

工業技術研究報告書

Report of the Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture No.49 2019

No. 49 令和元年度



新潟県

新潟県工業技術総合研究所

Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture

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

令和2年6月

目 次

I 研究論文

1. 超微細構造部品プロセス技術確立と製造技術開発 3
2. ナノ粒子複合分散 Fe 系めっき膜を用いた自己潤滑性摺動部品の開発 8
3. 鋼の残留オーステナイト定量の標準試料に関する研究 14

II ノート

1. セルローズナノファイバー(CNF)を用いた材料の加工技術開発 23
2. クーラントに添加したアルカリ電解水とバブル水が工具寿命に与える影響 . . . 27
3. レーザマーキングステンレス鋼の耐食性に関する研究 31
4. 1 GHz 以下の放射電界強度測定における電波暗室の相関調査 35
5. ディープラーニングによる金属破断面観察画像の分類 37
6. 各種センサによる形状データ取得に関する研究 42
7. 天然繊維用耐光堅ろう度向上剤の評価試験 46
8. 非接触による表面粗さの測定 50
9. 鋼材の合金元素の偏析による金属組織の変化 53
10. SUS420J2 の熱処理条件と耐食性の関係 57
11. 高硬度材の曲げ試験 60

III 調査・報告

1. ファインバブルに関する調査研究 65
2. 微細構造分析による材料の高機能化に関する調査研究 69
3. インダストリアル IoT の活用に関する調査研究 73
4. 導電性繊維を活用したウェアラブルデバイスに関する調査研究 77
5. 3D プリンタ活用に関する調査研究 80

6. AI 援用 CAE 技術に関する調査研究	84
7. 次世代自動車の接合技術に関する調査研究	89
8. 粉体および粒子分散材料シミュレーション技術に関する調査研究	93
9. 燃焼化学反応予測技術の研究	96

※ 令和元年度に実施した研究 118 テーマのうち、研究成果を公表できるものを報告しています。

I 研究論文

超微細構造部品プロセス技術確立と製造技術開発

小林 泰則* 菅野 明宏* 山田 敏浩* 宮口 孝司* 内山 雅彦** 阿部 淑人**
安井 忠*** 高橋 卓*** 本田 大樹*** 三村 清治*** 杵渕 哲也*** 小林 一則***

Establishment of Process Technology and Development of Manufacturing Technology
for Ultrafine Components

KOBAYASHI Yasunori*, KANNO Akihiro*, YAMADA Toshihiro*, MIYAGUCHI Takashi*,
UCHIYAMA Masahiko**, ABE Yoshito**, YASUI Tadashi***, TAKAHASHI Suguru***,
HONDA Taiki***, MIMURA Seiji**, KINEFUCHI Tetsuya** and KOBAYASHI Kazunori***

抄 録

SiO₂で構成される幅約 0.3μm、高さ約 3μm の柱状構造を作製する技術の開発について検討した。本報告では試験用 Si 基板を用い、リフトオフ法によるマスク作製およびドライエッチングによる柱状構造の試作を行った。試作を通じて得られた結果によって、良好な微細構造形状が得られることや安定的にエッチングが行えることなど、複数の必要条件を総合的に満たすと思われるエッチング条件を推定し、推定された条件による微細構造の試作を行った結果を確認した。

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実基板を対象として、ウェットエッチングによる Cr マスクの作製およびエッチングガスとして C₄F₈を用いたドライエッチングによって幅 1μm、高さ 3μm、テーパ角 14°程度の柱状構造を作製する技術を確立しているが、将来的な柱状構造寸法の微細化、形状の良化などの要求に対する対応が求められている。

また、現状用いているドライエッチング装置においては、反応チャンバー内のガスディフューザ部の温度がある上限値に達するとエッチングプロセスが強制停止する仕様になっている。現状用いているエッチング条件ではプロセス中にガスディフューザ部の温度が上昇するため、長時間のエッ

チングの際には途中でエッチングを停止せざるを得ないことが問題となっている。上記の問題に対しては、ガスディフューザ部の温度が装置上限値に達する直前にエッチングプロセスを手動で一時停止し、ガスディフューザ部の温度が十分低下するまで待ってから、エッチングプロセスを再開するという対応が取れることを確認しているが、途中でプロセスを一時停止することの影響や、温度上昇によってエッチングの状態などが変動していることなども推定されるため、チャンバー内温度が変動しないようにする対策が求められている。

このような現状を踏まえ、昨年度の研究では試験用 Si 基板を用い、マスク作製プロセスとしてリフトオフプロセスの導入の検討およびドライエッチングガスとして CF₄および CHF₃の適用可能性について検討した¹⁾。

今年度は引き続き試験用 Si 基板を用い、エッチングガスとして CF₄および C₄F₈を用いた場合について、エッチング条件パラメータが微細構造形状やガスディフューザ部の温度上昇などに与え

* 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

る影響について検討した。その結果について報告する。

2. 実 験

従来の製造工程と本研究にて検討した製造工程を比較したものを図1に示す。現状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ってマスクを作製しているが、昨年度は試験用Si基板（Siウェハー上にSiO₂を厚さ4μm程度になるようにスパッタしたもの）を用いてマスクをリフトオフ法によって作製することについて検討した¹⁾。本報告でも昨年度と同様の試験用Si基板に対して、エッチング用マスクをリフトオフ法によって作製した。レジストにはAllresist社製CSAR62を用い、レジスト厚は200~250nmとした。マスク材にはNiを用いスパッタ厚は140nmとした。電子線照射部の幅については0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8μmのものを同一基板上に形成して以後のプロセスを実施した。ドライエッチングのエッチングガスとしてはCF₄およびC₄F₈を用い、エッチングパラメータとしてはエッチングガス流量, Arガス流量, コイル/プラテン出力, チャンバー内圧力の影響について検討した。

なお、コイル出力とプラテン出力についてはそれらの比を25:2に固定することとした。エッチング時間は以前のエッチング結果によって、およそそのエッチングレートを予測し、そこから、柱高さがおよそ3μmになると予測される時間を推定して設定した。

エッチングパラメータがエッチング結果に与える影響を検討する際には、あるエッチング条件を基準として1つのエッチングパラメータを変化させて、その影響を確認する実験を検討対象のすべてのエッチングパラメータに対して行った。

また、結果の議論の際にはエッチングパラメータ間に交互作用²⁾がなく、結果として得られるテーパー角などの値が各エッチングパラメータ値の増減に対して単調増加あるいは単調減少すると仮定して検討を行った。

本研究で用いた機器のうちの主要なものを表1に示す。後述する柱形状のテーパー角などの寸法測定結果は柱状構造部の断面像が得られるように試験片を破折したものを破折面方向から撮影した電子顕微鏡像に対し、像中に表示されているスケールを基準に定規によって測定して求めたものである。

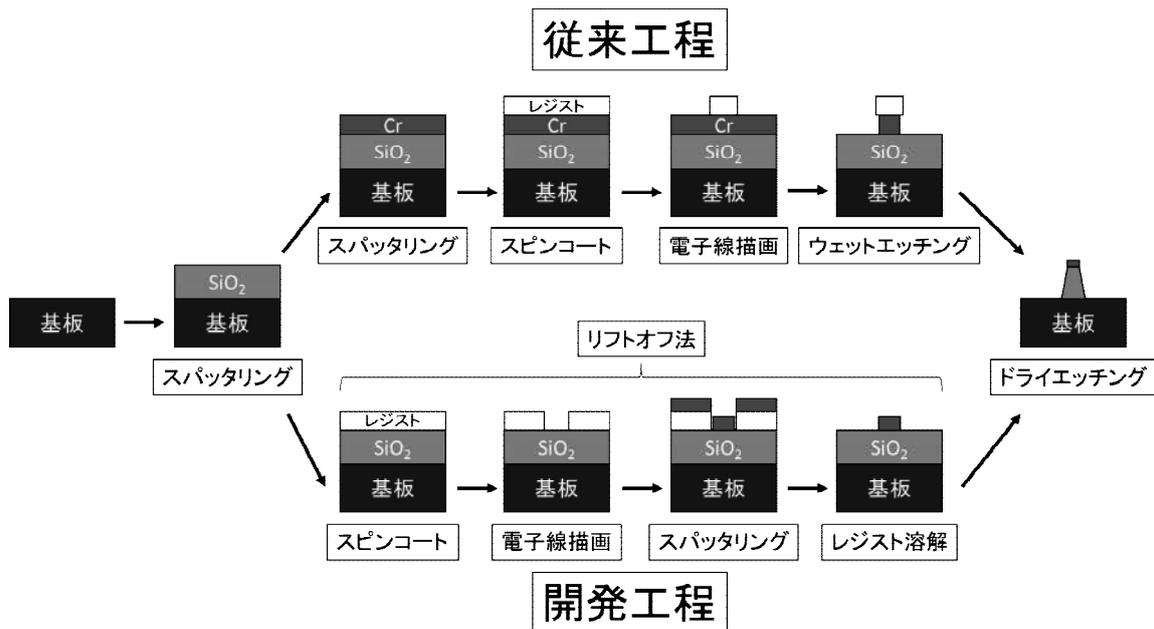


図1 従来工程と開発工程

表 1 研究に用いた主要装置

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

3. 実験結果

3.1 CF₄によるドライエッチング条件の検討

昨年度のドライエッチング条件に関する検討結果¹⁾に基づき、エッチングガスとしてCF₄を用いた場合に最もテーパ角が小さくなると推定される条件でのテーパ角を確認することから行った。昨年度の結果に基づき推定された最適条件によって作製された柱状構造の破折面の電子顕微鏡像を図2に示す。

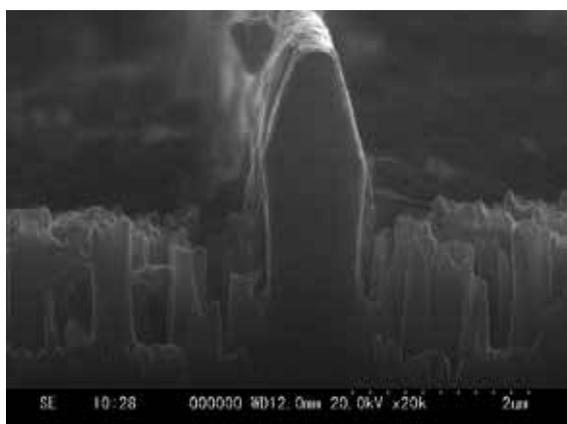


図 2 推定された最適条件によって作製された柱状構造の電子顕微鏡像

図2からわかるように、エッチング面に一様に細長い草のような柱状の構造(以後これをグラスと呼ぶ)が形成されていることが分かった。発生したグラスについては、エッチング面になんらかのタイミングで反応の副生成物が堆積し、その堆積物がマスクの働きをすることによって形成されたものと推定した。グラスの存在は最終的な製品性能の低下要因となる可能性があるため、これが発生しない条件の探索が望まれる。

引き続きCF₄によるドライエッチングについて、昨年度の結果に基づき推定された最適条件を基準として、Arガス流量、コイル/プラテン出力、チャンバー内圧力がテーパ角、グラス発生、ガスディフューザ部温度の上昇に与える影響について調べた結果をまとめたものを表2に示す。

まずテーパ角に与える影響については、エッチングガス流量およびAr流量は小さい方が、チャンバー内圧力は高い方がテーパ角が大きくなることがわかった。一方、コイル/プラテン出力がテーパ角に与える影響は小さかった。

ガスディフューザ部の温度の上昇に与える影響についてはコイル/プラテン出力の影響が比較的

表 2 エッチング条件パラメータとテーパ角等のエッチング結果との相関関係 (CF₄の場合)

	テーパ角	ガスディフューザ部 温度の上がり易さ	グラス発生量
エッチングガス流量	負の相関	-	-
Ar 流量	負の相関	弱い負の相関	弱い負の相関
コイル/プラテン出力	-	正の相関	強い負の相関
チャンバー内圧力	正の相関	-	-

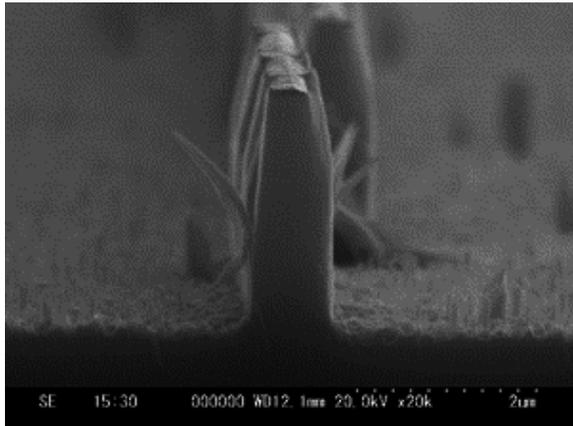


図3 CF₄を用いた場合の最適エッチング条件により得られた柱状構造の電子顕微鏡像

大きく、コイル/プラテン出力を大きくすることでガスディフューザ部の温度が上昇し易くなることがわかった。

ガラス発生に与える影響については、今回検討したパラメータの中ではコイル/プラテン出力の影響が突出して大きく、コイル/プラテン出力を小さくするとガラスが発生しやすくなることがわかった。

これらの結果によって、ガラスが発生せずかつテーパ角ができるだけ小さくなるような条件を総合的に検討し、最適と思われるエッチング条件を導き出した。その条件で微細構造形成を行った結果得られた微細構造の電子顕微鏡画像を図3に示す。なお、この条件ではガスディフューザ部の温度はエッチング中に上限温度には達せず、一時停止することなくエッチングを実行することができた。

3.2 C₄F₈によるドライエッチング条件の検討

C₄F₈を用いたドライエッチング条件についてはこれまで標準的に用いてきたドライエッチング条件が存在するが、これが当該装置における最適エッチング条件(テーパ角が最も小さくなる条件)かどうかは定かではなかった。そのため、CF₄について行った検討と同様に、上記の標準エッチング条件を基準として、各条件パラメータがテーパ角や連続エッチング可能時間に与える影響について検討した。検討した条件パラメータはCF₄と同じ4種類のパラメータである。その結果について定性的にまとめたものを表3に示す。

テーパ角に与える影響については、エッチングガス流量とAr流量の影響が突出して高く、どちらも流量を増やすとテーパ角が急激に大きくなることがわかった。これはCF₄の場合とは逆の傾向である。チャンバー内圧力については大きい方が、コイル出力は小さい方がテーパ角が大きくなることがわかった。ガスディフューザ部の温度上昇に与える影響については、エッチングガス流量およびAr流量は小さい方が、コイル/プラテン出力は大きい方が、チャンバー内圧力は低い方がガスディフューザ温度が上がり易くなることがわかった。

ガラス発生に与える影響については、ほぼすべての条件で明確なガラスの発生が確認されなかったため詳細は不明であるが、チャンバー内圧力を上げた場合について、若干のガラス発生の兆候が確認された。CF₄の場合と比べると、全体的にガラスが発生しにくい傾向にあったと言える。

表3 エッチング条件パラメータとテーパ角等のエッチング結果との相関関係 (C₄F₈の場合)

	テーパ角	ガスディフューザ部 温度の上がり易さ	ガラス発生量
エッチングガス流量	強い正の相関	負の相関	-
Ar 流量	強い正の相関	負の相関	-
コイル/プラテン出力	負の相関	正の相関	-
チャンバー内圧力	正の相関	負の相関	正の相関

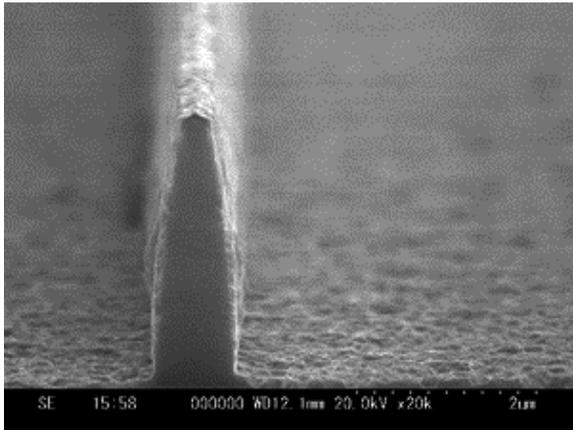


図4 C_4F_8 を用いた場合の最適エッチング条件により得られた柱状構造の電子顕微鏡像

これらの結果によって、総合的に優れていると思われるエッチング条件を推定して微細構造を形成した。その結果得られた微細構造の破折面の電子顕微鏡像を図4に示す。

また、推定された最適エッチング条件はこれまで用いていた標準エッチング条件に非常に近い条件であることがわかった。

なお、求められた最適ドライエッチング条件では柱高さが $3\mu\text{m}$ に達する以前にガスディフューザ部の温度が上限に達してしまうため、途中一時停止が必要となっている。表3に示したように C_4F_8 ガスを用いた場合については、今回検討した条件パラメータについてはテーパ角の大

きさとガスディフューザ部温度の上がり易さの相関関係がすべて逆になっているので、テーパ角の減少とガスディフューザ温度の上がりにくさを両立する条件の実現は難しいことが推定される。

4. 結 言

- (1) Si ウェハ上に SiO_2 を堆積させた基板に対し、リフトオフ法により作製したNiマスクを用いたドライエッチングプロセスを適用して微細柱状構造の試作を行った。
- (2) エッチングガスとして CF_4 および C_4F_8 を用いた場合について、エッチングガス流量、Ar ガス流量、コイル/プラテン出力、チャンバー内圧力が微細構造形状などのドライエッチング結果に与える影響について考察した。
- (3) (2)の考察結果に基づき、柱状構造のテーパ角、ガラスの発生状況、ガスディフューザ部の温度上昇などへの影響を総合的に考慮した最適エッチング条件を推定し、その条件による微細柱状構造の作製を行い、実際に作製された形状の確認を行った。

参考文献

- 1) 小林泰則ほか，“超微細構造部品製造技術の開発”，工業技術研究報告書，新潟県工業技術総合研究所，No.48，2019，pp. 8-13.
- 2) 鷲尾泰俊，実験計画法入門，1997，p. 8.

ナノ粒子複分散 Fe 系めっき膜を用いた 自己潤滑性摺動部品の開発

三浦 一真* 中川 昌幸** 小林 泰則***

Development of Self-lubricating Sliding Parts with Nanoparticle Compound Dispersion Fe-based Plating Film

MIURA Kazuma*, NAKAGAWA Masayuki** and KOBAYASHI Yasunori***

抄 録

各種摺動部品への適用を目的として、Al 素材上の Fe めっきへのナノダイヤモンド粒子(ND)分散による複分散化についての研究を行った。イオンミリングによる断面作製と電界放出形走査電子顕微鏡を用いた皮膜断面の高倍率観察を実施し、皮膜中の ND 分散状態を把握するとともに、薄膜硬度計を用いて皮膜硬さを測定した。さらに摩擦係数と面粗さとの関係を明らかにした。

1. 緒 言

日本メッキ工業（株），長岡技術科学大学，（株）小西鍍金および新潟県工業技術総合研究所からなる研究グループは，自動車エンジンや産業用機械などに用いられる各種摺動部品への適用を目指し，日本メッキ工業（株）の独自技術である Al 素材へ施す Fe めっきに固体潤滑性を付与すること（摩擦係数の低減）を目的に，Fe めっき皮膜中に粒径が 10nm 以下のナノダイヤモンド粒子（以後，ND と記載）を共析させる複分散化（図 1 の模式図参照）に関する研究を行っている^{1),2)}。

グループ全体での主な研究項目は，ND 複分散 Fe 系めっきの研究開発，ND 共析及び摩擦係数低下のメカニズムの考察，ND 複分散めっき皮膜の各種評価（摩擦摩耗試験，めっき皮膜の高倍率観察，硬さ測定，など），耐焼き付き性試験などの実機評価試験である。

このうち，新潟県工業技術総合研究所では，めっき皮膜中に取り込まれた ND の複分散化

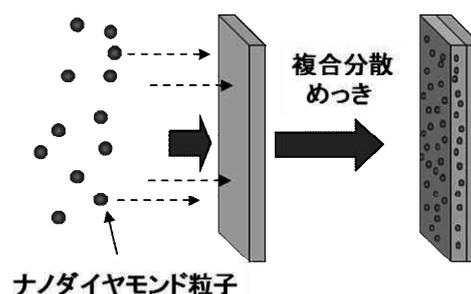


図 1 複分散めっき皮膜の模式図

の状態を正確かつ迅速に解析し，実用データに迅速にフィードバックできる手法として，断面観察による ND 複分散めっき皮膜の電子顕微鏡による高倍率観察，ND 複分散めっき皮膜の硬さ測定，めっき皮膜の摩擦係数と表面粗さとの関係を担当し，研究を行っている。

本報では電界放出形走査電子顕微鏡（Field Emission Scanning Electron Microscope：以後，FE-SEM と記載）観察用サンプル作製手法と FE-SEM による観察・分析結果を中心に，複分散めっき皮膜の硬さ測定，摩擦係数と皮膜表面の面粗さとの相関関係について，得られた研究結果を述べる。

* 素材応用技術支援センター

** 下越技術支援センター

*** 研究開発センター

レーザー・ナノテク研究室

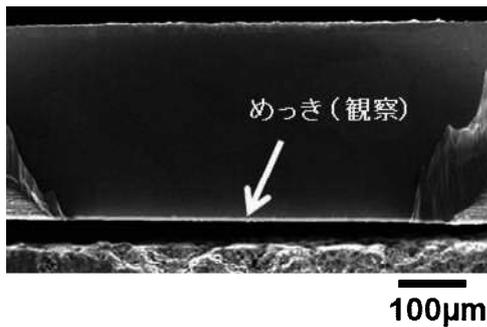


図2 断面観察用サンプル低倍電子顕微鏡写真

2. サンプル作製および実験方法

2.1 サンプル作製

めっき皮膜の作製は、共同研究機関である日本メッキ工業（株）が行った。当該企業オリジナルの Fe めっき浴に、浴中の ND 濃度が 5g/L になるように ND を投入し、Al 製のテストピース(30×30×8mm)表面に複合めっきを行った。用いた ND の粒子径は 5～10nm、めっき厚さは約 10µm である。また、めっき前後の浴中の ND を回収して秤量することで皮膜中に取り込まれた ND の量を求め、そこから共析率（皮膜中に含まれる ND の割合）を算出した。

2.2 めっき皮膜観察方法

FE-SEMによる高倍率観察を可能にするため、従来からの樹脂包埋による機械的鏡面研磨に代えて、電界で加速したArイオンビームを試料に照射して試料表面の原子を弾き飛ばす、スパッタリングを利用して試料を削るイオンミリング装置 (IM4000Plus, (株) 日立ハイテクノロジー製) によるエッチングを行った。本研究では、遮蔽板を利用したマスキングにて行う断面ミリング法によって、観察用サンプルを作製した。作製した断面観察用サンプルを低倍率で撮影した電子顕微鏡像を図2に示す。作製した断面サンプルのめっき皮膜に相当する矢印部分について、FE-SEM (JSM-7800F Prime, 日本電子(株) 製) を用い、反射電子像 (組成像) による観察とEDS(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)分析を行った。

観察倍率および加速電圧などの条件は3.結果の項で述べる。

2.3 めっき皮膜の硬さ測定

ナノインデンテーション法(ISO 14577-1)による微小硬さ測定法に準拠し³⁾、薄膜硬度計 (HM500, フィッシャー・インストルメンツ(株) 製) を用いて行った。サンプルを脱脂・洗浄してからステージに固定後、押し込み荷重を100mNに設定して、めっき皮膜の表面からピッカース圧子で押し込み、設定荷重に達した後、除荷して、押し込み荷重-深さプロファイルから塑性硬さを求め、ピッカース硬さに換算した⁴⁾。

2.4 面粗さ及び摩擦係数測定方法

アルミナ粒子による研磨布 (バフ) 研磨やブラスト処理によって皮膜表面の粗さを調整して摩擦係数を測定することで、めっき皮膜の表面の面粗さと摩擦係数との間の相関を調べた。

面粗さは平均面粗さ(S_a)として、レーザー顕微鏡 (3D測定レーザー顕微鏡 OLS4100-SAT, オリンパス(株) 製) を用いて求めた。

摩擦係数(μk)は平均摩擦係数にて評価することとし、平均摩擦係数 (以後、摩擦係数と記載) は日本メッキ工業 (株) 所有の荷重変動型摩擦摩耗試験システム (HHS2000, 新東科学(株) 製) を用い、垂直荷重1N, 速度50mm/sec, 5,000往復の条件で、ブロックオンディスク (面対面: Alブロック/ND複合Feめっきサンプル) による摩擦摩耗試験によって求めた。

3. 結果

3.1 複合 Fe めっき皮膜観察結果

加速電圧10kV, 20,000倍で観察したND複合Feめっきの反射電子像 (組成像) と炭素(C)に着目したEDS分析結果を図3に示す⁵⁾。観察に用いたFeめっきのND共析率は2.8vol%である。観察範囲の全域で反射電子の発生量の少ない、原子番号の小さな元素特有の黒いコントラスト (黒点) が存在している。

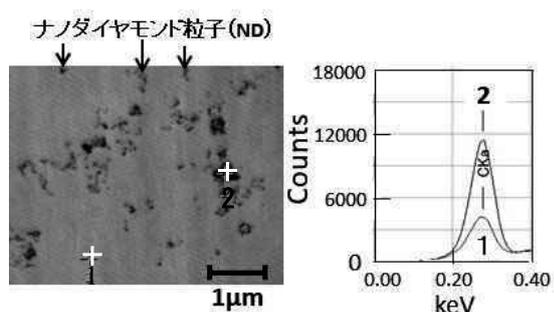


図3 ND 複合 Fe めっき皮膜断面の反射電子像 (組成像, 加速電圧 10kV) と炭素 (C) に着目した EDS 点分析結果

反射電子像中で黒点の存在しない白色部分の点1と、存在する黒点のなかで比較的大きな点2について、炭素(C)のEDS点分析結果を比較すると、点1に比べ、点2のX線強度(カウント数)がかなり大きくなっていることから、反射電子像中の黒色部はNDが存在する部分に対応していると考えられ、点2のような大きな黒点はNDが凝集している部分であり、小さな黒点は凝集の程度が小さい部分であると考えられる。また、反射電子像において白色の部分、基本的には

NDが存在しないめっき素地部分に相当するものと思われるが、点1のEDS分析結果において炭素(C)のピークが存在しているため、反射電子像中のコントラストでの確認はできないものの、白色部にもNDが存在している可能性は否定できない。次に、比較的小さな黒点が均一に分布していると思われる任意の箇所を選んで、高倍率観察を行った。

図4は図3と同じ条件でめっきした皮膜の任意視野(比較的小さな黒点が均一に分布していると思われる部分)の観察結果であり、図4(a)と(c)は100,000倍、(b)、(d)、(e)、(f)は200,000倍の反射電子像を示す。図4(b)は(a)を、(d)は(c)をそれぞれ拡大したものであり、(e)、(f)は任意の視野を観察したものである。

図4(b)、(d)、(e)、(f)を見ると、黒のコントラストが強く大きな部分、コントラストがやや強い部分、コントラストが弱く、かろうじて微細な黒点として識別できるものに分かれている。黒点の大きさとND粒子径の比較から判断して、この範囲で観察されているNDは粒子単体ではなく、複数の粒子が集まった凝集体と考えられる。

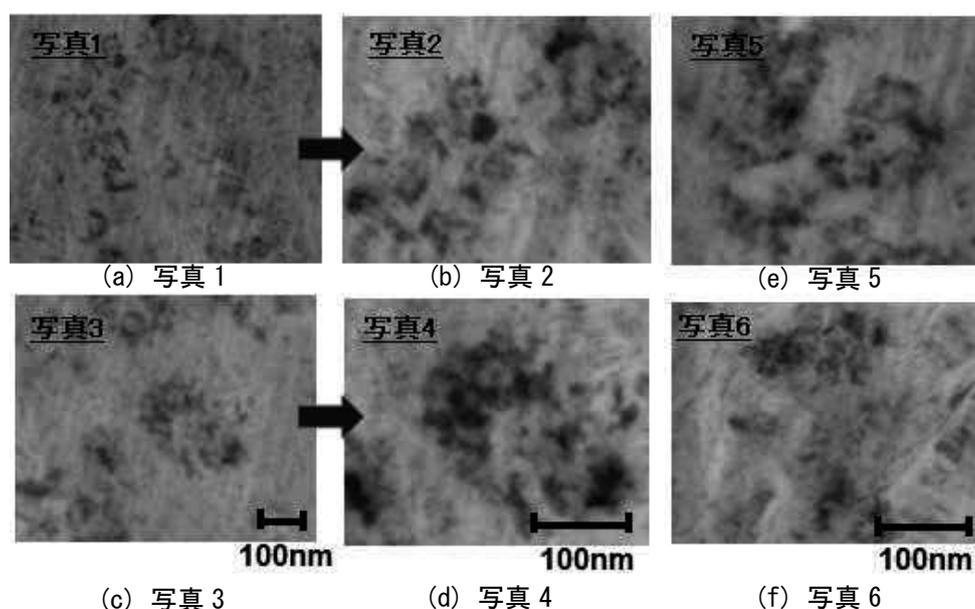


図4 FE-SEMによるND 複合 Fe めっき皮膜断面の高倍率観察結果(共析率: 2.8vol%)

観察された凝集体のうち、最も大きいものは図4 (d)の約50nm弱のものである。用いたNDの粒子径が5~10nmであることから、この部分は5~10個のNDが凝集していると推定される。また、そのほかのコントラストの強い部分については、3~5個前後のNDが凝集していると考えられる。その他の散在する微細な黒点については、像はやや不鮮明であり、単独のND粒子であるか否かの判断は難しいが、単独で存在する（単分散）粒子や単分散に近い凝集体を形成しているものと推察する。

図5はめっき浴の成分、電流密度、めっき時間を変えてめっきを行い、共析率を高くした皮膜の任意の部分について、100,000倍で観察した反射電子像を示す。図4の100,000倍の反射電子像（共析率2.8vol%）に比べると、NDが多く分布しており、特に図5 (b)の共析率20.0 vol %では全域にわたり、コントラストの弱い小さな黒点が均一に分布していることが明らかになった。

断面ミリング法によって、観察用サンプルを作製し、FE-SEMを用いてND複合Feめっき皮膜を観察した結果、200,000倍までの高倍率での観察を行うことができた。

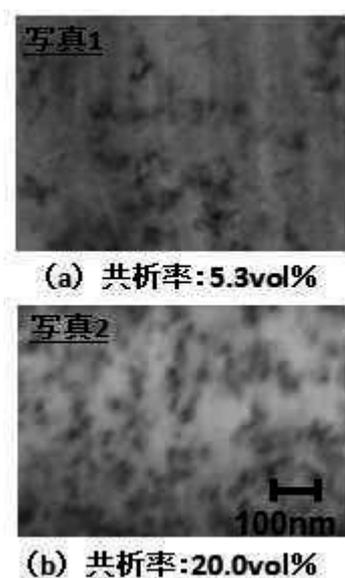


図5 複合 Fe めっき皮膜の ND 分散状態の共析率による違い

ND粒子が単分散で皮膜中に存在していることを確認するためには、更に観察分解能を高めて観察する必要があり、これについては、サンプル作製方法を含め、今後の研究課題である。

3.2 複合 Fe めっき皮膜の硬さ測定結果及び面粗さと摩擦係数との関係

図6に、荷重100mNで行った共析率2.8vol%のND複合Feめっき皮膜の薄膜硬度計による、押し込み荷重-深さプロファイルの硬さ測定結果を示す。図中の皮膜表面写真の十字線の中心部が測定箇所であり、この表面部分からビッカース圧子を押し込み測定した。100mNで表面から押し込んだ時の最大押し込み深さは約0.8 μ mである。サンプルのめっき厚さが10 μ mであることから、深さはめっき厚さの1/10以下であり、基材の影響は受けていないと考える。また、きれいな押し込み荷重-深さプロファイルが得られたことから、ND粒子の偏りなどが無い表面状態の良好な部分での測定が行われたものと思われる。塑性硬さ(H_{IT})から換算して得られたビッカース硬さは752HVであり、摺動部品として適用するのに必要な硬さ(400HV)を上回る硬い膜が得られた。

共析率2.8vol%のND複合Feめっき皮膜を、鏡面研磨やブラスト処理で粗さ調整を施したサンプルについて、レーザー顕微鏡によって測定し

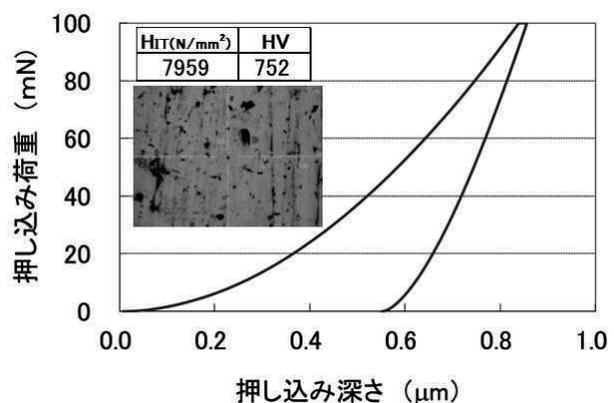


図6 ND複合 Fe めっき皮膜の押し込み荷重-深さプロファイルの硬さ測定結果

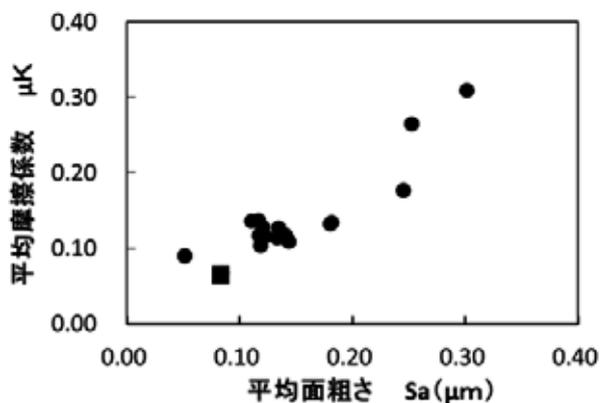


図7 摩擦係数と皮膜の平均面粗さとの関係

た面粗さ(Sa)と摩擦摩耗試験によって得られた摩擦係数(μ_k)との関係を図7に示す。これによって、摩擦係数と面粗さとは相関があり、全体としては面粗さが小さいほど摩擦係数が小さくなる傾向があるのがわかる。一部のサンプルの摩擦摩耗試験結果とレーザー顕微鏡像及び測定して得られたSaの結果を図8に示す。図8の(a)はめっきしたまま(粗さ調整を行っていないもの)でこのときのSaは0.15 μm 、 μ_k は0.12である。(b)はアルミナ粒子で鏡面研磨したものでSaは0.05 μm 、 μ_k は0.09と0.1を下回る値を得た。

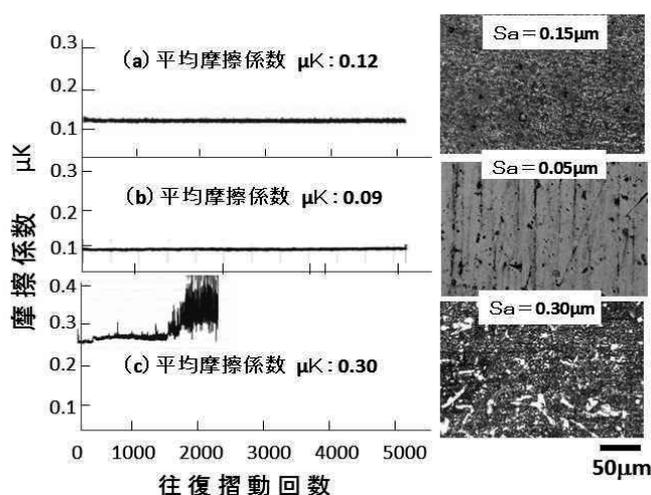


図8 摩擦摩耗試験結果とレーザー顕微鏡像

ブラストで表面を粗化した(c)では、(a)や(b)の場合と異なり、往復摺動回数1,500回を超えたあたりで、がたつきが発生するとともに μ_k が急激に高くなり、2,500回で装置が停止して試験を中止した。このときの μ_k は0.31、Saは0.30 μm であった。粗さが大きい場合は摩耗粉が発生する。

一方、Saが0.1 μm 以下の領域では、摩擦係数が0.07のときのSaは0.08 μm (図7の■)であり、図8(b)に示す μ_k が0.09のものよりもSaが若干大きくなっていることから、Saが0.1 μm 以下の領域では上記の相関関係が逆転している可能性が考えられる。

現状ではSaが0.05 μm より小さいサンプルは作製できていないために、詳細な議論はできないが、Saがある程度以上小さくなるとAlブロックとサンプルが吸いつき、摩擦係数が大きくなる懸念があり、Saが0.1 μm 未満の相関については今後調査する必要がある。

4. 結 言

- (1) ナノダイヤモンド粒子(ND)複合 Fe めっきの皮膜断面の高倍率観察、皮膜硬さの測定、摩擦係数と表面の面粗さとの関係について研究を行った。
- (2) アルゴンイオンビームによるスパッタリングを利用した断面ミリングによって断面観察用試料を作製し、FE-SEMを用いることで200,000倍までの観察に成功した。めっき皮膜中において、NDは一部凝集しているが、単分散に近い形でも存在していることが分かった。
- (3) 700HVを超える硬さのND複合Feめっき皮膜について、ブロックオンディスク方式による摩擦摩耗試験で得られる摩擦係数は、レーザー顕微鏡で測定した面粗さと相関がある。

なお、本研究は、平成29年度～令和元年度研究成果展開事業研究成果最適展開支援プログラム(A-STEP)シーズ育成タイプにおいて、日本

メッキ工業（株），長岡技術科学大学，（株）小西鍍金と行った「ナノ粒子複合分散 Fe 系めっき膜を用いた自己潤滑性摺動部品の開発」の研究成果の一部であり，（国研）科学技術振興機構(JST)の委託を受けて実施したものであることを付記する。

参考文献

- 1) 松原浩，“ナノ粒子の複合化による機能性めっき膜の創成”，精密工学会誌，Vol.78, No., 2012, pp.1049-1053.
- 2) 松原浩，三浦一真，工藤孝一，小西 統雄，“ナノ粒子複合めっきの夜明け～ナノダイヤモンド複合めっきの研究開発”，
Electrochemistry， Vol.80, No.12， 2012， pp.1006-1011.
- 3) 片山繁雄，“めっき皮膜の硬さ評価試験とどの応用”，表面技術，Vol.58, No.4, 2007, pp.206-212.
- 4) 三浦一真，“薄膜硬度計における表面改質層の測定事例”，MECHANICAL SURFACE TECH, No.8, 2016, pp.36-37.
- 5) 三浦一真，林成実，中川昌幸，小林泰則，工藤孝一，武江佳基，小西統之，小西統雄，松原浩，“走査電子顕微鏡を用いた微粒子分散複合めっき皮膜の観察”，まてりあ，Vol.58, No.2, 2019, p.82.

鋼の残留オーステナイト定量の標準試料に関する研究

斎藤 雄治*

Standard Reference Material Using Quantitative Analysis of Retained Austenite in Steels

SAITO Yuji*

抄 録

X線回折による鋼の残留オーステナイトの定量のための固体の標準試料を作製した。市販の SUS 430 の粉末（フェライト相）と SUS310S の粉末（オーステナイト相 98.5vol%）を用いて、SUS310S 粉末が 5, 10 および 20wt% となるように調合した混合粉末について、樹脂硬化や放電プラズマ焼結によって成形して作製した。作製した試料について、X線回折によって表面の任意の 10 箇所に対してオーステナイトの定量を行い、定量値とそのばらつきの大きさを求めた。その結果、多くの試料において定量値は試料中のオーステナイト量とよく一致した。

1. 緒 言

X線回折による残留オーステナイトの定量は、マルテンサイト相（ α 相）とオーステナイト相（ γ 相）の回折X線強度分布（以降、回折線）の積分強度から求める方法（直接比較法）がよく用いられている。この方法から得られる定量値は、計算に用いる定数や回折線の積分範囲によって変わるため、それらの条件の妥当性を調べるための標準試料があると便利である。

ここで、オーステナイト定量用の標準試料については National Bureau Standards¹⁾ があるが、国内では販売されていないようである。

本論文では、二種類のステンレス鋼の粉末（SUS430 と SUS310S）を使って種々の質量比で調合した混合粉末について、樹脂硬化および放電プラズマ焼結によって試料を作製するとともに、X線回折によってオーステナイトの定量を行った。

2. X線回折によるオーステナイト相の定量

ここでは、直接比較法によるオーステナイト相の定量方法について説明する。いま、オース

テナイト相の定量値を V 、マルテンサイト相（以降、 α 相）およびオーステナイト相（以降、 γ 相）の積分強度をそれぞれ I_α および I_γ とすると、 V は次式から求まる²⁾。

$$V = I_\gamma / \{(R_\gamma/R_\alpha) I_\alpha + I_\gamma\} \dots \dots \dots (1)$$

ここに、 R_α および R_γ は、X線管球の種類（特性X線の波長）、 α 相および γ 相の回折面・格子定数によって決まる定数である。Cr管球と Mo管球に対する R_α および R_γ の理論値については文献³⁾ に詳しく載っている。

ここで、式 (1) の積分強度の求め方について説明する。図 1 に示すように、回折角 $x_0, x_1, \dots, x_n, x_{n+1}$ に対する X線強度 $y_0, y_1, \dots, y_n, y_{n+1}$ をステップ角 c の間隔で回折線を測定する場合を考える。この場合、積分強度 I は

$$I = c \sum_{i=1}^n z_i \dots \dots \dots (2)$$

と表せる。ここで、 z_i は X線強度を回折線の両端の点 (x_0, y_0) と (x_{n+1}, y_{n+1}) を結んだ直線でバックグラウンド補正した値で

$$z_i = y_i - E_i y_0 - F_i y_{n+1} \dots \dots \dots (3)$$

ここに

* 中越技術支援センター

$$E_i = (x_{n+1} - x_i) / (x_{n+1} - x_0) \dots \dots \dots (4)$$

$$F_i = (x_i - x_0) / (x_{n+1} - x_0) \dots \dots \dots (5)$$

で、添字 i は $1 \sim n$ の値をとるものとする。図 1 について、X線強度をバックグラウンド補正した回折線を図 2 に示す。

α 相と γ 相について回折線を測定し、それらの回折線から式 (2) によって積分強度を求めて式 (1) に代入することによって、オーステナイト相を定量することができる。

なお、X線による測定値はX線強度固有の統計変動によってばらつくが、同一条件で測定したときのオーステナイト相の定量値のばらつきの大きさは、一回の測定で解析的に求めることができる⁴⁾。

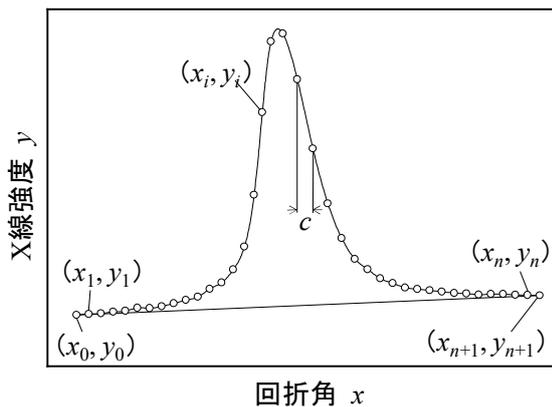


図 1 X線強度 y と回折角 x の関係

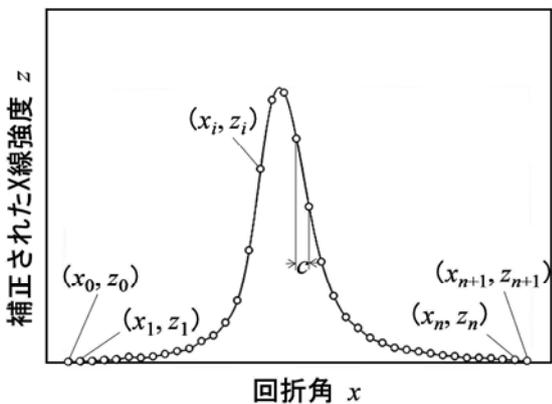


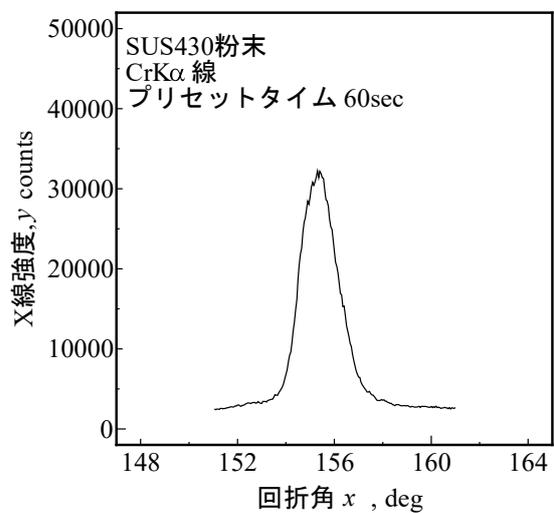
図 2 バックグラウンド補正されたX線強度 z と回折角 x の関係

3. オーステナイト定量のための試料の作製

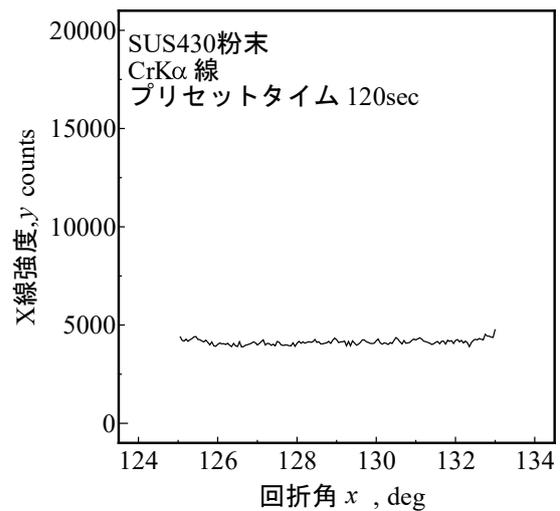
3.1 試料の作製に用いた粉末

試料の作製には市販の SUS430 と SUS310S の粉末を用いた。図 3 と図 4 に納入状態の SUS 430 粉末と SUS310S 粉末の回折線をそれぞれ示す。

これらの図において、(a) は α 相の (211) 面のピーク付近、(b) は γ 相の (220) 面のピーク付近を測定したものである。

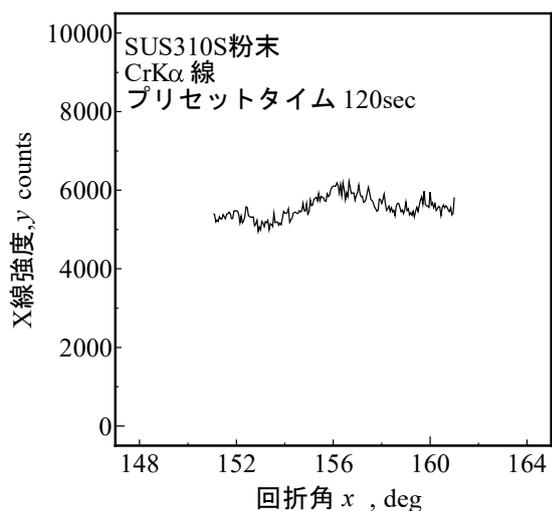


(a) α 相 (211) 面

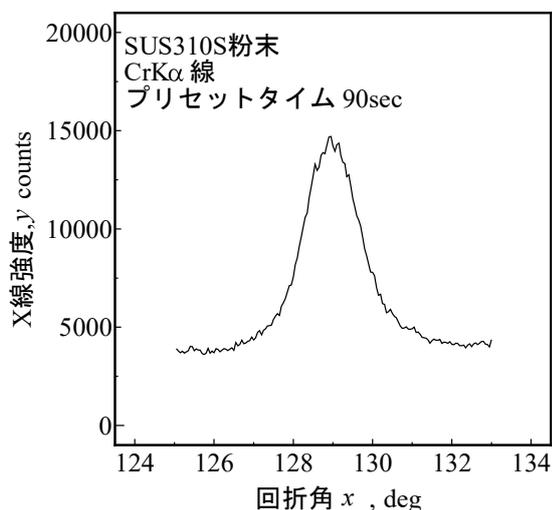


(b) γ 相 (220) 面

図 3 SUS430 粉末の回折線



(a) α 相 (211) 面



(b) γ 相 (220) 面

図 4 SUS310S 粉末の回折線

図 3 によって、SUS430 粉末は α 相からなり、図 4 によって、SUS310S 粉末は少量の α 相を含む γ 相からなることが分かる。

SUS310S 粉末について、 α 相と γ 相の回折線から γ 相を定量した結果、3 回の平均値として 98.5vol% を得た。

3.2 樹脂硬化による試料の作製

SUS430 と SUS310S の粉末を用いて SUS310S



図 5 作製した樹脂硬化による試料

粉末が 5、10 および 20wt% となるように調合した混合粉末 2g にエポキシ樹脂 5g を加えて混合した後、直径 30mm の樹脂型に入れて硬化させた。エポキシ樹脂には (株) ストルアス製 エポフィックスを用いた。

樹脂の硬化後、表面を 320 番、500 番、1000 番の耐水紙やすりで順に研磨して試料とした。作製した試料を図 5 に示す。試料の大きさは直径 30mm、厚さ約 5mm である。

以下では、SUS310S 粉末が 5、10 および 20wt% の樹脂硬化による試料をそれぞれ樹脂 5、樹脂 10 および樹脂 20 と呼ぶことにする。

3.3 焼結による試料の作製

SUS430 と SUS310S それぞれ単体の粉末 25g と、SUS310S 粉末が 5、10 および 20wt% となるように調合した混合粉末 25g について、放電プラズマ焼結法によって図 6 に示す焼結体を作製した。焼結は、真空中で 25MPa の圧力を加えながら 1000°C まで 20°C/min の速度で昇温して行った。成形用の型には黒鉛型を用いた。

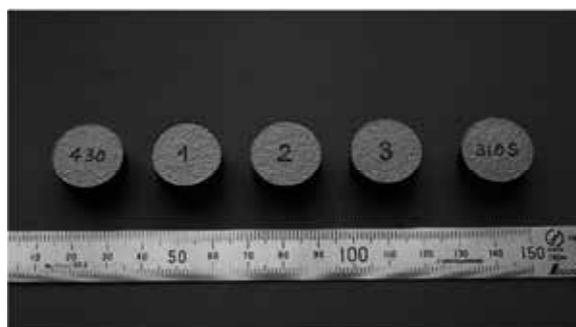


図 6 作製した焼結体

以下では、SUS310S粉末が5，10および20wt%の焼結による試料をそれぞれ焼結5，焼結10および焼結20と呼ぶことにする。

表1に JIS R1634 によって測定した焼結による試料の密度を示す。測定した密度は SUS430 およびSUS310Sの密度（ $7.7 \times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$ および $7.98 \times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$ ）⁴⁾に近い値をとった。

ここで、焼結5について断面の金属組織を観察した結果を図7に示す。腐食液には塩酸 - ピクリン酸 - アルコール溶液（配合：塩酸 10ml，ピクリン酸1g，エチルアルコール 80ml）を用いた。図7によって、表面から約0.5mmの深さまで組織が異なることが分かる。この組織変化は黒鉛型からの浸炭によるものと考えられたため、十分な余裕をみて、焼結体を厚さ方向に約3mm 除去後に鏡面研磨して試料とした。

表1 焼結による試料の密度

試料	密度, $\times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$
SUS430	7.57
焼結5	7.60
焼結10	7.60
焼結20	7.63
SUS310S	7.73

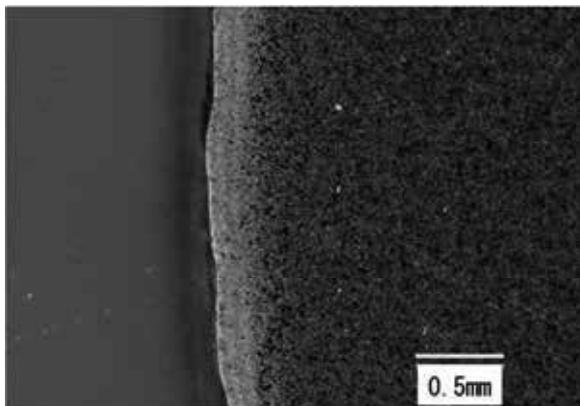


図7 焼結5の断面の金属組織

表2 X線による定量条件

	α 相	γ 相
X線管球	Cr	
K β フィルタ	V	
管電圧	30kV	
管電流	10mA	
コリメータ	$2 \times 2 \text{mm}^2$	
プリセットタイム	60s	240s
回折面	(211)	(220)
$\sin^2\psi$	0 ($\pm 3 \text{deg}$ 揺動)	
ステップ角	0.05 deg	

4. X線回折による定量実験

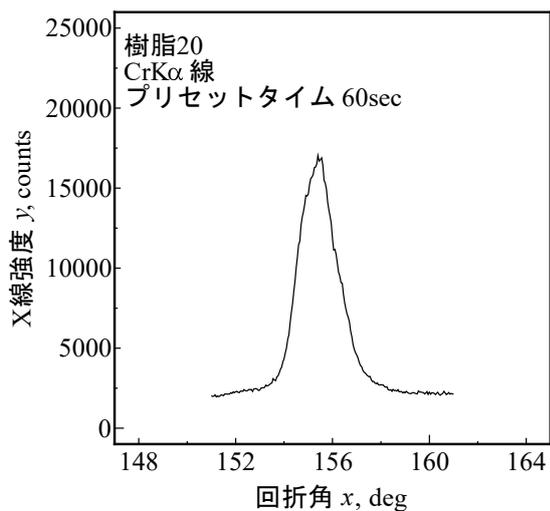
4.1 樹脂硬化による試料の定量方法

(株) リガク製 X線応力測定装置 PSPC-MSF-3M を用いて、CrK α 線で α 相の (211) 面と γ 相の (220) 面の回折線を表2の条件で測定した。各試料の表面について、任意の10箇所を定量して平均値とばらつきを表す標準偏差を求めた。

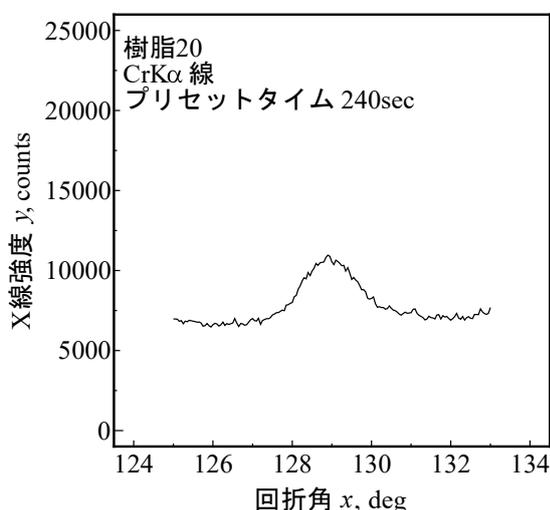
回折線強度はバックグラウンドで補正した。バックグラウンド補正の範囲は、 α 相の (211) 面は $152 \sim 160 \text{deg}$ ，と γ 相の (220) 面は $125 \sim 133 \text{deg}$ とした。 R_γ/R_α については、SUS430粉末の (211) 面の回折線のピーク位置と SUS310S粉末の (220) 面のピーク位置から求めた値0.27を用いた。

4.2 焼結による試料の定量方法

X線回折による回折線の測定は4.1節と同様に行った。測定条件も表2と同じである。バックグラウンド補正の範囲は、 α 相の (211) 面は $148 \sim 163 \text{deg}$ ， γ 相の (220) 面は $126.5 \sim 132 \text{deg}$ とした。 R_γ/R_α については、SUS430粉末の焼結体の (211) 面の回折線のピーク位置と SUS310S粉末の焼結体の (220) 面のピーク位置から求めた値0.27を用いた。



(a) α 相 (211) 面



(b) γ 相 (220) 面

図 8 樹脂20の回折線

表 3 樹脂硬化による試料の X 線回折による定量値と 95% 信頼限界

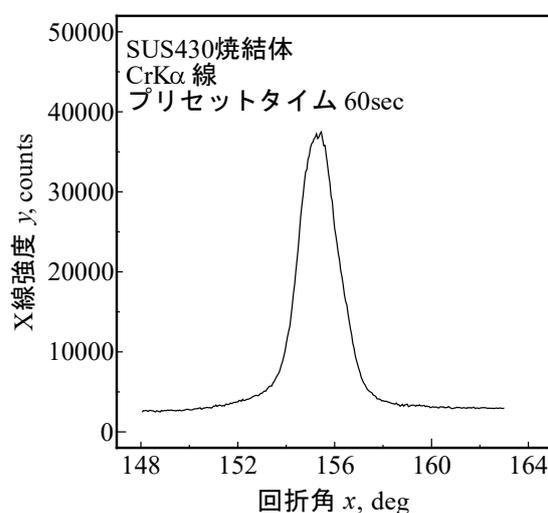
試料	オーステナイト 量, vol%	X 線回折による 定量値, vol%
樹脂 5	4.8	5.3 ± 2.2
樹脂 10	9.5	9.1 ± 1.6
樹脂 20	19.1	18.8 ± 1.6

5. X線回折による定量実験の結果および考察

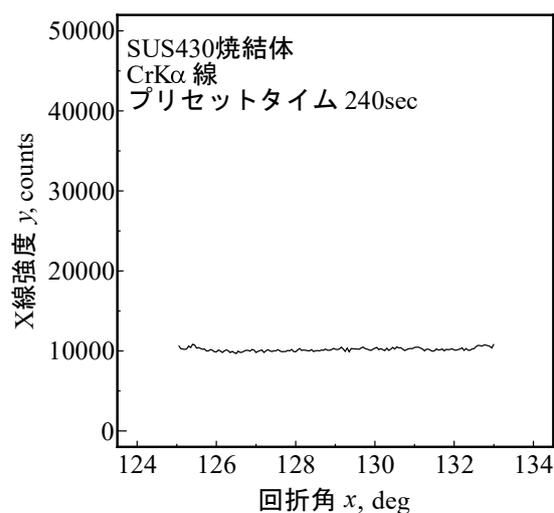
5.1 樹脂硬化による試料の定量結果

樹脂20について測定した回折線の一例を図 8 に示す。図において、(a) は α 相の (211) 面、(b) は γ 相の (220) 面に対するピークである。

このような回折線から得られた樹脂硬化による試料のオーステナイト定量値を表 3 に示す。表中のオーステナイト量は、SUS310S および SUS430 の密度 $7.98 \times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$ および $7.70 \times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$ を用いて vol% に変換した値である。



(a) α 相 (211) 面



(b) γ 相 (220) 面

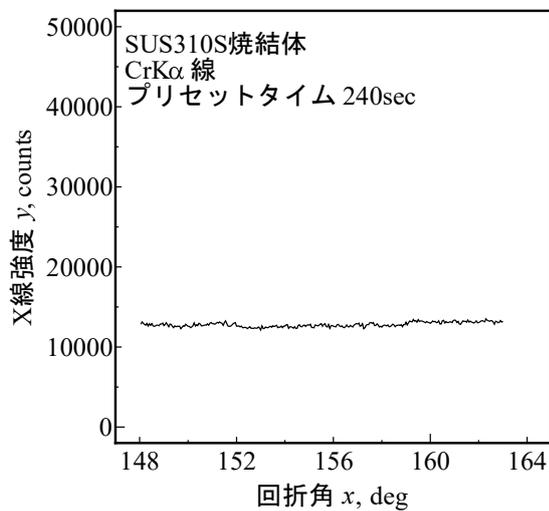
図 9 SUS430焼結体の回折線

変換の際、SUS310Sは98.5vol%の γ 相と1.5vol%の α 相で、SUS430は全て α 相であるとしている。また、表中のX線回折による定量値には、10箇所での平均値とばらつきを表すt分布の95%信頼限界を示す。いずれの試料についても、X線回折による定量値は信頼区間の範囲でオーステナイト量と一致しているが、信頼限界は後述の表4に示す焼結による試料の結果に比べてやや大きくなっている。これは、樹脂硬化による試料についてはX線回折にあずかる体積中に存在する粉末粒子数が少ないためと考えられる。

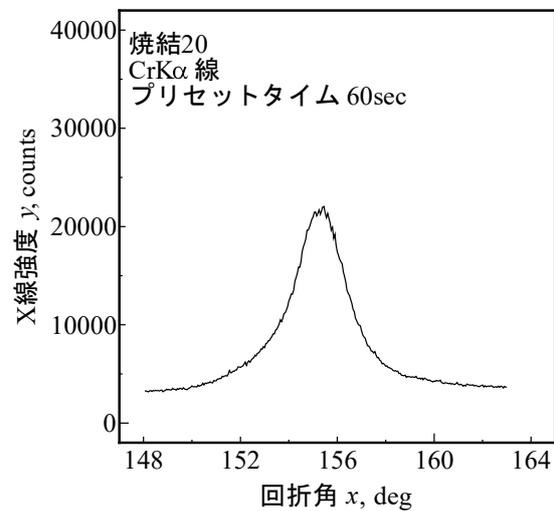
5.2 焼結による試料の定量結果

図9にSUS430焼結体、図10にSUS310S焼結体の回折線をそれぞれ示す。各図において(a)は α 相の(211)面のピーク付近、(b)は γ 相の(220)面のピーク付近を測定したものである。図9によってSUS430焼結体は α 相のみからなり、図10によってSUS310S焼結体は γ 相のみからなることが分かる。ここで、SUS310Sは図4に示す粉末の状態では少量の α 相が認められたが、焼結後では消失していることが分かる。

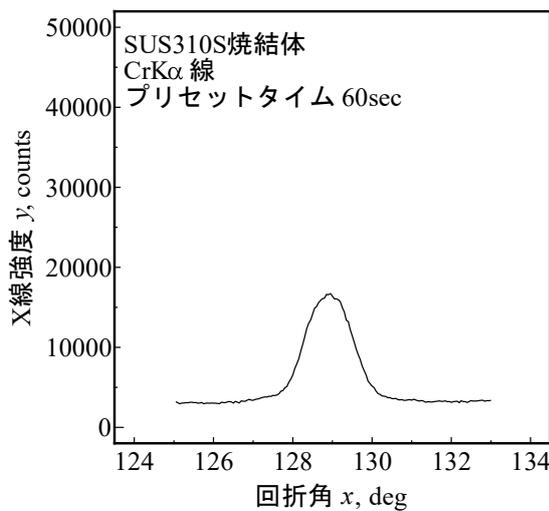
焼結20について、測定した回折線の一例を図11に示す。



(a) α 相 (211) 面

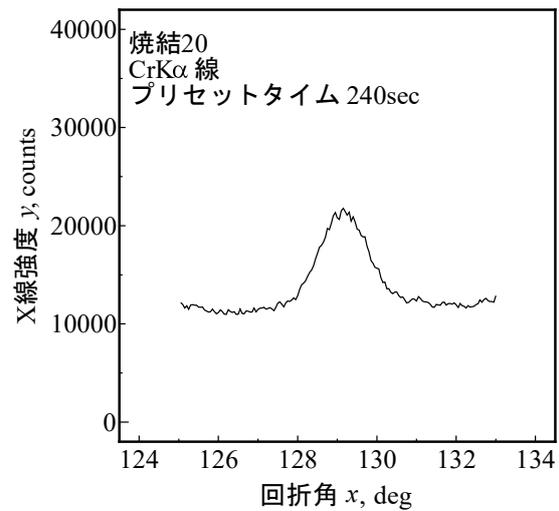


(a) α 相 (211) 面



(b) γ 相 (220) 面

図10 SUS310S 焼結体の回折線



(b) γ 相 (220) 面

図11 焼結20の回折線

表 4 焼結による試料の X 線回折による定量値と 95%信頼限界

試料	オーステナイト量, vol%	X 線回折による定量値, vol%
焼結 5	4.8	4.9 ± 1.2
焼結 10	9.7	8.5 ± 1.0
焼結 20	19.4	20.1 ± 1.5

図において、(a) は α 相の (211) 面、(b) は γ 相の (220) 面に対するピークである。

図 8 に示す樹脂 20 の回折線に比べて高強度になっており、また、 α 相の (211) 面に対する回折線が広いことが分かる。ここで、回折線が広がる理由としては、結晶の微細化や、微視的な欠陥の増加が挙げられる。

このような回折線から求めた焼結による試料のオーステナイト定量値を表 4 に示す。表中のオーステナイト量は、SUS310S および SUS430 の密度 7.98 および 7.70 ($\times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$)⁵⁾ を用いて vol% に変換した値である。変換の際、SUS310S は全て γ 相で、SUS430 は全て α 相であるとしている。また、表中の X 線回折による定量値には、10 箇所の平均値とばらつきを表す t 分布の 95% 信頼区間を示している。X 線回折による定量値は、焼結 10 ではオーステナイト量に比べて小さく、焼結 5 と焼結 20 ではオーステナイト量と信頼区間の範囲で一致した。焼結 10 において定量値がオーステナイト量と一致しない原因としては、粉末の混合が不均一であったことが考えられる。

なお、本報告書の実験結果については当所のホームページに掲載している⁶⁾⁻⁸⁾。

6. 結 言

(1) 残留オーステナイトの標準試料について、樹脂硬化および焼結による作製方法を示した。

(2) X 線による定量値は、樹脂硬化による試料については、3 個中 3 個ともオーステナイト値と信頼区間の範囲で一致し、焼結による試料については、3 個中 2 個が信頼区間の範囲で一致した。

参考文献

- 1) G. E. Hicho and E. E. Eaton, “A Standard Reference Material Containing Nominally Five Percent Austenite (SRM 485A)”, NBS Special Publication, 260-76, 1982.
- 2) 田山弘, “残留オーステナイトの X 線測定方法”, 熱処理, 第 17 巻, 4 号, 1977, pp.198-204.
- 3) 高橋利夫, “X 線回折法による残留オーステナイトの定量と炭素濃度測定”, 東北工業技術研究所技術資料, 第 23 号, 1999, pp.130-138.
- 4) 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”, 工業技術研究報告書, No.47, 2018, pp.29-35.
- 5) ステンレス協会編, ステンレス鋼便覧—第 3 版—, 日刊工業新聞社, 1995, pp.1427-1428.
- 6) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin2.html>, SUS310S と SUS430 の混合粉末を用いたオーステナイトの定量について「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2020年 3 月 6 日.
- 7) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin4.html>, 残留オーステナイト定量用の標準試料の試作 (その 1) 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2020年 3 月 6 日.
- 8) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin10.html>, 残留オーステナイト定量用の標準試料の試作 (その 2) 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2020年 3 月 6 日.

II ノート

セルロースナノファイバー(CNF)を用いた 材料の加工技術開発

岡田 英樹* 阿部 淑人* 内山 雅彦* 笠原 勝次* 村木 智彦* 小林 豊** 磯部 錦平***
 岡田 喜仁**** 楚山 智彦**** 中俣 恵一**** 田村 篤****
 根本 純司**** 込山 英秋**** 福島 彰太****

Development of Shaping Technologies for All-Cellulose Materials

OKADA Hideki*, ABE Yoshito*, UCHIYAMA Masahiko*, KASAHARA Katsuji*, MURAKI Tomohiko*,
 KOBAYASHI Yutaka**, ISOBE Kohei***,
 OKADA Yoshihito****, SOYAMA Toshihiko****, NAKAMATA Keiichi****, TAMURA Atsushi****,
 NEMOTO Junji****, KOMIYAMA Hideaki**** and FUKUSHIMA Shota****

1. 緒 言

プラスチック材料による海洋汚染が深刻化する中、脱プラスチックの流れが加速し、生分解性プラスチック材料や天然由来の素材への転換が検討され、環境負荷の小さい新素材の開発が進んでいる。北越コーポレーション(株)のグループ会社では、バルカナイズド・ファイバー(Vulcanized Fiber: 以下VF)と呼ばれる天然由来のオールセルロース材料を開発、製造しており、緻密で強靱、絶縁性が高いといった特長を持つことからプラスチック材料の置き換えが期待できるものである。VFは綿や木材パルプを抄紙した原紙を重ね合わせて塩化亜鉛溶液を含浸し、洗浄、乾燥工程を経て得られる。近年、セルロースナノファイバー(Cellulose Nano Fiber: 以下CNF)に注目が集まる中、VFの持つセルロースの微細構造について詳細に調査した結果、パルプ繊維の隙間をCNFゲルが補強するような構造であることが確認され、特徴的な物性が報告された¹⁾。

一方、CNFは世界的に用途開発が進んでいるが、製品化まで至っているものは少ない。そこ

* 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加茂センター

**** 北越コーポレーション株式会社

で平成30年度の共同研究事業では、CNFの商品化を目指して、CNFの粒子分散安定機能や木材や紙との親和性を生かした塗料を開発した²⁾。

開発した塗料によるコーティングとVFの新たな加工技術を組み合わせることで新たな植物由来の製品開発が期待できる。

本共同研究では、CNFを含有したオールセルロース材料であるVFの加工技術を開発し、プラスチック材料などの代替としてVFを活用した製品への展開を目指した。

ここでは、VFの加工性を評価するために実施したVFの機械的性質の把握とプレス加工性評価について報告する。

2. 実 験

2.1 VFの機械的性質の把握

VFの機械的性質(引張強さと引張破断伸び)に及ぼす板厚の影響、引張速度の影響、含水率の影響を把握するために引張試験を行った。試験片はVFのシートから10×180mmに切り出し、23°C、相対湿度50%環境下に24時間以上放置して供試した(以下この条件を標準条件とする)。引張試験には精密万能試験機AG-250kNI(株)島津製作所製)を用いて、試験を3回行い、その平均値を引張強さと引張破断ひずみとした。

板厚の影響は、0.8, 1.0, 1.2mmのVFを用いて標準条件で保管し、引張速度10mm/minで試験した。

引張速度の影響は、1, 10, 100mm/minの引張速度で試験し、板厚1.2mmのものを標準条件で保管して供試した。

また、含水率の影響については、標準条件で保管した後、超純水に浸漬する時間(40, 130, 300, 1440min)を変えて供試した。比較のために110°Cで100時間乾燥した試料(絶乾)についても試験を実施した。板厚は1.2mmのものをを用い、引張速度10mm/minで試験した。

なお、抄紙機の流れ方向をMD(Machine Direction), 横方向をTD(Transverse Direction)と表記する。

2.2 プレス加工性評価

VFの絞り成形性を把握するために、JIS Z 2247 エリクセン試験方法 に準じて張出し加工時の塑性変形特性を評価した。当該試験は本来金属薄板に対するものであるが、VFが30%程度の湿潤伸びを示すという報告もあり¹⁾、金属との比較検討も考慮してこの方法で行うこととした。

試験片のサイズは50×50×1.2mmとし、標準条件で保管したものを湿潤の影響を確認するために7, 22.5, 32°Cの超純水に0~90min浸漬してから供試した。試験機は高温用エリクセン試験機(株)広井工機製)を用い、パンチ温度は22.5°C、試験速度は5mm/minとした。試験は3回行い、平均値をエリクセン値とした。

油圧ハンドプレスを用いて簡易プレス実験を実施した。簡易型の製作には光造形3DプリンタForm2(Formlabs製)を使用し、材料としてハイテンプレジンを用いた。型の形状を図1に示す。

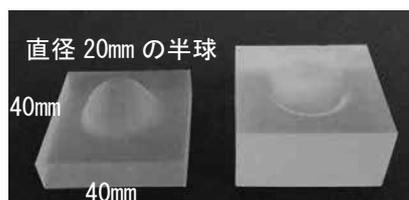


図1 簡易プレス実験に用いた型形状

試験片サイズは40×40×1.0mmとした。VFの前処理として、標準条件下で保管したものと30min水に浸漬したものをを用いた。

3. 実験結果と考察

3.1 機械的性質の把握

図2に(a)引張強さと(b)引張破断伸びに及ぼす板厚の影響を示す。0.8mmのTD方向の引張破断伸びが若干大きいものの、引張強さ、引張破断伸びともに板厚の影響は殆どみられなかった。

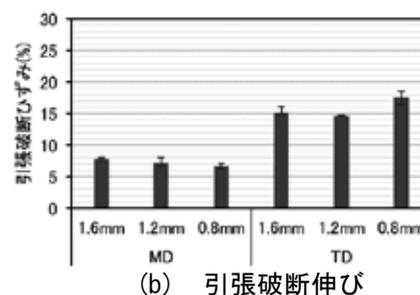
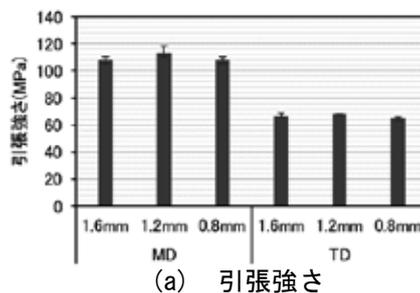


図2 引張試験結果(板厚)

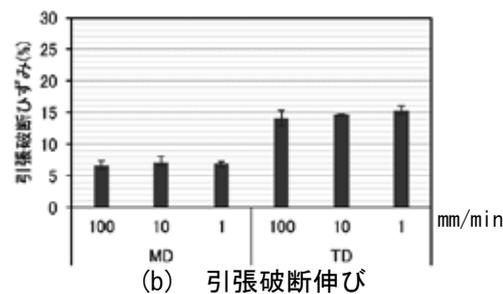
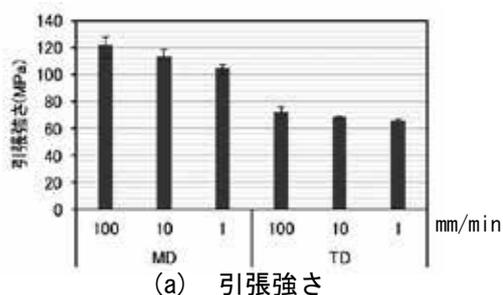
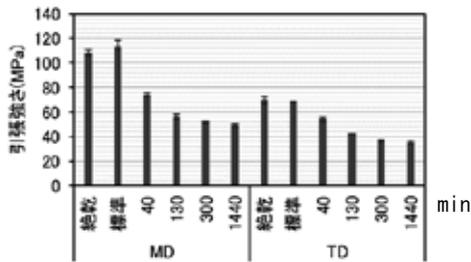
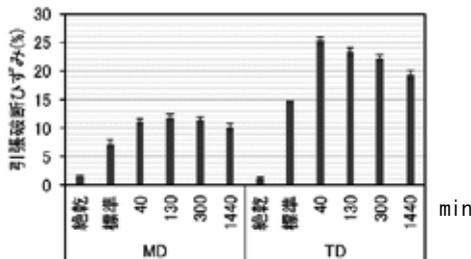


図3 引張試験結果(引張速度)



(a) 引張強さ



(b) 引張破断伸び

図4 引張試験結果 (浸漬時間)

製造方向では、MD方向の引張強さはTD方向に対して約1.6倍大きく、引張破断伸びは約半分であり、材料の異方性は大きいことが確認された。

図3に(a)引張強さと(b)引張破断伸びに及ぼす引張速度の影響を示す。引張強さは、製造方向に関係なく引張速度が速いほど大きい傾向があった。引張破断伸びは、MD方向では影響はみられないが、TD方向では引張速度が遅いほど伸びる傾向がみられた。

図4に(a)引張強さと(b)引張破断伸びに及ぼす浸漬時間の影響を示す。引張強さは、浸漬時間が長くなると低下するが、引張破断伸びは、標準条件に対して40min浸漬すると1.7倍伸びるようになり、そこから低下することが確認された。これは引張破断伸びを最大にする含水率が存在することを示唆している。絶乾試料は、標準条件で保管したものに比べて、引張強さが若干小さくなり、引張破断伸びは2%と大きく低下した。

3.2 プレス加工性評価

図5に7、22.5、32°Cの水に浸漬した場合のVFのエリクセン値の変化を示す。水温22.5と32°Cでの浸漬では、エリクセン値のピークを示すの

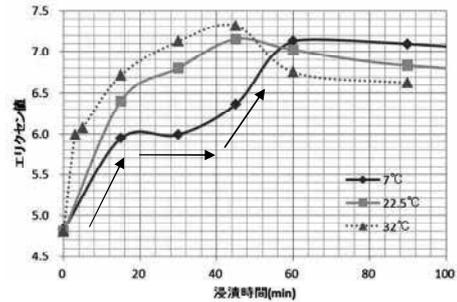
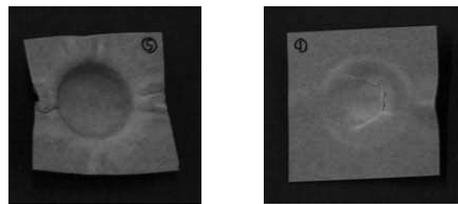


図5 浸漬時間とエリクセン値の変化



(a) 標準条件

(b) 30min 浸漬

図6 簡易プレス実験結果

は45min付近であった。7°C浸漬では60min付近でピークとなり低温ではエリクセン値のピークまでに時間がかかるようである。ちなみに、エリクセン値がピークを示した際のVFの含水率は30%程度であった。それ以上の浸漬を続けるとエリクセン値は徐々に低下していく。

また、エリクセン値がピークに達するまでに、上昇が鈍る部分がある(矢印で表示)。これについては、前述の引張試験でも同様であり、この傾向は水温が低いほど明瞭である。

今回試験した中では、32°Cで45min水浸漬した時のエリクセン値が7.3で最大となった。これは、一般的な金属材料に比べて高いものではないが、VFの伸びには異方性があり、今回の試験時の破断は、全て伸びの小さいMD方向で発生している。TD方向の湿潤伸びはMD方向に比べ2倍程度あることから、この異方性を解消できればさらにエリクセン値を上げ、成形性を高めることができると思われる。

図6に(a)標準条件で保管、(b)水に30min浸漬したものの簡易プレス実験の結果を示す。標準状態で保管したものは、初期段階でVFシートが破れてしまい、形を作ることができなかった。水

に浸漬したものは若干しわがあるものの半球状に形を作ることができた。この簡易プレス実験の結果は機械的性質やエリクセン試験の結果とも一致しており、水浸漬によってVFの引張強さや引張破断伸びが変化したことによって成形ができたものと推定される。

4. 結 言

(1) 機械的性質に及ぼす板厚，引張速度，水浸漬時間の影響について調査した。その結果，材料には異方性があり，水浸漬時間の影響が大きいことがわかった。

(2) エリクセン値に及ぼす水浸漬時間の影響を把握し，簡易プレス実験を実施して，VFのプレス成形性について検討した。

参考文献

- 1) 根本純司ら，“セルロースナノフィブリルで接着されたオールセルロース材料の解析”，紙パ技協誌，Vol. 72，No. 9，2018，pp. 1042-1049.
- 2) 岡田英樹ら，“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”，工業技術研究報告書，No. 48，2019，pp. 84-86.

クーラントに添加したアルカリ電解水とバブル水が工具寿命に与える影響

遠藤 桂一郎* 岡田 英樹* 中川 昌幸**
嶋 優仁*** 廣井 奈緒子*** 山口 貴史***

The Effects of Coolant with Alkali Water and Bubble Water on Tool Life

ENDO Keiichiro*, OKADA Hideki*, NAKAGAWA Masayuki**,
SHIMA Yuji***, HIROI Naoko*** and YAMAGUCHI Takashi***

1. 緒 言

切削加工の現場では、加工性を向上させる手段のひとつとして切削油剤が使用されている。主に水溶性切削油剤を水で希釈したクーラントが使用されているが、工場環境悪化ならびに加工特性悪化に関する問題がある。それらは、クーラントの腐敗による悪臭の発生、クーラントの切削性能の低下によるものである。そこで、腐敗抑制効果に加えて加工特性の向上が期待できるアルカリ電解水が現在注目されている。過去の研究では、アルカリ電解水やバブル水を添加することによる工具寿命向上効果が報告¹⁾されている。対象材料は炭素鋼 S45C と難削材のチタン合金(Ti-6Al-4V)である。

本研究では、過去に報告されていない難削材の Ni 基耐熱合金インコネルを対象として、加工特性を確認した。使用したクーラントは、水溶性切削油剤を水、アルカリ電解水、バブル水を添加したアルカリ電解水で希釈したものである。アルカリ電解水とバブル水が工具寿命に与える影響を調べるために、ドリルによる加工試験によって、工具寿命の確認と加工穴内面の表面粗さ測定、加工中の切削抵抗の測定を行った。あわせて、アルカリ電解水とバブル水を添加したクーラント特性との関係を調査した。

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

*** 株式会社山口製作所

2. 実験方法

2.1 供試材

本研究では難削材であるインコネル 600 を用いた。形状は 120mm×120mm、板厚 $t = 5\text{mm}$ である。インコネル 600 の代表的な物理的性質²⁾と (株) リガク製 (型番 ZSX Primus II) の蛍光 X 線分析装置で測定した主要な化学成分を表 1、表 2 にそれぞれ示す。日本電子 (株) 製 FE-SEM (型番 JSM-7800F PRIME) で観察した組織を図 1 に示す。

表 1 物理的性質

ブリネル硬さ		120~290
ヤング率 (GPa)		157
引張強さ (MPa)		600~1200
融点 (°C)		1370~1425
熱膨張係数 (20~100°C) ($10^{-6}/\text{K}$)		11.5~13.3
熱伝導率 (23°C) ($\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)		14.8

表 2 主要な化学成分

単位:mass%						
Ni	Cr	Fe	Mn	Si	Al	Ti
72.01	17.24	9.90	0.28	0.18	0.09	0.15

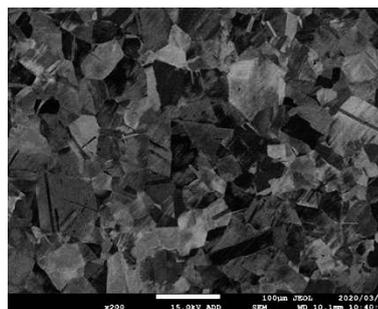


図 1 組織

2.2 工具寿命の比較試験とその品質評価方法

クーラント W, クーラント A, クーラント AB の 3 条件について, 工具寿命を比較するためにドリル加工試験を行った。表 3 に切削条件とクーラントの混合条件を示す。加工試験装置として大隈豊和機械 (株) 製立型マシニングセンタ (型番 MILLAC-5EX) を使用した。試験はクーラント W について 6 回, クーラント A について 2 回, クーラント AB について 2 回行った。本研究では工具寿命は工具が折損するまでの加工穴数とした。工具寿命比較試験の模式図を図 2 に示す。各クーラントにおいて, クーラントタンク内のクーラントを入れ替えて加工試験を行った。クーラント AB はクーラントノズル手前のバブル発生装置を通してバブルを発生させたのち, ワークへ供給した。

その時の加工穴をワイヤー放電加工機で半割れにし, (株) 東京精密製の接触式形状粗さ測定機 (型番 5000DX) を用いて, 穴内面の表面粗さ (算術平均粗さ Ra) を測定した。カットオフ波長 λ_c は 0.8mm とし, 測定長さは加工開始位置付近から 3mm とした。測定回数は各クーラントにおいて各 3 回とした。

2.3 切削抵抗の測定方法

クーラント W, クーラント A, クーラント AB の 3 条件について, ドリル加工試験を行った。表 4 にクーラントの混合条件を示す。切削条件と加工試験装置は 2.2 と同じとした。切削抵抗測定の模式図を図 3 に示す。切削抵抗を測定するためにワーク下部に切削動力計を設置し, 各クーラントにおけるスラスト方向の切削抵抗を測定した。切削抵抗は日本キスラー (株) 製の切削動力計 (型番 9271A) を用いて測定し, (株) 共和電業製のデータロガー (型番 EDX1500A) によってデータを記録した。クーラントは, 加工点より高い箇所に設置したクーラントタンクから自由落下でワークへ供給した。各クーラントにおいてクーラントタンク内のクーラントを入れ替えて加工試験を行った。加工

試験は工具 1 本につき 1 穴加工することとし, 各クーラントにおいて 3 回行った。ただし加工中に折損したデータは除いた。

表 3 切削条件とクーラントの混合条件

項目	条件
工具	TiNコートハイス鋼ドリル(直径Φ2.0mm)
主軸回転数	398min ⁻¹
切削速度	2.5m/min
送り量	0.05mm/rev
ステップ量	0.75mm/step
加工深さ	貫通穴
クーラントW	水溶性切削油剤5%+水95%
クーラントA	水溶性切削油剤5%+アルカリ電解水95%
クーラントAB	水溶性切削油剤5%+アルカリ電解水95%にバブルを発生させたもの

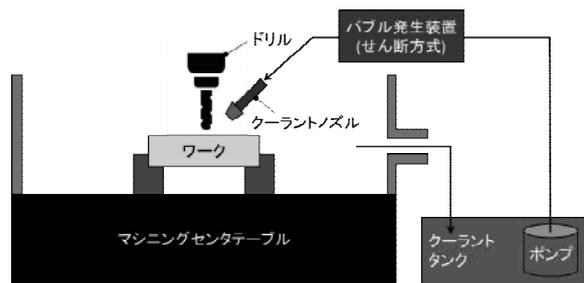


図 2 工具寿命の比較試験

表 4 クーラントの混合条件

項目	条件
クーラントW	水溶性切削油剤5%+水95%
クーラントA	水溶性切削油剤5%+アルカリ電解水10%+水85%
クーラントAB	水溶性切削油剤5%+アルカリ電解水10%+バブル水85%

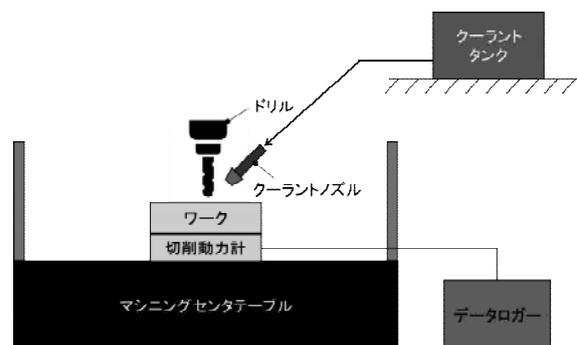


図 3 切削抵抗の測定

2.4 クーラントの特性評価方法

クーラント W, クーラント A, クーラント AB を用いて, 蒸発熱と液滴半径を測定した。クーラントの混合条件を表 5 に示す。蒸発熱はティール・エイ・インスツルメント・ジャパン (株) 製の示差走査熱量計 (型番 DSC250) を用いて, 約 15mg のクーラントを 40℃から 50℃に加熱し, 保持して蒸発熱量を測定した。濡れ性を評価するための液滴半径は協和界面科学 (株) 製の接触角計 (型番 DMs-401) を用いて, PET 材表面に 1μL のクーラントを滴下し, 約 6 分後の液滴半径をカメラで各 2 回測定した。

3. 結果と考察

3.1 工具寿命と穴内面の表面粗さとの関係

工具寿命の比較試験結果を図 4 に示す。クーラント W およびクーラント A と比べてクーラント AB は工具寿命が向上した。この時の加工穴内面の表面粗さを測定した結果を図 5 に示す。クーラント W とクーラント A では工具寿命が 20 穴程度であるため, 同程度の加工穴数として 1 穴目と 20 穴目の粗さを測定し比較した。1 穴目はクーラント W と A において粗さに大きな差がないが, クーラント AB は若干小さかった。20 穴目はクーラント W では著しく粗さが増加していた。これは粗さと工具摩耗の関係³⁾によって, 工具摩耗が進行し寿命に至ったと考えられる。クーラント A および AB の粗さは 20 穴目でもあまり増加しなかった。これらは 20 穴目においても工具摩耗量は少ないと考えられる。実際にクーラント AB の工具寿命は最大 150 穴まで加工が可能であった。しかしクーラント A は粗さが小さいが工具寿命は短かった。これは工具摩耗の進行によるものではなく, 切くずのかみ込みによる折損ではないかと考えられる。したがってクーラントの効果を確認する試験を行う場合は, 切りくずの排出を促すスルーホール付きのドリルを用いることが望ましいと思われる。

3.2 切削抵抗の測定結果

切削抵抗の測定結果を図 6 に示す。グラフの縦軸は加工によってドリルがワークを貫通するまでの切削抵抗の積算値とした。クーラント W と比べてクーラント A は切削抵抗が若干低下し, クーラント AB はさらに低下した。

表 5 クーラントの混合条件

項目	条件
クーラントW	水溶性切削油剤10%+水90%
クーラントA	水溶性切削油剤10%+アルカリ電解水10%+水80%
クーラントAB	水溶性切削油剤10%+アルカリ電解水10%+バブル水80%

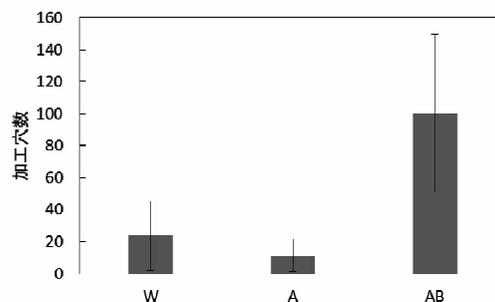


図 4 工具寿命

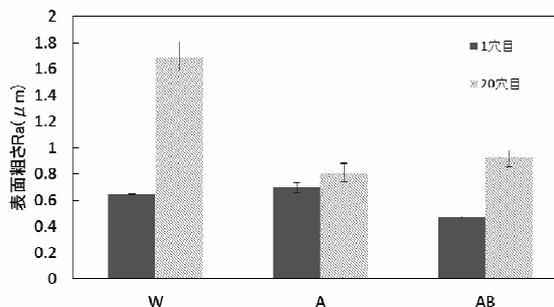


図 5 表面粗さ測定結果

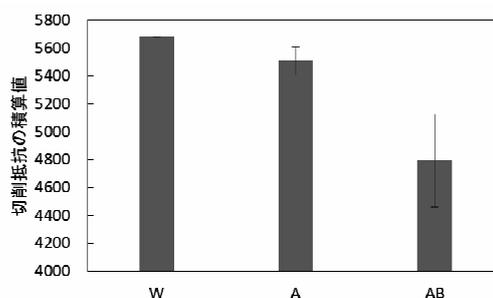


図 6 切削抵抗の測定結果

3.3 クーラントの特性評価結果

蒸発熱と液滴半径の測定結果を図7と図8に示す。蒸発熱はすべてのクーラントにおいてほとんど差がなかった。液滴半径はABが最も大きく、次にクーラントAが大きかった。クーラントWはクーラントAおよびABと比べて小さかった。この結果から、アルカリ電解水を添加したものは濡れ性が高く、バブル水を加えるとさらに濡れ性が向上することがいえる。したがって、濡れ性が高いことで浸透しやすくなり、表面との接触面積が大きくなるため潤滑性や冷却性が向上すると考えられる。

3.4 加工特性とクーラント特性の関係

3.1と3.2によってクーラントABを用いた加工特性として、工具寿命の向上や切削抵抗の低下がみられた。

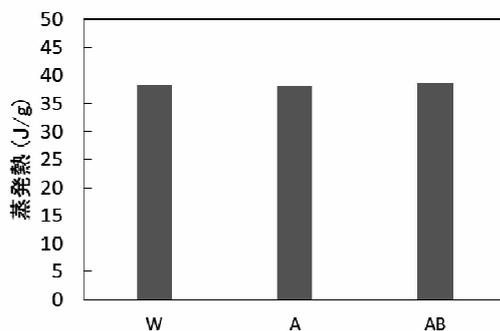


図7 蒸発熱の測定結果

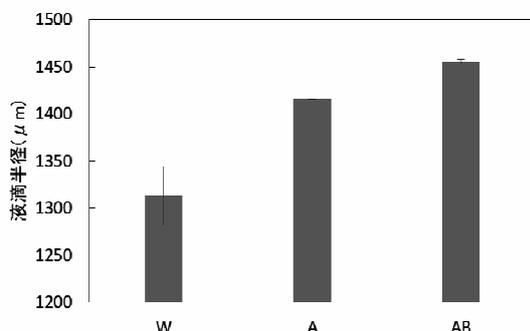


図8 液滴半径の測定結果

これは前項3.3で示されたようにクーラントにアルカリ電解水とバブル水を添加することによって、高い濡れ性が得られ、潤滑性や冷却性が向上したことによる効果と考えられる。

4. 結 言

- (1) 本研究ではアルカリ電解水とバブル水を含むクーラントを用いてインコネル600を対象に、工具寿命比較試験、切削抵抗の測定を行った。併せてクーラント特性評価を行った。
- (2) 工具寿命の比較試験を行った結果、アルカリ電解水を添加したクーラントにバブルを発生させたものは、工具寿命が向上した。その時の加工穴内面の粗さも小さかった。
- (3) 切削抵抗測定の結果、クーラントにアルカリ電解水を添加したものは切削抵抗が低下した。アルカリ電解水にバブル水を添加することでさらに低下した。
- (4) クーラントの特性を評価した結果、アルカリ電解水を添加したものは濡れ性が高いことがわかった。アルカリ電解水にバブル水を添加することでさらに濡れ性が向上することがわかった。

参考文献

- 1) 田辺郁男, ジュニオールライムンドダクルス, イエートットソー, 富岡恭平, 高橋智, ”マイクロバブルを混入した強アルカリ水を用いたドリル加工技術”, 日本機械学会論文集, 79巻, 799号, 2013, pp. 299-309.
- 2) インコネルとは, <http://www.rms-takayama.com/inconel/inconel.html>, 2020年3月16日.
- 3) 佐田登志夫, 天野和義, ”切削仕上面の粗さとバイトの摩耗との関連”, 精密機械, 26巻, 310号, 1960, pp.40-44.

レーザーマーキングステンレス鋼の耐食性に関する研究

諸橋 春夫* 渋谷 恵太* 天城 裕子*

Study on Corrosion Resistance of Laser Marked Stainless Steel

MOROHASHI Haruo*, SHIBUYA Keita* and AMAKI Yuko*

1. 緒 言

医療機器である手術用鋼製小物は、手術におけるセット組みや体内遺残防止などにおいて、トレーサビリティ確保が不可欠である。そのため鋼製小物に2次元シンボルをマーキングし、滅菌管理やトレーサビリティへの活用が行われている。そして、そのマーキングの有効手段の一つとして、レーザーマーキングがある。

また、このようなマーキングされた鋼製小物は、洗浄、滅菌処理が必須であり、各種処理液に浸すなどの過酷な環境に曝されることから、マーキング部の腐食が問題となる場合がある。

そこで本研究では、レーザーマーキング装置を用いて鋼へのマーキングを行い、そのマーキング部の化学状態や耐食性について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 試料

供試材は、鉗子、鑷子などに用いられるマルテンサイト系ステンレス鋼を用いた。その化学組成を表1に示す。この供試材は、熱処理後、各種研磨剤を用いた研磨と電解研磨を行った。

2.2 レーザーマーキング

マーキングは、アライ（株）製 BOWLRIX BX1020 を使用した IR レーザーマーキングと（株）キーエンス製 MD-U1020C を使用した UV レーザーマーキングにて行った。

IR レーザーマーキングは、レーザー波長 1064nm、出力 20W、レーザーパワー60%、フォーカス位

表 1 供試材の化学成分 (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
0.11	0.29	0.76	0.027	0.002	0.40	12.19	0.07

置-54 mmにてドット形状を並べて行った。

UV レーザーマーキングは、レーザー波長 355 nm、出力 2.5W (40kHz 時)、レーザーパワー 60%、スキャンスピード 30mm/s、パルス周波数 70kHz、フォーカス位置-20mm、印字回数 2 回にて四角形の領域を走査して行った。

2.3 マーキング部の観察および分析

マーキング部については、オリンパス（株）製 DSX500 による光学顕微鏡観察、日本電子（株）製 X 線マイクロアナライザー JXA-8100 による走査型電子顕微鏡(SEM)観察および定性分析ならびに日本分光（株）製 NRS-3100 によるラマン分光分析を行った。

2.4 耐食性試験

マーキングした試料の耐食性評価として中性塩水噴霧試験を行った。試験には、スガ試験機（株）製 STP-90V-2 塩水噴霧試験機を使用し、JIS Z 2371 に準じて、1時間行った。

3. 実験結果および考察

3.1 レーザによる熱影響

IR レーザーマーキングと UV レーザーマーキングの光学顕微鏡写真を図 1, 2 に、SEM 写真を図 3~5 に示す。SEM 観察によって、IR レーザーマーキング部ではひび割れが確認されたが、

* 下越技術支援センター

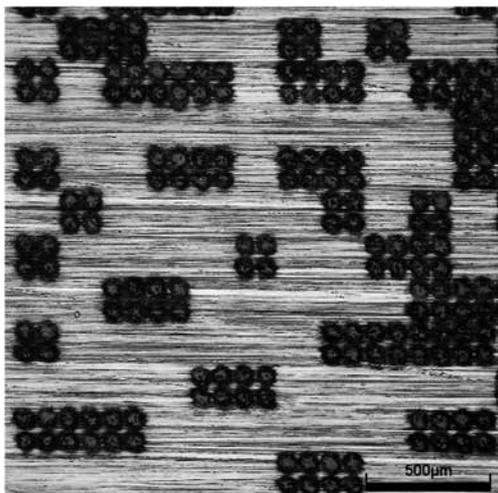


図1 光学顕微鏡写真 (IR レーザマーキング)

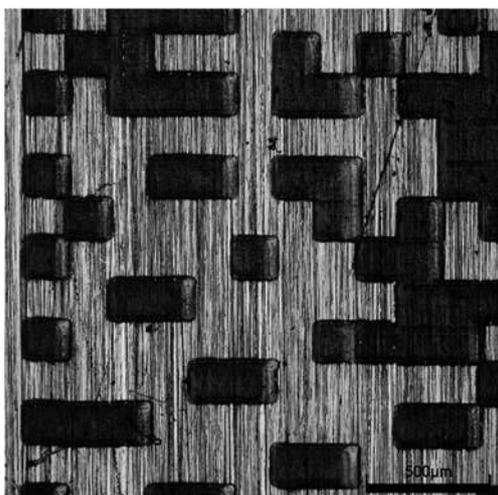


図2 光学顕微鏡写真 (UV レーザマーキング)

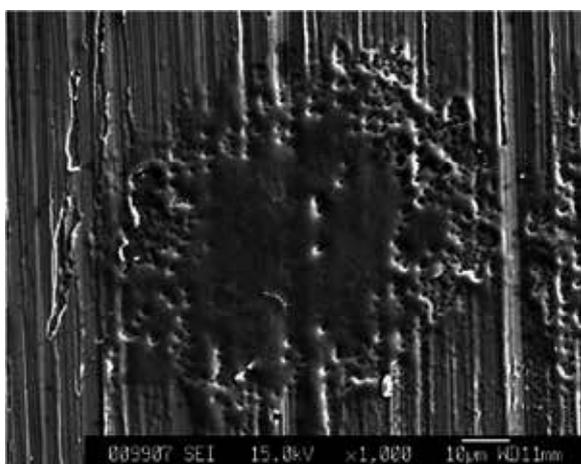


図3 SEM 写真 (IR レーザマーキング)

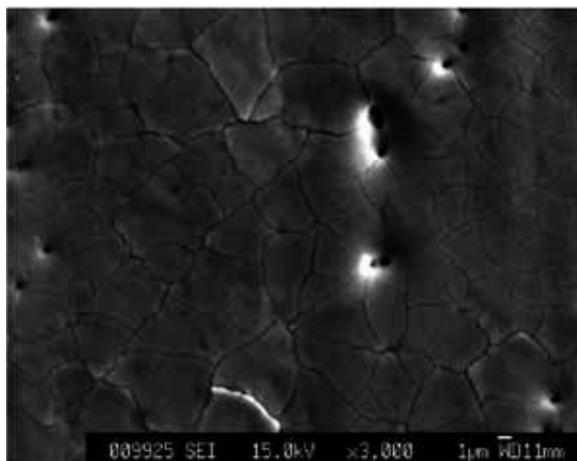


図4 SEM 写真 : 図3 中央部の拡大写真 (IR レーザマーキング)

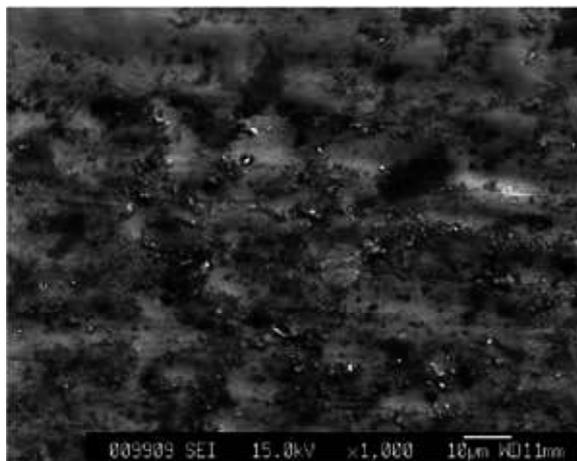


図5 SEM 写真 (UV レーザマーキング)

表2 レーザ照射部の半定量結果

Element	Mass%	
	IR レーザ	UV レーザ
C	0.620	1.921
O	20.017	12.530
Cr	8.618	10.376
Mn	0.805	0.775
Fe	69.940	74.398
Total	100.000	100.000

UV レーザマーキングでは確認されなかった。

また、X線マイクロアナライザーの定性分析で得られた半定量結果（表 2）においては、UV レーザ照射部の酸素濃度が、IR レーザ照射部よりも低く、ステンレス鋼表面の酸化が少ないことを示している。

上記の結果はどちらも IR レーザより UV レーザの方が、ステンレス鋼表面に与える熱応力や酸化などの熱影響が小さいことを示している。

3.2 レーザ照射部の化学状態

図 6, 7 に各レーザ照射部のラマンスペクトルを示す。これらの図における▼が $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ のピーク、◆が Fe_3O_4 のピーク位置である。これらから IR レーザ照射部では $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ と Fe_3O_4 、UV レーザ照射部では Fe_3O_4 が確認された。

また、ステンレス鋼に添加される Cr 含有量が 10 または 15% の鋼では、加熱すると 4 層の酸化皮膜が形成され、そのうちの最表面に $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、その下の層に Fe_3O_4 が生成する¹⁾との

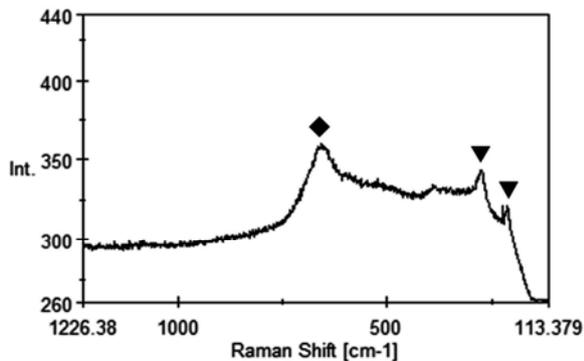


図 6 IR レーザ照射部のラマンスペクトル

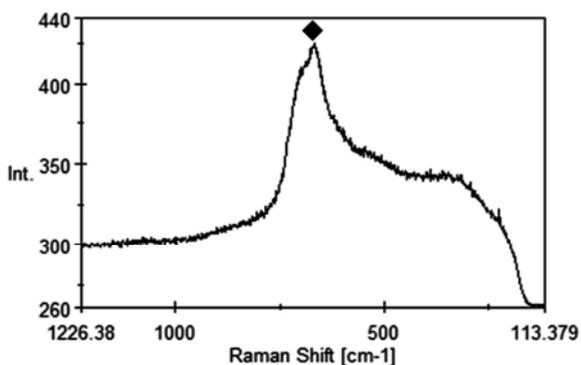


図 7 UV レーザ照射部のラマンスペクトル

ことから、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ が検出されなかった UV マーキング部最表面においても膜厚が十分に薄い $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ が存在すると考えられる。そして、IR レーザより熱影響が小さい UV レーザにおいては、IR レーザよりも鉄の酸化が少ないため、鉄に対する酸素比率が Fe_3O_4 より大きい $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ が少なかったと考えられる。

3.3 塩水噴霧試験

塩水噴霧試験の結果を図 8, 9 に示す。IR レーザ照射部より UV レーザ照射部の方が錆発生が多く、錆はレーザ照射部の縁から発生していることが確認された。

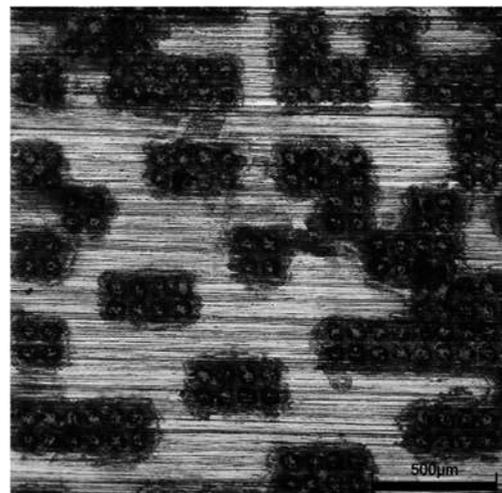


図 8 塩水噴霧試験後（IR レーザマーキング）



図 9 塩水噴霧試験後（UV レーザマーキング）

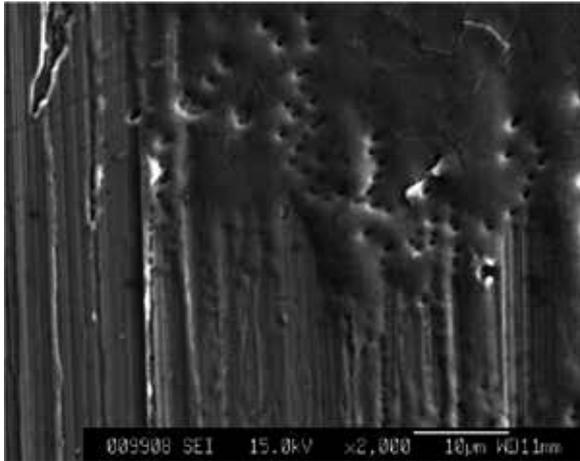


図 10 SEM 写真 (IR レーザマーキング)

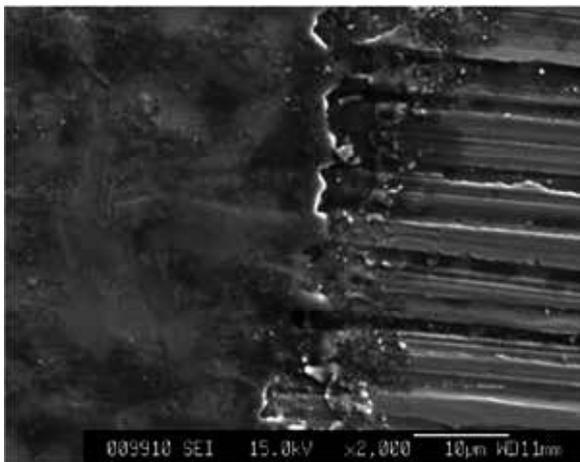


図 11 SEM 写真 (UV レーザマーキング)

また、塩水噴霧試験前のレーザー照射部縁付近

の SEM 観察 (図 10, 11) において、UV レーザ照射部の縁付近に皮膜の剥がれが確認されたが、IR レーザ照射部では確認されなかった。この皮膜の剥がれ部では素地が外的環境から保護されていない状態であると考えられ、このことが錆発生の原因となっているものと推測される。

なお、IR レーザより UV レーザの熱影響が小さいことから、この剥がれの原因は、UV レーザ照射による影響ではなく、走査方式による照射や走査回数の影響が大きいと思われる。

4. 結 言

- (1) IR レーザより UV レーザの方が、ステンレス鋼に与える熱影響が少なかった。
- (2) 塩水噴霧試験において IR レーザ照射部より UV レーザ照射部の方が、錆発生が多かった。
- (3) UV レーザ照射部の縁付近では皮膜の剥がれが確認され、これが耐食性低下の原因と考えられる。皮膜の剥がれは、走査方式による照射や走査回数の影響が大きいと思われる。

参考文献

- 1) ステンレス協会編，“ステンレス鋼便覧 第3版”，日刊工業新聞社，1995，p.375.

1 GHz 以下の放射電界強度測定における 電波暗室の相関調査

石澤 賢太* 福嶋 祐一*

Site Correlation Characteristics Survey for Radiated Emission Measurement below 1 GHz
between Anechoic Chambers

ISHIZAWA Kenta* and FUKUSHIMA Yuichi*

1. 緒 言

平成 31 年 3 月、中越技術支援センターに 10 m 電波暗室（登録）を新設した。測定距離 10 m で放射電界強度の測定が可能であり、下越技術支援センターに既設の 3 m 電波暗室（登録）と同様に（一財）VCCI 協会への設備登録を行っている。

令和元年 7 月より供用を開始したことから、今後は 3 m 電波暗室と 10 m 電波暗室の双方を利用して製品評価を行う企業があると想定される。そこで、両電波暗室で 1 GHz 以下の放射電界強度測定における測定値の相関を調査することとした。

ここでは、コムジェネレータ（基準信号発生器）を用いた放射電界強度測定の結果から相関調査を試みたので、その概要を紹介する。

2. 対象とする電波暗室の概要

図 1 に 10 m 電波暗室の内観、表 1 に両電波暗室の主要諸元を示す。1 GHz 以下における電波暗室の測定系において、放射電界強度の測定値を得るために重要な要素は、①受信アンテナなどの測定機器の校正（国際および国家標準へのトレース）、②測定系の補正係数の校正および③電波暗室の電界伝搬特性を表す正規化サイトアッテネーション（Normalized Site Attenuation：以後 NSA と呼称する）特性である。両電波暗室は、①および②について同一の校正方法を適用し運用している。③については国際

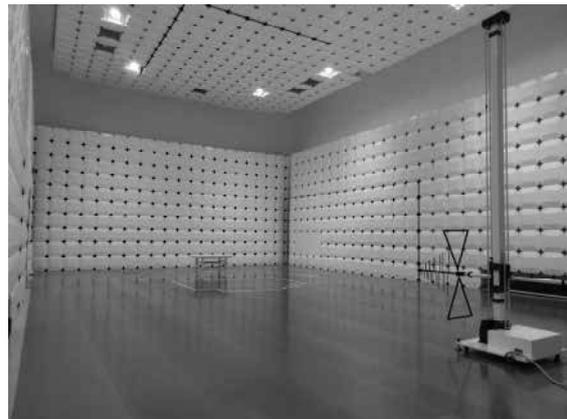


図 1 10 m 電波暗室（登録）の内観

表 1 電波暗室の主要諸元

	3 m 電波暗室 (下越技術 支援センター)	10 m 電波暗室 (中越技術 支援センター)
室内 有効寸法	L : 9.4 m W : 6.3 m H : 5.8 m	L : 20.2 m W : 11.9 m H : 7.9 m
測定距離 範囲	1 m ~ 3 m	1 m ~ 10 m
測定周波数 範囲	9 kHz ~ 18 GHz	9 kHz ~ 18 GHz
NSA の 許容範囲	±4 dB 以内	±4 dB 以内
ターン テーブル	直径 : 1.5 m 耐荷重 : 500 kg	直径 : 3 m, 5 m 耐荷重 : 5,000 kg

規格など¹⁾²⁾によって理論値が定められており、これに合致するように設計されているが、電波暗室の形状や電波吸収体などの電波暗室を構成する材料の違いによって偏差が発生する。偏差については、国際規格によって±4 dB の許容範囲が定められている。

* 中越技術支援センター

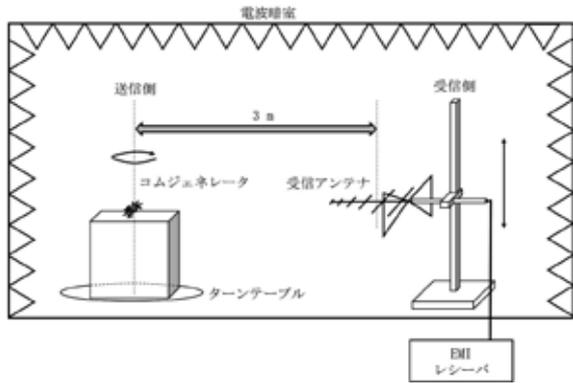


図2 調査に用いた測定系

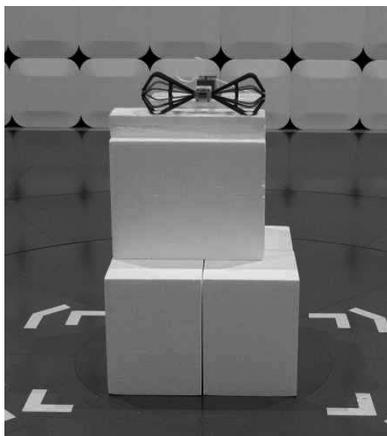


図3 測定に用いたコムジェネレータ

3. 調査内容

本調査では周波数範囲 50 MHz ~ 1 GHz を対象とし、図 2 に示す測定系において安定した電界を放射するコムジェネレータ (図 3) を用いて、両電波暗室の放射電界強度を VCCI-CISPR32¹⁾ に基づき測定し比較した。

4. 調査結果ならびに考察

図 4 および図 5 に両電波暗室での測定距離 3 m における準尖頭値検波による測定結果を示す。両図ともに棒グラフは実測値を、折れ線は差分を表す。測定値の差分は最大 2.2 dB であり、NSA 理論値からの許容範囲である ± 4 dB 以内と、良好な相関を確認した。

なお、測定電界強度の差異が最大となったのは水平偏波の 50 MHz であった。これには、電

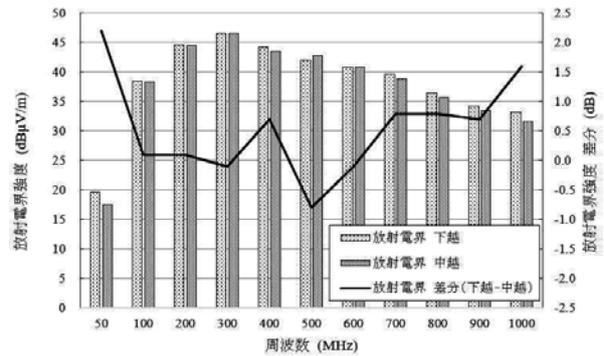


図4 測定結果 (水平偏波)

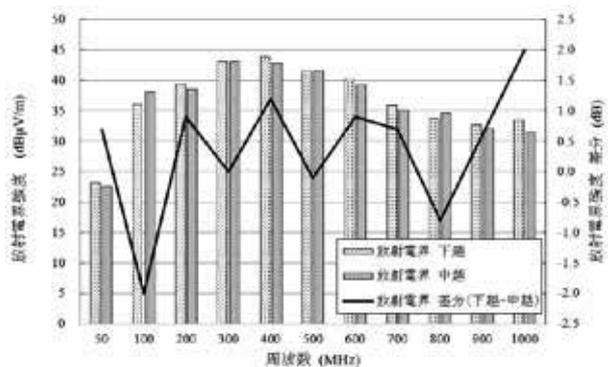


図5 測定結果 (垂直偏波)

波暗室の形状や電波吸収体など電波暗室を構成する材料の違いが関係していると考えられる。

5. 結 言

- (1) 50 MHz ~ 1 GHz における放射電界強度測定に関して、電波暗室相関調査を試みた。
- (2) 50 MHz ~ 1 GHz において、測定値の差分は最大で 2.2 dB であった。NSA 理論値からの許容範囲である ± 4 dB 以内と、良好な相関を示すことを確認した。

参考文献

- 1) (一財) VCCI 協会, “VCCI 技術基準 VCCI-CISPR32:2016”, 2016.
- 2) IEC, “CISPR16-1-4 ed4.0, Radio disturbance and immunity measuring apparatus - Antennas and test sites for radiated disturbance measurements”, 2019.

ディープラーニングによる金属破断面観察画像の分類

福嶋 祐一* 石澤 賢太* 樋口 智* 斎藤 雄治* 大野 宏*

Classification of Metal Fracture Surface Observation Image using Deeplearning

FUKUSHIMA Yuichi*, ISHIZAWA Kenta*, HIGUCHI Satoru*, SAITO Yuji* and OHNO Hiroshi*

1. 緒 言

県内で盛んな機械部品産業において部品の破損事故が発生した場合、再発防止には破損に至った原因や経緯を明らかにする必要がある。原因の解明には破断面の観察が有効であるが、破断面の特徴を捉え、原因を正しく推測するには多くの経験・知識が必要である。リソース不足が叫ばれる昨今、そのような技術者を育成することは、大変な労力が必要である。

一方、画像認識分野で高い認識精度が得られるディープラーニングが近年注目を集めており、産業利用が盛んになっている。ディープラーニングによって破断面を自動で分類することができれば、破損事故解析の省力化が期待できる。さらに、正しい分類とその特徴を示すことで、若手技術者育成にも役立つものと考えられる。

本稿では、ディープラーニングによる金属破断面観察画像の分類およびその精度向上に取り組んだ内容を示すとともに、分類の決め手となった特徴を可視化する手法について述べる。

2. 金属破断面とディープラーニング

2.1 金属破断面の種類

破損事故の要因は、負荷の種類によって静的破壊と動的破壊に大別できる。静的破壊の代表的なものとして延性破壊や脆性破壊、動的破壊の代表的なものとして疲労破壊が挙げられる。

それぞれの破断面を走査型電子顕微鏡でミクロ的に観察すると特徴的な形態を確認できる。延性破壊ではディンプル（くぼみ）、脆性破壊

では粒界破面（例えばロックキャンディ）、疲労破壊ではストライエーションと呼ばれる多数の平行線からなる縞状模様が観察できる。他にも、粒内で脆性的に破壊が起きた場合（へき開破壊）に現れるリバーパターンなどがある。

今回は、破断面の中でも特徴的かつ実例も多いディンプル、粒界破面、ストライエーションの3種類を画像認識による分類の題材とした。

2.2 畳み込みニューラルネットワーク

ディープラーニングは人工知能の一分野であり、生物の脳神経回路網を計算機上でモデル化したニューラルネットワークを基盤としている。画像認識の分野では、LeCunらが提案した畳み込みニューラルネットワーク（Convolutional Neural Network：以下、CNN）¹⁾を基にしたネットワークがよく用いられる。図1に基本的なCNNの構成を示す。CNNは、入力画像が持っている特定の特徴をとらえる畳み込み層、データの次元数の削減や、画像の位置ずれなどを吸収するプーリング層、抽出した特徴量と出力とを紐づけ、分類を行う全結合層などから構成されている。出力層から誤差を逆伝搬し、正しく認識できるよう特徴量を各層に学習させることで、入力画像を正しく認識できるようになる。

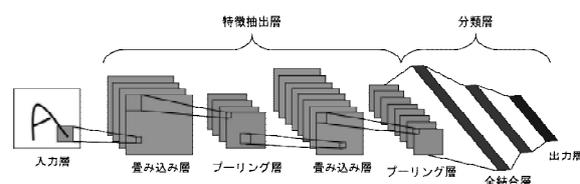


図1 基本的なCNNの構成

* 中越技術支援センター

2.3 ディープラーニング用ツール Keras

Keras はオープンソースのディープラーニング用ソフトウェアライブラリであり、Google が開発したディープラーニング用ライブラリ TensorFlow の上位で動作するように設計されている。TensorFlow においてもニューラルネットワークの構築・学習を行うことができるが、各層の設定などを細かく定義する必要があり、使いこなすにはある程度の修練が必要となる。Keras では、そのような定義がすでに行われており、簡単にネットワークを構築できるため、プログラムなどの経験が少なくても比較的扱いやすい。今回は、この Keras を主体とし、バックエンドに TensorFlow を使用して、画像を分類した。

3. ResNet50 を用いた破断面の分類

自身で CNN のネットワークを構築し、学習を行う場合、良好な結果を出すまでに多くの試行錯誤が必要になり、膨大な時間が必要となる。また、画像枚数が少ない場合、良好な学習が行えず、学習データでは認識率が高いにもかかわらず検証データでは認識率が上がらない過学習という現象に陥りやすい。それらの対策として、転移学習がある。

転移学習とは、すでに学習を実施した CNN の特徴量抽出層（畳み込み層やプーリング層など）の重みデータを利用することで、好結果を得られる手法である。学習済みモデルの特徴量抽出層の重みを使い、結合層、出力層を含む分類層のみを、対象の画像を用いて新たに学習させることで、試行錯誤の労力を減らしつつ、高い認識率を得ることが可能である。

学習済みモデルにはいくつかの種類があるが、今回は、スキップ接続を有する Residual モジュールを利用し、ネットワークの層が深くても効率的な学習が行える ResNet50 を用いて破断面を分類した。図 2 に示すような ResNet50 の特徴抽出層を用いたネットワークによって学習および認識の検証を行った。

3.1 学習および検証データ

学習および認識率の検証を行うための画像として、ディンプル画像を 42 枚、粒界破面画像を 22 枚、ストライエーション画像を 79 枚用意した。各画像を学習用画像と検証用画像の割合がおおよそ 8 : 2 になるように分け、それぞれで使用した。

3.2 転移学習結果

図 3 に学習および検証データの正解率を示す。検証データの正解率は最終的に 82.8 % となり、比較的高い正解率を示した。しかし、学習データでは正解率が 100 % に達しているのに対し、検証データでは 82.8 % と少し差がある。転移学習だけでは過学習が抑えられておらず、さらなる改善が必要であることがわかる。



図 2 ResNet50 を用いた転移学習のネットワーク構造

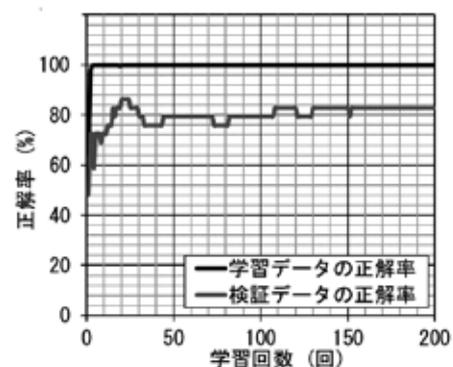


図 3 ResNet50 を用いた転移学習の結果

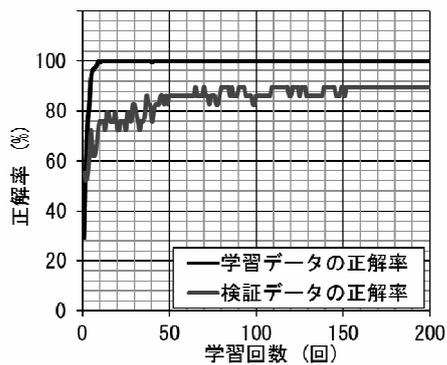


図 4 GAP2D 層を使用した場合の正解率

3.3 過学習対策

3.2 項において確認された過学習の追加対策として、一般的によく用いられる 3 種類の対策を適用した。その内容について報告する。

3.3.1 Global Average Pooling 2D 層

Global Average Pooling 2D 層（以下、GAP2D 層）は、モデルを単純にして計算するパラメータを減らすことで、過学習に対して一定の効果を発揮することが知られている²⁾。従来の Flatten 層は、特徴抽出層の複数ある 2 次元データをそのまま 1 次元に順に配列するため、計算パラメータ数が多くなる。一方、GAP2D 層は前段の特徴抽出層にある 2 次元データの平均値を 1 次元に配列する機能を持つため、パラメータ数は少なくなる。

図 2 における Flatten 層を GAP2D 層に置き換えたネットワークにて、学習および認識の検証を行った結果を図 4 に示す。検証データの正解率は 89.7 % となった。図 3 と比較すると、学習の収束は遅くなったが、検証データの正解率は増加したため、GAP2D 層への変更は過学習対策として効果があることを確認できた。

3.3.2 画像データの増し

過学習が起きる要因の一つは、学習対象の画像データが少ないことに起因する。そのため、画像データを増やすことが対策として有効である。Keras では、ImageDataGenerator 関数

表 1 画像の水増しの設定

設定項目	設定内容
画像の回転 (rotation_range)	0 ~ 40 deg
画像のシフト (width_shift_range) (height_shift_range)	0 ~ 20 %
せん断変換 (shear_range)	0 ~ 0.2 deg
ズーム (zoom_range)	0 ~ 20 %
水平方向反転 (horizontal_flip)	あり

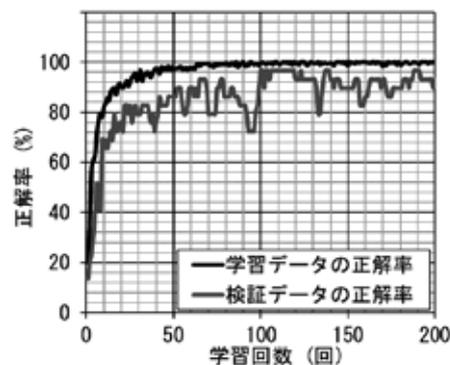


図 5 画像データの水増しを追加した場合の正解率

を用いることで、簡単に反転画像や、回転画像などを生成できる。3.3.1 項の対策に加えて、表 1 に示す設定で画像データを水増しし、学習および認識の検証を行った結果を図 5 に示す。図 4 と比較すると、学習の収束はより遅くなったが、検証データの正解率は、93.1 % と高い数値を示した。このことから、画像データの増しも過学習対策に効果があることがわかる。ただし、画像の水増しはランダムに行われているため、学習を行う度に結果が変動しやすくなることに注意が必要である。

3.3.3 Dropout 層

Dropout 層は、学習時に一定の割合で出力データを不活性化（無視）することで、過学習を

緩和し、精度を上げるための手法である。今回は、図 2 における全結合層と出力層との間に Dropout 層を追加した。

3.3.1, 3.3.2 項の対策に加えて、Dropout 層を追加して学習および認識の検証を行った結果を図 6 に示す。検証データの正解率は、96.6 %であった。学習データの正解率と検証データの正解率がほぼ同じ軌跡を描いており、過学習がほとんど起きていないことがわかる。ただし、図 5 と比較すると、学習の収束までに多くの学習

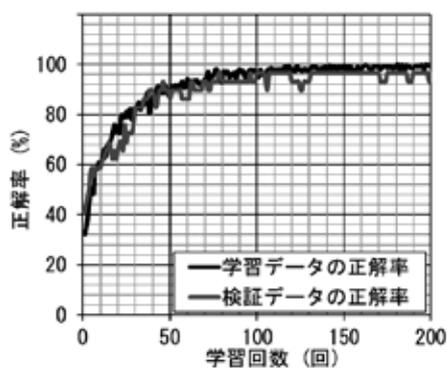


図 6 Dropout 層を追加した場合の正解率

表 2 今回使用した学習済みモデル

モデル名	概要
VGG16 (2014)	<ul style="list-style-type: none"> ・シンプルに畳み込み層などの特徴抽出層を積み重ねた構造 ・インターネットや書籍での実施例が多い
Inception V3 (2014)	<ul style="list-style-type: none"> ・Inception モジュールという並列の畳み込み層からなるモジュールを積み重ねたネットワーク
ResNet50 (2015)	<ul style="list-style-type: none"> ・スキップ接続を有するResidualモジュールを導入し、層が深いネットワークでも効率よく学習することが可能
Xception (2017)	<ul style="list-style-type: none"> ・Inception の改良版という位置づけ。ただし方法論が異なる。 ・Depthwise Separable Convolution と、Residualモジュールを組み合わせようようなネットワーク構造
MobileNet V2 (2018)	<ul style="list-style-type: none"> ・携帯機器でも扱えるよう計算量を少なくしていることが特徴 ・Depthwise Separable Convolution という畳み込み手法を採用

回数が必要である。

4. 学習済みモデルごとの転移学習の比較

4.1 学習済みモデル

画像認識のコンペティションであるILSVRCで使用されている画像データセットImageNetには、1,000種類の画像がそれぞれ約1,000枚用意されている。この画像データセットを用いて学習を行った学習済みモデルを表 2 に示す。3章では、ResNet50を用いたが、ここでは表 2 に示すモデルで転移学習を行い、比較した。

4.2 比較条件

学習および検証用の画像データについては、3.1 項に示す内容と同様である。各学習済みモデルには、3.3 項の過学習対策を適用した。図 7 に、そのネットワーク構造を示す。

4.3 転移学習の結果

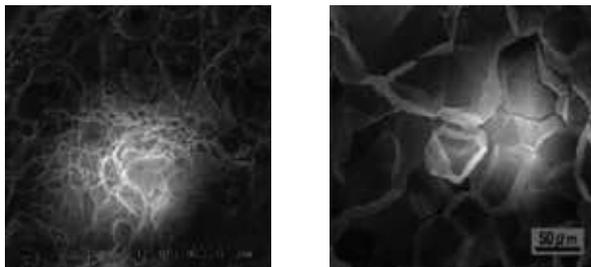
表 3 に各学習済みモデルを用いて転移学習を行った結果を示す。今回試した学習済みモデルの中では、Xceptionが最も高い検証データの正解率を示した。しかし、学習データの正解率が99 %以上になるまでに要した学習回数は、Xceptionが最も多く必要とした。ResNet50およびInception V3が学習時間と得られる結果のバランスが良かった。



図 7 比較を行う際のネットワーク構造

表 3 各学習済みモデルの転移学習の結果

学習済みモデル	60 回学習後の検証データの正解率(%)	学習データの正解率が99%以上になるまでに要した学習回数(回)
VGG16	89.7	17
Inception V3	93.1	22
ResNet50	93.1	20
Xception	96.6	54
MobileNet V2	86.2	26



(a) ディンプル

(b) 粒界破面

(c) ストライエーション

図 8 Grad-CAM による可視化

5. Grad-CAM による可視化

CNN を用いて画像認識を行い、高い検証データの正解率を得られた場合でも、認識対象の特徴を正しくとらえて分類しているかがわかりづらい。そのため、分類結果が表示されても技術者は何を基に CNN が決定したのかを把握できないため、経験の蓄積はできない。

そうしたことから、近年、CNN が画像のどの部分を注視して分類を行ったのかを可視化するための手法が多く開発されている。今回は、

Grad-CAM³⁾という手法を用いた。Grad-CAM は、特徴量抽出層に勾配の変化を加え、その時に生じる出力の変化量を基に画像分類にとって重要な位置を特定する手法である。

図 6 の認識結果を得た CNN モデルを使用して可視化を行った結果を図 8 に示す。白色が強いほど、その部分を CNN が注視していることを示す。図に示すとおり、各破面観察画像に対して、その特徴部分をよく捉えられていることがわかる。

6. 結 言

- (1) 短時間で良好な結果を得る方法として転移学習がある。転移学習のみを適用したネットワークでも好結果が得られる。
- (2) 一般的に用いられる 3 つの過学習対策の有用性を確認した。転移学習と合わせることで高い認識結果を得られた。
- (3) 複数の学習済みモデルを用いて転移学習を行い、Xception が最も良い結果を示した。ただし、計算機の性能、学習時間などを考慮して学習済みモデルを選択するとよい。
- (4) CNN がどの部分を注視して分類の決め手としたかを可視化する手法として Grad-CAM があり、破断面の分類でも有効であった。

参考文献

- 1) Y. LeCun et.al, “Gradient-based Learning Applied to Document Recognition”, *Proceedings of the IEEE*, Vol.86, No.11, 1998, pp.2278-2324.
- 2) M. Lin et al, “Network In Network”, arXiv (2014), <https://arxiv.org/pdf/1312.4400.pdf>
- 3) Ramprasaath R. Selvaraju et al., “Grad-CAM: Visual Explanations from Deep Networks via Gradient-based Localization”, arXiv(2017), <https://arxiv.org/pdf/1610.02391.pdf>

各種センサによる形状データ取得に関する研究

馬場 大輔*

Study of Shape Data Acquisition from Various Distance Sensor

BABA Daisuke*

1. 緒言

現在、レーザ、超音波、赤外線といった測距センサが安価に入手することができ、これらのセンサによって測距を簡便に実施することが可能となっている。

これらのセンサを用いて、距離データを系統的に取得することによって形状データを得る研究は以前から行われているが¹⁾、同一対象物の形状データを複数種類の安価なセンサで取得する試みはあまりなされていない。

本研究は安価なセンサを用いることによって、求められている精度のデータを取得できるかについて知見を得る目的で実施した。

2. 測定

2.1 測定方法

測定対象物として図 1(a)のような木材片を用意した。測定はいずれも 23 °C の環境下で行い、図 1(a)の体勢で測定対象物を床面に自然に置き、床面とほぼ平行な平坦面（以下、①面と記す）と床面と約 45 ° の傾きをなす傾斜面（以下、②面と記す）について実施した。

また、測距センサによる測定とともに 3D スキャニングシステム（3D systems.inc 製 Geomagic Capture）による測定もあわせて行った。測距センサとしては赤外線センサ（Sharp 製 GP2Y0E03）、レーザセンサ（STMicroelectronics 製 VL53L0X）、超音波センサ（SainSmart 製 HC-SR04）の 3 種類を使用した。GP2Y0E03 は赤外線を用い三角測量の原理によって測定対

* 上越技術支援センター

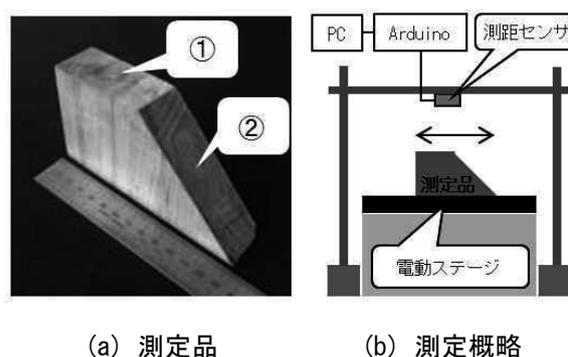


図 1 測定品および測定概略

象物までの距離を測定するもの、VL53L0X はレーザ光を用い測定対象物からの反射時間によって距離を算出するもの、HC-SR04 は超音波パルスを用い測定対象物からの反射時間によって距離を算出するもので、いずれも安価に入手することができる。

測距センサによる測定の際は、図 1(b)に示すようにセンサを角型棒に取り付け、Arduino に接続して PC で測定結果を読み取るようにし、電動ステージ（Nikon 製 9VA-J1）を 135 mm × 35 mm の範囲で 5 mm 間隔に移動させて位置決めし、それぞれの位置での距離値を記録した。

2.2 測定結果

図 2 に 3D スキャニングシステムによる測定結果を、図 3～5 に各センサによる測定結果を示す。

各図(d)の A, B, C は視点方向、各図(a), (b), (c)はそれぞれ A, B, C の方向から見たときの画像であり、いずれの図でも床面からの高さ 5 mm 間隔で濃淡が繰り返されるように表示している。図 6 に図 2～5 の高さ分布を示す。

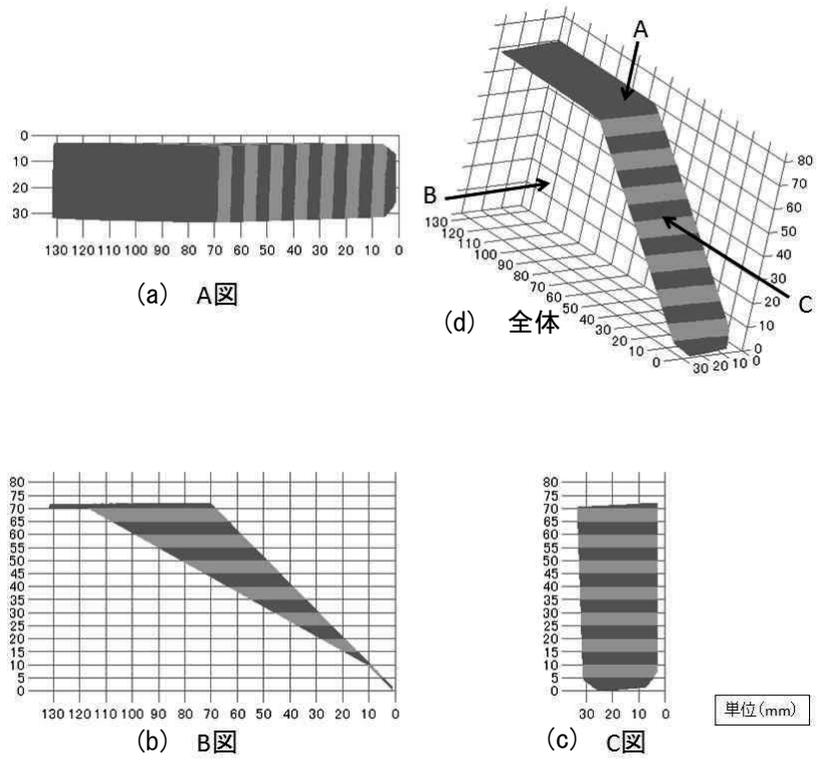


図2 3D スキャニングシステムによる測定

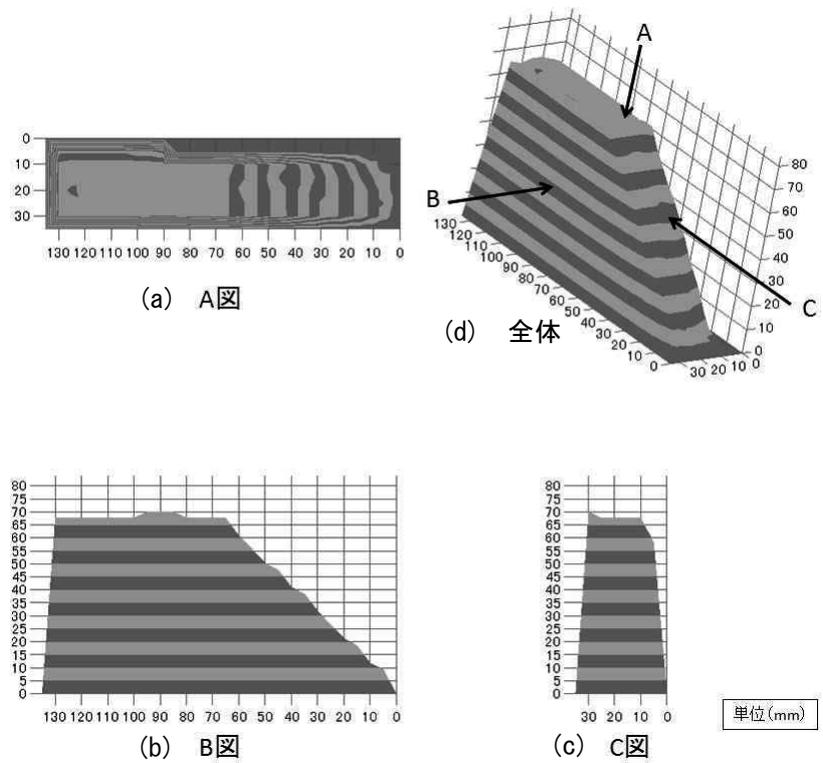


図3 赤外線センサによる測定

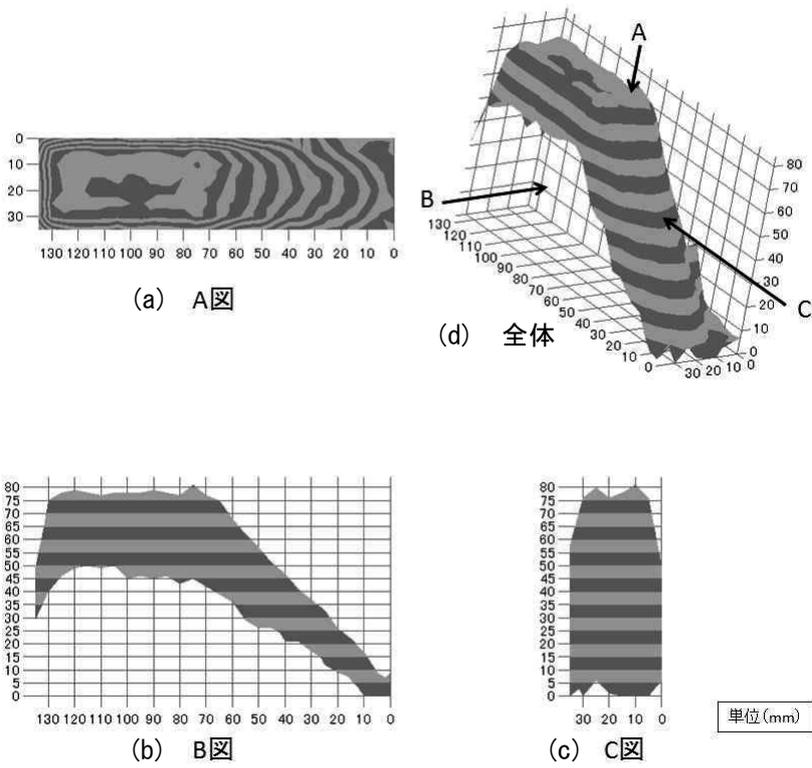


図4 レーザセンサによる測定

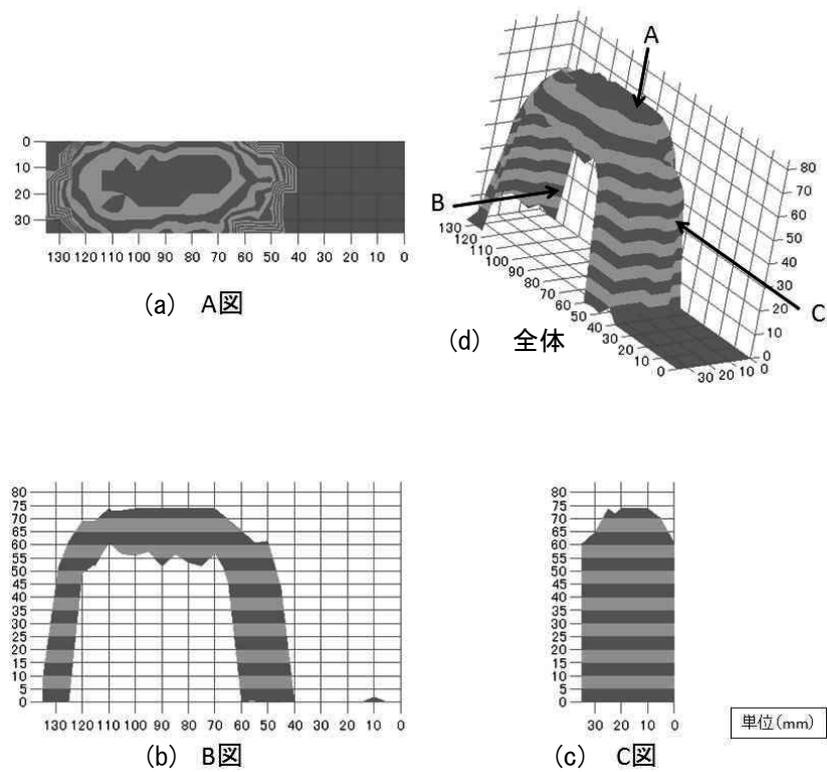


図5 超音波センサによる測定

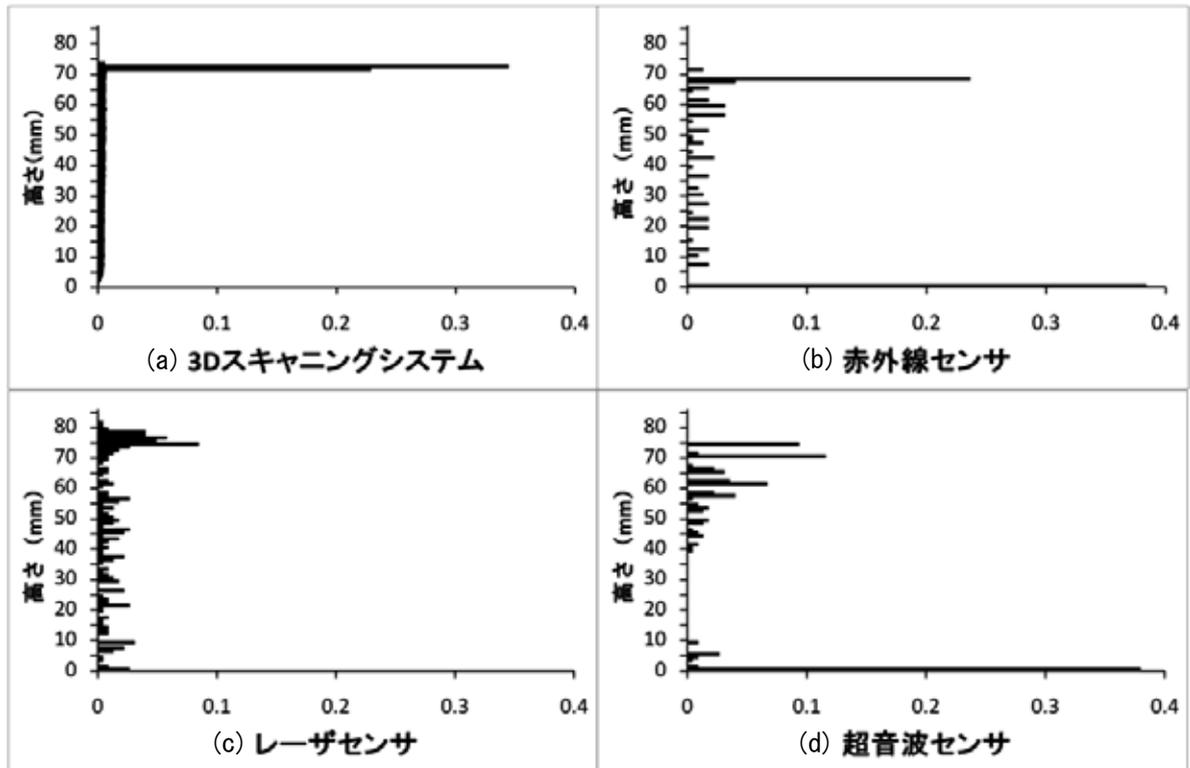


図6 各測定の高さ分布

今回の測定対象物では、図 6(a)の 3D スキャニングシステムによる測定のように①面の高さで割合がシャープに表れ、その他の高さは均一となる分布が理想的と考えられる。

赤外線センサによる測定では、図 6(b)で①面と思われる大きい割合を示す高さが 3D スキャニングシステムでの結果と比べ、いくらか低いところで表れているものの、他の高さに比べてシャープに表れている。図 3(b)の実測から②面の傾斜は約 45° で、おおむね測定対象物に近い結果となった。レーザセンサによる測定では、高さ分布は図 6(c)で①面と思われる高さで大きい割合を示しているが分布がブロードとなっており、図 4 から①面の輪郭部が中心部と比較して高くなる形状となった。②面の傾斜は図 4 (b)の実測から、約 45° で、おおむね測定対象物に近い結果となった。超音波センサによる測定では、高さ分布は①面と思われる高さで大きい割合を示しているが、分布がブロードであり、高さ 10 mm~38 mm を示す点がなく、図 5 か

ら②面の多くを欠いたような形状が得られた。

いずれのセンサでも共通して、測定対象物のセンサに対する傾斜が小さく、周囲に一定の面積を持つ①面の中央付近ではほぼ平坦で、①面、②面の側面部で裾が広がるような形状が得られた。

3. 結 言

- (1) 赤外線、レーザ、超音波の測距センサで同一の測定対象物の形状を測定し、それぞれの測定差異を確認した。
- (2) 赤外線センサによって測定対象物に近い形状データを安価に取得することができることが分かった。

参考文献

- 1) 柏寄勝ほか，“超音波によるほ場面形状の測定に関する研究（第 1 報）”，農業機械学会誌，vol.53，no.6(1991)，pp.23-31.

天然繊維用耐光堅ろう度向上剤の評価試験

佐藤 清治* 明歩谷 英樹*

Evaluation Test of a Light Fastness Improvement Reagent for Natural Fiber

SATOU Seiji* and MYOUBUDANI Hideki*

1. 緒言

天然繊維の染色堅ろう度は一般的に低いというイメージが強く、その中でも綿などのセルロース系の繊維においては、特に黒や濃紺および赤などの濃色の湿潤摩擦堅ろう度の向上が課題であり、染色堅ろう度が比較的良好な反応染料をもってしてもこれを克服することは困難な状況下にある。

また、もう一つの大きな問題として、繊維製品に限らず高分子材料の耐光堅ろう度に関するものがあり、ここ数年来の当支援センターにおける依頼試験や相談事例の中でも、それらに関する内容のものが多くを占めている。

改めて繊維製品に限定した場合、淡色系の天然繊維では耐光堅ろう度の向上が課題となっており、業者間の取引条件として“最低でも変退色 3 級”を要求されることが多いようである。そのような中、加工剤メーカーからは、この課題に対応すべく数種の UV 吸収剤が上市されている。そこで、当支援センターでは 2 種類の UV 吸収剤と天然素材として効果があると報告されている¹⁾キトサンについて、紫外可視分光光度計を用いてその評価試験を実施した。

2. 試験方法

2.1 供試材等

2.1.1 絹および綿布

JIS L 0803:2011 染色堅ろう度試験用添付白布
絹布：14 匁付，綿布：カナキン 3 号

表 1 耐光堅ろう度試験用染色布の染料名と濃度 (o. w. f.)

耐光堅ろう度 1 級試験用絹染色布 Kayacyl Pure Blue,	0.4%
耐光堅ろう度 4 級試験用絹染色布 Kayanol Red 3BL,	4.0%
耐光堅ろう度 4 級試験用綿染色布 Sumifix Supra Yellow 3RF,	3.0%

2.1.2 耐光堅ろう度試験用染色布

絹および綿添付白布をそれぞれ常法^{2),3)}に従って染色し、耐光堅ろう度 1 級試験用絹染色布、耐光堅ろう度 4 級試験用絹染色布および耐光堅ろう度 4 級試験用綿染色布とした。それぞれの試験布の使用染料名と染料濃度を表 1 に示す。

2.1.3 UV 吸収剤

- ・ベンズトリアゾール系 UV 吸収剤 (A 社製)
- ・高分子系 UV 吸収剤 (B 社製)
- ・キトサン (試薬 1 級)

以下では、ベンズトリアゾール系 UV 吸収剤、高分子系 UV 吸収剤をそれぞれ UV 吸収剤 I および UV 吸収剤 II と記載する。

2.2 UV 吸収剤処理工程の概要

UV 吸収剤原液を 5%に希釈した水溶液に、上記の布を軽く攪拌しながら 10 分間浸漬する。その後処理液のピックアップ率が約 100%になるようにマングルで絞り、自然乾燥する。UV 吸収剤 II については、更に 100°C-1 分間乾燥と 160°C-30 秒間の熱処理を行う。キトサンについては布の風合を損なわないように、キトサンの濃度を 2.5g/l

* 素材応用技術支援センター

の酢酸水溶液(pH≒3)とする。

2.3 各布のUV透過率の測定と測色方法

2.3.1 UV透過率測定方法

試料へのUV入射角は垂直方向のみとし、その他はJIS L 1925:2019に準拠する。

2.3.2 布の測色方法

JIS Z 8781-4に準拠する。光源はD₆₅、視野角は10°とし、表色系はCIELAB色空間を用いる。

2.4 UV吸収剤の堅ろう性評価

洗濯に対する堅ろう性試験についてはJIS L 0844:2011 A-1号に、ドライクリーニングに対する堅ろう性試験方法はJIS L 0860:2008 B-1法に準拠する。

2.5 耐光堅ろう度試験方法

JIS L 0842:2004に準拠する機器を用いて、2時間または20時間試験を実施し、試験前後の布の色差を評価する。

3. 結果

3.1 UV吸収剤未処理および処理布のUV透過率の測定

UV吸収剤の効果を確認するために、絹および綿布を3種類のUV吸収剤で処理し、それぞれの処理布のUV透過率を未処理布(原布)と併せて計8種類測定した。その結果を絹布については図1、綿布については図2に示す。横軸は波長(nm)を、縦軸はUV透過率(%)を示す。

図1および図2によって、原布と比較して2つのUV吸収剤(I, II)では、共に290~400nm間でUV透過率が著しく低下していることから、UV吸収剤としての性能は十分にあることがわかる。一方、キトサン処理布は原布の吸収曲線とほぼ重なっていることから、UV吸収剤としての効果はない。

更に、各布のUV遮蔽率(%)をJIS L 1925の計算式に従って算出すると表2となる。表2によ

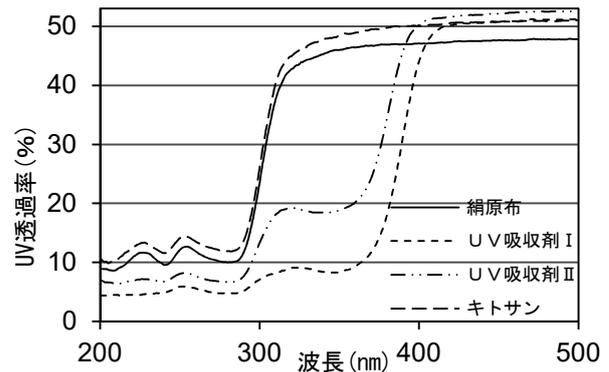


図1 UV吸収剤処理絹布のUV透過率

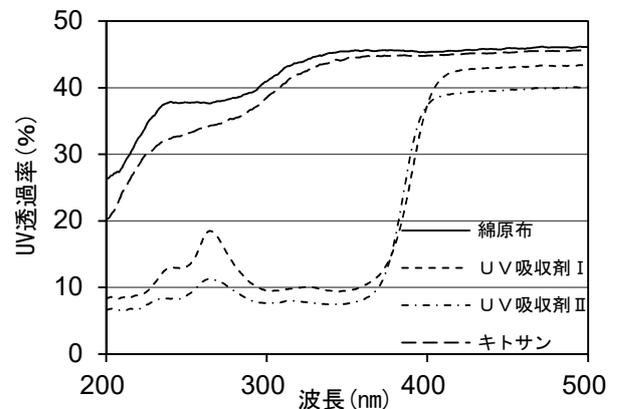


図2 UV吸収剤処理綿布のUV透過率

表2 未染色綿および絹布のUV遮蔽率(%)

布の種類	原布	UV吸収剤 I	UV吸収剤 II	キトサン
絹	59	87	76	56
綿	56	87	88	57

って、キトサン処理布のUV遮蔽率は、原布の値とほぼ同等となっており、キトサンにはUV吸収剤としての効果がないことはこの値からも明らかである。

3.2 UV吸収剤の堅ろう性評価

3.1項においてUV遮蔽効果が認められた2つのUV吸収剤について、その堅ろう性を評価するために、処理布のドライクリーニングおよび洗濯に対する試験を行った。結果を図3、図4および図5に示す。

図3では試験後の布に残存しているUV吸収剤の変化を確認するために、“綿布-UV吸収剤I-ドライクリーニング試験”の組み合わせについて、図1と同様に布のUV透過率を表した。

図3によって、試験回数を重ねる毎にUV吸収剤は漸次脱落し(矢印が下から上に向かって)、試験回数10回では未処理布(原布)とほぼ重なっていることから、UV吸収剤は綿布からほぼ完全に脱落していることがわかる。

図4および図5では横軸に試験回数を、縦軸には試験を実施していない処理布のUV遮蔽率“100”に対する試験後のUV吸収剤残存率の値を示す。

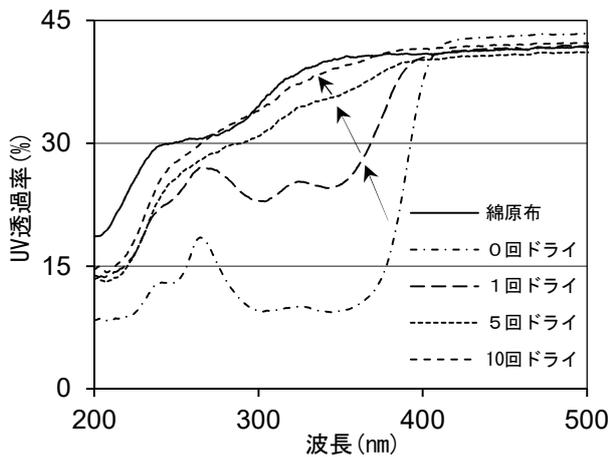


図3 UV吸収剤I処理綿布のドライクリーニング試験後のUV透過率の変化

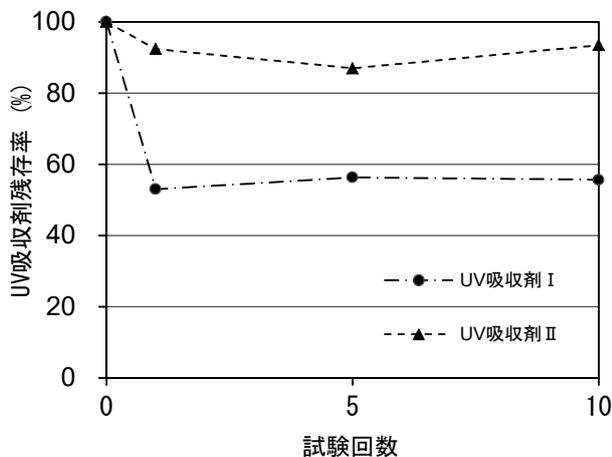


図4 UV吸収剤処理綿布に対する洗濯堅ろう度試験

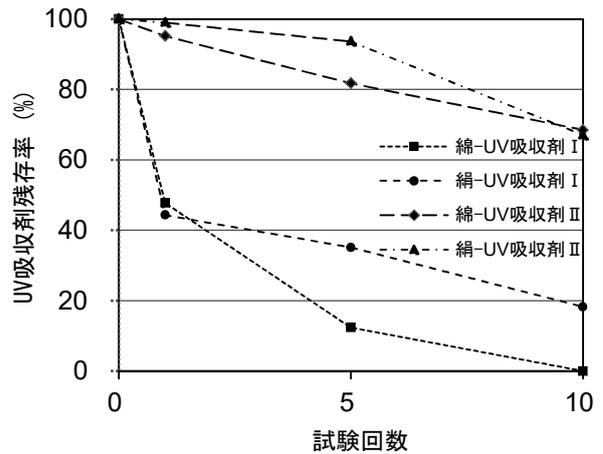


図5 UV吸収剤処理絹び綿布のドライクリーニングに対する堅ろう度試験

一例として、図4のUV吸収剤II(▲印)は、10回の洗濯試験においても、90%以上のUV吸収剤が綿布上に残存していることを示している。図4によって、綿の洗濯試験では最初の一回目の試験で一定量のUV吸収剤が脱落し、その後は脱落せずに保持されていることがわかる。

また図5によって、ドライクリーニング試験では、試験回数を重ねる毎にUV吸収剤は漸次脱落し、10回試験後のUV吸収剤Iにおいては、絹布では20%以下にまで、綿布ではほぼ完全に脱落していることがわかる。

3.3 UV吸収剤としての性能確認試験

緒言でも述べたように、これらのUV吸収剤の訴求点として第一に挙げられている点は、耐光堅ろう度向上剤としての機能であり、最近では“日焼け防止を目的としたUVカット性能”が強調されている。しかし、これについての実施が不可能であるために、耐光堅ろう度についてのみ試験を実施した。

最初に草木染めを想定して“耐光堅ろう度が1級に相当する絹染色布”について、その後一般の工業製品として流通している“耐光堅ろう度が4級に相当する絹および綿染色布”にUV吸収剤を付与し、それらについて耐光堅ろう度試験を実施した。

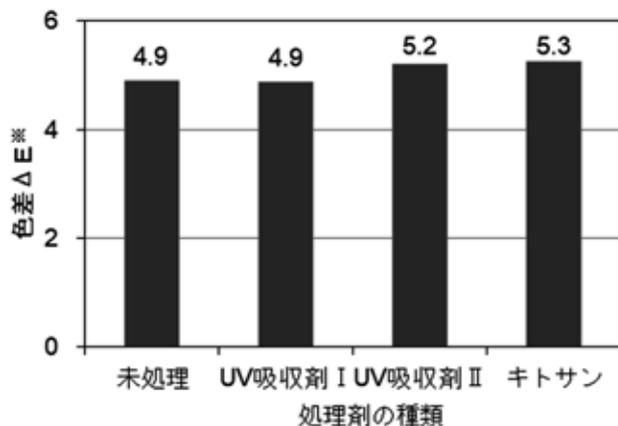


図6 UV吸収剤を付与した耐光堅ろう度1級相当絹染色布の耐光試験

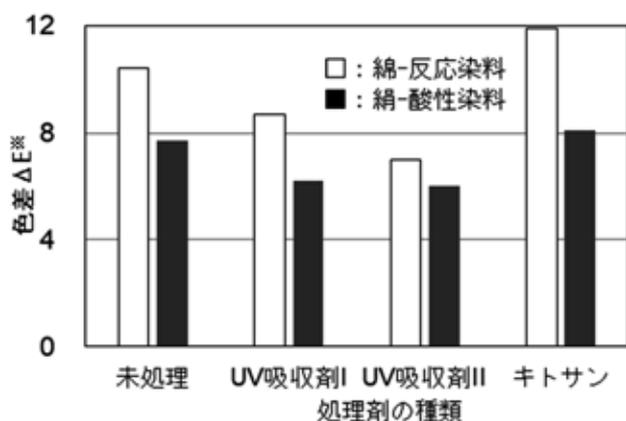


図7 UV吸収剤を付与した耐光堅ろう度4級相当綿および絹染色布の耐光堅ろう度試験

試験時間は前者については2時間、後者については20時間とした。結果を図6および図7に示す。横軸には処理剤の種類を、縦軸は試験前後の布の色差を示す。図6によって、試験前後の変色度を示す色差は“ $\Delta E^* \approx 5$ ”とほぼ一定している

ことから、草木染めを想定した耐光堅ろう度が極めて低い染料では、UV吸収剤の耐光堅ろう度向上剤としての効果は実質的にはないことがわかった。

また、図7によって耐光堅ろう度4級に相当する染料では“絹-酸性染料”および“綿-反応染料”は共に色差が未処理布の値よりも下回っていることから、UV吸収剤IとUV吸収剤IIには、耐光堅ろう度向上剤としての効果があることがわかる。

4. 結 言

- (1) キトサンには、少なくとも波長290~400nmのUVに対するUV吸収剤としての効果はない。
- (2) 市販されているUV吸収剤は、洗濯に対する堅ろう度は比較的良好であるが、ドライクリーニングに対しては、性能が試験毎に漸次低下するものと、5回程度で性能が消失するものもある。
- (3) UV吸収剤を繊維の耐光堅ろう度向上剤として用いる場合は、1, 2級程度の低耐光堅ろう度の染色物には効果はないが、3, 4級以上のものにはその効果が認められる。

参考文献

- 1) 加古武, 片山明, “絹織物の物理的性質および酸性, 反応染料の染色堅ろう性に及ぼすキトサン処理の影響”, 日本蚕糸学会誌, 1998, 57, pp.31-37.
- 2) “Acid Colours on Wool”, 日本化薬(株), p1.
- 3) “SUMITOMO DYESTUFFS”, 住友化学(株), 1990, p5.

非接触による表面粗さの測定

齋藤 雄治*

Non-Contact Surface Roughness Measurements

SAITO Yuji*

1. 緒言

工業製品の表面は、目的や用途に応じて様々な状態に仕上げられており、仕上げ面の光沢や手触り（つるつる、ざらざら）の違いは表面粗さの違いとして現れる。

表面粗さの測定方法は大きく分けて接触式と非接触式の二種類がある。接触式は JIS（日本産業規格）で規定されている方法で、ダイヤモンド製の触針で表面の細かい凹凸をなぞり、得られた断面曲線から表面粗さを求める方法である。この方法はノイズを拾いにくいいため、表面の細かい凹凸を断面曲線に正確に反映できるが、触針でなぞったときに表面の凹凸が変形しない（剛性をもっている）ことが求められる。したがって、接触式は金属、ガラス、セラミックスなどの高硬度材料の測定に向いている。

一方、非接触式は表面に光を照射して得られる情報から面形状を取得して表面粗さを求める。このため、透明な試料やノイズを拾いやすい鏡面試料の測定は困難であるが、軟質材料でも傷つけずに測定できる。

本研究では粗さ標準片について、非接触式の測定機および接触式によって測定を行い、得られた結果を比較した。

2. 実験条件

次に示す接触式および非接触式の測定機を用いて表面粗さの測定を行った。

- ・接触式：（株）ミットヨ製 CS-5000CNC
- ・非接触式：（株）キーエンス製 VR-3200（3D 形状測定機）

- ・非接触式：オリンパス（株）製 OLS4100-SAT（レーザ顕微鏡）

測定したのは次に示す（株）ミットヨ製の粗さ標準片 A～C およびそれらのレプリカである。接触式では標準片を直接測定し、非接触式では標準片から採取したレプリカを測定した。

- ・A：公称値 $Ra0.42\mu\text{m}$, $Ry^*1.6\mu\text{m}$
- ・B：公称値 $Ra1.00\mu\text{m}$, $Rz3.2\mu\text{m}$
- ・C：公称値 $Ra2.91\mu\text{m}$, $Ry^*11.2\mu\text{m}$

* JIS B 0601-1994 による。

ここで、非接触においてレプリカを測定した理由は、ノイズの少ない測定を行うためである。レプリカには丸本ストルアス（株）製レプリセット T3 を使用した。

表面粗さの測定は、JIS B0601-2001 の粗さパラメータ Ra と Rz について表 1 の評価条件で行った。測定は、接触式は 1 回、非接触式は 5 回行った。非接触式については、5 回の平均とばらつきを表す t 分布の 95% 信頼限界を求めた。

3. 実験結果

粗さ標準片 A～C に対して、測定した粗さ曲線の一例を図 1～3 に示した。図 1 は A、図 2 は B、図 3 は C の結果である。

表 1 表面粗さの評価条件

条件	CS-5000CNC	VR-3200	OLS4100-SAT
λ_c (mm)	A および B : 0.8, C : 2.5		
λ_s (μm)	A および B : 2.5 C : 8	なし	
評価長さ (mm)	λ_c の 5 倍		

* 中越技術支援センター

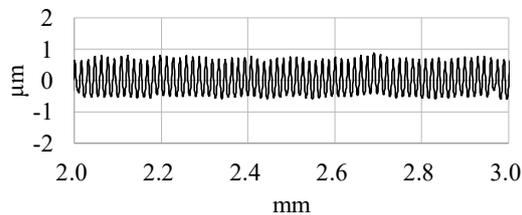
各図において、(a)はCS-5000CNC、(b)はVR-3200、(c)はOLS4100-SATの結果である。

図1～図3において、非接触式の(c)OLS4100-SATの粗さ曲線は接触式の(a)CS-5000CNCの粗さ曲線とほぼ同じ波形となっている。このことから、レプリカによって粗さ標準片の細かい凹凸が再現できており、その凹凸をレーザ顕微鏡で正確に測定できていることが分かる。

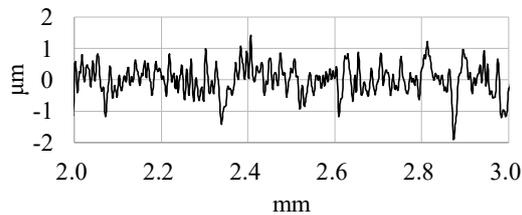
それに対して、非接触式の(b)VR-3200（3D形状測定機）の粗さ曲線においては、粗さ標準片の公称値が小さい結果ほど、接触式の(a)CS-5000CNCの結果とは異なっていることが分かる。

以上のことから、OLS4100-SATでは細かい凹凸でも正確に測定できるが、VR-3200では凹凸が細くなるほど測定が困難になることが分かる。

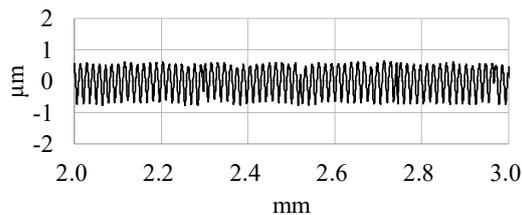
表2～表4に、測定で得られた粗さ標準片およびそのレプリカの表面粗さパラメータ Ra 、 Rz を示す。



(a) 接触式：CS-5000CNC

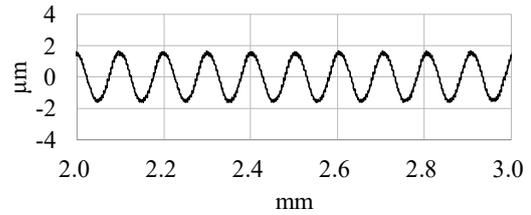


(b) 非接触式：VR-3200（3D形状測定機）

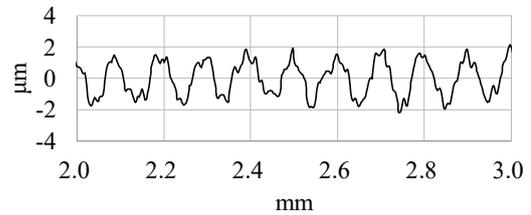


(c) 非接触式：OLS4100-SAT（レーザ顕微鏡）

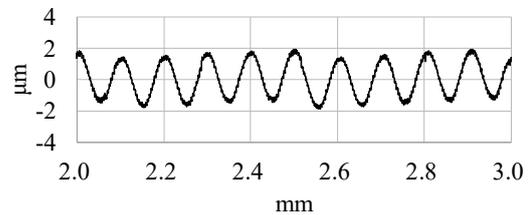
図1 粗さ標準片Aの粗さ曲線



(a) 接触式：CS-5000CNC

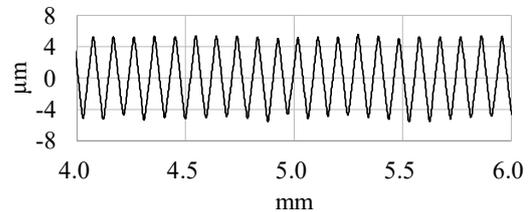


(b) 非接触式：VR-3200（3D形状測定機）

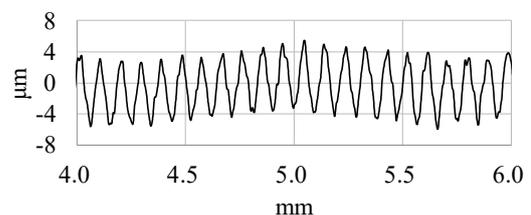


(c) 非接触式：OLS4100-SAT（レーザ顕微鏡）

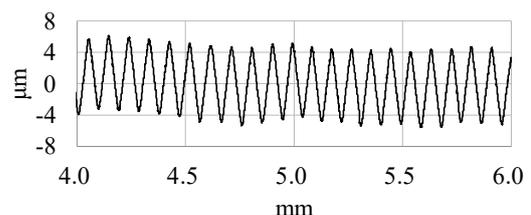
図2 粗さ標準片Bの粗さ曲線



(a) 接触式：CS-5000CNC



(b) 非接触式：VR-3200（3D形状測定機）



(c) 非接触式：OLS4100-SAT（レーザ顕微鏡）

図3 粗さ標準片Cの粗さ曲線

表2はA、表3はB、表4はCの結果である。接触式のCS-5000CNCのRaとRzは全ての粗さ標準片の公称値に近い値が得られていることが分かる。

非接触式のOLS4100-SATについては、Raは全ての粗さ標準片の公称値に信頼区間の範囲で一致していることが分かる。

また、Rzは試料AとBの公称値に信頼区間の範囲で一致し、試料Cの公称値に近い値をとっていることが分かる。

非接触式のVR-3200については、Raは粗さ標準片Aの公称値に信頼区間の範囲で一致し、粗さ標準片BとCの公称値に近い値をとっていることが分かる。

また、Rzは粗さ標準片Cの公称値に近い値をとっていることが分かる。VR-3200の粗さ曲線については図1、図2に示したように他の測定機の結果と一致しないが、Raの測定値については他の測定機の結果に近い値をとっていることが分かる。

なお、実験結果については、当研究所のホームページにも掲載している¹⁾。

表2 粗さ標準片A（公称値：Ra0.42，Ry1.6）およびそのレプリカの表面

測定機	Ra (μm)	Rz (μm)
CS-5000CNC	0.39	1.55
VR-3200	0.37±0.08	3.56±0.61
OLS4100-SAT	0.38±0.03	1.59±0.25

表3 粗さ標準片B（公称値：Ra1.00，Rz3.2）およびそのレプリカの表面

測定機	Ra (μm)	Rz (μm)
CS-5000CNC	0.99	3.25
VR-3200	0.91±0.05	4.12±0.08
OLS4100-SAT	1.00±0.04	3.84±0.84

表4 粗さ標準片C（公称値：Ra2.91，Ry11.2）およびそのレプリカの表面

測定機	Ra (μm)	Rz (μm)
CS-5000CNC	2.88	11.05
VR-3200	2.56±0.05	10.63±0.27
OLS4100-SAT	2.83±0.12	13.39±1.29

4. 結 言

- (1) 接触式および非接触式の測定機によって粗さ標準片およびそのレプリカの表面粗さを測定した。
- (2) 全ての測定機において、Raの測定値は粗さ標準片の公称値に近い値をとった。
- (3) 非接触式のOLS4100-SAT（レーザ顕微鏡）で測定した粗さ曲線は、接触式のCS-5000CNCで測定した粗さ曲線とほぼ同じとなった。

参考文献

- 1) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin9.html>，「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2020年2月6日。

鋼材の合金元素の偏析による金属組織の変化

齋藤 雄治*

Change in Metallographic Structure by Segregation of Alloying Elements in Steels

SAITO Yuji*

1. 緒 言

一般的に、鋼材に含まれている合金元素や不純物はある程度の偏りをもって分布している。これを偏析と呼んでいる。偏析にはマクロ偏析とミクロ偏析がある。マクロ偏析は肉眼レベルで観察される偏析で、マクロ組織で色の濃淡として見られる。一方、ミクロ偏析は顕微鏡レベルで観察される偏析で、ミクロ組織の違いとなって見られる。

本研究では、市販の機械構造用炭素鋼 S45C と機械構造用合金鋼 SCM435 について、マクロ・ミクロ偏析が見られる部位で合金元素の量に違いがあるか調べた。

2. 実 験

2.1 試料

次に示す①、②を試料とした。

①市販の機械構造用炭素鋼 S45C (直径 20mm, 長さ 20mm) を 850°C に 15 分保持後に水冷したもの。

②市販の機械構造用合金鋼 SCM435 (直径 19mm, 長さ 20mm) を 850°C に 15 分保持後に空冷したもの。

これらの試料に対して、断面 (①は横断面, ②は長手断面) を鏡面研磨および腐食後、金属組織観察 (オリンパス光学工業 (株) 製 BX-60M-53MB 型) および走査電子顕微鏡による EDS 分析 (日本電子 (株) 製 JSM-IT500LA) を行った。金属組織の現出には、硝酸アルコール溶液 HNO₃ 5ml, エチルアルコール 100ml) を用いた。

3. 実験結果および考察

3.1 S45C

図 1 に試料のマクロ組織を示す。図において外周部と中心部は白っぽく見える。これらの部位は焼きが良く入っていると考えられる。

図 2 に、(a)外周部、(b)外周部と中心部の中間、(c)中心部のミクロ組織をそれぞれ示す。図において、(a)はマルテンサイト組織、(b)はマルテンサイト組織と微細パーライト組織、(c)はマルテンサイト組織とごく少量の微細パーライト組織となっている。このことから、外周部と中心部は良く焼きが入っていることが確認できる。

次に、外周部、外周部と中心部の中間、中心部の各 3 か所について、走査電子顕微鏡による EDS 分析を行った。Si と Mn の定量結果を表 1 に示す。EDS で得られる定量値はあくまでも目安となるが、中心部は Si と Mn が正偏析していることが分かる。

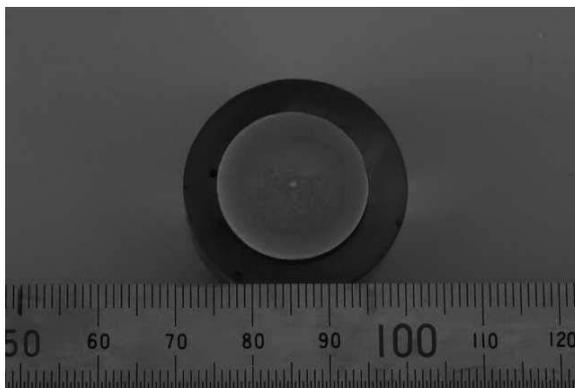
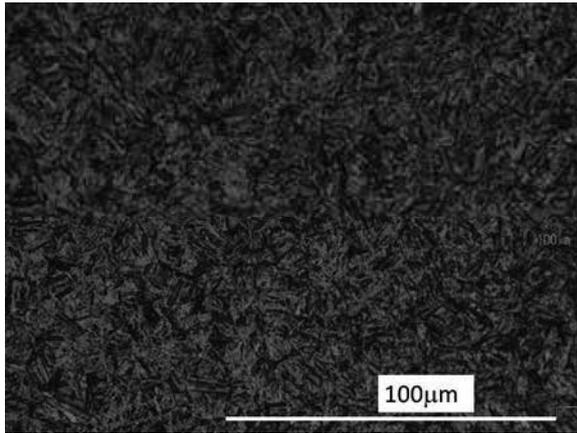
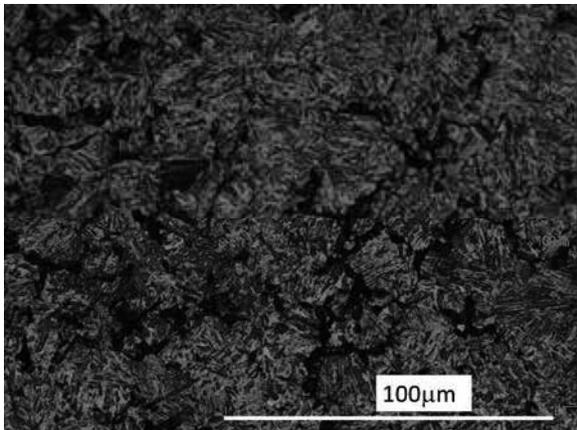


図 1 S45C 試料の断面のマクロ組織

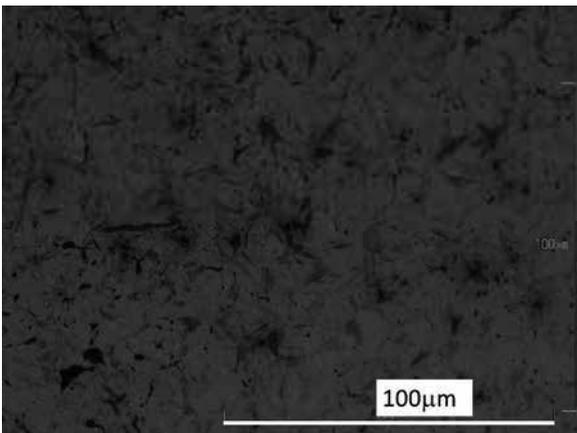
* 中越技術支援センター



(a) 外周部



(b) 外周部と中心部の中間



(c) 中心部

図2 S45C 試料の断面のマイクロ組織

ここで、Mnは焼入性を高める元素であることから中心部に良く焼きが入ったと考えられる。

表1 EDSによるS45C 試料のSiとMnの定量結果(%)

	Si	Mn
外周部	0.23	0.85
外周部と中心部の中間	0.25	0.84
中心部	0.33	1.17

3.2 SCM435

図3に試料のマイクロ組織(低倍率)を示す。図の横方向が試料の長さ方向である。周囲(ここでは通常組織と呼ぶ)に比べて白っぽい組織(ここでは帯状組織と呼ぶ)があることが分かる。帯状組織が見られる部位はマイクロ偏析しているとみられる。

図4に試料のマイクロ組織(高倍率)を示す。(a)は帯状組織、(b)は通常組織である。図4によって、帯状組織は通常組織とは異なる組織であることが分かる。ここで、帯状組織と通常組織についてビッカース硬さ試験((株)明石製作所製 MVK-G2500)を行った結果を図5に示す。帯状組織は通常組織に比べてかなり硬いことが分かる。

帯状組織が硬い理由を調べるため、試料の帯状組織と通常組織の各三か所についてSi、Mn、CrおよびMoの走査電子顕微鏡によるEDS分析を行った。結果を表2に示す。

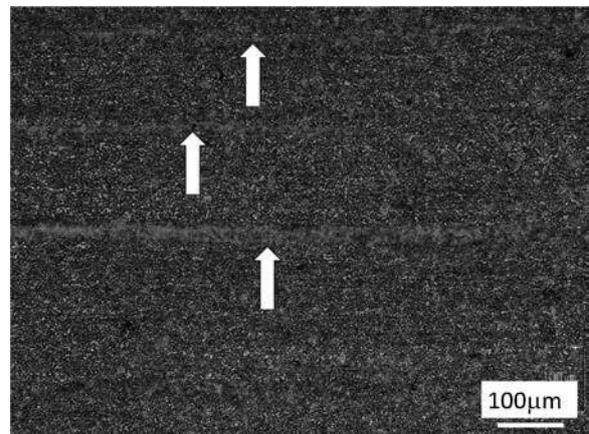
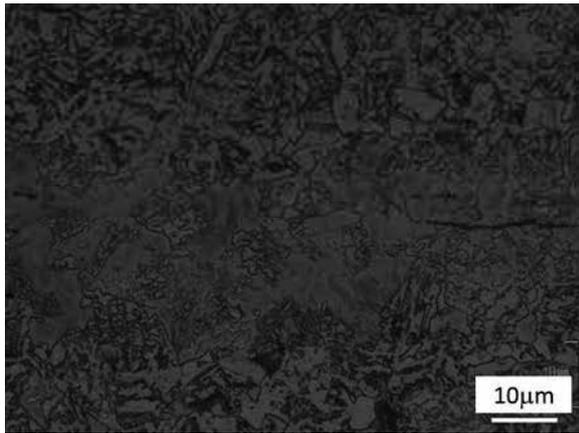
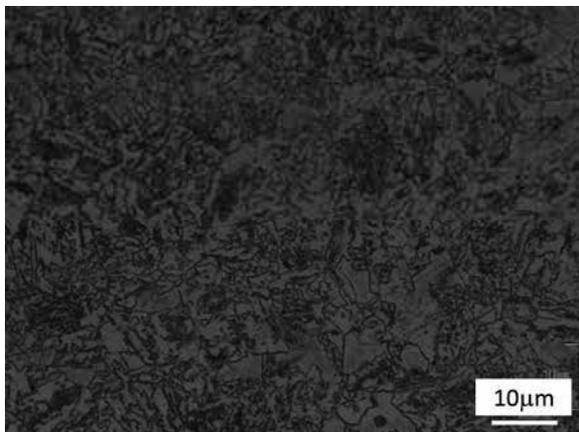


図3 SCM435 試料の断面のマイクロ組織(低倍率)



(a) 帯状組織



(b) 通常組織

図4 SCM435 試料の断面のミクロ組織（高倍率）

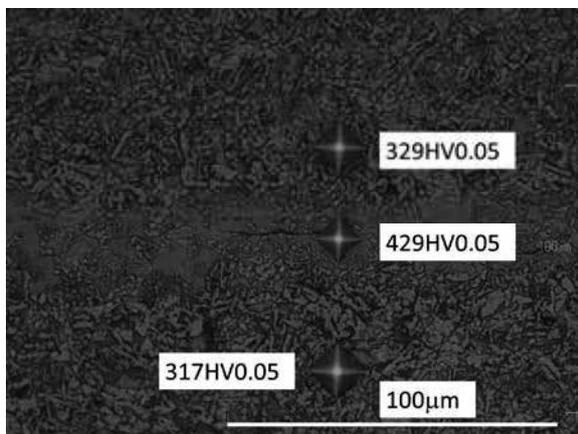


図5 帯状組織と通常組織の硬さの比較

表2 EDSによるSCM435試料のSi, Mn, CrおよびMoの定量結果(%)

	Si	Mn	Cr	Mo
帯状	0.39	0.95	1.37	0.47
通常	0.26	0.75	0.99	0.13

EDSで得られる定量値はあくまでも目安となるが、定量した全ての元素が帯状組織に正偏析していることが分かる。ここで、MnやCrは焼入れ性を高める元素であることと図5の硬さを考慮すると、帯状組織の組織にはベイナイトやマルテンサイトが多く含まれていると考えられる。なお、本報告書の結果および外国製ステンレス鋼SUS304のミクロ偏析の分析結果を当研究所のホームページに掲載している^{1)~3)}。

4. 結 言

- (1) 市販のS45Cの焼入れ材およびSCM435の焼ならし材について、偏析が見られた部位のミクロ組織観察およびEDSによる分析を行った。
- (2) S45Cのマクロ偏析が見られた部位では、焼入れ性を高めるMnなどの正偏析が認められ、マルテンサイト組織が多く観察された。
- (3) SCM435のミクロ偏析が見られた部位では、焼入れ性を高めるMnやCrなどの正偏析が認められ、ベイナイト組織やマルテンサイト組織と推測される組織が観察された。

参考文献

- 1) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin-10.html>, 炭素鋼S45C丸棒の中心偏析について, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2020年2月7日.
- 2) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin1.html>, SCM435の焼ならし後の金属組織と偏析について, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2020年2月7日.

3) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin8.html>, デルタフェライトの見られた SUS304 部品の各組織中の合金元素について,

「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」,
2020年2月7日.

SUS420J2 の熱処理条件と耐食性の関係

齋藤 雄治*

Relationship between Heat Treatment Conditions and Corrosion Resistance of SUS420J2

SAITO Yuji*

1. 緒言

マルテンサイト系ステンレス鋼 SUS420J2 は機械部品や刃物等によく使われている。この材料に対して焼入れ焼戻しの熱処理や溶接後熱処理を行うと、条件によっては耐食性が低下することが知られている。

このことを確認するため、本研究では、種々の条件で焼入れ焼戻しした SUS420J2 の試験片について塩水噴霧試験を行い、熱処理条件と耐食性の関係を調べた。

2. 実験条件

公称板厚 2mm の市販のマルテンサイト系ステンレス鋼 SUS420J2 から幅 20mm，長さ 100mm の短冊状の試験片を作製した。試験片の長手方向を圧延方向にとった。

作製した試験片について、表 1 に示す種々の熱処理を行った。以下では、試験片を表の左端の番号で表すこととする。熱処理には、ヤマト科学（株）製 電気マッフル炉 F0410 を用いた。

表 1 熱処理条件

試験片	焼入れ	焼戻し
1	なし	なし
2	950°Cに 15 分保持後油冷	200°Cに 1 時間保持後空冷
3	1050°Cに 15 分保持後油冷	
4	1050°Cに 15 分保持後空冷	
5	1150°Cに 15 分保持後油冷	
6	1050°Cに 15 分保持後油冷	
7		300°Cに 1 時間保持後空冷
8		400°Cに 1 時間保持後空冷
9		450°Cに 1 時間保持後空冷
10		500°Cに 1 時間保持後空冷
11		550°Cに 1 時間保持後空冷
12		600°Cに 1 時間保持後空冷

* 中越技術支援センター

熱処理後、酸化スケールを除去するため試験片の20×100mmの面を1000番の耐水紙やすりで研磨したのち、JIS Z 2371 に準じる中性塩水噴霧試験を行った。試験にはスガ試験機（株）製 CASS-90 を用いて、試験時間は24時間とした。

3. 実験結果

3.1 塩水噴霧試験

24時間の塩水噴霧試験後の試験片を図1に示す。多くの試験片において、周囲に腐食生成物（以下、錆と呼ぶ）が見られるが、この理由と

しては試験片の側面の仕上げが粗いことや、熱処理による酸化スケールの付着が考えられる。

試験片1は熱処理を行っていない生材の結果である。試験片の周囲以外にも錆が見られることから、生材は耐食性が低いことが分かる。

試験片2、3および5は焼入れ温度を変えたときの結果である。2や5に比べて3の錆が少なくなることが分かる。

試験片3および4は焼入れ時の冷却速度を変えたときの結果である。錆の程度はほぼ同じであることが分かる。

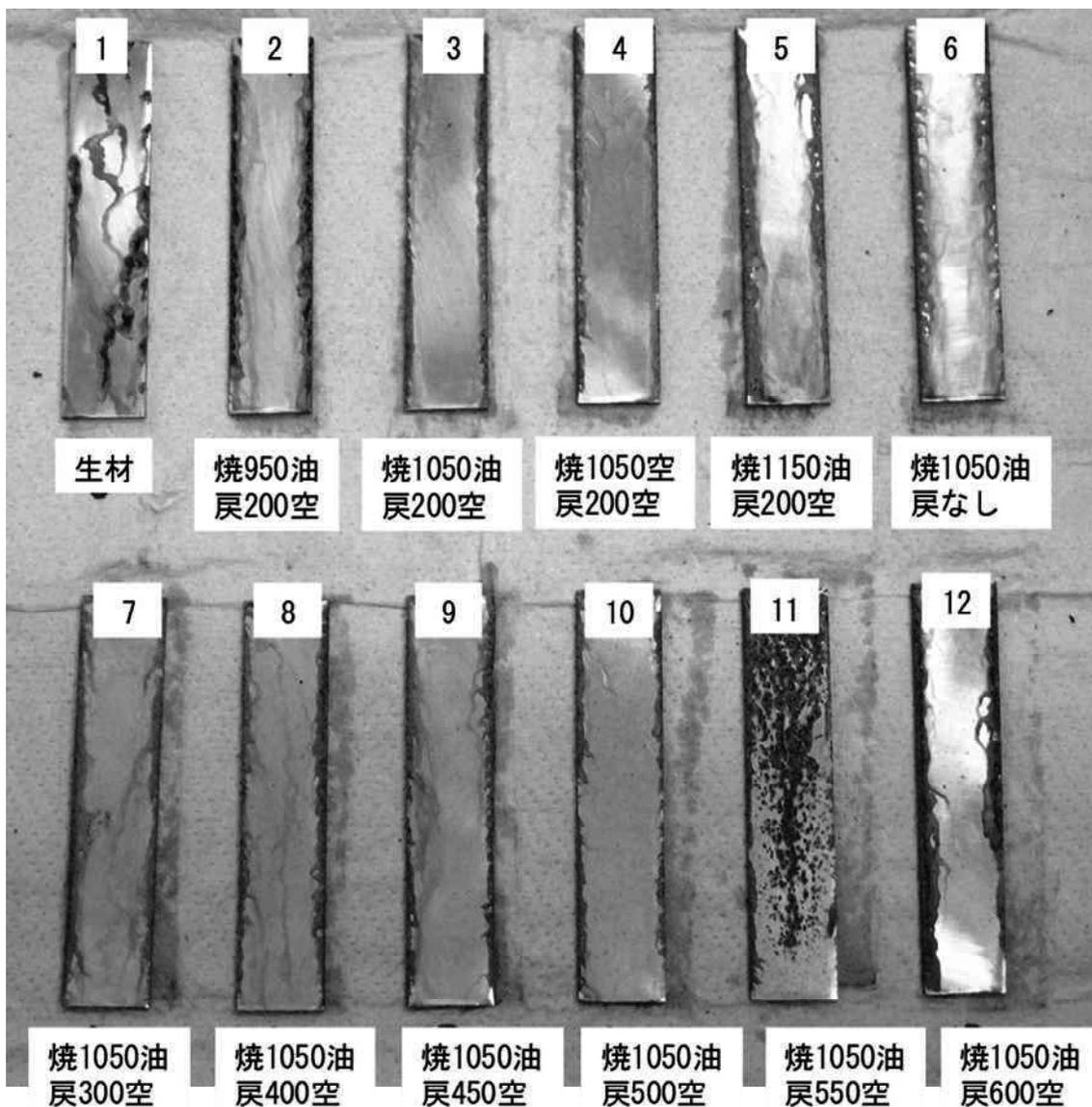


図1 24時間塩水噴霧後の試験片（図中の1～12は試験片の番号）

試験片 6 および 3 ならびに 7～12 は焼戻し温度を変えたときの結果である。11 において、周囲以外に多くの錆が見られることが分かる。これは、400～550℃のある温度で焼戻しを行うと炭化物が析出して耐食性が低下する¹⁾というマルテンサイト系ステンレス鋼に特有な現象と考えられる。

なお、塩水噴霧試験以外に硬さ試験や金属組織観察の結果も得られており、それらについては当研究所のホームページに掲載している^{2),3)}。

4. 結 言

- (1) 種々の条件で焼入れ焼戻ししたマルテンサイト系ステンレス鋼 SUS420J2 の試験片に対して中性塩水噴霧試験を行った結果、生

材と 550℃焼戻しにおいて、耐食性が低下している傾向が認められた。

参考文献

- 1) 渡辺・磯川, マルテンサイト系ステンレス鋼, 熱処理, 18-2, 1978, pp.95-102.
- 2) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin6.html>, SUS420J2 の熱処理条件と耐食性の関係, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2020年2月6日.
- 3) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin7.html>, SUS420J2 の熱処理条件と硬さの関係, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2020年2月6日.

高硬度材の曲げ試験

齋藤 雄治*

Bending Test for Hardened Steels

SAITO Yuji*

1. 緒言

焼入れ後に低温焼戻しした鋼材などの高硬度材の強度評価に対して、引張試験では試験片の把持が難しいため曲げ試験を行うことがある。曲げ試験に用いる試験片は短冊状であり、試験片の把持も不要である。高硬度材の曲げ試験を行うことによって、破断までの最大試験力を使って曲げ強さが求まり、破断時の変位から曲げに対する延性が評価できる。

一般に、引張試験で得られる「引張強さ」と曲げ試験で得られる「曲げ強さ」は異なる値を取る。このことから、曲げ試験は強度比較の目的で行うことが適当と考えられる。

本研究では、高硬度材の強度比較という目的で、焼入れ後に種々の温度で焼戻しした炭素工具鋼 SK85 の試験片について、曲げ試験と硬さ試験を行った。

2. 実験条件

公称板厚 2mm の市販の炭素工具鋼 SK85 から 15 × 100 × 2mm の短冊状の試験片を作製した。試験片の長手方向は圧延方向にとった。

この試験片について、焼入れ（780℃に10分保持後に水冷）および種々の温度での焼戻し（なし、150～400℃の各温度に1時間保持後に空冷）の熱処理を行った。熱処理にはヤマト科学（株）製 電気マuffle炉 F0410を用いた。

熱処理後、1000番の耐水紙やすりで酸化スケールを除去した試験片について、曲げ試験と硬さ試験を行った。

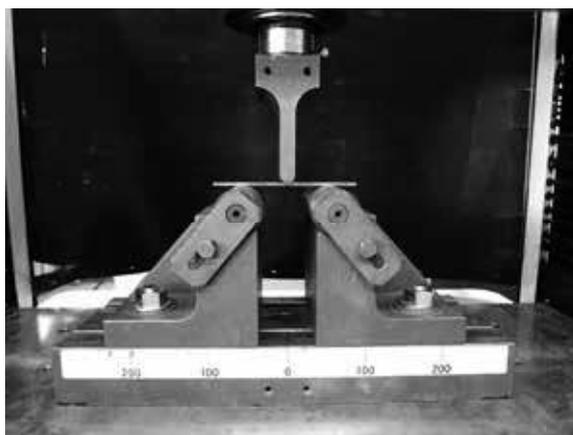


図1 曲げ試験の様子

曲げ試験は三点曲げ（支点間距離 60mm，押しジグ半径 5mm，受けジグ半径 15mm）で行った。クロスヘッド変位速度は 5mm/min とした。試験機は（株）島津製作所製 AG-100KNG-M1 を用いた。試験の様子を図1に示す。

硬さ試験は、試験片表面についてロックウェルのCスケールで行った。試験機は（株）アカシ製 ATK-F3000を用いた。

3. 実験結果

種々の焼戻し温度に対する試験片の曲げ試験の結果を示す。以下では、クロスヘッド変位を変位と呼ぶことにする。実験では全ての試験片が破断した。

図2に、試験力と変位の関係（試験力－変位線図）を示す。焼戻し温度が 200℃ 以下については試験力と変位が直線関係になっていることから、試験片はほとんど塑性変形せず破断して

* 中越技術支援センター

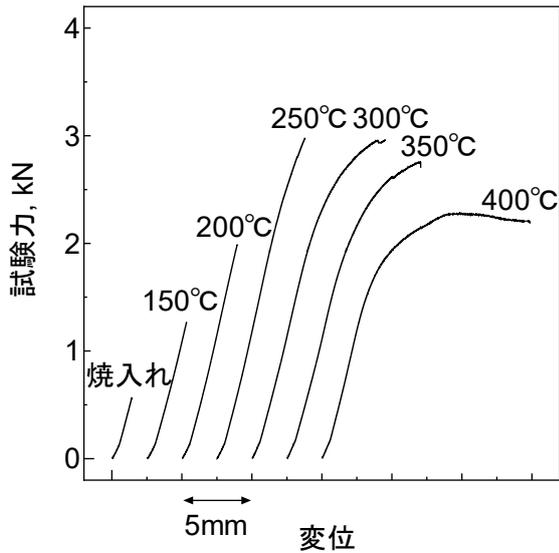


図2 試験力-変位線図

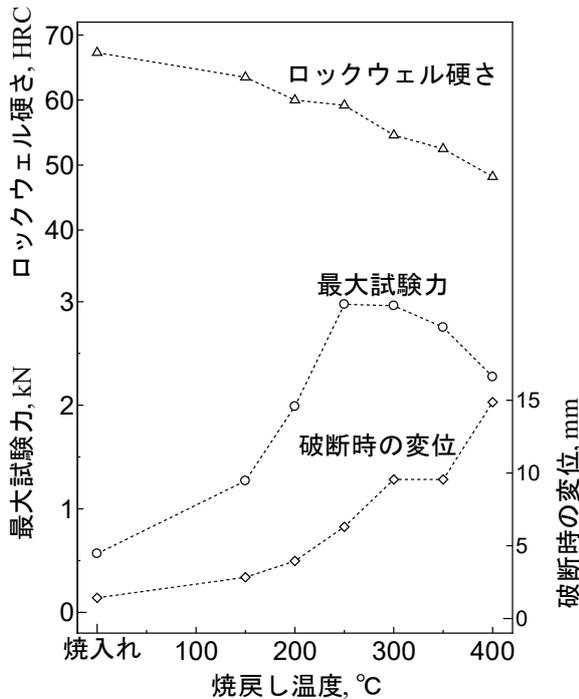


図3 種々の焼戻し温度に対する試験片の最大試験力と破断時の変位

いることが分かる。一方、焼戻し温度が 300°C 以上では、ある程度塑性変形してから破断していることが分かる。

図3に、種々の焼戻し温度に対する試験片のロックウェル硬さ、最大試験力および破断時の変位を示す。ロックウェル硬さについては焼戻し温度が高くなるのに伴い減少していくことが分かる。一方、最大試験力は焼入れ後は小さいが、その後は 250°C まで急激に大きくなり、それ以降は小さくなっていくことが分かる。破断時の変位については焼入れ後はきわめて小さいが、焼戻し温度を高くするに伴い大きくなること分かる。このことから、焼入れ後に 250°C の焼戻しまでは最大試験力と破断時の変位のいずれも大きくなっていくことが分かる。

なお、すべての実験結果について当研究所のホームページに掲載している¹⁾。

4. 結 言

- (1) 焼入れ後に種々の温度で焼戻した炭素工具鋼 SK85 の試験片に対して硬さ試験と曲げ試験を行った。
- (2) 硬さについては、焼戻し温度を高くするにしたがい小さくなった。
- (3) 最大試験力と破断時の変位については、焼入れ後に 250°C の焼戻しまではいずれも大きくなった。

参考文献

- 1) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H31/31kin3.html> , 高硬度材の曲げ試験, 「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2020年2月6日.

Ⅲ 調査・報告

ファインバブルに関する調査研究

内藤 隆之* 土田 知宏** 中川 昌幸*** 天城 裕子*** 河原 崇史***

Report of Market and Technology Trend of Fine-bubble Technology

NAITO Takayuki*, TSUCHIDA Tomohiro**, NAKAGAWA Masayuki***,
AMAKI Yuko*** and KAWAHARA Takashi***

1. 緒 言

ファインバブルとは、直径 100 μm 以下の気泡を総称した呼称である。さらに直径 1 μm 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 9 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、今日まで規格化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、購入したファインバブル発生装置の使用事例としてアルミ材の研磨実験を行い、ファインバブル水によって研磨量が増加する傾向を確認した。

今年度は、マイクロバブルを優先的に発生させる装置の使用事例として、模擬汚染物を塗布したステンレス鋼板（鏡面加工）の洗浄実験を行った。

また、昨年度から開始したファインバブル技術の普及を意図した官学連携による研究会の活動概要を報告する。

* 中越技術支援センター

** 県央技術支援センター

*** 下越技術支援センター

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。

開催日：令和元年 12 月 13 日（金）

会 場：県央技術支援センター研修室

参加者：18 社 22 名

内容（講師）：

①微細気泡の化学プロセスへの活用事例

－光、超音波との併用効果－

（長岡工業高等専門学校 教授 村上 能規氏）

②ファインバブルを応用した排水処理技術（OZAC 処理システム）

（エンバイロ・ビジョン（株） 社長 豊岡正志 氏）

③ファインバブル利用の事例紹介

－機械加工、洗浄－

（大生工業（株） FB 事業部 課長 加藤克紀 氏）



図 1 講習会の様子

県内での利用実績について紹介があり、既存設備への取り付けが容易であるとの説明を受け、質疑も活発であった。開催地が燕三条地域ということもあり、機械加工や工業洗浄におけるファインバブルへの期待感は大いに感じられた。

2.2 技術動向調査

2.2.1 ファインバブルの利用技術

各種展示会、セミナー等においてファインバブルの利用技術について調査を行った。

工業（機械研削）の分野では複数社確認でき、医療への応用面では薬剤キャリアーとしての有効性が紹介されていた。一方、農業分野では適用条件が不明確なため、ファインバブルの有効性について、研究者間で賛否が混在していた。

また、県内事例として、食肉加工で生じる廃液（油脂を多く含む）の処理にオゾンバブルを利用したものがある。当該設備ではオゾン処理槽と微生物処理槽を順列させた連続処理によって隣接する河川へ放流できる排水基準を達成できた。特徴は通常の活性汚泥法に比べて余剰汚泥もなく、省スペースであること。設備導入前後の処理実績（単位：mg/L）は以下のとおり³⁾。

	(前)	(後)		(前)	(後)
・BOD	500	→ 23	・n-ヘキサン	220	→ <1
・COD	100	→ 17	・SS	540	→ 16

2.2.2 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 2⁴⁾）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 12 の目標に関与できる可能性があるとして、図 2 において、1～3、6～9、11～15 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¹⁾。



図 2 SDGs の 17 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を用いて洗浄実験を行い、ファインバブル水による無洗剤洗浄の可否を目視で評価した。

(試料)

50×50×1mm の SUS304（片面：鏡面加工）

(試験油)

粘度計校正用標準液 JS2000, JS52000

(ファインバブル発生装置)

HELIX NOZZLE TH-03（大生工業(株)製）

(実験条件)

表 1 のとおり

(実験方法)

試験板は片面鏡面加工された SUS304 に試験油を薄く延ばして塗布して作成した。

ファインバブル発生装置にスプレーノズルを取付け、水槽内に試験台（網籠）を設置した。この網籠と試験板の間に油の再付着防止を目的とした油吸着マットを敷いた後、試験板表面に 2~3 分間のシャワー水洗を行った。

表 1 洗浄実験条件

項目	内容
方式	シャワー
水質	水道水
pH	4.0~13.0
ガス	空気、窒素、酸素、炭酸、アルゴン
水温	室温~70°C
洗剤	0~8.0vol%

※洗剤は理化学機器用の汎用アルカリ洗剤



図3 実験の様子

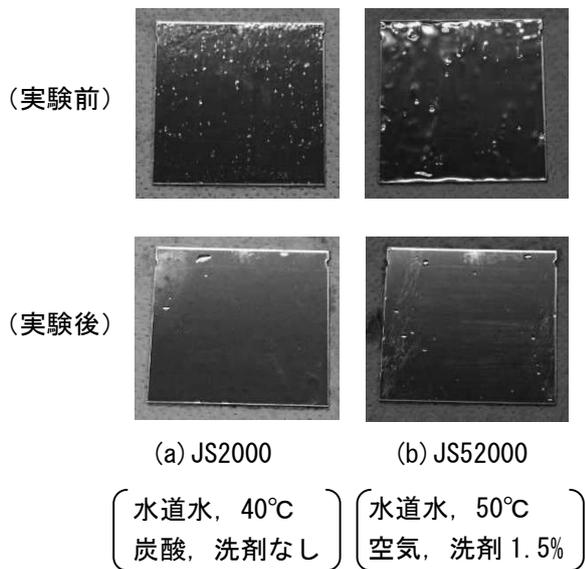


図4 シャワー実験結果（一例）

図3に実験の様子を示す。

(実験結果)

実験結果（一例）を図4に示す。粘度計校正用標準液 JS2000 が洗浄できる条件を確認できた。また無洗剤洗浄の可否について、実現可能性を示すことができた。一方、今回使用した試験油で高い粘度液体の粘度計校正用標準液 JS52000 でも僅かに油膜が残る程度まで洗浄できる条件を確認できた。この高粘度液 JS52000 の実験条件として、洗剤の他に例えば超音波併用などを今後検討していく予定である。なお、JS2000 について 40°C の動粘度で工業用機械油と比較するとギヤー油、マシン油、軸受油と同程度である。

2.4 県内支援機関等との連携事業

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（公財）燕三条地場産業振興センターとの連携によってファインバブル技術に関する研究会を昨年度から立ち上げ、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、技術開発テーマの検討を継続している。

なお、今年度の当該研究会参加企業数は県内企業 12 社となっている。活動実績は以下のとおり。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：令和元年7月24日（水）

演題「ファインバブルの応用事例」

講師 新潟大学 助教 牛田 晃臣 氏

第二回：令和元年9月24日（火）

演題「ウルトラファインバブルの研削、
切削などへの応用事例とその効果」

講師 日本タングステン（株）

機械事業推進室 渡辺 剛 氏

第三回：令和元年12月13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：令和2年3月16日（月）

※新型コロナウイルス対応のため中止

3. 結 言

- (1) 主な県内企業は以前からファインバブル技術について認識を持っており、その利用技術に高い関心は示すものの、機構解明が不十分なため評価が二分しており、普及するまでには至っていない。
- (2) ファインバブル水による洗浄実験を通して無洗剤（又は減洗剤）洗浄の実現可能性を示すことができた。今後は最適な洗浄条件の追求や実試料での検討を進めていく必要がある。

- (3) 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、12 の目標に関与できる可能性があるとしてされている。
- (4) 新潟大学、(公財) 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三回開催した。

参考文献

1) <https://www.iso.org/committee/4856666.html>

「ISO/TC281 ホームページ」

- 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://www.envirovision.jp/category/ozac.html>
「エンバイロ・ビジョン(株)ホームページ」
- 4) https://www.unic.or.jp/activities/economic_social_development/sustainable_development/2030agenda/sdgs_logo/
「国際連合広報センターホームページ」

微細構造分析による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* 近 正道** 岡田 英樹*** 河原 崇史*

Report of Technology Trends of Material Functionalization by Using Microscopic Structural Analysis

NAKAGAWA Masayuki*, SHIBUYA Keita*, AMAKI Yuko*, CHIKA Masamichi**,
OKADA Hideki*** and KAWAHARA Takashi*

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って、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って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。

また、非結晶あるいは結晶性が低い状態でもEBSDによる結晶解析とEDSによる元素分析の同時測定によって、微細構造を詳細に評価することが可能となる。

本報告ではダイヤモンド焼結体²⁾（以下PCD）のEDS、EBSD測定事例を紹介するとともに、微細構造分析を活用した金属基複合材に関する技術開発について述べる。

* 下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

2. FE-SEM/EDS/EBSD を活用した微細構造分析

2.1 使用したFE-SEM/EDS/EBSD装置

新潟県工業技術総合研究所ではEDS、EBSD（オックスフォード・インストゥルメンツ（株）製）を搭載したショットキー電界放出形FE-SEM（日本電子（株）製JSM-7800F PRIME）を所有している。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EDS、EBSD測定を実施した。

2.2 PCDの微細構造と加工変質

PCDはダイヤモンドの粉末をバインダー金属で焼結した材料であり、超硬合金の基板上に層状に形成されるのが一般的である。非常に硬く耐久性に優れた材料であり、切削工具に用いられるが、打ち抜き金型への適用が期待されている。PCDの加工は現状ではワイヤーカットでの形状加工から、エッジの仕上げ研削を行う方法が一般的だが、ワイヤーカット加工では局所的な発熱によって加工変質層が生成する。



図1 FE-SEMの外観

これは、加熱によって部分的にダイヤモンド構造が失われてグラファイトなどの不完全な結晶構造のCに分解したものであり³⁾、後加工でこの加工変質層を除去する必要がある。そして、加工変質層の生成や状態を評価するためには、Cの分布や結晶構造を判別することが重要となる。

2.3 実験方法

供試材として、基板を含めた厚さ 5mm、ダイヤモンド層 0.5mm のトーメイダイヤ（株）製 PCD（品番 WM80）を使用した。

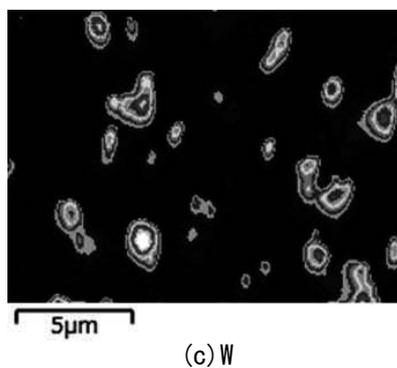
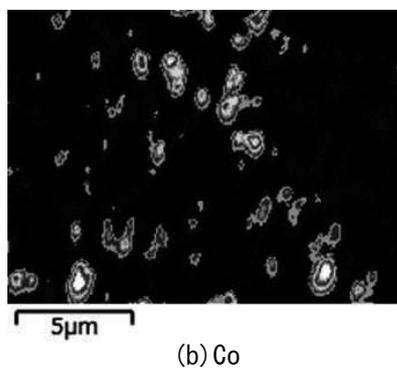
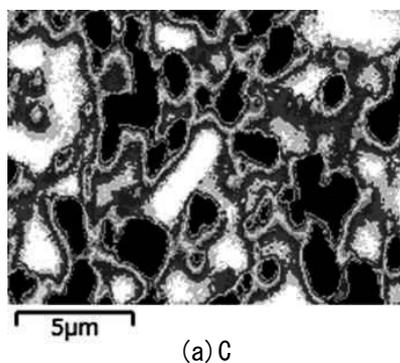


図2 PCD表面の元素マッピング

PCDの微視組織を確認するため、入手状態の鏡面仕上げされた表面に対しEDSによるC, Co, Wのマッピングおよび、EBSDによるダイヤモンド相のマッピング測定を行った。

また、ワイヤーカットで□5mmにカットし、そのワイヤーカット加工面および、ワイヤーカット後に#400+#1200の研削を行った加工面をEDSによってCのマッピング測定を行い、加工変質層の状態および研削による除去の状態を調べた。

2.4 実験結果

PCD表面のEDSによるC, Co, Wのマッピング測定結果を図2(a)~(c)に示す。5μm以下程度の粒子状のCの集中があり、その周辺はCoとWが分布している。EBSD測定結果を図3(a), (b)にそれぞれ示す。(a)は回折パターンをマッピングしたバンドコントラストであり、結晶性が高いほど明るいコントラストになる。(b)はダイヤモンドの相マップである。

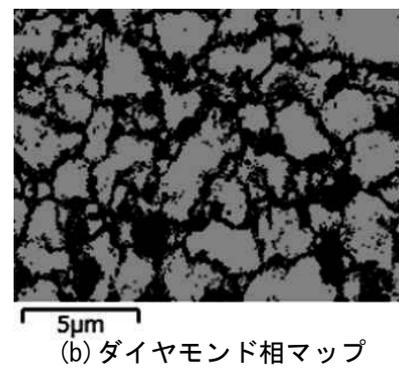
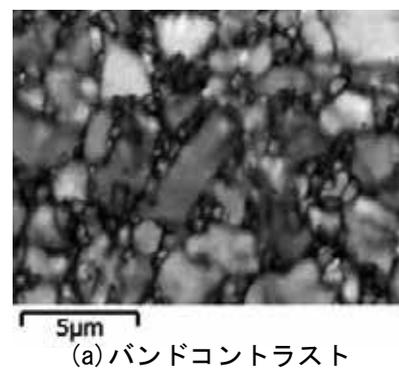
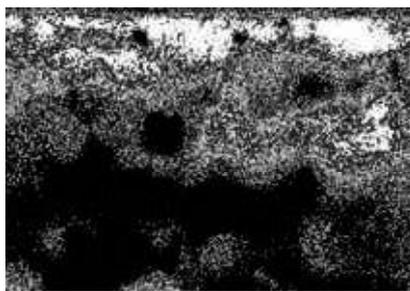
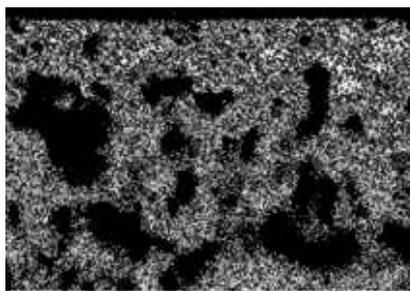


図3 PCD表面のEBSD結晶相マッピング



(a) ワイヤークット加工面



(b) ワイヤークット加工後、 #400+
#1200 の研削加工面

図 4 PCD の加工面における C の元素
マッピング

これらの測定結果によって、この PCD はダイヤモンド粒子の周辺に Co, W が充填されているような構造になっていることが見てとれる。

この PCD のワイヤークットで切断した加工面、およびワイヤークット後、#400+#1200 で研削を行った加工面の EDS 測定による C の元素マッピングを図 4 の(a), (b)にそれぞれ示す。

ワイヤークット加工面では図 2(a)に見られるような、粒子状の C の分布は明確ではなく、斑状に広がっている。その後の研削加工によって、C の粒子状の分布がより明確になった。ワイヤークット加工では、切断時に発生する局所的な発熱のため、加工面のダイヤモンドがグラファイトなどに変質し、斑状に広がったと推測される。一方、その後の研削加工では、加工変質層の除去が進み、ダイヤモンドの粒子状の分布がより鮮明になったものと考えられる。

3. 今後の調査研究の取り組みについて

材料の耐熱性、耐久性の向上に伴い、それらを加工する工具や金型にはさらなる高硬度、耐久性が求められてきている。その解決策として、ダイヤモンドをはじめ、タングステンカーバイドや立方晶窒化ホウ素などの硬質微細粒子を分散させ、バインダー金属の特性によって、耐熱性や靱性などの機能を付与した材料、いわゆる金属マトリックス粒子分散複合材（以下 MMC）の適用が有効と考えられる。放電プラズマ焼結法、溶射や最近注目されている金属 3D 堆積造形などは粉体から MMC を作る事が可能なプロセスであり、耐熱合金のマトリックスへの適用など、機能性を付与した MMC の可能性が広がっている。

一方で、MMC は難削材であるため、高効率、高精度加工は非常に難しい。前項では、PCD の加工変質を評価したが、加熱によるダイヤモンドの変質を援用した加工法など、MMC に対しては材料物性を利用した方法が有用な加工法になりうると考えられる。以上から、高硬度、高耐久材料の開発とその加工方法の検討において、微細構造分析を有効に活用することは、加工技術の高度化や高付加価値製品開発に資するものと考えられる。

4. 結 言

- (1) PCD におけるダイヤモンド相の評価は、EBSD 測定によって可能である。また、EDS による C のマッピングによって、ワイヤークットの加工変質層は C の斑状の分布によって確認され、その後の研削加工面では、ダイヤモンド結晶粒と思われる C の分布がより鮮明になることによって、加工変質層の除去が確認できた。
- (2) MMC は工具や金型への応用が期待される。機能性を付与した MMC の開発とその加工方法の検討に微細構造分析を活用することは、加工技術の高度化や高付加価値製品開発に資するものと考えられる。

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) [http://www.tomeidiamond.co.jp/diasyouketu/
DIAs.html](http://www.tomeidiamond.co.jp/diasyouketu/DIAs.html), ダイヤモンド焼結体, 「トーマ
イダイヤ (株) ホームページ」, 2020年3
月24日
- 3) 南他, “放電加工による焼結ダイヤモンド
工具の成形加工”, 電気加工学会誌, Vol.44,
No.105, 2010, pp. 17-24.

インダストリアル IoT の活用に関する調査研究

～MZプラットフォームを活用した装置稼働データ取得の試行実験～

星野 公明* 小林 豊** 石井 啓貴** 櫻井 貴文***
石澤 賢太**** 福嶋 祐一**** 馬場 大輔***** 明歩谷 英樹*****

Research Report on Utilization of IoT in Manufacturing Industries
～Trial Experiment of Equipment Operation Data Acquisition Using MZ Platform～

HOSHINO Kimiaki*, KOBAYASHI Yutaka**, ISHII Hiroataka**, SAKURAI Takafumi***,
ISHIZAWA Kenta****, FUKUSHIMA Yuichi****, BABA Daisuke***** and MYOBUDANI Hideki*****

1. 緒 言

製造業の生産性向上を図るため、第4次産業革命の進展に伴う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、企業間で差が見受けられる。

導入が進んでいる製造業は、作業改善活動が活発に行われており、その解決手段としてAI・IoTといったデジタル技術を活用している。一方、多くの製造業は自社内にデジタル技術について知見のある人材が少ないため、作業改善にデジタル技術を活用できずにいることや、システム開発をITベンダーに委託した場合はその開発コストがかかることから、なかなか導入活用が進まない現状が伺える。

我々は、デジタル技術を習得しながら自社内のIT・IoT化を推進することができるツールとして、(国研)産業技術総合研究所(以下、「産総研」という。)が開発した「MZプラットフォーム」¹⁾を技術シーズとし、その普及を図るためセミナー等の開催や、所内試験機器の稼働データ取得の試行実験を行った。

- * 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. MZプラットフォームの活用

2.1 MZプラットフォームとは

「MZプラットフォーム」は、産総研が開発したソフトウェア開発基盤で、中小製造業が自ら自社業務のIT化を実現することを支援する目的で開発されたものである。このツールが提供するコンポーネントと呼ばれるソフトウェアの部品を、図1のように画面上で組み合わせることで、高度なプログラミングのスキルを必要とせずに、ソフトウェアを作成することが可能である。

「スマート製造ツールキット」は、MZプラットフォームに外部とのデータ入出力機能を拡張し、図2に示す安価なセンサやマイコンを使用した計測・可視化・通知システムの自作機能を追加したものである。DIYのIoTツールとして導入コストを抑えつつ、生産設備の稼働データ取得などのIoTシステムを自社内で開発することが可能である。



図1 MZプラットフォーム

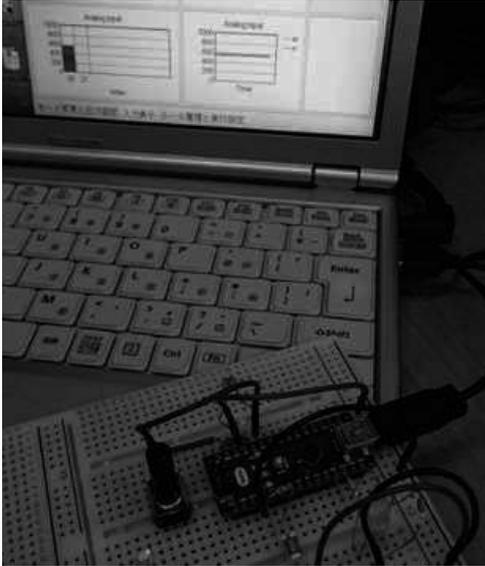


図2 スマート製造ツールキット

2.2 MZ プラットフォームの普及活動

MZ プラットフォーム／スマート製造ツールキットの普及を図るため、セミナーと実技講習会を開催した。その様子を図3に示す。

(1) 導入紹介セミナー

○日時：令和元年7月16日 13:30～17:00

○講演：

「中小企業のIT化を支援する

MZプラットフォーム」

「中小企業のIoT化を支援する

スマート製造ツールキット」

〔講師〕（国研）産業技術総合研究所 機械

加工情報研究グループ長 古川 慈之 氏

「めっき工場におけるIoTツールを活用した

機器動作・温度湿度監視の事例紹介」

〔講師〕吉玉精鍍（株）

情報通信部部長 畝原 広美 氏

(2) 実技講習会（基礎+IoT編）

○日程：令和元年10月1日～2日

○内容：

〔1日目〕

- ・MZプラットフォームの概要
- ・IoTとスマート製造ツールキットについて
- ・画面・グラフを作ってみよう
- ・データベースの基礎知識、など



図3 実技講習会の様子

〔2日目〕

- ・Arduinoの基礎知識と使用準備
 - ・MZアプリと連動する電子回路の作成
 - ・状態認識やデータの送信方法
 - ・蓄積されたデータを可視化する方法 など
- 〔講師〕（国研）産業技術総合研究所 機械
加工情報研究グループ長 古川 慈之 氏

3. 試行実験について

3.1 試行実験の概要

当所では、依頼試験等で疲労試験を実施しているが、繰り返し回数何万回にも及ぶうえ、いつ破壊を起こすか分からないため、研究室外においても試験の状況をモニタリングしたいというニーズがあった。そこで、MZプラットフォームを用いて、研究室に設置された疲労試験における疲労サイクル回数を、職員室においてリアルタイムで観測できるシステムを構築した。

3.2 システムの構成

計測システムの構成を表1に示す。エッジ側の端末には、Raspberry Pi 3 B+を使用した。疲労試験機のヘッドの変位量を計測するセンサとして赤外線測距センサ(GP2Y0A02YK)を使用した。赤外線とPSD(position sensitive detector)を使用して、非接触で距離測定するセンサで、測定範囲が20cm～150cmまでとなっており、センサとターゲット間の距離に応じてアナログ電

表 1 計測システム構成

エッジ	Raspberry Pi 3 B+(Raspbian) IoTtoolkit ver3.6 インストール
	Arduino Nano StandardFirmata 書き込み
	赤外線測距センサ GP2Y0A02YK(SHARP)
サーバ	Windows PC(Windows10) MySQL Ver5.7 インストール
クライアント	Windows PC(Windows10) IoTtoolkit ver3.6 インストール



図 5 疲労試験 IoT 試行実験

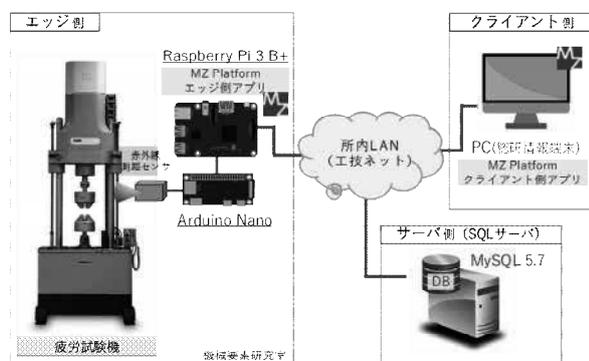


図 4 ネットワーク構成

圧が出力される。Raspberry Pi はアナログ入力ポートを持たないため、センサヘッドとして Arduino Nano を使用し、Raspberry Pi との間では、Firmata 形式によって通信する。Arduino Nano には、汎用の Firmata 通信用のスケッチ (Standard Firmata) を書き込んだ。各端末のネットワーク構成について図 4 に示す。

3.3 計測の原理

エッジ側のアプリケーションは、産総研から提供されている MZ プラットフォームで開発されたスマート製造ツールキットの「IoTEdge-App.mzap」を、クライアント側のアプリケーションは、「IoTDBViewer.mzap」を使用した。

疲労試験のサイクル数計測については、図 5 のとおり赤外線測距センサで疲労試験機ヘッドの上下動作を検出することによって回数をカウ

表 2 疲労試験の試験条件

実験日	令和 2 年 2 月 6 日
疲労試験機	インストロンジャパン ElectroPuls E10000
周波数	0.5 Hz
振幅	10 mm
サイクル数	10,000 回
その他	試験品なし・空回しで試験

ントする。上部ヘッドの上下動によって赤外線測距センサと上部ヘッド間の距離が変化し、これに応じてアナログ入力の電圧値が変化する。エッジ側アプリケーションで閾値を設定し、電圧値が閾値を越えたら疲労試験機のサイクルが 1 回実行されたと判定するルールを設定した。併せて、ショット実行が認識された際にデータを MySQL サーバに送信し、サーバ側のデータベースに認識結果が格納されるようにした。IoT 計測の対象とする疲労試験機の試験条件について表 2 に示す。

3.4 試行実験の結果

試行実験時のエッジ側の MZ アプリケーション画面を図 6 に示す。疲労試験機ヘッドの上下動作に応じて、赤外線距離センサからの出力電圧が変化している様子が見て取れる。

試行試験の当初は、疲労試験機の設定回数に対し、かなりの誤差が生じる結果となった。誤差の要因について、最初は赤外線測距センサを

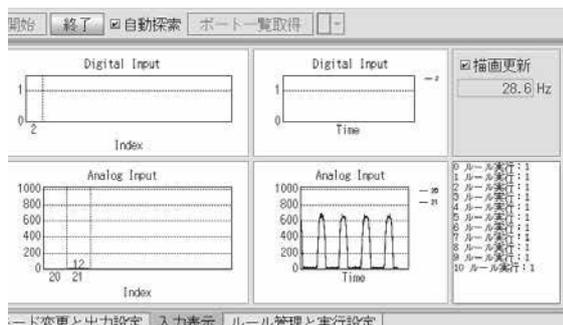


図6 エッジ側端末のMZソフト

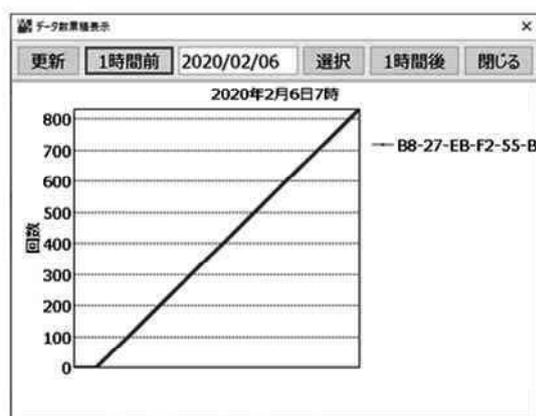


図7 クライアント側端末のMZソフト

試験機上部に設置していたため、疲労試験機ヘッドの上下動に応じて、センサから出力される電圧が緩やかに変化していたことと、センサから出力される電圧に高い周波数のノイズが重畳されており、閾値を超えるノイズ成分をカウントしたために誤差が生じたと思われる。

そのため、センサの配置位置を試験機の横側に変更してヘッドの有無を検出するとともに、高周波ノイズを除去するためアナログ入力ポートにローパスフィルタを追加した。この結果、図7に示すようにクライアント側の回数表示も疲労試験機の動作に応じて徐々に増加し、サイ

クル累積回数も疲労試験機における設定数である10,000回となり、精度良くカウントすることができた。

以上の試行実験によって、これらのソフトウェア基盤を活用することで比較的容易にIoTシステムを構築でき、製造業においても活用できることを確認した。

4. 結 言

- (1) 製造業の生産性向上を図るため、第4次産業革命の進展に伴うデジタル技術の活用が期待されているが、デジタル技術について知見を有する人材が少ないことや、ITベンダーに委託した場合その開発コストがかかることから、県内製造業への導入の進み具合は企業間で差が見受けられる。
- (2) 当所では、デジタル技術を習得しながら自社内のIT・IoT化を推進することができるツールとして、産総研が開発したMZプラットフォームを技術シーズとし、その普及を図るためセミナー・実技講習会の実施や、所内の試験機器の稼働データ取得の試行実験を行った。
- (3) 試行試験として所内の疲労試験機の稼働状況をモニタリングするシステムをMZプラットフォーム/スマート製造ツールキットを用いて開発した。これらのソフトウェア基盤を活用することで比較的容易にIoTシステムを構築でき、製造業においても活用できることを確認した。

参考文献

- 1) <https://ssl.monozukuri.org/mzplatform/>
「MZプラットフォームユーザー会」
ホームページ

導電性繊維を活用したウェアラブルデバイスに関する 調査研究

古畑 雅弘* 橋詰 史則* 明歩谷 英樹* 佐藤 清治*
本多 章作** 渋谷 恵太** 山田 敏浩***

Research on Wearable Devices Using Conductive Fibers

FURUHATA Masahiro*, HASHIZUME Fuminori*, MYOUBUDANI Hideki*, SATOU Seiji*,
HONDA Syousaku**, SHIBUYA Keita** and YAMADA Toshihiro***

1. 緒 言

近年、身体に装着して生体情報を取得できるウェアラブルデバイスが注目されている。装着の形態に応じてメガネ型、時計型、リストバンド型などに分類されるが、中でもセンサと衣服を一体化した衣服型ウェアラブルデバイスは、着るだけで体温、呼吸数、心拍を計測できることから、医療や介護現場での患者の見守りや病気の予防、スポーツやリハビリテーションにおける身体の負荷の計測など幅広い用途で開発が行われている¹⁾。

本調査研究では、衣服型ウェアラブルデバイスを中心に技術動向を調査し、さらに県内企業、試験研究機関の取り組みについて調査した。

また導電性ペーストを用いた繊維への導電性付与技術について実験を行った。その結果について報告する。

2. 活動概要

2.1 セミナーの開催

ウェアラブルデバイスの製品化には、センサ技術や情報処理技術、無線を利用した情報送信技術、さらにはこれらのデバイスを駆動させる自立電源など、幅広い要素技術が必要になる。

そこで実際に製品化を行っている大学、企業

から講師を招いてセミナーを開催し、県内企業に情報提供を行った。併せてウェアラブル研究会の活動内容の紹介も行った。講演会の様子を図1に、内容を以下に示す。

開催日：令和元年12月5日（木）

参加者：22企業35名

講演1：「インテリジェントウェアラブルの実用化に向けて」

講師：長岡技術科学大学 教授 中川 匡弘氏

概要：脳波を計測する手法や感性評価への応用、開発した小型脳波計を用いた製品開発の事例について紹介。

講演2：「繊維製品の高機能化からスマートセンシングウェアの開発まで」

講師：東洋紡（株）コーポレート研究所快適性工学センター 部長 清水 祐輔氏

概要：繊維の快適性加工、評価からスマートセンシングウェア開発までの経緯と現在の取り組みについて紹介。



図1 セミナーの様子

* 素材応用技術支援センター

** 下越技術支援センター

*** 研究開発センター レーザー・ナノテクノロジー研究室

2.2 調査概要

2.2.1 技術動向調査

ウェアラブルデバイスの開発においては、生体情報の正確な測定や着用者が負担にならない着心地や快適性の確保が重要である。このためセンサや配線を人の動きに追従させるために、導電性ペーストによる印刷や伸縮性フィルムを用いた製品開発が活発化しているが、締付けによる身体への負担に加えて、発汗による蒸れや不快さが課題となっている。加えて従来のウェアラブルデバイスの多くは、単一センサを用いて計測しているが、今後はより精度の高い生体情報を取得するために複数センサの搭載が進むと予測されている²⁾。こうしたことから、より柔軟で装着感の良いデバイスの開発が求められている。

2.2.2 県内企業の動向

県内ではウェアラブルデバイスを自社で開発し、多くの製品に採用されている企業をはじめ、ウェアラブル用高伸張性導電性ペーストを開発している企業、フィルムや繊維など多様な素材に半導体を搭載できるように低温実装技術の開発に取り組む企業、また画像処理やアルゴリズムの構築などソフトウェア開発に取り組む企業がある。しかし、ウェアラブルデバイスの製品化には要素技術が多く、一社単独では製品化は難しく、用途も明確に定まらないことから、参入を躊躇する企業も多い。こうした状況の中、本調査事業をとおしてウェアラブルデバイスのニーズや活用法について、いくつかの興味深い内容も出てきている。

2.3 工業技術総合研究所の取り組み

繊維への導電性付与に関して、素材や加工技術について知見を深めることを目的に、印刷を行い導電性評価を行った。

2.3.1 印刷試験

県内企業より提供いただいた水着用生地、凹

凸の大きい織物、および導電性ペーストを用いてスクリーン印刷を行った。ペーストの主剤と希釈液の配合割合を変えて、手刷り回数 1 回及び 3 回で行った。加工は 80 と 100 メッシュのスクリーン版を使用し、手刷り用ホルダーを用いて印刷を行った。加工した生地を図 2、印刷部の電子顕微鏡写真を図 3 に示す。水着用生地は伸縮性は大きいですが、表面は凹凸が少なく滑らかで、手刷り 3 回でも印刷パターンは鮮明であった。よって繰り返し印刷による厚みのあるパターンや、パターンの幅が 1mm 程度の細かいパターンの作製も可能と考えられる。一方凹凸の大きい織物はパターンのエッジ部でにじみが大きく、細かいパターンの印刷には適さなかった。導電性ペーストの主剤と希釈液の調合割合によって粘性が大きく変わるため、調合割合とスクリーンメッシュの選択を適切に調整することが重要である。

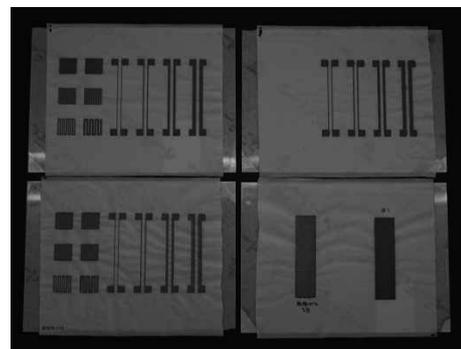


図 2 加工した生地

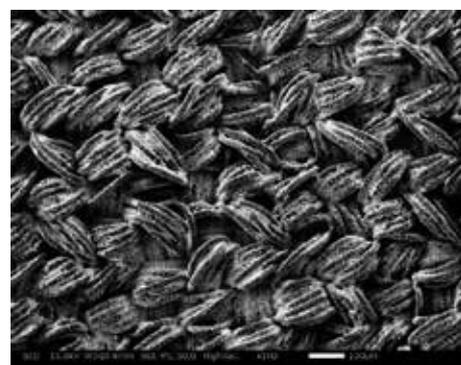
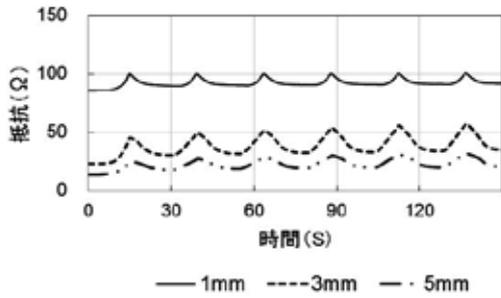
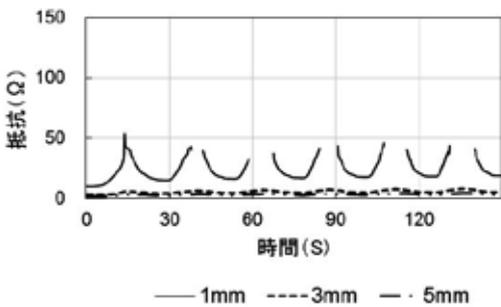


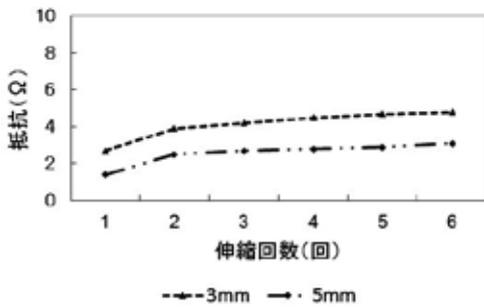
図 3 電子顕微鏡写真



(a) 手刷り 1 回



(b) 手刷り 3 回



(c) 伸び 0% 時の抵抗値

図 4 電気抵抗の測定

また市販のホットメルト層付き伸縮性フィルム 2 種に導電性ペーストを印刷し、ホットプレス機により熱と圧力をかけてフィルムを水着用生地貼り合わせる加工を試みた。フィルムへの印刷は生地と同条件で行った。

2.3.2 印刷加工生地の電気抵抗の測定

2.3.1 で試作した生地について、万能材料試験機を用いて、生地を 0~40%伸縮させた時の電

気抵抗値を 4 端子法で測定した。伸縮は 6 回繰り返して行った。水着用生地への手刷り回数 1 回及び 3 回の結果を図 4(a), (b)に示す。手刷り回数が多いほど、またパターンの幅が広がるほど電気抵抗値は低下した。手刷り 3 回のパターン幅 1mm では、伸縮 1 回で断線が発生した。これはパターンが細い上に、導電性ペーストの付着量が多く、硬く脆くなったためと考えられる。パターン幅 3mm 及び 5mm では断線は発生せず、抵抗値も 2~8Ω と低い値を示した。しかし図 4(c)に示すように、いずれも伸縮回数が多くなるほど伸び 0% 時の抵抗値が増加していることから、耐久性に課題があることが分かった。同様に印刷したフィルムを貼り合せた生地についても試験を行ったが、伸縮性が小さく、伸張後すぐに断線が発生し、測定が困難であった。

3. 結 言

- (1) ウェアラブルデバイスの開発は、生体信号の正確な測定や着用者が負担にならない着心地や快適性の確保が課題となっている。このため、伸縮性が高く着心地の良いセンサや配線の開発が活発化している。
- (2) 県内ではウェアラブルデバイスの開発やその活用について関心を示すものの、製品化には要素技術が多く、取り組みを躊躇する企業も多い。
- (3) 県内企業から提供いただいた素材を用いて印刷、評価を行い、加工特性の一端を確認できた。

参考文献

- 1) 宮原大地, “装着型バイタルサイン測定システムとスマートテキスタイル —特集にあたり—”, 繊維学会誌, Vol.75, 第 12 号, 2019, pp. 620-622.
- 2) 吉田学, “高伸縮性配線とそれを用いたセンシングデバイス”, 技術情報協会セミナー, 2020, pp. 26-27.

3D プリンタ活用に関する調査研究

三村 和弘* 須貝 裕之* 岡田 英樹* 青野 賢司* 馬場 大輔**

A Report of Manufacturing Technology Utilizing Three-dimensional Printer

MIMURA Kazuhiro*, SUGAI Hiroyuki*, OKADA Hideki*,
AONO Kenji* and BABA Daisuke**

1. 緒 言

近年、3D プリンタを用いた AM(Additive Manufacturing)技術は、簡易な金型や治具などの単純製作や製品試作からトポロジー解析などを利用した複雑形状品の造形や製品の量産化へ対応する移行時期に入った。これまで 3D プリンタに関する研究会活動は、平成 27 年度から 29 年度は「デジタルものづくりフォーラム」¹⁾⁻³⁾として、平成 30 年度は「3D プリンタ研究会」⁴⁾として調査研究を行い、研究開発状況および動向、活用事例について講演会の開催および企業訪問を実施した。本年度は「3D プリンタ活用研究会」として新規導入した 3D プリンタを活用しながら調査研究を行った。

2. 講演会開催概要

3D プリンタの活用を促進するために講演会を開催した。

開催日：令和元年 9 月 25 日

「3D プリンタ活用研究会の取組み」

研究開発センター 三村 和弘

「3D プリンタの最新技術動向」

丸紅情報システムズ(株) 丸岡 治幸 氏

「3D プリンタを活用した新製品開発」

アルテアエンジニアリング(株)

ベッロージ・ピエトロ 氏

講演会の様子を図 1 に示す。

初めに本研究会の目的と取組みを説明し、

今年度導入した 3D プリンタについて、造形方式の特徴や利用できる樹脂材料、3D プリンタの精度などの解説を行い、最新情報を含んだ技術解説、トポロジー解析などの活用事例を紹介した。

また、3D プリンタ実機の説明と各種造形方法で作られた造形物の展示と質疑応答を行った。参加者は 30 名であった。図 2 に示す。



図 1 講演会の様子



図 2 造形物の展示説明

* 研究開発センター

** 上越技術支援センター

3. 調査内容

3.1 海外技術動向⁵⁾

海外の 3D プリンタの主な展示会として以下の展示会があり、本年度も開催された。

- ・ AMUG カンファレンス (アメリカ)
- ・ rapid+tct2019 (アメリカ)
- ・ formnext (ドイツ)

世界的な動向として、材料や工法の種類が増えてきている。特に金属 3D プリンタのインクジェット方式の増加が著しく、各メーカーが特徴的な独自製品を開発している。

また、造形品質を管理するためのモニタリングシステムも開発されている。

さらに、造形プロセスの自動化や高速化が進んでおり、大物造形や小物量産化のための周辺装置の開発も増えている。

全体の課題としては、実製品を作る際に造形物のバラツキを少なくする方法が確立されておらず品質評価や管理が難しいことが挙げられる。ただし、この分野では日本国内でも多くの研究がなされており、今後の発展が期待できる。

3.2 航空宇宙分野市場と受託事業

欧州や米国が中心である航空宇宙分野市場の伸びは顕著であり、産業用プリンタの売り上げが伸びている。これは高性能な 3D プリンタの販売が伸びているためである。

また最近では、サービスビューローと呼ばれる 3D 造形の受託を行っている企業が増えており、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競合している。

3.3 県内企業の動向

県内企業の樹脂プリンタは実製品の製作ではなく、研究開発における試作品の造形に用いられている。3D プリンタの導入前は、試作品を作るのに粘土を用いてモデルを造り、トライアンドエラーで多大な時間をかけて開発を行っていた。導入後は、CAD 上で設計変更し、直ち

にプリンタで造形することで大幅な時間短縮を図っている。

4. 造形物の強度試験

4.1 Fortus450mc (Stratasys 製) と L-DEVO (Fusion Technology 製) の比較

3D プリンタの造形物の評価を Fortus450mc と L-DEVO(M2048TP)で造形した試験片で強度試験を行った。ABS 樹脂を用いて JIS Z2241 による 14A 号試験片の形状で、充填率 100%の試験片を各方向に 3 個ずつ造形し、万能材料試験機 AG-250kNI ((株) 島津製作所製) を用いて、10mm/min の試験速度で、引張試験を行い平均値を比較した。

また、造形方向による強度の違いを調べるために、図 3 の造形方向で積層し試験片を作製した。

4.2 試験結果

試験について、最大応力と破断伸びの結果を図 4、図 5 に示す。

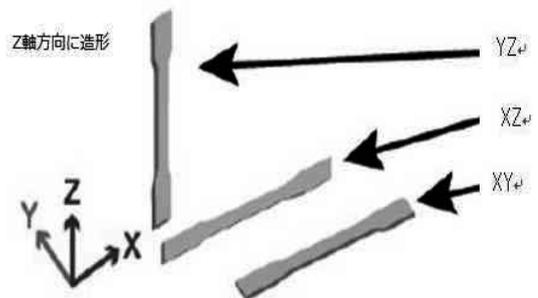


図 3 造形方向

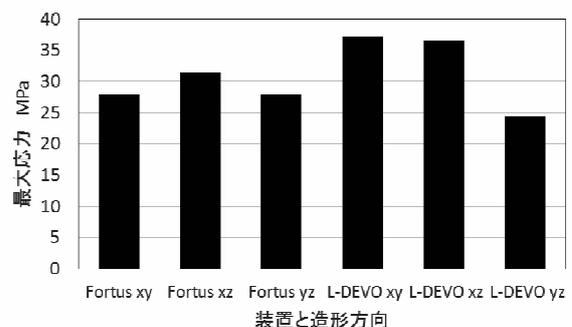


図 4 最大応力

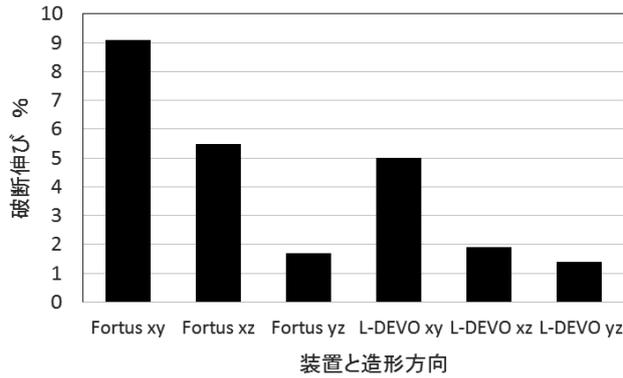


図5 破断伸び

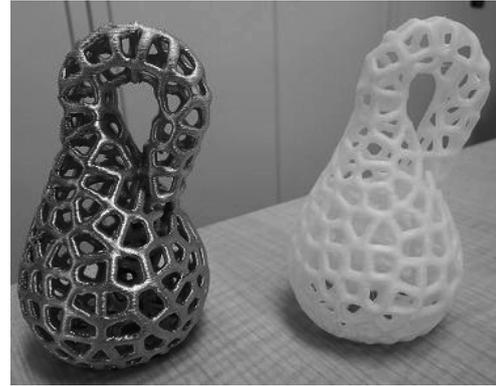


図6 クライン壺模型

今回の造形条件では、最大応力では XY, XZ 方向では、L-DEVO が大きく、鉛直方向である YZ 方向では Fortus 450mc が大きい値であった。破断伸びに関しては、全ての値で Fortus450mc が大きかった。

5. めっきの適用

5.1 造形条件

造形物にめっきを施すことが可能ならば、実製品に高付加価値を与えられるので、造形物へのめっき適用可否について実験を行った。装置と造形条件を表1に示す。

5.2 めっきの適否

製品の種類は、無電解めっき後に、銅めっきと光沢ニッケルめっきを施したものと、さらに金めっきを施したものの2種類とした。



図7 火焰型土器模型

図6にL-DEVOを用いて、PLA樹脂で造形したクライン壺模型（高さ87mm）の光沢ニッケルめっきを施したものと無処理のものを、図7に火焰型土器模型（高さ86mm）の金めっきを施したものと無処理のものを示す。

表1 装置と造形条件

機種	汎用型プリンタL-DEVO M2048TP				高性能型プリンタFortus450mc	
	クライン壺模型		火焰型土器模型		クライン壺模型	火焰型土器模型
形状・製品名	ABS	PLA	ABS	PLA	ABS	
積層ピッチ (mm)	0.2				0.254	
壁厚 (mm)	1.2				約1.0	
充填率 (%)	100				100	
印刷速度 (mm/s)	10				標準	
印刷温度 (°C)	240	195	240	195	84~92°C (チャンバー内温度)	
テーブル温度 (°C)	120	60	120	60		
サポートタイプ	None		Touching buildplate		Sparse	
ビルドタイプ	Raft				-	

PLA樹脂とABS樹脂について、めっき液の浸み出しなどの不良はなかったので、今回の造形およびめっき条件においては、めっきが良好に施されたことを確認した。

6. 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、海外メーカーの技術革新のスピードが速い。
- (2) 造形に関しては、製品特性を考慮した造形が不可欠であり、造形方向は重要なファクターであることが明らかとなった。
- (3) 今回の造形条件およびめっき条件に関しては、めっき液の浸み出しがなく良好であった。

参考文献

- 1) 中部 昇他, “3次元ものづくり製造技術とその市場に関する調査研究”, 工業技術研究報告書, 45, 2016, pp. 98-100.
- 2) 中部 昇他, “3次元ものづくり製造技術とその市場に関する調査研究(第2報)”, 工業技術研究報告書, 46, 2017, pp. 82-84.
- 3) 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.
- 4) 馬場 大輔他, “3Dプリント技術とその市場に関する調査研究”, 工業技術研究報告書, 48, 2019, pp. 113-115.
- 5) <https://www.marubeni-sys.com> 丸紅情報システムズ(株) HP 2020年3月23日

AI 援用 CAE 技術に関する調査研究

片山 聡* 本田 崇** 永井 智裕** 村木 智彦***

Report of Market and Technology Trends on Application of Artificial Intelligence in CAE

KATAYAMA Satoshi*, HONDA Takashi**, NAGAI Tomohiro** and MURAKI Tomohiko***

1. 緒 言

CAE(Computer Aided Engineering)技術は仮想的な実験環境をコンピュータ内に構築することで試作回数を低減するだけではなく、結果の可視化・デジタル化を活用した関係者間の情報共有ツールとしての役割も果たしており、製品設計・技術開発には欠かせないものとなっている。近年ではCAD(Computer Aided Design)ソフトウェアに付帯する「設計者向け CAE ソフトウェア」が広く普及し、新潟県内の中小企業でも導入が進んでいる。しかし、CAE ソフトウェアはすべての作業を自動処理するものではなく、計算モデル選定や要素分割条件設定、境界条件定義といった作業はユーザが行う必要がある。そのため、ユーザの習熟度によっては計算結果に差が生じることとなる¹⁾。

また結果分析や改善案の作成もユーザに委ねられることが多く、過去の設計事例や不具合対策事例など技術ノウハウの蓄積が CAE 技術の活用度に大きな影響を及ぼしている²⁾。

近年の製品開発においては製品形状や材料特性を変数とする最適設計(パラメトリックスタディ)が行われているが、数多くの変数・水準を扱う場合には計算時間が膨大になるという問題が生じている³⁾。計算時間を短縮させる方法としては、スーパーコンピュータやクラウドコンピューティングの利用が考えられるが^{4),5)}、設備環境の整わない中小企業においては AI (人工知能: Artificial Intelligence) 技術の利用

もひとつの手段として挙げられる。工業分野において AI 技術を利用する取り組みは、画像認識による良品/不良品の判別や IoT (モノのインターネット: Internet of Things) 技術との連動による工作機械の異常検知(予知保全)で成果を上げているが^{6),7)}、ここで使用されている機械学習などの手法を CAE 技術に応用すれば、パラメトリックスタディの効率化が可能になると考えられる。

また設計ノウハウの蓄積や作業の標準化、計算結果に対する評価技術の高度化を実現することで CAE 技術の活用が促され、設計技術力および製品提案力の向上、新たな技術分野に向けた技術シーズ育成が期待できる。そこで本研究では、CAE 分野における AI 技術の適用事例を調査するとともに AI 技術適用における技術課題抽出を目的とした検証実験(応答曲面を用いた多目的最適化)を実施した。

2. 調査内容

2.1 技術動向・活用事例調査

CAE 分野における AI 技術の適用事例としては逆問題解析による材料特性・実験パラメータの同定、応答曲面法を用いた未知条件の挙動予測・最適値の探索が挙げられる。ともに数学的なアプローチによる最適化技術であり、AI 技術としての色合いは弱い、中小企業が CAE 技術を活用するためには重要なものとなる。

逆問題解析は実験値と計算結果の差を解消させるため、計算パラメータの最適な組み合わせを探索する技術である。当所においてもプレス

* 中越技術支援センター

** 下越技術支援センター

*** 研究開発センター

成形における金型の摩擦係数や CFRP（炭素繊維強化プラスチック：Carbon Fiber Reinforced Plastics）の異方材料特性の同定で簡易的な逆問題解析を実施している^{8),9)}。逆問題解析では多くの実験データに対して良好な一致を得る計算パラメータを探索するが、パラメータが複数の依存性を有す場合（例えば、温度・接触圧力・すべり速度に依存する摩擦係数）など、複雑な近似式での同定が必要な場合には計算量が膨大となり、手動での作業が困難となる。そのため最適化アルゴリズムによる自動探索技術が必要とされる。材料物性値に対する逆問題解析を実施できるソフトウェアはいくつか存在するが、例えば J-OCTA では 深層学習を用いた定量的構造物性相関(QSPR:Quantitative Structure Property Relationships)機能によって高分子材料の物性値をモノマーの分子構造から予測することが可能となっている。

応答曲面法は実験計画法などによってサンプリングした計算結果から応答曲面（近似モデル）を作成し、設計空間内における入力パラメータの影響度や傾向を調査する手法である^{10),11)}。応答曲面法は多くの最適化ソフトウェアに搭載されており、pSeven, modeFRONTIER などで実施可能である。応答曲面の作成には多項式、ニューラルネットワークなどが用いられる^{12),13)}。

また応答曲面はパラメータの相関調査のほか、最適値を効率的に探索する手法として用いられることも多い。特に近年では「軽量かつ高剛性」「低コストかつ高品質」といった複数の目的を成立させる最適設計（多目的最適化）にて使用される事例が増えている^{14),15)}。さらに応答曲面の精度を段階的に高め、より少ない計算回数で最適解を得ようとする逐次最適化に関する報告例も増えている^{16)~18)}。

設計者向け CAE ソフトウェアとして新潟県内の企業に普及している Solidworks Simulation においても、これまでの総当たりのパラメトリックスタディだけではなく、実験計画法およ

び逐次更新型の最適化機能が追加される予定となっている。

また AMDESS, Insight など Solidworks Simulation と連動可能なパラメータ最適化支援ソフトウェアも開発されており、今後は中小企業においても最適化の利用が進むものと考えられる。

2.2 検証実験（多目的最適化）

応答曲面および多目的最適化は CAE 分野における AI 技術活用の中核をなす技術と考えられることから、ANSYS DesignXplorer（以下、ANSYS）にて応答曲面法を用いた多目的最適化を実施し、その有効性や制約事項、技術課題について検証した。

計算対象は図 1 に示す 3 点曲げスプリングバック現象とした。計算は 2 ステップで実施し、1 ステップ目で中央点に強制変位を与え、2 ステップ目で変位を解放（無効化）することでスプリングバックを発生させた。スプリングバック量（戻り角度）は節点 A, B の各ステップ終了時の座標値変化量によって計算した。

実験計画法、応答曲面最適化における入力パラメータ範囲と目標値、製造制約値を表 1, 2 に示す。なお、ヤング率と密度を相互関係のない独立した変数として用いた場合、非現実的な材料モデルが作成されてしまうため、密度は金属材料の代表的な比ヤング率に依存する従属変数として定義した。

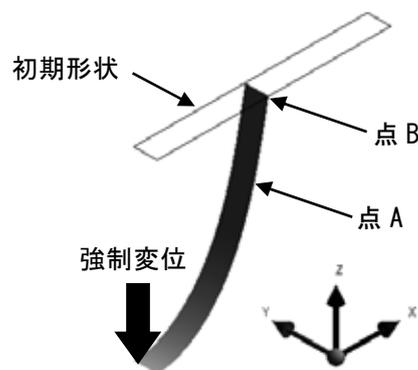


図 1 計算モデル (1/4 対称)

表 1 実験計画法における入力パラメータ範囲

項目	値
ヤング率 (GPa)	55~225
降伏応力 (MPa)	150~550
接線係数 (MPa)	400~1600
板厚 (mm)	0.4~1.6
曲げ変位 (mm)	5~40

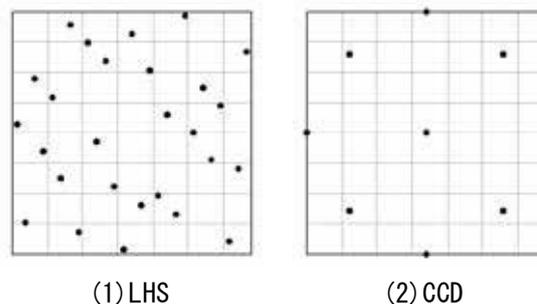


図 2 サンプルング点の分布比較
(横軸：ヤング率，縦軸：降伏応力)

表 2 最適化における目標値と製造制約値

	項目	値
目標値	最終角度 (°)	89~91
	戻り角度 (°)	最小化
	重量 (g)	最小化
	曲げ荷重 (N)	最小化
製造制約値	ヤング率 (GPa)	70, 110 180, 210
	降伏応力 (MPa)	200, 300 400, 500
	接線係数 (MPa)	500, 750, 1000 1250, 1500
	板厚 (mm)	0.5, 0.6, 0.8 1.0, 1.2, 1.5

実験計画法におけるサンプルング点の作成には、ラテン超方格サンプルング(LHS:Latin Hypercube Sampling)を用いた。ANSYSのデフォルト設定となっている中心複合計画(CCD:Central Composite Design)とのサンプルング点の分布比較を図2に示す。近似モデルの妥当性を検証するデータ(検証点)は CCDのサンプルング点数と同じく27点とし、ランダムシードを変更してLHSによって作成した。応答曲面法におけるメタモデルには遺伝的集合(ANSYSのデフォルト)、非パラメトリック回帰、ニューラルネットワーク、Krigingを用いた。

図3に近似手法別のサンプルング点数と検証点に対する誤差(点BのX座標値の二乗平均平方根誤差)の関係を示す。図3によって、サンプルング点数の増加に伴って誤差が低下していることがわかる。

近似アルゴリズムでは遺伝的集合が他のアルゴリズムよりも少ないサンプルング点数で良好な結果を得ていることがわかる。

またサンプルング点数200点では、非パラメトリック回帰を除いて、近似アルゴリズムによる差が見られなくなった。

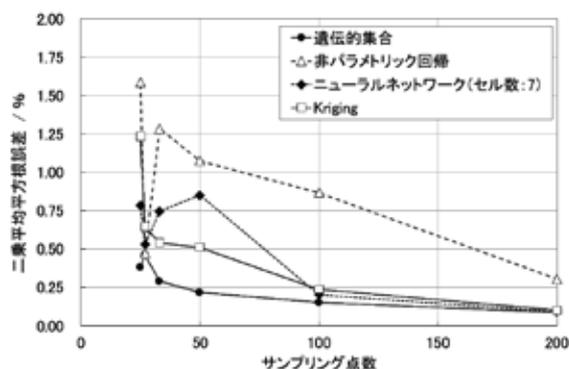


図 3 近似手法別のサンプルング点数と検証点に対する誤差の関係

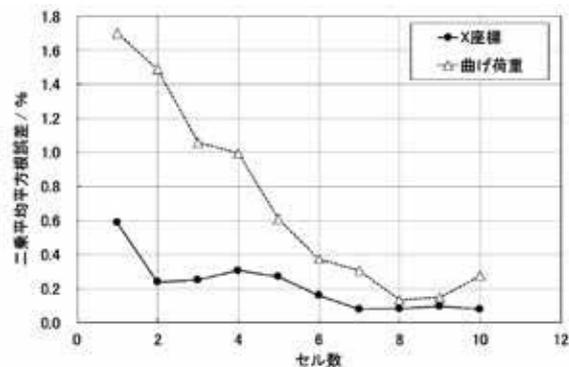


図 4 ニューラルネットワークのセル数と検証点に対する誤差の関係

図4にニューラルネットワークのセル数と検証点(点BのX座標値および曲げ荷重の二乗平均平方根誤差)に対する誤差の関係を示す。サンプリング点数は764点とした。今回の事例では、セル数は8で誤差が最小となることがわかる。

このように応答曲面の精度はサンプリング点数や近似アルゴリズムによって変化するため、作成においてはその妥当性を十分に検証する必要があるといえる。

図5に遺伝的集合によって作成された応答曲面(サンプリング点数:200)を用いて計算されたパレート解集合(横軸:重量, 縦軸:戻り角度)を示す。

最適化は多目的遺伝的アルゴリズム(MOGA: Multi Objective Genetic Algorithm)を用いて、最初に5,000サンプルを生成し、反復ごとに1,000サンプルを生成して、最大20反復で5候補を検出するよう設定した。

なお、最適化における出力値の優先事項として「戻り角度最小化」「重量最小化」の2種を設定した。

それぞれの優先事項での最適値(上位3点)を表3, 4に示す。優先事項によって最適値は異なっているが、これは最適化実施前に入力変数や目的関数の検討を十分に行わなければならないことを示している。

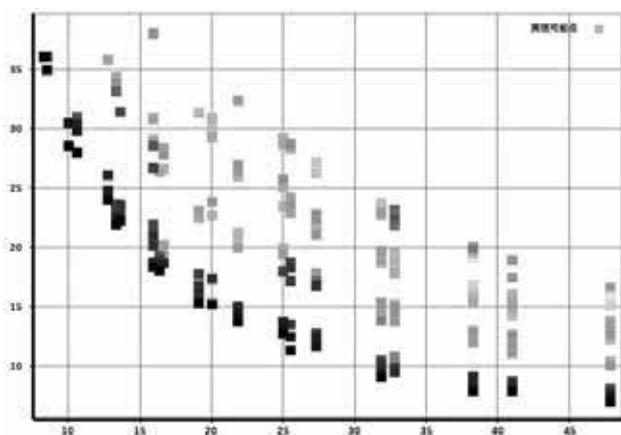


図5 パレート解集合(重量 vs 戻り角度)

表3 最適解(戻り角度優先:上位3点)

項目	最適解		
	①	②	③
ヤング率 (GPa)	210	180	110
降伏応力 (MPa)	200	200	200
接線係数 (MPa)	750	750	500
板厚 (mm)	0.5	0.5	0.6
曲げ変位 (mm)	36.9	37.6	38.9
戻り角度 (°)	17.6	21.5	28.2
重量 (g)	16.0	13.7	10.0

表4 最適解(重量優先:上位3点)

項目	最適解		
	①	②	③
ヤング率 (GPa)	110	70	180
降伏応力 (MPa)	200	200	200
接線係数 (MPa)	750	500	750
板厚 (mm)	0.5	0.8	0.5
曲げ変位 (mm)	39.8	39.6	37.6
戻り角度 (°)	33.1	34.1	21.5
重量 (g)	8.4	8.5	13.7

3. 結 言

- (1) CAE分野におけるAI技術の適用方法としては逆問題解析によるパラメータ同定、応答曲面法による未知条件下の挙動予測および最適値の探索があり、商用ソフトウェアも多く存在する。また設計者向けCAEソフトウェアにも最適化技術が広がりつつある。
- (2) 応答曲面の作成においてはサンプリング点数やその分布、近似アルゴリズムの妥当性を十分に検証すべきである。
- (3) 多目的最適化においては、最適解は集合値として得られるため、実施前に優先事項を明確にする必要がある。

参考文献

- 1) 前田太一, “CAE解析手順の標準化手法の開発”, 設計工学, 53, 8, 2018, pp.615-626.

- 2) 村上敦, “開発テーマと連携した設計者の CAE 解析スキルアップ活動”, CAE ユニバーシティ特別公開フォーラム 2019 講演資料
- 3) 小平剛央, “大規模並列計算を用いた複数の車体構造の同時設計最適化”, 日本機械学会誌, 119, 1169, 2016, p.222.
- 4) 加藤千幸, “ものづくり分野におけるスパコン「京」の活用”, 都市政策, 7, 2012, pp.4-10.
- 5) 井原遊ほか, “クラウドコンピューティングによる CAE プロセスの効率化”, 計算力学講演会講演論文集, 27, 2014, pp.185-186.
- 6) 廣野慎一ほか, “画像認識 AI を活用した外観検査の自動化”, FUJITSU, 69, 4, 2018, pp.42-48.
- 7) 黒水修司ほか, “IoT と AI を活用した設備故障予知”, 紙パ技協誌, 72, 3, 2018, pp.277-282.
- 8) 菅野明宏ほか, “真空装置用ステンレス製大型容器の多様な形状に対応する新加工技術の開発”, 金属, 87, 5, 2017, pp.393-396.
- 9) 片山聡ほか, “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, 47, 2018, pp.3-8.
- 10) 小川雅俊ほか, “エンジンの応答曲面モデルと制御パラメータ最適化手法の開発”, 計測自動制御学会論文集, 47, 10, 2011, pp.501-510.
- 11) 玉置紗矢加ほか, “応答曲面法を用いたシミュレーションによる光学製品の設計技術”, 東芝レビュー, 70, 4, 2015, pp.38-41.
- 12) 竹田憲生ほか, “ノイズを含むデータから作成した応答曲面の予測精度”, 日本機械学会論文集, 74, 743, 2008, pp.1031-1039.
- 13) 高橋勇樹ほか, “CFD 解析を用いたオッターボードの形状最適化手法”, 日本水産学会誌, 83, 6, 2017, pp.950-960.
- 14) 鈴木和徳ほか, “多目的遺伝的アルゴリズムにおける応答曲面の利用と検討”, 情報処理学会研究報告, 58, 4, 2006, pp.11-14
- 15) 下田昌利ほか, “感性と構造特性を評価関数とする自転車構造の最適化”, 日本機械学会 第 21 回設計工学・システム部門講演会論文集, 2011, pp.466-470.
- 16) 下山幸治ほか, “多目的最適化における Kriging 応答曲面法のためのサンプル追加指標の比較”, 進化計算学会論文誌, 3, 3, 2012, pp.173-184.
- 17) 橋本咲良ほか, “可変射出速度と可変保圧力を用いたプラスチック射出成形における多目的最適設計”, 日本機械学会第 29 回設計工学・システム部門講演会講演論文集
- 18) 伊藤誠ほか, “少ないサンプル数での応答曲面を利用した最適設計に関する考察”, 日本機械学会第 29 回設計工学・システム部門講演会講演論文集

次世代自動車の接合技術に関する調査研究

大川原 真* 平石 誠* 岡田 英樹**

Report of Joining Technology for Next Generation Vehicle

OKAWARA Makoto*, HIRAIISHI Makoto* and OKADA Hideki**

1. 緒 言

地球温暖化対策のため、自動車においてもCO₂排出量の削減が急務となっている。EUではCO₂排出量を2030年に2021年比で3割程度の削減を予定していることから、自動車メーカーはEV（電気自動車）など次世代自動車の研究開発を加速している。

また、中国では自国の自動車産業の発展を目指す中でEVの生産拡大に力を入れており、次世代自動車の開発競争は激化している。一方、国の動向として、2019年6月に経済産業省と国土交通省が新車販売の新たな燃費規制¹⁾をまとめ、2030年度までに約3割改善することを自動車メーカーに義務付けるとともに、2030年に国内新車販売に占めるEVの割合を全体の2~3割に高める目標を掲げ、開発を後押しすると発表した。

CO₂排出量削減の手段として車体の軽量化は重要な位置付けにある。例えばガソリンエンジン車では車体重量を100kg軽量化すると燃費が1km/L向上する²⁾。

また、ガソリン車をEV化した場合、小型車で200kg、中大型車で400kg程度重量が増加するともいわれている。自動車メーカーなどは構造の最適化・合理化とともに、マルチマテリアル化と称して鋼材の高張力化やアルミ・マグネシウム合金などの軽金属や樹脂への材料置換、CFRP（炭素繊維強化樹脂）などの複合材料を適材適所に用いるなど軽量化に関する技術開発

を進めている。

国はマルチマテリアル化に関する研究開発支援として様々な取り組みを行っている。例えば、経済産業省によって策定された未来開拓プロジェクトのひとつである、革新的新構造材料等研究開発プロジェクト(NEDO/ISMA)³⁾が2013年度から実施されており、自動車をはじめとする輸送機器の軽量化を通して、CO₂排出量削減を試みている。当該プロジェクトでは、超ハイテン鋼やアルミ合金、CFRPなどの軽量材料の開発とともに、これらを適材適所に配置するマルチマテリアル構造の設計手法、およびその接合技術の開発が行われている。

また、環境省は平成28年に産学官連携事業として、植物由来でリサイクル性の高いCNF(Cellulose Nano Fiber)を用いた軽量で高強度の複合樹脂材を使用した自動車部品開発に関するNCV(Nano Cellulose Vehicle)プロジェクトを立ち上げ⁴⁾、部品の軽量化によるCO₂削減効果などの評価や導入実証をとおして、製品製造時や社会実装時における課題の解決とノウハウを蓄積し、早期の社会実装の実現を目指している。当該プロジェクトで作製したコンセプトカーは2019年の東京モーターショーにてお披露目された。

一方、工業統計⁵⁾によれば新潟県内製造業の製造品出荷額に占める自動車関連製造業（ピストンリング、内燃機関電装品、自動車、自動車車体・付随車、自動車部分品・付属品）の割合は4.5%程度を占めており、本県製造業において拡大が期待されている分野である。

* 下越技術支援センター

** 研究開発センター

自動車のマルチマテリアル化において、自動車が数万点に及ぶ様々な部品・部材を組合せた工業製品であることから、様々な要求に対応する接合技術が必要不可欠であり、自動車メーカーも産学官連携を含めた技術開発の進展に期待している⁶⁾。

そこで、本事業では自動車のマルチマテリアル化と、それを実現するために必須である接合に関する技術や市場の動向、県内企業の動向を調査するとともに、異種材料の接合に関する予備実験を実施した。

2. 活動概要

2.1 技術動向および市場動向

マルチマテリアル化や主に異種材料の接合技術に関して、自動車メーカーなどの開発状況及びニーズと技術課題について、調査結果を以下に記す。

2.1.1 マルチマテリアル化について

車両のコンセプトとコスト・性能（重量）に見合った材料を適材適所に用いることを基本として、ハイテン（高張力鋼板）は強度を要する骨格部分に、アルミは補強部材やストラットハウジングなどの中物部品やボディ外板などに用いられる。アルミは加工性の良さや比較的低コストであることから、今後も適用範囲は拡がると思われる。

金属材料を樹脂化するターゲットの部品として、ボディ外板（フェンダー、バックドアなど）やラジエータサポート、アクセルペダル、ギア類などがあり、CFRPも工法の合理化などで低コスト化を図りながら適用範囲が拡がりつつある。

また、金属と異なる樹脂の特性（低熱伝導率、電磁波透過性など）を利用した部品への適用も検討されている。一方で、予防安全技術や電動化を見据えた不要電波の遮蔽機能が必要な樹脂部品については、例えば炭素繊維などの導電性フィラーを添加した材料などが開発されている。

さらに、環境負荷低減やリサイクル性の向上を目的として、環境省を中心に CNF を用いた軽量・高強度の材料の適用先拡大（外装・内装部品など）に向けた取り組みや、AI や機械学習を援用した新材料開発も進められている。

2.1.2 接合技術について

接合する材料の組合せや、必要な強度、生産性などを考慮した接合方法⁷⁾として、SPR(Self Pierce Rivet)、FDS(Flow Drill Screw)、FSW(Friction Stir Welding)、SPR(Solid Punch Rivet)、スポット溶接、接着、その他（アンカー効果利用など）やそれらの組合せがあり、いずれの接合方法も同じ生産ラインで対応できることが望まれている。

異種材料の接合、特に金属と樹脂やCFRPとの接合については様々な工法^{8),9),10)}がある。技術課題としては電食、線膨張係数差に起因する熱応力、必要な接合強度・耐久性の確保、品質保証（非破壊検査）、メンテナンスやリペア性、易解体性、容易なリサイクル性などがある。接合強度については樹脂が母材破壊する強度を実現している工法もあり、生産ラインでの使用を想定した接合機も提案されている。

次に具体的な接合工法とその適用例について記す。金属表面処理（ウェット、ドライ）した面に樹脂を押し出し成形などで接合するものはコネクタ部品などの小物部品へ適用されており、レーザーや電磁誘導、摩擦エネルギーなどを用いて樹脂を加熱し溶着・熔融するものもある。

また、リベット・ボルトを用いるものは主に車体パネル同士や補強部材との接合に利用されており、両面テープや熱熔融テープを用いるものはドアバイザーや空力部品、モール部品、内装部品などの固定に使用されている。その他、塑性加工（かしめ、ヘミングなど）や接着材を用いる方法などがある。いずれの工法も、強度耐久性、耐環境性や品質管理を含めた接合部の信頼性や量産性が向上すれば適用範囲は拡がる可能性がある。

構造接着技術については、1990年以降で特に欧州車での適用例が多く、国内では2010年あたりから適用されはじめ、適用車種数の増加とともに1台当たりで使用される塗布長さも伸びている。生産面での主要課題・ニーズとして油分汚れなどの表面状態に鈍感な接着性、低温かつ短時間で硬化すること、保存時の粘度変化などの物性安定性が高いことなどがある。

また、性能面では要求される強度や弾性を使用温度環境下で満足すること、経時劣化・耐食性（吸湿劣化）が小さいことなどがある。近年はトポロジー解析によって、塗布位置や塗布量の最適化を行っている事例もある。

2.2 県内企業の動向

県内の製造業において、自動車のマルチマテリアル化や接着技術などに興味を有する企業を訪問・調査した。いずれも、自社で保有するコア技術を活かすとともに、大学との共同研究や他の企業との共創も含め、新しい材料、工法、部品の提案に向けた研究開発を進めながら、機会をうかがっている状況であった。

2.3 技術課題への対応

先に自動車メーカーなどのニーズや課題について述べたが、それらを踏まえながら主に異種材料の接着技術の開発において、考慮が必要と思われる事項を以下に記す。

- ・必要とされる接着強度の保証
- ・耐食性、耐候性、耐熱性や経年劣化（寸法変化、クリープ変形など）に対する保証
- ・接合部の品質管理方法の確立、例えば接合面粗さ管理や非破壊検査など
- ・接合技術の量産性（工程時間の短縮・簡略化、安全性）の確保
- ・接合に加えプラスアルファの機能、例えば制振性や断熱性などを有する。
- ・低環境負荷、リサイクル性、易解体性を有する。
- ・容易なメンテナンス性、リペア性を有する。

2.4 接合実験

低環境負荷な樹脂材料の開発が期待されていることや様々な分野での3Dプリンタの利活用が見込まれていることから、樹脂3Dプリンタを用いて種々の材質のプレート上に生分解性樹脂であるPLAを棒状に造形する接合実験と引張試験による接合部の強度測定を行った。使用した3DプリンタはL-DEVO M2048TP、フィラメントの線径は $\phi 1.75\text{mm}$ 、材質はPLAでGF(Glass Filler)添加有・無の2種類、プレートは板厚1mmで材質はPC, PP, ABS, PE, Al(A5052)の5種類である。図1に作製した試験片を示す。接合部の直径は10mmである。

試験の結果、接合可能なプレートの材質はフィラメントのGF添加有無に関わらずPCとABSであり、それらの引張強さは1MPa未満と、機械部品などへ適用できる強度レベルではなかった。その要因として、造形時の押し付け力が重力のみであるためPLAとプレート表面との接触が不十分であること、Alプレートの場合、PLAとの線膨張係数差が大きいことなどが考えられる。

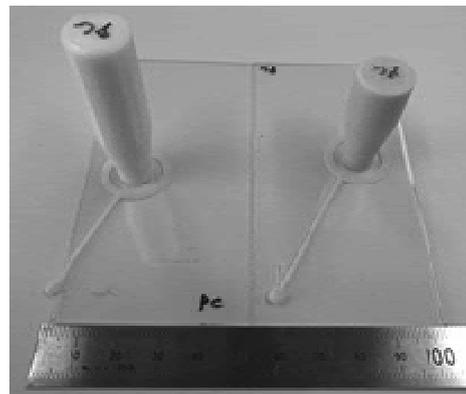


図1 作製した試験片

3. 結 言

- (1) CO₂排出量を削減するため、自動車の軽量化の手段としてマルチマテリアル化が進んでいる。そのキー技術に接合技術があり、様々な工法などの研究開発が行われている。

(2) 異種材料の接合では電食，線膨張係数差に起因する熱応力，必要な接合強度・耐久性の確保，品質保証，メンテナンス・リペア性，易解体性，リサイクル性，量産性の確保など，様々な課題や要求に対応する必要がある。

参考文献

- 1) <https://www.meti.go.jp/press/2019/06/20190603003/20190603003.html>, 乗用自動車の新たな燃費基準値等が提示, 「経済産業省ホームページ」, 令和2年3月9日.
- 2) <http://www.mlit.go.jp/common/000037099.pdf>, 乗用車の燃費・CO₂排出量, 「国土交通省ホームページ」, 令和2年3月18日.
- 3) https://www.nedo.go.jp/activities/ZZJP_100077.html, 革新的新構造材料等研究開発, 「NEDO ホームページ」, 令和2年3月9日.
- 4) <http://www.rish.kyoto-u.ac.jp/ncv/>, NCV プロジェクト, 「京都大学ホームページ」, 令和2年3月9日.
- 5) <https://www.meti.go.jp/statistics/tyo/kougyo/result-2.html>, 工業統計 2017年, 「経済産業省ホームページ」, 令和2年3月9日.
- 6) 工業材料 2019.5, “特集マルチマテリアル化のための異種材接合技術”, 日刊工業, 5, 2019, pp. 16-21.
- 7) 原賀 康介, 佐藤 千明, “自動車軽量化のための接着接合入門”, 日刊工業, 2015, pp. 37-58.
- 8) 鈴木 靖昭, “接着工学”, 丸善出版, 2018, pp. 75-122.
- 9) 宮本 健二, “自動車用途で解説する材料接合技術入門”, 日刊工業, 2018, pp. 102-125.
- 10) 中田 一博, “マルチマテリアル時代の接合技術”, 産報出版, 2016, pp. 36-51.

粉体および粒子分散材料シミュレーション技術 に関する調査研究

小林 泰則* 須貝 裕之** 岡田 英樹**

Feasibility Study on Simulation Technology for Powder and Particle Dispersed Materials

KOBAYASHI Yasunori*, SUGAI Hiroyuki** and OKADA Hideki**

1. 緒 言

粉体や固体粒子を分散質として分散媒中に分散させた粒子分散材料は医薬品、化粧品をはじめ、潤滑剤（グリス）、造形材（レジン）、接着剤、電子材料（封止材、配線材）など各種産業分野において幅広く利用されている。一方、粉体や固体粒子を分散媒に分散させる工程においては経験的な要素が多くを占めているため、理論的な取り扱いやシミュレーション技術を活用することによって、業務の効率化や品質の安定化、より高性能な材料の開発が可能になると考えられる¹⁾。

本調査研究では、対象とする材料について固液分散系にターゲットを絞り、それらの物性予測および攪拌混合プロセスに関するシミュレーション技術の導入および精度検証などを行った。

2. 調査研究結果

2.1 固液分散材料の物性予測シミュレーションに関する調査研究

予測する物性として分散系の相対粘度を対象とすることとし、シミュレーション手法として有限体積法による流体の数値解析(CFD)と離散要素法による粉体の数値解析(DEM)を連成させた CFD-DEM 連成法を用いた。流体 - 固体間の連成方法としては埋め込み境界法を採用した²⁾。

シミュレーションにはオープンソースプログ

ラムである CFDEM Coupling³⁾を用いた。

なお、相対粘度は分散系の粘度と分散媒の粘度の比である。

精度検証を目的として、シミュレーションする系は水 - ポリスチレン粒子系を選択し、Krieger らによる実験結果⁴⁾および半理論粘度予測式⁵⁾による予測結果との比較を行った。ポリスチレン粒子径は $4\mu\text{m}$ の単分散とし、粒子の体積分率を 30, 40, 50%とした場合について計算した。せん断速度は 400s^{-1} とした。シミュレーション領域のサイズは $20\times 20\times 20\mu\text{m}$ とした。

シミュレーション結果および実験結果、粘度予測式による予測結果を図 1 に示す。シミュレーションは Krieger らによる粘度予測式や実験結果に近い値が得られていることがわかる。

また、埋め込み境界法に基づく CFD-DEM 連成解析による粘度予測については他のグループ

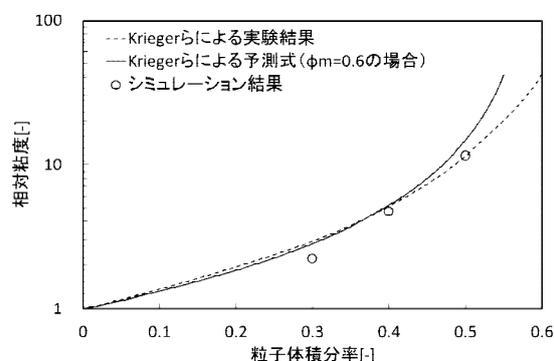


図 1 シミュレーション結果と既報実験結果などとの比較

* 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

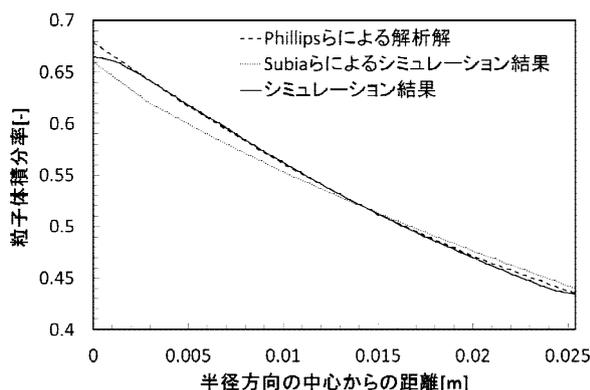


図2 シミュレーション結果と既報文献の結果との比較

による研究においても Krieger らによる粘度予測式に近い結果が得られることが確認されている⁶⁾。

2.2 固液分散材料の攪拌混合シミュレーションに関する調査研究

攪拌混合シミュレーションについて、30%以上の高い粒子体積分率の固体粒子分散液にせん断をかけた場合の粒子分布を再現するために開発された Phillips らによる粒子拡散モデル⁷⁾を導入するためのプログラム改良を実施した。

計算プログラムにはオープンソースである OpenFOAM⁸⁾を用い、プログラム改良は OpenFOAM に標準で付属している pimpleFoam ソルバーに Phillips らによる粒子拡散モデルに基づく計算ルーチンなどを追加する形で実施した。

プログラム改良結果の検証のため、Phillips らによる粒子拡散モデルに基づく粒子分布の解析解を求めることが可能な円筒管内流れを対象とした計算結果⁹⁾との比較を行うこととした。

具体的には、1,1,2,2 テトラプロモエチレンとポリアルキレングリコールおよびアルキルアリルポリエーテルアルコールを重量比で、14.07:35.66:50.27 の割合になるように混合した分散媒に平均粒子径 3178 μm の PMMA 粒子を体積分率が 50%になるように分散させた液を内径 0.0508m の円管内に平均流速が 1m/s とな

る条件で流した場合の半径方向の粒子分布の計算結果の比較を行った。

改良したプログラムによって求められた結果と Phillips らによる解析解および Subia らによるシミュレーション結果⁹⁾を図2に示す。本研究による計算結果は解析解とよく一致しており、プログラム改良には大きな間違いはないものと思われる。

3. 結 言

- (1) 粉体および粒子分散材料シミュレーション技術に関する調査研究について、対象とする材料として固液分散系にターゲットを絞り、それらの物性予測および攪拌混合に関するシミュレーション技術の調査研究を行った。
- (2) 固液分散材料の物性予測シミュレーションについては、埋め込み境界法による CFD-DEM 連成解析による粘度予測の検討を行った。その結果、Krieger らによる粘度予測式や実験結果に近い値が得られることが確認された。
- (3) 固液分散材料の攪拌混合シミュレーションについては、OpenFOAM プログラムへの Phillips らによる粒子拡散モデルの導入について検討した。既報論文との結果の比較を行ったところ、同様の結果が得られることを確認した。

参考文献

- 1) http://nanotech.t.u-tokyo.ac.jp/whats_snap.html, 2020年3月5日。
- 2) D. Fantin, "CFD-DEM Coupling for Systems of Fluid and Non-Spherical Particles," Master's Thesis, Delft University of Technology (2018).
- 3) <https://www.cfdem.com/about-cfdemrproject>, 2020年1月16日。
- 4) W. B. Russel, "Colloidal Dispersions," Cambridge University Press, (1989), pp. 466-471.
- 5) I. M. Krieger, T. J. Dougherty, "A Mechanism

- for Non-Newtonian Flow in Suspensions of Rigid Spheres," *Transactions of the Society of Rheology*, vol. 3 (1959), pp. 137-152.
- 6) 境正俊, 酒井幹夫, “数値シミュレーションを用いたスラリー粘度評価手法”, ホソカワ粉体工学振興財団年報, No. 23, 2015, pp. 199-202.
- 7) R. J. Phillips, R. C. Armstrong, R. A. Brown, A. Graham and J. R. Abbott, "A constitutive model for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration," *Physics of Fluids A*, vol. 4 (1992), pp. 30-40.
- 8) <https://openfoam.org/>, 2020年1月14日.
- 9) S. R. Subia, M. S. Ingber, L. A. Mondy, S. A. Altobelli and A. L. Graham, “Modelling of concentrated suspensions using a continuum constitutive equation,” *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 373 (1998), pp. 193–219.

燃焼化学反応予測技術の研究

笠原 勝次* 明歩谷 英樹** 河原 崇史***

Computational Assessment of Combustion Mechanism for Biomass derived Liquid Fuel

KASAHARA Katsuji*, MYOUBUDANI Hideki** and KAWAHARA Takashi***

1. 緒 言

燃焼という現象は、それ自体はとても手軽で日常的にもよく目にするので身近なものである。しかしながら、その身近な現象も理論的に理解するのは困難である。特定の燃料を使用することを想定して製造された燃焼機器（自動車や航空機、船舶など輸送機械のエンジン、発電機などを含む）で通常と異なる燃料を使用したときなどにそれは顕著であり、異常燃焼などで悪臭や有害な一酸化炭素を発生し、燃焼不良や失火、機器の故障や火災、最悪の場合爆発などの事故の原因となる恐れがあることはよく知られている。

これは燃焼が燃料物質の単純な酸化現象ではなく、燃料分子の熱分解と、熱分解で生じた多数の生成物の酸化反応が素反応として同時に、あるいは連続して、しかも、相互に関係して短時間に起こるためである。例えば、炭素数 8 程度の炭化水素の燃焼では数千の素反応と数百の化学種の関与を考慮する必要がある¹⁾とされている。

一方、世界中で主に使用されている石油に代表される化石資源は無尽蔵ではなく、また、地球温暖化の原因物質である二酸化炭素をはじめとする温室効果ガスを大量に放出する。そこで、液体燃料として有用な石油由来のガソリン、灯油、軽油、重油などを燃料とする燃焼機器を使用する産業では、天然ガスやバイオマス由来燃

料への切り替えが進められている²⁾。しかしながら、燃料の切り替えにあたっては単純に燃焼機器やその周辺機器に用いられている部材の代替燃料への耐性だけでなく、実際に燃料として同等の性能が得られるのかどうかを評価する技術が必要となる。

現状では、既存の機器や実験室レベルでの実験による評価が唯一の選択肢となるが、代替燃料の候補となる物質が複数ある場合には、同一条件での試験を行うために、その数だけ同等の熱特性を持つ試験機器が必要になる。

また、試験機器の熱容量などの熱物性の影響で、実際の機器を用いた場合の結果と一致しないことがある。さらには、常に安定した組成や物性の燃料が入手できなければ、同条件での評価は難しい。特に、火力発電所や産業用の大規模な燃焼ボイラーなどの評価は規模が大きいだけに深刻である。

さらに、燃焼によって物質生産を行う炭素製品製造業などの場合は、燃料と燃焼特性は製品に直接かかわる要因である。実験用に現実のものと同等の燃焼炉を用意できない場合には、実験室レベルの機器分析のデータをスケールアップして現実の燃焼炉に当てはめて評価する必要があるが、相当に困難である。

このような背景から、燃焼化学の理論的研究が期待されており、パーソナルコンピュータで使用できるモデリングソフトウェアの開発とともに進歩してきている³⁾。中でも米国の SANDIA 国立研究所が開発した化学反応モデリングソフトウェアの CHEMKIN は当初無償で配布

* 研究開発センター

** 素材応用技術支援センター

*** 下越技術支援センター

されていたこともあり、CHEMKIN Pro として有償化された現在でも、世界中の研究者によって CHEMKIN II 形式の燃焼化学モデリングの入力ファイルの開発が続いている。

一方、Cantera は当初よりコミュニティベースでの開発とサポートが行われている燃焼反応の速度論的シミュレーションソフトウェアである。多くのソルバーやファイル変換ユーティリティがプログラミング言語の Python で書かれており、Python Interpreter 上で実行できるだけでなく、汎用のテキストエディタで編集して、容易に新規ソルバーを開発できる。

また、オープンソースであることから大学などの教育機関でも安価に導入しやすく、研究体制が構築しやすい利点がある。近年になってバージョンアップを受けて、種々の燃焼機器での燃焼条件を再現するソルバーが充実したことと CHEMKIN II の入力ファイルを使用するためのファイル変換ユーティリティの添付などによって、有償の CHEMKIN Pro 並みの機能を得て、使いやすさを向上させているため、そのシェアを拡大しつつある。

本報では、燃焼化学反応の計算機的予測技術の適用可能性を検討するため、バイオマス由来燃料であるフルフラールの燃焼挙動について、Cantera を用いた解析を試みたので報告する。

2. フルフラールの燃焼反応シミュレーション

2.1 燃焼モデルの構築

Cantera は任意の化学反応を示すために、複数の素反応と反応に関与する反応物と生成物の組み合わせ、さらにその反応にかかる速度定数や平衡定数など多くの熱力学データや輸送特性データが必要である。

この熱力学データや輸送特性データは、炭化水素系の燃料については構成する炭素数によって収載内容に違いがあるものの、いくつか著名なデータベース（例えば、炭化水素や小分子量のケトンやアルコールについては NIST リファ

1	O2	+C5H4O2=>HO2	+2CO+C3H3	.6815E+07	2.0	38109.91
2	O2	+C5H4O2=>HO2	+C4H3O+CO	.6815E+07	2.0	38109.91
3	HO2+HO2	=H2O2+O2		.2110E+13	.000	.0
4	C3H3+C3H3	=C6H5+H		.3000E+13	.000	.0
5	C3H3+C3H3(+M)	=C6H6(+M)		.3000E+13	.000	.0
6	HO2	+C5H4O2=>H2O2	+2CO+C3H3	.2155E+06	2.0	9982.61
7	HO2	+C5H4O2=>H2O2	+C4H3O+CO	.2155E+06	2.0	9982.61
8	C3H3	+C5H4O2=>AC3H4	+2CO+C3H3	.1080E+06	2.0	12730.05
9	C3H3	+C5H4O2=>AC3H4	+C4H3O+CO	.1080E+06	2.0	12730.05
10	O2+CO	=CO2+O		.2530E+13	.000	47700.0
11	CO+HO2	=CO2+OH		.3000E+14	.000	23000.0

図 1 Reaction Study Table の一部 (反応 1 ~11)

レンスデータベース^{4,5)}やマサチューセッツ工科大学の Combustion Research⁶⁾など)がある。

一方、今回のフルフラールのようなバイオマス由来の燃料については、唯一イタリアのミラノ工科大学 CRECK Modeling Group だけが有している。本研究では、この公開されているバイオマスの包括的な燃焼詳細モデルである POLIMI BIO1412⁷⁾と、不足するデータについては NIST リファレンスデータベースなど^{4,5)}を参照して用いた。

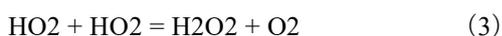
収集した速度定数データと熱力学データは素反応の反応式と合わせて、図 1 のような Reaction Study Table の作成に用いた。

Reaction Study Table の作成に際して、素反応構築のための反応物と生成物の組み合わせを網羅的に行うため、生成物と反応物を縦軸と横軸に配して、それぞれの行列の交点のセルに反応番号を記入した Round Robin Table (図 2) を作成して、Reaction Study Table と合わせて燃焼モデルとした。

species	O2	C5H4O2	HO2	CO
O2		1,2		10
C5H4O2	1,2		6,7	
HO2		6,7		3 11(102)
CO	10		11(102)	

図 2 Round Robin Table の一部

例えば、まず、Reaction Study Table (図 1) の反応 1 と反応 2 にフルフラールの酸化分解の開始反応である分子態酸素によるフルフラールからのプロトン引き抜き反応である式 (1) および、その生成物が異なる競合反応である式 (2) を配置した。次に、式 (1) および (2) の反応物である O₂, C₅H₄O₂ と生成物である HO₂, CO, C₃H₃, C₄H₃O をそれぞれ Round Robin Table (図 2) の行、列の項目セルにひとつずつ書き加えた。そして、Round Robin Table の 1 行 2 列目と 2 行 1 列目のセルに式 (1) と競合反応である式 (2) の反応ナンバーを記入して、3 行 3 列目のセルには式 (1) と (2) の生成物である HO₂ の 2 分子不均化反応である式 (3) (図 1 の反応 3) を記入した。



なお、Reaction Study Table, Round Robin Table のいずれもそのまま入力ファイルに転記できるように、反応式や化学種の化学式は一般的な原子数を下付き数字で表記したものではなく、プレーンなテキスト表記とした。

また、生成した反応を参照したモデルやデータベースにはない反応は起こらないものとして、Round Robin Table の該当セルには斜線を記入した。

2.2 CHEMKIN 入力ファイルの作成

Cantera には実質的に入力ファイルを直接生成する機能もツールもない。一方、CHEMKIN II 形式の入力ファイルについては広島大学の三好明教授をはじめ多くの研究者らによって、詳細な構文の作成ルールが紹介されている⁸⁾。

そのため、変則的ではあるが、CHEMKIN II 形式の入力ファイルである CKI ファイルを作成し、Cantera に付属の入力ファイル変換ユーティリティ ck2cti.py を用いて Cantera の入力フ

イル形式である CTI ファイルに変換した。ck2cti.py には、ファイルを変換するだけでなく、圧力依存性のある 3 体反応に対して必須の低圧限界条件や TROE 近似の記述の漏れ、同じ反応の重複などがあるとチェックしてエラーを返す機能があり、すべてのエラーを解消するとファイルの変換が完了する。

その後、CTI ファイルからソルバーで読み込める形式である CTML ファイルに変換するユーティリティ ctml_writer.py を用いて、CTML ファイルを作成した。

2.3 Reaction Path ソルバーによる反応経路の解析

Cantera に付属の Reaction_Path.py ソルバーは初期状態で天然ガスを燃料として想定した GRI-Mech3.0 モデルを用いる設定になっている。入力ファイルとして作成した CTML ファイルを指定してフルフラールを燃料とする設定に書き換え、燃焼初期条件として初期温度 1300K、初期圧力 1atm、雰囲気 (大気) 組成、燃料濃度 (化学量論的な組成となるよう酸素濃度の 5 分の 1 とした) を入力した。

ソルバーの編集完了後、ファイル名を Reaction_Path_Furfural.py として保存し、Python Interpreter から実行して、反応経路図の情報が記述された DOT ファイルと .png 形式の反応経路図を出力した (図 3, 4)。

2.4 プロセスの評価

入力ファイルは 137 化学種 4533 反応の比較的大きなものとなり、入力はかなり作業量となった。

出力された反応経路ダイアグラムを図 3 に示す。ダイアグラム中の楕円で囲まれた文字列は個々の化学種を示し、それぞれの楕円間を結ぶ矢印の起点が反応物で先端が生成物ということになる。この楕円間を結ぶ線の太さは反応の発現頻度 (全反応に対する割合であり、総和は 1 になる) に比例しており、太い線で示した反応

図 4

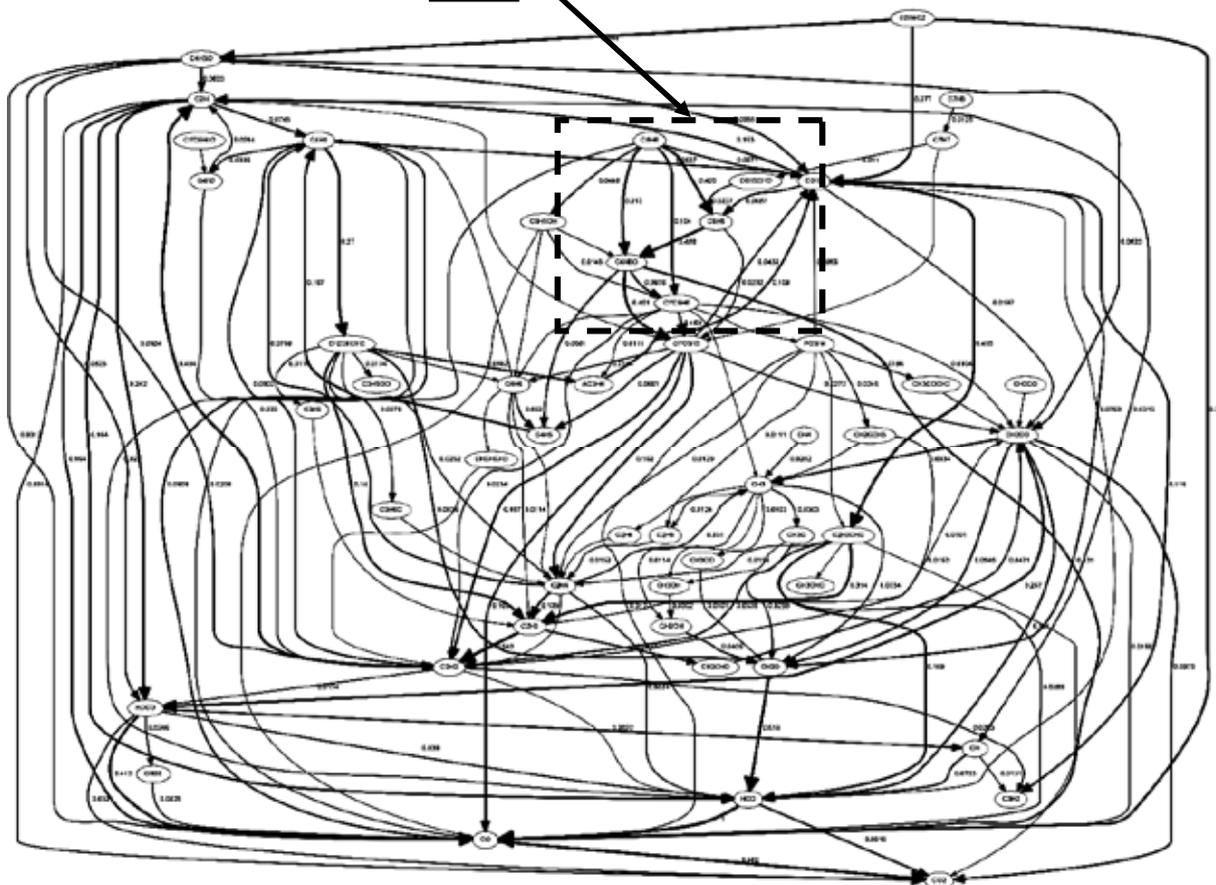


図 3 全反応経路ダイアグラム

ほど支配的になる。線の近傍に示される数字が反応の発現頻度を示す。

関係する化学種や反応数が膨大になったため、非常に複雑なものとなったが、ほぼ、入力した反応を網羅したものになっているように見られた。

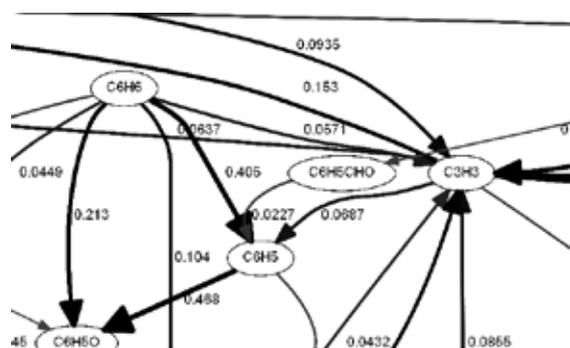


図 4 図 3 の囲み部の拡大図

しかし、ダイアグラム中、入力ファイルに用いた素反応と矛盾するような箇所があったので、一例として拡大したものを図 4 に示す。入力ファイルに用いた素反応には図 1 の反応 5 のように 2 分子の C_3H_3 から C_6H_6 が生成する反応は含まれていたが、図 4 に示すように、ダイアグラムでは、 C_6H_6 へ向かう矢印にはなっていない。可逆反応であるため、平衡になっている可能性もあるが、細部に関しては、文献などを参考にして精査する必要がある。

また、燃料としての特性をこの反応経路ダイアグラムから予測すると、化学量論的な燃空比で燃やしているのが完全燃焼しているが、作成した入力ファイルには、 C_3H_3 から芳香族である C_6H_5 や C_6H_6 が生成する反応と、 C_6H_5 と

C₄H₆ から小分子量の多環芳香族である C₁₀H₈ (ナフタレン) が生成する反応も含まれていた。

しかしながら、反応経路ダイアグラムを見ると C₁₀H₈ は反映されていない。今回実施した燃焼条件では完全燃焼したが、初期燃焼温度や圧力を改変したり、燃空比が燃料濃厚側によることで、C₁₀H₈ を経てより大きな多環芳香族まで成長する可能性はあると考えられ、燃焼条件によっては煤が発生する可能性のある燃料といえる。

精度を上げて現実の燃焼反応をより精度良く再現するためには、条件を変えて複数回実施することと、入力ファイル中の反応式を精査してシミュレーション結果と対比して確認することが欠かせない。

3. 結 言

- (1) 構築した燃焼反応モデルから入力ファイルを作成して、フルフラールの速度論的反応シミュレーションを実行して、詳細反応経路ダイアグラムを作成した。ダイアグラムの正確さについては、文献などでさらに精査する必要がある。
- (2) 今回の燃焼条件ではフルフラールは完全燃焼したが、入力ファイルから判断して煤の発生の可能性は捨てきれない。機器によっては燃焼条件の検討が必要である。

参考文献

- 1) 三好 明, “燃焼化学反応モデリングへの誘い”, 日本燃焼学会誌, 50 巻, 154 号, 2008 年, pp.325-330.
- 2) 資源エネルギー庁, “第 2 部エネルギー動向第 2 章国際エネルギー動向”, エネルギー白書 2019, 2020 年, pp.169-220.
- 3) <https://chem.tut.ac.jp/keel/umc/rasoftware.html> 「ユニバーサル燃焼反応モデル研究会ホームページ」
- 4) <http://creckmodeling.chem.polimi.it/107catalytic-kinetic-mechanisms/315-mechanisms-biomass> “The CRECK Modeling Group homepage Biomasses mechanism (Version 1412, December 2014)”
- 5) “NIST Physical Reference Data”
- 6) <https://webbook.nist.gov/> “NIST Chemistry WebBook”
- 7) <http://web.mit.edu/anish/www/MITcomb.html> “Massachusetts Institute of Technology Department of Chemical Engineering Combustion Technology”
- 8) http://akrmys.com/public/chemkin/CKm_inp.html.ja 「三好明氏ホームページ Chemkin-II 入力ファイルの書式」

工業技術研究報告書

No.49 令和元年度

令和2年6月 発行

編集発行人 新潟県工業技術総合研究所

所在地 〒950-0915

新潟市中央区鑑西1丁目11番1号

TEL 025-247-1301

印刷所 株式会社 新潟フレキソ

TEL 025-385-4677