

# 広島県立西部工業技術センター研究報告

No. 42

目

次

September 1999

## 抄録

## 一報文一

|                                   |                               |    |
|-----------------------------------|-------------------------------|----|
| 1 オージュ分光分析法による多層薄膜の評価             | 樋口浩一, 横岡秀, 間山清和, 本多正英         | 1  |
| 2 平板の摩擦抵抗低減に関する研究                 | 平田敏明, 斯波信雄, 倉本恵治, 本多正英        | 5  |
| 3 高効率淡水化技術の開発と油濁海水の淡化化            | 本多正英, 斯波信雄, 倉本恵治, 丸下清志, 平田敏明, | 9  |
|                                   | 樋口浩一, 渡部英雄                    |    |
| 4 ポリ乳酸樹脂の等温結晶化に関する研究              | 大橋俊彦, 下原伊智朗, 間守雄, 藤本宗之        | 13 |
| 5 マグネシウム合金複合材料のチクソキャスト成形技術の開発     | 藤井敏男, 府山伸行, 田谷征雄, 藤本宗之        | 17 |
| 6 鋳造用アルミニウム合金と異種材料との接合界面評価        | 府山伸行, 藤井敏男, 藤下勇樹, 藤本宗之        | 21 |
| 7 粉体離型潤滑剤の評価方法                    | 藤井敏男, 府山伸行, 田谷征雄, 藤本宗之        | 25 |
| 8 軽金属に適したPVD硬質薄膜の開発               | 樋岡秀, 柳川竜男                     | 29 |
| 9 TIG溶接によるテラードブランク材の接合に関する研究      | 堀徳宣, 森下勇樹                     | 33 |
| 10 連続放電焼結によるクラッド材の開発              | 簡本隆博, 新田明, 菊山信行, 蒲田政信         | 36 |
| 11 放電加工によるマイクロマシニング技術の開発(II)      | 山下弘之, 門格史                     | 40 |
| 12 微細構造作製に伴う諸問題の検討                | 鶴雅典生, 間山清和                    | 44 |
| 13 計測データの統合化に関する研究                | 坂元康泰, 佐々木喜吾, 松永尚徳, 門格史, 野地英治  | 48 |
| 14 振動計測に基づく対象騒音抽出の確率の一評価法と実験      | 長谷川浩治, 吉野信行, 野地英治, 西村公伸       | 52 |
| 15 磁気センサ可視化評価システムの開発              | 田尾博幸, 榎垣和生, 中平宏               | 56 |
| 16 高速ネットワークを利用したデータ共有技術の開発        | 打田澄雄, 榎垣和生, 村河亮利, 中塙武之        | 60 |
| 17 機械制御用FPGAの設計技術の開発(第2報)         | 馬場祥宏, 清水義信, 村河亮利, 中塙武之        | 64 |
| 18 魔晄プラスチックの再利用と魔晄プラスチックの開発       | 下原伊智朗, 大橋俊彦, 間守雄, 藤本宗之, 新宅泰梧, | 67 |
|                                   | 益勝治, 霧崎敏                      |    |
| 19 光造形モデルの真空注型技術への応用              | 門格史, 村重広太郎, 吉村一彦, 中下和俊        | 72 |
| 20 木炭ボードによる電磁波シールド材と吸音材の開発        | 吉野信行, 長谷川浩治, 野地英治, 同村勇        | 75 |
| 21 アスファルト利用による床衝撃音軽減とその実用化に関する一検討 | 吉野信行, 長谷川浩治, 野地英治, 氏家秀樹       | 78 |
| 22 コンクリート廃材の再生利用技術                | 倉本恵治, 丸下清志, 斯波信雄, 新畠貴史, 石川敏之  | 82 |

BULLETIN  
of The  
**WESTERN HIROSHIMA PREFECTURE  
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE**

September 1999

Vol.42

**Contents**

-Originals-

|    |   |    |
|----|---|----|
| 1  | Analysis of Multilayer Films by Auger Electron Spectroscope<br>HIGUCHI Koichi, KAIJOKA Hideshi, TOIYAMA Kiyokazu and HONDA Masahide   | 1  |
| 2  | On the Reduction of the Frictional Resistance in Slabs<br>HIRATA Toshiaki, SHIBA Nobuo, KURAMOTO Yoshiharu and HONDA Masahide   | 5  |
| 3  | Development of High Efficient Seawater Desalination Technology and Desalination From Oily Seawater<br>HONDA Masahide, SHIBA Nobuo, KURAMOTO Yoshiharu, MARUSHITA Kiyoshi,<br>HIRATA Toshiaki, HIGUCHI Koichi and WATANABE Hideo | 9  |
| 4  | Study of Isothermal Crystallization of Poly (L-lactic acid).<br>OHASHI Toshihiko, SHIMOHARA Ichiro, SEKI Morio and FUJIMOTO Muneyuki  | 13 |
| 5  | Microstructure and Properties of Semi-Solid Magnesium Alloy Composites Formed by Squeeze Cast Process<br>FUJII Toshio, FUYAMA Nobuyuki, TADANI Isao and FUJIMOTO Muneyuki   | 17 |
| 6  | Interfacial Reputation of Metal Pipe Joining with Aluminum Alloy by Ultrasonic Cast-In Insert Process<br>FUYAMA Nobuyuki, FUJII Toshio, MORISHITA Yuki and FUJIMOTO Muneyuki  | 21 |
| 7  | The Evaluation Method of Powder Lubricants<br>FUJII Toshio, FUYAMA Nobuyuki, TADANI Isao and FUJIMOTO Muneyuki  | 25 |
| 8  | PVD Hard Coatings for Light Metals<br>KAIJOKA Hideshi and YANAGAWA Tastuo   | 29 |
| 9  | Study of Joining for Tailored-Blanks by TIG Weld Method<br>HATA Noriyoshi and MORISHITA Yuki  | 32 |
| 10 | Continuous Joining of Fe and Al by Spark Rolling and Sintering Apparatus<br>TSUTSUMOTO Takahiro, NITTA Akira,<br>KARIYAMA Nobuyuki and KAMADA Masanobu  | 36 |
| 11 | Development of 3D Micro-Machining Technology by Electric Discharge Machining(EDM)<br>Y AMASHITA Hiroyuki and KADO T adashi  | 40 |
| 12 | Study on Fabrication Technique of Microstructures<br>NAWACHI Norio and TOIYAMA Kiyokazu   | 44 |
| 13 | Integration of Non_Contact Measuring Data with Contact One<br>SAKAMOTO Yasuhiro, SASAKI Kengo, MATSUNAGA Hisanori,<br>KADO Tadashi and NOJI Hideharu  | 48 |
| 14 | A Stochastic Evaluation Method on Detecting an Objective Sound Source Based on the Vibration Level<br>Measurement and Its Experiment<br>HASEGAWA Koji, YOSHINO Nobuyuki, NOJI Hideharu and NISHIMURA Kiminobu                   | 52 |
| 15 | Development of a Visualization and Evaluation System for Magnetic Sensor<br>TAO Hiroyuki, HIGAKI Kazuo and NAKAHIRA Hiroshi   | 56 |

|    |   |    |
|----|---|----|
| 16 | Development of Multimedia Database System with High Speed Network for Sharing Information<br>UCHIDA Sumio, HIGAKI Kazuo, MURAKAWA Akitoshi and NAKASHIO Takeyuki                          | 60 |
| 17 | FPGA Design for Machine Control Equipment Using HDL (2nd Report)<br>BABA Yoshihiro, SHIMIZU Yoshinobu, MURAKAWA Akitoshi<br>and NAKASHIO Takeyuki   | 64 |
| 18 | Study on Performance of Recycled Plastics and Filled Plastics<br>SHIMOHARA Ichiro, OHASHI Toshihiko , SEKI Morio, FUJIMOTO Muneyuki,<br>SHINTAKU Taiko, EKI Katsuji and SHIMOZAKI Satoshi | 67 |
| 19 | Application of Rapid Prototyping to Vacuum Casting<br>KADO Tadashi, MURASHIGE Kotaro, YOSHIMURA Kazuhiko<br>and NAKASHITA Kazutoshi   | 72 |
| 20 | Development of Electromagnetic Shielding and Sound Absorbing Material Using Charcoal Board<br>YOSHINO Nobuyuki, HASEGAWA Koji, NOJI Hideharu and OKAMURA Tsutomu                          | 75 |
| 21 | A Consideration for Floor Impact Sound Reduction Using Asphalt and Its Practical Application<br>YOSHINO Nobuyuki, HASEGAWA Koji, NOJI Hideharu and UJIIE Hideki                           | 78 |
| 22 | Recycling from Concrete Wastes<br>KURAMOTO Yoshiharu, MARUSHITA Kiyoshi, SHIBA Nobuo,<br>NIIHATA Takashi and ISHIKAWA Toshiyuki   | 82 |

---

*Published by*

WESTERN HIROSHIMA PREFECTURE INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE

E-mail Staff@seibu-kg.pref.hiroshima.jp  
2-Chome-10-1, Aga-minami, Kure-shi,  
Hiroshima, 737-0004 JAPAN

# 抄 錄

広島県立西部工業技術センター研究報告 (No.42 1999)

## In-situナノ複合化多層薄膜作成評価装置を用いた各種複合化膜の創製と水素化特性評価（第1報） オージェ分光分析法による多層薄膜の評価

橋口浩一、梶岡一秀、問山清和、本多正英

既存の水素吸蔵薄膜作成評価装置にオージェ分光装置を付加し、その場で表面分析を行えるように改造した。今回は、スパッタリング装置で作成した4種類のMgおよびPd/Mg薄膜を一度大気中に取り出したあと、オージェ分析した。その結果、①Mg薄膜はX線回折分析では酸化物は認められないが、極表面は酸化

物となっていること、②パラジウムとマグネシウムの2層界面では、マグネシウムにパラジウムが拡散した層が認められ、その厚さは大気暴露の有無、熱処理の有無により変化すること、などがわかった。

P 1-4, 表3, 図10, 文献4

## 船体の摩擦抵抗低減に関する研究（第1報）

### 平板の摩擦抵抗低減に関する研究

平田敏明、斯波信雄、倉本恵治、本多正英

船体の摩擦抵抗低減法の中でもマイクロ気泡による方法は低減効果が大きく船舶へ適用しやすいため注目されている。本研究では気泡の注入による摩擦抵抗の低減および撥水剤との複合効果について検討した。試験の結果、平板に気泡を注入したときの抵抗減少率は流速0.5m/s, 0.6m/sで12~16%, 流速1.1m/sでは気泡を発生する多孔体の没水量を15mmとしたものが最

もよく約10%の減少率であった。また抵抗低減に要する気泡量と没水量の関係、平板の長さと抵抗低減の関係なども明らかになった。次に塗料を塗布した平板に気泡を注入したところ塗料間の差はあまりないが、船底塗料が比較的減少率が大きく良好であった。

P 5-8, 表3, 図10

## 透過気化法による海水淡水化（第3報）

### 高効率淡水化技術の開発と油濁海水の淡水化

本多正英、斯波信雄、倉本恵治、丸下清志、平田敏明、橋口浩一、渡部英雄

今年度も、平成8年度に試作した透過気化ミニプラントでの実験を引き続いて行い、造水効率の改良を目指し様々な条件の下で検討を行った。現在実用化されている逆浸透膜を用いた海水淡水化装置では、膜面積1m<sup>2</sup>当たりで一定時間内に採取される淡水の量は約4.2×10<sup>-3</sup>m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>·s)[15 ℥/(m<sup>2</sup>·h)]であるが、本研究で試作したミニプラントでは、現在における最高の条件において、約1.06×10<sup>-3</sup>m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>·s)[38 ℥/(m<sup>2</sup>·h)]と2

倍以上の造水量が得られた。また、透過気化膜の違いによる影響については、実験条件により造水量等の優劣が変化することがわかった。なお、ミニプラントで全有機炭素濃度を10mg/lに調整したウェザリング海水を原水として淡水化実験を行った結果、約0.3mg/lにまで低減された淡水を得ることができた。

P 9-12, 表1, 図6, 文献6

## 生分解性高機能材料に関する研究（第1報）

### ポリ乳酸樹脂の等温結晶化に関する研究

大橋俊彦、下原伊智朗、関守雄、藤本宗之

生分解性ポリマーは「環境に優しい」・「石油を原料としない」という点で注目されている。

県内企業で最も多く研究開発に取り組まれているポリ乳酸（PLA）樹脂を選び、成型時の温度設定・管理による材料の熱履歴と物性の関係について考察するために、結晶化の過程と結晶の形態および物性について測定・観察した。

PLAは溶融状態から急冷すると無定形の樹脂となり、徐冷または結晶化温度付近で保持すると結晶性の樹脂となる。また、この時、結晶化の条件（特に冷却速度などの温度条件）によって、結晶の融解が1段で起こる場合と2段で起こる場合があるなど、その構造が複雑に変化することがわかった。

P 13~16, 図6, 写真1, 文献5

# 抄録

広島県立西部工業技術センター研究報告 (No.42 1999)

## チクソキャストによるハイブリッド複合材料部材の開発 (第3報) マグネシウム合金複合材料のチクソキャスト成形技術の開発

藤井敏男、府山伸行、田谷征雄、藤本宗之

エンジンピストンにマグネシウム合金を適用するため、耐摩耗性、高温強度が期待される $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_10$ ウイスカで複合強化し、その成形性と機械特性を評価した。

その結果、半溶融攪拌法で作製した $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_10$ ウイスカ複合化材料ビレットは、ガスを巻き込むが複合化可能であり、特に10vol%配合した場合は、強化材および固相粒分散性の優れた複合材料ビレットが得られた。この複合材料ビレットを用いた半溶融スクイズ法

によるピストン成形条件は、570°Cの半溶融温度、10vol%の強化材配合率まで可能であり、分散性もほぼ良好であった。半溶融攪拌法および半溶融スクイズ法の一連の製造方法で作製した複合材料ピストンは、耐摩耗性が向上するが、強度が低下する傾向が見られた。これは液相部分のみに強化材が分散した半溶融状態特有的組織が原因と考えられる。

P17~20、表2、写真5、文献

## 鋳造用アルミニウム合金と異種材料との接合界面評価

府山伸行、藤井敏男、森下勇樹、藤本宗之

各種ハイブリッドアルミニウム鋳物の最適な超音波鋳ぐるみ接合条件を明らかにするため、接合強度、微細組織等を評価し、接合のメカニズムを明らかにした。また、接合界面の非破壊評価方法として、超音波探傷技術の有効性を検討した。

その結果、超音波の印加によって、パイプ表面の強固な酸化膜が破壊され、接合が可能となった。また、印加開始温度は従来行われていた液相状態よりも初晶品出状態（固液共存状態）が最も効果的で、剪断強度

は最高値42.9MPaを示した。6061/AC4Cの接合界面にはSiが微細（筋状）に偏析し、SUS430/AC4Cの接合界面には一層からなる約5~10μm程度のAl-Fe-Si系金属間化合物層が均一に生じ、強固な接合を実現した。

超音波探傷法により接合の状態を非破壊で評価することが可能であった。今後、この反射像と実際の接合強度の定量化を進める必要がある。

P21~24、図2、写真6、文献2

## 粉体離型潤滑剤を用いた素形材加工エコシステムの研究開発 (第1報)

### 粉体離型潤滑剤の評価方法

藤井敏男、府山伸行、田谷征雄、藤本宗之

ダイキャストによる製造現場は、水溶性離型剤を用いた生産システムのため、ミスト、油塵が工場内外に飛散し、加えて金型についた水分を除去するエアブローによる騒音など作業環境が悪い。また、油分を含んだ廃液が多量に生じ、廃水処理が必要となる。そこで、現行の離型システムに代わる閉塞金型内粉体離型システムを開発してこれらの問題を解決する。本報では、粉体離型潤滑剤の性能、とくにスリーブへの熱伝

達特性、離型性についての評価を行った。

その結果、従来からスリーブの潤滑剤として使用されている油性潤滑剤に比べ、粉体離型潤滑剤は熱伝達が低く、溶湯の保溫性が高い。また、油性潤滑剤と同等の最高射出速度を得るには、粉体吐出時間を0.4sec、吐出量で約2.1g/shotが必要なことがわかった。

P25~28、表5、図7、文献4

## 軽金属に適したPVD硬質薄膜の開発

梶岡秀、柳川竜男

アルミニウム上へのPVDコーティングに関する研究は全く公表されていない。そこで、本研究では、(1)アルミニウムに直接TiNコーティングすると、被膜の内部応力によって、被膜の割れが発生することを明らかにし、(2)その解決策として、(2a)下地層にTiを厚付けすると被膜の割れが抑えられ、耐摩耗性が向上

し、(2b)下地層にNi-Pめっきを厚付けするとさらに耐摩耗性が向上し、比較的高荷重の摩耗条件でも優れた耐摩耗性を示すことを明らかにした。バックアップ下地層を適切に選ばせ、TiNの硬さが十分に生かせるようになることが分かった。

P29~31、図2、写真2、文献1

# 抄 錄

広島県立西部工業技術センター研究報告〔No.42 1999〕

## テーラードプランク材の成形に関する研究（第1報） TIG溶接によるテーラードプランク材の接合に関する研究

畠 徳宣、森下勇樹

自動車ボディの製造において材料の最適化と構造の最適化技術としてテーラードプランク材が注目されている。テーラードプランク材の溶接には、マッシュシーム溶接、レーザ溶接が適用されているが設備費が高い、専用機になるといった問題があり、TIG溶接の高速化で対応可能か検討した。薄板を高速で溶接するとアンダーカットが発生するが、電極形状を切頭円錐形にして、拘束治具の押さえ板を銅製から鉄製に替

え、アース位置を治具上にすることで防止できた。溶融部が降伏するといった現象が観察されたものの、溶融部の最高硬さ、溶融部の幅はマッシュシーム溶接したものと同程度であり、治具等の改善によりTIG溶接の高速化でテーラードプランク材の接合は十分可能と思われる。

P32~35、図2、写真3、文献2

## 放電焼結法を利用した高機能材料およびプロセスの開発（第2報） 連続放電焼結によるクラッド材の開発

筒本隆博、新田 明、菊山信行、蒲田政信

鉄とアルミニウムの板材を連続接合するための予備実験として、Zn、Sn、Niメッキを施したFe板とAl板を黒鉛パンチ間で通電加圧し接合を試みた。得られた知見をもとに、圧延と通電を併用する放電焼結圧延装置を用いて、Znメッキ鋼板とAlの連続接合実験を行った。

パンチ間の通電接合では、Zn、Snメッキ鋼板はNiメッキ、メッキなしの場合と比較して高い接合強度が

得られた。一方、Znメッキ鋼板とAlの連続接合では、接合界面のメッキが溶融する通電电流が700A以上の条件で、接合が可能であった。連続接合試料において、両側のZnメッキ鋼板が完全に溶融する通電电流が1000Aの条件では、接合界面に金属間化合物、FeAlの生成が認められ、強度がばらついた。

P36~39、表3、図7、写真1、文献7

## 精密加工に関する研究（第5報） 放電加工によるマイクロマシニング技術の開発（Ⅱ）

山下弘之、門 格史

伝統的技能・技術のデジタル化の観点から、手縫い針製造用金型（母型）を対象に、既存の母型から鍛造転写により縦型電極（凹型）を作製し、それを用いた母型の放電加工と削成放電法による母型を模したモデル形状の放電加工の2手法を検討した。その結果、鍛造転写電極による放電加工で形状のズレが10~15μm程度で面粗度がほぼ鏡面状態の加工ができ、実際の量

産型の製作及び針成形を行った結果ほぼ満足できる母型であることが確認された。また削成放電法によりモデル金型形状の加工では、ほぼ設計通りの形状が得られた。また針形状の測定データからCAD化及び光造形モデルを作成した。

P40~43、表4、図6、写真5、文献3

## マイクロセンサ開発のための加工技術の研究（第3報） 微細構造体作製に伴う諸問題の検討

繩雅典生、問山清和

シリコンマイクロマシニング技術を用いて、マイクロセンサを設計・試作し、各プロセスの条件出しに加えて、工程全体から生じる問題点等の抽出を行った。ドライエッティング技術では、異方性の度合を数値化する方法により、SF<sub>6</sub>中のO<sub>2</sub>含有量と異方性が比列することを確認した。ウェットエッティング技術では、別途

作製した補償バターンを用いることにより、任意の深さに対応したコーナ型くずれのない形状作製が可能になった。また、一連のプロセスを通した場合、試料の弯曲、強度の低下など今後解決すべきプロセス上の問題点が明らかになった。

P44~47、図9、写真1、文献7

# 抄録

広島県立西部工業技術センター研究報告 (No.42 1999)

## 製品形状のコンピュータモデル作成技術の開発 (第2報) 計測データの統合化に関する研究

坂元康泰、佐々木憲吾、松永尚徳、門格史、野地英治

アイデア形状や既存・新製品形状を迅速にコンピュータモデルにするための形状入力システムを開発した。本システムはロボットアーム型の接触式形状計測装置とレーザ方式の非接触式計測装置から構成されている。接触式により形状の特徴であるアウトラインを計測し、非接触式により自由曲面を計測し、C A D モデルあるいは三角形パッチで覆われたモデルの作成が可

能となった。

作成されたコンピュータモデルは強度解析などのシミュレーションやラビッドプロトタイピング装置による試作に適用することで、今日の製品開発スタイルの最重要課題である迅速性が達成できる。

P48~51、表2、図7、文献3

## 環境アメニティに関する研究 (第7報) 振動計測に基づく対象騒音抽出の確率的評価法と実験

長谷川浩治、吉野信行、野地英治、西村公伸

機械類の低騒音化や低振動化対策が様々な分野で行われている。種々の機械が混在するオフィス、工場内等の実環境において、特定機械の騒音評価を試みる場合、他の稼働機械による暗騒音が大きく影響し、測定対象の機械から発生する騒音を正しく評価することは困難である。そこで、音と振動の密接な関係から、振動に着目し、対象機械の振動計測から騒音評価を行う

手法の開発を目的とし、高次相関まで把握できる拡張型の回帰分析法を用いて振動に起因する騒音の変動を解析する手法を確立した。この手法を用いて、実機ジグソーに関する騒音レベル分布の予測を行い、実測値と比較した結果、中央値付近で1(dB)程度の誤差で予測可能となった。

P52~55、図6、文献3

## コンピュータグラフィックス基本モジュールの構築と応用 (第3報) 磁気センサ可視化評価システムの開発

田尾博幸、榎垣和生、中平宏

磁気センサの開発には、特性を容易に評価するシステムの存在が不可欠である。そのため、前年度までに開発した空間磁場自動計測可視化システムを基に、可視化画面と磁場空間座標とのリンクの実現など機能の充実と向上を図り、3次元上で計測したデータから磁気センサの特性の可視化、およびその評価を支援する

システムの開発を行った。

この結果、観察者のニーズに合わせたインターフェイス的な可視化評価を可能とすることができた。このシステムを用いて、磁気センサ設計開発の効率化が得られ、開発期間の短縮と低コスト化が図られる。

P56~59、図11、文献3

## 高速ネットワークを利用したデータ共有技術の開発

打田澄雄、榎垣和生、村河亮利、中塩武之

音声・映像等のマルチメディア情報をネットワーク上で効率よく利用するため、IEEE802.3準拠の10BaseT及び100BaseTXに対応するスイッチングハブやコンピュータからなるさまざまなネットワーク構成において、データの通信時間を測定し、サービスに割り当てるこことできるデータ転送能力を把握した。併せて、あらかじめ映像や音声を蓄積し配信したり、実

時間で配信するための手法を確立した。応用としてセンターの紹介ビデオなどを利用形態に応じてMPEG1、MPEG2形式等に変換、保存し、高速ネットワークを介して検索、閲覧するマルチメディアデータベースシステムを構築した。

P60~63、表6、図10、写真2、文献4

# 抄録

広島県立西部工業技術センター研究報告（No.42 1999）

## 機械制御用 F P G A の設計技術の開発（第 2 報）

馬場祥宏、清水義信、村河亮利、中塙武之

中小企業が自社製品に適合したセミカスタム L S I を容易に開発できるよう、ハードウエア記述言語を用いた F P G A の設計技術を構築した。

実務においてニーズのあった N T S C 準拠 R B G 液晶表示コントローラのタイミング発生回路・カラー液晶表示データ転送回路に F P G A を採用し、遊技場向け P O S 機器の開発を行った。

(1) タイミング発生回路では、従来マイコン処理能力

の  $1/2$  と  $160\text{cm}^2$  の基板面積を要していた回路を、マイコン負担無し、基板面積  $108\text{cm}^2$  に置き換える、開発期間も 4か月から 1か月に短縮された。

(2) 表示データ転送回路では、マイコンのソフトウェア処理で 1 画面当たり  $200\text{ms}$  を要していた処理を、F P G A のハードウエア処理により  $70\text{ms}$  に高速化できた。

P 64~66, 図 4, 写真 2, 文献 7

## 高分子材料の複合化技術とその応用に関する研究（第 1 報）

### 廃棄プラスチックの再利用と難燃プラスチックの開発

下原伊智朗、大橋俊彦、関 守雄、藤本宗之、新宅泰穂、益 勝治、霜崎 敏

(1) 自動車の内装材に使用されるフロアーマットを自動車部品材料にリサイクルする検討を行った結果、ポリプロピレンに 30% 添加しても破断伸び以外の機械的特性は、7割以上を保持することが分かった。

(2) 水酸化マグネシウム又は水酸化アルミニウムを難燃性充填材としてポリプロピレンに配合し、60%以上

の添加率で V-0 級の難燃性材料を得ることができた。

(3) ポリエチレンプローボトルを再利用するために、熱劣化を伴う再生樹脂の物性の変化について検討した結果、模擬的に作成した再生ペレットではバージン樹脂と同等の特性があることがわかった。

P 67~71, 表 2, 図 5, 写真 2

## 素形材加工のインテリジェント化に関する研究（第 4 報）

### 光造形モデルの真空注型技術への応用

門 格史、村重広太郎、吉村一彦、中下和俊

光造形モデルを利用した真空注型品の作製を行い、以下の最適条件を求めた。シロッコファンに関しては、送風テストを行った。

(1) モデルの脱型を簡単にするために、光造形の段差をなくすこと、接触面積の多いモデルについては型の肉抜きが必要である。

(2) シロッコファンに関して光造形モデルと真空注型モデルで送風テストを行ったが、送風性能に大きな性能差はない、形状が忠実に再現されていると考えられる。

P 72~74, 表 2, 図 6, 写真 9, 文献 1

## 環境アメニティに関する研究（第 5 報）

### 木炭ボードによる電磁波シールド材および吸音材の開発

吉野信行、長谷川浩治、野地英治、岡村 努

公知の如く木炭は、田畠の土壤改良、河川・水道水の浄化、脱臭作用、遠赤外線放射、マイナスイオン化等様々な環境で有効利用されており、木炭を生活環境で流用することは、環境浄化に大変有効と考えられる。本研究では、前記木炭の多機能性に加え、木炭の多孔質性、導電性に留意し音・電磁波環境（吸音材、シールド材）に適応した多機能材料の開発を行った。木炭のボード化に関しては、木材チップを導電性のバイ

ダーにより板状にして炭化した。電磁波シールド効果に関しては、木炭ボードに、墨汁、土壤黒鉛、炭素繊維を混入し、導電性能の向上を図った。開発した木炭ボードの電磁波シールドに関しては、 $60\text{dB}$ ~ $40\text{dB}$  ( $30\text{MHz}$ ~ $1000\text{MHz}$ )、吸音率（木炭ボード、空気層、剛体の組み合わせ）に関しては、 $0.6$  ( $250\text{Hz}$ ~ $4\text{kHz}$ ) の性能を得た。

P 75~77, 表 1, 図 5, 写真 3, 文献 1

## 抄録

広島県立西部工業技術センター研究報告 (No.42 1999)

### 環境アメニティに関する研究 (第 6 報)

#### アスファルト利用による床衝撃音軽減とその実用化に関する一検討

吉野信行、長谷川浩治、野地英治、氏家秀樹

既発表で開発したアスファルト床衝撃音緩衝材の性能向上および実用化を図るため、本報告では、鉄筋スラブ床（直張り床構造、2重床構造）および木造床を模擬し残響室法により軽量および重量床衝撃試験を行った。また、アスファルトに電磁波シールド効果を付加し、音・電磁波環境に適応した多機能化を図った。

床衝撃試験では、鉄筋スラブ直張り床に関し、軽量床衝撃試験で2dB～35dB（500Hz～4kHz）、重量床衝撃試験で0dB～10dB（1kHz～4kHz）、鉄筋スラブ2重

床に関し、軽量床衝撃試験で、5dB～60dB（125Hz～4kHz）、重量床衝撃試験で、10dB～15dB（500Hz～4kHz）の性能を得た。電磁波シールド性能に関しては、65dB～40dB（30MHz～1GHz）の効果を得た。

これらの試験結果、鉄筋コンクリート建てのオフィスビル、マンション等で、室間・階間の音（静穏化）、電磁波（電磁波妨害・漏洩）等に十分対処可能と考えられる。

P78～81、図14、文献2

### 無機系廃棄物の再利用技術の研究 (第 2 報)

#### コンクリート廃材の再生利用技術

倉本恵治、丸下清志、斯波信雄、新畑貴史、石川敏之

コンクリート廃材等無機系の廃棄物は発生量が多く、完全リサイクルのための有効な技術開発が強く望まれている。そこで、これらコンクリート廃材を粉碎、加工処理して再生粗骨材、再生細骨材としての有効利用について検討した。再生粗骨材を利用したコンクリート試験体の圧縮強度は、標準と比較して約40%低下した。X線分析により再生粗骨材にはモルタル中に

あるカルシウムが多く付着していることがわかった。この付着モルタルを除去するため塩酸により処理したが、完全には除去できなかった。再生細骨材利用の場合の圧縮強度の低下率は、10%以下であり強度的には再利用可能であった

P82～85、表4、図5、文献2

## オージェ分光分析法による多層薄膜の評価

樋口浩一、梶岡秀、間山清和、本多正英

### Formation and Analysis of Hydriding Properties on Some Nano-Composite Films Using In-Situ System with the Functions of Thin Film Formation and Analysis of Hydrogen Absorption-Desorption Properties (1st Report) Analysis of Multilayer Films by Auger Electron Spectroscope

HIGUCHI Koichi, KAJIOKA Hideshi, TOIYAMA Kiyokazu and HONDA Masahide

We have altered in-situ nano-composite film formation and evaluation system using auger electron spectroscope (AES). Four Mg and Pd/Mg films were prepared by sputtering and taken out of chamber in the air and analyzed by AES. It was possible to characterize the surfaces and structures of these films by AES. The results are as the following. 1) The surface of Mg was oxidized. 2) The palladium diffused into the magnesium at the interface of palladium and magnesium, and their thickness were changed by sample preparation conditions.

キーワード：水素吸蔵、薄膜、マグネシウム、パラジウム、オージェ分光分析

## 1 緒 言

我々はスパッタリング法を用い、水素吸蔵量が多く、また低温で吸放出するナノ構造を持つ水素吸蔵物質の作成を目指している。その水素吸放出特性は、表面の状態（酸化や汚染）により異なることが知られており、表面状態を把握することは大変重要である。また、その多層薄膜の構造は水素吸放出特性に影響する。

このため、平成9年度までに財広島県産業技術振興機構・先端技術共同研究センターで開発した水素吸蔵薄膜作成評価装置にオージェ分光装置を付加し、その場で表面分析や構造評価できるように改造した。本報告では、本分析装置の概要と実際に作成した薄膜の表面分析例について報告する。

## 2 装 置

水素吸蔵薄膜作成評価装置の詳細は、すでに既報<sup>1,2</sup>で報告した。図1に改造したIn-situナノ複合化多層薄膜作成評価装置の概略図を示す。オージェ分光分析装置は、スパッタ室と続く新たに作成したチャンバーに設置しており、試料の搬送はマニピュレーターを用いて行う。本分析装置（アルバックファイ10-155H）の仕様を表1に示す。このチャンバーの到達真空圧力は、スパッタ室の実際の到達圧力より一桁低く、試料の酸化や汚染の影響を押さえられるようになっている。オージェ分光分析では、測定原理から、水素、ヘリウムを

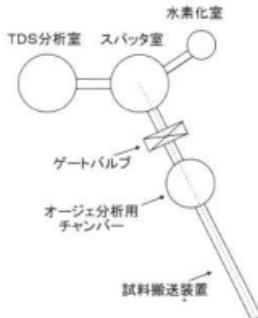


図1 In-situナノ複合化多層薄膜作成評価装置

除く全元素を表面から数nmの厚さで分析できる<sup>3,4</sup>。またイオンガンを設置しているため、イオンエッチングと分析を交互に行することで表面からの深さ方向の組成分析が可能となる。

## 3 実験方法

基板は、ガラス（コーニング#7059、20×20×0.5mm）を用いた。これまでの研究で得られた高容量かつ低温で水素を放出するマグネシウムとパラジウムの2層膜の表面の汚染、酸化、水素化時の表面組成や構造を測定するため、スパッタリング装置にて表2に示す4試

料を作成した。薄膜の膜厚は表面粗さ計で、X線回折分析は粉末X線回折分析装置 ( $\theta - 2\theta$  法) にて測定を行った。

オージェ分光分析は、薄膜を作成したのち一度大気中に取り出して測定した。測定条件をまとめて表3に示す。エッチング前後に定性分析を行い、深さ方向分析は、マグネシウム、パラジウム、酸素、炭素について測定して定量した。深さ方向分析のためのエッチング速度は、 $\text{SiO}_2$ として2.3nm/minであり、15秒エッチングと分析を繰り返して行った。データ解析は、附属のソフトウェア (MultiPak) を用いた。

## 4 実験結果と考察

### 4.1 X線回折分析

作成した4試料のX線回折图形を、図2に示す。Mg (A) 薄膜は、Mgビーカのみで酸化物は認められない。Pd/Mg (B), (C) 薄膜とも、MgとPdのビーカで酸化物は認められない。水素化したPd/Mg (D) 薄膜はMg:

表1 オージェ分光分析装置の仕様

|           |                           |
|-----------|---------------------------|
| 分析室到達圧力   | $6.7 \times 10^{-6}$ Pa以下 |
| 試料の大きさ    | 20×20×0.5mm               |
| 分析管型式     | シングルバースCMA<br>(電子銃内蔵型)    |
| 検出器       | チャンネルトロン<br>(2次電子倍増管)     |
| 検出方式      | アナログ                      |
| 差動排気型イオン銃 |                           |
| 最大加速電圧    | 5kV                       |
| 最大ビーム電流密度 | 700 μA/cm <sup>2</sup> 以上 |

表2 試料作成条件

| 試料名       | 成膜条件  |
|-----------|---|
| Mg (A)    | Mg200nm (Mg : Ar $7.0 \times 10^{-6}$ Pa, RF200W, 以下同様)       |
| Pd/Mg (B) | Mg200nm + Pd25nm (Pd:Ar $7.0 \times 10^{-6}$ Pa, RF50W, 以下同様) |
| Pd/Mg (C) | Mg200nm 作成後大気暴露+Pd25nm  |
| Pd/Mg (D) | Mg200nm + Pd25nm<br>水素化 (100°C, 0.1MPa, 24h)                  |

表3 オージェ分光分析条件

| 設定項目      | 条件            |
|-----------|---------------|
| プローブ径     | φ 80nm        |
| 電圧        | 5keV          |
| 電流        | 20nA          |
| ラスター範囲    | 50 μm 角       |
| エネルギー掃引範囲 |               |
| 定性        | 0 ~ 1300eV    |
| Mg        | 1150 ~ 1200eV |
| Pd        | 305 ~ 345eV   |
| O         | 487 ~ 527eV   |
| C         | 240 ~ 285eV   |

のピークが認められるが、その他の試料と同様に酸化物は認められない。何れもMgは、Mg (002) に配向しており、Pdは、Pd (111), (200) ピークが認められる。

### 4.2 オージェ分光分析

図3, 図4に、Mg (A) 薄膜のエッチング前後のオージェ分光分析(定性)結果と深さ方向の組成分析

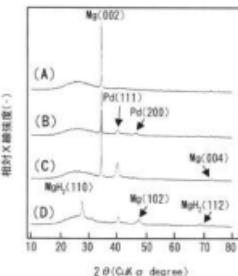


図2 作成した薄膜のX線回折图形  
(A):Mg (A), (B):Pd/Mg (B), (C):Pd/Mg (C), (D):Pd/Mg (D)

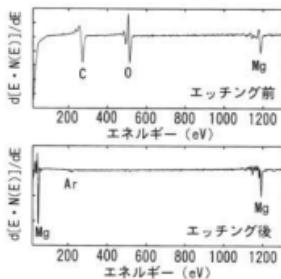


図3 Mg (A) 薄膜の定性分析結果

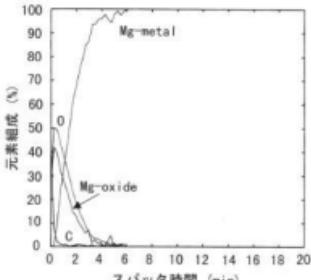


図4 Mg (A) 薄膜の深さ方向分析結果

の結果を示す。Mg (A) 薄膜は、エッチング前には炭素、酸素、マグネシウムが認められる。深さ方向分析において最高濃度の半分の濃度となるところを界面とすると、エッチング30秒で炭素は認められなくなり、酸素はエッチング2分でマグネシウムの酸化層は認められなくなる。このことから、大気にさらした Mg 薄膜表面は、大気中の炭化水素等により汚染されていることと酸化が起こっていることが確認された。また、エッチング終了後の定性分析結果では、マグネシウム以外にアルゴンが認められた。エッチング前の定性時には認められなかったので、成膜時のスパッタガスのアルゴンではなく、イオンエッチング時のアルゴンが注入されたものと推測される。なお、図5、図7、図9に示されるように他の試料も同様であった。

図5、図6には、Pd/Mg (B) 薄膜のエッチング前後のオージェ分光分析(定性)結果と深さ方向の組成分析の結果を示す。エッチング前には、表面のパラジウム以外に酸素、窒素、炭素、カリウム、塩素、硫黄が認められた。これらの元素は、パラジウム表面に吸着されていることを示している。酸素、炭素は15秒エッチングすることで除去された。パラジウムとマグ

ネシウムの界面は、エッチング時間が4分のところである。今回用いたエッチング条件においてスパッタリング収率の比はSiO<sub>2</sub>に対しPdが10倍<sup>11</sup>であり、比重SiO<sub>2</sub>: 2.65, Pd12.0として計算すれば、イオンエッチング法から求めたパラジウム膜厚は20.4nmとなり、ほぼ成膜時の膜厚(25nm)と一致する。また、エッチング4分から18分にかけて、パラジウムがマグネシウムと結合したと考えられるパラジウムのケミカルシフトが認められた。すなわち、マグネシウムとパラジウムの界面付近に、マグネシウム中にパラジウムが拡散した層がある。原因としては、2層膜形成時に混合層ができたか、あるいは深さ方向分析時のイオンエッチング時の混合が考えられるが、今回の実験でははつきりとしない。今後、イオンエッチング条件を緩和して同様なプロファイルを取るなどの工夫が必要となる。

図7、図8にPd/Mg (C) 薄膜のエッチング前後のオージェ分光分析(定性)結果と深さ方向の組成分析の結果を示す。エッチング前には、Pd/Mg (B) 薄膜と同様に表面のパラジウム以外に酸素、窒素、炭素、カリウム、塩素、硫黄が認められた。パラジウム表面の酸素、炭素は15秒エッチングすることで除去された。

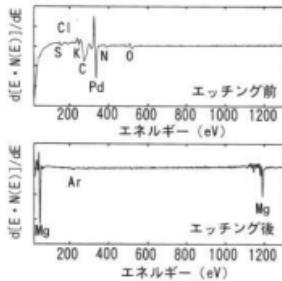


図5 Pd/Mg (B) 薄膜の定性分析結果

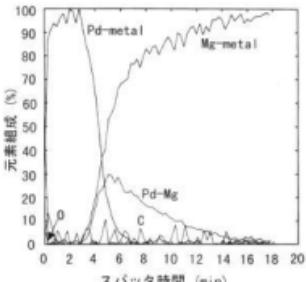


図6 Pd/Mg (B) 薄膜の深さ方向分析結果

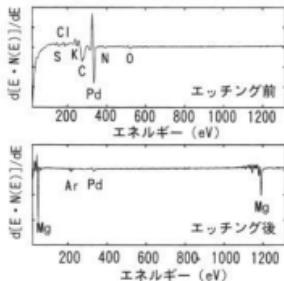


図7 Pd/Mg (C) 薄膜の定性分析結果

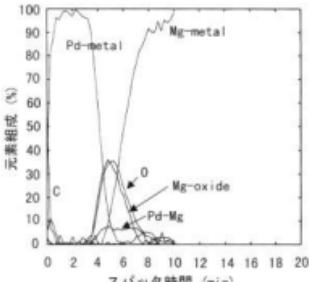


図8 Pd/Mg (C) 薄膜の深さ方向分析結果

パラジウムの膜厚はPd/Mg (B) 薄膜とほぼ同じである。しかし、本試料はパラジウム成膜前に大気暴露したため、パラジウムとマグネシウムの界面に酸化マグネシウムがスパッタ時間で2分ほどの膜厚で存在し、かつマグネシウムにパラジウムが拡散した層も認められる。ただし、その厚さはPd/Mg (B) 薄膜のそれに比べると1/2程度である。これは、酸化マグネシウム層によりパラジウムの拡散が阻害されたことが考えられる。

図9、図10に水素化したPd/Mg (D) 薄膜のエッチング前後のオージェ分光分析(定性)結果と深さ方向の組成分析の結果を示す。エッチング前には、Pd/Mg (B)、(C) 薄膜と異なり、パラジウム、酸素、炭素、マグネシウムのみが認められ、カリウム、塩素、硫黄は認められない。この理由としては、Pd/Mg (B)、(C) 薄膜と異なり水素化時に温度をかけているため脱離した可能性が考えられるが、詳細は今後検討する必要がある。深さ方向分析結果から、表面のマグネシウムはエッチング30秒の厚さまで存在していた。これは水素化時に熱を加えているためチャンバー内に付着してい

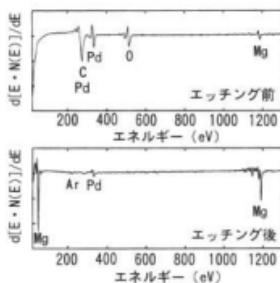


図9 Pd/Mg (D) 薄膜の定性分析結果

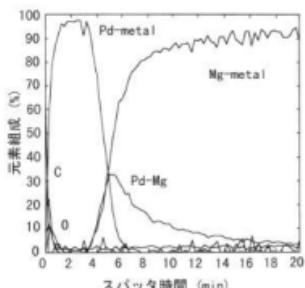


図10 Pd/Mg (D) 薄膜の深さ方向分析結果

るマグネシウムによる表面汚染が考えられる。パラジウムの膜厚は、Pd/Mg (B)、(C) 薄膜と同様であるが、2層膜界面のマグネシウムにパラジウムが拡散した層はPd/Mg (B) 薄膜の2倍以上に増加し、エッチング後にもまだパラジウムが認められている。これは、水素化時に100°Cに保っているため、マグネシウム中へパラジウムの拡散が進行したものと考えられる。

## 5 結 言

水素吸蔵薄膜作成評価装置にオージェ分光分析装置を付加し、In-situナノ複合化多層薄膜作成評価装置を開発した。

スパッタ法で作成したMg薄膜やPd/Mg薄膜をオージェ分光分析したところ、以下のことがわかった。

- (1) Mg薄膜は、X線回折分析では酸化物は認められないが、極表面は酸化物となっている。
- (2) Pd/Mg薄膜表面は、酸素、炭素以外に窒素、カリウム、塩素、硫黄が吸着していた。成膜時のPd膜厚とイオンエッチングにより求めたPd膜厚は、ほぼ一致した。
- (3) パラジウムとマグネシウムの2層膜界面では、マグネシウムにパラジウムが拡散した層が認められ、その厚さは大気暴露の有無、熱処理の有無により変化する。

なお本研究は、新エネルギー・産業総合技術開発機構の平成10年度新規産業創造型提案公募事業により実施された。

## 文 献

- 1) 桶口浩一：水素吸蔵複合化物質の高機能化メカニズムの解明と創製に関する研究、平成9年度研究成果報告書、財広島県産業技術振興機構・先端技術共同研究センター（1998）、68
- 2) 大西孝治、堀池端浩、吉原一絵：固体表面分析、講談社、(1997)、25
- 3) 横田俊一：薄膜作成応用ハンドブック、㈱エヌ・ティー・エス、(1995)、619
- 4) 真空ハンドブック、㈱アルパックコーポレートセンター、(1989)、202

# 船体の摩擦抵抗低減に関する研究（第1報） 平板の摩擦抵抗低減に関する研究

平田敏明、斯波信雄、倉本恵治、本多正英

## Study on the Reduction of the Frictional Resistance of Ships (1st Report) On the Reduction of the Frictional Resistance in Slabs

HIRATA Toshiaki, SHIBA Nobuo, KURAMOTO Yoshiharu and HONDA Masahide

It is generally believed that the air-bulb injection method into the boundary layers is one of the most effective methods for reducing the frictional resistance in ships. This study examines the air-bulb injection method and the combination of air-bulb injection and paint films as a method for reducing friction.

The results are shown below. The air-bulb injection reduced resistance by 10 to 16%. Of all the paint films tested in this study in combination with air-bulb injection, the paint film for ships demonstrated a relatively higher reduction rate.

キーワード：船舶、抵抗低減法、マイクロバブル、空気膜、撥水性

## 1 緒 言

地球温暖化をもたらす大気中の二酸化炭素增加への対応策として船舶にも排ガスの削減が求められている。そのためには船舶の省エネルギーが必要で、大型船舶の抵抗の大部分を占める摩擦抵抗の低減が望まれる。低減法の中でもマイクロ気泡による方法は低減効果が大きく船舶へ適用しやすいため注目されている。本研究では、マイクロ気泡の注入による摩擦抵抗の低減効果、及び塗膜の撥水性との複合効果について検討したのでその結果を報告する。

## 2 実験方法

### 2.1 試験装置

試験装置は、西日本流体力研製の垂直循環型回流水槽を使用した。流速は最高2m/sの定常流が可能となっている。被測定物にかかる抵抗値は、ひずみゲージ式の三分力計から、動ひずみ計と10Hzのローパスフィルターを経由してパソコンに入る。パソコン内では50msのデータ500個の平均を計測値としている。なおこの計測システムの分解能は約0.3gfである。

### 2.2 塗膜の特性

塗膜の表面状態を評価するために塗膜の接触角と、表面あらさを測定した。接触角は、塗膜上に0.01mlの水滴を作り、側面のCCDカメラで画像処理して接触角/2を求めた。また表面あらさはミツトヨ製サーフテスト500により算術平均あらさRaを測定した。塗料の特性を表1に示す。表の接触角/2は測定した20点

表1 塗膜の特性

| 塗膜の種類             | 接触角/2<br>(度) | 表面あらさ<br>(Ra) |
|-------------------|--------------|---------------|
| 冷間圧延鋼板            | 44~50 (47)   | 0.7           |
| アクリルラッカー          | 39~45 (42)   | 3.1           |
| 樹脂ワックス            | 52~56 (54)   | 0.6           |
| テフロン1 (スプレー)      | 46~54 (50)   | 3.2           |
| テフロン2 (スプレー)      | 52~57 (55)   | 0.7           |
| テフロン3 (加熱硬化)      | 47~51 (49)   | 1.2           |
| 船底塗料1 (自己研磨防汚塗料)  | 35~43 (40)   | 1.0           |
| 船底塗料2 (非溶出シリコン樹脂) | 47~51 (49)   | 0.1           |

の分布の範囲を示しており、( ) 内は平均的な角度である。表面あらさは2か所測定し平均をとった。

### 2.3 塗膜による抵抗低減試験

塗膜の抵抗低減効果を調べるために、平板を作成し図1のようにたてに取り付けた。先端と後端は鋭角に尖らせてある。材質は冷間圧延鋼板、サイズは400×350×1mmで、没水量を150~250mmとした。最初に鋼板の抵抗を計測しこれを基準にした。次にこの鋼板に塗膜を塗布して抵抗を計測し基準と比較した。これを各塗膜に対して行い、表2の試験条件で塗膜の効果を検討した。

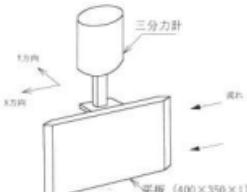


図1 塗膜試験

表2 塗膜試験条件

|     |                                   |
|-----|-----------------------------------|
| 流速  | 1.0, 1.5, 2.0m/s                  |
| 没水量 | 150, 200, 250mm                   |
| 素材  | 冷間圧延鋼板                            |
| 平 板 | アクリルラッカー, 固形ワックス                  |
| 塗 膜 | テフロン1 (スプレー), 2 (~)<br>3 (加熱硬化)   |
|     | 船底塗料1 (自己研磨防汚塗料)<br>2 (非溶出シリコン樹脂) |

#### 2.4 気泡注入による抵抗低減試験

気泡が抵抗低減におよぼす効果を調べるために、図2のような試験体を作製した。試験体の平板本体は木材で寸法は(570×235×38, 1025×235×38)の2種類とし、気泡を発生するセラミック多孔体を平板の先端に取り付けた。また流体と直接接触する底面は鋼板(400×235×1)をネジで取付け、鋼板の交換が可能な構造にした。この試験体を水槽に入れ、セラミック多孔体から気泡を注入すると、気泡が平板上を後方に流れで移動する。表3の条件で試験を行い、供給した空気量および抵抗値を測定した。



図2 気泡試験

表3 気泡試験条件

|       |                                  |
|-------|----------------------------------|
| 鋼 板   | 冷間圧延鋼板                           |
| 流速    | 0.5, 0.6, 0.8, 1.0, 1.1m/s       |
| 多 孔 体 | 空 気 壓 0.5Kg/cm <sup>2</sup>      |
|       | 空 気 量 0.7, 1.4, 2.1, 2.8リットル/min |
|       | 没 水 量 10, 15, 20, 25mm           |

#### 2.5 塗膜と気泡の複合効果による抵抗低減試験

塗料を塗布した平板に気泡を注入し、塗膜と気泡の複合効果による抵抗低減について検討した。試験体は先の気泡注入の試験で用いたものを使用し、平板の底面に表面塗膜を種々変えた鋼板を取付けて、気泡の注入を行なう抵抗試験を実施した。塗膜の種類は2.3、試験条件は2.4の試験の時と同様である。

### 3 実験結果と考察

#### 3.1 塗膜による抵抗低減試験

まず平板に各種塗料を塗布し各々の抵抗を測定し

た。図3は船底塗料1を塗布した結果であり、横軸は平板の没水量、縦軸は抵抗値で、線形回帰により直線を求めてグラフを作成した。実線は圧延鋼板、点線は船底塗料1を示し、没水量が15cmの時は船底塗料1のほうが抵抗値がやや低いが、没水量が25cmになるとやや高くなつた。その他の3つの塗膜の抵抗試験の結果は、ここでは省略するが、基準の圧延鋼板より低いもの高いもの等々の特徴を示した。

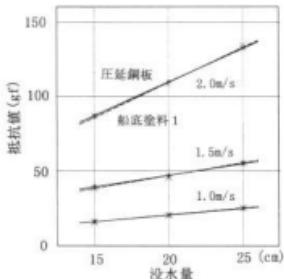


図3 船底塗料1の塗膜試験

つぎに塗膜が抵抗低減に及ぼす影響を調べるには、基準材の抵抗値を除く必要がある。そこで先に求めた各々の塗膜の回帰直線より、没水量が15mmと25mmの時の基準材と塗料塗布材の抵抗の差の平均値を求めた結果を図4に示す。横軸は塗膜の種類、縦軸は抵抗値の差で、基準材を0にして+側は基準より抵抗値が高い(増加側)ことを示す。図より船底塗料2を除いては、抵抗値は増加側で最大約4gf、減少側で最大約3gfである。船底塗料2は増加側で流速2.0m/sの時、約28gfで非常に高い抵抗値を示した。テフロン系は流速が速くなるほど基準材に対して抵抗値が減少し、なかでもテフロン3は抵抗値そのものが低く良い結果を示している。アクリルラッカーや船底塗料2は流速が増すほど抵抗が増加し、固体ワックスと船底塗料1は

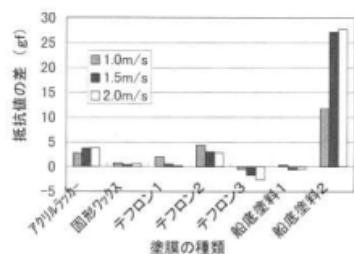


図4 塗膜の摩擦抵抗の比較

基準材とほぼ同じ抵抗値を示した。またテフロン系の塗料と船底塗料2は共に撥水性は高いが後者の抵抗値は必ずしも低くはなく、撥水性と抵抗値の関係は明確でない。

### 3.2 気泡注入による抵抗低減試験

試験体の先端に取付けた多孔体に供給する空気の量を変化させて、試験体にかかる抵抗値を測定した結果を図5に示す。図は流速が1m/sの時のもので、横軸は空気量、縦軸は抵抗値を示す。気泡を注入しない時試験体にかかる抵抗値は、空気量0の値で、没水量が10mmでは約410gf、25mmでは約760gfで多孔体の没水量が多いほど大きくなる。この試験体に適量の空気を注入すると、抵抗値は没水量10mmで約385gf、25mmで約700gfと明らかに減少するが、適量以上の空気を注入すると、抵抗値はまた徐々に増加した。

図6は気泡を注入しないときの、流速と試験体にかかる抵抗値の関係を示したものである。多孔体の没水量は10~25mmで、この時試験体にかかる抵抗値は、没水量が25mmの時流速0.5m/sで約225gf、流速1.1m/sで約960gfとなり、抵抗値は指数関数のグラフにのっている。

気泡を注入した時の抵抗減少率を求めた結果を図7に示す。ここで供給する空気量は抵抗値を最小にする量である。図より流速0.5~0.6m/sでは、いずれも減少率は12~16%と高い値を示した。没水量が10、15mmの時、流速0.8m/sまでは減少率は減少するが、そこを境に流速が速くなるに従い抵抗減少率が上昇している。なかでも15mmのものは流速1.1m/sで約10%の減少率で、この流速では最高の減少率を示した。また没水量が20、25mmの時は流速が早くなるほど抵抗減少率は低下していくが、流速1.0m/sまではいずれも8%以上の高い値を示し、流速1.1m/sでも没水量20mmのものは約9%の抵抗減少率であった。

さらに抵抗値が最短時の空気量と没水量について検討した結果を図8に示す。横軸に流速、縦軸に空気量をとると、空気量は流速に反比例して、流速が速くなるほど少なくなり、その量はある値(0.6リットル/min)付近に収束している。また多孔体の没水量を15mmにした時の空気量が最も少なくなったが、これは多孔体と平板の位置関係が良好で、多孔体から発生する気泡が抵抗低減に有効に作用するためと思われる。

次に試験体の没水量を15mmとし平板の長さを2倍にした時の抵抗値の増加の傾向は平板1枚の時と同様、流速に対して指數関数的に増加している。抵抗値は流速1.1m/sで725gfで、平板1枚の時の655gfより高い値をとる。これは長さが長くなった分だけ水との接触面

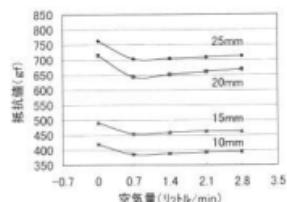


図5 空気量と抵抗の関係

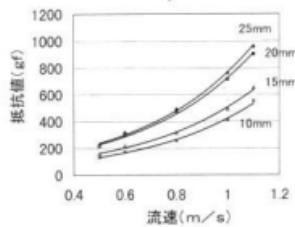


図6 流速と抵抗の関係

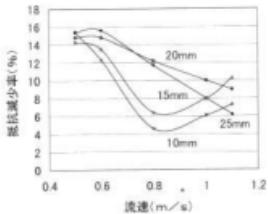


図7 気泡注入による抵抗減少率

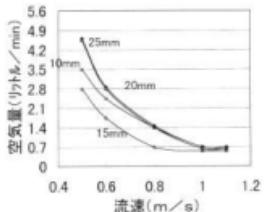


図8 抵抗低減に要する空気量

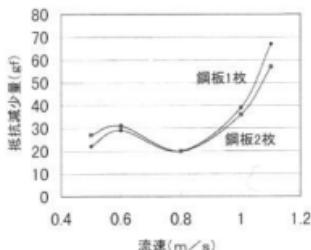


図9 気泡注入による抵抗減少量

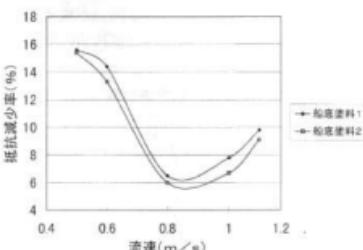


図10 塗膜への気泡注入による抵抗減少率

積が増えて抵抗が増加したためと考えられる。これに気泡を注入した時の抵抗減少量を図9に示す。抵抗減少量は、流速が0.8m/sまでは平板2枚のほうが大きいが、これ以上では小さくなっている。数値的には流速が1.1m/sの時、平板1枚で67gf、2枚で57gfである。これは平板の抵抗低減は注入された気泡の直後から起こるが、流速が速い場合には平板の後よりで気泡の乱れが生じて新たな抵抗が発生する。従って抵抗低減に寄与する長さ以上の平板部分では逆に幾らかの抵抗が付加されるものと考えられる。

### 3.3 塗料と気泡の複合効果による抵抗低減試験

気泡による摩擦抵抗低減試験で、多孔体の没水量が15、20mmのものが抵抗減少率が大きかった。そこで没水量を15、20mmにして、塗料を塗布した平板の抵抗を測定した。図10は没水量15mmの時の結果で、減少率の大きかった船底塗料1と小さかった船底塗料2の結果のみを示している。流速0.5m/sでは減少率はほとんどの塗膜で15%以上と良好だが、流速0.8m/sでは直線的に減少している。ここから減少率は増加して流速1.1m/sで8~10%になっている。塗膜間の差は1~2%でありひらきはないが、テフロン1、船底塗料1の減少率が大きく、船底塗料2、テフロン3の減少率は小さい。没水量20mmについては、抵抗減少率は流速が0.5~0.6m/sで高く14~15%である。以後は流速が速くなるに従って減少し流速1.0m/sで10%前後の減少率で以後はさらに下がる。ここでも塗料間の減少率の差は1~2%であり差はないが、アクリルラッカー、船底塗料1の減少率が大きく、船底塗料2は減少率が小さい。

以上の結果から、アクリルラッカー、船底塗料1は撥水性は低いけれども抵抗の減少率は大きく、船底塗料2は撥水性は高いにもかかわらず減少率は最も小さい。テフロン系は撥水性は高いが抵抗減少率ではバラツキがあり、塗膜の撥水性（接触角）と抵抗減少率の関係は明確でない。

## 4 結 言

- (1) 塗膜試験の結果、テフロン系の塗膜は流速が速くなるほど、基準材に対する抵抗の絶対値が減少し、なかでもテフロン3は抵抗値そのものが低く良い結果を示した。また固形ワックスと船底塗料1は基準材とほぼ同じ抵抗値で、撥水性と抵抗値の関係は明確でない。
- (2) 気泡試験の結果、気泡を注入するとかなりの抵抗値の減少が観察された。抵抗減少率は、流速0.5、0.6m/sでは12~16%、流速1.1m/sでは没水量15mmのものが最も良く約10%であった。
- (3) 抵抗低減に要する空気量は、多孔体の没水量を15mmにした時が最も少なく、流速に反比例した。
- (4) 流体中の平板が長くなると摩擦抵抗が増え抵抗値は増加する。これに気泡を注入すると、流速が0.8m/s以下時の長いほうが減少量が多いが、0.8m/s以上では短いほうが減少量が多い。
- (5) 塗料と気泡の複合試験の結果、塗料塗布面に気泡を注入した時の抵抗減少率の差は1~2%程度で小さいが、船用塗料1の減少率がやや高く、船用塗料2が低い値を示した。このことから撥水性の高い塗膜の抵抗減少率が必ずしも大きいといえない。

# 透過気化法による海水淡水化（第3報） 高効率淡水化技術の開発と油濁海水の淡水化

本多正英、斯波信雄、倉本忠治、丸下清志、平田敏明、樋口浩一、渡部英雄

Seawater Desalination on Pervaporation Process (3rd Report)  
Development of High Efficient Seawater Desalination Technology and Desalination From Oily Seawater

HONDA Masahide, SHIBA Nobuo, KURAMOTO Yoshiharu, MARUSHITA Kiyoshi,  
HIRATA Toshiaki, HIGUCHI Koichi and WATANABE Hideo

The desalination experiment was carried on with the pervaporation mini plant, which we had made previously, to improve productivity and efficiency. Under the best condition, the mini plant could produce  $1.06 \times 10^7 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$  [ $38 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ ] of desalinated water per an area of membrane. Next, the difference of pervaporation membranes was considered. As a result, it influenced productivity and efficiency and so on. Besides, in the case of desalinating from oily seawater, the mini plant could produce non-oily water.

キーワード：海水淡水化、透過気化法、造水量、透過気化膜、油濁海水

## 1 緒 言

経済の発展と国民生活の向上にともない、我が国の水需要は増加の一途をたどっているが、新たなダムの開発などは自然破壊につながるため難しいのが現状である。そのため、海水から淡水を得る海水淡水化技術が必要となり、現在、蒸発法<sup>1)</sup>、逆浸透法<sup>2)</sup>などによって淡水化が行われている。しかし海水中には有害物質であるホウ素、臭素や、油濁由来の揮発性有機炭素等が含まれており、これらを完全に除去する必要がある。

そこで本研究では、安全かつ信頼性の高い生活用水供給システムの開発を目標に、透過気化法による海水淡水化の研究を行っている。今年度は、試作した透過気化ミニプラントでの実験<sup>3)</sup>を引き継いで行い、造水効率の改良や油濁海水中からの油分除去淡水化について検討したので結果を報告する。

## 2 実 験 方 法

平成8年度に試作した透過気化ミニプラントで、引き続き海水の淡水化実験を行った。ミニプラントでの造水量や淡水化率などが最適になる条件を調べるために、透過気化膜モジュール入口の海水温度や海水の供給流量及び真空圧力を変化させて淡水化実験を行った。さらに、透過気化膜の違いによる影響を調べるために、これまで使用してきたA社製膜モジュールだけではなく、B社製膜モジュールも使用して同様の淡水化実験を行った。A社の膜とB社の膜とでは、材質、製法

が多少異なるため、孔径や熱的性質が異なっている。なお、得られた造水の水質試験は、pHと電気伝導度以外はICP-MS法、原子吸光法およびイオンクロマトグラフ法により実施した。

また、油濁海水からの淡水化について検討するため、ミニプラントでB社製膜モジュールを用い、全有機炭素（TOC）濃度を10mg/lに調整した後に1か月放置したウェザリング海水を原水として淡水化実験を行い、得られた淡水中に残存している油分や揮発性有機炭素の濃度を測定した。ここで、ウェザリング海水とは実際に油が海に流出したときににおける微生物分解や光分解などを考慮して、海水にA重油を添加し、塩素、リンの栄養塩を加えて大目に数ヶ月間さらして作製した模擬的油濁海水のことである。濃度調整前の溶液ではTOC濃度は約400mg/l、揮発性有機炭素（POC）濃度は約30mg/lであった。

## 3 実験結果と考察

### 3.1 造水量の向上について

前年度までは、透過気化膜モジュールの安定性や、ミニプラントの予熱器に使用しているヒーターの熱容量の問題などから、膜モジュール入口の海水温度を353K [80°C]までしか上げることが出来なかつたが、膜モジュールに使用しているバッキン等を変更し、また、ヒーターを改良したり配管経路を変更することによつて海水温度を373K [100°C]まで上げることが可能となつた。

ミニプラントにおいて総膜面積が0.086m<sup>2</sup>の膜モジュールを用い、真空圧力をミニプラントの性能の限界である $2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr]まで減圧させ、供給流量と海水温度を変化させたときの造水量への影響を検討した結果を図1に示す。ここで、造水量は膜面積1m<sup>2</sup>当たり一定時間内に採取された淡水の量で示し、冷却ユニットの設定温度は278K [5°C]とした。海水温度が上がるほど、また供給流量が増えるほど膜面積当たりの造水量は増加し、海水温度が373K [100°C]、供給流量がミニプラントの性能の上限である $1.1 \times 10^4$ m<sup>3</sup>/s [40ℓ/h]の時では約 $1.06 \times 10^4$ m<sup>3</sup>/s [38ℓ/(m<sup>2</sup>·h)]になった。現在実用化されている逆浸透膜を用いた海水淡化装置では、1モジュール（膜面積28m<sup>2</sup>）当たりの造水能力は10t/日程度であり（C社製）、膜面積当たりの造水量は約 $4.2 \times 10^4$ m<sup>3</sup>/s [15ℓ/(m<sup>2</sup>·h)]であるので、比較すると2倍以上の造水量が得られた。また、従来の透過気化淡化技術<sup>1), 2)</sup>での膜面積当たりの造水量は、 $2.8 \times 10^4$ m<sup>3</sup>/s [10ℓ/(m<sup>2</sup>·h)]程度であり、膜の透過性能についての問題はないと思われる。しかし、透過気化法では水蒸気を発生させるためエネルギーの消費量が大きいので、実用化に向けて今後は省エネルギー型の透過気化淡化技術を確立することが必要であると考えられる。

### 3.2 膜の違いによる影響について

透過気化膜の違いによる淡水化への影響を調べるために、これまで使用してきたA社製膜モジュールではなく、B社製膜モジュールを使用して同様の淡水化実験

を行った。ミニプラントにおいて総膜面積が0.086m<sup>2</sup>であるB社製膜モジュールを用い、海水の供給流量を $4.2 \times 10^4$ m<sup>3</sup>/s [15ℓ/h]と一定にして、膜モジュール入口の海水温度と真空圧力を変化させた時の造水量への影響を比較検討した結果を図2に示す。参考のためA社製膜モジュールを使用した時の結果も同時に示す。なお、海水温度は透過気化淡化技術において一般的な温度である333K～353K [60°C～80°C]まで変化させ、真空圧力はミニプラントの性能の限界である $2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr]まで減圧させた。海水温度が上がるほど、また、真空圧力が下がるほど造水量は増加し、B社の膜もA社の膜と同様の傾向を示したが、造水量はこれらの条件においては、B社の膜の方が少し多くなった。

図3に真空圧力を最も造水量の多かった $2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr]に、供給流量を $5.6 \times 10^4$ m<sup>3</sup>/s [20ℓ/h]と一定にし、海水温度を313K～373K [40°C～100°C]まで変化させた時の造水量への影響を比較検討した結果を示す。造水量は333K [60°C]以下の低温領域ではB社の膜の方が、363K [90°C]以上の高温領域ではA社の膜の方が多いとなった。

次に、真空圧力を $2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr]と一定にし、供給流量と海水温度を変化させた時の造水量への影響を比較検討した結果を図4に示す。どの温度においてもA社の膜と同様に供給流量が増えるほど造水量も増加したが、供給流量が少ない時はB社の膜の方が、供給流量が多い時にはA社の膜の方が造水量は多くなった。これらの結果よりB社の膜は熱に対して不安定で

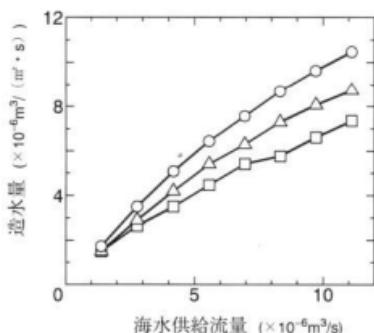


図1 海水供給流量及び海水温度における

#### 造水量への影響

真空圧力  $P = 2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr]  
膜面積  $0.086 \text{m}^2$  設定冷却温度 278K [5°C]  
 ○— T=373K [100°C]  
 △— T=363K [90°C]  
 □— T=353K [80°C]

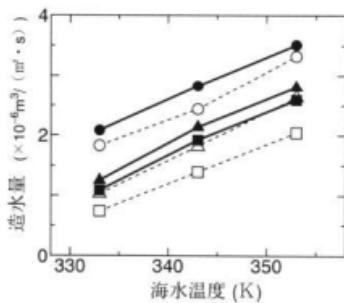


図2 海水温度及び真空圧力における

#### 造水量への影響の比較

膜面積  $0.086 \text{m}^2$  設定冷却温度 288K [15°C]  
供給流量  $F = 4.2 \times 10^4 \text{m}^3/\text{s}$  [15ℓ/h]  
 ○— A社  $P = 2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr] ●— B社  
 △— A社  $P = 2.67 \times 10^4$ Pa [200Torr] ▲— B社  
 □— A社  $P = 5.33 \times 10^4$ Pa [400Torr] ■— B社

あり、海水温度が高く、供給流量が増えるほど、すなわち膜に対する熱的負荷が大きくなるほど、膜に何らかの変化が起こり、A社の膜と比べて造水量が減少していくものと思われる。

さらに、供給流量と海水温度を変化させた時、供給した海水量に対してどれだけの淡水が得られたかという割合である淡水化率への影響を比較検討した結果を図5に、モジュール出口温度への影響を比較検討した結

果を図6に示す。B社の膜もA社の膜と同様に供給流量が増えるにしたがって淡水化率は徐々に低下し、モジュール出口温度は徐々に上昇した。これらの原因としては、前報<sup>1)</sup>でも報告したように供給流量が上がると流速が速くなり、モジュールでの滞留時間が短くなるため、十分に蒸発できずにモジュールを出していく温海水の量が増加し、その結果、淡水化率が低下し、気化熱が奪われることによる海水温度の低下も少なくな

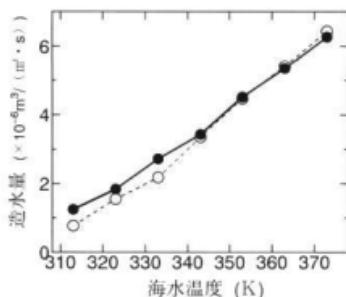


図3 海水温度における造水量への影響の比較  
膜面積0.086m<sup>2</sup> 設定冷却温度278K [5°C]  
真空圧力 P=2.67×10<sup>5</sup>Pa [20Torr]  
供給流量 F=5.6×10<sup>-6</sup>m<sup>3</sup>/s [20ℓ/h]  
…○… A社 …●… B社

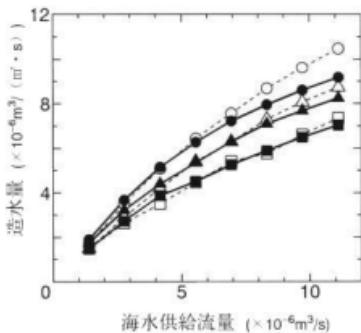


図4 海水供給流量及び海水温度における  
造水量への影響の比較  
真空圧力 P=2.67×10<sup>5</sup>Pa [20Torr]  
膜面積0.086m<sup>2</sup> 設定冷却温度278K [5°C]  
…○… A社 T=373K [100°C] …●… B社 T=373K [100°C]  
…△… A社 T=363K [90°C] …▲… B社 T=363K [90°C]  
…□… A社 T=353K [80°C] …■… B社 T=353K [80°C]

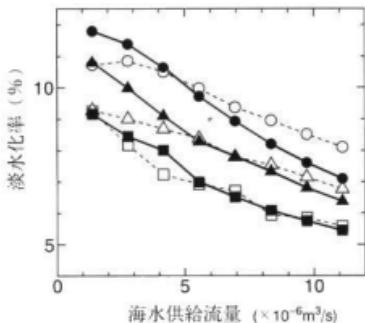


図5 海水供給流量及び海水温度における  
淡水化率への影響の比較  
真空圧力 P=2.67×10<sup>5</sup>Pa [20Torr]  
膜面積0.086m<sup>2</sup> 設定冷却温度278K [5°C]  
…○… A社 T=373K [100°C] …●… B社 T=373K [100°C]  
…△… A社 T=363K [90°C] …▲… B社 T=363K [90°C]  
…□… A社 T=353K [80°C] …■… B社 T=353K [80°C]

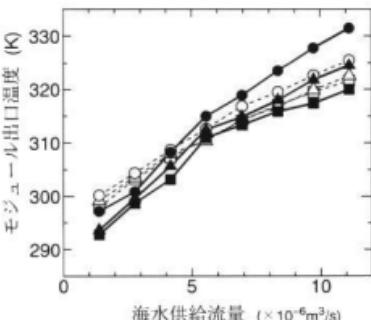


図6 海水供給流量及び海水温度における  
モジュール出口温度への影響の比較  
真空圧力 P=2.67×10<sup>5</sup>Pa [20Torr]  
膜面積0.086m<sup>2</sup> 設定冷却温度278K [5°C]  
…○… A社 T=373K [100°C] …●… B社 T=373K [100°C]  
…△… A社 T=363K [90°C] …▲… B社 T=363K [90°C]  
…□… A社 T=353K [80°C] …■… B社 T=353K [80°C]

表1 全有機炭素及び揮発性有機炭素の残存濃度

|  | 濃度 (mg/l) | TOC 濃度 | POC 濃度 |
|--|-----------|--------|--------|
| ウェザリング海水 (調整1日後)                                   | 10        | 0.04   |        |
| 〃 (1か月放置後)   | 10        | 0.01   |        |
| 造水 ( $5.33 \times 10^4$ Pa [400Torr], 333K [60°C]) | 1         | 0.01   |        |
| 〃 ( $5.33 \times 10^4$ Pa [400Torr], 353K [80°C])  | 1         | 0.01   |        |
| 〃 ( $2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr], 333K [60°C])   | 1         | 0.01   |        |
| 〃 ( $2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr], 353K [80°C])   | 0.3       | 0.01   |        |

供給流量  $F = 4.2 \times 10^{-4}$ m<sup>3</sup>/s [15ℓ/h], 設定冷却温度 278K [5°C], B社製膜モジュール使用 0.086m<sup>2</sup>

と言うことが考えられる。しかし、比較してみるとB社の膜は供給流量が少ない時には淡水化率は高く、それにともないモジュール出口温度は低くなっているが、供給流量が増えるにしたがって淡水化率は急速に低下し、モジュール出口温度は急速に上昇している。また、海水温度が高いほどその傾向は顕著になっている。これは、前述のようにB社の膜が熱に対して不安定であるためと思われる。

なお、B社膜モジュールを使用して得られた造水の水質試験を行ったところ、ホウ素、臭素とともに0.01mg/l以下と良く除去されていた。また、その他の有害物質も良く除去されており、安全な水を得ることができた。pHは6.0、電気伝導度は $1.7 \times 10^{-4}$ S/mと良好であった。

### 3.3 油濁海水の淡水化について

油濁海水からの淡水化を行った結果の一例を表1に示す。A社の膜でもほぼ同様の結果が得られたが、今回はB社の膜について示した。TOC濃度が10mg/lである油濁海水をミニプラントで淡水化することにより、TOC濃度が $1/10$ 以下にまで低減された淡水を得ることができた。真空圧力が低くなるほど、また海水温度が高くなるほど、すなわち、造水量が多くなるほどTOC濃度の除去率は大きくなり $2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr], 353K [80°C]の時には、約0.3mg/lにまで低減した。

揮発性有機炭素(POC)については、ミニプラントによる除去は効果が認められなかったが、TOC濃度を10mg/lに調整する際、海水を攪拌させただけで大部分が揮発し、1か月放置させた後では、問題のない程度にまで低減した。なお、POCの成分を濃度調整直後のあまり攪拌させていない状態でGC-MSにより分析したところ、トルエン、キシレン、ベンゼンが検出された。

次に、活性炭による油分や揮発性有機炭素の除去についても検討するため、最も除去率が大きかった $2.67 \times 10^4$ Pa [20Torr], 353K [80°C]の時に得られた淡水(造水)を活性炭に通したが、TOC及びPOCとともに効果は認められなかった。これは、ミニプラントで得られた淡水はTOC、POCとも既にかなりの低濃度で

あったため、活性炭による更なる除去が出来なかつたものと思われる。

## 4 結 言

(1) 造水量は基本的には供給海水温度が高く、供給流量が多いほど、また真空圧力が低いほど増加した。現在実用化されている逆浸透膜を用いた海水淡水化装置では、膜面積1m<sup>2</sup>当たりで一定時間内に採取される淡水の量は、 $4.2 \times 10^{-4}$ m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>·s) [15ℓ/(m<sup>2</sup>·h)]程度であるが、本装置では現在における最高の条件において約 $1.06 \times 10^{-4}$ m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>·s) [38ℓ/(m<sup>2</sup>·h)]になった。

(2) 膜の違いによる影響を検討したところ、実験条件の違いにより造水量等の優劣が変化しており、比較的低エネルギーで比較的多量の造水量を得たい時にはB社の膜を、エネルギーを多く消費しても最大限の造水量を得たい時にはA社の膜の使用が適当であることがわかった。

(3) ミニプラントで全有機炭素濃度を10mg/lに調整したウェザリング海水を原水として淡水化実験を行ったところ、約0.3mg/lにまで低減した淡水を得ることができた。また、揮発性有機炭素については濃度調整後、放置しているだけで問題のない程度にまで減少した。

なお、本研究は科学技術庁の「清浄で安心な生活環境の創造：環境低負荷型浄化技術の開発と応用」研究プロジェクトの一環として行った。

## 文 献

- 1) 宮武修：日本海水学会誌, 50 (1986) 4,220
- 2) 木村尚史：日本海水学会誌, 50 (1986) 4,216
- 3) 斯波：広島県立西部工芸研究報告, No.40(1997), 56
- 4) 本多：広島県立西部工芸研究報告, No.41(1998), 57
- 5) 財團法人造水促進センター：平成6年度造水先端技術講習会講演要旨, (1994)
- 6) 守谷安治、竹原淳彦、豊部忠篤：岡山県工芸研究報告, No.23 (1997), 85

# 生分解性高機能材料に関する研究（第1報） ポリ乳酸樹脂の等温結晶化に関する研究\*

大橋俊彦、下原伊智朗、関 守雄、藤本宗之

Study of Biodegradable Polymers(1st report)  
Study of Isothermal Crystallization of Poly(L-lactic acid).

OHASHI Toshihiko, SHIMOHARA Ichiro, SEKI Morio and FUJIMOTO Muneyuki

Crystallization kinetics at isothermal crystallization, morphology and thermal properties of poly(L-lactic acid) were studied, to evaluate the influence of the molding condition on the properties of the polymer.

Poly(L-lactic acid) that used to the experiment was a commercial grade (LACTY, provided by Shimadzu Co. Ltd.). Cooling polymers from molten state rapidly to some temperature and holding the temperature, the crystallization kinetics was measured by DSC and polarized optical microscope. Then morphology and thermal properties of poly(L-lactic acid) crystallized at some temperature were measured.

Two peaks were found by DSC analysis of poly(L-lactic acid) crystallized at 110~130°C, and the height and the peak temperatures of these peaks were dependent on the crystallization temperature. It means that the structure of poly(L-lactic acid) is varied on the condition of the molding process, especially the crystallization temperature. Then, it is necessary to study the relation between these DSC thermograms (correspond to the condition of the molding process) and mechanical properties.

キーワード：生分解性プラスチック、ポリ乳酸、結晶化、D S C、球晶

## 1 緒 言

生分解性ポリマーは「環境に優しい」・「石油を原料としない」という2点で注目され活発に研究されている。広島県内においても、いくつかの企業で材料の開発、応用製品の開発等について研究がなされており、これらを支援する必要がある。ポリ乳酸（P L A）樹脂は生分解性プラスチック中で将来的に最も安価に生産可能であるとされることから、県内企業で最も多く取り上げられており、当面この樹脂を中心に研究を進めていく。

さて、高分子材料は成形温度が金属材料よりもはるかに室温に近く、成形・保存・使用時の温度による性質への影響が大きくなるため、成型時の温度設定・管理による材料の熱履歴と物性の関係を把握することが生産技術上重要となってくる。特にP L Aはポリエステルの1種であり、容器として一般に使用されているP E T樹脂などと同じくその熱履歴によって無定形（無色透明）から高結晶性（白色不透明）まで様々な状態をとり、それぞれで性質に差があるため、このようなデータは材料の成形および利用に際して大変重要である。

本報告では、P L Aの成形条件と物性の関係を把握

するために結晶化の過程と結晶の形態および物性について測定・観察した結果を報告する。

## 2 実験方法

### 2.1 試 料

P L Aとして島津製作所株製ラクティードを選んだ。用いた樹脂はフレネルレンズなどの試作に用いられているもので、分子量は十数万以上と推定される。その赤外吸収スペクトルを図1示す。

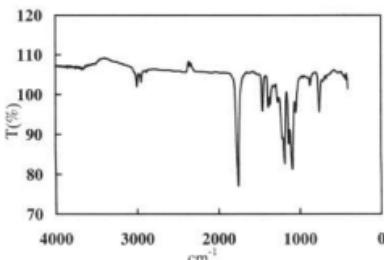


図1 ポリ乳酸樹脂の赤外吸収スペクトル  
試料調整：クロロホルム溶液/KBr

## 2.2 測定

示差走査熱量計 (DSC, Perkin-Elmer DSC-7) により、溶融状態または室温（無定形状態）から所定温度に冷却して PLA を結晶化させ、その時の結晶化速度を評価した。また、これらの異なる温度で結晶化させた PLA を熱分析することにより、結晶化度、結晶構造などの樹脂の高次構造などに関する知見を得ることを試みた。

また温度調節ステージ (Linkom TH-600) 付偏光顯微鏡 (Nikon Optiphot-2-POL) で同様に溶融状態または室温から所定温度に冷却した時に生成される PLA の結晶（球晶）の成長過程、形態などを観察・比較した。

## 3 実験結果と考察

### 3.1 ポリ乳酸樹脂の転移点

図 2 に 200°C から急冷した PLA の DSC 曲線を示す。このような熱処理は通常のよく用いられる成形条件に対応する。この条件で熱処理した PLA は無色透明であり、無定形と考えられる。

ここで示す DSC 曲線では基線から上向きが吸熱（試料の内部エネルギーが増加）、下向きが発熱（試料の内部エネルギーが減少）を表している。

この DSC 曲線には、170°C 付近に融解による吸熱ピーク、95°C 付近に冷結晶化の発熱ピーク、60°C 付近にガラス転移にもとづく基線のずれが現れている。また、融解の直前に小さな発熱のピークが現れている。現在のところこれも結晶化によるものと考えているが<sup>1</sup>、95°C 付近で結晶化した部分の再結晶化（再配置）によるものと、95°C 付近で結晶化しなかった部分の結晶化によるものとの 2通りの可能性がある。この詳細な機構については現在検討中である。

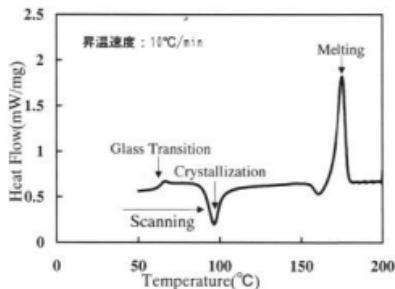


図 2 溶融状態から室温に急冷した  
ポリ乳酸樹脂の DSC 曲線

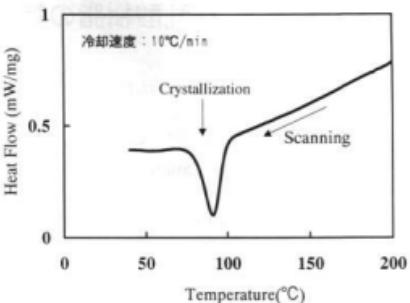


図 3 ポリ乳酸樹脂の冷却過程における DSC 曲線

冷結晶化、ガラス転移が 100°C 以下で起こることは実用上重要で、成型時・使用時の温度管理に注意が必要であることを示している。

図 3 に 200°C から 10°C/min の降温速度で冷却した PLA の DSC 曲線を示した。この条件の冷却では、110°C くらいから明確な結晶化のシグナルが現れている。従って、この近辺の温度で溶融結晶化をさせることにより同一の PLA においても様々な結晶化度・結晶形態の材料が生成し得ると考えられる。

### 3.2 溶融状態からの等温結晶化

図 3 の結果をもとに PLA を溶融状態から一定温度まで急冷した後保持して結晶させた。その過程を DSC で追跡した結果を図 4 に示す。等温結晶化の進行は等速冷却における（図 3）のと同様に 1 本の吸熱ピークで表されており、一見単一の過程であるように見える。また、温度が低くなるほど結晶化の速度が速くなっていることがわかるが、図 2 の結晶化ピークから見たピーク位置（95°C）およびピーク開始位置（110°C）よりも高い 130°C で既に明瞭な結晶化が見られることは注意が必要で、実用的には DSC に現れた温度よりも 20~30°C 高い温度（現象によっては低い温度）を念頭において成型時・使用時の温度管理を行う必要があることを示している。

一方、比較のために載せた 50°C でのデータに示されているように溶融状態からある温度以下まで急冷した場合は結晶化のピークが現れない。即ち、図 3 に示されたような結晶化が起こる温度以下に急速に冷却されると結晶化が起こらず、無定形の樹脂となることがわかる。この場合、DSC 曲線は図 2 と同様のものとなつた。これに対して、結晶化が起こる場合、DSC 曲線は全く異なるパターンを示す。代表的な例を図 5 に示す。

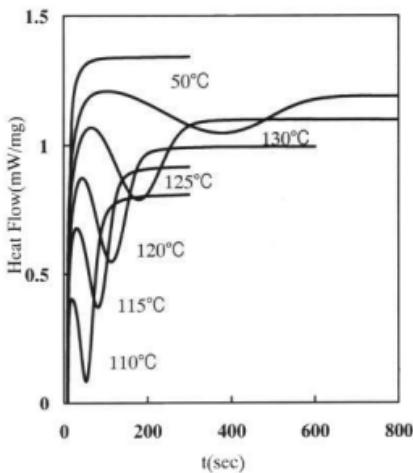


図4 ポリ乳酸樹脂を200°Cから一定温度に  
急冷・保持した時の等温結晶化曲線  
縦軸は結晶化による単位時間あたりの発熱量  
グラフ内の数字は結晶化温度

この場合、融解のピークは図2とほとんど同じ温度にあるが、95°C付近に見られた冷結晶化のピークが見られないことがわかる。また、樹脂の無定形の部分で起こるガラス転移のシグナルも図2と比べて小さくなりはっきりしなくなっている。これらのこととは、樹脂が結晶化しているということから定性的には予想されることである。

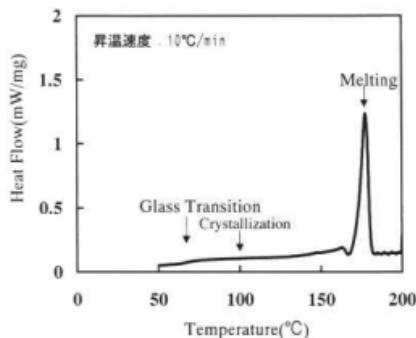


図5 105°Cで等温結晶化させた  
ポリ乳酸樹脂のDSC曲線

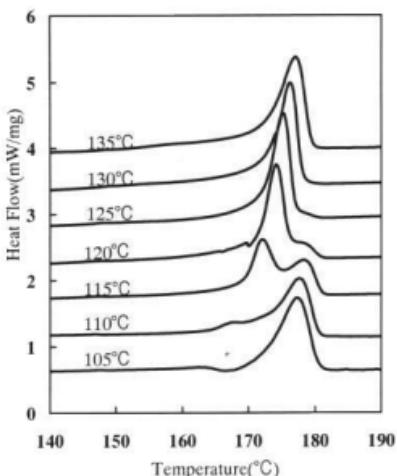


図6 異なる温度で等温結晶化させた  
ポリ乳酸樹脂のDSC測定による融解ピーク  
グラフ内の数字は結晶化温度

一方、異なる温度で結晶化させたPLAのDSC曲線を比較すると、結晶化温度の違いに対応して異なる融解挙動を示すことがわかった。異なる温度で結晶化させたPLAの融解ピークを図6に示した。

結晶化温度105°Cの試料では176°C付近に結晶の融解による吸熱ピークが見られるが、結晶化温度110°C以上になると105°Cまでみられた融解ピークの直前の発熱ピークが見られなくなり、その位置、即ち融解ピークの約10°C低温に別の吸熱ピークが現れる。このピークは結晶化温度が高くなるにつれて大きくなり高温側へシフトし、それとともに元のピークも高温側へシフトするがその大きさは小さくなり、結晶化温度130°C以上では見られなくなっている。従って、この樹脂については少なくとも2種類の結晶形態が存在する可能性があり、当然その違いによって機械的性質をはじめとする諸性質に違いがあると考えられる。また、図4において等温結晶化の過程は一見単一の過程であるように見えると述べたが、2つの過程が重なり合っている可能性がある。

結晶化温度110-130°Cで2種類の融解ピークが現れる詳細な原因とその機械的性質に及ぼす影響については現在検討中である。

### 3.3 ポリ乳酸樹脂の結晶形態

この2種類の融解ピークが現れる原因追求の一環と

して、PLAを溶融状態から一定温度まで急冷した後保持して結晶させ、その過程を偏光顕微鏡下で観察した。生成した結晶の形態を写真1に示す。結晶化温度110°C以下と135°Cで結晶の形が異なり、120°Cくらいから130°Cにかけては両者が混ざり合っているよう見える。これらの点については、更に詳細な検討が必要である。

ここまで報告した性質は、PLAの中でも、島津製作所製ラクティーについての結果であり、すべてのポリ乳酸樹脂が同様の性質を示すとは限らない。実際、あるメーカーで合成したポリ乳酸樹脂は同様な熱処理をしても結晶化せず、常に無定形の樹脂となつた。

これらのことを考えると、PLAは熱履歴によって構造と性質が様々に変化するばかりでなく、合成条件やわずかな組成の違いによっても構造と性質が異なる非常に複雑な特性を持った材料であると思われる。

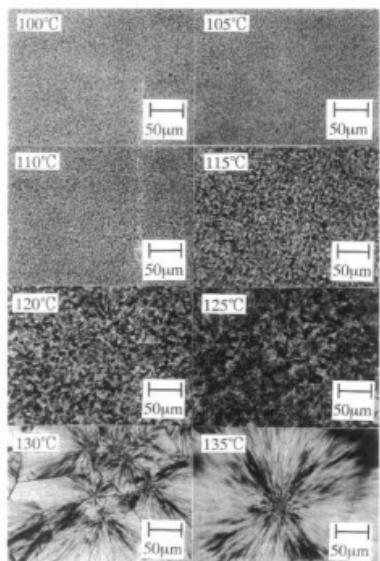


写真1 異なる温度で結晶化させたポリ乳酸樹脂の結晶形態(偏光顕微鏡による観察)  
図内の数字は結晶化温度

## 4 結 言

成形・保存・使用時の温度による性質への影響がきわめて大きい高分子材料の成型時の温度設定・管理による材料の熱履歴と物性の関係について考察するために、生分解性プラスチックの1種であるPLA(島津製作所製ラクティー)を選び、結晶化の過程と結晶の形態および物性について測定・観察した結果、下記のような結果が得られた。

- (1) 無定形のPLAを加熱して昇温すると、まずガラス転移によって軟化し、続いて結晶化が起って硬化し、更に高温で融解するという複雑な過程をとる。これは、PET樹脂などの芳香族ポリエステルでも同様である。
- (2) PLAは溶融状態から急冷すると無定形の樹脂となり、徐冷または結晶化温度付近で保持すると結晶性の樹脂となる。
- (3) 結晶性のPLAを加熱して昇温すると、ガラス転移はわずかに起こるが、結晶化は起こらない。
- (4) 結晶化の条件によって、結晶の融解が1段で起こったり2段で起こりたりするなど、その構造が複雑に変化する。
- (5) 構造に対応して、物性も変化すると考えられるので、成型時・使用時の温度管理に注意が必要である。
- (6) しかし、これらの性質は、全てのメーカーの、全てのグレードのPLAに共通というわけではなく、材料の選定前にその特性について検討が必要である。

## 文 献

- 1) 大橋俊彦: 第45回高分子討論会講演要旨集(1996) 12,3677-3678
- 2) 大橋俊彦: 第46回高分子学会年次大会講演要旨集(1997) 5,1020
- 3) 例えは、L.B.Nielsen: 高分子と複合材料の力学的性質、化学同人(1976) 113-117
- 4) 小関: 島津評論、53、(1996) 1,61-68
- 5) 例えは、神部博太郎編: 热分析、講談社(1975) 222-247

# チクソキャストによるハイブリッド複合材料部材の開発（第3報） マグネシウム合金複合材料のチクソキャスト成形技術の開発

藤井敏男、府山伸行、田谷征雄、藤本宗之

## Processing and Engineering of Light Metal Alloy Composites Having High Performance by Thixocast Process (3rd Report)

### Microstructure and Properties of Semi-Solid Magnesium Alloy Composites Formed by Squeeze Cast Process

FUJII Toshio, FUYAMA Nobuyuki, TADANI Isao and FUJIMOTO Muneyuki

$\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$  whiskers reinforced magnesium alloy (AZ91D) composites were fabricated by semi-solid stirring. We investigated the dispersion of  $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$  whiskers (5, 10, 15vol%) into AZ91D alloy slurry at semi-solid state (585°C). In the case of that 10vol%  $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$  whiskers were added to AZ91D alloy slurry, whiskers were finely dispersed in matrix. After this billet (5 or 10vol%  $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$  whiskers reinforced composites) was reheated at semi-solid state (580°C, 570°C), it was formed into an engine piston by squeeze cast process. We investigated the microstructures and bending strength of this engine piston. The dispersion of whisker fabricated by semi-solid squeeze casting was as well as that fabricated by semi-solid stirring, but several defective castings and aggregation of whiskers were observed. Therefore the bending strength of an engine piston (5vol%  $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$  whiskers reinforced composites) fabricated by semi-solid squeeze casting is lower than 300MPa. It is regarded as that the fabrication process of composites at semi-solid status is inadequate because of whiskers reinforced only liquid phase.

キーワード： $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$  ウィスカ、マグネシウム合金、複合材料、コンポキャスト、半溶融成形

## 1 緒 言

マグネシウム合金は、実用合金の中で最も軽い材料として最近注目を浴びている。特に半溶融成形法により、携帯機器の筐体などの薄肉部品に実用化されている<sup>1)</sup>。半溶融成形法は、

- (1) 微細な粒状組織が得られ、機械的性質が向上
- (2) 成形温度が低いので、金型寿命が向上
- (3) 凝固収縮率や変形抵抗が小さいので、寸法精度が向上
- (4) セラミックス等の強化材分散性が向上

などの効果が期待されている。しかし、マグネシウム合金は剛性、耐摩耗性および耐熱強度がアルミニウム合金より劣るため、その応用範囲はまだ限られている。本研究では、自動車など重要保安部品の応用を目指すため、半溶融状態でセラミックス粒子による複合強化を図り、軽量かつ高性能なマグネシウム合金複合材料の開発を進めてきた<sup>2), 3)</sup>。

このため、本年度はエンジンピストンの試作を目標とし、本部材に要求される性能（耐摩耗性、高温強度）を満たすため、これまでに検討したSiC、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粒子等の粒子系強化材に替えて、 $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$ （ホウ酸アルミニウム）ウィスカ等の構造系強化材の適用を試みた。

本報では、まず $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$  ウィスカを容易に分散させるため、半溶融攪拌によるコンポキャストプロセス<sup>4)</sup>を用いるマグネシウム合金複合材料ビレットの製造条件について検討した。次にこの複合材料ビレットを再加熱後、スクイズキャストマシンによる半溶融成形加工<sup>5)</sup>を行い、エンジンピストンを試作して、その成形性ならびに機械特性を検討した。

## 2 実 験 方 法

### 2.1 半溶融攪拌加工制御装置による複合材料ビレットの製造

マグネシウム合金は市販のASTM規格のAZ91D、強化材には四国化成（株）製のホウ酸アルミニウムウィスカM12（ $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$  ウィスカ）を用いた。なお、比較材として、四国化成（株）製のホウ酸アルミニウム粒子PF08（ $\text{Al}_2\text{B}_5\text{O}_7$  粒子）を用いた。

複合材料ビレットは、半溶融攪拌加工制御装置を用いて製造した。まず、鉄製るつぼ中に予め強化材（5, 10, 15vol%）を下部に、AZ91Dインゴットを上部に配置し、Arガス雰囲気中で半溶融温度に高周波加熱した。インゴットは完全に溶解させず、585°Cの半溶融温度（固相率約20%）に昇温後、攪拌速度500rpm、攪拌時間10minの条件で複合化したのち、すばやく鉄

製るつぼを取り外してそのまま水冷し、複合材料ビレットを得た。

## 2.2 スクイズキャストマシンによる複合材料ビレットの半溶融成形

半溶融搅拌加工制御装置で得られた複合材料ビレット(約250g)を鉄製るつぼに入れ、これを半溶融ビレット再加熱装置を用いて、Arガス雰囲気中で赤外線加熱方式により半溶融温度に再加熱した。再加熱温度は580°C(固相率約30%)、570°C(固相率約50%)に調整した。複合材料ビレットの温度は熱電対で計測し、所定の半溶融温度に到達後、鉄製るつぼごと取り出し、スクイズキャストマシン(宇部興産株式会社、型締め力250ton)のスリーブへ複合材料ビレットを投入<sup>11</sup>して、ピストン金型内に加圧成形した。なお、半溶融成形前の金型温度、射出圧力(メタル圧)、射出速度(プランジャー速度)等の射出条件は、複合材料ビレットの流动性を見ながら随時調整した。

## 2.3 複合材料ピストンの機械特性評価

作製した複合材料ピストンのビスケット(湯だまり)部から曲げ試験片を作製(3mm×4mm×40mm)して3点曲げ試験を行い、強度特性を評価した。試験条件は、試験片スパン30mm、曲げ速度0.5mm/minである。また、ピッカース硬度計を用いてピストン断面部のかたさ試験(荷重30kg)を行い、摩耗特性を評価した。

## 3 実験結果および考察

### 3.1 半溶融搅拌法による複合材料ビレットの成形性と組織

写真1にAl<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカを各種体積率で配合した複合材料ビレットの断面組織を示す。体積率は5, 10, 15vol%に変化させ、585°C(固相率約20%)の半溶融温度で搅拌して複合化させた。

球状化した白い部分は固相粒(初晶 $\alpha$ 相)で、その周りの液相部分であったところにAl<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカが分布している。搅拌トルクは開始直後0.13Nmであったが、固相粒の球状化と強化材の複合化が進行して流動性が増したため、徐々に0.08Nmまで減少した。強化材は、各体積率とも一部に強化材が凝集している部分もあるが、配合量に応じて液相部にほぼ均一に分散した。

しかし、5vol%の配合量では液相部全体を満たしておらず、この部分を均一に分散させるためには10vol%以上配合する必要がある。また、15vol%の配合量では、液相部に過密に強化材が存在し、固相の粒径縮小や変形が生じている可能性がある。これらを考慮すると、585°C(固相率約20%)の半溶融温度における最適な配合量は、10vol%程度であることが分かった。

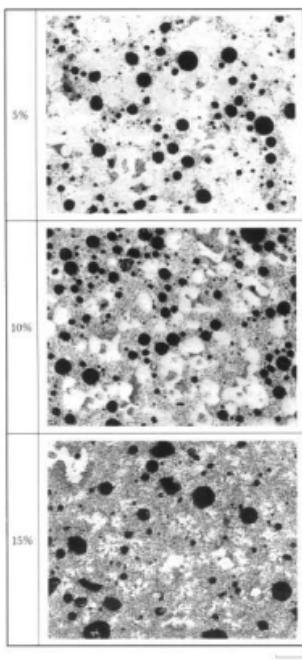


写真1 Al<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカ/AZ91D複合材料ビレットの断面組織

また、ウイスカの場合はかなりの気孔が混入しているが、比較材の粒子の場合ではほとんど混入していない。これはウイスカのかさ密度が高いことから、溶湯中に雰囲気ガスが巻き込まれ、搅拌過程においてこのガスが抜けずにマトリックス中に取り残されたことが考えられる。

### 3.2 半溶融スクイズキャスト法による複合材料ピストンの成形性と組織

半溶融搅拌法により4種類の複合材料(5, 10, 15vol% Al<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカ強化および5vol% Al<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>粒子強化)を作製したが、流動性が低かった15vol% Al<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカ強化複合材料ビレットは円柱状に成形できず、スクイズキャストマシンのスリーブに投入できなかったため、これ以外の3種類をピストン形状に成形した。写真2に金型から取り出した複合材料ピストンの外観を示す。表1には半溶融スクイズキャスト法によって作製した複合材料ピストンの成形条件を示す。

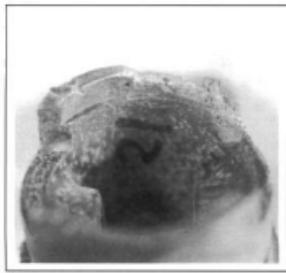
表1 半溶融スクイズキャスト法によって作製した複合材料ピストンの成形条件

| No | ビレット   |   |        | スクイズキャスト |         |           |              |
|----|--------|---|--------|----------|---------|-----------|--------------|
|    | マトリックス | 強化材   | 体積率(%) | 成形温度(℃)  | 金型温度(℃) | 射出圧力(MPa) | 射出速度(mm/sec) |
| ①  | AZ91D  | Al <sub>2</sub> B <sub>5</sub> O <sub>11</sub> ウィスカ | 5      | 580      | 230     | 10        | 100          |
| ②  | ↑      | ↑   | ↑      | 570      | ↑       | ↑         | ↑            |
| ③  | AZ91D  | Al <sub>2</sub> B <sub>5</sub> O <sub>11</sub> ウィスカ | 10     | 580      | 260     | 12        | 200          |
| ④  | ↑      | ↑   | ↑      | 570      | ↑       | ↑         | ↑            |
| ⑤  | AZ91D  | Al <sub>2</sub> B <sub>5</sub> O <sub>11</sub> 粒子   | 5      | 580      | 230     | 10        | 100          |
| ⑥  | AZ91D  | —   | —      | 730      | 230     | 10        | 100          |
| ⑦  | ↑      | ↑   | ↑      | 580      | ↑       | ↑         | ↑            |
| ⑧  | ↑      | ↑   | ↑      | 570      | ↑       | ↑         | ↑            |



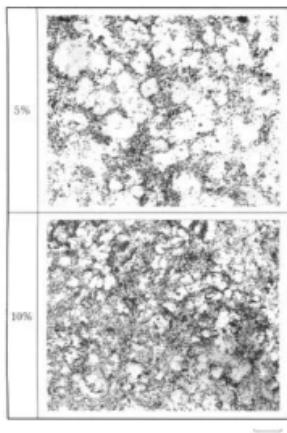
写真2 金型から取り出した複合材料ピストンの外観。

各ビレットのスクイズキャスト条件は、良品（外観形状、鋳肌等）が得られるまで実施した最終条件である。実施例として、写真3に④10vol% Al<sub>2</sub>B<sub>5</sub>O<sub>11</sub> ウィスカ/AZ91D複合材料ピストンのスクート部外観を示す。

写真3 ④10vol% Al<sub>2</sub>B<sub>5</sub>O<sub>11</sub> ウィスカ/AZ91D複合材料ピストンのスクート部外観

配合率10vol%に増加すると流动性が低下し、スクート部へ湯が回りにくい。射出圧力を約12MPa、射出速度（最終充填時）200mm/secに設定することで良品が得られた。本成型方案においては、スクート部の湯まわりがポイントとなった。

写真4に②5vol%および④10vol% Al<sub>2</sub>B<sub>5</sub>O<sub>11</sub> ウィスカ/AZ91D複合材料ピストンの断面組織を示す。一部にビレット時にも存在したと思われる強化材の不均一分散部や铸造欠陥が見られるものの、強化材の分散性、固相粒の分布・大きさが成形前のビレット（写真1）とほぼ同様であった。また、半溶融スクイズ成形時に固相粒の滞留がほとんどなく、ビレット時に見られたガスの巻き込みによる気孔はほぼ消滅していた。

写真4 ②5vol%および④10vol% Al<sub>2</sub>B<sub>5</sub>O<sub>11</sub> ウィスカ/AZ91D複合材料ピストンの断面組織

### 3.3 半溶融スクイズキャスト法による複合材料ピストンの機械特性評価

表2に複合材料ピストンのピスケット部から作製した試験片による3点曲げ強度を示す。

表2 複合材料ピストンの3点曲げ強度

| No | マトリックス | 強化材  | 体積率(%) | 成形温度(℃) | 曲げ強度(MPa) |
|----|--------|--|--------|---------|-----------|
| ①  | AZ91D  | Al <sub>2</sub> B <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ウイスカ | 5      | 580     | 292       |
| ②  | AZ91D  | Al <sub>2</sub> B <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 粒子   | 5      | 580     | 277       |
| ③  | AZ91D  | —  | —      | 730     | 345       |
| ④  | AZ91D  | —  | —      | 580     | 395       |

まず、AZ91Dマグネシウム合金単体の場合、③完全溶融法の強度に比べ、④半溶融法の強度は395MPaとなり、約15%向上している。これは半溶融法の方が低い成形温度であるため、凝固収縮が少なく、かつ鋸歯などの欠陥や溶湯中に巻き込まれる酸化物が減少したことによるものと考えられる。次に、半溶融法でAl<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカあるいは②粒子を5vol%ほど複合化させた場合の強度は、両者とも300MPaを下回り、④マグネシウム合金単体と比較して約20~30%低減した。これは強化材の凝集や鋸歯欠陥が一つの原因と考えられる。なお、①Al<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカの方が②粒子よりも若干強度が高く、同体積率ではウイスカの形態が強度向上に有効であることが実証された。

今回、10vol%を配合した試料を強度評価していないが、強化材が液相部に均一分散しているため、強度は向上する可能性がある。しかし、組織全体を見ると強化材は固相部に分散せず、不均質に分散していると解釈もできる。つまり、半溶融法において、マトリックス単体の場合は健全性を増して強度特性が向上するが、複合強化した場合は不均一に強化してしまうことになり、体積率を増加させるに従いさらに強度特性が低下する可能性がある。

また、ピッカース硬度（荷重30kg）は、④AZ91Dマグネシウム合金単体がHv70に対して、①5vol%Al<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカはバラツキが大きいもののHv85であった。10vol% Al<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカの場合もHv95と増加したため、摩耗特性は若干向上すると思われる。

以上のような課題が判明したが、半溶融搅拌法および半溶融スクイズキャスト法の一連の製造方法を利用したピストンを最終加工した。写真5に最終加工を行った芝刈り機用エンジンピストンの外観を示す。Al<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカの配合率は5vol%である。



写真5 最終加工を行った芝刈り機用エンジンピストン

## 4 結 言

本年度は、耐摩耗性、高温強度が期待されるAl<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカを用いて、半溶融搅拌法でマグネシウム合金複合材料ビレットの製造条件を検討した。次に、この複合材料ビレットを用いて半溶融スクイズ成形を行い、エンジンピストンを試作して、その成形性と機械特性を評価した結果、以下の結論を得た。

- (1) 半溶融搅拌法で作製したAl<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ウイスカ強化複合材料ビレットは、ガスを巻き込むが複合化可能であり、特に10vol%配合した場合は、強化材および固相粒分散性の優れた複合材料ビレットが得られた。
- (2) 複合材料ビレットを用いた半溶融スクイズ法によるピストン成形は、570℃の半溶融温度、10vol%の強化材配合率まで可能であり、分散性も良好であった。
- (3) 半溶融搅拌法および半溶融スクイズ法の一連の製造方法は、マグネシウム合金単体の場合に健全性を増加させ強度の向上に寄与する一方、複合強化した場合は摩耗特性が向上するが、強度特性は低下した。本研究は中小企業創造基盤技術研究事業に基づき実施したものである。

終わりに、ご協力いただいた広島大学およびアルミトレーラー開発協同組合他関係者に深く感謝します。

## 文 献

- 1) Flemings, M. C. : Metal. Trans. **22A** (1991), 957
- 2) 土取他：広島県立西部工業技術センター研究報告、No.40(1997), 76
- 3) 藤井他：広島県立西部工業技術センター研究報告、No.41(1998), 41
- 4) 木内 学：総合鉄物、**22** (1981) 12,8
- 5) 杉山澄雄：第165回塑性加工シンポジウム、(1995), 67
- 6) 特許公開番号 平8-74015

# 鋳造用アルミニウム合金と異種材料との接合界面評価

府山伸行、藤井敏男、森下勇樹、藤本宗之

## Interfacial Reputation of Metal Pipe Joining with Aluminum Alloy by Ultrasonic Cast-In Insert Process

FUYAMA Nobuyuki, FUJII Toshio, MORISHITA Yuki and FUJIMOTO Muneyuki

Aluminum alloy pipe (6061) or stainless steel pipe (SUS430) was joined with AC4C alloy using ultrasonic cast-in insert process. Ultrasound was effective for pipe bonding with AC4C alloy, especially when the temperature of AC4C alloy was in the beginning of primary crystal solidification (thixo status). For example, the shear strength of 6061/AC4C joints applying ultrasound in thixo status was almost twice as high as that applying ultrasound in liquid status. It is regarded as bonding mechanism that the ultrasound leads to smash of oxide film on a pipe and to remote chemical reaction between a pipe and AC4C alloy. In addition, we show that supersonic inspection is useful for judging of the nondestructive interfacial status.

キーワード：超音波振動、鋳ぐるみ接合、アルミニウム、ステンレス、超音波探傷

## 1 緒 言

自動車用エンジン部品であるインテークマニホールドは、複雑な形状のために砂型を使用し、溶融アルミニウム合金を鋳造して製造している。近年、本部品はアルミニウム（もしくはスチール）パイプとアルミニウム鋳物を接合して一体化したチューブラータイプが主流と成りつつある。

この接合構造タイプは、従来の砂型による一体構造タイプと比べて形状の自由度（特にポート部）が大きく、かつ安価な薄肉のタイプを使用するため、材料コストと製品重量軽減に大きな効果がある。その製造方法は、まずアルミニウム鋳物でフランジ部やサージタンク部等を製作し、それらのアルミニウム鋳物部品にパイプをろう付けあるいは溶接などで接合する工程を経て製造されている。よって、接合構造タイプは従来の一体構造タイプと比べて製造コストが高く、かつ生産性が低いことが問題となっている。

このため、接合工程の合理化を目的に、アルミニウム鋳物を製造する段階でパイプを鋳ぐるみして接合し、鋳造と接合を一つの工程で完了することが可能な、新しい製造技術の開発が期待されている。しかし、通常の鋳ぐるみ接合法では、金属表面に安定で且つ強固に存在する酸化被膜が、金属結合の形成を阻害するため、接合強度および気密性が不足し、自動車部品として厳しい品質の確保が課題となることが予想される。

これらの解決手段として、溶湯アルミニウムを注湯する時に、被接合物のパイプに超音波振動<sup>1)</sup>を印加し、パイプ表面の酸化被膜を破壊して良好な接合界面を得

ることを試みた。

本报では、最適な超音波鋳ぐるみ接合条件を接合強度、微細組織等から評価し、接合のメカニズムの明らかにするとともに、接合界面の非破壊評価方法として、超音波探傷技術の有効性を検討した。

## 2 実験方法

### 2.1 超音波振動を用いた鋳ぐるみ接合試験

アルミニウムパイプには6063押し出し材、スチールパイプにはSUS430シーミング材を用いた。鋳造用のアルミニウム合金にはAC4C鋳物合金を用いた。以下、それぞれの組み合わせを6061/AC4C、SUS430/AC4Cと示す。

図1に超音波鋳ぐるみ接合試験の模式図を示す。

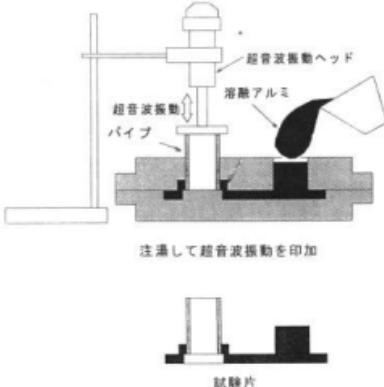


図1 超音波鋳ぐるみ接合試験の模式図

アルミニウム溶湯を注湯し、パイプ下部が鉢ぐるまると同時にパイプへ直接所定条件の超音波を印加した。

## 2.2 超音波の印加条件

接合に対するアルミニウムの相状態と超音波印加の関係について調査するため、アルミニウム溶湯が溶融している状態（液相状態）、初晶が晶出した状態（固液共存状態、チクソ状態）、および凝固した状態（固相状態）のそれぞれで超音波を印加した。

超音波の印加時間は、溶湯温度測定データより、液相状態は注湯開始後から1秒間、固液状態は初晶品出温度610°Cから1秒間、固相状態は550付近から5秒間とした。

## 2.3 接合界面の評価

接合部の性能評価として、圧漏れ試験および剪断試験を行った。圧漏れ試験方法は、鉢ぐるみ接合試験片の一端をシールして水没させ、他端から0.1Paのエアーパーを加えた状態で保持し、その状態で1分間以上空気漏れがない場合を合格とした。剪断試験方法は、アルミニウム鉢物を固定し、専用パンチを用いてパイプを押し込み、接合部を剥離させて剪断強度を測定した。また、接合部断面の組織観察ならびに反応生成物の同定は、光学顕微鏡（OM）、走査電子顕微鏡（SEM）およびエネルギー分散型X線分析装置（EDX）を用いた。

次に、接合状態の非破壊評価方法として、超音波探傷技術を用いて6063/AC4C接合界面を観察し、その有効性を検討した。二次元の広範囲な観察像を得るためにパイプから板状の圧延材（75mm×75mm×10mm）に変更して同条件で超音波鉢ぐるみ接合し、試験片を作製した。まず、試験片を水の入った水槽中に沈め、6063がセンサー側となるように設置した。この理由は、鉢物であるAC4C中にピンホールなどの鉢造欠陥が内在し、材料中を進行する超音波を反射させる可能性があるので、材料中の内部欠陥が少ない圧延材の6063をセンサー側に配置した。なお、センサーは水中で25mmの位置で焦点を合わせ、周波数を25MHzとした。

## 3 実験結果および考察

### 3.1 超音波の鉢ぐるみ接合に対する効果

超音波振動の効果を検証すると、超音波を印加しなかった場合は全く接合せず、剪断試験前に手で引き抜けた。超音波を印加した場合は、鉢ぐるみ条件（パイプ予熱温度、超音波出力等）にもよるが、圧漏れ試験が合格であり、全周接合していることが分かった。

また、超音波の印加開始温度の影響を明らかにするため、AC4Cアルミニウム溶湯が液相状態、初晶品出状態、および固相状態の各印加開始温度で接合した6063/AC4C試験片の剪断試験結果を図2に示す。剪断強度は、従来行われていた液相状態よりも、初晶品出状態（固液共存状態、チクソ状態）での超音波印加が最も有効で、最高値42.9MPaを示した。

一般に液体中で超音波を印加するとキャビテーション効果（振動が与えられることで加圧波と減圧波が交互に内部に起こり、液体中に生じる空洞が破裂<sup>1)</sup>）が現れる。このキャビテーションの衝撃波によってパイプ表面の強固な酸化膜が破壊され、かつ接触部の温度も上昇し、接合が可能になったと推定される。また、固液共存状態のように溶融アルミニウム中の初晶の微少な結晶核濃度が高いほど、キャビテーションの衝撃波によって結晶核が酸化膜に衝突する効果も加わり、接合に対して最も有効であったと考えられる。

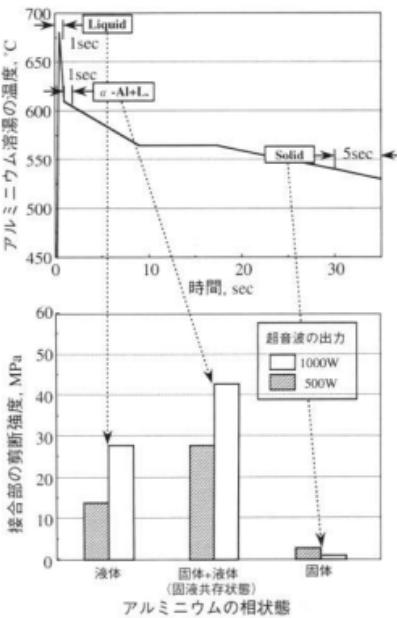


図2 アルミニウムの各種相状態における超音波接合試験片の剪断試験結果

### 3.2 接合界面の観察

写真1に6061/AC4C、写真2にSUS430/AC4C試験片接合部のOM組織を示す。6061/AC4Cの場合、AC4Cアルミニウム鉄物の凝固速度が早いため、Siが微細に分散しており、かつ界面にはSiと思われる析出物が筋状に並んでいた。界面付近をSEMおよびEDXにより観察したが、化合物物および酸化物等を同定できなかった。6061/AC4Cの場合、パイプ表面の酸化物はAC4C側に微細な粒子となって分散、もしくは成分中のMgで解離され、スピネルとなって分散したと思われる。なお、接合界面に筋状のSiが微細に偏析する原因是不明である。SUS430/AC4Cの場合、接合界面には数 $\mu\text{m}$ 程度の均一な化合物層が観察された。

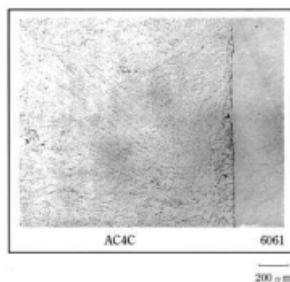


写真1 6061/AC4C試験片接合部のOM組織

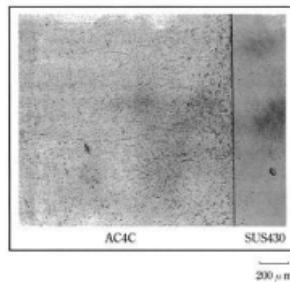


写真2 SUS430/AC4C試験片接合部のOM組織

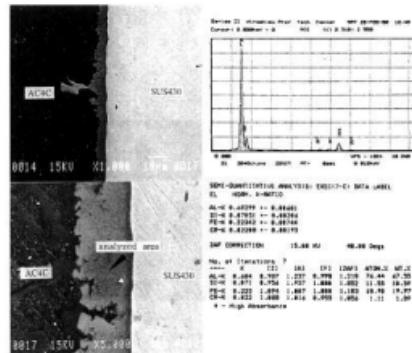


写真3 SUS430/AC4C試験片接合部のSEM組織およびEDX分析結果

### 3.3 接合界面の超音波探傷評価

超音波探傷法により6063/AC4C接合界面の評価を行った。発振した超音波による反射波をモニターし、接合状態にどの程度影響されるかを調査した。写真4に超音波探傷用6063/AC4C試験片の外観を示す。

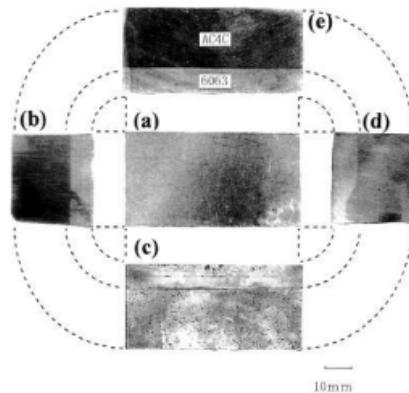


写真4 超音波探傷用6063/AC4C試験片の外観

写真3にSUS430/AC4C試験片接合部のSEM組織およびEDX分析結果を示す。EDX分析結果から接合界面には約5~10 $\mu\text{m}$ 程度のAl-Fe-Si系金属間化合物層が均一に生じていることが分かった。このような一層の化合物層が、超音波による鉛ぐるみ接合過程で形成され、強固な接合を実現したと考えられる。

(b)、(d)の側面図では、6063が溶融した部分が確認できた。特に溶融した(d)は金型底面に近く、溶湯保持温度が高かったためか、AC4Cアルミニウム溶湯が約5mmほど溶け込んでいた。

次に、この試験片を用いて立面方向から超音波探傷した。写真5に6063/AC4C試験片の超音波探傷像および探傷後に接合部を破壊させた6063側の外観を示す。

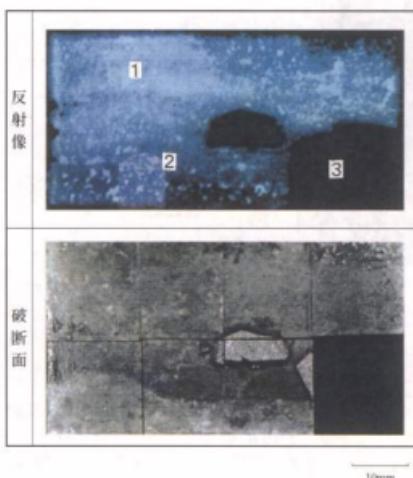


写真5 6063/AC4C試験片の超音波探傷像および  
破断面外観 (6063側)

この接合部の破断面と超音波探傷により得られた反射像を比較すると、接合状態を3つに分類できる。

- ① 反射像が強く、接合状態が不良な領域（白色）
- ② 反射像が弱く、比較的接合状態が良い領域（青色）
- ③ 6063の溶融領域（黒色）

領域③は破断できないほど完全に溶融していた。このように界面が完全に消失した場合には、発振した超音波による反射波を検出できないため、接合界面で反射・散乱することなくそのまま直進し、反射波のない暗い像になったと考えられる。

領域①は全く接合しておらず、単に面で接触しているだけであった。このように接合界面に隙間もしくは酸化膜が存在する場合は、反射波をほぼ完全に検出し、白い像になると考えられる。次に、領域②の破断面は接合強度が十分である良好な接合状態であった。このような接合状態の場合、領域①と領域③の半分ほどの反射波を検出し、中間色（青色）を示すことが分かった。

今後はこれらの反射像と実際の接合強度の定量化を進めれば、品質管理の一方法として確立できると思われる。

以上のような結果を利用し、写真6に示す3ポートで構成されたチューブラータイプのインテークマニホールドを試作した。



写真6 試作したインテークマニホールドの外観

#### 4 結 言

最適な超音波鍛ぐるみ接合条件を接合強度、微細組織等から評価し、接合のメカニズムを明らかにするとともに、接合界面の非破壊評価方法として、超音波探傷技術の有効性を検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) 超音波の印加によって、パイプ表面の強固な酸化膜が破壊され、かつ接触部の温度も上昇し、接合が可能となった。また、印加開始温度は従来行われていた液相状態よりも初晶晶出状態（固液共存状態）が最も効果的で、剪断強度は最高値42.9MPaを示した。
- (2) 6061/AC4Cの接合界面にはSiが微細（筋状）に偏析し、その周囲にはその他の化合物層、酸化物等は見られなかった。SUS430/AC4Cの接合界面には一層から成る約5~10 μm程度のAl-Fe-Si系金属間化合物層が均一に生じ、強固な接合を実現した。
- (3) 超音波探傷法により接合の状態を非破壊で評価することが可能であることが分かった。しかし、これらの反射像と実際の接合強度の定量化を進める必要がある。

本研究は地域大型プロジェクト研究事業および中小企業創造基盤技術研究事業に基づき実施したものである。

終わりに、ご協力いただいた工芸技術院中国工芸技術研究所、広島大学および広島アルミニウム工業（株）他関係者に深く感謝します。

#### 文 献

- 1) 古川他：第93回軽金属学会秋季大会講演概要集 (1997), 293
- 2) 藤森他：やさしい超音波の応用, 産報 (1976), 58

# 粉体離型潤滑剤を用いた素形材加工エコシステムの研究開発（第1報） 粉体離型潤滑剤の評価方法

藤井敏男、府山伸行、田谷征雄、藤本宗之

Development of Low-energy Consumption and Clean Die-casting System with Use of Powder Lubricant (1st Report)  
The Evaluation Method of Powder Lubricants

FUJII Toshio, FUYAMA Nobuyuki, TADANI Isao and FUJIMOTO Muneyuki

In usual, the water-soluble lubricants are used in die-casting system. But this system has high-energy consumption and environmental problems. The die-casting system with use of powder lubricants makes possible not only to produce high quality parts but also to improve manufacturing environment. The ability for thermal insulation of molten metal in the shot sleeve coated with powder lubricants was estimated. And the force when a work was taken out die cavity was measured with a load sell installed between an ejector pin and a ejector plate. Consequently, it has been found that the powder lubricant has low thermal conductivity and molten metal temperature is kept high. An amount of water-soluble lubricant influences the force of ejecting a work and an extreme pressure agent, a constituent of it, makes the friction between the die and a casting work decreased.

キーワード：粉体離型潤滑剤、ダイキャスト、保温性、離型性、潤滑性

## 1 緒 言

現在、ダイキャストによる製造現場では、「水溶性離型剤を用いた生産システム」のため、ミスト、油煙が工場内外に飛散し、金型についた水分を除去するエアブローによる騒音など製造環境が悪い。また、水溶性離型剤などからの油分を含んだ廃液が多量に生じ、廃水処理が必要である。そこで、これらの問題を抜本的に解決するために現行の離型システムに代わる「閉塞金型内粉体離型システム」の開発に取り組んだ。本システムの特徴を次に示す。

- (1) 密閉した金型に離型剤を塗布するため、ミスト、油煙が工場内に飛散するのが防げ、工場内の作業環境が大幅に改善できる。
- (2) 金型の不要な部分(パーティング面)に離型剤が堆積せざりがでにくい。
- (3) 離型剤の成分中に粉体が含まれ、溶湯の保温性が高まり、保持炉温度を下げることができる。
- (4) 製造が困難な形状や耐圧部品など高性能な部品の製造がダイキャストができる。
- (5) 不良率の低減や、始動を開始してからの捨て打ちが減る。
- (6) 廃水処理費用が低減できる。

この研究は、広島大学、岡山県工業技術センター、広島アルミニウム工業㈱、光軒金属工業㈱、福山技研工業㈱および花野商事㈱との共同研究で実施した。筆

者らは、分担テーマとして、粉体離型潤滑剤の性能評価を行った。

粉体離型潤滑剤には、(1)保温性、(2)溶湯の流動性、(3)潤滑性(離型性)などが要求される。これらの性能を評価する方法および粉体離型潤滑剤を使用したダイキャストシステムの最適化について検討する。本年度はアルミニウム溶湯の保温性<sup>1)-3)</sup>を調べるために、従来使用されてきた油性潤滑剤を使用した場合と粉体離型潤滑剤を用いた場合のスリープ温度変化について比較した。また、離型性を評価するため、水溶性離型剤の吐出時間を変化させ、押出ビンにかかる力を測定した。

## 2 実 験 方 法

### 2.1 粉体離型潤滑剤の塗布量の違いによるスリープ 温度変化

型締力6.38MNの横型ダイキャストマシンのスリープに、図1のように、給湯口(A部)とスリープ中央(B部)の2か所には、スリープ内壁面から5mmの位置に直径1.6mmの非接地型シース熱電対を設置し、スリープの温度を計測した。

スリープの潤滑には、従来から使用されている油性潤滑剤(プランジャー・ハイドFN)、花野商事㈱製のGW-23およびGW-42の2種類の粉体離型潤滑剤を用いた。粉体離型潤滑剤の組成を表1に示す。油性潤滑剤は給湯口の後ろにある配管から1.5cm<sup>3</sup>が滴下される。また、粉体離型潤滑剤は、自動スプレー装置により水

溶性離型剤を金型に塗布し、エアブローした後、そのスプレー装置の下部に取り付けられた粉体ノズルから固定金型側のスリーブへ向けて塗布される。本装置における吐出時間と粉体吐出量の関係を表2に示す。実験で使用したアルミニウム合金はADC12で、鋳造条件を表3に示す。

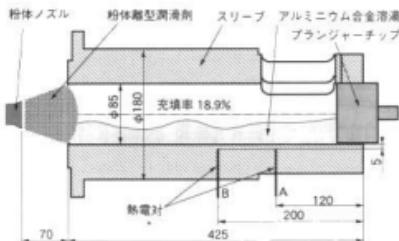


図1 スリーブ温度の計測方法

表1 粉体離型潤滑剤の組成 (wt%)

| 成 分   | GW-23 | GW-42 |
|-------|-------|-------|
| タルク   | 50%   | 40%   |
| 黒鉛    | 25%   | 20%   |
| ワックス分 | 25%   | 40%   |

表2 粉体離型潤滑剤の吐出時間と吐出量との関係

| 吐出時間 (sec) | 吐出量 (g/1shot) |
|------------|---------------|
| 0.4        | 2.1           |
| 0.2        | 1.0           |
| 0.1        | 0.6           |
| 0.05       | 0.4           |

表3 鋳造条件

|        |         |
|--------|---------|
| 注湯重量   | 1.445kg |
| 保持炉温度  | 680°C   |
| 射出低速速度 | 0.25m/s |
| 射出高速速度 | 2.1m/s  |
| 高速区間   | 55mm    |
| 鋳造圧力   | 51.0MPa |
| チルタイム  | 8sec    |

## 2.2 離型力の測定

金型から製品を離型する力を測定するため、型締力3.43MNの横型ダイキャストマシンを用い、水溶性離型剤の塗布量と離型力の関係について予備試験を行った。使用した金型には25本の押出ビンがあり、そのうち図2の製品中に矢印で示した1本の押し出しビンにかかる荷重を計測するため、押出ビンとそれを固定する押し出し板との間に定格荷重19.62kNの共和製小型荷重

変換器LM-2TSを設置した。

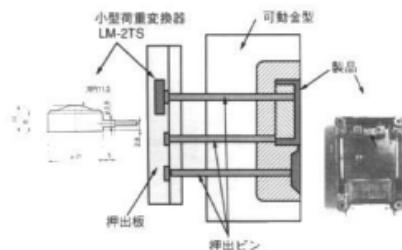


図2 離型力の計測方法

また、使用した水溶性離型剤の組成ならびに鋳造条件を表4および表5に示す。水溶性離型剤の吐出する時間を1.5sec, 1.0sec, 0.5secと変化させ離型力を30ショットずつ測定した。なお、吐出時間を変更後は20ショットの捨て打ちを行った後、次の計測を行った。

表4 水溶性離型剤の組成 (wt%)

| 成 分     | A    | B    | C     |
|---------|------|------|-------|
| 油脂類     | 8~10 | 1~3  | 7~9   |
| 極圧添加剤   | 8~10 | —    | 10~14 |
| 合成油     | 2~4  | 1~2  | 3~5   |
| 合成エステル油 | 2~4  | 9~11 | —     |
| 精製潤滑基油  | —    | 7~9  | —     |
| 高分子系化合物 | 1~3  | 1~3  | 1~3   |
| 界面活性剤類  | 3~5  | 3~5  | 3~5   |
| 防錆・防腐剤  | <1   | <1   | <1    |
| 水       | Bal. | Bal. | Bal.  |

表5 鋳造条件

|         |             |
|---------|-------------|
| 注湯重量    | 1.6kg       |
| 保持炉温度   | 670°C       |
| 射出低速速度  | 0.2~0.23m/s |
| 射出高速速度  | 2.0~2.2m/s  |
| 高速区間    | 65mm        |
| 鋳造圧力    | 110MPa      |
| サイクルタイム | 30~32sec    |

## 3 実験結果と考察

### 3.1 粉体離型潤滑剤の塗布量の違いによるスリーブ温度変化

金型温度が安定するまで約100ショットの捨て打ちを行ったのち15~20ショットずつ各条件のデータを収集した。図3は、粉体離型潤滑剤の吐出量によるス

リープ温度の変化を示している。○および□はスリーブ給湯口（A部）の温度を示し、また、●および■はスリーブ中央（B部）の温度を示している。丸印はGW-23、四角印はGW-42の粉体離型潤滑剤の結果である。比較として油性潤滑剤（ブランジャー・ハイド FN）のみを1.5cm<sup>3</sup>滴下した場合の結果を△および▲で表した。それぞれ印が平均値であり、それらの変動幅を表した。粉体離型潤滑剤GW-23の場合、粉体吐出量が0.4g/shotから2.1g/shotに増加とともに、スリーブ給湯口の平均温度は280°Cから260°Cへ、中央部では162°Cから139°Cに低下する。1サイクルの間でスリーブ温度が変動するが、その温度差は粉体吐出量が少なくなるとともに大きくなっている。GW-42の場合も給湯口の温度はGW-23とあまり変わらないが、スリーブ中央の温度は、約20°C程度高い値となった。比較に用いた油性潤滑剤では、スリーブ給湯口の平均温度が292°Cで粉体離型潤滑剤を使用した場合よりも高い。粉体離型潤滑剤は、油性潤滑剤よりもアルミニウム溶湯の熱をスリーブへ伝えにくく、溶湯の保温性が高い。これにより、スリーブ内でのアルミニウムの凝固が遅くなるため、射出速度を高速にする区間が短くできるため、ガスの巻き込みが押さえられ、製品の品質が高まる。また、溶解保持炉温度を下げることができるので、エネルギー消費の低減ができる。

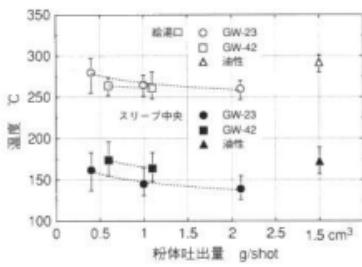


図3 粉体の吐出量とスリーブ温度との関係

図4は、粉体の吐出量とプランジャーの高速射出速度との関係および不良率との関係を表している。粉体離型潤滑剤の不足からスリーブとプランジャー・チップとの潤滑性が乏しくなり最高射出速度が減少する結果不良が多くなる。粉体の吐出量の増加とともに最高射出速度は増加し、射出速度のばらつきが小さくなったり。製品の外観不良割合は、油性および粉体離型潤滑剤（吐出量2.1g/shot）の場合には0であったが、吐出量が減少すると不良割合が増加した。この製品では1.6m/s以上の高速射出速度に達しないと不良が増加すること

がわかった。粉体離型潤滑剤GW-23を用いた場合、スリーブで潤滑性を保つためには少なくとも2.1g/shotの吐出量が必要であることがわかった。

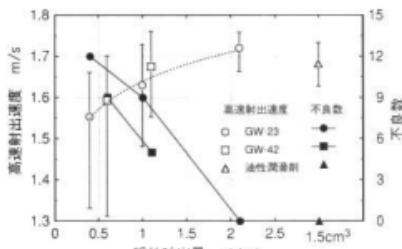


図4 粉体の吐出量と高速射出速度および不良率との関係

### 3.2 離型力の測定

図5は射出を開始し、押出ビンにアルミニウム溶湯の圧力がかかる時から押出しが完了するまでの押出ビンにかかる荷重変化を示している。はじめのピークは、アルミニウム溶湯が充填され、溶湯から押出ビンにかかる铸造圧力を示している。この最高荷重を押出ビンの断面積50.24mm<sup>2</sup>で除すことにより铸造圧力をして求めることができる。このショットの铸造圧力は79.6MPaを示した。ダイキャストマシンの油圧センサーの110MPaと比較して小さい値を示した。

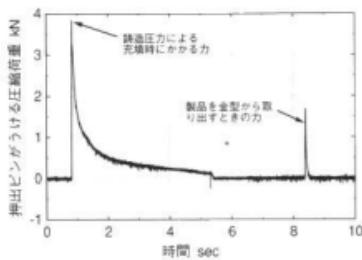


図5 押出ビンにかかる荷重の変化

図6は、離型時の荷重だけを取り出して時間軸方向を拡大したものである。水溶性離型剤Aを用い、水溶性離型剤の吹き付け時間が(a)は1.5sec (b)は0.5secの結果の一例である。縦軸は押出プレートが前進し、製品を離型したときに押出ビン一本にかかる力を示している。実験で使用した製品形状の特徴と思われるが、離型するときに、どの水溶性離型剤を使用しても、またスプレー時間を変化させても約1.0kNの荷重が押出

ピンにかかった後、最高荷重値を示して離型が完了する。スプレー時間が短くなり離型性が悪くなると、最高荷重だけが大きくなる。離型性が良好で製品にかじりがない(a)に比べ、離型性が悪い(b)では、一部分にかじりを生じたため、最高荷重値が大きくなつた。

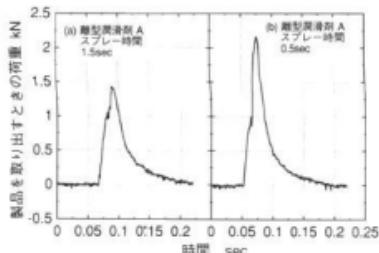


図6 スプレー時間と離型力との関係

図7は各種水溶性離型剤のスプレー時間を変化させた場合に押出ビンにかかる最高荷重値の平均値およびばらつきを示している。水溶性離型剤A, B, Cによる違いを○, △, □印で示した。スプレー時間を1.5secから0.5sec減少させたのち、再びスプレー時間を1.5secに戻し、金型の損傷による測定値の影響がないことを確認した。\*印は再びスプレー時間を1.5secに戻したときの値である。スプレー時間が0.5secと短くなるにつれ、水溶性離型剤の量が減少するため、金型の温度が上昇する。金型が高温になると、水溶性離型剤の付着率が低下するため、さらに離型性が悪くなる。本実験でも、押出ビンにかかる荷重が大きくなり、製品一部分にわずかであるがかじりを生じ始めた。しかし、再

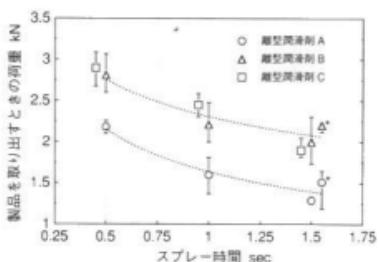


図7 水溶性離型剤の種類およびスプレー時間と離型力との関係

び1.5secにスプレー時間を戻すと金型温度の低下とともにかじりがおさまり、押出ビンにかかる荷重も減少したと考えられる。

## 4 結 言

量産で使用されているダイキャストマシンを使用して、粉体離型潤滑剤を使用した場合と油性潤滑剤を使用した場合のスリープの温度を測定し、溶湯の保温性について検討した。また、離型性を評価するのに小型荷重変換器を押出板に設置し、押出ビンが受ける圧縮荷重を測定することにより、離型剤の塗布時間と離型に要する力との関係を調査した。その結果、次のことがわかった。

- (1) 粉体離型剤の付着量が増加するとスリープ温度は低下し、アルミニウム溶湯からスリープへ伝達する熱量が低下する。
- (2) 従来から使用されている油性潤滑剤に比べ、粉体離型潤滑剤を用いたほうがスリープ温度は低く保たれる。
- (3) 粉体離型潤滑剤GW-23で油性潤滑剤と同等の最高射出速度を得るには、粉体吐出時間を0.4sec、吐出量で約2.1g/shot必要である。
- (4) 粉体離型潤滑剤には溶湯の保温性があるが、プランジャー・チップとスリープとの潤滑性がないと最高射出速度が下がり品質不良を招くことになる。
- (5) 製品形状が影響すると考えられるが、水溶性離型剤の種類やスプレー時間を変更しても約1.0kNの荷重が一瞬かかった後、最高荷重値に達する。
- (6) スプレー時間を短縮すると水溶性離型剤の吐出量が減少し、製品にかじりが生じて、押出ビンが受けける最高荷重値が増加する。
- (7) 押出ビンの圧縮荷重を計測することにより、充填圧力を計測できる。

本研究は、NEDOの地域コンソーシアム研究開発事業により実施した。

終わりに、実験にご協力いただいた光軽金属工業㈱の島田部長、平井氏、福井氏および花野商事㈱渋谷氏、島氏に深謝します。

## 文 献

- 1) 青山、坂本、梅村：鉄物、64 (1992) 6,383
- 2) 坂本、田代、青山：鉄物、66 (1994) 12,898
- 3) 岩堀、戸沢、山本、中村：軽金属、34(1984)7,389
- 4) 西、駒崎、佐々木：鉄物、64 (1992) 11,806

# 軽金属に適したPVD硬質薄膜の開発

梶岡 秀、柳川竜男\*

## PVD Hard Coatings for Light Metals

KAJIOKA Hideshi and YANAGAWA Tastuo

TiN coatings on aluminum were cracked by the internal stress of TiN coating. However, number of cracks decreased with increasing the thickness of under coated Ti layer. Wear resistance was improved as the cracks decreased. When Ni-P electroless plating was used for under coating, the wear-resistance was furthermore improved.

キーワード：PVD、イオンプレーティング、TiN、Al

## 1 緒 言

アルミニウムは材料強度の改善という点では、一般鋼材（SS）の引っ張り強さを越える超々ジュラルミン（55kg/mm<sup>2</sup>以上）の開発に成功したが、硬さの向上に関しては、硬さ（HV）120を越える合金は開発されていない。アルミニウム表面硬化処理に関係のある各種被膜のおおよその硬さは、アルミニウムおよびその合金：HV80～120に対して、硬質アルマイト：HV300、無電解Ni-Pめっき被膜：HV500（硬化熱処理後HV900）、溶射・肉盛りHV200～700、ドライプロセスによるTiN薄膜：HV2500である。硬さの結果からは、TiN薄膜の優位性は明らかであるが実際に製品に適用されているのは、現在のところビデオカメラ・デッキのドラムのみに過ぎないようである。

このような状況に対して、アルミニウムへのPVDコーティング時の問題点を明らかにすることを目的とし、工業用純アルミニウム（A1050）板を用い、イオンプレーティング法でTiNコーティングを試みた。最近では、自動車部品・航空宇宙機器部品・精密機器部品において、軽量化、低慣性質量化に伴う省エネルギー、高性能化の要請が強くなっている。表面処理技術の改良によってアルミニウムを摺動部に積極的に採用しようとする機運が盛んとなり、また、アルミニウム金型の長寿命化も求められている。このような要請に応えたいと考えた。筆者らはウエットめっき法とドライプロセス成膜法を組み合わせることで、アルミニウム上へのTiNコーティングの問題点を解決することを見いたしたので本報でその概要を報告する。

## 2 実験方法

基板には市販のアルミニウム板（A1050：50×50×4 mm）を用いた。TiN成膜には、アーク様プラズマ支援型イオンプレーティング装置（袖港精機㈱製AIP850）を用いた。イオンプレーティング成膜前に無電解Ni-Pめっきを施さない場合には、基板をアセトン中で超音波洗浄した。無電解Ni-Pめっきをする場合は基板との密着性を高めるために、亜鉛置換めっきを2回繰り返した。本実験での無電解Ni-Pめっきは市販めっき液を用いた。イオンプレーティング成膜開始前に、Arイオンポンバーによって基板を表面クリーニングする（この時アルミニウム自然酸化膜がエッチングされる可能性がある）。この後にイオンプレーティング成膜を開始する。作成した被膜の評価法については次に述べる。（a）被膜断面および被膜表面の観察には走査型電子顕微鏡（SEM）を用いた。（b）耐摩耗性はスガ式の往復運動摩耗試験法（JISH8503）で評価した。摩耗輪幅12mm、往復ストローク30mmであるので、摩耗面は12×30mmである。研磨紙は砥粒SiC#320を用い、荷重は0.4kgと2.5kg、往復回数は400～2000回の条件で摩耗量を測定した。摩耗量はコーティング試料の質量変化および被膜厚さ変化から求めた。

## 3 実験結果と考察

イオンプレーティングTiN被膜作成時には、4GPaと大きな圧縮内部応力が発生することを既に明らかにしている<sup>1)</sup>が、TiN被膜を約3μm形成すると、写真1(a)のように、被膜がアルミニウム基板に食い込むようにして割れが発生した。割れの特徴は、割れが被膜表面からではなく界面から発生していることである。写真

\*株日本バーカーライジング広島工場

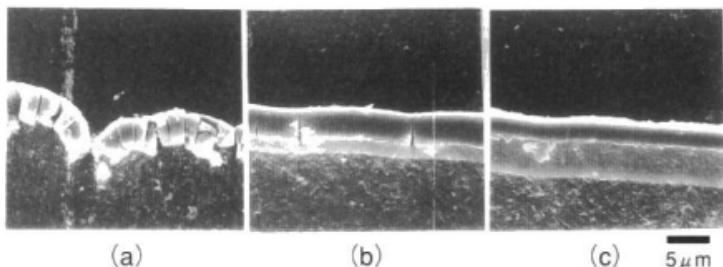


写真1 TiN/Ti2層被膜の断面SEM写真

1 (a) の割れは、圧縮内部応力の大きいTiN被膜の膜厚が増加すると圧縮力が増大し、その力に耐えきれなくなつてAl基板が塑性変形し、被膜の割れに至つたと考えられる。このような割れが発生したのでは、被膜による耐摩耗性向上は期待できない。そこで、Ti層を厚くして割れの発生を防ぐことを試みた。写真1 (b)には、Ti下地層厚1 μm、TiN被膜厚は写真1 (a)と同様に約3 μm成膜した。写真1 (a)のような著しい割れは見られなくなったが、Ti下地層とTiN被膜界面から割れが所々に発生している。TiN被膜の割れが抑えられたので、さらにTi下地層厚を増してみた。すると写真1 (c) に示すように、Ti下地層厚3 μmでは

割れは全く見られなくなった。以上の結果から、バックアップ層をある厚さ以上施せば、TiN被膜の割れを防げることが分かった。

図1には、写真1 (a), (b), (c) に示した3種類のコーティング試料の他に、TiN被膜厚3 μmでTi下地層を施さない試料(TiN-1)、全膜厚は他の試料と同様に6 μmでTiN被膜厚1.5 μm、Ti下地層4.5 μmの試料(TiN-2)と比較試料としての20 μm膜厚の硬質アルマイト試料(Ref-1)、20 μm膜厚の無電解Ni-Pめっき試料(Ref-2)、無表面処理基板(Ref-3)の計8試料の耐摩耗試験結果を示す。

試験荷重が低荷重0.4kgでの摩耗結果は、写真1のSEM写真的結果から推測される傾向と良く対応している。即ち、図1 (c) のように割れが発生しない場合は、図1 (a) と (b) の場合と較べて格段に摩耗深さは減少している。割れの発生がみられないTiN-2の場合も同様に摩耗量は少ない。これら二者ともRef-1の硬質アルマイト試料より摩耗量は少ない。TiN-1の場合、写真1 (a) 試料と同様に著しい割れが見られるが、摩耗量は同様に多く、Ref-2の無電解Ni-Pめっき試料とRef-3のアルミニウム基板の間に位置する。

一方、試験荷重を2.5kgに増加すると、全試料とも摩

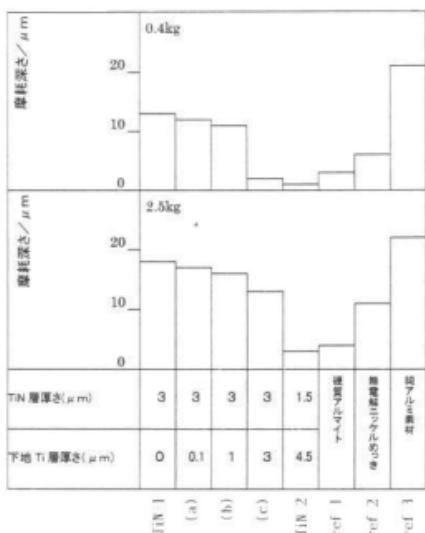


図1 TiN/Ti2層被膜のスガ式耐摩耗試験結果

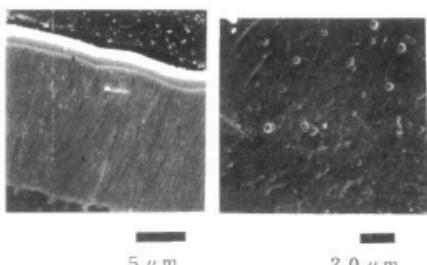


写真2 TiN/Ti/Ni-P3層被膜の断面・表面SEM写真

耗深さは増加する。0.4kgの場合と較べて顯著な違いは、図2(c)の割れが発生しない試料でも、耐摩耗性の向上が見られなくなることである。これと較べて、TiN-2では耐摩耗性を保っているが、Ref-1の硬質アルマイト試料と同程度に過ぎない。図2の結果から得られた結論は、

- (1) 試験荷重が低荷重のとき、TiN被膜に割れが発生しない場合には顯著な耐摩耗性の向上が見られる。
- (2) 試験荷重が大きくなると、TiN被膜よりもTi下地層厚さの役割が大きくなる。

この結論を踏まえ、Ti下地層形成の替わりに、量産技術が確立している無電解Ni-Pめっきの適用を試みた。無電解めっき厚20μmにTi下地層0.1μm、TiN被膜3μmをコーティングした時の断面および表面のSEM写真を写真2に示した。割れや被膜の脱落などの欠陥は認められない。

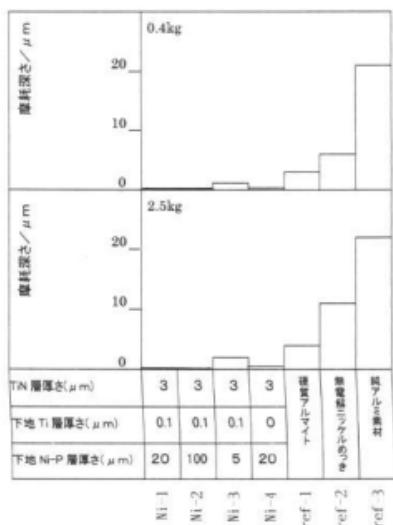


図2 TiN/Ti/Ni-P 3層被膜のス方式耐摩耗試験結果

図2には、写真1と同様に比較試料の(Ref-1)、(Ref-2)、(Ref-3)およびTiN被膜厚は3μm一定で、

めっき厚20μm:写真2と同一試料(Ni-1)、めっき厚100μm(Ni-2)、めっき厚5μm(Ni-3)、めっき厚20μmでTi下地層を施さない試料(Ni-4)の7試料の耐摩耗試験結果を示す。試験荷重0.4kgのときはいずれの試料とも、Ref-1の硬質アルマイトよりも耐摩耗性はかなり良い。試験荷重を2.5kgに増加しても、いずれの試料とも硬質アルマイト試料よりかなり良い結果を示した。Ni-3試料でも摩耗深さはRef-1の硬質アルマイトの約1/3であり、Ni-1とNi-2は、往復運動回数が400回では全く摩耗しなかった。そこで、Ni-1試料について2000回まで往復運動回数を増したが、わずか0.34μmしか摩耗しなかった。Ti下地層0.1μmの有無のみが異なるNi-1とNi-4を比較すると、摩耗深さに差異が認められる。薄いTi下地層は密着性を高める前に述べたが、この効果が現れたためと考えられる。

## 4 結 言

アルミニウム上へのPVDコーティングに関する研究は全く公表されていなかったが、本研究では、アルミニウムに直接TiNコーティングすると、被膜の内部応力によって、被膜の割れが発生することを明らかにした。

この解決策として、次のことを明らかにした。

- (1) 下地層にTiを厚付けすると被膜の割れが抑えられ、耐摩耗性が向上する。
- (2) 下地層にNi-Pめっきを厚付けするとさらに耐摩耗性が向上し、比較的高荷重の摩耗条件でも優れた耐摩耗性を示す。

バックアップ下地層を適切に施せば、TiNの硬さが十分に生かせるようになることが分かった。筆者らが対象としていた硬質アルマイトよりも耐摩耗性に優れたTiNコーティング被膜が得られた。

下地処理することでコストアップは避けられないが、高機能アルミ部材へのPVDコーティングの実用化への進展が期待される。

## 文 献

- 1) 清田、梶岡、筒本：表面技術第95回講演大会要旨集（1995），75

# テーラードブランク材の成形に関する研究（第1報） TIG溶接によるテーラードブランク材の接合に関する研究

畠 徳宣、森下勇樹

## Study of Joining for Tailored-Blanks by TIG Weld Method

HATA Noriyoshi and MORISHITA Yuki

This paper discussed the conditions of high speed TIG welding for Tailored-Blanks.

But, higher speed TIG welding(2.0m/min and 2.4m/min) cause the welded defect which called under-cut.

The prevention method of under-cut were obtained by using cut-off cone electrode shape, changing jig material from Cu plate to Fe, and the location of a ground.

The hardness of welded zone were similar in both TIG welding and the Mash-seam welding.

As the result, TIG welding could be carried out under different conditions for tailored-blanks.

キーワード：テーラードブランク材、TIG溶接、アンダーカット

## 1 緒 言

最近、自動車ボディの製造において、経済、環境対策等の問題より、さらなる材料費削減、軽量化、衝突安全性の確保が求められており、材料の最適化と構造の最適化技術としてテーラードブランク材が注目されている。

テーラードブランク材は、板厚や材質特性の異なる薄鋼板を接合してプレス加工を行い自動車の構造部材として使用するもので、大量生産が必要なことから高速溶接が可能なレーザ溶接やマッシュシーム溶接が適用されている。しかし、これらの溶接法は設備費が高く、専用機になるといった問題がある。

そこで、本研究は薄鋼板の溶接法として、一般に普及しているTIG溶接をテーラードブランク材の作製に適用し、溶接の高速化を試みたので報告する。

## 2 実験方法

### 2.1 溶接装置

使用した溶接機は、トランジスタ式直流溶接電源で最大出力500A（ダイヘン、TR-500）にTIG溶接制御装置（ダイヘン、HC37）を接続し、トーチは水冷式の300A用である。溶接は、試験片を固定し、走行装置（GULLEY、GK171）にトーチを取り付けて移動させる方法で行った。

トーチの移動速度は、最大で2.4m/minである。

### 2.2 拘束治具

使用した拘束治具を図1に示す。下板は、幅190mm、長さ500mm、厚さ10mmの銅板で、長手方向中央部に

先端半径6mmのボールエンドミルで深さ0.3mmの溝を付けている。上側の押さえ板も銅板で、幅75mm、長さ500mm、厚さ10mmのものを2枚使用した。上側の押さえ板は、実験の都合により鉄製のものも使用した。拘束はC形クランプ4個で行った。

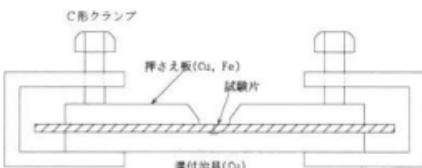


図1 拘束治具

### 2.3 試験片

溶接に用いた試験片は、板厚0.8、1.0、1.2mmの冷間圧延銅板で、シャーで幅125mm、長さ305mmに切断した後、端面をフライス加工し試験に供した。

### 2.4 溶接条件

溶接電流は、溶接速度並びに各板厚毎あるいは板厚の組み合わせ毎に裏波の出る条件を見い出し決定した。

電極先端と試験片までの距離は2mm一定とし、溶接速度は1.0~2.4m/minの範囲で行った。

電極径は、最初3.2mmを使用したが、電流密度を下げ、アーク力を減らす目的で途中から4.0mmとした。電極先端形状も60°の円錐形から先端を平らに加工して切頭円錐形にしたものを使用した。上側2枚の押さえ板の間隔は、10mmないし20mm幅で拘束した。

溶接の開始点、終了点である、試験片端部は溶け落

ちが生じるので、両端にエンドタブを取り付け、エンドタブ上で溶接の開始、終了を行った。

### 3 実験結果と考察

#### 3.1 ピード形成に及ぼす溶接速度の影響

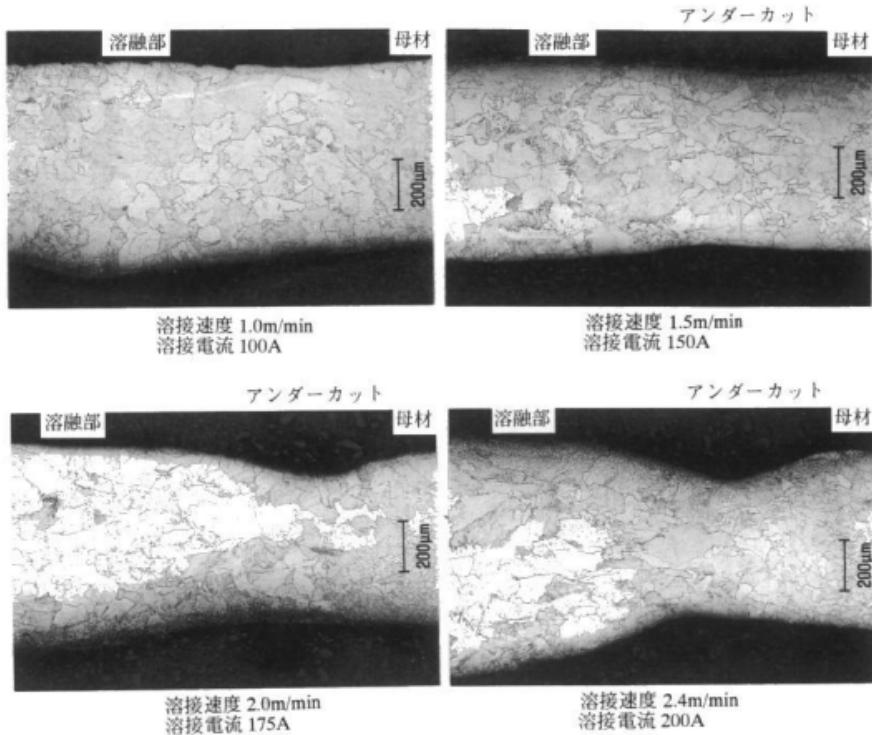
写真1に溶接部の断面を示す。板厚0.8mmの鋼板を速度と電流を変えて溶接したもので、溶接速度1m/minでは溶接電流100A、1.5m/minでは150A、2m/minでは175A、2.4m/minでは200Aで行っている。各写真的左側が溶融部、右側が母材部を示し、溶接速度が増しても、それに比例して電流値を上げなくても裏波が十分出ているのが観察される。また計測したピード幅の平均は、それぞれ2.6mm、3.4mm、3.3mm、3.4mmとなっており、高速側では電流値をもう少し下げても溶接が可能と思われる。この理由は、電極が $3.2\phi$ で $60^\circ$ の円錐形をしており、溶接電流の増加に伴って電流密度

度が増すため、アークの吹付け力の掘下げ作用が強くなることで溶込みが深くなつたと思われる。

次に、溶接速度が速くなると溶融部と母材部の境界に凹み（アンダーカット）が観察されるようになり、溶接速度の増加とともに深くなる傾向があった。溶接速度1m/minではほとんど発生していないが、1.5m/minで平均0.07mm、2m/minで0.11mm、2.4m/minで0.15mmの深さがあり、板厚比に換算すると、それぞれ9%、14%、19%に達する。アンダーカットの発生は、溶融部の断面積が母材板厚より減少することを意味し、引張強度の低下が懸念される。また、繰り返し応力を受ける部材として使用された場合、切欠効果による応力集中で疲労寿命の低下も懸念される。

#### 3.2 アンダーカットの防止

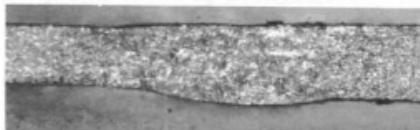
アンダーカットは、大電流・高速度溶接になるほど顕著に発生するとされており、発生原因としてアーク



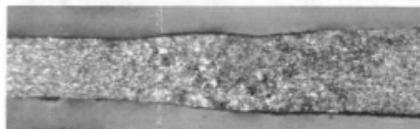
電極 $3.2\phi$  mm、先端形状 $60^\circ$  円錐

写真1 溶接速度とアンダーカットの関係

力があげられている。アーク力は電極先端から発生するアークを流れる電流の磁気作用により高い圧力が生じ、この圧力によって電極先端から溶融池に向かってプラズマ気流が生成し、溶接電流が大となるほど大きくなる。アーク力が溶融池の前半部を加圧し、溶融金属を後半部へ押し上げるために前半部の溶融金属が少なくなりアンダーカットが発生する<sup>1)</sup>。溶接速度が速くなると凝固速度も速くなり後半部に押し上げられた溶融金属がそのまま凝固するため、前半部の溶融金属がますます不足してアンダーカットの発生を助長する



板厚 0.8mm 母材 溶融部 板厚 1.0mm 母材  
溶接速度 2.4m/min, 溶接電流 230A  
電極 4 φ mm 1.6 φ 切頭円錐形  
押さえ板 Fe 拘束幅 20mm



板厚 0.8mm 母材 溶融部 板厚 1.2mm 母材  
溶接速度 2.4m/min, 溶接電流 250A  
電極 4 φ mm 1.6 φ 切頭円錐形  
押さえ板 Fe 拘束幅 20mm

写真 2 板厚の違う鋼板の溶接例

ものと思われる。

アーク力を減少させる方法として、電極先端形状を円錐形から切頭円錐形に変える、アルゴンガスにヘリウムガスを30%混合する、電極を傾斜させて前進角で溶接<sup>1)</sup>するといったことが上げられていたが溶接装置の都合により、電極先端形状を切頭円錐形にする方法でアンダーカットの防止を試みた。

板厚 1 mm の鋼板で、電極 φ 3.2mm の先端を φ 1 mm の切頭円錐形にして溶接を行ったがアンダーカットは防止できなかった。次に、電流密度を下げる目的で電極径を φ 4 mm にして先端 φ 1.6mm の切頭円錐形電極で溶接を行った場合もアンダーカットは防止できなかった。

そこで、治具の冷却効果に着目し冷却速度を遅くするため銅製から鉄製に変えると、溶接前半部でアンダーカットが防止できたが、溶落ちが生じると試験片と下側の治具が溶着を起こした。銅製であれば、冷却能が高いので溶落ちを生じても溶着を引き起こすことはない。そこで拘束治具の下側を銅製にして、押さえ板は鉄製で溶接すると、同じく溶接前半部ではアンダーカットが発生していないが、後半では発生した。

溶接電源が定電流特性であるため、電圧変動の影響が考えられたのと、押さえ板を鉄製にしたため磁気吹き現象が生じてアークが不安定になったため、アース位置を変えて溶接するとアンダーカットが発生する範囲が減少した。アース位置を治具上にするとアンダーカットの発生はほとんど見られなくなった。写真 2 にアンダーカット無しに板厚の違う鋼板が溶接できた結果を示す。溶融部中心に、やや凹みがあるものの板厚の段差が解消されスムーズに溶接されている。

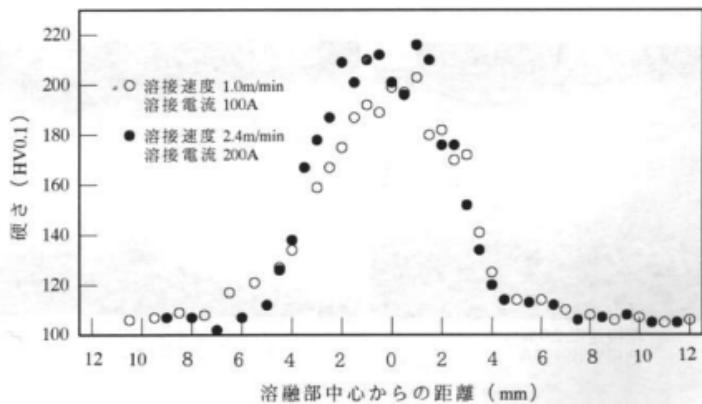
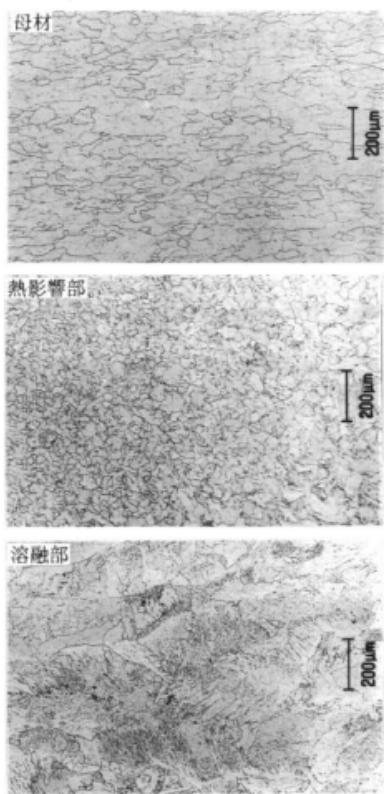


図 2 溶接部の硬さ分布



板厚 1.0mm,  
溶接速度 2.4m/min  
溶接電流 280A  
電極 4 φ mm, 1.6 φ 切頭円錐形  
押さえ板 Fe 拘束幅 20mm

写真3 母材、溶接部の組織

### 3.3 溶接部の機械的性質

図2に溶接部のピッカース硬さ分布を示す。母材の硬さに比し、熱影響部、溶融部の順に硬くなってしまっており、溶融部では母材の2倍の硬さに達する。一方溶融部の硬さは、溶接速度が1m/minから2.4m/minにならっても Hv 値で10程度しか硬くない。

溶接速度 2 m/min 及び 2.4 m/min では、溶融部表面の酸化物層にすべり線が観察され、板厚が 0.8 mm では熱

影響部にも観察された。溶融金属及び熱影響部が急冷され、引張の応力が働いて、溶接部が降伏したものと思われる。X線残留応力測定装置により格子歪みを測定し、応力値に換算すると溶接線方向で 402 N/mm<sup>2</sup> となり、母材の降伏点 220 N/mm<sup>2</sup> を遥かに超えた値となっていた。

こういった、降伏現象が熱影響部、溶融部の硬さ分布に影響を与えていると思われる所以で、今後加工性の点からは問題となることが考えられる。

しかし、溶接速度及び溶融部の幅は違うが、母材が Hv110 程度の硬さの鋼板をマッシュシーム溶接した場合 Hv200~240、レーザ溶接では Hv400 程度になるとされており、これらの溶接法で降伏現象が見られるのかどうか明らかではないが、TIG溶接によるものはマッシュシームとほぼ同じ硬さとなっている<sup>1)</sup>。

溶接維手の引張試験では、アンダーカットが母材板厚の 20% に達した試験片でも熱影響部と溶融部の硬さが硬いのですべて母材で破断した。

写真3に母材、熱影響部、溶融部の組織を示す。

母材組織は、圧延により結晶粒が横に長く伸びた状態であるが、熱影響部では再結晶により結晶粒が微細化された部分と粗大化した部分が見られ、溶融部近傍と溶融部では低炭素マルテンサイト状組織となっている。

## 4 結 言

TIG溶接法で薄板溶接の高速化を図り、テラードプランク材の作製に適用した結果次のことが得られた。

- (1) 薄板を高速で TIG 溶接する場合、高速になるほどアンダーカットが深くなる傾向にあったが、電極を切頭円錐形にして拘束治具の押さえ板を鉄製にし、アース位置の工夫によりアンダーカットの無い溶接部が得られた。
  - (2) 溶接部の最高硬さは、ほぼマッシュシーム溶接と同程度の硬さであった。
  - (3) 溶接部にすべり線が観察され、溶融部近傍が降伏していると思われる所以で、溶接部の冷却速度をさらに遅くする対策が必要である。
- 今後、TIG溶接したテラードプランク材の加工性について検討を行う必要がある。

## 文 献

- 1) 岡田他：やさしいティグ溶接，産報出版，(1978)，104
- 2) 中村孝：溶接技術，(1995) 3, 74

# 放電焼結法を利用した高機能材料およびプロセスの開発（第2報） 連続放電焼結によるクラッド材の開発

筒本隆博、新田 明、菊山信行、蒲田政信

## Continuous Joining of Fe and Al by Spark Rolling and Sintering Apparatus

TSUTSUMOTO Takahiro, NITTA Akira, KARIYAMA Nobuyuki and KAMADA Masanobu

In order to join Fe and Al continuously, Al and Fe sheets with various surface treatment, such as Zn, Sn and Ni plating on Fe, were joined by using electric discharge heating and loading between a pair of graphite punches. In the cases of Sn and Zn as plated materials on Fe, joining was easier than the case of Ni and no plating. Therefore, continuous joining of Zn-plated Fe and Al were carried out in trial by using the Spark rolling and sintering apparatus, with which rolling and electric discharge between a pair of rolls can be applied to the sheets. It was found that Al was successfully joined continuously with Zn-plated Fe in the temperature range of the roll over the melting point of Zn.

キーワード：放電焼結、圧延、Fe、Al、連続接合、表面処理

## 1 緒 言

これまで放電焼結と圧延を組み合わせた新しい装置を開発し、粉末を長尺板材に連続的に焼結成形するプロセスの検討を行ってきた<sup>[1, 2]</sup>。このプロセスは圧延と、ロールを介しての通電からなり、粉体に連続的な加圧と通電加熱で焼結させようというものである。本研究ではこのプロセスを応用し、鋼板とアルミニウム板（以下Fe板、Al板とする）の連続接合の検討を行った。

FeとAlの連続接合については、熱間圧延<sup>[3]</sup>、スパッタリング<sup>[4]</sup>を併用した圧延などの方法があるが、いずれも不活性雰囲気を用意する必要がある。また、冷間圧延<sup>[5]</sup>による方法では接合強度が低い。そこで、接合のための中間材料を、大気中の通電加圧接合実験により検討し、放電焼結圧延装置を用いた連続接合を試みた。

## 2 実験方法

Fe上の表面処理と通電時間の効果を調べるために、図1(a)に示すような通電と加圧を行う実験（実験1）を行った。このとき用いた試料および実験条件は表1の通りである。

また、その中から接合に有効と思われる表面処理の一つを選択し、図1(b)のように通電と圧延を用いた連続接合実験（実験2）を行った。接合条件は表2の通りである。

実験1では、通電時間の接合強度への影響を調べた。圧延による接合では、Al側に塑性変形が起こることが

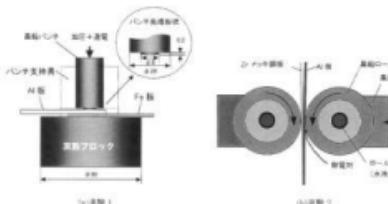


図1 接合実験の様子

予想されたので、Al側パンチ部では、図1(a)に示すように凸部をつけ、通電加熱時にAl側接合部に圧下率20%の塑性変形が起こるように配慮した。

表1 実験1で使用した接合材（上）と接合条件（下）

| 種類     | 記号 | メッキ   | メッキ厚   | 板厚   | その他の処理        |
|--------|----|-------|--------|------|---------------|
| Fe     | Fe | なし    | なし     | 1mm  | #80エメリーベルト仕上げ |
| Fe(Zn) | Zn | 24μm  | 0.3mm  |      | なし            |
| Fe(Sn) | Sn | 5.0μm | 0.3mm  |      | なし            |
| Fe(Ni) | Ni | 2.0μm | 0.25mm |      | なし            |
| Al     | Al | なし    |        | 1mm  | #80エメリーベルト仕上げ |
| 接合加圧力  |    | 通電电流  |        | 通電時間 |               |
| 1.5ton |    | 3000A |        | 1~8秒 |               |

表2 実験2の通電圧延による連続接合実験の条件

|            |  |
|------------|--|
| 圧延速度       | 0.83mm/sec   |
| ロール通電电流, I | 600~1000A  |
| 加圧力        | 約150kgf  |
| 接合材料       | Al: 1.0 10 <sup>3</sup> ×19 <sup>3</sup> ×L<br>Fe: (溶融亜鉛メッキ鋼板, 厚さ25μm)<br>0.3 <sup>3</sup> ×18 <sup>3</sup> ×L |
| 予熱時間       | 所定の電流値で3分間通電加熱   |

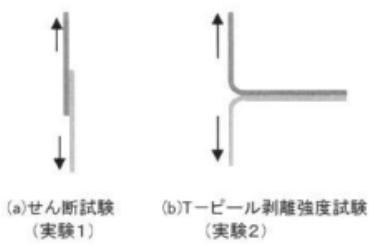


図2 接合強度試験

実験2では圧延条件を一定とし、ロールへの通電电流を変化させたときのロール温度Tr。接合強度の変化を調べた。装置は図1(b)のように、圧延ロールは接合材に接する部分と軸に接する部分の二重構造とし、内側に高抵抗、低熱伝導率黒鉛を、外側に高強度黒鉛を用いた。このような構造をとることにより、ロール表面を効果的に加熱できるとともに、通電時の局部的な膨張によるロールの割れを防ぐことができる<sup>2)</sup>。

接合試料の接合強度は、実験1に対しては図2(a)のようなせん断試験で、実験2に対しては図2(b)のような剥離強度試験(JIS K 6854に準ずる)で測定した。また、接合状況を調べるために、接合部の断面をSEM-EDXにより観察するとともに、剥離試験後の剥離面のX線回折測定を行った。

### 3 実験結果と考察

図3に実験1における接合強度と通電時間の関係を示す。これより、ZnおよびSnをメッキした鋼板とAlを接合したものは4秒以内で1500Nを越える高い接合強度が得られ、母材で破断するようになった。これに対してメッキをしないもの、Niメッキしたものは、通

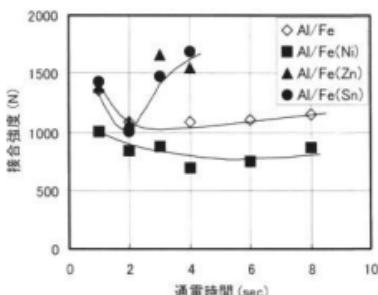


図3 接合試料(実験1)の接合強度と通電時間の関係

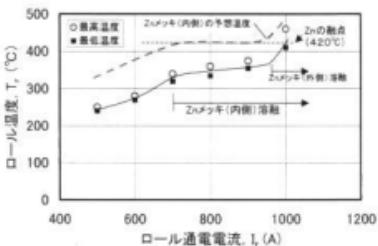


図4 ロールの通電电流とロール温度の関係

電時間の増加とともに、接合強度が低下することがわかった。そこで、実験2の連続接合ではZnメッキ鋼板とAl板を使用して接合実験を行った。

図4に放電焼結圧延装置によるロール温度、Trとロール通電电流、Irの関係を示した。Irが増加するに従ってロール温度、Trは上昇し、Znが溶融する範囲である700A以上の通電电流値で両板材の接合がえられた。ロール通電电流値が700~900Aの範囲では溶融した亜鉛は接合した板の端部に水滴状にじみ出したが、ロールに接する外側のZnメッキ層は溶融しなかった。また、この電流範囲では、Irを増加させてもTrの上界が停滞する。これは、Znメッキ層の溶融時の潜熱が原因であると考えられる。さらにIrを1000Aまで増加させると、Trも急激に上昇し、外側のメッキ層も溶融した。この時、溶融した亜鉛は水滴状にならず、試料表面でよく漏れるようになった。このことは、ロール間の内側と外側のZnメッキ層の間では約100°C近い温度差が生じていることを示している。これらの現象から、内側のZnメッキ層の温度は図4中の点線のように推定することができる。

電流密度  $\phi$  [A/m<sup>2</sup>] の電流が、板厚t[m]、比抵抗  $\rho$  [Ω·m]、熱伝導率  $\lambda$  [W/m·K] の板材の板厚方向に向かって流れている場合、板厚方向の上下面の温度が同一であるとすると、板の中心部と表面に生ずる最大温度差、 $\Delta T_{max}$ は以下の式で与えられる。

$$\Delta T_{max} = \phi^2 \cdot \rho \cdot t^2 / 8 \lambda \quad (1)$$

アルミニウムの圧下量  $\Delta h$  とロール半径Rから、ロールと板材との接触長さは  $I = (R + \Delta h)^{1/2}$  となり、電流密度  $\phi$  はロール通電电流Ir、接合板幅wにより以下のように与えられる。

$$\phi = Ir / (w \cdot I) \quad (2)$$

$\Delta h = 0.0593\text{mm}$ ,  $R = 50\text{mm}$ ,  $t = 2\text{mm}$ ,  $Ir = 800\text{A}$ としていま、表3のように各接合材料に対する最大温度差、

表3 各材料の物性値と通電発熱時の表面と内部の最大温度差

| 材 料 名 | 比抵抗, $\rho$<br>[ $10^8 \Omega \cdot \text{m}$ ] | 熱伝導率, $\lambda$<br>[W/m K] | $\Delta T_{\max}$<br>[K] |
|-------|---|----------------------------|--------------------------|
| Fe    | 43.1  | 48.6                       | 3                        |
| Zn    | 16.5  | 96                         | 0.1                      |
| Al    | 7.34  | 238                        | 0.2                      |

を計算すると、同表の最後の列に示した値が得られる。この結果から、板材の自己発熱では説明できない。そこで、FeとAlの間に接触部で接触抵抗  $R$  [ $\Omega/\text{m}^2$ ] が存在し、そこでの発熱が温度差の原因であると仮定すると、接触抵抗  $\xi$  [ $\Omega \cdot \text{m}^2$ ] は鉄の板厚  $\Delta x$ 、とその両面の温度差  $\Delta T$ 、熱伝導率  $\lambda$  により以下のように与えられる。

$$\xi = \lambda \cdot (\Delta T / \Delta x) / \phi^2 \quad (3)$$

$\Delta T=100\text{K}$ 、 $\Delta x=0.3\text{mm}$ （鋼板板厚）、表3より、Feの熱伝導率  $\lambda$ 、(2)式で求めた電流密度  $\phi$  を代入することにより、接触抵抗  $\xi$  は  $1.9 \times 10^8 \Omega \cdot \text{m}^2$  と計算された。またこの値と電流密度  $\phi$  の積 [ $\xi \cdot \phi$ ] から接触部の電圧ドロップを計算すると0.5Vとなり、妥当な値である。これより、メッキ層の両側で生じた温度差は、通電される接合材料の自己発熱ではなく、接合界面の接触抵抗による発熱が原因であると考えた方が妥当であることがわかる。

図5に連続接合した試料の接合強度とロール通電電流値の関係を示す。T-ビーピー試験における荷重一変位曲線ではいくつものピーク値が得られたので、図5の接合強度の値はこれら複数のピーク値をプロットした。これより連続接合した試料の接合強度はロール通電電流値を700A以上で上昇させると接合強度が高まる傾向を示すが、Ir=800Aで接合強度が低下する結果となった。また、Ir=1000Aでは剥離時の荷重は高い場合

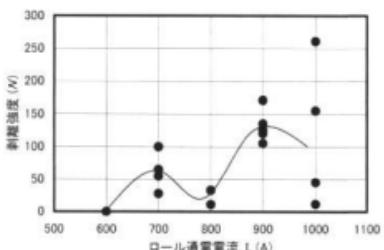


図5 連続接合試料（実験2）の剥離強度とロール通電電流の関係

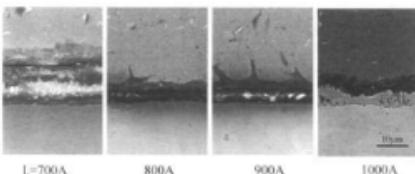


写真1 連続接合した試料の断面SEM写真

もあるが、極端に低下する場合もあり、安定した高い接合強度は得られない傾向にあった。写真1に接合界面を含む断面のSEM写真を示した。断面は鏡面研磨後エッティングは行っていない。ロール通電電流、Irが増加するに従って、中間層であるZnは薄くなっている。Znが溶融して界面の外に流れ出ていることがわかる。また、ZnとAlの界面のAl側では、黒く変色した層がみられる。EDXにより分析した結果、この層はAlにZnが固溶した部分であることがわかった。これより、接合の障害となるAl表面の酸化膜は圧延により破られ、溶融したZnがAl側に浸透していたものと推定される。

Ir=1000Aでは界面に白い層が観察された。これはEDXによる分析の結果、FeとAlの原子割合がほぼ1:3の組成を持った合金、FeAl<sub>3</sub>であることがわかった。

図6及び図7に実験2で連続接合した試料の剥離強度試験後の剥離面のX線回折パターンを示す。これらの測定結果からもわかるように、Ir=700Aでは、剥離面に強いZnのピークが観察され、Znが界面に多く残っていることがわかる。電流値が900Aまでは、Irが増加するとともにZnのピークが低下することから、界面のZnは多くが溶融して外側に押し出されていくことがわかる。また、Ir=1000Aになると、2θが42°と46°のところに不明のピークが現れるようになるが、

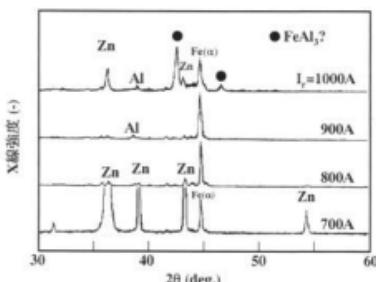


図6 Fe側剥離面のX線回折スペクトル

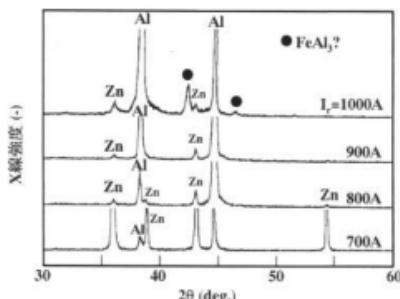


図7 Al側剥離面のX線回折スペクトル

これは断面のSEM観察で確認したFeとAlの金属間化合物、 $\text{FeAl}_3$ に対するピークであると考えられる。

一般にFeとAlの接合においてFeとAlの金属間化合物の生成が接合強度を低下させる原因となる事が指摘されている<sup>5)</sup>。鉄とアルミニウム金属間化合物には $\text{FeAl}$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}$ 、 $\text{Fe}_3\text{Al}$ などがあるが、中でも $\text{Fe}_3\text{Al}$ と $\text{FeAl}_3$ は硬さも高く、低い破壊強度を示す<sup>6)</sup>。スポット溶接では $\text{FeAl}_3$ が生成し、接合部の強度を低下させる<sup>7)</sup>。本実験では、 $\text{FeAl}_3$ の生成が $I_r = 1000\text{A}$ の試料での接合強度を大きくばらつかせた原因であると考えられる。

#### 4 結 言

鉄とアルミニウムの板材を連続接合するための予備実験として、Zn、Sn、Niメッキを施したFe板とAl板を黒鉛パンチ間で通電接合し、この結果をもとに、圧延と圧延ロールからの通電を併用した、放電焼結圧延

装置を利用して、Znメッキ鋼板とAlの連続接合実験を行った。結論は以下の通りである。

- (1) Zn、Snメッキ鋼板はNiメッキ、メッキなしの場合と比較して高い接合強度が得られた。
- (2) Znメッキ鋼板とAlの連続接合実験において、接合界面のメッキが溶融する通電电流が700A以上の条件で、接合が可能であった。
- (3) 連続接合試料において、両側のZnメッキ鋼板が完全に溶融する通電电流が1000Aの条件では、強度のはらつきが多く、接合界面に $\text{FeAl}_3$ の金属間化合物の生成が認められた。

なお、本研究は中小企業庁地域活性化連携事業費補助金技術開発研究事業により実施した。

#### 文 献

- 1) 简本隆博、高谷英明、新田 明、柳沢 平：焼結プロセス制御による高機能新素材の開発、研究成果報告書、財広島県産業技術振興機構、(1996)、61
- 2) 简本隆博、新田 明、高谷英明、王 雨物、柳沢 平：広島県立西部工技研究報告、No.40 (1997), 40
- 3) 吉村 尚、上野伸二、辻 勇一、長瀬隆夫、切山 忠夫、四本松雅彦：材料とプロセス、5 (1992), 1774
- 4) 磯部剛彦、西條謙二、吉田一雄、吉本 信：溶接学会誌、66 (1997), 571
- 5) 中村雅彦、牧 清二郎、松田忠明、永井直記：塑性加工学会講演要集 (1983.5), 431
- 6) 高 隆夫、小川和博、泰山正則：溶接技術、(1993.3), 84
- 7) 泰山正則、小川和博、高 隆夫、溶接学会論文集、14 (1996), 316

# 精密加工に関する研究（第5報） 放電加工によるマイクロマシニング技術の開発（Ⅱ）

山下弘之、門 格史

Development of 3D Micro-Machining Technology  
by Electric Discharge Machining (EDM)

Y AMASHITA Hiroyuki and KADO Tadashi

In this study, manufacturing process using EDM (electric discharge machining) was examined in order to automate and digitize the traditional, technical skill about forging die for needle. As a first step, optimum condition of EDM with electrode which of shape was copied from master die by forging were obtained by machining test with changing processing factors, such as Ip, Ton, Toff, GAP, GAIN, etc. It is successfully to manufacture forging die for needle with two electrodes and optimized condition. As a next step, model cavity of needle was machined successfully by applying electric discharge scanning (EDS) with NC data based on cross section along z-axis. As a last step, 3D shape of forging die was measured by using non-contact 3D measuring system (NH-3) and resin model of forging die was formed by rapid prototype system with measured 3D data.

キーワード：手縫い針、鍛造金型、鍛造転写、創成放電

## 1 緒 言

精密加工に関する研究として平成9年度より放電加工による微細な3次元形状加工の検討を行い、その2つの要素技術である創成放電加工法とワイヤ放電研削法(WEDG法)の加工特性を明らかにした<sup>1)</sup>。

今年度は具体的な微細形状部品として、本県特産品である手縫い針の製造用鍛造金型を対象に取り上げることとした。手縫い針製造用鍛造金型は糸を通す穴周辺部の加工で使用される。しかし、手縫い針用ということから、その形状・寸法は微細で、現状は技能者の手作業によりマスター形状を持った種型(四型)から母型(中間型、凸型)そして量産型(四型)へ、3段階の鍛造転写により製作されている。その詳細な3次元形状・寸法は技能者の勘と経験で伝承されており、高齢化や後継者不足等の問題に直面している。

そこで、伝統的な技能・技術のデジタル化の観点から、当該鍛造金型の放電加工による加工の自動化、形状の数値化の検討を行った。

## 2 対象金型及び加工法の検討

鍛造金型のうち量産型は、日産数万本という頻度で使用され消耗度も高く、現状の転写法による製造が生産性の面で放電加工より有利と思われる。また、放電加工による加工変質層の金型寿命への影響も予想される。種型は形状の唯一のマスターで、その製造には3

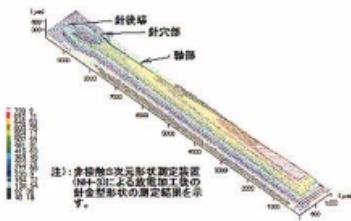


図1 形状測定結果

次元形状データが既知である必要があるが、現状は詳細な部分が不明である。本研究では、図1に示す母型(呼び径0.5mmの手縫い針用)を対象とすることとした。また、加工法は次の2手法を検討した。

- (1) 現状の金型製造法である鍛造転写により縦型電極を作製し、それをを使った放電加工による母型の量産技術の開発
- (2) NC制御でパイプ電極を動かすことでの輪郭加工を行う創成放電加工法<sup>2)</sup>を利用した母型を模したモデル針形状の加工

## 3 放電加工実験

### 3.1 使用した装置

放電加工機は三菱電機製創成放電加工機EDSCAN8Eを使用した。また加工後の形状測定には

非接触3次元形状測定装置NH-3と表面粗さ計を使用した。

### 3.2 鋳造転写電極による放電加工の検討

荒加工から仕上げ加工まで4段階の加工条件で加工を行い、各段階での加工状態（形状、面粗度等）を検討した。放電回路は、トランジスタ回路で放電加工時の電流立ち上がり状態を緩やかにして、電極への激しい電流流入を抑え、消耗を低減するSC回路（スロープコントロール回路）を適用した。加工条件を表1（中央欄）に示す。材料は実際の金型に使用されているSK5材とした。電極は県内針メーカーの母型（呼び径0.5mmの手縫い針用）を銅ブロックに鋳造転写し作製した。

表1 加工条件

| 使用電極                    | 鋳造転写電極、銅            |
|-------------------------|---------------------|
| 電源回路                    | SC回路 SC, GM回路       |
| ピーク電流値(I <sub>p</sub> ) | 5.5A~2.0A 6.0A~1.0A |
| 放電パルス幅                  | 64~2μsec 96~0.1μsec |
| D F                     | 67~33% 67~33%       |
| 極間電圧                    | 80~220V             |

図2に仕上げ加工後の針金型断面形状（穴の中央部：針後端から750μmの位置、図1参照）と加工前後の電極断面形状の比較を、写真1に針金型と鋳造転写電極の様子を示す。

荒加工、中荒加工、仕上げ加工へと進むにつれ形状転写性が良くなり、仕上げ条件で表面の凸凹はあるものの、ほぼ母型と相似の針形状が得られた。

加工前の電極断面形状との比較から、針穴底部、穴凸部周辺で20μmを超える形状のズレがあり、エッジ

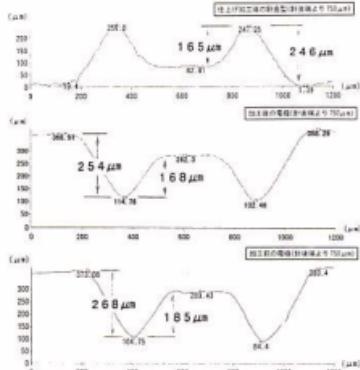


図2 断面形状の比較

表2 各加工段階での加工面粗さ

| 加工条件  | 放電条件             |     | 表面粗さ     |
|-------|------------------|-----|----------|
|       | I <sub>p</sub> 値 | DF  |          |
| ①荒加工  | 5.5A             | 67% | 20~25 μm |
| ②中荒   | 3.5A             | 33% | 15~20 μm |
| ③中仕上げ | 2.5A             | 50% | 13~16 μm |
| ④仕上げ  | 2.0A             | 33% | ~8 μm    |



写真1 加工された針金型の様子

部のダレも見られが、凸部の斜面形状は10μm程度の違いであった。加工前後の電極断面形状の比較から、15μm程度の消耗が見られた。

表2に各段階での加工面粗さを示す。電流ピーク値(I<sub>p</sub>)を小さくすることで面粗さが改善され、仕上げ条件ではRy=8μm程度の粗さとなったが、写真1に示したように、放電痕の凹凸がはっきりとわかる加工面となった。

そこで、荒加工から仕上げの工程を4段階から5段階に細分化し、仕上げ工程後に小面積（5mm<sup>2</sup>以下）の鏡面化が可能なGM回路による加工を行い、面粗さの向上を図った。また鏡面化は、有消耗加工条件のた

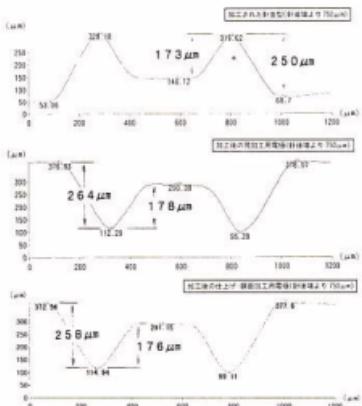


図3 輪郭形状の比較

め形状のズレが多くなることが予想されたので、荒加工用と仕上げ・鏡面用の2つの電極を使った加工を試みた。使用した加工条件は表1(右欄)の通りである。



写真2 加工された針金型の様子

加工後の金型形状、荒用及び仕上げ・鏡面用電極の断面形状の比較を図3に、加工後の金型の様子を写真2に示した。面粗さは $Ry=1.6\mu\text{m}$ で光沢面が得られた。また荒加工時に穴凸部周辺で $4\sim8\mu\text{m}$ 程度、仕上げ・鏡面加工時に $10\mu\text{m}$ 程度の電極消耗が生じたが、荒加工時の消耗分だけ全体の電極消耗を低減でき、加工された形状も針穴底部、穴凸部周辺で $15\mu\text{m}$ 程度のズレに抑えることができ、エッジ部のダレも低減できた。凸部の斜面形状も数 $\mu\text{m}$ 程度のズレでかつ面粗さも改善できた。

GM回路により光沢面が得られたが、本回路は小面積のみ有効であるため、(5mm以上)の針では鏡面化が困難になることが予想される。そこで大面積でも鏡面加工が可能で、かつ加工面にできる加工時に溶融した材料が再凝固した層(白層)を低減できると言われている粉末混入放電法<sup>3)</sup>により、加工面性状の改善を試みた。使用した加工条件を表3に示す。加工は $\phi 25\text{mm}$ の丸棒Cu電極を使い通常加工液と粉末混入加工液の2種類で加工を行い、加工面性状の比較を行った。粉末は搅拌性の良いアルミ(鱗片状、平均粒径 $10\mu\text{m}$ )とした。

加工面の状態を写真3に示す。通常加工の場合、凸凹の激しい放電痕形状であるに対し、粉末混入の場合凸凹がない平滑な放電痕をしており、面粗さが通常加工で $Ry=5\sim6\mu\text{m}$ 程度に対し、 $Ry=3\sim4\mu\text{m}$ と改善され、大面積加工でも鏡面化の見通しを得た。

### 3.3 創成放電法による加工の検討

針金型が現状では非接触3次元形状測定装置により点群データとして測定できるものの、形状データから創成用NCバスを生成するまで至っていないことから、今回の検討では、図4に示す針形状を模したモデル形状を対象に、創成放電法による3次元形状加工を試みた。加工条件は表4に示す。加工深さ方向に1層毎のNCバスを与え、徐々に深さ方向に加工を進め、輪郭外周に0.25mmのR部を持ったモデル形状を加工し

表3 粉末加工条件

|            | 通常加工  | 粉末混入加工   |
|------------|-------|----------|
| 使用電極、極性    | Cu, - |          |
| ピーク電流値(Ip) | 2.5A  |          |
| 放電パルス幅     | 2μsec |          |
| 休止時間       | 6μsec |          |
| 極間電圧       | 80V   |          |
| 粉末         | 無し    | アルミ、4g/l |

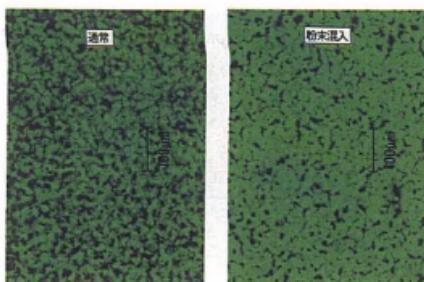


写真3 放電加工面(通常加工と粉末混入加工)

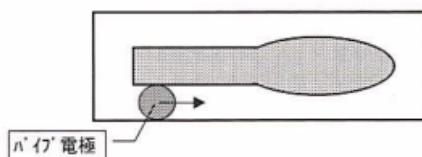


図4 モデル形状の創成放電加工条件

表4 モデル針形状の創成放電加工条件

| 使用電極      | 銅パイプ電極 $\phi 1.0$   |
|-----------|---------------------|
| Z勾配       | 1/1500              |
| 電流ピーカ値    | 2.5A                |
| 放電パルス幅    | 1μsec               |
| 極間電圧      | 220V                |
| 加工ピッチ     | 0.5mm               |
| 1バス当たり加工量 | 0.00027mm           |
| 深さ方向加工回数  | 94回(目標加工深さ:0.254mm) |

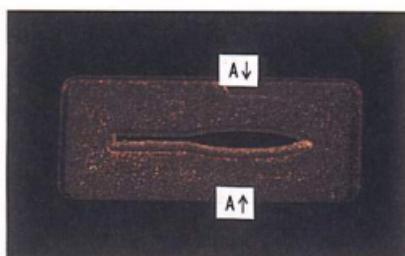


写真4 創成放電加工されたモデル形状

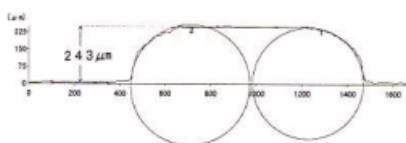


図5 A-A'部の断面形状

た。材料はSK材とした。

写真4に加工されたモデル形状を、図5にA-A'部の断面形状を示す。加工深さが設計値に対し0.243mmと、約 $10\mu\text{m}$ 程度の差はあるものの、ほぼ設計値通りの加工ができ。R部も0.243~0.263mmと、ほぼ設計値通りであった。加工中の1層毎の加工深さの変動は、加工対象が微細になるにつれて精度への影響が大きくなる。針形状は、軸径で0.5mm以下のものまであることから、予備加工による初期加工深さの正確な設定及び加工中のズレを修正するインプロセス計測の適用などの検討が必要と思われる。また、加工面粗さは $Ry=8\sim10\mu\text{m}$ で、電気条件の微小化により $Ry=5\sim6\mu\text{m}$ 程度にまで小さくすることが可能と思われるが、創成放電加工面の粗さの改善も、今後の課題として残った。

#### 3.4 針形状の測定及び光造形モデルの作成

創成放電法で実際の針金型を加工するためには、針形状のNCパスを作成する必要があり、微細な針形状を3次元的に計測し、CADデータ（サーフェスまたはソリッド）さらにNCパスに変換するシステムが必要となる。

今回、非接触3次元測定装置による金型及び電極の形状測定を行った。図6に測定結果を示す。

測定された点群データをもとにポリゴン化及び光造形用STLデータを作成することにより、写真5に示すスケールモデルが作成できた。これにより技能者により伝承されてきた針金形状の数値化の目途を得た。

## 4 結 言

伝統的な技能・技術のデジタル化の観点から、手縫い針製造用金型を対象に鍛造転写電極による放電加工及び創成放電法による針形状加工を検討した。

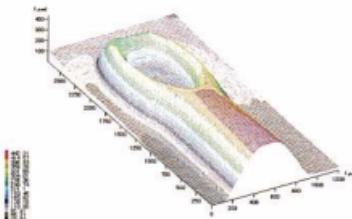


図6 針穴周辺部の計測データ



写真5 針穴周辺部の光造形モデル

その結果、鍛造転写電極を使った場合、荒加工用、仕上げ、鏡面化用の2つの電極を使い、鏡面仕上げ加工を行うことができ、ほぼ所定の形状及び面粗さを得ることができた。

創成放電法による加工では、モデル形状についてほぼ設計値通りの形状加工が可能であったが、面粗さについてはその改善が今後の課題になる。

針金形状の数値化を試み、光造形モデルの作成が可能となった。

今後、その他の針金形状の数値化、加工の自動化について検討を進めていきたい。

## 文 献

- 1) 山下、門、池田：広島県立西部工技研究報告、No.41、(1998)、5~8
- 2) 湯沢、真柄：電気加工技術、19、(1985) 63, 1~6
- 3) 斎藤、毛利、他：放電加工技術基礎から将来展望まで、日刊工業新聞社、(1998)、84~89

# マイクロセンサ開発のための加工技術の研究（第3報） 微細構造体作製に伴う諸問題の検討

繩椎典生、問山清和

## Study on Fabrication Technique for Microstructures

NAWACHI Norio and TOIYAMA Kiyokazu

The fabrication technique for microstructures, which is important to fabricate micromechanical device, has been studied. The content is as follows.

- 1) The anisotropy of Si has been examined using reactive ion etching with SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> gas mixtures. It was found the anisotropy was dependent upon the O<sub>2</sub> content.
- 2) The anisotropic etching of single crystal silicon of (100) orientation in a TMAH solution was investigated and rectangular convex corners were obtained with compensation technique.

キーワード：微細加工、フォトリソグラフィ、エッティング、マイクロマシン

## 1 緒 言

シリコンマイクロマシニング技術の中で、エッティング技術は種々の構造体を基板上に形成するための必要不可欠な技術である。さらに、構造体作製には、フォトリソグラフィ技術や薄膜形成技術など各要素技術の確立はもとより、各々のプロセスの特徴を把握して、それを組み合わせる手法も重要になってくる。

昨年度は、フォトリソグラフィ技術の基礎条件及び反応性イオンエッティング（RIE）の加工特性について調べた<sup>1)</sup>。本研究では、それらの諸条件をもとにデバイス開発に必要な一連の工程から形成されるセンサを設計、試作し、その作製過程から各プロセスの条件出しただけでなく、工程全体を通して生じる問題点等の抽出を行った。

## 2 設 計

### 2.1 構 造

対象とした構造体に、自動車のナビゲーションシステムや姿勢制御に利用される振動型角速度センサを選択した。シリコンプロセスによる角速度センサは、これまで駆動に静電を、検出には容量変化を捉える方式が一般的であった。しかし、最近これと異なる方式として、電磁駆動誘導起電力検出型の角速度センサが報告されている<sup>2)</sup>。この方式は、静電容量検出型に比べ、大きい振幅が得られる、真空封止が不要といった利点を有し、さらに構造体も簡単に作製できる。そこで、今回はこの方式に基づいて設計を行った。設計した振

動型角速度センサの構造を図1に示す。構造体は、4組の梁と振動子で構成されており、全体は、ガラス基板で支持されている。構造体の最小線幅は、振動子と支持部をつなぐ梁の部分で、幅30μm、長さ500μmである。

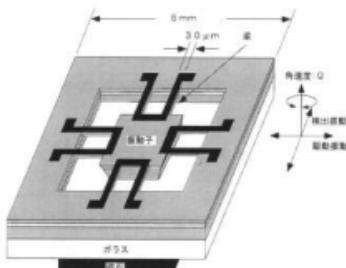


図1 振動型角速度センサの構造

### 2.2 基 板

基板には上下シリコン層の間に絶縁層をもつ特殊なSOI (Silicon on Insulator) 基板を使用した。この基板は、中間の絶縁層をドライ（乾式）、ウェット（湿式）時のエッティングストップ層に利用することで、通常のシリコン基板よりプロセスを簡単化できる。基板の仕様を図2に示す。

## 3 センサプロセス

シリコンの加工は、表側（活性層）をドライエッチ

ング、裏側（支持基板）をウェットエッチングで行う。まず、工程全体を通して前に、各々のエッチング技術の加工精度を検討し、その後試作に移った。

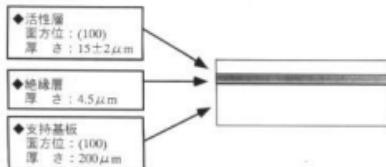


図2 SOI基板の仕様

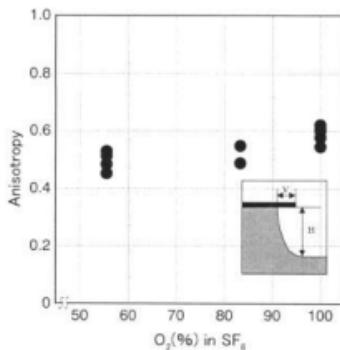
### 3.1 ドライエッチングの加工精度

基板表面の梁や振動子は、センサの感度を左右する重要な構造体である。したがって、可能な限りアンダーカットの少ない、異方性の高い加工が望まれる。そこで、ドライエッチング技術におけるエッチングガスと異方性について検討した。

エッチングガスは、昨年度の結果をもとに、SF<sub>6</sub> : O<sub>2</sub>混合ガスを用い、試料断面は走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。異方性の度合いは、

$$A = I - V/H \dots \dots \dots (1)$$

A：異方性、H：エッチング深さ、V：アンダーカットと定義し<sup>3), 4)</sup>、SF<sub>6</sub>中のO<sub>2</sub>含有量と異方性の関係を表したのが図3である。

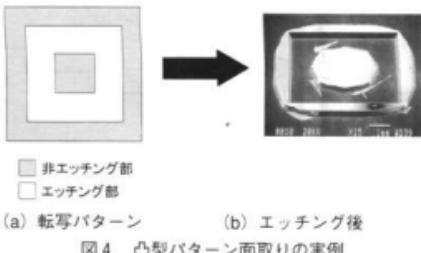


図からO<sub>2</sub>含有量の増加に伴い、異方性が向上することが確認できる。O<sub>2</sub>含有量=100%の場合、異方性はおよそ0.6（例えばエッチング深さ10μmに対し、アンダーカット4μm）と、最も高い値を示した。しかし、O<sub>2</sub>含有量增加は、同時にシリコンエッチング速度低下を招き<sup>5)</sup>、非効率である。そこで、実際の加工には、

O<sub>2</sub>含有量=83%の条件を採用した。

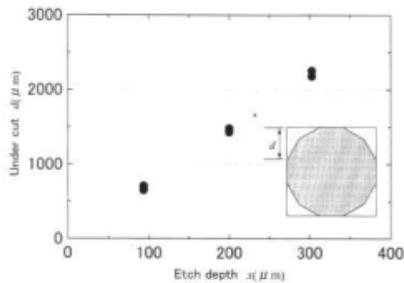
### 3.2 ウェットエッチングの加工精度

(100)面のシリコン基板に矩形パターンを転写し、アルカリ性水溶液などにより異方性エッチングを行うと、必ずアンダーカットによるコーナの型くずれが生じる<sup>5)～7)</sup>（図4）。そこで、これを防ぐためにシリコン異方性エッチングの基礎特性を調べ、コーナ面取りを補償する対策を検討した。



#### 3.2.1 エッチング特性の調査

薬液には、エッチング面の平坦性が高いといわれる水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)を使用した。エッチング深さは、100, 200, 300 μmの3種類を行った。その結果、全てのコーナが<120>方向に面取りされていくことが判明した。アンダーカット:dとエッチング深さ:xの関係を図5に、またその図から得られた関係式を式(2)に示す。



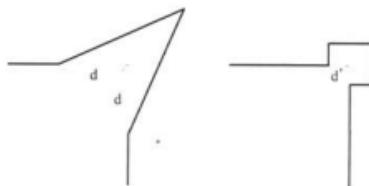
#### 3.2.2 補償パターンの作製

アンダーカットdを低減する手法としては、矩形パターンの角に図6のような補償パターンを付加することが提案されている<sup>8)</sup>。Type A, Bの補償パターンともエッチングの進行に従って減少し、目的のエッチング深さに達したとき消滅する。図からわかるように

TypeBはTypeAよりパターン面積が小さい。そこで、実際の転写にはTypeAと同等の効果をもたらし、かつパターン面積が最小限ですむTypeBの正方形補償パターンを採用した。

ここで、図6の  $d$ 、 $d'$ との関係は、幾何学的な関係より、 $d' = 0.249946d$ となる。したがって、エッチング深さ  $x$  との関係は

と表される。



(a) TypeA (b) TypeB  
図6 捕獲パターン

### 3.2.3 捕獲パターンの効果の検証

式(3)をもとにエッチング深さ200  $\mu\text{m}$ 用の補償パターンを作製し、実際にエッチングを行って効果を検証した。図7に200  $\mu\text{m}$ エッチング後のコーナ形状とその前後(200  $\pm$  50  $\mu\text{m}$ )を観察した結果を示す。アンダーエッチングとなる150  $\mu\text{m}$ では、補償パターンが完全に消滅することなく残っており、またオーバエッチングとなる250  $\mu\text{m}$ では、面取りが生じている。一方、目的の深さ200  $\mu\text{m}$ では、ほぼシャープなコーナ形状を得ることができた。これにより任意の深さに対しコーナ型くずれのない形状作製が可能になった。

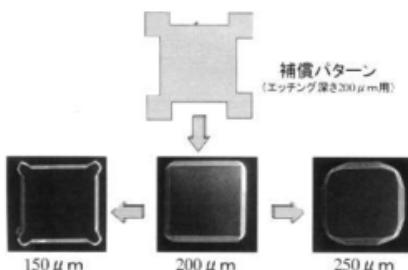


図7 捕獲パターンの効果

### 3.3 試 作

試料はシリコンウェハを20mm角にカットして使用した。シリコンプロセスの概略を図8に示す。シリコンプロセスは、最初、表側にドライエッチングを施し、振動子、梁を形成する。次いで裏側をウェットにより、支持基板の厚さ（約200μm）までエッチングする。これまでに、試作を2回行っている。以下に試作の結果を述べる。

## 1. SOIWafer



## 2. Thermal Oxidation



### 3. Si Etching (Dry)



#### 4. Si Etching (Wet)

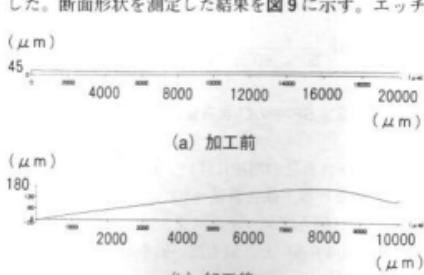


図8 シリコンブロッサの概略

### 3.3.1 試作（1回目）

## ①試料の濾過

シリコンをウェットエッチングした際、試料が湾曲する現象を観察する。



### (b) 加工後

ング後、20mm角の試料内で、およそ200μmのそりが発生しているのがわかる。これは、SOI基板内に残留していた応力が、ウェットエッチングにより解放されたためと考えられる。

### ②試料強度の低下

支持基板のシリコンが大部分エッチングされたことで、試料の強度が低下した。これは、転写及びハンドリングに大きな影響を及ぼす結果となり、以降のプロセス進行が困難になった。

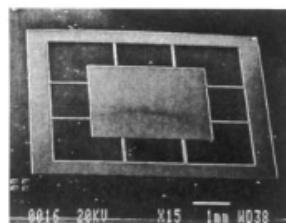
### ③梁の浸食

ドライエッチングで形成した梁が、裏側ウェットエッチング時、薬液の影響を受け、幅10μm（設計寸法30μm）までエッチングされた。

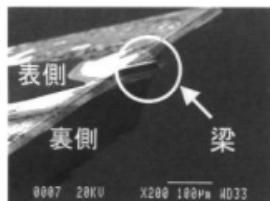
問題点①②については、ウェット時のシリコンエッチング面積を縮小することで対応し、問題点③に関しては、ウェットエッチング前に酸化工程を追加する対策を講じた。

### 3.3.2 試作（2回目）

写真1に構造体のSEM写真を示す。



(a) 全 体



(b) 梁 部

写真1 構造体のSEM写真

エッティング面積の縮小率が足りず、ハンドリングに十分な試料強度は得られなかった。一方、梁については酸化処理による保護膜の効果が認められた。

## 4 結 言

シリコンマイクロマシニング技術を用いて、デバイス開発に必要な一連の工程を必要とするセンサを設計、試作し、工程全体を通して生じる問題点等の抽出を行った。

その結果は、以下のとおりである。

- (1) ドライエッチング技術において、異方性の度合いを数値化し、SF<sub>6</sub>中のO<sub>2</sub>含有量に比例して、異方性が向上することを確認した。
- (2) ウェットエッチング技術において、補償パターンを用いることにより、あらゆる深さに対応したコーン型くずれのない形状作製が可能になった。
- (3) 一連の工程を通じて、①試料の湾曲、②試料強度の低下、③梁の浸食などプロセス上の問題点が明らかになった。

なお、本研究は中小企業庁地域活性化連携事業費補助金技術開発研究事業により実施した。

## 文 献

- 1) 繩雅典生、間山清和：広島県西部工技研究報告、No.41 (1998), 9
- 2) 崔 在濬、南 和幸、江刺正喜：電気学会論文誌E, 118 (1998) 12, 641
- 3) Tsengyu Syau, B. Jayant Baliga, and Raymond W. Hamaker : Journal of the Electrochemical Society, 138 (1991) 10, 3076
- 4) Rob Legtenberg, Henri Jansen, Meint de Boer, and Miko Elwenspoek : Journal of the Electrochemical Society, 142 (1995) 6, 2020
- 5) Eranest Bassous : IEEE Transactions on Electron Devices, 25 (1978) 10, 1178
- 6) B.Puers and W.Sansen : Sensors and Actuators, 23 (1990), 1036
- 7) 栗山敏秀：実習マイクロマシニングとマイクロセンサ基礎講座資料、(1994), 55

# 製品形状のコンピュータモデル作成技術の開発（第2報） 計測データの統合化に関する研究

坂元康泰、佐々木憲吾、松永尚徳、門格史、野地英治

## Integration of Non\_Contact Measuring Data with Contact One

SAKAMOTO Yasuhiro, SASAKI Kengo, MATSUNAGA Hisanori, KADO Tadashi and NOJI Hideharu

In the previous report, we developed shape input system for producing CAD models from a master model by using Contact 3D Probe Measuring System, that characteristic is easy to get outlines of models. In This work, we have developed the integrated system of non-contact 3D probe measuring system and the contact one, that characteristic is easy to get free form surface.

On the initial stage of product development, speed is more important than precision. For standing the demand, our system is based on triangle patch model expression.

キーワード：リバースエンジニアリング、3次元形状計測、CAD、統合、モデルマッチング、ラピッドプロトタイピング

## 1 緒 言

モノ作りのプロセスは、現在、多様化・複雑化から迅速化の時代に移行してきており、我々は、特に設計工程においてシミュレーション技術を用いることにより製品開発の迅速化を図るシステムを構築してきた。しかし、中小企業はその入口である3次元コンピュータモデルを作成できる設計者が不足しており、後工程のツールを活用しているとは言い難い。今日、リバースエンジニアリング<sup>1)</sup>（従来のCAD/CAMとは逆のプロセスのため、こう呼ばれる）技術の必要性が高まっている。

開発工程では、既存製品中の一部品の変更、あるいは形状の部分修正が多く見られる。また、新製品形状の具現化としてクレイモデルを作成することもある。この場合、実物という形状資産が存在しており、これを活用できれば、効率よく、また、高度な3次元CADオペレーティング能力を必要とせず、3次元モデルを作成することが可能となる。我々の第一の開発目標は、製品開発段階におけるCADモデルの作成を支援する形状入力システムを開発することである。

昨年度、簡易形状入力システムを開発した<sup>2)</sup>。これは、形状の特徴であるアウトライン（輪郭線）を計測することを可能とする。本年度の研究目標は、複数の計測装置の統合化技術の開発である。これにより、様々な実物モデルをCADモデルにすることを、さらにラピッドプロトタイピング装置による実物の3次元コピーの作成を可能とする。これは、従来のCAD/CAM

で用いられているNURBSなどのCADデータをベースとするのではなく、モデル表面全体を三角形パッチで覆うことにより表現する“三角形パッチのモノ作り”方法を採用している。これにより、製品開発段階で要求される迅速性を満たすことが可能となる。

## 2 システム構成

統合化されたシステム構成を図1に示す。計測装置としては、アウトライン計測用としての接触式空間座標測定装置（以下、VECTRON）と曲面計測用として

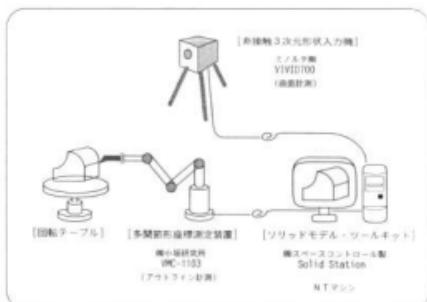


図1 システム構成

の非接触式3次元形状入力機（以下、VIVID）からなる。表1に示す通り、結合化する計測装置は計測方式、精度等が違う。このため単独では測定用途が限定される。統合化することにより各装置は相補的な存在となり、システム全体として様々な形状が計測可能となる。

表1 計測装置の概要

| 導入年度 | 平成9年度       | 平成10年度       |
|------|-------------|--------------|
| 設置名  | 空間座標測定装置    | 非接触式3次元形状入力機 |
| 対象形状 | アウトライン      | 曲面           |
| 構造   | 多関節ロボットアーム型 | レーザビームによる    |
| 計測方法 | 接触式・エンコーダ   | 非接触式・レーザ     |
| 計測精度 | 0.1mmオーダー   | 1mmオーダー      |

次章以降、本システムを用いた適用事例について、接触式、非接触式の計測装置を単独で用いたもの、そしてこれらの統合化の順に示す。

### 3 接触式測定機の適用

#### 3.1 ホイール

自動車用アルミホイール形状作成の様子を図2に示す。ホイールは軽量性、高強度、デザイン性等を要求される。その構造は、主に軸対象形状と自由曲面から構成されている。形状生成する際の問題点は以下のとおりである。

問題A：軽量化のために設けられている小さな突起部に測定プローブを挿入することが困難である。

問題B：曲面接合部の多くはフィレットで構成され、元の面境界を取得できない（多くの製品共通の問題）。

前報で、点群データから自由曲面の生成法として、ニューラルネットワーク（以下、NN）の写像能力を用いる方法を提案した<sup>2)</sup>。問題Aの解決はNNの特徴（少數かつランダムなデータからの写像）から可能となる。問題Bも、NNの外挿能力（学習データの外近傍も、用いた補間関数の形を保持して外挿する能力）

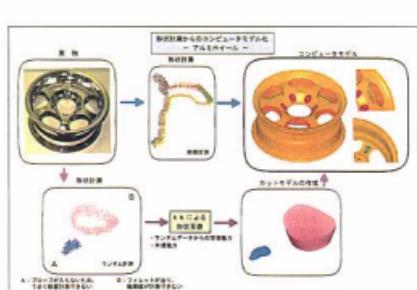


図2 ホイール形状の生成例

を用い、実際形状より少し長めの形状を作成することが可能である。これらのモデルを、基本となる軸対象モデルからカットする方法でモデル構築ができる。

#### 3.2 ばかし機能

金型設計用CADの重要な機能の一つとして曲面のばかしがある。これは、曲面間で繋がっていないところを近傍曲面の接続性を保ち、なめらかに接続された曲面を生成する機能である。このばかし機能をNNで実現したものが図3である。この例では、多数の曲面が一点に集合してくるような個所に穴埋めをする曲面を生成させたものであり、ある金型設計用CADでは生成が困難であった形状である。

NNでは入力データ間の補間がある関数を用いることにより実現している。そして、用いる関数によりその写像形状（曲面）も違う。この例では、NNで一般に用いられるシグモイド関数と、急勾配形状の実現を可能とするRBF（Radial Basis Function）を用いた。この選択は望む形状から設計者が行うことになる。

このように、強力な内挿・外挿能力をNNは持っている。

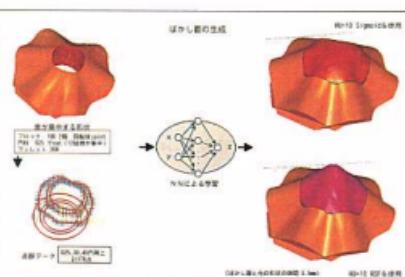


図3 NNによるばかし曲面の生成

### 4 非接触式測定機

#### 4.1 概要

本年度導入した3次元形状入力機は、ミノルタ㈱製のVIVID700であり、その主な仕様を表2に示す。

本装置はデジタルカメラの3次元版とも言うべきもので、カラー画像と距離画像を同時に取得する。特徴は測定の手軽さであり、測定時間0.6秒は取り直し等に苦痛を与えない。また、曲面で構成される形状の取得にも向いている。

一般に非接触式で測定されたデータ数は膨大であり、迅速性の視点からの処理法が必要となる。そこで、点群データをラピッドプロトタイピング装置で用いら

表2 非接触3次元形状測定機「VIVID」の概要

| 測定方式          | 三角測量の原理に基づく光切断方式         |
|---------------|--------------------------|
| 測定視野域(視野域の一辺) | 70~1,100mm               |
| 測定奥行範囲(△Z)    | 測定視野域の一辺(測定距離1.5mのとき)    |
| 分解能           | 測定視野域の1/256(測定距離1.5mのとき) |
| 測定時間          | 0.6秒                     |

れるSTLデータに変換するため、Wrapというソフトを本システムに組み込んだ。VIVIDで計測された実物の「3次元実体形状コピー」への道筋は、精度問題を除けば出来上がった。

#### 4.2 精度

VIVID700の分解能は測定視野域によって決まり、精度は被測定面の色、表面性状、面方向など、さらにエッジ部か否か等、様々な要因に依存する。よって、その精度保証は困難である。しかし、多くのキャラクター製品は、その精度よりも、それらしさ(全体の曲面性)を重視する。また、工業製品においても、自動車、家電製品の外板形状を除けば、設計者がその自由曲面を高い精度で把握・制御しているとは言い難い。開発初期段階での形状計測とは、変更されていく形状の取得であることを考慮すれば、本装置は充分有用と考えられる。

#### 4.3 「いるか」のモデル化

キャラクター製品の形状は多くの自由曲面から構成されており、接触式よりも非接触式により多くの点群データを取得し、三角形パッチを作成する方法が考えられる。この場合、三角形パッチのまでモノ作りが進むならば、NURBSなどのCADデータに変換する困難性がなくなる。図4は「いるか」形状をVIVIDで取得し、これにWrapで三角形パッチを生成し、FDM(ABS樹脂を用いた熱溶解積層法によるラピッドプロトタイピング装置)で3次元実物コピーを作成したものである。

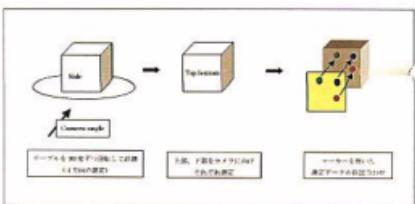


図5 計測データの位置合わせ方法

測定方法を図5に示す。まず、被測定物を回転テーブルにのせ90度ずつ回転しながら計測し、4方向データを取得する。回転テーブル上で測定した4データは回転テーブル中心が座標系(原点)となるため位置合わせの困難性は少ない。次に、上・下面をそれぞれカメラ方向に向け単独で計測する。被測定物を移動・回転させた場合は、相対位置が不明になるため、予め、マーカー(小さな丸印)を被測定物に付けておく。測定後に、3点以上のマーカーを用い、コンピュータ画面上で位置合わせを行うことになる。

#### 4.4 三角形パッチの精密化

物体を三角形パッチで覆うことにより物体形状を表現する方法を採用するケースが多くなった。ラピッドプロトタイピング装置にみられるSTLフォーマットを始め、CG(Computer Graphics)での陰影処理、CAMで生成されるCLデータ作成、さらには、シミュレーションでのメッシュ生成用モデルの表現にも利用されてきている。そのとき、表面が平面であれば、構成する三角形パッチは少数で済む上、三角形内が平面であることは問題とならない。しかし、曲面性が高いモデルの場合、三角パッチ形状がみえてくる。そのとき、作成された三角形パッチをさらに細かくすることによりなめらかさを向上させる必要がある。図6は、半球形状を、測定点数の違いによる精密度合いの違いを

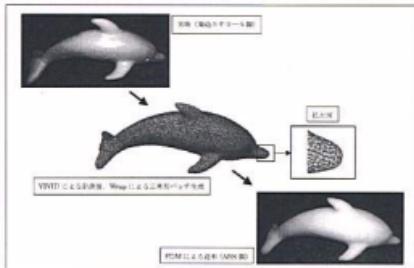


図4 「いるか」形状の計測とモデル化

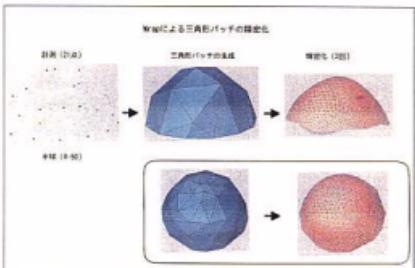


図6 三角形パッチの精密化

示したものである。Wrapはリメッシュ近傍のデータからの精密化アルゴリズムを採用していると思われ、相応のパッチ数を必要とする。なお、NNではデータ全体から滑らかさを構築するため、少数データでも、そしてそのリメッシュ回数は多くても滑らかさが確保できることがわかった。

## 5 計測データの統合化と精密化

一般に、レーザ方式による非接触式・計測装置は曲面データの取得に向いているが、以下の欠点がある。

A) 正反射面のデータ不良

B) 急勾配形状のデータ不良

C) 形状境界線の分解能程度の誤差とばらつき

このうち、C) は形状の基本特徴であるアウトラインがはっきりしないため形状作成上での大きな問題となる。そこで、アウトラインを接触式のVECTRONで計測し、曲面を非接触式のVIVIDで計測する。これらを合成することが可能となれば、互いに相補的存在となって好ましい。これを金型曲面で実現した例を図7に示す。VIVIDは基本構成がカメラであり、ズーム機能を持つ。ズーム計測し元のデータと位置合わせをすることにより部分的な精密計測が可能となる。なお、

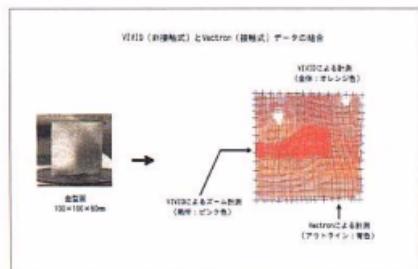


図7 金型曲面の計測データの統合化

反射光が強い金属表面に対しては、測定面に白色塗料を塗布することにより対策を行ったが、それでも正反射面でのデータ不良・欠落が発生している。これらの箇所は接触式「VECTRON」の計測で補うことが可能である。

## 6 結 言

本研究で実施した内容は以下の通りである。

- (1) 昨年度開発した接触式形状入力装置でいくつかの形状計測を実施し、その有効性を拡大した。
- (2) 今年度導入した非接触式の3次元形状入力機と点群データ処理ソフト、さらにラピッドプロトタイピング装置を結合し、実物の3次元コピー制作を実現した。
- (3) 接触式と非接触式のデータを結合し、互いの欠点を補うことが可能となった。

仕様、コンピュータモデル、実物の3つの関係のなかで、実物からコンピュータモデルへの道筋は本研究により出来上がったと考える。そして、コンピュータモデルが仕様を満足しているかという道は過去の研究で実施してきた<sup>3)</sup>。しかし、設計者は、与えられた仕様を満足する形状を導く方法（一般に、逆解析、あるいは最適化と呼ばれる）をコンピュータ上で実施することを望んでいる。これが本研究の最終年度の研究目標である。

なお、本研究は中小企業庁地域活性化連携事業費補助金技術開発研究事業により実施した。

## 文 献

- 1) 日本設計工学会誌、10月、12月号特集、32(1997)10および12。
- 2) 坂元他：広島県西部工技研究報告、No.41(1998)、21。
- 3) 坂元他：広島県西部工技研究報告、No.31(1995)、83。

# 環境アメニティに関する研究（第7報） 振動計測に基づく対象騒音抽出の確率的一評価法と実験

長谷川浩治、吉野信行、野地英治、西村公伸\*

Study for Environmental Amenity(7th Report)  
A Stochastic Evaluation Method on Detecting an Objective Sound Source Based on  
the Vibration Level Measurement and Its Experiment

HASEGAWA Koji, YOSHINO Nobuyuki, NOJI Hideharu and NISHIMURA Kiminobu

In recent years, for environmental sound noise preservation in all of the world, it is necessary for home electronics products such as refrigerator, air conditioner and an electric washing machine to indicate noise power level emitted by machine in specifications of catalog. Therefore, it is very important problem to control sound noise of them for manufacturer of home electronics products.

From these points of view, in this paper, the sound noise fluctuation emitted from an objective sound source can be effectively evaluated through its related vibration level measurement with help of employing a new stochastic method proposed on the basis of a generalized regressions analysis, the effectiveness of proposed method has been experimentally applied to the noise evaluation of a jigsaw.

キーワード：一般化回帰分析、暗騒音、機械騒音、ジグソー、音響パワーレベル

## 1 緒 言

び、騒音レベル分布を求めた。

近年、国際的な環境保全の要求からEC諸国では、電磁波規制の強化と共に、騒音・振動規制の強化、具体的には、各種機器から発生する騒音のパワーレベルをマニュアル、カタログ等に表示することが要求され、輸出関連企業では、機器騒音の低減が益々重要となってきている。これらの背景のもと、各種研究機関では、機械類の低騒音化や低振動化対策が様々な分野で行われている。一般に、騒音に係わる種々の機械が混在するオフィス、工場内等の実環境において、特定機械の騒音評価を試みる場合、他の稼働機械による暗騒音が大きく影響し、測定対象の機械から発生する騒音を正しく評価することは困難となる。そこで、音と振動の密接な関係から、振動に着目し、対象機械の振動計測に基づく騒音評価が可能であれば、周囲の暗騒音に影響されない騒音評価が原理的に可能となる。

このような背景を踏まえ、本研究では、先ず機械振動とそれに起因する騒音の間に内在する複雑多様な関係を振動加速度レベル計測を基に拡張型回帰分析法を用いて把握し、振動加速度レベルから対象機械の騒音レベルを推定する理論を提案する。次いで、本理論の正当性と有効性を検証するため、非定常に稼働するジグソーを取り上げ、振動一音間の拡張型回帰分析、及

## 2 理論的背景

### 2.1 振動一音間の回帰分析法

評価対象から計測される振動加速度レベル $x$  (dB)を入力とし、 $x$ に起因して発生する騒音レベル $y$  (dB)を出力する振動一音変換システムに着目する。今 $x$ とともに $y$ の変動分布を評価することが目的であり、 $x$ と $y$ の同時結合確率密度関数 $P(x, y)$ を $x$ と $y$ の各平均と各分散をパラメータに持つ正規分布 $P_0(x)$ 、 $P_0(y)$ の積を初項として、あらかじめ次式で一般表示しておく。

$$P(x, y) = P_0(x)P_0(y) \sum_{n=0}^{\infty} \sum_{m=0}^{\infty} A_{mn} \times \frac{1}{\sqrt{m!}} H_m \left( \frac{x - \mu_x}{\sigma_x} \right) \frac{1}{\sqrt{n!}} H_n \left( \frac{y - \mu_y}{\sigma_y} \right) \quad (1)$$

ただし、 $A_{mn}$ は入出力間の低次および高次の各相關関数を逐次階層的に反映している。 $y$ の条件付き確率密度関数 $P(y | x)$ は、ベイズの定理と(1)式およびその周辺分布 $P(x)$ を用いて次式で算出できる。

\*近畿大学工学部

$$P(y|x) = P(x,y)/P(x)$$

$$= P_0(y) \frac{\sum_{m=0}^{\infty} \sum_{n=0}^{\infty} A_{mn} \frac{1}{\sqrt{m!}} H_m \left( \frac{x-\mu_x}{\sigma_x} \right) \frac{1}{\sqrt{n!}} H_n \left( \frac{y-\mu_y}{\sigma_y} \right)}{\sum_{m=0}^{\infty} A_{mn} \frac{1}{\sqrt{m!}} H_m \left( \frac{x-\mu_x}{\sigma_x} \right)} \quad (2)$$

更に、 $x$ が不規則に変動することを考慮し、これを $x$ について期待操作することにより、 $x$ に起因する $y$ の確率密度関数が次式で与えられる。

$$P(y) = \int P(y|x)P(x)dx$$

$$= \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma_y} e^{-\frac{(y-\mu_y)^2}{2\sigma_y^2}} \left\{ \sum_{m=0}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{m!}} H_m \left( \frac{y-\mu_y}{\sigma_y} \right) \times \left( \sum_{n=0}^{\infty} A_{mn} \frac{1}{\sqrt{n!}} H_n \left( \frac{x-\mu_x}{\sigma_x} \right) \right) \right\} \quad (3)$$

## 2.2 非線形回帰モデルの階層的設定と最小自乗規範に基づく回帰パラメータ $A_{mn}$ の推定

研究目的は、 $y$ の揺らぎ形態を統計的にできるだけきめ細かに予測することにある。この目的に志向させるため、機能的には、まず、 $y$ の多様な変動形態に着目し、任意の $\ell$ 値 ( $\ell=1, 2, \dots$ ) をべきにもつ $y'$ と $x$ との間で、線形又は高次の各非線形相関をも反映し得る非線形回帰モデルを設立する。すなわち、 $y'$ を予め(4)式のように直交展開しておく。

$$y' = \sum_{m=0}^{\ell} C_m H_m \left( \frac{y-\mu_y}{\sigma_y} \right) \quad (4)$$

ここで、 $C_m$ は、(4)式を満たす直交展開の係数である。これに、(2)式を用いて、(5)式の非線形モデルを得る。

$$\begin{aligned} \langle y' | x \rangle &= \int y' P(y|x)dy \\ &= \sum_{m=0}^{\ell} \sum_{n=0}^{\ell} C_m A_{mn} \frac{1}{\sqrt{m!}} H_m \left( \frac{x-\mu_x}{\sigma_x} \right) \\ &\quad \sum_{n=0}^{\ell} A_{mn} \frac{1}{\sqrt{n!}} H_n \left( \frac{x-\mu_x}{\sigma_x} \right) \end{aligned} \quad (5)$$

また、各 $A_{mn}$  ( $m \neq 0, n \neq 0$ ) は回帰パラメータの位

置を占め、互いの揺らぎ形態における各種の相互相關情報を階層的に反映している。 $m=0$ または $n=0$ に対する係数 $A_{mn}$ はそれぞれ $x$ または $y$ 個々の低次および高次統計量であり、事前にそれぞれ個別的に算定しておくことができる。未知として $A_{mn}$  ( $m \neq 0, n \neq 0$ ) とともにあとから推定することも可能である。ここでは、特に $x$ による $y$ の変動をより良く説明することを目指し、(5)式の回帰モデルによる推定自乗誤差の平均が最小となるよう $A_{mn}$ を $x$ と $y$ の同時データにより算定する。つまり、 $x$ に対する観測値 $y'$ と、回帰モデルに基づく推定値 $f_\ell(x)$ との間に生じる誤差の自乗平均が $A_{j\ell}$  ( $j=1, 2, \dots$ ) について最小となるように推定アルゴリズムを導出する。

## 3 実験結果と考察

### 3.1 実験概要

機械騒音として、非定常におけるジグソーパズルを取り上げ、振動計測から騒音の評価を試みる。ジグソーの筐体上の振動加速度レベルと、それに対応する騒音レベルを同時に測定する。計測システムの構成を図1に示す。

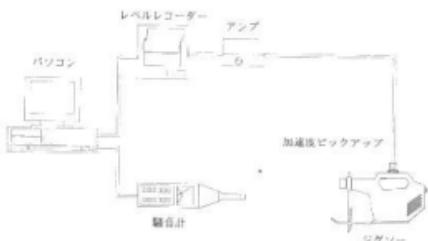


図1 計測システム構成図

測定は、図1に示すように、ジグソーパズルに取り付けた加速度ピックアップから振動加速度を採取し、レベルレコーダーを通してデシベル値として1秒間隔で計測する。それと同期してジグソーパズルから1m離した位置に設置した騒音計により騒音レベルを測定した。測定は、無響室で行い、測定時間を100秒として、定常・非定常の各場合について測定を行った。

### 3.2 振動及び音圧測定における暗騒音の影響

暗騒音を付加した場合のジグソーパズルの振動加速度レベ

ルの影響を調べるために、暗騒音レベルを種々 (66~97 dB) に設定し、ジグソーの稼働時に付加し、音圧レベル及び振動加速度レベルの測定を行った。暗騒音にはホワイトノイズを用いた。その結果を、図 2、図 3 に示す。

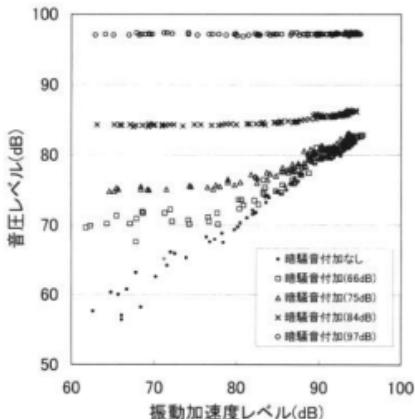


図 2 ジグソー稼働時の音圧レベル測定における暗騒音の影響

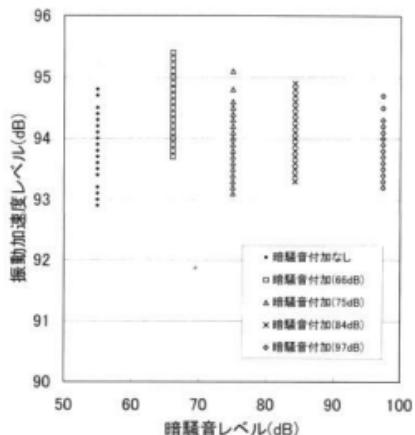


図 3 ジグソー稼働時の振動加速度レベル測定における暗騒音の影響

図 2 は、ジグソー稼働時 (非定常) に暗騒音を付加した場合、及び、暗騒音を加えない場合のジグソーの振動レベルに対する音圧レベルの変動を測定した結果

である。測定対象物であるジグソーから発生する騒音 (暗騒音加えない状態) が、付加した暗騒音よりも低い場合、ジグソーから発生する騒音はマスキングされ、音圧レベルの測定からジグソーのみの音圧レベルを判断する事が困難であることがわかる。

図 3 は、ジグソー稼働時 (定常: 入力電圧 100 V 一定) に暗騒音を付加した場合の振動加速度レベルの変動を測定した結果である。暗騒音を 66 dB から 97 dB 加えた場合のジグソーの振動加速度レベルの変動と、暗騒音を加えない場合の変動は、付加した暗騒音の大きさによって、あまり左右されないことが確認できる。これらの測定結果から、暗騒音がある場合、音圧レベルの測定に比べ、振動加速度レベルの測定は、暗騒音の影響を非常に受けにくいことが確認できる。つまり、振動加速度レベルの計測により音響情報への変換を行うことは、暗騒音の混在下において非常に有効であることが推測できる。

### 3.3 騒音レベル分布の予測

ジグソーの入力電圧を変動させることによりジグソーの振動加速度レベルを変動させ、その変動に伴う音圧レベルの測定を 2 回行った。1 回目に測定した 100 個のデータを基に、(5) 式により回帰係数  $A_{mn}$  を推定した。更に、この  $A_{mn}$  を用いて振動一音間の回帰曲線を求め、実測値と比較した結果の一例 ( $\ell=1$ ) を、図 4 に示す。

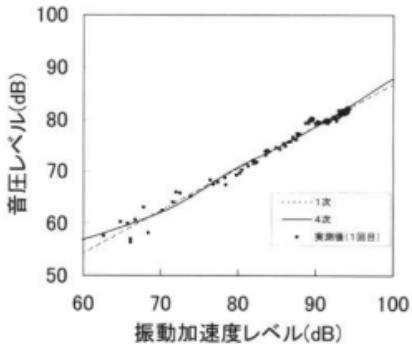


図 4 振動一音間の回帰曲線

次に、得られた回帰パラメータ  $A_{mn}$  を用い、1 回目の振動レベルデータにより、その騒音レベル分布の評価を行った結果の 1 例 ( $\ell=4$ ) を図 5 に示す。

更に、同じ回帰パラメータを用いて、2 回目の振動加速度レベルの計測データから、(3) 式により騒音レベ

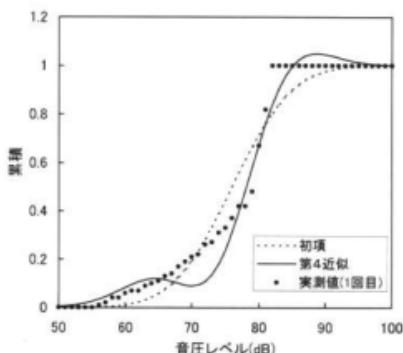


図5 騒音レベル分布の推定曲線

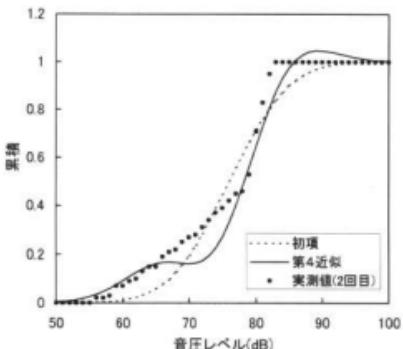


図6 騒音レベル分布の予測曲線

ル分布の予測を行い、実測値と比較した結果の一例 ( $\ell=4$ ) を図6に示す。図6において、振動レベルのみの観測による予測曲線が、第4近似の場合、平均付近で、実測値の騒音レベルの変動分布を、1 (dB) 程度の誤差で推定していることが示されている。

## 4 結 言

振動に起因する騒音の変動を、高次相間まで把握できる拡張型の回帰分析法を用いて解析し、対象として実機ジグソーを取り上げ検証を加えた。

測定対象物の周囲に暗騒音がある場合、音圧レベルの測定に比べ、振動加速度レベルの測定は、暗騒音の影響を非常に受けにくいくことを実験により示した。更に、振動加速度レベルの測定から、騒音レベル分布の予測を行い、実測値との比較を行った。結果として、未だ、不十分ではあるが、振動情報を基に騒音レベル分布推定が可能であることが示された。今後、一般化回帰分析において、より高次の情報を反映することで、推定・予測の精度向上を目指す。今回は、ALLPassにのみ限定して、騒音一振動間の予測を行ったが、音響パワーレベルの予測まで拡張するために、オクターブバンド、及び、1/3オクターブバンドについても検証していく予定である。

## 文 献

- 1) 西村、太田、平成8年日本騒音制御工学会研究発表講演論文集、(1996)、331
- 2) 前川純一著、「建築・環境音響学」共立出版(1990)
- 3) JIS Z 8733、一般的音場における音響パワーレベル測定方法 (1987)

# コンピュータグラフィックス基本モジュールの構築と応用（第3報） 磁気センサ可視化評価システムの開発

田尾博幸, 檜垣和生, 中平 宏\*

Construction of Fundamental Modules for Computer Graphics and Its Application (3rd Report)  
Development of a Visualization and Evaluation System for Magnetic Sensor

TAO Hiroyuki, HIGAKI Kazuo and NAKAHIRA Hiroshi

On Computer Graphics, we constructed fundamental modules for development of application program by using OpenGL(3D Graphics Library), and applied to the visualization and the evaluation of the magnetic sensor.

Consequently, the automatic measurement results can be expressed in various ways by interactive operations: corresponding to the user's tentative demands.

By employing the system, the characteristic of the magnetic sensor can be easily evaluated, and efficient development support is possible.

キーワード：CG, 磁場, 磁気センサ, 可視化, 評価支援システム

## 1 緒 言

コンピュータグラフィックス(CG)は、シミュレーション、可視化、プレゼンテーション、マルチメディアコンテンツ等、幅広く利用される技術となっているが、CGの作成に比較的高度な技術、多くの時間を必要とする。そこで第1報<sup>1)</sup>では、可視化等応用ソフトウェア開発に必要となる基本的なモジュールをパソコン上でも使用可能な形で構築、多次元情報高度映像化研究で開発した構造解析可視化システム<sup>2)</sup>に適用し、UNIX WSおよびパソコンのマルチプラットフォーム環境で、解析結果のインタラクティブな可視化を実現した。第2報<sup>3)</sup>では、基本モジュールを応用して空間磁場自動計測可視化システムを開発、磁気を利用した製品の開発支援を可能とした。

本報告では、この空間磁場自動計測可視化システムの応用・展開を図り、磁気センサの特性評価が容易に実現でき、効率的な開発支援を可能とするシステムの構築を図った。

## 2 システムの概要

磁気センサの応用分野としては、VTR・HDDのヘッド、ABS(アンチロックブレーキングシステム)、ロータリエンコーダ等数多くある。このセンサとしては、安価で指向性がなく、感度の良いものが望まれるため、開発には、特性を容易に評価するシステムの存在が不可欠である。

そこで、3次元空間に分布する磁場と、このときの磁気センサの出力を自動的に計測し、観察者の意向を直ちに反映可能で、拡張性にも配慮した可視化機能および評価支援機能を有するシステムの開発を行った。

図1に、システムの構成を示す。

システムは、磁場測定を行う矩形センサ(以下、磁場センサ)、評価する磁気センサ(以下、評価センサ)



図1 システム構成

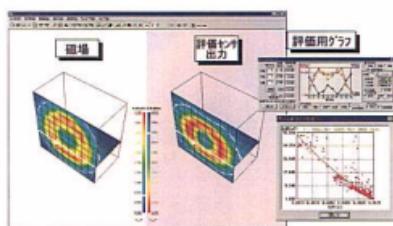


図2 可視化評価表示例

\*株式会社タツーリング

出力の測定を行うマルチメータおよび3軸アクチュエータからなる自動計測システムと、可視化評価システムから構成される。可視化評価システムは、3軸アクチュエータの位置制御を行い、その上に取り付けた磁場と評価センサの出力をインタラクティブに可視化する。

可視化評価表示例を図2に示した。

### 3 自動計測システム

自動計測は、空間磁場自動計測可視化システムの磁場センサ(METROLAB社THM-7025)と3軸アクチュエータ(THK社ST-42+Z軸)に、評価センサ出力測定用マルチメータ(岩崎通信機株式会社VOAC-7510)を加えたもので行う。マルチメータによる測定は、測定用リードの抵抗分や被測定抵抗と測定用リードとの接触抵抗分の影響をなくすため、4端子抵抗測定法を行った。

#### 3.1 自動計測システムの流れ

図3に、自動計測を中心とした磁気センサ可視化評価システムの流れを示す。



図3 磁気センサ可視化評価システムの流れ

自動計測であれば、計測開始・終了位置、計測点数等、格子点計測情報に関する設定を行い、3軸アクチュエータを制御して、磁場および評価センサを格子点上の各々の計測位置に移動させ、データ入力および表示用データへの変換、ファイルへの格納を行う。全ての格子点の計測が終了すれば、計測した磁場と評価センサ出力が3次元表示される。また、可視化画面上で指定した点の計測も行える。(4.2.3で詳述)

### 4 可視化評価システム

可視化評価システムは、富士通 FMV-5166T3(CPU: Pentium166MHz、主記憶:96MB、OS:Windows98)上にインプリメントし、Microsoft社のVisual C++を使用して、プログラムの開発を行った。

#### 4.1 可視化評価システムの機能

磁場センサ出力の3軸成分を持つ磁束密度(分布あるいはベクトル表示)と、評価センサ出力である抵抗値(分布表示)が、図2に示したように、1つの表示領域を2分割して同時表示され、任意の箇所を任意の角度で、内部の面についても観察者の思考を中断せずにインタラクティブに観察できる。

磁場と評価センサ出力の表示に関して、視点・注視点の制御、断面、アニメーション表示等は、連動して表示し、色の配列、色並び順(磁場が大きくなるほど評価センサ出力が小さくなり、色並びが逆順の方が比較が容易なことがある)等カラースケール、あるいは指定物理量の設定は、各々独立して行う。

図4に、空間磁場自動計測可視化システムの主な機能と、今回行った可視化システムの主な機能向上、および開発した評価を支援するための機能について示し、次節以降で具体的な内容について述べる。

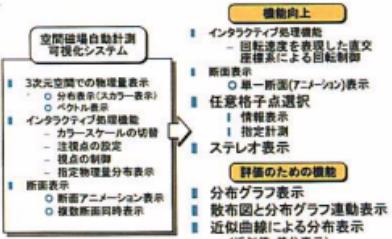


図4 可視化評価システムの主な機能

#### 4.2 可視化システムの機能向上

観察者にとって、より使いやすい可視化システムとするため、以下に示す連続回転表示、単一断面表示、任意格子点選択、ステレオ表示等機能の充実を図った。

##### 4.2.1 回転速度を表現した直交座標系による回転制御

視点制御、注視点設定は、可視化処理において最も



図5 回転速度を表現した直交座標系による回転制御

基本的かつ重要な操作であり、観察者および対象に応じて、操作方法を自由に選択できることが望ましい。

このため、マウスと特定キーとの組み合わせ、ダイアログ上のスライダーあるいは数値入力による方法に加え、図5に示す回転速度を表現した直交座標系による回転制御を可能とした。これは、回転制御領域中心にあるマーカーを、領域内で移動させることにより、適切な方向、回転速度で、視点の連続的な制御を行うことができる。

#### 4.2.2 断面表示機能の向上

任意に設定した3次元表示空間内の物理量を観察する方法として、図6に示す(a)任意断面、(b)複数断面、(c)単一断面表示の他に、(d)单一断面表示を可能とした。

これは、任意位置における單一断面の分布、ベクトル表示を行うもので、連続回転表示と断面アニメーション表示との組合せによる観察、あるいは前後関係が分かりにくくなるベクトル表示で特に有効である。

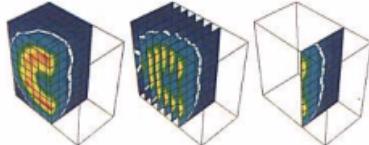


図6 断面表示例

#### 4.2.3 任意格子点選択

可視化画面上の任意点について、これを選択することができれば、物理量表示から特定した点の詳細な情報を知ることができ、評価の一助となる。しかし、画面上に表示されたものは、3次元空間上のデータに対して、複数の回転、平行移動、透視法変換を適用したものであり、任意点の選択は容易ではない。

そこで、特定領域内のどの部分の描画が行なわれているのか自動的に知らせるセレクション機構(OpenGLの操作モードの一つ)を利用して、図7上に示すようにマウスで指定した格子点が3次元上のどの点なのかを認識、ダイアログ上にその点の座標・物理量値表示を可能とした。

また、同図下に示したように、3軸アクチュエータを選択した格子点位置に移動させて、磁場および評価センサ出力の計測ができるようになった。

これにより、可視化画面と空間磁場内のセンシングポイントとのリンクが図れ、異常データの再計測、データの変化の大きいところでの細分化計測への対応等が可能となった。

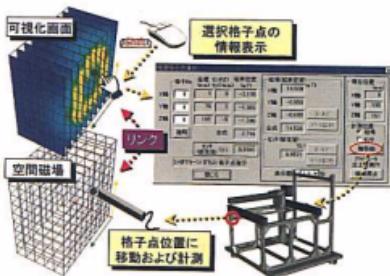


図7 任意格子点選択（情報表示・指定計測）

#### 4.2.4 ステレオ表示

ステレオ表示ができれば、3次元空間上の物理量把握が容易であり、特にベクトル表示に適している。

システムで採用したステレオ表示は液晶シャッタメガネを用いた時分割表示方式である。これは、視差のある左右画像を交互に切り替えて画面に表示したものと、同期開閉するシャッタメガネを用いて観察する。

図8に、ステレオ表示を行う場合の流れを示す。

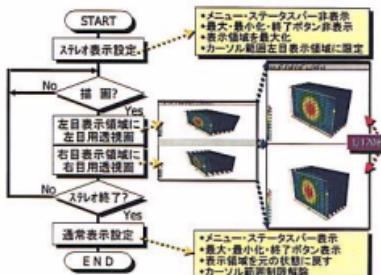


図8 ステレオ表示の流れ

ステレオ表示は、左・右目用領域（画面の約上・下半分）にある左・右目用透視図を、縦方向に約2倍に伸張し、1/120秒ごとに切り替えて行われる。

透視図を描く際のパラメータである両眼視差は、観察する対象とその大きさに依存するとともに、観察者によっても違ってくるため、観察しやすい値への設定変更を可能とした。

#### 4.3 評価のための機能

磁気センサ特性の評価を支援するため、選択した格子点において、分布グラフを基本とする散布図、近似曲線等を用いた以下に示す表示機能を用意した。

##### 4.3.1 分布グラフ表示

図9に示したように、選択した格子点を含むx,y,zいずれかの軸に平行な線（分布表示上の白線）上の格子点物理量（磁場と評価センサ出力）のグラフ表示ができる。この際、表示する軸方向、センサ目盛の反転、磁場の表示物理量（各軸方向成分等）の選択により、磁場と評価センサ出力との特性の比較が容易に行える。

また、分布グラフと対応した可視化表示として、前述の白線を中心とする交差断面の表示（図10の分布表示参照）もでき、隠れて見えない内部の面で、分布表示とグラフ表示を対応させての観察が簡単に行える。

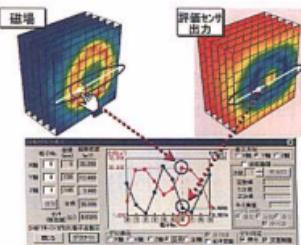


図9 分布グラフ表示例

### 4.3.2 散布図（近似曲線）と分布グラフ連動表示

分布グラフ表示時に、図10左に示したような全格子点データによる散布図と、このデータの回帰分析に基づく近似曲線が表示できる。

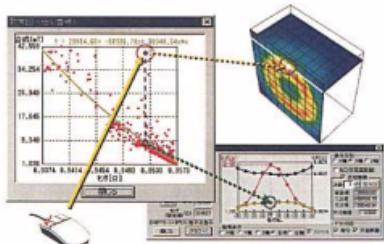


図10 散布図（近似曲線）と分布グラフ連動表示例

近似曲線と、ダイアログに示したデータとの相関を表す指標R-2乗値は、以下の式で各々求められる。

$$y = a_0 + a_1 x + a_2 x^2 + \cdots + a_n x^n \quad (1)$$

$$R^2 = 1 - SSE/SST \quad (2)$$

$$\text{ただし, } SSE = \sum (Y_i - \bar{Y}_i)^2, SST = \sum Y_i^2 - \frac{(\sum Y_i)^2}{n}$$

このとき、分布グラフに、求めた近似式による折れ線グラフが追加される。

また、散布図上で、現在選択している格子点のデータが○印で表示され、逆に、散布図上の任意点を指定すると、このデータを持つ格子点が特定される。この場合、分布表示、分布グラフは特定した格子点を中心とするものになり、近似曲線から遠く離れたデータを持つ点等、散布図から抽出した格子点の検証等が容易となる。

### 4.3.3 近似曲線による分布（近似値・差分）表示

図11に示すように、評価センサ出力と磁場との関係（前項の近似曲線）を求め、これにより評価センサ出力から磁場の近似値を算出して分布表示、また磁場と近似値との差分表示ができ、近似曲線の評価等の支援が可能である。

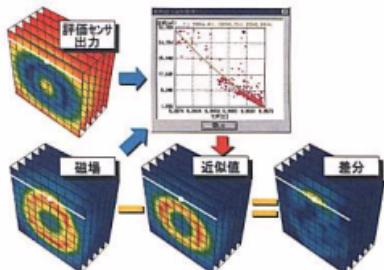


図11 近似曲線による分布（近似値・差分）表示例

## 5 結 言

前報告で述べた空間磁場自動計測可視化システムを基に、可視化画面と磁場空間座標とのリンクの実現、ステレオ表示等機能の充実と向上を図り、3次元上で計測したデータから磁気センサ特性の可視化、およびその評価を容易に可能とするシステムを開発した。

この結果、観察者のニーズに合わせたインタラクティブな可視化および評価支援が可能であり、磁気センサ設計開発の効率化による開発期間の短縮と低コスト化が図られる。

開発した可視化システムは、用途・対象に応じたインタラクティブな可視化が実現でき、多様な分野への応用が可能である。

## 文 献

- 田尾他:広島県立西部工技研究報告No.40(1997), 12
- Hiroyuki Tao, Katsumi Tadamura, Eiichiro Nakamae : PACIFIC GRAPHICS'97 Papers (1997), 198
- 田尾他:広島県立西部工技研究報告No.41(1998), 29

# インテリジェントネットワークによる生産支援に関する研究（第1報） 高速ネットワークを利用したデータ共有技術の開発

打田澄雄、檜垣和生、村河亮利、中塙武之

Study on Advanced Network Applications (1st Report)  
Development of Multimedia Database System with High Speed Network for Sharing Information

UCHIDA Sumio, HIGAKI Kazuo, MURAKAWA Akitoshi and NAKASHIO Takeyuki

We have developed a multimedia database system and measured the network performance. The database system consists of two database servers that deliver still images and video pictures, one streaming video delivery server and some computers that make database contents. For the high quality video image and sound supply with this system, we measured the network performance on each combination of two server computers, four hubs and five client computers. We made some kind video format contents, e.g. MPEG-1, MPEG-2, RM according to the network bandwidth and examined the quality of the image and the sound. Everyone is able to use these contents with a web browser easily.

キーワード：マルチメディア、ネットワーク、映像、データベース

## 1 緒 言

ネットワーク機器の低価格が激急に進行し、現在では、100Mbpsのネットワークカードやスイッチング機能を持つハブなど手軽に入手できるようになってきた。しかし、マルチメディアデータの取り扱いやインターネットの利用の増加に伴い、需要は増大しているもののその選定の指針は必ずしも明確ではない。そこで、音声・映像等のマルチメディア情報をネットワーク上で効率的に利用するため、10Mbps、100MbpsのIEEE802.3準拠のネットワーク環境におけるデータ転送性能を測定、分析するとともに音声、映像などのデータ種別による圧縮／伸張、配信手法等について調査、検討する。応用として、技術ノウハウの蓄積、活用を支援するための映像主体のマルチメディアデータベースシステムを構築する。

## 2 ネットワーク性能評価

### 2.1 概 要

映像等のデータは非常に大きな容量を必要とするためその保管、転送には多大なコストと通信時間が要求される<sup>[1][2]</sup>。参考として表1に880秒前後のセンターの紹介ビデオをデジタル化した場合のファイルサイズを示す。時間は変換の都合で同じではないが、パソコンなどで通常使用されているファイル形式（VFW:Video for Windows）の場合は368MB、ビデオCDなどで採用されているMPEG1形式の場合は135MB、DVDなどで

採用されているMPEG2形式の場合は681MBと非常に大きい。この大容量のデータを実時間で再生するためのビットレートはそれぞれ3.3Mbps、1.2Mbps、6.2Mbpsとなる。現在、一般に普及しているLAN（Local Area Network）には10Base2や10BaseTなど10Mbpsのネットワークが利用されているが、このような大量データを通信する場合の負荷を把握するため、さまざまな構成でその性能を計測した。

表1 「センター紹介1」ビデオファイル種別一覧

| ファイル形式        | VFW           | MPEG1        | MPEG2       |
|---------------|---------------|--------------|-------------|
| ファイルサイズ（byte） | 368,361,466   | 134,850,465  | 680,632,492 |
| 時間（秒）         | 875           | 878          | 882         |
| 画像サイズ（縦×横）    | 320×240       | 320×240      | 704×480     |
| フレームレート（fps）  | 15            | 24           | 29.97       |
| オーディオ         | 22.05KHz、モノラル | 44.1KHz、モノラル | 32KHz、モノラル  |
| ビットレート        | 3.288Mbps     | 1.172Mbps    | 6.192Mbps   |

### 2.2 構 成

通信性能評価はFTPによるファイル転送速度を利用した。インターネットやインターネットで多用されるのは基本的にはファイル転送が主なためである。ネットワークの構成はスター型で、転送元となるサーバは2種類、中継となるハブは4種類、端末として5種類を組み合わせて実験した。構成を図1に、サーバ及び端末の性能を表2に示す。表2において「CPU」は1ミリ秒間に浮動小数点の四則演算、平方根計算の回数を、「書込」及び「読出」はそれぞれ1秒あた

りのハードディスクへのデータ書き込み、読み出しの速度を表す。「NIC」はコンピュータに装着しているネットワークカードが、「10」は10BaseTに、「10/100」は10BaseT及び100BaseTX自動切換に対応していることを意味する。表3にハブの仕様を示す。

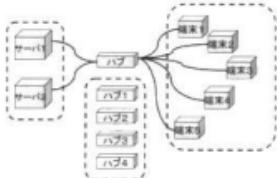


図1 ネットワーク性能測定

表2 コンピュータ性能一覧

| 機種   | CPU<br>(GHz/1.7GB) | 費達<br>(MB/秒) | 戻出<br>(MB/秒) | NIC    |
|------|--------------------|--------------|--------------|--------|
| サーバ1 | 775                | 10.7         | 6.9          | 10/100 |
| サーバ2 | 2349               | 6.5          | 9.6          | 10/100 |
| 端末1  | 625                | 1.9          | 2.6          | 10     |
| 端末2  | 756                | 4.7          | 6.7          | 10/100 |
| 端末3  | 1069               | 9.7          | 28.5         | 10     |
| 端末4  | 1947               | 21.1         | 52.5         | 10/100 |
| 端末5  | 2284               | 4.2          | 28           | 10/100 |

表3 ハブ一覧

| 種類  | 速度          | 仕様                          |
|-----|-------------|-----------------------------|
| ハブ1 | 10Mbps      | リピータハブ, 10BaseT             |
| ハブ2 | 10Mbps      | スイッチングハブ, 10BaseT           |
| ハブ3 | 10M/100Mbps | リピータハブ, 10BaseT/100BaseTX   |
| ハブ4 | 10M/100Mbps | スイッチングハブ, 10BaseT/100BaseTX |

### 2.3 実験結果及び考察

図2にハブ別にサーバ1から端末へ通信した場合の結果を示す。ハブ1、ハブ2においてサーバのネットワーク能力による限界も見られるものの、10BaseTにおいてはほぼ最大に近い1MB/秒を達成している。一方100BaseTXでは3.4MB/秒となっている。

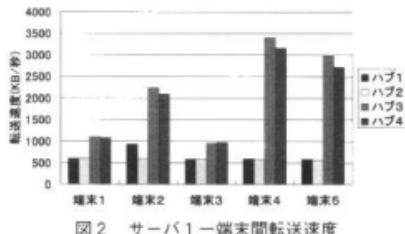


図2 サーバ1-端末間転送速度

図3にサーバ1及びサーバ2から同時に複数の端末が読み出した場合の結果を示す。台数が増えるにつれ

転送速度は落ちている。1台のサーバから転送する場合は途中経路の制約による上限があるがその程度はサーバの性能にも影響されることがわかる。

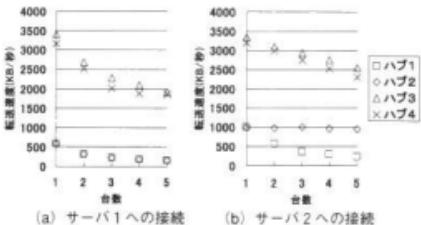


図3 1:N同時接続時の転送速度（端末4）

図4にハブ1とハブ4を介した場合の同時接続時の累計速度を示す。端末5台ではサーバの限界は把握できないが10BaseTと100BaseTXの切り替えにより性能は4倍以上になることがわかる。

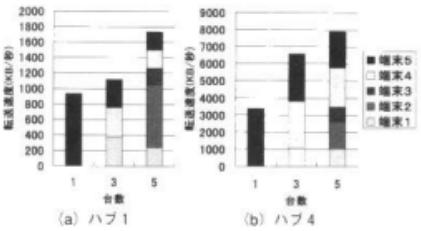


図4 1:N同時接続時の転送速度累計

以上、1台のサーバから5台の端末がそれぞれ転送した場合（1:1）と1台のサーバから5台の端末が一齊に転送した場合（1:5）の結果を表4に示す。

表4 ネットワーク性能測定一覧

| 機器   | モード          | 1:1接続時の最大速度 (KB/秒) | 1:5接続時の転送速度 5端末分累計 (KB/秒) |
|------|--------------|--------------------|---------------------------|
| サーバ1 | 10BaseT      | 605                | 777                       |
|      | 100BaseTX    | 3408               | 6665                      |
| サーバ2 | 10BaseT      | 1079               | 1735                      |
|      | 100BaseTX    | 3382               | 7901                      |
| ハブ1  | 10BaseT      | 1079               | 1735                      |
| ハブ2  | 10BaseT      | 1076               | 4863                      |
| ハブ3  | 10/100BaseT* | 3408               | 7861                      |
| ハブ4  | 10/100BaseT* | 3382               | 7901                      |
| 端末1  | 10BaseT      | 1099               | —                         |
| 端末2  | 10BaseT      | 1071               | —                         |
|      | 100BaseTX    | 2242               | —                         |
| 端末3  | 10BaseT      | 971                | —                         |
| 端末4  | 10BaseT      | 1007               | —                         |
|      | 100BaseTX    | 3408               | —                         |
| 端末5  | 10BaseT      | 934                | —                         |
|      | 100BaseTX    | 3382               | —                         |

図5に2台のサーバと2台の端末を使った同時接続

時の結果を示す。1台のサーバから2台の端末が同時に接続した場合(1:2)と1台のサーバに対して1台の端末が同時に2式利用した場合(2:2)では差異がない結果も一部あるがスイッチング機能を有する方では2割程度向上するなど有効性が確認される。

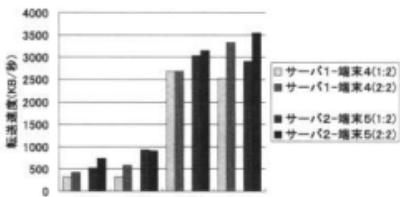


図5 1:2 及び 2:2 同時接続時の転送速度

一連の実験から、サーバ1、ハブ1の最低の組み合わせでは表1中のMPEG1形式のファイルで同時に4台程度、サーバ2、ハブ4の最高の組み合わせではMPEG2形式のファイルでも同時に5台程度が利用可能である。

### 3 マルチメディアデータベースシステム

#### 3.1 構成

マルチメディアデータベースシステムの構成を図6に示す。各種データの登録、修正を行う端末としてデータ登録端末、各種情報を蓄積するサーバとしてデータサーバ及び動画サーバ、デジタル化した映像を中継、配信するためのビデオサーバで構成した。基幹となるネットワークには100BaseTX対応のスイッチングハブを採用している。端末及びサーバの仕様を表5に示す。



図6 ネットワーク及びデータベース構成

表5 コンピュータシステム仕様

| 仕様     | データ登録端末                                  | データサーバ                       | 動画サーバ                           | ビデオサーバ                       |
|--------|--|------------------------------|---------------------------------|------------------------------|
| C P U  | Intel Pentium II<br>(動作クロック)<br>(450MHz) | Intel Pentium II<br>(200MHz) | Intel Pentium II<br>(450MHz) ×2 | Intel Pentium II<br>(450MHz) |
| 主記憶    | 256MB                                    | 160MB                        | 512MB                           | 512MB                        |
| 外部記憶装置 | 9GB+8GB×3                                | 4GB×4                        | 16GB×2                          | 16GB×2                       |
| N I C  | 10BaseT/100BaseTX                        | 10BaseT/100BaseTX            | 10BaseT/100BaseTX               | 10BaseT/100BaseTX            |
| O S    | Microsoft Windows NT                     | Microsoft Windows NT         | Microsoft Windows NT            | Microsoft Windows NT         |
| 特記事項   | MPEG2エンコーダ                               |                              |                                 | Real Networks Real Server    |

データ登録端末上のプログラム構成を図7に示す。データベースとしてビデオ、写真、文書などのさまざまな対象をデジタル化するためにビデオエンコーダやスキャナなどの機器を接続している。ビデオは図8に示すようにビデオカメラで撮影した映像を編集した後にデジタル化する。次に検索に必要な情報を付加してデータベースに登録する。デジタル化にあたってはファイルサイズや通信速度、再生に必要な資源などを利用する環境に合わせて各種フォーマットで変換する必要がある<sup>1)~4)</sup>。



図7 プログラム構成

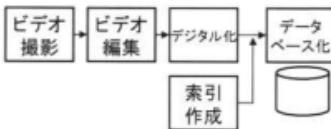


図8 ビデオライブラリ作成手順

#### 3.2 ビデオデータベース

ビデオデータをリアルタイムで再生する手順を図9に示す。端末のWWWブラウザからデータサーバにアクセスし、リアルタイムで再生したい映像を選択する(①)とデータサーバは再生をビデオサーバから得るよう応答を端末に返す(②)。その応答からビデオデータをビデオサーバに要求する(③)とビデオサーバはビデオデータを端末に送出する(④)。その際、ストリーミングという技術を使ってデータの送出、再生を行う。



図9 ビデオライブラリ利用手順

なお、リアルタイム性を必要としない場合は②において直接動画サーバから必要なファイルを取得して再生する。

センターにおいて開催した講習会、セミナー等のストリーミング対応のビデオデータを表6に、再生画面を写真1に示す。

表6 ビデオライブラリ一覧

| ビデオ名                 | 時間<br>(分) | ファイルサイズ<br>(バイト) | 設定            |
|----------------------|-----------|------------------|---------------|
| センター総合1              | 14:25     | 368,361,466      | 15fps,3.2Mbps |
| センター総合2              | 03:42     | 2,316,356        | 15fps,9Mbps   |
| 平成8年度研究成果普及講習会1      | 02:55:37  | 12,021,991       | 0.3fps,9Mbps  |
| 平成8年度研究成果普及講習会2      | 02:09:38  | 9,325,181        | 0.3fps,9Mbps  |
| 平成8年度研究成果普及講習会3      | 02:06:10  | 9,381,430        | 0.3fps,9Mbps  |
| 平成9年度生産加工技術講習会       | 01:24:27  | 7,082,696        | 0.3fps,9Mbps  |
| 平成10年度市民科学技術セミナー1    | 01:57:30  | 8,561,894        | 0.3fps,9Mbps  |
| 平成10年度市民科学技術セミナー2    | 01:25:16  | 6,321,104        | 0.3fps,9Mbps  |
| 平成9年度研究成果普及講習会1      | 02:55:37  | 11,510,906       | 0.3fps,9Mbps  |
| 平成9年度研究成果普及講習会2      | 01:46:05  | 7,908,839        | 0.3fps,9Mbps  |
| 平成9年度研究成果普及講習会(特別講演) | 01:44:56  | 7,862,999        | 0.3fps,9Mbps  |
| 環境などび設置1(本稿)         | 54:26     | 2,311,896        | 1fps,20Mbps   |
| 環境などび設置2(実験稿)        | 59:57     | 2,536,859        | 1fps,20Mbps   |
| 環境などび設置1(本稿)         | 55:17     | 2,237,847        | 1fps,20Mbps   |
| 環境などび設置2(実験稿)        | 42:10     | 1,784,158        | 1fps,20Mbps   |



写真1 研究成果発表のネットワーク放送

### 3.3 研究報告データベース

過去に作成した研究報告データベース<sup>3)</sup>は記録メディアの容量の関係で白黒2値画像であったため鮮明さに欠けていた。そこでネットワークの高速化とサーバの大容量化に対応させて白黒256階調で再構築した。

#### 【旧版】

保存形式:白黒2値

ページ数:3,869枚(38巻分)

容量:149,888,862バイト



電解研磨に関する研究  
Research on Electro-Polishing  
卷 1

#### 【新版】

保存形式:白黒256階調

ページ数:4,189枚(41巻分)

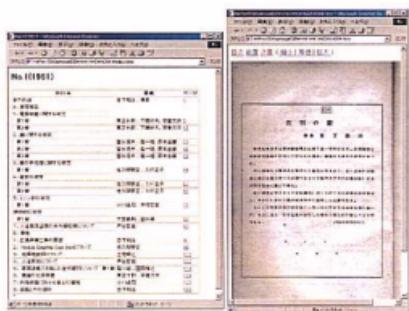
容量:150,026,550バイト



電解研磨に関する研究  
Research on Electro-Polishing  
卷 1

図10 研究報告データベース

容量は3倍以上になったが写真やグラフなどはより鮮明に表現できた。過去の方式と新方式の違いを図10に、再構築した研究報告データベースの例を写真2に示す。



(a) 目次 (b) 創刊の辞  
写真2 研究報告No1

## 4 結 言

音声・映像等の大容量マルチメディア情報をネットワーク上で効率よく利用するため、IEEE802.3準拠の10BaseT及び100BaseTXに対応するスイッチングハブやコンピュータからなるさまざまなネットワーク構成において、データの通信時間を測定し、サービスに割り当てるこことできるデータ転送能力を把握した。併せて、あらかじめ映像や音声を蓄積し配信したり、実時間で配信するための手法を確立した。応用としてセンターの紹介ビデオなどを利用形態に応じてMPEG1、MPEG2形式等に変換、保存し、高速ネットワークを介して検索、閲覧するマルチメディアデータベースシステムを構築した。今後、生産工程の記録、分析、教育など幅広く応用していく。

## 文 献

- 1) 打田澄雄、楳垣和生、村河亮利、中塩武之：広島県西部工技研究報告、No.41（1998）,33.
- 2) 打田澄雄、馬場祥宏、佐野 誠：広島県西部工技研究報告、No.40（1997）,8.
- 3) 打田澄雄、馬場祥宏、佐野 誠：広島県西部工技研究報告、No.39（1996）,60.
- 4) RealPublisher 5.1マニュアル、リアルネットワーカス株、1998.

# 機械制御用 F P G A の設計技術の開発（第 2 報）

馬場祥宏、清水義信\*、村河亮利、中塙武之

## FPGA Design for Machine Control Equipment Using HDL(2nd Report)

BABA Yoshihiro, SHIMIZU Yoshinobu, MURAKAWA Akitoshi and NAKASHIO Takeyuki

FPGAs(Field Programmable Gate arrays) are worthy of notice as low cost semi-custom LSI devices for a small quantity production. In FPGAs design, not only schematic design method but also Hardware Description Language method such as Verilog-HDL or VHDL text-based design method are used.

Using Verilog-HDL design method, we have developed NTSC based RGB Liquid Crystal Display Controller.

Compared with conventional design, CPU power is reduced from 50% to 0%, PCB area is from 160cm<sup>2</sup> to 108cm<sup>2</sup>, transfer time is from 200ms to 70ms, and development period is from 4 months to 1 month.

Using FPGAs and Verilog-HDL design method, we can get small, low cost, low power and high performance equipment that is strongly protected from reverse engineering analysis.

キーワード：機械制御、F P G A、ハードウェア記述言語、Verilog-H D L、V H D L

## 1 緒 言

広島県の産業構造は、自動車、船舶、工作機械等の加工組立産業と製鉄等の基礎産業に特化している。このような現状において、最近の企業を取り巻く環境は大変厳しく、これからの中企業が企業生命を維持発展していくためには高機能、高付加価値製品やユーザニーズに対応した新製品の開発が必要となる。

これらの新製品開発において、機械装置に付属する電子回路制御部は製品の機能、付加価値を決定する極めて重要なコンポーネントであり、この部分を高機能化、小型化、低消費電力化し、回路ノウハウの秘匿性を向上させる為に、自社製品に適合したセミカスタムLSIを開発することが強く求められている。

一般に中小企業が設計・製造する産業用機器においては、生産数量が少ないため、多大のコストとリスクを伴うゲートアレイタイプのセミカスタムLSIを採用することは難しく、これらの産業用機器の設計には、汎用ICが用いられることが多かった。ところが、近年、F P G A（フィールド・プログラマブル・ゲートアレイ）と呼ばれる低コストのセミカスタムLSI開発用デバイスの集積度と動作速度が飛躍的に向上し、多品種少量生産を中心とした利用が増加している。

また、半導体メーカーでは最近の企業利益率の低下に伴い、汎用ICの生産が受注生産へと移行し、その生産数も減少し、入手確保が以前にも増して難しくなっ

ている。F P G Aは入手性が汎用ICと同等でありますから、専用ICと同等の機能が実現できることから、入手確保が難しくなった汎用ICの品種対策としてもF P G Aの利用が広がりつつある。

しかしながら、F P G A設計では、従来の回路図ベース設計とは異なり、Verilog-H D LまたはV H D Lというハードウェア記述言語を用いて設計するため、中小企業レベルでは使用経験が少なく、設計手法の習得、設計結果の検証技術、設計ノウハウに対するニーズが高まっている。<sup>1)-3)</sup>

そこで本稿では、実務においてニーズのあったN T S C準擬RGB液晶表示コントローラのタイミング発生回路およびカラー液晶表示データ転送回路にF P G Aを採用し、遊技場向けP O S機器の開発を行った結果について報告する。

## 2 NTSC準擬RGB液晶表示タイミング発生回路の開発

### 2.1 開発の目標

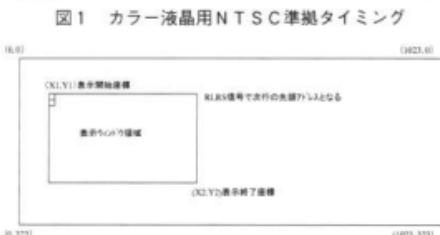
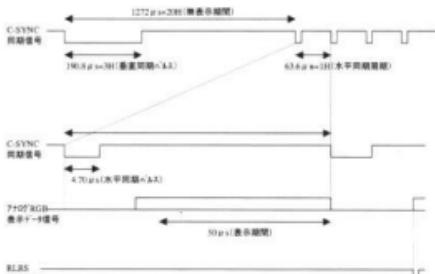
対象とするカラー液晶表示器は、N T S C同期信号に準擬したもの（図1）で、表示タイミング発生回路はその同期信号を発生させるものが必要である。<sup>6)</sup>

また、表示データはフレーミング・メモリと呼ばれる画像記憶用メモリに記憶させておいて、N T S C同期信号に対応するタイミングで液晶表示器に転送される。さらに、フレーミング・メモリのデータ読み出しは、そのウィンドウ機能によって画面左上を指定して

\*ヒロタック株

読み出しを開始すると、次行の先頭アドレスにはR L R S改行信号によって自動的に移行する。<sup>7)</sup> (図2)

以前は、R L R S改行信号を10MHzクロックのマイコンによるソフトウェアで行っており、水平同期サイクル(63.6μs)中に水平同期の計数をし、R L R S改行信号を発生するのに約25μs掛かっていたが、今回はFPGAのハードウェア処理で行い、マイコンのソフトウェアに負担を掛けないで実行させる。



## 2.2 結果と考察

同等の回路を、以前は汎用ロジックで設計したが、20個程度のICとプリント基板は100mm×160mmの面積を必要とし、マイコン処理能力の約1/2がさらに求められていた。さらに回路設計には第一次試作、第二次試作とおよそ4ヶ月を要していた。

それがFPGAを採用すると、FPGA 1個とプリント基板90mm×120mm、マイコン負担なし、しかも回路設計は1ヶ月と短縮できた。

この結果、FPGAの採用は小型・軽量・高機能といった目的だけでなく、部品コストの低減、開発コストの低減（開発ツールの充実により、パソコン上で回路設計からシミュレーションができるため、無駄な時間とハードウェア試作が不要であり、さらにFPGA能力の範囲で機能改良にも対応できる柔軟性）にも大きな効果が認められた。

## 3 カラー液晶表示データ転送回路の開発

### 3.1 開発の目標

カラー液晶の画面構成は、横320ドット×縦240ドットのため、一画面分の表示データとしては、 $320 \times 240 = 76,800$ 画素（256色カラーの場合、1画素=1バイトなので、76,800バイトと同じ）を扱う必要がある。（図3）

以前は、画面表示データをフレーミング・メモリに転送し表示することを10MHzクロックのマイコンによるソフトウェアで行っており、一画面当たり約200ms（2.2に述べた汎用ロジックを使った回路での実測値）を要していた。これはマイコンのプログラムがノイマン型と呼ばれる制御方式で、一つの処理ごとに次の処理プログラムを読みださなければならなかったために、有効なデータ処理時間は、実際に掛かった時間の2/3あるいは1/2程度となり、大量のデータを高速に処理する用途には不向きなためであった。（図4）

そこで、今回FPGAを使って有効転送効率の高い転送回路を開発した。

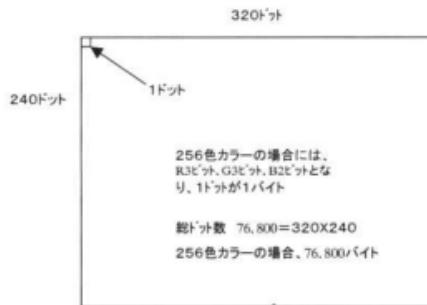


図3 カラー液晶表示の一画面データ数

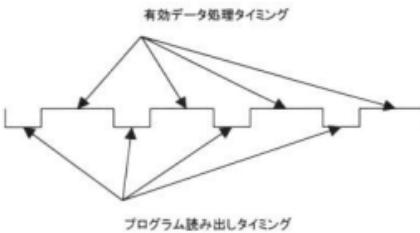


図4 ノイマン型コンピュータの処理タイミング

### 3.2 結果と考察

10MHzクロックのマイコンによる表示データ転送については、一画面あたり約200msとなっていたが、FPGAによる転送では約70msとなって明らかに表示データ転送の高速化が実現された。

処理の高速化・自動化のメリットは、他の分野でも十分に活用可能である。

これまで、産業用機器の開発技術として汎用ロジックIC・マイコンと変遷してきたが、前者は処理スピードが速いものの融通性に欠け、機能の改善はすべての設計をやりかえるものであった。また、後者は融通性は十分でも今回の画像データ処理のような処理スピードが求められる用途には不向きといった問題があった。

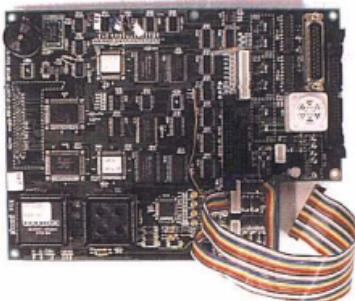


写真1 NTSC準拠RGB液晶表示コントローラ基板



写真2 遊技場向けPOS製品

また、今後さらに機器の高速化・高機能化・小型化が要求されていく状況で、産業用機器のような多品種少量生産機器の開発・製造においてFPGAを採用す

ることは必須であり、それらの要求に答える技術であることが今回の開発によって明らかにされた。

写真1に今回の開発対象であるNTSC準拠RGB表示コントローラ機能を含む基板を、写真2に最終製品としての遊技場向けPOS製品の写真を示す。

## 4 結 言

中小企業が自社製品に適合したセミカスタムLSIを容易に開発できるよう、ハードウェア記述言語を用いたFPGAの設計技術を構築した。

実務においてニーズのあったNTSC準拠RGB液晶表示コントローラのタイミング発生回路・カラー液晶表示データ転送回路にFPGAを採用し、遊技場向けPOS機器の開発を行った。

- (1) タイミング発生回路では、従来マイコン処理能力の1/2と160cm<sup>2</sup>の基板面積を必要としていた回路を、マイコン負担無し、基板面積108cm<sup>2</sup>に置き換えることができ、開発期間も4ヶ月から1ヶ月に短縮することができた。
- (2) 表示データ転送回路では、マイコンのソフトウェア処理で1画面当たり200msかかっていた処理を、FPGAのハードウェア処理により70msに高速化することができた。

FPGAを採用することにより、装置の小型化、高速化と回路ノウハウの秘匿性向上を実現するとともに、部品コスト、開発コストの低減にも大きな効果が認められた。

ハードウェア記述言語を用いたFPGAの設計技術は、競争力に優れた製品を短期間に開発するためのキーテクノロジーであり、電気機械器具製造業を中心とした県内関連企業への普及を図る。

なお、本研究は広島県地域研究者養成事業に基づき、民間企業から中堅技術者の参加を得て実施したものである。

## 文 献

- 1) 小林 優：入門Verilog-HDL記述、CQ出版(1996)
- 2) トーマス、モアビー（飯塚哲哉訳）：設計言語 Verilog-HDL入門、培風館（1995）
- 3) PASICデータブック インターニックス、クイックロジック社（1995）
- 4) 桜井 至：HDL設計入門、テクノプレス（1996）
- 5) MAX9000データシート、日本アルテラ社（1998）
- 6) 東芝TFD70W10-MM1納入仕様書、東芝（1998）
- 7) 日立製作所HD6475208ハードウェアマニュアル、日立製作所（1989）

# 高分子材料の複合化技術とその応用に関する研究（第1報） 廃棄プラスチックの再利用と難燃プラスチックの開発

下原伊智朗、大橋俊彦、関 守雄、藤本宗之、新宅泰穂\*、益 勝治\*\*、霜崎 敏\*\*\*

## Study on Performance of Recycled Plastics and Filled Plastics

SHIMOHARA Ichiro, OHASHI Toshihiko, SEKI Morio, FUJIMOTO Muneyuki,  
SHINTAKU Taiko, EKI Katsuji and SHIMOZAKI Satoshi

It was studied on performance of recycled plastics and filled plastics.

- (1) Mechanical properties about waste plastics made from the margin obtained by cutting off carpet of automobile were investigated. The properties of the waste plastics blended with 70% polypropylene (PP) were maintained above 70% to the pure PP.
- (2) PP compounds with flame retardance filler for extrusion moulding were developed. The PP compounds containing 60% and 70% of Mg(OH)<sub>2</sub> or Al(OH)<sub>3</sub> had incombustibility of V-0 grade.
- (3) Tensile property, impact strength and melt flow rate on recycled plastics from imitative waste polyethylene bottle also were investigated. The differences of properties from virgin PE were very little.

キーワード：フロアーマット、プラスチックボトル、リサイクル、難燃、水酸化マグネシウム

### 第1章 多成分系自動車廃プラスチックによるリサイクル材の開発

#### 1 緒 言

自動車のフロアーマットに使用されるカーペット等の内装材は、数種類のプラスチック（ポリエスチル繊維、ナイロン繊維、ポリエチレン、EVA等）をラミネートした構造となっている。従ってリサイクルの観点からは、単一成分のプラスチックの回収が事实上不可能であり、多成分プラスチックとして再利用しなくてはならない。混合プラスチックのリサイクルは、それぞれの成分同志が混合しないため、物性面、成形面の性能が極端に低下する。そこで、バージン樹脂や相溶化機能により性能低下を抑制し自動車部品として利

用可能なポリプロピレン代替材料へリサイクルすることを検討した。

#### 2 試料と実験方法

フロアーマットは、主としてフェルト状不織布構造（主成分：ポリエスチル繊維、ポリエチレン）と植え込みカーペット構造（主成分：ナイロン繊維、EVA、炭酸カルシウム）のものがあり、これら2種類の裁断屑をそれぞれ加熱造粒し、リサイクル造粒物として実験に使用した。ポリプロピレン（PP）は、耐衝撃性に優れ、造粒物に含まれるポリエチレン（PE）またはエチレン酢酸ビニル共重合体（EVA）と相溶する可能性のある市販のブロックポリマータイプを使用した。

PPと造粒物を表1に示す混合比で二軸押出機（株

表1 試料の内容と機械的特性

| 項目                   | 単位                      | P-P          | 不織布          | 不織布          | カーペット        | カーペット        |
|----------------------|-------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 混合比<br>造粒物           | —<br>—                  | 100<br>—     | 70<br>30     | 70<br>30     | 70<br>30     | 70<br>30     |
| 混練温度 (℃)<br>成形温度 (℃) | —<br>—                  | —<br>180     | 180<br>180   | 280<br>280   | 180<br>180   | 280<br>280   |
| 密度                   | g/cm <sup>3</sup>       | 0.90         | 0.97         | 0.96         | 1.02         | 1.01         |
| 引張破断伸び<br>引張降伏強さ     | %<br>MPa                | 165<br>27.0  | 28<br>21.2   | 9<br>20.8    | 59<br>19.7   | 115<br>19.2  |
| 曲げ強さ<br>曲げ弹性率        | MPa<br>MPa              | 32.9<br>1180 | 28.5<br>1260 | 29.7<br>1160 | 25.9<br>1180 | 23.1<br>1010 |
| 衝撃強さ<br>荷重たわみ温度      | kJ/m <sup>2</sup><br>°C | 7.8<br>95    | 7.1<br>90    | 3.0<br>88    | 6.6<br>86    | 4.9<br>73    |
| 硬さ<br>ロックウェルRスケール    | —                       | 99           | 85           | 87           | 81           | 76           |

\*杉原織製工業㈱ \*\*東プレ㈱ \*\*\*コトブキ技研工業㈱

日本製鋼所 TEX-30) によって溶融混練し、ペレット化した後、射出成形機(株日本製鋼所 J75E II)により試験片を成形した。機械的特性試験は、材料試験機(島津製作所 AG-100kN)、アイソット衝撃試験機(株安田精機製作所 No.258)、ヒートディストーションテスター(株安田精機製作所 No.148HDPC)を用いて行った。

### 3 実験結果と考察

#### 3.1 リサイクル材料の製造

PPと造粒物の混練温度は、180°Cと280°Cで行った。180°Cではポリエチル繊維、ナイロン繊維が溶融せず原形のままであるので、ストランド肌が粗く、切れやすい状態であったが、280°Cでは良好であった。280°Cでの混練では、酢酸臭が発生し、EVAが熱分解していることが推定された。そこで、250°Cで造粒物を熱分解し、発生ガスを検知管で定性したところ、酢酸の存在が確認できた。不織布造粒物の方が酢酸の発生量が多く、分解しやすいタイプのEVAであることが考えられる。

#### 3.2 機械的特性

表1に各試料成形品の機械的特性を示す。PPに比べいずれの特性も低下している。写真1の破断面の写真に示すように、繊維又は繊維の溶融物などが、PPマトリックスと界面はく離状態にあること、造粒物中のPE、EVAは、PPよりも弾性率、引張強さが低いことなどの影響によると考えられる。

不織布とカーペットでは、不織布の方が特性が高く、破断伸びと280°Cでの衝撃強さを除くとPPの8割以上の特性を維持している。

成形加工温度に関しては、図1に示すように破断伸び以外の特性は、180°Cのほうが若干高かった。高温で加工したことによりPPが酸化劣化して物性が低下した可能性がある。アイソット衝撃強さで、その差が大きいのは、180°Cでは繊維が溶融していない状態でPP中に埋まっており、補強効果がでているものと思われる。

### 4 結 言

自動車フロアーマットに使用されるカーペット裁断屑を、PP代替材料にリサイクルする検討を行い、次のことわざがわかった。

(1) 不織布又はカーペット造粒物をPPに30%添加した時の機械的特性は、破断伸びが小さくなるものの、約7割程度を維持していた。特性全般は不織布の方が優れていた。

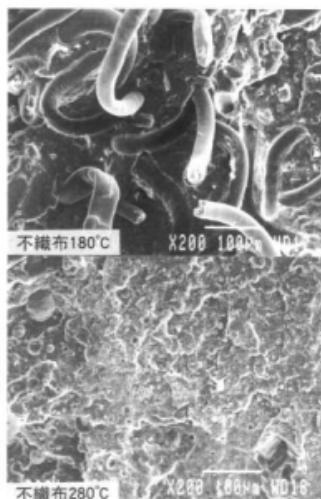


写真1 衝撃破断面のSEM写真

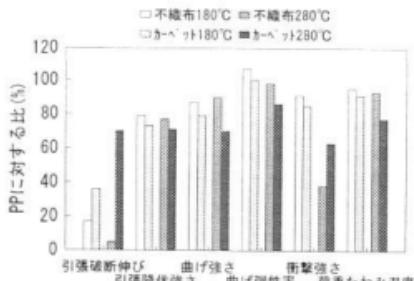


図1 機械的特性に対する成形加工温度の影響

- (2) 造粒物中の繊維及び無機物質は、PPマトリックス中では異物として存在し、EVAもあまり相溶性に寄与していないと考えられ、物性低下の原因となっている。
- (3) リサイクル材料の製造温度は、あまり高くない方が物性面で有利である。エネルギー面でも好ましい。

### 第2章 難燃性充填材による難燃ポリプロピレンの開発

#### 1 緒 言

ポリ塩化ビニル樹脂(PVC)は、焼却時の有害ガス発生の問題から、またリサイクルの観点から代替材料が求められている。汎用樹脂の中では、ポリプロピ

レン（PP）が、その候補として最も注目されているが、結晶性の樹脂であることから、溶融時の強度、張力が低く、異形押出材料としては、改善の必要がある。また難燃処理の必要性も生じる。

PPの難燃化には、これまで有機ハロゲン化合物が使われてきたが、有害物質発生の可能性もある。そのため、水酸化マグネシウム ( $Mg(OH)_2$ )、水酸化アルミニウム ( $Al(OH)_3$ ) 等、無機充填材を複合化して、難燃性の改善を図り、フィラーの種類、配合量、機械的特性、押し出し成形性、難燃性などの関係について検討した。

## 2 試料と実験方法

難燃性充填材の  $Mg(OH)_2$  は表面処理としてステアリン酸処理品を用いた。 $Al(OH)_3$  は標準品、カッブリング剤処理、ステアリン酸処理の3種類について検討した。PPはMFRの異なる数種類のものを用いた。PPのコンパウンドは、0~70%の混合比で難燃剤とPPをオムニミキサーで攪拌混合したものを、二軸押出機（株日本製鋼所 TEX-30）によって混練しレット化した。

機械的特性及び燃焼性試験の試験片は、射出成形機（株日本製鋼所 J75EII）により作成した。機械的特性の試験は、JISに基づいて実施した。燃焼性試験はUL-94V型（スガ試験機株）を用いて行った。

## 3 実験結果と考察

### 3.1 成形性

PPのコンパウンド化に関しては、 $Mg(OH)_2$ では問題なく70%まで高濃度で混練が可能であった。 $Al(OH)_3$ においては、60%以上の高濃度時に未混練部が発生した。このため表面処理剤を変更して試みたが、大きな差は見られなかった。また樹脂温度が200°C以上になると、 $Al(OH)_3$ が分解を始め、発泡する傾向が見られた。従って、 $Al(OH)_3$ の場合には、樹脂との相溶性、分散性に優れたもの、あるいは滑剤、界面活性剤などの添加が必要と思われる。

異形押し出し性についても、 $Mg(OH)_2$ では問題なく行うことができた。 $Al(OH)_3$ においては、発泡の問題があり、これを改善する目的で高MFR（低い成形温度）のPPコンパウンドで押し出しを行ったが、ドローダウンが激しく、形状にならなかった。さらに検討が必要である。

### 3.2 機械的特性

図2に各試料の引張強さと曲げ特性を示す。50%以上の高濃度の充填材添加では、引張強さが、7割以下

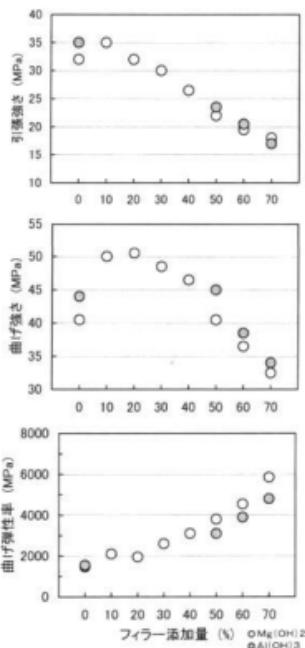


図2 PPに難燃充填材を添加したときの機械的特性

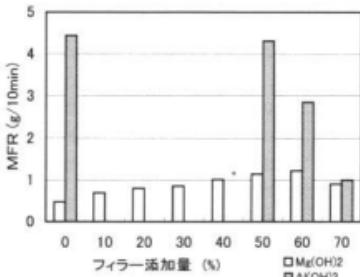


図3 PPに難燃充填材を添加したときのMFR

に低下する。一方、曲げ強さは低い添加量では、PPに比べ向上している。曲げ弾性率は、充填材添加量に応じて高くなっている。製品剛性の向上が期待できる。

### 3.3 流れ性

図3に充填材添加時の流れ性を示した。 $Mg(OH)_2$ については、添加量の増加に伴い、MFRが高くなり流れやすくなった。しかし70%の高充填では、低下した。 $Al(OH)_3$ においては、逆に添加量に応じ流れにく

くなつた。これは、230°Cで測定を行つたために、発泡し抵抗が増したため、または、樹脂と充填剤の相溶性が不十分なためと考えられる。

#### 3.4 難燃性

垂直燃焼試験を行つた結果、Mg(OH)<sub>2</sub>では、60%、70%の添加量でV-0級を満足する難燃性が得られた。Al(OH)<sub>3</sub>では、70%でV-0級となつた。コスト面から最小添加量の検討が必要である。

## 4 結 言

Mg(OH)<sub>2</sub>を難燃性充填材として使用することにより、毒性のない難燃効果のある異形押出し材料の開発ができ、現状のタルク充填P Pと遜色ない成形品を得ることができた。今後の課題として、高充填では強度不足となるため、添加剤による物性改善や低価格なAl(OH)<sub>3</sub>の使用によるコンパウンド化検討の必要がある。

## 第3章 廃プラスチックボトルのリサイクルに関する研究

## 1 緒 言

容器包装リサイクル法では、現在PET容器のみが対象であるが、将来、他の樹脂も規制される。PETボトルは、わずかではあるが回収され、繊維、シートに加工されており、一応のシステムがある。従って、それ以外の容器を対象に市町村から回収される廃棄プラスチックボトルを、再生ペレット及び中空成形材料にリサイクルすることを目的とし、廃棄プラスチックの物性低下について検討した。ここでは、バージンのポリエチレン(P E)樹脂を溶融混練することで、模擬的に廃棄ボトル粉碎品の状態をつくり、これを再生ペレットにした場合、また不純物としてポリブロビレン(P P)、ポリ塩化ビニル(P VC)を含んだ場合の再生ペレットの物性変化について測定した。

## 2 試料と実験方法

試料は、市販樹脂のP E 6200B(三井化学㈱)、P B200(三井化学㈱)、P VC EX-330(信越ポリマー㈱)を用いた。P EとP Pはバージン樹脂を二軸押出機(㈱日本製鋼所TEX-30)によって一度溶融混練し、模擬的に一回成形を施した再生品とした。P VCはオーブンにより180°Cで加熱したものを再生品とした。

これらを所定の比率で混合し、再び二軸押出機で溶融混練し、試料ペレットを得た。引張試験片、衝撃試験片は射出成形機(㈱日本製鋼所J75E II)により成形した。試料ペレット作成フローを図4に、試料ペレッ

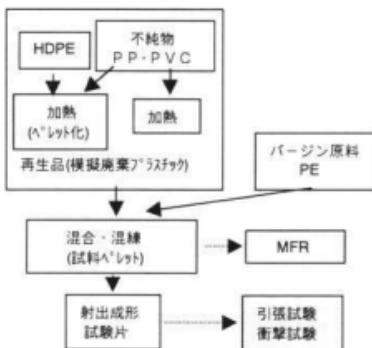


図4 試料作成フロー

表2 試料の混合比率

| テスト<br>No. | 再生品    |        |         | バージン<br>PE (%) |
|------------|--------|--------|---------|----------------|
|            | PE (%) | PP (%) | PVC (%) |                |
| 1 a        | 100    | 0      | 0       | 0              |
| 1 b        | 90     | 10     | 0       | 0              |
| 1 c        | 80     | 20     | 0       | 0              |
| 1 d        | 98     | 0      | 2       | 0              |
| 2 a        | 75     | 0      | 0       | 25             |
| 3 a        | 50     | 0      | 0       | 50             |
| 3 b        | 45     | 5      | 0       | 50             |
| 3 c        | 40     | 10     | 0       | 50             |
| 3 d        | 49     | 0      | 1       | 50             |
| 4 a        | 0      | 0      | 0       | 100            |

トの混合比率を表2に示す。

物性の測定は材料試験機(島津製作所㈱ AG-100KNE)、アイソット衝撃試験機(㈱安田精機製作所 No.258)、メルトフローテスター(㈱安田精機製作所 model 7053)を用いて行った。

## 3 実験結果と考察

### 3.1 機械的特性と流動性

図5に各試料ペレット成形品の引張特性、流れ性、アイソット衝撃強さを示す。

引張強さは、すべての試料において、ほぼ同じであった。P P、P VCなどの樹脂が混合されても、この程度の比率では影響が小さいことを示している。破断伸びに関しては、P Pの比率が高いほど大きくなつた。P Eの結晶状態に影響を及ぼした可能性が考えられる。

流動性については、再生P E 100%(1 a)は、バージンP E 100%(4 a)よりもMFR値が低くなつた。

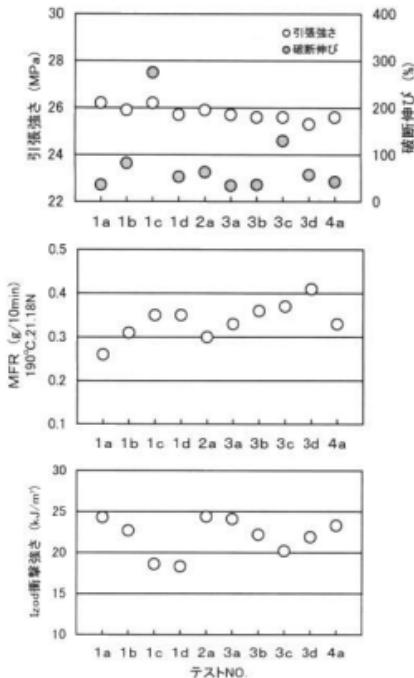


図5 再生PEの機械的特性と流動性

不純物としてPP, PVCが混合されると、MFRが高くなる傾向がみられた。PP, PVCの劣化によるものと推察される。

衝撃強さはバージンPE100%（4a）と再生PE100%（1a）はほぼ同じ値であった。再生PEの比率を変えてても、大きな変化はなかった。不純物としてPPが混合した状態でも10%では、低下の程度は小さい。PP20%, PVC2%が混入した場合は、若干低い値となった。再生品のみのリサイクルよりもバージン樹脂を加えたほうが、安定した物性が確保できると考えられる。

### 3.2 破断面の観察

写真2に1cと1dの衝撃試験破断面のSEM写真を示す。1cでは、塊状のPPと延性的に破壊したP

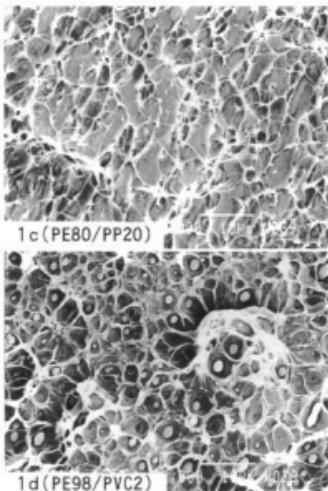


写真2 衝撃試験片破断面のSEM写真

Eが観察される。1dでは粒子状のPVCを起点に破壊が進んだものと思われる。PEとPVCの接着状態は良くなかった。

## 4 結 言

ボトル再生プラスチックとバージン樹脂による製品について、模擬的に再生ペレットを作成し、次のことことが確認された。

- (1) 再生PEは、バージンPEと同等の物性が得られることが確認された。よって再生品の比率に関わらず、バージン樹脂によるものと同等な製品ができる可能性があることがわかった。
  - (2) PPが20%, PVCが2%程度混入すると、衝撃強さが低下することがわかった。引張強さは低下せず、伸びにおいてはPPが存在するもののほうが向上した。
  - (3) 衝撃強さとMFR値に相関が認められ、ある条件下ではMFR値の測定によって衝撃強さが予想できる。
- なお、本研究は広島県地域研究者養成事業に基づき企業の参加により実施した。

# 素形材加工のインテリジェント化に関する研究（第4報） 光造形モデルの真空注型技術への応用

門 格史、村重広太郎\*、吉村一彦\*\*、中下和俊\*\*\*

## Application of Rapid Prototyping to Vacuum Casting

KADO Tadashi, MURASHIGE Kotaro, YOSHIMURA Kazuhiko and NAKASHITA Kazutoshi

Rapid Prototyping was applied to vacuum casting. The following results were obtained

- (1)The flexible mold of silicone rubber on a part of the model is thin.  
(2)RP's model and vacuum casting of fan were tested with a blow testing apparatus. Both of them show a small difference on their performance.

キーワード：光造形、真空注型

## 1 緒 言

製品開発において、光造形モデルを意匠・機能チェックに利用することは有効な方法であると言われている。

しかし、光造形モデルは性能テストを行う際、実際の材料と光硬化樹脂の成分の違い、またそのモデルが熱や水分に弱いことから、光造形モデルの利用範囲が狭い。このことが、製品開発において問題となっている。その問題を解決するため、光造形モデルを、他の材料（金属、他の樹脂）に置き換えることが望まれている。

そこで、今年度は他の樹脂に置き換えるため光造形モデルの真空注型技術への応用に関する研究を行った。

## 2 実験方法

### 2.1 光造形技術の基本的原理

光造形技術の基本的原理は、図1に示すように、3次元CADデータを水平方向にスライスした断面形状に沿って紫外線レーザで光硬化樹脂を1層ずつ硬化させ、1層分の断面を硬化し終わったら、テーブルを1層分下げる。この工程を繰り返し、立体模型を作製するものである。

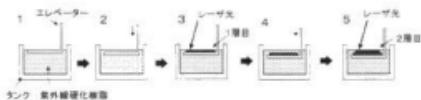


図1 光造形の基本的原理

### 2.2 光造形モデルを利用した真空注型の概要

光造形モデルを利用した真空注型の概要<sup>①</sup>を図2に

示す。

#### 2.2.1 光造形モデル作製

3次元CADにより、3次元データを作製する。そのデータを0.15mmピッチのスライスデータにする。そのスライスデータを基に光造形モデルを作製する。

#### 2.2.2 シリコンゴム型作製

まず、光造形モデルの前処理（光造形モデルの段差を落とす）を行う。その後、シリコンゴム型を作製するための型枠を組み立て、モデルのライナー、ガス抜き等を取り付け型枠内にセットする。また、光造形モデルの離型を簡単にするため、離型材を吹き付けておく。型枠組立の工程と平行して、シリコンゴムの主剤と硬化剤とを混合し、真空脱泡を行う。真空脱泡後（50°Cで5~6時間）型枠を取り外し、型をメスにて割り、光造形モデルを取り出す。

#### 2.2.3 真空注型品作製

真空注型品の離型を簡単にするため、先ほど割ったシリコンゴム型に離型材を吹き付けておく。シリコンゴム型を合わせて、ガムテープ等で固定し、ゲートを付ける。それと平行して、真空注型用の樹脂の主剤と硬化剤とを混合し、真空脱泡しておく。

真空脱泡した樹脂を真空中で、写真1のようにシリコンゴム型に注型する。樹脂硬化後、型からモデルを取り出す。



図2 光造形モデルを利用した真空注型の工程

\*大協株、\*\*株渋谷製作所、\*\*\*和モルテン安佐



写真1 真空注型の作業風景



写真2 光造形装置の外観

### 3 実験条件

#### 3.1 実験モデル

2.2に従い、光造形、真空注型を行うモデルとして以下のものを用いた。

シロッコファンを図3、コアドリル部品を図4、アシストハンドルを図5に示す。

#### 3.2 光造形装置の概要

実験で使用した光造形装置の外観、仕様は写真2および表1に示す。

#### 3.3 真空注型装置及び材料

実験に使用した真空注型装置、型材料、注型した樹脂について表2、写真3に示す。

### 4 実験結果と考察

#### 4.1 型作製について

光造形モデルは0.15mmピッチで積層して造形することにより出来上がったモデルに段差がついている。



図3 シロッコファン



図4 コアドリル部品



図5 アシストハンドル

| 装置名      | SLA-500/30               |
|----------|--------------------------|
| メーカー名    | 3Dsystems                |
| レーザー光源   | Arレーザ                    |
| 最大ワークサイズ | 500(X) × 500(Y) × 580(Z) |
| 樹脂の種類    | エポキシ樹脂                   |
| 積層ピッチ    | 0.15mm                   |

表1 光造形装置の仕様

| 表2 真空注型に用いたモデル、装置、材料 |  |
|----------------------|--|
| 光造形モデル               | シロッコファン<br>コアドリル部品<br>アシストハンドル               |
| 3真空注型装置              | 8032-24型<br>蛇の目電機製                           |
| 型材料<br>及び作製方法        | シリコンゴム<br>(主剤と硬化剤を10:1で混合し、20~30分真空脱泡する)。    |
| 注型する樹脂<br>及び作製方法     | ウレタン樹脂<br>(主剤と硬化剤をそれぞれ脱泡し、真空中で混合し、そのまま注型する。) |



写真3 真空注型装置

段差のついたまま型どりをすると、その段差部分にシリコンゴムが食いつき、脱型にくかったり、型がちぎれてしまうことがある。そのため、シリコンゴム型の寿命も短くなる。それを防ぐため、写真4のように前処理としてヤスリ等で光造形モデルの段差を落としておく必要がある。

次に、今回、注型を行ったシロッコファンのような接触面積が多い部品については、光造形モデル及び注型を行ったモデルを脱型することが困難である。

この問題を解消するため、シリコンゴム型を作る際に、接触面積が多い部分を肉抜きして型の厚みを薄く



写真4 シリコンゴム型作製のための前処理

肉抜きをしないもの 肉抜きをしたもの  
写真5 型の比較

写真9 実験風景

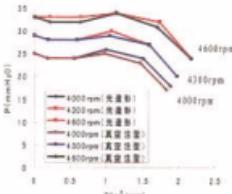


図6 シロッコファンのP-Q特性

することによって、モデルがどれやすくなることがわかった。それぞれの型を写真5に示す。

#### 4.2 研究成果品

2.2に従い、シロッコファン、コアドリル部品、車のアシストハンドルの真空注型品を作製した。



写真6 シロッコファン



写真7 コアドリル部品



写真8 アシストハンドル

光造形モデル、真空注型品をそれぞれ写真6～写真8に示す。

#### 4.3 シロッコファンの性能実験

光造形モデルと真空注型で作成したシロッコファンの性能試験を行った。

光造形、真空注型のシロッコファンを写真9のように実験装置に取り付けた。回転数をそれぞれ4000rpm、4300rpm、4600rpmの時の送風性能（P-Q特性）を測定した。

この結果を図6に示した。これらのことから、送風性能において両者に大きな性能差は無く、形状が忠実に再現されていると考えられる。

## 5 結 言

- (1) モデルの脱型を簡単にするために、光造形の段差をなくすこと、接触面積の多いモデルについては型の肉抜きが必要である。
- (2) シロッコファンに関して光造形モデルと真空注型モデルで送風テストを行ったが、送風性能に大きな性能差はなく、形状が忠実に再現されていると考えられる。

なお、本研究は広島県地域研究者養成事業に基づき、民間企業から中堅技術者の参加を得て実施した。

## 文 献

- 1) 中川他。積層造形システム三次元コピー技術の新展開—工業調査会 (1996), 122~126

# 環境アメニティに関する研究（第5報） 木炭ボードによる電磁波シールド材と吸音材の開発

吉野信行、長谷川浩治、野地英治、岡村 努\*

Study for Environmental Amenity(5th report)  
Development of Electromagnetic Shielding and Sound Absorbing Material Using Charcoal Board

YOSHINO Nobuyuki, HASEGAWA Koji, NOJI Hideharu and OKAMURA Tsutomu

As is well known, charcoals have various kinds of functional characteristics such as purifies of water in river, deodorization of smell and functional characteristics of electric conductivity. It's very effective for humans health that charcoals are used in humans life environment. From these points of view, in this study, multi functional material suitable for environmental amenity of electromagnetic field and sound noise using charcoal board have developed. A shielding effectiveness in value in electrical field of charcoal was about 50dB through 30MHz to 1GHz. A sound absorbing coefficient value of charcoal board was about 0.6 through 250Hz to 4kHz.

キーワード：木炭ボード、黒鉛、吸音率、電磁波シールド性能

## 1 緒 言

近年、温暖化、ダイオキシン、環境ホルモン等様々な分野で地球環境保全（地球にやさしい環境の創成）が求められている。我々が遭遇する身近な生活環境に於いては、音・電磁波環境等の改善は、言うまでもなく重要な課題である。

公知のごとく木炭の有効利用としては、田畠の土壤改良、河川、水道水の浄化、脱臭作用、マイナスイオン生成、湿度調整、遠赤外線の放射等があり、これら多種の機能を生活環境に流用することは環境浄化に大変有効と考えられる。

この様な背景を踏まえ、本研究では、特に木炭に留意し、音・電磁波環境に有効な建築材料の開発を試みた。具体的には、電磁波環境では電磁波シールド材として、音環境では、吸音材として利用できる多機能材料を開発した。

電磁波シールド特性としては、周波数帯域30MHz～1GHzで約50dBの性能を得た。吸音特性としては周波数帯域250Hz～4kHzで0.6の性能を得た。これらの性能によりオフィスビル、マンション等で階間・室間等の吸音・電磁波シールドは十分と考えられる。また本研究は、無薬品処理の住宅家屋の廃木材、植林間伐材の利用も考慮し環境保全に直結した研究であることに特徴を持つ。

## 2 木炭の炭素化に関する素性

木炭生成における炭素の電子物性は、加熱温度によって異なり、常温から400°Cに於いては、絶縁特性、400°Cから800°Cにおいては、半導体特性、800°C以上では、導電特性を示すとされている。

本研究では杉材のチップを900°Cの加熱処理による導電性領域の特性を利用して木炭ボードを開発した。

## 3 実験方法および考察

### 3.1 木炭チップのボード化

木炭ボードの製法としては、杉材をチップ化し、導電性を有するバインダーによりボード化し炭化したものである。写真1はその木炭ボードを示す。



写真1 木炭ボードの概観

\*日の丸カーポテクノ株

### 3.2 木炭ボードの電磁波シールド特性

一般に電磁波シールド材を建築材に流用する場合、用途によって、そのシールド性能が表1のように分類されている。

表1 電磁波シールド性能別分類表<sup>1)</sup>

| 分類            | シールド性能  | 用途        |
|---------------|---------|-----------|
| 汎用型シールド<br>ビル | 10~20dB | オフィスビル    |
| 一般シールド<br>ビル  | 30dB    | 研究開発センタ   |
| 高性能シールド<br>ビル | 40dB以上  | 重要情報を扱うビル |

本研究ではこの表1を目標値として開発を進めた。

木炭ボードの開発にあたっては、木炭をボード化したもの、木炭ボードに墨汁を含浸させたもの、木炭ボード・墨汁に土壤黒鉛を混入したもの、木炭ボード・墨汁に炭素繊維を混入したもの、木炭チップの配合密度を上げ炭素繊維を混入した5種類のボードを測定対象とした。電磁波シールド性能測定には、KEC法を利用した。測定周波数については、30MHz~1GHzとした。図1に木炭ボードのシールド特性を示す。図中◆は、木炭ボードのみのシールド性能を示し、35dB~20dBの性能を示す。▲は、木炭ボードに墨汁を含浸させた場合、約40dB~25dBの性能を示す。■は、木炭ボード・墨汁に土壤黒鉛を混入した場合、シールド効果は、55dB~40dBの性能を示す。×は木炭ボード・墨汁に炭素繊維を混入させた場合、50dB~35dBの性能を示す。●は、木炭チップの配合比率を高め炭素繊維を混入した場合、50dB~40dBの性能を示す。これら結果を表1と比較した場合、ホテル、オフィスビルはもとより重要な情報を扱うビル等の壁材、天井材に十分電磁波シールド材料として利用できることが推測される。

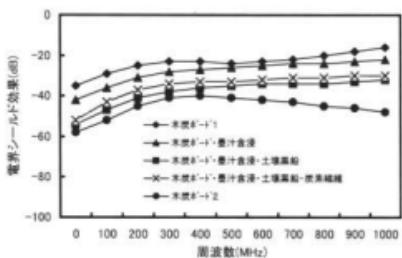


図1 木炭ボードの電磁波シールド性能

### 3.3 土壤黒鉛ボード他各種電磁波シールド材の性能比較

本実験では、土壤黒鉛を導電性バインダーでボード化した場合、前述の木炭ボード、人造黒鉛ボード、アルミニウムボードの電磁波シールド性能を比較した。図2にその電磁波シールド性能の比較を示す。測定周波数は、30MHz~1GHzとした。図中、◆は、前述の木炭ボード2の電磁波シールド特性を示し、▲は、土壤黒鉛ボードの電磁波シールド特性、75dB~55dBを示す。●は、人造黒鉛ボードの電磁波シールド特性、75dB~95dBを示す。■はアルミニウムボードの電磁波シールド特性、90dB~85dBを示す。開発した土壤黒鉛ボードも電磁波シールド材に利用できるものと推測される。

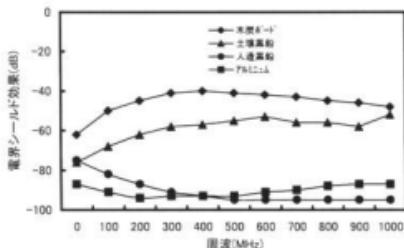


図2 各種電磁波シールド材の性能比較

### 3.4 木炭ボードの吸音性能

本実験では、電磁波シールド材として開発した図1の●印の木炭ボードを使用し、木炭ボード単体、木炭ボードとポリエスチル繊維、空気層等の組み合わせによる吸音率を測定した。吸音率は残響室法により1/3オクターブ周波数帯域で測定した。測定面積は、10m<sup>2</sup>である。

図3に木炭ボードの吸音率を示す。図中、◆は木炭ボード・剛体の組み合わせによる吸音率を示し、周波数約3kHzで0.8の吸音率を示す。▲は、木炭ボード・空気層(70mm)・剛体の吸音率を示し、周波数630Hzで吸音率0.7、5kHzで吸音率0.8。■は、木炭ボード・ポリエスチル繊維・剛体の吸音率を示す。周波数

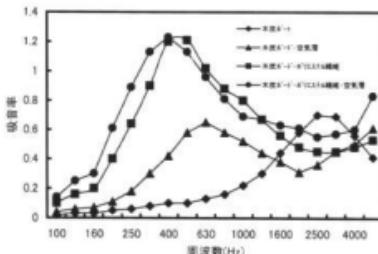


図3 木炭ボードの吸音性能

500Hzで吸音率1.3, 250Hz~4kHzで吸音率0.8~0.6。  
 ●は木炭ボード・ポリエチレン繊維・空気層・剛体の吸音率を示す。周波数400Hzで吸音率1.2, 周波数125Hz~4KHzで吸音率0.7の性能を得た。

### 3.5 石膏ボードの吸音率

本実験では、市販されている穴あき石膏ボードの吸音率を測定した。測定項目としては、石膏ボード・剛体、石膏ボード・空気層、石膏ボード・ポリエチレン繊維・剛体、石膏ボード・ポリエチレン繊維・空気層・剛体の組み合わせの4種類である。吸音率測定条件は、木炭ボードと同様にした。図4に石膏ボードの吸音率を示す。図中、◆は石膏ボード・剛体の組み合わせによる吸音率を示し、周波数約2kHzで0.2の吸音率を示す。▲は、石膏ボード・空気層(70mm)・剛体の吸音率を示し、周波数500Hzで吸音率0.4、■は、石膏ボード・ポリエチレン繊維・剛体の吸音率を示す。

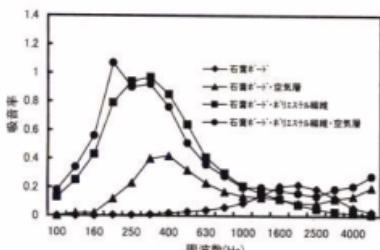


図4 石膏ボードの吸音性能

周波数315Hzで吸音率1.0、160Hz~800Hzで吸音率0.6。  
 ●は石膏ボード・ポリエチレン繊維・空気層・剛体の吸音率を示す。周波数250Hzで吸音率1.1、周波数160Hz~800Hzで吸音率0.6の性能を得た。図5は、図3と図4の中から木炭ボード（あるいは石膏ボード）・ポリエチレン繊維・空気層・剛体の組み合わせの吸音率を比較したものであり、木炭ボード利用による吸音率が優れていることが把握できる。

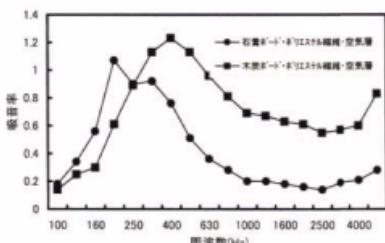


図5 木炭ボードと石膏ボードの吸音率比較

### 3.6 住宅環境への木炭ボードの利用について

木炭チップによるボードの実用化については、既に天井、屏風等の見本を製作している。写真2及び写真3にその例を示す。写真2は、マンション寝室の天井に使用したモデルを示す。写真3は、木炭チップボードを屏風に使用した例である。



写真2 木炭ボードを天井に使用した例



写真3 木炭ボードを屏風に使用した例

## 4 結 言

本研究で開発した木炭ボードは、電磁波シールド材として約50dB (30MHz~1GHz)、吸音材として吸音率0.6 (250Hz~4kHz) を有する。緒言でも述べたように木炭は、田畠の土壤改良、河川、水道水の浄化、脱臭作用、マイナスイオン生成、湿度調整、遠赤外線放射等様々な機能を有しており、本研究で得られた成果を加え、実住環境に利用することにより環境浄化に大変有効と考えられる。今後は、一般住宅環境用の天井材、壁材として製品化を図りたい。

なお、本研究は広島県地域研究者養成事業に基づき、民間企業から中堅技術者の参加を得て実施した。

終わりに、本研究を進めるにあたり、終始ご指導頂いた広島大学太田光雄名誉教授、近畿大学西村公伸助教授に深謝の意を表します。

## 文 献

- 岩井善弘 全解明電磁波障害と対策、東洋経済、(1996)、102

# 環境アメニティに関する研究（第6報） アスファルト利用による床衝撃音軽減とその実用化に関する一検討

吉野信行、長谷川浩治、野地英治、氏家秀樹\*

## Study for Environmental Amenity (6th Report)

### A Consideration for Floor Impact Sound Reduction Using Asphalt and Its Practical Application

YOSHINO Nobuyuki, HASEGAWA Koji, NOJI Hideharu and UJIIE Hideki

In this study, for the practical application of the floor impact sound insulation board using asphalt, we have experimented floor impact sound tests(Tapping machine, Tire)in reverberation room.

The tests of various kinds of asphalt board were carried out by simulating flooring unit of a wooden house and a ferro-concrete building.

The usefulness for reduction of floor impact sound by asphalt board have been experimentally confirmed, and for an asphalt board, a shield effect property of electric field was added to it.

キーワード：残響室、軽量床衝撃音、重量床衝撃音、アスファルト床衝撃音緩衝材、電磁波シールド性能

## 1 緒 言

既発表<sup>1)</sup>では、床衝撃音対策に関し新素材応用の指針を見いだす試みとして定性的評価の指針に上室・下室の標準化床衝撃音と透過損失の関連に関する理論を、鉄筋スラブ直張り床に適用し、その正当性を確認した。また、その評価理論をもとにアスファルトが床衝撃音緩衝材<sup>2)</sup>として有効であることを示した。

本報告では、既発表でのアスファルト材に関する床衝撃音の緩衝性能向上を図り実用化するため、鉄筋スラブ床（直張り構造、2重床構造）および木造床について軽量および重量床衝撃試験を行い、アスファルトを床衝撃音緩衝材に使用する場合の留意点について検討した。また、アスファルトに電磁波シールド材を付加することによって近年、オフィスビル等で問題となっている電磁波障害に対するシールド対策も配慮した。これらの試験結果、鉄筋2重床構造でアスファルト利用で、5dB～60dB (63Hz～4kHz) の緩衝効果があること、電界シールド効果に対しては、約50dB (30Hz～1GHz) の性能を得た。

## 2 実験方法

床衝撃試験は、JIS A 1418に基づく残響室法により軽量（タッピングマシン）、重量（タイヤ）床衝撃試験を行った。但し、上室はオープンで下室は容積183m<sup>3</sup>の不整形残響室である。試験片有効面積は4m<sup>2</sup>である。床衝撃緩衝材としては、改質アスファルトに酸化鉄等

を混入、ボード状にし、両面に不織布を貼ったもの、更に片面にスポンジを貼った試料を使用した。床衝撃試験としては、鉄筋スラブ床（直張り構造、2重床構造）および木造床構造について行った。アスファルト緩衝材1枚の大きさは、4×1000×500 (mm)とした。

## 3 実験結果および考察

### 3.1 鉄筋スラブ直張り構造の床衝撃試験

図1に鉄筋スラブ直張り構造の模式図を示す。図においてフローリングは、朝日ウッドテック株式会社製カラーフロア-BFV-473（厚さ12mm）、鉄筋スラブ床は、2.2×2.2×0.15 (m)、供試体は、厚さ4 (mm) のアスファルト（面密度11.2kg/m<sup>2</sup>）、および更にアスファルトに緩衝材を貼った供試体の2種類について床衝撃試験を行った。

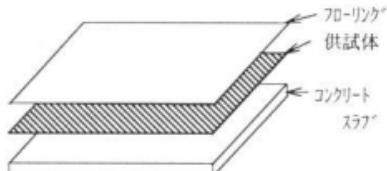


図1 鉄筋スラブ直張り床構造の模式図

\*アオイ化学工業㈱

図2に軽量床衝撃音試験結果を示す。図中○は、スラブ

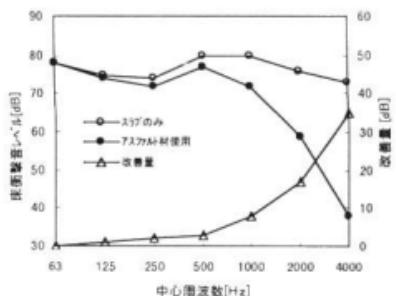


図2 軽量床衝撃音レベル実測値(スラブ直張り構造)

のみの、●はアスファルトを挿入した場合の試験結果、△はその改善量を示す。(以降の図3～図5および図7～図10も同様である)、軽量床衝撃音試験の場合、周波数500Hz～4kHzにおいて、2dB～35dBの改善量が得られている。重量床衝撃音試験の場合(図5)、全周波数領域でアスファルトによる改善量は得られていないことが把握できた。

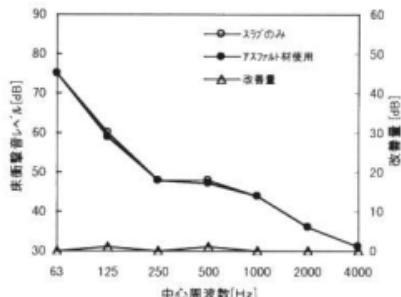


図3 重量床衝撃音レベル実測値(スラブ直張り構造)

図4は、緩衝材付きアスファルトを使用した場合の軽量床衝撃音試験結果を示す。ここでは●は、緩衝材付きアスファルトを使用した場合の試験結果を示す。軽量床衝撃音試験は、周波数250Hz～4kHzにおいて、2dB～45dBの改善量が得られ、図2と比較し、周波数500Hz～4kHzで2dB～10dBの改善量の向上が得られている。

図5は、緩衝材付きアスファルトを使用した場合の重量床衝撃音試験結果を示す。重量床衝撃音試験は、周波数1kHz～4kHzにおいて、0dB～10dBの改善量が得られ、図3と比較し、周波数1kHz～4kHzで0dB～10dBの改善量の向上が得られている。

従って、鉄筋スラブ床構造では、通常のアスファルトを使用するより緩衝付きアスファルトを使用したほうが、改善効果の向上が期待できることが把握できた。

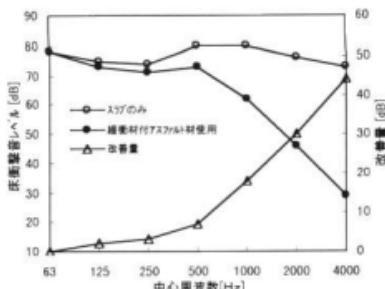


図4 軽量床衝撃音レベル実測値(スラブ直張り構造)

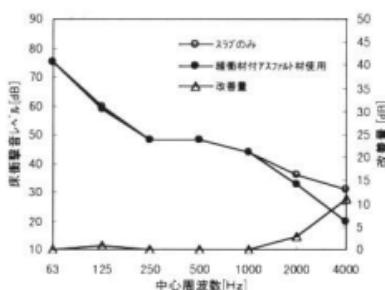


図5 重量床衝撃音レベル実測値(スラブ直張り構造)

### 3.2 鉄筋スラブ2重床構造の試験結果

図6に鉄筋スラブ2重床構造を示す。鉄筋スラブ2重床構造については、一般のホテル、マンション等に

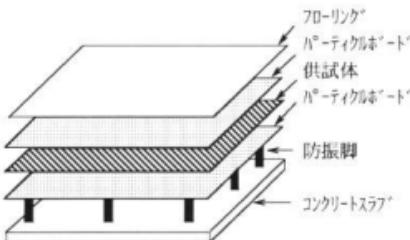


図6 鉄筋スラブ2重床構造の模式図

使用される2重床構造を模擬し、鉄筋スラブ上に防振脚、パーティクルボード(厚さ20mm)、アスファルト(厚さ4mm)、パーティクルボード(厚さ20mm)、

フローリング(厚さ12mm)による床構造とした。

図7は、鉄筋スラブ2重床構造における軽量床衝撃試験結果を示す。アスファルトを使用した場合の軽量床衝撃試験結果である。軽量床衝撃試験では、周波数63Hz～4kHzにおいて、0dB～60dBの改善量が得られている。図8は、鉄筋スラブ2重床構造における重量床衝撃試験結果を示す。軽量床衝撃試験では、周波数250Hz～4kHzにおいて、0dB～15dBの改善量が得られている。

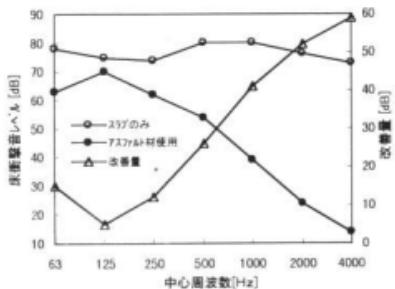


図7 軽量床衝撃音レベル実測値(スラブ2重床構造)

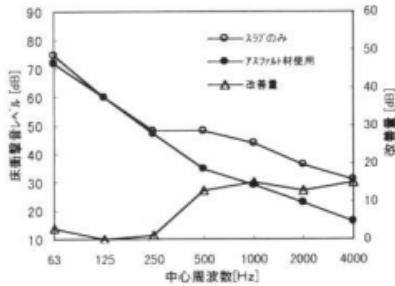


図8 重量床衝撃音レベル実測値(スラブ2重床構造)

図9は、鉄筋スラブ2重床構造における軽量床衝撃試験結果を示し、緩衝材付きアスファルトを使用した場

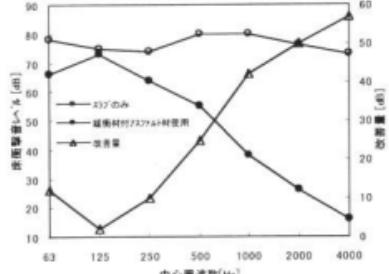


図9 重量床衝撃音レベル実測値(スラブ2重床構造)

合の軽量床衝撃試験結果である。軽量床衝撃試験では、周波数63Hz～4kHzにおいて、0dB～60dBの改善量が得られている。

図10は、鉄筋スラブ2重床における重量床衝撃試験結果を示し、緩衝材付きアスファルトを使用した場合の重量床衝撃試験結果である。鉄筋スラブの重量撃試験の場合、周波数63Hz～4kHzにおいて、0dB～60dBの改善量が得られている。これらの結果より、アスファルトに緩衝材を付加した場合、軽量および重量とも緩衝材の効果がないことが把握できた。

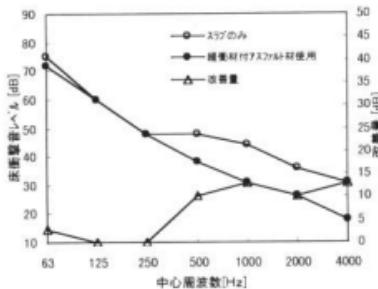


図10 重量床衝撃音レベル実測値(スラブ2重床構造)

### 3.3 木造住宅構造における床衝撃試験

木造住宅の天井・床構造に関しては、様々な構造が考えられるが、ここでは、基本的な図11のような床構造を模擬した。天井板から吊り木、野縁、野縁受け、根太、パーティクルボード、アスファルト、パーティクルボード、フローリングの構造とした。天井板から、フローリングまでの間隔は約40cmである。

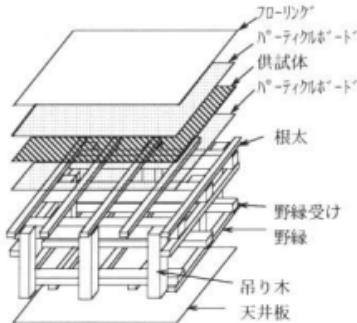


図11 木造住宅床構造の模式図

図12は、アスファルトを使用した場合の軽量床衝撃試験結果を示す。この試験結果、軽量床衝撃音は、周

波数125Hz～4kHzにおいて0dB～6dBの改善量が得られている。

図13は、アスファルト使用した場合の重量床衝撃試験結果を示す。

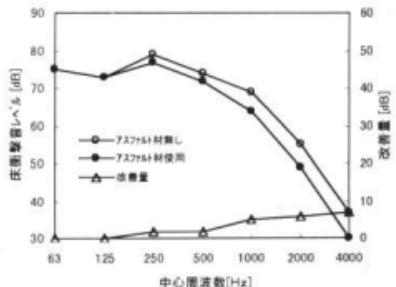


図12 軽量床衝撃音レベル実測値（木造床構造）

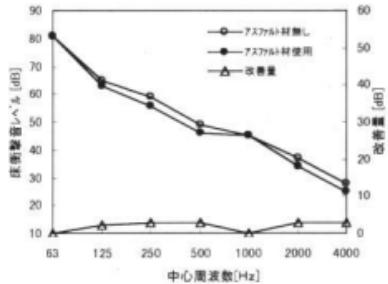


図13 重量床衝撃音レベル実測値（木造床構造）

この試験結果、重量床衝撃音は、周波数125Hz～4kHzにおいて0dB～2dBの改善量が得られている。これらの結果、木造住宅床構造の場合、重量・軽量床衝撃試験に対して本アスファルトでは、十分な改善量が得られていない。今一度アスファルト内の混合物を考慮する必要があると考えられる。

#### 3.4 アスファルトへの電磁波シールド付加

近年、オフィスビル、病院・研究施設等では、隣室間、階間等での携帯電話、情報機器等による電磁波漏洩等によるビル電磁波シールド対策の必要性が生じてきた。これらの電磁波障害対策として、本研究では、床材に電磁波シールド効果をもたせ音および電磁波環境に関する多機能化を図った。

図14に電磁波シールド性能を持たせた材料のシールド性能を示す。測定に関しては、K E C法を使用して測定した。周波数30MHz～1GHz関し、60dB～

40dBのシールド効果を得ている。電磁波シールドに対する本アスファルトは十分使用できると推測される。K E C法は近接電界によるシールド測定法であるので、実環境でのシールド値とは異なるが、シールド性能の目安としてK E C法を採用して測定した。

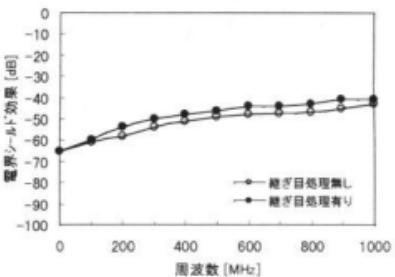


図14供試体の電磁波シールド特性

## 4 結 言

本研究では、既発表の成果をもとにアスファルトの床衝撃緩衝材の性能向上を図ったが、鉄筋スラブ2重床の場合、軽量および重量床衝撃試験により、実住環境で有効な改善量を示し実用化の可能性を得た。

鉄筋スラブ直張り構造床および木造床構造に関しては、現状のアスファルトでは、緩衝効果が少なく、更にアスファルトの混入物を考慮し、衝撃緩和を図る必要があることが把握できた。

階間、隣室に対する電磁波シールド性能は、30MHz～1GHzで60～40dBの性能を得た。今後の課題としてこれらの測定結果をもとに、鉄筋直張り構造床、木造床構造に対しては、アスファルト内の混入物を検討し、音・電磁波環境に適応した多機能複合材料として更に性能向上を進めていく予定である。

なお、本研究は広島県地域研究者養成事業に基づき、民間企業から中堅技術者の参加を得て実施した。

終わりに、終始ご指導頂いた広島大学太田光雄名誉教授、近畿大学西村公伸助教授に深謝の意を表します。

## 文 献

- 1) H. Iwashige et M.Ohta, "Cosideration sur relation entre le niveau normalisé des braites de chocs et l'isolement acoustique des planches", ACUSTICA, **44**, (1980) 3, 210～223
- 2) 古野他, VSTech'95 振動・音響新技術シンポジウム講演論文集 (1995), 83～86

# 無機系廃棄物の再利用技術の研究（第2報） コンクリート廃材の再生利用技術

倉本恵治、丸下清志、斯波信雄、新畠貴史\*、石川敏之\*\*

## A Study on Reutilization of Inorganic Wastes (2nd Report) Recycling from Concrete Wastes

KURAMOTO Yoshiharu, MARUSHITA Kiyoshi, SHIBA Nobuo, NIIHATA Takashi\* and ISHIKAWA Toshiyuki\*\*

In this study, the possibility to reuse waste concrete abolished by demolition of reinforced concrete structure was investigated from the viewpoint of strength. Compressive strength of recycled aggregate concrete was experimentally examined in the case of varied types and combination conditions. It was confirmed by the X-ray fluorescence spectrometry that concrete quality depended on cement paste or mortar stuck on the surface of recycled aggregate causes, and methods of removing cement paste or mortar stuck was examined.

キーワード：廃棄物、有効利用、再生骨材

## 1 緒 言

建設副産物（建設残土、建設廃棄物）の処分は、環境保全、資源有効利用や省エネルギーの面で重要な課題である。リサイクル法の施行に伴い、各産業においてこれまで廃棄されていた資材や資源の再利用に関する検討が行われるようになった。特にコンクリート用骨材について、以前は河川等から玉砂利や砂を採取していたが、河川環境の破壊や高度成長期以降における使用量の急増等の理由から、現在では人工的に岩石を破碎した碎石や碎砂が主に用いられるようになってきている。しかし、この碎石や碎砂も地方によっては風化や変成により品質が低下し、良質な骨材の採取が困難となっているところもある。また、河川と同様に山間部でも生態系破壊等の環境問題が取り上げられ、新たな採石場の確保も困難になってきており、これらの理由から骨材資源の枯渇化が社会問題となっている。

現在、建築・土木構造物の解体に伴って発生するコンクリート塊の量は1995年度に約3600万t<sup>1)</sup>で、その発生量は残土を除く建設副産物全体の1/3を占めている。このうち平成7年度では65%が再利用されている<sup>2)</sup>が、その用途の大部分が舗装の路盤材としてである。したがってコンクリート廃材の完全リサイクルのための有効な技術開発が強く望まれている。

本実験では、再生骨材（粗骨材、細骨材）を使用したコンクリートの圧縮強度、再生骨材の品質改善のための処理方法とそれらを骨材に使用したコンクリートの圧縮強度について検討を行った。

## 2 実験方法

### 2.1 使用材料

再生骨材（粗骨材、細骨材）はS社から入手したものを使用した。セメントは普通ポルトランドセメント（トクヤマ）、標準の粗骨材として碎石、細骨材として川砂を使用した。

### 2.2 試験方法

細骨材、粗骨材の比重、吸水率試験はJIS A 1109、1110、粒度分布はJIS A 1102により測定した。また、再生細骨材、再生粗骨材の品質改善のため濃度の異なる塩酸で24hr処理し、比重および吸水率を測定した。

コンクリートの配合は、粗骨材の最大寸法を15mmとしランプ8cm、水セメント比50%、細骨材46%，空気量2%とした。混和材料は用いていないので単位骨材容積は全ての配合で一定となっている。圧縮強度はφ10×20cmの円柱供試体成形後、28日間20±2℃の水中養生を行いJIS A 1129に準じ試験を行った。

X線分析は、コンクリート試験片の中央部を切断してX線分析顕微鏡XGT2000(堀場製作所)で分析した。

## 3 実験結果および考察

### 3.1 未処理の再生細骨材、再生粗骨材の品質

細骨材と粗骨材、標準として使用した川砂、碎石の比重および吸水率の測定結果を表1に示す。再生細骨材、再生粗骨材とも標準に比べて比重が低く、吸水率が高い結果となった。また、細骨材の粒度分布を図1に示す。粒度分布の結果から細骨材の粗粒率を計算す

\*山陽工営株、\*\*株濱田製作所

表1 細骨材、粗骨材の比重および吸水率試験結果

| 試料    | 絶乾比重 | 吸水率(%) |
|-------|------|--------|
| 再生細骨材 | 2.19 | 10.34  |
| 川砂    | 2.45 | 3.35   |
| 再生粗骨材 | 2.32 | 8.26   |
| 碎石    | 2.61 | 1.26   |

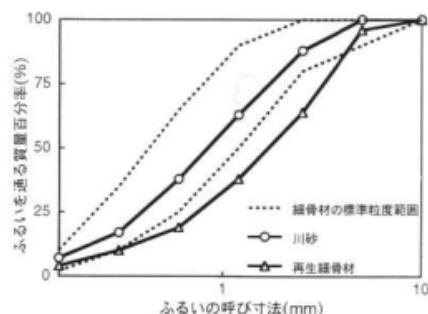
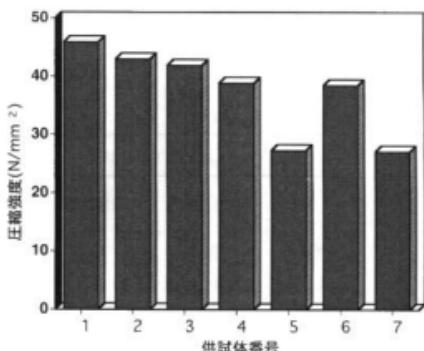


図1 細骨材の粒度分布

ると3.69であり、土木学会の粒度の標準を外れていることが分かった。再生骨材は、コンクリートを破壊したものであり、セメント、不純物といった砂以外のものが残っていると考えられる。これら再生品をそのまま骨材として使用し、表2に示す配合により混練した場合の圧縮強度試験結果を図2に示す。再生細骨材は、100%代替として用いた場合でも圧縮強度の低下は10%以下である。現在、海砂の供給停止に伴い代替材の要望が高まっており、細骨材としてJIS規格は満



足していないが、強度的には再利用可能と考えられる。再生粗骨材を使用した場合、30%混合の場合でも15%程度圧縮強度が低下しており、100%代替の場合は、約40%低下した。コンクリートの圧縮強度の低下は骨材の品質から予想できる結果ではあるが、再生細骨材、再生粗骨材とでは、再生粗骨材を使用したときの方が強度に与える影響が大きいことが分かった。

### 3.2 塩酸処理した再生細骨材の品質

再生細骨材を塩酸処理した結果を表3に示す。これは残存しているセメント分を溶解し砂だけを残す目的で行ったが、塩酸濃度が高くなると比重は減少、吸水率が増加し、再生細骨材の品質は低下する結果となった。今回の実験では処理時間が24hrと短く完全に溶解していないことが考えられ、この点については今後詳細に検討する。この塩酸処理した再生細骨材を使用した場合、比較として標準品と再生品の圧縮強度試験結

表2 コンクリートの配合

| 供試体番号 | 水   | セメント | 川砂  | 再生細骨材 | 碎石  | 再生粗骨材 | 単位(kg/m³) |
|-------|-----|------|-----|-------|-----|-------|-----------|
| 1     | 178 | 356  | 777 | —     | 971 | —     |           |
| 2     | 178 | 356  | 526 | 226   | 971 | —     |           |
| 3     | 178 | 356  | —   | 694   | 971 | —     |           |
| 4     | 178 | 356  | 777 | —     | 657 | 282   |           |
| 5     | 178 | 356  | 777 | —     | —   | 863   |           |
| 6     | 178 | 356  | 526 | 226   | 657 | 282   |           |
| 7     | 178 | 356  | —   | 694   | —   | 863   |           |

水セメント比 W/C=50、細骨材率 s/a=46、細骨材の最大寸法 15mm

表3 塩酸処理による再生細骨材の比較および吸水率変化

| 処理法<br>試験項目 | 無処理   | 水洗   | HCl (1:100) | HCl (1:50) | HCl (1:20) | HCl (1:10) |
|-------------|-------|------|-------------|------------|------------|------------|
| 絶乾比重        | 2.19  | 2.28 | 2.28        | 2.26       | 2.24       | 2.20       |
| 吸水率 (%)     | 10.34 | 8.70 | 7.85        | 9.91       | 10.40      | 11.23      |

表4 塩酸処理による再生粗骨材の比較および吸水率変化

| 処理法<br>試験項目 | 無処理  | HCl (1:100) | HCl (1:50) | HCl (1:20) | HCl (1:10) |
|-------------|------|-------------|------------|------------|------------|
| 絶乾比重        | 2.32 | 2.30        | 2.30       | 2.29       | 2.33       |
| 吸水率 (%)     | 8.26 | 8.56        | 8.78       | 7.90       | 6.79       |

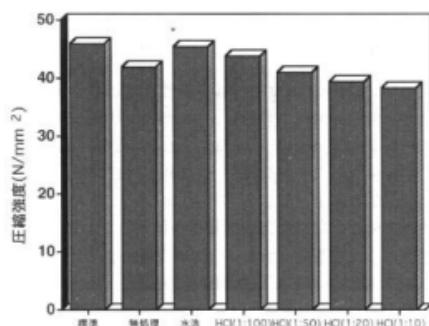


図3 再生細骨材を用いた圧縮強度試験

果を図3に示す。塩酸処理により、品質の向上は認めなかったため、顕著な結果は得られなかった。

### 3.3 塩酸処理した再生粗骨材の品質

再生粗骨材を塩酸処理した結果を表4に示す。低濃度の処理ではあまり変化はないが、高濃度の処理で吸水率は減少した。この塩酸処理した再生粗骨材を使用した場合の圧縮強度試験結果を図4に示す。図3と同様、標準品と塩酸未処理の再生粗骨材の結果も示しており、再生品と比較してわずかではあるが、強度が増加していることが分かる。これは、塩酸処理による吸水率の増加が品質を改善させることが考えられ、今後処理時間等について詳細に検討する。本実験では、コンクリートの圧縮強度試験を行ったが、さらに引張強度、曲げ強度、凍結融解、乾燥収縮などに対する検討が必要である。

### 3.4 X線分析

標準骨材や再生骨材を使用したコンクリートの評価として、X線分析により化学的解析を行った結果を図

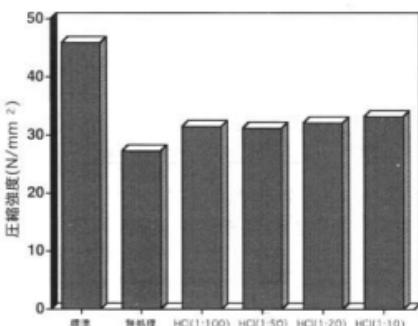


図4 再生粗骨材を用いた圧縮強度試験

5に示す。再生骨材を使用した場合は、カルシウムの分布が多く、特に粗骨材表面の一部に集積している。これは、5 mm以上のものを骨材として用いたが、粗骨材表面にセメント分が多量に付着していることを示している。また、再生骨材の鉄の分布が不均一であるが、鉄筋の入ったコンクリート構造物を破碎したことによる骨材表面への付着と考えられる。硫酸についても再生骨材の場合が多くなっており、これはコンクリートの初期強度を出すために入る硫酸カルシウムの影響や建物の内壁材の混入などによるものと考えられる。以上のことから骨材としての品質低下をもたらす原因と考えられる。

## 4 結 言

コンクリート塊から発生する再生骨材（粗骨材、細骨材）の有効利用について検討した結果、次の結果を得た。

- (1) 再生粗骨材を利用したコンクリートの圧縮強度

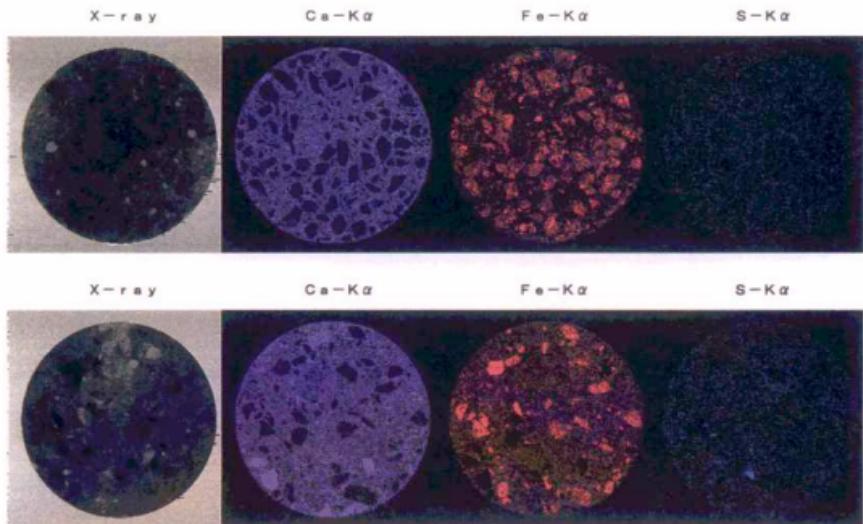


図5 X線分析顕微鏡による元素マッピング（上：標準骨材 下：再生骨材）

は、標準と比較して約40%低下した。再生細骨材利用の場合の圧縮強度の低下率は10%以下であった。  
(2) 再生骨材の塩酸処理による品質改善については、再生粗骨材についてわずかに効果が見られ、圧縮強度にも影響が認められた。  
(3) X線分析により分析した結果、再生骨材を使用した場合は、モルタル中のカルシウムが多く付着していることがわかった。このことが圧縮強度の低下した原因の一つであると考えられる。  
なお、本研究は広島県地域研究者養成事業に基づき、

民間企業から中堅技術者の参加を得て実施した。

終わりに、本研究を遂行するにあたりご助言いただきました呉工業高等専門学校 竹村和夫教授、加藤省二技官に感謝いたします。

## 文 献

- 建設副産物リサイクル広報推進会議：総合的建設副産物対策、平成9年度、(1997)
- 第277回コンクリートセミナーテキスト、嘉門雅史、(1998)、13