

工業技術研究報告書

Report of the Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture No.51 2021

No. 51 令和3年度



新潟県

新潟県工業技術総合研究所

Industrial Research Institute of NIIGATA Prefecture

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

令和4年8月

目次

I 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（第2報） 3

II 共同研究

1. ディープラーニングを利用したバラ積み部品のピッキングシステム開発 9
2. AIを用いた1液潤滑剤塗布検出装置の開発 15
3. 溶接ヒューム用集塵機および空気清浄機の開発 21

III 受託研究

1. 受発注伝票用 AI-OCR の開発 27

IV 実用研究・小規模研究

1. GC/Q-TOF MS による精密質量測定に関する研究 33
2. ディープラーニングを用いた外観検査の精度向上
～正常品のみ学習による判別方法の評価～ 35
3. 三次元測定機を使った測定に対する測定条件による影響 39
4. 画像処理による球状黒鉛鉄品の黒鉛球状化率判定試験 42
5. EMC 技術の高度化に関する研究
－基板プレーン共振の影響の判別とその対策法－ 45
6. マスク試験運用データベース構築事業 49
7. 各種表面処理を施したステンレス鋼の XPS 分析 53
8. 不動態化処理ステンレス鋼の耐食性挙動 61
9. 銅管腐食の事例調査 68
10. 機械学習によるラマン分光分析のスペクトルデータ解析 74
11. ナノインデンテーション試験による換算ビッカース硬さの妥当性に関する研究 . 76
12. 電源系低周波イミュニティ試験環境の調査検討 80
13. ビッカース硬さの自動測定に関する研究 82

14. 鉄鋼材料における蛍光 X 線定量分析の代替方法となる ICP 定量分析の検討 . . .	86
15. 塑性ひずみを付加したオーステナイト系ステンレス鋼における 加熱に伴うクロム炭化物の析出	89
16. B.F.E.試験における画像処理を利用したコロニー数の計測法	93

V 産学官共創ものづくり推進事業

1. 人工知能技術を用いた CAE 技術に関する調査研究	99
2. 合金マトリックス粒子分散複合材の高機能化に関する調査研究	102
3. 最新繊維技術の活用に関する調査研究	106
4. 次世代切削加工に関する調査研究	109
5. 企業向けエンジニアリング DX に関する調査研究	113
6. 微細構造光学部品の製造技術に関する調査研究	118
7. エコマテリアルに関する調査研究	122
8. 新洗浄に関する調査研究	125
9. 耐摩耗性材料に関する調査研究	128

※ 令和3年度に実施した研究 121 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 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（第2報）

平石 誠* 須藤 貴裕* 青野 賢司*

New Production Method of Metal Die Utilizing Additive Manufacturing (Part 2)

HIRAISHI Makoto*, SUTOH Takahiro* and AONO Kenji*

1. 緒 言

金属 3D プリンタは、切削加工や塑性加工に次ぐ新たな加工技術として注目され、現在、様々な造形方式のものが実用化されている。その内、DED (Directed Energy Deposition) 方式のものは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できること、既存の部品に任意の形状を追加できることが特徴である。

本研究では、近年の製品サイクルの短期化に対応する柔軟で迅速な金型製造工程の確立を目指して、DED 方式 3D プリンタによる硬質・耐摩耗層の堆積造形技術の開発に取り組んだ。前報¹⁾では、高速度工具鋼や粒子分散複合材料の堆積造形について検討し、堆積層は金型に要求される硬さを有することや造形時に堆積層に生ずる割れを抑制する方法について報告した。本報では、高速度工具鋼を用いて金型を試作する際に生じた課題、すなわち

- (1) 堆積層内に生ずる空孔欠陥の抑制
 - (2) 堆積時の余熱が堆積層に及ぼす影響
- 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

堆積造形にはパウダ DED 方式金属堆積造形装置 LAMDA200 (日本電産マシンツール (株)) を使用した。ファイバーレーザーの定格出力は 2kW、レーザー加熱部のシールドおよび粉末送給に用いたガスは Ar である。

2.2 材 料

堆積材料には粒径 45~150 μm の高速度工具鋼粉末 (粉末ハイス) を使用した。基材は SS400 製の板材 (長さ 100mm, 幅 20mm, 厚さ 10mm) とした。

2.3 評価方法

2.3.1 断面観察および硬さ試験

基材に走査長さ 50mm の堆積層を 5 列、5 層堆積し、走査方向に直交する断面において欠陥の発生密度測定およびビッカース硬さ試験を行った。欠陥の発生密度は約 20mm² の面積について光学顕微鏡像を画像解析して測定した。

2.3.2 抗折試験

基材に走査長さ 60mm の堆積層を幅 10.5mm, 高さ 13mm に堆積し、焼戻し熱処理 (540 $^{\circ}\text{C}$, 1 時間, 3 回) を施した後、ワイヤ放電加工により試験片 (長さ 50mm, 幅 4mm, 厚さ 3mm) を 6 本切り出した。試験片の表面を粒径 30 μm のダイヤモンド研磨盤で 60 秒間研磨した後、図 1 に示す 3 点曲げ試験に供して抗折応力を測定した。

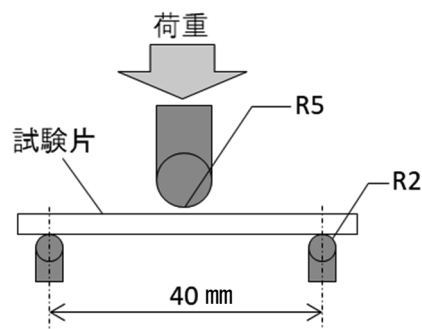


図 1 抗折試験

* 研究開発センター

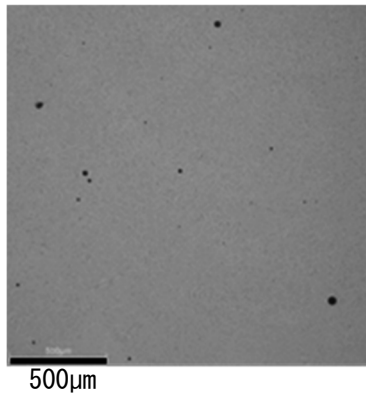


図2 堆積層内に生じた空孔欠陥

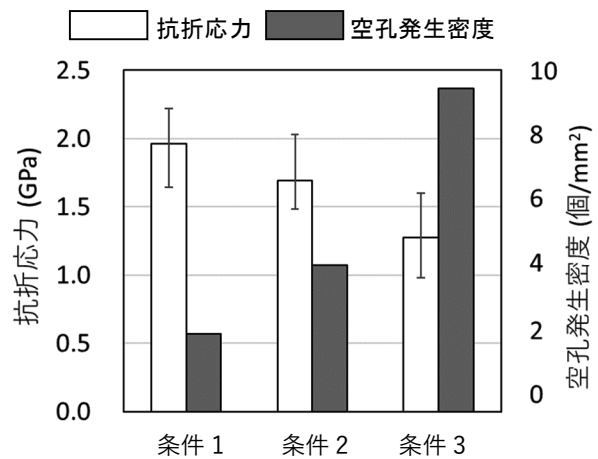


図3 堆積層の抗折試験結果

3. 実験結果および考察

3.1 堆積層内に生ずる空孔欠陥

堆積層内には空孔欠陥がしばしば観察される。図2に見られる黒い点が空孔であり、球形をしていることから気体由来であると思われる。

空孔の発生量は堆積条件によって変化し、入熱量が大きくなるほど減少する傾向が見られた。図2は空孔が比較的多く発生する条件の例であり発生密度は10.8個/mm²である。また、空孔の直径は20μm以下のものが約80%を占めたが、発生密度が大きい条件では稀に直径数百μmに達する空孔も観察された。

堆積条件を変化させて発生密度2.3~9.5個/mm²の空孔を持つ試験片を作製し抗折試験に供した。

試験結果を図3に示す。空孔発生密度の低下に伴って抗折応力は大きくなることがわかる。高速度工具鋼の堆積層は後述のように高い硬さを持つ反面、靱性は低いいため、欠陥密度がその強度に強く影響したことが推察される。

なお、金型の製作過程において堆積層の機械加工を行う際に金型のエッジ部に発生した欠損は、空孔発生密度が低い条件で造形することにより抑制された。堆積層内の空孔欠陥を完全になくすことは困難であると思われるが、適正な堆積条件を選び、空孔欠陥の発生を抑えることが重要である。

3.2 堆積時の余熱が堆積層に及ぼす影響

一般的に高速度工具鋼は、1050~1300°Cからマルテンサイト変態開始点(Ms点)以下に冷却して焼入れした後、520~600°Cでの数回の焼戻しにより炭化物の析出と生地のマルテンサイト変態を伴う2次硬化を生じさせて所望の硬さを得る。

一方、金属堆積造形した堆積層は焼入れ工程を経ず、焼戻しだけで硬化する。堆積時に鋼粉末はレーザー光により融点以上に加熱されるが、基材や既積層への放熱や周囲への放射によって間もなくMs点以下に冷却されるものと思われる。図4に代表的な高速度工具鋼の連続冷却曲線を示す。

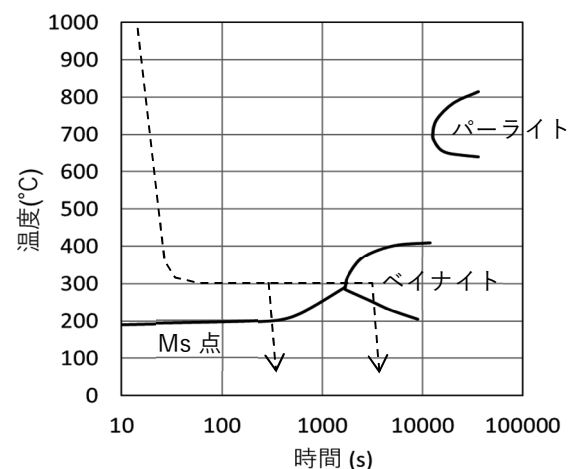


図4 高速度工具鋼(SKH51)のCCT線図²⁾

高速度工具鋼は焼入れ性が良く、ベイナイト変態までに10~100 min程度(図4では1700s≒30 min)の余裕があるため、積極的な冷却操作を行わなくてもマルテンサイト変態を生じやすい材料と言える。

しかし、金属堆積造形では所望の堆積厚さを得るまでに繰り返しレーザ光が照射され、都度、余熱により昇温するため、冷却が遅れマルテンサイト変態を生じないことが懸念される。

そこで、冷却が遅れる状態を模擬して予熱状態での堆積実験を行った。予熱温度は高速度工具鋼の一般的なMs点温度である200°Cを上回る300°Cとした。想定した温度変化を図4に破線で示す。実験方法は次のとおりである。

- ・予熱した造形テーブルに基材を置き、基材が予熱温度に達するのを待って堆積造形した。
- ・堆積後すぐに300°Cに加熱した電気炉に投入。
- ・設定時間保持後、炉から取り出して空冷し、焼戻し(540°C, 1時間, 3回)を行った。保持時間は100~3000sとした。

堆積層の硬さ試験の結果を図5に示す。造形のままと焼戻し後のいずれも300sより長時間側において硬さの低下が生じた。焼入れ時の冷却速度が低下してベイナイト変態が生ずるようになると、焼戻し硬さが低下することが報告されており^{3,4)}、その理由として、焼入れ冷却過程でベイナイト変態由来の炭化物が析出すると、続く焼戻し過程では炭化物形成元素が2次硬化に

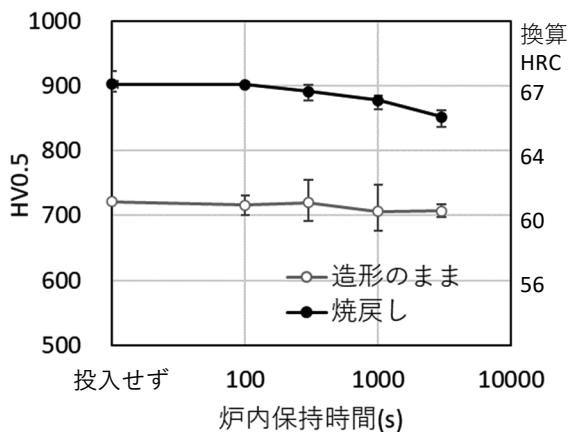


図5 炉内保持した堆積層の硬さ

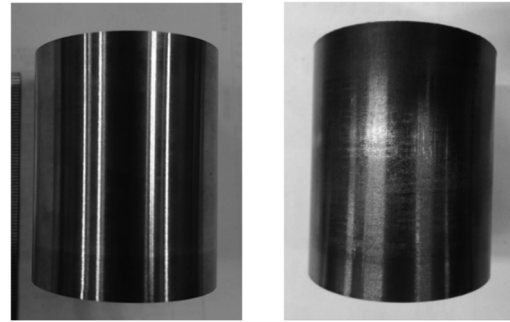


図6 試作した鍛造抜型

充分寄与しなくなり、加えて当該炭化物の凝集により軟化することが考察されている³⁾。

本実験においてベイナイトの生成は確認されていないが、同様の現象が生じていると考えられる。硬さを重視する用途では、冷却工程を入れる等の温度履歴の管理が必要となるであろう。

3.3 試作型による加工実証

図6に示す鍛造抜型(φ50mm, 高さ60mm)を試作して、製品に見立てたS35C, 厚さ22mmの板材を対象に熱間型打ち試験を行った。型打ち回数は500回とした。

試験の結果、製品側の形状および傷に関しては従来品と変わらず問題なく、また、抜型に欠けや傷は認められなかった。

4. 結 言

3Dプリンタによる金型の造形技術の開発を目的に、高速度工具鋼の堆積造形における欠陥の抑制と余熱の影響について検討し、また、試作型による加工実証を行い、以下の結果を得た。

- 1) 堆積層の空孔欠陥の発生を抑制することにより抗折応力は大きくなった。
- 2) 堆積後300°Cに保持される時間が300sを超えると、堆積層の硬さは徐々に低下した。
- 3) 試作した鍛造抜型にて500回の型打ち試験を行い、型に欠けや傷は認められなかった。

参考文献

- 1) 平石誠ほか, “3D プリンタによる新しい金型

- 製造技術の開発”, 工業技術研究報告書,
No.50, 2021, pp.9-12.
- 2) 大同特殊鋼 (株) 冷間鍛造型用鋼 DRM3 カタ
ログ(2020)
- 3) 上原紀興 他, “熱間工具鋼の実用特性に及ぼ
す焼入れ冷却速度の影響”, 電気製鋼,
vol.52,no.3(1981), pp.165-173.
- 4) 伊藤一夫 他, “高速度工具鋼の焼もどし硬
さに及ぼす焼入冷却速度の影響”, 電気製鋼,
vol.53, no.4(1982), pp.248-255.

II 共同研究

ディープラーニングを利用した バラ積み部品のピッキングシステム開発

木嶋 祐太* 大野 宏* 山田 敏浩** 森田 渉*** 阿部 淑人****
金泉 亮治***** 田中 仁***** 棚橋 広貴***** 田村 健太郎*****

Development of Bin Picking System using Deep Learning

KIJIMA Yuta*, OHNO Hiroshi*, YAMADA Toshihiro**, MORITA Wataru***, ABE Yoshito****,
KANAIZUMI Ryoji*****, TANAKA Hitoshi*****, TANAHASHI Hiroki***** and TAMURA Kentaro*****

抄 録

本研究ではディープラーニングを利用したバラ積み部品のピッキングシステムを開発した。ピッキングシステムに必要な、ピッキングする部品の位置・姿勢がわかる機能、部品の情報を簡単にピッキングシステムへ登録できる機能、ピッキング前後のロボットの動作をプログラミング言語のPythonで記述できる環境を作成した。また、安価な3次元センサを使ったピッキングシステムを作成した。

1. 緒 言

業務の効率化、コロナ禍における無人化が課題の現状において、ロボットの活用は大いに期待される。ロボットは汎用的なアクチュエーターの役割を果たすので、特に多品種小ロットの製品を製造する工場では有用である。しかし、その汎用性が高いために、ロボットを取り扱うことが難しいことが課題となっている。この課題を解決するため、ディープラーニングの活用で、なるべく簡単にロボットを動作させることができるシステムを開発した。

本研究では、バラ積み部品のピッキングシステムを対象に、それを実現するための様々な機能を開発した。プログラムレスでの部品の切り替えやわかりやすいプログラミング言語の活用など、簡単に運用できる工夫をした。

2. ピッキングシステムの概要

ピッキングシステムは、図1に示すように3次元センサとロボットによって構成される。バラ積み部品の3次元センサで撮影し、その点群を取得する。その点群からピッキングする一つの部品の位置・姿勢を取得する。その部品の位置・姿勢によりロボットを動かして、部品をピッキングする。ピッキングした後は、それぞれの部品や工程によって異なるが、部品の向きを

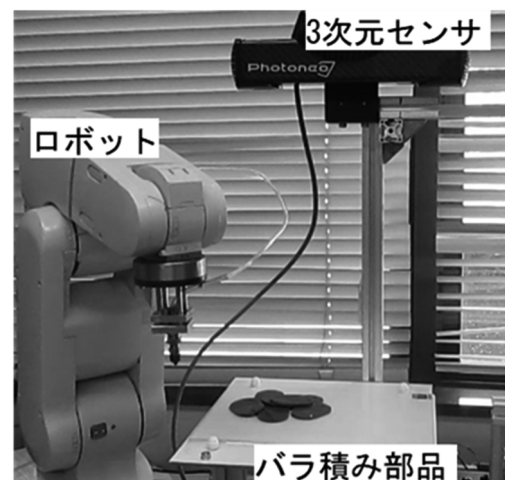


図1 ピッキングシステム

* 下越技術支援センター
** 研究開発センター
レーザー・ナノテク研究室
*** 素材応用技術支援センター
**** 研究開発センター
***** ケミコン長岡（株）

そろえたり，部品を所定の場所へ配置させたりする。

3. バラ積み部品の点群から部品の位置・姿勢の取得方法

バラ積み部品の点群から部品の位置・姿勢を取得する方法は表 1 のとおりである。

3.1 バラ積み部品の点群から距離画像の生成

距離画像は高さを輝度値に変換した画像である。本研究では，高さが高いほど輝度値が大きくなる（白くなる）画像となるようにした。バラ積み部品を 3 次元センサで撮影すると，図 2 左のような点群が得られる。この点群を距離画像に変換すると図 2 右の画像になる。図 2 右では下にある部品ほど暗くなっている。表 1 の①ではこの変換が行われる。

3.2 物体検出 DNN による部品の位置検出

物体検出 DNN (Deep Neural Network) は，画像から物体検出をするためのニューラルネットワークである。図 3 左下を対象の物体としたときに，図 3 左の画像を DNN に入力すると，図 3

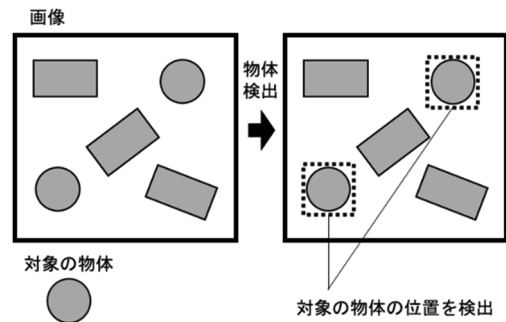


図 3 物体検出 DNN

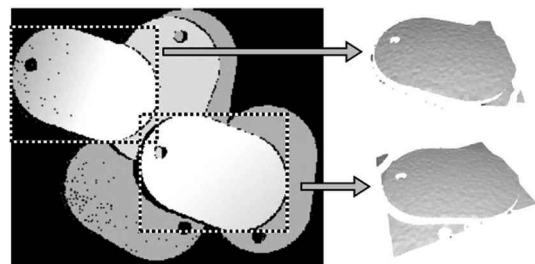


図 4 点群の切り出し

表 1 部品の位置・姿勢の取得方法

① 点群から距離画像を生成
② 距離画像から物体検出 DNN にて部品の位置を検出
③ 点群の切り出し
④ 切り出した点群と部品の形状データ（点群）に対して ICP を実行し，部品の位置・姿勢を取得
⑤ ピッキングする部品の決定

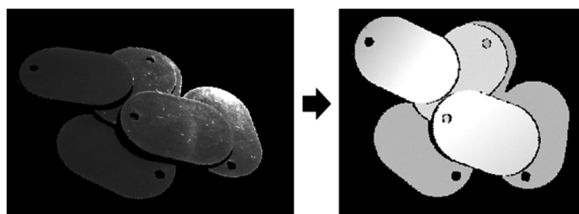


図 2 点群から距離画像への変換
(左：点群，右：距離画像)

右のように対象の物体の位置が検出される。

画像と対象の物体の位置からなる正解データにより学習することで，物体検出 DNN を作成できる。表 1 の②ではピッキングしたい部品を対象として学習した物体検出 DNN を用いて，距離画像から部品の位置を検出する。

3.3 点群の切り出し

表 1 の③では，バラ積み部品の点群から物体検出 DNN で検出された位置の点群を切り出す。図 4 にその例を示す。図 4 左の距離画像から点線の枠線で示されているように，2 つの部品が検出されている。この検出結果それぞれの位置の点群を切り出すと，図 4 右のような点群が切り出される。

3.4 ICP による部品の位置・姿勢の取得

ICP (Iterative Closest Point) は，2 つの点群が重なり合うように，その位置姿勢の関係を繰り返して計算で調整する方法である。図 5 左の色の薄い点群が部品の形状データで，色の濃い点群がバラ積み部品の点群から切り出した点群である。

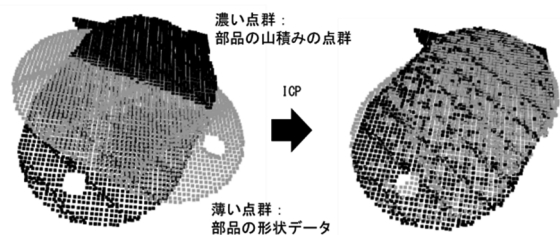


図 5 ICP

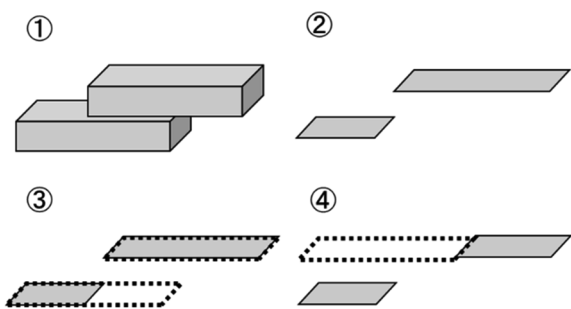


図 6 部品上の点群数の計数

これらの点群に対し ICP を実行すると、図 5 右のように両方が一致する位置・姿勢が取得できる。表 1 の④ではこの方法で部品の位置・姿勢を取得する。

3.5 ピッキングする部品の決定

図 4 のように表 1 の②で検出される部品は複数となる場合がある。その場合、表 1 の④で得られる位置・姿勢は複数となるが、ロボットは一つの部品しかピッキングできないので、どの部品をピッキングするか決める必要がある。ピッキングシステムでは、部品上にある点群数を計数し、その数が最も少ない部品を部品上に他の部品が乗っていない部品とし、ピッキングする。図 6 に部品上の点群数を計数する方法を示す。図 6 の①のバラ積み部品を 3 次元センサで撮影すると、図 6 の②に示す点群が得られる。ICP の結果、図 6 の③に点線で示す 2 つの部品の位置・姿勢が得られる。図 6 の③の下にある部品の位置・姿勢に形状データを配置し、それを持ち上げていくと、図 6 の④に示す点線の範囲が作成される。この範囲内の点群数を部品上の点群数とする。図 6 の③の 2 つの部品の位

置・姿勢に対し計数し、点群数が少ない上の部品からピッキングが行われる。

4. ピッキングしたい部品の登録

3 で説明した方法で部品の位置・姿勢を取得するために、この部品の情報をピッキングシステムに登録する必要がある。登録する流れは表 2 のとおりで、マウスクリックと数値入力だけで登録できるようにした。

4.1 部品の形状データの作成

3.4 で使用する部品の形状データを表 2 の①と②で作成する。部品一つを 3 次元センサの下に置き、撮影ボタンを押すだけで部品の形状データが取得できる。この状態だと図 7 左のように床面の点群が存在するので、しきい値となる高さを数値入力し、高さがしきい値以下の点群を削除することで、図 7 右のように床面の点群が削除できる。

4.2 ピッキング位置、部品の向き、面の向き の入力

ロボットで部品をピッキングする場合、その部品のどこをロボットが持つのかは、ピッキングを成功させるうえで非常に重要である。部品によって最適な位置は変わってしまうので、ピッキングシステムでは、ユーザーがこの位置を

表 2 部品の登録

① 部品一つを 3 次元センサで撮影し、点群を取得
② 床面の除去
③ 部品のピッキングする位置、向き、面の向きを入力
④ 物体検出 DNN の学習

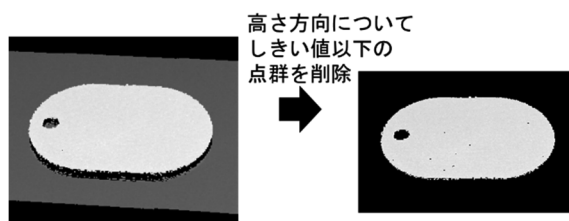


図 7 床面の除去

入力するようにした。また、図8に示す部品の向きや面の向きも、ピッキングやその後のハンドリングに必要な場合が多い。

そのため、これらの情報を簡単なマウス操作だけで入力できるようにした。その方法は次のとおりである。最初に、この部品の形状データから距離画像を作成して表示する。図9は図8の部品の距離画像を想定して表示したものである。表示された距離画像上で、ピッキング位置を指定したい場合は、その位置をクリック、部品の向きを指定したい場合は、その方向にドラッグをする。面の向きについては面の向きを検出する位置をクリックすることとし、クリックした付近の部品の形状データを用いて、最小二乗法により面の向きを計算する。

4.3 物体検出 DNN の学習

3.2に記載したとおり、物体検出 DNN を学習するためには、画像と対象の物体の位置が必要になる。表1の②では距離画像から部品を検出することになるので、学習用の距離画像が必要となる。バラ積みを実際に撮影し、撮影されて

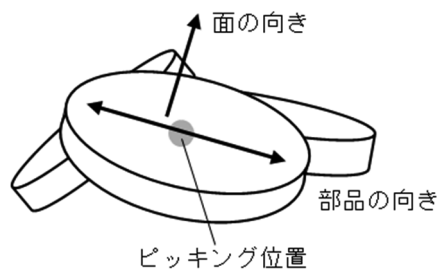


図8 ピッキング位置、部品の向き、面の向き

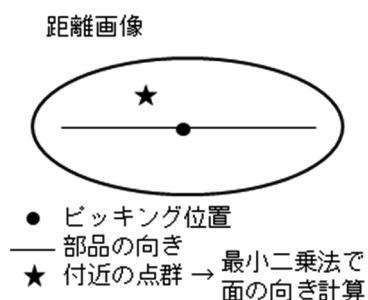


図9 図8の部品の距離画像

いる物体の位置を指定していく方法は非常に手間がかかるので、4.1で作成した部品の形状データを用いて、バラ積み部品を模擬した距離画像を自動生成することにした。距離画像を模擬的に作成するので、学習に必要な部品の位置も同時に作成される。

何もない空間を用意して、図10のように部品の形状データを一つ一つ配置していく。配置する際には、配置する部品の位置・姿勢をランダムで設定し、互いによつからないように配置する。一定数の配置が終わったら、その点群を距離画像に変換すると図11のような学習用の画像が生成できる。

この画像を100枚~200枚程度作成して、学習を行うと、この部品を検出する物体検出DNNが作成できる。学習データの作成、学習はすべて自動で行われるので、ユーザーの操作はボタンを押して10~20分待つだけである。

5. Python による運用環境の作成

別の部品をピッキングするときは、4の方法でその部品を登録するだけでよい。

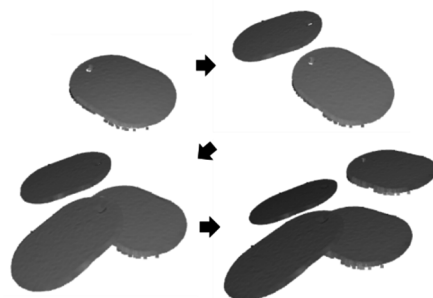


図10 形状データの配置

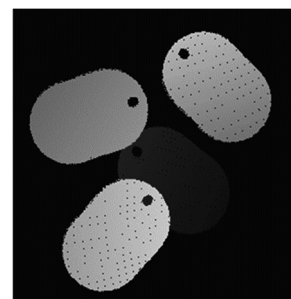


図11 学習用の距離画像

しかし、ピッキングした後の部品の運搬、部品の整列、裏面の対応など、その他の動作は部品によって多岐に及ぶ。

そこで、ピッキングシステムを運用しやすくするために、比較的わかりやすいプログラミング言語の Python を使用して動作を記述できる環境を作成した。3次元センサによる点群の取得、部品の位置・姿勢検出、ロボットの動作を Python の関数で実施でき、それらをうまく組み合わせることで、複雑な動作も実行できる。

①点群の取得、②部品の位置・姿勢検出、③位置・姿勢にロボットを動作、と命令を3行書くと、図12のようにロボットが移動する。ロボットの姿勢も面の向きと合っており、複雑な動作が3行の命令で実行できる。

6. 安価な3次元センサによるピッキング

図1に示した3次元センサはパターン光を投影する方式で部品の形状まで取得できるが、非常に高価である。一方、アクティブステレオ方式の数万円程度で入手可能な3次元センサが市販されているので、これを使用したピッキングシステムを作成した。

この3次元センサは分解能が低いため、今回対象とした小さな部品の図8に示す面の向きを検出することは難しい。部品が斜めでもピッキングできるように、先端がフレキシブルになっている吸着ハンドを使用した。これによりロボットは面の向きに合わせて傾きながらピッキングする必要が無いので、ロボットのコストも抑えることができる。図1のシステムと比べて1/10程度のコストで構成することも可能であっ

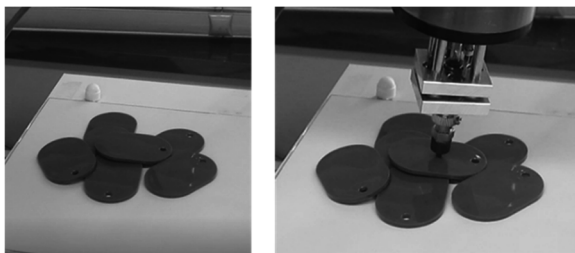


図12 ロボットの動作

表3 ピッキング位置と部品の向きの取得方法

① 取得した画像からインスタンスセグメンテーション DNN にて個別の部品の画素を取得
② 画素からピッキング位置や部品の向きを取得
③ ピッキング位置や向きを3次元座標に変換



図13 バラ積み部品の画像

た。ただし、ピッキングの成功率は、図1のシステムのほうが高いと思われる。

6.1 ピッキング位置と部品の向きの計算

表3にピッキング位置と部品の向きの計算方法を示す。この3次元センサは3次元点群データに加え2次元画像を取得できる。表3の①、②では、3次元センサで撮影した図13のようなバラ積み部品の画像から個別の部品のピッキング位置や部品の向きを計算する。画像から個別の部品を検出する精度の向上や部品のピッキング位置や向きを特定するため、ここではインスタンスセグメンテーション DNN を活用した。

インスタンスセグメンテーション DNN は、3.2で説明した物体検出 DNN で検出できる物体の位置だけでなく、その物体が撮影されている画素も取得する。図14左は、図3で検出された

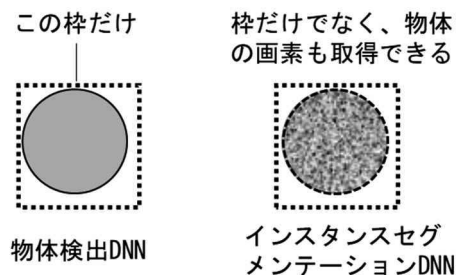


図14 インスタンスセグメンテーション DNN

物体であるが、インスタンスセグメンテーションでは、図 14 右のようにその物体が撮影されている画素も取得する。

表 3 の②では、インスタンスセグメンテーション DNN で取得した部品の画素の重心をピックアップ位置とした。部品の向きもこの画素から計算した。図 15 に取得結果を示す。

6.2 3次元への変換

図 16 が図 13 を撮影したときの 3 次元センサで取得した 3 次元点群データである。3 次元点群データのそれぞれの点は画像の明るさデータを持っている。表 3 の③では、この関係を利用して 6.1 で計算した 2 次元の位置や向きを、3 次元に変換する。変換後のデータをロボットに送り部品がピックアップできることを確認した。

6.3 学習データの自動生成

表 3 の②で使用するインスタンスセグメンテ

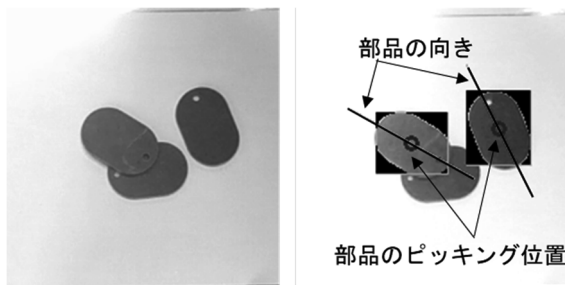


図 15 ピッキング位置と部品の向きの取得結果
(左：入力画像，右：取得結果)

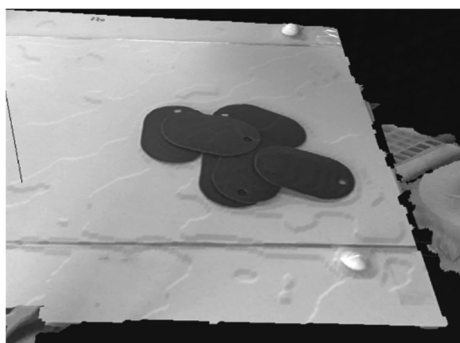


図 16 安価な 3 次元センサで取得した
3 次元データ

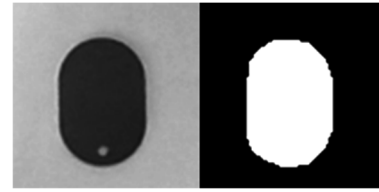


図 17 画像
(左：部品の画像，右：マスク画像)

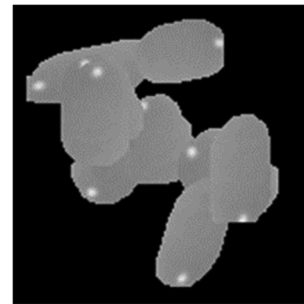


図 18 学習用画像

ーション DNN を使用するためには、物体検出 DNN のときと同様に学習する必要がある。学習データとなる画像を作成するために、図 17 左の部品一つを撮影した画像と図 17 右のその画像の中のどこに部品が写っているかを示すマスク画像の二つを作成する。マスク画像では白い部分が部品の位置となる。この二つの画像から、4.3 と同じような方法で図 18 のような学習用画像を自動生成した。この学習用画像で、図 15 の結果が得られるインスタンスセグメンテーション DNN を構築できた。

7. 結 言

- (1) ディープラーニングを利用したバラ積み部品のピックアップシステムを開発した。
- (2) マウスクリックなどの簡単な操作でピックアップの設定ができるようにした。
- (3) ピッキング後のロボットの動作を Python で記述できる環境を作成した。
- (4) 安価な 3 次元センサを使ったピックアップシステムを作成した。

AIを用いた1液潤滑剤塗布検出装置の開発

菅家 章* 阿部 淑人* 高橋 靖** 木嶋 祐太** 土田 真伯*** 村山 一成*** 諏佐 大夢***

Development of AI Detection System for Single Liquid Lubricant Application

KANKE Akira*, ABE Yoshito*, TAKAHASHI Yasushi**, KIJIMA Yuta**,
TSUCHIDA Masanori***, MURAYAMA Kazunari*** and SUSA Hiromu***

抄 録

冷間鍛造前のワークへ1液潤滑剤を塗り、それが適正に塗られたかどうかを検査する必要がある。1液潤滑剤の塗布量の違うワークをモノクロカメラと偏光カメラで撮影し、その画像をAI(Artificial Intelligence)に学習させて、ワークへ1液潤滑剤が適正に塗られたかどうかを検査でAIに検出させる装置を開発した。AIの判定において高い正解率が得られた。

1. 緒 言

自動車などの部品が製造される冷間鍛造の工程において、部品の材料になる円柱形状ワークの表面の滑りは鍛造金型の寿命に影響する。滑りをよくするため、冷間鍛造の前工程で従来はボンデ処理でワークに金属石けん皮膜を付けていたが、マコー（株）はワークに1液潤滑剤を塗布する装置としてWLS（Wetblast Lubricant System：ウェットブラスト・1液潤滑剤塗布装置）を製造販売している。WLSを用いた処理は、一般的なボンデ処理と比べて設置面積が1/10、水の使用量が1/30、産業廃棄物の排出が1/20などの利点があるため、SDGs(Sustainable Development Goals)に取り組む企業から注目されている。WLSの内部では、ウェットブラストによるスケール除去、湯洗、1液潤滑剤塗布、乾燥が行われ、ワーク検査で、正常品と不良品に選別される。

従来はセンサで検出できる1液潤滑剤を使用して検査を自動化していたが、センサで検出できない1液潤滑剤も使用できるよう、画像処理

による検査の検討を始めた。1液潤滑剤なしとありのワークの写真を図1に示す。1液潤滑剤なしとありを比較したところ、ワーク表面の色の違いはわずかで、1液潤滑剤なしはワーク表面に湯洗ムラが、1液潤滑剤ありは塗布ムラがみられた。この場合の画像処理プログラムや判定プログラムは難しくなることが予想できた。

そこで本研究ではAIを用いた1液潤滑剤塗布検出装置の開発を試みた。1液潤滑剤塗布量(0, 1, 5, 10, 20g/m²)を変えたワークの画像をカメラで撮影し、AIに学習させ、ワーク検査でAIが塗布量を判定し、正常品(5, 10g/m²)と不良品(0, 1, 20g/m²)を判別する装置を開発した。

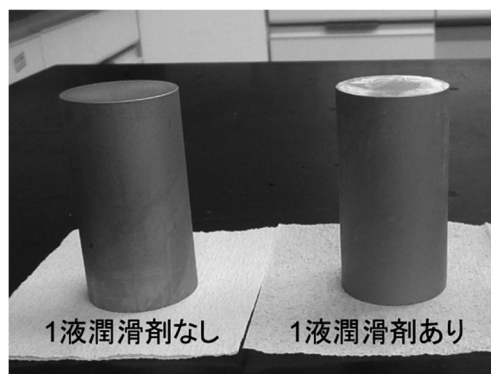


図1 1液潤滑剤なしとありのワークの写真

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

*** マコー（株）

2. 検出装置の開発

2.1 開発方法

AIの学習と判定には1液潤滑剤塗布量0, 1, 5, 10, 20g/m²で各々特徴のみられる画像を撮影する必要がある。塗布量, ワークの大きさなど, 条件を変えて撮影した画像を比較しながら, 検出装置の構成を検討した。

本研究でワークはS45Cの大ワーク(φ45mm×L85mm)と小ワーク(φ25mm×L25mm)を使用し, 1液潤滑剤はWLSの納品先でよく使われるものを使用した。カメラはモノクロカメラの構成と偏光カメラの構成を検討した。

2.2 カメラ・レンズ・照明について

2.2.1 モノクロカメラの構成

WLSの内部では, スケール除去, 湯洗, 1液潤滑剤塗布, 乾燥の処理が施される。ワークはワーク搬送駆動装置で押されて各処理を搬送され, 回転ローラ上で回転しながら処理される。ここで, 搬送中に回転ローラとワークが擦れてワークに付けられた傷が, スケール除去後と1液潤滑剤塗布後で異なることに気がつき, それを特徴として利用できる撮影条件を調べたところ, 塗布量が増えるにつれて傷は見えにくくなり, ワーク表面の塗布ムラは増えることがわかった。そこでレンズは, 傷と塗布ムラが撮影できるよう, マクロズームレンズを使用した。照明は, LED照明を反射板で反射させた拡散照明を使用した。

2.2.2 偏光カメラの構成

ワークに塗布された1液潤滑剤塗布量の違いや塗布ムラは, 偏光カメラで撮影したDOLP(Degree of Linear Polarization)画像の明暗で観察できた。そこでレンズは, 1pixelごとに0°, 45°, 90°, 135°の偏光フィルタが構成されている偏光カメラの仕様を考慮し, 高解像度レンズを使用した。照明は, LED照明に偏光シートを付け, 光を1方向へ偏光させた偏光照明を使用した。

2.3 検出装置の構成について

検出装置は, AI装置, 制御盤, ワーク搬送駆動装置, カメラスタンドなどで構成される。AI装置は, 学習用の画像撮影, AIの学習, AIによる1液潤滑剤塗布量の判定, ワークの正常品と不良品の判別で使用した。制御盤のPLC(Programmable Logic Controller)では, ワークの搬送タイミングなど, ワーク搬送駆動装置の動作を制御した。AI装置とPLCはI/Oボードで接続し, 動作タイミングを伝えた。カメラスタンドの部分で, モノクロカメラの構成(図2)と偏光カメラの構成(図3)を変更した。

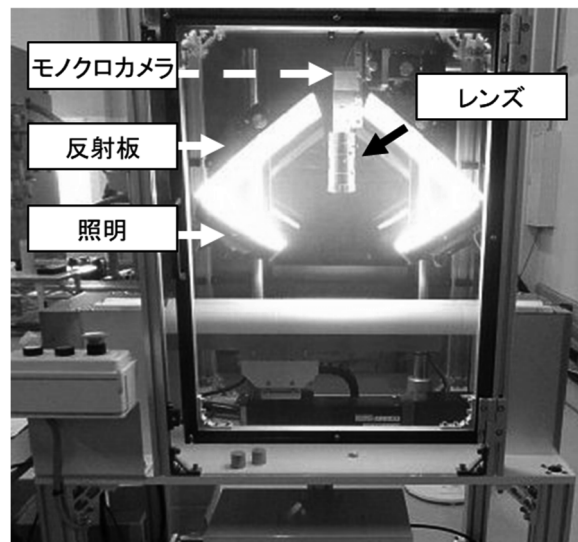


図2 モノクロカメラの構成

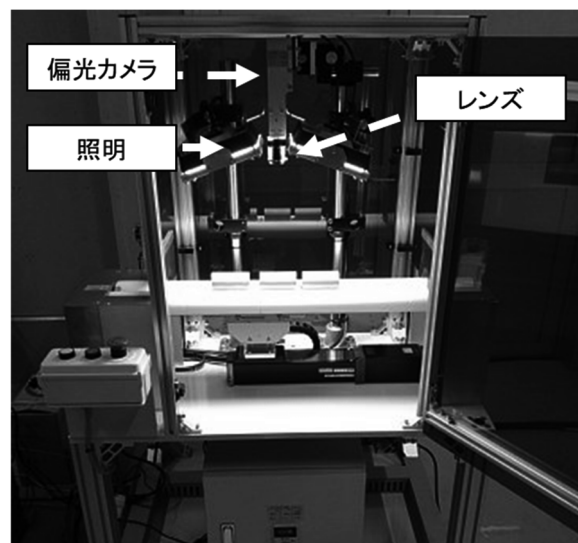


図3 偏光カメラの構成

2.4 AI装置のソフトウェアについて

2.4.1 AI学習用の画像撮影ソフトウェア

AIの学習で使われる画像を撮影するソフトウェアを試作した。AI装置でこのソフトウェアを動作させると、AI装置はPLCの撮影信号を受け、設定されたディレイ時間後、設定されたサイズの画像を、設定された枚数だけ撮影し、画像を保存する。AI装置の画面で、ディレイ時間、ワーク番号、ワークサイズ、照明の明るさ、塗布量などの情報を設定でき、設定された情報と画像のファイル名を情報管理用データベースへ画像ごとに登録できる。AI装置画面には、撮影中の画像や保存された画像を表示できる。

2.4.2 AI学習用ソフトウェア

AIに画像を学習させるため、学習用ソフトウェアを試作した。プログラムは、「データセット用ファイルの作成」、「データの読み込み」、「データセットクラスの作成」、「データローダの作成」、「データの表示」、「学習モデルの定義」、「学習に関する損失関数などの設定」、「学習用関数の定義」、「学習の実行」、「テスト用関数の定義」、「テストの実行」を試作した。プログラムを順番に実行することでAIの学習とテストができる。

2.4.3 検出装置搭載用ソフトウェア

ワークの検査において、1液潤滑剤の塗布量をAIで判定し、ワークの正常品と不良品を判別するソフトウェアを試作した。AI装置でこのソフトウェアを動作させると、AI装置はPLC撮影信号を受け、設定されたディレイ時間後、設定されたサイズの画像を、設定された枚数だけ撮影する。撮影された画像すべてをAIで判定し、正常品と不良品を判別する。AI装置画面には、撮影中のワークの画像上に、OK（正常品）とNG（不良品）の判別結果を表示できる。

3. 使用した画像について

3.1 学習用・検証用・テスト用画像について

AIは学習用の画像を用いて学習し、検証用の画像を用いて損失が最も小さくなるネットワークモデルに対して、テスト用の画像を用いて評価する。画像は60%を学習用、20%を検証用、20%をテスト用の3グループにランダムで振り分けた。同じワーク番号の画像は同じグループで使用した。

3.2 各カメラの画像について

3.2.1 モノクロカメラの画像について

モノクロカメラでは、大ワークと小ワークで撮影視野サイズを同じにするため、小ワークの輪郭より小さい15×12.6mmで撮影した。画像の解像度は1440×1080pixelである。ワークが回転ローラ上で回転している円周方向と、ワーク送りで押されて搬送されている軸方向の両方向へ動いている間、大ワークは8枚、小ワークは2枚の画像を連続撮影した。

照明の明るさについて、学習用はレベル1（暗い）とレベル2（明るい）の画像を使用し、検証用とテスト用はレベル2の画像を使用した。

以上の条件で、大ワークは、塗布量0, 1, 5, 10, 20g/m²を合計5448枚撮影し、小ワークは、塗布量0, 1, 5, 20g/m²を合計2140枚撮影した。撮影した大ワークの画像の例を図4に示す。

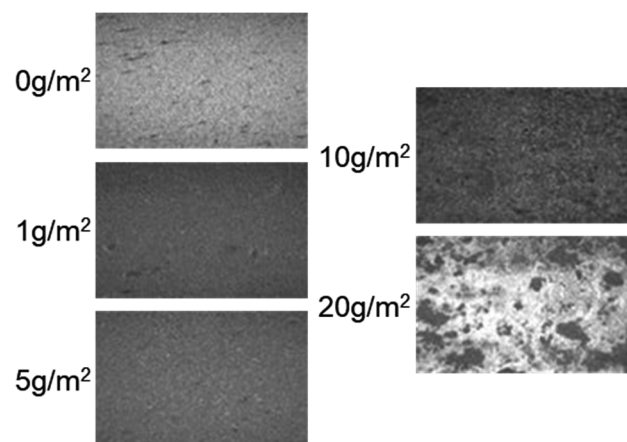


図4 画像の例（モノクロカメラ）

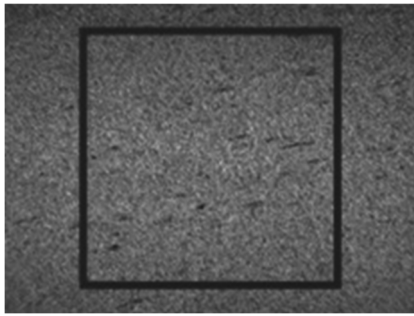


図5 トリミングの位置（モノクロカメラ）

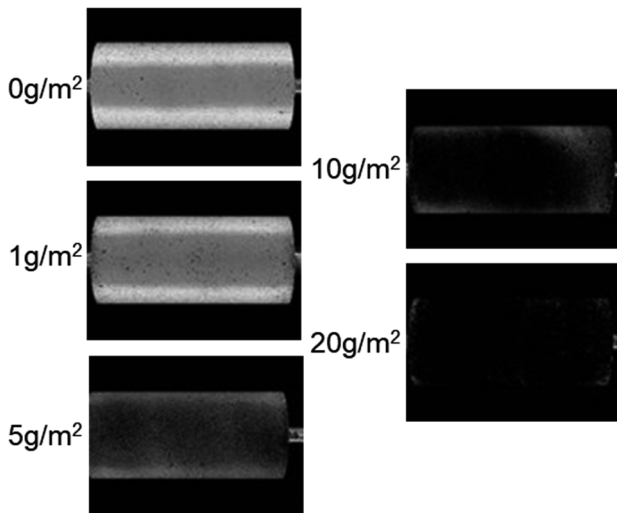


図6 画像の例（偏光カメラ）

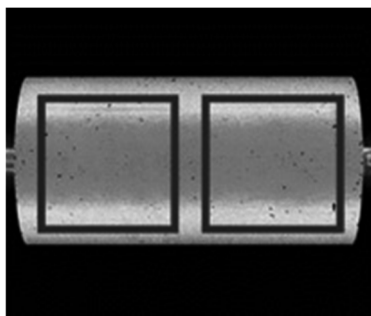


図7 トリミングの位置（偏光カメラ）

撮影した画像は中央の 896×896pixel の範囲をトリミングした。トリミングの位置を図 5 に示す。4.2.1 に記載するファインチューニングでは、学習済みネットワークモデルを使用するが、この学習済みネットワークモデルを学習するとき

に使用された画像サイズは 224×224pixel なので、画像を 224×224pixel へリサイズした。データ拡張として、10%のランダムスケール、ランダムフリップ（水平・垂直）、360°のランダム回転を施した。

3.2.2 偏光カメラの画像について

偏光カメラでは、大ワークのみ撮影した。本研究中に得られた経験から、撮影視野サイズは、大ワークの輪郭より大きい 90×75mm で撮影した。画像の解像度は 1224×1024pixel である。ワークが回転ローラ上で円周方向へ動いている間、学習用は 16 枚、検査用は 4 枚、テスト用は 16 枚の画像を連続撮影した。

照明の明るさは、レベル 1(暗い) とレベル 2(明るい) の画像を使用した。

以上の条件で、塗布量 0, 1, 5, 10, 20g/m² を合計 4256 枚撮影した。撮影した画像の例を図 6 に示す。

撮影した画像は大ワーク上の 460×460pixel の範囲を重なりがないように 2 箇所トリミングし、224×224pixel へリサイズした。トリミングの位置を図 7 に示す。データ拡張として、10%のランダムスケール、ランダムフリップ（水平・垂直）、10°のランダム回転を施した。

4. AI 作成・学習・評価

4.1 AI 作成・学習・評価について

5 値分類、2 値分類、回帰の AI を作成し、データ拡張したデータを用いて学習させて、テスト用画像を用いて評価した。

4.2 5 値分類・2 値分類・回帰について

4.2.1 5 値分類

5 値分類は、「入力した画像が、5 分類の塗布量 0, 1, 5, 10, 20g/m² のうち、どれである確率が高いか」を出力した。

AI はディープニューラルネットワークの ResNet101 をベースに使用し、ファインチューニングした。ResNet101 は画像を 1000 分類する

ネットワークモデルであるが、今回必要な分類は 5 分類である。そこでネットワークモデルの最終層サイズを 1000 から 100 へ変更し、さらに 100 から 5 への全結合層を追加した。損失関数はクロスエントロピーロスを使用した。ネットワークモデルの出力はソフトマックス処理を用いて確率分布へ変換した。最適化手法は SGD (Stochastic Gradient Descent) を用いた。学習率は 0.001 を超えないようにした。エポック数は 100 にした。

5 値分類は、画像のリサイズが 224×224pixel と 448×448pixel の場合について、正解率を比較した (表 1)。カメラは偏光カメラの正解率が高く、画像のリサイズは 448×448pixel の正解率が高かった。ここで 896×896pixel のトリミング画像を用いて 5 値分類を試みたところ、正解率は 97.7%であり、448×448pixel の結果より悪かった。

4.2.2 2 値分類

2 値分類は、「入力した画像が正常品と不良品のどちらの確率が高いか」を出力した。

5 値分類のネットワークモデルと異なる点として、100 から 2 への全結合層を追加した。

モノクロカメラの正解率は 99.3%、偏光カメラの正解率は 100%であった (表 2)。真陽性率 (True Positive Rate) と偽陽性率 (False Positive Rate) をプロットした ROC (Receiver Operating Characteristic) カーブの結果を、モノクロカメラは図 8 に、偏光カメラは図 9 に示す。偏光カメラの AUROC (Area Under ROC) は 1 であり、正常品と不良品は完全に判別できた。

4.2.3 回帰

回帰は、ワークの画像を入力すると 1 液潤滑剤の塗布量の推定値が出力される。

5 値分類のネットワークモデルと異なる点として、100 から 1 への全結合層を追加した。損失関数は 2 乗誤差を使用した。塗布量 0g/m² と 1g/m² の差が 1 に対し、10g/m² と 20g/m² の差は

10 であり、10 倍異なることから、塗布量は自然対数の値を使用し、0g/m² は 0.1 を使用した。

AI から出力された推定値の平均値、標準偏差、最小値、最大値の結果について、モノクロカメラは表 3 に、偏光カメラは表 4 に示す。偏光カメラのほうが標準偏差は小さく、両カメラとも、塗布量 5、10、20g/m² の判定は範囲の重なりがあり、難しい傾向がみられた。

表 1 5 値分類の正解率

	画像サイズ (pixel)	正解率 (%)
モノクロカメラ	224×224	97.1
	448×448	98.8
偏光カメラ	224×224	98.8
	448×448	99.6

表 2 2 値分類の正解率

	画像サイズ (pixel)	正解率 (%)
モノクロカメラ	224×224	99.3
偏光カメラ	224×224	100

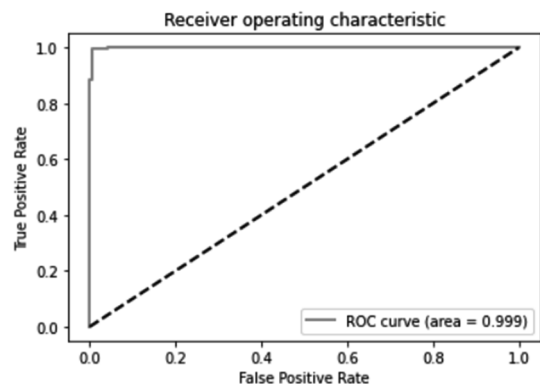


図 8 ROC カーブ (モノクロカメラ)

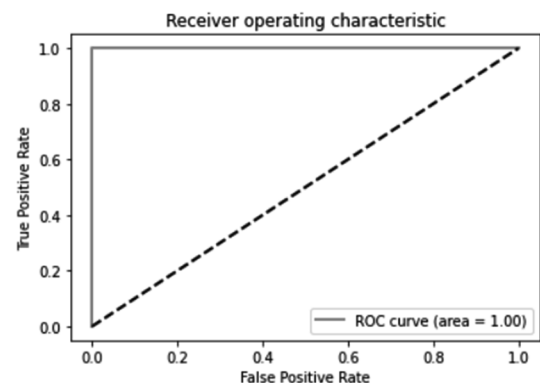


図 9 ROC カーブ (偏光カメラ)

表3 回帰の結果（モノクロカメラ）

塗布量 (g/m ²)	平均値	標準偏差	最小値	最大値
0 [0.1]	0.10	0.02	0.07	0.15
1	1.03	0.28	0.14	2.22
5	6.01	1.59	1.46	12.0
10	10.2	1.97	2.05	16.3
20	21.4	5.60	1.17	33.1

画像サイズは224×224pixel

表4 回帰の結果（偏光カメラ）

塗布量 (g/m ²)	平均	標準偏差	最小値	最大値
0 [0.1]	0.10	0.01	0.08	0.15
1	0.96	0.10	0.52	1.26
5	5.24	0.68	3.61	7.72
10	9.40	1.73	5.96	15.5
20	19.0	2.02	13.7	28.2

画像サイズは224×224pixel

5. 検出装置でのテスト

偏光カメラの検出装置を用いて、ワークの検査を試みた。判別結果は OK（正常品）と NG（不良品）を AI 装置の画面へ表示した。回転しているワークの画像 4 枚を連続撮影し、各画像を 5 値分類した結果について、塗布量 0, 1, 20g/m²を NG 判定、塗布量 5, 10g/m²を OK 判定にした。NG 判定された画像が 1 枚でもあった場合、そのワークは不良品として AI 装置の画面へ NG を表示した。4 枚の判定結果がすべて OK 判定だった場合、正常品として AI 装置の画面へ OK を表示した。塗布量 0, 1, 5, 10, 20g/m²の

ワークを各 10 個ずつ検査したところ、正常品と不良品を完全に判別できた。

1 枚でも NG 判定があれば不良品にする方法は厳しい判別方法なので、検査数を増やしたときに貴重な正常品を不良品へ判別する可能性が考えられる。そこで、撮影した画像のうち半数以上が NG 判定だった場合を不良品にするなどの改善を検討している。偏光カメラの正解率はモノクロカメラより高かったが、モノクロカメラより偏光カメラは高価であるため、判別方法の改善によっては安価なモノクロカメラを選択できる。今後、共同研究で実施した研究成果をもとに、製品化へ向けた研究開発を継続する。

6. 結 言

- (1) 塗布量の特徴が撮影できるモノクロカメラと偏光カメラのレンズと照明を選定した。
- (2) ワークを回転させながら連続撮影し、AI で OK/NG 判定が可能な検出装置を開発した。
- (3) 各カメラを用い、AI で使用する学習用・検証用・テスト用の画像を数千枚撮影した。
- (4) 5 値分類、2 値分類、回帰の AI を作成し、学習・評価した。5 値分類と 2 値分類において、97%以上の高い正解率が得られた。
- (5) 検出装置でのテストは、正常品と不良品の判別を試み、判別方法の改善を検討した。
- (6) 今後、共同研究で実施した研究成果をもとに、製品化へ向けた研究開発を継続する。

溶接ヒューム用集塵機および空気清浄機の開発

須貝 裕之* 村木 智彦* 櫻井 貴文** 阿部 淑人*
 齋藤 文昭*** 本間 義広*** 石井 知治*** 齋藤 隆範***

Development of Fume Collector and Air Cleaner for Welding Factory

SUGAI Hiroyuki*, MURAKI Tomohiko*, SAKURAI Takafumi**, ABE Yoshito*,
 SAITO Fumiaki***, HONMA Yoshihiro***, ISHII Tomoharu*** and SAITO Takanori***

1. 緒 言

溶接工程ではヒュームと呼ばれる金属微粒子を含んだ煙が発生する。ヒュームは溶接中に溶融・蒸発した金属が空气中で凝固することにより形成される $1\text{ nm} \sim 100\text{ }\mu\text{m}$ の微粒子である。ヒュームは作業員への健康障害を引き起こすことが明らかとなったため、令和3年4月1日から特定化学物質に加えられ、規制の対象となった。この規制により、工場への全体換気装置の設置や局所集塵機によるヒューム濃度の管理が義務づけられた。

一方、溶接工程では前処理の研磨や後処理のバリ取りのためのグラインダー作業も必要である。この結果、溶接作業においてはグラインダーとヒューム用の2台の集塵機が必要となり、作業空間を制約すると共に作業性を悪化させる。そこで、これら二つの機能を一体化した局所集塵機を開発した。開発においては試作・実験と共にコンピューターによる流体解析を併用し、異なる粒径の集塵機能を両立させる構造を検討した。また、集塵機による局所排気を嫌う工場もあることから、これに対応した大型空気清浄機の開発も行った。これについては装置の配置や浄化能力について検討を行った。本報告では令和3年度共同研究において実施した研究開発内容の一部を紹介する。

* 研究開発センター
 ** 県央技術支援センター
 *** (株) エステーリンク

2. 局所集塵機の火消し構造の開発

開発する局所集塵機はヒュームと共にグラインダー作業により生じる粉じん（以下、火花と呼ぶ）も集塵しなければならない。火花は図1に示すように粒径が数 mm に達する高温の金属片であり、砥石とワークの加工点から高速で飛散する。これをそのまま集塵した場合、フィルターの焼損や集塵機の火災につながる。これを防ぐため集塵機は「火消し」と呼ばれる消火構造を備えている（図2）。原理は、途中に設けた迷路形状の流路によりフィルターに到達するまでの火花の飛行時間を長くして温度を低下させるものである。



図1 グラインダー作業時の火花

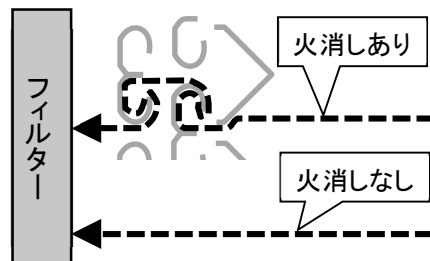


図2 火花の飛行経路と火消し構造

本研究では、火花がフィルターに到達するまでの時間を増加させることを目的とし、流体解析により火消し構造の検討を行った。図3に解析結果の一例を示す。火消し構造は周期的に同じ形状が連続することから、周期境界条件を利用して一部分のみを計算することで、解析モデルの簡略化と計算時間の短縮を図った。計算は図中の解析空間左側から集塵機の風量に相当する気体を吸引し、運転時における定常流れ場を計算する。この流れ場に対して、解析空間右側から火花を模した粒径と密度をもった粒子を所定の初速度で投入し、その軌跡を計算した。軌跡の色は投入時からの飛行時間を表している。投入位置により様々な軌跡を描いていることがわかる。

図4に解析空間左側、すなわちフィルターに到達した粒子の飛行時間とその度数分布を示す。図中の棒グラフは目盛り時間±0.25 sの間に到達した粒子の個数、折れ線グラフは到達した粒子の累積値である。本評価方法により、平均到達時間が長く分散（ばらつき）の少ない火消し形状を検討した。

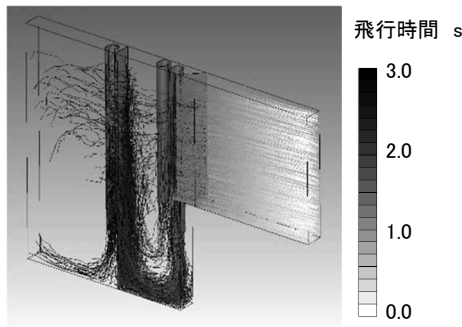


図3 火花飛行軌跡の解析結果

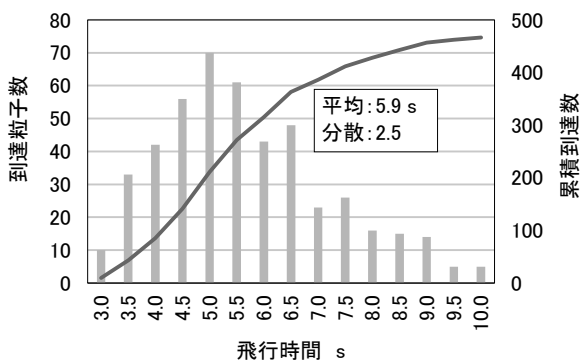


図4 火花のフィルター飛行時間分布

3. 大型空気清浄機による工場内浄化能力評価

開発する大型空気清浄機は工場の大きさや配置に合わせて1台もしくは複数台設置することを想定している。本研究では装置の設置位置や台数が空気浄化能力にどのように影響するかを流体解析により調べた。図5に大型空気清浄機の解析モデルを示す。本装置は上部から汚染された空気を吸い込み、内部のフィルターで浄化した後、側面から吐き出す。背面には構造上、吐き出し口がない。図6に評価の対象とした仮想の工場を示す。評価の方法であるが、実際の工場では溶接場所やその数、そして作業時間など無数の組み合わせがあり、それらすべてを評価することは現実的ではない。そこで本研究では、工場内全体が汚染物質に満たされた状態（汚染濃度 1）から空気清浄機を運転することによりどのように浄化されてゆくかを評価の指標とした。計算条件として空気清浄機の風量は実機と同様に $1.67 \text{ m}^3/\text{s}$ ($6,000 \text{ m}^3/\text{h}$) とし、空気清浄機に吸い込まれた空気は完全に浄化（汚染濃度 0）されて吐き出されるとする。解析は非定常解析とし、工場内汚染濃度分布の時間変化を計算した。

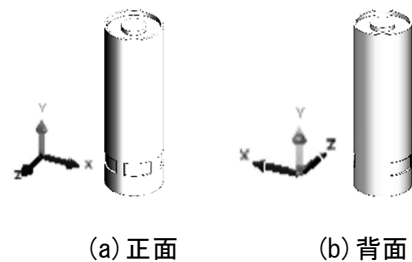


図5 大型空気清浄機の解析モデル

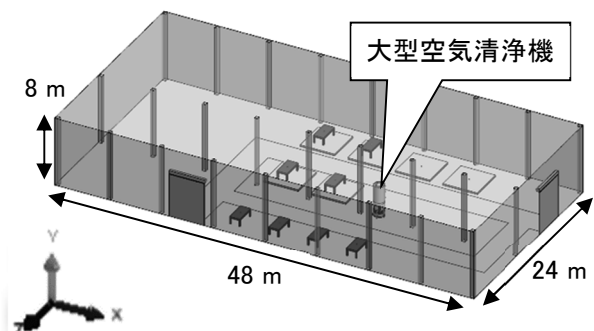


図6 評価の対象とした仮想工場

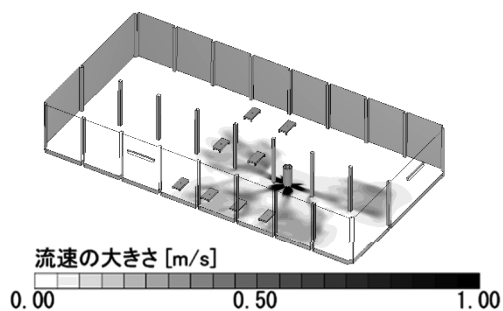


図7 水平方向流速分布

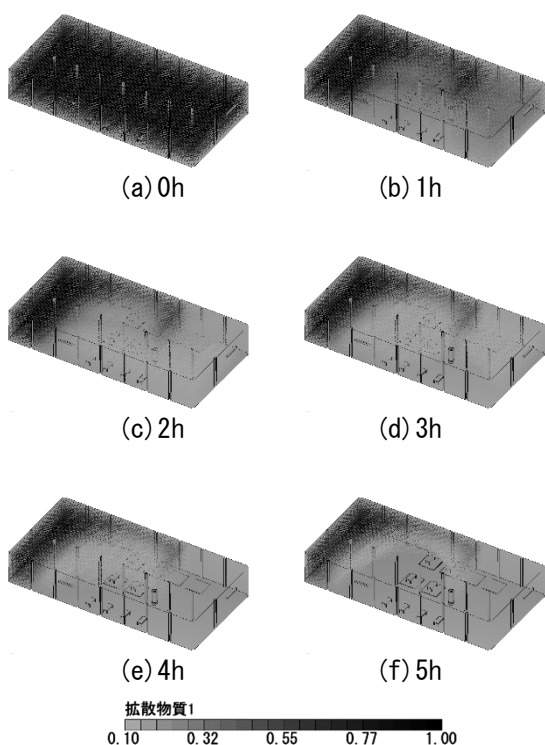


図8 汚染濃度分布の時間変化

図7, 8に計算結果の一例を示す。図7は吹き出し口高さにおける水平方向の流速分布である。清浄機の背面方向の流速が遅い。また、工場内左側の流速も遅い。前者は図5で示したように清浄機の背面に吹き出し口がないため、後者は清浄機の設置位置が工場内長手方向の右寄りであり、風が届かないためである。図8に運転開始から1時間ごとの汚染濃度分布を示す。全般的には清浄機を中心として浄化された領域が広がっている。ただし先の流速分布の結果から予想されるように、清浄機を中心として背面と左側の清浄化は遅れる傾向にあることがわかる。



図9 開発した局所集塵機

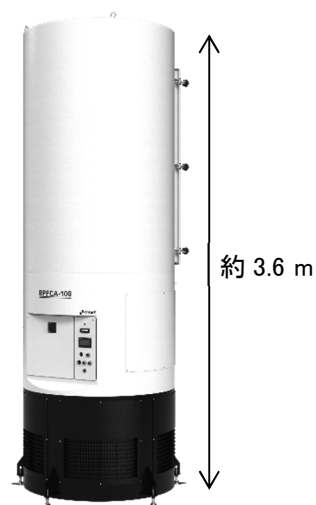


図10 開発した大型空気清浄機

このような解析結果をもとに工場の広さに応じた最適な清浄機の数や配置を検討した。最後に各種の検討を元に製作した局所集塵機と大型空気清浄機をそれぞれ図9, 10に示す。

4. 結 言

- (1) 本研究ではコンピューターによる流体解析を利用し、局所集塵機と大型空気清浄機の構造や設置方法などを検討した。
- (2) 局所集塵機の開発では装置の防火性能を向上させるため、火消し構造を通過する火花の軌跡や到着時間を計算し、最適な構造について検討した。
- (3) 大型空気清浄機の開発では、装置の設置位置や台数が空気浄化能力にどのように影響するかについて調査を行った。

Ⅲ 受託研究

受発注伝票用 AI-OCR の開発

大野 宏* 木嶋 祐太*

Development of AI-OCR for Ordering Slips

OHNO Hiroshi* and KIJIMA Yuta*

1. 緒言

近年、DX (Digital Transformation) を推進して競争力を上げている企業が注目されており、新潟県でも令和 3 年 3 月に県内産業デジタル化構想¹⁾をまとめ、啓蒙普及と支援を行っている。構想を作成するにあたり現状を分析したところ、紙を主体に業務を行っている企業が多く、DX を推進するためには、紙に記された文字をデジタル化する必要がある。この作業を支援するツールが人工知能技術を使った光学文字認識²⁾ (Artificial Intelligence - Optical Character Recognition, AI-OCR) である。

新潟県内にも AI-OCR の開発に取り組んでいる企業があり、既存の認識モデルを使ったところ誤認識が発生するとの相談があった。今回、認識対象となる文字は英数字と句読点のみで、フォントは 1 種類であったため、ニューラルネットワークを使った認識モデルを一から作成した。これを AI-OCR に組み込んだところ、受発注伝票の英数字を正しく認識できたので紹介する。



図 1 JPG 形式の伝票文字の拡大画像

2. 開発の概要

提供された 100 枚弱の受発注伝票は JPG 形式で、この方式はデータ圧縮率が高くファイルサイズは小さいものの、一色の背景に一色の文字がある画像では文字周辺にノイズが発生する。また、図 1 に示すとおり、文字と文字の間隔が狭いため、発生するノイズにより 2 つの文字がつながる場合がある。本開発では画像処理を使った文字の分離を工夫し、1 文字ずつニューラルネットワークで認識することにした。

文字認識の手順は次のとおりである。最初に、文字を認識するニューラルネットワークを設計し、学習用の画像データを準備し学習する。次に伝票から認識したい部分を切り出し、さらに 1 個ずつ文字を切り出し、ニューラルネットワークに入力して認識する。ニューラルネットワークの設計と、学習・認識は Pytorch を使い、画像処理ライブラリは OpenCV を利用し、プログラムは Python で作成した。

3. 文字認識

3.1 認識モデルの設計

今回の認識対象は英数字と句読点のみと文字の種類が少なく、フォントが 1 種類のため、手書き数字の認識で良い結果が得られる畳み込みニューラルネットワーク Lenet³⁾ を参考にした。これは、1989 年にヤン・ルカンらによって提案され、単純な構造で高い認識率が得られ、ニューラルネットワーク研究の再ブームのきっかけとなった。ネットワーク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

* 下越技術支援センター

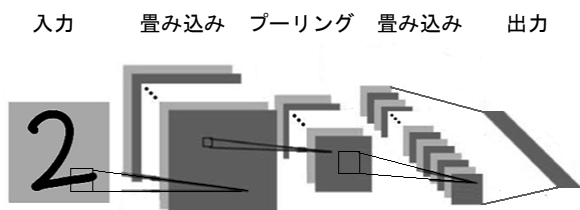


図2 伝票の文字を認識するモデル

層が2段、これらの結果をまとめる全結合層が2段および最後の出力層から構成される。出力層は10個あり、0~9のうち最も値の大きいものを認識結果として出力する。

今回提供された受発注伝票に使われている英数字は、フォントが1種類で大きさも一定のため、図2に示すとおり、Lenetより単純な構造のニューラルネットワークのモデルとする。具体的には、畳み込み層と位置ずれを吸収するプーリング層が1段（フィルター数は20枚）、その次に畳み込み層をもう1層設け（フィルター数50枚）、これを37個の出力にまとめて出力する構成になっている。この37個は、数字が0~9の10個、英字がA~Zの26個、「.」からなる。伝票に使われている「,」と「.」は区別が付き難く、「,」は出現する位置が決まっているため、これを1つにまとめ、出現位置によって「,」か「.」を判断する。

2つ目の畳み込み層の後に過学習を抑えるドロップアウトを設ける。これは、誤差逆伝搬による学習中に一定の割合のネットワークの結合をわざと欠落させるもので、学習に使っていない文字に対しても高い認識率が期待できる。

3.2 学習用画像の作成

貸与された画像から図3に示すとおり、画像編集ソフト（例えば mspaint）を使い10個の文字を収集する。画像サイズは48画素×48画素である。この画像を2値化して文字の重心を求め、これが画像の中心になるよう移動する。次に、①角度を変える、②明るさを変える、③少し位置を移動する、の操作をプログラムで行い、図4に示すとおり810枚に水増しする。文字は37

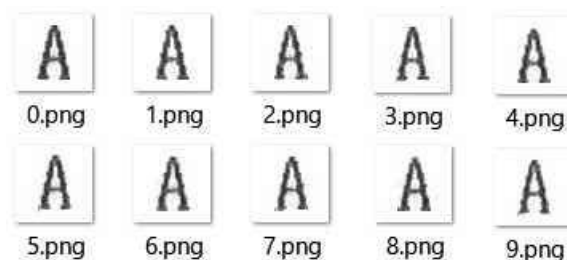


図3 手作業で収集した画像

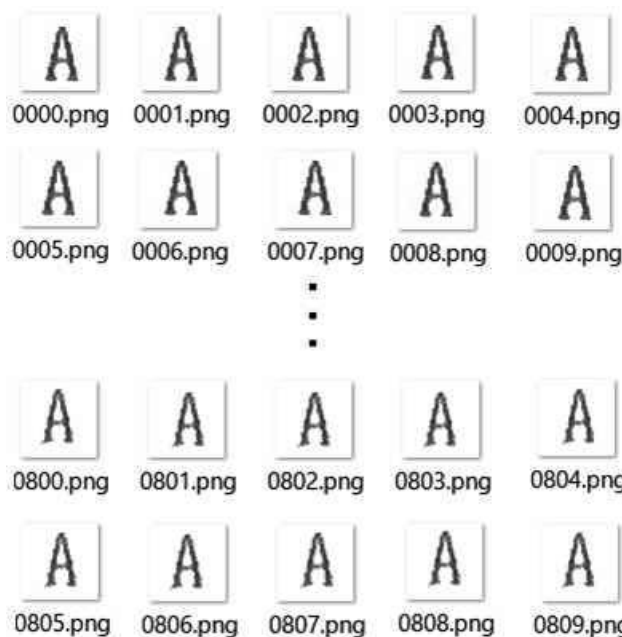


図4 水増しした画像

種類あるため、学習用画像の枚数は全部で29,970枚である。

3.3 認識モデルの作成

3.2で述べた学習データを使い、3.1で設計したモデルに入力して得られた出力値と学習データの値との誤差を求め、最適化アルゴリズムでモデルのパラメータを更新する。最適化アルゴリズムには確率的勾配降下法（Stochastic Gradient Descent）を使う。

1回のパラメータの更新には学習データ29,970個の中からランダムに取り出した370個の学習データで行い、これを81回（29,970÷370）繰り返し、すべての学習データを使う。これを20回（エポック）繰り返したときの誤差を図5に示す。学習回数が増加するたびに誤差は減った。なお認識モデルの構造が単純なため

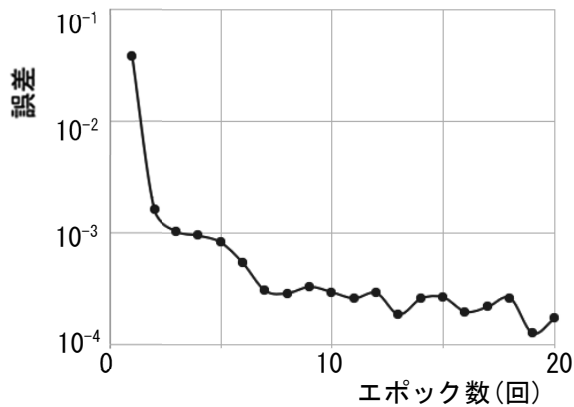


図5 誤差の推移

発注伝票			
注文番号 V00000	仕入れ先 (株)新潟商会	納期 2021.12.12	発注日 2021.11.10
コード番号 19103		担当部署	
製造番号 2115107			
部品番号	製品名	仕様 12.0 X 120M	
発注数 173	数量 120	前号 90275360	12.0 X 120M

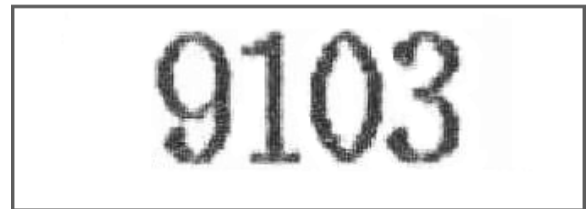
図6 発注伝票の例



(a) 切り出された画像



(b) 横方向に膨張した画像



(c) 抽出した文字列

図7 文字の抽出

1 エポックに要する時間は、計算を高速化する Graphics Processing Unit のないパーソナルコンピュータ (CPU Intel Core i7-8750H 2.20GHz メモリ 8GB) で約 75 秒であった。

3.4 文字の切り出し

伝票の中から認識したい文字列の画像を切り出す。今回認識したい文字は図6に示す伝票のうち、注文番号や納期などである。これらの位置はほぼ一定になるため、伝票の罫線の左上の角を基準とし、ここから一定の大きさの画像を切り出す。図7(a)にコード番号の画像を示す。少し大きめに画像を切り出すため認識したい英数字以外の線や漢字の一部が含まれてしまう。そのため、横方向に何回か膨張処理を行い、図7(b)のように文字を一体化させると、文字部分が一番大きなラベル(塊り)になる。この画像にラベリング処理を行い最も大きな面積のラベルだけを取り出すと、図7(c)に示す英数字の文

字列が得られる。

切り出した画像には複数の文字があり、文字と文字の間隔はほぼ一定(20画素)である。そのため、先端の位置と終端の位置を求め、文字数で等分して1文字ずつ切り出す。この文字の重心が、48×48画素の中央になるよう画像を調整し、モデルに入力して認識する。

4. 認識実験

提供された画像に対して認識実験を行った。切り出して認識した文字数は全部で2,772個あり、認識結果が正しかった文字は2,767個、間違った文字は5個で、認識率は99.82%であった。認識率100%を目指し、次章に示す改良に取り組んだ。

5. 文字の切り出しの改良

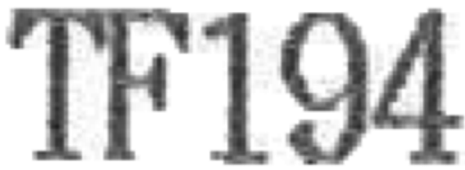
認識結果を間違ったときの切り出した文字の例を図8に示す。これを見ると、文字の左端に



図 8 誤認識したときの切り出した文字



図 10 改良後の切り出した文字



(a) 認識する文字列と周辺ノイズ



(b) 縦方向に画像を膨張



(c) 文字の先端終端と隙間の検出

図 9 文字切り出しの改良

隣の文字の一部が含まれ、文字の重心も少しずれていることが分かる。その対策として、畳み込み層とプーリング層を増やして位置ずれを減らす方法と、隣の文字がなるべく入らないよう文字の切り出しを改良する方法がある。本開発では、処理が単純で速い後者の方法を採用した。

今回提供された画像は図 9(a) に示すとおり JPG であり文字周辺にノイズが発生するため、単純な画像処理では文字の先端と終端の位置が

若干ずれてしまう。そのため、1文字ずつ切り出したとき、先の図 8 に示すように隣の文字の一部が含まれ誤認識してしまう。そこで、図 9(b) に示すとおり縦方向に文字を膨張させ、文字の先端と終端を再計算する。この処理は文字と文字の隙間の一部も検出可能となり、図 9(c) のように縦線を入れ、この部分には文字がないと判断する。この処理の後に画像を当分割し文字を切り出すと、図 10 に示すように左上先端のノイズ部分が小さくなり、「D」と正しく認識するようになった。提供された画像に対して再度認識実験を行ったところ、誤認識は発生せず、認識率は 100% になった。

6. 結 言

- (1) 認識する文字の大きさはほぼ一定でフォントも 1 種類のため、構造が単純なニューラルネットワークモデルで高い認識率が得られた。
- (2) 画像形式が JPG のためノイズが発生するが文字の切り出しを改良したところ、100% の認識率が得られた。

参考文献

- 1) <https://www.pref.niigata.lg.jp/sec/sogyosuishin/1356891598360.html>、県内産業デジタル化構想、2022年3月15日
- 2) 坂本俊之, “PyTorch ではじめる AI 開発”, 2021, pp. 256-324.
- 3) Y. LeCun et.al, “Gradient-based Learning Applied to Document Recognition”, Proceedings of the IEEE, Vol.86, No.11, 1998, pp. 2278- 2324.

IV 実用研究・小規模研究

GC/Q-TOF MS による精密質量測定に関する研究

山下 亮* 渡邊 亮*

Study of Exact Mass Measurement by Quadrupole Time of Flight Gas Chromatography Mass Spectrometry

YAMASHITA Ryo* and WATANABE Ryo*

1. 緒言

ガスクロマトグラフ飛行時間型質量分析計 (GC/TOF MS) は高い精度を有し、 m/z 値が小数点以下 3~4 桁程度までの正確な精密質量を取得できることから、分子イオンが検出できれば物質の組成式の予測が可能となる。通常、分子イオンの検出には、化学イオン化 (CI 法) が用いられるが、メタン、イソブタン等の試薬ガスを必要とし、さらには専用イオン源への交換などの煩雑な作業も伴う。

当所のアジレント・テクノロジー (株) 7250 GC/Q-TOF MS は、低エネルギー電子イオン化 (Low-Energy EI) モードでの測定ができる高感度イオン源を備えており、条件にもよるが、試薬ガスや特殊な設定の必要もなく、簡易な操作で、分子イオンの検出が可能とされている。

本研究では、7250 GC/Q-TOF MS による Low-Energy EI 測定を行い、そのパラメータ値の最適化を行った。さらに検出した分子イオンの質量から組成式予測を試みた。

2. 実験

試料は酢酸イソアミルもしくは市販のビールを用い、ヘッドスペース法にて GC/MS に導入した。カラムは DB-WAX カラムを用いた。Low-Energy EI 測定のイオン化エネルギーは 10~20 eV, EI 測定は 70 eV とした。データは MassHunter Workstation ソフトウェアにて解析した。データベースは NIST2017 ライブラリーを用いた。

* 下越技術支援センター

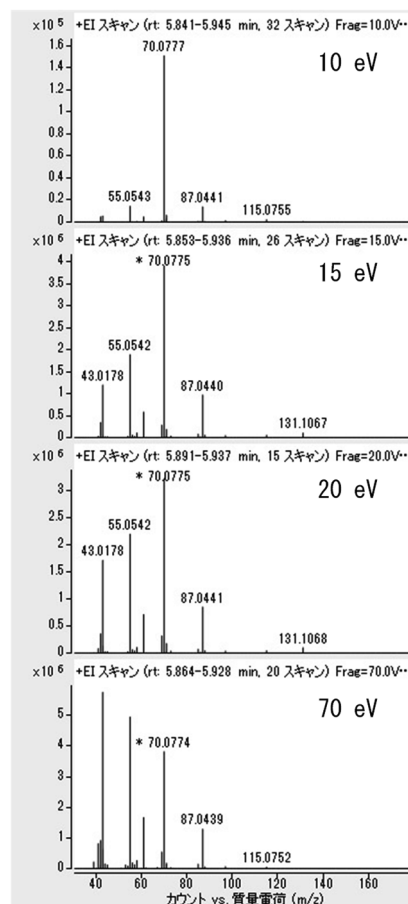


図1 イオン化エネルギー値によるマススペクトルの変化

3. 結果と考察

3.1 パラメータ値のマススペクトルへの影響

図1にイオン化エネルギーを変更した Low-Energy EI と通常の EI で測定した酢酸イソアミル ($m.w.$ 130) のマススペクトルを示した。 m/z 43, 55 のフラグメントイオンは、イオン化エネルギー値を下げることで、 m/z 70 のイオンと比べてその強度が低下していることから、フラグメント化が抑えられていると考えられる。

15, 20 eVでは m/z 131に分子イオンの同位体イオンと推測されるピークが検出された。さらに10 eVまで下げると縦軸のカウントは一桁低下し、全体的な感度の低下が見られた。この結果から、酢酸イソアミルについては、分子イオンを検出するためのイオン化エネルギー値は15もしくは20 eVが適していると考えられる。

また酢酸イソアミル以外の試料についてもLow-Energy EI測定を検討を行ったが、分子イオンが検出されないものもあり、EIによるフラグメント化が起りやすい構造では分子イオンの検出は難しいと考えられる。

3.2 実試料への適用

市販のビールをEI測定し、保持時間13分に検出されたピークのマススペクトルについて、NISTによるデータベース検索を行ったところ、ノナン酸エチル (m.w. 186) とオクタン酸エチル (m.w. 172) が高いスコアでリストアップされた。

これらの物質は、脂肪酸の長さに違いがあるだけで基本的な構造は同じく、マススペクトルのパターンは似ているために特定が難しい。同じ試料にてLow-Energy EI (15 eV)での測定を行ったところEI測定では検出できなかった分子イオンと見られるピーク (m/z 172.1457) が検出された (図2, 矢印)。得られた精密質量測定値は、組成式 $C_{10}H_{20}O_2$ の計算上の質量 (モノアイソトピック質量 172.1463) に近く

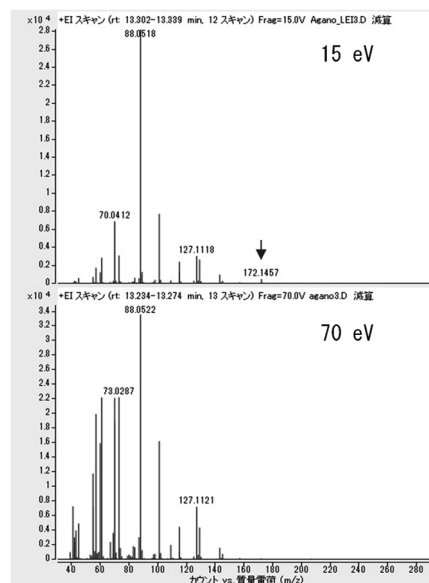


図2 オクタン酸エチルの分子イオンの検出

(質量誤差 1.35 ppm), オクタン酸エチルの分子式と一致した。

4. 結 言

- (1) 酢酸イソアミルのLow-Energy EI測定を行い、イオン化エネルギー値を最適化することで、フラグメント化を抑え、分子イオンを検出することができた。
- (2) 検出された分子イオンの精密質量から組成式を推定することができた。汎用のGC/QMSではLow-Energy EIおよび精密質量測定はできないため、未知物質の解析には本手法が有用になると考えられる。

ディープラーニングを用いた外観検査の精度向上 ～正常品のみ学習による判別方法の評価～

木嶋 祐太* 小林 豊* 石澤 賢太*

Study for Anomaly Detection using Deep Learning

KIJIMA Yuta*, KOBAYASHI Yutaka* and ISHIZAWA Kenta*

1. 緒 言

工業製品の外観検査の自動化に関する県内企業からの要望は多く、ディープラーニングを活用することで、外観検査の自動化が進んでいく可能性がある。過去の研究¹⁾では異常品だけを学習して異常品を検知する方法や、異常品と正常品を学習して異常品と正常品を分類する方法を実施した。しかし、工業製品の異常品は極端に少ないことや、学習に使っていないパターンの異常品は検出できないといった背景により、現場への適用まで至らないことがある。そこで、本研究ではネジ画像を対象として正常品のみを学習し、異常品を判別する方法について評価を行った。

2. 判別方法

正常品のみを学習して異常品を判別する 3 つの手法について検討した。

2.1 距離学習による判別

距離学習とは画像の特徴量を、似たデータ同士は近づき、似ていないデータ同士は離れるように特徴空間にマッピングする方法である。この距離学習を使用して、正常品およびそれと関係のない画像を学習すると、正常品の特徴量を得るネットワークを作成することができる。異常品は学習している画像ではないため、正常品よりも若干離れた空間にマッピングされることを利用して異常品を判別する。

距離学習の手法として、特徴抽出に Resnet101 を使っている ArcFace²⁾を用いた。正常品以外の画像としては、Google Open Images Dataset V5 から約 3,000 画像を抜き出した。特徴量ベクトルのサイズは 512 とし、正常品の画像すべての特徴量の平均値を基準とし、それと対象画像とのコサイン類似度を評価値とした。

2.2 オートエンコーダによる判別

オートエンコーダは、対象となる正常品画像をいったん低次元の潜在変数に圧縮し、それを元の画像に復元するネットワークである。学習されていない画像は元の画像に復元できないため、正常品だけで学習したオートエンコーダに異常品の画像を入力すると欠陥の部分が復元できなくなる。このことを利用して、圧縮前後の画像の類似度によって異常品が判別できる。

本研究では類似度計算に SSIM³⁾ (Structural Similarity) を用いて、オートエンコーダによる判別を行った。

2.3 学習済み CNN から抽出した特徴量を用いた判別

CNN(Convolutional Neural Network)に画像を入力したときにCNN内の各層の値が計算されていくが、その値には画像の特徴が抽出されていると考えられる。ビッグデータで学習したCNNを用いてその画像の特徴量を抽出し、正常品であればその特徴量はある範囲内に収まると考え、異常品を判別する方法がある。

* 下越技術支援センター

この異常品を判別する方法は複数提案されているが、本研究では PatchCore⁴⁾という方法を評価した。評価にあたってはその実装である Industrial KNN-based Anomaly Detection⁵⁾を使用した。

3. ネジ頭の画像による評価

3.1 ネジ頭画像のデータセット

工業製品のデータセットとしてよく使われている MVTec AD (Anomaly detection dataset)⁶⁾ Screw の、ネジ頭部分だけを 320×320 で切り出した画像をデータセットとした。図 1 に正常品と異常品の例を示す。正常品の画像は 361 枚で、学習用 325 枚、検証用 12 枚 (オートエンコーダと PatchCore は学習用として活用)、テスト用 24 枚にランダムで分けた。異常品の画像は 24 枚ですべてテスト用である。

3.2 ネジ頭の画像の判別結果

3.1 で示したテスト用画像に対して判別を実施し、機械学習の評価指数としてよく使われる AUROC (Area Under Receiver Operating Characteristic) を求めた。その結果を表 1 に示す。図 2 の①に入力した画像、②にオートエンコーダの欠陥検出位置、③に PatchCore の欠陥検出位置を示す。欠陥と検出した部分は白く表示しており、オートエンコーダと PatchCore については欠陥の位置を正しく検出していた。

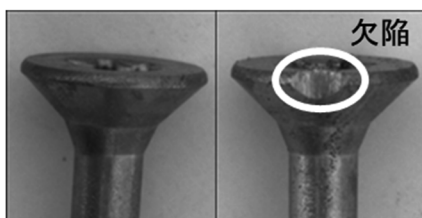


図 1 ネジ頭画像の例
(左：正常品，右：異常品)

表 1 ネジ頭画像の判別結果

判別方法	AUROC
距離学習	0.866
オートエンコーダ	1.000
PatchCore	1.000

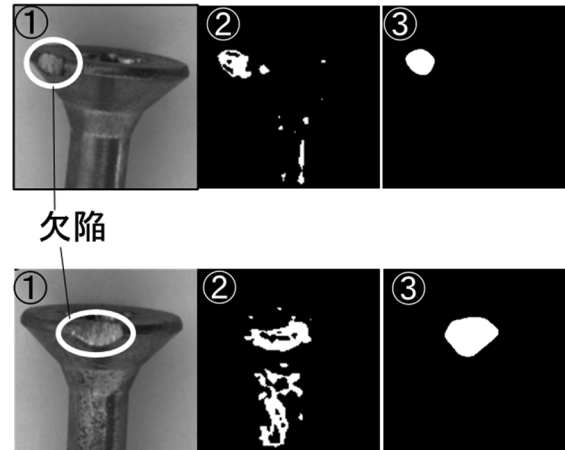


図 2 欠陥検出位置

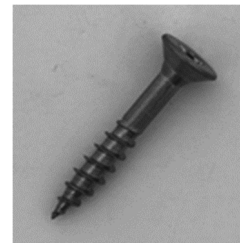


図 3 ネジ全体画像の例

4. ネジ全体画像による評価

4.1 ネジ全体画像のデータセット

オートエンコーダと PatchCore について、ネジ全体画像 (図 3) に対して判別を実施した。正常品の画像は 361 枚で、学習用 242 枚、テスト用 119 枚にランダムで分けた。異常品の画像は 119 枚ですべてテスト用である。

4.2 オートエンコーダのネジ全体画像の判別

オートエンコーダでテスト用画像を判別した結果、AUROC は 0.775 であった。次に AUROC の改善のため、一つの画像に対する欠陥の面積比率を増やした場合と AE-grad⁷⁾を用いた場合を評価した。

面積比率を増やす場合は、ネジの方向をそろえた画像を、図 4 のように 4 分割し、それぞれの部位ごとにオートエンコーダを学習した。

AE-grad は、オートエンコーダ出力の勾配を用いて、入力画像を繰り返し更新していく手法

で、図4の画像に対しAE-gradを適用した。

画像を4分割した場合は、評価値を4つの画像の評価値の最大値とした。結果は表2のとおりで、AE-gradを用いた手法が最も大きかった。しかし、図5のような小さい欠陥の画像に対しては、欠陥でない箇所も誤検出して、異常の評価値が高くなっている場合も見受けられたので、過大なAUROCとなっている可能性があった。

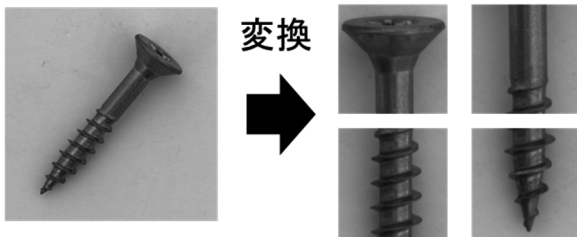


図4 画像の分割

表2 オートエンコーダでのネジ全体画像の判別結果

データセット	判別方法	AUROC
画像そのまま	オートエンコーダ	0.775
4分割	オートエンコーダ	0.964
4分割	AE-grad	0.998

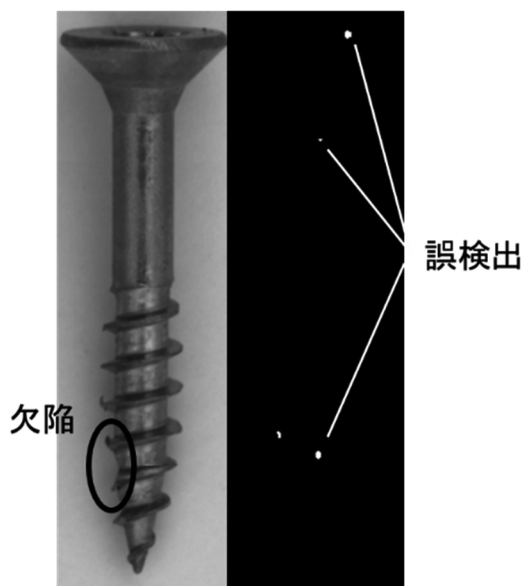


図5 誤検出



図6 画像の変換（左：変換前，右：変換後）

表3 PatchCore でのネジ全体画像の判別結果

データセット	AUROC
画像そのまま	0.885
図6の変換	0.961
4分割	0.976

4.3 PatchCore でのネジ全体画像の判別

PatchCore でテスト用画像を判別した結果、AUROCは0.885であった。次に、4.2と同様に4分割した画像と、4分割せずに背景のみを除去した図6の変換を行った画像について評価した。評価結果は表3のとおりである。

4分割した場合のAUROCが一番高くなったが、背景を除去するだけでも十分効果はあったことがわかった。また、背景を除去しただけの場合に比べて4分割した場合は、小さい欠陥を検出しやすく、小さな正常部の変化を異常と誤検出する傾向があった。

5. 結 言

- (1) 正常品のみ学習による判別方法で、オートエンコーダやPatchCoreといった手法が有効であった。
- (2) 画像に対する欠陥の面積比率を増やすこと、AE-grad、背景の除去により性能が上がった。

参考文献

- 1) 木嶋祐太ほか，“AIを活用した金属製品の外觀確認の自動化”，工業技術研究報告書，新

- 鴻巣工業技術総合研究所, No.50, 2021, pp.20-24.
- 2) Jiankang Deng, Jia Guo, Stefanos Zafeiriou, “Arc face: Additive angular margin loss for deep face recognition”, *Proceedings of the IEEE/CVF Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR)*, 2019, pp. 4690-4699
 - 3) Z. Wang, A. C. Bovik, H. R. Sheikh, E. P. Simoncelli, “Image quality assessment: From error visibility to structural similarity”, *IEEE Transactions on Image Processing*, vol. 13, no. 4, pp. 600-612, 2004.
 - 4) Karsten Roth, Latha Pemula, Joaquin Zepeda, Bernhard Scholkopf, Thomas Brox, Peter Gehler, “Towards Total Recall in Industrial Anomaly Detection”, arXiv(2021), <https://arxiv.org/pdf/2106.08265.pdf>
 - 5) https://github.com/rvorias/ind_knn_ad, Industrial KNN-based Anomaly Detection, 2022年3月10日
 - 6) Paul Bergmann, Michael Fauser, David Sattlegger, Carsten Steger, “Mvtec ad – a comprehensive real-world dataset for unsupervised anomaly detection”, *In Proceedings of the IEEE/CVF Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR)*, 2019, pp. 9592-9600
 - 7) David Dehaene, Oriel Frigo, Sébastien Combexelle, Pierre Eline, “Iterative energy-based projection on a normal data manifold for anomaly localization”, *Eighth International Conference on Learning Representations (ICLR)*, 2020

三次元測定機を使った測定に対する測定条件による影響

吉田 正樹* 近 正道* 櫻井 貴文*

Effects of Measurement Conditions on Dimension Measurement using a Coordinate Measuring Machine

YOSHIDA Masaki*, CHIKA Masamichi* and SAKURAI Takafumi*

1. 緒 言

県央技術支援センターでは研究や、依頼試験など寸法測定を行う際に三次元測定機を使用している。この測定機は三次元形状や寸法等の測定について、高い精度で比較的簡単に測定が可能な測定装置である。このため多くの企業に採用され、品質管理などに利用されている。

三次元測定機は様々なワークに利用され、測定値の信頼性の向上がさらに期待されている。しかしながらワークの種類が多いことから測定条件を一定にすることが難しく、特にマニュアル測定の際に測定値の誤差やバラツキに顕著に表れていると感じられる事がある。

そこで今回、これまで実際の測定を行ってきた測定結果に影響が大きいと思われる測定条件について検討を行った。

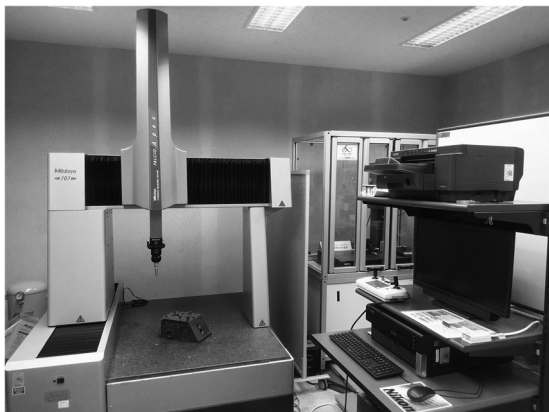


図1 三次元測定機

2. 測 定

2.1 測定機

2.1.1 三次元測定機

(株)ミットヨ製 三次元測定機 FALCIO-Apex707
表1に主な諸元を、図1に三次元測定機を示す。

表1 三次元測定機の主な諸元

測定範囲(mm)	X=705,Y=705,Z=605
指示誤差(μm)	(1.4+3L/1000) (L:測定長)
プロービング誤差	1.8μm
スタイラス	φ3×30mm

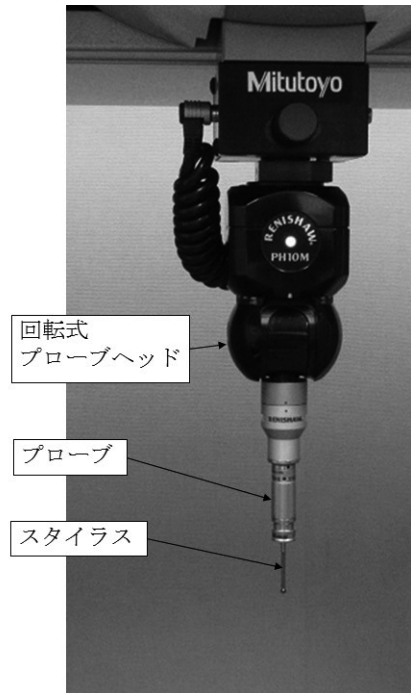


図2 プロービングシステム

* 県央技術支援センター

2.1.2 プロービングシステム

プロービングシステムはレニショー製のプロービングシステムのタッチトリガープローブを用いた。プロービングシステムを表2に、外観を図2に示す。

表2 プロービングシステム

プローブヘッド	PH10M
タッチシグナルプローブ	TP200

2.1.3 キャリブレーション

キャリブレーションは図3に示す普段用いているφ20mmのキャリブレーションボールで行った。測定速度1mm/secで赤道上の4点と頂点の1点の計5点で行った。

2.1.4 エクステンション

プローブ長さの変更には60mmのセラミックス製エクステンションを使用した。エクステンションを図4に示す。

2.2 測定環境

測定環境は室温20°C、湿度35%とした。

2.3 供試材

測定した供試品は図5に示すリングゲージを用いた。直径の呼び寸法はφ40mmである。

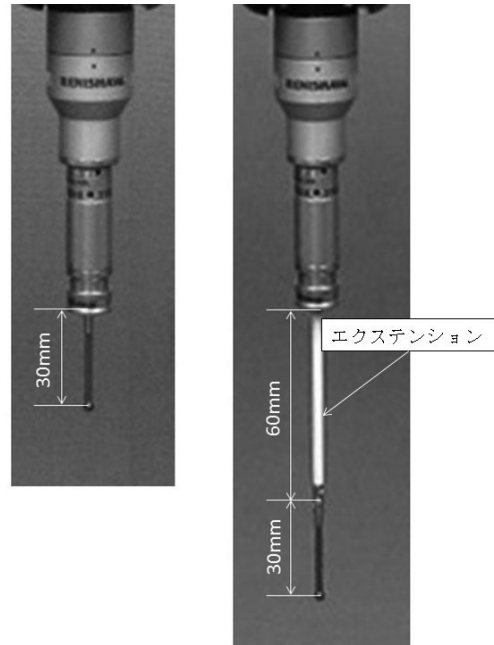


図4 エクステンション



図5 リングゲージ



図3 キャリブレーションボール

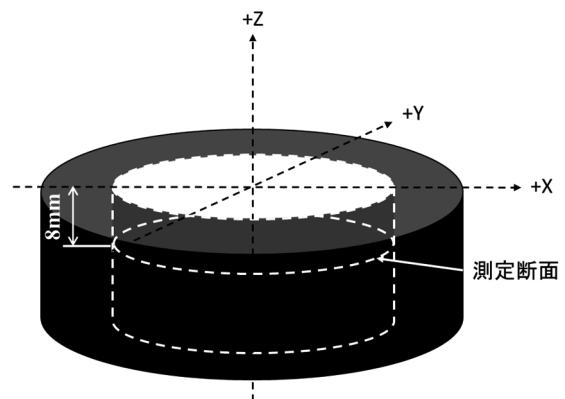


図6 座標系の取り方

2.4 測定方法

図6のようにリングゲージの内径円柱の軸を基準軸として、リングゲージ上面をZ軸原点とする座標系を作り、上面から8mm下がった位置の穴を円として測定し、Z=0の基準面にその円を投影して直径とした。その円周を均等に12等分する各点にタッチプローブで接触して各座標を取り込み、その各点から最小二乗法で円を計算し、その直径を求めた。これを5回繰り返しその平均を測定値とした。

測定速度は0.5,1.0,5.0,10.0mm/secとした。また、スタイラス長さは30mmとエクステンションを加えた90mmの2種類とした。

2.5 測定結果

2.5.1 測定速度の影響

結果を図7に示す。

測定速度が速いほうの測定値が大きくなった。

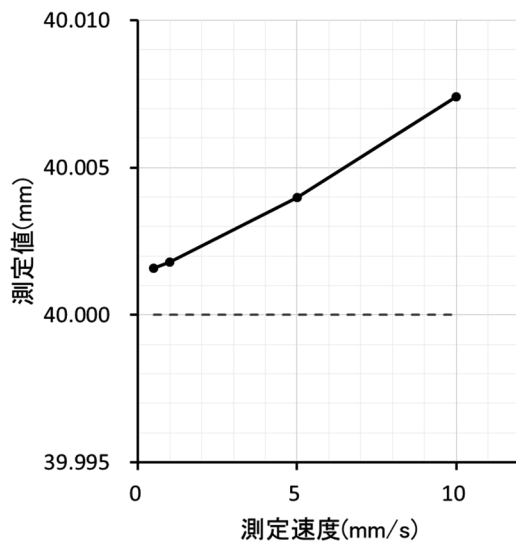


図7 測定速度の影響

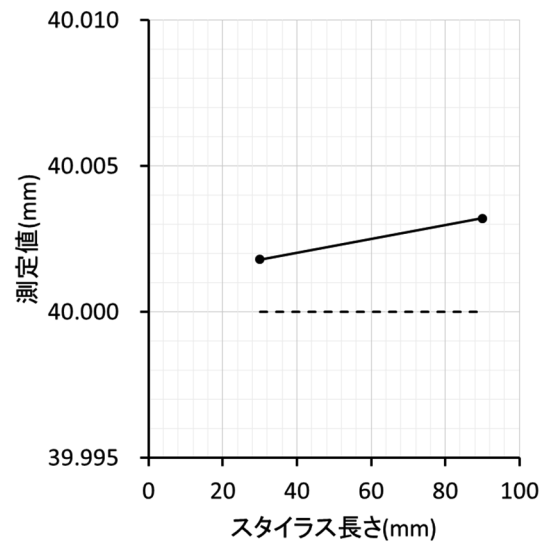


図8 スタイラス長さの影響

2.5.2 スタイラス長さの影響

結果を図8に示す。スタイラス長さが長い方が大きい値となった。

3. 結 言

当センターの保有する三次元測定機について、円内径測定において測定速度とプローブ長さの影響を確認し、以下の知見を得た。

- (1) 測定速度は速すぎると測定値に大きく影響を与えるので、測定速度を小さく取ることが誤差の少ない計測には必要であることが分かった。
- (2) スタイラス長さは、キャリブレーションを行ってたわみ等の影響は補正されているが、測定値に影響を与えることが分かった。短くすると、より誤差の少ない測定が可能になることが分かった。

画像処理による球状黒鉛鑄鉄品の黒鉛球状化率判定試験

齋藤 雄治*

Nodularity Measurement of Spheroidal Graphite Cast Iron Castings using Image Processing

SAITO Yuji*

1. 緒言

球状黒鉛鑄鉄品は黒鉛が球状の鑄鉄である。球状黒鉛鑄鉄品の引張強さや伸びなどの機械的性質は、黒鉛の球状化の程度に大きく影響を受ける^{1,2)}。黒鉛の球状化の程度を黒鉛球状化率と呼んでいる²⁾。

黒鉛球状化率の試験方法は JIS G5502 (2007)³⁾ (以下、G5502) で規定されている。この試験方法は、顕微鏡で撮影した黒鉛組織等の個々の黒鉛形状を G5502 図 4 の I ~ VI の形状分類図と比較して、形状 V と VI の黒鉛の存在割合を求めるものである。

ここで、G5502 では画像処理によって黒鉛球状化率を算出する場合、上記の方法に準じるだけでなく規定している。このため、黒鉛の形状を評価するパラメータや、G5502 図 4 の形状 V と VI に分類するためのパラメータのしきい値については、別途決める必要がある。

本研究では、画像処理を使って黒鉛球状化率を測定した。黒鉛の形状を評価するパラメータには JIS G5505 (2020) CV 黒鉛鑄鉄品⁴⁾ (以下、G5505) の附属書 B で定義されている丸み係数を用いた。また、丸み係数のしきい値は、G5502 の図 4 の形状 I ~ VI の各図の黒鉛の丸み係数の平均値から決定した。さらに、上記の方法を用いて、組織画像から黒鉛球状化率を算出するウェブアプリを作成した。

2. 丸み係数の算出方法

ここでは、画像処理を使った黒鉛の丸み係数の算出方法について説明する。

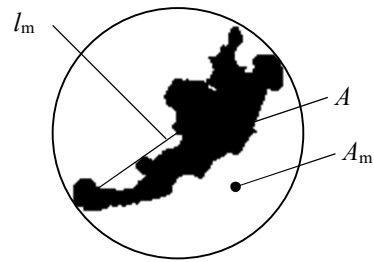


図 1 丸み係数の定義式の記号

図 1 に示す黒鉛において、面積 A 、長軸長さ l_m 、長軸を直径とする円の面積 A_m を画像処理で求める場合を考える。このとき、丸み係数 R は G5505 の附属書 B より次式で定義される。

$$R = A / A_m \dots\dots\dots (1)$$

式(1)において、丸み係数 R は黒鉛が円形のとときに最大値 1 をとり、円形から遠ざかると最小値 0 に近づく。

ここで、G5505 の図 B.3 に G5502 の図 4 と類似の形状 I ~ VI の形状分類図が規定されており、G5505 の表 B.1 には形状 I ~ VI に対する丸み係数のしきい値も規定されている。しかし、G5502 の図 4 と G5505 の図 B.3 の形状分類図を比較すると黒鉛の形状が若干異なっている。このことから、G5505 の表 B.1 の丸み係数のしきい値を G5502 の黒鉛形状の分類に用いることは適切ではないと考えられる。

3. 丸み係数のしきい値

ここでは、画像処理を使って G5502 の図 4 に準じて黒鉛形状を分類するための丸み係数のしきい値を求める。

* 中越技術支援センター

まず、G5502 の図 4 の I～VI の各図の黒鉛に対して、次の①～④により丸み係数を求める。

- ① G5502 の図 4 の I の画像データをグレースケールで読み込む。
- ② 画像について白黒反転による大津の二値化処理⁵⁾を行う。
- ③ G5502 の図 4 が倍率 100 倍の組織画像に相当すると仮定して、画像の縁に接触している黒鉛や大きさ 1.5mm (実寸法 15 μ m) 未満の黒鉛を除去する。
- ④ 黒鉛の輪郭を抽出し、各輪郭について面積と長軸の長さを求め、式(1)の丸み係数 R を算出する。
- ⑤ G5502 の図 4 の II～VI についても、上記①～④と同様に丸み係数 R を求める。

本研究では、これらの処理に OpenCV⁶⁾ という画像処理のライブラリを用いた。

上記の画像処理で得られた形状 I～VI の丸み係数の平均値と標準偏差を図 2 に示す。図には平均値を丸印で、標準偏差をエラーバーで、それぞれ示した。また、エラーバーの上には平均値と標準偏差の算出に用いた黒鉛数を示した。

図 2 より、丸み係数の平均値は形状を表すロ

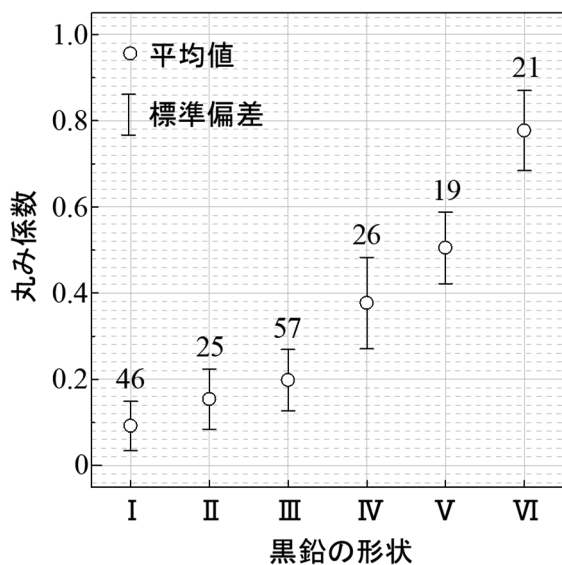


図 2 G5502 図 4 の形状 I～VI の各図の黒鉛に対する丸み係数 R の平均値と標準偏差

ーマ数字とともに大きくなっていることが分かる。一方、標準偏差は形状 IV と V が大きく、範囲が重なっていることが分かる。

そこで、G5502 図 4 の I～VI の各図において、大きい黒鉛は形状 I～VI の特徴をよく表していると仮定して、I～VI の各図で大きい順に 10 個の黒鉛に対して丸み係数 R の平均値と標準偏差を算出した。その結果を図 3 に示す。図 2 に比べて標準偏差は小さくなり、形状 IV と V の標準偏差の範囲が重なっていないことが分かる。

本研究では、図 3 の結果において、形状 IV の平均値 0.347 と形状 V の平均値 0.500 の中間値 0.423 \approx 0.42 を形状 IV と V を分類する丸み係数のしきい値とした。

4. 丸み係数の近似計算

式(1)の丸み係数 R の計算式で、黒鉛 (輪郭) の面積 A を求める関数は OpenCV にあるが、黒鉛 (輪郭) の長軸の長さ l_m を求める関数はない。このため A_m の算出は煩雑となる。

そこで、式(1)の代わりに次式の丸み係数 R'

$$R' = A / A'_m \dots\dots\dots (2)$$

を定義する。ここに、 A'_m は黒鉛の最小外接円

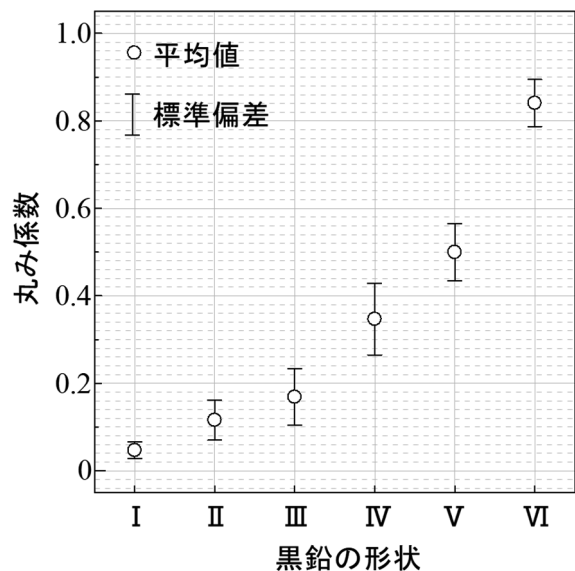


図 3 G5502 図 4 の形状 I～VI の個々の黒鉛 (各 10 個) に対する丸み係数 R の平均値と標準偏差

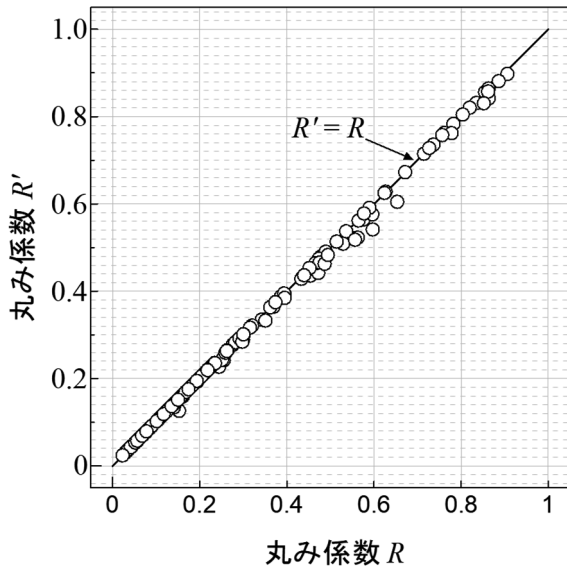


図4 G5502 図4の黒鉛の丸み係数 R と R'

の面積である。OpenCV には黒鉛（輪郭）の最小外接円の直径を求める関数があるため、 A'_m の算出は容易である。

G5502 図4の形状 I～VIにおいて、3.節の③の条件を満たす黒鉛に対して、式(1)と式(2)で丸み係数 R と R' を算出した結果を図4に示す。図4から R' は R とほぼ同値となっていることが分かる。また、丸み係数 R' について図3と同様な評価を行った結果、形状IVとVを分類するしきい値は0.42となり3で示した丸み係数 R のしきい値と同値が得られた。

なお、上記の結果は当研究所のホームページにも掲載している⁷⁾。

5. ウェブアプリの作成

Javascript 版の OpenCV である OpenCV.js⁸⁾ を使ったウェブアプリを作成して、ホームページに公開⁹⁾した。このウェブアプリでは式(2)の丸み係数 R' から黒鉛球状化率を算出している。

6. 結 言

(1) 式(1)の丸み係数 R について、JIS G5502 の図

4 に準じて黒鉛形状IVとVを分類するしきい値の求め方を示した。

(2) 式(1)の近似式として式(2)を提案した。

(3) JIS G5502 の図4の黒鉛形状に対して、式(1)の R と式(2)の R' はほぼ同値となることを示した。

(4) 式(1)と式(2)から得られた黒鉛形状IVとVを分類するしきい値は0.42と同値となった。

(5) 本研究の方法により、黒鉛球状化率を算出するウェブアプリを作成した。

参考文献

- 1) 日本鑄造工学会編，“鑄物技術者と機械設計技術者のための新版 鑄鉄の材質”，2012年，p.40-41.
- 2) 日本強靱鑄鉄協会，“新版 球状黒鉛鑄鉄品の標準顕微鏡組織写真集”，1996年，p.2.
- 3) 日本規格協会，“JIS G5502(2007)球状黒鉛鑄鉄品”。
- 4) 日本規格協会，“JIS G5505(2020)CV 黒鉛鑄鉄品”。
- 5) Otsu, N., “A threshold selection method from graylevel histograms”, IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics, vol.9, no.1(1979), pp.62-66.
- 6) <https://opencv.org/>
- 7) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/R3/3kin1.htm>
1, 画像処理による球状黒鉛鑄鉄品の黒鉛形状の分類について「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2022年2月22日.
- 8) <https://docs.opencv.org/4.4.0/index.html>
- 9) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/R3/3kin5.htm>
1, 黒鉛球状化率評価のウェブアプリ「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」, 2022年2月22日.

EMC 技術の高度化に関する研究 — 基板プレーン共振の影響の判別とその対策法 —

福島 祐一* 石井 啓貴*

Study for Advanced Expertise of EMC Technology
- Identification of Influence of PCB Plane Resonance and Its Solution -

FUKUSHIMA Yuichi* and ISHII Hiroataka*

1. 緒 言

製品からの不要放射ノイズが問題となる場合、製品に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。昨年度の報告では、その特徴を再現した基板を製作し、どのような基板設計が不要放射ノイズを増大させるかを示した¹⁾。マイクロストリップ伝送線路構造を崩さず信号線を配線した基板は不要放射ノイズが発生しない理想的な基板であるが、同構造による基板設計にもかかわらず不要放射ノイズが確認されていた¹⁾。これは、信号線の伝送線路構造によるものではなく、基板形状に起因して共振現象が発生する基板プレーン共振（以降、プレーン共振と呼ぶ）によるものであると考えられる。

そこで本報告では、その不要放射ノイズがプレーン共振によるものかを調査した結果を示すとともに、プレーン共振の対策効果を確認した結果について示す。

2. プレーン共振の判別方法とその結果

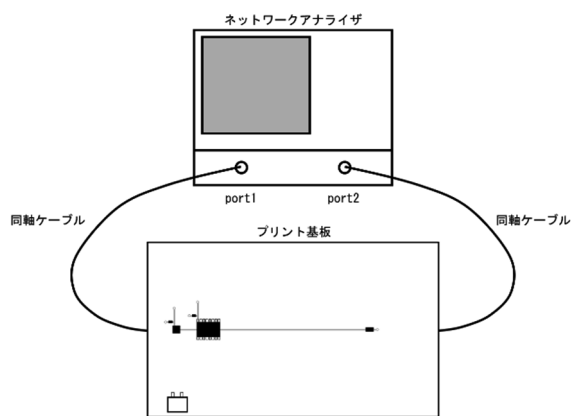
2.1 プレーン共振

多層基板において電源層とグラウンド層は、その間に誘電体層を挟んだ平行平板を形成する。2層からなる平行平板は共振器となり、固有周波数で共振現象が発生し、不要放射ノイズの原因となる。この現象をプレーン共振と呼ぶ。通常、プレーン共振によるノイズ成分は、2つの

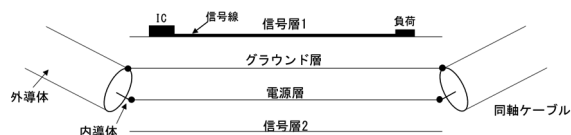
平板間で2次元的に伝搬し、基板端部で反射することで定在波が発生し、基板外へ不要放射ノイズとして放射される²⁾。

2.2 プレーン共振の判別方法

基板のプレーン共振の有無は、高周波透過係数（S21パラメータ）を測定することにより把握することができる^{3,4)}。S21の振幅にピークが存在し、その時の位相が0もしくは π （または $-\pi$ ）である場合、電源層とグラウンド層とが共振状態にあるといえる⁴⁾。



(a) ネットワークアナライザと基板との接続



(b) 基板端部における接続

図 1 S21 の測定セッティング

* 中越技術支援センター

S21 は、図 1(a)に示すようにネットワークアナライザに基板を接続して測定する。基板と同軸ケーブルの接続については、図 1(b)のとおり、同軸ケーブルの内導体を電源層、外導体をグラウンド層のそれぞれの端部とする。得られた S21 のピークと、昨年度測定した理想的な基板の不要放射ノイズの測定結果とを比較することで、相関を確認する。

2.3 評価基板

評価基板には、昨年度製作した信号層 1 のみにマイクロストリップ伝送線路が形成された図 2 および表 1 に示す仕様の基板 No.1 を用いる。この基板は図 2(b)に示すように信号電流がすべてリターン電流となることから理想的には不要放射ノイズが発生しないが、実測においては不要放射ノイズが確認されていたものである。

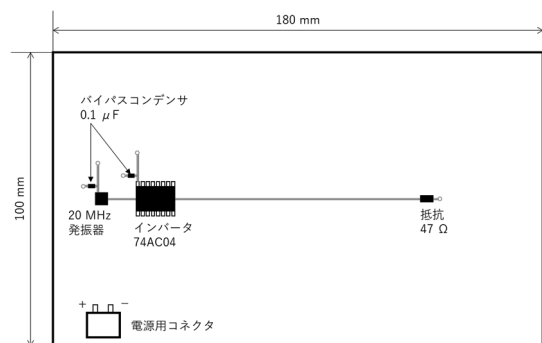
2.4 測定結果および考察

図 3 に基板 No.1 の S21 を測定した結果、図 4 に昨年度測定した基板 No.1 の不要放射ノイズの測定結果¹⁾を示す。図 3 に示すように、位相が

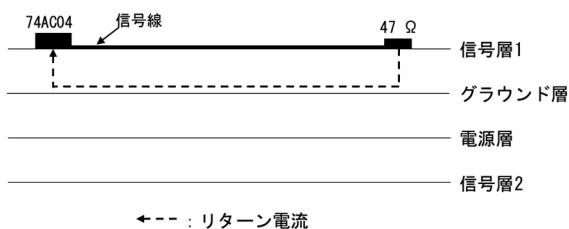
0 もしくは π (または $-\pi$) の部分で S21 の振幅がピークとなる周波数があることが分かる。図 4 の不要放射ノイズの測定結果と比べると、不要放射ノイズスペクトラムのピークと S21 のピークとがよく一致していることが分かる。このことから、基板 No.1 で確認されていた不要放射ノイズは、プレーン共振によるものであると判断できる。

表 1 基板 No.1 の仕様

基板サイズ	長さ 180 mm, 幅 100 mm
基板厚	1.6 mm (電源-グラウンド間: 1 mm)
基板層構成	・信号層 1-グラウンド層-電源層-信号層 2 の 4 層 ・電源層, グラウンド層は全領域を導体層
信号源	周波数 20 MHz の発振器
信号増幅	CMOS インバータ (74AC04)
信号負荷	47 Ω 抵抗
信号線長さ	100 mm
信号線の特性インピーダンス	50 Ω

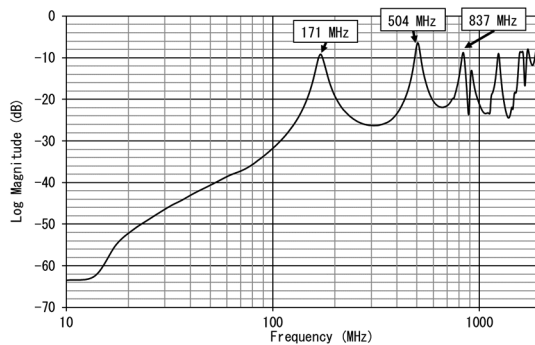


(a) 基板外観図

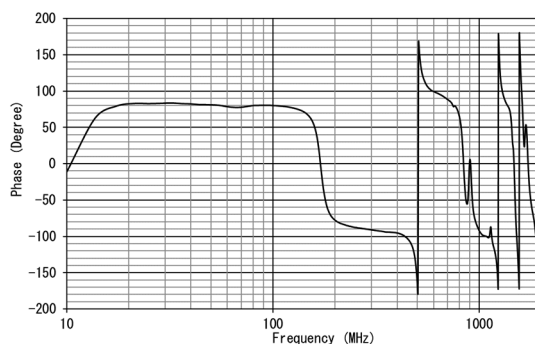


(b) 基板断面図

図 2 評価基板 基板 No.1



(a) S21 の振幅



(b) S21 の位相

図 3 基板 No.1 の S21 測定結果

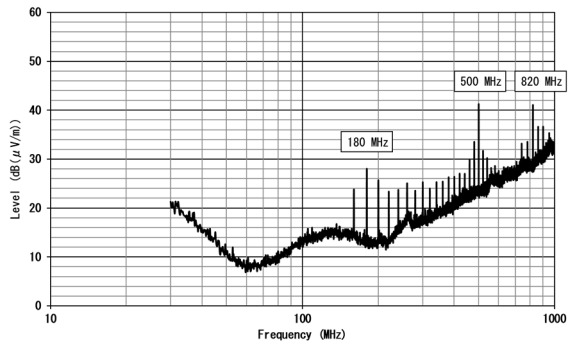


図 4 基板 No. 1 の不要放射ノイズ測定結果
(水平偏波)

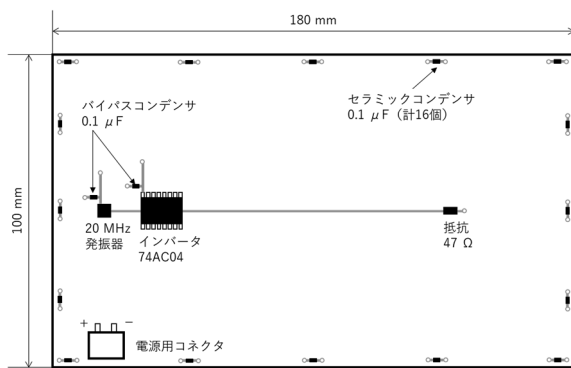


図 5 プレーン共振 対策基板 (基板 No. 1-2)

3. プレーン共振対策とその効果

3.1 プレーン共振対策および評価基板

共振周波数をなくすことを目的として、共振の要素である基板の静電容量の変更を試みることにした。基板の静電容量を増やすために、図 5 に示すように、 $0.1\mu\text{F}$ のセラミックコンデンサを基板端部の電源層ーグラウンド層間に計 16 個実装した基板 (基板 No.1-2) を用意した。そのほかの仕様は、基板 No.1 と同様である。

3.2 測定方法

基板 No.1-2 の対策効果の確認のために、基板からの不要放射ノイズの測定と、S21 の測定を行う。

不要放射ノイズの測定は、昨年度の報告¹⁾と同じように VCCI 協会が定める技術基準 VCCI - CISPR32⁵⁾ に準拠し、測定を行った。基板は高さ 0.8 m の発泡性の台の上に置き、基板面か

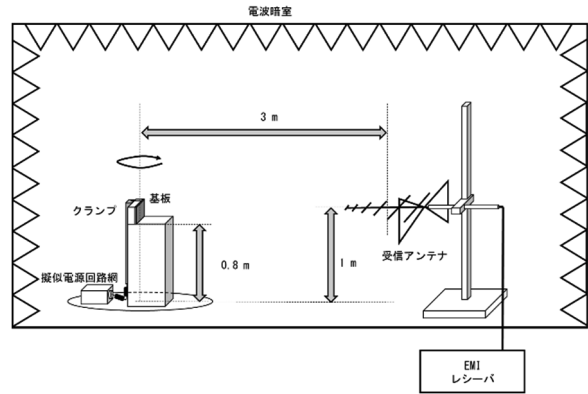


図 6 不要放射ノイズ測定セッティング
(30 MHz~1 GHz)

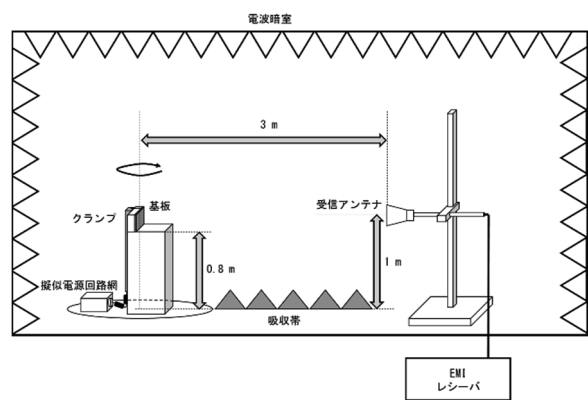


図 7 不要放射ノイズ測定セッティング
(1~6 GHz)

らアンテナの基準位置までの距離を 3 m とした。測定周波数範囲は 30 MHz~6 GHz とした。図 6 に 1 GHz 以下の測定セッティング、図 7 に 1 GHz 以上の測定セッティングを示す。

S21 は、2.2 節で述べた方法と同様な手順で測定を行った。

3.3 測定結果および考察

図 8、図 9 に基板 No.1-2 の不要放射ノイズの測定結果を示す。図 8 は 1 GHz 以下、図 9 は 1 GHz 以上の結果である。また図 10 に S21 の測定結果を示す。2 章で示した基板 No.1 に比べ、基板 No.1-2 のほうが不要放射ノイズが大きく低下した。また S21 の測定結果から分かるようにプレーン共振の周波数は高周波側に大きく移動しており、一部は GHz 帯まで移動した。しかしながら、1 GHz 以上の不要放射ノイズの測定結果

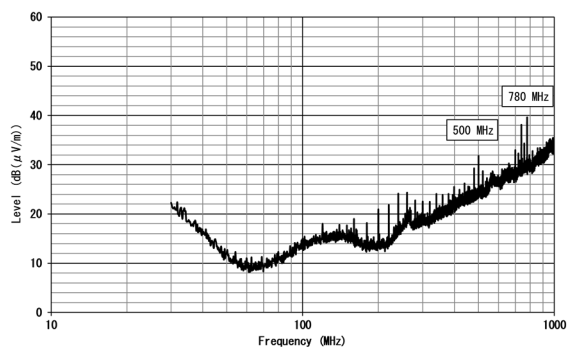


図 8 基板 No. 1-2 の不要放射ノイズ測定結果
(30 MHz~1 GHz, 水平偏波)

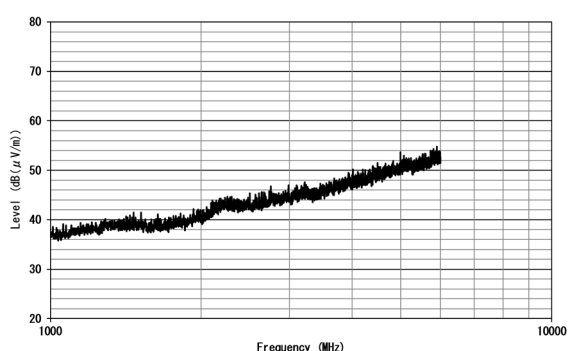


図 9 基板 No. 1-2 の不要放射ノイズ測定結果
(1~6 GHz, 水平偏波)

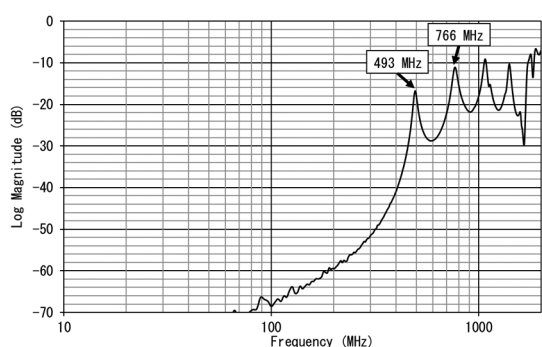


図 10 基板 No. 1-2 の S21 測定結果

では、プレーン共振による不要放射ノイズは確認されなかった。

GHz 帯にプレーン共振が移動したにもかかわらず不要放射ノイズとして確認されなかったのは、信号周波数 20 MHz に対して高次数の周波数であるために不要放射ノイズにつながるエネルギーが少なかったこと、また GHz 帯での空間

減衰が大きいことなどが要因としてあげられる。このことから、信号周波数がそれほど高くない場合、プレーン共振の影響は 1 GHz 以上の帯域で現れにくいものと考えられる。

4. 結 言

- (1) 昨年度理想基板として製作したマイクロストリップ伝送線路構造を崩さずに信号線を配線した基板 No.1 で確認されていた不要放射ノイズは、プレーン共振によるものであることが分かった。
- (2) 電源層ーグラウンド層の高周波透過係数を測定することで、その平行平板のプレーン共振周波数を特定できることが分かった。
- (3) 基板端部にセラミックコンデンサを実装した基板では、プレーン共振による不要放射ノイズを低減できることが分かった。
- (4) 信号周波数が低い場合、プレーン共振の影響は 1 GHz 以上の帯域で現れにくいと考えられる。

参考文献

- 1) 福嶋祐一ほか, “EMC 技術の高度化に関する研究ー不要放射ノイズが増大する主要因の調査ー”, 工業技術研究報告書, No.50, 2021, pp.57-61.
- 2) 和田修己, “プリント回路版からの電磁波放射 (その 2)”, エレクトロニクス実装学会誌, Vol.4, No.4, 2001, pp.322-327.
- 3) T. H. Hubing et al., “Power Bus Decoupling on Multilayer Printed Circuit Boards”, *IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility*, Vol.37, No.2, 1995, pp.155-166.
- 4) T. Harada et al., “Investigation on Radiated Emission Characteristics of Multilayer Printed Circuit Boards”, *IEICE Transactions on Communications*, Vol.E80-B, No.11, 1997, pp.1645-1651.
- 5) (一財) VCCI 協会, “VCCI 技術基準 VCCI-CISPR32:2016”, 2016.

マスク試験運用データベース構築事業

明歩谷 英樹* 三村 和弘* 古畑 雅弘* 森田 渉* 皆川 森夫*

Data Base Construction Project for Operating Mask Tests

MYOUBUDANI Hideki*, MIMURA Kazuhiro*, FURUHATA Masahiro*, MORITA Wataru* and
MINAGAWA Morio*

1. 緒 言

新型コロナウイルス感染症拡大以降、マスク等のフィルターを有する製品や医療用ガウン等の衛生・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。また、2021年6月にはマスクに関する性能評価のための試験方法である日本産業規格（JIS T9001, T9002）が制定され、公的基準が整備されている。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等の衛生・医療用繊維製品の性能評価に用いられる P.F.E（Particle Filtration Efficiency）試験検査装置及び B.F.E（Bacterial Filtration Efficiency）試験検査装置を整備し、試験の体制を整えた¹⁾。

本報では、当センターで入手した様々なマスク素材（図1に一部を示す）に関する P.F.E 試験、B.F.E 試験を実施した試験結果を紹介する。

2. マスクの性能評価

2.1 P.F.E 試験：微小粒子捕集効率試験

2.1.1 P.F.E 試験方法について

当センター保有の P.F.E 試験検査装置（PFE-01 型、柴田科学（株）製）は、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 に切り出したろ材をセットする。



図1 各種マスク素材の一例

その後、HEPA フィルターにより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(P.F.E(%))は以下の式で求められる。

$$P.F.E(\%) = (1 - N2/N1) \times 100$$

N1：ろ材通過前（一次側）の粒子数

N2：ろ材通過後（二次側）の粒子数

2.1.2 静電気による影響について

様々なフィルター素材について P.F.E 試験を実施したところ、静電気によって捕集効率(P.F.E(%))が変動することが分かってきた。ここでは、フィルターに静電気を付加することによる影響について試験を行ったので結果を紹介する。

2.1.2.1 帯電試験

繊維製品が帯電するのは、電子の動きと繊維に含まれている水分が関係するといわれている。

* 素材応用技術支援センター

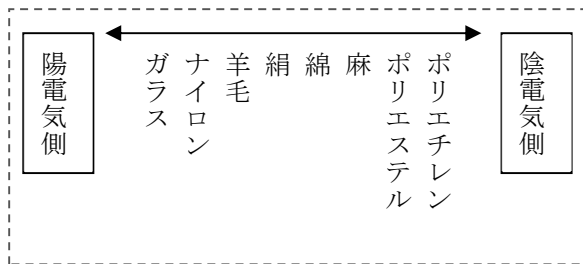


図2 摩擦帯電列

各繊維素材の摩擦による帯電しやすさは、図2に示す摩擦帯電列²⁾に関係しているとされ、帯電列が離れている組み合わせほど帯電し易いとされている。ここで、オンヨネ(株)提供のポリエステルとナイロンの編み地を用いて、編み地の表面を塩ビパイプにて10回摩擦して帯電させた試料、帯電後除電処理した試料及び未処理品についてP.F.E試験を実施した。帯電圧の測定は静電気測定器STATIRON-M(シシド静電気(株)製)を用い、塩ビパイプで10回摩擦することで100kVであることを確認した。

(試験条件)

- ・試験粒子径：0.1 μm (0.1 \pm 0.004 μm)
- ・粒子の種類：NANOSPHERE SIZE STANDARDS 3100Å (Thermo Fisher Scientific (株)製)
- ・測定時間：57秒
- ・試験流量：28.3L/min
- ・試験面積：4902mm²
- ・試験回数：5回(結果は平均値)

2.1.2.2 試験結果

表側をポリエステル編み地(以下PETとする)で裏側をナイロン編み地(以下Nyとする)に

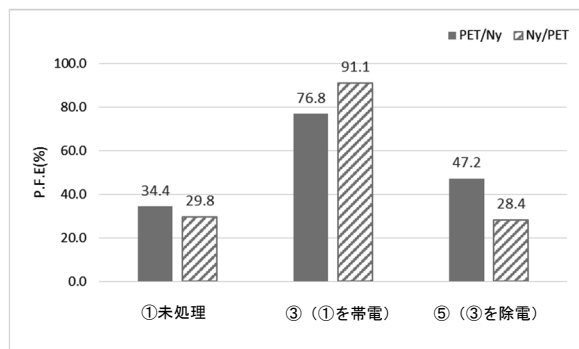


図3 ニット生地の帯電処理の影響

した場合とその逆の場合の結果を図3に示す。

未処理品では40%以下であったP.F.E(%)が摩擦帯電によって大きく向上し、除電後は低下することが分かった。この結果から、帯電処理がP.F.E(%)を大きく向上させることがわかった。

なお実使用においては呼気による水分などで帯電圧が低下するため、効果が低下すると考えられるのでその点の対策を併せて検討する必要がある。

2.2 B.F.E試験：バクテリア捕集効率試験

2.2.1 B.F.E試験方法について

当センター保有のB.F.E試験検査装置(BFE-02型、柴田科学(株)製)は、ASTM F 2101に規定されている。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り細菌含有のミストを発生する。そのミスト粒子を試験粒子としてフィルタ素材のろ過効率を測定する。捕集効率(B.F.E(%))は以下の式で求められる。

$$\text{B.F.E}(\%) = (1 - S/B) \times 100$$

B：ブランクのコロニー数

S：試料を介したときのコロニー数

2.2.2 抗菌加工剤による影響について

見附コットン産業より提供された綿の織物マスク素材について、B.F.E試験を実施した。炭と藍の染色加工を行ったものに更に抗菌性³⁾の知られている藍抽出液で処理した素材について

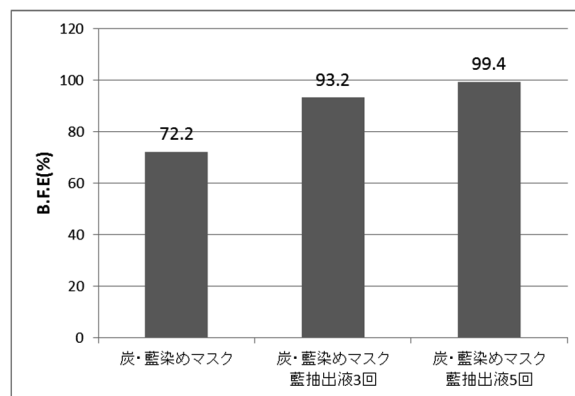


図4 織物生地の抗菌加工の影響

も試験を行った。その試験結果を図4に示す。

(試験条件)

- ・ 供試菌：黄色ブドウ球菌 (Staphylococcus aureus)
- ・ 試験回数：3回 (結果は平均値)

藍抽出液の加工はスプレーにて行い3回処理したもの5回処理したものを用意した。

(試験結果)

未処理品に対して、藍抽出液を処理することでB.F.E(%)が向上することがわかった。抗菌加工剤の添加によって、B.F.E(%)が影響することが確認できたことから、抗菌加工剤によるマスクへの処理はB.F.E(%)向上に有効であると考えられる。

2.3 各種マスクの性能評価データベースの構築

2.3.1 マスクの性能評価基準について

マスクの性能評価基準として、JIS T9001:2021では医療用マスク及び一般用マスクの性能要件及び試験方法が、JIS T9002:2021では感染対策医療用マスクの性能要件及び試験方法が制定された。これらの規格では微小粒子捕集効率(P.F.E)、バクテリア飛まつ捕集効率(B.F.E)の他、ウイルス飛まつ捕集効率(V.F.E)、花粉粒子捕集効率、圧力損失、人工血液バリア性などを規定している。参考のため、表1に一般用マスクの品質基準を示す。この基準ではP.F.E、B.F.Eなどの捕集効率は95%以上であることが求められている。詳細は各規格を参照のこと。

2.3.2 マスクの性能評価データベース

企業から提供され試験結果公開の許可を得た試料のほか当センターで独自に調整した試料に関する測定データをデータベースとして蓄積している。この項では今後のマスク素材開発の一助になることを目的に、特徴的なものについて情報提供する。

(試料)

- ・ JIS L0803 準拠 染色堅ろう度用添付白布 (綿、絹)

表1 一般用マスクの品質基準

項目	単位	品質基準	
微小粒子捕集効率 (P.F.E)	%	≥95	製品にて機能を標ぼうする項目について、実施する。
バクテリア飛まつ捕集効率 (B.F.E)	%	≥95	
ウイルス飛まつ捕集効率 (V.F.E)	%	≥95	
花粉粒子捕集効率	%	≥95	
圧力損失	Pa/cm ²	<60	
遊離ホルムアルデヒド	μg/g	≤75	
特定アゾ染料	μg/g	≤30	
蛍光	—	著しい蛍光を認めず	

- ・ ろ紙
 - ・ N95 規格表示の使い切りマスク
 - ・ 政府提供ガーゼマスク
 - ・ 銅布フィルターを組み合わせたマスクなど
- (試験条件)

P.F.E 試験：2.1.2と同条件で実施

B.F.E 試験：2.2.2と同条件で実施

(データベース)

各試料に対するP.F.E、B.F.Eの試験結果の一部を表2に示す。

3. 結 言

- (1) P.F.E 試験、B.F.E 試験について、測定条件の把握やノウハウを蓄積することで、試験体制を整えることができた。
- (2) P.F.E 試験の微小粒子捕集効率は試料の帯電状態により影響を受けることから、帯電加工がマスクの性能向上に効果的であることを示した。

表2 マスクの性能評価データベース

試料名	P.F.E (%)	通気抵抗 (Pa)	B.F.E (%)
JIS 添付白布 (綿) 1枚	19.7	2.3	18.4
JIS 添付白布 (綿) 2枚	42.2	15.0	33.5
JIS 添付白布 (綿)3枚	30.8	25.3	34.2
JIS 添付白布 (絹)1枚	15.2	0.0	15.4
JIS 添付白布 (絹)2枚	49.4	0.0	20.2
JIS 添付白布 (絹)3枚	55.3	0.0	42.8
ろ紙 1C	71.5	753.3	—
ろ紙 5C	76.4	測定限界以上	—
ろ紙 5A	96.8	906.7	—
N95 規格使い切り不織布マスク	98.8	35.7	90.5
政府配布マスク	65.9	12.0	48.0
銅細線フィルター＋布マスク	99.1	84.0	97.7

(3) B.F.E 試験は、抗菌加工することで向上させることができることを示した。

(4) 各種マスク素材についての試験を行い、データベースを構築した。

謝 辞

当研究を実施するに当たり、各種情報や試料提供をいただきました多くの県内企業様に感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 三浦一真, 古畑雅弘, 明歩谷英樹, 佐藤清治, 皆川森夫, “衛生・医療用繊維製品の性能評価に関する研究”, 工業技術研究報告書, No.50, 2020, pp.78-81.
- 2) 愛知県尾張繊維技術センター, “TEXTIL HANDBOOK”, 1992, 208.
- 3) 世嘉良宏斗, 湧田裕子, 池原幹人, “沖縄県工業技術センター研究報告”, 第 21 号, 2018, 6-9.

各種表面処理を施したステンレス鋼の XPS 分析

諸橋 春夫* 水沼 達郎*

XPS Analysis of Surface-treated Stainless Steel

MOROHASHI Haruo* and MIZUNUMA Tatsuro*

抄 録

未処理および各種表面処理を行ったステンレス鋼 (SUS304) の不動態皮膜の構造を X 線光電子分光 (XPS) 分析により解析した。その結果、化学的処理 (酸洗, 電解研磨) を行った試料は, 表面付近に Cr 酸化物が濃縮しており, 機械的処理 (バフ研磨) を行った試料は, 未処理と同じ構造であった。この結果に基づいて, XPS 分析を利用した各種表面処理ステンレス鋼の耐食性評価についても考察を行った。

1. 緒 言

ステンレス鋼は, その表面を数 nm 程度の極めて薄い不動態皮膜 (Cr に酸素, 水酸基, 水が結合した化合物) が覆っているため耐食性に優れている。そのため素材そのもので使用されることも多いが, 二次加工 (溶接などの熱加工や切削などの機械加工) 後には, 通常バフ研磨や電解研磨などの表面処理が行われる。このような背景の中, 素材そのものや表面処理後のステンレス鋼の耐食性評価が求められる場合がある。しかし, ステンレス鋼の腐食試験方法は, 多くの方法が存在するもののどれも簡便な方法とは言い難く, 処理品の評価が行われにくいのが現状である。一方で酸洗や電解研磨により耐食性は向上するとされており, この処理ステンレス鋼の不動態皮膜は, 未処理品とは構造が異なるという報告がされている^{1,2)}。そこで本研究では, 各種表面処理を行ったステンレス鋼の不動態皮膜の構造について, 比較的簡便な XPS 分析で解析し, 得られた結果を耐食性評価に利用することを検討した。

2. 実 験

2.1 試 料

実験に供した試験片は, ステンレス板 (SUS

304) の No.1 仕上げ材, 2B 仕上げ材, 2B 仕上げ材を酸洗 (酸洗試料), バフ研磨 (バフ研磨試料), 電解研磨 (電解研磨試料) したものである。なお, 酸洗では硝ふっ酸水溶液, 次いで硝酸水溶液での処理を行った。

2.2 XPS 分析

XPS 分析では, 深さ方向の各元素の濃度分布 (デプスプロファイル), Cr2p スペクトル, Fe2p スペクトルについて, Ar イオンエッチングを行うことにより測定した。用いた XPS 分析装置は, サーモフィッシャーサイエンティフィック (株) 製 K-Alpha である。X 線源は, 単色 Al K α 線を用い, 照射径は 400 μ m とし, 中和銃を使用した。定性分析であるサーベイスキャンは, パスエネルギー200eV, エネルギーステップ 1eV とした。ナローズキャンは, Cr2p, Fe2p スペクトルについて, パスエネルギー50eV, エネルギーステップ 0.1eV として行った。Ar イオンエッチング条件は, SiO₂換算で 10nm/min となる加速電圧 3kV, エッチングエリア 2 \times 2mm とし, エッチング間隔は 3sec で合計 42sec エッチングした。

* 下越技術支援センター

3. 結果

3.1 デプスプロファイル

深さ方向分析において C, O, Cr, Fe, Ni の濃度の合計が 100Atomic%となるようにして求めたデプスプロファイルを図1~5に示す。全ての試料において 21sec エッチング面より浅い表面付近に Cr 濃度が高い領域がある。これは不動態皮膜が形成されているためと考えられる。また、化学的処理（酸洗，電解研磨）試料は、未処理（No.1仕上げ材，2B仕上げ材）およびバフ研磨試料よりも表面付近に Cr が濃縮していることが確認できた。

3.2 Cr2p スペクトル

Cr2p スペクトルにおいては、金属 Cr のピーク位置は 574eV 付近、Cr 酸化物のピーク位置

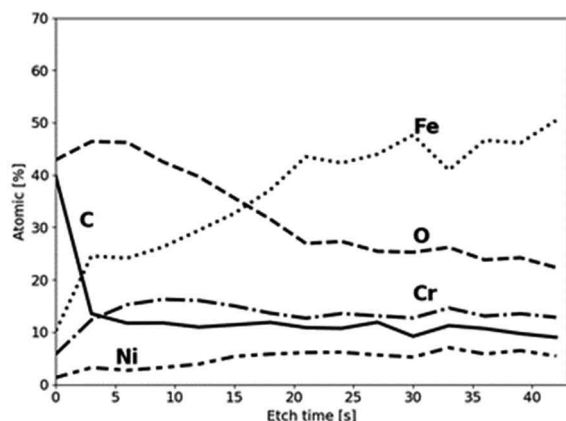


図1 デプスプロファイル (No. 1 仕上げ材)

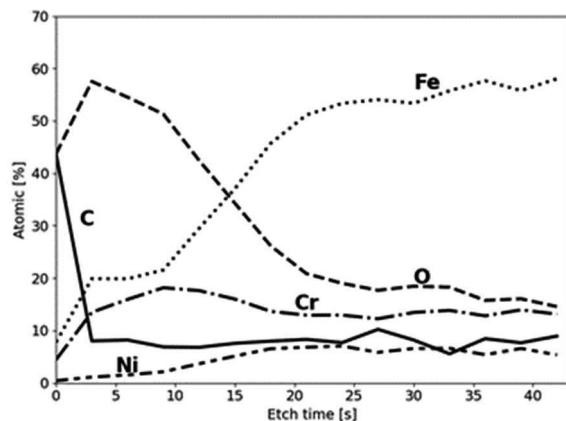


図2 デプスプロファイル (2B 仕上げ材)

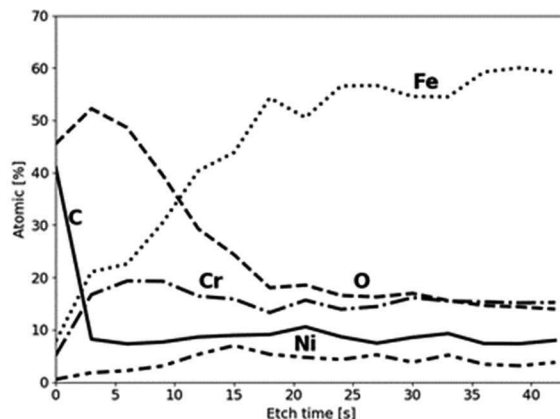


図3 デプスプロファイル (酸洗試料)

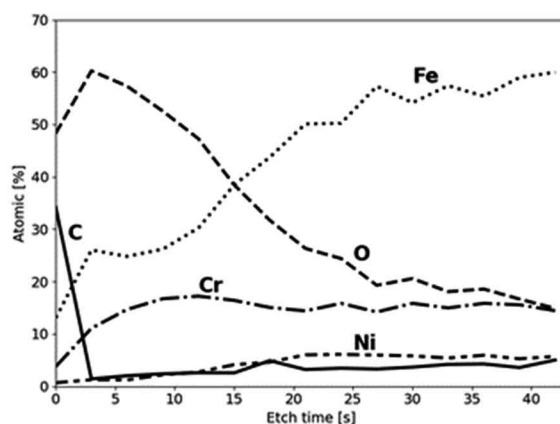


図4 デプスプロファイル (バフ研磨試料)

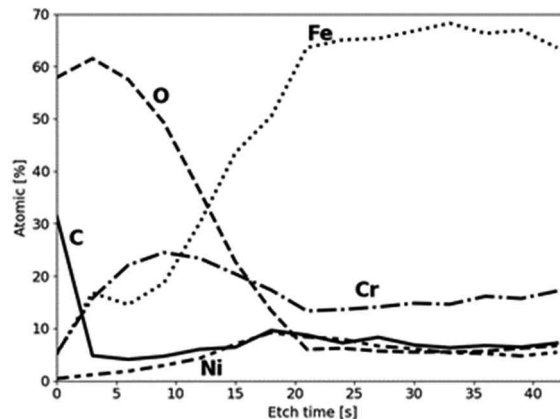


図5 デプスプロファイル (電解研磨試料)

は 577eV 付近である。そして Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (図6~10) において、化学的処理試料は、9sec エッチング面 (3層目) まで Cr 酸化物ピークが大きい、未処理およびバフ研磨試料は、さらに深い 15sec エッチング面

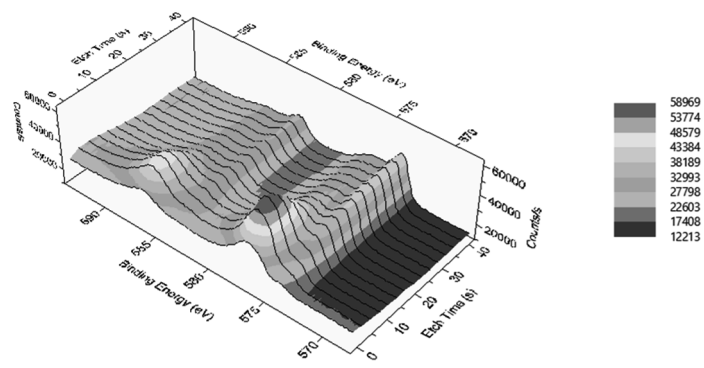


図6 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (No. 1 仕上げ材)

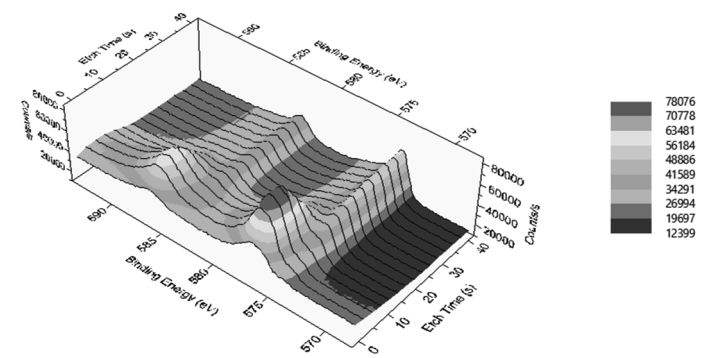


図7 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (2B 仕上げ材)

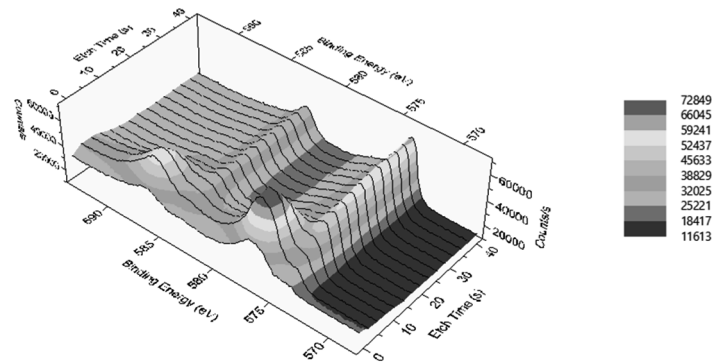


図8 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (酸洗試料)

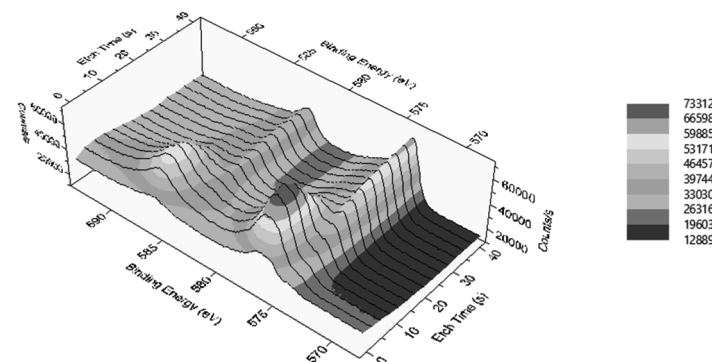


図9 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (バフ研磨試料)

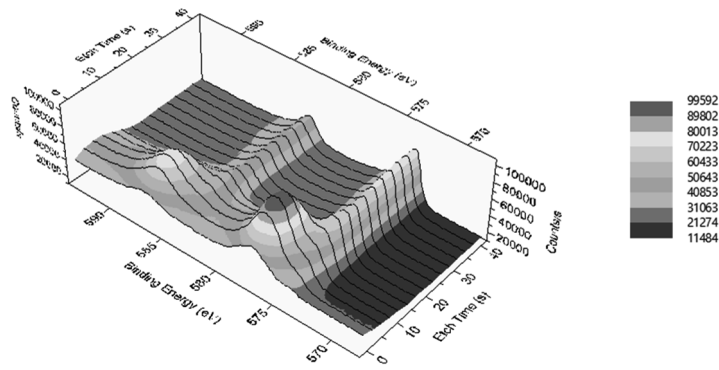


図 10 Cr2p スペクトルの深さ方向変化（電解研磨試料）

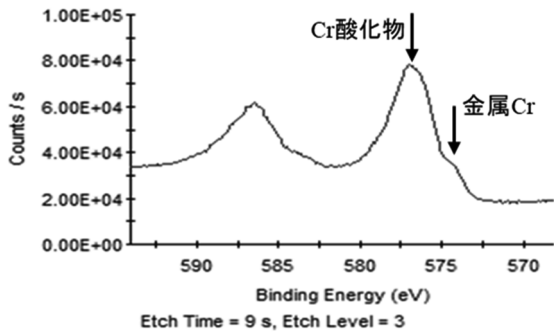


図 11 9sec エッチング面の Cr2p スペクトル（2B 仕上げ材）

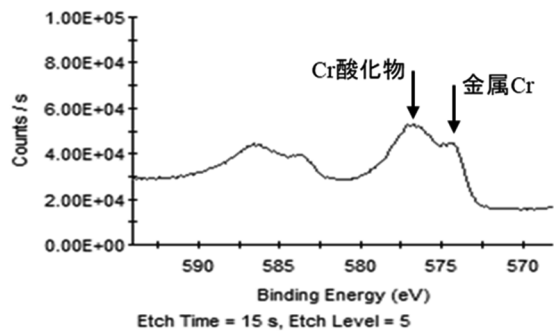


図 13 15sec エッチング面の Cr2p スペクトル（2B 仕上げ材）

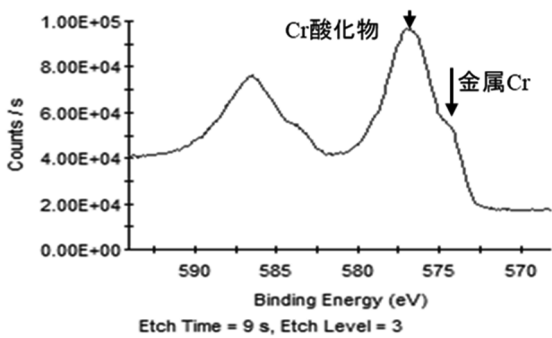


図 12 9sec エッチング面の Cr2p スペクトル（電解研磨試料）

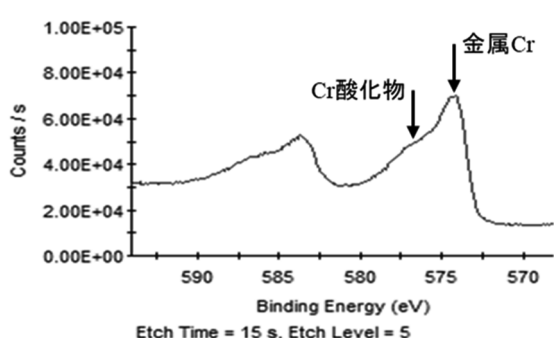


図 14 15sec エッチング面の Cr2p スペクトル（電解研磨試料）

（5 層目）まで大きくなっている。この状況を 2B 仕上げ材と電解研磨試料において詳細に確認した結果を図 11～14 に示す。これらの 9sec エッチング面（図 11, 12）では、どちらの試料も、Cr 酸化物ピークが金属 Cr ピークよりも高く、

酸化物が多いことを示している。しかし、15sec エッチング面（図 13, 14）では、2B 仕上げ材は Cr 酸化物ピークが金属 Cr ピークよりも高いが、電解研磨試料は低く、2B 仕上げ材の方が、深い位置まで Cr 酸化物が多く存在していること

を示している。以上のことから、電解研磨試料は 2B 仕上げ材よりも浅い位置に Cr 酸化物が濃縮していることがわかる。

3.3 Fe2p スペクトル

Fe2p スペクトルにおいては、金属 Fe のピーク位置は 707eV 付近、Fe 酸化物のピーク位置

は 710eV 付近である。そして Fe2p スペクトルの深さ方向変化（図 15～19）では、化学的処理試料は、3sec エッチング面（1 層目）の Fe 酸化物ピークが大きいが、未処理およびバフ研磨試料は、さらに深い 6sec エッチング面（2 層目）まで大きくなっている。この状況を 2B 仕上げ材と電解研磨試料において詳細に確認した結果を

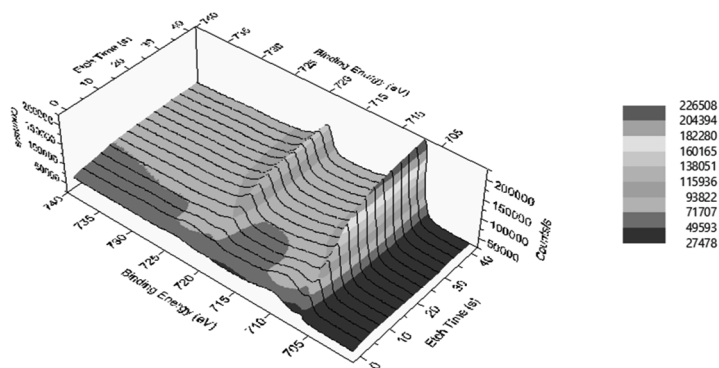


図 15 Fe2p スペクトルの深さ方向変化 (No. 1 仕上げ材)

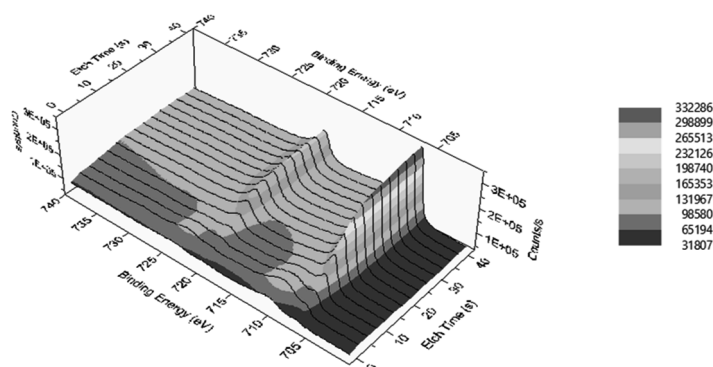


図 16 Fe2p スペクトルの深さ方向変化 (2B 仕上げ材)

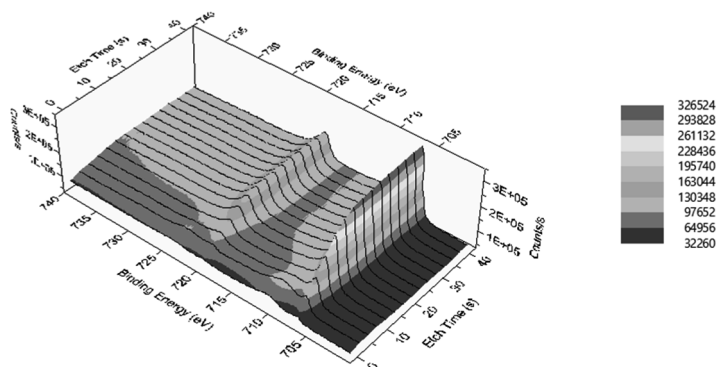


図 17 Fe2p スペクトルの深さ方向変化 (酸洗試料)

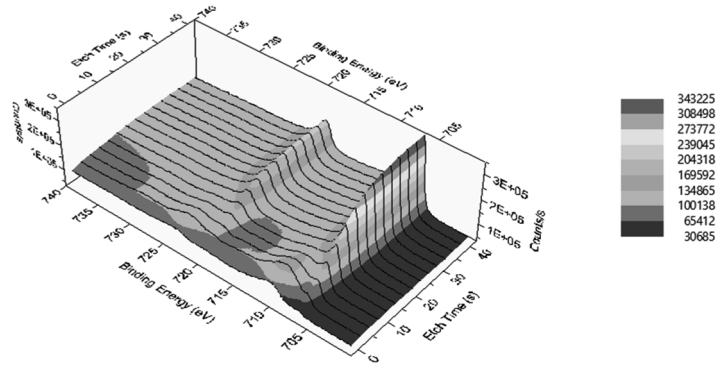


図 18 Fe2p スペクトルの深さ方向変化（バフ研磨試料）

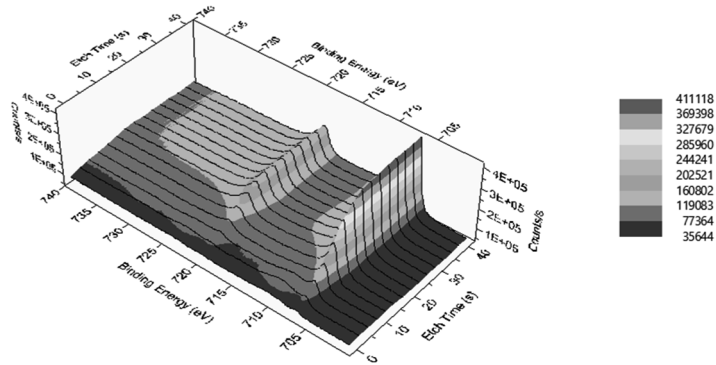


図 19 Fe2p スペクトルの深さ方向変化（電解研磨試料）

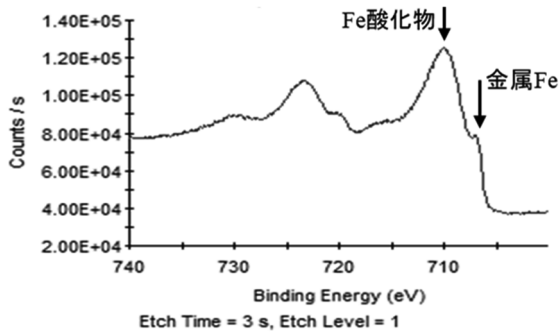


図 20 3sec エッチング面の Fe2p スペクトル（2B 仕上げ材）

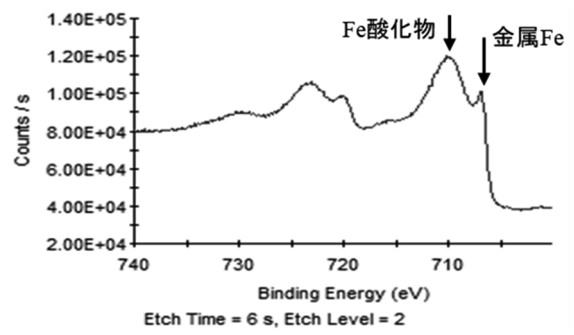


図 22 6sec エッチング面の Fe2p スペクトル（2B 仕上げ材）

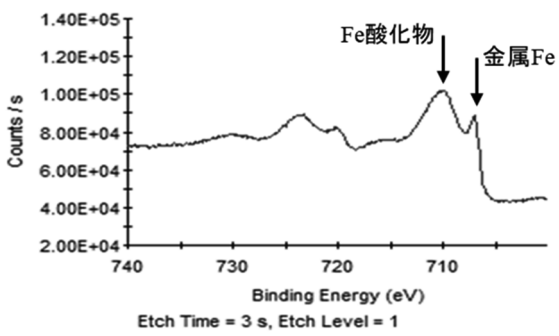


図 21 3sec エッチング面の Fe2p スペクトル（電解研磨試料）

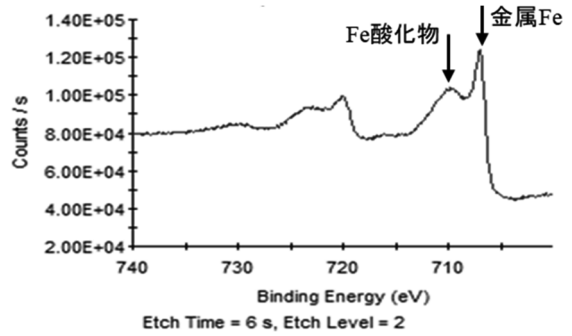


図 23 6sec エッチング面の Fe2p スペクトル（電解研磨試料）

表 1 最大 Cr 濃度およびそのエッチング時間

試料	No.1仕上げ材	2B仕上げ材	酸洗試料	バフ研磨試料	電解研磨試料
Cr濃度(Atomic%)	16.0	18.2	19.4	17.2	24.5
エッチング時間(sec)	9	9	9	12	9

表 2 9 秒エッチング面での Cr/Fe 濃度比

試料	No.1仕上げ材	2B仕上げ材	酸洗試料	バフ研磨試料	電解研磨試料
Cr/Fe比	0.63	0.80	0.86	0.59	1.52

図 20～23 に示す。これらの 3sec エッチング面（図 20, 21）では、どちらの試料も Fe 酸化物ピークが金属 Fe ピークよりも高く、酸化物が多いことを示している。しかし、6sec エッチング面（図 22, 23）では、2B 仕上げ材は Fe 酸化物ピークが金属 Fe ピークよりも高いが、電解研磨試料は低い。以上のことから、電解研磨試料は 2B 仕上げ材よりも Fe 酸化物の存在している領域が薄いことがわかる。

3.4 最大 Cr 濃度および Cr/Fe 濃度比

最大 Cr 濃度（表 1）については、電解研磨試料が一番高く、次に酸洗試料が高かった。また、9sec エッチング面での Cr/Fe 濃度比（表 2）についても、電解研磨試料が一番高く、次に酸洗試料が高かった。これらのことから化学的処理試料は、未処理およびバフ研磨試料よりも Cr が濃縮し、さらに酸洗試料よりも電解研磨試料の濃縮度合いが大きいことがわかった。

4. 考 察

XPS 分析結果において、化学的処理試料は、未処理およびバフ研磨試料よりも表面から浅い位置に Cr 酸化物が濃縮しており、Cr 酸化物および Fe 酸化物は深くまで存在していないことが確認できた。そして、Cr の濃縮は、酸洗よりも電解研磨で顕著であった。なお、この濃縮の原因としては、ステンレス鋼は化学的処理において Fe が Cr よりも多く溶出するためであると考えられる。また、酸洗、電解研磨などの化学的

処理はステンレスの耐食性を向上させる^{3,4)}が、本研究の結果から、その要因は表面付近での Cr 酸化物の濃縮であると考えられる。以上のことから、XPS 分析によって Cr 酸化物および Fe 酸化物の挙動を確認すれば、表面処理したステンレス鋼の耐食性を判断できるものと考えられる。

また、ステンレスは、溶接によって酸化膜が生じテンパーカラーを呈するが、この高温で生じる酸化膜は、不動態皮膜とは異なり耐食性を低下させることが知られている^{5,6,7)}。そしてステンレス製品製造においては、溶接後にバフ研磨を行い、テンパーカラーを除去する場合がある。本研究では、このバフ研磨を行った試料の分析結果は、未処理試料とほぼ同じであった。このことは、バフ研磨は、溶接による耐食性劣化を改善する有効な手段であることを示している。

5. 結 言

各種表面処理を行ったステンレス鋼の不動態皮膜を XPS 分析により解析し、以下のことを明らかにした。

- (1) 酸洗および電解研磨試料は、未処理およびバフ研磨試料よりも表面から浅い位置に Cr 酸化物が濃縮しており、Cr および Fe の酸化物は深くまで存在していない。また、Cr の濃縮は、酸洗よりも電解研磨の方が大きい。
- (2) XPS による不動態皮膜の解析は、腐食試験より簡便であり、かつ各種表面処理したス

ステンレス鋼の耐食性評価に応用できることを見出した。

- (3) バフ研磨は、溶接による耐食性劣化を改善する有効な手段であることが推測できる。

参考文献

- 1) <https://www.mst.or.jp/Porals/0/case/pdf/c0003.pdf>
- 2) https://kistec.jp/wp/wpcontent/uploads/koudo/pdf/vol3_no6.pdf
- 3) 金子智, 佐藤義和: “ステンレス鋼の化学的な研磨法の現状 —電解研磨と化学研磨—”, 表面技術, Vol.41, No.3, 1990, pp. 203-206.

4) <http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/R3/3kin9.html>

- 5) 藤井政夫, 熊田誠: “18Cr-8Ni ステンレス鋼の孔食におよぼす酸化皮膜の影響”, 日本金属学会誌, Vol.34, No.10, 1970, pp.1005-1011.
- 6) 呂戊辰, 袁本鎮: “ステンレス鋼の高温酸化および孔食の研究”, 日本化学会誌, Vol.1987, No.6, 1987, pp.1054-1058.
- 7) 東茂樹, 幸英昭, 村山順一郎, 工藤赳夫: “ステンレス鋼の耐食性に及ぼす溶接スケールの影響”, Boshoku Gijutsu, Vol.39, No.11, 1990, pp.603-609.

不動態化処理ステンレス鋼の耐食性挙動

諸橋 春夫* 水沼 達郎*

Corrosion Resistance of Passivated Stainless Steel

MOROHASHI Haruo* and MIZUNUMA Tatsuro*

抄 録

本研究では、各種条件の硝酸水溶液を用いて不動態化処理を行ったステンレス鋼についての耐食性評価を行った。耐食性評価は、ステンレス鋼で発生する局部腐食のうちの孔食に着目し、孔食電位測定と塩化第二鉄腐食試験を行った。その結果、処理した試料の耐食性は未処理試料より向上していることが確認できた。また、X線光電子分光(XPS)分析を行い、耐食性が高い試料では表面にCrが濃縮していることを確認した。そして、この濃縮が耐食性向上に寄与するものと推定した。

1. 緒 言

ステンレス鋼は、耐食性、機械的性質、表面の美観に優れているため、建築、輸送機器、家電から身近な家庭用品にいたるまで様々な分野で利用されている。このステンレス鋼の特徴である高い耐食性は、その表面に不動態皮膜と呼ばれる非常に薄い(数 nm)保護皮膜(Crを主とする水和オキシ水酸化物)が形成され、その皮膜によって母材が保護されていることによる。

しかし、ステンレス鋼でも溶接や切削などの加工を受けた場合や置かれた環境によっては、期待される耐食性が発揮されないことがある。特に局部的な腐食である孔食、すきま腐食、応力腐食割れなどが問題となることがある。そこで通常、加工されたステンレス鋼は、酸による洗浄によって清浄化して使用されている。また、この処理は表面に保護皮膜を生成させる不動態化処理の役割を兼ねている場合が多く、耐食性向上のための不動態化処理のみを目的とした場合もある。

このような背景の中、不動態化処理後のステンレス鋼の耐食性評価が求められている。そこで、本研究では、硝酸を用いて不動態化処理を

行ったステンレス鋼についての耐食性評価を行った。耐食性評価は、ステンレス鋼で発生する局部腐食のうちの孔食に着目し、孔食電位測定と塩化第二鉄腐食試験を行った。また、X線光電子分光(XPS)分析は、ステンレス鋼の不動態皮膜などの研究に活用されている^{1,2)}。本研究でも不動態皮膜についてXPS分析を行い、皮膜の構造と耐食性の関係について検討を行った。

2. 実 験

2.1 不動態化処理

実験に用いたステンレス鋼は、板厚 2mm の SUS430 と SUS304 である。その化学組成を表 1 に示す。これらを 20×25mm に切断後、孔食電位測定用試料と XPS 用試料は、片面(測定面)をバフ研磨まで行い、塩化第二鉄腐食試験用試料は、両面および側面を耐水研磨紙で #1000 まで研磨した。

これらの研磨試料について、不動態化処理を行った。処理条件は、SUS430 については 10, 20, 30, 40, 50mass% の硝酸水溶液を用い、液温 30, 40, 50°C, 浸漬時間 60 分、SUS304 については 50mass% の硝酸水溶液を用い、液温 50°C, 浸漬時間 60 分で行った。

* 下越技術支援センター

表1 ステンレス鋼の化学成分

Steel grade	Chemical composition (mass%)								
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
SUS430	0.06	0.35	0.51	0.033	0.006	-	16.69	-	-
SUS304	0.06	0.63	1.02	0.029	0.008	8.50	18.73	0.25	0.25

2.2 孔食電位測定

孔食電位測定で用いた試験装置の概略を図1に示す。本装置は電解槽、参照電極、ポテンシオスタット、解析用PCから構成されている。なお、対極にPt電極、参照電極にはカロメル電極を用いている。測定試料は、前述の不動態化処理試料に導線をスポット溶接によって接続し、10×10mmの試料面を残して試験片および導線を絶縁物で被覆した。試験溶液は、5%NaCl水溶液を使用し、試験前にアスピレータによる脱気を60分行い、温度は30±1°Cとした。また、測定中においても電解槽内の脱気を行うためN₂ガスを流入した。

測定は、試料を電解槽内の試験溶液中に完全に浸し、10分放置後、自然電極電位から電位掃引速度20mV/minでアノード電流密度が1000μA/cm²に達するまで行った。孔食電位は、アノード分極曲線において電流密度が100μA/cm²に対応する電位のうち最も貴な値とした。

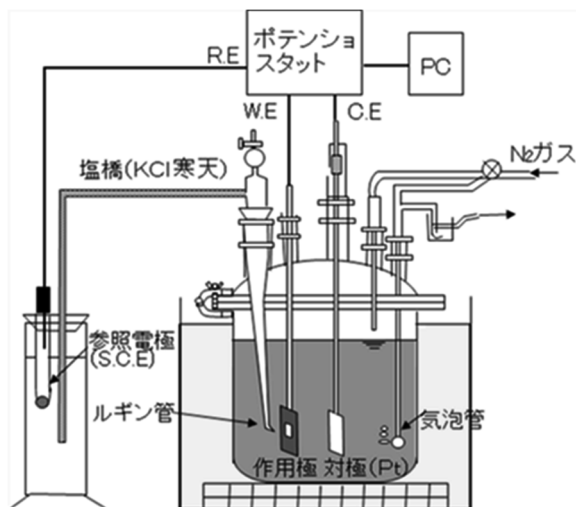


図1 孔食電位測定装置の概略図

2.3 塩化第二鉄腐食試験

塩化第二鉄腐食試験において、試験で用いた溶液は、0.05mol/LのHCl水溶液にFeCl₃·6H₂Oを溶解して塩酸酸性6%FeCl₃溶液に調整した。この溶液中に質量測定後の試料を水平に保持するように置き、35°Cで6時間浸漬した。そして、浸漬後の試料の質量を測定して単位面積、単位時間当たりの減量(g/m²·h)を求めた。

2.4 XPS分析

XPS分析では、深さ方向の各元素の濃度分布(デプスプロファイル)とCr2pスペクトルの測定をArイオンエッチングにより行った。用いたXPS分析装置は、サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)製K-Alphaである。X線源は、単色Al Kα線を用い、照射径は400μmとし、中和銃を使用した。定性分析であるサーベイスキャンは、パスエネルギー200eV、エネルギーステップ1eVとした。ナローズキャンは、Cr2pスペクトルについて、パスエネルギー50eV、エネルギーステップ0.1eVとして行った。Arイオンエッチング条件は、SiO₂換算で10nm/minとなる加速電圧3kV、エッチングエリア2×2mmとし、エッチング間隔は2secで合計60secエッチングした。

3. 結果

3.1 孔食電位測定

図2は、SUS430の孔食電位の測定例である。一例として未処理試料と50°Cの10%HNO₃水溶液で不動態化処理を行った試料のアノード分極曲線を示した。この図では、曲線が急激に立ち上がった電位、すなわち電流が急激に流れた電位で不動態皮膜が破壊されたことを示している。

この電位が孔食電位であり、孔食電位が高ければ耐食性が優れていることを意味する。この図から未処理試料より処理試料の方が、孔食電位が高くなっており、耐孔食性が向上していることがわかる。

図 3 に処理濃度と孔食電位の関係を示す。すべての処理試料が未処理試料より孔食電位が高くなっており、耐孔食性が向上している。また、SUS430 では低濃度の HNO₃ 水溶液を用いた場合は、処理温度を高くすると孔食電位が高くなることがわかる。しかし、処理濃度を 50%まで上げると孔食電位が低くなり、SUS304 も高濃度の処理試料では低い値であった。

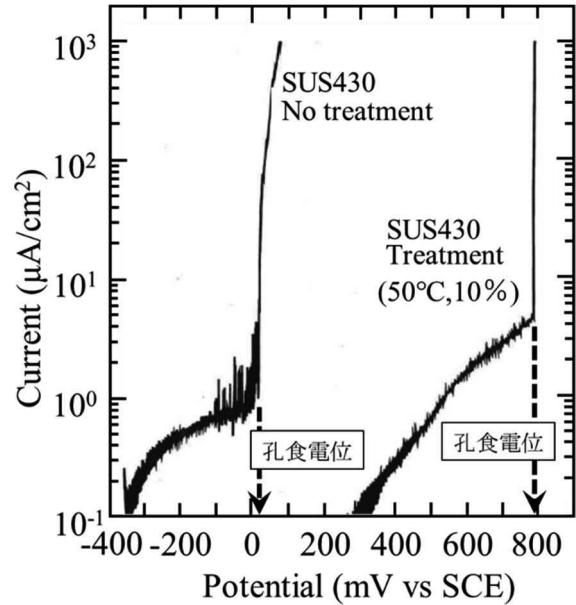


図 2 孔食電位の測定例（アノード分極曲線）

3.2 塩化第二鉄腐食試験

図 4 に塩化第二鉄腐食試験における処理濃度

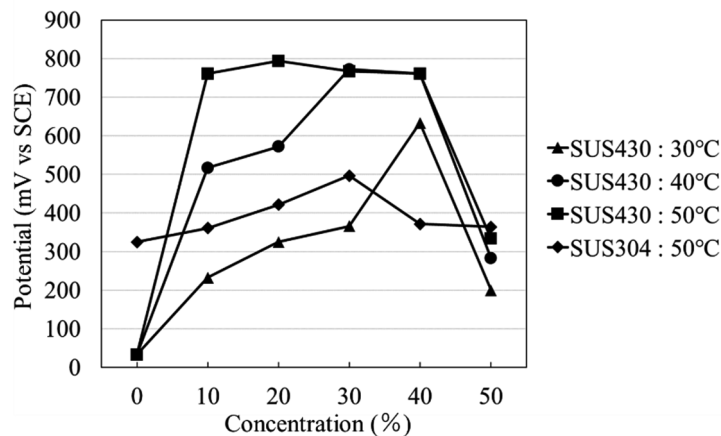


図 3 処理濃度と孔食電位の関係

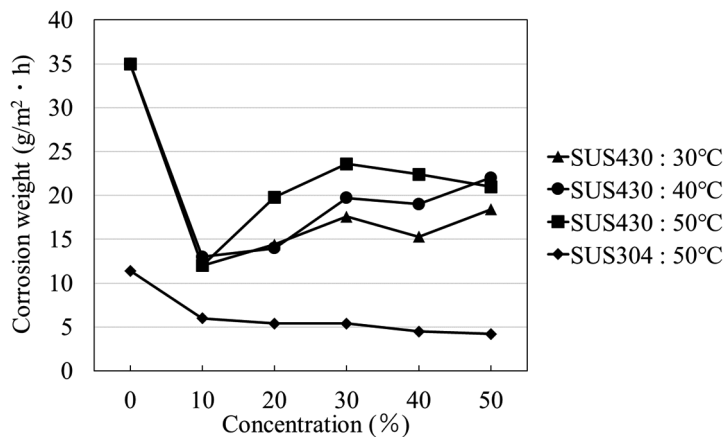


図 4 処理濃度と腐食量の関係

と腐食量の関係を示す。すべての処理試料が未処理試料より腐食量が少なくなっているが、SUS304 では、処理濃度の違いによる大きな影響は見られなかった。SUS430 では、処理温度に関係なく 10% HNO_3 水溶液を用いた場合が、最も腐食量が少なく、処理濃度および処理温度が高くなると腐食量が増える傾向が見られた。

3.3 XPS 分析

SUS430（未処理，10%-50°C処理，50%-50°C処理）のデプスプロファイルを図5～7に示す。

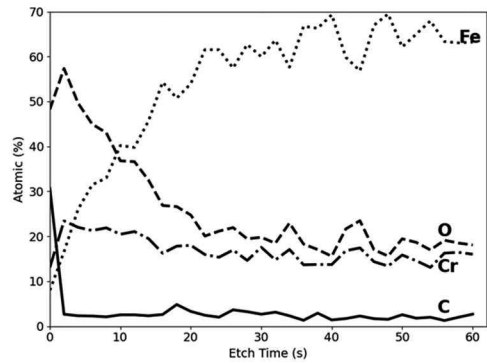


図6 デプスプロファイル
(SUS430: 10%-50°C処理)

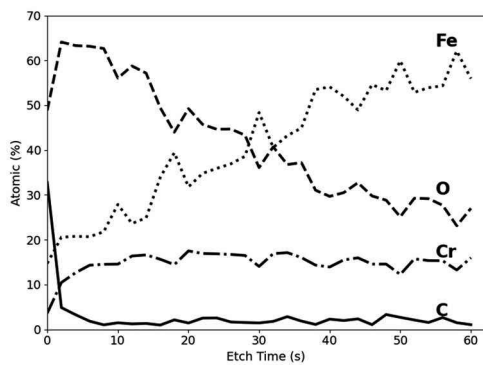


図5 デプスプロファイル
(SUS430: 未処理)

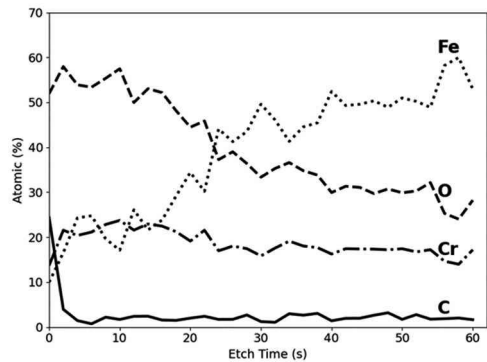


図7 デプスプロファイル
(SUS430: 50%-50°C処理)

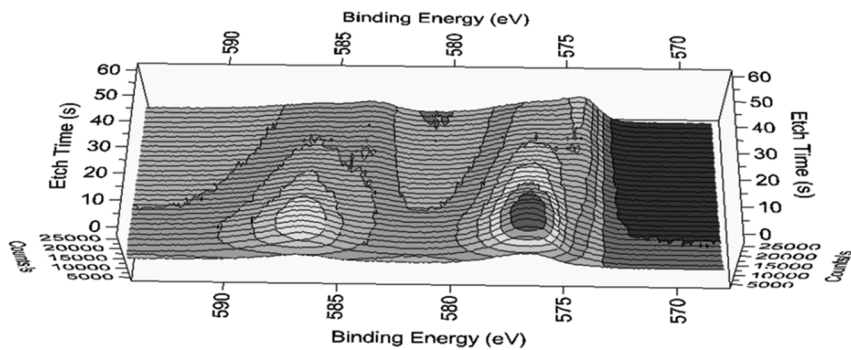


図8 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (SUS430: 未処理)

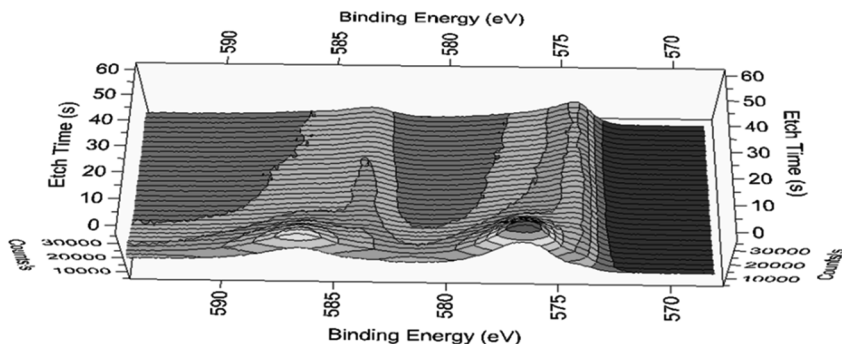


図9 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (SUS430: 10%-50°C処理)

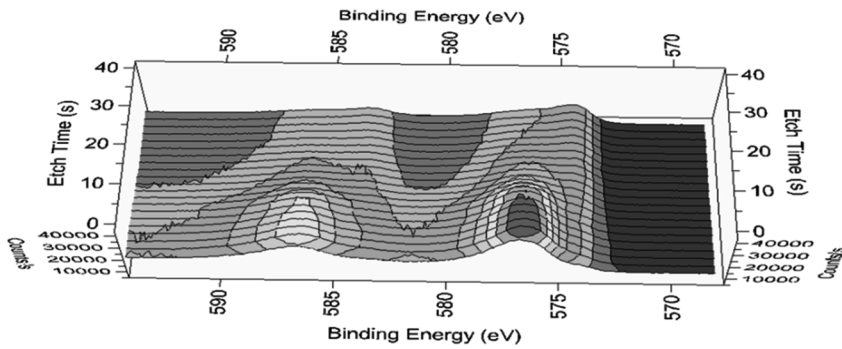


図 10 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (SUS430: 50%-50°C処理)

これらは C, O, Cr, Fe の濃度の合計が 100 Atomic%として求めたものである。処理した試料は、2秒エッチング面までFeよりもCrの濃度が高くなっており、表面付近でCr濃度が高くなっている。そして、50%-50°C処理は10%-50°C処理より深い位置までO濃度が高くなっている。また SUS430 (未処理, 10%-50°C処理, 50%-50°C処理) の Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (3D 表示) を図 8~10 に示す。ここで金属 Cr のピーク位置は 574eV 付近, Cr(III)酸化物のピーク位置は 576.5eV 付近である。このことから

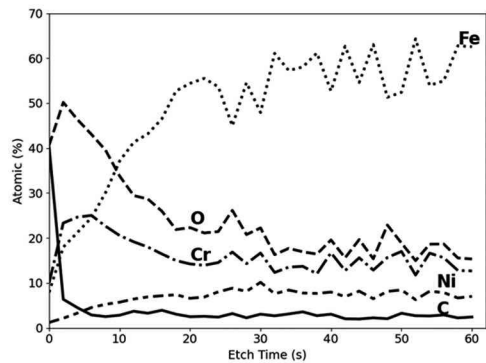


図 12 デプスプロファイル (SUS304: 10%-50°C処理)

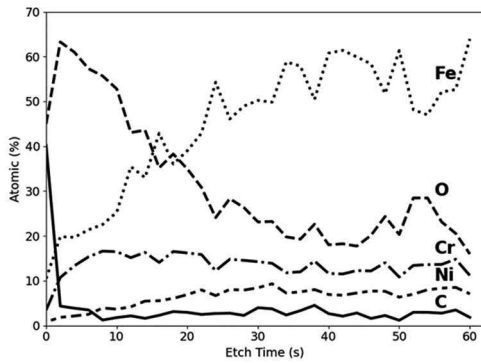


図 11 デプスプロファイル (SUS304: 未処理)

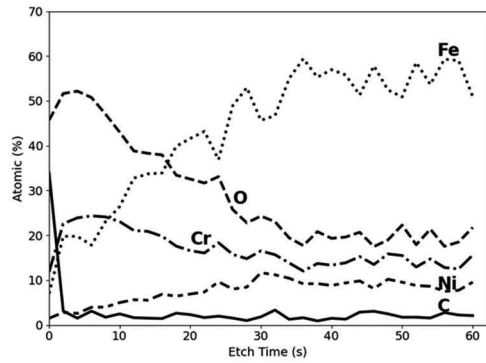


図 13 デプスプロファイル (SUS304: 50%-50°C処理)

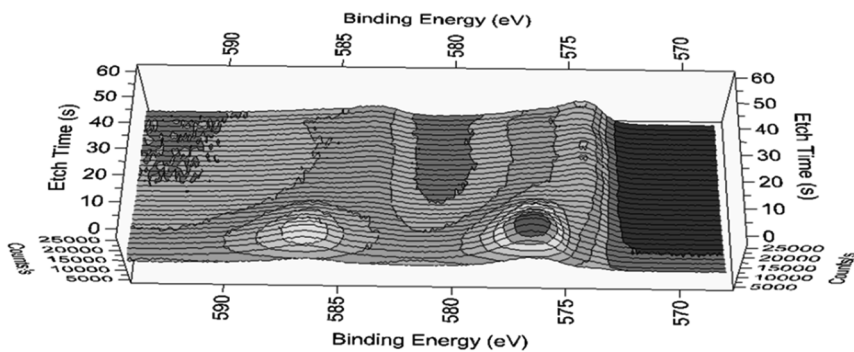


図 14 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (SUS304: 未処理)

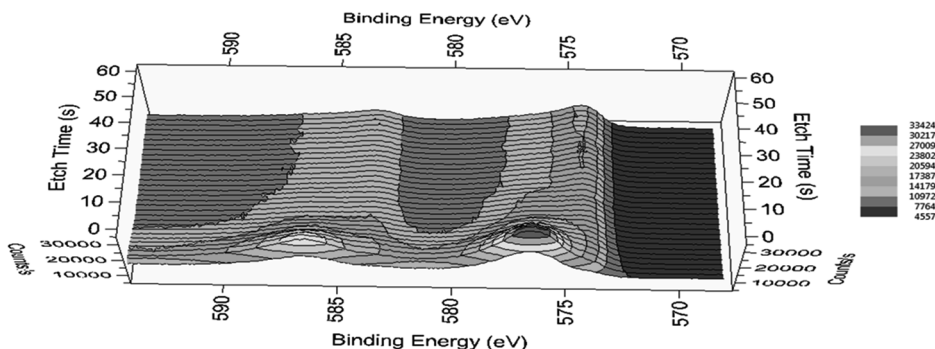


図 15 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (SUS304:10%-50°C処理)

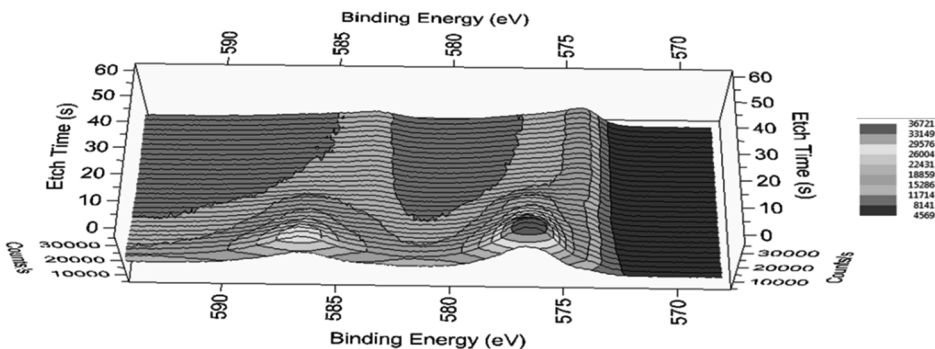


図 16 Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (SUS304:50%-50°C処理)

10%-50°C処理試料は、未処理および 50%-50°C 処理よりも表面付近に Cr(III)酸化物が濃縮して存在していることがわかる。

次に SUS304 (未処理, 10%-50°C処理, 50%-50°C処理) について, C, O, Cr, Fe, Ni の濃度の合計が 100Atomic%として求めたデプスプロファイルを図 11~13, Cr2p スペクトルの深さ方向変化 (3D 表示) を図 14~16 に示す。デプスプロファイルにおいて, 処理した試料は, 6 秒エッチング面付近まで Fe よりも Cr の濃度が高くなっており, 50%-50°C処理は 10%-50°C処理より深い位置まで O 濃度が高くなっている。また, Cr2p スペクトルにおいて, 10%-50°C処理 (図 15) では, 他の試料よりも表面付近に Cr(III)酸化物が濃縮しており, SUS430 と同じ挙動を示している。

4. 考 察

孔食電位測定 (図 3) では, 不動態化処理を

することにより未処理試料より耐孔食性が向上することを確認できた。しかし, 硝酸濃度 50% の処理では, 孔食電位は低い値であった。これは適度な硝酸濃度の水溶液中では, 自然浸漬電位が不動態域にあり保護性に富む不動態皮膜を生成するが, 高濃度な硝酸水溶液中では, 自然浸漬電位が高くなった過不動態となり, 保護性に劣る不動態皮膜が生成したためと考えられる。また, XPS 分析の Cr2p スペクトルでは, SUS 430, SUS304 とともに 10%-50°C処理試料は, Cr(III)酸化物が表面に濃縮しており (図 9, 15), この濃縮が耐食性を向上させていると考えられる。50%-50°C処理試料は, デプスプロファイルにおいて 10%-50°C処理試料と同様に未処理試料より表面部の Cr 濃度が高くなっているが, Cr2p スペクトルにおいては, 10%-50°C処理試料よりも深い位置まで Cr(III)酸化物が存在していることを確認できる。このことから過不動態域では, 深い位置まで Cr(III)酸化物を生成し, この生成

が孔食電位を低くする原因であると考えられる。

塩化第二鉄腐食試験においても処理試料は未処理試料より耐食性が向上していた。しかし、孔食電位測定の結果とは異なる挙動を示した。SUS304 では処理条件による耐食性の変化は、ほとんど見られず、SUS430 では処理濃度および処理温度が高くなると腐食量が増える傾向が見られるものの変化量が小さかった。このことは、使用した溶液の不動態皮膜を破壊する能力が、十分に大きいためと考えられる。以上のことから、この試験は、不動態化処理の有無による差は評価できるが、処理条件の違いによる耐食性の評価には適していないと考えられる。

5. 結 言

(1) 5%NaCl 水溶液中での孔食電位測定では、未処理試料より不動態化処理試料の孔食電位が高くなっており、耐孔食性が向上していることが確認できた。また、XPS 分析において不動態化処理試料は未処理試料より表面に Cr が濃縮していることを確認した。この濃縮が耐食性向上に寄与するものと考えられる。

(2) 硝酸濃度 50%で処理した試料は、低濃度処理の場合より孔食電位が低い値であった。また、XPS 分析での Cr2p スペクトルにおいて、10%-50°C処理試料よりも深い位置まで Cr(III)酸化物が存在していることを確認した。この酸化の進行が、孔食電位低下の原因と考えられる。

(3) 塩化第二鉄腐食試験では、未処理試料より不動態化処理試料の腐食量が減少した。しかし、処理条件の違いによる腐食量の変化は小さかった。これは、使用した溶液の不動態皮膜を破壊する能力が、十分に大きいためと考えられる。

参考文献

- 1) 杉本克久, 岸興作, 池田重良, 沢田可信 : “18Cr-8Ni ステンレス鋼の不動態皮膜の X 線光電子スペクトル”, 日本金属学会誌, Vol.38, No.1, 1974, pp.55-62.
- 2) 岡本剛, 橘孝二, 柴田俊夫, 星野清 : “ESCA によるステンレス鋼不動態皮膜の解析”, 日本金属学会誌, Vol.38, No.2, 1974, pp.117-124.

銅管腐食の事例調査

諸橋 春夫* 中部 昇* 水沼 達郎*

Investigation of Corroded Copper Tubes

MOROHASHI Haruo*, NAKABE Noboru* and MIZUNUMA Tatsuro*

抄 録

本研究では、一般家庭で使用されて冷媒漏洩が発生した除湿機冷却器の銅管について、その腐食原因の調査を行った。その結果、それらの腐食は、蟻の巣状腐食または外面腐食であることがわかった。そして、それらの腐食原因の物質についても推定を行った。また、この原因調査で X 線コンピュータ断層撮影 (X 線 CT) を用いることにより、非破壊で内部の腐食形態が観察でき、観察後に腐食生成物の成分分析を行うことができた。

1. 緒 言

冷凍機の冷媒配管に銅管が広く使用されているが、この銅管に小さな腐食孔が生成して冷媒漏洩を発生することがある。現在、この腐食の原因を調査するためには、腐食部断面の観察が重要事項となっている。しかし、腐食部が肉眼での発見が困難なほど小さい場合、腐食孔を断面観察できるように試料調製 (切断、樹脂包埋、研磨) することは、非常に難しい。また、腐食原因調査のためには、銅管外面の腐食孔に存在する腐食生成物を分析することも非常に重要であるが、試料調製を行うと、この腐食生成物を失うことになる。

一方、非常に小さな腐食孔が生成する蟻の巣状腐食を人工的環境で多く発生させた銅管について、X 線 CT を用いてその内部まで三次元的に観察した事例が報告¹⁾されている。この方法は、従来の試料調製が不要であり、腐食生成物も失わずに小さな腐食孔の断面観察ができる。

そこで本研究では、実際に使用された除湿機において冷媒漏洩が発生した銅管について、X 線 CT による観察を行った。そして、この結果に基づいて銅管外側の腐食部について観察および X 線マイクロアナライザー (EPMA) 分析を行った。また、腐食原因と推定される物質につい

てフーリエ変換赤外分光光度 (FTIR) 法による分析を行い、腐食原因の検討を行った。

2. 実 験

2.1 試 料

実験に供した試験片は、一般家庭で使用されて冷媒漏洩が発生した除湿機冷却器の銅管 (試料 A, B, C) である。これらの銅管は、外形 7.0mm, 底肉厚 0.23mm, 溝深さ 0.12mm, JIS H3300 C1220 りん脱酸銅の内面溝付銅管である。なお、試料 A, B は界面活性剤水溶液、試料 C は冷媒を用いて、おおよその漏洩部を確認した。

2.2 観 察

X 線 CT による観察は、NIKON METROLOGY 製マイクロフォーカス X 線 CT 装置 (MCT 225) を用いて行った。銅管外側の漏洩部周辺については、(株) 島津理化製 STZ-171-TLED による実体顕微鏡観察、日本電子 (株) 製 JXA-8100 による走査電子顕微鏡 (SEM) 観察を行った。

2.3 分 析

腐食生成物などの成分分析は、日本電子 (株) 製 JXA-8100 を用いた EPMA 分析、(株) パーキンエルマージャパン製フーリエ変換赤外分光

* 下越技術支援センター

分析装置 Spectrum One を用いた FTIR 法より行った。

3. 結果および考察

3.1 試料 A

試料 A の X 線 CT による三次元画像とその A-A' 断面を図 1, 2 に示す。これらより銅管外側に小さな穴が帯状に多く存在し、それらの穴は外側から内側に向かって進行していることがわかる。断面観察 (図 2) では、貫通している箇所を一箇所見つけることができ、その箇所では貫通している穴から別方向へ枝分かれしている穴も確認できた。この形態は、この貫通箇所の腐食が、蟻の巣状腐食であることを示している。

外側表面では、この貫通している穴を肉眼で発見することは難しく、実体顕微鏡観察 (図 3) および SEM 観察 (図 4) では、その穴に腐食生成物が詰まっていることが確認できる。なお、X 線 CT では腐食生成物の密度が小さいため、腐食生成物を除去しなくても穴の形状を観察できた。

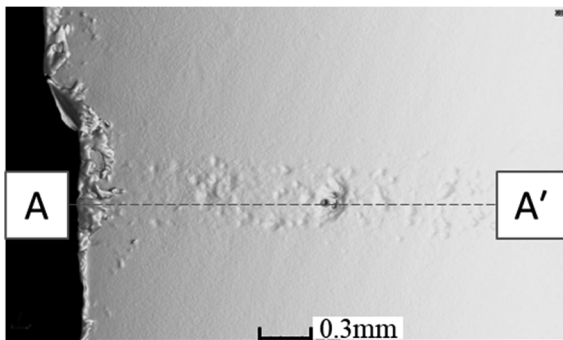


図 1 試料 A の三次元画像

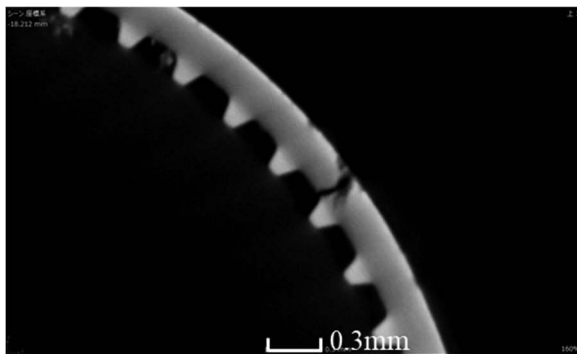


図 2 試料 A の A-A' 断面画像

また、実体顕微鏡観察において、腐食孔周辺は赤褐色であり、緑青の腐食生成物は見られない。このことも既に報告²⁾されている蟻の巣状腐食の特徴と一致する。

蟻の巣状腐食は、低級有機酸が原因物質であることが知られている。そこで冷却器において低級有機酸の発生源となりうる物質を検討したところ、クッション材の粘着剤 (接着部) が候補として考えられたので、これを FTIR 法で分析した。その結果 (図 5)、粘着剤はアクリル系であることが確認できた。アクリル系粘着剤には酢酸ビニルが配合されている場合があり³⁾、この酢酸ビニルは、加水分解により酢酸とアセトアルデヒドに分解される。このことからクッション材の粘着剤から発生した酢酸により、蟻



図 3 試料 A の実体顕微鏡写真

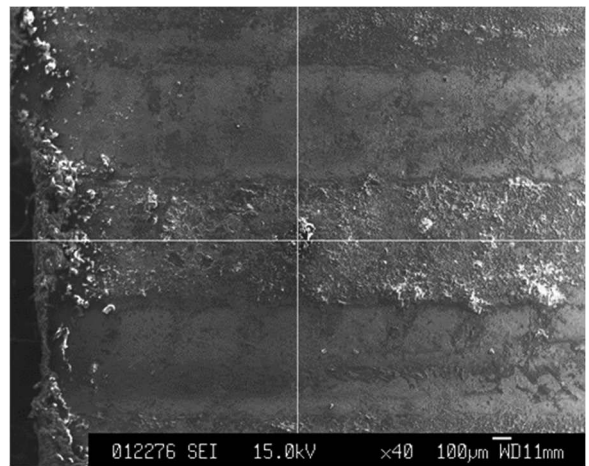


図 4 試料 A の SEM 写真

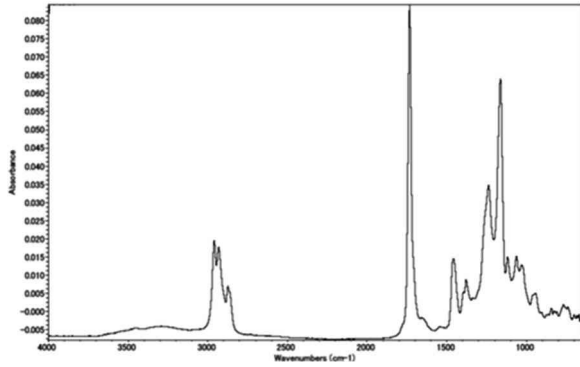


図5 粘着剤のIRスペクトル

の巣状腐食が発生した可能性があると考えられる。

3.2 試料B

試料BのX線CTによる三次元画像とそのB-B'断面を図6, 7に示す。これらより銅管外側には試料Aよりも大きな穴が多く存在し、それらの穴は外側から内側に向かって進行していることがわかる。断面観察(図7)では、貫通している箇所を一箇所見つけることができた。そして、その穴の形状は、試料Aとは明らかに異なっており、外面腐食で生じる形状⁴⁾に似ている。なお、図6, 8において左下から右上に向かって見られる溝は、試料調製時に付いた疵である。

実体顕微鏡観察(図8)およびSEM観察(図9)では、その穴に腐食生成物が詰まっていることが確認できる。また、図8で見られる上部の黒色部は、油性ペンのマーキングであるが、

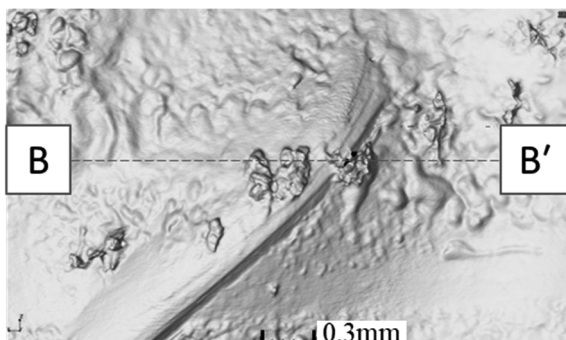


図6 試料Bの三次元画像

腐食部周辺には緑青の腐食生成物が確認できた。これらのことから、試料Bは外面腐食を生じたと考えられる。

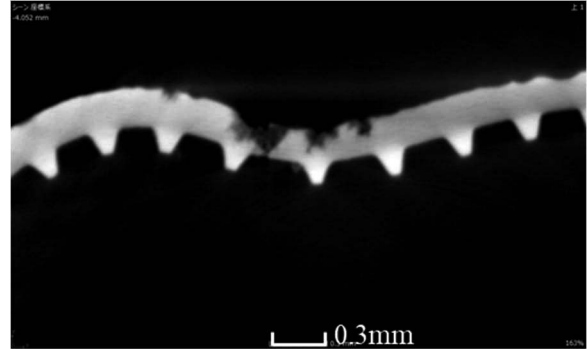


図7 試料BのB-B'断面画像



図8 試料Bの実体顕微鏡写真

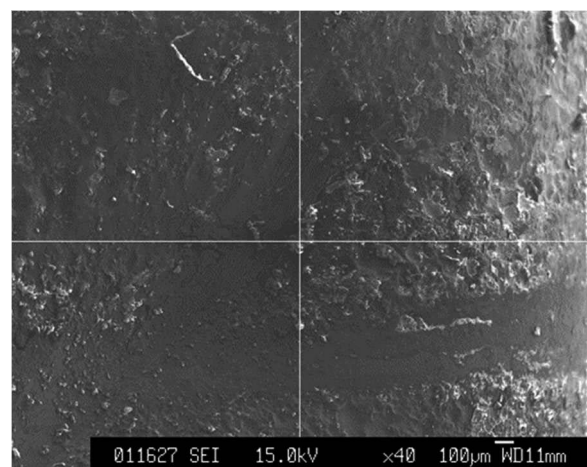


図9 試料BのSEM写真

3.3 試料 C

試料 C の X 線 CT による三次元画像 (図 10) から、銅管外側の穴の面積は試料 A, B に比べてかなり大きく、円周方向に溝ができていることが確認できる。また、C-C' 断面 (図 11) で見られる穴の形状は試料 B に類似している。実体顕微鏡観察 (図 12) および SEM 観察 (図 13) では、その穴に腐食生成物が詰まっていることが確認でき、図 12 では腐食部周辺に緑青の腐食生成物が確認できる。

試料 A および C の銅管外側の貫通した穴付近について EPMA 分析を行った。また、試料 C が使用されていた冷却器の放熱用アルミニウムフィンには、銅管との接触部に付着物が確認された。このアルミニウムフィンの付着物が存在している箇所についても EPMA 分析を行った。それらの検出元素と半定量値を表 1~3 に示す。試料 C の Al の検出量は試料 A より大きいことから、試料 C では、銅管とともに銅管に接しているアルミニウムフィンも多く腐食し、その生成物が付着したと考えられる。

また試料 A, C およびアルミニウムフィンの付着物の存在している箇所において S が検出されている。なお、PM2.5 を含む大気エアロゾルが外気から住宅室内へ侵入⁵⁾し、その中の PM2.5 に硫酸イオンが多く含まれているという報告⁶⁾がある。また、硫酸イオンは外気からの侵入率が高いと考えられるとの報告⁷⁾もある。さらに試料 C は、腐食形態が外面腐食に似ており、外面腐食は酸性またはアルカリ性の液体に

より生じる。これらのことから、試料 C では、冷却器で生じた結露に除湿機内に吹き込んだ空気に含まれる硫酸イオンが溶解して酸性水溶液

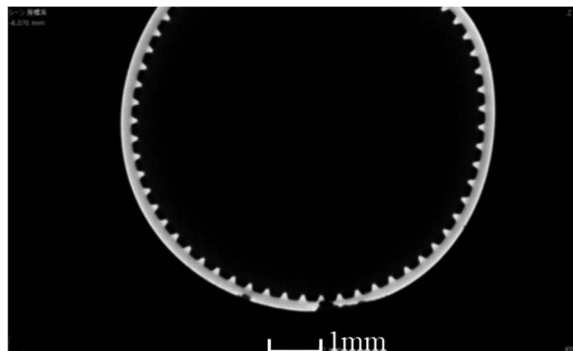


図 11 試料 C の C-C' 断面画像



図 12 試料 C の実体顕微鏡写真

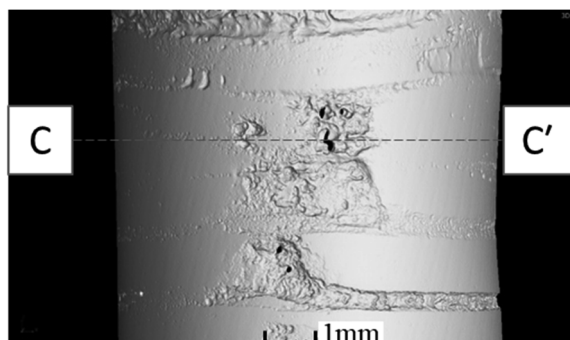


図 10 試料 C の三次元画像

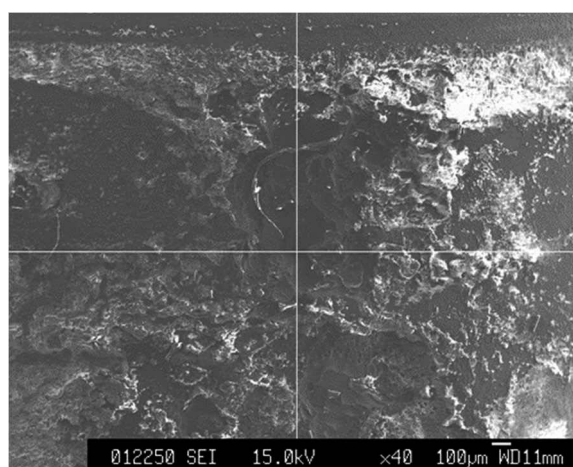


図 13 試料 C の SEM 写真

表 1 試料 A の腐食物の半定量結果

Element	Mass (%)
C	11.488
O	51.839
Al	0.231
S	0.240
Ca	31.537
Cu	4.665
Total	100.000

表 2 試料 C の腐食物の半定量結果

Element	Mass (%)
C	51.210
O	21.480
Al	13.948
Si	0.428
P	0.809
S	0.242
Cu	11.883
Total	100.000

表 3 アルミニウムフィン上の付着物
半定量結果

Element	Mass (%)
C	28.547
N	11.938
O	2.772
F	0.742
Na	0.661
Al	54.482
S	0.190
Cr	0.225
Mn	0.169
Fe	0.274
Total	100.000

が生成し、外面腐食が発生したと考えられる。試料 B の腐食形態も試料 C に類似していることから試料 B の腐食孔発生原因も硫酸イオンを含む酸性水溶液による外面腐食であると考えられる。

4. 結 言

- (1) 一般家庭で使用されて冷媒漏洩が発生した除湿機冷却器の銅管について、その腐食原因の調査を行った。その結果、蟻の巣状腐食または外面腐食であることが確認でき、それらの腐食原因物質も推定できた。
- (2) 本研究では、X線 CT を用いることにより、腐食孔のある銅管について非破壊で内部の腐食形態が観察でき、腐食生成物が温存できるため観察後に成分分析が行えた。この様に X線 CT の利用は、銅管の冷媒漏洩原因調査に非常に有効であることが確認できた。

参考文献

- 1) 細木哲郎, 伊藤真一, 渡辺雅人, 崩岡久敏: “銅管に発生させた蟻の巣状腐食の CT スキャナによる観察”, 材料と環境, Vol.66, No.12, 2017, pp.405-408.
- 2) 能登谷武紀: “銅管の蟻の巣状腐食”, Boshoku Gijutsu, Vol.39, No.6, 1990, pp.315-320.
- 3) 中前勝彦: “粘着と粘着剤”, 高分子, Vol.30, No.9, 1981, pp.669-673.
- 4) <https://www.njt-copper.com/media/20210610-173710-865.pdf>
- 5) 鍵直樹: “室内空気環境における新たな汚染物質”, 保健医療科学, Vol.63, No.4, 2014, pp.350-358.
- 6) 杉山広和, 信森達也, 前田 泉: “環境中の大気汚染物質に関する研究 (微小粒子 PM2.5 による大気汚染) - 第 3 報 オキシダント高濃度, わら焼き, 黄砂飛来時におけるイオン成分濃度 -”, 岡山県環境保健センター年報, Vol.32, 2008, pp.11-16.

7) 船坂邦弘, 古市裕子, 酒井 護: “住宅構造の
違いによる大気エアロゾルの室内への侵入
と対策提案 —微量化学分析からのアプロー

チー”, 住総研研究論文集・実践研究報告集,
No.44, 2017, pp.97-107.

機械学習によるラマン分光分析のスペクトルデータ解析

天城 裕子*

Raman Spectrum Analysis Using Machine Learning

AMAKI Yuko*

1. 緒言

ラマン分光分析は近年低価格化や小型化により普及が進み、異物分析や材料解析の分野における強力なツールとなっている。鉄さびや DLC、セラミック材料などの無機物から樹脂系などの有機物、一部の液体など適用範囲が広いこと、複雑な前処理が不要で簡易にスペクトルデータが得られることなどが長所である。しかしながら当所の装置には標準データベースが付属していないため、未知試料の測定では解析が困難な場合がある。現状は想定される物質からの過去データや文献データの検索を行い、解析を行っているが、これらは煩雑な作業であり、また測定者の経験に依存する部分が多い。本研究では過去の標準データとの照合プログラムを作成、簡易的な検索を行えるようにすることを目的とする。

2. 検討及び結果

2.1 標準データの準備および前処理

測定データは解析プログラム用の独自形式のため、ソフトウェアのエクスポート機能で csv または txt 形式に変換し、各種作業を行った。比較用の標準データは 1000 程度を準備した。同等サンプルの重複があるため、有効数としては半数程度である。今回は重複分を削除せずそのまま使用した。

ラマン分光分析では蛍光の影響などで不定形かつ高いバックグラウンドノイズが現れる場合が多い。生データの状態ではこの高いバックグラウンドが解析結果に影響する。これを除去す

る手法について検討した。温度計の赤色色素のデータについて、パラメータを適当に設定した Asymmetric Least Squares Smoothing 法¹⁾により処理を行った結果を図 1 に示す。データにより補正効果がやや異なるが、おおむね解析可能な程度に補正することができた。

あわせて、データポイント数の調整や、測定データの中心波数による分類などを行い、次項以降の解析用データとした。

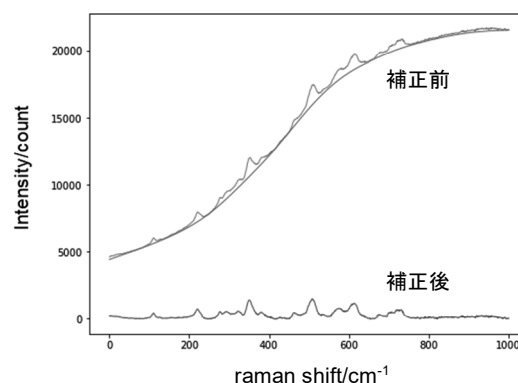


図 1 ベースライン補正

2.2 比較法の検討

前項で変換したサンプルデータと、比較用の標準物質データとの類似度を、Python の scipy ライブラリによる以下の 2 手法で検討した。

- (1) データ全体の相関係数
- (2) メインピークをいくつか検出し、検出ピークの位置と相対強度での比較

(1) 法については、`scipy.stats.pearsonr`, `scipy.stats.spearmanr` でそれぞれピアソン、スピアマンの相関係数を算出したところ、両者の傾向に大

* 下越技術支援センター

大きく差はみられないため、暫定的にピアソンの相関係数の降順で比較を行った。(2)法については `scipy.signal.argreldmax` を用いてピークを検出した。図1の補正後データでの、(2)法の検出結果を図2に示す。矢印に示すように判定しないピークがみられる。これらはパラメータの調整で検出可能であるが、ノイズをピークと誤判定するようになる。ラマンはサンプルによりFWHMやS/Nが大きく変わるため、(2)法における汎用的なパラメータの設定は難しいと思われる。以降の(1)法との比較については、ノイズを拾わない程度のパラメータを用いて行った。

同じデータについて、図3に(1)法、図4に(2)法でのそれぞれ一致度上位3データとの比較結果を示す。なお、図3、4とも一番上がサンプルデータである。図3の(1)法では上位3データとも赤色素系の物質であったのに対し、図4の(2)法ではやや精度が落ちる。メインのピークがいくつか未検出なのが原因と思われる。(2)法ではピーク検出用のパラメータの選定が困難な課題があり、(1)法ではより安定した結果が得られると考えられる。

2.3 測定用PCでの実施方法の検討

実際の測定中に使用することを想定し、測定用PCで使用可能にするための方法を検討した。非python環境での動作方法として、`pyinstaller`などを用いたwindows用のexe化による方法があるが、作成したファイルはエラーにより動作を確認できなかった。pythonのバージョン、モジュールの対応/非対応などの要因が考えられるが詳細は不明である。プログラムを持ち歩いて他のPCで使用することは基本的になく、exe化のメリットはあまりないと考えられるため、pythonを導入することとした。移行元PCに`miniconda`と最小限のモジュールをインストールした仮想環境を設定し、この環境をコピーした測定用PCで動作を確認した。

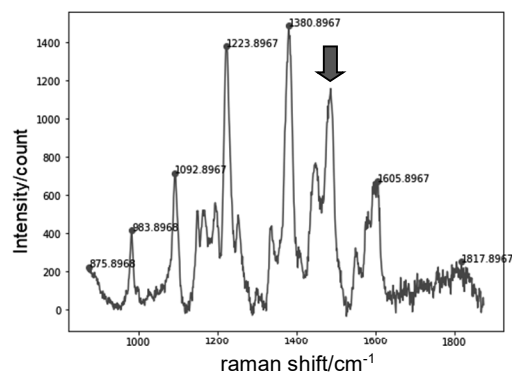


図2 ピーク検出結果

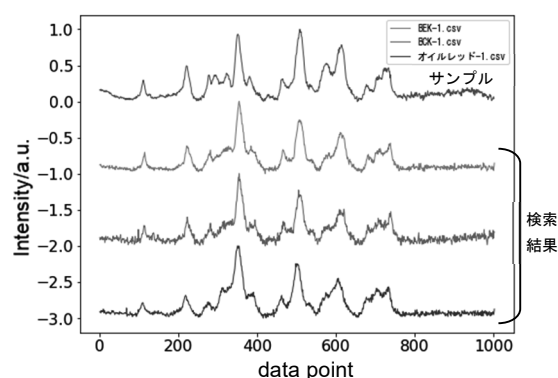


図3 (1)法による比較結果

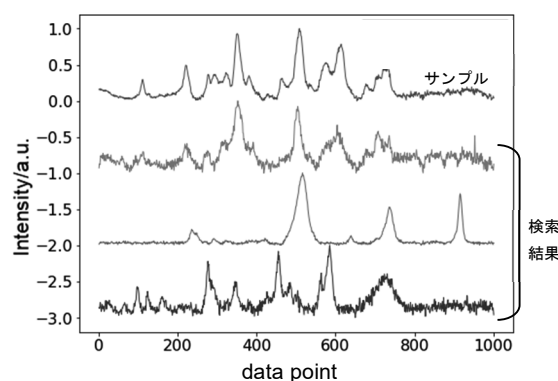


図4 (2)法による比較結果

3. 結 言

- (1) ラマンデータの簡易的な検索システムを構築することができた。
- (2) 比較用データの種類が精度に影響するため今後比較用データの拡充を行っていく。

参考文献

- 1) PHC Eilers, HFM Boelens - Leiden University Medical Centre Report, 2005

ナノインデンテーション試験による換算ビッカース硬さの 妥当性に関する研究

白川 正登*

Study on the Validity of Converted Vickers Hardness by Nanoindentation Test

SHIRAKAWA Masato*

1. 緒 言

金属の薄膜やめっき層などの硬さ試験にナノインデンテーション試験（計装化押し込み試験）を行う機会があるが、そこで求められるマルテンス硬さ H_M や押し込み硬さ H_{IT} といった硬さは、従来の金属材料の硬さ試験結果と比較することが難しい。金属材料の計装化押し込み試験の規格である ISO14577-1 では、試験によって求められる押し込み硬さ H_{IT} は、理想的なビッカース圧子の形状から計算によりビッカース硬さ HV に換算することができることとされているが、その一方で、この換算ビッカース硬さをビッカース硬さの代替として用いないこととされている。

ナノインデンテーション試験で計算により求められる換算ビッカース硬さ HV_c とビッカース硬さ HV の値の相関について検証し、ナノインデンテーション試験結果のビッカース硬さとしての取り扱いの可能性について検討した。

2. 試験方法

2.1 試験片

試験には、鉄鋼材料 6 種類（S1~S6）及び銅合金系材料 6 種類（C1~C6）の計 12 種類の試験片を用いた。試験片は、それぞれ鏡面研磨されたものを用いた。

2.2 試験方法

それぞれの試験片のビッカース硬さ HV をビッカース硬さ試験により求めた。計装化押し込み試験により求められた H_{IT} (N/mm^2) から計算に

* 下越技術支援センター

より求められる換算ビッカース硬さ HV_c を求め、 HV と HV_c の相関について調べた。

ビッカース硬さ試験にはアカシ製マイクロビッカース硬さ試験機 MVK-H2 を、計装化押し込み試験にはフィッシャー・インストルメンツ製薄膜硬度計 HM500 を用いた。ビッカース硬さ試験は、JIS Z 2244 により行い、試験荷重は、100HV 以上の硬さは 4.903N、100HV 未満の硬さは 2.942N とした。計装化押し込み試験は、それぞれの試験片に対し、試験荷重 F を 100mN、10mN、1mN の 3 条件で試験を行った。計装化押し込み試験の主な試験条件を表 1 に示す。各試験片について、ビッカース硬さ HV は 5 点、換算ビッカース硬さ HV_c は 10 点の試験を行い、結果の平均値により評価した。

3. 試験結果及び考察

各試験片のビッカース硬さ HV 及び各試験荷重での計装化押し込み試験により求められた換算

表 1 計装化押し込み試験の主な試験条件

圧子の種類	ビッカース圧子 (四角錘ダイヤモンド圧子)
最大押し込み荷重	100mN, 10mN, 1mN
最大押し込み荷重 までの到達時間	20秒
荷重増加条件	\sqrt{F} (荷重の平方根) の時間当たりの増加割合が一定
最大荷重保持時間	5秒
除荷時間	20秒

ビッカース硬さ HVc を表 2 に示す。HVc は、本研究の範囲では、すべての試験でビッカース硬さより大きな値となっており、HVc をそのままビッカース硬さとして用いるのは好ましくないと考える。さらに、同一試験片に対し試験荷重が小さくなるほど、HVc の値が大きくなる傾向も確認された。

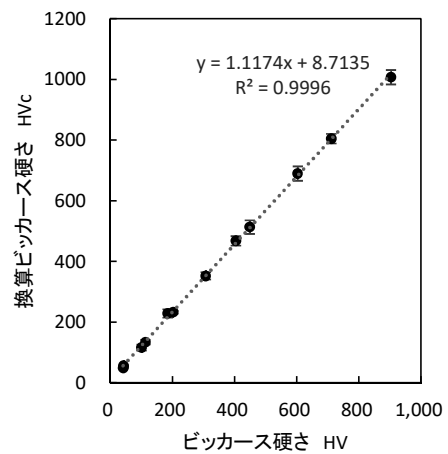
各試験荷重の HVc と HV の関係を図 1(a)～(c) に示す。図中のエラーバーは各試験片の HVc 10 点の標準偏差を、点線は線形近似曲線を示している。いずれの試験荷重においても、HVc と HV に強い相関がみられるものの計装化押込み試験における試験荷重が小さくなるほど試験結果のバラツキが大きくなることが確認された。

ここで、計装化押込み試験により求められる換算ビッカース硬さ HVc の試験荷重 10mN 及び 1mN の場合の試験片 S6 と C2 の値、試験荷重 1mN の場合の試験片 S5 と C1 の値を比較してみると、鉄鋼系の試験片 (S6, S5) の方が銅合金系の試験片 (C2, C1) より大きな値となっている。一方、同じ試験片の HV の値を見てみると、

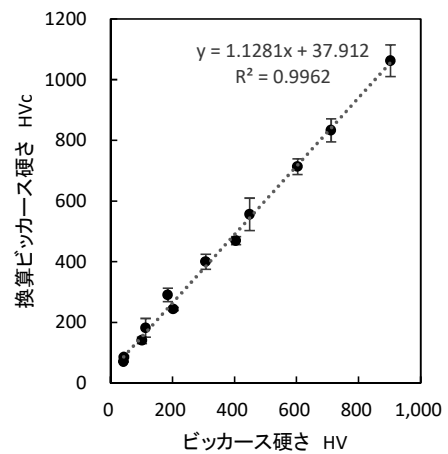
表 2 硬さ試験結果

試験片	ビッカース硬さ※ HV	換算ビッカース硬さ HVc		
		試験荷重 F		
		100mN	10mN	1mN
S1	902.9	1007.1	1062.5	1209.6
S2	711.3	804.7	833.2	797.2
S3	602.9	689.4	713.3	749.6
S4	449.1	513.1	556.0	622.8
S5	307.2	352.0	399.3	507.7
S6	185.1	228.3	290.2	380.0
C1	404.8	467.4	469.2	494.2
C2	202.8	232.6	243.3	267.7
C3	113.5	133.7	181.7	242.7
C4	101.7	116.3	139.8	184.8
C5	43.5	55.7	84.7	145.1
C6	42.3	48.8	69.7	129.3

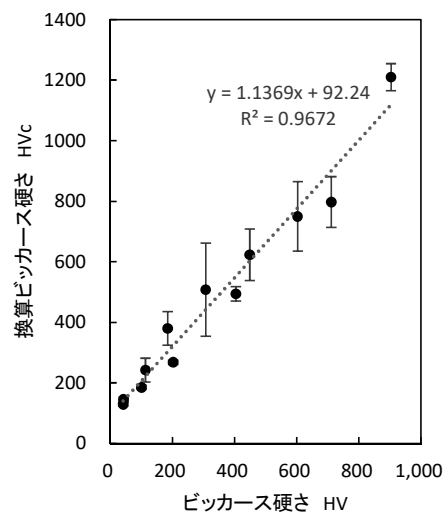
※ HV0.5(但し、C5及びC6は、HV0.3)



(a) 試験荷重 100mN



(b) 試験荷重 10mN

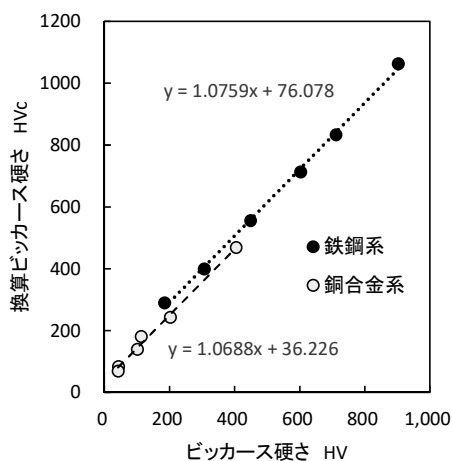


(c) 試験荷重 1mN

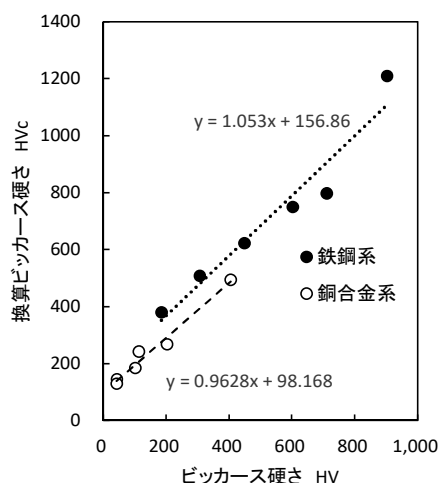
図 1 各試験荷重における換算ビッカース硬さとビッカース硬さの関係

銅合金系の方が鉄鋼系より大きな値となっており、その大小関係はHVcの大小関係と逆転している。そこで、計装化押し込み試験荷重 10mN と 1mN におけるHVcとHVの関係性を鉄鋼系と銅合金系の種類別に評価した結果を図2に示す。材料種類に分けずに評価した場合(図1(b), (c))と比べ、試験結果の平均値のプロットが近似曲線に一致している。特に10mNの試験結果は、近似曲線とよく一致している。以上の結果から、鉄鋼や銅合金のような金属材料では、試験荷重10mN以上の試験において適切な近似式を作成することで、計装化押し込み試験で求められる換

算ビッカース硬さHVcからビッカース硬さの目安となる値が得られる可能性がある。一方、試験荷重1mNの試験結果(図2(b))、特に鉄鋼系材料のビッカース硬さの値が大きい側で、試験結果の平均値のプロットが、線形近似曲線から外れる傾向が見られる。押し込み深さが小さすぎることに起因すると考える。試験荷重1mNの計装化試験における押し込み深さは、0.048~0.149μmであった。計装化押し込み試験では、試験面の表面粗さが試験結果に影響するため、押し込み深さhが算術平均粗さRaの20倍以上であることが求められている。本研究で用いた試験片は、鏡面研磨によりRaは0.02~0.04μm程度に仕上げられており、試験荷重1mNの試験の一部でやや条件を満たさない(h=18.5Ra~19.5Ra)ものの、その他の試験では条件(h≥20Ra)を満たしていた。但し、ISO14577-1では、押し込み深さ0.2μm以下の試験をナノレンジと呼び、ナノレンジの試験では、その試験結果は、実際の圧子形状(先端形状の理想幾何学形状との違い、例えば圧子先端の微小な稜線や丸みなど)や圧子先端の接触領域の影響を強く受けるとされており、圧子先端形状や試験機の非常に注意深い校正、補正が必要とされている。今回は、試験荷重10mNの試験では、ほぼすべての試験で押し込み深さが0.2μm以上であったが、試験荷重1mNの試験では、すべての試験結果が押し込み深さ0.2μm未満であった。試験結果のバラツキや線形近似曲線からの外れなど、押し込み深さhが小さい試験では注意が必要である。押し込み深さが小さい場合には、金属組織、残留応力、表面の汚れなども影響すると考えられるが、本研究では、その影響について評価できず、今後の課題と考える。



(a) 試験荷重 10mN



(b) 試験荷重 1mN

図2 材料種類別に見た換算ビッカース硬さとビッカース硬さの関係

4. 結 言

(1) 計装化押し込み試験結果として得られる換算ビッカース硬さHVcを、そのままビッカース硬さの代替として用いるのは好ましくないことを確認した。

(2) 鉄鋼材料や銅合金系の金属材料では、適切な近似式を作成することで、HVc からビツ

カーズ硬さの目安となる値が得られる可能性がある。

電源系低周波イミュニティ試験環境の調査検討

石澤 賢太* 牧野 斉* 小林 豊*

Investigation and Examination of Low-Frequency Immunity Test Environment for Power Supply Port

ISHIZAWA Kenta* MAKINO Hitoshi* and KOBAYASHI Yutaka*

1. 緒 言

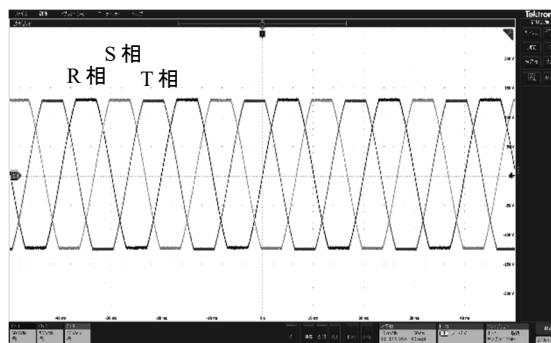
イミュニティ試験の国際規格 IEC 61000-4 シリーズは、試験実施にあたり必要な試験方法・手順を定めた基本規格である。試験は図 1 の試験電圧波形の一例に示すように、供給されている電源の品質をあえて劣化させ、機器の電氣的耐性を評価するものである。

これまで、電源系低周波イミュニティ試験を実施する場合、規格シリーズから IEC61000-4-11¹⁾の実施のみが求められていた。しかし近年、それ以外の規格による電源系低周波イミュニティ試験実施の要求が増えている。一因として、電力送電網のスマートグリッド化による電源品質の低下が挙げられる。すでに国や業界団体が電源品質確保にかかるガイドラインを発行²⁾している点からも、分散型電源の系統連系増加が電力系統の品質維持に影響していると考える。

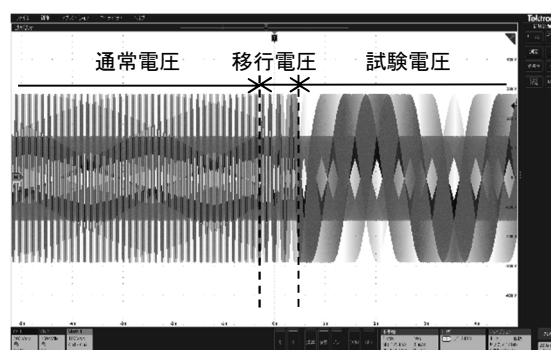
本稿では下越ならびに中越の両技術支援センターで実施可能な試験を示し、電源系低周波イミュニティ試験規格を概説する。

2. 実施可能な試験と試験規格の概要

表 1 に当所で実施可能な電源系低周波イミュニティ試験の一覧を示す。以降の文中では、試験規格番号 IEC 61000-4-X を 4-X と記す。このうち、4-17 と 4-29 は、直流給電機器を対象とした試験規格である。4-17 では直流入力電圧に含まれるリップル (ripple, 脈動) に対する機器の耐性を試験する。リップル波形は、単相若しくは三相交流電圧を全波整流して生成した場合



(a) IEC 61000-4-13 フラットカーブ, 三相



(b) IEC 61000-4-28 電源周波数変動, 単相三線

図 1 試験電圧波形の一例

のいずれかを選択できる。4-29 は、4-11 ならびに 14 を直流機器に置き換えたものである。直流定常電圧のほか、イベント時電圧とイベント継続時間、ならびに繰り返し回数を設定することで試験できる。

前出した 4-17 と 4-29 の 2 試験以外は、交流給電機器を対象とした試験規格である。中には 4-27 のように、三相交流を給電する機器のみを対象とするものも存在する。よって、交流給電機器を対象とした試験規格は、機器の給電方式に応じ該当するもののみを適用する。

交流給電機器を対象とした試験規格において

* 下越技術支援センター

表1 当所で実施可能な試験規格，試験名称ならびに各試験規格が対象とする給電方式

試験規格 IEC 61000	試験名称	対象とする給電方式			
		直流	単相 二線	単相 三線	三相
4-11	電圧ディップ，短時間停電， 電圧変動イミュニティ		○	○	○
4-13	高調波と次数間高調波 イミュニティ		○	○	○
4-14	電圧変動イミュニティ		○	○	○
4-17	直流電源入力端子における リップルに対するイミュニティ	○			
4-27	不平衡イミュニティ				○
4-28	電源周波数変動イミュニティ		○	○	○
4-29	直流入力端子における 電圧ディップ，短時間停電， 電圧変動イミュニティ	○			
4-34	16 A を超える機器の 電圧ディップ，短時間停電， 電圧変動イミュニティ		○	○	○

最も特殊なものは4-13である。この試験では電源周波数 50 Hz あるいは 60 Hz を基本波として，その高調波(n倍)と次数間高調波(n.5倍)を重畳したひずみ波を機器に印加する。複数の試験波形が規定されていることに加え，機器に対し全ての試験波形を印加するとは限らない点の特徴である。試験ならびに判定のながれを示したフローチャートが製品クラス毎に与えられており，これに沿って対象波形のみを印加する。試験に要する時間を試験前に正確に見積もることができないことに注意が必要である。

また交流給電機器の場合，電圧変動イミュニティ試験規格として4-11ならびに4-14の2種類が存在する。両試験における最も大きな違いは電圧変動の周期である。1試験あたりの所要時間は，4-11でおおよそ30秒，4-14で約7分である。後者はたとえば，大型負荷への電源投入や，負荷時タップ切替変圧器の動作によって起こる長周期の電圧変動を想定している。

3. 試験能力

表2に両技術支援センターの試験能力として給電可能な電源容量と給電方式を示す。系統連

表2 給電可能な最大電源容量

技術支援 センター	最大電源容量		
	直流 [kW]	単相 三線 [kVA]	単相二線 ／三相 [kVA]
下越	6.3	6.0	9.0
中越	18.0	6.0	18.0

系については，両技術支援センターともに対応していないことから，機器の逆潮流運転ができないことに注意が必要である。

4. 結 言

- (1) IEC 61000-4 シリーズ規格を調査し，対応する試験環境の整備について検討した。
- (2) 下越ならびに中越の両技術支援センターに整備した試験環境の試験能力を示した。

参考文献

- 1) IEC61000-4-11, "Testing and measurement techniques - Voltage dips, short interruptions and voltage variations immunity tests", 2020.
- 2) 資源エネルギー庁, "電力品質確保に係る系統連系技術要件ガイドライン", 2019.

ビッカース硬さの自動測定に関する研究

高橋 靖*

Research on Automatic Measurement of Vickers Hardness

TAKAHASHI Yasushi*

1. 緒 言

ビッカース硬さ試験では、圧痕の対角線長さを計測顕微鏡で測る際に、読み取りを人の眼に頼っているため、試験者による違いや測定値にバラツキが生じる原因となっている。このため、近年では、その読み取りを画像処理により自動的に行うことのできる硬さ試験機も市販されている。しかし、金属組織が現出したような地模様のある測定サンプルでは、通常の画像処理でも圧痕の輪郭をうまく抽出することができず、自動での読み取りができない。

本研究では、ビッカース硬さ試験における圧痕の輪郭検出、対角線長さの測定、HV 硬さ計算を画像処理ライブラリ OpenCV を使い Python

によるプログラムで自動化した。また、圧痕の検出にディープラーニング (Pytorch) による物体検出を適用し、その検出精度について検討した。

2. 試験機器

2.1 試験機器

表 1 に示す試験機器を使用し、顕微鏡レンズを介してモノクロカメラからパーソナルコンピュータに画像を取り込み、処理を行う自動測定システムを構築した。その外観を図 1 に示す。

2.2 長さの値付け

対物ミクロスケール ((株) 渋谷光学製 OB2002, ピッチ 0.01mm) により、自動測定システムの縦方向、横方向の長さを値付けした。

2.3 HV 硬さの間接検証

JIS B7725 に準じ、HV 硬さの間接検証を実施し、自動測定システムの画像処理により測定した HV 硬さは JIS の許容範囲内であることを確認した。よって以降の検討では、この HV 硬さを基準値とした。

表 1 試験機器

ビッカース 硬度計	(株) アカシ製 MVK-H2 試験力:9.8mN~19.6N 計測顕微鏡対物レンズ:×40 最小表示:0.1μm 計測範囲:0~175μm
モノクロカメラ	Basler 社製 acA2040-120um センサー:1/1.8"CMOS 解像度:3Mpix 画素数:2048×1536pix
顕微鏡レンズ	オリンパス光学工業 (株) 製 NFK3.3xLD, NFK5xLD
パーソナル コンピュータ	日本電気 (株) 製 PC-VJ19EF-J OS:Windows10 64it
ソフトウェア	Python 3.8.5 pytorch 1.10.0 Basler pylon ドライバー Basler pypylon



図 1 自動測定システムの外観

* 下越技術支援センター

3. 試験方法

3.1 測定サンプル

硬さ基準片（山本科学工具研究社製，HMV 200，HMV500）および，これらを 5%硝酸エタノール溶液によりエッチングし，金属組織を現出したものを測定サンプルとした。

表 2 試験条件

圧痕サイズ (計算値)	基準片	試験力
13.6 μ m	HMV500	0.49N
21.4 μ m	HMV200	0.49N
68.1 μ m	HMV200	4.9N

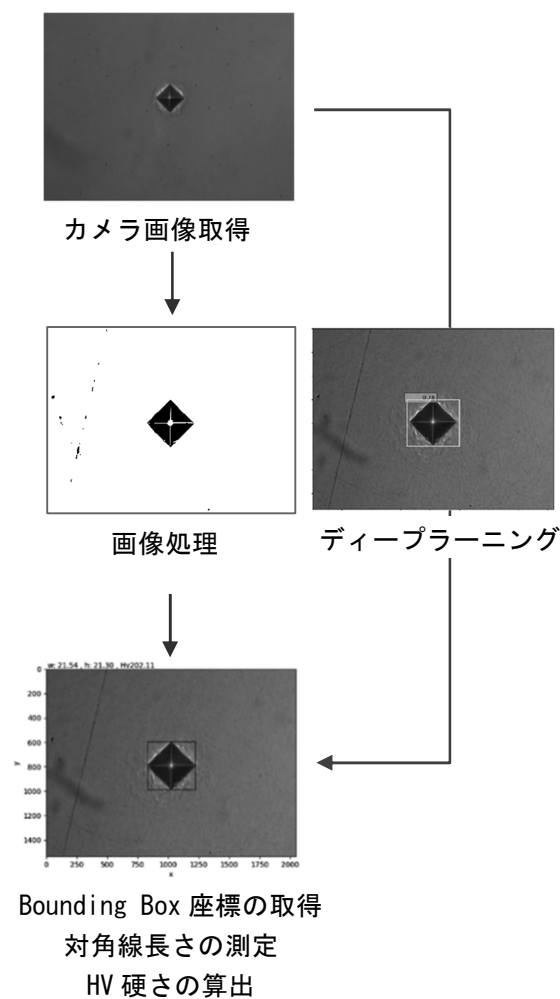


図 2 自動測定処理の流れ

表 3 使用したディープラーニング

方式	使用したソフトウェア
SSD	参考文献 1 のサンプルプログラム
Faster R-CNN	Detectron2 ²⁾
YOLOv5	Ultralytics YOLOv5 ³⁾

3.2 試験方法

自動測定システムでは，ビッカース硬度計により測定サンプルに圧痕を打った後，圧痕の画像をカメラで取得し，画像処理（二値化処理，輪郭抽出）を行い，Bounding Box 座標の取得，対角線長さの測定，HV 硬さの計算を行う。試験条件は表 2 に示すように圧痕サイズが異なる 3 種類となるよう設定した。図 2 の左に通常の画像処理による自動測定処理の流れを示す。

3.3 ディープラーニングによる圧痕の検出

ディープラーニングによる物体検出と付随の学習済みモデル¹⁾を使い，取得したカメラ画像から直接圧痕を検出して，Bounding Box 座標を取得し，そこから対角線長さの測定，HV 硬さの計算を行う。その流れを図 2 の右に示す。使用したディープラーニングは表 3 に示す 3 方式とした。

3.4 Bounding Box 検出精度の評価

ディープラーニングによる圧痕の Bounding Box の検出精度については IOU (Intersection Over Union) により評価した。IOU は 2 つの領域 A，B がどれくらい重なっているかを示す指標であり， $IOU = (A \cap B) / (A \cup B)$ で求められる。IOU=1 ならば A と B は完全に重なっていることを意味し，IOU=0 ならば A と B は重なりが全くないことを意味する。自動測定システムの画像処理により求めた Bounding Box を基準として，ディープラーニングが検出した Bounding Box の IOU を計算した。さらに検出した Bounding Box から HV 硬さの推論値を計算し，HV 硬さとの誤差を求めた。

4. 試験結果

試験結果を表 4 に、ディープラーニングにより検出した Bounding Box の例を図 4 に示す。各方式のディープラーニングによる物体検出と付随の学習済みモデルでは、様々な score で label を判断し、圧痕の Bounding Box を検出した。ディープラーニングの方式によって IOU に違いがみられた。なお、IOU は低いほど HV 誤差は大きくなる。

圧痕サイズによる違いについて、圧痕サイズが $68.1\mu\text{m}$ と大きい場合は、IOU が 0.6 程度でも HV 推論値は誤差の小さい結果が得られた。一方、圧痕サイズ $13.6\mu\text{m}$ と小さい場合は、IOU が高くても、Bounding Box のわずかな差が HV 硬さに影響するため、誤差も大きい傾向がみられた。

表 4 試験結果

圧痕サイズ: $13.6\mu\text{m}$ 500HV0.05

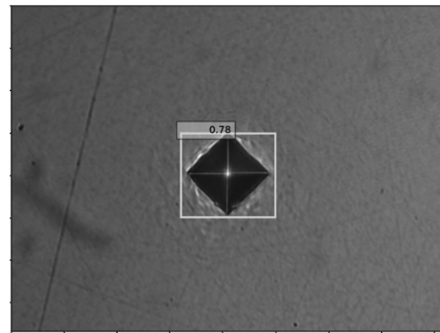
方式	score	IOU	推論値	誤差
SSD	0.13	0.67	338	32.2%
Faster R-CNN	0.95	0.95	476	4.4%
YOLOv5	0.80	0.95	471	5.4%

圧痕サイズ: $21.4\mu\text{m}$ 200HV0.05

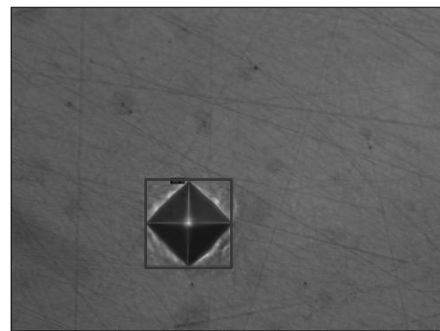
方式	score	IOU	推論値	誤差
SSD	0.78	0.87	175	12.3%
Faster R-CNN	0.93	0.94	193	3.1%
YOLOv5	0.71	0.96	197	1.3%

圧痕サイズ: $68.1\mu\text{m}$ 200HV0.5

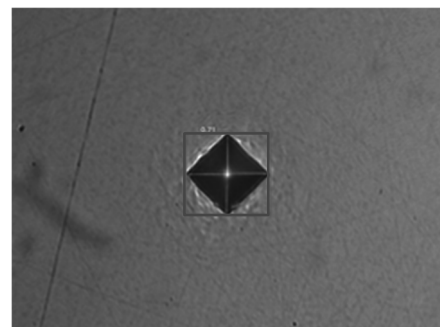
方式	score	IOU	推論値	誤差
SSD	0.91	0.54	175	12.6%
Faster R-CNN	0.74	0.58	209	4.8%
YOLOv5	0.63	0.60	201	0.4%



(a) SSD



(b) Faster R-CNN



(c) YOLOv5

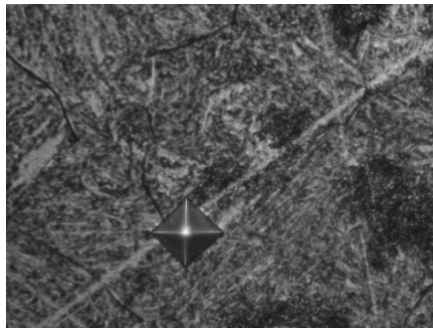
図 4 ディープラーニングによる Bounding Box 検出結果

5. 考 察

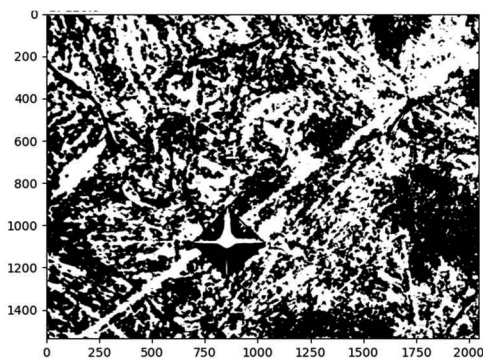
本研究で適用したディープラーニングの中では、YOLOv5 が最新方式のため比較的誤差が小さかった。また、今回のディープラーニングは、付随の学習済みモデルを用いており、モデルのチューニングがなされていないため、圧痕の検出精度はそれほど高くなかったものと思われた。特に、サイズの小さな圧痕を検出する場合は、高い Bounding Box 検出精度が要求されることが

分かった。今後、自動測定システムで圧痕の訓練データを収集し、ディープラーニングを学習させることにより、Bounding Box 検出の精度を向上させる必要があると思われる。

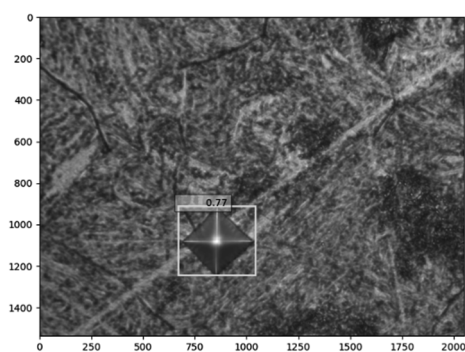
また、地模様のある圧痕（図 5a）を測定する



(a) 元画像



(b) 通常の写真処理



(c) ディープラーニング

図 5 地模様のある圧痕の例

ようなケースでは、通常の画像処理による自動測定では Bounding Box 検出が困難であった（図 5b）。一方、ディープラーニングによる物体検出を適用したところ、Bounding Box 検出が可能であり（図 5c）、ディープラーニング適用の優位性を示すものと思われる。

6. 結 言

- (1) ビッカース硬さ試験における圧痕の Bounding Box 検出、対角線長さの測定、HV 硬さの計算を Pytorch と OpenCV を使いプログラムにより自動化した。この自動測定システムにより求めた HV 硬さは、JIS B7725 による間接検証の許容範囲内であった。
- (2) 3 方式のディープラーニングによる物体検出と付随の学習済みモデルを用いて圧痕の Bounding Box 検出を行い、画像処理により求めた Bounding Box を基準として、ディープラーニングによる Bounding Box 検出精度を検討した。その結果、ディープラーニングの方式によって IOU に違いがみられた。また、圧痕サイズはより小さいほうが、IOU の高い精度が要求されることが分かった。
- (3) 地模様のある圧痕を測定する場合、通常の画像処理では Bounding Box 検出が困難であるが、ディープラーニングによる物体検出を適用することにより Bounding Box 検出が可能であることを確認した。

参考文献

- 1) 新納弘幸著, PyTorch による物体検出, (株) オーム社, 2020, p.144, p156~180
- 2) <https://github.com/facebookresearch/detectron2>, 2022 年 3 月 30 日
- 3) <https://github.com/ultralytics/yolov5/releases>, 2022 年 3 月 30 日

鉄鋼材料における蛍光 X 線定量分析の代替方法となる ICP 定量分析の検討

内藤 隆之*

An Examination of Quantitative Analysis on Steel Material by ICP spectrometry in place of Fluorescent X-rays analysis

NAITOU Takayuki*

1. 緒 言

蛍光 X 線分析装置による鉄鋼材料の定量分析では、主に 10mm 程度の厚みで、20mmφ 程度の平面を持つ試料について、一様な面粗さに調製してから分析している。分析時間は 1 試料当たり 15 分程度であり、安易な試料調製で迅速に多成分を分析できる装置として常用しており、高稼働率の状態にある。そこで、安定的な分析環境を整えるために当該装置の代替として多成分同時分析が可能な ICP 発光分光分析装置による定量分析について検討した。

ICP 発光分光分析（以下、ICP 分析）では、前処理として、適当な酸による溶解操作で水溶液に調製する必要がある。本研究では、蛍光 X 線分析（以下、XRF 分析）の代替を目指すことから JIS 法 (G1258-1~3) 操作の負担軽減を意図した調製方法（例えば、使用薬剤の減量化など）や、分析操作の短縮（例えば、含有量に応じた分取操作の省略など）について検討を行った。

2. 実 験

2.1 試 料

本研究で使用した試料は、（一社）日本鉄鋼連盟製の鉄鋼標準試料 (1)~(4) である。

(1) 鑄鉄 1 号 3C (120-1)

(2) 低合金鋼 1 号 (150-12)

(3) ステンレス鋼 316 種 (652-10)

(4) 高純度鉄 3 種 (003-5)

(1)~(3) の成分を表 1 に示す。また、(4) は検量線作成用のマトリックス試料とした。

2.2 試料調製容器

試料溶解工程における溶液成分の揮散に伴う分析成分の損失を防止する目的で、密閉容器である三愛科学（株）製高圧用反応分解容器 HU-25（内容積 25ml）を使用した。

2.3 分析装置

本研究で使用した ICP 分析装置はアジレント製 5110 ICP-OES VDV で、測定条件を表 2 に示す。また、XRF 分析装置はブルカー・エイエックスエス製 S8 TIGER 4kW であり、常時の依頼分析の測定条件とした。

2.4 試 薬

富士フィルム和光純薬（株）製の試薬を使用した。

- ・特級試薬：硝酸 (1.40)，硫酸，フッ化水素酸
- ・金属標準液 (1000mg/L)：以下の 11 元素

Si, Mn, P, Ni, Cr, Mo, Cu, V, Ti, Co, Y

表 1 分析試料の成分

成 分 (%)	Si	Mn	P	Ni	Cr	Mo	Cu	V	Ti	Co
(1) 鑄鉄1号3C (120-1)	1.32	0.70	0.053	0.12	0.28	0.007	0.29	0.007	0.006	—
(2) 低合金鋼1号 (150-12)	0.19	0.115	0.041	4.34	0.32	0.22	0.045	0.016	—	—
(3) ステンレス鋼316種 (652-10)	0.61	1.34	0.330	10.63	16.87	2.07	0.085	—	—	0.20

* 中越技術支援センター

表 2 ICP 測定条件

RF パワー(kW)	1.20
プラズマガス流量(L/min)	12.0
補助ガス流量(L/min)	1.00
ネブライザー流量(L/min)	0.70
試料溶液の送液ポンプ速度(rpm)	12
試料溶液の置換時間(s)	10
測定前の安定化時間(s)	30
測定時間(s)	5*,10
測定の繰返し回数(回)	3
ラジアル測定での測光高さ(mm)	8, 9*
内標準元素	Y**

* ステンレス鋼の Mn,Ni,Cr,Mo に適用

** ステンレス鋼の Si,Mn,Ni,Cr,Mo,Cu,Co に適用

2.5 試料調製方法

試料調製容器に試料 100mg を量り取り，混酸 8ml（内訳：硝酸 2ml，硫酸 2ml，フッ化水素酸 2ml，水 2ml）を加えて密栓後，予め 130°C に調整しておいた乾燥器内で 3 時間静置して試料を溶解した。その後，乾燥器から密閉容器を取り出しドラフトチャンバー内で 1 時間空冷した。空冷後に開栓し，試料の溶解した水溶液を PP 製 100ml メスフラスコに移し入れ，少量の純水で内容器を濯ぎ（3 回繰り返す），純水を加えて定容した。なお，分析試料は 10 試料を調製（n=10）して ICP 分析を行った。

2.6 検量線作成

以下の 2 種類の検量線（濃度単位：mg/L）を作成した。

- (1) 鋳鉄・低合金用：0,5,20,50（全成分共通）
- (2) ステンレス鋼用：0,5,20,50（Si,Mn,P,Mo,Cu）
0,10,50,100（Ni,Co）
0,50,100,200（Cr）

なお，内標準元素の Y は 10mg/L とした。

また，検量線は重み付けの有無を条件に加えて作成した。本研究での各成分の測定波長（nm）を表 3 に示す。

今回，分析成分にケイ素が含まれているため，溶液調製において使用薬品の中にフッ化水

表 3 各成分の測定波長（nm）

成分	波長 1	波長 2
Si	288.158	—
Mn	257.610	293.305*
P	178.222	—
Ni	231.604	221.320**
Cr	267.716	—
Mo	202.032	—
Cu	327.395	—
V	292.401	—
Ti	336.122	—
Co	238.892	—
Y	377.433	—

* 鋳鉄に適用

** 低合金鋼に適用

素酸が必要となり，そのため使用器具は全て樹脂製品とし，標準液の調製では PP 製ホールピペットを使用した。PP 製のホールピペットはガラス製のものとは比べて種類が少なく，当所では 5ml と 10ml の 2 種類のみ所有している。このため，分析成分毎に個別の濃度を設定するよりも可能な限り全成分共通の濃度に設定することを優先させたかったことによる。更に，検量線の濃度範囲を様々な鉄鋼材料へ適用させることも考慮した。

3. 結果と考察

3.1 ICP 分析結果

結果を表 4 a) ～c) に示す。各試料の成分毎に各々の検量線で重み付けの有無を採用することで，10 試料の平均値は鋳鉄・低合金鋼・ステンレス鋼の全てで認証値とほぼ同等な結果が得られ，本研究の試料調製の有効性を確認した。

検量線の濃度領域は 2.6 項のとおりであるが，本研究の試料では成分によって，検量線の低濃度領域での測定の場合（特に P,V など），重み付け無しではマイナスの結果となる場合があった。このようにマイナスとなった場合でも重み付けをすることで検量線の切片がブランク試料

表 4 ICP 分析結果

a) 鑄鉄 1 号 3C(120-1) の場合

成分	認証値 (%)	平均値 (%)	標準偏差 (%)	変動係数 (%)
Si*	1.32	1.356	0.026	1.95
Mn*	0.70	0.697	0.015	2.14
P*	0.053	0.047	0.004	8.34
Ni*	0.12	0.116	0.002	1.95
Cr*	0.28	0.277	0.006	2.23
Mo*	0.007	0.006	0.0001	2.40
Cu*	0.29	0.288	0.007	2.36
V*	0.007	0.006	0.001	11.96
Ti*	0.006	0.006	0.0002	3.46

b) 低合金鋼 1 号(150-12) の場合

成分	認証値 (%)	平均値 (%)	標準偏差 (%)	変動係数 (%)
Si*	0.19	0.189	0.002	1.23
Mn*	0.115	0.111	0.002	1.46
P*	0.041	0.043	0.002	4.44
Ni	4.34	4.313	0.051	1.18
Cr*	0.32	0.314	0.004	1.43
Mo*	0.22	0.212	0.004	1.71
Cu*	0.045	0.043	0.001	1.94
V*	0.016	0.015	0.001	5.06

c) ステンレス鋼 316 種(652-10) の場合

成分	認証値 (%)	平均値 (%)	標準偏差 (%)	変動係数 (%)
Si	0.61	0.599	0.026	4.29
Mn	1.34	1.313	0.021	1.57
P*	0.033	0.025	0.003	12.88
Ni	10.63	10.515	0.231	2.19
Cr	16.87	16.681	0.285	1.71
Mo	2.07	2.010	0.030	1.49
Cu	0.085	0.085	0.002	2.08
Co	0.20	0.190	0.005	2.68

*検量線に重み付けを行った。

表 5 XRF 分析と ICP 分析の比較

成分	鑄鉄		低合金鋼		ステンレス鋼	
	XRF (%)	ICP (%)	XRF (%)	ICP (%)	XRF (%)	ICP (%)
Si	1.56	1.603	0.29	0.303	0.39	0.392
Mn	0.88	0.904	0.72	0.770	1.81	1.829
P	0.056	0.060	0.023	0.022	0.056	0.059
Ni	-	-	0.08	0.096	7.97	8.457
Cr	0.03	0.028	0.97	1.017	17.1	17.84
Mo	-	-	0.18	0.160	0.24	0.239
Cu	0.50	0.504	0.16	0.156	0.17	0.179
V	-	-	0.002	0.002	-	-
Co	-	-	-	-	0.15	0.148

の分析値へ近づくように傾きが修正されたことにより認証値に近い数値を得ることができた。

具体例としては、鑄鉄の Mo (認証値：0.007%) の場合に-0.025% (重み付け無し) に対して 0.006% (重み付け有り) となり、低合金鋼の V (認証値：0.016%) の場合に -0.016% (重み付け無し) に対して 0.015% (重み付け有り) となり、ステンレス鋼の P (認証値：0.033%) の場合に -0.031% (重み付け無し) に対して 0.025% (重み付け有り) となった。

3.2 XRF 分析との比較

汎用鋼種を用いた XRF 分析との比較結果を表 5 に示す。全成分でほぼ同じ数値を確認したが、ステンレス鋼の主成分 (Ni と Cr) は測定条件の再検討 (測光高さや測定時間) が課題となる。

4. 結 言

- (1) 鉄鋼標準試料の ICP 分析について各分析成分の検量線毎に重み付けの有無を考慮に入れた結果、認証値に近い数値が得られた。
- (2) 汎用鋼種による XRF 分析との比較では、全成分でほぼ同等の数値を確認できた。

塑性ひずみを付加したオーステナイト系ステンレス鋼 における加熱に伴うクロム炭化物の析出

齋藤 雄治*

Precipitation of Chromium Carbide by Heating in Austenitic Stainless Steels with Plastic Strain

SAITO Yuji*

1. 緒 言

SUS304 などのオーステナイト系ステンレス鋼を概ね 600~800°Cの範囲に数分~数時間さらすと、結晶粒界にクロム炭化物が析出する、いわゆる鋭敏化が生じる。鋭敏化は耐食性の低下や応力腐食割れの原因となることが知られている。

ここで、この材料に塑性ひずみが生じている場合は、上記の温度範囲より低い温度で鋭敏化が発生したり、結晶粒内にもクロム炭化物が析出する¹⁾。これらは耐食性の低下に直接関係するので重要なことと考えられるが、公開されている情報は少ないようである。

本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 に塑性ひずみを付加後に各温度に加熱処理した試料の金属組織を観察することにより、鋭敏化の程度や結晶粒内のクロム炭化物の析出の状態を調べた。

2. 実 験

表 1 に示す化学成分の冷間圧延ステンレス鋼板 SUS304 から、圧延方向を長手方向にとった JIS B2241 の 13B 号試験片 (厚さ 0.8mm) を作製した。万能材料試験機を用いて、試験片に常温で塑性ひずみ (0%, 15%, 30%) を付加後、試験片の平行部を長さ 2cm に切断して試料とした。これらの試料を電気マuffle炉を用いて各温度 (非加熱, 500, 550, 600, 650 及び 700°C) に 1 時間保持後に空冷の加熱処理を行った。

* 中越技術支援センター

表 1 試験片の化学成分 (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Fe
0.06	0.40	0.98	0.031	0.005	7.9	18.0	0.19	0.64	bal.

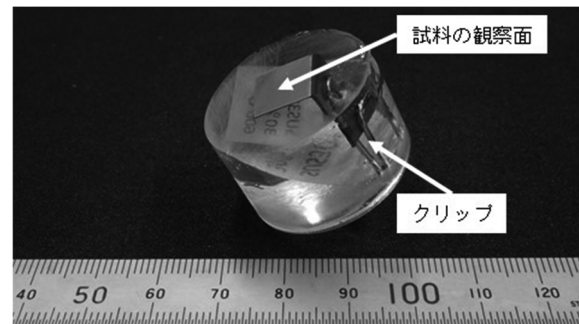


図 1 試験片の樹脂包埋

その後、試料を樹脂包埋し、表面を鏡面研磨および電解腐食 (条件: 10%しゅう酸水溶液中で電流密度 0.6A/cm² で 30s²⁾) して、金属顕微鏡を用いて金属組織を観察した。ここで、電解腐食中の電流密度を安定させるため、観察面以外の金属部分が腐食液に浸らないようにした。その方法は、図 1 に示すように試料を「くの字」に曲げてから電極とするクリップに取り付けて樹脂包埋するものである。なお、非加熱の試料についてはビッカース硬さ試験も行った。

実験で用いた試験機器は次のとおり。

- 成分分析: (株) 堀場製作所製 炭素・硫黄分析装置 EMIA-920V2 及びブルカー・エイエックスエス (株) 製 蛍光 X 線分析装置 S8 TIGER 4kW
- 塑性ひずみ付加: (株) 島津製作所製 万能

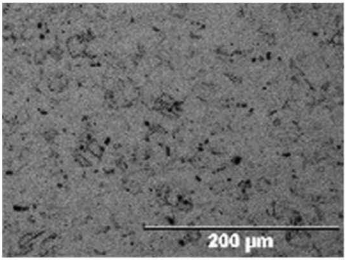
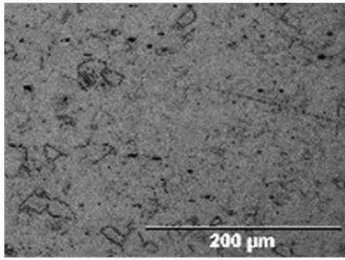
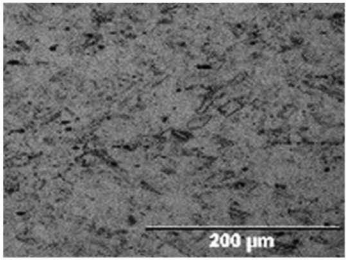
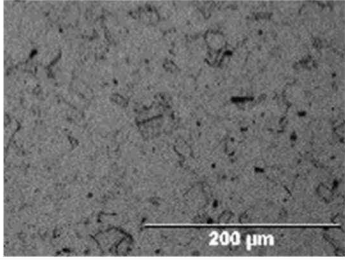
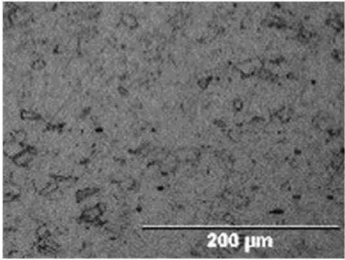
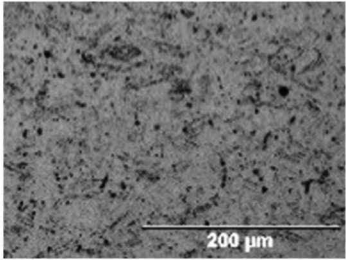
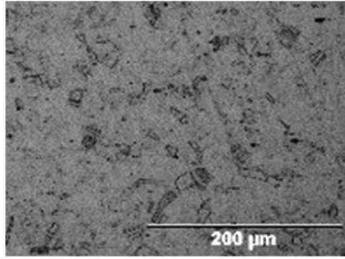
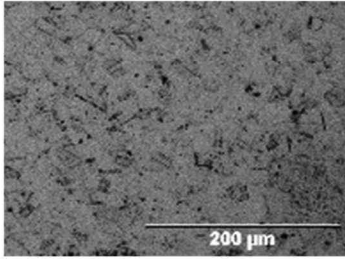
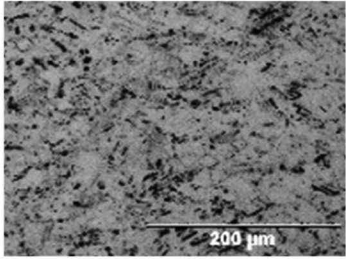
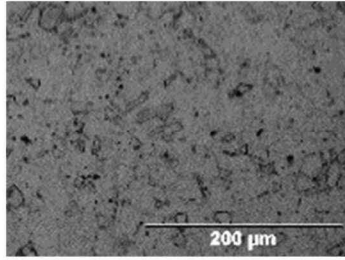
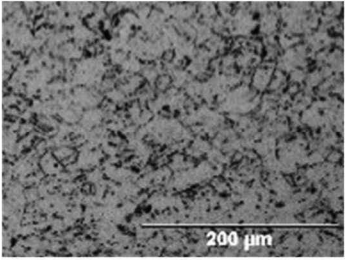
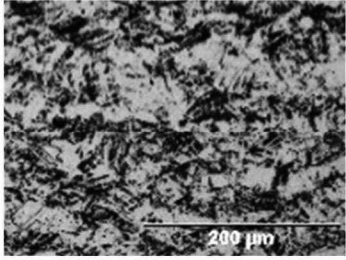
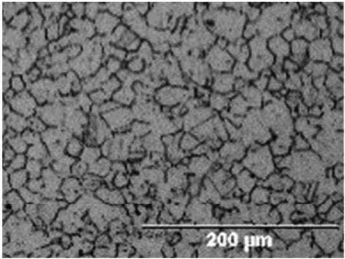
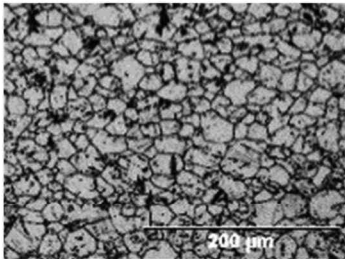
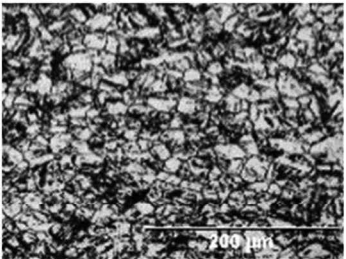
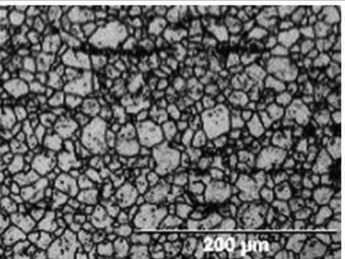
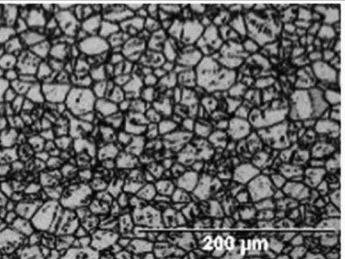
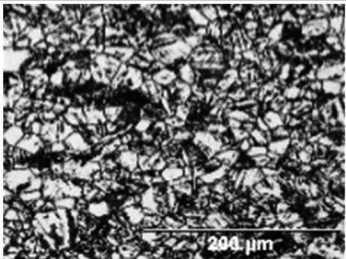
加熱 処理	塑性ひずみの付加量		
	0%	15%	30%
非加熱			
500°Cに 1時間 保持後 空冷			
550°Cに 1時間 保持後 空冷			
600°Cに 1時間 保持後 空冷			
650°Cに 1時間 保持後 空冷			
700°Cに 1時間 保持後 空冷			

図2 非加熱および加熱処理後の試験片の金属組織

表 2 非加熱のビッカース硬さ試験の結果

塑性ひずみの付加量 (%)	ビッカース硬さ (HV0.5)
0	178
15	255
30	298

材料試験機 AG-100KNG-M1

- ・金属組織観察：オリンパス（株）製 金属顕微鏡 BX53MRF-S(D)
- ・加熱処理：ヤマト科学（株）製 電気マuffle炉 F0410
- ・硬さ試験：（株）明石製作所製 マイクロビッカース硬度計 MVK-G2500

3. 実験結果および考察

表 2 に、非加熱の試料に対するビッカース硬さ試験の結果を示す。表 2 より、塑性ひずみの付加量が大きくなるにしたがって硬さ値が高くなっており、加工硬化が大きくなっている。

図 2 に、0%、15%、30%の塑性ひずみの付加後に加熱処理した試料の金属組織を示した。ここで、金属組織の横方向は材料の圧延方向（塑性ひずみの付加方向）である。

非加熱の金属組織については、オーステナイトの結晶粒が認められる。また、15%と 30%の金属組織には結晶粒内に細かい平行線（双晶）も認められる。

500°Cに1時間保持後の金属組織については、非加熱の金属組織と比較すると、0%と15%はほとんど変化していないが、30%は双晶の部位が濃くなっている。このことから、30%では双晶の部位においてクロム炭化物が析出したと考えられる。

550°Cに1時間保持後の金属組織については、500°Cに1時間保持後の金属組織と比較すると、0%と15%はほとんど変化していないが、30%は双晶の部位がより濃くなっている。このことから、30%では双晶の部位においてクロム炭化物の析出量が増加したと考えられる。

600°Cに1時間保持後の金属組織については、550°Cに1時間保持後の金属組織と比較すると、0%はほとんど変化していないが、15%では双晶の部位が濃くなり、30%では双晶の部位がより濃くなっている。このことから、15%では双晶の部位においてクロム炭化物の析出が始まり、30%では双晶の部位においてクロム炭化物の析出量が増加したと考えられる。さらに、15%と30%では一部の結晶粒において粒界が濃くなっていることから、鋭敏化（結晶粒界におけるクロム炭化物の析出）も始まったと考えられる。

650°Cに1時間保持後の金属組織については、600°Cに1時間保持後の金属組織と比較すると、0%にも鋭敏化が認められる。一方、15%および30%では双晶の部位のクロム炭化物の析出量のさらなる増加と、鋭敏化の進行が認められる。

700°Cに1時間保持後の金属組織については、650°Cに1時間保持後の金属組織と比較すると、いずれも鋭敏化の進行および双晶の部位でのクロム炭化物の析出量の増加が認められる。

なお、本報告書の結果は当研究所のホームページにも掲載している³⁾。

4. 結 言

塑性ひずみを付加した SUS304 鋼板の試験片を加熱処理して金属組織を観察した。得られた結果は次のとおり。

- (1) 同じ加熱処理の条件で比較したときに、塑性ひずみの付加量が多いほど、炭化物が多く析出することを確認した。
- (2) 塑性ひずみを付加すると、付加しないときに比べて低い温度で鋭敏化が発生し進行することを確認した。

参考文献

- 1) 秋山・寺崎・米田，“オーステナイト系ステンレス鋼の粒界腐食における鋭敏化現象に及ぼす塑性加工の影響”，日本金属学会誌，第52巻，第11号(1988)，pp.1137-1143.
- 2) 石田制一編，標準顕微鏡組織 第3類 構造用合

金鋼・特殊用途鋼, (株) 山本科学工具研究
社, (2001), pp.14-16.
3) <http://www.iri.pref.niigata.jp/top-ics/R3/3kin4.html>, 塑性ひずみを加えたステン

レス鋼 SUS304 の加熱に伴う炭化物の析出につ
いて「新潟県工業技術総合研究所ホームペー
ジ」, 2022 年 2 月 9 日.

B.F.E.試験における画像処理を利用したコロニー数の計測法

皆川 森夫*

Colony Counting Method Using Image Processing in B.F.E. Testing

MINAGAWA Morio*

1. 緒言

バクテリア飛まつ捕集効率 (Bacterial Filtration Efficiency ;本文中「B.F.E.」と略す) 試験は、黄色ブドウ球菌を含む懸濁液のエアロゾルを6段構成のカスケードインパクト内にセットした寒天培地入りのペトリ皿で捕集し、これを培養することで、コロニー(細菌の集合体)を作り、その数によりマスク等のバクテリア飛まつ捕集効率を求めるものである。

その際、黄色ブドウ球菌のコロニー数は、ペトリ皿1枚あたり多いもので400個以上形成される場合もある。このため目視により逐一、コロニー数を計測するのは、時間と手間を要する作業となっている。

そこで本研究では、画像処理を利用することで、コロニー数を効率的に計測する方法について検討し、B.F.E.試験の省力化を図るものとする。

2. 画像処理による計数プログラムの開発

2.1 画像処理に供するデータ

JIS T 9001²⁰²¹ 医療用及び一般用マスクの性能要件及び試験方法のなかのバクテリア飛まつ捕集効率試験法に準じてB.F.E.試験を行った。

B.F.E.試験は、絹のJIS標準添付白布を試料とし、これを1枚、2枚、3枚積層させた場合について、各々3回ずつ行った。また試料のない状態でのブランク試験は1回のみとした。

試験後、カスケードインパクト各段にセットした寒天培地を培養後、形成したコロニーをデジタルカメラで撮影し、画像処理に供した。形成したコロニーの画像の例を図1に示す。また本研究で画像処理に供する画像データのサイズ(画素数)、またペトリ皿およびコロニーの実寸法と画素数の対応等の仕様に関して表1に示す。

2.2 画像処理法の検討

本研究における画像処理には、無償で利用可能な画像処理ライブラリ Open Source Computer Vision Library (以下「OpenCV」) を利用して、

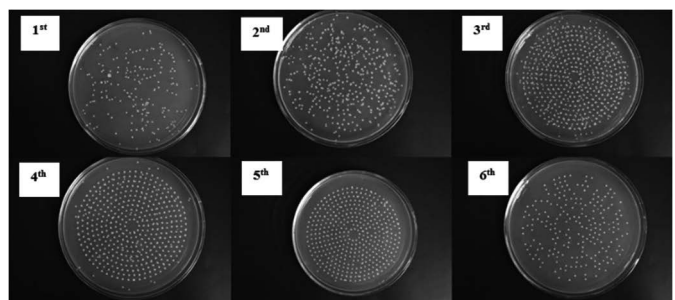


図1 形成した黄色ブドウ球菌コロニー (試料なしの結果)

表1 画像データの仕様

項目	内容
撮像デバイス	デジタル一眼レフカメラ D3500 ((株) Nikon)
original 画像のサイズと階調	・ 4,200×2,800pixel ・ 256 階調
実寸法と画素数の対応	・ ペトリ皿 (φ90mm) : 2,000~2,500 pixel ・ コロニー (約φ1.4mm) : 30~40 pixel

* 素材応用技術支援センター

画像データ内のオブジェクト数（要素数）を数えるための画像処理法を検討し、プログラムを作成した¹⁾。

なお OpenCV による画像処理用プログラムの開発および実行環境には、科学・統計計算用アプリケーションを多くパッケージングしたプラットフォーム Anaconda が提供する統合開発環境 Jupyter Notebook を利用し、プログラムの作成に使用する言語には Python を利用した。

本研究で開発した画像処理の主なフローを図 2 に示す。このなかで 1~7 の各タスクに対応する関数が逐次画像データを処理する。

また画像処理の条件を表 2、実際に画像処理により二値化したデータの実例を図 3 に示す。

3. 結果

3.1 コロニー数の比較

開発したプログラムにより算出したコロニー数と目視で計数したコロニー数、開発したプログラムとトリミング処理を組み合わせた場合の

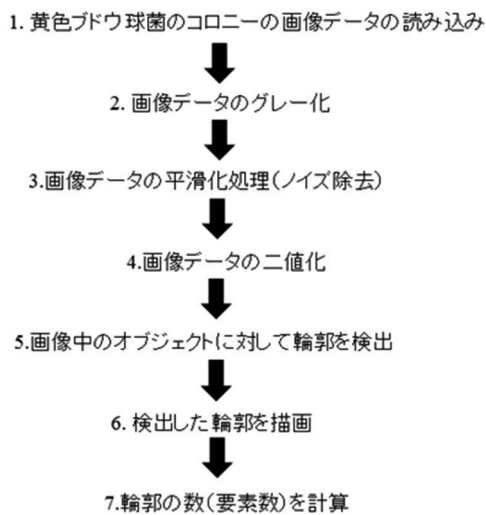


図 2 画像処理のフロー

表 2 画像処理条件

処理	条件
平滑化処理（ノイズ除去）法	・メディアンフィルタ法（重み付けなし） ²⁾ ・カーネルサイズ：39×39
二値化処理の閾値	130

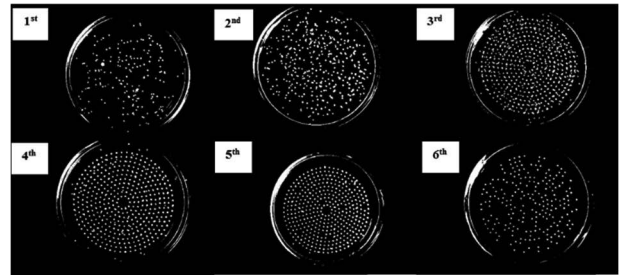


図 3 二値化した黄色ブドウ球菌コロニー（図 1 を画像処理したもの）

コロニー数を表 3 に示す。なお表中で、試料枚数が 0 枚（blank 試験）の場合以外の数値に関しては、各試料につき 3 回ずつ測定した数値の平均値を示す。

今回の画像処理方法では、図 3 でも分かるようにペトリ皿の周縁部の画像データが除去されないため、コロニー数の計算結果に誤差を生ずると考えられる。

そこで前処理として、ペトリ皿の周縁部に関して、画像編集ソフト Adobe Photoshop を利用しフリーハンドでトリミングしたうえで、コロニー数を計算した。その結果、コロニー総数（平均値）は目視に対し 7~41 個の差に収まった。なお画像処理により計算したコロニー数は、平滑化（ノイズ除去）処理におけるカーネルサイズと二値化の閾値によって増減するため、トリミング後の値が目視計測に近づくようにカーネルサイズと閾値を調整した。

表 3 コロニー総数の計測結果（単位：個）

計測法	試料枚数	段 No.						合計
		1 st	2 nd	3 rd	4 th	5 th	6 th	
a. 目視	0	170	323	491	429	395	214	2022
	1	77	195	438	409	381	210	1710
	2	59	170	424	411	380	170	1614
	3	27	63	304	389	323	51	1157
b. 画像処理	0	170	317	509	431	411	225	2063
	1	96	198	451	433	400	229	1807
	2	76	172	418	437	394	187	1684
	3	42	78	307	406	310	65	1208
c. 画像処理 (トリミング)	0	162	301	490	427	398	216	1994
	1	80	185	441	418	383	210	1717
	2	59	165	404	414	378	168	1588
	3	27	63	293	394	289	51	1117

表4 バクテリア飛まつ捕集効率 B.F.E. の比較 (単位:%)

計測法	試料枚数					
	1		2		3	
	B.F.E. (※1)	誤差 (※2)	B.F.E.	誤差	B.F.E.	誤差
a.目視	15.4	-	20.2	-	42.8	-
b.画像処理	11.3	4.2	17.3	3.0	40.7	2.1
c.画像処理 (トリミング)	13.9	1.6	20.3	0.1	44.0	1.2

※1 B.F.E. は各試料につき n=3 で測定した結果の平均値

※2 誤差 = |実測値 - 画像処理による計算値|

3.2 バクテリア飛まつ捕集効率の比較

3.1の結果をもとにバクテリア飛まつ捕集効率 B.F.E.を計算した結果を表4に示す。

なおバクテリア飛まつ捕集効率 B.F.E.は次式による。

$$B.F.E. (%) = \frac{(A - B)}{A} \times 100$$

A: 試料がない場合の黄色ブドウ球菌のコロニー総数

B: 試料がある場合の黄色ブドウ球菌のコロニー総数

その結果、画像処理 (トリミング) で求めた B.F.E.の誤差は、目視の場合に対して 2%以内に収まった。

4. 結 言

(1) B.F.E.試験で必要となる黄色ブドウ球菌のコロニー数を効率的に計測するための画像処

理法に関して検討し、その有用性を確認した。

(2) 改良すべき課題として、照明その他の撮像環境の安定化、トリミングの自動化、画像処理条件の最適化などが挙げられる。

(3) 本研究で開発した画像処理プログラムを利用することで、B.F.E.試験での省力化を期待できる。

参考文献

- 1) http://labs.eecs.tottorui.ac.jp/sd/Member/oyamada/OpenCV/html/py_tutorials.html, OpenCV-Python チュートリアル
- 2) 東北学院大学工学部ロボット開発工学研究室 熊谷 正明, “ロボット博士の基礎からのメカトロニクスセミナー第10回カメラと画像処理の基礎”

V 産学官共創ものづくり推進事業

人工知能技術を用いた CAE 技術に関する調査研究

片山 聡* 中部 昇** 馬場 大輔*** 本田 崇** 櫻井 貴文**** 村木 智彦*****

A Research on CAE Technology Applying the Artificial Intelligence Technology

KATAYAMA Satoshi*, NAKABE Noboru**, BABA Daisuke***, HONDA Takashi**,
SAKURAI Takafumi**** and MURAKI Tomohiko*****

1. 緒 言

CAE(Computer Aided Engineering)は仮想的な実験環境をコンピュータ内に構築し、数値計算(シミュレーション)により加工方法の妥当性や製品性能を検証する技術である。その効果は試作回数の低減など、特に設計開発工程において発揮されるが、近年ではデジタルツインをはじめとする他工程との連携技術により^{1,2)}、製造業におけるデジタルトランスフォーメーション(DX)の推進、特にエンジニアリングチェーンの強化に欠かせない技術となっている。

DX 推進に向けた CAE の活用方法のひとつに、製品形状や材料特性をパラメータとして値を変更しながら計算し、その影響度や最適値を調査するパラメトリックスタディがある。近年では製品の機能や品質に対する要求の高まりにより、大規模なパラメトリックスタディや複数の要求を同時に満たす条件を求める多目的最適化を実施する例が増えている³⁾。これらの計算で出力されるデータ量は膨大であり、パラメータとの関係性も複雑なことから、データ分析に人工知能技術が用いられることが多い^{4,5)}。最適化技術および人工知能技術は、今後の CAE の活用において欠かすことのできない技術であるといえる。

そこで本研究では、各製造分野の CAE ソフトウェアに搭載されている最適化技術や人工知能技術について調査し、DX 推進に向けた CAE の活用方法について検討した。

* 中越技術支援センター

** 下越技術支援センター

*** 上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. CAE ソフトウェアの調査結果

2.1 構造解析ソフトウェア

構造解析ソフトウェアでは、製品の軽量化や応力低減を目的に、製品形状や寸法の最適化が実施される。形状最適化ではトポロジー最適化が、寸法最適化では実験計画法が用いられることが多い^{6,7)}。人工知能技術は、寸法最適化における近似モデル作成(メタモデリング)や最適値の探索に用いられている。

ANSYS 製汎用構造解析ソフトウェア Ansys Mechanical では最適化モジュールとして Ansys DesignXplorer が付属する。このモジュールにはメタモデリングアルゴリズムとしてニューラルネットワークなど 6 種類、最適化アルゴリズムとして多目的遺伝的アルゴリズムなど 7 種類が搭載されている。そのほか、感度解析機能、パラメータ相関解析機能、シックスシグマ解析機能も搭載しており、多角的なデータ分析が可能である。また Ansys Mechanical は同社製プロセス自動化・設計最適化ソリューション Ansys optiSLang、Noesis Solutions 製最適設計支援ツール Optimus、DATADVANCE 製設計空間探索プラットフォーム pSeven など、最適化に特化したソフトウェアと連携することで、逐次実験計画法など、より高度な最適化・データ分析が可能となる。

2.2 樹脂流動解析ソフトウェア

樹脂流動解析ソフトウェアでは、成形後の反り量や保圧時の型締め力の低減を目的に、ゲート位置や成形条件の最適化が実施される。

CoreTech System 製樹脂流動解析ソフトウェア Moldex 3D は、実験計画法を用いたデータ分析・最適化モジュール Expert を有しており、複数の品質要素を対象としたゲート位置および成形条件の最適化が可能である。また ESTECO 製多目的ロバスト設計最適化支援ツール modeFRONTIER と連携したパラメータ同定も可能である。

東レエンジニアリング D ソリューションズ (株) 製樹脂流動解析ソフトウェア 3D TIMON では、(株) くいんと製汎用パラメータ最適化ソフトウェア AMDESS との連携により、ランナーの断面形状やバルブゲートの開閉タイミングをパラメータとした最適化が可能である。また計算設定の共有を目的とした解析データ管理システム DShare、人工知能技術により計算精度の向上および効率化を図る AI TIMON など、CAE における技能伝承に向けたモジュールも用意されている。

2.3 鋳造解析ソフトウェア

鋳造解析ソフトウェアでは、引け巣低減や歩留まり向上を目的に、溶湯温度や押湯位置の最適化が実施される。

(株) 日立産業制御ソリューションズ製鋳造シミュレーションシステム ADSTEFAN では、Optimus および modeFRONTIER との連携により、多目的最適化を実施できる。また人工知能技術を利用した欠陥予測ツール ADPT が搭載されており、実際の鋳造欠陥情報と計算結果を教師データとして作成したデータベースにより、新たな鋳造方法や製品に対する欠陥発生の危険性を予測することが可能である。

2.4 塑性加工解析ソフトウェア

鍛造加工やプレス加工を対象とする塑性加工解析ソフトウェアでは、加工精度の向上や加工工程数の低減を目的に、加工条件や金型形状の最適化が実施される。

Scientific Forming Technologies Corporation 製鍛造解析ソフトウェア DEFORM には実験計画法

モジュール DOE、最適化モジュール OPT が用意されている。また pSeven と連携した計算パラメータ同定も可能である⁸⁾。

Altair Engineering 製プレス成形シミュレーションソフトウェア Altair Inspire Form および同社製複合領域設計性能スタディ・最適化ソフトウェア Altair HyperStudy では、実験計画法要因分析やメタモデリングおよび成形条件の最適化が可能である。また Altair Inspire Form には金型の追加コンセプトを作成し、代替案の評価と最適化を行うダイ形状モジュールも搭載されている。

2.5 材料特性値同定ソフトウェア

CAE において材料データ (材料特性値) の精度は計算結果に大きな影響を及ぼす。材料特性値は各種の評価試験により取得することが一般的であり、これには多大な時間を必要としてきたが、近年では材料の合金成分や代表的な試験データを入力することで材料特性値を予測するソフトウェアが開発されている。

Sente Software 製金属物性値計算ソフトウェア JMatPro は、金属合金の温度、冷却速度、ひずみ速度依存の物理的、熱力学的物性値および機械的物性値を、その化学成分より計算するソフトウェアである。一般鋼、ステンレス鋼、アルミニウム合金、鋳物などに対応しており、鍛造解析ソフトウェア、鋳造解析ソフトウェアヘデータを受け渡すことが可能である。

ESI 製プレス成形解析ソフトウェア PAM-STAMP に搭載されている材料パラメータ予測ツール ESI Mat-Wizard では、 0° 、 45° 、 90° 方向の単軸引張試験データを入力することで、2 軸引張試験や面内反転負荷試験を実施することなく、降伏関数や加工硬化則のパラメータを推定することが可能である。同等の機能を有するソフトウェアとして、EZModeling 製最適材料モデル選定および材料パラメータ同定ツール CalSysSmart、(株) CEM 研究所製降伏関数異方性同定ツール MatYLD、吉田・上森モデル材料パラメータ同定ツール MatPara がある。

3. DX 推進に向けた CAE の活用方法

上述のように、現在市販されている CAE ソフトウェアの多くには、最適化技術や人工知能技術が搭載されている。この流れは中小企業に広く普及している設計者向け CAE ソフトウェアにも展開することが予想され、今後は多くの設計者が最適化技術や人工知能技術を利用するものと考えられる。

CAE の活用においては計算品質を保証する観点から、V&V (Verification & Validation : 検証と妥当性確認)⁹⁾への理解も重要であるが、まずは計算結果の活用を目的とし、最適化技術や人工知能技術の知識や経験を蓄積するというのもひとつの方法である。これらの技術の概要は Orange や RapidMiner などの非プログラミングツールを用いることで、比較的容易に学ぶことができる。現在 CAE ソフトウェアを所有していない企業においてもこれらのツールを活用することで、今後の CAE 活用および DX 推進に役立つものと考えられる。

なお、本報告書に記載した Ansys Mechanical, pSeven, Moldex 3D, DEFORM, ADSTEFAN, ESI Mat-Wizard は本年度当所に導入されており、今後はこれらを用いた企業支援、共同研究、受託研究を実施するとともに、データ分析技術に関する調査研究も開始する予定となっている。

4. 結 言

- (1) 現在市販されている CAE ソフトウェアの多くには、最適化技術や人工知能技術が搭載されている。
- (2) 人工知能技術はメタモデリングや最適値の自動探索、過去の計算データからの結果予測に用いられている。

- (3) DX 推進に向け、計算結果の分析技術に対する知識と経験を蓄積していくことが重要であると考えられる。

参考文献

- 1) 白瀬敬一, “デジタルツインの捉え方—シミュレーションからデジタルツインへ—”, 日本機械学会誌, 124 巻, 1231 号, 2021, pp.6-9.
- 2) 工藤弘行, “水素社会実現のためのプラント運転管理・点検技術の開発”, 福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 2020, pp.1-8.
- 3) 小平剛央, “大規模並列計算を用いた複数の車体構造の同時設計最適化”, 日本機械学会誌, 119 巻, 1169 号, 2016, p.222.
- 4) 横井俊昭, “CAE と機械学習による設計最適化に向けた取り組み”, 計算力学講演会講演論文集, 2018, p.163.
- 5) 平野徹, “CAE と AI の融合によるデジタルツイン開発とスマートサービスのモデル化”, 計算力学講演会講演論文集, 2019, p.F01-1.
- 6) 奥村克博, “トポロジー・形状最適化による軽量構造の設計手法の開発”, 福岡県工業技術センター研究報告, 30 号, 2020, pp.53-56.
- 7) 満嶋弘二, “モデルベース開発のための CAE 活用法”, KYB 技報, 62 号, 2021, pp.42-45.
- 8) 吉田佳典, “機械学習に基づく最適化手法を用いた金型—素材接触界面における摩擦係数および熱伝達係数の同時自動同定”, 塑性加工春季講演会講演論文集, 2021, pp.169-170.
- 9) 前田太一, “CAE 解析手順の標準化手法の開発”, 設計工学, 53 巻, 8 号, 2018, pp.615-626.

合金マトリックス粒子分散複合材の高機能化に関する調査研究

中川 昌幸* 天城 裕子** 森田 渉*** 樋口 智**

近 正道**** 岡田 英樹* 福田 拓哉*****

Report on Improving Functionality of Alloy Matrix Composites of Particle Dispersions

NAKAGAWA Masayuki*, AMAKI Yuko**, MORITA Wataru***, HIGUCHI Satoru**,

CHIKA Masamichi****, OKADA Hideki* and FUKUDA Takuya*****

1. 結 言

超ハイテン材やアモルファス合金など高強度材加工には超硬合金を超える硬さや耐摩耗性を持つ高耐久性の金型が求められている。超硬合金においては硬質相であるカーバイドの微粒子化や結合相である Co や Ni 等金属含有量を減らすことにより、高硬度化を図ることが可能である一方、硬くなるほど脆くなり、高耐久性金型の課題となっている。

さらに硬いダイヤモンド焼結体(PCD)の打ち抜き金型への適用も一部試みられているものの欠けやチッピングが課題となっており、硬さと靱性を兼ね備えた高耐久性金型が求められている。

超硬合金や PCD は粒子状の硬質相と Co, Ni などの金属の結合相から成る複合材料である。このような微細構造をもつ材料における破壊は主に強度の低い金属相の破壊が支配的となる。すなわち、このような材料の強化法のひとつとして Co, Ni など結合金属相の合金化による強化が考えられる。本調査研究ではこのような微細構造を持つ複合材を合金マトリックス複合材とし、高耐久性金型への適用可能性について調査検討を行った。このような複合材においては、(1)合金の高機能化(高強度化)、(2)分散粒子

と合金マトリックス界面の親和性が主な課題になると考えられるが、R3 年度は(1)合金の高機能化(高強度化)法について、Ni-W 合金を対象とし、メカニカルアロイング¹⁾(以下 MA)と放電プラズマ焼結(以下 SPS)によるプロセスを検討した。MA は強ひずみ加工のひとつである。ひずみの付与法により ECAP²⁾, ARB³⁾などのプロセスがあり、いずれも強加工と動的再結晶による結晶の微細化の効果による材料強化法である。MA は例えば遊星回転型ボールミルを用い、粉碎、圧延、積層、粉碎を繰り返すことにより結晶を微細化させる処理である。得られた粉末の焼結法としては、その微細構造を維持して粗大化や反応を抑制できる放電プラズマ焼結⁴⁾(SPS)との組み合わせにより高強度化が可能なのではないかと考えられる。

2. MA による金属粉末の混練処理と SPS (MA-SPS 法) の検討

2.1 遊星回転型ボールミルを用いた MA

(株)高純度化学研究所製金属粉末 Ni (粒径 2~3 μm) および W (粒径 150 μm 以下) を用いた。混合比は重量比で 2 : 3 となるよう秤量し、超硬合金球あるいは鋼球とともにタングステンカーバイド製の容器に入れ、遊星回転型ボールミルを用い、MA を行った。使用した装置はフリッチュ ジャパン (株) 製 Planetary Micromill Pulverisette7 である。それぞれ処理条件の異なるサンプルを用意し、MA による効果を比較、評価した。比較した MA 処理条件を表 1 に示す。

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

*** 素材応用技術支援センター

**** 県央技術支援センター

***** 上越技術支援センター

表 1 サンプルおよび MA 処理条件

サンプル名	サンプル量 (g)			ボール種	ボール重量 (g)	回転速度 (rpm)	時間 (min)
	W	Ni	計				
ブランク	1.8	1.2	3	---	---	400	15
A	1.8	1.2	3	φ12(Steel)×6	66	560	15
B	1.8	1.2	3	φ12(WC)×6	150	560	15
C	1.8	1.2	3	φ12(WC)×6	150	560	30

各粉末サンプルは、XRD プロファイル測定、粉末の断面 SEM 観察により評価した。

2.2 放電プラズマ焼結 (SPS)

各サンプルに対し、MA 処理したのち SPS を行った。使用した装置は、(株)シンターランド製 LABOX-650F である。焼結体の寸法はおよそ $\phi 15 \times h 5 \text{mm}$ 程度になるよう $\phi 15$ の黒鉛の型に 9g 程度の混合粉末を封入し、SPS に供した。

SPS 焼結条件は以下のとおりである。初期加圧 10MPa を付与し、600°C まで 6min で昇温した後 900°C まで 15°C/min 程度で昇温した。900°C、40MPa で 25min 保持したのち、1000°C まで 10°C/min で加熱、20MPa で加圧した。その後 1000°C、20MPa で 60min 保持したのち液相温度付近の 1100°C 程度まで加熱し、除荷後、炉内で自然冷却した。

焼結体評価として、SEM 観察、EDS 分析、XRD プロファイル測定、マイクロビッカース硬さ測定を行った。

3. 実験結果

3.1 MA による混合粉末の微細構造

表 1 に示した 4 種類の粉末 (ブランク, A, B, C) の断面 SEM 観察 (反射電子像) を図 1(a) ~ (d) にそれぞれ示す。組成の違いから明瞭に白とグレーのコントラストの領域から成り、それぞれ W, Ni の分布を示している。また、MA 粉末は樹脂包埋後断面研磨したため、粉体周辺の黒いコントラスト部が樹脂の領域である。

ブランクにおいて、比較的大きな W 粒子と数 μm 程度の Ni 粒子が見られる。ブランクはボールを入れずに処理したため、原料粉末粒子が塑

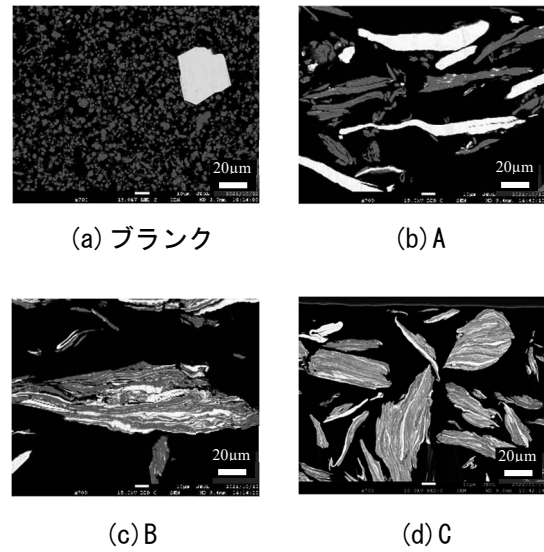


図 1 粉末の断面 SEM 観察 (反射電子像)

性加工を受けずに攪拌されたと考えられる。A と B では、ボール種 (重量) 以外の MA 処理条件は同一で、B は超硬合金製、A は鋼製のボールを用いており、ボール重量は B は A の 2.3 倍程度であることから加工度が大きいと考えられる。A は W, Ni とともに平たく圧延されたような形状となっているが、B は W, Ni の各層がさらに薄く圧延、積層されて、複合化された粒径が大きくなっていることが分かる。これは MA によって圧延と積層接合が繰り返され粒径が大きくなったと考えられる。

C は B と同一 MA 処理条件で処理時間を 15min から 30min と 2 倍処理したものであり、B よりもさらに加工度が大きい。C の断面観察では B の積層状態よりさらに緻密な微細構造になっていることが見てとれる。また、複合化された粒が破壊され、粒径が小さくなっていることが分かる。このように MA により破碎、圧延、積層接合などの塑性変形の進行により、混合粉末の微細構造がその程度に応じて変化したと考えられる。

3.2 MA された混合粉末の XRD プロファイル測定

図 2 に各サンプルの XRD プロファイルを示す。

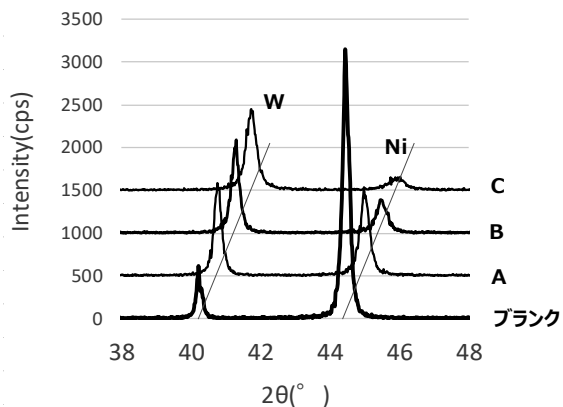


図2 各サンプルのXRD プロファイル

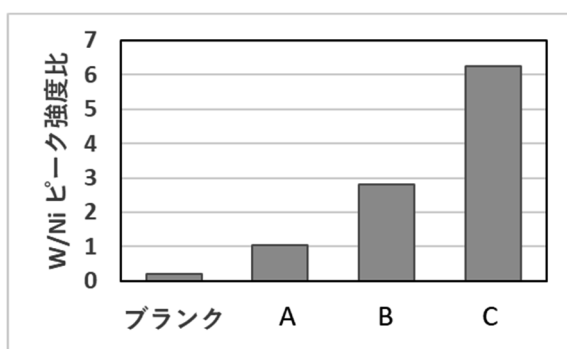


図3 各サンプルのW/Ni ピーク強度比

2040° 付近のピークは W, 44° 付近のピークは Ni のピークである。MA による加工度は前述のとおり $A < B < C$ である。Blank は攪拌されたのみではほぼ塑性加工を受けていないと考えられる。各サンプルの W と Ni のピーク強度を比較すると Blank では Ni のピークが非常に強くなっているが、A, B, C と加工度が大きくなるにつれて、W ピークが大きくなり、Ni ピークが小さくなっている。この W ピークと Ni ピークの強度比の比較を図 3 に示す。MA による加工度と W と Ni のピーク強度比は正の相関があることが分かる。W は原料粉末では 150 μm 程度の粒径であり粉末表面における回折が支配的であると考えられるが、加工により粒度が小さくなることで回折に寄与する体積が増大するためピーク強度が大きくなると考えられる。一方、Ni は原料粉末の状態では 2~3 μm と非常に小

さいが、加工により塑性流動し結晶性が下がったため、回折強度が低下したのではないかと考えられる。

3.3 MA された混合粉末の SPS 焼結体

各サンプルを SPS により焼結した焼結体の EDS 面分析結果を図 4 (a) ~ (d) にそれぞれ示す。MA された粉末断面と同様、加工度が大きくなるにつれて、組織が微細になっていることが分かる、B と C では粉末断面で見られた圧延、積層、接合から成る微細構造が SPS 焼結体でも維持されていることが見てとれる。図 5 にサンプル C の断面における Ni, W の EDS 面分析結果を示す。SPS 焼結体は図 5 中に示すよう

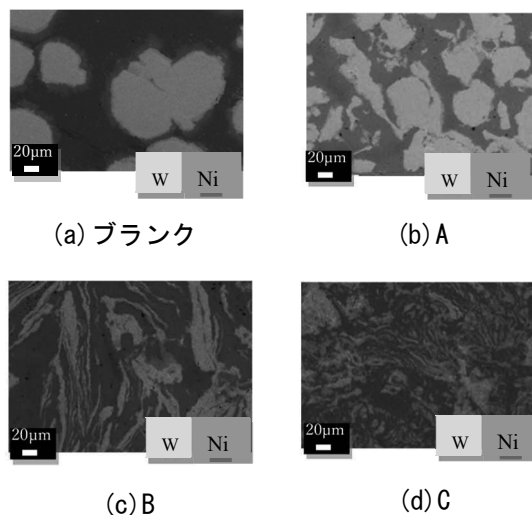


図4 SPS 焼結体の断面 EDS 面分析

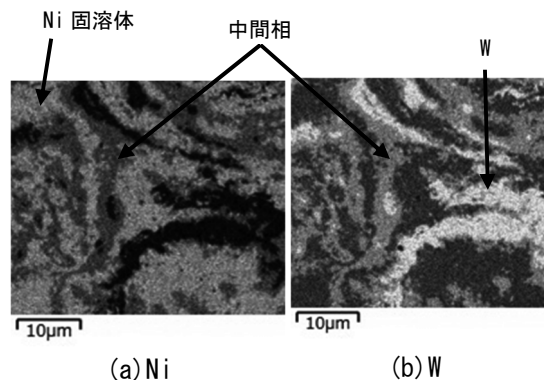


図5 SPS 焼結体 (サンプル C) の断面 EDS 面分析

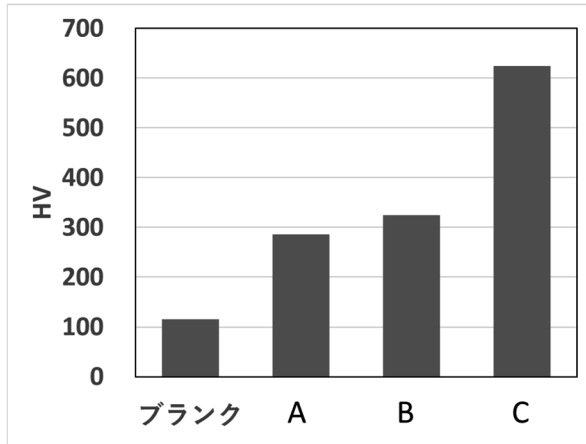


図 6 SPS 焼結体のビッカース硬さ

に Ni 固溶体 (Ni リッチ領域) 中に W (W リッチ領域) が分散し、その界面に Ni, W から成る中間層が生じていることが分かった。

図 6 に SPS 焼結体のビッカース硬さ試験の結果を示す。MA の加工度が大きいほど硬くなった。ブランクの焼結体硬さが 115HV だったのに対し、C では 625HV に達した。

4. 結 言

(1) Ni, W 混合粉末を MA 処理することにより、圧延、積層接合、破碎等の塑性加工が繰り返され、微細な Ni, W の積層構造をもつ複合粉体が得られた。

(2) MA を行い、塑性変形が進行することにより、複合積層構造が微細化していく過程で W/Ni の XRD ピーク比が増大していくことが分かった。XRD プロファイルにより MA の進行度が評価できると考えられる。

(3) MA で生成した微細構造は固相焼結である SPS 後も維持された。また MA 処理による加工度が大きいほど組織が微細化し、硬い焼結体が得られた。MA-SPS により、Ni-W 合金の微細構造制御が可能であり、機械的性質向上が期待できると考えられる。

参考文献

- 1) 荻野, “メカニカルアロイング法による新材料の作製”, 溶接学会誌, Vol.29 No.12, 1992, pp.906-911.
- 2) 堀田, “ECAP 加工による微細粒組織の形成”, 溶接学会誌, Vol.74, No.2, 2005, pp.88-91.
- 3) 紙川ら, “ARB による加工後焼鈍された極低炭素 IF 鋼の組織と機械的性質に及ぼすひずみ量の影響”, 鉄と鋼, vol.89, No.2, 2003, pp.273-280.
- 4) <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」2022年3月30日

最新繊維技術の活用に関する調査研究

明歩谷 英樹* 三村 和弘* 古畑 雅弘* 森田 渉* 皆川 森夫* 笠原 勝次** 渋谷 恵太***

Research on Utilization of the Latest Textile Technology

MYOUBUDANI Hideki*, MIMURA Kazuhiro*, FURUHATA Masahiro*, MORITA Wataru*,
MINAGAWA Morio*, KASAHARA Katsuji** and SHIBUYA Keita***

1. 緒 言

県内製造業の競争力向上につながる新たな繊維材料や加工技術を探索するため、最新繊維技術の動向や県内繊維産地が培ってきた技術を調査する。また、県内繊維産地の技術を新たな産業分野に展開するための用途開発についても検討を行う。

令和2年度に当センターに導入した高強度繊維織機やホールガーメント装置などの有効活用を図るため、機器説明会を開催するとともに、高強度繊維を用いた織物や導電性繊維を編みこんだニットの試作に取り組み、技術蓄積と啓蒙普及を行った。



図1 個別機器説明会

2. 個別機器説明会・講演会

2.1 個別機器説明会

高強度繊維織機、ホールガーメント装置など新規導入機器6台をはじめ、当センター保有機器を体験してもらう説明会(図1)を実施したところ、3社12名の参加があった。参加者からは今後の新規導入機器の利用方法や使用時に必要な手順などの質問が多くあがった。その後1年間を通して新規導入機器を見学した人数は53社101名となった。

2.2 最新繊維技術セミナー

最新の繊維機械の動向について、業界のトップランナーである2社の方から講演いただいた。

【日時】令和4年1月26日(水)13:00～

【内容】

- ①「最新繊維技術に関する調査研究」
素材応用技術支援センター 明歩谷 英樹
- ②「高強度繊維とその製織技術」
(株)トヨシマビジネスシステム
杉山 俊輔 氏
- ③「最新ニット技術と島精機製作所の戦略」
(株)島精機製作所 撫養 祥幸 氏

講演後の質疑においては、「炭素繊維のユーザーとの接点をどのように開拓したらよいのか?」、「ホールガーメント装置での産業資材分野への成功事例は?」など活発な意見交換がなされた。10社18名の参加があった。

* 素材応用技術支援センター

** 研究開発センター

*** (公財)にいがた産業創造機構



図 2 hamon ウエア

2.3 先進地、展示会調査

2.3.1 ミツフジ（株）視察

ナイロンフィラメントに銀めっきを施した導電性繊維「AGposs」の製造をはじめ、ウェアラブルデバイス「hamon」（図 2）などを展開する先進的取り組みを行っているミツフジ（株）福島工場（福島県伊達郡川俣町）を視察した。「hamon」を活用して心拍の揺らぎをモニターすることで、ストレスの状況が見える化するシステムを開発中である。ウェアの耐洗濯性は通常洗濯で 100 回に耐えることが確認できている。さらに、ウェアラブルデバイスの開発については、川俣町と連携しウェアの着用モニターを募り、より多くのデータ収集を実施している。

2.3.2 JBKS 調査

全国のニット関連企業が出展している国内最大のニット展示会「JBKS : Japan Best Knit Selection」を調査した。五泉ニット工業協同組合、見附ニット工業協同組合が組合としてブースを設け国内外のバイヤーやデザイナーに向けて、インターシャ編み技術や縫製技術、モンゴルカシミア素材を PR していた。従来のアパレルや百貨店からの OEM 生産とは異なり、メーカーからの提案や共同開発での新商品開発に力を入れていく方式に転換を図っている。ますま

すメーカーの技術力向上が求められていることが確認できた。

2.4 試作開発

2.4.1 高強度繊維織機の活用

高強度繊維織機は炭素繊維、アラミド繊維などの高強度繊維やフラットヤーンの織物を少量の繊維で製織することが可能な小型見本織機である。一般に高強度繊維は形状が扁平のものが多く、糸が撚れたり捻れたりすると意匠性が低下することから、本織機ではこれを防ぐために、たて糸、よこ糸の供給は転がし方式を採用し、センサーにより張力を一定に制御することで高品質の高強度繊維織物を作製することが可能である。加えて一般の織機より小幅(500mm)のため、少ない糸量、省スペースで製織可能で、整経も大型のクリール（準備装置）やドラムを必要としないため、作業も大幅に省力化が可能となっている。この織機を用いて、炭素繊維、扁平糸の試織を実施した。

2.4.1.1 炭素繊維の製織

炭素繊維 3K（3,000 本のフィラメントでできた糸）を用いて織物組織（平、綾、縹子等）や密度条件を変えて製織試験を行い、その表面の意匠性の評価を行った。作製した炭素繊維織物の一例を図 3 に示す。炭素繊維 100%で組織柄を部分的に替えた高強度織物を製織することが

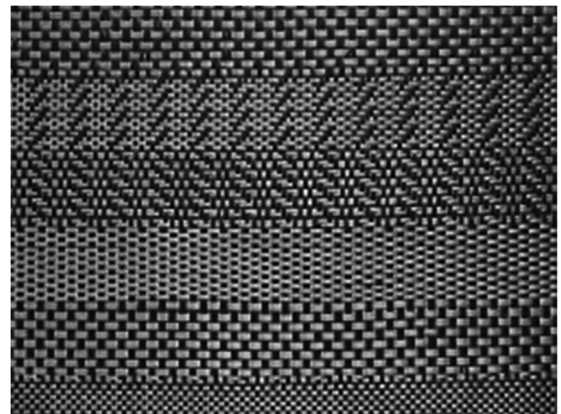


図 3 炭素繊維織物



図4 導電性繊維を入れたプルオーバー

できた。組織や密度の変更はパソコン上で容易に変更が可能で、操作性は良い。よこ糸は必要な糸量を送り出すため、張力が少なく、織上りがきれいに仕上がる。

2.4.2 ホールガーメント装置の活用

ニット業界においては裁断や縫製を行わずセーター丸ごとを製編できるホールガーメント技術が登場して、一つの技術分野が新しく確立されたといわれている。当センターではホールガーメントを製造するホールガーメント装置と、その制御データ作成のためのシステムを導入し、技術蓄積と用途開発調査を行っている。

今回、ホールガーメント装置を活用し今後参入の可能性が期待されるウェアラブルデバイスの実現に向けた試作に取り組んだ。図4に示すようなプルオーバーで手から腕の部分に地の糸（今回はウールを使用）とは異なる導電性繊維を縦に入れる構造のニットとした。この試作のために作成したニットCADデータを図5に示



図5 ニットCADデータ

す。このデータ作成においても、糸を運ぶキャリアの位置や干渉の発生防止、度目条件、糸の張力など様々な要因を配慮した上で取り組む必要があることがわかった。今回は腕のみに電極を入れるデータ作成であったが、よりウェアラブルデバイスを想像できる複雑な電極を配置したニット試作に取り組んでいきたい。

3. 結 言

- (1) 導入された新規繊維設備についての個別機器説明会を開催し、多くの県内企業へ情報提供することができた。
- (2) 最新繊維技術活用セミナーを開催し、炭素繊維の製織技術、ホールガーメント装置の活用事例について、情報交換を行った。
- (3) 高強度織機を活用した炭素繊維及び扁平糸の試織を行い、活用可能性や用途開発について調査した。
- (4) ホールガーメント装置を活用し、ウェアラブルデバイスの実現に向けた試作を行った。

次世代切削加工に関する調査研究

田村 信* 石川 淳** 菅野 明宏** 大川原 真*** 福田 拓哉****

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

TAMURA Makoto*, ISHIKAWA Atsushi**, KANNO Akihiro**,
OKAWARA Makoto*** and FUKUDA Takuya****

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ることで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、これらの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、CMC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について検討した。

2. CMCの動向調査

2.1 CMCの概要

CMCは母材(マトリックス)にセラミックスを用い、短繊維や長繊維セラミックスなどの強

化材料を複合させた材料である。繊維やマトリックスの微小な破壊領域では脆性的な挙動を示すものの、含有した繊維によりクラックの進展が抑制されるため、材料全体としてはセラミックス材料で問題となる脆性的な破壊を防止できることが特徴である。この材料は1000°C以上の耐熱性を持ち、耐熱合金の代表であるニッケル基耐熱合金に比べて比重が1/4と軽量であり、さらに釘が刺さるほどの破壊靱性を持っており、その特徴から航空機をはじめ発電、自動車、エネルギー関連などの幅広い産業で利用拡大が期待され、一部では実用化が始まっている。

2.2 CMCの市場動向

SiC/SiC(A/Bの記述はAが繊維の種類を示し、Bがマトリックスの種類を示す)は、1990年代より軍用機部品として使用されてきたが、2014年には民間航空機エンジン部品に初めて採用された。この材料は次世代耐熱材料としてCMCの中で最も注目を集めており、今後、航空機分野において、適用範囲の拡大が計画されているほか、さらなる高温への対応に向けた材料開発が各国で活発に進められている。

C/SiCは、航空機用や自動車用ブレーキディスクなどの耐摩耗材料やロケット部品などに使用されている。自動車用ブレーキディスクは、ヨーロッパでは適用事例が増加しており、使用量の増加によりコストが低減し、適用範囲が拡大すると期待されている。

このほかにも熱処理炉部材や産業装置部材に使用されるなど、使用実績が豊富なC/Cなどが

* 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

**** 上越技術支援センター

ある。

このような背景から CMC の市場は拡大を続けており、市場規模は 2021 年の 88 億ドルから、2031 年には約 3 倍の 250 億ドルに達すると予測されている¹⁾。

2.3 CMC に対する加工

多くの CMC 製部材は表面の 1~2mm 程度の余肉を除去して製品面とする必要がある。

CMC は材料を構成している繊維およびマトリックスが高硬度であること、また、不均一な構造であることから、切削や研削による除去加工が難しく、加工能率や工具寿命などの点で課題を有していることが指摘されている²⁾。現状、CMC の加工では、ダイヤモンド電着工具などのダイヤモンド砥粒を用いた工具が使われているが、加工能率の向上が課題となっている。また、曲面を有している部材も多くあり、三次元形状に対応した加工技術が求められている。

2.4 ダイヤモンドコーティングの動向

CMC の加工にダイヤモンドコーティングエンドミルが適用できれば加工能率の大幅な向上が期待できる。

ダイヤモンドコーティングは国内の複数の企業が開発を進めており、ダイヤモンド粒径、多層構造、切れ刃形状などを特徴としたコーティングが提案されている。また、ダイヤモンドは 600℃程度で、質量の減少を伴い酸化することが知られており³⁾、耐熱性の改善のために特殊な製法により酸化開始温度を 700℃まで高めたコーティングなども提案されている。

3. CMC の切削加工試験

ダイヤモンドコーティングラジラスエンドミルを用いた切削加工試験を行った。被削材には(株)超高温材料研究センターが製造するチラノヘックス (SiC/SiO₂) を用いた。この材料は SiO₂ を被覆した SiC 繊維を重ねてホットプレス成形した複合材料で、高温強度に優れ、高い破

壊靱性を有するなど、SiC/SiC と同程度の機械特性を有している。

加工試験方法を図 1、加工条件を表 1 に示す。試験では図 2 に示した垂直方向繊維と水平方向繊維が混在している面に対して 1 方向切削にて 5 面の加工を行い、工具の損傷状況について観察した。

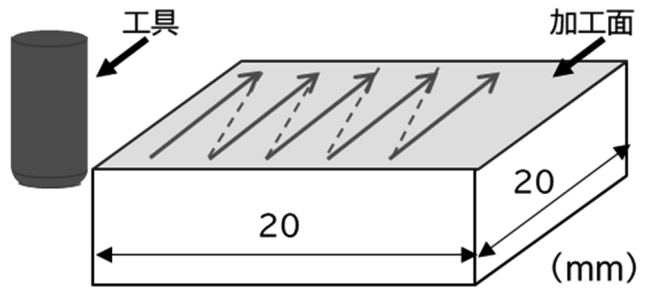


図 1 加工試験方法

表 1 加工条件

工具	ダイヤモンドコーティング ラジラスエンドミル 直径4mm, コーナーR1mm, 2枚刃
回転速度 min ⁻¹	20000
送り速度 mm/min	3200 (一刃送り0.08mm/刃)
軸方向切り込み mm	0.5
径方向切込み mm	0.2
使用機械	静岡鐵工所製NCフライス盤SMV-520
クーラント	水溶性潤滑剤10倍希釈

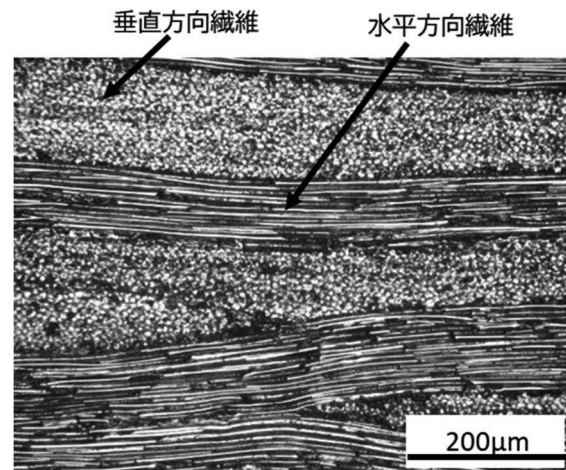
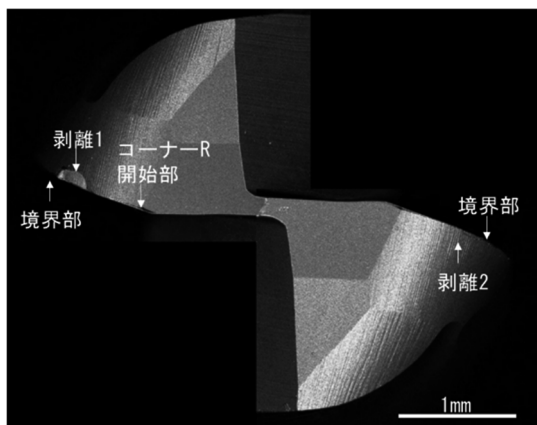
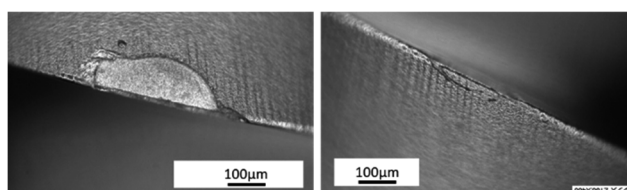


図 2 加工面の組織



(a) 工具全体



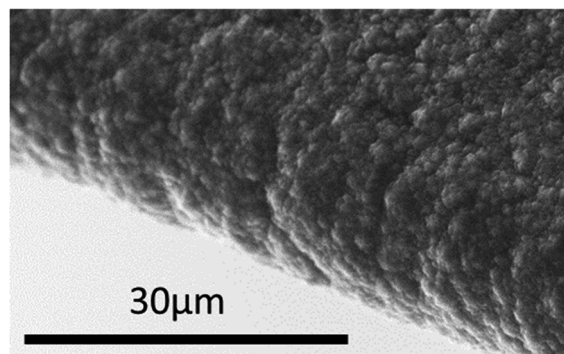
(b) 剥離1

(c) 剥離2

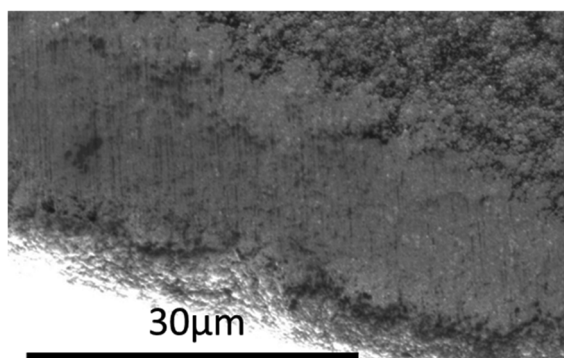
図3 工具観察結果（マイクロスコープ）

図3にマイクロスコープによる工具観察結果を示す。切れ刃の切り込み境界部近傍にはコーティングの剥離が観察された。図4に示した電子顕微鏡による観察では、コーナーR開始部の切れ刃の摩耗は、擦過による摩耗と考えられるが、境界部の切れ刃には凹凸および穴が観察され、擦過摩耗とは明らかに異なる損傷を受けていることがわかる。本試験条件ではコーナーR開始部の切削速度は100m/minであるのに対して、境界部では2倍以上の230m/minとなっており、境界部の加工点温度はコーナーR開始部に比べて高いため、切れ刃は酸化により損傷したものと考えられる。

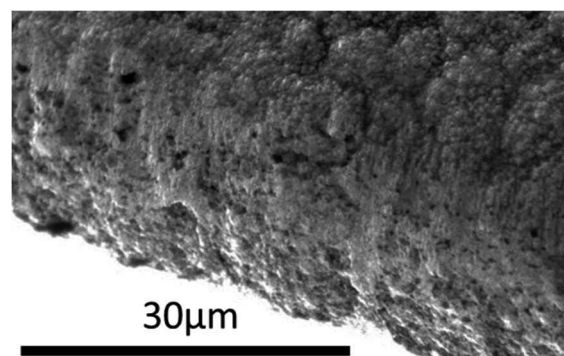
以上より、ダイヤモンドコーティングエンドミルを用いて加工できる可能性があるものの、コーティングの剥離や酸化による切れ刃の損傷が懸念されるため、コーティングについては耐剥離性と耐摩耗性の改善が望まれる。また、加工点の温度に留意した適切な加工条件設定が必要である。



(a) 未使用時の切れ刃



(b) コーナーR 開始部



(c) 境界部

図4 工具観察結果（電子顕微鏡）

4. 結 言

(1) CMC は耐熱材料として期待され、市場拡大が続いている。一方、CMC に対する加工では、加工能率向上が課題となっており、三次元形状の加工に対応した加工技術が求められている。

(2) ダイヤモンドコーティングラジアスエンドミルによるチラノヘックスの切削加工試験を実施し、工具摩耗特性について把握した。

参考文献

1) <https://prtimes.jp/main/html/rd/p/000000295.000071640.html>

2) 古本 達明ほか, ”軸付砥石によるセラミックス複合材料の研削加工”, 砥粒加工学会誌, Vol.58, No.6, 2014, pp. 24-29.

3) 飯島 昇ほか, ”焼結ダイヤモンド工具の切削性能と摩耗機構 (第2報)”, 精密機械, 50巻, 9号, 1984, pp. 125-130.

企業向けエンジニアリング DX に関する調査研究

石井 啓貴* 星野 公明** 天城 裕子*** 木嶋 祐太*** 大野 宏***

Research Report on Engineering Digital transformation for enterprises

ISHII Hirotaka*, HOSHINO Kimiaki**, AMAKI Yuko***, KIJIMA Yuta*** and OHNO Hiroshi***

1. 緒 言

製造業の生産性向上を図るためには、デジタルトランスフォーメーション(DX)の推進は極めて重要であり、DXの推進には、重要基盤技術であるAI・IoT、ロボット技術などの積極的な活用が不可欠である¹⁾。また、製品製造のマスカスタマイゼーション化などから、設計・開発部門への負荷が増大しており、特に今後製造業が目指すべきものづくり力の向上を実現するには、「エンジニアリングチェーン」の強化が極めて重要であると指摘されている²⁾。

一方で、「エンジニアリングチェーン」は、デジタル化対応の遅れなどにより、作業工程間の連携不足や、上流の開発・設計工程の状況変化が下流の生産・製造部門へ反映されにくい、などの課題が指摘されている³⁾。

製造業の生産現場にはこれらの課題がある一方で、AI・IoTといった最新のデジタル技術の進歩や、「ノーコード/ローコード」ツールの普及により、エンドユーザーによるシステム開発が進展し、「エンジニアリングチェーン」の強化につながり、製造業の生産性向上をもたらす可能性が生まれてきている。

本調査事業では、製造業におけるDXの推進を図るためセミナーなどの開催や、製造現場への技術展開を図るための各種の試行実験を行ったので、報告する。

2. 普及活動

製造業におけるDXの啓蒙普及を図るため、事例や関連技術を紹介するセミナーを開催した。

* 中越技術支援センター

** 企画管理室

*** 下越技術支援センター

(1) 導入紹介セミナー

○「カワイ精工におけるDX事例紹介」

〔講師〕(株)カワイ精工 専務取締役
川合 忠実 氏

○「製造業のDX化に使える!AWS(Amazon Web Services)の各種サービス紹介と活用方法」

〔講師〕クラスメソッド(株) データアナリティクス 事業本部 笠原 宏 氏

(2) サイバーセキュリティセミナー

○「DX時代に求められるサイバーセキュリティ対策」

〔講師〕(株)ITスクエア 営業本部
マーケティング開発課長 齊藤 雅之 氏

○「中小企業の情報セキュリティ対策ガイドライン」について

〔講師〕下越技術支援センター 参事
大野 宏

3. 試行実験について

3.1 Pythonを使った製造業向けサンプルアプリケーションの作成

製造業におけるDX推進の課題として、ユーザー企業でのIT技術の利活用があげられる。ITを活用するためにはある程度の知識習得が必要である。ITに関するエンジニアが豊富なIT企業とは違い、エンジニアが少ないユーザー企業ではある程度簡単に使いこなせることが求められる。ここでは、開発の容易さや拡張性などの観点から、ユーザー企業がIT技術を円滑に導入するためにはPythonの活用が有効と考え、現場で

の活用を見据えたサンプルアプリケーションを作成した。

今回のサンプルアプリケーションの特徴は2つで、ユーザーインターフェースのWeb化とデータベースシステム(DBS)の活用である。特にWeb化については、タブレット端末などの活用やインストールレスで導入できるので、複数の作業者が活用する際に適している。

製造業の現場での普及展開を想定し、研究所内で試行実験を行うこととし、設備(公用車)の使用簿を音声認識で記録するアプリケーション、および試験装置操作マニュアル表示/可動時間計測をするアプリケーションを作成した。

3.1.1 音声認識技術を活用した記録簿の入力

現状では紙で保存している公用車の使用簿を音声で入力できるようにした。表示画面(図1)に発声することで、それぞれの情報を入力できる。音声認識にはWeb Speech APIを用いた。Webブラウザが提供している機能なので、無料で使用することができる。

アプリの概略を図2に示す。Webサーバは表示画面と音声認識のユーザーインターフェースを

図1 公用車記録アプリの画面

提供する。データベースには文字列変換テーブルを設けており、過去の音声認識の間違いを記録することができる。

音声認識された文字列は、Webサーバに送信され、文字列変換テーブルにて修正されて端末に返信される。端末には結果が表示され、入力者は間違いがないかを確認する。すべての項目が入力された後でも、入力者は間違いデータを修正できる。ここで修正された結果は、文字列変換テーブルに記録され、今後の変換に役立てられる。最後に記録用のデータベースに全てのデータが保存される。

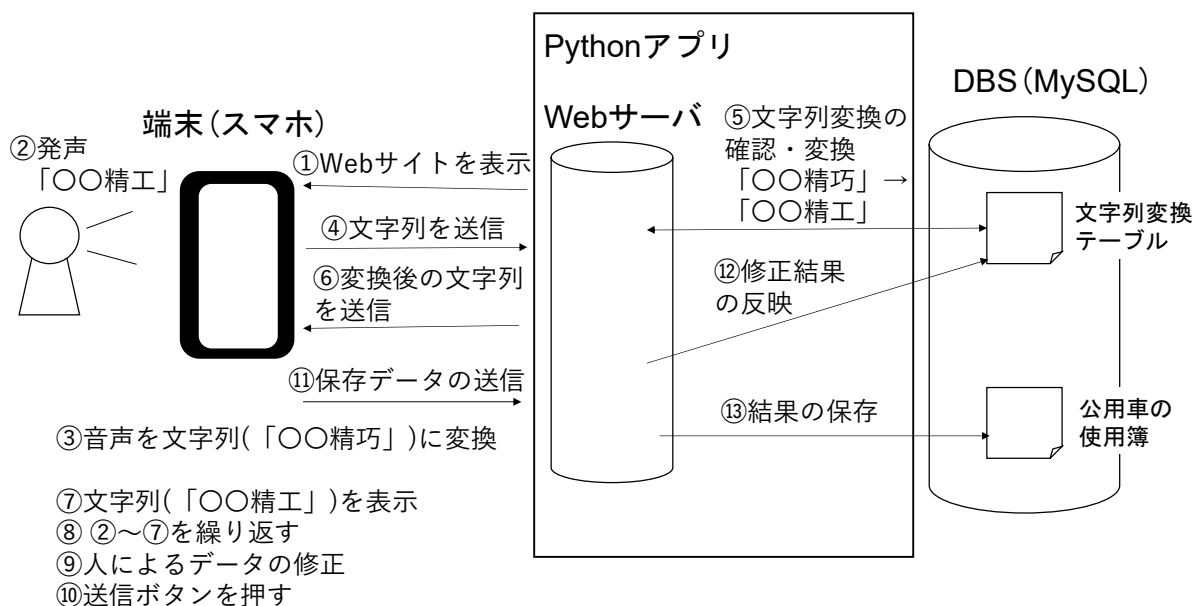


図2 公用車記録アプリの概略

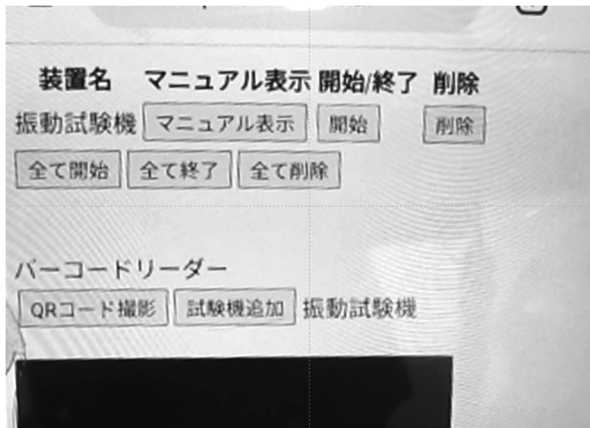


図3 試験装置操作マニュアル表示／可動時間計測アプリの画面

3.1.2 試験装置操作マニュアル表示／可動時間計測

試験機に QR コードを貼付し，端末で読み込むとマニュアルと稼働時間計測用のボタンが表示できるアプリを作成した。その画面を図 3 に，概略を図 4 に示す。音声認識と同様のシステム構成で，QR コードをカメラで撮影すると，そ

の試験機のマニュアル表示ボタンと，可動時間計測ボタンが図 3 のように表示されて，それぞれ DBS にアクセスしながら目的の動作を行う。

3.2 ローコード IoT ツール MESH を活用した温度測定システム，試験機モニターの試行実験

簡便な IoT システムの構築を目的とし，SONY のローコード IoT ツール MESH を活用した計測・設備の稼働状況のモニタリングシステムの試行実験を行った。

3.2.1 MESH の概要

MESH はソニーが販売しているノーコードのセンサーユニットで，パソコンやスマホと組み合わせて使用する。センサーユニットは，MESH ブロックと呼ばれ，押しボタンスイッチ，LED 表示器，動きを感知するセンサ，人感センサ，明るさを感知するセンサ，温湿度センサ，GPIO (General purpose Input Output) の 7 種類がある。

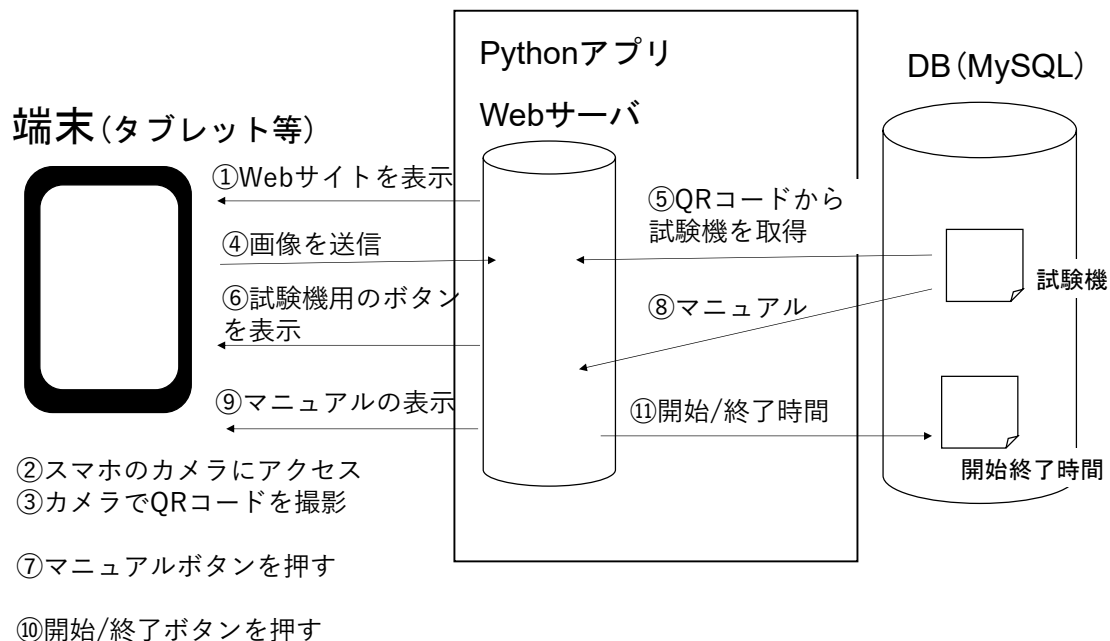


図4 試験装置操作マニュアル表示／可動時間計測アプリの概略

MESH の使い方は、専用アプリをホームページからダウンロードしてインストールし、図 5 に示すように MESH ブロックを配置し、パソコンやタブレットのスピーカー、カメラ、マイクなどの機能と組み合わせて配線を行い、各種パラメータを設定する。ウェブサービスとの連携機能も充実しており、センサの測定結果を Gmail でメール送信したり、Google スプレッドシートに記録したり、LINE にメッセージを送信したりすることができる。図 6 はアプリによる設定の例である。

3.2.2 温度測定システム

ボタンを押したら LED を点灯させて温度を測定し、Google のスプレッドシートに記録し、Gmail にメールを送るアプリを作成した。最初は端末に Windows10 のパソコンを使い、その後、Raspberry Pi に変更した。システム構成を図 7 に示す。ボタンを押すと LED が点灯して温度が測定され、そのデータが Google のスプレッドシートに記録され、Gmail に送られることを確認した。また、端末を Windows10 パソコンから Raspberry Pi に変更し、同じく動作することを確認した。



図 5 MESH の外観

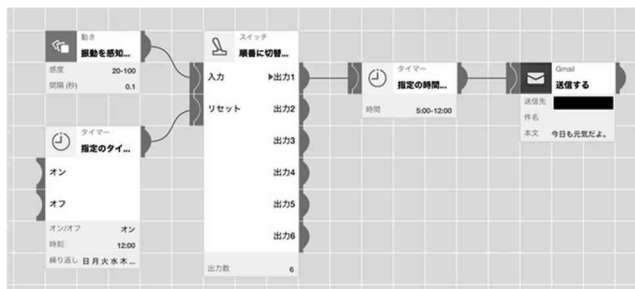


図 6 アプリによる設定

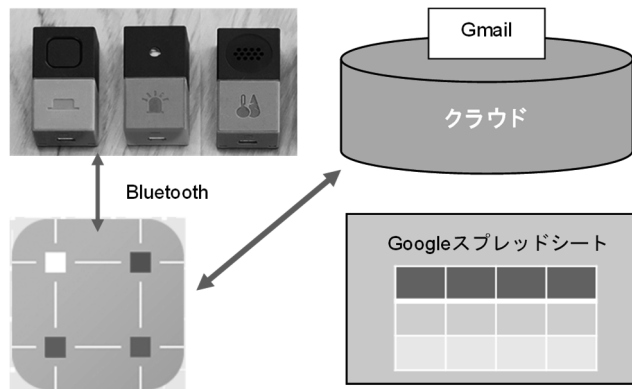


図 7 システム構成

3.2.3 MESH を活用した試験機モニター

構築したシステムは熱分析装置（以下 TG-DTA）と X 線回折装置（以下 XRD）を対象とし、測定の進捗をモニターするものである。どちらの装置も測定自体はプログラムによる制御を行っているが、進捗状況については都度現場での目視確認が必要である。効率よく測定を実施するためには進捗状況を適切に知ることが必要となってくる。以下にシステム概要及び動作状況を記載する。

3.2.4 システムの構成

TG-DTA への MESH 設置の概要を図 8 に示す。TG-DTA では MESH の温度ユニットを装置外壁に固定して温度をモニターし、一定間隔で通知するよう設定した。モニター開始は同時に設置したボタンプロックのボタン押下のタイミングとし、再度の押下で終了とした。



図 8 TG-DTA システム（右は通知画面）

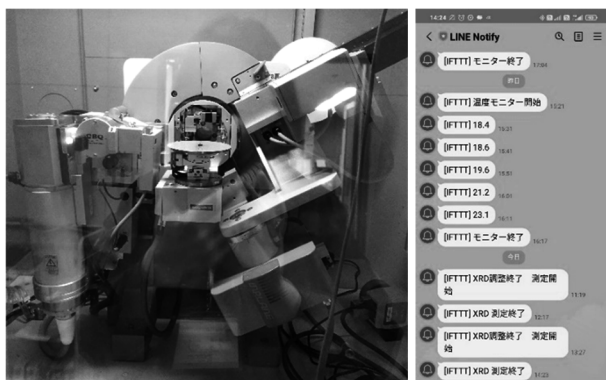


図9 XRD システム（右は通知画面）

XRD への設置の概要を図9に示す。XRD では明るさユニットを装置内ランプ付近に設置し、測定開始と終了時に通知するよう設定した。このXRDのランプは調整時は点滅、測定時は点灯するので、一定時間点灯後を測定開始とし、消灯を測定終了のタイミングとした。

MESH ユニットの制御には専用アプリをインストールしたモバイル端末を使用した。両システムともアプリの LINE アプレットを使用し、LINE で通知する方式とした。

3.2.5 動作概要

TG-DTA のモニターシステムについては、10分間隔で温度を通知する方式でモニターを行った。室温 15～20℃前後の環境下で、試料室内温度 1200℃時におおむね装置外壁は MESH の数値で 32～33℃の結果となった。XRD のモニターシステムについては、室温などの変動要素はなく、問題なく動作することを確認した。

3.2.6 考察

全体には簡便に IoT システムを構築可能なのが大きな利点である。今回は試験機モニターに使用したが、企業においては各種設備の稼働状況のモニタリングや、データ収集などに適用可能と思われる。さらにシステムの破棄および再構築も容易なため、システム構築段階での試行錯誤を行いやすく、本格的な IoT システム構築の前段階などにも適用可能と考えられる。

4. 「ノーコード／ローコード」開発

製造業の DX を推進するための IT システム開発ツールとして、コードを書かずにマウス操作、または少ないコード記述でアプリケーションが作成できる「ノーコード／ローコード」開発が、近年注目を集めている。

「ノーコード／ローコード」開発では、従来のコードによるプログラミングが必要な開発形態に比べ、技術的なハードルが低くなり、製造現場作業によるシステム開発の「内製化」がこれまで以上に進むことが予想される。

5. 結 言

- (1) 製造業における DX の推進には、重要基盤技術であるデジタル技術を活用したデータの一元管理、AI・IoT、ロボット技術などの積極的な導入が不可欠である。
- (2) 製造業における DX の推進を図るため先進事例紹介などのセミナーを開催した。
- (3) 製造現場への展開を想定した試行実験として、音声認識技術を活用した記録簿、試験装置操作マニュアル表示／可動時間計測、温度測定システム、試験機の稼働状況モニタリングを行い、県内企業への活用可能性について検討した。
- (4) 「ノーコード／ローコード」開発ツールを活用し製造現場作業によるシステム開発の「内製化」が進むことが予想される。

参考文献

- 1) 木嶋祐太ほか，“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.50，2021，pp.110-113.
- 2) 2020 年版ものづくり白書，経済産業省，2020，pp.65-126
- 3) (株) 日立ソリューションズ東日本 ホームページ，<https://www.hitachi-solutions-east.co.jp/products/ecm/outline/>，2022 年 3 月 23 日

微細構造光学部品の製造技術に関する調査研究

菅野 明宏* 宮口 孝司* 山田 敏浩* 小林 泰則*

Research on Manufacturing Technology of Optical Components with Microstructure

KANNO Akihiro*, MIYAGUCHI Takashi*, YAMADA Toshihiro* and KOBAYASHI Yasunori*

1. 緒言

近年、回折光学素子（DOE：Diffractive Optical Element）やマイクロレンズアレイ、サブ波長構造など表面に微細な形状を有する微細構造光学部品が様々な機器に用いられており、その用途は拡大しつつある。例えば、非接触三次元距離測定装置である LiDAR (Light Detection and Ranging) の一部では、ドットパターン状の光を対象物に照射するために DOE が使用され、対象物からの反射光の受光部にマイクロレンズアレイが使用されている。また、無反射ディスプレイや高性能なカメラレンズには、光の波長と同程度の微細構造を有するサブ波長構造（モスアイ構造）の採用も見られ^{1,2)}、それらの微細構造光学部品は今後さらなる需要増が見込まれている。

本調査研究では、今後の県内企業による微細構造光学部品の製造や利活用への対応を見据え、LiDAR などに用いられている DOE を中心に技術調査等を行った。また、DOE 形状についてフォトリソグラフィによる試作実験を行い、製造技術の実現可能性を調べるとともに微細形状形成における技術的課題の把握を行った。

2. 回折光学素子（DOE）に関する技術調査

図 1 に DOE による光照射パターンの模式図を示す。LiDAR では、レーザー光を DOE によりドット状の光パターンに分割して対象物へ照射する。この DOE は回折格子の形状を適切に

設計することにより、クロスパターンの光や、リング状の光など所望のパターンの光を照射することができる。

ここでは回折格子形状の微細レベルを調べるために、既存の DOE について回折格子形状の電子顕微鏡観察及び断面形状の測定を行った。その結果、例えばドットパターンを照射する DOE においては、回折格子の幅は最大約 10 μm で、深さは 600nm 程度の形状であることがわかった。

また、DOE の製造方法について調査したところインプリントによる事例がみられた³⁾。DOE は、光の波長程度の微細構造をもち、そしてその光学的な特性の波長依存性が大きいことが特徴である⁴⁾。すなわち、微細構造の波長レベルの形状誤差が光学特性に影響を及ぼすため、微細形状を高精度に転写することが重要と考えられる。また、生産性の向上に関しては射出成形等の適用が考えられる。

3. DOE 回折格子形状の形成実験

3.1 フォトリソグラフィによる微細金型作製

ここでは、ナノインプリント用の金型を作製するために Si 基板上に DOE の回折格子形状を

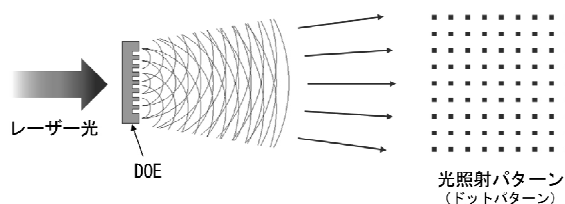


図 1 DOE による光照射パターンの模式図

* 研究開発センター

レーザー・ナノテク研究室

表 1 本研究に用いた主要な装置

装置名	メーカー	機種
電子線描画装置	(株) 日立ハイテクノロジーズ (電子線描画部: (株) 東京テクノロジー)	S4300SE (BeamDraw)
ドライエッチング装置	住友精密工業(株)	Multiplex ASE-HR

表 2 Si 基板金型作製のプロセスフロー

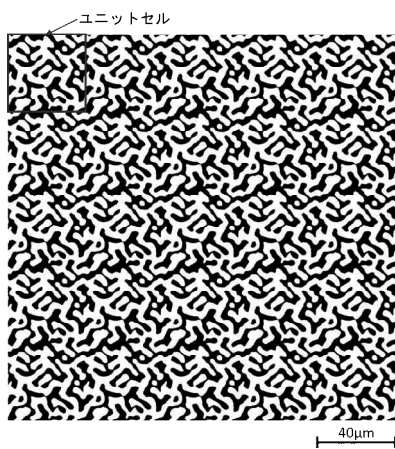
順番	プロセスの内容
1	Si 基板へのレジスト塗布 (スピコート)
2	電子線描画装置によるパターン描画
3	描画パターンの現像
4	Si のドライエッチング
5	レジストの剥離

形成する。

表 1 に研究に用いた主要な装置を示す。表 2 にそのプロセスフローを示す。図 2(a) には DOE 回折格子のパターン例を示す。これをユニットセルと呼び、DOE 表面には、このユニットセルが多数並んだ形状が形成されている。



(a) ユニットセル



(b) 電子線描画装置の描画用パターン

図 2 DOE 回折格子のパターン例

実験では図 2(a) に示したユニットセルのデータを縦と横に 5 個ずつ配置して 200 μm 角のデータ (図 2(b)) を作成し、電子線描画装置により描画した。ここで、レジストは CSAR62 (Allresist 社製) を用いた。図 3 に電子線描画装置でレジストにパターンを描画し、現像した結果を示す。ここでは描画パターンが目標とする幅や形状になるようにドーズ量を調整し、53 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ とした。

次に、ドライエッチングにより Si 基板上に回折格子形状を形成した。ドライエッチングは垂直にエッチング加工するボッシュプロセスで行った。ドライエッチング後の Si 基板を非接触表面形状測定機 (アメテック (株) 製 CCI HD XL 型) により断面形状を測定した結果、平均深さは約 670nm で、目標深さ 600nm に対して約 10% 深かった。これはあらかじめパターン描画をしていない Si 基板でエッチングレートを測定し、エッチング深さのコントロールを試みたが、実際の DOE 形状のエッチング時には、レジスト現像後に表面に現れる Si の表面積が異なることがエッチングの深さに影響を及ぼしたものと考えられる。

3.2 ナノインプリントによる微細形状の転写

作製した Si 基板金型を用いて、DOE 回折格子形状の転写実験を行った。インプリントの紫



図 3 電子線描画装置による描画結果

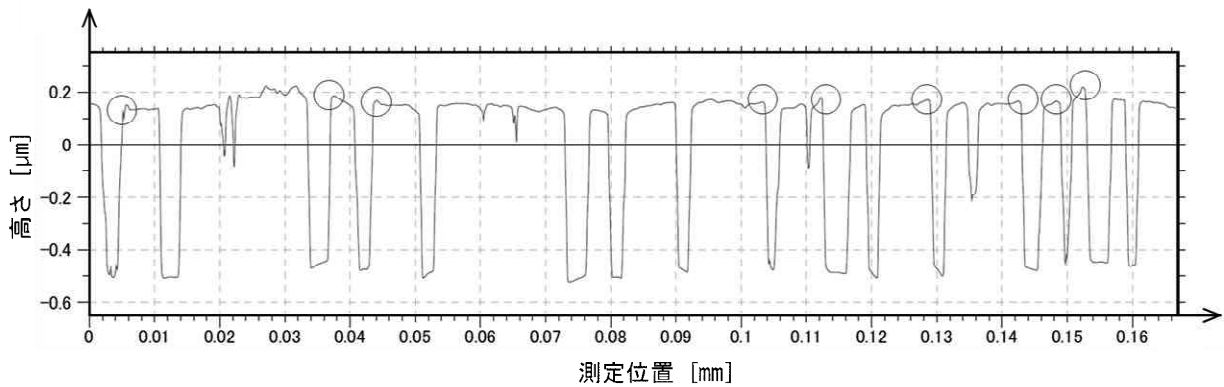
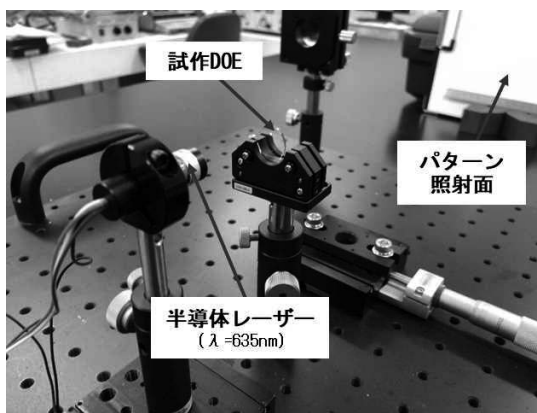
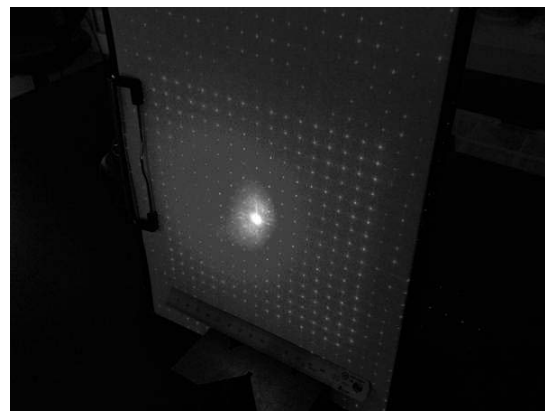


図4 インプリント品の断面形状測定結果



(a) パターン照射実験光学系



(b) 照射パターン(ドットパターン)

図5 試作 DOE のレーザー照射パターン観察実験

外線硬化性樹脂には OrmoStamp (Micro Resist Technology 社製) を用いた。

図4にインプリント品の非接触表面形状測定機による測定結果を示す。測定結果では凸部上面の傾きや角部の盛り上がり（例えば丸囲み部）等の形状誤差がみられた。角部の盛り上がりについてはドライエッチングによる Si 側壁の段差が、離型時に樹脂の角部を引き上げたことが要因の一つと考えられる。これは Si へのテーパエッチング等を行うことにより改善される可能性がある。

また、詳細は割愛するが、インプリント品の表面には長さ約 16mm に対して高さ 1μm 程度のうねりがみられた。これは樹脂の硬化時のゆがみやヒケ等が考えられ、インプリント時の適

切な硬化時間や樹脂の量などについての検討が必要と考えられる。

3.3 試作 DOE の光パターン照射実験

前述の手順で DOE 回折格子の Si 基板金型を作製し、ナノインプリントで DOE を試作した。ここでは 200μm 角の描画データを縦と横方向に 5 回ずつ、計 25 回描画し、1mm 角の回折格子を作製した。

図5に、試作した DOE のレーザー照射パターンの観察実験の様子を示す。入射レーザー光の径が 1mm 角の回折格子より大きく、回折格子の外側を直進する光が中央に強く出ているものの、DOE により回折したドットパターン状の光が確認できる。すなわち、試作した DOE

が回折格子として機能することを確認できた。

4 結 言

- (1) 既存の DOE の表面観察及び形状測定等を行い，その回折格子がどの程度微細な形状であるかを把握した。
- (2) 回折格子形状についてフォトリソグラフィで Si 基板金型を作製し，ナノインプリントにより樹脂への転写実験を行った結果，概ね形状が形成できることを確認した。
- (3) 本手法による微細形状形成においては，凸部上面の傾きや角部の盛り上がり，深さのコントロール性，面のうねり等に技術的な課題があることを把握した。

参考文献

- 1) 菊田久雄，“反射低減技術の新展開”，光学，vol.40，no.1 (2011)，pp.2-10.
- 2) 奥野丈晴，“サブ波長構造による高性能反射防止膜の開発とそのカメラ用レンズへの応用”，光学，vol.40，no.1 (2011)，pp.11-16.
- 3) https://www.dnp.co.jp/biz/solution/products/detail/1188760_1567.html，回折光学素子 (DOE)，「大日本印刷 (株) ホームページ」，2022 年 3 月 18 日.
- 4) 小舘香椎子，神谷武志，“回折光学素子の数値解析とその応用”，丸善，2011，p.1.

エコマテリアルに関する調査研究

岡田 英樹* 中川 昌幸* 渡邊 亮** 水沼 達郎**

Research on Environment Conscious Materials

OKADA Hideki*, NAKAGAWA Masayuki*, WATANABE Ryo** and MIZUNUMA Tatsuro**

1. 緒 言

温室効果ガスに由来する地球温暖化、マイクロプラスチックによる海洋汚染などの地球環境問題が大きく取り上げられ、SDGs（持続可能な開発目標）、カーボンニュートラルといったワードが話題となっている。令和3年版環境白書¹⁾には、「このような気候変動問題を始めた問題の対処には、『脱炭素社会への移行』、『循環経済への移行』、『分散型社会への移行』という3つの移行を加速させ、持続可能で強靱な経済社会へのリデザイン（再設計）を強力に進めていくことが不可欠」とされている。この3つの移行を進めるために様々な取り組みが提案されている中で、適した材料がエコマテリアル（Environmental Conscious Materials; 環境配慮型材料）である。エコマテリアルは1990年代に提唱された考え方で、「環境負荷を最小にし、再資源化率を最大にした材料」、あるいは、「その材料を使用することによって、製品、システムの環境効率が従来材料と比較して飛躍的に向上した材料」と定義されている²⁾。また、バイオプラスチックの開発は盛んに行われ、生分解性プラスチックやバイオマスプラスチックを使った製品開発が行われ、バイオマス由来のエンジニアリングプラスチックなどが上市されるようになってきている。しかし、生産効率の悪さや原料確保の難しさなどにより既存のものからの置き換えが進んでいない現状もある。また、化石資源由来の製品でもリサイクル可能な

プラスチックの開発や既存材料の再利用技術開発など循環型社会への移行に向けた動きも活発に見られる。

そこで本調査研究では、環境配慮型であるエコマテリアルに関して情報収集を行った。エコマテリアルは対象範囲が広いとため、高分子材料を主な対象とした。

化石資源由来のプラスチック材料の使用率を下げるために、バイオマス材料と混合した材料が市販されている。しかし、バイオマス材料の含有率が高くなると、フィラー含有率が高いプラスチック材料と同様に流動性が低下するため、成形品質を保つには成形温度や金型温度を高くする必要が出てくる。その一方で、成形温度や金型温度を高くするとバイオマス成分が分解し、黄変の問題が発生する。そこで、市販されているバイオプラスチックの耐熱性について示差熱天秤と赤外分光分析を用いて評価した。

また、プラスチック材料のマテリアルリサイクルには分別が必須であり、廃プラスチックの材質判別に有用とされる近赤外線スペクトル測定について検証を行った。ここでは近赤外線スペクトル測定について報告する。

2. 調査内容

2.1 エコマテリアルに関する調査

政府は、前述のような環境問題に対応するため、令和元年5月に「プラスチック資源循環戦略」を策定し、3R+Renewableの基本原則と、6つのマイルストーンを掲げ、令和3年6月には「プラスチックに係る資源循環の促進等に関する法律」（略してプラスチック資源循環法）が

* 研究開発センター

** 下越技術支援センター

成立した³⁾。同法は令和4年4月1日から施行され、プラスチック使用製品の設計から廃棄物の処理まで、プラスチックのライフサイクルに関わるあらゆる主体におけるプラスチックの資源循環の取組みを促進するための措置を盛り込んだものとなっている。この法律の中では、プラスチック製品使用製造事業者には、減量化、簡素化、長寿命化、リサイクル性の向上、代替材料（紙や木質材料、バイオプラスチック、再生プラスチック）への変更が求められている。

バイオプラスチックは、微生物によって分解される「生分解性プラスチック」およびバイオマスを原料に製造される「バイオマスプラスチック」の総称である⁴⁾。バイオプラスチックの導入が進まない理由としては、環境省が発行したバイオプラスチック導入ロードマップ⁵⁾の中で「ライフサイクル全体で温室効果ガスが真に削減されているか、バイオマス原料は持続可能であるのか、適切な場面で生分解機能が発揮されているか」といった疑問が提起されることがある。また、バイオマスを原料とすることで、従来の化石資源由来プラスチックと比較して、原料調達の効率性、生物プロセス等による製造特性により、樹脂製造におけるコストが最適化されていないことが大きなボトルネックとなっている。」とされている。バイオプラスチックの導入を促進するためには、これら課題を解決するための開発が欠かせない。バイオプラスチックの研究開発の流れとしては、生物由来の原料の生産方法やその合成の効率化、生分解性プラスチックの高機能化などのほか、セルロースナノファイバーのような植物由来の素材開発などがある。工業技術総合研究所では北越コーポレーション（株）と共同で、オールセルロース材料の製品化を目指して、セルロースナノファイバーを使った表面処理剤の開発やヴァルカナイズドファイバーの加工技術に関して研究を行った^{6,7)}。

2.2 各種プラスチック材料の近赤外線スペクトル測定

プラスチックリサイクルにおけるマテリアルリサイクルやケミカルリサイクルの比率を高めるためには、種類別に選別することが求められている。廃プラスチック材料の選別には、比重選別、静電分離選別、近赤外線や中赤外線、ラマン散乱など光学法による識別選別といった方法がある。特に近赤外線による判別では、中赤外線に比べて吸収が弱いため、透過反射測定が可能であることから採用が進んでいる⁸⁾。ここでは、赤外分光分析 FT-IR（（株）パーキンエルマー ジャパン製 Spectrum One）を用いて、各種プラスチック材料の近赤外線領域（1300～2500nm）の透過スペクトル測定を行った。

図1に各種プラスチック材料の近赤外線領域の透過スペクトルを示す。材質ごとに異なるスペクトル形状であることが確認できた。一般的にはピーク形状の先鋭化のために二次微分をしたスペクトルが判別に使用される。

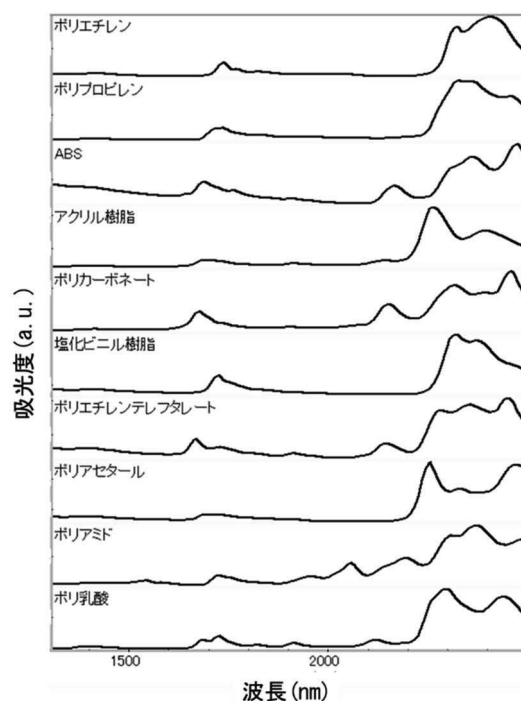


図1 各種プラスチックの近赤外スペクトル

3. 結 言

- (1) プラスチック材料を取り巻く環境の変化として、プラスチック資源循環法が成立し、エコマテリアルの考え方の重要性が高まると考えられる。
- (2) プラスチック材料の判別のため、近赤外スペクトルの測定を行った。

参考文献

- 1) 環境省編，令和 3 年版環境白書・循環型社会白書・生物多様性白書，<https://www.env.go.jp/policy/hakusyo/r03/pdf/full.pdf>，2022 年 3 月 25 日閲覧。
- 2) 山本良一ら，エコマテリアルハンドブック，丸善，(2006)。
- 3) 経済産業省・環境省，プラスチックに係る資源循環の促進等に関する法律について，<http://plastic-circulation.env.go.jp/wp-content/themes/plastic/assets/pdf/pamphlet.pdf>，2022 年 3 月 25 日閲覧。
- 4) 日本バイオプラスチック協会，バイオプラスチック入門，<http://www.jbpaweb.net/bp/>，2022 年 3 月 25 日閲覧。
- 5) 環境省，バイオプラスチック導入ロードマップ，http://www.env.go.jp/recycle/plastic/bio/pdf/bioplasticRoadmap_210329.pdf，2022 年 3 月 25 日閲覧。
- 6) 岡田英樹ら，“セルロースナノファイバー(CNF)を利用した表面コーティング剤の開発”，工業技術研究報告書，No. 48 (2019)，pp. 84-86。
- 7) 岡田英樹ら，“セルロースナノファイバー(CNF)を用いた材料の加工技術開発”，工業技術研究報告書，No. 49 (2020)，pp. 23-26。
- 8) 松本高利ら，“近赤外分光測定とニューラルネットワーク解析を組み合わせたプラスチック廃棄物の非破壊判別”，分析化学，Vol. 48, No. 5, (1999)，pp. 483-489。

新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****

Report of Market and Technology Trend of New Cleaning

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

1. 緒 言

昨年度の「次世代洗浄に関する調査研究」で、県内企業の工業洗浄の期待が高いと分かった。また、ドライアイスブラストによる洗浄実験を通して無洗剤洗浄の実現可能性を示すことができ、洗剤の有無を含めた、最適な洗浄方法の検討を進めていく必要があると分かった¹⁾。

そこで、今年度はファインバブルを含む、新洗浄技術（アルカリ、超音波、蒸気、洗剤など）について、県内企業の意識調査や、技術動向の調査・検討を行った。

2. 活動概要

2.1 県外技術動向調査・情報収集

JASIS2021 で清浄度評価に用いる分析機器を調査し、2021 洗浄総合展で洗剤と洗浄機器の調査を行った。特に「溶剤洗浄の代替技術」の情報収集については、有益な情報は皆無に等しく、この問題の難しさを改めて認識できた。

2.2 県内企業の動向

県央地区を中心に、洗浄の技術相談で意向を伺った。各企業では、洗浄について課題を抱えており、洗浄問題の改善に関心は示すものの、溶剤洗浄と同等以上の洗浄能力を有し、かつ低コストである条件を満たす代替方法が、見出せずに苦心している状況にある。

* 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



図1 マイクロバブルシャワー洗浄

2.3 洗剤を用いたマイクロバブルシャワーと超音波洗浄実験

図1に示すマイクロバブルシャワー洗浄で、シャワーノズルからの噴射による過剰な発泡を抑制する消泡剤入りの洗剤を選定し、マイクロバブルシャワーと超音波洗浄実験を行った。

(試料)

25×60×1mm の SUS304

- ・麻バフ研磨：中仕上げ
- ・綿バフ研磨：鏡面仕上げ

(洗剤)

TAK クリーナー AKR-201 (消泡剤入)

(東製(株)製)

濃度1%で40℃加温

(実験装置)

- ・マイクロバブル発生器 HELIX NOZZLE TH-03 (大生工業(株)製)
- ・高出力超音波洗浄機 W-338MK-II (本多電子(株)製)

(実験方法)

燕市磨き屋一番館に研磨委託した試料(麻バフ・中仕上げと綿バフ・鏡面仕上げの2種類)を試験片とし、予備実験を基に検討した最適条件で以下の洗浄実験を行った。

- ・試験片を洗浄浴槽に浸漬し、超音波発振45kHzで3分間超音波洗浄した。
- ・図1に示した様に試験片表面に30往復のマイクロバブルシャワー洗浄を行った。
- ・比較試料として、試験片を40°Cのジクロロメタンに浸漬し、超音波発振45kHzで3分間超音波洗浄したものを用意した。

洗浄後の試験片表面の炭素量を走査型電子顕微鏡 SU3800 (株)日立ハイテック製)で測定し、洗浄前の炭素量と比較した。

(実験結果)

実験結果を図2に示す。洗浄前の試験片は研磨剤に由来する炭素量が5.0~4.3%で、超音波洗浄、マイクロバブルシャワーとジクロロメタン洗浄は、炭素量が4.1~3.6%と同等の洗浄効果であることが分かった。

しかし、本実験で使用した洗剤は比較的高価で、溶剤洗浄の代替による工程見直しを考慮しつつ今後の開発動向を注視していく予定である。

2.4 県内支援機関等との連携事業

ファインバブルの用途開発や利用普及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り表面技術に関する研究会を令和元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。

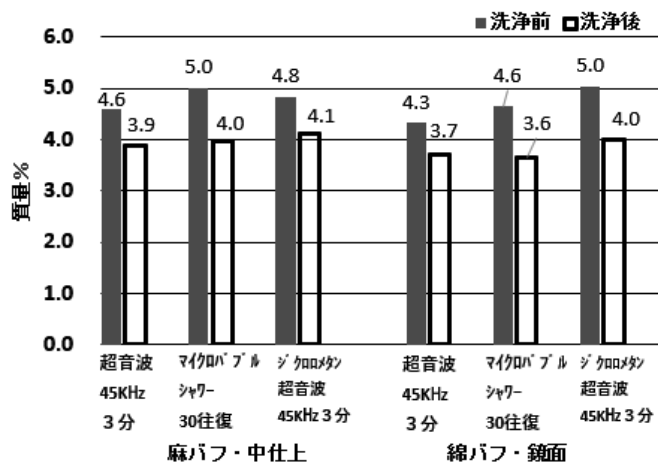


図2 炭素量による清浄度評価

今年度の活動実績は以下のとおりであり、当該研究会は次年度も継続する予定である。

第一回：令和3年7月26日(月)

演題「ファインバブルの応用事例と課題」

講師 新潟大学 准教授 牛田 晃臣 氏

演題「表面処理技術研究会の概要」

講師 (公財)燕三条地場産業振興センター 椿 宗久 氏

第二回：令和3年10月26日(月)

演題「超音波の基礎と超音波洗浄の実際」

講師 (株)カイジョー 超音波機器事業部 部長 長谷川 浩史 氏

第三回：令和4年2月16日(水)

演題「ファインバブル洗浄装置と洗浄事例の紹介」

講師 日東精工(株)東京支店 松味 邦治 氏

3. 結 言

- (1) マイクロバブルシャワーと超音波洗浄実験により、洗浄効果はジクロロメタンと同等で、代替洗浄としての実現可能性を示すことができた。
- (2) 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3回開催した。

(3) 今後は個別に受託研究や技術指導で対応する予定である。

参考文献

- 1) 土田知宏他, 次世代洗浄に関する調査研究, 工業技術研究報告書, 50, 2020, p.123-125.

耐摩耗性材料に関する調査研究

山田 敏浩* 諸橋 春夫** 内藤 隆之***

Report of Market and Technology Trend of Wear Resistant Materials

YAMADA Toshihiro*, MOROHASHI Haruo** and NAITOU Takayuki***

1. 緒 言

工具、摺動部品などの分野では、高硬度で耐摩耗性の高い材料が求められており、用途によって様々な耐摩耗材料が用いられる。無機材料の中には、軽量であることに加えて硬さ、耐熱性、耐食性などで優れた特性をもつ材料も多く、幅広い産業分野で用途を拡大している。

本事業では、無機材料を中心とした耐摩耗材料に関する動向調査を行った。また、調査のなかで耐摩耗性と同時に耐薬品性を必要とするニーズがあることがわかったことから、無機材料の耐薬品性に関する知見を得るため県内企業が製造する製品について耐薬品性試験を実施した。

2. 調査概要

2.1 市場調査

無機材料関連部材の2019年の国内生産額は約3兆円であり、全世界の生産額に占める日本のシェアは約4割ほどである¹⁾。

生産額では電磁気・光学用途の占める割合が大きく、それに次ぐ用途として、機械的用途、熱・半導体関連用途、化学、生体・生物用途が続く^{1,2)}。

2.2 技術調査

無機材料は耐摩耗性を必要とする工具、金型、をはじめ産業機械、半導体製造装置、

化学プラント、医療分野などで使用されており、それぞれ耐摩耗性と同時に他の特性を必要とされる場合も多い。

産業機械、半導体製造装置では、粉塵の発生を嫌う用途や薬液に晒される用途に用いられており、部材の軽量化に関するニーズもある。化学分野、医療分野では、ポンプ、バルブなど耐薬品性を必要とする用途に用いられている。

2.3 耐薬品性試験

(株)シンターランド製SL400Hについて耐薬品性試験を行った。SL400Hの物性値を表1に示す。SL400HはTiN、TiB₂で構成される材料であり、硬さが2600HVと高く、耐摩耗性に優れる。この材料は現在、放電プラズマ焼結の型として、不活性ガス雰囲気下で2000°C、大気中で700°Cまでの焼結プロセスで使用されているが、今後用途の拡大を目指している。

試験は、図1に示すように薬品と試料を入れたビーカーを50°Cに設定したウォーターバス内に静置し、24時間保持する方法で行った。試験に用いる薬品は、県内企業からの意見を参考に、塩酸、硫酸、硝酸、アンモニア水、水酸

表1 SL400H 物性値

密度 (g/cm ³)	4.83
熱膨張係数 (10 ⁻⁶ /K)	7
硬さ (HV)	2600
電気抵抗率 (μΩcm)	32
熱伝導率 (W/m-K)	67

* 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

*** 中越技術支援センター

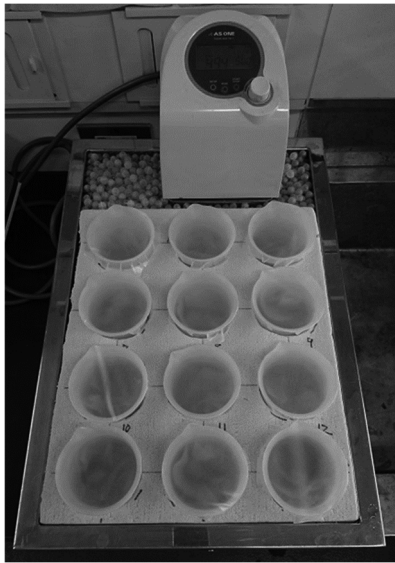


図1 耐薬品性試験

化ナトリウム，人工海水（林純薬工業（株）製人工海水(D1141-98)）とした。

試験結果を表2に示す。アンモニア水，水酸化ナトリウム，人工海水に対して優れた耐薬品性を示した。また，硝酸に対して減量が多かった。

今回は市販のTiB₂とTiNで構成される無機材料に対して耐薬品性の評価を行ったが，特定の薬品に対する耐薬品性を求める場合，各薬品に適応する組成の粒子で材料を作製する必要がある。

3. 結 言

(1)産業機械，半導体，化学などの用途では，

表2 耐薬品性試験結果

薬品	試験温度(°C)	減量(g/m ² /DAY)
塩酸 10vol%	50	2.77
硫酸 20vol%	50	2.88
硝酸 10vol%	50	297
人工海水	50	0.335
水酸化ナトリウム 10wt%	50	0.176
アンモニア水 10vol%	50	0.164

耐摩耗性に加えて良好な耐薬品性や軽量化のニーズがある。

(2)SL400Hの耐薬品性試験を行った結果，アンモニア水，水酸化ナトリウム，人工海水に対して良好な耐薬品性を示した。

参考文献

- 1) https://www.meti.go.jp/policy/nonferrous_metal/strategy2016/summary.pdf
「2030年を見据えた非鉄金属産業戦略の概要」
- 2) https://www.meti.go.jp/meti_lib/report/H28FY/000136.pdf
「平成28年度 製造基盤技術実態等調査 セラミックス関連技術の国際競争力強化に向けた調査検討」

工業技術研究報告書

No.51 令和3年度

令和4年8月 発行

編集発行人 新潟県工業技術総合研究所

所在地 〒950-0915

新潟市中央区鑑西1丁目11番1号

TEL 025-247-1301

印刷所 株式会社 新潟フレキソ

TEL 025-385-4677