工業技術研究報告書

Report of the Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture No.48 2018

No. 48 平成 30 年度



新潟県工業技術総合研究所

Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture

〒950-0915 新潟県新潟市中央区鐙西 1-11-1 1-11-1 Abumi-nishi, Chuo-ku, Niigata City, Niigata 950-0915, Japan

令和元年6月

目 次

I 研究論文

1.	テニスラケットの打撃シミュレーションに関する研究・・・・・・・・・・ 3
2.	超微細構造部品製造技術の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 8
3.	航空機用 Ni 基耐熱合金製リング部品のニアネットシェイプ加工技術の開発・・・ 14
4.	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・・・・・・・・・22
	~太陽熱集熱装置の評価と雪室の熱解析~
5.	ステンレス鋼の表面分析に関するシーズ育成研究・・・・・・・・・・・・・ 29

<u>II ノート</u>

1.	高圧クーラントを援用した析出硬化系ステンレス鋼の中ぐり加工・・・・・・ 35
2.	非接触三次元測定の形状測定精度評価に関する研究・・・・・・・・・・・ 39
3.	アルミナ粉を分散させたエラストマーの機械的特性・・・・・・・・・・・ 43
4.	各種鋼材の EBSD による金属組織観察 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・47
5.	ディープラーニングを用いた画像認識・・・・・・・・・・・・・・・・ 51
6.	工場の IoT 化に関する研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 55
7.	繊維技術を活用した加飾加工技術の県内製品への適用に関する研究・・・・・・ 59
8.	モンゴル産カシミヤ原料の機能性評価に関する研究・・・・・・・・・・・62
9.	米菓生地の熱膨張の測定方法に関する実験的研究・・・・・・・・・・65
10.	ゴムの熱劣化について・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 68
11.	引張試験における試験速度と引張強さの関係・・・・・・・・・・・・・・ 71
12.	ピクリン酸を使わない腐食液による旧オーステナイト結晶粒の観察・・・・・・73
13.	ステンレス鋼の鋭敏化組織の観察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 77
14.	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(第2報)・・・・・81
15.	セルロースナノファイバー(CNF)を利用した表面コーティング剤の開発・・・・ 84
16.	ステンレス鋼の新規窒素吸収処理技術の研究・・・・・・・・・・・・・・ 87
17.	GC-MS によるオフフレーバー分析・・・・・・・・・・・・・・・・・ 90

Ⅲ 調查·報告

1.	ナノ分散系の製造・評価技術に関する調査研究・・・・・・・・・・・・95
2.	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・・・・・・・・99
3.	硬脆性材料のドライエッチングに関する調査研究・・・・・・・・・・・・・・103
4.	ファインバブルに関する調査研究 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・106
5.	農業への ICT 利用とデータ分析に関する調査研究・・・・・・・・・・・・109
6.	3D プリント技術とその市場に関する調査研究 ・・・・・・・・・・・・・・・113
7.	インダストリアル IoT の活用に関する調査研究・・・・・・・・・・・・・・116

※ 平成 30 年度に実施した研究 128 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。



テニスラケットの打撃シミュレーションに関する研究

須貝 裕之^{*} 片山 聡^{**} 村木 智彦^{*} 阿部 淑人^{*} 吉川 英之^{***} 宇野 寿一^{***} 池永 昌弘^{***} 米山 亘^{***}

Study of Ball Hitting Simulation of Tennis Racket

SUGAI Hiroyuki^{*}, KATAYAMA Satoshi^{**}, MURAKI Tomohiko^{*}, ABE Yoshito^{*} YOSHIKAWA Hideyuki^{***}, UNO Toshikazu^{***}, IKENAGA Masahiro^{***} and YONEYAMA Wataru^{***}

抄 録

テニスラケット開発の迅速・高度化を図るため、従来試打により行われていたラケットによるボ ールの打撃試験をコンピューターシミュレーションにより計算するシステムを開発した。研究では炭 素繊維シートの積層により成形されるラケットフレーム、初期張力をもった編み合わせで構成される ストリング、ゴムによる弾性や減衰特性をもつボール、そしてスイング軌跡の解析モデル化の方法に ついて検討した。最後に各解析モデルを統合し、打撃シミュレーションを行った。

1. 緒 言

テニスラケットには回転の強いボールを打つ 性能や広いスイートエリア,テニス肘を低減さ せる高減衰能など,様々なレベルや年代のユー ザーによって異なる多様な特性が求められてい る。これに対する開発の方法として,ラケット の試作と試打による評価が行われてきた。しか しこの方法だけでは時間的・技術的制約があり, 多様で高性能な製品を迅速に開発するのには限 界がある。そこで CAE (Computer Aided Engineering) による打撃シミュレーションシステ ムを構築する。これにより試作・試打の低減を 図ると共に,打撃状況分析能力の高度化を実現 し,高性能なラケット開発を目指す。

既報¹⁾ではマルチスケールシミュレーション により, CFRP(炭素繊維強化プラスチック) 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。本報では打撃シミ ュレーションに必要なストリング,ボール,そ

* 研究開発センター

- ** 中越技術支援センター
- *** ヨネックス株式会社

してスイング軌跡のモデル化について検討し, 最後にそれらを統合した打撃シミュレーション について報告する。

2. 打撃シミュレーション

ここでは本研究で検討した各種の解析モデル と、それらを統合した打撃シミュレーションに ついて説明する。なお、解析にはLivermore Software Technology Corporation製の動的陽解法有 限要素法ソフトウエアLS-DYNAを使用した。

2.1 ストリング

図1にラケット打撃面とフレームのCADモデ ルを示す。ラケットの打撃面は縦横に編まれた ストリングで構成されている。ストリングは張 力をかけて張られており,これがラケットの特 性に大きな影響を与えることが知られている。 また,この張力によりフレームのストリング支 持部は内側に向かって引張を受けて変形し,応 力が生じている。従って打撃解析では,最初に このような状態のフレームとストリングを計算 しておく必要がある。

そこで実際のラケットのストリング張力を測 定した。図2及び図3に測定結果を示す。測定 にはストリングテンションメータ(TOURNA 製 STRINGMETER) を使用し,すべてのストリ ング交点における張力を調べた。なお、本研究 ではラケット長手方向のストリングを縦ストリ ング, それに直交するストリングを横ストリン グと呼ぶ。測定の結果,フレームの端から端に 張られたストリングはどの部分においてもほぼ 同じ張力であったため,各ストリングごとの平 均値として結果をまとめている。測定したラケ ットでは、縦ストリングは平均 171N (38.5 ポ ンド),横ストリングは平均 139N (31.3 ポン ド) で縦と横が異なっており, さらに同じ方向 のストリングでも場所により値が異なっていた。

次にこのような状態を解析モデルで再現する 方法について検討した。このモデル化の要点は 「張力が作用した状態で編み込まれているスト リングの変形状態」と「張力により変形したフ レームの応力状態」を同時に計算することであ る。しかし、この二つは相互に影響を及ぼすた め計算は容易ではない。すなわち、縦横どちら



ラケット打撃面の CAD モデル 図1



か一方のストリングの張力を増加させると、楕 円形状のフレームは張力が増加した方向に収縮 して張力の増加分を吸収する一方で、直角方向 には伸張するため,反対側ストリングの張力ま で増加させてしまう。

そこで本研究では,最初に目標とする張力に よるフレーム単体の変形・応力状態のみを計算 し、次にストリング単体の編み込み計算のみを 行い、最後にストリング張力を目標の値に変更 することによって解析モデルを作製する方法を 考案した。この方法により、いかなるストリン グ張力を持ったラケットの解析モデルも作製す ることができる。図4にこの方法で先の測定結 果を再現した解析モデルを示す。フレームの応 力状態とストリング張力の釣り合いがとれてお り、測定結果とほぼ同じ状態が再現できている。





⊮張力 N 200 150 100



2.2 ボール

テニスボールは 1.8 気圧前後の気体を厚さ数 mm の中空ゴム球に封じ込め,表面をフェルト で覆った構造となっている。これを解析モデル 化する際の要点として,下記2点を考慮した。

ゴム材料の特性

ゴム材料は金属等と比較して極めて大きな伸 びを有する超弾性材料であり、さらに打撃シミ ュレーションにおいては減衰も無視できない²⁾。 そこで解析に用いるこれらの材料特性を決定す るため、試験片による引張試験(図 5)と圧縮 したボールの応力緩和試験(図 6)を行い、そ れぞれの材料特性を決定した。

空気圧の取り扱い

ボール内部の空気圧は状態方程式の近似式に 従って変化するものと仮定し,図7に示すボー ルの圧縮試験を行い,その係数を決定した。



前述の試験結果をもとに,基礎的なボールモ デルを作製した。次に,実際にボールをコンク リート壁面に衝突させ,その変形挙動をハイス ピードカメラで詳細に測定した。その結果の一 例を図8に示す。ボールは衝突時に大きく変形 し,跳ね返る過程でも変形を回復させるための 振動を減衰させながら飛行しているのがわかる。

この時の変形挙動と同条件における解析をも とに、高速度域での減衰性の合わせ込みを行っ た。完成したボールモデルによる壁面衝突速度 と反発係数の実験との比較を図9に示す。なお、 反発係数は衝突後の速度を衝突前の速度で割っ たものである。実験とほぼ同等な解析結果が得 られている。衝突速度の増加に伴い反発係数が 減少するのは、ボールの変形が大きくなること により、ボールの運動エネルギーのうち減衰に よって消費される割合が増加するためである。



2.3 スイング軌跡の測定

より実際の打撃に近いシミュレーションを行 うため、ラケットを単純に直線運動や円運動さ せるだけではなく,実測したプレーヤーのスイ ングに基づいて動かす方法について検討した。 本研究では複数台のカメラ使用したモーション キャプチャーによる測定装置を使用した。測定 ではラケットのグリップ部分三箇所にマーカー を取り付け、スイング中の位置を 0.5 ms 単位 で測定した。表1に測定結果の一例を示す。マ ーカー中心位置に相当する測定点1~3につい て、空間上の座標が得られている。この結果を もとにしてラケットのグリップ中心位置の並進 3方向と回転3軸,合わせて6自由度を求める。 次に、測定誤差による急激な加速度成分を除く ためスムージング処理を施した後、解析に使用 した (図10)。

表1 マーカー測定結果





図 10 グリップ中心 6 自由度の時間変化

2.4 全てを統合した打撃シミュレーション

これまで検討した解析モデルを全て統合して, 打撃シミュレーションを行った。図 11 に解析 モデルを示す。ストリングの張力は先の測定結 果に合わせて縦横それぞれ 171N (38.5 ポン ド), 139N (31.3 ポンド) とし, フレームは それに対応した変形・応力状態となっている。 なお、解析では計算時間を短縮するため、スイ ング開始から打撃直前までの過程を省略し、打 撃直前から計算を始めている。このため、解析 開始時にラケットに初速度を定義している。テ ニスロボットによる打撃実験ではボールを下か ら真上に打ち上げた後、その軌道の頂点付近で 打撃を行う。一般的にボールの衝突時間は数 ms であるため、この間のボールの移動は極め て小さい。そこでボールは静止状態とした。図 12 にボール無しでラケットをスイングさせた 際の軌跡を示す。



図 11 打撃シミュレーションモデル



図 12 ラケットのスイング軌跡



図13 打撃時のラケットとボールの挙動



図14 打撃時の状態(拡大)

2.5 打撃シミュレーション結果

図 13 に打撃時のラケットとボールの挙動を 示す。衝突により,ボールとストリングが大き く変形すると共に、図ではわかりにくいが、フ レームにもゆがみが生じている。また、ボール はストリングから離れた後も,壁面への衝突試 験の時と同様に,伸縮・減衰をしながら飛行し ている。図 14 に打撃時のフレームやボールの 応力、ストリングの張力を拡大して示す。ボー ルと接触して伸張した縦ストリングの色が濃く なり張力が増加しているのがわかる。図 15 に ストリングとボールの接触力の時間変化を,図 16 にストリング張力の時間変化を示す。ボー ルとの接触中にストリングの張力が増加してい るのがわかる。また、計算によって得られたこ れらのデータをもとにラケットやボールに加え られた力学的エネルギーを計算することもでき る。以上,本研究で開発した打撃シミュレーシ ョンは、応力や張力の分布や時刻歴データなど ラケット開発に必要な様々なデータを計算する ことができる。



- 3. 結 言
- (1)指定した張力が作用した状態で編み上げられたストリングと、それによる変形・応力が生じているフレームの解析モデルを作製する方法を開発した。
- (2) 超弾性や減衰そして空気圧による特性を 考慮したボールモデルを開発し、実現象 と近い挙動が計算できることを確認した。
- (3) スイング軌跡をモーションキャプチャー
 により測定し、打撃シミュレーション用
 のデータとする方法を確立した。
- (4) 全ての要素を統合した打撃解析シミュレ ーションを開発した。

参考文献

- 片山ら, "CAE 技術を用いた高性能テニス ラケットの開発",工業技術研究報告書, No.47, 2017, pp.3-8
- 2) 鮑ら、"ストリングス間隔・張力・粘性によるボー ルの反発挙動への影響", Journal of Txtile Engineering, Vol.56, No.1(2010), pp.1-8

-7-

超微細構造部品製造技術の開発

小林 泰則* 丸山 英樹* 山田 敏浩* 宮口 孝司* 佐藤 健** 阿部 淑人** 安井 忠*** 橘 純*** 山崎 貴弘*** 平井 政夫*** 小林 一則***

Development of Manufacturing Technology for Ultrafine Components

KOBAYASHI Yasunori*, MARUYAMA Hideki*, YAMADA Toshihiro*, MIYAGUCHI Takashi*, SATOU Takeshi**, ABE Yoshito**, YASUI Tadashi***, TACHIBANA Jun***, YAMAZAKI Takahiro***, HIRAI Masao***and KOBAYASHI Kazunori***

抄 録

SiO₂で構成される幅 0.3µm,高さ 3µmの柱状構造を作製する技術の開発について検討した。今回は リフトオフ法によるマスク作製,CF4および CHF3ガスを用いたドライエッチングによる構造作製を行 った。その結果,上記目標を達成する条件を見出した。また,従来の作製法と比べてテーパー角が改 善することも確認した。

1. 緒 言

SiO₂で構成される幅 0.3μm, 高さ 3μm の柱状 構造を作製する技術の開発について検討した。

上記課題についてはこれまでに幅 1µm, 高さ 3µm, テーパー角 14°程度の柱状構造を作製す る技術を確立しているが,本研究では柱幅およ びテーパー角の減少,製造時の柱形状ばらつき の軽減を目指し,リフトオフ法の導入,マスク 材料の変更,ドライエッチング条件の検討およ びドライエッチング装置の変更による形状改善 の可能性を検討した結果について報告する。

2. 実験方法

2.1 従来工程と検討工程の比較

従来の製造工程と本研究にて検討した製造工

* 研究開発センター
 レーザー・ナノテク研究室
 ** 研究開発センター

*** シンコー株式会社

程を比較したものを図1に示す。

従来の製造工程ではドライエッチング用マス ク材にCrを用いてウェットエッチングにより作 製しているが、今回検討した工程ではマスクを リフトオフ法により作製し、マスク材について も複数検討することにした。ウェットエッチン グ法ではエッチングの終点の判断が難しいため マスクの形状がばらつき、これがドライエッチ ングにより形成される柱形状がばらつく原因の 主要因と考えた。また、ウェットエッチング液 の周りこみが柱のテーパー角の増大に繋がって いるものとも思われた。そのため、リフトオフ 法の導入により、それらマスク形状に起因する 問題の改善が図れるものと考えた。

また,これまではドライエッチングガスとし てC4F8を用いていたが,これをCF4もしくはCHF3 に変更することによりドライエッチング時の保 護層形成が軽減できるため,柱形状の改善が図 れるものと考え,同時にガス種以外のエッチン



図1 従来工程と開発工程

装置名	メーカー	機種
スパッタリング装置	芝浦メカトロニクス(株)	CFS-4EP-LL (i-Miller)
電子線描画装置	(株)日立ハイテクノロジーズ (電子線描画部:(株)東京テ クノロジー)	S4300SE (電子線描画部:Beam Draw)
ドライエッチング装置	A社	ICP-A

表1 研究に用いた主要装置

レジスト種	Allresist社製SCAR62					
レジスト膜厚	280nm					
マスク材	Ni					
スパッタ膜厚	500nm					
	CF ₄ : 80sccm					
ドライエッチング条件	coilHF:1600W、platenHF:200W					
	圧力0.53Pa、プロセス時間12min					

表2 最良形状が得られた試験条件

グ因子が柱形状に与える影響についても検討した。

なお,各検討における実験条件の詳細は実験 結果の項目で述べることとした。本研究で用い た機器のうちの主要なものを表1に示しておく。 また,後述する柱形状の寸法測定結果は断面方 向から撮影した電子顕微鏡像に対し,表示され ているスケール表示を基準に定規により測定し て求めたものである。

3. 実験結果

3.1 試験条件の基礎的検討

レジストの種類,レジスト膜厚,スパッタ膜 厚などの実験因子を変えてより良い形状が得ら れる条件を探索した。その結果見つかった最良 条件を表2に,この条件により得られた形状の



図2 開発工程の最良条件で作成した形状



図3 従来工程により作製した形状

				10 17			兄			
条件 番号	反応 ガス種	反応ガス 流量 (sccm)	SF ₆ 流量 (sccm)	O ₂ 流量 (sccm)	Ar 流量 (sccm)	coil出力/ platen出力 (W)	圧力 (Pa)	下部電極 チラー温度 (℃)	プロセス 時間 (min)	ライン幅 (µm)
1	CF ₄	40	20	20	20	1000/80	1.2	10	6	0.6
2	CF ₄	40	20	20	0	2500/200	0.5	40	6	0.8
3	CF ₄	0	0	0	20	1000/80	1.2	40	6	0.8
4	CF ₄	40	0	0	20	2500/200	0.5	10	10	0.6
5	CF ₄	0	20	0	0	1000/80	0.5	10	10	0.8
6	CF ₄	0	0	20	0	2500/200	1.2	40	10	0.6
7	CHF ₃	0	0	20	20	2500/200	0.5	10	6	0.8
8	CHF ₃	0	20	0	0	2500/200	1.2	10	6	0.6
9	CHF ₃	40	0	0	0	1000/80	0.5	40	6	0.6
10	CHF ₃	0	20	20	20	1000/80	0.5	40	10	0.6
11	CHF ₃	40	0	20	0	1000/80	1.2	10	10	0.8
12	CHF ₃	40	20	0	20	2500/200	1.2	40	10	0.8

表3 検討した実験因子の一覧

電子顕微鏡像を図2に示す。また,従来工程に より製造された形状の電子顕微鏡像を図3に示 す。これらの結果から,リフトオフ法および新 規エッチングガスの導入により柱幅の減少およ び柱テーパー角の改善が実現できることが確認 できた。

3.2 ドライエッチング条件の検討

ドライエッチング条件が作製される構造の形 状に与える影響を網羅的に調査するために実験 計画法¹⁾を活用した検討を行った。具体的には L12 混合型直交表を用いて,9種類のエッチング 因子と1種のマスク作製因子について10因子2 水準の実験計画を立てて検討した。実験の繰り 返し数 (n 数) は1とした。マスクはリフトオフ 法により Allresist 社製 CSAR62 レジスト (レジ スト膜厚 200nm)を用いて Ni を厚さ 150nm スパ ッタして作製した。

検討した実験因子および得られた柱形状の寸 法測定結果の一覧をそれぞれ表3および表4に, 得られた柱形状のうち高さが3µmを超えたもの の電子顕微鏡像を図4および図5に示す。なお, 表3中のライン幅は,電子線描画の際に描くパ ターンの幅を示している。また,柱のテーパー 角を特性値として分散分析を行った結果を表5 に示す。

表5の結果から coil/platen 出力,SF₆流量,反応ガス流量,反応ガス種は他の因子と比較して

 F_0 の値が非常に大きいため、テーパー角に与え る影響が他の因子よりも非常に大きいと考えら れた。また、表6に今回検討した各水準値にお けるテーパー角の推定値を示す。表6から反応 ガスとしてはCHF3よりはCF4の方が、coil/platen 出力は 2500W/200W よりも 1000W/80W の方が, 反応ガス流量は 0sccm より 40 sccm の方が, SF₆ 流量は 0 sccm より 20 sccm の方がテーパー角が 小さくなることが分かった。

条件番号	下端幅 (um)	上端幅 (um)	高さ (um)	テーパー角 (°)
1	0.55	0.51	0.64	1.6
2	0.89	0.63	2.09	3.7
3	0.85	0.84	0.05	5.7
4	1.04	0.21	3.66	6.5
5	0.85	0.71	1.31	3.0
6	0.52	0.48	0.18	6.5
7	0.85	0.82	0.12	8.1
8	0.87	0.42	1.87	6.8
9	0.71	0.58	0.81	4.6
10	0.65	0.49	0.97	4.8
11	0.88	0.71	1.01	4.8
12	1.29	0.52	3.51	6.3

表4 柱形状の寸法測定結果





図4 条件番号4の条件で作製された構造

図5 条件番号12の条件で作製された構造

変動因	平方和	自由度	平均平方	F ₀		
反応ガス種	5.748	1	5.748	15.8		
反応ガス流量	4.692	1	4.692	12.9		
SF ₆ ガス流量	8.367	1	8.367	23.1		
O ₂ 流量	0.941	1	0.941	2.6		
Ar ガス 流量	1.137	1	1.137	3.1		
coil/platen出力	14.857	1	14.857	40.9		
圧力	0.088	1	0.088	0.2		
下部電極チラー温度	0.037	1	0.037	0.1		
プロセス時間	0.127	1	0.127	0.3		
ライン幅	0.055	1	0.055	0.2		
誤差	0.363	1	0.363			
総	36.412	11				

表 5 分散分析結果

3.3 ドライエッチング装置による違い

他のドライエッチング装置を用いた形状製作 についても検討した。上で述べた装置の他に放 電形式に誘導結合方式(Inductively Coupled Plasma)を採用したドライエッチング装置(以 後この装置を ICP-B と呼称する)および磁気中 性線プラズマ(Neutral Loop Discharge)を採用し

たドライエッチング装置(以後この装置を NLD と呼称する)を用いた場合について報告する。 なお、これらの装置は前述の ICP-A と比較して SiO₂のエッチングに適した装置仕様のものであ る。その結果得られた柱形状の電子顕微鏡写真 の一覧を図6に示す。なお、これらの試料は前 述の従来工程によって、エッチング条件とスパ ッタ膜厚を除いて同一の条件で作られたもので ある。エッチング条件は各装置の推奨標準条件 とし、スパッタ膜厚は想定されるエッチング選 択比を考慮して ICP-A と ICP-B については 120nm、

変動因	水準値	左記水準値における テーパー角の推定値 (°)	水準値	左記水準値における テーパー角の推定値 (°)
反応ガス種	CF ₄	4.5	CHF ₃	5.9
反応ガス流量 (sccm)	0	5.8	40	4.6
SF ₆ 流量(sccm)	0	6.0	20	4.4
O ₂ 流量 (sccm)	0	5.5	20	4.9
Ar流量 (secm)	0	4.9	20	5.5
coil/platen出力(W)	1000/80	4.1	2500/200	6.3
圧力 (Pa)	0.5	5.1	1.2	5.3
下部電極チラー 温度(℃)	10	5.1	40	5.2
プロセス時間 (min)	6	5.1	10	5.3
ライン幅 (µm)	0.6	5.1	0.8	5.3

表6 各水準値におけるテーパー角の推定値



図6 各エッチング装置により作製された柱形状の電子顕微鏡像の一覧

NLD については 200nm とした。また,図中の ICP-A のライン幅 0.9µm の写真は図 3 と同一の ものである。

ICP-AとICP-Bの結果は柱側壁や平面部の平 坦さに差異が見られるものの、基本的な柱形状 の傾向は似ているが、NLDのものは柱の底面部 に溝のようなものが形成されるなど形状が大き く異なっている。これは、ICP-AとICP-Bはど ちらも放電形式がICP方式であることから、放 電形式の違いによるものである可能性が考えら れる。

4. 結 言

(1) リフトオフ法および新規エッチングガスの 導入により柱幅の減少およびテーパー角の 減少が実現できた。

- (2) 実験計画法に基づく検討により, 柱テーパ 一角に影響を与える可能性が高いドライエ ッチング条件の制御因子として coil/platen 出力, SF₆流量, 反応ガス流量, 反応ガス 種が挙げられることが示された。
- (3) ドライエッチング装置の違いにより,形成 される柱形状の傾向が異なることが示され, 特に放電形式の違いにより得られる柱形状 が大きく異なる可能性が示された。

参考文献

 1) 鷲尾泰俊,「実験計画法入門」,日本規格 協会,1997.

航空機用 Ni 基耐熱合金製リング部品の ニアネットシェイプ加工技術の開発

本田 崇* 大川原 真* 田辺 寛** 須貝 裕之*** 三村 和弘*** 相田 収平**** 阿部 和昭**** 神田 恭**** 藤岡 智裕**** 髙橋 直之****

Study of Near Net Manufacturing Technology for Aircraft Ring Parts of Ni-based Heat-resistant Alloy

HONDA Takashi^{*}, OKAWARA Makoto^{*}, TANABE Hiroshi^{**}, SUGAI Hiroyuki^{***}, MIMURA Kazuhiro^{***}, AIDA Shuhei^{****},

ABE Kazuaki*****, KANDA Takashi***** FUJIOKA Tomohiro*****, and TAKAHASHI Naoyuki*****

抄 録

航空機向け Ni 基合金製リング部品を対象に,熱間リングローリング成形技術の開発を行った。開発 にあたり, Ni 基合金の一つである Alloy718 の高温材料特性を把握するとともに,効率的に検討可能な シミュレーション技術を開発して,割れや加工荷重といった課題の解決に取り組んだ。その結果,外 径 451mm,高さ 105mmの大型リング部品の成形を実現することができた。

1. 緒 言

航空機エンジン部品には、Alloy718のような Ni 基の耐熱合金が使われている。これらの材料 は、高温強度に優れている反面、加工荷重が高 く、また加工発熱による内部欠陥が発生しやす いため塑性加工が困難である¹⁾。また、素材の 価格が高価であることから、材料ロスの少ない 成形技術の開発が課題であった。

本研究では、航空機エンジンの LP タービン で用いられるラビリンスシールを対象に、 Alloy718の熱間リングローリング成形技術の開 発に取り組んだ。目標とする製品のサイズは、 外径451mm、高さ105mmの大型リングである。 実施したAlloy718の高温材料特性の把握および 複雑な加工現象を把握可能なシミュレーション 技術の開発について報告する。

* 下越技術支援センター
 ** 県央技術支援センター
 *** 研究開発センター
 *** 素材応用技術支援センター
 **** タンレイ工業株式会社

2. リングローリング概要

リングローリングの工程例を図1に示す。リ ングローリングは,大きく分けて2つの工程から 成り立っている。前半は丸棒の切断材から型鍛 造でドーナツ形状の中間素材を作る荒地成形, 後半は素材の穴に差し込んだマンドレル軸と回 転する主ロールによる圧縮で径を拡張する圧延 工程である。リングロール圧延は局所的に少し ずつ加工を行うことから,加工荷重を抑えるこ とができるとともに,加工精度が高いといった 特徴がある²⁾。したがって,Ni基合金の加工上 の課題である,大きな変形抵抗と割れの発生に 対して,有効な加工法と考えられる。

3. 高温材料特性の把握

3.1 高温引張試験

精度の高いシミュレーションによる検討を行 うためには、詳細な材料モデルの構築が重要と なる。そこで、Alloy718の高温材料特性を把握 する目的で、引張試験を実施した。特に、熱間 の温度領域においては、温度およびひずみ速度 が変形抵抗に大きな影響を与える³。そこで、本



図1 リングローリング工程例

研究では 800~1200℃までの温度範囲にて, 0.0006~0.139s⁻¹のひずみ速度の条件で引張試験 を実施して,これらの影響を把握した。結果の 例として,ひずみ速度 0.0006 s⁻¹における材料の 降伏応力の変化を図 2 に示す。Alloy718 は,温 度によって変形抵抗が大きく変化するとともに, 1000℃以上の温度領域では変形抵抗が小さいこ とが確認できる。得られた結果をもとに,温度 とひずみ速度の影響を考慮できる材料モデルを 構築した。

3.2 高温圧縮試験と再現シミュレーション

圧縮試験は、引張試験に比べて大きなひずみ を与えられる。その一方で、試験体内のひずみ は一様ではなく、また試験機のクロスヘッド変 位の速度を一定としても、ひずみ速度は大きく 変化するといった特徴がある。そのため、圧縮 試験をシミュレーションで再現するには、実際 のリングロールと同様に、大変形への対応と、



図 2 Alloy718 降伏応力

ひずみ速度の影響の考慮が必要となる。よって、 本研究では、高温圧縮試験の再現シミュレーションの実施により、前節で構築した材料モデル の精度検証を行った。シミュレーションには ANSYS Inc.製 ANSYS-dyna 19.0を用いた。

図3に試験機のクロスヘッド変位に対する荷 重の比較結果を示す。この結果から、全ての設 定した温度において試験中の圧縮荷重はよく一 致していることがわかる。さらに圧縮試験速度







図4 クロスヘッド変位-荷重の比較(高速)

を50倍にした試験の比較結果を図4に示す。

試験速度を速くしても、全ての設定温度にて 圧縮荷重はよく一致している。以上の検討によ り、作成した材料モデルは幅広い温度、ひずみ 速度の範囲にて良好に Alloy718 の変形抵抗を再 現できることが確認できた。

4. 荒地成形

4.1 荒地成形概要

図1 で示したとおり,丸棒の切断材は,据え 込み,型込め,打抜きの工程を経てドーナツ形 状へと成形される。変形抵抗が大きく,加工発 熱も大きい素材を成形する場合,型込め工程を 分割することで,加工荷重と温度上昇の抑制対 策が行われる。

従来の成形案により成形した外径 261mm 用の Alloy718 荒地成形サンプルを図 5 に示す。成形 にあたり、2 工程での型込めを実施したが、加工 発熱が大きく割れが発生した。このことから、 Alloy718 の大型リングの荒地成形には、工程分 割以外の対策の検討が必要であることがわかる。

4.2 シミュレーション技術の開発

4.2.1 計算モデル

荒地成形の課題である割れの解決には,成形 中の温度変化の把握と昇温の抑制対策が必要で



図5 従来の成形案による外径261mm 用荒地素材

ある。そこで本研究では、成形する素材だけで なく、素材と接触する治工具をソリッド要素と してモデル化し、成形と同時に治工具との熱の 授受や物体内の熱伝導を考慮した熱-構造連成解 析を実施した。

荒地成形の例として,据え込み工程シミュレ ーションモデルを図6に示す。荒地成形では, 素材・治工具ともに軸対称であることから,任 意断面を2次元モデルとして計算した。

素材の変形抵抗については 3 章で構築した材 料モデルを用いた。熱的特性については,温度 依存性について詳細に測定されている Pottlacher, et.al の結果を参考とした⁴⁾。比熱 C(J/(kg・K)), 熱伝導率 λ (W/(m・K))を式(1),(2)にそれぞれ示 す。

$$C(T) = \begin{cases} 652 & (T < 1528K) \\ 778 & (1528 < TK) \end{cases}$$
(1)

$$\lambda(T) = \begin{cases} 1.1224 + 0.0165T (T < 1528K) \\ 4.8985 + 0.0136T (1528K < T) \end{cases}$$
(2)

ここで、Tは絶対温度

4.2.2 プレスモーション

本研究では、クランクプレスを用いて荒地成 形を行っている。クランクプレスでは、スライ ドの位置によって加工速度が変化する。熱間の 荒地成形では、熱の移動や変形抵抗は加工速度 の影響を受けるため、実測したクランクモーシ ョンを再現して計算を行った。据え込み工程開 始前と終了時の温度分布の変化を図7に示す。

成形開始時に素材の温度は,ほぼ均一であっ たが,成形中に治工具への熱接触や周囲環境へ



図6 据え込み工程シミュレーションモデル



図7 据え込み工程における温度分布の変化

の散逸,また加工発熱による温度変化が起こり, 温度差が生じている。この結果を引き継いで型 込め成形したときの計算結果を図8に示す。

成形中のパンチ肩部の素材には,加工発熱に よる大きな昇温と変形による大きな引張応力が 同時に生じている。これは実成形における割れ



発生位置とよく一致していることから,計算結 果は実際の状況を精度よく再現していると考え られる。本研究では,このシミュレーション技 術を活用して,加工発熱の抑制案を検討し,成 形試験用の治工具を作製した。

4.3 成形試験

荒地の成形試験には住友重機械工業(株)製 6,300tf クランクプレスを用いた。荒地成形の様 子を図9に示す。

外径 451mm, 高さ 105mm の大型リング部品の 成形にあたり, 荒地の素材には, 直径 150mm, 高さ 230mm, 重さ 33.5kg の丸棒切断材を用いた。 シミュレーションにて検討した案による荒地素 材を図 10 に示す。

成形試験の結果,内径部に欠陥のない良好な 荒地が成形でき,検討案の割れの抑制効果が確 認できた。また,この方案を他のサイズの荒地 成形へ適用することで,外径 191~451mmの製 品に対応する荒地成形が可能となった。



図9 荒地成形の様子



図10 検討案による外径451mm 用荒地素材

7.500e+07 6.000e+07 4.500e+07 3.000e+07 1.500e+07 0.000e+00

(b)ストローク方向の応力分布図8 型込め成形計算結果

5. 圧延成形

5.1 圧延成形概要

リングロール圧延機のイメージ図を図 11 に示 す。装置は図 1 で示したマンドレル軸と主ロー ル以外にも、ガイドロール、アキシャルロール といった多くの治工具によって成形が行われる。 また、目標とする製品径や圧延中の径の変化に 応じてガイドロールの接触位置が変更できるよ う、多くのリンク機構が組み込まれており、非 常に複雑な装置である。

従来の成形条件における圧延サンプルを図 12 に示す。このように、内部で過加熱が生じると モミ割れと呼ばれる欠陥が発生する。その一方 で、成形中に素材の温度が低下すると変形抵抗 が大きくなり、加工できなくなるといった課題 がある。



図 11 リングロール圧延機イメージ



図 12 従来の成形条件における圧延サンプル

5.2 シミュレーション技術の開発

5.2.1 計算モデルの構築

圧延での課題解決には,成形中の素材の変形 挙動を把握するとともに,温度変化の把握が必 要である。ただし,前述のとおり,製品形状は シンプルな矩形の断面のリングながら,複雑な 装置による逐次成形であり,現象の把握は困難 である。

そこで本研究では、実際の圧延機の動きを再 現できるようモデル化しつつ、荒地成形と同様、 素材と接触する治工具すべてをソリッド要素と した熱-構造連成解析を実施し、成形中の変形と ともに温度変化についても計算を行った。図 13 に圧延の計算モデルを示す。

5.2.2 リメッシュ技術の開発

有限要素法による計算では、変形に伴う要素 のゆがみが問題となる。リングロール圧延のよ うな大変形に対して継続して計算を行うには、 要素のゆがみを解消するリメッシュが必要であ る。ただし、一般的なソフトウェアに実装され ているのは 4 面体によるリメッシュであり、計 算精度が 6 面体の要素に比べ低く、また要素内 の応力やひずみの分布はマッピングされない。 そのため、リメッシュにより計算精度が低くな るといった課題がある。そこで、本研究では、 応力やひずみの分布を高精度に再現可能な 6 面 体要素を用いたリメッシュ技術の開発を行った。

有限要素法では,節点でのみ変形・応力・ひ ずみなどの物理量が計算される。そのため,要 素内部の物理量については,節点の物理量をも



図 13 圧延の計算モデル

とに形状関数と呼ばれる関数で内挿される。形 状関数は、要素の形状に依らずに、ξ-η座標系 へ正規化された要素座標系にて同一の形で与え られる。図14に要素の正規化のイメージと形状 関数を示す⁵⁾。本研究では、6面体でリメッシュ した新しい節点の物理量のマッピングにおいて、 有限要素法の処理と同様に、形状関数による内 挿で求めた。具体的な手順は下記のとおりであ る。

- ①新規の節点を内包するリメッシュ前の要素
 (旧要素)を検索する。
- ②内包する旧要素の正規座標系において、新 規節点の ε-n 座標を求める。
- ③正規座標系での新規節点の位置と形状関数 から,旧要素での各節点の物理量をもとに, 新規の節点の物理量を計算する。

開発したリメッシュ技術による,要素形状の 修正と物理量のマッピングについて,任意断面 の位置(白枠部)を例として図15に示す。リメ ッシュ前の断面では,圧延で大きな変形が生じ るコーナー部に大きくゆがんだ要素がみられる が,リメッシュにより良好な要素形状へと修正 されている。また,温度・塑性ひずみの分布は リメッシュ前後でほぼ一致しており,良好にマ



図 14 要素の正規化のイメージと形状関数

ッピングされていることが確認できる。

開発したリメッシュ手法により,リメッシュ 前の状態を引き継ぎつつ,良好な要素形状にて 計算を継続できたことから,この開発技術を用 いて,圧延工程全体のシミュレーションの精度 の確認を行った。実際の圧延試験から得られた 圧延荷重とシミュレーションから得られた圧延 荷重の比較を図16に示す。



(a)素材全体



(b) リメッシュ前後の温度分布



(c) リメッシュ直前の塑性ひずみ分布図 15 要素形状の修正と物理量のマッピング



計算結果は,実験結果の最大荷重値および圧 延荷重の推移ともに良く一致しており,構築し た計算モデルと開発したリメッシュ手法によっ て,高い精度で実成形を再現できることが確認 できた。よって,このシミュレーション技術を 活用して,予熱温度・圧延速度などの成形条件 の検討を行い,成形試験を実施した。

5.3 成形試験

圧延試験の様子を図 17 に,成形中の素材外表 面温度,圧延荷重および径の変化を図 18 に示す。

径の拡大が始まる約 6 秒からの素材温度の変 化は少なく、装置の過負荷となる変形抵抗の増 加を避け、圧延荷重を均一に制御することがで きた。その結果、良好な圧延が可能となり、外 径値は滑らかに拡大していることが確認できる。

図 19 に成形品の外観を示す。成形品は真円度 で 1mm 以内と良好な形状である。また,成形品 を旋削加工後,浸透探傷検査にて表面を,超音



図17 圧延試験の様子

波探傷検査により内部を確認したところ,いず れも欠陥はなく良好な品質であることを確認で きた(図 20)。



圧延荷重,径の変化



図 19 成形品外観



図 20 旋削加工品の外観



図 21 本研究の成果品

本研究の取り組みにより,最終的に外径 192 ~451mm までのリングローリングが可能となった。本研究の成果品を図 21 に示す。

なお、本研究は経済産業省より、戦略的基盤 技術高度化支援事業にて採択され、平成28年度 から30年度に実施したものである。

6. 結 言

- 高温引張試験と圧縮試験により,Alloy718
 の高温材料特性を把握して,高精度な材料モデルを構築した。
- (2) リングローリング成形における,荒地成 形および圧延工程のシミュレーション技

術を開発した。

(3) Alloy718の成形の課題である割れと加工 荷重の抑制に取り組み、リングローリン グにて外径451mm,高さ105mmの大型リ ング部品を形状精度よく、良好な品質で 成形できた。

参考文献

- 青木 宙也,上野 友典,大野 丈博, "718 合 金の溶体化処理による金属組織制御",日立 金属技報, Vol. 32, 2016, p26
- 2) 中溝利尚, "特精鍛での熱間縦型リングロー リングの紹介", Sanyo Technical Report, Vol.11 No.1, 2004, pp.70-71.
- 3) 日本塑性加工学会編, "わかりやすい鍛造加 工", 日刊工業新聞社, 2005, pp.14-17.
- 池庄司敏孝,京極秀樹,米原牧子,荒木正浩, 中村和也, "SLM造形過程におけるレーザ照 射部近傍の粉体層溶融凝固を考慮した過渡伝 熱数値解析",近畿大学次世代基盤技術研究 所報告, Vol.7, 2016, pp.89-94.
- 5) 三好俊郎, "有限要素法改訂版", 培風館, 1998, pp.179-181.

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 ~太陽熱集熱装置の評価と雪室の熱解析~

村木 智彦* 佐藤 健* 三村 和弘* 須貝 裕之* 本多 章作**

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

MURAKI Tomohiko*, SATO Takeshi*, MIMURA Kazuhiro*, SUGAI Hiroyuki* 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、新潟機器株式会社とともに、 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試作した。本報では、当所で担当した太陽熱集熱装置の製作と評価、冷熱の供 給によって減容した雪室の冷房性能に関するコンピューターシミュレーションについて述べる。

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 び,これを利用して加熱した熱媒を熱音響冷凍 機に入熱する装置を太陽熱集熱装置と呼ぶ。

既報³⁾では,評価用(基礎データ集収用の小 規模)太陽熱集熱装置を製作して実験を行い, 熱媒温度は目標とした210°C以上に加熱できる ことを確認した。

本報では,熱音響冷凍機の駆動に必要な熱量 を供給するための太陽熱集熱装置を設計・製作 した。なお,これを組み合わせる予定の熱音響 冷凍機の開発は東海大学が担当し,200°C以下 の入熱温度で-20°Cの冷熱発生を目標としてい る。この冷凍機は必要入熱量2kWという仕様で あるため,太陽熱集熱装置により,加熱された 熱媒は,熱音響冷凍機に流入する際に200°C以

* 研究開発センター

上に保持されている必要があり, さらに 2kW 以 上の熱を供給する必要がある。

これらの仕様をもとに本報では,製作した太 陽熱集熱装置による実証実験を行い,太陽熱に よる熱音響冷凍機の駆動が可能かを検証した。

一方,熱音響冷凍機から作り出した冷熱を雪 室に供給することで,雪室内の雪塊の融解を抑 制でき,雪室の小型化が期待できる。今後,熱 音響冷凍機から冷凍出力1kWが得られると仮定 し,事前検討として熱収支計算を行ったところ, 雪冷熱エネルギー住宅建築のためのガイドライ ン(以下,ガイドラインと呼ぶ)⁴記載の雪室 (容積 81.5m³)に対して,46%容積を削減した 小型の雪室(容積 44m³)が実現できる可能性が 示された。

そこで、これをより詳細に確認するため、小型の雪室を設計し、これに熱音響冷凍機の冷凍 出力 1kW が得られると仮定したモデルにて、夏

^{**} 下越技術支援センター

季の冷房需要に対応できるかを熱流体シミュレ ーションによって検証した。

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。

2. 太陽熱集熱装置の製作と評価

2.1 太陽熱集熱装置の概要

製作した太陽熱集熱装置の外観を図1に示す。 (株) 寺田鉄工所製集熱器 CPC1518(集熱面積 3m²) 1 台と日本熱源システム(株) 製集熱器 V300-30(集熱面積 3.25m²) 3 台を連結して 4 台とし, 既報³⁾より集熱器は1台あたり約1kW の集熱量で,熱損失は約40%であったことから, 約4kWの集熱量を確保することで,熱音響冷凍 機に2kW 以上を入熱することを見込んだ。

配管各部に流量計,温度計を装着し,熱媒の 測定を行った。集熱器の受光面は南向きとして, 地面に対して 30°傾斜させた。配管と各機器に は放熱の抑制のため,ロックウールによる保温 処理と外装処理を施した。熱媒には,NeoSK-OIL L400 高引火点品(総研テクニックス(株)製) を使用した。

本報では,熱音響冷凍機の代替としてラジエ ータを装着した。ラジエータの放熱量は,冷却 ファンの駆動周波数(5Hz~50Hzで可変)によ り,熱音響冷凍機の必要入熱量 2kW を超えるよ うに調整した。



図1 太陽熱集熱装置の外観

2.2 測定項目

試験装置では、日射量、集熱器とラジエータ の入口・出口の熱媒温度を測定し、熱媒温度差 と流量から集熱器の集熱量とラジエータの放熱 量を計算した。

測定は, 平成 30 年 7 月から 9 月にかけて実施 した。図 2(a)~(d)に平成 30 年 8 月 23 日の測定 例を示す。この測定における熱媒流量は 5L/min



である。

図 2(a)に日射量を示す。この日は 11 時頃に日 射量がピークとなった。図 2(b)は集熱器入口, 出口の熱媒温度である。熱媒は集熱器入口側か ら流入し、集熱器を介することで加熱され、集 熱器出口側から流出する。ここで、ラジエータ の冷却ファンの駆動周波数は 50Hz で、冷却フ アンの動作時刻は起動が 8:40, 停止は 15:00 で ある。集熱器出口側の熱媒温度は、この動作時 刻において一時的に変動するが、日射量に応じ て変化することがわかる。図 2(c)にラジエータ 入口、出口の熱媒温度を示す。熱媒は集熱器出 口側から配管を介して, ラジエータ入口側に流 入する。流入した熱媒はラジエータによって冷 やされるため、ラジエータ出口側の熱媒温度が 低下している。図 2(d)は集熱器の集熱量とラジ エータの放熱量である。冷却ファンの駆動によ って放熱量は増加するとともに、集熱器の集熱 量も増加している。

2.3 熱媒温度

前述の条件に基づき、7月~9月の間で実験を 行った。その結果を説明する。熱媒流量3、5、 7L/min のときの集熱器およびラジエータ入口, 出口の熱媒温度を図3に示す。各温度は、正午 付近30分間の平均値である。図3(a)は、集熱器 入口,出口の熱媒温度である。ここでは集熱器4 台を一体として扱っており、入口、出口とはそ れぞれ最上流側の集熱器の入口、最下流側の集 熱器の出口である。流量の増加に伴って出口温 度は低下するものの、全ての流量条件で210°C を超えた。図3(b)は、ラジエータの熱媒温度で あり、入口と出口の平均温度が、熱音響冷凍機 への供給温度に相当すると仮定すると、全ての 流量条件で熱媒は目標である熱音響冷凍機の駆 動温度200°Cを超えている。

上記の温度データから,集熱器の集熱量,ラ ジエータの放熱量を計算した結果を図4に示す。 参考のため,測定時の日射量を併記し,各測定 における日照条件がほぼ同等であることを示し



た。各熱媒流量条件でラジエータの放熱量は 2.3kW 程度であり、熱音響冷凍機の設計入熱量 2kW を超えている。したがって、この日照条件 下であれば、太陽熱による熱音響冷凍機の駆動 は可能と考えられる。

2.4 集熱量と集熱効率

図4から,集熱器4台分の集熱量は,平均3.5kW であり,これを日射量で除して求めた集熱効率 は,平均0.29であった。既報³⁾では,集熱器1 台あたりの集熱量が1.1~1.2kW,集熱効率が0.34 ~0.36だったので,4台の連結で集熱量,集熱効 率ともに低下している。

ここで,集熱効率が低下した理由について検 討した。JIS A4112:2011(太陽熱集熱装置)によ り集熱効率 η は,式(1)で定義される。

$$\eta = a_0 - a_1 \frac{(T_w - T_a)}{l} - a_2 \frac{(T_w - T_a)^2}{l^2}$$
(1)

ここで, *a*₀は定数, *a*₁と*a*₂は熱損失係数, *T*_wは 熱媒体平均温度, *T*_aは外気温, *I*は日射量である。 式(1)から集熱器内の熱媒と外気の温度差の増加 に伴い,熱損失が増加し集熱効率は小さくなる。 集熱器を連結した場合,入口側の集熱器は,単 体と同等の集熱効率を示すと考えられるが,出 口側の集熱器に近づくほど内部の熱媒温度が高 温になるため,外気温との差が大きくなり,集 熱器から外気への放熱が増大する。このため, 集熱量,集熱効率ともに単体の評価に比べて低 下したと考えられる。

2.5 配管の熱損失

図5に集熱量に対する配管とラジエータの放 熱割合を示した。ここでいう配管とは、集熱器 出口からラジエータ入口までと、ラジエータ出 口から集熱器入口までの熱媒経路であり、循環 ポンプや膨張タンクなどの付属機器も含む。各 条件の値を平均すると、熱音響冷凍機の駆動へ の寄与は67%であり、配管からの熱損失は33% であった。

3. 熱流体シミュレーション

3.1 解析概要

ここでは、小型の雪室を設計し、これに熱音 響冷凍機の冷凍出力1kWが得られると仮定した モデルを用いて、4月1日に雪室内に充填した雪 塊が、冷房運転の終了する10月1日まで残存す るかを、熱流体コンピューターシミュレーショ ンにより検討した。

図6に各期間の熱移動の状態図を示す。図6(a) は雪室内に雪塊を充填した4月1日の様子であ る。図6(b)は4月1日~6月30日までの状態で ある。外気温度に応じて雪室外壁から侵入熱が



ある一方で,熱音響冷凍機から1kWの冷熱が日 射量に応じた時間供給される。図 6(c)は7月1 日~9月30日の状態図で,この期間に雪室によ る冷房を使用する。この期間では上記の侵入熱 と冷熱に加え,冷房のために,居室から流入し た暖気が雪塊との熱交換により冷気となって居 室に戻る。居室の構成と冷房に使われる熱量は ガイドライン⁴⁾に準じた。図 6(d)は 10 月 1 日の 雪室の様子である。

シミュレーションにより、1か月ごとに雪室内 の温度と空気の流れを解析し、雪塊の消費に使 われる熱量(消費冷熱量)を計算した。これを もとに雪塊高さの減少量を計算して、4月1日か ら10月1日までの推移を求めた。

3.2 解析モデル

図7に解析モデルを示す。解析にはソフトウ エアクレイドル製の熱流体解析ソフトウエア SCRYU/Tetra ver. 13を使用した。表1に解析に 使用した物性値および表2に雪室や雪塊の計算 条件を示す。

	密度	(kg/m^3)	1.206
売左	比熱	(kJ/kg·K)	1.007
至风	熱伝導率	$(W/m \cdot K)$	2.56×10-3
	粘性	(Pa·S)	1.83×10 ⁻⁵
雪塊	融解熱	(kJ/kg)	335
-L- /m/	密度	(kg/m^3)	25
り側	比熱	(kJ/kg·K)	1.130
PJ 73747	熱伝導率	$(W/m \cdot K)$	2.20×10 ⁻²
6 /m/	密度	(kg/m^3)	25
ット1則 断熱なす	比熱	(kJ/kg·K)	0.890
断熱材	熱伝導率	$(W/m \cdot K)$	2.80×10 ⁻²
	密度	(kg/m^3)	2000
コンク	比熱	(kJ/kg·K)	0.880
	熱伝導率	$(W/m \cdot K)$	1.2
1-14	密度	(kg/m^3)	7850
おいたを	比熱	(kJ/kg·K)	0.442
PJ IL 1/X	熱伝導率	(W/m·K)	80.3

表1 物性值

雪室	容積	(m ³)	44.0
	密度	(t/m^3)	0.55
雪塊	容積	(m ³)	39.6
	温度	(°C)	0



3.3 解析方法

表3に解析で使用した月ごとの外気温度,居 室からの暖気温度,冷房風量を示す。雪室の壁 面温度は外気温度とし,気象庁データベースに よる新潟市の月毎の平均気温を用いた。先に述 べた解析モデルより,各月について雪室内の温 度分布と侵入熱を求めた。

7月~9月は、冷房運転を行う期間であるので、 雪室内の空気の流れと温度分布を計算し、暖気 温度と冷気温度の差から冷房出力を求める。表3 に示す冷房運転時の居室から流入した暖気温度 は外気温度に等しいと仮定し、風量は上村らの 設定した風量⁵⁾を参考にした。冷房運転によって 居室に供給される冷熱量は、ガイドライン⁴⁾記載 のモデル住宅が1シーズンに必要とする総冷熱 量を月ごとに配分した値とした(表4)。月ごと の配分方法は、上村らの2007年と2008年の冷 房冷熱量⁵⁾の月別比率を参考に設定した。これと 先の冷房出力の結果と併せて1か月間の冷房運 転あり・なしの時間の割合を計算し、それぞれ の侵入熱を求めた。

表 5 に熱音響冷凍機から得られる冷熱量の推 定値を示す。日照時間は、気象庁データベース による新潟市の月毎の平均日射量を用いた。熱 音響冷凍機を駆動できる日射量(有効日射量) は、本報の実験結果では 580W/m²以上であり、

	X ° /	+ 1/1 • • 2 • •	/
月	外気温度	暖気温度	冷房風量
	(°C)	(°C)	(m ³ /h)
4月	11.5	-	-
5月	16.5	-	-
6月	20.7	-	-
7月	24.5	24.5	336
8月	26.6	26.6	336
9月	22.5	22.5	336

表3 解析パラメータ

表4 月ごとの冷熱量

月	冷熱量 (kWh)	総冷熱量 (kWh)
7月	217	
8月	1086	1338
9月	35	

н	日照時間	有効日照時間	冷熱量
Л	(h/月)	(h/月)	(kWh)
4月	169.80	84.90	84.90
5月	202.10	101.05	101.05
6月	168.50	84.25	84.25
7月	160.10	80.05	80.05
8月	211.10	105.55	105.55
9月	162.80	81.40	81.40

表5 熱音響冷凍機の冷熱量の推定値

この有効日射量を満足する有効日照時間は日照時間の 50%であった。これをもとに冷熱量は、 1kW の定出力が有効日照時間分だけ供給される ものとした。上記の方法により解析を行い、雪 塊高さの推移を計算した。

3.4 解析結果

図 8 に冷房運転なしの雪室内の温度分布を排 水ピットに沿った中央断面で月ごとに示す。雪 室内の空気の温度は、4 月であれば、状態図内の 破線で囲われた領域である。以降、外壁温度の 上昇に伴って、雪室内の温度が上昇し、雪塊が 減少していく。

図9に冷房運転時(7月~9月)の雪室内の温 度分布と空気の流れを示す。暖気は雪塊に沿っ て流れ, 排水ピットを通って冷気口から流出す る。雪室内を空気が流れるため, 撹拌作用によ って図8と比較して温度分布は均一となり, そ の分雪塊表面部の温度勾配は大きくなるので雪 塊の融解が増加する。また, 解析から求めた7 月~9月の冷房運転稼働時間の割合は, それぞ れ17.1%, 83.5%, 3.7%だった。

雪塊の消費冷熱量と雪塊高さの推移を図 10 に 示す。冷房運転期間が終了する 10 月 1 日の時点 で雪塊の高さは 0.2m 残っており,熱音響冷凍機 と小型雪室を組み合わせたシステムが夏季の冷 房装置として成り立つことを示している。



図8 冷房運転なしの雪室内の温度分布



温度分布と空気の流れ



4. 結 言

- (1) 熱音響冷凍機の代替としてラジエータを 接続し、集熱器4台を連結した太陽熱集熱 装置を製作し、太陽熱で熱媒を目標の 210°C以上に加熱できることを実証した。
- (2) 熱音響冷凍機の駆動条件である200°C 2kW 以上の入熱を実証し、太陽熱による熱音 響冷凍機の駆動可能性を示した。
- (3) 太陽熱集熱装置の集熱量に対する配管の 熱損失割合は33%であった。

 (4) 小型の雪室(容積44m³)を設計し,冷凍 出力1kWの熱音響冷凍機を接続した場合 について熱流体シミュレーションを行い, 10月1日まで雪塊が残り,夏季の冷房とし て成り立つことを示した。

参考文献

- 大野宏ほか,"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.
- 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, 2019年3月30日
- 三村和弘ほか、"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~",工業技術研究報告書, 47,2017,pp.9-12.
- 新潟県、"雪冷熱エネルギー住宅建築のため のガイドライン"、平成21年3月.
- 5) 上村靖司ほか, "雪室をビルトインした住宅 における空気循環冷房の性能",空気調和・ 衛生工学会論文集, No.163, 2010, pp.19-27.

ステンレス鋼の表面分析に関するシーズ育成研究

内藤 隆之*

Surface Analysis on Passivation film of Stainless Steel

NAITO Takayuki*

抄 録

汎用ステンレス鋼などに酸洗,電解研磨及び不動態化の表面処理を行い,塩酸及び硫酸の各水溶液 への浸漬試験の結果,耐溶出性が向上していた。また,XPSによる表面分析を行って,Ni,Cuの各 成分の挙動を調べた。

1. 緒 言

工業製品における表面分析は、当県において も需要件数の高い項目となっており、日々の依 頼試験や機器貸付などで頻繁に利用されている。 表面分析の手法の中で特に XPS は、数 nm の 厚みにおける元素成分の分析を得意とし、製品 表面の不良原因究明に役立っている。

ステンレス鋼は錆びにくい材料として工業製 品ではお馴染みであり、用途に応じて電解研磨 や不動態化等の表面処理も行われている。ステ ンレス鋼の耐食性は、その表面に形成された厚 さ数 nm とされる不動態膜の働きによるもので あるが、各種表面処理方法により、その状態が 変化し、耐食性にも影響を与えるものと考えら れる。

本研究では、各種表面処理方法がステンレス 鋼の不動態膜に及ぼす影響を把握するため、燕 三条地域で流通している汎用ステンレス鋼など に酸洗、電解研磨及び不動態化の表面処理を施 した試料について、XPSによる表面分析を行 った。また,各種表面処理を施した試料の耐酸 性を調べるため,塩酸及び硫酸の各水溶液によ る浸漬試験を行った。

2. 実 験

2.1 供試材,表面処理及び浸漬試験

供試材として, SUS304J1 相当, 厚さ 0.8mm の板材(試料 1),及び SUS316L 相当,厚さ 1.0mmの板材(試料 2)を用いた。供試材の化 学成分を表1に示す。

表面処理は「酸洗」,「酸洗後に不動態化」, 「電解研磨」,及び「電解研磨後に不動態化」 の4種類とし,「未処理」を含めた5種類の試

表 2 表面処理条件 処理 時間 処理液組成(%) 温度(℃) 時間(min) 電圧(V) フッ化水素酸 2 酸洗 30 10 硝酸 12 80 リン酸 電解研磨 60 5 5 20 硫酸 不動態化 硝酸 30 室温 720

試料 成分	С	Si	Mn	Р	S	Ni	Cr	Mo	Cu
試料1	0. 023	1.51	2. 01	0. 031	0.003	6.93	16.2	0.16	1.85
試料2	0.016	0.66	1. 27	0. 029	0.001	11.8	17.2	2.04	0.10

表1 供試材の化学成分(単位 mass%)

* 県央技術支援センター

料を作製して試験を行った。表面処理の条件を 表 2 に示す。表面処理は(有)広一化学工業 (燕市)に委託した。

浸漬試験は各表面処理試料と未処理試料の耐酸性を比較するために行った。供試材(10mm× 50mm)を塩酸 9%及び硫酸 48%の各水溶液に室 温下でそれぞれ約 10 日間浸漬し,浸漬前後の 重量変化から溶出減量率を算出した。

2.2 分析装置

XPS 装置は K-Alpha (サーモフィッシャーサ イエンティフィック(株)製)を用い, 試料の 定性分析と Cr2p の分析, 更にアルゴンイオン エッチングによる深さ分析を行った。定性分析, Cr2p の分析及びエッチングについての条件を 表 3 に示す。なお, エッチングは4回行い, そ の都度, 定性分析と Cr の状態分析を行った。

表 3 XPS 分析条件

(a) 定性分析

Source Gun Type	AIKAlpha	
Spot Size (µm)	400	
Rinding Energy (aV)	Start	-10.000
Diliuting Litergy (ev)	End	1350.000
Energy Step Size (eV)	1.000	
Pass Energy (eV)	200.000	
Number of Scan	5	
Dwell Time (ms)	10	

	•••	
Source Gun Type	AIKAlpha	
Spot Size (µm)	400	
Rinding Energy (all)	Start	568.000
DINUTING ENERGY (EV)	End	594.000
Energy Step Size (eV)	0. 100	
Pass Energy (eV)	50.000	
Number of Scan	10	
Dwell Time (ms)	50	

(b) Cr 2p の分析条件

1	n)	-		-	۰.	. <i>H</i>	` ⁄Z	14
U	6)	_	ッ	ァ	~	~	禾	14

Ion Energy(eV)		200		
Raster Size		Auto		
Current		Low		
Etab Time (a)	試料1	160212031204300		
	試料2	160224036004600		

3. 結果と考察

3.1 浸漬試験

各浸漬液について浸漬試験前後の重量差から 算出した溶出減量率(%)を図 1 に示す。塩酸浸 漬試験では表面処理による溶出減量率への影響 はみられないものの,硫酸浸漬試験では表面処 理による溶出減量率の低減がみられた。

なお、塩酸の浸漬試料は、総じて試料2の方 が褐色を呈し、浸漬液も青緑色に着色した。試 料1では、未処理試料の浸漬液が緑色となった。 一方、硫酸の浸漬試料では、試料1が未処理試 料と酸洗試料の浸漬液に、試料2が未処理試料、 酸洗試料と酸洗後不動態化試料の浸漬液に、そ れぞれ着色が見られた。

本実験の結果から,硫酸浸漬試験において, 各種表面処理による耐溶出性の向上に効果が確 認できた。ただし,今回の浸漬試験結果は,そ のまま耐食性の評価に置き換えることはできず, 複合サイクル試験との比較検討が必要となる。



また,ステンレス鋼を構成する元素のうち, Cu は塩酸,硫酸等に対する耐食性を向上させ る効果,Ni と Mo は不動態膜を安定化させ, 耐食性を向上させる効果があるとされている¹⁾。 こうした効果について,各種表面処理との関係 を含めて検討が必要となる。

3.2 表面分析

供試材(未処理)について定性分析で検出さ れた成分と、その簡易定量値を表4に示す。エ ッチング時間は、試料表面の汚染層をできるだ け避けるため、図2(a)のOの挙動を参考にし て、試料1を180s、試料2を300sとした。

エッチング時間(s)と化学成分値(atom%)の関 係を図 2 に示す。表示成分は O, Fe, Ni, Cr のほか,試料 1 は Cu,試料 2 は Mo とした。 ここで,不動態膜の厚さを評価する指標として O と Fe の成分値が交差するエッチング時間 (以下,「×点」と記載する。)を想定し,各 表面処理の影響を比較したほか,耐食性を向上 するとされる元素(試料 1 は Ni と Cu,試料 2 は Ni と Mo)の化学成分値と×点の関係を調 べた。

試料 1 では、「未処理」、「酸洗」、「電解研磨」の順で×点が短くなっている。また、「未処理」以外で×点付近に Ni と Cu の化学

成分値にピークが確認できた。このピーク値は 「酸洗」よりも「電解研磨」の方が大きく,い ずれも不動態化処理によりピーク値が増加する 傾向がみられた。

一方,試料2では,設定した最大エッチング時間 1500 秒が短かったため,「未処理」と

表 4	供試材の分析結果	(単位	atom%)
11			u com///

試料 成分	C1s	01s	Si2p	Cr2p	F1s
試料1	3.69	58.09	-	12. 26	3.56
試料2	9.52	60. 77	13. 44	6.66	-
試料 成分	Fe2p	Mn2p	Ni2p	Cu2p	Mo3d
試料1	18.82	-	1.16	2. 43	-
試料2	6.39	2. 09	0.71	-	0. 41



「酸洗」で×点が確認できなかったほか,「酸洗後不動態化」と「電解研磨」で×点付近に存在を想定した Ni と Mo の化学成分値ピークが確認できなかった。なお,「電解研磨後不動態化」では他の試料に比べて×点が特に短く,× 点付近において Ni の化学成分値にピークを確認できた。Mo の化学成分値は×点に向けて増加し,その後ほぼ一定となっていた。

試料1と試料2のエッチング時間を比較する と、試料2の方が×点に達する時間が長くなっ ており、この×点を不動態膜と素地との境界と 仮定した場合、「電解研磨後不動態化」を除き 表面処理の有無に関係なく試料2の不動態膜の 方が試料1の不動態膜よりも厚いと考えられる。

ここで,試料1の「酸洗」と「酸洗後不動態 化」,「電解研磨」と「電解研磨後不動態化」 を比較すると,不動態化により×点はほとんど 変化しない傾向であることがわかる。

一方,試料2では「酸洗」と「酸洗後不動態 化」では×点はほとんど変化しなかったが,

「電解研磨」に比べ「電解研磨後不動態化」の ×点は短くなっていた。この原因については今 後の検討課題である。

また, Cr の化学成分値は表面から×点に向 けて増加し,それ以降はほぼ一定となる傾向だ が,「酸洗」と「酸洗後不動態化」では,より 表面に近い時点から一定になるように見える。

最後に,各表面処理において Cr の酸化状態 を把握するため, Cr2p 電子軌道の XPS スペク トルを比較した。エッチング時間は,表4の分 析と同じく,試料1を180s,試料2を300s と した。結果を図3に示す。ここで,図中の●印 は Cr の酸化物成分,▼印は Cr の金属成分に対 応する。

試料1は「未処理」,「酸洗」,「電解研磨」 の順番で,Cr酸化物成分の検出ピークが減少 していくことが確認できる。一方,試料2は 「酸洗」と「酸洗後不動態化」で「未処理」よ りもCr酸化物成分が大きくなっているが,こ の理由については,今後の検討課題である。



4. 結 言

- (1)「未処理」を除き、全ての表面処理で試料2より試料1の溶出減量率が低かった。
- (2) 試料 1 において、不動態膜と素地の境界 と想定する深さで Ni と Cu の化学成分値 にピークが確認でき、その値は酸洗、酸 洗後不動態化、電解研磨、電解研磨後不 動態化の順で大きくなる傾向がみられた。
- (3) 試料1において、不動態膜の厚さに対応 すると想定する値が未処理、酸洗、電解 研磨の順で減少する傾向がみられた。
- (4) 不動態膜中の Cr の成分値は,各表面処理 で金属成分と酸化物成分の割合が異なっ ていた。

参考文献

1) 日刊工業新聞社, ステンレス鋼便覧, 1970, p.356-3
Π ノート

高圧クーラントを援用した 析出硬化系ステンレス鋼の中ぐり加工

田村 信* 須藤 貴裕* 石川 淳*

Boring of Precipitation Hardened Stainless Steel with High Pressure Coolant

TAMURA Makoto*, SUTOH Takahiro* and ISHIKAWA Atsushi*

1. 緒 言

析出硬化系ステンレス鋼は,耐食性,耐摩耗 性,高強度が要求される航空機材料などに広く 使われている。しかし,切削加工においては高 硬度,高靱性,低熱伝導率などの材料特性から 切削速度が上げられず,かつ工具寿命が短いと いう問題がある。

中ぐり加工は、すでにあけられている穴の直 径拡大や仕上げを目的に、中ぐりバイトを用い て穴の内面を切削することをいい、さまざまな 部品加工に適用されている。しかし、切屑の排 出空間が限られることから、穴内部に切屑がた まりやすく、また中ぐりバイトに絡みつくこと も多く、刃先の冷却不足や嚙み込みなどによ り、工具寿命や加工面品位が問題となることが 多い。

そこで,析出硬化系ステンレス鋼の代表鋼種 である SUS630 の旋盤による中ぐり加工につい て,高圧クーラントを援用することで,工具の 長寿命化や加工面品位の向上,さらに加工の高 能率化が可能となるか検証した。

2. 試験方法

2.1 旋削装置

中ぐり加工試験に用いた旋削装置と中ぐりバ イトの仕様を表1に示す。NC旋盤には標準クー ラントに加えて,最大吐出圧力15MPaの高圧ク ーラントを付属する。クーラントは鋼製バイト シャンクの内部を通り,工具チップすくい面側 から加工点に向けて供給される。

* 研究開発センター

2.2 中ぐり加工試験方法

表2に加工条件,図1に試験方法を示す。切 削速度については,高圧クーラントの効果を期 待して,工具カタログ等¹⁾での推奨値を参考に 高速度条件とした。中ぐり加工は,被削材にあ らかじめドリルにて直径20mmの下穴をあけて おき,中ぐりバイトを用いて所定の切込み量 ap を与えて,穴を繰り広げることを行う。一定量 加工後に目視による切屑排出状態の観察と工具 チップ逃げ面摩耗量測定,さらに加工面の表面 の粗さ測定を行った。

旋削装置					
NC旋盤型式	滝澤鉄工所TCN−213J				
最大加工径/長さ(mm)	370/301				
主軸回転速度 (min ⁻¹)	$100 \sim 5000$				
軸移動量X/Z (mm)	210/370				
送り速度X/Z (mm/min)	$0\sim 20/0\sim 24$				
クーラント最大吐出圧力 (MPa)	15				
クーラント最大吐出量(L/min)	35				
クーラントタイプ。	エマルション10倍希釈				
中ぐりバイト					
シャンク直径/突出長さ(mm)	16/48				
工具チップ	タンガロイCPMT090304-PS				

表1 旋削装置と中ぐりバイトの仕様

表 2 加工条件

切削速度V (m/min)	150
送りf (mm/rev)	0.1, 0.2
切込み量ap (mm)	0.5, 1.0
クーラント圧力(MPa)	0.1(標準) 3~15(高圧)
被削材	析出硬化系ステンレス鋼SUS630 (直径60mm×長さ120mm, 42HRC)



図1 試験方法

3. 試験結果

3.1 切屑排出性の比較

標準クーラントと高圧クーラント(15MPa) 供給での切屑排出性を比較するために,送り f と切込み量 ap を変えた加工条件において,中ぐ り加工を 1 段行い,加工後の状態を観察評価し た結果を表 3 と図 2 に示す。標準クーラント供 給における ap=0.5mm の条件では,連続的な切 屑がバイトに絡み,f=0.1mm/rev-ap=1.0mm の条 件では,切屑はほぼ分断しているが穴内部に残 ったものが嚙み込みを生じている状態であった。 一方,15MPa の高圧クーラント供給では,いず れの加工条件においても良好で,切屑が分断し 外部に排出されていた。

使用した工具チップに付随するブレーカによ る切屑分断の効果もあるが,高圧クーラントを 供給することにより,良好に切屑が分断し外部 に排出される加工条件の範囲が広がることが, この結果からいえる。

表3 切屑排出性の評価結果

f	標準/ (0.1	'−ラント MPa)	高圧クーラント 15MPa		
(mm/rev)	ap	(mm)	ap	(mm)	
	0.5	1.0	0.5	1.0	
0.1	不良 A	不良 B	良	良	
0.2	不良 A	良	良	良	

<u>評価:不良A</u> 連続的な切屑による 絡みつき



穴底面

穴底面

<u>評価:不良B</u> 分断切屑の穴内部残留 と嚙み込み

<u>評価:良</u> 切屑の分断と排出



図2 切屑排出の状態

3.2 工具寿命と加工表面粗さの比較

前述の切屑排出性の評価において、標準クー ラントでも良好な結果であった加工条件 (f=0.2mm/rev-ap=1.0mm)について、工具寿命 試験を行い、工具寿命に対する高圧クーラント 供給の効果があるか確認した。寿命試験は加工 の進行に伴う工具チップの逃げ面摩耗幅を測定 することにより行った。切削距離と最大逃げ面 摩耗幅の測定値をプロットしたグラフを図3に, 1段加工後(切削距離15.6m)の工具チップの外 観写真を図4に示す。標準クーラントに対して 15MPaの高圧クーラントを供給することで,工 具チップ逃げ面の摩耗幅は小さくなる傾向を示 し,最大逃げ面摩耗幅0.2mmを工具寿命判定基 準とすると,工具寿命までの切削距離は標準ク ーラントの15mに対し,15MPaの高圧クーラン ト供給では90mとなり,約6倍も延伸すること がわかる。チップの摩耗形態に大きな違いはな いが,高圧クーラント供給により,刃先の冷却 や潤滑が効果的に行われたものと推測する。





図 4 工具チップの外観(切削距離 15.6m)



ここで、工具寿命試験に伴う加工面の表面粗 さ測定値をプロットしたグラフを図5に示す。 標準クーラントと15MPaの高圧クーラント供給 の場合について、それぞれ加工穴の入口から 10mmと40mm(穴底近傍)の位置における加工 面の表面粗さ測定を行った。クーラント間の比 較では、15MPaの高圧クーラント供給の方が良 好な粗さであるが、ともに切屑が良好に排出さ れる条件であることから、顕著な差はない。ま た、工具チップ逃げ面摩耗の進行との相関はな く、工具寿命に至るまで表面粗さの値は安定し ている。

3.3 高圧クーラント圧力と工具寿命

前節において,高圧クーラント供給による工 具寿命の延伸効果について示したが,さらに工 具寿命に対して高圧クーラントの圧力が影響す るか確認した。f=0.1mm/rev-ap=1.0mmの加工条 件について,高圧クーラントの圧力を変えて工 具寿命試験を行った。試験の結果を図 6 に示す。 高圧クーラント圧力 3~9MPaの範囲においては, 圧力が高いほど工具の逃げ面摩耗幅は小さく, 工具寿命は良好となる。しかし圧力が最大の 15MPa となると工具逃げ面摩耗幅が大きくなり, 工具寿命が悪化した。高圧クーラントの供給に より,工具中ぐりバイトに過度の振動変位が生 じることも考えられるため,工具チップ逃げ面 に小型加速度センサーを取り付け,高圧クーラ ントを供給した時に発生する振動を測定した。 測定結果を図 7 に示す。高圧クーラント圧力 3MPa 時の測定加速度振幅を基準とした各圧力 時の加速度振幅比をグラフにプロットした。高 圧クーラント圧力の増加に伴い加速度振幅比も 増加し,圧力 15MPa においては,3MPa 時に対 して約 25 倍の加速度振幅が生じている。中ぐり バイトの剛性との兼ね合いとなるが,過大な圧 力のクーラント供給により生じる振動が工具寿 命を低下させる要因となることも考えられる。



図6 クーラント圧力と工具寿命



図7 クーラント圧力と工具振動

4. 結 言

- (1) 析出硬化系ステンレス鋼 SUS630 の中ぐ り加工について,高圧クーラントを援 用することで,切屑分断と排出が良好 となる加工条件の範囲が広がることを 明らかにした。
- (2) 切削速度 V=150m/min において,高圧ク ーラントを援用することで工具寿命が 大幅に延伸し,加工の高能率化が可能 となることをを明らかにした。
- (3) 高圧クーラントの圧力が高いほど工具 寿命が延伸する傾向にあるが、工具バ イトに生じる振動が大きくなり、最適 なクーラント圧力が存在することを示 した。

参考文献

1) 例えば、切削工具カタログ、株式会社タ ンガロイ、(2013-2014), p.2-6

非接触三次元測定の形状測定精度 評価に関する研究

永井 智裕* 本田 崇*

A Study on Evaluation of Shape Measurement Accuracy of Non-contact 3D Measurement

NAGAI Tomohiro* and HONDA Takashi*

1. 緒 言

製品の三次元形状を正確に測定することは, 品質保証の観点からとても重要なファクターで ある。近年,接触式の三次元測定機に代表され る特定の点間距離の寸法測定だけではなく,製 品表面の 3D 形状全体を非接触にて測定し,評 価(品質保証)するニーズは増している。

ここで,非接触式測定機には 3D スキャナや X線 CT 装置のような測定原理の異なるものが 多数存在するが,それらを取りまとめた規格と いうものは現時点で存在していない。例えば, X線 CT 装置については,VDI/VDE2630 といっ たドイツ規格に準拠した精度保証をうたってい るが,この規格はあくまでも2点間の距離につ いて評価した値である。また,3D スキャナに ついてはメーカー公称値の公開のみであり,参 照規格や測定方法が不明確である。そこで本研 究では,非接触三次元測定の測定精度および機 器による差異について評価を行った。

2. 測定対象の説明

異なる機器にて非接触の測定を行うにあたり, 測定対象の検討を行った。3D スキャナは LED 光を測定対象物へ照射して,表面形状をカメラ でスキャンする。そのため,光を反射しない黒 色,透明な物体,光沢もしくは鏡面状の表面を もつ物体へマッピングできず,スキャンするこ とができない。一方 X線 CT 装置は,X線の物 質を透過する性質を利用して測定する機器であ る。X線は試料を透過する際に一部が吸収され, 密度が大きく,また厚い物体ほど,透過する X 線強度が低くなる。そのため,大きな密度の物 体の場合,測定できる形状に制限がある。

本研究では、測定に適する測定対象として、 X線の透過性がよく、また表面の色調がマッピ ングしやすいセラミック製のジグを検討した。 作製した、平面間距離(以下,段差ジグ),穴 間距離(以下,穴ジグ),および球間距離(以 下,球ジグ)の3つの測定用ジグを図1に示す。



(a)段差ジグ

(b) 穴ジグ図 1 測定用ジグ

(c) 球ジグ

* 下越技術支援センター

段差ジグは,段差となる平面間の距離が 10mm となるよう作製した。穴ジグについては, 直径 20mm と 15mm の 2 つの穴について, 穴間 の距離が 22.5mm となるよう作成した。球ジグ については, 直径がそれぞれ 19.05mm (3/4in.), 15.875mm (5/8in.), 12.7mm (1/2in.)の球を、配置する台座の穴間の距離 が 30.3mm となるよう作製した。

3 非接触測定の設定

3.1 3D スキャナ設定

前述のとおり、3D スキャナではカメラで読 み取ったマッピングの情報から,表面形状を測 定する。したがって、1回のスキャンで形状全 体を測定できず,全体の測定には様々な向きか ら複数回の測定を行い、その結果を合成する必 要がある。ただし、重ね合わせの処理の際、合 成誤差が生じてしまうため, メーカーが公表す る精度はワンショット(1回のスキャン)での 精度となる。そこで本研究においてもメーカー の測定に準じて、装置でうたわれる精度(60µm) との比較はワンショットでの測定で行った。測 定には 3D systems .inc 製 Geomagic Capture を用 いた。図 2 に使用した 3D スキャナの外観を示 す。

評価は、測定した点群データをもとに、それ ぞれ所定の形状となるよう最小二乗法にて近似 して求めた。よって、なるべく多くの測定点か ら形状が作成できるよう,測定にあたっては, もっとも解像度の高い設定とした。測定は同じ



向き・設定にて5回繰り返し実施した。

3.2 X線CT装置設定

X線 CT 装置では、線源より測定対象に X線 を照射し、ディテクタにて二次元の X 線透視画 像を取得する。測定対象を 360 度回転させなが ら全周方向に対して像を連続して撮影し、その データから三次元モデルを再構築することで, 非破壊での内部観察や寸法測定が可能である。

測定にあたっては、観察対象を X 線源に近づ けることで像を拡大でき,解像度の高い画像を 取得できることから,測定用ジグはできるだけ 線源に近い配置とした。また,X線の出力強度 等,条件による変化を考慮し,すべての測定ジ グに対して同じ撮像条件にて測定した。測定回 数については、3Dスキャナと同様、5回繰り返 し測定を実施した。撮像条件を表1に示す。

測定には Nikon Metrology .inc 製計測用 X 線 CT システム MCT225 を用いた。図 3 に使用し た X 線 CT 装置の外観を示す。本装置の測定精 度は、9+L/50μm(L:測定長さ)である。

表 1 X線 CT 装置撮像条件

項目	設定値	項目	設定値
管電圧	220kV	フィルター	Cu 1.0mm
管電流	120µA	撮影枚数	1,800枚
露光時間	1,000msec	フレーム数	1枚



図 2 3D スキャナ外観



図 3 X線CT 装置外観

4 測定結果

4.1 三次元測定機による検証

作成した各種ジグによる非接触式三次元測定 機の精度評価を進めるにあたり、まず精度の高 い接触式の三次元測定機にてジグを計測し、評 価を行った。測定は、10回繰り返し実施した。 測定には Carl Zeiss 製 UPMC 550 CARAT を用い た。本装置の測定精度は U3=0.8+L/600μm (L: 測定長さ)である。

測定結果を表 2 に示す。結果より、標準偏差 が小さく、再現性の高いデータが取得できてい ることがわかる。よって、本データから得られ た平均値を真値と仮定して、測定評価用の基準 値とした。

4.2 非接触測定結果

それぞれの機器による測定結果を表 3,4 に それぞれ示す。次節以降,この結果をもとに三 次元測定機の平均値との比較を行い,平均値の 差異および最大値と最小値で整理した。

4.3 形状の評価

距離の評価にあたり、穴ジグと球ジグについ て、測定中心となる穴と球の形状評価を実施し た。図4に形状の測定結果のまとめを示す。

3D スキャナについては、三次元測定機の測 定結果との差は大きいものの、球の直径が小さ い場合を除けば、うたわれた精度内であった。 これは、ワンショットで取得できる測定点数に 対して測定対象のサイズが小さい場合、最小二 乗法で近似できる十分なデータ量が得られな かったためと考えられる。よって、球形状につ いては、直径が 3/4in.以上でなければ、装置で うたわれている測定精度内の結果が得られない ことがわかった。

X線 CT 装置については、どの形状測定にお いても、三次元測定機との測定結果との差異は 小さく、ばらつきも非常に小さいことが確認で きた。また、これらの値は、装置でうたわれて いる測定精度内であった。

表2 三次元測定機による測定結果

	段差ジグ		穴ジグ				球	ング		
計測項目	段差 10mm	穴直径 20mm	穴直径 15mm	穴間距離 22.5mm	球直径 3/4in.	球直径 5/8in.	球直径 1/2in.	球間距離 3/4⇔5/8	球間距離 5/8⇔1/2	球間距離 1/2⇔3/4
平均值(mm)	10.002	19.999	14.998	22.500	19.052	15.878	12.707	30.344	30.267	30.580
標準偏差(mm)	0.00006	0.00005	0.00006	0.00015	0.00009	0.00012	0.00010	0.00009	0.00011	0.00007

表3 3Dスキャナによる測定結果

	段差ジグ		穴ジグ				球	ング		
計測項目	段差 10mm	穴直径 20mm	穴直径 15mm	穴間距離 22.5mm	球直径 3/4in.	球直径 5/8in.	球直径 1/2in.	球間距離 3/4⇔5/8	球間距離 5/8⇔1/2	球間距離 1/2⇔3/4
平均值(mm)	10.008	19.983	15.011	22.496	19.072	15.878	12.706	30.351	30.264	30.554
標準偏差(mm)	0.00127	0.00250	0.00648	0.00143	0.01386	0.05627	0.04636	0.02020	0.00285	0.00908

表4 X線CT装置による測定結果

	段差ジグ		穴ジグ				球	ジグ		
計測項目	段差 10mm	穴直径 20mm	穴直径 15mm	穴間距離 22.5mm	球直径 3/4in.	球直径 5/8in.	球直径 1/2in.	球間距離 3/4⇔5/8	球間距離 5/8⇔1/2	球間距離 1/2⇔3/4
平均值(mm)	10.006	20.001	14.999	22.502	19.051	15.876	12.705	30.346	30.270	30.583
標準偏差(mm)	0.00030	0.00041	0.00022	0.00029	0.00027	0.00021	0.00017	0.00038	0.00045	0.00027

4.4 距離の評価

形状測定の結果から算出された2点間距離の 測定結果について、図5に示す。

3D スキャナについては、段差と穴間距離に おいて、三次元測定機の測定結果との差異が小 さく、ばらつきも小さかった。これらの値は、 装置でうたわれている測定精度より非常によい 結果であった。ただし、形状の評価が十分でき ていない球間の距離については、測定対象によ るばらつきが大きく、また三次元測定機の平均 値と差異が小さい対象でも、ばらつきの大きな 結果もあった。

形状の評価と同様,X線CT装置はすべての 条件における距離の測定において,三次元測定 機の測定結果との差異が小さく,ばらつきも小 さいことが確認できた。これらの値は,装置で うたわれている測定精度内の値であった。



4.5 考察

3D スキャナについては、形状・距離はうた われた精度内であることがわかった。ただし、 球形状についてはある程度対象となる形状が大 きい必要があり、本研究では 3/4in.以上の場合、 精度内の結果となった。よって、対象の制限は あるものの、利点として、ワンショットによる 測定であることから、短時間で簡易的な評価が できることが挙げられる。評価の際には、本研 究で実施したように、5 回程度繰り返し測定を 行い、ばらつきを確認することで、測定結果が 妥当であるか判断できると考えられる。

X線 CT 装置については, うたわれている 2 点間距離の精度にかぎらず, 表面形状について もその精度内で測定できていることが確認でき た。よって, 2 点間距離の測定だけでなく, 形 状の評価についても活用できることがわかった。

5. 結 言

- (1)非接触三次元測定の測定精度評価のため、 セラミック製の測定用ジグを作製し、三 次元測定機、3D スキャナ、X線 CT 装置 による測定を行い、三次元測定機での測 定結果に対して、それぞれの測定差異を 確認した。
- (2) 3D スキャナについては、測定対象の制限 はあるが、装置がうたう精度内にて、1 ショットで簡便に測定ができることが確 認できた。特に、球形状については、直 径 3/4in.以上の大きさが必要という結果と なった。
- (3) X線 CT 装置については、装置が保証する 2 点間距離の測定精度だけではなく、表面 形状測定についても高い精度で測定でき ることが確認できた。
- (4) 3D スキャナ、X 線 CT 装置、どちらの装置も得意・不得意があるため、用途に応じての使い分けが必要である。

アルミナ粉を分散させたエラストマーの機械的特性

石井 治彦* 本田 崇* 大川原 真* 永井 智裕*

Study of the mechanical properties of elastomer with alumina powder

ISHII Haruhiko*, HONDA Takashi*, OKAWARA Makoto* and NAGAI Tomohiro*

1. 緒 言

柔軟性や粘弾性特性を持つエラストマー材料は, 自動車を始めとする工業分野や医療分野などに幅 広く用いられている 1-3)。そして、企業、大学や公 設試など多くの機関で,材料改質を目的に, エラ ストマーに粒子状もしくは針状のフィラーを分散 させる多くの取り組みが進められている 24)。一例 として,緩衝材として用いる場合,エラストマー は圧縮の荷重を受けるため, 圧縮強度や応力緩和, クリープ特性などが評価項目となる。このような 特性の評価にあたって、一般的な応力緩和の測定 方法が日本工業規格(JIS) 5に規定されている。 一方,フィラーの有無や試験片の形状等により, 規格に則さない試験片も多く,試験方法や条件を 都度調整する必要がある。そこで本研究では、フ ィラーを分散させたエラストマーサンプルの圧縮 特性評価方法の検討を目的に調査を行った。

2. 供試材料

本研究の供試材として,分散媒であるエラスト マーには信越化学工業(株)製2液硬化型シリコ ーンゴム(KE-106,密度1.02g/cm³)を,フィラー には昭和電工(株)製のアルミナ粒子(AL-160SG-3, 中心径 0.52µm,真密度 3.92g/cm³)を用いた。ア ルミナ粒子の分散割合については 5.6, 19.1, 31.4vol%に加えシリコーンゴムのみの計4種のサ ンプルを作製した。アルミナ粒子の分散手順を以 下に示す。なお撹拌には,(株)シンキー製自転公 転ミキサーAR-100を用いた。

* 下越技術支援センター

 シリコーンゴムの主剤とアルミナ粒子を指定の 割合で手混和する。

②ミキサーの自転公転モードで20分間撹拌する。
 ③硬化剤を指定の割合で追加し、さらに10分間撹拌する。

④脱泡のため公転モードで10分間撹拌する。

作製した分散液を,80℃の恒温槽で一晩静置し て加熱硬化させ,35mm×250mm×4mmの板状の サンプルを作製した。この板状サンプルから円形 抜型を用いて,直径 3.5mm,厚さ4mmの試験片 を作製した。

3. 試験方法

試験機は(株)島津製作所製万能材料試験機 AG-250kNを用い,ロードセルは1kNの容量とし た。試験機付属の圧縮円盤を上下に取り付け,試 験機のクロスヘッドの稼働により試験片に圧縮変 位を加えた。試験の模式図を図1に示す。試験は, 予荷重0.2Nを負荷した状態から,変位を1mm与 えた後に,30秒停止させた。クロスヘッド変位速 度(以降,試験速度)は、1mm/min,10mm/min,



4. 試験結果

試験結果の一例を図2に示す。クロスヘッド位 置を固定後,時間の経過により応力が減少するこ とがわかる。クロスヘッドが変位している過程を 圧縮過程,クロスヘッド位置を固定した後荷重が 低下する過程を緩和過程と呼称する。

圧縮過程における変位および荷重から算出した 公称ひずみ ϵ_t と公称応力 σ_t の一例を図 3 に示す。

図3から、ひずみの小さい範囲で応力が比較的 直線的に増加することがわかった。よって、圧縮 過程の変形抵抗および速度依存性を把握するため、 本研究では $0.1 \le \epsilon \le 0.2$ の範囲の応力勾配からヤ ング率 E を求め、評価を行った。

ヤング率をアルミナ粒子の分散割合で整理した 結果を図4に示す。分散割合の増加により、ヤン グ率の上昇、すなわち材料の剛性が大きくなる傾 向がわかる。一方で、試験速度による影響は小さ いことから、本研究で用いた圧縮条件では、今回 用いた材料の速度依存性を把握することは難しい。 そこで、図2で示された応力緩和過程における応 力値の変化とその緩和時間に着目して、材料の速 度依存性の把握を試みた。







緩和過程における時間と公称応力の推移の一例 を図5に示す。応力緩和の度合いを評価するため、 応力が急激に減少する領域($0.5 \sim 1$ 秒)と、緩や かな減少を示す領域($28 \sim 29$ 秒)をそれぞれ一次 近似し、2 直線の交点を見かけ上の緩和時間 T、 緩和応力 σ_{T} とした。緩和時間が小さいほど短時間 で急激な緩和であること、また緩和応力と最大応 力との差が大きいほど応力緩和が大きいことをそ れぞれ示している。

まず,試験速度が緩和時間に与える影響につい て確認した(図6)。アルミナ粒子の分散割合によ り,試験速度が緩和時間に与える影響は大きく変 化しており,分散割合が小さいほど速度依存性は 大きいことがわかった。



次に, 試験速度が応力緩和に与える影響につい て確認した。ここで, 応力の低下を量ではなく割 合にて評価できるよう,緩和応力 σ_{T} ,最大応力 σ_{max} を用いて式(1)のように応力緩和率を算出して評 価した。

 $\delta = \frac{\sigma_{max} - \sigma_T}{\sigma_{max}} = 1 - \frac{\sigma_T}{\sigma_{max}} \quad \cdots (1)$

試験速度と応力緩和率の関係を図7に示す。こ の結果から、応力緩和率も試験速度の影響を受け ることがわかる。また、アルミナ粒子の分散割合 が増加することにより、応力緩和率は上昇するこ とがわかる。

これらの結果から,緩和時間および応力緩和率 ともに試験速度の影響が大きいことが確認できた。 そこで,緩和時間と応力緩和率の双方から速度依 存性を評価するため,緩和時間と応力緩和率の関 係から考察を行った。

緩和時間と応力緩和率の関係を図8に示す。ア ルミナ粒子が分散されていない試験片は、試験速 度により、緩和時間が大きく変化するのに対して、 応力緩和率の変化は小さい。一方、アルミナ粒子 の分散割合を増加させるにつれて、緩和時間の変 化は小さくなり、応力緩和率の変化は大きくなる 傾向が見られる。このことから、シリコーンゴム にアルミナ粒子を分散させることにより、材料の



図8 緩和時間と応力緩和率

剛性は高まるものの,急激に応力緩和することが わかった。

以上の結果をもとに、フィラーであるアルミナ 粒子の有無や配合量に依らず、エラストマーの応 力緩和の傾向を表せる構成式の検討を行った。検 討した構成式を式(2)に示す。ここでのAは、任意 定数である。

$$\delta = 1 - e^{\frac{A}{\tau}} \cdots (2)$$

図8の破線で表した式(2)の構成式には,一部曲線上にプロットされない値も見られるものの,全体的に実測値の傾向を示していることがわかる。 このことから,検討した式(2)によって,サンプルの緩和時間と応力緩和の関係を概ね表現できているとともに,これらの間に指数関数的な関係があることが推察できた。

本研究で得られた知見に加え,他の測定方法に よる結果との比較など,さらに詳細な検討を進め ることで,フィラーが分散されたエラストマーの 機械的特性についての詳細な評価につながるもの と考えられる。

5. 結 言

本研究では、フィラーを分散させたエラストマ ーサンプル圧縮特性評価方法の検討を目的に、シ リコーンゴム中のアルミナ粒子の分散割合と圧縮 速度を変化させた試験を行い、以下の結果が得ら れた。

- (1) 圧縮試験により、ヤング率がアルミナ粒子の 分散割合により変化することを確認できた。
- (2) 応力緩和の測定により,応力緩和割合と緩和 時間の関係を把握した。

参考文献

- 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、"スポーツシューズの要求機能 と使用素材"、繊維学会誌、65(5)、2009、 pp150-153.
- 3)藤本邦彦ほか、"粒子複合加硫物の粒子分散構造と弾性及び破壊特性に関する研究"、日本ゴ

ム協会誌, 61(4), 1988, pp284-294

- 4)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.
- 5) 日本工業規格, "JIS K6263 加硫ゴム及び熱可塑 性ゴムー応力緩和の求め方", 日本規格協会, 2017, pp1233-1248.
- 村上謙吉、"レオロジー基礎論"、産業図書、 1991、pp75-80.

各種鋼材の EBSD による金属組織観察

斎藤 雄治*

Observation of the Metal structures of Steels using Electron Back Scattered Diffraction Pattern

SAITO Yuji*

1. 緒 言

破損した金属製品の原因などを調べる際,顕 微鏡を使って金属組織観察を行うことがある。 金属組織観察においては,金属組織の種類や大 きさ,介在物の種類や分布などを識別すること で,鋳造,鍛造,熱処理の熱履歴や素材の良否 などの判断が可能となる。

ここで,介在物や組織の判別については,経 験,類推,資料との比較等により行っている場 合が多いと思われる。

昨年,工業技術総合研究所にEBSD(電子線 後方散乱回折:Electron Back Scattered Diffraction Pattern)を備えた走査電子顕微鏡が導入さ れた。これを使うことにより,従来では困難で あった高倍率における金属組織や介在物の解析 が可能となる。

本研究では、焼入れ後に低温焼戻しした鋼材 SUJ2とSKS3について、マルテンサイト、セメ ンタイト、残留オーステナイトの金属顕微鏡に よる観察を行った。さらに、走査電子顕微鏡に よる観察およびEBSD解析を行った。

2. 実験条件

軸受鋼 SUJ2(直径 26mm, 厚さ 5mm)および 工具鋼 SKS3(19×19×20mm)を試験片とした。 これらの試験片について表 1 に示す焼入れ, 焼 戻しの熱処理を行った。

熱処理後, 試験片の断面について X 線応力測 定装置((株)リガク製 X 線応力測定装置 PSPC-MSF-3M)を用いて表 2 に示す条件で残留オー

表1 熱処理条件

試験片	焼入れ	焼戻し
SUJ2	820℃,900℃の 各温度に10分 保持後に油冷	180℃で1時 問侣共後に広
SKS3	830℃,920℃の 各温度に 20 分 保持後に油冷	間保持後に空 冷

測定する相	α相	γ相	
管球	Cr		
Kβ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		
2θ角, deg	142~170	125~133	
ステップ角, deg	0.05		
プリセットタイム, s	60または 120	240	

表2 残留オーステナイトの定量条件

ステナイトの定量を行った。次に,その断面を 鏡面研磨および腐食して金属顕微鏡(オリンパ ス光学工業(株)製 金属顕微鏡 BX-60M-53MB) による金属組織観察を行った。その後,再び鏡 面研磨(仕上げは 0.05µm コロイダルシリカ)お よび軽度の腐食を行い,走査電子顕微鏡((株) 日本電子製 ショットキー電界放出形走査電子顕 微鏡 JSM-7800F Prime)による金属組織の観察 および EBSD 解析を行った。EBSD 解析は表 3 の金属組織および炭化物について行った。観察

^{*} 中越技術支援センター

金属組織・炭化物	図3,4の記号
マルテンサイト	Fe
セメンタイト	Fc ₃ C
残留オーステナイト	Fe-FCC

表3 EBSD 解析を行った金属組織・炭化物

公 - 並高加減の配示に用いた限及及	表 4	金属組織の観察に用し	いた腐食液	
--------------------	-----	------------	-------	--

試験片	観察の種類	腐食液
SUJ2	金属顕微鏡	硝酸-アルコール 溶液(硝酸 5ml, エチルアルコール 100ml)
	電子顕微鏡	(株)山本科学工具 研究社製 AGS
CIZ C2	金属顕微鏡	硝酸-アルコール
SKS3	電子顕微鏡	溶液

観察に用いた腐食液を表4に示す。

3. 実験結果

表 5 に,残留オーステナイトの定量結果を示 す。表には前報で提案した方法で求めた残留オ ーステナイトの定量値の 95%信頼限界を示した。 いずれの試験片も焼入温度が高くなると残留オ ーステナイトが多くなることが分かる。

図 1 と図 2 に金属顕微鏡による金属組織観察 の結果を示した。

図 1 は SUJ2 の結果で, (a)は 820℃, (b)は



試験片	焼入温度 ,℃	残留オーステナイト の定量値とその 95% 信頼限界,質量%
01110	820	6.3±1.2
SUJ2	900	22.1±1.1
CIZ C2	830	8.3 ± 0.8
SK83	920	19.8±0.7

900℃で焼入れした金属組織である。焼入温度が 高くなると、炭化物が少なくなり、素地組織 (焼戻しマルテンサイト)が粗くなることが分 かる。また、(a)、(b)ともに旧オーステナ イト結晶粒界付近が白っぽく見えていることが 分かる。

図2はSKS3の結果で、(a)は830℃、(b) は920℃で焼入れした金属組織である。図1

(b) と図 2 (b) を比較すると, 焼入温度が 20℃しか違わないにも関わらず, SKS3 は SUJ2 に比べて素地組織の粗さや残留オーステナイト の見え方が顕著になっている。しかし, 表 5 に 示したとおり, これらの試験片の残留オーステ ナイトの定量値は SUJ2 が SKS3 に比べてやや多 くなっている。このことから, SUJ2 は SKS3 に 比べて残留オーステナイトが現出しにくいと考 えられる。



(a) 焼入温度 820℃



(b) 焼入温度 900℃

図1 熱処理後の SUJ2 試験片の金属組織



(a) 焼入温度 830℃ (b) 焼入温度 920℃ 図2 熱処理後の SKS3 試験片の金属組織



(a) 走査電子顕微鏡

(b) EBSD

図3 熱処理後の SUJ2 試験片の走査電子顕微鏡による金属組織の観察および EBSD 解析の結果(焼入 れ900℃)



(a) 走查電子顕微鏡

図4 熱処理後の SKS3 試験片の走査電子顕微鏡による金属組織の観察および EBSD 解析の結果(焼入 れ 920°C)

図 3 と図 4 に走査電子顕微鏡による金属組織 観察の結果と EBSD による金属組織の解析結果 を示す。各図において, (a) は走査電子顕微鏡 で観察した金属組織, (b) は (a) の箇所を EBSD で解析した結果である。ここでは, SUJ2 と SKS3 のいずれも焼入温度が高い方の結果の みを示している。

図3は焼入温度900℃のSUJ2の結果である。 図の(a)と(b)を見比べると、(a)で粒状に 見える部位はセメンタイトであることや、残留 オーステナイトがマルテンサイトの間に多く見 られることが(b)から分かる。さらに、図2 (b)の金属組織写真や図3(a)の電子顕微鏡 画像では認められない微細なセメンタイトが (b)では見ることができる。 図4は焼入温度920℃のSKS3の結果である。 図3(b)と同様に微細なセメンタイトが見られ ることが図4(b)から分かる。

4. 結 言

EBSD を用いることにより、マルテンサイト、 セメンタイト、残留オーステナイトの金属組織 を識別することができた。また、金属顕微鏡で は識別できない細かい炭化物を観察することが できた。

参考文献

 斎藤雄治、"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"、工業 技術総合研究報告書、47、2018、pp.29-35.

ディープラーニングを用いた画像認識

福嶋 祐一* 石澤 賢太* 大野 宏*

Image recognition using deep learning

FUKUSHIMA Yuichi*, ISHIZAWA Kenta* and OHNO Hiroshi*

1. 緒 言

近年,人工知能の一分野であるディープラー ニングが注目を集めており,産業利用が盛んに なっている。特に,画像認識分野では従来技術 よりも高い認識精度を得られることもあり,実 用化が進んでいる。県内企業からのニーズも高 く,注目されている技術分野である。

自社製品や装置にディープラーニングを組み 込む場合,無償で公開されているツールを利用 することで,その導入費用を抑えることができ る。しかし,最近,多くのツールが公開され, どのツールを使用すべきかを判断しにくいのが 現状である。

本研究では、タイヤに記載されているメーカ 名とタイヤサイズの認識を題材とし、無償で公 開されているツールである Caffe と YOLO を用 いて認識を試みた。また、認識率を上げるため ディープラーニングの学習用データを工夫した。

2. ディープラーニングのツール

2.1 ディープラーニングとツールの概要

ディープラーニングの基となるニューラルネ ットワークは,生物の脳神経網を模した構造を しており,1943年にMcCullochとPittsが単一の神 経細胞の動作を計算機上でモデル化したところ から始まった。¹⁾1998年には,誤差逆伝搬法に よる学習を取り入れた畳み込みニューラルネッ トワーク (CNN: Convolutional Neural Network)がLeCunらによって提案された。²⁾その後も アルゴリズムが改良され,2011年頃から有用な

* 中越技術支援センター

研究成果が報告され始めた。

この頃から徐々に,研究用に開発されたディ ープラーニングのツールが無償で公開されるよ うになった。それまでは,研究者が一からプロ グラムをする必要があったが,これらのツール を誰でも使えるようになり,研究開発に取り組 みやすくなった。代表的なツールを表1に示す。 今回はC++で開発され処理速度が速く,高精度 の認識を期待できるCaffeとYOLOを使用した。

2.2 Caffe

Caffe³は、カルフォルニア大学バークレー校 で開発されたツールである。画像認識分野でデ ィープラーニングが注目され始めた頃から広く 使われているが、近年は後発のツールに押され 利用者は減っている。

特徴としては、学習とテストが簡単で、高速 かつ高い精度で画像認識が可能なことである。

表 1 ディープラーニングツール (無償)

ツール名	言語	開発元		
Caffe	C++ Python	カルフォルニア大学		
Chainer	Python	Preferred Networks		
TensorFlow	Python (C++)	Google		
Keras	Python (C++)	Google		
Pytorch	Python	Facebook		
YOLO	C++	J. Radmon氏		
Neural Network Console		SONY		

また,インターネット上に多数の参考事例が公 開されており情報を得やすい。ただし,Caffeで はCNNで画像を認識するため,1枚の画像で認 識できる対象は1つだけである。そのため,画像 中に複数の対象物がある場合,画像処理を行い 複数の対象物をそれぞれ1枚の画像に切り分ける 前処理が必要になる。

2.3 YOLO

YOLO (You Only Look Once)⁴は,一般物体 検出と呼ばれる手法で,物体の認識と同時にそ の物体が位置している領域も同時に検出するこ とが可能である。さらに,Caffeとは異なり,1枚 の画像に複数の対象物が存在しても,その領域 と対象物の認識が可能である。YOLOは,一般 物体検出の手法の中でも高速な処理が可能であ り,開発者が改良を加え認識精度も高くなって いる。

一般物体検出では、物体が位置している領域 を検出するために、認識対象物の学習用画像に 加えて、画像の中でその対象物がどこに位置し ているかという領域の情報も必要になる。図1 に学習時に必要なクラス名と領域を記載したテ キストファイル例を示す。左からクラス番号, 対象の中心位置の座標,対象の領域の大きさを 示す。座標,大きさとも画像サイズを1とした時 の値を示す。

3. 画像の取得

タイヤの文字はタイヤ表面の凹凸で表されて いるため、3次元センサ(ラインレーザとカメラ)で表面形状を取得し画像化した。試作した装 置の外観を図2に示す。ターンテーブル上に模型 のタイヤを載せ、ラインレーザをタイヤに当て 斜めに設置したカメラで画像を取得する。タイ ヤを回転させながら連続して画像を取り込み、 その稜線を明るさに変換して画像化したものを 図3に示す。タイヤの表面は曲面になっているた め地の色が場所により変わる。この影響を除去 する動的2値化を利用してして得た2値画像のう

0	0.3593	0.2937	0.1453	0.3458
0	0. 6093	0.3291	0. 1453	0.3520
0	0. 8281	0.2937	0.1437	0.3354
0	0. 1250	0.7500	0.1343	0.3500
1	0. 8281	0.2666	0.1312	0.3458
1	0. 1156	0.6708	0.1343	0.3375
1	0.3656	0.6979	0.0843	0.3416
1	0. 5875	0.6583	0.0765	0. 3354

図1 学習に必要なテキストファイル例



図2 試作した装置の外観



図3 タイヤの凹凸の画像化



図4 2値画像(タイヤサイズ)



ち,タイヤサイズを図4に,メーカ名を図5に示 す。この画像をディープラーニングを使って認 識する。なお,本装置はカメラのレンズの倍率 を変えることで,タイヤの微小の凹凸も測定可 能である。

4. 学習と認識

4.1 データの準備

タイヤサイズとメーカ名を認識するために, chars74k⁵⁾というデータセットを利用した。これ は,0~9,A~Z,a~zの62クラスからなるデー タセットで,1つの画像に1つの文字が書かれて おり,様々なフォントと手書き文字が用意され ている。メーカ名の文字は,図5に示すとおり, 文字の縁が凸状になっているためchars74kの文 字と異なる。そのため,画像処理ライブラリ OpenCVを使い,chars74kの文字を変形させて, 縁が凸状になる文字を作成した。chars74kの文 字を使い学習とテストに使用したデータ例を図6 に示す。学習用にはchars74kの中でタイヤデー タに近いものを100個選び,若干サイズを拡大 縮小し,タイヤの文字は前後に傾いているので ,傾けた画像を作成し,画像を水増しさせた。 作成した画像のうち,半分を学習用に,残りの 半分をテスト用の画像として使用した。メーカ 名とタイヤサイズでは文字の形状が異なるため ,学習とテスト用のネットワークモデルを別々 に作成した。

ディープラーニングの学習・テスト用の画像 データは、カメラで実際の画像を撮像して使う 方法が一般的であるが、この作業は大変で時間 がかかる。今回は、chars74kというデータセッ トを利用し、これらをタイヤ文字に近い形状に プログラムで変形させて使用し、省力化をはか った。

4.2 Caffe

Caffeで認識するためには、学習とテスト用の 画像ファイル、学習とテストそれぞれの画像フ ァイル名とクラス名を記載したファイル、CNN のネットワーク構造を記載したファイル、学習 回数や学習率などを記載したファイルを用意す る。タイヤサイズ用の画像には0~9の数字の他 に、「/」、「R」、「Z」の13種類の画像を用 意した。また、メーカ名の学習用画像には、26 個のアルファベットの大文字を使用した。

ネットワークは、手書き文字認識用のLenet を改良して使用した。これは、畳み込み層、プ ーリング層、全結合層が各2層ずつと比較的小規 模にもかかわらず高い認識率が得られるネット ワークで、入力画像サイズは28×28と小さい。 ここでは128×128の画像を入力しているため、 畳み込み層のサイズを大きくした。学習用画像 に各クラス1000枚、テスト用画像に各クラス1000 枚を用意した。これらの画像を使って学習を行 い、定期的にテスト用画像で認識率を計算し、 95%を目途に学習を繰り返した。

この学習済みのモデルを使い,認識した結果 を図7に示す。模型タイヤの画像を取得し,2値



図7 Caffe によるタイヤサイズの認識結果



図8 YOLOによるメーカ名の認識

化とラベリングを行い1文字ずつ切り出してCaffe で認識させた。文字の上の四角形に認識結果を 表示したが,正しい結果が得られた。

4.3 YOLO

学習とテスト用にはCaffeと同じ画像を利用した。画像サイズは416×416とし、1枚の画像に9 個の文字を入れ、これに合わせて先の図1に示すようなテキストファイルを作成した。Caffeと同様に、学習用画像に各クラス1000枚、テスト用画像に各クラス1000枚を用意した。これらの画像を使って学習を行い、テスト用画像の認識率が95%を超えるまで学習を繰り返した。

メーカ名を認識した結果を図8に示す。文字 と文字の間隔が狭いせいか,2つの文字を1つの 文字として認識してしまい,正しい認識が出来 なかった。ただ,文字のある領域は四角形で正 しく切り出されていたので,YOLOで切り出し を行いCaffeで認識するという方法も有効と思わ れる。

今回は模型のタイヤを対象にしたため,多数 のサンプルで検証を行うことができなかった。 実際には,より多くのデータで高い認識率が得 られるか検証を行う必要がある。

5. 結 言

- ラインレーザとカメラを使いタイヤ文字 を画像化するセンサを試作した。
- (2) ディープラーニングツールCaffeとYOLO を使い、タイヤサイズとメーカ名を認識 させた。Caffeでは良い結果が得られた。
- (3)既存のデータセットを元に画像処理ライ ブラリを使って実際のタイヤ文字に近い データを作成し、学習と認識を行った。

参考文献

- 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
- Y. LeCun, et.al, "Gradient-based Learning Applied to Document Recongnition", *Proceedings of the IEEE*", Vol.86, No.11, 1998, pp.2278-2324
- Y. Jia, et.al, "Caffe: Convolutional architecture for fast feature embedding", *Proceedings of the* 22nd ACM international conference on Multimedia, 2014, pp.675-678
- J. Redmon, et.al, "You only look once: Unified, real-time object detection", *The IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recongnition (CVPR)*, 2016, pp.779-788
- 5) T. E. de Campos, et.al, "Character recognition in netural images", *Proceedings of the International Conference on Computer Vision Theory and Applications (VISAPP)*, 2009

工場の IoT 化に関する研究

松本 好勝* 近 正道* 浦井 和彦*

Study on introduction of IoT in a factory

MATSUMOTO Yoshikatsu*, CHIKA Masamichi* and URAI Kazuhiko*

1. 緒 言

産業分野向け IoT としては、かねてよりイン ダストリー4.0,現在では IIoT (Industrial Internet of Things)の用語が使われ始めるなど、IoT に 対する生産現場からの期待は高い。

IoT の第一歩である「見える化」の段階にお いては、センサ等で機械のセンシングを行う必 要があるが、生産現場においては AC200V 等の 高電圧が使用されており、このような環境で使 用される機器として、従来より主にリレーを用 いたシーケンス回路、さらにはマイクロプロセ ッサを内蔵した PLC が使われてきた。

これらの制御系は DC24V 等の電圧を用いて 動作することで,生産現場においても高い信頼 性を確保している。更に PLC は小型コンピュー タであることから, HoT の環境に発展させるこ とも可能である。

一方で,近年においては,小型コンピュータ の選択肢として,Raspberry Piのようなシングル ボードコンピュータが登場している。これらは 数千円の安価でプログラミングも比較的容易で あることから,様々な分野で活用されてきてい る。

そこで本研究では安価な IoT のツールを本格 的な生産現場において試験的に導入する可能性 を探るため, Raspberry Pi を用いた FA 環境構築 の可能性を探った。

2. シーケンス制御の概要

2.1 リレー及びPLCの概要

リレーは継電器と呼ばれ,工場内の機器制御 において広く用いられている。

これを利用すると、電流により自動的にスイ ッチが切り替わる回路を作ることができ、これ らの組み合わせによって複雑な制御を行うこと ができる。

一方で、電源とリレー、制御対象を配線しな くてはならず、制御方法が変更された際には再 度配線し直す必要が出てくる。これをコンピュ ータを用いることで制御部分の配線を不要にし たものがPLC(Programmable Logic Controller)で ある。制御動作が変更になってもプログラムを 変更すれば良く、配線の手間を省くことができ る。そのため、現在は生産現場の制御において 広く用いられている。



図1 PLC とアナログ入出力ユニット

* 上越技術支援センター

通常はDC24V等の入出力端子を備えているも のであるが、オプションでDC5V等のアナログ 入出力端子を追加することも可能である。図1 はPLC(左側)にアナログ入出力ユニット(右 側)を追加したものである。

PLCのプログラミングには主にラダー図が用 いられている。これはリレーを使用して電気的 に回路を組む場合の回路図を簡略化させたもの である。

2.2 Raspberry Piの概要

Raspberry Piはシングルボードコンピュータの 一種で近年その用途が拡大してきている。特徴 はGPIOと呼ばれる入出力端子を備えており, LinuxベースのOSであるRaspbianと開発環境を用 いたプログラミングが可能なことである。プロ グラミングにはPythonを使用することができ, 初心者でもプログラミングが容易である。

3 Raspberry Piの生産現場への活用検討

3.1 テスト環境の構成

Raspberry Pi のGPIOの入出力に用いられる電 圧はDC3.3Vであるが,生産現場においては前述 したようにそれよりも高いDC24V等の電圧で, リレーやPLCを用いた制御が行われている。

そこでRaspberry Piの手軽さを生かししつつ, 生産現場における試験的導入の可能性を探るため, Raspberry PiのGPIOを通じ, DC24V動作の FA向けセンサや機器を動作させるテストを行った



図2 回路構成



図3 光センサ検出部

図2は今回の回路構成である。①はRaspberry Pi 本体,②は入出力回路部分である。③がリレー でDC24Vで動作する。④は光センサの本体(ア ンプ)であり、DC24Vで動作する。出力はDC24V の論理出力とDC1~5Vのアナログ出力を有して おり、DC24Vの論理出力は本体にあらかじめ設 定したしきい値を基準にして出力される。⑤は DC24V電源である。③~⑤は通常、図1のPLC とアナログ入出力ユニットに接続して用いられ ることが多いが、今回はそれらを①のRaspberry Piと②の回路で置き換えている。

図3は光センサの検出部を拡大したものであ る。一方が投光部,もう一方は受光部であり, 両者の間に物体が入り込むと光量が変化するの を利用することで,非接触での変位測定に用い ることができる。

3.2 回路の構成

前述したように図1のPLCや図2の③~⑤は DC24Vで動作するのに対し, Raspberry PiのGPIO はDC3.3Vであるため, そのまま接続することは できない。

実はPLC自体も元々は小型コンピュータであ るため、それ自体の動作電圧は低いが、入出力 部分にDC24Vに対応させるための回路が入って いる。Raspberry PiのGPIOで動作させるために は、それと同様の回路を②の回路上に置く必要 がある。







図5 出力回路

図4は入力側の回路である。V+と VOUT は④ の光センサの24V 論理出力である。これをフォ トカプラを介して接続することで,異なる電圧 間でのON/OFF 動作を行っている。

同様に出力回路を図5に示す。今回の出力に は図2の③のリレーを配置して,接点の切り替 え動作を行っている。これでRaspberry Piの3.3V の GPIO から AC200V 等の外部回路の電源を ON/OFF させることが出来る。入出力いずれの 側も絶縁されているため,生産現場の高電圧の 環境下でも安定した動作が可能になると考えら れる。

3.3 プログラムと動作確認

このようにして組んだ回路を動作させるには 例えば次のようにPythonでプログラムを記述す る。これを実行すると、図3の光センサの検出部 の中間を物体で遮って図2の④のセンサ本体側で 設定したしきい値を下回った場合に③のリレー の接点を切り替える動作が実行される。

import RPi.GPIO as GPIO
from time import sleep

GPIO. setmode (GPIO. BCM) GPIO. setup (25, GPIO. OUT) GPIO. setup (22, GPIO. IN)

try∶

```
while True:
    if GPIO. input(22) == GPIO. HIGH:
        GPIO. output(25, GPIO. HIGH)
        else:
            GPIO. output(25, GPIO. LOW)
        sleep(0.01)
except KeyboardInterrupt:
pass
```

GPIO. cleanup()

なお図2の④のセンサにはDC1~5Vのアナロ グ出力が備わっているが、それを利用する場合 はMCP3208等のADコンバータにその入力を繋 げば、今度はプログラム内部のしきい値によっ て、同様に③のリレーの接点を切り替える動作 をさせることが可能になる。これについても実 際に回路を構成し、プログラム内部でしきい値 を設定し、動作することを確認した。

このように、Raspberry Piを用いて、本格的な FA向けのセンサや機器を利用することができた。

実際の FA 環境における実績は PLC 等が大き く上回っているが,テスト的に導入するのであ れば,コスト面やプログラミングの入りやすさ の面から、このような方法も検討する価値があ ると考えられる。

4. 結 言

- Raspberry Piを用いて、生産現場に使われ る各種機器を動作させることができた。
- (2) テスト的に導入する場合, コスト面やプ ログラミングの入りやすさの面から検討

する価値があると考えられる。

(3) 生産設備に設置することで、IoT環境構築 の基盤とすることができる。

参考文献

 金丸 隆志, "カラー図解 最新 Raspberry Pi で学ぶ電子工作 作って動かしてしくみがわ かる",講談社, 2016, pp.80-128

繊維技術を活用した加飾加工技術の 県内製品への適用に関する研究

橋詰 史則* 古畑 雅弘* 明歩谷 英樹* 佐藤 清治*

Study on Application of Decorative Processing Using Textile Technology to Products in Niigata Prefecture

HASHIZUME Fuminori*, FURUHATA Masahiro*, MYOUBUDANI Hideki * and SATOU Seiji *

1. 緒 言

製品表面に高い質感を付与する加飾技術について,昨年度までの2年間で調査研究を行った¹⁾。本研究ではその成果を踏まえ,県内企業が 製造する実製品への加飾技術の適用を目標に, 試験や試作,企業支援を実施した。

2. テキスタイルと金属の熱圧着接合の評価

2.1 促進耐候性試験

ホットメルトシートを使用して金属平板にテ キスタイルを熱圧着接合した後,プレス成形に より形状付与する手法について,昨年度までの 調査研究で試作を行ってきた。本研究では促進 耐候性試験により,金属とテキスタイルの接合 耐久性を確認した。

試験に供した角筒プレス試料における熱圧着 接合の条件を表1に示す。

この試料に,24時間を1サイクルとして10サ イクル(10日間)の促進耐候性試験を行った。 試験条件はJIS K5600-7-4:1999 塗料一般試験方 法 塗膜の長期耐久性 耐湿潤冷熱繰返し性 を参 考に設定した(図1参照)。

表1 角筒プレス試料用熱圧

項目	使用材料	プレス条件等
公民	ステンレス綱SUS204 t0 5mm	脱脂のみ
立周	ハノクレス詞30330410.511111	#180ペーパー研磨・脱脂
テキフタイル	ウルトラスエードDP	
ノイスタイル	綿綾織生地	
	フジケミトレーディングM2	122°C • 0.184MPa • 1min
+	フジケミトレーディングG-55	127°C • 0.184MPa • 1min
シート	日東シンコーFB-ML80	170°C • 0.184MPa • 1min
	東海サーモ199-D22	125°C • 0.184MPa • 1min
	東海サーモ1G8-D30	120°C • 0.184MPa • 1min

* 素材応用技術支援センター



図1 促進耐候性試験条件



図 2 促進耐候性試験試料設置状況

促進耐候性試験試料設置状況を図2に示す。 剥離の進行の有無を目視により確認した。プレ ス成形により,表面テキスタイルに最も強くひ ずみが加わっている(残っている)角部を起点 として剥離が進行した試料があるのが確認され た。図3に剥離が進行した試料の試験前後の比 較画像を示す。ホットメルトシートの種類によ り剥離の度合いが異なり,ウルトラスエード DP の場合は東海サーモ製の2種が剥離の発生がほ ぼ無く,良い結果となった。綿綾織生地の場合



^{試験削} 試験係 図 3 剥離が進行した試料

160	①M2:SUS+綿	②G55:SUS+綿	160	。③FB-ML80:SUS+綿	160	④199-D22:SUS+綿	160	⑤1G8-D30:SUS+綿
(N) 4 7 120 80 40 0 (N) 4 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7	35.5 34.7 28.9 31.7 副 14.4 副後期 副後期 副後有 副後有 研磨有 研磨無 研磨者 研磨無 試料作製条件	2 (220 105 (14) (14) (14) (14) (14) (14) (14) (14)	N) (7 體) 約 40 40 0	0 0 15.1 29.2 15.4 29.4 耐快無<	N)47潤>約640 0	29.0 26.4 6.4 3.6 耐快無 耐快無 耐快有 耐快有 研磨有 研磨無 研磨有 研磨無 試料作製条件	(N) 47 職>約5日 (N) 40 (N) 40 (N	40.6 40.5 30.5 16.4 耐候無 耐候無 耐候有 耐候有 研癌有 研癌酶 研癌有 研磨酶 試料作型条件
160 (N) 120 80 40 0	 ①M2:SUS+スエート* 63.8 72.0 7.1 6.7 耐焼魚 耐焼有 耐焼有 耐腐魚 研磨剤 研磨剤 研磨剤 試料作製条件 	160 ②G55:SUS+スエート* 148.9 148.9 120 148.9 148.9 130 148.9 148.9 148.9 148.9 148.9	(N) (N) (N) (N) (理) 約 (約 (N) (2 () () () () () () () () (③FB-ML80:SUS+スエート[*] 13.9 15.0 11.4 9.8 副线無 副线無 副线布 副线布 研磨布 研磨無 研磨布 研磨無 試料作製条件 研磨無 	(N)4(聯)約(A) (N)4(聯)約(A) 0	199-D22:SUS+スエート* 153.3 29.1 23.1 部成業 耐焼素 耐焼素 耐焼素 耐産素 可産素 試料作報条件	(U) 160 (N)(化職)21(留社 0	D1G8-D30:SUS+スエート [*] 127.4 85.8 31.3 26.5 時晩期 耐焼剤 耐焼剤 耐焼剤 耐焼剤 研磨曲 耐磨剤 試料作製条件
160 (N) 120	①M2:銅+綿	②G55:銅+綿 ²⁰ ²¹²⁰	160	③FB-ML80:銅+綿	160 (N) 120	④199-D22:銅+綿	160 2 120	⑤1G8-D30:銅+綿
く戦くれい (戦くれ) (戦くれ)	18.6 35.5 18.6 4.4 0.3 耐痰素 耐痰素 耐痰素 耐痰素 耐痰素 研露素 研露素 研索素 減料作製条件	B0 B0 日 40 0 副機無 耐機無 副機病 耐機無 耐機病 減縮有 研羅病 減約作 副機病 試約作 副機病	く職く約40 40 0	0 6.4 2.3 0.2 0.0 0 耐烧無 耐烧魚 耐烧肉 耐烧肉 耐烧魚 耐烧肉 耐烧肉 耐烧肉 耐烧魚 耐烧肉 耐痰肉 耐痰肉 試料作製条件 試料作製条件	80 40 0 2 11 分五	40.3 17.6 6.4 0.8 耐候無 耐候有 耐候有 耐候有 耐腐有 研磨無 研磨和 研磨無 就料作製染件	く難くれい 80 40 0	42.6 49.7 19.0 18.4 耐候無 耐候有 耐烧有 耐烧有 耐腐有 研磨釉 研磨有 研磨釉 試料作製染件
160 (N) 47 80 (N) 47 80	①M2:銅+スエート [*]	20G55:銅+スエート* 20120 58 20 58 20 58	(N) (N) (N) (N) (120 (N) (120 (N) (120 (120) (120) (120) (120) (120) (120) (120) (120) (120) (120) (120)	₂₀ ③FB-ML80:銅+スエート [*] 20 96.5 20	160 (N) (120 80	④199-D22:銅+スエート [*] 45.2	160 (N) 120 (N) 仁職2判 80	5)1G8-D30:銅+スエート [*] 97.8 ^{108.5} 38.9 ^{54.5}
ק 40 日 0	18.6 6.0 9.2 3.4 耐燥無 耐燥無 耐燥有 耐燥有 研磨有 研磨無 研磨有 研磨無 試料作製条件	安 40 0.8 0.0 0.9 0.0 耐鉄無 耐鉄無 耐鉄有 耐焼有 研造有 研造権 試料作製条件	ק 40 日 0	5.2 2.6 4.8 0 耐痰無 耐痰無 耐痰素 耐痰素 耐痰素 耐痰素 耐痰素 耐痰素 耐痰素 耐痰素 耐痰素 研露有 研露無 試料作製条件	40 好由 0	8.3 6.1 3.7 耐燥無 耐燥無 耐燥有 耐燥有 研磨布 研磨無 研磨病 研磨無 試料作製染件	好 40	耐烧無 耐痰無 耐候有 耐候有 研磨魚 研磨角 研磨無 試料作製条件

図4 剥離試験結果

は5種とも剥離が進行する結果となった。なお アンカー効果を期待してステンレス表面にペー パー研磨を施した試料についても,剥離の抑制 効果は確認できなかった。

2.2 剥離試験

JIS K6854-2:1999 接着剤-はく離接着強さ試験 方法-第2部:180度はく離を参考とした剥離試 験を行い,接着強さを比較した。試料作製条件 を表2に示す。熱圧着接合時の条件は表1と同

項目	使用材料・条件等
AR	ステンレス鋼平板 各条件3枚計120枚
並馮	銅平板 各条件2枚計80枚
主声如理	脱脂のみ
衣面処埋	#180ペーパー研磨・脱脂
テキフタイル	ウルトラスエードDP
777777	綿綾織生地
	フジケミトレーディングM2
+ ./ 1.	フジケミトレーディングG-55
ホットメルト	日東シンコーFB-ML80
× 1.	東海サーモ199-D22
	東海サーモ1G8-D30
促准耐促性就除	実施
化医阿沃住科茨	未実施

一,促進耐候性試験条件は図1と同一である。
結果を図4に示す。上2段はステンレス,下
2段が銅,各列がホットメルトシートの種類別の結果である。

太枠で囲った金属とホットメルトシートの組 合せ条件が比較的良好であり,また促進耐候性 試験実施後の方が良い結果となる傾向が見られ た。これは高温環境下への繰返し長時間設置に より,接合面の密着が促進されたためと考えら れるが,試料作製の際の熱圧着接合時の加圧力 などのばらつきの要因も否定できない。

なおテキスタイル種類別では,促進耐候性試 験同様,ウルトラスエード DP に比べて綿綾織 生地の接着強さが低い結果となった。またペー パー研磨の効果の有無については,明確な傾向 は見出すことはできなかった。

3. テキスタイルとアクリルの一体化加工

3.1 県内繊維企業製造生地による織鼈甲試作

昨年度に続き,京都樹脂(株)に県内繊維企 業製造生地3社3点でのアクリルー体化加工パ ネル「織鼈甲」の試作を依頼した。図5に完成



織鼈甲サンプル 元生地図5 織鼈甲サンプルと元生地

サンプルの一部を元生地とともに示す。

いずれのサンプルも元生地と比べ,透明感や 色彩の深みが加わる美しい仕上がりとなった。 サンプルピースを生地協力企業に提供し,活用 方法について意見交換を行った。織鼈甲の製作 コストが高価であること,耐久性と引き換えに 見た目以外の柔らかさや温かさといった生地の 風合いが消失することなどの点を考慮して活用 方法を探索していく必要がある。

3.2 織鼈甲サンプルの促進耐候性試験

織鼈甲サンプルに対しても,2.1 促進耐候性試 験で述べた試験を実施した。昨年度試作分のサ ンプルピースを試料とした。試験後試料を目視 確認したところ,変形は無かったものの,端部 周辺の封入された生地が白く変色する(元生地 に近い色合いに戻る)状態となっていた。この 現象は特に厚地の生地に顕著であった。温湿度 変化の影響により,端部に露出した生地素材部 分から樹脂成分が揮発したためと思われる。実 使用の際は,切断後の端部に封止加工をするな どの対策が必要である。

4. 県内企業実製品適用支援

その他,県内企業が取り組む加飾技術適用へ 以下の支援を行った。今後も支援を継続する予 定である。



図6 試作レバー外観

①ゲレンデ整備車の 3D プリンタ製操作レバー 表面への TOM 工法適用について,試作レバー の実装テストに同行の他,耐久性評価や改善策 などについて技術支援を行った。図6に試作レ バー外観を示す。

 ②宝飾品用化粧箱表面へのフロッキー(静電植
 毛)加工について,施工企業を紹介すると共に, 試作について支援を行った。

③鎚起銅器製品へのスエード生地熱圧着接合の 試作支援を行った。

5. 結 言

- (1)テキスタイルと金属の熱圧着接合について 耐久性や強度に関する試験を行い、概ね適 した接合条件を見出した。
- (2)テキスタイルとアクリルの一体化加工試作 を行い、活用方法について検討した。耐久 性試験から使用時の注意点を見出した。
- (3)県内企業が取り組む加飾技術適用について 支援を行った。

参考文献

 1)橋詰史則ほか, "繊維技術を活用した加飾技術に関する調査研究",工業技術研究報告書, No.47, 2018, pp.114-117.

モンゴル産カシミヤ原料の機能性評価に関する研究

明歩谷 英樹* 古畑 雅弘* 橋詰 史則* 佐藤 清治*

Study on the functionality of the Mongolia cashmere knit

MYOUBUDANI Hideki*, FURUHATA Masahiro*, HASHIZUME Fuminori* and SATOU Seiji*

1. 緒 言

見附商工会が昨年度開発したモンゴル産原料 カシミヤ(図1参照)とその混紡品を用いたニ ット製品(以下「開発素材」)について,今後 市場へ投入していくに当たり,その製品がどの ような特徴を持っているのかを把握し,強みを PRしていくことは市場獲得のために有効な手段 となる。現在のところ,開発素材について担当 者やバイヤーからの感覚的な良い評価は得られ ているが,機能性を数値で示すことができれば, カタログや POP での PR に活用できることはも とより,次の開発へのマイルストーンとするこ とが可能となる。本研究では,開発素材の吸湿 発熱や保温性,洗濯による寸法変化率などの機 能性を評価し,他の素材と比較検討したので, その結果を報告する。

2. モンゴル産原料カシミヤについて

2.1 見附商工会の取り組み

新潟県とモンゴルのフブスグル県は経済連携 協定を締結し、相互交流を行っている。見附商 工会ではこの連携を活用してモンゴル産カシミ ヤを輸入し、価格競争力を向上させた素材開発 を行いニット企業へ提案している。昨年度、カ シミヤと綿やシルクとの混紡により次項で示す



図| モノコル産原料カシミ

*素材応用技術支援センター

ような機能性素材の開発を進めていた。

2.2 開発素材

モンゴル産原料カシミヤを含む素材の開発に ついて,吸水発熱性能が発現することを期待し て,以下に示す2種類の紡績品を試作した。 ①シルクカシミヤ通常紡績品:シルクとカシミ ヤを一般的な紡糸により製品化したもの(図2 参照)。その糸構造は若干の撚りトルクを持つ。 ②シルクカシミヤ特殊紡績品:シルクとカシミ ヤを綿糸とともに結束紡糸することで,撚りト ルクを低減させたもの(図3参照)。

上記に示す紡績糸を用いて編み立てた開発素 材と比較素材を試験試料とした(表1参照)。



	素材 (混率)
開発素材1	通常紡績糸を天竺編み:
	シルク/カシミヤ(70/30)
開発素材 2	特殊紡績糸を天竺編み:
	綿/シルク/カシミヤ(50/35
	/15)
開発素材 3	特殊紡績糸を天竺編み:
	綿/超長綿/カシミヤ(50/35
	/15)
開発素材 4	通常紡績糸を天竺編み地:
	カシミヤ(100)
比較素材1	吸水発熱 T シャツ地:
(市販品)	レーヨン/ポリエステル/アク
	リル/ポリウレタン(34/33/
	28/5)
比較素材 2	T シャツ地:
(市販品)	綿(100)
比較素材 3	天竺編み地:
(市販品)	ウール (100)

表1 試験試料

3. 機能性評価

モンゴル産原料カシミヤの優位性を評価する ために,開発素材と比較素材の各種機能性の比 較試験を行った。

3.1 保温性

カシミヤは一般的に秋冬素材であることから, 保温性は重要な機能である。当所保有のカトー テック(株)製の精密迅速熱物性測定装置サー モラボII型による保温性測定(ドライコンタク ト法)を実施し,その試験結果を図4に示す。

暖かい肌着として認知されている比較素材 1 及び綿の比較素材 2,開発素材を比較した。開 発素材のシルクとカシミヤの組み合わせが,吸 水発熱素材や綿のTシャツ地より保温性がある ことが分かった。





3.2 吸水発熱性

吸水発熱性の評価については、一般財団法人 ボーケン品質評価機構が規定するボーケン規格 BQE A035¹⁾を参考に、比較試験を実施した結 果を図5に示す。この試験方法は、試料を20℃、 40%RHの環境に保持した後、温度一定で90% RHに加湿した時の試料の温度変化を測定する。

市場で評価されている吸水発熱素材を使った Tシャツ(比較素材1)が吸水により1.4℃上昇 するのに対し,開発素材はそれよりも大きな温 度上昇を示し,発熱性能が高いことが分かった。

3.3 洗濯による寸法変化

一般的に獣毛系素材のニット製品は,洗濯に よって大きな寸法変化が発生することから,家 庭用洗濯は控えるよう言われている。この項で は,開発素材等について20回までの洗濯による 寸法変化率を測定した。試験結果を図6に示す。

開発素材 4 (カシミヤ 100%のニット製品) に注目すると,洗濯回数が増加するほどウエー ル方向,コース方向ともに 25%以上収縮するこ とがわかる。



図6 洗濯による寸法変化率



図7 洗濯前後の製品の様子

一方,開発素材2であるシルクカシミヤは10% 程度にとどまって寸法変化率が小さい。

また,実際に開発素材4を用いたカシミヤ 100%のプルオーバーを洗濯した写真を図7に示 す。非常に大きく収縮し,大人用であった製品 がベビー用のサイズに縮まったように見える。 このことから,あらためて家庭での洗濯の際は, 製品の洗濯表示の指示に従って処理することの 重要性を再認識できた。

3.4 風合い測定

カシミヤはその柔らかさからくる,良い風合 いが高く評価されている。そこでカトーテック (株)製風合い試験機 KES シリーズによる機械 的評価を行った。一例として比較素材 3 (ウー ル)と比較した結果を表 2 に示す。

比較素材であるウール 100%と比べ,カシミ ヤを含む開発素材はコシが弱いことがわかる。 また,カシミヤの特徴であるヌメリについては, 全試料ともほぼ変わらない値を示した。フクラ ミについては,ウールがコシの強さに起因する 大きな値を示すのに対し,開発素材は小さな値

表2 風合い測定結果

	コシ	ヌメリ	フクラミ
比較素材 3	-0.75	7.41	9.05
開発素材1	-2.32	7.45	7.69
開発素材 3	-1.30	6.99	6.86

を示した。以上のように風合い測定において, それぞれの特徴を評価することができた。

4. 結 言

- (1) モンゴル産原料カシミヤを活用した開発 素材のニット製品について、各種機能性 を評価した。吸水発熱性や保温性につい ては、市販されている吸水発熱素材より も良い値を示した。
- (2) 獣毛系ニット素材で知られている洗濯による寸法変化を数値で示すことができた。 カシミヤ100% 生地は,洗濯を行った場合ウエール方向,コース方向ともに25%以上も収縮することが分かった。一方,開発素材(シルクカシミヤ)では,20回洗濯でも寸法変化を抑えることができることを示した。
- (3)風合い試験機を用いて、カシミヤ素材の 風合い値を評価し、それぞれの特徴を評 価することができた。

参考文献

 https://www.boken.or.jp/service/clothing/ functionality/moisture_exothermic.html

米菓生地の熱膨張の測定方法に関する実験的研究

石井 治彦* 河原 崇史* 細野 良太** 知野 秀次** 高橋 誠**

Study on the measuring method for thermal expansion of a rice cracker using TMA

ISHII Haruhiko^{*}, KAWAHARA Takashi^{*}, HOSONO Ryota^{**}, CHINO Shuji^{**}, and TAKAHASHI Makoto^{**}

1. 緒 言

米菓はもち米を原料とするあられ・おかきと、う るち米 (=白米) を原料とするせんべいの2 種類が あり、どちらも広く食される菓子である。米菓は一 度ふかした米粉を練った後に伸ばし、四角または円 形に切り出した生地を乾燥後、加熱することででき あがる。米菓生地は、主原料の米粉に加え、水や澱 粉などの食品素材などが混ざったものであり、非常 に複雑な組成である。米菓の膨張は、米菓品質に大 きく影響する重要な要素であることから、米菓生地 の膨張に関する研究は、新潟県農業総合研究所食品 研究センターをはじめとした公設試験研究機関や, 大学、メーカと、様々な立場で進められている。生 地や米の品種と生地の膨張性の関係については、加 熱後のサンプルの比容積 ¹⁾や,加熱による寸法変化 2)で評価した研究例, 生地を加熱した際の熱特性の変 化を示差走査熱量計で測定した例 3や,メスシリン ダ中の米粉パン生地の膨張過程を連続的に評価した 例 4などがみられるが、米菓の熱膨張を理化学機器 で直接測定した事例は確認できない。また、一般的 に材料の熱膨張は熱機械分析装置(以降,TMA)に より測定されるが、単調に膨張する材料の膨張率の 測定 5にすぎず、米菓のように急激な膨張を示す材 料を評価した例はみられない。

このような背景から、本研究では新潟県農業総合 研究所食品研究センターと協力し、TMAを用いた米 菓の熱膨張を測定する方法について検討を行った。 TMAで素材の熱膨張を直接測定することにより、膨

* 下越技術支援センター

** 新潟県農業総合研究所 食品研究センター

張の開始温度や最大膨張量などをより詳細に評価で きると考えられる。

2. 供試材料

米菓生地(せんべい生地)は新潟県農業総合研究 所食品研究センターにて以下の方法で製造され,提 供された。うるち米(新潟県産コシヒカリ)を洗米 後一晩水に浸漬した後,細かくしたものを原料とし た。それに水を加えて練り,蒸した後伸ばし,円形 の型で抜き取り米菓生地を作製した。この生地を 80℃程度の温度で2段階乾燥させたものを試料とし た。乾燥後の試料は直径約45mm,厚さ2mmである。 この試料の,厚みのばらつきと表面の凹凸が少ない 中心部から,ディスクカッターを用いて約10mm 角 に切り出した後,切断面を研磨紙#1000 で軽く研磨 し面取りしたものを試験片として用いた。

米菓生地から切り出すことにより米菓の内部構造 が外気にさらされる点が、本来の米菓を加熱する工 程とは異なるが、本研究では米菓生地の熱膨張を連 続的に測定する方法の検討を目的としたため、切り 出した米菓を試験片として扱った。

3. 試験装置および方法

試験には熱機械分析装置 (TMA/SS6000, セイコー インスツルメンツ(株))を用いた。図1に装置の概略 図を示す。石英ガラス製の試料管底部に置かれたプ レート上に試験片を置き,φ3mmの圧縮プローブで 上方から 10gの荷重を加えた。その状態で,昇温速 度 20℃毎分で室温から 200℃まで試験を実施した。 試料管内の熱電対で得られる温度を試験片の表面温





図2 試験片外観の一例 (左:試験前,右:試験後)

として,試験片高さとともに試験開始から 0.1 秒ご とに記録した。なお評価は試料管や圧縮プローブの 熱膨張を補正して行った。

4. 試験結果

試験前後の試験片の外観の一例を図2に示す。試 験前の試験片表面はなめらかであるが,試験後は表 面に大きな亀裂が何本も発生していた。これは加熱 により試験片が三次元的に膨張していったときに, ある時点で試験片表面が面内の膨張に耐えられず, 亀裂に至ったと推察される。

次に,米菓生地の熱ひずみ ε_t と温度の関係を図 3 に示す。ここで t℃時点の熱ひずみ ε_tは,試験前の試 験片高さ h₀ と t℃における試験片高さ h_tを用いて式1 から算出した。

$$\varepsilon_{t} = \frac{h_{t} - h_{0}}{h_{0}} \cdots (1)$$



図3は同じ生地から採取した試験片で3回試験を 行った結果である。圧縮荷重を最適化することで概 ね再現性が得られた。

図3のひずみが急激に増加する、すなわち膨張が 開始する領域の拡大図を図4に示す。同じ生地から 採取した試験片であっても、膨張の過程は大きく異 なることがわかる。①や②のように概ね単調に増加 する試験片もあれば、③のように一度マイナスに変 位した後、急激な膨張を示す場合もあった。また、 ひずみが急激に増加し始める温度は、数十度程度の ばらつきが見られた。ひずみが増加する直前の挙動 に関しては、マイナス変位は生地の軟化によるもの と考えられ、厚み方向の温度分布などにより非常に 複雑な状態になっているためであると考えられる。

図3の単調なひずみの増加を示す領域として,熱 ひずみ0.5から0.8までの推移を図5に示す。この領 域においては3回の試験とも概ね線形な膨張を示し ている。この結果を最小二乗法により一次式で近似



し、その傾きを見かけの膨張率として算出したところ、膨張率は小さいほうから7.73×10²,8.78×10²,9.54×10²[1/℃]であった。今後更なる検討が必要であるが、算出された膨張率は米菓の持つ膨張性を表す 指標のひとつになりうると考えられる。

図3 で最大ひずみを示す領域を拡大して図6に示 す。3 回の試験とも熱ひずみの最大値を示した後, 熱ひずみが小さくなる挙動を示している。これは最 大熱ひずみを示したときに, 亀裂の形成により試験 片内部の水分がすべて蒸発したことなどが要因とし て考えられるが,明確にはなっておらず,更なる検 討が必要である。また,図4で示したように同じ生 地から採取した試験片であっても,急激に膨張が起 きる温度が数十度程度ばらついているのに対して, 最大熱ひずみを示す温度のばらつきは数度程度と小 さい点が非常に興味深い。米菓生地から試験片を切 り出すことにより米菓の内部構造が外気にさらされ る点が、本来の米菓を加熱する工程とは異なるもの の、米菓生地の膨張を連続的に測定でき、見かけの 膨張率や膨張が開始する温度、最大熱ひずみなどを 算出できることがわかった。このことから、本研究 で検証した方法は、米菓生地の膨張過程を評価する ための有用な測定方法のひとつと考えられる。

5. 結 言

本研究では米菓生地の熱特性を評価するため、米 菓から切り出した試験片を、熱機械分析装置を用い て測定することで以下の結果が得られた。

- (1) 急激な膨張を示す米菓に対して,連続的に膨 張を測定できる条件を確立した。
- (2)米菓の厚み方向の増加を熱ひずみとして指標 化することで、膨張の開始温度や最大膨張を 示す温度などを定量化できることを明らかに した。

参考文献

- 吉井洋一ら、"うるち米の理化学的性質と米菓の膨化性",日本食品工業学会誌,41(11),1994, pp747-754.
- 山田博治ら、"新形質米の米菓加工特性"、日本 食品工業学会誌、40(4)、1993、pp278-286.
- 渡辺紀之ら、"熱分析法による米菓製造工程解 析"、日本食品科学工学会誌、46(2)、1999、 pp51-58.
- 山口智子、"グルテンフリー米粉パンの生地の 膨化と食味に対する電界水の影響"、新潟大学 教育学部研究紀要、9(1)、2016、pp113-123.
- 5) 日本熱物性学会編, "新編熱物性ハンドブッ ク", 2008, pp341-344.

ゴムの熱劣化について

佐藤 亨*

Investigation on thermal deterioration of rubber

SATO Toru *

1. 緒 言

最近の支援センターの技術相談としてパッキ ンの劣化などのゴムに関連したものが見受けら れるようになっている。実際に使用されている ゴム部品は熱などによる劣化により,通常のデー タベースとは合致しないものも多い。そこで, ここではゴム(天然ゴム:NR,ニトリルゴム: NBR)の熱による劣化を熱分析および赤外分光 分析により確認し,そのデータ蓄積を行った。

2. 実験

2.1 試料

試料としては市販品の天然ゴム(NR)および ニトリルゴム(NBR)を用いた。添加剤などの 詳細は不明である。

2.2 熱分析

試料の熱による変化を確認するために示差熱 天秤による熱分析を行った。使用した装置は理 学電機工業(株)製差動型示差熱天秤 ThermoPlus2 TG8120である。測定温度範囲は室温か ら600℃,昇温速度は10℃/分である。

2.3 赤外分光分析

加熱による試料の構造の変化を確認するため に、室温および加熱した試料の赤外分光分析を 行った。使用した装置はサーモフィッシャーサ イエンティフィック(株)製フーリエ変換赤外

* 県央技術支援センター

分光分析装置 Nicolet iS50である。測定方法は Geクリスタル使用した一回反射ATR法である。 試料の加熱条件はそれぞれ以下のとおりであり, 下記の温度まで昇温速度10℃/分で加熱し5分 間保持したあと,室温まで戻した試料を分析試 料とした。

NR: 100, 175, 230, 280, 310, 330°C NBR: 150, 200, 230, 270, 300, 340°C

結果および考察

3.1 熱分析

NRおよびNBRの熱分析の結果をそれぞれ図1, 2に示す。図1のNRのDTA曲線では315℃付近か ら吸熱反応が起きているのが確認でき,それと ともに重量の減少がみられる。このことから熱 分解が起きているのではないかと考えられる。

一方,図2のNBRのDTA曲線では370℃付近で 発熱ピークが確認でき,それに伴って重量の減 少がみられる。このことから酸化分解が起きて いる可能性が考えられる。以上の点を踏まえて, NR,NBRともに300℃を超える付近まで段階的




図2 NBRのTG-DTA曲線

に温度を変化させ,赤外分光分析を行うことと した。

3.2 赤外分光分析

3.2.1 天然ゴムについて

NRの赤外分光分析の結果を図3に示す。NRの 特徴的なピークは1449 cm⁻¹のCH₃変角振動およ びCH₂対称面内変角振動,1376 cm⁻¹のCH₃対称変 角振動,837cm⁻¹のC=CH-面外変角振動である。 一方,1077 cm⁻¹のピークは無機充填剤であるシ リカ(SiO₂)の吸収によるものと推測される。 また,1750~1550cm⁻¹のブロードなピークは天 然ゴムに含まれるタンパク質によるものと考え られる。

加熱による変化に注目してみると,全体を通 しては1750~1550cm⁻¹のブロードなピークの変 化が顕著であるが,これは前述のとおりおそら くタンパク質のピークである。そこで,図4に



図3 NR の赤外スペクトル



図 4 NR の赤外スペクトル(拡大図)

920~800 cm⁻¹を拡大して表示した赤外スペクト ルを示した。この図から温度上昇に伴い837cm-1 のピークが減少し,887cm⁻¹のピークが大きくな っているのがわかる。この変化は特に330℃に おいて顕著に現れている。837cm⁻¹のピークは三 置換基を有する二重結合のCH面外変角振動で あり,887cm⁻¹のピークは末端オレフィンのCH 面外変角振動によるものと考えられる。天然ゴ ムでは300℃以上に加熱するとイソプレン、テ ルペン、セキステルペン、ジテルペンなどにラ ンダムに分解することが知られており¹⁾,赤外 分光分析での結果も温度が上昇するにつれ天然 ゴムの分解が進んでいることを示していると思 われる。実際のゴムの変化は175℃まではゴム としての原形を保っているが、230℃以上にな ると粘つく状態になり、それ以上の温度では粘 つきが増加するとともに黒い炭の状態になって おり、実物の状態とも合致している。

3.2.2 ニトリルゴムについて

図5にNBRの赤外スペクトルを示す。NBRの 特徴的なピークは2237 cm⁻¹のCN伸縮振動および 969 cm⁻¹のトランス型の-CH=CH-面外変角振 動である。また,1428,1017cm⁻¹のピークは無 機充填剤の吸収によるものと考えられ、それぞ れ炭酸カルシウム(CaCO₃)およびタルク(Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂)のものと推測される。なお, 用いた試料の表面にはアクリルに起因するもの と考えられるピークが確認でき,粘着剤などの 付着の可能性が考えられた。今回はNBRの熱に

ŝ	0.02 340°C			Λ	AND
<l.< td=""><td>0.00</td><td></td><td></td><td>\sim</td><td></td></l.<>	0.00			\sim	
Abs	0.05 900°C			$_\Lambda$	Au
Abs	0.05 270°C		_		Ar
Abs	0.10 230°C			Λ	An
ø	0.10 200°C				
4	0.00				مركماله
Abs	0.10 150°C			Λ	h. A
0	0.00	يەمىر			
₽	0.00				March
	4000	3000	2000		1000
		Wavenur	mbers (am-1)		

図5 NBR の赤外スペクトル

よる変化をみるのが目的であるため、この影響 が少ない断面において赤外分光分析を行うこと とした。加熱による変化に注目すると、969 cm⁻¹ の-CH=CH-面外変角振動によるピークが温度 の上昇とともに減少しているのがわかる。また 図6に1800~1600 cm⁻¹の拡大図を示した。この 図から温度上昇とともに1717 cm⁻¹付近にピーク が生じているのがわかる。このピークはカルボ ニル基によるものと考えられる。以上のことか ら、温度の上昇に伴い主鎖開裂とともに酸化に よりカルボニル基が生じたと考えられる。



図 6 NBR の赤外スペクトル(拡大図)

4. 結 言

- (1) NRについては熱による分解,NBRについ ては酸化が確認できた。今後,このデー タを依頼試験等の技術相談の資料として 活用する。
- (2) 今回はNRおよびNBRのみであったが、より多くのデータの蓄積が必要と考えられるため、今後、他のゴムに関してもデータの収集を行う。

参考文献

 (1) 箕浦有二, "耐熱性ゴム",日本ゴム協会誌, 47巻,7号,1974, pp.433-445

引張試験における試験速度と引張強さの関係

斎藤 雄治*

Influence of the Testing Speed exerted on the Tensile Strength

SAITO Yuji*

1. 緒 言

鉄鋼材料などの引張試験においては,JIS Z2241などで試験速度が規定されている。この 理由は,試験速度が変わると耐力や引張強さな どの試験結果が変わってくるためである。

本研究では,試験速度を変えたとき試験結果 がどの程度変わるかを調べるため,冷間圧延鋼 板とオーステナイト系およびフェライト系のス テンレス鋼板について試験速度を変えて引張試 験を行った。

2. 実験条件

公称板厚 0.8mm の市販の冷間圧延鋼板 SPCC, オーステナイト系ステンレス鋼板 SUS304 およ びフェライト系ステンレス鋼板 SUS430 から引 張試験片 (JIS Z2241 13B) を作製した。試験片 の長手方向は圧延方向にとった。

引張試験には、インストロンジャパンカンパ ニィリミテッド製 万能材料試験機 5582 および ビデオ伸び計(レンズ f25、画角 100mm,照明 アレイ 500mm)を用いた。引張試験は各材料の 試験片に対して、種々の試験速度(クロスヘッ ド変位速度 V_c)について行った。クロスヘッド 変位速度 V_c は 2~200mm/min の範囲にとった。 引張試験の結果から耐力 $R_{p0.2}$,引張強さ R_m ,破 断時全伸び A_t を求めた。試験中の試験室の温度 は 15~20℃であった。

SUS304の試験片については,引張試験後,試 験片の破断位置付近の加工誘起マルテンサイト 量を(株)フィッシャー・インストルメンツ製 フ ェライトスコープ MP3C で測定した。

3. 実験結果

表 1 に、種々のクロスヘッド変位速度 V_{c} に対 する SPCC 試験片の試験結果を示した。 V_{c} の増 加に伴い、引張強さ R_{m} はわずかに増加し、破断 時全伸び A_{t} はわずかに減少している一方で、耐 力 $R_{p0.2}$ は比較的顕著に増加していることが分か る。

表 2 に、種々のクロスヘッド変位速度 V_cに対 する SUS304 試験片の試験結果を示した。V_cの 増加に伴い、耐力 R_{p02} はわずかに増加し、引張 強さ R_mはわずかに減少している一方で、破断時 全伸び A_t と加工誘起マルテンサイト量は大きく 減少していることが分かる。このことから、V_c が大きいと加工誘起マルテンサイト変態がさほ ど進行せずに破断するため、引張強さや伸びが 小さくなると考えられる。

表 3 に、種々のクロスヘッド変位速度 V_c に対 する SUS430 試験片の耐力、引張強さ、破断時 全伸びの試験結果を示した。SPCC と同様に、 V_c の増加に伴い、引張強さ R_m はわずかに増加し、 破断時全伸び A_t はわずかに減少している一方で、 耐力 $R_{p0.2}$ は比較的顕著に増加していることが分 かる。

なお、すべての実験結果および SUS316 など のオーステナイト系ステンレス鋼の結果につい ては、当研究所のホームページに掲載している

^{*} 中越技術支援センター

クロスヘッド変位速度	耐力	引張強さ	破断時全伸び
$V_{\rm c}$ (mm/min)	$R_{\rm p0.2}$ (MPa)	R _m (MPa)	$A_{\rm t}$ (%)
2	188	327	41
4	192	330	42
10	208	334	40
100	219	341	38
200	231	345	39

表1 種々のクロスヘッド変位速度に対する SPCC 試験片の引張試験の結果

表 2 種々のクロスヘッド変位速度に対する SUS304 試験片の引張試験の結果

クロスヘッド変位速度	耐力	引張強さ	破断時全伸び	加工誘起マルテ
$V_{\rm c}$ (mm/min)	$R_{\rm p0.2}$ (MPa)	R _m (MPa)	<i>A</i> t (%)	ンサイト量(%)
2	324	731	75	29
4	328	724	72	26
10	340	706	59	15
100	341	669	52	6
200	343	667	51	5

クロスヘッド変位速度	耐力	引張強さ	破断時全伸び
$V_{\rm c}$ (mm/min)	$R_{\rm p0.2}$ (MPa)	R _m (MPa)	$A_{\rm t}$ (%)
2	304	517	28
4	351	520	28
10	315	524	28
40	347	530	27
100	366	534	26
200	364	542	25

表3 種々のクロスヘッド変位速度に対する SUS430 試験片の引張試験の結果

4. 結 言

- (1) すべての試験片に対して、クロスヘッド変 位速度の増加に伴い、耐力は増加し、破断 時全伸びは減少する傾向をとった。
- (2) クロスヘッド変位速度の増加に伴い,
 SPCC と SUS430 の引張強さは増加したが,
 SUS304 の引張強さは減少した。

参考文献

 http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin22.
 html, 引張強さと試験速度(SPCC材), 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2019年2月19日.

- http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H29/29kin24.
 html, 引張強さと試験速度(SUS304材), 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2019年2月19日.
- http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H30/30kin1.h
 tml,引張強さと試験速度(SUS430材),
 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」,
 2019年2月19日.
 - http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H30/30kin2.h
 tml,オーステナイト系ステンレス鋼の引張
 強さと試験速度,「新潟県工業技術総合研究
 所ホームページ」,2019年2月19日.

ピクリン酸を使わない腐食液による 旧オーステナイト結晶粒の観察

斎藤 雄治*

Observation of the Prior Austenite Grain Boundaries of Steels Using Etchant except the Picric Acid Saturated Aqueous

SAITO Yuji*

1. 緒 言

焼入れ焼戻した炭素鋼や低合金鋼の旧オース テナイト結晶粒界の観察を行う際,ピクリン酸 飽和水溶液をベースにした腐食液がよく使われ る。しかし,ピクリン酸は爆発性の可燃物であ るなどの理由により,ピクリン酸を使わない腐 食液で旧オーステナイト結晶粒界を観察したい という相談が当センターに時々寄せられる。

本研究では、炭素鋼S45Cと低合金鋼SCM435 について、ピクリン酸飽和水溶液をベースにし た腐食液とピクリン酸を含まない腐食液で旧オ ーステナイト結晶粒界の現出を試みた。

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)を用いた。 これらの試験片について次に示す焼入れ,焼戻 しの熱処理を行った。

焼入れ…850℃に10分保持後水冷(S45C) または油冷(SCM435)

焼戻し…なし(焼入れのみ)

200℃に1時間保持空冷 600℃に1時間保持水冷

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(配合:硝酸 5ml, エ チルアルコール 100ml)
- * 中越技術支援センター

②(株)山本科学工具研究社製 AGS (40~50℃で 10~20 分間浸漬)

③硫酸-アルコール溶液(配合:硫酸 3ml, エ チルアルコール 100ml)

を用いた。ここで、上記②はピクリン酸飽和水 溶液を含む腐食液で、①と③はピクリン酸を含 まない腐食液である。

実験装置には、ヤマト科学(株) 電気マッフル 炉 F0410、オリンパス光学工業(株) 金属顕微鏡 BX-60M-53MB型を用いた。

3. 実験結果

図1に、腐食液①で現出した S45Cと SCM435 の金属組織を示す。腐食液①は炭素鋼や低合金 鋼の金属組織の現出によく用いられているもの である。図1において、焼入れのみではマルテ ンサイトとベイナイトが見られ、200℃焼戻しと 600℃焼戻しでは焼戻しマルテンサイトが見られ る。また、600℃で焼戻した SCM435 について は、さほど明瞭ではないが旧オーステナイト結 晶粒界が見られる。

図 2 に,腐食液②で現出した試験片の金属組 織を示す。腐食液②は旧オーステナイト結晶粒 界現出専用の腐食液である。いずれの試料につ いても旧オーステナイト結晶粒界を明瞭に現出 していることが図2から分かる。

図 3 に, 腐食液③で現出した S45C と SCM435 の金属組織を示す。S45C は焼入れのみと 600℃ 焼戻しにおいて, SCM435 は 600℃焼戻しにお いて,腐食液②ほど明瞭ではないが旧オーステ なお、すべての実験結果については当研究所 ナイト結晶粒界が見られる。

のホームページに掲載している¹⁾。



図1 腐食液①による S45C と SCM435 の金属組織



図 2 腐食液②による S45C と SCM435 の金属組織



図3 腐食液③による S450 と SCM435 の金属組織

4. 結 言

硝酸-アルコール溶液と硫酸-アルコール溶 液により熱処理した鋼材 S45C と SCM435 の旧 オーステナイト結晶粒界の現出を試みたが, AGS ほど明瞭に現出しなかった。

参考文献

 http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H30/30kin4.h
 tml, ピクリン酸を使わない腐食液による旧 オーステナイト結晶粒の観察,「新潟県工業 技術総合研究所ホームページ」,2019年2 月19日.

ステンレス鋼の鋭敏化組織の観察

斎藤 雄治*

Metal Structure Observation of Sensitised Stainless Steels

SAITO Yuji*

1. 緒 言

SUS304などのオーステナイト系ステンレス 鋼を600~800℃の温度に加熱して徐冷すると, 結晶粒界に沿ってクロム炭化物が析出して粒界 付近の耐食性が低下する鋭敏化という状態にな る。鋭敏化すると粒界腐食が生じやすくなる。

鋭敏化については,1000℃以上の高温に加熱 後空冷程度の速度で冷却したフェライト系ステ ンレス鋼や,焼入れ時の冷却速度が小さかった マルテンサイト系ステンレス鋼にも生じること が分かっている¹⁾²⁾。

本研究では、オーステナイト系、フェライト 系およびマルテンサイト系のステンレス鋼を熱 処理して鋭敏化させたときの金属組織を観察し た。

2. 実験条件

試験片には、オーステナイト系は冷間圧延ス テンレス鋼板 SUS304 (20×100×板厚 1mm), フェライト系は冷間圧延ステンレス鋼板 SUS430 (20×100×板厚 1mm),マルテンサイ ト系はステンレス棒鋼 SUS420J2 (直径 19×長 さ 20mm)を用いた。これら試験片に対して表 1 の熱処理を行った。熱処理後,試験片の表面 (SUS304 および SUS430)または断面 (SUS420J2)を鏡面研磨して金属組織観察を行 った。腐食液は、SUS304はしゅう酸水溶液(配 合:しゅう酸 10g,蒸留水 100ml)による電解 腐食,SUS430と SUS420J2 は塩酸-ピクリン酸 ーアルコール溶液(配合:HCl10ml,ピクリン

表1 試験片の熱処理

試験片	熱処理
SUS304	鋭敏化(700℃で2時間保持後に 空冷) 固溶化(1050℃で10分保持後に 水冷)
SUS430	鋭敏化(1100℃で 10 分保持後に 水冷または空冷または炉冷) 焼鈍し(850℃で 40 分保持後に炉 冷)
SUS420J2	焼入れ(1050℃で25分保持後に 空冷または油冷) 焼戻し(180℃で1時間保持後に 空冷)

酸 1g, エチルアルコール 80ml)を用いた。

実験装置には、ヤマト科学(株)製 電気マッフ ル炉 F0410、オリンパス光学工業(株)製 金属顕 微鏡 BX-60M-53MB 型および(株)ニコンインス テック製 倒立型金属顕微鏡 TME300U-NR を用 いた。

3. 実験結果

図 1 に熱処理前の試験片の金属組織を示す。 図 1 において, (a) SUS304 はオーステナイト 組織, (b) SUS430 と (c) SUS420J2 はフェラ イト基地に球状のクロム炭化物が分散した組織 である。

図 2 に鋭敏化後の SUS304 試験片の金属組織 を示す。図 2 において,オーステナイト結晶の 粒界が明瞭に見られるため鋭敏化していること が分かる。

図3は図2を固溶化した金属組織である。図

^{*} 中越技術支援センター



(a) SUS304 試験片



(b) SUS430 試験片



(c) SUS420J2 試験片図 1 熱処理前の金属組織

2 で見られた鋭敏化が消失していることが分かる。

図 4 に鋭敏化後の SUS430 試験片の金属組織 を示す。図 4 において, (a) は水冷, (b) は



図2 鋭敏化後の SUS304 試験片の金属組織



図3 鋭敏化後に固溶化した SUS304 試験片の 金属組織

空冷, (c) は炉冷の結果である。いずれの金属 組織も熱処理前の図 1 (b) に比べて結晶粒界が よく見えるため, 鋭敏化していることが分かる。 また, 図 4 (a) と (b) の水冷と空冷について は場所によらず一様に鋭敏化していることや, 水冷より空冷の方が鋭敏化していることが分か る。それに対して図 4 (c) の炉冷については場 所により鋭敏化の程度が異なっており, 鋭敏化 している部位には図 4 (a), (b) には見られ ない網状や層状の炭化物が見られる。

図 5 に鋭敏化後に焼鈍しした SUS430 試験片 の金属組織を示す。図 5 において、図 5 (a) は 図 4 (a) 、図 5 (b) は図 4 (b) 、図 5 (c) は 図 4 (c) をそれぞれ焼鈍しした結果である。焼 鈍しにより、図 5 (a) と図 5 (b) の鋭敏化はか なり低減している一方で、図 5 (c) では図 4 (c) に見られた網状や層状の炭化物が残ってい ることが分かる。

図 6 に焼入れ焼戻し後の SUS420J2 試験片の



(a) 1100°Cで 10 分保持後に水冷



(b) 1100℃で 10 分保持後に空冷

金属組織を示す。図6において, (a) は焼入れ 時に油冷, (b) は焼入れ時に空冷した結果であ る。図6より, 基地組織は焼戻しマルテンサイ



(a) 図4(a)を焼鈍し



(b) 図4(b)を焼鈍し



(c) 1100℃で10分保持後に炉冷図4 鋭敏化したSUS430試験片の金属組織



(c) 図4(c)を焼鈍し
 図5 鋭敏化後に焼鈍しした SUS430 試験片の
 金属組織

トで同じであるが,空冷では油冷には見られない旧オーステナイト結晶粒界が見られることが 分かる。

なお、本報告書の実験結果については当研究 所のホームページに掲載している^{3)~5)}。



(a) 油冷



(b) 空冷 図 6 焼入れ焼戻しした SUS420J2 試験片の金 属組織

4. 結 言

熱処理によって、市販のステンレス鋼板 SUS304, SUS430 およびステンレス 綱 SUS420J2 が鋭敏化することを確認した。また, 鋭敏化の消失や低減に対しては, SUS304 は固溶 化, SUS430 は焼鈍し, SUS420J2 は油冷の焼入 れが有効であることを確認した。

参考文献

- 1) 板倉邦輔ほか、マルテンサイト系ステンレス 鋼における焼入れ途中での炭化物析出、熱処 理、35-1、1995、pp.36-41.
- 2)田中良平編,JIS使い方シリーズステンレス 鋼の選び方・使い方[改訂版],2010,pp.1 04-105,(財)日本規格協会.
- http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/ H29/29kin20. html, ステンレス鋼 SUS304 と SUS430 の異 常組織,「新潟県工業技術総合研究所ホーム ページ」,2019年2月15日.
- http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/ H30/30kin5. html, マルテンサイト系ステンレス鋼 SUS42 0J2の旧オーステナイト結晶粒界への炭化物 の析出について,「新潟県工業技術総合研究 所ホームページ」, 2019年2月15日.
- 5) http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/ H30/30kin6. html,フェライト系ステンレス鋼 SUS430の 鋭敏化について、「新潟県工業技術総合研究 所ホームページ」、2019年2月15日.

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(第2報)

山田 敏浩* 丸山 英樹* 小林 泰則* 松本 好勝** 宮口 孝司* 小松 裕司*** 古川 伊織*** 横山 智之*** 下石坂 望***

A Study of Narrow Pitch Wiring on a Semiconductor Package Substrate and Related Technologies, 2nd Report

YAMADA Toshihiro^{*}, MARUYAMA Hideki^{*}, KOBAYASHI Yasunori^{*}, MATSUMOTO Yoshikatsu^{**}, MIYAGUCHI Takashi^{*}, KOMATSU Hiroshi^{***}, FURUKAWA Iori^{***}, YOKOYAMA Tomoyuki^{***}and SHIMOISHIZAKA Nozomi^{***}

1. 緒 言

半導体チップの配線ルール微細化により, チップサイズの小型化が進んでいる。一方で, 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)は,現状,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きて 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では、チップの 実装面積が削減されてもチップと同等の割合で 基板面積を縮小することができない。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10µm程度に狭ピッ 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て基板配線を狭ピッ チ化する技術の開発を目指した。パンプピッチ の目標は10µm、パンプ高さの目標は10µmであ る。

*	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

*** コネクテックジャパン株式会社

半導体の 配線ルール	24 nm	12 nm	
A	40μm 10μ		10µm
バンブピッ チ			
基板面積			

図1 配線ルール・パンプピッチと基板面積

前報では1プロセス目となるマスターモール ドの作製について報告したが、本報では作製し たマスターモールドを用いたペースト転写につ いて報告する。

2. プロセスフロー

プロセスフローを図2に示す。
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

以上の各プロセスで導電ペーストを用いた狭 ピッチ配線を形成した。マスターモールドはグ レイスケールリソグラフィー技術を用いて作製 し、レプリカモールドはマスターモールドの形



図2 プロセスフロー



図3 Daisy-Chain TEG基板配線

状を反転して作製した。導電ペースト充填では, レプリカモールドの窪みに導電ペーストを充填 した後,不要なペーストの掻き取りを行った。 転写はPET基板上に行った。

3. 配線パターン

本研究で用いたDaisy-Chain TEG (Test Element Group) 基板配線を図3に示す。Daisy-Chain TEG基板配線は、バンプ部分をTEGチッ プで接続することで、多くの接続点を持った チェーンパターンを形成するもので、それを用 いて実装基板の信頼性評価を行うことができる。

4. Daisy-Chain TEG基板配線の形状観察

導電ペーストの転写で作製したDaisy-Chain TEG 基板配線を,電子顕微鏡とレーザー顕微 鏡を用いて観察した。電子顕微鏡は(株)日立 ハイテクノロジーズ製S-4300SE,レーザー顕 微鏡はオリンパス(株)製3D測定レーザー顕 微鏡OLS4100-SATである。



図4 転写した導電ペーストの電子顕微鏡像



図5 転写した導電ペーストのレーザー顕微鏡像(3D表示)



図4に電子顕微鏡像,図5に3D表示したレー ザー顕微鏡像を示す。

図6は、2D表示したレーザー顕微鏡像である。 である。図6(a)に示した測定断面1の断面形 状が図6(b),測定断面2の断面形状が図6 (c)である。バンプピッチは約10µm,パンプ の高さは約10µm,ラインの高さは約3µmで あった。

5. 結 言

- (1) 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プロセスを用いて 導電ペーストの基板配線を作製する技術 を確立した。
- (2) 導電ペーストでバンプピッチが10µm,
 バンプ高さ10µm の Daisy-Chain TEG 基 板配線を作製した。

セルロースナノファイバー (CNF) を利用した 表面コーティング剤の開発

岡田 英樹* 阿部 淑人* 笠原 勝次* 小林 豊** 田辺 寛*** 田中 亙**** 林 成実***** 中俣 恵一****** 田村 篤****** 根本 純司****** 田中 光次****** 込山 英秋****** 谷藤 渓詩****** 福島 彰太*****

Development of Coating Agents Using Cellulose Nanofiber

OKADA Hideki^{*}, ABE Yoshito^{*}, KASAHARA Katsuji^{*}, KOBAYASHI Yutaka^{**}, TANABE Hiroshi^{***}, TANAKA Toru^{****}, HAYASHI Narumi^{*****}, NAKAMATA Keiichi^{******}, TAMURA Atsushi^{******}, NEMOTO Junji^{******}, TANAKA Koji^{******}, KOMIYAMA Hideaki^{******}, TANIFUJI Keishi^{******} and FUKUSHIMA Syota^{******}

1. 緒 言

セルロースナノファイバー(<u>Cellulose Nano F</u> iber:以下 CNF)は、植物由来の新材料として製 造技術の開発が進む一方、用途開発はまだ発展 途上の段階にある。CNF は木や紙との相性が極 めて良いため、CNF に機能を付与することによ って木や紙の表面にも様々な機能を付与するこ とができる。また、CNF は分散安定性が非常に 高い。

そこで本研究では、これら CNF の持つ特性を 活かし、木製品や紙製品に適用するコーティン グ剤を開発し、その用途拡大を図ることを目的 とした。特に木製品では、昨年度実施した調査 研究¹⁾で桐箪笥には防水性・防汚性が求められ ていることが明らかになっており、撥水性・防 汚性を付与した CNF コーティング剤を開発した。 さらに、CNF の用途拡大を目指し、上記以外に CNF の特性を活用できる製品開発についても検 討した。

ここでは、撥水防汚コーティング剤の開発で

* 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
**** 県央技術支援センター加茂センター
***** 中越技術支援センター
****** 北越コーポレーション株式会社

実施した CNF 繊維長解析について報告する。

2. 実験方法

2.1 CNFの調整方法と粘度測定

増幸産業(株)の石臼式摩砕機スーパーマス コロイダーを用いて、広葉樹パルプのCNFを作 製した。解繊パス回数が1,3,5,7回のものを 試験に供した。

粘度µの測定は,B型粘度計(東京計器(株) 製)を用いて,温度20℃,回転数60 rpmで実施 した。

2.2 繊維長解析

CNFの繊維長解析には、ナノ粒子径分布測定 装置(SALD-7500nano:(株)島津製作所製) を用いた。測定条件は表のとおり。散乱強度の 最大値が40~60%の間に収まるようにCNFの濃 度を調整し、散乱強度・吸光度が安定するまで 循環させた。

この方式による繊維状粒子の解析の場合,繊 維状粒子の短径が分布下限に,長径が分布上限 にほぼ相当するような比較的広い分布となると されている²⁾。したがって,長径と短径の平均 がピークとして検出されることになるが,本方 式による測定だけでは長径と短径の分布を切り 分けて測定することはできない。サンプルによ

衣	测正常性
測定ユニット	多機能サンプラ MS75
超音波	加振
ポンプスピード	1
平均回数	128
屈折率	1.60-1.00i
分布基準	体積基準

表 測定条件

っては得られた粒子径分布と繊維状粒子の長径 の分布と一致することも実際は起こり得る。今 回の測定においては島津製作所(株)の洲本氏 のご指導から、繊維長と粒子径*D*pが一致するも のとした。

実験結果と考察

3.1 粘度測定結果

図1に解繊パス回数を変えたときの粘度µの変 化を示す。解繊パス回数が1回から3回ではµの 上昇はみられず、3回から7回まではµが高くな った。



図1 解繊パス回数を変えたときのµの変化

3.2 CNF繊維長解析結果

図2に解繊パス回数を変えたときの粒度分布 の解析結果を示す。解繊パス回数が増えると10 0µm以上の粒子が減少していき,相対粒子量q3 のピーク位置が左にシフトしていくことが分か った。

図3に解繊パス回数を変えたときのメディア ン径、モード径を示す。メディアン径は累積粒 子量Q3が50%のときのDpであり、モード径はq3 が最も大きいときのDpである。メディアン径と モード径は、分布が左右対称であれば同じ値と なる。解繊パス回数が少ないと、メディアン径 とモード径は近い値を示すが、解繊パス回数が 増えると、メディアン径に比べてモード径は大 きくなっていった。これは、分布が左右対称か ら非対称になり、Dpが小さいものの割合が増加 していることを示している。



図3 解繊パス回数を変えたときの メディアン径とモード径



図2 解繊パス回数を変えたときの粒度分布

3.3 粘度と繊維長の関係

図4にµとメディアン径・モード径との関係を 示す。どちらもµとの相関関係は見られなかっ た。

図5に D_p が6.75 μ mのときの q_3 と μ の関係を示す。 q_3 と μ には正の相関関係があることがわかった。 したがって、比較的繊維長が短いものが μ に影 響するものと考えられる。

- 4. 結 言
 - (1) 繊維長と粘度の相関関係について明らか にし, 撥水・防汚コーティングの開発に 活用した。



図4 µとメディアン径・モード径との関係

謝 辞

ナノ粒子径分布測定装置によるCNFの繊維長の解析に関して多大なご指導を頂きました株式 会社島津製作所の洲本高志氏に感謝いたします。

参考文献

- 田辺寛ら、"ナノセルロースに関する調査研究",工業技術研究報告書, No. 47, 2017, pp. 125-127.
- <u>https://www.an.shimadzu.co.jp/powder/lecture/pr</u> <u>actice/p01/lesson27.htm</u>, "針状・繊維状粒子 の測定", 2019年3月8日



図5 $q_{3}(D_{p} = 6.75 \mu m) \ge \mu m$ 関係

ステンレス鋼の新規窒素吸収処理技術の研究

三浦 一真* 中津山 國雄**

Study on New Nitrogen Absorption Treatment Technology of Stainless Steels

MIURA Kazuma* and NAKATSUYAMA Kunio**

1. 緒 言

我々はステンレス鋼の特性を改善するための 添加元素として,カーボン(C),ニッケル(Ni), マンガン(Mn)と同じ強力なオーステナイト安定 化元素である窒素(N)に注目し,高Cr系ステン レス鋼を中心に各種ステンレス鋼を窒素ガス雰 囲気で熱処理してステンレス鋼中に窒素を固溶 させるプロセス(固相窒素吸収処理,以後,窒 素吸収処理と表記)の研究を行っている^{1),2)}。

ステンレス鋼の添加元素に広く用いられる希 少金属と異なり、気体である窒素(N)は資源的 制約がなく安定供給可能である。窒素が添加さ れたステンレス鋼は耐食性に優れた性質を有す ることが報告されている^{3),4)}。ところが、窒素吸 収処理は1000~1200℃の高温域で行われ⁵⁾、窒 素吸収に長時間を有するため、量産性が低く、 設備部材の寿命が短く、設備のメンテナンスに 多額のコストを要している。

本研究は窒素吸収処理時間の短縮による生産 性向上と設備メンテナンス間隔を伸ばす効果に よる処理コストの低減や金属組織の安定化を目 的に,真空・窒素ガス置換及び炉内圧力-温度 制御並びに急冷技術を有する真空熱処理技術に 新たに,窒素ガス加圧加熱による窒素吸収技術 の研究を行った。

2. 実験方法

2.1 新規窒素吸収処理

窒素吸収処理に用いた素材は高 Cr フェライト 系の Fe-22Cr-1Mo (SUS445J1 相当) で,大き さが 30mm×30mm,厚さ 1.5mm の板材である。

- * 素材応用技術支援センター
- ** 株式会社中津山熱処理

表1 窒素吸収処理に用いた素材の化学成分

	全平	秳		化学組成				s%)	
	亚叫	↑里	С	Ni	Cr	Мо	Ti	Nb	AI
	SUS4	45J1	0.01	0.12	22.2	1.04	0.18	0.19	0.11

素材の化学組成を表1に示す。

窒素吸収処理は(株)中津山熱処理所有の真 空熱処理炉で行った。この炉は窒素吸収処理に 関する研究開発専用炉であり、炉本体を改良し て 0.2MPa (2気圧)までのガス加圧を可能と した。

処理は、脱脂・洗浄したサンプルを炉内に設置し、真空排気後、加熱を開始、処理温度到達後、窒素ガスを導入し、0.2MPaの加圧窒素雰囲気で所定時間の処理を行った後、窒素ガスでサンプルを急冷し、室温でサンプルを取り出す要領で行った。窒素吸収処理温度はオーステナイト安定化領域内の1200℃とし、処理時間は0.17hから最長8hまで行っている。

2.2 窒素吸収処理材の解析

処理サンプルの金属組織断面観察を行い,オ ーステナイトに変態した相の厚さを測定し,処 理時間との関係を求めた。一部のサンプルにつ いて,マイクロビッカース硬さ測定,蛍光 X 線(検量線法)による窒素の組成分析,走査型 電子顕微鏡による組織観察を行った。

耐食性の評価は4h処理したサンプルについ て、ステンレス鋼の耐孔食性評価試験である JIS G0577 に準拠した孔食電位測定試験、JIS G0578 準拠の塩化第二鉄腐食試験(試験温度 50℃)を実施した。また、全面腐食を評価す



(a) 炉内圧力:0.1MPa
 (b) 炉内圧力:0.2MPa
 図1 窒素吸収処理後の金属組織断面観察結果
 (処理温度 1200℃,時間 4h)

る 5% H₂SO₄溶液の JIS G0579 準拠のアノー ド分極特性試験を行った。

3. 結果と考察

図1に窒素吸収処理後の金属組織断面観察結 果を示す。処理条件はいずれも1200℃,4hで, (a)は炉内窒素ガス圧力を大気圧の0.1MPa,(b) は0.2MPaに加圧して処理を行った結果を示す。

1200℃で窒素吸収処理を行うと、表面から窒 素が吸収され、金属組織はフェライト相からオ ーステナイト相に相変態していく。写真の白色 部が相変態したオーステナイト相であり、黒色 部が未変態のフェライト相である。ガス圧力が 0.1MPaの場合は表面から 0.4mm ずつ, 合計で 0.8mm がオーステナイト相に変態している。一 方,中心付近の0.7mmの領域はフェライト相が 多く残り,オーステナイト相が散見される混合 相となっている。炉内圧力を 0.2MPa に加圧し て処理を行った場合,フェライト相は著しく減 少した。オーステナイト相が厚くなり、フェラ イト相は中央付近の 0.2mm にわずかに残ってい るだけとなり, 窒素ガス加圧によってオーステ ナイト化が促進されることが明らかになった。 硬さと窒素含有率は 0.1 MPa 処理で 325 HV・ 1.02%, 0.2MPa 処理では 320HV・1.13%であり, 従来の結果を踏襲している¹⁾。

窒素吸収処理時間とオーステナイト相厚さ との関係を表すグラフを図2に示す。なお、 この場合のオーステナイト相はフェライト相 を含まない完全オーステナイト相をいう。ま た、図2は炉内圧力0.2MPaの結果であるが、



比較のために一部 0.1MPa のデータを含む。 図1の(b)の炉内圧力0.2MPaで4h処理を行っ た場合では、混合相はオーステナイトが主体 となっているが、フェライト相を少しでも含 む場合はオーステナイト相から除外している。 グラフから処理時間4hの場合,炉内窒素ガス 圧力を 0.1MPa (図中の■) から 0.2MPa に加圧 することで, 上矢印に示すようにオーステナイ ト相が厚くなり、オーステナイト化が促進され る。また、左矢印に示すように、0.2MPaの2h 弱の処理が 0.1 MPa の 4h 処理に相当する。した がって、0.1MPaと同じ金属組織であれば、処理 時間が 50%以上短縮できることから、生産性の 向上により処理コストが低減できる。なお、時 間短縮よりも炉の耐久性を優先する場合はオー ステナイト安定領域内の範囲で1200℃より温度 を下げての処理は可能と考える。

ガス圧力を0.2MPaに上げて処理した場合の 耐食性を確認する目的で、1200℃・4hで窒素吸 収処理したサンプル(板材)について、耐局部 腐食を評価する孔食電位の測定(A法:1mol/L 塩化ナトリウム溶液)と塩化第二鉄腐食試験, 耐全面腐食性を評価する強酸性雰囲気のアノー ド分極試験を実施した。試験結果の一例として、 図3に孔食電位試験結果を示す。比較のために、 同一条件にて行った SUS316L材の結果を合わ せて示した。図の縦軸に腐食の指標である電流 密度を、横軸に電位を示す。SUS316Lでは、電 位0.3V付近で孔食を示す電流値の急激な立ち 上がりが見られたが、0.2MPa窒素処理材(図中 点線)では電流値の急激な立ち上がりは見られ

ず孔食は確認されなかった。また, -0.3~1.1V の電位域でアノード分極試験を行い、窒素処理 材と SUS316L の電流値を測定したところ, 窒 素処理材の電流値が SUS316L 材の電流値を下 回ったことを確認している。いずれの場合も大 気圧の 0.1 MPa 処理で得られる結果と同等であ ったり。さらに、苛酷な条件である塩化第二鉄 腐食試験(50℃)を実施したところ、腐食減量は 0.75g/m²×hとなり、これについても 0.1MPaの 結果に一致しており、ガス圧力による違いは見 られなかった。塩化第二鉄溶液による浸漬試験 では,窒素含有ステンレス鋼は腐食される。こ れは図4の電子顕微鏡による金属組織観察結果 に示す様に,窒素吸収処理後にステンレス鋼中 に微量に添加されたアルミニウム(AI)やチタ ン(Ti)が窒素と反応して形成される棒状の AIN や角形状の TiN と思われる数 µm の大きさの窒 化物が起点になり腐食が進行するためである %。

現時点では、加圧による窒化物形成挙動については 0.1MPa と変わらないと考えているが、より詳細な調査が必要と考える。合わせて、腐食環境の厳しい塩化第二鉄腐食試験における窒素含有ステンレス鋼の腐食挙動について、今後研究を行う予定である。

4. 結 言

- (1) Fe-22Cr-1Mo (SUS445J1 相当)の窒素吸収処理について、炉内窒素ガス圧力を0.1MPa (1気圧)から0.2MPa (2気圧)にすることで、オーステナイト相への相変態が速くなり、同じオーステナイト厚さを得るのに必要な処理時間が50%以上短縮された。処理後の硬さ、窒素含有率は0.1MPa処理の場合と同等である。
- (2) 0.2MPa で窒素吸収処理したステンレス鋼の耐食性は 0.1MPa の場合と同等であることを腐食試験で確認した。

本研究は(株)中津山熱処理が実施した平成 29年度補正ものづくり補助金事業(事業計画 名:「加圧・加熱・冷却機構を具備した真空熱 処理炉によるステンレス鋼製品の付加価値創 成」)の一環として実施したことを付記する。





図4 電子顕微鏡による金属組織観察結果

参考文献

- 三浦一真,"窒素含有ニッケルフリーステン レス鋼の実用化研究",工業技術研究報告
 書, No.39, 2010, pp.33-40.
- 三浦一真,林成実,"窒素含有汎用クロム系 ステンレス鋼の実用化研究",工業技術研 究報告書, No.41, 2012, pp.14-21.
- 3) 馬場晴雄、片田康行、木村秀夫、"オース テナイト系ステンレス鋼のすきま腐食と再 不動態化に及ぼす窒素の影響",日本金属 学会誌, Vol.71, No.7, 2007, pp.570-577.
- 三浦一真, "ニッケルフリーステンレス鋼の特性と開発動向", プレス技術, Vol.45, No.15, 2007, pp.37-41.
- 5) 三浦一真, "窒素含有ステンレス鋼", 金 属, Vol.86, No.9, 2016, pp.47-53.
- 6) 三浦一真,林成実,中川昌幸,岡田英樹, 中津山國雄, "窒素含有ステンレス鋼の耐 孔食性に及ぼす微量元素の影響",日本金 属学会誌, Vol.79, No.7, 2015, pp.376-383.

GC-MS によるオフフレーバー分析

天城 裕子* 渋谷 恵太* 山下 亮*

Analysis of Off-flavour Compounds using GC-MS

AMAKI Yuko^{*}, SHIBUYA Keita^{*} and YAMASHITA Ryo^{*}

1. 緒 言

昨年度導入したガスクロマトグラフー四重極 飛行時間型質量分析計(GC-Q-TOF/MS)で適 用可能な試験としてオフフレーバー(異臭)成 分の分析がある。臭気成分は一般的に閾値が低 く,また通常のサンプルでは臭気と無関係な物 質も多量に検出されることが多く,これらが臭 気成分の分析を困難にしている。本研究では臭 気成分の測定方法についての検討を行った。

2. 測定条件

林純薬工業(株)製の異臭学習用の異臭物質 のプロピレングリコール溶液のキットをサンプ ルとし、ヘッドスペース法による測定を行った。 測定条件は表1のとおり。

2.1 結果

表2に各サンプルの概要と今回の条件におけるピーク検出までの保持時間(RT)を示した。

	表 1 測定条件					
装置		Agilent 7250				
		GC/Q-TOF				
	サンプル採取量	10 μ L				
HS	バイアル加熱条件	40°C 30min				
	導入時間	0.5min				
	カラム	HP-5				
	注入法	スプリット 1:100				
GC	注入口温度	200°C				
	昇温条件	40°C(3min)				
		-10°C/min-250°C				
	イオン化法	EI 70eV				
MC	イオン源温度	250°C				
INIS	インターフェース温度	280°C				
	m/z	29-400 (scan モード)				
MS/MS	コリジョンエネルギー	10eV				

* 下越技術支援センター

図1に scan モードでのトータルイオンクロ マトグラム (TIC) を示す。ピーク強度には大 きくばらつきがみられ,ピークが確認不可のサ ンプルがいくつかみられた。感度が悪い,また は検出しないサンプルは水酸基やカルボニルな どの極性基の構造を持つものが多く,カラムへ の吸着性が高いなどの要因が考えられるが詳細 は不明である。

No.	物質名	臭いの特徴	RT /min	EIC
1	グアヤコール	薬品臭	8.47	0
2	ジメチルジスルフィド	野菜の腐敗臭	3.15	
3	ナフタレン	防虫剤臭	9.97	
4	2-メチルイソボルネオロール	かび臭,墨汁臭	N.D.	
5	トリメチルアミン	魚の腐敗臭	1.48	0
6	2.4-デカジエナール	油の酸化臭	11.78	
7	トルエン	溶剤臭	3.43	
8	2.4.6-トリクロロアニソール	かび臭	12.03	0
9	n - 吉 草 酸	不快臭	2.00	0
10	2.6-ジクロロフェノール	消毒臭, 塩素臭	N.D.	
11	4-メチル-3-ヘキセン酸	雑巾様臭	N.D.	
12	メチルエチルケトン	溶剤臭, 塩素臭	4.19	
13	2.4.6-トリブロモアニソール	かび臭	15.62	
14	2-トリデカノン	樹脂様臭	14.04	
15	1-オクテン-3-オン	金属臭, 鉄臭	6.61	0
16	n-ヘキサナール	青臭, 紙臭	3.83	
17	n-ヘプタナール	青臭, 紙臭	5.37	
18	n - 酪 酸	古漬臭, 腐敗臭	3.84	0
19	酢酸エチル	果実臭,シンナー臭	1.98	
20	プロピレングリコール	無臭 (1-19 の溶媒)	3.11	

表2 サンプル概要とRT



図1 TIC (ピーク番号は表2と対応)

2.2 微小ピークの検出

表 2 中で EIC 項にマークのあるサンプルは, 対象物質特有の *m/z* の抽出イオンカレントクロ マトグラム (EIC) によるピークの確認を行っ た。例として No.8 のトリクロロアニソール

(TCA)のデータを図2および図3に示す。図2aのEICである図2bでは、TCAのピークが確認できる(TCAのモノアイソトピック質量m/z=210での抽出)。しかしMSスペクトルは、図3dのようにカラムブリードなどのノイズが多数検出される。そこで、S/Nの改善のためプリカーサーイオンm/z=210としたMS/MSモードによる測定を行った。プロダクトイオンのEICおよびプロダクトイオンスペクトルは図2c,3eのとおり。scanモードと比較してノイズ軽減がみられた。

3. 結 言

臭気物質の種類により検出感度に大きな差が みられた。実際の異臭分析では、臭気成分以外 の夾雑物のピークが多数検出されるため、臭い の種類からある程度物質名を絞り込む作業が必 須と思われる。また、今回は微極性カラムによ るサンプルループモードのみでの検証を行った が、より高感度測定のためにはカラムの変更や 固相抽出などの前処理が必要である。





Ⅲ 調查·報告

ナノ分散系の製造・評価技術に関する調査研究

岡田 英樹^{*} 笠原 勝次^{*} 小林 泰則^{**} 渋谷 恵太^{***} 河原 崇史^{***} 石井 治彦^{***} 櫻井 貴文^{****}

Report of Processing and Evaluation Technology of Nano-scale Dispersion Systems

OKADA Hideki^{*}, KASAHARA Katsuji^{*}, KOBAYASHI Yasunori^{**}, SHIBUYA Keita^{***}, KAWAHARA Takashi^{***}, ISHII Haruhiko^{***} and SAKURAI Takafumi^{****}

1. 緒 言

ポリマーアロイ・ポリマーコンポジット (固 固系),エマルション(液液系),サスペンシ ョン(固液系)などの分散系は、食品、医薬品、 電子材料など各種産業分野において幅広く利用 されている。さらなる高機能化を目指して、素 材や分散系のスケールの微細化が進みつつあり, 今まで得られなかった物性,特性の発現が期待 されている。例えば、記憶媒体の高密度化、光 学特性の発現,高強度化などである。しかし, 分散質の大きさがナノオーダーになると,材料 同士の表面・界面の表面積が急激に増加し、今 までは無視できていたような粒子間相互作用な どが無視できなくなり,材料の取り扱いや加工 が極端に難しくなる。ナノ分散系の評価におい ては、系の微細化により評価手法が限られてお り、大きな課題がある。また、ナノレベルまで 分散させる技術を確立することによって、ミク ロンオーダー分散系をナノオーダーで制御する ことが可能となり,既存の製品においてもより 特徴的な機能を持った材料設計が可能となる。

そこで、本調査研究では、ナノ分散系の製造・ 評価技術に関して技術動向を調査し、新潟県内 企業や試験研究機関におけるニーズを調査した。

*	研究開発センター
---	----------

- ** 研究開発センター
- レーザー・ナノテク研究室
- *** 下越技術支援センター
- **** 県央技術支援センター

また,得られたニーズを基に予備実験を行った。 その結果について報告する。

- 2. 活動概要
- 2.1 技術動向調査
- 2.1.1 ナノ分散系の製造技術

ナノ分散系の製造技術として,新潟県内企業 の(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高せん断成形加工装置 を開発し、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容化が可能になった1)。 この装置は、特殊な形状のスクリューによって 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。更に、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(国研)産業技術総合研究所の清 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)。我 々は、平成27年度から平成29年度まで(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」の開発を行った³⁾。メカニズ ムの解明には至らなかったが、高せん断成形工 技術によってポリマーアロイや無機フィラーの 高分散化を達成した。

2.1.2 分散系の評価技術

分散系における基本的な評価手法としては, 溶解性パラメータ(SP値),ハンセン溶解性パ ラメータ(HSP値),親水親油バランス値(HLB 値),表面張力,表面自由エネルギーなど基本 的な性質に加えて,レオロジー,粒子径,粒子 径分布,粒子形状,ゼータ電位,濡れ・界面情 報,沈降試験など分散状態の評価が一般的であ る。工業技術総合研究所では,電界放出形電子 顕微鏡や走査型プローブ顕微鏡などによる直接 観察やレーザー回折式粒度分布測定装置,接触 角計などを有効に活用し,ナノ分散系の評価が 可能である。

2.2 技術動向調査

分散系を取り扱っている,または関心を持つ 可能性がある新潟県内企業への訪問や面談を行 い,ニーズ調査を行った。全体では,10企業・ 2研究機関について調査した。以下に調査結果の 概要について記す。また,得られたニーズを基 に行った実験については次項目で結果を示す。

食品分野においては、農林水産省の委託研究 プロジェクト「食品素材のナノスケール加工及 び評価技術開発」が2007年から5年間取り組ま れており、(独法)農業・食品産業技術総合研 究機構を中心に実施された。その内容は、加工 基盤技術の開発、物理化学的特性・加工適性な どの解明,実験動物などを用いた体内動態評価, 品質安定性の解明,評価技術の開発,新機能解 明と多岐に渡っている⁴⁾。そういった中で、米 デンプンの微細化や酒粕の高機能化といったニ ーズが確認された。

工業分野では,特に粒子が液体中に分散して いる固液分散系において,原料粒子のナノサイ ズ化による高機能化,製造プロセスや製品特性 におけるシミュレーション技術の活用について ニーズが確認された。原料粒子のナノ化による 高機能化おいては,ナノ粒子が凝集して形成さ れる二次粒子の解砕や分散の制御、分散剤の選 定が重要であると考えられる。また,シミュレ ーション技術の活用に関しては,製造プロセス の最適化条件の探索やスケールアップにおいて 課題がある。製品物性の予測や流動シミュレー ションにおいては,ナノスケールの評価手法が 限られるため,製品の微細構造がどのようにふ るまっているかを知る手段として有効であると 考えられる。

3. 工業技術総合研究所の取り組み

ナノ分散系に関する様々なニーズのうち,デ ンプンの微細化とナノ構造体の計算機シミュレ ーションによる物性予測についての取り組みを 報告する。

3.1 デンプンの微細化

3.1.1 目的

一般に,食品の微細化は,吸収効率の向上, 機能性成分の有効利用,食味・食感の改善,未 利用食材の食品素材化などが期待されている。 そこで,デンプン粒を微粉化することによって 水中での分散安定化を目指した。

3.1.2 実験内容

デンプンとして市販されている片栗粉(馬鈴 薯デンプン)を用いて,これを水中に分散させ た。低粘度混錬装置((株)ニイガタマシンテ クノ製:NLVM2-6000)を用いて加工を行った。 加工条件は回転数が3000rpm,加工時間を10sと した。

3.1.3 実験結果

図1に加工前後のデンプンの顕微鏡写真を示 す。加工前のものはデンプン粒が沈降して水と 分離していたが,加工後のものは分散が安定し, 沈降が抑制されていた。顕微鏡写真から全体的 にデンプン粒が小さくなっており,これによっ て水分散液の安定性が増したものと考えられる。 デンプンはハード層とソフト層が交互に繰り返 した層構造をしているといわれており⁵⁾,ソフ ト層ではく離して小さくなったものと推定され る。また,はく離した層が分散安定剤として機 能している可能性も考えられる。

3.2 シミュレーションによる物性予測

3.2.1 目的

計算機シミュレーションによるナノ分散複合 材の物性(特に機械的性質)の予測に関する調 査研究を行った。

3.2.2 方法

ヤング率の予測は文献⁶に示す方法に基づい て実施した。この手法により,各材料の体積分 率および分散形態(孤立分散や層状分散など) などに依存した複合材料のヤング率の推算が可 能である。具体的には,複合材料内での材料の 分散状態を表現した形状モデルに対し,複合材 料を構成する各材料のヤング率とポアソン比を 既知として変形モードの異なる複数の仮想変形 試験を有限要素法による静的弾性解析により実 施し,それらの結果を重回帰分析することで複 合材料のヤング率を求めるというものである。 有限要素法の計算にはOCTA/MUFFIN(elastica Se)を用いた。重回帰分析にはMicrosoft Excel を使用した。

対象材料はポリカーボネート (PC) 中にアク リル (PMMA) を分散させたものを想定し, 複



図1 加工前後のデンプンの顕微鏡写真

合材中のPMMAの体積分率は0.2に固定し,分散 形態を変化させた場合のヤング率の変化につい て調べた。分散形態としては球状分散と共連続 分散,層状分散の3種類について検討した。シミ ュレーションに用いた計算モデルを図2~4に示 す。モデルはすべて立方体形状とし,球状分散 モデルではPMMAが球形状で規則的に並んで分 散しているものとした。共連続分散モデルでは PCがPMMA中にジャングルジムの骨組みのよう な形状で分散しているものとした。層状分散モ デルではPMMAとPCが互いに板状に分散してい



図2 球状分散モデル



図3 共連続分散モデル



図4 層状分散モデル

るものとし、このモデルでは方向によってヤ ング率が異なることが予想されるため、図の 縦方向(層面に垂直)と横方向(層面に平行)の2方向について解析した。

3.2.3 結果

シミュレーションに用いた構成材料の機械 的性質(ヤング率とポアソン比)を表1に, 計算結果から求めた複合材料のヤング率を表 2に示す。

PMMAを分散させたPCのヤング率はPCの ヤング率よりも上昇し,PMMAの体積分率が 同じ場合でも分散状態により複合材料のヤン グ率に違いが現れることが確認できた。

また、PMMAが孤立状態で分散している球状 分散モデルよりも連続的に分散している共連続 分散モデルのほうが高いヤング率を示している こともわかる。さらに、層状分散モデルでは層 面に垂直な方向と平行な方向ではヤング率が異 なっており、層面に垂直な方向よりも層面に平 行な方向のヤング率の方が高くなっていること もわかった。

これらの結果は分散形態の違いに基づく複合 材料のヤング率の変化を良好に表現できている と思われるため、今回の検討によりシミュレー ションによる複合材料のヤング率予測の可能性 が示されたものと考える。

4. 結 言

- (1) ナノ分散系に関して、食品分野では微細 化や高機能化に関するニーズがあり、工 業分野では、評価手法の確立、シミュレ ーション技術の活用に関してニーズがあ る。
- (2) ナノ構造体のシミュレーション技術を確立し、今後の研究テーマ提案に活用する。

表1 構成材料の機械的性質

	ヤング率 (MPa)	ポアソン比 (-)
PC	2112	0.35
PMMA	3279	0.39

表2 計算結果から求めた複合材料のヤング率

		ヤング率 (MPa)
球状分散モデル		2289
共連続分	散モデル	2330
層状分散	垂直方向	2276
モデル	平行方向	2366

参考文献

- (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/(201 9年3月15日).
- 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.
- 岡田英樹ほか,"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",工業技術研究報告書, No. 47, 2018, p p. 58-60.
- 4) 中嶋光敏, 杉山滋, "フードナノテクノロジー", シーエムシー出版, 2009.
- 5)藤田直子,東京農業大学先端研究シンポジウム,"米デンプンの改変",http://www.nodai. ac.jp/teacher/symposium/pdf/2008/hujita.pdf(20 19年3月15日).
- 6)名古屋大学土井プロジェクト高機能材料設計 プラットフォーム研究体,財団法人化学技術 戦略推進機構,"ソフトマテリアルのための 統合化シミュレータOCTA適用研究事例AMU SE",第3章,2002.

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* 渋谷 恵太* 天城 裕子* 林 成実** 近 正道*** 岡田 英樹****

Report of Technology Trends of Microscopic Structural Analysis of Polycrystalline Material

NAKAGAWA Masayuki^{*}, SHIBUYA Keita^{*}, AMAKI Yuko^{*}, HAYASHI Narumi^{**}, CHIKA Masamichi^{***} and OKADA Hideki^{****}

1. 緒 言

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 れらの分布が材料全体の機能性に与える影響を 理解し,活用することは,製品の付加価値機能 向上に有効な手段であると考えられる。

近年,電界放出形電子銃の高性能化や検出器 を含めた解析の高速化により,EBSD(電子線 後方散乱回折法)による微細構造分析が広がり を見せている。

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。従来の顕微鏡法では 評価できなかった結晶方位マップ,結晶相マッ プの他,結晶粒径や塑性ひずみ分布など結晶の 情報を電子顕微鏡の分解能で得ることができる。

本調査研究では、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、FE-SEM/ EBSD を用いた微細構造評価と機能化について 調査するとともに、小規模な研究テーマを設定

- * 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
- **** 研究開発センター

して実施してきた。本報告ではその事例を紹介 する。

2. FE-SEM/EBSD を活用した技術調査

2.1 FE-SEM/EBSD による微細構造分析

EBSD による分析は、高分解能かつ単位時間 当たりの検出感度を得るため、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顕 微鏡が適していると考えられる。当研究所では 昨年度 EDS, EBSD (オックスフォードインス トゥルメンツ(株)製)を搭載した FE-SEM (日本電子(株)製 JSM-7800F PRIME)を導 入した。図1に装置の外観を示す。本調査研究 ではこの装置を用いて EBSD 測定を実施した。



図1 導入した FE-SEM の外観

2.2 EBSD 測定事例

2.2.1 SUS420J2 調質組織

950℃で 30min 加熱後に油冷し,200℃で 1Hr 焼き戻ししたマルテンサイト系ステンレス鋼 SUS420J2 の金属顕微鏡観察を図 2 に示す。素 地はマルテンサイト,微細粒は炭化物である。 この試料を EBSD 測定した結果(逆極点マッ プ(IPF-Z))を図 3 に示す。結晶方位のマッ ピングにより,10µm 程度のサイズの結晶組織 であることが分かる。図 2 の金属組織観察では, このような境界は見られない。この測定と同じ 視野における結晶方位マップに,バウンダリ解 析を重ね合わせた結果を図 4 に示す。バウンダ リ解析では隣り合う領域の方位差の閾値を設定 して境界(バウンダリ)線を引くことができる。 図 4 では,隣り合う領域の方位差 15°以上の境 界に線を引いた。

方位差 15°以上の大傾角境界は一般的には結 晶粒界とみなされるが,調質によって得られた マルテンサイト相の粒界ではなく,焼き入れに おける加熱で得られる一様なオーステナイト結 晶の境界を示していると考えられる。また,こ の組織の素地はマルテンサイトであり,同じオ ーステナイト結晶粒から変態した微細なマルテ ンサイト結晶は方位差が比較的小さいと考えら れる。

2.2.2 SUS304 温間引張試験破断部

SUS304 は常温で塑性加工するとマルテンサ イト変態を起こして硬化することはよく知られ る。一方で,深絞り加工などを行う際に材料を 100℃程度に加熱するとほとんど変態せずに塑 性変形する。このときの組織の状態を観察する ため,常温および 100℃の環境で引張試験を行 い,破断部の近傍の材料を切り出して EBSD 測定を行った。図 5 に(a)ブランク,(b)常温引 張破断部近傍,(c)100℃引張破断部近傍の EBSD 測定(逆極点マップ)の結果をそれぞれ 示す。引張方向は図の左右方向である。常温引 張破断部近傍の組織は,マップに黒抜けのピク



図 2 SUS420J2 の金属顕微鏡観察



図 3 SUS420J2 の逆極点マップ(IPF-Z)



図 4 SUS420J2 の結晶方位マップと バウンダリ解析を重ね合わせた結果

セル(以下,ゼロソリューション)が多数見ら れ,結晶粒も不明瞭となっている。これは結晶 の塑性ひずみによる転位密度の増大などにより 結晶性が低下したため,菊池パターンのコント ラストが不明瞭となったためである。一方, 100℃で引張破断部近傍では,多角形のオース テナイト結晶粒が明瞭に見てとれる。図6に図 5 (c) 100℃引張破断部近傍を拡大した結果を 示す。図中の矢印で示すように,引張方向に対 しておよそ 30°方向に双晶が生じている。温間 での引張ひずみにおいては,ゼロソリューショ ンの増加も少なく,転位密度の増大にともなう 塑性よりも双晶による塑性が支配的になってい ると考えられる。





図6 図5 (c)の拡大

2.3 加工と熱処理による組織変化の EBSD 測定

2.3.1 SUS304 の加工誘起α'の逆変態γ結晶 粒の微細化

ホール・ペッチの式²⁾で示されるように, 結晶粒を微細化することにより材料を強化する ことができる。SUS304 において,加工により マルテンサイト変態させた後,加熱してオース テナイトに逆変態させることにより結晶を微細 化できることが示されている³⁾。このような 手法により,材料の微細構造が変化する様子を EBSDにより測定した。

2.3.2 実験方法

使用した材料は市販の SUS304 焼鈍材である。 これをおよそ 4mm × 4mm × t8mm に切断し,万 能材料試験機により常温で圧縮した。このとき のマルテンサイト量はフェライトスコープによ り測定し,マルテンサイト体積率は 70%程度 となった。その後,電気炉で 650℃2Hr 加熱し た。EBSD 測定の前処理として耐水研磨紙の #800,#1200,#2000 で研磨した後,粒子径 3μm のダイヤモンド懸濁液でバフ研磨を行っ た。最終仕上げとして平面イオンミリング加工 を行い,最表層の研磨ひずみを除去した。

2.3.3 実験結果

試料を万能材料試験機により常温で圧縮し, マルテンサイト変態させたのち測定した結晶相 マップを図7に示す。加工によって結晶が大き く乱れ,ゼロソリューションの面積が非常に大 きくなっている。そして一部は微細なマルテン サイト結晶になっており,オーステナイト相は ほとんど見られない。その状態から 650℃で 2Hr 加熱したのち測定した結晶相マップを図 8 に示す。マルテンサイトは一部残留しているが, 逆変態したオーステナイト結晶が得られており, 結晶粒径は 1µm 以下の微細な結晶粒から大き くても 2µm 程度以下の微細組織となった。



図7 室温圧縮後の結晶相マップ



図 8 650°C2Hr 加熱後の結晶相マップ

3. 結 言

(1) 導入された FE-SEM/EDS, EBSD を用い
 て、微細構造の評価技術について調査を
 行った。EBSD を用いることにより、電子

顕微鏡の分解能で結晶方位,結晶サイズ, 結晶相の解析が可能となった。

- (2) SUS304 の引張破断部付近の微細結晶構 造の変化について EBSD 測定を行った。 100℃の温間引張破断部近傍の組織は、常 温での引張破断部近傍とは異なる特徴的 な双晶変形が見られた。
- (3) SUS304 を加工によりマルテンサイト変態させ、加熱することにより 2μm 程度以下の微細なオーステナイトに逆変態させたときの結晶相、結晶サイズを EBSD により評価することができた。

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) 門間, "改訂第 4 版鉄鋼材料学", 実教出版(株), 1985, pp.87-88, .
- 加藤,鳥阪, "単相ステンレス鋼 SUS304 における α'→γ逆変態をともなう再結晶 および高温変形挙動"鉄と鋼, Vol.80, No.3, 1994, pp.67-71.

硬脆性材料のドライエッチングに関する調査研究

丸山 英樹* 山田 敏浩* 小林 泰則* 宮口 孝司*

Report of Market and Technology Trends of Dry Etching of Brittle Materials

MARUYAMA Hideki*, YAMADA Toshihiro*, KOBAYASHI Yasunori* and MIYAGUCHI Takashi*

1. 緒 言

近年、ガラスやセラミックなどの硬脆性材料 の用途が広がっている。水晶も硬脆性材料の一 つであり、電子産業界ではシリコンと共に広く 利用されている。水晶の代表的な用途は水晶振 動子などの発振デバイスで、正確な信号のやり 取りを行う電子機器には必要不可欠なものであ る。一方で電子機器は年々高速化し、水晶振動 子の発振周波数はより高くなり,正確さが要求 されている。このため水晶振動子内部の水晶の 素板(ブランク)を薄くすることが要求され、 機械加工では困難な薄さとなりつつある。業界 では水晶ブランクの周囲を厚く、中央部を薄く 加工した逆メサ形状を採用することが増えてい る。逆メサ形状は従来の機械加工で作ることが 難しく、ドライエッチングやウエットエッチン グで製作していると考えられる。本研究では逆 メサ形状を加工する方法の一つとして水晶のド ライエッチング加工に関する調査研究を行い, 県内企業に技術提供を行った。

2. 活動概要

2.1 セミナーの開催

実際に水晶などの硬脆性材料のドライエッチ ング装置を製作している企業から講師を招いて セミナーを開催し,県内企業に技術動向などの 情報提供を行った。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

* 研究開発センター
 レーザー・ナノテク研究室

加者は10企業,2団体,計22名であった。

開催日:平成30年11月21日(水)

会場:中越技術支援センター研修会議室 (講演1)「プラズマドライプロセスの

加工とその応用技術」

立山マシン(株)事業推進室 人母 岳 氏 概要 MEMS市場の拡大とプラズマエッチン グ装置の原理説明,同社が開発した圧電材料や プラスチック用ドライエッチング装置の加工事 例の紹介

(講演2) 「IoT と微細加工技術の応用」

(株) エリオニクス 営業部 清野 悠太 氏 概要 IoTの様々な事例や必要となるセンサー の紹介,同社が供給するICPイオンエッチング 装置,電子線描画装置などの紹介

聴講者のアンケート結果では金型への応用が できないか興味がある等の意見があった。

- 2.2 調査
- 2.2.1 技術動向調査

電子部品業界では、2019年にも始まる次世



図1 講演会の様子

代通信規格5Gの実現に向けて活発な動きが見 られる。発振デバイスでは水晶を使わない MEMS発振器が精度を高め、存在感を高めてい る。水晶デバイスはMEMS発信器に対抗し小型 化、高精度化、低コスト化が要求されている。

2.2.2 県内企業調査

新潟県内では水晶ブランクを自社で加工する 中小企業が複数あったが、その数は減少傾向に ある。年々厳しくなっている水晶の加工には設 備投資が必要だが、既存設備で対応できる範囲 の製品だけにするか、外注加工で対応している 企業もあった。また水晶ブランクを逆メサ形状 で薄くする要求を受け、対応できずに今後の製 造方法を模索している企業もあった。

2.3 工業技術総合研究所の取り組み

2.3.1 水晶ブランクの加工について

水晶の逆メサ形状加工のためにフォトリソグ ラフィによりマスクを作製した。水晶をドライ エッチングする為にはマスクに高い耐久性が必 要で,1.2μmのニッケルの金属マスクをリフト オフ法により形成した。また加工形状は県内企 業と打ち合わせ,図2に示す形状を作製するこ ととし,水晶をドライエッチングで20μm加工 することを目標とした。

2.3.2 水晶のドライエッチング実験

(公財)にいがた産業創造機構(NICO)のナ ノテク研究センターが保有するドライエッチン



図2 目標とした水晶ブランク形状

グ装置を利用して水晶のドライエッチング実験 を行った。

エッチング条件について検討を重ねた結果, 水晶を20µm以上加工することが出来た。

加工した水晶は下越技術支援センターの白色 光干渉式非接触表面性状測定機Ametek Tarysurf CCIを用いて測定し,エッチングレート,エッ チング面の表面粗さを測定した。また他機関の 保有するドライエッチング装置でも同様の実験 を行った。各機関で加工したウェハーの測定結 果を表1に示す。表のエッチング所要時間は各 装置の連続運転を考慮したもので冷却時間を 含む。NICOの装置はメーカー指定のクリーニ

保有機関	NICO	機関A	機関B	
装置の方式	ICP	ССР	ICP	
	誘導結合放電方式	容量結合型誘導方式	誘導結合放電方式	
エッチングガス	CF4,Ar,O2	SF6,Ar	CHF3	CF ₄
エッチングレート (µm/min)	0.10	0.17	0.29	0.30
表面粗さRa (nm)	3	5	11	1
20µmエッチング所要時間(min)	400	150	84	82

表1 各機関のドライエッチングの結果
ング時間も含む。

2.3.3 ダイシング装置による切断実験

ドライエッチングした水晶ウェハーは熱可塑 性樹脂を用いてシリコンウェハーに接着し,ナ ノテクセンターのダイシング装置 東京精密

(株) 製 A-WD-110A によって水晶部を切断した。

切断後,溶剤で熱可塑性樹脂を溶かしシリコ ンウェハーから分離,回収した。切断後の水晶 ブランクを図3に示す。

2.3.4 水晶ブランクの評価

作製した水晶ブランクを県内企業の協力によ り測定した。測定の結果,いずれの水晶ブラン クの波形も振幅が小さく,スプリアスと呼ばれ る目的周波数以外の発振¹⁾が見られた。ドライ エッチング加工自体か,あるいは作製した逆メ サ形状に問題があると考えられる。そこでマス



図3 切断した水晶ブランク

クをつけずに直径φl4mmの水晶ウェハーの全 面をドライエッチングし,再度測定を行った。

この結果,全面エッチングを行った水晶では 発振周波数34.75MHz で30dB以上の振幅が得ら れ,企業から使用できるレベルであるとの評価 を得た。

これによりドライエッチング加工した水晶自体に問題が無いことを確認した。作製した水晶 ブランクの発振の振幅が小さい原因は,主に振動する面が小さい為と考えられるが,実用化す るためにはスプリアス発生の原因について調査 し,形状や加工条件などの検討が必要である。

3. 結 言

- (1)にいがた産業創造機構ナノテク研究セン ターのドライエッチング装置を用いて水 晶のドライエッチング加工条件を検討し、 目標とした深さ20µmの加工を行った。 また水晶ウェハーから切り出して水晶ブ ランク形状を作製した。
- (2) 他機関の設備でも水晶のドライエッチン グ加工を行い,装置による特性の違いや 生産性の違いを把握した。
- (3) 全面をドライエッチングした水晶ウェ ハーでは、良好な発振を確認した。しか し逆メサ形状の水晶ブランクは振幅が小 さく、スプリアスが見られた。

参考文献

 勝亦徹,松本健 "水晶振動子の外形加工の 研究",工業技術,39巻,2017,pp55-56

ファインバブルに関する調査研究

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

Report of Market and Technology Trend of Fine-buble Technology

NAITO Takayuki^{*}, HOSHINO Kimiaki^{**}, NAKAGAWA Masayuki^{***}, AMAKI Yuko^{***}, YAMASHITA Ryo^{***} and KUWAHARA Rie^{****}

1. 緒 言

ファインバブルとは,直径 100µm 以下の気 泡を総称した呼称である。さらに直径 1µm 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に 関する規格が発行され,これまでに4 規格の発 行がなされてきた¹⁾。

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。

昨年度は、ファインバブル発生装置を購入し、 ファインバブル径計測装置の使用事例や、主に ウルトラファインバブルによる測定データの蓄 積を実施してきた。

今年度は、マイクロバブルを優先的に発生さ せる装置を導入し、ウルトラファインバブルと の比較事例として、アルミ材の研磨試験を行っ て加工効果について確認した。また、ファイン バブル技術の普及を意図して、官学連携による 研究会を組織したので、その活動概要を報告す る。

* 県央技術支援センター
** 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

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 の実演を行った。

開催日: 平成 30 年 12 月 14 日 (金)

参加者:18社24名

内 容:

①ファインバブル水による工業洗浄等の事例 紹介

②ウルトラファインバブル水のビルメンテナ ンスと入浴利用における活用事例

講 師:

①大生工業(株)FB事業部課長・加藤 克紀 氏
 ②(株)金星 前橋事業所所長代理・飯田 浩 氏

聴講者の関心がとても高く,質疑も活発であった。機械加工や工業洗浄におけるファインバブルの期待感は大いに感じられた。一方,ファインバブル技術は万能ではなく,使用条件の検討が今後の課題であることもわかった。



図1 講習会の様子

2.2 技術動向調査

2.2.1 ファインバブル径計測装置

当初から課題とされてきたファインバブル径 計測における気泡と非気泡粒子(介在粒子)と を区別する問題は,現時点で共振式質量測定法 のみが対応できる方法である。ただし,測定前 の試料調製方法について課題が多く,実用化に はまだ程遠い状況である。現状の対策について は、ファインバブルを含ませる前後での計測結 果を比較する方法などが有力とされているもの の,ISO化に向けて検討中である。

2.2.2 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ものの,学術 的な解明が不十分な状況であり,経験的な事例 の蓄積に傾倒している状況に課題がある。 FBIA 等の関係団体が主導するシンポジウム等 での情報収集は今後とも必要である。

2.2.3 SDGs との関わり

SDGs とは 2015 年 9 月の国連サミットで採択された 17 の国際目標(図 2³⁾)であり、
2030 年を年限として「誰一人取り残さない」
持続可能で多様性と包摂性のある社会の実現を
目指している。

ファインバブル技術は SDGs が掲げる 17 の 目標の中で9の目標に関与できる可能性がある とされ,図2において,太枠の目標がファイン バブル技術の関与できる分野とされている⁴⁾。



図 2 SDGs の 17 の目標 (太枠がファインバブル技術の目標)

2.3 工業技術総合研究所の取り組み

本調査研究で導入したファインバブル発生装置2機種を用いて、シンプルな加工事例として耐水研磨紙による Al 研磨におけるファインバブル水の効果を確認した。

- (試 料) φ10mm の純 Al
- (研磨紙) #220

(研磨機) IS-POLISHER ISPP-1000

((株)池上精機製)

(ファインバブル発生装置)

- ・HELIX NOZZLE TH-03 (大生工業(株)製)
- ・GaLF FZ1N-07 (IDEC(株)製)

(実験条件)表1のとおり

ファインバブル発生装置により水槽内にバブル を発生させ、その水槽に研磨機の水供給装置の 吸込み口を入れてバブル水を研磨機に導入した。 大生工業(株)のバブル水は10数 µm~100µm 程度までの径分布を持ち、26~40µm程度の発 生頻度が高い。一方、IDEC(株)のバブル水は 0.05µm~0.2µm 程度までの径分布を持つ。実験 の様子を図3に示す。

表1 実験条件

荷重負荷おもり(g)	200
研磨板回転速度(rpm)	300
水供給頻度	5/max10
試料スイング	なし
耐水研磨紙	#220



図3 実験の様子



(実験結果)

研磨条件を一定とし、試料の重量減少を比較 することにより水道水と IDEC(株),大生工 業(株)の発生装置によるバブル水を用いたと きの加工性を比較した。図4に加工(研磨)時 間と重量変化の関係を示す。どちらのバブル水 も水道水より重量減少量が大きかった。

また,加工時間が増加するにつれて重量減少 率(直線の傾き)は徐々に小さくなっていた。 これは耐水研磨紙の研磨砥粒の脱落や切粉によ る耐水研磨紙の目詰まりによるものが主な原因 と考えられる。研磨におけるバブル水の効果は 研磨紙表面における被研磨試料の目詰まり除去 により,砥粒の切れ刃がより持続するためであ ると推測される。目詰まり除去効果の検討(被 研磨試料を変える等)は今後の課題である。

2.4 県内支援機関等との連携構築

ファインバブルの用途開発や利用普及等を推 進するため、新潟大学と燕三条地場産業振興セ ンターとの連携によりファインバブル技術に関 する研究会を立ち上げ、活動目標を『ファイン バブル水による洗浄技術』として、その中で講 演等を実施しながらファインバブルに関する知 見を深め、技術開発テーマを検討していくこと とした。なお、当該研究会には県内企業 15 社 が参加している。今年度の活動実績は以下のと おり。なお、当該研究会は次年度も継続する予 定であり、引き続き連携していく。

- 第一回:平成 30 年 7 月 12 日(木)演題「ファインバブルの可能性」講師 新潟大学 助教 牛田 晃臣 氏
- 第二回:平成 30 年 9 月 21 日 (金) 新潟大学 牛田研究室見学
- 第三回:平成30年12月14日(金)
 ファインバブル技術講習会
 ※新潟県工業技術総合研究所主催の
 講習会に共催で参加
- 第四回:平成31年3月7日(木) 燕三条地場産業振興センターにて ファインバブル水による洗浄実験

3. 結 言

- (1)県内企業ではファインバブル技術につい て機械加工や洗浄への利用に高い関心を示 すものの、機構解明が不十分なため評価で きず、普及するまでには至っていない。
- (2)ファインバブル径計測では、気泡と非気 泡粒子(介在粒子)との区別が課題であり、 共振式質量測定法が気泡と介在粒子を区別 できる唯一の測定法となっている。
- (3) ファインバブル水による AIの研磨実験を 通して加工特性の一端を確認できた。素材 毎に最適な研磨条件の把握が必要と考えら れ、個別に検討する必要がある。
- (4) ファインバブル技術は国連主導の SDGs が掲げる 17 の目標の中で、9 の目標に関 与できる可能性があるとされている。
- (5) 新潟大学, 燕三条地場産業振興センター と連携してファインバブル水による洗浄技 術に関する研究会を四回開催した。

- 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) https://miraimedia.asahi.com/sdgs-description/
- 4) https://www.iso.org/committee/4856666.html

農業への ICT 利用とデータ分析に関する調査研究

大川原 真* 五十嵐 晃* 菅家 章** 松本 好勝***

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

OKAWARA Makoto*, IKARASHI Akira*, KANKE Akira** and MATSUMOTO Yoshikatsu***

1. 緒 言

農林水産省は農業技術の基本方針(平成 30 年改訂)¹⁾において,「農業分野の生産・流通 システムの高度化に関して,高齢化や労働力不 足が進む中で,担い手の一層の規模拡大,農業 生産の省力化,低コスト化などを実現するため には,先端技術の導入により生産・流通システ ムの高度化を図ることが重要であり,スマート 農業(ロボット技術や ICT(情報通信技術: Information and Communication Technology)を活 用した超省力生産,高品質生産を実現する新た な農業)の導入や次世代施設園芸(高度環境制 御技術,地域エネルギー活用技術・省エネルギ ー化技術,雇用型生産管理技術の全てに取り組 み,高い生産性を実現する施設園芸)の取組拡 大等を推進する」と述べている。

特にスマート農業の推進に向けては,将来像 (目指す姿)の中で,作物の能力を最大限に発 揮するために「センシング技術や過去のデータ を活用したきめ細やかな栽培(精密農業)によ り,従来にない多収・高品質生産を実現」,誰 もが取り組みやすい農業を実現するために「農 機の運転アシスト装置,栽培ノウハウのデータ 化などにより,経験の少ない労働者でも対処可 能な環境を実現」が重要であるとしている。

新潟県は、新潟県総合計画「にいがた未来創

- * 下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

造プラン」²⁾において,暮らせる・稼げる 21 世紀型農林水産業の実現に向け,規模拡大や生 産コストの低減,多角化・複合化などによる経 営基盤の強化と県産農産物の付加価値向上を進 めることにより,本県農業を発展させるべく, 今後の農業分野への支援強化とその発展に大き な期待を寄せている。

我々は IoT, AI 技術など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,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 おける具体的なニーズを把握するため,新潟県 農業総合研究所と連携して計測制御装置を開発 し,それらを用いて実際に園芸施設でデータを 計測した。また,得られたデータを分析しなが ら栽培パラメータの制御に関する実証試験を試 みた。

加えて,新潟県農業総合研究所から新潟県創 造的研究推進費事業(平成 30 年度)へ農業分 野への ICT 活用に関する開発案件を提案し, 本事業と連携して活動するとともに,外部の競 争的資金事業への提案についても検討した。

2. 活動概要

2.1 セミナーの開催

平成 30 年 6 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 22 名 であった。 本セミナーでは,新潟大学のビッグデータア クティベーション研究センター長である山﨑達 也教授から,ICT の利活用や農業分野への ICT の導入事例などについてご講演いただいた。講 演後のアンケート結果では,詳細な情報が知り たいなど,ICT の今後の応用に対する期待が大 きく,非常に好評であった。

2.2 調査活動

2.2.1 技術動向および市場動向

農業情報学会においては、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³⁾(Ubiquitous Environment Control System,以下 UECS と記述す る)の低コスト化,温度管理の簡略化手法,排 液量や生育情報の収集に関して、イチゴ栽培へ の導入事例など、多く研究機関から発表があり、 システム開発が着実に行われている状況にある。

県内においては、農業機械メーカによる最先 端技術フェアにて ICT を活用した農業機械の 自動運転化や、新潟市のニューフードバレー特 区における ICT 技術を活用した農業の活性化 に関する取り組みなどの動きがみられた。

県外の展示会を調査したところ, ICT 利活用 に関するセンシング機器などハードウェアの開 発はもとより,分析・制御・フィードバックな どのソフト開発も活発に行われており,開発の ターゲットも生産現場の高効率化だけでなく, 流通・消費を含むフードチェーン全体の最適化 を見据えたものになっている。

国の動向として,内閣府の SIP (戦略的イノ ベーション創造プログラム)で開発を進めてい る農業データ連携基盤(通称:WAGRI)⁴⁾の構 築があり,これは多様なシステム開発がなされ ている農業 ICT 関連サービスやデータの統一 性を図り,農業者への新たなサービス等に生か す事を目指しているものである。

2.2.2 県内企業の動向

県内の製造業に関して,農業分野への参入を 検討している企業を調査した。いずれも,自社 で保有する品質管理・検査に関するノウハウや 機器製作面での得意分野を活かし,新たな収益 源となる事業を農業分野にみいだそうと模索し ている状況であった。

3. 課題とその対応

3.1 市場参入時の課題とその対応

調査の結果,農業分野の参入には大きく3つ の障壁がみられた。一つ目は,ユーザである農 家の大半が小規模で,導入システムに対し大き なコストがかけられないこと,二つ目は,農業 者の高齢化により,扱い方が複雑なシステムは 受け入れられないこと,三つ目として,個々の 農家が有益と考えるデータの内容や制御のため 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。

上記課題への対応として,一つ目については, 国や県の補助金を投入する方法などでシステム の開発費を抑え,農家自体の出費を抑える方法 が考えられる。

二つ目については、細かなニーズを満たしな がらも、使い勝手は向上させる必要がある。使 い勝手の向上として、今年度、本事業ではセン サネットワークシステム全体を網羅する無線 LAN システムを製作し、その有効性を確認し た。これにより、様々な農家の様々な状況にフ レキシブルに対応可能なセンシングネットワー クシステムが構築でき、使い勝手の向上に寄与 できるものと思われる。

三つ目については,現在進めている農業総合 研究所との共同の取り組みを通じて,詳細なニ ーズを吸い上げることはもちろん,それらのニ ーズを踏まえてシステムをある程度汎用化させ ることで,制御パラメータなどに関して共通項 を見出せるのではないかと考えられる。

3.2 技術的課題と対策

農業への ICT 導入に必要とされるシステムを 構成する機器開発に関しては,各要素技術に分 解すれば既存技術や既存製品の組み合わせで対 応が可能である。しかしながら,各機器を含め たシステムの低コスト化および耐久性の向上が 課題となる。これらの課題は,各種センサにつ いて特に重要な課題であり,センサなど電子デ バイスの低コスト化は,扱う数量の多寡はもと より,技術開発動向や市場の需給状況などにも 影響を受けることから,関連する技術分野の技 術動向などについて,今後も注視すべきと考え 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

試作した計測装置は,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。今年度は屋外用 5GHz 無線 LAN システムの実証試験も試みた。 また,計測に加えて制御も可能なシステムとし ており,エッジコンピューティングに関する検 討も試みた。キュウリ栽培において測定した環 境データをもとに栽培パラメータを制御した事 例について以下に述べる。

4.2 実証試験

実証試験で用いたシステムのブロック図を図 1 に示す。この装置は土壌の水分量,温湿度や 日射量を計測するとともに,必要に応じてポン プ動作を制御することが可能な構成となってい る。ポンプ制御については,定時までに積算し た日射量に応じて決定した時間で制御するもの, Raspberry Pi からの命令で動作させるもの,タ イマーによって動作させるものがある。

図2に取得したデータの4日間の推移を示す。 縦軸は日射計値(日射量),水分計電圧値(土 中の水分含有量),および日射量から決定した ポンプ動作時間である。日射量の変化(環境デ ータ)に対応してポンプ動作時間,すなわち給 水量(栽培パラメータ)を変更することで,土 中の水分含有量を制御できることを確認した。

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。研究テーマの提案に ついては,平成 30 年度当初に新潟県農業総 合研究所から新潟県創造的研究推進費事業へ



図1 システムのブロック図



図2 取得したデータの4日間の推移

『園芸導入でガッチリ!ICT を活用した「簡 単ラクラク水耕栽培システム」の開発』を提 案し採択され,平成 31 年度まで事業継続予 定である。

今後,開発を進めているシステムを普及さ せるためには量産品質の保証や上市した場合 のアフターフォローも含めた各課題を解決す る必要があるため,農林水産省をメインに, 当該技術が IoT 関連技術であることも踏まえ, 総務省,文部科学省,経済産業省等が申請先 として考えられる。

6. 結 言

- (1) 農業分野においても、様々な場面でICT 利用が活発化している。
- (2) UECSや農業データ連携基盤は、各社各 様のアプローチを統一し利用しやすい情 報基盤となり得る。
- (3) 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、今後もデータ分析と 栽培パラメータ制御について検討を試み、 有用な栽培システムの開発につなげたい。

(4)研究テーマの提案については、農林水産 省をメインに、当該技術がIoT関連技術 であることも踏まえ、総務省、文部科学 省、経済産業省等が申請先として考えら れる。

- http://www.maff.go.jp/j/kanbo/kihyo03/gityo/g_k ihon_sisin/attach/pdf/sisin30-9.pdf, 農業技術 の基本方針(平成30年改定),「農林 水産省ホームページ」,平成30年3月.
- http://www.pref.niigata.lg.jp/seisaku/13568855
 76015.html,新潟県総合計画にいがた未 来創造プラン,「新潟県ホームページ」, 平成30年1月19日.
- 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31年3月 13日.
- 4) https://wagri.net/、「農業データ連携基盤 協議会ホームページ」、平成31年3月13 日.

3Dプリント技術とその市場に関する調査研究

馬場 大輔^{*} 三村 和弘^{**} 須貝 裕之^{**} 遠藤 桂一郎^{**} 橋詰 史則^{***}

A Report of Manufacturing Technology Using Three-dimentional Printer

BABA Daisuke^{*}, MIMURA Kazuhiro^{**}, SUGAI Hiroyuki^{**}, ENDO Keiichiro^{**} and HASHIZUME Fuminori^{***}

1. 緒 言

3D プリンタによる積層造形技術はアディテ ィブマニュファクチャリング(Additive Manufacturing, AM)技術の一分野である。現在, 3D プリンタを用いた AM 技術は当初の試作や ジグ,金型などの製造目的から,製品製造への 適用に移行中の時期といえる。これまで,平成 26 年度には「3D アプリケーション研究会」, 平成 27 年度から 29 年度までは「デジタルも のづくりフォーラム」として調査研究活動を行 ってきたところであるが¹⁻⁴),本年度は「3D プ リンタ研究会」として,3D プリンタの現状お よび動向,活用事例についての講演会実施,装 置メーカやサービスビューローと呼ばれる 3D 造形出力サービスを行う企業への訪問,展示 会・講習会への参加等の調査研究活動を行った。

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,公益財団法人に いがた産業創造機構の先進的金型研究会と共催 で講演会を開催した。最初に今年度の本研究会 に関して目的と取り組み方を説明した後に,金 属 3D プリンタによる金型造形の事例,および 金属 3D プリンタの最新動向,トポロジーの最

* 下越技術支援センター

*** 素材応用技術支援センター



図1 講演会の様子

適化等の製品設計のポイント等を中心とした内 容の講演を行った(図 1)。さらに,金属 3D プリンタで造形された造形物の展示を行いなが ら質疑応答を行い理解を深めた。その後に造形 サンプル(図 2)について,現物を手に取り質 疑応答を行った。参加者は32名であった。



図2 造形サンプル

^{**} 研究開発センター

開催日:平成 30年12月4日(火)

「3D プリンタ研究会」の趣旨説明と取り組 みについて

下越技術支援センター 馬場 大輔 「産業用 3D プリンタによる金型事例および 最新動向」

EOS Electro Optical Systems Japan 株式会社

高畠 一馬 氏

3. 調査内容

3.1 市場動向

産業用 3D プリンタの市場は主に海外メーカ が牽引している。海外、特に欧州や米国で販売 が好調な要因として,航空宇宙や医療の市場, 特に航空宇宙分野の市場が伸びていることが挙 げられる。市場規模は拡大を続けており、全世 界での産業用プリンタの売り上げ額は伸びてい る。一方,国内の産業用 3D プリンタの用途は 金型製作が主であり、市場は小規模となってい る。また、メーカとは別にサービスビューロー と呼ばれる 3D 造形出力サービスを行っている 企業が増えてきている。主な形態としては、複 数の会社が連携して立ち上げた, サービスビュ ーローが事業の中心である企業と, 自社内で新 規事業として受託造形事業を展開している企業 とがあり,現在は各サービスビューローが受託 造形事業の浸透に力を入れている段階と考えら れる。

3.2 技術動向

3.2.1 金属3Dプリンタの現状

AM 技術は, ASTM (American Society for Testing Materials International, 米国試験・材料 協会)により7つのカテゴリーに分類されてい る。しかし, レーザによる粉末床溶融方式

(PBF, Powder Bed Fusion) による積層造形と 切削加工とを組み合わせた方式のように,基本 の7方式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。また、これまで樹脂材 料で多く適用されてきた熱溶融積層法(FDM, Fused Decomposition Molding) を金属材料に適 用して造形するような,新しい方式が開発され てきている。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。金属 3D プリンタの方式とし ては,7つの方式のうち,粉末床溶融方式 (PBF, Powder Bed Fusion) とレーザメタルデ ポジション方式 (LMD, Laser Metal Deposition)が多くのメーカから販売されている。 PBF 方式は、金属粉末を薄く均等に敷きつめた ところにレーザや電子ビームを照射して、 選択 的に溶融もしくは焼結することで1層を造形し て積層する方法である。また, LMD 方式は金 属のワイヤーや粉末等の材料とシールドガスを 供給しつつ、レーザーを集中させることによっ て熱の発生位置を制御し、選択的に溶融・結合 することで肉盛溶接のように積層造形していく 方式である。両者を比較すると,一般に形状精 度は PBF 方式の方が高いが,造形速度は LMD 方式の方が高速であるという特徴がある。また, LMD 方式は PBF 方式のように造形後の金属粉 末除去が不要で、後処理の手間を省ける点も大 きな特徴である。

また最近,注目されている方式として,一般 用樹脂材料 3D プリンタで多く利用されている 熱溶解積層法を金属材料に適用した金属 3D プ リンタシステムが挙げられる。FDM 方式によ る造形は、造形材料を細線状にする必要がある ため,従来は主に樹脂材料で適用されてきたが, 2017 年頃から金属材料を用いて造形物製作を 行うシステムが開発されてきている。このシス テムでは、まず造形材料として使用するロッド (金属粉末にバインダ(樹脂材料)を混ぜ合わ せ,細棒状に成形したもの)から造形を行い, その後バインダ除去、高温焼結を経て高密度の 金属製品に仕上げる。造形可能サイズは LMD 方式や PBF 方式と比較して小さいが、金属粉 末を取り扱う必要がないため、防塵服を着用す る必要性や防塵対策を施した部屋を用意する必

要がなく,通常のオフィスで普段着のままで金 属積層造形物を製作できるメリットがある。

3.2.2 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, 従来の金型加工では難しいとされてきた、複雑 形状製作,軽量化,材料コスト削減,部品の一 体化の実現等,機械設計の自由度を拡大して新 機能を実現しやすくできることが挙げられる。 特に、欧米において航空宇宙分野の部品で大き な成果を上げている。国内では主に金型製作用 途に適用されており、切削加工と PBF 方式等 の積層造形と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 る反りや変形が発生する,装置メンテナンスが 煩雑である,といった点がが挙げられる。 造形 時の反り変形の発生については、PBF, LMD 方式で積層造形シミュレーションソフトウェア の開発, アップデートが進められており, 造形 前にサポート材の配置, ベース温度等を検討す ることで反りや変形を予防することが可能にな ってきている。

3.3 県内企業の動向

県内では、3D プリンタを活用している企業 はあるが、量産は一部でしか実現されていない。 現在、3D プリンタに関連した相談の多くは樹 脂材料の造形に関するもので、中でも、製作し た造形物を容易に変形可能であることが必要と いう内容の割合が多いことが特徴となっている。

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ものづくり特別 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プリンタの導入利用状況を調査した。

4. 結 言

- (1) 3D プリンタの市場や技術動向は,試作だ けでなく量産化および大型化に向かって おり,今後,技術開発が進み市場の拡大 はしばらく続くと思われる。
- (2) 産業用途として 3D プリンタを活用する 際には、造形データの取得方法、モデリ ング、造形方法、造形後の後処理、造形 物の耐久性などを複合的に検討する必要 がある。

- 阿部 淑人他, "3次元データの工業利用 に関する調査研究",工業技術研究報告書, 44, 2015, pp.78-81.
- 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",工業技術 研究報告書, 45, 2016, pp.98-100.
- 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.
- 4) 三村 和弘他, "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3報)" 工業技術研究報告書, 47, 2018, pp.111-113.

インダストリアル IoT の活用に関する調査研究

星野 公明^{*} 白川 正登^{**} 櫻井 貴文^{***} 石澤 賢太^{****} 福嶋 祐一^{****} 松本 好勝^{*****} 明歩谷 英樹^{******}

Research report on utilization of IoT in manufacturing industry

HOSHINO Kimiaki^{*}, SHIRAKAWA Masato^{**}, SAKURAI Takafumi^{***}, ISHIZAWA Kenta^{****} FUKUSHIMA Yuichi^{****}, MATSUMOTO Yoshikatsu^{*****} and MYOBUDANI Hideki^{******}

1. 緒 言

国は「第5期科学技術基本計画」(2016年1 月 22 日閣議決定)において我が国が目指すべ き未来社会の姿として「Society 5.0」¹⁾を提唱 し,この実現のため「Connected Industries」²⁾ を推進している。人,機械,技術等のつながり によって,新たな付加価値の創出や社会課題の 解決をもたらし,産業競争力の強化,国民生活 の向上,国民経済の健全な発展を目指すもので ある。我が国における大きな社会課題は,少子 高齢化の進行による人口減少である。生産年齢 人口が減少する中,製造業の人材不足は深刻な 問題であり,製造業の生産性向上は喫緊の課題 となっている。

製造業の生産性向上を図るため,第4次生産 革命の進展に伴う IoT,ビッグデータ,AI,ロ ボット技術の活用が期待されている。しかし, 県内製造業への導入の進み具合は企業間で差が 大きく,当所への相談も多い。

我々は、県内製造業の IoT 導入状況、大学等 における IoT の技術シーズ、各県公設試の取組 み等の調査を行い、今後当研究所が行う IoT 導 入支援方法について検討した。

- * 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
- **** 中越技術支援センター
- ***** 上越技術支援センター
- ****** 素材応用技術支援センター

2. 調査概要

2.1 IoT 活用のメリット

生産性向上を図るツールとして IoT の活用が 注目されており、IoT を導入することにより段 階的に以下の効果が期待されている。

- ①見える化~現場で何が起きているのかを見 える化し改善につなげる
- ②改善・全体管理~見えた状況をもとに全体 的な管理や改善を行う
- ③付加価値創出~新たな価値創出に活用する, ビジネスモデルを創出する

IoT を見える化ツールとして使用するだけで なく, ビッグデータ, AI, ロボットと連携して 活用することにより,

○大量生産・画一的サービス提供から個々に カスタマイズされた生産・サービスの提供

○既存する資源・資産の効率的な活用

○人間が行っていた労働の補助・代替

など、新たな付加価値創出が可能となる。現在 は「Society 5.0」の実現に向けたビジネスの転 換期であり、中小企業であっても大きなビジネ スチャンスを獲得する機会であると言える。

2.2 地方版 IoT 推進ラボ

経済産業省と IoT 推進ラボは、地域の IoT ビジネス創出を支援するため、各地域の特性、課題に合わせた IoT ビジネスの創出を推進する地域の取組を「地方版 IoT 推進ラボ」³⁾として選定している。

現在(H31.3)の地域ラボ数は 93 地域で,新

潟県では,新潟県,長岡市,柏崎市の取組みが 選定されている。

長岡市では,産学官金の連携によるオープン イノベーションで AI・IoT・ロボットなど新し い技術の活用により課題解決に取り組む「長岡 IoT イノベーションハブ」を立ち上げている。

2.3 各県公設試の取組み

AI・IoT に関する先進的な取り組みを行って いる公設試について,訪問調査を行った。

各県におおむね共通していることは、「開発 ラボ」や「支援サイト」といった場を設定し、 AI・IoT・ロボット等の機器を活用した研究開 発や技術支援を行っていることと、普及の仕組 みとして「研究会」等を立ち上げ、企業の IoT 化を推進していることである。

2.3.1 東京都立産業技術研究センター

東京都は平成30年10月15日にIoT支援サイ ト(図1)を開設した。中小企業の既存・新規 事業でのIoT化促進を目指し,実機展示とテス ト環境の提供によりIoTに関する知識と技術の 習得を支援する。以下のエリアで構成されてい る。

スマート東京エリア

様々な IoT 活用事例を映像等により紹介 ②IoT 基本技術習得エリア

IoT の仕組みを実機やパネルにより習得 ③IoT 体験・テストエリア

クラウドシステム構築のテスト環境を提供



図1 東京都 IoT 支援サイト

④IoT 活用事例エリア

具体的な IoT 活用事例を実機等により紹介 ⑤都産技研連携エリア

支援企業などの成果を紹介

この他にも「公募型共同研究」「東京都 IoT 研究会」「人材育成」なども実施し、中小企業 の IoT 化を支援している。

2.3.2 茨城県産業技術イノベーションセンター

茨城県では、中小企業における IoT を活用し た生産技術の高度化や、新製品・新サービスの 創出による競争力強化を支援することを目的と して「中小企業 IoT 等自動化技術導入促進事 業」を実施している。

平成 28 年度に「IoT・ロボット研究会」を設 立(現在の会員数は 108 社)し、参加企業の共 通課題について 10 個の WG を作って共同開発 に取り組んでいる。ロボット応用 WG では、3D プリンタでワークに応じたハンドを製作してラ ンダムピッキングの実証実験を行ったり、双腕 ロボットを使った CD のケース封入作業を行っ たりしている。IoT ツール開発 WG では、電力 の見える化モジュールや、Raspberry Pi を用い たセンシングデータ収集システムを開発し、製 造現場での実証試験を実施している。

平成 29 年度には地方創生拠点整備交付金事 業で「IoT/食品棟」を整備し,併せて,平成 28 年度導入した「模擬スマート工場(図 2)」 も IoT/食品棟の中へ移設した。



図2 模擬スマート工場

2.3.3 岐阜県情報技術研究所

岐阜県情報技術研究所では、先進 IoT 活用事 例を紹介する講演会の開催のほか、企業との共 同研究等による事例の創出や、IoT 構築研修や MZ Platform⁴⁾(産業技術総合研究所(以下「産 総研」と言う)が開発したプログラミング知識 が無くてもアプリケーション開発が可能なツー ル)の講習会などの事業を実施している。

「射出成形スマート金型の開発」では,企業 と共同で射出成形金型に,圧力・温度・振動等 のセンサを取り付けることでインテリジェント な金型を実現した。金型の状態を時系列で見え る化することで,成形の良否判断を金型のデー タ処理装置で実現した。

この他にも、スーパーなどの買い物客の動線 を把握する「スマートカートの開発」や、距離 画像センサ(Kinect V2)を用いた「人の作業 分析技術の開発」などの研究開発を実施した。

2.4 IoT の技術シーズ

2.4.1 産業技術総合研究所

産業技術総合研究所製造機械研究部門では、 IoT システムの導入を行うツールとして「スマ ート製造ツールキット」(図 3)の開発を進め ている。これは、MZ Platform と、Raspberry Pi、 センサ、無線 LAN といったデータ収集を行う ハードウェアとを組み合わせたものである。各 県公設試と連携した講習会の実施により、企業 への導入支援を行っている事例も出てきている。 DIY 的な IoT ツールとして導入コストを抑える ことができるが、企業で活用するためにはハー



図3 スマート製造ツールキット

ドウェアやソフトウェアの基本知識の習得が必要である。

2.5 県内企業の動向

県内の製造業で IoT の導入活用が進んでいる 2社の訪問調査を行った。

①A社(金型製造)

- ・1980年代に CAD を導入し、金型の生産性向
 上に取組む
- 「生産性を 10 倍改善する」という目標を定め、1990年代から実績の人手入力を実施
- ・2005 年頃から、加工機械にセンサを取り付け、自動で稼働データを取得
- ・現在では、全ての金型の部品が DB 化されて おり、生産管理ソフト、データ収集ソフトと 連携することにより、受注から納品に至る全 てのデータが社内で情報共有されている

②B社(精密機械部品製造)

- 「止まらない工場」を目指して、壊れない、 壊れる前に知らせる、壊れてもすぐ直せるような生産システムを構築。ロボットなども活用しながら工場は24時間稼働
- NC工作機械の制御装置からパトライトの信号を取得して稼働状況を把握。機械停止時は、 自作の入力装置で停止原因を入力
- ・ワークの脱着と加工後の寸法の測定をロボッ トで行い,加工機械へフィードバックするこ とにより高い加工精度を維持
- ・組立工程は、作業指示書のバーコードを読み 取ることで把握。製造の進捗状況はディスプ レイに表示し、全社員が進捗状況を共有

3. 課題とその対応

3.1 県内企業における IoT 導入の課題

今年度設置した AI・IoT 相談窓口への相談内 容や,講習会実施のアンケート調査結果等から, IoT の導入が進まない理由は以下の 3 点に集約 される。

・IoT の導入方法,導入効果がわからない

・IoT 化を進める IT に詳しい人材がいない

・ IoT 化の投資効果が判断ができない

すなわち,企業の希望としては自社で IoT 導入を進めたいが,IT に詳しい人材がいないために難しい。また,開発を IT ベンダーに委託した場合,その投資効果が判断ができないため進んでいない,という状況がうかがえる。

IoT の導入が進んでいない企業と進んでいる 企業とを比べると、IoT 導入活用の成功のカギ として以下の3点が示唆される。

①全社員の作業改善の気運を醸成すること

IoT 導入が目的となってしまいがちだが, 目的は生産性向上であり, IoT は目的達成の ための道具である。常に現場の作業改善を行 うという気運が全社員で醸成されており,生 産性向上の取組みが結果として IoT の導入活 用につながっている。

②先ずは導入し、検証と改善を継続すること IoT の活用は最初から上手くいかないことの方が多い。先ずは導入してその効果を検証 し、その結果を改善につなげる、これを繰り返し継続することが大切であるといえる。

IoT 活用が上手くいっている企業は, IT に 詳しい人材が社内に存在しており, 作業改善 方法として IoT 活用の提案につなげることが できる。また, 自社内でプログラム開発可能 であれば, コストを抑えて IoT システムの構 築が可能となる。

3.2 工業技術総合研究所の対応

「Connected Industries」を実現するためには、 今後、ものづくり企業においても、IT スキル を習得することが必要かつ重要と言える。その ため、当研究所での対応は、企業の IoT 導入を 図りながら IT スキルの向上を支援することで ある。その際、導入する IoT ツールは、できる だけ簡単で、コストをかけずに構築できるツー ルであることが望ましい。

我々が注目した技術シーズは, 産総研の「ス マート製造ツールキット」である。DIY 的な IoT ツールとして導入コストを抑えることがで きる。これを自ら自社の生産システムに導入す ることで、システムの構築に必要なハードウェ ア、ソフトウェアの基本的な知識も習得するこ とが可能となる。

次年度の取組みとして、この「スマート製造 ツールキット」の普及を通して、ものづくり企 業における IoT 導入の推進と、IT スキルの向 上を図りたいと考えている。

4. 結 言

- (1) IoTを活用することで、段階的に①見える化、②改善・全体管理、③付加価値創出の効果が期待されている。中小企業であっても大きなビジネスチャンスを獲得する機会である。
- (2) IoT導入の進んでいる企業は、作業改善の気運が醸成されており、IoTを生産性向上のツールとして活用し、ITに詳しい人材を中心として進められている。
- (3) IoT導入の進んでいない企業は、ITに詳しい人材がいないことが要因である。今後、ものづくり企業においても、ITスキルを習得することが必要かつ重要である。
- (4) 産総研「スマート製造ツールキット」は、 DIY的なIoTツールとして安価に導入でき る。今後「スマート製造ツールキット」 の普及により、ものづくり企業のIoT化 の推進と、IT人材の育成を図る。

- 1) https://www8.cao.go.jp/cstp/society5_0/index.html 「内閣府 Society5.0 ホームページ」
- http://www.meti.go.jp/policy/mono_info_ service/connected_industries/index.html 「Connected Industries ホームページ」
- https://local-iot-lab.ipa.go.jp/ 「地方版 IoT 推進ラボ ホームページ」
- https://ssl.monozukuri.org/mzplatform/ 「MZプラットフォームユーザー会」

工業技術研究報告書	
No.48 平成30年度	
令和元年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 新潟市中央区鐙西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	