1. 緒 言

日本国内の航空機産業の生産額は、2008 年の時点で約 1 兆 3 千億円であり、新興国の経済成長に伴い、航空機需要が伸長するため、2020 年には現在の約 3 倍の市場となることが予測されている¹⁾。このような成長産業へ県内企業の進出を促す目的で、新潟県は、平成 24 年度より航空機産業参入推進事業を立ち上げ、研究会や共同研究を通して、県内企業に対する情報提供や研究開発の支援を実施してきた。

本報告では、同事業の中で実施した「航空宇宙分野参入研究会」の活動について報告する。

2. 研究会の体制

2.1 会員について

県内企業が、新たに航空機産業へ進出するために必要となる知識や技術、認証制度等への理解を深めるため、3 回のセミナーを実施した。セミナーは会員制とし、研究会の参加者をもって、当研究会の会員とした。

なお、当研究所では、平成 21 年～23 年に本研究会の前身として、多軸高速加工研究会を組織しており、その会員企業に対する周知を図るとともに、ホームページやメールマガジンなどを通じ、県内企業の本研究会への参加を募った。

その結果、当年度の研究会会員は 43 企業、6 団体となった。会員企業の業種としては、切削加工を生業とする企業が多いものの、熱処理や表面処理など、航空機部品の製造において特殊

工程となる業種の企業の参加もあり、幅広い構成となった。

2.2 運営体制

本研究会は、当研究所の研究開発センターが主体となり、研究会活動を運営した。

3. 研究会活動

研究会の活動として、県外から講師を招き、計 3 回のセミナーを実施した。以下にセミナーの概要を記す。

3.1 第 1 回セミナー（平成 24 年 7 月 25 日）

第 1 回セミナーにおけるテーマと講師、概要を以下に記す。

(1) 「ビジネスの観点から捉えた航空機産業への参入」

(株) 帝国データバンク 北村 慎也 氏

(2) 「発注サイドから見た航空機産業 ～中小企業に求めるもの～」

住友精密工業（株） 五十嵐 健 氏

第 1 回セミナーでは、中小企業の新規参入が難しいと言われる航空機産業で新しいサプライヤーとして注目されている YURA AERO NETWORK への支援や航空機産業に関連した中小企業の発掘や育成を行っている講師を招いて、関西における航空機産業への参入事例について解説頂いた。

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

講師からは、防衛需要から民間需要への転換の必要性や国内大手航空機産業におけるアウトソーシングの方向性を示した「Make／Buy 方針」、完成品のキット化とジャストインタイムでの供給（KIT・JIT 化）などの国内航空機産業全体の動きとサプライチェーンへの新規参入事例に関する興味深い説明があった。図 1 に第 1 回セミナーの様子を示す。県内企業から 32 名の参加があった。

また、講演後、講師による県内企業 3 社の視察が行われ、各企業の強みを生かした技術開発の事例や認証制度の必要性などについて、具体的に説明を頂いた。

3.2 第 2 回セミナー（平成 24 年 10 月 24 日）

以下に第 2 回セミナーのテーマ名と講演者、講演概要を記す。

- (1) 「航空機産業に必要な規格・認証 ～JIS Q 9100, NADCAP 等～」
一般社団法人 日本航空宇宙工業会
菅野 義就 氏
- (2) 「航空機に求められる加工技術，材料開発の動向」
一般社団法人 日本航空宇宙工業会
藤貫 泰成 氏

第 2 回セミナーでは、一般社団法人 日本航



図 1 第 1 回研究会

空宇宙工業会より 2 名の講師を招き、講演会を行った。本セミナーは、航空機産業参入に当たり、必要とされる品質管理マネジメントや加工技術について、会員に理解して頂くことを主眼においた。

講師からは、航空機産業参入にあたって国内大手航空機産業より強く要求される品質管理システムの規格 JIS Q 9100 や品質保証及び特殊工程の監査・認証プログラム NADCAP に関する概要と必要性に関する解説をしていただくとともに、航空機本体や航空機エンジンの部品に求められる加工技術及び材料開発の動向についても説明頂いた。本セミナーには 30 名の出席があった。

3.3 第 3 回セミナー（平成 25 年 2 月 7 日）

第 3 回セミナーでは、近年、航空機で多用される材料とその加工技術について取り上げた。以下に、テーマ名と講演者、講演概要を記す。

- (1) 「CFRP および難加工材料のエンドミル・ドリル加工」
東京電機大学 工学部 松村 隆 氏
- (2) 「航空機向け難加工材料の最新工具と加工技術」
オーエスジー（株） 鳥居 洋三 氏

東京電機大学 松村氏からは、炭素繊維強化プラスチック（CFRP）の穴開け加工や端部の加工の際に生じる層間はく離（デラミネーション）の問題に関し、技術的な解説を頂き、オーエスジー（株）鳥居氏からは、チタン合金、超耐熱合金など難加工金属材料に適した切削工具と加工技術についての説明を頂いた。

本セミナーには県内企業から 35 名の出席があった。

4. ホームページ作成による研究会活動の周知

本研究会の活動を県民や企業へ周知するとと

もに、会員募集や航空機産業に興味を持つ企業の窓口となるため、工業技術総合研究所のホームページ内に本研究会のサイトを開設した。



図2 航空宇宙分野参入研究会のホームページ

図2に航空宇宙分野参入研究会ホームページのトップページを示す。

5. 結 言

- (1) 航空宇宙産業分野参入研究会において、計3回のセミナーを開催し、43企業、6団体、延べ97名の参加があった。航空機産業への参入に意欲のある企業が多く、セミナーは好評であった。
- (2) 航空宇宙分野参入研究会のホームページを開設し、県民や企業に対する周知活動を行った。

参考文献

- 1) 相田、三浦、石川、須藤、“航空宇宙分野調査報告”，工業技術研究報告書，No.41，2011，p83-85.

植物工場研究会報告（第2報）

高橋 靖** 坂井 朋之* 長谷川 雅人* 三村 和弘* 内山 雅彦** 小林 豊*

Report of Market and Technology Trends for Plant Factory II

TAKAHASHI Yasushi**, SAKAI Tomoyuki*, HASEGAWA Masato*, MIMURA Kazuhiro*,
UCHIYAMA Masahiko** and KOBAYASHI Yutaka*

1. 緒 言

天候に左右されず、安全・安心な農産物の周年供給を可能とする植物工場が注目されている。

植物工場研究会は、新潟における植物工場の可能性について調査研究し、植物工場設備に関して技術開発を行うことを目的に活動を行っている。ここでは、平成24年度の活動報告と、新たに実施した「キャビネット式植物工場実証事業」について述べる。

セミナーは植物工場に関する有識者を招き、最新の技術動向について情報提供し、計4回行い、延べ219人が参加した。なお、セミナーの第4回はキャビネット式植物工場実証事業の報告会とした。また、県外で実際に稼働している植物工場の見学会も実施し25名が参加した。下記にセミナーの演題と講師及び工場見学先を記す。セミナーの様子を図1に、工場見学会の様子を図2に示す。

2. 研究会の体制

2.1 会員について

研究会会員は、単にセミナーを聴講するだけでなく、自社技術を持ち寄り、積極的に新たな植物工場の研究開発に関するコンソーシアムに参加していこうとする県内外の企業を募った。その結果、会員は計83名（52企業、1大学、1個人）となり、参加企業の業種は、食品関連、電機関連、建設関連、設備関連などの多岐の業種にわたった。

2.2 運営体制

研究開発センターと下越技術支援センターが主体となり、新潟県農業総合研究所、新潟大学など、他の研究機関とも連携しながら運営した。

3. 研究会活動

3.1 セミナー及び工場見学会

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター



図1 セミナーの様子



図2 工場見学会の様子

第1回：平成24年5月9日

「中小規模植物工場とロシアへの展開」

松島 巧氏（エスペック(株)）

「植物工場研究会の平成24年度の進め方」

三村 和弘（研究開発センター）

第2回：平成24年6月29日

「ドイツにおける再生可能エネルギー・地中熱、
植物工場への利用可能性」

岩松 康氏（ECOS Japan）

「自然エネルギー利用による水熱源ヒートポンプシステム～積雪寒冷地域の既存設備を利用したハウス周年栽培」

大橋 慎太郎氏（新潟大学大学院）

第3回：平成24年8月8日

「LED 植物工場の技術の現状と将来」

森 康裕氏（(株)植物工場開発）

「技術調査報告～植物工場におけるイチゴ栽培の可能性」

小林 豊（研究開発センター）

第4回：平成25年3月15日

「キャビネット式植物工場の概要・総評」

塚田 周平氏（(株)リバネス）

【飲食店・レストラン系コンソ】

「植物工場製作報告」

原田 真実氏（秀和建設(株)）

「トラットリア・ノラ・クチーナ 実証報告」

山田 秀行氏（(有)山田）

「かつぼうぎ 実証報告」

長谷川 和広氏（(株)クリエイトサービス新潟）

【レジャー施設コンソ】

「植物工場製作報告」

媚山 誠氏（オリンピア照明(株)）

「メイワサンピア 実証報告」

北村 陽氏（メイワサンピア）

【ディスプレイ型コンソ】

「植物工場製作報告」

山田 峰也氏（サンアロー(株)）

「manma and cafe ユキマツリ 実証報告」

井口 智裕氏（(同)雪国食文化研究所）

工場見学会：平成24年11月5日～6日

・さんいちファーム（宮城県名取市）

・住田野菜工房（岩手県気仙郡住田町）

・グランパファーム陸前高田（岩手県陸前高田市）

3.2 コンソーシアム活動

コンソーシアム会議は計4回実施し、技術課題を討論するだけでなく、会員企業の自社PRや得意技術などを発表し、意見交換を行った。

また、国や県の競争的資金に応募するための検討会議も行った。

4. 最新技術調査等

最新技術や動向を入手するため、NPO 法人植物工場勉強会主催のセミナーや各種の技術セミナー、日本養液栽培研究会や日本生物環境工学会の学会発表などを聴講するとともに、県内外の企業を訪問し、展示会などにも参加して技術調査を行った。下記に主な調査先を記す。

① セミナー・学会等

・NPO 植物工場研究会 第49回勉強会

・日本生物環境工学会 2012年東京大会

・日本養液栽培研究会 第70回愛知大会

・日本冷凍空調学会 2012年度札幌大会

・日本を元気にする産業技術会議シンポジウム

・富山大学 第17回夏期セミナー

・東京農工大学 第1回ブルーベリー研究会

・東京メガセミナー主催植物工場セミナー

「植物工場養液栽培における病害の危険性と殺菌技術」

・上越ものづくり振興センター主催

第2～5回植物工場セミナー

② 企業訪問等

・(株)日進産業

・IDEC(株)植物工場ラボ

③ 展示会等

・GPEC2012 施設園芸・植物工場展

・アグリビジネス創出フェア 2012

・アグロイノベーション 2012

5. キャビネット式植物工場実証事業

5.1 事業の概要

県民に植物工場を広く周知して植物工場野菜のニーズを広げ、また県内企業主体のコンソーシアムを結成して、植物工場の開発・製作を行うことを目的として、初期投資が比較的小さく、集客効果が期待される「キャビネット式植物工場」の実証事業を新たに実施した。

5.2 設置先事業者の選定

まず、キャビネット式植物工場の設置を希望する店舗など設置先事業者を下記スケジュールにより募集した。

- ・公募期間 6月1日～6月14日
- ・現地調査 6月下旬
- ・審査会 7月30日

審査の結果、下記企業が設置先事業者として選定された。

- ① トラットリア・ノラ・クチーナ
- ② 手作り居酒屋 かつぼうぎ
- ③ メイワサンピア
- ④ manma and cafe ユキマツリ

5.3 開発・製作事業者の選定

設置先の仕様を調査し、それに沿って開発及び製作する事業者を選定するためのプロポーザルを下記スケジュールにより公募した。

- ・公募期間 8月20日～9月19日
- ・説明会の開催 8月30日
- ・設置先調査期間 9月3日～7日
- ・企画提案書締切 9月26日
- ・審査会 10月3日

審査の結果、上記の各設置先事業者に対して、下記企業が開発・製作事業者として選定された。さらに、設置後の栽培に関して各開発・製作事業者と共同研究を行った。

- ① 秀和建設(株)，(株)北村製作所
- ② 秀和建設(株)，(株)ミタカ

- ③ オリンピア照明(株)，(株)エーシートライ，エスペック(株)
- ④ サンアロー(株)，佐々木農園



図3 トラットリア・ノラ・クチーナ



図4 手作り居酒屋 かつぼうぎ



図5 メイワサンピア



図6 manma and cafe ユキマツリ

5.4 キャビネット式植物工場の設置

各設置先に設置されたキャビネット式植物工場の様子を図3～6に示す。

5.4.1 トラットリア・ノラ・クチーナ

レストランの向かい側の集会場に設置し、バジル、ルッコラ、ワサビ菜を栽培している。栽培し収穫した野菜はピザ料理教室で利用した。

5.4.2 手作り居酒屋 かつぼうぎ

カウンターの前に設置し、アイスパラントを栽培している。居酒屋の料理として提供した。

5.4.3 メイワサンピア

レストラン前のロビーに設置し、レタス、ルッコラ、バジルを栽培している。ケーキなどの加工食品に利用し食味アンケートを実施した。

5.4.4 manma and cafe ユキマツリ

ガラス張りのレストラン内でレタスを栽培し、サラダとして提供した。

6. 研究開発活動と外部協力

6.1 研究開発活動

昨年度よりコンソーシアム会議で議論をする中で、再生可能エネルギーを活用して植物工場のランニングコスト削減を図るテーマを提案し、下記競争的資金の採択を得ることができた。この課題では、県内企業が中心となり、他数社が協力企業として加わり、コンソーシアムを結成した。また、中核機関は菱機工業(株)であり、新潟県農業総合研究所食品研究センターと当所も参加した。

- ・事業名：経済産業省 平成24年度地域新成長産業創出促進事業費補助金
- ・テーマ：豪雪地域での雪氷・地中熱利用の完全人工光植物工場

6.2 外部協力

阿賀町では温泉熱を利用して植物の周年栽培を行うテーマで下記競争的資金に採択された。その策定委員会にアドバイザーとして協力した。

- ・事業名：総務省 平成24年度過疎地域等自立活性化推進事業
- ・テーマ：雪国の温泉熱と雪冷熱を利用したエコな産業創造による地域活性化事業

7. 結 言

- (1) 植物工場セミナーを年4回実施し、植物工場の普及啓蒙を図った。研究会の参加者は延べ219名であり、植物工場に対する関心の高さを伺わせた。
- (2) 植物工場に関する研究コンソーシアムを結成する目的で県内企業を中心に会員を募り、会員数は83名（52企業、1大学、1個人）となった。また、会員向けにコンソーシアム会議を年4回実施した。会員企業の情報交換や研究課題の議論をもとに、再生可能エネルギーを利用した植物工場の新規技術開発に関して、国の競争的資金の採択を得ることができた。
- (3) 工場野菜の一般消費者への認知度の向上と、それによる市場の拡大を目指し、本年度初めて「キャビネット式植物工場実証事業」を実施した。これにより工場野菜を利用する店舗、消費流通業者と装置製造メーカーとの連携が進み、新たな植物工場産業のネットワークを築き上げることができた。
- (4) 研究会活動の一環として、積極的に外部協力を行い、研究協力、啓蒙普及活動を実施した。今後も研究会活動を継続し、植物工場における新潟県版モデルの構築に向けて取り組みを進めていく予定である。

ナノテク機器利用技術講習会

樋口 智* 伊関 陽一郎* 山田 敏浩* 佐藤 健*

Practice on Device Production with Nanotechnology Equipments

HIGUCHI Satoru*, ISEKI Yoichiro*, YAMADA Toshihiro* and SATO Takeshi*

1. 緒 言

電子機器、光通信、医療機器の小型化に伴い、微細形状を付与した高機能部品や超精密加工部品の利用拡大が進んでいる。これらに対応する技術に、ナノテクノロジー（物質をナノメートル[1nm=10⁻⁹m]領域で自在に制御する技術）があり、国の重点支援技術領域に指定されるなど製品の高付加価値化を実現する技術として期待されている。しかしながら、本県の主要な製造業である一般機械、精密機械等既存企業の取り組みは、先端産業であるがゆえの技術習得や導入の難しさ（機器が高額）のため、進んでいないのが現状である。そこで、既存産業へのナノテクノロジー技術の導入、普及を図るため、NICOナノテク研究センター機器を利用した技術講習会を実施した。

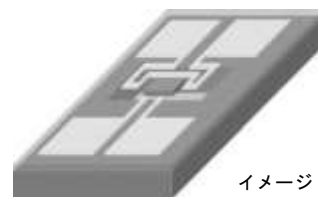
なお、本技術講習会はNPO法人長岡産業活性化協会（NAZE）の平成24年度産業基盤形成支援事業の一部である。

2. 講習会の概要

MEMS製品の加工技術および超精密加工技術、評価技術を対象として技術講習会を実施した。実習テーマとして次の2つを設けた。

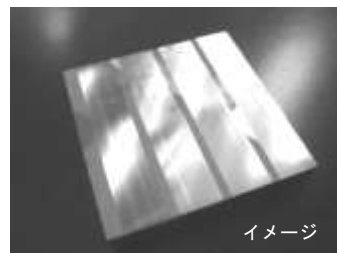
○MEMS装置を使用した半導体式ガスセンサー（図1）の試作・評価（MEMS研修と記す）

○超精密加工機を使用した回折格子金型（図2）の試作・評価（超精密研修と記す）



イメージ

図1 半導体式ガスセンサー



イメージ

図2 回折格子金型

2.1 MEMS 研修

MEMS加工技術は、半導体リソグラフィー技術などを用いて、シリコンなどの表面に微細な形状を形成する技術である。本技術講習会では、作成したテキストを使用してMEMS加工の基礎に関する講義の後、半導体式ガスセンサーを題材に、スパッタ成膜装置やドライエッチング装置を使用して試作・評価技術について実習した。図3にスパッタ成膜装置、図4にドライエッチング装置の外観を示す。

2.2 超精密研修

超精密加工は、デジタルカメラや光学メモリのレンズ、液晶導光板などの光学部品やバイオ

* 研究開発センター

チップの加工などで不可欠というべき技術となっている。本講習会では、作成したテキストおよび副読本¹⁾に基づき超精密加工の基礎に関する講義を行い、その後、超精密加工機を使用したマイクロレンズアレイ金型の試作および非接触三次元測定機による評価技術について実習した。図5に超精密加工機、図6に非接触三次元測定機の外観を示す。

加工機はファナック（株）の超精密ナノ加工機 ROBONANO α -0iAを使用した。当該加工機は、静圧空気軸受けを搭載する5軸加工機で、直線軸（X,Y,Z）の分解能は1nm，回転軸（B,C）の分解能は1/100,000度である。

測定機は三鷹光器（株）の非接触三次元測定装置 NH-3SPを使用した。当該測定機のオートフォーカス機構部の分解能は1nmである。



図3 スパッタ
成膜装置



図4 ドライ
エッチング装置



図5 超精密ナノ加工機



図6 非接触
三次元測定機

3. 講習会の実施方法

3.1 実施概要

講習会の概要を以下に示す。

《MEMS 研修》

実施日時：

平成24年11月7日，8日もしくは9日

実施会場：レーザー・ナノテク研究室

NICO ナノテク研究センター

参加者数：7名

《超精密研修》

実施日時：

平成24年11月13日，14日もしくは15日

平成24年11月20日，21日もしくは22日

実施会場：レーザー・ナノテク研究室

NICO ナノテク研究センター

参加者数：計12名（各回6名）

3.2 タイムテーブル

各研修のタイムテーブルを図7，図8に示す。

<1日目>

10:00	～講義～ ・ MEMS 技術の基礎
12:00	
13:00	～実習～ ・ レジストパターニング ・ スパッタリング ・ リフトオフ
17:00	

<2日目>

10:00	～実習～ ・ レジストパターニング ・ スパッタリング ・ リフトオフ
12:00	
13:00	～実習～ ・ ドライエッチング ・ ダイシング ・ 測定・評価
17:00	

図7 MEMS 研修

<1日目>	
10:00	~講義~ ・超精密加工の基礎
12:00	
13:00	~実習~ ・シャトルユニット取り付け ・工具およびワーク取り付け ・位置調整 ・平面加工
17:00	
<2日目>	
10:00	~実習~ ・回折格子用工具取り付け ・位置調整 ・回折格子加工
12:00	
13:00	~実習~ ・非接触三次元測定機説明、測定 ・走査型プローブ顕微鏡説明、測定
17:00	

図8 超精密研修

4. 研修風景

研修風景を図9および図10に示す。



図9 超精密研修時の様子



図10 MEMS研修時の様子

5. 結 言

- (1) 講習会終了後、受講者を対象にアンケート調査を行った。
概略は、実際に機械に触れることができ、最先端の技術を体験することができて有意義であったなど肯定的な意見があった一方で、日数や開催回数、開催地を増やして欲しいなどの要望も寄せられた。
- (2) MEMS加工や超精密加工という比較的新しい技術分野について受講者の知識や認識に差異があるため、すべてに対応することは難しい面もあるが、今回参加いただいた企業のフォローアップや、今後同様の講習会を開催していく中で県内企業のニーズを把握し、講習内容の改善に努めたい。

参考文献

- 1) 竹内芳美，“超精密マイクロ切削加工”，日刊工業新聞社，2008