

ISSN 2435-7766 (Print)
ISSN 2435-7774 (Online)

令和2年度
岐阜県産業技術総合センター研究報告
第2号

Report of Gifu Prefectural Industrial Technology Center
No.2 2021

岐阜県産業技術総合センター
Gifu Prefectural Industrial Technology Center

目 次

○機械

次世代自動車・航空機部品の製造に必要な異種材料接合技術の開発（第10報）

ー異種金属接合技術の開発ー	1
プレス金型の故障診断手法の確立（第6報）	5
軽量部材加工技術に関する研究（第3報）	9
鉛レス金属材料の加工技術に関する研究	13

○金属

アルミダイカスト部品の高品質・低コスト化を実現する製造技術の開発（第5報）	15
鋳物の高品質化、品質管理技術に関する研究ー銅合金鋳物の凝固状態の解析ー	19
表面処理／表面加工による金属製品の高品質化（第1報）	21
刃物製品のブランド力向上のための切れ味評価技術の開発（第1報）	25
鋳造分野におけるデジタルものづくり（第2報）	27
クレーム対応のための分析試験の高度化（第1報）	
ー橋梁で使用された耐候性鋼材に生じた腐食生成物の分析ー	31
金属材料への表面処理技術に関する研究（第3報）ー窒化处理品の複合分析ー	35
金属材料への表面処理技術に関する研究（第4報）	
ー表面開始重合によるステンレス状への有機被膜の形成ー	37
ゾルゲルコーティングしたTi系硬質膜の特性	39

○化学

石灰水洗ケーキの用途開発に関する研究（第3報）	41
プラスチック材料の品質向上技術の開発（第3報）ーリサイクルPE-PP材料の定量化手法の開発ー	45
リサイクル樹脂成形技術に関する研究	49
セルロースナノファイバーを用いたマルチマテリアル化（第2報）	53

○繊維・紙

GIFUブランド繊維製品の開発（第2報）	57
高保温性不織布の開発（第1報）	61
紙の高機能化と品質評価に関する研究（第4報）ー段ボールの湿度環境変化を伴う静的圧縮試験ー	65
美濃産楮の高品質化のための栽培・管理技術の開発（第2報）ー楮の品質評価ー	67

○複合材料

次世代自動車・航空機部品の製造に必要な異種材料接合技術の開発（第9報）

ーFRP-金属接合技術の開発(2)ー	71
FRP サンドイッチ材の成形技術に関する研究（第3報）	75
熱可塑性 FRP の疲労評価・推定・診断に関する研究（第3報）	77
CFRP カスタマイズ対応に関する研究	81
CFRTS 製義足足部の効率的な開発手法の確立	82

○情報

穴あけ加工のドリル破損予兆の検出（第2報）	83
モータ状態計測による転がり軸受の異常検出手法の研究	87
画像処理によるブロック計測の研究	91
AI 技術を活用した検査工程の省力化・効率化（第4報）	
ー深層学習を用いた欠陥画像生成技術の検討ー	93
品質見える化のための画像センシング技術に関する研究開発（第2報）	
ー両手検出技術を用いた作業ミス検出システムの開発ー	95
壁面撮影装置を用いた画像統合技術と点検支援システムの研究開発（第3報）	99
目視検査員のための目のセルフケア支援技術の研究開発（第2報）	103
温湿度センシングに関する技術開発（第2報）	105
AI 技術を活用した検査工程の省力化・効率化（第5報）ー画像検査システムとのデータ連携ー	107
MZ Platform を用いた金型製造工程スケジュール管理システムの設計開発	108
画像処理と機械学習によるメタリーディング技術の研究	109
スマート金型の応用展開に関する研究（第2報）	110
EMC 試験設備の活用ーバッテリー管理システムの開発事例ー	112

機械

次世代自動車・航空機部品の製造に必要な異種材料接合技術の開発（第10報）

－ 異種金属接合技術の開発 －
加賀忠士*、小川大介*、塚原誠也*

Development of joining dissimilar materials for production of next generation vehicle parts and aircraft parts (X)

－ Development of joining technology dissimilar metal materials －
KAGA Tadashi*, OGAWA Daisuke* and TSUKAHARA Seiya*

本研究では、同種金属材料及び異種金属材料における超音波接合について、アプリケーションの開発を目指している。今年度は、板厚 1mm のハット部材への接合、接合面性状を変化させた六角ナットによる板材への六角ナット接合を検討した。その結果、ハット部材の曲げ試験に要したエネルギー値において超音波接合は接着剤接合の約 95%、ハット部材の圧縮試験最大荷重において超音波接合は接着剤接合の約 90%であり、超音波接合は接着剤接合に比べ若干低かった。また、板材への六角ナット接合体の接合強度について、メッキ除去や耐水研磨紙で接合面の粗さを変化させたナットは接合強度が著しく低かった。それらに比べ、追加工を何も行わない市販品ナットの接合強度が高かったが、この値は、JIS B 1196 の M4 溶接ナットの押込みはく離強さ参考値の 15%程度であった。この接合面の断面 EDX 分析を行い、ナットの接合には亜鉛メッキの拡散が寄与していることがわかった。

1. はじめに

次世代自動車、航空機等の輸送機器の燃費向上に向けた軽量化への取組みとして、必要となる性能を有する部材を適材適所に使うマルチマテリアル化の検討が行われている。このマルチマテリアル化を実現させるためには、異種材料の接合技術が重要となっている。一般に金属材料の接合においては、リベット等による機械的接合、溶接、圧接等による冶金接合が用いられている。しかし、リベット接合ではリベット自身が重量増加の要因となることや、溶接では異種材料の組合せによって脆弱な金属間化合物が形成され必要な強度が得られないといった課題が残されている。

岐阜県産業技術総合センターでは、熔融を伴わない固相接合法のひとつである超音波接合法に着目し、異種金属材料接合の技術開発に取り組んでいる。この接合法は、超音波接合用工具（ホーン）による接合面への加圧と、振動の印加により界面での摩擦、塑性流動を発生させ、金属表面の吸着分子や酸化層を破壊することで新生面同士の原子間結合により接合が実現できている。現在は、自動車内部の電気配線の端子や LSI 内部配線の端子の接合（ワイヤーボンディング）など、各種電気端子の接合に多く用いられている¹⁾。

これまでに当センターでは超音波接合法による基礎的な実験とアプリケーションの開発を目指した実験を実施してきた。基礎的な実験として、異種金属材料の組合せにおける加振時間と接合強度の関係、加振振幅と接合強度の関係、ホーン加圧力と接合強度の関係を把握した。また、ホーン及びアンビルのローレット目ピッチの違いによる接合性能評価、更には、ローレット加工の無いホ

ーンによる接合性能評価も行った。これら以外にも、接合面の粗さが接合強度へ及ぼす影響調査、接合面の温度調査等を行ってきた。一方、アプリケーションの開発として、ハット部材への接合の検討、板材への六角ナット接合の検討を行ったが、板厚を増加させた場合や接合面性状が変化した場合など、これらに対応した新たな接合条件のノウハウの蓄積が必要であることがわかった²⁻⁵⁾。

今年度は、板厚を 1mm に増加させたハット部材への接合及び接合面性状を変化させた六角ナットによる板材への六角ナット接合を実施し、これらの性能評価を行ったので報告する。

2. 実験

2. 1 実験装置

接合には超音波金属接合機（日本アビオニクス（株）、SW-3500-20/SH-H3K7）を用い、ホーンはローレット加工有 1mm ピッチホーン（加圧面 10mm 角）を用いた。なお、アンビルについてはローレット加工有 1mm ピッチを使用した。

2. 2 接合実験方法

2. 2. 1 ハット部材への接合実験

ハット部材は、厚さ 1.0mm アルミニウム合金 A5052 板を所定の寸法に切断し、プレス加工によってハット形状に成形した部材と平板を重ね合わせ、超音波接合機を用いて作製した。ハット部材の形状及び超音波接合位置を図 1、作製したハット部材を図 2 に示す。接合条件としては、ホーンの全振幅 64 μ m（100%）に対し振幅 70%、加振時間 1.2sec、ホーンの加圧力 1500N とし、50mm の間隔のスポット接合（接合数 10 点）によりハット部材の接合を行った。また、比較として、接着剤（スリーエム、EPX 接着剤（二液混合型）DP-460）を

*機械部

用いて接着したハット部材を作製した。

2. 2. 2 板材への六角ナット接着実験

六角ナットはスチール製三価クロメート仕上げ M4 を使用した。また、その接合相手となる板材は板厚 1mm、長さ 50mm、幅 15mm に切断した A5052 板を用いた。接合条件を検討するにあたり、過去の報告において接合面の表面粗さが大きくなるとアンカー効果により接合強度を向上させるとの結果を得ている⁴⁾。このことから、六角ナット接合面を、追加工を何も行わない市販品のままのもの（以降市販品ナット）、市販品からメッキを酸により除去したもの（以降メッキ除去ナット）、接合面

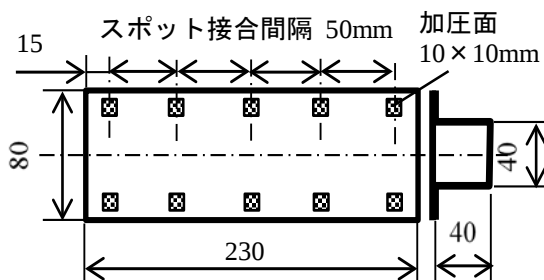


図1 ハット部材形状の詳細



図2 ハット部材

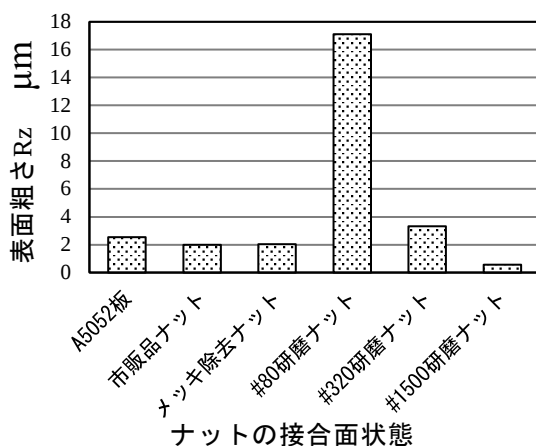


図3 ナット接合部の表面粗さ測定結果

を SiC 耐水研磨紙により #80、#320、#1500 までそれぞれ研磨したもの（以降 #80 研磨ナット、#320 研磨ナット、#1500 研磨ナット）を準備した。ナット接合面及び A5052 板の接合面についてはレーザー顕微鏡（（株）キーエンス、VK9700/9710）を用い、視野範囲 270×202μm における表面粗さ測定を行った。図3に測定結果を示す。

次に、六角ナット接合体の様子を図4に示す。接合条件は、ホーン側を六角ナット、アンビル側を A5052 板として各試料を設置し、振幅 90%、加振時間 0.7sec、ホーンの加圧力 1500N で接合実験を行った。

3. 結果及び考察

3. 1 ハット部材への接合性能評価

3. 1. 1 曲げ試験結果

昨年度と同様にハット部材の接合評価は、万能材料試験機（東京衝機製）を用い 3 点曲げ試験（3 点曲げ圧子径 25mm、スパン 150mm、試験速度約 100mm/min）を行った。

一例としてこの時に得られた、超音波接合（接合数 10 点）における曲げ変位と荷重の関係を図5に示す。3 点曲げ試験の評価は、昨年度と同様に、この図に示すように曲げ変形に要したエネルギー値（変位と荷重曲線に囲まれた面積）で行った。なお、評価範囲は昨年度の 0

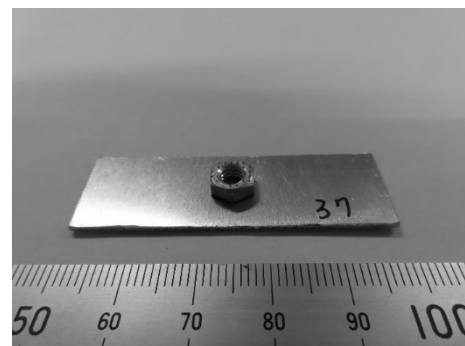


図4 六角ナット接合体

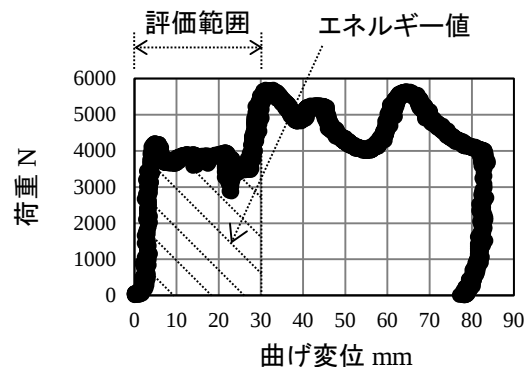


図5 曲げ変位と荷重の関係（超音波接合）

～50mm から 0～30mm に変更している。その理由は、変位が 30mm を超えた時点で超音波接合及び接着剤接合の両方ともにすべての接合箇所において剥離が確認され、それ以降の変形に要したエネルギー値は接合の影響が含まれないためである。図6に超音波接合で作製したハット部材及び接着剤で作製したハット部材の曲げ変形に要したエネルギー値の結果を示す。この結果から、超音波接合は接着剤接合の約 95%であり、超音波接合は接着剤接合に比べ若干低いことがわかった。

3. 1. 2 圧縮試験結果

ハット部材の接合評価に万能材料試験機（島津製作所 AG-100kNIS）を用いた圧縮試験（試験速度 10mm/min）を行った。

圧縮試験の様子を図7に示す。このとき、超音波接合及び接着剤接合の両方ともに試験開始後、圧縮した数 mm 時点で、接合部のすべてが剥がれた。そのため、圧縮初期に出現する最大荷重で評価した。図8に超音波接合で作製したハット部材及び接着剤で作製したハット部材の最大荷重の結果を示す。この結果から、超音波接合は接着剤接合の約 90%であり、超音波接合は接着剤接合に比べ若干低いことがわかった。

3. 2 板材への六角ナット接合性能評価

3. 2. 1 剥離試験結果

六角ナットの接合評価は、万能材料試験機（インスト

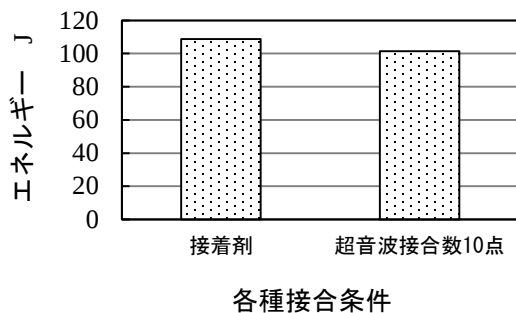


図6 曲げ変形に要したエネルギー値

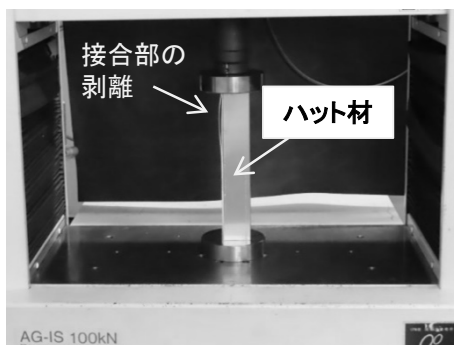


図7 圧縮試験の様子

ロン 5985 型)を用いて、試験速度 1mm/min にて接合面に対し垂直方向に引張試験をしたときの最大荷重を測定し、この値を接合試料の接合強度とした。

六角ナット接合面の表面状態を変化させた各3サンプルの中で最も高い接合強度を得た結果を図9に示す。この図から、市販品ナットの接合強度が一番高く、メッキ除去ナットや耐水研磨紙で接合面の粗さ変化させた#80研磨ナット、#320研磨ナット、#1500研磨ナットは接合強度が著しく低いことがわかった。なお、市販品ナットの接合強度は、JIS B 1196 の M4 溶接ナットの押込みはく離強さの参考値 3240N と比較すると 15%程度にとどまっているため、今回の取組みにおいては、接合強度の向上は達成できなかった。

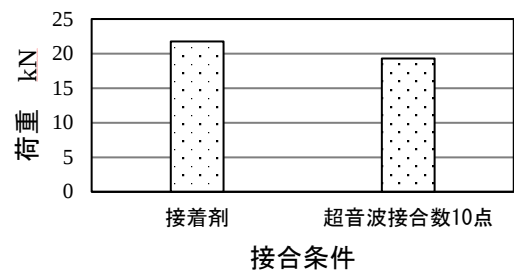


図8 圧縮試験による最大荷重測定結果

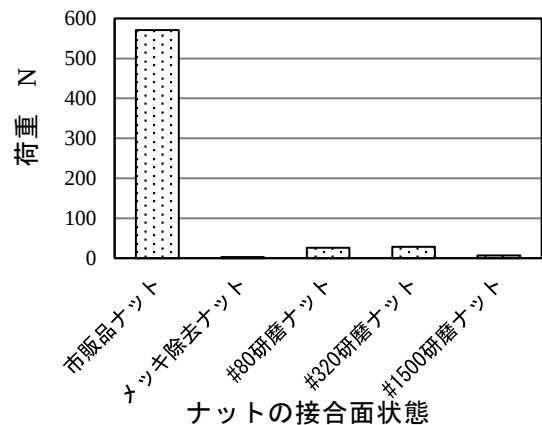


図9 表面状態を変化させた六角ナットの接合強度

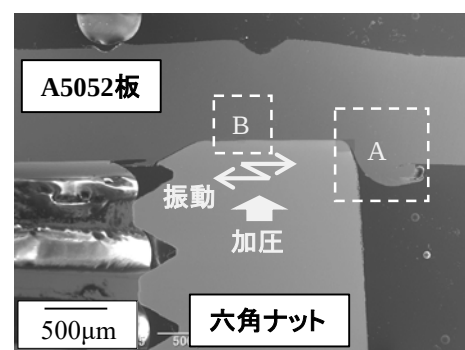
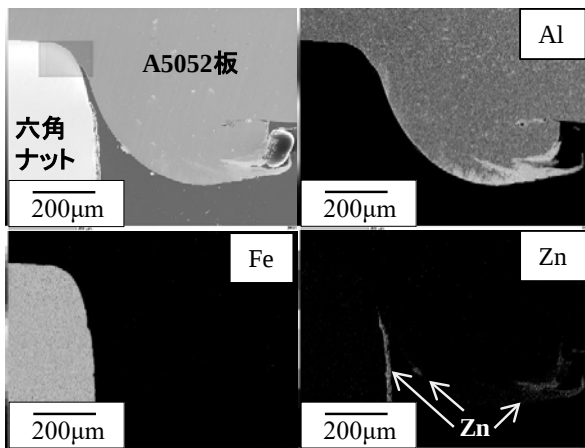
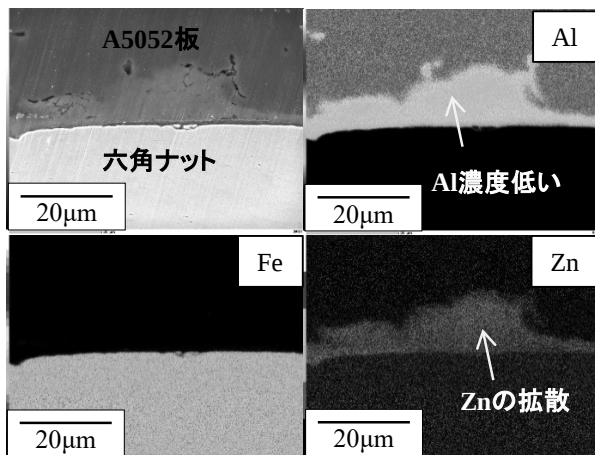


図10 六角ナット接合体断面のSEM像



(a) ナット外周部A



(b) 接合部B

図1-1 六角ナット接合体断面のEDX元素マッピング

3. 2. 2 接合界面のEDX分析結果

今回の実験で接合強度が一番高かった市販品ナットの接合体の断面観察を行った。六角ナット接合体断面のSEM像を図1-0に示す。この図におけるナット外周部A及び接合部Bについて、集束イオンビーム-高分解能走査電子顕微鏡複合装置（日本電子製 JIB-4600F）を用いた断面観察を行った。EDX 元素マッピング結果を図1-1に示す。

ナット外周部Aについて、A5052板に接触していないナット部表面には亜鉛メッキのZnが検出されていることがわかる。また、ナットの亜鉛メッキは加圧と超音波振動によりA5052板側に取り込まれながら、ナット外周部へ押し流されていることがわかる。一方接合部Bについては、ナットの亜鉛メッキはA5052板側へ拡散していることがわかる。以上から、ナットの接合には亜鉛メッキの拡散が寄与していることがわかった。

4. まとめ

超音波金属接合について、板厚1mmのハット部材への接合、接合面性状を変化させた六角ナットによる板材への六角ナット接合を行い、これらの性能評価を行った結果、以下の結果を得た。

- 1) ハット部材において、超音波接合部材の曲げ変形に要したエネルギー値は、接着剤接合部材の約95%であった。
- 2) ハット部材において、超音波接合部材の圧縮試験の最大荷重は、接着剤接合部材の約90%であった。
- 3) 板材への六角ナット接合において、メッキ除去や#80研磨ナット、#320研磨ナット、#1500研磨ナットは接合強度が著しく低い。それらに対し、市販品ナットの接合強度が高かった。ただし、この市販品ナットの接合強度は、IS B 1196のM4溶接ナットの押込みはく離強さの参考値3240Nと比較すると15%程度にとどまっている。
- 4) ナットの接合には亜鉛メッキのA5052板側への拡散が寄与している。

【謝 辞】

本研究の遂行にあたり、共同研究先の国立大学法人東海国立大学機構岐阜大学工学部山下実教授に、ご指導・ご助言をいただきましたことに深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 神,精密工学会誌 Vol.82, No.5, pp403-406, 2016
- 2) 加賀ら,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.5, pp48-51, 2017
- 3) 柘植ら,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.6, pp49-52, 2018
- 4) 柘植ら,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.7, pp47-50, 2019
- 5) 加賀ら,岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp5-8, 2020

プレス金型の故障診断手法の確立（第6報）

横山貴広*、塚原誠也*

Establishment of failure diagnosis system for press die (VI)

YOKOYAMA Takahiro* and TSUKAHARA Seiya*

当センターは、プレス製品の不良や金型の損傷を早期に発見するシステムの研究開発に取り組んでいる^{1~3)}。本年度は、プレス製品の不良問題の1つである、生産プレス機に異物が混入した後に発生するプレス製品の打痕傷の検出を目的として、深絞り試験機にAE（Acoustic Emission）センサを取付け、異物を故意に混入させて打抜き加工を実施した際のAE電圧波形の変化を検証した。その結果、異物が混入するとAE電圧の積分値は増加することがわかったが、異物混入の有無の判別は積分値のみから判断することは難しく、AE電圧波形の特徴も含めた詳細な検証が必要であることを確認した。

1. はじめに

プレス製品には、プレス機・金型・被成形材の異常などに起因して、バリ・寸法不良・欠け・傷などの様々な不良が発生する。このなかでも、特に異物の混入によるプレス製品の打痕傷は、複数の県内企業から解決したい問題点の1つとして報告を受けているが、未だ抜本的な解決方法は見つかっていない。異物の混入による製品不良は、プレス時に異物が金型から剥離しないと、連続して発生する。また、打痕傷は現場において人の目視で発見することが難しく、後工程の検査工程で確認されることが多いため、製品不良の発見が遅れてしまっているのが現状である。

本年度はプレス製品の異物混入打痕傷の検出を目的として、深絞り試験機のパンチと被成形材（母材）の間に故意に異物を混入させて打抜き加工をした際のAE電圧波形を測定し、その積分値を算出した。また、異物の有無や異物の種類・位置を変化させた場合のAE電圧波形や積分値を比較し、異物混入の有無を検証した。

2. 試験装置の概要

図1に本試験に利用した深絞り試験機の外観、表1にプレス試験の概要を示す。異物混入時のAE電圧波形の変化を捉えるため、ダイの横に共振周波数150kHz（金属の弾性波）で最大の増幅特性があるAEセンサを取り付けた。まず、実際に深絞り試験機のパンチの上部に異物を故意に混入させて打抜き加工をした際、打抜き試験片に打痕が生じるかどうかの予備試験を実施した。異物にはSPCCの板材にボール盤で穴をあけて、その際に生じた切削屑と、SPCCとSUSの板材を切断機で切った破断屑を用意した（図2）。破断屑は材料と厚みを変えた3種類（表1「異物の種類」のように破断屑1～3を定義）を用意し、切削屑とあわせて4種類の異物を作製

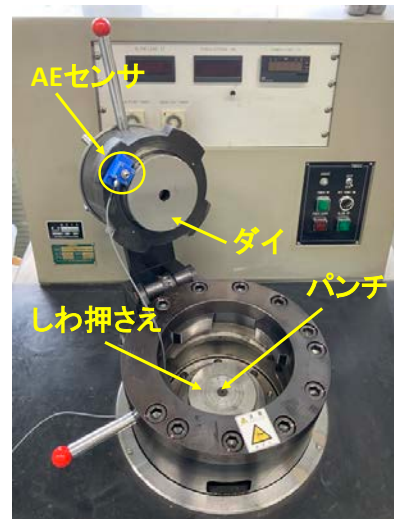


図1 深絞り試験機の外観

表1 プレス試験の概要

プレス試験機	型式：35ton・f自動型万能深絞り試験機 製造：株式会社 東京街機試験機
加工内容	打抜き加工
金型材料	SKD11(パンチ、ダイ)、S45C(しわ押さえ)
パンチ径、ダイ穴	φ20.00mm、φ20.25mm
しわ押さえ荷重	1.0 ton
パンチスピード	2.7～3.1mm/sec
被成形材(板厚、直径)	冷間圧延鋼板 SPCC(t=0.5mm、φ80mm)
AEセンサ アンプ	製造：フィジカルアコースティック社 センサ型式：PK15I 共振周波数150kHz アンプ型式：EDGE NODE DISCOVERY ゲイン：0dB サンプリング速度：1MHz 測定時間：50msec
異物の種類(材料、厚み)	破断屑1 (SPCC、t=0.5mm) 破断屑2 (SPCC、t=1.0mm) 破断屑3 (SUS、t=1.0mm)、切削屑(SPCC)
試験内容	内容：異物混入打抜き試験(①～③：各10回、④：5回) ①異物混入なし(通常) ②異物の位置(中央付近)：破断屑1～3、切削屑 ③異物の位置(端部)：破断屑1～3、切削屑 ④異物の位置(パンチとしわ押さえの間)：破断屑2

*機械部



図2 異物の外観

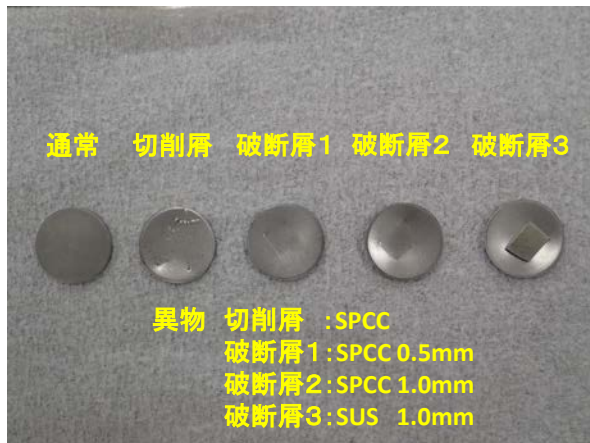


図3 打抜き加工後の試験片

した。これらの異物を実際に混入させて打抜き加工を実施したところ、すべての種類の異物で打抜き試験片に打痕傷の発生が確認された(図3)。そのため、この4種類の異物で本試験を実施することにした。

本試験は異物がない状態(通常)と予備試験で実施した4種類の異物を混入させて打抜き加工を実施し、取得したAE電圧波形を比較することで異物混入の影響を検証した。なお、異物を混入させる際に、異物をパンチの中央付近とパンチの端部に設置し、異物の位置によってAE電圧波形と積分値にどのような変化が現れるかも確認した(図4(a)(b))。さらに、異物をパンチとしわ押さえの間に設置し、母材と異物を同時に打抜き加工をさせた場合(異物を噛んだ状態で打抜き加工)の特殊な条件下での試験も実施した(図4(c))。

3. 試験結果及び考察

3.1 AE電圧波形について

図5は異物がない場合の打抜き加工における典型的なAE電圧波形である。パンチが上昇すると母材が円周状にほぼ同時に打ち抜かれるため、打抜きの瞬間に母材から弾性波が大きく発生する。その後、打ち抜いた母材とダイの接触によって若干の弾性波が生じている。このように、このAE電圧波形は弾性波の発生が打抜きの瞬間の短い時間に集中するため、AE電圧の継続時間が短い。

次に、破断屑1・2をパンチの中央付近に混入した場合のAE電圧波形を図6、図7に示す。異物を混入させてパンチを上昇させると、母材に打痕が生じ、母材の破

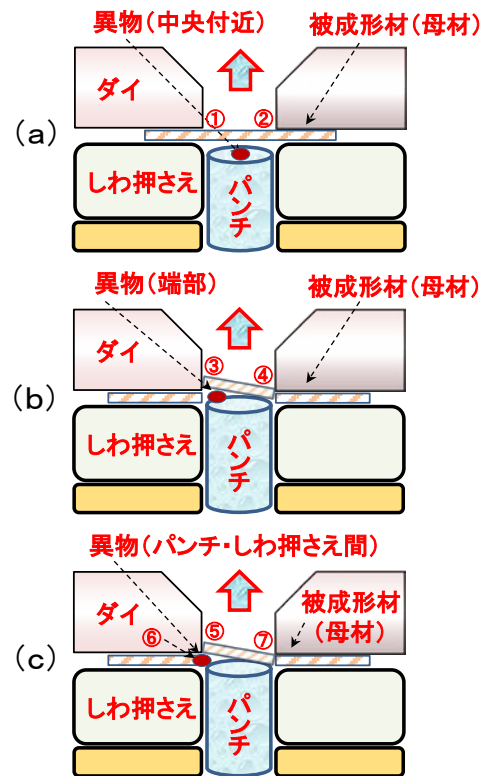


図4 金型の内部構造と異物の位置

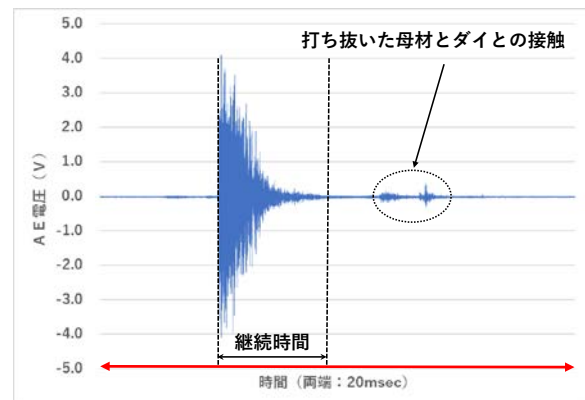


図5 通常(異物がない場合)のAE電圧波形

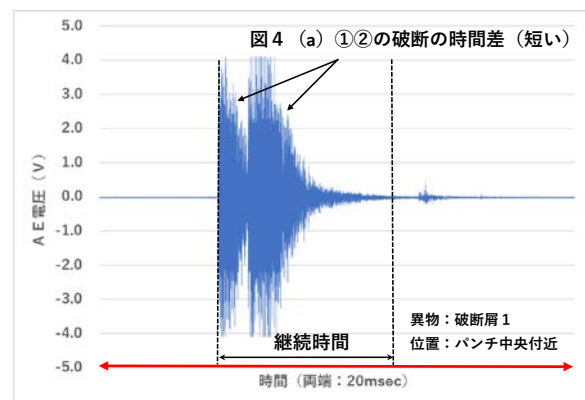


図6 破断屑1が混入した場合のAE電圧波形

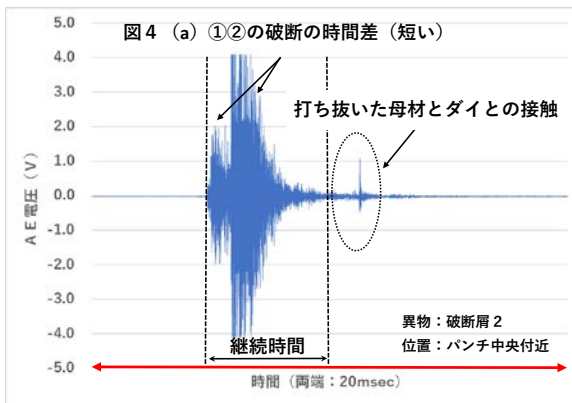


図7 破断屑2が混入した場合のAE電圧波形

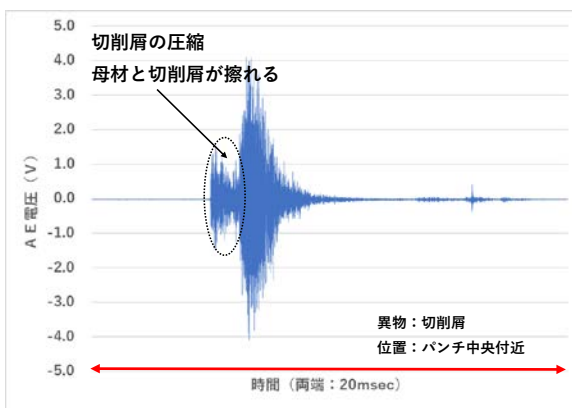


図8 切削屑が混入した場合のAE電圧波形

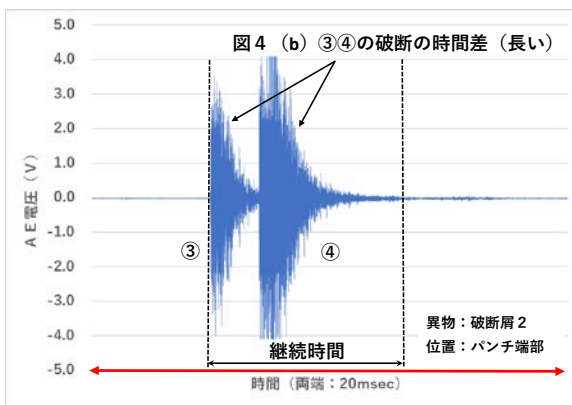


図9 破断屑2が混入した場合のAE電圧波形

断は異物がない場合より、円周状の打抜きに時間差が生じる(図4(a)①②)。そのため、母材より発生する弾性波にも時間差が生じ、図6、図7のようにAE電圧波形のピークが2つ現れたと考えられる。

また、破断屑1と破断屑2・3を比較した場合、破断屑2・3は波形のピーク数が2つになる割合が低くなることを除いて、あまりAE電圧波形に特徴が現れなかった。ただ、異物にSUS(破断屑3)を用いた場合、母材のSPCCの方が柔らかい材質のため、加工後の母材にSUSの破断屑が接着する現象が確認された(図3の破

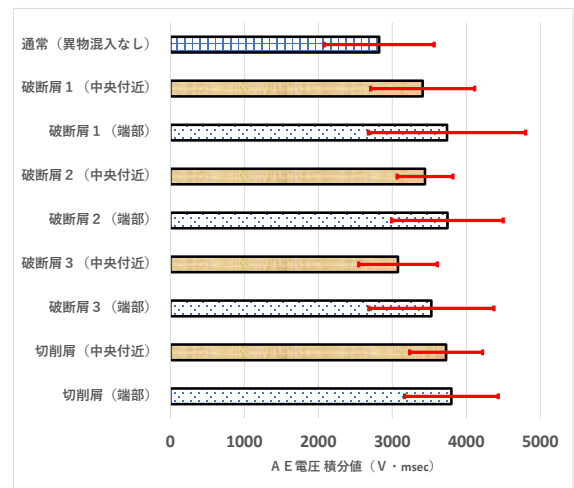


図10 各試験条件のAE電圧の積分値の平均値

断屑3を参照)。

切削屑をパンチの中央付近に混入した場合のAE電圧波形を図8に示す。切削屑は破断屑より圧縮力によって押しつぶされて変形しやすい。そのため、初期のパンチの上昇の際、切削屑はパンチと母材の間に圧縮され、母材と切削屑が擦れる際に弾性波が発生していると思われる。

次に、破断屑2をパンチの端部に混入させた場合のAE電圧波形を図9に示す。破断屑2をパンチの中央付近(図7)と端部(図9)に混入した場合を比較すると、端部の場合は波形のピーク間隔が長くなる傾向が確認された。これは異物が端部に存在すると、まず異物が存在する付近の母材が破断し(図4(b)③)、最後に異物から距離が離れた場所の母材が破断する(図4(b)④)。よって、異物が中央付近にある場合より、波形のピーク間隔が広がったものと推定できる。

3.2 AE電圧波形の積分値について

図10は異物がない場合と異物の種類・位置を変えた8つの条件を併せた9つの試験内容で、各10回打抜き加工をした際のAE電圧の積分値の平均値(μ)と標準偏差(σ)を示す。

図10より、異物が混入した場合は異物がない場合と比較すると、すべての条件でAE電圧の平均値が高くなっている。さらに、異物が同じ種類でその位置がパンチの中央付近と端部に設置した場合を比較すると、すべての条件でパンチの端部に設置した場合の方がAE電圧の積分値が高いことがわかった。この理由として前記に示したとおり、異物の位置が端部にあることによって、AE電圧の継続時間が全体的に長くなっていることが主な原因だと考えられる。さらに図10より、AE電圧の積分値が最も高かった条件は、切削屑を混入させた場合であることがわかる。切削屑は打抜き加工初期に、材料の大きな圧縮変形と母材と切削屑が擦れる際に弾性波が

発生していると思われるが、破断屑は材料の圧縮変形が小さく、さらに母材との擦れも切削屑より少ないため弾性波がほとんど発生しない。このように、圧縮時の弾性波の有無が AE 電圧波形の積分値に差を与えたのではないかと推定できる。

次に、AE 電圧の積分値から異物の有無が統計的な視点から判別できるかについて、分散分析・多重比較を利用して検証した（有意水準 $\alpha=0.05$ を採用）。その際、①異物がない場合と 4 種類の異物を中央付近に混入させた場合、②異物がない場合と 4 種類の異物を端部に混入させた場合の 2 通りを実施した。

分散分析の結果、①の場合には異物の有無に関して差異が確認されたが（有意確率 $p=0.013$ ）、②の場合には①より両者の積分値の差がさらに大きくなっているにもかかわらず差異が確認されなかった（有意確率 $p=0.059$ ）。また、①の条件で、異物がない場合とどの種類の異物が混入した場合に差異があるのかを調べるため、Bonferroni の多重比較⁴⁾を実施したところ、有意性のある差異は、異物がない場合と切削屑が混入された場合の関係のみ確認され、その他については全くなかった。

よって、異物混入の有無の判別は積分値を含め AE 電圧の全体の特徴から判断すべきであり、積分値の数値の増加のみから異物混入の有無を判断することは難しいことがわかった。

3. 3 異物を打抜き加工した場合

図 4 (c) の位置に異物を混入させ、打抜き加工をした際の典型的な AE 電圧波形を図 11 に、打抜き加工後の試験片を図 12 に示す。図 11 より、AE 電圧のピークが 3 つ存在し、継続時間がかなり長いことがわかる。この図を概観すると、最初に異物付近の母材の破断によって弾性波が生じ（図 4(c)⑤、図 12①）、その後、異物（図 4 (c) ⑥、図 12 破断屑 2）若しくは異物から離れた場所の母材（図 4 (c) ⑦、図 12②）の破断による弾性波が重なった現象を示していることがわかる。このように、異物を母材とともに打抜き加工をした際、ピーク波形の数から異物を打ち抜いたのかがおおよそ推定できる。ただ、波形のピークが必ずしも 3 つ存在するとは限らず、異物と母材の AE 電圧波形が重なって 1 つ若しくは 2 つになった場合もあった。また、AE 電圧の継続時間が 50msec 以上になったり、ピーク電圧が極端に低い場合も存在した。このように、母材とともに異物を打ち抜いたかどうかの判断には、AE 電圧波形のピーク数のみならず、継続時間やピーク電圧などの総合的な視点で検証する必要がある。

4. まとめ

深絞り試験機のパンチの上部に異物を混入させて打抜き加工をした際の AE 電圧波形の特徴とその積分値の変

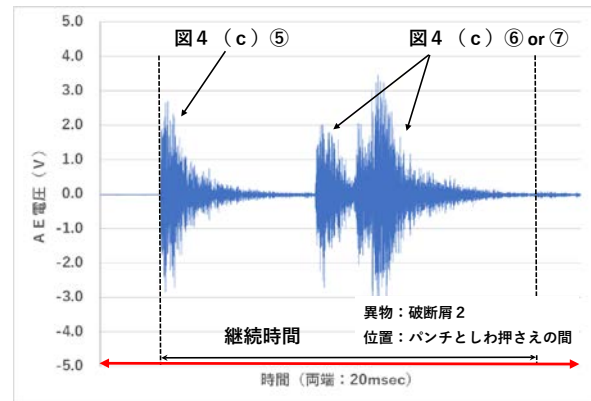


図 11 異物の位置が特殊な場合の AE 電圧波形

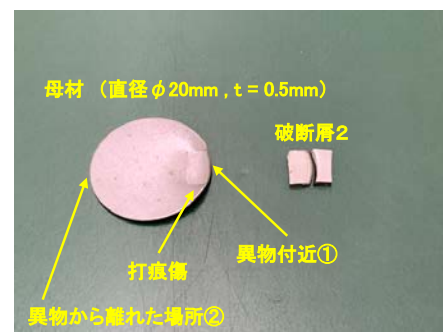


図 12 打抜き加工後の試験片

化を検証した。

その結果、

- ・異物が混入すると異物の種類・位置によって、AE 電圧波形が異なることを確認した。
- ・異物が混入すると異物がない場合より AE 電圧の積分値が大きくなり、パンチ端部に混入するとその積分値はさらに大きくなる。しかし、異物混入の有無の判別は、AE 電圧の積分値の増加のみから判断することは難しい。

主に、以上の知見を得ることができた。

今後、異物混入の有無の判別は、AE 電圧波形の特徴とその積分値の両方の特徴を詳細に検証するのみならず、他の統計的な方法も考案して、最適な判別手法を探索していくことが必要である。

【参考文献】

- 1) 横山ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No. 6, pp5-7, 2018
- 2) 横山ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No. 7, pp5-9, 2019
- 3) 横山ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No. 1, pp1-4, 2020
- 4) 大澤, わかる & 使える統計学用語, pp304-305

軽量部材加工技術に関する研究（第3報）

小川大介*、加賀忠士*

Study on lightweight material machining technology (III)

OGAWA Daisuke* and KAGA Tadashi*

軽量部材として注目されている炭素繊維強化プラスチック（以下、CFRP）の切削加工では、加工条件だけでなく、工具の形状や材種、被削材の繊維配向が、工具摩耗や加工品質に影響することが知られている。そこで、工具形状およびツールパスに着目し、CFRPの切削加工実験を行い、切削抵抗および工具摩耗、ケバの状態について評価した。その結果、すくい角については、ポジティブ形状の方が切削抵抗を抑制し、ケバの量を抑えることができ、ツールパスについては、アップカットの方が工具摩耗を低減し、ケバを抑えることができることがわかった。

1. はじめに

近年、環境や省エネルギー問題の観点から、航空機や自動車部品等に、軽量かつ機械的強度の高いCFRPの適用が増えている¹⁾。このCFRPを部品として使用するためには、成形加工した後、切削や穴あけなどの二次加工が必要となることから、高品位で高能率な切削加工に関する研究が盛んに行われている^{2)~5)}。CFRPは、金属材料などの等方材と異なり、繊維配向によって切削特性に異方性が生じることから、ケバやデラミネーション（層間剥離）が発生して仕上げ面性状の品質が低下する。また、炭素繊維によって工具寿命が短くなることから、難削材といわれている。これらの対策として、低能率加工やコーティング工具などが検討されているが、製造コストが高くなるなど課題がある。そこで、主軸回転数や送りなどの加工条件、工具形状やコーティング、CFRPの繊維配向などが、加工品質や工具摩耗へ与える影響を把握することが望まれている。

これまでに当センターでは、主軸回転数や送りなどの加工条件が加工面品質に与える影響や、工具コーティングの有無による工具摩耗の特性について調査を行ってきた⁶⁾⁷⁾。今年度は、工具形状（すくい角）およびツールパスを変えた時の切削抵抗および工具摩耗、ケバの状態について評価を行ったので報告する。

2. 実験

2.1 実験装置および被削材料

実験には、5軸NC加工機（ヤマザキマザック（株）、VARIAXIS630-5XII）を用いた。NC加工機のテーブル上に切削動力計（日本キスラー（株）、JZ90012A）を配置し、その上に治具を介して被削材を固定して切削実験を行った。切削条件は、主軸回転数 5000・7000・9000min⁻¹、1刃送り 0.01・0.1・0.2mm/tooth、径切込み

10mm、軸切込み5mmとし、アップカットおよびダウンカットによるドライ加工を行った。被削材に用いた熱硬化性CFRPは、一方向材を配向積層[90/0/±45]_sして疑似等方板としたもので、板厚は8mmである。この材料を板幅110mmに切断し、加工実験に用いた。

切削抵抗の計測方向は図1に示すとおり、Fx、Fy、Fzの3分力を計測し、それらの合力を求めて解析した。加工後の工具の評価については、デジタルマイクロスコプ（（株）キーエンス製、VHX-1000）とレーザー顕微鏡（（株）キーエンス製、VK-9700/9710）を用いて工具摩耗量を計測した。工具摩耗は、エンドミル工具先端から、0.8（繊維方向90°）・1.8（45°）・2.8mm（0°）の3箇所を測定し、平均したものを工具摩耗量とし、被削材110mm加工後に計測した。

2.2 工具形状（すくい角）

切削工具は、直径20mm、ねじれ角10°の4枚刃超硬エンドミル工具を用いた。図2に示すように、すくい角がポジティブ形状（プラス角度）となれば、シャープな切れ刃形状によって切削抵抗が小さくなり、ネガティブ形状（マイナス角度）の場合、耐摩耗性が向上するといった特徴を有していることから、本研究において、すくい角を-2°、+6°、+10°の3種類の工具を用いた加工実験を行い、それぞれの切削抵抗や工具摩耗について評価した。

2.3 ツールパス

切削加工時におけるツールパスは、図3に示すように、アップカットとダウンカットと呼ばれる加工方法がある。これまで筆者らは、ダウンカットのツールパスを用いて実験を行ってきた。ダウンカットは、切りくず厚さが最大の所から刃先が被削材に食い込み、0となる方向に進むツールパスで、金属加工の場合、工具寿命が長くなる利点がある。一方、アップカットはその逆で、表面粗さが滑らかになる利点がある。そこで、ツールパスによる切削抵抗や工具摩耗、およびケバの状態について評価し

* 機械部

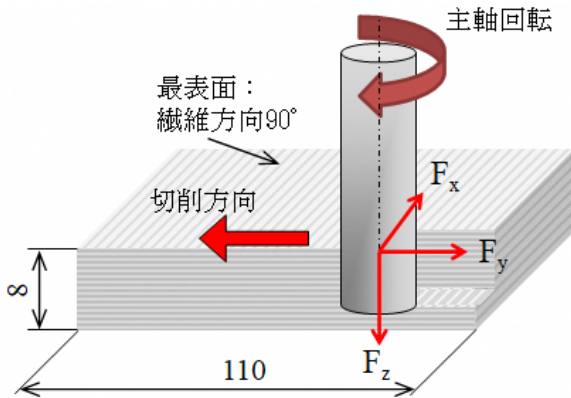
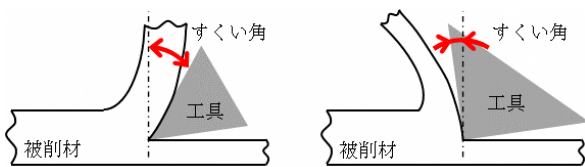
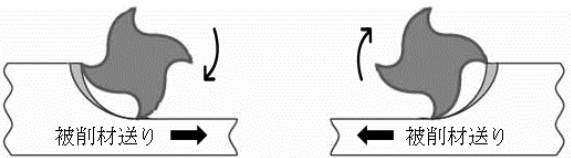


図1 切削加工モデル


(a) ポジティブ形状 (b) ネガティブ形状
図2 工具形状（すくい角）

(a) アップカット (b) ダウンカット
図3 ツールパス

た。なお切削工具は、直径20mm、ねじれ角 10° 、すくい角 $+6^{\circ}$ の4枚刃超硬エンドミル工具を用いた。

3. 結果及び考察

3.1 すくい角に関する評価

すくい角の違いによる、ダウンカット時の切削抵抗の測定結果を図4に示す。すくい角がネガティブ形状（ -2° ）とポジティブ形状（ $+6^{\circ}$ 、 $+10^{\circ}$ ）とを比較すると、ネガティブ形状の切削抵抗の方が高いことが確認できた。特に、主軸回転数 9000min^{-1} 条件において比較すると、約2倍の差が生じていた。また、昨年度までの結果と同様、送り速度を遅くすることで、切削抵抗の抑制に効果があることが確認できた。ポジティブ形状のすくい角、 $+6^{\circ}$ と $+10^{\circ}$ における切削抵抗については、すくい角 $+10^{\circ}$ の方が小さくなると予想していたが、条件によっては逆転現象が起きていた。この要因については、工具刃先の状態や切りくず排出などの影響によって生じたのではないかと考えられる。

次に、ダウンカット時の工具摩耗量測定結果を図5に示す。すくい角の違いによる工具摩耗量の傾向は確認で

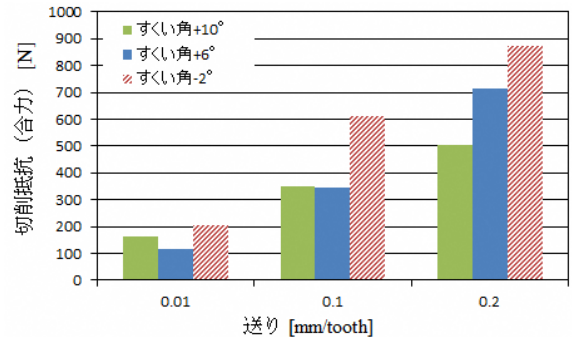
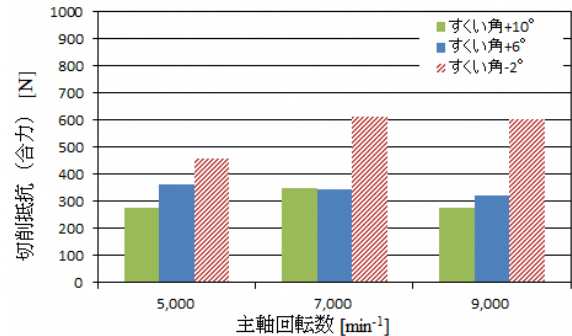

(a) 送り速度と切削抵抗（主軸回転数： 7000min^{-1} ）

(b) 主軸回転数と切削抵抗（送り： 0.1mm/tooth ）

図4 切削抵抗測定結果

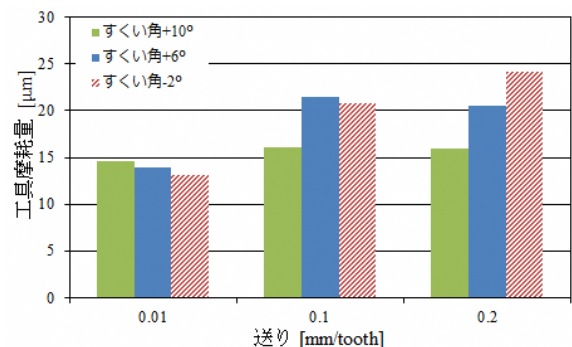
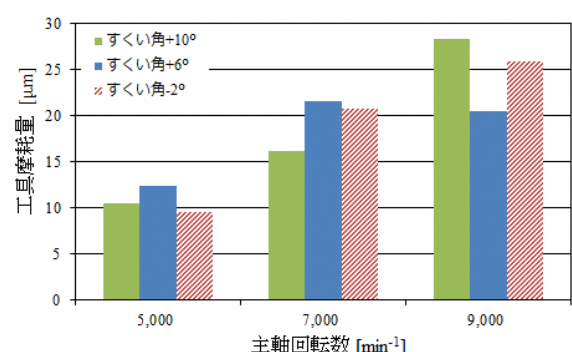

(a) 送り速度と工具摩耗（主軸回転数： 7000min^{-1} ）

(b) 主軸回転数と工具摩耗（送り： 0.1mm/tooth ）

図5 工具摩耗量測定結果

きなかった。全体的な傾向としては、送り速度および主軸回転数を遅くすることで、工具摩耗量の低減効果があるといえる。使用後の工具状態の一例を図6に示す。切



(a) すくい角-2°



(b) すくい角+10°

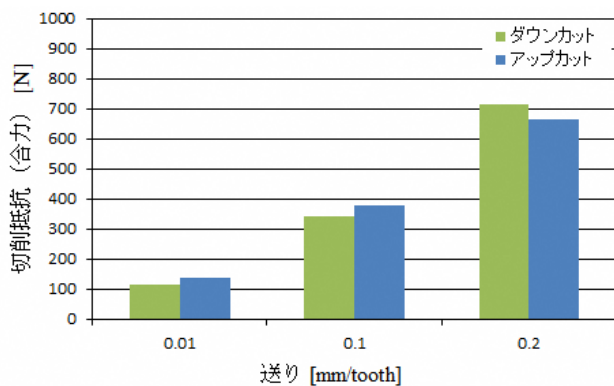
図6 工具状態

(主軸回転数：7000min⁻¹、送り：0.2mm/tooth)

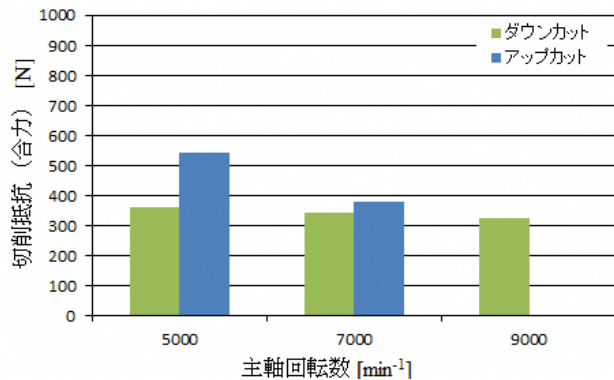


図7 加工面状態

(主軸回転数：9000min⁻¹、送り：0.1mm/tooth)

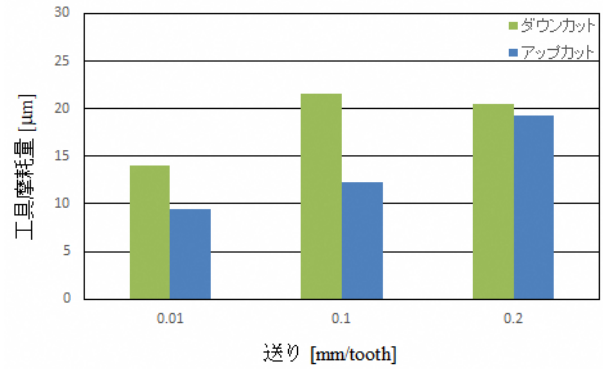


(a) 送りと切削抵抗 (主軸回転数：7000min⁻¹)

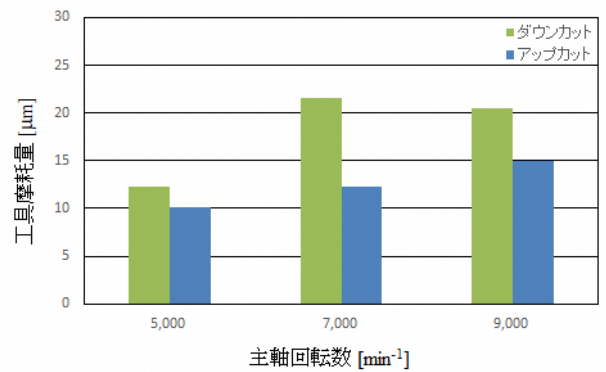


(b) 主軸回転数と切削抵抗 (送り：0.1mm/tooth)

図8 切削抵抗測定結果

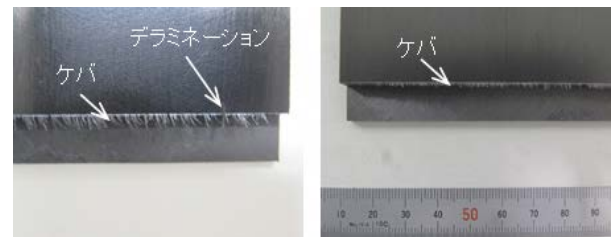


(a) 送りと工具摩耗 (主軸回転数：7000min⁻¹)



(b) 主軸回転数と工具摩耗 (送り：0.1mm/tooth)

図9 工具摩耗量測定結果



(a) ダウンカット

(b) アップカット

図10 加工面状態

(主軸回転数：7000min⁻¹、送り：0.1mm/tooth)

れ刃の一部分に凹凸が生じているのは、炭素繊維の積層方向によって工具摩耗に違いが生じたことが要因であり、これが工具摩耗量のバラツキに影響したのではないかと考えられる。

CFRP の加工面状態としては、図7に示すように、すくい角-2°より、すくい角+6°および+10°の方がケバの発生が少なく、良好な仕上げ面が得られることがわかった。

以上のことから、エンドミル工具のすくい角の選定については、ポジティブ形状のすくい角の方が切削抵抗を抑制し、ケバの量を抑えることができる。

3. 2 ツールパスに関する評価

ツールパス (アップカットおよびダウンカット) によ

る切削抵抗の測定結果について、図8に示す。ただし、主軸回転数 9000min^{-1} におけるアップカットの切削抵抗結果については、データを取得できなかったため、省略している。全体的な切削抵抗の傾向として、ツールパスの違いによる切削抵抗の差は小さいことが確認できた。ただし、主軸回転数 5000min^{-1} 条件については、アップカットの切削抵抗の方が約3割増加していた。

次に、工具摩耗量について測定した結果を、図9に示す。ダウンカットと比べ、アップカットの方が工具摩耗を抑えることが確認できた。一般的に、ダウンカットの方が、切削長さが短くなることから工具寿命が長くなると言われているが、CFRPの切削加工においては、アップ加工の方が工具摩耗は少なかった。ダウンカットでは、工具が被削材に食い込む際の衝撃があるが、アップカットでは、切りくず厚さがゼロから始まる方ため、衝撃を少なくでき、工具摩耗の低減効果があったのではないかと考えられる。

CFRPの加工面状態について、図10に示すように、アップカットの方がケバの量が低減されていることが確認できた。ダウンカットは工具が被削材から抜ける所が加工面となるが、アップカットの場合、被削材に食い込むところが加工面となる。そのため、アップカットでは、未加工部分が加工変形を抑制し、ケバが少なくなったと考えられる。

以上のことから、アップカットの方が工具摩耗やケバの量を抑えることができる。

4. まとめ

工具形状およびツールパスに関するCFRPの切削加工実験を行い、切削抵抗や工具摩耗、およびケバの状態に関する評価を行った結果、以下の知見を得た。

- 1) エンドミル工具のすくい角については、ポジティブ形状の方が切削抵抗を抑制し、ケバの量を抑えることができる。
- 2) CFRP切削加工のツールパスについては、アップカットの方が工具摩耗を低減し、ケバを抑えることができる。

【謝 辞】

本研究の一部は、一般財団法人越山科学技術振興財団の研究助成金により実施させて頂きました。また、本研究にあたり、ご協力いただきましたミズノテクニクス株式会社様、株式会社エムテック様に深く感謝申し上げます。

【参考文献】

- 1) J.Takahashi, Development in Composites Technology for Reduction of Environmental Load, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.57, No.8, PP. 852-855, Aug.2008

- 2) 酒井ら, 炭素繊維強化熱可塑性樹脂のトリミング加工に関する研究, 日本機械学会第9回生産加工・国策機械部門講演会論文集, 85.2012
- 3) 坂本ら, CFRP板のエンドミル加工に関する研究, 精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, PP311-312, 2013
- 4) 加賀, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.2, pp47-49, 2014
- 5) 加藤, 鳥取県産業技術センター研究報告 No.19, PP.39-43, 2016
- 6) 小川ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.7, pp51-54, 2019
- 7) 小川ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp9-10, 2020

鉛レス金属材料の加工技術に関する研究

小川大介*、加賀忠士*

Study on Pb-free material machining technology

OGAWA Daisuke* and KAGA Tadashi*

環境意識の高まりにより、水道水に含まれる鉛含有量の規制が強化されることから、水栓部品に用いられる材料についても、鉛レス化が加速すると予想されている。従来の水栓部品に使用されている黄銅材料には、快削性を向上させるために鉛が添加されている。この鉛成分を置換した鉛レス黄銅材料に切り替えることにより、切削性や工具摩耗の悪化が考えられる。そこで、鉛レス材料の切削加工データを蓄積し、従来材料との比較検討を行った。その結果、鉛レス黄銅材料の方が快削黄銅と比べ、切削抵抗は大きくなる一方、良好な切削加工面品質を得るための切削速度や送り条件の適用範囲が広いことがわかった。

1. はじめに

岐阜県山県市は、「水栓バルブ発祥の地」であり、国内屈指の水栓バルブ製造の集積地である。この水栓バルブに用いられる材料として、耐食性や快削性が求められることから、青銅や黄銅が多く使用されている。特に、快削黄銅（C3604）は安価であり、切削加工性が良好であるため幅広く使用されている材料である。しかし、環境問題への意識の高まりから、世界保健機関（WHO）の水質ガイドラインにより、飲料水中の鉛含有量に対する水質基準が厳しくなり、米国では 2014 年から飲料水器具に含まれる鉛の量が、加重平均で 0.25%以下に規制されているほか、欧州でも、RoHS 指令により鉛に対する環境規制が強化されている。このような背景から、鉛レス金属材料の材料開発¹⁾が進められ、今後、水栓部品の鉛レス化が加速することが予想されている。従来の黄銅材料については、快削性を向上させるため鉛が添加されている。それに対して、鉛成分を置換した鉛レス黄銅材料は、切削性が劣り、切削工具の早期摩耗や切削抵抗の増大などの問題が指摘されている。また、現状加工データが少ない²⁾。

そこで、本研究では鉛レス黄銅を対象として、旋削加工時の切削抵抗および加工面の表面粗さについて測定し、切削加工データの蓄積を行い、従来材料との比較検討を行った。

2. 実験

2.1 実験装置および被削材

実験には、汎用旋盤（（株）池貝製、AM-20）を用いて切削性評価を行った。切削抵抗の測定には、切削動力計（日本キスラー（株）、9257B）を用い、既存の刃物台を取外し、治具を介して取付けた。取付けた動力計の上面に切削工具を固定し、丸棒材の長手方向の旋削加工

表 1 被削材の機械的特性

被削材	引張強さ (MPa)	伸び (%)	硬度 (HV0.2)
快削黄銅	455	28	143
鉛レス黄銅A	431	36	125
鉛レス黄銅B	359	31	106

時の切削抵抗を測定した。被削材は、鉛を含有した快削黄銅合金 C3604（以下、快削黄銅）と鉛の代替成分として、ビスマスを追加した鉛レス黄銅合金 C6801 および C6803（以下、鉛レス黄銅 A および鉛レス黄銅 B）の丸棒材（φ30mm）を用いた。表 1 に被削材の機械的性質を示す。

2.2 実験条件

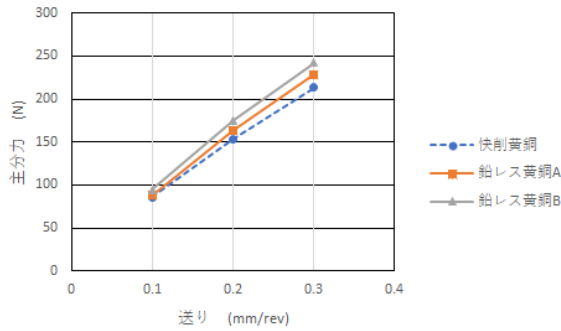
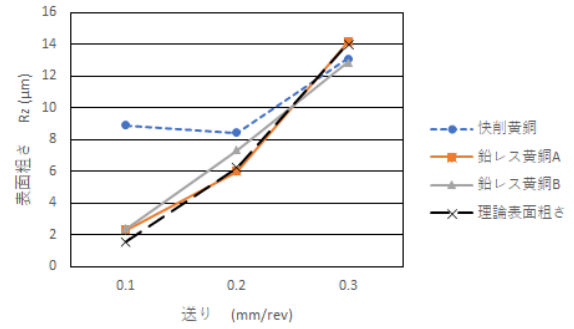
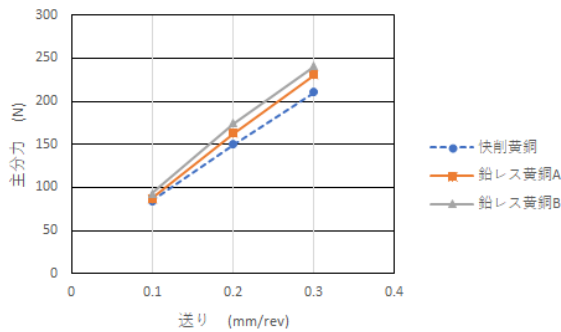
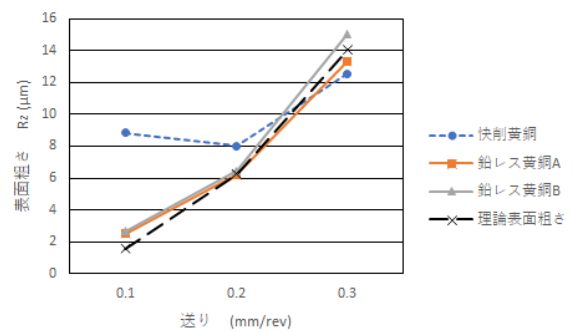
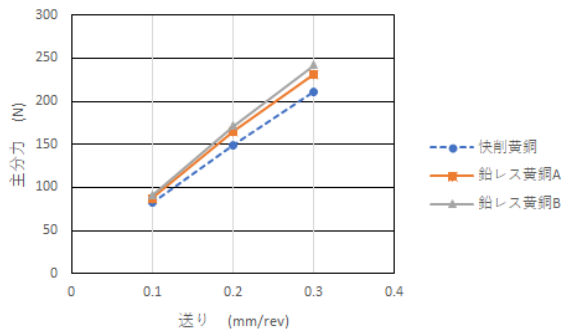
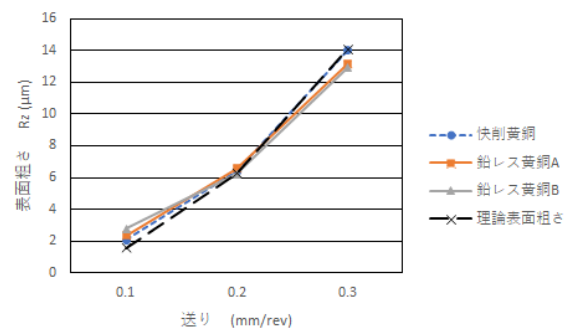
切削工具は、市販のスローアウェイ工具を用い、ノーズ半径 $R_n 0.8\text{mm}$ 、工具材種は超硬合金 K10 とした。切削条件は、主軸回転数① 560 min^{-1} （切削速度 $46\sim 53\text{m/min}$ ）、② 800 min^{-1} （切削速度 $65\sim 75\text{m/min}$ ）、③ 1120 min^{-1} （切削速度 $91\sim 106\text{m/min}$ ）、送り速度 $0.1\sim 0.3\text{mm/rev}$ 、切込み量 1.0mm とし、切削液は用いないドライ加工にて行った。切削加工後の表面粗さ計測については、表面粗さ測定機（アメテック（株）製、フォームタリサーフ PGI NOVUS）を用いた。

3. 結果及び考察

図 1～3 に、それぞれの主軸回転数条件における送りと主分力切削抵抗の関係について示す。快削黄銅と比べ、鉛レス黄銅の切削抵抗は 1 割程度大きくなっていることが確認できた。また、切削速度による、切削抵抗への影響はほとんどないことがわかった。

次に、送りと表面粗さ R_a の結果について、図 4～6 に示す。鉛レス黄銅の表面粗さ結果は、理論表面粗さと同等の加工面品質が得られることが確認できた。つまり、刃先ノーズ R_n が正しく転写されていることが言える。

* 機械部

図1 切削抵抗 (560min⁻¹: 46~53m/min)図4 表面粗さ (560min⁻¹: 46~53m/min)図2 切削抵抗 (800min⁻¹: 65~75m/min)図5 表面粗さ (800min⁻¹: 65~75m/min)図3 切削抵抗 (1120min⁻¹: 91~106m/min)図6 表面粗さ (1120min⁻¹: 91~106m/min)

一方、快削黄銅については、切削速度が遅く、送りを小さくすると、表面粗さが悪化した。要因として、図7に示すように工具刃先に溶着が生じていたことが原因と考えられる。なお、鉛レス黄銅では、この溶着が少なかった。以上のことから、鉛レス黄銅は快削黄銅と比べ、切削速度や送り条件の適用範囲が広いことがわかった。

4. まとめ

鉛レス黄銅を対象として、加工時の切削抵抗および加工面の表面粗さについて測定し、快削黄銅との比較検討を行った。以下に得られた結果について示す。

- (1) 鉛含有快削黄銅と比べ、鉛レス黄銅の切削抵抗は1割程度大きくなる。
- (2) 鉛レス黄銅は、良好な切削加工面性状を得る切削速度や送り条件の適用範囲が快削黄銅と比べ広い。

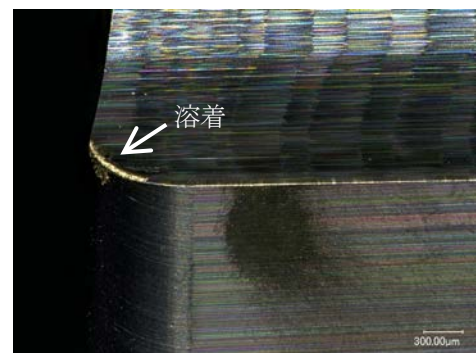


図7 快削黄銅加工後の切削工具

【参考文献】

- 1) 大石恵一郎ら, までりあ, Vol.60, No.2, pp110-112, 2021
- 2) 米山ら, 山梨県工業技術センター, No.22, pp111-114, 2008

金属

アルミダイカスト部品の高品質・低コスト化を実現する製造技術の開発（第5報）

水谷予志生*、関範雄*、新川真人†

Development of manufacturing technique for aluminum die-casting due to high quality and cost reduction (V)

MIZUTANI Yoshiki*, SEKI Norio* and NIKAWA Makoto†

ガス窒化とショットピーニングを複合させた表面処理を施したダイカスト金型を作製し、アルミニウムダイカスト実験を行った。この金型には、3箇所の押出ピンに歪みゲージを取り付けてあり、射出時の圧力ピークを捉えることができた。この歪み曲線から、圧力の立ち上がり時間差、最大歪み値、圧力持続時間を調べることで、金型表面処理の違いによる溶湯の流入・凝固過程への影響が明らかになった。また、得られたアルミダイカスト試験片の引張強度は、複合表面処理した金型で大きくなっていた。X線CT観察により、欠陥の大きさが小さく、量も少なくなっていたことから、強度が向上したと考えられる。歪み曲線の分析から、複合表面処理金型では、保温性が良くなったことで、湯流れと圧力伝播性が良くなった結果と考えられる。

1. はじめに

ニアネットシェイプで複雑な形状を短時間で大量に生産できるアルミニウムダイカストは、その生産性の高さから、コスト競争の厳しい自動車部品の生産になくてはならない。近年、100年に1度の変革期と言われる自動車業界において、厳しい排ガス規制をクリアするための軽量化策の一つとして、アルミ化は当然検討すべき策である。このため、アルミニウムダイカストの適用拡大が期待されている。しかし、素材自体のコストが鉄鋼材料に比べて格段に高いことから、製造コストの削減が喫緊の課題である。

ダイカストとは、高温の金属溶湯を金型キャビティに高速・高圧で充填させ、急速に冷却・凝固させることで製品を短時間で製造するプロセスである。ダイカストに用いられる金型は、高温の溶融金属との接触および高速高圧流体の流れによる溶損、加熱と冷却の繰り返しによる熱疲労によるヒートクラック等様々な損傷を受ける。また、近年増えてきている高延性アルミニウムダイカスト合金では、通常のダイカスト合金（ADC12）よりも溶損が激しいとされ、金型寿命がさらに短い。このように損傷を受けた金型は、定期的に取り外してメンテナンスをする必要があり、生産性低下の要因となる。製造コストの削減には、このメンテナンス頻度の低下が重要であることから、金型寿命を長くする新しい表面処理技術が望まれており、研究開発も行われている。

ダイカスト金型（SKD61）の表面処理として、様々な種類の窒化やコーティングが研究・実用化されているが、それぞれ一長一短がある²⁻¹²。これまでに、金属表面に圧縮応力を付与するショットピーニングと、ガス窒化をそれぞれ、あるいは組み合わせた複合表面処理を金

型材に適用し、テストピースでの性能の評価や、アルミニウム合金溶湯との反応性を評価するための浸漬試験を行った^{13,14}。この結果、複合処理を施した試験片において、耐摩耗性、耐溶損性の向上が確認された。本研究では、これらの複合処理を施したダイカスト金型を作製し、ダイカストテスト実験を行った。金型の表面処理による流入過程への影響や、製造されたアルミニウム成形品への影響を調査した。

2. 実験方法

図1(a)に示すようなW60×L170×t3mmの平板状成形品を铸造するダイカスト金型入子をSKD61で作製し、このキャビティ面にショットピーニング（SP）後ガス窒化（N）を行った物（以後SP-N金型と略す）と、さらにショットピーニングを追加した物（以後SP-N-SP

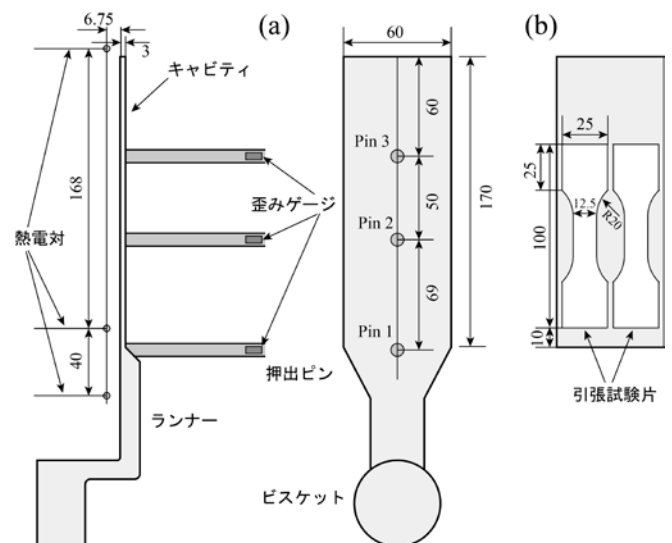


図1 (a) ダイカスト試験用キャビティ形状
(b) 引張試験片形状と採取位置

* 金属部

† 岐阜大学 工学部・機械工学科 准教授

表1 ダイカスト casting 条件

溶解温度	650℃	高速射出速度	1.0m/s
材料	ADC12	高速ストローク	20mm
製品重量	250g	低速射出速度	0.1m/s
铸造压力	50MPa	低速ストローク	190mm
ダイタイム	8s		

金型と略す)、および比較として未処理の物の3種類を用意した。これらの金型を用いて、型締力135tのダイカストマシンで表1のような条件でダイカスト実験を行った。この時、図1(a)の図面に示したように、押出ピン3本の根元に歪みゲージを貼り付け、可動型側にはキャビティ面から6.75mmの位置まで熱電対を挿入し、溶湯の流入過程を捉えるようセンシングした。また、ダイカスト時にはスリーブ温度・金型温度が定常状態になるよう10ショット程度の捨て打ちを100倍希釈の水溶性離型剤を用いて行い、実験本番では離型剤を使わず5ショット行った。得られたダイカスト成形品について、X線CT装置(東芝ITコントロールシステム(株)製、TOSCANER-32300 μ FD)によるCT観察と断面のマイクロ組織観察を行った。また、図1(b)に示したように、1成形品あたり2本の引張試験片をワイヤーカットで切り出し、万能材料試験機により引張強度を測定した。

3. 結果及び考察

図2に、ダイカスト実験時に3箇所の押出ピン根元の歪みゲージから得られた歪み曲線を示す。3種類の金型に対して、本番5ショット中の1ショット分の変化をそれぞれ示している。歪み曲線がきれいに取れたものもあるが、ノイズ等で曲線が乱れているものもあるが、図中矢印で示した射出のタイミングで、いずれの曲線でもひずみが瞬間的に増加しているのが計測できた。また、いずれの金型でも、ゲートに一番近いPin1の曲線は、射出時の歪み増加後、比較的緩やかに元に戻っているのに対し、Pin2、Pin3とゲートから遠くなるにつれ、短時間で元に戻っていた。また、この射出時のピークを拡大すると、各ピン位置でのピークの立ち上がり時間がずれていることが分かった。図3に、未処理の金型で得られた射出時のピークを例として示す。これを見ると、ゲートから一番遠いPin3が一番早く立ち上がり、次いで中間のPin2、最後にPin1の歪みが増加している。押出ピンが歪むのは、溶湯が充填し、射出圧が十分加わるようになったためと考えられる。ダイカストでは、ゲートから遠い方から充填されるため、Pin3から順番に圧力が加わった結果であると考えられる。各ピン位置でのピークの立ち上がりの時間差を、図3に示したように、Pin3とPin2の差を t_1 、Pin2とPin1の差を t_2 とし、3種類の金型に対してまとめたグラフを図4に示す。未処理の金型が t_1 、 t_2 とも時間が長く、SP-N金型、SP-N-SP金型

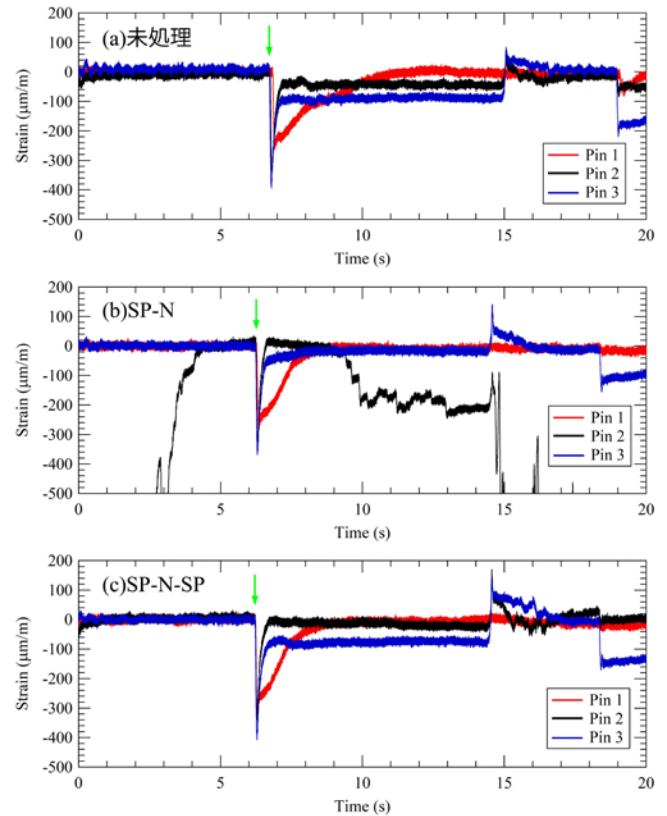


図2 押出ピン根元の歪みゲージによる歪み曲線

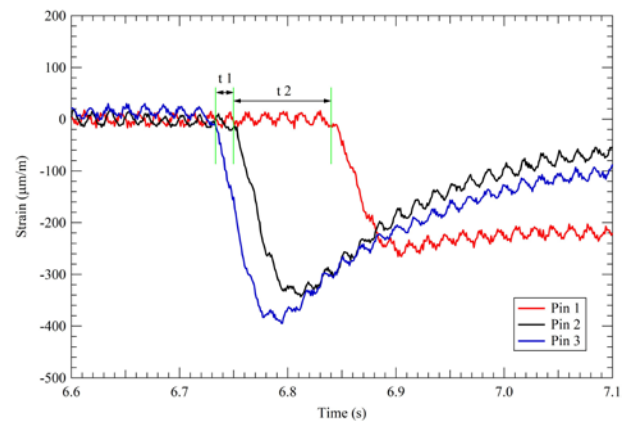


図3 射出時の歪みピークの立ち上がり時間差例

と順に短くなった。この結果より、未処理の金型に比べ、複合表面処理を施すことで湯流れ性が上がっていることが分かった。

次に、各ピン位置での射出時の最大歪み値について比較した結果を図5に示す。ゲートから遠いPin2、Pin3では、3種類の金型での違いはほとんどないが、Pin1では未処理の金型の歪みが小さくなっており、圧力伝播性が悪いことが分かった。また、歪みピークの幅が、圧力が加わっている時間を示すことから、圧力持続時間として図6に示した。このグラフを見ると、複合表面処理を施した金型では、特にゲートから一番遠いPin3で持

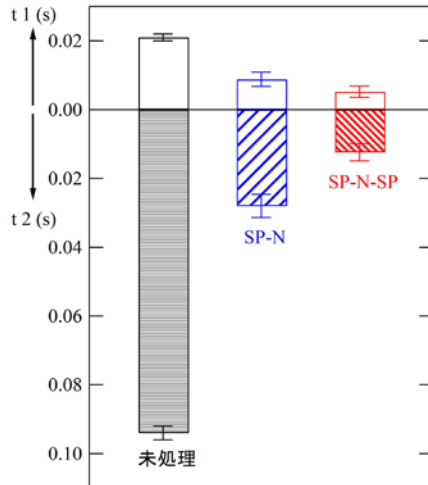


図4 歪みピークの立ち上がり時間差比較

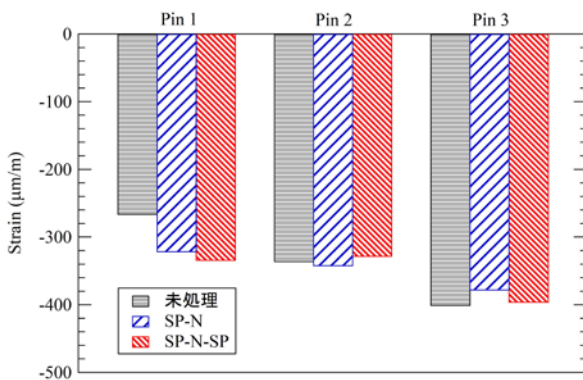


図5 最大歪み値

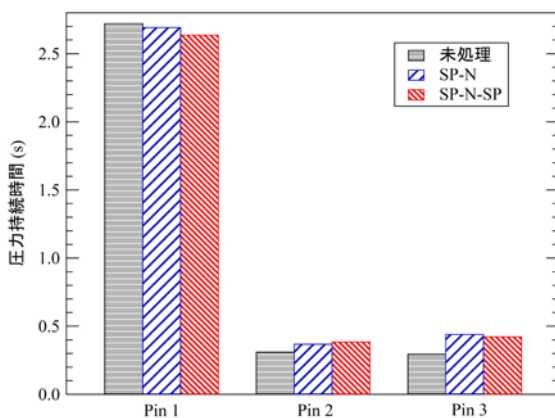


図6 圧力持続時間

続時間が長くなった。逆に、ゲート側の Pin 1 では、表面処理を施した金型の方が若干短くなっていた。充填されたアルミ溶湯が凝固するとプランジャーからの圧力が伝わらなくなるため、表面処理金型では先端側の Pin 3 で凝固が遅れることで圧力の伝播・持続が良くなったと考えられる。ショットピーニングで表面が粗らされたことにより、金型と溶湯の接触面積が減ることで熱抵抗が大きくなること、ガス窒化による熱伝導率への影響がそ

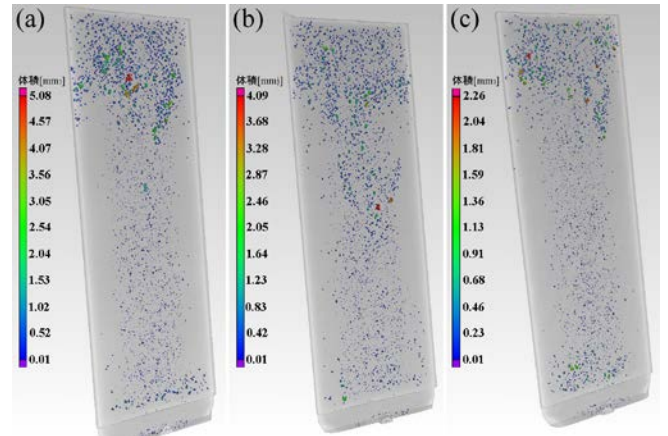
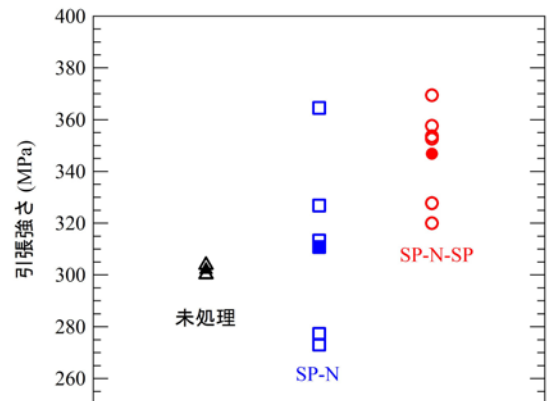


図7 X線CT観察による欠陥検出結果

(a) 未処理金型、(b) SP-N 金型、(c) SP-N-SP 金型

図8 ダイカスト試験片の引張強度
(塗りつぶし記号は平均値)

の原因と考えられる。保温性が良くなり湯流れ性が良くなったことから、より高温の溶湯がキャビティを充填することになり、凝固に時間がかかる（遅れる）ようになった結果、圧力伝播性が良くなったと考えられる。

得られたアルミダイカスト成形品について、X線CT観察を行い、欠陥解析を行った結果を図7に示す。いずれの図も下側がゲート側となっており、上側のベント側に大きな欠陥（鑄巣）が集まっていた。また、ゲート付近にも若干欠陥が集まっており、中間部分では中央に細かい欠陥が集まっていた。この結果より、図1 (b)のようにゲート側から引張試験片を2本切り出し、引張試験を行った。結果を図8に示す。未処理の金型では、検体数が少ないがADC12の標準的な強度である310MPaに近い値となった。SP-N 金型では、検体によるバラツキが大きいが、未処理金型よりも平均の最大強度は大きくなった。さらにSP-N-SP 金型では、バラツキが小さくなった上、全ての検体で未処理金型の値を上回った。これらの試験片のゲート近傍のマイクロ組織を図9に示す。いずれも試料板厚の中心付近で観察したものである。これを見ると、初晶 α デンドライトの大きさや間隔、そ

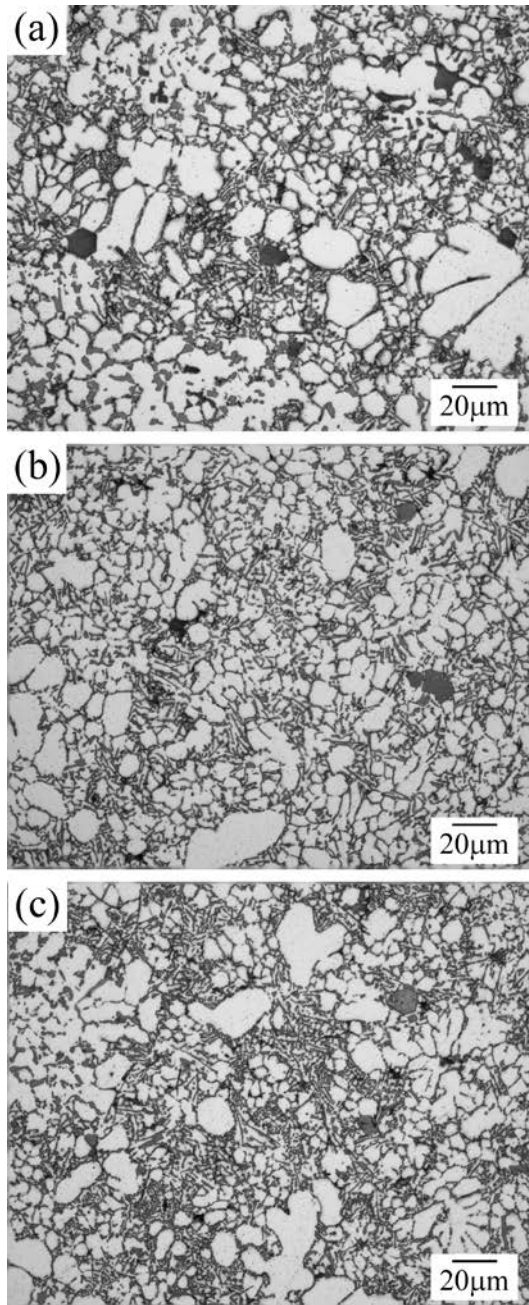


図9 ダイカスト試験片のマイクロ組織

(a) 未処理金型、(b) SP-N 金型、(c) SP-N-SP 金型

の間の Al-Si 共晶組織の大きさに大きな違いはなかった。図8の引張強度に差が出たのは、図7の欠陥の大きさ・量によるものと考えられる。図7では、欠陥の大きさを示すカラーバーのスケールも異なっており、(a)の未処理が最も大きく、次いで(b)、(c)の順となっている。表面処理金型では、図6の圧力持続時間が均等化されたことで、図5のようにPin1でもしっかりと圧力が加わっており、欠陥が減少する(潰す)結果に繋がったものと考えられる。

4. まとめ

ガス窒化とショットピーニングを複合させた表面処理を施したダイカスト金型を作製し、アルミニウムダイカスト実験を行った。その際、3箇所の押出ピンに取り付けた歪みゲージにより得られた歪み曲線を分析することで、溶湯の流入・凝固過程への影響を調査した。さらに、得られたダイカスト成形体の調査も行い、以下のようなことが明らかになった。

- ・押出ピンの根元に歪みゲージを取り付けてダイカストすることで、射出時の歪みピークを検出することができた。また、ピン位置によるピークの立ち上がりの時間差、圧力持続時間を検出することもできた。

- ・複合表面処理金型では、ピークの立ち上がりの時間差が小さいことから、湯流れ性が良くなっていることが分かった。また、ベント側の圧力持続時間が長くなり、先端部での凝固が遅れていることが分かった。これは、複合表面処理金型では保温性が良くなり、より高温の溶湯が充満したためと考えられる。この結果、圧力伝播性が良くなったと考えられる。

- ・得られたアルミダイカスト成形体の引張強度は、複合表面処理した金型で大きくなっていたが、ミクロ組織には大きな違いはなかった。X線CT観察により、欠陥の大きさが小さく、量も少なくなっていたことから、強度が向上したと考えられる。圧力伝播性が良くなったことで、欠陥を潰す効果が大きくなったと考えられる。

- ・今回の複合表面処理では、特に SP-N-SP 処理の方が良い結果となっており、金型の耐久性を向上させるだけでなく、得られるアルミダイカストの品質も向上させる可能性がある。

【参考文献】

- 1) 千葉, 素形材 Vol.56 No.7, pp31-35, 2015
- 2) 藤木, 表面技術 Vol.52 No.8, pp535-539, 2001
- 3) 北川ら, 電気製鋼 Vol.78 No.4, pp341-346, 2007
- 4) 西, 精密工学会誌 Vol.77 No.7, pp648-651, 2011
- 5) 川久保, 電気製鋼 Vol.49 No.1, pp50-56, 1978
- 6) 西村, 精密機械 Vol.46 No.10, pp37-43, 1980
- 7) 佐野ら, 電気加工学会誌 Vol.31 No.68, pp1-10, 1997
- 8) 日原, 電気加工学会誌 Vol.35 No.78, pp1-11, 2001
- 9) 八代, 塑性と加工 Vol.50 No.582, pp605-609, 2009
- 10) 加藤ら, 表面技術 Vol.52 No.8, pp544-547, 2001
- 11) 石塚ら, 日本ダイカスト会議論文集, pp1-6, 2016
- 12) 河田ら, 日本ダイカスト会議論文集, pp7-12, 2016
- 13) 水谷ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.6, pp19-22, 2017
- 14) 水谷ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp13-16, 2020

鋳物の高品質化、品質管理技術に関する研究

—銅合金鋳物の凝固状態の解析—

三原利之*、関範雄**、水谷予志生**、久富茂樹***

Study on casting for quality improvement and quality control technique

- Analysis for coagulated condition on copper alloy casting -

MIHARA Toshiyuki*, SEKI Norio**, MIZUTANI Yoshiki** and KUDOMI Shigeki***

電子顕微鏡により測定した青銅鋳物中のスズの分布から、組成の異なる二相の割合を定量的に推計し、マクロ組織の相状態を推定する手法を新たに開発した。この手法により流動試験型を用いて鋳造した青銅鋳物の断面のスズの分布の違いから青銅鋳物の両端（湯先部と湯口部）の凝固状態の違いを解析した。青銅鋳物の湯先部と湯口部では、どちらもスズの多い相と少ない相の二相が観察され、青銅鋳物の湯先部と湯口部のスズの多い相の割合は、それぞれ 0.17 と 0.29 と推計された。これは鋳込み過程において、湯口部では凝固により長い時間がかかったため湯先部より固液共存状態がより長く維持され、スズがより高濃度で偏析したと考えられる。固液共存状態ではガス欠陥が生じやすいことから、青銅の凝固状態を解析する手法はガス欠陥防止等の品質管理技術に有効であると考えられる。

1. はじめに

鋳物の品質や精度は日々高くなっている中、鋳物産業の抱える品質に関わる重要な課題の一つが高い欠陥発生率である。現場では欠陥検出など品質管理に膨大な時間と労力が費やされており、鋳造欠陥対策が鋳物の高品質化、品質管理、生産性向上に極めて重要となっている。

鋳造欠陥の対策としては、方案の改良および鋳造条件の変更により青銅鋳物の凝固条件の最適化が検討されているが、現場の経験的手法に頼るところが多く、その発生原因を十分に把握できていない現状である。これは、同じ鋳造条件であっても、実際の鋳造品では部位によって凝固状態が異なっており、これはガス欠陥が局所的に発生する原因の一つと考えられている¹⁾。しかし、微細な結晶構造をもつ青銅鋳物の凝固状態の解析は非常に困難である。

そこで、今回の研究では、鋳造鋳物のガス欠陥を低減するための最初のステップとして、青銅鋳物の断面を電子顕微鏡により測定したスズの分布からスズ量の異なる二相の割合を定量的に推計する手法を新たに開発し、渦巻型流動試験型を用いて鋳造した青銅鋳物の異なる部位の断面の成分組成の違いから青銅鋳物の凝固状態の違いを解析し、マクロ組織の相状態を推定した。

2. 実験

2.1 鋳造実験

青銅鋳物系鋳物材（CAC406）を用い渦巻型流動試験を応用した鋳造実験を行った。鋳型は、鋳物砂に専用人工砂とフラン樹脂系バインダ（砂に対して 2wt%）を用

いた砂型積層造型装置（シーメット株式会社、SCM-10）を用いて造型した。鋳造には、上型、下型から構成される鋳型（図1）を使用した。下型に流動部となる溝を渦巻状に設計した。鋳型の注湯口に設置したスリーブ（内径 65mm）内に溶湯（炉内温度 1200℃、1.65kg）を上型の上面から 55mm の高さまで注ぎ入れ、スリーブ内に設置した温度計（最高到達温度 1140℃）が上昇し始めた時を注湯開始とした²⁾。

2.2 鋳造鋳物の X 線 CT 観察

鋳造した青銅鋳物は、マイクロ X 線 CT（東芝 IT コントロールシステム株式会社製、TOSCANER-32300μFD, CT）を用いて内部を観察し、欠陥の発生状況を解析した（図2）。

2.3 鋳造鋳物の断面観察

鋳造した青銅鋳物の断面の成分組成は、電子線マイクロアナライザ（日本電子㈱製 JXA-8530F, EPMA）を用い、青銅鋳物の湯先部と湯口部の断面のスズ量と比例するスズ特性 X 線強度を測定した（図3と4）。

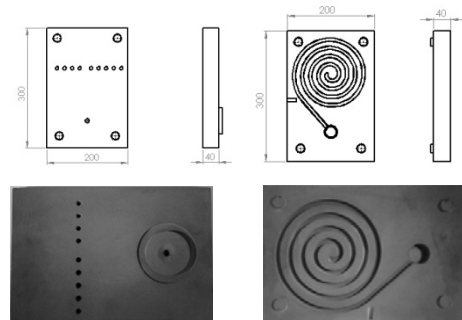


図1 鋳型（上型（左）、下型（右））

* 技術支援部

** 金属部

*** 情報技術部



図2 铸造した青铜铸件（左）とCT像（右）

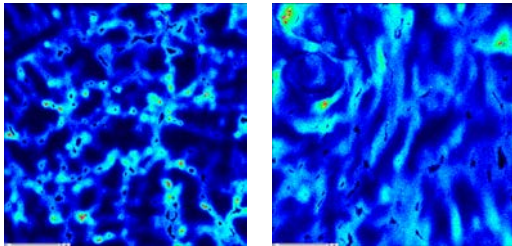


図3 青铜铸件のスズの分布図（湯先部（左）、湯口部（右））（倍率500倍）

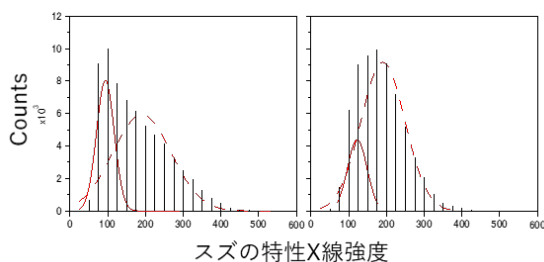


図4 高スズ相（点線）と低スズ相（実線）の頻度分布（湯先部（左）、湯口部（右））

3. 結果及び考察

図2に铸造実験によって得られた铸件とそのCT画像を示す。流動長は110mmであり、CT像からは、渦巻型流動試験型の湯口側の方が比較的大きなガス欠陥（ $\leq 5\text{mm}^3$ ）があることが示された。その一方で、湯先部側では比較的小さいガス欠陥（ $> 5\text{mm}^3$ ）が多く見られた。湯口部では凝固により長い時間がかかったため、湯先部よりガス欠陥が発生しやすい固液共存状態がより長く維持したためと考えられる。

青铜铸件の断面のスズの分析結果と青铜铸件の湯先部と湯口部のスズの少ない相（低スズ相）と多い相（高スズ相）の特性X線強度の頻度分布をそれぞれ図3、図4に示す。青铜铸件の断面のスズの頻度分布は、EPMAで測定された65,536箇所のスズの特性X線強度の測定結果を用い、低スズ相と高スズ相のピーク分離は得られたスズの頻度分布に対して、低スズ相と高スズ相のスズの頻度分布がいずれもガウス分布していると仮定して求めた³⁾。この結果から、今回铸造した青铜铸件では、湯先部、湯口部ともにスズ量が異なる二相に相分離していることが示され、青铜铸件の湯先部と湯口部の高

スズ相の割合は、それぞれ0.17と0.29と推計された。湯先部では溶湯の冷却速度が速く、表皮形成とかゆ状型が並行して進行したためスズの偏析は小さく、湯だまりに近い湯口部では溶湯の冷却速度が遅く固液共存状態のかゆ状型凝固が優勢で進行したため、スズの偏析が大きかったと考えられる²⁾。このことは、固液共存状態が優勢に進行したため湯口部で比較的大きなガス欠陥があったことと整合する（図2）¹⁾。

青铜铸件の低スズ相と高スズ相の割合は、数 μm と微細に分布しており、元素分析の測定上の限界から直接に定量することは困難であるが、今回の手法を用いることにより、微細な分布をもつ青铜の組成についても、低スズ相と高スズ相の割合を推計し、青铜の凝固状態の解析をより詳細に行えるようになった。

4. まとめ

電子顕微鏡を用い青铜铸件の断面からスズの特性X線強度の頻度分布を求めスズ量の異なる相の割合を推計する方法を新たに開発し、渦巻型流動試験型を用いて铸造した青铜铸件の両端（湯先部と湯口部）の断面のスズの分布の違いから青铜铸件の湯先部と湯口部の凝固状態の違いを解析し、マクロ組織の相状態を推定した。青铜铸件の湯先部と湯口部では、どちらも高スズ相と低スズ相の二相が観察され、青铜铸件の湯先部と湯口部の高スズ相の割合は、それぞれ0.17と0.29と推計された。この組成の違いは、铸込み過程において湯先部が数秒間で固液共存状態となりその後数十秒で凝固したのとは対照的に、湯口部では凝固により長い時間がかかったため湯先部より固液共存状態がより長く維持されスズがより高濃度で偏析したことが原因と考えられる。固液共存状態ではガス欠陥が生じやすいことから、青铜の凝固状態を評価する手法の開発は、ガス欠陥防止等品質管理技術として有効であると考えられる。

今後、ガス欠陥の解析に有効な手法の一つである铸造シミュレーションによるガス欠陥解析を行い、本研究の結果と比較検討し、製造現場におけるより実用性の高いガス欠陥対策を提言していく。

【謝 辞】

本研究の実験にご協力いただいた岐阜大学工学部新川真人准教授、株式会社水生活製作所様に深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 岡根利光, 铸造工学 Vol.85, 9, pp605-612, 2013
- 2) 関ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp11-12, 2020
- 3) 三原ら, 岐阜県工業技術研究所報告, No.7 pp32-36, 2019

表面処理／表面加工による金属製品の高品質化（第1報）

大津崇*、田中等幸*

Development of surface process technology for high quality metal products (I).

OTSU Takashi* and TANAKA Tomoyuki*

本研究は、レーザーによって金属表面に形成した酸化皮膜の発色性能を評価する。耐食性評価実験において、レーザーの平均出力制御及び走査速度制御によって酸化皮膜を形成し、中性塩水噴霧試験によって経時変化を観察した。その結果、加工時の入熱量が酸化皮膜の耐食性に影響することを確認した。単位面積当たりの入熱量を $2.0\text{J}/\text{mm}^2$ 程度に制御することで、5%中性塩水噴霧環境下で24時間の耐食性を得た。さらに、単位面積当たりの入熱量を抑制したレーザー加工条件で、1,000時間を超えても耐食性能が保持できる結果を得た。

1. はじめに

当センターは、県の地場産業である刃物など金属製品製造業を支援するため、清流の国ぎふ2020プロジェクト事業（平成27～令和元年度）に取り組んだ^{1,2)}。プロジェクト研究成果として、レーザーを使用した金属加飾技術を開発し、共同研究企業への技術移転を行った。当該技術は、複数の微細な酸化皮膜構造を形成することで多彩な発色を可能とし、従来のレーザー加飾技術に比べ、色分解能が飛躍的に向上したことから、今後金属装飾技術としての活用が期待されている。しかしながら、レーザー加工条件によっては、経時変化にともないレーザー走査導路上に褐色の腐食が認められ、耐久性に対する課題が明らかとなった。

本研究では、金属製品の高品質化を目的として、レーザーを利用した高付加価値化技術および、耐久性のある表面処理に関する研究開発に取り組む。本年度は、レーザーによって金属表面に形成した酸化皮膜の発色性能の耐久性を調査するため、JIS Z 2371規格に基づく耐食性を評価したので報告する。

2. 実験

2.1 供試材料

実験には、#400で研磨したステンレス鋼 SUS304（ $100\text{mm} \times 100\text{mm} \times 1\text{mm}$ ）を使用し、エタノールで洗浄して試験に供した。

2.2 ステンレス鋼表面への酸化皮膜の形成

レーザー加工装置（オムロン株式会社製、ファイバーレーザーMX-Z2000G）を使用した。レーザー制御パラメータは、最大平均出力 20W、繰り返し周波数 10～1,000 kHz、パルス幅列 7.5nm～300nm、走査速度 1～12,000mm/s である。レーザー制御パラメータの組み合わせから加工条件を決定し、 $10\text{mm} \times 10\text{mm}$ の加工領域内にレーザーを走査させて酸化皮膜を形成した。なお、レ

ーザー加工は大気環境下、室温で実施した。

Martin らは皮膜の耐食性への影響として、金属表面に照射する際の単位面積当たりの入熱量の重要性について触れている³⁾。レーザーの熱影響への関連が高い加工条件として、平均出力及び走査速度制御について形成された皮膜と腐食との関連性を調査するとともに、最適加工条件における耐食性能の長期保持時間を確認した。

2.2.1 平均出力制御による皮膜形成

表1（A）に加工条件を示す。レーザーの平均出力を3～10Wの間で1Wずつ変化させ、それ以外の加工条件は一定とした。共通条件は、繰り返し周波数 400kHz、パルス幅列 15nm、走査速度 100mm/s、走査間隔 $5\mu\text{m}$ とした。

2.2.2 走査速度制御による皮膜形成

表1（B）に加工条件を示す。レーザーの平均出力は5及び7W、走査速度は100～1,000mm/sの範囲のうち8パターンで実施した（100,200,300,400,500,600,800,1000mm/s）。共通条件は、繰り返し周波数 400kHz、パルス幅列 15nm、走査間隔 $5\mu\text{m}$ とした。

2.2.3 耐食性能保持時間の確認

表1（C）に加工条件を示す。レーザーの平均出力は5.5W及び6W、走査速度を500,600,800及び1,000mm/sとした。共通条件は、繰り返し周波数 400kHz、パルス幅列 15nm、走査間隔 $5\mu\text{m}$ とした。

2.3 耐食性試験方法

複合サイクル腐食試験機（板橋理化学工業株式会社製、BQ-1）を用いて、JIS Z 2371 塩水噴霧試験方法：中性塩水噴霧試験（以下、SSTと表記する）により耐食性試験を実施した。主な試験条件は噴霧液として5%食塩水、試験槽温度 35°C である。

2.2.1では試験時間を1時間、4時間及び24時間とし、2.2.2では試験時間を4時間及び24時間とした。2.2.3では試験時間を24時間、120時間、504時間及び1,008時間とした。

* 金属部

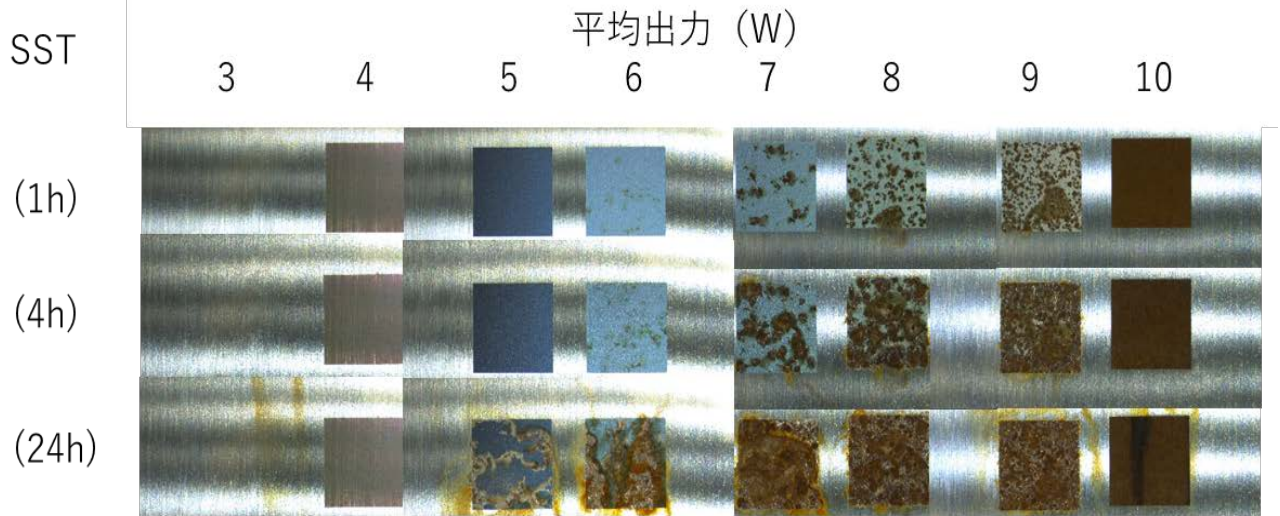


図1 加工時の平均出力制御による耐食性試験後の酸化皮膜の変化
(共通条件：繰り返し周波数 400kHz、パルス幅列 15nm、走査速度 100mm/s、走査間隔 5μm)

表1 実験におけるレーザー加工条件

(A) 平均出力制御における加工条件

平均出力 (W)	走査速度 (mm/s)	周波数 (kHz)	パルス幅列 (nm)	走査間隔 (μm)
3,4,5,6, 7,8,9,10	100	400	15	5

(B) 走査速度制御における加工条件

平均出力 (W)	走査速度 (mm/s)	周波数 (kHz)	パルス幅列 (nm)	走査間隔 (μm)
5	100,200, 300,400 500,600, 800,1000	400	15	5
7	100,200, 300,400 500,600, 800,1000	400	15	5

(C) 耐食性能保持時間の確認における加工条件

平均出力 (W)	走査速度 (mm/s)	周波数 (kHz)	パルス幅列 (nm)	走査間隔 (μm)
5.5	500,600, 800,1000	400	15	5
6	500,600, 800,1000	400	15	5

2. 4 試験後の表面観察方法

耐食性試験後の試験片は実体顕微鏡システム（ライカマイクロシステムズ株式会社製、S9D）またはデジタル顕微鏡（株式会社キーエンス製、VHF-1000）を用いて表面を観察し、腐食の進行を目視により主観評価した。

3. 結果及び考察

3. 1 平均出力制御による皮膜形成と耐食性評価

レーザーの平均出力を 3～10W と変化させることで、形成される皮膜の性状が異なっていた。平均出力 3W で照射された試験片は、目視での皮膜形成は確認できなかった。平均出力 4W では、ステンレス鋼素地の色味を含むうすい褐色が認められ始め、さらに平均出力 5～9W ではいずれも光沢のある青色系統の色が観察された。平均出力 10W に及ぶと光沢のない茶褐色の色味で、表層が細かく崩れる脆い皮膜性状であった。平均出力 3W 及び 4W では、レーザーの熱影響が弱いため、基板の熱吸収に伴う酸化反応が進行しない、または弱く進行した結果であると考えられる。

図1に耐食性試験結果を示す。評価は平均出力が 4～9W の範囲とする。中性塩水噴霧試験で各試験時間において、平均出力がより高い場合、腐食面積が広がる傾向が見られた。これらの結果は、これまでの報告のように⁴⁾、酸化皮膜表面上に存在する孔が起点となり、孔食が発生したものと考えられる。試験時間 1 時間では、平均出力 6W から腐食が僅かに確認された。試験時間 4 時間では、平均出力 5W から腐食が僅かに確認され、平均出力 9W では全面腐食となった。また、試験時間 24 時間では腐食が進行し、平均出力 7～9W で全面腐食となった。このことから、形成される皮膜の耐食性は、平均出力制御の影響を受けて、変化することが分かった。

3. 2 走査速度制御による皮膜形成と耐食性評価

作製した試験片の皮膜は、平均出力 5W における走査速度 800mm/s 及び 1,000mm/s において、ステンレス鋼素地の色味を含む褐色な色合いであった。それ以外は、光沢のある皮膜が形成されていた。

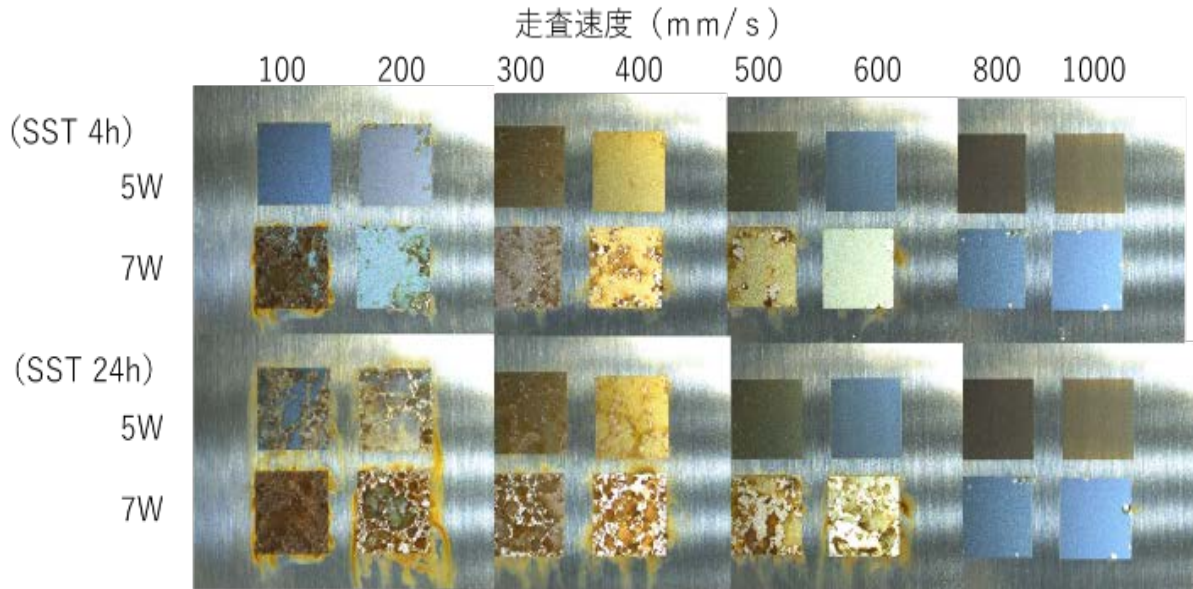


図2 加工時の走査速度制御による耐食性試験後の酸化皮膜の変化

(共通条件：繰り返し周波数 400kHz、パルス幅列 15nm、走査間隔 5μm)

図2に耐食性試験後の結果を示す。塩水噴霧試験で試験4時間及び24時間のいずれの時間でも、走査速度を上げるにつれて腐食の進行が抑制された。このことから、走査速度を上げることによって材料に対する熱影響が軽減し、腐食の進行が抑えられたと考えられる。なお、平均出力5Wと7Wの比較では、先述の3.1の結果と同様に、より高い平均出力の場合において腐食面積が増大した。

材料表面への熱影響を定量的に評価するため単位面積当たりの入熱量を計算する。単位面積当たりの入熱量 (J/mm^2) は、平均出力 ($W=J/s$)、走査速度 (mm/s) 及び走査間隔 (mm) を用いて (1) で示される³⁾。

$$\text{単位面積当たりの入熱量 } (J/mm^2) = \frac{\text{平均出力 } (W=J/s)}{\text{走査速度 } (mm/s) \times \text{走査間隔 } (mm)} \quad (1)$$

表2に、加工条件(表1(B))より求められた単位面積当たりの入熱量 (J/mm^2) を示した。表2及び図2の結果から、単位面積当たりの入熱量がおおよそ $2.0J/mm^2$ 以下の場合では、5%中性塩水噴霧雰囲気下において概ね24時間の耐食性のある酸化皮膜が形成されたと考えられる。

本実験とレーザー加工条件は異なるが、ステンレス鋼における酸化皮膜の単位面積当たりの入熱量と腐食の関係については、Martinら³⁾が報告している(腐食条件：ISO9227、試験時間120時間)。この報告では、複数の加工条件から作製された単位面積当たりの入熱量が $1.4J/mm^2$ 及び $3.0J/mm^2$ の試験片について腐食試験の比較を行い、単位面積当たりの入熱量が $1.4J/mm^2$ では腐食範囲が1%未満と僅かな腐食であったが、一方 $3.0J/mm^2$ で

表2 加工条件と単位面積当たりの入熱量 (J/mm^2) との関係

平均出力 (W)	走査速度(mm/s)							
	100	200	300	400	500	600	800	1000
5	10	5.0	3.3	2.5	2.0	1.7	1.3	1.0
7	14	7.1	4.8	3.6	2.9	2.4	1.8	1.4

単位: J/mm^2

は全面腐食という結果であった。この実験結果と本実験での結果は、よく一致したことから、耐食性のある酸化皮膜の形成として、単位面積当たりの入熱量を下げるのが1つの有効な方法として考えられる。

3.3 耐食性能保持時間の確認

光沢のある酸化皮膜が形成されたレーザー加工条件を選択し、耐食性能の長期保持時間を確認した。

図3に耐食性試験後の結果を示す。塩水噴霧試験で試験24時間では、平均出力5.5W及び6Wでの走査速度500mm/sにおいて腐食が顕著に確認された。試験120時間では、6Wでの600mm/sにおいて腐食が進行した。また、試験504時間では、6Wでの500mm/sにおいて腐食が進行し、800mm/sでも一部腐食が確認された。試験1,008時間では5.5Wでの800mm/s及び1,000mm/s、6Wでの1,000mm/sにおいて耐食性能が保持されていた。

表3に、加工条件(表1(C))より求めた単位面積当たりの入熱量 (J/mm^2) を示した。表3と図3の結果から、単位面積当たりの入熱量が $2.0J/mm^2$ 以下のうち、平均出力5.5Wでの走査速度800mm/s及び1,000mm/s(単位面積当たりの入熱量としてそれぞれ $1.4J/mm^2$ 及び $1.1J/mm^2$)、6Wでの1,000mm/s(単位面積当たりの入熱量 $1.2J/mm^2$) においては、5%中性塩水噴霧試験で1,000時間を超える耐食性が確認された。

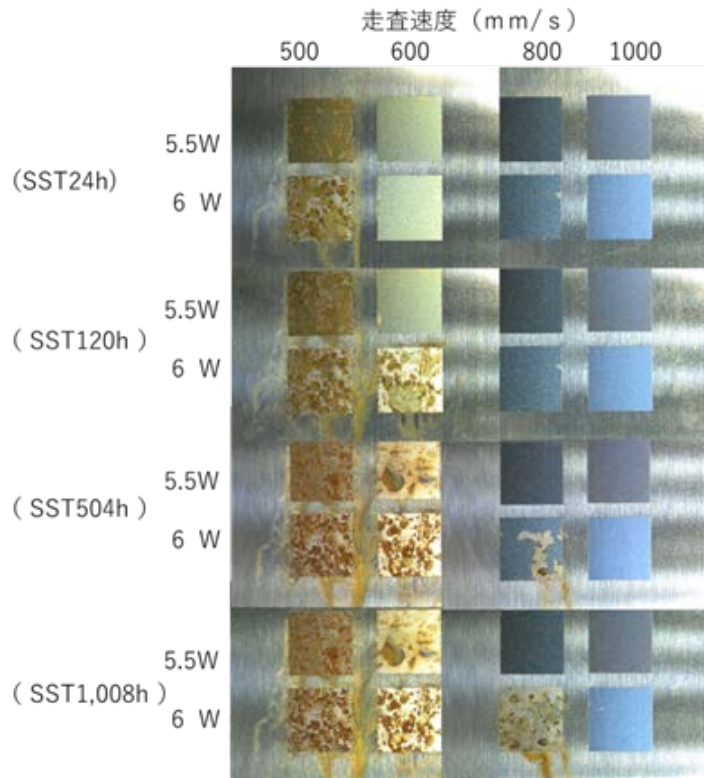


図3 耐食性試験後の酸化皮膜の変化と耐食性能保持時間
(共通条件：繰り返し周波数 400kHz、パルス幅列 15nm、走査間隔 5 μ m)

表3 加工条件と単位面積当たりの入熱量 (J/mm²) との関係

平均出力 (W)	単位: J/mm ² 走査速度(mm/s)			
	500	600	800	1000
5.5	2.2	1.9	1.4	1.1
6	2.4	2.0	1.5	1.2

4. まとめ

レーザーによって形成した酸化皮膜の耐久性を明らかにするため、平均出力制御及び、走査速度制御によってステンレス鋼表面に酸化皮膜を形成し、その耐食性を評価したところ以下の結果を得た。

- ・加工条件により、形成した皮膜の耐食性は大きく異なった。特に、レーザー発振時の平均出力を小さくすることで高い耐食性が確認できた。
- ・平均出力を一定とした場合、走査速度を上げること、耐食性の高い皮膜性状が得られた。この皮膜は、単位面積当たりの入熱量をおよそ 2.0J/mm²以下にすることで、5%中性塩水噴霧試験で 24 時間の耐食性を保持した。
- ・単位面積当たりの入熱量を抑制したレーザー加工条件によっては、1,000 時間を超えても耐食性能が保持できた。

今後、レーザー加工条件と発色性能との関係を検討し、耐久性を保持した加飾技術を確立していきたい。

【謝 辞】

本研究成果は、科学技術振興機構事業研究成果最適展開支援プログラム A-STEP 機能検証フェーズの支援を受けて実施しました。

また、本研究を実施するにあたり、実験に協力していただきました株式会社シズテック、有限会社志津刃物製作所の皆様に感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 西村ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.4, pp1-2, 2016
- 2) 田中ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp25-26, 2020
- 3) Martin, K.ら, Lasers in Manufacturing Conference 2015, German Scientific Laser Society (WLT)
- 4) 品田ら, 日本機械学会論文集 C 編 Vol.72 No.722, pp3406-3411, 2006

刃物製品のブランド力向上のための切れ味評価技術の開発（第1報）

田中泰斗*、田中等幸*

Development of sharpness evaluation method to improve the brand power of cutlery products (I)

TANAKA Taito and TANAKA Tomoyuki

刃物の形状と切れ味には密接な関係があることが知られており、刃物形状の非破壊測定には共焦点顕微鏡や光切断法を用いた形状測定機などの非接触3次元形状測定機が使用される。本研究では、これら測定機により測定した複数の刃物形状を統合し、刃物の微視的な形状から巨視的な形状までを一括して解析・評価することが可能なシステムの開発を目指している。本年度は、刃先形状を平面に置き換える手法について検討を行い、刃先の点群データに対してRANSACによる平面推定とDBSCANクラスタリングを施すことで、複数の平面を分離・抽出できることを確認した。

1. はじめに

刃物の設計・開発には、形状測定、硬さ、金属組織の観察など様々な評価が必要である。刃物の形状と切れ味には密接な関係があり、刃先部分の小刃角や刃先角度が切れ味や耐久性に影響を及ぼすことが知られている。一般にこれら刃角度の測定は、刃物を切断・研磨することにより行われ、同一の刃物を繰り返し評価することはできない。

刃物が新品から寿命に至るまでの切れ味と刃先形状の関係を究明する試みはあるが、その変化過程を評価するためには、非破壊で高精度な刃物形状計測技術が不可欠である。本報告では、非接触3次元形状測定機を利用した刃物形状測定における課題について、測定方向が測定精度に及ぼす影響の面から整理する。また、刃物形状の評価に適した新たな評価システムの開発に必要な要素技術として、刃先の形状を複数の平面領域に分離・抽出する方法について検討したので報告する。

2. 刃物の形状的特徴と非接触3次元形状測定の課題

2.1 刃物の形状的特徴

本研究が対象とするのはナイフ形状をした刃物であり、被削物の切断に大きく寄与する刃先付近が最も重要な測定箇所となる。図1に代表的な刃先の構造を示す。

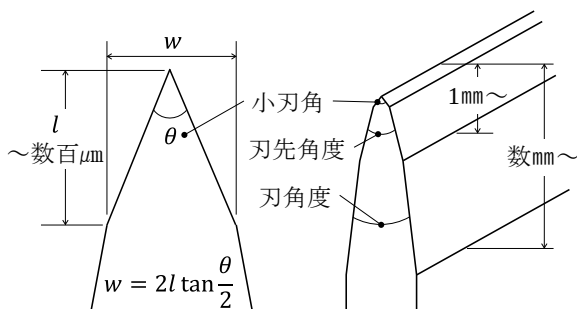


図1 刃物の刃先構造

一般に小刃角や刃先角度など刃先の評価には、数ミリメートル未満の微細な領域の形状を正確に測定する必要がある。一方で刃角度やブレード形状の評価には刃先と比べて巨視的な形状を測定する必要があり、必要な測定精度は評価部位により異なる。

2.2 非接触形状測定機による形状測定の課題

サブマイクロメートルの精度で3次元形状を測定が可能な測定機としては、レーザー顕微鏡をはじめとする共焦点顕微鏡や光切断法を用いた形状測定機があり、非破壊での刃先観察に利用されている。

これら非接触3次元形状測定機を利用した刃物の測定においては、刃先の先端方向から形状を測定することが多い。これは、一度の測定で刃先角度や刃角度等を測定するためであるが、急激に高さが変化する形状を測定するため測定原理からノイズが発生し易い。また、形状評価に利用できるデータ量も減少する。例えば、図1において、 $l=0.1\text{mm}$ 、 $\theta=30^\circ$ とすれば、刃物の先端方向から測定する場合の小刃片側の評価長さ（ $w/2$ ）は約 $29\mu\text{m}$ となり、側面方向から測定した場合の約1/4のデータ量から形状を評価することとなる。このように、非接触3次元形状測定機による刃物の測定においては、側面から形状を測定することで、相対的に測定精度の向上が期待できる。ただし、刃角度等を評価するためには、表裏の相対する2方向から測定した形状を正確に結合する必要があり、位置合わせのための測定手法の確立と点群データ処理システムの開発が必要となる。

3. 刃物形状データに対する点群処理技術の応用

刃物の形状は様々であるが、刃先に限ればその形状は3次元空間における複数平面の集合と見なせる場合が多く、小刃角、刃先角度、刃角度などは、これら平面間の角度から求めることができる。そこで、非接触3次元形状測定機等により測定した刃物形状に点群データ処理技術を適用し、平面領域を抽出する手法を検討した。

* 金属部

3. 1 刃物形状の測定と点群処理

刃物形状の測定には、レーザー顕微鏡（（株）キーエンス製 VK9700）を使用した。測定した形状データは、汎用点群フォーマットのPCD（Point Cloud Data）形式に変換し、3次元データ処理ライブラリーのOpen3Dにより処理した。

3. 2 測定方向と形状ノイズ

カッター刃の刃先形状を図2、3に示す。図2は、刃先を先端方向から計測した形状である。全体的に点群は不均一であり小刃付近には点群の欠落が認められる。また、一部にノイズが認められ、この結果からも刃先の微細形状を先端方向から正確に測定することは困難であることが示唆された。

図3（a）は刃物の側面方向から刃先を測定した例であり、図2と比べてノイズの少ない形状が得られていることが分かる。刃の最先端部にランダムなノイズが発生しているが、図3（b）に示したように簡単なノイズ除去処理により除去可能であった。

3. 3 刃先形状からの平面抽出

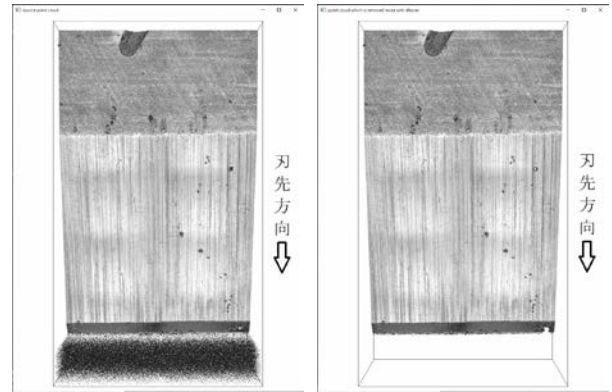
図4に、図3（b）のデータから複数の平面を抽出した結果を示す。平面の抽出にはOpen3DのRANSACによる平面推定を用いた。RANSACにより外れ値と判定された点群に対して平面推定を繰り返すことで、複数の平面を抽出できることを確認した。また、形状データには、平面推定から外すべきノイズや比較的小さな点群領域が含まれるため、平面推定の前処理としてDBSCANクラスタリングを施し、不要な点群の抽出、除去を行った。図5は、図4（a）に示した各点群領域をOriented Bounding Box（OBB）で表した結果である。隣接する面の境界部分で領域の重なりが生じているが、概ね正しく平面を分離・抽出できていることが分かる。

4. まとめ

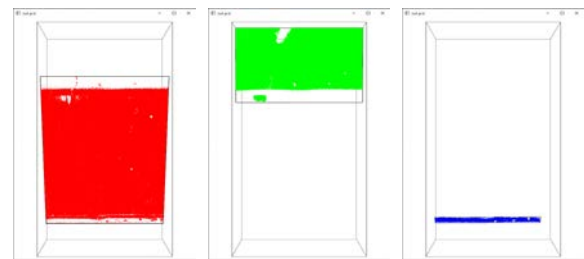
非接触3次元形状測定機による刃物形状測定において測定方向が測定精度に及ぼす影響について考察した。また、刃物形状の評価に必要な要素技術として、刃先形状を複数の平面に置き換える手法について検討を行った。

今後は、様々な非接触3次元形状測定機により測定した大きさや精度・精細度の異なる刃物形状を統合し、小

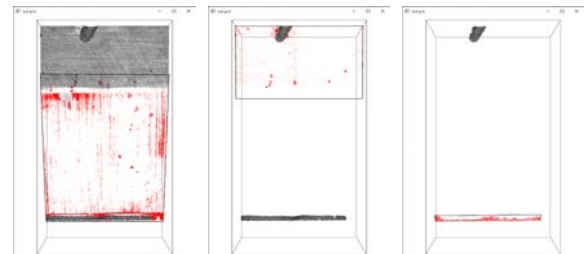
刃や刃先角度などの微細形状から刃角度、刃厚などの巨視的形状に至るまでの刃物形状を一括して解析することが可能なシステムの開発を目指す。



(a) 元データ (b) ノイズ除去後
図3 刃物側面からの刃先計測例



(a) 平面推定により抽出した点群



(b) 平面推定の外れ値と不要な点群

図4 刃先形状データへの平面推定の適用

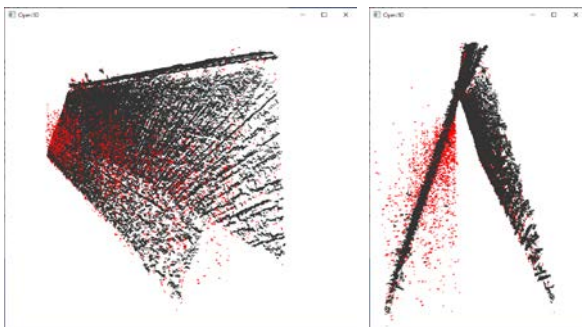


図2 刃物先端方向からの刃先計測例

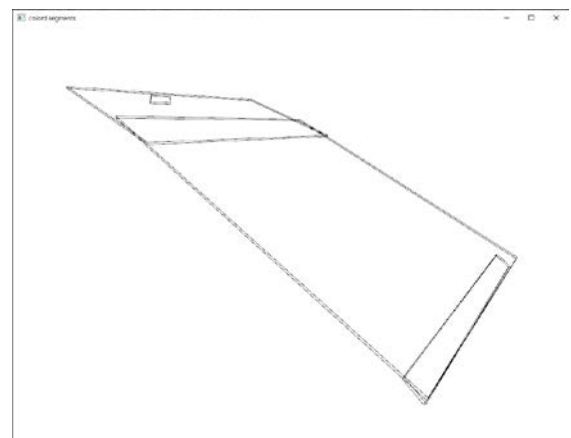


図5 平面推定により抽出した点群を含むOBB

久富茂樹*、水谷予志生**、藤井勝敏*

Digital manufacturing in the casting field (II)

KUDOMI Shigeki*, MIZUTANI Yoshiki** and FUJII Katsutoshi*

近年、3D プリンタや3D スキャナ、CAE などに対する関心が高まり広く普及されつつある。これらの技術を鋳造分野のものづくりに適用して、鋳物製品の多品種小ロット生産への対応、製品の品質向上を図る。本年度は、砂型3Dプリンタでの造形限度評価、および木型代替として樹脂3Dプリンタで出力した鋳造用模型の活用について検討した。その結果、砂型3Dプリンタでは、造形物の取り出しや砂の除去を考慮した製品設計が必要であることがわかった。また、樹脂3Dプリンタで出力した鋳造用模型でも木型代替として活用できることがわかった。

1. はじめに

鋳造は複雑な形状の製品を製造することができ、中子を組み合わせることで中空形状の製品も製造することができる。その反面、他の金属加工より寸法精度が悪く、品質の安定度が低いため、不良率が高いという課題がある¹⁾。また、鋳造工程は、技術・技能の一般化、標準化が難しく、暗黙知に依存するところが多分にあると言われており、デジタル化の遅れている分野でもある。当センターでは、鋳造分野におけるデジタル技術の導入に関し、「鋳造分野におけるデジタルものづくり研究会」（以降、“本研究会”と記す）を設立し、情報共有や交流の場としている。本研究会では、(1) 砂型3Dプリンタの利活用、(2) 樹脂3Dプリンタの利活用、(3) CAE (Computer Aided Engineering) の利活用などの技術開発を実施するとともに、技術講演会、機器講習会を開催している。

昨年度は、砂型3Dプリンタで造形した試料の形状を測定し、造形時の積層方向によって造形物の形状が異なることがわかった。また、鋳造用模型への適用を目的として樹脂3Dプリンタの造形物評価を実施し、使用する3Dプリンタの造形方式、造形条件によって寸法精度や積層時に生じる積層痕の状態が異なるという知見を得た²⁾。本年度は、砂型3Dプリンタの造形可能な形状を把握する目的で造形限度の評価を実施した。また、木型代替として、樹脂3Dプリンタで出力した鋳造用模型（以降、“樹脂模型”と記す）の活用については、既に報告があるが³⁾、造形条件の違いで評価結果が異なることも想定されるため、本研究においても、樹脂模型を使用して、砂型造型、鋳造を行い、木型代替としての活用を検討したので報告する。

2. 砂型3Dプリンタの造形限度評価

2. 1 造形形状

砂型3Dプリンタを使用して造形する場合に造形可能な形状を把握する目的で造形限度の評価を実施した。貫通穴、止まり穴、壁形状の基本形状を造形した。図1に造形した形状の一例を示す。

2. 2 造形条件

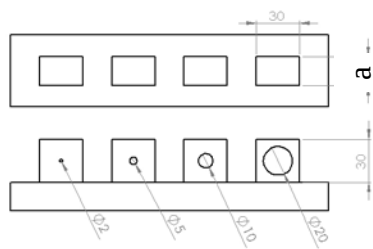
昨年度と同様、三重県工業研究所金属研究室の砂型3Dプリンタを使用して造形物を製作した。造形方式は結合剤噴射方式、積層ピッチは0.28mm、XY解像度は0.15mmで、造形材料の砂は、平均粒径が約120μmの専用人工砂である。形状の土台部底面が砂型3DプリンタのXY面になるように配置し造形を行った。

2. 3 造形結果

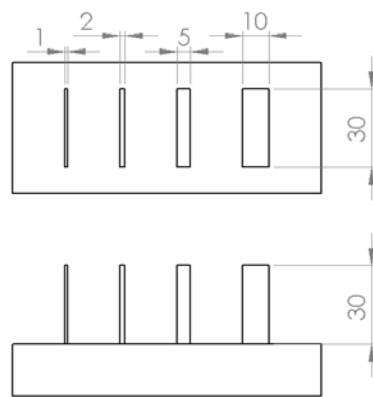
図2に造形物の一例を示す。今回使用した砂型3Dプリンタは、造形ステージに砂を敷き詰めた後、造形物の断面形状に合わせて結合剤を塗布し、積層ピッチ分だけステージを下げ、再度砂を敷き詰めるという工程を繰り返して三次元形状を造形していく。造形物は砂の中に埋もれた状態で形成され、形状の空洞部や隙間部分にも結合剤で固まっていなかった砂が充填された状態になっている。そのため、造形後に造形物の取り出しと空洞部や隙間の砂を、刷毛などを使用して取り除く必要がある。貫通穴の評価造形物では、直径2mmの穴に詰まった砂を除去することができなかった。穴が貫通していない止まり穴の評価造形物の場合は、さらに穴に詰まった砂の除去が困難で、穴の深さが20mm以上の場合では、直径が10mm以下の穴については、完全には砂を除去することができなかった。壁形状の評価造形物では、厚さ1mmの壁形状も造形自体はできていたが、取り出し、砂の除去時のわずかな力で崩れてしまうことがあった。砂型3Dプリンタでは、比較的自由な形状の造形が可能ではあるが、造形後の取り出しや砂の除去まで考慮した設計が必要であるという知見を得た。

* 情報技術部

** 金属部

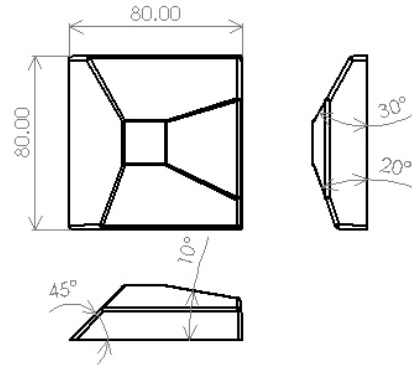


a = 10, 20, 30 mm
(1) 貫通穴形状

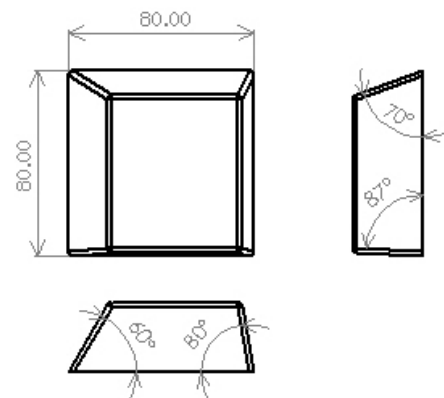


(2) 壁形状

図1 造形限度評価形状

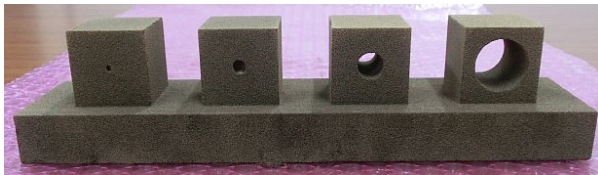


【模型A】

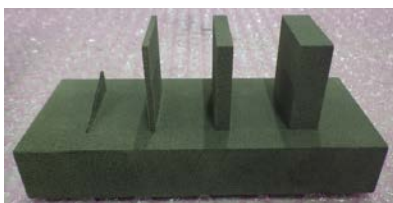


【模型B】

図3 段差評価用模型形状



(1) 貫通穴形状 (a = 30 mm)



(2) 壁形状

図2 造形限度評価用造形物の一例

表2 段差評価用模型造形条件

No.	形状	造形方式	積層ピッチ	材料
A1	模型A	材料吐出堆積	0.254 mm	ABS
B1	模型B	材料吐出堆積	0.254 mm	ABS
A2	模型A	材料吐出堆積	0.127 mm	ABS
B2	模型B	材料吐出堆積	0.127 mm	ABS
A3	模型A	材料吐出堆積	0.100 mm	Onyx(*)
B3	模型B	材料吐出堆積	0.100 mm	Onyx(*)
A4	模型A	材料噴射堆積	0.016 mm	アクリル系
B4	模型B	材料噴射堆積	0.016 mm	アクリル系

(*) ナイロンに短繊維カーボンを混練した材料

3. 樹脂3Dプリンタを使用した鋳造用模型

樹脂模型を木型代替として使用する場合に、積層による段差が、意匠的な問題や型外しの際の砂こぼれの原因

となる懸念がある。そこで、角度を変えた斜面の形状模型を樹脂3Dプリンタで出力し、その模型を砂に転写させて作製した砂型の形状評価を行った。さらに、その砂型を使用して鋳造を行った。

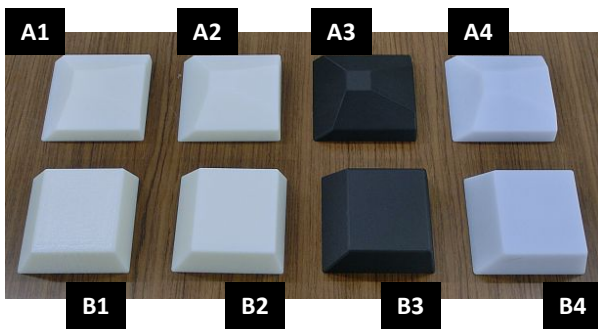
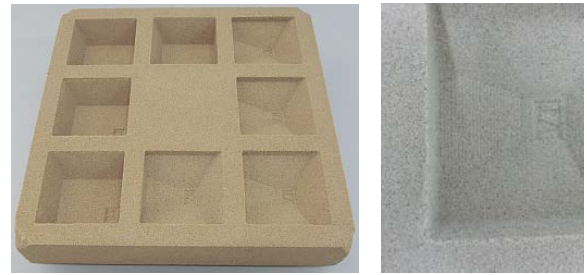


図4 造形した段差評価用模型



(a)全体の外観

(b)No.A1, 10°斜面
の拡大

図6 造形した砂型

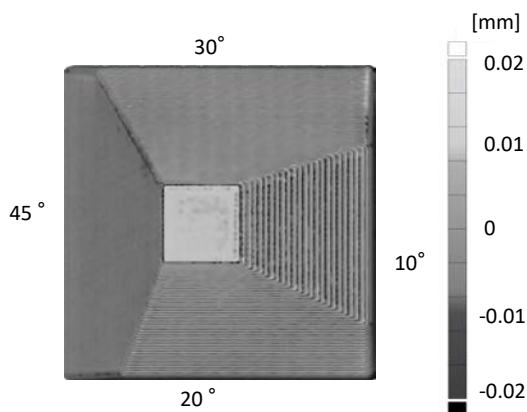
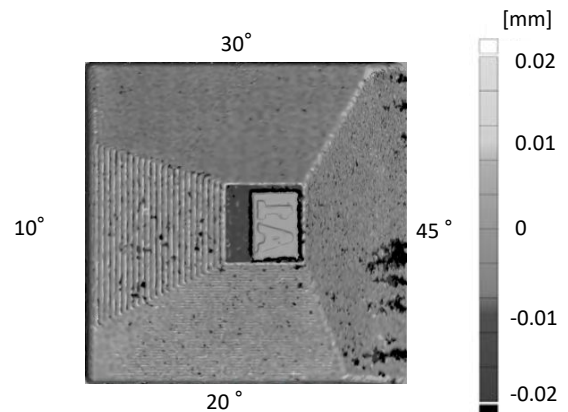
図5 造形した積層痕評価用模型の形状偏差
(No.A1)

図7 造形した砂型の形状偏差 (No.A1)

3. 1 積層痕評価用樹脂模型

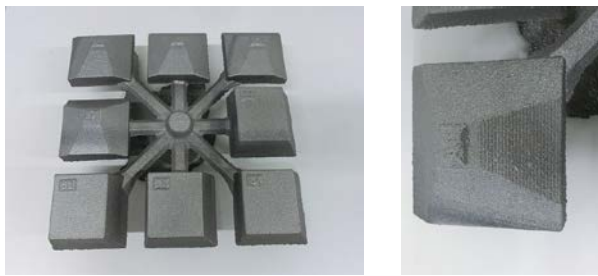
図3に造形した積層痕評価用模型の形状を示す。1つの模型で4つの斜面の状態が確認できる形状とした。模型Aでは、水平面に対して10°、20°、30°、45°となるように斜面を形成した。模型Bでは、60°、70°、80°、87°（抜け勾配を3°とした場合の最大角度）となるように斜面を形成した。表2に造形条件を示す。造形方式、積層ピッチ、材料が異なる4条件にて造形を行った。造形した模型を図4に示す。昨年度の結果と同様、積層ピッチが大きく斜面が緩やかであるほど造形の際に生じる積層痕が明確になる傾向があった。

また、造形した模型を非接触三次元形状測定機（GOM製、ATOS Compact Scan）で測定した後、形状評価ソフトウェア（GOM製、ATOS Professional）を使用して、測定データと設計データをベストフィットにて位置合わせを行い、偏差をグラデーションマップ表示する形状偏差評価を行った。図5に結果の一例として、No.A1の形状偏差の結果を示す。10°および20°の斜面では、色の変化が筋状に現れており、造形時の積層痕が確

認できた。30°の斜面でも明確ではないが部分的に積層痕が確認できた。また、No.A2の10°の斜面で積層痕が確認できたが、その他の模型、斜面では、明確な積層痕は確認できなかった。

3. 2 樹脂模型を使用した砂型造型

樹脂模型を使用して、本研究会の参加企業が、有機系炭酸ガス硬化法で砂型を作製した。試料番号がわかるようにラベリングした8種類の铸造用模型を32cm角の型枠内に並べ、粘結材（樹脂）が含まれている砂にCO₂ガスを通気することで砂を固め造型した。砂は三河珪砂6号を使用した。造形した砂型の外観を図6に示す。砂型から模型を取り外す際に、積層痕による砂こぼれは確認されなかった。また、模型と同様に砂型も非接触三次元測定機で測定し、模型の反転データを設計データとして、傾斜面のみのベストフィットで位置合わせを行い、形状偏差評価を行った。図7に結果の一例として、No.A1の砂型の形状偏差を示す。10°の斜面では、樹脂模型の積層痕が転写されていることが確認できた。この他にNo.A2でも同様に10°の斜面で積層痕を確認できた。No.



(a)全体の外観 (b)No.A1 の拡大
図8 鋳造品の外観

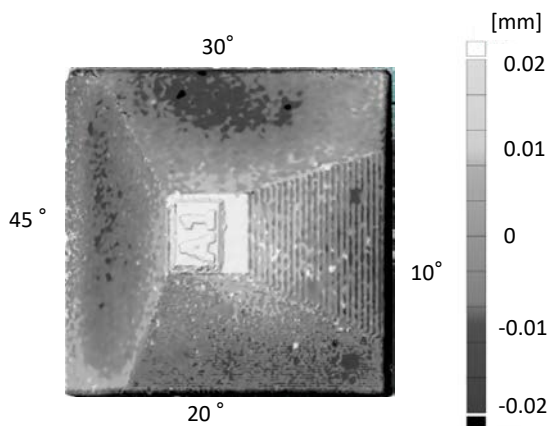


図9 鋳造品の形状偏差 (No.A1)

A1の20°の斜面でも積層痕の転写は認められたが、樹脂模型の積層痕と比較して不鮮明であった。45°の斜面の分割面に近い部分に偏差が大きくなっている領域があるが、砂を込める際の充填不良か型を外す際に生じた欠陥であると推察される。今回の砂型造型は手作業で行っているため、自動造型機で行う際にはこのような欠陥は軽減されると思われる。また、使用する砂の種類や造型方法によっては異なる結果となることが予想される。

3.3 試作した砂型を用いた鋳造

試作した砂型に湯口、湯道などを追加製作し、その砂型を使用して鋳造を行った。鋳造の材料には、ねずみ鋳鉄(FC200)を使用した。図8に鋳造品の外観を示す。また、非接触三次元測定機で測定し、設計データと全体ベストフィットにより位置合わせを行い、形状偏差評価を行った。鋳造時の製品の収縮を1%と仮定して、樹脂模型の設計データを99/100倍したデータを鋳造品の設計データとして使用した。一例として、No.A1の鋳造品の結果を図9に示す。樹脂模型、砂型の場合に比較して斜面の一部分の偏差が大きくなった。No.A1、30°の斜面の平面度を求めると0.58であった。樹脂模型、砂型

の対応する面の平面度はそれぞれ0.24、0.25であり、鋳造品の平面度は悪化した。これは、注湯後の収縮の不均一性が原因であると考えられる。また、10°と20°の斜面で積層痕の転写が確認された。No.A2の10°の斜面でも積層痕を確認できたが、砂型の時のものより不鮮明であった。その他の模型、斜面には、積層痕は確認されなかった。

樹脂模型の作製で、積層ピッチが大きく、水平面に対する角度が小さい場合に、鋳造品まで積層痕が転写されるが、鋳造の工程上で問題となることはなく、木型代替として樹脂模型を十分活用できることがわかった。

4. まとめ

砂型3Dプリンタの造形限度を評価した。形状自体は造形できているが、砂からの取り出しの際や周囲の余分な砂の除去の際のわずかな力で崩れてしまうこともあった。また、小径の穴などに詰まった砂の除去は困難で、取り出し、砂の除去を考慮した設計が必要である。

木型代替として、樹脂3Dプリンタで製作した鋳造用模型の活用の可能性について検討した。使用する3Dプリンタの種類や形状によっては、鋳造品まで積層痕が転写されることが確認されたが、砂型造型から鋳造までの一連の工程で特に問題なく実施でき、樹脂3Dプリンタで造形した模型を木型代替として十分活用できることがわかった。これは既報³⁾と同様の結果であった。

【謝 辞】

本研究で使用した試料の一部は、公益財団法人JKAの補助事業で導入した三次元造形機(3Dプリンタ)で作製しました。

本研究を遂行するにあたり、砂型3Dプリンタの造形指導及びアドバイスをいただいた三重県工業研究所金属研究室の皆様へ深く感謝いたします。

砂型造型、鋳造を実施していただき、ご意見をいただいた鍋屋バイテック会社の皆様、株式会社マツバラの皆様へ深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 木村, 精密工学会誌, Vol.76, No.4, pp373-377, 2010
- 2) 久富ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告, No1, pp17-20, 2020
- 3) 金森ら, 三重県工業研究所研究報告, No40, pp61-66, 2016

クレーム対応のための分析試験の高度化（第1報）

—橋梁で使用された耐候性鋼材に生じた腐食生成物の分析—
山口貴嗣*

Advanced analytical testing for complaint handling (I)
Analysis of corrosion products on weathering steel used in bridges
YAMAGUCHI Takashi*

長期間橋梁として使用された耐候性鋼材の表面を覆っている腐食生成物について、複数の手法を併用して分析を実施した。当センターで通常実施している分析手法ではFe（鉄）、O（酸素）、Cl（塩素）などの元素が検出され、この結果の元素の比率等から塩素が関与した腐食であるといった推測をするのみであった。今回、時間をかけて複数の分析手法による解析を実施した結果、X線回折法により含有成分を推定でき、電子プローブマイクロアナリシス法により元素分布を把握、ラマン分光分析によって腐食生成物の各層の成分分布を確認できるなど、今まで以上の詳細な情報を得ることができた。

1. はじめに

岐阜県では企業からの依頼に応じて、さまざまな分析・試験を実施している。これら依頼試験においては、定期的な性能チェックおよび品質確認のための試験以外のクレーム・トラブルに関する試験・調査依頼は、全ての依頼のおおよそ20%を占めている。

この中で特に多いのが異物確認のための内容で、クレーム・トラブルに関する依頼の約50%に達している。

本研究は、このような状況において相談者により詳細な結果を提供するため、従来から実施している単一の試験での調査から、複数の機器による調査に広げられないかと考え、企業等と協力して分析・試験を実施するモデルケースとしての共同研究などを進めている。

今回の内容は、その事例の一つとして国立大学法人東海国立大学機構岐阜大学と共同で実施した試験内容を報告するものである。

橋梁などの腐食されることを前提とした構造物においては、鋼の表面に保護性を有する緻密な錆を形成するように設計された耐候性鋼材（たいこうせいこうざい）が多く用いられている。

今回持ち込まれたサンプルは、設置から約40年使用された橋梁から採取されたものであるが、長期間使用されていたにもかかわらず、腐食の進行が少なく、十分に役割を果たしていたものと考えられる。本研究では、この腐食生成物の構造を明らかにすることで、錆の生成過程や環境等の推測をするものである。

2. さびの分析方法

2.1 測定機器および条件

X線回折の測定は、粉末にした腐食生成物をガラス板製の試料ホルダー（試料部：幅20mm×高さ18mm×深さ0.2mm）に充填し、株式会社リガク製『自動X線回

折装置 SmartLab』で測定を実施した。X線源はCu封入管球で管電圧、管電流はそれぞれ40kVおよび30mAとした。検出器は高速一次元検出器（D/teX Ultra）を用い集中光学系にて測定した。

測定条件は、測定角度範囲 $2\theta = 20 \sim 90^\circ$ 、ステップ幅 0.020° 、スキャンスピード $1^\circ/\text{min}$ のステップスキャンで測定した。

ラマン分光分析には、レニショー株式会社製『顕微ラマンシステム inVia Reflex』を利用し、1800 l/mmの回折格子を用い、波長532nmのグリーンレーザーで分析を行った。

電子プローブマイクロアナリシス（EPMA）には、日本電子株式会社製『電子プローブマイクロアナライザ JXA-8530F』を利用し、加速電圧15kV、照射電流 $5.0 \times 10^{-8} \text{A}$ 、1点あたりの測定時間20msの条件でマッピング測定をおこなった。Fe測定にはTAPH型分光結晶（191.17mm）を、O測定にはLDE1型超軽元素用分光素子（110.78mm）を、Crおよびその他の元素測定にはエネルギー分散型X線分析装置（EDS）を用いて分析を行った。

2.2 測定用試料の作成

試験片は、砥石ディスクを用いた精密切断機で切断した。このとき、クーラントの代わりに蒸留水を循環させることで試料の汚染を減じた。

この加工時に生じた腐食生成物の欠片を収集し、乾燥させたものをX線回折の測定用とし、アルミナ製の乳鉢を用いて粉砕したものを試験に供した。

この切断サンプルを水洗・乾燥させたものを断面観察用として、アクリル系の樹脂で包埋し耐水研磨紙2000番まで研磨した。さらに $3\mu\text{m}$ および $0.1\mu\text{m}$ のアルミナ懸濁液を使ったバフ研磨をおこない、鏡面仕上げしたものをラマン分光分析用のサンプルとした。

また、EPMA測定には、ラマン分光分析を終えたサンプルを流用し、これにプラチナを約10nm蒸着したも

*技術支援部

のをマッピング測定用試料とした。

3. 結果及び考察

3. 1 X線回折測定

耐候性鋼材に生じた腐食生成物の測定データを図1に示す。

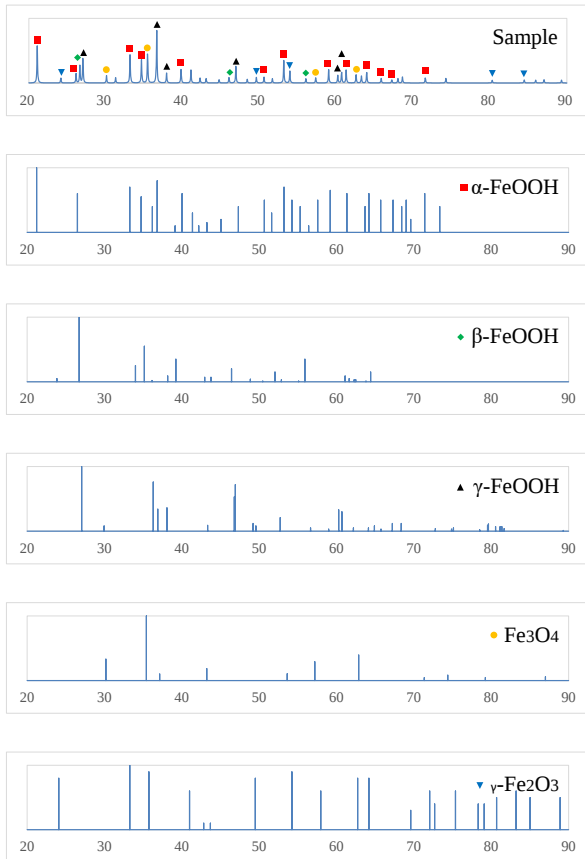


図1 腐食生成物のXRD測定結果と比較用標準スペクトル

多くの化合物が混在した様子で、全てのピークについて帰属を試みたところ、 α -FeOOH、 β -FeOOH、 γ -FeOOH、 Fe_3O_4 、 γ - Fe_2O_3 の存在を確認できた。

それぞれの化合物についてはICCD粉末回折データベースを参照して照合し、帰属できたピークには印を付けてサンプルのスペクトル上に表示した。

3. 2 ラマン分光分析

XRDで確認された化合物について、それぞれモデルとなるスペクトルを探索した。化合物の純物質で得られるスペクトルと似ているスペクトルを、実際の試料の中から見出し、マッピング解析を行う場合の参照用スペクトルとした。

実試料のスペクトルはピーク全体が整っているわけでもなく、ノイズも多くみられるがマッピング解析を行う場合には実際の試料から得たスペクトルのほうがマッチしやすく、化合物ごとのマップデータを得やすいという特性があった(図2)。

マッピング測定にはレニショー株式会社の独自技術で

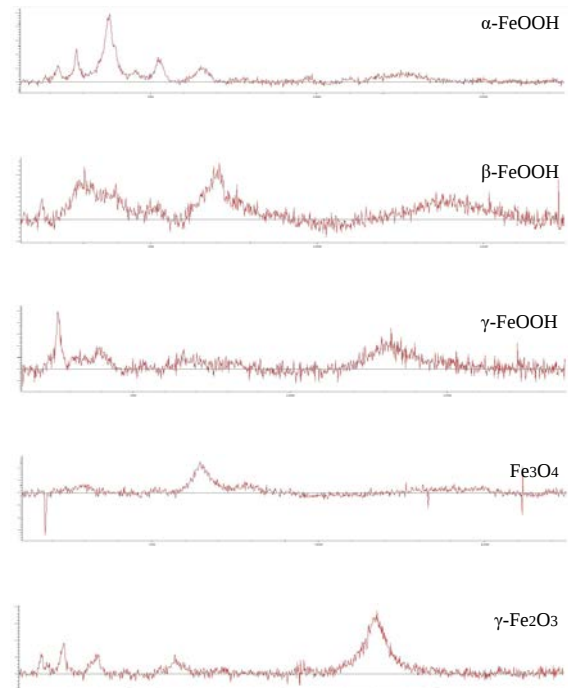


図2 ラマン分光分析のマッピングで用いたモデルスペクトル

あるラインフォーカスマッピング(StreamLine™)の機能を使用した。

この方法は励起レーザー光をライン状に集光した形で試料に照射して、一度に数十ポイント分のラマンスペクトルを同時観測しながら、各点のスペクトルを積算することで高速に測定できるものである。

この方式を用いて各化合物成分のモデルスペクトルを用い、多変量解析の一種であるDCLS(Direct Classical Least Squares)法に基づいて各成分の分布イメージを構築した、マッピング解析画像を図3に示す。

今回用いた手法は、吉岡らが塗膜下腐食の観察に用いた手法を参考に実施したものであるが、モデルスペクトルについては全く異なっており、各ピークの強度等についても純物質の強度比とは違うものになっている。

腐食生成物の層内においては純粋な化合物としてではなく、さまざまな物質が混在している状況であると考えられることから、今回は実試料からのスペクトルを使用した。

3. 3 EPMA測定

EPMAによるマッピングを実施する前に、EDSによる定性分析を実施し、含有成分を確認した。事前確認で含有していることが判明したFe、Oについて波長分散型X線分析(WDS)によるマッピングを取得し、同時に二次電子像、組成像およびEDSによる全元素マッピングを取得した。

図4に示したように、Feは腐食生成物の層全体に分布しており、あまり偏りが無いように見える。Oについては、濃度分布の偏りが見られ、このあたりで化合物の

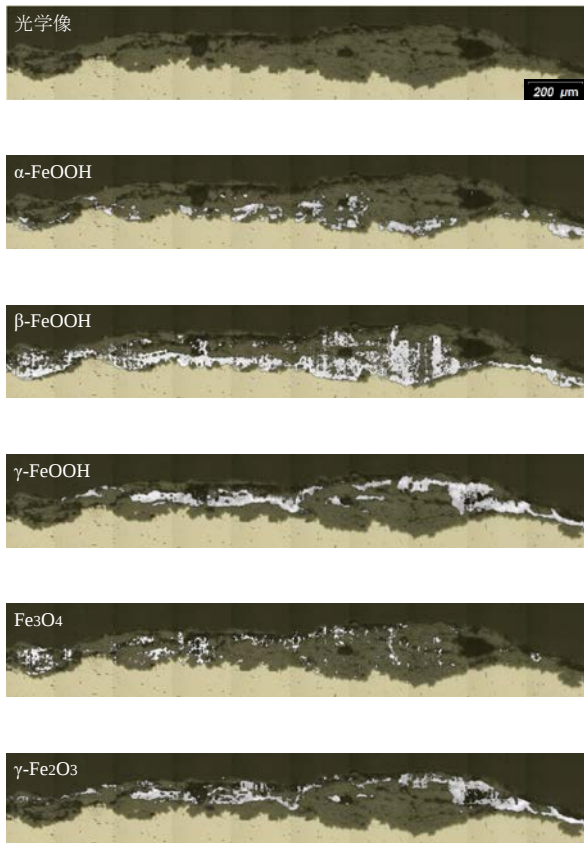


図3 ラマン分光分析による化合物ごとのマッピング解析画像

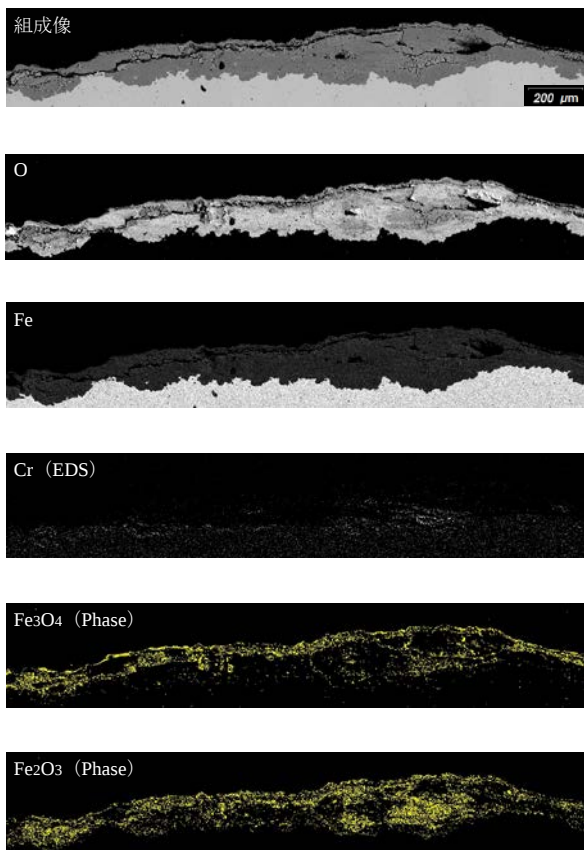


図4 EPMA マッピングと相分析による解析マップ

違いがあるのではないかと推測される。また、EDS によるマッピング結果から、ごく微量ながら地鉄付近においてCrの濃化が見られた。このようなケースがあることから目的元素のWDS測定だけでなくEDS測定を併用することは非常に有効であることがわかる。

また、この測定データをもとに相分析を実施し Fe_3O_4 および Fe_2O_3 と推測される解析マップデータを作成した(図4の下側2つの画像)。

この解析画像は、FeとOのマッピングデータから2元素の相関で散布図を作成し、元素同士が特定の関係を持つ領域ごとに色分けして表示したものを、マップデータに重ねて表示したもので、図5のような散布図を基に作成することができる。

この散布図で、左側上部にある点の集合部分は酸素がほとんど含まれていない領域であるため地鉄と考えられ、これを反映した解析マップにおいてもFeのEPMAマップと一致している。このことから、散布図の下部の点の集合部分は、それ以外の領域を示しており、中でも酸素濃度が0%に近い部分は包埋樹脂の部分であると考えられ、解析マップの左下部分の領域は組成像の黒色部分と一致しており、樹脂成分の領域であると考えられる。

残りの部分については、Feとの原子数比が低い順に左から配置されていると考えられ、 Fe_3O_4 (1:1.3)、 Fe_2O_3 (1:1.5)、 FeOOH (1:2)の順に領域を形成していると考えられ、これを反映させた解析マップの作成を試みた。 Fe_3O_4 は酸素濃度が低い場合に発生するとされており、腐食生成物の割れた部分など、すきまに発生しているように見えることから、組成像のマッピング結果を比較しても妥当であると考えられる。

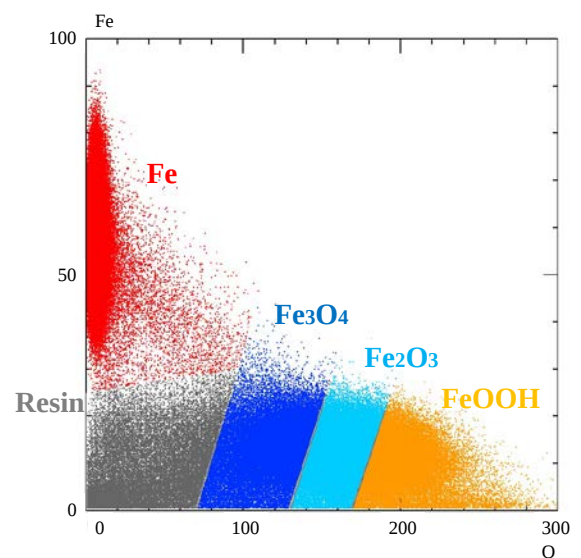


図5 FeとOにおける原子数比の相関を示した散布図

また Fe_2O_3 は腐食生成物層全体に分布しているように見える。 $\gamma\text{-FeOOH}$ は約 200°C 付近で水分を失い、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ となるとされており²⁾、切断時の熱の影響で Fe_2O_3 となってしまったのではないかと推測される。

3. 4 腐食生成物層の構造

ここまでの各種分析データから、腐食生成物層には $\alpha\text{-FeOOH}$ 、 $\beta\text{-FeOOH}$ 、 $\gamma\text{-FeOOH}$ 、 Fe_3O_4 、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ が存在していることがわかる。

外層付近はラマン分光のマッピング解析からもわかるように $\gamma\text{-FeOOH}$ が多くみられる。これについては $\text{Fe}(\text{OH})_3$ が脱水・結晶化することで生成していると考えられており、湿潤・乾燥することによって $\text{Fe}(\text{OH})_2$ あるいは $\text{Fe}(\text{OH})_3$ に変化するような不安定な状態であると思われる。

中層付近には $\beta\text{-FeOOH}$ が分布していることがラマン分光のマッピング解析から明らかになっているが、 $\beta\text{-FeOOH}$ は塩化物環境に特徴的なさびであり、塩分の共存下で生成したものであると考えられている³⁾。

EPMA での元素マッピングでは Cl の分布は確認されていないが、ごく微量の濃度で $\beta\text{-FeOOH}$ の結晶構造の中に取り込まれて存在しているのではないかと考えられる。

内層には $\alpha\text{-FeOOH}$ が分布しており、また EPMA の元素マッピングから Cr の濃化も確認されている。これは、 $\alpha\text{-FeOOH}$ の Fe の一部が Cr に置き換わって存在し

ていると考えられており⁴⁾、Cr が約 3%程度含まれている $\alpha\text{-(Fe}_{1-x}\text{Cr}_x)\text{OOH}$ として安定化したと予想される。

また、腐食生成物のひび割れのすき間等には、 Fe_3O_4 の存在も確認できた。

4. まとめ

今回の耐候性鋼材に生成された腐食生成物の分析では、通常使われている EDS による定性分析だけでなく、X 線回折による含有化合物の推定や、EPMA およびラマン分光を併用した層構造の解析などにより、今まで以上の詳細な情報が得られることが分かった。

このような解析手順を明確化して手法を残すことで、同様のケースでは迷うことなく分析を提案することが可能となり、今後の企業支援に役立てることができる。

【謝 辞】

本研究を遂行するにあたり、測定に協力いただきました、国立大学法人東海国立大学機構岐阜大学の馬場梨瑛さんに深く感謝します。

【参考文献】

- 1) 吉岡ら,材料と環境 64,pp251-258,2015
- 2) 三沢俊平,防食技術 32,pp657-667,1983
- 3) 長野ら,材料 44,pp1314-1319,1995
- 4) 山下ら,材料と環境 46,pp26-32,1994

金属材料の表面処理に関する研究（第3報）

—窒化処理品の複合分析—

小寺 将也*、大川 香織*

Study on surface treatment for metal (III)

- Multiple analysis of a nitride product -

KODERA Masaya*, OKAWA Kaori*

金属製品の機能向上のために使用される窒化処理は、表面を硬化させ耐摩耗性を向上させるなどの機能があることから広く使用されている。窒化処理を施した製品を評価するためには試料の切断などの調整をする必要があり煩雑である。本研究では窒化処理を簡便に評価するための方法について検討し、工具等に使用される鋼材に対して窒化処理を施し、複合的に分析を行った。

1. はじめに

金属材料を高機能化させるためには表面処理が非常に有効であり、そのうちの一つとして窒化がある。窒化とは表面硬化熱処理の一種で、鋼等の金属製品の表面から窒素を拡散侵入させ、製品の表面を硬化させる加工技術である。焼入れと比較し寸法変化が少なく、耐摩耗性が向上するため、精密部品等に利用されている。

窒化処理を適切に管理するためには窒化深さを測定する必要があるが、測定の際は試料を切断、樹脂包埋、鏡面研磨して硬度測定をしなければならず煩雑である。そこで本研究では、より簡便な窒化層の評価を目指し、窒化処理を施した試験片に対して複合的な分析を行い、適切な評価方法について検討した。

2. 実験

既報¹⁾の20mm 角×6mm のSCM440 調質材の試験片に、480℃、6 時間の窒素拡散処理を行った。窒素拡散処理は化合物層の形成を抑制する窒化（以下、条件1）と促進させる窒化（以下、条件2）の2種類で行った。表面層の構造分析はX線回折装置（（株）リガク製、SmartLab）を用い、X線源はCu、管電圧40kV、管電流30mAで測定した。表面層の化合物層厚さの分析はグロー放電発光分光分析装置（GD-OES（株）堀場製作所製、GD-PROFILER2）で、φ4 mmの領域を測定した。窒素分布は、電子線マイクロアナライザ（EPMA 日本電子（株）製、JXA-8530F）を用い、試料断面の最表面から400μmまでの窒素分布状態を線分析した。残留応力は微小部X線応力測定装置（（株）リガク製、AutoMATEII）を用いて測定した。測定方法は $\sin^2\psi$ 法、X線源はCrであり、管電圧40kV、管電流40mA、コリメータ径φ1.0 mmとした。測定の不確かさを考慮するため、5回測定し平均値をとった。硬さ試験は、深さ0.02～0.36mmまでをマイクロビッカース硬度計（Struers 製、

DuraScan）を用いてHV0.05（加重50g）で測定した。試験片の断面作成は、試験片を樹脂包埋した後#2400までの湿式研磨を行い、さらに粒径3μmおよび0.1 μmのアルミナでバフ研磨を行った。

3. 結果及び考察

試験片表面層の構造解析を行うためX線回折装置による測定を行い、図1に結果を示す。未処理の試験片にはα-Feの存在を示す回折ピークのみが検出された。条件1の試験片はα-Feに加えγ'-Fe₄Nの回折ピークが見られた。条件2の試験片はα-Fe、γ'-Fe₄N、さらにε-Fe₂₃Nの回折ピークが見られた。これらの結果より試験片表層の化合物層の状態がそれぞれ異なることが分かった。

図2に、GD-OES分析による窒素の深さ分析の結果を示す。条件1では深さ約2μm、条件2では深さ約3μmの窒素が認められた。これはX線回折測定により検出された化合物層であると考えられる。化合物層よりもさらに深い領域で検出されている窒素は拡散層であると思われるが、拡散層の厚みがGD-OESの測定限界である100μm以上と推定され測定することはできなかった。そこで、拡散層厚さの確認をするため、試験片断面のEPMA分析を行った。結果を図3に示す。表層から数ミクロンの領域に強度7000程度の化合物層を示すピークが検出された。窒素拡散層の強度変化を強調するため、縦軸の強度の範囲を1000から2000とした図を併せて示す。図より、条件1、条件2ともに拡散層厚さは約300μmであることが分かった。

拡散層厚さと硬度の関係を確認するため、マイクロビッカース硬度試験機による試験片断面の硬度測定を行った。結果を図4に示す。未処理試験片の硬度は約300HVであったため²⁾、図より約300μmまで硬度が上昇していることが分かった。これはEPMA測定で窒素深さ分析で測定した拡散層の範囲と一致している。

* 技術支援部

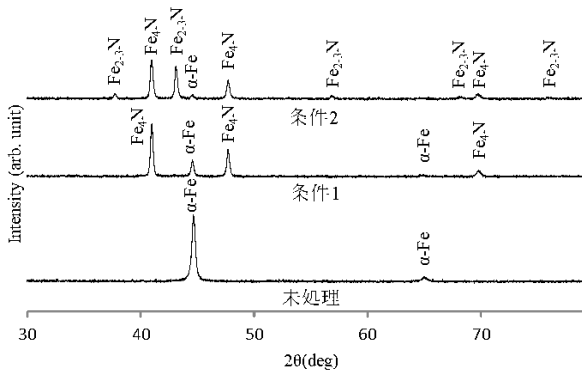


図1 X線回折装置による窒化表面層の測定

窒化処理による圧縮残留応力を評価するため残留応力測定を行った。結果を図5に示す。試料表面の研削痕による影響について比較するため、研削痕に対して平行方向（//と表記）と、垂直方向（⊥と表記）のそれぞれについて測定した。図より、未処理の試験片において、⊥は//と比較して圧縮残留応力の値が約2倍高かった。これに対し窒化処理をした試験片は、条件1、条件2ともに、⊥と//の測定値の差が10%未満であった。また、条件1、条件2ともに、未処理の試験片と比較して圧縮残留応力が上昇した。

4. まとめ

(1) X線回折分析により窒化試験片の表面化合物層を分析し、窒化条件により化合物層の種類が異なることが分かった。

(2) 化合物層厚さと拡散層厚さの分析について検討したところ、GD-OES分析は試験片表面化合物層厚さ分析に適し、EPMA分析は窒素拡散層厚さ分析に適していることが分かった。

(3) 窒化処理により圧縮残留応力は向上し、分析試験片の表面状態と測定方向により応力の値が異なることが分かった。特に窒化未処理では試験片表面状態により応力値が約2倍異なっていた。

窒化処理を施すと窒素拡散層が形成され残留応力が生じる。このため残留応力を測定することにより窒素拡散層厚さが推定できることが示唆された。残留応力測定では試料切断などの調整の必要がないため、窒化を評価するための手順を簡略化できることが期待される。今後は残留応力測定による化合物層厚さの影響について検討していく。

【参考文献】

- 1) 小寺ら,岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp27-28, 2020

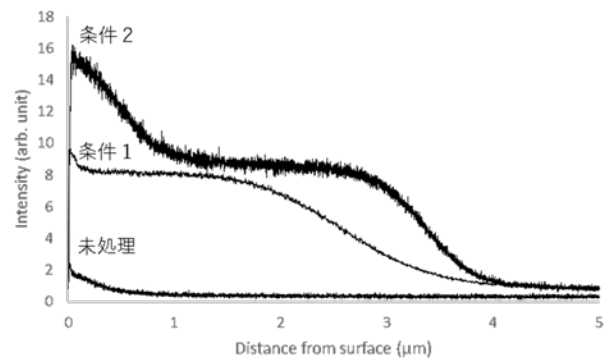


図2 GD-OES分析による深さ方向分析

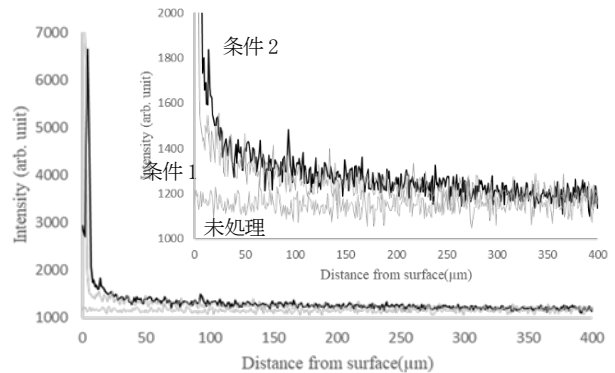


図3 EPMA分析による深さ方向分析

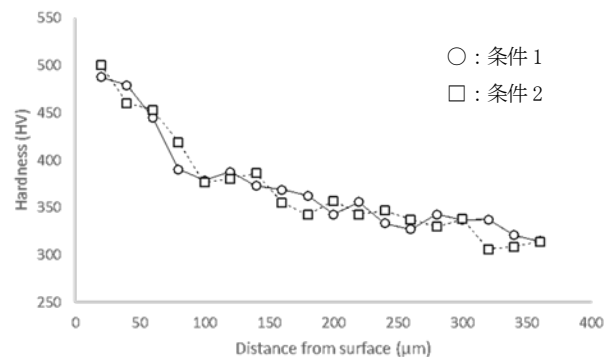


図4 マイクロビッカースによる深さ方向の硬さ測定

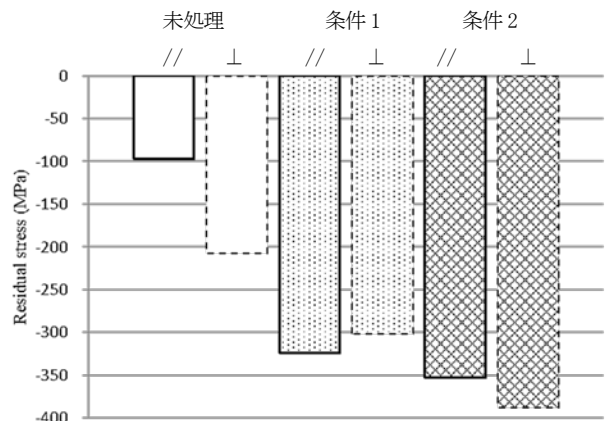


図5 残留応力測定

金属材料への表面処理技術に関する研究（第4報）

—表面開始重合によるステンレス上への有機皮膜の形成—

大川香織*、小寺将也*

Study on surface treatment for metal (IV)

Synthesis of polymer thin film on stainless steel by surface-initiated polymerization

OKAWA Kaori* and KODERA Masaya*

金属素材の高機能化には表面処理は非常に有効な手法であり、技術開発が盛んに行われている。本研究では、ステンレス製刃物表面への強固で均一な有機皮膜形成を目指し、表面開始重合法によるステンレス上への化学結合による有機皮膜の形成について検討した。

1. はじめに

カミソリやメスの表面には、防汚や切削抵抗を低減するために、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）を中心としたフッ素系ポリマーがコーティングされている。フッ素系ポリマー粒子懸濁液を表面に塗布した後、焼き付けて皮膜化しているため、密着性が弱く、被削物との抵抗が大きい製品、例えば刃物では皮膜がはがれやすい問題がある。これまでに、刃物に多く用いられているマルテンサイト系ステンレスである SUS420J2 表面へ化学結合による撥水・撥油性を有する自己組織化単分子膜（SAM 膜）の形成を試み、カミソリ刃の切削抵抗を最大20%低減させることに成功した¹⁾。しかしながら、この方法では厚さ数 nm 程度の皮膜しか得られない。もう少し厚みのある強固な有機皮膜の形成を目指し、電子移動により活性化剤が再生する原子移動ラジカル重合（Activators ReGenerated by Electron Transfer Atom Transfer Polymerization, ARGET ATRP）^{3,4)}を応用した表面開始重合（Surface-initiated Polymerization, SIP）⁵⁾に着目した。SIP は膜厚の制御が比較的容易であり、従来の重合法よりも反応条件等を厳密にする必要がないため、製造現場への適用が期待できる。ARGET ATRP 法による SIP によりポリメチルメタクリレート（PMMA）を SUS 上へ化学結合により重合することができた²⁾が、本研究では、生体適合性を有する2-ヒドロキシエチルメタクリレート（HEMA）を用い、さらに環境負荷低減のために水系での PHEMA 薄膜形成を試みた。

2. 実験

2.1 基板および試薬

基板として、10mm×10mm の SUS420J2 を使用した。試験片表面は#400、#800、#1500 および#2000 の SiC 研磨紙で湿式研磨した。表面の有機汚染層を除去するために、メタノールで30分間超音波洗浄し、さらに Milli-Q 水で10分間洗浄した。送風乾燥器で乾燥後、実験に供した。11-(2-Bromoisobutyrate)-undecyl-1-phosphonic acid

(11-BUPA) (Sigma-Aldrich)、HEMA（純正化学株式会社）、メタノール（Sigma-Aldrich）、二臭化銅（CuBr₂）（Sigma-Aldrich）、トリス[2-(ジメチルアミノ)エチル]アミン（Me₆TREN）およびアスコルビン酸（東京化成工業株式会社）はそのまま使用した。

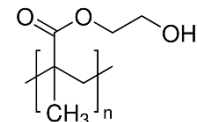


図1 PHEMA の構造式

2.2 重合

2.2.1 SUS 表面への開始基の固定化

1.0mM 11-BUPA メタノール溶液を調整し、基板を所定の時間、大気雰囲気下で浸漬した。反応はすべて室温（25℃）で行った。反応後、100℃で1時間加熱処理をした後、メタノールで洗浄して未反応の 11-BUPA を除去し、風乾して実験に供した。処理した基板は以下 11-BUPA 基板とする。

2.2.2 ARGET ATRP 法による SUS420J2 への表面開始重合

100mM HEMA 水溶液を調整し、窒素バブリングを行った。上記に CuBr₂ (11.1mg)、Me₆TREN (11.5mg) およびアスコルビン酸 (4.4mg) を加え、攪拌した。SUS420J2 を入れた反応容器に調整した溶液を注ぎ、60℃で1時間重合した。基板を取り出し、メタノール、Milli-Q 水で超音波洗浄し、未反応のモノマー等を除去した。処理した SUS 基板を以下 SIP 基板とする。

2.3 分析

2.3.1 高感度反射測定法（IRRAS 法）による表面分析

日本分光株式会社製 FT/IR-6700 および RAS PRO 410 を使用し、未処理、SIP 基板および 11-BUPA 基板の IR 測定を行った。条件は分解能 4cm⁻¹、積算回数 2000 回とした。

2.3.2 X 線光電子分光分析（X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS）による表面分析

アルバック・ファイ株式会社製 PHI 5000 Versa Probe

* 技術支援部

II を使用し、SIP 基板の表面に存在する元素の同定およびガスクラスターイオン銃 (GCIB) による深さ方向分析を行った (エッチングレート: PMMA 換算で 124.86nm/min)。励起 X 線源は AlK α (h ν =1486.6eV) を使用した。

3. 結果及び考察

基板の表面の PHEMA を確認するために、未処理基板および 11-BUPA の IRRAS 法により FT-IR 測定を行った結果を図 2 に示す。11-BUPA 基板には 1740cm⁻¹ 付近に 11-BUPA のカルボニル基に由来するピークが認められたが、未処理基板には認められなかった。さらに ARGET-ATRP 法による SIP 基板の IR スペクトルを図 3 に示す。図 1 の PHEMA 構造式より、O-H 伸縮振動に由来する 3400~3200cm⁻¹ のピークと 1740cm⁻¹ 付近のカルボニル基に由来するピークが認められたことから、SUS 上に PHEMA 皮膜が形成されていることがわかる。

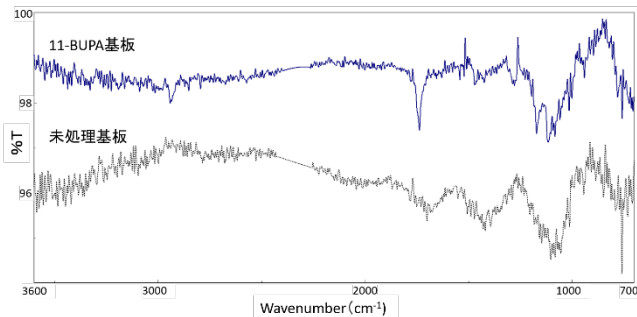


図 2 IRRAS 法による基板表面の IR スペクトル

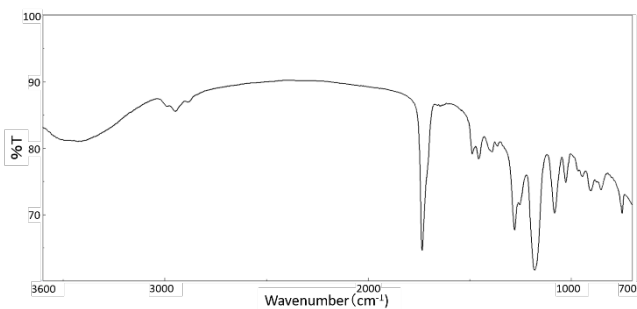


図 3 IRRAS 法による SIP 基板表面の IR スペクトル

次に、SIP 基板のワイドスペクトルを図 4 に示す。表面からは、PHEMA の酸素と炭素 (図 1) に由来する 530 eV 付近の 1s 電子 (O1s) と 284eV 付近に見られる 1s 電子 (C1s) に由来するピークが認められ、これは図 1 より PHEMA の炭素と水素に帰属するものである。これまでの結果から、SUS 基板上に PHEMA が重合されたものと考えられる。

さらに図 5 に GCIB による深さ方向分析の結果を示す。表面からスパッタ時間が経過するとともに、炭素と水素の強度が著しく低下しており、これらの元素は PHEMA

の主鎖に由来すると考えられる。PHEMA 皮膜の膜厚は PMMA 換算で約 150nm と推定された。

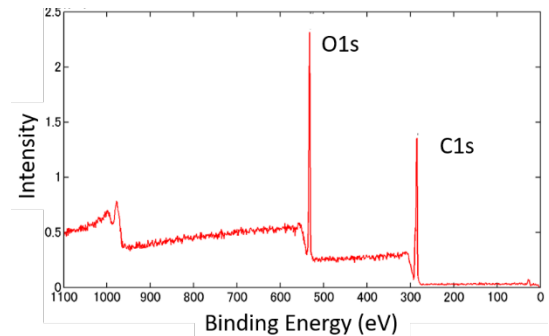


図 4 SIP 基板表面の XPS ワイドスキャンスペクトル

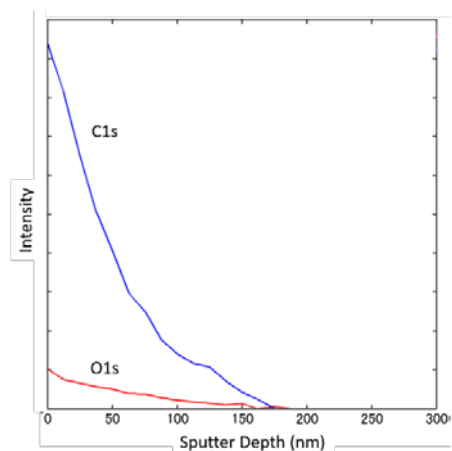


図 5 GCIB による SIP 基板の深さ方向分析

4. まとめ

ARGET ATRP を応用した表面開始重合法による、SUS420J2 表面への PHEMA の形成を検討した結果、SUS 上へ生体適合性を有する PHEMA 皮膜の作成に成功した。PHEMA はコンタクトレンズ用材料として認可されており刃物だけでなく、カテーテルなどの医療用途への適用も期待できる。さらに水系での重合は、環境負荷を低減することが可能である。今後は、カミソリ刃やメスに処理を施し、切れ味試験などの評価を行う予定である。

【参考文献】

- 1) 大川ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.4, pp31-34, 2016
- 2) 大川ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp29-30, 2020
- 3) Matyjaszewski, K. ら, Proc. Natl. Acad. Sci., vol.103, pp15309-15314, 2006
- 4) Jakubowski, W. ら, Angewandte Chemie, vol.45, pp4482-4486, 2006
- 5) Controlled Radical Polymerization Guide, ALDRICH, pp12-16, 2012

ゾルゲルコーティングによる Ti 系硬質膜の特性

茨木 靖浩*、藤田 和朋*

Characterization of Ti system hard films by sol-gel method

IBARAKI Yasuhiro and FUJITA Kazutomo

ゾルゲル法を用いて、SKD61 基板上にアルミニウム添加酸化チタン膜を形成した。ゾルゲルコーティングした基板を $\text{NH}_3\text{-N}_2$ 、 $\text{NH}_3\text{-H}_2$ の条件で還元窒化処理し、結晶構造、熔融アルミニウムに対する耐腐食性、摩擦摩耗特性を調べた。得られたコーティング基板は、熔融アルミニウムに対して良好な耐腐食性を示した。また、 $\text{NH}_3\text{-N}_2$ で作製したコーティング基板は、 $\text{NH}_3\text{-H}_2$ で作製した場合よりも摩耗が抑制され、低い摩擦係数を示した。

1. はじめに

アルミダイカストは輸送機器部品の製造に広く利用されている方法であるが、金型表面がアルミニウム溶湯と反応すると、離型性が悪くなり、寸法精度の低下が生じる要因となる¹⁾。この課題に対して、TiN や TiAlN などの硬質膜をコーティングし、金型の耐久性を向上させることが行われている²⁾。

金型表面へのコーティング手法としては PVD 法が潮流となっているが、複雑な形状の金型には均質コーティングが難しい。これに対し、ゾルゲル法は装置が安価で操作が簡便、膜の付き回りが良好という長所を有していることから、我々はゾルゲル法を用いたコーティングを検討してきた。昨年度、ガラス基板上にアルミニウム添加酸化チタン薄膜を形成後、 $\text{NH}_3\text{-N}_2$ 、 $\text{NH}_3\text{-H}_2$ の雰囲気ガスを用いて還元窒化処理を行った結果、平滑な TiAlN 膜が得られることを確認した³⁾。また、 $\text{NH}_3\text{-H}_2$ を用いることで、窒化処理による SKD61 自体の表面の荒れを抑制できることがわかった。今年度は、SKD61 基板上にアルミニウム添加酸化チタン薄膜を形成し、 $\text{NH}_3\text{-N}_2$ 、 $\text{NH}_3\text{-H}_2$ の混合ガスを用いて還元窒化処理を行って得られたコーティング基板の結晶構造、熔融アルミニウムに対する耐腐食性、摩擦摩耗特性を調べた。

2. 実験

2. 1 アルミニウム添加酸化チタン膜の作製

酸化チタンゾルは前報と同様に作製した。Al の原料としてアルミニウムブトキシドを用い、Ti:Al=2:1 となるようにゾルに外割で添加し、アルミニウム添加酸化チタンゾルとした。また、1 回あたりのコーティング膜厚を増加させるために PVP (ポリビニルピロリドン) を Ti と PVP の比が 2:3 となるように添加した。

作製したゾルに SKD61 基板を 30 秒浸し、引き上げ速度を 6cm/min としてディップコートした。コーティング

後、110℃で 10 分乾燥させ、600℃で 30 分加熱した。

PVD 法で作製されている TiN 膜は約 1μm であることから、これと同程度の膜厚を得るため、コーティング、乾燥、加熱の工程を 5 回繰り返した。

ゾルゲルコーティングした基板の還元窒化処理は電気炉に NH_3 、 N_2 、 H_2 が $\text{NH}_3\text{:N}_2=1\text{:}1$ 、 $\text{NH}_3\text{:H}_2=1\text{:}1$ となるよう各々のガスを流量調整し、混合ガスの流量が 100ml/min となるように導入して 600℃で 12h 行った。

2. 2 結晶構造、アルミニウム溶湯浸漬試験、摩擦摩耗試験

還元窒化処理して得られたコーティング基板の結晶構造については X 線回折装置 (株式会社リガク製、SmartLab) で評価した。コーティング基板を 680℃の熔融アルミニウム合金 (ADC12) 中に 3h 浸漬させた。取り出した基板の下から 1.5cm の部分を切断し、浸漬前後の厚み変化を測定した。浸漬後の厚みは金属光沢を示す最も薄い部分とした。コーティング基板の摩擦摩耗特性は、レスカ (株) 製のボール・オン・ディスク型摩擦摩耗試験機 (FPR-2100 型) を用いた。超硬材料に対する試験条件を参考⁴⁾とし、荷重 50g、摺動直径 5mm、摺動サイクル 120rpm とした。また、PVD 法によって TiAlN コーティングされた SKD61 基板を調達し、特性比較サンプルとした。

3. 結果及び考察

$\text{NH}_3\text{-N}_2$ 、 $\text{NH}_3\text{-H}_2$ の混合ガスで還元窒化処理した結果、どちらの場合もコーティングした部分は TiAlN 特有の黒紫色を呈していた。図 1 に、アルミニウム添加酸化チタンを SKD61 基板上に形成し、還元窒化処理した時の XRD パターンを示す。 $\text{NH}_3\text{-N}_2$ の混合ガスで処理した場合、 Fe_2N 、 Fe_3N に起因するピークが現れた。43.1°付近にはショルダーピークが観測され、 Fe_2N と TiAlN のピークが重なっていると推察される。 $\text{NH}_3\text{-H}_2$ の混合ガスの場合、 Fe_3N 、 Fe_2N のピークが現れたが、TiAlN のピークは観測されなかった。 $\text{NH}_3\text{-N}_2$ に比べて窒化が進まなかったと考えられる。

* 化学部

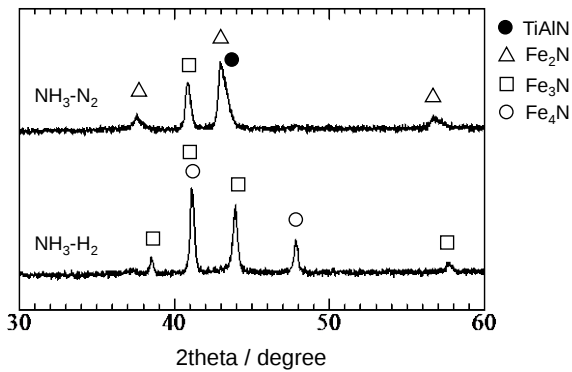


図1 NH₃-N₂、NH₃-H₂の混合ガスを用いて還元窒化処理した時のXRDパターン

コーティング基板、未処理の基板をアルミニウム溶湯に3h浸漬させ、表面に付着したアルミニウムをNaOHで除去した後の断面の様子を図2に示す。浸漬前の基板の厚みは1.25mmである。未処理の場合は0.73mmに減少した。これはSKD61が溶融アルミニウムに溶解したためである。これに対し、コーティング基板の厚みは変わらず、溶融アルミニウムに対して良好な耐腐食性を示した。

図3にゾルゲル法、PVD法によるコーティング基板の摩擦摩耗特性を示す。ゾルゲル法、PVD法で作製された膜厚はそれぞれ1.3μm、2.8μmである。NH₃-N₂の混合ガス、PVD法でコーティングした基板は、摩擦係数に変動幅はあるが、時間の経過とともに徐々に増加する傾向であり、ほぼ同様の値を示した。NH₃-H₂の混合ガ

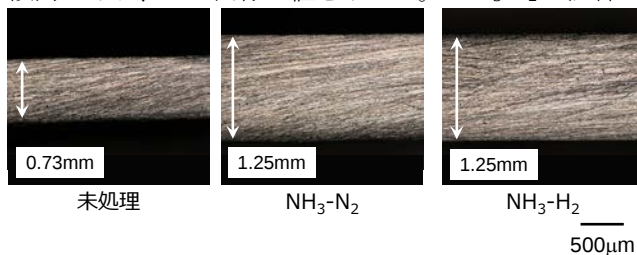


図2 アルミニウム溶湯に浸漬させた基板の断面

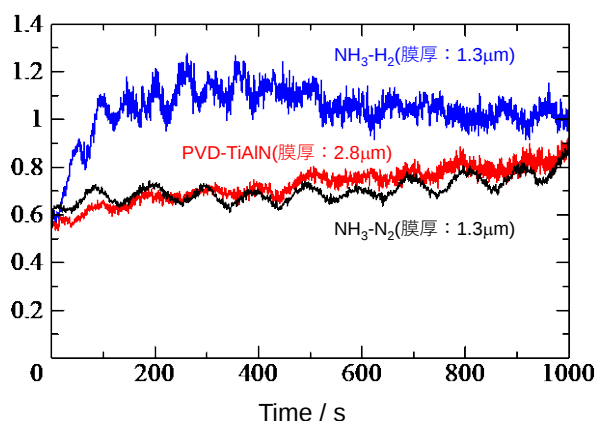


図3 各サンプルの摩擦摩耗特性

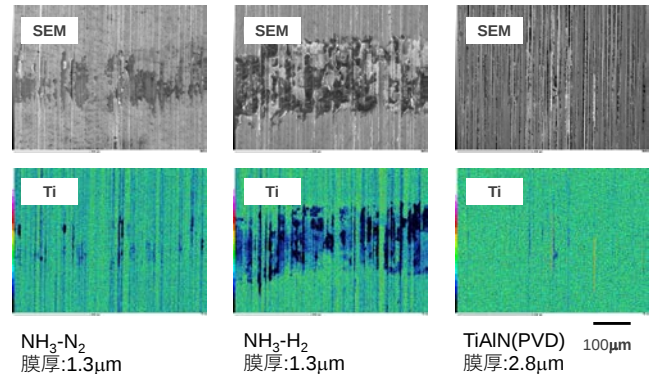


図4 ボールが通過した部分におけるTiの分布

スで作製した場合は、約250sまで摩擦係数が増加し、その後は緩やかに減少した。また、摩擦係数はNH₃-N₂の混合ガス、PVD法に比べて大きかった。

図4は摩擦摩耗特性試験に際して超硬ボールが通過した部分のSEM、EDS（分析元素：Ti）である。NH₃-H₂の混合ガスで作製した場合は、ボールが通過した部分のTi濃度がところどころ減少（図中の青い部分）していることがEDS分析の結果から確認でき、コーティング膜が剥がれたと考えられる。これに対し、NH₃-N₂で作製した場合はTiの濃度が減少している部分は少なかった。昨年度の研究でNH₃-H₂の混合ガスを用いた場合の方が、窒化によるSKD61基板の表面の荒れを抑制できたことから、摩耗特性の向上を期待したが、NH₃-N₂の場合の方が特性は優れていた。NH₃-H₂の混合ガスでの作製条件では膜の窒化が進まず、膜自体の硬度が向上しなかったこと、基板との密着性が弱かったことが特性の向上に繋がらなかったと考えられる。PVD法で作製された膜の場合、EDS分析の結果から、Tiの濃度が減少しているのは極めて僅かな部分であったが、これはゾルゲル法に比べて膜厚が大きいことに関係していると考えられる。

4. まとめ

ゾルゲル法を用いて、SKD61基板にアルミニウム添加酸化チタン膜を形成し、NH₃-N₂、NH₃-H₂の混合ガスを用いて還元窒化処理を行った。得られたコーティング基板は溶融アルミニウムに対して良好な耐腐食性を示した。また、NH₃-N₂の混合ガスを用いた場合の方が、NH₃-H₂の場合よりも摩耗特性が優れており、低い摩擦係数を示した。

【参考文献】

- 1) 若月健ら、電気製鋼 No.85 pp13-20 2014
- 2) 河田一喜、素形材 No.2 pp11-17 2008
- 3) 茨木靖浩ら、岐阜県産業技術総合センター研究報告、第1号、2020
- 4) 細野幸太ら、岐阜県工業技術研究所研究報告、第4号、2015

化学

石灰水洗ケーキの用途開発に関する研究（第3報）

藤田和朋*、茨木靖浩*

Application development of Raw-lime Washing Sludge (III)

FUJITA Kazutomo*, IBARAKI Yasuhiro*

ドロマイト製造時に副生するドロマイトケーキについて、重金属の吸着前後の濃度変化を測定し、重金属吸着性を評価した。その結果、石灰水洗ケーキ同様に As、Pb、Cd、Hg の吸着性が特に高いことが判明した。また石灰水洗ケーキにおいて、重金属吸着量や吸着状態を調べ、各重金属吸着性を確認した。

1. はじめに

ドロマイト ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) は、苦灰石とも呼ばれ、Ca と Mg を含む炭酸化合物であり、肥料や製鋼材料等に用いられている。県内のドロマイト鉱山は、石灰石鉱山と同様に西濃地区に集中しており、主に石灰業界が商業化している。このドロマイトも石灰石と同様に、製品製造工程で不純物の混じったケーキが副生する。量的には石灰石の水洗ケーキの10分の1（年間数万 t）以下であるが、同様に未利用資源となっている。そこでドロマイトケーキの重金属吸着性を調べるとともに、石灰水洗ケーキの重金属吸着量と吸着状態、及び重金属吸着速度について評価した。

2. 実験

2. 1 ドロマイトケーキの特性評価

2. 1. 1 外観

ドロマイトケーキを日本電子（株）JSM-IT100にて観察した。

2. 1. 2 粒度分布

ドロマイトケーキを日機装（株）製 Microtrac MT3300EXII（レーザー回折・散乱式）にて、粒度分布を測定した。測定方法は、水に分散し、分散剤は使用せず、そのままの状態で行った。

2. 1. 3 組成分析

ドロマイトケーキを JIS R9011 石灰の試験方法によって、組成分析を行った。

2. 2 ドロマイトケーキの重金属吸着性

環境基準¹⁾の10、100、1000倍の重金属水溶液を作製し、ドロマイトケーキの重金属吸着性を評価した。設定した重金属濃度は、自然由来の重金属溶出濃度の濃度（概ね環境基準の数倍から数十倍）と、重金属不溶化剤の汚染土壌への配合率（概ね10%）を考慮した。また評価する重金属類は、土壌汚染対策法で規定する重金属類の、Cr、As、Pb、Cd、Hg、Se、B、Fとした。

試験方法は、ドロマイトケーキ 10g と重金属水溶液 100 g を 250ml の PP ボトルに入れ、振とう攪拌（6時間、毎分約 200 回）後、溶液を遠心分離（毎分 3000 回転、20 分間）し、上澄み液の重金属濃度を ICP 発光分析（SPECTRO Analytical Instruments 製 ARCOS FHM22）で測定した。試験温度は室温で、吸着させた後の水溶液の重金属濃度を測定した。

2. 3 石灰水洗ケーキの重金属吸着特性

2. 3. 1 吸着量

250ml の PP ボトルに石灰水洗ケーキ 10g（固形分）と、100ppm の重金属水溶液を 100ml 加えて、6 時間の振とう後、遠心分離を行い、上澄み 70ml をサンプリングし、検液とした。その後、サンプリング後の容器に新たに 100ppm の重金属水溶液を 70ml 加え 100ml として、同様に振とう後遠心分離及びサンプリングし、これを 10 回繰り返した。試験温度は室温で、吸着させた後の水溶液の重金属濃度を測定した。

2. 3. 2 吸着状態の観察

10 回サンプリング後の石灰水洗ケーキを 110℃で乾燥し、外観、元素分布、化合物の定性分析を、それぞれ SEM（日本電子（株）JSM-IT100）、EDS 分析（左同）、X 線回折（（株）リガク SmartLab）で行った。

2. 3. 3 石灰水洗ケーキの吸着速度

2. 3. 3. 1 バッチ吸着

250ml の PP ボトルに、石灰水洗ケーキ 20g（固形分）と 10ppm の重金属水溶液を 200ml 加えて、直ぐに 10 秒間振り混ぜて均一なスラリーとして静置した。その後 0～120 分後の溶液上澄みを 10ml ずつサンプリングして、0.45μm のシリンジフィルターでろ過し、重金属濃度を測定した。試験温度は室温で、サンプリングした検液は、そのままの状態での測定した。

2. 3. 3. 2 フロー吸着

上向流カラム通水試験²⁾を参考に、5ml ピペット内に石灰水洗ケーキを 0.1g 入れ、両端にフィルター（JIS L 0803 準拠 試験用添付白布 PET）を被せて流出を防ぎ、ピペット両端にチューブをはめ、ピペット先端を下にし

* 化学部

て垂直に固定した。ピペット下部側のチューブから、重金属溶液（10 及び 100ppm）をチューブポンプで送り（流速 1～10ml/分）、反対側のピペット上部に繋いだチューブからオーバーフローする溶液を、サンプリングし濃度を測定した。なお、ピペットと接続チューブの容積は約 23ml であり、効果を一樣にするため、この 5 倍の溶液をフローさせた後、サンプリングした。試験温度は室温で、サンプリングした検液は、そのままの状態に測定した。

3. 結果及び考察

3. 1 ドロマイトケーキの特性評価

3. 1. 1 外観

図 1 に外観の結果を示す。採掘時に不純物が混ざるため、外観は若干クリーム色で、SEM 画像からは粉碎によって角が見られる大小様々な粒子の形状であった。

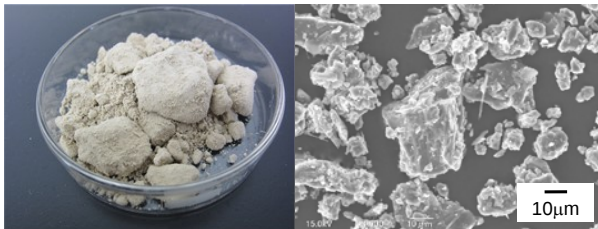


図 1 ドロマイトケーキの外観（右図 SEM 写真）

3. 1. 2 粒度分布

図 2 にドロマイトケーキの粒度分布の結果を示す。分布は 1 ～100 µm を中心としたブロードな分布であり、平均粒径で約 20µm の細かい粒子で、石灰水洗ケーキと同様の粒度分布であった。

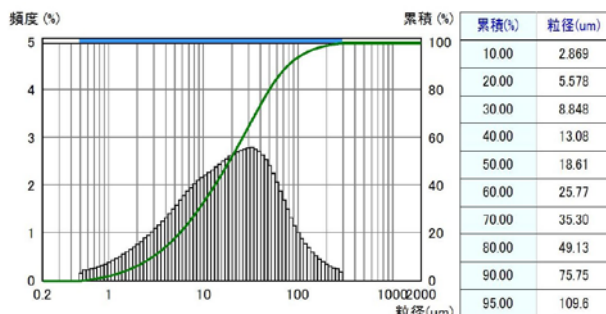


図 2 ドロマイトケーキの粒度分布

3. 1. 3 組成分析

表 1 に組成分析の結果を示す。ドロマイトは Ca と Mg を主成分とする炭酸化合物の鉱物であるが、市販製品とケーキを比較したところ、ケーキは SiO₂ が 5% 程多く、MgO 分が 5% 程少ない組成であった。SiO₂ 分を多

く含む不純物が存在すると考えられる。

表 1 ドロマイトの組成分析

成 分	ドロマイト ケーキ	ドロマイト 市販品
ig. loss	45.94	45.04
SiO ₂ + Insol.	8.28	3.53
Al ₂ O ₃	0.46	0.25
Fe ₂ O ₃	0.31	0.30
CaO	32.28	33.12
MgO	12.54	17.20
合計	99.81	99.44

* 成分は酸化物換算 * 単位は %

3. 2 ドロマイトケーキの重金属吸着性

表 2 に結果を示す。重金属吸着性は As、Pb、Cd、Hg が特に高く、次いで Se が高く、B、F は吸着が低く、Cr では殆ど吸着が無いことが判明した。この結果は、石灰水洗ケーキとほぼ同様である。よってドロマイトケーキも、重金属吸着効果が高いことが確認できた。なお相乗効果を期待し、石灰水洗ケーキとドロマイトケーキを混合して重金属吸着性を評価したが、単体と差はなかった。

表 2 ドロマイトケーキの重金属吸着性

重金 属類	濃度 (mg/L)	吸着率 (%)	濃度 (mg/L)	吸着率 (%)	濃度 (mg/L)	吸着率 (%)
Cr	0.5	0.0	5	4.0	50	0.0
As	0.1	96.0	1	87.0	10	46.0
Pb	0.1	>99	1	>99.9	10	100.0
Cd	0.1	>99	1	>99.9	10	100.0
Se	0.1	73.0	1	61.0	10	36.0
B	10	23.4	100	—	1000	—
Hg	0.005	>90	0.05	98.8	0.5	99.7
F	8	15.0	80	6.3	800	—

3. 3 石灰水洗ケーキの重金属吸着特性

3. 3. 1 吸着量

石灰水洗ケーキの重金属吸着率変化の結果を図 3 に示す。1 回目と 10 回目の変化は、Pb で 99.9% 及び 99.9%、Cd で 99.8% 及び 96.2% であった。Cd では若干吸着率が落ちるが、高い吸着率を維持することが判明した。この試験では添加した重金属を毎回 100% 吸着した場合、水洗ケーキ 10g に対し、重金属が累計で 0.073g（吸着率で 0.73% 計算式は下記に示す）が吸着される計算であるが、吸着できることが確認できた。石灰水洗ケーキに対し、Pb、Cd 共に少なくとも 0.7% 以上の吸着率であった。

○重金属が 100% 吸着された際の理論値の計算方法
 100ppm (100ml×1 回+70ml×9 回) = 100ppm×730ml
 溶液密度 1g/ml とすると、吸着重金属重量は 0.073g
 よって水洗ケーキ 10g に対して 0.073g (0.73%)

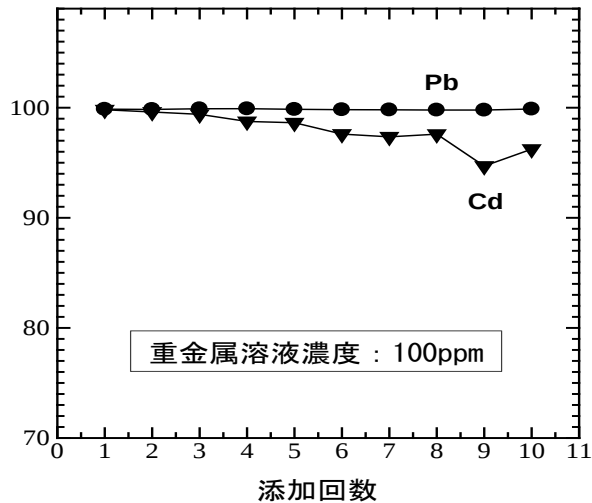


図3 石灰水洗ケーキの重金属吸着量

3. 3. 2 吸着状況

3.3.1の10回サンプリング後の石灰水洗ケーキのSEM写真と、確認できた主要元素の分布を、図4 (Pb)と図6 (Cd)にそれぞれ示す。またPbについては、表面に特異な凸部が現れたので、図4の□部分を拡大し、同様に示す(図5)。

Pbの場合、ドット状に石灰水洗ケーキの表面に固定し、成長していくように見られる。元素分布の結果からもこの部分に集中的に分布していることが判明した。一方Cdの場合は、石灰水洗ケーキの表面には特段の変化はなく、元素分布の結果からは、均一に分布していることが判った。ただ表面に吸着されたとすれば、含有量の割には、Cdの強度は極めて低かった。さらにX線回折による化合物の定性分析を行った結果を、図7に示す。図では上から重金属吸着前の石灰水洗ケーキ、Pb及びCd吸着後を示す。Pbは、 PbCO_3 として検出されたが³⁾、Cd化合物に関するピークは検出されなかった。石灰水洗ケーキの比表面積を測定したところ $4.2\text{m}^2/\text{g}$ 前後であり、多孔性は低い。これらの結果から、Pbは石灰水洗ケーキの表面にある吸着点から凸状に積層され、その後 PbCO_3 に変化していくと考えられる。Cdは石灰水洗ケーキの結晶内に取り込まれると推測される。

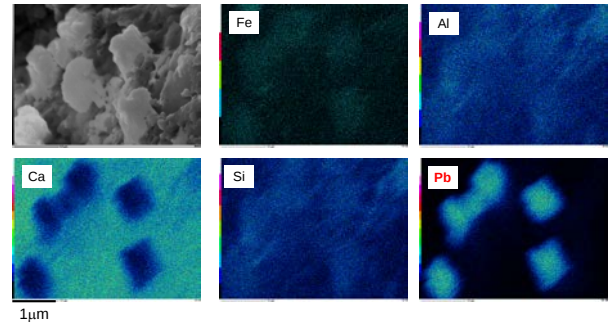


図5 図4□部分の元素分布

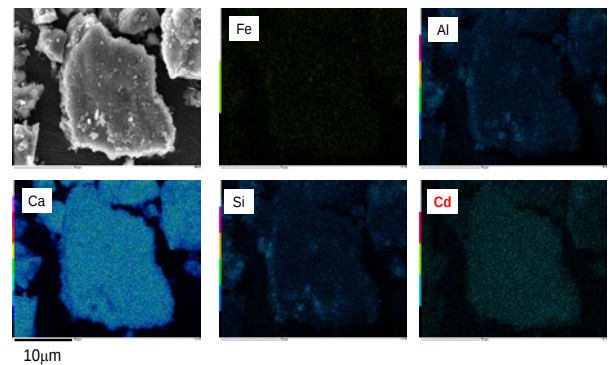


図6 Cd吸着後の元素分布

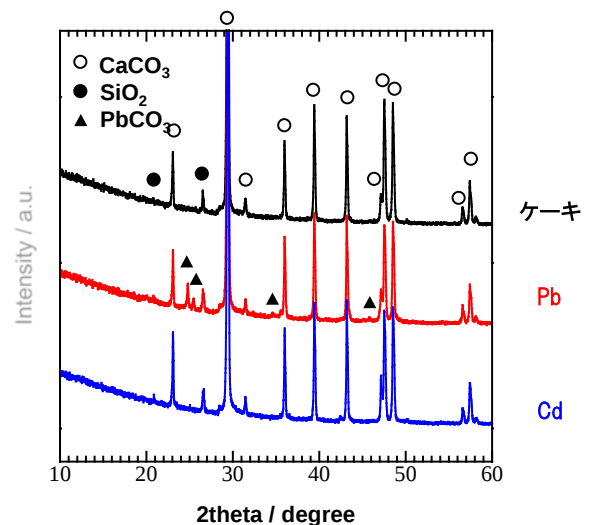


図7 Pb、Cd吸着後のX線回折分析

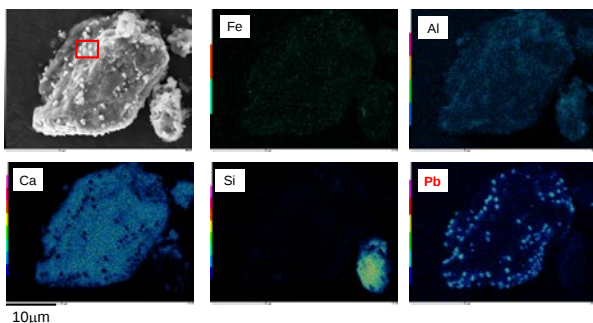


図4 Pb吸着後の元素分布

3. 4 石灰水洗ケーキの吸着速度

3. 4. 1 バッチ吸着

バッチでの使用(重金属溶出液槽への適応)を想定し、重金属吸着速度を検証する目的で行った。結果を図8に示す。Pb、Cdとも1分以内で吸着されることが判明し、イオニックな反応等が想定される。

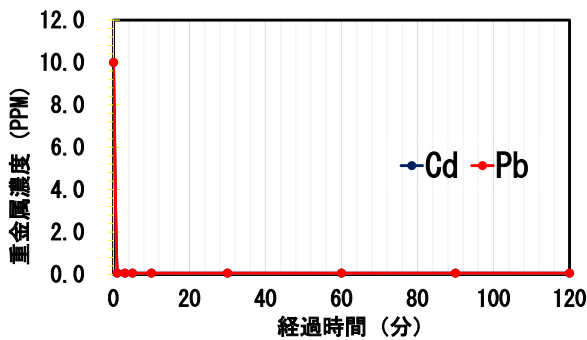


図8 重金属吸着速度 (バッチ吸着)

3. 4. 2 フロー吸着

流体での使用を想定し、簡易的に検証する目的で、フロー試験を行った。今回の試験ではカラムのように石灰水洗ケーキを充填すると溶液が流れないため、流動性を考慮し、0.1gの石灰水洗ケーキが上向きフローで吸着する重金属を評価した。

PbとCdのフロー吸着の結果を図9と図10に示す。Pbは、濃度が1ppmでも10ppmでも流速に応じて若干低下するものの、高い吸着率を維持することが判明した。

これに対しCdは、1ppmでは流速に係わらず、高い吸着率を維持したが、10ppmでは10%程度の低い吸着であった。Cdは石灰水洗ケーキの表面から内部の結晶構造へ浸透拡散する状態が想定されることから、一定濃度迄は吸着が速いものの、それを超えると、フローのような短時間では吸着が追い付かなくなる可能性があると考えられる。

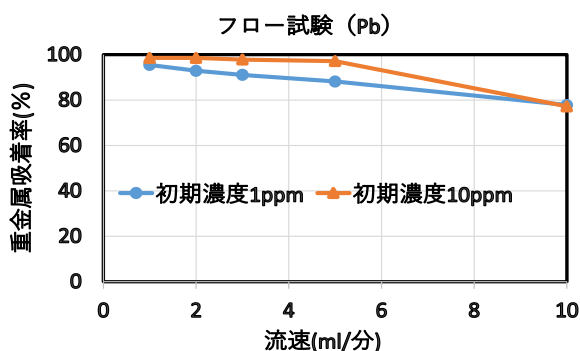


図9 重金属吸着速度 (フロー吸着 : Pb)

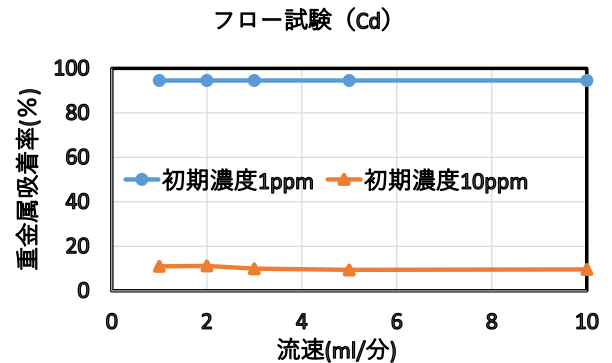


図10 重金属吸着速度 (フロー吸着 : Cd)

4. まとめ

未利用資源であるドロマイトケーキについて、石灰水洗ケーキ同様に重金属吸着材への用途展開を目指し、その重金属吸着性を評価した。その結果、石灰水洗ケーキ同様にAs、Pb、Cd、Hgの吸着性が特に高いことが判明した。

また石灰水洗ケーキへの重金属の吸着量や吸着状態、さらに吸着速度について評価した。結果、吸着量はPb、Cdとも石灰水洗ケーキに対し、少なくとも0.7%以上の高い吸着性があることが判明した。また吸着状態は、Pbではドット状に表面に固定され、Cdではケーキの結晶構造に取り込まれることが推測された。さらにPb、Cdの吸着速度がバッチ、フローとも同等であることを確認した。

【謝 辞】

岐阜県石灰工業協同組合及び関連企業の皆様に、ご助言・試料提供等を頂き、心から感謝申し上げます。

【参考文献】

- 1) 環境省 土壤汚染対策法 第2種特定有害物質 (重金属等)
- 2) 中村ら, 地盤工学ジャーナル Vol.9, No.4, 697-706, 2014
- 3) 池辺ら, 大分県研究報告 No.8, pp5-8, 2007

プラスチック材料の品質向上技術の開発(第3報)

ーリサイクル PE-PP 材料の定量化手法の開発ー

足立隆浩*、栗田貴明*、浅倉秀一**

Development of technology for improving the quality of plastic materials (III)

ADACHI Takahiro*, KURITA Takaaki* and ASAKURA Shuichi**

リサイクル材料の品質向上のためには、含まれる樹脂の割合を低コストで簡便に測定できることが要求されている。本研究では、示差走査熱量測定(DSC)およびフーリエ変換赤外分光光度法(FT-IR)を使用した、ポリエチレン(PE)とポリプロピレン(PP)から成る混合樹脂のそれぞれの割合や、微量に含まれるポリスチレン(PS)を定量化することが可能かどうか調べた。その結果、PE 中に高密度ポリエチレン(HDPE)や直鎖状低密度ポリエチレン(LLDPE)、低密度ポリエチレン(LDPE)の3種が含まれている場合のPPとの混合材料では、特にLDPEの分岐による結晶化状態および、それに伴うブロードな融解ピークのバラつきに起因する誤差によって精度よく定量化することは困難であった。しかしながら、分岐をほとんど持たず融解ピークもシャープであるHDPEが主なPEの構成成分の場合は、良好な検量線が求められ、定量化が可能である結果が得られた。また、PE-PP混合材料のみならず、ポリスチレン(PS)が混合した試料についても、FT-IRにより簡易的な定量が可能であることも分かった。

1. はじめに

現在、身の回りのプラスチックの多くがリサイクルされ、プラスチック製品の原料として利用されている。特に一般家庭において多くの用途に使用されているポリエチレン(PE)およびポリプロピレン(PP)については、これら2種類のプラスチックが混合したものを再生材料として利用する場合が多い。このような混合材料の各成分の比率を定量することは、リサイクル原料としての物性を推定し、リサイクル製品の生産の際にバージン材をどの程度加えるべきか等の指標となる。この定量のため、現在は核磁気共鳴分光法(NMR)が主に用いられているが、この手法は費用が高額かつ、事前にペレットを凍結粉砕して粉体化し、さらにNMR測定用の有機溶剤に溶解させる等の手間がかかる。そのため、リサイクル関連企業等においては、コストダウンのためのより安価で簡便な定量手法が求められている。

そこで当所においては、平成30年度から示差走査熱量測定(DSC)およびフーリエ変換赤外分光光度法(FT-IR)を用いた手法について検討してきた。昨年度までは、まずDSCを使用して、PPと高密度ポリエチレン(HDPE)、直鎖状低密度ポリエチレン(LLDPE)、低密度ポリエチレン(LDPE)の各種PEをそれぞれ混合させた成分既知の2種混合試料を測定し、各PEの融解時の吸熱量を解析することで、それぞれ直線性のある検量線を得た。また、FT-IRを使用して、PEとPP由来のスペクトルの強度比から検量線を作成し、リサイクル材中のPE含有率をNMR値と比較しても数%の誤差内で同定できることが確認できた。しかしながら、実際のリサイクル材にはPE、PPのほか少量のPSが含まれていることが多く、

品質管理の上ではポリスチレン(PS)の定量も必要不可欠である。

そこで本報では、実際のリサイクル材を想定し、HDPE、LLDPE、LDPEの各種PEが全て混合した成分既知のPE-PP試料を熔融混練によって作製し、DSCを用いてその融解の吸熱量からそれぞれの含有率を推定し得るか調べた。また、FT-IRを使用して、PEとPPが主成分のリサイクル材に含まれるPSを定量化する手法について検討した。

2. 実験

2.1 材料

バージン材として、以下のものを用いた。

- ・HDPE：ノバテック製 HJ580
- ・LLDPE：ノバテック製 UJ580
- ・LDPE：ノバテック製 LJ803
- ・PP：サンアロマー製 PM900A
- ・PS：PS ジャパン製 HF77

リサイクル材には、岐阜リサイクルセンター提供のPEとPPが主成分のペレットを用いた。

2.2 PE-PP 3成分混合試料の作製

HDPE、LLDPE、LDPEのうち2種類のPEとPPを混合した試料を作製した。各試料は、まずPEとPPの重量割合を50:50とし、さらに2種のPEについての重量割合を10:40、20:30、30:20、40:10として、熔融混練によって計12種類の組み合わせの試料を作製した¹⁾。

2.3 PE-PP 4成分混合試料の作製

HDPE、LLDPE、LDPEの3種類すべてとPPを混合した試料を作製した。各試料は、まず前項同様にPEとPPの重量比を50:50とし、HDPE:LLDPE:LDPE=10:10:30、10:20:20、10:30:10、20:10:20、30:10:10の計5種類の試料を熔融混練によって作製した。

* 化学部

** 次世代技術部

2. 4 PS 定量用試料の作製

PS 定量用試料として、成分比率既知の HDPE-PP-PS 混合試料を作製した。HDPE と PP の比率は 1:1 とし、PS の添加率については、2、4、6、8、10 wt%とした。また、PP や PE のオレフィン系樹脂と PS との相溶性を高めるために、相溶化剤を添加した HDPE-PP-PS 混合試料も同様の方法で作製した。相溶化剤は、DYNARON 9901P (JSR 株式会社製) を用い、全量に対し 5 wt%となるように添加した。

2. 5 評価方法

DSC (TA instruments 製 DSC2500)を用い、2.2 および 2.3 で作製した PE-PP から成る混合試料の測定を行った。測定および解析方法は前報²⁾と同様に行い、90℃から 138℃の範囲での融解の吸熱量を求めた。各試料において得られた吸熱量の平均値を基に近似直線を引き精度について調べた。さらに、混合試料を DSC 測定して得られる吸熱ピーク温度より、HDPE、LLDPE、LDPE の含有割合を推定できるか検討した。

FT-IR (日本分光製、FT/IR-6200) を用いて 2.4 で作製した HDPE-PP-PS 混合試料および提供されたリサイクルペレットを測定した。角度可変スライサー (日本分光製、HW-1) で厚さ約 10 μm の薄片試料を作製し、透過法で測定した。解析には、PS の割合が異なるそれぞれの条件 10 点の平均値を用いた。得られたスペクトルの中で、PS 由来のベンゼン環における C=C 結合の伸縮振動の吸収ピーク (1601 cm⁻¹) と、PP 由来のメチル基とメチレン基の混成振動の吸収ピーク (841 cm⁻¹) の強度比を算出し、検量線を作成した。その検量線から PS の含有量を求めた。

3. 結果及び考察

3. 1 DSC による PE-PP 3 成分混合試料の測定

HDPE、LLDPE、LDPE の中から 2 種類と、PP を混合した試料について、DSC により求めた融解の吸熱量と PE 含有量の相関関係について調べた結果を図 1 から図 3 に示す。ここでは各試料に含まれる PE 種の一つの含有率を横軸に、PE に由来する融解の総吸熱量を縦軸にプロットした。図 1 および図 2 より、全体に占める PE の割合は 50 wt%であるが、HDPE の含有率が増えるに従って、総吸熱量が増えていることが分かる。また、図 3 より、LLDPE-LDPE-PP 系では、LLDPE の含有率が増えるに従って (LDPE の含有率が減少するに従って) 総吸熱量が増えていることが確認できた。いずれの場合も、PE の含有率と PE の吸熱量には良好な直線的な比例関係があることが分かった。以上より、PP の割合が分かっており、PE が HDPE、LLDPE、LDPE のどれか 2 種から構成される場合は、図 1~3 の検量線より、それぞれの PE の割合を算出できると思われる。

このことから、試料中に含まれる PE の種類が 3 種類になった場合でも、前報²⁾において PE-PP 2 成分試料よ

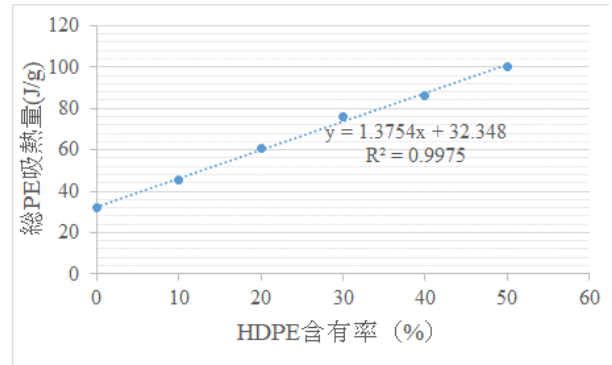


図 1 HDPE-LLDPE-PP 3 成分混合試料の PE 吸熱量

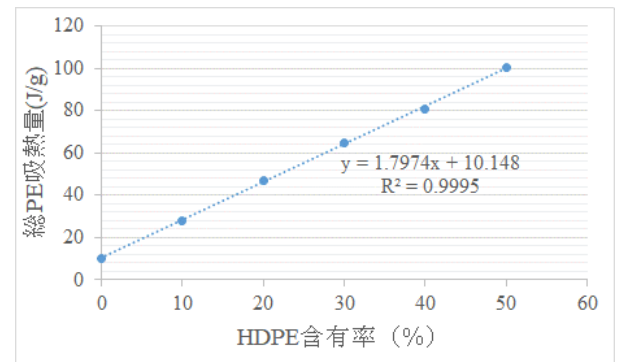


図 2 HDPE-LDPE-PP 3 成分混合試料の PE 吸熱量

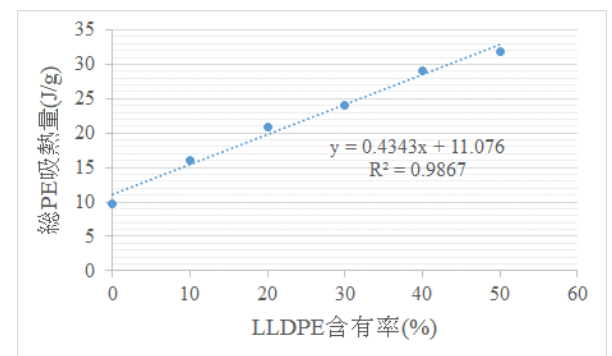


図 3 LLDPE-LDPE-PP 3 成分混合試料の PE 吸熱量

り求めた²⁾検量線を組み合わせることで、すべての PE の融解総吸熱量を推定できるのではないかと推測した。

3. 2 DSC による PE-PP 4 成分混合試料の測定

HDPE-LLDPE-LDPE-PP 4 成分のそれぞれの割合の混合試料について、DSC で測定した PE 由来の総吸熱量の結果を表 1 の「測定値」の欄に示す。3.1 と同様に、HDPE や LLDPE の割合が増えるにつれて、吸熱量も増加していることが分かる。PP の割合を 50 wt%に固定しても、PE が 3 種類では一本の検量線を作成することは困難である。よって前報²⁾の、PP-HDPE、PP-LLDPE、PP-LDPE の系で作成した検量線から求めた、下記①から③の各 PE 含有量と吸熱量の関係を表す近似式を用いて、総 PE 吸熱量を求めた。結果を表 1 の「計算値」の

欄に示す。

HDPE 吸熱量(J/g) = $1.8941 \times \text{HDPE 重量分率}(\%)$ …①

LLDPE 吸熱量(J/g) = $0.3876 \times \text{LLDPE 重量分率}(\%)$ …②

LDPE 吸熱量(J/g) = $0.2893 \times \text{LDPE 重量分率}(\%)$ …③

表1 HDPE-LLDPE-LDPE-PP 4成分混合試料の
DSC 測定結果および検量線から推測される吸熱量

HDPE:LLDPE:LDPE	測定値(J/g)	計算値(J/g)
10:10:30	33.8	31.5
10:20:20	38.8	32.5
10:30:10	42.1	33.5
20:10:20	51.9	47.5
30:10:10	68.6	63.6

どの試料においても、実測値と計算値に約 6%から約 20%の無視できない誤差が生じたため、PP および 3 種類の PE が混合した系では DSC で各 PE の含有量を同定することは難しいと言える。

HDPE は繰り返し構造のエチレンがほとんど分岐を持たず直鎖状に結合しているため、融解の吸熱ピークもシャープである。一方、LDPE については、PE の中で最も分岐構造を多く持つため、結晶化するために規則正しく配列をする際に、その分岐構造の多い少ないにより配列しやすさが場所により異なると考えられる。このため、LDPE を融解する、つまり結晶化構造をほぐすために必要な熱量にばらつきが生じ、融解の吸熱ピークもブロードであった。LLDPE もモノマーがエチレンに重合した構造であり、LDPE と比べて分岐している分子鎖は短い、融解の吸熱ピークは HDPE と比べてブロードであった。従って、LDPE や LLDPE では DSC で吸熱量のピーク面積を解析する際に誤差が発生しやすいと考えられる。前報の結果からも、HDPE-PP 混合試料および HDPE が存在する混合試料については、PE 含有率と吸熱量の関係について良好な比例関係が見られたが、LDPE-PP 混合試料および LDPE が存在する混合試料については、PE 含有率と吸熱量の關係にバラつきがあった。本報においても、LDPE や LLDPE、特に分岐の多い LDPE が PE の主成分を占める場合において発生する誤差によって定量性が悪くなっていると予想できる。

3. 3 DSC によるピーク温度の検討

2.2 で作製した試料のうち、定量化する際の誤差要因として最も影響が大きいと考えられる LDPE が含まれない HDPE-LLDPE-PP 3 成分混合試料について、融解ピークの温度を測定し調べ、HDPE 含有量との相関関係を調べた結果を図 4 に示す。この結果、融点が高い HDPE の含有量が増加すると、混合 PE の吸熱ピークもそれに従い高く測定されるという正の相関が得られた。

このことから、DSC による吸熱ピーク温度を利用することで、各 PE 種がどのような割合で含まれているか

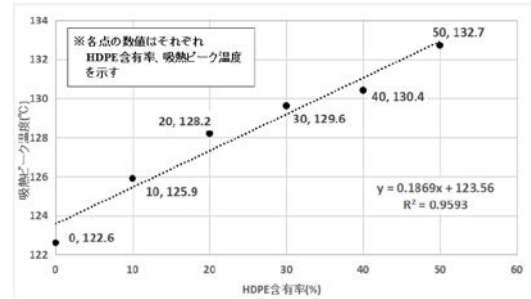


図4 HDPE-LLDPE-PP 3成分混合試料の HDPE 含有率と吸熱ピーク温度の関係

を推定できる可能性が示唆された。FT-IR 分析においては各 PE 種のシグナルは等価であり、また他の分析手法でも各 PE 種を見分けることは難しいと思われるため、DSC 測定によって融点や吸熱ピーク面積を調べることは、各種 PE の構成割合の同定もしくは見当を付けるための有効な手段と成りうると思われる。

3. 3 IR による検量線の作成

2.4 で作製した HDPE-PP-PS 混合試料（相溶化剤添加なし）について、IR 測定結果を表 2 および図 5 に示す。図 5 より、検量線の R 二乗値が 0.9473 となったことから、強度比と PS 混合率の間に相関関係があることは示唆されるが、定量を行うには精度が不十分であった。主な原因として、PS がうまく混練されておらず、測定試料内に局所的に存在していた可能性が考えられる。樹脂材料は、種類によって固有の溶解度パラメーター (SP

表2 PE-PP-PS 混合試料（相溶化剤添加なし）における IR 測定結果

PS含有量(wt%)	強度比PS/PP(-)
2	0.03561
4	0.06155
6	0.08647
8	0.09685
10	0.14620

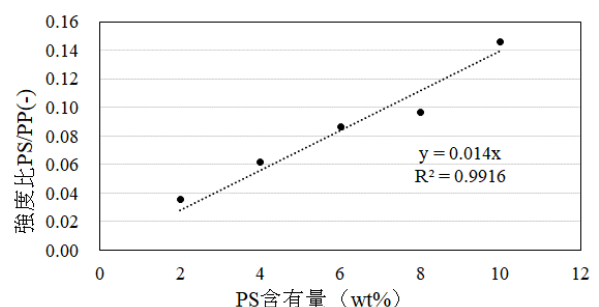


図5 PE-PP-PS 混合試料（相溶化剤添加なし）から得られた検量線

値)を持っており、この値に近いほど相溶性があると一般的に判断されている。本研究で使用了樹脂材料に関しては、SP 値が $PE < PP < PS$ となっており、PE と PS は PE と PP よりも相溶性が悪いと判断される。この要因から、本試料において PS の混練不良を引き起こし、強度比に影響を与えることで検量線の精度が落ちたと考えられる。

次に相溶化剤を HDPE-PP-PS 混合試料の全量に対して 5wt% 添加したものについて、IR 測定した結果を表 3 および図 6 に示す。図 6 より、検量線の R 二乗値が 0.9937 となった。相溶化剤添加なしと比べると大きく精度が向上しており、相溶化剤がうまく機能したことが分かる。この相溶化剤は分子構造中にベンゼン環を有し、また直鎖のアルキル基を有している。この 2 つの構造により PE と PP、PS の相溶性を高めたと考えられる。よって、PS が均一に分散したことによりバラつきが減り、精度の向上につながった。さらに精度を向上させるためには、相溶化剤の添加量や混練手法の最適化が挙げられる。この検量線を用いて、実際のリサイクル材において、PS 含有量の算出を行った。

表 3 PE-PP-PS 混合試料(相溶化剤添加あり)における IR 測定結果

PS含有量(wt%)	強度比PS/PP(-)
2	0.2023
4	0.2744
6	0.3343
8	0.4056
10	0.4482

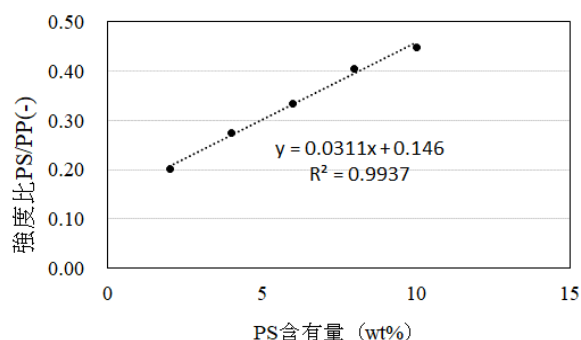


図 6 PE-PP-PS 混合試料(相溶化剤添加あり)から得た検量線

3. 4 リサイクル材中の PS 含有率の算出

相溶化剤の分子構造にはベンゼン環が含まれ、これは PS の強度比に影響を及ぼす。従って、相溶化剤ありの検量線を用いるために、リサイクルペレットにも同様に相溶化剤を 5 wt% 添加して、溶融混練によって作製した試料を IR で測定した。表 4 に 2 種類のリサイクル材の

表 4 リサイクル材における PS 含有量算出結果

	PS/PP 平均値	PS含有率 (%)	NMR結果 (%)	誤差 (%)
A	0.481	10.8	11	-0.2
B	0.528	12.3	12	0.3

PS 含有率の測定結果を示す。NMR 測定結果と比べても誤差平均が 0.25% であり、精度良く PS を定量できることが分かった。ただし、本手法では相溶化剤を添加するという工程が新たに必要になるが、IR 測定は NMR 測定に比べて安価な分析であるため、優位性はあると言える。

今回の手法では、HDPE-PP-PS の系で作成した検量線を用いれば、未知なリサイクル材に対し、良好な定量化が可能であったが、リサイクル材の成分は、回収する市町村によって異なるため、適用可能か調べる必要がある。さらに、リサイクル材にポリエチレンテレフタレート樹脂(PET)が含まれていた場合、PET にもベンゼン環が含まれているため、解析結果に影響が出る。あくまで、PE と PP のリサイクル工程で PET の混入が想定されない場合において、本手法の使用が望ましい。

4. まとめ

3 年間にわたり、リサイクル材料を試料に想定した DSC および FT-IR による定量手法の開発を実施してきた。その結果、DSC は、HDPE、LLDPE および LDPE を融点の違いから同定することは可能であるが、それぞれの融解ピークは結晶構造に影響し、特に分岐の多い LDPE が含まれる材料では、誤差が大きくなり、定量精度が悪くなることが分かった。HDPE が PE の主成分を占める場合では、PP との混合材料を良好に定量化することは可能であると考えられる。一方、FT-IR は各種 PE をスペクトルから同定および定量することは困難であるが、PP や PS など異なる樹脂が混在した場合は容易に同定でき、検量線を作成することで、従来の NMR を用いた手法と比較して、簡便で安価に定量化することが可能であることが分かった。

【謝 辞】

本研究を実施するにあたり、リサイクル材料を提供いただきました株式会社岐阜リサイクルセンター様に心より御礼申し上げます。

【参考文献】

- 1) 足立, 栗田, 浅倉, 岐阜県産業技術センター研究報告 No.13, pp10-13, 2019
- 2) 足立, 栗田, 浅倉, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp37-40, 2020

リサイクル樹脂成形技術の開発

丹羽 厚至*

Development of molding techniques of recycled plastics

NIWA Atsunori*

本研究では、リサイクルプラスチックの物性向上に寄与する成形条件について検討を行った。バージンポリプロピレンを用い、押出成形のストランド水冷温度を変更したが引張特性に差はみられなかった。押出成形の際にストランドを加圧したところ、引張伸びが約16%向上した。これは結晶の微細化、緻密化及び結晶間分子鎖の絡み合いの増加により、引張伸びが上昇したと考えられる。本技術をリサイクルプラスチックに適用したが、顕著な向上は見られなかった。本技術の適用には、相溶等材料複合化条件を検討する必要があると考えられる。

1. はじめに

プラスチックは、軽量、易加工性、良量産性のため、日常生活でもゴミ袋や雑貨等に多くに使用されており、2020年はプラスチック製品として約550万t製造されている¹⁾。ところが、昨今の海洋プラスチック問題や、プラスチックゴミの輸入拒否問題により、プラスチックのさらなる削減・再利用が求められており、容器包装リサイクル法の制定やプラスチック・スマートキャンペーン等、国も対策を実施している。

プラスチックのマテリアルリサイクルにおいて問題となるのは、異物・異種材料の混入、物性の低下、臭気・着色等があげられ、当センターでも関連する研究を進めている²⁾。プラスチックをマテリアルリサイクルする際には、分子量が低下することによる強度の低下があると従来から考えられていたが、近年の研究において、これらは成形条件に起因する物性低下であることがわかってきた³⁾。

そこで本研究では、容器包装リサイクル法にも関係する汎用プラスチックであるポリプロピレン（以下「PP」と略す）を対象とし、ペレット成形時の成形条件による物性への影響を検討するため、ストランド水冷温度、アニール処理及びストランド加圧の影響を検討した。

2. 実験

2.1 材料

PPは、ノバテックPP（MA3 日本ポリプロ（株））を用いた。またリサイクルプラスチックは、容器包装リサイクル法にかかるプラスチック製容器包装を回収したプラスチック（PP:ポリエチレン（以下「PE」と略す）≒50:50 タイボープロダクツ（株）、以下「RPPPE」と略す）を使用した。

2.2 試験片作製

二軸押出機はHAAKE Process11（サーモフィッシャーサイエンティフィック（株））を使用した。ヒーター温度は200℃、スクリュウ回転数は120rpmで押出成形を行った。ストランド冷却に使用した冷却水は、温度調節器を用いて18℃または40℃に保持した。

射出成形機はNPX7-1F（日精樹脂工業（株））を用い、ダンベル型試験片（JIS K 7161-2 1BA型の、幅の広い平行部分までの間隔を54mmとしたもの：弾性率以外の測定用）または短冊型試験片（JIS K 7171：弾性率測定用）を成形した。成形条件について、シリンダー温度は220℃、射出圧力61MPa、金型温度40℃で成形した。

押出成形における加圧治具は、穴径最大3mm、最小1mm、穴長170mmの治具を、アルミ合金（A6063）を使用し作製した（（株）エドランド工業）。

試験片は、購入したPPを所定の条件で押出成形を行うことでペレットを作製し、そのペレットを射出成形することで得た。

2.3 各種測定

引張試験は、万能材料試験機（5985型 Instron 社）を用い、つかみ具間距離54mm、引張速度20mm/minにて行った。なお伸びは、クロスヘッドの移動距離を初期つかみ具間距離で除したものを使用した。

熱特性測定は、示差走査熱量測定装置（DSC2500 TA Instruments 社）を用い、温度変調DSC測定を行った。測定条件は、-50℃から250℃の範囲で、温度振幅±1℃、周波数60sec/cycle、昇温速度3℃/minにて行った。

試験片断面観察には、ミクロトーム（2035 BIO CUT ライカマイクロシステムズ（株））を用いて、射出成形品の断面から20μmの薄片を作製し、偏光顕微鏡（BX-60 オリンパス（株））のクロスニコル法で観察した。

弾性率測定は、超微小押し込み硬さ試験機（ENT-NEXUS （株）エリオニクス）を用いた。圧子はバーコ

* 化学部

ビッチ型を用い、圧子先端補正方式はオリバー方式を用いた。測定方法は、負荷除荷方式（雰囲気温度 30℃、最大負荷荷重 0.3 mN、負荷分割数 500、負荷ステップ 20 msec、最大荷重保持時間 5 sec、除荷分割数 500、除荷ステップ 20 msec）にて行った。サンプル表面は、耐水研磨紙#600 から最終 0.1 μm のアルミナ研磨剤で研磨した。測定箇所は、試験片幅方向（4 mm）のうち端から 2 mm について、端から約 10 μm 離れたところから 10 μm 間隔で測定した。

3. 結果及び考察

3. 1 押出成形における冷却水温の影響

PP は結晶性樹脂であり、結晶化の程度により物性が異なることが知られている⁴⁾。そこでまず、押出成形時の冷却温度の違いにより、結晶化度が変わることによって引張特性が変わるか検討した。図1に各冷却条件の最大荷重時引張応力及び伸びを示す。なお、図中の「未処理」は、購入したペレットをそのまま射出成形したものである。

未処理と比べて、18℃水冷及び40℃水冷では、未処理より若干高い応力、変位を示したが、これら3種類の間に有意差はなかった。よって、冷却水温の調整のみでは、引張特性の向上は難しいと考えられる。

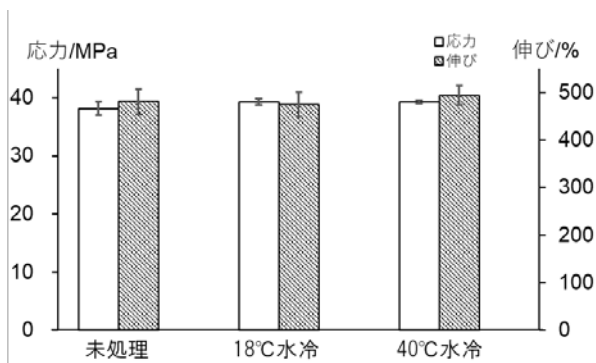


図1 最大荷重時引張応力及び伸びにおける冷却条件の影響。

3. 2 押出成形におけるストランド加圧の影響

熱プレス成形において、熔融状態を長時間保持することで、結晶間の絡み合いが増加し、リサイクルプラスチックの伸長性が向上することが報告されている³⁾。そこで、金属の引抜成形を応用し、熔融状態で外部から加圧する手法を押出成形に適用することで、引張物性の向上が可能か検討した。

図2に治具の設置風景を示す。ストランドの水冷直後に加圧治具を通し、通過後はペレタイザーによりペレット化した。ただし、治具を完全に閉じることができなかったため、約2 mm 開けて使用した。また、本試験の冷却水温は40℃とした。

図3に、最大荷重時引張応力及び伸びに対する加圧有無の影響を示す。加圧することにより、引張応力で約

6%、伸びで約16%向上した。特に引張伸びが上昇していることから、八尾の報告³⁾と同じく、加圧することで、結晶からはみ出した非晶部分に存在する分子鎖の絡み合いが増えたため結晶間の引張抵抗が増加し、結果として破断までの伸びが上昇した可能性が考えられる。

ストランド加圧による引張特性向上の原因を調べるため、まず、ストランド加圧有無試験片の断面観察を行い、結晶化の様子を観察した（図4、5）。本サンプルは射出成形により得ているため、図4 A、Bの両端（サンプル表面）にスキン層と思われる結晶の確認できない領域が見られた。また、両者ともスキン層から中心部に向けて、結晶サイズが大きくなることが確認された。一方で加圧有は、加圧無と比べて結晶サイズが小さくなったように見受けられた。

前述の結晶化の程度を評価するため、結晶化度測定（図6）及び、試験片中央部における結晶サイズ測定（図7）を行った。結晶化度は（1）式を用いて算出した。結晶サイズは、結晶が不定形であることから、偏光顕微鏡画像中の結晶中心から結晶界面までの最も長い部分を半径とみなして面積を算出した。

$$\chi = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^0} \times 100 \quad (1)$$

ここで、 χ ：結晶化度、 ΔH_m ：融解エンタルピー、 ΔH_m^0 ：完全結晶融解エンタルピー（PPの場合 207 J/g）³⁾。

結晶化度については、加圧の有無によって差は見られなかったが、結晶サイズについては、加圧有が有意に小さくなっていることがわかった。これは、PPが冷却固化する際に加圧されると、加圧しない場合に比べて結晶核が多く生成することで結晶数が増え、結果として結晶サイズが小さくなったと考えられる。よって、ストランド加圧により、結晶化度が変わらず結晶サイズが小さくなり、結晶密度が高くなったと考えられる。

高分子においては、結晶化度が上昇すると弾性率も上昇することが知られている⁵⁾ことから、結晶密度が高い場合も同様に弾性率が上昇する可能性を考え、サンプル断面のナノインデンテーション法による弾性率測定（図8）を行った。試験片の表面から中心部にかけて、極微小領域の弾性率測定を行ったところ、加圧有で弾性率が高い傾向を示した。このことは、結晶が微細化しつつ数が増えることで結晶密度が増加したため、試験片全体では結晶化度が上昇しないが弾性率が上昇したと考えられる。なお、弾性率が向上した理由として、ストランド加圧により残留応力が発生した可能性が想定されるが、押出成形時の残留応力は、射出成形時に熔融されることで開放されたと考えられる。

以上より、押出成形の際にストランドを加圧することによって、引張伸びを上昇させることができた。その理由として、結晶の微細化、緻密化、結晶間分子鎖の絡み合いの増加が関与する可能性が示唆される。

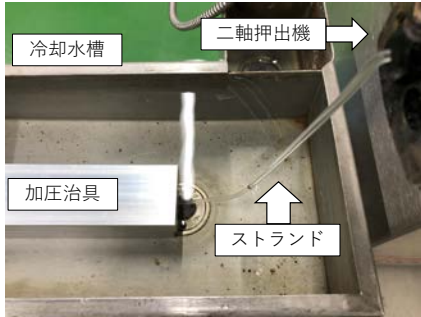


図2 押出成形における加圧治具の設置風景

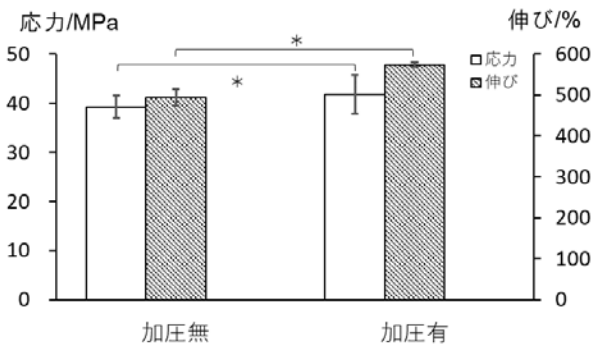


図3 最大荷重時引張応力及び伸びにおける加圧の影響。* : $p > 0.05$

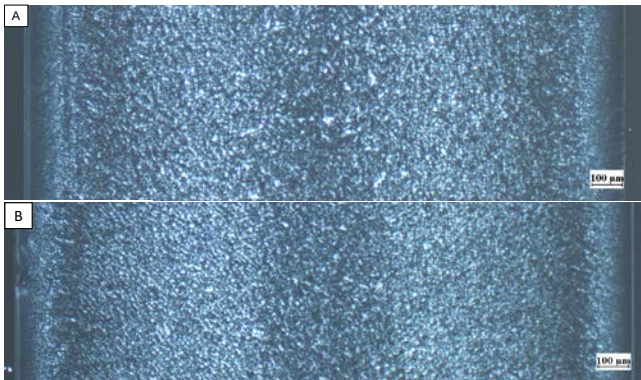


図4 ストランド加圧有無のクロスニコール像。
A : 加圧無、B : 加圧有。

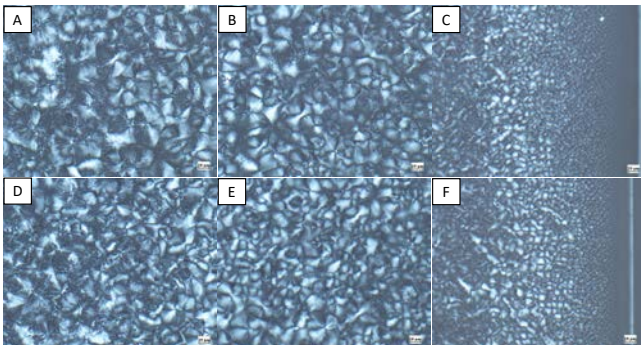


図5 ストランド加圧有無のクロスニコール像(拡大)。
A-C : 加圧無、D-F : 加圧有。A、D : 中心部、
B、E : A-C または D-F の中間、C、F : 表面。

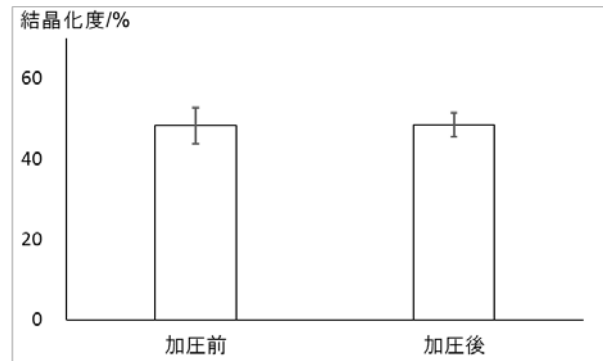


図6 結晶化度におけるストランド加圧有無の影響。

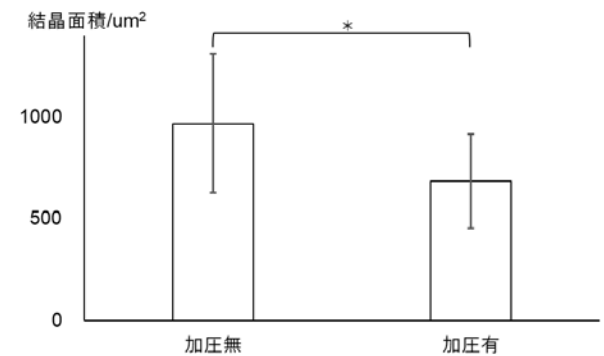


図7 結晶面積におけるストランド加圧有無の影響。* : $p > 0.05$

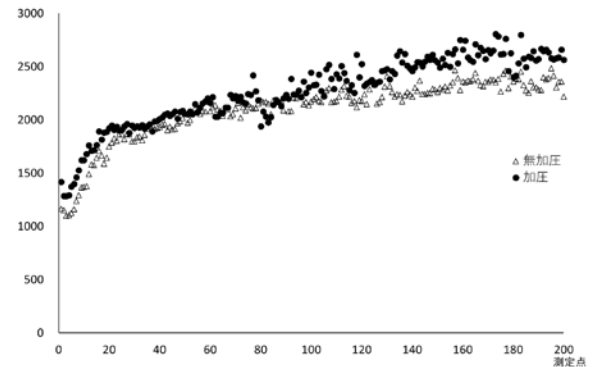


図8 断面における弾性率の加圧有無の影響

3.3 リサイクルプラスチック押出成形におけるストランド加圧の影響

3.2でストランド加圧により、引張伸びが向上することがわかったことから、本技術をリサイクルプラスチックに応用可能か検討した。企業より入手したRPPPEペレットの押出成形を行い、作製したペレットを射出成形し試験片を得た。

試験片の最大荷重時引張強さ及び伸び(図9)ならびに破断時引張応力及び伸び(図10)の結果を示す。本測定を行ったところ、荷重の最大と試験片の破断が一致しなかった(最大荷重時に破断しなかった)ため、最大荷重時及び破断時の両者を測定した。最大荷重時では、加圧有無による違いはみられなかった

が、破断時伸びにおいて、加圧有のほうがやや増加したが有意差は見られなかった。この試料を FT-IR、偏光顕微鏡で確認すると、PP、PE が完全に相溶しておらず、また結晶化する様子もみられなかった。

以上より、リサイクルプラスチック等複数素材を含有するものに本技術を適用するには、相溶性を向上させることが必要であると考えられる。

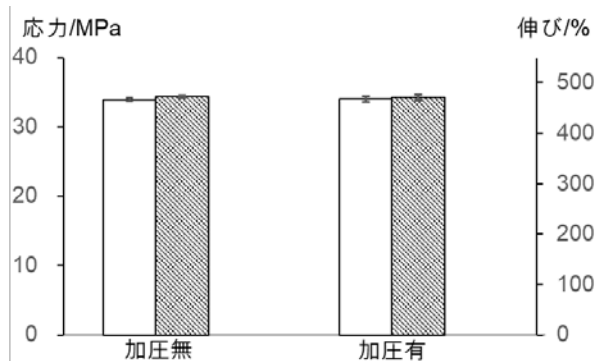


図9 最大荷重時引張応力及び伸びにおける RPPPE の加圧有無の影響

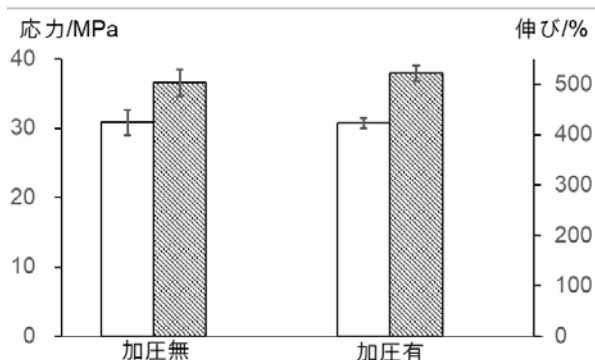


図10 破断時引張応力及び伸びにおける RPPPE の加圧有無の影響

4. まとめ

本研究では、ポリプロピレンの物性向上に寄与する成形条件について検討を行った。押出成形の際にストランドを加圧したところ、引張伸びが約 16% 向上した。この原因として、試験片全体の結晶化度の上昇ではなく、結晶の微細化、緻密化及び結晶間分子鎖の絡み合いの増加により、引張伸びが上昇したと考えられる。本技術をリサイクルプラスチックに適用したが、顕著な物性向上は見られなかった。本技術の適用には、材料の相溶等複合化の条件を検討する必要があると考えられる。

【謝 辞】

本研究の遂行にあたり、タイボープロダクツ（株）様には試料提供等ご協力いただきました。感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 経済産業省生産動態統計「プラスチック製品」2020 年年計確報
- 2) 足立ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告, No.1, 37-40, 2020
- 3) 八尾, 環境研究総合推進費補助金(3K143013)総合研究報告書, 2017
- 4) R. L. Blaine, THERMAL APPLICATION NOTE TN048, TA Instruments
- 5) 植松ら, 高分子, 10(3), 285-288, 1961

セルロースナノファイバーを用いたマルチマテリアル化 (第2報)

浅倉秀一*

Multi-materialization using cellulose nanofiber (II)

ASAKURA Shuichi*

ポリプロピレン(PP)シート表面へのアルミナ/セルロースナノファイバー(CNF)複合膜の形成プロセスの中で、昨年度、真空紫外(VUV)光が基板の親水化や膜の密着性向上に効果があることが分かったため、本年度は、処理条件の最適化や密着性向上メカニズムについて調べた。PPシートへの親水化効果について、アルミナ/CNF混合スラリーを原料にしてディップコーティング法により成膜した結果、VUV光照射時間が10分以上で照射領域全面にコーティング可能であった。さらに、コーティング直後の水分を含んだスラリーがPP表面に存在する状態で、大気圧雰囲気下でVUV光を照射することで、PPとアルミナ/CNF複合膜の密着性は向上し、良好な密着性を示すには30分以上の照射が必要であった。密着性が向上したメカニズムを調べるために、CNFのみを同様にVUV光照射した結果、粘度が最大90倍以上向上しており、原子間力顕微鏡でCNFを観察すると、繊維径が大きくなっていることも確認できた。これらにより、VUV光照射によるCNFおよびアルミナ表面の親水化やCNFのネットワークの増大によって膜自体が補強され、PP基板と膜との結合力も大きくなったために、密着性が向上したと考えられる。

1. はじめに

昨年度、ポリプロピレン(PP)シート表面にセルロースナノファイバー(CNF)をバインダーとしたアルミナ複合膜を密着性良く成膜する技術について報告した¹⁾。ここでは、アルミナ/CNF混合スラリーにディップコーティングする前に、PP表面への真空紫外(VUV)光による親水化処理と、コーティング直後にVUV光を照射することで密着性が向上することが分かった。密着性向上の要因として、親水化したPP表面の水酸基とアルミナおよびCNF表面の水酸基との化学結合と、CNFが形成しているネットワークによるアルミナ粒子の捕捉が考えられる。しかしながら、ディップコーティング直後にVUV光を照射する手法は、全く新しい手法であり、その密着性向上のメカニズムはよく分らなかった。

そこで本年度は、PP表面へのアルミナ/CNF複合膜の作製プロセスにおいて、PP表面への親水化処理条件や、コーティング直後のVUV光の照射時間やVUV光ランプからの照射距離が及ぼす複合膜の密着性への効果についての最適化を行った。また、VUV光がCNFに及ぼす影響を調べることで、密着性が向上するメカニズムを解明することを目的とした。

2. 実験

2.1 コーティング方法

CNF水分散液は、CNFの固形分が約1 wt%のもの(中越パルプ工業製、針葉樹林由来の超高解繊タイプ)を用いた。アルミナは(アドマテックス製アドマファイ

ン)の平均粒径600 nmのものを用いた。秤量したアルミナに対して5 wt%の固形分になるように、CNF溶液を少しずつアルミナが入った容器に加えていき、葉さじで攪拌しながらスラリーを調製した。PPシートは、約15 mm×40 mmにカットしたのち、表面をエタノールでワイプした。続いて、真空紫外光露光装置(エヌ工房製)を用いて真空紫外(VUV、波長 $\lambda=172$ nm)光を 10^3 Pa下で0~60分照射してPP表面を親水化した。調製したスラリー溶液に親水化したPPシートを液面に垂直に5秒間浸漬させ、そのまま垂直に引き上げた。その後、すぐにVUV光をスラリーが脱気されないように大気雰囲気下で0~60分照射した。取り出した後、40℃で保持された乾燥機で完全に乾燥させた。

2.2 評価方法

VUV光照射によるCNFの形状変化について原子間力顕微鏡(AFM; 島津製作所製SPM-9600)で観察した。測定はダイナミックモードで行い、シリコン製カンチレバー(Nano world製NCHR、長さ125 μm 、バネ定数42 N/m、共振周波数320 kHz)を用いた。CNF液の粘度については、レオメーター(ディー・エイ・インストルメント製Discovery HR-2)を用いて測定した。治具は、コーンプレートを用い、測定温度は25℃、せん断速度を0.1~1000 1/sと変化させて粘度(Pa·s)を測定した。CNF複合膜のPPシートに対する密着性は、JIS K5600のクロスカット法に準拠し、ガイド付きのスペーサーで格子パターンの各方向に1 mm間隔で切り込みを入れ、接着力が10.7 N/25mmのテープを指でこすって接着させたのち、約60°の角度で引きはがした。密着試験後の複合膜の状態は光学顕微鏡で写真撮影した。

* 次世代技術部

3. 結果及び考察

3. 1 PP への親水化時間と成膜性の関係

PP シートへの VUV 光の照射時間と成膜性の関係を調べるために、PP シートへ VUV 光を 10^3 Pa の真空下で 0 ～ 60 分照射した後にアルミナ/CNF 混合スラリーにディップコーティングを行った。図 1 より、0 秒（未照射）、30 秒ではほとんど膜が弾いて定着せず、5 分の照射でも 3 割程度しか成膜されなかった。10 分照射すると全面に成膜され、10 分以上の照射時間でも同様に全面に成膜された。一方、親水化処理によく用いられるコロナ放電による効果を確かめるために、PP 基板とコロナ放電が起きるワイヤ間の距離を約 3 mm に設定して 20 mm/min の速度で、放電回数を 1～4 回処理した後にディッピングを行った。1 回では 8 割程度が弾き、2 回では約 7 割が弾き、4 回処理したもののでも、半分程度しか成膜されなかった。コロナ放電は物理的ダメージが起きるため、長時間処理することは一般的に行われないため、表面自由エネルギーの低い PP 基板には親水化効果が小さいと考えられる。したがって、VUV 光の方が親水化には有効であり、基板と VUV 光ランプの距離はなるべく近づけた状態で 10 分以上照射する必要がある。

次に 10 分以上 VUV 光を照射した PP 基板に成膜し、

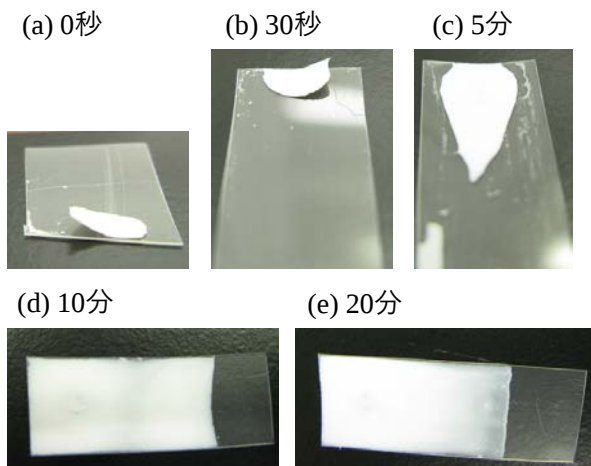


図 1 PP への VUV 照射時間と成膜状況

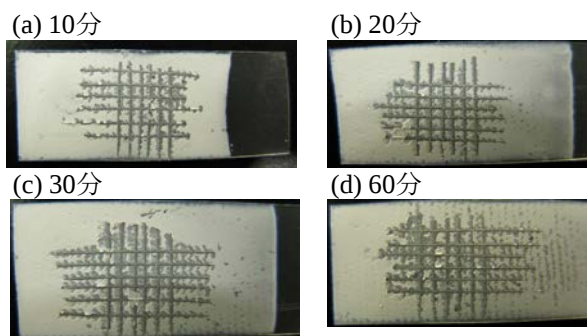


図 2 親水化時間による密着性評価結果

乾燥させた後に密着性試験を行った結果を図 2 に示す。60 分 VUV 光を照射した PP でも 10 分照射基板とほとんど変わらず、膜が破壊されながら剥がれた。基板と膜との密着性だけでなく、膜自体の強度も低く凝集破壊が起きていることが分かった。

3. 2 CNF への VUV 光照射の影響について

PP 基板表面へのアルミナ/CNF 複合膜の密着性向上には、ディップコーティングにより成膜した直後に VUV 光を照射することが効果的であった。一方、CNF が含まれていないアルミナのためのスラリーをコーティングした後に VUV 光を照射しただけでは密着性がよい膜が形成されなかった。そのため、VUV 光の CNF への効果について調べるために、CNF 分散液をガラスシャーレに入れ、大気圧雰囲気下でランプからの距離を約 30 mm で 30 分照射した。その結果、明らかに CNF の粘度が高くなっていったため、レオメーターを使って VUV 光照射前後の粘度を、測定時のせん断速度を 0.1 から 1,000 1/s に上げながら測定した。CNF はチクソ性（静置している状態では CNF が水素結合で絡み合うことで、ゲル状で粘度が高いものが、せん断応力を加えるとほどけて流動性が生まれる性質）を持っているため、図 3 のようにせん断速度がゆっくりの時は $2.64 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ のものが、

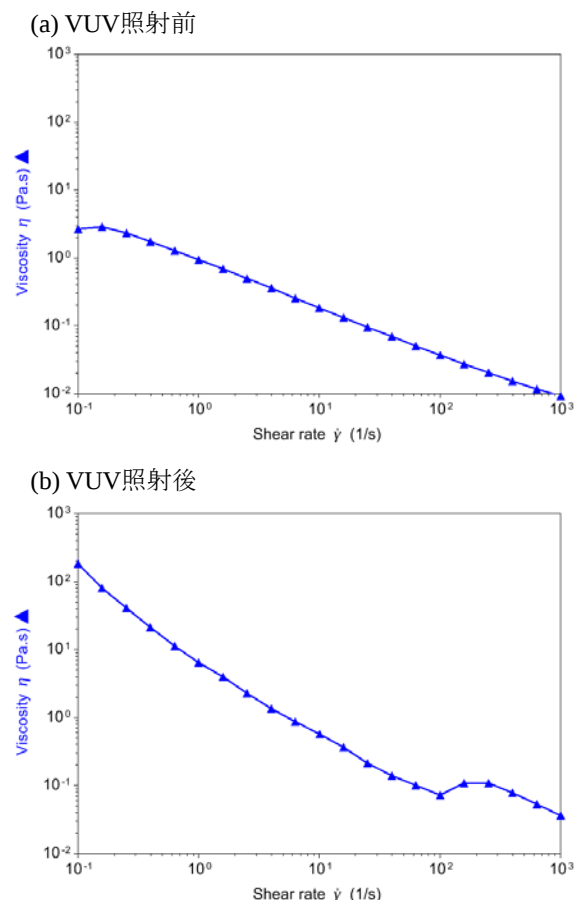


図 3 VUV 光前後のレオメーターでの粘度測定結果

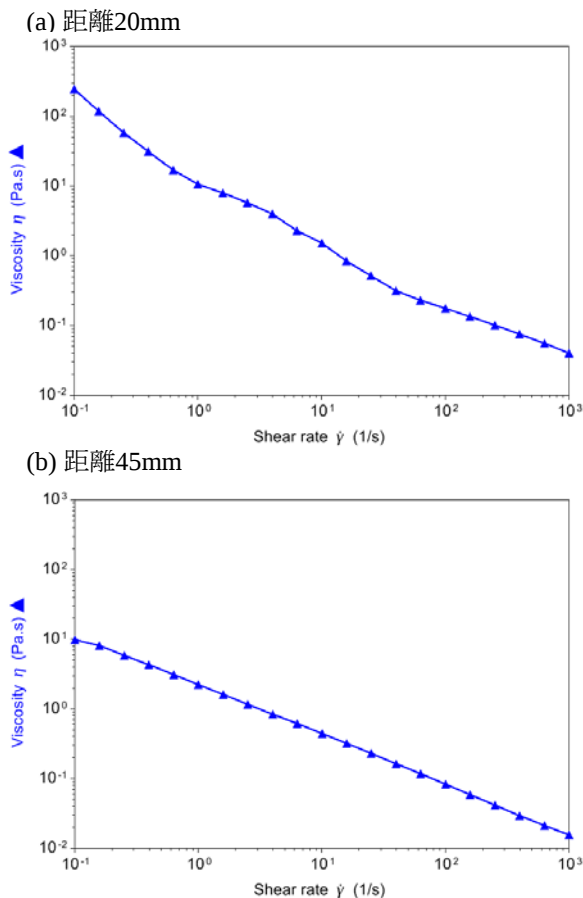


図4 VUV 光照射距離と粘度の関係

1,000 1/s の速度では 0.00919 Pa・s に粘度が下がった。一方、同じ CNF 液に VUV 光を 30 分照射した後に、同様に測定した結果、0.1 1/s の速度の時は 182 Pa・s まで粘度が上昇し、速度が速くなるにつれて粘度が下がり、1,000 1/s では 0.0365 Pa・s になった。

さらに、VUV 光と CNF との距離を 20 mm および 45 mm にして同様に 30 分照射後にレオメーターで粘度を測定した結果を図 4 に示す。距離を 20 mm に近づけた場合、244 Pa・s から 0.0401 Pa・s と、30 mm の距離の場合と比較して、粘度が大きくなり、せん断速度が遅い条件では照射前と比べて約 90 倍になった。一方、照射距離が 45 mm では 9.81 Pa・s から 0.0155 Pa・s となり、VUV 光を照射前の粘度と大きな変化はなかった。これは、VUV 光は空気中の酸素に吸収されるため、距離が 45 mm も離れていると VUV 光がほとんど CNF 液に届かず、同時に発生する活性酸素やオゾンだけでは CNF への影響は少ないと考えられる。

CNF への VUV 光照射によって構造が変化しているかどうか原子間力顕微鏡で観察した。測定サンプルには、VUV 光で洗浄および親水化したシリコン基板に CNF 液を滴下し、すぐに大気圧雰囲気下で 30 分 VUV 光を照射させた後に乾燥したものをを用いた。図 5 に滴下後に

VUV 光を照射せずに乾燥した CNF 画像と、図 6 に滴下後に VUV 光を照射した CNF 画像を示す。CNF の長さには変化は見られないが繊維径が VUV 光照射によって太くなっていることが確認できた。

このように CNF 液に VUV 光を照射することで粘度が上がることはこれまで報告されていないが、これは VUV 光の直接照射および発生する活性酸素によって CNF 表面の水素結合が増大し、CNF 間のネットワークが増したことによるゲル化が原因と考えられる。従って、アルミナ/CNF 複合膜を成膜した直後に VUV 光を照射することで、CNF を介して親水化した PP 基板表面の水酸基との化学結合が増し、膜中でも CNF のネットワークが向上しアルミナを捕捉することによる補強効果によって密着性が向上したと考えられる。

3. 2 成膜時の VUV 照射時間と密着性の関係

次に、10 分以上親水化処理した PP 基板にアルミナ

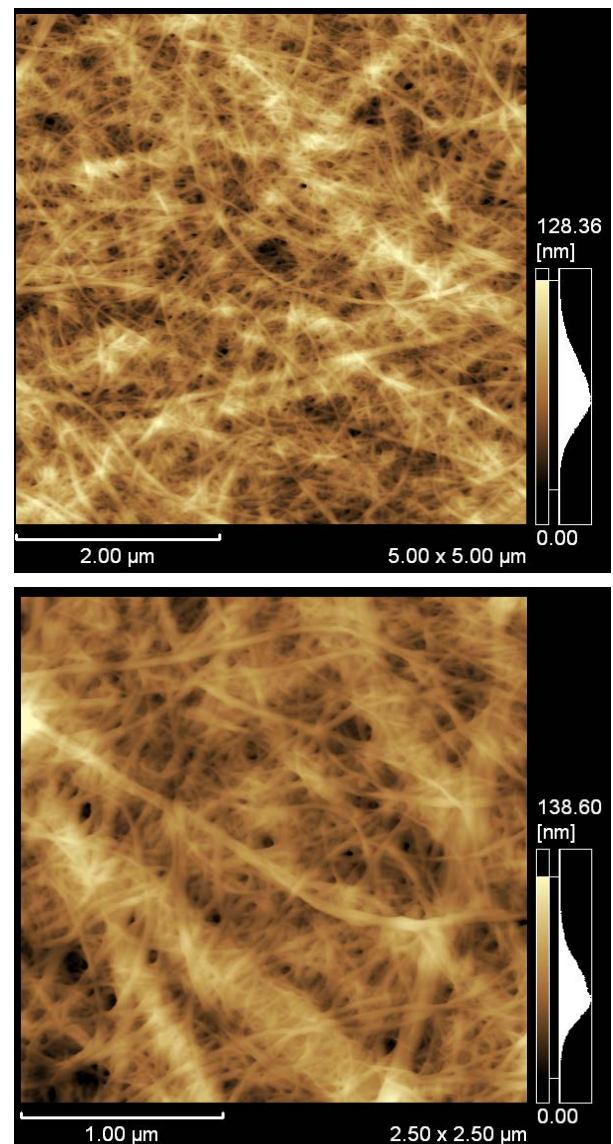


図5 VUV 光未照射の CNF の AFM 画像

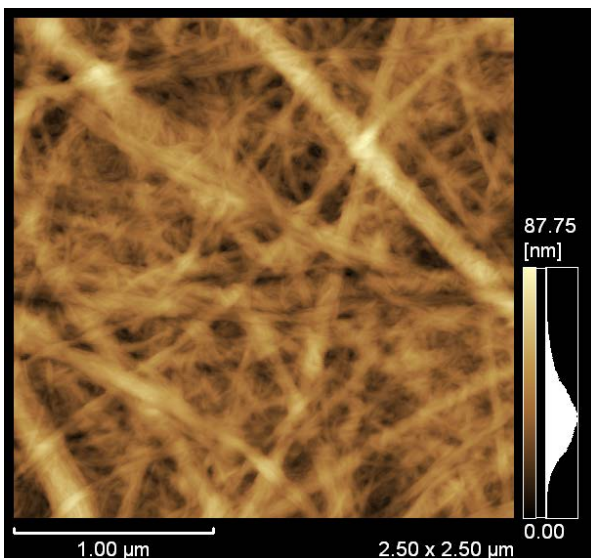
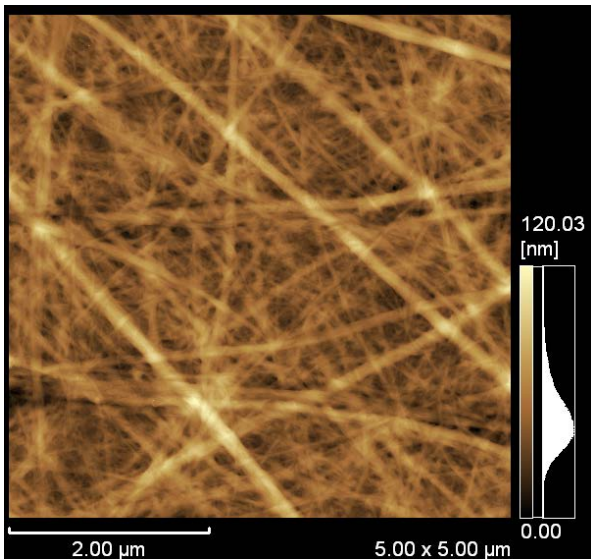


図6 VUV 光照射した CNF の AFM 画像

/CNF 混合スラリーをディップコーティングしてすぐに、照射距離を 5 mm に近づけて大気雰囲気下で VUV 光を照射した。この時の照射時間を 0、1、3、5、10、20、30、60 分と振り、乾燥させた後、クロスカット法により密着性を評価した結果を図 7 に示す。照射時間が 5 分までは、基板と膜の界面および膜の凝集破壊が見られるが、10 分からは膜の凝集破壊がほぼなくなり、界面からの剥離が目立つようになった。20 分照射した基板では密着性はかなり改善し、30 分以上ではカットしたコーナー部分が一部剥がれるのみになり、60 分で最も良好な密着性を示した。以上より、照射時間を長くするにつれて密着性は増すことから、膜中の CNF が、照射時間が増えることによって水素結合増大によるゲル化が進み、膜自体の強度や膜と基板との結合力が増してくると考えられる。

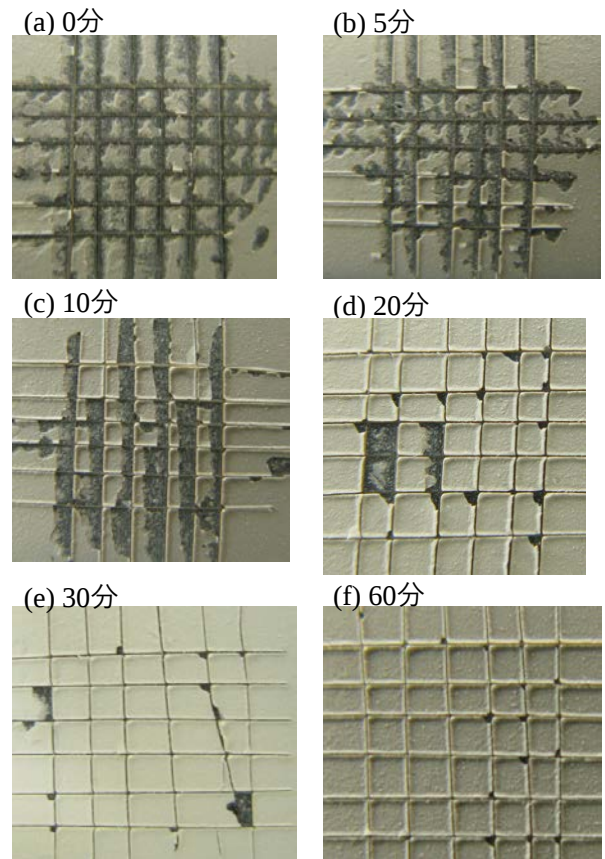


図7 VUV 光照射時間による密着性評価結果

4. まとめ

本研究では、PP シート表面へのアルミナ/CNF 複合膜の形成プロセスの中で、VUV 光の役割と効果、膜の密着性向上メカニズムについて検証した。その結果以下についての知見が得られた。

- ・PP シートは、VUV 光を 10^3 Pa の真空下で照射することで親水化され、PP シート全面に均一にコーティングするには 10 分以上の照射時間が必要であった。
- ・コーティング直後に VUV 光を、大気雰囲気下で照射することで膜の密着性が向上し、30 分以上照射すれば、クロスカット試験でコーナーの一部が剥がれる程度であった。
- ・CNF 液のみに VUV 光を大気雰囲気下で照射すると、CNF の粘度が上がった。照射距離が近いと最大で約 90 倍になり、照射距離が 45 mm に離れると、VUV 光が直接届かないため粘度の上昇は見られなかった。
- ・CNF の粘度の上昇は、水素結合が増えることによりネットワークが強固になり、CNF の繊維径も太くなってゲル化したことに起因していると考えられる。

【参考文献】

- 1) 浅倉秀一, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp41-44, 2020

繊維・紙

GIFU ブランド繊維製品の開発（第2報）

林浩司*、山内寿美*、佐藤幸泰*、立川英治*、亀山遼一*、山口穂高†

Development of GIFU Brand Textiles（Ⅱ）

HAYASHI Koji*, YAMANOUCHI Hisami*, SATO Yukiyasu*, TACHIKAWA Eiji*, KAMEYAMA Ryoichi* and YAMAGUCHI Hodaka†

繊維度、織物の目付、糸密度がほぼ同じ紙布、綿布及びポリエステル布を作製し様々な特性を評価することで、これまで体系的な評価がほとんど行われていない紙布の消費性能、風合いを明らかにした。紙布の特徴は、紙糸の原料である麻の特性、紙糸の独特な製造方法及び糸構造に起因するものであることが分かった。

起毛加工において廃棄されている起毛屑（ウール短繊維）に着目し、紙を作製する段階で起毛屑を混抄して紙糸を作製した。起毛屑混抄紙糸は、市販紙糸に比較して水分率及び消臭性の向上が認められた。

1. はじめに

紙糸は天然素材を原料としたサステナブルな素材であり、独特な手触り、肌触りがあり注目されている¹⁾。しかしながら紙糸の特性を体系的に評価した例はこれまでほとんどなく、誤った情報が発信されているケースも見受けられる。そこで、紙布の様々な特性をセルロース系織物の代表として綿布、合繊織物の代表としてポリエステル布（以下 PET 布）と比較し、紙布の特徴を明らかにする検討を行った。

また、羽島市を中心とした県南部地域は、毛織物の製造が盛んである。毛織物の風合いを特徴づける「起毛加工」においては、ウール短繊維が脱落し廃棄されている。本研究ではこの点に着目し抄紙段階で、脱落繊維をブレンドして紙を作製し、ウールの特性を付与した紙糸繊維製品の開発を目指している。第1報では、起毛屑混合率と紙の強さ等を調査し、起毛屑を最大 15%混抄した連続紙を作製した²⁾。本年度はこの紙を撚糸して紙糸を作製しその特性を評価した。

2. 実験

2. 1 紙布の特性

2. 1. 1 紙布他の作製

繊維度がほぼ同じ次の3種類の糸を経糸及び緯糸に使いシャトル織機を使用して同じ糸密度で紙布、綿布及びPET布を作製した。製織後、企業の協力で糊抜き精練を行った。

- ・紙糸 市販紙糸、番手 1/34
- ・綿糸 コーマ糸、番手 20^s
- ・PET 紡績糸 番手 20^s

表1に作製した織物の基本的特性を示す。ほぼ同じ糸

密度、目付の紙布、綿布及びPET布を得た。

表1 作製した織物の基本的特性

織物の種類	たて糸密度 (本/inch)	よこ糸密度 (本/inch)	目付 (g/m ²)	かさ高性 (cm ³ /g)
紙布	65.4	49.2	147.5	2.2
綿布	67.6	55.6	153.6	2.4
PET布	65.4	52.6	148.0	2.1

2. 1. 2 特性評価

表2に示す消費性能、風合い特性を評価した。方向性の有る特性については、糸密度がほとんど同じであった、たて糸方向の特性を比較した。糸のかさ高性は、JIS L 1095 (B 法) を準用し見掛け番手を使用して糸 1,000 本で評価した。Bonferroni 補正による多重比較法によって平均値の有意差を検定した。

表2 各布の特性評価

試験項目	試験方法
引張強さ及び伸び率※1、引裂強さ	JIS L 1096 準拠
摩擦強さ※2、水分率	JIS L 1096 準拠
紫外線遮蔽率	JIS L 1925 準用
接触冷感	JIS L 1927 準拠
保温性※3	JIS L 1096 準用
吸水性※4	JIS L 1907 準拠
透湿度※5	JIS L 1099 準拠
風合い 通気抵抗、引張りせん断、純曲げ、表面	KES法※6

※1 試験片の幅50mm、※2 平面法 Cw-C-P1200

※3 恒温法 温度差16℃、※4 吸水速度法（パイレック法）

※5 塩化カルシウム法

※6 カトーテック(株)製 KES風合い試験機を使用した評価

2. 2 起毛屑混抄紙糸及び紙布の特性

2. 2. 1 起毛屑混抄紙糸及び紙布の作製

* 繊維・紙業部

† 岐阜県生活技術研究所

第1報で報告した起毛屑10%及び15%混抄紙糸用原紙を2mmもしくは4mm幅にスリットし、これをダブルツイスター型撚糸機を使用してZ500~700/Tで撚糸し起毛屑混抄紙糸を作製した。筒編み試験機（英栄産業（株）NCR-EW 7G）を使用して編成性を評価した。

2. 2. 2 起毛屑混抄紙糸の特性評価

JIS L 1095 に準拠し、紙糸の引張強さ及び伸び率、水分率を評価した。消臭性は、SEK マーク繊維製品認証基準で定める方法でアンモニア成分の消臭評価（検知管法）を行った。水分率、消臭率の評価は表3の条件で精練を行った糸を使用した。

表3 紙糸の精練条件

精練剤	センカ(株) マルチノールC-58 2 g/L
	センカ(株) ベネトゲンF-51 1 g/L
条件	浴比 1:10 温度×時間 95℃×30分

3. 結果及び考察

3. 1 紙布の消費性能と風合い

3. 1. 1 紙布の強さ、通気抵抗及び紫外線遮蔽率

引張強さ、引裂強さはPET布>綿布>紙布であった。伸びも同様の傾向を示した。図1に引張強さ、図2に引裂強さを示す。図中の誤差棒は標準偏差を示す。使用した糸の引張強さ及び伸び率は、ポリエステル糸が10.2 N-11.1%、綿糸が4.6 N-6.6%、紙糸が2.7 N-3.3%であり、引張強さ及び伸び、引裂強さは糸の物性を反映している。ただし、引張強さ、引裂強さは実用上問題ないレベルを示すことが分かった。

図3に摩耗強さを示す。紙布の摩耗強さは綿布、PET布より強かった。紡績糸は繊維が撚られて糸になっているため、繊維が糸から比較的脱落しやすいのに対し、紙糸は繊維が紙中に強く保持されており繊維が糸から脱落しにくい。そのため紙布は摩耗に強かったと考えられる。

図4に紙布の通気抵抗を示す。紙布の通気性は高い（通気抵抗が低い）。紙糸は紡績糸と異なり糸表面に毛

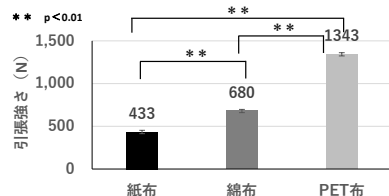


図1 たて方向引張強さ

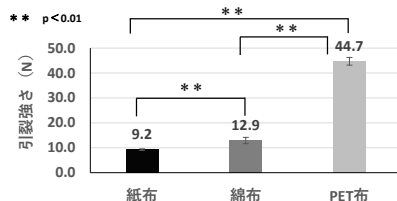


図2 たて糸引裂強さ

羽が無く糸間の隙間が広い。そのため空気が生地を通過しやすく、通気性が高いと考えられる。紫外線遮蔽率は82~85%を示した。各布間に有意な差は認められなかった ($p>0.05$)。

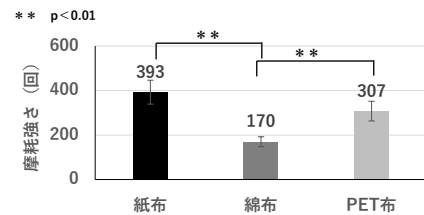


図3 摩耗強さ

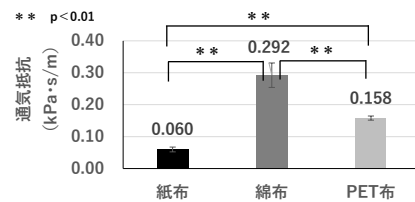


図4 通気抵抗

3. 1. 2 熱移動特性

図5に最大熱流束 q_{max} （接触冷感）を示す。紙布は触れると綿布、PET布に比べて冷たく感じた。最大熱流束を評価したところ、紙布は綿布、PET布に比較して大きかった。紙布に触れた時に冷たいと思う感覚が、データからも示された。一般的に接触冷感は素材の熱伝導が大きい程強く感じる。紙糸はマニラ麻を主原料としており、麻の繊維軸に垂直方向の熱伝導率は $0.344 \text{ J/m} \cdot \text{K} \cdot \text{s}$ であり、綿の $0.234 \text{ J/m} \cdot \text{K} \cdot \text{s}$ 、ポリエステルの $0.127 \text{ J/m} \cdot \text{K} \cdot \text{s}$ に比べて高い³⁾。加えて、紡績糸は繊維間の接点が少ないのに対し、紙糸の場合は繊維と繊維が紙中で多くの点及び面で接しており繊維間で熱が伝わりやすい。これらのことから紙布は綿布、PET布に比べて熱が伝わりやすく、触れた時に冷たく感じると考えられる。図6に保温性の結果を示す。通気性が高い紙布は保温性が低い。

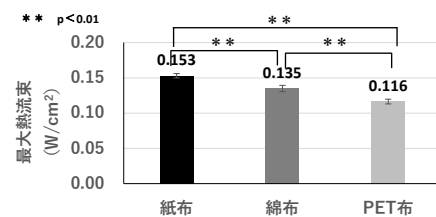


図5 最大熱流束（接触冷感）

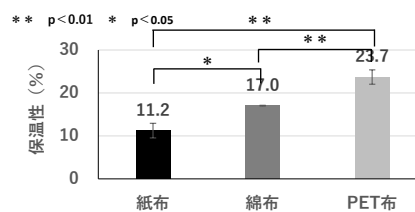


図6 保温性

3. 1. 3 紙布の水分移動特性

図7に水分率を示す。紙布の水分率は、20°C65%RH（標準状態）、30°C90%RH（高湿度状態）両条件とも綿布、PET布に比較して高い。「高湿度状態における水分率」－「標準状態における水分率」が高いほど軽運動時の蒸れが少ないと言われているが⁴⁾、紙布はこの値が6.1%であり、綿布より1.8倍大きい。紙布は蒸れが生じにくい快適な素材であることが分かる。なお、マニラ麻パルプの水分率は約10%と紙糸の水分率とほぼ同じであった。紙布の水分率が高いのは、原料パルプの水分率が高いためである。

図8に吸水性（吸水速度法）の結果を示す。予想に反して、紙布の吸水速度は綿布、PET布より遅かった。綿布、PET布などの紡績糸織物は繊維間の空間による毛細管現象で素早く吸水する一方、紙糸は繊維が紙中に密に存在し毛細管現象が生じにくいからだと考えられる。今後、吸水速乾性、吸水率等の水分移動特性を明らかにしていく。透湿度は446~464 g/m²・hを示した。各布間に有意な差は認められなかった（p>0.05）。

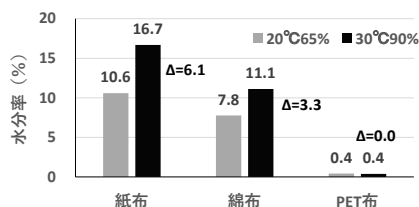


図7 24時間後の水分率

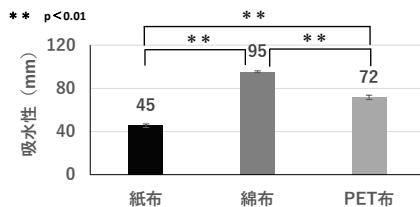


図8 たて方向吸水性（吸水速度）

3. 1. 4 紙布の風合い特性

風合いを評価した結果を表4に示す。引張り特性では次のことがわかった。人体を覆っている布が身体を動かしたときに受ける変形様式は、引張り試験に相当するケースが多いとされる⁵⁾。特性値LT（引張の直線性）は、紙布は綿布及びPET布より大きく（p<0.01）、紙布は引張り初期で伸びにくい。WT（最大伸長力までの仕事量）は、紙布>綿布>PET布であり（p<0.05）、紙布はよく伸びる。RT（伸長時のエネルギーに対する回復されるエネルギーの割合）は、綿布>紙布であり（p<0.01）、紙布は綿布に比較して引張り変形に対する回復性が悪い。

二次元の布が人体などの三次元の曲面を容易にカバーできるのは、布がせん断変形するからである⁵⁾。G（せん断剛性）、2HG5（せん断角度5度におけるせん断過程と回復過程におけるエネルギーの差）とも、紙布>綿布>PET布であり（p<0.05）、紙布はせん断変形しにくく、

またせん断変形からの回復性も悪い。

曲げ試験の特性値B（曲げ剛性）、2HB（曲げ変形過程と曲げ回復過程のエネルギー差）とも、紙布>綿布>PET布であり（p<0.01）、紙布は曲げに対してかたく、曲げ変形からの回復性が低い。これらの特性値には非常に大きな差があった。織布の曲げ特性は糸の構成、繊維組織、糸密度のほか、繊維一本単位の曲げ特性も大きく影響していると言われている⁵⁾。これらの布は繊維組織、糸密度はほぼ同じであり、繊維及び糸の特性がこの結果をもたらしたと考えられる。紡績糸は繊維の拘束が比較的小さいので、曲げ変形しやすく回復しやすい。一方紙糸は繊維が紙中に強く保持されその紙が糸になっているため、曲がりにくく回復しにくい。以上の理由により、紙布の曲げ剛性は大きく回復性は悪いと推察される。

圧縮試験からは次のことがわかった。LC（圧縮の直線性）は、紙布は綿布及びPET布より小さく（p<0.01）、紙布は圧縮初期において圧縮柔らかい。WC（最大圧力までの仕事量）は一般的に大きい程圧縮でつぶれやすい場合が多いとされる。WCはPET布>綿布>紙布であり（p<0.01）、紙布は圧縮でつぶれにくい。PET布や綿布などの紡績糸織物の場合、繊維表面の毛羽及び繊維間の空間のため圧縮つぶれやすいと想像されるが、紙糸は繊維が密に集合しており容易には圧縮されにくいと思われる。そのため紙布は圧縮つぶれにくいと考えられる。RC（圧縮時のエネルギーに対する回復されるエネルギーの割合）は、紙布>PET布>綿布であり（p<0.01）、紙布は圧縮変形からの回復性が良い。

摩擦の特性値MIU（摩擦平均摩擦係数）については、紙布は、PET布及び綿布より小さかった（p<0.01）。紙糸は毛羽がないため摩擦子の移動がスムーズであったと考えられる。MMD（平均摩擦係数の変動）に有意な差は認められなかった（p>0.05）。SMD（表面粗さの平均偏差）は、紙布>綿布>PET布であった（p<0.01）。布は厚さのばらつきが大きい。

表4 各織物のKES風合い特性値

特性値		紙布	綿布	PET布
引張り たて方向	LT（無次元）	1.01	0.82	0.82
	WT（N・m/m ² ）	9.08	4.86	3.40
	RT（%）	41.2	49.6	46.7
せん断 たて方向	G（N/m・deg）	2.94	1.74	1.00
	2HG（N/m）	1.77	2.84	1.82
	2HG5（N/m）	13.8	5.8	4.4
曲げ たて方向	B（10 ⁻⁴ N・m ² /m）	0.872	0.068	0.053
	2HB（10 ⁻² N・m/m）	0.636	0.080	0.053
圧縮	LC（無次元）	0.245	0.310	0.298
	WC（N・m/m ² ）	0.093	0.285	0.346
	RC（%）	50.3	35.6	43.9
表面 たて方向	MIU（無次元）	0.133	0.177	0.177
	MMD（無次元）	0.021	0.023	0.018
	SMD（μ）	5.30	7.36	4.77

3. 1. 5 紙糸のかさ高性

表5に紙糸及び綿糸のかさ高性を示す。表1において紙布と綿布にかさ高性の差は認められなかったが、糸の評価では、紙糸は綿糸よりかさ高であることが分かった($p<0.01$)。布では厚さが薄すぎて差が認められなかったと考えられる。ニット製造業において、紙糸は同織度の紡績糸に比べて針ゲージを大きくしているケースが多く見受けられる。これは、紙糸はかさ高性が高く糸が太いこと、そして3.1.4項で示したとおり、紙糸は曲げ変形に対してかたいため針ゲージを大きくしないと編ループを形成しにくく糸切れが発生しやすいことに起因していると思われる。

表5 糸のかさ高性

	紙布 (1/34)	綿布 (20 ⁵)
かさ高性 (cm ³ /g)	7.8	6.7

3. 2 起毛屑混抄紙糸及び紙布の特性

3. 2. 1 起毛屑混抄紙糸及び紙布の作製

第1報で作製した起毛屑混抄紙糸用原紙の細幅スリット、撚糸による紙糸作製及び編地作製の検討を行った。スリット工程では、起毛屑混抄による紙強さの本質的な低下及び異物の(イレギュラーな)混在により、10%混抄品はスリット幅2mm、15%混抄品は4mm以下でスリットすることはできなかった。この異物は、起毛屑に混入していた風綿等であり、紙がその部分で硬くなったため結果撚りが入りにくく、試編み時に糸ガイドに引っ掛かり糸切れが生じやすかった。この異物は、15%混抄において使用した起毛屑のロットに特に多かった。起毛屑等をリユースする際は、品質は極めて重要である。作製した紙糸の引張り強さを表6に示す。起毛屑混抄紙糸は同織度の市販紙糸に比較して引張り強さはやや低下し、伸びは大きかった。

表6 起毛屑混抄紙糸の引張り強さ

	紙の目付 (g/m ²)	スリット幅 (mm)	より数 (Z/T)	織度 (dtex)	引張り強さ (N)	伸度 (%)
起毛屑10%紙糸	20	4.0	500	1176	7.9	19.6
起毛屑15%紙糸	20	4.0	500	1012	7.6	16.2
市販紙糸	20	4.0	320	901	8.8	5.2

3. 2. 2 起毛屑混抄紙糸の特性

図9に起毛屑混抄紙糸の水分率を示す。起毛屑を混抄することで水分率が上昇し、高湿度状態と標準状態の水分率の差も6.1%から6.8%へとわずかではあるが増加した。起毛屑を混抄することで蒸れにくくなることが分かった。消臭性の結果を図10に示す。起毛屑を混抄することで消臭性の向上が認められた。これらの結果は、ウールの公定水分率がマニラ麻より高いこと、ウールが消臭機能を有することに起因すると考えられる。

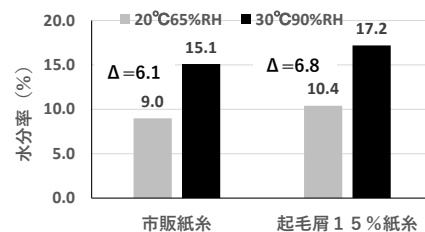


図9 起毛屑混抄紙糸の24時間後の水分率

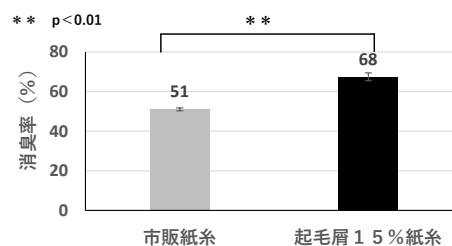


図10 起毛屑混抄紙糸のアンモニアガスの消臭性

4. まとめ

紙布の消費性能や風合いを体系的に評価した報告例はこれまでほとんどない。そこで糸の織度、糸密度及び目付がほぼ同じ紙布、綿布及びPET布を作製し、様々な特性を評価することで紙布の特性を明らかにする検討を行った。その結果次のことが分かった。紙布は、綿布、PET布に比較して引張り、引裂強さは低いが、摩擦強さは強い。また、通気性、接触冷感が大きく、保温性は低い、蒸れにくい素材である。風合い評価からは次のことを明らかにした。紙布は引張初期及び曲変形に対してかたく、三次元形状に変形しにくい。また、圧縮でつぶれにくく、摩擦係数が低く、厚さのばらつきが大きい。紙布が示す各種特性は、原料であるマニラ麻の特性、紙糸の独特な製造方法及び糸構造に起因するものであることが分かった。

起毛加工で廃棄されているウール短繊維に着目し、起毛屑混抄紙糸を試作し次のことを明らかにした。起毛屑を混抄することで、水分率の向上、消臭性の向上が認められた。起毛屑の混抄に起因する特性が付与されることが分かった。

【謝 辞】

糊抜き精練加工で協力いただきました岐セン(株)様に感謝申し上げます。

【参考文献】

- 1) 辻本,紙パ技協誌,Vol69,No.8,P871,2015
- 2) 林浩司ら,岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1,pp45-48, 2020
- 3) 繊維便覧,丸善出版,繊維学会編
- 4) 澤井由美子,繊維と工業,Vol.61,No.3,pp63-65,2005
- 5) 川端季雄,風合い評価の標準化と解析第2版,日本繊維機械学会,風合い軽量と企画化研究委員会 (1980)

高保温性不織布の開発（第1報）

中島孝康*

Development of nonwovens having excellent heat-retaining property (I)

NAKASHIMA Takayasu*

中わた用途として羽毛の代替となるような素材の開発を目指して、短繊維の絡まった構造体（わた）の試作・評価を実施した。これまでの開発でかさ高性、保温性、分離性等についてある程度良好なわたを作製することができていたが、新たに洗濯時の偏りについて評価したところ、羽毛に比べて改善の必要があることが判明した。また、さらなる改良のため新たにわたを試作したが、これまでのものと性能に大きな差はなかった。

1. はじめに

軽量・かさ高な高保温性素材として代表的なものに羽毛がある。羽毛は天然の防寒素材として非常に優れており、衣類・寝具の「中わた」としてよく利用されている。しかし、近年、供給不足で価格が高騰することがあり代替品ニーズが強い。そこで当所でも羽毛の代替となるような軽量で保温性の高い素材の開発を目指すこととなった。これまで短繊維群を絡ませて球状やひも状の独立構造わたにする方法で開発を進め、「軽量・高保温性繊維素材の開発」として第1～5報¹⁾⁵⁾まで報告してきた（以下、本報告中の報数はこれらを指すこととする）。

様々な試作・評価を重ねてきた中で、中わたの性能として重要と思われるかさ高性（軽量性）、保温性、分離性（わた同士のばらけやすさ）等についてある程度良好なものを作製することができた。ただ、衣類・寝具などの製品は洗濯することが想定され、その場合、製品中でわたが偏って性能が変化することが予想される。その評価が未実施であったので本報にて報告する。

また、衣類などの製品にする際の生産効率や製品中での偏りに影響すると思われる分離性については、開発当初に比べると改善されてきた。しかし、未だ充分とまでは言えない状況であるので、主に分離性改善を意図して改良を試みた結果を併せて報告する。

2. 実験

2. 1 洗濯に関する評価

2. 1. 1 評価試料

第5報記載の下記について作製した座布団形状試料（約40cm四方で10cm四方ごとにキルティングし各マスにわたを1gずつ入れたもの）について評価を行った。

- ・ 試作品5種
（D-2、D-2_改良品1～3、試作球状わた）
- ・ 市販品2種
（羽毛、市販合繊維布団わた）

2. 1. 2 洗濯等の方法

A形基準洗濯機（ドラム式：Electrolux製 Wascator FOM71 CLS）を利用した。「洗濯温度30℃、ジェントルかくはん」でネットに入れて洗濯し、平干して乾燥させた。その後、わたの偏りをほぐした。

2. 1. 3 評価項目

以下の4点について評価を行った。

- ・ 偏りの状況の変化
洗濯前、洗濯後、わたの偏りをほぐした後の3時点で試料を透かして見て偏りの状況を観察した。
- ・ 偏りのほぐしやすさ
わたの偏りをほぐす際に、ほぐしやすさの感覚的評価を当所職員6名により実施した。
- ・ 厚さの変化
万能試験機（（株）島津製作所製、オートグラフ AGS-J）を用いた。直径200mmの円形加圧盤を用い、速度1mm/秒で圧縮し、圧力0.5g/cm²の時の厚さを測定した。
- ・ 保温性の変化

「JIS L 1096:2010 織物及び編物の生地試験方法」の保温性A法（恒温法）の準用による方法で測定した。保温性試験機（恒温法）（（株）大栄科学精器製作所製、ASTM-100B）を用いた。

2. 2 分離性に関する改良試作

2. 2. 1 試作方法

分離性の向上を目指して、第4報で記載したD-1をもとに3種類の改良品を作製した。本報告書中「D-1_改良品1～3」と記載した。第5報においてD-2をもとに改良した時と同様の方法で改良を施した。

2. 2. 2 評価項目

以下の3点について評価を行った。

- ・ かさ高性
「JIS L 1903:2011 羽毛試験方法」の荷重用円盤B（直径285mm、総重量94.3g）を用いる方法の準用により測定した。スチーム処理は実施せずに試験に供した。

* 繊維・紙業部

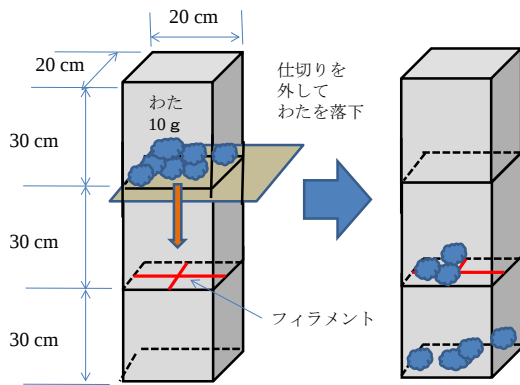


図1 分離性評価方法

・ 分離性

図1のような形式で樹脂製の容器中でわたを落下させ、落下先にフィラメントを十字に張り、そこを通過する割合を測定するという簡易的な方法で評価した。わたの入れ方が結果に影響するのを避けるため、試作わたについては容器に入れた後、容器中で5回反転させた後に試験を実施した。

・ 保温性

第5報及び本報「2.1」での保温性評価は、わたを側生地地で包んで座布団形状にした時のものであり、縫製仕様に影響を受ける。これに対しわた自体の保温性を評価するため、断熱材の枠（厚さ4cm、内寸14cm×14cm）の中にわたを充填して熱抵抗を測定した。定常法・熱流計法による熱伝導率測定装置（TA Instruments-Waters LLC 製、FOX200）を用いた。試料を挟むプレートの温度は「上部：15℃、下部：35℃」（つまり温度差：20℃、熱流：上向き）に設定した。枠内へのわたの充填量はかさ高性測定時の密度となるように設定した。この方法では同じ厚さの枠で測定する関係上、わたの量が試料間で違うことになるので、枠厚4cmでの熱抵抗値を単純に比較するのは不適切な面がある。例えば、かさ高性値の低い試料は同体積の中に多めの量を充填することになり熱抵抗が大きくなることが予想される。そこで、熱抵抗が単純に厚さに比例すると仮定して、単位熱抵抗（1m²K/W）あたりの厚さと目付（単位面積あたりの重量）を測定結果から算出して比較した。

3. 結果及び考察

3. 1 洗濯に関する評価

3. 1. 1 偏り

洗濯に伴うわたの偏りの変化を図2に示した。洗濯するといずれの試料もマスの中でわたが大きく偏った。ほぐすといずれもある程度はマス内に均一に分布させることができ、偏りの解消は可能であった。

3. 1. 2 偏りのほぐしやすさ

偏りのほぐしやすさに関する感覚的評価の結果を表1

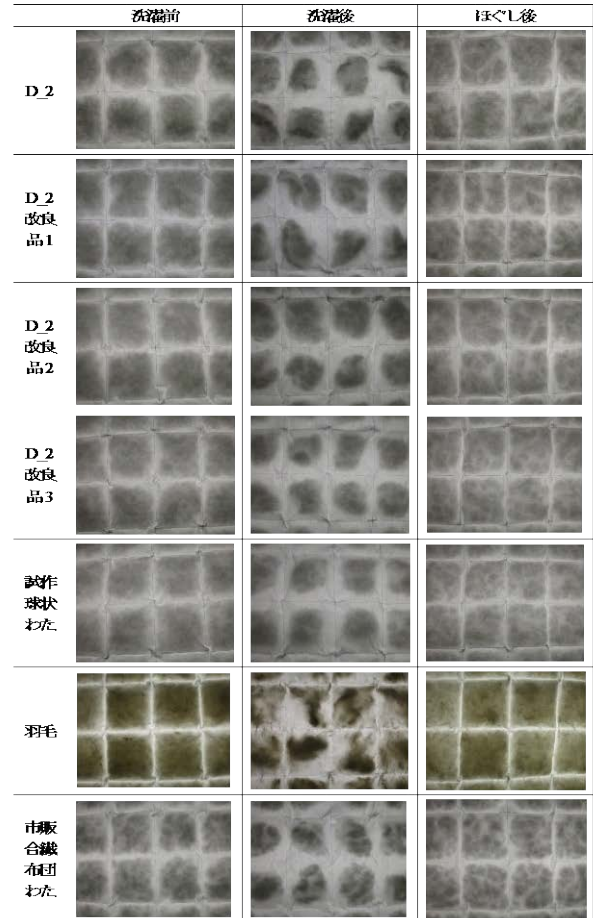


図2 洗濯に伴う偏りの変化

表1 偏りのほぐしやすさ

		D_2	D_2改良品1	D_2改良品2	D_2改良品3	試作球状わた	羽毛	市販合繊維布団わた
人数	◎	2	0	0	0	0	6	1
	○	2	0	1	3	3	0	0
	△	1	4	3	3	3	0	3
	×	1	2	2	0	0	0	2

◎：ただで偏り解消可能

○：揉みほぐすと偏り解消可能（ほぐしやすい）

△：揉みほぐすと偏り解消可能（ほぐしにくい）

×：うまくほぐれない

に示した。羽毛については全員が「ただで偏りが解消する」という判定結果であるのに対し、合繊維わた（試作わた5種と市販合繊維布団わた。以下同じ。）には明確な傾向はなく、また羽毛よりほぐしにくいという結果となった。羽毛は簡単にほぐれるのに対し、合繊維わたは手で揉みほぐすようにする必要があった。

3. 1. 3 厚さの変化

洗濯に伴う厚さの変化を図3に示した。洗濯後の厚さの減少が大きくないのは、マス内でわたが偏って固まるため、わたの体積としては減少しているものの座布団形状の厚さとしては保たれているものと考えられえた。偏りをほぐした後は、合繊維わたにおいて厚さが大きく減少

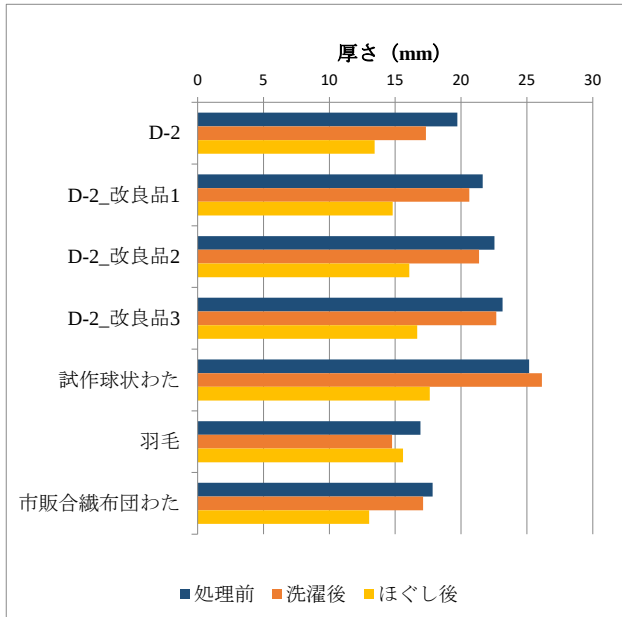


図3 洗濯に伴う厚さの変化

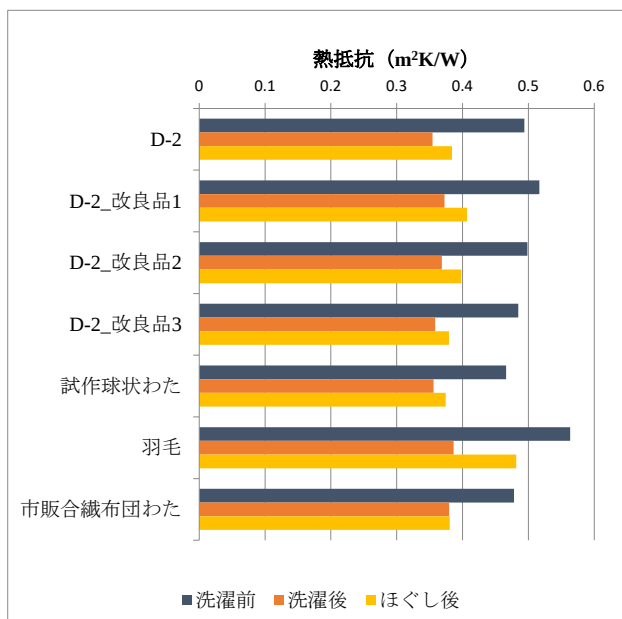


図4 洗濯に伴う保温性の変化

した。洗濯時やほぐす過程での揉み作用で繊維の絡みあいなどが起きて、かさ高性が失われたまま回復していないものと推察された。羽毛については厚さの減少は合繊わたほど大きくなかった。羽毛同士にはその構造から相互排除性があると言われており、絡み合いが合繊わたのように大きくないことでかさの減少がある程度防がれているものと考えられた。

3. 1. 4 保温性の変化

洗濯に伴う保温性の結果を図4に示した。洗濯直後はいずれも保温性が大きく低下した。その後偏りをほぐすと、羽毛については完全には保温性が回復しないものの

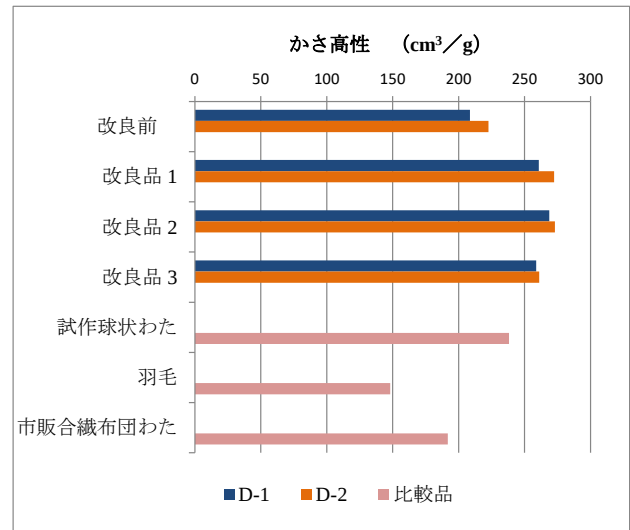


図5 改良試作品のかさ高性

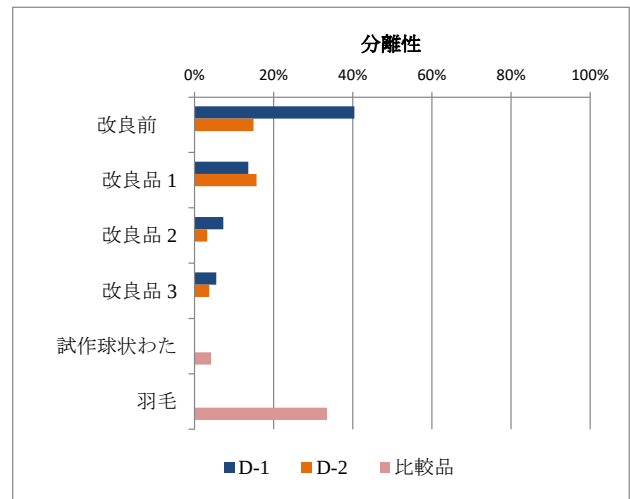


図6 改良試作品の分離性

ある程度は回復した。一方、これと比較して合繊わたの回復はわずかであった。偏ったわたをほぐすことによってマス内である程度均一に分布させることができるものの、かさ高性は回復せず、前項のとおり厚みが減少して保温性が回復しないものと推察された。今回の試験は

「10 cm 四方のマスにわた 1 g の充填」ということで、目付としては 100 g/m²であった。これは夏用の肌掛け布団レベルであり比較的わたの充填量が少なめの状況での試験であったので、わたが移動しやすく、偏る現象がより大きく現れたものと思われた。洗濯が想定される製品に開発したわたを利用するには、現状では「わたの充填量を多くする」、「キルティングの幅を狭めにする」などでわたの移動が制限されるような対策が必要と考えられた。また、そういった縫製時の仕様面での対策とは別に、根本的にわたが偏らないようにする方法を今後の研究の中で検討していく予定である。

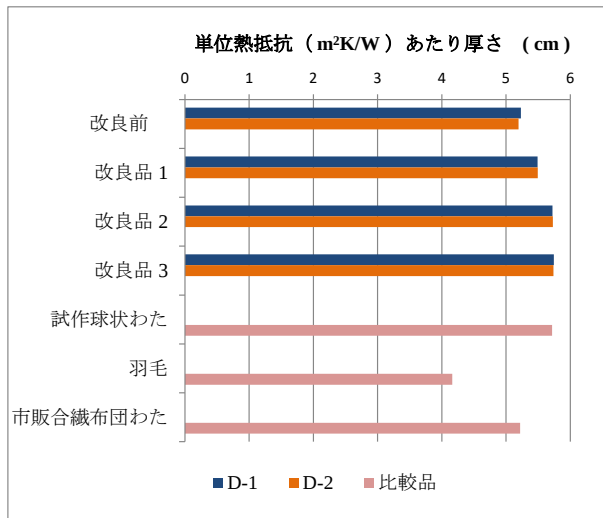


図7 改良試作品の保温性
(単位熱抵抗あたりの厚さ)

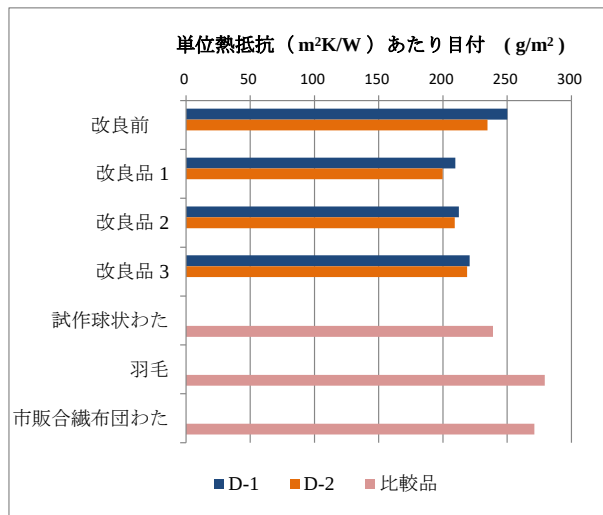


図8 改良試作品の保温性
(単位熱抵抗あたりの目付)

3. 2 分離性に関する改良試作品の評価

3. 2. 1 かさ高性

分離性の向上を期待して改良した試作品について、かさ高性測定の結果を図5に示した。第5報で報告したD-2と同様に、D-1においても改良を施すことでかさ高性が向上する効果があった。また、D-1の改良品のかさ高性の程度はD-2の改良品と同程度であった。

3. 2. 2 分離性

改良試作品の分離性測定の結果を図6に示した。第4報での試験ではD-1のほうがD-2よりも分離性が良かった。今回、第4報の時とは若干試験方法を変更したが、今回もD-1のほうがD-2よりも良い結果で、やはりD-1は分離性に優れていると考えられた。改良品についても同様の分離性向上効果を期待していたが、評価の結果、

期待に反しD-1改良品とD-2改良品とで大きな差はなかった。

3. 2. 3 保温性

単位熱抵抗あたりの厚さと目付の算出結果をそれぞれ図7、8に示した。一定の保温性を実現するために、図7の値が小さいほど薄くでき、図8の値が小さいほど軽くできるということであり、ともに値が小さいほど良い。D-1とD-2とで改良した条件ごとに大きな差はなかった。試作わたと羽毛を比較すると、厚さについては羽毛のほうが良く、目付については試作わたのほうが良かった。今回、羽毛はスチーム処理していない状態での低いかさ高性値(図5参照)に基づき充填密度が他の試料より大きかったのも、その影響もあって「薄くても良いが重くなる」という結果になったと思われる。軽量性という観点からは図8の目付の結果がより重要と思われる。充填密度によって結果が違ってくると予想されるので、その点考慮が必要ではあるものの、図8から、試作わたは少なくとも今回の条件において結果が良く、ある程度保温性が高いと言って良いと考えられた。中でもD-1、D-2ともに、改良品1が最も良く、D-2に関する座布団形状での保温性評価(図4:洗濯前)と同様の結果であった。今回採用している改良方法においては、保温性の面から改良品1の条件が適切であると考えられた。

4. まとめ

本研究では、試作したわたの洗濯性について評価した。また、製品にする際の生産効率を高めるなどの観点からわたの分離性の改善を試みた。

洗濯することで試作わたも羽毛も偏りが生じた。一方、偏りからの回復については、少なくとも本報告で実施した条件では羽毛は偏りを解消させやすいのに対し、試作わたは偏りを解消させるににくかった。一見偏りを解消させることはできるものの保温性の低下は大きく、何らかの対策が必要と思われる。また、分離性の改善の試みについては期待した効果が得られなかった。

今後の研究では、偏りを防止する方策について主に検討を進めていく予定である。

【参考文献】

- 1) 中島孝康ら,岐阜県産業技術センター研究報告 No.10, pp28-30, 2016
- 2) 中島孝康ら,岐阜県産業技術センター研究報告 No.11, pp19-20, 2017
- 3) 中島孝康ら,岐阜県産業技術センター研究報告 No.12, pp18-21, 2018
- 4) 中島孝康ら,岐阜県産業技術センター研究報告 No.13, pp14-15, 2019
- 5) 中島孝康ら,岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp49-52, 2020

紙の高機能化と品質評価に関する研究（第4報）

— 段ボールの湿度環境変化を伴う静的圧縮試験 —
大平武俊*、佐藤幸泰*、亀山遼一*

Research on high function and quality evaluation of paper (IV)

- Static loading test with a humidity environment change of the corrugated fiberboard -
OHIRA Taketoshi*, SATO Yukiyasu* and KAMEYAMA Ryoichi*

段ボールは、標準状態（23℃、相対湿度 50%r.h）で評価された圧縮強度をもとに耐荷重を設定しているが、湿度の高い環境では破損が生じて問題となっている。そこで、高湿度環境でも利用できる指標の開発について研究した結果、湿度を上昇させる環境下で荷重をかける試験方法で、高湿度環境下で段ボールが座屈するまでの時間を推測できる可能性があることがわかった。

1. はじめに

段ボール箱などは積み重ねて利用することが多いため、荷重によって座屈・破損しないよう強度管理が重要である。このための試験として JIS 規格（JIS Z 0403-2）では、標準状態（23℃、相対湿度 50%r.h）において試料に圧縮荷重をかけていき、試料が座屈する時の荷重を測定する方法が定められている。段ボールの実際の使用時には、安全率を見込んで最大荷重の 1/3～1/5 を耐荷重として設定することが多い。ただ、このように 3 倍から 5 倍の安全率（最大荷重の 1/x とするとき安全率 x 倍という。）を見込んでも、段ボールの使用環境が標準状態に近いとは限らず、特に湿度の高い状況においては破損を生じて問題となる。これは段ボールなどの紙類がセルロースなど吸湿性の高い素材で主に構成されているため、湿度が高くなることによって含水率が高くなることで強度に影響していると考えられる。このため、従来の標準状態下の試験による耐荷重だけでは強度管理上不十分で、紙業界からは高湿度の環境でも利用できる指標の開発が求められている。

そこで、本研究では新たな試験方法の開発を目指した。昨年度は、湿度を上昇させる環境下で荷重をかけ、座屈するまでの含水率と高さの変位との関係を測定する方法（以下、本研究で開発した試験方法を昇湿荷重試験法と称する）を検討した結果、高湿度環境下における段ボールの座屈危険性を推測できることが示唆された¹⁾。しかし、この方法は短時間で湿度を変化させたときの現象であるため、実際に段ボールを高湿度環境下で長時間使用したときの挙動を検証する必要がある。

そこで本年度は、高湿度環境下において段ボールが座屈するまでの時間（耐用時間）を、昇湿荷重試験法の結果から推測できるか検討したので報告する。

2. 実験

昨年度行った昇湿荷重試験結果を図 1 に示す。図 1 の

1/3, 1/5 はそれぞれ最大荷重の 1/3, 1/5 を負荷としてかけたときの挙動である。昇湿荷重試験法は、2 時間程度で含水率を変化させて高さの変位を測定している¹⁾。紙は含水率が上昇すると伸びるため、高さは初めに上昇した後、荷重があると徐々に下降し始め、その後急速に下降、座屈する。図 1 から、各荷重において座屈の危険性が生じる含水率が予想でき、例えば図中 D, D' の含水率までは座屈危険性が小さいが、それ以上になると危険性が高まり、B, B' を超えると座屈する可能性が高いと考えられる。この昇湿荷重試験の結果を、高湿度環境下・連続使用時の耐用時間と対応させることができるか検証するため、一定の高湿度環境下で段ボールが実際に座屈するまで試験を行った。

具体的には、図 1 のグラフにおける高さが変化する点

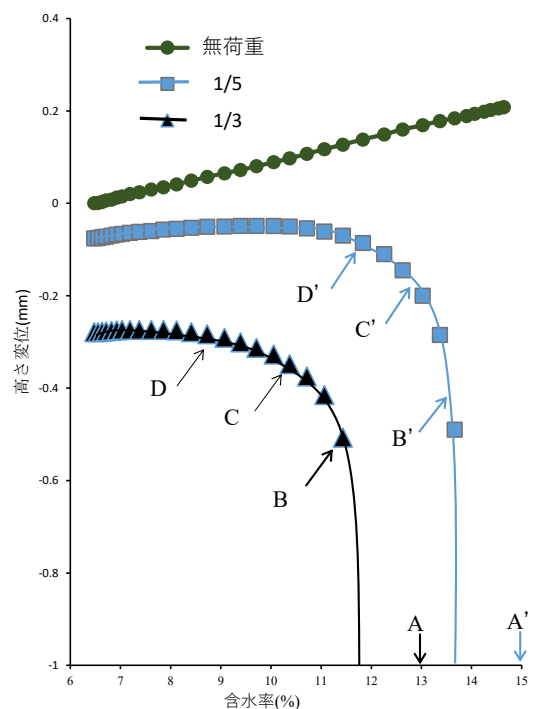


図 1 昇湿荷重試験結果¹⁾

* 繊維・紙業部

(1/3, 1/5 それぞれの座屈時の含水率より高い点(以下、座屈越点)をA, A'、急速屈曲点をB, B'、屈曲中間点をC, C'とする。)に相当する条件下で、座屈するまで荷重試験を行った。試験条件の詳細を表1に示す。

紙製である段ボールは一定の湿度環境下におかれたとき、含水率は平衡状態に達する。各点における含水率から昨年までの研究で明らかにした「相対湿度と平衡含水率の関係¹⁾」(図2)により相対湿度を求め、恒温恒湿器の設定条件とした。

試験方法は、エンドクラッシュ治具に取り付けた試験片を恒温恒湿器庫内に設置し、おもりを載せて高さ変位を測定した¹⁾。

表1 試験条件

条件名	含水率	相对湿度	荷重条件	温度
条件 A	13.0%	89%r.h.	1/3	23℃
条件 B	11.4%	82%r.h.		
条件 C	10.4%	77%r.h.		
条件 A'	15.0%	93%r.h.	1/5	
条件 B'	13.5%	90%r.h.		
条件 C'	12.7%	88%r.h.		

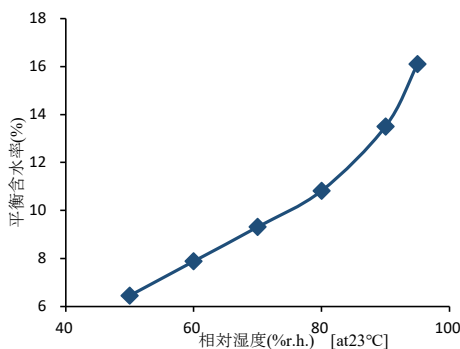


図2 相対湿度と平衡含水率の関係¹⁾

3. 結果及び考察

試験結果を図3に示す。荷重条件1/3, 1/5ともに同様の結果であり、座屈超点の条件A, A'では試験片の高さが急速に下降し約2時間で座屈した。急速屈曲点の条件B, B'では徐々に下降し約10時間、屈曲中間点の条件C, C'では緩やかに下降し約200時間で座屈した。今回、荷重が1/3と1/5の2条件での検証であったが、このように昇湿荷重試験での特徴点を抽出することで、荷重条件が違ってもおおよその耐用時間を推測できる可能性があると考えられる。

また、前報の昇湿荷重試験の座屈予測図¹⁾では、C, C'は座屈危険域における中間点、B, B'は座屈域の開始点である。今回の連続使用時における検証からは、耐用時間について、座屈危険域の中間点で200時間、座屈域は10時間以下ということになり、妥当な数字になったと思われる。

今回のように実際に座屈するまで試験を実施するのに

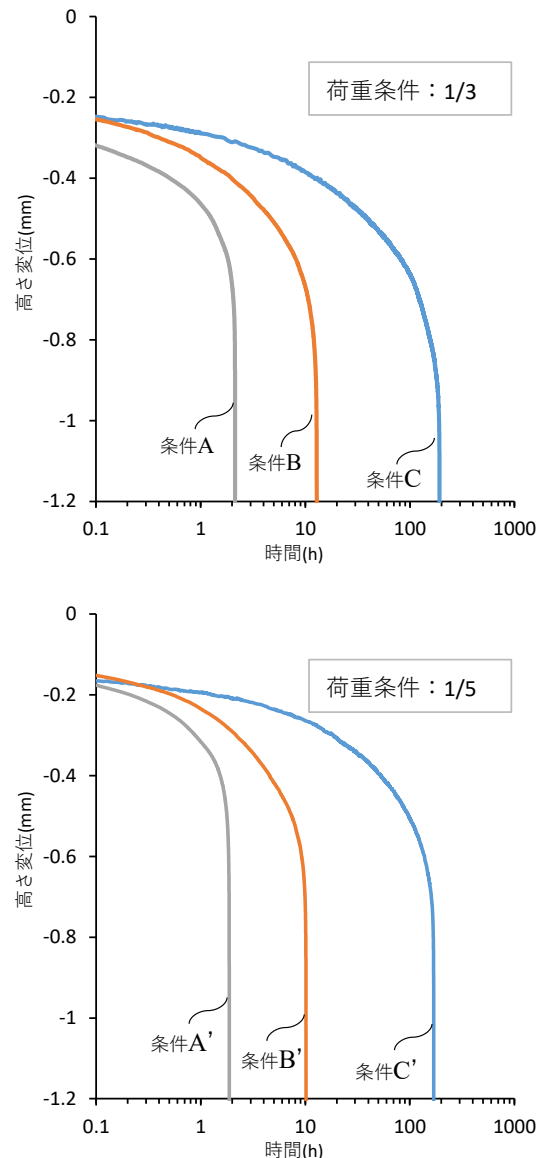


図3 高湿度環境下での座屈試験

は200時間以上の膨大な時間が必要であるが、昇湿荷重試験法は2時間程度の短時間で試験可能であり優位性があると考えられる。

4. まとめ

段ボールの高湿度環境でも利用できる指標の開発について研究した結果、湿度を上昇させる環境下で荷重をかける試験方法（昇湿荷重試験法）で、高湿度環境下で段ボールが座屈するまでの時間を推測できる可能性があることがわかった。今後、段ボールの種類の影響等について引き続き検討していく予定である。

【参考文献】

- 1) 大平ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp57-60, 2020

美濃産楮の高品質化のための栽培・管理技術の開発（第2報）

—楮の品質評価—

浅野良直*、佐藤幸泰*、立川英治*、亀山遼一*

Development of cultivation and control technology for becoming it a high quality of Mino kozo (II)

—Quality evaluation of kozo—

ASANO Yoshinao*, SATO Yukiyasu*, TACHIKAWA Eiji* and KAMEYAMA Ryoichi*

美濃手すき和紙の原料である楮の品質維持と向上を図るために美濃楮の特徴を検証した。本年度は美濃楮、本美濃紙の原料である大子（だいご）那須楮及び岐阜県森林研究所が移植した楮を原料として、楮の繊維幅及び繊維長分布測定、手すき和紙職人による原料加工と抄紙のアンケート調査、抄紙した和紙の物性試験を実施した。手すき職人へのアンケート調査では、美濃楮は前年度と比べて原料の質や異物・スジの混入の評価が上がり、漉きやすさや和紙の外観は高い評価を得られたが、従来からの大子那須楮和紙は上品でツヤがあり、美濃楮和紙は野性的でツヤがない、などの意見に変化はなかった。物性試験では美濃楮和紙の破裂強さ、引張強さ及び破断伸びは大子那須楮和紙と同程度の結果となった。

1. はじめに

美濃手すき和紙の原料である楮は、原料生産者の高齢化や廃業などから、国産楮の生産量は減少しており、将来の安定供給に問題を抱えている。楮は美濃市においても生産されているが、美濃手すき和紙を継続し、品質維持及び向上を図るには、原料の供給体制整備とともに品質管理が不可欠である。

美濃市で栽培している楮の質と量を充実するため、岐阜県森林研究所（以下、森林研）と共同研究に取り組むこととした^{1,5)}。森林研は楮栽培の立地条件の解明や栽培技術を研究し、当センターは美濃楮の品質維持及び向上を図るために、美濃楮の特徴を検証した。そこで、楮の繊維幅や繊維長の測定、原料加工および抄紙における手すき和紙職人へのアンケート調査、抄紙した和紙の物性試験を実施した。

本年度は美濃楮と本美濃紙の原料であり、高品質な楮として扱われている茨城県の大子那須楮を評価した。また、参考として森林研が4年前に美濃市の圃場に移植した大子那須楮、美濃那須楮、美濃土佐楮（以下、3種類をまとめて森林研移植楮）の評価も行った。なお、美濃那須楮と美濃土佐楮は美濃市内で大子那須楮と土佐楮を長年栽培してきた楮であり、美濃楮は美濃那須楮と美濃土佐楮が混在した楮である。

2. 実験

2.1 楮繊維の取り出し

平均繊維幅測定及び繊維長測定で供試する美濃楮、大子那須楮及び森林研移植楮（大子那須楮、美濃那須楮、美濃土佐楮）の楮繊維は、各楮の白皮を24時間程度水中に浸漬させ、NaOH 16wt%（対原料）、液比 18 で 1

時間程度煮熟し、水洗いをして楮繊維を取り出した。なお、美濃楮及び大子那須楮は楮束から無作為に選んだ白皮を使用し、森林研移植楮は幹の根本直径が同程度の白皮を使用した。

2.1.1 平均繊維幅測定

楮繊維を約2mmに切断し、約0.3gを水に分散させ、繊維長分布測定器（Lorentzen&Wetters 製、FiberTester）で約20,000本測定した平均値を繊維幅とした。

2.1.2 繊維長測定

楮繊維の端部以外（約0.03～0.05g）を水に分散させて、黒色ろ紙上で吸引ろ過し、乾燥機（105℃）で15時間程度乾燥して測定サンプルを作成した。

測定サンプルの楮繊維をデジタル顕微鏡（オリンパス製、DSX500）で撮影し、画像解析ソフト（オリンパス製、Stream 2.4）を使用して繊維長の測定を行った。測定は目視で両端部が確認できる楮繊維を多点連結で直線近似した長さを繊維長とし、1試料あたり200本以上を測定した。

2.2 抄紙アンケート調査

美濃手すき和紙協同組合の手すき和紙職人に、令和元年度の美濃楮、大子那須楮および森林研移植楮を原料とした原料加工及び抄紙を以下の条件で委託してアンケート調査を行った。ただし、森林研移植楮は単一種類で抄紙に必要な収量を確保できなかったため、3種類（大子那須楮 30%、美濃那須楮 50%、美濃土佐楮 20%）を配合して使用した。なお、各原料は担当者の先入観を排除するため、原料名を伏せて提供した。

【原料加工、手すき条件】

- 原料処理：ソーダ灰を用い2時間以上平釜で煮熟を行い、洗浄、除塵作業を行う。

- 抄紙：二三判（約600mm×900mm）で35g/m²（約5匁）の紙を抄く。

- 以上の作業を5名以上の職人で行う。

* 繊維・紙業部

【アンケート項目】

- ・原料の質、異物・スジの混入、漉きやすさ、和紙の外観の項目を5段階で評価
- ・各原料に対する自由意見

2. 3 和紙の物性試験

抄紙した和紙の物性試験として破裂試験（「紙—破裂強さ試験方法」JIS P8112：2008）と引張強さ試験（「紙及び板紙—引張特性の試験方法—第2部：定速伸張法」JIS P8113：2006）を実施した。なお、試験片によって坪量 $[\text{g}/\text{m}^2]$ が異なるため、測定値を坪量で除算した値（比破裂強さ $[\text{kPa}\cdot\text{m}^2/\text{g}]$ 、比引張強さ $[\text{N}\cdot\text{m}/\text{g}]$ ）で評価を行った。

【使用機器】

破裂試験：破裂試験機（型式：No.2021 C型（低圧型） 熊谷理機工業製）

引張試験：オートグラフ（型式：AG20-KNI 島津製作所製）

3. 結果及び考察

3. 1 平均繊維幅測定、繊維長測定

繊維幅測定及び繊維長測定に供試した楮繊維は微量であり、植物である楮を画一的に評価はできないため、測定結果は参考値として考察した。

3. 1. 1 平均繊維幅測定

表1に大子那須楮及び美濃楮の平均繊維幅を示す。平成29、30年度は同程度の幅だったが、令和元年度は大子那須楮が若干細い結果となった。楮は幹の根本直径が細いと繊維幅は細く、繊維長は短くなる³⁾と考えられるため、令和元年度産の大子那須楮は根本直径が細い楮が多かったのではないかとと思われる。楮は6月から9月の期間が最も成長する時期なので、大子那須楮の栽培地域である茨城県大子町における10年間（平成23年から令和2年）の6月から9月の日照時間を気象庁の気象データで調べたところ、平均130時間に対して令和元年は113時間と少なかった。楮幹が細くなる要因は特定できないが、日照時間不足も要因の1つとして考えられる。

表2に森林研移植楮の平均繊維幅を示す。美濃那須楮は大子那須楮と同じ系統であり、同じ環境で栽培されたので同程度の繊維幅となり、美濃土佐楮は大子那須楮や美濃那須楮と異なる系統のため、栽培環境が同じでも異なる結果になったと考えられる。

表1 平均繊維幅（単位： μm ）

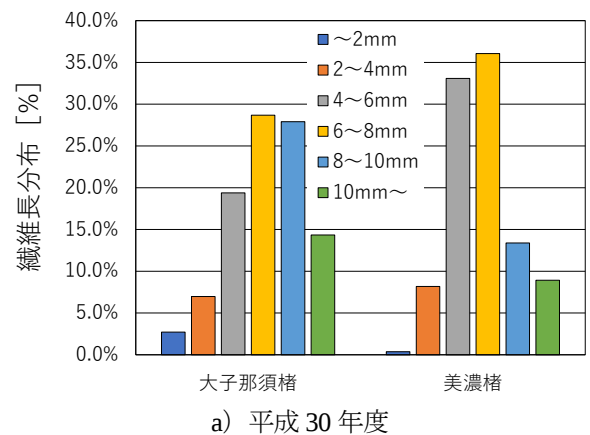
	H29	H30	R1
大子那須楮	24.4	21.6	20.8
美濃楮	24.1	21.5	22.0

表2 森林研移植楮の平均繊維幅

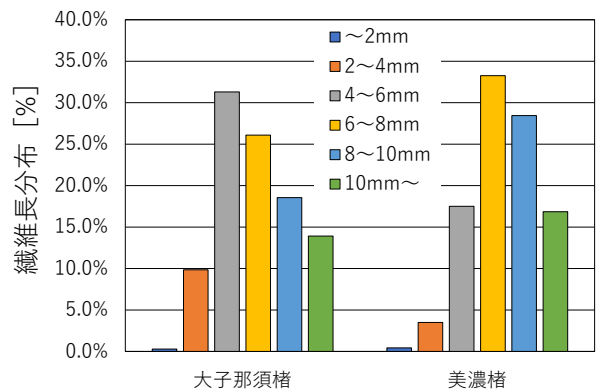
種類	平均繊維幅 $[\mu\text{m}]$
大子那須楮	21.4
美濃那須楮	21.3
美濃土佐楮	24.1

3. 1. 2 繊維長測定

図1に美濃楮と大子那須楮の繊維長分布を示す。平成30年度（図1(a)）と令和元年度（図1(b)）を比較すると、各楮ともに従来から最も多い割合を占める6~8mmの割合は約3%の減少のため大きな変化はないが、大子那須楮は8~10mmの割合が約10%減少し、4~6mmの割合が約12%増加した。美濃楮は8~10mmの割合が約15%増加した。3.1.1で考察したように、大子那須楮の短い繊維が増加した要因の1つとして、日照時間の不足が考えられる。平成30年度の美濃楮は強風により幹の先端が折れるなどが影響して栽培不良を生じていたが、令和元年度は風水害など栽培に影響を与える事象が少なかったことで8~10mmの割合が増加したと考えられる。



a) 平成30年度



b) 令和元年度

図1 繊維長分布

図2に森林研移植楮の繊維長分布を示す。美濃那須楮と大子那須楮は類似した結果となり、美濃土佐楮は8~10mmの割合が多い結果となった。3.1.1の考察と同様に、栽培環境が同じでも、美濃那須楮と大子那須楮は同じ系統であるため、類似した繊維長分布となり、美濃土佐楮は異なる系統であるため、異なる結果になったと考えられる。

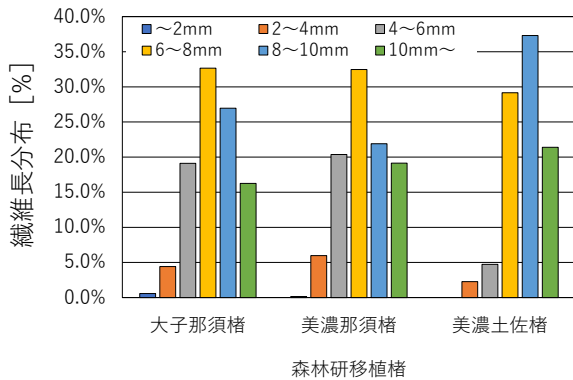
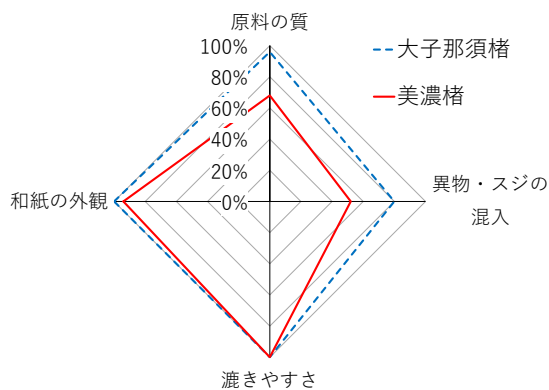


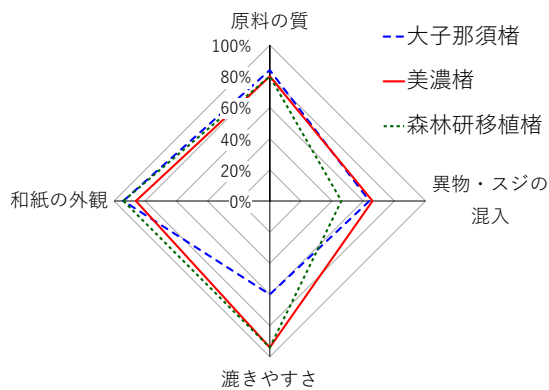
図2 森林研移植楮の繊維長分布

3.2 アンケート調査

図3に手すき和紙職人へのアンケート調査の結果を示す。なお、100%に近いほど高評価とする。



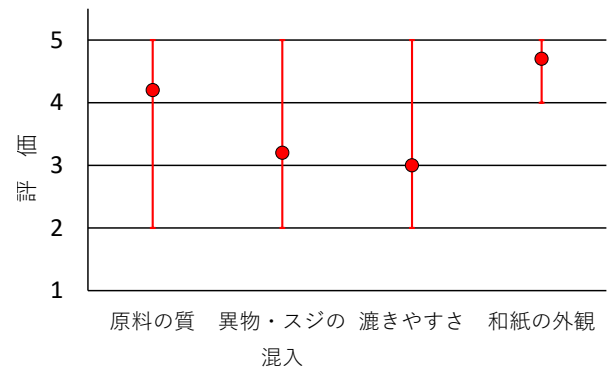
a) 平成30年度



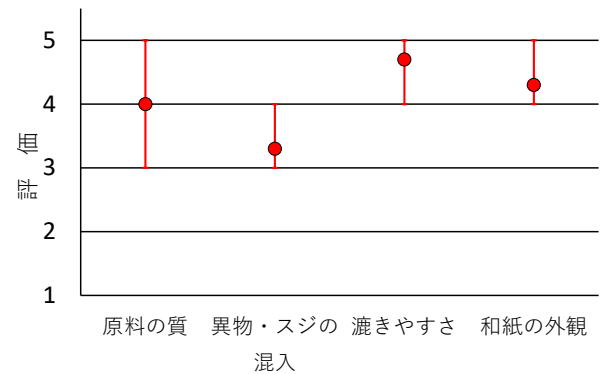
b) 令和元年度

図3 抄紙アンケート評価（全体）

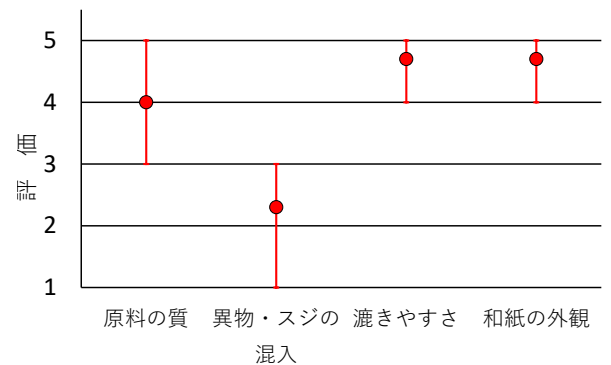
平成30年度（図3（a））に比べて、令和元年度（図3（b））の美濃楮は原料の質及び異物・スジの混入の項目の評価は上がり、原料の質、異物・スジの混入、和紙の外観の項目は大子那須楮と同程度の評価となった。大子那須楮は例年に比べて原料の質、異物・スジの混入の評価が低い結果となった。森林研移植楮は異物・スジの混入の項目は他の楮に比べて低い評価になったが、その他の項目は同等の評価を得られた。そこで、各楮の個別評価（図4）したところ、大子那須楮（図4（a））は原料の質、異物・スジの混入、漉きやすさの項目は美濃楮（図4（b））や森林研移植楮（図4（c））よりも評価が大きく分かれていることが確認できた。



a) 大子那須楮



b) 美濃楮



c) 森林研移植楮

図4 抄紙アンケート評価（個別）

以下に各項目に対する職人からの自由意見を示す。

【原料の質】 【異物・スジの混入】

○大子那須楮

- ・赤スジの量が1番少なかった。
- ・細かい赤スジがあり、スジが多かった。
- ・柔らかく、さばけやすい。

○美濃楮

- ・大きな赤スジがあることもあるが、概ねきれい。
- ・繊維が硬くて取りづらいときがある。
- ・皮自体薄く、作業に慎重さが求められる。

○森林研移植楮

- ・赤スジが多かったが、肉厚な原料だった。
- ・全体的に固い原料だった。
- ・黄色の薄皮があり手間取った。

【漉きやすさ】 【和紙の外観】

○大子那須楮

- ・抄紙作業でもスジが取り切れず入っていた。
- ・ツヤがあり、きれいな紙だと感じる。
- ・繊維のきめが細かくて、上品さがある。

○美濃楮

- ・漉きやすく、スジも少なかった。
- ・整然としているけど野性的な紙になった。
- ・他の楮和紙に比べて、繊維が粗い。

○森林研移植楮

- ・漉く時はちりが少なく、漉きやすかった。
- ・きれいな紙に仕上がったが、ツヤがないと感じた。
- ・1番きれいな紙だと感じた。

大子那須楮の原料の質と異物・スジの混入の項目は自由意見においても評価が分かれており、令和元年度の大子那須楮には赤スジの多い楮が混在したと考えられる。例年、大子那須楮は全ての項目で高い評価を得ており、一般に楮は数年をかけて品質が変化するとされているため、単年で品質が変化する可能性は低い。赤スジが発生する原因は気象条件や土壌などの栽培環境や楮株の年数などが考えられる。3.1.2で考察したように、成長期における日照時間の不足とともに成長後期の台風による風水害も品質に影響を与えたと考えられる。

和紙の外観は全楮で高い評価を得たが、従来から言われている、大子那須楮和紙のツヤがあり上品な評価と美濃楮和紙のツヤがなく野性的な評価に変化はなかった。

3.3 和紙の物性試験

破裂強さ試験の結果を表5に示し、引張強さ試験の結果を表6に示す。大子那須楮和紙と美濃楮和紙の各試験結果は例年と同様に同程度の結果となったが、森林研移植楮和紙は他の楮和紙と比べて低い結果となった。

一般的に楮は栽培期間が5年目から収穫可能と言われており、栽培期間が4年目の森林研移植楮は成長途中の株である。そのため、楮繊維の強度が他の楮に比べて弱く、破裂強さや引張強さの測定値が低くなったと考えられる。

表5 破裂強さ

種類	比破裂強さ [kPa・m ² /g]	
	表	裏
大子那須楮	9	8
美濃楮	9	9
森林研移植楮	7	7

表6 引張強さ

種類	破断点伸び[%]		比引張強さ [N・m/g]	
	縦	横	縦	横
大子那須楮	2.6	2.6	101	80.4
美濃楮	2.6	2.8	97.6	85.1
森林研移植楮	2.4	2.4	81.6	74.6

4. まとめ

美濃楮の特徴を検証するための評価を実施した。手すき和紙職人への抄紙アンケート調査において美濃楮は原料の質や異物・スジの混入の評価が前年度よりも向上し、漉きやすさや和紙の外観も高い評価を得られた。ただし、大子那須楮和紙は上品でツヤがあり、美濃楮和紙は野性的でツヤがない、との従来からの意見に変化はなかった。

破裂試験および引張試験では、美濃楮和紙は大子那須楮和紙と同程度の結果となった。

【謝 辞】

本研究を実施するにあたり、ご協力頂いた大子那須楮保存会、美濃市こうぞ生産組合、美濃手すき和紙協同組合の皆様に感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 浅野ら、岐阜県産業技術センター研究報告 No10,PP61-60, 2016
- 2) 浅野ら、岐阜県産業技術センター研究報告 No11,PP53-55, 2017
- 3) 浅野ら、岐阜県産業技術センター研究報告 No12,PP53-56, 2018
- 4) 浅野ら、岐阜県産業技術センター研究報告 No13,PP53-56, 2019
- 5) 浅野ら、岐阜県産業技術総合センター研究報告 No1,PP61-64, 2020

複合材料

次世代自動車・航空機部品の製造に必要な異種材料接合技術の開発（第9報）

－CFRTP-金属接合技術の開発－

西垣 康広*、仙石 倫章*、鈴木 貴行*、山田 孝弘*

Development of joining dissimilar materials for production of next generation vehicle parts and aircraft parts (IX)

- Development of joining technology of CFRTP and metal-

NISHIGAKI Yasuhiro*, SENGOKU Tomoaki*, SUZUKI Takayuki* and YAMADA Takahiro*

温室効果ガス削減に向けて自動車・航空機産業においては世界的に軽量化に取り組み、軽量かつ高強度の特性を有する炭素繊維複合材料（以下、CFRPと表記）の利用が拡大している。しかし、コスト面からCFRPと金属を組み合わせたマルチマテリアル化が進行しており、これに対応するための異種材料接合が必要とされている。本研究では熱可塑性CFRP（以下、CFRTPと表記）を効率良く、強固に接合する技術開発を目的とし、CFRTPに適した接合技術を確立する。

これまで短時間で接合できる超音波接合技術を利用して、CFRTPの同種材接合及び、異種材接合における接合条件を検討し、接合強度を評価してきた。本年度はマルチマテリアル化に向けた基礎研究において、CFRTPとアルミニウム合金（以下、A5052と表記）の接合強度の向上を目的として、CFRTPとA5052の界面に注目してA5052のブラスト処理及び、CFRTPとA5052の接合界面にインサート材を挿入することを検討した。

1. はじめに

近年、温室効果ガス削減に向けた世界的な取り組みにおいて軽量化は必須条件であり、軽量かつ高強度という優れた特性を有するCFRPは、次世代自動車・航空機産業を中心に利用拡大に向けた製品開発が進められている。しかし、コスト面から全てをCFRP化するには至らず、マルチマテリアル化が進行しており、CFRPと金属を接合する様々な技術開発¹⁾²⁾が行われている。

当センターではこれまでにCFRTPの製品化に向けて、CFRTPの成形加工技術を確立してきた³⁾。CFRTPの製品化においては、成形部品を他の部品（部材）と接合する技術が必要となっている。現在、CFRTP部品と他の部品（例えば金属部品）の接合は、穴をあけてボルトで固定する機械的締結と接着剤による接着が中心である。しかし、機械的締結では、穴あけ加工時にCFRTP部品の繊維が破損する危険性や工程数の増加、接着では所定の強度を発現させるための接着剤の養生に時間がかかる等の課題がある。そこでCFRTPの製品化に向けてCFRTPに適した接合技術の確立が必要不可欠となっている⁴⁾⁵⁾。

本研究ではCFRTPを効率良く強固に接合する技術を開発することを目的とし、超音波縦振動を活用してCFRTPに適した接合技術を確立する。これまでに超音波接合技術により、CFRTPの同種材接合と異種材接合やCFRTPとA5052の異種材接合の接合条件を検討し、引張せん断試験による接合強度を評価してきた⁶⁾⁷⁾⁸⁾⁹⁾。

本年度はマルチマテリアル化に向けた基礎研究において、CFRTPとA5052の接合強度を向上させることを目的として、A5052のブラスト処理及び、CFRTPと

A5052の接合界面にインサート材を挿入することを検討した。CFRTPとA5052を超音波接合し、その接合条件と引張せん断試験による接合強度からブラスト処理効果とインサート材の使用効果を評価して知見を得たので報告する。

2. 実験

2.1 試験片

試験片は、マトリックス樹脂がナイロン6のCFRTP（Bond-Laminates製TEPEX 202、以下、CF/PA6と表記）とA5052を用いた。CF/PA6は厚さ2mmの板材から100mm×25mmに切り出して使用し、A5052はシャーリングカットし、ブラスト処理（以下、BTと表記）を行ったものを使用した。

2.2 接合強度向上に向けた検討

CFRTPとA5052の接合強度を向上させるためにインサート材の使用とA5052の表面処理を検討した。

インサート材は厚さ0.08mmの熱接着フィルム（（株）アイセロ製FIXELON RS1（以下、RS1と表記））をCF/PA6とA5052の重ね合わせ部分と同じ面積となるように25mm×12.5mmにカットし、CF/PA6とA5052の重ね合わせ部分に挿入して超音波接合を行った。

A5052のブラスト処理は、CF/PA6と重ねる部分のみとし、ブラスト処理装置（STRAIGHT製ブラストキャビネット M 15-959）内でサンドブラスト用ガーネットサンド（(#)50～70混合品）を吹付圧力0.6MPa、吹付距離50mm、吹付角度45°とし、吹付時間を5秒、30秒、60秒として行った。ブラスト処理前後の表面粗さは、表面粗さ測定機（アメテック（株）製フォームタリサーフPGI NOVUS）により測定し、算術平均粗さ（以下、Raと表記）と最大高さ（以下、Rzと表記）を算出した。

* 次世代技術部

2. 3 超音波接合

CF/PA6 とブラスト処理した A5052(BT)及び、インサート材として RS1 を使用して CF/PA6 と A5052 を端部から 12.5mm 重ねて治具にセットし、超音波溶着機（精電舎電子工業（株）製 DΣG2210）を用いて所定の接合条件において超音波接合（以下、それぞれ CF/PA6-A5052(BT)及び、CF/PA6-RS1-A5052 と表記）した。接合条件は、振幅 30 μ m、ホーンの設定圧力（以下、加圧力と表記）0.15MPa、加振時間は 4 秒から 6 秒まで変え、加振終了後のホールド時間は 10 秒とした。なお、加振時間は超音波を加振した時間、接合エネルギーは超音波接合中に試験片に与えたエネルギー、沈込量は加振時間中とホールド時間中に CF/PA6 が沈み込んだ量とした。

2. 4 温度履歴

超音波接合における基礎的な実験条件を検討するために温度履歴測定を行った。温度履歴測定は、CF/PA6 と A5052(BT)及び、インサート材を使用した CF/PA6 と A5052 の重なり部分の中心付近に $\phi 0.1$ mm の熱電対を埋め込み、データロガーを用いて各接合条件における試験片の温度変化を測定した。

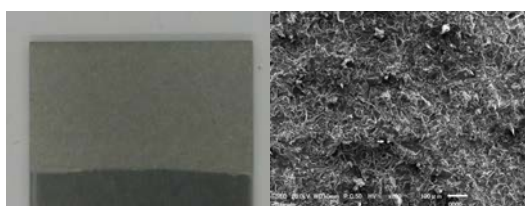
2. 5 引張せん断強度

CF/PA6-A5052(BT)及び、CF/PA6-RS1-A5052 の接合強度を把握するために、シングルラップ継手試験による引張せん断試験を万能材料試験機（（株）島津製作所製 AG-IS 100kN）により行った。接合強度は接合部が破壊する最大荷重とした。また、A5052 のブラスト処理面を走査型電子顕微鏡（日本電子（株）製 JSM IT-100）で観察し、引張試験後の試験片の界面をマイクロ스코プ（（株）キーエンス製 VHX-1000）により観察し、マトリックス樹脂やインサート材の熔融状態も併せて評価した。

3. 結果及び考察

3. 1 ブラスト処理効果の検証

前報⁹⁾で報告した CF/PA6-A5052 の接合強度を向上させるために A5052 表面へのブラスト処理を検討した。ブラスト処理 30 秒後の写真の一例を図 1 (a)に、二次電子像（SEM 画像）の一例を図 1 (b)に示す。すべてのブラスト処理時間において A5052 表面は図 1 に見られる



(a) A5052(BT30) (b) A5052(BT30)、 $\times 100$

図 1 A5052(BT30)ブラスト処理面の写真と SEM 画像

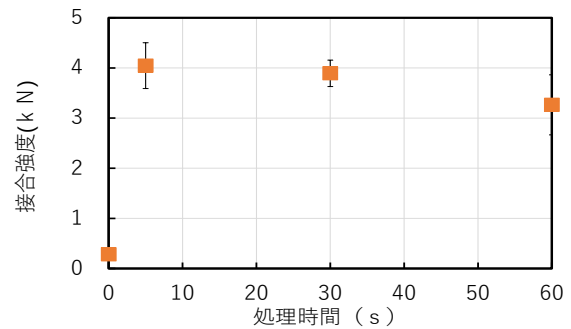


図 2 ブラスト処理時間と接合強度

ような凹凸が生成していた。ブラスト処理前の A5052 の Ra は 0.24 μ m、Rz は 1.62 μ m、ブラスト処理後の Ra は約 4.2 μ m、Rz は約 34.1 μ m であり、バラつきは小さかった。

次に A5052 のブラスト処理時間と CF/PA6-A5052(BT) の接合強度の関係を図 2 に示す。図 2 より、ブラスト処理時間が 5 秒と 30 秒の接合強度は同程度であったが、60 秒では低くなる傾向が見られた。これはブラスト処理後の A5052 の表面粗さが関係していると考えられる。ブラスト処理時間が 5 秒の時の CF/PA6-A5052(BT)の接合強度はバラつきが大きかったため、A5052 のブラストの処理時間を 30 秒とした。

3. 2 温度履歴

加圧力を 0.15MPa、振幅を 30 μ m、加振時間を 6 秒として超音波接合した、CF/PA6-A5052(BT)と CF/PA6-RS1-A5052 及び、CF/PA6-A5052 の温度履歴の一例を図 3 に示す。図 3 より、ブラスト処理した A5052 を使用した CF/PA6-A5052(BT)とブラスト処理をしていない A5052 を使用した CF/PA6-A5052 の温度履歴は類似しており、界面温度は超音波加振直後からピーク温度まで上昇し、加振終了後は徐々に低下した。界面温度はブラスト処理した A5052 を使用した方が若干高い傾向が見られた。これはブラスト処理により A5052 表面に凹凸が生成し、凸部がエネルギーダイレクターとして機能した

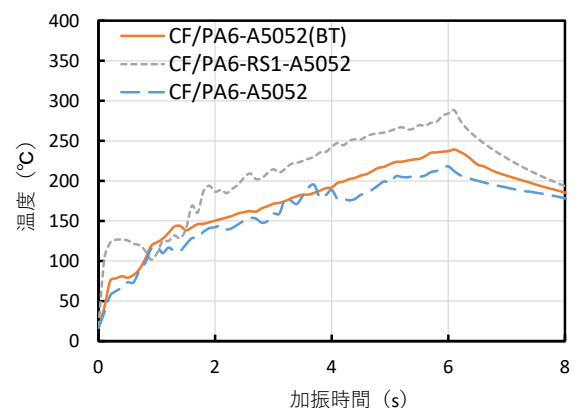


図 3 CF/PA6 と A5052 の温度履歴
(加圧力 0.15MPa、振幅 30 μ m、加振時間 6s)

ためと考えられる。

次に CF/PA6-RS1-A5052 と CF/PA6-A5052 の温度履歴を比較すると、RS1 の使用により超音波加振開始直後から界面温度は急激に上昇し、加振時間が 0.3 秒の時、界面温度は約 120℃となった。加振時間が 1 秒以降の界面温度は、超音波加振中はピーク温度まで上昇し、加振終了後は徐々に低下した。また、同一加振時間での界面温度を比較すると RS1 を使用した場合は RS1 を使用しない場合に比べ、約 50℃から 70℃高かった。

3. 2 接合強度評価

3. 2. 1 ブラスト処理効果

CF/PA6-A5052(BT)と CF/PA6-A5052 の加振時間と接合強度の関係を図 4 に示す。図 4 より、加振時間が長くなると接合強度が高くなる傾向が見られたが、加振時間が 6 秒の時の接合強度は、5 秒の時よりも若干低くなった。また、加振時間が 4 秒と 5 秒の時の接合強度のバラつきは大きかった。これはブラスト処理による A5052 の表面粗さが均一でないことが影響していると考えられる。また、A5052 表面をブラスト処理していない CF/PA6-A5052 の接合強度は、加振時間が 4 秒から 6 秒の時、260N～450N であったが、30 秒のブラスト処理をすることにより 2810N～4120N となり、約 9 倍～約 14 倍となることがわかった。A5052 をブラスト処理すると凹凸が生成し、アンカー効果により接合強度が向上したと考えられる。

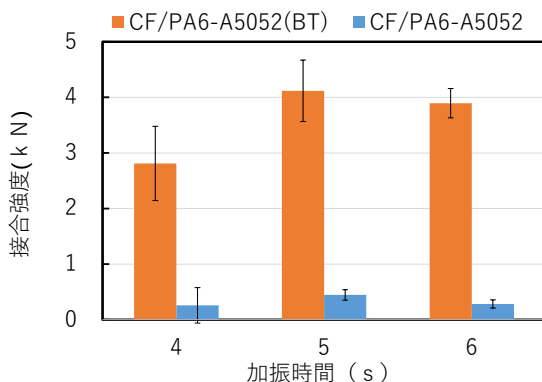


図 4 CF/PA6-A5052(BT)と CF/PA6-A5052 の加振時間と接合強度

3. 2. 2 インサート材使用効果

CF/PA6-A5052 の接合強度を向上させるために、CF/PA6 と A5052 の重ね合わせ部にインサート材を挟むことを検討した。CF/PA6-RS1-A5052 と CF/PA6-A5052 の加振時間と接合強度の関係を図 5 に示す。図 5 より、加振時間が 4 秒から 6 秒の時の接合強度は同程度であり、バラつきは小さかった。インサート材を使用していない CF/PA6-A5052 の接合強度は 260N～450N であったが、インサート材として RS1 を使用することにより、3400N～3450N となり、約 7 倍～約 13 倍となることがわかった。これは温度履歴から CF/PA6-RS1-A5052 の界面温度

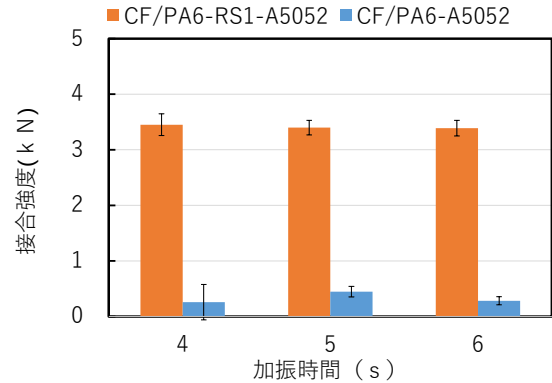


図 5 CF/PA6-RS1-A5052 と CF/PA6-A5052 の加振時間と接合強度

は CF/PA6-A5052 の界面温度よりも高く、超音波加振直後から急激に上昇したことから、まず RS1 が溶融し、CF/PA6 と A5052 の接合に寄与したと考えられる。RS1 の使用により CF/PA6-A5052 の接合強度が向上するだけでなく、3200J 以上の接合エネルギーにおいて接合強度は低下することなく、同程度となることがわかった。

3. 3 接合界面評価

3. 3. 1 ブラスト処理

加振時間が 4 秒から 6 秒で超音波接合した CF/PA6-

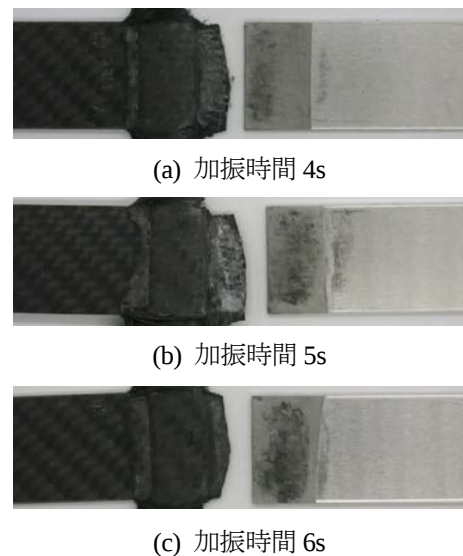


図 6 引張試験後の CF/PA6-A5052(BT)の破断面写真



(a) CF/PA6 破断面、×50 (b) A5052(BT)破断面、×50

図 7 引張試験後の CF/PA6-A5052(BT30)の破断面画像 (加振時間 6s)

A5052(BT)の引張試験後の破断面の写真を図6(a)から(c)にそれぞれ示し、加振時間が6秒で超音波接合したCF/PA6-A5052(BT)の引張試験後の破断面画像を図7(a)、(b)に示す。CF/PA6-A5052の引張試験後のA5052の破断面にはCF/PA6が存在しなかったが、図7と図8より、いずれの加振時間においてもCF/PA6-A5052(BT)の引張試験後のA5052の破断面には、CF/PA6の一部が存在した。以上よりブラスト処理は接合強度の向上に寄与したと考えられる。

3. 3. 2 インサート材使用

加振時間が4秒から6秒で超音波接合したCF/PA6-RS1-A5052の引張試験後の破断面の写真を図8(a)から(c)にそれぞれ示し、加振時間が6秒で超音波接合したCF/PA6-RS1-A5052の引張試験後の破断面画像を図9(a)、(b)に示す。図8と図9より、いずれの加振時間においてもCF/PA6の破断面は白くなっていたことから、RS1は完全に溶解していたと考えられる。また、A5052の破断面にはフィルム状ではなく一度溶解したと思われるRS1が見られ、一部CF/PA6の付着も観察された。以上より、超音波振動により界面のRS1が溶解し、CF/PA6-A5052の接合強度の向上に寄与したと考えられる。



(a) 加振時間 4s

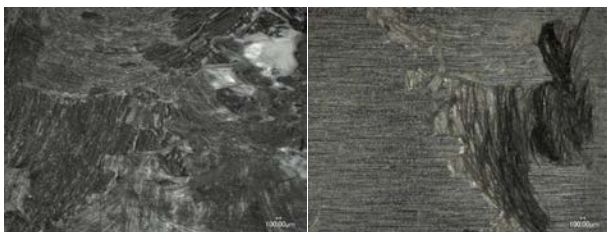


(b) 加振時間 5s



(c) 加振時間 6s

図8 CF/PA6-RS1-A5052の破断面写真



(a) CF/PA6 破断面、×50 (b) A5052 破断面、×50

図9 引張試験後のCF/PA6-RS1-A5052の破断面画像
(加振時間 6s)

4. まとめ

CF/PA6-A5052の接合強度を向上させるためにA5052表面のブラスト処理とインサート材の使用を検討した。その結果、次のことがわかった。

- 1) ブラスト処理したA5052のRaは4.2μmであり、Rzは34.1μmであった。
- 2) A5052表面をブラスト処理することによりCF/PA6-A5052(BT)の接合強度は約9倍～14倍となり、接合強度の向上に寄与したと考えられる。
- 3) CF/PA6-A5052(BT)の温度履歴は、CF/PA6-A5052の温度履歴よりも若干高い傾向が見られたが、類似した傾向であった。
- 4) RS1を使用したCF/PA6-RS1-A5052の界面温度は、加振開始直後に急激に上昇し、加振時間が1秒以降はCF/PA6-A5052(BT)やCF/PA6-A5052の温度履歴と類似した傾向を示した。
- 5) CF/PA6-A5052(BT)の引張試験後のA5052(BT)破断面にはCF/PA6の一部が存在した。
- 6) RS1を使用することにより、CF/PA6-A5052の接合強度は約7倍～約13倍となり、接合強度の向上に寄与したと考えられる。
- 7) RS1を使用したCF/PA6-RS1-A5052の引張試験後のA5052破断面には溶解したRS1と一部CF/PA6の付着も観察された。

【謝 辞】

本研究を実施するにあたりFIXELON RS1をご提供いただきました株式会社アイセロ様に感謝申し上げます。また、本研究の遂行にあたりご指導・ご助言をいただきました共同研究先の岐阜大学工学部仲井教授と名合特任教授に深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 三瓶和久ら，レーザー加工学会誌，Vol.22，No.3，2015
- 2) 永塚公彬ら，溶接学会全国大会講演概要集，No.95，pp54-55，2014
- 3) 道家ら，岐阜県工業技術研究所研究報告 No.4，pp45-48，2016
- 4) 原賀康介・佐藤千明，自動車軽量化のための接着接合入門，日刊工業新聞社，2015
- 5) 中田一博，異種材料接合，pp95-120，日経BP社，2014
- 6) 道家ら，岐阜県工業技術研究所研究報告 No.5，pp44-47，2017
- 7) 西垣ら，岐阜県工業技術研究所研究報告 No.6，pp45-48，2018
- 8) 西垣ら，岐阜県工業技術研究所研究報告 No.7，pp43-46，2019
- 9) 西垣ら，岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1，pp65-68，2020

FRP サンドイッチ材の成形技術に関する研究（第3報）

仙石倫章*、西垣康広*、山田孝弘*

Study of the forming technique of Fiber Reinforced Plastic sandwich panels (III)

SENGOKU Tomoaki*, NISHIGAKI Yasuhiro* and YAMADA Takahiro*

繊維強化プラスチック（以下、「FRP」と表記）は軽量化部材として、様々な業界で製品化に向けた研究開発が行われているが、用途によって、材料コスト削減や更なる軽量化が求められている。そこで本研究では、FRPの一部を軽量で安価なコア材と呼ばれる中間材料に置き換える FRP サンドイッチ材の利用を検討した。本年度は、ポリプロピレン（以下、「PP」と表記）をマトリックス樹脂に用いた FRP をスキン材とし、ポリエチレンテレフタレート（以下、「PET」と表記）発泡体をコア材としたサンドイッチ材に着目した。スキン材とコア材の界面接合強度を向上させるため、スキン材とコア材の界面に PP フィルムを挿入することを検討し、4点曲げ試験と X 線 CT 観察により評価した。

1. はじめに

FRP は軽量化部材として、多様な製品に利用されている。特に、炭素繊維複合材料（以下、「CFRP」と表記）は、軽量・高強度な材料として、次世代自動車や航空機部品等に利用されている。しかしながら、材料コストの高さが普及の壁となっており、材料コストの削減が求められているとともに、更なる軽量化も要望されている。

そこで、本研究では、FRP の一部を安価で軽量なコア材と呼ばれる中間材料に置き換える FRP サンドイッチ材に着目し、これまでに CFRP サンドイッチ材の成形条件の検討と物性評価を行ってきた¹⁾²⁾。

本年度は、更なる材料コストの削減と一般製品への展開を目指し、汎用樹脂である PP をマトリックス樹脂として用いた FRP 板をスキン材とし、PET 発泡体をコア材としたサンドイッチ材の成形と物性評価を行なった。今回、スキン材とコア材の界面接合強度の向上を目的とし、PP フィルムを界面に挿入した FRP サンドイッチ材を熱プレス成形し、4点曲げ試験による物性評価、X 線 CT による内部構造観察を実施したので、その結果について報告する。

2. 実験

2.1 材料

本研究で使用了材料を図1に示す。FRP サンドイッチ材のスキン材には、ガラス繊維クロスと PP 樹脂の複合材料である FRP 板（Bond-Laminates 製、TEPEX 104、0.25mm 厚）を用い、コア材には PET 発泡体（3A Composites 製、Airex T92.80、5mm 厚）を用いた。また、FRP サンドイッチ材のコア材とスキン材の間には PP フィルム（ヤマトエスロン（株）製、PP 耐候 N、0.2mm 厚）を挿入し、熱プレス（井元製作所製、IMC-1A46-A）

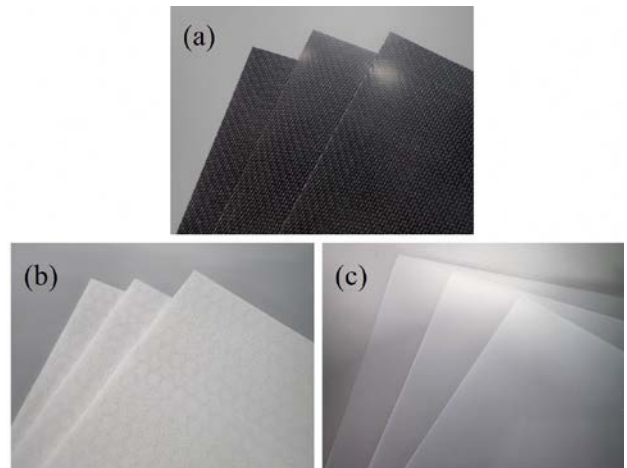


図1 材料：(a) TEPEX 104 0.25mm 厚, (b) PET 発泡体, (c) PP フィルム

成形を行い、板材を作製した。比較として PP フィルムを挿入しない FRP サンドイッチ材も成形した。FRP サンドイッチ材の切断はダイヤモンドソー（ラクソー製、ME-400）を使用して所定のサイズに切断した。

2.2 4点曲げ試験

成形した FRP サンドイッチ材をそれぞれ 260×15 mm に切り出して、万能試験機（Instron 製、5985 型）により 4点曲げ試験を行った。試験に使用した支点、圧子の半径は 5 mm、支点間距離は 240 mm、圧子間距離は 80 mm、試験速度は 5 mm/min とし、負荷部の局所破壊を防ぐため、圧子の下にシリコンゴムを挿入した。試験片が破壊するまでの荷重と変位を測定し、破壊挙動を観察した。

2.3 X 線 CT による内部構造観察

成形した FRP サンドイッチ材は、マイクロフォーカス X 線 CT（東芝 IT コントロールシステム製、TOSCANER-32300μFD）と、解析ソフト（ボリューメグラフィック製、VGSTUDIO MAX）により内部構造観察を行った。

* 次世代技術部

3. 結果及び考察

3. 1 曲げ応力および曲げ弾性率

4点曲げ試験結果から算出したそれぞれの FRP サンドイッチ材の曲げ応力を図2に示す。曲げ応力は10.8MPa (PP フィルム無)、24.9MPa (PP フィルム有) となった。4点曲げ試験結果から算出したそれぞれの FRP サンドイッチ材の曲げ弾性率を図3に示す。曲げ弾性率は3.6GPa (PP フィルム無)、4.5GPa (PP フィルム有) となった。PP フィルムを挿入することで曲げ応力が2.3倍に、曲げ弾性率が1.3倍になることがわかった。

3. 2 曲げ試験における破壊挙動

曲げ試験後の側面写真を図4に示す。PP フィルムを挿入していない FRP サンドイッチ材 (図4 (a)) はスキン材とコア材の界面で破壊していることがわかった。一方 PP フィルムを挿入した FRP サンドイッチ材 (図4 (b)) は、コア材の座屈により破壊していることがわかった。PP フィルムを挿入することで、FRP サンドイッチ材の界面の接合強度が向上したため、界面破壊ではなくコア材の圧縮破壊が起こったと考えられる。このため、FRP サンドイッチ材の更なる曲げ強度向上には、コア材の圧縮特性を向上させる必要があると考えられる。

3. 3 X線CTによる内部構造観察

熱プレス成形した FRP サンドイッチ材の X 線 CT 写真を図5に示す。PP フィルムを挿入していない FRP サンドイッチ材 (図5 (a)) は、熔融したスキン材のマトリックス樹脂がコア材の表面孔にほとんど入り込んでいないことが観察できる。一方、PP フィルムを挿入した FRP サンドイッチ材 (図5 (b)) は、コア材とスキン材の界面全体において樹脂がコア材の表面孔に入り込んでいることがわかる。このことから、PP フィルムを挿入することで、十分な量の熔融した PP 樹脂がコア材の表面孔に入り込み、アンカー効果により界面の接合強度が向上したと考えられる。

4. まとめ

PP をマトリックス樹脂とした FRP 板をスキン材に、PET 発泡体をコア材に用いた FRP サンドイッチ材について、スキン材とコア材の界面に PP フィルムを挿入して熱プレス成形を行うと、スキン材とコア材の界面接合強度が向上し、曲げ応力は2.3倍になり、曲げ弾性率が1.3倍になった。また、曲げ試験の破壊挙動はスキン材とコア材の界面破壊からコア材の圧縮破壊が支配的となる事がわかった。

【謝 辞】

本研究の一部は、一般財団法人越山科学技術振興財団の研究補助金により実施しました。また、岐阜大学工学部仲井教授、名合特任教授に、ご指導・ご助言いただきましたことに深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 仙石ら,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.7, pp55-58,2019
- 2) 仙石ら,岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp73-74,2020

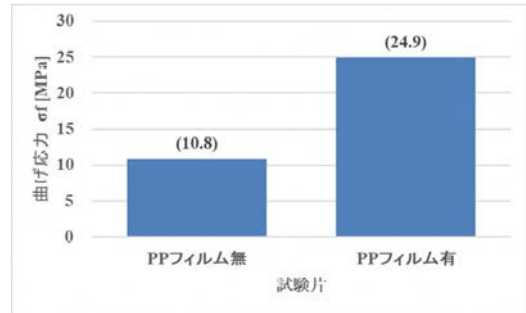


図2 各 FRP サンドイッチ材の曲げ応力

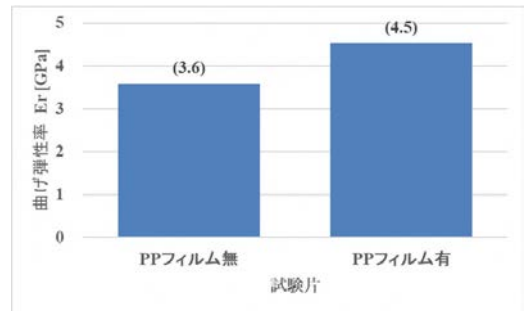


図3 各 FRP サンドイッチ材の曲げ弾性率



図4 曲げ試験後の側面写真

(a): PP フィルム無, (b): PP フィルム有

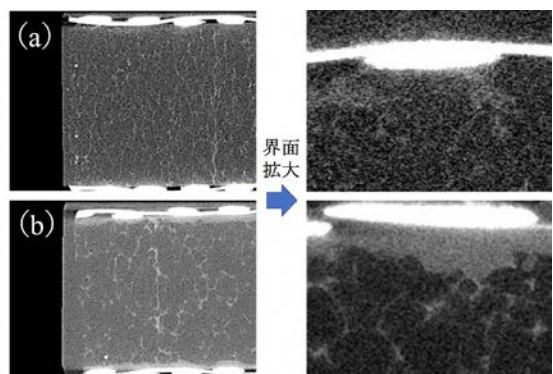


図5 X線CT写真

(a): PP フィルム無, (b): PP フィルム有

熱可塑性 FRP の疲労評価・推定・診断に関する研究（第3報）

鈴木貴行*、千原健司*、山田孝弘*

Study on long-term durability in fatigue of fiber reinforced thermoplastics(III)

SUZUKI Takayuki*, CHIHARA Kenji* and YAMADA Takahiro *

熱可塑性 FRP は、マトリックス樹脂の物性が環境要因に応じて変化するため、疲労特性のデータベース化が困難である。第1報¹⁾では、熱可塑性 FRP の基本的な疲労特性の評価方法を確認するために、PA6 と連続炭素繊維の織物からなる熱可塑性 FRP の引張疲労試験、及び両振り平面曲げ疲労試験を行い、第2報²⁾では、引張疲労試験における試験片形状、及び両振り平面曲げ疲労試験における試験片の切断面の影響を検討した。本報では、両振り平面曲げ疲労試験における温度の影響について報告する。

1. はじめに

樹脂に繊維を複合化させた繊維強化プラスチック（FRP : Fiber Reinforced Plastics）は、軽量かつ高強度なため、航空宇宙や自動車産業、スポーツ用途など様々な製品で活用されている。特に熱可塑性 FRP は加熱・冷却による短時間成形が可能のため、自動車部品などの生産性が重視される分野で、利用技術の研究開発が盛んに行われている。しかし、熱可塑性 FRP の利用にあたり重要となる疲労特性を把握することは困難であり、効率的な評価方法も確立されていない。これは、環境要因（温度、湿度、成形条件、試験条件など）に応じて熱可塑性 FRP の物性が変化するためである。このことを踏まえ、熱可塑性 FRP の効率的な疲労評価方法を確立することを目的に本研究を開始した。第1報¹⁾では、熱可塑性 FRP の基本的な評価方法を確認するために、PA6 と連続炭素繊維の織物からなる熱可塑性 FRP の引張疲労試験及び両振り平面曲げ疲労試験を行った。また、第2報²⁾では、引張疲労試験においてダンベル形状の試験片を用いることによるチャック部付近での破断防止効果の検討及び両振り平面曲げ疲労試験において試験片作製時に発生する細かな傷の疲労耐久性への影響を検討した。両振り平面曲げ疲労試験においては、端面の細かな傷が疲労寿命に大きく影響していることが分かった。第1報、第2報を通して、両振り平面曲げ疲労試験における試験方法が確立できたため、本報では、各温度で熱可塑性 FRP の疲労寿命を評価し、一般的にクリープ試験で用いられるラーソン・ミラー法による近似式から疲労寿命の推定を行った。

2. 実験

2. 1 試験材料の加工方法

試験材料は、炭素繊維の 3K 綾織クロス材とマトリッ

*次世代技術部

クス樹脂（PA6）を複合化した厚み 2mm の熱可塑性 FRP（Bond-Laminate 製、TEPEX 202-C200(9)/50%）を用いた。試験片の寸法を図1に記す。試験片形状への切断は、ウォータージェット加工機（Flow International Corporation 製、FlowMach3 1313b-XD 型）を使用し、#80 のガーネットを用いたアプレシブウォータージェット加工で全長方向が 0° 方向となるように切断した。また、切り出した際に発生する切断面の細かな傷が疲労寿命に影響することを防ぐため、研磨紙を用いて切断面を研磨した。作製した試験片は十分に乾燥させた後、標準状態（温度 23℃、湿度 50%）で 48 時間以上静置した。

2. 2 マトリックス樹脂の評価

2.1 に記載の熱可塑性 FRP における PA6 の熱特性を評価した。熱可塑性 FRP から PA6 単体を取り出すため、熱可塑性 FRP を一度 α -クレゾールに溶解し、濾紙を用いて炭素繊維を取り除いた。濾過した溶液を多量のメタノール中に滴下し、再沈殿した PA6 を回収した。その後、回収した PA6 に含まれるメタノールを真空乾燥により完全に除去した。乾燥後の PA6 を FT-IR 装置（日本分光製、FT/IR-6700 型）を用い、一回反射 ATR 法で赤外線吸収スペクトルを測定した。また、熱特性は、示差走査熱量測定（DSC）装置（TA インストルメント製、DSC2500 型）を用いて評価した。測定は、窒素雰囲気下で 5℃/min で 300℃までの昇温条件で行った。測定前に同様の条件で昇温し、-30℃まで急冷したサンプルを使用した。DSC の結果から、回収した PA6 のガラス転移点（T_g）及び融点（T_m）を測定し、平面曲げ試験及び両振り平面曲げ疲労試験における温度区分を選定した。区分は T_g より十分に低い温度、標準状態、T_g、T_g より十分に高い温度とした。

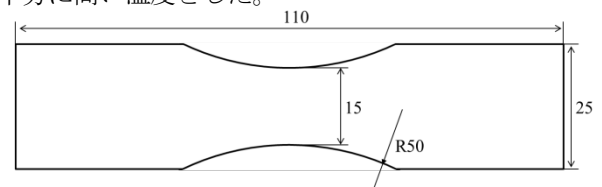


図1 試験片寸法 (mm)

2. 3 平面曲げ試験

両振り平面曲げ疲労試験用の治具を使用して、平面曲げ試験を行った。試験機には万能試験機（インストロン製、5985 型）を用い、試験片数は $n=5$ とした。また、2.2 の結果を踏まえて、標準状態以外の温度で平面曲げ試験を行った。標準状態以外の温度で試験を行う場合は、試験前に試験片を選定した温度下で 2 時間以上静置し、試験片の温度が選定した温度と同程度となったことを確認してから、試験を行った。また、最大応力は最大荷重を下記の式 (1) に代入することで求めた。

$$\sigma = \frac{3 \cdot P \cdot l}{b \cdot h^2} \dots (1)$$

σ : 応力(MPa)
 P : 最大荷重(N)
 b : 試験片の破断幅(mm)
 h : 試験片の厚み(mm)
 l : つかみ部の支持点間長さ(mm)

温度 (K) を X 軸として、各温度での応力 (MPa) の平均値を Y 軸としてプロットし、グラフを作成した。また、作成したグラフの対数近似を行った。

2. 4 両振り平面曲げ疲労試験

JIS K 7082³⁾ を基に、両振り平面曲げ疲労試験を行った。試験は図 2 の疲労試験機（インストロン製、8802 型）を使用した。2.3 と同様に標準状態以外の温度で両振り平面曲げ疲労試験を行った。疲労試験機の制御は、試験機のロードセル容量が大きく、繊細な荷重制御が困難であったため、位置制御の正弦波で行った。また、周波数は、振幅に合わせて試験時間が短くなるように調整した。

ロードセルで測定された繰り返し最大荷重を式 (1) に代入することで応力を計算した。この時、位置制御による疲労試験のため、試験荷重 (P) が変動する。そのため、応力の計算で用いる荷重は、破断までの繰り返し数が 10 サイクル以上の場合は 1 サイクルから 10 サイクルまでの最大荷重の平均から求め、破断までの繰り返し数が 10 サイクル未満の場合は、破断前までのサイクルの最大荷重の平均から求めた。

得られた試験結果から各温度の関係性を示すマスターカーブを作成するため、回帰分析を行い、式 (2) に示すラーソン・ミラー指数 (P_{LM}) を求めた。得られた P_{LM} を X 軸に、応力 (MPa) を Y 軸にして試験結果をプロットし、近似式と決定係数 (R^2) を記載した。また、2.2 の平面曲げ試験の最大応力を繰り返し数が 1 回の時の試験結果とした。疲労試験開始後に繰り返し数が 2 回以下で破断した試験片に関しては、破断までの繰り返し数と計算した応力が対応していない可能性が高いため、試験結果から除外して、回帰分析を行った。

$$P_{LM} = T(\log t + C) \dots (2)$$

T : 温度(K)

t : 破断までのサイクル数(回)

C : 定数

2. 5 超音波探傷試験

図 3 の超音波探傷装置（日本クラウトクレマー製、SDS-Win6600R AM 型）を使用し、両振り平面曲げ疲労試験後の試験片を評価した。測定では、径 0.25inch、周波数 15MHz、焦点距離 1.5inch の探触子を使用し、走査条件は 0.05mm ピッチで、走査速度は 100mm/sec とした。また、測定方法は水浸式内部監視法を用いた。評価ゲートは表面反射と底面反射の影響を避けるため、表面から 0.2mm–1.8 mm の範囲に設定した。結果は、反射の深さを表示する B スコープ図と反射の範囲を表示する C スコープ図で示した。

3. 結果及び考察

3. 1 マトリックス樹脂の評価

図 4 に回収した PA6 の FT-IR スペクトル（黒線）と一般的な PA6 の FT-IR スペクトル（赤線）を示す。回収した PA6 の IR スペクトル内に α -クレゾール及びメタノールを示す赤外線吸収が確認できないため、回収した PA6 内に溶媒が残留していないことがわかる。また、回収した PA6 と一般的な PA6 のスペクトルが一致していることがわかる。



図 2 疲労試験機



図 3 超音波探傷装置

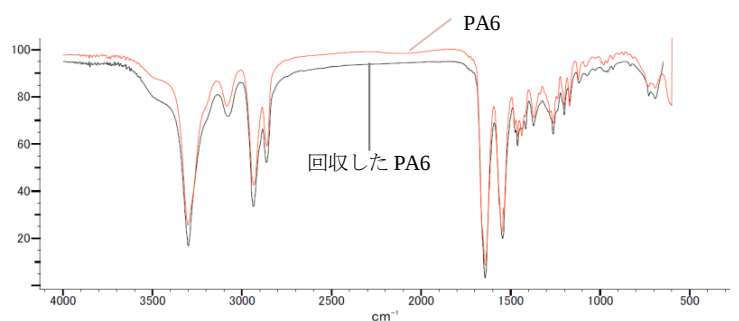


図 4 FT-IR スペクトル

(黒 : 回収した PA6、赤 : 一般的な PA6)

図5に DSC の結果を示す。T_g が約 50℃、T_m が約 223℃という結果となった。この結果より、T_g より低い温度として-10℃ (263K) 及び 5℃ (278K) を、標準状態として 23℃ (296K) を、T_g の 50℃ (323K) を、T_g より高い温度として 80℃ (353K) 及び 150℃ (423K) を試験温度として選定した。-10℃ (263K) 及び 150℃ (423K) の 2 水準を選定したのは、PA6 の吸湿性を考慮したためである。つまり、樹脂に吸湿された水分の T_m 及び沸点の前後で、物性に变化が出るかを評価するために、それぞれの温度を選定した。

3. 2 平面曲げ試験

3.1 で設定した温度における平面曲げ試験の結果を図6に示す。平面曲げ試験を行った6水準（全体の区分）の対数近似は、 $\sigma = -1737 \ln K + 10654$ となり、R²の値は0.8806 となった。また、T_g 未満の-10℃ (263K)、5℃ (278K)、23℃ (296K) と T_g 以上の 50℃ (323K)、80℃ (353K)、150℃ (423K) で区分を分け、対数近似を行った。対数近似は、それぞれ $\sigma = -3271 \ln K + 19326$ と $\sigma = -743.9 \ln K + 4765.1$ となり、R²の値はそれぞれ0.9995 と 0.9282 となった。T_g 前後で区分を分けて近似を行った方が、全体の区分で近似を行うよりも適切にデータが表現できていることがわかる。また、水の融点及び沸点前後で近似式から応力値が離れていないため、今回の試験に関しては、樹脂内の水分による物性への影響が小さいことがわかる。炭素繊維で強化された熱可塑性 FRP においても、樹脂単体の時と同様に、マトリックス樹脂の T_g の影響を受けることがわかった。つまり、熱可塑性 FRP は、マトリックス樹脂の T_g 前後で、曲げ強度の傾向が変化することがわかった。

3. 3 両振り平面曲げ試験

全体の区分及び T_g 前後の区分で、回帰分析を行った結果を図7に示す。全体の区分で回帰分析を行った結果は $P_{LM} = T(\log t + 242.3692)$ 、T_g 未満の区分で回帰分析を行った結果は $P_{LM} = T(\log t + 84.22823)$ 、T_g 以上の区分で回帰分析を行った結果は $P_{LM} = T(\log t + 212.1311)$ となった。また、F 検定における上側 p 値（有意 F）においては、全体の区分が 6.14×10^{-13} 、T_g 未満の区分が 5.17×10^{-12} 、

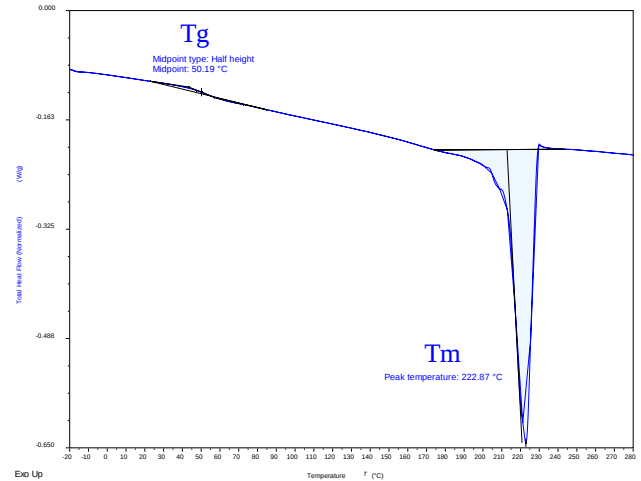


図5 DSC の測定結果

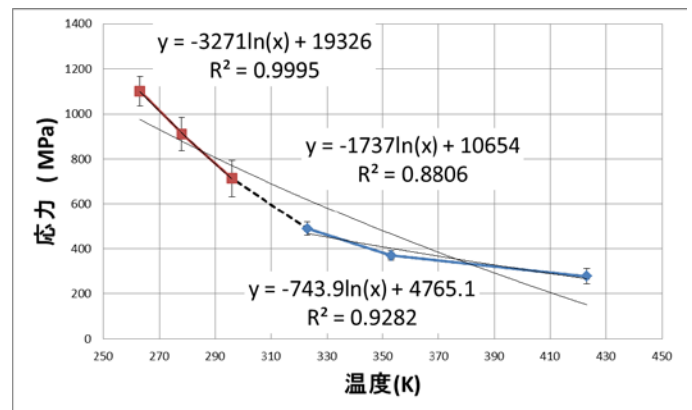


図6 平面曲げ試験の結果

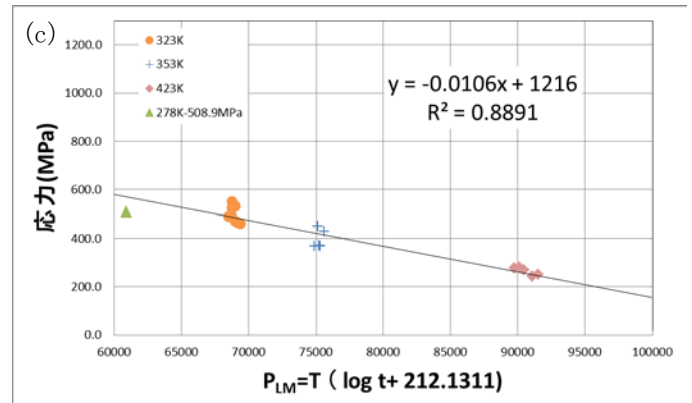
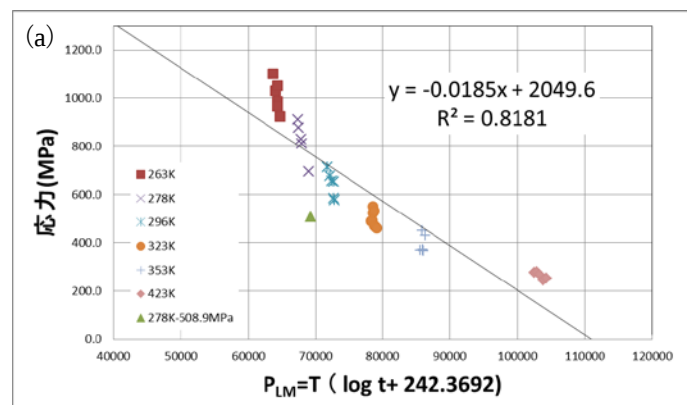
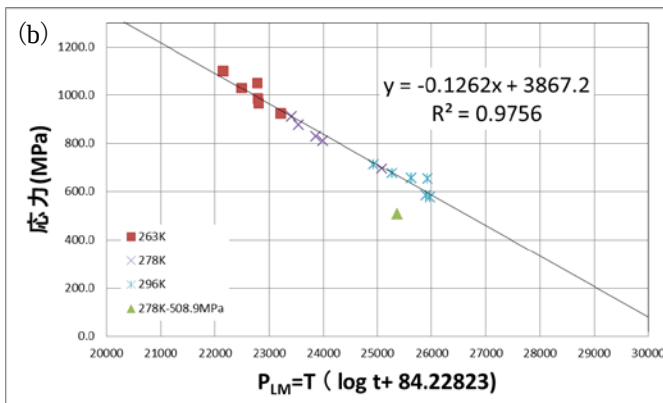


図7 両振り平面曲げ疲労試験の回帰分析結果 (a) : 全体の区分 (b) : T_g 未満の区分 (c) : T_g 以上の区分

Tg 以上の区分が 2.29×10^{-8} であり、どの区分においても値が十分に小さいため、それぞれの回帰分析の結果が推定に有効であることがわかる。また、回帰分析における決定係数 (R^2) 及び自由度調整済み決定係数 (補正 R^2) は、全体の区分で $R^2=0.8180$ と補正 $R^2=0.807$ 、Tg 未満の区分で $R^2=0.9756$ と補正 $R^2=0.972$ 、Tg 以上の区分で $R^2=0.8891$ と補正 $R^2=0.875$ となった。全体の区分で回帰分析を行ったときの R^2 及び補正 R^2 の値においても高い相関性があるといえるが、Tg 前後で区分を分けて回帰分析を行った方が適切にデータを表現できていることがわかる。また、近似式の有効性を評価するために、近似曲線以下の試験条件で両振り平面曲げ疲労試験を行い、試験結果をそれぞれのグラフにプロットした。近似曲線以下の試験条件は、温度を $5^\circ\text{C}(278\text{K})$ 、最小幅での応力を 508.9MPa とした。この試験条件では、両振り平面曲げ疲労試験の繰返し数が 10^7 回となっても試験片の破断が起きなかった。

3. 4 超音波探傷試験

3.3 で記載した 10^7 回の疲労試験を実施した試験片を超音波探傷測定で観察した結果を図8に示す。図中の色が濃いほど超音波の反射が強いことを表す。C スコープ図に注目すると、一部で強い反射が確認でき、層間剥離が進展していることがわかる。つまり、近似曲線以下の試験条件であっても、試験片が破断していないだけで、試験片の内部では、層間剥離が進展していることがわかる。繰返し数を更に増やし、層間剥離が更に進展すると、最終的に試験片が破断すると考えられる。

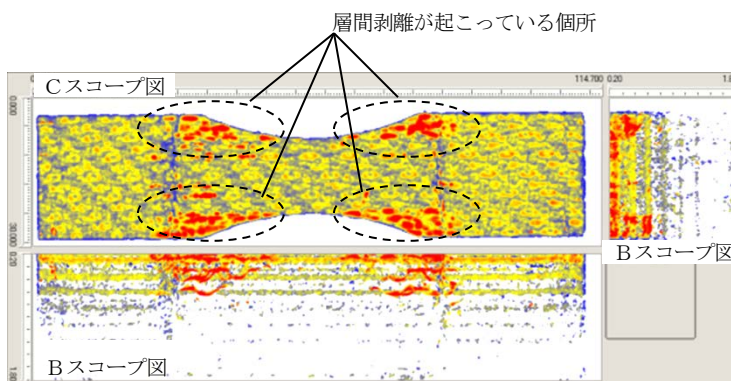


図8 超音波探傷による B スコープ図と C スコープ図

4. まとめ

各温度で平面曲げ試験及び両振り平面曲げ疲労試験を行い、得られた応力及び破断までの繰返し数から、両振り平面曲げ疲労試験における破断までの繰返し数が推定可能な近似式が得られた。また、近似式から熱可塑性 FRP においても、樹脂単体の時と同様に、マトリックス樹脂の Tg 前後で熱特性が変化し、疲労寿命の傾向が変化することがわかった。そのため、Tg 前後で区分を分けて回帰分析を行う必要があり、区分を分けることで相関性が高く、有効な近似式が得られた。また、近似曲線以下の破断が起らない条件でも、試験片の破断が起らないだけで、層間剥離が進展していた。本報では、破断までの繰返し数からグラフ及び近似式を求めたが、アコースティックエミッション (AE) 測定などを活用し、層間剥離が発生する繰返し数を判定できれば、層間剥離が発生するまでの繰返し数を近似式から求めることができると考えられる。また、本報は、疲労寿命における温度の影響を評価したが、実際には湿度や成形条件などの環境要因及び周波数などの疲労試験条件が試験結果に影響を及ぼすと考えられるため、今後の検討が必要である。

【謝 辞】

本研究の一部は、公益財団法人遠藤斉治朗記念科学振興財団の研究助成金により実施しました。ここに深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 鈴木ら,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.7, pp59-62,2019
- 2) 鈴木ら,岐阜県産業技術総合センター報告 No.1, pp75-78,2020
- 3) JIS K 7082 「炭素繊維強化プラスチックの両振り平面曲げ疲れ試験方法」

CFRP カスタマイズ対応に関する研究

企業連携

西垣康広*、千原健司*、仙石倫章*、山田孝弘*、
宮田美文†、尾田貴雄†、藤川良宏†、森山幸俊†、大塚滋††、浜田篤至††

当センターでは、平成25年から熱可塑性炭素繊維複合材料（CFRTP）の製品化に向けた支援を目的としてCFRTPの成形加工技術¹⁾を確立し、同種材料や異種材料の接合技術²⁾、3DスキャナーやCAE等の情報技術を活用した設計・評価技術の開発³⁾に取り組んでいる。「これらの技術を活用してスプリント用義足板バネパーツを短納期、低コストで作製したい」との企業要望により共同研究を実施し、炭素繊維（CF）3Dプリンタによりスプリント用義足板バネパーツを造形し、スパイクピンを超音波溶着することにより、従来の作製方法に比べ、作製期間、コスト共に1/5程度にすることができた。

1. 企業ニーズ

CFRP製のスプリント用義足板バネのソール部分は高さや長さ、スパイクピンの本数や位置等が選手や種目毎で異なるため、カスタマイズが要求される。現状では、その都度金型や成形治具が必要となるため、ピン配置の変更等のカスタマイズは困難で、作製期間も長い。このためミズノ株式会社と株式会社今仙技術研究所（以下、共同研究企業）は、スプリント用義足板バネパーツの短納期・低コスト快速製法に取り組みたいと考えていた。

2. 連携

2.1 体制

共同研究企業と当センターで「次世代複合材研究会」を立ち上げ、ぎふ技術革新センター運営協議会共同研究助成事業に採択され、共同研究を進めた。

2.2 当センターの分担

①スプリント用義足板バネパーツの造形

CF3Dプリンタ（図1、Markforged製Mark Two）によりスプリント用義足板バネパーツ（エアロディフレクター、スパイクピンカバー、ソール）を造形した。

②スパイクピンの溶着

スパイクピンの溶着条件を検討し、超音波溶着機（精電舎電子工業製SONOPET 436D/G）によりスパイクピンをソールに溶着した。

③スパイクピンの強度評価

落錘衝撃試験機（図2、Instron製CEAST9350）により溶着したスパイクピンに錘を3回当て、スパイクピンの剥離の有無により評価した。

共同研究企業において、スプリント用義足板バネにエアロディフレクター（図3）とスパイクピン（図4）を溶着したソールを接着した。

3. 開発の結果（支援の結果）

空力抵抗を小さくし、義足板バネの甲側に張り付ける

* 次世代技術部

† ミズノ株式会社、†† 株式会社今仙技術研究所

エアロディフレクターを様々な条件でCF3Dプリンタにより造形した結果、質量は現状と同等で、作製期間とコストを1/5程度とすることができ、CF3Dプリンタにより作製したカバーとソールの間にスパイクピンを挟んで超音波溶着することにより、作製期間とコストを1/5程度とすることができた。また、スパイクピンの溶着強度は、落錘衝撃試験を3回行ったが、スパイクピンの剥離は観察されず、カバーも破壊していなかった。

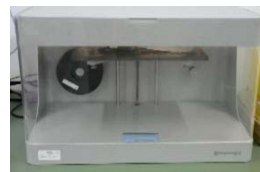


図1 CF3Dプリンタ



図2 落錘衝撃試験機



図3 エアロディフレクター



図4 溶着スパイクピン

4. 今後の展望

今年度実施した共同研究で実用化の可能性があることがわかったため、次年度は更に評価・検証を行い、規格化・標準化へ進めたい。また、スパイク部の更なる強度アップを引き続き取り組む予定である。

【謝 辞】

本研究開発はぎふ技術革新センター運営協議会令和2年度共同研究助成事業による助成により実施しました。

【参考文献】

- 1) 道家ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.4, pp45-48, 2016
- 2) 西垣ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.6, pp45-48, 2018
- 3) 千原ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp69-72, 2020

CFRTS 製義足足部の効率的な開発手法の確立

企業連携

千原健司*、大塚滋†、後藤学†、浜田篤至†

当センターでは、平成24年度から炭素繊維強化熱可塑性プラスチック（以下、CFRTP）の成形加工等の技術開発に取り組んでいる¹⁾。近年では、CFRTPを造形可能な3Dプリンターを用いた製品開発を実施しており²⁾、今回、企業から本技術を応用して、効率よく炭素繊維強化熱硬化性プラスチック（以下、CFRTS）製品を開発したいとの要望を受け共同研究を実施した。この結果、3Dプリンター等を用いた効率的な開発手法を確立した。

1. 企業ニーズ

株式会社今仙技術研究所（以下、共同企業）は、電動車いすや義足等の福祉機器を開発・製造・販売している。この中で義足は、身体に装着するため、軽量・高剛性な部品が必要となることが多く、この場合、CFRTSを主に用いている。今回、新たに開発を所望された義足足部についても、金属製ジョイント部品、柔軟な外装、及びエネルギーを蓄積し骨格の役割を果たすCFRTS製パーツ（以下、キール）を組み合わせたもので（図1）、外傷や病気等で足部を失った方が装着して使用する。しかし、CFRTSを材料に用いると、試作の度に型が必要で、オートクレーブ成形によりCFRTS製パーツを製作するため、コストと時間が掛かる課題がある。そこで、CFRTPを造形可能な3Dプリンターを用いた製品開発実績のある当センターと共同開発することにより効率的な開発手法を見出したいとの要望を受けた。



図1



図2

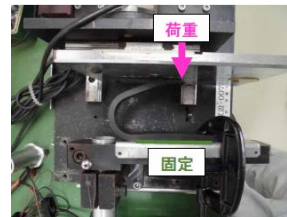


図3

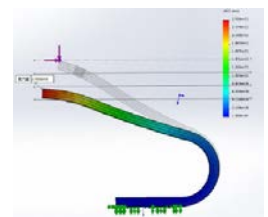


図4

2. 連携

2.1 体制

当初は、緊急課題技術支援事業により支援したが、継続的な技術支援の依頼を受け、共同企業と当センターの2者で共同研究契約を締結し開発を進めることにした。

2.2 分担

主に共同企業は、各パーツの設計、キールを除くパーツの試作、及び物性評価を担当し、当センターでは、CFRTP製キールの3Dプリンターによる試作を担当し、CAE解析を用いた設計手法等を共同で検討した。

3. 開発の結果

3Dプリンターは、Markforged社製のMark Twoを使用し、材料はナイロン樹脂（PA6）に短い炭素繊維を練り込んだフィラメント材料（Markforged社製ONYX）と、連続炭素繊維を束ねてナイロン樹脂（PA6）を含浸させたフィラメント材料（Markforged社製Carbon Fiber CFF）を使用した。キールの繊維配向設計及び造形の様子を図2に示す。一般に、CFRTPはCFRTSと比較して、剛性及び強度が若干低く、今回も必要な剛性等を得るために、やや厚めの形状で設計し、3Dプリンターで試作

を繰り返した。試作により物性評価を行い（図3）、CFRTPを用いても歩行試験に耐えうる形状設計ができることを確認した。また、本3Dプリンター固有の各層の厚みを計測し、各層の弾性率等の物性値を基にCAE解析（SolidWorks社製、SOLIDWORKS Simulation）を行い（図4）、物性評価と比較することにより、必要な剛性等を得るための形状を予測しつつ設計する手法を確立した。3Dプリンターで試作したCFRTP部品により、歩行評価など次のステップの評価を進めることができ、これらの手法により効率的に開発できることを確認した。

4. 今後の展望

今回確立した開発手法により、海外メーカーが先行している義足足部用キールの開発を至急進める予定である。

【参考文献】

- 1) 千原ら、岐阜県工業技術研究所研究報告 No.4, pp41-44, 2017
- 2) 千原ら、岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp69-72, 2020

* 次世代技術部 † 株式会社今仙技術研究所

情報

穴あけ加工のドリル破損予兆の検出（第2報）

横山哲也*、田畑克彦*、小川公輔†

Predictive detection of drill breakage in drilling (II)

YOKOYAMA Tetsuya*, TABATA Katsuhiko* and OGAWA Kousuke†

穴あけ加工では、設定した加工数や加工時間に達したときにドリルを交換することで、ドリルや加工物の破損を未然に防いでいる。この設定値は安全率を反映した値となっており、現実にはまだ使用できるドリルを交換することになる。そのため、ドリルの破損を予知できる仕組みが構築できれば、ドリルを有効に使い切ることが可能となり、コストの削減につながる。そこで昨年度は、穴あけ加工時の加工機の電流データから特徴量を算出し、外れ値検知手法を用いてドリルの破損予兆が検出できる仕組みを構築した。本年度は計測データに含まれるノイズの対策を施したうえで、加工業務にシステムを導入し、問題点の抽出を図った。

1. はじめに

加工中にドリル破損が生じるとドリルの一部が被削材に食い込み、加工物が不良品となるため、ドリル破損を未然に防ぐ必要がある。その対策として、設定した加工時間や加工数に達したときにドリルを交換している。しかし、この設定値は安全率を反映した値となっており、現実にはまだ使用できるドリルを交換することになる。そのため、ドリル破損の予兆を検出できれば、ドリルが破損する直前まで使い切ることが可能となり、コストが削減できる。

ドリル破損を予知するには、異常を示す変化を見つける必要がある。IoT 技術を用いて加工機の計測データを継続的に収集することで、定常時のデータを得ることができる。定常時のデータから外れたデータが測定された場合は、何らかの状態変化が生じたと考えられる。異常データの取得が困難な加工では、定常時に得られたデータを正常データとみなし、正常データの分布から外れたデータを検知することで、ドリル破損の予兆検出ができると考える。

昨年度は穴あけ加工時の加工機のモータ電流を計測し、計測データから算出した特徴量の統計データをもとに外れ値を検知することで、ドリルの破損予兆を検出できる仕組みを検討した¹⁾。ただし、計測データに含まれる高調波ノイズの影響が大きく、破損予兆を誤検出する可能性があった。そこで本年度は計測部にノイズを低減する回路を追加したうえで加工業務にシステムを導入し、問題点の抽出を行った。

2. 計測データからの特徴量算出

本研究ではドリル破損の数穴前に破損予兆を検出することを想定している。そこで1穴の加工毎に、計測デー

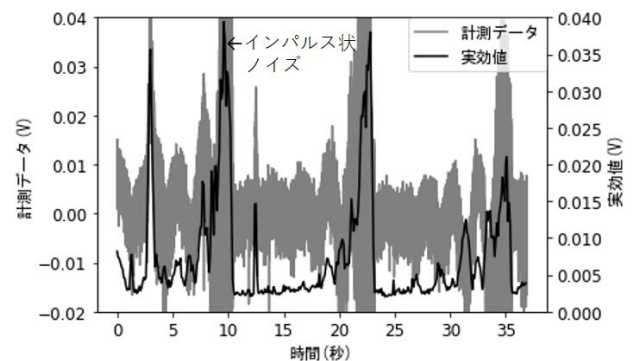
タからドリル破損を示唆する特徴量を計算する。

2. 1 対象加工

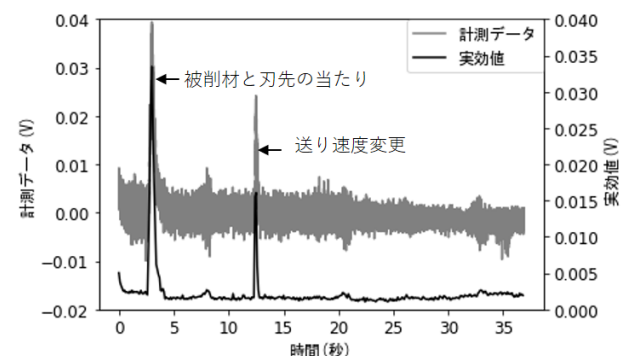
対象とする加工は穴あけのノンステップ加工で、多数の穴の連続加工である。被削材は超硬で、ダイヤモンドコーティング処理を施した小径の超硬ドリルで穴あけを行う。加工時の主軸回転数は一定で、刃先が被削材に食いつく前と後で、送り速度を変更している。

2. 2 データ計測

ドリル破損は切削抵抗の増加により発生する。切削抵抗は加工機モータのトルクに比例し、その大きさはモー



(a) Z 軸モータ電流 (LPF 処理前)



(b) Z 軸モータ電流 (LPF 処理後)

図1 計測データと実効値(加工1穴分)

* 情報技術部

† イビデンエンジニアリング株式会社

タに流れる電流によって変化することから、本研究ではモータ電流を計測している。なお、本稿では穴あけ加工の切削条件より、破損予兆の検出見込みが高いと推測される Z 軸モータ電流に関して記述する。

昨年度報告では、Z 軸モータのサーボアンプ出力には、高調波に起因すると考えられるノイズが認められた。本年度はノイズ対策としてローパスフィルタ (LPF) を追加したうえで、クランプ型電流センサを用いて電流計測を行った。クランプ型電流センサは、Z 軸モータとサーボアンプ間のケーブルをクランプするように取り付けた。

図 1 に LPF 処理前と処理後の、Z 軸モータ電流の計測データと、計測データから算出した実効値の時系列グラフ (1 穴分) を示す。グラフ縦軸は電流センサの出力電圧であり、その大きさは電流の大きさに比例する。グラフ横軸は加工開始からの経過時間である。図より LPF の追加により、10 数秒間隔の周期的なインパルス状ノイズが低減していることが分かる。なお、2~3 秒と 12~13 秒に出現するインパルス状波形は、ドリル刃先が被削材に当たった際の、送り速度の変化に伴う負荷変化を示す波形である。

2. 3 特徴量の算出

特徴量算出にあたり、解析コストを考慮して、計測データから算出した実効値をもとに 1 穴ごとの特徴量を計算する。

本研究では、対象とする穴あけ加工で使用ドリルが小径であることから、ドリル刃先が摩耗し、被削材に食いつきできない状態で送りが進み、送りの力が増加することで発生する座屈の破損について注目する。被削材と刃先の当たりから送り速度が変更するまでの間に特徴量算出時間帯を設け (図 2)、その時間帯で特徴量を算出する。ただし、Z 軸モータに若干のノイズが混入するため、時間窓 W で実効値を切り取り、特徴量を算出する。具体的には、図 2 に示す特徴量算出時間帯において時間窓 W をずらしながら実効値の平均を計算する。計算から求めた複数の実効値の平均値の中から最小値を選択することで、ノイズの影響が小さい特徴量を求められる。

図 3 にドリル破損時の実効値から算出した特徴量の推移を示す。横軸は破損までの加工穴数を示し、0 が破損穴になる。図より破損 2 穴前に特徴量が変化しているこ

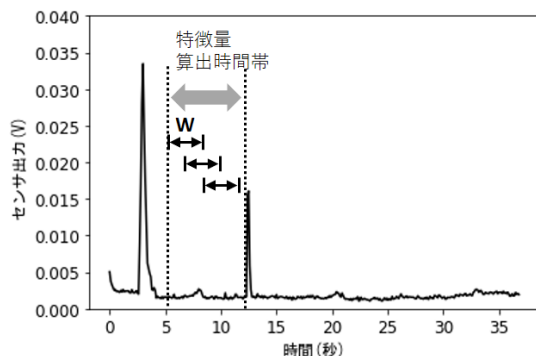


図2 Z 軸モータ電流の特徴量算出

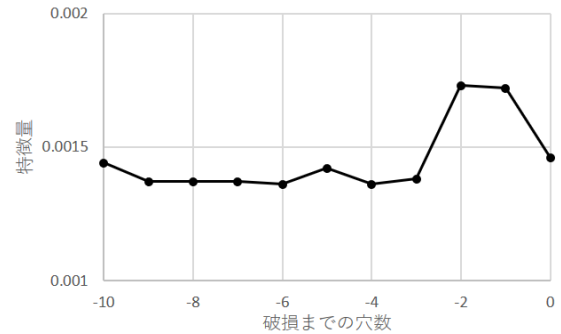


図3 特徴量の推移

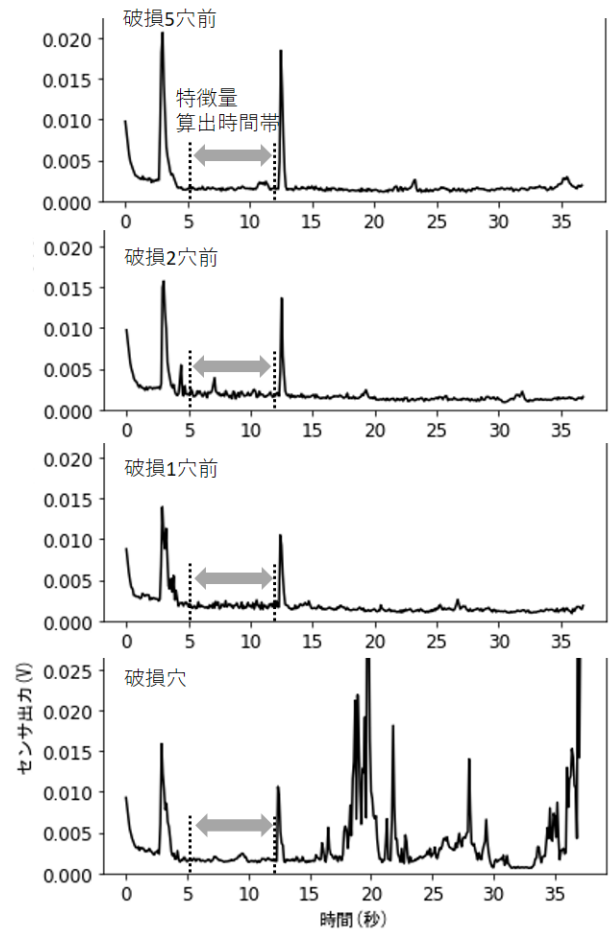


図4 実効値の時系列データ

とがわかる。この変化を破損予兆として検出することでドリル破損を未然に防ぐこととする。参考までに、このときの実効値の時系列データを図4に示す。破損5穴前のグラフでは5秒から12秒の特徴量算出時間帯で実効値は安定しているが、破損1、2穴前のグラフでは特徴量算出時間帯で実効値がばたついており、これが図3の特徴量変化と関連していると考えられる。

3. システムの試行運用

本研究では特徴量の統計データをもとに外れ値検知を行うことで、ドリル破損の予兆を検出するシステムを構

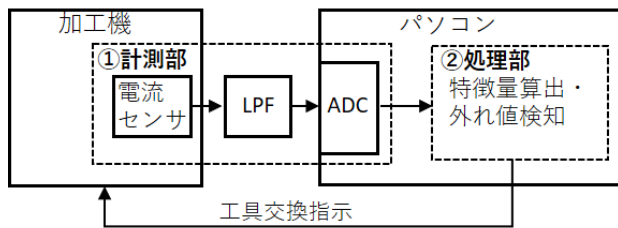


図5 システム構成

築した。加工業務にシステムを導入し破損予兆の検出を試みたところ、破損の可能性が低いケースで破損予兆を検出した事例があった。以下ではその内容について考察する。

3. 1 システムの構成

図5にシステムの構成図を示す。システムは大きく分けて、①計測部と②特徴量算出と外れ値検知の処理部の2つにわかれている。計測部では穴あけ加工時の電流データを電流センサで計測し、ADコンバータ(ADC)を介して、パソコンにデータを送る。処理部では、計測で得られたデータから特徴量を算出し、特徴量の統計データと閾値判定に基づく外れ値検知を行う。NGと判定した場合は、加工機に対してドリルの交換指示を出す。

処理部の外れ値検知では、式(1)に示す異常度²⁾を計算し、異常度と予め設定した閾値を用いて閾値判定を行

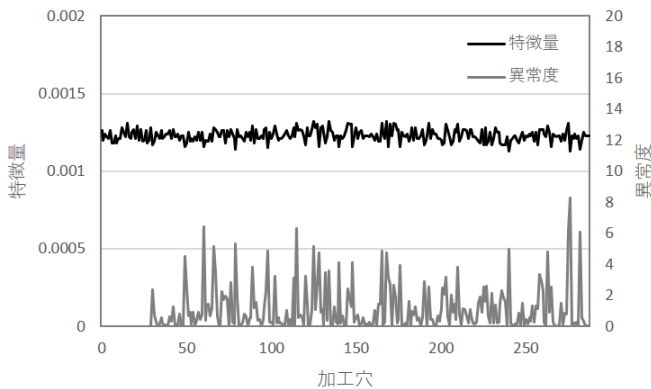
うことで破損予兆を検出している。

$$a^{(i)} = \left(\frac{x^{(i)} - \hat{\mu}}{\hat{\sigma}} \right)^2 \quad (1)$$

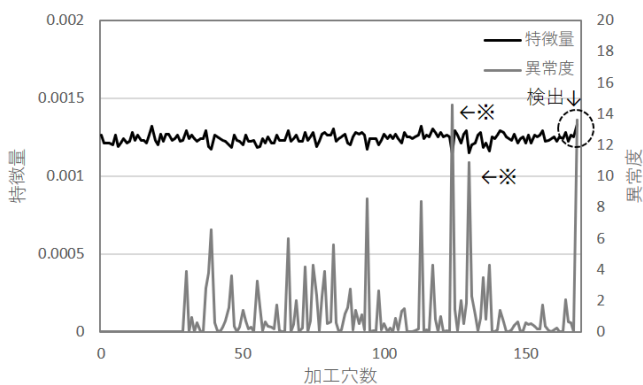
ここで式(1)の $x^{(i)}$ は i 番目の穴を加工しているときの特徴量を示し、 $\hat{\mu}$ と $\hat{\sigma}^2$ は直前に加工した穴の特徴量 N 個を用いて計算した標本平均、標本分散を示す。ただし、特徴量 $x^{(i)}$ が標本平均 $\hat{\mu}$ より下回ったときの異常度 $a^{(i)}$ は、特徴量が小さいことから加工負荷が小さく破損の予兆とは考えづらい。そのため、特徴量 $x^{(i)}$ が標本平均 $\hat{\mu}$ を上回り、かつ異常度 $a^{(i)}$ が閾値を超えた場合のみを破損予兆として検出する。

3. 2 特徴量分布の影響

加工業務にシステムを導入し、得られたデータをもとに特徴量を算出したところ、特徴量の分布によっては破損予兆を誤検出する可能性があることが示唆された。図6(a)は破損予兆がなく正常に動作していたときの特徴量と異常度の推移を、図6(b)に加工穴数が少なく破損の可能性が小さいにもかかわらず破損予兆を検出したときの特徴量と異常度の推移を示す。図6(b)の破線部(169穴)において、システムは破損予兆を検出した。なお、※部は特徴量が標本平均を下回っており、3.1節の条件により破損予兆と判定しない。なお、このときの



(a) 破損予兆なし



(b) 破損予兆あり（直前30穴で異常度計算）

図6 特徴量と異常度の推移

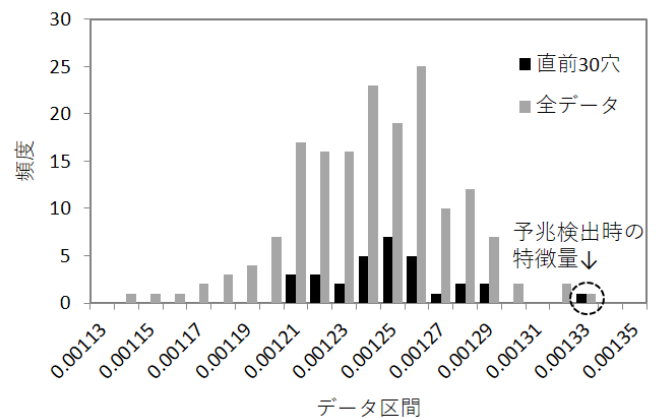


図7 破損予兆検出時の特徴量分布

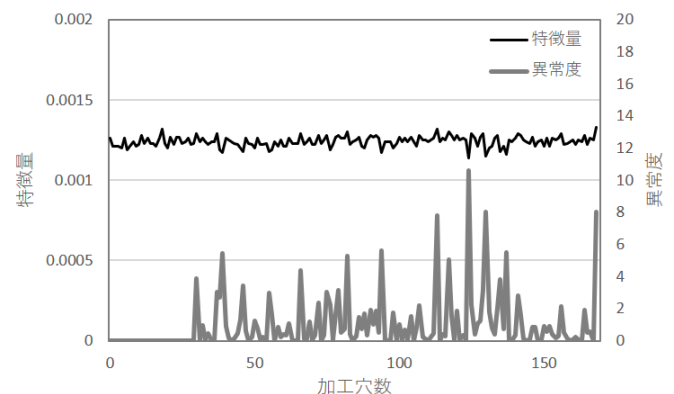


図8 異常度計算結果（加工直全データで計算）

加工では、式(1)で使用する標本平均、標本分散の標本母数を $N=30$ とし、直前 30 穴の標本平均、標本分散を用いて異常度を計算した。(a) (b) どちらもドリルは破損していないが、異常度の大きさが異なり、(b) で破損予兆を検出した。

図 7 に、図 6 (b) の破損予兆を検出した加工時の特徴量分布を示す。図 7 には破損予兆検出時(図 6 (b) の破線部 169 穴)の直前 30 穴と加工全データ(169 穴分)の 2 つの特徴量分布を記載する。図より直前 30 穴の分布は、全データの分布に比べて正規分布特有の釣鐘形状とはいえず、非正規分布となっている。式(1)の異常度計算は、特徴量の分布が正規分布であることを仮定しているため、図 7 に示す直前 30 穴の非正規分布の特徴量を用いた異常度計算は適切でない。

図 8 に加工直前の全データを用いて異常度計算した結果を示す。図より、直前 30 穴で計算した図 6 (b) の異常度と比べて、全データで計算した異常度が小さくなっていることがわかる。図 7 に示すように特徴量全データの分布は正規分布に近似しているため、このときの異常度計算は適切であると考えられる。これより、図 6 (b) の 169 穴の破損予兆検出は誤検出の可能性が高いと判断される。

特徴量の時間的変化を考慮するため、異常度計算時の統計データの標本母数を直前の加工穴数 N としていたが、 N が適切でないと特徴量分布の形によっては異常度が大きくなることがわかった。このため、 N を適切に設定する必要がある。

4. まとめ

本研究では、穴あけ加工時の Z 軸モータの電流から特徴量を求め、外れ値検知手法を用いてドリル破損を予兆する破損予兆検出システムを構築し、加工業務に導入した。昨年度の課題であった計測データに含まれる高調波に起因するノイズに関しては、計測部に LPF を追加することで低減することを確認した。

実際の加工業務でシステムを試行運用したところ、特徴量の分布によっては異常度が大きくなり、破損予兆として誤検出したと考えられるケースがあった。ただし、適切な特徴量の統計データを選ぶことで異常度の大きさは小さくなることから、適切な統計データの選定が今後の課題として挙げられる。

【参考文献】

- 1) 横山ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp.91-94, 2020
- 2) 井手剛, 入門機械学習による異常検知, コロナ社, 2015

モータ状態計測による転がり軸受の異常検出手法の研究

田畑克彦^{*}、大橋勉^{*}、横山哲也^{*}、馬場公弘[†]、村橋信之介[†]、杉本圭三[†]

A study on anomaly detection method of antifriction bearing using motor monitoring system

TABATA Katsuhiko^{*}, OHASHI Tsuyoshi^{*}, YOKOYAMA Tetsuya^{*},
BABA Kimihiro[†], MURAHASHI Shinnosuke[†] and SUGIMOTO Keizo[†]

IoT 技術の進展により多様なデータの活用方法が検討され、製造業においても、製造設備の異常検知や機器の故障予測などのニーズが高まっている。本研究では製造工程で広く利用されているモータの状態を様々なセンサで計測し、その計測データから異常や故障予測を行うデータ分析技術を開発している。本年度は、実験室内でモータや軸受の異常を再現するエミュレータを稼働させ、昨年度開発したモータ状態計測システムを用いて、エミュレータの状態を観測し、各種センサの計測データから軸受故障に至る変動を分析した。

1. はじめに

近年の IoT 技術、クラウド技術、AI 技術の進展を背景に、データが生み出す価値への期待が高まり、製造現場の見える化が普及し始めた。製造現場では、収集したデータを分析し、機械の故障予測、異常検知、制御の効率化を実現し、高い信頼性とコストダウンにつなげることが期待されている。しかしながら、収集した生産設備のデータから知りたい情報を得るためには、どのデータをどのように解析するかが課題であるとともに、長期間に渡ってデータを収集する必要がある。工場内には多種多様な設備や機器が存在するため、対象を明らかにしていないと、本来の目的から逸脱し、課題が解決しない恐れがある。このため、本研究では、モデルケースとして、生産設備内で広く利用されているモータに着目してデータ収集を行い、異常の検知と予測を行う。

昨年度開発したモータ状態計測システム¹⁾を用いて、本年度はモータや軸受の異常を再現するエミュレータを観測し、モータ負荷側にある軸受が故障に至る迄の計測データを分析した。また、軸受の分解調査により故障原因との関連性を調べ、計測データを分析した結果と故障原因が概ね一致していることを確認した。

2. モータ状態計測システムとエミュレータの開発

従来のモータの状態監視は振動検出による専用の検査装置の判定だけでなく熟練者の耳や触診などの五感による判断も加わっている。このため、精度良く状態を観測するためには、振動以外の様々な物理量の計測が必要と考えられる。また、モータの状態が急激に悪化する可能性があるため、定常的に観測することが望ましい。これらを実現するため、モータの様々な物理量を計測するセンサとデータ収集マイコンモジュール、計測データを収

集し蓄積するデータ収集サーバからなるモータ状態計測システムを製作した。図 1 はそのブロック図である。

モータ異常による製造ライン停止のほとんどが、最終的には軸受損傷によるものである。したがって、モータの異常検出や予測のためには、軸受損傷の異常を再現し、計測データの時間変動や特徴を把握する必要があるが、製造現場で発生させることは困難である。このため、モータの軸受損傷を実験環境下で発生させるため、図 2(a) に示すモータエミュレータを開発した。このエミュレータには、図 2(b) に示すように皿ばねによって転がり軸受のラジアル方向の荷重を調整できるようにし、軸受の寿命加速試験を行える機能を付与した²⁾。本エミュレータでは 2 次側プーリに 3 つの転がり軸受を設置し、この軸受をモータ軸受と想定して、各種センサの計測データを取得する。

3. 軸受寿命加速試験

前章で述べたモータ状態計測システムとエミュレータを使用して、図 2(a) の軸受 No.3 のラジアル方向に荷重

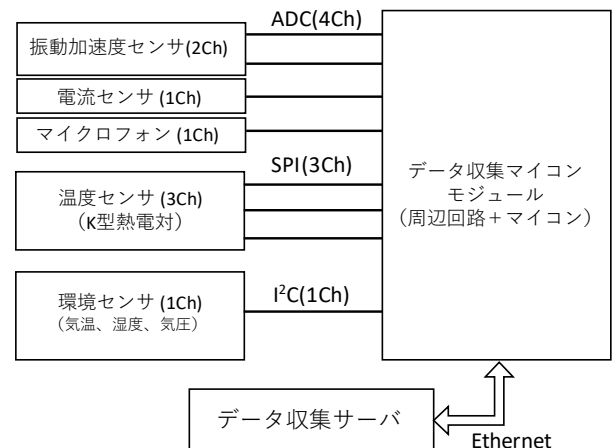
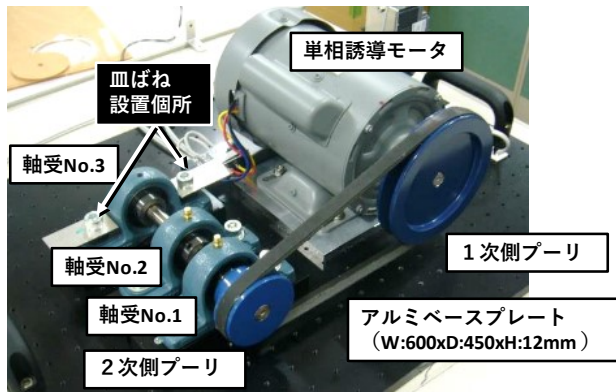


図 1 モータ状態計測システムのブロック図

^{*} 情報技術部

[†] イビデンエンジニアリング株式会社



(a) 全体構成

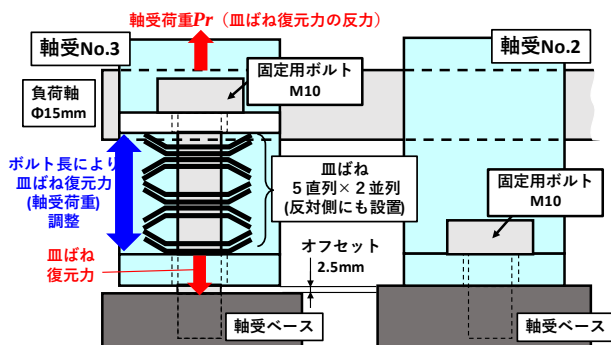
(b) 軸受荷重 P_r 生成の模式図

図2 モータエミュレータ

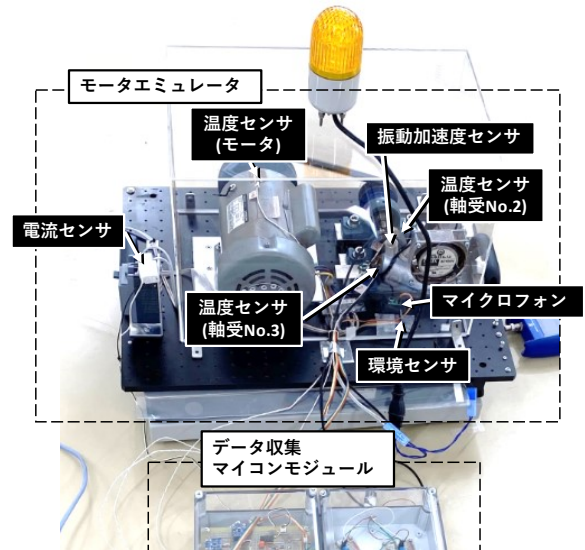


図3 各種センサを実装した外観

表1 試験結果概要

試験名	ラジアル荷重 [kN]			試験形態	試験時間 [h]	試験終了理由
	軸受 No.1	軸受 No.2	軸受 No.3			
試験 1	9.1	15.2	6.1	断続*	305	振動過大
試験 2	4.0	10.1	6.1	断続*	397	回転負荷過大

*平日の昼間のみモータ運転

をかけた軸受寿命加速試験を2回行い、軸受異常に至るまでの各種センサから得られた計測データの変動傾向を分析した。このうち、従来の軸受診断で重要な判断材料としている振動加速度センサのデータを分析し、分解調査による軸受異常の内容と整合しているか確認した。

3. 1 試験条件

軸受設計時の転がり軸受(ベアリング)の定格寿命は日本工業規格 JIS B 1518 で定義されている²⁾。本エミュレータではこの定義をもとに軸受のラジアル方向に荷重 P_r をかけ、軸受寿命加速試験の軸受の寿命設定を行えるようにしている¹⁾。

具体的な軸受荷重 P_r のかけ方について説明する。図2(a)に示すようにモータ出力軸に1次側プーリを取り付け、ベルトを介して径が約半分の2次側プーリを回転させる。図2(b)は負荷側の拡大図である。軸受 No.3 は他の軸受 No.1 と No.2 に対して下方に2.5mm オフセットさせて設置されている。軸受 No.3 の固定用ボルトを締め付けると、血ばねを圧縮できるので、図2(b)のように血ばねの復元力により軸受 No.3 の上端にラジアル方向の軸受荷重 P_r をかけることができる。

今回の試験では、図2(a)(b)のように軸受 No.3 の2箇所の固定用ボルトに各々5直列2並列の血ばねを最大に圧縮して取り付けたため、ラジアル方向の軸受荷重 P_r は最大ばね力 1.52kN より $P_r = 1.52\text{kN} \times 2 \times 2 = 6.08\text{kN}$ と

なる。また、軸受仕様から基本動ラジアル定格荷重 C_r は 12.8 kN である。なお、今回の試験で負荷 P_r をかけている時の負荷軸の回転数 n は実測値で 3500min^{-1} 程度であった。以上の設定値から軸受 No.3 の 90%信頼度の基本定格寿命²⁾ $L_{10h} = 44.4\text{h}$ が求められ、この条件で軸受寿命加速試験を行った。

図3はモータエミュレータに各種センサを実装した外観図である。今回の実験では、直接荷重をかけている軸受 No.3 の状態を観測するため、軸受 No.3 付近に振動加速度センサ等の主要センサを集中して配置した。電流センサは 200W のモータに供給する電流を計測している。

3. 2 試験結果

実施した2回の試験の概要を表1に示す。軸受 No.3 にかけた荷重は梁構造により軸受 No.1 と No.2 にも作用するため、その荷重も併記した。両試験で軸受 No.1 と No.2 の荷重が異なるのは、軸受間距離を変更したためである。また、安全性を考慮して平日昼間のみモータを稼働させ、夜間及び休日はモータを停止した。

3. 2. 1 試験1の結果

試験1においては、振動加速度センサの固定用マグネットの吸着力では、軸受の観測点がずれるほどの異常振動が発生したため、試験時間は延べ305hで終了した。

試験終了後に、再度モータを稼働させて、共同研究企業の工場設備点検者が既存の振動診断システムを用いた

従来のモータ診断を行った。その結果、軸受 No.3 の振動速度が限界値を超えており、「軸受部の摩耗とゆるみによる異常」と診断され、「早急に軸交換などの整備が必要である」との判定であった。さらに、軸受部を分解調査した結果、軸受 No.2 の内輪側とその付近の軸に筋状の摩耗痕（かじり摩耗を伴うクリープ）が観察され（写真1）、判定結果と同じく、この軸摩耗による異常振動であることが確認された。

図4は、試験時間150h 経過後の振動加速度の実効値、加速度ピーク値を5で除した値、ならびに波高率の時系列変化を示したグラフである。また、図5は振動速度における同様の時系列変化を示したグラフである。振動速度は20kHzのサンプリング周波数で32,768サンプル取得した振動加速度値を積分して算出し、振動速度領域で感度が高いとされる10~1000Hzのバンドパスフィルタで抽出した値である。なお、夜間や休日などのモータが休止している時間は削除しているが、メンテナンス時のモータ停止等によって発生した不良データ(図4、図5の

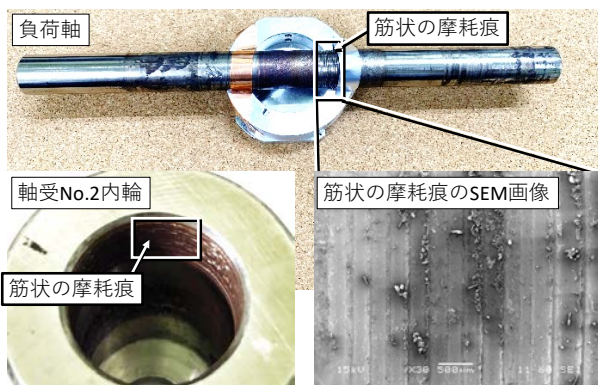


写真1 試験1実施後の分解調査結果（軸摩耗）

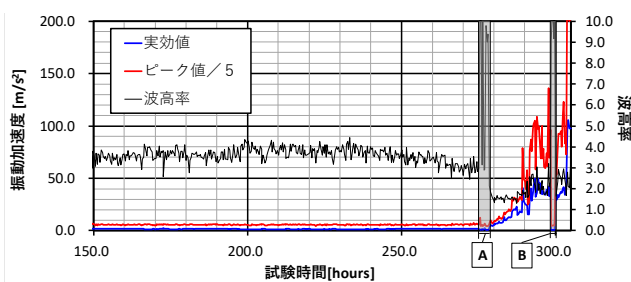


図4 振動加速度の時間変動（試験1）

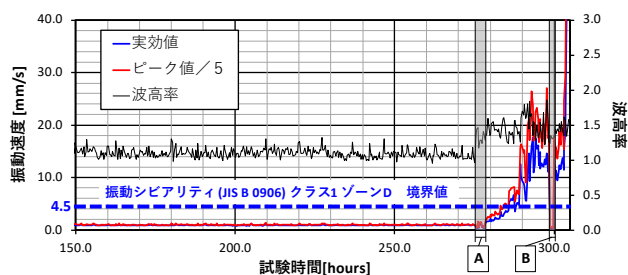


図5 振動速度の時間変動（試験1）

A及びB部)はそのままとしている。ここで波高率は、振動のピーク値と実効値との比であり、異常が進むとスパイク状ノイズなどの波形の歪みにより値が増大する傾向があり、軸受等の異常の判定に用いられている。なお、本稿では便宜的にピーク値を5で除した値を使用して波高率を算出している。

振動加速度及び振動速度ともに、試験終了近くの約280h 経過から、実効値及びピーク値が増大していることがわかる。特に、図5の振動速度の実効値は、290h 経過後から JIS B 0906(機械振動の評価に関する一般的指針)³⁾のクラスIのゾーンDの境界値4.5mm/sを超えている。ここで、クラスIとは、代表例として出力15kW以下の汎用電動機を指し、当試験で使用した200Wのモータもこのクラスに属する。また、ゾーンDとは損傷を起こすのに十分なほどに振動が大きい領域であり、対応が必要であることを示している。

さらに、振動速度の波高率は振動速度と加速度の上昇と同じタイミングで1.0付近から1.5付近まで上昇しており、何らかの異常が発生していることを示している。

振動速度は、1kHz以下の振動周波数成分で支配的であることが知られており⁴⁾、今回のような「軸の摩耗とゆるみによる異常」は、振動速度に変化が表れるため、分解調査結果と整合していることを確認できた。

3. 2. 2 試験2の結果

試験2は、軸受の異音が大きくなったため、メンテナンス作業後に、モータを再稼働させようとしたところ、軸の回転負荷が過大となり、再稼働できなかったため、試験時間は延べ397hで終了した。

そのため、既存の振動診断システムによるモータ診断は行わず、分解調査のみ実施した。写真2は試験実施後の軸受 No.2 の分解調査の結果である。写真のように軸受の構成部品である転動体の割れ、転動体間の位置を固定する保持器の破損、及びグリスの炭化が確認された。そのため、軸受 No.2 の軸受内部の破損が異常停止の原因と判定された。

図6と図7はそれぞれ、試験時間250h 経過後の振動加速度、振動速度のピーク値、実効値ならびに波高率の



写真2 試験2実施後の分解調査結果（軸受破損）

時系列変化を示したグラフである。試験1と同様、メンテナンス時のモータ停止等によって発生した不良データ(図6, 図7のA及びB部)はそのままとしている。試験1と異なる点は、寿命末期でも振動速度がほとんど変化していないことである。これは今回の異常原因が前回と異なることを示している。一方、振動加速度は試験終了前の380h経過後から増大している。振動加速度の増大は軸受損傷と関係していることから⁴⁾、今回の異常内容と一致している。しかしながら今回の試験では波高率には変化が現れなかった。この理由の1つとして今回の試験では振動加速度センサは軸受 No.3 に取り付けしており、軸受 No.2 から距離(50mm)があるため、計測感度が低下していたことが考えられる。

図8は392h経過後の振動加速度の計測データから得られた加速度包絡線の時系列波形(上段)とその時の周波数分布(下段)のグラフである。保持器異常の周波数 f_m [Hz]と転動体傷の周波数 f_b [Hz]は、計測時の軸回転速度(3446min⁻¹)と軸受の幾何学形状から求めることができ⁴⁾、この時の試験条件では $f_m=22\text{Hz}$ 、 $f_b=116\text{Hz}$ である。この周波数は図中のピークと一致しており、軸受の保持器異常と転動体異常が検出できていることがわかる。

今回の2つの試験ともに、最初に異音が発生し、その次に振動加速度や振動速度が上昇し、最後に負荷電流値が不安定になって軸受寿命を迎える傾向であった。その一方で、試験1ではマイク不良の発生、試験2ではモータ起動時に軸受荷重の抵抗により起動できず、荷重調整が必要になるなど、計測データ値に基づいて異常判定するには課題があった。また、生産現場では24時間連続運転しているモータの割合が高く、温度等の環境データも断続運転による不連続な計測値では十分な変動傾向を把握できない。そのため、今後は適切な軸受負荷をかけながら、モータを24時間連続運転することで、実利用に近い状態のデータ計測を行い、軸受異常時における緊急度の判定方法等について検討を進めたい。

4. まとめ

本年度は開発したモータ状態計測システムにより、モータの重要部品である軸受故障等を再現するエミュレータの状態を観測し、軸受故障に至る計測データの時間変動を把握した。また、軸受の分解調査により故障原因との関連性を調べ、データ分析の結果と概ね一致していることを確認し、モータ状態計測システムとエミュレータの妥当性を確認できた。今後は実運用に近づけるため、24時間のモータ運転による計測を行い、多種類のセンサデータから異常の緊急度の判定方法について検討する予定である。

【参考文献】

- 1) 田畑ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp95-98, 2020
- 2) 日本規格協会, 転がり軸受-動定格荷重及び定格寿命 JIS B 1518, 2013
- 3) 日本規格協会, 機械振動-非回転部分における機械振動の測定と評価-一般的指針 JIS B 0906, 2018
- 4) 旭化成エンジニアリング, <https://www.asahi-kasei.co.jp/aec/pmseries/index.html>, 2021

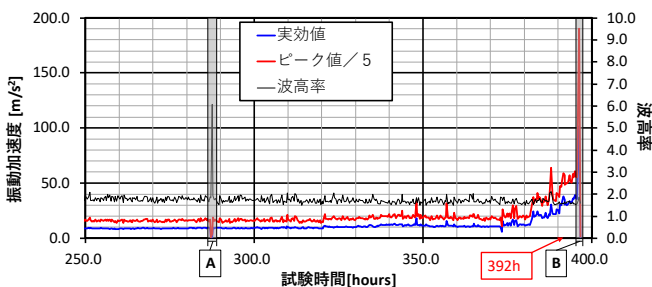


図6 振動加速度の時間変動(試験2)

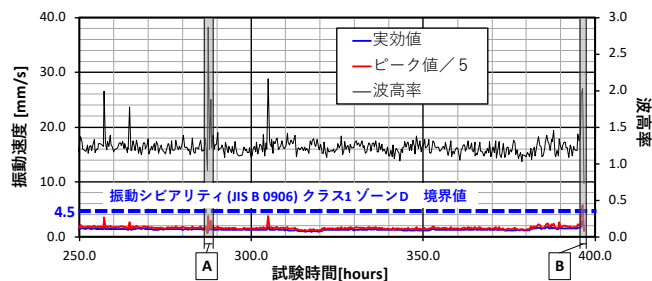


図7 振動速度の時間変動(試験2)

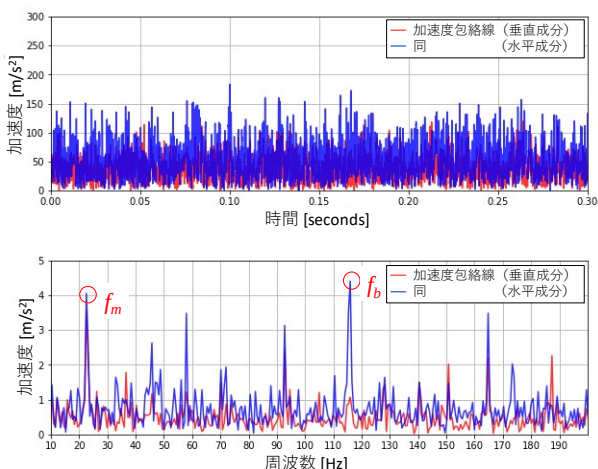


図8 392h後の加速度包絡線の周波数分析

画像処理によるフロック計測の研究

大橋 勉^{*}、松原 早苗^{*}、横山 哲也^{*}、小椋 拓馬[†]

The study of flock measurement with image processing technology and majority decision

OHASHI Tsuyoshi^{*}, MATSUBARA Sanae^{*}, YOKOYAMA Tetsuya^{*} and OGURA Takuma[†]

凝集作用を利用した水処理において凝集フロックの大きさを計測し、判定することは沈殿分離させる上で重要な工程である。従来フロックの大きさの判定は作業者の経験に頼っていたが本研究では画像処理による判定結果を時系列の集合とし、多数決により判定を行う方法を組み合わせた手法を提案する。

1. はじめに

1.1 水処理と凝集作用

水処理は利用した水の中に含まれている不純物を取り除いて再利用できるよう浄化を行う処理で金属・化学、食品、畜産などの産業分野で広く利用されている技術である。そのままでは沈降しない微細なコロイド粒子の表面電荷を中和して粒子同士を結合し、沈降できるフロック(コロイド粒子の塊)を形成する凝集作用により水分と分離する。表面電荷が中和された粒子はファンデルワールス結合により微細(マイクロ)フロックとなっているのでさらに吸着架橋作用のある高分子凝集剤を補助剤として用いて大きなフロックを形成し、沈降させたのち脱水させる。

1.2 凝集のポイントと課題

コロイド粒子に凝集剤を加えると隙間水のある小さなフロックとなるが凝集剤を加え過ぎると小さなフロックが隙間水を含んだまま寄り集まって粗大化フロックとなり沈みにくくなってしまったり、攪拌により破壊されてしまう。そのため、密度が高く、沈みやすい大きさのフロックができるように凝集剤の量を加減することが肝要となる。しかしながら攪拌による動きがあり、かつ凝集が連続的に進行し刻々と変化する状態の多数のフロックの大きさを正確に判定することは容易ではなく、水処理を行う企業では専門知識・経験のある作業者が目視により大きさの判定を行っている。また、人員不足などにより経験の浅い作業者が誤った判定をして凝集できないことがあるといった問題が発生している。そのため、熟練作業者がいない夜間休日では処理を行わない事業所もある。

これらの背景から本研究では水処理においてフロックの大きさの判定をリアルタイムに精度よく行うことができ、省力化に寄与できるシステムの構築を目的としている。

2. フロック計測方法の比較

フロックの粒径を計測する方法は表1に示すように各種方式が研究提案されている。今回、対象となる凝集槽の構造として試料を透過させるような構造は無いものの、観測窓を有する構造であったので観測窓近くにCMOSカメラを設置して撮影して判定を行う画像処理法を選択した。

3. 実験

3.1 撮影方法

凝集槽では常に攪拌されており、試料フロックは常に動いている。そのため、静止した状態で鮮明な画像を得ることが必要となる。このため照明を用いるとともにカメラ感度、シャッター速度などのパラメータの調整を行ってから撮影を行った。今回の環境ではシャッタースピードが1/250秒より高速であれば後工程で行う画像処理に耐えうる静止画を撮影することができた。またCMOSカメラで撮影された画像は1024×768画素のサイズであるが照明ムラが少なく画像処理に適した中央部の384×384画素を切り出して判定に用いた。

実験では凝集剤の量を加減することにより熟練作業者が見たフロックの大きさが過大(L, large)、適正(G, good)、過小(S, small)、微小(M, minute)となる4クラスの凝集状態を人為的に作り出して各状態において5秒間隔で連続して撮影を行った。撮影された画像は合計で451枚である。

表1 フロック計測方式の比較

方式	特徴
光度変動解析法	透過装置が必要
レーザ光散乱方式	小さなフロック向け
流動電流方式	懸濁度によらない
画像処理法	流速により高速撮影が必要

^{*} 情報技術部

[†] イビデンエンジニアリング株式会社

撮影システムはリアルタイムに判定できるシステムの構築を考慮して汎用マイコンボード raspberry PI に CMOS カメラを接続して構築した。処理言語は Python、画像処理には OpenCV ライブラリを用いた。

3. 2 画像処理のアルゴリズム

撮影された画像からブロックの大きさを判定するアルゴリズムには様々な方法が検討、提案されているが計算時間や判定結果の説明がしやすいことを考慮して Watershed アルゴリズムを用いた輪郭検出による方法を選択した。Watershed アルゴリズムは撮影画像から輪郭を検出するもので複数の輪郭を同時に検出することができ、検出された輪郭から面積を算出したり、分布から統計情報を得ることができるという特徴がある。

3. 3 画像処理の結果

各クラスの写真サンプルを図1に示す。上段が撮影画像、下段が検出された輪郭を重ね合わせた判定画像で、左から L/G/S/M のクラスである。輪郭の数 (QTY) と面積平均 (AVE) を注目するパラメータとしてその分布をクラス別に箱ひげ図にしたものを図2に示す。箱ひげ図から分かるように各クラスの分布には重なりがあり、閾値を決めてクラス判定を行い、G のクラスの場合を陰性 (正常)、それ以外を陽性 (異常) と定義した時の正解率は輪郭数では 0.74、面積平均では 0.76 であった。

3. 4 統計処理 (移動多数決) による判定精度の向上

統計処理により正解率を向上することができないか検討を行った。多数決では次の 2 条件を満たせば改善が認められるとされている¹⁾。

- ・ 個々の識別子の識別精度 $p > 0.5$ であること
- ・ 識別子同士が十分に異なっている (多様である) こと

本事例ではブロックの状態は刻々と変化しており、インターバルで異なる複数の画像を取得することができ、この 2 条件を満足すると考えられることから連続した画像に基づく判定結果を時系列集合として多数決により精度の向上を検討する。具体的には判定時から過去に遡って多数決の数を要素の数とする判定結果の集合を構成して多数決を行う。この手法ではリアルタイムに集合の要素を更新して判定を行うことから移動多数決と呼ぶ。

時系列集合の要素数 n が 9 と 15 の二つの場合についてブロック数 (QTY) と面積平均 (AVE) について計算を行った結果を表2に示す。本事例では面積平均 (AVE) で要素数 15 としたケースで正解率が 0.86 かつ偽陰性数 FN が最も少なくなった。また感度 (検出率) は 0.98 であった。

4 まとめ

本報告では画像処理による凝集ブロックの計測におい

て移動多数決による判定を組み合わせた手法を提案し、実験により正解率を約 1 割向上させることができることを示した。更により正解率を高めるために撮影時間間隔と多数決集合の要素数の最適化のさらなる研究が必要である。

【参考文献】

- 1) 三上ら, “識別精度が一樣でない識別子の集合による多数決”, 情報処理北海道シンポジウム, 2014

過大(L) 適正(G) 過小(S) 微小(M)

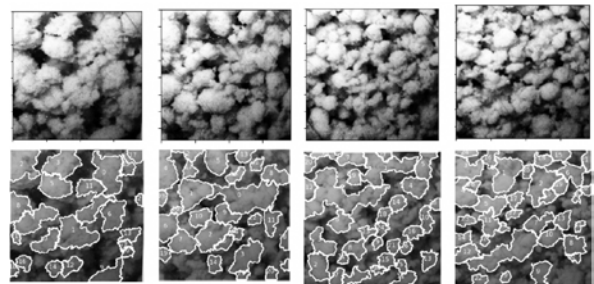
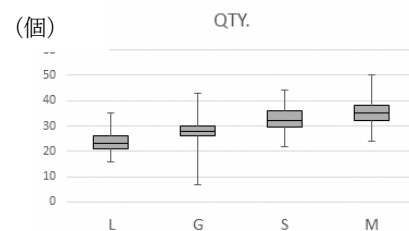
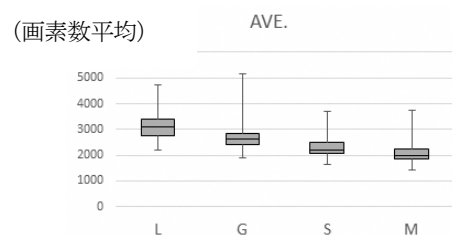


図1 各クラスの写真 (下段は判定画像)



(a) 個数



(b) 画素数平均

図2 クラス別の判定分布

表2 移動多数決の結果

	QTY n=9	AVE n=9	QTY n=15	AVE n=15
真陽性 TP	300	304	292	294
真陰性 TN	65	67	65	59
偽陽性 FP	50	48	44	50
偽陰性 FN	12	8	8	6
正解率	0.85	0.87	0.87	0.86

AI 技術を活用した検査工程の省力化・効率化（第4報）

— 深層学習を用いた欠陥画像データ生成技術の検討 —
渡辺博己*、生駒晃大*、松原早苗*

A study on artificial intelligence for labor savings and efficiency improvements of inspection process (IV)

— Defect image generation using deep learning —

WATANABE Hiroki*, IKOMA Akihiro* and MATSUBARA Sanae*

深層学習を利用した画像分類では、多量の学習用データを必要とするが、生産ラインにおいては、欠陥画像を収集することが困難な場合がある。本研究では、敵対的生成ネットワークを用いて、少数の学習用データを拡張する方法を検討した。実験では、欠陥画像データセットを用いて、敵対的生成ネットワークに畳み込みニューラルネットワークを適用した深層畳み込み敵対的生成ネットワークにより欠陥画像生成モデルを構築した。その結果、欠陥画像生成モデルによる欠陥画像の生成が可能であることが確認できた。

1. はじめに

外観検査で畳み込みニューラルネットワーク¹⁾（以下、CNN）を利用するためには、学習用データとして多量の正常画像データと欠陥画像データを必要とする。しかし、不良率の削減に重点を置き、改善に取り組んできた生産ラインにおいては、欠陥画像データの収集が困難な課題となっている。

この課題に対して、従来は、元データの画像に反転、回転、拡大等の幾何変形を施すことにより、データ数を水増し（以下、データ拡張）して、学習用データとして利用していた。しかし、近年では、深層学習を用いた画像生成手法によるデータ拡張が注目され、特に、敵対的生成ネットワーク²⁾（以下、GAN）を利用したデータ拡張手法が有望とされている。

本研究では、GANを利用した画像生成モデルを試作し、欠陥画像に対する画像生成実験を行ったので、その結果について報告する。

2. GAN

GANは、データから特徴を学習することにより、実在しないデータの生成や、存在するデータの特徴に沿った変換が可能な生成モデルである。図1にGANの構造を示す。

GANは、生成器と識別器の二つのネットワークから構成される。生成器は、入力されたランダムノイズ z を受け取り、偽物のデータ $G(z)$ を生成する。識別器は、本物のデータ X と生成された $G(z)$ を受け取り、本物か偽物かの識別が可能となるよう学習する。この時、生成器の目的は識別器を騙すことであり、識別器の目的は騙されないことである。そのため、二つのネットワークを競わせながら学習を進めることにより、生成器のデータ生成能力が向上するとともに、識別器の識別能力も同様に向上し、これらの結果として、生成器は、本物に近い

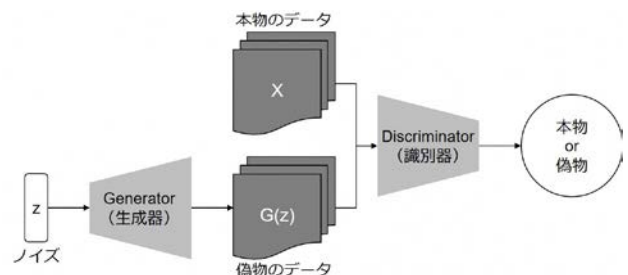


図1 GANの構造

データを生成することが可能となる。

3. 実験

3.1 データセット

本研究では、データセットとして、昨年度報告した欠陥画像データセット⁴⁾を利用した。欠陥画像データセットは、欠陥15クラス、正常4クラス、計19クラスにラベル付けされたデータセットで、図2に画像例を示す。

画像は、256×256[pixel]のモノクロで、データセットには、部品の構造上、欠陥C、Hに示す画像のような欠落（暗）領域が存在する画像や、照明によるハイライト（明）領域が存在する画像が含まれている。そのため、全ての画像に暗領域が含まれている欠陥C、Hを除く17クラスについては、更に明暗領域（欠陥に起因する領域を除く）の有無に分類した。表1に各クラスのデータ数を示す。

3.2 生成モデル

GANには、学習が不安定になり、生成データに偏りが生じるという課題があった。そこで、提案されたのが、GANのネットワークにCNNのような畳み込み層を適用した深層畳み込みGAN³⁾（以下、DCGAN）で、本研究では、DCGANを用いた欠陥画像生成モデルを試作した。図3に欠陥画像生成モデルにおける生成器と識別器のネットワーク構造を示す。なお、ネットワーク構造については、実験的に決定した。

学習においては、クラス毎に、生成器に128次元の一

* 情報技術部

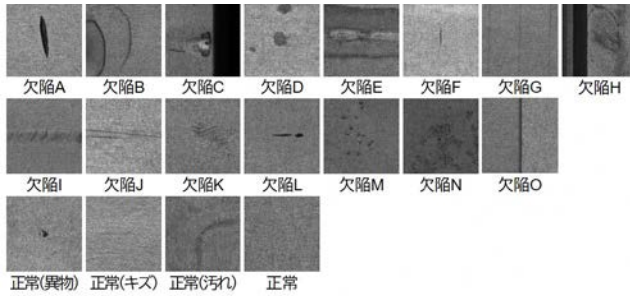


図2 欠陥画像データセットの画像例

表1 欠陥画像データセットにおけるデータ数

種別	明暗無	明暗有	種別	明暗無	明暗有	種別	明暗無	明暗有
欠陥A	709	139	欠陥B	711	386	欠陥C	701	108
欠陥D	714	89	欠陥E	782	165	欠陥F	800	694
欠陥G	817	106	欠陥H	800	800	欠陥I	762	38
欠陥J	704	241	欠陥K	830	197	欠陥L	141	459
欠陥M	739	62	欠陥N	741	162	欠陥O	741	274
正常(異物)	760	173	正常(キズ)	786	14	正常(汚れ)		
正常	715	89						

Input, 128
Dense, 32768
Reshape, 128, 16, 16
1x1 Conv2D, 128
Leaky_ReLU
1x1 Conv2DT, 32 3x3 Conv2DT, 32 5x5 Conv2DT, 32 7x7 Conv2DT, 32
Leaky_ReLU Leaky_ReLU Leaky_ReLU Leaky_ReLU
Concatenate, 128
1x1 Conv2D, 128
Leaky_ReLU
1x1 Conv2DT, 32 3x3 Conv2DT, 32 5x5 Conv2DT, 32 7x7 Conv2DT, 32
Leaky_ReLU Leaky_ReLU Leaky_ReLU Leaky_ReLU
Concatenate, 128
1x1 Conv2D, 128
Leaky_ReLU
1x1 Conv2DT, 32 3x3 Conv2DT, 32 5x5 Conv2DT, 32 7x7 Conv2DT, 32
Leaky_ReLU Leaky_ReLU Leaky_ReLU Leaky_ReLU
Concatenate, 128
1x1 Conv2D, 128
Leaky_ReLU
1x1 Conv2DT, 32 3x3 Conv2DT, 32 5x5 Conv2DT, 32 7x7 Conv2DT, 32
Leaky_ReLU Leaky_ReLU Leaky_ReLU Leaky_ReLU
Concatenate, 128
5x5 Conv2D, 1
tanh
Output, 1, 256, 256

(a) 生成器

Input, 1, 256, 256
5x5 Conv2D, 16
Leaky_ReLU
5x5 Conv2D, 32
Leaky_ReLU
5x5 Conv2D, 64
Leaky_ReLU
5x5 Conv2D, 128
Leaky_ReLU
5x5 Conv2D, 256
Leaky_ReLU
GlobalAveragePooling
Dense, 1
sigmoid
Output, 1

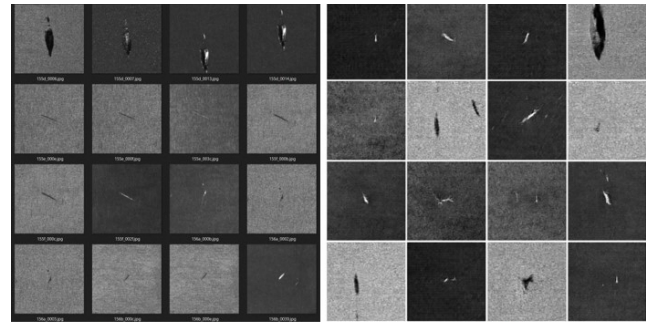
(b) 識別器

図3 欠陥画像生成モデルのネットワーク構造

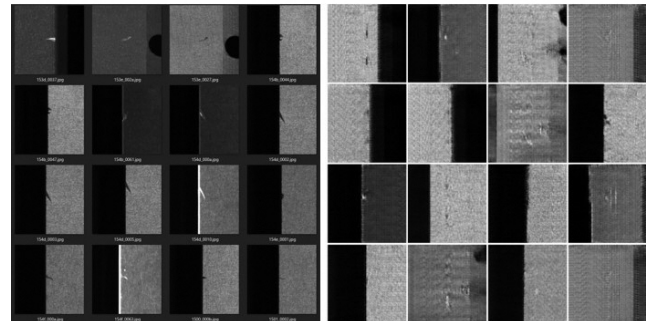
様乱数を入力データとして与え、256×256[pixel]のモノクロ画像を出力データとして取得した。

4. 結果と考察

生成器から取得した画像例を図4に示す。明暗無クラスについては、欠陥Oを除き、全ての欠陥・正常クラスで概ね生成することができた。また、明暗有クラスについては、全ての欠陥・正常クラスで明暗領域を十分に



(a) 欠陥A、明暗無クラス



(b) 欠陥A、明暗有クラス

図4 生成画像の例

生成することができなかった。

この原因として考えられるのは、データ数の不足である。また、明暗有クラスの欠陥C、H、Iについては、明暗無クラスと同程度のデータ数であるが、画像中の明暗領域の位置が部品に対する欠陥の位置に依存するため、位置のバラ付きが大きいことが考えられる。

5. まとめ

本研究では、DCGANを用いた欠陥画像生成モデルを試作し、欠陥画像データセットにおける明暗領域の無い画像について、画像生成が可能であることを確認した。

今後は、様々な手法が提案されているGANについて、他の手法も検討するとともに、生成画像を利用した画像分類についても検討する。

【謝 辞】

本研究を遂行するにあたり、欠陥画像データセットをご提供いただきました株式会社前田精工の皆様に深く感謝の意を表します。

【参考文献】

- 1) Y. LeCun, et al., Proc. IEEE, vol.86, no.11, pp.2278-2324, 1998
- 2) I. Goodfellow, et al., Proc. NIPS 2014, pp.2672-2680, 2014
- 3) A. Radford, et al., arXiv: 1511.06434, 2015
- 4) 渡辺ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp.81-84, 2020

品質見える化のための画像センシング技術に関する研究開発（第2報）

—両手検出技術を用いた作業ミス検出技術の開発—

松原 早苗*、渡辺 博己*、生駒 晃大*

Research of image sensing technology for visualization of quality (II)

- Development of operation mistake detection system for assembly work using hands detector -

MATSUBARA Sanae*, WATANABE Hiroki* and IKOMA Akihiro*

本研究では、製造業における作業の生産性、品質の向上を目的として、作業者の動作を分析することで、作業時間の計測や作業ミスの検知を行う技術の有するシステムの実現を目指し、研究を進めている。今年度は、組立セルにおける両手作業の品質向上を支援するため、カラー画像カメラの作業映像から両手を検出し、その位置情報を基に作業忘れ等の作業ミスを検出する技術を開発したので報告する。

1. はじめに

製造業の生産現場においては、労働者の高齢化や定着率の低下、多品種少量生産の増加に伴い、人による作業の品質、生産性の維持、向上が大きな課題となっている。

この課題の解決のために、製造現場では、作業カイゼンの取り組みが行われている。作業カイゼンの手法の一つとして、インダストリアル・エンジニアリング（IE）と呼ばれる作業者の動作を工学的に分析する手法が広く用いられている¹⁾。しかし、最も基礎的で重要なデータである作業者の動作時間の計測は、ストップウォッチやビデオ映像を用いた手作業で行っており、この作業に膨大な時間と手間を要することが課題となっている²⁾。

また、「部品を取り付け忘れる」、「締め付け忘れる」といった作業抜け等のミスにより品質や生産性が低下する課題がある。このようなミスを、すぐに検知するためには、あらゆる作業の後に逐次検査を行う必要があり、その負担は大きい。

そこで、本研究では、製造現場における作業映像を用いて作業者の動作を分析し、作業時間の計測、作業ミスの検知を行う技術の開発を目指す。昨年度は、カラー画像カメラを用いて取得した作業映像から、両手の位置を検出し、その位置情報を基に作業の動作時間を測定するシステムの開発を行った³⁾。今年度は、両手位置検出手法の改良を検討し、作業忘れ等の作業ミスを検出する技術を開発したので報告する。

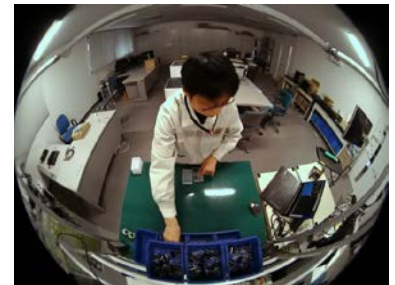
2. 両手の位置検出

本稿にて想定する組立セルの作業環境を図1（a）に示す。カメラは、作業者から見て正面上部に設置し、作業台上面と作業者の上半身が入る広画角のカメラを用いた。取得した画像例を図1（b）に示す。

本稿では、作業時の両手の位置を検出する手法として PoseNet⁴⁾を用いる。PoseNet は、人物のカラー画像を入力すると、17 部位の座標を検出する機械学習を用いた



(a) 組立セル



(b) 取得画像例

図1 作業環境と取得画像例

姿勢推定手法である。本稿では、17 部位の中の右手首、左手首の座標を右手、左手の位置として用いる。

図2（a）に示す人物のカラー画像に対して、PoseNet により姿勢推定を行った結果を図2（b）に示す。また、図2（c）に、PoseNet を用いて姿勢推定を行う過程で算出する 17 部位の確信度を表すヒートマップを示す。

PoseNet は、ヒートマップに加え、右肘と右肩のように部位間の連結関係を用いて姿勢推定を行う。そのため、姿勢推定により検出される右手首、左手首の座標は、肩や肘等の他部位の隠れに影響を受けることが考えられる。そこで、手の位置として、手首のヒートマップのピーク座標を検出する方法を検討する。

図3（a）に、作業台上の特定の位置を押下する姿勢を撮影した画像を示す。この姿勢を 100 回撮影し、検出した右手、左手、左肩の位置をプロットした結果を図3（b）に示す。なお、図3（b）中の十字で示す点が PoseNet の姿勢推定により検出（以下、方法1）した位置を示し、丸で示す点が姿勢推定処理中に生成されるヒートマップから検出（以下、方法2）した位置を示す。

図3（b）の左肩、左手の位置は、方法1、2ともに、ほぼ一箇所に集中していることから、同じ姿勢であることが分かる。しかし、右手の位置は、方法2は一箇所に集中しているのに対して、方法1は広く分布している。

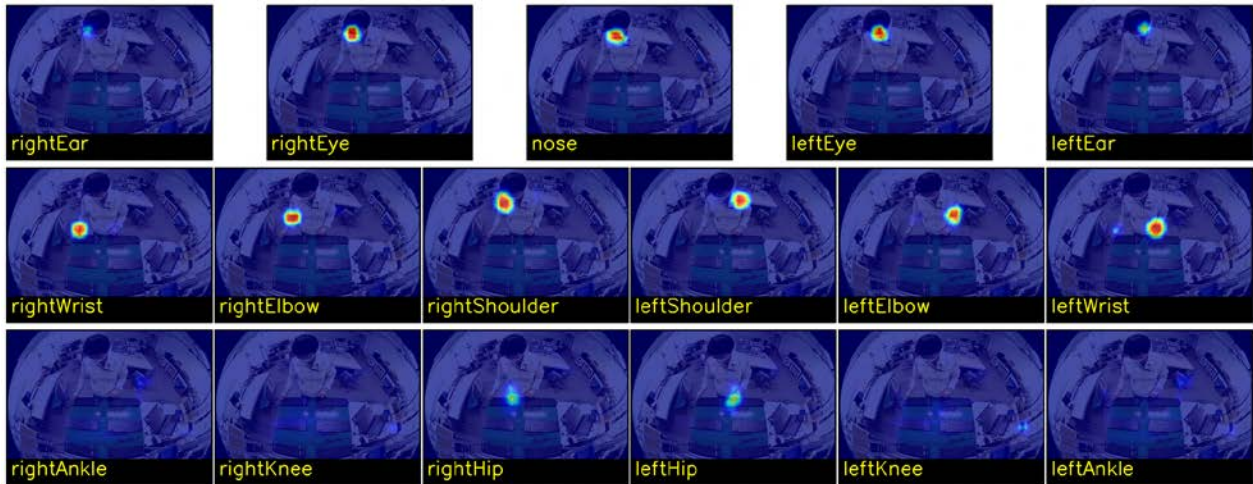
* 情報技術部



(a) 入力画像

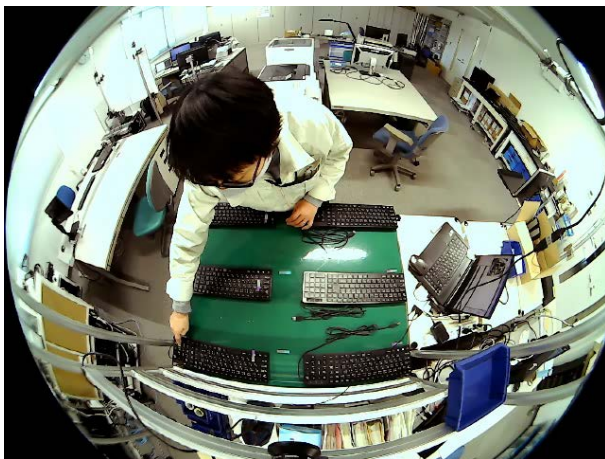


(b) PoseNet による姿勢推定の結果

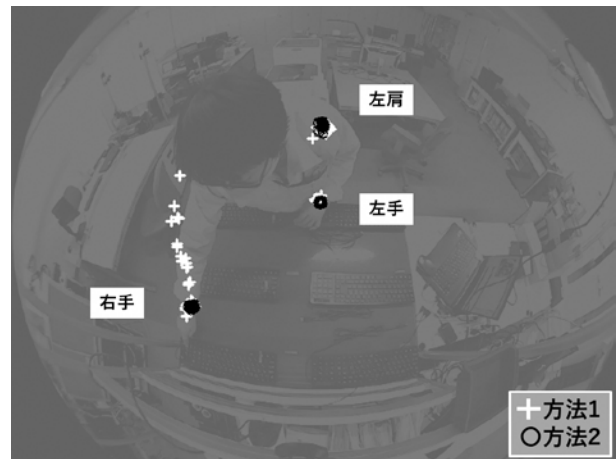


(c) 17 部位の確信度を表すヒートマップ

図2 PoseNet による姿勢推定



(a) 取得画像



(b) 右手、左手、左肩の位置検出結果

図3 位置検出結果

これらのことから、方法1で検出した手の位置は、セルフオクルージョンの影響を受けることが推測される。そのため、本稿では、方法2により検出した手の位置を使用する。

3. 作業ミス検出

作業ミス検出は、昨年度開発した作業動作時間計測システムにおける通過エリア判定処理³⁾を活用し、作業終

了時に、あらかじめ決められたすべての通過判定エリアを通過していない場合を作業ミスとして検出することにした。

通過エリア判定処理は、左右の手に対して、独立に動作するため、一方の手の判定処理が終了しているにもかかわらず、他方の手の処理が一定時間経過しても終了していない場合、作業ミスが発生したとして処理することが可能である。



図4 両手の検出結果と通過判定エリア

4. 実験

本稿では、ケースに4種類の部品を順に入れる作業の映像に対して、作業ミス検出方法を検証する実験を行った。作業映像の解像度は640×480、フレームレートは30fpsである。

実験における作業手順、各作業に対応した左右の手の動作及び各動作の開始、終了通過エリアを表1に示す。

また、画像における通過判定エリアの位置を図4に示す。図5は正しい作業手順で行われた場合の検出結果である。図5に示すように、正しく作業が行われた場合、右手の通過エリアは、①→②→③→①の順に検出され、左手は④→⑤→④→⑥→④→⑦の順に検出される。

本実験では、以下の2種類の作業手順における作業ミスの検出を試みた。

<作業手順1> W4が抜けた場合

W1→W2→W3→W5→W6

<作業手順2> W3,W5が入れ替った場合

W1→W2→W5→W4→W3→W6

なお、作業ミスの検出処理は、①を通過した時から作業映像再生終了までを1回のサイクルタイムとして実行した。

図6は作業手順1、図7は作業手順2で行われた場合の検出結果である。図6より、手順W4が抜けたことにより、右手の通過エリア判定処理が完了しているにもかかわらず、左手の処理が2回目の④検出以降、中断していることが分かる。また、図7より、手順W5とW3が入れ替わったことにより、左手の通過エリア判定処理が完了しているにもかかわらず、右手の処理が2回目の①検出以降、中断していることが分かる。これは、実際には①→②→③→①→②→①の順に通過しているが、作業ミス検出処理では、①→②→③→①の正しい順

表1 作業手順、各作業に対応した左右の手の動作及び各動作の開始・終了通過エリア

作業手順		左手		右手	
		動作	通過エリア	動作	通過エリア
W1	右手でケースを作業台中央へ置く			ケース置き場から ケースを作業台へ運ぶ	① ①
W2	左手で部品Dをケースに入れる			部品Dへ移動	④ ⑤
		部品Dをケースへ運ぶ	⑤ ④		
W3	右手で部品Aをケースに入れる			部品Aへ移動	① ②
				部品Aをケースへ運ぶ	② ①
W4	左手で部品Cをケースに入れる	部品Cへ移動	④ ⑥		
		部品Cをケースへ運ぶ	⑥ ④		
W5	右手で部品Bをケースに入れる			部品Bへ移動	① ③
				部品Bをケースへ運ぶ	③ ①
W6	左手でケースを完成品置き場へ置く	ケースを完成品置き場へ移動	④ ⑦		



図5 正しい作業手順のエリアの検出結果

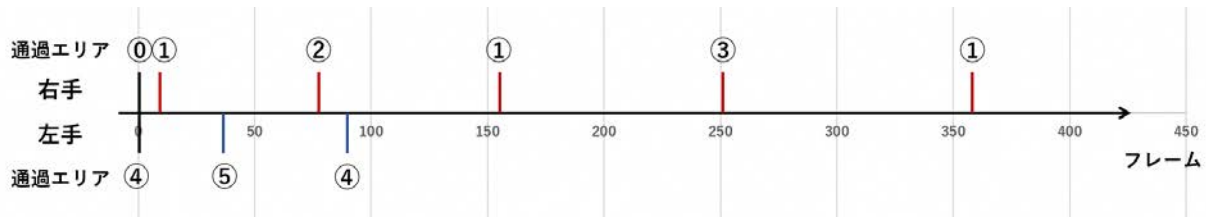


図6 作業手順1のエリア検出結果

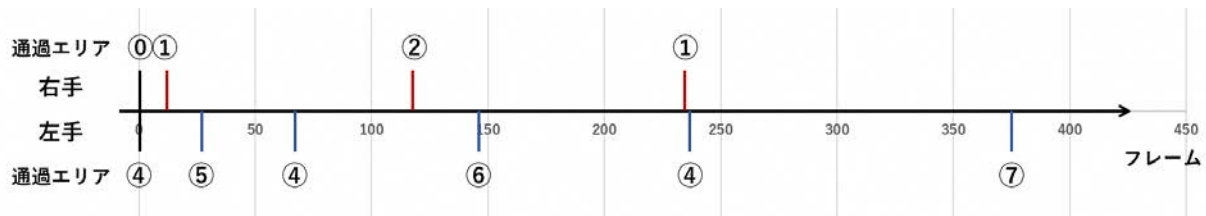


図7 作業手順2のエリア検出結果

に通過エリア判定処理を行っており、②以前に通過した③→①は検出されないためである。

これらのことにより、本方法で作業の抜けや入れ替わり等の作業ミスの検出が可能であることを示した。

5. まとめ

本稿では、組立セルにおける両手作業の品質向上を支援するため、カメラを用いて両手の位置を検出し、作業の作業ミスを検出する手法を開発した。まず、両手の位置検出方法として、PoseNetの姿勢推定結果の両手位置をそのまま用いるのではなく、姿勢推定処理過程において得られる両手のヒートマップから位置を検出することで、セルフオクルージョンの発生による検出ミスの軽減手法を検討した。そして、右手、左手それぞれに対して、動作の順に手が通過するエリアを画像上で設定し、作業の開始から、手が順序通りエリアを通過することを判定することで、作業終了時に通過していないエリアが存在する場合、作業忘れ等の作業ミスとして検出する手法を開発した。

今後は、製造現場での作業映像に対して手法の評価実験を行い、その有効性を検証する。

【謝 辞】

本研究の一部は、一般財団法人越山科学技術振興財団の研究補助金により実施しました。ここに深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 藤田彰久, IEの基礎, 建帛社, 1997
- 2) 平野裕之, 新作業研究, 日刊工業新聞社, 2001
- 3) 松原ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告, No.1, pp.85-86, 2020
- 4) Papandreou et al., Proc of ECCV, pp.269-286, 2018

壁面撮影装置を用いた画像統合技術と点検支援システムの研究開発（第3報）

生駒晃大*、渡辺博己*、松原早苗*、加藤光章†、鈴木真宏†、原田宣男†、宮口祐哉†、江口真澄†、斉藤富士夫†

Development of inspection support system and image stitching techniques using wall surface image capturing device (Ⅲ)

IKOMA Akihiro*, WATANABE Hiroki*, MATSUBARA Sanae*, KATO Mitsuaki†, SUZUMURA Masahiro†,
HARATA Nobuo†, MIYAGUCHI Yuya†, EGUCHI Masumi† and SAITO Fujio†

本研究では、橋梁などのコンクリート構造物の壁面に発生するひび割れ等の点検作業の効率化を目的として、画像処理技術を活用した点検支援システムの研究開発に取り組んでいる。今年度は、これまでに開発を行ってきたシステムの実用化に向け、様々な点検現場において実証実験を行うことで、システムの性能評価や実用化にあたっての課題の抽出とその解決に取り組んだので報告する。

1. はじめに

平成 26 年の道路法施行規則の改正により、全国の約 72 万橋の橋梁や、約 1 万本のトンネルなどの道路インフラすべてに対して、5 年に 1 回の頻度で、知識と技能を有する者が、近接目視により点検を実施することが義務化された。これにより、構造物の老朽化への対策や健全性を保つためのメンテナンスサイクルが確立されることとなった。しかし、点検作業は原則目視検査で行われるため、点検を行う現場環境によっては技術者にかかる作業負担は大きく、技術者ごとの損傷状態の判断基準のバラツキや、点検記録の正確性などが問題となっている。さらに、構造物の維持管理に必要となる人員や費用などのコストは年々増加傾向にあり、メンテナンスサイクルを持続的に回すためにも、より戦略的な維持管理の手法が必要とされている。

そこで、定期点検の義務化から 5 年が経過し、一巡目の点検が終了した平成 31 年には、これまでの点検結果や、点検に利用可能な技術開発の進展を踏まえ、点検手法の見直しが行われた。これにより、点検の際の具体的な手法等を定めた定期点検要領¹⁾が改定され、画像処理などの点検支援技術を活用した近接目視によらない手法でも点検を行うことが可能となった。

このような背景のもと、本研究では、平成 29 年度から県内土木建築業の企業と共同で、現場における点検作業の効率化を目的に、画像処理技術を活用した点検支援システムの開発に取り組んでいる²⁾。本システムは、橋長（橋の全長）が 15m 未満の小規模な橋梁を対象に、構造物の壁面をカメラで撮影することで、ひび割れなどの点検を効率的に行うとともに、安価に利用可能かつ現場の技術者が簡単に扱うことができるシステムを目標に開発を行っている。

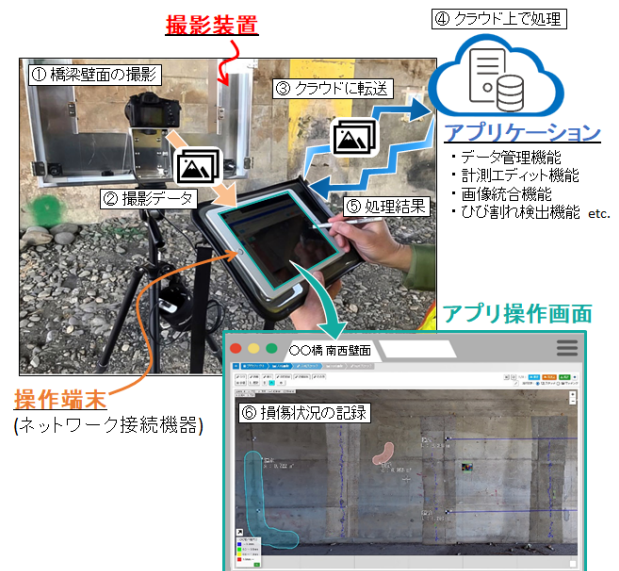


図1 点検支援システムの構成

今年度は、昨年度までに構築した点検支援システムを用いて、様々な点検現場で実証実験を行うことで、システムの性能評価や、実用化に向けた課題の抽出とその解決に取り組んだのでその内容を報告する。

2. 点検支援システム

本研究で開発を行っている点検支援システムの構成を図1に示す。本システムは、構造物壁面の状態を画像で捉えるための撮影装置と、撮影画像を用いた画像処理や点検記録の作成などを行うためのアプリケーション、カメラやアプリケーションの操作を行うための操作端末で構成されている。

2.1 撮影装置

撮影装置の外観を図2に示す。撮影に使用するカメラを装置の中央に取り付け、現場では三脚等に装置を固定して使用する。

* 情報技術部

† 株式会社市川工務店

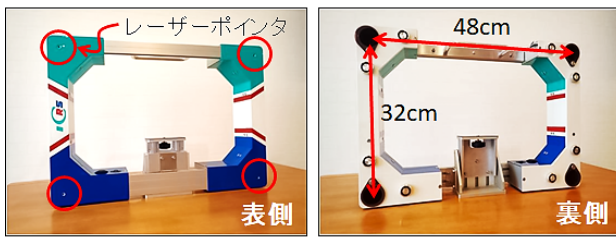


図2 撮影装置の外観

図2に示すとおり、装置の四隅には、4つのレーザーポインタが、レーザーの照射方向がすべて平行になるように固定されている。そのため、レーザーの照射方向に合わせてカメラを取り付けることで、レーザーによって照射された4つの輝点が写り込んだ壁面の画像を撮影することができる。本システムでは、このようにして撮影した壁面画像に対して、これまでに開発した位置姿勢推定処理を適用することで、装置と壁面との距離や、壁面に対する装置の傾きを算出することが可能である。本技術を活用することで、撮影画像のスケールの把握や、画像同士の統合処理などを行っている。

撮影装置の操作性を向上させるため、装置の小型化や軽量化が課題となっている。しかし、小型化のために4つのレーザーポインタの間隔を狭めた場合、位置姿勢推定精度が悪化することが実験により確認されている。そのため、今回新たに改良した装置では、間隔を狭めることなく、使用する各パーツの構成や部材を見直すことで、装置の剛性を保ちつつ約600gの軽量化を実現した。これにより装置重量は、カメラを含まない状態で5.2kgとなった。

2.2 アプリケーション

本システムで用いるアプリケーションは、図1に示すように、クラウド環境上で動作するサービス(SaaS: Software as a Service)として開発を行っている。そのため、インターネットに接続された端末からであれば場所を問わず、いつでもクラウド上のデータへのアクセスやアプリケーションの各種機能を利用することができる。

本アプリケーション上には、これまでに開発を行ってきた、画像統合処理やひび割れ抽出処理などの画像処理技術を活用した機能が組み込まれており、撮影装置により取得した画像をその場で素早く処理することで、現場における点検作業の効率化を図ることができる。また、デジタルデータの活用による正確かつ客観的な点検記録の作成を支援するためのツールとしても活用できる。

図3は撮影画像の統合処理を行うためのアプリケーションの操作画面の一例である。アプリケーションの操作画面は、専門的な知識がなくとも簡易な操作で画像処理等を実行できるよう、シンプルなレイアウトとなるように開発を行っており、現場での実証実験をもとに得られた課題に対して、機能や操作性などの改善を繰り返し行っている。



図3 アプリケーションの操作画面の例

3. 実証実験によるシステムの性能評価

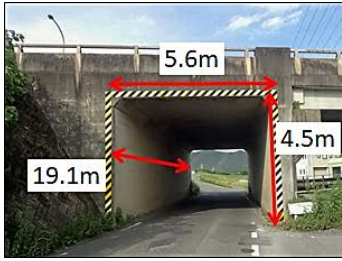
国土交通省は、技術者による目視検査の代替手段として、本システムのような点検支援技術を活用する場合のガイドライン³⁾を示しており、使用する点検支援技術の誤差特性や原理上の適用限界等を把握した上で、機器等が保証する性能の範囲内で適切に利用するよう記載している。また、岐阜県においても、上記のガイドラインのように今後の点検支援技術の活用に備え、点検支援技術活用の手引き⁴⁾を公開している。

そこで本研究では、上記のガイドラインや手引に記載されている点検支援技術の性能評価方法などを参考に、約30橋の小規模橋梁を対象に実証実験を行い、本システムの性能や適用限度について検証を行った。

3.1 点検支援システムの適用条件

図4は本システムによる実証実験を行った橋梁の外観写真と、橋梁の側面を撮影した画像を統合した結果の一部である。図4の(a)と(b)の橋梁では地面から床版(橋梁上面の床板部分)までの高さが大きく異なり、(a)の橋梁は4.5mの高さがある一方、(b)の橋梁は1.6mほどしかないため、点検を行う際には屈んだ状態で作業を行わなければならない。このような橋梁ごとの高さの違いに対しては、三脚などで装置の設置高さを調整することで対応可能である。しかし、小規模橋梁の中には、高さが1mに満たないような低い橋梁も存在するが、その場合、現状の装置では橋梁内での取り扱いが困難となるため、本システムの適用対象外とした。

また、本システムでは、三脚に固定した撮影装置を上下左右に傾け、角度を付けながら壁面や損傷箇所の撮影を行うため、撮影された画像中の壁面のスケールが様々ではない。そのため、位置姿勢推定処理により算出したカメラの姿勢情報をもとに正面から撮影したような画像へと変換を行うが、傾きが大きな画像ほど、正面画像への変換の際に引き伸ばし等により画像の質が低下してしまう。そのため、本システムの適用範囲として、撮影時の壁面に対するカメラの角度はおおよそ40度程度を限度とし、それよりも小さな角度で撮影を行った。



(a) 床版までの高さが高い橋梁



(b) 床版までの高さが低いため屈みながらの点検が必要な橋梁

図4 実証実験を行った小規模橋梁の外観と側面の統合画像の例

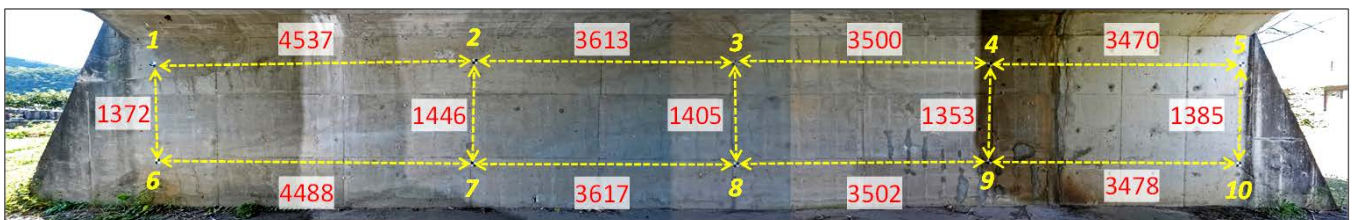


図5 距離計測精度の検証のためにマーカーを貼り付けた壁面の統合画像とマーカー間の距離の真値（単位はmm）

表1 距離計測精度の検証に使用したカメラと検証結果

	画像サイズ[pixel]	センササイズ[mm]	焦点距離[mm]	相対誤差(平均)[%]	相対誤差(標準偏差)[%]	相対誤差(最大)[%]
1	5472×3648	1型 (13.2×8.8)	8.8～220	1.3	1.0	4.7
2			8.8～132	4.2	1.5	7.4
3	5184×3888	1/2.3型 (6.2×4.6)	4.3～172	1.8	1.4	6.2
4			4.5～54	2.4	1.8	8.7

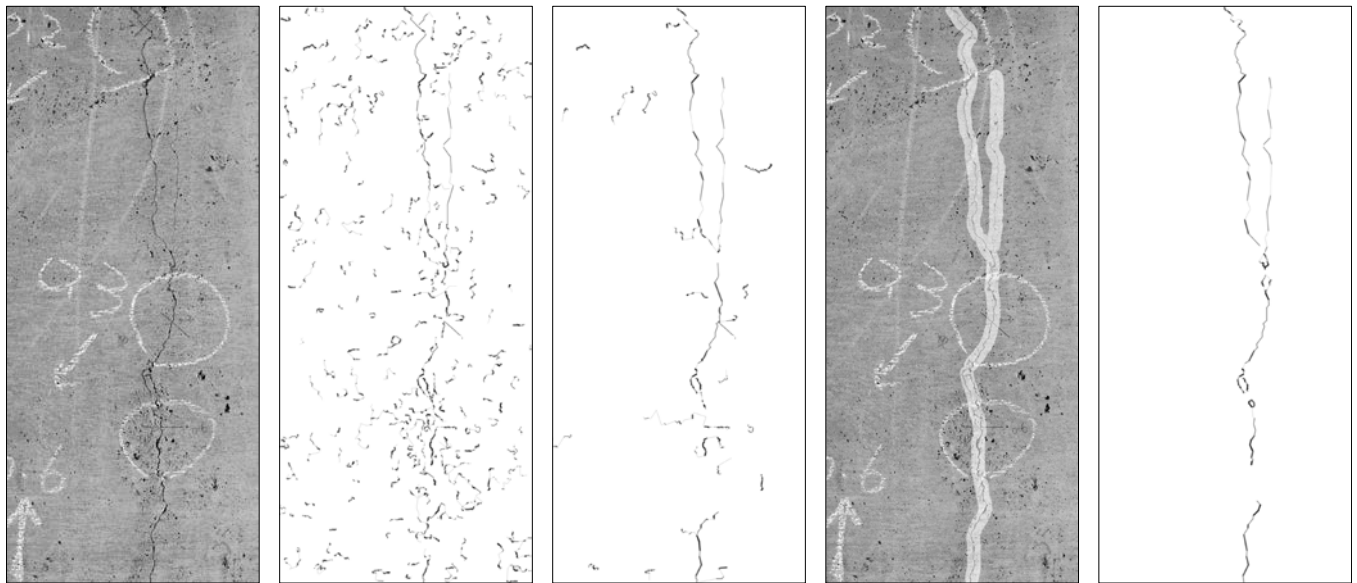
3. 2 統合画像上での距離計測精度の検証

本システムにより点検現場で撮影される画像には、図4で示したような壁面の大きな状態や損傷箇所を把握するための画像と、ひび割れなどの損傷箇所を詳細に記録するための画像の2種類あり、それぞれ撮影される画像や統合後の画像の分解能（1pixelあたりの実サイズ）が異なっている。本研究では、前者を大域画像、後者を局所画像と表現しており、大域画像の分解能は約2mm/pixel、局所画像は約0.2mm/pixelとなるよう、統合処理により画像を生成している。このように、統合処理で生成される画像の分解能が設定通りであれば、画像上のピクセル数をカウントすることで、実際に計測を行わなくても壁面上での距離やひび割れの幅と長さの計測が可能である。

そこで、本システムの統合処理の性能を検証するため、図5に示すように壁面上に複数のマーカーを貼り付けた状態で画像の撮影と統合を行い、生成された統合画像上のマーカー間の距離と、実際に現地で計測した真値との

相対誤差（ $100 \times \text{計測値の差} \div \text{真値}$ ）を評価した。また、本システムでは、使用するカメラを現場の状況や壁面との距離などに応じて切り替えて使用することも可能なため、今回の検証では、表1に示す4つの異なるスペックのカメラを用いて比較を行った。

表1に本検証で得られた相対誤差の平均、標準偏差、最大誤差をそれぞれ示す。使用するカメラによって多少バラツキのある結果となったが、誤差の平均が最も大きいものでも約4%となり、壁面の大きな状態を把握する上では問題のない誤差であることが確認できた。誤差が生じる要因としては、統合を行う際の画像間の位置合わせのズレや、位置姿勢推定の誤差により生成される統合画像の分解能が設定値からズレてしまうことが考えられる。また、統合処理で生成される画像中の壁面が正面向きではなく斜めの状態のままというケースもあった。そのため、上記のように統合結果が好ましくない場合は、手動で傾きを補正することで正面向きの画像が生成できるよう、アプリケーションに改良を加えた。



(a) 元画像 (b) ひび割れ抽出結果 (c) ノイズ除去結果 (d) ひび割れ抽出領域の指定 (e) 指定領域からの抽出結果

図6 ひび割れ抽出処理の改良による抽出結果の変化の様子

3.3 ひび割れ抽出処理の改良

本システムでは、壁面上のひび割れを撮影した画像同士を統合した局所画像から、ひび割れの自動抽出と幅の計測を行うことが可能である。ひび割れの発生状況は構造物の健全性を判断する上でも重要な指標となるため、画像から正確にひび割れ箇所を抽出し、幅や長さを計測する必要がある。そこで、本システムのひび割れ抽出処理の精度を向上させるため、実証実験により得られたデータを元に処理の改良を行った。

図6 (a) はひび割れを撮影した画像の統合結果の一部であり、この画像に対して、ひび割れ抽出処理を適用した結果が (b) である。本処理では抽出したひび割れの幅に応じて4つの区分に分けて結果を表示しており、幅が大きいほど濃く太い線で結果を描画している。

(c) は (b) の結果に対してひび割れ以外のノイズ成分を線分の長さを元に除去した結果である。ノイズ除去により概ねひび割れ箇所を抽出できているが、除去しきれなかったノイズに関してはアプリケーションのエディタ機能を用いて手動で除去する必要があるため、余分な手間がかかっていた。

そのため、(d) に示すように、ひび割れ抽出領域をエディタ機能で指定してひび割れ抽出を行うことで、

(e) のようにひび割れのみを正確に抽出できるよう改良を加えた。これにより、ひび割れ領域を指定する手間はあがるが、ノイズ除去作業を短縮でき、ひび割れ抽出処理も画像全体ではなく指定範囲のみに適用すれば良いため、処理速度も大幅に向上する結果となった。

4. まとめ

本研究では、点検技術者による現場での点検作業の効率化や、点検記録の正確さを向上させるため、画像処理

技術を活用したインフラ点検支援システムの開発を行った。本年度は、システムの実用化に向け、様々な橋梁を対象にした実証実験を行うことで、これまでに開発を行ってきた撮影装置やアプリケーション、画像処理機能の改良を行うとともに、本システムのような点検支援技術を従来の目視検査の代わりとして使用するために必要となる性能について、国や県が示すガイドラインを参考に検証を行った。

実証実験の結果より、本システムの適用範囲についてより明確な条件を示すことや、統合処理により生成された画像からの距離計測精度の評価、ひび割れ抽出処理の性能向上を実現することができた。

今後は、本システムを実際の点検業務で活用しながら、実用性をさらに高めていくとともに、より広い範囲で本システムを活用できるよう実績を積み重ねていく予定である。

【謝 辞】

本研究の遂行にあたり、アプリケーションの開発にご協力頂きました株式会社ライトスピードソリューションズの皆様に深く感謝致します。

本研究の一部は、岐阜県 IoT コンソーシアムワーキンググループ事業費補助金の補助を受けたものである。

【参考文献】

- 1) 国土交通省, 道路橋定期点検要領, 2019
- 2) 生駒ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告, No.1, pp.99-102, 2020
- 3) 国土交通省, 新技術利用のガイドライン (案), 2019
- 4) 岐阜県, 点検支援技術活用の手引き (案), 2020

目視検査員のための目のセルフケア支援技術の研究開発（第2報）

藤井 勝敏*

Proposal of a method to support eye health management of sorting workers (II)

FUJII Katsutoshi*

目の健康状態を自己管理する生活習慣を情報機器等によって動機付け支援する技術について研究する。特に、PC等の組込みカメラやUSBカメラにより定期的に撮影する行為を習慣づけるために、コロナ禍における健康チェック習慣との連携を行った。また、撮影する画像の高画質化と、撮影した画像の閲覧方法を改良するなど機能強化を図ったほか、産業用マクロレンズを使用して眼球のズーム写真を撮影する装置の試作を行った。

1. はじめに

本研究では目に関する生活習慣の振り返り、見直しの手がかりを得るために、目の外観写真と健康状態を毎日記録する方法を研究してきた¹⁾が、昨年以來、新型コロナウイルス感染症の流行により、自分の健康を自分自身で守るため、日々の体温や体調を測定し記録する生活様式が定着しつつある。この日課を情報機器等によって支援することは本研究の目的と合致すると考え、開発中の“目の健康状態の記録支援システム”に、コロナ禍における健康チェック機能を取り込むことにした。

また、記録する写真の高品質化や閲覧インターフェースの追加等の機能向上を図るとともに、産業用マクロ撮影レンズを用いて眼球の外観を詳細に観察、記録する方法について検討したので、併せて報告する。

2. 目の健康記録システムの改良

普段の目の使い方や自覚症状を、画像とともに日々簡単に記録するシステムとして昨年度開発した「目の日記帳」について、今年度は以下の改良を行った。

まずは、コロナ禍における新たな生活様式の一つである検温と自覚症状の記録を、図1の入力画面を用いて、選択形式で記録を行うものである。この操作を行ったときのユーザの顔を自動的に撮影するため、急いでいるときは体調/体温チェックだけで済ませても、従来どおり回答時の顔画像が自動保存される。

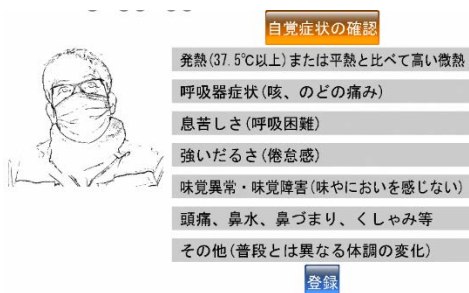


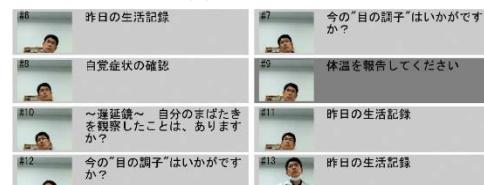
図1 コロナ禍における健康チェック画面

次に、カメラ撮影機能について、従来は640×480ピクセルであったところを、最大で1920×1080ピクセルで保存するように改善した。また、使用するカメラについても、本体内蔵のWeb会議向け組み込みカメラの他、後付けでUSBカメラが接続されていればそちらも選択可能にした。USB接続のカメラには照明内蔵の機種やオートフォーカス等高機能の製品があり、記録する画像の高画質化が期待できる。

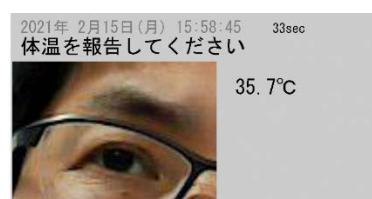
さらに、毎日の回答と設問ごとの回答時の画像を振り返り閲覧できるようにした(図2(a)(b))。記録画像は拡大することができ、記録画像の高解像度化とも相まって目の部位を詳細に確認できる(図2(c))。

2021-02-15	1日前	2/58	今の「目の調子」はいかがですか？
2021-02-09	7日前	2/6	今の「目の調子」はいかがですか？
2021-02-08	8日前	2/6	今の「目の調子」はいかがですか？
2021-02-05	11日前	2/6	今の「目の調子」はいかがですか？
2021-02-04	12日前	2/6	今の「目の調子」はいかがですか？
2021-02-02	14日前	2/5	今の「目の調子」はいかがですか？
2021-02-01	15日前	2/4	今の「目の調子」はいかがですか？
2021-01-29	18日前	2/5	今の「目の調子」はいかがですか？
2021-01-26	21日前	2/13	今の「目の調子」はいかがですか？

(a) 日別選択



(b) 設問別選択



(c) 詳細表示

図2 記録閲覧画面

* 情報技術部

3. 目のズーム撮影支援装置の試作

これまではUSBカメラにより目を含む顔全体を撮影、保存してきたが、眼球表面に注目し詳細に観察する方法についても検討した。日常的には、洗面台の鏡に近づいて観察するセルフケアが行われるが、この方法では自分自身で白目の側部を観察できないことと、指でまぶたを開く行為は衛生面、安全面に問題があると考えている。

そこで、本研究のプラットホームを利用し、マクロ撮影レンズを装着した顕微鏡カメラを応用して眼球のズーム写真の撮影を行う装置を製作した。

3. 1 撮影装置の構成

この撮影装置は、USB接続顕微鏡カメラ(Astcampan製 HD16MC1)に100倍ズームレンズ(Baoblaze製)を取り付けた構成で、机の上に置いて容易に位置合わせができるように、マイクスタンド(YINGYOU製)に載せている。カメラおよびレンズを積載する治具は3Dプリンタで製作した。装置外観は図3のとおりである。

撮影の際は、モニタディスプレイの前に撮影装置を配置し、図4のように頭を合わせる。装置から十分離れて撮影するため、接触する部位はない。また、一般的なオフィスの照明環境下でも撮影可能である。



図3 撮影装置外観



図4 撮影時の様子

3. 2 撮影支援ソフトウェア

眼球の白目の記録を撮るために、適切な撮影位置に被写体を誘導し、ディスプレイ上に視線を移す指示を表示しながら、この撮影装置を制御して自動撮影するソフトウェアを開発した。

このシステムで撮影した目の詳細画像の例を図5に示す。鏡では確認できない視線を横に振った時の白目の状態も容易に衛生的に撮影でき、血管の状態等を自分で詳細に観察することができる。

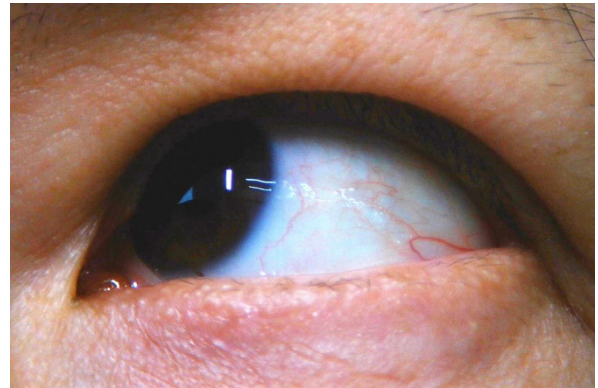


図5 目のズーム撮影例

4. まとめ

本研究は、自分の目を自身で観察し健康管理に生かすセルフケアに関して、情報機器によってどのように支援できるかを探索、提案するものである。洗面台の鏡等で観察しても気付く急性の異常ではなく、時間を隔てた写真を比較すると気付くような緩やかな変化を捉えることで、スマートフォンなど目にストレスを与える生活習慣の見直しや、目を使う仕事に従事する人であれば、作業環境や休息方法等の改善に繋げることを期待する。

このためには、日常生活の中で負担なく自分の顔や目の写真を撮る習慣を定着させることが本研究の主題であり、USBカメラ等を活用した撮影装置の検討および撮影支援ソフトウェアの研究開発を行った。

今後は、本ソフトウェアで撮りためてきた画像を比較し、小さな変化を画像処理により強調して提示する技術や、日々の撮影時に異常を検出、通知する機能などを検討する。また、身近な情報機器であるスマートフォンの内蔵カメラによって目の撮影を行い、その使用習慣との比較対照を支援するアプリの開発も行う予定である。

【参考文献】

- 1) 藤井,岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp105-106,2020

温湿度センシングに関する技術開発（第2報）

久富茂樹*、藤井勝敏*

Development for temperature and humidity sensing（Ⅱ）

KUDOMI Shigeki* and FUJII Katsutoshi*

高湿度域での正確な湿度測定を目的として試作した冷却式露点計について、ハウス施設への設置に向けて、塵埃対策のための風洞機構の試作と、露点検出について補正方法を検討した。フォトダイオード出力が閾値以下になったときの時間、反射板温度と実際に結露が起きたときの反射板温度との関係を求め、露点を推定した。その結果、市販の高精度温湿度センサから求めた露点と同程度の値が得られた。

1. はじめに

農作物の病害の発生には、環境の温度、湿度が大きく影響することが多い。特に高湿度域で病害の発生が伸展するため、高湿度域での正確な湿度測定が重要である。湿度センサは、様々な方式のものが市販されているが、静電容量式は、高湿度環境での耐久性、精度、応答性に課題がある¹⁾。また、乾湿計式は、蒸留水の補給、ガーゼ（ウィック）の交換が定期的に必要で手間がかかるという問題がある。

そこで、本研究では、高湿度域での正確な湿度測定を目的として、ペルチェ素子を使用した冷却式露点計の開発を行っている²⁾。本年度は、ハウス施設への設置に向けて、塵埃対策のための風洞機構の試作と、露点検出について補正方法を検討したので報告する。

2. 風洞による通風機構

試作露点計は、反射板表面での結露の有無を、LEDとフォトダイオード（以降、“PD”と記す）の光センサを用いて検出している。塵埃が反射板や光センサ表面に付着すると、センサ出力に影響を及ぼす。そこで、本研究では、露点計測モジュールを風洞の中に設置することで塵埃の対策を行った。図1に製作した風洞を示す。中央部分に試作した露点計測モジュールを設置した。反射板表面への塵埃の堆積を防ぐため、反射板が下向きになるようにした。片方の端にはフィルタを、もう片方の端にはDCファンを取り付けた。周囲を厚さ20mmの発砲スチロールで囲み、さらに、日射により風洞が直接温められることを防止するため、アルミ箔を外面に貼った。DCファンを作動させると、風洞内部の空気が風洞外へ排出され、反対側のフィルタを通して、環境の空気が風洞内に取り込まれる。

3. 露点検出方法の検討

試作露点計は、ペルチェ素子の冷却面に反射板を取り付け、ペルチェ素子で徐々に冷却する。反射板に結露が生じた時の温度を熱電対で測定し露点を求める。結露の有無は、LED光を反射板に照射し、反射光をPDで検出することで判定する。反射板上で結露が発生すると、LED光が拡散されるため、PDの出力が減少する。マイコンでその出力波形の振幅を求め、閾値以下になった場合に結露が発生したと判定する。LEDをパルス駆動することにより、環境光の影響を低減している²⁾。また、本研究では、反射板の冷却は、50秒かけて、約5℃冷却する方法にした。低湿度の環境で結露を発生させるためには、冷却温度を下げる必要があるが、電力の大きいペルチェ素子を使用する必要があるが、発熱側の熱の影響も大きくなる。今回の目的では、高湿度域のみの露点を検出できればよいので、5℃の冷却とした。5℃の温度差があれば、25℃前後では85%以上の環境での測定が可能である。

試作露点計を恒温恒湿器内（アドバンテック東洋製、THN062PB）に設置し、温度は25℃で一定とし、湿度

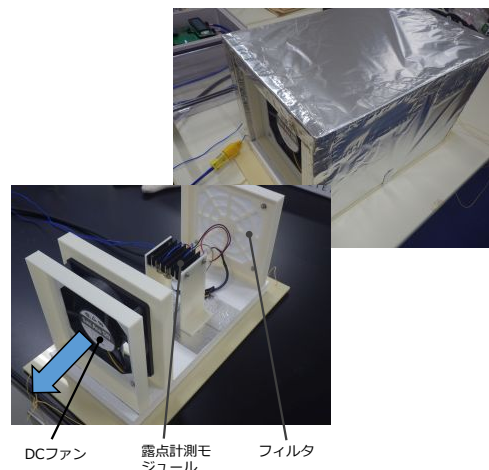


図1 試作露点計の通風機構

* 情報技術部

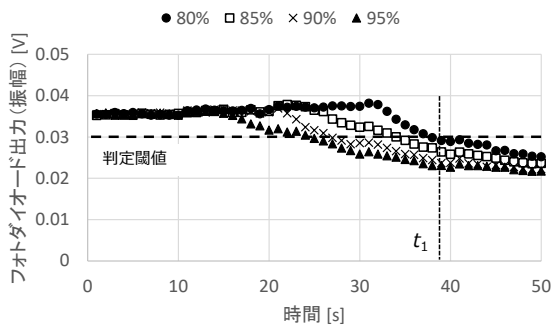


図2 反射板を冷却したときのフォトダイオード出力

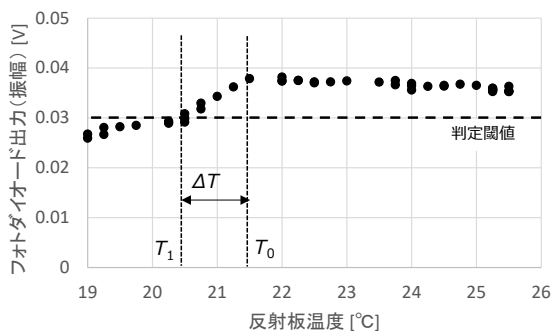


図3 反射板温度とフォトダイオード出力

が80%、85%、90%、95%の場合のPDの出力値を1sごとに測定した。図2に反射板を冷却したときのPD出力を示す。時間経過に応じて徐々に温度が低下していき、結露が始まると出力値が減少していく。湿度が高いほど、早い時間、つまり高い温度で結露が始まっているのがわかる。25℃、80%時の実験環境における反射板温度とPD出力の関係を図3に示す。結露判定の閾値を0.03Vに設定し、PD出力が閾値を下回ったときの温度を T_1 、反射板を冷却し始めた時から温度が T_1 になった時までの時間を t_1 とする。露点は結露が起こるときの温度であるから、PD出力が低下し始めるときの温度 T_0 を求める必要があるが、ノイズやセンサの出力変動のため、 T_0 の値を直接求めることは困難である。そこで、 t_1 と T_1 から T_0 を推定する方法を検討した。25℃の温度で、湿度を変えた場合の、 t_1 と、 T_0 と T_1 の差 ΔT の関係を図4に示す。このデータから回帰直線を求め、 t_1 から ΔT を推定した。 T_1 に ΔT を加えることで、露点 T_0 を求めた。

本手法の有効性を示すため、恒温恒湿器で、温度を25℃で一定とし、湿度を80%から95%まで5%刻みで1時間ずつ段階的に変化させ試作露点計で5分ごとに露点を求めた。参考のため、市販の高精度温湿度センサ（ティアンドディ製、SHB-3101）も風洞内に設置して温湿度を測定した。恒温恒湿器と高精度温湿度センサには露

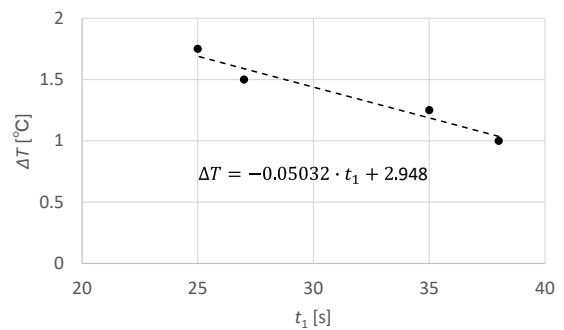
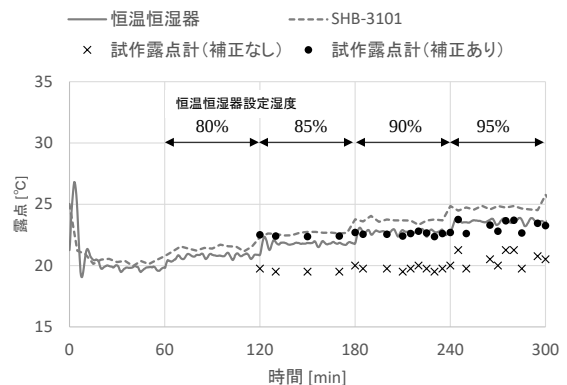
図4 t_1 と ΔT の関係

図5 湿度を変化させたときの露点

点を出力する機能がないため、計測した温度と湿度から計算により露点を求めた。結果を図5に示す。上記の推定を行うことで、恒温恒湿器及び高精度温湿度センサから求めた露点と同程度の値が得られた。しかしながら、85%と90%の時の露点にほとんど差がないことと、85%以上の高湿度の環境において、PD出力が閾値以下とならない現象があったため、今後原因を調査する予定である。

4. まとめ

試作露点計の塵埃対策として、風洞による通風機構を製作した。また、露点検出について補正方法を検討した。PD出力が閾値以下になったときの時間、反射板温度と実際に結露が起きたときの反射板温度との関係を求め、露点を推定することで、恒温恒湿器及び高精度温湿度センサから求めた露点と同程度の値が得られた。今後、ハウス施設内での動作確認を行う予定である。

【参考文献】

- 1) 久富ら,岐阜県情報技術研究所研究報告 No.19, pp33-35,2018
- 2) 久富ら,岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp103-104, 2020

AI 技術を活用した検査工程の省力化・効率化（第5報）

企業連携

—画像検査システムとのデータ連携—

渡辺博己*、生駒晃大*、松原早苗*、伊藤司†、安田敏†、山下泰司†

当センターでは、令和元年度から県内企業への AI 技術の導入を促進するために、県内企業のニーズに応じた AI 関連システムの開発を支援している。昨年度は、県内企業と AI 技術を利用した検査システムの共同開発に取り組んだが、それと同時に、当該企業から研修生を受け入れ、後工程で利用する検査結果の見直しシステムについても開発を支援した。しかし、両システム間のデータ連携に課題を残していたため、共同研究、研修生受け入れを継続することにより、この課題の解決に取り組んだ。

1. 企業ニーズ

株式会社前田精工（以下、連携企業）と当センターは、これまでに検査作業で利用する既存検査装置（以下、検査装置）に AI 技術を適用させた検査システム¹⁾（以下、AI システム）の開発や、検査工程の最終確認作業（以下、見直し作業）で利用する検査結果見直しシステム（以下、見直しシステム）の開発に取り組んできた。しかし、AI システムから見直しシステムへのデータの受け渡しをファイルで行っていたため、データの読込処理に時間を要するという課題があった。

2. 連携

2.1 体制

連携企業と当センターとの二者で共同研究契約を締結し、AI システムの開発を行った。また、連携企業から研修生を受け入れ、見直しシステムのプログラム開発、データベース開発を支援した。

2.2 分担

連携企業は、見直しシステムにおけるデータベース連携プログラムの開発、データベースの開発、システム間のデータ連携の検証を担当し、当センターは、AI システムにおけるデータベース連携プログラムの開発、連携企業のプログラム開発、データベース開発の支援を担当した。図1にデータベースとの連携の概要を示す。

3. 開発の結果

検査作業は、検査装置、AI システムを起動後、検査装置に検査対象ワーク（以下、ワーク）を設置することにより開始する。AI システムは、検査装置による検査状況に応じて、深層学習による欠陥種別の画像分類を実行し、分類結果に基づいた OK/NG の判定をワーク単位で出力する。本研究では、AI システムのワーク単位の検査結果をデータベースに記録するとともに、画像単位の検査結果もデータベースに記録するよう AI システムを改良した。なお、検査作業はロット単位で行われるが、1 ロットのワーク数は約 1,000 個である。

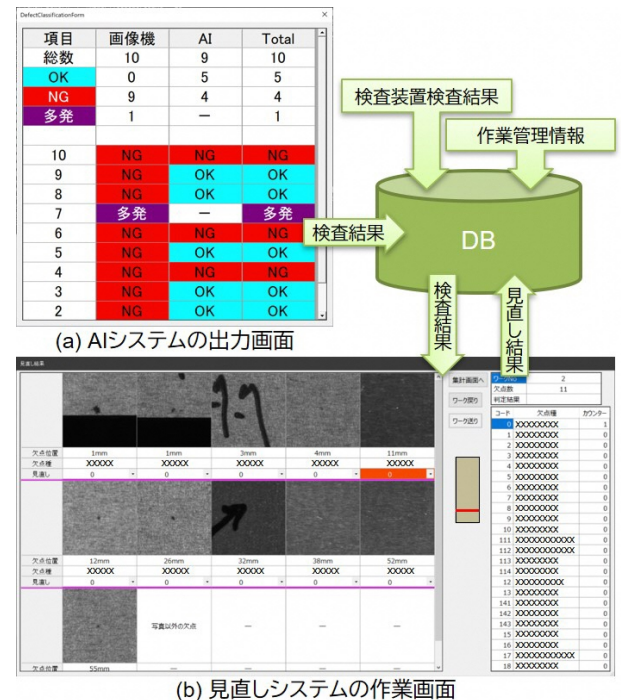


図1 データベースとの連携

見直し作業は、ロット単位の検査作業が終了した後に開始され、AI システムで NG 判定となったワークについて、作業員が複数の欠陥画像から一つの欠陥種に決定する。これまで、NG 判定のワーク数とその画像数によっては、数万行のデータをファイルから読み込む必要があり、読込処理に時間を要していた。しかし、データベースの検索機能の利用により、ワーク単位での読込が容易となり、処理時間の短縮を図ることができた。

また、両作業においては、作業に関する情報をデータベースに記録するようシステムを改良することにより、検査工程における進捗管理の効率性を高めた。

4. 今後の展望

開発したシステムの実作業での検証を継続し、運用上の課題に対応していく予定である。

【参考文献】

- 1) 渡辺ら，岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, p.107, 2020

* 情報技術部

† 株式会社前田精工

MZ Platform を用いた金型製造工程スケジュール管理システムの設計開発

曾賀野健一*、安田光貴†、杉本圭三†

当センターでは、製造業の業務効率改善を目的とした技術支援に取り組んでいる。この取り組みの一環として、県内企業から金型製造工程スケジュール管理の効率化に関する相談を受け、システムの設計開発支援を実施した。その結果、県内企業が金型製造工程スケジュール管理システムを開発し、運用を行っている。

1. 企業ニーズ

イビデンエンジニアリング株式会社（以下、IEC という）の金型製造現場では、金型の製造番号（以下、製番という）ごとに各種加工、組付、研磨といった 10 以上の工程をスケジュール管理している。スケジュールを組む場合の要件として、金型の図番情報に基づいて、分岐する工程や重なってもよい工程と重なってはいけない工程があり、製造の進行状況に応じて工程の割振りをベテラン作業者が判断し、Microsoft Excel を用いて複雑なスケジュールを組まなければならなかった。工程の見直しや特急品の割り込みが発生した場合は、スケジュールの一層複雑な組み直しが必要となることから、ベテラン作業でなければ対応できない問題を抱えていた。そのため、スケジュール管理を自動的に効率よく行うシステム化が求められていた。

IEC では外注や市販ソフトウェアの導入等を検討したが、コストや保守等を考慮し、自社でシステムの設計開発と改良が可能かつ高度なプログラミングスキルを必要としないシステム開発ツール「MZ Platform」を用いてシステムの設計開発を行うこととした。

2. 連携

金型製造工程の管理を業務としている IEC のニーズをもとに、当センターは MZ Platform とデータベース管理システム（DBMS）の基礎知識及び基本操作、金型製造工程スケジュール管理システムの設計開発に関する指導を行い、IEC がシステムの設計開発を行った。

3. 開発の結果（支援の結果）

開発した金型製造工程スケジュール管理システムの構成を図 1 に示す。

DBMS は MySQL5.6 を使用し、金型図番情報等を登録可能なデータベースを構築した。情報の入力フォームは MZ Platform を用いて開発し、フォーム上に入力された情報を指定のデータベースに登録することができる。データベースに登録された情報を取得し可視化するための機能として、金型製造工程スケジュール管理表（ガントチャート）を MZ Platform を用いて開発した。

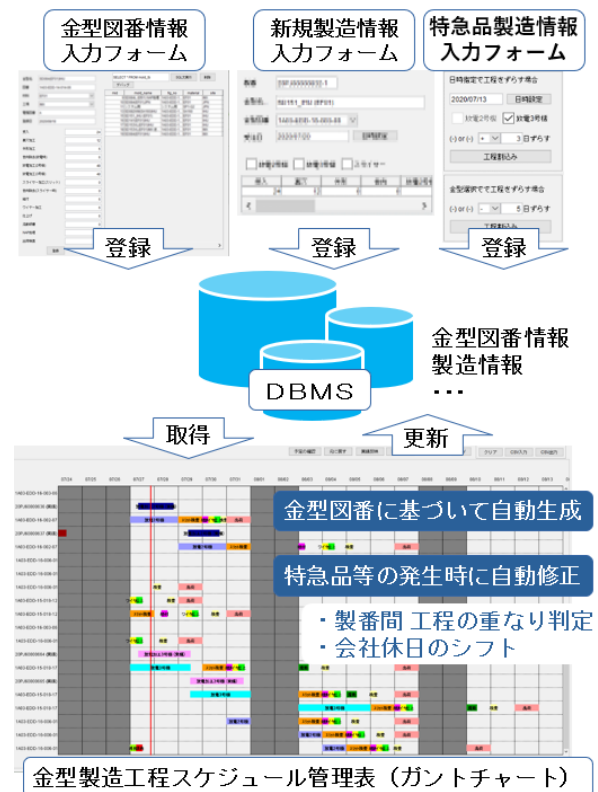


図 1 開発したシステム

このシステムは、新規製造情報を入力すると、全製番の製造進行状況と金型図番情報に基づいて、スケジュールを自動生成することができる。スケジュールの見直しや特急品の割り込みが発生した場合には、スケジュールを自動修正することができる。いずれも、製番間における工程の重なりを許可または回避する判定機能と、会社の休日をシフトする機能を有している。

このシステムを利用することにより、これまでベテラン作業が行っていた複雑なスケジュールの生成、修正作業を自動で行うことができるようになり、効率的なスケジュール管理を実現するに至った。現在、このシステムは IEC の金型製造現場で運用されている。

4. 今後の展望

金型製造現場でのシステム運用により、現場からの新たな要望や問題点を抽出し、IEC がシステム改良を図るとともに、その支援を当センターが実施する予定である。

* 情報技術部

† イビデンエンジニアリング株式会社

画像処理と機械学習によるメータリーディング技術の研究

企業連携

大橋 勉*、田畑 克彦*、馬場 公弘†、村橋 信之介†

プラント工場では様々な種類のメータが広範囲に多数設置されており、工場の保全のためにこれらのメータの値を読み取って記録する作業は日常的な業務である。このような業務負担を軽減するため、省力化を図りたいという企業からの要望を受け、企業と連携して画像処理と機械学習技術に応用したメータ読み取りシステムの開発を実施した。今回は針式メータ、7セグメント表示器、ドットマトリックス表示器の3種類を読み取りの対象とした。

1. 企業ニーズ

プラント工場には多種多様な設備があり、各々の設備には稼働状態を示すメータが取り付けられている。

安定した操業にはメータの値を日々点検・記録する作業が欠かせないが、メータは工場内のいたるところに存在するため、確認作業は企業にとって大きな負担となっている。

この確認作業を自動化できれば大きな省力化につながる。また、現状よりも高い頻度でメータ値を把握できるので継続したメータ値の読み取りにより設備の運転に関する長期傾向の解析や所定の規定値を外れた場合には即座にアラートを発するなどの応用が可能となり、プラント工場の操業品質の向上に寄与できる。

2. 連携体制

プラント工場の設備点検を業務としているイビデンエンジニアリング株式会社と当センターが連携して開発を実施した。

イビデンエンジニアリング株式会社では定期的に対象メータの撮影を行うシステムの構築、実際の撮影作業を担当した。

当センターでは撮影されたメータ画像からメータ値を判定処理するアルゴリズム、ソフトウェアの開発およびドットマトリックス表示器の読み取り性能の評価を行った。

3. 開発の結果（支援の結果）

3.1 針式メータ

メータ外周の円を検出し、中心を通る長い直線を針と識別して、針の角度と予め登録した最小・最大値の角度から値を線形変換により求めるアルゴリズムとした。図1に認識結果の一例を示す。また、針式電流計では針の角度とメータ値が非線形な関係であったためスプライン



図1 針の認識



図2 デジット判定

関数による変換を用いることにより正確な読み取りを可能とした。

3.2 7セグメント表示器

アルゴリズムは撮影画像から表示枠を切り出した後、各デジット（桁）を切り出し、さらに各デジットのセグメントの点灯、消灯を判定し、ルックアップテーブルから0～9の値に変換する方法とした。読み取り中の画像を図2に示す。グレーの四角が判定領域を示している。

3.3 ドットマトリックス表示器

読み取り対象となった表示器では数字のゼロの字体が0のような斜線付きとなっておりOCR(Optical Character Recognition)が対応していないため、機械学習による読み取りを試みた。

学習モデルはサポートベクターマシン、ランダムフォレスト、LightGBM、Catboostを選択した。いずれもグリッドサーチによるパラメータ探索後、正解率は0.99以上を得た。

なお、今回、データセットを作成する際に判読できずラベル付けできない画像があったため、それらは除外している。

4. 今後の展望

工場内のメータを自動読み取りするため、画像処理と機械学習により針式、7セグメント、ドットマトリックスの3種類のメータの値の読み取り技術を開発した。

ドットマトリックス表示器では撮影条件を改良して安定した画像を取得できるようにし、除外データのないデータセットによる学習を実施する予定である。

また、読み取ったメータ値の利活用ができる仕組みを構築して付加価値を高めていく予定である。

* 情報技術部

† イビデンエンジニアリング株式会社

スマート金型の応用展開に関する研究（第2報）

企業連携

西嶋隆*、山田俊郎*、松原早苗**、岩田英司†、奥田智裕†、林達彦†

Application development of smart mold system (II)

NISHIJIMA Takashi, YAMADA Toshio, MATSUBARA Sanae, IWATA Eiji, OKUDA tomohiro and HAYASHI Tatsuhiko

当センターでは、県内製造業の金型によるものづくりの高品質化・効率化を支援するため、県内企業と連携し、スマート金型（情報技術を活用した金型）の開発に取り組んでいる。令和元年度までにおいては、主に射出成形金型を対象としてきたが、令和2年度より更なる応用展開として、プレス金型を扱う企業と連携し技術開発を行った。本開発では深絞りプレス成形を対象とし、NG品の発生をプレス工程にて即時に検出するスマート金型の開発を目標とした。本報ではNG品を判定するための、オンライン判定システムの設計・試作ならびに本年度に実施した試験用金型によるセンサデータ収集の一例を報告する。

1. はじめに

県では県内製造業のものづくりのスマート化を推進しており、その一環として、平成28年度から金型による製造業の高品質化・効率化の支援を実施している。当センターでは令和元年度までに、主に射出成形金型を扱う企業と連携し、情報技術を金型に適用したスマート金型を開発し、金型内部の圧力やガスベントの状態、型の締め具合等の金型内部状態の見える化を図った¹⁾。

本年度からは、更なる応用展開としてプレス金型を扱う企業と連携し、深絞り成形を対象としてNG品をプレス時に判定するスマート金型の開発に取り組んでいる。

本報では、シングルボードPCを用いたNG品のオンライン判定システムを提案し、その設計・試作及び、連携企業にて製作した試験用金型を用いて実施したデータ収集の一例について報告する。

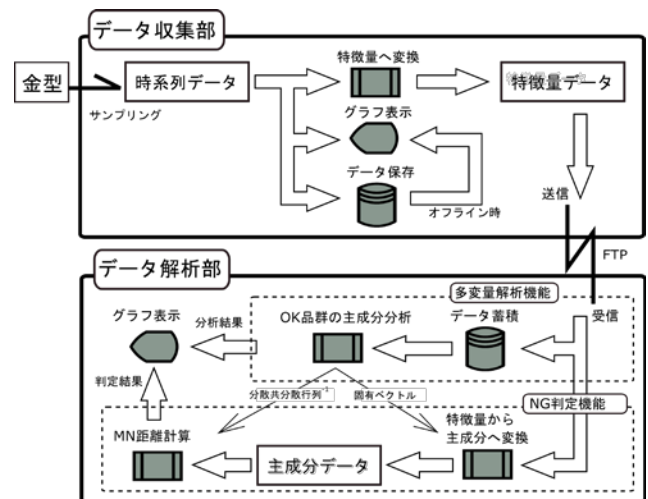


図1 オンライン判定システムの概要図

2. オンライン判定システム

2.1 設計

オンライン判定システムの要求仕様としては、対象のプレス加工サイクルより短い周期でNG判定をすることや、NG品の発生割合が低く十分な数のデータが得られないことから、OK品の成形時のセンサデータをもとに、その異常値としてNG品を判定することが求められる。また、設備導入のコストも抑えることが望まれる。

本システムでは、金型内部のスプリング力やダイスの荷重等の各種の時系列データから、あらかじめ有効と考えられる多数の特徴量を決定し、特徴量を変量とした多変量解析によりNG品を検出する方法を採用した。これにより、膨大な時系列データをそのまま扱うことなく、多数の特徴量を主成分へと次元圧縮することで、NG判

定時の計算負荷を低減する。

NG判定にはOK品の主成分ベクトルの平均とサンプルの主成分ベクトルのマハラノビス距離²⁾から判定する。

ハードウェアはシングルボードPCに実装し、設備導入の低コスト化を図る。

2.2 システム概要

図1にオンライン判定システムの模式図を示す。本システムは金型のセンサデータを取得するデータ収集部とデータの多変量解析とNG判定を行うデータ解析部から構成する。

データ収集部は、プレス加工の1サイクル毎に、金型のセンサ出力を取得・ノイズ除去を行い、時系列データから特徴量を算出し、結果をデータ解析部に送信する。併せて、時系列データのグラフ表示・保存を行う。また、保存した時系列データの再表示や特徴量を表示するため、オフラインで使用できる当該機能も設けた。

データ解析部は二つの機能があり、一つは、特徴量デ

* 技術支援部

** 情報技術部

† 株式会社加藤製作所

ータを蓄積し、蓄積した OK 品データの多変量解析を行う。具体的には、変量を特徴量としたデータを主成分分析し、設定した累積寄与率までの主成分へ次元圧縮する。ここでは、特徴量から主成分へ変換する固有ベクトルおよび主成分の分散共分散行列の逆行列を得る。この機能は OK 品の傾向を記憶するものであるため、NG 判定の機能を使う前に実行する必要がある。

もう一方は、サンプルの NG 判定を行う機能であり、主成分分析で得られた OK 品データの固有ベクトルを用い、サンプルの特徴量を主成分へ変換した後、OK 品データの主成分ベクトルの平均とサンプルの主成分ベクトルのマハラノビス距離を計算する。

NG 品の判定は、OK 品の主成分ベクトルと、その平均ベクトルとのマハラノビス距離の 2 乗値の分布が、主成分の数を自由度とするカイ 2 乗分布に従うため、この分布の上側有意確率を設定して行う。

2. 3 実装

設備の導入コストや開発の利便性を踏まえ、データ収集部とデータ解析部は共にラズベリーパイ 4 を採用した。開発には python を使い、各種パッケージを活用した。

データ収集部には 24bit $\Delta\Sigma$ AD コンバータ (MAX11254) を採用し、歪ゲージ 1ch、ロードセル 3ch の時系列データを最大約 2kHz で取得する。また、熱電対用デジタルコンバータ (MAX31855) を採用し、金型温度を計測する。

データ解析部は、FTP サーバを設け、データ収集部からのファイル更新イベントにてデータ蓄積やサンプルの NG 判定を行う。

多変量解析機能としては、任意のタイミングで蓄積した特徴量データの主成分分析を実行するソフトウェアを実装し、実行画面に主成分分析の結果 (第 2 主成分までの散布図) とマハラノビス距離のヒストグラムと閾値ラインを表示する。

NG 判定機能としては、サンプルの第 1、第 2 主成分の散布図プロットとマハラノビス距離のヒストグラムへのプロットを行い、視覚的に NG 品を把握できるものとした。図 2 に過年度に実施したスマート金型 (射出成形) の特徴量データ (N=999 個) を適用した時の実行画面の一例を示す。

3. 結果と今後の展望

本年度は、オンライン判定システムの設計・試作とともに、連携企業において試験用金型を製作し、試作したデータ収集部を用いた深絞り成形時のデータ収集を実施した。

特徴量の選定に際し、NG 品の生成原因として、プレス時のダイスに作用する力のアンバランスが関連していると考えられたため、金型内部のダイス上部にロードセルを 3 個設置し、特徴量としてダイスの回転モーメントを計算した。図 3 にデータ収集部を用い、オフラインにて特徴量を計算した際の実行画面の一例を示す。

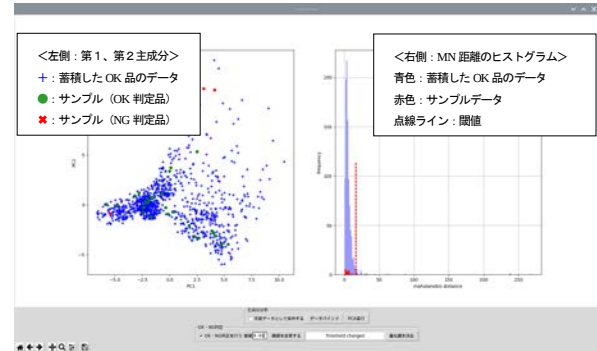


図 2 データ解析部の実行画面の一例



図 3 データ収集部の実行画面の一例

(上: 回転モーメント、下: 回転モーメントの角度と時系列データ)

現段階では、試作したデータ収集部を用い、OK 品が成形された際の特徴量と実験的に NG 品を成形した際の特徴量の比較等を行い、NG 品生成の検出に有効な特徴量の検討を行っている。

今後は、NG 品検出に有効と考えられる特徴量を決定するためのデータ収集と、オンライン判定システムの検証実験を進め、生産現場における高品質化・効率化に貢献したい。

4. まとめ

県内プレス加工企業と連携し、深絞り成形の NG 品をオンライン検出するスマート金型の設計・試作を実施し、以下の結果を得た。

- 1、オンライン判定システムの要求事項からシステムの設計・試作を実施した。
- 2、試験用金型を製作し、試作したデータ収集部を用いてプレス加工時のセンサデータを収集し、特徴量の選定を試みた。

【参考文献】

- 1) 山田ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp87-90, 2020
- 2) 例えば, 救仁郷誠, 品質工学 Vol.9, No.1, pp13-21, 2001

EMC 試験設備の活用 —バッテリー管理システムの開発事例—

企業連携

浅井博次*、山田俊郎*、西嶋隆*、平野浩司†

当センターでは、電波暗室、シールドルームおよび EMC 試験設備を整備し、令和元年度より EMC 試験に関する依頼試験・開放試験室利用のサービスを開始した。現在、家電製品のような民生品の電子機器、医療機器・福祉機器の規格試験の他、車載機器に対する規格試験にも対応している。今回、県内企業が代表を務める企業グループが行った商品開発において EMC 試験を行ったので、その事例を紹介する。

1. 企業ニーズ

近年、様々な場所で電子機器が活用されるようになっているが、外部からの電磁波により誤動作する問題が発生している。電子機器をはじめ、誤動作を引き起こす電磁波の発生源は至る所に存在している。そのため、電子機器には、周囲の電子機器に影響を与えるような電磁波を放出しないことと、電磁波にさらされたときにも正常に動作すること、という二つの機能が強く求められる。当センターでは、この二つの機能を測るために必要となる EMC 試験設備の導入を進め、電子機器開発を行う企業の支援を推進している。

本稿では、EMC 試験設備の活用事例として、株式会社岐阜バッテリー販売が中心になって開発を進めているバッテリー管理システムの開発における事例を紹介する。

2. 連携

2. 1 体制

今回技術支援を行ったのは、IoT 技術を用いて、電動フォークリフトのバッテリーを遠隔管理するサービスの開発事業であり、経済産業省の令和2年度商業・サービス競争力強化連携支援事業（新連携支援事業）の採択を受けて企業グループが事業化を進めている。遠隔監視のために、携帯電話回線を用いてバッテリーの状況を通知するバッテリー・データロガーを開発しており、当センターは主にデータロガー装置の評価について、技術支援を行った。

2. 2 当センターの分担

当センターでは、データロガーの開発にあたっての電氣的側面からの助言を行うと共に、EMC 試験を実施した。また、フォークリフト車両に搭載して使用されることから、振動試験も実施し、製品評価を支援した。

3. EMC 試験の実施

開発するバッテリー・データロガーは樹脂でモールドされたモジュール製品であるため、製品単体の試験では実利用環境に即した試験とはならない。フォークリフト・バッテリーの管理をメインターゲットとしたものであ

* 技術支援部

† 株式会社岐阜バッテリー販売



図1 静電気試験
(バッテリーケースへの間接放電)の様子



図2 電源高調波試験／フリッカ試験装置

ることから、実利用環境を模擬する金属製のバッテリーケースに取り付けた状態として、充電モード・放電モードの2通りの条件で試験を行うことを提案した。

試験対象が主に工業環境で使用される機器であることから、試験に当たっては、工業環境のイミュニティ規格 IEC61000-6-2、及び工業、科学及び医療用装置のエミッション規格 CISPR11 を適用し、開発製品が規格を満足することを確認した。

4. 今後の展望

当センターでは、今年度より車載機器の規格に対応した試験設備の運用を開始した。また、半導体素子によって出力を制御するインバータが組み込まれた機器では必須である電源高調波試験／フリッカ試験に対応した試験設備を新たに整備し、1月より運用を開始した。

今後も引き続き、県内企業への要望調査や技術支援、EMC 試験を通して、県内企業の電子機器応用製品の開発支援を進める予定である。

令和3年7月 発行

岐阜県産業技術総合センター研究報告
令和2年度 第2号

編集発行 岐阜県産業技術総合センター

所在地 〒501-3265 岐阜県関市小瀬 1288

電話 (0575) 22-0147

FAX (0575) 24-6976

E-mail info@gitec.rd.pref.gifu.jp

ホームページ <https://www.gitec.rd.pref.gifu.lg.jp/>

