

トリプトファン発色反応を利用した 動物繊維の着色における発色生成物の構造解析

堂ノ脇 靖巳*

Structure Analysis of Colored Tryptophan on Coloring of Animal Fiber Using the Color Reactions

Kiyoshi Donowaki

本研究では、動物繊維は蛋白質であるという観点から、蛋白質を構成しているアミノ酸の一つであるトリプトファンの発色反応を利用して動物繊維を発色している。今までにその色彩と耐光堅牢度は反応に用いたベンズアルデヒド誘導体の構造に依存することが明らかとなっている。そこで今回、発色機構の解明を目的としてオキシム樹脂を用いて疑繊維状態を形成し、繊維と同様な発色反応を行い、このトリプトファン発色生成物の構造解析を行った。この結果、トリプトファンと芳香族アルデヒド誘導体は、2:1 の比で反応・結合し、さらに酸化反応を経ることでベンズアルデヒド部分がキノイド構造となり、発色していることが明らかとなった。そこで、羊毛生地を用いて発色反応を行い、この後に酸化反応を組み込んだ濃色化を検討した。この結果、酸化剤を含んだ希硫酸中で濃色化することが明らかとなった。

1 はじめに

染色整理業は、水、合成染料、助剤、エネルギー（温度）を大量に消費する資源エネルギー大量消費型産業であり、水道光熱原価平均値は他の製造業よりも大幅に上回っている¹⁾。また、資源エネルギー消費と同時に大量の廃液を生じる産業でもあり、環境問題の観点から新しい技術開発が必要となっている。特に、染色に用いている合成染料は、近年、その安全性がクローズアップされており、染料の制限が行われ、数も減る傾向にある²⁾。このような背景のもと、新しい技術の導入、健康志向、自然回帰などの考えから天然染料・材料を用いた新しい染色が注目されている³⁾。しかしながら天然染料は、一般に堅牢度が低い（色落ちする）、再現性がないことが問題であり、新しい技術開発が必要となっている。

そこで、化学繊維研究所では天然材料を用い、かつ堅牢度が高い着色技術の開発を行っている。具体的には、天然から得られる動物繊維（絹、羊毛など）が、構成成分として持っているアミノ酸の一つであるトリプトファンを発色させ、繊維自身を発色体とする新しい技術である（図-1）。今までの研究結果から、発色した色は洗濯、汗、摩擦によって移染が生じないこと、発色反応に用いる芳香族アルデヒド誘導体の構造

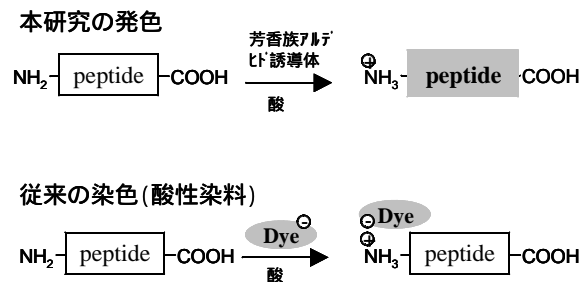


図-1 動物繊維の発色概念

によって色彩や耐光性が制御できることなどを明らかとしている³⁾。そこで、最適な芳香族アルデヒド誘導体の分子設計のために、トリプトファン誘導体であるN-アセチルトリプトファンエチルエステル（Ac-Trp-OEt）を用いて、溶液中で発色反応を行い、発色生成物の構造解析を行った。この結果、図-2に示すように、Ac-Trp-OEtとベンズアルデヒド誘導体が2:1で結合し、化合物2のようにベンズアルデヒド部分の水酸基がキノン基に変化して発色していることが

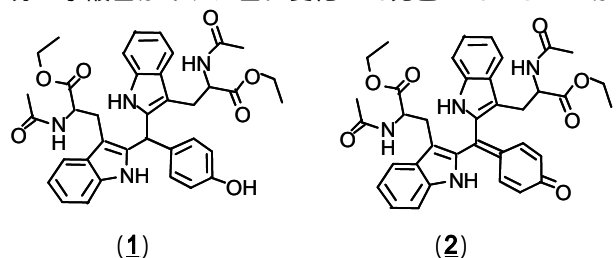


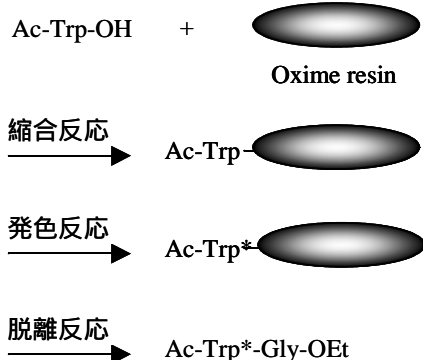
図-2 Ac-Trp-OEtを用いた発色反応生成物の分子構造解析結果

*1化学繊維研究所

明らかとなった⁴⁾。しかしながら、この構造は溶液中で反応しており、実際の繊維中での発色構造を確認する必要がある。そこで、今回オキシム樹脂を用いて疑繊維状態を形成して固相上での発色反応を行い、生成したトリプトファン誘導体の構造解析を行った。また、今回の構造解析から新たに酸化反応を組み込んだ色制御の知見も得られたので、合わせて報告する。

2 研究, 実験方法

疑繊維状態は、スキーム - 1 に示すように *N*-アセチルトリプトファン (Ac-Trp-OH) をオキシム樹脂と縮合反応させて形成した。得られた樹脂は繊維と同じ条件³⁾で発色させ、発色したトリプトファン誘導体をグリシンエチルエステル (H-Gly-OEt) で樹脂から脱離させ、Ac-Trp*-Gly-OEt (*は発色状態を示す) を採取した。得られた発色生成物は、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) などで精製した後、¹H-NMR, COSY, マススペクトル, 元素分析で構造解析を行った。



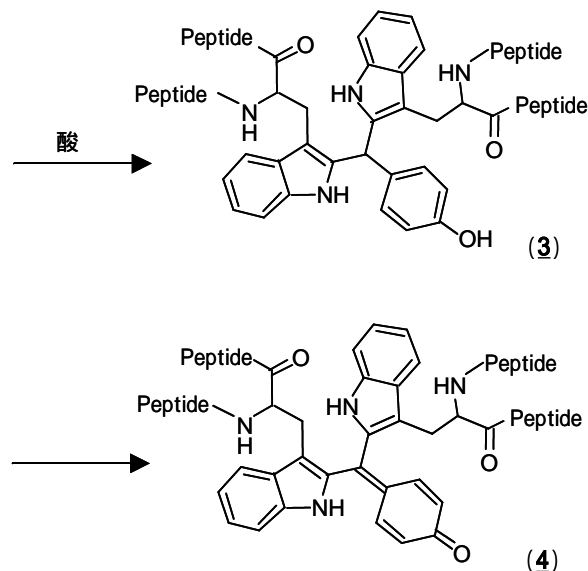
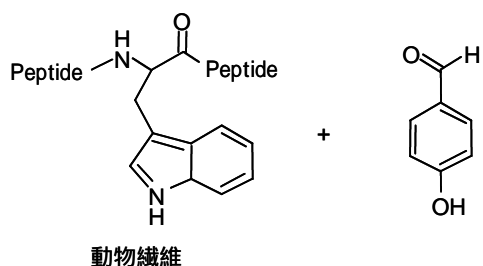
スキーム - 1 固相上でのトリプトファン発色反応 (*は発色状態を示す)

また、羊毛の発色の度合いは、積分球付属装置 ISR-2200 を付属した島津製作所製紫外可視分光光度計 UV-2400PC により反射率を測定して評価した。

3 結果と考察

3 - 1 発色生成物の構造解析

芳香族アルデヒド誘導体として 4-ヒドロキシベンズアルデヒドを用い、Ac-Trp-OH を導入したオキシム樹脂と発色反応させたところ、樹脂は濃赤色になり、この樹脂から濃赤色の化合物が得られた。そこで、得られた発色生成物を HPLC で分析したところ、15 成分が観測された。この中で、新たに生成した無色主成分 $\mathbf{3}$ (収率: 35.9 %) と 520nm に吸収をもつ有色主成分 $\mathbf{4}$ (収率: 6.8 %) を精製分離し、構造解析を行った。この結果、溶液中で得られた構造 (図 - 2) と同様に、



スキーム - 2 繊維中におけるトリプトファン発色反応式

トリプトファン誘導体と 4-ヒドロキシベンズアルデヒドが 2 : 1 で結合していることが明らかとなった。また、無色主成分 $\mathbf{3}$ は溶液中と同じように水酸基 (-OH) があり、有色主成分 $\mathbf{4}$ もキノ基 (=O) であることが示された。以上の結果から、スキーム - 2 のように樹脂上での発色反応でも溶液中と同じように反応が進行し、同じ構造をとることが明らかとなった。

今回の結果から、このトリプトファン発色反応を用いた動物繊維の発色機構は、ベンズアルデヒド誘導体部分がキノイド構造 (図 - 3) をとることで発色していると考えられる。つまり、キノイド構造をとることで電子ドナーであるトリプトファンのインドールから、ベンズアルデヒド誘導体部分の電子アクセプターへの結合が形成され、電子移動が可能となるためである。

前回の報告³⁾で、芳香族アルデヒド誘導体の構造で色彩が変化することを発表しているが、発色した動物繊維の色からも説明できる。図 - 4 に発色反応に用いたベンズアルデヒド誘導体と発色した色との相関を色彩分布で示す。例えば、ベンズアルデヒドの 4 位に水酸基がある場合は *p*-キノイド構造 $\mathbf{5}$ となり、500 ~

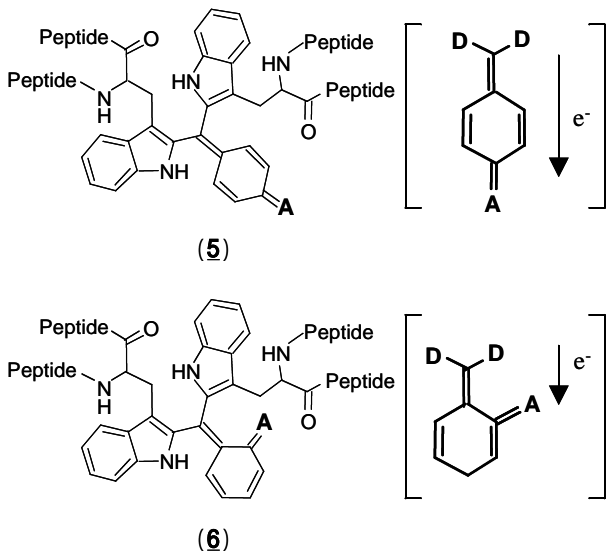


図 - 3 トリプトファン発色構造と機構
(D: 電子ドナー、A: 電子アクセプター)

600nm に吸収がある赤系統の分布領域に位置する。また、同じ *p*-キノイド構造5でも水酸基より電子吸引力が強いジメチルアミノ基 (-N(Me)₂) に置換すると、水酸基よりも長波長シフトして、600nm 以降に吸収を

もつ青系統の分布領域になる。2 位に水酸基がある場合は、*o*-キノイド構造6となり、400 ~ 500nm に吸収がある黄色系統の分布領域になる。これらの結果から、実際羊毛生地で発色した色と分子構造から得られた発色機構に相関があることが明らかとなった。このため、トリプトファン発色は、キノイド構造をとりうる 2、または 4 位に求電子性の置換基を配置することと、その置換基の求電子性で基本色が決定し、その他の部位への置換基は補助的に色彩を変化すると考えられる。

3 - 2 羊毛の酸化反応

次に、スキーム - 2 の化合物3と4に対応する化合物の反応収率を調べた。発色したトリプトファン誘導体 4 種類において、それぞれ化合物3に対応する無色主成分と、化合物4に対応する有色主成分の収率を表 - 1 に示している。この結果、明らかに化合物3に対応する無色主成分が多く得られ、化合物4はわずかに生成していることが示された。一方、スキーム - 2 から発色生成物4は、化合物3を酸化することによって生成していることが考えられる。そこで、図 - 5 に示すよう

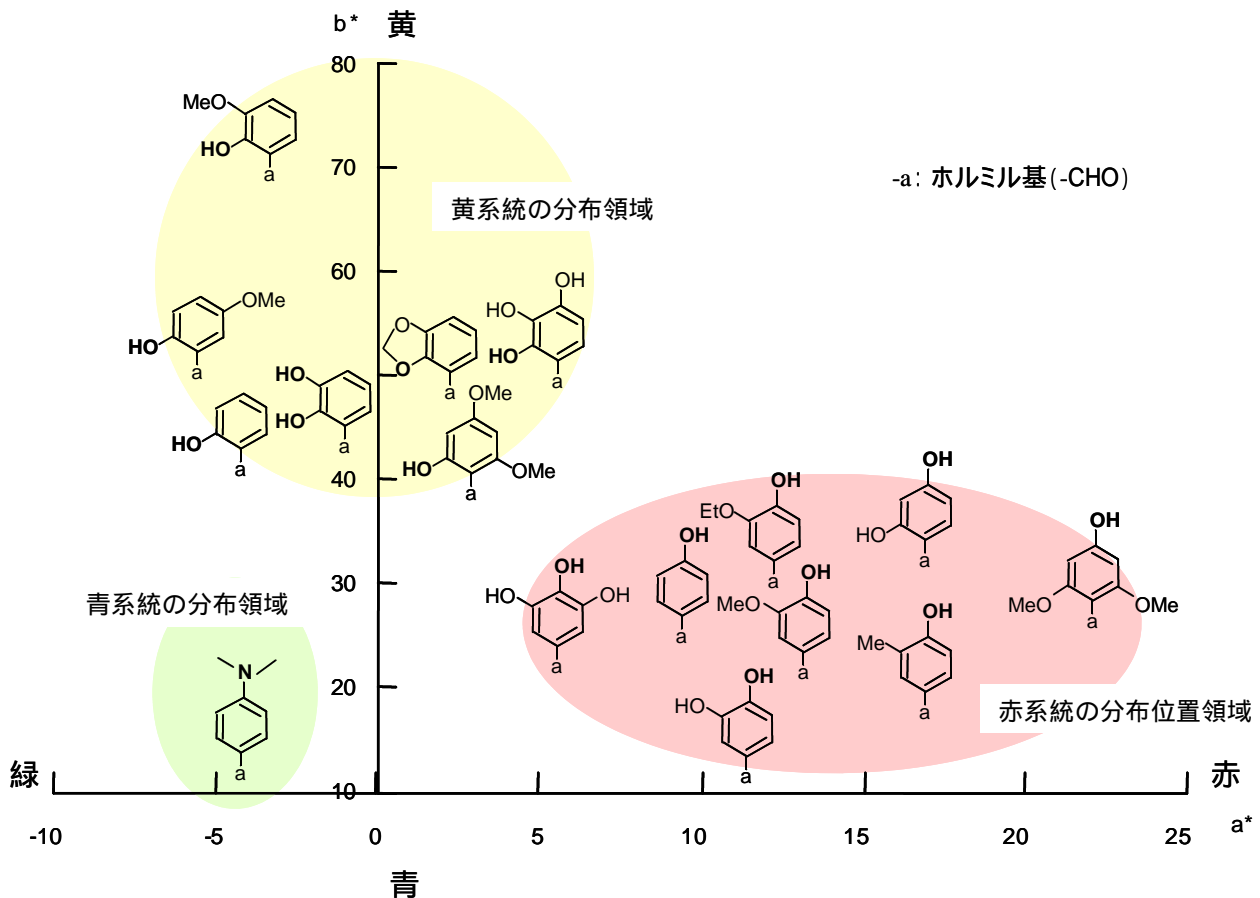


図 - 4 ベンズアルデヒド誘導体構造とL*a*b*色彩分布の関係

表 - 1 発色反応生成物における化合物3, 4の収率

トリプトファン誘導體	3の収率(%)	4の収率(%)
Ac-Trp-OEt in solv.	78.0	5.8
Ac-Trp-NHMe on resin	55.7	5.7
Ac-Trp-Gly-OEt in solv.	36.4	12.9
Ac-Trp-Gly-OEt on resin	35.9	6.8

に発色反応後，酸化反応を組み込み，発色処理した動物繊維を人為的に酸化することで色の濃色化ができるのではないかと考えた。そこで，羊毛生地を用いて酸化反応の検討を行った。

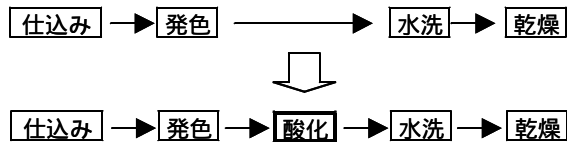


図 - 5 酸化反応を組み込んだ動物繊維の発色工程

酸化反応は，酸化剤として過酸化水素水を 0.035 % になるように 0.05 mol dm⁻³ の硫酸水溶液に加え，この混合溶液に発色反応処理した羊毛生地を加えて，60℃，3 時間振とうした。この結果，図 - 6 に示すように酸化処理後の反射率が，酸化前と比べて約 1/2 の値となり，濃色化できることが明らかとなった。また，ここではベンズアルデヒドの置換基による特徴を見出した。例えば，水酸基をもつベンズアルデヒド誘導體を用いた発色布の場合，その反射率は可視領域の最大吸収波長は変化なしに減少し，単純に酸化反応で濃色化することが明らかとなった。一方，ジメチルアミノ基をもつ場合，その酸化反応で長波長シフトが生じ，濃淡と色彩が同時に変化することが示された。これは，水酸基よりも電子吸引力が強いジメチルアミノ基が酸化反応によって正電荷をもち，電子移動の誘発がさらに促進されたことによって吸収波長の変化が生じたものと考えられる。

4 まとめ

以上の結果から，トリプトファン発色反応を利用した動物繊維の着色は，トリプトファンと芳香族アルデヒド誘導體が 2 : 1 で結合し，酸化反応を経たキノイド構造によって発色していることが示された。この結

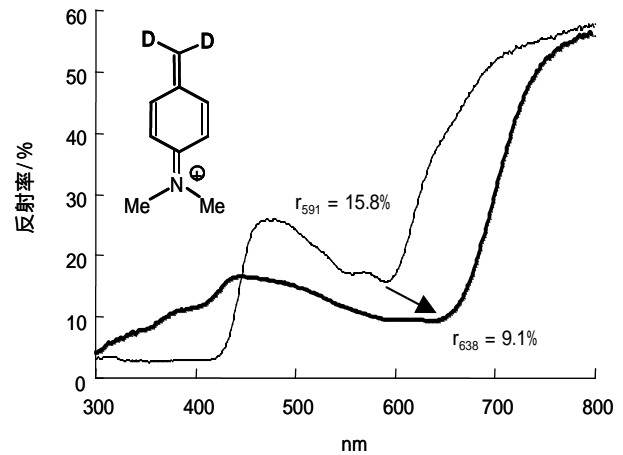
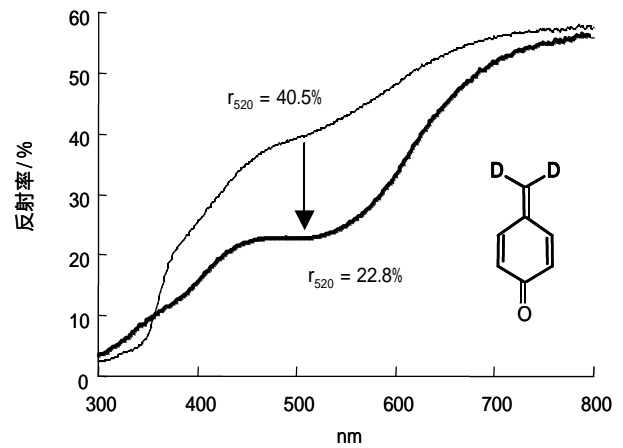


図 - 6 酸化反応による羊毛の反射率変化

果は色の制御において，重要な知見であり，新しい色ニーズに対応できる重要な情報である。

また，この発色機構解明の研究結果から，人為的に酸化反応を行うことで羊毛生地を濃色化できる技術を確認できた。これは，商品展開の幅が広がるだけでなく，酸化反応を組み込むことで，発色反応時の仕込み量，反応時間，反応温度を下げるができる技術であり，実用化に向けて有用な知見であると考えられる。

5 参考文献

- 1) 中小企業庁編：(平成 12 年度調査) 中小企業の原価指標，p.85，(社) 中小企業診断協会 (2001)
- 2) 例えば，上田充夫：染色工業，Vol.45, No.8, p.368 (1997)
- 3) 堂ノ脇靖巳：繊維/染色/仕上 加工技術，Vol.35, NO.4, p.253-257 (2000)，堂ノ脇靖巳：福岡県工業技術センター平成 11 年度研究報告，Vol.10, p.5-8 (2000) 堂ノ脇靖巳：「繊維の着色方法」，特開 2001-55672
- 4) 堂ノ脇靖巳：福岡県工業技術センター平成 12 年度研究報告，Vol.11, p.13-15 (2001)

自己組織性両親媒性化合物が形成する会合体を 分子鋳型としたシリケート合成

諫山 宗敏^{*1} 野見山 加寿子^{*1}

Synthesis of Silicate by using Self-Organised Amphiphile as Molecular Template

Munetoshi Isayama and Kazuko Nomiya

自己組織性を有するカチオン性両親媒化合物が形成する様々な形態の会合体を凍結乾燥することで、形を壊さずに得られた。この会合体にシリケートイオンを含む溶液を接触させ、両親媒性化合物の Br⁻ イオンをシリケートイオンと交換させたところ、シリケートは会合体表面で重縮合して積層し会合体の形態を維持したまま複合化されることが明らかとなった。得られた複合体を空气中で焼成し有機物を除去することで、会合体をそのまま転写したシリケート構造体を得られた。

1 はじめに

天然鉱物であるゼオライトが水熱合成法によって作られることが明らかとなって¹⁾以来、様々なゼオライトの商業的な生産が行われている。これまで合成されたゼオライトの数は結晶学的な分類からは50種類程度である(合成方法などで分けると200種類ほどになる)。ゼオライトの新規構造の存在可能性はほぼ無限大と言われながらも、現実の合成では原料組成、合成温度、時間、かき混ぜ条件などの多くの因子が複雑に絡み合うために、できる結晶構造には限りがあった²⁾。

ゼオライトはシリカとアルミニウムを主成分として一般にアルカリ金属あるいはアルカリ土類金属などを塩基類として合成される。また、塩基類としてアルカリ金属などの代わりに有機塩類を使って合成する方法も開発され、ゼオライトのバリエーションを増やしている³⁾。

特に、有機塩類を使って合成されるゼオライトとして有名な ZSM-5 は tetrapropyl ammonium を使用しており、天然にない結晶構造を持つアルミノシリケートとして、様々な触媒として使用されている³⁾。更に、数多くのゼオライト合成で有機塩類が使用されているが、有機塩類はいずれも有機アンモニウム塩である。通常、ゼオライトの細孔は十数 Å までであって、触媒として使用する際の大きなネックとなっていた。最近、有機塩類の中でもアルキル鎖長が非常に長い cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) を使用したゼオライト (Mobile 社 MCM-41) 合成が注目されている^{4,5)}。この特徴はゼオライトとしては異常に大きな細孔 (4nm) であること、細

孔が円柱状であること、アモルファスであることなどが挙げられる。MCM-41 の細孔の形成は有機分子が水中で形成する会合体を利用するものでそれまでに合成されたゼオライトとは若干異なる。MCM-41 で使用される CTAB はロッド状ミセルを高濃度、高温の条件下でなければ形成せず、さらに形成されたミセルは不安定で溶液濃度或いは溶液温度の変化によって容易にその会合体構造を壊してしまう。

一方、合成二分子膜の分子構造は上述した有機塩類の構造と良く似ている上^{6,7)}、形成する会合体は濃度、温度変化に対して非常に安定で、分子構造によって会合体の大きさや形を制御することが可能である。そこで、われわれは合成二分子膜を利用した無機構造体の合成を試み、微細構造と合成二分子膜が形成する会合体との関連について検討を行った⁸⁾。

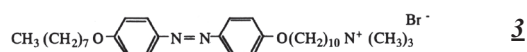
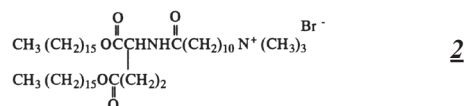
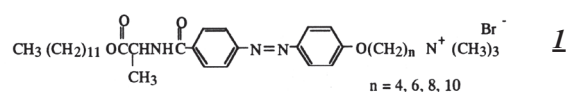
2 実験方法

2-1 合成二分子膜

合成した合成二分子膜の構造を下記に示す。特に、1 の合成二分子膜の合成については下記に記した。

Lauryl(L)-alaninate toluenesulfonide A

L-アラニン (和光特級) 15g[168 mmol], Lauryl Al-



*1 化学繊維研究所

cohol 31.37g[168 mmol]とp-トルエンスルホン酸一水和物 38.43g[202 mmol]をDean-Stark trapをつけた500ml ナスフラスコ中でトルエン 150ml に懸濁させ7時間加熱環流攪拌し共沸により水を除いた。反応後、トルエンを留去し、アセトンにて3回再結した。得られた結晶は鱗片状であった。

N-[4'-(10-bromodecyloxy)-azobenzene-4-carbonyl]-0-lauryl-alaninate **B**

窒素置換させた200ml 三つ口フラスコにp-[p'-(w-bromododecyloxy)-phenylazo] carbonyl (筆者合成品 Mw. 461) 5g(10.8mmol) をdry-THF 50ml と共にいれ、氷冷後 Diethyl Phosphorocyanonidate(DEPC) 2.23g (13.7mmol)を加え、さらに20分間氷冷下攪拌した。別途 **A** (Mw. 429.6) 4.66g(10.8mmol) のdry-THF 溶液40ml に Trimethylamine(Mw. 101.2) 1.32g(13.0mmol)を加え30分間室温で攪拌した。この反応溶液を先の溶液に約30分間かけて滴下し室温で3日間攪拌した。反応混合物から THF を留去後、得られた残渣をカラムにて精製後アセトンで再結した。

N-[4'-(10-trimethylammoniododecyloxy)-azobenzene-4-carbonyl]-0-lauryl-(L)-alaninate bromide **C**

B(Mw. 700.8) 6.5g(9.3mmol)をdry-THF に溶解後 trimethylamine 10g(100mmol)を吹き込み、密栓後1週間攪拌反応させた。溶媒を留去後、THF にて2回再結した。

合成二分子膜**3**は相互薬工(株)より提供されたものを使用した。**1**~**3**の合成二分子膜の親水基はトリメチルアンモニウムタイプであり、カウンターイオンはBr⁻である。

2-2 会合体調製

合成二分子膜を15mM, 25mlとなるようにガラス製容器に入れ、熱或いは超音波を用いて分散後、30℃の恒温槽中で3日間熟成させ、会合体を形成させた。分散されると溶液は着色しているものの透明となった。得られた会合体は液体窒素で急速に冷却後、凍結乾燥器で2日間乾燥させた。

2-3 シリケート溶液の調製

シリケート溶液は、水 50g, 水酸化ナトリウム 6g のアルカリ溶液にワコーゲル(Q-63) 5.4gを加え、40℃に24時間保持して完全に溶解させたものを使用した。反応の際には10倍に希釈し使用した。

2-4 複合化及び焼成

2-3で調製したシリケートに**2-2**で得られた会合体粉末を5分間浸漬した後、ろ過した。ろ液のpHが中性になるまで水洗を繰り返し、得られた残渣を凍結乾燥させた。乾燥した反応物は300℃まで窒素雰囲気下で、その後600℃まで空気を流しながら昇温速度1℃/minで熱処理し、有機物を焼成除去した。得られた固体は、白色粉末であった。

3 結果および考察

1の合成二分子膜分散液を凍結乾燥させて得られた粉末のSEM写真を図-1に示す。固体表面にいくつもの筋が観測され、棒状の会合体が形成されていることが推察された。n=10では直径およそ100nm, n=8では60nm, n=6では80nm, n=4では400nmであった。**1**は分子構造内にあるアゾベンゼン基はアゾベンゼン基同士のスタッキング性に優れていることが知られ、分子構造内にアゾベンゼン基のみを持つ二分子膜**3**は板状(ラメラ)

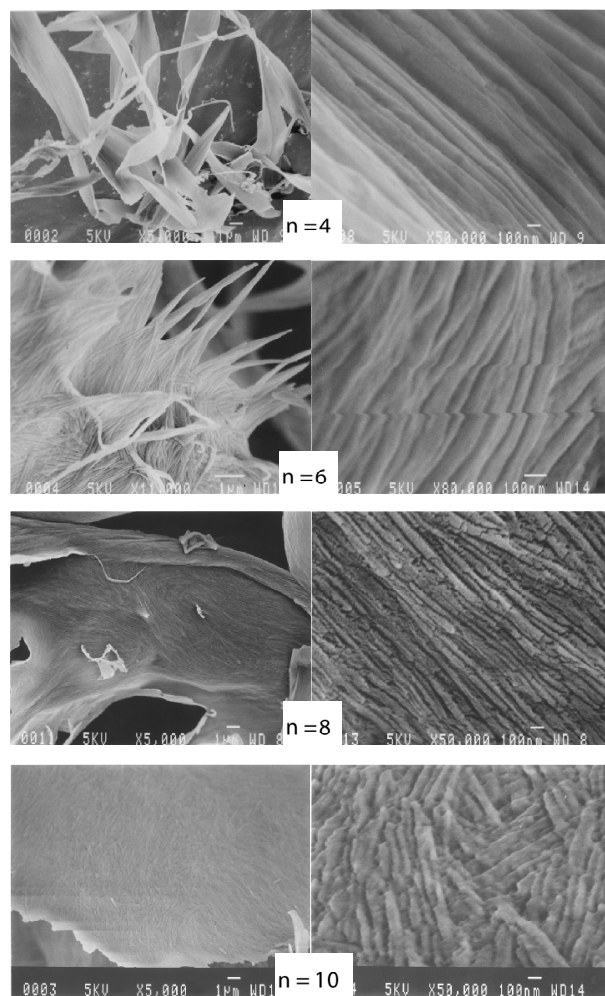


図-1 二分子膜**1**の溶液を凍結乾燥して得られた粉末のSEM写真

構造をとることが知られている。この分子構造にアラニン残基を導入すると分子にキラリティーが導入されるため、会合体はねじれを起こし、ヘリックス構造（新聞紙を丸めたような形態）を呈する。これに二分子膜分子のいわゆるテイル部分とスペーサー部分のアルキル鎖の長さの関係から棒状会合体の直径が変化する。2の会合体はベシクル構造である。図-2に凍結乾燥させた会合体のSEM写真を示した。大きな会合体が乾燥によってつぶれた様子が観察され、結果的にラメラ構造となっている。以上から、分子構造によってできる会合体の構造が異なること及びチューブ状の会合体を形成する1はその形を凍結乾燥によっても維持したままであることが明らかとなった。一方、ベシクル状の会合体は乾燥によって内部の水分子が抜けるためつぶれるものと推定される。

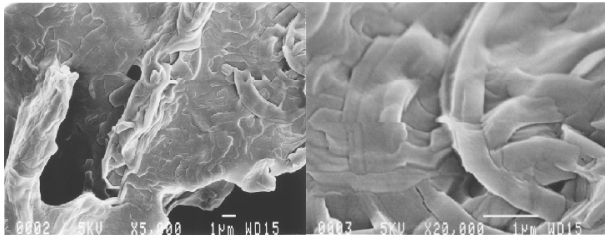


図-2 二分子膜2の溶液を凍結乾燥して得られた粉末のSEM写真

MCM-41等のシリケート構造体は、CTAB水溶液が高濃度領域で形成する会合体をそのままシリケートへ転写したものであって、会合体自体が安定な合成二分子膜に応用できるものか興味を持たれる。そこで、構造的な面白さがある1の会合体をそのまま無機化合物へ転写できるか検討した。1とシリケート溶液を混合/接触させ、ろ過した後の残渣を凍結乾燥させて得られた黄色粉末のIR分析を行った(図-3)。1000cm⁻¹付近の大きな吸収はSi-O-Siの収縮振動によるものである。また、アルキ

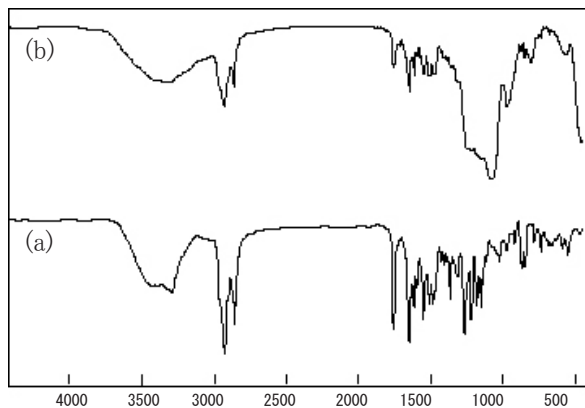


図-3 1(a)及び1とシリケート溶液を接触させた後(b)のIRスペクトル

ル鎖及びエステル等の吸収ピークより複合体中には1とシリケートが混在していることを示している。そこで、2のキャストフィルムにシリケート溶液を接触させた後、ESCAを用いて分析を行った。シリケートとの接触前のキャストフィルムでは、2は一分子中に窒素原子を2個持っており、Br原子とを比率はBr/N=0.5である。400eVのN 1s, 104eVのSi 2p, 70eVのBr 3dの測定から、シリケートとの接触前は0.5であることが確認されている。このフィルムにシリケートを接触させると、Br 3dのピークが消失し(Br/N=0)、キャストフィルムからBrがなくなっていることが確認された。また、Si/Nの比率は、計算値以上に多くなっておりシリケートが会合体表面に多く付着しているものと思われる。更に、一度シリケートとの接触後に再度臭化水素酸溶液にキャストフィルムを接触させた場合のフィルムのESCA分析の結果、Br/Nがオリジナルキャストフィルムと同じ0.5に戻っていることから、膜化合物のアンモニウム基表面でシリケートイオンと臭素イ

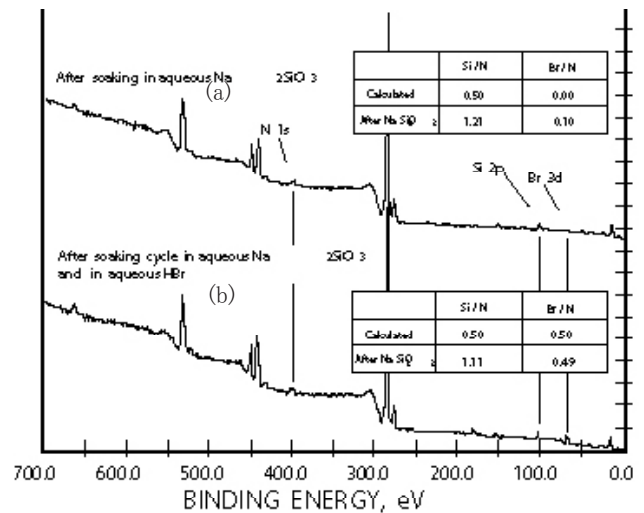


図-4 2のキャストフィルムを使ったシリケート処理後(a)及び再度HBr水溶液で処理後(b)のESCA分析

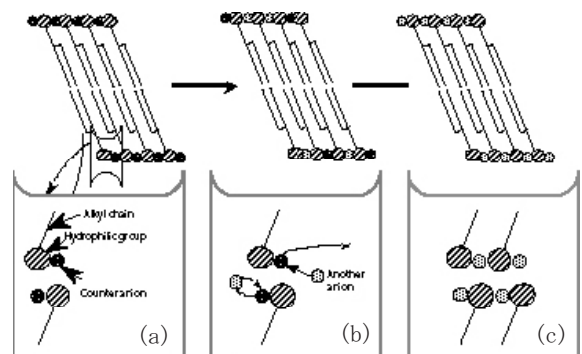


図-5 イオン交換の模式図

- (a) 親水基付近にあるカウンターアニオン(Br⁻)
- (b) 親水基に近づく他のアニオン種と交換
- (c) 全てが他のアニオン種に交換

ンとのイオン交換が成立していると推察することができる。すなわち、親水基を形成する4級アンモニウム基のカウンターアニオン Br^- は他のシリケートイオンが大量に存在する中で容易に交換反応し、さらに付着したシリケートイオンは会合体表面で強い極性を受けて重縮合反応する。一度形成したシリケート構造体はその形状を維持しつつ成長するため、再度 Br^- イオンが導入されても会合体構造そのものにはなんら影響を与えないものと考えられる。

1のうち $n=6$ 及び $n=10$ の会合体とシリケートとの複合体及び焼成し有機物を除去した後の TEM 観察結果を図-6に示す。TEM の観察から、得られた複合体は会合体構造を保持していることが確認された。また、TEM による観察から複合体が中空状の構造をしていること、さらにその細孔が棒状会合体の末端から末端まで連続的に続いていることが確認され、その細孔径は $n=6$, 10 ともおよそ 40 nm であった。 $n=10$ のチューブ状複合体の末端はラッパ状構造をしていることが TEM の観察から確認され、 $n=10$ の会合体がヘリックス構造をしていることを裏付けて

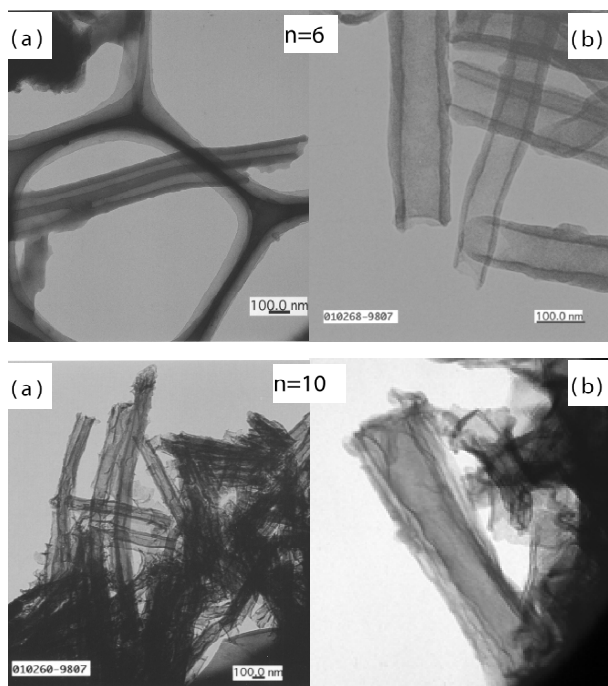


図-6 1 ($n=6, 10$) 会合体とシリケートとを複合化した粉末 (a) 及び焼成後の粉末 (b) の TEM 写真

いる。一方 $n=6$ の複合体は、 $n=10$ と異なり完全なストロー状構造をしている。図-7に複合体の模式図を示した。これらの構造は、焼成後も完全な形で維持されており(図-6(b))、無機化合物の構造を合成二分子膜が形成する会合体によって制御可能であることを示している。

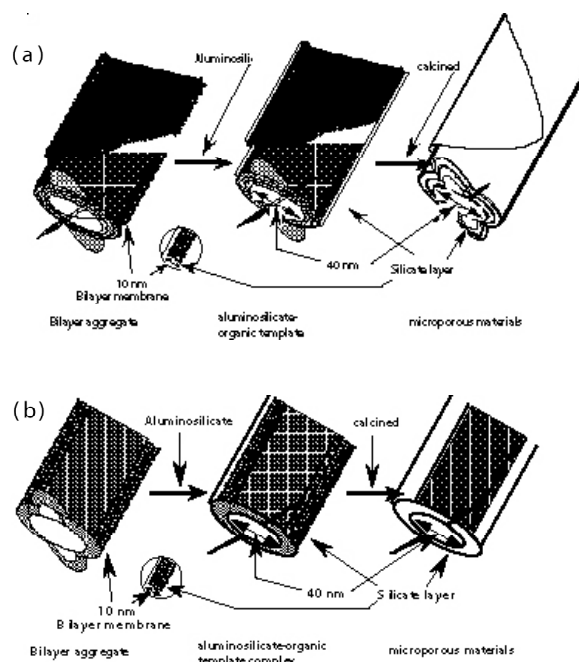


図-7 複合体の模式図 (a); $n=10$ (b); $n=6$

図-8に3の会合体及び同様に合成したシリケート構造体の SEM 写真を示す。3は水中での会合体及びキャストフィルムのいずれも非常にきれいなラメラ構造を形成することが知られている。写真はこの会合体の形成を裏付けていると伴に形成されたシリケート構造体の一層が数 nm 程度の非常に薄い膜で形成されていることを示している。

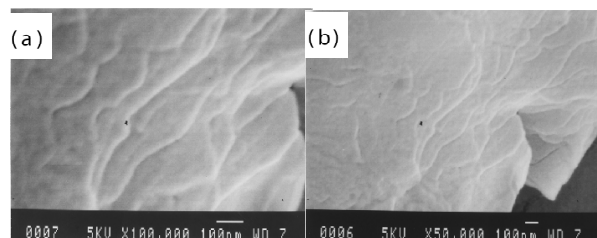


図-8 3の溶液を凍結乾燥して得られた粉末 (a) 及びシリケート構造体 (b) の SEM 写真

4 まとめ

合成二分子膜を使用することによって微細構造の安定した無機化合物を合成することに成功した。今までに、40nm の細孔を有するシリカ、並びにアルミノシリケート構造体が合成できており、細孔の方向制御に向けて検討中である。また、同時に細孔径を 10nm まで小さくする試みを行っている。本方法によると膜分子の構造を変化させることによって、無機構造体の微細構造を制御することが可能である。またこの細孔の大きさは従来のシリケート構造体にはない大きさであり、今後の応用面で注目される。

5 参考文献

- 1) R.M.Barrer, J.Chem.Soc., 2158 (1948).
- 2) R.M.Barrer, E.A.D.White, J.Chem.Soc., 1561 (1952).
- 3) South Africa Pat., 68/1973(1968).
- 4) J.S.Beck, J.C.Vartuli, W.J.Roth, M.E.Leonowicz, C.T.Kresge, K.D.Schmitt, C.T-U.Chu, D.H.Olson, E.W.Sheppard, S.B.Mc Cellen, J.B.Higgins, J.L.Schlenker, J.Am.Chem.Soc., 114, 10834 (1992).
- 5) C.T.Kresge, M.E.Leonowicz, W.J.Roth, J.S.Beck, Nature, 359, 710 (1992).
- 6) 国武豊喜 化学総説「分子集合体 - その組織化と機能 -」 p. 123, 日本化学会編 (1983) .
- 7) T.Kunitake, R.Ando, Y.Ishikawa, Memories of the Faculty of Engineering, Kyushu University, 46, No.2 (1986).
- 8) 特願平9- 231783.

誘電体薄膜の形成と機能性に関する研究

- ゾルゲル法による誘電体薄膜作製と応用 -

山下洋子*¹ 藤吉国孝*¹ 有村雅司*² 倉田奈津子*² 桑原誠*³

Study on Preparation and Functional Estimations of Ferroelectric Thin Film

- Preparation and Application of Dielectric Thin Film by the Sol-Gel Method -

Yoko Yamashita, Kunitaka Fujiyoshi, Masashi Arimura, Natsuko Kurata, Makoto Kuwabara

ゾルゲル法で合成したナノ粒子の分散液を塗布して薄膜を作製する方法（ナノ粒子コーティング法）を用いてチタン酸バリウム（BaTiO₃）系薄膜の作製とプロセス改善による誘電特性の向上について検討した。その結果、ナノ結晶粒子コーティング法で作製した BaTiO₃ 薄膜に、さらに BaTiO₃ 金属アルコキシド溶液を塗布して熱処理を行うプロセスを加えることで、粒成長が促進され、100KHz における比誘電率を 160 から 190 まで上げることができた。

1 はじめに

近年、インターネットを代表とする情報通信分野の発展がめざましい。このような大容量の情報伝達は、現在は主に有線通信で行われているが、今後は可搬端末や移動端末等を用いた無線技術がターゲットとなるであろう。このような大容量情報伝送を無線で実現するには、その広帯域性からミリ波がふさわしい¹⁾。

また、センシングの分野では、衝突防止用レーダや、視界不良な場所における車両の安全走行援助システムなど ITS（Intelligent Transport System：高度道路交通システム）に関連するシステムが開発段階にある。これらのシステムには、高角度分解性、機器の小型軽量性、光では透過しない媒質中でも伝搬可能であることから、ミリ波が有効である¹⁾。

このように、ミリ波はその可能性の大きさから無線のホープと考えられているが、開発と利用はあまり進んでいない。その最大の理由はハードウェアのコストがマイクロ波以下の周波数帯に比べて高いことにある。デバイスの量産化・低コスト化と高品質化に対するアプローチとして、NRD ガイド（非放射誘電体線路）をベースとしたミリ波集積回路がある。

NRD ガイドは、誘電体線路本来の低損失を保持し、しかも従来から問題視されていた線路の曲がりや不連続部での不要放射波が完全に抑制できるという特徴を

持つ¹⁾。現在検討されている NRD ガイドの導波路には、テフロンやセラミックス等の誘電体材料が用いられている。しかし、テフロンは伝送線路の形状に加工するのにコストがかりすぎ、また比誘電率が小さいため小型化の点で不十分である。また現在研究されているセラミックスは、ミリ波域での比誘電率が比較的小さく、小型化の点で不十分である。

我々はこれまでに、ゾルゲル法でチタン酸バリウムの結晶性ナノ粒子を合成し、これを分散させた溶液を塗布して薄膜を作製する方法（ナノ粒子コーティング法）について検討してきた。バルクのチタン酸バリウム（BaTiO₃）系材料は高い比誘電率を有する代表的な誘電体として知られている。そこで、ナノ粒子コーティング法で作製した薄膜でも高い誘電率が実現できれば、ミリ波用導波路の厚みを薄くすることができ、小型で安価なミリ波用 NRD ガイドが作製可能ではないかと期待される。本年度は、チタン酸バリウム薄膜のミリ波伝送特性の基礎となる誘電特性の向上について検討を行ったので報告する。

2 研究、実験方法

2-1 研究検討項目

2-1-1 誘電体薄膜の厚膜化

我々が作製している比誘電率が 100 ~ 200 程度の BaTiO₃ 薄膜を使った場合のシミュレーションの結果から、BaTiO₃ 薄膜を伝送線路として応用するためには、膜厚は 1 ~ 2 μm 程度に調製する必要がある。

*1 化学繊維研究所

*2 機械電子研究所

*3 東京大学

一般的に、ゾルゲル法では、成膜 1 回当たりの膜厚が厚いと熱処理に伴う膜収縮によりクラックが発生するため、成膜 1 回当たりの膜厚を $0.1 \mu\text{m}$ 以下にする必要がある。そこで、今回、 $2 \mu\text{m}$ の厚膜を作製するにあたり、作製条件を検討するとともに、誘電特性等の膜厚依存性について調べた。

2-1-2 誘電特性の向上の検討

NRD ガイドにおいて、誘電体薄膜には、極めて低い誘電損失が求められる。また、誘電体薄膜が高い比誘電率を持つ程、小型化には有利である。そこで、本研究では、比誘電率の目標値を $100 \sim 200$ とし、ナノ粒子コーティング法を用いた薄膜作成方法の改良により誘電特性の向上を試みた。薄膜のミリ波伝送特性については、現在、測定を依頼中である。

2-2 実験方法

2-2-1 ナノ粒子分散溶液の調製

結晶性ゲルの合成は、定法²⁾に従い原料の金属アルコキシド溶液を加水分解・重縮合させて行った。合成した結晶性ゲルを 2-メトキシメタノールに投入後、超音波処理を行い、 $0.02\text{mol/L} \sim 0.3\text{mol/L}$ のナノ粒子分散液を調製した。

2-2-2 BaTiO₃ 薄膜の作製

ナノ粒子分散溶液を Pt/Ti/SiO₂/Si(100)または石英基板上にスピンコーティングで塗布し、プリバーク ($150 \times 5\text{min}$)、仮焼成 (所定温度 $\times 5\text{min}$)、本焼成 ($750 \times 1 \sim 10\text{h}$) を経て、BaTiO₃ 薄膜を作製した。金属アルコキシド溶液を塗布する場合は、ナノ粒子コーティング法により作製した仮焼成段階の BaTiO₃ 薄膜に、定法²⁾に従い調製した 0.2mol/l の Ba,Ti 金属アルコキシド前駆体溶液を塗布した後、本焼成を行った。

2-3 評価

作製した薄膜について、X線回折測定 (XRD; 株式会社マクサイエンス社製 MXP18A) を行い構造を解析した。薄膜の表面および断面観察は、電界放射型走査型電子顕微鏡 (FE-SEM; 日本電子データム株式会社製 JSM-840F) を用いて行った。薄膜表面に作製した直径 1mm の Al 電極と Pt 基板をインピーダンスアナライザー (横河ヒューレットパッカー社製, HP4192A) に接続し、 $10^2 \sim 10^6\text{Hz}$ 周波数範囲で薄膜の電気特性を測定した。

3 結果と考察

3-1 誘電体薄膜の厚膜化

BaTiO₃ 薄膜の厚膜化には、結晶性ゲル分散溶液の濃度を高くすること ($0.02 \sim 0.3\text{mol/l}$)、成膜回数を増やすことで対応した。膜厚を 200nm 、 480nm 、 850nm に調製した BaTiO₃ 薄膜の 100kHz での比誘電率および誘電損失を図 1 に示す。誘電損失は、膜厚によらず $2 \sim 3\%$ で、他文献等と比較しても十分な値が得られた³⁾。一方、比誘電率は膜厚の増加に伴い大きくなる傾向があった。特に、膜厚が 200 から 480nm の範囲で、比誘電率が 90 から 150 へと大幅に増加した。この原因としては、1. 200nm 程度の薄膜の場合粒成長が抑制される 2. 電極近傍に低比誘電率相が存在している⁴⁾ことがあげられる。よって、比誘電率を $100 \sim 200$ にするという目標については、厚膜化により一定の成果が得られた。また、分散溶液の高濃度化については、界面活性剤をはじめとした分散剤の検討も併せて行っている。

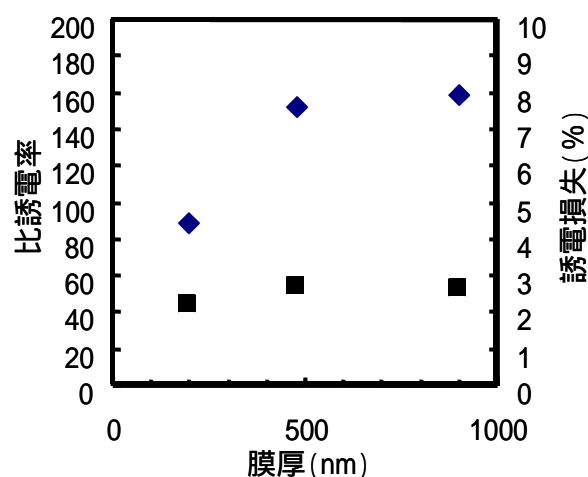


図 - 1 チタン酸バリウム薄膜の誘電率と誘電損失の膜厚依存性

周波数: 100kHz , \blacklozenge : 比誘電率, \blacksquare : 誘電損失

3-2 誘電特性の向上の検討

BaTiO₃ を粒成長させて比誘電率を向上させることを目的として、ナノ粒子コーティング法により作製した BaTiO₃ 薄膜上に、更に Ba,Ti 金属アルコキシド溶液を塗布するという方法を検討した。塗布方法は、スピンコーティングおよびディップコーティング法で行った。Pt/Ti/SiO₂/Si(100)基板上に作製した薄膜 (膜厚: 500nm) の X線回折パターンを図 2 に示す。作製した薄膜はチタン酸バリウム立方晶の単相で、不純物相

や中間体の生成はなく、3種類の成膜方法の違いによる差もほとんど認められなかった。

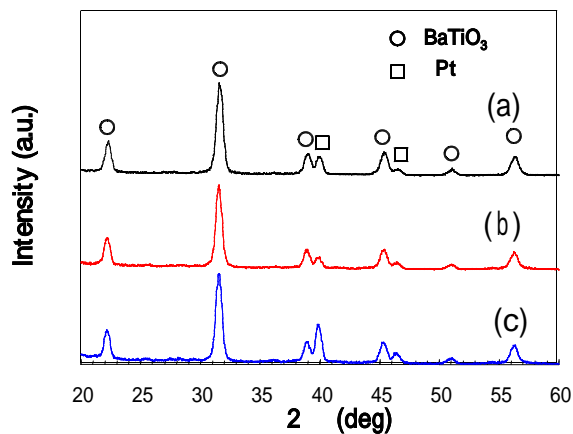


図 - 2 チタン酸バリウム薄膜のXRDパターン
(a) ナノ結晶粒子コーティング法, (b) 併用法 (ディップコーティング法), (c) 併用法 (スピコーティング法)

次に、チタン酸バリウム薄膜の比誘電率の周波数特性を図 - 3 に示す。Ba,Ti 金属アルコキシド溶液を塗布した併用法で作製した薄膜では、ナノ粒子コーティング法単独で作製したものに比べて、全周波数領域において比誘電率が向上した。また、塗布方法で比較すると、ディップコーティング法の方が比誘電率の増加量が大きく、100kHz で約 190 の値が得られた。

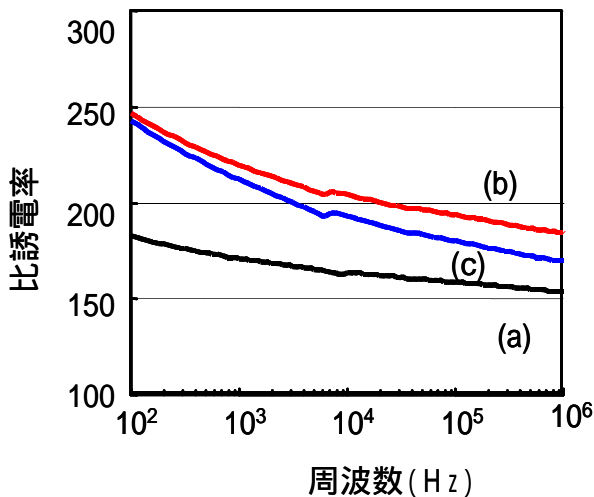


図 - 3 チタン酸バリウム薄膜の比誘電率の周波数依存性
(a) ナノ結晶粒子コーティング法, (b) 併用法 (ディップコーティング法), (c) 併用法 (スピコーティング法)

このように、金属アルコキシド溶液コーティング法を併用したことで膜の誘電特性が大きく変化した理由を調べるためにチタン酸バリウム薄膜の SEM 観察を行った結果を図 - 4 に示す。併用法で作製した薄膜表面の結晶粒径は、100 ~ 200nm と非常に大きく、ナノ結晶粒子コーティング法で作製したものと比較すると、2倍以上

の大きさに成長しており、空隙も減少していた。誘電体薄膜の比誘電率は、結晶粒径の増大にともない増加することが知られている^{5,6)}ことから、併用法で見られる比誘電率の向上は、結晶粒径の増加によるものと考えられる。また、金属アルコキシド溶液塗布法のみからなる膜 (図 4 - (d)) の結晶粒径は約 20nm と小さいことから、併用法における粒子の成長はナノ粒子コーティング法と金属アルコキシド溶液のコーティングを併用したときの複合的な効果によるものであることが分かった。このようにナノ粒子コーティングと金属アルコキシド溶液コーティングを繰り返す方法に

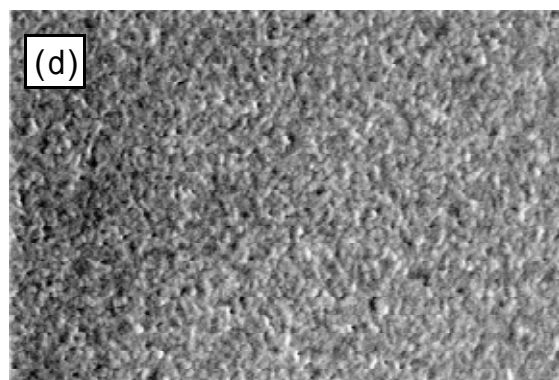
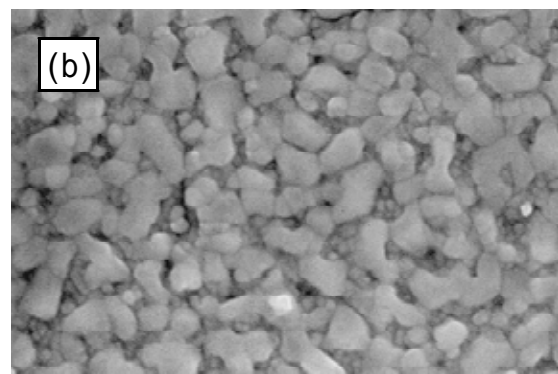


図 - 4 チタン酸バリウム薄膜の表面 SEM 写真 (a) ナノ粒子コーティング法, (b) 併用法 (ディップコーティング法), (d) 金属アルコキシド溶液コーティング法

より、粒径を制御することが可能になれば、比誘電率のコントロールも期待できる。

次に、チタン酸バリウム薄膜の誘電損失の周波数特性を図 - 5 に示す。ナノ粒子コーティング法で作製した BaTiO₃ 薄膜の場合、誘電損失は、100kHz で約 3 % 程度であり、BaTiO₃ 系薄膜としては他法と比較しても良好な結果が得られた³⁾。一方、併用法を用いた場合、誘電損失が 2 % 以上増加することが分かった。この原因としては、金属アルコキシド溶液を塗布する工程を追加したために、有機成分の少ないナノ結晶粒子コーティング法単独で作製した膜に比べ、誘電損失の増加を招く有機物及び水酸基の残存量が増えてしまったことが考えられる。これは、焼成条件により改善できる可能性が高く、今後検討していく予定である。

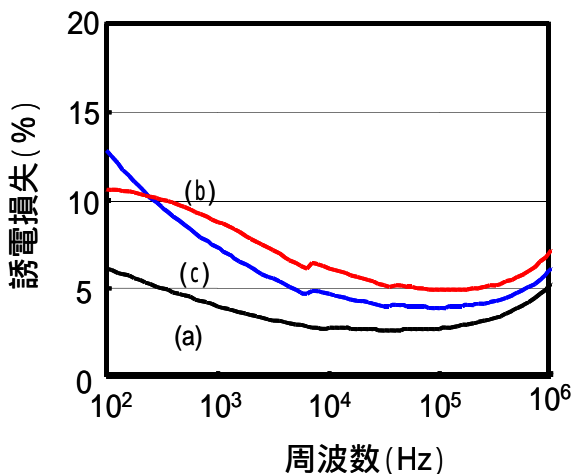


図 - 5 BaTiO₃ 薄膜の誘電損失の周波数依存性
(a) ナノ結晶粒子コーティング法, (b) 併用法 (ディップコーティング法), (c) 併用法 (スピンのコーティング法)

4 まとめ

ミリ波用デバイスの導波路への応用を目的として、主にナノ粒子コーティング法を用いて、チタン酸バリウム薄膜の作製、誘電特性の向上について検討した結果、以下の知見が得られた。

(1) ナノ粒子コーティング法により作製した BaTiO₃ 薄膜の比誘電率は膜厚依存性を示し、200 ~ 480nm の範囲で、90 から 150 へと大幅に増加した。一方、誘電損失は、膜厚によらず 2 ~ 3 % で、他文献等と比較しても十分な値が得られた。

(2) ナノ粒子コーティング法で作製した BaTiO₃ 薄膜に、Ba,Ti 金属アルコキシド溶液を塗布して熱処理

を行うことで、粒成長が促進され、100kHz における比誘電率を 160 から 190 まで上げることができた。

5 参考文献

- 1) 手代木扶, 米山務: 新ミリ波技術, オーム社(1999)
- 2) 緒方道子, 他 4 名: 福岡県工業技術センター平成 12 年度研究報告, p.63-66(2001)
- 3) Zeng J M, Wang J, Wang M, Shang S X, Wang Z and Lin C. J.Phys. D. Appl. Phys. **31** p.2416-2420(1998)
- 4) A.TSUZUKI, K.KATO, K.KUSUMOTO, Y.TORII, J. Mater. Sci **33** p.3055-3058(1998)
- 5) M. Nunoshita, T. OHTA, T. Tokuda, Mater. Integration Vol.14 No.5 p.29-37(2001)
- 6) M. Shimizu, S. Okamura, T. Shiosaki, Mater. Integration Vol.12 No.7 p.19-24(1999)

高性能ノーマルモード型（高分子／液晶）複合膜の開発

蓮尾 東海^{*1} 山口 雅裕^{*1} 郡島 友紀^{*2} 木村 礼子^{*2} Kumar Rajesh^{*2}

楊 槐^{*2} 天谷 直之^{*3} 海谷 法博^{*3} 菊池 裕嗣^{*4} 梶山 千里^{*4}

Development of High-performance Normal Mode Type (Polymer/Liquid Crystal) Composite Films using UV curable monomers

Haruumi Hasuo, Masahiro Yamaguchi, Tomoki Gunjima, Kumar Rajesh, Huai Yang, Reiko Kimura, Naoyuki Amaya, Norihiro Kaiya, Hirotsugu Kikuchi, Tisato Kajiyama

電界ON時に光透過，電界OFF時に光散乱状態をとるノーマルモード型（高分子／液晶）複合膜の電気光学特性の向上を目的とし，液晶，及び光重合性モノマー種の探索，複合膜作製条件の最適化を行った。その結果，液晶にTL213，単官能モノマーに3,5,5-Trimethylhexylacrylate (TMHA)，架橋剤として2官能ビニルエーテル系モノマーである1,6-Hexanedioldivinylether (HDDVE)を用いることによって，駆動電圧7V，急峻性()1.31と，極めて高い複合膜特性を有するノーマルモード型複合膜の作製が可能となった。

1 はじめに

電気光学表示素子の代表となった低分子液晶を用いた表示素子は，電場による液晶分子の再配列に伴う光学的変化を利用しており，低電力消費・低電圧駆動かつ小型，薄型，軽量が特徴である。しかし，表示の為には2枚の偏光板を必要とすることから，暗く視野角特性に問題がある。

これに対し（高分子／液晶）複合膜は，従来の液晶表示素子と比較して，液晶機能を柔軟なフィルム内で発揮させることができ，偏光板を必要としない光散乱に基づく新しい光スイッチングモードである。それ故，光の利用効率を飛躍的に向上させるのみならず，大面積化が可能等，液晶のみでは実現できな

い機能の展開ができる新規ハイブリッド型材料として注目されている。¹⁾

（高分子／液晶）複合膜の作製法及び機能物性は，梶山らによって初めて報告²⁾された。（高分子／液晶）複合系は，素材の凝集状態に基づいて高分子網目型液晶膜（Bicontinuous LCs:BCLC）と高分子分散型液晶膜（Polymer dispersed LCs:PDLC）に大別できる。その後，両系統共に盛んに研究が行われているが複合膜の要素と特性の関係は十分に解明されているとは言えず，今なお高コントラストと低電圧駆動及び低ヒステリシスを同時に満たすことが課題となっている。

（高分子／液晶）複合膜は駆動特性上，ノーマルモード型（電界無印加：光散乱，電界印加：光透過），リバースモード型（電界無印加：光透過，電界印加：光散乱）に大別される。ノーマルモード型（高分子／液晶）複合膜（BCLC系）は図-1に示すように，高分子の三次元網目構造内に液晶が安定に保持された凝集構造をしている。初期状態において，液晶は高分子による規制により，液晶の常光屈折率 n_o から異常光屈折率 n_e までの様々な屈折率を持つ液晶連続相が形成され，光散乱状態を示す。

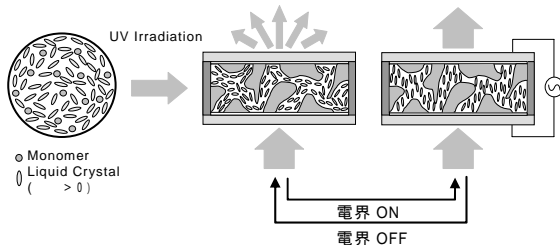


図-1 ノーマルモード型複合膜の駆動原理

*1 化学繊維研究所 *2 福岡県産業・科学技術振興財団

*3 日本油脂(株) *4 九州大学大学院工学部

電界印加状態では液晶は電界方向に配向し，このとき高分子の屈折率 n_p を液晶の n_o と同程度に設計

する事により、白濁状態から透明状態へと変化する。

ノーマルモード型（高分子／液晶）複合膜の表示素子としての実用化を図る上で重要な電気光学特性としては、駆動電圧、急峻性（ γ ）、コントラスト等が挙げられる。これらの諸特性を決定する要因としては、駆動電圧では液晶ドメインサイズ、液晶の誘電異方性（ $\Delta\epsilon$ ）、及び液晶／高分子間の相互作用、急峻性では液晶ドメインサイズの均一性、コントラストでは液晶ドメインサイズ及び形状、使用する液晶の複屈折（ n ）等が考えられる。これらの要因は使用する液晶の特性だけでなく、高分子（モノマー）の性質に大きく依存すると考えられる。

本研究では、大面積ノーマルモード型（高分子／液晶）複合膜の表示素子としての応用・実用化を目的とし、モノマー、液晶等材料の検討、作製条件の最適化を行うことにより複合膜性能の向上を行う。これまでに複合膜特性を目指し、モノマー種の探索、作製条件の最適化を行ってきており^{3),4)}、液晶にフッ素系液晶TL205(Merck社製)、単官能モノマーにTMHA、2官能モノマーに1,4-Butanedioldiacrylate(BDDA)を用いて、混合物の透明点(Tc点：約10 $^{\circ}$ C)付近で重合・作製した複合膜において良好な特性が得られている。しかし、複合膜の大面積化に使用するロールプロセス装置は、35 $^{\circ}$ C以下の低温域での厳密な温度制御が難しいため10 $^{\circ}$ C付近に最適作製条件を持つ上記材料のロールプロセスへの適用は困難である。本報では、複合膜の電気光学特性（駆動電圧、急峻

性、ヒステリシス等）の更なる向上と合わせて、重合温度を40 $^{\circ}$ C付近まで上昇させる事を目的とし、モノマー種の探索、反応条件の最適化を行った。

2 実験

2-1 ノーマルモード型複合膜の作製

光重合型モノマー（単官能モノマー、2官能モノマー）、液晶、及び光重合開始剤を所定の重量比で混合し、Tc点（透明点）以上の温度でITO電極付き標準ガラスセルに導入した。重合反応は恒温プレート上で標準ガラスセルを所定温度に保ち、所定のUV照射強度（トスキューア-251、360nm）で所定時間UV照射することにより行った。

2-2 電気光学特性評価法

複合膜の電気光学特性の測定は、高集光角電界印加装置を用い、印加電圧は1kHzの方形波を2Vrms/sec.で変調させたAM波を複合膜に印加する事により、印加電圧に対する複合膜の透過率変化（ヒステリシス曲線）を測定し、算出することにより行った。ここでは、散乱時透過率 T_{OFF} を電界無印加時の光透過率、透明時透過率 T_{ON} を透過率変化飽和時の光透過率、駆動電圧 V_{T80} を透過率80%時の印加電圧、急峻性(V_{T80}/V_{T5})を透過率80%時の印加電圧を透過率5%時の印加電圧で除した値、ヒステリシス $V_{1/2T}$ を $T_{50\%}$ （複合膜の最大、及び最小透過率をそれぞれ100%、及び0%とした時の半値透過率）における加電圧時と減電圧時の電圧差と定義する。

表-1 単官能モノマー種の影響

単官能モノマー種	構造式	透明時透過率(%)	白濁時透過率(%)	駆動電圧(V)	ヒステリシス(V)	急峻性(γ)	Tc($^{\circ}$ C)	備考
アルキル系								
Lauryl Acrylate(LA)	$CH_2=CHCOOC_{12}H_{25}$	74.1	18.7	24.5	1.73	7.02	24.8	高Tc点 濁度低
Stearyl Acrylate(SA)	$CH_2=CHCOOC_{18}H_{37}$	52.2	12.5	23.2	0.14	6.46	35.1	高Tc点 濁度低
2-Ethylhexyl Acrylate(EHA)	$CH_2=CHCOOCH_2CH(C_2H_5)C_4H_9$	83.1	0.06	8.32	0.54	1.47	5.1	高コントラスト 低Tc点
Isooctyl Acrylate(IOA)	$CH_2=CHCOOC_8H_{17}CH(CH_3)_2$	81.3	0.83	5.67	1.24	1.62	7.2	低駆動電圧 低Tc点
3,5,5-Trimethylhexyl Acrylate(TMHA)	$CH_2=CHCOOC_6H_{13}CH(CH_3)CH_2C(CH_3)_3$	81.7	0.29	7.17	0.75	1.57	8.3	特性良 低Tc点
エーテル系								
Methoxy Polyethylene glycol Acrylate(MPGA)	$CH_2=CHCOO(CH_2CH_2O)_9CH_3$	23.8	0.42	33.6	3.14	1.97	44	高Tc点 駆動電圧30V以上
Phenoxy polyethylene glycol Acrylate(PPGA)	$CH_2=CHCOO(CH_2CH_2O)_2Ph$	-	-	-	-	-	25.5	高Tc点 駆動電圧70V ²⁾
Nonylphenoxy polyethylene glycol Acrylate(NPGA)	$CH_2=CHCOO(CH_2CH_2O)_4PhC_9H_{19}$	72.1	0.07	23.0	1.75	1.96	31.7	高Tc点
ヒドロキシ系								
2-Hydroxypropyl Acrylate(HPA)	$CH_2=CHCOOCH_2CH(OH)CH_3$	-	-	-	-	-	41.5	駆動電圧70V ²⁾
フッ素系								
3,5-Difluorobenzyl Acrylate(DFBA)	$CH_2=CHCOOCH_2PhF_2$	-	-	-	-	-	18.3	ヘイズ有り ²⁾

TL205/単官能モノマー/BDDA = 80/18/2、Tc+0.5 $^{\circ}$ C -60sec/15mWcm⁻²

1) 1/8 Dutyでの計算値 (ON電圧80V)

2) 今回測定条件では測定不能

表 - 2 多官能モノマー種の影響

多官能モノマー種	構造式	透明時透過率(%)	白濁時透過率(%)	駆動電圧(V)	ヒステリシス(V)	急峻性()	Tc()
1,6-hexanediol diacrylate(HDDA)	$\text{CH}_2=\text{CHCOOC}_6\text{H}_{12}\text{OOCCH}=\text{CH}_2$	80.1	0.54	4.52	1.56	1.55	8.3
Neopentylglycol Diacrylate (NPGD)	$\text{CH}_2=\text{CHCOOCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{OOCCH}=\text{CH}_2$	79.1	0.61	7.86	0.92	1.78	8.3
Polyethyleneglycol Diacrylate n=4 (PEGDA4)	$\text{CH}_2=\text{CHCOO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_4\text{OOCCH}=\text{CH}_2$	79.7	0.67	6.17	0.92	1.69	8.3
Polyethyleneglycol Diacrylate n=9 (PEGDA9)	$\text{CH}_2=\text{CHCOO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_9\text{OOCCH}=\text{CH}_2$	93.4	0.89	6.81	0.96	1.82	10.3

TL205/TMHA/2官能モノマー = 80/18/2, Tc+0.5 -60sec/15mWcm⁻²

3 結果と考察

3-1 単官能光重合性モノマー種の影響

液晶をフッ素系液晶TL205(MERK社製: $n = 5$, $n = 0.217$), 光重合開始剤2,2-Dimethoxy 2-phenyl acetophenone (DMAP), 2官能アクリルモノマーをBDDA, に固定し, 種々の単官能光重合性アクリルモノマー(アルキル系: 11種, エーテル系: 6種, ヒドロキシ系: 3種, フッ素系: 3種)を検討した。複合膜の作製は単官能モノマー/2官能モノマー/液晶の重量比を18/2/80, DMAPをモノマーに対して5wt%添加, 重合条件Tc点(透明点)+0.5 -60秒/15mWcm⁻²で行った。

種々の単官能モノマーを用いて作製した複合膜で, 代表的な電気光学特性を表 1 に示す。今回検討したアルキル系モノマーにおいて, 2-EthylhexylAcrylate (EHA), 3,5,5-Trimethylhexylacrylate (TMHA), Isooctylacrylate (IOA) は駆動電圧, 急峻性共に良好な複合膜特性を示した。しかし, Tc点は何れも10以下であり, ロールプロセスへ適応は困難である。長鎖構造を有する分子量の大きいアルキル系モノマー-Laulylacrylate (LA), Stearylacrylate (SA) を用いると, Tc点は20以上と改善されるが, 駆動電圧, 急峻性, 光散乱強度(電界印加時透過率)等の複合膜特性が不十分となることが明らかとなった。

エーテル系, ヒドロキシ系モノマー等の極性の高いモノマーを用いるとTc点は大幅に改善できるが, 複合膜特性, 特に駆動電圧が高くなる事が明らかとなった。しかし, エーテル系モノマーで末端にアルキル鎖(n=9)構造を有するモノマー(NPGA)は分子量が大きいにも係わらず, アルキル鎖を持たないモノマーと比較して駆動電圧が低減した。

フッ素系モノマーでは, 何れもヘイズが大きく今回の系には適さないと考えられる。

これらの結果より, 駆動電圧の低減にはモノマー

末端構造がアルキル系, 特に6~10程度のアルキル鎖長で分岐構造を有するモノマーが適していると推察される。

また, Tc点の上昇に関しては液晶に対する添加するモノマーの溶解度(液晶/モノマー間の相溶性)が大きく関与していると考えられ, 分子量, あるいは極性が高いモノマーを用いると, 液晶との相溶性が低くなり, Tc点は高くなると考えられる。

3-2 2官能光重合性モノマー種の影響

液晶にTL205, 単官能アクリルモノマーに良好な電気光学特性を示したTMHAを用い, 2官能モノマーの影響を調べた(表-2)。

2官能モノマーに1,6-Hexanedioldiacrylate (HDDA) を用ると, BDDAと比較して駆動電圧が更に低減された。また, 主鎖がBDDAより短く, メチル置換基を2つ有する2官能モノマー-NPGDAでは, BDDAよりも駆動電圧が増加した。エーテル系2官能モノマーを用いた複合膜では, 何れもBDDA系よりも駆動電圧が低い。PEGDA 4 とPEGDA 9 を比較すると, より短い分子長を持つPEGDA 4の方が良好な複合膜特性を示すことが明らかとなった。上記の結果より, 2官能モノマーに関しても, 分子長の最適値が存在すると推察される。

また, Tc点に関しては, 2官能モノマーの添加量が2wt%を少ないため, 改善することが出来なかった。

3-3 ビニルエーテル系モノマーの影響

アクリル系モノマーを用いた複合膜の電気光学特性は, 重合温度に大きく依存し, Tc点より高い重合温度では駆動電圧の上昇等複合膜特性の悪化を引き起こす。これはアクリル系モノマーの高い光重合性に起因すると考えられ, 高性能化の為にはTc点付近の重合温度が適している。しかし, 大面積化の際使用するロールプロセス装置が35以下の厳密な温度制御が困難であるため, 複合膜の作製(重合)温度

を40 付近まで上昇させる必要があり，アクリル系モノマーでの実現は困難であると考えられる。

そこで，2官能モノマーにビニルエーテル系のモノマーを検討した。ビニルエーテル系モノマーは光重合反応性が低く，単独では反応が進行しないが，アクリル系モノマーの共存下では共重合反応が進行することが知られている。

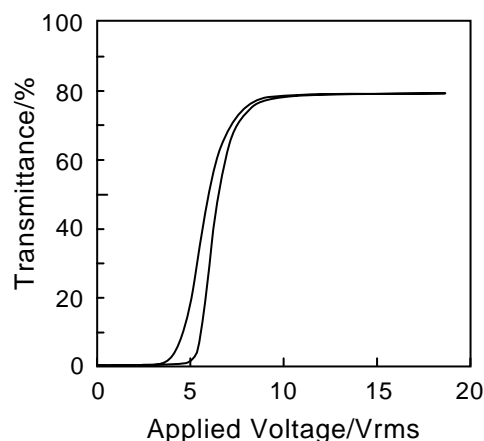
単官能モノマーにアクリル系モノマーであるTMHAを用い，液晶種，2官能モノマー種（ジビニルエーテル系モノマー）の影響を調べたところ，2官能モノマーに1,6-Hexanedioldiinyether（HDDVE），液晶にTL213（Merck社製， $n = 5.7$ ， $n = 0.239$ ）を用い，TL213/TMHA/HDDVE = 80/14/6の混合比で，40 -60sec/15mWcm⁻²の重合条件で作製した複合膜は，液晶混合物のTc点が10 程度と低いにも係わらず，良好な複合膜特性を示した⁵⁾。

また，この材料を用いてUV照射強度を調べたとこ

表 - 3 UV照射強度の影響

	照射強度(mWcm ⁻²)			
	15	20	25	30
透明時透過率(%T)	85.7	80.3	79.4	84.8
白濁時透過率(%T)	0.53	0.40	0.32	0.56
駆動電圧(V)	8.23	8.40	7.04	6.64
ヒステリシス	0.36	0.37	0.57	0.63
急峻性 (V80/V5)	1.46	1.41	1.31	1.31

TMHA/HDDVE/TL213=14/6/80、重合温度40



< Preparation Conditions >
 TMHA/HDDVE/TL213 = 14/6/80
 Photoinitiator: DMAP
 (5wt% based on monomer)
 40 -36sec/25mWcm⁻²

図 - 2 HDDVE を用いたノーマルモード型複合膜のヒステリシス曲線

ろ（表 - 3），照射強度の増加に伴い，駆動電圧，急峻性は低減する傾向を示した。特に25mWcm⁻²-36secで作製した複合膜（図 - 2 参照）は，駆動電圧7Vrms，急峻性1.31と高い性能を示すことが確認された。

ビニルエーテル系モノマーにおける複合膜性能の向上の原因解明は今後の課題であるが，重合速度，相分離形態，ポリマー/液晶間の相互作用等に起因していると考えられる。

4 まとめ

今回，ノーマルモード型（高分子/液晶）複合膜の電気光学特性の向上を目的に，モノマー種，液晶種，作製条件等の検討を行った。その結果，2官能モノマーにビニルエーテル系モノマーHDDVEを用いることによって急峻性等の複合膜特性が飛躍的に向上することが明らかとなった。この特性は（高分子/液晶）複合膜としては，非常に高い水準に位置し，実用化も十分に可能なレベルであると考えられる。

5 参考文献

- 1) 梶山千里,他1名：日本化学会誌, No.10,1019 (1992)
- 2) 梶山千里,他3名：Chem.Lett,679 (1979)
- 3) 山口雅裕,他1名：福岡県工業技術センター平成10年度研究報告,P84
- 4) 山口雅裕,他1名：福岡県工業技術センター平成11年度研究報告,P55
- 5) 郡島友紀,他8名：ILCC,Prepr.,in press. (2002)

高齢者・障害者の生活の質を高める支援技術に関する研究

人間工学的評価手法を用いた快適な車椅子シート設計

西村博之^{*1} 石川弘之^{*1}

Study on Supporting Technology to Improve Quality of Advanced & Handicapped Life

A Design of the Comfortable Wheelchair Sheet Using the Human Engineering-Evaluation Technique

Hiroyuki Nishimura, Hiroyuki Ishikawa

電動車椅子のシートに関してはサイズや強度などの規格はあるものの、座り心地などの機能性の評価方法が確立していない。そこで本研究では、電動車椅子乗車時のシートの快適性を評価するために、電動車椅子乗車実験を行い、乗車中の脳波及び体圧分布を測定した。これらのデータの解析結果と乗車時のシートの快適性に対する主観評価とを比較検討した結果、脳波データのアルファ波含有率と主観評価との間に相関性が認められた。また、体圧分布の解析結果と主観評価の間にも相関性が認められた。したがって、昨年度行った静的状態での座り心地評価手法が、電動車椅子乗車時の動的状態でも再現性があり有効であることが確かめられた。

1 はじめに

我が国は65歳以上の人口比率が7%から14%までわずか24年というかつて前例のない急速な高齢化と、小児化、核家族化による高齢者家族の増加により、高齢社会における医療・福祉関連分野の対応技術確立が喫緊の課題となっている。

しかしながら、未だ高齢化による身体的あるいは生理的機能の低下を始め、体型の変化や行動科学的データが未整備のため、産業構造の変化による今後成長が期待される15分野のトップに位置づけされながら、現実には機能の低下した高齢者の活動を補助し自立した快適な生活を支援する用品の開発はあまり実現していないのが現状である。

なかでも、車椅子のシートに関してはサイズや強度などの規格はあるものの、座り心地などの機能性の評価方法が確立していない。¹⁾

そこで、本研究においては、高齢者・障害者の快適な車椅子生活を支援するために、電動車椅子シートの人間工学的手法を用いた快適性評価技術の確立及びその技術を用いたシート設計を目的とする。シートの機能評価が確立されていない中で、快適社会環境を実現するシート開発に向けて、その客観的評価が可能となり、機能評価の標準化が図られる。

本報告では、脳波のアルファ波含有率と主観評価に

よる評価から、電動車椅子シートの乗車時の座り心地の検討を行い、この座り心地とシートの物性値との相関について検討を行った。

2 実験方法

2-1 シート素材の圧縮試験

電動車椅子シートの物性を数値で評価するために、表-1に示す3種類のウレタンについて、圧縮試験を行った。

表-1 シート素材仕様

	シート1	シート2	シート3
名称	標準シート	E C K	組合せ
サイズ	45×40×6cm	45×40×8cm	45×40×8cm
特性	電動車椅子標準品	一般用途	一般、低反発性の組合せ
重量	950g	340g	460g

圧縮試験は下記の条件で行い、その際の加圧量と圧縮量の関係をグラフ化した。

< 試験条件 >

室内の温湿度：23 ± 5 60% ± 10%

試料サイズ：400×400mm

圧縮押圧版：200

加圧量：314N (1N/cm²=10kPa)

圧縮速度：100mm/min

加圧時間：30sec

* 1化学繊維研究所

2 - 2 脳波測定

シートの物性値の違いが電動車椅子乗車中の人体にどのような影響を及ぼすかを検討するために、9人の被験者に対して表-1の3種類のウレタンと木の板をシート素材としてそれぞれ使用し、脳波測定を下記条件にて行った。それぞれの被験者とも30分乗車してもらい乗車前に1回、乗車中は10分毎に3回の計4回脳波を1条件につき測定した。条件と条件の間は20分間の休憩を行い4回実験を行った。

< 実験条件 >

実験場所：工業技術センター周囲の屋外

被験者：20歳代 男性9名

属性は表-2に示すとおりである。

測定データ：脳波 13点

使用器具：今仙技研製電動車椅子ECM-210型(図-1)

実験時間：1条件につき10分間 × 3回の30分間乗車



図-1 電動車椅子 (EMC-210型)

< 実験パターン >

20	1	10	1	10	1	10	1
安 静 開 眼	脳 波 測 定 ・ 主 観 評 価	電 動 車 椅 子 走 行	脳 波 測 定 ・ 主 観 評 価	電 動 車 椅 子 走 行	脳 波 測 定 ・ 主 観 評 価	電 動 車 椅 子 走 行	脳 波 測 定 ・ 主 観 評 価

表-2 被験者の属性

被験者	性別	年齢	身長	体重
A	男	23歳	176cm	78kg
B	男	24歳	173cm	67kg
C	男	22歳	165cm	55kg
D	男	24歳	171cm	59kg
E	男	23歳	172cm	78kg
F	男	25歳	165cm	66kg
G	男	25歳	171cm	54kg
H	男	24歳	156cm	51kg
I	男	24歳	171cm	65kg

2 - 3 体圧分布測定

シートの物性値の違いが体圧分散性及び最大体圧値にどのような影響を及ぼすかを検討するために、脳波測定の実験パターンに示すように1条件につき4回の体圧分布測定を行い、4条件での測定を行った。

2 - 4 主観評価

シートの善し悪しや乗車後の体調などの「主観的座り心地」を評価するために、図-2に示す主観評価票に乗車前、乗車中に2回、乗車後の計4回記入してもらい、主観評価を行った。

この評価票は、乗車中や乗車後の座り心地や気分を評価する質問紙で、7問の質問項目で構成されている。乗車中や乗車後の「主観的座り心地」を問うもので、得点が高いほど座り心地が良かったと判定される。

主観評価票

硬い -3 0 +3 柔らかい

痛みのある _____ 痛みのない

苦痛な _____ 安楽な

不快な _____ 快適な

疲れる _____ 疲れない

圧力の大きい _____ 圧力の小さい

姿勢が定まらない _____ 姿勢が定まる

図-2 主観評価票

3 結果と考察

3 - 1 シート素材の圧縮試験結果

表-1の3種類のシート素材について圧縮試験を行った結果を図-3に示す。

この圧縮・加圧曲線においては、曲線の勾配が急であるほど、加圧量が増加しても圧縮量が変化しないため硬い素材である。逆に、勾配がなだらかであると僅かな加圧量の変化で圧縮量が大きく変化することから柔らかい素材である。

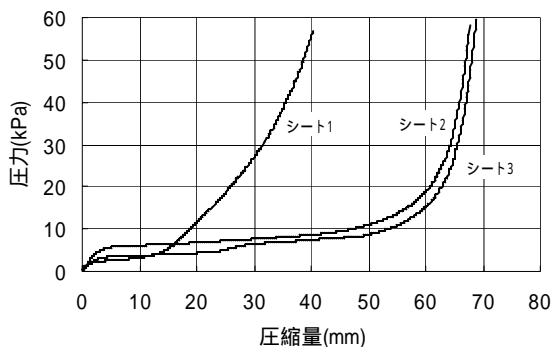


図-3 シート素材の圧縮試験結果

圧縮試験結果から、10kPa加圧したときの圧縮量はシート1が18mm、シート2が45mm、シート3が53mmとなっている。シート1はシート2・3と比較すると勾配が急で硬い素材である。シート2・3は加圧初めから、なだらかな勾配が続き柔らかいが、加圧が15~20kPa以上になると急勾配となり硬くなっている。

3 - 2 脳波測定結果

測定した脳波を周波数解析し、シータ波、アルファ1波、アルファ2波、ベータ1波、ベータ2波に分け、使用データとした。各経過時間後のデータと、コントロールとした着座直後のデータの差である変化量データのシート間比較を行った結果、主観評価値と体圧分散性が最も優れていたシート2が他のシートよりもアルファ2波含有量、含有率ともに高い傾向にあった。特にシート間の差が顕著であった右後頭部のT6部位の結果を図-4に示す。

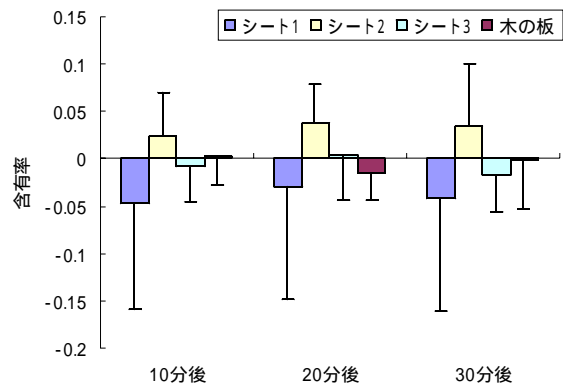


図-4 T6部位アルファ2波のシート間比較結果

一般的にアルファ波はリラックス状態と関連があるとされており、シート2は快適性が高かったことにより心理的にリラックスでき、それが脳波のアルファ波として表出したと考えられる。また、時間経過と共にシート2のアルファ2波が高い頭皮上の部位において減少していったが、右後頭部においては持続的に差が顕著であったことより、この部分は快適性に何らかの関連性があると考えられる。

3 - 3 体圧分布測定結果

表-1の3種類のシート素材と木の板について30分乗車後の体圧分布測定を行った結果を図-5~図-8に示す。

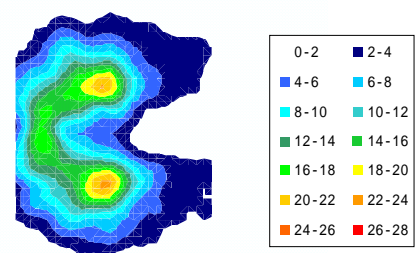


図-5 シート1の体圧分布測定結果

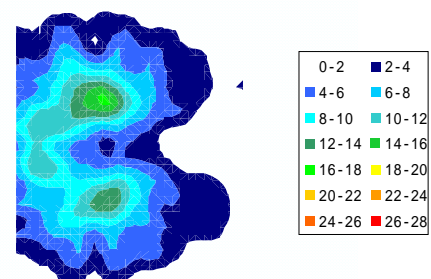


図-6 シート2の体圧分布測定結果

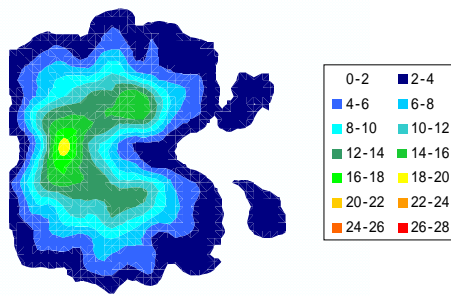


図-7 シート3の体圧分布測定結果

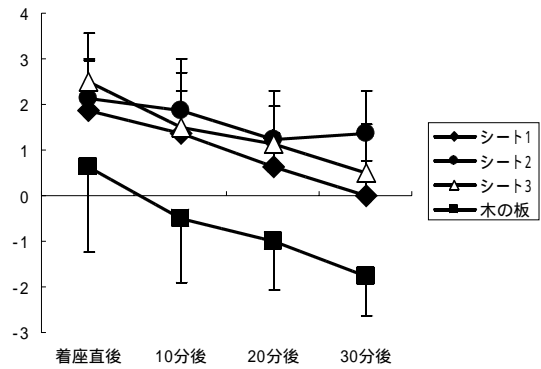


図-9 疲労感に関する評価値のシート間比較

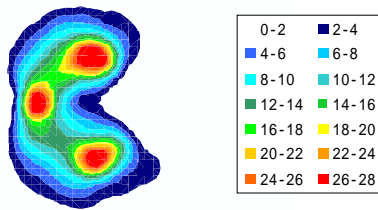


図-8 木の板の体圧分布測定結果

この結果から圧縮試験で比較的柔らかいシート2, 3はシート1と比較すると最大体圧値が低く、体圧分散性の良い事が分かる。比較条件である木の板は、最大体圧値も非常に高く体圧分散性も悪くなっている。ただし、体圧分散性を良くしすぎると、体の保持ができなくなり安定感が無くなるため、電動車椅子のシートに用いる際には注意が必要である。脳波データと主観評価の結果と合わせて検討してみると、体圧分布性の良いシートは脳波のアルファ波含有率も高く、主観評価の得点も高い傾向にある。

3 - 4 主観評価結果

全7項目における主観評価値のシート間比較を行った。一例として疲労感に関する評価値のシート間比較結果を図-9に示す。

主観評価の全項目においてシート2が最も評価値が高い傾向にあった。また、シート2以外のシートは時間経過とともに著しく評価値が低下する傾向にあったが、シート2は乗車時の評価値を維持する傾向にあった。

4 まとめ

これまでの実験結果から、シートの素材の違いにより、電動車椅子乗車中の脳波のアルファ波出現率に一定の傾向が現れていることから、シート素材の固さと座り心地との間に相関があることが認められた。

また、アルファ波含有率と主観評価の得点との間にも相関があることが判明したため、アルファ波含有率を計測することにより、シートの座り心地が評価できると思われる。

振動などの外乱的要因を含んでいる電動車椅子乗車という動的状態でも、昨年度行った静的状態での実験結果が再現された。今後は、皮膚温などの評価指標を増やすことにより、より評価の精度を上げ、静的状態で電動車椅子乗車時のシートの快適性評価が行えるようにする必要がある。

5 参考文献

- 1) Bengt Engstrom : からだにやさしい車椅子のすすめ、三輪書店(1994)

高齢者の立位作業用椅子の開発

本 明子^{*1} 友延憲幸^{*1}

Design and Development for working Chair for the Aged

Akiko Moto Noriyuki Tomonobu

本研究は、高齢者などが使用しやすい家具に関し、使用方法、素材、寸法など人間工学的に計測、解析し、高齢者に適合した家具を提案することを目的としたものである。本稿は、高齢者立位を補助する椅子の設計条件を見出す目的で座位姿勢における生理負担量を計測した。その結果、座面の寸法および形状が明らかとなった。また、導かれた設計条件により試作した座面は、脚部の筋活動量が小さく、筋負担を軽減する上での有用性が示唆された。

1 はじめに

日本は急速に高齢社会を迎えたため、高齢社会に対する取組や対応が遅れている。80%以上の大多数の高齢者は、健康で介護を必要としないが、加齢による身体機能の衰えを援助する生活支援技術が必要としている¹⁾。しかし、健康な高齢者の身体機能を考慮した家具は少なく、高齢者が日常使用する上で障害となる課題を抽出することが必要と考えられる。高齢者など加齢による身体機能の低下がみられる使用者が安全に使用することができる家具の開発・設計を実現するためには、その基礎となる高齢者の生理特性を把握することが必要である。そこで、高齢者が日常生活において発揮することができる生理量の測定を行ってきた^{2), 3), 4)}。更に、立ち上がり時や作業時の動作解析⁵⁾、重心動揺等の計測を通し、高齢者の立位姿勢の補助を目的とした椅子の高さの検討を行った。その結果、立ち上がりやすく作業もしやすい座面の高さとして、60cm前後が適当であるという結論が得られた⁶⁾。本研究では、これらの結果に基づき、高齢者の作業時の立位姿勢を補助する椅子の設計という観点から、椅子の座面形状の検討を行った。まず初めに、動作特性の解析により座面の奥行きおよび形状の検討を行い、次に、その形状の脚部の筋負担に対する影響についての考察を行った。

2 座位姿勢における動作特性

2-1 方法

座面の奥行きを検討するために、腰を掛けた際の座り深さの検討を行った。座面の高さは、床上 50cm、55cm、60cm、65cm、70cmの5種類であった。被験者を準備した椅子に自然に腰掛けさせ、座面前縁から臀部最後方点までの距離を座り深さとして計測した。次に、座面の角度および形状の検討のために、座面の高さを60cmとし、座位姿勢、立ち上がろうとした時、直立時の体幹および大腿部の角度について動作解析装置（新大阪商会Dynas-3D/G）により計測した（図-1）。被験者



図-1 実験風景

* 1 インテリア研究所

表-1 被験者の特性および人体計測結果

年齢(平均年齢)	性別	身長(cm) (Mean ± SD)	転子点高(cm) (Mean ± SD)	ケイ骨上縁高(cm) (Mean ± SD)	人数
20歳代(26.0)	男性	172.13 ± 4.81	93.3 ± 4.86	45.55 ± 4.07	10
60歳代(67.3)	男性	162.24 ± 4.98	87.91 ± 2.90	44.01 ± 2.70	10
70歳代(74.4)	男性	158.14 ± 5.61	83.33 ± 3.48	43.72 ± 1.82	10
20歳代(26.8)	女性	158.40 ± 5.10	83.70 ± 4.26	44.75 ± 4.21	10
60歳代(66.1)	女性	147.71 ± 2.91	81.61 ± 3.07	41.22 ± 2.29	10
70歳代(72.4)	女性	145.95 ± 5.99	79.39 ± 5.23	40.50 ± 2.26	10

は、20歳代、60歳代、70歳代の男女各10名とし、その構成とそれぞれの身体計測結果（身長、転子点高、ケイ骨上縁高）の平均値および標準偏差は表-1のとおりである。

2-2 結果と考察

腰掛ける深さについて、計測により得られたデータを、性、年齢、座面高さを要因とした三元分散分析を実施した。その結果、年齢、座面の高さについて有意な主効果が認められた ($p < 0.01$)。そこで、高齢者と若齢者層とにわけ、各々の高さにおける座り深さを求めた(図-

2)。その結果、座高を60cmとした場合には15cm程度の座面の奥行きを必要とすることがわかった。また、どの高さにおいても、高齢者は若齢者に比べ深く腰掛ける傾向にあった ($p < 0.01$)。更に、身体寸法と座り深さの相関について検討した結果、高齢者で転子点高と座り深さとの間に有意な相関関係 ($p < 0.01$) が認められ(図-3)、高齢者の椅子の高さの設定に身体的特徴の把握が重要であることが示唆された。

次に、座面の形状について検討する目的で、座面の高さを60cmに設定し、座位、座位で前方に向かい体幹を伸ばした時、立位のそれぞれの体幹の角度について、動作解析装置により記録したビデオの解析を行った。体幹の角度については図-4に示す。解析データをスティックモデルに置き換え検討した結果(図-5)、高齢者は若齢者に比べ、座位では体を後に反らせて座る傾向にあり、また前方に向かい体幹を伸ばした際には、体を前に倒す角度が大きくなり、立位で体幹が曲がる特徴があった。座位において背中を反らす傾向にある高齢者に対し、背もたれを設けることも、安心感をもたらす方法の一つとして効果的であると考えられる。

次に座面を床と水平とした場合に、座面と大腿部とのなす角度について計測した(図-6)。座位および前方に向かい体幹を伸ばした時には高齢者は若齢者に比べると、座面と大腿部とのなす角度が大きくなり、立ち上がり始め時には約60度の角度をなす結果が得られた。脚部のスティックモデルを図-7に示す。

以上の結果から、座面高さを60cmとした場合、座面の深さは15cm以上必要であることが示された。ま

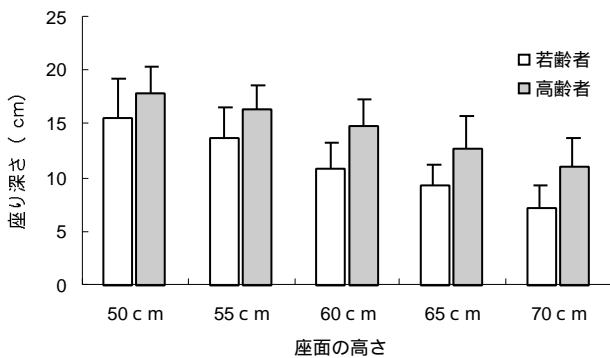


図-2 座面の高さによる座り深さ

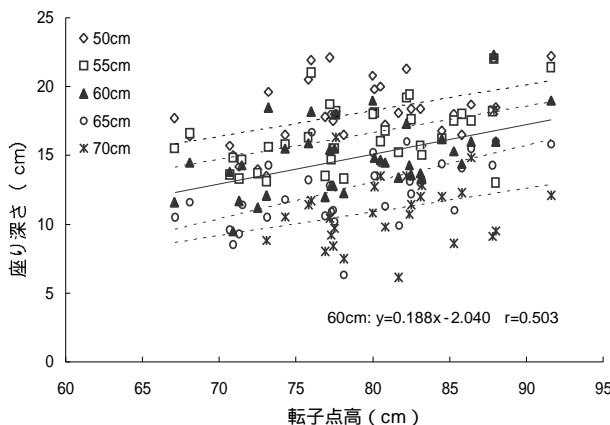


図-3 転子点高と座り深さの関係(高齢者)

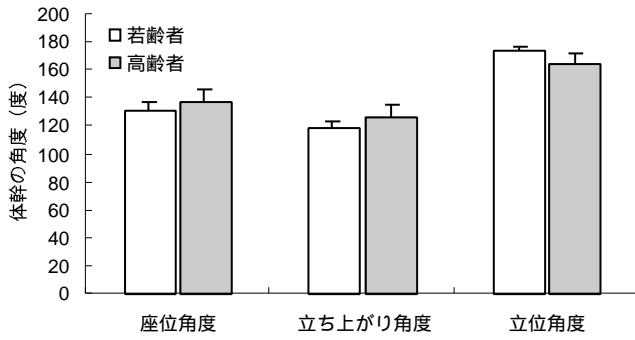


図-4 姿勢による体幹の角度

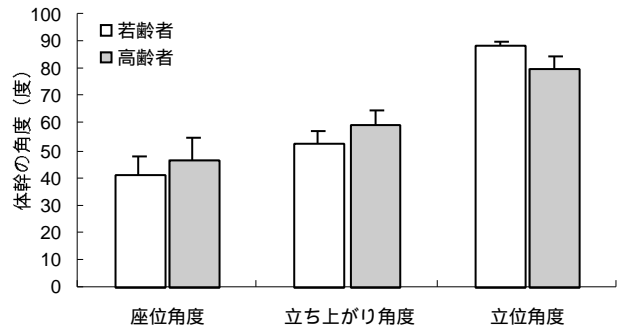


図-6 姿勢による脚部の角度

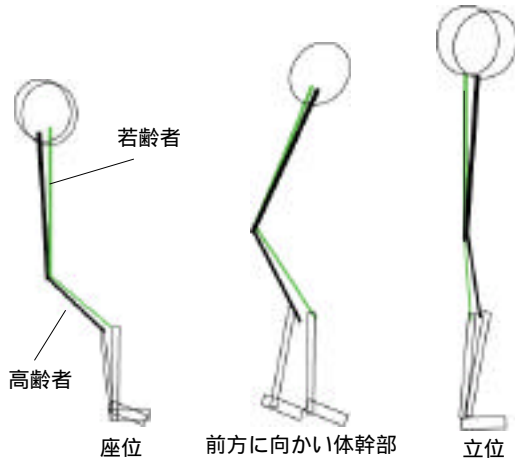


図-5 姿勢による体幹のスティックモデル

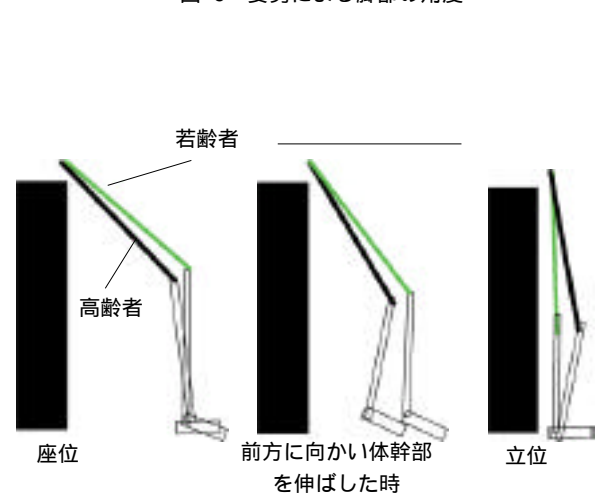


図-7 姿勢による脚部のスティックモデル

た,前方に向かい体幹を伸ばした時の姿勢は椅子に腰掛けて前方で動作をする場合の姿勢と捉えられることから,大腿部に座面との60度程度の角度をもった部分があると負担軽減に有用ではないかと考えられた。また,座位から体を前方部に動かしやすくするために体の動きに

対応する可動性をもった座面の有用性が感じられた。

そこで,座面形状の違いによる筋疲労を計測するために,これらの実験の結果から考えられた形状の椅子を準備した。大腿部をサポートするもの (support),腰部の動きに対応するために座面が体の動きに合わせて水平から上下 5cm の範囲で可動するもの (flex), 座面が平らなもの (flat) の3種類とし,それぞれの幅は15cm, 高さは 60cm とした (図-8)。

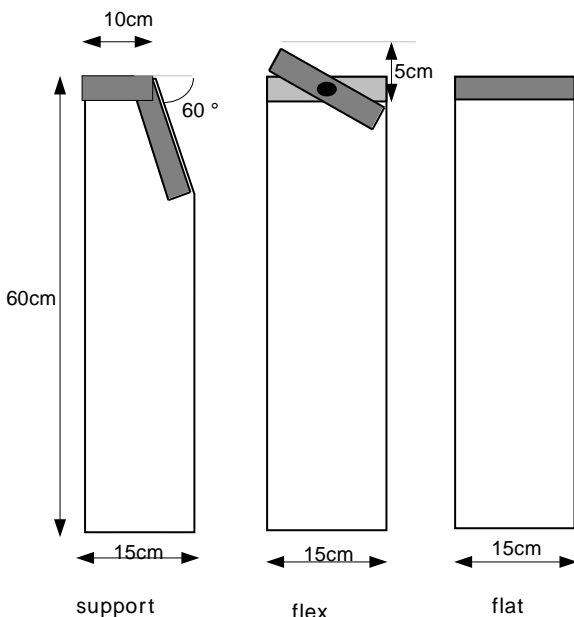


図-8 実験に使用した3種類の椅子

3 座面形状の違いによる筋疲労の計測

3-1 方法

筋負担の少ない座面形状の検討のために,3条件の座面 (図-8) における座位での作業時の筋電図の計測を行った。比較として半数の被験者には立位 (stand) の条件も与えた。85cmの高さの作業台の前に高さ60cmの椅子を固定し,17分間の作業時の筋電図の採取および主観評価を行った。作業は箸で豆を皿から皿へ一粒ずつ移し替えるように指示した。実験中の室内の温度は 25℃, 湿度を50%RHに設定した。各条件の順序はランダ

表-2 被験者の特性および人体計測結果

年齢(平均年齢)	性別	身長(cm) (Mean ± SD)	転子点高(cm) (Mean ± SD)	ケイ骨上縁高(cm) (Mean ± SD)	人数
34.0歳	男性	167.88 ± 5.29	86.92 ± 5.76	46.55 ± 2.43	4
33.6歳	女性	156.10 ± 1.41	81.91 ± 2.63	43.60 ± 1.16	4

ムに行い、条件間の休息は十分にとった。筋電図の導出は、座位において使用されるひふく筋（ふくらはぎの丸みを作りかかとの上げ下げや姿勢の保持の働きをする）、大腿直筋（大腿前部にあり膝関節を伸展させる）、大腿二頭筋（大腿後部にあり膝関節の屈曲に参与する）、脊柱起立筋（脊柱の側にあり脊柱支持、伸展、側彎の作用をもつ）の4点とした⁷⁾。測定部位から表面電極を用い、双極電出法で誘導された活動電位は多チャンネル生体アンプ（日本光電製：neurotop）で増幅し、CPU（NEC PC-9821）のA/D変換ボードを用

い数値に変換した。変換された数値はCPU内にオンライン記録した。また、それぞれの条件の終了後に主観評価を行った。主観評価は、腰、肩、足（膝下）、足（膝上）それぞれの痛さ、だるさ、重さについて非常に痛い（重い）から非常に楽（軽い）までの7段階の評価と条件について不快から快までの7段階の評価とした。さらに痛みを感じる箇所と気付いた点について記入させた。被験者は22歳からの40歳の男女計8名であり、身体計測結果（身長、転子点高、ケイ骨上縁高）の平均値および標準偏差は表-2のとおりである。

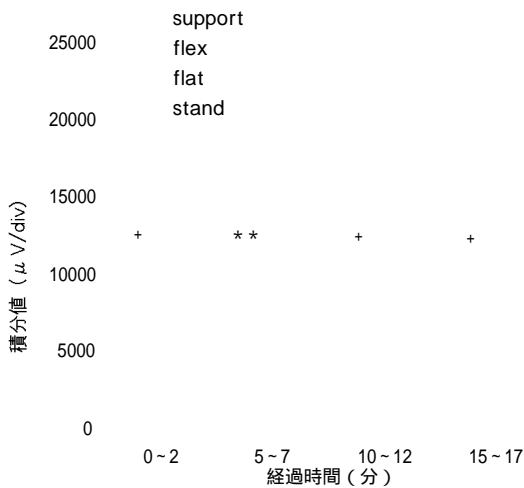


図-9 筋電図の積分値の変化（ひふく筋）

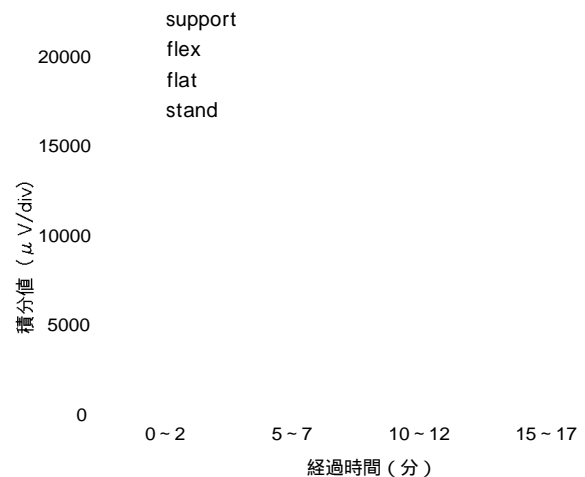


図-11 筋電図の積分値の変化（大腿二頭筋）

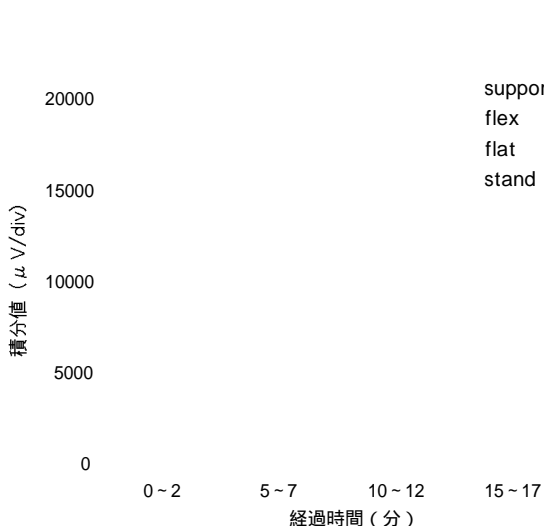


図-10 筋電図の積分値の変化（大腿直筋）

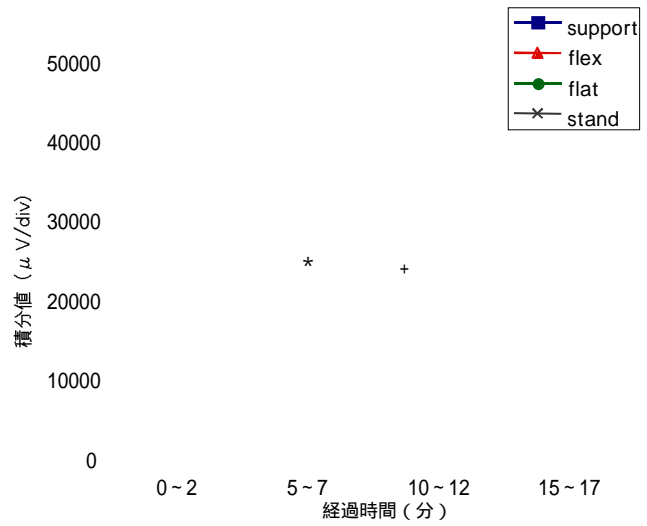


図-12 筋電図の積分値の変化（脊柱起立筋）

3-2 結果と考察

一般に筋疲労は筋電図の振幅の増大をもたらす⁸⁾ことから、筋電図の振幅について積分値として数値化し分析が行われる。本実験においても、筋電図は解析時間対象内の波形の振幅を絶対値で累積し、積分を行い数値化した。解析は試験開始直後、5分後、10分後、15分後の各2分間を対象とした。

積分により数値化した筋活動について(図-9~図-12)、各筋ごとに、経過時間と座面の形状について二元の分散分析を行った。その結果、立位の場合の筋活動は座位に比べ明らかに活発であった。また、座位においても3条件の座面の要因に対し、有意な主効果が認められ($p<0.01$)、実験時間全体で比較しても、flexの場合に他の2条件に比較し、筋活動が有意に活発化し($p<0.05$)、筋疲労との関連性が推察された。

また、座位において、各筋の筋電図積分値の平均値と標準偏差を算出し、各条件間において対応のあるt検定を行った。その結果、各筋ともに経時変化による差は認められなかった。座面の違いについては、ひふく筋と脊柱起立筋について差が認められた。0~2分後および15~17分後で、flexがsupportに比べひふく筋の筋電位が増加する傾向が見られた。5~7分後では、flexがsupportに比べ、ひふく筋の筋電位が有意に増加し

($p<0.01$)、flatに比べ脊柱起立筋の筋電位の増加が見られた($p<0.05$)。また、10~12分後でもflexがsupportに比べ、ひふく筋および脊柱起立筋の筋電位が増加する傾向が認められた。

主観評価は非常に痛い(重い)及び不快を1点、非常に楽(軽い)及び快を7点とした得点化を行った(図-13)。被験者の平均値および標準偏差を図-14に示す。筋電図の示した筋負担の結果に反し、主観評価ではflexが他よりも高い値を示した。各条件間でt検定を行った結果、腰のだるさに関して、flexがflatやsupportに比べ有意に楽と感じる結果が得られた($p<0.05$)。

これらの結果から、どの部位の筋についても、supportが最も筋活動が小さく、筋疲労が少なかったと判断できる。それとは逆に、flexは筋の活動量が大きく、筋疲労も大きかったものと考えられる。これは他の2

		ど ち か と い や	ど ち ら か と い え ば	ど ち ら か と い え ば	ど ち ら か と い え ば	ど ち ら か と い え ば	ど ち ら か と い え ば	ど ち ら か と い え ば	ど ち ら か と い え ば	ど ち ら か と い え ば	ど ち ら か と い え ば
腰	痛い	+	+	+	+	+	+	+	+	+	楽
	だるい	+	+	+	+	+	+	+	+	+	楽
	重い	+	+	+	+	+	+	+	+	+	軽い
肩	痛い	+	+	+	+	+	+	+	+	+	楽
	だるい	+	+	+	+	+	+	+	+	+	楽
	重い	+	+	+	+	+	+	+	+	+	軽い
足(膝下)	痛い	+	+	+	+	+	+	+	+	+	楽
	だるい	+	+	+	+	+	+	+	+	+	楽
	重い	+	+	+	+	+	+	+	+	+	軽い
足(膝上)	痛い	+	+	+	+	+	+	+	+	+	楽
	だるい	+	+	+	+	+	+	+	+	+	楽
	重い	+	+	+	+	+	+	+	+	+	軽い
この条件について	不快	+	+	+	+	+	+	+	+	+	快

(点数) 1 2 3 4 5 6 7

図-13 主観評価表と点数

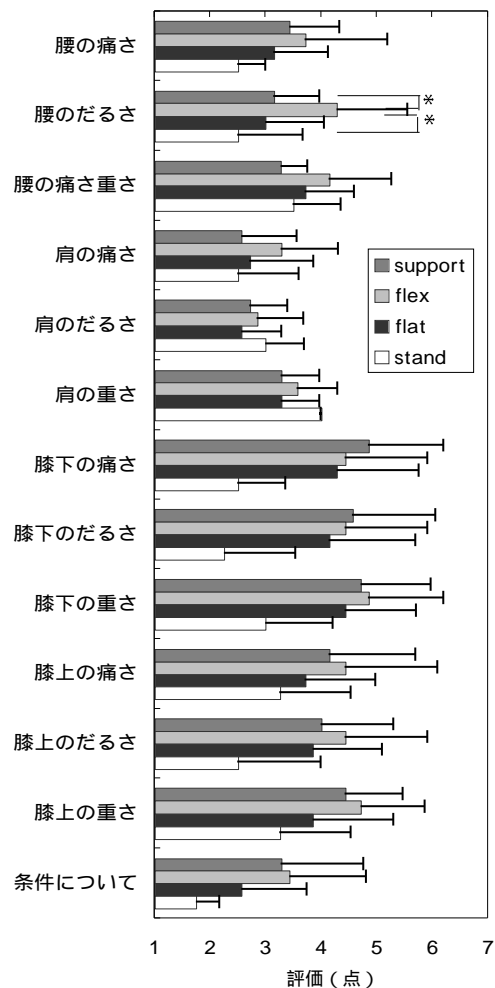


図-14 主観評価結果

つの座面に比べ身体の椅子への接触面積が小さく、座面の可動を脚部で支える必要があったためと考えられる。しかし、他の座面に比べると筋疲労が大きかったにも関わらず主観評価では痛みやだるさが少なく、楽と感じたことは興味深い結果であった。座面に自由度があったことが、好印象を与えたのかもしれない。また、この座面への気付いた点として、上半身の不安定感を挙げた被験者が2名いた。この被験者は共通してかかとを上げた状態で作業を行っており、同時にふともものだるさ、足首およびかかとのだるさも訴えていた。逆に、座面の前傾に対する下半身の安定感をあげた被験者も3名おり、可動する座面をどのように支えたかにより意見がわかれた結果となった。姿勢保持の視点から、特にオフィスチェア分野で、座面の前傾に関し、身体的負担の軽減に対する効果も論じられており^{9), 10), 11)}、検討の価値はあると考えられる。

4 まとめ

本研究では、座位姿勢における動作特性の解析により座面の奥行きおよび形状の検討を行い、その形状の脚部の筋負担に対する影響について考察を行った。座り深さや立ち上がり初めの体幹部、脚部の角度の検討を行った結果、椅子の奥行きや形状を決定するための要因を見出した。特に高齢者は、若齢者に比べ深く腰掛ける傾向とともに、立位に近い座位において、身体寸法と腰掛け深さとに強い相関関係を示したことから、椅子に身体を依存させる傾向にあることも推察された。これらの結果から、立位作業を補助する椅子の形状として、高さ60cmに対し、座面の奥行きは15cm以上必要であること、また、身体を支え、安定感を得るという観点からも大腿部を支える部分が必要であることが考えられた。

さらに、それらの座面の身体的負担の軽減に対する有用性を検討するために、作業時の筋疲労を筋電図により計測した。その結果、立位に比べ座位で筋負担は非常に軽減すること、また、大腿部を支える座面の形状が筋疲労を軽減するためにも有用であることが示唆された。さらに、座面部の前への傾きについても、心理的に

身体負担の軽さを感じる場合もあり、設計上、可能性の一つとして考えられた。

以上、座位から立位における一連の動作解析や重心動揺、筋電図の計測とその解析結果を通じ、特に筋力が低下し身体の不安定感の増加する高齢者にとっては、立位作業を補助する道具として、椅子は非常に有用であることが示された。それとともに、高さ、奥行き、形状等、立位作業を補助するための椅子の設計条件を得ることができた。

5 参考文献

- 1) 国民生活白書、経済企画庁編
- 2) 本他：日本生理人類学会誌 Vol.3, No2, p77 ~ 84 (1998)
- 3) 本：平成9年度福岡県工業技術センター研究報告, p.72 ~ 77 (1997)
- 4) MOTO: Jun of Physio Anthropol, Vol.19, No.2, p.73(2000)
- 5) 本：デザイン学研究, 第47回研究発表大会概要集, p.260 ~ 261 (2000)
- 6) 本他：平成12年度福岡県工業技術センター研究報告, p.31 ~ 36 (2001)
- 7) 人間工学用語研究会編：人間工学辞典, 日刊工業新聞社, p.72 ~ 79 (1983)
- 8) 佐藤方彦：人間工学概論, 光生館, p.190, 1984
- 9) Soderberg, G.L., et al : HUMAN FACTOR, 28(4) .p.483 ~ 491(1986)
- 10) Doorenbosch, C.A.M., : Journal of Biomechanics, p.27(11), 1299 ~ 1307(1994)
- 11) Van Dieen J.H., Ergonomics, p739 ~ 750, (2001)

商品情報を呈示する「ラベル」の特性に関する一考察

檜の匂いの生理・心理的影響に及ぼすラベルの影響

友延憲幸*¹ 本 明子*¹

The Consideration about the Character of Labels as a Messenger of Commodity Information

Effects of Labels on Physiological and Psychological Responses to *Hinoki* Odor

Noriyuki Tomonobu, Akiko Moto

商品(モノ)の広告戦略において、情報の呈示手段の1つであるラベルには商品価値を上げ、購買意欲を誘うようなメッセージ性が要求される。本研究では、ラベルのメッセージを受け取り、そのモノを評価する人間の生理・心理的影響からラベルの適不適の判断を行うことが可能であるか検討した。具体的には、鎮静効果があると言われる檜の匂いを吸入する前の被験者に3つのラベル(“目が覚める匂い”, “気持ちが静まり落ち着く匂い”, “ヒノキの匂い”)を無作為に呈示し、匂い吸入時のそれぞれのラベルが与える生理・心理的影響をみることで評価した。生理・心理的影響による判断により、ラベルの特性について以下の推測が可能であった。

- 1) そのモノの性質を押し付けるようなラベルは、かえって不信感を与えるなどの逆効果になる場合がある。
- 2) モノの性質とは異なるラベル、意図するメッセージが伝わりにくいラベルは、そのモノの「信頼性を失う」可能性がある。

1 はじめに

ラベルは製品を商品として販売する際の広告戦略に欠かせない媒体である。広告戦略において、ラベルやパッケージングはその商品に関する情報のメッセンジャーとなる。そのメッセージは、商品の利益を消費者に伝え、その商品を消費者の心にしっかり植え付けなければならない。従ってラベルは、商品のベネフィットを指摘できる「意味のあるラベル」, 「信頼性のあるラベル」, 類似した商品との間で「差別化できるラベル」というアピール特性をもっていなければならない¹⁾。

そのような意義が要求されるラベルは、何をもってモノ(商品)のラベルとして適切に選択されるべきだろうか。本研究では、そのモノを評価する側(人間)の視点に立つことで、モノの情報を呈示するラベルの適不適を判断できるかどうか検討した。その手段として、鎮静効果があると言われる檜の匂い²⁾を吸入する前に、被験者に対し3つのラベル(“目が覚める匂い”, “気持

ちが静まり落ち着く匂い”, “ヒノキの匂い”)を無作為に呈示し、匂い吸入時にそれぞれのラベルが与える生理・心理的影響について調査した。

2 方法

2-1 檜の匂いに対するラベル、および被験者について

本実験で用いた匂いは檜(「天の香り」社製)である。その匂いに対し、“目が覚める匂い(Arousal Label: AL)”, “気持ちが鎮まり、落ち着く匂い(Sedative Label: SL)”, “ヒノキの匂い(*Hinoki* Label: HL)という3つのラベルとそれらの対照としてラベルを与えない(Non Label: NL)4つの条件を設けた。18人の被験者(男性9名: 18~26歳, 平均22.9歳, 女性9名: 18~24歳, 平均19.2歳)に参加してもらい、そのうちALを4名(うち女性2名), SLを5名(3名), HLを5名(2名), NLを4名(2名)に無作為に与えた。またAL, SL, NL条件の被験者には実験が終了するまで、吸入した匂いが檜であることを知らせなかった。

* 1 インテリア研究所

2-2 実験手順

被験者は、温湿度を制御(25℃, 60%RH)した恒温恒湿室に入室後、5分間安静にしていた。その後、被験者は閉眼で統制呼吸(20回/分)を行い、安静時での生理状態(Control: C)と匂い吸入時の生理状態(Odor Stimulus: OS)を3分間ずつ測定した。CとOSの間に、モニターによる視覚情報とインターホンによる聴覚情報にて、匂いに対するそれぞれのラベルを呈示した(実験1]: 図-1, -2)。また、OS前に加算による精神作業後の匂いの影響もみた(実験2]: 図-1)。OS終了後、匂いに対する評価を主観評価用紙(表-1)にて行い、実験終了後には匂いに関する調査も実施した。

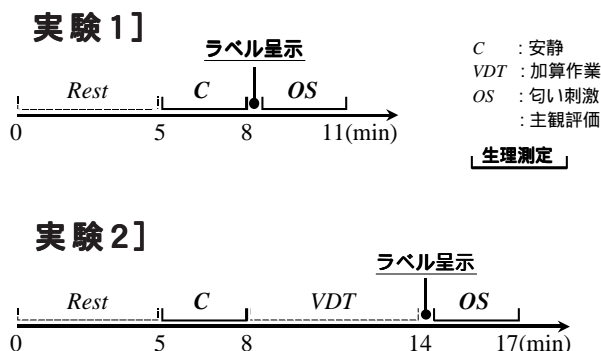


図-1 タイムスケジュール



図-2 実験風景

2-3 測定項目

2-3-1 生理測定

パラメータは脳波、心拍数、心拍変動とした。

(1) 脳波

脳波キャップ(GE Marquette, ECI-1)を用い測定した。両耳朶共通電極を基準電極とし、国際10-20法に従い頭皮上の13部位(図-3)から導出した。その後、サンプリング周波数100HzのデータをA/D変換しパーソナルコンピュータ(NEC, PC-9821)に取り込んだ。

(1)-1 周波数分析

3分間のデータから10.24秒間をサンプリング周波数100Hzで17回サンプリングした。この後、高速フーリエ変換(FFT)により得られたパワースペクトルから積分値を算出し、 α 1波(8~10Hz)、 α 2波(10~13Hz)の周波数帯域の平均パワー値を得た。

(1)-2 周波数マップ

(1)-1のFFTにより算出されたスペクトル値を用い、周波数帯域ごとにマップを得た。

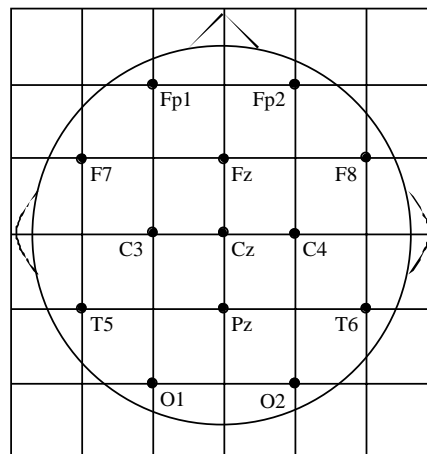


図-3 脳波測定部位

(2) 心拍数

心電図の波形データのR棘より、1分間当たりの平均心拍数を得た。

(3) 心拍変動

心電図波形データのR-R間隔を測定し、測定したデータを時系列化した。時系列データをFFTすることにより得られたパワースペクトルから、LF成分(0.05~0.15Hz)、HF成分(0.23~0.43Hz)の周波数帯域において積分値を算出した。また、LF成分とHF成分の比(LF/HF)も算出した。

2-3-2 心理測定

主観評価用紙には22の形容詞対があり、それぞれ7段階の評定尺度を設けた(表-1)。表-1(上)の形容詞対の右に記した形容詞側から、“非常に = -3”、“かなり = -2”、“やや = -1”、“どちらでもない = 0”、“やや = 1”、“かなり = 2”、“非常に = 3”と数値化し、データとした。

また、実験終了後の匂いに関する調査は以下の通り。
質問① 本実験で呈示した匂いは、今までに嗅いだことのある匂いでしたか。

(以下は、質問①に「はい」と答えた方のみ質問)

質問② 今までに、どのような場所でその匂いを感じましたか。

質問③ その匂いは、普段の生活の中であなたにとってどのくらい身近なものですか。

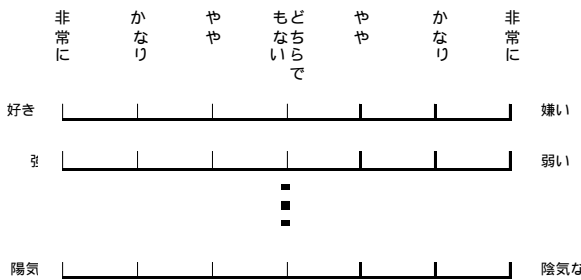
[よく感じる匂い ・ たまに感じる匂い ・ めったに感じない匂い]

質問④ 最後に、この匂いは何の匂いだと思いますか。具体的にお答え下さい。

2-3-3 統計処理

Cに対するOSの値の比率[(C時の値) / (OS時の値)]で算出した脳波、心拍数、心拍変動のデータと数値化した22の形容詞対の主観評価のデータは、全て対応のないt検定を行った。尚、危険率は $p < 0.05$ を有意水準とした。

表-1 主観評価用紙<省略>(上)と評価した形容詞22対(下)



好き - 嫌い	自然な - 人工的な
強い - 弱い	女性的な - 男性的な
甘い - 酸っぱい	快 - 不快
きたない - きれいな	興奮する - しない
暗い - 明るい	さわやかな - ではない
滑らかな - 粗い	眠い - 眠くない
鈍い - 鋭い	リラックスする - しない
はっきり - ぼんやり	集中する - しない
華やかな - ではない	陽気な - 陰気な
上品な - ではない	気持ちが静まる - 静まらない
ロマンチックな - ではない	目が覚める - 目が覚めない

3 実験結果

3-1 実験1]

3-1-1 生理反応

(1) 脳波

α 1波の平均パワー値は、SLが13部位中10部位(Fp1, Fp2, C4, O2, F8, T5, T6, Fz, Cz, Pz)においてAL, 3部位(Fp1, F7, Fz)でNLよりも有意に高かった(図-4)。

α 2波の平均パワー値は、SLが4部位(Fp2, O2, F8, T5)においてALよりも有意に高かった(図-5)。

次に、AL, SL, NL条件の中から実験終了後の調査に

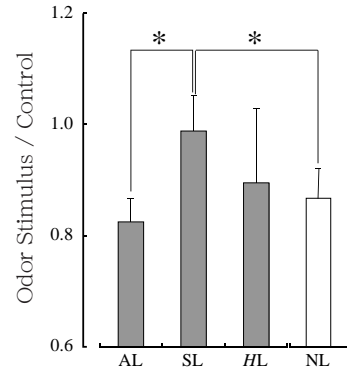


図-4 Fz部位における α 1波の平均値±標準偏差(*: $p < 0.05$)

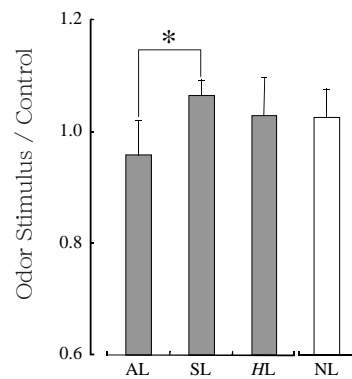


図-5 F8部位における α 2波の平均値±標準偏差(*: $p < 0.05$)

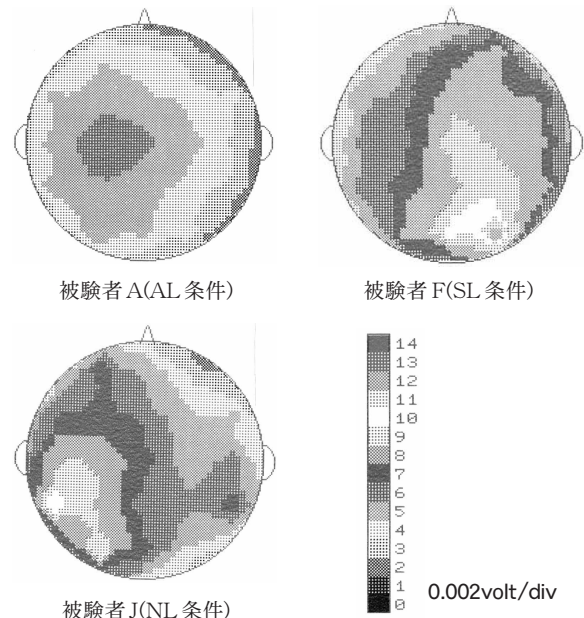


図-6 各被験者の匂いの匂い吸入時の α 1波の周波数マップ

において匂いの匂いと認識できなかった3人の被験者(A, F, J)(表-2)の周波数マップを図-6に示す。SL条件の被験者Fは α 1波のスペクトル値が他の2人よりも比較的高いことが分かる。

表-2 実験終了後の匂いに関する調査における回答結果

被験者 質問	AL条件				SL条件					NL条件			
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
	はい	はい	はい	はい	はい	いいえ	はい	はい	はい	はい	はい	はい	はい
	トイレ	わからない	家の屋根裏 倉庫	お風呂	ホームセン ター		工事現場	室内	温泉	グッディ、 工房	木材加工現 場	ヒノキ風呂	入浴剤
	たまに	めったに	たまに	たまに	たまに		たまに	たまに	めったに	たまに	めったに	たまに	めったに
	漂白剤	木材	木	ヒノキ	ニオイ消し スプレー		工事で使う もの	木、埃混じ り	ヒノキ	杉	木材切断に よる匂い	ヒノキ	ヒノキ、森 林

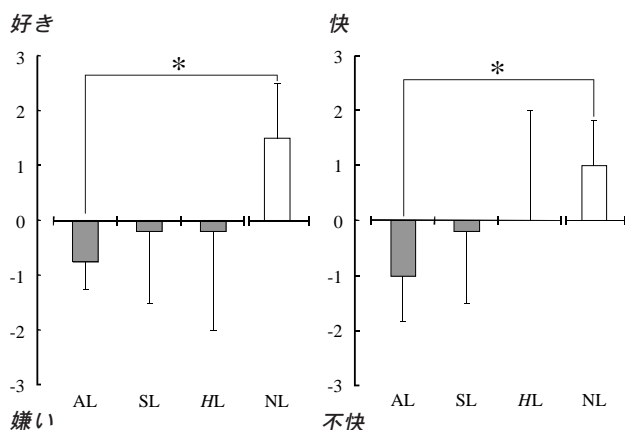


図-7 「好き-嫌い」(左)、「快-不快」(右)評価の平均値±標準偏差(*: p<0.05)

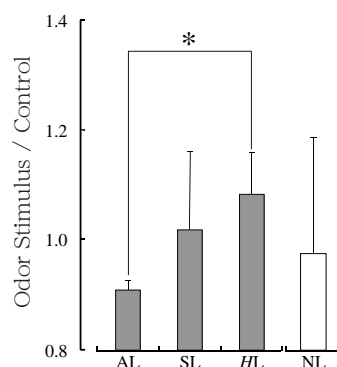


図-8 O2部位におけるα1波の平均値±標準偏差(*: p<0.05)

(2) 心拍数

4つの条件間に有意な差はなかった。

(3) 心拍変動

4つの条件間に有意な差はなかった。

3-1-2 心理反応

「好き-嫌い」、「快-不快」の形容詞対において、NLはALよりも有意に「好き」、「快」という評価であった(図-7)。

3-2 実験2]

3-2-1 生理反応

(1) 脳波

α1波の平均パワー値は、HLが6部位(C3, C4, O1, O2, T6, Cz)でALよりも有意に高かった(図-8)。

α2波の平均パワー値は、HLが4部位(C4, O1, O2, Pz)でAL, 2部位(C4, O2)でNL, 1部位(C4)でSLよりも有意に高かった。また、SLが3部位(O1, O2, T5)においてALよりも有意に高かった(図-9)。

(2) 心拍数

4つの条件間に有意な差はなかった。

(3) 心拍変動

LF成分の値は、HLがSLとNLよりも有意に高かった

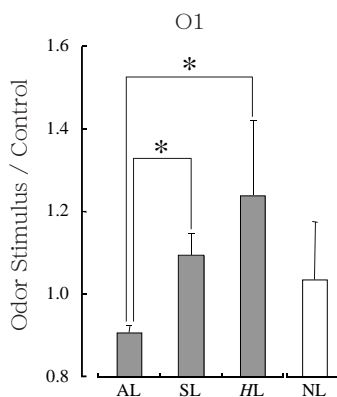
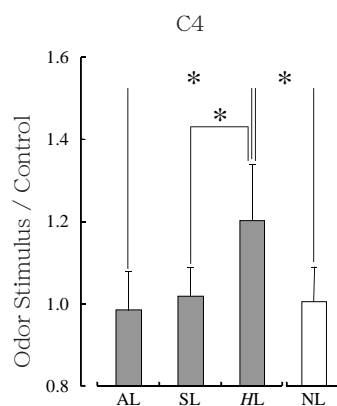


図-9 C4, O1部位におけるα2波の平均値±標準偏差(*: p<0.05)

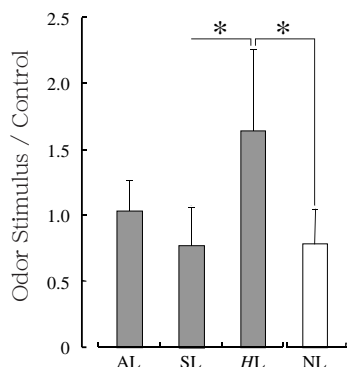


図-10 LF成分の平均値±標準偏差(*: p<0.05)

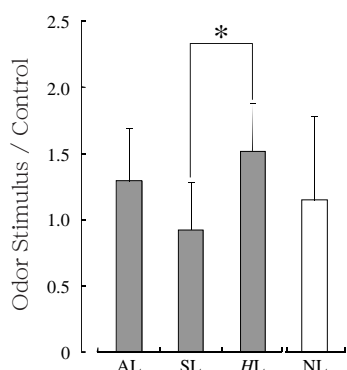


図-11 LF/HFの平均値±標準偏差(*: p<0.05)

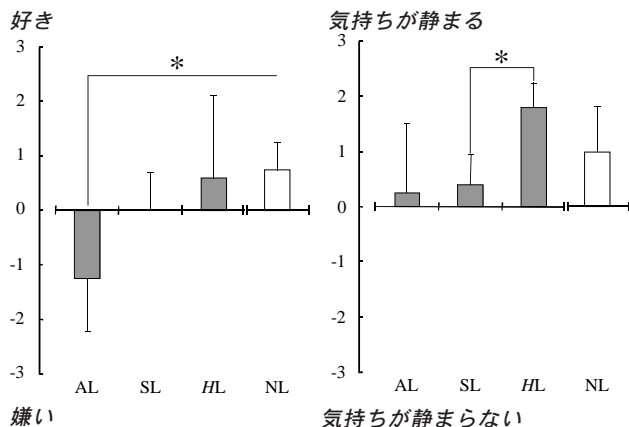


図-12 「好き－嫌い」(左)、「気持ちが静まる－～静まらない」(右)評価の平均値±標準偏差(*: p<0.05)

(図-10)。LF/HF値は、HLがSLよりも有意に高かった(図-11)。

3-2-2 心理反応

「好き－嫌い」は、NLがALよりも有意に「好き」という評価であった。「気持ちが静まる－気持ちが静まらない」は、HLがSLよりも有意に「気持ちが静まる」という評価であった(図-12)。

4 考察

モノの情報を呈示し、そのモノの価値を上げることが要求されるラベルは「意味がある」、「信頼性がある」、「差別化できる」といったアピール特性を有することが重要であることは本文の冒頭にも述べた。あるモノに対し、あるラベルがそういった特性をもつかどうか、その適切な判断、またラベルの選択はどういった手段をもって行えるのだろうか。本研究ではその手段の1つとして、モノを評価する側である人間の立場から判断する可能性について検討した。具体的には、鎮静効果をもつ檜の匂いに対し、覚醒の意をもつ「目が覚める匂い」と、鎮静の意をもつ「気持ちが静まり、落ち着く匂い」といった、相反した2つのラベル条件を設けた。また、そのものの名称である「ヒノキの匂い」を加え、匂い吸入時での生理・心理的影響をラベルのない条件と比較しラベルの特性について検討した。

実験1]では、安静状態において檜の匂い吸入による生理・心理的影響について調査した。生理反応において脳波には有意な差があった。 α 1波の平均パワー値は、SLがNLよりも有意に高い部位があった。覚醒の上昇に伴い速波化し、下降に伴い徐波化する脳波において、 α 波は安静閉眼時に多く出現する。 α 波の中でも周波数帯域の低い α 1波において、SLとNLに差があった。これはSLによって、檜の匂いはより一層の鎮静効果を得たことを意味する。一方、心理反応ではNLが「好き－嫌い」、「快－不快」の評価で他の3条件よりも良い評価を得た。中でもALとは、その2つの評価において有意な差があった。心理的影響からの判断では、3つのラベルは効果がないと考える。

実験2]では、加算による精神作業負荷後に檜の匂いを吸入した。脳波では、 α 2波の平均パワー値においてHLはAL, SL, NL全ての条件よりも有意に高い部位があった。 α 2波において、HLがNLよりも有意に高かったことは、HL呈示による檜の匂い吸入が精神作業負荷後の覚醒レベルを下げたことを意味する。心理反応においてもHLは「気持ちが静まる－～静まらない」の評価において、「気持ちが静まる」の評価が最も高く、SLよりも有意に高かった。脳波は匂いによる生理的作用だ

けでなく、心理的作用も含んだ状態で現れるが、この結果はそれに準じている。一方、心拍変動において、心臓の自律神経活動の指標であるLF成分ではHLの値がSL, NLよりも有意に高かった。また副交感・交感神経の相対的なバランスを反映するLF/HFでは、HLの値が他の条件よりも高く、特にSLよりも有意に高かった。自律神経の活動において、副交感神経系と交感神経系は協調的な働きをする。交感神経系は緊迫した環境でその活動を高めたり弱めたりする役割をもち、副交感神経系は平穏な環境で基本的な制御を行う³⁾。LF成分、LF/HFの結果により、HLは精神作業による自律神経活動の亢進を抑制できなかったと考える。

5. まとめ

「目が覚める匂い」ラベルを呈示したAL条件は、元来鎮静効果をもつ檜の匂いに対し、その逆の効果を表すラベルを呈示してもそれ以上の効果は得られないことは明らかであった。しかしながら、他の条件とALの間における様々な反応の有意差は、ラベルが檜の匂いに対し、新たな一面を引き出す影響力をもつことを示した可能性はある。

「気持ちが静まり、落ち着く匂い」と呈示したSL条件は、安静状態における匂いの吸入でより一層の効果を引き出す結果を得た。このことは同時に、ラベルのメッセージによるアピールの特性「意味があること」の重要性を示唆すると考える。また図-7、表-2から分かるように、各条件において、吸入した匂いを檜の匂いと認識しなかった被験者の周波数マップでは、SLを呈示した被験者の α 1波のスペクトル値が最も高かった。これはラベルの呈示が匂いの効果とともに被験者の生理反応に影響を与えたと考える。しかしながら、特に加算作業後の檜の匂い吸入における心理反応では良い結果は得られなかった。加算作業後の緊張した状態においてのあまりにダイレクトなメッセージは逆に匂いの効果に対し、不信感を与えたのであろうか。

「ヒノキの匂い」ラベルを呈示したHL条件は、加算による精神作業負荷後の檜の匂い吸入により脳の覚醒レベルを下げ、心理的にも気持ちを落ち着かせた。HL

の呈示は檜の匂いにより一層の効果を与えたことが分かる。しかし、意識的な制御を受ける中枢神経系が支配する大脳皮質の活動状態を知る指標である脳波の結果と、意識的な制御を受けない心臓自律神経系の指標である心拍変動の結果は対照的であった。自律神経系は生体恒常性の維持に重要な役割を担っている。生体恒常性の維持は健康であるために不可欠なものであり、自律神経活動が亢進した場合は、それを安定した状態に戻す必要がある。従って、精神作業による自律神経活動の亢進を抑制できなかったHLの呈示が良い効果をもつとは言い難い。

本研究における3つの生理反応のパラメータと主観評価を用いた心理反応の結果により、檜の匂いの情報を呈示するラベルの特性について以下のことが推測される。

- ・そのモノがもつ性質を押しつけるようなラベルを選択すると、かえって逆効果にもなりうる(SL条件の結果より)。
- ・その性質とは異なるラベル、意図するメッセージが伝わりにくいラベルの選択はそのモノの「信頼性を失う」かもしれない(AL, HL条件の結果より)。

従って、ラベルはメッセージの内容、その表現技法などにも気を配る必要があると考える。

こうした推測が得られたように、ラベルの選択の適切な判断において、モノを評価する側の人間の立場から行う生理・心理的指標を用いることは有意義であると考えられる。

6. 参考文献

- 1) フィリップ・コトラー 著他、恩蔵直人監修：コトラーのマーケティング入門 第4版、株式会社ピュアソン・エデュケーション、p515-554 (1999)
- 2) 宮崎良文：木材工業、53(1)、p2-6 (1998)
- 3) 時実利彦：人間であること、岩波新書、p50-55 (1970)

住宅の高規格化・性能保証制度に対応可能な低負荷高耐久性 木質部材の開発

樹脂含浸木材の熱圧処理による高耐久化及び材料開発の研究

脇坂政幸*¹ 樋口光夫*²

Development of the High Enduranced Wood Materials to Corresponding the Law for House.

- Study of High Durable Conversion and the Material Development with the Hot Pressing Treatment of the Phenol Formaldehyde Impregnated Lumber -

Masayuki Wakisaka, Mitsuo Higuchi,

木製品製造業，住宅関連産業等では，「住宅の品質確保の促進等に関する法律（品確法）」への対策を図っているところであるが，その基準に対応した木質部材の研究成果は少ない。そこで当該年度より開始した5県連携事業の中で，薬剤含浸と圧密化を組み合わせた手法で木材の耐久性，寸法安定性の向上に取り組んだ。メチロール化フェノール(MP)は木材に注入後，加熱硬化する事でフェノール樹脂(PF)となり，耐朽性の付与が確認できている。さらにNaF（フッ化ソーダ）を複合化することで耐朽性向上が確認できた¹⁾。これを受けNaFを添加したMPを木材に注入し硬化工程の際，材料表面を熱プレス処理したところNaFの溶脱制御可能性が示唆された。一方，MPを含浸させた単板を積層，或いは他材料と接着した化粧材料では，表面が平滑で硬度の高い材料の試作が確認できた。また，PF含浸木材の色差について経時変化を調べたので報告する。

1 はじめに

これまで木材の防腐剤として使用されてきたCCA系防腐剤（銅・クロム・ヒ素）が人体や環境へ害をおよぼすことから使用を規制される方向にあり，木材保存業界では新規防腐剤の開発が急務となっている。

メチロール化フェノール（本稿において“MP”と表記する）は木材に注入後，加熱硬化することで耐朽性が付与されることが確認できている。さらなる機能向上を目指しメチロール化フェノールに防腐効果が期待される数種の金属化合物（Cu化合物，Ag化合物，NaF等）の複合化を行い，耐腐朽試験により複合化合物の選択を目的に検討を行ったところ，NaFに併用効果が確認できた¹⁾。しかしながら，NaF等の金属化合物は雨水などによる流出が高いと考えられるため，今回，樹脂注入した木材の表面を熱圧硬化処理する事で流出制御の検討を行った。同時に，熱圧プレスによる

表面性状の違いから耐朽性が期待されるため，腐朽菌による耐朽性試験を行った。

一方，フェノール樹脂は熱硬化による接着性能ならびに硬さを付与できることが期待される。そこで木材単板への含浸を行い，その材料による積層材料及び他材料に貼り合わせた化粧材の作製可能性を検討した。

また，既に設置してあったPF樹脂含浸木材による屋外構築物について，色差の経時変化を調べた。

2 研究，実験方法

2-1 耐朽性試験

2-1-1 試験材作製条件及び原材料

原材料を以下に示す。

- ・含浸用樹脂：メチロール化フェノール（松栄化学工業（株）製）
- ・含浸用材料：スギ辺材（2×2×1cm）
- ・対象菌株：オオウズラタケ(*Fomitopsis palustris*)

*¹ インテリア研究所

*² 九州大学農学研究院

試験材料の作製条件を表-1に示す。

なお、ホットプレス装置による熱圧処理を”HP 処理”と表記する。

表 - 1 表面プレス試験材作製条件

注入剤種類	硬化処理
MP のみ	HP 処理 + 熱風硬化
MP + NaF 0.01mol/l	HP 処理 + 熱風硬化
MP + NaF 0.05mol/l	HP 処理 + 熱風硬化
MP + NaF 0.10 mol/l	HP 処理 + 熱風硬化
MP のみ	熱風硬化
MP + NaF 0.01mol/l	熱風硬化
MP + NaF 0.05mol/l	熱風硬化
MP + NaF 0.10 mol/l	熱風硬化

2 - 1 - 2 試験片作製方法

メチロール化フェノール樹脂水溶液を濃度 10wt% に希釈し、表 - 1 に示した所定の配合量で NaF を混合する。次に、予め秤量したスギ試験片 (2 × 2 × 1cm) を上口デシケーター内で 1.2Torr × 15min 減圧したのち、常圧に戻す際、上記で調整した液を系内に導入し注入を行った。その後 60 × 12Hr で乾燥後、半数の試験片については耐朽性の向上と金属化合物溶出の傾向確認を目的に、ホットプレスを用いて材料木口表面を熱圧硬化したものを作製する。

残り半数は熱風乾燥処理のみにより、140 × 6Hr で硬化し、比較用試料とした。

概略を図 - 1 に示す。

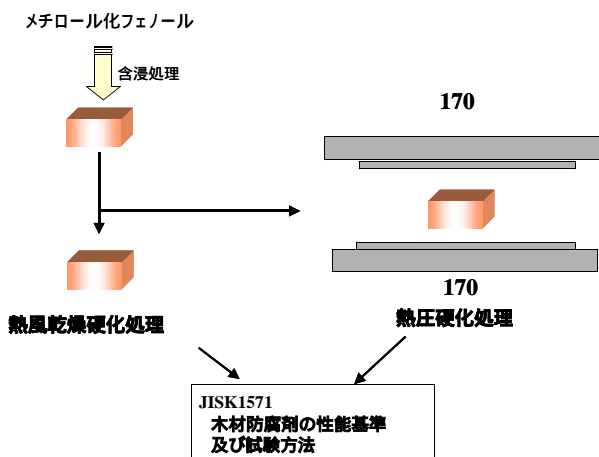


図 - 1 硬化条件

2 - 1 - 3 耐朽試験方法

木材防腐剤の性能基準及び試験方法により行った。腐朽操作は斜面培地から取り出した菌株 (褐色腐朽菌の一つであるオオウズラタケ菌 [*Fomitopsis palustris*

420001]) を用い、予め培地内にて数週間の拡大培養を行った。次にサンプル腐朽用の専用容器に石英砂・液体培地を投入し滅菌した。上記拡大培養した菌株を専用容器に移植したのち、菌が十分増殖するまで数週間培養 (26 × 76%RH) を行った。菌系が成長したのち 2 - 1 - 2 にて作製した木片サンプルを 3 個 / 容器ずつ設置し腐朽試験を実施した。

2 - 1 - 4 NaF 溶脱試験

2 - 1 - 2 で作製した試験片について木材から溶脱する NaF の量を次の方法により調べた。

試験片 9 個をよく洗浄した容器に入れ、蒸留水を 360ml 投入し常温で 8Hr 攪拌する。攪拌後、木片から化合物を抽出した水を別の容器に採り保管する。その後、木材試験片を 60 で 16Hr 乾燥する。これを 1 サイクルとして、10 サイクル (10days) 繰り返す。

この操作において 1, 2, 3, 5 サイクル目における水への溶出量を測定する。

2 - 1 - 5 色差測定

平成 12 年度に試作した屋外用構築物である東屋 (写真 - 1) を対象に、自然環境下において変化する材料特性の一つとして色差に着目し、その経時変化を測定する。当該構築物における色差の測定部位 (上から見た図) を図 - 2 に示す。なお、当該構築物の周囲は開けた立地状況にあり、日照、風雨が遮られる事のない条件下に設置されている。

測定はミノルタ製色彩色差計 CR-100 を用い、観察条件は標準の光 C を用いた。また、評価は L * a * b * 表色系により行った。



写真 - 1 屋外構築物 (東屋)

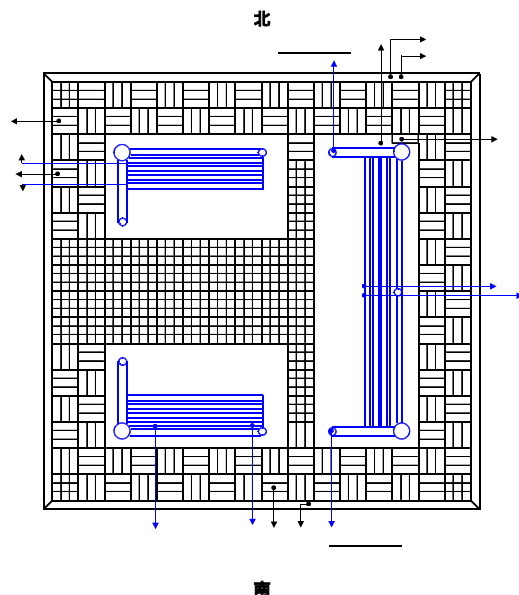


図 - 2 ベンチ配置及び測定点

2 - 2 単板積層材及び化粧板の作製

住宅用内装材や関連部材を想定してメチロール化フェノールを含浸処理した単板（0.24mm厚）を用い、積層材料及び他の材料（パーティクルボード；PB）に貼り付けた化粧材料を作製した。この時の操作フローを 図 - 3 に示す。

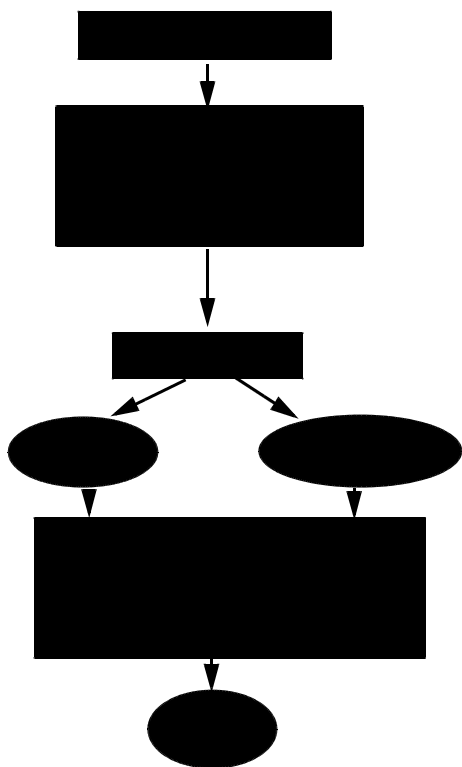


図 - 3 材料積層・貼り合わせ工程のフロー

なお、熱処理工程における圧力はプレス総圧を作製

材料の断面積で割った時の圧力（材料の単位面積当たりの負加圧）である。

3 結果と考察

3 - 1 耐朽試験

腐朽試験の結果を図 - 4 に示す。

この結果、MP 注入材は未処理コントロール材に比べて高い耐朽性が見られたが、NaFの混合濃度条件や熱圧硬化（HP）処理有無による差は無く、ほぼ同じレベルを示した。しかし、2ヶ月経過後の写真 - 2 に見られるとおり、本試験においてもNaFを注入した材はコントロール及びPF樹脂単独と比較して腐朽菌による被覆は殆どなく、材料の保護機能が伺えた。

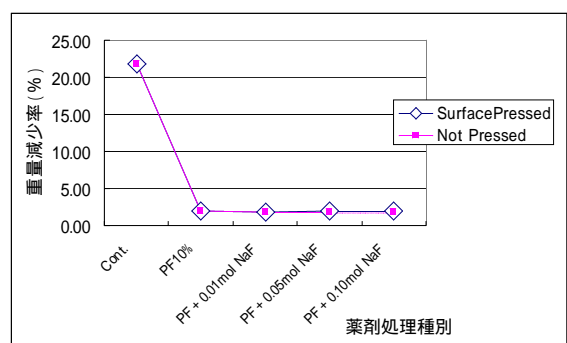


図 - 4 熱圧処理が耐朽性に及ぼす影響

（ ◊ : 熱圧処理, □ : 未処理 ）

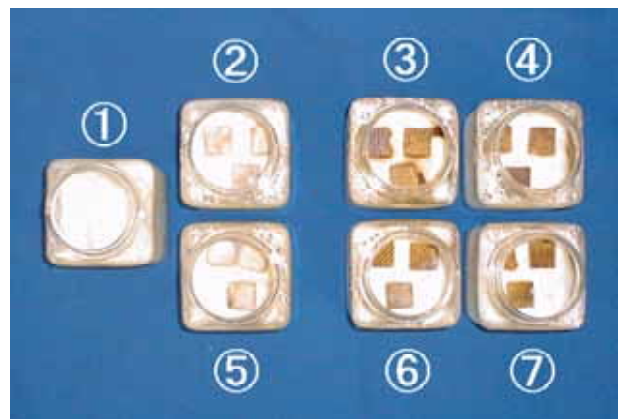


写真 - 2 熱圧処理有無による耐朽性試験

（ Cont., PF樹脂のみ, PF+NaF0.05mol/l, PF+NaF0.1mol/l, ◊ : 表面熱圧処理, □ : 熱風硬化処理のみ ）

3 - 1 - 1 表面熱圧硬化処理による金属化合物の溶脱制御

2 - 1 - 1の表 - 1 に示す試験片について、樹脂注入木材から溶脱するNaFの量を調べた結果を図 - 5 示す。

その結果、各濃度を個別に見た場合試験片から溶脱する金属化合物の量は抑制されていることが明確になった。また、濃度条件間で比較した場合、初期濃度が高い方が多量に放出する傾向があり、濃度依存的に溶脱することが分かった。このことから、材料木口面の表面熱圧硬化処理を施すことや、NaF混合濃度を変えることにより製品からの溶脱抑制（制御）を行うことが可能であることが分かった。さらにこのことは、他の化合物に比べ溶脱しやすい傾向にあるNaFの利用を行うにあたり、有効である事が確認できた²⁾。

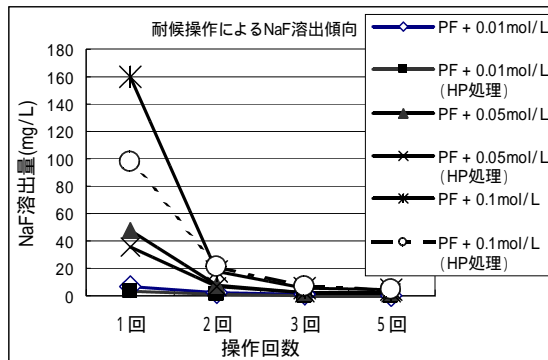


図 - 5 NaFの溶脱傾向

3 - 1 - 2 屋外構築物の色差経時変化

表 - 2 に図 - 2 で示した測定点の詳細部位を示す。

表 - 2 色差測定箇所と部材及び方角

平均	柵柱木口(南)
平均	柵柱木口(北)
平均	ベンチ座面(東)
	ベンチ座面(南)
	ベンチ座面ヤケ色(南)
	ベンチ座面(西)
	ベンチ座面ヤケ色(西)
	床板(白け)軒下(西)
	床板(濃色)軒下(西)
平均	床板(白け)支柱下(北東)
	床板(白け)軒下(南)
	縁材(南)
平均	縁材(北)

各部について、構築初期3ヶ月間と約1年後における色差(L*a*b*)に関し、特に変化に差が見られたa*及びb*の2成分系について測定結果を図-6、図-7に示す。さらに、この中で特に屋内、屋外を含め主要な箇所数点を抽出し検討した。まず、a*表色系(-緑 グレー 赤+)について調べた結果を

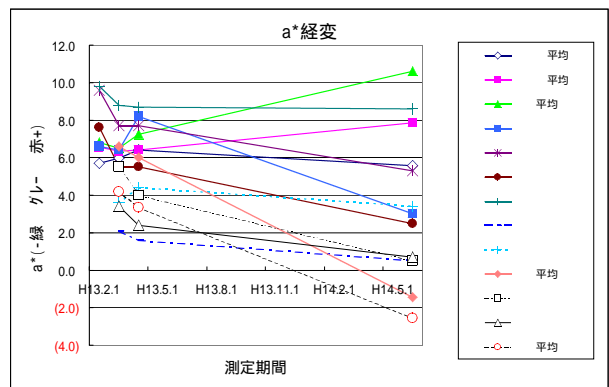


図 - 6 色差 a* の経時変化

図 - 6 に示す。

図 - 6 より、「ベンチ座面(東)」は屋内にあり太陽光が直接当たらない部位である。色差は赤い方向にシフトしている。これは、材料に含浸した PF の色が濃く変色してきた事によると思われる。「ベンチ座面(南)」は、太陽光が直接当たる辺材部である。数値からもグレー色に推移しており、材表面部の退色と塵埃の堆積がうかがえる。一方、同一板材の晩材部である「ベンチ座面ヤケ色(南)」を比較してみると、同材は PF がしみ出し赤変していた部分で、初期1ヶ月における変化は急激であったが、その後1年では同程度の数値の変化であった。辺材部と比較し材質的に密であるため、塵埃堆積と部材変色が目立たないものと思われる。「床板(白け)軒下(南)」は、出入り口部分の床材であり、人の出入りと雨風、太陽光の影響を受ける部分である。従って物理的劣化が激しく、塵埃堆積も著しいためグレー化が激しいものと思われる。最後に、「床板(白け)支柱下(北東)」と「縁材(北)」は共に色差が緑色にシフトしている。これは測定点の床板に、表面が透けて見える程度に苔が薄く貼り付いていたためであった。何れの測定点も軽くブラッシングを行ったが、当該測定点については苔を排除することができなかった。

次に、図 - 7 より、b* 表色系(-青 グレー 黄+)について比較を行った。測定点は a* と同一点で行った。

「ベンチ座面(東)」は a* と異なり大きな変化はなかった。初期に黄変が進み、その後の変化は塵埃等によるグレー化が進んだものと思われる。「ベンチ座面(南)」は a* と同様に急激なグレー化が進行していた。これも太陽光による材料表面の分解劣化によ

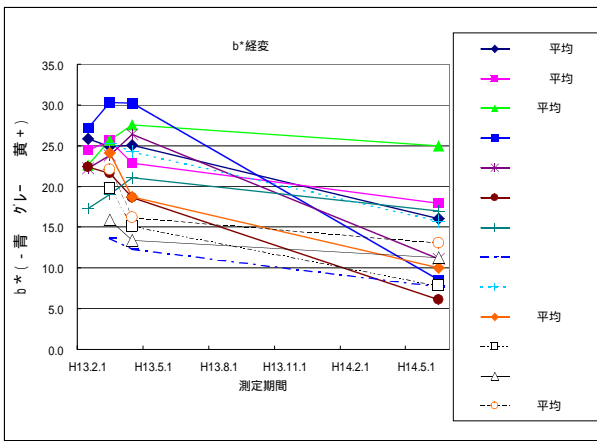


図 - 7 色差 b^* の経時変化

と思われる。前者との比較である「ベンチ座面ヤケ色（南）」もグレー色化が進んでいるが、 a^* 系と同じく前者との相対的差は小さかった。「床板（白け）軒下（南）」は、 a^* と同様に物理的な劣化と自然環境による影響を受け、急激なグレー色化が見られた。また、苔に被覆された材「床板（白け）支柱下（北）」と「縁材（北）」については、人の踏みつけにより物理的な影響を受けた「縁材」の方が、グレー色化が低かった。一方、 b^* 表色系において急激な変化を示した測定点として「ベンチ座面（西）」が挙げられ、最もグレー色化が進行した箇所であった。この部分は、西日が当たる辺材部であり、劣化が激しかったものと推察される。

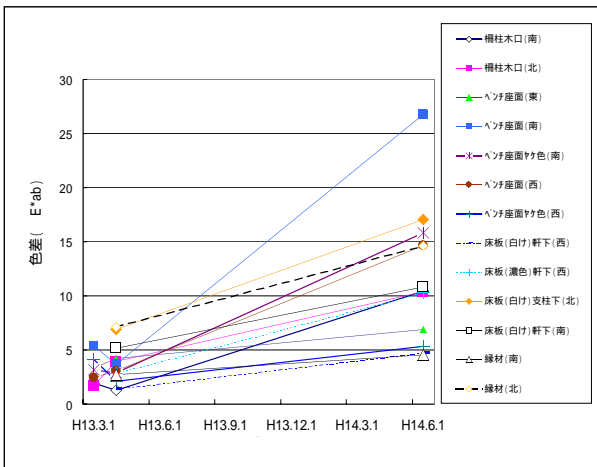


図 - 8 色差 (E)

また、総合的な色差の変化を判断するため、色差 E による差を図 - 8 に示す。 E による判断基準として数値が 12 以上変化したときに、全く違う系統の色に変化したことが示唆される。図 - 8 からは「ベンチ座面（南）」の色差変化が最も大きいことが分か

り、次いで「ベンチ座面ヤケ色（南）」と「ベンチ座面（西）」が続く。さらに同レベルで「床板（白け）支柱下（北東）」と「縁材（北）」の色差変化が見られた。このことから南側及び西側のベンチ座面は太陽光を受けるため材料の劣化と退色が進み、別系統の色に変化したことがうかがえる。また、「床板」及び「縁材」は苔による変化が明らかである。

3 - 2 樹脂含浸単板積層材、表面貼り付け材の作製

図 - 3 のフローにより、メチロール化フェノールを含浸処理した単板 (0.24mm 厚) の積層材 (写真 - 3) 及び他材料 (パーティクルボード ; PB) に貼り付けた材料 (写真 - 4) を作製した。

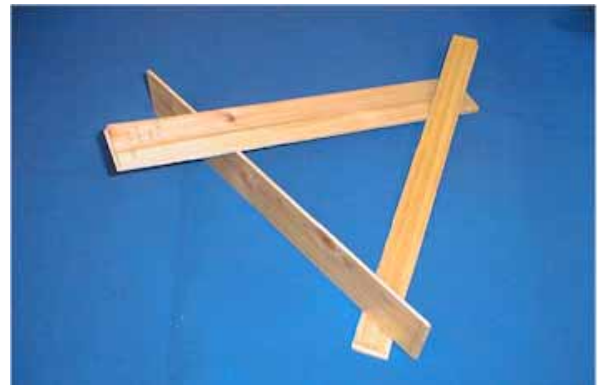


写真 - 2 単板積層材

単板積層材については、まず、横はぎしたスギ間伐材からスライスされた 0.24mm の単板を N.V.20% 及び N.V.40% に調整したメチロール化フェノールに 10min. 間ディッピングし、これを乾燥させたのち、5 ~ 20ply の積層条件で材料を重ねてホットプレスにより熱成型を行った。この時、材料作製にあたり加熱時間と加圧力の関係で黄変化と材料表面の平滑性状低下が生じた。成形時間が長くなると樹脂自体の分解劣化ならびに木材の分解が併発するためと考えられる。従って、最適な材料の作製を行う上で加熱時間と加圧力の条件把握が重要である。

一方、PBに単板を貼り合わせた化粧材料については、樹脂含浸単板の作製まで単板積層材と同工程である。そのあとPBに重ねてホットプレスにより熱圧成型を行った。同試作材料については、加熱時間も前者(積層材)ほど必要ではないため、幾つかの条件で作製した材料は何れも性状劣化は殆ど見られなかった。

また、本研究による適正条件として、メチロール化フェノール溶液濃度40wt%の時、概ね170℃、2minの処



写真 - 4 樹脂単板をPBに貼付けた材料
(中央：試作化粧材，両端：積層材)

理において表面が平滑化し，且つ表面硬さの高い材料に仕上げることが可能となった。特徴的な結果を表 - 3 に示す。

表 - 3 MP単板貼付けPBの成型条件と表面硬さ

No.	樹脂濃度 × 圧力 (材料の単位面積当たりの圧力)	表面硬さ (ブリネル法)
	20%PF×5min×250 (MPa)	10.7 (N/mm ²)
	20%PF×5min× 50 (MPa)	4.8 (N/mm ²)
	40%PF×2min×100 (MPa)	9.6 (N/mm ²)
	40%PF×2min× 50 (MPa)	7.3 (N/mm ²)

表 - 3の結果において，樹脂濃度が 20%及び 40%の系各々のなかで負荷圧力差を比較すると，明らかに高圧側で硬度が高い事が分かる。また と を比較した場合， は負荷時間が長いにも関わらず の方が硬い。このことは樹脂濃度が高いことによると思われる，樹脂濃度による硬さ制御の可能性が考えられる。

4 まとめ

住宅外構用，及び内装材として木材を活用していく上で，樹脂含浸木材に対し表面熱圧硬化処理は，材料の耐朽性を確保するにあたり，添加物の溶出速度制御

に有効であることが伺えた。

一方，PF 含浸木材の色における経時変化（耐候性評価）については，影響因子として太陽光（紫外線）の関与が明らかであり，屋外用として使用する場合のPF含浸材料における対策の必要性が明確となった。

また，樹脂含浸単板を用いて部材を作製することについては，短時間，最小限のステップで基礎材（exp. PB）に木地面（スライス単板）を接着加工可能な方法であることが提案できる。これらのことから，MP樹脂注入法による木材の耐朽性向上，並びに寸法安定化の試みは資源の有効利用を図り，屋外，屋内を含めた住宅用関連部材を開発する上で有用であることが示唆された。

5 参考文献

- 1) 脇坂，内倉，樋口：木科学情報, Vol. 8, No. 2, p. 25(2001)
- 2) 脇坂，平野，樋口：平成 12 年度福岡県工業技術センター研究報告, p. 22-25(2000)

AIアプローチによる3次元設計と加工工程自動化に関する研究(1)

- ニューラルネットワークを用いたマニピュレータと環境との接触特性の学習 -

永田寅臣*1 藤本佳宏*1 渡辺桂吾*2

Automation of 3D Design and Manufacturing Process Using AI Techniques

- Learning of Contact Motion between a Manipulator and an Environment Using Neural Network -

Fusaomi Nagata, Yoshihiro Fujimoto and Keigo Watanabe

本報告では、ニューラルネットワークを用いた力制御系を提案する。まず、PI力制御法を用い、アーム先端が環境に接触する際の接触力と速度の理想的な関係を得る。この接触力と速度の関係を教師信号とし、バックプロパゲーションアルゴリズムを用いてニューラルネットワークを学習させる。学習されたニューラルネットワークは、力覚と速度の情報に応じて、フィードフォワード力制御のための速度量を生成する。垂直多関節型6自由度の産業用ロボットPUMA560の動力学と運動学を用いたシミュレーション実験により、提案手法の有効性を検証した。その結果、未学習の剛性をもつ環境や未学習の接近速度に対してフレキシブルな性能が確認された。

1 はじめに

産業用ロボットは現在様々な製造業の分野に普及しており、自動化機械としての役割を果たしているところである。筆者らも家具製造工程における曲面を有する木質ワークの自動研磨を目的に、最近登場してきたオープンアーキテクチャ型の産業用ロボットに速度指令型の力制御法を適用することで、現場普及型の研磨ロボットシステムを開発してきた¹⁻³⁾。ロボットアーム先端には、作業者が実際に使用しているハンディタイプの研磨工具をアタッチメントを介して簡単に取付できる設計とした。研磨工具として、ベルト式、オービタル式、ダブルアクション(DA)式などのタイプがそれぞれ用途に応じて使用されている。このうち、DAサンダーは円形の弾性パッド部が偏心運動と回転運動を同時に行うため、研削量が多いだけでなく非常に高品質な表面性状を得ることができ、多用されている。

さて、このような振動を発生する研磨工具を装着したロボットを用いて研磨を行う場合に最も注意を要するのが接触時の処理である。例えば、研磨開始時の基本的な処理として目標とする接触力に達した時点で、工具とワークが良好に接触したものと判断し、工具の微移動を開始させる方法がある。しかし、接触力を滑らかに制御できなければ、それは直ちに接触地点の過研磨や未研磨となり、研磨後の品質劣化として顕著に現れる。すなわち、研磨開始時に工具が接触する付

近に望ましくない研磨マークが残ってしまう。このため、研磨ロボットの非拘束状態(工具のアプローチ状態)から拘束状態(微制御系)における遷移時の接触特性を改善することは、非常に重要な課題といえる。

本研究では、マニピュレータが環境と接触する際の安定性を改善するためにニューラルネットワークを用いた制御系を提案する⁴⁻⁵⁾。まず、想定される環境の中で最も剛性の高い例題を与え、PI制御により接触力を目標値に追従させることで環境との理想的な接触特性を得る。この場合、与えられた環境に対してオーバーシュートのない理想的な応答を得るには、煩わしいゲイン調整を伴う。理想的な接触特性とは、オーバーシュートが発生することなく目標の接触力に追従したときのアーム先端に発生している接触力と速度との関係をいう。つぎに、この望ましい応答における速度を教師信号として学習を行い、接触力と速度の入出力関係をニューラルネット内に獲得する。このニューラルネットワークを接触力のフィードフォワード制御に用いることで、学習した環境よりも低い剛性を持つ環境に対しては、固定ゲインによるI制御を行うだけで望ましい接触応答を得ることができる。PUMA560 マニピュレータの動力学と運動学のパラメータを用いたシミュレーション実験により提案手法の有効性が確認されたので報告する。

2 ニューラルネットワークを用いた接触特性の学習

*1 インテリア研究所

*2 佐賀大学大学院工学系研究科

本研究では、マニピュレータと環境とのフレキシブルな接触機能を実現するために、ニューラルネットワークを用いた制御系を提案する。ところで、研磨ロボット本体として使用している産業用ロボット FS20 は、速度指令によりアームの軌道を制御できる API を提供している。このため、提案手法が速度指令型で記述されていれば、直ちに実機にも適用できるものと期待される。そこで、本研究で検討するニューラルネットワークについても、その出力が速度量となるようなモデルで構成し、将来、実機ロボットへ速やかに適用できるように考慮した。本節では提案するニューラルネットワークと学習について、また第 3 節では学習したニューラルネットワークを用いた制御法についてそれぞれ述べるとともに、シミュレーション実験により提案手法の有効性を検証する。

2-1 接触問題の設定と教師信号の獲得

図-1 のように、PUMA560 マニピュレータのアーム先端を剛性係数 $K_m = \text{diag}(K_{m1}, \dots, K_{m6})$ の環境に低速度で接触させた後、目標の接触力で安定させる問題を考

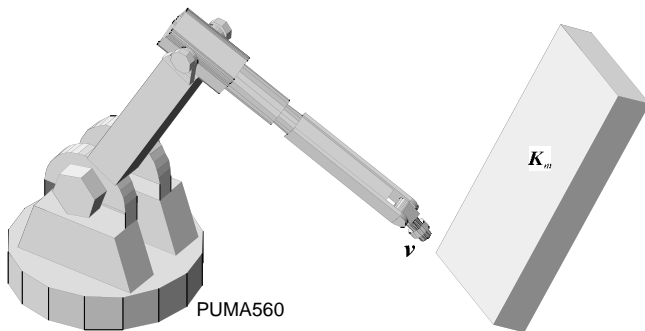


図-1 マニピュレータの接触問題

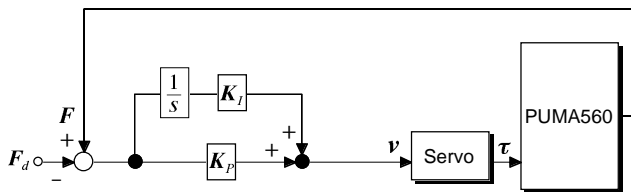


図-2 PI 力制御法のブロック線図

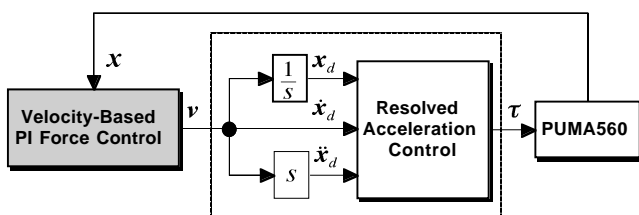


図-3 速度指令からトルク指令への変換方法

える。まず、教師信号となるオーバーシュートのない望ましい接触特性を得るために次式に示す速度指令型の PI 力制御則を用いることとする。

$$v = K_p (F - F_d) + K_i \int_0^t (F - F_d) dt \quad (1)$$

ここで、 $v \in \mathbb{R}^6$ はデカルト座標系ベースのサーボ系への速度指令ベクトルであり、 $F \in \mathbb{R}^6$ 、 $F_d \in \mathbb{R}^6$ はそれぞれ、アーム先端に作用する環境からの反力と目標の接触力とする。また、 $K_p = \text{diag}(K_{p1}, \dots, K_{p6})$ と $K_i = \text{diag}(K_{i1}, \dots, K_{i6})$ はそれぞれ、比例制御と積分制御のフィードバックゲイン（速度への変換ゲイン）行列を表す。図-2 には、制御系のブロック線図を示す。シミュレーションは、PUMA560 マニピュレータの動力学と運動学を用い、ルンゲクッタ法で行った。なお、 v

表-1 制御パラメータ

Approach velocity v_x (m/s)	0.0184
Desired contact force F_{dx} (N)	20
Stiffness of object K_m (N/m)	50000
Control gains K_{p1}, K_{i1}	trial and error

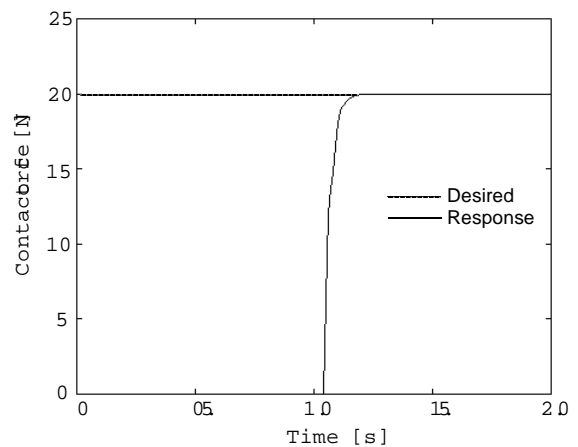


図-4 理想的な接触特性

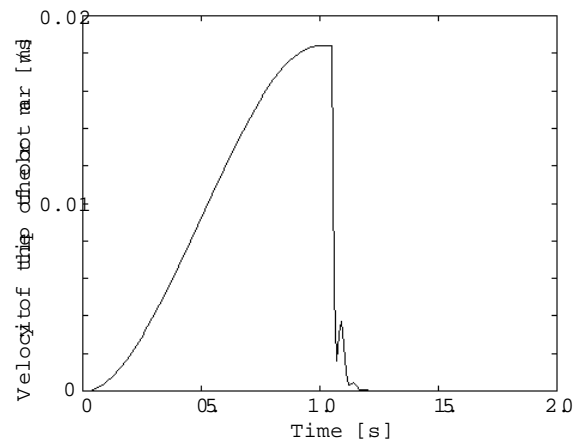


図-5 理想的な接触応答時の速度変化

を関節の駆動トルク $\tau \in \mathbb{R}^6$ に変換するために、サーボには分解加速度制御法を適用した⁶⁾。

図-3にはその変換方法を示す。

さて、表-1 に示す条件で接触実験を繰返したところ K_{p1} と K_{I1} がともに 0.0005 の値の近傍にて 図-4 に示すような良好な応答が得られた。このときアーム先端に発生していた 法線方向の速度変化を 図-5 に示す。そこで、 図-5 の速度変化のうち、アーム先端が環境に接触した後の速度を教師信号として学習を行い、接触力と速度をそれぞれ入出力としたモデルをニューラルネットワーク内に獲得する。

2-2 ニューラルネットワークの構成

前節で得られた理想の接触特性を学習するために、 図-6 のような入力層、二つの隠れ層、出力層からなる 4層ニューラルネットワークを構成する。入力層のユニット数は 3 であり、目標の接触力との偏差 $e_x = (F_x - F_{dx})$ 、その微分 \dot{e}_x 、および出力層からの出力である速度を入力として用いる。二つの隠れ層のユニット数はともに 20 である。各ユニットの出力関数には次式に示すシグモイド関数を用い、バックプロパゲーションアルゴリズムにより結合強度としきい値の学習を行った。

$$f(X) = \frac{1}{1 + \exp(-X)} - \frac{1}{2} \quad (2)$$

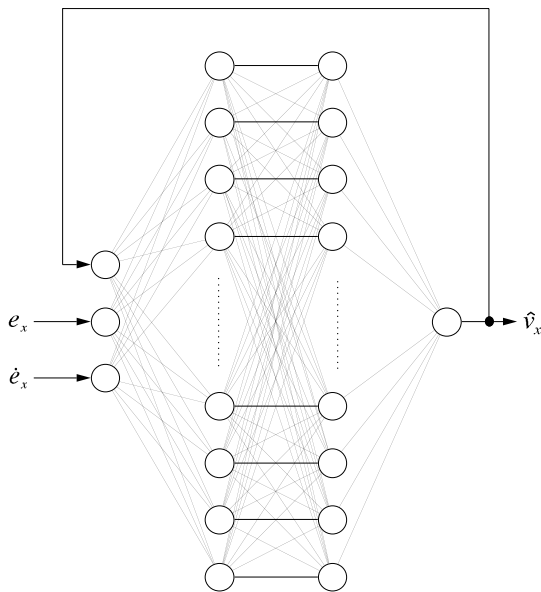


図-6 学習に使用したニューラルネットワーク

2-3 ニューラルネットワークの学習

学習には、 図-4 と 図-5 に示す接触力と速度の入出

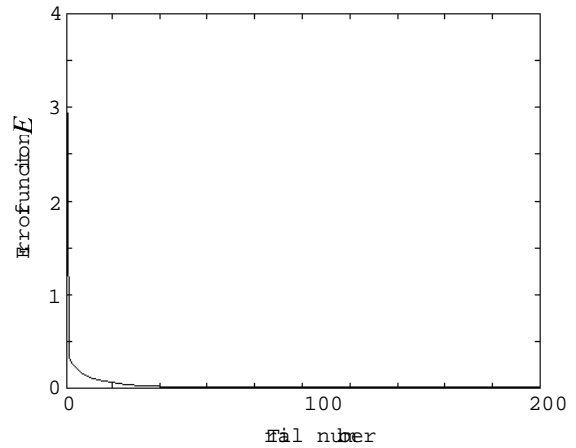


図-7 学習履歴 (誤差の変化)

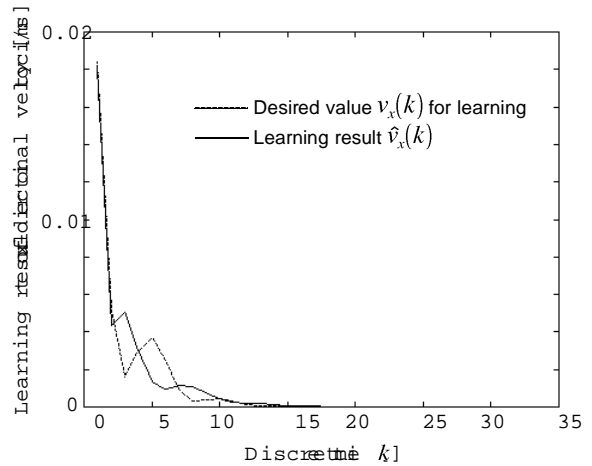


図-8 学習結果

力関係のうち、アーム先端が環境に接触した後の値のみを用いた。また、結合強度の学習係数と慣性係数をそれぞれ、 $\eta = 0.8$ 、 $\mu = 0.3$ とし、しきい値の学習係数を $\alpha = 0.8$ に設定して学習を行った。学習のための誤差関数 E は、 図-5 から得られる離散時刻 k における教師信号 $v_x(k)$ とネットワークの出力信号 $\hat{v}_x(k)$ との誤差から、次式のように求めた。

$$E = \sum_{k=1}^n |v_x(k) - \hat{v}_x(k)| \quad (3)$$

学習は、 E が十分に小さくなるまで 図-4 と 図-5 の入出力関係を繰り返し学習させることで行った。学習結果として、 図-7 には学習回数に対する E の変化を、また 図-8 には教師信号 $v_x(k)$ と 200 回学習後のネットワークからの出力 $\hat{v}_x(k)$ をそれぞれ示す。

3 ニューラルネットワークを用いた接触力の制御

3-1 未学習の環境との接触特性

本節では、前節の学習結果を用いてどのように衝突特性を改善するかについて述べる。周知のように、マニピュ

レータのアーム先端が剛性の高い環境に対して安定的に接触している場合、アーム先端に発生している速度は非常に小さい値となる。これは、振動を抑えるためには速度フィードバックゲインを小さくすることが有効であり、このため速度の操作量が微小な値で出力されているからである。ニューラルネットワークの学習が良好に実施されても、前述の微小な速度量を正確に出力させることは困難である。そこで、本提案システムでは、ニューラルネットワークからの出力を大まかなフィードフォワード制御に用い、I制御により目標値に正確に追従させることとした。図-9には、学習したニューラルネットワークを用いた力制御系のブロック線図を示す。アーム先端が環境に接触すると、ニューラルネットワークからの出力がフィードフォワード制御として働き、同時にI制御により目標の接触力に追従させることができる。

図-10には、5つの異なる環境に対して、2-1節と同じ接触問題を設定し、力制御を行った結果を示す。

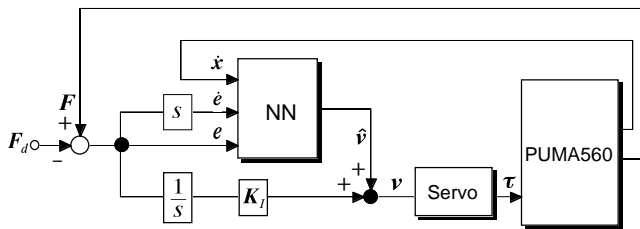


図-9 ニューラルネットワークを併用した力制御法

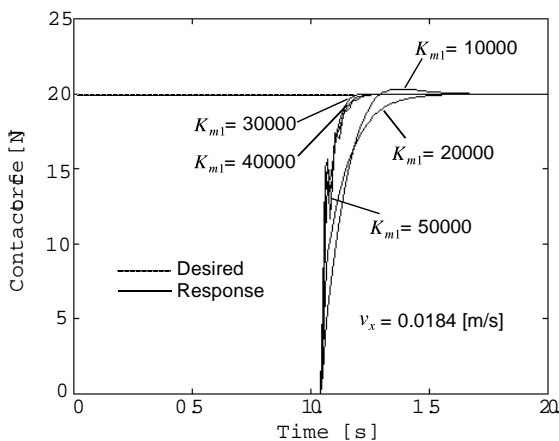


図-10 未学習の環境との力制御結果

表-2 各環境の剛性と設定したIゲイン

Stiffness of object K_{m1} (N/m)	Control gain K_{I1}
10000	0.00015
20000	0.00015
30000	0.0004
40000	0.0004
50000	0.0004

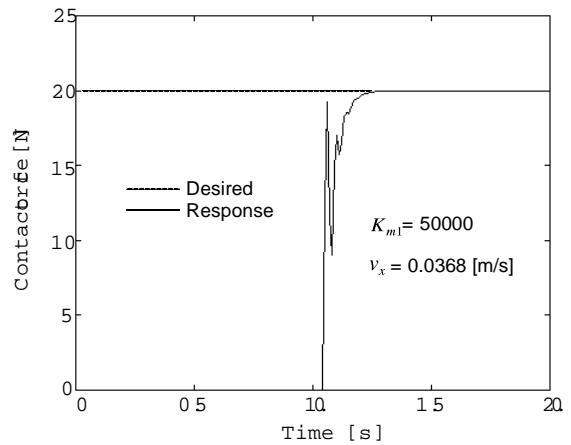


図-11 未学習の接近速度での接触特性

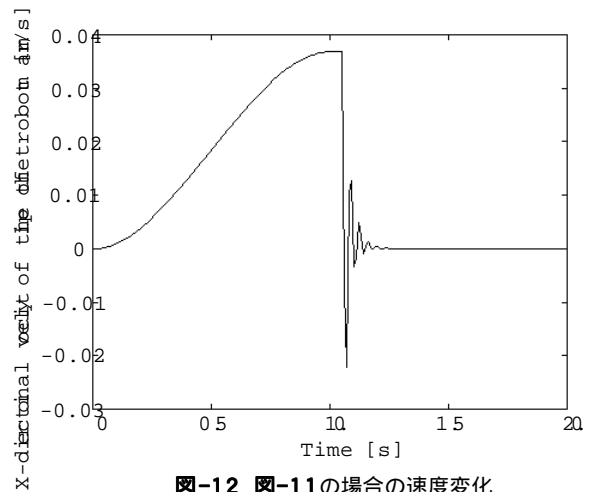


図-12 図-11の場合の速度変化

表-2には、各環境の剛性係数と設定したIゲインを示す。図-10から、提案手法を用いることで、学習した環境より小さな剛性を持つ未学習の環境に対しては、簡単なIゲインのみの調整を行うだけで良好な接触特性を得られることが確認できた。これに対して、学習時より大きな剛性を持つ環境との接触実験では、剛性を60000、70000と大きくするに従い、接触時の振動やオーバシュートが顕著となった。

3-2 未学習の接近速度での接触特性

つぎに、学習時の2倍の接近速度に相当する0.0368[m/s]で接触させた場合の応答を図-11に示す。接触時に振動が発生しているものの、オーバシュートを伴うことなく良好な応答が得られている。図-12には、アーム先端の速度変化を示す。

4 おわりに

本稿では、マニピュレータと環境との望ましい接触特性を学習させたニューラルネットワークを用いた力制御系を提案した。提案手法を未学習の環境との接触問題および未学習の接近速度での接触問題に適用した

ところ，それぞれ良好な接触特性が得られた。今後は，ロボットアーム先端に装着した各種サンダーを木質ワークに接触させる際の工具接触処理に適用し，有用性について検証していく予定である。また，学習型モーション/力制御法の開発と金型の磨きシステムへの応用を検討する。

参考文献

- 1) F. Nagata, K. Watanabe, et al.: Polishing Robot Using a Joystick Controlled Teaching System, *Journal of Robotics and Mechatronics – Special Issue on Recent Advances in Robot Control* –, Vol. 13, No. 5, pp. 517-525, (2002)
- 2) F. Nagata, K. Watanabe, et al.: Furniture Polishing Robot Using a Trajectory Generator Based on Cutter Location Data, *2001 IEEE International Conference on Robotics & Automation (ICRA2001)*, pp. 319-324, Convention & Exhibition Center (COEX), Seoul, Korea, May (2001)
- 3) 永田，津田，川口，原，他2名：曲面を有する家具部材の自動研磨ロボットの開発，*木工機械グラフ*，Vol. 33, No. 5, p. 20-25 (2001)
- 4) 永田，藤本，渡辺：ニューラルネットワークを用いたマニピュレータと環境との接触特性の学習，第3回日本ファジィ学会九州支部学術講演会予稿集，p. 51-54，九州工業大学 (2001)
- 5) F. Nagata, K. Watanabe: Learning of Contact Motion Using a Neural Network and Its Application for Force Control, *The 4th Asian Control Conference (ASCC2002)*, Singapore International Convention & Exhibition Centre (SICEC), Sept. (2002), (accepted)
- 6) F. Nagata, K. Watanabe, et al.: Impedance Control for Articulated Robot of 6 Degree-of-Freedom in Consideration of Critically Damped Condition with an Object Dynamics, *Procs. of the 36th SICE Annual Conf., International Sessions*, pp. 1119-1124, Tokushima Univ., July (1997)

木質材料の研磨工程自動化に関する研究(3)

- 木質材料用研磨装置のシステム制御入力方法 -

春山繁之^{*1} 村瀬安英^{*2}

The Advance of the Sanding Technology for the Wood and Wood-Based Materials

- The Way of Inputting System Parameter of the Sanding Device. -

Shigeyuki HARUYAMA^{*1}, Yasuhide MURASE^{*2}

本研究では、家具部材の任意形状曲面を自動研磨することができる木質材料用研磨装置制御パラメータの入力方法の簡易化を図るため、プログラムの開発を行った結果について報告を行う。開発内容としては、試作開発した研磨装置をベースに個々の研磨装置形状に対応するため必要となる制御機能を一般化させるため、入力変更が必要となる各パラメータの調査と変更入力方法を容易に行うための方法について検討を行い、試作開発した研磨装置の設定環境を大きく変更することなく研磨稼働部の寸法変更などが行えるシステム制御入力プログラムを作成した。

1 はじめに

木材及び木質材料の広く大きな曲面形状を高効率・高精度で研磨することを目的とし試作開発したフレキシブル研磨装置(図-1)において、これまでに性能評価実験などを実施しその有効性が確認されている。そこで、本研究では試作開発した研磨装置の汎用性を図るため、装置個々で変更されることが予想される、部材形状に対応した機械寸法、モータサイズ(出力)、減速機(減速率)などに変更が生じても試作開発した環境を流用し使用することができる制御パラメータ入力ソフトの製作を行った。これにより、研磨装置それぞれで開発が必要であった制御部の開発が不要になるため研磨装置全体のコストダウンを行うことができると考えられる。



図 - 1 フレキシブル研磨装置

2 開発プログラムの汎用化

プログラムの試作開発には、木工用研磨装置として試作開発を行ったフレキシブル研磨装置¹⁾ -³⁾の開発環境を用いて汎用化を図るための方法を検討した。変更必要プログラムは、ツール制御ソフトウェア：稼働システム制御である。

2-1 フレキシブル研磨装置のシステム環境

全体システム構成を図-2に示す。稼働用のモータ・エンコーダに指示を行っているツール制御ソフトウェア(稼働システム制御)の稼働指示パラメータ(研磨装置の部品・取付け寸法やモータ・ギヤの減速比など)を容易に修正できるようにすることによりモータ、エ

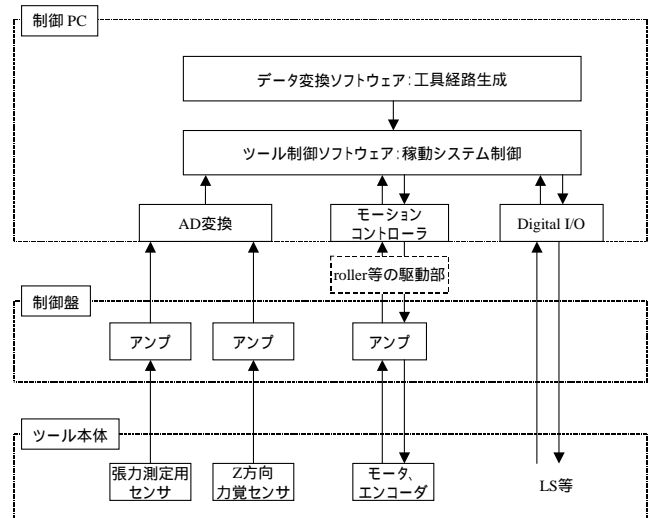


図 - 2 システム構成図

*1 機械電子研究所

*2 九州大学

ンコーダ及び減速機などの変更が生じて簡単な入力値変更により制御を行うことができるよう検討を行った。

2-2 入力パラメータの検討

フレキシブル研磨装置をベースとして考えた場合に必要となる修正項目の検討を行った。

1) 稼働部寸法

研磨対象物に応じて設計変更が必要となる押さえローラの基準位置との関係や伸縮軸の長さなどに対応する。

項目：押さえローラ基準位置，押さえローラ伸縮軸長さ

2) 干渉チェックのためのパラメータ

稼働範囲や押えローラなどの設計寸法を変更した場合に必要な干渉チェックに対応する。

項目：押さえローラ上端長さ，幅，取付けピッチ

3) エンコーダ制御量

使用するギヤ-，リード，タイミングプーリ，エンコーダにより決定される 1 パルス当たりの単位移動量 (Mag) を定義する。これにより，モータの仕様変更や減速機の変更に容易に対応することができる。

項目：ローラ伸縮軸，ローラ回転軸，X スライダー，テンション制御軸

4) 各種制御用サンプリング周期

更新情報を表示・制御するため必要となるサンプリング時点の情報について更新間隔を設定する。サンプリング間隔を小さくすると詳細な監視制御を行うことが可能となるが，制御コンピュータへの負荷が大きくなる。使用条件に合わせて決定する必要がある。

項目：システム状況監視用スレッド割り込み，画面情報更新間隔，アラーム表示更新間隔，ロギング間隔，ベルト制御用 ThreadTime，ベルト制御用 DspTime

5) 速度系制御パラメータ

自動運転時や手動運転時の動作スピード（加速度，速度など）を定義する。これにより，装置の滑らかな動きを指示することができる。

項目：自動運転（加速度，退避速度，設定上限値），手動運転（終了時の指定速度，目標到達加速度），非常停止，停止

6) 位置偏差許容値

軸指令位置と実際の軸位置誤差の許容値を設定する。これにより，装置の稼働誤差を管理することができる。

項目：伸縮軸，回転軸，X スライダー，テンション制御

7) ソフトリミット

装置の稼働範囲をソフト上で制約し誤作動や装置の破損などを防ぐ。

項目：ローラ上下軸，ローラ回転軸，スライダー軸，テンション制御軸

8) 原点復帰動作のパラメータ（ローラ伸縮，回転，スライダー）

位置センサーと稼働部の本位置関係を管理することにより基準位置の定義を行い，装置全体の稼働誤差を防ぐことができる。

項目：伸縮軸（復帰アプローチ，低速移動，高速移動グリッドシフト量，復帰検出方向），回転軸（復帰アプローチ，低速移動，高速移動グリッドシフト量，復帰検出方向），X スライダー軸（復帰アプローチ，低速移動，高速移動グリッドシフト量，復帰検出方向）

9) ベルト制御パラメータ

研磨ベルトの回転速度，目標張力や張力の上限値を入力することにより設定以上の張力が発生しないよう管理をする。

項目：終了時のベルト回転速度，終了時の目標重力，目標張力上限許容値

10) ベルト張力制御

ベルト張力を制御するために必要となる張力制御軸の移動速度（低速 / 高速），張力の自動制御調整加速度や追従速度，装置を破損させないための過負荷重などを設定し安定した稼働が行えるようにする。

項目：テンション制御軸原点復帰速度，自動調整速度，張力調整速度調整式，手動運転速度，最大テンション，非常停止テンション

11) リファレンス点復帰パラメータ

稼働開始位置をあらかじめ定義する。これにより，繰り返し同位置での作業が容易になる。

項目：ローラ伸縮軸，ローラ回転軸，スライダー，機械座標系（Z，X）

12) 稼働終了時の各軸機械座標系

装置が運転を停止した際に稼働部それぞれの機械座標位置を記録することにより再稼働時の稼働誤差を防ぐ。（停止位置は自動更新）

項目：ローラ軸（回転角，伸縮軸），X スライダー，テンション制御軸

2-3 入力画面

検討内容に応じたプログラムの設計を以下の項目に対して行った。また、図中の 部にそれぞれの装置の条件に対応した値を入力または自動設定することによ

り容易に装置設計・制御を行うことができる。

1) ローラ機構寸法 (図 - 3)

基準位置からのローラ取り付け位置座標及びローラの稼動範囲を入力できるようにした。

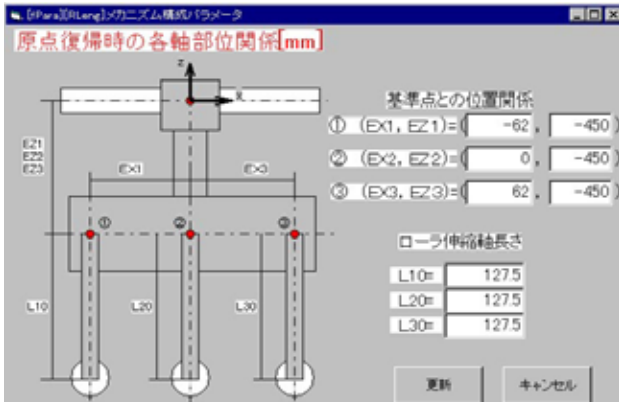


図 - 3 ローラ機構寸法入力画面

2) 干渉チェック (図 - 4)

押さえローラの取付け位置や稼動部の大きさを入力しローラ自身の干渉、ローラとワークとの干渉が起こらないよう入力情報を基にプログラムでチェックが行えるようにした。

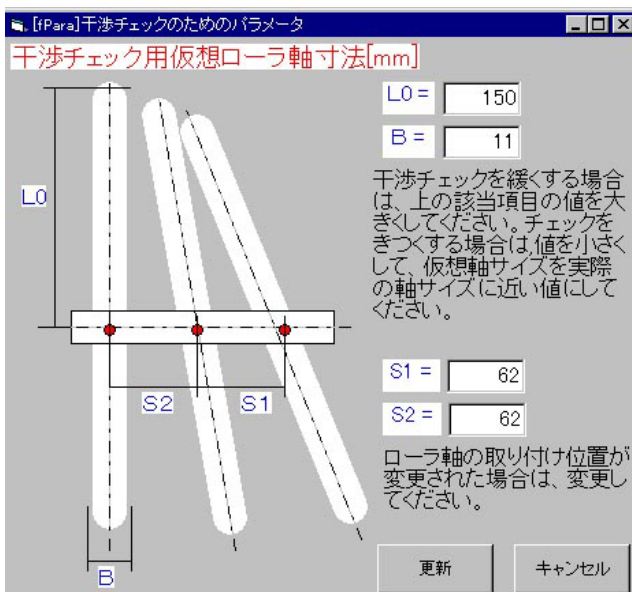


図 - 4 干渉チェック入力画面

3) エンコーダ制御量 (図 - 5)

各稼動軸の移動量を入力し制御できるようにした。また、各軸で使用しているボールねじのリード、ギヤ、タイミングプーリ、エンコーダの仕様とそれを利用した際の計算方法を明記し簡単に計算設定ができるようにした。

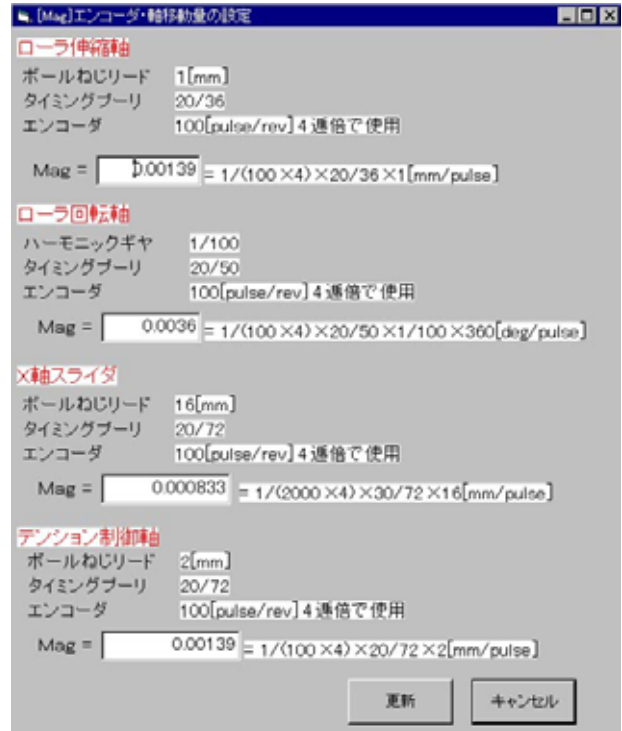


図 - 5 エンコーダ制御量入力画面

4) サンプリング周期 (図 - 6)

張力制御、画面更新、アラーム表示などの割り込み・更新間隔を入力できるようにした。

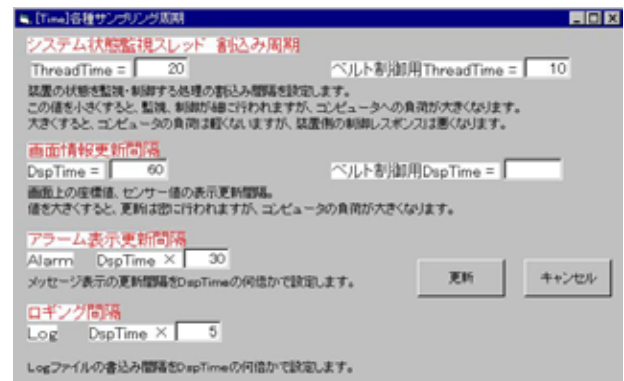


図 - 6 サンプリング周期入力画面

5) 速度系制御パラメータ (図 - 7)

自動運転時の加速度や移動速度、手動運転時の高速・低速の入力、目標速度到達のための加速度など速度に関する各軸の条件を入力できるようにした。

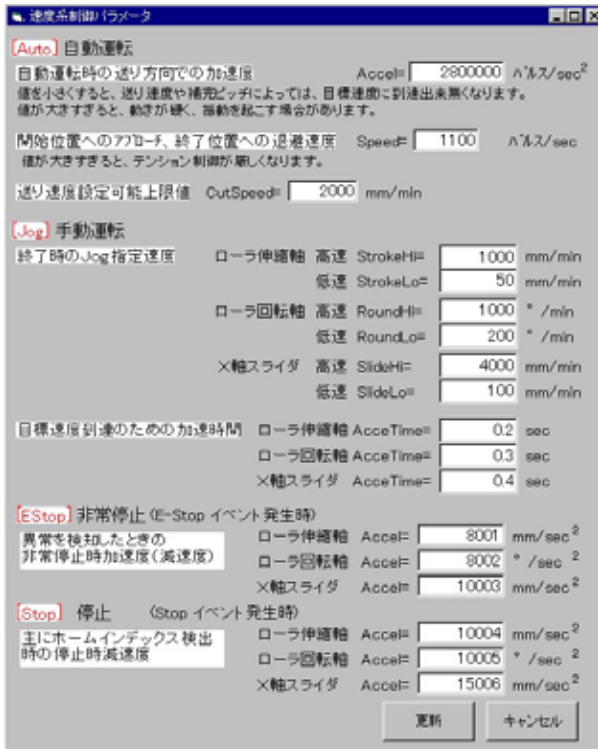


図 - 7 速度系制御パラメータ入力画面

6)位置偏差 (図 - 8)

軸指令と実際の移動量との差の許容値を設定入力し、設定量を超える位置偏差が発生するとエラーを発生し装置の運転を停止させる。

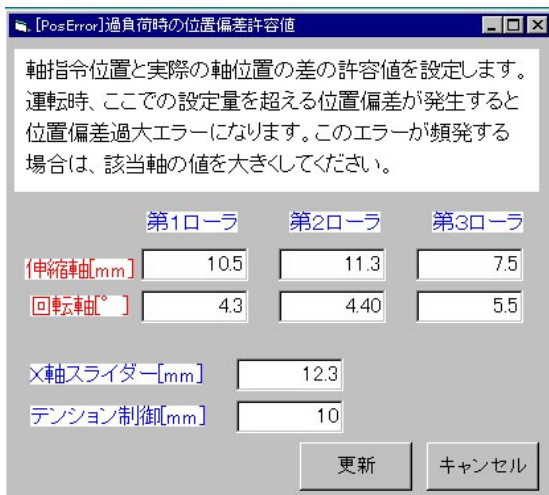


図 - 8 位置偏差入力画面

7)ソフトリミット (図 - 9)

装置稼働部の動作範囲をソフト的に制約し、誤動作による装置やワークの破損を防ぐ。

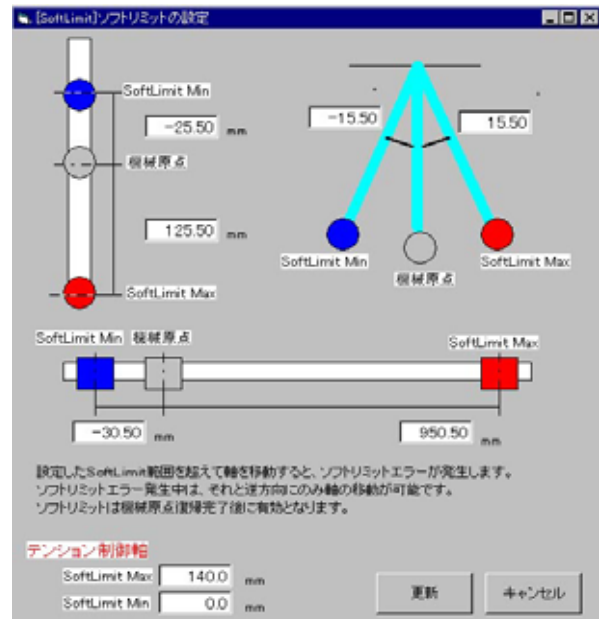


図 - 9 ソフトリミット入力画面

8) ローラ伸縮軸・回転軸原点復帰 (図 - 10, 11)
ローラを原点復帰させる際の動作パラメータを入力する。

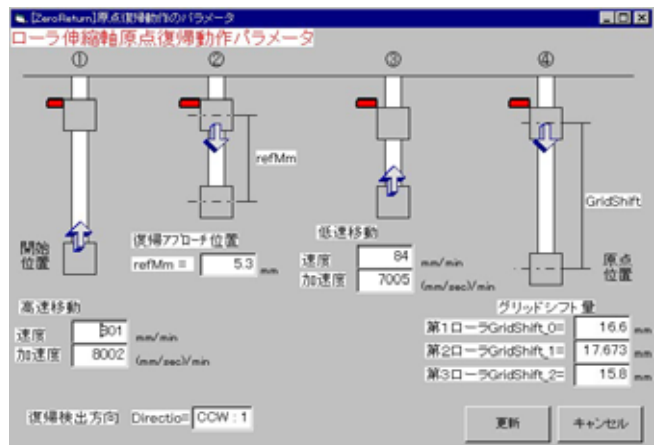


図 - 10 ローラ伸縮原点入力画面

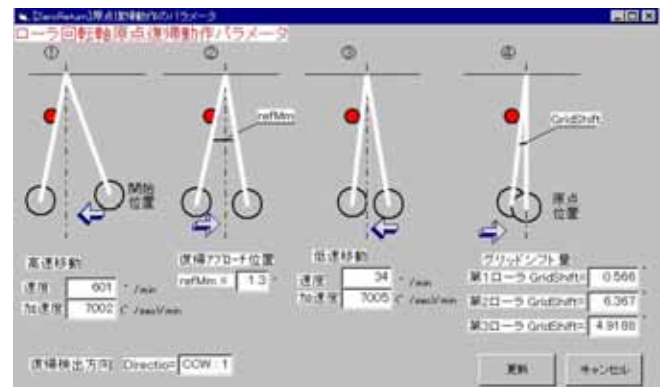


図 - 11 ローラ回転原点入力画面

9) スライダー原点復帰 (図 - 1 2)

X 軸を原点復帰させる際の動作パラメータを入力する。

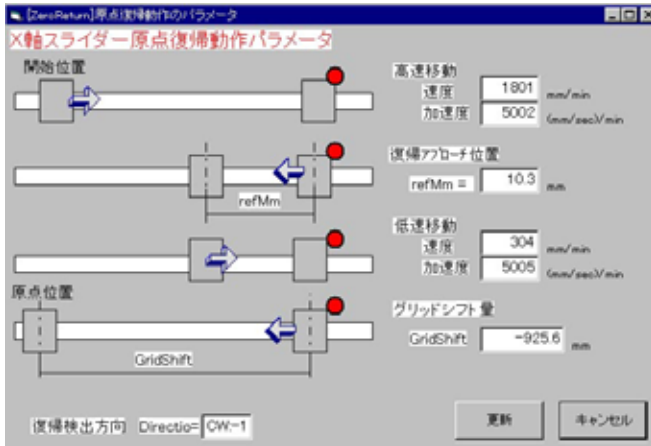


図 - 1 2 ローラ回転原点入力画面

10) ベルト制御 (図 - 1 3)

研磨ベルトの目標張力の上限值 (装置の設計上) や自動運転終了時の動作パラメータを入力設定する。



図 - 1 3 ベルト稼動パラメータ入力画面

11) 張力制御 (図 - 1 4)

研磨ベルトの張力制御を円滑に行うための動作パラメータ (速度・加速度) の入力及び張力調整式の設定を行う。



図 - 1 4 張力制御パラメータ入力画面

12) リファレンス点復帰 (図 - 1 5)

リファレンス点へ移動する際の動作パラメータの設定及び機械座標系の入力設定を行う。



図 - 1 5 ローラ機構寸法入力画面

13) 終了時の機械座標 (図 - 1 6)

機械停止時の各軸の機械座標を自動的に記録管理する。手動で各軸の位置を変更した場合などに修整を行う。

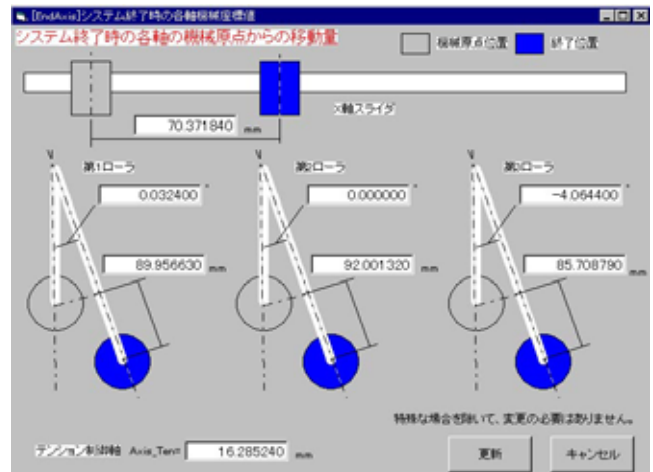


図 - 1 6 終了時位置表示画面

3 結果及び考察

プログラムの作成を行った各画面のデータ入力と装置の動作確認を行った結果、誤動作もなく正常な稼動を行うことができることが確認できた。これにより、装置の制御設定になじみのない一般ユーザーや機械メーカーの設計者による制御部分の操作が可能になり容易に設計変更や動作制御が行えるようになると思われる。

4 まとめ

木工用自動研磨装置として試作開発行ったフレキシブル研磨工具のシステム制御ソフトを用いて、制御システムの汎用化を図るため作成した制御プログラムの有効性を確認した結果、一部の制御パラメータ値を入力変更するだけで開発ソフト環境が利用できることが確認できた。今後、本制御ソフトを利用し汎用性の高い装置開発を行う予定である。

5 参考文献

- 1) 春山繁之, 村瀬安英, 笠上文男, 友井貴大: 第 18 回日本木材加工技術協会年次大会講演要旨集, 松江, p.31(2000).
- 2) 春山繁之, 村瀬安英, 柳川剛二: 平成 12 年度福岡県工業技術センター研究報告, P72 ~ 77(2001).
- 3) 春山繁之, 村瀬安英, 柳川剛二: 平成 12 年度福岡県工業技術センター研究報告, P78 ~ 82(2001).

高耐食性溶射皮膜の開発

酸腐食環境下における封孔処理施工溶射皮膜の耐食性に関する研究

御幡弘明*1 古賀義人*1 垂水清弘*2 野口正広*2

The Development of Thermal Spray Coatings with High Corrosion Resistance

A Study on the Corrosion Resistance of Thermal Spray Coatings with Sealing in the Acid Solutions

Hiroaki Obata, Yoshito Koga, Kiyohiro Tarumi, Masahiro Noguchi

高速ガス溶射法(HVOF)により作製される炭化タングステン(WC)系サーメット溶射皮膜は高い耐摩耗性を有するが、皮膜内に基材に通ずる貫通気孔が存在するため湿式腐食環境下で用いられる場合には基材に腐食が発生し、皮膜剥離等の問題を生じている。そこで本研究では、溶射皮膜の耐食性を封孔処理法により改善し、高い耐食性・耐摩耗性を有するWC系サーメット溶射皮膜を開発したので報告する。

1 はじめに

HVOFにより作製されるWC系サーメット溶射皮膜は優れた耐摩耗性を有するために、製鉄、製紙等の分野においてロール表面の耐摩耗層として利用されている。しかしHVOFにより作製された皮膜には基材に達する貫通気孔が存在し、ロールが湿潤腐食環境下で使用されると腐食液が基材表面まで浸透し、基材の腐食に起因した溶射皮膜の剥離が生じ^{1)~4)}、製品にキズを付けるなどの問題を引き起こす。

製鉄分野において、酸湿潤腐食環境に曝されるロールは多く、例えば連続酸洗ラインやメッキライン等で多用されている。現状、該当ロールは厳しい腐食環境下にあるのでHVOF溶射皮膜の適用例は少なく、貫通気孔のないNi系自溶合金溶射(HVOF溶射とは異なり溶射後に行う再加熱溶融処理により皮膜と基材が相互拡散するので緻密で強い結合力のある合金皮膜が得られる)が多く用いられている。しかしながらNi系自溶合金溶射皮膜はHVOFにより作製されるWC系サーメット溶射皮膜よりも耐摩耗性が劣るという欠点を有している。

そこで本研究ではHVOF溶射皮膜の耐食性を封孔処理法(溶射皮膜の耐食性を向上させるために、有機もしくは無機系液剤を溶射皮膜に塗布し貫通気孔を防ぐ手法)により改善し、酸湿潤腐食環境への適用について検討したので報告する。

2 実験方法

2-1 試験片の作製と封孔処理

試験片の種類と作製方法を表-1に、溶射皮膜の化学成分分析結果を表-2に示す。試験片A,BはHVOF溶射法により、SS400材上へ170 μ m溶射後、機械研磨により100 μ m厚さに調製した。封孔処理は、有機系封孔剤を溶射後及び研磨後に塗布することにより施工した。試験片Cは自溶合金溶射皮膜であり、溶射後再加熱溶融処理を行い、機械研削により1.2mm厚さに調製した。

溶射後の溶射皮膜断面のSEM写真を図-1に示す。A,B皮膜中の白灰色部がWC粒子、黒灰色部がバインダー金属成分の溶融部、黒色部が気孔もしくは試料断面の研磨時に生じた粒子の脱落部と考えられる。一方、C皮膜には一般的な自溶合金溶射皮膜と同様の組織が観察された。

表-1 溶射試験片の種類と封孔処理

記号	溶射材料	溶射法	膜厚 (研磨後)	封孔処理仕様	
				溶射後封孔	研磨後封孔
A	WC-NiCr	HVOF	100 μ m	-	-
				-	-
B	WC-ハステロイ	HVOF	100 μ m	-	-
				-	-
C	Ni基自溶合金	自溶合金溶射	1.2mm		

表-2 溶射皮膜の元素分析結果

皮膜	元素	(unit: wt%)						
		C	Fe	Cr	Ni	W	Mo	O
A		5.55	0.13	23.8	10.64	57.6	0.006	2.13
B		2.92	1.54	3.18	16.22	69.3	4.52	1.08
C		0.76	2.86	17.17	68.4	0.019	4.16	0.12

*1 機械電子研究所

*2 日鉄ハード(株)

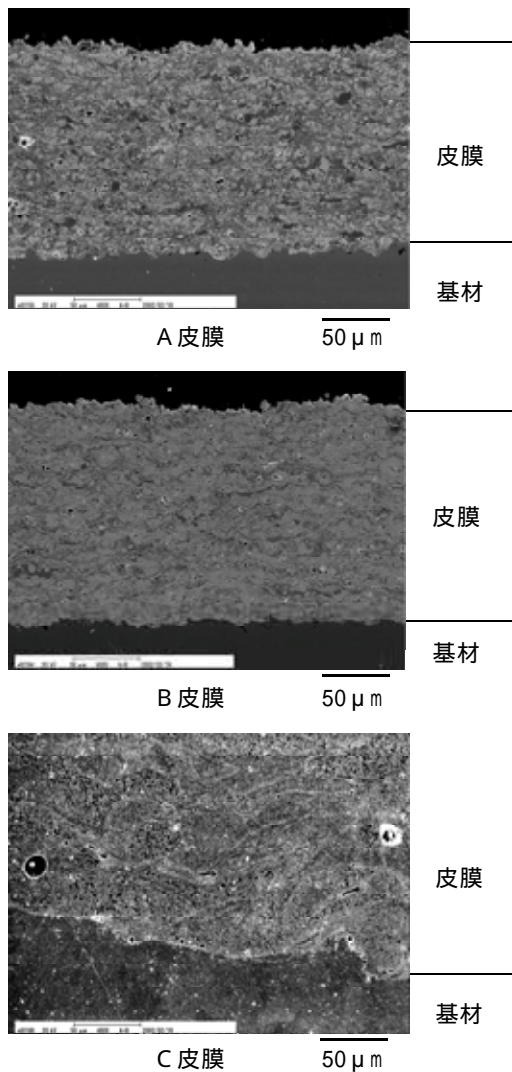


図 - 1 溶射皮膜断面のSEM写真

2 - 2 封孔処理溶射皮膜断面の蛍光顕微鏡観察

封孔剤の溶射皮膜内への浸透状況を評価するために蛍光染料を含有した有機系封孔剤を用いた封孔処理を行い、封孔処理皮膜断面の蛍光顕微鏡観察を行った。

2 - 3 酢酸酸性塩水噴霧試験

JIS H8502に基づく酢酸酸性塩水噴霧試験を行った。それぞれの試験片を1時間、96時間、1000時間経過後に表面観察を行った。

2 - 4 硫酸溶液中での陽分極測定

酸溶液中における溶射皮膜の耐食性を評価するため、空気飽和0.5kmol/m³硫酸溶液中での陽分極測定を行った。測定は前報⁹⁾と同じ条件を用いた。

2 - 5 硫酸浸漬試験前後での耐摩耗性、硬度測定ならびに皮膜表面生成物の解析

厳しい腐食環境下で使用される溶射皮膜は腐食により皮膜硬度等の低下が生じ、摩耗が促進される。腐食

環境下での皮膜特性の変化を評価するために、空気飽和0.5kmol/m³硫酸溶液中(80℃)に7日間の浸漬した後、それぞれの試験片の耐摩耗性(スガ式摩耗試験機, 320# SiC, 荷重3kgf, 2000回摺動/試験はJIS H8503に準拠)およびピッカース硬度の測定(荷重300gf, 15sec, 10点測定)を行った。摩耗試験は溶射面を、硬度測定は皮膜断面を測定面とした。また、硫酸浸漬腐食試験前後の皮膜表面生成物をX線回折(CuK α)により同定した。

3 結果と考察

3 - 1 封孔処理溶射皮膜断面の蛍光顕微鏡観察

図 - 2に蛍光染料入り封孔剤で封孔処理したA2皮膜断面の蛍光顕微鏡観察写真を示す。写真中の白点が溶射皮膜中に浸透した封孔剤を示している。今回使用した有機系封孔剤は溶射皮膜表面から基材近傍まで浸透していることが確認できる。同様に封孔処理後のB2皮膜の蛍光顕微鏡観察を行ったが、A2皮膜同様に基材近傍まで封孔剤が浸透していることが確認できた。

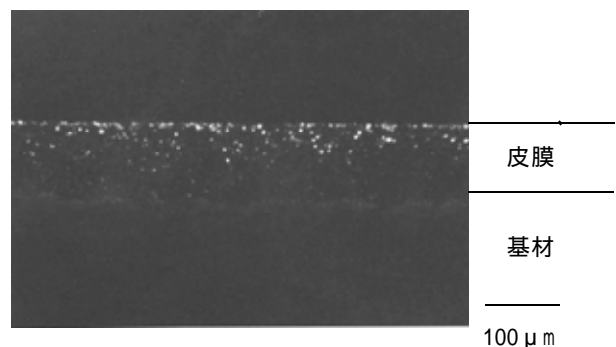


図 - 2 封孔処理皮膜(A2)の蛍光顕微鏡写真

3 - 2 酢酸酸性塩水噴霧試験

酢酸酸性塩水噴霧試験結果を表 - 3に示す。A1, B1皮膜では、試験開始1時間後には基材の腐食に起因する赤錆の発生が見られ、1000時間後にはいずれの試験片とも溶射皮膜が基材から剥離した。A2皮膜では1000時間後でも、基材の腐食や皮膜剥離が生じた箇所は観察されなかった。しかし、B2皮膜では封孔処理を行ったにもかかわらず96時間後に微小な赤錆・溶射面の膨れが観察され、1000時間後には溶射面全面にわたって基材の腐食による赤錆の発生が観察された。封孔処理後の皮膜断面の蛍光顕微鏡観察結果からは、A2, B2皮膜共に封孔剤は基材近傍まで浸透していたが、耐食性に差が生じた理由として封孔剤と溶射皮膜成分との馴染

み性の違いが原因であると考えられる。すなわち、B2皮膜は封孔剤との親和性が悪く、封孔が不完全となり腐食液が皮膜内部に浸透し基材の腐食が発生したと考えられる。

一方、自溶合金皮膜の試験片Cでは、1000時間後でも基材の腐食は生じなかったが、皮膜表面には金属光沢がなくなり、皮膜自体の腐食溶解に伴う皮膜の変色が観察された。

表 - 3 酢酸酸性塩水噴霧試験結果

記号	腐食試験結果
A	1 1時間で発錆
	2 1000時間まで問題なし
B	1 1時間で発錆
	2 96時間で発錆
C	1000時間後溶射面の変色は見られるも剥離等の問題は無し

3-3 硫酸溶液中での陽分極測定

0.5kmol/m³硫酸溶液中での各種溶射皮膜の陽分極測定結果を図-3に示す。A1, A2皮膜では封孔処理を行うことにより浸漬電位が貴電位側にシフトし、不働態領域での腐食電流値も低下し、封孔処理により耐食性が向上することが分かった。B1, B2皮膜でも封孔処理前後によって同様の結果が得られた。一方、C皮膜では、A皮膜及びB皮膜に比べ不働態電位域が狭く、再溶解が起こりやすいことが分かった。従来、酸溶液中において用いられてきた自溶合金溶射皮膜に比べ、開発したA2皮膜は酸溶液中において極めて高い耐食性を有することが確認された。

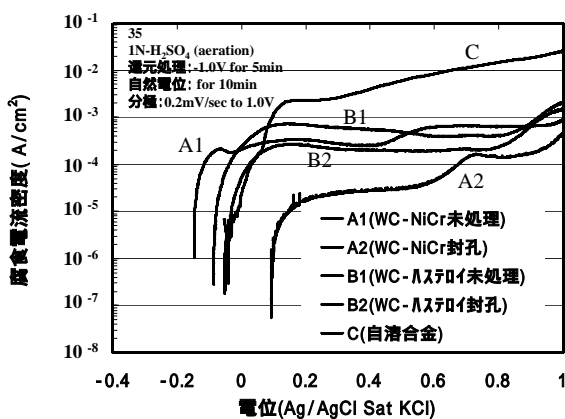


図 - 3 硫酸溶液中での陽分極測定

3-4 硫酸浸漬試験後の耐摩耗性評価

硫酸浸漬試験前後の摩耗試験結果を図-4に、また摩耗痕深さ測定結果を図-5に示す。なお、図-4の摩

耗試験は耐摩耗性(1mg減量させるために必要な往復回数: DS/mg)により比較した。浸漬試験前において、自溶合金溶射皮膜Cに比べ、サーメット溶射皮膜A2では約10倍、B2皮膜では約6倍の耐摩耗性を有している。また7日間の硫酸浸漬腐食試験後、C皮膜では約20%耐摩耗性が低下しているが、A2皮膜では約40%、B2皮膜では約70%の大幅な低下が起きている。サーメット溶射皮膜であるA2, B2皮膜ではバインダー成分である溶融金属合金相が優先的に酸溶液に溶解するため、溶射皮膜中にWC粒子の固定ができなくなるために、耐摩耗性の大きな低下が発生していると考えられる。しかしながら硫酸浸漬腐食試験後においても、自溶合金溶射皮膜Cに比べ、A2皮膜は約7倍、B2皮膜は約2倍の耐摩耗性を有している。また、硫酸浸漬腐食試験前後における摩耗痕深さについて検討したところ、腐食試験前後において自溶合金皮膜Cはサーメット溶射皮膜A2, B2に比べ摩耗痕深さが深く、サーメット溶射皮膜が耐摩耗性に優れていることが分かった。

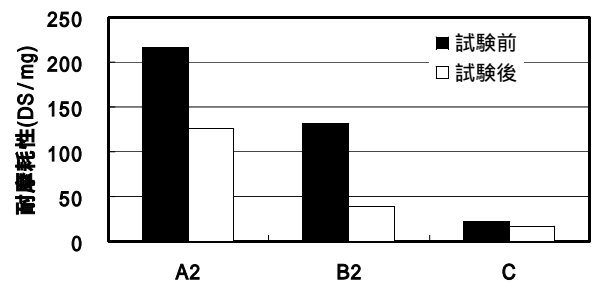


図 - 4 摩耗試験

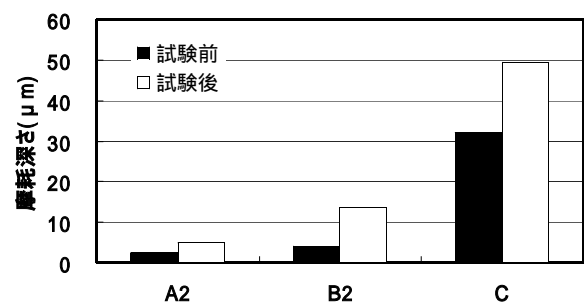


図 - 5 摩耗痕深さ

3-5 硫酸浸漬試験後の溶射皮膜断面のピッカース硬度

硫酸浸漬試験前後における溶射皮膜断面のピッカース硬度を図-6に示す。各種溶射皮膜断面を10点測定時の平均値, 最大値, 最小値を示している。封孔処理を行ったサーメット溶射皮膜A2, B2では硫酸浸漬腐食試験後にお

いても硬度値はA2皮膜で約5%、B2皮膜で約7%の低下にとどまっている。しかし、封孔処理を行わない場合は、硫酸浸漬試験後の硬度値がA1皮膜で約65%、B1皮膜で約20%低下している。封孔処理を行わない場合、腐食液が皮膜内部に浸透するためバインダー成分としての金属合金相の溶解が起こり、皮膜硬度値が急激に低下したものと考えられる。一方、自溶合金溶射皮膜Cでは、皮膜内部に気孔が存在しないため硫酸浸漬試験前後における硬度値の大きな変化は見られない。しかしながら、サーメット溶射皮膜A2、B2に比べると硬度は相対的に低い値を示し、封孔処理を行ったサーメット皮膜の優位性が明らかである。

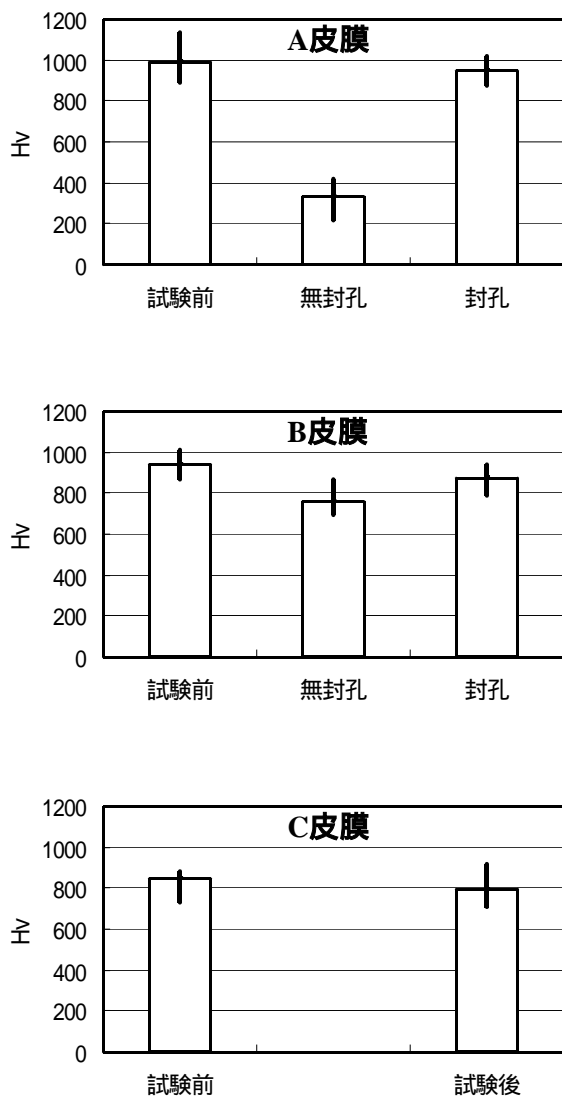


図 - 6 硫酸浸漬試験前後の皮膜硬度

3 - 6 硫酸浸漬試験後の試料表面の解析

硫酸浸漬試験前後のWC-NiCr系及びWC-ハステロイ系

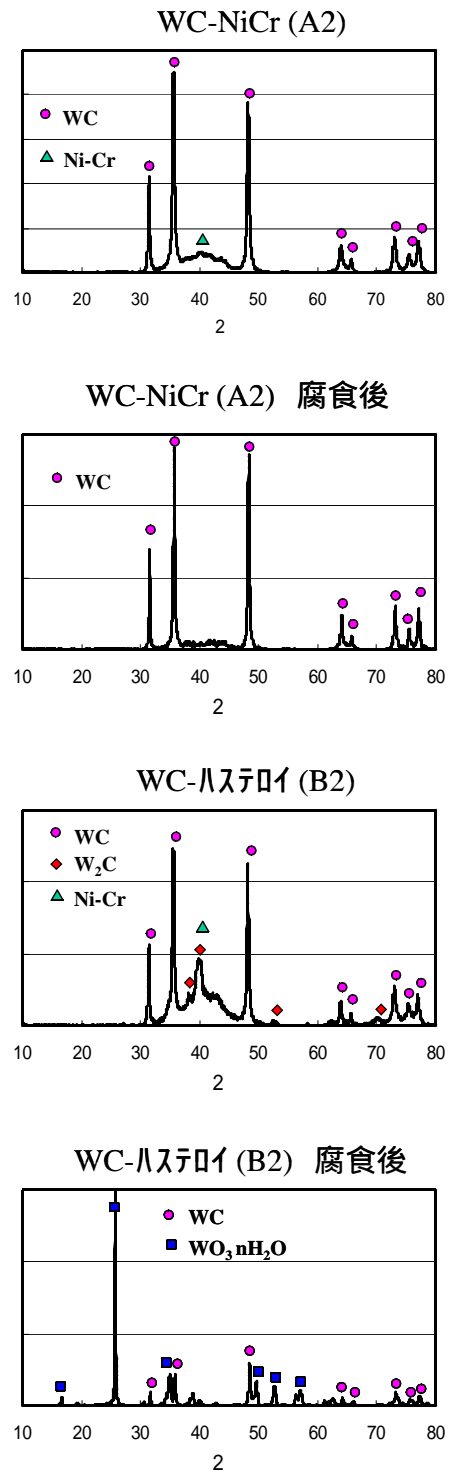


図 - 7 硫酸浸漬試験前後の溶射皮膜のX線回折

溶射皮膜表面のX線回折測定結果を図 - 7に示す。WC-NiCr系では硫酸浸漬前後でNi-Cr合金相と考えられるピークが減少しており、Ni-Cr合金相の溶解が進んでいることが示唆される。一方、WC-ハステロイ系では硫酸浸漬前後で、WC-NiCr系と同様にNi-Cr合金相のピークが減少している。しかし、腐食試験後にWC-ハス

テロイ系では酸化タングステン水和物のピークが観察され、WC-NiCr系と大きな違いが見られた。この理由として WC-ハステロイ系ではハステロイ合金成分の溶解が進み、皮膜表面にハステロイ成分がほとんど残存しなくなったため、犠牲防食効果が失われタングステンの酸化が進んだためであると考えられる。

4 まとめ

酸腐食環境へのWC系サーメット溶射皮膜の適用について検討した結果、溶射皮膜成分と馴染み性の高い封孔剤を用いて封孔処理を行うことにより、従来湿式腐食環境下で用いられてきたNi系自溶合金に比べ、耐食性・耐摩耗性に優れた溶射皮膜を開発することができた。本開発溶射皮膜ロールは、製鉄分野における連続酸洗ライン内部の腐食環境が厳しく、また高い耐摩耗性を要求される溶射ロールに適用できると考えられる。

5 参考文献

- 1) 高谷泰之，材料，44，1326-31(1995)。
- 2) 稲葉光晴，日本材料学会腐食防食部門資料，7-16 (1994)。
- 3) 高谷泰之，高温学会誌，23，214-221(1997)。
- 4) 御幡弘明，西日本腐蝕防蝕研究会第141会例会予稿集，1-2(2001)。
- 5) 古賀義人，他3名：福岡県工業技術センター平成12年度研究報告，p 59

反応性スパッタリング法で作製したTiN膜の薄膜特性に及ぼす 基板RF電力の影響

南 守*¹ 土山明美*¹

Effect of Substrate RF Power on Properties of TiN Films Prepared by Reactive Sputtering

Mamoru Minami , Akemi Tsuchiyama

反応性スパッタリング法を用い超硬合金 (WC-Co), シリコン (Si) 及びステンレス (SUS304) 基板上に TiN 膜を作製し, 薄膜特性に及ぼす成膜条件の影響及び銅に対する摩耗特性について検討した。その結果, 基板 RF 電力を変化させることにより薄膜特性を制御することが可能であることが分かった。また, 成膜条件を変化させることによって, 作製した TiN 膜の銅に対する摩耗特性が変化することが明らかになった。

1 はじめに

従来から, 各種基体の耐摩耗性, 耐摺動性あるいは耐食性を向上させるために, セラミックスや金属膜を基板上に形成させることが試みられてきた。上記のような特性を有する代表的な薄膜として窒化物薄膜が挙げられる。中でも TiN 膜は, 金色を呈し, 高い硬度を持ち, 鋼や超硬合金との密着性も良好なことから, 保護コーティング材料として非常に広範な分野で利用されている。

通常, TiN 膜の形成には PVD 法や CVD 法が主に用いられており, 形成された TiN 膜の特性を調べた研究は多数報告されている^{1)~4)}。しかし, PVD 法や CVD 法では被覆処理に関わる制御因子が非常に多く, 形成される皮膜の特性と制御因子の関連性などについては未だに十分解明されていないのが現状である。また, TiN 膜の摩耗に関しては, 比較的硬質な材料に対する特性は研究されているが, 塑性加工などで工具への凝着が問題となる軟質材料に関しては十分研究されているとは言い難い。特に, 最近半導体デバイス分野で使用頻度が急速に高まっている銅系材料との摩耗特性に関する研究はあまり行われておらず知見が不足している。

本研究では, 工具や金型等に使用されている超硬合金上に反応性スパッタリング法で TiN 膜を形成し, 主要な成膜条件である基板 RF 電力の薄膜特性に及ぼす影響について明らかにし, 銅に対する摩耗特性について調査した。

2 研究, 実験方法

2-1 薄膜作製方法

TiN 薄膜は, 図 - 1 に示すような直流マグネトロンスパッタリング装置 ((株) ユーテック, YE1825-3) を用いて作製した。

ターゲットには直径 102mm のチタン (純度 99.99%) 円板を, スパッタリングガスにはアルゴン (純度 99.999%) と窒素 (純度 99.999%) の混合ガスを用いた。(以下, 元素名は元素記号を記す)

成膜時の混合ガス圧力は 0.3Pa で一定とし, ガス混合比のみを変化させた。ターゲット・基板間の距離は 185mm である。

基板には, 鏡面研磨仕上げした WC-Co 合金 (35.5 × 8 × 5mm), SUS304 ステンレス鋼 (15 × 15 × 1mm) および Si ウェハ (100) を用いた。これらの基板をアセトン中で超音波洗浄した後, 回転式基板ホルダー (回転速度: 3rpm) に取り付けて, 真空ポンプにより装置内を 10⁻⁵Pa 台の圧力になるまで排気した。所定の圧力に到達後, TiN 膜形成に先立ち基板の前処理として, Ar による基板のイオンボンバードを RF 電力 50W で 5 分間行った。続いて, 表 - 1 に示す条件にて成膜処理を行った。作製した薄膜の膜厚は, 接触式表面粗さ計 (テラーホブソン (株) 製, Talysurf) を用い, 成膜前に基板の一部をマスキングしておき, 成膜後のマスキングしている部分としていない部分との段差から求めた。

2-2 薄膜の特性評価

結晶構造の解析は, X 線回折装置 ((株) 理学電機

*¹ 機械電子研究所

表 - 1 成膜条件

基板温度 (K)	523
基板回転速度 (rpm)	3
使用ターゲット	Ti(4N)
ガス流量比 (SCCM)	Ar:N ₂ =28:4
圧力 (Pa)	0.3
ターゲット - 基板間距離 (mm)	185
基板RF電力 (W)	0 ~ 150
ターゲット電力 (W)	500
膜厚 (μm)	1.5 ~ 2.0

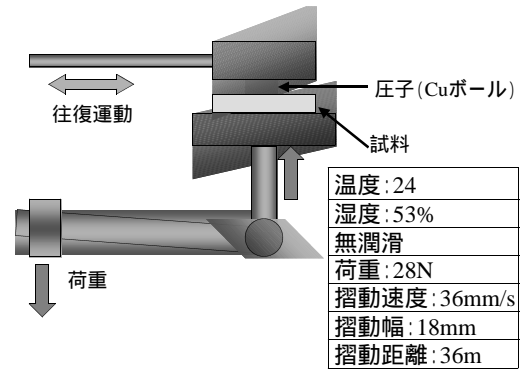


図 - 2 摩耗試験機概略図

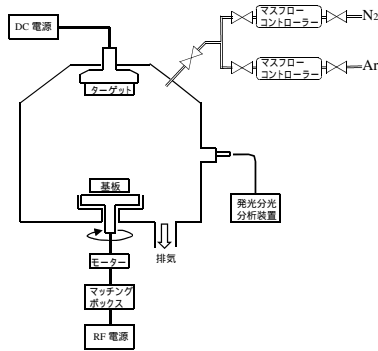


図 - 1 反応性スパッタリング装置

製, RINT-2550V) を用い, CuK 特性 X 線を使った通常の X 線回折測定による X 線回折測定によって行った。

残留応力の測定は, CuK 特性 X 線を用い平行ビームによる側傾法で行った。通常, X 線残留応力測定を行う場合には \sin^2 法が用いられる⁵⁾。しかし, 本研究により作製した皮膜は後述するように {111} 面, {100} 面に優先配向しており, 任意の方向に十分な X 線強度が得られないため, 上記の \sin^2 法を使用することが不可能である。そのため, {111} 面優先配向した皮膜の場合, 立方晶格子の {111} 面が結晶学的方位関係から互いに 70.5° の角度で交差することから⁶⁾, $\phi_1=0^\circ$ 及び $\phi_2=70.5^\circ$ の 2 方向の角に得られる 222 回折線を用いて格子面間隔 d を測定することにより, 次式から応力値 σ を算出した⁷⁾。

$$\sigma = \frac{E}{1+\nu} \cdot \frac{d}{d_0} \cdot \frac{1-d_0^2}{1-d^2} \cdot \frac{1}{\sin^2 \phi_1 - \sin^2 \phi_2} \quad (1)$$

ここで, E 及び ν はそれぞれ測定回折面方位のヤング率とポアソン比, ϕ は膜表面法線と回折面法線のなす角度である。ただし, X 線の弾性定数 ($E/(1+\nu)$) は材料及び回折格子面に固有の値であるため, 回折格子面に対応する X 線の弾性定数を用いなければなら

ない。しかしながら, TiN 膜の X 線の弾性定数は測定されていないため, 本研究では機械的に求められている弾性定数値を代用した⁷⁾⁸⁾。{100} 面優先配向した皮膜の場合, 立方晶格子の結晶学的方位関係から {210} 面は {100} 面に対して 26.6° と 63.4° の角度で互いに交差することから⁶⁾, $\phi_1=26.6^\circ$ 及び $\phi_2=63.4^\circ$ の 2 方向の角に得られる 210 回折線を用いて格子面間隔 d を測定し, 式 (1) を用いて応力値を算出した。

膜中に存在する不純物の Ar 量は, 電子線マイクロアナライザー (EPMA) ((株) 島津製作所製, EPMA-1600) を用い Ar の Ti に対する相対強度を求めることにより分析した。

薄膜の硬さは, ナノ・インデンテーション・テスター ((株) エリオニクス製, ENT-1100a) を用い, 荷重 5mN, 圧子先端形状 (三角錐, 稜間隔 115°) の条件で塑性変形量と弾性変形量を含んだ圧子の最大変位を測定することにより評価した。

薄膜表面及び劈開面の観察には走査型電子顕微鏡 (SEM) ((株) 日立製作所製, S-4500 及び (株) エリオニクス製, ERA-8800) を用いた。

摩耗特性は往復摺動型の摩耗試験機を用いて評価した。試験機の概略を図 - 2 に示す。圧子は直径 11mm の銅球とし, 室温無潤滑, 垂直荷重 28N, 摺動幅 18mm, 摺動速度 36mm/s, 摺動距離 36m の条件で試験を行った。皮膜摩耗量は, 摩耗部分を表面粗さ計で測定し, 初期の表面からの摩耗段差最大値を測定することにより算出した。ボール摩耗量は, SEM によりボール表面に存在する円形摩耗痕の観察を行い, 摩耗痕の大きさから算出した。

TiN 膜中に存在する欠陥の程度を検討するために, 膜欠陥を欠陥面積率として定量的に評価できる CPCD 法を用いた⁹⁾。動電位法を用い未処理の基板および

TiN 被覆材の 0.5M-H₂SO₄+0.05M-KSCN 溶液中におけるアノード分極曲線を測定し臨界不動態化電流密度（以下 i_{crit} と記す）を求め、次の（2）式に代入することにより欠陥面積率 R （%）を算出した。

$$R = 1/f_s \times i_{crit}(\text{TiN}/304\text{SUS})/i_{crit}(304\text{SUS}) \times 100\% \quad (2)$$

ここで、 $i_{crit}(304\text{SUS})$ は基材金属の、また $i_{crit}(\text{TiN}/304\text{SUS})$ はコーティング材の臨界不動態化電流密度を表し、 f_s は腐食ピットの形状係数（半球状の場合は 2）である。本研究では、ピットの形状はすべて半球状であるものと仮定する。電気化学測定には三電極方式を採用し、対極には Pt を、参照電極には Ag/AgCl（飽和 KCl）電極を用いた。試験溶液は高純度 Ar（99.9999%）で 1 時間以上脱気し、分極測定中も微量のガスを通気した。試験温度は 303K に保った。分極測定は、試料電極を試験溶液に浸漬後、直ちに電位を -450mV に設定し、貴方向に向かって +400mV まで $0.38\text{mV} \cdot \text{s}^{-1}$ の一定速度で掃引し行った。

3 結果と考察

3 - 1 TiN膜の特性に及ぼす基板RF電力の影響

3 - 1 - 1 結晶配向性に及ぼす基板RF電力の影響

基板に印加した RF 電力が TiN 膜の結晶配向性に及ぼす影響を調べるため、基板 RF 電力を 0 ~ 150W 変化させ Si 基板上に TiN 薄膜を作製した。得られた X 線回折結果を図 - 3 に示す。基板 RF 電力 0W で作製した皮膜からは 111 回折線が得られ {111} 面優先配向していることがわかる。基板 RF 電力が 25W 以上になると 200 回折線が得られ、50W になると 111 回折線は消滅し 200 回折線のみ得られた。基板 RF 電力 75W 以上では 200 回折線と若干ではあるが 220 回折線が得られ、電力の増加とともに 220 回折線強度が増加した。これらのことから、基板 RF 電力を増加させるに従い、TiN 膜の結晶状態は {111} 面優先配向 {100} 面優先配向 {110}、{100} 面優先配向へと変化することが分かった。一般に薄膜の結晶配向性やモルフォロジーはスパッタ中の雰囲気ガス圧、基板温度¹⁾⁰あるいは成長膜表面でのガス吸着インヒビション²⁾に影響されると考えられている。本研究でも、王らが考察した吸着インヒビション²⁾の観点から薄膜の結晶配向性に及ぼす基板 RF 電力の影響について説明できると

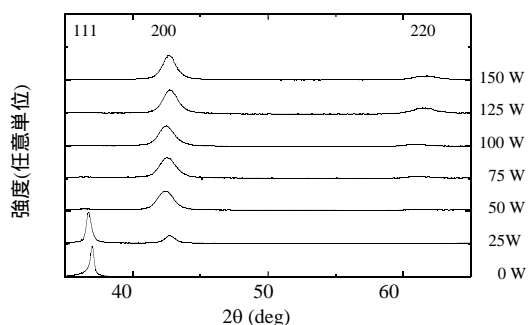


図 - 3 皮膜のX線回折結果

思われる。すなわち、基板 RF 電力が低い場合、成長膜表面に十分活性化されていない Ar や N₂ ガス等の吸着インヒビターが多くなる。その結果、吸着インヒビターが表面エネルギーの大きな {111} 面に優先吸着され、{111} 面の成長速度が遅くなり、逆に表面エネルギーの小さな {100} 面の成長速度が相対的に速くなる。よって、表面における {111} 面の面積占有率が増えたため、TiN 膜は {111} 面優先配向したものと考えられる。一方、基板 RF 電力が高い場合は、基板表面でのイオン bombard が激しくなり、成長膜表面での吸着インヒビターが少なくなる。その結果、表面エネルギーの大きな {111} 面が表面エネルギーの小さな {100} 面よりも成長速度が速くなり、表面における {100} 面の面積占有率が増え、TiN 膜は {100} 面優先配向したものと考えられる。

3 - 1 - 2 モルフォロジーに及ぼす基板RF電力の影響

基板に印加した RF 電力が TiN 膜のモルフォロジーに及ぼす影響を調べるため、基板 RF 電力を 0 ~ 150W 変化させ Si 基板上に TiN 薄膜を作製した。これらの薄膜の表面 SEM 像を図 - 4 に示す。基板 RF 電力 50 及び 75W の試料に見られる粗大な白い物体は焦点合わせに用いた異物である。基板 RF 電力の増加とともに結晶粒は粗い角張った粒状から丸い粒状に変化している。結晶粒サイズは、基板 RF 電力が 0 ~ 75W の間は電力の増加とともに多少小さくなっているが、100W 以上になると電力の増加とともに増大している。基板 RF 電力の増加は基板温度の上昇を引き起こすにもかかわらず、75W までは結晶粒を微細化している。これは基板 RF 電力の増加が結晶の核発生の頻度を高めること、また吸着原子の優先的再スパッタを引き起こし、吸着原子の動き易さを低下させることが原因と考えられる。このように基板 RF 電力の増加は基板温度の上

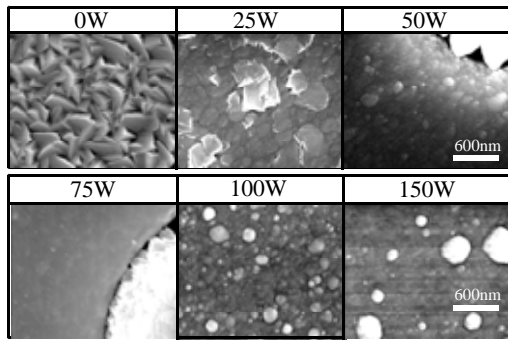


図 - 4 膜表面のSEM像

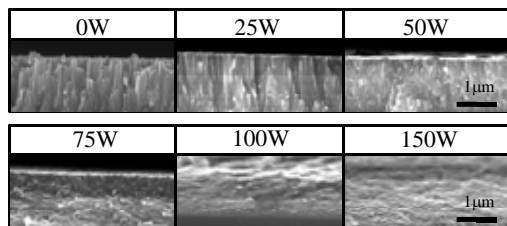


図 - 5 膜劈開面のSEM像

昇による原子の表面運動の促進を通じて結晶粒を粗大化させる反面、基板表面へのイオン衝撃による核発生の助長及び吸着原子の動き易さの低下による微細化といった互いに相反する効果をもたらすことになる。その結果、結晶粒径は基板 RF 電力の増加に対して最初は微細化するが、ある電力を越えると再び粗大化するものと思われる。

劈開面 SEM 像を図 - 5 に示す。基板 RF 電力 0W で作製した試料は、先細りした柱状晶からなる柱状構造をしている。基板 RF 電力 25 及び 50W で作製した試料は、0W のときと比べ柱状構造が不明瞭になり柱状晶先端も平坦になっている。基板 RF 電力が 75W 以上になると、柱状構造は消え粒子が積層したような構造になっていることがわかる。この原因に関しては、基板 RF 電力を増加させることにより試料表面のスパッタリング、表面温度の上昇、Ar, N₂ ガスなどの表面吸着ガス分子の低下による薄膜原子の移動度の増加等の理由が考えられる。

3 - 1 - 3 残留応力に及ぼす基板RF電力の影響

基板に印加した RF 電力が TiN 膜の残留応力に及ぼす影響を調べるため、基板 RF 電力を 0 ~ 150W 変化させ Si 基板上に TiN 薄膜を作製した。残留応力に及

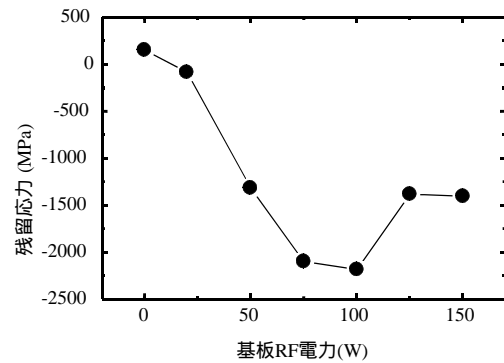


図 - 6 皮膜の残留応力に及ぼす基板RF電力の影響

ぼす基板 RF 電力の影響を図 - 6 に示す。基板 RF 電力 0W で作製した皮膜には若干引張応力が存在しているが、わずかな基板 RF 電力の印加で皮膜には圧縮応力が発生している。圧縮応力は、100W まで基板 RF 電力の増加と共に増大するものの、100W を超えると低下する。基板 RF 電力の増加は、基板に到達する Ti, N₂, Ar 等の正イオンの運動エネルギーを増大させ、イオン衝撃による基板温度の上昇をもたらす。このことから、膜の残留応力にはイオンの運動エネルギー及び基板温度が影響しているものと考えられる。つまり、低電力領域では基板に到達するイオンの運動エネルギーが圧縮応力の発生、増大に関与するものの、過度の基板 RF 電力印加は基板温度の上昇をもたらす圧縮応力を低下させるものと推察される。

3 - 1 - 4 硬さに及ぼす基板RF電力の影響

基板に印加した RF 電力が TiN 膜の硬さに及ぼす影響を調べるため、基板 RF 電力を 0 ~ 150W 変化させ Si 基板上に TiN 薄膜を作製した。皮膜硬さに及ぼす基板 RF 電力の影響を図 - 7 に示す。硬さは、基板 RF 電力の増加とともに上昇し 100W で極大値を示した後、低下する。この原因に関しては以下の影響によるものと考えられる。一つは、薄膜の硬さはモルフォロジーだけでなく、薄膜の結晶配向性にも影響されるという点である。一般的に結晶の硬さは結晶面によって異なり、NaCl 型結晶構造の場合、{ 100 } 面が最も硬いと言われている²⁾。基板 RF 電力が 100W までは、電力の増加とともに { 100 } 面の配向性を示す薄膜が形成されるため、より高い硬さの薄膜が得られる。しかしながら、基板 RF 電力が 125W 以上では { 110 } 面の形成による影響から硬さが低下するものと考えられる。硬さ変化に関するもう一つの原因として、結晶粒径の影響が考えられる。基板 RF 電力が 100W までは

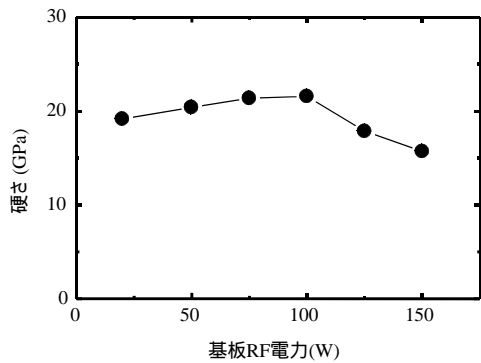


図 - 7 皮膜硬さに及ぼす基板RF電力の影響

結晶粒が微細化し硬さは増加するものの、過剰な電力印加は結晶粒を若干粗大化させ、硬さの低下を引き起こすものと考えられる。

以上 TiN 膜の特性に及ぼす基板 RF 電力の影響について検討した結果、基板 RF 電力は TiN 膜の結晶配向性、モルフォロジー、残留応力及び硬さに多大な影響を及ぼすことが判明した。

3 - 2 TiN膜の銅に対する摩耗特性

3 - 2 - 1 ボール摩耗量に及ぼす基板RF電力の影響

ボール摩耗体積に及ぼす基板 RF 電力の影響を図 - 8 に示す。基板 RF 電力 75W で作製した試料のボール摩耗体積が最も小さい。この結果は皮膜の表面状態と対応しており、皮膜表面が平滑なほど相手材である銅ボールの摩耗量が少ないといえる。

3 - 2 - 2 耐摩耗性に及ぼす基板RF電力の影響

皮膜摩耗深さに及ぼす基板 RF 電力の影響を図 - 9 に示す。基板 RF 電力 0W で作製した試料は、摩耗試験により皮膜が完全に剥離したため膜厚分全体が摩耗したものである。基板 RF 電力を増加していくと、膜摩耗深さは 50W で最低値 $0.30\mu\text{m}$ を示し、75W 以上では電力の増加とともに徐々に増加することがわかる。一般的にバルク材では、表面を硬化すること、また表面に圧縮応力を付与することにより耐摩耗性が向上するといわれている¹¹⁾。しかしながら本実験では、バルク材における一般論と異なり、最も高い皮膜硬さ、圧縮残留応力を示している 100W の試料よりも、基板 RF 電力 50W の試料の方が耐摩耗性に優れるという結果が得られている。この理由として、基板 RF 電力を変化させることにより、皮膜に混入される不純物の Ar やピンホール型欠陥といった皮膜欠陥量が変化することが起因しているのではないかと推察される。そこで TiN 膜の皮膜欠陥に及ぼす基板 RF 電力の影響につい

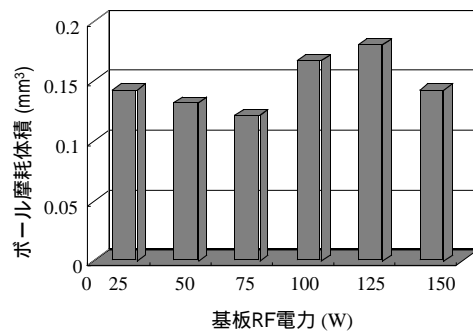


図 - 8 ボール摩耗体積に及ぼす基板RF電力の影響

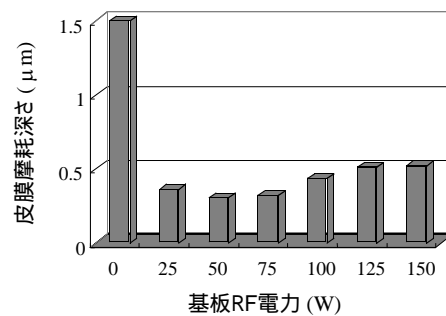


図 - 9 皮膜摩耗体積に及ぼす基板RF電力の影響

て検討した。その結果を図 - 10 に示す。(a)は EPMA による膜中の Ar 量を、(b)はピンホール欠陥量を評価した結果である。(a)から、Ar 量は 50W 以上では基板 RF 電力の上昇とともに急激に増加することがわかる。つまり、基板 RF 電力 50W 以上では不純物元素として膜中に多量の Ar が取り込まれていると考えられる。つぎに (b) から、欠陥面積率は基板 RF 電力の増加とともに低下し、50W で極小値を示した後、増加に転じることが分かる。すなわち、50W までは基板 RF 電力の印加により結晶粒の微細化、膜組織の平滑・緻密化が生じ、欠陥面積率は低下するものの、過度の基板 RF 電力印加は皮膜表面での自己スパッタや膜中への Ar 取り込み量を増加させるため、欠陥面積率の増大を招くものと推察される。

以上のことから、本摩耗試験条件では膜の耐摩耗性に関しては、膜の硬さや残留応力よりも皮膜欠陥量の方が大きく寄与するものと考えられることが分かった。このため、皮膜欠陥の最も少ない基板 RF 電力 50W の試料が最も耐摩耗性に優れる結果を示したと思われる。

3 - 2 - 3 摺動痕に及ぼす基板RF電力の影響

試験後の摺動痕を EPMA により観察した結果を図

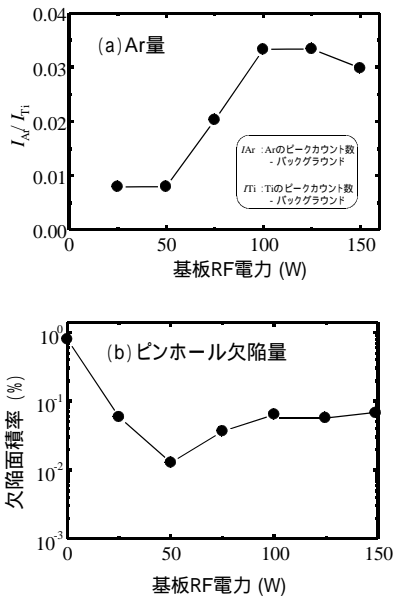


図 - 10 皮膜欠陥に及ぼす基板RF電力の影響

- 11 に示す。なお、本摩耗試験条件では、基板 RF 電力の違いにより 2 種類の異なる摺動形態に分類できるため、代表例として銅摩耗量がほぼ同じで皮膜摩耗量の異なる、RF 電力 25 及び 150W の 2 試料について示す。両試料とも酸素の特性 X 線像が得られており、移着した銅は酸化物を形成していると推察される。銅の移着状態を観察した結果、25W の試料では銅は摩耗方向に帯状に移着しているのに対して、150W の試料では表面に分散して移着していることがわかる。銅の移着挙動が異なる理由に関しては現在のところまだ定かではないが、おそらく皮膜摩耗が多い試料では銅の移着よりも膜自身が摩耗してしまい、摩耗粉として TiN と銅とが摩耗面の外に排出されるため、銅の移着量が少ないのではないかと推察される。なお、この点に関しては今後の検討を要する課題である。

4 まとめ

種々の基板 RF 電力で成膜処理した TiN 膜の特性について調査した結果、基板 RF 電力を変化させることにより TiN 膜の薄膜特性を制御することが可能であ

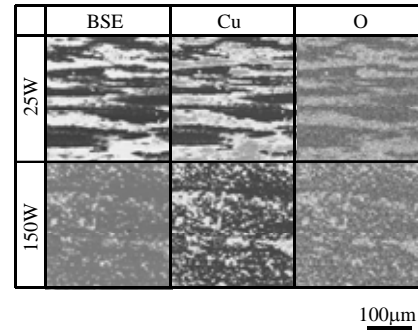


図 - 11 摺動痕のEPMAによる観察結果

ることが判明した。また、作製条件によって TiN 膜の銅に対する摩耗特性は変化することが分かった。

終わりに、本実験を遂行するにあたり有益なご助言を賜りました久留米工業大学蓮山寛機氏、産業技術総合研究所秋山守人氏に感謝の意を表します。

5 参考文献

- 1) 西田典秀, 他 1 名 : 金属表面技術, Vol.36, No.8, P.330(1985)
- 2) 王 東冬, 他 1 名 : 表面技術, Vol.41, No.4, P.382 (1990)
- 3) 松英達也, 他 2 名 : 材料, Vol.50, No.7, P.707(2001)
- 4) 滝沢貴久男 : 材料科学, Vol.30, No.2, P.70(1993)
- 5) 後藤 徹, 他 1 名 : 材料, Vol.47, No.11, P.1188 (1998)
- 6) 松村源太郎訳 : 新版カリティ X 線回折要論, P.69, アグネ(1979)
- 7) 松英達也, 他 2 名 : 材料, Vol.45, No.10, P.1119 (1996)
- 8) 日本金属学会編 : 金属データブック, P.275, 丸善 (1993)
- 9) 杉本克久 : Zairyo-to-kankyo, vol.44, No.5, P.308 (1995)
- 10) 日本学術振興会編 : 薄膜ハンドブック, P.179, オーム社(1983)
- 11) 門間改三, 他 1 名 : 構成金属材料とその熱処理, P.117, 丸善(1990)

熱良伝導体を用いた高性能断熱構造開発

中村裕章*¹ 増岡隆士*² 横山義明*³ 島田義充*⁴ 笠置英明*⁵

High-Efficiency Thermal Insulation Analysis of High Heat Conductivity Material

Hiroaki Nakamura, Takashi Masuoka, Yoshiaki Yokayama, Yoshimitu Shimada, Hideaki Kasagi

本研究はエネルギーの貯蔵・輸送過程での断熱や、冷暖房を必要とする住宅・建物・構造物の断熱に着目し、高性能・高効率断熱構造を開発することを目的とする。目的とする断熱層は、断熱材内部に熱伝導性の良い等温面を有する断熱構造を用いることにより内部の対流を抑制する構造開発を行った。本研究では実用化を目指した省エネルギー断熱構造（断熱と伝熱を行う構造）を具体的に検討し、実機タイプの屋舎の建設を行い断熱と伝熱における実験検討を行ったので結果を報告する。

1 はじめに

現在、世界的な人口の増加と生活水準の向上と同時に、エネルギー需要の急増が指摘されている。またエネルギー源である化石燃料の消費による二酸化炭素の排出が、地球温暖化の主要原因と位置づけられている。このような状況の中で省エネルギーあるいはエネルギーの高効率利用において断熱性能の高性能化は、エネルギーの貯蔵、輸送、伝達の過程での断熱、さらに冷暖房と関連する住宅、建物の断熱性能の改善などと関連して極めて重要な課題である。

我が国においても、各種エネルギーシステムにおけるエネルギーの貯蔵・輸送過程での断熱や、冷暖房を必要とする住宅・建物の断熱の改善は極めて重要な課題である。開発する断熱層は、断熱材内部に良熱伝導体であるアルミ等を利用した等温面を用い断熱材内部の自然対流を抑制することにより、断熱層の断熱材充てん密度低減を実現し、高性能・高効率断熱層を得ることを目的とする。

そこで本研究は実用化を目指した省エネルギー断熱構造（断熱と伝熱を行う構造）を検討し、実機タイプの屋舎の建設を行い断熱と伝熱における実験検討を行ったので結果を報告する。

2 良熱伝導体を用いた高性能断熱構造の原理

2-1 基本的原理

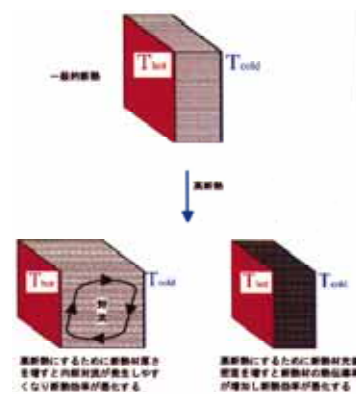


図 - 1 従来の高断熱技術・方法

現在の断熱構造は、常温・低温域において発砲ウレタン・ウレタンボード等を使用し、高温域においてセラミックファイバー・グラスファイバー等を使用している。発砲ウレタン系断熱材は、発泡時に低熱伝導率ガスを用いているが、地球環境問題が叫ばれている中、将来使用不可能なガスが多々ある。セラミックファイバー等においては、高断熱層にするため図 - 1 のように断熱層厚さを増すか、断熱材充てん密度を増す手法が取られる。しかし断熱厚さを増すと内部対流が発生しやすくなり、断熱材充てん密度を増すと断熱材熱伝導率が増加し、両手法とも断熱効果を悪化させる作用が発生する²⁾³⁾。

本研究においては断熱材充てん密度低減と気体断熱に注目し、断熱材充てん密度低減の極致である等温面と気体により断熱壁内部を構成し、断熱壁内部に発生

* 1 機械電子研究所

* 2 九州大学

* 3 (株)アルム

* 4 (株)佐電工

* 5 昭和鉄工(株)

する自然対流を抑制・制御することにより高効率断熱構造を実現しようとする方法を検討する⁶⁾⁷⁾⁸⁾⁹⁾。

検討する断熱構造は、図 - 2 の様に熱伝導率の高い材料により等温面を形成し、熱流束方向に熱伝導分布を形成し自然対流を抑制するため、断熱構造系としての有効熱伝導率は断熱材内部封入流体の熱伝導率に近づく。流体の熱伝導率は固体に比較し極めて低いため、断熱構造系は高効率な断熱壁となる。このように断熱壁内部流体の対流抑制の限界条件と断熱層の最適構造を明らかにすることにより、従来の断熱構造とは全く異なる観点から高効率断熱の実現が可能になる⁴⁾⁵⁾⁶⁾。

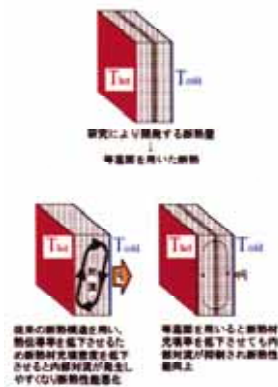


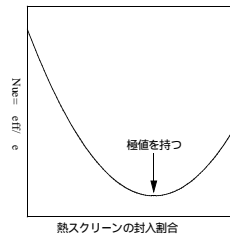
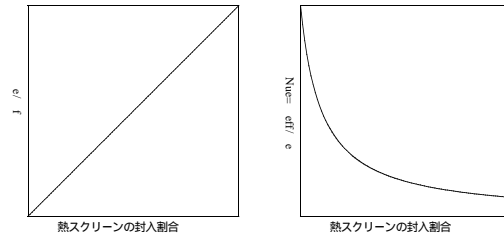
図 - 2 開発する技術・方法

2 - 2 等温面を用いた断熱層の伝熱特性

図 - 3 左上は等温面封入割合の増加に対する、等温面を封入していない系を基にした等温面を封入した系の有効熱伝導率の変化を示したグラフである。等温面は上記のように高熱伝導率の材料を使用するため、等温面封入割合の増加に比例し有効熱伝導率は増加する。

図 - 3 右上は等温面封入割合の増加に対する、等温面を封入した系の有効熱伝導率を基にした対流による熱輸送を含む見かけの熱伝導率を示したグラフである。グラフより等温面封入割合が増加するに従い、自然対流を抑制する効果が現れ対流による見かけの熱伝導率は低下する。

図 - 3 下は等温面封入割合の増加に対する、等温面を封入していない系を基にした対流による熱輸送を含む見かけの熱伝導率を示したグラフである。このグラフは上記図 - 3 左上と右上の各等温面封入割合に対する値の積に値するものであり、対流による熱輸送を含む見かけの熱伝導率は極小値を持つと考えられる。



eff: 対流による熱輸送を含む見かけの熱伝導率
e : 等温面を封入した系の有効熱伝導率
f : 等温面を封入していない系の熱伝導率

図 - 3 等温面を用いた断熱層の伝熱特性の概念

3 断熱構造の検討

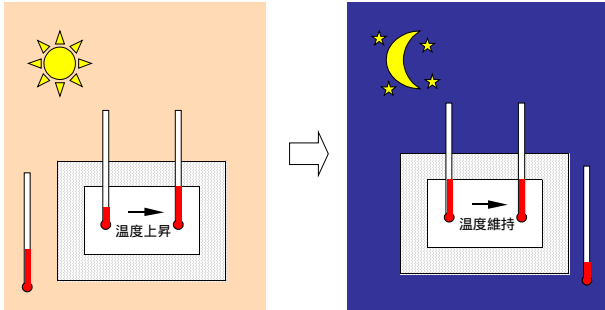
3 - 1 省エネルギー断熱構造 (断熱と伝熱を行う構造)

断熱構造を検討するにあたりまず着目した構造物は住宅や倉庫、特に発熱物を内部に持つ倉庫である。発熱物がコンピュータ等の制御機器である場合には、虫・煤塵の内部への進入を嫌うため、内部冷却のために外気との換気を行うことはできない。このような倉庫には、変電所の制御倉庫や携帯電話基地局(図 - 4)等があり、一年の大半がエアコンによる冷房を行っている。よく見かける携帯電話基地局においては、1ヶ月の冷房負荷による電気料が6万円を超えるほどにもなっていると言う。



図 - 4 携帯電話基地局

この様な倉庫の天井・壁断熱には、断熱材料としてポリスチレンフォームやウレタンフォームが使用され、昼間の倉庫内部温度上昇を抑えている。ところが外気温が下がる夜間になると、倉庫内部温度が外気より高いにもかかわらず、断熱材が保温材となり倉庫内部温度を高温のまま保持しようとする（図 - 5）。



昼間は断熱効果で室内の温度上昇を抑制
夜間は逆に保温し室内温度の下降を妨げる

図 - 5 従来断熱壁

当研究における断熱構造の究極体は、熱良伝導体を熱流に対し鉛直方向へ指向配置し等温面とし、断熱壁内部空間には熱伝導率の低い気体（空気）を挿入する

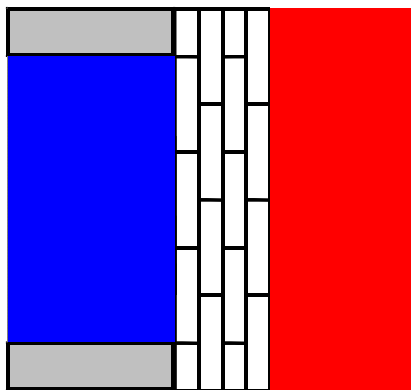


図 - 6 空間の縦横比を制御した断熱構造

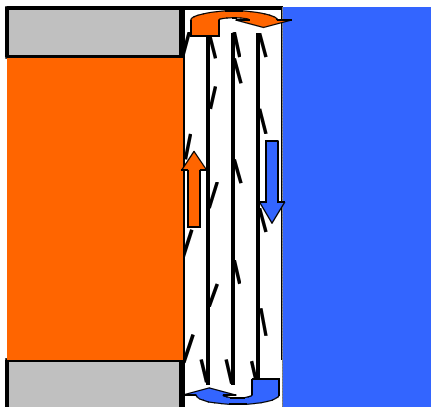
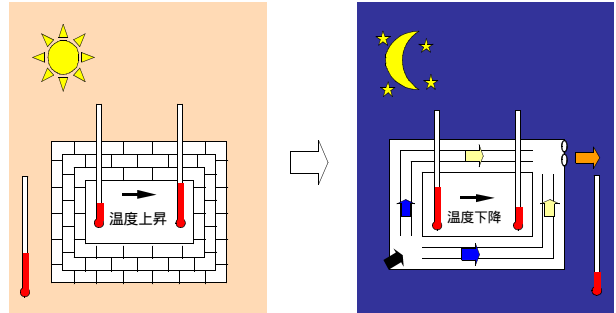


図 - 7 縦横比を大きくし対流による熱移動を行う壁構造

構造である。この断熱構造は、断熱壁高さ寸法・厚み寸法・温度差により、内部気体の自然対流発生を抑制するアスペクト比（縦横比）に等温面間を仕切り断熱壁とする構造となっている（図 - 6）。また、図 - 7 の様に上記等温面間の仕切を取りアスペクト比を大きくすれば、自然対流が発生し伝熱促進を行う壁となる。

昼間は断熱効果で室内の温度上昇を抑制



夜間は強制的に室内の熱を外部に逃がし温度降下を促進

図 - 8 断熱と伝熱を行う断熱壁

以上の様な断熱壁構造を利用すれば、外気と内気の流動を嫌い、温度の安定を望まれるような構造物・倉庫において、図 - 8 の様に昼間においては断熱壁として、外気の温度が低下する夜間においては伝熱促進壁として機能し、省エネルギー化が計られる。

3 - 2 断熱時の等温面最小厚さと挿入枚数

前述の様に本研究における鉛直方向断熱構造は、熱良伝導体を熱流に対して鉛直方向へ指向配置し、断熱壁内部には空気等の低熱伝導気体を挿入する構造である。そこで実機タイプ屋舎の断熱を行うに当たり、製作過程を考慮した断熱時等温面最小厚さと挿入枚数について、調査と数値解析により検討した。

論文等調査の結果¹⁾、アスペクト比4におけるグラフであるが、熱良伝導体でないものの仕切を1枚挿入するだけで、Ra が数千のオーダーで有れば対流がほぼ押さえられている事が解った。

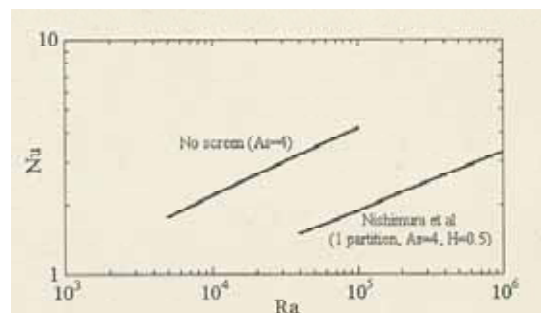
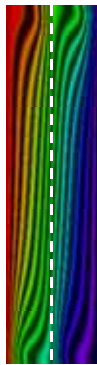


図 - 9 アスペクト比4における仕切の有る無し

またアスペクト比4において全体厚み40mm, 熱良伝導体等温面厚み200 μ m, Ra=約50000における数値解析結果を下記に示す。図-9のグラフよりデータを取るとNu=1.7前後となるが, 数値解析結果はNu=1.37と等温面の効果が表れて低い値となっている。



Gr = 70000.00
 Pr = 0.7100000
 Ra = 49700.00
 Ls/Lf = 7918.300
 (cpp)s/(cpp)f = 2004.200
 Nu(y,L) = 1.374857
 Nu(y,U) = 1.377633

図-10 数値解析結果(アスペクト比4 Ra=約50000)

以上より, 実機タイプ屋舎のアスペクト比は100に近く, アスペクト比が大きくなるとNuは減少するという伝熱工学資料の結果と, 実機タイプでの温度差から考慮してRaは数千のオーダーであることより, 熱良伝導体等温面厚みを100 μ m, 気体層厚みを20mmと決定した。

3-3 伝熱時の送風ファン選定及び設置位置決定

断熱壁構造は3層構造(図-11)とし, 気体層厚み20mmより全厚み約60mmとした。

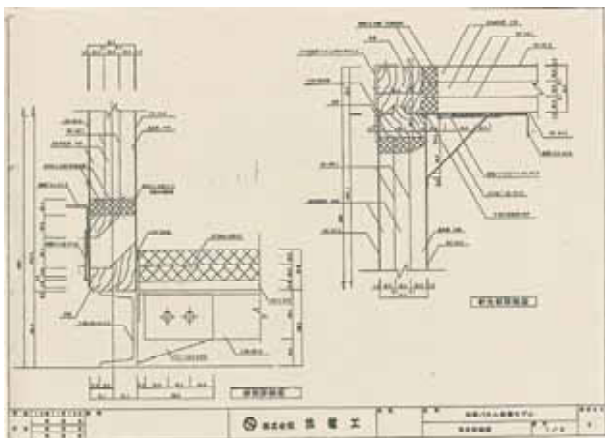


図-11 断熱壁構造

伝熱時においては, 3層構造気体層の内側層のみ流体(空気)が流れる構造とし, 最大流速は流体が流れる気体層厚み20mmにおいて乱流となる様計算によりファンを選定した。計算の結果では流速2m/sにおい

て, レイリー数 $Re=2654$ となり, 層流と乱流の境界である $Re=2320$ を少し上回った値となる。そこで目標流速を2m/sとし通路内およびディフューザ圧力損失を計算すると, $P=32.7Pa$ となった。またこの時の流量は $Q=576m^3/h$ であり, 以上の計算より有圧換気扇(ファン)を選定した。ファンには実機屋舎の場合キャブが設置されることを考慮し, 図-12の様な構造とした。



図-12 ファンおよびキャブ

送風ファンの設置は各面において熱伝達量が一定となる様, 伝熱時流体の流れによどみが生じない様に, また均一に流れる様位置を決定しなければならない。そこで, 流体の流れを数値解析(図-13)により解析しファン設置位置の決定を行った。

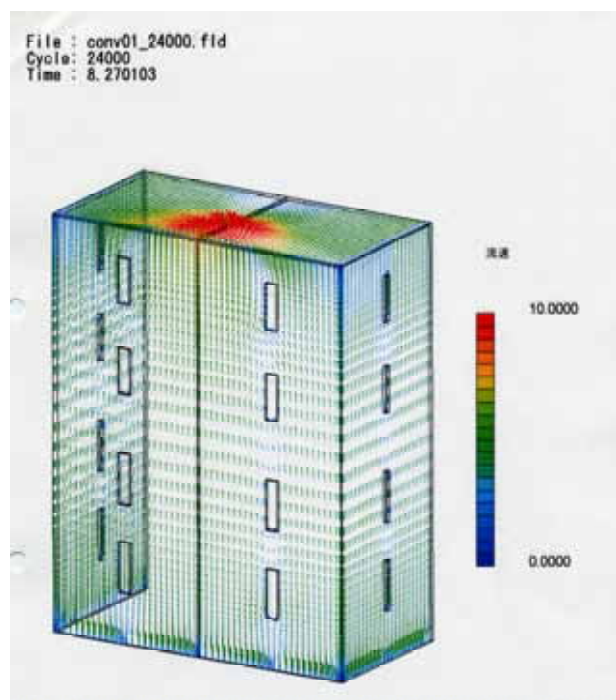


図-13 流体の数値解析結果

以上より図 - 14 の様な実機タイプ屋舎の設計を行い、図 - 15 の様に製作を行い実験を行った。



図 - 14 実機タイプ屋舎図面



図 - 15 屋舎全景

3 - 4 温度測定点

温度測定点は断熱壁構造が3層なので、内壁・外壁の内面と厚み $100\mu\text{m}$ の等温面アルミ箔2層の表面、計4点を1組とし、側面では上中下の3組、上面では4組で、対象となる壁を除き温度センサーを設置した。下面は断熱材としてネオマホーム ($\lambda = 0.020\text{W/mK}$) を用いたため、上面・中間・下面の3点を1組とし2



図 - 16 温度センサー設置状態

組温度センサーを設置した。以上より温度センサーは合計71本の設置となった。使用した温度センサーは、センサー設置による温度の乱れを最小となる様に、素線形 0.1mm のK種デュプレックスワイヤーを使用した。図 - 16 は、温度センサーであるデュプレックスワイヤーを設置している写真である。

3 - 5 内部加熱方法

断熱・伝熱の測定を行うため、実験屋舎内部温度を外気温より加熱し実験を行うこととした。屋舎内部を加熱するためオイルヒーター(図 - 17)を用い、オイルヒーターからのふく射伝熱を防ぐため、パンチングメタルを千鳥に設置したアルミケース(図 - 18)を製作し、屋舎内部温度を均一化するためファン(図 - 19)による攪拌を行った。



図 - 17 オイルヒーター

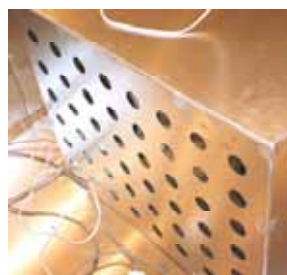


図 - 18 パンチングメタル



図 - 19 攪拌ファン

4 測定

4 - 1 温度測定方法

温度測定は側面12点、上面4点、下面3点、内部温度2点、外気1点の合計22点の測定を行った。測定は5分間隔で1測定5~10時間程度行い、測定データより温度の安定している5点、20分を用い平均値を温度データとした。

4 - 2 加熱量測定

加熱量測定は、クランプオン積算電力計を用い測定を行った。オイルヒーター・内部ファン共に、加えた電力量がすべて熱に変換されたとして計算を行った。図 - 20 に積算電力測定・温度測定の状態を示す。



図 - 2 0 測定状況

5 結果

以下にオイルヒータ加熱量 2, 3, 4 (オイルヒータ加熱ダイヤル読み値) における加熱量・熱伝導率・熱貫流率のデータを付ける。また、オイルヒータ加熱量 2 (Heater 2) における熱伝導率・熱貫流率(図 - 21) を代表に付ける。

表1 オイルヒータ加熱量2

	流速[m/s]	加熱量[W]	熱伝導率[W/mK]	熱貫流率[W/m ² K]
断熱	00	408	003	062
自然対流	01	530	0100	106
強制対流 05[m/s]	05	749	031	254
強制対流 10[m/s]	10	731	036	373
強制対流 20[m/s]	20	743	133	439

表2 オイルヒータ加熱量3

	流速[m/s]	加熱量[W]	熱伝導率[W/mK]	熱貫流率[W/m ² K]
断熱	00	526	001	039
自然対流	01	742	033	136
強制対流 05[m/s]	05	735	040	234
強制対流 10[m/s]	10	747	115	336
強制対流 20[m/s]	20	754	216	438

表3 オイルヒータ加熱量4

	流速[m/s]	加熱量[W]	熱伝導率[W/mK]	熱貫流率[W/m ² K]
断熱	00	727	009	068
自然対流	01	743	033	138
強制対流 05[m/s]	05	733	042	238
強制対流 10[m/s]	10	742	100	332
強制対流 20[m/s]	20	743	321	501

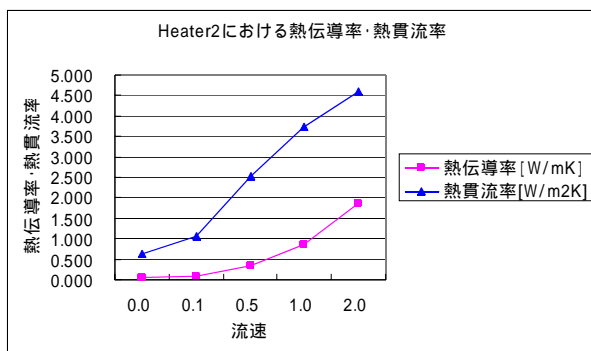


図 2 1 ヒータ加熱量 2

6 まとめ

1)断熱について

オイルヒータ加熱量 2 (Heater 2) における熱伝導率は計算した結果 $=0.053[W/mK]$ であり、このときの熱貫流率は $U=0.062[W/m^2K]$ となり、現状屋舎の熱貫流率 $U_{現}=0.89[W/m^2K]$ (九州カイロン工業より) の約 1.5 倍の断熱能力を有することが解った。

2)伝熱について

伝熱の計算結果より以下の結果を得る。

熱貫流率 $=3.00[W/m^2K]$ の場合

伝熱面積が $29.64m^2$ なので、 $3.00 \times 29.64=88.92[W/K]$

となり、たとえば外気と内気の温度差が 10 あったとすると、 $Q=88.92 \times 10=0.889[kW]$ の伝熱能力を有することとなる。

熱貫流率 $=4.00[W/m^2K]$ の場合

伝熱面積が $29.64m^2$ なので、 $4.00 \times 29.64=118.56[W/K]$

となり、たとえば外気と内気の温度差が 10 あったとすると、 $Q=118.56 \times 10=1.186[kW]$ の伝熱能力を有することとなる。

これは、一般家庭用エアコン 6 畳用の冷房能力が $2.2[kW]$ であることを考慮すると有意義な伝熱量であると言える。

参考文献

- 1) 日本機械学会著：伝熱工学資料改訂第 3 版(1975), P113
- 2) 西川兼康・藤田恭伸共著：伝熱学, p.195 ~ p.196, 理工学社(1982)
- 3) 西川兼康監修 / 北山直方著：図解 伝熱工学の学び方, オーム社(1982)
- 4) 増岡・他 3 名, 第 37 回日本伝熱シンポジウム講演論文集, Vol.1, (2000), pp335-336.
- 5) T. Masuoka, et.al., Proceedings of the 10th International Heat Transfer Conference, Vol.6, pp.385-390 (1998)
- 6) 増岡・他 3 名, 機論 (B), 60-572 (1994), 1430-1435
- 7) 増岡・他 3 名, 機論 (B), 59-568 (1993), 267-273.
- 8) 増岡・他 3 名, 機論 (B), 57-533 (1991), 243-249
- 9) 増岡, 機論 (B), 39-322 (1973), 1873-1880

熱流束制御技術に関する研究

熱流束式含水量計の開発

林伊久*¹ 大熊寿*² 工藤久*² 七ッ矢憲輔*² 上宇都幸一*³ 松尾孝美*³ 斉藤晋一*³

Study on control technique for heat flux

Development of moisture measurer using heat flux

Tadahisa Hayashi Hisashi Okuma Hisashi Kudo Kensuke Nanatuya Koichi Kamiuto Takami Matuo Sinich Saito

本研究では、多孔質層内に含まれる含水量の変化に対して多孔質層内を伝わる熱流束が異なる特性を利用して多孔質層内の含水量を簡単に精度良く測定できる新方式である熱流束式含水量計の実用化開発を行った。本研究の成果として、機械電子研究所の水分量検知技術、(有)九州シムスの金属蒸着印刷技術と大分大学の多孔質層内熱移動解析技術を応用し、多孔質層内の含水量を精度良く短時間(10秒以内)で測定出来るセンサーを開発した。また、熱流束式含水量計の商品化を実現したので報告する。

1 はじめに

熱流束式含水量計は、平成12年度より中小企業総合事業団の開発委託事業「課題対応新技術革新促進事業」において開発した製品¹⁾である。

現存する含水量計(誘電式、電気抵抗式、近赤外線式など)では、使用する電流や光が多孔質層内で散乱してしまうため、これまで食物、食品廃材、土木建材、農業用土壌等の生産原料に特有な多孔質層内部の水分量を精度良く連続測定することが出来なかった。そのため、生産現場では、原料等の水分管理不足による製品の品質低下が技術課題となっていた。本事業では、この技術課題を解決するため、著者らは、厳しい環境の生産現場での使用に耐えうる安価で手軽に精度良く、これまで難しいとされてきた多孔質層内の水分量を連続測定出来る熱流束式含水量計を開発してきた²⁾。今年度は、熱流束式含水量計の実用化開発を行った。

2 原理³⁾

今回、開発した熱流束式含水量計の測定方式は、多孔質層内部の熱移動速度を利用して多孔質層内部の水分量を簡単に測定する事を可能にした新しい方式である。多孔質層内の熱移動速度は、外部から一定の熱流束に対して多孔質層内の水分量の変化に対し一定の変

化を示す。そして、この熱移動速度の変化の挙動は、多孔質層の種類によらず一定である。熱流束式含水量計は、この現象を利用したものである。

図-1は、熱流束式含水量計の水分量測定素子詳細図である。センサー⁴⁾は、多孔質層内の水分量に対する多孔質層内を伝わる熱移動速度の変化が、微小であるため、高感度で測定できる複雑な多層構造とした。

まず、センサー内蔵ヒーターから一定熱流束を測定物に加える。図-2の様に測定物内の水分量に応じて熱移動速度に変化が生じる。熱量束式水分量測定計では、その熱移動速度がセンサーと測定物との接触面温度と一対一に対応している。熱移動速度は、接触面温度から温度上昇速度(/秒)として求める。水分量は、図-3の様に予め求めておいた測定物の温度上昇速度と水分量との相関関数から演算して求める。

熱量束式含水量計の特徴としては、水分量測定範囲が0~100%と広い。測定時間が10秒程度と短い。重量が300g以下と軽く携帯が可能である。連続測定が可能である。センサーの構造が、簡単である。堅牢で現場向きである。耐久性に優れている。等がある。

*1 福岡県工業技術センター・機械電子研究所

*2 (有)九州シムス

*3 大分大学工学部

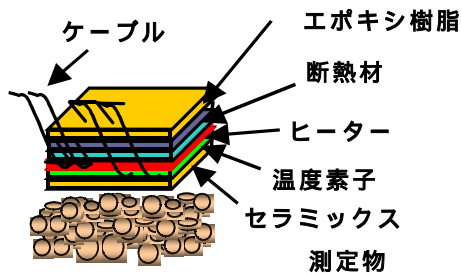


図-1 水分測定素子構成図

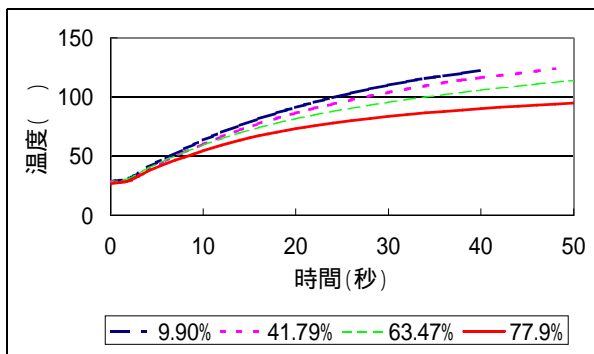


図-2 センサーと測定物との接触面温度

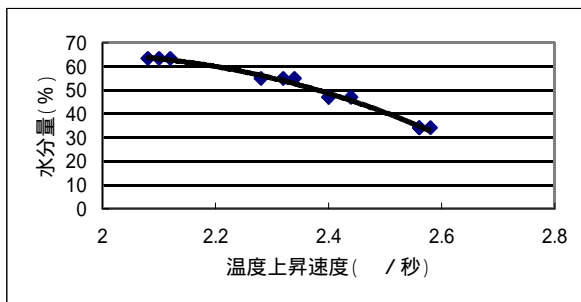


図-3 センサーと測定物との接触面の水分量に対する温度上昇速度

3 仕様

熱流束式含水量計は、図-4 に示す様にセンサと本体⁵⁾ (熱起電力変換部, 演算部, ヒーター用電力発生部, 表示部, 設定部を有する)で構成されている。

センサーは、図-5、図-6 に示す様に直挿式とサンプリング式の2種類を用意している。直挿式センサーは、生ゴミ、古紙スラッジ、廃材チップなど貯留槽に大量に貯留してある測定物に挿入し水分量を測定する場合に使用する。サンプリング式センサーは、主に食品加工現場で食品原料等を5g程度サンプリングして水分量を測定する場合に使用する。

図-5、図-6のセンサー先端部には、図-1に示した多層構造の水分量測定素子を配置している。

また、測定精度を確保するため、センサーは、ヒーターからの熱を最大限、測定物に伝え、側面からの熱損失を最小限に抑えなければならない。本研究では、

センサーの構造について詳細に検討し、センサー側面からの熱損失をヒーターが発生する全体熱量の1%以下に抑える事に成功した。



図-4 熱流束式含水量計全体概要図



図-5 直挿式センサー



図-6 サンプリング式センサー

表-1 熱流束式含水量計仕様

No	形式	THP-001
1	測定精度	±1%以内
2	測定範囲	0% ~ 100%
3	測定時間	10秒
4	測定再現性	99.55%以上
5	使用雰囲気温度	Max100
6	使用雰囲気湿度	Max100%
7	電源	3V リチウム電池 4本
9	寸法	本体190 × 88 × H27mm
10	重量	300g

4 性能評価

熱流束式含水量計の性能評価試験は、次の2段階で行った。

実験室でのサンプルを使用した性能評価試験

現場でのフィールドテストによる性能評価試験
測定物としては、生ゴミ⁶⁾、生ゴミ処理用菌床材⁶⁾、セメント、古紙スラッジ、魚肉、廃材チップ、イチゴ水耕栽培用培地等で行った。今回は、代表例として生ゴミおよび生ゴミ処理用菌床材に対する水分測定結果を報告する。

4-1 サンプルを使用した性能評価試験

本試験は、現場でのフィールドテストの予備試験としてフィールドテストで用いる測定物に対する熱移動速度(/秒)と水分量(%)の相関関数を求める事を目的とした。

試験方法は、表-2 の条件の下で下記の ~ を行い、使用する測定物の標準相関関数を求めた。また、性能は、求めた相関関数の相関係数によって評価した。

JIS によって定められている加熱重量式水分量測定法を用いて4~5種類程度の水分量の異なる測定物を試作する。

試作した測定物を用いて各水分量に対する温度上昇速度を求める。

熱移動速度と水分量の相関関数を求める。

表2に標準相関関数を求める条件を示す。

試験装置は、図-8 に示す様に自動計測装置と熱流束式含水量計本体で構成されている。図-9 は、使用した測定物の一例である生ゴミ処理用菌床材である。

表-2 標準相関関数を求める条件

No	条件項目	条件数値
1	センサーと測定物間の圧力	9.8 × 10 ⁴ Pa (1Kgf/cm ²)
2	測定物内初期温度	20
3	センサー内蔵ヒーター熱量	2W
4	測定時間	10 秒



図-8 試験装置構成図

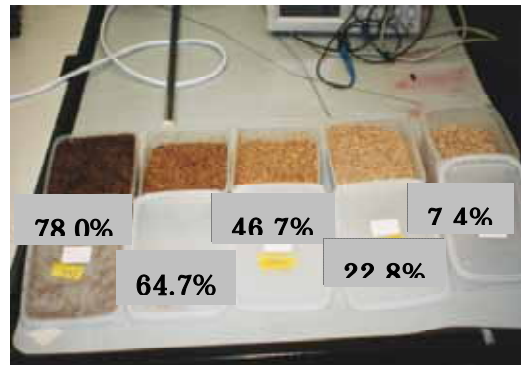


図-9 生ゴミ処理用菌床材

4-2 現場でのフィールドテストによる性能評価試験

本試験は、サンプルを使用した性能評価試験により求めた標準相関関数を使用して、実際に、生産現場に熱流束式水分量測定計を持ち込みフィールドテストを行った。図-10 に生ゴミの概要を示す。図-11 は、生ゴミ水分測定風景である。

性能は、次の2項目で評価する。

全試験の二乗平均誤差

JIS に定められた加熱重量式水分量測定法による結果を基準とする。

数回の測定における再現性

再現性は、含水量測定値の標準偏差を求め、100%から引いたものである。



図-10 生ゴミ



図-11 生ゴミ水分測定風景

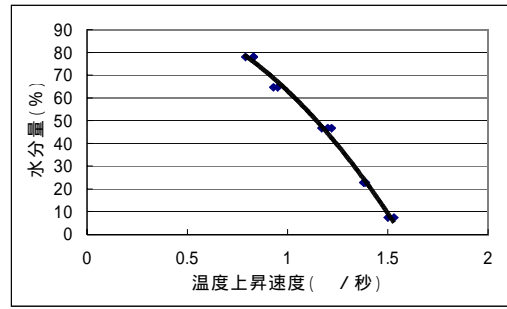


図-12 温度上昇速度と水分量の相関関

5 性能評価試験結果

5-1 サンプルによる性能評価試験結果

本試験では、一例として生ゴミ処理用菌床材についての性能評価試験を行った。表-3 に試験結果を示す。図-12 は、生ゴミ処理用菌床材に対する温度上昇速度 (/ 秒) と水分量 (%) の相関関数である。相関係数は、0.992 であった。相関式は、温度上昇速度 (/ 秒) を x 、水分量 (%) を y とすると相関関数は、

$$y = -48.008x^2 + 12.54x + 98.726$$

であった。

本試験の結果、相関係数がほぼ 1 であることから標準相関関数としてフィールドテストに使用できると判断した。

表-3 サンプルによる性能評価試験結果

No	加熱式 JIS 仕様 (%)	熱流束式水分量測定計		
		測定速度 (秒)	初期温度 ()	温度上昇速度 (/ 秒)
1	78.0	10	20.0	0.79
2	78.0	10	20.1	0.83
3	78.0	10	20.0	0.83
4	64.7	10	20.3	0.93
5	64.7	10	20.2	0.95
6	46.7	10	20.0	1.17
7	44.7	10	20.1	1.20
8	22.8	10	20.0	1.39
9	22.8	10	20.3	1.38
10	22.8	10	20.2	1.38
11	7.4	10	20.0	1.53
12	7.4	10	20.2	1.50

5-2 フィールドテストによる性能評価試験結果

本試験は、サンプルによる性能評価試験結果で求めた生ゴミ処理用菌床材の標準相関関数を基に生ゴミ処理機を用いたフィールドテストを行った。表-4 は、フィールドテストの試験結果である。

表-4 フィールドテストによる性能評価試験結果

No	加熱式 JIS 仕様 (%)	熱流束式 (%)	測定誤差 (%)	再現性 (%)
1	14.20	14.20	0.00	99.39
2		12.90	1.30	
3		14.20	0.00	
4	19.50	18.00	1.50	98.90
5		17.30	2.20	
6		19.90	-0.40	
7	19.90	21.80	-1.90	98.69
8		20.50	-0.60	
9		23.70	-3.80	
10	23.15	24.30	-1.15	99.72
11		23.70	-0.55	
12		23.70	-0.55	
13	31.84	30.70	1.14	98.63
14		33.20	-1.36	
15		33.90	-2.06	
16	39.00	36.40	2.60	99.21
17		37.00	2.00	
18		35.10	3.90	
19	32.00	33.20	-1.00	99.95
20		33.20	-1.00	
21		33.10	2.10	
二乗平均誤差			1.81	99.21

6 まとめ

本研究では、測定物に対する熱移動速度と水分量の相関関係に基づく新方式の含水量計を開発した。開発に際し次の事項を確認した。

開発した測定方式の理論が、正しい事を各性能評価試験から実証した。

開発した熱流束式含水量計が、実際に現場で十分、使用出来る事を確認した。

この技術課題に対して、温度補正を行う事で解決し測定精度、再現性等を仕様以下にする事に成功した。

表-5 は、生ゴミおよびセメント、古紙スラッジ、魚肉、廃材チップ、イチゴ栽培用培地等の測定物に対して、これまで行ったすべての性能評価試験結果を基に技術目標値と達成値を比較したものである。

本研究では、計画した技術目標は、ほぼすべて達成する事に成功した。測定の再現性については、測定物とセンサーの接触状態により平均で技術目標値に対して 0.1 ポイント低くなった。この結果を踏まえて、本研究では、これまでの市場調査により、現状の性能で十分、市場に商品として投入する事が出来る事を確認している。

熱流束式含水量計は、平成 14 年 7 月初旬より
(有)九州シムス(福岡県嘉穂郡稲築町大字山野 1963
TEL:0948-83-5252 FAX:0948-83-5253)にて、商品名「ウォーターバスター」で製造販売予定である。

表-5 技術目標値と達成値

No	技術項目	技術目標値	達成値
1	測定精度	± 1%以内(実験室) ± 2.5%以内(現場)	± 0.77%以内(実験室) ± 1.38%以内(現場)
2	測定範囲	0 ~ 100%	0 ~ 100%
3	測定速度	30 秒以内	10 秒以内
4	測定再現性	99.5%以上	99.4%以上
5	使用雰囲気温度	MAX100	MAX100
6	使用雰囲気湿度	MAX100%	MAX100%
7	価格	15 万円以下	15 万円以下

注 1)測定精度達成値の実験室および現場での数値は、平均値である。

注 2)測定再現性の達成値は、平均値である。

7 参考文献

- 1)林伊久 ほか 6 名：熱流束式含水量計の開発，平成 12 年度課題対応技術革新促進事業成果報告書，P.83 -P.86(2002)
- 2)上宇都幸一，林伊久 ほか 3 名：含水多孔質層の非定常温度特性，大分大学工学部研究報告 第 44 号，P.25-P.29(2002)
- 3)林伊久：熱流束を用いた含水量連続測定技術に関する研究，第 8 回資源環境連合会総会地域連携研究発表会，P.27-P.29(2000)
- 4)林伊久：特開 2001-343343 水分量検知センサー及びそれを使用した含水率測定方法
- 5)林伊久，ほか 3 名：熱流束式水分量測定計の開発，第 20 回計測自動制御学会九州支部学術講演会，P.241-P.244(2002)
- 6)林伊久：生ゴミ処理機含水率測定法，第 27 回機械金属連合会計測分科会，P.63-P.66(1998)

電子パッケージを対象とした面内変位2方向同時計測 システムの製作

内野 正和^{*1}、小金丸 正明^{*1}、新川 和夫^{*2}、東藤 貢^{*2}

Construction of Simultaneous Two- Directional Measurement System of In-Plane Deformation for Electronics Packages

Masakazu Uchino, Masaaki Koganemaru, Kazuo Arakawa, Mitsugu Toudou

レーザー光が粗面などによって散乱、反射することで生じるスペックルパターンを利用した計測は、その発生機構より測定面が荒れていることが条件となるため実構造物の計測には非常に適している。また、レーザーの可干渉性を利用しているため高温及び低温での計測、静的及び動的な荷重への適用が可能である。本研究では電子デバイス信頼性評価のための実計測法の確立を目的としてレーザースペックルを利用した面内変位計測システムを製作し、ICチップの計測を行った。

1 はじめに

近年、IT 新技術の言葉で代表されるように、情報、通信の融合によるデジタルネットワーク社会が進展し、全地球規模での情報量の急速なる増大化で情報データの交換、伝送の大容量化・高速化が要求されてきている。この要求に対して、電子情報システム、デバイス的高速化大規模化が進行すると共に電子機器の高性能・高機能化（複合化・融合化）と小型携帯化（高密度化）の動きが急激である。これを支えるキーテクノロジーは超高密度実装技術である。現在の技術開発は、複数部品の搭載にあたって従来の平面的に配置する二次元実装から部品を積み重ねた三次元実装により、部品間の配線を短縮、実装面積効率を高めシステムの高密度化を図っている。しかしながらその実現にはパッケージの材料や構造、組立技術の複雑化、異なったデバイスの混在、発熱対策等の課題が上げられ、その信頼性の評価技術が非常に重要となる。信頼性評価にはコンピュータシミュレーション(有限要素法等)が用いられる機会が増えてきている。しかしながらこ

の方法では境界条件を正確に与えることが困難であり、しかも解析結果は境界条件で大きく異なる。過小の強度評価は破壊に、過度の強度評価は製品重量の増加、大型化につながる。そこで実験的応力計測の重要性が再認識されているが、従来の方法では種々の欠点があり、十分有効な手段とはなっていない。例えば歪みゲージ法ではゲージを貼った点のみのデータが得られるだけで応力の分布や応力集中部の特定はできない。また、接触式なので計測条件や環境等によっては計測できない場合がある。非接触の計測法として赤外線、レーザーを利用したものがある。これらの方法は物体表面の変位分布を計測することができる。更に応力集中箇所やき裂の発生部の特定ができ、実物のパターン計測が可能である。しかしながら赤外線を用いた方法では繰り返しの外力を加える必要があり、静的な荷重、及び温度変化のある環境では計測できない。また、計測だけでは主応力の分離（最大と最小主応力を求める）ができない等の問題がある。一方、レーザーを利用した方法ではレーザー光の可干渉性を用いて変形を求めため高温及び低温での計測、静的及び動的な荷重への適用が可能である。また、散乱光を利用した計測は測定面が荒れている必要があるので実構造物への計測

*1 機械電子研究所

*2 九州大学応用力学研究所

には非常に適している。本研究ではレーザスペックルを利用した電子パッケージの微視的計測を目的として面内変位を高精度で計測可能なスペックル干渉法を利用した従来にない2方向同時計測システムを試作し、電子デバイス信頼性評価のための実計測法の確立を目指す。

2 スペックル干渉法の原理

本研究で利用したスペックル干渉法の原理¹⁾について説明する。レーザ光を粗面に照射した場合、レーザのコヒーレンシ(可干渉性)によってランダムな位相の光が重ね合い、干渉し、ざらざらと輝く斑点模様が観察される。この干渉パターンはスペックルパターンと呼ばれる。スペックル干渉法は、測定面上に2つ以上の光路を通ったレーザ光を重ね合わせた時に生じるスペックパターンを利用して変位を求めるものである。図-1に面内変位を求める光学系を示す。この光学系は測定面の法線に対して対称な2方向からレーザ光を照射し、法線方向から観察する。そして測定面が面内方向に u だけ変形したとすると、変形前後で2つの光路を通る光の位相差 ϕ は次式で表される。

$$\Delta\phi = \frac{2\pi u}{\lambda} \sin\theta \quad (1)$$

ここで、 λ はレーザの波長で、 θ は照射光が測定面の法線となす角である。

また、ここで2方向からの照射で観察面上の1点に到達する I_1, I_2 の光の振幅をそれぞれ a_1, a_2 とし、両者の位相、並びに位相差をそれぞれ $\phi_1, \phi_2, \phi = \phi_1 - \phi_2$ とするとこの点の変形前の強度は次式で表される。

$$\begin{aligned} I_{before} &= |a_1 \exp(i\phi_1) + a_2 \exp(i\phi_2)|^2 \\ &= a_1^2 + a_2^2 + 2a_1a_2 \cos\phi \end{aligned} \quad (2)$$

変形後の強度 I_{after} は変形による位相を $\phi + \Delta\phi$ とすると

$$I_{after} = a_1^2 + a_2^2 + 2a_1a_2 \cos(\phi + \Delta\phi) \quad (3)$$

となる。

次に変形前 I_{before} と後 I_{after} のスペックルパターンの差の絶対値を取ると

$$\begin{aligned} |I_{before} - I_{after}| &= |2a_1a_2[\cos(\phi) - \cos(\phi + \Delta\phi)]| \\ &= 4|a_1a_2| \left| \sin\left(\phi + \frac{\Delta\phi}{2}\right) \right| \left| \sin\left(\frac{\Delta\phi}{2}\right) \right| \end{aligned} \quad (4)$$

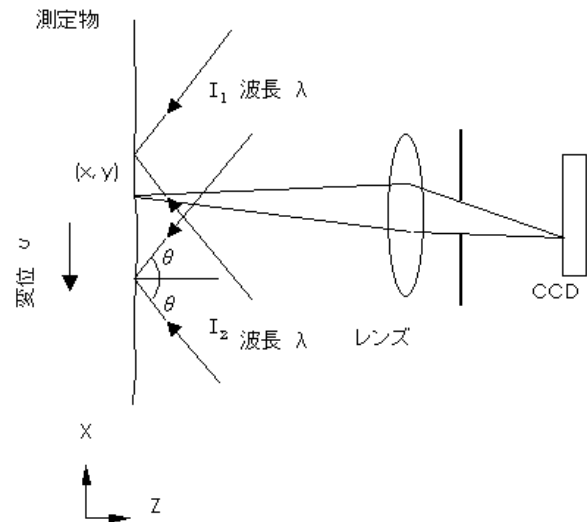


図-1 スペックル干渉法による面外変位計測系

となり、 $|\sin(\phi + \phi/2)|$ は0から1までランダムな値をとり、 $|\sin(\phi/2)|$ は位相差によって0から1まで規則的に変化する。そのため変形による位相差 ϕ が π の奇数倍 $(2n+1)\pi$ の場合は強度が最も大きくなり、偶数倍 $2n\pi$ の場合は強度がゼロとなる。これによりスペックルの干渉縞が形成される。この原理を利用し、縞分布よりレーザ照射方向の面内変位量の分布を求めることができる。

3 実験及び考察

3-1 光学計測システム²⁾

上述のスペックル干渉法ではレーザ照射方向の面内変位分布しか求めることができず、真の面内変位を求めるためには少なくとも2方向の面内変位量が必要である。しかしながら、従来の方法では照射する方向を光学素子やシャッタ等を用いて切り替えて行っており、2方向同時には計測されていない³⁻⁶⁾。2方向同時

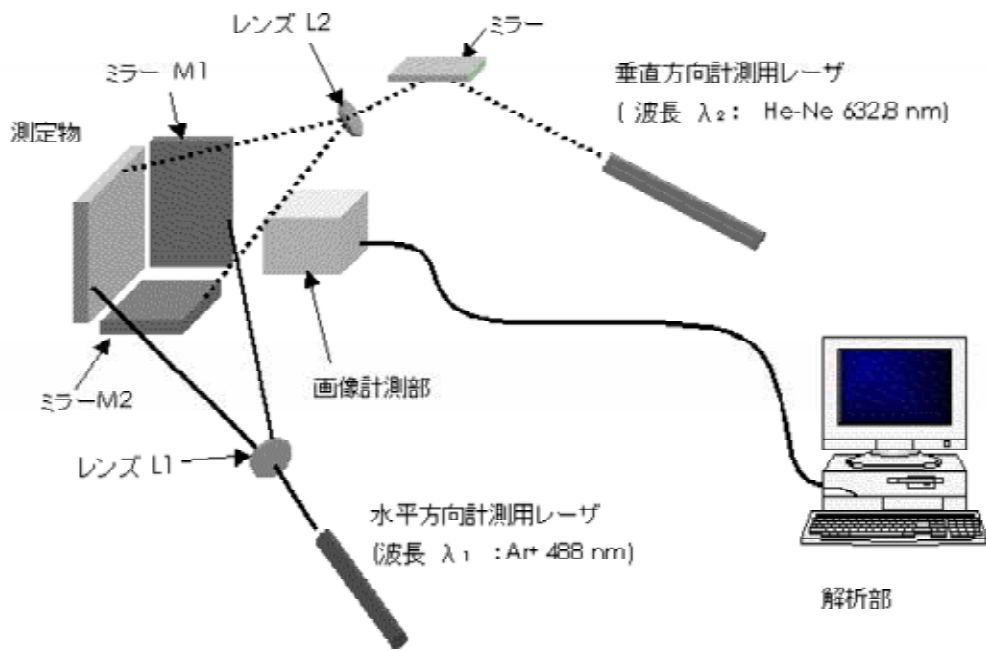


図 - 2 2方向同時計測システムの概略図

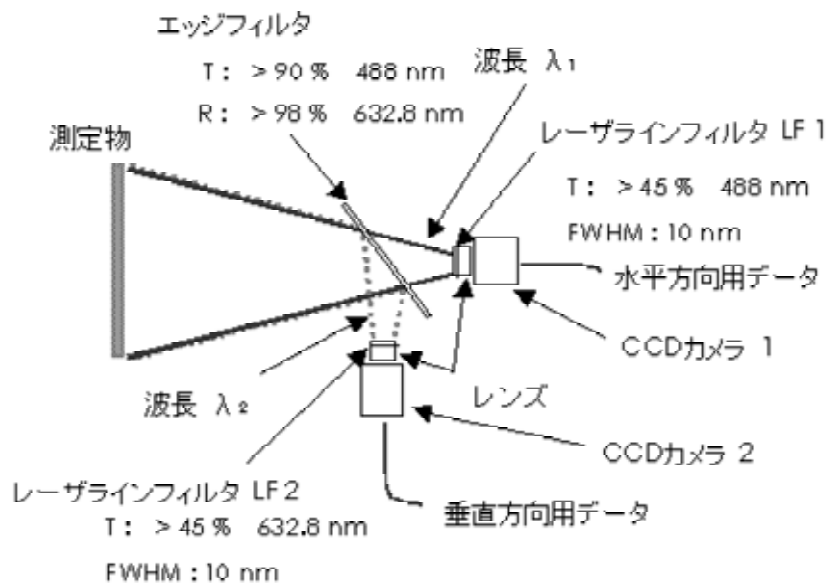


図 - 3 画像計測部の概略図

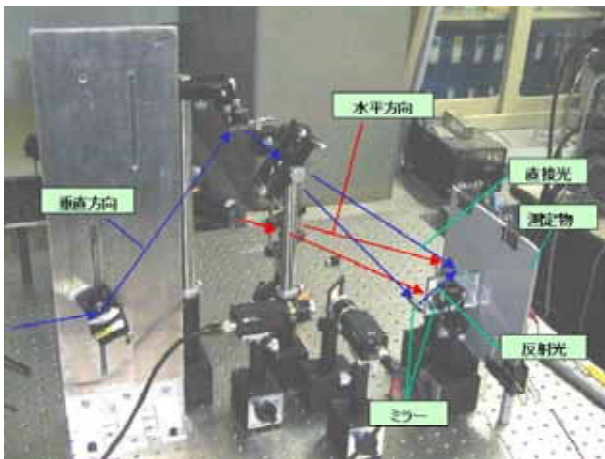


図 - 4 計測システムの全体写真

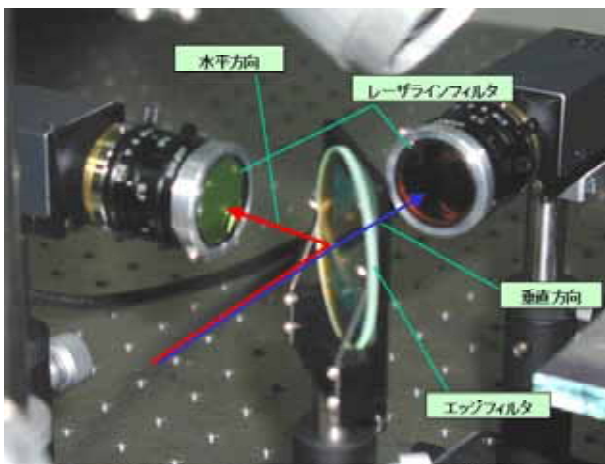


図 - 5 画像計測部の写真

計測としてはレーザー光の偏向を利用したものが報告されているが⁷⁾、この方法では測定物表面での反射・散乱による偏向状態に依存するという問題点を抱えている。そこで本研究では2種類の波長の異なるレーザーと光学フィルタを利用し、2方向同時計測装置を製作した。図 - 2 に概略図を示す。本装置はHe-Neレーザーとアルゴンイオンレーザー、画像計測部、レーザー照射系で構成されている。波長の異なるレーザーを水平方向、垂直方向から同時に計測面に照射する。それぞれのレーザー光はレンズを用いて拡大されて、一部のレーザー光は直接、測定物に照射され、一部はミラーの反射を利用して照射される。ミラーを利用することにより図 - 1 に示したように2つの光学系を通ったレーザー光を測定物上で重ね合わせ、それぞれの方向の面内変位分布

を計測する。

次に、水平、垂直方向の変位を同時に求める画像分離部を図 - 3 に示す。測定面からの散乱、反射した水平、垂直方向用の波長の異なったレーザー光は図 - 3 の画像計測部で、エッジフィルタにより2種類の波長が混在した反射光を透過と反射で大まかに分離し、CCDカメラのレンズに装着したレーザーラインフィルタを利用して目的の波長のみを透過させ、水平、垂直のスペckルパターンに分離し、2個のCCDカメラに取り込む。本システムの全体写真と画像計測部の写真を図 - 4、5 に示す。

3 - 2 計測結果

2方向同時計測を検証するため本システムを用いて熱膨張計測を行った。試料は銅板で後部側からラバーヒータを用いて加熱を行い、銅板の中心部（表示範囲：26x19mm²）を測定した。図 - 6 に2方向同時計測で得られた干渉縞を示す。²⁾ (a)は水平方向、(b)は垂直方向の面内変位で、温度差が約5（(a)-1, (b)-1）、約10（(a)-2, (b)-2）の干渉縞である。温度が増加するにつれて縞密度が増加している。また、干渉縞の間隔はほぼ等間隔に並んでいる。これは銅板の熱膨張を計測しており、試験片が等厚の板状で、更に中心部

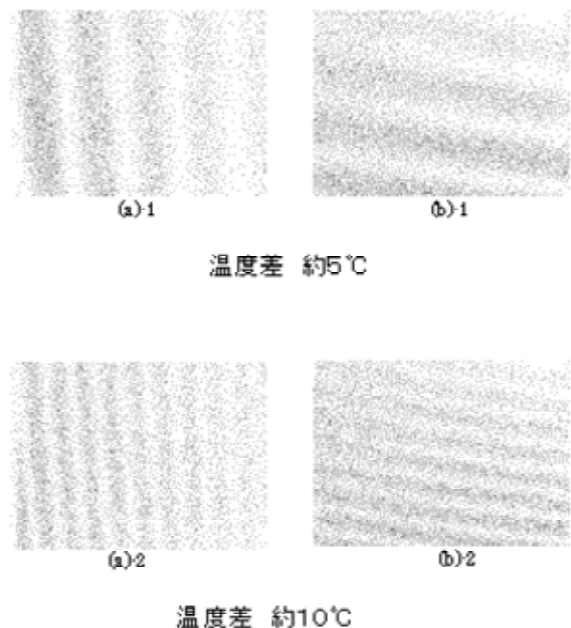
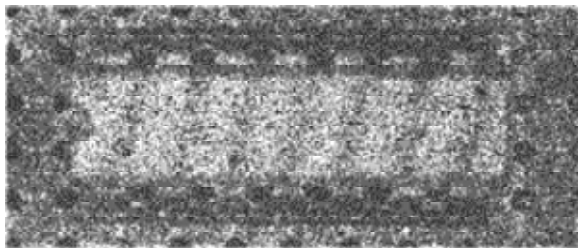
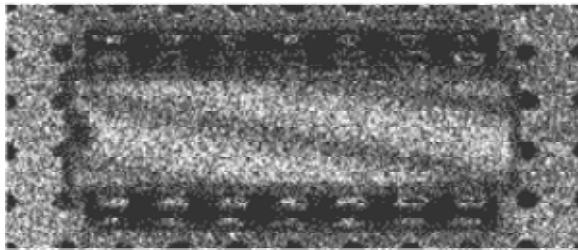


図 - 6 銅板の熱膨張の計測結果、(a)は水平方向 (b)は垂直方向の面内変位



Horizontal



Vertical

図 - 7 ICチップの変位計測結果

の計測であったためであると考えられる。次にICチップに電流を流したときの熱膨張を計測した結果を図-7に示す。ICチップを基板に装着し、基板の横側を固定している。熱が発生し、水平、垂直、両方向の変形に対応した干渉縞が得られ、電子デバイスの実装時や稼働時の計測が可能であることが確かめられた。

4 まとめ

He-Neレーザとアルゴンイオンレーザの波長の異なるレーザと光学フィルタを利用し、スペックル干渉法を用いた2方向同時計測装置を製作した。装置の応用計測として金属板、並びにICチップの動的な温度変化過程(熱膨張)の変形計測を行い、電子パッケージの信頼性評価のための実計測への応用の有効性を確かめた。今後は同時に温度変化も計測し、変位分布と温度分布との相関を明らかにし、電子デバイス実装時のよ

うな高温下での計測や稼働時の計測実験を行う予定である。また、電子パッケージの加熱方法について、ヒータ上に置いて加熱する方法も検討したが、ヒータ自身も変形してしまい、得られた結果が両者の変形を含んだものとなる。そのため試料のみに変形を与える加熱方法を検討することが今後の課題である。

5 参考文献

- 1) Pramod, K. R.: Digital Speckle Pattern Interferometry and Related Techniques, John Wiley & Sons, Ltd Press, Chichester (2001)
- 2) Masakazu, U.: Proc. APCFS & ATEM '01, Sendai, p.836-839 (2001)
- 3) Facchini, M. and Zanetta, P., An Electronic Speckle Pattern Interferometry In-Plane System Applied to the Evaluation of Mechanical Characteristics of Masonry, Maes. Sci. Technol., Vol. 6, p.1260-1269 (1995)
- 4) Ritter, R., Galanulis, K., Winter, D., Müller, E. and Breuckmann, B., Notes on the Application of Electronic Speckle Pattern Interferometry, Optics and Lasers in Engineering, Vol. 26, p.283-299 (1997)
- 5) Gong, X. L. and Toyooka, S., Investigation on Mechanism of Plastic Deformation by Digital Speckle Pattern Interferometry, Exp. Mech. Vol. 39, No. 1, p.25-29(1999)
- 6) Bowe, B., Martin, S., Toal, V., Langhoff, A. and Whelan, M., Dual In-Plane Electronic Speckle Pattern Interferometry System with Electro-Optical Switching and Phase Shifting, M., Appl. Opt., Vol. 38, No. 4, p.666-673 (1999)
- 7) Moore, A. J. and Tyrer, J. R., An Electronic Speckle Pattern Interferometer for Complete In-Plane Displacement Measurement, Maes. Sci. Technol., Vol. 1, p.1024-1030(1990)

プリント配線の電氣的導通検査技術の開発

渦電流探傷法を応用した配線検査技術の開発

古賀 文隆^{*1}

Development of New Inspection Technique for Printed Wires

Development of Wire Inspection Technique Using Eddy Current Testing Method

Fumitaka Koga

プリント配線基板の導通検査を非接触で行える新たな方法として、金属の表面、表層部の検査に適した渦電流探傷法の応用が考えられる。その中で直交コイル方式の渦電流探傷プローブの高性能化のために、有限要素法による磁界数値解析を利用して磁心形状の最適化設計を行い、プローブを試作・評価した。その結果、幅 0.2 mm の配線について配線の方向（縦、横、斜め、曲部）に関わらず断線の検出ができ、また幅 0.1 mm の直線状配線について断線検出が可能であることが確認できた。

1 はじめに

現在の電子機器のほとんど全てにはプリント配線基板が使われており、この不良は機器そのものの不良に直結している。そのため、プリント配線基板自体の検査が重要視されているが、近年、電子機器の高機能化、小形化に伴い、プリント配線基板の配線パターンは細密化、複雑化しているため検査が困難になってきている。現在プリント配線基板の検査は、外観検査やX線による検査、接触による電氣的導通検査の方法が用いられている。しかし、外観検査では不透明な膜に覆われた部分の検査ができないという問題があり、X線による検査では装置が大がかりで取扱いに注意を要するという問題がある。また、接触による電氣的導通検査では、コンタクト用のピンを接触させるためのパッドが必要、絶縁膜に覆われた部分の検査ができない、配線を傷つけ二次不良を招くおそれがある、断線箇所の特定ができない等の問題がある。そこで、これらに代わり非接触で検査が行え、断線箇所の特定も可能な新たな方法に対する要求が高まっており、非接触での金属の表面、表層部の検査が可能な渦電流探傷法の応用が検討されている¹⁻³⁾。

そこで本稿では、高空間分解能化に有利であると考えられる励磁コイルと検出コイルを立体的に直交させた構造を持つ渦電流探傷用プローブ⁴⁾について、高性能化のために付加する磁心の形状の最適化設計を有限

要素法による磁界数値解析を利用して行い、その結果に基づいてプローブを試作し、評価を行った。その結果、幅 0.2 mm の配線について配線の方向（縦、横、斜め、曲部）に関わらず断線の検出ができ、また幅 0.1 mm の直線状配線について断線検出が可能であることが確認できた。

2 動作原理

図 - 1 に直交コイルによるプローブを示す。2 個の矩形コイルを立体的に 90° 回転させて重ねたものであり、一方を励磁コイル、他方を検出コイルとして使用し、2 個のコイルの直交点近傍で欠陥検出を行う。実際には、プローブの高性能化のために、コイルは例えば図 - 1 に示したような形状の磁心に埋め込んで使用する^{3,5)}。このプローブは、動作原理としては直交 8 の字コイルを用いた渦流探傷用検出素子^{6,7)}と同じであるが、コイルが立体的に巻かれた構造であるため、平面コイルである 8 の字コイルと比較して高性能化のためのコイルの多数巻き及び小形化が容易である。ま

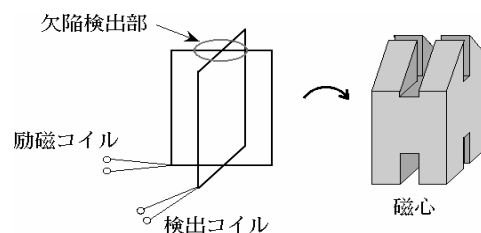


図 - 1 直交コイルによるプローブ

*1 機械電子研究所

た、8の字コイルに見られるコイル外周部の影響がなく、アレイ化^{3,6,7)}する場合に検出コイルを高密度に配置することができる利点がある。図-2に欠陥検出原理を示す。ここでは検査対象を非磁性導体とし、欠陥として非磁性導体に穴があいている場合を考える。励磁コイルに交流電流を流すことによって生じる磁束は、非磁性導体に欠陥がなければ図-2(b)の矢印のようになり、検出コイルに鎖交する磁束の成分はないので検出コイルに誘導電圧は生じない。非磁性導体に図-2(c)のような位置に穴があった場合は、渦電流の作用によって磁束が穴の部分に集中しようとする。そのため検出コイルに鎖交する磁束の成分が生じ、それによって検出コイルに誘導電圧が発生し、欠陥の検出が可能となる。

3 磁心形状の解析

図-1に示した磁心の形状を基本として、有限要素法による磁界数値解析を用いて磁心の最適な形状の導出を行った。この磁心の基本形状は、高空間分解能化と、検査時間短縮のための広領域走査を両立できるように選択したものである。図-3に解析を行ったモデ

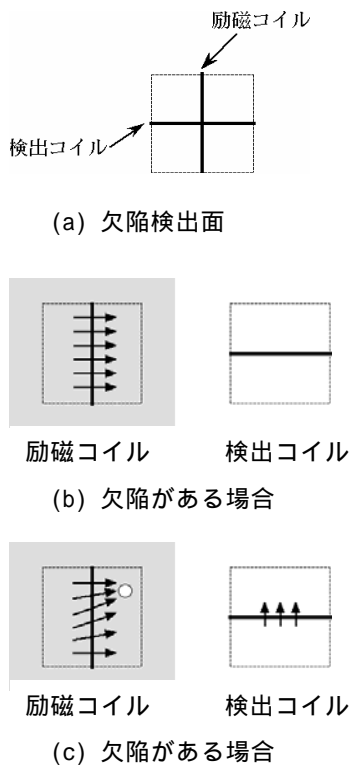


図-2 直交コイル形プローブによる欠陥検出原理

ルを示す。ここでは、磁心先端部の形状及び角度の違いによる磁束密度分布の相対的な関係を見ることを目的としたので、検出コイルを含む面と平行な面での2次元解析を行った。抵抗率 $1 \times 10^{-8} \Omega m$ 、厚さ 0.03 mm の導体板 (銅板) に 0.05 mm のギャップを設けて比透磁率 2300 の強磁性 (フェライト) 磁心を配置し、励磁コイルには 500 kHz、起磁力 1 AT となる電流を流した。

まず、プローブの高感度化のために磁心先端部により多くの磁束を集中させる形状を選定するため、図-4に示すような先端部が尖鋭な type1 と先端部に面取りを施した type2 の、形状が異なる2種類の磁心について角度 α を 25° から 90° まで変化させて解析を行った。

導体板表面における磁束密度分布の一例を、type2 の $\alpha=35^\circ$ の場合について図-5に示す。また、図-6に導体板表面における磁束密度の最大値 ($x=0$ での磁束密度値) $B(x=0)$ と磁束密度分布の半幅 (FWHM) の角度 α に対する依存性を示す。図-5、図-6の磁束密度は、 $\alpha=90^\circ$ のときの最大値 $B(x=0)$ を基準として正規化している。ここで、 $\alpha=90^\circ$ のときは type1 と type2

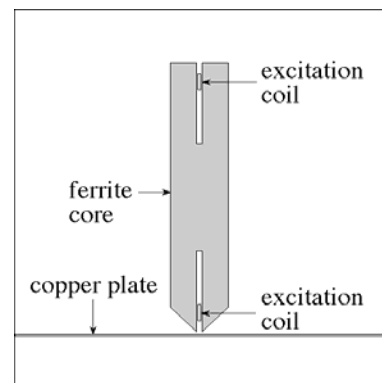


図-3 磁界数値解析用のプローブのモデル

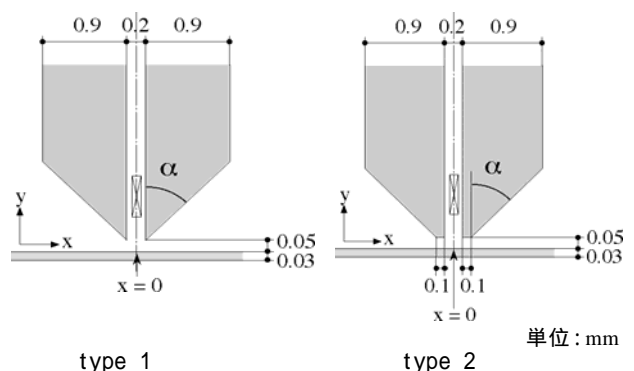


図-4 解析モデルのプローブ先端拡大図

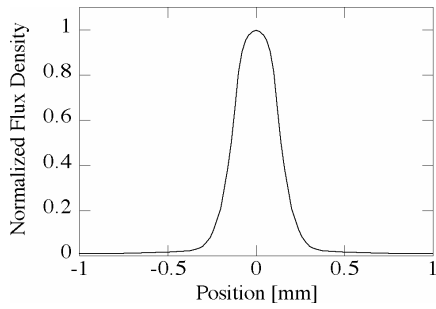
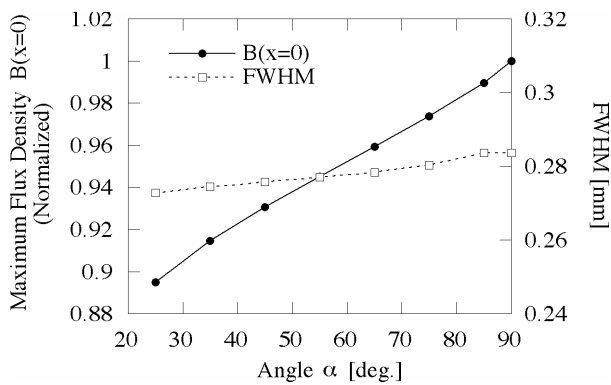
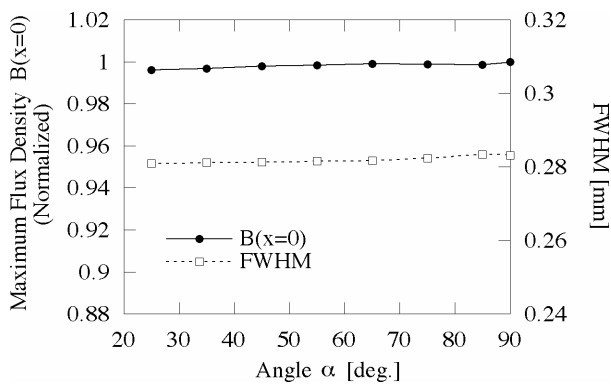


図 - 5 type 2, $\alpha=35^\circ$ における銅板表面の磁束密度分布



(1) type 1



(2) type 2

図 - 6 磁束密度の最大値 $B(x=0)$ と半値幅の角度 α 依存性

はまったく同じ形状となる。最大値 $B(x=0)$ に関しては、type1 については角度 α が大きいほど大きな値となったが、type2 については角度 α によらずほぼ一定の値となっていた。磁束の広がり具合を示す半値幅に関しては、いずれの条件についてもほとんど差は見られなかった。したがって、磁心先端の狭領域により多くの磁束を集中させるには、type 1 について角度 α を大きくするか、type 2 を採用すればよいことがわかる。

次に、本プローブは導体の傷によって生じる磁束のゆがみを検出するものであるから、導体に傷があるときの磁束分布のゆがみ（変化）を調べた。図 - 7 に示す導体板に傷（欠損箇所）を設けた 2 種類のモデル case 1, case 2 に関して、type1, type2 それぞれとの組み合わせについて角度 α を変化させて解析を行った。

傷がないときの磁束密度を基準とした磁束密度の変化の一例を type2 の $\alpha=35^\circ$ の場合について図 - 8 に示す。この図に関しても、磁束密度は導体板に傷がない

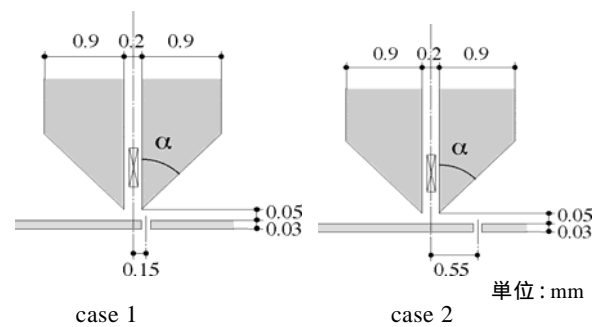
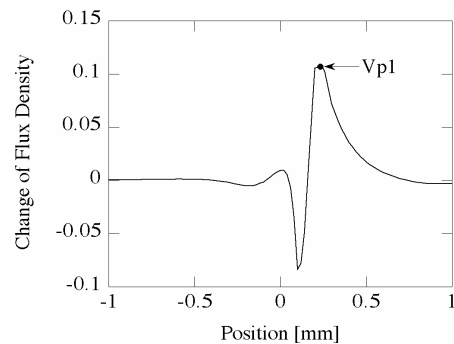
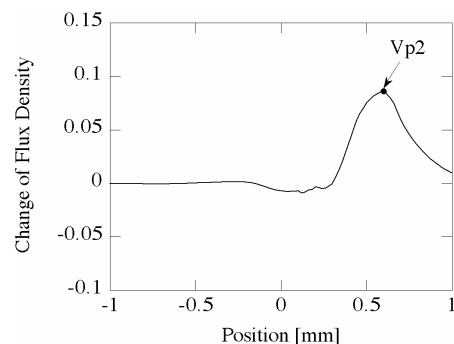


図 - 7 銅板に傷を付加した解析モデル



(1) case 1



(2) case 2

図 - 8 type 2, $\alpha=35^\circ$ における、銅板に付加した傷の影響による磁束密度の変化

場合における $\alpha=90^\circ$ のときの最大値 $B(x=0)$ を基準として正規化した値で示している。プローブが高感度であるためには、導体の傷がプローブの先端部に近い図 - 7 case1 のような場合は磁束密度の変化が大きくなければならない。一方空間分解能を考慮すると、図 - 7 case2 のようにプローブ先端から離れたところにある傷によって生じる磁束密度分布の変化は小さい方が望ましい。そこで、case1, case2 のそれぞれの磁束密度変化のピーク値 V_{p1} , V_{p2} (図 - 8 参照) の比 (V_{p2}/V_{p1}) をとって角度 α に対してプロットしたものが図 - 9 である。 V_{p2}/V_{p1} は小さい方が良く、type2 において角度 α を小さくすれば良いことがわかる。

以上のことから、先端部にわずかな面取りを施した type 2 の角度 α の小さな磁心を採用すれば、磁心先端部に磁束を有効に集中させることができ、かつ空間分解能の高いプローブが実現できると考えられる。

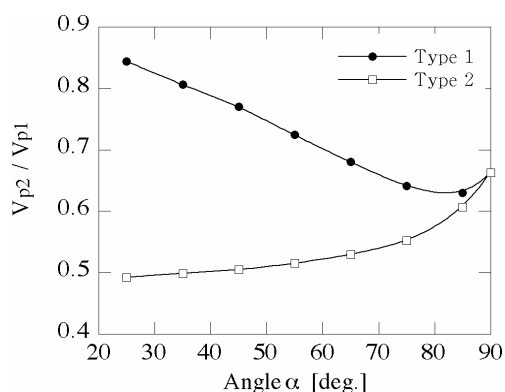


図 - 9 case 1 と case 2 における磁束密度変化の比 (V_{p2}/V_{p1}) の角度 α 依存性

4 実験

4-1 実験システム

前章の結果を基に磁心の機械的強度も考慮して、図 - 10 に示すような形状の type2, $\alpha=35^\circ$ の磁心を Mn-Zn フェライトにより作製し、溝部に励磁コイルを 10 ターン、検出コイルを 80 ターン巻いてプローブを作製した。図 - 11 に実験システム、図 - 12 に検出回路構成を示す。実験は、XY ステージを用いて試料を移動させることによりプローブを相対的に試料上で 2 次元走査し、検出コイルに誘導される電圧をロックインアンプで検出し、出力電圧をグレースケールで表示画像として表示するという方法で行った⁶⁻⁹⁾。

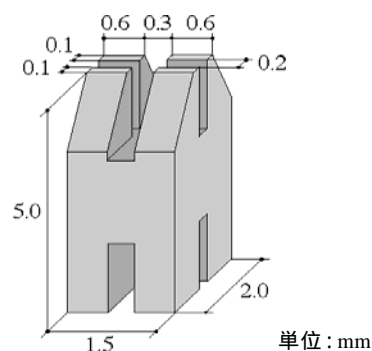


図 - 10 作製したプローブの磁心の形状

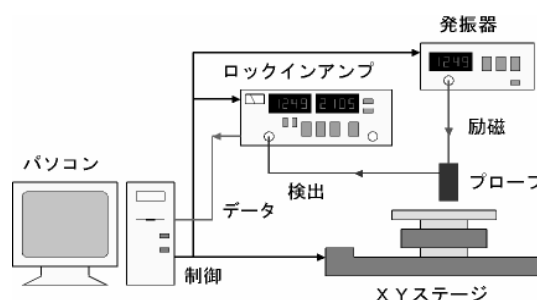


図 - 11 実験システム

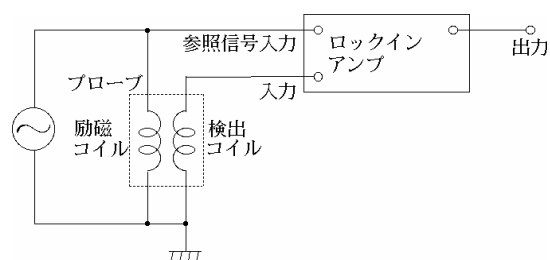


図 - 12 検出回路構成

4-2 実験結果

厚さ $30 \mu\text{m}$ の銅箔に直径 0.5 mm の穴をあけた試料をプローブで走査して得られたイメージングパターンを図 - 13 に示す。励磁周波数は予備実験で良好な SN 比を示した 800 kHz とし、励磁電流は 100 mA 、リフトオフ (試料とプローブとの距離) は $50 \mu\text{m}$ とした。走査領域は $6 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ である。ロックインアンプの同期位相は、出力電圧の変化が最も大きく現れるように設定した。図 - 13 からわかるように、本プローブは点状傷に対して直交 2 方向に正負の出力を生じる空間微分特性を有している。

配線の断線検出性能を評価するために、図 - 14 に示した 0.4 mm ピッチ (配線幅 0.2 mm , 配線間隔 0.2 mm)

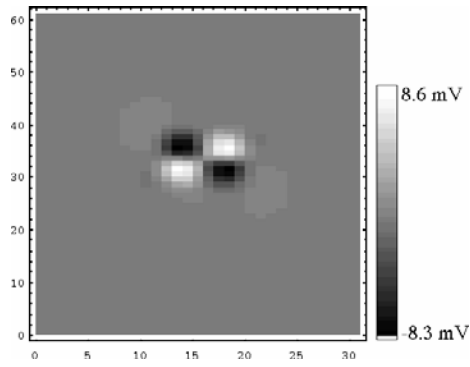


図 - 1 3 穴を開けた銅箔に対するイメージングパターン

の QFP ピッチ変換基板を試料として、白線で囲まれた 20 mm × 20 mm の領域を対象に、励磁周波数 800 kHz、励磁電流 100 mA、リフトオフ 50 μm という条件で走査を行った。この白線の領域内には 6 箇所 cutter ナイフにより断線部を設けている。得られたイメージングパターンを図 - 1 5 に示す。この図では、配線の端部や斜めの配線パターンの影響が大きく出ており、断線部のパターンを認識することは難しい。そこで、断線部のない正常な基板から得られた参照用イメージングパターンである図 - 1 6 との差をとったものが図 - 1 7 である。配線の端部や斜めの配線パターンの影響を良好にキャンセルできていくことがわかる。図 - 1 7 中の 6 箇所の円で囲まれた部分に断線部があり、a、b は縦方向配線の断線部、c、d は斜め方向配線の断線部、e は横方向配線の断線部、f は横方向から斜め方向に屈曲する点にある断線部であるが、配線に関わらず全ての断線箇所を明瞭に検出することができた。

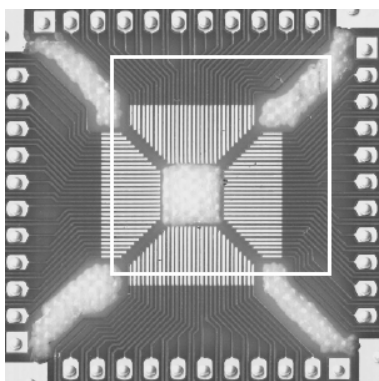


図 - 1 4 配線幅 0.2 mm の QFP ピッチ変換基板

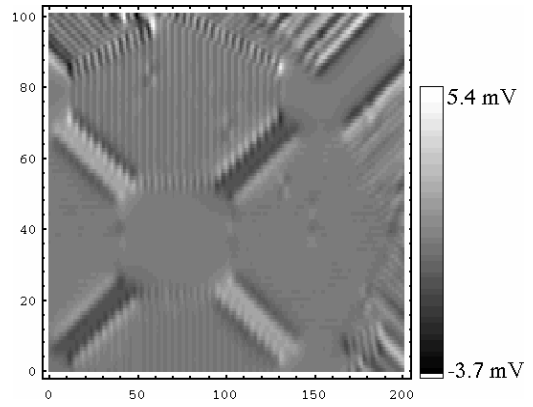


図 - 1 5 断線部を付加した QFP ピッチ変換基板から得られたイメージングパターン

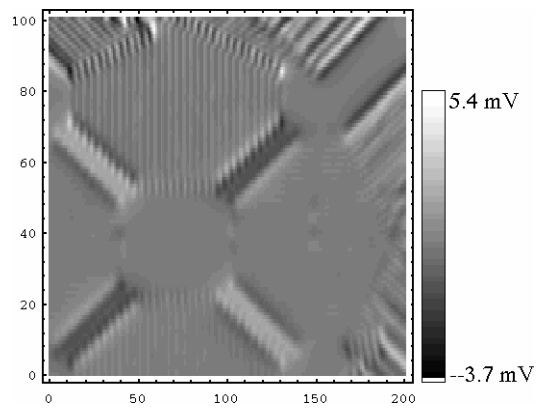


図 - 1 6 断線のない QFP ピッチ変換基板から得られた参照用イメージングパターン

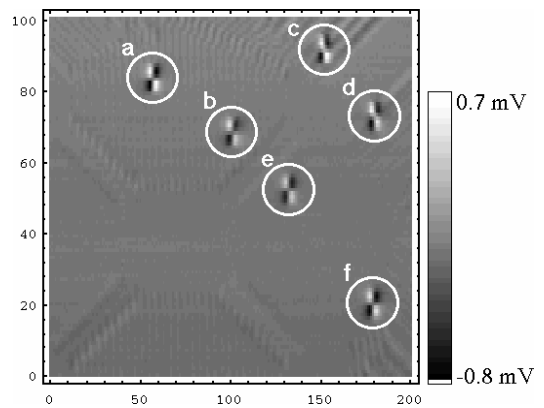


図 - 1 7 参照用パターンとの差をとることにより得られたイメージングパターン

更に、図 - 1 8 に示した 0.25 mm ピッチ（配線幅約 0.1 mm、配線間隔約 0.15 mm）の直線状配線を試料として、4 mm × 5 mm の領域を対象に、励磁周波数 800 kHz、励磁電流 100 mA、リフトオフ 30 μm という条件で走査

を行った。得られたイメージングパターンを図 - 19 に示す。走査領域内には配線 1 本のみにかッターナイフにより断線部を設けているが、図 - 19 にはその断線部に断線パターンが生じており、0.1 mm 幅配線の断線の検出が可能であることが確認できた。

5 まとめ

直交コイル方式の渦電流探傷プローブに用いる磁心形状について、有限要素法による磁界数値解析を行った。その結果、先端部にわずかな面取りを施し、先端角度を小さくした磁心形状が有効であることがわかった。更に実際にプローブを作製して評価を行ったところ、幅 0.2 mm の配線については配線の方法（縦、横、斜め、曲部）に関わらず断線の検出ができ、また幅 0.1 mm の直線状配線の断線検出が可能であることが確認できた。

本プローブは汎用性が高く、光不透過物の存在が何ら障害とならないという大きな利点があり、今後は配線の検査以外の非破壊検査や磁気イメージング⁹⁾等への応用についても検討を行う予定である。

6 参考文献

- 1) 藤城, 山田, 岩原: 日本応用磁気学会誌, Vol. 21, No. 4-2, p.769 (1997)
- 2) 中村, 山田, 岩原: 日本応用磁気学会誌, Vol. 25, No. 4, p.555 (2002)
- 3) 古賀, 櫻谷: 福岡県工業技術センター平成 12 年度研究報告, p. 83 (2001)
- 4) K. Krzywosz: Proceedings of 13th International Conference on NDE (1995)
- 5) 古賀, 笹田: 第 25 回日本応用磁気学会学術講演概要集, p. 164 (2001)
- 6) 笹田, 渡邊: 電気学会マグネティックス研究会資料, MAG-94-142 (1994)
- 7) I. Sasada, N. Watanabe: IEEE Trans. on Magn., Vol. 31, No. 6, p. 3149 (1995)
- 8) R.E. Joynson, R.O. MaCary, D.W. Oliver, K.H. Silverstein-Hedengren, L.L. Thumhart: IEEE Trans. on Magn., Vol. 22, No. 5, p.1260 (1986)
- 9) 笹田: 日本応用磁気学会誌, Vol. 24, No. 7, p.1130 (2000)

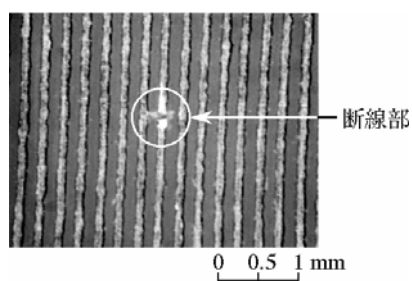


図 - 18 断線部を付加した 0.1 mm 幅配線

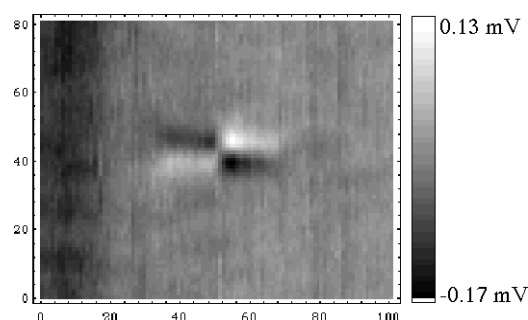


図 - 19 断線部を付加した 0.1 mm 幅配線から得られたイメージングパターン

画像処理技術を用いた微小有害生物バイオアッセイ 評価システムの開発

- 微小有害生物のバイオアッセイにおける生物作用量分析 -

百武 稔郎*¹ 水城 英一*¹ 一松 時生*¹ 土山 彬*² 荒木 広恵*²

Development of bioassay system for minute pest organisms using image processing

-Measurement of leaf-area damaged by minute pest organisms-

Toshio Hyakutake, Eiichi Mizuki, Tokio Ichimatsu, Akira Tsuchiyama, Hiroe Araki

有害生物に対する様々な薬剤は、人間の肉眼や手作業によって、生存個体数や餌の摂食量（生物作用量）を測定することで評価されているが、供試する昆虫が微小である場合、定量的な評価が極めて困難である。そこで、本研究では画像処理技術によって生物作用量を高速定量的に診断するシステムを開発する。実験では、画像処理による葉の食害部分抽出では良好に抽出できることが判明し、面積率、フラクタル理論での食害評価は、研究者の評価と同等であることが明らかになった。

1 はじめに

微小害虫を始めとする微小有害生物は一般に繁殖速度が速く、しかも近年、様々な薬剤に対し高度な抵抗性を獲得したものが多い。そのため、微小有害生物に有効な駆除薬剤の開発は、農業、衛生等様々な分野において短期間での開発を要する極めて重要な課題である。微小有害生物に対する様々な薬剤の評価は、現在、人間の肉眼や手作業によって行われているが、供試する昆虫が微小でありかつ微小吸汁性害虫などの場合、加害した生物作用量は葉上の痕跡のみである。また、人間が複雑な模様(Texture)を形成する食害痕跡を計測し評価することは曖昧さを含んでおり、正確で迅速な定量的評価は極めて困難である。¹⁾

本研究では、微小有害生物に対する生物農薬、化学合成農薬の検定における生物作用量を画像処理技術によって高速かつ定量的に診断するシステムを開発する。具体的には微小有害生物であるミナミキイロアザミウマ等に対する生物農薬の有効性を短期間で多量に解析する目的で、バイオアッセイにおいて微小有害生物を載せた試験体の葉をカメラで撮像し微小有害生物の葉への加害量を画像処理により高速に定量化(生物作用量分析)するシステムを開発する。

微小昆虫のバイオアッセイにおける迅速で高精度の定量的評価システムが確立されれば、微小昆虫を始めとする微小有害生物に有効な生物農薬、化学合成農薬等の開発期間が加速的に短縮される。

現在、(株)九州メディカルにおいて、微小有害生物の殺虫剤・忌避剤として生物農薬資材を数年の内に登録ができるように研究が押し進められており、そのためにはこの定量的評価を行う画像解析システムは必要不可欠なものである。また、このシステムは化学合成農薬や他の微小有害生物に対する新規化学合成薬剤のバイオアッセイにも応用可能であり、多くの薬品メーカーの需要が見込める。

システム開発における課題としては、食害箇所と背景(葉脈など食害箇所以外の部分)を画像的特徴量(明るさ、面積等)の違いを見つけ正確に分離すること。複雑な模様をした食害箇所を定量化すること等生物作用量を正確に識別し計測することが挙げられる。ここでは、画像処理技術等によって従来では出来なかったこれらの課題を解決し、同時に自動化について検討する。初年度では、顕微鏡に設置されたCCDカメラにより昆虫が加害した葉の画像化を行い、閾値分離法、モルホロジカル解析技術やフラクタル技術等の画像処理技術を用いて、取り込んだ画像の特徴量分析を行った。そして生物作用量の抽出について検討を行った。次年度では、分析結果

*1 生物食品研究所 *2(株)九州メディカル

を踏まえ生物作用量の高速定量システムを開発し、分析時間1/10、生物作用量認識率90%以上を目指す。

2 材料および方法

今回は対象微小有害生物をミナミキイロアザミウマとした。ニーム由来の殺虫剤を使用してミナミキイロアザミウマを載せた試験体のインゲンの葉をカメラで撮像して画像データ化した後、葉への加害量を画像処理等により定量化（生物作用量分析）を行った。そして評価方法の検討では、現在加害評価の基準となっている5段階の写真を加害判断基準とし、5段階の濃度の薬剤をインゲン葉（直径2.6cm）に塗布し、これにアザミウマを入れ25 2日間保温したのち、研究者とシステムでの加害評価を比較した。さらにフラクタル理論を応用して食害評価を葉の模様の特徴量から検討した。

2-1 食害された葉量の計測方法

インゲンの葉をデジタルカメラで撮像し、撮像したカラー画像をグレースケールデータに変換した。その画像データを食害部分を抽出し易くするためシェーディング処理、メディアン処理、ハイガウス処理をほどこし食害部分を強調した。

食害部分の濃淡値を基に二値化処理を行い、Open処理（膨張・収縮処理）により接触した食害部分と背景を分離した。

最後に食害部分の形状の特徴量を利用して食害部分を抽出した。

2-2 食害の評価方法

実験に使用した葉の全体面積と食害部分を計測し、食害部分の面積率を算出した。食害の評価は、目視判別の基準としている5段階の写真の面積率を測定し、これを判断基準として行った。

また、食害部分の模様（Texchre）は円形を基本とした複雑な形をしておりこの形状を定量化することは現在の画像処理技術では不可能である。そこで複雑な模様でもそこに規則性を見だし数値化するフラクタル理論が有る。これを適用して画像のフラクタル次元を測定し、模様の変化を基に面積率での評価と同様に5段階評価を行った。

2-3 フラクタル理論

フラクタルとは、海岸線や岩石の破断面、亀裂などの複雑、不規則な形状でかつ自己相似性のある図

形を数学的に簡便な規則性を見出して表現することである²⁾。

フラクタル次元を求めるにはいくつかの方法があるが、ここでのフラクタル解析には被覆法の正方形カバー法を採用した³⁾。これは、食害部分を一辺の長さ r_0 （ r_0 の値はそれぞれ異なる）の正方形で被覆（以下カバーと称す）し、食害部分を含む一辺の長さ r_0 の正方形の数 N を求める。すなわち、 N はある r_0 に対する正方形の個数である。 r_0 を変えたとき、 N と r_0 との関係は以下ようになる。 D はフラクタル次元である。

$$N \propto r_0^{-D} \quad (1)$$

N と r_0 を対数上にプロットし、そのプロットがほぼ直線上であれば、その勾配から D が求められる。

3 結果および考察

3-1 食害された葉量の計測

食害前のインゲン葉を撮像した原画像を図-1に示す。これに画像処理をほどこし食害部分を抽出しそのアウトラインを原画像に重ね合わせた画像を図-2に示す。図から食害部分が正確に識別されていることが解る。



図-1 食害後のインゲンの葉の原画像



図 - 2 原画像に食害部分を示した画像

3 - 2 加害量の評価

目視判別の基準としている 5 段階の写真の面積率 (面積率% = 食害面積mm² / 葉全体面積mm²) を測定した結果を表 - 1 に示す。

表 - 1 目視判別の基準画像の食害面積率

Standard	Density(%)
-	0.04
±	1.71
+	8.88
++	11.33
+++	17.06

この基準を基に、2 日間 25℃ で保管した葉の食害部分の面積率とフラクタル次元を測定し加害量を評価した。さらに研究者による加害量の評価も行い両者の比較を行った。その結果を表 - 2 に示す。

表 - 2 面積率、フラクタル次元と研究者による評価結果

判断方法															
研究者	+	+	+	+	±	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
面積率	+	+	+	+	±	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
フラクタル理論	+	+	+	+	±	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

表が示すとおり面積率、フラクタル次元による評価は研究者による評価と同等の信頼度を持つことが明らかになった。

アザミウマの食害評価では、画像処理による評価、フラクタル次元による評価と研究者による評価とでは同等の評価信頼度を得ることができた。しかし、食害部分と葉の葉脈の一部が濃度値が近いため、食害部分と葉脈が一つのオブジェクトとして認識される箇所はアッセイシステムの自動化を図る場合、さらに分割処理として分水嶺法等によるオブジェクトの分割や葉脈の面積がどの葉でも近似している場合二値画像からこの近似値を引いて食害面積とすることが考えられる。

4 まとめ

ミナミキイロアザミウマのバイオアッセイ評価システムの開発を行った。本年度は画像処理とフラクタル理論を用いて葉の食害評価を行い研究者の評価と比較し、その信頼性について実験計測をした。その結果、以下のことが明らかになった。

画像処理による葉の食害部分抽出では良好に抽出できることが判明し、面積率、フラクタル理論での食害評価は、研究者の評価と同等であることが明らかになった。

今後、形状的特等量を利用した面積率と模様を特徴量を利用したフラクタル理論での評価方法の精度、ロバスト性等を分析し、食害量の適切な評価方法を検討する。さらに、システムの自動化に伴う問題や生存個体数計測方法についても検討する予定である。

5 参考文献

- 1)河合章：ミナミキイロアザミウマの個体群管理，日本応用動物昆虫学会誌，Vol.45,No.2,PP39-59(2001)
- 2)高安秀樹：フラクタル科学，朝倉書店(1987)
- 3)Mandelbrot.B.B.:The Fractal Geometry of Nature, W.H.Freeman and Company,New York (1983)

建築材料の調湿性能の評価

古賀賢一*1

The evaluation of humidity-control performance of the building materials.

Ken'ichi Koga

近年、カビ・ダニによるアレルギーや、慢性的な多湿化による住宅の短命化等が問題となっている。建築材料メーカーは、調湿性能のある材料を開発・生産することでこれらの問題に対処しようとしている。しかし、その性能の評価はそれぞれが独自に行っているものであり、互いの優劣を判断することはできないため、材料開発の鈍化や市場形成の妨げになっている。本研究では材料の調湿性能について検討し、より適切で定量的な材料評価ができるようにすることを目標とした。

1 はじめに

最近の住宅設計は省エネルギー政策の為の高断熱高气密化が顕著になっている。これにより年中通して快適な気温を保つことは容易になったが、日本家屋で重視されていた換気の良さを犠牲にすることになり、カビ・ダニの発生によるアレルギー疾患を生み出すことになった。また屋根裏や外壁-内壁間で慢性的な多湿となり、材料が劣化し住宅寿命を縮めるという弊害もある。

このような問題が顕在化してきたため、建築材料メーカーは、調湿性能のある材料の開発・生産を進めている。材料による調湿は、古くから紙と木と土の家に住んできた日本人には受け入れやすい概念であり、実際効果があることも経験的に理解されている。

従来の調湿性能の測定では、湿度を変化させたときの試料の重量変化を測定する方法（吸放湿量測定）¹⁾と、実際に評価する試料を用いて建物を造り、室内の湿度の変化を実測する方法（モデルハウス試験）²⁾が代表的である。しかしながら、吸放湿量測定は相対湿度で 75 35・90 50 (%) 等の大きな湿度変化の雰囲気中で、試料の重量を恒量にして測定するといった非常に極端な測定である。これは実際の調湿されるべき環境とは大きく異なり、また試料による湿度の変化を測定しているわけではないので参考値にしかならない。モデルハウス試験は大規模かつ長期の測定が必要であり、材料開発の為の試験には不向きである。

2 研究, 実験方法

材料の評価にB値法を用いたものがいくつか報告されている^{3,4)}が、この方法は実際に材料が湿度を調整している現象を測定しており、より実際の状況を反映しているといえる。本研究においてもB値法を測定的手段として用いた。その手順は以下の通りである。

吸放湿が殆ど無い密閉容器(今回はガラス製デシケータ 内容積 2.85 を用いた)の内部と試料を、20 相対湿度 55%の条件で一昼夜安定させた。試料と温湿度計を入れ密閉したもの(図-1)を恒温水槽に浸漬し、温度を 30 10 に 5 刻みで変化させ、容器内部の温度と湿度の平衡値を測定した。

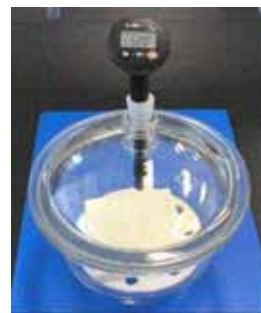


図 - 1 B 値法の測定

得られた相対湿度(%)の対数値 $\text{Log R.H.}(\%)$ を温度 $T()$ でプロットし、次の(1)式で相関した。(図-2)

$$\text{Log R.H.}(\%) = B \cdot T() + C \quad (1)$$

*1 生物食品研究所

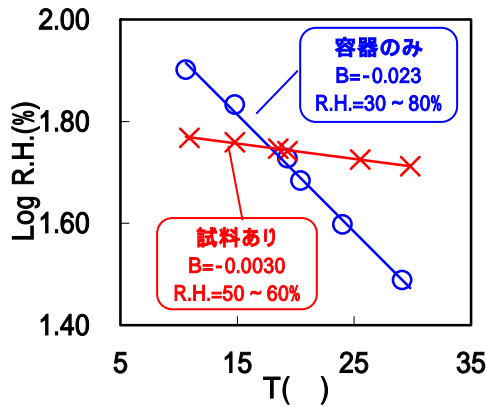


図 - 2 B 値法の測定例

傾きは容器のみでは-0.023であったが、試料が吸放湿して容器内部を調湿することにより、より絶対値の小さな値となり、この傾きの値をB値としている。

なお基準とした 20 55%については一般的に快適な温湿度であると考えられる値にした。また基準点が多少異なる場合でも、得られるB値には大きく影響しないことが解っている。⁴⁾

得られたB値の絶対値 Abs Bにより調湿性能を定量的に評価することができるが、同じ試料を用いた場合でもその量に応じてB値も変化するはずであり、異なる試料を比較するには条件を揃えなくてはならない。

この問題を検討するため、試料の量を変化させてB値を測定した。

3 結果と考察

図 - 3 は B 値法において、試料の量を変えて測定した結果である。B 値は体積・重量といった物質質量に対応して変化することが解った。なおシリコンコーキング剤で試料を被覆し、その表面積を変化させてもB値は変化せず、図 - 3 では同一の点にしか見えない。

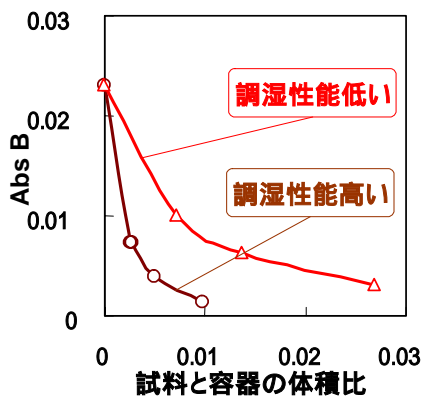


図 - 3 B 値と試料 - 容器の体積比の関係

図 - 3 でも調湿性能が高いと低いを比べることはできるが、その違いの程度を定量的に評価することはできない。

図 - 3 の傾向より Abs B と試料と容器の体積比 v/V の関係が指数関数で相関できると予想し、Abs B を対数軸でプロットした。(図 - 4) その結果プロットに直線性が見られ、(2)式の適用が可能であることがわかった。

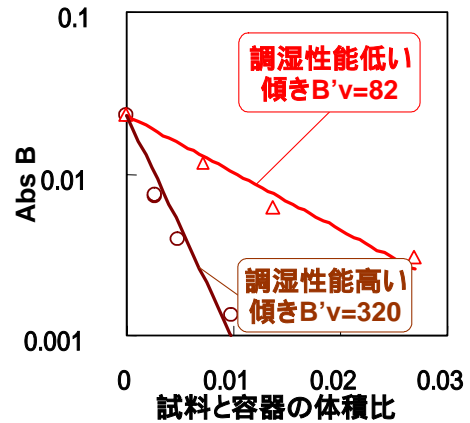


図 - 4 B 値(対数軸)と試料 - 容器の体積比の関係

$$\text{Abs B} = 0.023 \cdot \exp(-B'v \cdot (v/V)) \quad (2)$$

なお(2)式の $B'v$ は図 - 4 の直線相関の傾きに対応する値である。また図 - 4 のx軸を試料の重量と容器の体積の比 $w/V(\text{Kg}/\text{m}^3)$ とした場合にも、同様の取り扱いができ、その傾きは $B'w$ とした。

この $B'v \cdot B'w$ は B 値の試料の量に対する感度を表すものであり、この値が大きいほど調湿性能が高いといえ、材料の性能を定量的に評価できる。($B'v \cdot B'w$ 値法と呼ぶことにする)

$B'v \cdot B'w$ 値法により、代表的な内装用建材ボードを評価した結果は表 - 1 のようになった。

表 - 1 各材料の $B'v \cdot B'w$ 値

	$B'v$	$B'w$
石膏系	82	0.11
ケイ酸カルシウム系 1	320	0.31
ケイ酸カルシウム系 2	290	0.32
セメント系	470	0.37

調湿性能に乏しいといわれている石膏系ボードが、その他のボードに比べ極端に低い $B'v \cdot B'w$ となっており、この手法が調湿性能の評価に有効であることを示している。

また、 $B'w$ は $B'v$ に試料の比重を掛けた値になっているので、その順列は $B'v$ の場合とは一致するとは限らない。

材料の用途によって $B'v \cdot B'w$ の使い分けをすることで、より適切な評価が可能となる。

4 まとめ

調湿性能について定量的な測定方法を見出し、より一般性の高い性能指数の評価方法も定めることができた。この評価方法が普及すれば、建築材料メーカーの研究開発に役立ち、住環境配慮型の製品の市場形成を促すことができると期待している。

今後、この手法を用いて材料の構造・組成と調湿性能の関係について研究を進める予定である。

5 参考文献

- 1) 建材試験センター規格(JSTM) : H6302
- 2) 開発工学 : Vol.17, No.1 1998
- 3) 木質環境の科学 : p341-346 海静社 1987
- 4) Journal of the Ceramic Society of Japan:108 [2] 202-205 (2000)

木材抽出成分のアレロパシーに関する研究

- 木質廃材からのアレロケミカルズに関する研究 -

脇坂政幸*¹ 藤井義晴*² 平野吉男*¹ 小野昌志*¹

Study of the Allelopathy on Wood Extracts

-Study of Allelochemicals from Waste of Wood-

Masayuki Wakisaka, Yoshiharu Fujii, Yoshio Hirano, Masashi Ono

福岡県大川地域は家具・建具製造企業及び製材業が集積する日本有数の家具産地である。この地域において排出される木質系端材は、年間約 27 万 m³と推定され、約 50 %が焼却処分されている。これら材料の多くは、海外からの輸入材で、特に南洋材、アフリカ材、北米材から成る。今回は、これら木質系廃材の有効利用を図るため、除草剤或いは抑草剤としての利用を目的に、材中に存在する天然成分をメタノール及びメタノール/水混合系の両溶媒にて抽出し、抽出成分の他感作用を検討した。特に業界で流通量の多い品種の中から 7 種類を選抜し検討したところ、他感作用の高い樹種が確認できた。

1 はじめに

地域業界では製材に伴い非常に多くの端材の廃棄物が発生する。従って、木質系廃材のカスケード型有効利用の一手法として、材料中からの有効成分の利用技術を考えていく。特に植物は、忌避的作用物質を持つことが知られる一方、他の植物の成長を促す物質の存在も検証されている¹⁾。しかし、これら作用の詳細は良く知られておらず、どのような成分が単一、または複合的に作用するのか明らかにする必要がある。また、植物からの抽出成分には生体への作用を示すことも知られており(漢方薬など)、アレロパシー研究は今後さらに進めて行くべき分野と考えられる。

2 研究, 実験方法

2-1 対象材料

2-1-1 地域流通材の調査

1) 現在、建具関連材料を取り扱っている製材業者に関して、大川地域に於いて流通している材料の一例には以下のものが挙げられる。(皮付き丸太)

南洋材：ペルボック ラミン
ペンシル アガチス

中国材, ロシア：タモ

アカマツ

国産材：スギ クス
ヒノキ ケヤキ

北米材：スプルス ヒバ
米スギ オーク
米マツ

2) 一方、家具用材を取り扱っている製材業者に関し調査した結果では、流通材料の一部に以下が挙げられる。

丸太(原木)での流通：

ジョンコン(マレーシア), ナラ, タモ(ソ連原産)

製材品(板材)での流通：ナラ, タモ(中国, 北海道産), ニレ(中国), K S K (ケパ^ンセマソック)
ニヤトー, ラミン, ペルボック, ホワイトアッシュ, イエローポプラ

製材品(集成)での流通：メルクスパイン
ラバー

2-1-2 試験材料

上記流通材の内、業界で流通量の多い品種の中から 7 種類を選抜し、材中に存在する天然成分をメタノール溶媒にて抽出し、抽出成分の他感作用を確認した。

*¹ インテリア研究所

*² 独立行政法人 農業環境技術研究所

- ケバンス *Scaphium* sp.
- ラミン *Gonystylus* sp.
- ペルボック *Lophopetalum* sp.
- イエローボブラ *Liriodendron tulipifera* L.
- アガチス *Agahis alba* Foxw.
- ジョンコン *Dactylocladus stenostachys* Oliv.
- ホワイトアッシュ *Fraxinus americana* L.

2-2 実験方法

2-2-1 抽出試料の調整

ミルで粉碎した対象材を 500ml 三角フラスコに約 100g 採取し、メタノール 100% 及びメタノール/水 = 9 / 1 の 2 種の抽出溶媒系を調整後フラスコに投入した。これを 2 回繰り返し、室温での静置抽出を行った。抽出液は濾過後に減圧濃縮し、最終的にはバイアル中で真空脱気して乾固させた。

2-2-2 抽出物からの水可溶性分抽出と活性

操作 2-2-1 により抽出した化合物から蒸留水にて更に水可溶成分を抽出し、これを濾過分離後、80 倍 ~ 50000 倍希釈の寒天培地を調整した。この時、メタノール 100% については抽出全量から水抽出を行い、メタノール/水 = 9 / 1 では、抽出物量を全樹種一定量とし、水可溶分を抽出した。これにレタスを植え付け、幼根と幼芽の伸長率を測定し活性作用の検証を行った。結果を図 - 1 に示す。

2-2-2 水不溶物の活性

操作 2-2-1 の残さ粉末を Dimethylsulfoxide (DMSO) を用いて寒天に分散させ、2-2-1 と同様にレタス種苗の育成状態により活性作用を検証した。結果を図 - 2、図 - 3 に示す。なお、寒天：0.5%，DMSO：1%，サンプル：500ppm，100ppm で行った。

3 実験結果

図 - 1 より、7 樹種各々のメタノール抽出物における水可溶成分について、レタスの成長を観察したところ、幼根では濃度依存性が伺え、高濃度での成長抑制と、低濃度での成長促進パターンが見られた。これを樹種個別に評価した場合、MeOH100% 抽出系ではモクセイ科のホワイトアッシュにおける幼根 (R) の成長抑制効果が約 75% (= 伸長率 25%) と他の樹種に比較し相対的に高く示された。

また、図 - 2 及び図 - 3 から、水不溶成分の寒天分散系におけるレタスの生長阻害活性では、ゴニスチル

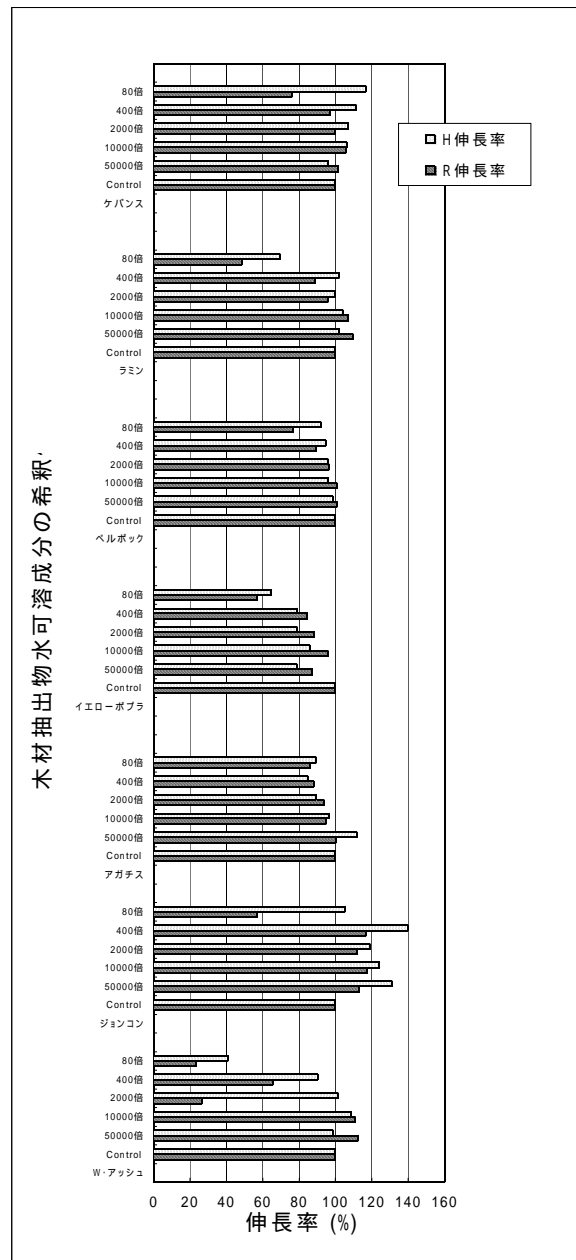


図 - 1 水可溶部のレタスに対する成長阻害作用
R (Radicle) = 幼根, H (Hypocotyl) = 下胚軸

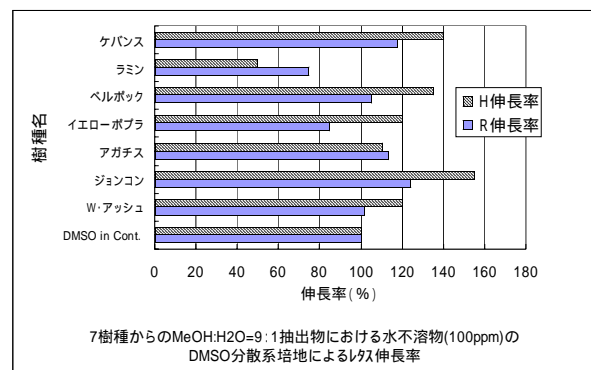


図 - 2 水不溶部 (100ppm) のレタス成長に対する影響

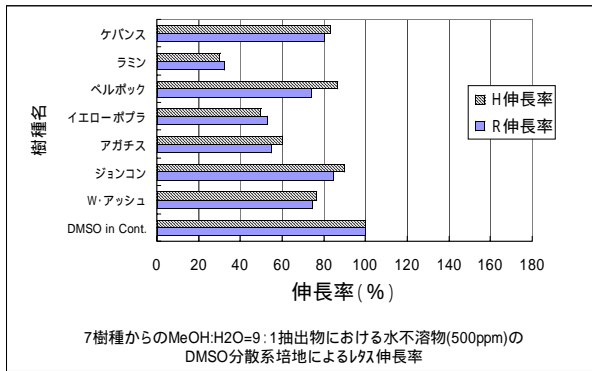


図-3 水不溶部(500ppm)のレタス成長に対する影響

科のラミンにおいて、最も抑制効果が高く、さらに分散濃度による差から、濃度依存性が認められた。

一方、メタノール：水 = 9：1の溶媒抽出系における、水可溶成分の同条件での活性パターンは全樹種とも阻害活性は殆ど無いが、水不溶成分系は図 - 2，図 - 3と同様の傾向を示し、レタス成長に対するラミン材の阻害作用が伺えた。

4 まとめ

以上より、今回の樹種の系では、総合的に水可溶成分系での成長阻害物質は期待できないが、水不溶成分系における成長阻害物質含有樹種としてラミン材がうかがえる。ラミン材は人体の呼吸器系へのアレルギー誘発²⁾がえる事を併せ、他感作用性が考えられる。

5 参考文献

- 1) 藤井義晴：アレロパシー，農文協（2000）
- 2) A.D.Howie：Thorax，vol.31，p585（1976）

AIアプローチによる3次元設計と加工工程自動化に関する研究 (2)

-ロボットサンダーを用いた高付加価値家具の商品開発-

永田寅臣^{*1} 藤本佳宏^{*1} 津田邦博^{*2}

Automation of 3D Design and Manufacturing Process Using AI Techniques - Development of High Value Added Furniture Using Intelligent Sander Robots -

Fusaomi Nagata, Yoshihiro Fujimoto and Kunihiro Tsuda

平成9年度～11年度の新技术研究開発特別事業（テーマ名：ロボットの力制御による木質材料の研磨工程自動化に関する研究）と、平成12年度～13年度の戦略プロジェクト研究開発事業（テーマ名：AIアプローチによる3次元設計と加工工程の自動化に関する研究）の成果により、教示レスで利用できるロボットサンダー「インテリジェント・サンダーロボット」を開発した。これにより、従来の自動研磨装置では対応できなかった自由曲面を有する木質ワークの自動研磨が可能になり、インテリア商品に採り入れることができる形状デザインの自由度が大きく広がった。本稿では、従来技術では製作が困難であった自由曲面を積極的に採り入れた木製ベンチと木製テーブルの商品開発支援に取り組んだので報告する。

1 はじめに

木製家具の製造工程における研磨作業は、ワイドベルトサンダーによる平面の木地研磨と、プロフィールサンダーやNC制御式ベルトサンダーによる単純曲面の木地研磨などで機械化されているが、自由曲面の研磨や膜厚の薄い塗装面の研磨にはほとんど対応できておらず、熟練者による手作業で行われているのが現状である。特に、塗装工程においては、仕上げ品質を高めるために塗装→乾燥→研磨といった作業が数回繰り返される中でその都度、数百 μm 程度の塗膜から数十 μm 程度の研磨加工（取り代調整）が必要とされる。ところが、作業中には木質ワーク特有の収縮、反り、ねじれに起因する数mm程度にも及ぶ寸法変化が生じるだけでなく、ワーク移動に伴う固定位置の誤差が発生するため、繊細な取り代調整を行うことが難しく、特に自動化が困難だとされていた。今後、形状デザインに付加価値を求めた商品開発により市場での競争力を高めていくには、自由曲面を有するワークに適応できる研磨システムの先導的な開発支援が不可欠と思われる。

平成9年度～11年度の新技术研究開発特別事業（テーマ名：ロボットの力制御による木質材料の研磨工程自動化に関する研究）と、平成12年度～13年度

の戦略プロジェクト研究開発事業（テーマ名：AIアプローチによる3次元設計と加工工程の自動化に関する研究）の成果により、教示レスで利用できるロボットサンダー「インテリジェント・サンダーロボ」を開発した^{1～9}。これにより、従来の自動研磨装置では対応できなかった自由曲面を有する木質ワークの自動研磨が可能になり、インテリア商品に採り入れることができる形状デザインの自由度が大きく広がった。本稿では従来技術では製作が困難であった自由曲面を積極的に採り入れた木製ベンチと木製テーブルの商品開発支援を行ったので報告する¹⁰。

2 インテリジェントサンダー・ロボ

図-1には、インテリジェントサンダー・ロボの全体図を示す。本システムでは、アタッチメントを介してアーム先端に様々な研磨工具を搭載できる設計としている。特に、これまで実際の研磨作業の現場で実績のあるダブルアクション(DA)サンダー、オービタルサンダー、ストレートサンダーなどの安価な工具を直接使用できるように工夫した。図-2に示すDAサンダーは円形の弾性パッド部が偏心運動と回転運動を同時に行うため、研削量が多いだけでなく非常に高品質な表面性状を得ることができる。一般的にエアー駆動の研磨工具は高周波の振動を発生するため、力覚センサからの生データには多くのノイズが含まれている。そこで、30 Hz程度のカットオフ周波数でフィルタ処理した信号を力覚

*1 インテリア研究所

*2 株式会社エーエスエー・システムズ

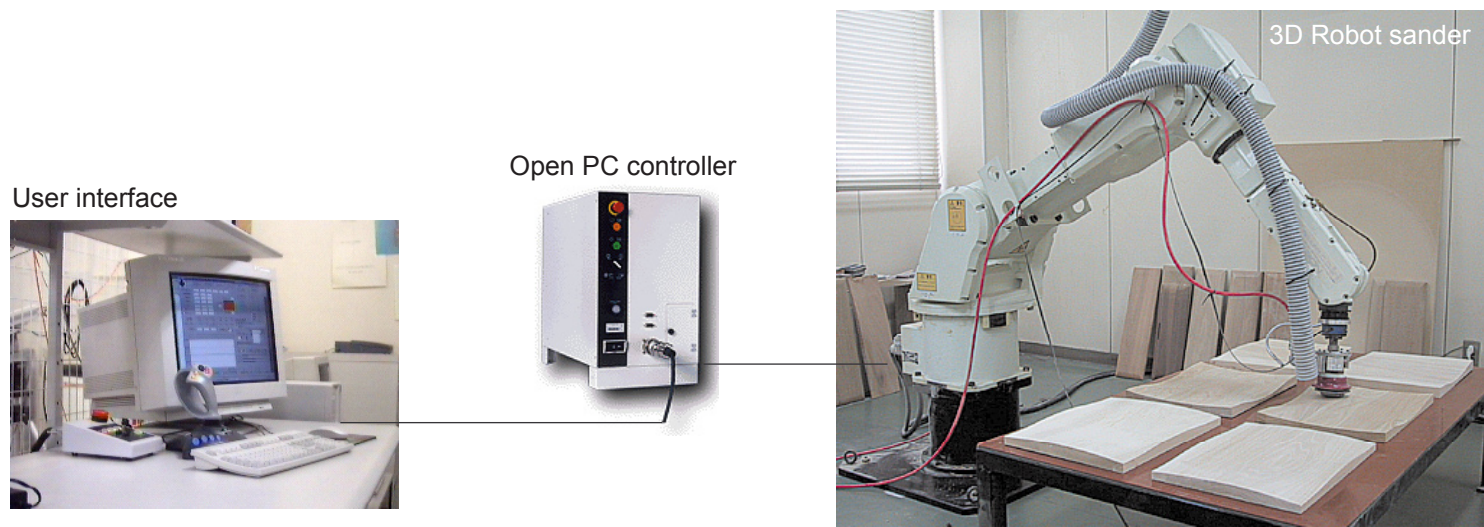


図-1 インテリジェントサンダー・ロボ (FS20) のシステム構成図

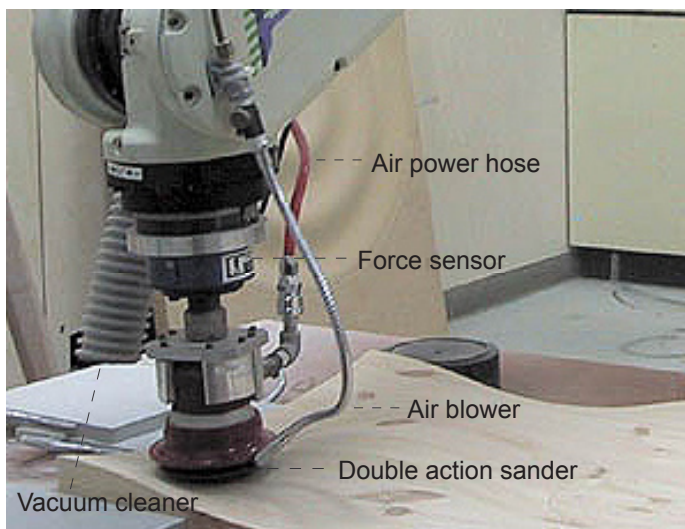


図-2 磨き仕上げに使用したダブルアクションサンダー

フィードバックに用いた。また、研磨中に発生する木粉塵や塗装粉塵をエアブロワで吹き飛ばしながら運転することで、研磨紙の目詰まりを大幅に軽減することができた。

ユーザは、研磨するワークに応じたカッターローションデータを選択し、接触力や送り速度などの研磨条件を与えるだけで、ロボットサンダーを操作することができる。従来の木工用の自動研磨装置では対応できなかった3次元自由曲面をフレキシブルに研磨できること、数百 μ m程度の塗装面の仕上げ研磨が可能なることを大きな特徴とする。

3 曲面を多用した家具の商品開発事例

最近、中国をはじめとしてアジア地域からの安価な輸入家具が増加傾向にある。国内メーカーが人件費の安いアジア地域での生産にシフトしていること、CAD/CAMシステムやNC工作機械などの生産システムが利用され始めたことなどの理由により、安価で高品質な量産型家具の生産が可能になっている。今後、海外からの輸入家具に対して国内で生産される

表-1 CAMのメインプロセッサの設定例

Model size	340 x 430 x 30 [mm]
Tool diameter	15 [mm]
Tool corner radius	7.5 [mm]
Tool axis	Normal to part
Tolerance	Intol/Outtol = 0.01/0.01
Cut method	Zigzag surface
Pick feed	3 [mm]
Feed rate	3000 [mm/min.]
Spindle rotation	13000 [rpm]

家具が優位性を確保しながら差別化を図っていくためには、付加価値の高い商品の先行的開発支援が不可欠である。ここでいう高付加価値商品とは、低価格競争に左右されず生産者側が十分に利益を確保できる商品であり、ある程度の出費を伴っても消費者に欲しいと思う気持ちを抱かせることができるものでなければならない。本節では、このような具体的な企業効果をイメージしながら、開発したインテリジェント・サンダーロボを用いて高付加価値商品の開発支援を行ったので紹介する。

3-1 自由曲面の生成とNC加工

まず、自由曲面については、JW_CAD(2次元CAD)の円弧曲線で作成した自由曲線をDXF形式に変換し、Unigraphics(3次元CAD/CAM)に転送後、パートファイルに変換した。その後、Unigraphicsの面貼り機能により自由曲面を作成し、CAM機能により渦巻きパスやジグザグパスからなるNCデータを作成し、NC工作機械を用いて3次元加工を行った。表-1には、CAMのメインプロセッサの設定例を示す。

3-2 自由曲面を採り入れた椅子の座面と背板

図-3に示すポプラ材を用いた椅子の座面は、図-4のように異なる曲線間に滑らかな面を構成したモデルから作成したCLデータを基にNCデータを作成し、NC



図-3 塗装面の研磨を行った椅子の座面

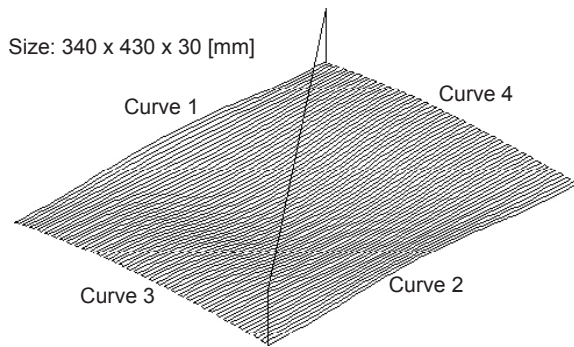


図-4 図-3のワークで使用した自由曲面

表-2 研磨条件の設定例

Workpiece	Poplar
Size (mm)	340 × 430 × 30
Desired contact force (kgf)	2.0 → 2.0 → 1.5 → 1.0
Profiling velocity (mm/s)	30 → 30 → 35 → 40
Pick feed (mm)	20
Air pressure (kgf/cm ²)	6.0 → 5.5 → 5.0 → 4.0
Paper's diameter (mm)	65
Paper's roughness (#)	80 → 220 → 400 → 600

表-3 ロボットサンダーの制御条件の設定例

Desired mass coefficient (kgf · s ² /mm)	M_{d1}, M_{d2}, M_{d3}	0.01
Desired damping coefficient (kgf · s/mm)	B_{d1}, B_{d2}, B_{d3}	20
Force feedback gain	K_{f1}, K_{f2}, K_{f3}	1
Transformation gain		
for translational velocity	K_{v1}, K_{v2}, K_{v3}	0.08
for rotational velocity	K_{v4}, K_{v5}, K_{v6}	0.035
Integral control gain	K_{i1}, K_{i2}, K_{i3}	0.0005
Feedforward gain	K_{r1}, K_{r2}, K_{r3}	0.5
Sampling width Δt (ms)		10

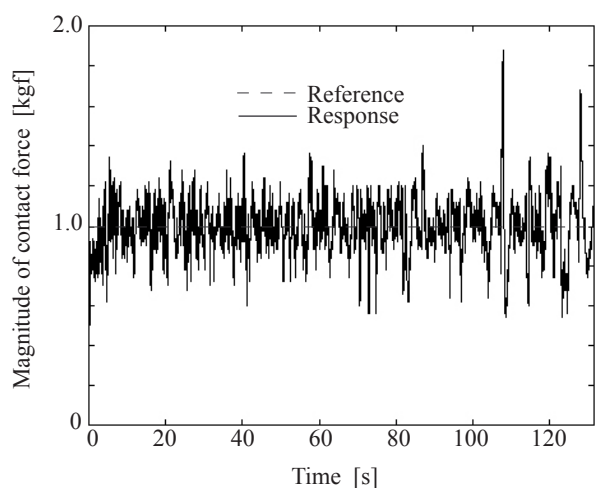


図-5 研磨中の DA サンダーの押下力の変化

工作機械で加工した。このような自由曲面を有するワークは、従来の自動研磨装置では適用することが困難な代表的形状である。また、機構上の動作範囲の制限や動作自由度の低さにより、図-3のような幅の広いワークに対しては、一括で研磨することが困難となっていた。ロボットアーム先端に装着した研磨工具は、パッド部直径 100 mm、パッド厚 10 mm、偏心径 5 mm、重量 900 g のエア駆動式 DA サンダーである。DA サンダーは、ワーク表面の法線方向から接触させながら做わせることで良好な仕上げ面を得ることができる。

さて、NC 加工後のワークには 1 mm 以上の高さのナイフマークが工具の送り幅 (5 mm) ごとに発生しているため、最初に砥粒度 #80 の研磨紙で木地研削を行いナイフマークを除去した後に、#220、#400 の順番で木地研磨を行った。その後、サンディングシーラー (透明塗料) を塗装し乾燥させた後に、#220、#400、#600 の順番で塗装面の研磨を行った。表-2には、その他の研磨条件を示す。なお、DA サンダーのパッド部に貼付した研磨紙の直径 (65 mm) は、NC 加工で使ったフラットエンドミルの直径 (15 mm) に比べて非常に大きい。そのため、メインプロセッサで送り幅を 20 mm にセットし直して CL データを作成し、それを研磨ロボットの做い制御器の目標軌道に用いた。また、この CL データは、ワーク表面にサンダーマークが発生しないように、木目方向に沿ってサンダーを移動させるためのジグザグパスで構成するとともに、周囲の過研磨 (面だれ) を防ぐためにワークの輪郭より 15 mm 程度内側へオフセットしたサイズで作成した。表-3には、ロボットサンダーに設定した制御パラメータを示す。図-5には、塗装面の研磨時に DA サンダーとワーク間に発生した接触力の変化を示す。使用した径路がジグザグパスであったため、DA サンダーの進行方向が変化した場合にいくつかのスパイクが発生しているものの、目標値まわりの良好な応答が確認された。

つぎに、目視および手の平による触覚検査により、木地研磨後および塗装面研磨後のワーク表面を評価したところ、研磨斑、面だれなどが発生することなく非常に綺麗な表面性状が確認された。東京精密社製の粗さ測定器 (Surfcom 1400A-3DF) で算術平均粗さ (Ra) と最大高さ (Ry) を測定した結果、木地研磨後では $1 \mu\text{m}$ (Ra), $3 \mu\text{m}$ (Ry), 塗装面の研磨後では $0.2 \mu\text{m}$ (Ra), $1 \mu\text{m}$ (Ry) 程度の値であった。

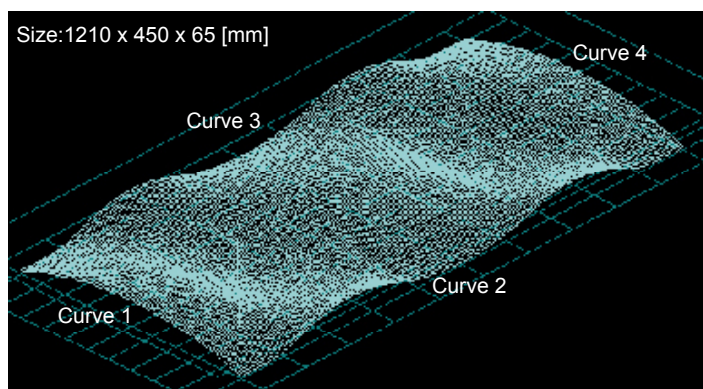


図-6 曲率の大きな自由曲面を用いた木製ベンチ



図-7 NC加工後のナイフマーク

表-4 研磨条件の設定例

Workpiece	Mahogany
Size (mm)	1210 x 450 x 65
Desired contact force (kgf)	2.0 → 2.0 → 1.5
Profiling velocity (mm/s)	30 → 35 → 40
Pick feed (mm)	20
Air pressure of tool (kgf/cm ²)	6.0 → 5.5 → 5.0
Paper's diameter (mm)	65
Paper's roughness (#)	60 → 120 → 220

表-5 ロボットサンダーの制御条件の設定例

Desired mass coefficient (kgf·s ² /mm) M_{d1}, M_{d2}, M_{d3}	0.01
Desired damping coefficient (kgf·s/mm) B_{d1}, B_{d2}, B_{d3}	20
Force feedback gain K_{f1}, K_{f2}, K_{f3}	1
Transformation gain	
for translational velocity K_{v1}, K_{v2}, K_{v3}	0.08
for rotational velocity K_{v4}, K_{v5}, K_{v6}	0.035
Integral control gain K_{i1}, K_{i2}, K_{i3}	0.0005
Feedforward gain K_{r1}, K_{r2}, K_{r3}	0.5
Sampling width Δt (ms)	10

3-3 自由曲面を積極的に用いた木製ベンチ

前節のワークで使用した自由曲面は、曲率の小さい自由曲線から構成しているため、NC加工と3次元研磨を比較的スムーズに実行できた。本節では、アトラクティブなベンチの座面をイメージしながら、より大きな曲率を持った自由曲線を用いて3次元曲面を作成し

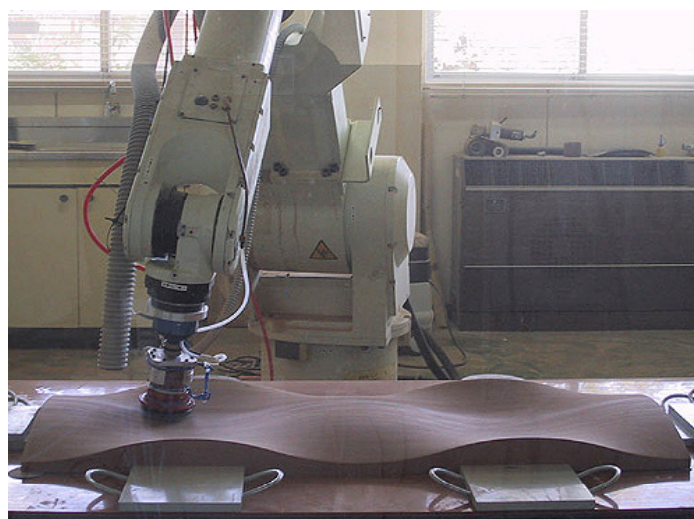


図-8 DAサンダーによる研磨風景



図-9 商品化された木製ベンチ

た。図-6には、3次元加工で使用したNCデータの軌跡を示す。材料には硬い材質のマホガニーを使用した。図-7には、NC加工後のワーク表面を示しているが、ナイフマークがNC工具の送り毎に残っているのを確認できる。ロボットサンダーによる3次元研磨加工では、このナイフマークを除去し、下地塗装を施すための木地を生成する。表-4と表-5にはそれぞれ、ロボットサンダーの研磨条件と制御条件を示す。図-8には研磨風景を示しているが、従来の研磨装置では全く対応することができなかった曲率の大きな自由曲面もフレキシブルに研磨できることを確認した。図-9には、商品化された木製ベンチを示す。特に、座面形状とともに脚の設計は重要であり、座面の高さが座り心地、使いやすさに大きな影響を及ぼすため¹¹⁾、評価値¹²⁾を参照しながら脚部のサイズを決定した。このように、自由曲面を積極的に採り入れるとともに、ユーザの動作特性を考慮した座面高さとなるように脚部を設計することで、価格競争に左右されない高付加価値なインテリア商品を製造することが可能になる。

3-4 自由曲面を採り入れた木製テーブル

つぎに、自由曲面を採り入れた和風テーブルの開

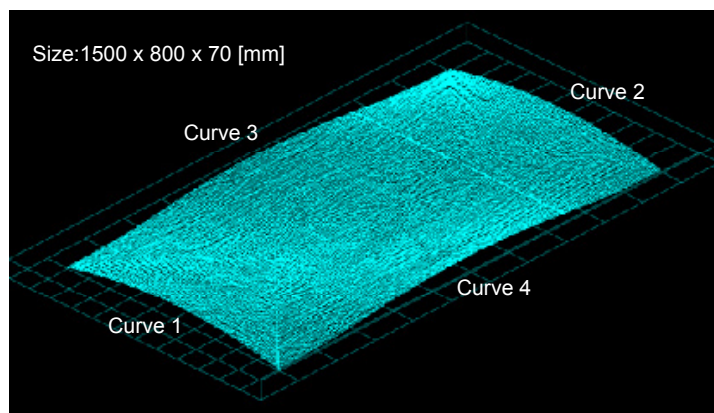


図-10 自由曲面を取り入れた和風テーブルのモデル



図-11 オービタルサンダーを用いた木地の研磨風景

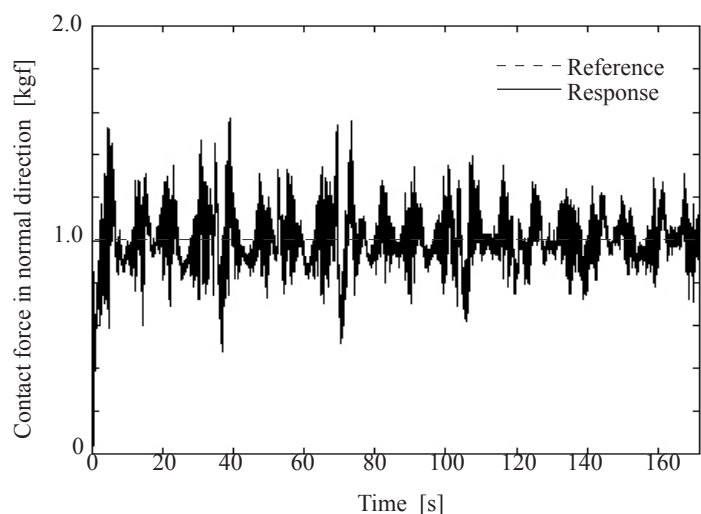


図-12 研磨中のオービタルサンダーの押下力の変化



図-13 開発したアトラクティブな和風テーブル

発を行った。テーブルの天板に曲面を用いることは一般的でないが、「量産品ではないユニークでオリジナルなテーブルが欲しい」といった要望を持つ顧客を対

象とした。まず、幾つかの小型の集成材ワークを用いて曲率の異なる曲面をそれぞれ加工し、曲面の美しさを醸し出しつつ、かつ食器やグラスなどを安定に配置できる曲面形状について検討した。図-10には、その曲面を用いて作成した CAD モデルを示す。材料には、ベンチと同様に高級硬木であるマホガニーを用いた。ワークのサイズは、1500 × 800 × 70 mm である。図-11 と図-12 にはそれぞれ、オービタルサンダーを用いたテーブルの研磨風景と研磨中におけるオービタルサンダーの押下力の変化を示す。従来の研磨装置ではこのような曲面を持った大型のワークには対応できなかったが、ロボットサンダーの動作範囲の大きさと曲面への適応性の高さにより、一括研磨が可能になった。図-13 には、商品化した和風テーブルの外観を示す。

3-3 より曲率の大きな自由曲面の研磨仕上げ

最後に、図-6 のモデルより、より曲率の大きな自由曲面を持った木製ベンチ用のワークをナラ材を用いて製作した。採用した自由曲面は、曲率半径 362 mm 程度の円弧をベースに生成し、大人の臀部がしっかりと収まるように 65 mm の高低差を持たせた。図-14 には、その CAD モデルを示す。ロボットサンダーによる研磨は、オービタルサンダーに砥粒度 #80 → #150 → #220 の研磨紙を装着して行った。図-15 と図-16 にはそれ

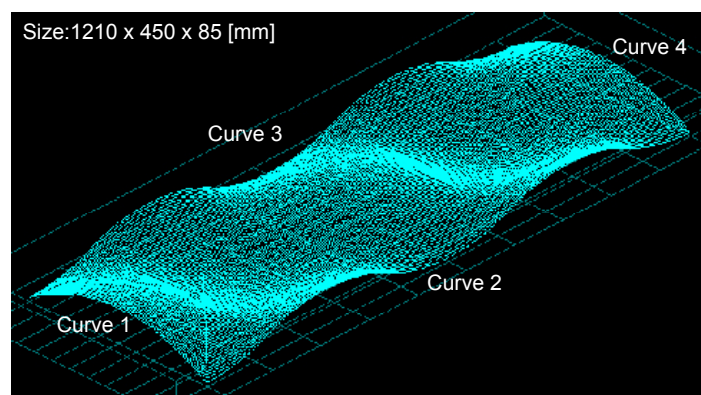


図-14 より大きな曲率の自由曲面を持つ CAD モデル

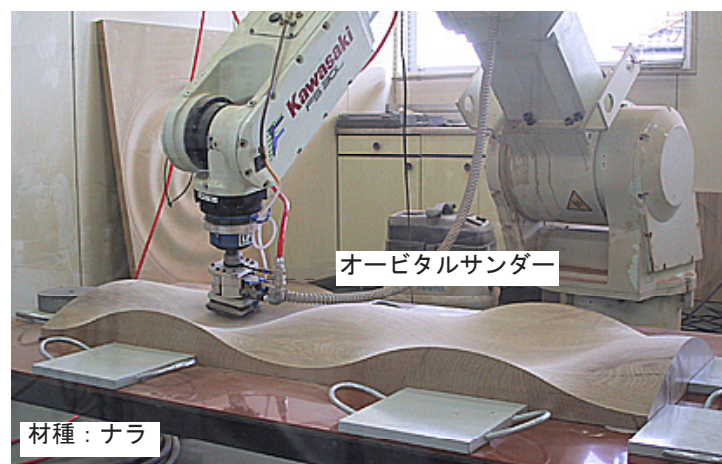


図-15 曲率の大きな自由曲面を持ったワークの研磨



図-16 商品化されたアトラクティブな高級ベンチ

ぞれ、ロボットサンダーの特徴を活かした研磨風景と商品化された木製ベンチを示す。

4 おわりに

本研究では、多軸制御用 CL データに基づく倣い制御器を用いた研磨ロボット「インテリジェントサンダー・ロボ」を開発した。従来の研磨装置では対応できなかった自由曲面を積極的に採り入れたインテリア商品(5 カテゴリ 13 体)の研磨作業に適用し、その有用性を確認した。本システムの利用により、アトラクティブな自由曲面を持った高付加価値型のインテリア商品の開発が可能になり、量産型の輸入家具との差別化、優位性確保が図られるものと思われる。

今後は、サンダーロボットの商品化のための支援研究と並行し、ニューラルネットワークなどのインテリジェント制御法やハイパー CL データへの拡張による学習型制御³⁾の実現を目指す。さらに、弾性研磨工具と学習型モーション・力制御の融合により、微小曲面を有する容器の金型の磨き工程など、他の製造ラインへの応用研究にも積極的に取り組んでいきたい。

5 参考文献

- 1) 永田, 藤本, 津田, 他 2 名: 多軸制御用 CL データに基づく倣い制御器を用いた塗装面のロボットサンダー, SICE システムインテグレーション部門学術講演会 (SI 2001) 講演論文集, p. 479-480, (2001)
- 2) 永田, 藤本, 松山, 他 7 名: ロボットサンダーの開発, 日本木材加工技術協会第 19 回年次大会講演要旨集, p. 62-63, (2001)
- 3) 永田, 藤本, 渡辺: 多軸制御用 CL データに基づく倣い制御器を用いた研磨ロボットの評価実験, 2001 年精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集,

p. 364, (2001)

- 4) 永田, 渡辺, 津田, ほか 6 名: オープンアーキテクチャ型の産業用ロボットをベースとした研磨ロボットの開発-オープン PC コントローラを用いた産業用ロボットの倣い制御系の開発-, 日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス講演会 (ROBOMECH'01) 講演論文集, 1P1-G3(1-2), サンメッセ香川, (2001)
- 5) F. Nagata, K. Watanabe, et al.: Furniture Polishing Robot Using a Trajectory Generator Based on Cutter Location Data, 2001 IEEE International Conference on Robotics & Automation (ICRA2001), pp. 319-324, Convention & Exhibition Center(COEX), Seoul, Korea, May (2001)
- 6) F. Nagata, K. Watanabe, et al.: Joystick Teaching System for Polishing Robots Using Fuzzy Compliance Control, Procs. of 2001 IEEE International Symposium on Computational Intelligence in Robotics and Automation, pp. 362-367, Banff Centre for Conferences, Banff, Alberta, Canada, July (2001)
- 7) 永田, 津田, 川口, 原, 他 2 名: 曲面を有する家具部材の自動研磨ロボットの開発, 木工機械グラフ (THE WOODWORKING MACHINERY GRAPHIC), Vol. 33, No. 5, p. 20-25 (2001)
- 8) F. Nagata, K. Watanabe, et al.: Polishing Robot Using a Joystick Controlled Teaching system, Journal of Robotics and Mechatronics - Special Issue on Recent Advances in Robot Control -, Vol. 13, No. 5, pp. 517-525, (2002)
- 9) F. Nagata and K. Watanabe: Human Friendly Mechatronics - Selected Papers of the International Conference on Machine Automation ICMA2000 -, pp. 327-332, Elsevier, (2001)
- 10) 津田, 川口, 永田ら: 自由曲面の自動磨きを可能にしたインテリジェントサンダー・ロボ, 機械設計, Vol. 33, No. 5, p. 20-25, 日刊工業新聞社 (2002)
- 11) 本 明子: 立ち上がり時における高齢者の動作特性, 日本デザイン学会 デザイン学研究, pp. 260-261, (2000)
- 12) 本, 友延: 高齢者の日常生活における生理負担量の計測とその応用 - 高齢者に適した作業高さに関する検討 -, 平成 12 年度福岡県工業技術センター研究報告, p. 31-36, (2000)

AIアプローチによる3次元設計と加工工程自動化に関する研究(3)

- 自由曲面の塗装面研磨へのロボットサンダーの適用 -

永田寅臣*1 藤本佳宏*1 津田邦博*2

Automation of 3D Design and Manufacturing Process Using AI Techniques

- Application for Painted Curved Surface Using an Intelligent Sander Robot -

Fusaomi Nagata, Yoshihiro Fujimoto and Kunihiro Tsuda

平成9年度～11年度の新技术研究開発特別事業(テーマ名: ロボットの力制御による木質材料の研磨工程自動化に関する研究)と、平成12年度～13年度の戦略プロジェクト研究開発事業(テーマ名: AIアプローチによる3次元設計と加工工程の自動化に関する研究)の成果により、教示レスで利用できるロボットサンダー「インテリジェントサンダー・ロボ」を開発した。木質材料の塗装工程は、最も簡易な場合でも下塗り 研磨 中塗り 研磨 仕上げ塗り 拭上げと進められ、所望の仕上げ品質が高くなるにつれて工程数も増やさなければならない。本稿では、従来の研磨工具では適応困難な自由曲面を有するワークの塗装面の研磨実験を行い、その性能について評価したので報告する。

1 はじめに

「研磨」という言葉は日常的に馴染みの深いものであるが、同じ砥粒加工の一翼である「研削」との区分が明確でなく、工学的な観点からもその定義が曖昧となっている¹⁾。切削されたワークの形状・寸法精度の創出を第一とする切削や研削などとは異なり、ワークの表面に望ましい表面特性・性状を創出することが研磨であると定義されている¹⁾。

さて、現在、家具の製造現場で使用されている研磨装置は、ワイドベルトサンダー、プロフィールサンダー、NC制御式ベルトサンダーなどの少品種大量生産体制を支えてきた自動化機械が主流であり、研削装置としての色合いが濃く、**図-1**に示すような平面や単純曲面の木地研磨にしか対応できていない。また、単調な曲面であっても**図中** 部分に凹凸が発生しやすいなどの問題点がある。今後、形状的なデザインや高品位な美感に付加価値を求めた商品開発により、海外からの量産型の輸入家具に対する差別化と優位性の確保を図っていくためには、**図-2**のような自由曲面研磨への対応と、その塗装面研磨への対応が不可欠である。本稿では、開発したロボットサンダーを自由曲面上の塗装膜の研磨に適用し²⁻⁵⁾、その有効性について検証したので報告する。

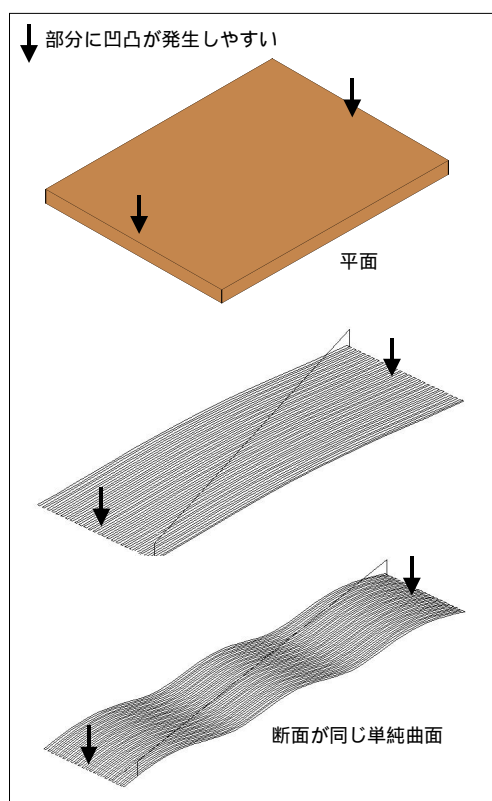


図-1 従来の自動研磨装置が対応できる形状(木地研磨)

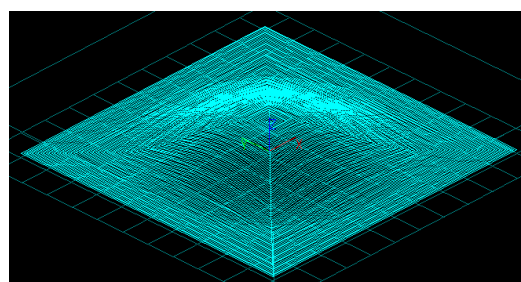


図-2 従来の自動研磨装置では対応できない自由曲面の例

*1 インテリア研究所

*2 株式会社エーエスエー・システムズ



図-3 曲面ワークの塗装面研磨における取り代

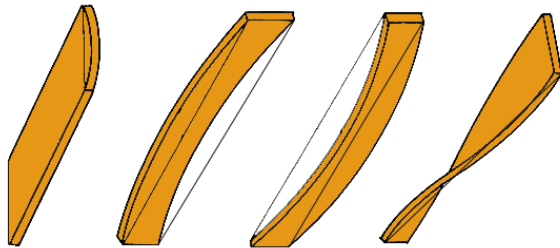


図-4 木質材料に特有の反り, 収縮, ねじれ

2 塗装面研磨の難しさ

塗装工程においては、仕上げ品質を高めるために塗装 乾燥 研磨といった作業が数回繰り返される中でその都度、図-3 のように数百 μm 程度の塗膜に対して数十 μm 程度の研磨加工（取り代調整）が必要とされる。木工塗装の特異性として、塗装よりもむしろ研磨に作業者と時間の多くが費やされていることが挙げられる⁶⁾。作業中には図-4 のような木質ワーク特有の収縮、反り、ねじれに起因する数 mm 程度にも及ぶ寸法変化が生じるだけでなく、ワーク移動に伴う固定位置の誤差が発生するため、繊細な取り代調整を行うことが難しく、特に自動化が困難だとされていた。現状では、このような塗装面の研磨作業は、熟練者が直接ポータブルタイプのサンダーを持って研磨する方法が進められているが、振動を発生する 1 kg 程度の工具を長時間にわたり手に持って作業することは相当な重労働である。この場合、膜厚の薄い塗膜を破らないように細かい砥粒の研磨紙を用い、軽い圧力で研磨するのがキーポイントとなっている。

ロボットサンダーが持つ「押下力の繊細な制御機能」と「滑らかな自由曲面の追従機能」を發揮すれば、このような従来の研磨装置では満足に対応できなかった塗装面の研磨作業の自動化が可能になるものと大いに期待される。

3 サンディング塗装

まず、2次元CAD (JW_CAD) と3次元CAD (Unigraphics) を用いて図-5, 6 のような自由曲面

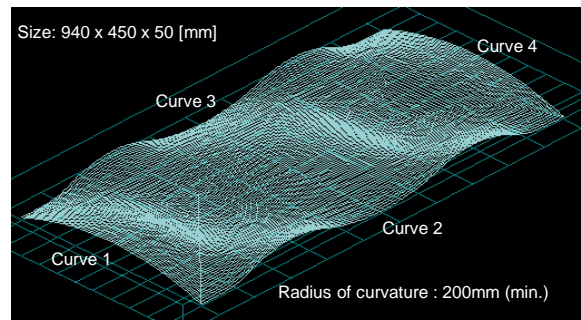


図-5 曲率の大きな自由曲面を用いた木製ベンチのワーク

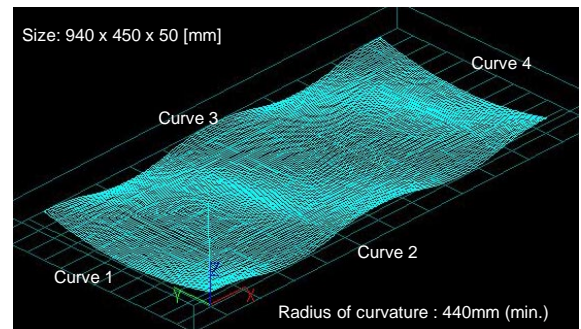


図-6 曲率の大きな自由曲面を用いた木製ベンチのワーク

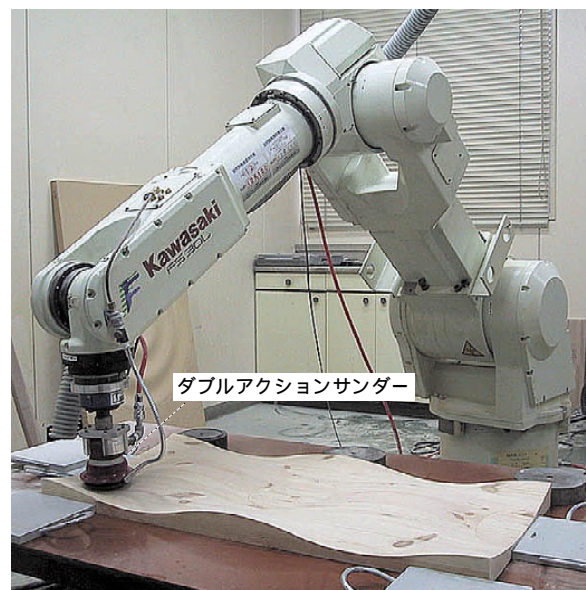


図-7 ロボットサンダーによる木地研磨風景

を持ったモデルを作成した。使用した自由曲面の曲率半径の最小値はそれぞれ、200 mm と 440 mm である。このモデルをNC工作機械で3次元加工した後、ロボットサンダーで研磨紙の砥粒度を #60 #150 #220 と細かくしながら塗装前の木地研磨を行った。研磨工具には、重量900 g のダブルアクションサンダーを用いた。なお、材料には、柾目・板目、早材・晩材が複雑に混在したパインの修正材を使用した。図-7 と図-8 にそれぞれ、ロボットサンダーによる木地研磨風



図-8 木地研磨後のパイン集成材



図-9 ウレタンサンディングの塗装風景



図-10 ウレタンサンディング塗装後のワーク

景と木地研磨後のワーク表面を示す。つぎに、数日間自然乾燥させた後、シンナーでワーク表面の油分や汚れを拭き上げ、ウレタンサンディングによる下塗り塗装を行った。塗料は、ユニオンペイント株式会社のリードVサンディングA液，リードVサンディング



図-11 下地塗装面の研磨風景

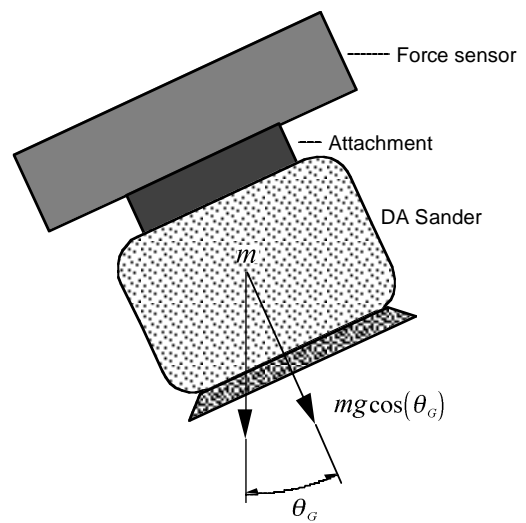


図-12 力覚センサ値の重力補償

B液，ウレタンシンナーをそれぞれ，1：2：2の比で混合したものをを用いた。図-9と図-10にそれぞれ，エアガンを使用した手塗りの様子と塗装後のワーク表面の状態を示す。

4 塗装面の研磨

塗装後24時間自然乾燥させた後，ロボットサンダーを用いて塗面研磨を行った。アーム先端には，パッド断面積 120×80 mm，パッド厚20 mm，重量900 gのオービタルサンダーを装着した。主な研磨条件は，研磨紙の粒度：#320，研磨紙のサイズ：直径65 mmの円形，サンダー押下力：600 gf，サンダーエア圧：4 kgf/cm²，サンダー接線方向速度：40 mm/s，工具ピックフィード：20 mmなどである。図-11には，ロボットサンダーによる下塗り塗装面の研磨風景を示す。使用したオービタルサンダーは集塵機能を持っていたが，さらにサンダーの接触点付近にエア-

ブロウを当てることで、研磨紙の目詰まりとパッドの冷却機能を大幅に改善することができた。

前述の研磨条件より、膜厚の薄い塗装面を仕上げるためには、オービタルサンダーの自重より小さい 600 gf の押下力で研磨していることが分かる。すなわち、

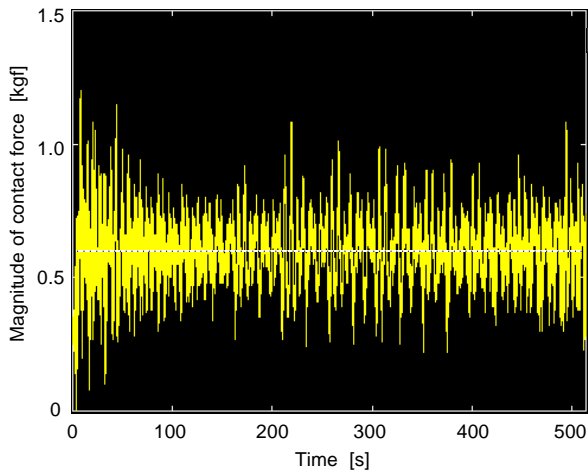


図-13 研磨中の押下力の変化

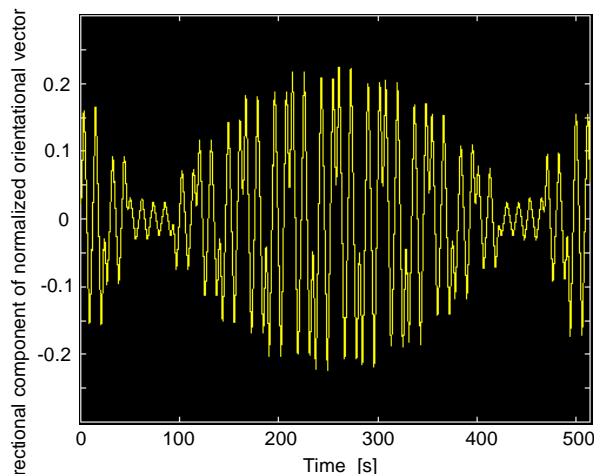


図-14 正規化された姿勢ベクトルのX方向成分

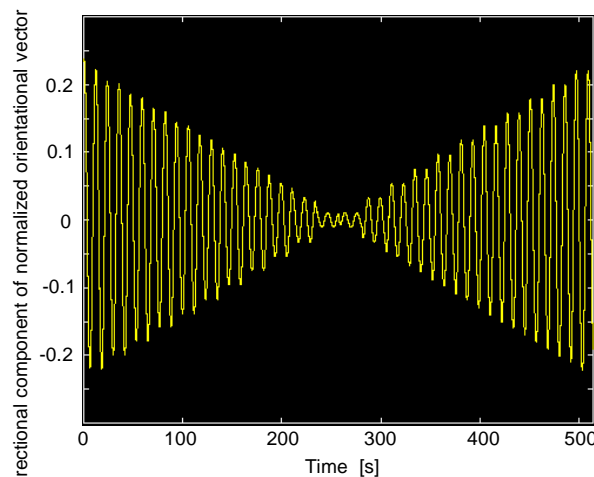


図-15 正規化された姿勢ベクトルのY方向成分

この場合、ロボットはサンダーを押さえ付けているのではなく、若干持ち上げるようなイメージで作業しているのである。さて、今回の研磨実験で用いたような曲率の大きな曲面を持ったワークに対して、サンダーを法線方向から 1 kgf 弱程度の接触力で倣わせる場合、サンダーの自重の影響を無視できなくなる。通常、力覚センサの零点補正は、図-12 に示す重力方向に対するサンダーの傾斜角度 θ_G が零の姿勢で行う。また、力覚フィードバック制御は、力覚センサ座標系における観測量 $F = [f_x \ f_y \ f_z \ n_x \ n_y \ n_z]^T$ のうち、Z 軸方向(サンダーを押下する方向)の値 f_z のみを用いている。ところが、サンダーがワークと非接触状態であっても、姿勢変化により θ_G が零でなくなると、力制御を行う方向の力覚センサ値 f_z はプラスの値を示すようになる。このため、離散時刻 k における力覚センサ値のベクトル $f_z(k)$ を次式により補正した $\tilde{f}_z(k)$ をフィードバック信号に用いた⁷⁻⁹⁾。

$$\tilde{f}_z(k) = f_z(k) - mg\sqrt{1 - \cos^2(\theta_G)} \quad (1)$$

ここで、 m はアタッチメントを含むオービタルサンダーの自重、 g は重力加速度ベクトルである。なお、姿勢変化速度は比較的小さいため、今回の実験では遠心・コリオリ力の影響については無視している。図-13 には、下地塗装面の研磨中におけるサンダーの押下力の変化を示す。図-14, 15 にはそれぞれ、正規化された工具姿勢ベクトルの X 方向成分と Y 方向成分を示す。

研磨品質を劣化させないために不可欠な処理として、研磨工具がワーク表面に最初に接触し、倣い動作を開始する際の処理がある。従来システムでは、図-4 に示した木材の性質や繊細な圧力制御機能を持たないなどの理由により、図-1の 部分に研磨斑、凹凸、過研磨、未研磨が発生する。特に、塗膜厚が 500 μm 程度しかない塗装面に対しては、簡単に塗膜を破ってしまうため、適用が困難となっている。提案するロボットサンダーは繊細な力制御機能を有しているため、アーム先端に装着したオービタルサンダーの押下力が目標の値の 30 % 程度に達した時点で直ちに倣い動作を開始させることで、この問題点を解決している。

5 おわりに

本研究では、多軸制御用 CL データに基づく倣い制御器を用いた研磨ロボット「インテリジェントサンダー・ロボ」を、自由曲面の塗装面の研磨に適用した。その結果、従来の研磨装置では対応できなかった自由曲面に対しても、膜厚の薄い塗装面を破ることなく繊細に研磨できることを確認した。本システムの利用により、アトラクティブな自由曲面を持った高付加価値型のインテリア商品の開発が可能になり、量産型の輸入家具との差別化、優位性確保が図られるものと思われる。

今後は、インテリジェントサンダー・ロボの商品化のための支援研究と並行し、ニューラルネットワークなどのインテリジェント制御法やハイパー CLデータへの拡張による学習型制御^{10), 11)}の実現を目指す。さらに、木質材料だけでなく他の製造ラインへの応用研究にも取り組んでいきたい。

6 参考文献

- 1) 実務のための新しい研磨技術，研磨布紙加工技術研究会編，オーム社，(1992)
- 2) 永田，藤本，津田，他2名：多軸制御用CLデータに基づく倣い制御器を用いた塗装面のロボットサンダー，SICEシステムインテグレーション部門学術講演会(SI 2001)講演論文集，p. 479-480，(2001)
- 3) 永田，藤本，他8名：日本木材加工技術協会第19回年次大会講演要旨集，ロボットサンダーの開発，p. 62-63，(2001)
- 4) 永田，藤本，渡辺：2001年度精密工学会秋季大会講演論文集，多軸制御用CLデータに基づく倣い制御器を用いた研磨ロボットの評価実験，p. 364，(2001)
- 5) 永田，津田，川口，他3名：木工機械グラフ(WOODWORKING MACHINERY GRAPHIC)，曲面を有する家具部材の自動研磨ロボットの開発，Vol. 33, No. 5, p. 20-25，日本建材新聞社(2001)
- 6) 三原一幸，新・木工塗装ハンドブック -第1章- 木工用塗料の種類，株式会社フォレスト，(1989)
- 7) 津田，川口，永田，藤本：自由曲面の自動磨きを可能にしたインテリジェントサンダー・ロボ，日刊工業新聞社「機械設計」，Vol. 46, No. 6, p. 81-85，(2002)
- 8) 永田，藤本：会議所ニュースOKAWA，画期的な家具研磨ロボット開発 インテリジェントサンダー・ロボ，平成14年3月号(No. 566)，p. 4-5，大川商工会議所(2002)
- 9) 永田，藤本，津田，他2名：日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス講演会，自由曲面の3次元加工/研磨システム，(2002)
- 10) F. Nagata, K. Watanabe, et al.: 3D Machining and Finishing System for New Designed Furniture, 2002 Japan-USA Symposium on Flexible Automation, International Conference Center Hiroshima, July 15-17, 2002, (accepted)
- 11) F. Nagata, K. Tsuda, et al.: High Precision Finishing System Using Hyper Cutter Location Data, 6th International Conference on Mechatronics Technology, Kitakyushu, (2002), (to be submitted)

木質材料の研磨工程自動化に関する研究(4)

- 木質材料用研磨装置の開発 -

春山繁之^{*1} 村瀬安英^{*2}

The Advance of the Sanding Technology for the Wood and Wood-Based Materials

- Development of the Sanding Device for the Wood and Wood-Based Materials. -

Shigeyuki HARUYAMA^{*1}, Yasuhide MURASE^{*2}

本研究では、家具部材の任意形状曲面を自動研磨することができる木質材料用研磨装置の研究成果をもとに、実用化を目指した研磨装置として試作開発を行った結果について報告を行う。開発内容としては、これまでの研究で試作開発した研磨装置の制御部分と研磨装置本体機構（形状生成部）をベースに、より安価で使いやすい装置とするための検討を行った。

1 はじめに

木材及び木質材料の広く大きな曲面形状を高効率・高精度で研磨することを目的とし試作開発したフレキシブル研磨装置^{1)~3)}(図-1)において、これまでの試作開発により汎用化を図るための制御装置の開発や研磨装置本体の性能評価実験⁴⁾などによりその有効性が確認されている。そこで、本研究ではこれまでに試作開発した技術を元に株式会社フジタ技研工業と協力し木工用研磨装置の試作開発に取り組んだ。



図 - 1 フレキシブル研磨装置

2 方法

2-1 汎用性動作確認実験

工具形状生成機構試験装置を用いて、ツール本体の制御設定エンコーダ・軸の設定(Mag 値)を変更することにより機器の動作が行えることを確認する。

2-2 試作機的设计

これまでの研究成果を元に、実作業時に問題となる使い勝手（消耗品の簡易交換方法）や製作コストを重視し、できるだけ安価で十分な性能を得るための設計を行った。主な変更点を 1)~4) に示す。

1) ベルト交換方法

これまでのフレキシブル研磨装置では、研磨ロボットとの接続⁵⁾を考え軽量化に重点を置いたため、図-1 に示すように箱型のフレーム構造方式を採用した。そのため、研磨ベルトの交換時にフレームをはずす必要があり非常に時間がかかる作業であった(約 10~15 分/回)。この対策として、研磨機本体（形状生成部）を固定しワークテーブルを稼働させる方式にすることにより、研磨機本体の外側に研磨ベルトを配置する 3 点式ベルト方式に変更した。これにより、大幅な交換時間（約 2~3 分/回）の短縮が図られた。

2) 形状生成用押さえローラ数の変更

ローラ数を 3 ヶから 2 ヶに変更した。これによりより細かい研磨条件（オフセット研磨）の設定が難しくなるが、ローラ数を減らすことにより、上下・回転方向のモータ、減速機などの部品を削減がすることができる。

*1 機械電子研究所

*2 九州大学

3) 主軸駆動部・張力制御の簡易化

本体内部に取り付けていた、主軸部駆動部を本体外部に取り付けると同時に、モータにより制御を行っていた張力制御を機械的に制御するように変更した。これにより、主軸モータの小型化が不用になり汎用モータを使用することができる。また、張力制御のモータなどが不要になる。しかし、張力制御の詳細設定を手動により行う必要があるため、作業者の負荷が増加する。

4) 制御盤設計・制御 PC ソフトの流用

新たな研磨装置を設計する際に大きな問題（費用面・動作保証など）になるのが制御部である。試作機は、これまでの研究開発で汎用化を図ったプログラムを使用することにより、僅かな変更点（軸数の削減など）で、制御ソフトの使用が可能となり、新たに制御盤の設計をする必要がなくなると同時に動作保証の稼働テスト等を最小限にすることができる。

3 結果及び考察

3-1 汎用性動作確認結果

図-2 にフレキシブル研磨装置に工具形状生成機構試験装置を取り付けた状態を示す。工具形状生成機構試験装置は、押さえ部を上下に動作させ、ベルトのたわみと研磨時間により任意の複雑形状を作り出すことが可能な装置である。ここで、フレキシブル研磨装置では、3ヶのローラが上下・回転方向にそれぞれ独立して稼働する6軸制御である。また、工具形状生成機構試

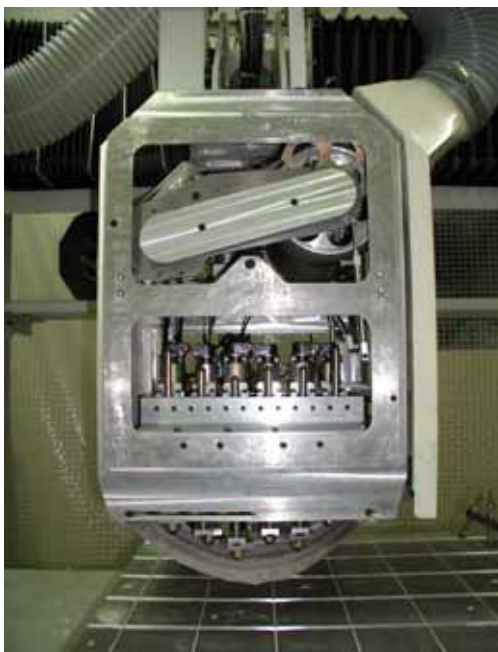


図 - 2 工具形状生成機構試験装置
取り付け状況

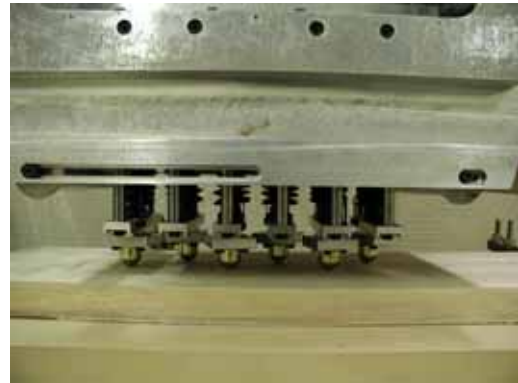


図 - 3 研磨ベルト押さえ部(6軸)

験装置は上下の6軸制御方式となっており、軸数が同じであることから、フレキシブル研磨装置の回転方向の制御設定(Mag)を工具形状生成機構試験装置の上下軸に対応した値に変更することにより、稼働が可能である。図-4,5に稼働状況を示す。



図 - 4 工具形状生成機構試験装置稼働状況1



図 - 5 工具形状生成機構試験装置稼働状況2

3-2 試作結果

図 - 6 に試作開発した木工用研磨装置の全体図,図 - 7 に形状生成部正面図をそれぞれ示す。

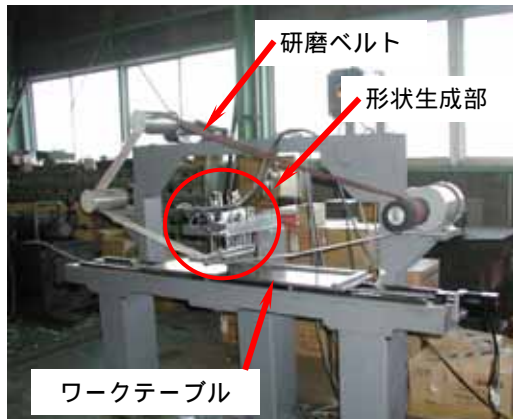


図 - 6 試作開発した木工用研磨装置



図 - 7 試作開発した木工用研磨装置
(形状生成部正面図)

4 まとめ

試作開発した木工用研磨装置の動作確認を行った結果,誤動作もなく正常な稼動を行うことができることが確認できた。このように,機械部分の大幅な変更を行ったにもかかわらず,制御部分の大幅な変更を行わずに木工研磨装置の試作開発が可能であることが確認できた。

5 参考文献

- 1) 春山繁之,村瀬安英,笠上文男,友井貴大:第 18 回日本木材加工技術協会年次大会講演要旨集,松江,p.31(2000).
- 2) 春山繁之,村瀬安英,柳川剛二:平成 12 年度福岡県工業技術センター研究報告,P72~77(2001).
- 3) 春山繁之,村瀬安英,柳川剛二:平成 12 年度福岡

県工業技術センター研究報告,P78~82(2001).

- 4) 春山繁之,村瀬安英:第 52 回日本木材学会大会講演要旨集,岐阜,p.548(2002).
- 5) 新エネルギー・産業技術総合開発機構:平成 12 年度地域コンソーシアム研究開発事業「ベンチャー企業支援型地域コンソーシアム(中核的産業創造型)」「インテリジェント力制御を用いた研磨ロボットシステムの研究開発」成果報告書,P101~117(2001)

超高炭素鋼の組織に及ぼす純度の影響

小川俊文*¹ 小野幸徳*¹ 古賀弘毅*¹ 安彦兼次*²

Influence of Purity on the Microstructure of an Ultrahigh Carbon Steel

Toshifumi Ogawa, Yukinori Ono, Hiroki Koga, Kenji Abiko

市販の高純度電解鉄と高純度黒鉛を原料としてコールドクルーシブル溶解炉で Fe-2mass% C 合金を溶製した。純度は 27 元素について成分分析を行った結果、99.9978mass%であった。また、均質組織部分から分析試料を採取して炭素濃度の均質性を調査したところ相対標準偏差が 1%未満と極めてバラツキが少ないことが確認できた。凝固組織における初析セメントの形態や熱処理で得られる析出炭素及び炭化物の形態は純度の影響を大きく受けることが明らかになった。

1 はじめに

鉄 - 炭素合金は鉄鋼材料のベースとなる合金であるため、これまでに数多くの研究が行われてきている。しかしながら、それらの研究で用いられている試験片には微量不純物元素が数多く含まれており、鉄に及ぼす炭素本来の影響はまだ十分には解明されていない。鉄 - 高炭素合金には、軸受鋼、工具鋼、鋳鉄などがあり、これらの材料についても機能・特性を向上させるための研究が行われているが、合金元素や不純物元素を ppm レベルで制御する研究はこれまでほとんど行われていない。一方、近年コールドクルーシブルタイプの溶解炉を用いることで、kg オーダーでの超高純度鉄の溶製が可能となり¹⁾、超高純度鉄そのものに関する研究や超高純度鉄をベースにした合金の研究が行われている。²⁻⁴⁾

リサイクルを視野に入れた単純組成の鉄鋼材料の研究開発が注目されている現在、鉄 - 高炭素合金の高純化というアプローチからの研究は、是非着手すべきである。

そこで本研究では、均質な高純度鉄 - 高炭素合金を溶製し、凝固組織や熱処理組織に及ぼす純度の影響を明らかにすることを目的とした。

2 実験方法

2-1 溶解原料と溶解

高純度合金には、市販の高純度電解鉄と高純度黒鉛を用いた。低純度合金には機械構造用炭素鋼と高純度黒鉛を用いた。溶解重量は 1kg とし、炭素濃度が 2mass%となるように原料を秤量して溶解炉のルツボにセットした。

溶解は富士電機(株)製のコールドクルーシブル溶解炉で行った。原料を水冷銅ルツボに入れて溶解装置にセットした後、 10^5 Pa 台まで減圧した。その後、アルゴンを 300mmHg 導入して溶解した。加熱は高周波(120kW, 30kHz)で行い、トータル溶解時間は約 15 分とした。黒鉛の溶け残りが無いことを目視確認した後、速やかに高周波加熱を止め、そのまま水冷銅ルツボ中で凝固させた。

2-2 組織観察と成分分析

溶製したインゴットを縦半分に分断後、切断面を 1 μ m まで研磨して 3%ナイトール溶液でエッチングを行い組織観察を行った。均質組織部分から成分分析用の試験片を切り出し、27 元素について元素分析を行った。また、炭素濃度の均質性を調べるために均質組織部分から 5ヶ所、急冷組織部分や引け巣付近から 4ヶ所試料を採取し元素分析を行った。

次に、均質組織部分から切り出した 1cm 角の試験片を用いてアルゴン雰囲気中で熱処理を行い、試験片中心部の組織観察を行った。

3 結果と考察

溶製したインゴットは、直径 6 cm、高さ 7 cm ほど

*¹ 機械電子研究所

*² 東北大学金属材料研究所

のドングリ型である。純度を確認するため 27 元素について成分分析を行った。その結果を表 - 1 に示す。分析結果から推計すると、低純度合金の純度は 98.7102mass%、高純度合金の純度は 99.9978mass%であった。

図 - 1 は、高純度合金のインゴット断面のマクロ組織である。中心上部には引け巣があり、表層には凝固時の水冷銅ルツボとの接触による厚さ 1 mm の急冷組織があった。そして、引け巣と急冷組織以外の大部分は均質な組織であり、低純度合金のマクロ組織も同様であった。炭素濃度分析を均質組織部分 5ヶ所、急冷組織部分や引け巣付近 4ヶ所採取して行った結果、均質組織部分における濃度のバラツキは、相対標準偏差 1%以下と極めて小さかった。他の部分の炭素濃度は均質組織部分よりも 25%ほど低めであった。

図 - 2 にインゴットの均質な部分のミクロ組織を示す。どちらとも初析セメンタイトとパーライトから成る組織である。しかし、初析セメンタイトが、低純度合金では結晶粒界に沿って網目状に析出していたのに対し、高純度合金では板状に析出しているのが観察された。また、低純度合金においては、初析セメンタイトと隣接した整ったパーライト組織が形成されているが、高純度合金においては、板状初析セメンタイトとパーライト組織との間にフェライト相が存在している。

熱処理によって凝固組織を崩すために、オーステナイト単相になる 1150 で保持時間を変えて熱処理を行った。図 - 3 は、そのうちの 1 時間保持後、5 /min で室温まで冷却したときのミクロ組織を示している。低純度合金では、片状の黒鉛が粒界に析出していたのに対して、高純度合金は、いわゆるブルースアイ組織のように周囲がフェライトで囲まれた塊状の黒鉛が析出しており、基地パーライト組織中のセメンタイトの粒状化が進んでいる部分が観察された。

図 - 4 は、オーステナイトとセメンタイトが共存する温度域 950 で 15 時間保持後、850 まで 1 /min で降温し、室温まで空冷、その後再度 700 で 3 時間保持して室温まで空冷した場合のミクロ組織である。析出黒鉛の形態は純度によらずほぼ同じであった。しかし、その析出黒鉛を取り巻く基地は、純度の違いで異なっていた。低純度合金の方は、パーライト組織がかなり壊れてきて炭化物の粒状化が進行しつつも太めの炭化物が混在している状態であった。一方、高純度合金

表 - 1 成分分析結果

元素	低純度合金	高純度合金
C	2.01	2.11
N	49	1.02
O	20	1.48
S	157	1.38
Al	6.3	2
As	16.2	0.9
B	3.09	0.55
Ba	6.5	< 0.1
Bi	0.1	< 0.1
Cd	< 0.001	< 0.001
Co	25.7	0.4
Cr	1436.6	0.4
Cu	110	0.9
Ga	10.5	< 0.1
Mg	< 0.02	< 0.01
Mn	4645	0.03
Ni	204	< 0.1
P	517	0.5
Pb	< 0.02	0.03
Sb	2	< 0.3
Se	< 0.03	< 0.03
Si	5260	5
Sn	7.4	< 0.3
Te	< 0.01	< 0.01
Ti	169.3	0.4
V	248	6
Zn	4.3	< 0.2
純度	98.7102	99.9978

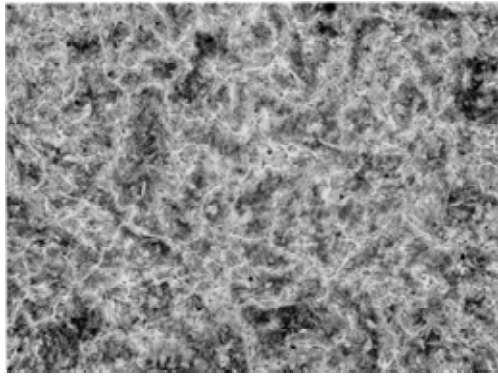
C : mass %

その他の元素 : mass ppm

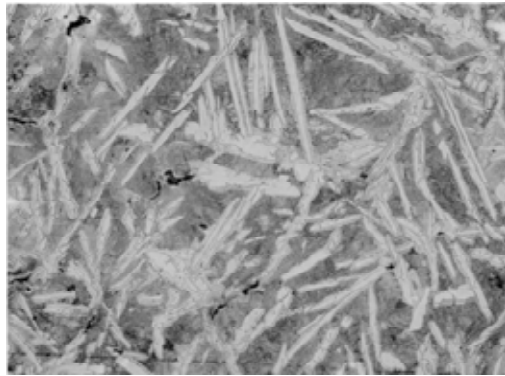
純度 : mass %



図 - 1 高純度合金断面のマクロ組織

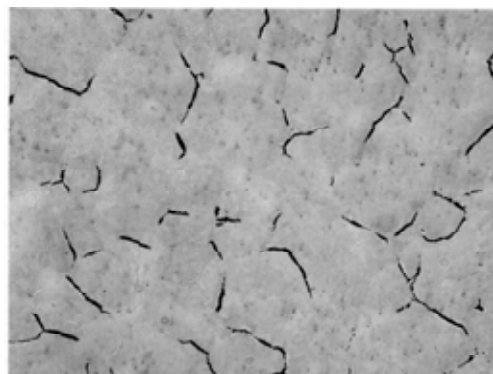


(a) 低純度合金 200 μm



(b) 高純度合金 200 μm

図 - 2 インゴットの均質部分のマイクロ組織

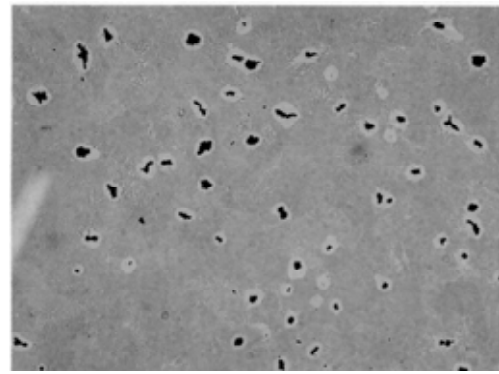


(a) 低純度金属 200 μm

図 - 3 オーステナイト単相域熱処理後のマイクロ組織

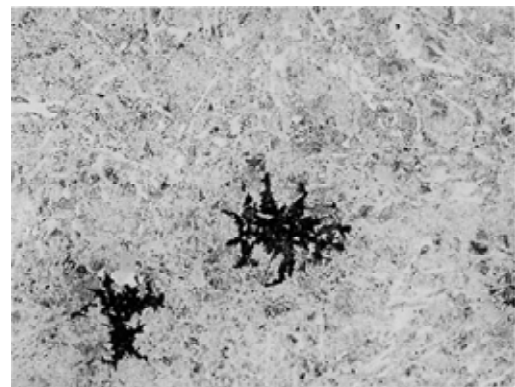
の方は、パーライト組織が完全に消えており、全域で炭化物の粒状化が完了してはいないものの、フェライト基地に粒状炭化物が分散しているような状態になっていた。

以上の結果より、一般に炭化物が析出する状態にお



(b) 高純度合金 200 μm

図 - 3 オーステナイト単相域熱処理後のマイクロ組織



(a) 低純度合金



(b) 高純度合金 100 μm

図 - 4 オーステナイト/セメンタイト共存域熱処理後のマイクロ組織

いては、純度が高くなるほど炭化物の成長速度は大きくなり、炭化物が粒状化する状態においては、粒状化が促進され则认为られる。

コールドクルーシブル溶解炉を用いて、組織が均質な純度 99.9978mass%の高純度鉄 - 高炭素合金を溶製することができた。また、鉄 - 高炭素合金において、凝固組織の初析セメンタイトの形態及び熱処理で得られる析出炭素と炭化物の形態は、純度に大きく影響されることが明らかになった。

5 参考文献

- 1) K. Abiko, T. Nakajima, N. Harima and S. Takaki: Phys. Status. Solidi. (a), 167 (1998) 347-355.
- 2) K. Abiko, S. Takaki, T. Yokota, and S. Satoh: Mater. Trans., JIM 41 (2000) 102-108.
- 3) T. Ogawa, N. Harima, S. Takaki and K. Abiko: Mater. Trans., JIM 41 (2000) 95-101.
- 1) K. Abiko and K. Sadamori: UHPM-97; Phys. Status. Solidi. (a), 167 (1998) 275-287.

鉄鋼中イオウの高精度分析技術の開発(1)

古賀弘毅*1

Precise Analysis of Trace Amounts of Sulfur in Iron and Steel (1)

Hiroki Koga

鉄鋼等のイオウ分析について、燃焼温度とイオウの抽出メカニズムについて検討し、助燃剤の種類や配合を変化させて得られるイオウの分析値を比較した。その結果、イオウの抽出過程は燃焼時の溶湯反応に大きく支配されており、含有炭素による鉄などの直接還元作用が溶湯温度に大きく影響を与えることが分かった。また、イオウのガス化及び抽出の速度については、溶湯温度とともに溶湯の撈拌性が大きく影響することが示唆され、助燃剤中のスズが、溶湯の撈拌性の向上に大きな役割を果たしていることが確認された。

1 はじめに

鉄鋼中のイオウは熱間脆性を促進させる元素として知られており、製品中のイオウ含有量はイオウ快削鋼など意図的に添加しているものを除き、通常 0.03%以下と低く抑えられている。特に二相ステンレス鋼の熱間加工における圧延割れには数 ppm のイオウが関与することが明らかとなっており¹⁾、数 ppm レベルの微量イオウの高精度な分析技術の確立が望まれている。

ところで鉄鋼のイオウ分析は一般に燃焼 - 赤外線吸収法²⁾が用いられるが、鑄鉄や銑鉄などでは分析値が低値を示すことがある。JIS の国際共同実験の結果をもとにイオウの認証値に対する分析値の割合(以後、回収率)を算出したものを表 - 1 に示す。試験所間の誤差を含んでいると思われるが、鋼種によりイオウの回収率が異なる傾向が示されている。これは試料の燃焼過程でイオウの酸化の速度に違いが生じ、結果としてイオウのガス化抽出に影響を与え、回収率に差を生じているためと考えられる。このことから燃焼 - 赤外線吸収法によるイオウ分析では、試料の燃焼条件などに細心の注意を払わなければならないと考えられる。

本研究では鉄鋼中イオウの新たな分析法を開発するにあたり、従来最も広く使用されている燃焼 - 赤外線吸収法についてその信頼性と適用範囲を検証し、微量のイオウ分析に適用可能か否かを検討した。特に燃焼温度とイオウの抽出メカニズムについて検討し、助燃剤の種類や配合の差によるイオウの抽出反応の安定化を図り、分析精度の向上を目指した。

Table 1 JIS 国際共同実験におけるイオウ分析値

試料	認証値	3分析結果(n=22)	
	S(%)	平均値(%)	回収率(%)
BAM883-1(合金鋼)	0.0024	0.00212	88.3
BAM184-1(低合金鋼)	0.0032	0.00287	89.7
BAM129-2(低合金鋼)	0.0044	0.00356	80.9
BAM128-1(炭素鋼)	0.007	0.00709	101.3
CTIF C76(鑄鉄)	0.009	0.00814	90.4
JSS241-7(炭素鋼)	0.020	0.0188	94.0
JSS150-8(低合金鋼)	0.030	0.0300	100.0

2 研究, 実験方法

2-1 装置及び器具

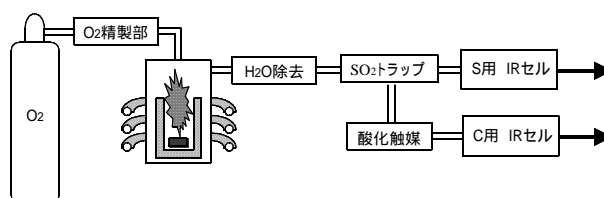


図 - 1 炭素硫黄同時分析装置

図 - 2 装置設定条件

Power : 18 MHz ,2.2 kW
Carrier gas flow rate : 2.5 L/min
Pre-analyze purge time : 30 s
Pre-analyze delay time : 30 s
Analysis time : 120 s

イオウの定量には LECO 社製炭素イオウ同時分析装置 CS-444LS 型を用いた。装置の概略を図 - 1 に、また、装置の設定条件を表 - 2 に示す。本装置は高周波誘導加熱炉と赤外線検出器を備えた測定部からなり、酸素雰囲気中で試料を燃焼させ、非分散型の赤外線検出器で発生した二酸化硫黄の赤外線吸収量を測定する

*1 機械電子研究所

ことによりイオウ含有量を決定する。本装置には発生した二酸化硫黄をモレキュラーシーブでトラップして濃縮した後、赤外線検出器へ導入し感度を向上させるトラップ機構を有しているが、今回はトラップ機構を用いず、発生した二酸化硫黄をダイレクトに分析した。

なお、反応容器となるセラミックルツボ及びルツボカバーは LECO 製のものを用いた。また、燃烧温度の計測にはミノルタ製放射温度計 TR-630A を用いた。

2-2 試薬及び試料

試料の燃烧を促進させる助燃剤には、JIS 等で一般的に用いられている W 及び Sn を用いた。分析試料には（社）日本鉄鋼連盟の鉄鋼標準物質の中から適当なものを選択した。なお、検量線を作成する標準試料には（社）日本鉄鋼連盟のイオウ分析専用鋼 JSS241-9（S=197ppm）を使用し、この分析値と原点を結ぶ直線を検量線とした。

3 結果と考察

3-1 JISに準じた分析法によるイオウ回収率

JIS²⁾に準じて鉄鋼標準物質のイオウを分析した結果を表-3に示す。JISの国際共同実験の結果と同様、試料によって回収率に差を生じた。鋼種に着目すると、低合金鋼では良好な回収率を示すのに対し、その他の鋼種では90%未満となるものが多く、特にJSS111-12とJSS601-7では80%前後と低回収率であった。

表-3 JIS法による鉄鋼標準物質の分析結果

試料	認証値		S分析結果 (n=3)		
	C (%)	S (ppm)	平均 (ppm)	RSD (%)	回収率 (%)
JSS102-4 (製鋼用純鉄)	4.57	105	107.7	0.64	102.5
JSS111-12 (铸造用純鉄)	4.25	155	121.8	2.56	78.6
JSS120-1 (純鉄)	2.85	95	90.1	0.40	94.8
JSS601-7 (工具鋼)	1.09	16	12.8	8.90	80.2
JSS066-3 (炭素鋼)	0.84	100	92.2	0.33	89.5
JSS057-6 (炭素鋼)	0.52	57	52.2	4.54	91.6
JSS603-7 (低合金鋼)	0.30	120	119.8	1.18	99.9
JSS241-9 (低合金鋼)	0.17	59	58.7	0.96	99.5

3-2 含有炭素量と燃烧温度、イオウ抽出挙動の関係

鉄鋼分析におけるイオウの抽出挙動を図-2に示す。抽出挙動の特徴から鋼種別に分類できる。炭素濃度の低い低合金鋼では40秒付近に抽出ピークが検出されが、炭素濃度が増加するに従いピーク出現時間が遅れ、鑄鉄銑鉄ではダブルピークとなり、かつメインピークが50~60秒と遅れて現れる。このことからイオウの抽出時間には試料中の炭素含有量が影響することが示唆された。

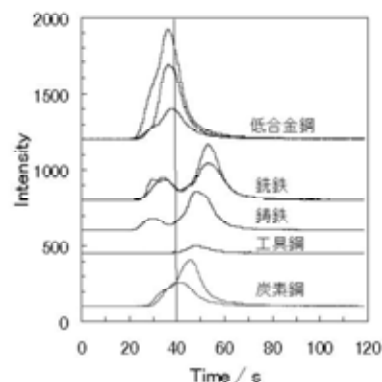


図-2 鋼種別のイオウ抽出挙動

燃烧温度と鋼種別の炭素及びイオウの抽出挙動をそれぞれ図-3、図-4に示す。高周波誘導加熱炉を用いているため燃烧温度の直接測定が困難であったことから、ルツボの外壁温度を放射温度計で測定することによりルツボ内部の昇温パターンを推測した。

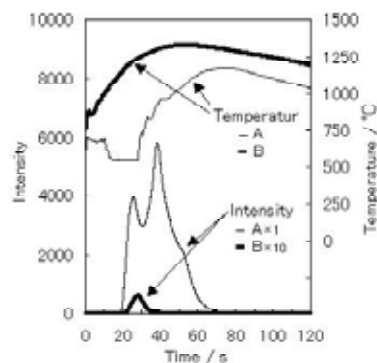


図-3 燃烧温度と炭素抽出挙動の関係
(A: 鑄鉄, B: 低合金鋼)

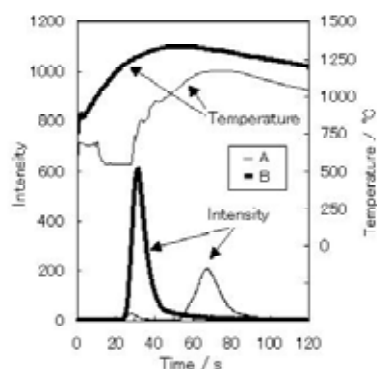


図-4 燃烧温度とイオウ抽出挙動の関係
(A: 鑄鉄, B: 低合金鋼)

昇温パターンをみると、低合金鋼では素直に温度上昇が進み40~50秒で最高温度に達するが、鑄鉄では最初に若干の温度上昇があるものの、すぐに温度低下があり、最高温度到達は70~80秒となっている。この温度低下は燃烧時にルツボの色が暗くなることから

も明らかである。これと炭素抽出挙動を比較してみると、低合金鋼では 20 ~ 30 秒付近にピークを迎えるのに対し、鑄鉄では 40 ~ 50 秒付近となっており、温度上昇が炭素抽出と追従関係にあると考えられる。また、昇温パターンとイオウ抽出挙動を比較すると、低合金鋼ならびに鑄鉄ともに最高温度到達とイオウ抽出ピークの挙動がよく一致していることがわかる。

3-2 イオウ抽出における各反応について

鉄鋼試料の燃焼に伴う各反応について考察した。燃焼時におけるルツボ内部を模式的に図 - 5 に示す。

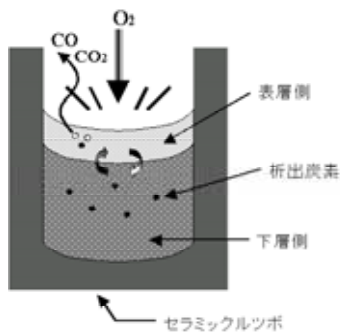
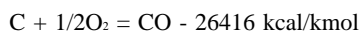
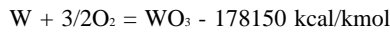
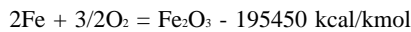
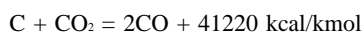
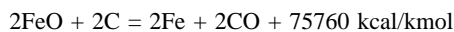
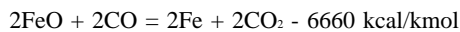
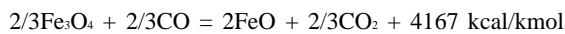
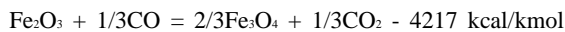


図 - 5 燃焼時におけるルツボ内の概略図

燃焼反応は単純には酸化反応であり、これらは発熱反応を示すのが一般的である。鉄鋼の大半を鉄 - 炭素合金と考え助燃剤をタングステンとすると、試料の燃焼で考えられる反応は以下のとおりである。



ただし、これらは酸素ガスと接する表層付近の反応であり、全体の酸化反応には溶湯の対流が大きな役割を担っていると考えられる。すなわち表層付近で酸化した酸化鉄が対流により下層側へ移動し、まだ酸化されていない元素を酸化する、といった間接的酸化反応が考えられる。



ここで炭素が析出物として単体で存在する鑄鉄などでは、酸化鉄の炭素による直接還元に起因する吸熱反応が生じることがわかる。この吸熱反応は全体の反応熱の収支の中で大きな割合を占め、溶湯温度に大きな影響を与えたと考えられる。鑄鉄の燃焼時における昇

温パターンと併せて考えると、鑄鉄材料における燃焼当初の温度の落ち込みは炭素による直接還元によるものと推測される。また、燃焼時の溶湯の内部を任意時間燃焼させたルツボを冷却後切断して観察すると、タングステンが 90 秒付近まで単体として残存していた。観察した SEM 像を図 - 6 に示す。溶湯内部をエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置で分析すると、大部分は鉄 - タングステン系の酸化物となっており写真中では暗黒色に見えている。当初スズが混合しているが時間が経過するに従ってスズの分量が激減し、ルツボの浸食の影響と思われるがケイ素が増加している。

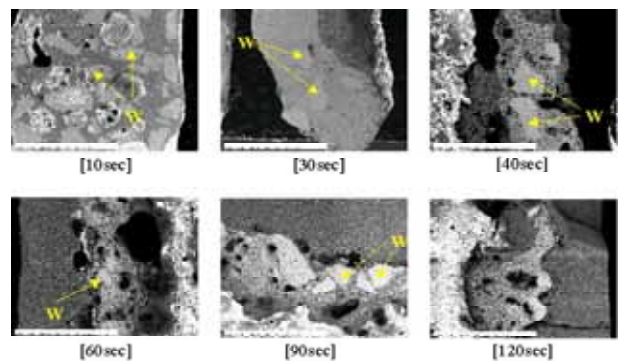


図 - 6 鉄鋼試料燃焼時の溶湯内部観察

このことからスズは融点が 232 と低く燃焼初期に溶融後、溶湯に流動性を与えた後、早い時期に昇華シダストとなって飛散していると思われる。また、タングステンは融点が約 3,400 と高く、また化学的にも安定なため燃焼後期まで固体として残存し、発熱体的な役割を果たして溶湯の高温を維持すると思われる。ただし、スズが昇華した後、溶湯中の酸化物量が多くなるに従って流動性は失われてゆき、また酸化物が大半を占めるため高周波誘導加熱による十分な熱量がかからなくなるのではないかと推測される。つまり溶湯全体の酸化反応は多量の熱量と溶湯の流動性が大きな要素として関係し、スズ量が豊富な燃焼初期では十分な熱量と溶湯の流動性が維持されているが、スズが昇華した後の後半では酸化反応は失速すると考えられる。低合金鋼においては炭素濃度が低く、燃焼初期に十分な流動性と熱量を維持できるが、鑄鉄などの高炭素材料では燃焼初期に炭素による直接還元的作用により温度の低下を招き十分な熱量が得られないために酸化反応の進行が遅れる。従って炭素成分の燃焼が完了した後温度の上昇を果たすものの、この時点ではスズの残存量が少なくなっており、酸化反応の進行が失速する

中でイオウの酸化反応も不十分となると考えられる。

3-3 助燃剤配合比率とイオウ分析値の関係

イオウ分析値が低値を示す試料について、タングステン - スズ系の助燃剤の配合を操作することにより分析値の改善を図った。試料 1g を採り、市販のタングステン - スズ系の混合助燃剤の添加量を変化させて分析した結果を図 - 7 に示す。低合金鋼には JSS1203-1、鑄鉄には JSS120-1 を用いた。この結果、いずれの鋼種についても助燃剤量 1.5g が最も安定な値を示したことから、試料 1g に対して助燃剤添加量を 1.5g とし、以後の実験を行った。

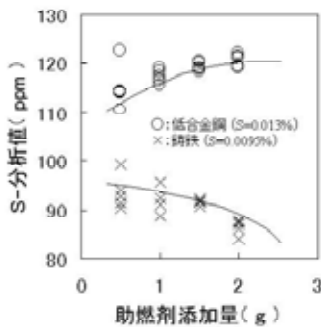


図 - 7 助燃剤添加量とイオウ分析値の関係

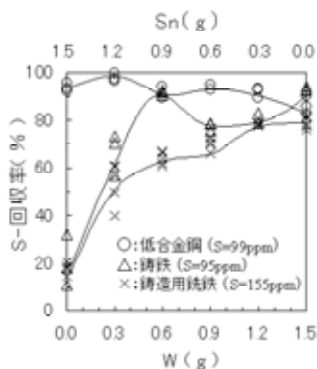


図 - 8 助燃剤配合とイオウ分析値の関係

試料 1g、助燃剤量 1.5g とし、タングステンとスズの混合比率を変化させて分析した結果を図 - 8 に示す。低合金鋼では全体的に安定で、特にスズリッチな条件では安定なイオウの回収率を示した。しかし高炭素材料である鑄鉄、鑄造用銑鉄では全体的に回収率が低く、タングステンリッチな条件で若干の改善を示した。これはスズリッチな条件では、本来タングステンが少なくとも十分なイオウ抽出が可能であるが、炭素含有量が多い試料では炭素の直接還元作用による温度低下の影響が大きく、タングステンを増やして炭素燃焼後の温度上昇を図ったとしても、すでにスズが飛散して溶湯の流動性が失われており、十分な回収率が得

られないと考えられる。助燃剤配合とイオウの抽出挙動の関係を図 - 9 に示したが、これからイオウの抽出速度の差が読みとれる。ピークが短時間にシャープに高く伸びているものほど抽出速度が速いということができ、スズのみの場合を除けばスズリッチな条件で良好な結果が得られた。このことからスズがイオウの酸化反応に大きく影響することがわかった。

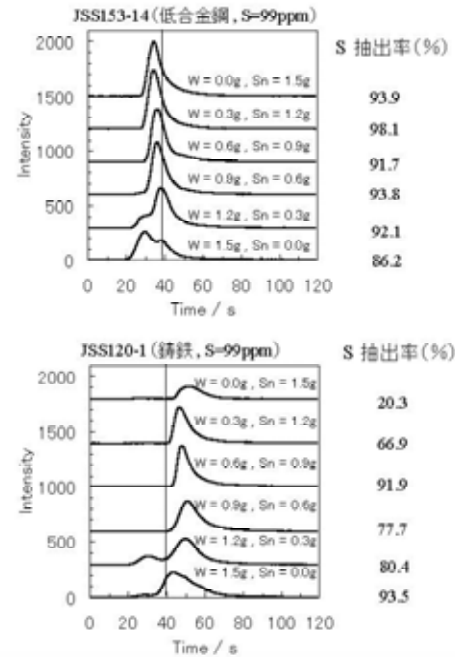


図 - 9 助燃剤添加量と硫黄抽出曲線

4 まとめ

高周波燃焼法 - 赤外線吸収法を用いた鉄鋼中イオウの分析において、鋼種によっては十分な回収率が得られないことが明らかとなった。助燃剤の配合比率を変化させて回収率の向上を図ったが、鑄鉄等の高炭素材料をはじめ、いくつかの材料では十分な結果が得られなかった。一方、低合金鋼では幅広い助燃剤の配合条件で高い回収率を示した。

5 参考文献

- 1) 遠藤丈, 猪熊康夫, 日野谷重晴, 拓殖信二: 材料とプロセス, 6, 1268, (1993)
- 2) JIS-G1215

タングステン短繊維強化Ti-6Al-4V合金の高温強度

小金丸正明^{*1} 西田新一^{*2} 柳田裕二^{*3}

中野光一^{*4} 玉崎英俊^{*5} 坂本満^{*6}

High Temperature Strength of Tungsten Short Fiber Reinforced Ti-6Al-4V Alloy

Masaaki Koganemaru, Shinichi Nishida, Yuji Yanagida

Kouichi Nakano, Hidetoshi Tamasaki, Michiru Sakamoto

Ti-6Al-4V合金をタングステン短繊維で強化した新しい金属系複合材料を開発した。この複合材料の引張強度は、室温で1300MPa程度と既存のチタン系材料に比較して非常に優れている。本報では、この複合材料の高温用構造材料としての適用性を評価するために行った高温引張試験の結果を示し、既存材料の高温特性と比較した結果について報告する。

1 はじめに

複数の優れた特性を兼ね備えた新材料開発の有力な手段の一つに、複数の素材の複合化、いわゆる複合材料の開発が挙げられ、これまで様々な研究開発が行われてきた。特に軽くて強い(高比強度)材料の開発は、自動車や航空機等の輸送機器の高性能・省エネ化や使用者の負担を軽減した高性能生体構造物の実用化に大きく寄与すると考えられる。

著者らはこれまでに、高比強度を指向してTi-6Al-4V合金とタングステン繊維という従来にない素材の組み合わせによる新しい金属系複合材料(Ti-W複合材料)の開発を行い¹⁾、その基礎的な特性を評価するとともに生体用構造材料等の具体的なアプリケーションへの適用性を評価してきた²⁾。本報では、高温用構造材料への適用可能性を評価するために行った高温引張試験の結果を報告する。また、高温用構造材料の例として自動車用エンジンバルブを取り上げ、要求される性能及び既存材料の高温強度について述べる。

2 実験方法

2-1 供試材

表1に複合材料の母材として用いたTi-6Al-4V合金粉の化学成分を示す。この粉体はアトマイズ法によ

て製造されたもので、粒径150µm未満でスクリーニングされている。タングステン短繊維は、表面が電解研磨された径20µmのタングステンワイヤーをボールミルで粉碎して得た。このTi-6Al-4V合金粉とタングステン短繊維を繊維の体積含有率が9%となるように配合し、Vミル混合機を用いて均一に分散・混合した。混合粉をカプセルに封入し、カプセル内を十分に真空加熱脱気した後、950℃、98MPa、1.5hrの条件でHIP(Hot Isostatic Pressing: 熱間等方加圧)処理を行った。HIP処理終了後、カプセルを機械加工によって除去し、800~900℃の温度域で熱間鍛造、熱処理を行った後、機械加工により試験片を作成した。図1に製造工程のフロー図を示す。この複合方法により製造されるタングステン短繊維強化Ti-6Al-4V合金の基礎的な機械的性質は既に報告済みであり²⁾、表2に示すとおりである。

表1 Ti-6Al-4V合金の化学成分(mass%.)

Al	V	Fe	O	C	N	H	Ti
6.14	3.93	0.17	0.19	0.011	0.014	0.009	bal.

表2 タングステン短繊維強化Ti-6Al-4V合金

Tensile Strength(MPa)	1334
Young's Modulus(GPa)	133
0.2% Yield Strength(MPa)	1257
Elongation(%)	2
Reduction of Area(%)	2~5

*1 機械電子研究所 *2 佐賀大学

*3 (株)黒木工業所 *4 (株)高田工業所

*5 日鐵ポルテン(株)

*6 産業技術総合研究所九州センター

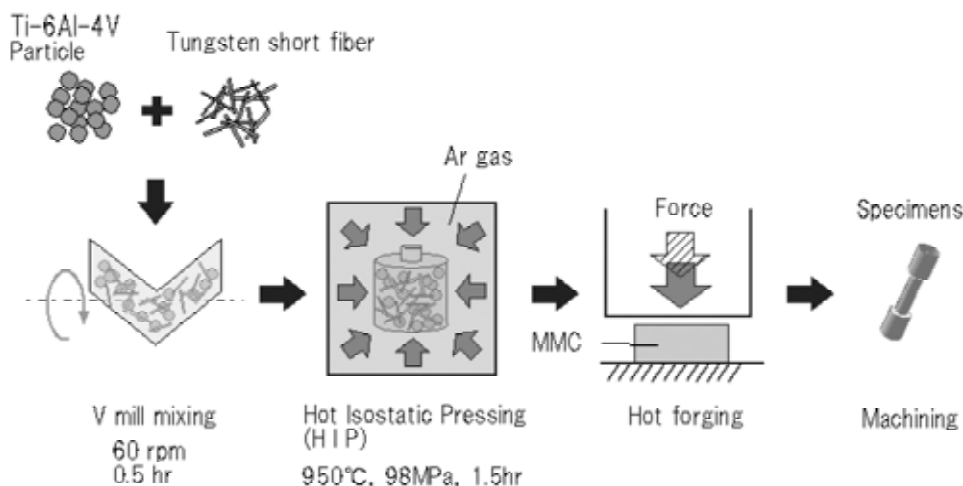
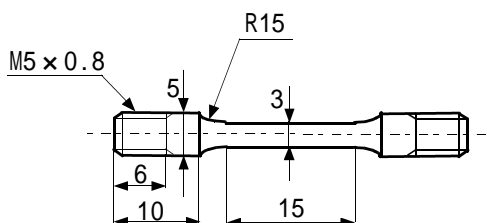


図1 製造工程フロー図

2-2 高温引張試験

高温引張試験に用いた試験片形状を図2に示す。試験は室温、400、600及び800の各温度で行った。既存のエンジンバルブ材の文献値と比較するため試験雰囲気は大気中とした。ただし、800については過度に試験片表面の酸化が進行する恐れがあったため、大気中での試験の他にArガスフロー雰囲気中에서도試験を実施した。引張速度は0.5mm/minで行った。



(単位 mm)

図2 高温引張試験片形状

3 結果と考察

3-1 試験結果

表3に高温引張試験によって得られたタングステン短繊維強化Ti-6Al-4V合金の引張強度を示し、図3に温度に対してグラフ化した図を示す。400を超える温度で、温度の上昇にともなう強度の低下の割合が大きくなった。400における引張強度は1000MPaを超えており、これは母材であるTi-6Al-4V合金の室温での引張強度に匹敵している。800における大気中とArガスフロー雰囲気中での結果に有意な差は認められなかった。試験後の試験片表面の状態は、400に

おいては変化がなく、600においては表面が虹色に変色しており、ごく薄い酸化膜が生成しているものと考えられる。800で使用した試験片の表面は黒色に

表3 タングステン短繊維強化Ti-6Al-4V合金の高温引張強度

	Tensile Strength (MPa)				
	#1	#2	#3	#4	#4
R.T.	1227	1440	1274	1354	1317
400	1003	1025	1022	1019	
600	591	616	571		
800	126*	114*	107*	96	104

* Ar gas flow

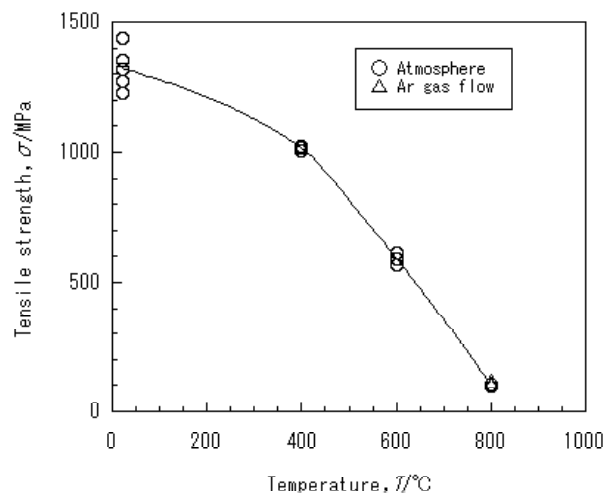


図3 タングステン短繊維強化Ti-6Al-4V合金における引張強度の温度依存性

変色しており、酸化がある程度進行したものと考えられる。しかし、伸びや絞りは他の試験温度のものよりも大きく、酸化部分はごく表面に限られていた。

3-2 エンジンバルブ材との高温強度の比較

高温での高比強度が要求されるアプリケーションとして自動車用エンジンバルブ材がある。自動車用エンジンにおけるバルブの軽量化は、低燃費化、静寂性の向上、高出力化に直結しており、近年、各自動車メーカーがチタン系材料を用いたエンジンバルブを開発し、市販車に搭載を始めている³⁻⁵⁾。

エンジンバルブのうち、排気用バルブは高温の燃焼ガスにさらされるため、通常の作動域で 600 程度、最高回転域で約 800 にもなり、この温度領域で一定の機械的強度が求められる。既に市販車の排気用エンジンバルブ材として使用されている Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.5Si の引張強度は、およそ、室温では 1050MPa、400 で 800MPa、600 で 650MPa、800 では 200MPa 程度であると報告されている³⁾。表 3 に示すように、タングステン短繊維強化 Ti-6Al-4V 合金の引張強度は室温 ~ 600 で Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.5Si と同等か優れた結果を示した。特に 400 以下の強度は非常に優れており、絶対的な強度に優れば、薄肉化、細径化によりエンジンバルブの軽量化に寄与できる。800 では Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.5Si にやや劣る結果となった。400 を超える領域で温度の上昇にともなう強度の低下の割合が大きいの、試験片平行部の径が 3mm と細かったため、酸化による試験片有効断面積の減少割合が大きかったことが一因と考えられる。エンジンバルブは、実用では酸化防止の表面処理を施して使用されるため、今後真空中での高温引張試験により比較評価する必要がある。

4 まとめ

新しく開発したタングステン短繊維強化 Ti-6Al-4V 合金の高温強度を評価した。高温引張試験を実施した結果、大気中での引張強度は、

400 : 1025MPa

600 : 616MPa

800 : 104MPa

であった。これは、既存のチタン系自動車排気用エンジンバルブ材である Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.5Si 材と比較して、600 以下では同等かそれ以上、800 ではやや劣る値である。

謝 辞

本研究の一部は、課題対応新技術研究調査事業の一環として中小企業総合事業団からの委託により実施されたものである。

試験ジグを作製して頂いた機械電子研究所の安部年史氏に感謝いたします。

5 参考文献

- 1) 産学官共同研究成果報告書「高性能金属系複合材料に関する研究」、財団法人福岡県産業・科学技術振興財団(2000)
- 2) M.Koganemaru et al.: *Proc. Fourth Pacific Rim Int. Conf. on Advanced Materials and Processing (PRICM4)*, pp.251-254(2001)
- 3) 岡田, 眞木他: 鑄造工学, 第 73 巻, 第 12 号, p.818-822(2001)
- 4) 斉藤: チタン, Vol.49, No.1, p.13-15(2001)
- 5) 斉藤: チタン, Vol.48, No.2, p.97-101(2000)

ものづくりの高度化に関する研究

オンマシンウェルディングシステムの試作

竹下朋春*1 野中智博*1 中村憲和*1 安部年史*1

石田康弘*2 中村裕章*3 谷川義博*4

Studies and Developments of Tradition System in Manufacturing Skill

Studies and Developments of welding System

Tomoharu Takeshita, Tomohiro Nonaka, Norikazu Nakamura, Toshifumi Abe

Yasuhiro Ishida, Hiroaki Nakamura, Yoshihiro Tanigawa

現在，工業製品は，消費者ニーズの多様化や商品サイクルの短縮化により，高品質な製品を短納期で製作する必要にせまられている。そのため，いかに低コスト化，短納期化を図るかが企業の生き残り策となっている。しかし設計変更や加工ミスが発生しても，納期の変更ができない。そこでこのような問題を解決でき，企業のセールスポイントとなるようなオンマシンウェルディングシステムの開発を行っている。今回は，工作機械上で肉盛溶接作業を行うことが可能な装置のハードウェア試作と基本ソフトの整備を行った。

1 はじめに

現在，消費者ニーズの多様化により，金型加工メーカーも短納期で高品質な製品の要求が高まっている。しかし受注後の設計変更も多く，納期厳守のまま金型加工メーカーも対応している。また CAD/CAM システムの発達により，装置を導入することで 3 次元形状の加工が可能となっている。しかし作業や CAM データのミスなどで，金型企業では 1 型あたり 4, 5 件，加工ミスが発生しているのが現状である。

このような設計変更や加工ミスの発生時には，熟練した技能者が溶接機を使用して手動で肉盛溶接を行っている。しかしこのような作業は大変な熟練を要すが，年々の熟練工の減少は，即座の対応ができないため経営者の不安材料となっている。また金型の意匠にかかる箇所においては，県内の企業ではできにくいため，大阪の業者に依頼している。したがって往復の輸送時間と費用がかかっている。

そこで，この問題を解決するためにオンマシンウェルディングシステムの開発を行う。

*1 機械電子研究所 生産技術課

*2 機械電子研究所 電子技術課

*3 機械電子研究所 機械技術課

*4 福岡県工業技術センター 企画管理部

2 試作開発のコンセプト

2-1 オンマシンウェルディングシステムの概要

図 - 1 に，工作機械上でのオンマシンウェルディングシステムを示す。

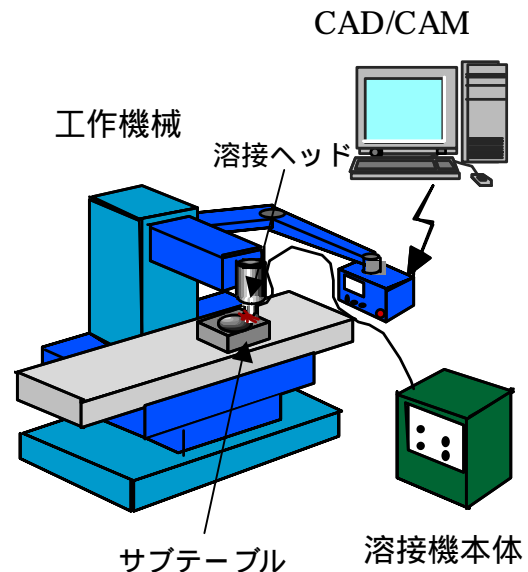


図 - 1 オンマシンウェルディングシステム

このオンマシンウェルディングシステムは，既存の工作機械を使用して自動化を行うものである。通常，工作機械の主軸ヘッドには工具ホルダを介してドリルやエンドミルなどの切削工具が取り付けられる。この部分に溶接ヘッドを取り付けて肉盛溶接を行うものである。この溶接ヘッド部分は，3 次元形状の肉盛溶接を行うために，溶接トーチの旋回，傾斜，溶接棒送り動作が

可能である。¹⁾

また溶接装置は、パソコン側から溶接電流や溶接パルスをコントロールし最適溶接条件で溶接する。さらに CAD/CAM 装置の部分は、3 次元形状の肉盛溶接を行うための NC データを作成する部分となる。また従来は、肉盛溶接のために毎回工作機械から金型をおろして溶接作業を行い、再度工作機械に載せ直して段取りを再度行い再加工していたが、このシステムでは、工作機械上に金型を載せたまま溶接、再加工を行うためのサブテーブルを用いる。このテーブルは溶接熱を工作機械本体から遮断し、工作機械に熱影響を及ぼさない機構としている。

2-2 溶接ヘッドの試作

溶接ヘッドは、設計ミスを極力無くするために、ソリッドタイプの 3 次元 CAD を用い、全ての部品と構造を 3 次元的に設計した。3 次元 CAD には、溶接用 CAM 開発システムに利用可能な CAD を使用した。

試作した溶接ヘッドは、全体をコンパクトにまとめるとともに、主要部分にアルミを用い、軽量化を図った。また、安全性を考慮し、工作機械主軸が回転しても装置が壊れないように工夫している。3 次元 CAD を用いることにより、CAM データ算出時の溶接トーチの干渉などを考慮することが可能となる。図 - 2 に、3 次元 CAD で設計を行った装置を示す。また、図 - 3 に、試作した溶接ヘッドを工作機械の主軸に取付けたものを示す。

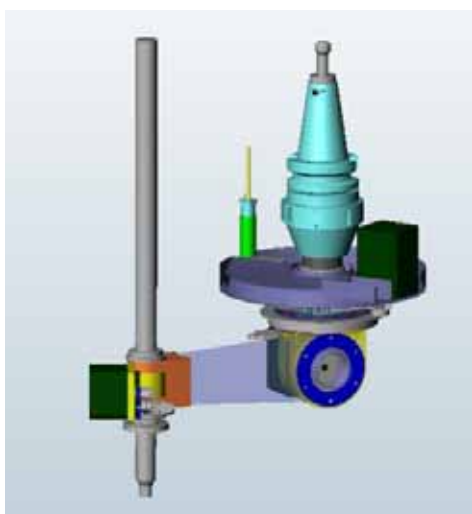


図 - 2 組立図 (3 次元)



図 - 3 溶接ヘッド

2-3 サブテーブルの試作

オンマシニングシステムを実現する上で考慮すべき重要な技術課題の一つとして、工作機械上で溶接を行う場合に、工作機械本体に悪影響を与えないことが挙げられる。悪影響の大きな原因として、溶接熱が工作機械本体に伝わり、熱による変形によって、機械の精度を悪くする可能性が考えられる。そこで、ワークをのせるための断熱機構を持つサブテーブルを試作した。図 - 4 に試作したサブテーブルを示す。



図 - 4 サブテーブル

2-4 制御装置の試作

工作機械上で様々な形状をもつ金型の補修溶接を行えるようにするためには、溶接ヘッド部の溶接棒を溶接条件に合わせて適切に供給すると同時に、従来の人手による溶接時の手の動き (ウェビング) を自動化する必要がある。また、溶接棒先端部が金型表面形状と一定距離を保って形状に沿って動くように工作機械本体を制御する必要がある。そこで、これらの制御方法を確立することを目的として制御装置を試作した。図 - 5 に試作した制御装置を示す。



図 - 5 制御装置外観

構成としては、ノート型パソコンから PCMCIA カードを介して、外部インターフェースであるモータコントローラに Windows から指令を送ることにより、ステッピングモータドライバに位置指令パルスが送られることで、ステッピングモータが動作する構成となっている。

2 - 5 CAM 基本機能の試作

オンマシンウェルディングシステムを開発する場合、溶接ヘッドが、複雑な曲面を持つ金型の表面上から一定距離を保つように工作機械本体を制御する必要がある。そこで、金型用 3 次元 CAD/CAM システムを使って、その制御用の NC データを作り出せるかどうかシステムを実現するための重要な技術要素となる。

従来の CAD/CAM システムでは、円筒形や球形をした工具を用いて形状を切削加工する場合の NC データは作り出すことができるが、本システムの溶接ヘッドを想定した金型表面形状と一定の距離を保った NC データを作り出す CAM 機能はない。そこで、溶接ヘッド制御用の NC データを作り出す CAM 機能を開発することが必要になる。

福岡県とコンピュータエンジニアリング社で共同特許を取得した「干渉線投影法」²⁾と呼ばれる計算アルゴリズムを使用しプログラム基本部分の開発を行こない、基本動作CAMが算出できることを確認した。

また、この基本動作 CAM が算出したデータをもとに、溶接ヘッドの動作を CAM と連動して行うことが可能な基本ソフトを整備した。整備した基本ソフトの操作画面の一例を図 - 6 に示す。このソフトを用いることで回転軸、仰角軸、溶接棒送り軸の 3 軸のモータの原点復帰動作が可能となり、原点位置からの絶対値 NC 動作を行えることを確認した。また、モータ回転中は、角度、溶接棒の繰出し距離を逐次表示することが可能となっている。



図 - 6 溶接ヘッドコントロールソフト基本画面

この試作ソフトとオンマシンウェルディング用基本 CAM 機能を用い、実際に溶接動作が可能なることを評価実験により確認した。

3 結果と考察

3-1 システム基本性能評価試験結果と考察

開発したシステムを用いて、簡単な 3 次元形状モデルを用いて溶接実験を行い、その動作確認を行うとともに、その性能を評価した。またサブテーブルの熱影響については、熱伝達のシミュレーション評価を行った。

図 - 7 に傾斜面に対して直線溶接を行ったワークを示す。直線溶接については、ピッチ 3.5mm で均等に溶接されていることが確認できた。



図 - 7 傾斜面の直線溶接例

また NC 工作機械を使用するため、図 - 8 に示すような、曲率半径 20mm の曲線溶接なども可能となることが判った。このような作業については、熟練した作業員にとっても困難な作業となるため、オンマシンウェルディングシステムの優位性が高まると考えられる。

また、オンマシンウェルディングシステムで行った溶接についてせん断検査を行った結果、溶接のみが剥脱するようなことはなかった。



図 - 8 曲線溶接例

さらに、工具顕微鏡を用い溶接部断面の組織観察を行った。組織観察顕微鏡写真を図 - 9 に示す。溶接部は溶接母材に溶け込み深さ 1.3mm でしっかり溶け込んでいることが確認でき、気孔、溶割れなどの溶接欠陥も観察されなかった。



図 - 9 組織観察写真

このことから、オンマシンウェルディングシステムとしての機能を満足していると判断できる。

CAD/CAM ソフト上で熱解析を行うことが可能なソフト（コスモワークス）を使用し、サブテーブル上のワークに熱を加えた場合の熱の伝わり方のシミュレーションを行った。シミュレーション結果の一例を図 - 10 に示す。

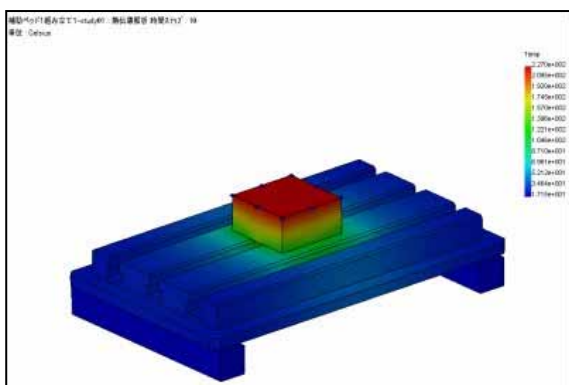


図 - 10 熱伝達解析（溶接 10 分後）

溶接時間 10 分ではサブテーブル上で溶接熱を受けることができ、工作機械のテーブルには熱の変化がないことがわかった。このことから、サブテーブルを用いることで、工作機械に熱影響を及ぼすことなく溶接できることが判断できた。

さらに、スペクトラムアナライザを用い溶接機が出

す電磁ノイズをピークホールドモードで測定した。パソコンに比べて放射レベルが大きいですが、常時存在する電磁ノイズではないため、実害はそれ程大きくないと考えられる。測定結果を図 - 11 に示す。

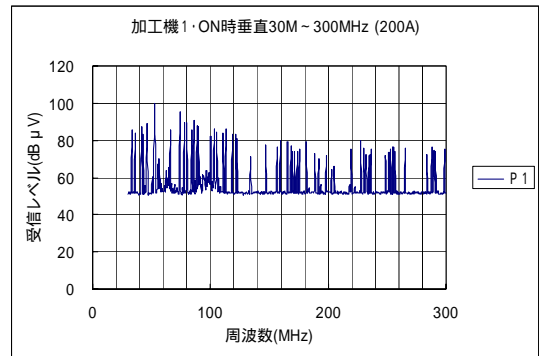


図 - 11 ノイズ測定結果

また、オンマシンウェルディングシステムを用いることで熟練者でもできないような正確な形状溶接などが行えることがわかった。このことは、今後補修溶接ばかりでなく、部品製作において削りだして作成していた部品の製作においても、肉盛溶接後加工することで、多量なくず鉄となる切粉の排出量を大幅に減らす効果があることもわかった。このことから、今後の新たな製品のセールスポイントとなると考えられる。

4 まとめ

本年度は、オンマシンウェルディング装置のハードウェアの試作と、基本ソフトの整備を行うとともに、基本的な溶接実験を実施し、製品化が可能な「オンマシンウェルディングシステム」開発の基礎技術を確立した。

5 参考文献

- 1) 竹下朋春他：工作機械上での溶接システム（特願 2000-79621）
- 2) 野中智博他：工具経路算出方法（特許番号 第 3010002 号）

スペックルを用いた面外変位計測装置の開発

内野 正和^{*1}、原田 豊満^{*1}、永井 誠^{*1}、小金丸 正明^{*1}

Construction of Measurement System of Out-of-Plane Deformation using Speckle Pattern

Masakazu Uchino, Toyomitsu Harada, Makoto Nagai, Masaaki Koganemaru

産業界では機械や構造物の長寿命化や省エネルギーのために耐環境性及び強度に優れた新素材開発や小型・軽量化という大きな課題を抱えている。機械や構造物の設計技術には従来より高精度な強度評価技術、及び応力解析技術が必要となる。レーザー光が粗面などによって散乱、反射することで生じるスペックルパターンを利用した実験的変形計測は、高温での計測、熱が加わるような動的な現象への適用が可能である。これまで電子デバイス等の信頼性評価を目的に2方向面内変位同時計測システムを構築したが、実構造物の変形は3次元的に生じるため面外変位計測も重要である。そこで本研究ではスペックルを利用した面外変位計測装置を試作し、予備実験を行い計測が可能であることを判明したのでここに報告する。

1 はじめに

近年、産業機器はCO₂等の環境問題物質の抑制等の理由からこれまでより苛酷な環境下で使用されるようになってきている。また、エネルギーの有効利用のため積極的な小型・軽量化も大きな課題となっている。これらの課題を解決するために、機械や構造物の設計技術には従来より高精度の強度評価技術及び応力解析技術が必要とされている。最近、産業用機械等の設計にはコンピュータシミュレーション(有限要素法等)が用いられる機会が増えてきている。しかしながらこの方法では境界条件を正確に与えることが困難であり、しかも解析結果は境界条件で大きく異なる。過小の強度評価は破壊に、過度の強度評価は製品の重量の増加、大型化につながる。そこで実験的応力計測の重要性が再認識されているが従来の方法では種々の欠点があり、十分有効な手段とはなっていない。例えば歪みゲージ法ではゲージを貼った点のみのデータが得られるだけで応力の分布や応力集中部の特定はできない。また、接触式なので計測条件や環境等によっては計測できない場合がある。次に非接触の計測法として赤外線とレーザーを利用したものがある。これらの方法は高温

及び低温での計測が可能で物体表面の変位分布を計測することができる。更に応力集中箇所やき裂の発生部の特定ができ、実物のパターン計測が可能である。しかしながら赤外線を用いた方法では繰り返しの応力を加える必要があり、静的な荷重への適用は難しく、また、計測だけでは主応力の分離(最大と最小主応力を求める)ができない等の問題がある。一方、レーザーを利用した方法ではレーザー光の干渉による干渉縞の変化から変形を求めるため測定環境を選ばず、静的及び動的な荷重への適用が可能である。また、散乱光を利用した計測は測定面が荒れる程良いので実構造物への計測には非常に適している。さらに、主応力の分離も可能である。従ってこの方法のみでも実構造物表面の応力解析の手段としては十分である。更に構造物内部の応力分布が問題になる場合には計測結果をそのまま有限要素法の正確な境界条件とし、有限要素法と併用して構造物全体の応力分布を正確に把握することができる。これまで電子デバイス等の信頼性評価を目的に2方向面内変位同時計測システムを構築したが、実構造物の変形は3次元的に生じるため、面内変形に加えて面外変位計測が重要である。そこで本研究ではスペックルを利用した面外変位計測装置を試作し、予備実験としてアルミ板の熱変形を計測し、画像処理を用いた

*1 機械電子研究所

位相解析を行う。

$$|I_{before} - I_{after}| = |2a_1a_2[\cos(\phi) - \cos(\phi + \Delta\phi)]|$$

$$= 4|a_1a_2 \left| \sin\left(\phi + \frac{\Delta\phi}{2}\right) \right| \left| \sin\left(\frac{\Delta\phi}{2}\right) \right| \quad (4)$$

2 スペックル干渉法の原理

本研究で利用したスペックル干渉法の原理¹⁾について説明する。レーザ光を粗面に照射した場合、レーザのコヒーレンシ（可干渉性）によってランダムな位相の光が重ね合い、干渉し、ぎらぎらと輝く斑点模様が観察される。この干渉パターンがスペックルパターンと呼ばれる。スペックル干渉法は、測定面上に2つ以上の光路を通ったレーザ光を重ね合わせた時に生じるスペックパターンを利用して変位を求めるものである。図-1に面外変位を求める光学系を示す。この光学系は測定物と参照物（動かない対象物）の両方の表面で散乱・反射したレーザ光を干渉させ、測定面（CCDカメラ）上で結像させてスペックルパターンを得る。ここで測定面が面外方向に w だけ変形したとすると、変形前後で二つの光路を通る光の位相差 ϕ は次式で表される。

$$\Delta\phi = \frac{4\pi w}{\lambda} \quad (1)$$

ここで、 λ はレーザの波長である。

また、ここで測定物と参照物からの照射でCCDカメラの画素上の1点に到達する光の振幅をそれぞれ a_1, a_2 とし、両者の位相、並びに位相差をそれぞれ $\phi_1, \phi_2, \phi = \phi_1 - \phi_2$ とするとこの点の変形前の強度は次式で表される。

$$I_{before} = |a_1 \exp(i\phi_1) + a_2 \exp(i\phi_2)|^2$$

$$= a_1^2 + a_2^2 + 2a_1a_2 \cos\phi \quad (2)$$

変形後の強度 I_{after} は変形による位相を ϕ とすると

$$I_{after} = a_1^2 + a_2^2 + 2a_1a_2 \cos(\phi + \Delta\phi) \quad (3)$$

となる。

次に変形前 I_{before} と後 I_{after} のスペックルパターンの差の絶対値を取ると

となり、 $|\sin(\phi + \phi/2)|$ は0から1までランダムな値をとり、 $|\sin(\phi/2)|$ は位相差によって0から1まで規則的に変化する。そのため変形による位相差 ϕ が π の奇数倍 ($2n+1$) の場合は強度が最も大きくなり、偶数倍 $2n$ の場合は強度がゼロとなる。これによりスペックルの干渉縞が形成される。干渉縞1本辺りの変位量は式(1)よりレーザの波長の半分となる。この原理を利用し、縞分布よりレーザ照射方向の面外変位要素分布を求めることができる。

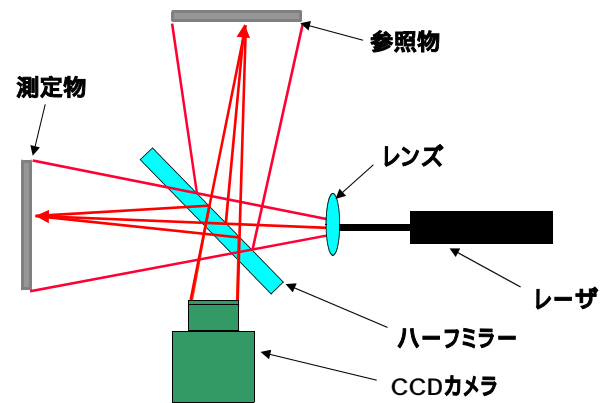


図-1 スペックル干渉法による面外変位計測系

3 実験及び考察

3-1 光学計測システム

図-2に面外変位計測装置の写真を示す。本装置は

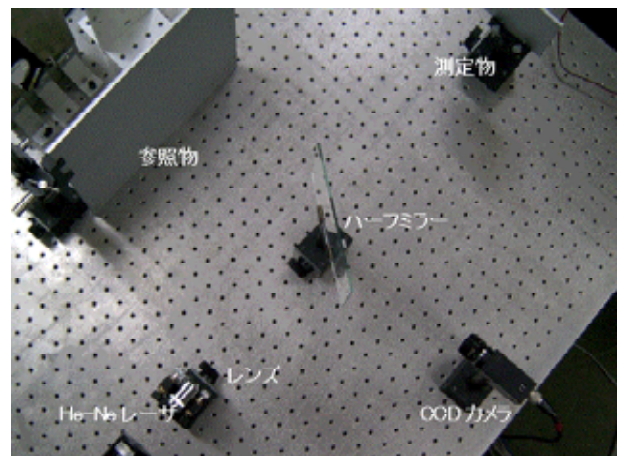
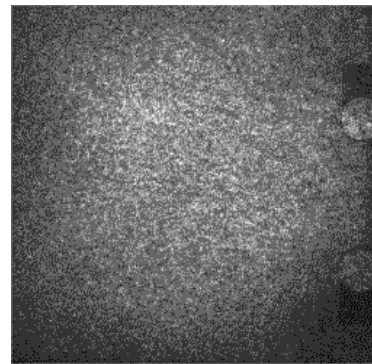


図-2 面外変位の計測装置の写真

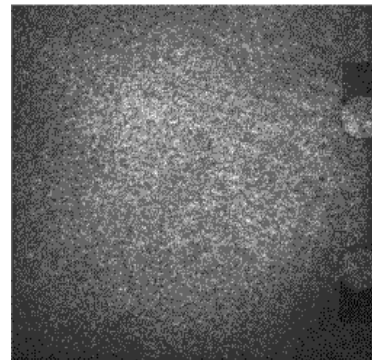
He-Neレーザ、CCDカメラ、レンズ、ハーフミラー、動かない参照物で構成されている。レーザはレンズにより拡大され、ハーフミラーに照射される。ハーフミラーで透過したレーザ光は測定物に照射され、表面で散乱・反射し、ハーフミラーにより反射されてCCDカメラで結像される。また、ハーフミラーで反射されたレーザ光は参照物表面に照射され、散乱・反射され、ハーフミラーを透過したものがCCDカメラで結像される。即ち、測定物と参照物表面で散乱・反射したそれぞれのレーザ光が干渉し、CCDカメラで結像され、スペックルパターンが得られる。変形前と変形後のスペックルパターンの差の絶対値を求めることで面外変位に対応した干渉縞を得ることができる。

3 - 2 計測結果

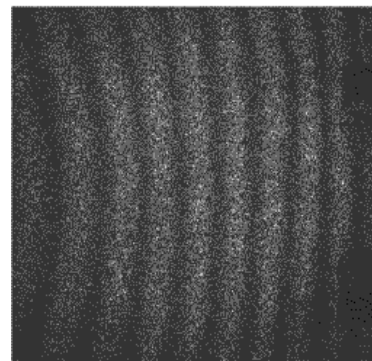
100mm 角、板厚 5mm のアルミプレートの後部左側半分をラバーヒータを金具を用いて取り付け、加熱し、部分加熱による熱膨張の面外変位計測を行った。熱が左から右に伝わり、それに対応して干渉縞が左から発生し、右側に移動し、時間と共に干渉縞が密になっていく様子が観察された。図 - 3 に計測結果の一例を示す。図の(a)、(b)はそれぞれ変形前、変形後で、(c)は両者の差の絶対値を取ったスペックル干渉縞である。図 - 3 (c)より、もっとも変形がしているのはプレートの左端の中心部で、干渉縞の形状が円弧状になっているのが観察される。また、右側に移るにつれて干渉縞の間隔が広がっている様子も見て取れる。これはヒータが左側にしかなく、プレート内部の熱伝達、並びにプレート側面からの放熱、拘束条件（後部側を固定）とを考慮した結果と相関の取れた計測結果であると考えられる。また、図 - 4 に図 - 3 (c)を元にした位相解析の結果を示す。これは平均化やメディアンフィルタ等の画像処理を行い、干渉縞のノイズを除去し、干渉縞間を 8bit の階調で表示したものである。最大変位は左端中心部で、10番目の干渉縞が発生する直前で、面外変位量は式(1)より約 3.0 μ m である。



(a)



(b)



(c)

図 - 3 後部左側半分をラバーヒータで加熱したアルミプレートの熱膨張による面外変位計測結果の例、(a)変形前、(b)変形後、(c)スペックル干渉縞

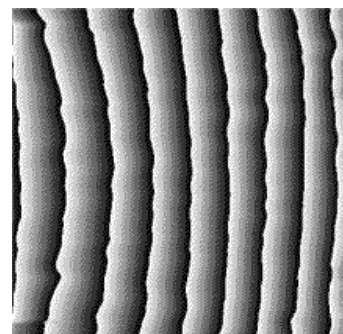


図 - 4 図 - 3 (c)を元にした位相解析の結果

4 まとめ

He-Neレーザ、CCDカメラ、レンズ、ハーフミラー、参照物で構成されたスペックルパターンを利用した面外変位計測システムを製作した。また、100mm 角のアルミプレートについて部分的に熱を加えて面外変位を生じさせたものについて計測を行い、熱伝達と関連のとれた干渉縞が発生し、熱膨張のような動的な現象下での面外変位計測装置の有効性が確かめられた。

今後、温度変化や温度分布の計測を行い、変形との相関を比較検討することが重要である。更に変形解析を行う上で温度計測結果と干渉縞から得られた表面の変形結果とを有限要素法の境界条件とすることで内部変形、内部応力解析が可能となり、高精度な解析手法を確立することができる。そして、IC チップのような電子デバイスの計測を行い、製品の信頼性の評価はもちろんのこと電子デバイスを組み込んだパッケージ設計にもフィードバックさせていきたい。

5 参考文献

1) Pramod, K. R.: Digital Speckle Pattern Interferometry and Related Techniques, John Wiley & Sons, Ltd Press, Chichester (2001)

既設橋梁における床版等のひび割れ検出システムの開発

- コンクリート構造物の亀裂計測と破壊性状の評価に関する研究 -

百武 稔郎^{*1} 柿本 忠純^{*2}

Development of detecting a crack in floor board on established bridge

-Study of measurement of a crack and destructive properties for concreted building-

Toshio Hyakutake^{1*} Tadazumi Kakimoto^{2*}

本研究では、既設橋梁の床版等におけるひび割れを画像処理によって検出し、フラクタル理論による亀裂計測と破壊性状の評価方法について研究を行っている。本年度は、コンクリート構造物のひび割れを画像として検出し、フラクタル理論を応用した劣化指標による劣化度許容範囲の推定について検討を行った。劣化指標を解析した結果、ひび割れの形状は1.1以上、ひび割れの幅1mm以上、で劣化が進展した状態であることが明らかになった。これにより、重厚長大なコンクリート構造物の劣化に対し、複雑で無数に生じるひび割れを計測・分析することで、これまでの主観的な目視観察による判定から客観的で迅速かつ定量的に評価するシステムが開発できた。

1 はじめに

コンクリート構造物は、住宅、橋梁、ダム、原子力発電所、護岸、トンネルなど人間が作る重厚長大なあらゆる構造物に使用され役立っている。しかし、近年この供用中の構造物の自然災害、設計・施工ミスによる劣化、破壊が社会問題となっている。具体的な劣化の主な原因としては、住宅や橋梁などに発生しているアルカリシリカ反応（ASR）による膨張ひび割れとトンネルなどの施工ミスによるコールドジョイント崩落が挙げられる。本来コンクリート構造物はメンテナンスフリーではなく、劣化し、地震等による外力により、破壊に至る。一般に 10^4 日（約27年）を経過すると耐用年数に達すると言われる。コンクリートの破壊はまず、ひび割れが発生し発展して生じるものであり、コンクリート構造物の劣化度を把握するにはこのひび割れを検出し評価する必要がある。ひび割れは、時間とともに変化し、ASRによるひび割れ状態は、環境温度、湿度などの要因によって影響されることが認められている。このひび割れの特性は、いわゆるランパース法や

面積法によるひび割れ数、幅及び密度などによって評価されている¹⁾。しかし、これはサンプリング抽出による部分評価であり、ひび割れ全体の形状、進展及び分布の評価には曖昧な表現をせざるを得ない。さらに、構造物の損傷程度の診断、補修とその工法の選択には不可欠なひび割れの的確な評価方法が、確立されているとは言い難いのが現状である。

本研究では平成12、13年度に非線形現象の解析に適しているフラクタル理論を複雑で非規則的なコンクリートの膨張ひび割れに適用して、その定量的評価方法を検討するとともに、ひび割れの状態を定量化し、かつ進展を把握することによって、損傷の評価に有益な手法を開発している。当該年度はコンクリート構造物のひび割れ状況をカメラで撮像して画像データ化し、ひび割れを抽出する。そして、画像処理技術とフラクタル理論の応用によるコンクリート構造物の劣化度の許容範囲について検討を行った。

2 材料および方法

2-1 画像処理によるひび割れ検出

画像データから目的のひび割れを抽出する際、まずノイズを除去するための平滑化処理を行い、次に

*1 生物食品研究所 *2 検計測検査

ひび割れの輪郭を強調してひび割れを抽出しやすくした。そして画像の濃淡値のヒストグラムをもとに背景とひび割れとを分離して抽出を行った。抽出したひび割れは二値化処理を施して、フラクタル次元計測のデータとした。

2-2 フラクタル理論

フラクタルとは、海岸線や岩石の破断面、亀裂などの複雑、不規則な形状でかつ自己相似性のある図形を数学的に簡便な規則性を見出して表現することである²⁾。

フラクタル次元を求めるにはいくつかの方法があるが、ひび割れのフラクタル解析には被覆法の正方形カバー法が採用されることが多い³⁾。これは、ひび割れを一辺の長さ r_0 (r_0 の値はそれぞれ異なる) の正方形で被覆(以下カバーと称す)し、ひび割れを含む一辺の長さ r_0 の正方形の数 N を求める。 r_0 を変えたとき、 N と r_0 との関係が以下ようになる。 D はフラクタル次元である。

$$N \sim r_0^{-D} \quad (1)$$

N と r_0 を対数上にプロットし、そのプロットがほぼ直線上であれば、その勾配から D が求められる。

2-2-2 フラクタル次元の計測方法

本研究では、ASRによるコンクリートのひび割れのフラクタル解析には正方形カバー法を採用した。図-1はコンクリートの膨張ひび割れの模擬図をカバー法で被覆する例である。解析の手順は、コンクリート画像を一辺長さ r_0 の正方形で区切った正方形画面をカバーし、ひび割れが生じている正方形の数を読みとり、次に、得られた $N \sim r_0$ の関係からフラクタル次元 D を求めた。

図-2に解析の一例を示す。図より $N \sim r_0$ が全て直線関係を示せば、ひび割れはフラクタル性を有していることとなり、直線の傾きがフラクタル次元となる⁴⁾。コンクリートのひび割れがフラクタル性を

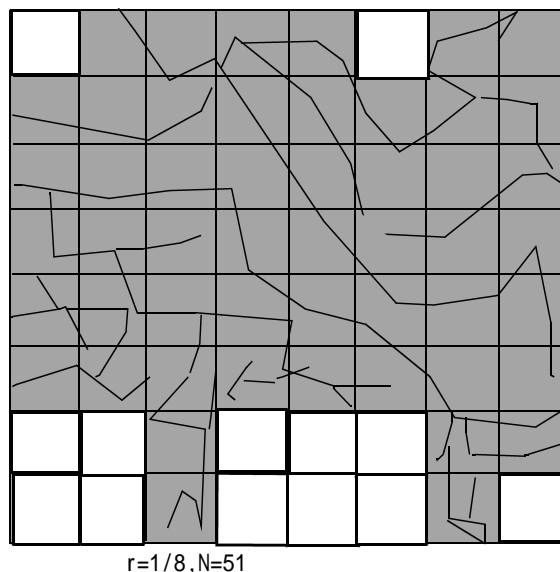


図-1 正方形によるカバー法

有していれば劣化が進むにつれフラクタル次元が大きくなる相関が示され、これによりフラクタル次元からひび割れ特性が評価できる。

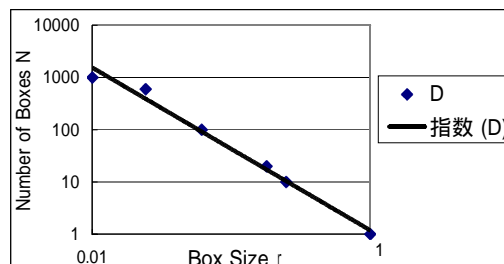


図-2 ひび割れフラクタル次元 D 計測例

ここで、解析する一辺の長さ r_0 の上限と下限について述べると、本研究が対象とする ASR によるコンクリートのひび割れは有限で、上限と下限が存在すると思われる。ここでは、画像に大きさがあるので、ひび割れの上限值は、画像の縦もしくは横のいずれか短い方となる。また、一辺の長さ r_0 の下限はフラクタル性を失わない自己相似性の下限を示している。実際には膨張ひび割れを起こす骨材の大きさに関係することが推測される⁵⁾。

2-3 評価方法

ひび割れの進展は形状が線状ひび割れから網状ひび割れに発展し、ひび割れの分岐の発達が見られ、

ひび割れの幅、長さ、面積等も増大していく。また、コンクリートの劣化は、ひび割れの状態（形状、幅、長さ、面積等）により判断される。

これらひび割れの性状はフラクタル次元Dと2つ目の指標のひび割れの幅W（最大幅）で測定し評価を行う。

劣化の進展に伴いひび割れが発達し、そのひび割れが複雑な形状をなす。フラクタル次元はこの変化（形状、幅、長さ、面積等）を捉え、劣化が進むにつれ経験次元である2に近づき劣化の進展を数値として表す。

これら2つの指標は劣化が進展するひび割れの状態をもれなく計測・定量化するものである。したがって、この指標により重厚長大なコンクリート構造物上に、複雑で無数に生じたひび割れをこれまでの目視観察による判定から迅速かつ定量的に評価することが出来る。

3 結果および考察

3 - 1 画像処理によるひび割れの抽出

ひび割れしたコンクリート原画像を図 - 3 に示す。

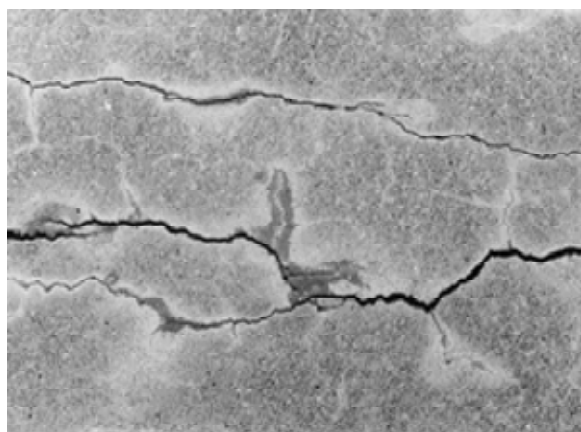


図 - 3 コンクリートひび割れ原画像

この原画像に対し平坦化処理によりノイズを除去し、

HiGaussフィルターによりひび割れの強調処理を行った後、ひび割れの抽出を行った。その結果を図 - 4 に示す。この図より、ひび割れが明瞭に抽出され

ていることが示された。

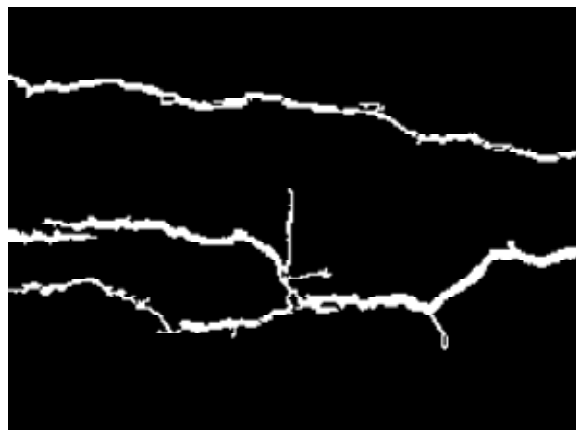


図 - 4 ひび割れ抽出画像

抽出されたひび割れ画像のフラクタル次元計測を行った。実験結果は、図 - 5 に示すとおりである。実験結果から $\log N$ と $\log r$ が直線関係を示すことから、ひび割れはフラクタル性を有していることが示され、フラクタル次元Dは1.284であった。この実験結果から、コンクリートのひび割れは、フラクタル性を有していることが確認され、これによりフラクタル理論によるひび割れ評価が有意性を持っていることが示された。

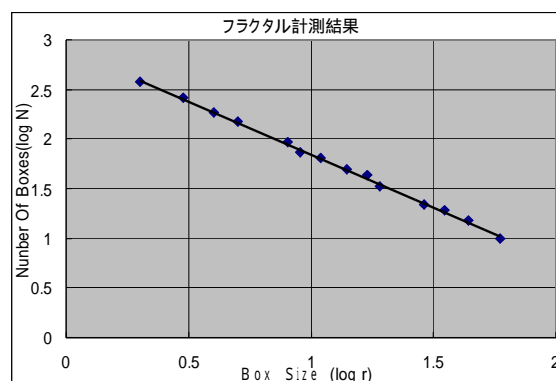


図 - 5 Nとrとの関係

3 - 2 劣化度の許容範囲の推定

図 - 6 にひび割れ幅とフラクタル次元の計測結果を示す。現在ひび割れの劣化判断の基準は日本土木

学会のコンクリート標準示方書⁶⁾や日本道路公団の橋梁等点検基準書⁷⁾等により示されている。これらを基に劣化基準の第1段階はひび割れ幅が1mm以上に至ると要点検箇所としている。よって図-6よりフラクタル次元が1.1以上で有る場合、劣化が進んでいる状態であることが明らかになった。

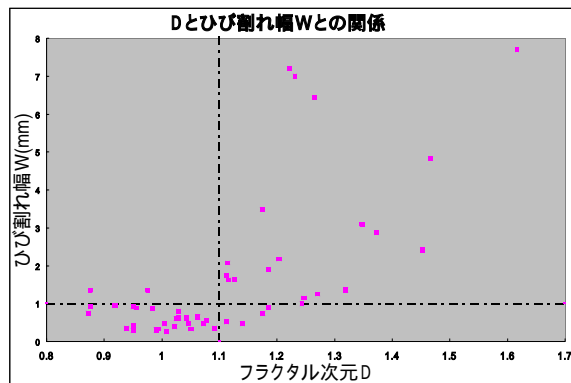


図-6 ひび割れ幅とフラクタル次元の関係

さらに、適時の補修が必要な損傷は、主鉄筋の一方向ひび割れだけでなく配力鉄筋方向(2方向)にもひび割れが発生している状態である。早急な補修が必要とする損傷は、2方向にひび割れが発生し剥離・剥落が発生している状態である。このコンクリートの劣化状態とフラクタル次元Dの分析を行った結果を図-7に示す。

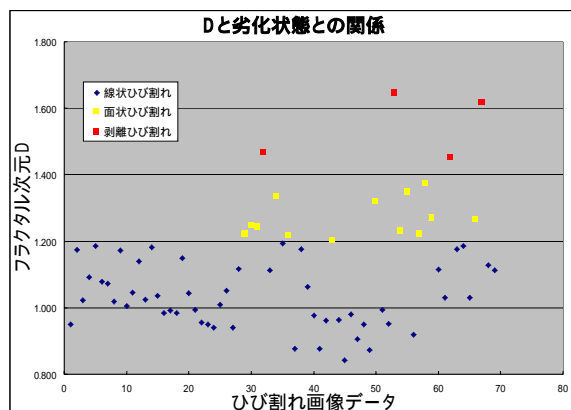


図-7 コンクリートの劣化状態とフラクタル次元Dとの関係

図より劣化の第2段階の適時の補修が必要な2方向にひび割れが生じた状態(面状ひび割れ)はフラクタル次元D=1.2以上を示した。さらに、第3段階の早急な補修が必要とする剥離・剥落が生じた状態(剥

離ひび割れ)はフラクタル次元D=1.4以上を示した。

3-3 フラクタル特性値によるひび割れ状態のモデル

ひび割れの進展は線状ひび割れから面状ひび割れと進む。人間はこの進展度合いを認識することが難しい。そこで計測されたフラクタル次元Dを基にひび割れ形状を線状ひび割れに変換した。その結果を図-8に示す。

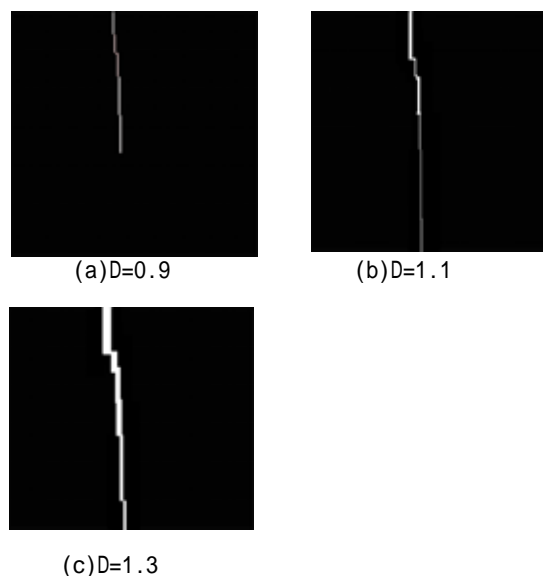


図-8 フラクタル次元によるひび割れモデル

図より、劣化の進展に伴いひび割れの分岐が発達し複雑化する状態を線状ひび割れモデルに変換することにより、人間が劣化の進展度合いを直感的に理解しやすく表現できる。

4 まとめ

既設橋梁の床版等のASRによる膨張ひび割れに対して、画像処理によりひび割れの検出し、フラクタル理論を応用してコンクリート構造物の劣化度評価方法と劣化の許容範囲について検討を行った。その結果が次のことが得られた。

コンクリートのひび割れ進展状態の評価は、

- 第1段階：定期的な点検を要する損傷
フラクタル次元D=1.1以上、ひび割れ幅W=1mm以上
- 第2段階：適時の補修が必要な損傷
フラクタル次元D=1.2以上、ひび割れ幅W=1mm以上
- 第3段階：早急な補修が必要な損傷
フラクタル次元D=1.4以上、ひび割れ幅W=1mm以上

で判断できることが判明した。

また、フラクタル特性値モデルにより複雑な形状に進展していくコンクリートの劣化度合いを人間に理解しやすい状態に表現できることが判明した。

今回の実験により、ひび割れの進展状態の評価指標についてフラクタル次元を応用した手法は有意性を持ち、コンクリートの劣化状態を表すことが出来ることが明らかになった。さらに、これらフラクタル次元を基にした2つの評価指標によるコンクリート構造物の損傷評価はこれまで不可能であったひび割れの進展状態を定量化し評価することが可能となった。

5 参考文献

- 1)Nishibayashi.S.:Evaluation of Alkali-Aggregate Reaction by Concrete Specimen, Transactions of the Japan Concrete Institute (1987)
- 2)高安秀樹：フラクタル科学，朝倉書店(1987)
- 3)Mandelbrot.B.B.:The Fractal Geometry of Nature, W.H.Freeman and Company,New York (1983)
- 4)Richardson.L.F.:Beir.Phys.Freien.Atmos.15,24, (1929)
- 5)阿部忠行ら：舗装ひび割れのフラクタル解析，土木学会論文集，Vol.16,No.442,PP.119-126 (1992)
- 6)土木学会：“コンクリート標準示方書（平成8年制定）設計編”，pp.86-89.
- 7)日本道路公団：“維持修繕要領橋梁編”，1988, 5.

ニーム由来成分を用いた害虫防除剤の開発

ミナミキイロアザミウマに対するニーム抽出物の摂食阻害活性

一松時生^{*1} 百武稔郎^{*1} 齋藤浩之^{*1} 水城英一^{*1} 中村寿雄^{*2} 野田潔^{*2}

Development of insecticide using the Neem Extracts

Antifeedant activity of the Neem Extracts against *Thrips palmi* KARNY

Tokio Ichimatsu, Toshio Hyakutake, Hiroyuki Saitoh, Eiichi Mizuki, Toshio Nakamura, Kiyoshi Noda

ニーム抽出物は、インドセンダン (Indian Neem, *Azadirachta indica*) の種子から得られる。その主成分であるアザジラクチンAは、数種の昆虫に対する摂食阻害活性が報告されている。そこで、本研究では、ニーム抽出物を防除剤として製品化するために必要な摂食阻害活性の確認及びその有効濃度の検討を行った。ダイズ、サトイモ、キャベツ、ナスなど多くの畑作物および野菜類を加害する雑食性の害虫であるミナミキイロアザミウマ (*Thrips palmi* KARNY) に対してバイオアッセイを行った結果、ニーム抽出物の摂食阻害活性が認められた。

1 はじめに

ニーム抽出物は、インドセンダン (Indian Neem, *Azadirachta indica*) という樹木の種子より得られる。このニーム抽出物の主成分アザジラクチンA¹⁾は、昆虫に対して忌避および摂食阻害作用が報告²⁾³⁾されている。そして、欧米では生物農薬として利用されている。日本では、まだ幾つかの製品が見られるに過ぎない。そこで、この植物抽出物を生物農薬として開発するために、この植物抽出成分の忌避・摂食阻害剤としての有効性の確認及びその有効濃度の検討をアザミウマ目昆虫のミナミキイロアザミウマに対して行った。

ミナミキイロアザミウマ (*Thrips palmi* KARNY) , の寄生する植物は21科79種が記録され、きわめて広い範囲の植物に発生する。園芸作物ではキュウリ、ピーマン、スイカ、ナスなどの果菜類のほか、ホウレンソウ、シュンギクなども被害を受ける。キク、シクラメン、ガーベラ、コスモスなどの花き類も加害を受ける。本種は吸汁性であるため、葉での被害症状ははじめ葉裏の葉脈沿いに1~3mmの白斑を生じ、密度が高まるにつれて銀白色の斑紋が拡大してくる。さらに密度が高まると巻葉して枯れ上がり、後には落葉する。近年、化学農薬に対する抵抗性が増大し、生物農薬の開発が待たれている。また、本種は、飼育も比較的容

易なため、対象害虫とした。

インドより、ニーム抽出物の溶液と乾燥粉末を入手し、それぞれについて、摂食阻害活性を測定した。

2 材料と方法

2-1 供試虫

本実験に使用したミナミキイロアザミウマは、インゲンをを用い、25℃で継代飼育⁴⁾⁵⁾した成虫を用いた。

2-2 ニーム抽出物

インドセンダンの抽出物の溶液及び乾燥粉末の2種を今回の試験に供した。

バイオアッセイを行う前に、HPLCを用いて成分分析を行い、アザジラクチンAの濃度を定量した。サンプルをメタノールで希釈し、0.45µmメンブランフィルターで過後、分析した。分析は、Isocratic HPLCで行い、カラムはLiChro CART (ODS) 250×4mm (Cica-MERCK)、溶媒はアセトニトリル/水=4:6、流速1ml/min、カラム温度40℃、サンプル量10µlで行った。

2-3 バイオアッセイ

インゲンの葉は、発芽7~10日の本葉(30mm)を用いた。ニーム抽出液を葉の表に塗布し、乾燥させた。添着剤としてグラミン(農林水産省登録第13662号、三共株式会社製)を最終希釈倍数が1,000倍となるように、ニーム抽出液に添加した。ガラス製円筒容器(外径30mm、内径27mm)の筒の端に塗布面を中に

*1 生物食品研究所

*2 クロレラ工業株式会社

して、葉を載せ、寒天（5%、厚さ5~7mm）をその上から載せ、それらをパラフィルムで巻いて固定した。成虫20匹を筒の中に入れ、ビニールで蓋をした。25で摂食させ、48時間後の加害面積を判定した。

サンプル溶液は、アザジラクチンAの濃度を基準とし、10倍ずつ濃度が異なるニーム抽出物を4濃度、グラミン1000倍希釈蒸留水で調製し、各々の濃度で3連行った。ブランクとして、ニーム抽出物の代わりにグラミン1000倍希釈蒸留水を添加したものをを用いた。ブランクの葉の加害面積（ cm^2 ）を摂食阻害活性0%とし、加害面積0（ cm^2 ）を摂食阻害活性100%とした。

2-4 葉の加害面積の測定

葉をデジタルカメラでとり、画像解析により加害面積を算出した。

3 結果と考察

3-1 ニーム抽出物の成分

HPLCで分析した結果、インド産ニーム抽出物溶液の濃度（アザジラクチンA含有量）は、0.203%（w/v）であった。乾燥粉末の濃度は、6.40%（w/v）であった。

3-2 ニーム抽出物の摂食阻害活性

溶液は0.01~10ppm、乾燥粉末は0.5~500ppmの範囲で用量依存的に摂食阻害活性を測定した。これらの希釈率は、予備試験を基に決定した。図-1、図-2に、実験開始48時間後の摂食阻害率とアザジラクチンA濃度（対数目盛）との関係を示した。これらのグラフから、溶液及び乾燥粉末の EC_{50} （半数影響濃度, Median Effective Concentration）は、それぞれ0.1 ppmから1 ppmの間、及び10ppmから100ppmの間にあることが判る。 EC_{50} を算出した結果、溶液及び粉末の EC_{50} 値は、それぞれ0.213 ppm（危険率5%以下で有意）、及び72.3 ppm（危険率1%以下で有意）であった。ミナミキイロアザミウマの摂食阻害活性は、溶液が乾燥粉末より約300倍高いことが判明した。この原因として今回使用した乾燥粉末が何らかの原因で活性を失ったと考えられる。

4 まとめ

ニーム抽出物のミナミキイロアザミウマに対する摂食阻害活性を測定した。その結果、ニーム抽出物溶液の EC_{50} 値は0.213 ppm、ニーム抽出物乾燥粉末の EC_{50} 値

は72.3 ppmであり、アザジラクチンAの濃度と摂食阻害活性の間に相関が認められた。

今後は、農作物の病原菌（カビ、細菌）に対して抗菌もしくは静菌効果があるかどうかの検討を行う予定である。

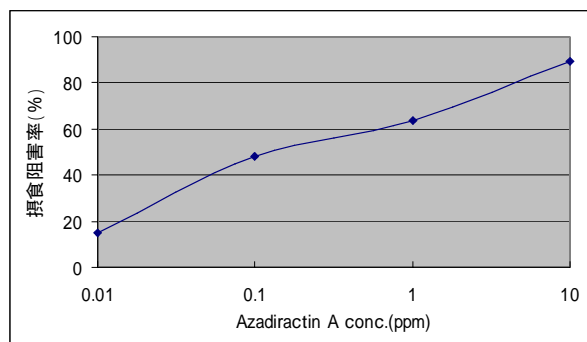


図-1 ニーム抽出物溶液のアザジラクチンA濃度と摂食阻害率

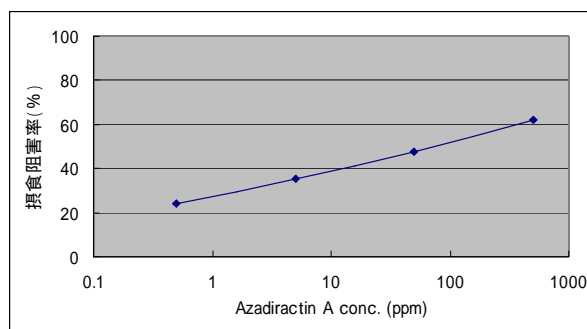


図-2 ニーム抽出物乾燥粉末のアザジラクチンA濃度と摂食阻害率

5 参考文献

- 1) S. V. Ley, A. A. Denholm and A. Wood: Natural product reports, p. 109 (1993)
- 2) Kanth M. S. Sundaram: J. Environ. Sci. Health. B31(4), p. 913 (1996)
- 3) A. J. Mordue (Luntz) and A. Blackwell: J. Insect Physiol, vol39, No.11, p. 903 (1993)
- 4) 湯嶋健ほか：昆虫の飼育法, p.28, 日本植物防疫協会 (1991)
- 5) 永井一哉：ミナミキイロアザミウマ, 農村漁村協会 (1995)
- 6) 一松時生ほか：平成12年度福岡県工業技術センター研究報告, p.113 (2001)

誘電体薄膜の形成と機能性に関する研究

組成制御による高機能誘電体材料の合成と評価

有村雅司*¹ 山下洋子*² 藤吉国孝*² 倉田奈津子*¹ 桑原誠*³

Study on Preparation and Functional Estimations of Ferroelectric Thin Films

Preparation and Evaluation of Highly Functional Dielectric Material by Composition Control

Masashi Arimura, Yoko Yamashita, Kunitaka Fujiyoshi, Natsuko Kurata, Makoto Kuwabara

著者らはゾルゲル法によってチタン酸バリウムのナノ粒子を調製し、それを直接成膜に利用するナノ粒子コーティング法について検討を行っている¹⁾。本法で作製した薄膜の電気的または光学的特性は、ナノ粒子の結晶化度や結晶子径に大きな影響を受けると考えられるため、これらを制御する必要がある。そこで本研究では、ナノ粒子の調製条件を検討し、ナノ粒子の結晶化度及び結晶子径の制御を試みた。その結果、金属アルコキシド溶液を加水分解する際の水の添加量及びナノ粒子の結晶化を行う際のエージング条件によって、ナノ粒子の結晶化度及び結晶子径を制御できることが分かった。また、これらのナノ粒子を用いて作製した薄膜の誘電特性は、ナノ粒子の調製条件によって大きく異なることを見いだしたので報告する。

1 はじめに

チタン酸バリウム (BaTiO₃; 以後 BTO)系材料はペロブスカイト構造を有する代表的な強誘電体化合物である。BTO系材料は、その強誘電性に基づく大きな誘電率や圧電定数を持つだけでなく、微量のドナー元素の添加によって半導性をも示す。このような性質を利用し、BTOセラミックスは、高容量セラミックコンデンサ、圧電材料及びPTCRサーミスタ材料としてエレクトロニクス分野で幅広く応用されている。また、BTOは大きな電気光学定数を有しているために光学材料への応用も期待されているが、良質な単結晶を得ることが容易ではなく、今だに実用化には至っていない。しかしながら、透明セラミックスが得られ、さらにその光学物性にサイズ効果が現れるようなナノ結晶透明セラミックスが開発できれば、新しい光学材料としての展開が期待できる。

BTO系薄膜の作製方法としては、ゾルゲル法、MOCVD法、レーザーアブレーション法などが研究されており、これらの研究の中で薄膜の誘電特性は配向性や結晶粒子サイズなどの薄膜の微構造に大きな影響を受けると明らかになっている。我々は薄膜の作製方法として、従来のゾルゲル法より高濃度の金属アルコキシド溶液を用いる高濃度ゾルゲル法によってナノ粒子を調製し、これ

を直接成膜に利用する方法(ナノ粒子コーティング法)を検討している¹⁾。本法で作製した薄膜の微細組織は、ナノ粒子の結晶化度や結晶子径に影響を受けると考えられる。そこで本研究では、金属アルコキシド溶液を加水分解する際の水の添加量及びエージング条件を変化させることで、ナノ粒子の結晶化度及び結晶子径を制御することを試みた。そして、これらのナノ粒子を用いて薄膜の作製を行い、結晶化度及び結晶子径が薄膜の膜質や誘電特性に与える影響について検討を行った。

2 実験方法

2-1 (Ba,Sr)TiO₃ナノ粒子コーティング溶液の調製

(Ba,Sr)TiO₃(以後 BSTO)金属アルコキシド溶液は既報²⁾に従って調製した。組成は一般的に最も誘電特性が良いとされている Ba:Sr:Ti = 0.6:0.4:1 (mol)とした。乾燥窒素雰囲気下で調製した1.0mol/lのBSTO金属アルコキシド溶液を -10℃ で攪拌しながら水を滴下し、加水分解・重縮合を行ってゲルを合成した。水の添加量は金属アルコキシド溶液中のチタン量に対して8, 9, 10倍モルとした。その後、得られたゲルを密閉容器中で30℃ もしくは50℃ で一定時間保持し(エージング処理)ゲルの結晶化を行い、結晶性のナノ粒子を得た。このようにして得たナノ

* 1 機械電子研究所

* 2 化学繊維研究所

* 3 東京大学

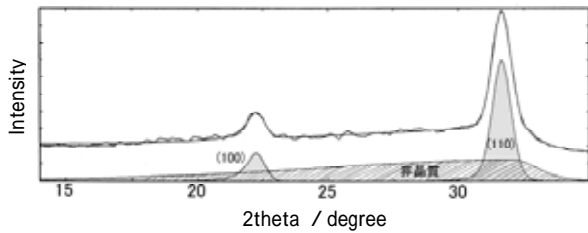


図 - 1 結晶ピークと非晶質ハローのピーク分離
上:元のXRDパターン,下:ピーク分離結果

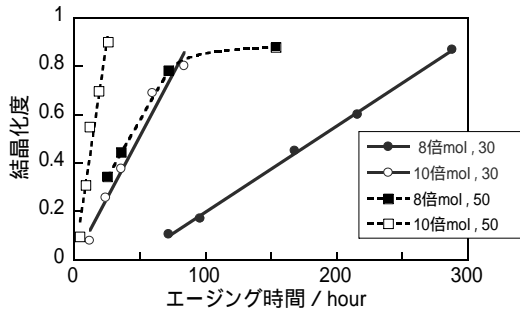


図 - 2 BSTOナノ粒子の結晶化度の経時変化
水添加量:8倍,10倍モル,エージング温度:30,50

粒子を 2-メトキシエタノール中に投入後、超音波処理により約 0.02mol/l のナノ粒子コーティング溶液を調製した。

2-2 BSTO薄膜形成

ナノ粒子コーティング溶液を用いて Pt/Ti/SiO₂/Si(100)基板上にスピンコーティング法(回転数3200rpm・回転時間30秒間)による成膜を行い、150℃で5分間乾燥をした。上記成膜過程を多数回繰り返した後、800℃で2時間本焼成を行った。

2-3 試料評価

ナノ粒子の結晶性の評価はX線回折装置(XRD;理学製,RINT2500)によって行った。結晶化度(X_c)は、図-1に示すように、得られたナノ粒子のXRDパターンを結晶からの回折ピークと非晶質成分であるハローとに分離し、これらの積分強度を用いて式(1)から算出した。

$$X_c = \frac{S_c}{S_c + S_a} \dots (1)$$

S_c: 結晶ピークの積分強度

S_a: 非晶質ハローの積分強度

また、結晶子径はXRDパターンの(110)ピークの半値幅からScherrerの式(式(2))を用いて算出した。

$$D_{(110)} = \frac{0.94\lambda}{\beta \cos \theta} \dots (2)$$

D₍₁₁₀₎: 結晶子径

: (110)ピークの半値幅

: (110)ピークの回折角

: 測定X線波長

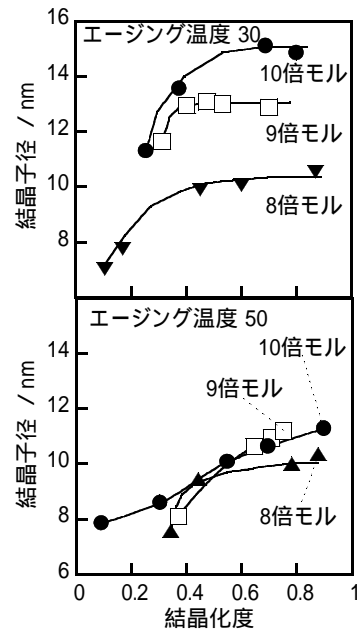


図 - 3 BSTOナノ粒子の結晶化度と結晶子径の相関
水添加量:8倍,9倍,10倍モル

上:エージング温度 30,下:エージング温度 50

薄膜の表面形態及び断面を走査型電子顕微鏡(SEM; エリオニクス製,ERA-8800)によって観察した。誘電特性は、薄膜上に上部電極として1mm のアルミニウムを蒸着し、インピーダンスアナライザ(ヒューレット・パッカード製,HP4192A)を用いて測定した。

3 結果と考察

3-1 水添加量及びエージング温度によるナノ粒子の結晶性と結晶子径の変化

図-2にナノ粒子のエージング処理による結晶化度の経時変化を示す。ナノ粒子の結晶化の進行は、水の添加量が増加、あるいはエージング温度が高温化するにつれて速くなった。いずれの条件でも結晶化度は約0.8付近まで直線的に増加することが確認できた。水の添加量をチタンに対して8倍モルから10倍モルに増加することによって結晶化の進行速度(直線の傾き)は約4倍となった。エージング温度を30℃から50℃へ変化させても同様の結果となっている。また、この図から水の添加量が少ない場合でも、エージング処理を長時間行うことによって結晶化は十分に進行することが分かる。

図-3に異なる水の添加量とエージング温度で調製したナノ粒子の結晶化度と結晶子径の相関関係を示す。

30℃でエージングを行った場合(図-3上)、いずれの水添加量においても結晶化度が0.5以下の結晶化初期では、結晶化の進行とともに結晶子径は増加するが、結晶化度が0.5以上になると結晶子径はほぼ一定値となる傾

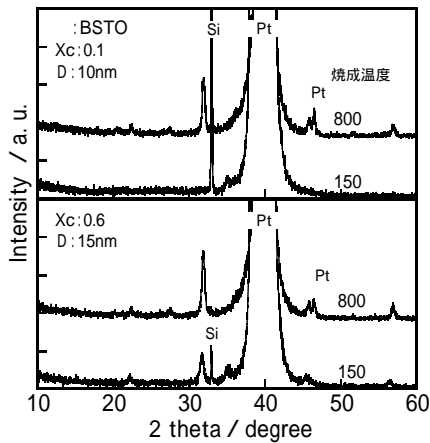


図 - 4 代表的なBSTO薄膜のXRDパターン
上: 結晶化度が小さいナノ粒子から作製した膜
下: 結晶化度が大きいナノ粒子から作製した膜

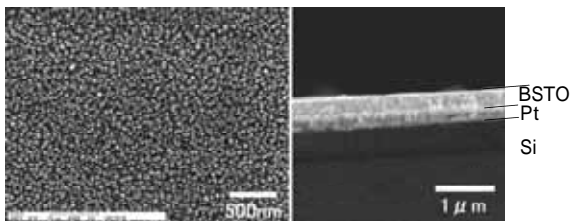


図 - 5 代表的なBSTO薄膜の表面形態と破断面のSEM像
Xc = 0.6, D = 15nmのナノ粒子から作製

向が確認できた。その結晶子径は水添加量を8倍モルから10倍モルへ増やすことで10~15nmの範囲で変化させることができた。更に水の添加量を増減することで、結晶子径の制御範囲を拡大できることが予想できる。

一方、50 でエージングを行った場合(図 - 3下)、水添加量の違いによる結晶子径の差がほとんどないことから、水の添加量による結晶子径の制御は困難であると考えられる。また、30 のエージングの場合と比較して、結晶子径が小さくなる傾向が見られ、その傾向は、水の添加量が多くなるほど顕著であった。これは、エージング処理の温度が高くなると、結晶化初期に形成される結晶核の数が多くなり、粒成長を阻害すると予想している。

以上のことから、エージング温度を低温化すると結晶子径が大きくなる傾向があり、そして、低温でエージング処理を行った場合は、水の添加量によってナノ粒子の結晶子径をナノメートルオーダーで制御可能であることが分かった。また、ナノ粒子の結晶化度はエージング処理時間によって任意に制御できることが分かった。

3 - 2 薄膜の特性評価

3-2-1 薄膜の形態

代表的なBSTO薄膜のXRDパターンを図 - 4に示す。結晶化度の高いナノ粒子から作製した膜は、150 の乾

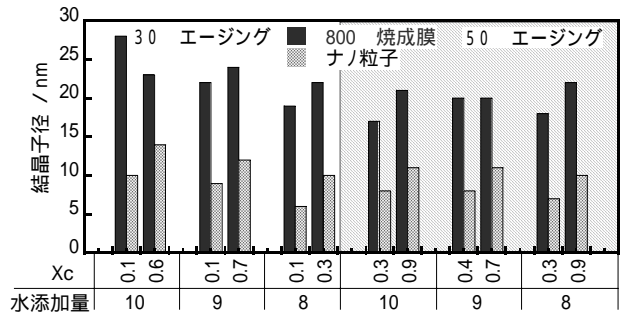


図 - 6 BSTO薄膜とその成膜に用いたナノ粒子の結晶子径
ナノ粒子の調製条件(エージング温度、水添加量)と
結晶化度Xcで分類

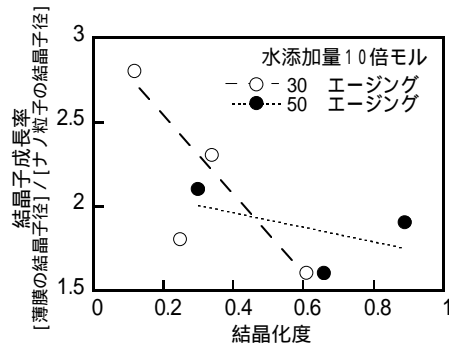


図 - 7 BSTO薄膜の結晶子成長率
水添加量: 10倍モル, エージング温度: 30, 50

燥を行っただけでもBSTOの回折ピークが確認できた(図 - 4下)。一方、800 で焼成を行った薄膜については、成膜に用いたナノ粒子の種類によるXRDパターンの違いはなかった。このことから、いずれのナノ粒子を用いて薄膜を作製しても、800 で焼成を行うことでBSTO単相が得られることが確認できた。図 - 5に得られた薄膜の表面及び断面の代表的なSEM写真を示す。薄膜の形態は、用いたナノ粒子の結晶化度や結晶子径に関係なく、粒径が20~40nmの粒子が堆積したような状態であった。

図 - 6に、式(2)より算出した薄膜の結晶子径を比較した図を示す。この図は、ナノ粒子の調製条件(エージング温度、水添加量)と結晶化度で分類してある。また、参考のために、ナノ粒子の結晶子径も同時に示した。30 でエージングを行ったナノ粒子から作製した薄膜の結晶子径は約20~30nm、また50 でエージングを行った場合は約15~20nmを示し、30 でエージングを行った方が結晶子径が大きくなる傾向があった。また、30 でエージングを行った中では、水の添加量が多いほど薄膜の結晶子径は大きくなる傾向が見られた。これらの傾向は、ナノ粒子の結晶子径と水添加量及びエージング温度との関係に類似している。結晶子の成長率([薄膜の結晶子径]/[ナノ粒子の結晶子径])は、結晶化度の低い方が大きくなる傾向が見られ、粒成長しやすい状態にあると考えられる。

(図 - 7)

これらの事から、ナノ粒子の調製条件を変えることによって、薄膜の結晶子径の制御が可能であると考えられる。

3-2-2 薄膜の誘電特性

図 - 8 に、水添加量が10倍モルのナノ粒子から調製した薄膜の10kHzにおける誘電率を示す。水添加量とエージング温度が同じ条件の場合、ナノ粒子の結晶化度が低いほど誘電率は高くなる傾向があった。しかし、結晶化度が0.2以下のナノ粒子を用いて作製した薄膜は、上部電極と下部電極との間で導通が起こり誘電特性が評価できなかった。結晶化度が低いナノ粒子は残留有機物等の不純物を多く含んでおり、これが薄膜の焼成時に燃焼して粒子間の空隙が大きくなっていると考えられる。また、XRDでは認められなかったが、不純物が副生成物相を形成し特性に悪影響を与えている可能性も考えられる。そのため、薄膜の誘電特性を向上させるためには、エージング処理によってナノ粒子中に含まれる不純物を除去する必要があると考えられる。

エージング温度による誘電率の違いを比較すると、30の方が誘電率が大きくなる傾向があった。水の添加量及びエージング条件によって、薄膜の誘電率は約60～150の範囲で変化することが確認でき、ナノ粒子の調製条件を制御することで薄膜の誘電特性の制御が行えることが分かった。一般的に薄膜の結晶子径が大きいほど誘電率は大きくなる傾向があるので、水添加量及びエージング処理を最適化し、結晶子の大きな薄膜を調製することで更なる誘電率の向上が期待できる。

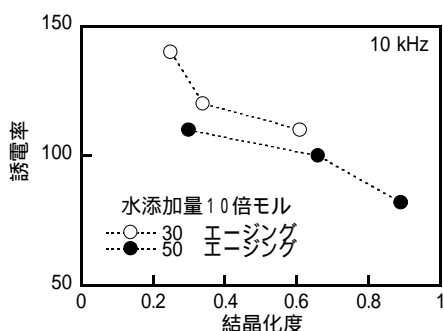


図 - 8 BSTO薄膜の誘電率(測定周波数 10kHz)
水添加量: 10倍モル, エージング温度: 30, 50

4 まとめ

本研究では、金属アルコキッド溶液を加水分解する際の水の添加量及びエージング条件を変化させることで、ナノ粒子の結晶化度と結晶子径の制御を行った。そして、

これらのナノ粒子を用いて薄膜の作製を行い、結晶化度及び結晶子径が薄膜の膜質及び誘電特性に与える影響について検討し、以下のことが明らかになった。

水の添加量を増加することで、ナノ粒子の結晶化の速度及び結晶子径は増加した。

低温でエージング処理を行った場合、水の添加量によってナノ粒子の結晶子径をナノメートルオーダーで制御可能である。

エージング温度が高温になると、ナノ粒子の結晶子径は減少する傾向があると考えられる。また、その傾向は水の添加量が多いほど著しかった。

本法によって作製した薄膜の誘電率は、成膜に利用したナノ粒子の結晶化度が低いほど増加する傾向があった。

ナノ粒子の調製条件によって、薄膜の誘電特性の制御が行えると考えられる。

5 参考文献

- 1) 桑原誠, 倉田奈津子, 緒方道子, 山下洋子, 有村雅司: セラミックス, Vol. 36, p.412 (2000)
- 2) 緒方道子, 山下洋子, 有村雅司, 倉田奈津子, 桑原誠: 福岡県工業技術センター研究報告, p.63 (2001)

