# 工業技術研究報告書

Report of the Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture No.50 2020

## No. 50 令和2年度



## 新潟県工業技術総合研究所

Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture

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

令和3年6月

E 次

#### <u>I</u> 航空機産業参入推進事業

1. 高圧クーラントを援用した超耐熱合金の外径旋削加工 ・・・・・・・・・ 3

#### Ⅱ 創造的研究推進費

1. 3D プリンタによる新しい金型製造技術の開発 ・・・・・・・・・・・ 9

#### III 共同研究

1.	ユーザビリティの高い多機能視線解析システムの研究開発 ・・・・	•	•	•	•	•	•	15
2.	AI を活用した金属製品の外観確認の自働化 ・・・・・・・・・	•	•	•	•	•	•	20
3.	データ保管用キーデバイス作製と安定供給に向けての製造技術開発	•	•	•	•	•	•	25

#### IV 受託研究

1.	飲料用新型液体容器および量産技術の研究開発 ・・・・・・・・・・・・ 33
2.	サブ波長構造を実現するための
	光学シミュレーションと凝集金属マスクの生成条件 ・・・・・・・・・・ 38
3.	窒素含有マルテンサイト系ステンレス鋼の耐食性評価 ・・・・・・・・・ 41
4.	折りたたみ式宅配ボックスの強度確認試験 ・・・・・・・・・・・・・・・ 45

#### V 実用研究 · 小規模研究

—	•	57
		э1
5		
•	•	62
•	•	64
	•	••

5. 変色した銅板の表面分析 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 68

6.	ディープラーニングによる類似製品の検索に関する研究 ・・・・・・・・ 72
7.	SEM/EDS を用いた分析に関する研究 ・・・・・・・・・・・・・・・ 75
8.	衛生・医療用繊維製品の性能評価に関する研究 ・・・・・・・・・・・ 78
9.	振動試験における共振周波数探査用の3次元加速度センサ開発・・・・・・ 82
10.	機械学習を用いた FT-IR スペクトルデータ解析 ・・・・・・・・・・ 86
11.	レプリカ法による表面粗さ評価の検討 ・・・・・・・・・・・・・・ 88
12.	高周波焼入れした炭素鋼の金属組織と硬さ ・・・・・・・・・・・・・・ 92

VI 産学官共創ものづくり推進事業

1.	金属堆積造形の積層技術に関する調査研究 ・・・・・・・・	•	•	•	•	•	•	•	99
2.	材料の微細構造制御による高機能化の応用技術に関する調査研究	•	•	•	•	•	•	•	105
3.	インダストリアル IoT の活用に関する調査研究 ・・・・・・・	•	•	•	•	•	•	•	110
4.	次世代切削加工技術に関する調査研究 ・・・・・・・・・・・	•	•	•	•	•	•	•	114
5.	3D ものづくりに関する調査研究 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	•	•	•	•	•	•	•	117
6.	機械学習による塑性加工技術の高度化に関する調査研究 ・・・・	•	•	•	•	•	•	•	121
7.	次世代洗浄に関する調査研究 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	•	•	•	•	•	•	•	123
8.	ウェアラブルデバイスに関する調査研究 ・・・・・・・・・	•	•	•	•	•	•	•	126
9.	開放型石油ストーブ燃焼排気中の臭気成分発生機構の計算化学的研	开	兊	•	•	•	•	•	130

※ 令和2年度に実施した研究 137 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 航空機產業参入推進事業

## 高圧クーラントを援用した超耐熱合金の外径旋削加工

石川 淳\* 田村 信\*\*

Turning of Super Heat Resistant Alloy with High Pressure Coolant

ISHIKAWA Atsushi\* and TAMURA Makoto\*\*

#### 1. 緒 言

超耐熱合金は,高温雰囲気での機械的強度や 化学的安定性に優れることから,航空機部品な どに用いられている。しかし,切削加工におい ては,高温高強度と低熱伝導率の特性によって, 切削温度(工具と被削材の接触面温度)が高く なることから,切削速度を上げることができず, 製造コスト削減のネックとなっている。

そこで,超耐熱合金インコネル 718 の外径旋 削加工試験を行い,高圧クーラントを援用する ことによる切削温度の低減効果を工具被削材熱 電対法によって推測するとともに,工具寿命や 加工面品位向上への効果について検証した。さ らに高圧クーラントの援用について,電力と工 具コストの面から評価した結果について報告す る。

#### 2. 旋削加工の仕様

#### 2.1 旋削装置

滝澤鉄工所製 CNC 旋盤 TCN-213J を用いて、 インコネル 718 の外径旋削加工試験を行った。 旋盤には、通常外部供給クーラント機能(標準 ポンプによる外部ノズルから加工部への供給方 式、吐出口 63mm×3mm)のほか、最大吐出圧 力 15MPaの高圧クーラントユニットが付属する。 高圧クーラントは、図 1 に示す工具ホルダのノ ズルから、加工点に向けて供給される。表 1 に クーラント圧力とクーラント流量およびノズル 吐出口におけるクーラント流速の関係を示す。 流量は実測値、流速は流量からの計算値である。

\* 研究開発センター

\*\* 中越技術支援センター

#### 2.2 外径旋削加工条件

表 2 に旋削加工条件を示す。切削速度につい ては、工具メーカのカタログ推奨範囲の高速側 の速度条件とした。通常外部供給クーラントに 対して、クーラント供給圧力を高圧の 3MPa, 7MPa, 15MPa として加工した場合の効果を検 証した。



図1 工具ホルダの外観

表1 クーラント圧力と流量・流速

クーラント圧力	流量(L/min)	流速(m/sec)
通常外部供給	18	1.6
高圧3MPa	11	4.3
高圧7MPa	17	6.9
高圧15MPa	25	10

表 2 旋削加工条件

切削速度V (m/min)		80							
送りf(mm/rev)		0.2							
切込み量ap (mm)	量ap (mm) 1								
工具インサート	ト CNMG120408 コーティ								
クーラント液	エマ	/10倍希新	积						
クーラント圧力(MPa)	通常 外部供給	3	7	15					
被削材	インコ. (直径	インコネル718 溶体時 (直径65mm×長さ85mr							

#### 3. 切削温度の推測

加工時に工具と被削材の接触部で生じる熱起 電力を測定することによって、切削温度を求め る工具被削材熱電対法を用いて、インコネル 718の外径旋削加工における切削温度を推測し た。測定の概略図を図2に示す。熱起電力測定 では、ノンコート超硬工具インサートを用い、 同種棒材を介してリード線と接続し、また回転 する被削材には同種材の薄板を接触させた状態 でリード線と接続することによって、切削領域 以外で熱起電力が生じないようにした。

また,熱起電力と温度の関係は,別途超硬と インコネル 718 の接点をハロゲンスポットヒー タを用いて加熱して,熱起電力を測定すると同 時に,熱電対を用いて接点近傍の温度を測定す ることによって求めた。

図 3 に通常外部供給クーラントでの加工と高 圧クーラント援用加工の場合での切削温度推測 値の比較を示す。通常外部供給において切削温



図2 熱起電力測定の概略図



図3 切削温度推測値の比較

度が約 1200℃となるのに対して,高圧クーラン ト援用によって,切削温度は低減し,本加工条 件においては,クーラント圧力に比例して 60~ 90℃程度の低減効果があることを推測できた。

#### 4. 工具寿命の比較

工具寿命試験を行い、工具インサートの寿命 に対する高圧クーラント援用の効果を検証した。 寿命試験は、加工の進行に伴う工具インサート の最大逃げ面摩耗幅 V<sub>B</sub>を測定することによって 行った。図4に切削距離Lと最大逃げ面摩耗幅 V<sub>B</sub>の関係を測定したグラフを示す。通常外部供 給クーラントの場合は、V<sub>B</sub>の進行は早く、かつ 直線的に増加している。一方, 高圧クーラント 援用の場合は、V<sub>B</sub>の進行が抑制されているのが 明瞭にわかる。ここで、工具寿命判断を V<sub>B</sub>=0.2mm とすると、通常外部供給クーラント では L=170m が工具寿命であるのに対して、ク ーラント圧力 3MPa では L=470m, 7MPa では L=435m, 15MPa では L=320m となり、工具寿命 に至るまでの切削距離 L が伸びている。ここで, クーラント圧力の低い 3MPa の場合が最長であ るが,寿命判断後に V<sub>B</sub>が急増する。一方, 7MPa と 15MPa では寿命判断後もしばらくは V<sub>B</sub> が漸増する傾向にあることから、一概に 3MPa が最良とは判断できない。いずれにせよ高圧ク ーラント援用による切削温度の低減が、工具イ ンサート寿命延伸につながったものと考える。



図4 工具寿命試験の結果

#### 5. 加工面残留応力の比較

加工面の残留応力は、疲労強度に影響し、圧 縮応力が有益であるといわれている。一方、加 工面の残留応力の発生には、加工時の熱的作用 が大きくかかわることから、高圧クーラント援 用によって、加工面の残留応力に変化が現れる か確認した。残留応力の測定条件を表3に示す。 表1に示した条件で旋削加工した円筒(直径 60mm、長さ50mm)端面について、切削送り方 向(端面径方向)の残留応力を測定した。

測定結果を表 4 に示す。通常外部供給クーラ ントの場合と高圧クーラント援用における旋削 加工面の残留応力は、クーラント圧力が異なっ てもほぼ同一の引張の応力値を示した。本加工 条件においては、高圧クーラント援用による加 工面の残留応力の改善につながる効果は確認で きなかった。

#### 6. 加エコストの比較

高圧クーラント援用による工具インサート寿 命の延伸を確認したが,加工コストとしてメリ ットがあるか試算した。表2に示した旋削加工

測定装置	X線応力測定装置リガクSSD/MSF-3M
X線源	Cr
測定法・走査法	Ψ0一定法・並傾法
無歪回折角(deg)	129
Ψ角(deg)	0~45 (sin <sup>2</sup> Ψ等間隔6点)
解析手法	sin <sup>2</sup> Ψ法
応力定数(MPa/deg)	- 645

表 3 残留応力測定条件

#### 表4 旋削加工面の残留応力測定結果

クーラント圧力	残留応力測定值(MPa)
通常外部供給	+ 560
高圧3MPa	+ 549
高圧7MPa	+ 583
高圧15MPa	+ 545



図5 加エコストの比較

条件で、1時間加工した場合の高圧クーラント 供給に要する電力コストと工具インサートコス トを求めた。電力コストについては、高圧クー ラントユニット稼働時の有効電力を測定し、電 気料金単価(仮定20円/kWh)を乗じて求めた。 工具インサートコストは、工具寿命試験結果か ら、1時間の加工(切削距離約4800m)に必要 な工具インサート数を算出し、工具インサート 単価(142円/コーナ)を乗じて求めた。加工 コストの算出結果を図5に示す。本加工条件に おいては、工具寿命延伸効果が大きかったこと から、高圧クーラント供給に要する電力コスト が相対的に小さくなり、加工コストとして高圧 クーラント援用によるメリットが明確に現れた。

#### 7. 結 言

- (1)インコネル718の外径旋削加工における切削 温度を工具被削材熱電対法によって求め、3 ~15MPaの高圧クーラント供給によって、 切削温度が60~90℃程度低減できることを 推測した。
- (2)高圧クーラント援用による工具インサート 寿命延伸効果を確認した。しかし、加工面 残留応力への効果は現れなかった。
- (3)高圧クーラント供給に係る電力コストを考慮した加工コストを比較し、高圧クーラント援用によるコストメリットを明らかにした。

# Ⅱ 創造的研究推進費

## 3Dプリンタによる新しい金型製造技術の開発

平石 誠\* 須藤 貴裕\* 青野 賢司\*

New Production Method of Metal Die utilizing Additive Manufacturing

HIRAISHI Makoto\*, SUTOH Takahiro\* and AONO Kenji\*

#### 1. 緒 言

近年,消費者ニーズの多様化や製品サイクル の短期化に伴って,設計変更に柔軟かつ迅速に 対応する金型製造技術が求められている。

また,金型には耐摩耗性も強く要求されるが, 一般に耐摩耗性が良い材料は鋳造等の型成形に よるため製作期間が長い。すなわち,現状では これら2つの要求を満足する造形方法は存在し ない。

3D プリンタはレーザ光によって溶かした金 属を「重ね描き」して立体造形する。3 次元形 状データによって直接造形できるため多品種少 量生産に適し,基材と異なる材料を堆積できる ため,必要な材料特性(例えば耐摩耗性,耐熱 性など)を必要な場所に付与することが可能で ある。これらの特徴から 3D プリンタは金型の 造形に適したツールにもなることが期待される。

本研究では、金型産業における柔軟性のある 製造工程の確立と製品の付加価値向上を目指し、 3D プリンタによる硬質・耐摩耗層の造形技術 開発を目的とする。本報では、選定した硬質材 料の造形において発生する欠陥とその抑制方法 について検討した結果を報告する。

#### 2. 実験方法

#### 2.1 3D プリンタ

金属堆積にはパウダ DED (Directed Energy Deposition) 方式造形装置 LAMDA200 (三菱 重工工作機械(株)) (図1)を使用した。 ファイバーレーザの定格出力は 2kW, 加工



#### 図1 DED 方式金属堆積造形装置

テーブルは同時 5 軸制御,粉末供給は同時に 2 材種まで可能である。

#### 2.2 堆積材料

金型に必要な硬さとして 800HV を目標値と し,次の材料を選定した。いずれも粒径 45~ 150µm の粒度分布を持つ粉末である。

 高速度工具鋼(粉末ハイス, High Speed tool,以下, HS材とする)

(2)炭化物分散鉄基材料(Carbide Dispersion, 以下, CD材とする)

なお, CD 材は約 15mass.%Cr を含む Fe マト リックスに数 μm の粒径の V 炭化物が分散して いる材料である(図 2)。



(a) 反射電子像(b) V 元素の分布図 2 炭化物分散鉄基材料

<sup>\*</sup>研究開発センター

#### 2.3 造形方法

以下の2パターンの造形を行った。

- (1)平面堆積:SS400 製の板材(長さ 100mm, 幅 20mm,厚さ 10mm)に長さ 50mm 直線 状の堆積層を造形した。
- (2)円周面堆積:S45C 製の円筒(外径¢50mm, 内径¢25mm,長さ 60mm)の角に段差
   3.5mm,長さ 7.5mmの入隅を設け,円筒を 回転させながら螺旋状に堆積造形した(図
   3)。



図3 円周面の堆積

#### 実験結果および考察

#### 3.1 平面堆積

HS 材を堆積した断面を図4に示す。図4(a) は第1層目を堆積した状態であるが,基材への 溶込み部に割れが発生していることがわかる。 割れを詳細に観察したものが図4(b)である。 割れは溶融部の中心に向かって成長した柱状晶 の粒界に沿って発生しており,凝固割れの様相 を示している。

レーザ出力,送り速度,粉末供給量を変数と して割れの発生状況を調べた結果を図5に示す。 レーザ出力が小さいほど,送り速度が小さいほ ど割れは発生しにくかった。送り速度が小さい ときは単位堆積長さ当たりに供給される粉末量 が増加するため,基材への入熱量が少なくなる。 つまり,レーザ出力が小さい条件も含め,基材 への溶込みを小さくすることによって割れの発 生を抑制できると言える。

なお, CD 材を用いた場合,上記のような割 れの発生は認められなかった。



(a) 第1層目堆積状態 (b) 割れの様相

図4 HS 材の堆積層の断面



図5 HS 材堆積層の割れの発生状況



<sup>(</sup>a) 基材への直接堆積(b) 中間層を介した堆積図 6 HS 材の円周面への堆積

#### 3.2 円周面堆積

#### 3.2.1 HS 材の堆積

上記の検討結果を踏まえ円周面への堆積実験 を行った。多層の堆積の前に第1層のみの堆積 を行い,割れが発生していないことを確認した。

基材に直接 HS 材を堆積したときの断面を図 6(a)に示す。第1層および入隅部に割れが発生 した。割れは、溶融部の中心に位置する(基材 への溶込みが最も深い位置に発生していること から推察される)ことや、第1層の堆積時には 認められなかったことから第2層以降を堆積し た際の余熱による再熱割れであると考えられる。

割れの発生を抑えるため中間層を設けること を検討した。中間材には鋼材への堆積において 割れを発生しなかった合金の中から比較的硬さ の低いものを選択した。中間材を使用して堆積 したときの断面を図 6(b)に示す。第 1 層,入 隅部のいずれにも割れは認められなくなった。

また, 観察のためエッチングを施しているが, その濃淡からも中間層と HS 材の界面では傾斜 組成になっていることがわかる。

HS 材は造形後の熱処理によって硬さを増す。 熱処理後の堆積層の硬さ分布を図7に示す。横 軸は基材と堆積層の界面を基準に図6(b)中の 破線矢印に沿った距離である。HS 層では 920HV(67HRC相当)が得られている。

#### 3.2.2 CD 材の堆積

図8は堆積後の円筒端面を円筒軸方向から観 察したものである。円筒端面にある白い円弧状 の領域が堆積層であるが、それを縦貫する割れ が2カ所に発生しているのがわかる。

2 つの割れのうち,左の割れが発生した直後 の赤外線サーモグラフィを図9に示す。撮影時, 基材は堆積の余熱によって昇温途中にあり 500℃に達していた。このことから,割れは熱 膨張によって生じたことが推察される。

そこで熱機械分析装置 TMA/ SS6100 (セイ コーインスツルメンツ(株))によって各材 料の線膨張係数を測定した。結果は以下のと おりとなった。

- ・基材(S45C):14.0×10<sup>-6</sup>/K
- ・HS材:14.2×10<sup>-6</sup>/K
- ・CD材:10.5×10<sup>-6</sup>/K (全て40~500℃)
  基材は昇温に伴い膨張するが、CD 材は基材

に比べて線膨張係数が低いため堆積層には引

張応力が作用し割れに至ったものと考えられ る。

なお、円筒の内径を小さくしたところ割れ の発生は抑えられた。熱容量の増加による基 材温度の低下や熱膨張の抑制などが原因であ ると考えられる。得られた堆積層の硬さは 890HVであった。



図7 中間層を介した HS 材堆積層の硬さ



図8 CD 材堆積層に発生した割れ



図 9 積層時の赤外線サーモグラフィ (基材にのみ黒体塗料を塗布)

#### 4. 結 言

- (1)3Dプリンタによる硬質・耐摩耗層の造形技術の開発を目的とし、高速度工具鋼および V炭化物分散鉄基材料の堆積造形における 欠陥とその抑制方法について検討した。
- (2) 堆積層には高温割れや熱膨張係数の差に起 因する割れが生ずることがわかった。
- (3)割れを抑制し、目標硬さを有する堆積層を 造形することができた。

# Ⅲ 共同研究

### ユーザビリティの高い多機能視線解析システムの 研究開発

菅家 章\* 阿部 淑人\* 須貝 裕之\* 中部 昇\*\* 金田 篤幸\*\*\* 石月 斗志宏\*\*\*

Research and Development of a Multifunctional Eye Tracking System with High Usability

KANKE Akira\*, ABE Yoshito\*, SUGAI Hiroyuki\*, NAKABE Noboru\*\*, KANEDA Atsuyuki\*\*\* and ISHIZUKI Toshihiro\*\*\*

#### 抄 録

今後成長が見込まれるアイトラッキング市場への投入を図るため,操作が容易で多機能な視線解析 システムを研究開発した。その設計製造工程においては、トポロジを最適化し、高剛性軽量化製品の 開発に取り組んだ。無線 LAN 搭載の試作機を用い、農林水産業・製造業・サービス業・学業などの 場で現場実証を実施した。近赤外線の安全性を調査し、近赤外線使用時に考慮すべき点を把握した。

#### 1. 緒 言

近年,国が目指すべき未来社会の姿として Society 5.0 が提唱され, IoT (Internet of Things)の活用によってモノと人がつながり、 情報と知識が共有されることで、新たな価値が 生み出されている。生体情報の収集においては ウエアラブルデバイスが活用され、マーケティ ング分野では製品デザインの評価で視線と脳波 が、自動車分野では居眠り運転の評価で視線と まばたきが、技能伝承や力量評価など人材育成 における分野では視線と体の動きが計測されて いる。画面上で視線を確認できるアイトラッキ ングは、様々なセンサと一緒に活用され、多機 能な視線解析システムがユーザから望まれてい る。そのため、視線解析システムを製造販売し ている(株)ガゾウは、操作が容易で多機能な 視線解析システムのユーザニーズに対応できる よう,現行製品のブラッシュアップを検討して いた。また、視線解析システムの需要増加にと もない, 3D プリンタを用いた設計・製造の最

- \*\* 下越技術支援センター
- \*\*\* (株) ガゾウ

適化と低コスト化について検討していた。

本研究では、今後成長が見込まれるアイトラ ッキング市場への投入を図るため、操作が容易 で多機能な視線解析システムを研究開発する。 その設計製造工程においては、トポロジを最適 化し、高剛性軽量化製品を開発する。

#### 高ユーザビリティ視線解析システムの研究 開発

#### 2.1 搭載センサの拡張

現行製品の視線解析システムのメガネフレー ムと、それを装着したときの写真を図1に示す。 メガネフレームの右眼下方には眼球撮影用カメ ラと近赤外線 LED が内蔵され、その上方には 視界撮影用カメラが内蔵されている。本研究で 開発した視線解析システムは、現行製品より高 い解像度のカメラを使用し、マイクロフォンを



図1 現行製品の視線解析システム

<sup>\*</sup> 研究開発センター

追加搭載した。視線解析システムの改良と現場 実証を繰り返しながら試作機の開発に取り組ん だ。以下に詳細を記す。

試作1号機は、視界撮影用カメラの解像度を HD (High Definition:1280×720 画素) から FHD (Full HD:1920×1080 画素) へ拡張した。 これにより視界撮影用カメラの画角は 70°から 120°へ広角化された。さらに、マイクロフォン を追加搭載し、メガネフレーム装着者の周辺の 音を収集可能にした。これにより、技能伝承の 場面において, 熟練者がメガネフレームを装着 した場合は熟練者の作業の視線と説明の音声を 同時に記録して後生へ残すことができる。また, 初心者がメガネフレームを装着した場合はイン ターネットなどを活用して遠方の熟練者が初心 者の作業の視線をみることができ, 初心者の音 声や作業で発生する音を聴きながら熟練者は作 業を指導できる。試作 1 号機(無線 LAN 搭 載)を用いて、製造業・農林水産業・サービス 業・学業などの場で現場実証を実施した。製造 業では、ろう付け作業において、炎色ばかりで なく、炎のどこをみているか、フラックスを加 熱しているときにどこをみているか、接合面へ ろう付けしているときにどこをみているかなど, 作業者の視線と音声を記録しながら、熟練者と 初心者の視線を比較した。溶接作業においては 自動遮光面を装着した状態で現場実証を実施し た。さらに、Web 会議システムを利用し、工 場にいる初心者の作業を離れた事務所にいる熟 練者が指導する遠隔現場実証を試みた(図 2)。 農業ではミニトマトの収穫で現場実証を実施し, 熟練者の視線を解析した(図3)。サービス業 では美容業においてベテラン美容師の視線を解 析し(図 4), クリーニング業においては、し み抜きの遠隔指導を試みた(図 5)。これらの 現場実証は、ユーザビリティのヒアリングをし ながら実施した。現場実証の結果、作業姿勢は 立位での見下げ動作が多いため、視線角度が約 -30°を超えると視界範囲外による欠測が生じる とわかった。そこで、メガネフレームと顔の正



図2 現場実証(製造業)溶接作業



図3 現場実証(農業)ミニトマトの収穫



図4 現場実証(美容業)ベテラン美容師



図5 現場実証(クリーニング業)しみ抜き

面方向のなす角度を調整できる耳用と鼻用のア タッチメントを試作し,ユーザの使用感をヒア リングしながら試作1号機について評価した。

試作2号機は、メガネフレームの形状を大幅 に変更した。見下げ方向の視線角度へ対応でき るよう、視界撮影用カメラを最大-38°まで可動 化した(図 6)。また、メガネフレームのホー ルド感と強度を維持するための形状変更を実施 した。試作2号機を用いて、クリーニング業と 製造業で現場実証を実施し、ユーザビリティの ヒアリングを実施した。現場実証の結果、視界 範囲外による欠測は大幅に減少したことが確認 できた。

試作3号機は、視界撮影用カメラを1基、左右の眼球撮影用カメラを各1基として、三次元 計測可能な3基カメラ構成とした。試作3号機では、FPGAを用いて回路構成を統合化した (図7)。

今後も視線解析システムの改良と現場実証を 繰り返しながら製品開発に取り組む予定である。



図6 視界撮影用カメラの可動化



図7 3基カメラ同時入力 FPGA

#### 2.2 レスキャリブレーション機能

視線解析システムでは,眼球撮影用カメラで えられた注視点を視界撮影用カメラでえられた 視界画像へ重畳させている。別々のカメラで撮 影された注視点と視界画像の位置を合わせるた め,使い始めにキャリブレーションをしなくて はならないが,キャリブレーション中は頭部を 固定する必要があり,メガネフレーム装着者へ 負担をあたえる。そこで,頭部を固定しなくて もキャリブレーションが可能で,さらにはキャ リブレーションなしで使えるレスキャリブレー ション機能がユーザから望まれている。また, キャリブレーションの精度向上が望まれている ことから,これらの改良方法について,いくつ か検討した。

今後も様々な方法を試みながら、レスキャリ ブレーション機能の開発を継続する予定である。

## 3D プリンタトポロジ最適化技術の研究開発 3.1 3D プリンタ最適設計技法

研究開発中のメガネフレームについて,3D プリンタを用いる場合の最適な設計方法を検討 した。

共同研究では当所と(株)ガゾウのそれぞれ が所有する 3D プリンタを用い,3D 形状デー タをやりとりしながらメガネフレームを製作す る。それぞれが所有するソフトウェアは異なる ため,共同研究を始めるにあたり,データの互 換性を確認した。また,現行製品のメガネフレ ームについて,装着者の顔幅と把持力(頭部を 締め付ける力)の関係をコンピュータシミュレ ーションで計算し,今後の検討における基準と した。

次に、メガネフレームの各部の形状が剛性に あたえる影響について調査した。コンピュータ シミュレーションで調査したパラメータを図 8 に示す。コーナーrの影響,初期曲がりの影響, ツルの長さとフレーム幅の影響,断面寸法(高 さ・幅)の影響について調査した。 最後に、メガネフレーム装着性能の向上について、非線形のバネの特性をもつメガネフレームを仮定し、その実現方法について検討した。 メガネフレームを装着するユーザの顔幅は様々である。顔幅に対して把持力が弱ければメガネフレームはずれやすく、強ければ頭部が締め付けられて不快感をあたえる。顔幅と把持力の関係を図9に示す。ずれにくく不快感の少ない把持力の範囲が0.39~0.49Nであると仮定すると、



図8 調査したパラメータ









線形の特性をもつメガネフレームは実線の両矢 印のように 152~157mm の顔幅が対応領域であ る。ここで,非線形の特性をもつメガネフレー ムは破線の両矢印のように 140~160mm の顔幅 が対応領域であり,一般成人の顔幅に広く対応 できると考えられる。このような非線形の特性 をもつメガネフレームを実現させるため,皿バ ネの特性を参考にして検討した。皿バネを圧縮 したときの圧縮ストロークと反力の関係につい て計算した結果を図 10 に示す。このような非 線形の特性をもつメガネフレームについて,設 計方法を検討した。

#### 3.2 3D プリンタ最適成型技法

研究開発中のメガネフレームについて,3D プリンタを用いて造形物を成形するときの基礎 データとなる,造形物の材料特性と造形特性を 調査した。

造形物の材料特性では、ABS とポリカーボ ネートについて、3D プリンタで積層方向ごと の試験片を成形し、引張試験で材料の機械的性 質を調査した。ABS については当所と(株)ガ ゾウのそれぞれが所有する 3D プリンタを用い て成形し、特性を比較した。

造形物の造形特性では,数種の軟質材料で, メガネフレームのノーズパッドやイヤーフック などの部品を成形し,装着感などを検証した。

#### 4. 無線化による遠隔操作

高ユーザビリティ化のユーザニーズに応える ため,Wi-Fi 6,5G対応は高精細画像の低遅延 伝送を必要とする視線解析システムにとって必 須である。そこで,Wi-Fi 6,5Gの技術動向を 調査し,Wi-Fi 6,5G 無線化による遠隔操作機 能の仕様を想定しながら,視線解析システム無 線機のシングルボードコンピュータを見直した。

今後も Wi-Fi 6, 5G の技術動向を調査しなが ら視線解析システム無線機の研究開発に取り組 む予定である。

#### 5. 近赤外線の安全性の調査

近赤外線の安全性の調査を実施した。池田ら によれば, 眼球の光透過特性は水の電磁波吸収 特性の影響を受け、可視光と近赤外線の一部、 波長にして 500~1000nm 近辺の電磁波をよく 透過し、そのような波長の強い光が入射した場 合,角膜,水晶体,硝子体を透過することから, 網膜に傷害を与えるおそれが大きいということ である<sup>1)</sup>。また,国際非電離放射線防護委員会 (ICNIRP)のガイドラインには、赤外域 780 ~3000nm 光源について角膜への熱障害や水晶 体に起こりうる後発的な影響(白内障形成)を 避けるために暴露時間と制限されるべき照度の 関係が記され、さらに、可視光での強い放射が ない近赤外線あるいは赤外域 780~1400nm 光 源について網膜を熱的損傷から保護するために 光源の張る角度と制限されるべき輝度の関係が 記されていた<sup>2)</sup>。

これらの文献などを参考にして,近赤外線を 使用するときに考慮すべき点を把握しながら, 視線解析システムの研究開発に取り組んだ。

#### 6. 結 言

- (1)視線解析システムの改良と現場実証を繰り 返しながら試作機の開発に取り組んだ。
- (2) キャリブレーション機能の改良方法について検討した。今後も様々な方法を試みながら、レスキャリブレーション機能の開発を

継続する予定である。

- (3) 3D プリンタの開発環境の互換性を確認し、現行製品のメガネフレームの顔幅と把持力の関係を計算して、各部の形状が剛性にあたえる影響を調査した。非線形バネ特性をもつメガネフレームを仮定して、その実現方法を検討した。
- (4)研究開発中のメガネフレームについて,造 形物の材料特性と造形特性を調査した。
- (5) Wi-Fi 6, 5G 無線化による遠隔操作機能の 仕様を想定しながら,視線解析システム無 線機のシングルボードコンピュータを見直 した。
- (6) 近赤外線の安全性を調査し,近赤外線を使 用するときに考慮すべき点を把握した。
- (7)共同研究の成果をもとに研究開発を継続し、 今後成長が見込まれるアイトラッキング市 場への投入を図る。

#### 参考文献

- 1)渡辺敏,池田研二,加納隆,廣瀬稔,戸畑 裕志, "F-2 臨床工学 (CE)と ME 機器・ システムの安全", ME 教科書シリーズ,コ ロナ社, 2006.
- 2)国際非電離放射線防護委員会(ICNIRP),
  "広帯域非コヒーレント光放射(0.38µm~ 3µm)に対する暴露限界のガイドライン"吉 田道利ほか監修,松尾厚ほか訳,2009.

### AIを活用した金属製品の外観確認の自働化

木嶋 祐太\* 菅家 章\* 小林 豊\*\* 大野 宏\*\*\* 土屋 理規\*\*\*\* 乙川 直仁\*\*\*\* 長瀬 敬之\*\*\*\* 井上 大輔\*\*\*\*

#### Development of Metal Parts Visual Inspection System Using AI

KIJIMA Yuta\*, KANKE Akira\*, KOBAYASHI Yutaka\*\*, OHNO Hiroshi\*\*\*, TSUCHIYA Masanori\*\*\*\*, OTOKAWA Naohito\*\*\*\*, NAGASE Noriyuki\*\*\*\* and INOUE Daisuke\*\*\*\*

#### 抄 録

本研究では丸棒形状の金属製品を対象としたAI (Artificial Intelligence) で欠陥の判別を行うシステムを開発した。金属製品を撮影するための環境整備,物体検出用ニューラルネットワークやCNN (Convolutional Neural Network)の検査への適用と評価,検査システムの高速化と処理時間の評価,ロボットを活用した搬送装置の構築を実施した。

#### 1. 緒 言

AI 技術の急速な発達によって,さまざまな 分野でこれを使った製品・サービスの高付加価 値化や生産性向上への取組が行われている。今 後到来する人口減少社会への対応や,よりよい 労働環境を実現するためにも,こうした取組は ますます重要になることが予想される。

本研究では金属製品を対象に AI で欠陥の判 別を行うシステムを開発した。外観検査を人か ら AI へ置き換えることで、検査精度の向上や 検査員の直接生産に寄与する付加価値の高い作 業への配置転換を実現できる。

#### 2. 検査システムの構築

#### 2.1 撮影環境の整備

検査システムはカメラ,照明,検査対象を回転させる装置で構成される。カメラと照明の位置によって撮影できる画像は大きく変わる。今回は直接光照明で撮影する方法と間接光照明で撮影する方法の2種類を比較した。

*	研究開発センター	
---	----------	--

- \*\* 下越技術支援センター
- \*\*\* 中越技術支援センター
- \*\*\*\* THK 新潟(株)



図1 検査対象



図2 欠陥の撮影 (左:間接光照明,右:直接光照明)

図1に検査対象の画像を、図2に欠陥を撮影 した画像を示す。今回検出する欠陥は金属表面 についている凹凸であるため、直接光照明で撮 影した時の明視野と暗視野の境界付近において、 欠陥とそうでない部分の差が大きくなることが 予想された。そのため、検査対象を回転させ、 この境界部分で全周を検査できるようにした。



図3 撮影環境(左上:撮影画像)



図4 YOL0による欠陥と穴の検出

図3 に構築した撮影環境を示す。LED 照明 を両サイドから検査対象にあて、上部からカメ ラで撮影した。図3の左上が撮影した画像であ り、欠陥が撮影されている。

#### 2.2 欠陥検出方法

#### 2.2.1 YOLO による欠陥の検出

欠陥を判別する仕組みとして、ディープラー ニングを使った一般物体検出用ニューラルネッ トワークである YOLO を用いた。YOLO は検 出した物体の分類だけでなく、物体が写ってい る場所も出力することができる。YOLO を学習 させるためには、欠陥を撮影した画像に対し、 欠陥の位置情報を付加するためのアノテーショ ンを行う必要がある。

学習には欠陥が撮影されている画像のみを使 用し,正常部の画像は使用しない。アノテーシ ョン付きの欠陥の画像を学習させて,学習に用 いない画像を判定したところ欠陥が検出できた。 しかし,検査対象には穴が開いており,その



図 5 GradCAM による判断根拠の表示 (判断根拠とした部分が白くなる)

部分を欠陥と誤認識する場合があった。そこで, 穴についてもアノテーションを行い,穴は欠陥 ではなく穴として検出するようにした。図4に 欠陥と穴の検出結果を示す。

#### 2.2.2 ResNet101 による欠陥の検出

欠陥判別の他の方法として, CNN を用いて 画像を分類した。CNN の一つで,ニューラル ネットワークの層を深くしても学習が進むよう に改良された ResNet101を使い,画像を正常と 欠陥に分類する CNN を構築した。学習には, 欠陥が撮影されている画像に加えて,正常部が 撮影されている画像が必要となる。YOLO で学 習に使用した画像に,正常部の画像を加えたも ので学習を行った。学習した ResNet101を用い て,学習していない画像が判定できることを確 認した。

YOLO では検出した欠陥の位置情報を持つ ため結果が妥当か判断しやすいが, ResNet101 による判定では画像全体が正常または欠陥と判 定するだけで,画像のどの部分を欠陥として判 定したかがわからない。そこで,GradCAM と いう画像の中のどの部分が判断根拠となったか 可視化する手法を ResNet101 に追加した。図 5 に示すとおり,画像のどの部分をみて検査シス テムが判断したか,根拠を表示できるようにし た。今回検証した ResNet101 では,欠陥と判定 した場合は,おおむね欠陥の場所が判断根拠と なっていた。

#### 2.2.3 複数フレームの活用

人間が判定した時には欠陥とはならないが, 検査システムでは欠陥と判定してしまう微小な 傷が検査対象の表面に存在する場合がある。こ のような傷があっても人間は検査対象を傾ける などして,照明の角度を変えた画像をえて総合 的に判定できることが,人間が誤判定しにくい 要因の一つである。そこで,照明の角度を変え た画像を判定に用いる方法として,複数フレー ムを活用する方法を考案した。検査対象を回転 させて撮影するので,その前後のフレームの画 像を活用すれば,照明の角度を変えた画像とす ることができる(図6)。

検査システムは ResNet101 と同様とした。 ResNet101 は RGB のカラー画像を扱える。今 回使用している画像はモノクロなので,カラー のデータを入れる代わりに前後のフレームを含 めて3つのフレームを入力とすることができる。

#### 2.3 欠陥検出の評価

2.2 の 3 種類の方法にて欠陥検出を実施し, 結果を比較した。

#### 2.3.1 データと学習の条件

21 本の検査対象のうち、15 本を学習用、1 本を検証用、5 本をテスト用に分類した。学習 用と検証用の画像は、カメラの露光時間を3種 類に変えてそれぞれ撮影し、テスト用の画像は その中間の露光時間で撮影した。カメラで撮影 する画像は1,920×1,200 であるが、ニューラル ネットワークが大きくなりすぎるので、YOLO は 320×320 に、ResNet101 は 224×224 に画像 をトリミングした。

学習の条件を表1に示す。YOLOで使用して いる学習用画像と検証用画像は欠陥と穴の画像 のみである。ResNet101 ではそれに正常部の画 像が加わる。ResNet101 の3フレームの画像数 が少ないのは,YOLOとResNet101の1フレー ムでは3フレームのそれぞれのフレームを1枚 の画像として使用できるからである。



図6 複数フレーム (中:欠陥,左右:前後のフレーム)

表 1	学習条件
-	

百日	VOLO	ResN	et101
項目	TOLO	1フレーム	3フレーム
学習用画像数	1,092	2,522	617
検証用画像数	57	276	68
エポック数	500	50	100
データ拡張	回転, 反転, ズーム等	平行移動, 反転, ズー	回転, ·ム
テスト用画像数	335	335	93

表2 テストデータの正解率(%) ResNet101 しき YOLO 1フレーム 3フレーム い値 OK NG OK NG OK NG 0.001 78.4 95.5 100 100 96.4 100 0.01 95.5 93.5 100 98.1 100 100 0.4 99.0 97.4 92.0 96.0 95.5 100 0.8 98.7 64.0 100 92.0 96.7 100

テスト用画像について, YOLO と ResNet101の 1 フレームは全く同じ画像である。ResNet101 の3フレームは前述と同様の理由で少なくなっ ている。

#### 2.3.2 テストデータの判定結果

テストデータに対する正解率を表2に示す。 表の OK は正常部に対して正常と判定した割合 で,NG は欠陥を含んだ画像に対して,欠陥と 判定した割合である。NG が 100 の場合は,欠 陥を含んだ画像を正常と回答することがなかっ たことを意味する。 検査システムは 0~1 の範囲の数値を出力す るが,正常判定に近いほど0に,欠陥判定に近 いほど1に近い数値を出力する。しきい値は判 定の基準となる値で,しきい値以上の値を検査 システムが出力した場合に欠陥判定となる。し きい値を低くすると欠陥が検知しやすくなるが, 正常部を誤認識しやすくなる。

YOLO と ResNet101 に関しては,わずかに ResNet101 の正解率がよかった。YOLO は正常 部に関する画像を使っていないため,その差で はないかと推測される。複数フレームを活用し た結果については差異はあまりみられなかった。

#### 2.4 検査システムの高速化

#### 2.4.1 並列化の評価

2.3.1 の YOLO を用いると、1 フレームごとに 320×320 の画像 8 枚に対し判定処理を実行しな ければならない。処理時間を高速化するために は、リソースを割り当てて並列で処理する方法 があり、今回は AI で判別を行うパーソナルコ ンピュータに標準で搭載されている CPU (Central Processing Unit) のリソースを増やし た場合と GPU (Graphics Processing Unit) のリ

ソースを増やした場合を評価した。複数の GPU を使用する場合は,1 個目は,NVIDIA 社の TITAN RTX で,2 個目は RTX 3070 である。

表3がYOLOを用いて8枚の画像を計算した 実行時間である。顕著に効果が出たのはCPU を増やした場合であった。GPUを増やす効果は、 CPUを増やした時に大きくなった。GPUを増や すコストは格段に大きいため、まずはCPUの 増加を検討するほうがよいと思われる。

#### 2.4.2 アプリケーションへの適応

実際のアプリケーションでは、全周を 10°ず つ撮影することを想定し、撮影を 2 秒で終了す ると仮定すると、20fps で撮影することになる。 表 3 で記載した時間がかかるとするとオンタイ ムでは終わらないので、撮影後に計算が終了す るまでの待ち時間がかかる。

#### 表3 8 画像の実行時間

CPU 数	GPU1個	GPU 2 個
1	335ms	
2	213ms	193ms
4	175ms	131ms
8	172ms	121ms

#### 表4 画像取得終了から計算終了までの時間

CPU 数	GPU1個	GPU 2 個
1	7.7s	
2	3.2s	2.9s
4	2.0s	0.7s

この計算終了までの時間を測定した結果が表 4である。CPUやGPUを増やせば、その時間が 短縮できることを確認した。ただし、撮影後に 検査対象が待機位置まで戻り正常品と欠陥品を 振り分けるような場合は、待機位置までの移動 とこの計算は並列に動作するため、無理に短縮 する必要はない。

#### 2.5 ロボットを活用した搬送装置の構築

この検査システムを製造現場に適用するた め,図7の搬送装置を製作した。検査対象の搬 送は垂直多関節ロボットを用いて行う。



図7 搬送装置



図8 搬送装置を上から見た図

検査システムが動作する PC とロボットとの 通信には産業用ネットワークプロトコルの一つ である EtherNet/IP 通信を用いた。

動作としては,図 8 の①~③の工程で自働搬 送と振り分けを行う。

ストッカーより1本ずつ切り出された検査対象を取りに行く。

- ②カメラ下まで検査対象を保持,全周を撮影し 検査システムで判定する。
- ③検査システムが判定した結果により OK 品も しくは NG 品のストッカーへ,検査対象を振 り分ける。

#### 3. 結 言

- (1)金属製品の欠陥を検出するディープラーニ ングのシステムを開発した。
- (2) 欠陥を検出するために,直接光照明で撮影 した時の明視野と暗視野の境界付近を活用 した。
- (3)テストデータに対する正解率について、 YOLO と ResNet101 を比較すると、わずか に ResNet101 の方がよかった。複数フレー ムを活用する方法では差異はあまりなかった。
- (4) 検査システムの高速化方法としては, CPU を増やすことが特に効果的であった。
- (5)検査システムを製造現場に導入するため, ロボットを使用した自働化設備を製作して いる。

# データ保管用キーデバイス作製と安定供給に向けての製造技術開発

小林 泰則\* 菅野 明宏\* 山田 敏浩\* 宮口 孝司\* 安井 忠\*\* 三村 清治\*\* 平井 政夫\*\* 中川 正人\*\* 小林 一則\*\*

Development of Manufacturing Technology for Stable Supply of the Key Device Equipped in Data Storage System

KOBAYASHI Yasunori<sup>\*</sup>, KANNO Akihiro<sup>\*</sup>, YAMADA Toshihiro<sup>\*</sup>, MIYAGUCHI Takashi<sup>\*</sup>, YASUI Tadashi<sup>\*\*</sup>, MIMURA Seiji<sup>\*\*</sup>, HIRAI Masao<sup>\*\*</sup>, NAKAGAWA Masato<sup>\*\*</sup>and KOBAYASHI Kazunori<sup>\*\*</sup>

#### 抄 録

大容量データ保管システムで用いられている絶縁基板上に SiO<sub>2</sub>で構成される幅約 1µm, 高さ約 3µm の柱状構造を形成させた部品(以後この部品をキーデバイスと呼称)を安定的に作製する技術の開発 について検討した。本論文では Si ウェハー上に SiO<sub>2</sub>を堆積させた基板を用い,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前記柱状構造の作製について,マスク作製条件およびエッ チングガスとして CHF<sub>3</sub>を用いた場合のエッチング条件について検討を行った結果について報告する。

#### 1. 緒 言

SiO<sub>2</sub>で構成される幅約 1µm,高さ約 3µmの柱 状構造を持つキーデバイスを安定的に作製する技 術の開発について検討した。上記キーデバイスは 大容量データ保管システムを構成する部品の一つ であり,この課題についてはこれまでに実基板(複 数の絶縁性材料で構成される基板)を対象にウェ ットエッチングによる Crマスクの作製および C4F8 を用いたドライエッチングによって幅 1µm,高 さ 3µm,側面テーパー角 14°程度の微細柱状構 造を作製する技術を確立しているが,将来的には 柱状構造の断面形状のアスペクト比の向上,側面 テーパー角の減少などの形状の良化の要求に対す る対応が求められている。

このような現状を踏まえ、昨年度までの研究で 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<sup>1)</sup>ならびにエッチ

*	研究開発センター	
	レーザー・ナノテク研究室	
**	シンコー (株)	

ングガスとして  $C_4F_8$ および  $CF_4$ 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 状やドライエッチング時のチャンバー内温度の上 昇などに与える影響について検討を行い<sup>2)</sup>, Si 基板上で幅約 $0.3\mu$ m,高さ約 $3\mu$ m,テーパー角 $6^{\circ}$ 程度の構造を実現できる作製条件をいくつか見出 している。

本論文ではリフトオフによるマスク作製条件お よび CHF<sub>3</sub> ガスによるドライエッチング条件につ いて検討した結果を報告する。

#### 2. 実験

現状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,昨年度までに試験用 Si 基板 (Si ウェハー 上に SiO<sub>2</sub>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ている<sup>1,2)</sup>。本研 究でもそれと同様の試験用 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 および MicroChem 社(現 KAYAKU Advanced Materials 社)製 950PMMAを用い,マスク材には Niを用 い,レジスト種,レジスト厚,マスクスパッタ厚 がドライエッチング後の微細柱状構造の形状に与 える影響について検討した。

電子線照射部の幅(以後これをライン幅と呼称) については 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9µm と設定し た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。現像は各レジストでのメーカーの推奨 条件によって実施し,電子線の照射量(以後ドー ズ量と呼称)については設定したライン幅と実際 に形成される溝部分の幅がほぼ同一になるような 値に設定した。

ドライエッチングのエッチングガスは CHF<sub>3</sub>を 用い, エッチングパラメータとしてエッチングガ 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 はこれまで得られているエッチング結果から柱高 さがおおよそ 3µm になると推定される値を用い た。なお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1つの基準 条件を設定し、その基準条件から1つのエッチン グパラメータのみを変化させることによってその エッチングパラメータがエッチング結果に与える 影響を調べた。

本研究で用いた機器のうちの主要なものを表1 に示す。

また,後述する柱形状のテーパー角などの測定 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に垂直な方向から撮影 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寸法測定した結果 から求めたものである。

#### 3. 実験結果

#### 3.1 リフトオフによるマスク作製条件が柱状構 造形状に与える影響

リフトオフ条件を変えた場合の微細柱状構造の テーパー角の変化を調べた結果を表2に示す。な お,表中のテーパー角の値はライン幅0.5~0.9μm の結果の値の平均値である。ドライエッチングは 昨年度の研究にて決定した C4F8による最良エッ チング条件にて行った。



図1 現状の製造工程と開発工程の比較

表 2 から、レジスト厚 250nm、マスクスパッタ 厚 140nm の条件において 950PMMA のテーパー 角の値が 3<sup>°</sup> 程度と格段に小さくなっているが、 再現性試験を行った結果、この作製条件ではマス ク作製に失敗する場合が非常に多いことがわかっ ている。

一方で CSAR62 を用いた場合では同様のレジ スト厚、マスクスパッタ厚の条件でこれまでマス ク作製に失敗した例はほぼないことから、本研究 におけるリフトオフ法によるマスク作製条件にお いては、両者の比較という面では CSAR62 レジ ストの方が安定性に優れるものと考えている。

また,検討した条件においてレジスト厚250nm, マスクスパッタ厚 140nm 以外の条件ではテーパ 一角はおおよそ 6~8°の範囲に留まっている。

テーパー角の測定における 1~2°程度の差は形 状の測定方法や結果のばらつきを考慮すると有意 差はないものと思われる。

図 2 にレジスト厚 250nm, マスクスパッタ厚 140nm, ライン幅 0.6µm の条件における CSAR62

および950PMMAでの微細柱状構造の断面撮影結果を示す。

図 2 から微細構造の上部に残留している Niマ スク(破線で囲った部分)が確認できるが,その 断面形状が両者で異なっていることがわかる。こ れまでの検討結果から,ドライエッチング後に微 細柱状構造の上端部に残留している Niマスクの 断面形状は図 2(a)のような上に尖った三角形の ような形状が一般的であり,図 2(b)のような両 端に突起のようなものを持つ形状はこの条件に特 有のものであることがわかっている。このことは 950PMMAを用いた場合にこのマスク作製条件で 特異的に良好なテーパー角の結果が得られている ことおよびマスク作製に失敗する場合が多いこと と関連があるものと考えている。

また,上記ドライエッチング後に残留するマス ク形状の違いはそもそもマスク材スパッタ,レジ スト除去後に形成されるマスクの断面形状が違う ためであり,それは両レジストにおいて電子線照 射,現像後に形成される溝部の断面形状が異なっ ていること<sup>3)</sup>が原因として考えられる。

表1 本研究で用いた主要な装置

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)
➡ フ約 批 式 比 四	(株) 日立ハイテクノロジーズ	S4300SE
電士綠描囲装直	(電子線描画部:(株)東京テクノロジー)	(電子線描画部:Beam Draw)

#### 表2 マスク作製条件が微細柱状構造のテーパー角に与える影響

レジスト種	レジスト厚 (nm)	ドーズ量 (µC/cm <sup>2</sup> )	マスクスパッタ厚 (nm)	テーパー角 (゜)
CSAR62	250	70	140	6.0
CSAR62	500	157.5	140	7.6
CSAR62	500	157.5	350	6.7
950PMMA	250	122.7	140	3.1
950PMMA	500	192.5	140	7.9
950PMMA	500	192.5	350	6.8

#### 3.2 CHF<sub>3</sub>によるドライエッチングにおいてエッ チング条件が柱状構造形状に与える影響

CHF<sub>3</sub>を用いたドライエッチング条件について 各条件パラメータが形成される微細柱状構造のテ ーパー角やグラス発生量など<sup>2)</sup>に与える影響につ いて検討した。マスク作製は SCAR62 レジスト を用い,レジスト厚 250nm,電子線ドーズ量 70 $\mu$ C/cm<sup>2</sup>,マスクスパッタ厚 140nm の条件にて 行った。その結果について定性的にまとめたもの を表 3 に示す。表 3 の結果については、昨年度報 告<sup>2)</sup>した C4F<sub>8</sub>によるものとほぼ同一であり、 CF<sub>4</sub>の傾向とは異なるものとなっている。昨年度 までの検討で得られている結果<sup>2)</sup>と合わせてC<sub>4</sub>F<sub>8</sub>, CF<sub>4</sub>, CHF<sub>3</sub>の各エッチングガスを用いた場合にそ れぞれの最良エッチング条件によって得られた微 細柱状構造のテーパー角の結果(ライン幅 0.5~ 0.9µm の場合の平均値)をまとめたものを表4に 示す。表から得られたテーパー角の値は6~8° の範囲内にあり,エッチングガスを変えることに よるテーパー角の改善効果は明確ではないと考え られる。

表3 エッチングパラメータとエッチング結果の相関関係

	テーパー角	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	弱い正の相関	正の相関	-
Ar 流量	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	弱い負の相関
チャンバー内圧力	正の相関	弱い正の相関	弱い負の相関



(a) CSAR62

(b) 950PMMA

図 2 レジスト種の違いが微細柱状構造形状に与える影響 (レジスト厚 250nm, マスクスパッタ厚 140nm の場合)

表4 #	各エッチン・	ブガスの最適条(	件によるエ	ッチン	グ結果
------	--------	----------	-------	-----	-----

エッチングガス	テーパー角(゜)
$C_4F_8$	6.0
CF <sub>4</sub>	6.8
CHF <sub>3</sub>	7.9

#### 4. 結 言

- Siウェハー上にSiO2を堆積させた基板に対し、 リフトオフ法によって作製したNiマスクを用いた CF 系ガスによる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)リフトオフ法によるマスク作製条件が微細柱 状構造形状に与える影響を調べた結果,950 PMMA を用いた場合においてレジスト厚 250nm,マスクスパッタ厚 140nm の条件の場 合に特異的に小さなテーパー角が得られるこ とがわかったが,再現性実験の結果このマス ク作製条件ではマスク作製に失敗する場合が 非常に多いことがわかった。
- (3)一方でレジスト材として CSAR62 を用いた場 合では、上記条件でも安定的にマスク作製を

行った実績があることから、本研究における マスク作製条件では CSAR62 の方が安定性に 優れると考えられる。

 (4)ドライエッチング条件の検討については、C4F8, CF4, CHF3の各エッチングガスを用いた場合 について、これまでの検討結果に基づく最良 エッチング条件での結果を比較すると、大き な差がないことが明らかとなった。

#### 参考文献

- 小林ら,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)小林ら,工業技術研究報告書,新潟県工業技術 総合研究所, No.49, 2020, pp. 3-7.
- 3) CSAR62 レジスト技術資料, Allresist 社.

# Ⅳ 受託研究

## 飲料用新型液体容器および量産技術の研究開発

大野 宏\* 木嶋 祐太\*\* 石井 啓貴\*\*\* 本間 克美\*\*\*\* 澤田 恒輝\*\*\*\* 野﨑 拓夢\*\*\*\* 井口 大亮\*\*\*\*

Development of New Liquid Container for Beverages and Its Production Technology

OHNO Hiroshi<sup>\*</sup>, KIJIMA Yuta<sup>\*\*</sup>, ISHII Hirotaka<sup>\*\*\*</sup>, HONMA Katsumi<sup>\*\*\*\*</sup>, SAWADA Kouki<sup>\*\*\*\*</sup>, NOZAKI Hiromu<sup>\*\*\*\*</sup> and IGUCHI Daisuke<sup>\*\*\*\*</sup>

#### 1. 緒 言

国内の飲料市場において、ペットボトルや缶 入りに代表されるコーヒー、紅茶、日本茶、ジ ュースなどの飲料は、販売数量の多さもあって 激しい競争となっている。このような状況の中、 家庭で簡単・安価に香りと美味しさを楽しめる よう濃縮飲料の市場が拡大している。濃縮飲料 は消費期間が長くなるため、従来の紙容器やペ ットボトルなどの液体容器に入れた場合、開封 後の味や香りなどの品質の劣化が問題となって いる。また、海洋プラスチック問題への関心が 高まっており、プラスチック使用量を削減した 新しい容器の開発が望まれている。

(株) 悠心が開発した鮮度保持容器 PID( Pouch in Dispenser)は、その機能が認められ、 ヤマサ醤油の「鮮度の一滴<sup>1)</sup>」としてヒットし た。また、経済産業省における新市場創造型標 準化制度を活用した標準化案件として採択され た。ただ、PID は調味料用の容器としてのみ販 売を行っている。

本研究では新しい市場展開を目指し,同社の 持つ PID 技術をもとに,濃縮飲料用の新型容 器の開発とその容器の量産技術の開発に取り組 んだ。(株) 悠心は新型容器と量産装置の開発 を,当所は量産装置の画像処理による検査機能 の開発を担当した。

*	中越技術支援センター
**	研究開発センター
***	下越技術支援センター
****	(株)悠心

なお、本研究は経済産業省の戦略的基盤技術 高度化支援事業に採択され、平成 30 年度から 令和2年度までに実施したものである。

#### 2. 飲料用新型容器

PID は逆止弁機能を持つ注ぎ口を備えており, 開封後に内容物を繰り返し注ぎ出しても,使い 切るまで密封状態を保つ。内容物は空気に触れ ないため酸化せず,腐敗も低減できる。今回開 発した新型容器は図1に示すとおり,飲料を充 填した PID 内袋を紙製外容器に投入し一体化し ており,同容量のペットボトルに比べてプラス チック使用量を80%も削減できる。

また、この容器の吐出量は10ml/secである。

#### 3. 量産装置

飲料用新型容器の量産装置を図 2 に示す。製 造ラインは生産量を増やすために 2 ライン構成 とし,手作業で投入した PID 内袋は 1 列から 2 列に振り分けられ,外容器は平らな状態から箱 型へ自動で組み立てられる。この外容器に PID 内袋を投入し,2 回ヒートシールを行って完成 となる。



#### 図1 飲料用新型容器


図2 新型容器の量産装置

#### ④像処理による検査

#### 4.1 概要

量産装置において、①PID 内袋が外容器の正 しい位置に投入されたか、②2回のヒートシー ルが正しく行われたか,これらを画像処理で検 査するプログラムを開発した。

また, ヒートシール工程の検査結果を製造機 にフィードバックし,不良が発生しないようヒ ートシール条件(温度,圧力,時間)を教師あ り機械学習 2)を使い最適化する方法を検討した。 画像処理による検査は, 高解像度の工業用カメ ラを Personal Computer (PC) に接続して画像を 撮像し, 画像処理プログラムは無料のライブラ リ OpenCV を利用した。量産装置の製作には時 間がかかるため,先に簡易実験装置を作り,照 明とカメラを取り付けて画像を取得し,検査プ ログラムを開発した。

#### 4.2 PID 内袋投入時の検査

PID 内袋が外容器の正しい位置に投入されな いと,次のヒートシールで不良が発生してしま う。そのため、量産装置が PID 内袋を外容器に 投入した後,所定の位置に投入されたか画像処 理で検査するプログラムを作成した。





- (b) 判定結果
- 図3 内袋投入工程の検査



(a) ヒートシール不良



(c) 先端部のずれ 図4 ヒートシールの不良品



(b) ねじれ不良



内袋は透明なビニール製のため,照明は透過 型とし,PID 内袋の先端位置をソーベルフィル タを使って検出した。先端位置が図 3 の点線で 示す所定の範囲内にある場合は良,範囲外の場 合は不良と判定した。

#### 4.3 ヒートシールの検査

ヒートシールの検査プログラムの開発は,量 産設備の設計製作と並行して開発する必要があ るため,発生する不良をあらかじめ予測した。 図4に示すとおり,①シール不良,シールは正 しく行われたが,②先端部のねじれ不良,③先 端部のずれ,④PID内袋の飛び出しの4種類の 不良が予測され,これらについて画像処理によ る検査プログラムを開発した。不良①と②は上 からのカメラ,不良③と④は斜めからのカメラ 画像から判定した。

また,正しくシールされた良品の画像を図 5 に示す。

正しくシールされたかどうかは,図6に示す とおり適当な閾値で2値化し,中心部分の面積 の大きさから判定した。

先端部のねじれは図 7 に示すとおり,ソーベ ルフィルタでエッジを検出し,そのエッジが所 定の位置にあるかどうかで判定した。

先端部のずれは図 8 に示すとおり,照明を工 夫することで 2 つの先端部が 2 値化で検出され るため,この間隔から判定した。



図5 ヒートシールの良品





(a) 良品





(b)不良品

図6 シールの判定





(a) 良品(b) 不良品図 7 先端部のねじれの判定





図8 先端部のずれの判定

PID 内袋の飛び出しは図 9 に示すとおり,飛び出している部分を次の手順で検出した。



図9 PID 内袋の飛び出しの判定

(a)の入力画像に対し,(b)ソーベルフィルタ で検出したエッジ画像と,(c)2 値画像を求め, この 2 値画像から外容器の先端位置を求め,先 端から上に(d)のエッジがあれば,PID 内袋の飛 び出している部分になるため,これがある場合 を不良品と判定した。

なお,4.2 で述べた投入工程の検査で PID 内 袋が外容器に正しく挿入されたか検査している ため,この PID 内袋が飛び出す不良はほとんど 発生しないと考えられる。

#### 4.4 ヒートシール条件の自動調整

画像処理検査用 PC でヒートシールを検査し、 その結果は量産設備を制御する Programmable Logic Controller (PLC) に送られ不良品は排出 される。この判定結果を製造装置にフィードバ ックし、ヒートシール条件を自動で調整し、不 良品をできるだけ発生させない方法を検討した。 ヒートシール条件は、圧力、温度、時間があり、 あらかじめ不良品が発生しないように設定する。 しかし,周囲の気温が低かったり装置全体の温 度が低かったりすると不良品が発生する場合が ある。そのため、いろいろな条件でのデータを 収集し,不良品が発生する場合は圧力,温度, 時間などの条件を変更する。実際には、多くの データを取得して機械学習を行い、不良が発生 した場合は、これらの条件を変更して機械学習 で結果を予測し、不良が発生しない条件に変更 してヒートシールを行う。この機能を追加する ためには,条件の異なるデータを多く集める必 要があるため,量産装置完成後にデータ取得に

取り組む。

また,機械学習には,ロジスティック回帰, サポートベクターマシン,決定木などがあり, 実際に取得したデータで評価し,どの方法を使 うか決定する。

#### 5. 量産装置による実験

量産装置にカメラと照明を移設し、画像処理 用 PC と量産設備を制御する PLC を接続して動 作実験を行った。2 ラインのうちフロントライ ンにおいて、PID 内袋の外容器への投入時の検 査用に取り付けたカメラと照明を図 10 に、ヒ ートシールの検査用に取り付けたカメラと照明 を図 11 に示す。ヒートシールの検査では、上 からの画像と斜め 4 方向からの画像を撮像して 処理する必要があるものの、5 台のカメラを 1 台の PC で処理する場合は計算負荷がかかる。



図10 内袋の投入の検査



図 11 ヒートシールの検査

そのため, 鏡を設置して斜め 2 方向からの画像 を 1 台のカメラで撮像できるようにし, 4 枚の 画像を処理するようにした。

検査用の画像は、容器が所定の位置に達する とセンサが反応し、量産設備を制御する PLC か ら画像検査用 PC に信号が送られ、カメラが画 像を撮像する。この画像を PC が処理し、その 結果を PLC に送信する。PLC と PC の信号の送 受信では、PC に接続したデジタル入出力ユニ ットを介して行った。

カメラと照明の位置,画像処理プログラムの 画像処理範囲やパラメータを調整し,動作実験 を行った。PLC から PC に送信される画像処理 開始タイミング信号の長さなども調整し,容器 が所定の位置に到達すると画像を撮像し,その 後に画像処理を行い,不良の場合は排出される ことを確認した。

#### 6. 結 言

- (1) PID 内袋の外容器への投入位置とヒートシー ルを検査する画像処理プログラムを開発し た。
- (2) 量産設備に画像処理検査機能を取り付け, 動作することを確認した。
- (3) ヒートシールの不良が発生しないようにシール条件を自動で調整する方法を検討した。

#### 参考文献

- 1)"秘密は酸化を防ぐ新容器 70 日間,鮮度が 落ちない醤油",日経ビジネス,2009年9月 14日号,2009年,p.87.
- 2) 塚本邦尊他,"東京大学のデータサイエンティスト育成講座 ~ Python で手を動かして学ぶデータ分析",2019年,pp.197-232.

## サブ波長構造を実現するための 光学シミュレーションと凝集金属マスクの生成条件

宮口 孝司\* 菅野 明宏\* 山田 敏浩\* 小林 泰則\* 佐藤 健\*\*

Opticlal Simulation and Fabrication of Metal Agglomeration Masks for Making Subwavelength Structure

MIYAGUCHI Takashi<sup>\*</sup>, KANNO Akihiro<sup>\*</sup>, YAMADA Toshihiro<sup>\*</sup>, KOBAYASHI Yasunori<sup>\*</sup> and SATO Takeshi<sup>\*\*</sup>

#### 1. 緒 言

誘電体表面に等価屈折率を連続的に変化させ るようなある種のサブ波長構造を形成すると, 幅広い波長に渡って反射率を劇的に低下させる ことができる。これまで,液晶ディスプレイや フェイスシールドなどの平面に連続してサブ波 長構造を形成する試みなどが行われてきた。

それらの方法の一つに,任意の3次元形状の 金型表面に金属微粒子をマスクにしてドライエ ッチングすることによってサブ波長構造を形成 する方法がある<sup>1)</sup>。この方法を実現できれば, 簡便に広い面積に渡ってサブ波長構造を形成す ることができるが,金属微粒子の詳細な生成条 件については明らかにされていない。

本研究では,金型表面にサブ波長構造を形成 するための金属マスクを生成する条件を検討し た。金属マスクは,金属薄膜が高温下で自己組 織的に凝集する現象を応用した。

また,実験に先立ち,反射率を大きく低減す るために必要なサブ波長構造を構成するものと してナノ突起の形状を仮定し,必要な構造的特 徴を電磁光学シミュレーションによって探索し た。

#### 2. 光学シミュレーション

目標とする突起形状を設計・解析するために, RSoft Design Group 社の DiffractMod を使用し,

\* 研究開発センター

レーザー・ナノテク研究室

\*\* 下越技術支援センター

RCWA (Rigorous Coupled Wave Analysis) 法に よってサブ波長構造の回折効率を解析した。こ こで計算される回析効率は反射率に相当する。

図1に光学シミュレーションに用いた形状と 各パラメーターの規定値を示す。基本形状は円 錐台であり, Pを3水準400nm,500nm,600nm とし, D<sub>1</sub>を200~693nm まで変化させた場合 の回折効率を計算した。

円錐台の屈折率は 1.5, 真空の屈折率を 1 と した。円錐台はそれと同じ屈折率の平板に接し ている。計算は, 図示した円錐台の配置を単位 胞とする周期的境界条件で実施した。

光は突起の無限上方から底面が接する平面に 垂直に入射し、そこから反射する光の入射光に 対する強度比を回折効率として可視波長域 (400~800nm) に渡って求めた。



図1 光学シミュレーションに用いた形状と規定値



#### 図 2 光学シミュレーション結果の一例 P=500nm

図 2 に光学シミュレーション結果の一例とし て P=500nm の結果を示す。D<sub>1</sub> の最大値は各 P の値において,円錐台が底面を埋め尽くす最小 の径である。因みに平面の反射率は 0.04 であ る。

**D**<sub>1</sub> が大きくなると,全体的に回折効率は低下することが分かる。

また、 $D_1$ が大きくなるとピークは長波長側 にシフトする。

 $D_1$ が大きくなると回折効率は全体的に低下 するが、特定の波長  $\lambda_{lim}$ より低波長側では、回 折効率が比較的高い領域が残る。P=500, 600nm では、それぞれ  $\lambda_{lim}$ =440,520nm であり、 P=400nm では $\lambda_{lim}$ は認められない。

#### 3. 金属薄膜の凝集による微細化

#### 3.1 実験方法

金属薄膜はマグネトロンスパッタリング装置 (芝浦メカトロニクス CFS-4EP-LL) によって 成膜した。ターゲット金属の直径は ¢76mm で ある。基板には、厚さ 0.525mm の Si ウェハを ロ15mm に切断したものを用い、アセトンとコ ットンワイパで表面の汚れを拭き取った。成膜 時,基板の固定にはポリイミドテープを用いた。 金属薄膜は Ag と Ni であり、膜厚は 30、50、 70nm とした。

試料は大気中と真空中で加熱を行い,冷却後,

走査型電子顕微鏡で観察した。大気中加熱はマ ッフル炉で目標温度まで 30 分で加熱し 5 分保 持したのち炉冷した。試料は合成石英製の底が 平らなルツボに入れ塵が入らないように,合成 石英製のふたをした。目標温度は,Ag は 600℃(膜厚 50nmのみ 500℃及び 600℃)であ り,Ni は 600℃及び 900℃であった。

真空中加熱は熱インプリント装置で目標温度 までフルパワーで上昇させ、目標温度到達後、 直ちに上下のアンビル部に圧縮空気を送り冷却 した。加熱時の上下アンビル間の距離は 3mm であり、試料は φ100mm、厚さ 0.525mm の Si ウ ェハ上に置いた。目標温度は 600℃であり、昇 温時間は約 10 分、圧力は 5~10Pa であった。

#### 3.2 実験結果

図 3 に加熱した Ag 薄膜(50nm) の走査型 電子顕微鏡像を示す。下段は凝集の均一性を確 認するため,俯瞰的に観察したものである。

Ag 薄膜は、厚さ 70nm を除いていずれの条 件でも凝集した。大気中 500℃では比較的大き さの揃った直径 300nm 程度の粒子に直径 100nm 以下の粒子が混在する。大気中 600℃も 同様の傾向が認められるが、100nm 以下の粒子 の割合は少ない。膜厚 30nm では 100nm 以下の 粒子割合が多かった。粒子は観察した数十 µm の範囲に渡って均一に分布している。凝集面の



図3 加熱した Ag 薄膜(膜厚 50nm)

目視による観察では、つやのない灰色の膜で覆 われているように見える。

真空中加熱では球状化せず,アメーバ状に凝 集した。この条件では定温処理時間がなかった ことから,球状に凝集する前の過渡的な状態で 凝固した可能性がある。

Ni はいずれの条件でも凝集せず,結晶粒の 成長のみが認められた。

また条件によっては 100nm 以下の孔が生じ た。結晶粒は大気中の 900℃加熱のとき顕著で, 真空中加熱では孔の形成が顕著であった。

また, 膜厚 70nm の場合, 金属薄膜に亀裂 が生じた。

今後,生成条件を詳細に検討するためには, 画像処理による凝集粒子の直径や粒子間距離の 計測が必要である。

#### 4. 結 言

(1)サブ波長構造の基本形状とした円錐台について、光学シミュレーションの結果、周期
 P,高さHおよび上面径 D<sub>2</sub>を固定した場合、

底面径 D<sub>1</sub>が大きくなると回折効率は低下し, ピークは長波長側にシフトする。

- (2) 光学シミュレーションによれば、回折効率は、λ<sub>lim</sub>より低波長側で比較的高くなり、P=500,600nmでは、それぞれλ<sub>lim</sub>=440、520nmであり、P=400nmではλ<sub>lim</sub>は認められなかった。
- (3)Ni は本実験の条件範囲内では凝集すること はなく,結晶粒の成長のみが認められ,条 件によっては 100nm 以下の孔が形成された。
- (4) 膜厚 30, 50nm の Ag は, それぞれ 500, 600℃で凝集した。凝集は大気中, 真空中 のいずれでも生起したが, 真空中では球状 にならなかった。

#### 謝 辞

本研究は(公財)金型技術振興財団の「研究 開発助成」によって実施した研究の一部です。 ここに記して感謝の意を表します。

### 参考文献

1) 特許第 5317141 号

### 窒素含有マルテンサイト系ステンレス鋼の耐食性評価

三浦 一真\* 中津山 國雄\*\*

Evaluation of Corrosion Resistance on Nitrogen Content Martensite Stainless Steel

MIURA Kazuma\* and NAKATSUYAMA Kunio \*\*

#### 1. 緒 言

クロム (Cr) の含有率が 11~18mass% (以 後,%) で炭素 (C) を多く含み,熱処理 (焼 入れ) でマルテンサイト組織になることで硬く なるマルテンサイト系ステンレス鋼は,サブゼ ロ処理や焼戻しによって,高い強度と耐摩耗性 が付与され,一定の耐食性を有することから, 刃物・工具をはじめ,タービンブレード,軸受, ブレーキディスク,フランジ,バルブなど機 械・輸送機械分野等,幅広い分野に用いられて いるが,塩分を含む湿潤等腐食環境で使用した 場合は,孔食等の局部腐食の発生が懸念される ことから,市場からは耐食性改善に対する要求 が出ている。

我々は以前からステンレス鋼の特性を改善す るための添加元素として、炭素、ニッケル (Ni)、マンガン(Mn)と同じ強力なオース テナイト安定化元素である窒素(N)に注目し、 クロムが20%以上の高Cr系ステンレス鋼を中 心に各種ステンレス鋼を窒素ガス雰囲気で熱処 理してステンレス鋼中に窒素を固溶させるプロ セス(固相窒素吸収処理,以後、窒素吸収処理 と表記)の研究を行っている<sup>1)</sup>。

ステンレス鋼の添加元素に広く用いられる希 少金属と異なり,気体である窒素は資源的制約 がなく安定供給可能である。

また,ステンレス鋼の局部腐食である孔食を防止する元素のひとつであり,孔食指数における係数は耐孔食性に効果がある希少金属のモリ ブデン(Mo)の3倍以上であり,窒素が添加 されたステンレス鋼は耐食性に優れた性質を有 することが報告されている<sup>2)</sup>。さらに、炭素と 同じ侵入型固溶元素であり、固溶強化による硬 さの向上も期待される。

そこで、今回はマルテンサイト系ステンレス 鋼のうち、市場に最も広く用いられている代表 鋼種である 13Cr 系ステンレス鋼と呼ばれる SUS420J2 を対象に熱処理(焼入れ)に窒素吸 収処理を適用して窒素添加を行った。本報では 耐食性評価結果について報告する。

#### 2. 実験方法

#### 2.1 窒素吸収処理

用いた素材はマルテンサイト系ステンレス鋼の代表鋼種である SUS420J2 である。この素材の化学成分を表 1 に示す。サンプルは板厚 0.8mmの板材で寸法は 30×50mm である。

窒素吸収処理は(株)中津山熱処理の真空熱 処理炉を用いて行った。脱脂・真空洗浄したサ ンプルを脱ガス処理を施した炉内に設置し,窒 素大気圧雰囲気にて処理を行った。窒素吸収処 理温度は SUS420J2 の標準の焼入れ温度と同じ 1050℃(一部1070℃)とした。

保持時間は 4h を中心に 1~8h とし,所定の 保持時間に到達して窒素吸収処理の終了と同時 に窒素ガスを炉内に導入,270kPa の窒素加圧 雰囲気でサンプルを冷却し,室温まで低下させ た後にサンプルを取り出した。

窒素吸収処理後はサブゼロ処理を経て,145 ℃で2hの焼戻しを行った。

なお、比較のために窒素を添加しない条件と

<sup>\*</sup> 素材応用技術支援センター

<sup>\*\* (</sup>株)中津山熱処理

#### 表1 SUS420J2 の化学成分

化学組成(mass%)						
С	Si	Mn	Р	S	Cr	Fe
0.30	0.46	0.60	0.024	0.006	12.36	Bal.

して、アルゴン(Ar)雰囲気で処理を行った。

処理後のステンレス鋼板材の窒素分析は蛍光 X線分析装置(S8 TIGER 4kW, ブルカー・エイ エックスエス(株)製)を用いた検量線法によ って行った。

また、板材をサンプリングして、樹脂包埋後、 鏡面研磨を行い、研磨面をカリング I 液(蒸留 水、エチルアルコール、塩酸各 33ml、塩化銅 (Ⅱ) 1.5g)を用いてエッチングを行い、エッ チング面を金属顕微鏡(BX53 MRF-S(D).オリ ンパス(株)製)を用いて観察するとともに、 ビッカース硬さを測定(装置: MVK-G2, (株)ミツトヨ製)した。

#### 2.2 耐食性評価

ー連の熱処理プロセスを行ったサンプル(板材)の耐食性は,JISG0577:2014『ステンレス鋼の孔食電位測定方法』に準拠した孔食電位 測定試験とJISZ2371に準拠した塩水噴霧試験 とによって評価した。

孔食電位測定は試験溶液を 5.5% (質量分率)塩化ナトリウム溶液とした JIS G 0577-A 法とし,電気化学測定システム (HZ-5000 (北 斗電工(株)製)を用いて測定した。溶液温度 は 30℃とした。孔食電位測定試験に使用した 装置を図1に示す。

塩水噴霧試験(装置:CASS-90型,スガ試験 機(株)製)は連続で24h行い,噴霧後のサン プルを目視し,さび発生の有無を判定した。



図1 孔食電位測定装置

#### 結果および考察

図 2 に 1050℃, 4h で処理した窒素未添加の Ar 処理(a)および窒素吸収処理(b)したサンプ ル断面の金属組織写真を示す。Ar 処理(a), 窒 素吸収処理(b)ともマルテンサイト組織を示す。 両者を比較すると, (b)の組織が(a)に比べ,よ り針状を呈しているものの,不明な点も多く継 続して組織解析を行う予定である。

窒素吸収処理では、0.3%の窒素を含有して いる(Ar 処理は 0.03%)。マイクロビッカー ス硬度計にて硬さを測定したところ、Ar 処理 は 620HV(ロックウェル硬さ換算で 54HRC) に対し、窒素吸収処理したものは 740HV(ロ ックウェル硬さ換算で 62HRC)と高くなり、 窒素が添加されることで非常に硬い組織になる ことが明らかとなった。

図3に孔食電位測定結果を示す。試験開始時 に示される自然浸漬電位(腐食電位)から電位 掃引速度20mV/minで電位を上げた時のサン プルの電流値を測定して得られるアノード分極 曲線を示す。自然浸漬電位から電位を上げると, まもなく電位の変化にかかわらず電流値が一定 になる不動態域に入る。さらに電位を上げてい くと,ある電位で急激に電流値が高くなる。





(b)窒素吸収処理

図2 サンプル断面の金属組織写真

これは電極面(試験面)が局部的に激しく溶け 出して食孔が形成されるために起こるものであ り、この電流値が立ち上がる際の電位が孔食電 位であり,アノード分極曲線において,電流密 度 100µA/cm<sup>2</sup> に対応する電位を孔食電位とし て求めた。窒素未処理のアルゴン雰囲気で処理 した(a)は OV をわずかに超えた 0.02V で孔食 が発生した。窒素吸収処理によって素材に窒素 が添加されると、図3のアノード分極曲線で示 される電流値の立ち上がりの電位は貴な方向に シフトして 0.20V となり、局部腐食を示す孔食 は発生しにくくなっている。

図4に窒素吸収処理時間と得られた孔食電位 との関係を示す。●は処理温度が 1070℃,比 較のため、窒素未添加の条件である Ar 処理し た結果(図中の口)を合わせて示す。











1h. 2h の窒素吸収処理では孔食電位の値に ややばらつきがみられるが, 下限値は 1h で 0.12V、2h では 0.13V、平均値はおよそ 0.15V である。4h 以上の処理では全て 0.15V 以上で あり、平均では 0.2V に迫る値を示すことから、 窒素吸収処理によって,耐食性は大幅に向上し た。

図5は24hの塩水噴霧試験後のサンプルを示 す。窒素未添加の Ar 処理(a) では全体にさびが 発生している。1050℃, 2h の窒素吸収処理し た中で下限の孔食電位(0.13V)を示したもの (b)は、さびは加工穴や端面周辺にわずかにみ られる程度であった。4h 処理した(c)ではさび は観察されなかった。

なお, 孔食電位が 0.15V を超えるサンプルに ついては、 塩水噴霧試験によるさびは発生して いない。

孔食電位の測定及び塩水噴霧試験の結果から, 窒素吸収処理によって、汎用マルテンサイト系 ステンレス鋼である SUS420J2 の耐食性は大幅 に改善することがわかった。

当センター測定データで,オーステナイト系 ステンレス鋼の代表鋼種である SUS304 の孔食 電位はおおよそ 0.2V, フェライト系ステンレ ス鋼の代表鋼種である SUS430 は 0.1V 強であ り<sup>3)</sup>,本研究で得られた窒素含有ステンレス 鋼の耐食性は, SUS430 と SUS304 の間で窒素 吸収処理時間を長くすることで SUS304 に近い 耐食性を有することがわかった。

窒素はステンレス鋼の局部腐食の孔食を防止

する元素のひとつであり,前述の孔食指数から, 微量の添加で効果があると考えられる。窒素は 不動態皮膜中に存在し,皮膜を強固にしている か,不動態皮膜との境界付近に濃化して存在, インヒビターとして,孔食発生を抑える役目が あるなどいくつかのメカニズムが提案されてい る<sup>4</sup>。今後,不動態皮膜を中心に表面及び深さ プロファイルを詳細に分析して,窒素の効果に ついて研究する必要があり,これについては今 後の研究課題(テーマ)と考える。

#### 4. 結 言

- (1)本開発の窒素吸収処理技術によって、素材
   中に窒素が 0.3%添加される。硬さは 700
   HV(60HRC)を超え、窒素未添加のものに
   比べ、約 20%高い。
- (2)耐食性を評価したところ、孔食電位は通常の焼入れを想定した Ar 処理の 0.02V から 0.20V に上昇した。Ar 処理では 24h の塩水 噴霧試験で噴霧面全域にさびが発生するが、

窒素吸収処理でさびは低減し,孔食電位が 0.20V を示したものはさびは観察されなかっ たことによって,汎用マルテンサイト系ステ ンレス鋼である SUS420J2 の耐食性は窒素の 添加で大幅に大幅に向上することが明らかに なった。

#### 参考文献

- 三浦一真,林成実,中川昌幸,岡田英樹, 中津山國雄,"窒素含有ステンレス鋼の耐孔 食性に及ぼす微量元素の影響",日本金属学 会誌, Vol.79, No.7, 2015, pp.376-383.
- 三浦一真,"窒素含有ステンレス鋼",金属, Vol.86, No.9, 2016, pp.47-53.
- 三浦一真,小林泰則,内藤隆之,"窒素吸収 処理ステンレス鋼の開発",工業技術研究報 告書,No.38, 2009, pp.39-44.
- 4)馬場晴雄,片田康行,木村秀夫,"オーステ ナイト系ステンレス鋼のすきま腐食と再不動 態化に及ぼす窒素の影響",日本金属学会誌, Vol.71, No.7, 2007, pp.570-577.

### 折りたたみ式宅配ボックスの強度確認試験

柳 和彦\*

#### Strength Confirmation Test of Foldable Delivery Box

#### YANAGI Kazuhiko\*

#### 1. 緒 言

近年ネットショッピングなどによる宅配機会 の増大によって、いわゆる「宅配ボックス」の 需要が高まっている。

新しく開発されたステンレス板金による折り たたみ式宅配ボックス(図1)について,耐荷 重試験や耐久性試験の相談を受けた。

折りたたみ式の宅配ボックスについては製品 規格が確認できず,製造者においても製品が破 壊する最大荷重が把握されていないなど,根拠 を持った耐荷重設定がされていない状況であっ た。そこで圧縮荷重を中心とした耐荷重試験お よび繰り返し荷重試験を実施し,実用的な製品 強度の確認を試みた。

まず圧縮試験を実施し,最大試験力や変形の 挙動を確認し,製品の耐荷重を設定した。次に 設定された耐荷重値による繰り返し荷重試験を 実施し,外観の観察,折りたたみに伴う摺動の 異常の有無を観察した。



図1 折りたたみ式宅配ボックス

\* 県央技術支援センター

#### 2. 試験内容

#### 2.1 圧縮試験

第一回試験品の底板に圧縮荷重を加え,最大 試験力と変形の挙動を観察した(図2)。

試験は万能材料試験機(インストロンジャパ ンカンパニイリミテッド製5582)を用い,試験 速度はクロスヘッド変位速度10mm/min,変位 はクロスヘッド移動量とした。



図2 圧縮試験の様子





図4 破損個所の一部

その結果, 試験力 1.03kN(約 105kgf)で一 旦降伏し, その後 1.38kN(約 141kgf)で再度 降伏した(図 3)。再度降伏した時点で試験を 終了し, 試験品の状態を観察すると前板下部の 溶接部が複数箇所破損していることが確認でき た(図 4)。

試験力が降伏した時点で,各溶接箇所が破損 した可能性が示唆された。

第一回試験品の破損箇所を改良した第二回試 験品を,再度圧縮試験に供した。

試験中に試験力の降伏は確認されなかったため,変位量 30mm 時点で試験を終了した。

試験力 2kN(約 204kgf)を超えるまで線図 に変化は見られず,以降も極端な変化は確認で きなかった(図 5)。

この結果を基に、製造者によって製品の耐荷 重は 0.59kN(約 60kgf)と設定された。



図5 圧縮試験[第二回]試験力-変位線図

#### 2.2 繰り返し荷重試験

本製品を繰り返し使用することで懸念される 点に

・フタ部や折りたたみ部など摺動部の劣化

・外観の変化(変形,残留するたわみ等) が挙げられる。

そこで家具強度試験機(さくら工業製 AB-30)を用い,圧縮試験で設定された耐荷重値に よる繰り返し荷重試験を実施した(図 6)。

試験品を組み立て,底板に 0.59kN(約 60kgf)の圧縮荷重を 10 秒間負荷する。負荷は エアシリンダーを用い,10 秒間負荷した後に 10 秒間の間隔を空ける。この操作を 500 回繰り 返した。

試験操作0回,100回,200回,300回,400回,500回毎に

・フタの引き上げに要する力

・折りたたみ部の引き出しに要する力 をデジタルフォースゲージ(イマダ製 ZP-500N)で測定した(図 7 および図 8)。同時に 外観の変化,たわみなどを観察した。



図6 繰り返し荷重試験の様子



図7 フタ部の引き上げ力の測定

表1 フタ部の引き上げ力の測定

試験操作回数	[N]
0 回	26.7
100 回	24.9
200 回	26.3
300 回	25.3
400 回	26.0
500 回	26.5



図8 折りたたみ部の引き出し力の測定

#### 表2 折りたたみ部の引き出し力の測定

試験操作回数	[N]
0回	5.9
100 回	6.2
200 回	5.9
300 回	6.8
400 回	6.9
500 回	6.7

結果,フタの引き上げに要する力,折りたた み部の引き出しに要する力とも,著しい変化は 確認できなかった(表1および表2)。

また外観の異常,たわみの残留も確認できな かった。

#### 3. 結 言

- (1)本研究によって試験品の耐荷重を確認する とともに、本製品の仕様を決定し、販売に至 った。
- (2) 製品規格が無い製品に対し,所有する試験 機器,様々な試験研究の知見・蓄積によっ て対応することができた。
- (3)耐荷重は一般的に製品の強度を安全率で除した値とされることが多い。強度は強度試験や計算で得られる結果を用い、安全率は製品に加わる荷重の種類や強度のばらつきの大きさ等によって統計的・経験的に決定される。このように製品の最大荷重は耐荷重とはされない。また材質、製品の使用目的や使用方法、品質によっても安全率は変化する。

# V 実用研究·小規模研究

### ディープラーニングによる鋼の結晶粒度の測定

斎藤 雄治\*

Measurement of Steel Apparent Grain Size using Deeplearning

#### SAITO Yuji\*

#### 抄 録

ディープラーニングによる画像認識を用いた鋼の結晶粒度の測定方法を提案した。データセット に用いた任意の粒度番号に対する組織画像は,顕微鏡観察で得られた組織画像を種々のサイズにトリ ミングして作成した。データセットを Keras の VGG16 モデルで学習・検証した結果,検証データに 対して 94%以上の高い正解率が得られた。さらに,学習に用いていない組織画像を学習終了後のモ デルで推論した結果,推論値は JIS の比較法・切断法による測定値とほぼ一致した。

#### 1. 緒 言

鋼材などの金属材料の多くは無数の結晶粒か らできている。同じ金属材料においても熱処理 などによって結晶粒の大きさすなわち結晶粒度 が変化すると、材料の機械的性質も変化する。 このため、結晶粒度は材料の機械的性質を推測 する重要な手掛かりになる。

さて,鋼の結晶粒度の評価方法として,JIS G 0551 (2020) 鋼ー結晶粒度の顕微鏡試験方 法<sup>1)</sup> (以下,JIS と呼ぶ)がある。この規格で は,試料を結晶粒界が明瞭になるようにエッチ ングした後,顕微鏡観察で得られる組織画像か ら,次式(1)で定義される粒度番号Gを求める 方法を規定している。

 $m = 8 \times 2^G \qquad \cdots \qquad (1)$ 

ここで, *m*は観察面の 1mm<sup>2</sup> あたりの平均結 晶粒数を表す。

式(1)の粒度番号*G*を求める方法として, J ISでは次のア〜ウを規定している。

- ア 結晶粒度標準図との比較による方法(比較法)
- \* 中越技術支援センター

- イ 単位面積当たりの結晶粒数を計数する方 法
- ウ 試験線 1mm 当たりの捕捉する結晶粒数 又は交点の数を計数する方法(切断法)

作業者がこれらの方法から粒度番号を求める 場合,アは迅速に求まるが結果にばらつきを生 じやすく,イとウは正確に求まるが計数に時間 を要する。このため最近では,省力化や個人誤 差の少ない測定を目的として,市販のアプリケ ーションを利用した測定も行われている。

一方,現在では画像処理やディープラーニン グの画像認識をするための無償ツールの利用も 盛んである。本研究所においてもツールを用い た金属破断面や金属組織の画像分類<sup>2),3)</sup>などの 実施例がある。

本研究では、ディープラーニングの画像認識 のツールを用いて鋼の結晶粒度の測定を行った。 はじめにデータセットとなる種々の粒度番号に 対する組織画像をトリミングによって作成し、 次にデータセットをディープラーニングのモデ ルで学習させた。さらに、学習終了後のモデル で学習に用いていない組織画像の粒度番号を推 論させて, JIS の方法による測定結果と比較した。本稿ではこれらの内容について報告する。

#### 2. データセットの作成方法

2.1 種々の粒度番号に対する組織画像の作成

ここでは、粒度番号*G*が既知の試料の金属組 織を倍率*T*,サイズ*x*×*y*(横方向×縦方向) で多数枚撮影した画像について考える。

これらの画像を倍率 100 倍の画像として見た ときの見かけの粒度番号を  $G_0$  とすると,  $G_0$ は JIS の式 (3) において $M = G_0$ , g = T と置 くことによって次式で表せる。

 $G_0 = G - 6.64\log(T/100)$  … (2) これによって,撮影した画像を粒度番号  $G_0$ , サイズ  $x \times y$ の画像として扱うことができる。

ここで、画像のサイズxおよびyは式(1)の $\sqrt{m}$ と比例関係にあると仮定して、粒度番号

 $G_0$ , サイズ $x \times y$ の画像をトリミングして任 意の粒度番号  $G_1$ , サイズ $x_1 \times y_1$ の画像を作成 する。

なお, トリミングの際, *x* と*y* の比率は変え ないこととする。

式 (1) において,  $G_0$  および  $G_1$  に対するmをそれぞれ  $m_0$  および  $m_1$  とすると,次式が成 り立つ。

 $x_1: \sqrt{m_1} = x: \sqrt{m_0} \qquad \cdots \quad (3-1)$ 

 $y_1: \sqrt{m_1} = y: \sqrt{m_0} \qquad \cdots (3-2)$ 

これに,式(1)の関係を代入して整理すると

 $x_1 = \sqrt{m_1/m_0} x = 2^{(G_1 - G_0)/2} x \quad \cdots \quad (4-1)$ 

 $y_1 = \sqrt{m_1/m_0} y = 2^{(G_1 - G_0)/2} y \quad \cdots \quad (4-2)$ 

を得る。式 (4-1), (4-2) から, 種々の粒度番 号  $G_1$  に相当する画像のトリミングサイズ $x_1 \times y_1$ を求めることができる。

#### 2.2 試料の粒度番号

2.1 節の方法で任意の粒度番号  $G_1$  に相当する組織画像のトリミングサイズ $x_1 \times y_1$ を決定するには、あらかじめ試料の粒度番号Gを求める必要がある。

このため本研究では、表1に示す試料A、B

表1 試料

試料	熱処理
А	850℃×15 分保持後油冷
В	850℃×15 分保持後油冷 +600℃×1 時間保持後水冷



(a) 試料 A



#### (b) 試料 B

図1 粒度番号を測定した組織画像の一例

について撮影した組織画像を用いて, JIS の比 較法および切断法によって粒度番号を測定した。 表1に示す試料はいずれも直径 19mm× 長さ2 0mm の機械構造用合金鋼 SCM435 である。

組織画像は, 試料の断面を鏡面研磨して(株) 山本科学工具研究社製 AGS エッチング液で結 晶粒界を現出してから, 金属顕微鏡を用いて倍 率 500 倍で撮影した。金属顕微鏡にはオリンパ ス(株) 製 BX53MRF-S(D)を用いた。

表2 試料の粒度番号

試料	比較法	切断法
А	9.6±0.5	9.4
В	10.0±0.9	9.8

撮影した組織画像の一例を図1に示す。(a) の試料Aは基地組織の腐食が少なく結晶粒界が 明瞭に認められるが,(b)の試料Bは基地組織 が腐食され結晶粒界が不明瞭になっている。

試料A, Bの組織画像から求めた粒度番号を 表2に示す。ここで、比較法は10視野の平均値 とその95%信頼限界(t分布),切断法は5視 野の平均値である。これらの結果のうち、本研 究では切断法から得られた粒度番号を2.1節の 粒度番号Gとして画像のトリミングサイズを決 定した。

なお、切断法の粒度番号は画像処理<sup>4)</sup>によっ

て求めた。

#### 2.3 データセット

2.2 節の試料A, Bについて, 倍率T = 200倍で 100 枚の組織画像(画像サイズ $x \times y = 19$ 20×1440)を撮影した。それらを 2.1 節の方法 でトリミングして, 粒度番号  $G_1 = 2.0 \sim 7.0$ (0.5 刻み, 11種類)に相当する組織画像を得 た。トリミング後の試料A, Bの組織画像の一 例を図 2 に示す。ここで, 画像の一片の長さを 105mmにすると実際の画像の大きさとなる。

このような画像から,次に示す a ~ c のデー タセットを作成した。

- a:試料Aの画像(11種類×100枚=1100枚)
- b:試料Bの画像(11種類×100枚=1100枚)
- c:試料AとBの画像(11種類×200枚=2200 枚)



(a) 試料A(左: 粒度番号 7.0,中: 粒度番号 5.0,右: 粒度番号 3.0)



(b) 試料B(左: 粒度番号 7.0, 中: 粒度番号 5.0, 右: 粒度番号 3.0)

図2 トリミング後の組織画像の一例

ここで,データセットaは結晶粒界が明瞭な 画像,bは結晶粒界が不明瞭な画像,cは結晶 粒界が明瞭な画像と不明瞭な画像の組み合わせ となる。

なお、データセットの画像については正方形 にトリミングおよび画像サイズを 224 × 224 に 変更後、3節の学習と検証に用いた。

#### 3. ディープラーニングによる学習と検証

2.3 節のデータセットa, bおよび c につい て, ニューラルネットワークのライブラリであ るKeras<sup>5)</sup>の VGG16<sup>6)</sup> というモデルで表 3 の条件 によって学習・検証した。データセットにおい て, 学習データと検証データの比率は8:2と した。以下では, データセットa, bおよび c で学習したモデルをそれぞれモデル①, ②およ び③と呼ぶ。

図3に,各モデルの学習曲線を示す。図には 学習データおよび検証データについて,学習回 数に対する正解率を示した。図3(a)のモデル① は少ない学習回数で高い正解率が得られている が,図3(b)のモデル②は学習回数を多くしても 高い正解率が得られにくく,図3(c)のモデル③ はモデル①と②の中間の正解率となっているこ とが分かる。これによって,結晶粒界が明瞭な 画像からなるデータセットのほうが結晶粒の

モデル	VGG16(Imagenet 学習済み)
学习十计	ファインチューニング
子首万法	(最後の畳込み層以降を学習)
入力画像サイズ	224×224
プーリング	Maxpooling
活性化関数	Relu, Softmax
最適化アルゴリズム	Adam
誤差関数	多クラス交差エントロピ
よ当冬	5×10-5:学習回数 100 まで
子賀平	1×10-6:学習回数 101 以降
ドロップアウト率	0.5
バッチサイズ	32
学習回数	150
学習用画像の水増し	チャンネルシフト

表3 学習・検証の条件





図4 粒度番号に対する検証データの正解率

表 4	各モデルから得られた試料の粒度番
	号の推論値

試料	モデル①	モデル②	モデル③
А	$9.4 \pm 0.6$	$9.3 \pm 0.6$	9.4±0.6
В	10.6±1.0	$10.2 \pm 0.8$	10.2±0.8

大きさの違いをよく学習していることが推察される。学習終了後の検証データの正解率は、モ デル①は99%、モデル②は94%、モデル③は97 %となった。

ここで、学習終了後の検証データの正解率を 粒度番号に対してプロットした結果を図4に示 す。各結晶番号に対して、図4(a)のモデル①は 95%以上、図4(b)のモデル②は85%以上、図4 (c)のモデル③は92.5%以上の正解率が得られ ていることが分かる。

#### 4. ディープラーニングによる粒度番号の推論

2.2 節で粒度番号の測定に用いた組織画像( 倍率 500 倍,各試料につき10枚)について,正 方形にトリミングおよび 224 × 224 にリサイズ 後,学習終了後のモデルで粒度番号を推論した。

表4に結果を示す。表において, 記号±の前 後の数値は推論値の平均値とその95%信頼限界 (t分布)を表す。表4のモデル①~③の推論 値は,表2に示した JIS の比較法および切断法 による測定値とほぼ一致していることが分かる。

なお,モデル①~③の推論で得られる結果は 倍率 100 倍の画像に対する値であるため,倍率 500 倍の画像に対しては,モデルから得られた 推論値に JIS による修正値 4.6 を加えている。

また、本報告書の結果については当研究所の ホームページに掲載している<sup>7),8)</sup>。

#### 5. 結 言

- (1) 組織画像を種々のサイズにトリミングして
   任意の粒度番号に対する組織画像を作成す
   る方法を示した。
- (2) 上記 (1) の方法から作成したデータセット に対して、 Keras の VGG16 モデルで学習

・検証した結果、検証データに対して94%
 以上の高い正解率が得られた。

(3) 上記(2)のモデルによる推論結果は,JIS の比較法および切断法による測定結果とほ ぼ一致した。

#### 参考文献

- 日本規格協会, JIS G0551 (2020) 鋼-結晶 粒度の顕微鏡試験方法.
- 福嶋祐一,石澤賢太,樋口智,斎藤雄治,大 野宏, "ディープラーニングによる金属破断 面観察画像の分類",工業技術研究報告書, 49,2020, pp.37-41.
- http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/R2/2kin3

   html,ディープラーニングによる金属組織
   画像認識「新潟県工業技術総合研究所ホーム
   ページ」,2021年2月4日.
- 4) http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/R2/2kin16.ht
   ml, 画像処理による鋼の結晶粒度の測定に

ついて「新潟県工業技術総合研究所ホーム ページ」, 2021年2月4日.

- 5) https://keras.io/ja/#keras, 「Keras Document」, 2021年2月4日.
- 6) https://arxiv.org/pdf/1409.1556.pdf, K.Simonyan and A.Zisserman, "Very Deep Convolutional N etworks for Large-Scale Image Recognition", *International Conference on Learning Representat ion*, 2015, 2021年2月4日.
- 7) http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/R2/2kin19. ht ml,ディープラーニングによる金属組織の 結晶粒度の評価「新潟県工業技術総合研究所 ホームページ」,2021年2月4日.
- 8) http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/R2/2kin26.ht ml,ディープラーニングによる鋼の結晶粒 度の測定「新潟県工業技術総合研究所ホーム ページ」,2021年2月4日.

### EMC 技術の高度化に関する研究 - 不要放射ノイズが増大する主要因の調査-

福嶋 祐一\* 石澤 賢太\*

Study for Advanced Expertise of EMC Technology -Investigation of Main Factors Increasing Unintentional Radiated Emission-

#### FUKUSHIMA Yuichi\* and ISHIZAWA Kenta\*

#### 抄 録

基板に起因した不要放射ノイズが発生する場合,その基板にはいくつかの特徴がある。こうした特徴を再現した基板を製作し,その不要放射ノイズ測定を試みた。信号線が基板内層を横断したり,電源層もしくはグラウンド層にできたスリットをまたいだりすることで,大きな不要放射ノイズにつながることを実験的に確認した。

#### 1. 緒 言

当支援センターに設置されている 10m 電波 暗室(登録)は、広く県内企業から利用されて いる。VCCIの技術基準<sup>1)</sup>をはじめとした国内 外の EMC 規格に基づいた評価が可能で、中で も不要放射ノイズ測定の利用が多い。

製品から発生する不要放射ノイズが規格を満 たさない場合,製品で使用されている基板には 不要放射ノイズの発生原因となる特徴的な基板 設計が共通して見られる。

そこで本報告では、それらの特徴を再現した 基板をいくつか製作し、不要放射ノイズを測定 した。さらに、不要放射ノイズが理論上発生し にくい基板の測定結果と比較を行い、不要放射 ノイズ増大につながる基板仕様について示す。

#### 2. 理想基板と不要放射ノイズ増大モデル

#### 2.1 理想的な基板仕様

多層基板における信号線は、図1(a)に示すよ うな断面構造を持つマイクロストリップ伝送線 路である。信号線に電流(以下,信号電流)が

\* 中越技術支援センター

流れると図1(b)のように磁界と電界が発生する。 電界は基準プレーン層となる内層のグラウンド 層もしくは電源層に向かって形成され,信号電





図1 マイクロストリップ伝送線路

流と逆向きの電流(以下,リターン電流)を基 準プレーン層に生成する。これを回路全体で見 ると,信号電流とリターン電流による閉回路が 図1(c)のように形成されているように見ること ができる。理想的なマイクロストリップ伝送線 路であれば,信号電流がすべてリターン電流と なり,外に漏れ出ないため,不要放射ノイズは 発生しない。 そのためマイクロストリップ伝送線路は,多 層基板において理想的な基板仕様と言える。

#### 2.2 不要放射ノイズ増大モデル

表1に理想的な基板および不要放射ノイズが 大きい場合に共通して見られる基板仕様の代表 的なモデルを示す。ここで基板の層構成は,信 号層1-グラウンド層-電源層-信号層2の4 層基板とする。

基板 モデル No.	モデルの詳細	リターン電流の経路
1	<ul> <li>・信号層1のみにマイクロストリップ 伝送線路が形成された基板モデル。</li> <li>・信号電流がすべてリターン電流となり,不要放射ノイズが発生しない。</li> </ul>	1Cなどの 電子デバイス 信号暦1 
2	<ul> <li>・部品配置の都合などによって信号線が内層を横断する状態を模擬した基板モデル。</li> <li>・内層を横断する部分でリターン電流の経路が分断されるため、リターン電流が不連続となる。帰還できない電流が不要放射ノイズ増大につながると考えられる。</li> </ul>	ICoz どの
3	<ul> <li>アナログ回路とデジタル回路のグラ ウンドを区分けするなどのために設 けたスリット上に,信号線が配線さ れた状態を模擬した基板モデル。</li> <li>グラウンド層にできたスリットによ って,リターン電流の経路が分断さ れ,不連続となる。帰還できない電 流が不要放射ノイズ増大につながる と考えられる。</li> </ul>	ICなどの 電子デバイス 信号線 負荷 ↑ ↑ ↑ ↑ ↑ ↑ ↑ ↑ ↑ ↑
4	<ul> <li>・電源層に設けた複数の電源を区分け するために作られたスリット上に, 信号線が配線された状態を模擬した 基板モデル。</li> <li>・内層を横断している部分,スリット 部分でリターン電流が分断され,不 連続となる。帰還できない電流が不 要放射ノイズ増大につながると考え られる。</li> </ul>	10などの 電子デバイス 信号線

表 1 理想基板モデルと不要放射ノイズ増大モデル(4層基板)

基板モデル No.1 は 2.1 で述べたような理想 的な基板で、リターン電流が正しく帰還するノ ーマルモード伝送を形成した、不要放射ノイズ が小さいモデルである。



#### 図2 基板モデル No.1の基板外観図



#### 図3 基板モデル No.2の基板外観図



#### 図4 基板モデル No.3の基板外観図



図5 基板モデル No.4の基板外観図

これに対し, 基板モデル No.2, 3, 4 は, 不 要放射ノイズが大きい場合に共通して見られる 基板仕様をモデル化したものである。いずれも, リターン電流が不連続となるため, リターン電 流が信号源に帰還しない。こうした電流は迷走 電流と呼ばれ, ノーマルモード伝送を逸脱し, コモンモード伝送に変換され, 基板内を迷走す ることによって空間へと放射される。このよう にして, リターン電流の不連続は, 不要放射ノ イズ増大につながっていると考えられる。

#### 3. 基板仕様および測定方法

今回は、2 章で述べたマイクロストリップ伝 送線路を信号層 1 のみに配線し理想状態に近づ けた基板(基板モデル No.1)および不要放射ノ イズが大きい場合に共通して見られる基板仕様 (基板モデル No.2, 3, 4)の不要放射ノイズを 測定し比較する。

#### 3.1 基板仕様



#### 3.2 測定方法

本調査では、図6に示す測定系において、不 要放射ノイズの最大値を周波数 30 ~ 1000 MHz の範囲で測定し、比較した。基板モデル からの不要放射ノイズの測定方法は VCCI の技 術基準<sup>1)</sup>に準拠した。基板モデルは 0.8 m の高 さに設置し、その部品実装面が受信アンテナと 正対するように固定した。測定距離は、基板モ デルと受信アンテナの基準点との間が3mになるように設定した。

#### 4. 測定結果および考察

表2に各基板モデルの不要放射ノイズ測定結 果を示す。理想状態に近い基板モデル No.1 の 不要放射ノイズが最も小さかった。信号線が内 層を横断している基板モデル No.2 は,基板モ

基板 不要放射ノイズ (30~1000 MHz) モデル No. 水平偏波 垂直偏波 <u>19</u> (19)(2) 50 50 充满原 信号演2 40 40 40 ((W/A r/) 80 80 (dB (,u Y/m) 1 a 20 a 20 10 10 0 + 0 100 Frequency (MHz) 100 Frequency (MHz) 60 60  $\square$ 8.9 信升度 50 8010年) ダラウン 電源環 値号版2 50 40 40 40 ((m/) 17) 89) ( {W/A, IY) (II) 30 2 a 20 a 20 10 10 100 Frequency (MHz) 100 Frequency (MHz) 0 0 60 60 信号版 50 50 电波度 信号版2 40 40 ( (III / // //) 30 82 ें 30 इ 3 \$ 20 eve 20 10 10 0 +-10 -----0 ± 100 Frequency (MHz) 100 Frequency (WHz) 60 信号谱: 50 50 ダラウ: 電源港 信号漂2 ((\\/\n)) 80 8 30 4 a 20 e 20 10 - + + + 0 ‡ 10 0 ↓ 10 100 Frequency (MHz) 100 Frequency (MHz)

表2 各基板モデルの不要放射ノイズ測定結果

デル No.1 に比べ, 60~400 MHz 付近で不要放 射ノイズが増大した。信号線がグラウンド層に あるスリットをまたいでいる基板モデル No.3 は,基板モデル No.1 に比べ,全域で不要放射 ノイズが増大した。信号線が電源層にあるスリ ットをまたいでいる基板モデル No.4 も,全域 で不要放射ノイズが増大した。

基板モデル No.2, 3, 4 については, 基板モ デル No.1 に対して, 大きな不要放射ノイズが 確認された。これは2章で想定していたとおり, リターン電流が不連続になることで, 不要放射 ノイズ増大につながった。

#### 5. 結 言

(1)理想状態に近い基板モデルおよび不要放射 ノイズが大きい場合に共通して見かける基 板モデルにおいて,不要放射ノイズ測定を 行った。

- (2)マイクロストリップ伝送線路構造の信号線 を信号層1にのみ配線した理想状態に近い 基板モデルが最も不要放射ノイズが小さか った。
- (3)信号線が内層を横断する場合、その部分で リターン電流が不連続となり、不要放射ノ イズが増大する。
- (4)電源層およびグラウンド層にあるスリット を信号線がまたぐ場合、その部分でリター ン電流が不連続となり、不要放射ノイズが 増大する。
- (5) 基板設計を行う際には、今回示した不要放 射ノイズ増大モデルを避けて設計すべきで ある。

#### 参考文献

1) (一財) VCCI 協会, "VCCI 技術基準 VCCI-CISPR32:2016", 2016.

### EMC 技術の高度化に関する研究 -1~6 GHz 帯の放射電界強度測定における電波暗室の相関-

福嶋 祐一\* 石澤 賢太\*

Study for Advanced Expertise of EMC Technology

-Site Correlation Comparison of Anechoic Chambers for Radiated Emission Measurement on 1 - 6 GHz Band-

FUKUSHIMA Yuichi\* and ISHIZAWA Kenta\*

#### 1. 緒 言

中越技術支援センターの設備である 10 m 電 波暗室(登録)は、令和元年 7 月から供用を 始めており、製造業を中心に広く県内企業に利 用されている。この電波暗室は測定距離 10 m での放射電界強度測定が可能で、下越技術支援 センターに設置されている 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。

企業の製品開発において,双方の電波暗室を 利用することが想定されるため,これらの相関 関係を示すことは利用者にとって有益である。 令和元年度は,両電波暗室において,周波数 1 GHz以下の放射電界強度測定値の相関関係を 調査し,良好な結果が得られることを示した<sup>1)</sup>。

今年度は、周波数 1 GHz 超において、主要 な EMC 規格が適用される 1~6 GHz 帯で放射 電界強度測定値の相関を調査した内容について 報告する。

#### 2. 対象とする電波暗室の概要

表1に両電波暗室の主要諸元を示す。1~6 GHz 帯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 性を表すサイト電圧定在波比(Site Voltage Standing Wave Ratio:以下, SvswR)特性である。

水   电水咱主の主安語儿					
	3m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 $\sim$ 18 GHz	9 kHz $\sim$ 18 GHz			
S <sub>VSWR</sub> の 許容範囲	6 dB	6 dB			
ターン テーブル	直径:1.5 m 耐荷重:0.5 t	直径:3m, 5m 耐荷重:5t			

表 1 電波暗室の主要諸元

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、 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た め、国際規格<sup>2)</sup>によって 6 dB の許容範囲が定 められている。

#### 3. 調査方法

本調査では図1に示す測定系において放射電 界強度の最大値と平均値を VCCI-CISPR32<sup>3)</sup>の 測定法に基づき両電波暗室で測定した。図2に 示すように,放射源として送信アンテナ

(Schwarzbeck 製 BBHA9120D) および信号発生 器(Keysight 製 N5171B)を用いた。送信アン テナは,開口面中心がターンテーブル中心,か つ,金属大地面からの高さが 0.8 m となるよう

<sup>\*</sup> 中越技術支援センター



図 1 測定系



図 2 放射源(送信アンテナ+信号発生器)

に設置した。ケーブルの取り回しなどの条件は, 両電波暗室で同一となるように配置した。信号 発生器の出力レベルを-30 dBm で一定とし, 0.5 GHz間隔で測定を行った。

#### 4. 調査結果

図3および図4に両電波暗室の放射電界強度 測定値の差分を示す。最大値と平均値ともに同 様な傾向を示しており,最大の差分は4.5 dB (垂直偏波,平均値)であった。これは, Svswrの許容範囲である6 dB 以内であった。

#### 5. 結 言

(1) 1~6 GHz 帯における放射電界強度測定に 関して,電波暗室間の相関調査を行った。



図 3 放射電界強度測定値の差分(水平偏波)



図 4 放射電界強度測定値の差分(垂直偏波)

(2) 1~6 GHz 帯における放射電界強度測定値
 の差分は最大で 4.5 dB であった。S<sub>VSWR</sub>の
 許容範囲である 6 dB 以内であり、良好な
 相関を示した。

#### 参考文献

- 石澤賢太ほか, "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",工業技 術研究報告書, No.49, 2020, pp.35-36.
- IEC, "CISPR16-1-4 ed4.1, Radio disturbance and immunity measuring apparatus - Antennas and test sites for radiated disturbance measurements", 2020.
- 3) (一財) VCCI 協会, "VCCI 技術基準 VCCI-CISPR32:2016", 2016.

### デジタル写真測量法による 三次元形状の評価技術に関する研究

高橋 靖\*, 中部 昇\*, 白川 正登\*, 樋口 智\* 本田 崇\*, 大川原 真\*, 福田 拓哉\*

Research on 3D Shape Evaluation Technology by Digital Photogrammetry

TAKAHASHI Yasushi<sup>\*</sup>, NAKABE noboru<sup>\*</sup>, SHIRAKAWA Masato<sup>\*</sup>, HIGUCHI Satoru<sup>\*</sup> HONDA Takashi<sup>\*</sup>, OHKAWARA Makoto<sup>\*</sup>, and FUKUDA Takuya<sup>\*</sup>

#### 1. 緒 言

大型の部品や製品の寸法,幾何公差などの精 度管理は,大型になるほど測定機器も大掛かり で高価となるため,製造現場では対応が困難と なる。

デジタル写真測量法は,SfM (Structure from Motion) と同義であり、写真測量の技術と、コ ンピュータビジョンから発展したステレオビ ジョン, MVS (Multi View Stereo) を組み合わ せ, 複数のデジタル写真画像から, カメラの位 置・姿勢と,対象物の三次元形状を推定・復元 する技術である。近年, 演算装置の性能向上に よって,比較的容易に三次元形状データを取得 できるようになったため<sup>1)</sup>,土木建築分野にお ける測量や文化財のデジタルアーカイブなど, 様々な分野で用いられるようになってきている。 この技術の最大のメリットは、あらかじめキャ リブレーションされたデジタルカメラで対象物 を撮影すれば、対象物の大きさによらず、比較 的容易に三次元形状データを取得できる点にあ る。この技術によって取得した三次元形状デー タを形状評価に応用することができれば、大型 製品の精度管理を容易に実現できる可能性があ る。

そこで本研究では、デジタル写真測量法によ り三次元形状データを取得し、その寸法と角度 が、どの程度の精度で評価できるかについて検 討した。

\* 下越技術支援センター

#### 2. 測定サンプルおよび試験方法

#### 2.1 測定サンプル

図 1,2 および表1に示すように、大きさの 異なる2種類の M ブロックを測定サンプルとし た。サンプルの寸法および角度は、別途、三次 元測定機(Carl Zeiss 製 UPMC 550 CARAT)で 測定し、その値を形状評価の基準値とした。



図1 測定サンプルの外観



#### 図2 測定サンプルの形状

#### 表1 測定サンプルの大まかな寸法と角度

	寸法 (mm)		角度 (deg)			
	А	В	С	D	Е	F
Mブロック小	75	36	24	90	90	90
Mブロック大	300	200	100	60	30	90

#### 2.2 試験機器

形状取得に用いた試験機器を表2に示す。 また写真撮影のため,図3に示すように照明 (蛍光灯,LED),回転テーブルなどからなる 撮影装置を製作し,回転テーブルを駆動するス テッピングモータ,デジタルカメラのユーティ リティソフトウェア,RPA ソフトウェアなどを 組み合わせた簡易自動撮影システムを構築した。

カメラ	Canon EOS Kiss X7
レンズ	Canon EF-S24mm F2.8 STM
パソコン	CPU Intel Core i5, RAM 16GB
	GPU Geforce RTX 1070(VRAM8MB)
	OS Windows 10 Pro
SfM ソフト	Agisoft Metashape Standard
検査ソフト	GOM Inspect

表 2 試験機器

図3 簡易自動撮影システム

#### 2.3 基準尺

今回,三次元点群データ構築に使用した SfM ソフトウェア(Agisoft 製 Metashape Standard) は安価であるが,基準点を設定した絶対標定が できないため,正確な長さの絶対値を与えるこ とができない。そのため本研究では,長さの基 準を与えるために,基準球 3 個を有する測定治 具を基準尺として用意し,測定サンプルの周囲 に配置した状態で一緒に撮影し,測定サンプル と基準尺の三次元形状を同時に取得し,測定サ ンプルの寸法を求めることとした。基準尺の球 間距離は,別途,三次元測定機で測定した。

#### 2.4 試験方法

次の手順で試験を行った。表 3 に試験条件を 示す。

#### 2.4.1 写真撮影

測定サンプルを載せた回転テーブルを回しつ つ,デジタルカメラで撮影し,測定サンプルの 複数枚の写真画像を取得する。

#### 2.4.2 三次元点群データの構築

SfM ソフトを用いて多数の写真画像から高密

表3 試験条件

撮影条件 撮影距離 150~200mm (小) 600~800mm (大) 焦点距離 f24mm (固定) 絞り値 F/22 (優先) ISO 感度 200 Shutter 速度 1/10~1/2(可変) 画素数 5,184pix×3,456pix 撮影枚数 30~50 Alignment 設定 精度 高 キーポイント制限 なし タイポイント制限 なし Geometry 設定 品質 高 深度フィルタ 中



図4 三次元形状データのイメージ

度な三次元点群データを構築する。三次元形状 データのイメージを図4に示す。

#### 2.4.3 検査ソフトによる解析

検査ソフトを用いて,三次元点群データに平 面や球などの幾何要素をフィッティングさせ, 要素間の距離(寸法)や角度を求める。

#### 3. 測定結果

各測定サンプルを3回ずつ評価し、その平均 値と基準値、および基準値との誤差を表4、表5 に示した。その結果、寸法については、基準値 からの誤差が±0.1%程度で測定できることがわ かった。

	寸法 A	寸法 C	角度 D	角度 E
	(mm)	(mm)	(deg)	(deg)
基準値	74.992	23.941	90.014	90.007
測定値	75.028	23.951	90.060	90.282
誤差	0.05%	0.04%	0.05%	0.31%

表4 Mブロック小の結果

表5 Mブロック大の結果

	寸法 A	寸法 C	角度 D	角度 E
	(mm)	(mm)	(deg)	(deg)
基準値	300.30	100.21	60.000	29.997
測定値	300.00	100.10	60.160	29.578
誤差	-0.10%	-0.11%	0.27%	-1.40%



図5 ランダムパターンを付加した様子

角度についても、基準値からの誤差が±0.3% 程度で測定できているものの、M ブロック大の 角度Eのみ、誤差が-1.4%と大きくなった。この 原因は、形状が鋭角の谷であるため、光源から の光が届きにくいことと、撮影時にカメラの視 野から隠れる部分が多いことから、うまく形状 を捉えていないことが影響しているものと思わ れる。

この解決手段として,図5に示すように,測 定サンプルの表面に部分的にランダムパターン を付加することで,三次元形状データの欠損が なくなり,誤差が-1.40%から0.43%に小さくな ることを確認した。部分的にランダムパターン を付加した前後での三次元形状データのイメー ジを図6に示す。



図6 ランダムパターンを部分的に付加した三次元 形状データのイメージ(左:付加前,右:付 加後)

#### 4. 考 察

デジタル写真測量法では、三次元形状データ を取得する際に、表面の光沢や反射によると思 われるノイズが入ると、そのノイズが後の検査 工程に影響を与え、形状評価の精度を悪化させ る要因となる。そのため、三次元形状データの ノイズ削除が必要であり、その作業に時間を要 する点がデメリットであると思われた。

ノイズのより少ない三次元形状データを取得 するためには、ワークの表面テクスチャーを整 えること(光沢や反射を除去する、ランダムパ ターンを付加するなど),撮影環境を整えるこ と(模様のない背景を設定する,影が出ないよ う均一に照明を当てるなど)などの検討が更に 必要であると思われる。

#### 5. 結 言

- (1) デジタル写真測量法によって三次元形状を 評価したところ,基準値との誤差が,寸法 については±0.1%程度,角度については ±0.3%程度で測定できることがわかった。 また,本研究の範囲では,サンプルサイズ が変わっても誤差にそれほど大きな違いは なかった。
- (2) 三次元形状データの取得が不十分な部分については、形状精度悪化の要因となる。その対策として、サンプル表面へのランダムパターンの付加が効果的であることを確認した。

#### 参考文献

 1)(社)日本写真測量学会編,三次元画像計測の基礎—バンドル調整の理論と実践,東京電機 大学出版局,2016, p.20.

### 変色した銅板の表面分析

諸橋 春夫\* 渋谷 恵太\* 天城 裕子\*

Surface Analysis of Tarnished Copper Plate

MOROHASHI Haruo\*, SHIBUYA Keita\* and AMAKI Yuko\*

#### 1. 緒 言

銅は,耐食性が良く電気伝導性や熱伝導性に も優れるため,広く工業製品に用いられている が,それらに変色が生じて商品価値が低下する ことがある。そのため変色を防止する必要があ り,生じた変色の原因追及が強く求められてい る。銅の変色については,酸化膜に起因するこ とが報告<sup>1),2)</sup>されているが,本研究では,湿 式酸化および高温酸化による変色について,各 種分析によって表面状態を調べ,変色との相関 関係について検討を行った。

#### 2. 実験方法

### 2.1 試料

実験に供した試験片は,20×20×0.5mmのり ん青銅(C1220)である。これを20vol%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 水溶液(液温30℃)に10分間浸漬して酸化皮 膜を除去(サンプルA)後,恒温恒湿器を用い た湿式酸化および電気炉を用いた高温酸化を行 った。恒温恒湿器では,温度60℃,湿度90% RHにて24時間静置(サンプルB)と試験片2 枚を重ねて144時間静置(サンプルC)した。 電気炉では200℃(サンプルD),300℃(サ ンプルE),400℃(サンプルF)で10分間の 処理を行った。

#### 2.2 表面分析

上記の6試料について、X線光電子分光(X
 PS)分析装置(サーモフィッシャーサイエン
 ティフィック(株)製K-Alpha)とレーザラマン分光光度計(日本分光(株)製NSR-3100)

\* 下越技術支援センター

を用いて、その表面状態を調べた。

XPS 分析では,各サンプルについて,Cu2p, CuLMM オージェ電子,O1s スペクトルを測定 した。これらの測定では,X線源は単色 Al Kα 線,照射径は400μmとし,中和銃を使用した。 また,スキャンは,パスエネルギー50eV,エネ ルギーステップ 0.1eV とした。

ラマン分光分析は,励起波長 532nm のグリー ンレーザーで測定した。

#### 3. 結果および考察

#### 3.1 湿式酸化および高温酸化による変色

サンプル A~Fの写真を図1に示す。Bは本 来の銅(A)と同じ色調であった。Cは斑があ るが橙色となり、Dは全面が一様に橙色になっ た。Eは金属光沢が抑えられた茶色であり、F は黒色で皮膜の一部がはがれていた。



図1 サンプル

なお、Cにおける変色は銅板同士が接してい る面でのみで生じ、接していない面では生じな かった。恒温恒湿器では結露が生じないので大 気に曝されている面では湿式酸化が進行しにく く変色しなかったが、銅板同士の接触面では、 その隙間に水膜が存在し、湿式酸化による変色 が起こったと考えられる。加熱による変色では 200°C付近で Cu<sub>2</sub>O が発生する<sup>1)</sup> ことから D は Cu<sub>2</sub>O 皮膜の光の干渉による発色と考えられる。 E はこげ茶色、F は黒色であることから CuO が 生成していると推定できる。

#### 3.2 XPS 分析

XPS 分析の測定結果を図 2~4 に示す。図 2 の Cu2p スペクトルで見られる 933eV 付近のピ ークは Cu (932.6eV), Cu<sub>2</sub>O (932.7eV), CuO (933.1eV) に由来するものであるが,各々 が近い位置にあるのでこのピークで結合状態を 判断することは困難である。これ以外のピーク として A, D では 943~948eV 付近に Cu<sub>2</sub>O に由 来するサテライトピークがある。C, E, F では 940~945eV 付近に CuO に由来するサテライト ピークが強く出ている。B では Cu<sub>2</sub>O と CuO の サテライトピークが微かに確認された。





図 3 の CuLMM オージェ電子スペクトルでは, A は Cu (918.7eV) と Cu<sub>2</sub>O (916.2eV) に由来 するピークが出ており, B, D では Cu<sub>2</sub>O に由来 のピークのみ確認された。C, E, F では CuO (917.6eV) に由来のピークが見られた。

図4のOlsスペクトルでは、A、B、Dは Cu<sub>2</sub>O由来のピーク(530.7eV), C、E、Fは CuO由来のピーク(529.8eV)が確認された。
これらは CuLMM オージェ電子スペクトルの傾向と一致した。そして,D以外のサンプルにおいては Cu(OH)2由来のピーク(531.7eV)も確認された。

上記のピーク検出から、AはCu, Cu<sub>2</sub>O, Cu(OH)<sub>2</sub>が存在していることがわかる。Bは CuLMM オージェ電子スペクトルでCu<sub>2</sub>Oのピ ークのみであったが、Cu<sub>2</sub>p スペクトルでは弱 いながらもCu<sub>2</sub>OのサテライトピークとCuOの サテライトピークがあり、Cu<sub>2</sub>O, CuO, Cu(OH)<sub>2</sub>が存在していると考えられる。C, E, FはCuO, Cu(OH)<sub>2</sub>, DはCu<sub>2</sub>Oのみ存在してい ることがわかる。

以上のことから D の変色は Cu<sub>2</sub>O 膜の光の干 渉による発色であり, E, F は黒色である CuO の存在による変色であることが確認できた。

また,恒温恒湿処理サンプル(B, C)につい ては,通常の大気環境下ではCu<sub>2</sub>Oの膜厚があ るレベルを超えた後にCuOの生成が開始する<sup>3)</sup> ことからAで見られなかったCuOが恒温恒湿 処理によって生成したものと考えられる。同じ 橙色になったC,Dは,その構造が異なってお り,変色部にCuOが存在すれば湿式酸化,Cu<sub>2</sub> Oのみが存在すれば200℃付近の高温酸化が原 因であると推定できることがわかった。そして, 200℃での高温酸化ではCu(OH)<sub>2</sub>が生じないこ ともわかった。

なお,同じ高温酸化である 300,400℃におい て Cu(OH)<sub>2</sub>が検出されているが,これは生成し た CuO と大気中の水分子が反応(CuO + H<sub>2</sub>O Cu(OH)<sub>2</sub>)して Cu(OH)<sub>2</sub>が生成したためと考え られる。

#### 3.3 ラマン分光分析

ラマン分光分析の結果(ラマンスペクトル) を図5に示す。A, B, C, Dではピークは得ら れなかった。これはこれらの酸化膜がE, Fに 比べ薄いためと考えられる。

E, Fでは XPS 分析で検出されなかった Cu<sub>2</sub>O のピーク(図5中▼: 212, 413 cm<sup>-1</sup>)が検出さ



図5 ラマン分光分析結果

れた。

これはラマン分光分析の分析深さが XPS 分析 よりも深いので,最表面の CuO 膜の下に存在し ている Cu<sub>2</sub>O を検出したためと考えられる。 また,加熱温度が高い F では,212 cm<sup>-1</sup>のピ ークの高さが左隣の 295 cm<sup>-1</sup>のピーク高さより も小さくなっており,413 cm<sup>-1</sup>のピークは無く なっている。このことから,F では E よりも CuO の存在が多くなっていることが推定できる。

## 4. 結 言

- (1) 銅酸化膜の光の干渉による変色では、湿式 酸化では CuO が存在し、200℃の高温酸化 では Cu<sub>2</sub>O のみが存在する。
- (2)200℃の高温酸化では、他の処理で確認されている Cu(OH)2が存在しない。
- (3)300,400℃加熱処理サンプルでは、表面に CuO,その下にCu2Oが存在している。

#### 参考文献

- 1)仲田進一, "銅および銅合金の変色につい て",防蝕技術,8巻,7号,1959,pp.291-297.
- 記島雄樹,松村綾香,杉山武晴,朝長咲子, 土橋誠,小岩一郎, "変色した銅箔表面の解 析",表面技術, Vol.59, No.12, 2008,

pp.920-924.

3) S. Nakayama, T. Notoya, and T. Osakai, "A Mechanism for the Atmospheric Corrosion of Copper Determined by Voltammetry with a Strongly Alkaline Electrolyte" J. Electrochem. Soc., Vol.157, No.9, 2010, C289-C294.

# ディープラーニングによる類似製品の検索に関する研究

大野 宏\* 石澤 賢太\* 福嶋 祐一\*

Study for Searching Similar Products using Deep Learning

OHNO Hiroshi\*, ISHIZAWA Kenta\* and FUKUSHIMA Yuichi\*

#### 1. 緒 言

製造業で新規に見積もりを出す場合,過去の 類似品を参考にすることが多い。この方法は, 他の社員が出した見積もりを短時間で見つけ出 すことが難しく,その結果,経験のある社員に 見積もり業務が偏ってしまう課題がある。他方, 見積もりを早く正確に出すことが求められてお り,AI (Artificial Intelligence)で見積もりを自 動化できないかとの相談が寄せられている。実 際に見積もり自動化の取り組みは多く,3次元 CAD データをウェブ上にアップし,自動で見 積もりを行うサービス<sup>1)</sup>も見受けられる。

我々は、ディープラーニングを活用し新規に 見積もり依頼のあった製品の類似品を、過去の 製品から短時間で検索する方法の研究に取り組 んだ。合わせて類似品検索をシステム化するこ とによって、他の社員が見積もりした製品を参 考にすることができる。2次元の図面や画像で 類似品を検索する方法は種々の課題があるため、 ここでは3次元データを活用した。

# 2. 類似品の検索方法

最初に,2次元画像の類似画像を検索する方 法を説明する。2次元の類似画像を検査する方 法の一つとして、2次元画像を分類する畳み込 みニューラルネットワーク (Convolutional Neural Network:以下, CNN)を使う方法が知られ ている。図1に、手書き数字を分類する Lenet <sup>2)</sup>と呼ばれる CNN の構成を示す。前半は画像の 特徴を抽出する畳み込み層と位置ずれを吸収す るプーリング層,後半は前半の結果をまとめる 全結合層と最終の出力層によって構成される。 このネットワークは、手書き数字を 0~9 に分 類することが目的であるが、最終出力層の1個 手前の全結合層(入力側から数えると第6層) の出力は、入力画像が似ていると同じような値 になる。この性質を利用し、第6層を比較して 類似品を検索する。例として、図2に4枚の手 書き数字画像「0」を入力した時の第6層のセ ル 32 個の出力値を示す。(a)と(b)は縦長の 「0」, (c)と(d)は横長の「0」で, 互いに画像





<sup>\*</sup> 中越技術支援センター





表1 各	画像間の	第6	層の差	分の平	均値
------	------	----	-----	-----	----

	(a)	(b)	(c)	(d)
(a)		0. 105	0. 138	0. 151
(b)	0. 105		0. 174	0. 195
(c)	0. 138	0. 174		0. 059
(d)	0. 151	0. 195	0. 059	

が類似しており,第6層の値は同じようになっ ている。この様子を数値で表したものが表1で, 4枚の画像の第6層のセル32個同士の差分の平 均値を示す。画像が類似している(a)と(b), (c)と(d)は第6層の値も近くなっている。

2次元図面を比較して類似品を探す場合,実際の製品の実線以外に寸法線や寸法が記入されており,これらが製品自体の類似性の検索を妨げる。また,カメラで撮像した2次元画像で比較する場合,カメラの向きや照明によって見え方が変わり類似度が下がってしまう。一方,近年ディープラーニングを使い3次元物体をクラスごとに分類するネットワークが提案されており,これを使えば同じ原理で,類似した製品を検索できる。本研究では3次元物体の分類ネットワークである PointNet<sup>3)</sup>を使い3次元物体を点群として扱い,その類似品を検索した。



図3 3次元点群を分類する PointNet の構成

# 3. PointNet による類似品の検索

PointNet は、与えられた点群全体に対してク ラス分類を行うことができ、それぞれのセグメ ントに対してラベル付けすることもできる。こ のネットワークは、点群データの順番による影 響と回転による影響をなくし、高い認識率を実 現している。

PointNet の構成を図 3 に示す。このネットワ ークは 3 次元の物体を k 個のクラスに分類する 構造になっており,最終出力層の 1 個手前の mlp (Multilayer perceptron)の 256 個の出力を 比較して類似品を検索する。実際には, PointNet を改良した PointNet++<sup>4)</sup> を利用し,類 似品検索プログラムを作成した。

#### 4. 類似品の検索実験

ModelNet10<sup>5</sup>)の10種類(bathtub, bed, chair, desk, dresser, monitor, night\_stand, sofa, table, toile)の点群データを使い,類似品の検索実験

を行った。最初に、学習用の 3,991 個のデータ を過去に見積もりした製品として学習させ、ネ ットワークモデルを作成した。次に,試験用 908 個のデータの中から1個(ここでは bathtub)を選んで新規見積もり品とし、学習済 みネットワークに入力し最終出力層の1個手前 の全結合層の出力値を計算する。これと、学習 用に使ったデータ出力値を比較し、差分の小さ いものから順に類似度の高いものとして 5 個を 表示する。作業者は、この中から最も見積もり の参考になりそうなものを選ぶ。例として図 4 に角張った bathtub の類似品を 5 個,図 5 に丸 みをおびた bathtub の類似品を 5 個検索した結 果を示す。角張った bathtub を入力した場合は 角張った形状のものが, 丸みをおびた bathtub の場合は丸みをおびた形状のものが類似品とし て検索された。学習用データ 3,991 個の中から 類似品 5 個の検索に要する時間は 8.5 秒であっ た。使用した Windows10 ノート型パーソナルコ ンピュータの主な仕様は, CPU が Intel 社製 Core(TM) i7-8750H 2.20GHz 2.21 GHz, メモリサ イズは8GBである。

## 5. 見積もりへの適用

ここまでは過去に見積もりした製品の中から 類似品を検索する方法を述べた。この類似品の 製造に使用する材料の量、価格、個数、その加 工方法や工数などの情報を紐づけて表示させ, 新規見積もり品に応じて修正すれば, 短時間で 見積もりを作成することができる。

#### 6. 結 言

- (1)3 次元物体を分類するネットワークを使い類 似品を検索するシステムを開発した。
- (2)検索された類似品の材料や加工に関する情 報を表示させ、これらを修正すれば、比較 的短時間で新規製品の見積もりが可能とな る。



(a) 見積もり品





(b) 類似品 1





(c) 類似品 2

(d) 類似品 3 (e) 類似品 4 (f) 類似品 5

図5 丸みをおびた bathtub の類似品検索結果

# 参考文献

1) https://jp.misumi-ec.com/, ミスミの自動見積も り meviy, 2021 年 3 月 10 日

- 2) Y. LeCun et.al, "Gradient-based Learning Ap plied to Document Recongnition", Proceedings of the IEEE", Vol.86, No.11, 1998, pp. 2278-2324.
- 3) Charles R. Qi, et al, "PointNet: Deep Learning on Point Sets for 3D Classification and Segmentation", arXiv(2016), https://arxiv.org/pdf/1612. 00593.pdf
- 4) Charles R. Qi, et al, "PointNet++: Deep Hierar chical Feature Learning on Point Sets in a Metric Space", arXiv(2017), https://arxiv.org/pdf/1706. 02413.pdf
- 5) https://modelnet.cs.princeton.edu/, PRINCETON MODELNET, 2021年3月10日

# SEM/EDS を用いた分析に関する研究

近 正道\* 浦井 和彦\*

Research on analysis using SEM/EDS

CHIKA Masamichi\* and URAI Kazuhiko\*

#### 1. 緒 言

当センターの走査型電子顕微鏡(SEM)は, エネルギー分散型X線分析装置(EDS)を搭載 している。EDSは元素分析装置で,高倍率で観 察した試料表面の特定箇所を,点または線,エ リアなど指定した領域での元素分析が可能であ る。近年,不具合品の発生原因を追及するため の不具合箇所の元素分析などに,EDS が利用さ れている。

EDSによる元素分析では、測定範囲において、 試料中に含まれる元素含有量が少ないと、元素 が検出できないことや、検出元素によっては、 検出スペクトルがオーバーラップすることがあ るので、試料の形状、試料への導電処理(Au コーティングなど)、SEMの加速電圧、作動距 離、スポットサイズなどが分析結果に影響を与 える可能性がある。

そこで,SEM/EDSにおける観察条件が分析結 果に及ぼす影響を把握するため,分析標準試料 および SEM 用試料台で,各種観察条件の下で 分析を行ったので報告する。

#### 2. 実 験

2.1 分析装置

分析に使用した装置を表1に示す。

表 1	分析装置
11	刀게衣匣

SEM	日本電子(株)	製	JSM-6510LV
EDS	日本電子(株)	製	JED-2300

\* 上越技術支援センター

#### 2.2 供試材

供試材は,電子プローブマイクロアナライザ 用の分析標準試料である硫化鉄(FeS<sub>2</sub>)とSEM 用試料台(真鍮製,寸法: $\varphi$ 10×20mm)の2種類 を用いた。元素分析を行う試料は,非導電性材 料が部分的に含まれることがあるため,SEM用 試料台には,分析前に導電処理(Auコーティン グ)を施した。Auコーティングは,日本電子( 株)製オートファインコータJFC-1600を用い, ターゲット間距離を25mm,電流は30mA,コー ティング時間は30秒で行った。

表2に硫化鉄(FeS2)の元素成分を示す。

また、表3に波長分散型蛍光X線分析装置(リ ガク製ZSX PrimusII)で測定した真鍮製試料台 の元素成分を示す。この時の測定面の大きさは φ10mmである。

# 表2 硫化鉄(FeS2)の元素成分

元素	質量(%)
S	53.45
Fe	46.55

#### 表 3 真鍮製 SEM 用試料台の元素成分

元素	質量(%)
Cu	59.0
Zn	36.4
Pb	2.2
Au	1.7
Ag	0.1
Al	0.1
Si	0.1
Fe	0.1
Ni	0.1

#### 3. 実験結果

#### 3.1 加速電圧の影響

EDS分析時のスポットサイズは、CPSカウン ター数が10000以上になるように、調整が必要 である。適正なスポットサイズは、加速電圧に よって変化する。そこで、2種類の供試材を用い て、加速電圧の影響について調査した。

#### 3.1.1 分析標準試料 硫化鉄 (FeS<sub>2</sub>)

分析標準試料の硫化鉄(FeS<sub>2</sub>)を用いて,加 速電圧を変えた時の適正なスポットサイズにつ いて調査した。調査した結果を図1に示す。図1 に示したように,加速電圧を上げると,CPSカ ウント数が増えるため,適正なスポットサイズ は小さくなる結果となった。

各加速電圧で適正なスポットサイズで元素分 析を行った結果を表4に示す。作動距離は10mm とし、観察倍率は500倍とした。表4に示したよ うにPbが検出されたが、Pbの特性X線であるMa 線がSの特性X線であるKa線とオーバーラップす るためと考えられる。



図1 加速電圧と適正なスポットサイズの関係

電圧		元素(鄧	質量%)	
(kV)	С	S	Fe	Pb
5	0	100	0	0
10	4.53	38.08	40.28	17.10
15	0	45.93	44.30	9.76
20	0	44.73	41.58	13.69
25	0	44.13	44.24	11.63
30	0	43 72	45.93	10.36

表4 硫化鉄(FeS<sub>2</sub>)の分析結果

#### 3.1.2 真鍮製SEM用試料台

真鍮製SEM用試料台を用いて,加速電圧を 5kV毎に変えて,同じ箇所を各10回繰り返し元 素分析を行った。分析結果を表5に示す。観察倍 率は500倍,スポットサイズは63とした。表5に 示したように,加速電圧が高くなるにつれ,コ ーティング元素のAuの割合が減少している。加 速電圧が高くなると,入射電子の拡散領域が大 きくなるためである。加速電圧を高くすると, 本来試料に含まれる元素CuとZnの検出割合が増 え,標準偏差も小さくなる結果となった。

なお、加速電圧5kVと10kVでは、Nbが検出さ れたが、Nbの特性X線であるLa線とAuの特性X 線であるMa線がオーバーラップするためと考え られる。

#### 3.2 作動距離(WD)の影響

本調査で使用する装置において,SEM 対物レ ンズ下面と試料の距離を表す作動距離は,EDS 検出器と試料,対物レンズの位置関係から10mm と推奨されている。しかし,分析を行う試料は, 凹凸がある面で作動距離を10mmに設定するこ とが困難な場合がある。そこで,作動距離を変 えた時の CPS カウンター数について調査した。

表5 真鍮製 SEM 用試料台の分析結果

元	項目	加速電圧(kV)			
素		5	10	15	20
Cu	平均	-	34.45	49.79	51.05
	標準偏差	-	0.56	0.50	0.37
Zn	平均	-	-	27.61	29.59
	標準偏差	-	-	0.46	0.23
Au	平均	91.02	51.63	15.07	10.81
	標準偏差	2.47	1.82	0.17	0.18
С	平均	4.87	8.15	6.36	7.71
	標準偏差	0.17	0.33	0.15	0.32
0	平均	1.77	2.54	1.18	0.84
	標準偏差	0.19	0.18	0.07	0.30
Nb	平均	2.34	2.94	-	-
	標準偏差	2.28	1.71	-	-
Al	平均	-	0.29	-	-
	標準偏差	-	0.31	-	-

調査した結果を表6に示す。作動距離を正しい設定(10mm)から近づけると CPS カウンター数は減少することがわかる。

また,作動距離を正しい設定から離していく と、1mm以上離したところから,作動距離を離 すに従ってCPSカウンター数は減少していく傾 向となった。

作動距離が元素分析に及ぼす影響を調査する ため、作動距離を変えて分析標準試料の硫化鉄

(FeS<sub>2</sub>)の元素分析を行った。加速電圧は 20kV, スポットサイズは60,観察倍率は500倍とした。 分析した結果を表7に示す。作動距離を正しい 設定(10mm)から離しても分析結果は大きく 変化しない結果となった。しかし,実際に凹凸 がある試料を元素分析する場合,分析しない他 部位からのX線を拾う可能性があるため,注意 が必要と考える。

作動距離(mm)	CPS カウンター数
9(-1)	5585
10 (±0)	9627
11 (+1)	9839
12(+2)	9717
13 (+3)	9587
14 (+4)	7241
15 (+5)	6915

表6 作動距離と CPS カウンター数

## 表7 作動距離変更時の硫化鉄の分析結果

作動距離	検出元素 単位		: 質量%
(mm)	С	S	Fe
9(-1)	12.42	50.49	37.10
$10(\pm 0)$	0	58.11	41.99
11 (+1)	0	58.30	41.70
12(+2)	0	58.90	41.10
13 (+3)	0	58.18	41.82
14 (+4)	0	58.98	41.02
15(+5)	0	58.84	41.16

# 4. 結 言

- (1) SEM/EDS の分析において,加速電圧や作動 距離,導電処理(Au コーティング)が,分 析結果に影響を及ぼすことが分かった。
- (2)分析時,5~10kVの低加速電圧下での分析で は,試料表面の情報しか得られない。従っ て,オーバーラップが少なく,分析結果のバ ラツキも少ない20kVの加速電圧が望ましい。
- (3) 試料と対物レンズ下面の作動距離が正しい 設定(10mm)より近くなるとCPSカウンタ 一数が減少したが,正しい設定より3mm以 内の離れた範囲であれば,正しい設定時と 同程度のCPSカウンター数が得られた。従っ て,凹凸のある試料でも,試料の最高点と SEM対物レンズ下面の距離を10mmに合わせ ることで,試料の最高点より若干低い箇所 の分析にも有効である。

# 衛生・医療用繊維製品の性能評価に関する研究

三浦 一真\* 古畑 雅弘\* 明歩谷 英樹\* 佐藤 清治\* 皆川 森夫\*

Study on Performance Evaluations of Sanitary and Medical Textile Products

# MIURA Kazuma\*, FURUHATA Masahiro\*, MYOBUDANI Hideki \*, SATO Seiji\* and MINAGAWA Morio\*

## 1. 緒 言

マスクなどのフィルターを有する製品や医療 用ガウンなどの衛生・医療用繊維製品の市場拡 大に伴い,マスクを中心に性能評価に関する問 い合わせや試験依頼が増えている。

これらの要望や今後の製品開発支援に対処す るため、当センターではマスクなどの衛生・医 療用繊維製品の性能評価に用いられる試験手法 に関する調査を行い、並行して関連する試験の 環境整備・体制づくりを進めている。

本報では,当センターで実施可能な試験手法 を中心に,試験手法と実施した試験結果の一例 を紹介する。

また,フィルターを有する製品への適用が期 待される素材である炭素化繊維について,その 特徴と実用化に向けた課題を述べる。

#### 2. 試験手法及び試験結果

# 2.1 試験手法

性能評価には,粒子捕集(ろ過)効率,通気 性能,接触冷温感があげられる。

粒子捕集(ろ過)効率試験は粒子のバリア性 能を評価する試験法で,約0.1µm サイズの粒 子をどれくらいろ過(捕集)できたのかを表す 微粒子ろ過効率(Particle Filtration Efficiency) 試験(以後, P.F.E 試験と表記),3µmの細菌 を含む粒子がどれくらいろ過(捕集)できたの かを表すバクテリア(細菌)ろ過効率

(Bacterial Filtration Efficiency) 試験(以後, B.F.E 試験と表記),約 0.1µm~5.0µm のウィ ルスが含まれた粒子がどれくらいろ過(捕集) できたのかを表すウィルスろ過効率(Viral Filtration Efficiency)試験(以後,V.F.E 試験と 表記)があり,P.F.E 試験ではインフルエンザ ウィルス,ウィルス単体(飛沫核),結核菌ウ ィルスなど,B.F.E 試験では花粉や咳・くしゃ みに伴う水分を含んだウィルスの飛沫(ひま つ)など,V.F.E 試験ではインフルエンザウィ ルス,咳・くしゃみを伴う水分を含んだウィル スの飛沫などがそれぞれ対象となり,ろ過(捕 集)効率が99%の場合,それぞれ「PFE99%」, 「BFE99%」,「VFE99%」と表記<sup>1)</sup>する。

通気性試験は生地の組織の隙間を通る空気の 量を調べることによって,生地の通気性の程度 を評価する試験であり,1cm<sup>2</sup>の面積を1秒間 で通過する空気量の通気度(cm<sup>3</sup>/(cm<sup>2</sup>·s))で表 し,この数値の大小で比較,マスクでは呼吸の しやすさを示すための指標として用いられる。

接触冷温感試験は肌が生地に触れたときに生じる「温かい」「冷たい」といった肌から生地への熱の移動量によって異なる皮膚感覚を評価する。

通気性試験と接触冷温感試験については、そ れぞれ JISL 1096「織物及び編物の生地試験方 法」,JISL 1927 「繊維製品の接触冷感性評価 方法」に準拠した繊維製品の試験を数多く行っ ており、これらの経験をもとに、マスクなどの フィルターを有する製品の試験を行っている。

一方,粒子捕集(ろ過)効率試験については, P.F.E 試験と B.F.E 試験について準備をすすめて いるところである。次節ではそれぞれの試験手

<sup>\*</sup> 素材応用技術支援センター

法概略と一部試験を試行し得られた結果につい て述べる。

#### 2.2 粒子捕集(ろ過)効率試験

図1に P.F.E 試験検査装置(PFE-01型, 柴田 科学(株)製)を示す。米国材料試験協会規格 ASTM F2299「医療用フェイスマスク素材のポ リスチレンラテックス球による初期捕集効率試 験方法」で規定された装置で,チャンバー中央 部に φ100mm にサンプリングしたろ材をセッ トする。その後, HEPA フィルターによってク リーンな環境に維持されたチャンバー内に粒径 0.1µm のポリスチレンラテックス粒子を連続供 給,一定流量(28.3L/min)で吸引しながらろ 材を通過させたときのろ材通過前(一次側)の 粒子数とろ材を通過後(二次側)の粒子数をそ れぞれ粒子数測定器で計測する。捕集効率 (PFE%) は以下の式で求められる。

PFE(%)=(1-二次側粒子数/一次側粒子数)×100

表1にろ材 A~Dについて、3回試験を行い、 一次側と二次側で計測された粒子数と粒子数か ら計算された捕集効率(PFE%)、捕集効率の 平均値を示す。捕集効率の値が大きいほど、微 小粒子を捕集(ろ過)できる性能が高いことを 示す。表1の結果を見ると、ろ材Aは二次側 で計測された粒子数はわずかで、ほとんどがろ 材で捕集されたことを示す。ろ材Bも捕集効 率は99%と高く、ろ材Cで84%、ろ材Dは約 60%で粒子の40%がろ材を通過していることを 示す。なお、本装置は差圧計があり、通気抵抗 を測定することができる。まだデータの検証が できていないことから、記載していないが、通 気抵抗は捕集効率と相関があり、検証後、その 関係を示す予定である。

図2にB.F.E 試験検査装置(BFE-02型, 柴 田科学(株)製)を示す。ASTMF2101に規 定されており,B.F.E 試験では黄色ぶどう球菌 を使用する。細菌懸濁液を送液ポンプでネブラ イザーに供給し圧縮空気と混合することによっ て細菌含有のミストを発生する。そのミスト粒



図1 P.F.E 試験検査装置外観

子を試験粒子としてフィルター素材のろ過効率 を測定する。黄色ぶどう球菌の懸濁液の作製方 法やミスト生成条件の設定は把握できていない ことから,最適な B.F.E 試験条件の設定が課題 である。

#### 3. 炭素化繊維

綿、セルロース系繊維(キュプラなど)及び 絹を高温で焼成する(炭素化処理)ことで得ら れる炭素化繊維は軽量かつ柔軟性があり、吸着 性・導電性・撥水性・透湿性・電磁波シールド 性などの特性が付与されることから、衣料はも とより非衣料分野の様々な製品に幅広い需要が 期待される。

	ろ材A	ろ材B	ろ材C	ろ材D
一次側粒子数	25667	26249	24863	26335
	24820	26525	25731	26350
	25538	27278	25194	26115
二次側粒子数	2	253	3406	9115
	2	290	4034	10068
	3	290	4573	10495
PFE (%)	1 00.0	99.1	86.1	64.8
	1 00.0	98.9	84.1	61.2
	100.0	99.0	81.6	59.2
PFE (%)平均値	100.0	99.0	83.9	61.7





図 2 B.F.E 試験装置外観



図3 絹の炭素化処理前後のシート外観

図3は絹の炭素化処理前(a)と処理後(b)の外 観を示す。(b)は1300℃で処理したもので、処 理によって黒色状となり約1/3ほど収縮する。

炭素化繊維を電子顕微鏡によって観察し,□ で囲まれた(A)部の EDS 分析結果を図4に示 す。この結果より,炭素化繊維は完全にグラフ ァイト(炭素)化していることがわかる。

炭素化処理前の絹織物シートの抵抗値は十数 Ωであるが、炭素化処理でグラファイト化する ことで抵抗値は低下し、2~3Ωまでに低下する ものもある。この場合、導電性が向上し、電磁 波シールド特性を有する。電磁波シールド特性 は素材の開口率、すなわち繊維組織によって変 化し、以前の研究では絹の織物で最もシールド 特性が高い場合、30~40dBを得ている<sup>20</sup>。柔 軟性を有しながら、一定の電磁波シールド特性 を有することが特徴であり、織物の網目組織を 工夫することで特性はさらに上がるものと考え る。

炭素化繊維は吸着性能を有することから,マ スクなどのフィルター材への応用が期待される。

また, 撥水性や透湿性の特性を有する。本研 究で撥水性評価のための接触角測定や透湿度試 験を行い, 接触角は130~140°, 透湿度は400 ~500g/m<sup>2</sup>·hを得た。膜蒸留法による海水の淡 水化に用いられている水処理膜としての応用が 期待される。



# 図 4 炭素化繊維(絹)の電子顕微鏡写真 および EDS 分析結果

撥水性や透湿度については,現行のフッ素系 膜のレベルに到達している。フッ素系膜が高温 下で有害とされ,後処理にコストがかかるのに 対して,炭素化繊維は無害であり,コストの面 で有利になると考える。

炭素化繊維はハンドリングが行えるレベルの 強度ではあるが,製品に用いるためには,シー トの強度の改善が必要である。炭素化繊維

(絹)のシート強度は繊維素材・繊維組織・厚 さ・開口率で変わる。シート強度については測 定を始めたところであり,詳細については今後 報告するが,現状では最高で10Nの強度を得



0.5µm図5 炭素化繊維粉体の電子顕微鏡写真

ている。ニットは織物より伸度が高く,強度も 上回っている。今後,繊維素材・組織,炭素化 処理プロセスとの相関に関するデータを蓄積す るとともに,伸縮性を有するニットを活用し, 強度改善のための生地を設計する。

炭素化繊維は軽量であることから粉砕による 粉体の微粒子化が可能である。φ0.1µm以下の 粉体に加工することができれば、フィルター材 のほか、化粧品などへの応用ができることから、 炭素化繊維の粉砕処理を試行した。

図5はボールミルによる粉砕処理後の炭素化 繊維粉体の電子顕微鏡写真である。試行段階の ため,粒径がばらついており,平均では φ0.5 µm 程度であるが, φ0.1µm の粒径も得られてお り,粉体処理技術を開発することで実用化に必 要な φ0.1µm の粉体を得ることは可能と考える。 炭素繊維が高強度・高剛性繊維として,プラス チックとの複合材料を含み,航空宇宙分野や産 業分野の構造材料,スポーツ・レジャー用品に 用いられるのに対し、炭素化繊維は柔軟性や伸 縮性といった炭素繊維にない特徴を有すること から、炭素繊維とすみ分けすることで、今後の 需要が期待される。絹、キュプラ、レーヨンを 中心とした炭素化繊維について、技術課題解決 や製品適用のための実用化研究を継続していく。

# 4. 結 言

- (1)マスクなどの衛生・医療用繊維製品の性能 評価の試験手法として、粒子捕集(ろ過) 効率試験(P.F.E 試験と B.F.E 試験),通気 性試験,接触冷温感試験をあげ、各試験方 法の概略を述べた。
- (2) 粒子捕集(ろ過)効率試験のうち、4 種類のろ材の P.F.E 試験を試行し、捕集効率
   (P.F.E%)を得た。
- (3)炭素化繊維はマスクなどのフィルター材や 工業用膜への適用が期待される。実用化の ためにはシート強度の向上が課題である。 粉体は実用化の見通しを得た。

参考文献

- 古畑雅弘,河原崇史,渋谷恵太,桑原理絵, 笠原勝次,石澤賢太,中津山國雄,細貝一 也:"炭素化繊維による電磁波シールド材の 開発",月間 JETI, Vol.66, No.2, 2018, pp.37-38.
- 高島悠一郎, "マスクの種類と素材,その評価方法", 繊維学誌雑, Vol.77, No.3, 2021, pp.106-110.

# 振動試験における共振周波数探査用の 3次元加速度センサ開発

土井 康平\* 牧野 斉\* 須田 孝義\*

Development of a 3-Dimensional Accelerometer for Resonant Frequency Searching in Vibration Tests

DOI Kohei\*, MAKINO Hitoshi\* and SUDA Takayoshi\*

#### 1. 緒 言

当所で実施している振動試験では、振動による製品の耐久性を確認しており、振動の共振周 波数を知ることで不具合を低減するための対策 を講じることができる。現状の共振周波数探査 は、X、Y、Zの各方向について個別に行って いるが、この方法では各方向の共振周波数を同 時に探査できないため非効率である。本稿では、 X、Y、Z方向の共振周波数を同時に探査でき る3次元加速度センサを開発したので報告する。

#### 2. 3次元加速度センサの製作

3次元加速度センサの回路をセンサ基板とマ

ザーボードの2部構成として設計し,2つの基 板はフラットケーブルを介して接続することと した。そのブロック図を図1に,設計した回路 図を図2に示す。一般的に振動試験では加振周 波数を500 Hz 程度まで掃引することが多い。 共振周波数探査では,その高調波成分を考慮し て加速度センサの遮断周波数(使用上限周波 数)を1.5 kHz までとした。そのことから本開 発では加速度センサには広帯域な応答特性(遮 断周波数:1.5 kHz)を持つ Analog Devices

(AD) 社製 3 軸 MEMS 加速度センサを採用した。回路基板の製作は外部委託した。図 3 に製作したセンサ基板とマザーボードを示す。



図1 3次元加速度センサのブロック図

<sup>\*</sup> 下越技術支援センター



図2 3次元加速度センサの回路図



図3 製作したセンサ基板とマザーボード

## 3. 3次元加速度センサの性能評価

3次元加速度センサの性能を評価するために 周波数-感度特性を測定することとし,図4に 示す実験系を構成した。加振加速度を5G一定, 加振周波数範囲50Hzから2kHzにおいて50 Hz間隔で加振し,3次元加速度センサの出力 電圧を測定した。図5は周波数-感度特性の測 定結果である。加振周波数50Hzにおける出力 電圧を基準に,3dB(約3割)低下する周波数 を使用上限周波数として定義する。これによる と使用上限周波数は1.8kHzであった。



図4 加速度感度評価の実験系



図5 3次元加速度センサの周波数-感度特性

# 4. 模擬試験品による評価

模擬試験品(ブックスタンド)を用いて,図 6に示す実験系で共振周波数探査を行った。



図6 共振周波数探査の実験系

図7に3次元加速度センサを用いた共振周波 数探査の様子を示す。模擬試験品にセンサ基板 を取り付け,加振周波数を5Hzから100Hzま で,加振加速度5G一定で掃引しながら、3次 元加速度センサの出力電圧の変化によって共振 周波数を探査した。その出力電圧を図8に示し、 フーリエ変換によって周波数解析した結果を図 9に示す。



図7 共振周波数探査の様子





模擬試験品の共振周波数は予備試験によって 17 Hz であることが分かっており、図9の結果 と一致する。

#### 5. 共振周波数による評価

共振周波数探査の妥当性確認のために, 模擬 試験品を前項の評価によって確認した共振周波 数17 Hz において, 加速度 0.5 G で加振した。

3次元加速度センサの出力電圧を図 10 に示 し、フーリエ変換によって周波数解析した結果 を図 11 に示す。





Z 軸方向に 17 Hz で共振を示すピークが, X 軸方向に 34 Hz (加振周波数の 2 倍)のピーク が生じており,加振方向の Z 軸以外に, X 軸と Y 軸方向にも振動が生じていることが分かる。

# 6. 結 言

(1)開発した3次元加速度センサによって,

3軸方向の共振周波数探査を同時に実施で きることを示した。併せて共振の高調波を 観測することができ、加振方向以外の共振 も検出できることが分かった。

(2) 今後は3次元加速度センサの応用範囲の拡 大を目指すと共に,企業の技術支援の1つ として発展させていく予定である。

# 機械学習を用いた FT-IR スペクトルデータ解析

#### 天城 裕子\*

FT-IR Spectrum Analysis Using Machine Learning

AMAKI Yuko\*

#### 1. 緒 言

当所の依頼試験などにおいては、未知サンプ ルの赤外分光分析(以下 FT-IR)スペクトルデ ータは混合物のデータとして取得される場合が 多い。FT-IR装置に付属のスペクトルデータ検 索ソフトでは単一成分でないと該当成分が一致 しないことが多く、比較品の入手が不可の場合、 測定者の知見に基づく逆引き検索や、手作業で 差分をとり差分データで改めて解析を行うなど の方法で対応する必要がある。

また,酸化・劣化やモルフォロジの変化でも スペクトルデータの形状は変化するが,そのよ うなデータはデータベースに登録がない場合が ほとんどで,解析には測定者の経験を要する。

そこで,これらの作業の効率化のため機械学 習を用いた解析方法について検討した。

#### 2. 各手法による検討

# 2.1 教師なし学習:独立成分分析法 (ICA)

同一サンプルで複数データを取得し, Python の scikit-learn ライブラリの ICA (Independent C omponent Analysis) で分離を行った結果を図 1 に示す。サンプルは鍋の付着物で,食材由来成 分の混合データであることが予想される。図 1 (a)が任意の 3 か所を採取し測定した分離前デ ータ,図 1(b)が分離後である。分離後スペク トルは上から焦げなどでみられるカルボン酸塩, 糖類,タンパク質由来のスペクトルに近い形状 を示した。いずれも食材成分でよくみられる成 分である。

\* 下越技術支援センター

#### 2.2 教師あり学習:スパースモデリング

スパースモデリングは、入力データを(なる べく少ない)辞書用データの組み合わせで表現 する手法である。今回は製品や標準品などのラ ベル付けをした実測定サンプル約 700 点を辞書 用データとし、scikit-learn ライブラリの Sparse Coder を用いて分離を試みた。SparseCoder の 計算用のアルゴリズム<sup>1)</sup>で、デフォルトの OM P は小さくても鋭いピークをよく拾う傾向、



(a) 分離前



(b) 3 成分分離後図 1 ICA テスト結果

Lasso-LARS (Least Angle Regression) はブロー ドなピークも含めてスペクトルの全体的な形状 に合わせこむ傾向がみられた。FT-IR のスペク トルデータの処理に関しては Lasso-LARS のほ うが適していると思われる。図2はシリコーン と炭酸カルシウム,カオリン,テフロンを混合 したテストデータで評価を行った結果である。 混合元に近い物質を返すことが確認できた。



図2 スパースモデリングのテスト結果

#### 2.3 教師あり学習:ディープラーニング

前項でのデータセットからランダム4種を強 度比1:0.5:0.25:0.1 で混合した20万データ を新しいデータセットとし,Google Colaborato ry<sup>2)</sup>上でKeras<sup>3)</sup>の畳み込みニューラルネットワ ークでテストを行った。混合データの85%(1 7万)を学習用データ,残りを評価用とし,混 合元の4種データを判定した。モデルは畳み込 み層とドロップアウト層を適宜組み合わせて作 成した。

なお, FT-IR のスペクトルデータでは波数位 置が重要なため, 画像抽出などでよく用いられ る Max プーリング層は設けなかった。

表1に5回学習後の損失関数と精度を示す。 表内で label1 から label4 の順に混合強度比の高 いデータラベルである,混合比の高い第1,第 2成分までは比較的良好に学習できていること が確認できる。一方で第3成分以降は,うまく 評価できていないことがわかる。原因はデータ によるもの,学習不足,もしくはモデルが適当 でないことなどが考えられる。今後の検討課題 である。

表1 損失関数と精度

label	loss	accuracy
label 1	0.206	0.93
label2	0.913	0.75
label3	2.669	0.45
label4	5.447	0.17
total loss	9.235	-

# 3. 結 言

- (1) ICA は、辞書データに一致するものがない と想定される場合に有効である。ただし、 分離後データにラベルがないため、その後 の解析にやや慣れが必要である。
- (2) スパースコーディングは分離目的以外にも 類似データとの照合が可能であり、一般的 な検索ソフトの使用感に近い。辞書用デー タの拡充が課題である。
- (3)ディープラーニングについては、主成分は 学習可能であることを確認した。主成分以 外の成分を認識するためには、データセッ トや学習モデルの再検証が必要である。

# 参考文献

- 1) https://scikit-learn.org/stable/modules/generated/ sklearn.decomposition.SparseCoder.html
- 2) https://colab.research.google.com/notebooks/intr o.ipynb?hl=ja#scrollTo=5fCEDCU\_qrC0
- 3) https://keras.io/ja/

# レプリカ法による表面粗さ評価の検討

#### 高橋 靖\*

Examination of Surface Roughness Evaluation by Replica Method

#### TAKAHASHI Yasushi\*

#### 1. 緒 言

大型ワークや細い溝の底面の表面粗さを測定 したいというニーズがあるが,そのままでは, 試験機器の耐荷重や触針サイズの制約から,測 定ができない場合がある。その対策として,試 料表面の凹凸をレプリカに転写し(表面の凹凸 のプロファイルは反転する),採取したレプリ カの表面粗さを評価する代替方法がある(以下, レプリカ法と呼ぶ)。上市されているレプリカ 剤は,サブミクロンの解像度,転写性があると 謳われているものがあるが,表面粗さ評価に実 用上どの範囲で使えるかわかっていない。

また, 既報<sup>1)</sup>ではレプリカ剤の違いついては, 述べられていない。

そこで本研究では、2種類のレプリカ剤を用 いて、実物(以下、マスターと呼ぶ)とレプリ カの表面粗さを調査し、表面粗さ評価における レプリカ法の適用範囲について検討した。

# 2. 試験品,試験方法

# 2.1 試験品

レプリカ剤は,解像度 1µm 以下で,かつ,色, 粘度,硬化時間の異なる市販製品の2種類 A, B(表1)を用いた。本品は二液混合型のシリコ ンゴムであり,硬化した後も比較的柔らかいた め,接触式の粗さ測定には適用できないが,非 接触式の粗さ測定は可能である。

なお, レーザー顕微鏡による測定には, 一般 的に比較的反射率の高い B が使われている。

本研究では測定対象として、表面粗さ標準片 (Rubert & CO.LTD, Scale No.115(平面研削

\* 下越技術支援センター

面))を使用した。表面粗さ標準片に示されている表面粗さの公称値は Ra0.025, 0.05, 0.1,
0.2, 0.4, 0.8, 1.6, 3.2(µm)の 8 種類である。
その 8 種類の表面粗さ標準片のレプリカを採取し、マスター、レプリカ A、Bの3 種類の計 24
種類を試験品とした。その外観を図1に示す。

#### 2.2 試験機器

非接触式の表面粗さ測定には,非接触式表面 形状測定機(アメテック製 CCI HD XL)を用い た。本装置は,白色干渉方式の一つである Coherence Correlation Interferometry (CCI)によ って,0.01nmの分解能でZ方向の凹凸を検出し, ISO 25178 に準拠した面粗さ評価が可能である。

表1 使用したレプリカ剤

国立てい	点	また中学	硬度	ポットライ	硬化時間
呼び	巴	柏皮	ShoreA	フ(min)	(min)
А	黒	低	30	3	10
В	灰	極低	30	0.5~1	4



図1 試験品の外観(上からマスター, レプリカA,B)

表 2,3 に非接触式表面形状測定機の仕様, 対物レンズの仕様を示す。

# 2.3 試験方法

試験品の表面 3 か所について,非接触式表面 形状測定機によって,三次元表面形状を取得し, 高さ方向に反転した後,表面1か所につき,5つ の断面曲線から二次元表面粗さ(算術平均高さ Ra,最大高さ Rz (JIS Z 0601, ISO 4287))を 求めた。反射率の設定は、レプリカは「低反射 率 4」とし、マスターのみ金属面で光沢があり 反射率が比較的高いため「一般」とした。

二次元表面粗さを求める際のカットオフの設 定は、JIS B 0633 (ISO 4288) に準じ、表4のと おりとした。用いる対物レンズによって、エリ アサイズが基準長さに満たない場合は、基準長 さを確保するため、表 5 に示すようにステッチ ング機能(オーバーラップ率 20%)によってエ リアサイズを測定方向(X 軸方向)に拡張した。

#### 2.4 評価の基準値について

あらかじめ,接触式表面粗さ測定機(東京精 密製 サーフコム 5000DX)によって、マスター の表面粗さを評価したところ、Raは粗さ標準片 の公称値 Raとほぼ一致し、Rzも公称値 Raと非 常に高い相関を示したことから、以降の検討で は、マスターの接触式表面粗さ測定機による測 定値 Ra、Rzをそれぞれの基準値とした。

表2 非接触式表面形状測定機の仕様

垂直測定範囲 (Z)	2.2 mm		
垂直分解能(Z)(max)	0.01 nm		
フロアノイズ (Z)	<0.02 nm		
表面の繰返し精度	<0.01 nm		
測定点数	2,048 × 2,048		
段差繰返し精度	<0.02%		
対物レンズ	10倍, 50倍, 100倍		
小定	Green LED(ピーク波		
<b>兀</b> /// // // // // // // // // // // // /	長 520nm)		

表3 非接触式表面形状測定機の対物レンズの仕様

対物レンズ	FOV (視野)	水平分解能(µm)	最大傾斜角度(deg)	NA(開口数)
10 倍	1.65mm×1.65mm	0.83	14	0.3
50 倍	0.33mm×0.33mm	0.16	27.5	0.55
100 倍	0.165mm×0.165mm	0.08	38	0.7

表4 カットオフの設定

	表面粗さ標準片の公称値 Ra(µm)							
	0.025	0.05	0.1	0.2	0.4	0.8	1.6	3.2
Raのカットオフ (mm)	0.25	0.25	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	2.5
Rzのカットオフ (mm)	0.25	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	2.5

表5 基準長さを満たすステッチング数とエリアサイズの関係

対物レンズ	基準長さ (mm)					
	0.25	0.8	2.5			
10 倍	1×1, 1.66mm×1.66mm	1×1, 1.66mm×1.66mm	2×1, 2.98mm×1.66mm			
50 倍	1×1, 0.33mm×0.33mm	3×1, 0.86mm×0.33mm	10×1, 2.72mm×0.33mm			
100倍	2×1, 0.30mm×0.17mm	6×1, 0.83mm×0.17mm	19×1, 2.55mm×0.17mm			

# 3.1 レプリカAの測定結果

レプリカAの粗さを非接触式表面形状測定機 (対物レンズ10倍)によって測定し,基準値と 比較した結果を,図2に示す。

ここでグラフのマーカーは測定値の平均値, エラーバーは t 分布による平均値の 95%信頼区 間を示す。近似直線式 y と決定係数 R<sup>2</sup>も示す。

その結果,図 2(a)および(b)の囲枠に示すように Ra は Ra0.2 以上の領域で, Rz は Rz1.5 以上の領域で,基準値とほぼ一致したが,それより小さい領域では,基準値から外れ,やや大きくなる傾向がみられた。

# 3.2 レプリカBの測定結果

レプリカ B の粗さを非接触式表面形状測定機 (対物レンズ10倍)によって測定し,基準値と 比較した結果を,図3に示す。

ここでグラフのマーカーは測定値の平均値, エラーバーは t 分布による平均値の 95%信頼区 間を示す。近似直線式 y と決定係数 R<sup>2</sup>も示す。

その結果,図 3(a)および(b)の囲枠に示すように Ra は Ra 0.1 以上の領域で,Rz は Rz3.4 以上の領域で,基準値とほぼ一致したが,それより小さい領域では,基準値から外れ,やや大きくなる傾向がみられた。







図4 対物レンズによる違い

# 3.3 対物レンズによる違い

非接触式表面形状測定機の対物レンズを変え た場合の違いを調べるため、マスターを10倍と 100倍の対物レンズで測定し、Raの測定値と基 準値を比較した結果を図4に示す。

ここでグラフのマーカーは測定値の平均値,

エラーバーは t 分布による平均値の 95%信頼区 間を示す。近似直線式 y と決定係数 R<sup>2</sup>も示す。

その結果,図4の囲枠に示すように,(a)10倍 のレンズは Ra 0.4 以上の領域で,基準値とほぼ 一致したが,それより小さい領域で,基準値か ら外れ,やや誤差が大きくなる傾向がみられた。 一方で(b)100倍のレンズは Ra 3.2 から Ra 0.025 の領域まで基準値とよく一致した。

対物レンズ100倍の結果が,対物レンズ10 倍の結果より,Raのより細かい領域まで基準値 とよく一致した理由について,対物レンズの倍 率が高いほど,断面曲線のX軸サンプリングが 細かくなるためと考えられた。しかし,同時に FOV(視野)も小さくなるため,粗さ評価に必 要な基準長さを確保するために,ステッチング によるエリアサイズの拡張が必要であり,より 多くの測定時間を要することがデメリットであ る。

## 4. 結 言

- (1) レプリカ法はサブミクロンまでの領域にお いても粗さ評価に適用でき, Ra のより小さ な領域を評価する場合には,より粘度が低 いレプリカ剤の方が適するものと思われた。
- (2)非接触式表面形状測定機による表面粗さの 測定範囲は、対物レンズ10倍では、Ra0.4以 上の領域までが妥当であり、それより小さ い領域を測定する場合は、対物レンズ100倍 を使用するべきである。

参考文献

 斎藤雄治、レプリカ法による非接触表面粗さ 測定、工業技術研究報告書, No.47, 2017, p.84-85.

# 高周波焼入れした炭素鋼の金属組織と硬さ

斎藤 雄治\*

Metallographic Structure and Hardness of Induction Hardened Carbon Steels

SAITO Yuji\*

#### 1. 緒 言

高周波焼入れは,鋼材の表面を誘導電流によって急加熱した後に急冷して,マルテンサイト 組織にする表面硬化処理である。これによって, 靭性,耐摩耗性,疲労限度が向上するため,産 業機械のベッド,シャフト,歯車,レール,カ ムなど多くの部品に使われている。高周波焼入 れに適した鋼種は S45C, SCM435 などの中炭 素鋼である。

ここで、高周波焼入れは加熱時間が短いため、 焼入れ前の炭化物の状態が焼入れ後の硬さや金 属組織に大きく影響することが知られている<sup>1)</sup> <sup>-3)</sup>。高周波焼入れ前の金属組織は、微細な粒状 炭化物が均一分布している状態が最適とされて いる。この金属組織にすることができる熱処理 として調質(焼入れ+500~600℃程度の焼戻 し)が挙げられる。

しかし, コストカットや作業時間の短縮のた め高周波焼入れ前の調質を省略することがある。 この場合, 焼入れ硬化層の硬さや金属組織がば らつく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,納入状態の炭素鋼に高周波 焼入れしたときに,焼入れ硬化層の金属組織や 硬さにどのようなばらつきが生じるかを調べた。

## 2. 実 験

市販の機械構造用炭素鋼 S45C の丸棒を直径 40mm,長さ250mmに機械加工後,高周波焼入 れ(有効硬化層深さ1.5mm以上)した。その後,

\* 中越技術支援センター



図1 供試材の切断位置, 試料の採取位置



図2 硬さ試験・金属組織観察の位置

図1に示すように切断および一方を焼戻し(電 気マッフル炉で200℃に1時間保持後空冷)し て,試料A(高周波焼入れのまま)と試料B( 高周波焼入れ+焼戻し)を採取した。

これらの試料について、断面のビッカース硬 さ試験および金属組織観察を行った。金属組織 観察に用いた腐食液は、硝酸-アルコール溶液 (配合: HNO<sub>3</sub> 5ml, エチルアルコール 100ml ) である。図2に, 硬さ試験と金属組織を観察 した位置を矢印で示す。

なお,熱処理にはヤマト科学(株)製 電気 マッフル炉 F0410,硬さ試験には(株)明石製 作所製 ビッカース硬度計 MVK-G2500,金属 組織観察にはオリンパス光学工業(株)製 金 属顕微鏡 BX53MRF-S(D)型をそれぞれ用いた。

#### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 硬さ試験

図3に、表面から深さ方向のビッカース硬さ (HV0.3)を示す。ビッカース硬さは試料A, Bともに表面から深さ方向に向かって増減を繰 り返しながら、徐々に減少していることが分か る。

ここで,JISG0559 鋼の炎焼入及び高周波焼 入硬化層深さ測定方法<sup>4)</sup>において,炭素量が0. 43%以上0.53% 未満の鋼材における有効硬化層 深さは450HVの位置までの深さと規定されてい る。これを図3に適用した結果,有効硬化層深 さは試料A1.9mm,試料B1.8mmであった。

#### 3.2 金属組織観察

図4に試料A,図5に試料Bの結果を示す。 各図において(a)は硬化層全体の金属組織で、



(b)~(f)は硬化層の種々の深さの位置の金属
 組織である。また,(g)は硬化層と生材の境界
 の金属組織で,(h)は生材の金属組織である。

なお, (a) において中央の縦方向に見られる 細かい点は, ビッカース硬さ試験による圧痕で ある。

図4の試料Aの金属組織では、表面付近の( b)は均一なマルテンサイト組織になっているが、 表面からの深さが0.5mmの(c)ではマルテンサ イト組織の周りに黒色の組織(不完全焼入れ組 織)が見られる。

また,1.0mmの(d)では不完全焼入れ組織が 明瞭になり,その中に白色の組織(フェライト 組織)が見られるようになる。さらに,1.5mm の(e)と2.0mmの(f)ではフェライト組織の量 が顕著に増え,生材の(h)ではフェライト組織 とパーライト組織が見られ,境界の(g)では,

(f) と(h) の混合組織となっている。上記の不 完全焼入れ組織は, 微細パーライト組織や炭素 量が少ないマルテンサイト組織からなると考え られる。

ここで,(c)~(f)の組織と(h)の組織を比 較すると,(c)~(f)において不完全焼入れ組 織やフェライト組織が見られる位置は,高周波 焼入れ前はフェライト組織であったことが推測 される。フェライト組織は短時間の加熱ではフ ェライト組織として残存しやすく,仮にオース テナイト組織に変態しても周囲から炭素が拡散 する前に冷却が始まり不完全焼入れ組織に変態 しやすいと考えられるからである。図3におい て断面硬さが細かい増減を繰り返した理由とし ては,圧痕の位置に硬度が低い不完全焼入れ組 織があったことが考えられる。高周波焼入れ前 に調質を行い金属組織を細かく均一にすれば, 硬さや金属組織のばらつきを小さくすることが 可能と考えられる。

図5の試料Bの組織についても図4の試料A の組織と同様であるが、不完全焼入れ組織がや や不明瞭となっている。これは、焼戻しによっ て金属組織の均質化が進んだためと考えられる。



図4 試料Aの金属組織



図5 試料Bの金属組織

本報告書の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<sup>5)</sup>。

# 4. 結 言

市販の S45C 丸棒の生材を高周焼入れまたは 高周波焼入れ焼戻しして,硬化層断面の硬さ試 験および金属組織観察を行い,以下について確 認した。

- (1) 硬化層の硬さは、表面から深さ方向に向かって増減を繰り返しながら徐々に減少した。
- (2)硬化層の金属組織は、表面ではマルテンサ イトであるが、内部に行くにしたがって不 完全焼入れ組織が多く見られた。

# 参考文献

- 日本鉄鋼協会編,鋼の熱処理 改訂5版,19
   89, pp27~28.
- 山方三郎、よくわかる最新熱処理技術の基本 と仕組み、2014、pp140~141.
- 3) 仁平宣弘,最新熱処理のしくみと技術,2017, pp126 ~ 127.
- 4)日本規格協会, JISG 0559, 鋼の炎焼入及び 高周波焼入硬化層深さ測定方法, 2019.
- 5) http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/R2/2kin20.ht ml,高周波焼入れした炭素鋼 S45C の金属 組織と硬さ、「新潟県工業技術総合研究所ホ ームページ」、2021年2月8日.

# VI 産学官共創ものづくり推進事業

# 金属堆積造形の積層技術に関する調査研究

平石 誠\* 須藤 貴裕\* 青野 賢司\* 小林 泰則\*\* 石川 淳\*

#### A Report on Additive Manufacturing Utilizing Metal Deposition

HIRAISHI Makoto\*, SUTOH Takahiro\*, AONO Kenji\*, KOBAYASHI Yasunori\*\* and ISHIKAWA Atsushi\*

## 1. 緒 言

金属堆積造形技術は,金属製品の生産技術と して広く使われている切削加工や塑性加工に並 ぶ,次世代の加工技術になることが期待されて いる。少量生産に対する機動力,自由な造形性 を背景とした部品点数の削減,それによる生産 性の向上,ジェネレーティブデザインの適用に よる性能向上など,依然高いとされる加工コス トのデメリットを補って余りあるような適用事 例が出てきており,近い将来の金属加工業にと って大きな変革をもたらすと思われる。

金属堆積造形には様々な造形方式があり、そ れぞれ一長一短がある。現状では詳細形状や複 雑形状の造形に有利であるとされるパウダーベ ッドフュージョン(PBF)方式が先行している が、造形物の物性や造形速度では指向性エネル ギー堆積(Directed Energy Deposition, DED)方 式の方が優れているとされている。

当所では,実製品の製造には上記の特徴を持 つ DED 方式が有利であると考え,令和2年3 月に同方式の金属堆積造形装置 三菱重工工作 機械(株)製 LAMDA200 を導入した(図1)。 DED 方式によれば,既存の金属製品や治工具 等に,目的の機能に応じた材料を,レーザ光を 用いた局所加熱によって付加造形することがで きる。さらに当該装置の特徴として同時に2種 類の金属材料を供給することが可能であること から,当所では異種材造形の研究を進めている

\* 研究開発センター

\*\* 研究開発センター レーザー・ナノテク研究室



図1 導入した金属堆積造形装置

ところである。

しかし,局所加熱であるが故に造形物には溶 接と同様に変形,残留応力,割れ,空孔などの 欠陥が生じうる。本調査研究では,実験・試作 を通じて金属堆積造形における課題を抽出し開 発力の蓄積を図るとともに,迅速な課題対応を 目的に金属堆積層の組織や変形を予測する解析 技術についての調査を行った。

#### 2. 調査活動

#### 2.1 先行する機関の取組

大学,公設試験研究機関,造形機メーカ,造 形サービスビューロを調査した。

#### 2.1.1 研究開発

造形物の形状の安定化や品質保証への要請か ら,溶融池の挙動やプラズマ発光の変動を監視 するインプロセスモニタリングの開発が行われ ている。これに基づく造形条件の制御は一部実 用化されているが,機械学習を利用して異常を 判定する技術開発も精力的に取り組まれている。 また,金属積層造形によって作られた材料は 従来の製法によるものと異なる特性を示すこと が多いため,機械学習による特性予測に基づき 加工条件を推定する研究が行われている他, FEM 解析に基づいて異材種を積層したり,積 層条件を制御して弾性率を調整したりして造形 物の熱変形を抑える研究が進められている。

#### 2.1.2 適用分野

DED 方式の造形装置を保有する機関では, 堆積造形の利点として,既存品への形の付加, 異種材料の付加(=機能の付加),ニアネット シェイプによる後加工の削減などを挙げた。こ れらを活かした一つの適用例として金型の製作 や改修,補修を挙げるところが多かった。

造形サービスビューロでは,自動車部品を中 心に航空機や医療機器の部品試作を多く受託し ている。他の方法に比べて製作コストが高いた め,積層造形ならではのメリット(ラティス構 造やトポロジー最適化を適用した複雑形状,急 熱急冷による優れた材料特性など)が活かせな い用途では受託に繋がらないとのことであった。

## 2.2 市場動向

#### 2.2.1 市場規模

2030年の金属堆積造形品(造形装置や金属粉 末材料は除く)の国内市場規模は2兆円程度の 市場規模になることが予測されている<sup>1)</sup>。医療, 航空・宇宙,発電などの部品単価の高い分野で は既に実用化が進んでいる。金型工具や医療分 野は中でも市場規模が大きく,それぞれの市場 の約1割を造形品が占めるとされている。本県 の金型産業は集積度が高く,金属堆積造形の導 入効果が特に期待される分野である。

#### 2.2.2 市場参入に向けた課題

今後,市場が拡大するための課題はコストと 品質管理である。

金属堆積造形にかかるコストは従来加工法に 比べて高く,要因として①装置が高い,②造形 に時間がかかる,③材料が高い,④材料が限ら れている等が挙げられる。同じ製品・部品の製 作方法として比較する限り,従来加工方法に比 べて不利であると思われる。

なお, DED 方式と PBF 方式を比べたとき, 上記の②, ④については DED 方式の方が有利 である。

金属堆積造形品の品質が従来加工法に比べて 劣るわけではないが,溶融・凝固を繰り返しな がら一層ずつ積層するため,個々の造形物に品 質のばらつきや欠陥が生ずる懸念がある。造形 物全体の非破壊検査は膨大な検査時間を要し困 難であるため,造形中に検査も行うインプロセ スモニタリング技術が検討されている。

金属堆積造形の導入を考えたとき,製品・部 品の設計や構造はそのままに,造形方法だけを 金属堆積造形に置き換えたのではメリットを出 せない。金属堆積造形「ならではの設計」いわ ゆる DfAM (Design for Additive Manufacturing) への転換が重要である。具体的には,一体造形 による部品点数の低減,金型レス化によるリー ドタイムの縮減,トポロジー最適化による軽量 化,これらを組み合わせた工程全体としての低 コスト化,併せて物理現象に最適化した形状造 形による性能向上が取り組まれている<sup>2)</sup>。

#### 2.3 技術動向

#### 2.3.1 変形予測

金属堆積造形は、レーザなど熱源を用いて金 属を溶融・凝固するプロセスであることから、 熱応力などによる変形は避けられない。高精度 な造形を実現するためには、変形を予測してモ デルを補正する必要があり、変形予測は金属堆 積造形技術の実用化に不可欠で、今後の動向が 注目される分野である。金属堆積造形の変形予 測分野では、PBF 方式の報告<sup>3)</sup>が多くあるが、 DED 方式についても汎用有限要素法解析ソフ トウェアを用いて取り組んだ例が報告<sup>4),5)</sup>され ている。これらは、従来の肉盛溶接で用いられ た手法によるもので、造形物全体の温度履歴を 非定常的に計算し、その温度履歴と温度に依存 した物性値を用いて熱弾塑性解析を造形プロセ スの全時刻で行う必要があることから,計算時 間が膨大になることが知られている。また、 汎用ソフトウェアであるため,様々な設定がで きる一方で、解析専任者でなければ取り扱いが 難しい面がある。そうした中で、「次世代型産 業用 3D プリンタの造形技術開発・実用化事業 (NEDO)<sup>6</sup> では、従来から大型構造物の溶 接シミュレーションに使用されてきた固有ひず み法を、3次元積層造形に使用できるように拡 張し、計算の高速化を実現している。このソフ トウェアは、(株)金属積層造形サポートシス テムがクラウドサービスとして提供しており, 計算の高速化に加え、(株)C&G システムズ の CAM システムと連携でき、造形形状や造形 条件、パス情報を簡単に設定できることを特徴 としている。そのほか、市販のソフトウェアで は, MSC Software 製 Simufact Welding などがパ ウダ DED 方式に対応しており,造形に使用す る NC プログラムを使ってシミュレーションで きるなど、ユーザインターフェースが簡略化さ れ、解析専任者でなくとも比較的取り扱いやす くなっている。今後は,解析専任者でなくとも 取り扱いやすいこのようなソフトウェアの開発 がますます進むと考えられる。

# 2.3.2 組織予測

金属堆積造形物の機械的性質は金属組織の影響を受けるため、その予測・制御に関心が寄せられており、指標として凝固マップの活用が提案されている。

凝固マップは凝固組織の形態(柱状晶か等軸 晶か)を固液界面での温度勾配(G)と固液界 面の移動速度(凝固速度)(R)で整理したも ので,概略は図 2<sup>7)</sup>のようである。マップの左 上では柱状晶が,右下では等軸晶が生ずる。ま た,右上に寄るほど結晶粒は微細に,左下に寄 るほど粗大になる。柱状晶と等軸晶の境界の条 件は合金によって異なる。



図2 凝固マップ<sup>7)</sup>

具体例として、Ti 合金を DED 方式で造形し た場合、送り速度や粉末供給量を大きくしたり、 あるいはレーザパワーを小さくしたりすると、 温度勾配 G が減少し、結果、等軸晶が増えるこ とが報告されている<sup>8</sup>。

GとRの制御や測定は現状では不可能であり, 造形物の部位によっても異なるため,溶融池の 内部についてシミュレーションを実行すること が必要となる。ただし,組織形成の計算との連 成(あるいは連携)解析は開発途上にあり<sup>9</sup>, 現状では実験よりも高コストとなる可能性もあ るため,単に目的とする組織を得るための最適 条件を求めることが目的であれば,機械学習の 利用を検討した方が有益となる可能性も文献<sup>9</sup> 中で指摘されている。

#### 2.3.3 溶融・凝固シミュレーション

DED に対応しうる溶融・凝固シミュレーショ ンには、レーザを用いた溶接プロセスにおける シミュレーション手法を用いたもの、それらの 手法を発展させたものが存在している。

市販の溶接シミュレーションを転用したソフ トには例えば前述の MSC Software 製 Simufact Welding などがあり,変形や残留応力の他,組 織予測に関しては,組織変化や結晶粒サイズが 計算可能なようである<sup>10)</sup>。

'SPLICE<sup>11</sup>'は、レーザ光を熱源とした材料加 工などに対する数値解析的な評価手法の確立を 目的として国の研究機関が中心となって開発し たレーザ溶融・凝固計算シミュレーションコー ドであり,解析の原理や手法が公開されており, その妥当性も確認がとれていると思われる。

#### 3. 実験

#### 3.1 構造用材料

パウダ DED 方式において研究事例<sup>12</sup>の多い Ni 基合金(Inconel718 相当)の粉体を使用し, 幅 20mm×長さ 100mm×厚さ 10mmの SS400 製 母材の上に長さ 50mmの直線状に造形した。造 形条件は表 1 とし,各造形条件における堆積高 さと堆積幅を測定した(図 3)。

図 4 に送り速度と堆積高さの関係を示す。図 中左からレーザ出力 1000W, 1500W, 2000W と なっており、単位時間当たりの粉体供給量ごと にプロットした。堆積高さは、送り速度の増加 とともに低下し、送り速度が同一であれば、粉 体供給量が多いほど高くなる傾向を示した。た だし、レーザ出力 1000W と 1500W の送り速度

粉体	PI718 (Inconel718相当品)
粉体粒径(μm)	45~150
母材	SS400
レーザスポット径 (mm)	1.8
レーザ出力(W)	1000, 1500, 2000
送り速度(mm/min)	500, 750, 1000, 2000
粉体供給量(g/min)	10, 15, 20, 25

表1 造形条件



図3 堆積高さと堆積幅の測定

500mm/min およびレーザ出力 1000W の送り速 度 750mm/min の条件では,粉体供給量 20g/min と 25g/min でほぼ同じ高さとなった。これは, 送り速度が小さいほど単位堆積長さ当たりに供 給される粉体量が増加するため,25g/min では 入熱量に対して粉体供給が過剰となり溶融でき なかったものと推測される。2000W についても, さらに粉体供給量を増加させた場合には同様の 現象が生じると考えられる。なお,その他の条 件ではレーザ出力の違いによる顕著な違いはな





図6 造形したインペラ形状

く,堆積高さは,単位時間当たりの粉体供給量 と送り速度,すなわち,単位堆積長さ当たりの 粉体供給量に依存することがわかった。図5に は送り速度と堆積幅の関係を示す。堆積幅は, 送り速度が速くなるほど小さくなり,レーザ出 力が高いほど大きくなる傾向を示した。送り速 度が遅い範囲では単位時間当たりの粉体供給量 が多いほど小さくなる傾向を示す部分もあるが, 全体的な傾向としては粉体供給量の影響は少な いと考えられる。

以上の基礎的実験の結果をもとに、インペラ 形状の造形を試みた。造形後の写真を図 6 に示 す。あらかじめ切削加工した直径 70mm の円す い台状の母材の上に 12 層を堆積し、翼 6 枚を 造形した。造形後の寸法は翼高さ約 8mm, 翼厚 約 3mm であり、造形時間は翼 6 枚で約 8 分で あった。

# 3.2 硬質材料

DED 方式による造形の適用分野の一つとして 打ち抜き型が挙げられる。打ち抜き型は耐摩耗 性などの点から刃先には高い硬さが要求される。 ここでは,硬質材料として知られる Co 基合金 を用いて,刃高 3mm,刃先硬さ 700HV 以上を 目標とした打ち抜き型の造形を試みた。Co 基 合金はその組成によって数種に分類されるが, 多くの炭化物を生成して高い硬さが得られる材 種は溶接割れが発生しやすく,多層肉盛が困難 になる<sup>13)</sup>。そこで,硬さの異なる 2 種類の Co 基合金を用い,堆積部の組成を傾斜させること



図7 打ち抜き型モデル(切削加工後)

で,堆積部の割れを抑制しつつ,高い刃先硬さ の達成を狙った。

図7に造形後切削加工した打ち抜き型モデル を示す。造形した刃部全体にわたって割れは確 認できない。また、同一条件で造形した試験片 断面を観察した結果から、刃元(高さ 2mm 程 度まで)の硬さは 500HV 程度で、刃先に近づ くにつれて硬くなり、刃先(高さ 3mm 付近) では 730HV 程度の硬さが得られており、狙い どおりに造形することができた。

## 4. 結 言

- (1) 技術動向 造形形状の安定化や品質保証への 需要から、インプロセスモニタリングに基 づく条件制御や機械学習を併用した異常判 定技術の開発が行われている。この他、金 属積層造形に特有の材料特性を発現する加 工条件や造形物の熱変形を抑える加工条件 の予測技術に関する研究が進められている。
- (2) 市場動向 2030 年の造形品の国内市場規模は 2 兆円程度であり、金型工具や医療、航空・ 宇宙分野の市場規模が大きい。DED 方式は、 付加造形やニアネットシェイプの造形とい った特徴から、金型の製作や改修は適用先 として期待される。

- (3) <u>市場参入</u> 金属堆積造形のコストは従来加工 法に比べて高い。導入に当たっては, 製造 法の置き換えではなく, DfAM に基づいて部 品点数の低減, 金型レス化, 軽量化を組み 合わせた工程全体としての低コスト化, 同 時に性能向上が取り組まれている。
- (4) <u>変形予測</u> 溶接用シミュレーションを 3 次元 積層造形向けに拡張し,計算の高速化を実 現したものや,NC プログラムに対応し扱 い易いソフトウェアが開発されている。
- (5) <u>組織予測</u> 凝固マップの活用や実験を通じた 機械学習の利用が検討されている。市販の シミュレーションソフトにも組織変化や結 晶粒サイズの予測が可能とするものがある。
- (6) Ni 基合金粉末を用いて堆積実験を行った。 堆積高さは単位堆積長さ当たりの粉体供給 量に依存し、レーザ出力の影響は少なかった。一方、堆積幅は送り速度やレーザ出力 に依存し、粉体供給量の影響は少なかった。
- (7)Co基合金を用いて打ち抜き型を試作した。 高い硬さを示す Co合金は割れを生じやすい が、硬さの異なる2種類の組成を傾斜させ ることで割れを抑制しつつ高い刃先硬さを 有した型を造形することができた。

## 参考文献

- 技術戦略研究センターレポート,国立研究開 発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構, vol.32(2019)
- 2)欧米に対抗する日本の AM 技術の現状,(一社)日本溶接協会 3D 積層造形技術委員会オ ープンセミナー資料(2021).
- 3) 例えば,菱田貴一,古本達明ら, "積層造 形物の変形抑止法に関する研究-熱構造連成 解析による変形挙動の考察-",2016 年度 精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, 2016, pp.551-552.
- Chenghong Duan, Junjing Zhou, Xiangpeng Luo, Minghuang Zhao, "Numerical Simulation of

Temperature Field of 12crni2 by Laser Melting Deposition", 2019 4th International Conference on Insulating Materials, Material Application and Electrical Engineering, vol.677, no.2(2019)

- 5) Kamran Shah, "LASER DIRECT METAL DEPOSITION OF DISSIMILAR AND FUNCTIONALLY GRADED ALLOYS", The University of Manchester, (2011)
- 6)次世代型産業用 3D プリンタの造形技術開発
   実用化事業平成 29 年度~平成 30 年度成果報告書(報告書管理番号 20190000001139),
   国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構,2019, p.89.
- 7)(株)金属積層造形サポートシステム(MA MSS)ホームページ, https://mamss.co.jp/, 2021年3月19日閲覧
- Adrita Dass, Atieh Moridi, "State of the Art in Directed Energy Deposition: From Additive Manufacturing to Materials Design", *Coatings*, vol.9, no.7(2019)
- 9)小泉雄一郎, "計算機シミュレーションを用 いた Additive Manufacturing プロセス最適化予 測",スマートプロセス学会誌, 8, 4, 2019, pp.132-138.
- 10) NTT データエンジニアリングシステムズホ ームページ, https://www.nttd- es.co.jp/ magazine/backnumber/no74/no74-sw.html, 2021 年 3月19日閲覧
- 11) 村松壽晴, "レーザー加工プロセス計算科 学シミュレーションコード SPLICE の整備— 令和元年度研究成果—",日本原子力研究 開発機構,2019.
- 12)例えば、栗谷龍彦ほか、"Inconel718 のレー ザ金属積層造形における現象観察および空 孔分析",2016 年度精密工学会秋季大会学 術講演会講演論文集,2016,pp.313-314.
- 13)加藤喜久ほか, "KV 粉末を用いた PPW 肉 盛溶接金属の特性", 電気製鋼, 72, 3, 2001, pp.195-200.

# 材料の微細構造制御による高機能化の 応用技術に関する調査研究

中川 昌幸<sup>\*</sup> 渋谷 恵太<sup>\*\*</sup> 天城 裕子<sup>\*\*</sup> 樋口 智<sup>\*\*</sup> 近 正道<sup>\*\*\*</sup> 岡田 英樹<sup>\*</sup> 河原 崇史<sup>\*\*</sup> 福田 拓哉<sup>\*\*</sup>

Report on Applied Technology for Improving Functionality of Materials by Controlling the Microstructure

NAKAGAWA Masayuki<sup>\*</sup>, SHIBUYA Keita<sup>\*\*</sup>, AMAKI Yuko<sup>\*\*</sup>, HIGUCHI Satoru<sup>\*\*</sup>, CHIKA Masamichi<sup>\*\*\*</sup>, OKADA Hideki<sup>\*</sup>, KAWAHARA Takashi<sup>\*\*</sup> and FUKUDA Takuya<sup>\*\*</sup>

#### 1. 緒 言

材料の微細構造を制御することによって材料 に機能性を付与することが可能である。例えば 鉄鋼材料は焼き入れなどの熱処理によって硬く したり耐摩耗性を向上させることが広く行われ てきた。焼き入れにおいて組織をオーステナイ ト状態から急冷することでマルテンサイト変態 が起こり,過飽和に固溶された炭素が結晶格子 をひずませることによって高硬度という物性が 得られる。

また,高温焼き戻しにおいてはカーバイドが 微細に分散,析出することによって硬さ,耐摩 耗性が得られるほか,焼き入れで脆くなったマ トリックスの靭性を回復することによって,強 度,靭性のバランスを持たせることができる。

プロセスによって微細構造を制御する手法は このような鉄鋼材料のみならず,さまざまな実 用材料の高機能化,高性能化に用いられている。

微細構造制御を応用したプロセスの最適化に は得られた微細構造の分析が重要となる。熱処 理のみによる場合,材料の平衡状態図から処理 条件の目安を得ることが可能であり,硬さから 得られた微細構造を推定することが容易である 一方,オースフォーミング<sup>1)</sup>など,加工と熱

- \* 研究開発センター
- \*\* 下越技術支援センター
- \*\*\* 上越技術支援センター

処理を組み合わせたプロセスにおいては変形抵 抗のその場測定も重要だが,ひずみによるマル テンサイト変態温度の低下の影響を実際に微細 構造分析によって把握することが不可欠となる。

また,時効処理や浸炭,窒化などの析出相の 分散強化組織においても,析出相の同定や分散 状態の評価が重要である。

高付加価値を狙った材料の高機能化には,微 細構造を制御したプロセスの最適化が重要なポ イントとなることは間違いない。

また,このような開発に微細構造分析手法を リンクさせることによって,他社との差別化を 図った製品,技術開発を加速することが可能で あると考える。

本調査研究では、新潟大学の大木基史准教授 の研究シーズである WC-Ni 系硬質皮膜の開発 に関して主に電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)/エネルギー分散元素分析装置(EDS) による微細構造解析を行い、連携して研究開発 を行っている。この皮膜は Ni-W めっきに浸炭 を施すことで硬い粒状のタングステンカーバイ ド(WC)を析出させることによって得られる、 硬度、耐摩耗性を向上させた皮膜である。成膜 は炭素鋼表面に無電解めっきしたのち電解めっ きを行う。そして皮膜の還元熱処理によって合 金めっきの微細構造を変化させたのちガス浸炭 によって、WC を析出させる。このように Ni-
W 合金めっき中に WC を析出させた組織は, Ni-W 合金マトリックス中に WC という硬質粒 子が分散したものとなり,WC を Co をバイン ダーとして焼結した超硬合金に類似したものに なる。このような硬質めっきが無電解めっきで 得られれば,電極が不要,非導電性の母材に製 膜できるなどのメリットがある。本研究では, 無電解 Ni-W めっきによる硬質皮膜の可能性を 調べるため,無電解 Ni-W めっきと固体浸炭を 行い微細構造変化を評価した。

また,焼結プロセスによれば粉末原料の配合 比によってさまざまな合金を得ることが容易で あり,機能性合金開発に適した方法である。本 研究では,放電プラズマ焼結(SPS)<sup>2)</sup>と固体 浸炭によって,この硬質皮膜と同様な微細構造 を得ることを試みた。

### 2. WC-Ni系硬質複合材の微細構造分析

### 2.1 WC-Ni 系硬質複合材生成プロセス

### 2.1.1 無電解 Ni-W めっきによる硬質皮膜

耐水研磨紙(#2000 まで)を使って表面を磨 いた S45C( $60 \times 16 \times 5$ mm)を基材として用い, めっきの前処理として,アセトンで拭き取り脱 脂し,40°Cに加温した硫酸(1+10)に 10 秒程 度浸漬した後,十分に水洗を行った。熱処理は N<sub>2</sub>雰囲気で 700°C1Hr 保持,炉冷した。浸炭は 固体浸炭法を用い,粉砕した活性炭と炭酸バリ ウムの混合スラリー中で 900°Cに昇温後,1Hr 保持した。

# 2.1.2 放電プラズマ焼結(SPS)による複合 材

Ni と W の粉末を重量比 40:60 で混合し, ¢15mm × h5mm 程度のサイズに焼結した。焼 結圧力は 30MPa, 加熱は Ni が液相温度に達し て急激な緻密化が起こったおよそ 1230℃程度 まで行った。

### 2.2 実験結果

#### 2.2.1 無電解 Ni-W めっきによる硬質皮膜

無電解 Ni-W めっきのままを Ni-W, めっき 後に熱処理を行ったものを Ni-W-H, めっき後 に浸炭を行ったものを Ni-W-C, めっき後に熱 処理, 浸炭を行ったものを Ni-W-H-C とする。 図 1 にそれらの結晶構造変化を XRD によって 測定した結果を示す。Ni-W では非晶のハロー パターンが見られたが, Ni-W-H では, Ni<sub>3</sub>P,

(Fe, Ni) のピークが生じており,熱処理によって Ni<sub>3</sub>P の析出と W, Fe, P を固溶した Ni 合金マトリックスの結晶化が生じていると考えられる。

また, Ni-W-C および Ni-W-H-C では WC の ピークが見られ,浸炭によって WC の析出が 起こっていると考えれられる。

また,浸炭前の熱処理の有無によって WC ピークの強度比が異なることから,結晶配向に 変化が生じていると考えられる。

図 2(a)~(d)に Ni-W, Ni-W-H, Ni-W-C, Ni-W-H-Cの断面 SEM 観察を示す。





### 図 2 断面 SEM 観察



図3 元素マップ

Ni-W は一様な皮膜になっており、XRD の結 果と同様,非晶と考えられる。Ni-W-H では微 細な析出が見られるが、XRD の結果から NiW 結晶と考えられる。図 3(a),(b)に(7)Ni-W-C お よび(イ)Ni-W-H-C の C, W マップをそれぞれ 示す。Ni-W-C では粒子状の析出が見られる。 比較的大きいものは直方体のような形状で 1µm 程度のサイズで、細かいものは 100nm 以 下程度と思われる。C, W の元素マップおよび XRD の WC ピークから、これらは浸炭によっ て析出した WC であると考えられる。Ni-W-H-C においても、C, W マップおよび XRD 結果 から,WCの析出と考えられるが,WC結晶の 析出深さが小さく,細長い片状に深さ方向に成 長している。前述のとおり, Ni-W-C, Ni-W-H-Cの XRD プロファイルにおいて WC ピーク強 度比が異なっており,結晶配向が異なっている と考えられる。これらの浸炭条件は同じため, 浸炭前の熱処理の有無によって, このような微 細構造の変化が生じたと考えられる。

# 2.2.2 放電プラズマ焼結 (SPS) による複合 材

焼結体および浸炭後の XRD プロファイルを図 4 に示す。焼結体では主なピークは Ni, W,



図4 XRD プロファイル

NiWである。

また,いくつか帰属の不明な小さいピークは その他の化合物によるものと思われる。浸炭後 には WC のピークが明瞭に現れており,浸炭 によって WC が析出したことを示している。 図 5 に焼結体の断面 SEM 観察(反射電子像) を示す。組成のコントラストから複数の相によ る組織になっていることがわかる。拡大した領 域の SEM 観察を図 6 に示す。組成コントラス トの異なる図中に示した4カ所において定性分 析を行った。



図5 焼結体の断面 SEM 観察



図6 焼結体断面の分析位置

#### 表1 各分析位置の W, Ni の割合

l,					(11143370)
		分析位置1	分析位置2	分析位置3	分析位置4
	W	98.1	75.1	97.6	38.3
	Ni	1.9	24.9	2.4	61.7

(mass%)

表1にWとNiの正規化した mass%値をそれ ぞれ示す。分析位置1と3はWが98.1%, 97.5%と非常に高く,WあるいはWが主成分 の化合物と考えられる。分析位置4の組織は Niが主成分のNi-W合金,すなわちWを固溶 したNi-W合金マトリックス相であると思われ る。

また,分析位置2の組織は,モル比に換算す るとおよそ1:1となるため,NiWと推測される。 固体浸炭に供した焼結体の断面の SEM 観察 と EBSD による WC 結晶マップを図7(a),(b) にそれぞれ示す。□で囲んだ領域が EBSD 測 定領域である。WC の分布から,浸炭層深さは およそ 10µm 程度と考えられる。図8に広範囲 の断面 SEM 観察を示す。



(a) SEM 観察

図7 浸炭表面の断面

相マップ



図8 固体浸炭した表面の断面 SEM 観察

### 表2 各分析位置のW, Niの割合

(mass%)

		(111855/0)
	А	В
W	29.4	38.2
Ni	70.6	61.8

WC が集中している領域は浸炭前における分 析領域 2 と 3, すなわち W, NiW の分布と一 致していると考えられる。浸炭層の領域および 内部の Ni-W 合金マトリックスの点分析を行い, 正規化した Ni, W の成分比率を表 2 に示す。浸 炭層 A では内部 B よりも Ni-W マトリックス 中の W 量が少なくなっており,浸炭層では, Ni 中に固溶した W が WC となり析出している のではないかと考えられる。

WC 析出は大別すると 2 つのモードがあるように思われる。W リッチの領域における析出 と Ni 中に固溶した W からの析出である。原料 粉末の成分割合や Ni に対する W の固溶度から これらの相分布を制御することによって,析出 する WC の集中度や Ni-W 合金マトリックスか らの WC の析出など微細構造制御が可能であ ると考えられる。

### 3. 結 言

- (1) 無電解 Ni-W めっきの熱処理および浸炭によ って Ni-W 合金マトリックス中に WC が析出 した膜構造が得られた。浸炭前の熱処理に よって浸炭後の WC の微細構造や析出深さ が変化することが確認され,無電解 Ni-W め っき膜において熱処理条件によって微細構 造制御ができ,高機能化を図ることが可能 であると考えられる。
- (2) SPS によって Ni-W 合金の焼結体を試作し, 浸炭を行った。表面からおよそ 10µm 程度 の深さの領域で WC 析出層が得られた。 WC は W リッチ相の W のほか, Ni-W マト リックス中から析出していると考えられ, 焼結による W リッチ相と Ni-W 合金相の微 細構造制御によって高機能化を図ることが 可能であると考えられる。

## 参考文献

 1)門間, "改訂第4版鉄鋼材料学", 実教出版 (株), 1985, pp.263-269.  http://sinterland.jp/technology/, 放電プラズマ 焼結,「(株)シンターランドホームペー ジ」2021年3月25日

# インダストリアル IoT の活用に関する調査研究

木嶋 祐太\* 星野 公明\*\* 石井 啓貴\*\*\* 土井 康平\*\*\* 本多 章作\*\*\*\* 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 Industry

KIJIMA Yuta<sup>\*</sup>, HOSHINO Kimiaki<sup>\*\*</sup>, ISHII Hirotaka<sup>\*\*\*</sup>, DOI Kohei<sup>\*\*\*</sup>, HONDA Shosaku<sup>\*\*\*\*</sup>, ISHIZAWA Kenta<sup>\*\*\*\*\*</sup>, FUKUSHIMA Yuichi<sup>\*\*\*\*\*</sup>, BABA Daisuke<sup>\*\*\*\*\*\*</sup> and MYOBUDANI Hideki<sup>\*\*\*\*\*\*</sup>

### 1. 緒 言

本調査研究事業では、県内企業の生産性向上 を図るため、製造業における IoT (Internet of Things)の普及状況や AI (Artificial Intelligence )などの関連技術動向について調査した。

また,県内企業の IoT 活用推進を支援するツ ールとして, (国研)産業技術総合研究所の 「MZ プラットフォーム」「スマート製造ツー ルキット」<sup>1)</sup>などを技術シーズとし,その普及 活動や試行実験を実施した。

### 国内企業の状況

AI・IoT や IT 化などは DX (Digital Transformation) と関連することが多い。本来の DX の定義は、データとデジタル技術を活用して、 製品やサービス、ビジネスモデルを変革すると ともに、業務そのものや、組織、プロセス、企 業文化・風土を変革することである。そのため に、まずは業務をデジタル化する必要があり、 AI・IoT は DX を推進する手段となる。

(独)情報処理推進機構(IPA)が収集した2020年でのDX推進指標<sup>2)</sup>によると、実に全

*	研究開発センター
**	企画管理室
***	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

体の 9 割以上の企業が DX にまったく取り組め ていない (DX 未着手企業)か,散発的な実施 に留まっている (DX 途上企業)状況であるこ とが明らかになった。

また,2020年は新型コロナウィルスの影響 によりこれまでの環境が大きく変化してしまう ことを体験し,企業文化を変革する機会にもな った。経済産業省の DX レポート 2<sup>3)</sup>には,テ レワークをはじめとした社内の IT インフラや 就業に関するルールを迅速に変更し変化に対応 できた企業と,対応できなかった企業で DX の 進捗に差が開いている,という記載がある。

このような状況に遅れをとらないためにも, これまで当所として実施してきた DX の認知向 上,ツールの導入支援,人材育成といった対応 が依然として必要であると思われる。

### 3. 県内企業調査結果

3.1 IoTやIT化について

生産状況の取得や見える化といった IoT や IT化に関して,県内企業の状況を調査した。

- ・企業内に IT を専門としている部署がなく, データを取得したいと思っていてもどう進 めたらよいかわからないという部分は依然 として課題である。
- ・外部委託で構築した既設の情報システムを保 持している場合があるが、メンテナンスが 難しいので、サブシステムを自社で構築し たいという要望がある。

- ・既に IoT や IT システムでデータを取得して いる企業は多い。県の補助金を活用し IT 企 業の協力を得て,クラウドの音声認識を利用 し生産状況を入力するシステムを使っている 企業もある。
- クラウドやセンサを活用した新しいサービス を開発している県内企業もある。取り組み が進んでいる企業には必ずキーとなる IT 人 材がいて,推進役となっている。

### 3.2 AI について

機械学習やディープラーニングといった AI に関連した技術の県内企業における活用につい て調査した。

- ・AI に関連した技術の活用状況について、AI 関連セミナーに参加した企業に取ったアン ケートによると、図1に示すとおり、まだ活 用していないという企業が多い。
- ・外観検査に AI を活用したいという企業が多い。当所が開催したディープラーニングの 使い方講習会に参加し、これをきっかけに 開発を開始し活用に至った企業もある。
- ・機械装置の状態の読み取りのため、数字の認 識に AI を活用してみたいという要望があっ た。
- ある程度データが集まっている状況にあり、
  その解析に AI を活用してみたいという要望があった。その場合、解析の方法と、自社にとって役に立つ情報が本当に得られているのかがわからないことが課題である。

### 4. MZ プラットフォームの試行

IoT を推進するツールとして MZ プラットフ オームとスマート製造ツールキットの計測シス テムを製作した。MZ プラットフォームを活用 し, IoT システムを安価で比較的簡便に,かつ 測定対象側を大きく改造することなく,ある程 度 IoT 側で独立して構築したものである。

令和元年度は、当所試験棟1階の疲労試験機 を対象に、計測機器の試作と実証実験を実施し





図2計測システムの構成

た<sup>1)</sup>。今年度は,試験棟研究室に設置されたビ ルトインチャンバーの消費電流を,職員室にお いてリアルタイムに観測できるシステムを製作 した。ビルトインチャンバーを観測対象とした のは,製造業における大規模設備の稼働状況を モニタリングするにあたって,消費電流を対象 とすることで,比較的簡易に大型設備の稼働実 績を把握することを見据えているからである。

また,取得したデータは機器故障の予防保全 に活用できる可能性がある。

### 4.1 システムの構成

計測システムの構成を図2に示す。消費電流 を計測するセンサとしてクランプ式電流センサ CTL-24-CLS((株)ユー・アール・ディー 製)を使用した。リングコアに巻かれた二次巻 線と,貫通電線の間が対巻き線数の変流比とな る,電流トランス方式のセンサである。出力電 流を負荷抵抗に流すことで電圧信号に変換する。 測定する電線をクランプ内に貫通させるだけで 電子回路に直接入力可能な電流情報が得られる ので、測定対象となる生産設備の大きな改造を 施すことなく、生産系とは独立で IoT システム が構築できる。今回使用したクランプ式電流セ ンサは、測定範囲が、300Arms (50/60Hz)ま でとなっており、負荷抵抗に応じてアナログ電 圧が出力される。エッジ側 PC 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 を使用した。

# 4.2 MZ プラットフォームのアプリケーション と計測の原理

エッジ側 PC のアプリケーションおよびクラ イアント側 PC の消費電流グラフ確認のソフト ウェアについては, MZ プラットフォームを使 用して作成した。

### (Arduino Nanoの処理)

ビルトインチャンバーに電源を供給している 配電盤の1相にセンサをクランプする。 クラン プ式電流センサは2次側巻き線出力に接続する 負荷抵抗に応じて計測できる最大電流が変化す るので,設備の定格に応じて負荷抵抗を設定し 結線した。クランプ式電流センサの2次巻き線 出力を Arduino Nano のアナログ入力ポートに 接続し、クランプ式電流センサの2次側電圧出 力を検出することとする。2次側電圧出力は交 流電圧であるため, Arduino Nanoのタイマー割 り込み処理を使用し、1 周期当たり 80 回電圧 値をサンプリングし, 交流電圧の実効値を Arduino Nano 側で算出した。さらに2次側電圧 出力の実効値とクランプ式電流センサの換算係 数から、クランプに流れる1次側の電流値を算 出する。

また,Arduino Nano とエッジ側 PC は,シリ アル通信を使い,エッジ側 PC からクランプ式 電流センサの電流値の問い合わせのための文字 コードを受信するごとに,Arduino Nano 側で算 出した電流値を出力するようスケッチを作成し た。



### 図 3 クライアント側 PC の MZ プラットフォ ームによるアプリケーション

### (エッジ側 PC の処理)

エッジ側 PC では, MZ プラットフォームに より作成したアプリケーションにより, Arduino Nano とシリアル通信を行い, Arduino 側で算出した消費電流の実効値を取得する。エ ッジ側アプリケーションでは電流値のサンプリ ング間隔を設定できるようにし,設定されたサ ンプリング間隔ごとにシリアル通信で Arduino 側と通信して,取得した電流値を SQL コマン ドにより MySQL サーバに送信し,電流値を時 系列で格納するようにした。

### (クライアント側 PC の処理)

クライアント側 PC では, MZ プラットフォ ームで作成したアプリケーションにより, 電流 値の時系列データを折れ線グラフで可視化する。 まず, クライアント側アプリ内で時系列データ を取得するための SQL 文を作成し, MZ プラ ットフォームのデータベースアクセスコンポー ネントを通じて, MySQL サーバに接続する。 SQL 文により出力された, 時系列データをア プリ側へ取り込み, グラフコンポーネントで折 れ線グラフと, テーブルコンポーネントで数値 データを表形式で表示させるようにした。

### 4.3 試行実験の結果

消費電流のサンプリング間隔は 10 秒間隔に 設定した。測定結果のグラフおよびアプリケー ション画面を図3に示す。試行実験の結果,ビ ルトインチャンバーの運転特性の要因で,電流 のオン・オフの制御が頻繁に行われている様子 や、グラフの形状から温度プロファイルごとの 大まかなトレンドが見えるようになり、消費電 流の時系列の推移を遠隔で容易に観測すること ができた。

## 4.4 MZ プラットフォームに関連した県内企業 の調査

MZ プラットフォームの使用感や,企業が抱 える AI・IoT 関係の技術課題などについて聴取 した。

- ・プログラム開発における汎用性の高さや適用
  範囲の広さに可能性を感じるなど,前向きに
  評価されている一方,独特の操作感への戸惑
  いや,ソースコードの記述が不要とはいえ現
  場の初級者にはやや難しいとの感想もあった。
- ・生産現場における IoT によるデータ収集,帳 票作業の効率化,収集されたデータの見える 化などに技術的課題やニーズがあった。
- ・MZ プラットフォームの啓蒙普及,ツールの 習得には,さらなる継続的な取り組みが必要 である。

また,データベース管理システムの基礎知 識や SQL 構文の基礎, IoT システム構築にあ たっての基礎知識などを組み合わせた,総合 的な研修計画が必要である。

MZ プラットフォーム以外にも様々なノーコード・ローコード系のツールに関心がもたれていた。

### 5. 課題とその対応

県内企業の AI・IoT の活用について, 既に取 り組んでいる企業もあるが, 一方で社内に体制 ができていない企業もあり, そういった企業に とっては推進が難しい状況が伺える。

サブシステムとして自社で構築したいという

要望や取得したデータを AI によって解析した いという要望など,その範囲が広がっており, 各企業内で取り組めることを増やしていくこと が必要と思われる。

今後の対応として、今回実施した試行実験の ような情報を提供するなどして、様々なデバイ スやツールなどの導入支援を引き続き支援して いく必要がある。

### 6. 結 言

- (1)国内企業の状況を見ると、DX 化推進に関して、9 割以上の企業が DX 未着手企業、 DX 途上企業であり、コロナ渦によりさらなる2極化が進む可能性もある。
- (2)県内企業では既に取り組んでいる企業もあ るが、一方社内に体制ができていない企業 など AI・IoT を進めることが難しい状況は 依然としてある。引き続き導入支援などを していく必要がある。
- (3) MZ プラットフォームを活用して測定対象 を大きく改造することなく,比較的容易に IoT システムを構築できることが確認でき た。この仕組みを県内企業に展開していき たい。

### 参考文献

- 1) 星野公明ほか, "インダストリアル IoT の活 用に関する調査研究",工業技術研究報告書, 新潟県工業技術総合研究所, No.49, 2020, pp.73-76.
- デジタルトランスフォーメーションの加速
  に向けた研究会, "DX レポート 2 (中間と りまとめ)",経済産業省,2020, p.7.
- デジタルトランスフォーメーションの加速 に向けた研究会、"DX レポート 2 (中間と りまとめ)",経済産業省,2020, pp.9-12.

# 次世代切削加工技術に関する調査研究

田村 信\* 石川 淳\*\* 菅野 明宏\*\* 須藤 貴裕\*\*

Report of Market and Technology Trend of Next-generation Cutting Technology

TAMURA Makoto\*, ISHIKAWA Atsushi\*\*, KANNO Akihiro\*\* and SUTOH Takahiro\*\*

### 1. 緒 言

当所では、1995年に戦略技術研究「超高速 切削加工技術」に着手し、これまで金属難削材 である高硬度金型鋼、チタン合金、ニッケル基 耐熱合金などを対象として、高速ミーリング加 工の適用を進めてきた。

近年,材料面において,異なる材料を組み合 わせて優れた性質を創出する「複合材料」の活 用が進展している。航空機産業を例にすれば, 機体の軽量化のために従来のアルミニウム合金 から炭素繊維強化プラスチック複合材(CFRP) への変換が拡大し,新規機体開発においては必 須材料となっている。

また、金属基複合材料(MMC)、セラミッ クス基複合材料(CMC)についても、強度、 軽量、耐熱性などのさらなる高機能化が求めら れる分野への適用が進みつつある。

一方,これら複合材料は部材としての形状創 製が困難なことが多く,切削加工についても高 い難削性を示し,普及に向けた課題のひとつと なっている。そこで,本調査研究では,MMC を対象として,市場および技術動向を調査する とともに簡易な切削加工試験を実施し,加工技 術開発の可能性と方向性について検討した。

### 2. MMC の動向調査

### 2.1 MMCの概要

MMC は母材 (マトリックス) に金属を用い, セラミックスなどの強化材料を複合させた材料 であり,軽量かつ高強度,高耐摩耗性,さらに

\* 中越技術支援センター

は優れた熱特性を有していることが特徴である。 マトリックスにアルミニウム合金を用いたアル ミニウム基複合材料(Al基複合材料)が最も 使用されており、より軽量化を目的とする場合 にはマトリックスにマグネシウム合金が,高温 域で使用するためにはチタン合金が用いられて いる。

また,強化材料には炭化ケイ素(SiC)やカ ーボンが用いられている。MMCの材料特性値 は、マトリックスの種類および強化材料の種類 や形態によって変わり、様々な特性の材料が製 造されている。

#### 2.2 MMC の市場動向

MMCは航空機の機体やエンジンなどの構成 部材としての適用のほか,自動車部品やパワー デバイスの放熱部品として採用されている。 航空機分野では,エンジンのファンステータブ レードへの適用例がある<sup>1)</sup>。チタン合金に比べ て軽量化が可能なこと,CFRPに比べて耐食性 が高く,衝撃特性が優れていることが採用の理 由である。自動車分野ではエンジンやブレーキ の部品に採用された事例がみられ,例えばブレ ーキキャリパは Al 基複合材料を採用すること で重量が従来の 50%に低減されるなどの効果が 得られている<sup>2)</sup>。航空機分野と自動車分野では 部材の軽量化や高強度化を目的に使用されてい る事例が多くみられる。

良好な熱特性を利用するという観点から,パ ワーデバイスの放熱基板としての適用例がある。 パワーデバイスの高出力化に伴い,発熱量の増

<sup>\*\*</sup> 研究開発センター

加対策が課題となっており、AI 基複合材料は 300°C程度の温度でも優れた機械的性質を持つ こと、さらに熱膨張が小さく、熱伝導率が高い ことを理由に採用が進んでいる<sup>3)</sup>。ネットワー クの高速大容量化、EV・HVの増大などを背景 に、今後も利用拡大が期待できる。

一方で, MMC の 2020 年における市場規模は 4億 6700 万ドルと推定<sup>4)</sup>されており, 材料とし ては大きくないのが実情である。材料特性が優 れている反面, コストが高いことが普及のネッ クとなっており, 材料製造や二次加工の低コス ト化が今後の利用拡大への課題である<sup>5)</sup>。

### 2.3 MMC の加工技術

日本国内には,強化材料にSiC粒子を用いた AI基複合材料の部材を製造するメーカが数社存 在する。一般的にAI基複合材料部材は,砂型 重量鋳造で製造されるが,強化材料に起因して 湯流れ性が悪くなるため,鋳造欠陥を生じやす く,また寸法精度も悪化する。2010年以降,国 内各製造メーカは技術開発を進めており,砂型 低圧鋳造法,溶湯鍛造法,精密鋳造法など,各 メーカ独自の製造技術を有している。一方,二 次加工として必要となる切削加工については, 強化材料の高硬度な特性によって,切削工具の 損傷が激しく,工具費などの加工コスト低減が 大きな課題として存在し,AI基複合材料の用途 や販路拡大に対する足かせとなっている。

### 3. MMC の切削加工試験

強化材料に平均粒径 25µm の SiC 粒子を 40% 体積含有した Al 基複合材料を対象に切削加工 試験を実施した。強化材料である SiC の硬度は 2000HV 程度であり,一般的に工具材は被削材 の3倍以上の硬度が必要といわれていることか ら,ダイヤモンドの適用が考えられる。本試験 では,市販のダイヤモンドコーティング超硬工 具を使用し,除去加工量の程度や工具損傷状況 などを把握した。被削材に用いた Al 基複合材 料の組織観察写真を図1に示す。切削加工試験 は、静岡鐵工所製立形 NC フライス SMV-520 を用いて、図2に示すとおり、被削材ブロック 側面を表1に示す加工条件で切削し、切削加工 の進行に伴う、工具刃先の損傷を観察した。

図3に工具切れ刃逃げ面の観察結果を示す。 除去量3.0cm<sup>3</sup>では、摩耗や欠損は観察されず、 工具切れ刃は良好な状態を保っている。除去量 4.5cm<sup>3</sup>では、切れ刃の一部に損傷が観察される ようになり、除去量6.0cm<sup>3</sup>では、損傷領域が



図1 AI 基複合材料の組織



図2 切削試験方法

表1 加工条件

工具	種類	ダイヤモンドコーティング 超硬エンドミル (2枚刃)	
	直径 (mm)	16	
工具突き	出し (mm)	50	
切削速度 (m/min)		50	
送り速度 (mm/min)		200 (fz=0.1mm⁄t)	
軸方向切り込み (mm)		10	
径方向切り込み (mm)		0.1	
潤滑		外部クーラント供給 (水溶性エマルション10%)	

広範囲に拡大している。図4に示す電子顕微鏡 観察像からは,部分的に大きなダイヤモンド



図3 工具切れ刃逃げ面観察結果



HM D7.7 x300 300 μm

図 4 刃先の電子顕微鏡観察像 (除去量 6.0cm<sup>3</sup>後)



HLMD7,3 x1,0k 100 μm

図5 被削材加工面の電子顕微鏡観察像

コーティングの剥離が存在していることがわか る。摩耗形態が不均一であることから,この後 急激に工具損傷が進むものと想像される。

また図 5 に切削加工面の電子顕微鏡観察像を 示す。加工面には 10μm 以下の細かな粒状の付 着物が観察される。成分分析から SiC 粒子であ ることがわかり,工具切れ刃の衝突によって被 削材中の SiC 粒子が粉砕したものと推定される。 品質への影響については,適用部品の要求に応 じて検討する必要がある。

### 4. 結 言

- (1) MMC は今後も成長市場での利用拡大が期 待でき,新たな鋳造法などの技術開発が進 んでいるが,依然切削などの二次加工技術 に課題を抱えている。
- (2)ダイヤモンドコーティングエンドミルによるAI基複合材料の切削加工試験を実施し、 工具摩耗特性や加工面性状について把握した。

### 参考文献

- 1) https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757 -899X/683/1/012063/pdf, 「IOPSCIENCE ホー ムページ」, 2021 年 3 月 8 日
- 2) https://multimedia.3m.com/mws/media/1440890 O/3m-nextel-ceramic-textiles-fibers-andcomposites.pdf, 「3M ホームページ」, 2021 年3月8日
- 3) 佐々木元,"高熱伝導性アルミニウム基複合 材料の開発とプロセス制御",軽金属,第62 巻,第5号,2012,pp.223-230.
- 4) https://www.gii.co.jp/report/smrc951527-metal -matrix-composites-global-market-outlook.html,
- 「(株) グローバルインフォメーションホー ムページ」,2021年3月8日
- 5) 陳平, "金属基複合材料の切削加工技術", 鉄と鋼, Vol.80, No.2, 1994, pp.54-58.

# 3Dものづくりに関する調査研究

須貝 裕之\* 岡田 英樹\* 馬場 大輔\*\* 片山 聡\*\*\* 大川原 真\*\*\*\*

A Report of Manufacturing Technology Using Three-dimentional Apparatuses

SUGAI Hiroyuki\*, OKADA Hideki\*, BABA Daisuke\*\*, KATAYAMA Satoshi\*\*\* and OKAWARA Makoto\*\*\*\*

### 1. 緒 言

3D スキャナやプリンタを活用したものづく りは製品開発や製造プロセスに大きな革新をも たらすと期待されている。特に医療福祉,自動 車,航空機などの分野の最先端領域における適 用は日々多くの報道がなされている。

一方,国内の中小の製造業では活用が進んで いるとは言い難い。これは日本独自の高度に完 成されたすり合わせによる生産システムが足か せになっていることに加えて,射出成形や切 削・研削加工,塑性加工といった従来の生産技 術と比較した際の 3D プリンタの弱点(造形品 質・寸法精度の低さや造形速度の遅さなど)が 既存の生産システムへの参入を難しくしている ことがその一因として考えられる。従って, 3D プリンタによるものづくりを普及させるた めには,従来技術との使い分けによって,その 優位性を活かした利用分野を検討もしくは作り 出す必要がある。

そこで本研究会では「3D プリンタに適した 対象の調査・検討」,「3D プリンタ造形物の 材料特性やコスト評価」,「コンピューターに よる設計支援技術の研究」などの調査や実験・ 研究を通じて,3D ものづくりを活用した県内 企業における既存製品の高付加価値化や新たな 製品の開発を支援することを目的として活動を 行った。ここでは代表的な結果について報告す る。

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

### 2. 活動概要

### 2.1 3D プリンタに適した対象の調査・検討

3D 機器を活用したものづくりを行っている 先進企業の調査を行った。(株)田村義肢製作 所(新潟市)は,義足やコルセットなどの医療 器具を製造している。当企業ではコルセットな どの体幹装具を製作する際に基準となる患部の 身体形状(陽性モデル)を造形するシステムを 導入した。このシステムは身体形状を測定する 3D スキャナと測定した形状の可視化・修正ソ フトウエア,そして硬質ポリウレタン素材の切 削によって陽性モデルを成形する加工機によっ て構成されている(図1)。

本システムの導入によって,従来の石膏ギプ スによる採型から石膏製陽性モデルの製作まで に要する時間 90 分を 15~20 分に短縮できた。 加えて採型時における患者の負担低減や測定し た身体形状の数値化・可視化によるエビデンス 構築,陽性モデルの軽量化による作業者の負担 低減など多くの効果が得られている。このよう に生体におけるオーダーメード的な製品は精度 や生産時間に対する要求も低く,3D スキャナ やプリンタの利点を活かした方法と言える。



図1 デジタル造形システムによる 体幹装具の製作過程

### 2. 3D プリンタ造形物の材料特性

3D プリンタによる造形物を,模型など形状 を表現する目的ではなく構造部材として使用す る場合には,ヤング率や引張強さなど強度計算 の根拠となる機械的特性が必要となる。加えて, 射出成形などの一般的な方法とは異なる成形方 法であるため,同じ材質でもこれらの特性が異 なる可能性がある。これを調べるため,FDM 型 3D プリンタで ABS 樹脂の試験片を作成し て引張試験を行った。

なお,積層方向によっても特性が異なる可能 性があるため,図2に示すように積層方向を3 種類に変えた試験片を用意して試験を行った。 ここでは試験片の板厚,幅,長さ方向に積層し たものをそれぞれ「厚さ方向」,「幅方向」, 「長さ方向」と呼ぶ。

図 3 にヤング率の結果を示す。図中には ABS 樹脂の一般的な値の範囲をあわせて示す。



図2 引張試験片の造形方向



図3 積層方向とヤング率

長さ方向がその他の方向に比べて約 11 %低かった。

また、3D プリンタによる造形物のヤング率 は、一般的な製法による ABS の値の範囲から 見ると下限であり、中央値から見て約 10~ 20%低い。このことは一般的な剛性を前提に 部品を設計すると、変形が約 11~25%大きく なる可能性を示唆している。

図 4 に応力-ひずみ曲線の結果を示す。引張 強さについては、厚さと幅方向が同程度なのに 対して長さ方向は約 22 %低い。長さ方向が低 い理由は、積層方向と引張方向が同じため、フ ィラメント界面の接合強度が影響したものと考 えられる。

また、これらの値は一般的な ABS 樹脂と同 程度か下限程度であった。次に破断伸びについ てであるが、厚さ方向が最も大きく、長さ方向 が最も小さい。加えて、長さ方向の伸びは厚さ 方向の約 34 %しかない。長さ方向が小さい理 由は先の引張強さ同様、界面の接合強度による ものと思われる。さらに積層方向ごとの曲線の 傾向を見てみると、厚さと幅方向は最大応力を 越えた後も破断せず、応力が緩やかに低下して から破断する。これに対して、長さ方向は応力 が増加している途上で破断する。この様な破断 特性は構造材料としては危険であり、設計時に おいて注意する必要がある。

以上の結果から, 3D プリンタによる造形物 は,設計時において剛性の低さや積層方向への 引張に注意する必要がある。



図4 積層方向と応力-ひずみ曲線



図5 農業用ドローンと散布装置



図6 粒状物質の拡散シミュレーション

### 3. コンピューターによる設計支援技術の研究

ここでは形状の検討から造形までのサイクル を極めて短時間・低コストで行える 3D プリン タの特徴を活かすため、コンピューターシミュ レーションと組み合わせて開発を行った事例に ついて紹介する。

農薬・肥料などを散布する農業用ドローンと 散布装置を図5に示す。このドローンはホッパ ーに収納した粒状の農薬などを高速回転するロ ーターに供給し,拡散させながら散布を行う。 制御板は拡散に指向性を持たせる装置である。 従来,制御板の開発は板材の接着による試作と 実験の繰り返しであった。このため制御板の形 状検討には「勘」に頼る部分が多く,板材によ る試作には形状的な制約が多かった。

そこで本研究では制御板形状の検討を三次元 CADとコンピューターシミュレーションで行っ た。解析結果の一例を図 6 および図 7 に示す。 散布装置内における粒状物質の軌跡を計算し, その結果,地上に散布される分布の状態を確認 しながら開発を行った。



図7 散布状態の計算結果



図 8 制御板の CAD 形状と 3D プリンタ造形物

シミュレーションの際に作成した CAD デー タを利用して 3D プリンタで制御板を試作した (図 8)。この方法によって部材の形状や板厚 などの制約がない制御板を開発することができ た。

このように、当所においてシミュレーション と 3D プリンタの組合せは、研究開発における 効率の向上と高度な開発につながるものとして 様々な用途での適用が進んでいる。

### 4. 研究テーマの提案

本研究会の活動の成果として,次年度実施す る共同研究1件が採択された。

また、シミュレーションと 3D プリンタを組 み合わせた研究支援についても、次年度実施す る複数の研究テーマで活用される予定である。

### 5. 結 言

(1)人体を対象としたオーダーメード的な製品 は精度や生産時間に対する要求も低く,3D スキャナやプリンタの利点を活かした利用 法であると言える。

- (2) FDM 方式の 3D プリンタによる造形物を構 造部材に用いる際は、剛性の低さや積層方 向の強度などに注意する必要がある。
- (3) コンピューターシミュレーションと 3D プリンタの組合せは、有効に利用できれば、製品・研究開発における効率の向上と高度な開発につながり得る。

# 機械学習による塑性加工技術の高度化に関する調査研究

片山 聡\* 本田 崇\*\* 櫻井 貴文\*\*\* 村木 智彦\*\*\*\*

Research on Advanced Technique of Plasticity Using Machine Learning

KATAYAMA Satoshi\*, HONDA Takashi\*\*, SAKURAI Takafumi\*\*\* and MURAKI Tomohiko\*\*\*\*

### 1. 緒 言

塑性加工分野の技術開発において重要な役割 を果たすのが CAE 技術である。CAE 技術では コンピュータ内に構築した仮想環境で実験・試 作を繰り返せるため,加工段取りや金型の製作 に多大な費用と期間を要する塑性加工において は特にその効果が大きい。また実際の加工では 観察できない金型内部の材料挙動を可視化でき ることも利点である。一方,シミュレーション 結果の評価・分析や改善策の考案は作業者の経 験に頼っているのが現状であり,その自動化が 技術課題となっている。

これを解決する技術として注目されているの が機械学習・データマイニングである。機械学 習は入力条件と出力値の関連性から法則を構築 する技術で,未知の入力条件に対する出力値の 予測や識別,分類を可能とする。データマイニ ングは多くのデータを分析して有益な情報,知 識を見出す技術で,その分析手法として統計解 析や機械学習を利用する。これらはシミュレー ション結果だけでなく,様々な分野のデータ分 析にも用いられる。

そこで本調査研究では塑性加工分野における 機械学習・データマイニングの適用事例を調査 した。

また温間絞り加工シミュレーションを対象に, 機械学習・データマイニングツールの予測精度 を検証した。

\* 中越技術支援センター

- \*\* 下越技術支援センター
- \*\*\* 県央技術支援センター
- \*\*\*\* 研究開発センター

### 2. 調査内容

### 2.1 技術動向·活用事例調查

塑性加工分野における機械学習・データマイ ニングの適用事例は,CAE 技術との連携,IoT 技術との連携,要因分析に大別される。

CAE 技術との連携では加工条件の最適化, 材料特性値やシミュレーションパラメータの同 定に機械学習が利用されている。加工条件の最 適化では応答曲面法と遺伝的アルゴリズムが組 み合わされることが多いが,高効率な探索手法 として逐次応答曲面法を用いた探索も注目され ている<sup>1)</sup>。材料特性値やシミュレーションパラ メータの同定は大学・企業だけでなく,公設試 でも積極的に研究が進められており<sup>2),3)</sup>,最適 化ツールやひずみ計測を目的とした画像相関法 システムの導入も進んでいる。

IoT 技術との連携では、予知保全や加工精度 の改善に機械学習が利用されている。予知保全 では加工力や金型温度の時間変化を記録し、現 在時刻からの状態変化を予測することで故障な どの発生を防いでいる<sup>4)</sup>。加工精度の改善では、 金型内の材料の表面位置を取得し、理想状態と の差異をもとに加工ストロークを調整して高精 度化を実現している<sup>5)</sup>。

なお、これらの研究の多くにはサーボプレス が使用されている。

要因分析では,決定木やランダムフォレスト などの手法を用いたデータマイニングによって, ばらつき発生要因の特定<sup>の</sup>や加工条件の重要度 の算出<sup>7)</sup>が行われている。これらの取り組みは 暗黙知の可視化を実現し,塑性加工分野におけ る技能伝承の一助になると考えられる。

### 2.2 検証実験

塑性加工分野における機械学習・データマイ ニングツールの予測精度を検証するため、非線 形構造解析ソフトウェア LS-DYNA を用いて温 間円筒絞り加工シミュレーションを実施し、最 適化ツール ANSYS DesignXplorer およびオープ ンソースとして公開されているデータマイニン グツール Orange による機械学習を試みた。

温間円筒絞り加工シミュレーションは金型形 状,材料特性値を固定し,金型温度,絞り比を 入力条件(3因子),加工高さを出力値(予測 対象)として設定した。学習データは60条件, 検証データは15条件とし,ラテン超方格法に よってサンプリングした。学習性能の評価には 学習データに対する決定係数(R<sup>2</sup>)を,予測精 度の評価には検証データに対する平均平方二乗 誤差率(RMSPE)を用いた。学習アルゴリズ ムはニューラルネットワークとし,それぞれの ツールにて R<sup>2</sup>が最大になるよう中間層におけ るニューロン数や活性化関数などを調整した。 各ツールの R<sup>2</sup>と RMSE を表1に示す。今回実 施したシミュレーションにおいてはツール間の 差は見られず,3.35%前後の数値となった。

本検証実験で使用した Orange はウィジェッ トを接続してワークフローを作成するビジュア ルプログラミングツールであり、プログラミン グ未経験者が機械学習・データマイニングを学 習するのに適している。

また決定木など,各種アルゴリズムによる要 因分析も可能であり,汎用性も高い。そのため, 機械学習・データマイニングを始めようとする 県内企業においては導入しやすいツールのひと つであるといえる。当所においても企業支援, 技術普及を目的に,さらなる精度検証や事例作 成に努める必要がある。

表1 各ツールの R<sup>2</sup> と RMSPE

ツール名	R <sup>2</sup>	RMSPE(%)
Orange	0.965	3.376
ANSYS DesignXplorer	0.969	3.326

### 3. 結 言

- (1)塑性加工分野における機械学習・データマ イニングの適用先はシミュレーション結果 の予測や加工機械の予知保全,暗黙知の可 視化による技能伝承など多岐にわたり,県 内企業の技術力向上に大きく貢献すると考 えられる。
- (2) オープンソースのデータマイニングツール Orange の予測精度を検証し、商用ツールと 差がないことを確認した。県内企業におい ても導入しやすいツールであると考えられ、 当所においても事例の作成に努める必要が ある。

### 参考文献

- 北山哲士, "機械学習を活用した最適設計 とその応用事例", 最適設計法の活用・講演 資料, 2020年12月18日
- 2) 松下五樹, "鍛造シミュレーションの高度 化一進化的計算手法と機械学習の活用-",
   第 26 回型技術ワークショップ 2020 in ふじ のくに講演資料, 2020 年 12 月 3 日
- オ田真伸, "名古屋市工業研究所における 塑性加工分野の取り組み", ぷらすとす, vol.3, no.35, 2020, pp.682-686.
- 4)長洲慶典, "加工センシングによるプレス 金型異常検知に関する研究",長野県工業技 術総合センター研究報告書, no.15, 2020, pp.7-12.
- 5) 稲田篤盛, "サーボプレスの知能化による 板鍛造の高精度加工", 東海支部第 89 回塑
   性加工懇談会講演資料, 2020 年 11 月 14 日
- 6) 佐々木千明, "機械学習による寸法ばらつ きの要因分析手法の検討", 第 71 回塑性加 工連合後援会講演論文集, 2020, pp.47-48.
- 7)橋本翔, "ねじり付加鍛造接合における機 械学習の援用による接合条件の検討",第
   71回塑性加工連合後援会講演論文集,2020, pp.21-22.

# 次世代洗浄に関する調査研究

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

Report of Market and Technology Trend of Next Generation Cleaning

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

### 1. 緒 言

昨年度の「ファインバブルに関する調査研 究」で、県内企業の工業洗浄におけるファイン バブルへの期待が高いことが分かった。

また、ファインバブル水による洗浄実験を通 して無洗剤(または減洗剤)洗浄の実現可能性 を示すことができ、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と分かっ た<sup>1)</sup>。

そこで、今年度はファインバブルを含む、次 世代洗浄技術(アルカリ、超音波、蒸気、洗剤 など)の調査・検討をし、動向調査と洗浄実験 をメインに調査研究を行った。

### 2. 活動概要

### 2.1 県内企業の動向

県央地区を中心に企業訪問し動向を伺った。

ファインバブル水による洗浄実験を希望する 企業があり、当所のファインバブル発生装置を 用いて3回実験を行った。

洗浄や剥離にファインバブルを応用したいと の要望もあり,工業洗浄のニーズが高いと感じ られた。

### 2.2 ドライアイスブラストの洗浄実験

今までは,水や有機溶剤を使用した湿式洗浄 の実験が中心であったが,ドライアイスブラス トという洗浄技術について検討した。

*	県央技術支援センター
---	------------

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

ドライアイスブラストとは、図1のようにド ライアイスをブラスト材に使用し、圧縮空気で 汚れの付着した試料に衝突させると、汚れに入 り込み、ドライアイスの摩擦力、固体から気体 に昇華する際の体積膨張などの要因によって汚 れを剥離・洗浄する技術である。この技術は試 料を傷つけ難く、洗浄剤が残留せず乾燥工程が いらないというメリットがある<sup>20</sup>。



図1 ドライアイスブラストの模式図

(公財) 燕三条地場産業振興センターと試料 条件について検討し,県央地区で多く扱われる バフ研磨品を想定した試料を用いて,本調査研 究でドライアイスブラスト装置(図 2)をレン タルして洗浄実験を行った。



図2 ドライアイスブラスト装置

(試 料)

25×60×1mmの SUS304 (研磨剤)

BS 青棒 K-1 研磨剤((株)イチグチ製) (実験装置)(レンタル品)

・ドライアイスブラスト装置 ASCOJET918
 (日本液炭(株)製)

・パウダーショット(日本液炭(株)製)(実験方法)

バフ研磨装置に青棒を塗布し試料を研磨し したものを試験片とした。

試験片表面にブラスト噴射圧力を変えて、 1分間のブラスト処理を行った。

比較試料として,試験片を室温のジクロロ メタン中で1分間超音波洗浄し,さらに液交 換してもう1回洗浄したものを用意した。

処理後の試験片を走査型電子顕微鏡 SU 3800((株)日立ハイテク製)で炭素量を測 定し,清浄度を評価した。

(実験結果)

実験結果を図3に示す。未洗浄の試験片は 青棒に由来する炭素量が4.56%であった。ド ライアイスブラストとパウダーショットとも ブラスト噴射圧力が高いほど未洗浄に比べ炭 素量は低減したことから,洗浄効果があるこ とが分かった。しかし,ジクロロメタン洗浄 の3.06%には及ばなかった。

今回レンタルした使用機器は比較的高価で, 消耗品なども大量消費するので,今後の開発 動向を注視していく予定である。

### 2.3 県内支援機関などとの連携事業

ファインバブルの用途開発や利用普及などを 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表面技術に 関する研究会を昨年度から立ち上げた。活動目 標を『ファインバブル水による洗浄技術』とし て,その中で講演など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。今年度の当該研究会参加





図3 炭素量による清浄度評価

企業数は県内企業 14 社となっている。活動実 績は以下のとおりである。

なお,当該研究会は次年度も継続する予定で あり,引き続き連携していく。

### 第1回:令和2年7月16日(木)

演題 「低温環境下におけるウルトラファイ ンバブルの保存性および洗浄効果」

講師 新潟大学 助教 牛田晃臣 氏

- 演題 「マイクロバブルによる油脂の洗浄効 果と隙間洗浄性について」
- 講師 (公財) 燕三条地場産業振興センター 椿宗久 氏
- 演題 「ファインバブルによる洗浄実験」
- 講師 中越技術支援センター 内藤隆之
- 第2回:令和2年10月26日(月)
  演題 「汚れの付着と落とし方の原理」
  講師 新潟大学 准教授 城内紗千子 氏

- 第3回:令和2年12月14日(月)
  - 演題 「超音波洗浄の基礎と超音波・ファインバブル洗浄のメリット」
  - 講師 超音波システム研究所代表 斉木和幸 氏
- 第4回:令和3年3月16日(火)
  - 演題 「異なる手法によって発生させたマイ クロバブルの洗浄効果」
  - 講師 新潟大学 准教授 牛田晃臣 氏
  - 演題 「マイクロバブルによる隙間洗浄効 果」
  - 講師 (公財) 燕三条地場産業振興センター 椿宗久 氏
  - 演題 「次世代洗浄に関する調査研究『ドラ イアイスブラストを中心に』」
  - 講師 県央技術支援センター 土田知宏

### 3. 結 言

- (1)県内企業の調査によって,工業洗浄のニー ズが高いと感じられた。
- (2)ドライアイスブラストによる洗浄実験によって、清浄度はジクロロメタンには及ばなかったが、実現可能性を示すことができた。
- (3)新潟大学,(公財)燕三条地場産業振興センターと連携して表面技術に関する研究会を4回開催した。

### 参考文献

- 1)内藤隆之他、「ファインバブルに関する調 査研究」工業技術研究報告書、49、2020、 pp.65-68.
- 2) http://www.n-eco.co.jp/blast/index.html
- 「日本液炭(株)ホームページ」

# ウェアラブルデバイスに関する調査研究

古畑 雅弘\* 明歩谷 英樹\* 佐藤 清治\* 皆川 森夫\* 中部 昇\*\* 渋谷 恵太\*\* 本多 章作\*\*\* 山田 敏浩\*\*\*\*

### Research on Wearable Devices

FURUHATA Masahiro<sup>\*</sup>, MYOBUDANI Hideki<sup>\*</sup>, SATO Seiji<sup>\*</sup>, MINAGAWA Morio<sup>\*</sup> NAKABE Noboru<sup>\*\*</sup>, SHIBUYA Keita<sup>\*\*</sup>, HONDA Syosaku<sup>\*\*\*</sup> and YAMADA Toshihiro<sup>\*\*\*\*</sup>

### 1. 緒 言

衣服にセンサを備えたウェアラブルデバイス は、着るだけで体温、呼吸数、心拍などを測定 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におけ る身体の負荷の測定など幅広い用途で開発が行 われている<sup>1)</sup>。既に一部で商品化も始まってい る。ウェアラブルデバイスには、着用者が負担 にならない着心地や快適性の確保、洗濯耐久性 の向上、デバイスの小型化などが求められる。

本研究では、ウェアラブルデバイスに関する 技術動向や県内企業の取り組みについて調査す るとともに、デバイスに必要不可欠な繊維の導 電性付与に関する実験を行った。

#### 2. 調査概要

### 2.1 技術動向·事例調查

ウェアラブルデバイスの開発においては,着 用時のストレスが少なく生体情報を長時間,正 確に測定できることが重要である。このため屈 曲や身体の動きに追従できるように,センサや 配線には,伸縮性,フレキシブル性が求められ る。伸縮性フィルムに導電性ペーストをプリン トしたデバイスなどが開発されているが,通気 性や発汗時の蒸れが課題であるとされている<sup>2)</sup>。

*	素材応	用技術支	援セン	ター
---	-----	------	-----	----

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

近年はポリエステル,ナイロンなどの汎用繊維 に銀,銅めっきした導電性繊維が電気抵抗値が 低く,耐久性,透湿性に優れることから多くの 製品に用いられている<sup>3)</sup>。

一方,ウェラブルデバイスの対象は人だけ ではなく,ペットや家畜へも拡大している。犬 や猫の健康状態をモニタリングする取り組みや, 牛の発情期を検知するシステムの開発が行われ ている<sup>4)</sup>。

またウェアラブルデバイスの定義から外れ るが,導電性を活かして構造物の劣化診断シス テムの開発なども行われている<sup>5)</sup>。

#### 2.2 県内企業の動向

県内では、ウェアラブルデバイス用の各種セ ンサーや高伸張性導電性ペーストを開発してい る企業のほか、取得したデータから、独自のア ルゴリズムでデータ解析を行う企業がある。

一方,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。しかしこうした状況下におい ても,本事業をとおして,ウェアラブルデバイ スの開発や活用について,具体的な提案,要望 が出てきており,今後の活動に繋げていきたい。

3 試作・評価

### 3.1 試作・評価の概要

後加工によって繊維に導電性を付与する技術

について知見を得るために, 糊付け試験機を用 いて, 県内企業より提供いただいた導電性ペー ストのコーティング試験を行った。

またこれより作製した編物と,比較試料とし て県内企業が開発している炭素化繊維について 導電性評価を行った。

### 3.2 コーティング試験

糊付け試験機を用いて,導電性ペーストの主 剤と希釈液の配合割合,コーティング回数,絞 りの有無による条件を変えて糸を作製し,テス ターによって電気抵抗値を測定し最適条件を検 討した。素材は PET 16.7tex 糸を用いた。糊付 け試験機を図 1,加工した糸の電子顕微鏡写真 を図 2 に示す。コーティング回数が増加するほ ど付着量は多かったが,ペーストが繊維内部に 入り込むのではなく,繊維表面に付着する傾向 が見られた。コーティング 1 回では付着ムラが 多く,3 回では繊維が硬化し,以降の製織,編 立工程に影響を及ぼす可能性があった。このた



図1 糊付け試験機



図2 加工糸の電子顕微鏡写真



図3 炭素化処理した絹編物

めコーティング回数は2回が最適と考えた。 ペーストの主剤と希釈液の割合を1:2, コー ティングを2回行った糸の電気抵抗値は, 140Ω/m~7,000Ω/mであった。さらにこの繊維 を撚り合わせることで, 100Ω/m~250Ω/mにま で低下させることができた。一般にウェアラブ ルデバイスに使用する導電性繊維の抵抗値は 300Ω/m以下が必要で,試作した糸は導電性繊 維として適用可能であることが示唆された。

### 3.3 炭素化繊維

県内企業において、レーヨンなどのセルロー ス系繊維や絹を高温で焼成(炭素化処理)して 炭素化繊維を開発している。図3は天竺編みし た絹編物を炭素化処理したものである。大きさ は約2/3に収縮するが、処理前の形態をそのま ま保持している。この素材は、軽量かつ柔軟性 があり、吸着性、導電性などの特性が付与され ることから、様々な製品に幅広い活用が期待さ れている。ここでは導電性繊維として活用の可 能性を検討するために比較試料として電気的評 価を行った。

### 3.4 繰返し伸縮による導電性の測定

試験に用いた試料を図 4 に示す。(a)は試作 したコーティング糸を2本撚り合わせて作製し た編物である。2 本撚り合わせた状態での電気 抵抗値は 150Ω/m であった。編物は直線的な組 織を編立可能なインターシャ編機と呼ばれる特



殊編機にて作製した。コーティングによって糸 が硬化したため編立が困難で編目が粗くなった。 (b) は(a) と同組成の導電性ペーストをストレ ッチ性織物にプリントした試料である。(c)は 絹編物を炭素化したものである。万能材料試験 機を用いて 0~40%伸縮させた時の電気抵抗値 を4端子法で測定した。結果を図5に示す。(a) ペースト編物は高い電気抵抗値を示したが、こ れは編目が粗く繊維同士の接触が弱かったため と考えられる。(b)プリント生地の電気抵抗値 は 10~100Ω で、伸縮による抵抗値の変動が大 きく、伸縮回数の増加に伴い伸度 0%時の抵抗 値が増加しており耐久性に課題があることがわ かった。一方, (c)炭素化繊維は 30~40Ω で, 伸縮による電気抵抗値の変動が小さく耐久性に も優れていた。これは炭素化繊維がウェアラブ ルデバイス用配線材として活用できる可能性を 示している。

また,(b)は試料が伸長したときに抵抗値が 増加するが,(a),(c)は逆に抵抗値が低下する 現象が見られた。これは(b)は織物,(a),(c) は編物という試料の構造に起因している。編物 は伸長すると,繊維同士の接触面積や接触度合 が強くなり抵抗値が低下したと考えられる。



### 4. 結 言

- (1)ポリエステル、ナイロンなどの汎用繊維に 銀、銅めっきした導電性繊維は電気抵抗値 が小さく、耐久性、透湿性に優れており活 用が拡大している。
- (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企業があるものの、製品化には要素技術が多く、取り組みを躊躇する企業が多い。
- (3) 導電性ペーストを用いて糸にコーティング 試験を行い,電気的特性を評価した。
- (4)炭素化繊維がウェアラブル用配線材として 有効であることが示唆された。

### 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) https://www.toyobo.co.jp/news/2020/release\_ 813.html「東洋紡(株)ホームページ」
- 3) https://www.mitsufuji.co.jp/ 「ミツフジ (株) ホームページ」
- 4) 檜垣彰吾ほか, "牛用ウェアラブルセンサの 開発と人工知能(AI)によるセンシングデー タの解析", NIAHニュース, No.69, 2021, pp. 1-5.
- 5) 窪寺健吾, "テキスタイルセンサーを用いた 鋼構造物用き裂検知手法の開発", TIRI News, 2月号, 2021, pp. 6-7.

# 開放型石油ストーブ燃焼排気中の臭気成分発生機構の 計算化学的研究

笠原 勝次\* 渋谷 恵太\*\*

Computational Study of Odor Substances Generation Mechanisms in Combustion Exhaust Gas from Open Kerosene Stove

KASAHARA Katsuji\* and SHIBUYA Keita\*\*

### 1. 緒 言

石油ストーブ使用時の臭気発生程度の評価に ついては、JIS S2019 においても定常燃焼時の 官能評価にとどまり、その構成成分の定量的評 価はおろか定性的評価法についても、確立され ているというには程遠いのが実情である。これ には、石油ストーブからの臭気がいくつかの臭 気成分が重なり合った複合臭であって、その複 雑な発生メカニズムが理解されていないことが 主因と思われる。一方, 臭気成分の定量的評価 方法の開発を目指した研究例 1)~3) もあり、機器 分析の手法である程度の分析が可能なことは示 されているが、臭気成分についての発生メカニ ズムや臭気の構成成分についての理解について は未だ課題が多い。そこで、今回の調査におい て、臭気成分の発生メカニズムを解明するため に、遠藤 <sup>1)</sup>による機器分析で特定された7成分 について, 燃焼反応の化学反応速度論的シミュ レーションソフトウエアである Cantera を用い て、消火操作時の燃焼条件でその発生挙動につ いて評価を行ったので、報告する。

### 2. 実験(シミュレーション)

- 2.1 反応モデルの構築
- 2.1.1 臭気成分 表1に示す7成分について,評価対象とした。

\* 研究開発センター

\*\* 下越技術支援センター

### 表1 評価対象臭気物質

記号	化合物名	構造式
M1	Methyl Cyclohexane	$CH_3C_6H_{11}$
M2	Methyl Propyl Ketone	CH <sub>3</sub> C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> CO
M3	Crotone Aldehyde	CH <sub>3</sub> C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> CHO
M4	m-xylene	CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> CH <sub>3</sub>
M5	p-xylene	CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> CH <sub>3</sub>
M6	Allyl Acetone	C <sub>4</sub> H <sub>7</sub> CH <sub>3</sub> CO
M7	Propion Aldehyde	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> CHO

### 2.1.2 燃料と反応モデル

石油ストーブ燃料として、一般的に用いられる JIS1 号白灯油相当の燃料の燃焼反応モデル を構築した。

反応モデルの構築は E. Ranzi<sup>4</sup>らの構築した C1-C16炭化水素の低温から高温域(270-3000 K)で煤形成と NOx 生成を考慮した包括的燃 焼モデルをベースとして,表1の7つの臭気物 質,およびそれらの関連する反応(生成反応と 分解反応)と速度係数を含むように改変して用 いた。

### 2.2 シミュレーション環境

燃焼反応シミュレーションはオープンライセ ンスで配布されている速度論的反応シミュレー ションソフトウエアである Cantera (Cantera ver. 2.5.1)を同じくオープンライセンスの Anaconda で用意した Python 環境に計算と出力 用のライブラリも同様にインストールして行っ た。

			着火遅れ時間[µs]				
初期温度 [K]	圧力 [atm]	燃料 当量比	文献値 (測定値)	ベースモデル (計算値)	新規に構築したモデ ル(計算値)		
1176	20.4	1	76	106	106		
1133	20	0.99	110	178	178		
1060	20.7	0.98	336	571	568		
1117	20.9	0.99	143	243	243		
1273	20.7	0.99	25	42	42		
1053	18.7	0.99	406	672	658		
1105	22.3	0.99	202	343	343		

表2 着火遅れ時間によるモデルの評価

Cantera への反応モデルの入力は 2.1.2 項で構 築したモデルをテキストファイルで記述して Cantera に付属のコンバータライブラリを用い て,入力ファイルに変換して行った。 2.3 構築したモデルの評価

2.1 項で構築したモデルは化学種として表1の 7 化学種とその関連する反応(生成反応および 分解反応)を含むことを確認した(全化学種 687種, 31,329反応)。





また、モデルの燃焼特性、特に着火性の評価 のために、燃焼特性の評価手法として一般的に 用いられる着火遅れ時間を Cantera を用いて計 算し、白灯油と類似のケロシン留分であり、物 性値の似ているケロシン系ジェット燃料の Jet-A の文献値<sup>5)</sup>の着火遅れ時間および今回ベース モデルとして用いた E.Ranzi らのモデルから算 出した遅れ時間と比較した。

文献値とベースモデル,および我々の構築したモデルの計算値と計算条件を表2に示す。計算値はいずれも文献値のほぼ1.7倍程度の値を示した。

一方,我々の構築したモデルとベースモデル の計算値は低温域である 1053K と 1060K で 我々の構築したモデルの方がわずかに低い値を 示した以外は良い一致を示した。低温域の違い は追加した化学種が低温域での反応に寄与しや すいことを示している。

### 2.4 シミュレーション条件

燃焼条件に対する,各臭気物質濃度の変化と 温度変化の関係を把握するために,構築したモ デルを用いて Cantera で断熱定圧均一燃焼炉 モデルによる感度解析を行った。

燃焼条件	初期温度[K]	燃料当量比φ
(1)	1500	1.0
(2)	1500	$1.0  imes 10^{-6}$
(3)	1200	$1.0  imes 10^{-6}$

表 3 感度解析条件

炉内圧力は 1.0atm, 代表燃料組成を iso-Dodecane として, その他の条件は表 3 の(1) ~(3)の 3 種類とした。

### 3. 結果

構築したモデルを用いて Cantera によって行った感度解析の結果を表4に示す。

感度解析の結果はピーク温度と燃焼ガス中 の各臭気物質濃度を反映する数値として全化学 種の合計モル数に対する各臭気物質のモル数の 比であるモル分率で示した。各物質を示す記号 は表1と同様であり,燃焼条件は表3と同様で ある。

Cantera は仕様として m,p-の Xylene を識別し ないので,両者を合わせて Xylenes と表示して おり,モル分率も両者の合計となっている。

なお, 燃焼条件の番号は表3と同一である。 ¢を100万分の1に下げたことによって, ピー ク温度が890K低下したことが分かる。各臭気 物質のモル分率は100万分の1よりも数桁低い レベルまで下がっているものもあり, 燃料供給 量の減少分よりも減少が激しいことが分かる。 消火時に燃料を絞る方法は理にかなっている方 法といえる。

なお、燃料当量比を絞った後、温度が低下し 始めたところを想定したのが、条件(3)の初期 温度が 1200K のものである。

Crotone Aldehyde <u>M3</u>と Propion Aldehyde <u>M7</u> 以外はさらにそのモル分率を大きく低下させて いるが, <u>M3</u>と <u>M7</u>は条件(2)の初期温度 1500K

燃焼	ピーク	臭気物質のモル分率					
条件	温度	<u>M1</u>	<u>M2</u>	<u>M3</u>	<u>M4, M5</u>	<u>M6</u>	<u>M7</u>
	[K]	Methyl- Cyclohexane	Methyl- Propyl- Ketone	Crotone- Aldehyde	Xylenes	Allyl- Acetone	Propion- Aldehyde
(1)	2800	2.30×10 <sup>-10</sup>	4.75×10 <sup>-12</sup>	2.30×10 <sup>-11</sup>	3.30×10 <sup>-7</sup>	9.50×10 <sup>-15</sup>	$4.45 \times 10^{-05}$
(2)	1910	5.18×10 <sup>-16</sup>	$2.62 \times 10^{-20}$	$2.51 \times 10^{-20}$	$5.05 \times 10^{-16}$	$3.05 \times 10^{-20}$	$2.22 \times 10^{-20}$
(3)	1200.01	$7.75  imes 10^{-18}$	6.15×10 <sup>-24</sup>	$8.05 \times 10^{-20}$	$1.48 \times 10^{-18}$	$2.00 \times 10^{-33}$	$5.01 \times 10^{-11}$

表 4 感度解析結果

で同じ等量比のものと比べると,むしろモル分 率が増大している。

これは、初期温度 1200K では、0.01K しか燃 焼温度が上昇しないことから、分解反応が起こ りにくくなっているのが原因かもしれない。

また,これは感度解析のピークモル分率を見 る限りはアルデヒド類に共通にみられる傾向の ようである。

感度解析結果の例として,定常燃焼条件で計算した結果の一部を図1に示す。(1)の温度変化を見ると,初期温度の1500Kから,反応開始直後に20K程度の温度低下を起こした後,徐々に温度が上昇し始め,反応開始後0.1ms程度で急激な温度上昇が起こり,漸近的に最高値の2800Kに達している。

また,図1の(2)~(4)に臭気物質のうち, <u>M4</u>, <u>M5</u>のモル分率の合計,および<u>M6</u>, <u>M7</u> 各々のモル分率の変化を示す。いずれの臭気物 質とも,(1)の燃焼温度の上昇とともにモル分 率が急激に上昇するが,最高値に達した後,温 度変化とは異なり,最高値を維持することなく, 急速に減少している。これは温度上昇に伴って 生成量が多くなるのではなく,ある程度の温度 までは生成反応が増大するが,さらに温度が上 昇することで分解反応が盛んになるために,急 激にモル分率が低下していると捉えることがで きる。

### 4. 結 言

- (1)消火操作で燃料供給量を絞ることで、ピーク温度の低下が起こり、臭気物質の発生量も実際は低下していることが分かった。
- (2)アルデヒド類は燃焼温度が低下すると、燃焼ガス中のモル分率が増加する傾向がある。 消火操作時でも、ある程度の時間定常燃焼時に近い温度を維持するほうが燃焼ガスモ

ル分率を下げる効果が期待でき,その結果, 大気放出量の低下も期待できる。

- (3)その他の臭気物質については、消火操作による温度低下に伴い、燃焼ガス中のピーク モル分率が低下する傾向がみられた。ただし、個々の感度解析グラフの挙動を見ると、 温度上昇に伴い、急激にモル分率を下げる 挙動も見られ、温度低下による臭気物質発 生挙動の低下も期待できるが、高温保持による分解促進も期待できる。
- (4)全体的にみて、消火時に直ちに燃焼筒温度 を下げるよりも、消火後わずかな時間高温 を保持するほうが臭気物質全般の低減に効 果的であると考えられる。

### 参考文献

- 1)遠藤伸一, "開放式石油ストーブ燃焼排ガス 中の臭気成分について", 大気環境学会誌, 31巻, 1号, 1996年, pp.30-42.
- 2)斉藤幸子,"臭気不快度の評価方法,昭和 63 年度製品科学研究所研究講演会資料—21世 紀を拓くヒューマンライフとセンシング技 術",177巻,1988年,pp.80-95.
- 3)大迫政浩,西田耕之助"におい質パターンによる複合臭の評価方法の検討(第1報)—基本臭の推定—,大気汚染学会誌,25巻,1990年,pp.46-55.
- 4) E. Ranzi, et al. "Reduced kinetic schemes of complex reaction systems: Fossil and Biomassderived transportation Fuels" International Journal of Chemical Kinetics, vol.46 (9), (2014) pp.512-542.
- 5) V.P. Zhukov, et al. "Autoignition of Kerosene (Jet-A)/Air Mixtures behind reflected shock waves", Fuel, vol.126(15),(2014) pp.169-176.

工業技術研究報告書
No.50 令和2年度
令和3年6月 発行
編集発行人 新潟県工業技術総合研究所
所 在 地 〒950-0915 新潟市中央区鐙西1丁目11番1号 TEL 025-247-1301
印 刷 所 株式会社 新潟フレキソ TEL 025-385-4677