

工業技術研究報告書

Report of the Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture No.47 2017

No. 47 平成 29 年度



新潟県

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-ku, Niigata City, Niigata 950-0915, Japan

平成 30 年 6 月

目 次

I 研究論文

1. CAE 技術を用いた高性能テニスラケットの開発	3
2. 太陽熱を利用した熱音響冷凍機による雪室冷却装置の開発 ～太陽熱集熱装置の製作と評価～	9
3. 伝統的工芸品の世界販売戦略を支援するためのバーチャルショウケースの 研究開発（第3報）	13
4. ネットワークアナライザを用いた高周波測定技術の育成	18
5. 熱可塑性エラストマーの力学的特性評価に関する研究	23
6. X線回折による残留オーステナイト定量値のばらつきに関する研究	29

II ノート

1. SUH660 の形質制御熱間鍛造技術の開発	39
2. 半導体パッケージ基板配線狭ピッチ化等に関する研究開発	42
3. 加熱加圧接着による電磁鋼板モータコアの積層接着技術の開発	44
4. アモルファス積層鉄心の鉄損測定	48
5. 断続切削を伴う難削材の加工方法の開発	50
6. テーラードブランクの対向液圧によるプレス深絞り成形法の開発	53
7. 複合めっき皮膜の断面観察手法の検討	55
8. 複合樹脂の特性評価と樹脂のナノ複合化による高機能性複合樹脂の開発	58
9. フェロモントラップと画像解析技術を組み合わせた斑点米カメムシの 自動モニタリングシステムの開発	61
10. LP ガス用圧力調整器用部品の流動解析	65
11. エアロゾルデポジション法によるアルミナ膜の作製（第2報）	68
12. 鋳鉄の組織と蛍光 X 線強度の検討	70
13. 毛繊維への機能性付与に関する研究	74
14. 糸の平滑性評価に関する研究	77
15. ジオポリマーによる硫化水素吸着剤の開発	79

16. X線応力測定における応力値のばらつきについて (測定時間との関係)	82
17. レプリカ法による非接触表面粗さ測定	84
18. 各種腐食液によるステンレス鋼の金属組織観察	86
19. 合金鋼および工具鋼の金属組織と硬さ	88
20. 鋼の金属組織と旧オーステナイト結晶粒の関係	92
21. 工具鋼 KA-70 の金属組織と硬さ	95
22. 刃物鋼の二度焼入れについて	99
23. 新規草木染め染料に関する研究	101

Ⅲ 調査・報告

1. 農業分野における ICT 活用促進に関する調査研究	107
2. 3次元ものづくり製造技術とその市場に関する調査研究（第3報）	111
3. 繊維技術を活用した加飾加工に関する調査研究	114
4. ファインバブルに関する調査研究（第2報）	118
5. 微細構造分析による結晶材料の高機能化に関する調査研究	121
6. ナノセルロースに関する調査研究	125
7. ディープラーニングの産業利用の事例紹介	128

※ 平成 29 年度に実施した研究 134 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

CAE 技術を用いた高性能テニスラケットの開発

片山 聡* 相田 収平** 三村 和弘** 岡田 英樹**
米山 亘*** 吉川 英之*** 宇野 寿一***

Development of high-performance tennis racket by using CAE technology

KATAYAMA Satoshi*, AIDA Shuhei**, MIMURA Kazuhiro**, OKADA Hideki**
YONEYAMA Wataru***, YOSHIKAWA Hidenori*** and UNO Toshikazu***

抄 録

テニスラケットフレームに対する構造シミュレーション精度向上のため、均質化法によるマルチスケールシミュレーションおよび平板の3点曲げ試験を実施し、材料物性値を同定した。その結果、本研究で用いたCFRPシートについては、マイクロモデルの繊維配列を格子状とした場合に試験値とよく一致することを確認できた。また、同定した物性値を用いた円管の3点曲げ試験では、支点間距離による変形モードの違いをよく再現できた。

1. 緒 言

炭素繊維強化プラスチック（CFRP）は繊維方向と繊維直交方向で材料物性値が異なるため、構造シミュレーションにおいては各々の方向に対する材料物性値（縦弾性率、せん断弾性率、ポアソン比）を入力する必要がある¹⁾²⁾。CFRPの材料物性値を求める方法としては、材料力学的手法やその修正式が提案されているが³⁾、近年ではマルチスケールシミュレーションを利用した同定手法も研究されており⁴⁾⁵⁾、当研究所においても平成26年度に実施した実用研究にてその有効性を確認した⁶⁾。

当研究所では今年度、ヨネックス（株）との共同研究において、CFRP製テニスラケットフレームに対する構造シミュレーション技術を確立した。本稿では研究で得られた知見のうち、計算精度向上に寄与した部分、マルチスケールシミュレーションにお

けるマイクロモデルの重要性と得られた等価物性値の妥当性検証結果について報告する。

2. マルチスケールシミュレーションの概要

CFRPを対象とした均質化法によるマルチスケールシミュレーションでは、繊維周りのマイクロモデルを作成し、それを1要素に置き換えた場合の等価物性値を取得する。本研究では、UD材（単方向性材）積層シートを対象に、図1に示す2つのマイクロモデルを作成し、直交異方性モデルの等価物性値を計算した。計算においては繊維縦弾性率をメーカー公

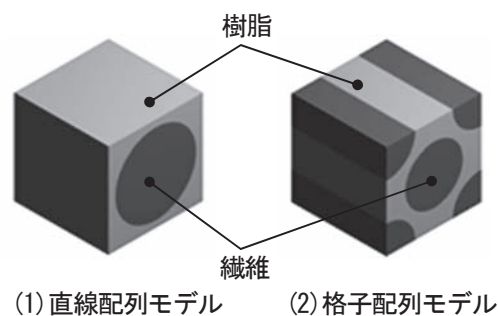


図1 CFRP（UD材）のマイクロモデル

* 中越技術支援センター

** 研究開発センター

*** ヨネックス（株）新潟生産本部

表値、繊維体積含有率を JIS K 7075:1991「炭素繊維強化プラスチックの繊維含有率及び空洞率試験方法」による実測値より固定値とし、樹脂縦弾性率を変化させて数種類の等価物性値を得た。マルチスケールシミュレーションソフトウェアはサイバネット(株)製 Multiscale.Sim 18.0 (ソルバー: ANSYS Mechanical Enterprise 18.0, GUI: ANSYS Workbench 18.0) を用いた。

均質化法によって得られた等価物性値のうち縦弾性率について、従来式による計算値と比較した結果を表 1 に示す。従来式は、繊維方向には複合則を、繊維直交方向には植村らの式⁷⁾を適用した。繊維方向の縦弾性率は繊維配列によらず、ほぼ一定の値を示し、複合則による計算値ともよく一致した。繊維直交方向の縦弾性率は繊維配列によって大きな違いが現れ、直線配列モデルのほうが大きな値を示した。また、植村らの式による計算値に対しては直線配列モデルのほうが近い値となった。図 2 に繊維直交方向の縦弾性率に対する樹脂縦弾性率、繊維配列の影響を示す。樹脂縦弾性率の影響は線形的に現れ、影響度は直線配列モデルのほうがやや大きくなった。

表 1 均質化法と従来式による計算値の差
(比較物性値: 縦弾性率)

方向	直線配列モデル	格子配列モデル
繊維方向	-0.1%	-0.1%
繊維直交方向	8.0%	-35.9%

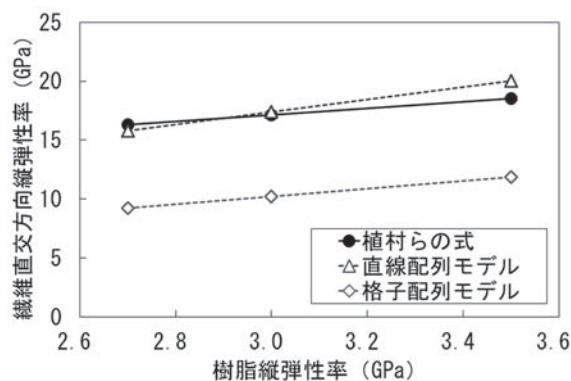


図 2 繊維直交方向の縦弾性率に対する樹脂縦弾性率、繊維配列モデルの影響

なお、本研究では繊維縦弾性率、繊維体積含有率、樹脂材種、目付などが異なる 9 種類の UD 材積層シートについて等価物性値を求めたが、そのすべてにおいて表 1 と同様の傾向が見られた。

3. 等価物性値の妥当性検証結果

3.1 平板の 3 点曲げ試験

JIS K 7042:1998「炭素繊維強化プラスチックの曲げ試験方法」を参考に、UD 材積層シートより作製した平板試験体の 3 点曲げ試験、3 点曲げシミュレーションを実施した。試験機には(株)島津製作所製万能材料試験機 AG-100KNG-M1 を、3 点曲げシミュレーションには ANSYS Mechanical Enterprise 18.0 (GUI: ANSYS Workbench 18.0) を用いた。試験概要を図 3 に示す。平板試験体は長辺方向を繊維基準方向(0° 方向)とし、同一方向(0°, 15°, 30°, 45°, 90°)に積層して作成した。試験速度は 1mm/s とし、曲げ荷重は 3mm 変形時の値を評価した。シミュレーションにおける試験体は、厚さ方向の中立面を用いたシェル要素として作成した。試験ジグとなるパンチおよび支点はそれぞれ剛体(材料特性値は鋼系材料を適用)として定義し、曲げ荷重は試験体とパンチの接触反力履歴より抽出した。

3 点曲げ試験、3 点曲げシミュレーションで得られた繊維角度と曲げ荷重の関係を図 4 に示す。図中のシミュレーション結果は、均質化法で求めた等価物性値のうち試験値と最も一致したものを記載した。直線配列モデル、格子配列モデルとも全体的には試験結果の傾向を再現できているが、直線配列モデル

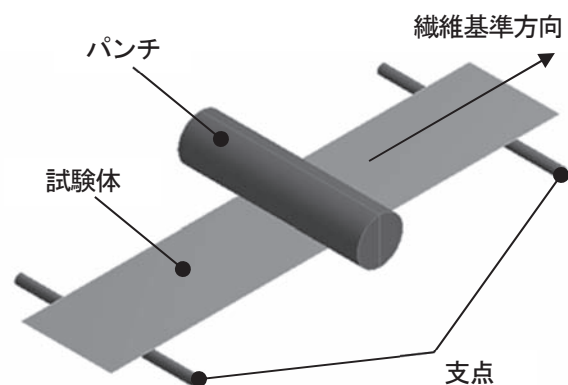
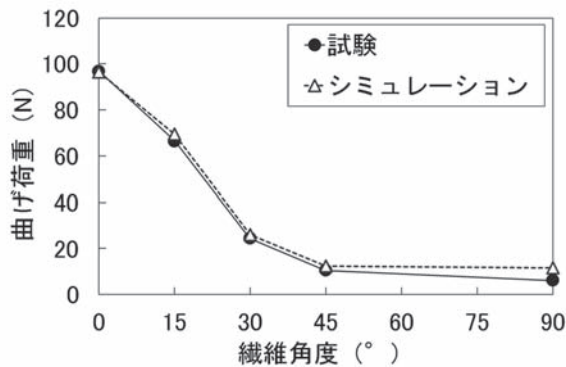
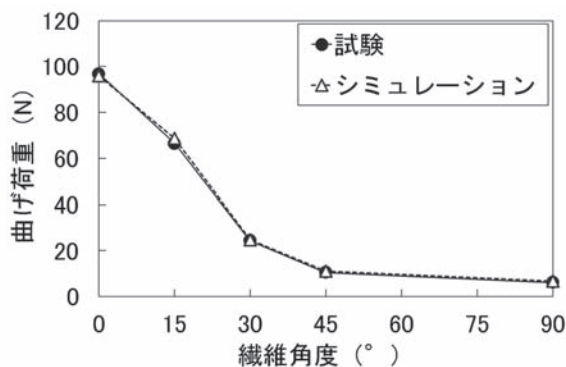


図 3 平板の 3 点曲げ試験概要

では繊維角度が大きくなるにつれて、試験結果よりも高い値を示すことがわかる。一方、格子配列モデルはすべての角度において試験結果をよく再現できている。曲げ荷重の大小関係は表 1 に示した繊維直交方向の縦弾性率の差と同傾向にあり、本研究で対



(1) 直線配列モデル



(2) 格子配列モデル

図 4 平板の 3 点曲げシミュレーション結果

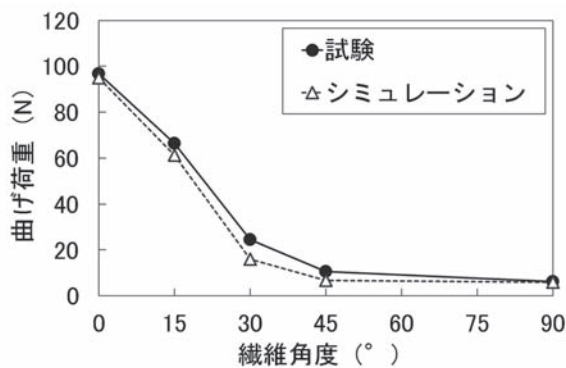


図 5 平板の 3 点曲げシミュレーション結果
(90° 基準, 直線配列モデル)

象とした CFRP シートでは直線配列モデルや従来式よりも、格子配列モデルにて等価物性値を求めることが適しているといえる。

図 5 は直線配列モデルにおいて、繊維角度 90° の試験値とよく一致する等価物性値を用いて行った 3 点曲げシミュレーション結果であるが、全体的な一致度は図 4(1)よりも悪いことがわかる。ただし、この場合でも繊維角度 0° の値は大きく変化しておらず、仮に 0° , 90° の試験値だけを用いてマイクロモデルの検証を行ったとすると、図 4(2)と図 5 の差はなく、誤った結論を導き出してしまう。そのため、マイクロモデルの検証には 0° , 90° 以外の試験値も比較対象として用いる必要がある。一般的に UD 材の重ね合わせでは 0° , 45° , 90° が用いられることが多い⁸⁾、この 3 方向にて検証を行うことが適切であると考えられる。

3.2 円管の 3 点曲げ試験

3.1 にて同定した等価物性値 (図 4(2)) の妥当性を検証するため、UD 材積層シートより作製した円管試験体による 3 点曲げ試験、3 点曲げシミュレーションを実施した。試験概要を図 6 に示す。円管試験体の繊維基準方向 (0° 方向) は円管軸方向とし、±30° , ±45° にて積層した 2 種類の試験体を用意した。支点間距離 L は 120mm, 200mm の 2 条件とした。試験条件およびシミュレーション条件は平板の 3 点曲げ試験、同シミュレーションと同一とし、ストロークと曲げ荷重の関係を調べた。交互に積層

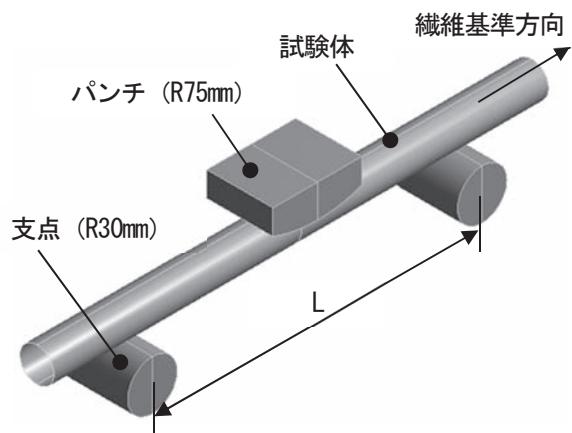


図 6 円管の 3 点曲げ試験概要

される UD 材の情報（厚さ，繊維角度）は ANSYS の積層断面機能より入力した。

図 7 に試験結果を示す。支点間距離 L により繊維角度と曲げ荷重の関係が変化し， $L=200\text{mm}$ では $\pm 30^\circ$ が， $L=120\text{mm}$ では $\pm 45^\circ$ が他方よりも高い値を示した。この現象は試験を実施した 9 種類の UD

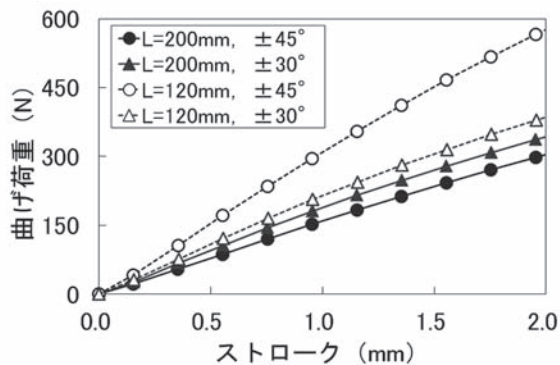
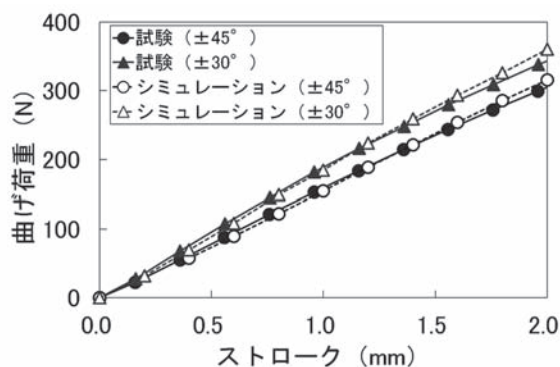
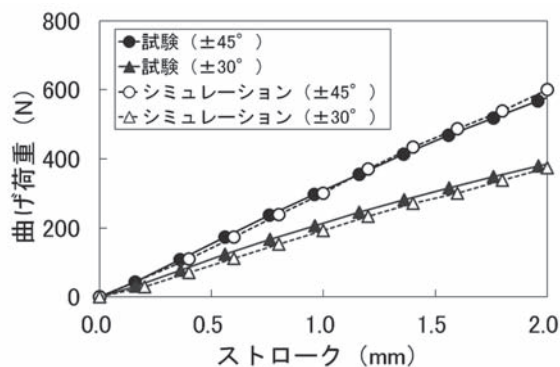


図 7 円管の 3 点曲げ試験結果



(1) 試験間距離 $L=200\text{mm}$



(2) 試験間距離 $L=120\text{mm}$

図 8 円管の 3 点曲げシミュレーション結果

材積層シートすべてで確認された。

シミュレーション結果を図 8 に示す。それぞれの支点間距離において，繊維角度による曲げ荷重の変化をよく再現していることがわかる。また，曲げ荷重値はほぼ一致しており，図 4(2)で使用した等価物性値にて非常に高精度なシミュレーションが実施できることを示している。

シミュレーション結果より試験体の変形モードを確認すると， $L=200\text{mm}$ では軸方向の曲げたわみ変形が， $L=120\text{mm}$ では円管断面のへん平変形が主となっていた。各モードにおける最大主応力方向も異なっており，それらの方向と繊維方向が近い場合に剛性が向上する結果となった。これは複雑な変形モードを有するテニスラケットの開発において，繊維角度による局所的な剛性向上が期待できることを示すものと考えられる。

また，本研究では CFRP 織物材，GFRP（ガラス繊維強化プラスチック）織物材についても均質化法による等価物性値の計算，円管試験体による 3 点曲げ試験による精度検証を実施した。織物材のマイクロモデルおよび計算手順を図 9 に示す。マイクロモデルは Multiscale.Sim（Design Modeler で稼働）の平織材モデリング機能を用いて作成した。CFRP 織物材，

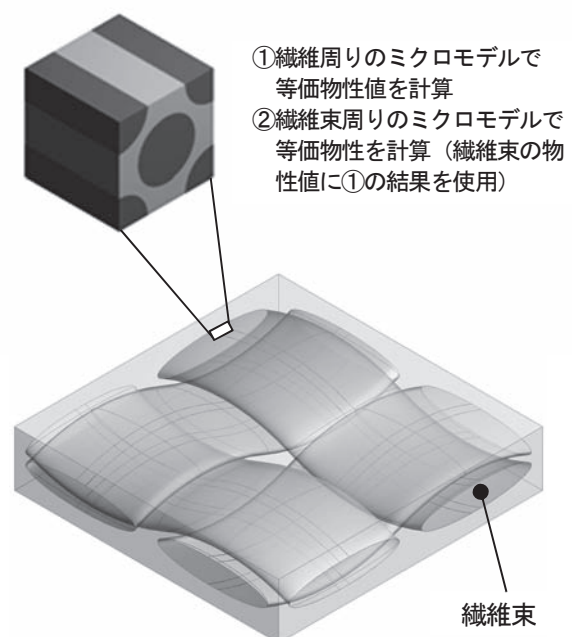
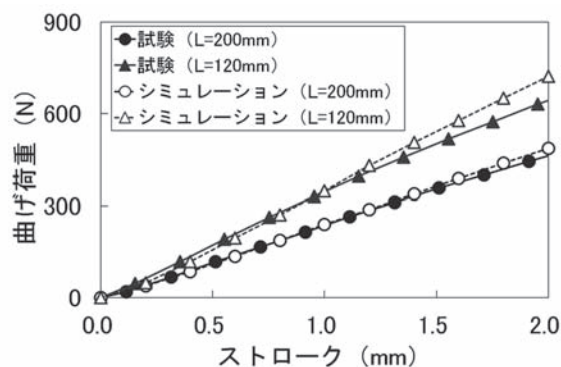
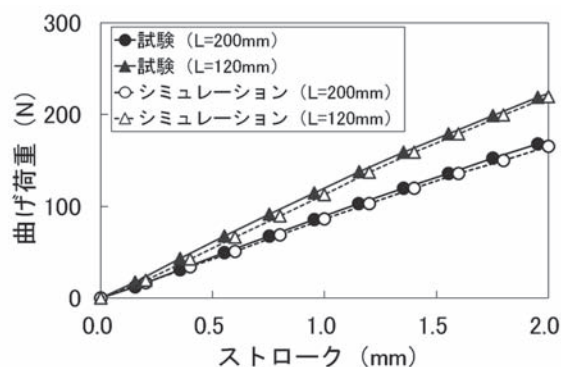


図 9 織物材のマイクロモデルおよび計算手順

GFRP 織物材の 3 点曲げシミュレーション結果を図 10 に示す。CFRP, GFRP とも試験結果とよく一致する値が得られ、織物材においても適切なマイクロモデルを作成することで妥当な等価物性値を得られることを確認できた。



(1) CFRP 織物材



(2) GFRP 織物材

図 10 円管の 3 点曲げシミュレーション結果

4. 今後の課題

さらなる高精度化のためには、CFRP シート内における繊維配列のバラツキや繊維のゆらぎなど、実際のシートの状態を再現するマイクロモデルについて検証を重ねる必要がある。また、CFRP の材料モデルについては、均質化法に用いる繊維特性値を異方性材料とした例⁹⁾や弾塑性を考慮した例¹⁰⁾も報告されており、対象とする変形挙動によってはこれらについても検証する必要がある。

5. 結 言

- (1) CFRP (UD 材) に対する均質化法を実施し、マイクロモデルにおける繊維配列と従来式の関係を調べた。繊維方向の縦弾性率は繊維配列によらず複合則とよく一致し、繊維直交方向の縦弾性率は直線配列モデルにて植村らの式に近い値となった。また、直線配列モデルは格子配列モデルよりも高い値を示した。
- (2) 平板の 3 点曲げシミュレーションを実施し、本研究で用いた CFRP シートではマイクロモデルを格子配列とした場合に試験結果と一致することを確認した。
- (3) 平板の 3 点曲げ試験で求めた等価物性値を用いて円管の 3 点曲げシミュレーションを実施し、支点間距離による曲げ変形モードの変化を高精度に再現できることを確認した。
- (4) 織物材の均質化法、円管の 3 点曲げ試験結果を実施し、得られた等価物性値にて変形挙動を精度良く再現できることを確認した。

参考文献

- 1) 福田博, “複合材料力学入門 第 1 章 複合材料力学のための弾性学, 材料力学の基礎”, 日本複合材料学会誌, 22, 1, 1996, pp.19-25.
- 2) 石川隆司, “複合材料力学入門 第 2 章 複合材料の弾性・非弾性挙動”, 日本複合材料学会誌, 22, 2, 1996, pp.76-81.
- 3) 山岸暢, 吉田光則, 鈴木耕裕, “FEM による異方性複合材料構造体の構造解析 (第 1 報) FRP の構造解析用物性値の検証”, 北海道立工業試験場報告, No.298, 1999, pp.77-83.
- 4) 高野直樹, “均質化法による新しい数値シミュレーション”, 日本複合材料学会誌, 27, 1, 2001, pp.4-11.
- 5) 吉岡健一, 熊谷裕太, 樋口諒, Dongyeon Lee, 岡部朋永, “一方向強化 CFRP 複合材の斜め方向引張試験における破断延性に関するマルチスケールモデリング”, 材料システム, 第 34 巻, 2016, pp.7-13.
- 6) 片山聡, 田村信, 櫻井貴文, “マルチスケールシ

- ミュレーションによる CFRP 製品の機械特性評価に関する研究”，工業技術研究報告書，No.45，2015，pp.17-24.
- 7) 植村益次，山田直樹，“炭素繊維強化プラスチック材の弾性係数”，材料，第24巻，第257号，1975，pp.156-163.
- 8) 藤本俊二，中村仁，藤田雅彦，友近宏，平岡芳信，“CFRP 板の曲げ特性（第1報）”，愛媛県産業技術研究所研究報告，No.52，2014，pp.1-6.
- 9) 足立廣正，長谷川照夫，“一方向強化 CFRP 材における繊維直角方向のヤング率の評価”，日本レオロジー学会誌，Vol.30，2002，pp.103-107.
- 10) 松原成志朗，荒川裕介，加藤準治，寺田賢二郎，京谷孝史，上野雄太，宮永直弘，平山紀夫，山本晃司“弾塑性・クリープ・損傷複合モデルによる繊維強化プラスチックの分離型マルチスケール解析”，日本計算工学会論文（Transactions of JSCES），Paper No.20140004，2014

太陽熱を利用した熱音響冷凍機による雪室冷却装置の開発 ～太陽熱集熱装置の製作と評価～

三村 和弘* 佐藤 健* 須貝 裕之* 櫻井 貴文* 本多 章作**

Development of a Yukimuro Cooling Unit Using a Thermoacoustic Refrigerator Driven by Solar Power
~Fabrication and Evaluation of a Heat Circulation System Using Solar Thermal Collectors~

MIMURA Kazuhiro*, SATO Takeshi*, SUGAI Hiroyuki*, SAKURAI Takafumi* and HONDA Shosaku**

抄 録

本県や豪雪地域では雪を雪室に保存し、夏季の冷房に用いるほか、野菜や米などの冷蔵庫としても使用する。雪室を使った雪冷房装置は、運用コストは安価であるが導入コストが高い。そこで再生可能エネルギーである太陽熱から冷熱を作り出し、それを雪室に供給すれば雪室を減容でき、導入コスト削減が期待できる¹⁾。工業技術総合研究所では、学校法人東海大学、新潟機器（株）とともに、太陽熱を集熱して熱音響冷凍機^{1),2)}に入熱する太陽熱集熱装置と、その熱を冷熱に変換して雪室に供給する熱音響冷凍機を開発している。本報告では、太陽熱集熱装置の製作と評価について述べる。

1. 緒 言

太陽エネルギーを熱に変換して、これを収集する機器を太陽熱集熱器（以下、集熱器）と呼ぶ。集熱器には平板型や真空ガラス管型などがあり、一般的に真空により放熱が抑えられる真空ガラス管型が高温集熱に有利である³⁾。

集熱器は主に温水を作るために使用され、公共施設や住宅などで給湯や暖房などに使われている。水を直接加熱する場合や不凍液を加熱し、水と熱交換する場合があるが、使用用途から加熱温度は100℃程度までである。

一方、熱音響冷凍機を高効率で駆動させるには、数100℃の高温で入熱することが望ましいが、集熱器を熱源とする場合は、一般に高温が得にくいと駆動が困難である。そこで、本研究では、真空ガラス管型集熱器で油系の熱媒を加熱し、熱音響冷凍機を駆動できる210℃以上の高温を得ることを目標とした。

熱音響冷凍機を太陽熱で駆動する実証試験に先立ち、熱音響冷凍機の代替としてラジエータを装着した評価用の太陽熱集熱装置を製作した。集熱器1台を接続し、集熱性能や配管の熱損失を評価した。

2. 太陽熱集熱装置の製作

2.1 太陽熱集熱装置の概要

太陽熱集熱装置の構成を図1に示す。真空ガ

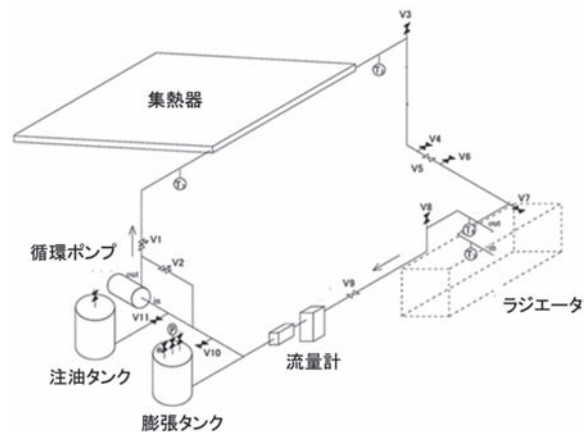


図1 太陽熱集熱装置の構成

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

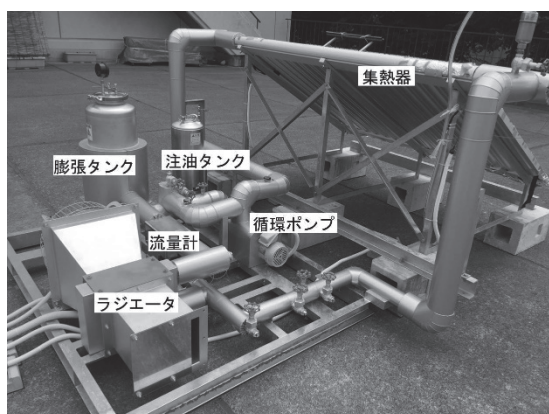


図 2 製作した太陽熱集熱装置

ラス管型集熱器には通水式とヒートパイプ式があり、それぞれを付け替えて評価する。流量計と配管各部に温度計を装着し、熱媒温度と流量を測定する。加熱による熱媒の酸化を防止するため循環回路は密閉系とし、内圧変化は膨張タンクで吸収する。

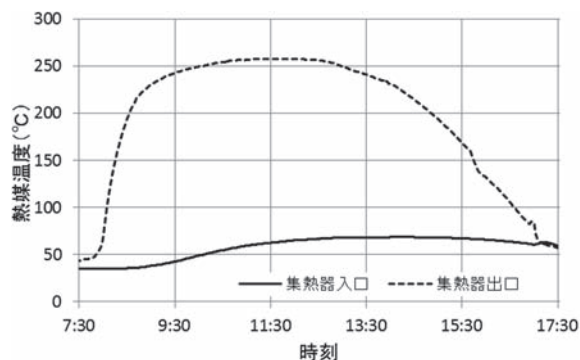
上記の構成に基づき太陽熱集熱装置を製作した。外観を図 2 に示す。集熱器の受光面は南向きとし、地面に対して 30° 傾斜させた。配管とポンプなどの機器には、放熱の抑制と屋外使用のため、ロックウールによる保温処理と外装処理をした。熱媒は、綜研テクニクス（株）製 NeoSK-OIL L400 高引火点品とした。

2.2 集熱器

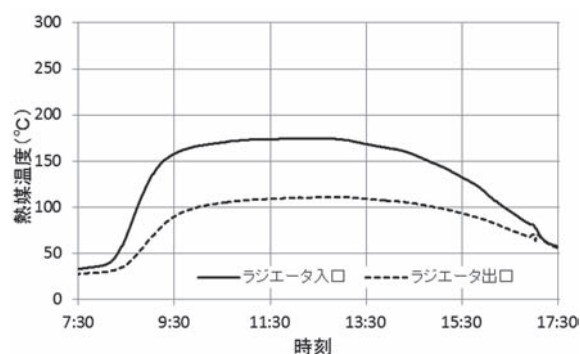
通水式は、真空ガラス管内の銅管に通水し、これを直接加熱する方式である。実験では、（株）寺田鉄工所製 CPC1518（集熱面積 3m^2 ）を使用した。一方、ヒートパイプ式は、ガラス管内のヒートパイプを加熱し、ヒートパイプ内に封入されている液体の気化・液化によって、ヒートパイプの端部に接する媒体に伝熱する方式である。実験では、日本熱源システム（株）製 V300-30（集熱面積 3.25m^2 ）を使用した。

2.3 測定項目

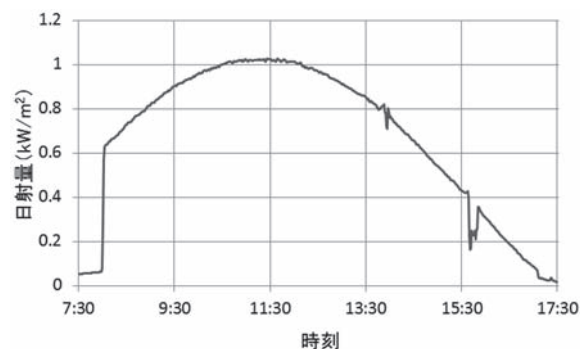
測定は平成 29 年 7 月から 9 月にかけて行った。測定項目は、集熱器とラジエータの出入口の熱媒温度、熱媒流量、気温および日射量であ



(a) 集熱器出入口の熱媒温度



(b) ラジエータ出入口の熱媒温度



(c) 日射量

図 3 測定例

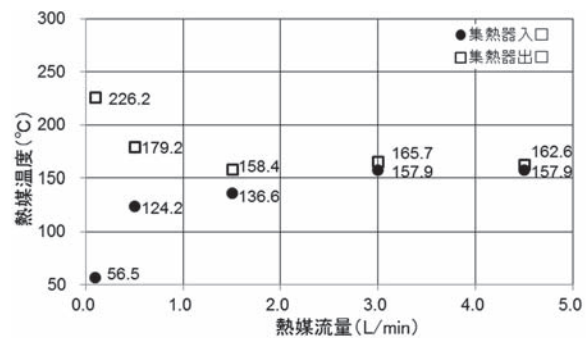
る。図 3 に 9 月 1 日の熱媒温度と日射量の測定例を示す。ヒートパイプ式の集熱器を装着し、熱媒流量 0.1L/min で測定した。

3 評価結果

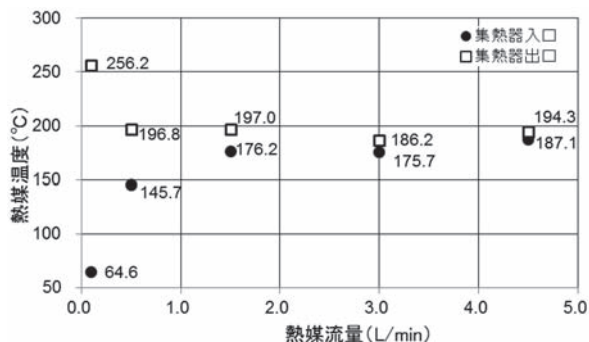
3.1 集熱性能

図 4 に集熱器出入口の熱媒温度を熱媒流量に対して測定した結果を示す。測定値は正午近傍 2 時間の平均値である。

表 1, 2 に熱媒流量に対する集熱量および集熱効率を測定時の日射量とともに示す。集熱量は、図 4 の集熱器出入口の熱媒温度差、熱媒の



(a) 通水式



(b) ヒートパイプ式

図4 集熱器出入口の熱媒温度

表1 集熱効率(通水式)

熱媒流量 (L/min)	0.1	0.5	1.5	3.0	4.5
日射量 (kW)	2.64	2.37	2.50	2.67	1.98
集熱量 (kW)	0.53	0.89	1.06	0.76	0.68
集熱効率	0.20	0.38	0.43	0.28	0.35

表2 集熱効率 (ヒートパイプ式)

熱媒流量 (L/min)	0.1	0.5	1.5	3.0	4.5
日射量 (kW)	3.23	2.66	3.01	2.92	3.12
集熱量 (kW)	0.60	0.82	1.01	1.02	1.05
集熱効率	0.19	0.31	0.34	0.35	0.34

比熱、比重および流量から計算し、集熱効率は、集熱量を日射量で除した値である。

図4より、両方式とも熱媒流量 0.1L/min では、熱媒温度は目標温度の 210℃を超えたが、低流速のため集熱器出口から入口に至る過程で大きく低下した。

ヒートパイプ式の方が高温の熱媒が得られたが、表1、2のとおり測定時の日射量が通水式に比べ大きかったためと考えられる。

また、両方式とも熱媒流量 0.1L/min の集熱効率が著しく小さいのは、低流速のため集熱器の出口に至る前に熱媒が最高温度に到達したためと考えられる。この値を除いた集熱効率の平均値は、通水式が 0.36、ヒートパイプ式が 0.34 で

あり、ほぼ同等の集熱性能を示した。

3.2 熱損失

図5にラジエータ出入口の熱媒温度を示す。前項と同様、正午近傍2時間の平均値である。この測定に用いた集熱器は、ヒートパイプ式であり、測定時にラジエータの冷却ファンは動作させていない。

熱媒流量 0.1L/min におけるラジエータ入口の熱媒温度は 174℃だが、図4(b)によると集熱器出口では 256℃だったので、82℃の温度低下がこの間で生じたことになる。流量の増加に伴い温度差は小さくなり、3.0L/min 以上で 2℃程度にまで減少した。

熱音響冷凍機への入熱は高温が望ましいので、実証試験では温度低下の少ない 3.0L/min 以上で熱媒を循環させる必要があるが、現状の仕様では目標温度に達しない。したがって、集熱器の台数を増やすことで補う必要がある。

次に、熱音響冷凍機の駆動を想定して、ラジエータの冷却ファンの ON/OFF による熱媒の

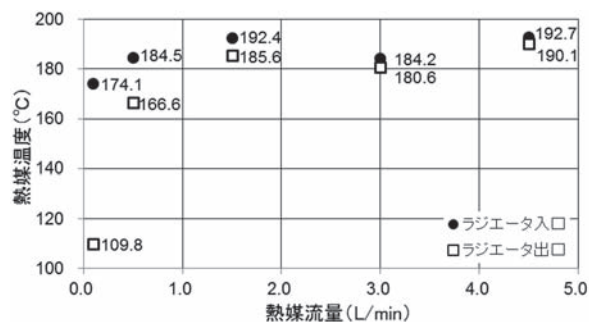


図5 ラジエータ出入口の熱媒温度

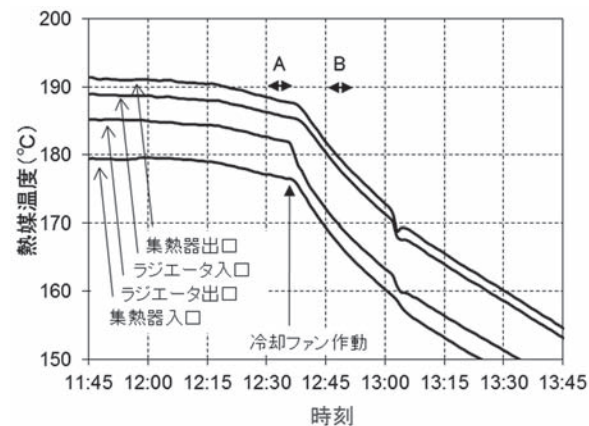


図6 冷却ファンの作動による熱媒温度変化

表 3 配管各部の熱損失

冷却ファン	OFF	ON
日射量 (kW)	2.98	2.92
集熱量 (kW)	1.09	1.21
ラジエータの放熱量 (kW)	0.35	0.79
ラジエータ前配管の熱損失 (kW)	0.21	0.16
ラジエータ後配管の熱損失 (kW)	0.53	0.27

温度変化を測定した。熱媒流量を 3L/min とし、12 時 35 分に冷却ファンを作動させた。結果を図 6 に示す。

冷却ファンの作動によりすべての測定点で温度が低下しており、ラジエータによる放熱の増加に対して、集熱量が不足していることを示している。

図 6 の時間帯 A, B について、配管各部の熱損失を同じ時間帯の日射量、集熱量およびラジエータの放熱量と合わせて表 3 に示す。表中のラジエータ前配管とは、集熱器出口からラジエータ入口まで、ラジエータ後配管とは、ラジエータ出口から集熱器入口までの配管である。

時間帯 B では、冷却ファンの作動による温度低下で、集熱器出入口の温度差が若干大きくなったため、日射量の減少に関わらず集熱量が見かけ上増加した。

また、ラジエータの放熱量は大きく増加し、ラジエータ後配管の熱損失は半減した。

時間帯 A, B における配管部全体の熱損失割合は、それぞれ 68%と 36%であり、熱音響冷凍機に、より多く入熱するためには配管部の断熱性向上が望ましい。

4. 結 言

- (1) 熱音響冷凍機の代替としてラジエータを装着した太陽熱集熱装置を製作した。
- (2) 通水式とヒートパイプ式集熱器の性能評価を行い、熱媒流量 0.1L/min では、両方式とも目標とする 210℃以上の熱媒温度が得られた。
- (3) 通水式とヒートパイプ式集熱器の集熱性能は、ほぼ同等であった。
- (4) 集熱量に対する配管部の熱損失割合は、ラジエータ冷却ファンの停止、作動時でそれぞれ 68%, 36%だった。

なお、本研究は国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）の委託による「太陽熱を利用した熱音響冷凍機による雪室冷却装置の開発（平成 27～30 年度）」の一環で実施したものである。

参考文献

- 1) 大野宏他，“熱音響機関に関する調査研究”，工業技術研究報告書，45，2015，pp.101-103.
- 2) <http://www.ed.u-tokai.ac.jp/thermoacoustic/research1.html>，東海大学工学部動力機械工学科長谷川研究室 HP，2018 年 3 月 30 日
- 3) http://www.enecho.meti.go.jp/category/saving_and_new/attaka_eco/system/index.html，資源エネルギー庁 HP，2018 年 3 月 30 日

伝統的工芸品の世界販売戦略を支援するための バーチャルショウケースの研究開発（第3報）

阿部 淑人* 大野 宏** 五十嵐 晃***

Development of a Virtual Showcase of Traditional Handicrafts for Worldwide Promotion, 3rd. Ed.

ABE Yoshito*, OHNO Hiroshi** and IKARASHI Akira***

抄 録

伝統的工芸品の販売を支援するために質感を高品位に再現できるバーチャルショウケースの開発を行っている。企画段階から設計・試作・量産段階の流れを改善するための取り組みとしてデジタルプロトタイピング技術の開発に取り組んだ結果を活用して、より一層写実的なコンピュータグラフィックス（CG）を簡便に生成し容易に鑑賞できるシステムを構築することとした。平成27年に総務省の戦略的情報通信研究開発推進事業（略称SCOPE）の採択を受け、3ヵ年の研究開発計画を実行し、今年度は3年目としてのプロトタイプシステム試作とデモコンテンツの制作を実施した。全体概要および個々の技術要素と今年度までの研究成果について報告する。

1. 緒 言

新潟県の伝統的工芸品は、村上木彫堆朱や新潟漆器、燕鋤起銅器など13地域で16品目が経済産業大臣の指定を受けている。全国第2位の品目数を誇るものの、生活スタイルの変化や人口減少などにより需要は減少傾向にある。また、一方では後継職人の確保や早期育成という人材面の経営課題もある。

国内市場の縮小に抗する策として、広く海外に販路を拡大するために世界各地に製品フルラインナップの伝統的工芸品ショールームを設置することは効果的と思われるが、店舗コストや製品輸送あるいは在庫の確保など様々な困難が伴う。インターネット時代の解決策として、コンピュータグラフィックス（CG）によるバーチャルショウケースを構築することが効果的であると考えた。

本研究開発は、伝統的工芸品を、いつでもどこにいても手元のスマートフォンやPC、TVに標準装備されているWebブラウザなどから自由に製品画像が見られ、製品を高い質感再現性で疑似展示できるバーチャルショウケースの実現を目的とする。サーバにデジタルコンテンツとしてのバーチャル製品を全数揃えることで、各提携ショップ内に当該商品の在庫がなくても、顧客や売主は正確なアピランスを把握することができる。また、この延長線上には、ユーザが直接ウェブサイト上で製品ページを見て購入できる電子商取引（EC）の為のオンラインカタログや、さらにはオンラインカスタマイズ（ユーザ自らウェブサイト上で形状や模様などを自在にアレンジして発注）やデジタル試作などへの発展形が期待できる。また、製造業者は単品生産のデジタルアーカイブとして記録を残すことができ、品目管理や若手職人への育成指導などにも活用できる。

前記の目的に対して、H23～H24年度に県の創造的研究推進費で取り組んだ「質感の測定技

* 下越技術支援センター

** 中越技術支援センター

*** 研究開発センター

術・表現技術の研究」¹⁾²⁾の成果をベースとして、コンテンツの生成にかかる技術と、鑑賞・操作にかかる技術について研究開発³⁾⁴⁾を行った。

本研究を開発要素ごとに整理すると、

- (A) 写実的CG⁵⁾に必要なテクスチャを自動的に分析・合成してGLSL⁶⁾等の計算機言語で処理するための「テクスチャツール」
- (B) CGの写実性を高めるための背景画像モデルを取得する「バックグラウンドツール」
- (C) Webなどで高い操作性を備えて写実的表示できるようにする「ディスプレイツール」
- (D) 汎用のディスプレイ表示に代えて、より臨場感や拡張現実感・没入感が高く表示できる「プレゼンスツール」

の4つになる。(A)と(B)はコンテンツとなるCGの素材生成にかかる技術で、(C)と(D)はユーザがディスプレイでCGを鑑賞する際の表現力と操作性にかかる技術であるとともに、そのコンテンツの制作にかかる技術である。これらを開発し、システム全体として研究完了後にフィールドテストできることを目標とした。

2. 研究開発内容

前記の4つのツールについて列記する。

2.1 テクスチャツール

テクスチャツールは、伝統的工芸品をCGで再現する際に必要な色彩・模様データ（テクスチャマップ）を生成するためのサブシステムである。

開発目標は、実製品同様の模様を施したテストピースを専用の撮像装置で実写し、それを計算機に取り込んで解析することで、自動的にCGで使用するテクスチャマップ（色彩マップ・光沢マップ・法線マップ）を生成できるシステムを構築することである。なお、CG合成に必要な形状データ（3Dデータ）については、光学式の3次元スキャナやX線CT装置などによって製品そのものから取得するか、3次元CADソフトウェアやCGの3次元モデリングソ

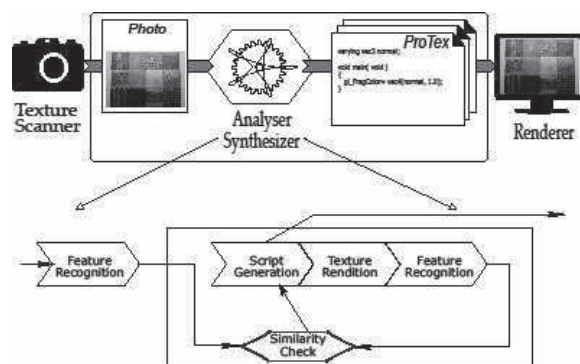


図1 分析合成のフローダイアグラム

フトウェアで造形した。

テクスチャの分析合成に関して、この3年間で鍔起銅器の模様生成⁷⁾と、2値模様の形態分類⁸⁾と、進化論的にプロシージャルテクスチャを自動合成する方法⁹⁾などについて検討を行ってきた。

今年度の研究では、取得したテクスチャ画像を元に、計算機プログラムがマッピング用テクスチャ生成プログラム（プロシージャルテクスチャのコード）を自動合成することを目指して取り組んだ。プロシージャルテクスチャとは計算機プログラムでテクスチャを発生する仕組みであり、プログラムを変更することでテクスチャの模様や色などを自在に操ることが可能である。

確率的進化手法の最適化アルゴリズムをもとにプロシージャルテクスチャ進化アルゴリズムを考案し試行錯誤を行った。現在までに筆者が自身でプログラムしたプロシージャルテクスチャに優る結果をだせずにいるが、今後改良を行って目的を達成したいと考えている。図1には分析合成のシステムフローダイアグラムを示す。

リスト1にはプロシージャルテクスチャのコード例を示す。Perlinはパーリンノイズ生成¹⁰⁾、Mathは算術演算、Maskはマスク演算、Cmapはカラーマップ演算、Normalは法線算出演算をそれぞれ表し、各ノードを示す演算同志を接続して結果を得る。

リスト 1 Procedural Texture p-code

```
Perlin(Xs0, Ys0, Va0, De0, St0, En0, Rnd0)
Perlin(Xs1, Ys1, Va1, De1, St1, En1, Rnd1)
Math(1, 'Thr', Th)
Mask(0, 1, 2)
Math(3, 'Mul', Mp)
Cmap(3, Cmap1, 'gloss.png')
Cmap(3, Cmap2, 'diffuse.png')
Normal(4, 'normal.png')
```

2.2 バックグラウンドツール

バックグラウンドツールは、CG による製品画像を実写空間にバーチャル配置するための全周画像取得を目的としたサブシステムである。大衆に向けて配給上映される商業映画やコマーシャルフィルムにおいても CG によるバーチャル・エフェクト（VFX）の利用は枚挙に暇がなく、外周など背景画像についてはイメージベーストライティング（IBL）やイメージベーストレンダリング（IBR）という技術を利用して実写画像と CG 画像が融合されている。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®など）を用いて周囲の背景画像を取得しているが、これらは極めて高額な装置であるため、本研究では、より安価な装置で撮像できることを目指した。また、近距離の外周画像では遠距離の外周画像と異なり、視点や視野角などを変更した際に製品画像が背景の中で浮上したり埋没して見えるという問題があるため、背景の距離データ（形状データ）の同時取得を目指した。

一方、背景のデータが複雑すぎると CG レンダリングに時間がかかりすぎレスポンスが悪くなる。昨年度は、テーブルやキャビネットなど商品を置く物体のみを 3D モデル化する方法を検討し、今年度は、画像データと距離データの解像度を変える方法を検討した。



図 2 Kinect v2 で取得した低解像度距離画像



図 3 Osmo+で取得した高解像度カラー画像



図 4 Osmo+パノラマカメラの外観

図 2 と図 3 には、ToF（光の飛行時間計測）式レンジスキャナを内蔵する Microsoft Kinect v2 で取得した低解像度距離画像（2,700×527 画素）と、自動回転機構を有する DJI Osmo+で取得した高解像度カラー画像（18,432×2,200 画素）の例を示す。外周の距離画像とカラー画像を背景球体の内面にマッピングすることで背景の形状が反映される。図 4 には DJI Osmo+の外観を示す。電動ジンバルとスタビライザーが装備されている。

2.3 ディスプレイツール

ディスプレイツールは、あらかじめ用意した製品の形状データおよびテクスチャデータと外周データを元に簡便にシーンを構築することができ、ユーザが写実的 CG を容易な操作で見られるようにするシステムである。一般的な PC やスマートフォン、ゲームコンソールなどの Web ブラウザなどに表示できるように開発を進めた。初年度と 2 年目には表示機能・操作性などについて主に開発と評価をおこない、ゲーム

エンジンでのスタンドアロン表示ツールおよび Web 表示ツールを試作した。3 年目の今年度はシーン構築について機能を強化した編集・閲覧ツールを試作した。図 5 はツールの編集モード画面である。編集モードでは、ビューの中心に製品オブジェクトを配置し、テクスチャのマテリアルや外部照明条件などを設定することができ、閲覧鑑賞モードでは、構築したシーンを呼び出して自由な視点で製品画像を鑑賞できる。



図 5 ディスプレイツール用
シーン構築ソフトウェア

2.4 プレゼンスツール

プレゼンスツールは、通常のディスプレイ表示よりも写実性を高めたり没入感を高めたりするために、プロジェクションマッピングやヘッドマウントディスプレイを活用する表示システムである。

プレゼンスツールの初年度と 2 年目の研究では、ヘッドマウントディスプレイ (HMD) を用いてバーチャルリアリティ (VR) 表示とオーグメンテッドリアリティ (AR) 表示、つまり実画像にリアルタイムに CG を描画する方法を検討した。3 年目の今年度は、疑似的 3D 表示ディスプレイでのコンテンツ制作と、ワイドプロジェクタシステムによる臨場感向上を検討した。

図 6 に DreamocHD3 という反射投影デバイスへの製品ムービー投影状態を示す。天面に仕込まれた LCD へ表示した 3 面図上の製品イメージがピラミッド状のハーフミラーに投影されて鑑賞される。回転ムービーを表示することであたかも立体が浮上して回転しているように見える。

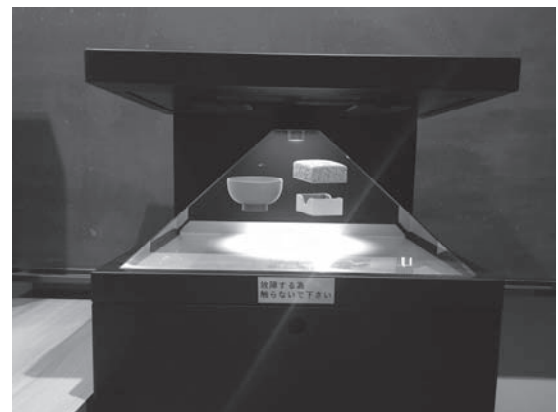


図 6 疑似 3D 表示例

図 7 にアスペクト比 32 対 10 のワイドスクリーン（幅 3,667mm×高 1,146mm）を用いたワイドプロジェクションブースを示す。3 台の超短焦点プロジェクタから製品画像を投影して、同時に最大で 6 種類の製品を同時に鑑賞できるようなシーン構築ソフトウェア（編集・閲覧ツール）を試作した。



図 7 ワイドプロジェクションスクリーン

どちらも当所の講堂協展示ホールに常設展示することにして現在設置調整作業を行っている。今後様々な製品の展示に活用する予定である。

3. 課題と展望

テクスチャツールとバックグラウンドツールの CG 素材生成技術については、自動化・高性能化という点でまだ研究の余地があり今後の継続的な改善が必要である。

ディスプレイツールとプレゼンスツールの、シーン構築（オーサリング）およびブラウジングのための編集・鑑賞技術については、一応の完成をみたため、関連企業へフィールドテストに供することで完成度の向上につなげたい。

4. 結 言

- (1) 伝統的工芸品を始めとする質感が重要な製品のバーチャルショウケースを構築するための技術開発とデモコンテンツの制作を行った。
- (2) 3カ年の事業で、以下の4つのパートについて研究開発を行なった。
 - (A) 写実的コンピュータグラフィックス(CG)に必要なテクスチャマッピングのためのマップデータの分析・合成を行う「テクスチャツール」
 - (B) CGの写実性を高めるため背景画像モデルを取得する「バックグラウンドツール」
 - (C) ウェブ経由で高い操作性を備えて写実的表示できるようにする「ディスプレイツール」
 - (D) 汎用のパネルディスプレイ表示に代えて、より臨場感や拡張現実感・没入感が高く表示できる「プレゼンスツール」
- (3) 3年目は、過去の研究¹⁾²⁾³⁾⁴⁾の成果と課題をもとにフィールドテストができるデモシステムの開発を行った。
- (4) 次年度以降は、デモシステムのフィールドテストやデモ用コンテンツの制作を行いながら、実用化・普及促進に向けた活動を活発化したい。

なお、本研究は、総務省から戦略的情報通信研究開発推進事業(SCOPE)平成27年度地域ICT振興型研究開発課題(課題番号1654467)として委託を受けて実施した。

参考文献

- 1) 阿部, 中部, 橋詰, “質感の測定技術・表現技術の研究”, 工業技術研究報告書, No.42, 2013, pp. 68-71.
- 2) 阿部, 中部, 橋詰, “質感の測定技術・表現技術の研究(第2報)”, 工業技術研究報告書, No.43, 2014, pp.19-25.
- 3) 阿部, 大野, 長谷川, 中部, 木嶋, “伝統的工芸品の世界販売戦略を支援するためのバーチャルショウケースの研究開発”, 工業技術研究報告書, No.45, 2016, pp.11-16.
- 4) 阿部, 大野, 長谷川, 中部, 木嶋, “伝統的工芸品の世界販売戦略を支援するためのバーチャルショウケースの研究開発(第2報)”, 工業技術研究報告書, No.46, 2017, pp.3-7.
- 5) M. Phar and G. Humphreys, *Physically Based Rendering, Second Edition*, Morgan Kaufmann, MA, 2010.
- 6) D. Wolff, *OpenGL4.0 Shading Language Cookbook, Second Ed*, Packt Pub., 2013.
- 7) 阿部淑人, “鋸起銅器のCG再現のためのマッピングテクスチャ生成”, 映像メディア処理シンポジウム2015 予稿集, 2015年11月
- 8) 阿部淑人, “2値画像の類型とその連続変化”, 映像メディア処理シンポジウム2016 予稿集, 2016, pp.106-107.
- 9) 阿部淑人, “確率的進化手法によるプロシージャルテクスチャ自動合成について”, 映像メディア処理シンポジウム2017 予稿集, 2017, pp.36-37.
- 10) K. Perlin, "An Image Synthesizer", Proc. SIGGRAPH, 19, July 1985, pp.287-296.

ネットワークアナライザを用いた高周波測定技術の育成

石澤 賢太* 牧野 斉* 須田 孝義*

A Study of Super High Frequency Measurement Technology Using a Network Analyzer

ISHIZAWA Kenta*, MAKINO Hitoshi* and SUDA Takayoshi*

抄 録

高周波技術分野においては回路動作周波数が高速化しており，これに対応するため下越技術支援センターでは，高性能ベクトルネットワークアナライザを平成29年2月に導入した。動作周波数の高速化に伴い，回路動作を評価するためには高い測定技術が求められる。本研究では，測定技術を高度化することを目的とする。そのために無線通信などで使用される高周波部品を例とした特性測定を試み，製品仕様と比較することで測定の妥当性を検証した。また，被測定物の接続状態が測定結果に及ぼす影響について調査した。

1. 緒 言

無線通信機器や電子機器等の製品開発においては，部品・構成材料・通信用デバイスなどの周波数特性を知る必要がある。第5世代移动通信のサービス開始を目前に控え，使用周波数帯域が従来より高い領域へシフトしつつあり，今後もこうした動きは継続するものと考えられる。このような背景から 67GHz までの測定に対応したベクトルネットワークアナライザ（Rohde & Schwarz 社製 ZVA67¹⁾）を平成29年2月に導入した。測定器の外観を図1に示す。測定周

波数の高周波化に伴い，より高度な高周波測定技術が求められる。

本研究では市販されている高周波部品の周波数特性を測定し，既知の特性データと比較検証することで測定方法の妥当性を確認した。また，その結果を応用してアンテナの設計を試みた。更に，測定結果に影響を及ぼすと考えられる同軸コネクタの接続状態について調べた。

2. ネットワークアナライザについて

ネットワークアナライザは伝送経路にある電子部品，電子回路網，材料等の周波数特性（透過，減衰，反射）を解析する測定器である。ネットワークアナライザは，スカラ型とベクトル型とに大別される。前者は，被測定物（Device Under Test : DUT）への入射信号に対する反射信号もしくは伝送信号の振幅を測定することで DUT の周波数特性を解析する。一方後者は，振幅に加えて位相の測定も可能で，今回導入したのもこれに該当する。ネットワークアナライザは内部に信号源を持ち，DUT への入射信号を出力する。DUT へ入射した信号と DUT から反射された反射信号及び DUT を通過した伝送信号を解析することで，信号経路に存在する DUT

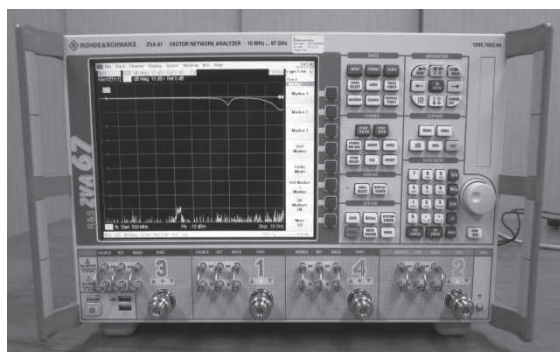


図1 ベクトルネットワークアナライザ ZVA67

* 下越技術支援センター

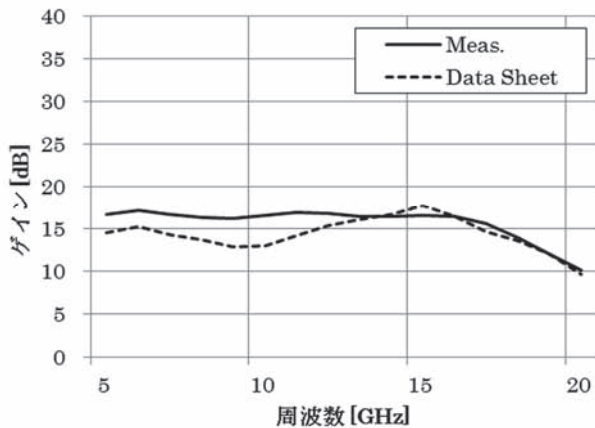


図2 アンプゲイン

によって信号の振幅及び位相がどのように変化したかという情報を得る。ネットワークアナライザで DUT の周波数特性を測定する場合、S (Scattering: 散乱) パラメータが用いられる。S パラメータは DUT を 2～8 端子数を有する等価回路網に見立て、周波数特性を複素量として散乱行列で表わすものであり、この情報を基にネットワークアナライザ内部で演算し、任意の表示形式による周波数特性としてディスプレイに表示される。ネットワークアナライザはインピーダンスと減衰量の基本測定器であり、測定系が持つ誤差要因をキャリブレーションによって補正するため極めて高い測定確度を持ち、電子計測器の中でも標準器として位置付けられている。

3. 研究内容および結果

本研究では、データシートや仕様書で特性が既知である高周波部品を入手し、S パラメータやインピーダンスを測定した。測定データと既知のデータとを比較することで測定方法の妥当性を検証した。併せて DUT の配置、同軸コネクタの接続方法などを検証することで、測定技術およびベクトルネットワークアナライザの操作方法を習得した。高周波部品は、アンプ、高周波スイッチ、アンテナを選定した。

3.1 アンプ

周波数帯域 5GHz～20GHz に対応した ANALOG DEVICES 社製 HMC451LC3²⁾を使用した。

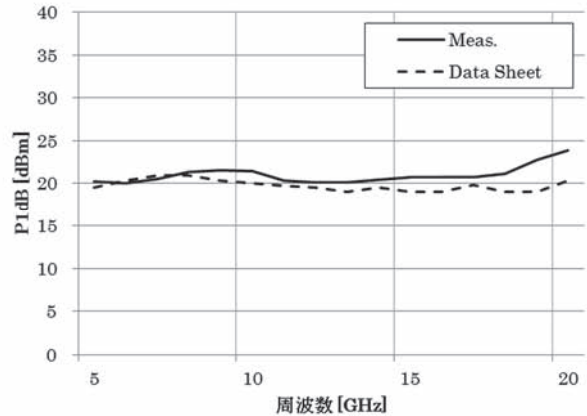


図3 P1dB

3.1.1 アンプゲイン

HMC451LC3 に添付のデータシートと測定結果を図 2 に示す。周波数 5GHz～20GHz において、データシートでは 14～19dB のゲインである。実測では、15.8～17.2dB のゲインであることが確認できた。このことから、測定方法は妥当であると判断した。

3.1.2 1dB コンプレッションポイント (P1dB)

P1dB はアンプの出力性能を示す指標の一つである。ゲインの周波数特性の線形応答が 1dB 低下する出力レベルを示すもので、dBm (電力) 単位で表される。P1dB を超えると出力レベルが飽和すると言われる。図 3 にデータシート値と実測値の比較結果を示す。

8GHz まではデータシート値と合致しているが、更に周波数が高くなると、実測値の方が高くなり、最大 3.5dB (20GHz) の偏差があった。データシートによれば、P1dB の範囲は 16～19.5dBm となっており、実測値はこの範囲にあるので測定方法は妥当と判断した。

3.2 高周波スイッチ

高周波スイッチは高周波回路を切り替える為に使用されるものである。例えば利用周波数に応じてアンテナの入出力を切替える用途として用いられている。本研究では周波数帯域 9kHz から 13GHz に対応した SPDT (Single-Pole, Double-Throw, 1 入力 2 出力) スイッチ

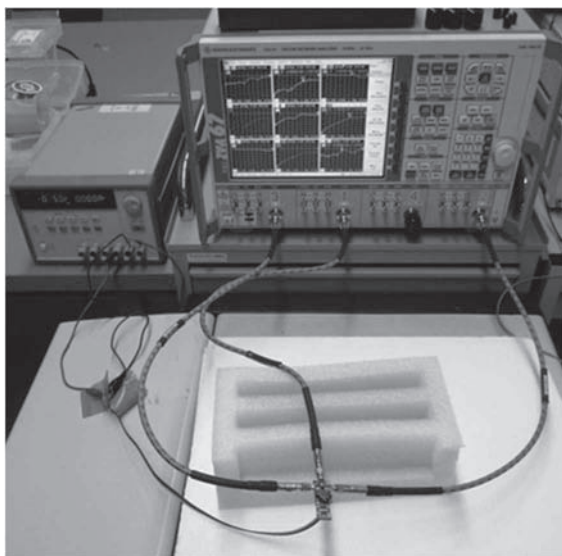


図 4 高周波スイッチの挿入損失測定

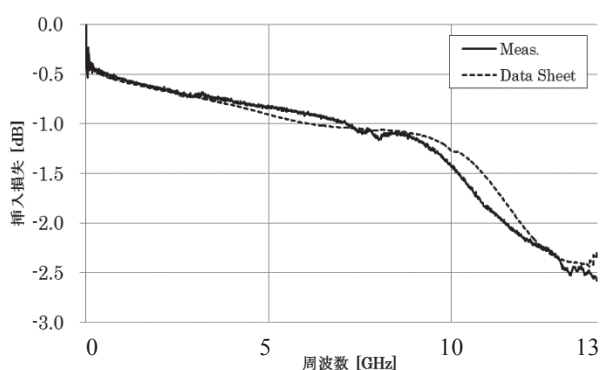


図 5 挿入損失

ANALOG DEVICES 社製 HMC1118 ³⁾を使用し、挿入損失を測定した。図 4 に測定時の様子を示す。HMC1118 に添付のデータシートと測定結果を図 5 に示す。周波数 13GHz までにおいて、データシートと実測値は概ね一致していた。

3.3 アンテナ

一般にアンテナは、UWB (Ultra Wide Band, 周波数: 3.1GHz~10.3GHz) のような広い周波数帯域に対応したワイドバンドアンテナと、無線 LAN (周波数: 2.4GHz および 5.2GHz) のように幾つかの個々の周波数に対応したマルチバンドアンテナとに大別される。

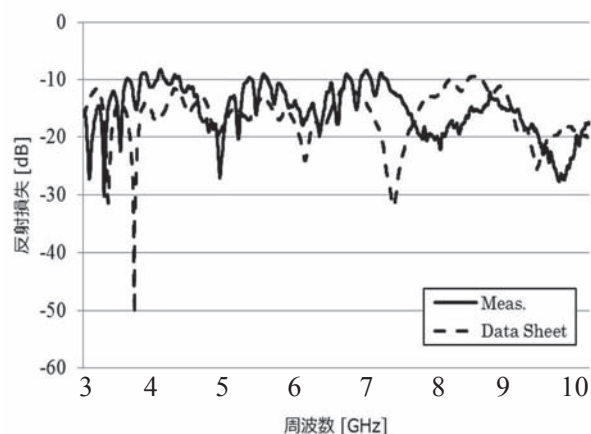


図 6 反射損失

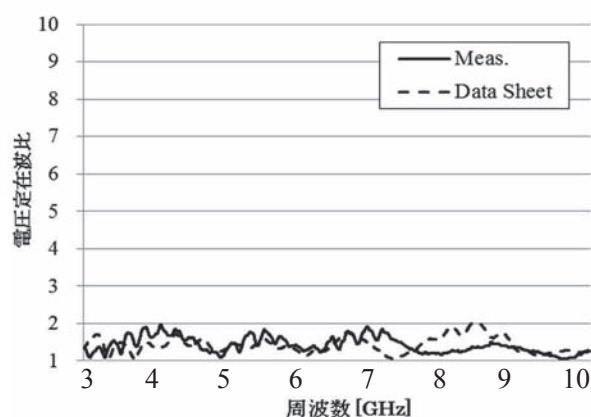


図 7 電圧定在波比

ここでは、市販されている UWB 用チップアンテナと、試作した無線 LAN 用アンテナを使用した。

3.3.1 UWB 用チップアンテナ

3.1GHz~10.3GHz に対応した JOHANSON TECHNOLOGY 社製 3100AT51A7200 ⁴⁾を使用した。

アンテナ性能の指標として反射損失、電圧定在波比、アンテナインピーダンスを測定した。

3100AT51A7200 の反射損失の測定結果を図 6 に、電圧定在波比の測定結果を図 7 に、データシートの特性値と共に示す。図 8 にアンテナインピーダンスの測定結果を示す。UWB の周波数帯域において、反射損失と電圧定在波比の実測値はデータシートと概ね一致していた。

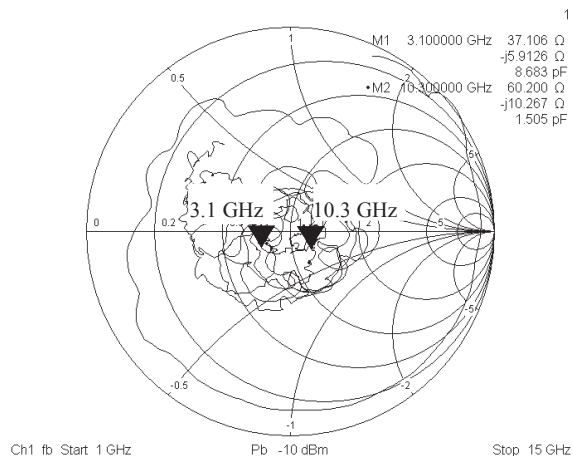


図 8 アンテナインピーダンス



図 9 無線 LAN 用アンテナ

3.3.2 無線 LAN 用アンテナの試作

これまでに妥当性が確認された測定方法を応用し、無線 LAN 用途として広く用いられている 2.4GHz および 5.2GHz の 2 周波に対応したマルチバンドアンテナを試作した。図 9 に試作した無線 LAN 用アンテナを示す。

試作した無線 LAN 用アンテナの構造は分岐素子型 L 字アンテナとした。給電部から最遠部までが 2.4GHz 用、給電部から途中分岐した先端までが 5.2GHz 用として動作するものである。試作アンテナの電圧定在波比と、アンテナインピーダンスを測定した。電圧定在波比を図 10 に示す。

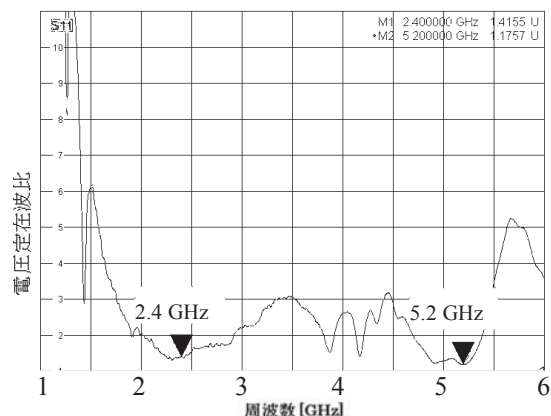


図 10 無線 LAN 用アンテナの電圧定在波比

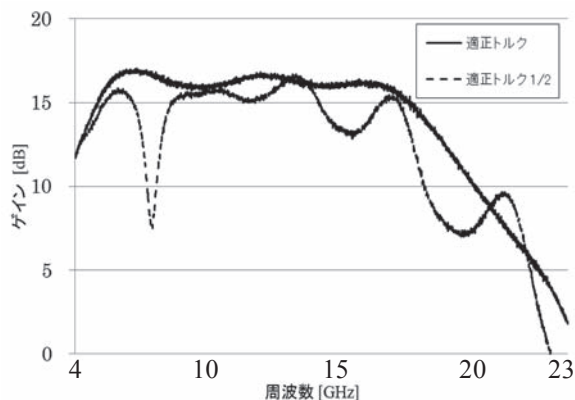


図 11 同軸コネクタ締付けトルクによる DUT 測定結果への影響

電圧定在波比は一般的に 2 以下が設計指標として推奨されている。試作当初 10 以上だった電圧定在波比を、ベクトルネットワークアナライザを用いて調整と測定を繰り返すことにより、設計指標以下になるように試みた。その結果、試作アンテナの 2.4GHz と 5.2GHz における電圧定在波比は 1.4 と 1.2 となった。

3.4 DUT の接続状態の検討

高周波測定において、ベクトルネットワークアナライザと DUT を接続する同軸コネクタは適正トルクで締付けるように注意喚起されている⁵⁾。そこで、締付けトルクが異なる場合に、測定結果に対してどのような影響があるかを検討した。3.1 で述べたアンプの測定環境において、適正トルクに対しておおよそ半分の締付けとした場合の結果を図 11 に示す。適正トル

クでない場合、複数のリップルが発生し測定再現性が乏しくなることがわかった。

4. 結 言

- (1) 新規導入されたベクトルネットワークアナライザを用いて高周波部品の特性を測定し、既知の特性データと比較検証することで測定方法の妥当性を確認した。
- (2) 妥当性が確認された測定方法を応用し、試作した無線 LAN 用アンテナの特性を測定した。
- (3) DUT と同軸コネクタの接続状態に着目し、締付けトルクの違いが及ぼす測定結果への影響を調査した。

参考文献

- 1) Rohde & Schwarz GmbH & Co.KG, “*R&S ZVA Vector Network Analyzers Getting Started*”, 2015, https://cdn.rohdeschwarz.com/pws/dl_downloads/dl_common_lirary/dl_manuals/gb_1/z/zva_2/ZVA_GettingStarted_en_13.pdf
- 2) ANALOG DEVICES, “*HMC451LC3 GaAs PHEMT MMIC MEDIUM POWER AMPLIFIER*”, Data sheet, v06.0514, 2017
- 3) ANALOG DEVICES, “*HMC1118 High Isolation, Silicon SPDT, Non-reflective Switch*”, Data Sheet, Rev.0, 2015
- 4) JOHANSON TECHNOLOGY, “*3100AT51A7200 Ultra Wide Band (UWB) Chip Antenna 3.1-10.3 GHz*”, Data Sheet, 2008
- 5) アジレント・テクノロジー株式会社, “マイクロ波ミリ波同軸コネクタ”, 5988-8015JA, 2012 年

熱可塑性エラストマーの力学的特性評価に関する研究

石井 治彦* 本田 崇* 永井 智裕*

Study of mechanical properties of ethylene-vinylacetate copolymer

ISHII Haruhiko*, HONDA Takashi* and NAGAI Tomohiro*

抄 録

熱可塑性エラストマーの基礎的な力学的特性評価を目的に、ダンベル試験片を用いて引張特性及び応力緩和特性を評価した。試験片の平行部に加わるひずみ、変形速度および試験体温度を変えて力学的特性への影響を評価したところ、特に試験体温度に大きく影響を受けることがわかった。

1. 緒 言

ソフトマテリアルの一種であるエラストマーは、プラスチックとは異なる柔軟性や粘弾性特性を持ち、自動車などの工業分野や医療分野など幅広く用いられている^{1~4)}。エラストマーの中でも温度の昇降で熔融、凝固を制御できる熱可塑性エラストマー（TPE）は、一般的な熱可塑性プラスチックと同じ製造装置で成形できることが知られている⁴⁾。そのため、TPE の成形は射出成形や押出し成形を始め、エンボス加工などの二次加工も含めて多種多様である。しかしながら、その柔軟性ゆえにTPEの成形中および成形後の力学的特性は非常に複雑である。

一般的に、エラストマーの力学的特性評価は、DMA や円盤型レオメータなどの装置を用いた動的粘弾性測定で行われることが多い^{5~7)}。それらの装置では、高精度な TPE の物性測定が可能であるが、実際の成形に比べて小さなひずみ領域での評価が主である。大きなひずみ領域の評価方法は、JIS K6251⁸⁾、K6263⁹⁾に、引張特性や応力緩和に関する記載がある。ただし、TPE の軟化温度に近い条件では、つかみ具で試験体に変形するため均一な変形が得られず、成形過程を模擬できない。

そこで本研究では、汎用的な装置による TPE の大ひずみ領域における力学的特性評価を目的に、万能材料試験機を用いて調査した。試験片に加えるひずみ、変形速度および試験体温度を変化させてその影響を確認したが、本論文では特に影響の大きかった試験体温度を変化させた際の試験結果について述べる。

2. 供試材料

2.1 供試材料と試験片形状

本研究では、TPE の一種である EVA（エチレン-酢酸ビニル共重合体）のシートを供試材料として用いた。呼び寸法は 127×127×4mm である。このシートは押出成形で作られているため、透明な外観の表面に筋が見られ、端部の厚みが均一ではない。よって、JIS K 6251 の 3 号ダンベル試験片の抜き型を使用して、厚みが比較的均一な部分から筋と平行な方向（MD 方向）で打ち抜いたものを試験体とした（図 1）。



図 1 ダンベル試験片の外観
(平行部長さ 20mm, 幅 5mm, ×は温度測定部)

* 下越技術支援センター

2.2 供試材料の軟化点

試験温度を決めるにあたり、熱機械分析装置 (TMA/SS6000, セイコーインスツルメンツ(株)) を用いて、EVA シートの軟化点を測定する予備試験を行った。TMA は、石英製の圧縮プローブで試験体を挟み、一定の微小な荷重を負荷しながら環境温度を上昇させることで、試験体の熱膨張を測定する装置であり、温度変化に伴うひずみの変化を評価できる。MD 方向から切り出した高さ 5mm の試験片を用いて本研究では、圧縮荷重 98mN、昇温速度 1°C/min の条件のもと、測定を実施した。温度-ひずみ線図を図 2 に示す。ひずみは 70°C の手前まで単調に増加した後、急激に減少している。これは、試験体の温度上昇に伴って試験体が軟化して、試験体が圧縮プローブに押し込まれたことを示している。グラフの傾きが減少し始める 60°C 付近から、試験体の膨張と軟化が同時に起こっていると考えられるが、本研究では最大ひずみを示した温度を軟化点とした。3 回測定を行ったところ、平均で 63.2°C という結果が得られた。

3. 試験方法

TPE の評価にあたり、JIS K 6263⁸⁾に沿った引張試験を検討したところ、室温におけるつかみ具での滑りや軟化点付近での試験体の潰れといった課題があることがわかった。これらの課題を解決するため、試験体を把持しないチャック方法として、本来はゴムを対象とした引張試験の規格である JIS K 6251⁹⁾に記載されているダンベル試験片の肩部に突起を引っ掛ける方法を採用した。文献から、一般的には 3 号試験片の平行部で均一な応力分布が得られる¹⁰⁾が、本研究では自作ジグを使用するため、数値解析と偏光観察による平行部の応力分布確認を行い、試験の妥当性を確認した。

3.1 解析モデルと解析条件

応力解析には、有限要素法解析ソフトの ANSYS Workbench(サイバネットシステム(株))を用いた。なお、ダンベル試験片形状の対称性により長手方向、幅方向、厚み方向それぞれの 1/2 をモデル化

し解析に用いた。試験体を引っ張るためのジグ及び変位は実際の試験を想定して $\phi 9\text{mm}$ の円柱とし、試験体の長手方向に 2.5mm ($\epsilon=0.25$ 相当)まで移動させた。物性値は、EVA の引張試験で得られたデータを用いた。数値計算の結果を図 3 に示す。試験体の肩部とジグが接触する部分に局所的な応力集中がみられるが、平行部は概ね均一な応力分布であると確認できた。

3.2 試験装置

試験装置は、万能材料試験機 ((株) 島津製作所 AG-250kN, 以下: 試験機) で、ロードセルは 100N の容量を用いた。図 4 に試験の模式図を示す。試験体温度の加熱には試験機附属の恒温槽を用い、試験体の広幅の部分 (図 1 の×印) に取り付けた熱電対の測定値を試験体温度とした。与える変位については、公称ひずみ $\epsilon=0.25$ となるようダン

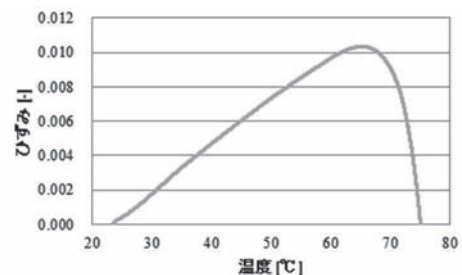


図 2 温度-ひずみ線図

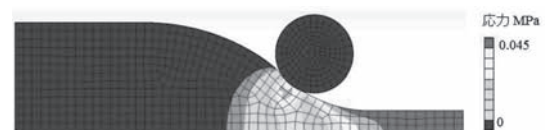


図 3 数値計算による応力分布 ($\epsilon=0.25$)

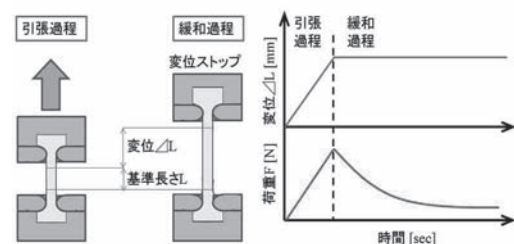


図 4 試験の模式図

ベル試験片の平行部 20mm の基準長さに対して、5mm に設定した。設定した変位を与えた後に変位を 1000 秒以上停止させ、測定した荷重から公称応力を算出し、応力緩和を評価した。

3.3 試験条件

φ9mm の突起を 5mm の間隔で薄板に取りつけたジグに試験体の肩部を引っ掛けた後、ジグを試験機のつかみ具で把持することで、試験片に変位を加えた。

試験条件を表 1 に示す。変位速度は装置のクロスヘッド変位速度である。予め装置の動作精度を確認し、高精度な動作が繰り返し可能な 300mm/min を試験速度とした。また、試験体温度を安定させるため、試験体を恒温槽内に 30 分間静置させた後、試験を実施した。

4. 試験結果

4.1 偏光観察

偏光観察は、円偏光板を取り付けた LED パネルライトと位相差 90° の円偏光板を取り付けたハイスピードカメラを用いて実施した (図 5)。これにより、EVA シート内のひずみが光の明暗として確認できる。円偏光板は 140nm 右回転偏光板 ((株) 美館イメージング) を、ハイスピードカメラは FastCam miniAX100 ((株) フォトロン) をそれぞれ用いた。

室温 (18.7℃) で試験体の平行部を偏光観察した一例を図 6 に示す。試験前には明暗が縞状に分布しているものの、 $\varepsilon \geq 0.1$ で比較的均一な模様に引き張方向に配向していることを示唆しており、

表 1 試験条件

条件	単位	設定値
変位速度	mm/min	300
最大変位	mm	5
環境温度	℃	室温 (18.7) , 50, 60, 70

$\varepsilon \geq 0.1$ で試験体の平行部が均一に伸ばされていると考えられる。

4.2 引張過程、緩和過程の結果

引張の過程で得られた公称ひずみ ε と公称応力 σ の関係を図 7 に示す。 $\varepsilon \geq 0.1$ では、ひずみと応力は概ね直線的な関係である。得られた結果から、式 (1) を用いて $0.1 \leq \varepsilon \leq 0.2$ の範囲でヤング率を算出した。

$$E = \frac{\sigma_{\varepsilon 0.2} - \sigma_{\varepsilon 0.1}}{\varepsilon_{0.2} - \varepsilon_{0.1}} \dots (1)$$

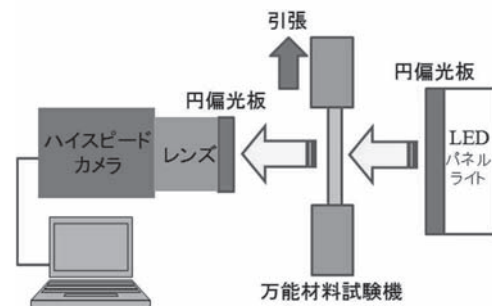


図 5 偏光観察の模式図

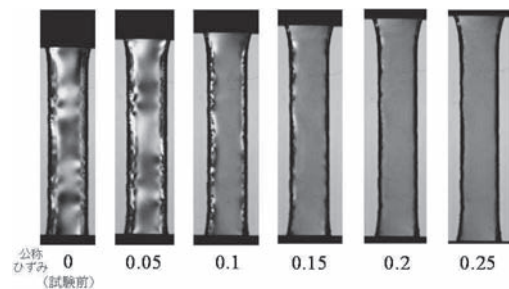


図 6 偏光観察の一例

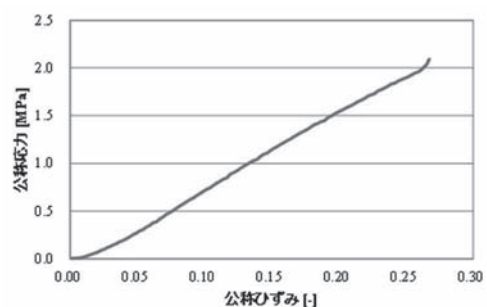


図 7 試験結果 (引張過程)

得られた応力緩和の様子を図 8 に示す。この結果から、変位停止直後のわずかな時間で大きな応力緩和をした後、徐々に応力が低下することがわかる。一般的に、作成した応力緩和曲線から緩和時間分布関数および緩和スペクトルを算出し評価する事例が見受けられる¹¹⁾が、得られたデータから実成形中の現象に結び付けることは難しい。そこで本研究では、急激な応力低下を示す領域（領域Ⅰ）と緩やかな応力低下を示す領域（領域Ⅱ）のそれぞれの一次近似直線の交点を応力緩和に関する代表値として、緩和時間 τ 及び緩和応力 σ_τ を算出した。停止直後の装置変位のオーバーシュートの影響を避けるために、領域Ⅰは 0.5～1 秒間の応力値を使用した。領域Ⅱについては応力の変化が小さくなるため、800～1000 秒までの応力値を使用した（図 9）。室温における緩和時間 τ は 6.41 秒、緩和応力 σ_τ は 1.38MPa であった。

4.3 試験体温度の影響

試験体温度を室温（18.7℃）、50℃、60℃、70℃と変化させた場合の、引張過程の結果を図 10、ヤング率と試験体温度の関係を図 11 に示す。最大応力 σ_0 とヤング率は室温で最も高く、温度の上昇に伴いそれぞれ減少することがわかる。軟化点付近で急激な変化を示すと予想していたが、温度に対して概ね線形的に減少しているように見える。

次に、試験体温度を変化させた時の緩和過程の結果を図 12 に示す。結果から、室温での応力緩和が大きかった。試験体温度の上昇により引張過程に発生する最大応力 σ_0 が低下したため、応力の緩和は小さくなる結果となった。

それぞれの試験温度で得られた応力緩和曲線から緩和時間及び緩和応力を算出した。図 13 に最大応力 σ_0 、緩和応力 σ_τ 、およびその比である応力低下割合 σ_τ/σ_0 と試験体温度の関係を示す。試験体温度が上昇するにつれて、 σ_0 および σ_τ ともに低下していることがわかる。また、 σ_τ/σ_0 は 20℃から 50℃では変化がないのに対して、50℃から 60℃、70℃と大きく低下していることがわかる。このことから、ヤング率よりも σ_τ/σ_0 のほうが、

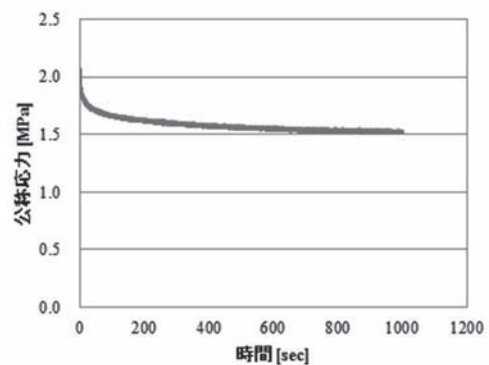


図 8 試験結果（緩和過程）

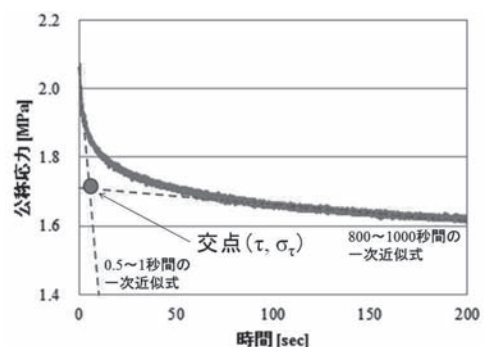


図 9 緩和応力と緩和時間の算出

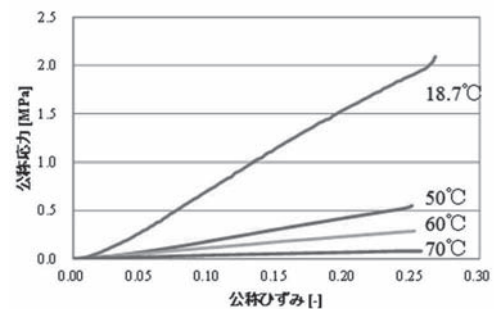


図 10 試験体の温度変化（引張過程）

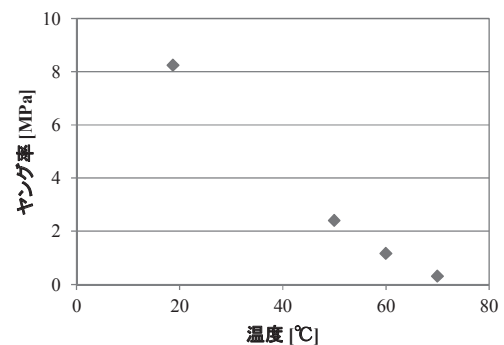


図 11 ヤング率と試験体温度の関係

軟化点付近の特性変化を表現できると考えられる。

次に、 σ_t/σ_0 および緩和時間 τ と温度の関係を図14に示す。 σ_t/σ_0 は前述のとおり、50℃から60℃の間で大きな変化を示す一方で、緩和時間には変化が見られなかった。

本研究ではエラストマー材料の基礎的な特性評価を検討し、試験体温度を変化したときの代表値の変化から力学的評価に関する知見を得た。今後は、本研究で得られた知見と他の測定装置との比較により、より詳細な評価が可能になると思われる。

5. 結 言

本研究では、熱可塑性エラストマーの基礎的な力学的特性評価を目的に、ダンベル試験片を用いた引張特性及び応力緩和特性の評価を行い、以下の結果が得られた。

- (1) 高温で柔らかい熱可塑性エラストマーに対して、均一な引張を与えられる試験方法を確立した。
- (2) 試験体温度を変化させることにより、熱可塑性エラストマーの引張特性及び緩和特性の変化を把握した。

参考文献

- 1) 福森健三, “自動車用エラストマー部品”, 日本ゴム協会誌, 68 (6), 1995, pp357-367.
- 2) 西脇剛史ほか, “シューズソール材料の力学的特性シミュレーション”, 9 (1), 1999, pp1-7.
- 3) 前田芳信ほか, “衝撃吸収性の高いマウスガードの開発”, 日本補綴学会誌, 41, 1997, pp489-494.
- 4) 浅井治海ほか, “熱可塑性エラストマーの開発技術”, シーエムシー, 1992.
- 5) 日笠茂樹ほか, “PP/エラストマー/フィラー複合材料の力学特性に関するエラストマーおよびフィラーの影響”, 高分子論文集, 67(11), 2010, pp615-625.
- 6) 片倉直至ほか, “マウスガードの化学構造と動的粘弾性”, 日本補綴歯科学会雑誌, 40, 1996,

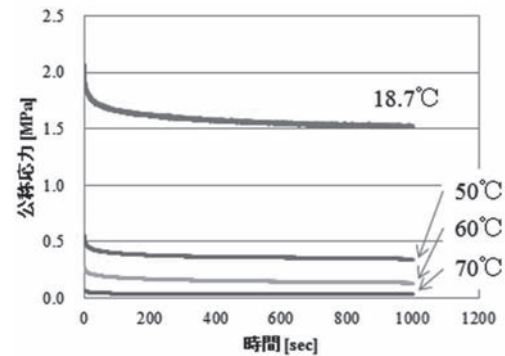


図12 試験体の温度変化（緩和過程）

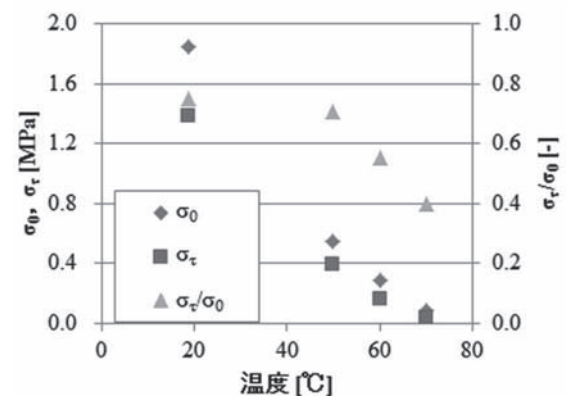


図13 最大応力，緩和応力と応力緩和割合

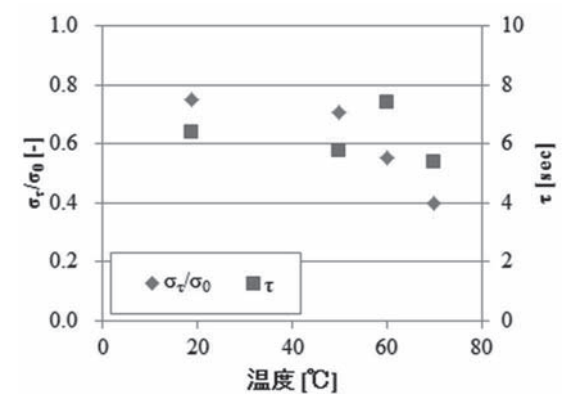


図14 応力緩和割合と緩和時間の関係

pp108-113.

- 7) 青木雄二, “ABS樹脂の熔融状態における動的粘弾性”, 日本レオロジー学会誌, 7, 1979.
- 8) 日本工業規格, “JIS K 6263 加硫ゴム及び熱可塑性ゴム—応力緩和の求め方”, 2015, 日本規格協会.

- 9) 日本工業規格, “JIS K 6251 加硫ゴム及び熱可塑性ゴム—引張特性の求め方”, 2017, 日本規格協会.
- 10) 和田法明, “豆知識[㊟]”, 日本ゴム協会誌, 82 (1), 2009, pp42-43.
- 11) 村上謙吉, “レオロジー基礎論”, 産業図書, 1991, pp97-111.

X線回折による残留オーステナイト定量値のばらつきに関する研究

斎藤 雄治*

Study on the Deviation of the Retained Austenite Content Using X-Ray Diffraction

SAITO Yuji*

抄 録

X線回折を利用した鋼の残留オーステナイトの定量は、マルテンサイト相とオーステナイト相の回折線プロファイルの積分強度から求める。ここで、X線で得られる測定値はX線強度固有の統計変動によってばらつくので、残留オーステナイトの定量値もばらつく。本研究では、残留オーステナイトの定量値のばらつきの大きさを一回の測定から解析的に求める方法を提案し、この方法を用いて一回の測定から求めた定量値の標準偏差と、多数回繰り返し測定した定量値の標準偏差がほぼ一致することを実験により示した。さらに、導入した装置にこの方法を組み込み、刃物鋼の残留オーステナイトの定量を行った。

1. 緒 言

鋼の焼入れで残留するオーステナイトは、低温焼戻しで使用する部品や製品において、耐摩耗性や疲労強度を低下させたり、寸法の経年変化の要因となる一方、適量の残留オーステナイトは靱性を高めることも知られている。このため、部品や製品に求められる特性に応じた残留オーステナイト量のコントロールが重要になっている。

残留オーステナイトの定量は、顕微鏡組織を観察する方法やX線回折を利用した方法が知られている。顕微鏡組織による定量は現場的であるが、客観的評価は難しい。一方、X線回折による定量は専用の装置が必要となるが、測定条件が決まれば作業者に関係なく同じ結果が得られる利点がある。

ところで、X線による測定値はX線強度固有の統計変動によりばらつきを生じることが分かっている。X線回折による残留オーステナイト

の定量は、マルテンサイト相とオーステナイト相の回折線プロファイルの積分強度を使って求めるため、X線強度固有の統計変動によってばらつくと考えられる。しかしながら、このばらつきについて検討した事例は見受けられない。

ここで、積分強度の統計変動によるばらつきの大きさは、栗田が提案した理論¹⁾により一回の測定から解析的に求めることができる。本研究では、マルテンサイト相とオーステナイト相の積分強度のばらつきの大きさから、残留オーステナイトの定量値のばらつきの大きさを求める方法を提案した。これにより、残留オーステナイトの定量値のばらつきの大きさを一回の測定で求めることができる。本研究では、上記の方法で得られる定量値のばらつきの大きさと、同一条件で多数回測定したときの定量値のばらつきの大きさを比較し、ほぼ一致する結果を得た。

なお、残留オーステナイトの定量においては、マルテンサイト相とオーステナイト相の回折線プロファイルの測定時間を変える場合があるた

* 県央技術支援センター

め、本研究ではその場合についても定量値のばらつきの大きさを求める方法を示した。

2. 積分強度の信頼限界

2.1 積分強度とその標準偏差の求め方

図1に示すように、回折角 x に対する回折 X 線強度 $y_0, y_1, \dots, y_n, y_{n+1}$ をステップ角 c の間隔で測定した場合を考える。いま、バックグラウンド強度 y_b を回折線の両端の点 (x_0, y_0) と (x_{n+1}, y_{n+1}) を結んだ直線で表すと

$$y_{bi} = E_i y_0 + F_i y_{n+1} \dots\dots\dots(1)$$

ここに

$$E_i = \frac{x_{n+1} - x_i}{x_{n+1} - x_0} \dots\dots\dots(2)$$

$$F_i = \frac{x_i - x_0}{x_{n+1} - x_0} \dots\dots\dots(3)$$

となる。ここに、添字 i は $0 \sim n+1$ の値をとることを表す。

いま、図2に示すように、X線強度 y をバックグラウンドと LPA 因子で補正した値を z で表すと、 z は次式となる。

$$z_i = l_i (y_i - E_i y_0 - F_i y_{n+1}) \dots\dots\dots(4)$$

ここに、 l_i は LPA 因子の逆数である。

回折線プロファイルの積分強度 I は、 $i=0 \sim n+1$ の点 (x_i, z_i) より計算した積分値として次式のように表される。

$$I = \int z(x) dx \dots\dots\dots(5)$$

式(5)の積分値は近似的に次式から計算される。

$$I = c \sum_{i=1}^n z_i \dots\dots\dots(6)$$

ここで、 y の統計変動によって生じる積分強度 I のばらつきの大きさを表す分散 σ_I^2 は、誤差伝播の法則により次式で求められる²⁾。

$$\sigma_I^2 = \sum_{i=0}^{n+1} \left(\frac{\partial I}{\partial y_i} \right)^2 \sigma_{y_i}^2 \dots\dots\dots(7)$$

ここで、次式が成り立つ³⁾。

$$\sigma_y^2 = y \dots\dots\dots(8)$$

式(8)を式(7)に代入すると次式となる。

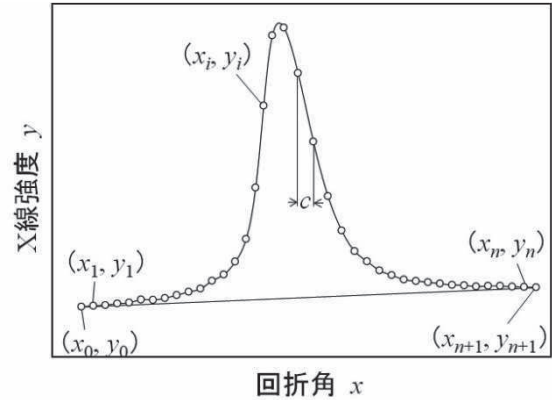


図1 X線強度 y と回折角 x の関係

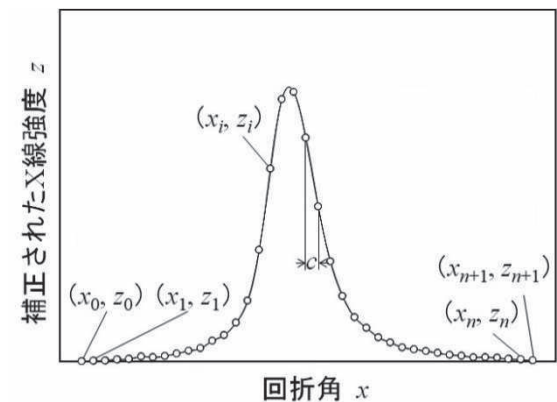


図2 バックグラウンド補正された X 線強度 z と回折角 x の関係

$$\sigma_I^2 = \sum_{i=0}^{n+1} \left(\frac{\partial I}{\partial y_i} \right)^2 y_i \dots\dots\dots(9)$$

式(9)に式(4)と(6)を代入して $\partial I / \partial y_i$ を求める。今後は簡単のため、 $i=1 \sim n$ までの和を取ることを単に Σ と表す。はじめに、 $i=0$ については

$$\frac{\partial I}{\partial y_0} = -c \Sigma l_i E_i \dots\dots\dots(10)$$

となり、 $i=1 \sim n$ については

$$\frac{\partial I}{\partial y_i} = -c l_i \dots\dots\dots(11)$$

となる。また、 $i=n+1$ については

$$\frac{\partial I}{\partial y_{n+1}} = -c \Sigma l_i F_i \dots\dots\dots(12)$$

となる。式(10)～(12)を式(9)に代入すると

$$\sigma_i^2 = c^2 \left[(\Sigma I_i E_i)^2 y_0 + \Sigma I_i^2 y_i + (\Sigma I_i F_i)^2 y_{n+1} \right] \dots\dots\dots(13)$$

を得る。

式(6)と(13)において、X線強度すなわちプリセットタイムを k 倍にすると、 c 、 E_i 、 F_i は変わらないが y_i や z_i は k 倍になるため、 I は k 倍になり、 I の標準偏差 σ_i は $\sqrt{k}$ 倍になる。なお、LP A 因子補正を行わない場合は $I_i=1$ と置けばよい。

3. 残留オーステナイトの定量値の信頼限界

3.1 残留オーステナイトの定量値とその標準偏差の求め方

いま、残留オーステナイトの定量値を V 、マルテンサイト相（以降、 α 相）およびオーステナイト相（以降、 γ 相）の積分強度をそれぞれ I_α および I_γ とし、回折角、回折面および物質の種類に依存する定数を R とすると、 V は次式から求まる⁴⁾。

$$V = \frac{I_\gamma}{RI_\alpha + I_\gamma} \dots\dots\dots(14)$$

ここで、誤差伝播の法則²⁾を使うと、 V のばらつきの大きさを表す分散 σ_V^2 は

$$\sigma_V^2 = \left(\frac{\partial V}{\partial I_\alpha} \right)^2 \sigma_{I_\alpha}^2 + \left(\frac{\partial V}{\partial I_\gamma} \right)^2 \sigma_{I_\gamma}^2 \dots\dots\dots(15)$$

と表せる。ここに、 $\sigma_{I_\alpha}^2$ と $\sigma_{I_\gamma}^2$ は α 相と γ 相の積分強度の分散を表す。式(15)において $\partial V / \partial I_\alpha$ 、 $\partial V / \partial I_\gamma$ を計算すると

$$\frac{\partial V}{\partial I_\alpha} = - \frac{RI_\gamma}{(RI_\alpha + I_\gamma)^2} \dots\dots\dots(16)$$

$$\frac{\partial V}{\partial I_\gamma} = \frac{RI_\alpha}{(RI_\alpha + I_\gamma)^2} \dots\dots\dots(17)$$

となる。式(15)に式(16)と(17)を代入して

$$\sigma_V^2 = \frac{R^2}{(RI_\alpha + I_\gamma)^4} (I_\gamma^2 \sigma_{I_\alpha}^2 + I_\alpha^2 \sigma_{I_\gamma}^2) \dots\dots\dots(18)$$

を得る。式(18)において、 α 相と γ 相のX線強度すなわちプリセットタイムをそれぞれ k 倍にすると、 R は変わらないが、 I_α と I_γ は k 倍になり、 σ_{I_α} と σ_{I_γ} は $\sqrt{k}$ 倍になるため、 σ_V は $1/\sqrt{k}$ 倍になることが分かる。

3.2 実験方法

純鉄粉末（325メッシュ）とSUS304粉末

（100メッシュ以下）を同体積で混合したものを試料とした。ここで、純鉄粉末はフェライト相で、SUS304粉末は若干磁性を持つため γ 相と少量の α 相からなると考えられる。ここで、フェライト相と α 相はきわめて近い結晶構造をもつため、実験で用いたX線応力測定装置で測定すると一つの回折線プロファイルとして測定されるため、本報告書ではフェライト相も α 相と呼ぶことにする。以上のことから、この試料については α 相に比べて γ 相が若干少ないと考えられるため、オーステナイトの定量値は50%弱となると予想される。

測定は3種類のプリセットタイム（7, 30, 120s）について、 α 相と γ 相の回折線プロファイルを表1の条件で50回繰り返し測定した。得られた回折線プロファイルについて積分強度を式(6)から求め、その標準偏差を式(13)から求めた。積分強度の計算には、回折線プロファイルのデータのうち α 相は150～165deg、 γ 相は127～132degの回折角の範囲を用いた。X線強度はバックグラウンドで補正した。さらに、得られた積分強度とその標準偏差を用いて、オーステナイトの定量値とその標準偏差を式(14)と

表1 オーステナイトの定量の測定条件

測定装置	(株)リガク製 X線 応力測定装置 PSPC- MSF-3M	
測定する相	α 相	γ 相
管球	Cr	
K β フィルタ	V	
管電圧, kV	30	
管電流, mA	10	
コリメータ, mm	2×2	
回折面	(211)	(220)
ψ 角, deg	0	
2 θ 角, deg	142-170	114-142
ステップ角, deg	0.05	
プリセットタイム, s	7, 30, 120	

式(18)から求めた。計算に用いた R は 0.3 とした。一回ごとの測定から求まるオーステナイトの定量値の標準偏差と、50 回の測定から求まるオーステナイトの定量値の標準偏差を比較した。

3.3 実験結果および考察

図 3 と図 4 に、測定した回折線プロファイルの一例を示す。図 3 は α 相で、図 4 は γ 相である。図 3 は回折角 156deg 付近に、図 4 は回折角 129deg 付近に強度のピークがあることが分かる。

図 5～図 7 に、プリセットタイムを 7, 30 および 120s で 50 回ずつオーステナイトを定量し

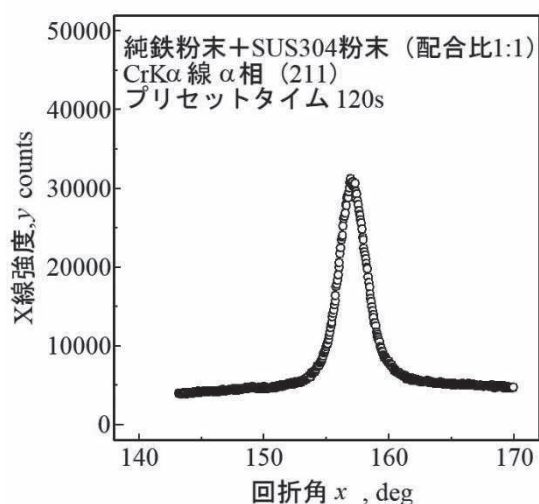


図 3 測定した回折線プロファイルの一例 (α 相)

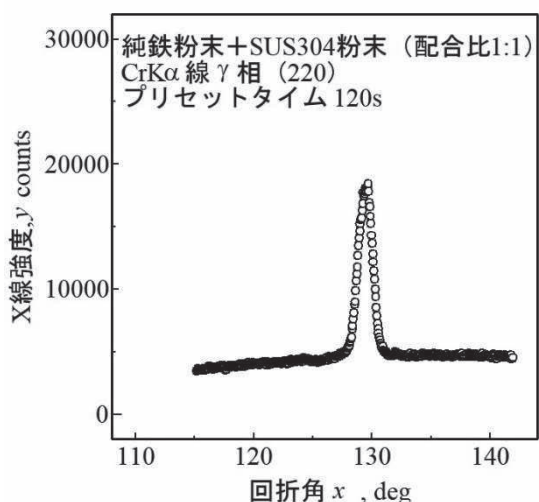


図 4 測定した回折線プロファイルの一例 (γ 相)

た結果を示す。これらの図には、50 回の定量値の平均値と 95%信頼区間を示した。また、一回ごとの測定から式(18)を使って計算した定量値とその 95%信頼区間をエラーバーで示した。これらの図より、エラーバーの中に 50 回測定した平均値がほぼ含まれていることが分かる。また、50 回の定量値の 95%信頼区間の幅とエラーバーの幅がほぼ同じであることが分かる。

表 2 に、各プリセットタイムに対して
①50 回のオーステナイトの定量値の平均値とそ

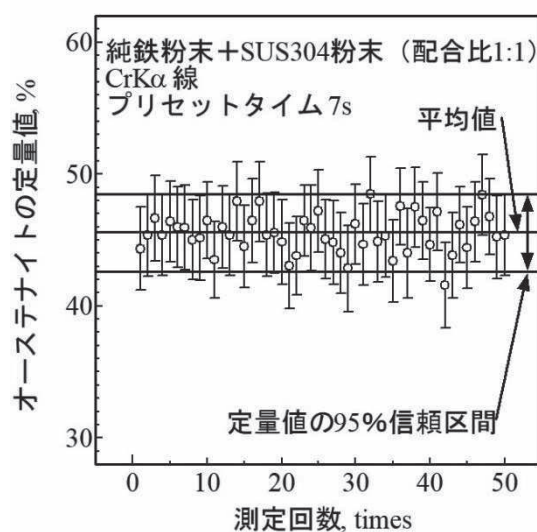


図 5 オーステナイト定量値の統計変動 (プリセットタイム 7s)

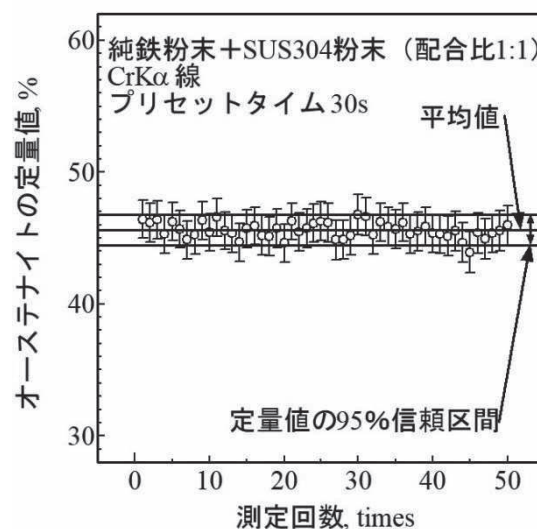


図 6 オーステナイト定量値の統計変動 (プリセットタイム 30s)

の 95%信頼限界

②25 回目のオーステナイトの定量値とその 95%信頼限界

を示した。なお、②については 50 回の測定結果の代表として 25 回目の測定結果を示した。表より、①と②いずれもプリセットタイムの平方根にほぼ比例して信頼区間の幅が小さくなっていることが分かる。また、同一のプリセットタイムにおいて、②は①に近い値を取っていることが分かる。これらの結果より、式(18)を使って一回の測定からオーステナイト体積率のばらつきを評価することは有効と考えられる。

4. 刃物鋼の残留オーステナイトの定量

4.1 α相とγ相の回折線プロファイルの測定でプリセットタイムを変えた場合の強度補正

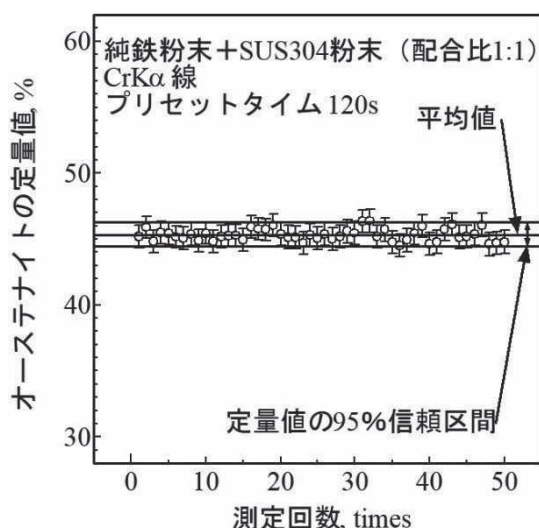


図7 オーステナイト定量値の統計変動
(プリセットタイム 120s)

表2 オーステナイトの定量値とその 95%信頼区間

プリセットタイム, s	①50 回のオーステナイト定量値の平均値とその 95%信頼限界, %	②25 回目のオーステナイト定量値とその 95%信頼限界, %
7	45.5±2.9	47.2±3.1
30	45.6±1.2	46.2±1.5
120	45.3±0.9	45.0±0.9

一般に鋼の残留オーステナイト量はマルテンサイト量に比べて少ないため、α相とγ相の回折線プロファイルの測定においてプリセットタイムを変える場合がある。残留オーステナイトを求める式(14)はα相とγ相の回折線プロファイルを同一のプリセットタイムで測定する場合を想定している。このため、α相とγ相でプリセットタイムを変えた場合、見かけ上、同じプリセットタイムのデータになるよう、α相とγ相のいずれか一方のX線強度の補正が必要となる。ここでは、X線強度の補正を行った場合の積分強度とその標準偏差の求め方を説明する。

さて、バックグラウンド補正、LPA 補正およびN倍に強度補正したときのX線強度 z は、式(4)に計数 N を付けて

$$z_i = N I_i (y_i - E_i y_0 - F_i y_{n+1}) \quad (19)$$

と表せる。式(19)を式(9)に代入すると、補正された積分強度が求まる。

また、式(9)に式(19)と式(6)を代入して計算すると、補正された積分強度の分散が次式のようになる。

$$\sigma_i^2 = c^2 N^2 \left[(\sum I_i E_i)^2 y_0 + \sum I_i^2 y_i + (\sum I_i F_i)^2 y_{n+1} \right] \quad (20)$$

式(20)において、 N を k 倍にすると I の標準偏差 σ_i^2 も k 倍になることが分かる。

4.2 実験

用いた材料は炭素工具鋼 SK85 (大きさ: 20×20×2mm) で、これを焼入れ (850℃に 15 分保持後に水冷)、焼戻し (180℃に 2 時間保持後に空冷) 後、1000 番の耐水紙ヤスリで 20×20mm の表面の酸化スケールを除去して試験片とした。

測定は、表 3 の条件でα相とγ相の回折線をそれぞれ 10 回繰り返し測定した。プリセットタイム (測定時間) は、表 1 の最下行に示したα相とγ相の時間を組み合わせた。

得られた回折線プロファイルを強度補正およびバックグラウンド補正して積分強度を計算した。強度補正については、係数 N を

$$N = \frac{\alpha \text{相のプリセットタイム}}{\gamma \text{相のプリセットタイム}} \dots\dots\dots(21)$$

から求め、 γ 相の X 線強度を式(19)で補正した。積分強度の計算には、回折線プロファイルのデータのうち、 α 相は 142~170deg、 γ 相は 126~132deg の回折角の範囲を用いた。さらに、積分強度の値を使って残留オーステナイトの定量値とその標準偏差を式(14)と式(20)から求めた。計算に用いた R は 0.3 とした。

一回ごとの測定から求まる残留オーステナイトの定量値の標準偏差と、10 回の残留オーステナイトの定量値の標準偏差を比較した。

表 3 残留オーステナイトの定量の測定条件

測定装置	(株) リガク製 X 線応力測定装置 PSPC-MSF-3M	
測定する相	α 相	γ 相
管球	Cr	
K β フィルタ	V	
管電圧, kV	30	
管電流, mA	10	
コリメータ, mm	2×2	
回折面	(211)	(220)
ψ 角, deg	0	
2 θ 角, deg	142-170	114-142
ステップ角, deg	0.05	
プリセットタイム, s	30, 60	30, 120, 240

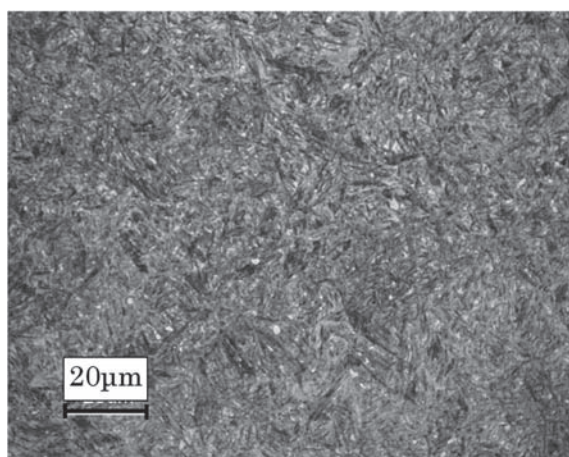


図 8 試験片の金属組織

4.3 実験結果および考察

図 8 に、残留オーステナイトの測定後に測定面を鏡面研磨および硝酸アルコール溶液（配合：HNO₃ 3ml，エチルアルコール 97ml）で腐食した試験片の金属組織を示す。基底は焼戻しマルテンサイト組織となっているが、一部に白色の残留オーステナイト組織が認められる。

図 9 と図 10 に、試験片の α 相と γ 相の回折線プロファイルの測定結果の一例を示す。図 9 は回折角 156deg 付近に、図 10 は回折角 129deg 付近に、それぞれ強度のピークがあることが分かる。また、 γ 相は α 相に比べてピーク強度が小さいため、積分強度がかなり低いことが分かる。

表 4 に、 α 相と γ 相の種々のプリセットタイムの組み合わせに対する

①残留オーステナイトの定量値の 10 回の平均値とその 95%信頼限界

②5 回目の測定の残留オーステナイトの定量値の 95%信頼限界

を示した。なお、②については 10 回の測定結果の代表として 5 回目の測定結果を示した。表より、①と②の信頼区間の幅がほぼ同じになっていることが分かる。また、この試験片は残留オーステナイトの定量値が小さいため、 γ 相のプリセットタイムを大きくすることが定量値のばらつきを小さくするのに有効であることが確

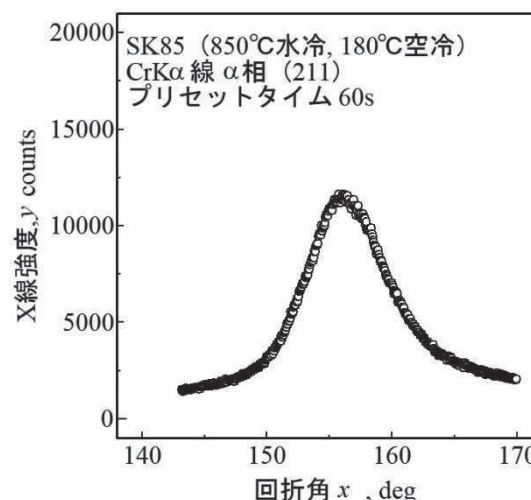


図 9 測定した回折線プロファイルの一例（ α 相）

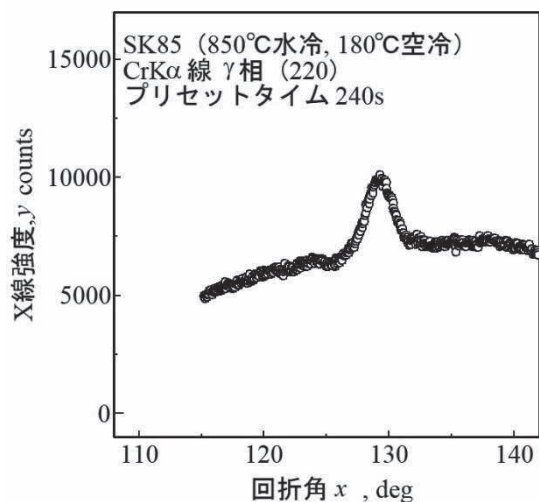


図 10 測定した回折線プロファイルの一例 (γ 相)

表 4 残留オーステナイトの定量値とその 95% 信頼区間

プリセット タイム, s		① 10 回の残 留オーステナ イト定量値の 平均値とその 95% 信 頼 限 界, %	② 5 回目の残 留オーステナ イト定量値と その 95% 信 頼 限界, %
α 相	γ 相		
30	30	6.6 $\pm$ 1.7	7.1 $\pm$ 1.6
30	120	6.7 $\pm$ 0.8	7.1 $\pm$ 0.8
60	240	6.6 $\pm$ 0.6	6.1 $\pm$ 0.6

認できる。

なお、本報告書の実験結果については当研究所のホームページに掲載している^{5)～8)}。

5. 結 言

- (1) X 線固有の統計変動による残留オーステナイト定量値の標準偏差を一回の測定で求める方法を示した。
- (2) 上記 (1) の方法を市販の X 線応力測定に適用して粉末や鉄鋼材料のオーステナイトの定量を行った結果、一回の測定から求めた定量値の標準偏差は、多数回繰り返し測定した定量値の標準偏差とほぼ

一致した。

- (3) 上記 (1) について、 α 相と γ 相の回折線プロファイルの測定でプリセットタイムを変える場合の強度補正の方法を示した。

参考文献

- 1) 栗田政則ほか、重心法による X 線応力測定に関する統計学的解析，材料，31 巻，345 号，1982，pp.609-615.
- 2) 栗田政則，定時計数法による X 線応力測定における応力定数および弾性定数の統計学的解析，日本機械学会論文集，55 巻，511 号，1989，pp.590-597.
- 3) 三浦功・菅浩一・俣野恒夫，放射線計測学，1970，pp.325-328，裳華房.
- 4) 円山弘，残留オーステナイトの X 線測定方法，熱処理，第 17 巻，4 号，1977，pp.198-204.
- 5) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin9.html>，X 線回折における積分強度のばらつきについて「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2018 年 1 月 10 日.
- 6) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin10.html>，X 線回折における強度補正と統計変動について「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2018 年 1 月 10 日.
- 7) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin12.html>，X 線回折における残留オーステナイト体積率のばらつきについて「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2018 年 1 月 10 日.
- 8) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin15.html>，X 線回折における残留オーステナイトの統計変動（マルテンサイト相と残留オーステナイト相の測定時間が異なる場合）「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2018 年 1 月 10 日.

Ⅱ ノート

SUH660 の形質制御熱間鍛造技術の開発

本田 崇* 櫻井 貴文** 岡田 英樹** 三村 和弘** 相田 収平**
阿部 和昭*** 神田 恭*** 藤岡 智裕***

Study of the Hot Forging Proccess of SUH660 for Near-net-shape and Net Property

HONDA Takashi*, SAKURAI Takafumi**, OKADA Hideki**, MIMURA Kazuhiro**, AIDA Shuhei**,
ABE Kazuaki***, KANDA Takashi*** and FUJIOKA Tomohiro***

1. 緒 言

鉄道車両のモーター用保持環（以下保持環）には、高強度かつ非磁性であることが求められており、素材には析出硬化型ステンレス鋼 SUH660 が使用されている。保持環は熱間リングローリングによる成形の後、機械的特性の強化を目的とした熱処理後、旋削されて製品となる（図 1）。ここで、熱処理工程では、①熱変形が生じる、②必要な強度を付与するための時効処理時間が長いといった課題がある。保持環は薄いリング形状であり、①のゆがみは後工程の旋削工程への影響が大きく、加工時間の増加、ひいては不良の発生が避けられない。

そこで、これらの課題を解決するため、加工熱を利用して、ニアネットシェイプ化と高強度化を同時に実現する形質制御技術の開発を行った。加工熱の利用にあたり、シミュレーションを活用して、重要な要素となる成形中の素材内部の温度を把握するとともに、素材の予熱温度、圧延速度といった最適な加工条件を検討した。

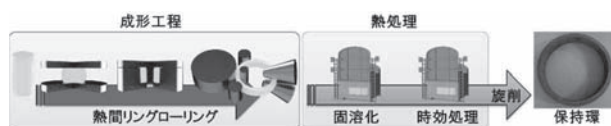


図 1 保持環製造工程

* 下越技術支援センター

** 研究開発センター

*** タンレイ工業株式会社

2. 高温材料特性の把握

成形条件の検討およびシミュレーションの実施にあたり、SUH660 の高温材料特性を把握するため、引張試験と圧縮試験を実施した。試験の結果、SUH660 の高温材料特性は温度とひずみ速度に大きく依存することを確認した。結果の一例として、0.2%耐力を図 2 に示す。

3. 成形試験

3.1 試験条件

本研究で対象とする成形品の形状を図 3 に示す。予熱温度と圧延速度を変更した成形試験を行い、熱処理の後に得られた成形サンプルについて、成形形状と機械的特性を評価した。

本研究では、従来の成形条件に対して予熱温度を $-50\sim+65^{\circ}\text{C}$ 、圧延速度を $56\sim120\%$ の範囲にて検討を行った。ここで、圧延速度は主ローラー回転あたりのマンドレル軸の圧下速度である。

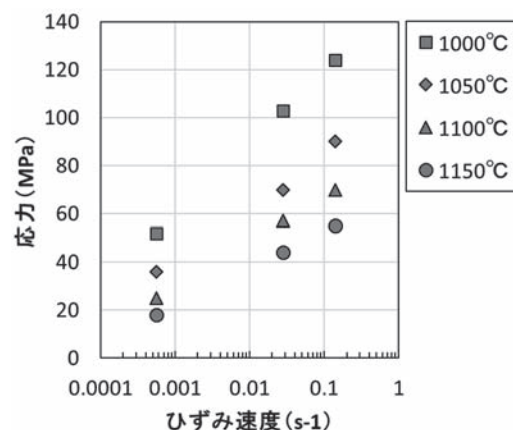


図 2 引張試験から得られた 0.2%耐力

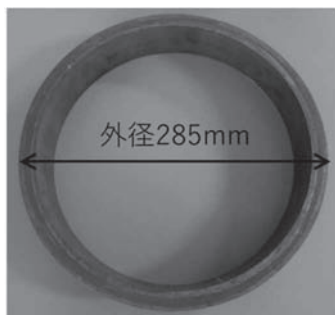


図3 研究対象の保持環形状

3.2 試験結果

3.2.1 成形形状の評価

形状の評価については、熱処理後の成形サンプルの長径と短径の差で評価した。図4に評価結果を示す。

従来の工法に比べて、成形したサンプルは形状精度が大きく向上したことを確認できた。また、試験結果を解析した結果、形状精度は温度と圧延速度の影響を受けており、特に圧延速度に大きく依存していることがわかった。

3.2.2 機械的特性的評価

熱処理後の成形サンプルから引張試験片とシャルピー衝撃試験片を採取して、機械的性質の評価を行った。満たすべき製品の仕様に対して、

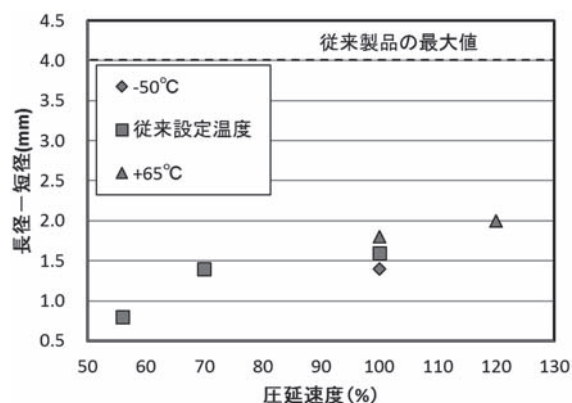
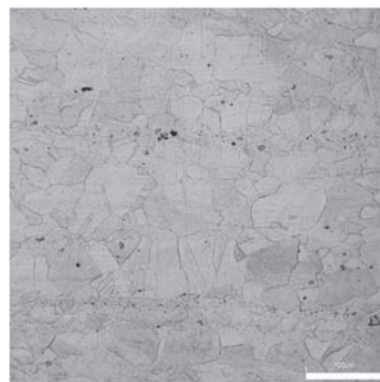


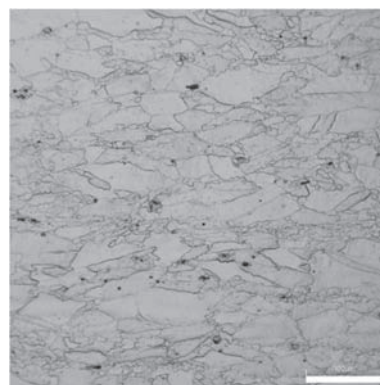
図4 成形形状の評価

表1 引張試験およびシャルピー衝撃試験結果

	0.2%耐力 (MPa)	衝撃値 (J/cm ²)
従来工法	+12 ~ 99	+74
サンプル	+70 ~ 176	+80 ~ 111



(a) 従来工法



(b) 成形したサンプル

図5 金属組織の比較

得られた試験結果の評価を表1に示す。いずれの評価でも、従来工法で作られた製品に比べて、成形したサンプルは機械的性質が向上していることを確認できた。

同一温度で予熱して成形したサンプルについて、金属組織の比較を図5に示す。成形サンプルの金属組織は、従来工法で得られる組織より結晶粒径が細かいことが確認できた。このような細かな組織が機械的性質向上に寄与していると考えられる。

4. リングローリングシミュレーション

実成形を模擬した圧延シミュレーションを実施して、成形中における温度やひずみなどの素材の状態の把握を行った。図6に計算モデルを示す。形状の対称性より、1/2モデルとした。

計算結果と実成形中の比較として、素材表面で最高温度となる箇所温度変化を図7に示す。

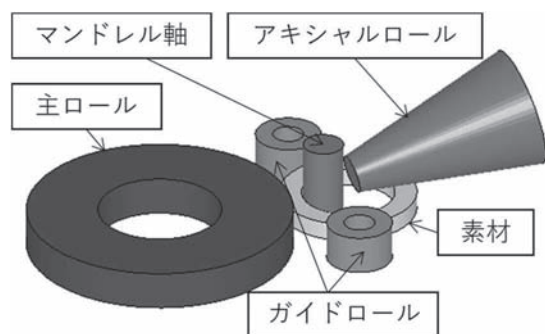


図6 計算モデル

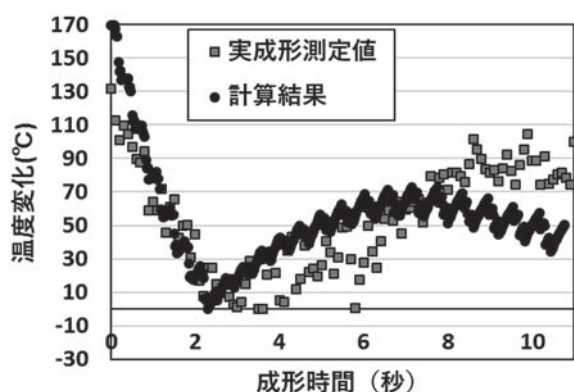


図7 実成形と計算結果の素材表面温度の比較

ここで、図7のグラフは成形中の最も低い温度を基準とした。

実成形では、成形中に温度が低下後、加工発熱によって温度上昇が起こり、最後に冷却と加熱が釣り合っている様子が観察される。また、計算結果はこのような温度変化の傾向をよく再現していることが確認できる。したがって、本計算を用いて、成形中の素材の内部の状態についても良好に評価できると考えられる。

5. 結 言

- (1) SUH660 を対象とした熱間リングローリングにおいて、加工熱を利用した加工方法を開発した。
- (2) 開発した工法は、従来の工法に比べて形状精度、機械的性質ともに向上できることを確認した。
- (3) 成形シミュレーションの活用により、成形終了時の温度・ひずみなどの素材の状態を把握できるようになった。

半導体パッケージ基板配線狭ピッチ化等 に関する研究開発

山田 敏浩* 宮口 孝司* 丸山 英樹* 天城 和哉* 近 正道** 佐藤 健*** 相田 収平***
小松 裕司**** 水野 雅之**** 横山 智之**** 下石坂 望**** 平田 勝則****

A Study on Narrow Pitch Wiring on a Semiconductor Package Substrate and Related Technologies

YAMADA Toshihiro*, MIYAGUCHI Takashi*, MARUYAMA Hideki*, AMAKI Kazuya*,
CHIKA Masamichi**, SATO Takeshi***, AIDA Shuhei****, KOMATSU Hiroshi****,
MIZUNO Masayuki****, YOKOYAMA Tomoyuki****, SHIMOISHIZAKA Nozomi****,
and HIRATA Katsunori****

1. 結 言

半導体のチップを作製する前工程では配線ルールが微細化し、チップサイズの小型化が進んでいる。一方、チップを実装する半導体パッケージ基板（以下、基板と呼ぶ）では、バンプピッチの微細化に限界があるため、チップサイズと同じ割合で基板面積を小型化することが難しくなっている。

図1は、半導体の配線ルールが24nmから12nmになった場合の基板面積を比較したものである。バンプピッチが40μmでこれが基板面積縮小を律速する場合、チップの実装面積が削減されても基板面積は縮小しない。チップの実装面積の削減率と同程度に基板面積を縮小するためにはバンプピッチを少なくとも20μm以下に狭ピッチ化する必要がある。

本研究では、グレイスケールリソグラフィーとインプリント技術を利用した狭ピッチ化技術の開発を目指した。バンプピッチの目標は、10μmである。

プロセスのフローを図2に示す。このプロセ

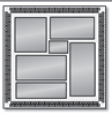
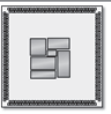
半導体の 配線ルール	24 nm	12 nm
	40μm	10μm
バンプピッチ		
基板面積		

図1 配線ルール・バンプピッチと基板面積

スでは、

- ① マスターモールド作製
- ② レプリカモールド作製
- ③ 導電ペースト充填
- ④ 導電ペースト転写

の工程で導電ペーストを用いた狭ピッチ配線を形成する。

本稿では、プロセスの最初の工程であるグレイスケールリソグラフィーによるマスターモールドの作製について報告する。

2. マスターモールドの作製

2.1 マスターモールドの作製方法

マスターモールドは、グレイスケールマスクにネガ型フォトリソグリスT-SU-8 3000 (MICROCHEM社製) を塗布し、露光することで形成した。

* 研究開発センター

レーザー・ナノテク研究室

** 上越技術支援センター

*** 研究開発センター

**** コネクテックジャパン株式会社

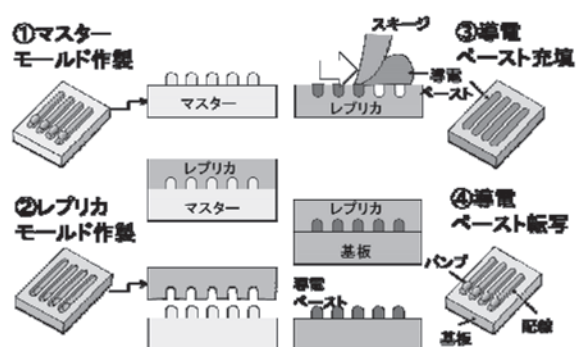


図2 プロセスフロー

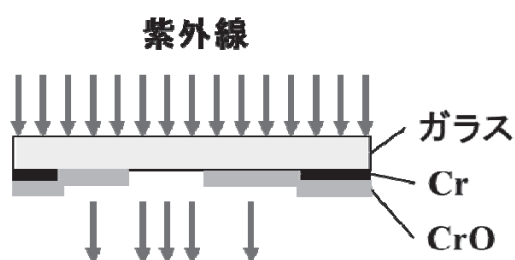


図3 グレイスケールマスクの原理

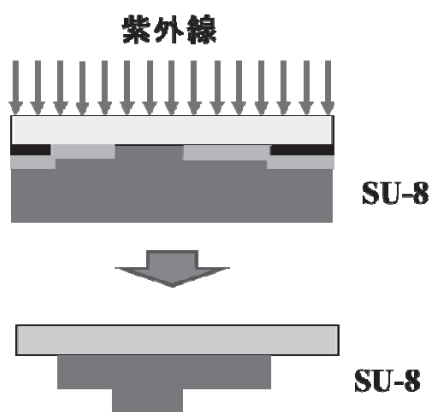


図4 グレイスケールマスクを用いた
SU-8の露光

図3に今回用いたグレイスケールマスクの原理図を示す。グレイスケールマスクはガラス基板にCrとCrOをパターニングして作製した。Crの部分は紫外線を遮り、CrOの部分は低い透過率で紫外線を透過させる。

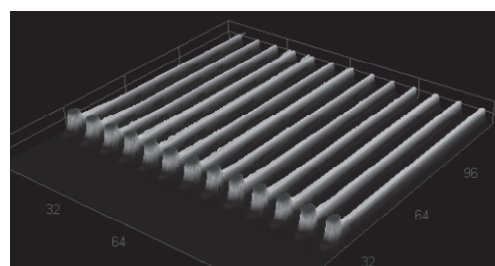


図5 マスターモールド
(L/S 5 μm/5 μm)

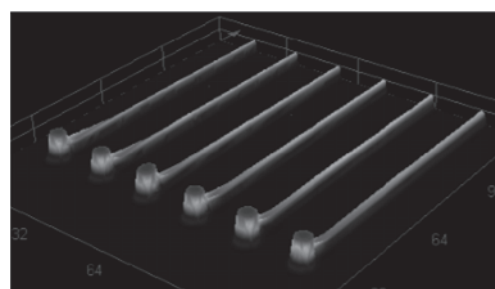


図6 マスターモールド
(L/S 5 μm/15 μm)

図4にグレイスケールマスクを用いたSU-8の露光の様子を示す。CrOの部分のSU-8の高さは、紫外線透過率で調整した。

2.2 マスターモールドの形状測定

マスターモールドの形状測定はオリンパス(株)製3D測定レーザー顕微鏡OLS4100-SATを用いてを行った。

測定結果を図5, 図6に示す。測定試料の配線の高さは5 μm, パンプの高さは13 μmであった。5 μmの配線について、目的とするパンプピッチ10 μmを得ることができた。

3. 結 言

- (1) CrとCrOでパターニングしたグレイスケールマスクを用いたマスターモールド作製技術を確立した。
- (2) 配線のL/Sが5 μm/5 μm, パンプピッチが10 μmのマスターモールドを作製した。

加熱加圧接着による電磁鋼板モータコアの 積層接着技術の開発

中川 昌幸* 森田 渉* 岡田 英樹** 相田 収平**

Development of Laminating Process with Heating and Pressing for Motor-Core of Piled Electromagnetic Steel Sheets

NAKAGAWA Masayuki*, MORITA Wataru*, OKADA Hideki** and AIDA Shuhei**

1. 緒 言

現在主流となっている電磁鋼板モータコアは、一般的には金型内で積層する、ダボカシメ積層と呼ばれる手法で生産されている。これはプレス加工でカシメ用のダボを成形し、ダボカシメしながら抜き落として積層し、指定枚数になったところで金型内から排出する手法である。しかし、ダボカシメ積層では、電磁鋼板の塑性変形による損失¹⁾や層間短絡による鉄損の低下が避けられない。また、効率化のために電磁鋼板の薄肉化が進むほどカシメによる損失が大きくなるため、接着による積層が適していると考えられる。

プレスで打ち抜いた後に抜き落として積層接着する場合、1枚ごとに接着剤を塗布する必要があるが、接着面積の小さい小型モータコアの場合には余剰接着剤の処理や離型の問題がある。

一方、材料に接着剤を塗布、乾燥させて皮膜とし、その後プレスで打ち抜き、型内積層させ、加熱圧着させる方法では、モータのサイズやコア形状に依らず、それらの問題を解決することができると考えられる。本研究では、このような積層接着工程に適用可能な接着剤および加熱圧着条件について検討した。また、接着による鉄損の変化を確認するため、積層接着した電磁

鋼板のリング形状試験片の鉄損を測定した。

2. 供試材および実験方法

2.1 評価用コア材料

モータコアには軟磁性材料である電磁鋼板が良く用いられる。本研究では、20HTH1200 t0.2mm（新日鐵住金（株））を用いた。

2.2 接着剤

本研究では、接着剤を塗布した電磁鋼板を積層させたのち、加熱、加圧して接着する方法を検討した。接着剤として一液エポキシ加熱硬化型接着剤を用いた。

接着剤の硬化反応を確認するため、熱重量示差熱分析（TG-DTA）を行った。室温から250℃まで10℃/minで昇温し、そのときの重量変化率（TG）と参照試料との温度差（DTA）を測定した。その結果を図1に示す。およそ170℃付近まで重量がわずかに減少しており、これは接着剤に含まれていた溶媒などが蒸発したものと考えられる。DTAチャートから、およそ130℃から発熱が始まり、178℃でピークとなった。このことから、130℃以上に加熱することで接着剤の硬化反応が開始するものと思われる。

図2に接着剤を室温から150℃まで10℃/minで昇温し、その後60min保持したときのDTAの変化を示す。130℃を越えたところでDTAが上昇し始め、150℃に達した2min後にピーク

* 下越技術支援センター

** 研究開発センター

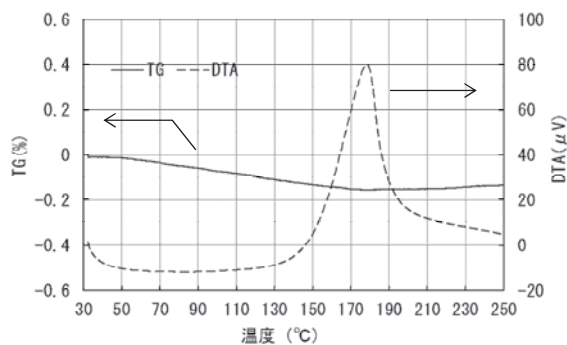


図1 接着剤のTG-DTA分析結果

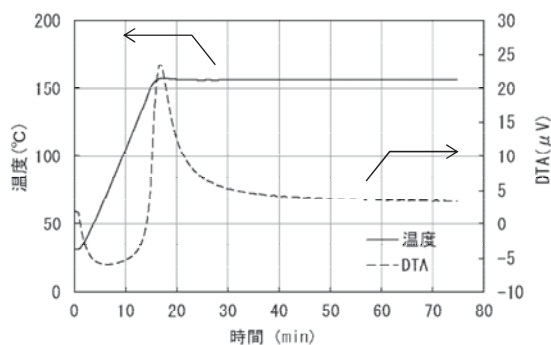


図2 接着剤のDTAの等温測定結果

を示し、そこからおよそ 25min 経過したあたりからほぼ変化がなくなった。このことから 150℃で加熱した場合、25min 以上保持することで接着剤の硬化はある程度完了するものと考えられる。

モータコアにおいて、鉄心の占積率を高くする必要があり、接着層はできるだけ薄くしなければならない。しかし、接着剤は原液のままだと粘度が高いため、薄く塗布することが困難である。したがって、薄い接着層を形成させるためには、溶媒で希釈し、接着剤の粘度を下げ、塗布後、溶媒を蒸発させることが有効である。本研究では、メチルエチルケトン（以後 MEK と記載）を用いて、接着剤を希釈した。

2.3 接着継ぎ手の引張試験方法

図 3 に試験片の概略図を示す。厚さ 0.1mm の短冊形状の SUS304 板を 20×20mm 角で重ね合わせ、接着した。一方の端部に接着面積が 20×20mm となるようにマスキングを施し、接着剤を滴下し、100℃に 30min 保持して乾燥さ



図3 引張試験片形状 (mm)

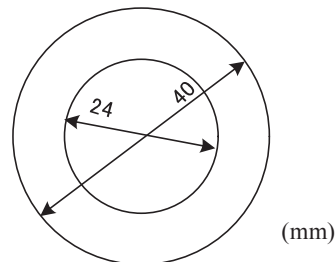


図4 リング形状試験片形状

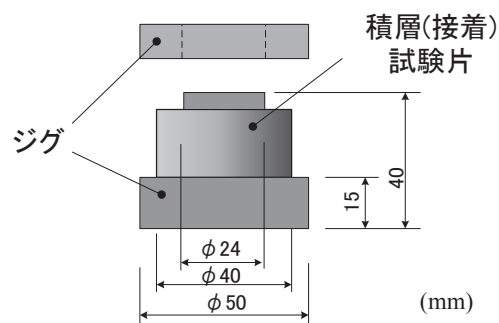


図5 積層ジグと試験片

せた。その後重ね合わせた部分に 3.65N を負荷した状態で、150℃で 1h 加熱した。

2.4 リング形状の積層接着方法

供試材を図 4 に示す試験片形状にプレスで打ち抜き、ディッピングにより MEK で希釈した接着剤を塗布した後 100℃で 30min 乾燥させ、塗布ありとなしの試験片を順番に 1 枚ずつ 11 枚重ねた。1 枚目と最後の 1 枚を塗布なしのものにすることで、片面塗布の試験片を重ねたときと同じように、向かい合った材料間の片面に接着剤層が形成される。

2.5 積層接着

前述のリング形状試験片に 50 倍希釈の接着剤を塗布、乾燥後、重ねた状態で図 5 のような

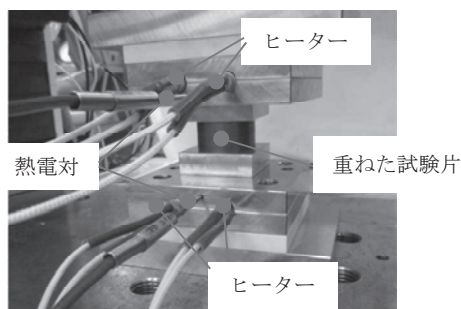


図 6 積層接着試験の様子

ジグに設置した。その上下を TG-DTA で測定した硬化温度 150℃よりも高い 200℃に設定したヒータープレートで加熱し、万能材料試験機により、10MPa で加圧した。加圧時間は重ねた試験片外周に温度計を当て、150℃に達してから 20min とした。積層接着試験の様子を図 6 に示す。

2.6 鉄損測定

積層接着したリング形状試験片を鉄心としたコイルを製作し、電力計法を用いて鉄損を測定した。トランスに組み立てた積層接着試験片を図 7 に、測定回路を図 8 に示す。鉄心に一次および二次コイルを同数巻いてトロイダル型変圧

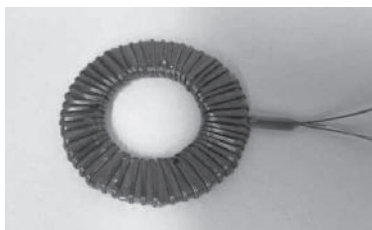


図 7 トランスに組み立てた積層接着試験片

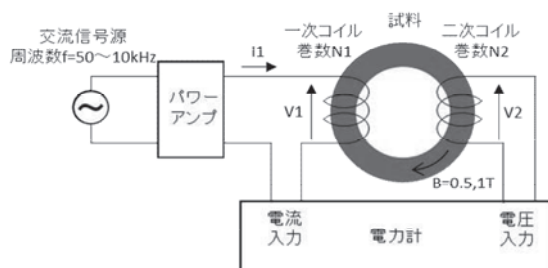


図 8 鉄損の測定回路

器を製作し、電力計で無負荷状態の有効電力を測定した。電力計で測定される有効電力(瞬時電力の時間平均値)を鉄損とした。

3. 実験結果

3.1 接着継ぎ手の引張試験

MEK で 20 倍、50 倍に希釈された接着剤を用いて図 3 に示した試験片を製作し、引張試験を行った。結果を図 9 に示す。50 倍希釈では 20 倍希釈と比べて破断荷重が 20%程度低下した。希釈が大きくなると、接着剤量が少なくなるためと考えられる。しかし、50 倍の希釈でも t0.1mm の SUS304 (引張強さ 1300MPa) の母材強度の 78%程度の継手強度を示した。破断した接着面の様子を図 10(a)(b)に示す。(a)は 20 倍希釈, (b)は 50 倍希釈の場合の破断面である。剥離した接着面の両側には広く接着剤が残留しており、破断経路は母材-接着剤界面の剥離ではなく、接着層破断であると考えられる。

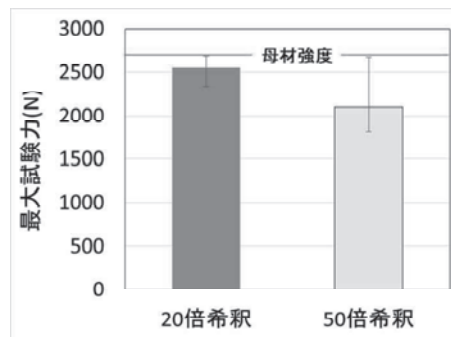
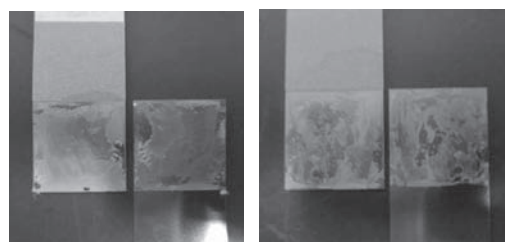


図 9 引張試験結果



(a) 20 倍希釈 (b) 50 倍希釈

図 10 引張破断面

3.2 鉄損測定

積層接着リング試験片と比較のために接着せずに重ねただけの試験片を用いて、それぞれを鉄心としたコイルを製作し、鉄損を比較した。どちらの鉄心も占積率はおおよそ 98% となった。図 11 に磁束密度 1T, 周波数 10kHz までの鉄損測定結果を示す。接着による鉄損の増加は 10kHz で 2% 程度であった。

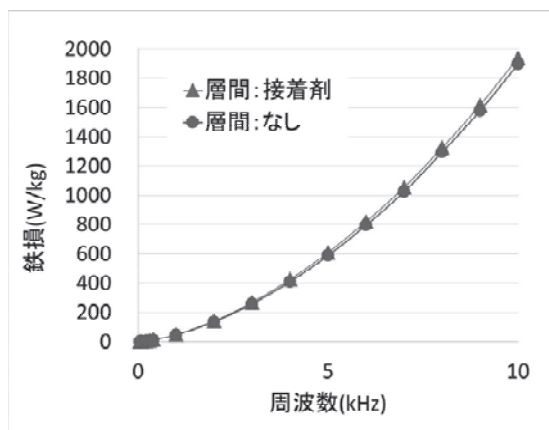


図 11 鉄損測定結果

4. 結 言

- (1) 一液エポキシ加熱硬化型接着剤を MEK で 20 倍および 50 倍に希釈して、重ね接着継ぎ手を製作し、引張試験を行った。希釈倍率に関わらず、界面剥離ではなく接着層破断となった。50 倍希釈では 20 倍希釈よりも破断荷重が 20% 程度低下したが、 $t0.1\text{mm}$ の SUS304 (引張強さ 1300MPa) の母材強度の 78% 程度の継手強度を示した。
- (2) MEK で 50 倍希釈した接着剤を塗布、乾燥させ、接着剤層を形成した電磁鋼板を重ねて 200℃ に加熱したプレートで加熱圧着し、積層接着したコアを製作した。占積率は従来のカシメ積層と同程度の 98% となった。
- (3) 電力計法を用いて積層接着したコアの鉄損を測定した。接着しない重ね電磁鋼板コアの鉄損と比較し 2% 程度の増加にとどまり、接着による影響は小さいと考えられる。

参考文献

- 1) 川邊ほか, “無方向電磁鋼板の切断加工による磁気特性劣化の推定”, 日本磁気学会誌, 38(1), 2012, p.5

アモルファス積層鉄心の鉄損測定

本多 章作* 中川 昌幸* 森田 渉* 遠藤 桂一郎**

Measurement of Iron Loss in Amorphous Laminated Core.

HONDA Syosaku*, NAKAGAWA Masayuki*, MORITA Wataru* and ENDO Keiichiro**

1. 緒 言

近年のレアアース高騰を受けて、永久磁石を使用しないスイッチトリラクタンスモータ（SRM）が注目されている。SRMはステータおよびロータの磁気回路が鉄心のみで構成される単純な構造のモータである。そのため、堅牢で高速回転が可能、高温耐久性が高い、安価といった特徴を持つが、効率と出力密度では永久磁石同期モータに劣ることが課題となっている。

SRMで高効率高出力駆動を実現するには、高出力が得られる高トルク時または高回転数時に増加する鉄損の削減が重要な要素となる。

アモルファス箔は、モータ鉄心に使用される一般的な無方向性電磁鋼板と比べて鉄損が一桁ほど低い低鉄損材料である。SRMの鉄心用として有望な材料であるが、加工歪みによりヒステリシス損が増加しやすい性質があるため、加工方法の検討が重要な課題となる。

本研究では、プレス打抜きで切断したアモルファス箔で積層鉄心を構成した場合について、加工に伴う鉄損の変化を調べた。

2. 研究内容および結果

2.1 測定方法

鉄損は電力計法を用いて測定した。測定回路を図1に示す。リング形状の測定用鉄心に一次および二次コイルを同数巻いてトロイダル型変圧器を製作し、電力計で無負荷状態の有効電力を測定した。電力計で測定される有効電力（瞬

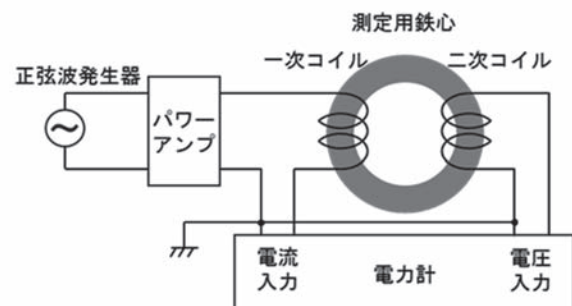


図1 鉄損測定回路

時電力の時間平均値）は単位時間に鉄心で消費される磁気エネルギーすなわち鉄損に等しい。

鉄心が低鉄損の場合、測定される電力の力率は非常に小さくなるため、低力率において有効電力の測定誤差が十分に小さい電力計を使用した。

鉄損は、周波数に比例するヒステリシス損と周波数の二乗に比例する渦電流損の和であるため、鉄損の周波数特性から両損失を分離できる。しかし、高い周波数では磁束の表皮効果により磁束分布が不均一となり渦電流損が二乗則より小さくなるため、ヒステリシス損の周波数特性は低周波数（50～400Hz）の鉄損より算出し、渦電流損は鉄損からヒステリシス損の計算値を引いた値とした。

2.2 アモルファス積層鉄心の製作

鉄損測定に用いるアモルファス積層鉄心の加工条件を表1に示す。実際のSRMの鉄心形状は凸極構造を持つ複雑な形状となるが、製作する鉄心は鉄損を正確に測定するため、磁路の磁束密度が均一となるリング形状とした。プレス

* 下越技術支援センター

** 研究開発センター

表 1 アモルファス積層鉄心の加工条件

材料	鉄基アモルファス金属箔 Metglas® 2605SA1 (厚さ0.025mm)
切断方法	プレス打抜き加工
切断形状	リング形状 (外径40mm, 内径24mm)
積層数	200枚
層間絶縁	無し
熱処理	無し
占積率	89%
コイル巻数	200回 (周波数50Hz~400Hz) 25回 (周波数1kHz)

打抜きで切断したリング形状のアモルファス箔を層間絶縁せずにそのまま積層して鉄心に組み立てた。この鉄心に一次および二次コイルを均一に巻いてトロイダル型の変圧器とした。変圧器の一次側インピーダンスが電源の内部抵抗より十分に大きくないと磁束波形が歪んで正確な鉄損の周波数特性が測れないため、測定周波数範囲により巻数を変えて変圧器の励磁インダクタンスを調整した。

2.3 測定結果と考察

磁束密度 1T において測定したアモルファス積層鉄心の鉄損と単板の状態で測定されたアモルファス箔の鉄損（メーカーによる測定値）¹⁾との比較を図 2 に示す。アモルファス箔のヒステリシス損および渦電流損は鉄心と同様の方法で計算した値である。積層鉄心の鉄損は材料のアモルファス箔に比べて増加し、例えば 1kHz においてヒステリシス損は 26%、渦電流損は 10%増加した。ヒステリシス損と渦電流損の増加要因はそれぞれ剪断部の残留応力などの加工歪み、層間の絶縁不足などが考えられるが、これらの改良は今後の課題である。また、渦電流損は周波数の上昇とともに急増し、1kHz にいたる前にヒステリシス損を超えている。鉄心内磁束の周波数が 1kHz を超える高速駆動の SRM では、更に増加する渦電流損の抑制が重要となる。

アモルファス箔と同じく、鉄系で安価かつ鉄損が低い鉄心材料として板厚の薄い無方向性珪素鋼板がある。これら珪素鋼板の鉄損²⁾³⁾とアモルファス積層鉄心の鉄損との比較（図 3）において、アモルファス箔は鉄心に加工した後も低

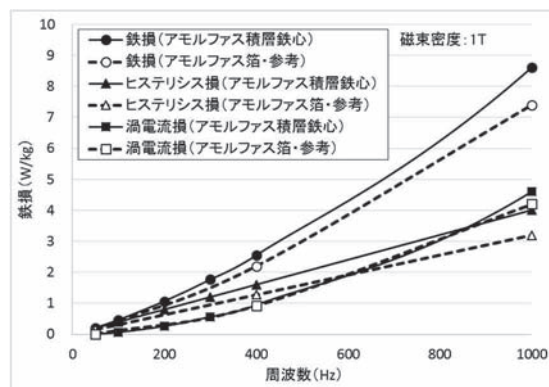


図 2 アモルファス箔と積層鉄心の鉄損比較

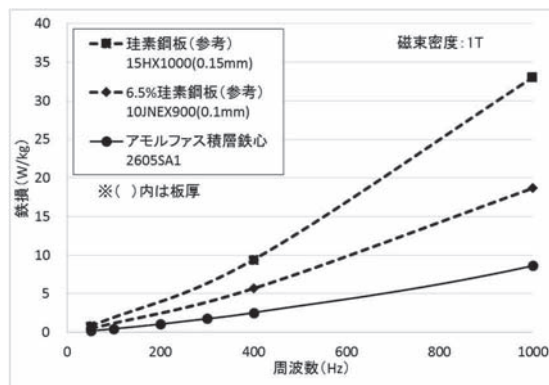


図 3 珪素鋼板とアモルファス積層鉄心の鉄損

鉄損の優位性を保っている。アモルファス箔は加工性では珪素鋼板に劣るものの、SRM の高効率化に期待できる結果となった。

3. 結 言

- (1) プレス打抜き加工で製作したアモルファス積層鉄心について鉄損を測定し、加工後も低鉄損が保たれていることを明らかにした。
- (2) 今後、この測定方法を用いて様々な条件で試作した鉄心の鉄損を測定し、製造条件の最適化を図りたい。

参考文献

- 1) 中島晋，“高効率モータに使われる最近の軟磁性材料の技術動向”，日本磁気学会第 213 回研究会報告，2017。
- 2) 新日鐵住金株式会社カタログ，無方向性電磁鋼帯，D005je_05_201509f。
- 3) JFE スチール株式会社カタログ，スーパーコア®，Cat.No.F2J-001-01。

断続切削を伴う難削材の加工方法の開発

須藤 貴裕* 遠藤 桂一郎* 相田 収平* 石川 淳* 田村 信*
内堀 博** 木村 政幸** 渡邊 竜也** 高野 祐生**

Development of the Machining Method for the Difficult-to-cut Material with Interrupted Cutting

SUTOH Takahiro*, ENDO Keiichiro*, AIDA Shuhei*, ISHIKAWA Atsushi*, TAMURA Makoto*,
UCHIBORI Hiroshi**, KIMURA Masayuki**, WATANABE Tatsuya** and TAKANO Yusei**

1. 緒 言

航空機エンジン部品の多くは、超耐熱合金製精密鋳造品で構成されるが、近年、高性能かつ燃費向上などを目的として薄肉化、複雑化が進んでいる。そのため、これらの精密鋳造品は、品質確保のために、余肉を付与して鋳造した後、余肉を除去して完成させる場合が多いが、その余肉除去のためのコストやリードタイムの面で改善が望まれている。そこで本研究では、余肉除去のコスト低減を目的として、切削加工条件の最適化および工具寿命の評価を実施した。

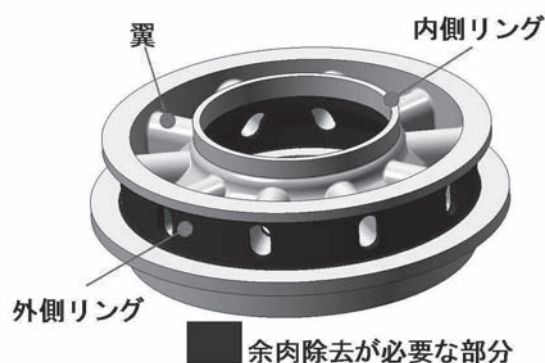


図1 対象部品のイメージ

2. 対象部品形状

図1に本研究の対象となる航空機エンジン部品のイメージを示す。対象部品の形状は、翼となる部分とそれを保持する内外のリングから構成されており、外側リングの上下にはフランジが設けられている。また、翼は中空となっており、リング側面には中空翼からつながる穴がある。余肉除去が必要となる部分は、図中に示したとおり、内外リング側面であり、対象部位の加工は、切削加工において難易度の高い断続形状切削となる。さらに、対象部品は難削材としてよく知られているニッケル基超耐熱合金インコネル713C¹⁾である。

3. 切削加工条件の検討

切削加工条件において、切削速度は加工能率や工具寿命に影響する最も重要なパラメータである。そこで、インコネル713Cの切削加工における適切な切削速度を検討するため、表1に示す切削加工条件で工具摩耗の比較試験を実施した。使用した工具は直径100mm、刃数8枚のサイドカッターである。切削速度 V_c は超耐熱合金の切削加工で一般的な $V_c=30\text{m/min}^2)$ を基準として、高速側となる $V_c=40\text{m/min}$ 、 $V_c=50\text{m/min}$ の3水準とした。そのほかの切削加工条件は表に示したとおりである。試験はブロック材の側面を切削加工し、一定量除去後の工具の最大逃げ面摩耗幅 V_{Bmax} を比較した。

図2に切削速度 V_c と一定量除去後の最大逃

* 研究開発センター

** 株式会社東京ロストワックス工業

表 1 切削加工条件

切削速度 $V_c(\text{m/min})$	30	40	50
軸方向切り込み深さ $a_p(\text{mm})$	12		
径方向切り込み深さ $a_e(\text{mm})$	1		
1刃あたりの送り量 $f_z(\text{mm/t})$	0.25		
切削方向	ダウンカット		
切削油	水溶性切削油		

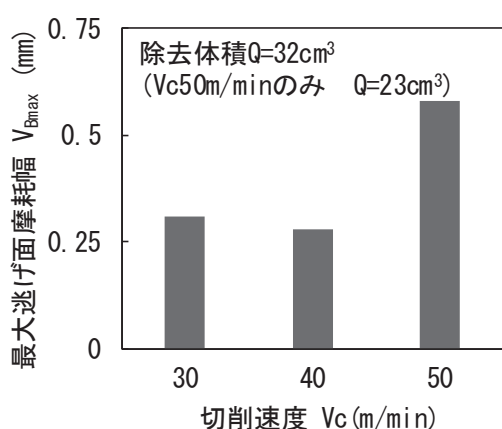


図 2 切削速度と最大逃げ面摩耗幅の関係

げ面摩耗幅 $V_{B\max}$ の関係を示す。 $V_c=30\text{m/min}$ と $V_c=40\text{m/min}$ は除去体積 $Q=32\text{cm}^3$ 、 $V_c=50\text{m/min}$ については、 $Q=23\text{cm}^3$ となったときの最大逃げ面摩耗幅 $V_{B\max}$ を示す。 $V_c=50\text{m/min}$ では、ほかに比べて除去体積 Q が小さいにもかかわらず $V_{B\max}=0.58\text{mm}$ と大きい。また、 $V_c=30\text{m/min}$ および $V_c=40\text{m/min}$ では、 $Q=32\text{cm}^3$ となったときの最大逃げ面摩耗幅 $V_{B\max}$ がそれぞれ 0.31mm 、 0.28mm でほぼ同等である。本試験では、1 刃あたりの送り量 f_z を一定としたことから、加工能率は切削速度 V_c に比例する。このことから、工具摩耗が同等であれば、 $V_c=40\text{m/min}$ のほうが優位であり、切削速度 V_c は 40m/min が最適であると判断した。

さらに、 $V_c=40\text{m/min}$ の切削加工条件について、工具寿命を見極めるため、除去体積 $Q=$

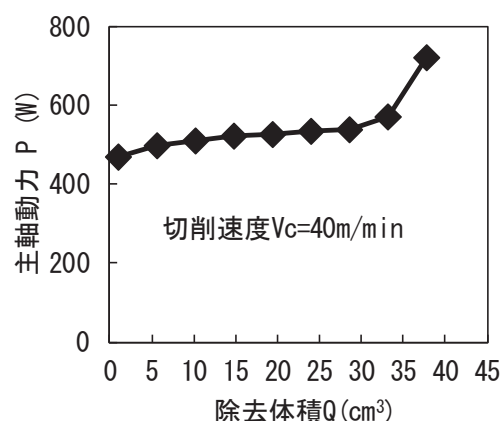


図 3 除去体積と主軸動力の関係

41cm^3 となるまで試験を継続したところ、 $V_{B\max}=0.67\text{mm}$ となった。ここで、図 3 に本試験において測定した除去体積 Q と工作機械の主軸動力 P の関係を示す。図より、除去体積 $Q=35\text{cm}^3$ を超えた付近から主軸動力 P が急激に増加していることから、工具寿命は除去体積 $Q=35\text{cm}^3$ 程度であると推測できる。なお、このときの主軸動力 P は約 600W であった。

つぎに、1 刃あたりの送り量 f_z について検討した。1 刃あたりの送り量 f_z は、切削速度 V_c と同様に、切削加工において工具寿命に大きな影響を与えるパラメータのひとつである。1 刃あたりの送り量 f_z を 0.15mm/t 、 0.25mm/t 、 0.35mm/t の 3 水準とし、切削速度 V_c は 40m/min として工具摩耗の比較試験を実施した。試験結果の評価は除去体積 $Q=32\text{cm}^3$ となったときの工具の最大逃げ面摩耗幅 $V_{B\max}$ を比較した。

図 4 に 1 刃あたりの送り量 f_z と最大逃げ面摩耗幅 $V_{B\max}$ の関係を示す。図に示したとおり、1 刃あたりの送り量 f_z が 0.15mm/t と 0.25mm/t については、最大逃げ面摩耗幅 $V_{B\max}$ がいずれも 0.28mm である。1 刃あたりの送り量 f_z を小さくすると、被削材の切り取り厚さが薄くなり、工具刃先に加わる負荷は小さくなるが、同じ体積の被削材を除去する場合、切れ刃逃げ面が被削材を擦過する距離は長くなる。このことから、 $f_z=0.15\text{mm/t}$ とした条件では、 $f_z=0.25\text{mm/t}$ と

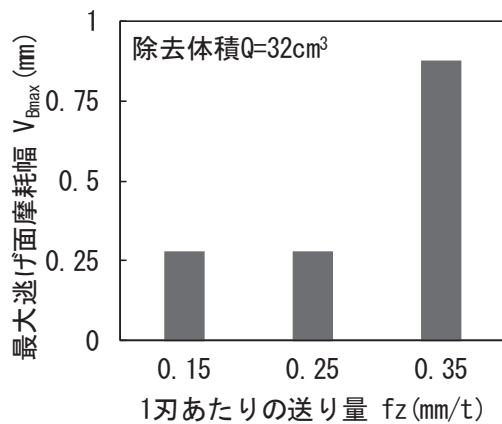


図4 1刃あたりの送り量と
最大逃げ面摩耗幅の関係

比較して、刃先に加わる負荷が小さくなるにもかかわらず同等の最大逃げ面摩耗幅 V_{Bmax} となったと考えられる。加工能率の点では、 $f_z=0.25\text{mm/t}$ は $f_z=0.15\text{mm/t}$ に対して約 1.7 倍であることから、同等の工具摩耗であれば、 $f_z=0.25\text{mm/t}$ のほうが優位である。一方、 $f_z=0.35\text{mm/t}$ とした条件では、 $V_{Bmax}=0.88\text{mm}$ であった。これは、1 刃あたりの送り量 f_z を大きくしたことで、切り取り厚さが厚くなり、刃先に加わる負荷が増え、早期に逃げ面摩耗が進行したためと考えられる。これらの結果から、1 刃あたりの送り量 f_z は 0.25mm/t が最適であると判断した。

最後に断続切削の影響について検討した。前述したとおり、対象となる部品の加工面には穴があり、切削加工において難易度の高い断続切削となる。断続切削は、切り取り厚さの急激な

変化などの影響により、工具寿命が短くなる傾向がある。そこで、図 1 に示した対象部品の断続状態を模擬し、前述の切削加工試験において使用したブロック材の中間に切り欠きを設けて、工具の寿命試験を実施した。切削加工条件は、これまでの切削加工試験で最適であると判断した切削速度 $V_c=40\text{m/min}$ 、1 刃あたりの送り量 $f_z=0.25\text{mm/t}$ で実施した。試験の結果、除去体積 $Q=24\text{cm}^3$ となったときに主軸動力 P が 600W を超えたため、工具寿命に至ったと判断した。切り欠きのないブロック材を用いた場合の工具寿命は除去体積 $Q=35\text{cm}^3$ 程度であったことから、断続切削の影響により、工具寿命が 3 割程度低下した。

4. 結 言

- (1) サイドカッターを用いたインコネル 713C の切削加工において、切削速度 V_c は 40m/min 、1 刃あたりの送り量 f_z は 0.25mm/t が最適であった。
- (2) 被削材の切り欠きにより断続切削となる場合には、切り欠きがない場合と比較して 3 割程度工具寿命が低下した。

参考文献

- 1) 源川将保, “難削材とその加工”, 機械と工具, 2011 年 8 月号, 2011, pp.79-81.
- 2) 例えば, 狩野勝吉, “超耐熱合金と高耐食 Ni 基合金-2”, 機械と工具, Vol.45, No.5, 2001, pp.97-103.

テーラードブランクの対向液圧による プレス深絞り成形法の開発

須貝 裕之* 田村 信* 片山 聡** 田辺 寛*** 吉田 正樹*** 相田 収平*
本間 龍一**** 親松 豊****

Development of Deep Drawing for Tailored Blank with Hydraulic Counter Pressure

SUGAI Hiroyuki*, TAMURA Makoto*, KATAYAMA Satoshi**, TANABE Hiroshi***,
YOSHIDA Masaki***, AIDA Shuhei*, HONMA Ryuichi**** and OYAMATSU Yutaka****

1. 緒 言

自動車の開発では、安全確保のための強度向上と省エネルギーのための軽量化という相反する要素が求められている。これを実現するため、厚板の高張力鋼板と薄板の鋼板を溶接でつなぎ合わせたテーラードブランク¹⁾ (以下、TB と呼ぶ) によりボディの一部をプレス成形する取り組みが自動車に進んでいる。しかし、板厚の異なる異種材料のプレス成形は難易度が高く、様々な部位への適用は容易ではない。

そこで本研究では、成形中のプレス素材に液圧を付与してパンチに張り付かせ、その摩擦保持効果により成形性を向上させる対向液圧成形を TB に適用する成形法を開発した。開発はコンピューターによる成形シミュレーションをもとに進めると共に、本成形法の実用化に必要な周辺技術として、TB 製作のためのレーザ溶接および成形品のレーザ切断技術を確立した。

2. 研究概要と成果

2.1 TB 製作のためのレーザ溶接技術の確立

TB のプレス成形では溶接部とその近傍における破断の問題がある。本研究では板厚 2mm の高張力鋼板 SAPH440 と 1mm の鋼板 SPCC に

対して、レーザ出力や溶接速度などの条件を変えて溶接を行い、試験片を製作した。この試験片に対して、引張試験、断面マクロ観察及び断面硬さ試験を行い、成形に適した溶接条件を調べた。最後に対向液圧を付与した円筒深絞り成形試験を行い、成形性の確認や成形シミュレーションにおける摩擦係数を決定した (図 1)。

2.2 TB の対向液圧成形シミュレーション

対向液圧のプレス成形シミュレーションには汎用動的陽解法有限要素法ソフトウェア LS-DYNA を使用した。最初に、対向液圧を付与した円筒深絞り成形をシミュレーション上で再現し、成形試験の結果を再現できる解析モデルを構築した。次に、図 2 に示す実製品を想定した金型形状を作成し、シミュレーション上で液圧やしわ抑え荷重などの成形条件を検討した。図 3 に最適条件で成形した場合の成形品の板厚減少率を示す。材料が破断することなく成形できる条件を見いだすことができた。

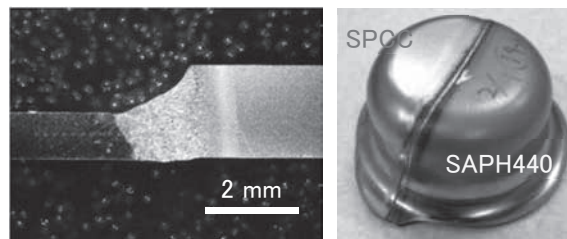


図 1 断面マクロ観察及び成形試験

* 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

**** フジイコーポレーション株式会社

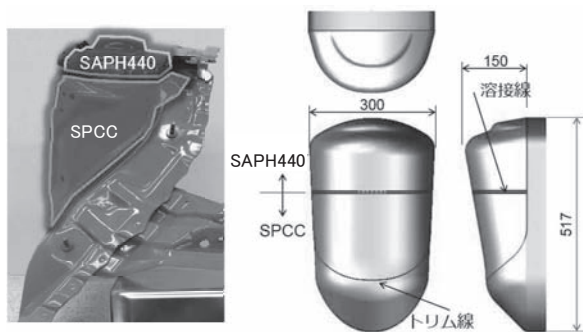


図2 実製品を想定した金型形状

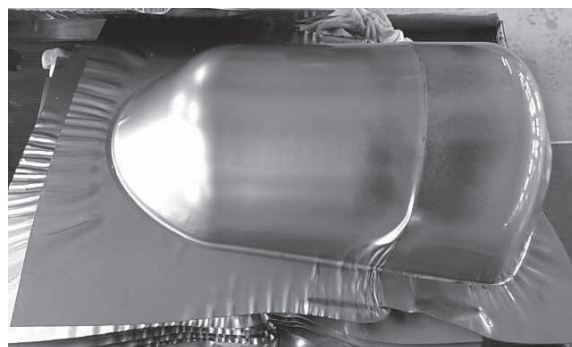


図4 成形品

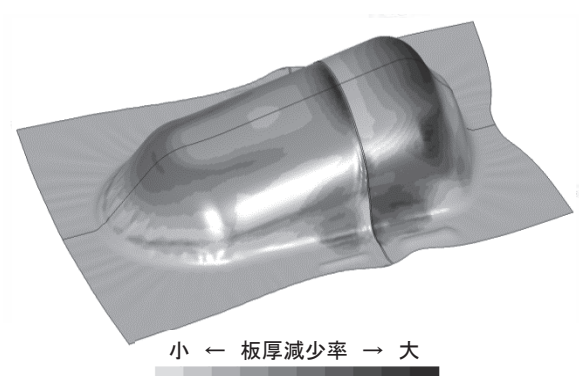


図3 成形シミュレーション



図5 レーザによる切断

2.3 TBによる対向液圧成形

成形シミュレーションの結果にもとづき実際に金型を製作して成形試験を行った。その結果図4に示す成形品を得ることができた。成形品側面に若干のしわは残るが、これについては成形シミュレーションの段階から存在していたものであり、金型の形状修正で改善できると考えられる。

2.4 TB成形品のレーザ切断技術の確立

成形品を切断するためのレーザ切断条件について検討した。TBによる成形品は部材毎に板厚や材質が異なっている。そこでレーザ出力及び切断速度などの条件を変化させて予備実験を行い、どちらの材料に対しても安定して切断可能となる条件を決定した。図5に切断中の状況を示す。また、ひずみゲージや3Dスキャナーにより切断前後の成形品の歪みを測定し、実用上問題ないことも確認した。

3. 結 言

- (1) レーザ溶接条件を変えて試験片を作製し、各種の評価を行った結果、プレス成形に適したTBの溶接技術を確立した。
- (2) 対向液圧プレス成形のシミュレーションモデルを構築し、実製品を想定した金型形状に対する最適成形条件を決定した。
- (3) 成形シミュレーションの結果にもとづき成形試験を行った結果、対向液圧によるTBの成形を実現することができた。
- (4) 成形品を切断するためのレーザ切断条件について検討し、実用上問題なく切断することができた。

参考文献

- 1) (社)日本金属プレス工業協会編，“プレス絞り加工”，日刊工業新聞社，2002，p.133

複合めっき皮膜の断面観察手法の検討

三浦 一真* 林 成実** 中川 昌幸***

Examination of Cross-sectional Observation Technique on Composite Plating Film

MIURA Kazuma*, HAYASHI Narumi** and NAKAGAWA Masayuki***

1. 緒 言

我々は、めっき皮膜中に不溶性の微粒子を共析（めっきで金属が析出する過程において浴中に存在する微粒子が同時に析出すること）させる複合めっき（図1の模式図参照）のうち、粒径が10nm以下のナノダイヤモンド微粒子（以後、NDと記載）のめっき皮膜中への複合分散化に関する研究を行っている^{1) 2)}。

めっき皮膜中に取り込まれたNDの複合分散化の状態をを正確かつ迅速に解析し、実用データに迅速にフィードバックできる手法として、電界放出形走査型電子顕微鏡（Field Emission Scanning Electron Microscope：以後、FE-SEMと記載）による断面観察手法を試みた。本報では観察用サンプル作製手法とFE-SEMによる観察・分析結果を紹介する。

2. サンプル作製および観察方法

2.1 サンプル

共同研究機関である日本メッキ工業（株）にて作製した。当該企業オリジナルの Fe めっき浴に 5g/L の ND を投入し、Al 製のテストピースの表面に複合めっきを行った。めっき厚さは約 20 μ m とした。めっき皮膜のビッカース硬さはおおよそ 400HV である。

2.2 観察用断面サンプル作製方法

FE-SEMによる観察を可能にするため、従来からの樹脂包埋の鏡面研磨に替わり、アルゴン

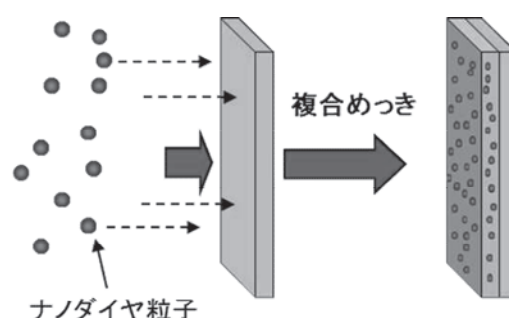


図1 複合分散めっき皮膜の模式図

イオンビームを使った試料断面作製手法を用いた。特殊なサンプルホルダーにサンプルをセットして精密小型試料研磨装置（IS-POLISHER, (株)池上精機製）にて鏡面研磨を行い、端面の平面出しを行った。その後、前述のサンプルホルダーをクロスセクションポリッシャー（CP: Cross Section Polisher, IB-19520 CCP（日本電子（株）製）によるアルゴンイオンビームエッチングを行い、観察に必要な断面を作製した。作製した断面観察用サンプルを低倍率で撮影した電

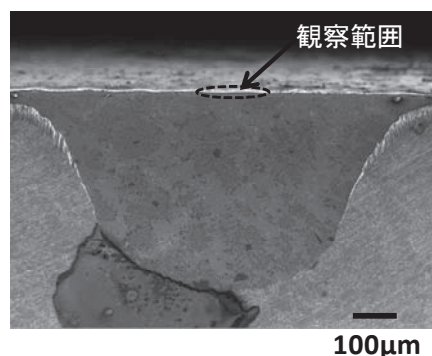


図2 断面観察用サンプル

* 素材応用技術支援センター

** 中越技術支援センター

*** 下越技術支援センター

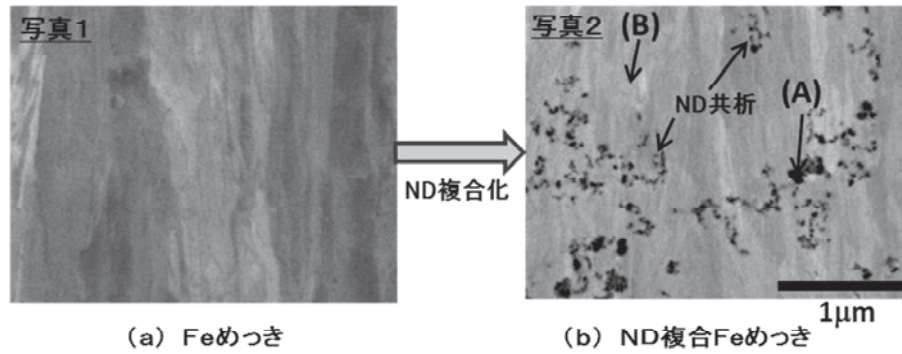


図3 ND複合化前後のFeめっき皮膜断面写真（反射電子像）

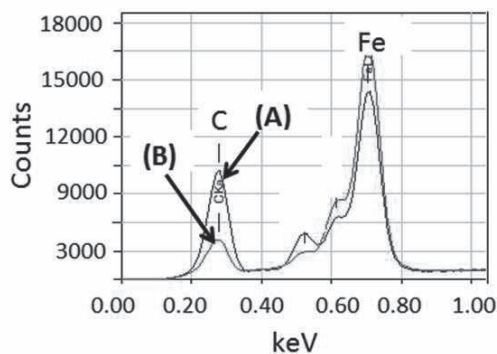


図4 EDS分析結果（図3(b)中の(A), (B)）

子顕微鏡像を図2に示す。作製した断面サンプルの上側端面の中央付近で表面に近い点線枠で囲まれた部分について、FE-SEM（JSM-7100F、日本電子（株）製）を用いて観察とEDS（Energy Dispersive X-ray Spectroscopy）分析を行った。

3. 観察結果

FE-SEMで観察・EDS分析した結果をそれぞれ図3と図4に示す。加速電圧は5kVとし、反射電子における組成像を20,000倍にて観察した。図3（b）の写真中には、図3（a）で観察されな

い細かな黒点が観察領域の全域に存在していることがわかった。

この黒点の任意点（図3(b)の点(A)）とFeめっき素地の任意点（図3(b)の点(B)）において、EDS点分析を行った。炭素Cの検出ピーク（エネルギー準位が0.3keV付近）を見ると、黒点部分である点(A)はめっき素地部分の点(B)に比べ、この部分のピークカウントレベルが高くなっている。このことから、この黒点はナノダイヤモンド（ND）であると考えられる。

図5は複合Feめっき皮膜を高倍率で観察した反射電子像を示し、図5(a)は50,000倍、図5(b)は100,000倍で観察したものである。

めっき皮膜が50,000倍では黒点であるND粒子が鮮明に観察された。100,000倍の観察で得られた像は、50,000倍で得た像に比べるとわずかに解像度は下がるが、皮膜内のND粒子の分布の様子を把握することができた。

この範囲で観察されているNDは単体ではなく、複数の粒子が集まった凝集体である。観察された凝集体のうち、最も小さいもので約20nm弱あった。大きさから判断して、この部分は3

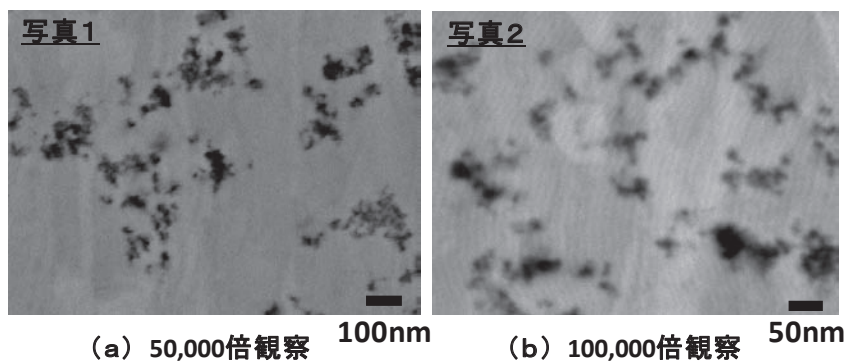


図5 ND複合Feめっき皮膜断面写真（反射電子像）

～4個のNDが凝集していると思われる。100,000倍の像ではこれよりも小さな黒点も観察されているが、像はやや不鮮明で有り、単独のND粒子であるか否かは不明であった。単独で存在する（単分散）粒子や単分散に近い凝集体を観察するには、さらに倍率を上げて観察する必要がある。引き続き、観察用試料の作製手法とFE-SEMの観察・分析条件の探索を行っていく。

4. 結 言

- (1) アルゴンイオンビームにより断面観察用試料を作製し、FE-SEMを用いることでNDめっき断面を100,000倍で観察できた。
 - (2) NDの皮膜中への分散の状況を詳細に把握するためには、さらに倍率を上げて観察する必要があり、適正な観察手法の確立に向け、探索を行っていく。
- なお、本研究は、平成29年度研究成果展開

事業研究成果最適展開支援プログラム（A-STEP）シーズ顕在化タイプにおいて、日本メッキ工業（株）、（株）小西鍍金、長岡技術科学大学と行った「ナノ粒子複合分散技術を用いた自己潤滑性摺動部品の開発」の研究成果の一部であり、（国研）科学技術振興機構（JST）の委託を受けて実施したものであることを付記する。

参考文献

- 1) 松原浩，“ナノ粒子の複合化による機能性めっき膜の創成”，精密工学会誌，Vol.78, No.12, 2012, p1049-1053.
- 2) 松原浩，三浦一真，工藤孝一，小西 統雄，“ナノ粒子複合めっきの夜明け～ナノダイヤモンド複合めっきの研究開発”，Electrochemistry，Vol.80, No.12，2012，p1006-1011.

複合樹脂の特性評価と樹脂のナノ複合化による 高機能性複合樹脂の開発

岡田 英樹* 櫻井 貴文* 笠原 勝次* 五十嵐 晃* 佐藤 健*
石井 治彦** 森田 渉** 磯部 錦平*** 永井 直人***

Evaluation of Properties of Nanocomposites Fabricated by High Shear Processing

OKADA Hideki*, SAKURAI Takafumi*, KASAHARA Katsuji*, IKARASHI Akira*, SATO Takeshi*
ISHII Haruhiko**, MORITA Wataru**, ISOBE Kohei*** and NAGAI Naoto***

1. 緒 言

自動車の軽量ボディ、水力・風力発電機の堅牢ギア、高い光透過性を持つ封止材など、高機能プラスチック部品が、将来の省エネルギーを実現するキーデバイスになると期待されている。しかし、分子構造設計による新しいプラスチック材料の開発は停滞しており、ここしばらくはほとんど誕生していない。そこで、既存のプラスチック材料をブレンドして新しい機能や目的の機能を付与したプラスチック材料の開発が進むようになってきた。しかしながら、プラスチック材料同士は簡単には混ざり合わず、ブレンドするためには相溶化剤を添加する、混合時に反応させるといった工夫が必要であった。

そのような中、2009年に(株)ニイガタマシンテクノが(国研)産業技術総合研究所と共同で開発した高せん断成形加工装置を発表し、相溶化剤を使用することなく、非相溶系ポリマーアロイの相溶化が可能になった¹⁾。この装置は、特殊な形状のスクリュューによって強いせん断をプラスチック材料に与えることで、ナノレベルまで分散、混合することが特徴である。さらに、

プラスチック材料同士だけではなく、プラスチック材料に金属やガラス、セラミックスといった無機材料なども分散・混合することができる可能性がある。ただし、この装置の原理を開発した清水氏は、非平衡状態下で非相溶系ポリマーアロイの相溶化がなぜ起こるのかということと、この方法で作製された微細構造はなぜ緩和しないのか、については理論的にわかっていないため、その解明が必要であるとしている²⁾。

そこで、(公財)にいがた産業創造機構の市場開拓技術構築事業の一環として、高せん断成形加工装置による混合や分散のメカニズムを解明し、特性向上を目指した「新材料」の開発を目指した。開発した新材料の用途として、当面は材料の量が少なくても高い付加価値を付与でき、最終製品としての特性評価が可能な歯科材料の開発を行った。また、高せん断加工によるナノ分散のメカニズム解明のため、高せん断加工が材料特性に及ぼす影響について検討した。

ここでは本事業で得られた知見の一部であるポリカーボネート(以下PC)と微粒子シリカ(以下SiO₂)のブレンドについて報告する。

2. 結 果

2.1 実験方法

PCにSiO₂を重量比で10%ブレンドした。な

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

*** 県央技術支援センター

お、PC はブレンド前に真空乾燥機で 80℃、4h 以上乾燥させ、SiO₂ は 900℃で 3h 以上強熱したものを使用した。

高せん断加工は高せん断成形加工装置 NHSS8-28 ((株) ニイガタマシンテクノ製) を使用した。加工条件として、高せん断スクリーンの回転数を 500~2500rpm、高せん断を付与する時間を 10 秒とした。

加工した材料の評価は、マルテンス硬さ HM と破断面観察による SiO₂ の分散状態評価によって行った。HM の測定は微小硬さ試験機 PICODENTOR HM500 ((株) フィッシャー・インストルメンツ製) を用い、押込み荷重 100mN、荷重負荷時間 20s、保持時間 5s、除荷時間 20s で測定した。破断面観察は、電界放出形走査電子顕微鏡 JSM-6330F (日本電子(株) 製) を用いた。

2.2 実験結果

図 1 にサンプルの外観を示す。PC 単体を同条件で高せん断加工した場合、回転数が 1500rpm を超えたあたりから着色が目立つようになるが、

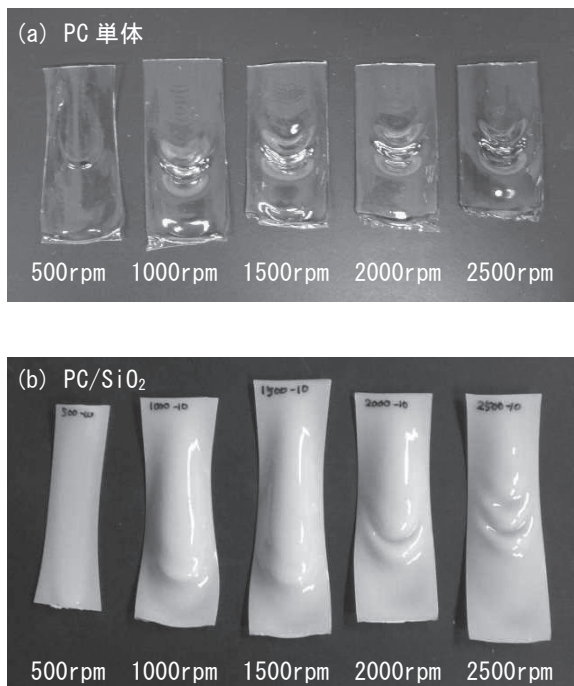


図 1 サンプルの外観

PC と SiO₂ のブレンド材では、着色はほとんど確認することができなかった。

図 2 に HM の測定結果を示す。未添加の PC に比べて、SiO₂ を添加したものは HM が高くなった。また、わずかではあるものの回転数が高くなるとともに HM は上昇した。

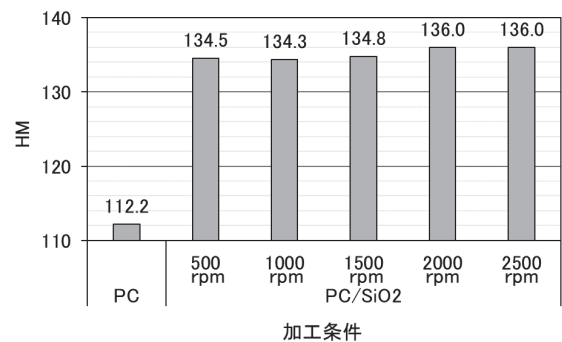


図 2 HM に及ぼす高せん断加工の影響

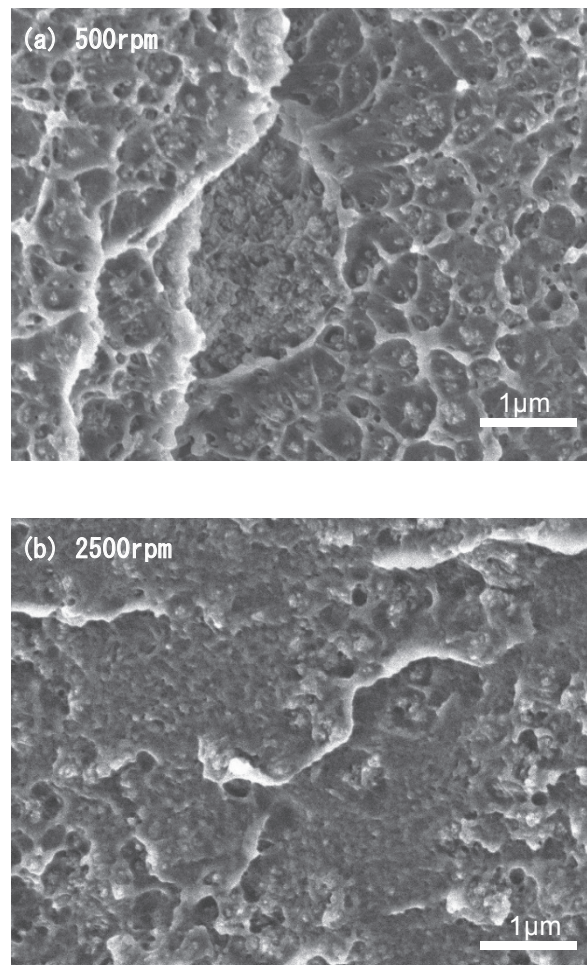


図 3 破断面観察結果

図 3 に高せん断加工の回転数が 500rpm と 2500rpm で加工した材料の破断面の観察結果を示す。500rpm では、数 μm の二次粒子や一次粒子が数個凝集したものが多くみられるのに対し、2500rpm では一次粒子まで解砕している粒子が多数みられ、凝集した粒子はほとんど確認されなかった。 SiO_2 は、高せん断加工によって一次粒子まで解砕され、ナノレベルまで分散させることができた。この分散状態の変化によって HM が上昇したものと考えられる。

ナノサイズのフィラーは、少量で大きな効果が得られること、新規物質を開発する必要がないことなどのメリットがある一方で、粒子の凝集力が強いと、効率的に分散させる方法や安定化に課題がある。高せん断加工は、ナノサイズのフィラー分散技術として有望であることが確認された。

3. 結 言

(1) 高せん断成形加工装置を活用した新材料

開発を行うため、歯科材料の開発を進めながら高せん断加工のノウハウとナノ分散化したプラスチック材料の評価技術を蓄積した。

- (2) ここでは、PC と SiO_2 のブレンドの結果について報告した。高せん断加工によって SiO_2 が高分散化し、HM が高くなったことが確認された。
- (3) 今後は電子材料や自動車用材料など高せん断加工を応用した新材料開発を進める。

参考文献

- 1) (株) ニイガタマシンテクノ, 高せん断技術情報 <http://n-mtec.com/publics/index/84/> (2018 年 2 月 21 日)
- 2) 清水博, Yongjin LI, “高せん断成形加工技術により創製した新規ナノコンポジットの構造と物性”, 高分子論文集, Vol. 71, No. 3, 2013, pp. 69-88.

フェロモントラップと画像解析技術を組み合わせた 斑点米カメムシの自動モニタリングシステムの開発

小林 豊* 岩田 大介** 石本 万寿広**

Development of an Automatic Monitoring System for Bugs Causing Pecky Rice Using Pheromone Trap and Image Analysis

KOBAYASHI Yutaka*, IWATA Daisuke**, and ISHIMOTO Masuhiro**

1. 緒 言

近年、ICT（Information and Communication Technology）技術が発達し工業分野以外でも盛んに用いられるようになってきている。特に高齢化や人手不足が深刻になっている農業分野で盛んに研究が行われている¹⁾。本研究では水稻の重要害虫として知られる斑点米カメムシの計数自動化を目的として、画像解析と ICT 技術を組み合わせた自動モニタリングシステムを開発して現状の課題解決について検討を行った。

2. 斑点米カメムシについて

斑点米カメムシ（以後、カメムシと表記する）は稲穂を吸汁して斑点米を発生させる重要害虫であり、斑点米の発生を合理的に防ぐにはカメムシの発生量をモニタリングして防除要否などを判断することが重要である²⁾。しかしながら、現行のモニタリング方法は調査員が頻繁に調査水田に出かける必要があり、カメムシの計数にも経験と時間を要するため、より簡便な方法が求められている。

3. フェロモントラップの設計

フェロモンで対象昆虫を誘引、捕獲する装置をフェロモントラップという。本研究ではフェ

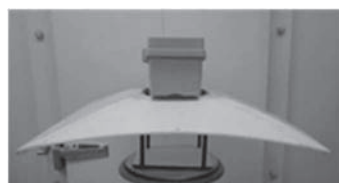


図1 トラップの外観



図2 カメラ
とコンピ
ュータ

ロモントラップでカメムシを誘引し、撮影板上に滞留している個体を一定時間間隔で撮影・解析することで誘引数を自動計数するシステムについて検討を行った。図1に開発したフェロモントラップの外観を示す。撮影板の上部に直射日光や雨を防ぐ屋根があり、屋根の上部に撮影用のカメラ（ロジクール C920r）、制御・解析用のコンピュータ（Raspberry Pi）が設置されている。図2に設置したカメラとコンピュータを示す。またフェロモン剤は屋根の内側に固定した。

4. 撮影時間帯の検討

モニタリングを効率良く行うためにはカメムシが多く誘引される時間帯を知ることが重要である。そこで、時間帯による誘引数の違いを調べた結果を図3に示す。対象のカメムシは水稻の害虫として知られるアカヒゲホソミドリカスミカメ（アカヒゲ）、アカスジカスミカメ（アカスジ）の2種類とした。2016年5月

* 中越技術支援センター

** 農業総合研究所作物研究センター

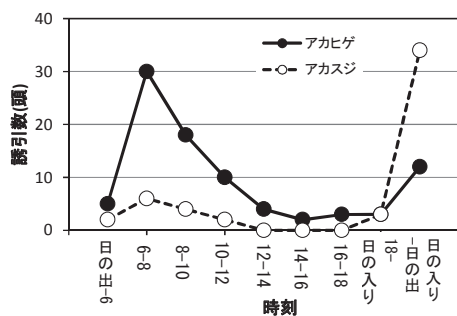


図3 時間帯別のアカヒゲ、アカスジの誘引数

20～30日に、一般的に使用されている粘着式トラップ（それぞれのカメムシのフェロモン剤を併用）を雑草地に設置し、2時間毎（日の入から日の出までは連続）に誘引された数を計数した。結果としてアカヒゲは早朝に多く誘引され、アカスジは夜間に多く誘引されることが分かった。また、水田においても同様の実験を行い、アカヒゲについては早朝だけでなく日中も多く誘引されることが分かった。この結果からモニタリングは日中自然光で撮影が行える時間帯とし、この時間帯に多く誘引されるアカヒゲを対象とすることとした。

5. 画像撮影・識別

5.1 画像撮影

開発したトラップを使って画像撮影を行った。表1に主な撮影条件を示す。カメムシが発生する水田、雑草地にトラップを設置して日の出から日の入りまでの時間帯におよそ40秒間隔で撮影を行った。また、システムの動作確認のためにあらかじめ用意したカメムシを室内で撮影する実験を同時に行った。結果として、屋外での撮影では小雨、弱い風は影響が小さく、正常に撮影することができた。一方、早朝や日の入り前は撮影板の一部に直射日光が当たり、明るさの急激な変化によりカメラの自動露出補正が対応しきれずに適正露出が得られない画像が認められた。また、インターバル撮影時に同一の個体が重複して写るため、実際の誘引

表1 主な撮影条件

撮影画素数	2304×1536 ピクセル
撮影間隔	約40秒
撮影照明	自然光、蛍光灯
撮影場所	水田、雑草地、室内

数よりも多いカウント数になることが確認された。

5.2 識別

撮影した画像を使ってアカヒゲを識別するアルゴリズムを開発した。おもな手順を下記に示す。

- ①画像撮影
- ②明るさ補正
- ③撮影面以外をマスク
- ④識別1
 - ・被写体の輪郭を抽出して形状と面積で予備識別
- ⑤識別2
 - ・予備識別で識別した領域の色値(RGB値のG値)から昆虫の種類を識別

図4に撮影した画像、図5にマスク画像、図6に予備識別により輪郭抽出したアカヒゲの拡大画像を示す。また、図7にアカヒゲ276枚、アカスジ22枚、他種昆虫124枚の画像を識別2により識別したときの色値の度数分布を示す。グラフから215付近をしきい値とすることでアカヒゲを識別可能であることが分かる。

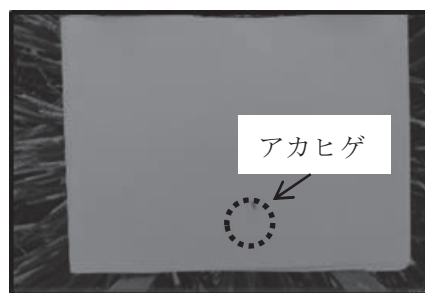


図4 撮影した画像

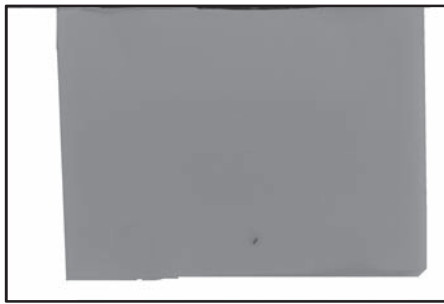


図5 マスク画像

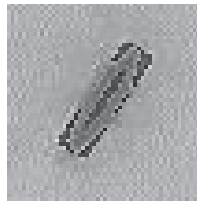


図6 抽出したアカヒゲの輪郭拡大画像

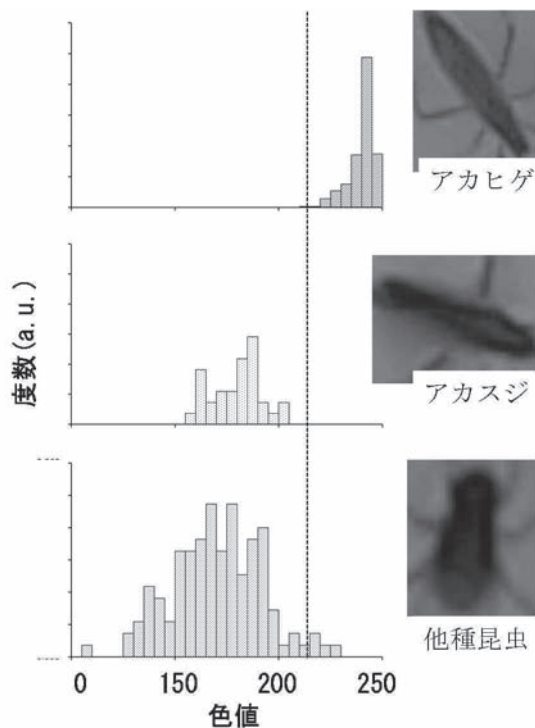


図7 アカヒゲ，アカスジ，他種昆虫の色値の度数分布

5.3 識別結果の検討

アカヒゲが写っている画像 411 枚およびアカヒゲが写っていない画像 19870 枚について開発

したアルゴリズムで識別を行い精度の検討を行った。アカヒゲが写っていない画像には他種昆虫，汚れ・シミ，影などが写っている。表 2 にアカヒゲが写っている画像の識別結果，表 3 にアカヒゲが写っていない画像の識別結果を示す。アカヒゲが写っている画像は 401 枚を正しく識別することができた。識別できなかったのはマスクで個体が部分的に隠されたことが原因であった。また，マスクで完全に隠れている個体については結果に含んでいない。図 8 にマスクで部分的に隠れた個体の画像の例を示す。アカヒゲが写っていない画像については 115 枚をアカヒゲと誤識別する結果となった。誤識別の内訳は他の虫 (20 枚)，汚れ・シミ (73

表2 アカヒゲが写っている画像の識別結果

評価した画像枚数	411 枚
正しくアカヒゲと識別した枚数	401 枚 (識別率 98%)

表3 アカヒゲが写っていない画像の識別結果

評価した画像枚数	19870 枚
誤ってアカヒゲと識別した枚数	115 枚 (誤識別率 0.6%)

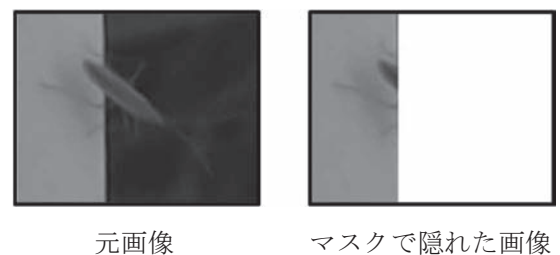


図8 マスクで部分的に隠れた個体の画像

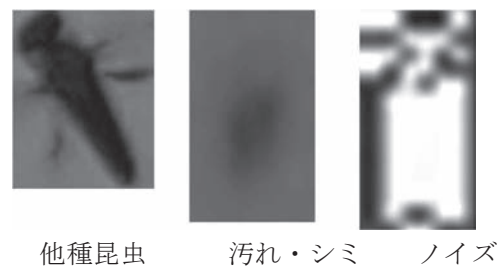


図9 アカヒゲと誤識別した画像

枚), 解析時のノイズ (22 枚) であった。図 9 に誤識別した画像の例を示す。この結果から開発したアルゴリズムを使用することで高い確率でアカヒゲを識別可能であることが確認できた。今後は現行トラップとの精度比較などを行って実用化への検討を行う必要があると考える。

6. 結 言

- (1) 水稻の重要害虫である斑点米カメムシの計数自動化について検討を行い、アカヒゲホソミドリカスミカメを対象とした自動モニタリングシステムを開発した
- (2) インターバル撮影した画像を使い形状、

面積、色値から斑点米カメムシを高い確率で正しく識別できることを確認した。

- (3) 実用化に向けてさらなる精度向上, 長時間稼働のできる電源供給方法の検討, アカスジカスミカメを対象とした夜間モニタリングシステムの開発などを検討する必要があると考える。

参考文献

- 1) 総務省, ” 農業における ICT 活用事例”, 情報通信白書平成 26 年版
- 2) 樋口博也, ” 斑点米被害を引き起こすカスミカメムシ類の生態と管理技術”, 日本応用動物昆虫学会誌, 54(4), 2010, pp171-188

LP ガス用圧力調整器用部品の流動解析

本田 崇*

CAE Mold Flow Analysis about the Parts for Liquid Propane Gas Pressure Regulator

HONDA Takashi*

1. 緒 言

樹脂製の LP ガス用圧力調整器用部品には、内部のジョイント部にてガスのリークが起らないよう、良好な充填性が求められている。図 1 に本研究で対象とする部品の形状を示す。

良好な充填性を得るには、ゲートの位置・形状など、成形条件の検討が必要となる。ただし、成形中の樹脂の流動は観察することができず、また、このような複雑な形状の部品に対して成形時の流れの予測は困難であり、詳細な充填の評価を行うのは難しい。そこで本研究では、コンピュータシミュレーションにより成形時の樹脂流動の評価を行った。

2. ゲート形状の検討

本研究では良好な充填性を目的として、図 1 の部品に対してゲート形状を変更して流動性の評価を行った。検討したゲート形状は、(a)ピンゲート、(b)サイドゲートおよび(c)ピンゲートとサイドゲートを組み合わせたゲート（以下複合ゲート）の 3 種類である。図 2 に検討した各ゲート形状の計算モデルを示す。シミュレーションには、MoldFlow, Inc 製樹脂流動解析ソ

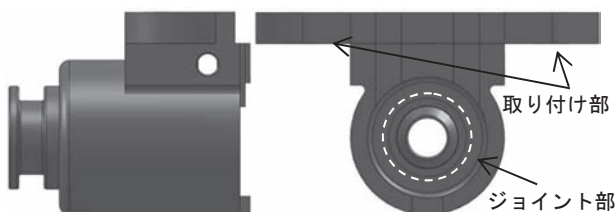


図 1 製品形状（左：側面、右：背面）

* 下越技術支援センター

フトウェア MoldFlow Plastic Adviser を用いた。

3. 計算条件

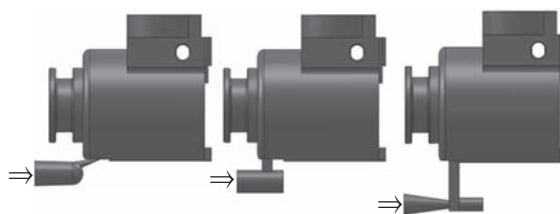
主な成形条件を表 1 に示す。

4. 計算結果

計算結果から、充填中における射出形状、フローフロント温度、圧力損失および充填確実性をもとに流動性の評価を行った。

4.1 充填中における射出形状

MoldFlow Plastic Adviser では、設定した射出時間に依らず、樹脂が充填可能な状態である限り成形のシミュレーションを実施するため、設定した射出時間である 6 秒以降の結果についても計算される。サイドゲートの充填終了時間である 6.4 秒時点において、各ゲート形状の成形



(a) ピンゲート (b) サイドゲート (c) 複合ゲート
図 2 作成したゲート形状（図中の⇒）

表 1 成形条件

項目	設定
製品材質	ジュラコン M90-44
素材温度	180℃
金型温度	55℃
射出圧力	10MPa

途中における充填の様子を図 3 に示す。表示の色は成形品の各位置に到達した時間を示しており、図中の破線の丸は未充填部であることを示す。

成形の前半ではゲート形状による差はほとんど見られない。ただし、成形後半において、サイドゲートはジョイント部や取り付け部（図 1 参照）に最も速く到達することが確認できる。また、サイドゲートの充填終了時には、ピンゲートおよび複合ゲートでは内径の縁近傍に未充填の領域があることが確認できる。

表 2 に充填終了時間を示す。充填終了時間の比較からもサイドゲートが最も流動性がよく、次いでピンゲート、そして最も流動性が悪いのが複合ゲートであるといえる。

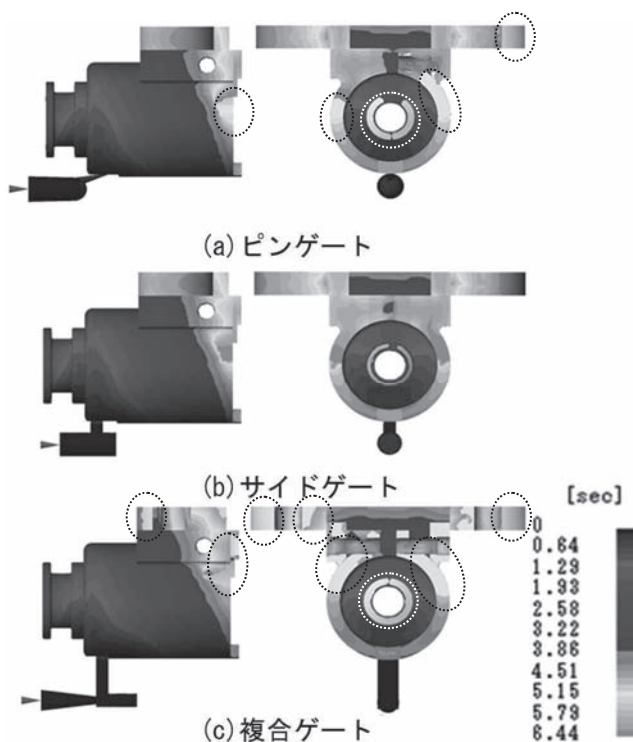


図 3 成形中における充填の様子
(左：側面、右：背面)

表 2 充填終了時間

ゲート 形状	ピン ゲート	サイド ゲート	複合 ゲート
充填終了時間 (秒)	6.8	6.4	8.5

4.2 フローフロント温度

フローフロント温度とは成形品の各位置に樹脂が到達した時の温度である。図 4 に各ゲート形状の成形におけるフローフロント温度を示す。

すべての結果においてゲート付近の温度は高く、離れた位置では温度は低くなっており、ゲート形状による大きな温度分布の差は見られない。ここで、内径のジョイント部は比較的ゲートに近い位置であるが、樹脂の到達が遅く、フローフロント温度の低下が大きいことがわかる。ただし、ジョイント部のフローフロント温度についてもゲート形状による違いは見られなかった。

4.3 圧力損失

圧力損失とは成形品の各位置に樹脂が到達したときの射出圧力の低下量を示す。図 5 に各ゲート形状における成形時の圧力損失を示す。

サイドゲートは樹脂が流動する際の圧力損失が最も少なく、ジョイント部で約 8MPa の低下となっている。これに対して、ピンゲートおよ

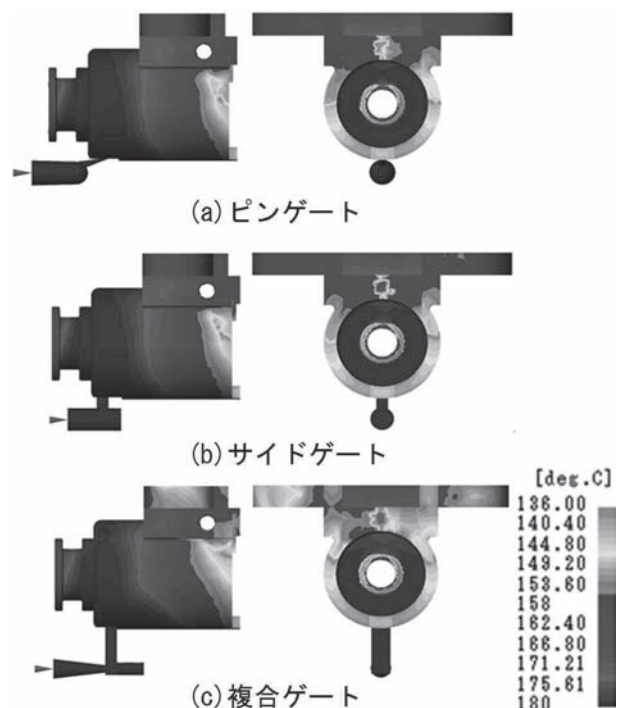


図 4 フローフロント温度
(左：側面、右：背面)

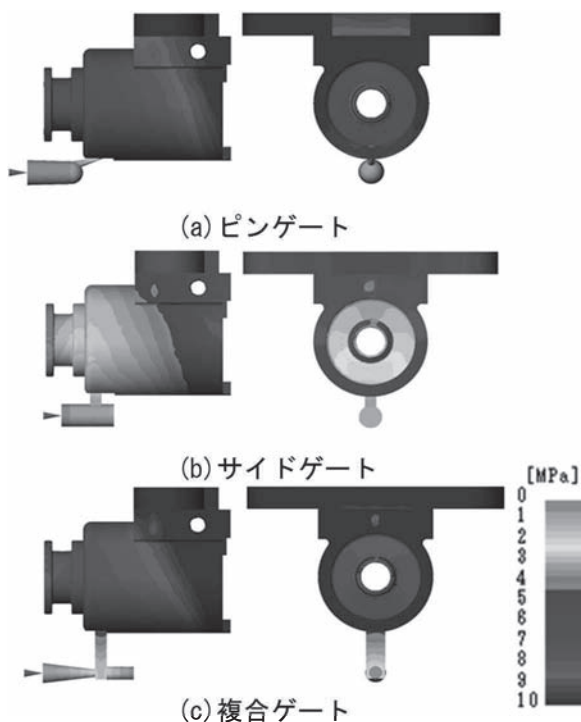


図5 成形時の圧力損失
(左：側面、右：背面)

び複合ゲートの場合、ジョイント部で 10MPa の損失となる。これは設定した射出圧力がすべて失われている結果であることから、サイドゲートに比べて流動性が低いと考えられる。

4.4 充填確実性

充填確実性とは設定した射出時間における樹脂流動の先端位置と圧力損失の大きさを目安に充填の評価を行うものである。図6に各ゲート形状で成形したときの充填確実性を示す。

充填確実性の評価からも、サイドゲート、ピンゲート、複合ゲートの順に流動性が良いことが確認できる。ただし、ジョイント部に関しては、本研究にて設定した射出時間内にいずれの

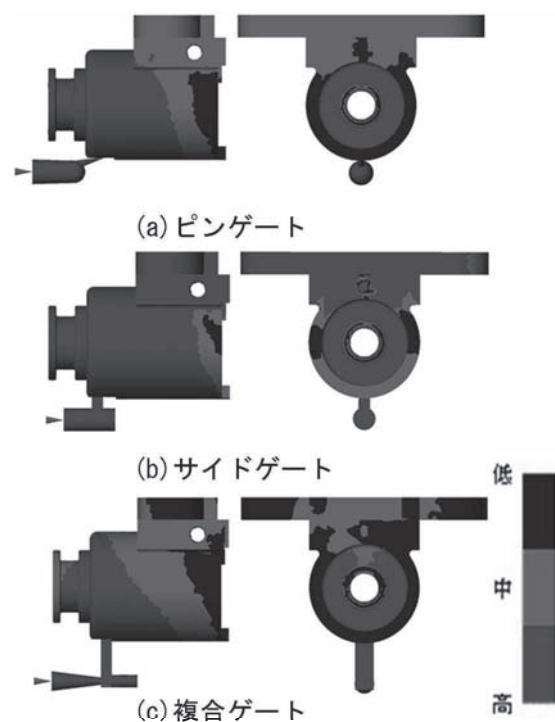


図6 充填確実性
(左：側面、右：背面)

ゲート形状でも樹脂が到達できなかったため、全ての形状で充填確実性は低い評価となった。

5. 結 言

樹脂製の LP ガス用圧力調整器用部品を対象に、ゲート形状を変更したときの流動性をシミュレーションにより評価して、以下の知見を得た。

- (1) 樹脂の流動性については、サイドゲート、ピンゲート、複合ゲートの順に良いことが確認できた。
- (2) ゲート形状に依らず、内径部のジョイント部への流動性は低い。流動性の低い原因は射出圧力の損失であると考えられる。

エアロゾルデポジション法によるアルミナ膜の作製（第2報）

渡邊 亮* 笹川 博央* 石井 治彦* 白川 正登* 諸橋 春夫* 幸田 貴司**

Fabrication of Al₂O₃ Film Using Aerosol Deposition Method, 2nd. Ed.

WATANABE Ryo*, SASAGAWA Hiroo*, ISHII Haruhiko*,
SHIRAKAWA Masato*, MOROHASHI Haruo* and KODA Takashi**

1. 緒 言

エアロゾルデポジション法（以下AD法）は、乾燥した微粉末をガスと混合してエアロゾル化し、常温で基材に高速で衝突させ、緻密で高密度な膜を形成する技術である。微粉末と基材の組み合わせは、微粉末側は金属またはセラミックス、基材側は金属、セラミックス、ガラス、プラスチックなどで、様々な組み合わせが適用可能である¹⁾。

AD法は溶射技術などの従来のコーティング技術の課題を克服する可能性があるため、新たな表面処理技術として県内企業に導入が見込まれる。そのため、（国研）産業技術総合研究所の協力によりAD法装置を導入し、技術指導を受け、昨年度から継続²⁾して実験を行った。

2. 成膜実験

図1に示すAD法装置を用い、事前に所定の温度（600, 800, 900, 1000℃）で熱処理した原料のアルミナ粉末で表1の条件で金属基材の表面に成膜を行った。

3. 結果

成膜したサンプルについて表2に示す機器で基材と膜の段差から膜厚を評価し、膜厚2μm以上のサンプルについては硬さも評価した。原料のアルミナ粉末の処理温度と膜の硬さの関係を図2に示す。文献³⁾と同様に、原料であるアルミナ粉末の熱処理温度を上昇させると、膜の硬

さが上昇する傾向があった。昨年度に成膜した膜²⁾と比較すると、より硬い膜が得られた。ま

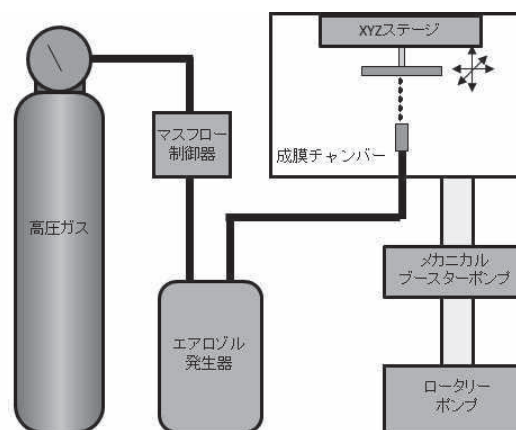


図1 装置概略図

表1 成膜条件

成膜温度	室温
搬送ガス種	N ₂
ノズル孔サイズ(mm ²)	10×0.8
基材ーノズル間距離(mm)	10
ノズル掃引速度(m/s)	4
成膜面積(mm ²)	10×10

表2 評価に使用した機器

機器名	評価項目
(株)東京精密製粗さ測定器サーフコム5000DX	膜厚, 表面粗さ（算術平均粗さ Ra）
(株)フィッシャー・インスツルメンツ製ピコデントー HM500	硬さ（マルテンズ硬さ HM）

* 下越技術支援センター

** 企画管理室

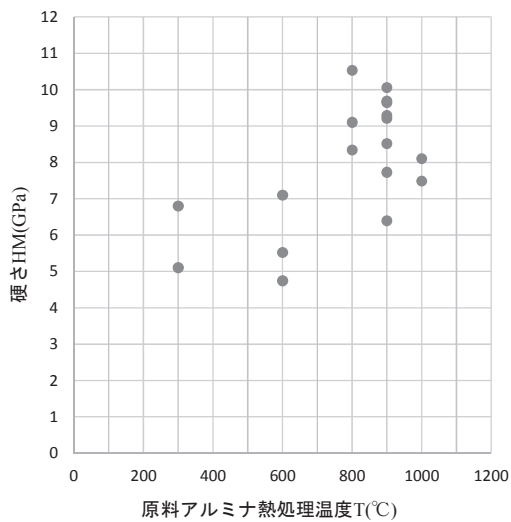


図2 原料アルミナ粉末の熱処理と硬さの関係

た，原料のアルミナ粉末を 900℃で熱処理して成膜した膜について表面粗さを評価すると Ra 0.02～0.07μm であり，昨年度の膜と比較し，より表面粗さの小さい膜を得ることができた。

4. 結 言

- (1) 原料アルミナ粉末に熱処理を行うことで，より硬い膜が得られる傾向があった。
- (2) 昨年度成膜した膜に比べて，より硬くて表面粗さの小さいアルミナ膜を得ることができた。

参考文献

- 1) 明渡純，エアロゾルデポジション法の基礎から応用まで-常温衝撃固化現象による新規セラミックスコーティング技術のすべて-，シーエムシー出版，2008，pp. 1-5.
- 2) 渡邊，近，内藤，白川，石井，幸田，“エアロゾルデポジション法によるアルミナ膜の製作”，工業技術報告書，No.46, 2017, pp.67-68.
- 3) 明渡純，エアロゾルデポジション法の基礎から応用まで-常温衝撃固化現象による新規セラミックスコーティング技術のすべて-，シーエムシー出版，2008，pp. 28-31.

鑄鉄の組織と蛍光 X 線強度の検討

毛利 敦雄* 林 成実* 桑原 理絵*

Investigation of Cast Iron Structure and Fluorescence X-Ray Intensity

MOURI Atsuo*, HAYASHI Narumi* and KUWAHARA Rie*

1. 緒 言

鑄鉄の蛍光 X 線分析では、けい素 (Si) マグネシウム (Mg) などの蛍光 X 線強度が、組織の違いにより異なる事例が報告されている^{1) 2) 3)}。本研究では、球状黒鉛鑄鉄 (以下 FCD) の正常組織、白鉄組織と球状化剤について走査型電子顕微鏡分析を行い、Mg の蛍光 X 線強度の違いについて検討を行った。

2. 実験

2.1 蛍光 X 線分析

蛍光 X 線分析装置はブルカー・エイエックスエス (株) 製 S8 TIGER 4kW を使用した。Rh 管球を備えた波長分散型の装置である。

2.2 評価

金属顕微鏡と走査型電子顕微鏡 (SEM/EDS) で評価を行った。使用した金属顕微鏡はオリンパス光学工業 (株) 製 BX-60M-53MB, 走査型電子顕微鏡は日本電子 (株) 製 JSM-6060A である。

2.3 試料

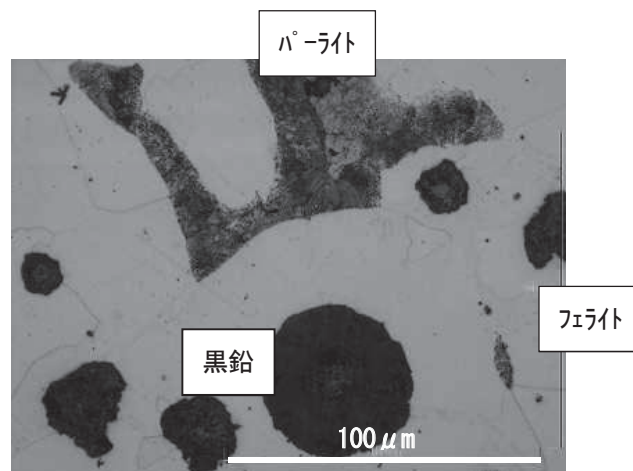
測定した球状黒鉛鑄鉄の成分を表 1 に、500 倍金属顕微鏡写真を図 1 に示す。FCD 正常は企業より依頼試験で当所に持ち込まれた試料で、成分は炭素硫黄分析 (C, S), 湿式分析 (Si, Mn, P), ICP 発光分光分析 (Cr, Cu, Mg) により求めた⁴⁾。FCD 白鉄は市販の機器分析用標準試料を使い、成分は添付成分表より引用した。

* 中越技術支援センター

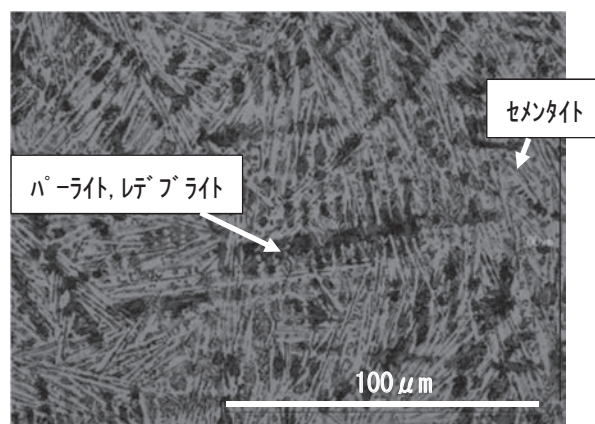
FCD 正常はフェライト, パーライトの鉄素地中

表 1 試料成分 (%)

試料	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mg
FCD 正常	3.67	2.54	0.31	0.030	0.011	0.025	0.061	0.043
FCD 白鉄	3.42	2.98	0.54	0.014	0.002	---	0.04	0.054



FCD 正常 (×500)



FCD 白鉄 (×500)

図 1 金属顕微鏡写真

に黒鉛が分散する正常組織で、FCD 白銑は白色針状のセメントイトと黒色樹状のパーライト、レデブライต์が混在する組織である。白銑は鑄鉄溶湯を急冷すると現れる組織で、正常組織に比べエネルギー的に不安定な準安定状態である。

2.4 結果と考察

2.4.1 球状化剤の電子顕微鏡分析結果

FCD 正常に使用した球状化剤を入手して、走査型電子顕微鏡による観察と分析を行った。球状化剤メーカーの分析値を表 2 に、球状化剤の SEM 写真と EDS 分析結果例を図 2 に示す。球状化剤には Mg の他に、Ca, Al, Ce, La (後者 2 成分は併せて RE と標記) が添加されており、マトリックスであるフェロシリコン (FeSi) 中に MgSi 相、MgAlSiCa 相、SiCaCeLa 相が金属間化合物として分散していることがわかった。図 2 のチャートは MgAlSiCa 相の分析例である。

2.4.2 FCD の電子顕微鏡分析結果

球状黒鉛鑄鉄における Mg の分布状況を明らかにするため、FCD 正常と FCD 白銑について、走査型電子顕微鏡による観察と分析を行った。

FCD 正常についての点分析測定例を図 3 に示す。FCD 正常の黒鉛中央部に径数 μm 程度の Mg 含有粒子が、フェライト、パーライト中に同様に径数 μm 程度の粒子と、フェライト中には径数 μm 程度

の空孔が分散している状況が確認された。これら鉄素地の粒子からはかなりの頻度で Mg が検出された。また、空孔からは Mg が検出される例も確認された。図 3 に黒鉛、フェライト中の Mg 含有粒子とフェライト中 Mg 含有空孔の測定例を示す。図 3 の Mg 含有粒子は、MgAlSi を含む球状化剤由来の粒子である。Mg 含有粒子は MgAlSi 型以外にも、MgSiS, MgAlS, MgSiP, MgO, MgP 型の粒子が、また Ca, Ce, La を含む粒子も観察された。なお、Mg 含有空孔と粒子は区分されるものではなく、空孔と粒子が共存するものなど、中間的な形態も認められた。

FCD 白銑においては、Sb (球状化剤由来と推察される) を含む MgSiSb 型の粒子を確認した。

FCD 正常と FCD 白銑において、Mg 含有粒子と空孔以外のブランク部において点分析、エリア分析を行った。これらのブランク部では黒鉛、鉄素地ともに Mg のピークは認められず、ブランク部では Mg の存在は確認されなかった。

2.4.3 電子顕微鏡分析結果の考察

FCD の製造工程においては、球状化剤をあらかじめ取鍋にセットしておいて、溶解した鑄鉄を注

表 2 FCD 正常 球状化剤成分 (%)

成分	Si	Mg	Ca	RE	Al	Fe
球状化剤	45.18	4.66	2.18	2.02	0.96	bal

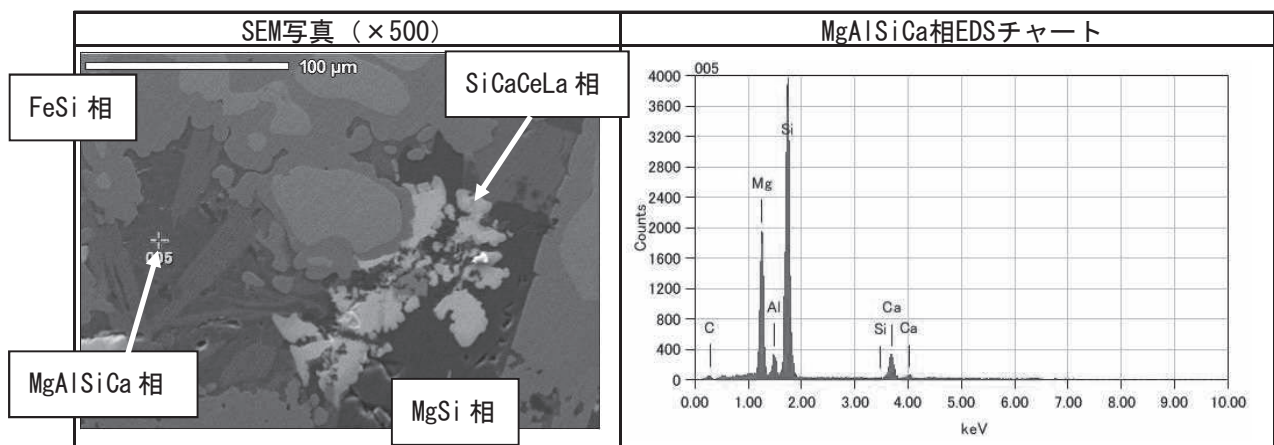


図 2 FCD 正常 球状化剤 SEM/EDS 分析例

ぎ、球状化剤を溶湯中に均一に分散させることにより球状化処理を行う。

黒鉛が球状化するメカニズムについては、諸説が提唱されているが定説は定まっていない。このうち、核説は黒鉛中に Mg, Si, O, S などからなる異種の核が存在するというもの、気泡説は球状化剤中の Mg が溶湯中で気泡を形成し、黒鉛が気泡表面から中心に向けて C 軸方向に成長するというものである^{5) 6)}。

走査型電子顕微鏡分析結果からは、FCD 正常中に分散する Mg 含有粒子は、球状化剤に由来する粒子 (MgAlSi) と、MgO, MgS など反応性の高い元素と反応した粒子が存在していること、また空孔には一部 Mg が含まれることがわかった。これは気泡説を援用すると次のように説明できる。溶湯中に分散した球状化剤は徐々に分解し、Mg が気化して気泡が生成し、球状黒鉛が成長する。Mg は他元素と反応して消費されつつ、一部は微

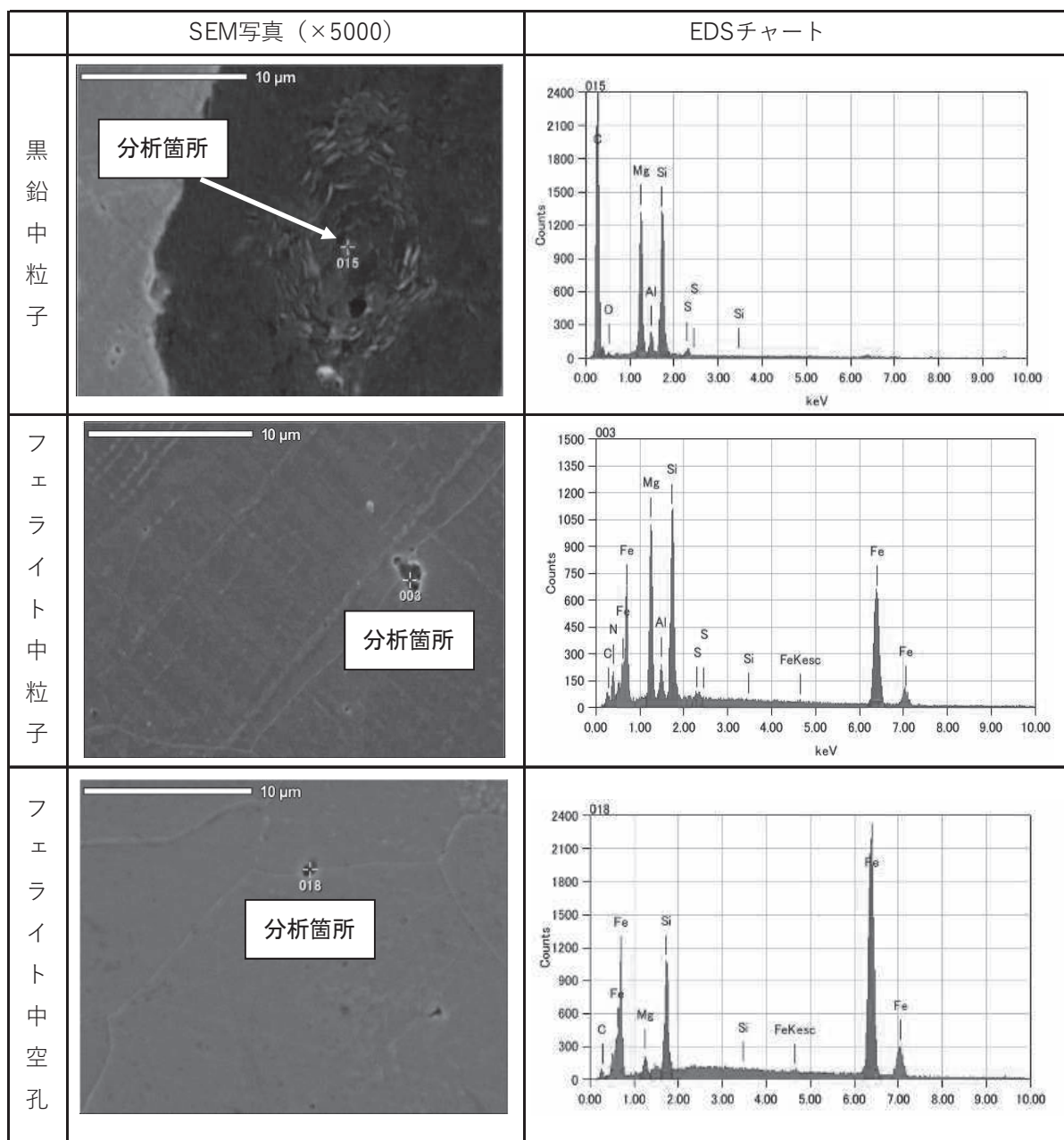


図3 FCD 正常 SEM/EDS 分析例

細な空孔として残り，固体として凝結する。

Mg の鉄素地への固溶の可能性については，Mg-Fe 状態図⁷⁾によると，Mg と Fe は金属間化合物を作らず，Fe への Mg 固溶量は温度が下がるほど小さくて 600℃以下ではほぼ 0 になる。これと分析結果より，Mg 気泡から鉄素地への拡散は無視して良く，Mg は Mg 含有粒子，Mg 含有空孔に存在して，それ以外では無視して差し支えないものと思われる。

2.4.4 Mg 検量線の考察

Rh ターゲットの X 線管球から鉄に X 線が照射される場合，RhK α 線が 1/100 に減衰する深さ（侵入する深さ）は 230 μm^2 である。表 3 に MgK α 線が Fe（鉄素地）C（黒鉛）で，90%吸収される厚さの計算結果⁸⁾を示す。これより，管球からの X 線は鋳鉄に 200 μm 程度侵入し，この層に含まれる Mg は励起されて MgK α 線が放出されるが，MgK α 線が FCD から外に出てくる深さは，黒鉛からは 7.5 μm ，鉄素地では 0.6 μm 程度であり，両者の透過厚に差があることがわかる。

FCD 正常と FCD 白鉄の Mg 検量線を図 4 に示す³⁾。両者は MgK α 線強度，傾きが異なっている。この理由は，MgK α 線の透過厚が大きい黒鉛を含む正常組織のほうが，白鉄組織よりも MgK α 線強度が高くなるためと思われる。

3. 結 言

- (1) 球状黒鉛鋳鉄正常組織の黒鉛中と鉄素地中に径数 μm 程度の Mg 含有粒子と，フェライト中に Mg 含有空孔の存在を確認した。白鉄組織の鉄素地においても Mg 含有粒子の存在を確認した。それ以外の領域では Mg の存在は確認されなかった。
- (2) Mg 含有粒子は球状化剤由来と，O，S などの元素との反応物であることを確認した。
- (3) 正常組織と白鉄組織で Mg 検量線の傾きが異なる原因は，MgK α 線の透過厚が鉄素地よりも黒鉛で大きいいため，正常組織の黒鉛からの MgK α 線の寄与が大きいためと考えられる。

表 3 MgK α 線の 90%吸収厚

媒体	媒体密度 (g/cm ³)	蛍光X線	90%吸収厚 (μm)
Fe	7.86	MgK α 線 (1.253keV)	0.6
C	2.25	MgK α 線 (1.253keV)	7.5

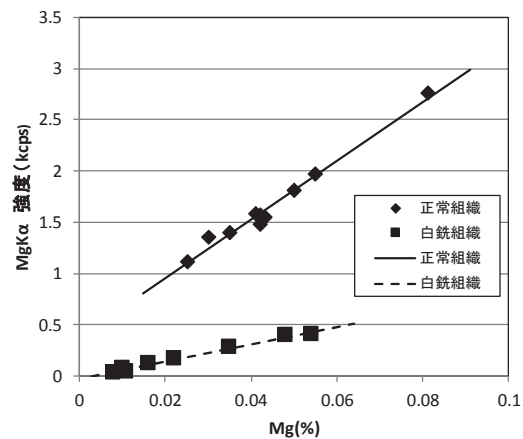


図 4 Mg 検量線

参考文献

- 1) 村松哲夫ら，“銑鉄のけい光X線分析と発光分光分析の比較研究”，鉄と鋼，vol.58，No.14，1972，pp.2014-2059.
- 2) 毛利敦雄，“鋳鉄の組織と蛍光X線分析定量値の検討”，工業技術研究報告書，No.43，2014，pp.48-50.
- 3) 毛利敦雄，H25 年度小規模研究報告書“蛍光 X 線分析装置の性能把握-鋳鉄の組織と定量値の検討”，2013.
- 4) JIS G1212，JIS G1213，JIS G1214，JIS G1258
- 5) 中江秀雄監修，“新版鋳鉄の材質”，（公社）日本鋳造工学会，2012，pp.20-21.
- 6) （社）日本鋳造工学会編，“鋳造工学便覧”，丸善（株），2002，pp.236-238.
- 7) <https://astamuse.com/ja/drawing/JP/2014/164/901/A/000010.png>
- 8) ブルカーエイエックスエス，S8TIGER，吸収係数計算ソフトウェア

毛繊維への機能性付与に関する研究

渋谷 恵太* 古畑 雅弘* 橋詰 史則*

Study on Adding Function to the Wool Fiber

SHIBUYA Keita*, FURUHATA Masahiro* and HASHIZUME Fuminori*

1. 緒 言

羊毛をはじめとする毛繊維は保温性、吸湿性など優れた性質を備えており、県内繊維産業においても、五泉や見附のニット業を中心に広く活用されている。しかし、毛繊維はその形質から、洗濯などの湿潤状態において繊維表面のうろこ状のスケールが開いて絡み合うことによるフェルト化、収縮が欠点となっており、そのために用途が限定されている。

本研究では毛繊維への防縮性能をはじめとする機能性の付与を技術シーズとし、毛繊維の容易な取扱いを可能とする防縮性能の向上、本県ニット製品の差別化につながる機能性の付与を目指して開発を行ってきた。

本報では、一般にはスリップ防止用として織物に使用される薬剤を編地に付与した場合の防縮性能向上の有無を確認した事例および、ドライアイスブラストによるスケール除去の可能性を検討した事例について紹介する。

2. 編地への薬剤付与

2.1 試験試料

ウール糸を以下の条件で編立てて試験用の編地を作製した。

糸：毛 2/48 を 1 本取りで使用

試験装置：（株）島精機製作所製

自動編み機 SWG041

* 素材応用技術支援センター

組織：天竺

工程：編立て、ノニオン系界面活性剤による洗い、すすぎ、乾燥（縮絨などの整理加工は行わない）

2.2 加工

2.1 で作製した編地に対し、薬剤を付与した。試験条件を以下に示す。試験後の編地に風合いの明らかな低下は認められなかった。

薬剤：コタニ化学工業（株）製

「クインセッター SS No.7」

加工濃度：0.5%，2%，5%Sol.

工程：80℃に加温した加工浴に 30min 浸漬した後、脱水し、60℃で 30min 乾燥

2.3 防縮性能評価

2.3.1 洗濯による寸法変化率試験

家庭洗濯における寸法変化について試験し、評価を行った。

試験方法は JIS L 1096：2010 織物及び編物の生地試験方法 8.39 寸法変化 G 法 を準用した。試験片生地の 2 枚重ねは省略し、乾燥はスクリーン乾燥により行った。

洗濯の方法は JIS L 1930：2014 繊維製品の家庭洗濯試験方法 No.C3M を準用し、中性洗剤を使用した洗濯と弱アルカリ性洗剤を使用した洗濯を実施した。中性洗剤は花王（株）製「エマ

表 1 洗濯による寸法変化率

加工濃度	方向	洗剤	
		中性	弱アルカリ性
(未加工)	たて	-20.0	-11.6
	よこ	-5.5	-6.6
0.5%	たて	-10.0	-10.7
	よこ	-1.5	-2.4
2%	たて	-5.7	-6.1
	よこ	-2.5	-3.9
5%	たて	-7.2	-5.8
	よこ	0.8	-2.1

(単位：%)

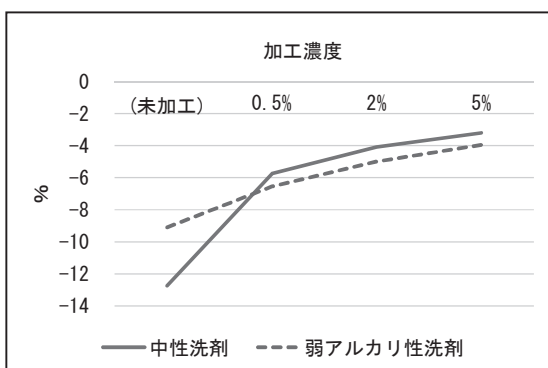


図 1 洗濯による寸法変化率

ール」，弱アルカリ性洗剤は花王（株）製「アタック バイオ EX」をそれぞれの推奨濃度で使用した。

2.3.2 厚さ試験

洗濯による編地のフェルト化進行の度合いを評価する目的で，試験 2.3.1 を行う前後の試料の厚さを測定した。

試験方法は JIS L 1096：2010 織物及び編物の生地試験方法 8.4 厚さ A 法（JIS 法）に準じて行い，試験結果は洗濯前の試料厚さを 100 としたときの洗濯後の試料厚さで表すこととした。

2.4 試験結果

2.4.1 洗濯による寸法変化率試験

試験結果を表 1 および図 1 に示す。加工を行った試料は未加工試料よりも寸法変化が少なかった。

表 2 厚さ試験結果（洗濯前の試料厚さを 100 とした時の洗濯後の厚さ）

加工濃度	洗剤	
	中性	弱アルカリ性
(未加工)	164	144
0.5%	128	125
2%	116	110
5%	117	110

2.4.2 厚さ試験

試験結果を表 2 に示す。加工を行った試料は未加工試料よりも厚さの増加が少なかった。

3. ドライアイスブラスト処理

-78℃のドライアイスを噴射することにより溶剤や研磨剤を使用せずに汚れなどを除去する技術について，スケール除去への利用の可能性を検討した。当該技術を有する日本液炭（株）技術開発本部（埼玉県久喜市）を訪問し試験を行った。処理の様子を図 2 に示す。

3.1 試験条件

試験試料：2.1 で述べた編地およびセレプレ
ン（糸を巻く板）に巻き付けた
2/48 毛 100%糸

装置設定：エア圧力 0.1～0.3MPa，流量（粉末量）300～500g/min，速度約
2m/min，ドライアイス粒子サイズ
20～30μm

3.2 試験結果

低いエア圧力設定であっても糸は激しく暴れ



図 2 ドライアイスブラスト処理の様子

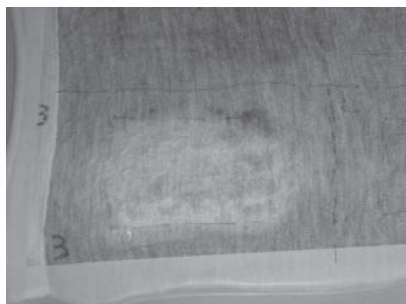


図 3 処理直後の編地の様子



図 4 処理後試料の繊維表面 SEM 像

たが、毛羽が発生する程度であり、切断することは無かった。スケールは湿潤状態で開く特性があるため、編地ではあらかじめ濡らしてから

処理したが、凍ってしまったため、その効果は薄いように見受けられた。図 3 に処理直後の状態を示す。

処理後の試料を SEM により観察した。図 4 に観察画像を示す。糸、編地ともに、繊維に切断などの損傷状態は見受けられなかったものの、スケールが除去された形跡も確認されなかった。このように、ドライアイスブラスト処理によるスケール除去、ひいては防縮性能向上に資する効果は見いだすことができなかった。

4. 結 言

- (1) 一般に織物のスリップ防止用として使用される薬剤を編地へ加工したところ、風合いが損なわれることなく洗濯による寸法変化や厚さの増加が低減し、防縮効果が期待できる。
- (2) ドライアイスブラスト処理によるスケール除去を試験したが、処理後試料の SEM 観察の結果から、防縮加工への利用可能性は見いだせなかった。

糸の平滑性評価に関する研究

古畑 雅弘* 橋詰 史則* 渋谷 恵太* 佐藤 清治*

Study on the Evaluation of Yarn Smoothness

FURUHATA Masahiro*, HASHIZUME Fuminori*, SHIBUYA Keita* and SATOU Seiji*

1. 緒 言

ニットは編地の目面（めづら，表面感）や風合いがその商品の価値を左右する重要な要素の一つである。特に編成時の糸とニット針との摩擦抵抗は編地の品質に大きく影響を及ぼす。一方，近年は素材の多様化が進み，ストレッチ性の小さい麻や和紙と伸びやすいナイロンといった相反する特性を持った素材を組み合わせるなど多種多様な糸が使用されるようになり，編地の編成性，品質が課題となっている。ニットメーカーや染色メーカーは編成性を向上させるため柔軟処理やワキシニングなどを行っているが，同一素材においても色によって物性が異なったり，糸切れや張力ムラに起因したよこ筋が発生するため，当所に品質に関する相談が多く寄せられている（図 1）。

そこで本研究では，編地の編成性評価として市販のロードセルを使用した簡易型の張力測定装置を試作した。また染色メーカーから糸の提供を受け，各種の糸について張力を測定し，その有効性について検証を行った。

2. 張力測定装置の試作

同種の測定法として，JIS L 1095:2010 一般紡績糸試験方法に摩擦係数の測定が規格化されており，これを参考に測定装置の試作を行った

（図 2）。この装置は，糸を針と直交するように接触させながら低速で巻き取り，一定速度で糸を走行させたときの張力を測定する。張力は針を通過する前の張力 T_1 と通過した後の張力 T_2 をロードセルで検出する。張力 T_1 が一定の張力となるようにスプリングテンサで調整できるようにした。仕様は以下のとおりである。

ロードセル：（株）共和電業 LVS-200GA

糸速：10m/min ～ 40m/min

張力 T_1 の調整範囲：0.05N ～ 0.5N

3. 糸の張力測定および考察

染色メーカーにおいて編成が困難とされた様



図 1 編地のよこ筋



図 2 試作した張力測定装置

* 素材応用技術支援センター

々な糸について張力を測定した。図3, 4に測定結果の例を示す。試料は表1のとおりである。いずれも柔軟処理の有無で比較を行った。なお測定条件は張力 T_1 0.05N, 糸速 20m/min, サンプルングタイム 0.1S, 測定時間 60Sとした。

柔軟処理なしの糸では、試料により張力 T_2 が大きく異なり変動も大きかった。一方、柔軟処理した糸は試料による差が減少し、変動も小さく抑えられた。なお図4(a)の T_2 は瞬間的に張力が高くなる箇所があったが、4(b)ではこうした現象が抑えられた。この張力の異常は前述のよこ筋の原因と考えられるが、柔軟処理によりよこ筋の発生を抑えられる可能性がある。なお周期的に現れている小さい張力変動は、コーンの

表1 試料

試料	素材	柔軟処理	ワックス
1	レーヨン54%/ポリエステル46% 1/60	無	無
		有	無
2	綿49%/CDP30%/ラミー21% 1/34	無	無
		有	無

解じょ張力によるものと考えられる。今後は測定結果と実際の編地との関係について検証を行っていく予定である。

4. 結 言

- (1) 編地の編成性を評価するための簡易型張力測定装置を試作し、様々な糸について張力を測定しデータを蓄積した。
- (2) 柔軟処理により張力が低減し、張力の変動も抑えられることを確認した。

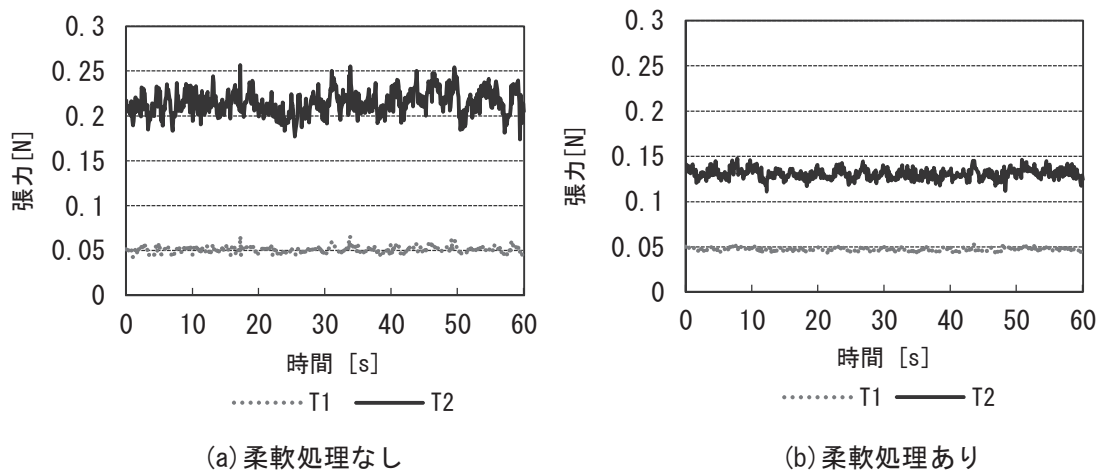


図3 試料1の張力

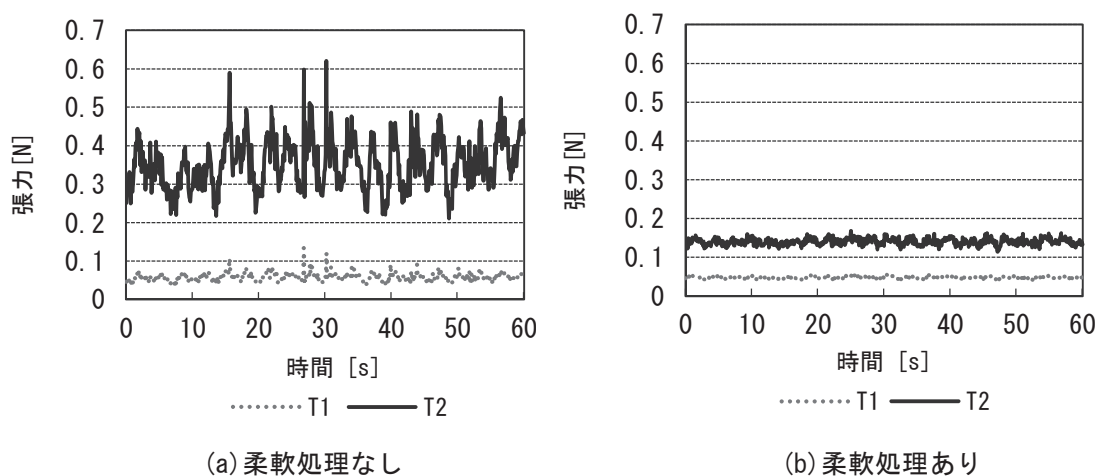


図4 試料2の張力

ジオポリマーによる硫化水素吸着剤の開発

渡邊 亮* 笹川 博央* 森田 渉*

Development of Absorbent for Hydrogen Sulfide by Geopolymer

WATANABE Ryo*, SASAGAWA Hiroo* and MORITA Wataru*

1. 緒 言

ジオポリマーはアルミナシリカ粉末とアルカリシリカ溶液との反応により生成する非晶性硬化体である¹⁾。アルミナシリカ粉末はメタカオリンやフライアッシュなど様々な材料が利用可能であり、フライアッシュや高炉スラグを活用したジオポリマーの例としては耐酸性を必要とされる部分のセメント代替物の開発が行われている。その他のジオポリマーが用いられている開発事例として重金属吸着剤の開発がある。

様々な材料を利用できるとともに、配合により機能を持たせることが可能なジオポリマーについて、我々はフライアッシュをベースとした硫化水素用の吸着剤の開発を試みた。静的試験では室温養生で作製した試料で優れた硫化水素吸着能がある可能性が示唆されていたため²⁾、実際の吸着剤の使用条件に近い動的試験を行って吸着能を確認するとともに、配合条件や養生条

件（2つの条件を合わせて以下の文中では試料作製条件とする）を変化させ、その影響を調べた。

2. 実験

2.1 試料調整

試料を表1の試料作製条件、図1の試料作製フローに沿って作製した。その後、室温で数日

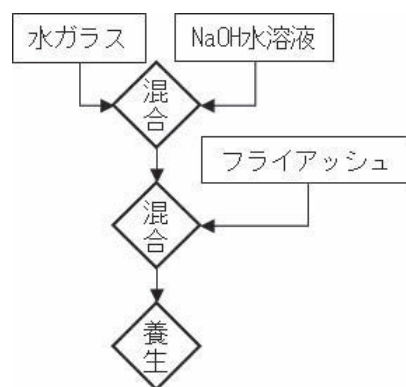


図1 試料作製フロー

表1 試料作製条件

試料名	配合条件			養生条件
	フライアッシュ ^{a)} (g)	水ガラス ^{b)} (g)	NaOH 水溶液(g)	
GP1	40	10.8	9.2 (5mol/L)	20℃48 時間封緘
GP2	40	10.8	9.2 (5mol/L)	80℃48 時間封緘
GP3	40	10.8	9.2 (10mol/L)	20℃48 時間封緘
GP4	40	10.8	9.2 (10mol/L)	80℃48 時間封緘

a)フライアッシュ 2 種相当, b)1 号水ガラス相当

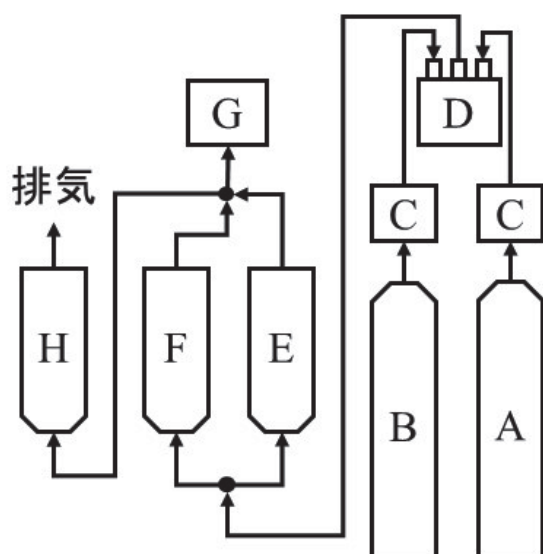
* 下越技術支援センター

静置して振動ミルで各試料を破碎した後、ふるいを用いて分級し、目開き 2mm を通過して 1mm で保持される大きさに調整した。

2.2 硫化水素動的吸着試験

図 2 の実験装置概略の試験システムを組み、2.1 で調整した試料を用いて表 2 の試験条件で試験を行った。

試験の手順は以下のとおりである。まず、所定の硫化水素濃度のガスを得るため、図 2 の A および B から C を用いて調整してガスを流し、D で混合後に F および H を通じて排気し、ガス濃度を安定させるためにガスを流し始めてから 30 分経過してからガス検知管を用いて D の硫化水素濃度を確認し、調整した。試験は硫化水素ガス濃度の調整前から試料を E に充填し、試験開始直後に D から E を通じて G にガスが流れるように流路を切り替えて行った。



A: $\text{H}_2\text{S}/\text{N}_2$ ポンペ, B: O_2/N_2 ポンペ, C: 流量計, D: ガス混合器, E: 測定用吸着塔, F: 迂回用吸着塔, G: ガス検知機, H: 排気用吸着塔

図 2 実験装置概略図

表 2 吸着試験条件

吸着塔充填高さ(mm) (内径 10mm×高さ 100mm)	60
流量(mL/min.)	45
硫化水素濃度(%)	1

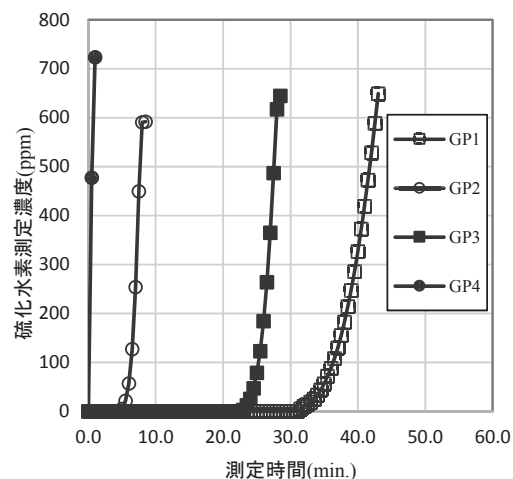


図 1 硫化水素動的吸着試験結果

表 3 破過時間

試料名	破過時間(min.)
GP1	36.6
GP2	6.4
GP3	25.4
GP4	0

2.3 結果

硫化水素動的吸着試験の結果を図 3 に示す。試験開始直後は試料が硫化水素を吸着するため、濃度が 0 近傍で推移するが、やがて試料が硫化水素を吸着できずに破過して硫化水素濃度が上昇してくる。本研究では測定用吸着塔に流す硫化水素濃度の 100 分の 1(100ppm)が出口側のガス検出器 G で測定されるまでの時間を破過時間と定義し、表 3 に示す。

3. 考察

2.3 から、前回の静的試験²⁾に近い養生条件である 20℃で封緘養生して作製した試料 GP1 が硫化水素動的吸着試験にて良好な傾向が見られた。この結果から、試料作製条件を変化させた多数の試料を作製した後、そこから動的吸着試験を行う前のスクリーニング試験として静的試験が有効であることを確認した。

また、試料作成時に NaOH 濃度が低い溶液を用いて作製した GP1 および GP2 の結果が高い

溶液を用いて作製した GP3 および GP4 に比べて良かった。硫化水素ガスは酸性ガスであるため塩基の量が増加すると吸着に有利であると思われるが、結果は異なり、生成するジオポリマーの構造に違いが生じたものと推定される。そして塩基の量よりも構造の違いが吸着に大きく影響したと思われる。

今後の課題として、吸着能を最適化する試料作製条件の探索があるが、生成する構造の違いによって吸着能が変化すると推定されるため、細孔径分布や比表面積を測定して試料作製条件と硫化水素吸着能との関係を把握する必要がある。

4. 結 言

(1) 動的吸着試験試の前のスクリーニング試

験として静的吸着試験が有効であると分かった。

- (2) 試料作製条件によって吸着能が異なった。これは生成する構造に違いが生じているためと推定される。
- (3) 吸着能最適化のための条件探索には試料作製条件と吸着能の関係把握が必要で、そのためには細孔径分布測定や比表面積測定が必要である。

参考文献

- 1) Joseph Davidovits, *GEOPOLYMER Chemistry & Applications* 4th edition, 2015, pp.11-14.
- 2) 渡邊, 柳, 森田, 毛利, 岡田, “ジオポリマーに関する調査研究”, 工業技術報告書, No.46, 2017, pp.91-94.

X線応力測定における応力値のばらつきについて (測定時間との関係)

斎藤 雄治*

On the Deviation of Stress Values in X-Ray Stress Measurement (Relationship with Measurement Time)

SAITO Yuji*

1. 緒 言

X線応力測定において、応力値などの測定値はばらつきを生じる。このばらつきの最も大きな要因はX線強度固有の統計変動であることが知られている。この統計変動による応力値のばらつきを表す標準偏差の大きさについては、一回の測定から統計学の理論を用いて解析的に求める方法が提案されている¹⁾。この理論によれば、応力値の標準偏差は測定時間（プリセットタイム）の平方根に反比例することが明らかにされている。例えば、プリセットタイムを4倍にすると標準偏差は理論上1/2となる。

本研究では、同一試料を種々のプリセットタイム（5～30s）で50回ずつ測定して応力値の標準偏差とプリセットタイムの関係を調べた。

2. 実験条件

用いた材料は、機械構造用炭素鋼 S45C である。この材料を大きさ40×40×120mmに切り出し、860℃に60分保持して水冷した。さらに、40×120mmの面を紙やすりで研磨後、電解研磨で約70μm表面層を除去して試験片とした。

X線による残留応力測定は、試験片の長手方向に表1の測定条件で行った。応力値は、 ψ_0 一定法を用いて同一条件で50回繰り返し測定した。回折線強度はバックグラウンドとLPA因子によって補正し、回折線ピーク位置は補正した回折

表1 X線応力値の統計変動の測定条件

管球	Cr
K β フィルタ	V
回折面	(211)
管電圧, kV	30
管電流, mA	10
コリメータ, mm	2×2
sin ² ψ	0, 0.2, 0.4, 0.6
2 θ 角, deg	142～170
ステップ角, deg	0.2
ピーク位置決定法	ガウス曲線法
バックグラウンド補正	あり
LPA 因子補正	あり
応力定数, MPa/deg	-318
信頼区間, %	95

線強度の80%以上のデータを用いて、ガウス曲線法¹⁾により決定した。

一回ごとの測定から求めた応力値とその標準偏差と、50回の応力値の平均値と標準偏差を比較した。なお、すべての測定（300回＝6種類×50回）は連続で行い、約12時間を要した。

3. 実験結果

図1～図3に、プリセットタイムを5, 15, および30sで50回ずつ応力測定した結果を示す。図には、50回の応力値の平均値と95%信頼区間を示した。また、一回ごとの測定から求まる応力値の95%信頼区間²⁾をエラーバーで示した。これらの図より、プリセットタイムを大きくするほど、信頼区間の幅が小さくなっていることが分かる。また、エラーバーの中に50回測定し

* 県央技術支援センター

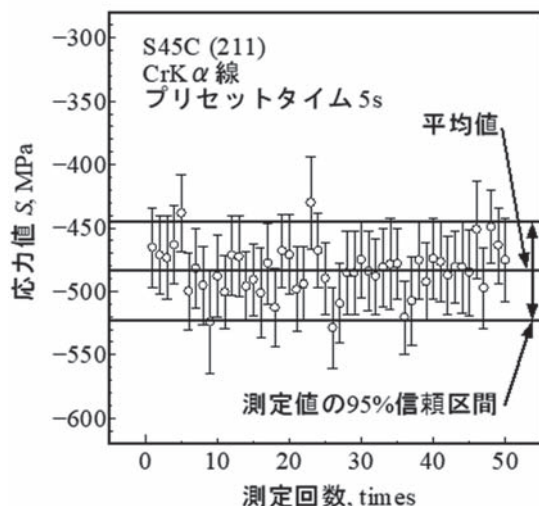


図1 プリセットタイム 5s の応力測定結果

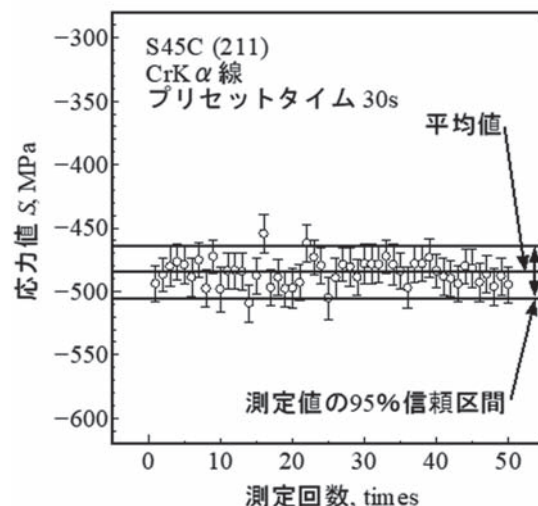


図3 プリセットタイム 30s の応力測定結果

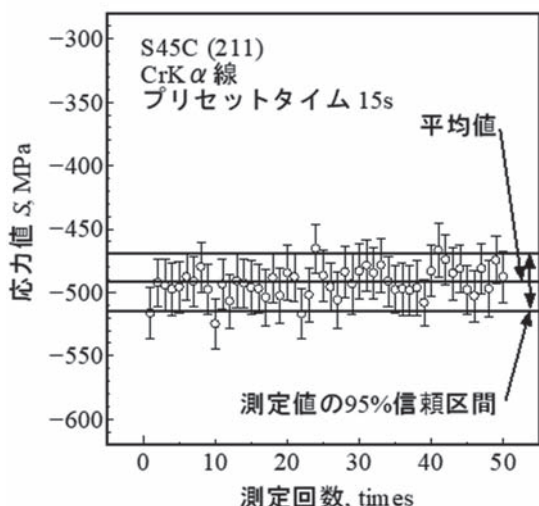


図2 プリセットタイム 15s の応力測定結果

た平均値がほぼ含まれていることが分かる。なお、プリセットタイムが 8, 10, 20s の場合についても同様な結果が得られている。

表 2 に、各プリセットタイムに対して
①応力値の 50 回の平均値とその 95%信頼限界
②25 回目の測定の応力値の 95%信頼限界
を示した。理論上、信頼区間の大きさはプリセットタイムの平方根に反比例するが、実測した信頼区間の大きさはそこまで小さくはならなかった。これは、電源電圧の変動等の統計変動以外の要因が測定値のばらつきに影響を及ぼしたことが考えられる。

なお、本報告書の実験結果については当研究所のホームページに掲載している²⁾。

表 2 X線による応力値とその 95%信頼区間

プリセ ットタ イム, s	①応力値の 50 回 の平均値とその 95%信頼限界, %	②25 回目の応力 値とその 95%信 頼限界, %
5	-483±39	-490±28
8	-485±30	-489±26
10	-492±25	-492±25
15	-493±23	-487±20
20	-489±22	-493±17
30	-485±20	-505±17

4. 結 言

プリセットタイムを大きく取ると応力値の信頼区間の大きさが小さくなることを確認した。

参考文献

- 1) Kurita, M., “A Statistical Analysis of X-ray Stress Measurement by the Gaussian Curve-Fitting Method”, Journal of Testing and Evaluation, Vol.9, No.5, 1983, pp.285-291.
- 2) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin8.html>, X線応力測定における応力値のばらつきについて（測定時間との関係）, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2018年1月19日.

レプリカ法による非接触表面粗さ測定

齋藤 雄治*

Non-contact Surface Roughness Measurement using Replica Technique

SAITO Yuji*

1. 緒 言

表面粗さは、機械加工などによって生じた製品の表面性状（「つるつる」や「ざらざら」）を数値で表したものである。表面粗さの測定方法には接触式と非接触式がある。接触式については JIS で測定方法が規定されているが、非接触式については JIS の規定がないうえ、試料の表面状態、反射率、形状などに測定値が影響されやすい。しかしながら、非接触式は試料を傷付けずに表面粗さを測定できる利点がある。前報¹⁾では、表面状態が異なる種々のステンレス鋼板などについて、接触式と非接触式による表面粗さ（ Ra 、 Rz ）の比較測定を行い、両者がおおむね一致する結果を得ている。

本研究では、据え置き型の接触式の表面粗さ測定機に載らない大物の測定物の表面粗さ測定を行う場合を想定し、試料から採取した表面のレプリカについて、レーザ顕微鏡による表面粗さ測定を試みた。

2. 実験条件

測定に用いた試料は、前報¹⁾でレーザ顕微鏡で直接測定した SUS304 鋼板（ヘアライン、2B 仕上げ、#400 バフ仕上げ）およびこれらの鋼板から採ったレプリカである。実験では、レプリカの表面粗さをレーザ顕微鏡で測定して前報の測定結果と比較した。

測定装置にはオリンパス（株）製レーザ顕微鏡 LEXT-OLS4100 を用いた。対物レンズの倍率

は 50 倍とした。カットオフは、ヘアライン 0.8mm、2B 仕上げ 0.25mm（ Ra 測定時）および 0.8mm（ Rz 測定時）、#400 バフ仕上げ 0.25mm とした。評価長さはカットオフの 5 倍とし、フィルタ λ_s は $2.5\mu m$ とした。レプリカには丸本ストルアス（株）製のレプリセット T3 を用いた。測定は試料の同一箇所を 5 回繰り返し行い、 Ra と Rz の平均値と t 分布による 95%信頼限界を算出した。

3. 実験結果

表 1 に、今回測定したレプリカの表面粗さと、前報¹⁾で測定した鋼板表面の表面粗さを示す。表より、レプリカの測定結果は、鋼板表面を測定した結果と信頼区間の範囲内でほぼ一致していることが分かる。レプリカの方が鋼板表面より信頼区間の範囲が小さいのは、鋼板表面は表面の任意の位置を 10 回測定しているのに対して、レプリカは同一の位置を 5 回繰り返し測定しているためと考えられる。なお、レプリカの表面は実際の表面と凹凸が反対になるため、負荷曲線の解析などを行う際に注意が必要と考えられる。

なお、本報告書の実験結果については当研究所のホームページに掲載している²⁾。

* 県央技術支援センター

表 1 レーザ顕微鏡によるレプリカと鋼板表面の表面粗さの比較

粗さパラメータ 測定試料	算術平均粗さ Ra (μm)		最大高さ粗さ Rz (μm)	
	レプリカ	鋼板表面	レプリカ	鋼板表面
ヘアライン	0.464±0.008	0.422±0.042	5.05±0.24	4.43±0.84
No.2B	0.079±0.003	0.072±0.018	0.796±0.111	0.874±0.215
#400バフ	0.035±0.003	0.031±0.004	0.263±0.014	0.246±0.050

4. 結 言

ステンレス鋼板表面とそのレプリカについてレーザ顕微鏡で表面粗さを測定した。その結果、レプリカと鋼板表面の粗さ値は、実験で行った範囲において信頼区間の範囲内でほぼ一致した。

参考文献

- 1) 堀田，吉田，斎藤，“レーザ顕微鏡および粗さ測定機による表面粗さの比較”，工業技術研究報告書，Vol.45，2015，pp.77-81.
- 2) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin17.html>，レプリカ法による非接触表面粗さ測定，「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2018年2月22日．

各種腐食液によるステンレス鋼の金属組織観察

齋藤 雄治*

Metallographic Etchants for Stainless Steels

SAITO Yuji*

1. 緒 言

ステンレス鋼の金属組織を観察する際、ステンレス鋼の種類（オーステナイト系、マルテンサイト系、フェライト系など）に応じて腐食液を使い分ける必要がある。例えば、オーステナイト系の SUS304 の組織観察にはしゅう酸水溶液がよく使われる。この腐食液を使えば SUS304 のオーステナイトの金属組織を明瞭に観察できるが、直流電源や電極が必要となる。このため、腐食液への浸漬だけで済む塩化第二鉄の塩酸溶液などを使って SUS304 の金属組織を観察したい場合もあろうかと考えられる。

本研究では、各種の腐食液を使ってステンレス鋼を腐食したときに金属組織がどのように観察されるかを調べた。

2. 実験条件

試験片には、オーステナイト系 SUS304 鋼板（板厚 1mm）、熱処理したマルテンサイト系 SUS420J2 丸棒（直径 19×長さ 20mm）、フェライト系 SUS430 鋼板（板厚 0.8mm）を用いた。SUS420J2 の熱処理条件は、焼入れ 1050℃に 15 分保持後空冷、焼戻し 180℃に 1 時間保持後空冷である。SUS304 と SUS430 は納入状態のまま試験片とした。

実験装置には（株）東洋製作所製 電気マッフル炉 KM-420、（株）ニコンインステック製 倒立型金属顕微鏡 TME3000U-NR 型を用いた。

金属組織の観察は、試験片の断面（

SUS420J2）または表面（SUS304, SUS430）を鏡面研磨および腐食後に観察した。腐食液には次の四種類を用いた。

- ①しゅう酸水溶液（しゅう酸 10g, 蒸留水 100ml）による電解腐食
- ②カリング I 液（蒸留水 33ml, エチルアルコール 33ml, 塩酸 33ml, 塩化銅 II 1.5g）
- ③塩酸－ピクリン酸－アルコール溶液（塩酸 10ml, ピクリン酸 1g, エチルアルコール 80ml）
- ④塩化第二鉄の塩酸溶液（塩化第二鉄 10g, 塩酸 30ml, 蒸留水 120ml）

3. 実験結果

図 1 に、①～④の各種腐食液で腐食した試験片の金属組織の観察結果を示す。左の列が SUS304 の結果、真ん中の列が SUS420J2 の結果、右の列が SUS430 の結果である。

SUS304 については、①しゅう酸水溶液と④塩化第二鉄の塩酸溶液でオーステナイトの結晶粒が観察できることが分かる。ただし、④塩化第二鉄の塩酸溶液では研磨傷が強調される傾向がみられた。

SUS420J2 については、②カリング I 液、③塩酸－ピクリン酸－アルコール溶液および④塩化第二鉄の塩酸溶液で基底組織のマルテンサイトが観察できることが分かる。しかし、④塩化第二鉄の塩酸溶液では介在物等の脱落とみられる黒い斑点が多く見られた。

SUS430 は、②カリング I 液、③塩酸－ピクリン酸－アルコール溶液および④塩化第二鉄の塩酸溶液で基底組織のフェライトを観察できる

* 県央技術支援センター

ことが分かる。このうち、③塩酸－ピクリン酸－アルコール溶液と④塩化第二鉄の塩酸溶液については、フェライトの結晶粒を明瞭に観察できることが分かる。また、②カリングⅠ液については、個々の結晶粒を容易に識別できた。

SUS304 はしゅう酸水溶液、SUS420J2 と SUS430 は塩酸－ピクリン酸－アルコール溶液がよく使われるが、それ以外の腐食液を使っても金属組織を観察することも可能である。ただし、腐食液が変わると金属組織の見え方が変わるので注意が必要である。

4. 結 言

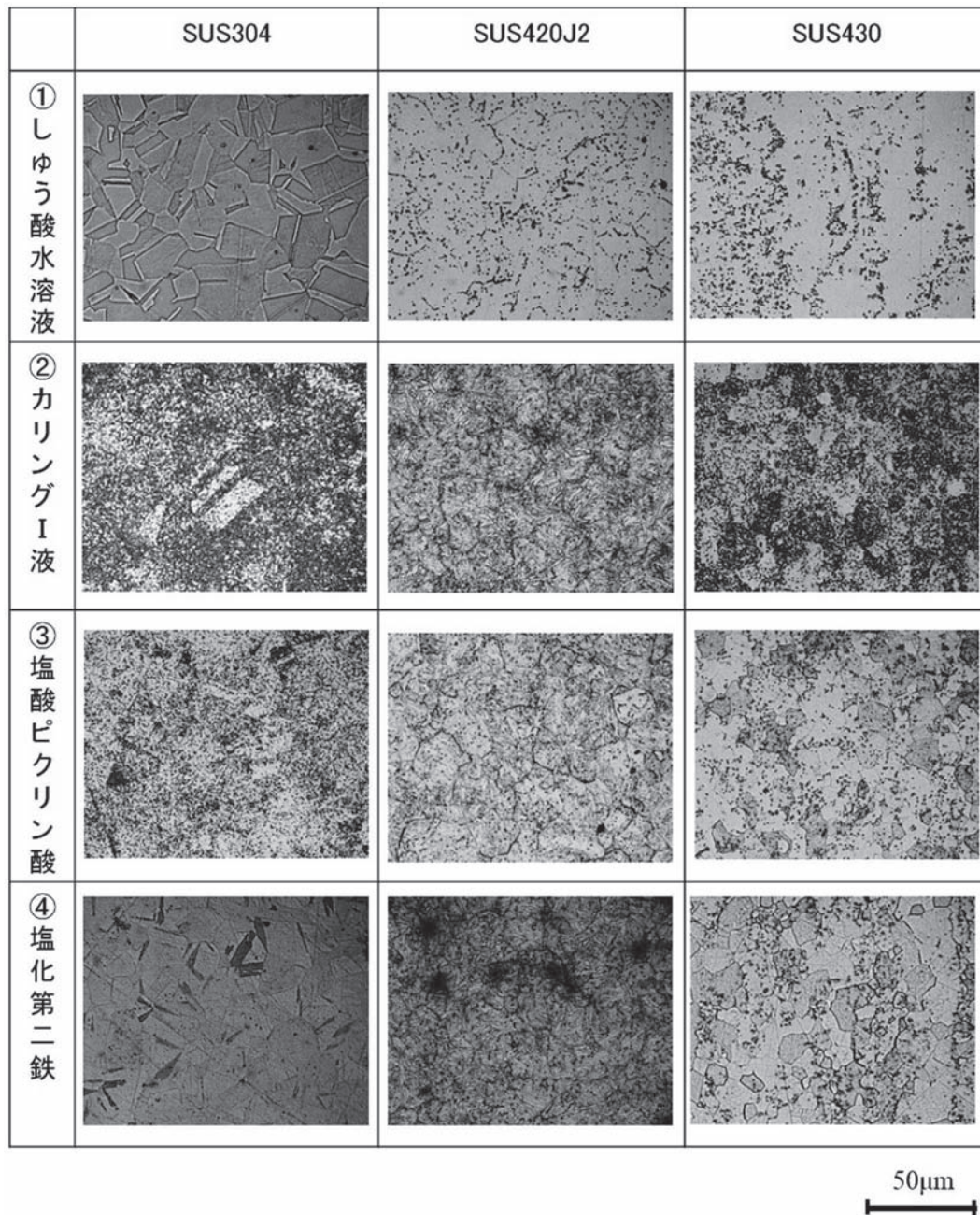


図1 ①～④の各種腐食液で腐食した試験片の金属組織

合金鋼および工具鋼の金属組織と硬さ

齋藤 雄治*

Metal structure and Hardness of Alloy Steels and Tool Steels

SAITO Yuji*

1. 緒 言

合金鋼や工具鋼は機械部品や金型などに多用されている。本研究では、機械部品に使われている炭素鋼 S45C、低合金鋼 SCM435 および SNCM439、金型に多く使われている工具鋼 SKD11 および SKD61 について、焼入温度を変えたときの金属組織や硬さを調べた。

2. 実験条件

試験片には、機械構造用炭素鋼 S45C、機械構造用合金鋼 SCM435 および SNCM439、合金工具鋼 SKD11 および SKD61 を用いた。これらの試験片について、表 1 に示す温度で焼入れ焼戻しを行った。

熱処理後、試験片の断面を鏡面研磨してビッカース硬さ試験 (HV0.5) と金属組織観察を行った。腐食液には、SKD 以外は硝酸アルコール溶液 (HNO₃ 3ml, エチルアルコール 97ml), SKD は塩化第二鉄の塩酸溶液 (塩化第二鉄 10g, 塩酸 30ml, 蒸留水 120ml) を用いた。

実験には (株) 東洋製作所製 電気マッフル炉 KM-420, ヤマト科学 (株) 電気マッフル炉 F0410, (株) 明石製作所製 マイクロビッカース硬度計 MVK-G1, (株) ニコンインステック製 倒立型金属顕微鏡 TME3000U-NR 型を用いた。

3. 実験結果

ここでは、SCM435 と SKD61 の試験片の結果のみを示す。すべての実験結果については当研究所のホームページに掲載している^{1)~6)}。

表 1 焼入れ焼戻しの条件

試験片 (直径, 長さ)	焼入れ	焼戻し
S45C (20mm, 20mm)	800~950℃の各温度に 15 分保持後に水冷	600℃で 1 時間保持後に水冷
SCM435 (20mm, 20mm)	800~950℃の各温度に 15 分保持後に油冷	600℃で 2 時間保持後に空冷
SNCM439 (38mm, 10mm)	800~950℃の各温度に 20 分保持後に油冷	
SKD11 (32mm, 10mm)	900~1100℃の各温度に 20 分保持後に空冷	180℃に 2 時間保持後に空冷または 520℃に 1 時間保持後に空冷を 2 回
SKD61 (28mm, 10mm)		550℃に 1 時間保持後空冷+520℃に 1 時間保持後空冷

図 1~図 6 に SCM435 試験片の結果を示した。図 1 に SCM435 試験片の焼入前の金属組織を示す。白色のフェライトと粒状および層状のセメンタイトが見られる。硬さは約 250HV0.5 であった。

図 2 に、800~950℃の種々の温度で焼入後に 600℃で焼戻した SCM435 試験片のビッカース硬さの試験結果を示す。硬さは、焼入温度が 850℃以上で 300HV0.5 程度となったが、焼入温度が 800℃ではそれより低いことが分かる。

図 3 は、SCM435 の推奨焼入温度である 830~

* 県央技術支援センター

880℃に比べて低い温度で焼入後に 600℃で焼戻した金属組織である。基地組織は焼戻しマルテンサイトになっているが、ところどころに白色のフェライトが見られる。フェライトは焼戻しマルテンサイトに比べて軟らかい組織であるため、推奨焼入温度より低い焼入温度においては、図 2 に示したように硬度が低くなる傾向にある。

図 4 は、SCM435 の推奨焼入温度で焼入後に 600℃で焼戻した金属組織である。フェライトが見られなくなり、焼戻しマルテンサイト組織のみになっていることが分かる。

図 5 と図 6 は、SCM435 の推奨焼入温度に比

べて高い温度で焼入後に 600℃で焼戻した金属組織である。焼戻しマルテンサイト組織になっているが、図 4 の推奨焼入温度の組織に比べて

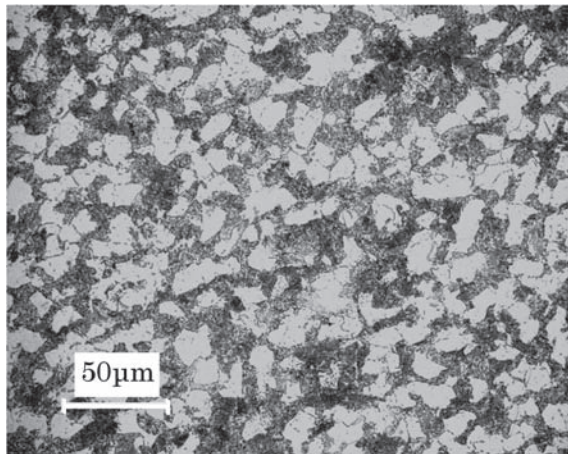


図 1 SCM435 試験片の焼入前の金属組織

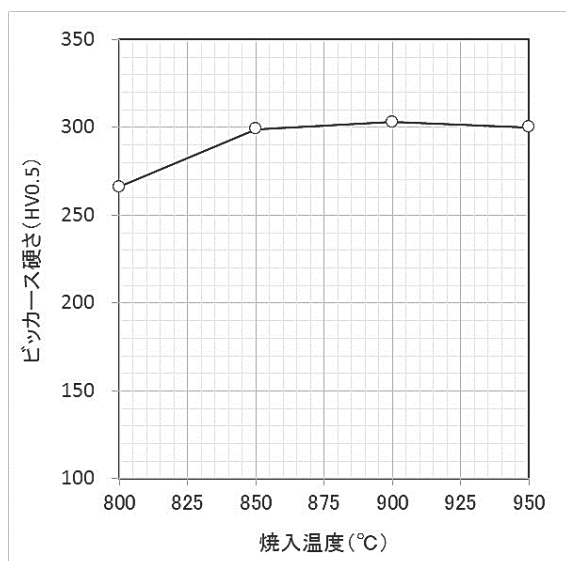


図 2 SCM435 試験片を種々の温度で焼入後に 600℃で焼戻したときの硬さ

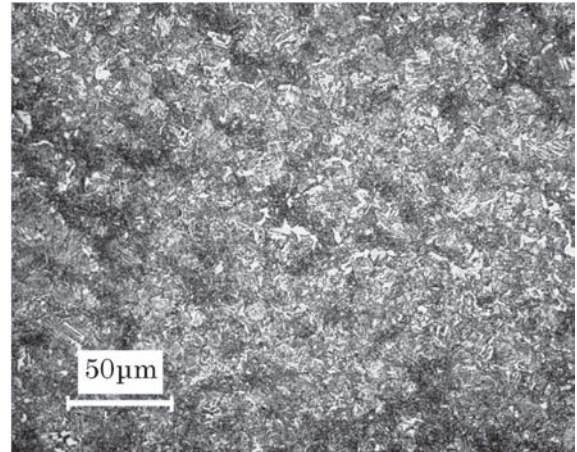


図 3 SCM435 試験片の金属組織 (800℃焼入れ)

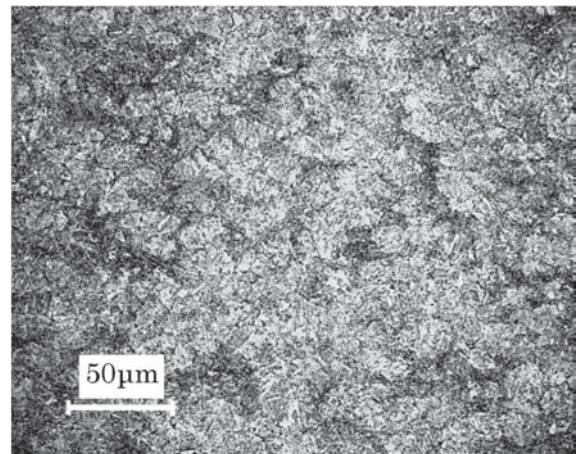


図 4 SCM435 試験片の金属組織 (850℃焼入れ)

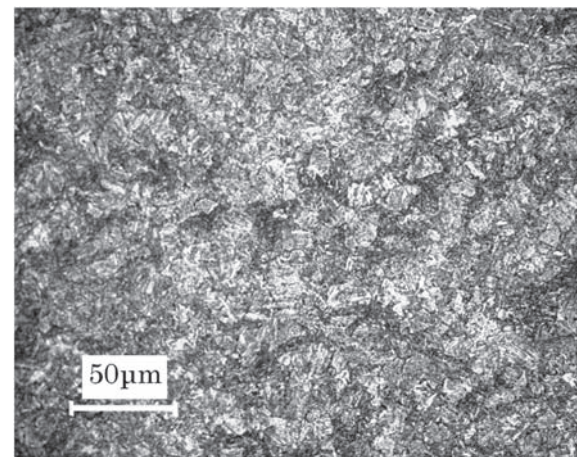


図 5 SCM435 試験片の金属組織 (900℃焼入れ)

粗くなっていることが分かる。

図 7～図 13 には SKD61 試験片の結果を示した。SKD61 試験片の焼入前の金属組織を図 7 に示す。フェライト基地に粒状の無数の炭化物が見られる。硬さは約 195HV0.5 であった。

900～1100℃の種々の温度で焼入後に 550℃と 520℃で焼戻した SKD61 試験片のビッカース硬さの試験結果を図 8 に示す。焼入温度が 1050℃で約 650HV0.5 の硬さが得られた。

図 9 は 900℃で焼入後に 550℃と 520℃で焼戻した金属組織である。灰色の基地組織は焼戻しマルテンサイトで、粒状の組織はフェライトとみられる。焼入温度 900℃は SKD61 の推奨焼入温度 1000～1050℃に比べてかなり低いため、フェライト組織が見られたと考えられる。

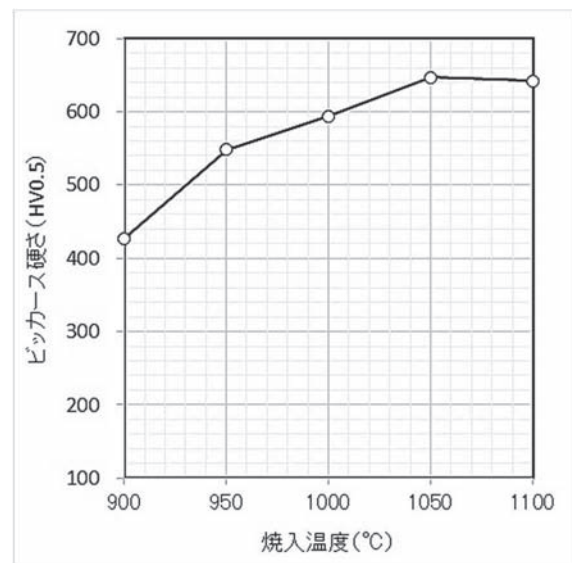


図 8 SKD61 試験片を種々の温度で焼入後に 550℃+520℃で焼戻したときの硬さ

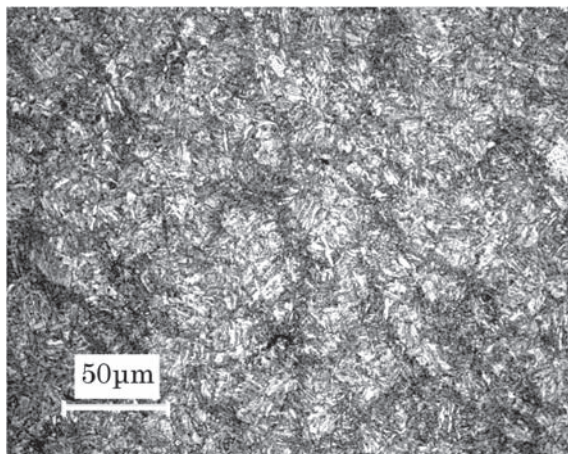


図 6 SCM435 試験片の金属組織 (950℃焼入れ)

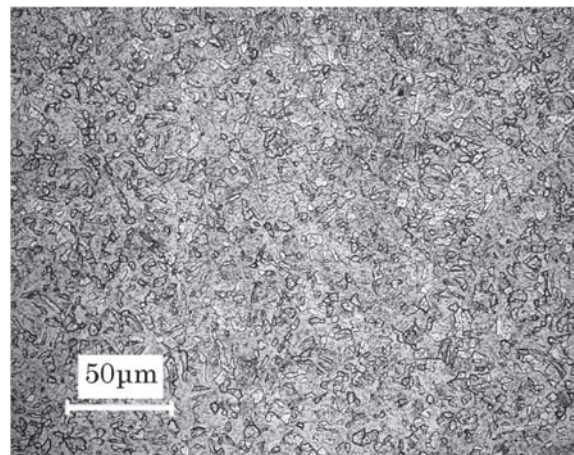


図 9 SKD61 試験片の金属組織 (900℃焼入れ)

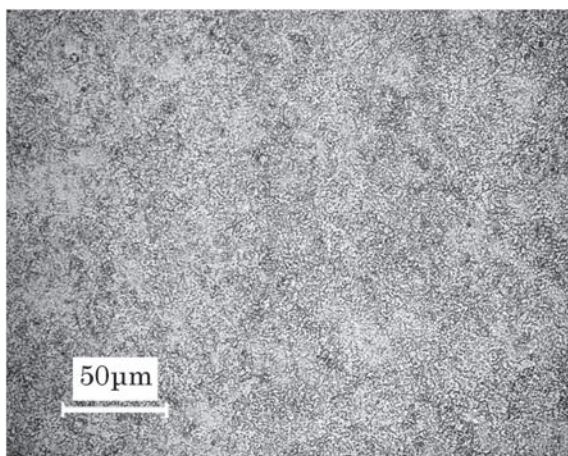


図 7 SKD61 試験片の焼入前の金属組織

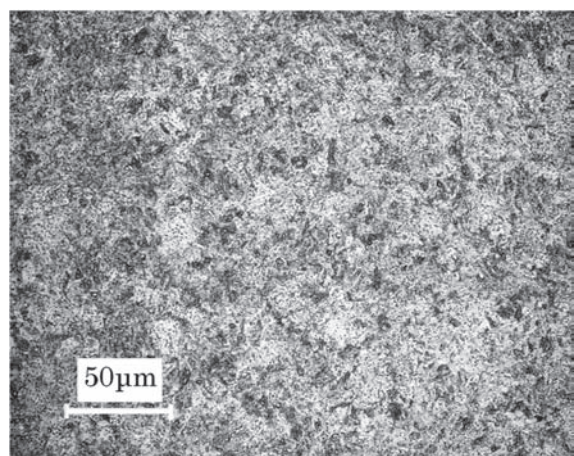


図 10 SKD61 試験片の金属組織 (950℃焼入れ)

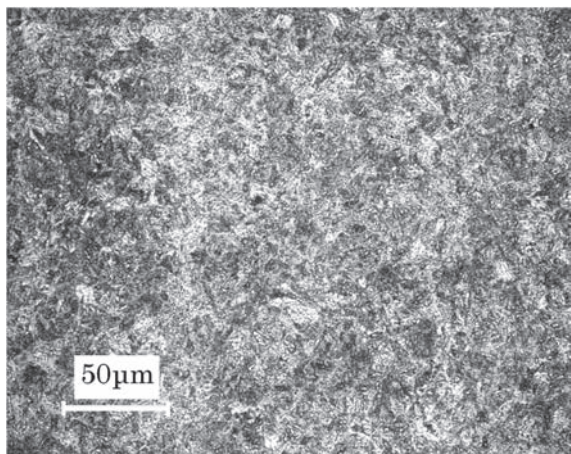


図 11 SKD61 試験片の金属組織（1000℃焼入れ）

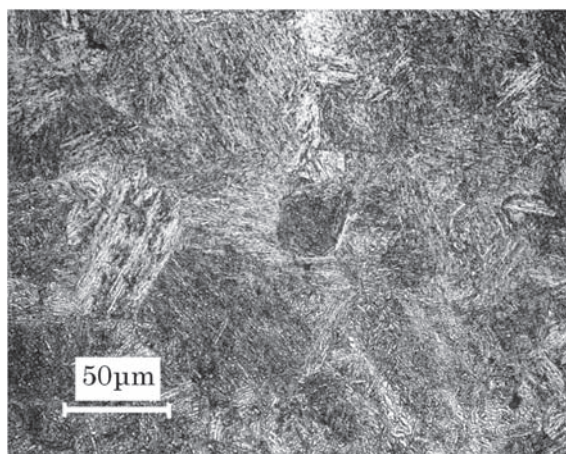


図 13 SKD61 試験片の金属組織（1100℃焼入れ）

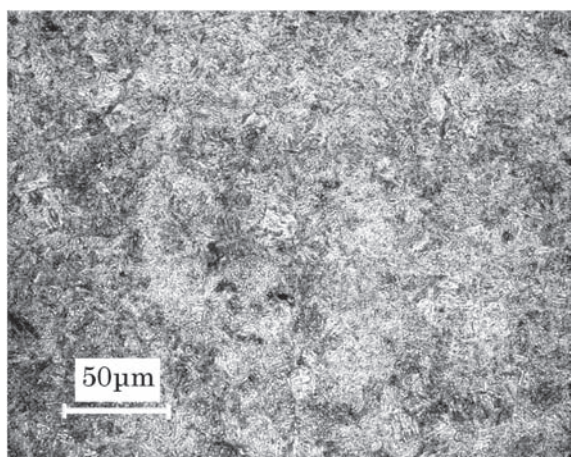


図 12 SKD61 試験片の金属組織（1050℃焼入れ）

図 10～図 13 は焼入温度が 950℃～1100℃における金属組織である。図 9 で見られたフェライト組織は見られず、焼戻しマルテンサイト組織になっている。また、焼入温度が高くなるにつれ組織が粗くなることが分かる。特に図 13 の焼入温度が 1100℃に対する金属組織は焼戻しマルテンサイトがかなり粗いことから、耐衝撃性が低下している可能性が考えられる。

4. 結 言

一般的に焼入温度が高いと金属組織は粗くなることが知られているが、高温で焼戻した後もこの傾向が引き継がれることを確認した。組織が粗くなると、硬度が同じであっても耐衝撃性（じん性）が低下するため注意が必要である。

参考文献

- 1) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin2.html>, クロモリブデン鋼（SCM435）の硬さと金属組織, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2018 年 2 月 2 日.
- 2) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin3.html>, ニッケルクロモリブデン鋼（SNCM439）の硬さと金属組織, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2018 年 2 月 2 日.
- 3) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin4.html>, 合金工具鋼 SKD11 の硬さと金属組織, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2018 年 2 月 2 日.
- 4) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin5.html>, 合金工具鋼 SKD11 の硬さと金属組織（高温焼戻し）, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2018 年 2 月 2 日.
- 5) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin6.html>, 合金工具鋼 SKD61 の硬さと金属組織, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2018 年 2 月 2 日.
- 6) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin7.html>, 機械構造用炭素鋼 S45C の硬さと金属組織, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2018 年 2 月 2 日.

鋼の金属組織と旧オーステナイト結晶粒の関係

齋藤 雄治*

Relationship between Metal Structure and Prior Austenite Grain Boundaries of Steels

SAITO Yuji*

1. 緒 言

焼入れした鋼の金属組織は焼入温度や保持時間に影響を受ける。一般的に、適正な焼入温度や保持時間より高温で長時間保持してから鋼を焼入れすると、金属組織は粗くなることが知られている。金属組織の粗さは材料の耐衝撃性（靱性）と関係があり、一般的に、金属組織が粗いと衝撃に弱く（靱性が小さく）なる。

焼入れした鋼の金属組織の粗さを客観的に評価する方法として、旧オーステナイト結晶粒の大きさを調べる方法がある。一般的には、旧オーステナイト結晶粒が大きいと金属組織が粗くなる傾向にある。本研究では各種鋼材について焼入温度や保持時間を変えたときに金属組織や旧オーステナイト結晶粒の大きさがどう変わるかを調べた。

2. 実験条件

試験片には、機械構造用炭素鋼 S45C（直径 20mm×長さ 20mm）、機械構造用合金鋼 SCM435（直径 20mm×長さ 20mm）および SNCM439（直径 38mm×厚さ 10mm）を用いた。

これらの試験片について、表 1 に示す温度で焼入れ焼戻しを行った。

熱処理後、試験片の断面を鏡面研磨して金属組織観察を行った。腐食液には、

- ①硝酸アルコール溶液 HNO₃3ml, エチルアルコール 97ml
- ②（株）山本科学工具研究社製 AGS エッチャ

表 1 焼入れ焼戻しの条件

試験片	焼入れ	焼戻し
S45C	850 , 900 , 950℃ の各温度に 15 分または 60 分保持後に水冷	600℃で 1 時間保持後に水冷
SCM435	850 , 900 , 950℃ の各温度に 15 分または 60 分保持後に油冷	600℃で 2 時間保持後に空冷
SNCM439		

ント（50℃に加熱して 15 分浸漬後、1%水酸化ナトリウム水溶液で中和および水洗）を用いた。

実験装置には（株）東洋製作所製 電気マッフル炉 KM-420、ヤマト科学（株）電気マッフル炉 F0410、（株）明石製作所製 マイクロビッカース硬度計 MVK-G1、（株）ニコンインステック製 倒立型金属顕微鏡 TME3000U-NR 型を用いた。

3. 実験結果

ここでは、S45C と SNCM439 について、焼入れ温度が 850℃と 950℃で保持時間を 60 分とした結果のみ示す。すべての実験結果については当研究所のホームページに掲載している^{1)～3)}。

図 1～図 4 に S45C 試験片の結果を示した。図 1 と図 2 は焼入れ温度 850℃の結果である。腐食液①で腐食すると焼戻しマルテンサイト組

* 県央技術支援センター

織が見られ、腐食液②で腐食すると旧オーステナイト結晶粒界が見られることが分かる。

図 3 と図 4 は焼入れ温度 950℃の結果である。図 1 と図 2 に示した 850℃の結果と比べて組織が粗く、旧オーステナイト結晶粒も大きくなっていることが分かる。

図 5～8 に SNCM439 試験片の結果を示した。焼入れ温度 850℃の結果を図 5 と図 6 に、焼入

れ温度 950℃の結果を図 7 と図 8 にそれぞれ示す。図 5 と図 7 を比較すると、焼入れ温度が 850℃から 950℃になっても金属組織はさほど粗くなったという印象は受けない。しかし、図 6 と図 8 の旧オーステナイト結晶粒の大きさを比較するとかなり異なっている。

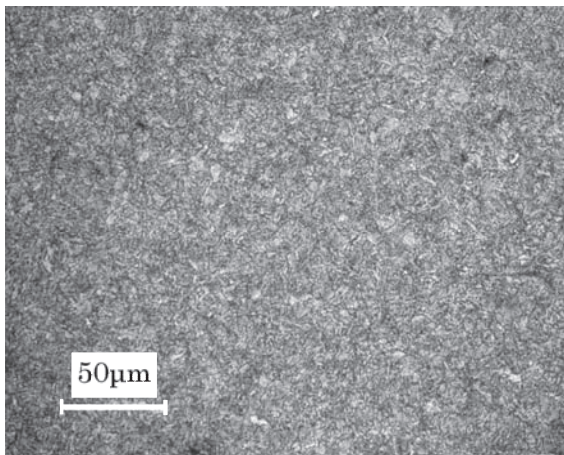


図 1 S45C 試験片の金属組織
焼入れ：850℃に 60 分保持後に水冷
腐食液：①硝酸アルコール溶液

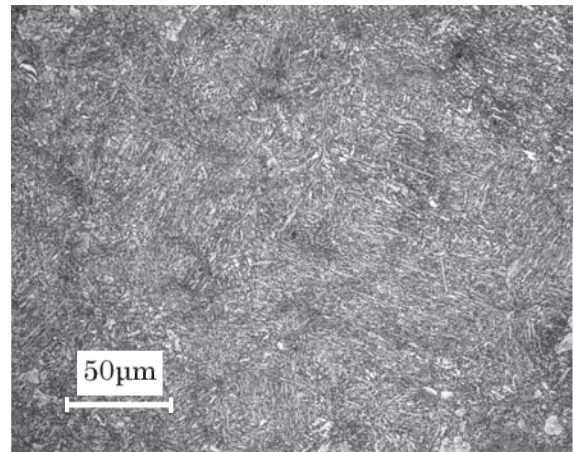


図 3 S45C 試験片の金属組織
焼入れ：950℃に 60 分保持後に水冷
腐食液：①硝酸アルコール溶液

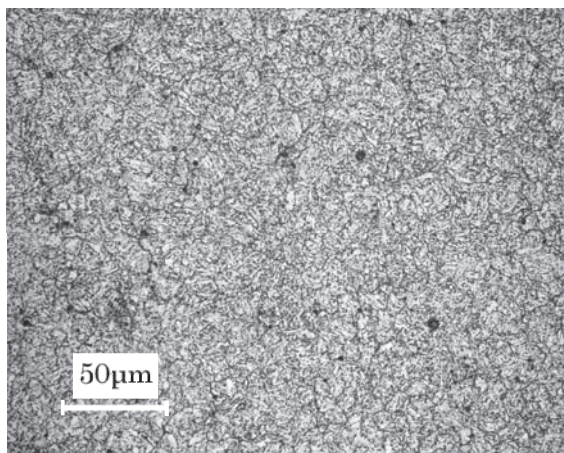


図 2 S45C 試験片の金属組織
焼入れ：850℃に 60 分保持後に水冷
腐食液：②AGS エッチャント

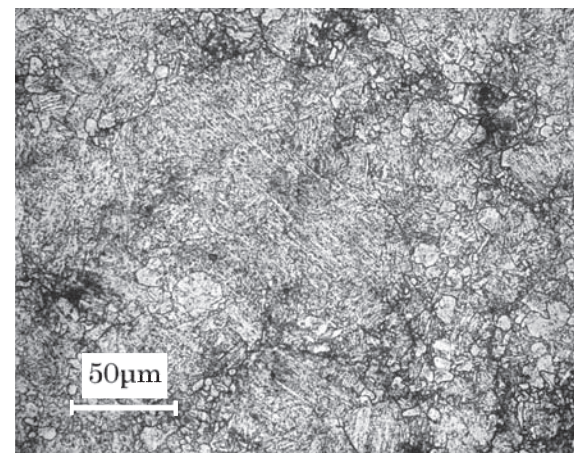


図 4 S45C 試験片の金属組織
焼入れ：950℃に 60 分保持後に水冷
腐食液：②AGS エッチャント

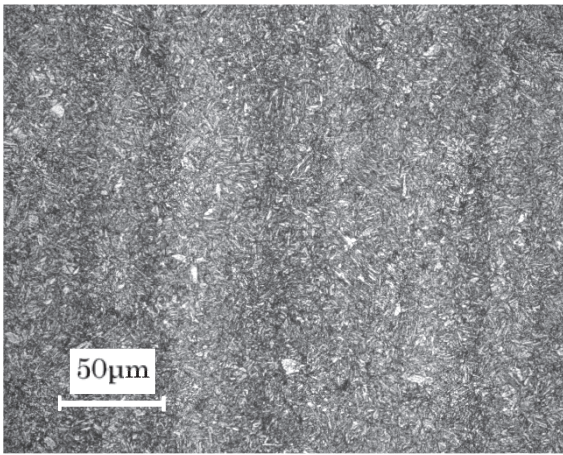


図 5 SNCM439 試験片の金属組織
焼入れ：850℃に 60 分保持後に油冷
腐食液：①硝酸アルコール溶液

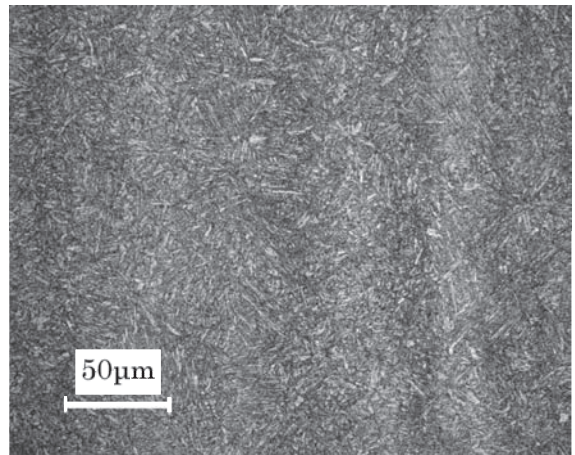


図 7 SNCM439 試験片の金属組織
焼入れ：950℃に 60 分保持後に油冷
腐食液：①硝酸アルコール溶液

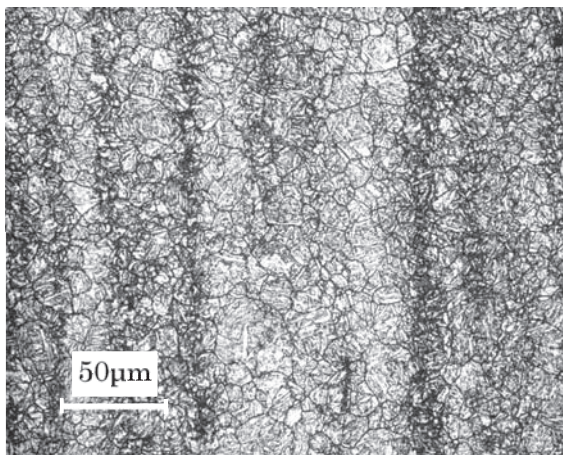


図 6 SNCM439 試験片の金属組織
焼入れ：850℃に 60 分保持後に油冷
腐食液：②AGS エッチャント

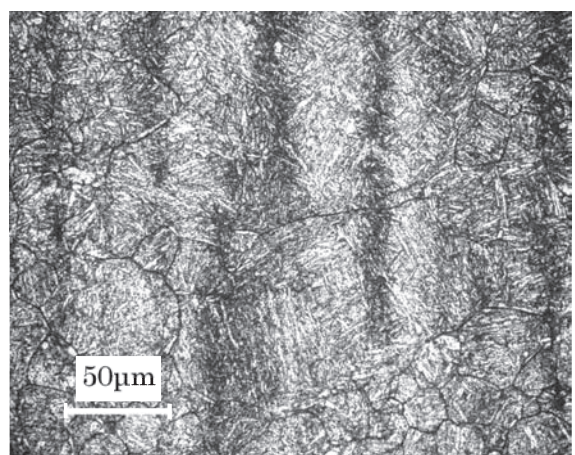


図 8 SNCM439 試験片の金属組織
焼入れ：950℃に 60 分保持後に油冷
腐食液：②AGS エッチャント

4. 結 言

通常の金属組織観察だけでは結晶粒の粗大化がよく分からない場合もある。このため、金属組織をよく観察する鉄鋼材料については、金属組織と旧オーステナイト結晶粒の大きさの関係を把握しておくことが大事だと考える。

参考文献

- 1) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin11.html>, S45C の金属組織と旧オーステナイ

ト結晶粒界，「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2018 年 2 月 5 日．

- 2) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin13.html>, SCM435 の金属組織と旧オーステナイト結晶粒界，「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2018 年 2 月 5 日．
- 3) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin14.html>, SNCM439 の金属組織と旧オーステナイト結晶粒界，「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2018 年 2 月 5 日．

工具鋼 KA-70 の金属組織と硬さ

齋藤 雄治*

Metal structure and Hardness of Kogu Steel KA-70

SAITO Yuji*

1. 緒 言

鋼の焼入れ硬さは、焼入前の金属組織に関係することが知られている¹⁾。本研究では、作業工具や刃物などに使われている（株）神戸製鋼所製の工具鋼 KA-70 について、焼入前の金属組織の炭化物の形状の違いが焼入れ焼戻し後の金属組織や硬さに及ぼす影響を調べた。

2. 実験条件

供試材には、（株）神戸製鋼所製の工具鋼 KA-70（直径 13mm×長さ 200mm）を用いた。この供試材から次の A、B 二種類の試験片を作製した。

A 供試材を長さ 19mm に切断したもの

B 供試材を球状化焼鈍し後に長さ 19mm に切断したもの

ここで、球状化焼鈍しは常温から 700℃まで 1 時間で昇温後、次の①～④の処理²⁾を 3 回繰り返して常温まで炉冷した。

①700℃から 760℃まで 1 時間で昇温

②760℃で 15 分保持

③760℃から 700℃まで 1 時間で徐冷

④700℃で 30 分保持

試験片 A、B について次の焼入れ、焼戻しの熱処理を行った。

- ・焼入れ…750～900℃の各温度に 10 分保持後に油冷
 - ・焼戻し…180℃に 1 時間保持後に空冷
- 熱処理後、試験片の端面を鏡面研磨してビッカ

ース硬さ試験（HV0.5）と金属組織観察（腐食液：HNO₃ 3ml，エチルアルコール 97ml）を行った。実験装置にはヤマト科学（株）製電気マッフル炉 F0410，（株）明石製作所製マイクロビッカース硬度計 MVK-G1，（株）ニコンインステック製倒立型金属顕微鏡 TME3000U-NR 型を用いた。

3. 実験結果

試験片 A、B の金属組織を図 1 と図 2 に示す。試験片 A はほぼ全面がパーライト組織で、炭化物は層状になっていることが分かる。それに対して、試験片 B は球状化焼鈍しを行っているため炭化物が球状になっていることが分かる。

図 3 に、試験品 A、B を種々の温度で焼入れ後に 180℃で焼戻したときの硬さを示す。試験片 A では実験したすべての焼入れ温度において 700 HV0.5 を超える高い値を示した。一方、試験片

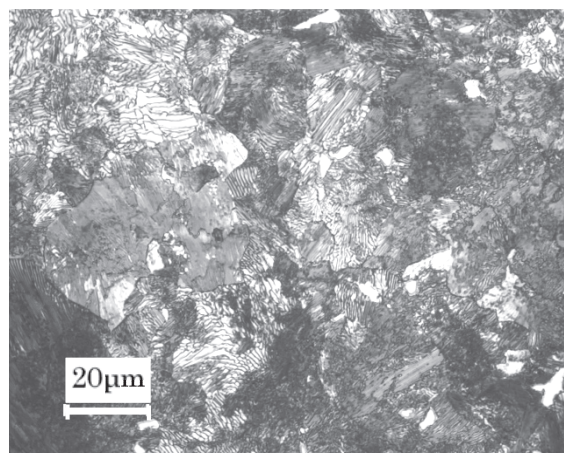


図 1 試験片 A の金属組織

* 県央技術支援センター

B では焼入温度 750℃では硬さが低く、焼入温度 800℃以上で 700 HV0.5 以上の硬さになっていることが分かる。また、実験したすべての焼入温度において、試験片 A の方が高硬度になっていることが分かる。

図 4～図 6 には、試験片 A, B を種々の温度で焼入後に 180℃で焼戻したときの金属組織を示した。

図 4 は、焼入温度が 750℃のときの試験片 A と B の金属組織である。KA-70 は炭素工具鋼 SK70 と化学成分が似ているため、標準的な焼

入温度は 800℃前後と考えられる。このため、焼入温度 750℃は低めの温度となるが、試験片 A は焼戻しマルテンサイトになっていることから焼きが入っていることが分かる。一方、試験片 B は一部に焼戻しマルテンサイト（灰色で見える組織）が見られるが、大部分はフェライトと炭化物になっており、焼きが入っていないことが分かる。この組織の違いが、図 3 の焼入温度 750℃における試験片 A と B の硬さの違い

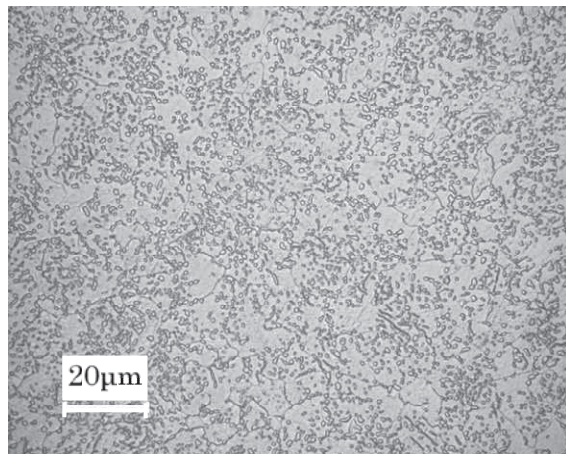


図 2 試験片 B の金属組織

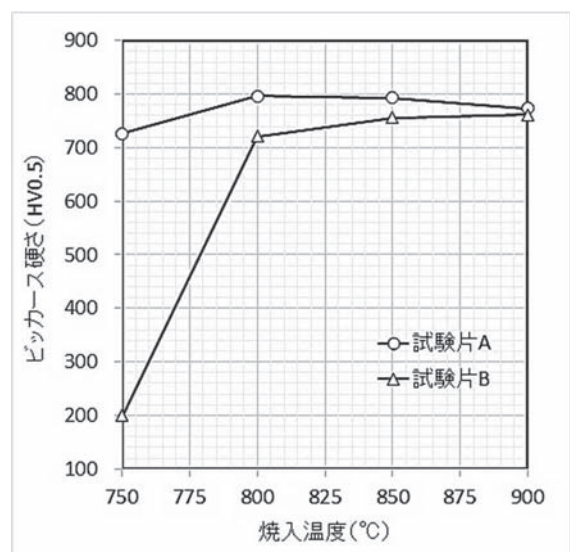
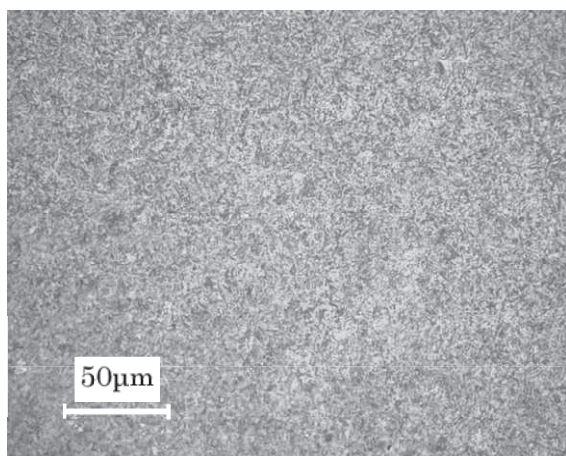
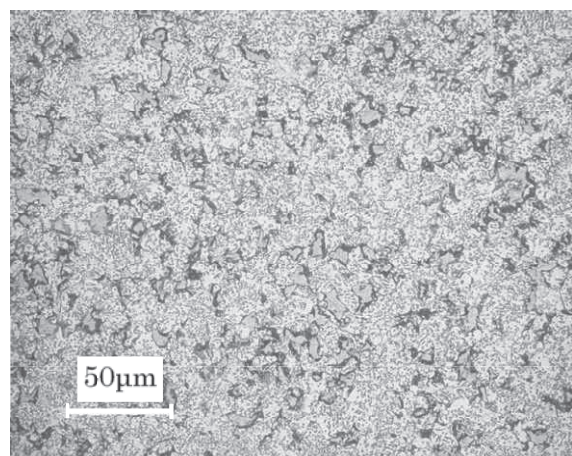


図 3 試験片を種々の温度で焼入後に 180℃で焼戻したときの硬さ



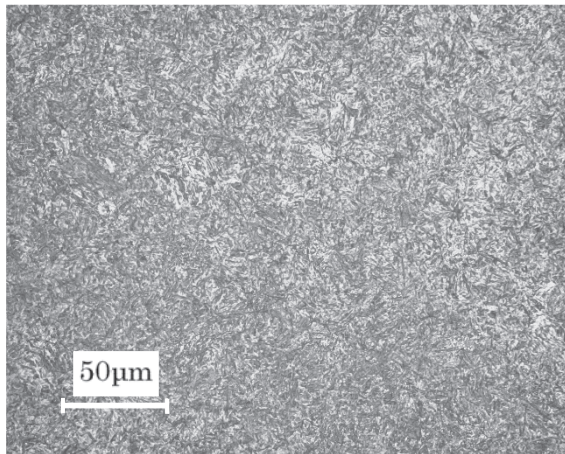
(a) 試験片 A



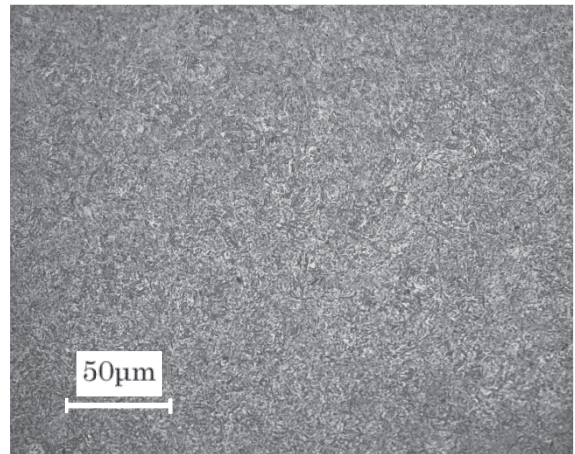
(b) 試験片 B

図 4 試験片の金属組織

(焼入れ：750℃に 10 分保持後に油冷、焼戻し：180℃に 1 時間保持後に空冷)



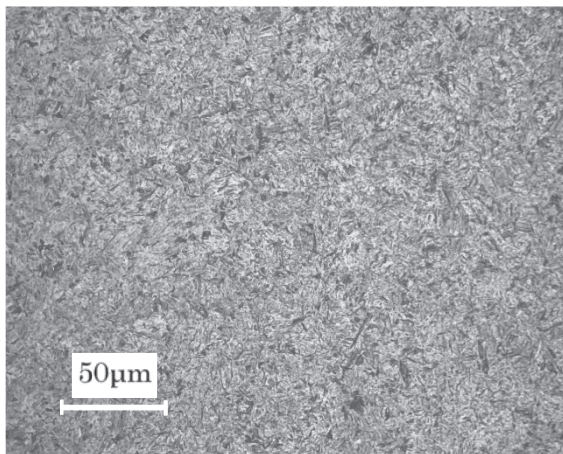
(a) 試験片 A



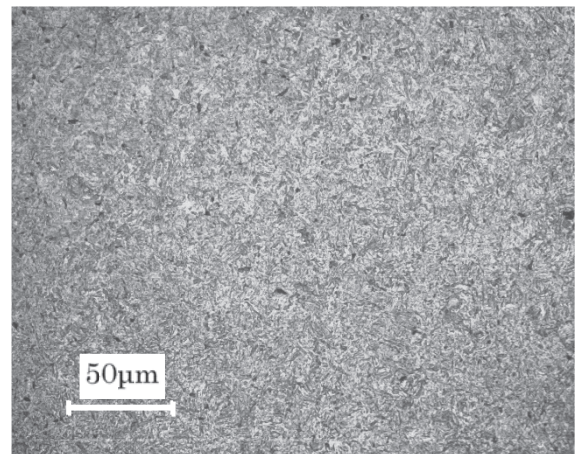
(b) 試験片 B

図 5 試験片の金属組織

(焼入れ：800℃に 10 分保持後に油冷、焼戻し：180℃に 1 時間保持後に空冷)



(a) 試験片 A



(b) 試験片 B

図 6 試験片の金属組織

(焼入れ：850℃に 10 分保持後に油冷、焼戻し：180℃に 1 時間保持後に空冷)

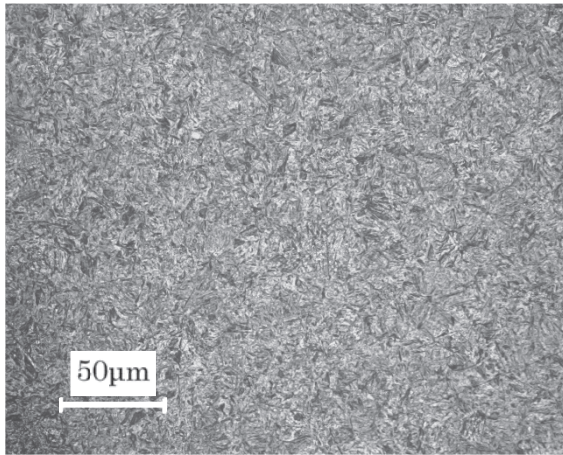
いとなって表れている。

図 5 は、焼入温度が 800℃のときの試験片 A と B の金属組織である。すでに述べたように、この温度は KA-70 の標準的な焼入温度と考えられる。試験片 A、B とも焼戻しマルテンサイト組織であるが、試験片 A は試験片 B に比べて粗い組織になっていることが分かる。このように、焼入前の金属組織がパーライトになっていると、標準的な焼入温度で焼入れしても組織が粗くなることが確認できた。

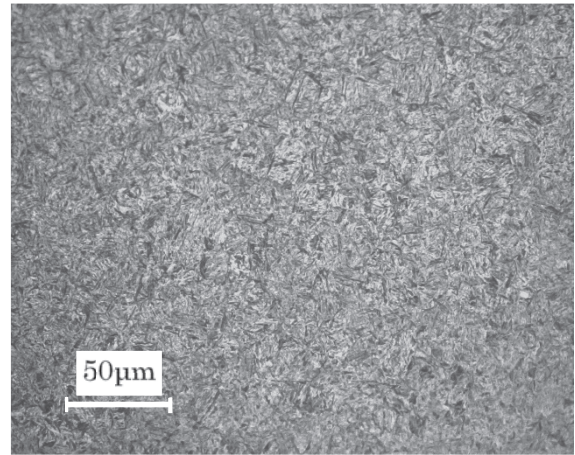
図 6 は、焼入温度が 850℃のときの試験片 A と B の金属組織である。標準的な焼入温度より高いため、試験片 A、B とも焼入温度が 800℃の金属組織に比べて粗い焼戻しマルテンサイトになっていることが分かる。金属組織の粗さは、試験片 A の方が顕著になっている。

図 7 は焼入温度が 900℃のときの試験片 A と B の金属組織である。標準的な焼入温度より 100℃も高いので、試験片 A、B とも粗い焼戻しマルテンサイトになっていることが分かる。

なお、本報告書の実験結果については当研究



(a) 試験片 A



(b) 試験片 B

図 7 試験片の金属組織

(焼入れ：900℃に 10 分保持後に油冷、焼戻し：180℃に 1 時間保持後に空冷)

所のホームページに掲載している³⁾。

4. 結 言

工具鋼 KA-70 について、焼入前の金属組織の炭化物の形状の違い（層状，球状）が焼入れ焼戻し後の金属組織や硬さに及ぼす影響を調べ、以下の傾向があることを確認した。

- (1) 炭化物が層状の場合，適正な焼入温度より低めの温度でも焼きが入る。また，適正な温度で焼入れしても金属組織が粗くなりやすい。
- (2) 炭化物が球状の場合，適正な焼入温度よ

り低めの温度では焼きが入りにくい。また，適正な焼入温度より高めの温度でも金属組織が粗くなりにくい。

参考文献

- 1) 日本鉄鋼協会編，改訂 5 版 鋼の熱処理，1989，p.27-28，丸善（株）。
- 2) 文献 1) の 44 ページ。
- 3) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin19.html>，工具鋼 KA70 の硬さと金属組織，「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2018 年 1 月 19 日。

刃物鋼の二度焼入れについて

齋藤 雄治*

Twice quenching for Knife Steels

SAITO Yuji*

1. 緒 言

浸炭焼入れなどを除き、一般的に鋼材の二度焼入れは良くないとされている。その理由としては、表面の脱炭、焼入れひずみ、組織が変わることによる焼入れ性の変化などが挙げられる。

ここでは、刃物鋼の再焼入れを行い、通常の焼入れに比べて金属組織や硬さがどう変わるかを調べた。

2. 実験条件

試験片には、炭素工具鋼 SK85 (20mm×20mm×厚さ 3mm)、日立金属 (株) 製 青紙 2 号 (19mm×74×3mm)、(株) 神戸製鋼所製 KA-70 (直径 13×長さ 15mm)、日立金属 (株) 製 YCS3 (直径 19×長さ 20mm) を用いた。これらの試験片の金属組織は球状化されている。

これらの試験片について

①焼入れ+焼戻し

②焼入れ+焼入れ+焼戻し

③空冷+焼入れ+焼戻し

の熱処理を行った。①～③の各熱処理の条件は次のとおり。

- ・焼入れ：800℃に 10 分保持後に水冷
- ・空冷：800℃に 10 分保持後に空冷
- ・焼戻し：180℃に 1 時間保持後に空冷

熱処理後、試験片の断面を鏡面研磨してビッカース硬度試験 (HV0.5) と金属組織観察を行った。腐食液には硝酸アルコール溶液 (HNO₃ 3ml, エチルアルコール 97ml) を用いた。

実験装置には、ヤマト科学 (株) 電気マッフル炉 F0410、(株) ニコンインステック 倒立型金属顕微鏡 TME3000U-NR 型、(株) 明石製作所製 マイクロビッカース硬度計 MVK-G1 を用いた。

3. 実験結果

ここでは、SK85 の結果のみを示すが、すべての実験結果については当研究所のホームページに掲載している¹⁾。

図 1 に SK85 試験片の熱処理前の結果を示した。図 1 より、炭化物が球状化していることが分かる。硬さは約 160HV であった。

SK85 に対して、①～③の各熱処理を行った後の金属組織を図 2～図 4 に示す。図 2 に比べて特に図 3 の組織は粗くなっていることが分かる。

焼入前に炭化物が大きくしかも球状化してい

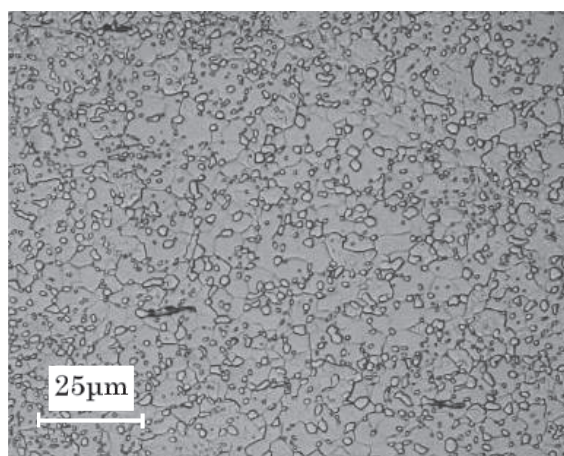


図 1 SK85 試験片の熱処理前の金属組織

* 県央技術支援センター

る場合、加熱の際にオーステナイト中への炭化物の固溶が困難になり、焼入れ性が低下することが知られている²⁾。熱処理①では焼入前に球状炭化物が基地に分散して析出しているため、上述のように焼入れ性が良くない状態にあると考えられる。一方、熱処理②や③では焼入れ温度まで一度加熱しているため、焼入前に炭化物が基地に固溶あるいは細かく析出した状態にあると考えられ、熱処理①に比べて焼入れ性が良

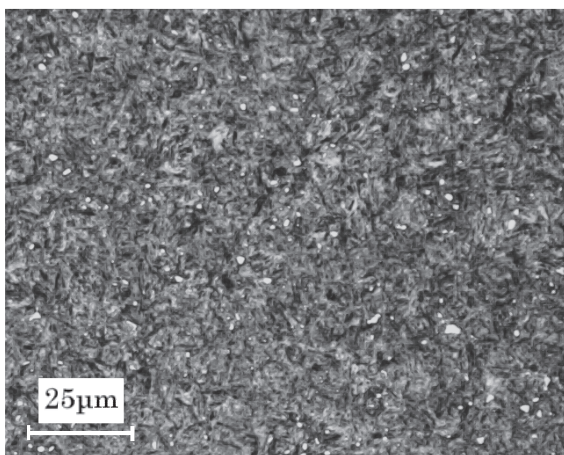


図 2 SK85 の熱処理①後の金属組織
(硬度 790HV0.5)

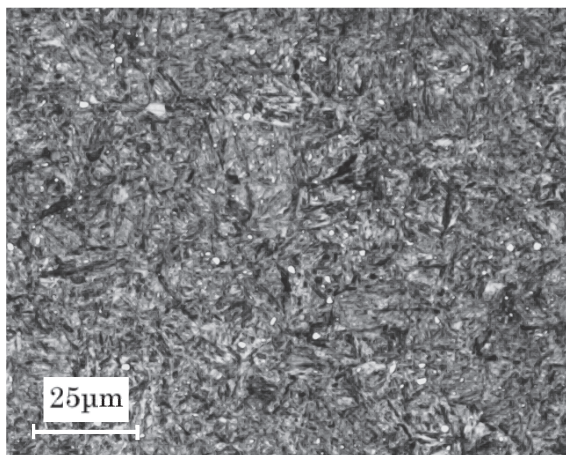


図 3 SK85 の熱処理②後の金属組織
(硬度 800HV0.5)

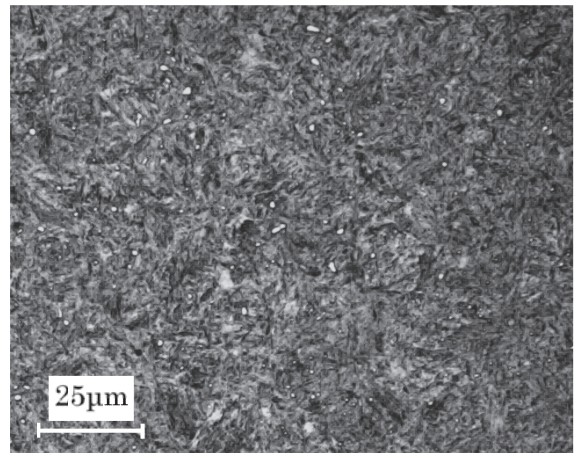


図 4 SK85 の熱処理③後の金属組織
(硬度 800HV0.5)

い状態と考えられる。SK85 の試験片について、熱処理①に比べて熱処理②や③の金属組織がやや粗いのはこのためと考えられる。

4. 結 言

二度焼入れは通常の焼入れに比べて、金属組織が粗くなる傾向があることを確認した。

参考文献

- 1) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin21.html>, 刃物鋼の再焼入れについて, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2018 年 2 月 19 日.
- 2) 日本鉄鋼協会編, 改訂 5 版 鋼の熱処理, 1989, p.27-28, 丸善(株).

新規草木染め染料に関する研究

佐藤 清治* 渋谷 恵太*

Study on New Type Natural Dyestuff Extracted from Natural Colouring Agent

SATOU Seiji* and SHIBUYA Keita*

1. 緒 言

天然染料を用いた染色は、商品の付加価値を高める方法として強い関心が持たれている¹⁾²⁾。しかし、藍などの一部の染料を除いて、天然由来の染料は、合成染料とは異なり、染色堅ろう度が著しく低いことはもちろんのこと、染料の抽出及びその後の保存など取り扱いが非常に煩雑であり、更に混ぜ合わせによって任意の色を出し難いなどの欠点を有するために、なかなか使えないのが現状である。

検討をした天然染料は、先に挙げた抽出や保存などの取り扱いの欠点が克服された、非常に使い勝手の良い染料である。今回の試験では、もう一つの欠点である“任意の色出し(任意の色に染める)ができるか否か”について検討をした。具体的には、黄色染料として“えんじゅ”，赤色染料として“ラックダイ”，青色染料として“くちなし”を用いて見本色であるカラートライアングルを作成し、三原色配合染色の可能性について検討をした。

2. 試験方法

2.1 供試材等

- ・麻布：たて糸，よこ糸共に 60/1, 30 本/cm
- ・カチオン化剤：カチオテック MRC
- ・精練・洗浄助剤：ハイドスコ PNC
- ・染料：RK カラー

黄色染料：えんじゅ

赤色染料：ラックダイ

青色染料：くちなし

以下では、えんじゅ，ラックダイ，くちなしをそれぞれ黄，赤，青と記載。

・媒染剤：塩化第一スズ（試薬）

※麻布と媒染剤以外は，洛東化成工業(株)製

2.2 精練，洗浄，カチオン化及び染色条件

一連の工程の概要および条件を以下に示す。

○工程の概要

精練 → カチオン化 → 洗浄 → 水洗 → 染色 → 水洗 → 金属媒染 → 洗浄 → 水洗 → 乾燥

それぞれの処理は，三角フラスコに所定量の麻布と薬剤などを入れ，振とう機付き湯煎器を用いて，常法³⁾に従って操作を行った。

○各々の工程の処理条件

- ・精練・洗浄工程：濃度 1g/l，70℃-10 分
- ・カチオン化工程：濃度 50g/l，NaOH 10g/l，浴比 1:20，80℃-30 分
- ・染色工程：20% o.w.f.，浴比 1:50，80℃-30 分
- ・金属媒染工程：20% o.w.f.，70℃-20 分

2.3 カラートライアングルの色配置図

カラートライアングル作成においては，図2に示すように，①黄から…⑥赤…⑭青までの 21 分割で表示した。染色条件は，トータル濃度を

* 素材応用技術支援センター

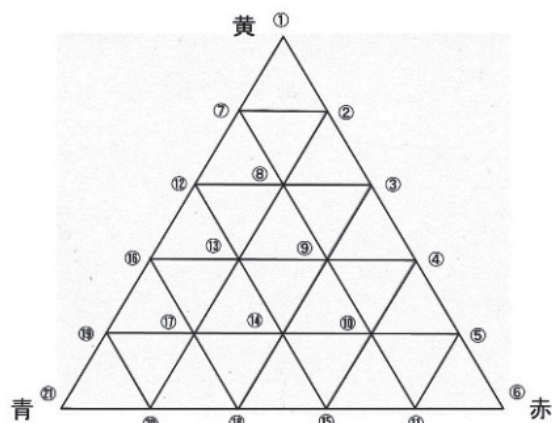


図1 カラートライアングルの配色番号

20% o.w.fに設定し、カチオン化処理布を用いた。

2.4 測色

・測色機：スペクトラフラッシュ 500

データカラーインターナショナル製

測色の光源は、D₆₅を用いて評価をした。

3. 結果

3.1 カチオン化の効果

実際に染色した布を肉眼で観察をすると、その効果は一目瞭然である。しかし、染色布の色をカラー写真等で表現することができないために、試料の測色結果を L*a*b*表色系に従って表 1 に示し、また分光反射率曲線を図 2 に示した。

表 1 において「②カチオン化未処理-黄」は、カチオン化処理をしていない麻布を黄色の染料である「えんじゅ」で染色したことを示し、また、図 2 においては、「②」は表 1 の「②カチオン化未処理

表 1 カチオン化未処理及び処理染色布の測色結果

処理条件	L*	a*	b*
①白生地	88.1	0.6	2.4
②カチオン化未処理-黄	86.5	-1.8	9.8
③カチオン化-黄	77.3	3.2	48.5
④カチオン化未処理-赤	87.8	1.3	0.9
⑤カチオン化-赤	45.9	60.5	22.1
⑥カチオン化未処理-青	87.7	1.2	0.4
⑦カチオン化-青	54.5	-3.8	-15.9

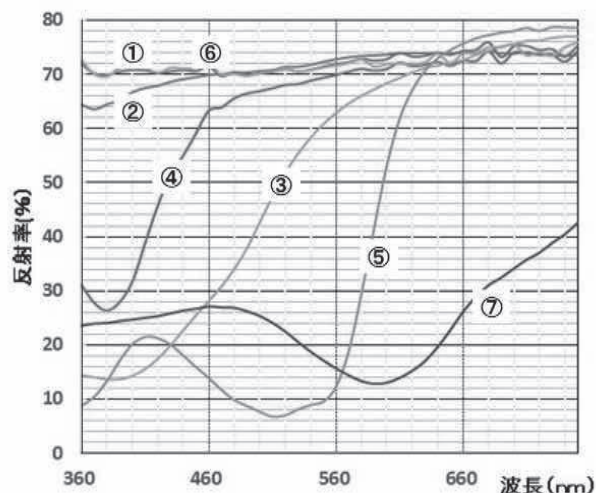


図2 カチオン化未処理及び処理染色布の分光反射率曲線

「黄」を示す。表 1 および図 2 より、カチオン化未処理布は、これらの染料では汚染程度にしか染まらないが、カチオン化処理を施すことによって非常に良く染まることわかる。今回用いた染料の中では、分子構造中に「負」の官能基であるカルボキシル基を有する「赤」つまり「ラックダイ」では、これが顕著に現れている。

3.2 カラートライアングルの作成

図 1 に示したカラートライアングル配色番号に基づいて、21 種類の染料配合でカチオン化処理麻布を染色し、それらの染色布の測色結果を L*a*b*表色系に従って a*b*値で図 3 に示した。

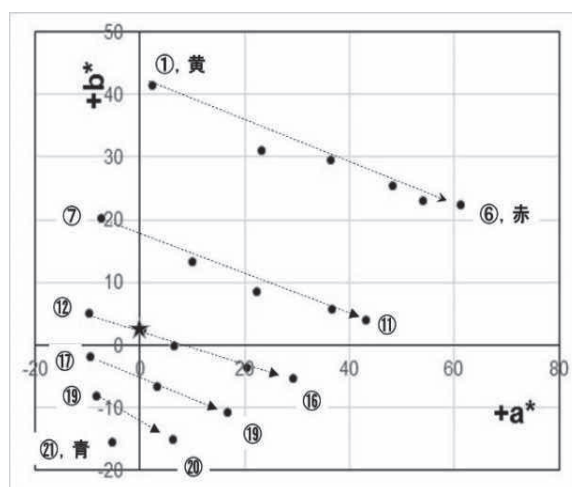


図3 カラートライアングル測色図

図3の①～⑥は、図1のカラートライアングル配色番の号①～⑥に相当している。以下、⑦～⑪…，…⑮～⑳についても同様である。星(★)印は未染色の麻布の値を示しており、わずかに“黄色味”を帯びているが、ほぼ無彩色の位置“(a*, b*) ≐ (0.6, 2.3)”にある。

図3から明らかなように、青は他の色と比較して著しく彩度が低いために、天然染料としては極めて彩度の高い赤や黄に引っ張られるような形になっている。以上、染色堅ろう度など、実用面では解決しなければならない課題が山積しているが、麻をカチオン化処理をすることによって、色見本であるカラートライアングルを作成することができた。

4. 結 言

(1) 天然染料による麻の染色において、カチオ

ン化処理は非常に有効である。特に、分子構造中に“カルボキシル基”などの“負”の官能基を有する染料では、その効果が著しい。

(2) 黄色成分として“えんじゅ”，赤色成分として“ラックダイ”，青色成分として“くちなし”の天然染料を用いて、カラートライアングルを作成することができた。

参考文献

- 1) 伊藤哲司ほか，“桐抽出液を用いた染色方法”，福島県ハイテクプラザ試験研究報告，2009，p.43.
- 2) 伊藤哲司ほか，“天然染料用いた染色方法について”，福島県ハイテクプラザ試験研究報告，2009，p.45.
- 3) “草木染め〈RK カラー〉”，洛東化成工業(株)，p7.

Ⅲ 調査・報告

農業分野における ICT 活用促進に関する調査研究

五十嵐 晃* 菅家 章* 馬場 大輔** 永井 智裕** 小林 豊*** 松本 好勝****

Report of Market and Technology Trends of Information Communication Technology in Agriculture

IKARASHI Akira*, KANKE Akira*, BABA Daisuke**,
NAGAI Tomohiro**, KOBAYASHI Yutaka*** and MATSUMOTO Yoshikatsu****

1. 緒 言

国は、未来投資戦略 2017 における「産業競争力の強化に関する実行計画（2018 年版）」¹⁾（平成 30 年 2 月 6 日閣議決定）「Society5.0 の社会実装と破壊的イノベーションによる生産性革命」の中で、スマート農林水産業の実現など、最先端技術の開発・実装を推進している。

我々はセンシング技術の農業分野への応用に関する調査研究を平成 27 年度から始め、今年度は、農業分野への導入で注目されている ICT 技術について、学会や展示会などを調査し、さらに県内企業の農業 ICT への取り組み状況について調査した。また、農業現場における各種センシングや制御に関して、より具体的なニーズを確認するため、新潟県農業総合研究所と連携してセンシング機器や制御機器を開発し、機器を用いて実際に園芸施設でデータを取得した。それらのデータを分析して、機器に必要な改善について考察した。

また、外部の競争的資金事業を調査し、連携共同体を形成するために必要なポイントについて検討した。

2. 活動概要

2.1 セミナーの開催

平成 29 年 11 月と平成 30 年 2 月に、「農業

分野への ICT 技術導入セミナー」を開催した。参加人数は 25 名と 22 名であった。

11 月のセミナーでは、農業現場におけるセンシングの統一規格として提案されている、ユビキタス環境制御システム²⁾（Ubiquitous Environment Control System, 以下 UECS と記述する）の第一人者、近畿大学の星岳彦教授から、UECS の歴史と現状・将来について、ご講演いただいた。UECS は、大きな可能性を秘めた規格であり、講演後のアンケートは、詳細な情報を知りたいなど、概ね好評の結果であった。

また、2 月のセミナーでは、すでに農業分野へ参入している県内企業とその協力企業から、農業への参入の経緯、現状や今後について、ご講演いただいた。センシング部と制御ユニット部を県内企業で開発・製造し、それらを含めたシステム全体を協力企業が提供するという内容であった。近年、Raspberry Pi など、比較的安価で容易にセンシング機器を開発できるマイコンボードが普及しているが、それらとの差別化は、機器の信頼性につくという協力企業の言葉が印象に残った。セミナーでは活発に意見が交換され、アンケートでは 90% 近くの参加者から役に立ったとの意見を得た。

2.2 調査活動

2.2.1 技術動向および市場動向

UECS の動向は、農業情報学会において「UECS プラットフォームで日本型施設園芸が活きるスマート農業の実現」というセッションが設定されるほど活発で、イチゴ栽培やトマト

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

*** 中越技術支援センター

**** 上越技術支援センター

栽培への導入事例など、多くの発表があり、着実に普及してきている印象を得た。さらに、県外の展示会では、UECS に対応もしくは対応予定であることを強調した展示がみられ、広く普及している状況が伺えた。

県内においては、農業機械メーカーによる最先端技術フェアや新潟県農林水産部主催の研修のテーマで ICT が取り上げられるなど、取り組みへの動きがみられた。

県外の展示会を調査したところ、植物の生体内情報を遺伝子レベルで解析して生育予測モデルを構築、それをもとに環境制御を試みた CPS (Cyber Physical System) の事例がみられ、仮想モデルと物理モデルの活用について、今後の動向が注目されている。

国の動向は広範囲であるが、その一つを紹介する。内閣府の SIP (戦略的イノベーション創造プログラム) で進めている農業データ連携基盤³⁾は、多様な技術提案で試みられている農業 ICT サービスやデータを共通のプラットフォーム (農業データ連携基盤) で構築しようというもので、注目すべき取り組みである。SIP は平成 29 年 8 月に協議会を設立し、平成 31 年 4 月を目途に本格サービス提供が計画されている。

2.2.2 県内企業の動向

県内の製造業に関して、すでに農業分野への参入を果している企業、および自社で植物工場を稼働させている企業を調査した。いずれも、自社としての収益源となる柱の事業を農業分野以外で持ちつつ、まだ収益には結びつかないが、農業分野に参入し、そこでしか得られないノウハウを蓄積しているという印象を受けた。農業分野は、はっきり言って儲かっていないという調査した企業からの正直な話があった一方、農業現場で要求される仕様のセンサの開発が重要で、自社開発したいという話がみられた。

3. 課題とその対応

3.1 市場参入時の課題とその対応

調査したところ、農業分野の参入には、障壁が 3 つみられた。一つ目は、ユーザである農家の多くが小規模で、導入システムに対し、大きなコストがかけられないことである。二つ目は、農家の高齢化により、扱い方が複雑なシステムは受け入れられないことである。三つ目として、個々の農家が求めるデータや制御のためのしきい値がそれぞれ異なるという点もシステム供給側にとって大きな障壁となる。

それらへの対応には、2 つのアプローチが考えられる。ひとつは、公的資金を投入して大規模にモデルラインを構築して開発を進めていくいわゆるトップダウン方式であり、もうひとつは、ユーザの農家に寄り添いながら細かなニーズにひとつひとつ対応していくような、いわゆるボトムアップ方式である。ボトムアップ方式は、コストはそれほどかからないが、技術力、人手、時間が必要とされる。当所と新潟県農業総合研究所園芸研究センターで連携して進めている機器開発の手法はボトムアップ方式に該当し、今後もこの方式を活用しながら継続して参入支援に取り組みたいと考えている。

3.2 技術的課題と対策

農業分野への ICT 導入は既存技術の応用が主である。技術的課題としては、低コスト化や信頼性向上があげられ、センサについても低コスト化、高耐久性の付与は重要な課題である。ここで、あらゆるセンサをインターネットへ接続する技術である IoT (Internet of Things) が活発化していることから、センサおよびその周辺技術分野の技術動向について、IoT の技術は注視していくべき分野であると考えている。

4. 工業技術総合研究所の取り組み

4.1 試作した計測装置

平成 28 年度は 9 機種、平成 29 年度も 9 機種の計測装置を試作した。装置は、Raspberry Pi

財団製の Raspberry Pi と呼ばれる組込み Linux ワンボードマイコンを基本とし、イントラネットなどの LAN の構成ばかりでなく、スタンドアローンでも使用可能な装置とした。また、計測に加えて制御もできる装置としており、エッジコンピューティングに関する検討を試みた。例として平成 29 年度に試作した計測装置について以下に述べる。

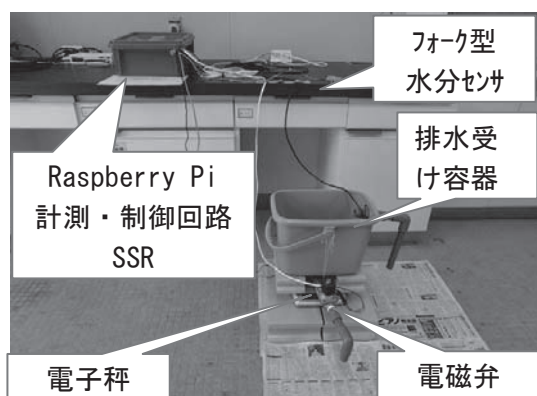


図 1 装置の全景

4.2 排水重量 EC 計測装置

植物の植えられたプランタにおいて、タイマで定時に給水された後の排水の重量と EC (Electrical Conductivity: 電気伝導度) を測定するため、排水重量 EC 計測装置を試作した。装置の全景を図 1 に示す。プランタから出る排水は排水受け容器の中に貯えられ、重量と EC が測定されて Raspberry Pi に記録される。Raspberry Pi は定時に電磁弁を開き、排水受け容器の中に貯えられた排水を放流する。

取得したデータの推移を図 2 に示す。横軸は時間軸で、計測期間は 1 月中旬の 1 週間である。白色は昼間、灰色は夜間を表している。また、縦軸左側の目盛りは排水温度を、縦軸右側の目盛りは排水の重量と電気伝導度を示している。

実験では、毎日 3 回給水したため、排水重量のグラフには毎日 3 段の変化がみられる。夜間に電磁弁を開くので、その直前の重量がその日の排水重量である。

本装置でデータ収集を積み重ねることで、プランタやポットなどの園芸施設の様々な栽培環

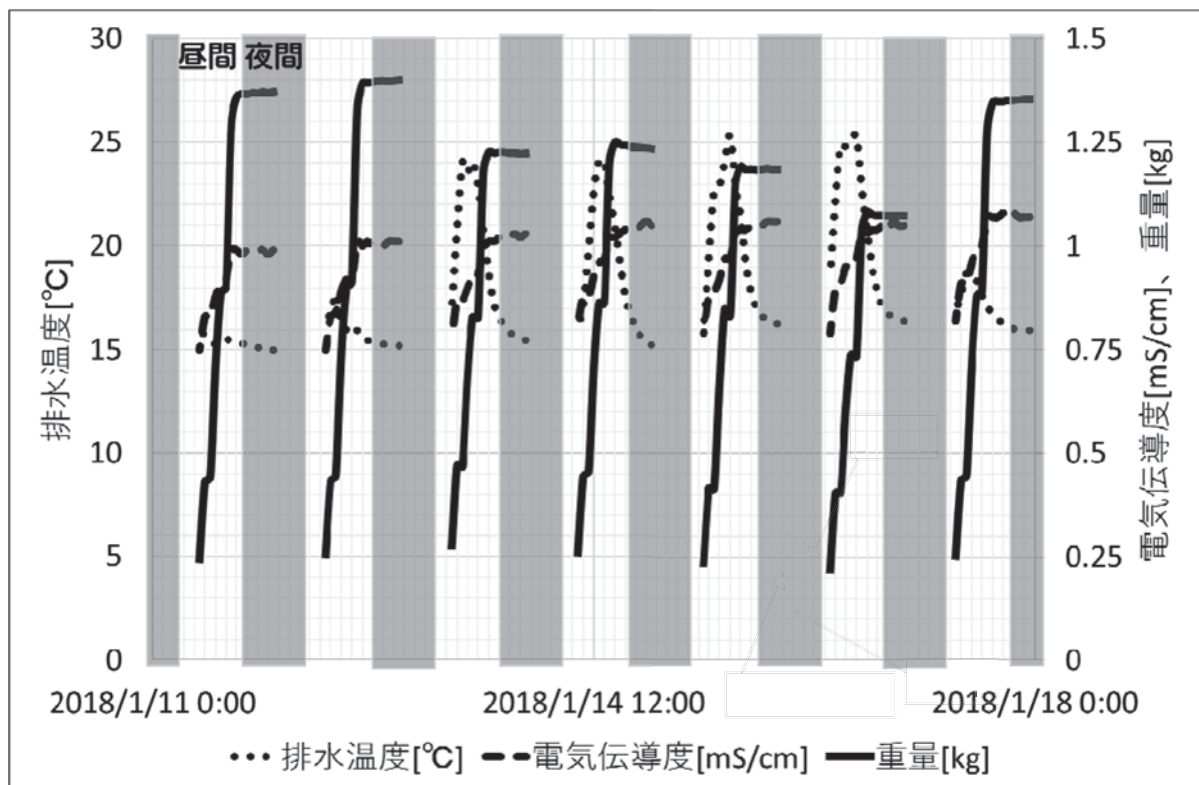


図 2 計測したデータ例

境における給水量などの適正值の導出が期待できる。気温と排水量の相関をみることで、例えば気温の高い日は排水量の減少が予想されるので、給水回数を日に3回から4回に増やすといった、より有用な制御に利用できると考えられる。

農作物の生育は広い環境で何年にもわたって長期的なデータ計測を積み重ね、記録し、生育の状態や気候の状態などを過去の記録と比較しながら生育の改善を試みるようなクラウド的な制御が必要な一方で、日照量や気温に応じて給水量を変更するなど、末端での短期的な制御も必要である。そのような制御は近年エッジコンピューティングとして注目され、農作業者の大きな負担軽減になるものと期待されている。

以上は試作した計測装置の一例である。今後、データ計測を重ね、それらの解析結果から得られる技術的課題を明らかにしながら、よりよい農作物の育成、およびそれに活用できる計測装置の開発につなげていきたい。

5. 研究テーマの提案

本調査研究事業で求められる成果に、競争的資金への応募がある。経済産業省所管の競争的資金事業（例えばサポインなど）における研究連携体の構成は、製造業が中心となり、理論的裏付けを担当する大学、それらの間で成果物の測定や試験・応用研究などを担当する当所といったように、少ない組織で構成される場合が多い。農林水産省の競争的資金事業⁴⁾の場合は、農林漁業者や地方公共団体、普及組織を実施主体に入れるスキームとなっているため、連携体構築にはより幅広い連携と、連携をまとめるコーディネータが必要となる。

6. 結 言

- (1) 農業分野においても、IoT, AI, CPS, ビッグデータの波が押し寄せており、各社各様のアプローチがみられる。
- (2) UECSや農業データ連携基盤は、各社各様のアプローチを束ねられる可能性を秘めており、今後も注視したい。
- (3) 農業分野へのIoT展開には、エッジコンピューティングについて注目していく必要がある。
- (4) 農業分野へのICT活用では、農林水産省、経済産業省、文部科学省の競争的資金への応募が考えられ、農林水産省においては幅広い連携とコーディネート役が必要となる。
- (5) 試作した計測システムを用いてデータ計測を継続しながら、今後もデータ分析について様々な検討を試み、調査研究に取り組みたい。

参考文献

- 1) https://www.kantei.go.jp/jp/singi/keizaisaisei/pdf/keikaku_honbun_180206.pdf, 産業競争力の強化に関する実行計画（2018年版）, 「内閣府ホームページ」, 平成30年3月27日.
- 2) <https://uecs.jp/>, 「ユビキタス環境制御システム（Ubiquitous Environment Control System）ホームページ」, 平成30年3月27日.
- 3) <https://wagri.net/>, 「農業データ連携基盤協議会ホームページ」, 平成30年3月27日.
- 4) <http://www.affrc.maff.go.jp/docs/press/171205.html>, イノベーション創出強化研究推進事業, 「農林水産省ホームページ」, 平成30年3月27日.

3次元ものづくり製造技術とその市場に関する調査研究 (第3報)

三村 和弘* 須貝 裕之* 遠藤 桂一郎* 馬場 大輔**

天城 裕子** 片山 聡*** 橋詰 史則****

A Report of Manufacturing Technology Utilizing Three-dimensional Shape Data

MIMURA Kazuhiro*, SUGAI Hiroyuki*, ENDO Keiichiro*, BABA Daisuke**,

AMAKI Yuko**, KATAYAMA Satoshi*** and HASHIZUME Fuminori****

1. 緒 言

現在、3D プリンタを用いた付加製造 (Additive Manufacturing, AM) 技術は、当初の試作や治具などの製作から、製品製造へ移行している。本研究会において 3D プリンタの現状および動向、活用事例について講演会を実施し、装置メーカーへの訪問、展示会・講習会へも参加し調査を行った。また、H27 年度から継続して調査研究^{1,2)}活動を実施してきたが、今年度は金属 3D プリンタに注目し、詳細な情報収集を行った。



図1 講演会の様子

2. 講演会開催概要

県内企業に 3D プリンタの現状を知ってもらい活用を促進するために講演会を開催した。最初に今年度の研究会に関して目的と取り組み方を説明した後に講演を行った。内容は 3D プリンタの造形方式や活用事例 (試作・最終製品・治具・金型)、製品設計のポイント、業界動向などの詳しい説明である。その後に実機と造形サンプルについて、現物を手に取り質疑応答を行った。講演会の様子を図1、実機と造形サンプルを図2に示す。参加者は35名であった。

開催日：平成29年9月7日

「デジタルものづくりフォーラムの取り組み」

下越技術支援センター 馬場 大輔

「3D プリンタの技術解説と最新の活用法」

(株) リコー 事業開発本部 金子 高氏



図2 実機と造形サンプル

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

*** 中越技術支援センター

**** 素材応用技術支援センター

3. 調査内容

3.1 市場動向

3D プリンタは基本的に 7 つの造形方式に分類される。しかし、最近では基本をベースにした新しい方式の 3D プリンタも開発されている。今後、さらに用途開発や新材料の研究により新しい方式の 3D プリンタが開発されると思われる。また、全世界での産業用プリンタの販売台数は、ここ数年、横ばい状態であるが、全体の売り上げ金額は伸びている。これは一台数千万～数億円の金属 3D プリンタの販売が伸びており、比較的安価なプリンタの販売が減っているからである。また、国内で販売が伸びていないのに対し、国外、特に欧米で販売が好調であり、その要因として、航空宇宙・医療の市場が伸びていることが挙げられる。金属 3D プリンタの日本での使い方は金型製作が主であり、有効活用している企業は、金型製造業よりは、むしろ成形加工会社が金型を内製するようになった例が多い。ここでは、製作した金型を加工工程に組み込んで使うため、自社の技術ノウハウを金型製作に活かし、成形加工の生産性を上げている。

3.2 技術動向

3.2.1 金属 3D プリンタの現状

金属 3D プリンタの方式として数種類あるが、主にパウダーベッド方式（PBF 式）とレーザメタルデポジション方式（LMD 式）が多くのメーカーから販売されている。PBF 式は金属粉末を敷き詰め、レーザや電子ビームで造形部分を溶融・凝固させる方法である。LMD 式は溶融した金属材料を所定の場所に積層・凝固させて造形する方法であり、PBF 式に比べて形状精度は低い、高速造形が可能であり造形後のパウダー除去が不要である。その他にアーク溶接式などが市販されている。

また最近、注目されている金属 3D プリンタとして、樹脂系でよく利用される熱溶解積層法（FDM 式）をベースにしたシンプルなデスク

トップ型の金属 3D プリンタがある。これは、材料として金属に樹脂を混ぜたロッド状の材料を用いて造形を行い、その後に焼結炉に入れて樹脂を焼失させて製作するもので、価格も安価である。

3.2.2 金属 3D プリンタに使われる粉末材料

金属 3D プリンタの造形に際して原料になる主な粉末材料を表 1 に示す。一般的にこれらは各装置メーカーから専用の材料が提供されている。材料の多くは欧米のプリンタメーカーが標準材として提供しているものが日本でも使われているが、現在、国内メーカーは国内市場に適した 3D プリンタ専用の材料開発を行っている。材料は恒温恒湿で保管する必要がある、材料自体も磁気を帯びない、粒形が球形である、粒径が揃っているなどが高精度な造形をするための条件となっている。

3.2.3 金属 3D プリンタの特徴と課題

金属 3D プリンタによる造形の特徴として、機械設計の自由度が高く、軽量化や新機能を実現しやすいことが挙げられる。特に機械部品に関しては航空機部品に大きな成果を上げており、欧米では実用化されている。前述のとおり、日本国内での主な用途である金型製作への適用では、積層造形と切削加工を組み合わせた複合加工機が用いられている場合が多い。課題としては、粉末材料のコストが高い、造形時の残留応力などによる反りの発生および装置メンテナンスの煩雑さが挙げられる。

表 1 主な粉末材料

材質	成分・名称等	用途
マルエージング鋼	Ni, Co, Mo	金型, 医療
ステンレス	SUS316L 等	機械部品
アルミニウム	AlSi10Mg	機械部品
チタン	Ti6Al4V	航空機, 医療
インコネル	インコネル 718	航空機, 自動車

3.3 県内企業の動向

3D プリンタの活用状況については、県内でも樹脂プリンタで試作や治具製作で活用している企業は多いが、量産は一部でしか実現されていない。現在、3D プリンタの試作や導入についての相談は、主として樹脂に限られており、3D 測定については、3D スキャナによる形状入力とデータ化について説明するにとどまっている。

3.4 各県公設試の3Dプリンタ利用状況

産業技術連携推進会議の3Dものづくり分科会及び国立研究開発法人産業技術総合研究所3D3プロジェクトに参画し、各県公設試の3Dプリンタの利用状況を把握した。興味深い取り組みについて以下に示す。

- (1) 北海道：青銅粉末利用の積層造形
- (2) 青森県：ゲル素材を用いたプリントの検討
- (3) 神奈川県：3Dプリンタ活用のデザイン支援
- (4) 兵庫県：樹脂モデルの鋳型としての可能性
- (5) 同上：加硫ゴム3Dプリンタの研究開発
- (6) 福井県：造形サポート作製と造形事例
- (7) 広島県：3Dプリンタ活用コンテスト

3.5 切削機能付き金属3Dプリンタ

山梨県と栃木県の産業技術センターに国内メーカー製の切削機能付きのPBF式金属3Dプリンタが設置されているので調査を行った。

用途は機械部品よりも金型造形として用いることが多い。型の内部には3Dプリンタの利点を活かして3次元冷却配管を作ることも多く、冷却効率の高い金型製作が可能となる。

造形後の後加工で必要なものとしては、サポート材から造形物を切り離すためのワイヤカット放電加工機や造形物を熱処理するための電気炉などがある。

3.6 市場参入時の課題とその対応

数年前の3Dプリンタブームは過ぎ、技術や

市場が落ち着いてきた感があり、企業ごとに活用の仕方に差が出てきている。今年度、金属3Dプリンタの調査をしたところ、単に装置を購入して造形精度を上げるための研究や用途開発ではなく、金属3Dプリンタ自体の開発や新材料開発なども研究対象になることがわかった。例えば、造形のスピードアップや新しい金属材料を使った製品化も考えられる。また、国内においては、次世代型3Dプリンタを開発するためのプロジェクト TRAFAM（技術研究組合次世代3D積層造形技術総合開発機構）の活動がH30年度で終了するため、順次、新しい3Dプリンタが販売される予定であり、既存のものと比較しながら県内企業に役立つ機種を考慮し、支援を行うことが可能である。

新機能や軽量化を検討したときに、設計時のトポロジー最適化技術を用いるのは当然であるが、金属に「しなり」を与えるためにラティス構造を駆使した構造体や傾斜機能材料、異種金属の造形による製品化も金属3Dプリンタで実現可能である。

4. 結 言

- (1) 金属3Dプリンタの市場や技術動向は、試作だけでなく製品化および量産化に向かっており、今後、技術開発が進み市場が拡大すると思われる。
- (2) 金属3Dプリンタの研究として、構造設計や材料開発などを進めるときにトポロジー最適化、ラティス構造、傾斜機能材料などの技術を複合的に検討する必要がある。

参考文献

- 1) 中部 昇他，“3次元ものづくり製造技術とその市場に関する調査研究”，工業技術研究報告書，45，2016，pp.98-100
- 2) 中部 昇他，“3次元ものづくり製造技術とその市場に関する調査研究(第2報)”，工業技術研究報告書，46，2017，pp.82-84

繊維技術を活用した加飾加工に関する調査研究

橋詰 史則* 古畑 雅弘* 渋谷 恵太* 佐藤 清治*
河原 崇史* 山田 敏浩** 田辺 寛***

Research on Decorative Processing Using Textile Technology

HASHIZUME Fuminori*, FURUHATA Masahiro*, SHIBUYA Keita*, SATOU Seiji,
KAWAHARA Takashi*, YAMADA Toshihiro** and TANABE Hiroshi***

1. 緒 言

自動車内装部品や携帯情報端末をはじめとした生活用品分野において、製品表面に高い質感を付与する加飾技術について、昨年度より調査研究を行ってきた¹⁾。今年度は調査対象分野を拡大し、昨年度から試作を行ってきた金属表面へのテキスタイル接合による質感向上手法の他にも、繊維技術を活用した加飾技術について調査や試作を行った。それらを基に県内外企業間の連携構築を図るとともに、加飾技術の実製品への適用を目標に、調査研究を継続して実施した。

2. 活動概要

2.1 研究会の開催

実際に加飾加工を手掛けている企業から講師を招き、加飾サンプルの多数の提示を交えながら、技術や素材、対象分野や動向に関して、県内企業に情報提供するためのセミナーを開催し、県内企業等 27 社からの 41 名を含む合計 51 名の参加を得た。図 1 に講演会の様子を示す。加飾加工技術研究会の活動内容紹介も併せて行った。講演内容は以下のとおり。

開催日：平成 29 年 10 月 12 日

* 素材応用技術支援センター

** 研究開発センター レーザー・ナノテク
研究室

*** 県央技術支援センター



図 1 講演会の様子

講演 1：「革新的加飾工法 TOM（Three dimension Overlay Method）」

講師：布施真空（株）代表取締役社長 三浦高行氏

概要：熱成形加工の一つである真空成形が進化した 3 次元表面加飾工法（Three dimension Overlay Method=TOM 工法）の原理から応用、そして新しく創りだされる市場とその今後について紹介いただいた。

講演 2：「ホットスタンピングによる表面加飾（高級感・意匠性と機能性の付加技術）」

講師：カタニ産業（株）東京支店営業一課マネージャー 安田雅彦氏

概要：金銀箔等のホットスタンプ箔と、ホットスタンピング工法の幅広い分野での加飾加工の実績を紹介いただいた。

2.2 調査

2.2.1 展示会

加飾技術に関連した展示会に 7 回参加し、技

術動向の調査を行った。意匠デザインにフォーカスした展示会では、フルカラー3Dプリンタの実用化や携帯端末向け金属調加飾、インモールド成形による異素材接合などの技術が見受けられた。インテリア用品分野では異素材同士の組合せによる高付加価値化の取組みが数多く提案されていた。自動車関連の展示会では、TOM工法の普及による加飾フィルムの展開、原料着色（原着）樹脂による加飾の高度化、皮革表面処理の多様化と手法の組合せによる高付加価値化、デジタルシボによる成形樹脂表面処理の多様化、などに関する情報収集を行った。

2.2.2 セミナー

加飾技術に関するセミナーに2回参加し、調査を行った。

自動車メーカー講師による講演からは、プラスチックによる皮革調や金属調の質感表現高度化への取組みの紹介があったほか、EVや自動運転技術の普及、ディスプレイ大型化に対応した加飾技術の予測、環境規制強化に伴う原着樹脂加飾の増加などの報告があった。サプライヤーによる講演では、TOM工法の用途展開、原着用新規ナイロン樹脂の開発、射出成形技術の高度化、スクリーン印刷の特長を活かした加飾技術の紹介などの紹介があった。

2.2.3 県外企業調査

特長的な加飾技術を有する県外企業2社を訪問し、技術の調査のうえ、県内企業製品との連携による試作加工実施に繋げることができた。

2.2.3.1 京都樹脂（株）

（地独）京都市産業技術研究所デザインチーム木戸次席研究員の紹介により訪問。当該企業が手掛けるアクリル製パネル「織鼈甲（おりべっこう）」は、既製アクリル板の層間に織物や和紙などの素材を設置し、低粘度常温硬化型アクリル樹脂を脱気・含浸し一体化させることによる3層構造のパネルである。加熱による曲げや



図2 織鼈甲製チェア

カットなどの2次加工も可能。他社手法と異なり圧着工程を伴わないため、封入素材の凹凸感、シワ、織り目等の立体感がそのまま再現される。また封入素材（特に絹、綿、和紙の自然素材）に樹脂がよく含浸するため、色に深みが出たり透明感が出るなどの効果が発現する²⁾。図2に試作品事例を示す。

後日、県内企業5社から収集した生地7点による織鼈甲加工試作を依頼した。2.3.3に結果を述べる。

2.2.3.2 布施真空（株）

昨年度からの調査で、特に自動車部品分野で布施真空（株）が展開するTOM工法（3次元表面加飾工法）が普及しつつあることが分かっていた。そこで6月30日に開催されたS&T社セミナー「進化する自動車加飾の技術動向」に参加し、講師として登壇の三浦社長に挨拶のうえ、前述の加飾加工技術研究会セミナーにおいても講師として招聘した。

また、（株）大原鉄工所のグレンデ整備車について、従来塗装による仕上げであった3Dプリンタ製操作レバー部品に対し、布施真空本社においてTOM工法試作加工を実施し、平滑性



図3 TOM加工後の操作レバー部品（右）

付与や表面質感向上で良好な結果を得た。図 3 に結果を示す。今後実装テストを行うなど、正式採用に向け開発を進める予定である。

2.2.4 特許情報調査

特許情報は、特許出願中の案件について審査請求すべきかどうかの判断に用いる他にも、企業などが技術開発を開始する前の研究開発段階から有効に活用できる優れた情報である。本事業においても、テキスタイルと金属の接合による加飾技術を中心に、加飾技術に関する動向などを把握することを目的に、調査を行った。

（独）工業所有権情報・研修館（INPIT）が（一社）発明推進協会に委託して実施する「中小企業等特許情報分析活用支援事業」の「研究開発段階」に、「金属、樹脂製製品表面へのテキスタイルの接合による加飾技術」として採択され、下記の調査結果を得た。

対象物を樹脂や金属、加飾材料をテキスタイルなどとして検索した特許情報 2,398 件のうち、対象物を金属としたものは 496 件該当した。これらからマップにより動向を調査した。更に「テキスタイルと金属の接合による加飾技術」に関係が深いと思われる 16 件を抽出し、内容を精査した。その結果、2.3.2 で述べる、形状付与した金属基材と加飾シートをシリコン治具などで挟んで貼り付ける方式の記載は見当たらず、特許出願により権利化できる可能性が示された。

ただ追加調査で、加飾技術以外の分野には類似の技術があることも確認したため、出願は行わないこととした。

2.3 工業技術総合研究所の取り組み

2.3.1 テキスタイルと金属の熱圧着、プレス形状付与テスト

ホットメルトシートを使用して金属とテキスタイルを熱圧着接合した後、プレスにより形状付与する手法について、県内企業提供のニット生地 3 種で試作した。

図 4 に試作したサンプルを示す。熱圧着、プ

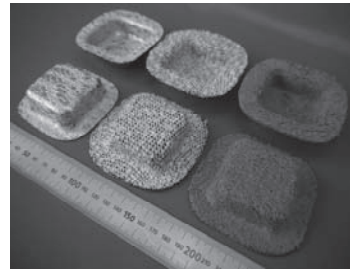


図 4 ニット生地接合プレスサンプル

レスを経た後は生地の風合いはかなり潰れているが、厚みはある程度保持している。ニットの伸縮性により破れの発生は無いが、角部周辺が一部剥離している。大小の空隙を編目で表現しているレース状生地は、その凹凸が SUS 基材にも転写するという興味深い結果となった。

2.3.2 形状付与した金属基材へのシリコン治具によるテキスタイルの熱圧着接合テスト

製品など、既に形状付与された金属基材に対して、新たな金型を用いることなくテキスタイルを熱圧着接合する手法について試作を行った。

形状に沿って加熱・加圧することを想定して、市販の低硬度シリコンシートを使用し、SUS 板上にシリコンシートを複数枚積層して 10mm 程度の厚みとしたものの表面に、ポリエステル製ニット生地で全体を覆い、治具とした。この治具で試料を上下から挟む 1 組を用意した。

シリコンシートの厚みが上下合計 20mm 程度なので、製品形状は高さ方向に 10mm 程度以下、複雑形状でないものを対象とした。

3 種類の形状の SUS 製コースターにスエード生地を接合した。接合自体はできていたが、プレスの圧力により変形したサンプルもあったため、より低硬度のシリコンシートを使用する必要があることが分かった。

鎧起銅器製品を対象にした試作では、店舗展示用什器を想定した端部に溶断の凹凸のあるプレートと、携帯靴ベラに対し、さらに低硬度のシリコンシートを使用して再度治具を作成し実施した。結果を図 5 に示す。スエード生地と、綿帆布生地の 2 種類を使用し、変形することな

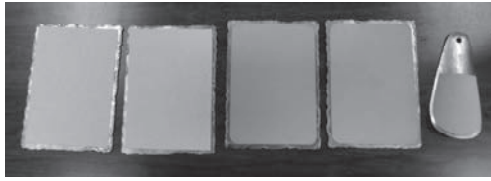


図5 鋸起銅器製品への生地接合サンプル

く接合ができた。特に靴ベラは曲面に沿って接合することができた。

2.3.3 県内繊維企業製造生地による京都樹脂織鼈甲試作

2.2.3.1 で述べた技術を活用して県内繊維企業製造生地 5 社 7 点での織鼈甲加工試作を行った。

完成サンプルの一部を元生地とともに図 6 に示す。厚みのある生地で一部気泡が残ったが、全体的に色彩が濃色方向へ変化し、透過性が加わるなど、大変興味深い結果となった。また切断加工は通常のアクリル板と同様に行えた。サンプルピースとして各協力企業に返還し、今後、用途開発や連携の実施などを検討する材料としたい。照明器具やパーティションなどのインテリア関連や、機械加工と組合せて生活用品への展開などを図っていけると良い。

2.4 企業間マッチング

この他、加飾技術に関して以下のとおり県内企業と県外企業、県内企業間のマッチングを行った。

2.2.3.2 で述べた 3D プリンタ製操作レバー部品への適用の他、航空機内装部品を製造している県内メーカーに布施真空（株）を紹介した。

発泡 ABS 材製宝飾品用化粧箱を開発中の県内

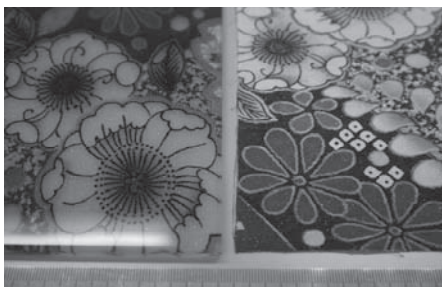


図6 織鼈甲サンプル（左）と元生地

企業に、表面付加価値向上のため、フロッキー加工を手掛ける県内繊維企業を紹介した。上記素材へのテスト加工結果が良好であり、製品化に向け支援を継続する。

インモールド成形加飾用シートの製造を行っている県内企業の大型量産装置開発に対し、装置仕様について助言を行った他、装置設計開発メーカーを紹介した。

3. 結 言

- (1) 加飾技術に関するセミナーを開催した。
県内企業 27 社 41 名の参加者に対し、実際に加飾加工を手掛ける企業から講師を迎え、技術の概要や最新動向について情報提供を行った。
- (2) 見本市視察やセミナー参加により、技術動向や市場動向を調査した。また中小企業等特許情報分析活用支援事業への採択により、加飾技術の特許情報および、テキスタイルと金属の接合による加飾技術の権利化可能性について調査した。
- (3) 県外企業が手掛ける加飾技術についての訪問調査により、県内企業製品との連携による試作加工実施に繋がった。
- (4) テキスタイルと金属の接合による加飾技術について、県内テキスタイル製品と金属製品の活用による 2 つの手法についてテストを行い、良好な結果を得た。
- (5) 加飾技術に関する県内企業と県外企業、県内企業間のマッチングを行った。

参考文献

- 1) 橋詰史則ほか，“テキスタイルと金属の接合による加飾技術に関する調査研究”，工業技術研究報告書，46，2017，pp. 99-101.
- 2) 木戸雅史ほか，“京都の伝統素材の意匠を活かしたインテリア関連アイテムのデザイン開発”，京都市産業技術研究所研究報告，6，2017，pp. 27-32.

ファインバブルに関する調査研究（第2報）

内藤 隆之* 星野 公明** 天城 裕子*** 山下 亮*** 桑原 理絵****

Report of Market and Technology Trend of Fine-bubble Technology

NAITO Takayuki*, HOSHINO Kimiaki**, AMAKI Yuko***, YAMASHITA Ryo***
and KUWAHARA Rie****

1. 緒 言

ファインバブルとは、直径 100 μ m 以下の気泡を総称した呼称である。さらに直径 1 μ m を境として大きい気泡をマイクロバブルと呼び、小さい気泡をウルトラファインバブルと呼んで区別する。平成 29 年 6 月にファインバブルの用語に関する基本規格（ISO20480-1）が発行されており¹⁾、ウルトラファインバブルの呼称が徐々に浸透していくものと考えられる。

またファインバブルは、水中への易溶性のほか、水中で浮遊する気泡（特にウルトラファインバブル）の存在による効果²⁾に特徴があるとされている。しかし、この浮遊する気泡の計測（粒度分析）は困難であり、今日まで確立された粒度分析方法がなく、ISO 化に向けていくつかの方法が検討されている状況である。

28 年度は、『NIIGATA 開県プロジェクト』における「新潟清酒ブランド構築」に向けた取り組みとして、ファインバブル径計測装置を導入した。

29 年度は、導入したファインバブル径計測装置の使用事例や、別途導入したファインバブル発生装置で発生させたファインバブル水を当該計測装置で測定した結果を報告する。また、フ

ァインバブルの利用状況について技術動向を報告する。

2. 活動概要

2.1 講習会の開催

ファインバブルの利用技術に関する講習会を開催した。講習会の様子を図 1 に、内容を以下に示す。講演終了後、ファインバブル発生装置と計測装置の実演を行った。

開催日：平成 30 年 1 月 23 日（火）

参加者：14 社 21 名

内 容：

- ①ファインバブル技術の紹介
- ②難加工単結晶材料の超精密研磨加工
～ファインバブル水を用いた研磨加工事例～
- ③ファインバブルを用いた洗浄技術

講 師：

- ①県央技術支援センター 内藤 隆之
- ②長岡技術科学大学 准教授 會田 英雄 氏
- ③新潟大学 助 教 牛田 晃臣 氏



図 1 講習会の様子

* 県央技術支援センター

** 企画管理室

*** 下越技術支援センター

**** 中越技術支援センター

参加者はファインバブルに関心のある方々であり、複数企業から共同研究などへの前向きな意見が得られた。一方で、具体的な活用事例の紹介を多く望む声もあることがわかった。

2.2 技術動向調査

2.2.1 ファインバブル径計測装置

ファインバブル径計測について、各メーカーから様々な方式（レーザ回折・散乱法、動的光散乱法、粒子軌跡解析法、電気的検知帯など）の計測装置が提案されている。

ファインバブル径計測にあたり、対象物が目視できない大きさのため、気泡なのかコンタミ（粒子状物質）なのか判別できないことが課題となっている。現時点でこの課題に対応できる（気泡とコンタミの区別）装置として、共振式質量測定法が提案されている。

2.2.2 ファインバブル発生装置

旋回流液方式、加圧溶解方式などの装置が市販品では主流を占めている。一方、これらの方式とは異なる方式の発生装置の開発に取り組む企業が県内にあって、新潟県醸造試験場などに導入されている。また、ガス種（窒素、酸素など）を選択することで様々な用途開発の提案が行われているが、県内企業の中には燃焼ガスを導入させる発生装置の開発に取り組む事例もあった。

2.2.3 ファインバブルの利用技術

国内外を問わず農業、水処理、洗浄の各分野について、利用事例が先行している。農業分野では主に水耕栽培と養殖が、水処理分野では湖沼・河川の浄化が、洗浄分野では洗濯機（国内メーカー民生品）への利用がそれぞれ実施されている。また、オゾンを用いたファインバブルに関する日独加の国際共同プロジェクトも提案されている³⁾。

2.3 工業技術総合研究所の取り組み

導入した装置によるファインバブル径計測では、マイクロバブルとウルトラファインバブル

で測定方式が異なる。水面に向けて浮上するマイクロバブルにはフローセルを、水中を浮遊するウルトラファインバブルには回分セルを使用する。

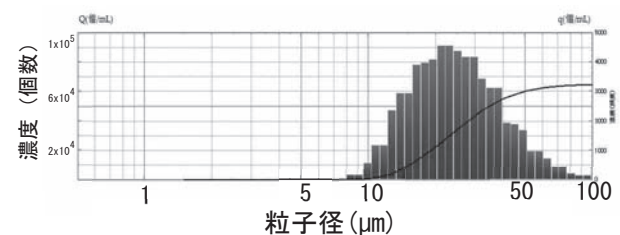
一般にファインバブルは発生装置から生成させた直後、マイクロバブルとウルトラファインバブルが共存しており、マイクロバブルにより白濁して見える。マイクロバブルはすぐに浮上して消失するため、発生させながらリアルタイム計測となる。一方、ウルトラファインバブルはマイクロバブル消失後に計測する。通常、ファインバブル発生直後から24時間放置してウルトラファインバブルを計測する。マイクロバブルとウルトラファインバブルの計測例を図2に示す。

ファインバブル発生装置の購入にあたり、以下の基準を満たす機種を検討した結果、IDEC(株)製の装置を導入した(図3)。

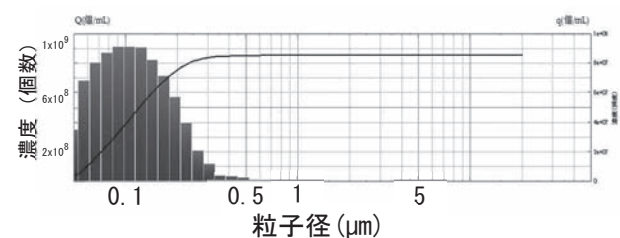
- ・ファインバブル産業会(FBIA)の認証装置。
- ・販売実績がある。

当該装置によるウルトラファインバブル水の安定性を確認するため、発生させてから常温で24時間経過後と1週間経過後の計測結果を図4に示す。(なお、得られる分布の個数濃度を比較するため、数値に応じて配色を行った。)

1週間の常温放置でも計測が安定して行える個数濃度を維持できていることが確認できた。



(a) マイクロバブル



(b) ウルトラファインバブル

図2 ファインバブルの計測例



図3 ファインバブル発生装置

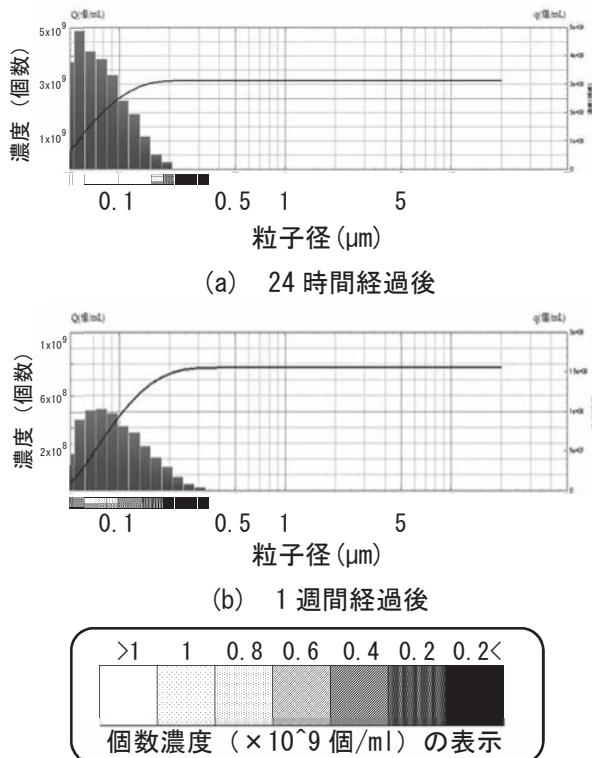


図4 ウルトラファインバブル水の計測結果

また、生成させたウルトラファインバブルは目視では確認できないため、一般的にグリーンレーザー光による散乱光路の有無で確認している。確認の様子を図5に示す。

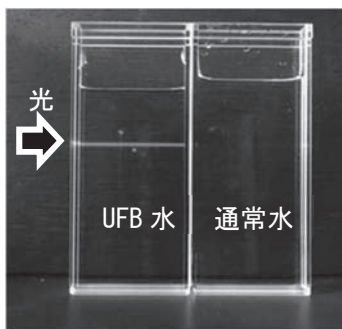


図5 ウルトラファインバブル(UFB)の確認

2.4 県の取り組み

『NIIGATA 開県プロジェクト』における「新潟清酒ブランド構築」に向けた取組みとして、新潟清酒へのファインバブル活用を検討するため、新潟県醸造試験場と連携し、酒造りににおけるファインバブル技術の適用を検討している。

また、新潟県水産海洋研究所では、陸上養殖技術への利用を目的としてファインバブルによる排水水処理を検討している⁴⁾。

3. 結 言

- (1) ファインバブルの基礎的な性質について把握することを目的として、ファインバブル発生装置を導入した。
- (2) ファインバブル径計測では、気泡とコンタミ（粒子状物質）との区別が課題であり、共振式質量測定法が区別できる測定法として提案されている。
- (3) 計測においてはコンタミ（粒子状物質）の有無が大きく影響するため、純水ベースのものが望ましい。
- (4) 県内では独自方式によるファインバブル発生装置を開発・販売している企業があり、醸造試験場等への納入実績があった。
- (5) 醸造試験場と連携し、酒造りににおいてファインバブル技術の適用を検討している。
- (6) 本県にはファインバブル技術に取り組む大学や企業があり、ファインバブル技術について連携できる基盤がある。

参考文献

- 1) <https://www.iso.org/standard/68187.html?browse=tc>
- 2) 矢部彰ほか，“ナノバブルによる固体微粒子汚れの洗浄”，伝熱，43，183，2004，pp.16-18.
- 3) 第10回ファインバブル国際シンポジウム予稿集
- 4) 平成28年度新潟県水産海洋研究所年報，2018，pp.69-75.

微細構造分析による結晶材料の 高機能化に関する調査研究

中川 昌幸* 森田 渉* 石井 治彦* 林 成実** 渋谷 恵太*** 近 正道**** 岡田 英樹*****

Report of Technology Trends of Microscopic Structural Analysis of Polycrystalline Material

NAKAGAWA Masayuki*, MORITA Wataru*, ISHII Haruhiko*, HAYASHI Narumi**,
SHIBUYA Keita***, CHIKA Masamichi**** and OKADA Hideki*****

1. 結 言

低コスト化、高品質化による国際競争力向上の必要性から、接合、組立の工程を削減し、複雑な成形加工に置き換える加工技術の開発が求められている。材料内部の結晶粒内ひずみ、ナノ・マイクロスケールの結晶相変態、結晶方位変化、またそれらの分布により材料全体の機能性に与える影響を理解し、活用することが、製品の付加価値機能向上に寄与すると考えられる。

そのような微細構造分析のひとつとして、EBSD（電子線後方散乱回折法）による結晶解析がある。結晶相分布、結晶方位解析、ひずみ分布解析により、さまざまな加工履歴により形成された微視組織（微細構造）の状態を評価することができる。

EBSD は電子線照射により生ずる回折情報を検出し、結晶解析を行う装置である。電界放出形電子銃の高性能化や解析の高速化により、結晶方位分布だけでなく、微小ひずみ分布の評価などアプリケーションも広がりを見せている。このことは従来 EBSD 解析の活用範囲が主に

大手材料メーカーや大学をはじめとした研究機関などにとどまっていた状況から、材料のユーザーにも広がることが予見される。地域における中小製造業が材料の高機能化を検討し、製品の高付加価値化を目指す取り組みを支援するため、このような EBSD 測定技術の調査と活用分野についての啓蒙を目的として、調査研究を実施した。

2. 活動概要

2.1 セミナーの開催

EBSD による結晶材料解析は、現状では未だ一般的な解析技術とは言い難い。そこで、EBSD とはどのような原理で何が分かるのか、という基礎を紹介するために「EBSD の基礎」と題して平成 29 年 10 月 17 日にセミナーを開催した。2 名の講師をお招きし、解説いただいた。

(1) 「EBSD の基礎（EBSD の原理とその解析事例）」

オックスフォード・インストルメンツ
(株)プロダクトマーケティンググループ
森田 博文 氏

(2) 「EBSD 法による組織解析」

富山大学 工学部 材料機能工学科 教授
柴柳 敏哉 氏

* 下越技術支援センター

** 中越技術支援センター

*** 素材応用技術支援センター

**** 上越技術支援センター

***** 研究開発センター

企業からの参加は 10 社 16 名であり、アンケートの回答では、12 名は EBSD について聞いたことはあるがデータの見方は知らない、また 2 名は知らなかったということで、ほとんどの参加者が EBSD にはなじみがなく、今回基礎から学びたいという意図での参加であった。内容については、EBSD が結晶解析ということで、結晶構造や方位について少々専門的な部分があり、内容の難易度が高いのではないかと心配されたが、全体的な感想についてのアンケートでは、分かり易かった、勉強になった、など概ね好評をいただいたようである。

2.2 技術調査

2.2.1 FE-SEM/EDS/EBSD による微細構造分析

エネルギー分散形元素分析 (EDS) や EBSD による分析を行う場合、単位時間当たりの検出感度を得るためには、より高エネルギーの電子ビームを用いることが有利となるが、反面ビーム径が大きくなるため分解能が低下する。このため電子銃のタイプとしては、高分解能な電界放出形で、数百 nA という大電流を流せるショットキー電界放出形電子銃が適していると考えられる。

2.2.2 EBSD 測定

EBSD 測定におけるいわゆる菊池パターン¹⁾は照射された電子ビームがブラッグの条件により反射された回折像である。そのパターンをある結晶構造として解析し、結晶方位を同定するのが EBSD 測定である。図 1 に EBSD 測定における電子ビーム、試料、検出器の位置関係の模式図を示す。電子ビームが円錐状に回折しスクリーンには帯状のバンドとして投影される。実際には複数の結晶格子面で同様なバンドが生じるため、検出器のスクリーンには複数のバンドが重なり合ったパターンとして投影される。図 2 に菊池パターンの一例を示す。このパターンを指数付けすることにより結晶方位が同定される。このような測定を矩形のエリアでマッピング

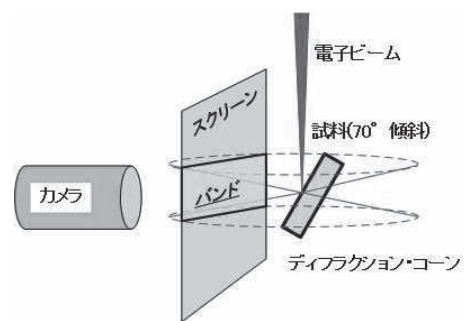


図 1 EBSD 測定の模式図

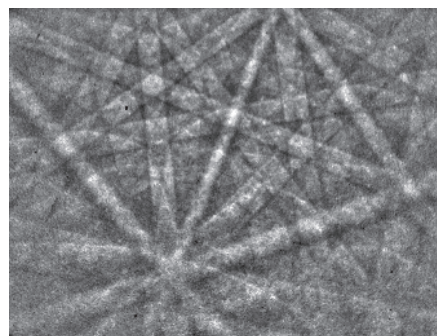
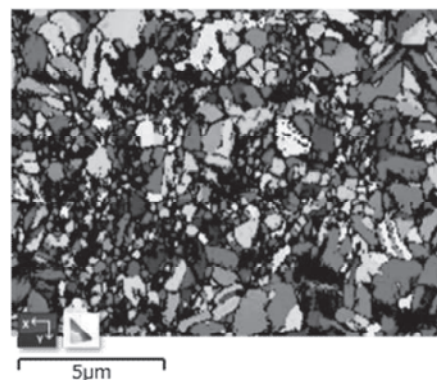
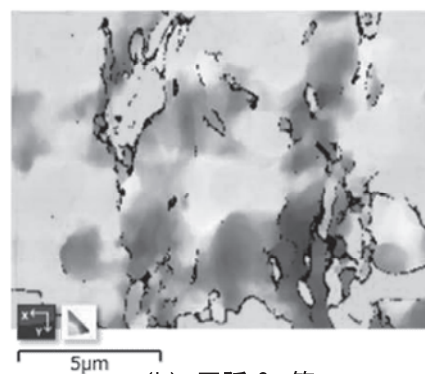


図 2 菊池パターンの例



(a) 電解 Cu 箔



(b) 圧延 Cu 箔

図 3 Cu 箔の EBSD 測定 (IPF-Z 方位マップ)

グ測定を行うことにより、結晶方位分布を取得することができる。図 3(a), (b)に圧延 Cu 箔、電解 Cu 箔の EBSD 測定による結晶方位分布 (IPF-Z) をそれぞれ示す。電解 Cu 箔は粒径 $5\mu\text{m}$ 未満の細かい結晶からなっており、結晶配向はあまり見られない構造となっているのに対し、圧延 Cu 箔では、結晶粒界が明瞭で方位マップの変化がグラデーション状となっており、微視的な塑性ひずみが導入されていると考えられる。このように EBSD 測定では同じ Cu 箔であっても製造プロセスによる微細結晶構造の違いを評価することができる。

2.2.3 結晶方位差によるひずみの解析

完全結晶内においては、原子は規則的に配列しその方位は同一となる。しかし、実際の結晶内には不純物や転位などにより局所的に結晶格子が歪み、わずかな方位差を生じる。さらに塑性変形が加わると転位が増殖し、転位密度が大きくなるため、同一結晶内における局所方位差が大きくなる。図 3(b)の圧延 Cu 箔においては方位マップのグラデーション状の変化がこれに相当する。このことを利用し、EBSD 測定における局所方位差測定により、加工による塑性ひずみ領域²⁾や疲労、クリープなどの材料損傷評価への適用³⁾が試みられている。

2.2.4 EBSD 測定の前処理

EBSD 測定では個々の測定点において、正確な結晶の指数付けを行うために明瞭な菊池パターンを取得することが必要である。そのためには測定表面を平坦に仕上げるだけでなく、研磨などによる加工変質層を取り除く必要がある。EBSD 測定における菊池パターンはせいぜい深さ 40nm までの情報であると言われている。そのため機械研磨の最終仕上げには、例えばコロイダルシリカの粒径 50nm のものが推奨されている。また、最終仕上げには、加工時に物理的な力がほとんど作用しない電解研磨やイオンミリング加工が有効である。電解研磨では材質に

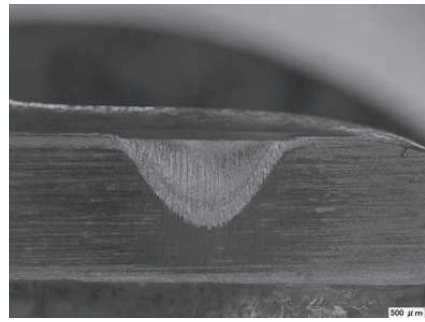


図 4 断面イオンミリングのマクロ観察

より電解液が必要であり、処理が不均一になりやすいのに対し、イオンミリングでは単一材料であれば、ミリングレートに応じた条件により比較的均一な加工が可能である。

3. 工業技術総合研究所の取り組み

3.1 イオンミリング加工

EBSD 測定の前処理技術であるイオンミリング加工を検討した。本報告では、一例として表面薄膜の断面ミリング加工の事例を示す。供試材は金属基材上に製膜した Y_2O_3 の薄膜であり、膜厚は $100\sim 200\text{nm}$ 程度である。図 4 に供試材の断面をイオンミリング加工したマクロ観察像を示す。薄膜の表面側からイオンビームを照射したが、表面と断面のエッジをイオンビームのダメージから保護するため、薄膜表面にはエポキシ接着剤を塗布した。

図 5 にイオンミリング加工後の薄膜断面の SEM 観察結果を示す。 $100\text{nm}\sim 200\text{nm}$ 程度の皮膜が基材上に形成しているのを確認できる。

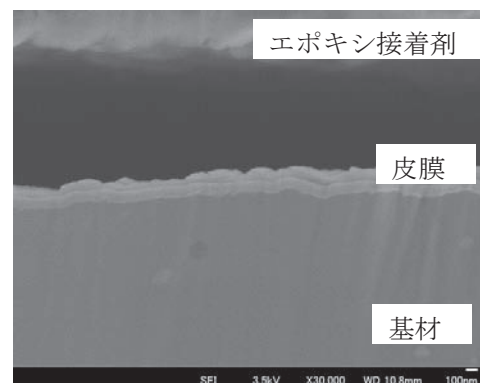


図 5 薄膜断面の SEM 観察

このような薄膜の断面ミリング加工においては、エポキシ接着剤などで表面を保護し、薄膜側から断面ミリング加工を行うことにより、ダレの少ない断面を得ることができる。

3.2 EBSD による皮膜の方位マッピング

物理蒸着法（PVD）による製膜において堆積する皮膜の優先配向により、硬さなどの特性が変化する。EBSD では皮膜の結晶方位、結晶サイズを測定できるため、製膜条件の最適化や皮膜の品質評価に有効に活用することが可能である。図 6 に超硬チップ上にコートされた TiN 皮膜の方位マップを、図 7 に方位マップから求めた極点図を示す。表面の法線方向に向かって（110）面が配向していることが確認できる。

3.3 EBSD 測定による 2 相金属の相マッピング

EBSD 測定では、複数の結晶相で構成される材料において、結晶相マップを取得することができる。図 8 はブラスト処理したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の表面を、平坦に研磨した後、イオンミリング加工し、EBSD で

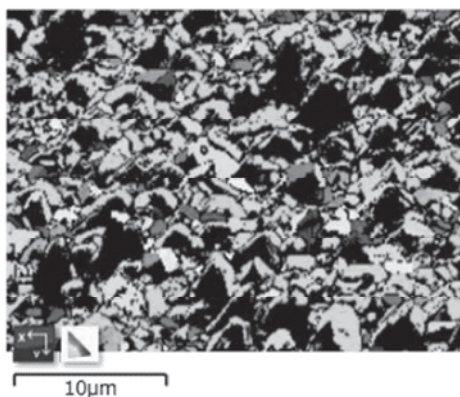


図 6 TiN 表面の EBSD 測定（IPF-Z 方位マップ）

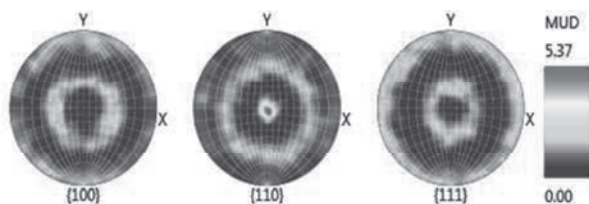


図 7 TiN 表面の EBSD 測定（極点図）

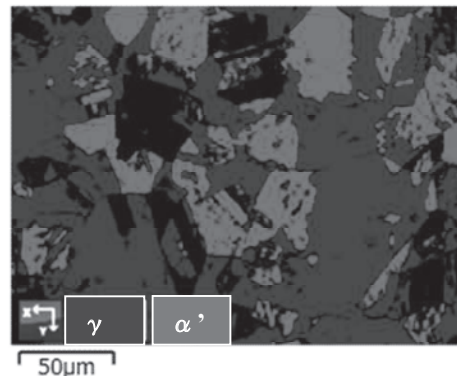


図 8 ブラスト処理された SUS304 表面の EBSD 測定（ γ/α' 相マップ）

測定した γ 相と α' 相のマッピング結果である。このように EBSD 測定では、顕微鏡のスケールで相変態を評価することが可能である。

4. 結 言

- (1) 「EBSD の基礎」セミナーを開催した。今後の EBSD 測定の活用促進の第一歩として、基本原理と測定事例を分かり易く紹介し、概ね好評を得た。
- (2) EBSD 測定の前処理として、特にイオンミリング加工について技術調査を行い、さまざまな試料に対する加工条件を検討した。
- (3) EBSD 測定による微細構造解析手法の一例として、TiN 皮膜の結晶方位マップ、SUS304 における γ/α' の相分布マップを評価した。

参考文献

- 1) 大槻, “帰ってきた「菊池パターン」” 日本物理学会誌, No.30, 1975, pp. 321-329.
- 2) 中川, 林, “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” 工業技術研究報告書, No.42, 2013, pp.79-82.
- 3) 日本材料学会 高温強度部門委員会, “第一回 EBSD 法による損傷評価講習会 講習会資料”, 2017.

ナノセルロースに関する調査研究

田辺 寛* 毛利 敦雄** 林 成実** 石井 治彦*** 岡田 英樹**** 櫻井 貴文****

Report of Market and Technology Trend of Nanocellulose

TANABE Hiroshi*, MOURI Atsuo**, HAYASHI Narumi**, ISHII Haruhiko***,
OKADA Hideki**** and SAKURAI Takafumi****

1. 緒 言

ナノセルロースは、植物細胞壁の骨格を成す成分であり、一般にはセルロースナノファイバー（以下、CNF）及びセルロースナノクリスタル（以下、CNC）の総称を指す¹⁾。ナノセルロースは、パルプ（植物繊維）をナノサイズまで細かくほぐす（解繊）することで得られ、近年、製紙メーカーや機械メーカーが量産化プラントを製造して製造量が増加する一方で、現状での用途は、おむつやヘッドフォンの振動板などの紙製品やボールペンのインクに限られており²⁾、用途開発の途上にある。

当所では、ナノセルロースの用途開発を目的として、県内企業への情報提供のための講演会を開催するとともに、技術動向や県内企業のニーズを調査した。また、最終的に県内企業のニーズに基づいたCNFに関する研究テーマを当所の共同研究事業に提案した。

2. 活動概要

2.1 講演会の開催

県内企業に対しナノセルロースの概要や最新の技術動向を情報提供するために講演会を開催した。講演テーマ及び講演者は以下のとおりで、講演会の様子を図1に示す。参加者は、19企業

* 県央技術支援センター

** 中越技術支援センター

*** 下越技術支援センター

**** 研究開発センター

4団体、計43名となった。

開催日：平成29年9月15日

会場：県央技術支援センター 研修室

（講演1）「第一工業製薬におけるセルロースナノファイバー研究のこれまでとこれから～実用化事例と最新の開発状況～」

第一工業製薬（株）事業本部 レオクリスタ事業部 専門課長 後居 洋介 氏

（講演2）「あいち産業科学技術総合センターにおけるCNFの取組について」

あいち産業科学技術総合センター 産業技術センター 主任研究員 森川 豊 氏

聴講者のアンケート結果では、CNFの機能に関し、フィラー用途としての興味が多く、次いで粘度向上、吸着性となっていた。一方、製品への適用可能性を聞く設問では、樹脂やゴムへのフィラー、塗料の粘度向上、建設資材への添加、食品添加剤などが挙げられており、幅広い分野でCNFの適用可能性を検討していることが



図1 講演会の様子

うかがえた。

2.2 技術動向調査

ナノセルロースに関する技術動向や市場を把握するため、学会などの各種団体や国、都道府県などの行政機関が主催するセミナーや展示会、勉強会に参加し、最新の技術動向や製品への適用を行ううえでの技術的課題を調査した。

CNF は、パルプ等の植物繊維から得られるが、近年は、酢酸菌等の微生物により CNF が合成されることが分かっており、北海道大学などが研究を進めている。また、CNF に関連した材料として、キチンナノファイバーがある。キチンは、カニなどの甲殻類の外皮から得られる物質であるが、キチンナノファイバーはカニ殻などを精製及び粉碎処理することで得られる。CNF の工業的な製造方法としては、パルプから製造する CNF が中心になることは間違いないが、パルプを解繊し得られる CNF でも機械解繊と化学解繊では特性が異なることから、用途に最適な CNF を選定する必要がある。

ナノセルロースの安全性については、米国を中心に網羅的かつ系統的な検討が進んでおり、米国内ではそれらを既に学会などで公表済みで標準化しようという動きがある。日本国内でも、この動きに追随するための受け皿が必要となり、（国研）産業技術総合研究所が事務局となっているナノセルロースフォーラム内に分科会を設置し、検討が行われた。分科会では、リスク評価のストラテジー（順序）を検討して、日本でのリスク評価の実施例を公表している。なお、実際の安全性評価は、個別の企業などにて実施する。

CNF と樹脂との複合化については、自動車向けの樹脂への適用に向けての開発が進められており、展示会などでの CNF メーカーによるサンプル展示は散見されるが、量産化はされていない。CNF と樹脂との複合化技術は、京都大学が草分けであり、当該技術は「京都プロセス」と呼ばれる。同大は（地独）京都市産業技術研究

所とともに、樹脂複合化工程の開発を進め、研究開発の過程で CNF の化学修飾や変性パルプの利用など、様々な進展を遂げながら現在に至っている。現状の複合化プロセスでは、2 軸押し出し機を利用し、疎水化した乾性パルプを樹脂と混合して、押出機の中で解繊しながらマスターバッチを製造するのが特徴で、繊維のナノ化と樹脂への均一分散が同時に行えることを利点としている。平成 28 年からは、同大学も参画する環境省の NCV（ナノセルロースビークル）モデル事業において、自動車部品への CNF 添加樹脂の実証試験が実施されており、成果が注目される。

CNF を製品へ適用する上での課題の一つは、最適な CNF の選択である。CNF は大きく分けて機械解繊と化学解繊が存在し、製品への適用時に特性の違いが見られるため、その特徴を把握したうえでの選択が必要になる。また、県内企業の調査では分散性の悪さを指摘する声も多く、分散度合いの評価も AFM や FE-SEM などの高価な設備で行う必要があり、課題の一つである。さらに、製品への適用の際は、CNF を原料そのままで使用することはほとんど無いと考えられ、CNF の化学修飾などを含めた最適化を行う必要があり、技術的なハードルが高くなる。

2.3 県内企業のニーズ調査

ナノセルロースに関心のある県内企業を訪問して、CNF に関するニーズ調査を行った。全体では 16 企業・2 団体を調査した。以下に調査の結果から判明した CNF に関するニーズおよび適用可能性の一部を記す。

塗料の分野において、CNF は塗料の粘度向上や塗膜の強度向上に寄与できる可能性がある。県内の塗料メーカーでは、CNF を無機系塗料に添加することで、透明性を確保するだけでなく、乾燥後の塗膜強度の保持を期待しており、CNF の塗料へのニーズを確認できた。

桐箆筒の表面処理では、撥水塗料、蝋（ろう）の塗布による撥水・防汚処理が一般的であるが、

撥水防汚機能の強化や耐久性向上が望まれており、CNF を使った新しい機能性コーティングが期待されていた。

一方で、CNF が自然由来の材料であるが故のばらつきがネックとなり、電子材料では採用が難しいとの指摘や高いコストが製品に適用する上での障壁となるとの意見があった。

2.4 工業技術総合研究所の取り組み

県内企業のニーズ調査において、塗料に関するニーズが見受けられたことから、調査研究における取り組みの一つとして、ナノセルロースを添加した塗料の耐候性試験を行った。

塗料を塗布する基板は SUS304 とし、塗料は、透明ウレタン系 1 種類、透明ウレタン系塗料に白色着色剤を加えたもの 1 種類、無機系塗料 1 種類を使用し、それぞれの塗料に CNF、CNC、カルボキシルメチルセルロース (CMC) を添加して基板に塗装し、キセノンウェザーメーターによる 1,000 時間の耐候性試験を実施した。一例として CNF を添加したウレタン系塗料の試験前後の外観を図 2 に示す。耐候性試験後の各塗料は、塗装後に見られたつやが消失しており、ウレタン系塗料では白化が見られたが、黄変は観察できなかった。塗膜の評価は、表面硬さ、摩耗度合い、接触角、色の変化、表面粗さを実施したが、ナノセルロースを添加することで耐候性が向上する根拠は得られなかった。これは、

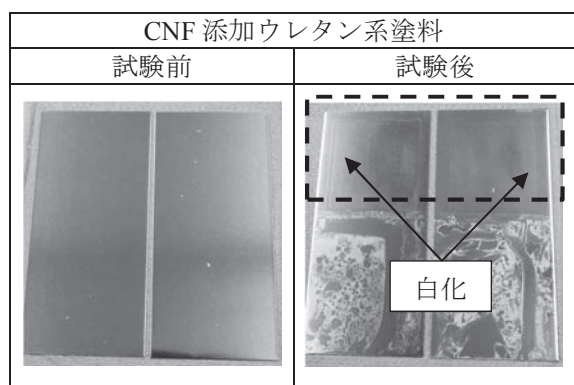


図 2 耐候性試験前後の塗膜の外観
(試験後は点線内を参照)

本実験で使用した塗料が紫外線吸収剤を含有するために耐候性が高く、ナノセルロースの耐候性への寄与度を上回ったため、詳細な評価が困難になったことが原因と思われる。

2.5 公募事業への提案

県内企業のニーズ調査の結果から、CNF は木製品や紙製品の機能性コーティングにニーズがあると判明した。さらに企業との連携の中でコーティング剤の開発を進め、その機能性も確認できたことから、CNF に様々な機能性成分を付加した機能性コーティング剤の開発をテーマに掲げ、当所の共同研究事業への提案を行った。

3. 結 言

- (1) 県内企業に対しナノセルロースの概要や最新の技術動向を情報提供するために講演会を開催し、19 企業 4 団体、計 43 名の参加があった。
- (2) 各種 CNF の製造技術の開発が進み、安全性評価などの標準化が国主導で進められている。一方、用途開発においては、樹脂との複合化技術の開発が進められているが、実用化には至っていない。
- (3) ナノセルロースに関する県内企業のニーズ調査から、塗料や木製品などへの適用にニーズがあることが分かった。
- (4) CNF に様々な機能性成分を付加した機能性コーティング剤の開発をテーマに掲げ、当所の共同研究事業への提案を行った。

参考文献

- 1) ナノセルロースフォーラム，“トコトンやさしいナノセルロースの本”，日刊工業新聞社，2017，pp.16-17.
- 2) <https://unit.aist.go.jp/rpd-mc/ncf/all/product.html>，ナノセルロース商品化情報，ナノセルロースフォーラムホームページ.

ディープラーニングの産業利用の事例紹介

大野 宏* 五十嵐 晃** 小林 豊* 佐藤 健** 松本 好勝***

Case study of industrial use of deep learning

OHNO Hiroshi*, IKARASHI Akira**, KOBAYASHI Yutaka*, SATOU Takeshi**
and MATSUMOTO Yoshikatsu***

1. 緒 言

人工知能の一分野であるディープラーニングが注目され、産業利用のための研究開発が進められている。特に、画像認識分野では従来技術より高い認識性能を達成し、実用化が進んでいる。¹⁾ 工業技術総合研究所は、昨年度から講演会やディープラーニングのツールの使い方の講習会を開催し、個別企業からの相談に応じて製造業での活用を支援を行っている。

本報告では、ディープラーニングによる一般物体検出の産業利用の事例を紹介する。

2. ディープラーニングの概要

ディープラーニングの元となるニューラルネットワークは、生物の神経網を模した構造をしており、その起源は 1943 年にマカロックとピッツが単一の神経細胞の動作をモデル化したことにさかのぼる。²⁾ ニューラルネットワークの研究は隆盛と衰退を繰り返し、1998 年に画像認識に適した CNN (Convolutional Neural Network) ³⁾ がルカンらによって提案された。これは、1982 年に福島が提案したネオコグニトロン⁴⁾ とほぼ同じ構造になっている。その後もニューラルネットワークの研究でいくつもの成果があり、2011 年頃から音声認識や画像認識のコンテストで圧倒的な成績を収めて注目されるようになった。近年のコンピュータの処理速度

の向上、とりわけ GPU (Graphics Processing Unit) を利用することで、多層のネットワークの計算が可能となり、認識率が向上した。なお、3 層以上のニューラルネットワークの学習をディープラーニングと呼ぶ。

3. ディープラーニングによる一般物体検出

多層化された CNN は、特徴を抽出する畳み込み層 (Convolution Layer) と位置ずれを吸収するプーリング層 (Pooling Layer) から成る。CNN は一枚の画像に何が写っているか認識することは得意であるが、一枚の画像に複数の物体が写っている場合、それぞれの物体が何で画像中のどこにあるかを示すことはできない。画像では複数の物体が写っている場合が多いので、この CNN を拡張し、どのような物体が画像中のどこにあるか抽出する R-CNN (Regions-CNN) ⁵⁾ が提案された。この方法は、画像全体で対象を探し CNN で特徴を抽出し、サポートベクターマシンで認識するという手法が取られており、計算に時間がかかった。この欠点を改良し処理速度を高速化した Fast R-CNN⁶⁾、Faster R-CNN⁷⁾ が提案された。その後も GPU でリアルタイムに一般物体検出を行う YOLO (You only Look once) ⁸⁾ や SSD (Single Shot MultiBox Detector) ⁹⁾ が提案された。特に YOLO のバージョン 2 は高速かつ高精度で物体を検出し、ソースコードが公開されている。¹⁰⁾ 図 1 に YOLO で複数の物体を検出した事例を示す。

* 中越技術支援センター

** 研究開発センター

*** 上越技術支援センター

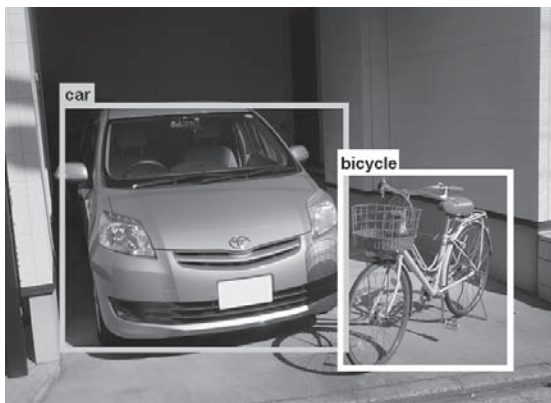


図1 YOLOによる物体検出例

4. 一般物体検出プログラム YOLO

R-CNN では画像中の物体の候補領域が非常に多数となり、1 個ずつ推測を行うことに時間がかかっていた。一方、YOLO では候補領域の切り出しと推測を同時に行うため非常に高速である。YOLO による物体検出の概略を図 2 に示す。画像全体を 7×7 のグリッドに分割した後、各グリッドでの物体クラスと候補領域を算出し、同時に各グリッドの代表クラスを算出する。これらの結果を統合し、NMS（Non-Maximum Suppression）で出力矩形を選択して出力する。GPU を使うことで毎秒 30 フレームの動画像にも対応できる。ただし、画像をグリッドに分割するため小さな対象の認識は不得意である。

YOLO は C++ でプログラムされており、これを使用するために、YOLO のソースコード、これをコンパイルするための Microsoft Visual Studio、画像処理ライブラリー OpenCV をインストールする。また、NVIDIA 社の GPU を使う場合は同社が提供している CUDA をインストールする必要がある。

YOLO を実行して対象を検出するためにはモデルが必要になり、開発者の学習済みモデルをダウンロードすると、人、乗り物、動物などが検出できる。また、自分で検出したい対象がある場合、その画像を多数用意してモデルを作成する。これらの手順は、YOLO のソースコードが掲載されているホームページに記載されている。また、工業技術総合研究所は分かりやすい

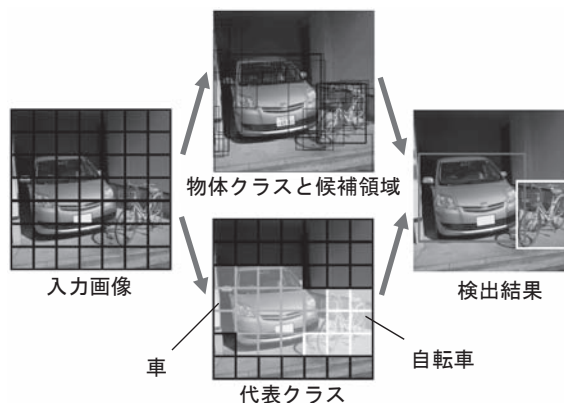


図2 YOLOによる物体検出の概略

手順書を作成し、希望者に配布している。

5. 産業利用事例

YOLO を活用した産業利用の事例として、工場内の機器の状態把握について紹介する。図 3 に示すとおり、工場内の機器にはパトランプが付いていて、その稼働状況を表示している。赤、橙、緑の 3 色のパトランプの場合、赤点灯は異常発生、橙点灯は運転準備中、緑点灯は正常運転などを示す。複数のパトランプを 1 台のカメラで撮像し YOLO で解析すれば、複数の機器の稼働状況を把握できる。実際に赤、橙、緑の 3 色のパトランプの画像を多数取得し、消灯、赤点灯、橙点灯、緑点灯の 4 種類にラベル付けし、YOLO で学習させてパトランプの検出モデルを作成した。実際に検出した結果を図 4 に示す。



図3 機械の稼働状況を示すパトランプ



(a) 消灯



(b) 赤点灯



(c) 橙点灯



(d) 緑点灯

図4 YOLOによるパトランプの検出

結果として、消灯、赤点灯、橙点灯、緑点灯を正しく検出できた。ただし、周辺の照明が変わるとパトランプの見え方も変わるので、周辺の照明が変わった時の画像を学習用に加える必要がある。

その他に、YOLO はコンベア上を流れるワークの検出、良品と不良品の判別などに使うことができ、当所では、共同研究や受託研究を行い、企業からの個別の相談に対応した。また、これまでは2次元画像の認識に適したCNNを主に利用してきたが、時系列データの認識や予測に適したRNN (Recurrent Neural Network) の産業利用にも取り組んでいる。

6. 結 言

(1) ディープラーニングを使った一般物体検

出 YOLO の概要について説明した。

(2) 工場内で撮像した画像に YOLO を適用し、パトランプの検出から機器の稼働状況を把握する方法について紹介した。

参考文献

- 1) 分部, “画像認識の極みディープラーニング”, 2017, pp.12-30. 産業開発機構 (株)
- 2) W. S. McCulloch and W. Pitts, “A logical calculus of the ideas immanent in nervous activity”, *Bulletin of Mathematical Biophysics*, vol.5, No.4, 1943, pp.115-133
- 3) Y. LeCun, et.al, “Gradient-based Learning Applied to Document Recognition”, *Proceedings of the IEEE*, vol.86, No.11, 1998, pp.2278-2324

- 4) K. Fukushima and S. Miyake, “Neocognitron: A new algorithm for pattern recognition tolerant of deformations and shifts in position” , *Pattern Recognition*, vol.15, No.6, 1982, pp.455-469
- 5) R. Girshick, et.al, “Rich feature hierarchies for accurate object detection and semantic segmentation” , *In Computer Vision and Pattern Recognition IEEE Conferece on*, 2014, pp.580-587
- 6) R. Girshick, et.al, “Fast r-cnn” , *In International Conference on Computer Vision IEEE Conferece on*, 2015.
- 7) S. Ren, et.al, “Faster R-CNN:Towards real-time object detection with region proposal networks” , *In Conference on Neural Information Processing Systems*, 2015.
- 8) J. Redmon, et.al. “You Only Look Once: Unified, Real-Time Object Detection” , *In Computer Vision and Pattern Recognition IEEE Conferece on*, 2016.
- 9) W. Liu, et.al, “Single Shot MultiBox Detector” , *In Computer Vision-ECCV*, 2016.
- 10) <https://github.com/AlexeyAB/darknet>, 2017 年 10 月 30 日

工業技術研究報告書

No.47 平成29年度

平成30年6月 発行

編集発行人 新潟県工業技術総合研究所

所在地 〒950-0915
新潟市中央区鑑西1丁目11番1号
TEL 025-247-1301

印刷所 株式会社 サンバーストにいがた
TEL 025-231-0077