

# 研 究 報 告

第 18 号

平成 28 年 2 月



Journal of  
Local Independent Administrative Agency  
Iwate Industrial Research Institute

Vol.18

地方独立行政法人  
岩手県工業技術センター



地方独立行政法人 岩手県工業技術センター

〒020-0857 岩手県盛岡市北飯岡 2-4-25

TEL: 019-635-1115

FAX: 019-635-0311

ホームページ URL: <http://www.pref.iwate.jp/~kiri/>

お問い合わせ E-mail: [CD0002@pref.iwate.jp](mailto:CD0002@pref.iwate.jp)

平成 28 年 2 月 第 18 号

目 次

◆ デザイン部

- 1 圧縮処理木材による曲木技術を活用した岩手県沿岸地域木製品製造企業  
のための製品開発に関する調査研究  
(研究事業名：平成 26 年度 公益財団法人さんりく基金 調査研究事業)  
有賀 康弘、内藤 廉二、浪崎 安治 . . . . . 6
- 2 鋼製小物に関わる操作性定量評価の研究 (第 1 報)  
(研究事業名：平成 25 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業)  
長嶋 宏之、飯村 崇、井上 研司 . . . . . 15
- 3 鋼製小物に関わる操作性定量評価の研究 (第 2 報)  
(研究事業名：平成 26 年度 技術シーズ形成研究事業 (発展ステージ))  
長嶋 宏之、飯村 崇、井上 研司 . . . . . 19
- 4 岩手県工業技術センター内のウルシノキ生育状況調査  
(研究事業名：平成 26 年度 技術シーズ形成研究事業 (育成ステージ))  
小林 正信 . . . . . 24

◆ 電子情報技術部

- 5 FIR-V ハイブリッドカメラを使った歩行者検知システム  
(研究事業名：平成 24～26 年度 経済産業省 戦略的基盤技術高度化支援事業)  
長谷川 辰雄、菊池 貴、宇都宮 弘純、鎌田 智也、加藤 浩之 . . . . . 29
- 6 Pt/Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O ショットキーフォトダイオード型紫外線センサ  
(研究事業名：平成 24～26 年度 文部科学省 科学研究費助成事業 (基盤研究 C)  
平成 24～26 年度 JST 復興促進プログラム (マッチング促進))  
遠藤 治之、高橋 強 . . . . . 35
- 7 画像情報とセンサデータを組み合わせたハイブリッド環境測定システム  
(研究事業名：平成 26 年度 共同研究)  
菊池 貴、野村 翼、千田 麗誉 . . . . . 39

◆ 機能表面技術部

- 8 光学設計のための電磁場解析の基礎検討  
(研究事業名：平成 22 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業)  
目黒 和幸 . . . . . 45
- 9 超短パルスレーザによる光学素子作製のための微細構造形成技術の基礎実験  
(研究事業名：平成 23 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業)  
目黒 和幸、渡邊 涼太、大坊 真洋 . . . . . 49
- 10 下塗りに電着塗装を利用する VOC 低減化法  
(研究事業名：平成 23 年度 公募型共同研究事業)  
佐々木 麗、穴沢 靖、内館 真澄、佐藤 博、大町 怜、浅沼 和彦 . . . . . 53
- 11 ダイカスト製品の電着下塗りによる VOC 低減化  
(研究事業名：平成 24 年度 公募型共同研究事業)  
佐々木 麗、穴沢 靖、内館 真澄、亀山 勝、細川 壽博 . . . . . 59
- 12 超短パルスレーザを用いる Si および Ni 基合金の微細加工  
(研究事業名：平成 23～25 年度 公益財団法人天田財団 一般研究開発助成  
平成 24 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業)  
目黒 和幸 . . . . . 64
- 13 セラミックスを混合した Co-Cr-Mo 合金のプラズマ粉体肉盛溶接時の硬さ  
(研究事業名：平成 24～25 年度 JST 復興促進プログラム (A-STEP 探索タイプ))  
桑嶋 孝幸、園田 哲也、斎藤 貴 . . . . . 70
- 14 低圧型コールドスプレーで成膜した Ni 皮膜組織の熱処理による変化  
【投稿論文再掲】：一般社団法人日本溶射学会  
(研究事業名：平成 21～23 年度 岩手県 自動車関連新技術移転推進事業)  
桑嶋 孝幸、佐竹 忠昭、園田 哲也 . . . . . 74
- 15 種々の方法で溶射した Co-Cr-Mo 合金溶射皮膜の組織と硬さへの影響因子  
【投稿論文再掲】：一般社団法人日本溶射学会  
(研究事業名：平成 23～24 年度 文部科学省 地域イノベーションクラスター  
プログラム (重点支援枠))  
桑嶋 孝幸、柳原 圭司、飯村 崇、園田 哲也、岩渕 明、千葉 晶彦 . . . . . 80
- 16 コールドスプレー法で成膜した可視光応答型光触媒皮膜の光触媒特性  
【投稿論文再掲】：一般社団法人日本溶射学会  
(研究事業名：平成 23～25 年度 農林水産省 農林水産業・食品産業科学技術研  
究推進事業 (実用技術開発ステージ))  
桑嶋 孝幸、安岡 淳一、佐藤 恵、平野 高広、河田 裕樹 . . . . . 87

◆ 素形材技術部

- 17 座標測定機のスキヤニング測定  
(研究事業名:平成 22 年度 産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会 (共同研究))  
和合 健、池 浩之 . . . . . 94
- 18 レーザ変位プローブ式非接触座標測定機の性能検査  
(研究事業名:平成 22 年度 産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会 (共同研究))  
和合 健、池 浩之 . . . . . 98
- 19 放電加工による小径針側面への多数細穴加工  
(研究事業名:平成 22 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、中東北 3 県公設試技術連携推進会議 (共同研究))  
和合 健、下河邊 秀行 . . . . . 101
- 20 小径針側面への細穴放電加工の再現性  
(研究事業名:平成 23 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、中東北 3 県公設試技術連携推進会議 (共同研究))  
和合 健、細川 結加 . . . . . 105
- 21 微細放電加工の高精度化のための加工条件  
(研究事業名:平成 22~24 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、中東北 3 県公設試技術連携推進会議 (共同研究))  
和合 健、浅沼 拓雄、下河邊 秀行 . . . . . 108
- 22 非接触式形状測定機の精度評価法  
(研究事業名:平成 23 年度 産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会 (共同研究))  
和合 健、池 浩之 . . . . . 112
- 23 同時 5 軸マシニングセンタの特徴と性能評価  
(研究事業名:平成 23 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業)  
和合 健、飯村 崇、堀田 昌宏 . . . . . 115
- 24 各種輪郭形状測定機の性能比較と測定誤差  
(研究事業名:平成 24 年度 文部科学省地域イノベーション戦略支援プログラム (次世代モビリティ開発拠点プロジェクト))  
和合 健、浅沼 拓雄 . . . . . 118
- 25 座標測定機のラム軸スタイラスオフセットに起因する長さ測定誤差  
(研究事業名:平成 24 年度 共同研究・東北復興 CMM 事業)  
和合 健、池 浩之 . . . . . 122

26	ホールプレートの校正法とそれによる座標測定機の性能評価 (研究事業名:平成24年度 産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会(共同研究)) 和合 健、池 浩之	126
27	同時5軸マシニングセンタによるファン翼の複製とその加工面評価 (研究事業名:平成24年度 基盤的・先導的技術研究開発事業) 和合 健、飯村 崇	132
28	座標測定機におけるクランプ力によるワークピースの変形 (研究事業名:平成25~26年度 共同研究・東北復興CMM事業) 和合 健、浅沼 拓雄	138
29	ごく細パイプ電極を使用した細穴放電加工 (研究事業名:平成25年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、中東北3県公設試技術連携推進会議(共同研究)) 和合 健、浅沼 拓雄	147
30	Co-Cr-Mo合金製医療機器の加工法 (研究事業名:平成25年度 基盤的・先導的技術研究開発事業) 飯村 崇、和合 健、長嶋 宏之、井上 研司	152
31	Co-Cr-Mo合金製医療機器の切削加工法 (研究事業名:平成26年度 技術シーズ形成研究事業(発展ステージ)) 飯村 崇、長嶋 宏之、井上 研司	158
32	鋳鉄のワイヤ放電加工条件の最適化 (研究事業名:平成26年度 JST 研究成果展開事業研究成果最適展開支援プログラムA-STEPハイリスク挑戦タイプ(復興促進型)) 和合 健、浅沼 拓雄	161
33	減圧凝固法によるAl-Mg系砂型用合金の溶湯品質評価 (研究事業名:平成26年度 東北経済産業局 自動車関連次世代技術基盤データベース構築事業、中東北3県公設試技術連携推進会議(共同研究)) 岩清水 康二、池 浩之、黒須 信吾	165
34	高リン含有廃棄物(塗装スラッジ)からのリン酸カルシウムの合成および特性評価 【投稿論文再掲】:一般社団法人日本土壌肥料学会 (研究事業名:平成22~24年度 環境省 環境研究総合推進費補助金研究事業) 佐々木 昭仁、工藤 洋晃、河合 成直、佐藤 佳之、阿部 貴志、菅原 龍江	169

- 35 リン酸カルシウム肥料資材としての下水汚泥焼却灰およびアルカリ廃液原料の組成調査と合成リン酸カルシウムの肥料特性評価および原料由来の有害元素の移行調査  
 【投稿論文再掲】：一般社団法人日本土壌肥料学会  
 (研究事業名：平成 22～24 年度 環境省 環境研究総合推進費補助金研究事業)  
 佐々木 昭仁、工藤 洋晃、佐藤 佳之、阿部 貴志、菅原 龍江、  
 守屋 由介、初山 祥太郎、添田 直希、河合 成直 . . . . . 177

◆ 醸造技術部

- 36 醤油用麹菌「南部もやし」の開発  
 (研究事業名：平成 25 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業  
 平成 26 年度 事業化支援事業)  
 畑山 誠、及川 和宏 . . . . . 186
- 37 岩手オリジナル清酒酵母の開発  
 (研究事業名：平成 25 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業  
 平成 26 年度 技術シーズ形成研究事業 (発展ステージ))  
 中山 繁喜、米倉 裕一、佐藤 稔英 . . . . . 190
- 38 酒造好適米「結の香」の精米試験  
 (研究事業名：平成 26 年度 共同研究)  
 佐藤 稔英、中山 繁喜、米倉 裕一 . . . . . 192

# 圧縮処理木材による曲木技術を活用した 岩手県沿岸地域木製品製造企業のための製品開発に関する調査研究\*

有賀 康弘\*\*、内藤 廉二\*\*、浪崎 安治\*\*\*

コンプウッドシステムによる圧縮処理木材を活用して、沿岸地域の小規模企業でも製造可能で、従来製法では難しいデザイン（木目の美しさを生かし、自然な趣きをもちながらも丈夫）を付与した新たな曲木製品の開発について調査研究を行い、曲木を取り入れた製品デザインを提案した。さらに、小規模な木工工房で製品の試作を行い、圧縮処理木材による曲木技術を利用する製品は、特殊な工具や大型の治具（曲げ加工用型）を必要とせず、また、曲げ加工の作業に時間的余裕をもって臨めることを確認した。

**キーワード：圧縮処理木材、曲木、プロダクトデザイン**

## Investigation on Development of New Wood-Bending Products Made from Pre-compressed Woods for Wood Manufacturing Companies in Coastal Areas of Iwate Prefecture

Yasuhiro Aruga, Yasuji Naitou and Yasuji Namizaki

We developed a new bending wood product that utilizing the compression processing wood obtained from "Comp-Wood System". The proposed product is designed for bend wood, and was tested in a small woodworking shop. The wood bending product due to compressed wood requires no special tools or large jigs, and we confirmed that it can afford to take the enough time for bending process.

**key words : compression processing wood, wood-bending, product design**

### 1 はじめに

#### 1-1 木製品製造業の課題

岩手県沿岸地域には、100社を超える木材、木製品製造に関わる企業があると推定される<sup>1)</sup>。そのうち製材、集成材、合板、木材チップ等を除く家具、建具等の木製品製造業の多くは小規模な事業所が多い。木製品については、新分野市場の開拓、新たな顧客創出のため地域資源を生かした製品開発、技術開発を行うとともに、他産地との差別化やデザイン力、商品力向上が必要とされている。しかし、人材・設備等十分でないことも多く、新技術の導入や新製品開発に自力だけで取り組むには難しい状況にある。

#### 1-2 取り組み内容

自由な曲面を成形する木材の曲げ加工は、家具、建具等の製造に由来から一般的に用いられる平面的な指物（さしもの）技術に対して、木製品デザインの自由度を大きく向上させることが可能である。また、切削や接着等を駆使した曲線加工に対し、目切れがなく木目の美しさを生かすことができる、自然な趣きを持つ、丈夫であるなどの特性を持ち、シンプルな構造ながらも新規性の高

いデザインの家具や木製品を製造することができる。

本事業では、岩手県工業技術センターが持つ曲木技術を活用し、沿岸地域の小規模企業でも製造可能で、従来製法では難しいデザインを付与した新たな木製品の開発について調査研究を行い、沿岸地域の木製品製造業者の新分野市場への参入促進を図ろうとするものである。

#### 1-3 岩手県工業技術センターの強みと技術シーズ

本事業で活用するシーズは、コンプウッドシステム処理技術及び同処理材の加工技術である（図1）。従来の曲木加工は蒸煮法によるものが一般的であるが、これは材温の高いうちに曲げ加工を完了する必要があることから、木製品製造業者自身が蒸煮設備を保有しなければならず、小規模事業者が新たにこの技術を導入することが難しかった。これに対しコンプウッドシステム（デンマーク製装置による圧縮前処理法）<sup>2)</sup>は、木材を木繊維方向に圧縮することで常温での曲木加工を可能にするので、かつ圧縮処理後も長期間にわたり処理材を保管できることから、木製品製造業者が圧縮処理装置を保有する必要がない。当センターではこの新しい木材の曲げ加工技術として注目されているコンプウッドシステムの有

\* 平成26年度 公益財団法人さんりく基金 調査研究事業

\*\* デザイン部 \*\*\* コーディネーター



効性について研究を行い、活用のためのデータを蓄積してきた。なお、国内でこの技術を公開しているのは、当センターだけである。

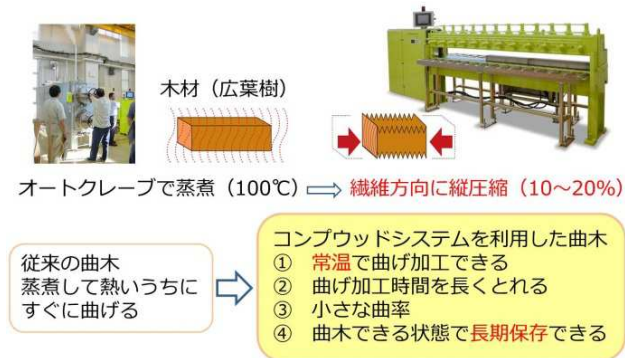


図1 コンプウッドシステム概要

## 2 実施方法

### 2-1 コンプウッドシステムの特徴を生かした製品デザイン

- (1) コンプウッド処理した曲木用木材は、従来の蒸煮法による曲木加工に比較し、常温での曲げ加工ができるため曲げ作業時間が長くとれる、曲げ半径を小さくできる等の特徴がある。そのような特徴を生かした曲木加工を取り入れた製品として、小規模な木工メーカーで生産可能な家具や装身具などの製品デザインを行った。デザインを3次元CAD等で確認した後、実材により立体スケッチともいえる試作を行い、加工工程、品質、性能等を確認、考察した。
- (2) デザイン開発に、より幅広い視点、多彩なアイデアを取り入れるため、コンプウッドシステムを活用する曲木応用製品のデザイン制作を岩手県立産業技術短期大学校産業デザイン科の実習課題とすることを提案し、同科指導員の協力を得て実施した。提案製品は、生活空間で使用されるものとした。

### 2-2 小規模企業での曲木製品試作

県内の木製品メーカーのうち、小規模で沿岸市町村にあること、木材加工の高い技術を持っていることから注文家具等のオリジナルな木製品を製作販売している阿部工房（岩手県岩泉町）に曲木を取り入れた製品の試作を委託した。試作に際して、阿部工房の生産設備、能力と製作ノウハウを考慮しながら製品案の具体的なデザインと設計の打合せを行い、仕様をまとめた。

## 3 結果及び考察

### 3-1 コンプウッドシステムの特徴を生かした製品デザイン

- (1) コンプウッド処理した木材の特徴を生かし、小規模な木製品メーカーで生産可能な製品のデザイン開発と設計を行った。いずれも岩手県内でこれまでに曲木を取り入れた製品としては無かったものである。

#### ① 「スツール」(家具への曲木提案)

脚、座など見えがかり部はすべて曲木部品としたもの(図2、3)。曲木の利用で軽量化が期待できる。曲木の多用は家具の軽量化に効果的であるが、曲がった部材の接合には強度不足にならないよう注意が必要である。直材で構成される家具以上に構成する部材の取り付けや接合部分が適切に組み合わせられ視覚的にも安定して見えるように、また部品の組立と仕上げを効率的、合理的に行うための“納まり”や、加工誤差などを吸収するためにあらかじめ遊びを見込んでおく“逃げ”の工夫が設計に求められる。

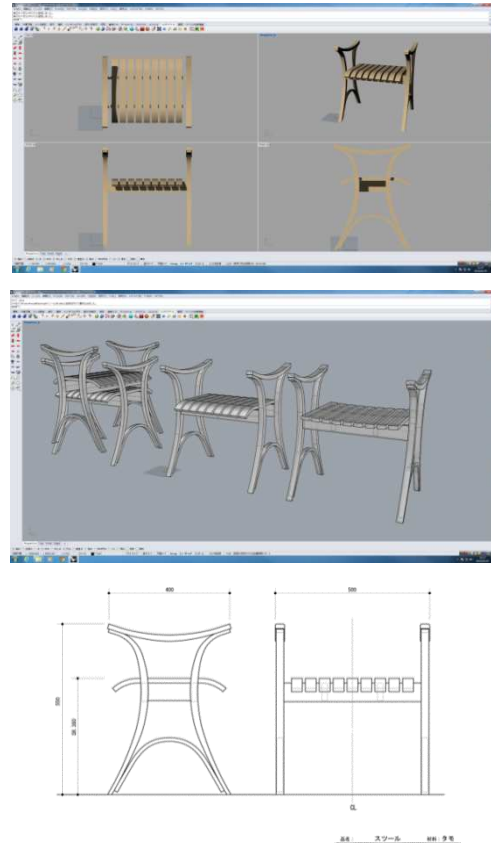


図2 「スツール」デザイン



図3 スツール(実材、樹種タモ)

脚部と肘掛けは接着接合としている(図4)が、他の接合方法や複合的な方法、例えば、緊結金具、専用の

接合金具等の併用などを検討する余地がある。座板は、大入れ接ぎによってヌキと接合される。一方で、脚の断面が細いことと、左右の脚と座面を1カ所のヌキだけで支えているため、全体の強度に不安がある(図5)。

曲木に用いる材料の木取りは、歪りに注意し目切れを避ける。木材の乾燥後の収縮を見込む。部品の定規は、曲木加工後の仕上げをスムーズに行うために必要であり、部品の基準線や接合部の位置寸法を写しておく(図6)。

曲げ加工には曲げのための機器は使用していない。曲げ用治具に沿って曲げるためにF型クランプを使用した。実際の生産では、手早く締め付け固定ができるクサビなどの締具を曲げ形状に応じて用意する(図7)。曲げ加工した部品(図8)の接合部や仕上げを正確で安全に加工するために治具が重要である。曲木では、仕上げ面が曲面となることが多いので、切削加工用の治具の製作は不可欠となる(図9)。



図7 加工工程 治具を用いた曲木加工



図8 加工工程 曲げ加工と乾燥を終えた部品



図4 試作 肘掛け部分



図5 試作 脚部と座面部分



図9 加工工程 座板の溝加工用治具



図6 加工工程 曲木材料の木取りと加工用定規

## ② 「プレスレット」(装身具への曲木提案)

腕を飾るものとしてデザインし時計機能を付加した(図10、11)。図12、13に示したように製作方法は単純で、岩手県が誇る多彩な広葉樹の美しさを手軽に楽しむことができる。装身具は自由でオリジナルなデザインに価値を見いだすものも多いので、形状や仕上げに制限を設けることなく県産漆や異種材と組み合わせるなど様々な発展性がある。

時計機能を付加する場合には、取り付けるムーブメントを用意できるかが問題となる。少量生産に対応するムーブメントの入手は難しい。今回は、市販されている小型置き時計用ムーブメント(セイコークロック株式会社、商品名コレット)を組み込んだ。

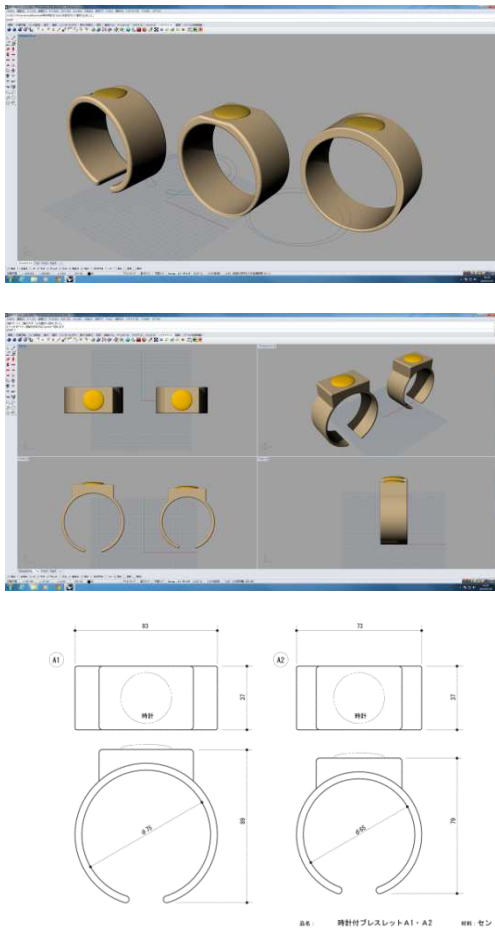


図10 「ブレスレット」デザイン



図11 「ブレスレット」(実材、樹種セン・カエデ)



図12 加工工程 曲木加工



図13 加工工程

③ 「フェンダー (自転車用泥よけ)」 (スポーツ用品への曲木提案)

自転車は、生活、通勤の交通手段としてはもちろん、観光や趣味など利用される場面へ大きな広がりを見せている。それにともなって、自転車に必要なアイテムもさまざまなバリエーションとファッション性が求められている。木製のフェンダーは、このような近年の自転車の楽しみ方の多様化に対応するものである (図14)。材料の厚さを薄くできるため曲げ加工が容易である (図15、16、17)。タイヤサイズに応じた曲げ用治具 (型) が必要となるが、ブレスレットと同様に単純な治具は自作製作できる (図17)。フェンダーを自転車に取り付ける専用金具が別に必要となる。曲げ加工する際には、治具 (曲木用型) が作業中に動くことが無いようにしっかりと固定する (図18)。木材の乾燥ムラを防ぐため、乾燥用治具 (図19)に取り付けたまま乾燥機にて乾燥を行う。

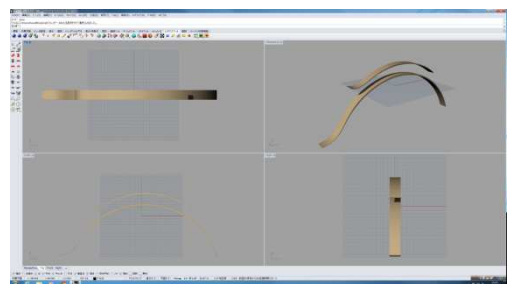


図14 「フェンダー」デザイン

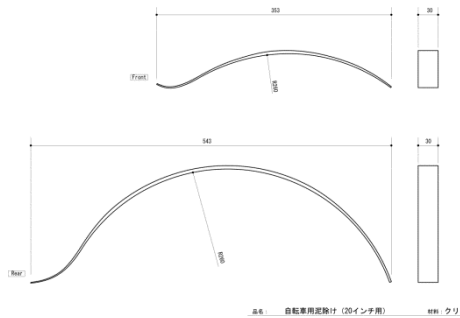


図15 「フェンダー」デザイン

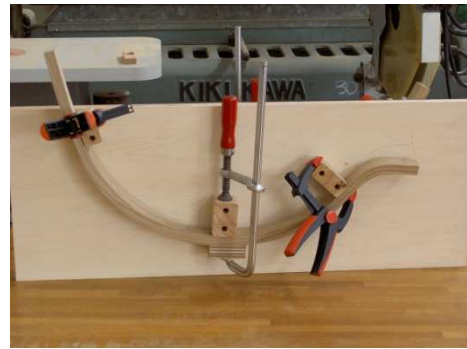


図19 乾燥用治具



図16 「フェンダー」(実材、樹種クリ)

④ 「風鈴スタンド」(インテリアオーナメントへの曲木提案)

住環境に合わせて風鈴を楽しむためのもの。風鈴と音を室内で楽しむためのスタンドとして、曲木を生かした自由なスタイルがデザインできる(図20、21)。細い部材は曲げ半径を小さくできるため複雑な曲げ加工も可能である(図22)。

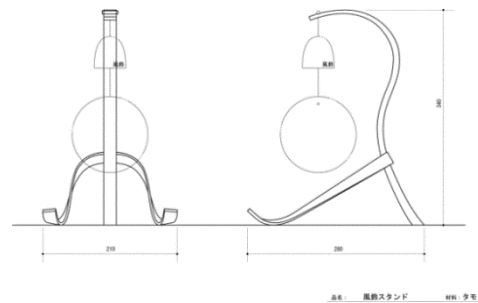
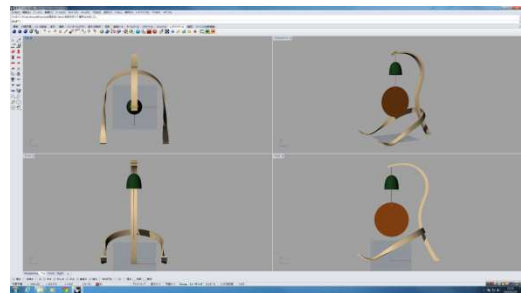


図20 「風鈴スタンド」デザイン



図17 曲木加工



図18 加工治具(曲げ用型)



図21 「風鈴スタンド」(実材、樹種ニレ)



図22 曲木加工

- (2) 岩手県立産業技術短期大学校産業デザイン科プロダクトデザインコース2年生の実習課題として、学生が5件の製品デザインの提案に取り組んだ。実習に先立って、学生に対し、コンプウッドシステムを理解するために必要な木材と加工の基礎知識、曲木加工技術の基礎とコンプウッドシステムについて座学研修を行った(図23)。提案されたこれらの製品デザインは、三次元モデリングとCG(コンピュータグラフィックス)によるもので、設計及び試作までは行っていないが、曲木の可能性を示す斬新なアイデアが示された。



図23 学生を対象とした研修

- ① 曲木技法を活用した傘立て(図24)の提案  
 ターゲット「一軒家に住む人」  
 コンセプト「一本だけの曲線」曲木の強度を生かす  
 キーワード「スリム、高低差」省スペース



図24 傘立て

- ② 落ち着く空間 Wood wrap (図25)の提案  
 自分だけの空間が欲しい。狭いところでくつろぎたい。と思っている人に向けて、木の温もり、球体の安心感、閉所の落ち着きを兼ね備えたもの。包まれる安心感。優しさ。を感じられる空間を提案。

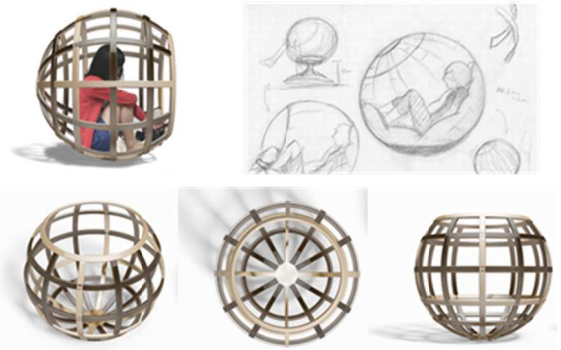


図25 Wood wrap

- ③ 「wave chair」(図26)の提案  
 ゆったりとした気持ちで作業がしたい、くつろぎたい。リクライニングチェアは、大きくて場所をとる、重々しいなどの問題点がある。そのため、軽量化、強度を考え、曲木を使った見た目の軽さを意識した椅子を提案。  
 ターゲット「寝転んだような姿勢が楽と感じる人」  
 コンセプト「軽さ×爽やか」



図26 wave chair

④ 幼児の為のバランス感覚を養う遊具の提案

幼児用木製ランニングバイク (図 27)

- ・バランス感覚を養うことができる。
- ・木製のため、軽くて丈夫である。
- ・木のぬくもりに触れて豊かな感性を育む。



図 27 幼児用木製ランニングバイク

⑤ コンパクトなドレッサー (図 28) の提案

コンパクトでありながらも特別な空間を感じられるシンプルなドレッサー。化粧はマナーの他に特別な物と感じている人も多い。そこで、本来の使用目的を確認し、選択することで圧迫感の無いより生活しやすい空間を作り出せるのではないかと。

ターゲット「働く女性」気持ちを切り替える空間  
コンセプト「compact×simple」化粧のための空間



図 28 ドレッサー

3-2 小規模企業での曲木製品試作

(1) 製品デザイン

はじめに阿部工房 (図 29) が自ら曲木加工に取り組んでみたいとする製品案を示し、それらを基に今後も商品化につなげられる製品デザインをスケッチ等により相談しながら具体化した。製品デザインは次のことを考慮した。

- ・商品化を見据えたもの
- ・阿部工房が得意な照明機能の組み込み
- ・木材以外の素材との組み合わせ。
- ・オリジナル金物の加工製作
- ・木の質感を損なわない塗装仕上げ
- ・県産広葉樹の魅力を発信できること

試作は、阿部工房での商品化を念頭に置いた家具 (テーブル、コート掛け)、照明器具等の案から、コート掛けと照明器具 (2種) の計3点を委託した。



図 29 阿部工房全景 (岩手県岩泉町)

(2) 試作製品

阿部工房が試作したいずれの製品も、シンプルな曲木の形状と、丁寧な曲面の仕上げによって広葉樹の素材感を際立たせて魅力を十分に発揮するものとなった。加えて、木肌の質感を損なわないオイルフィニッシュにより、やさしい曲木のイメージがよく伝わる完成度の高い試作品となった。塗装には岩手県特産の漆を使うことも提案できる。曲木のLED照明器具のようにこれまで県内では見られなかった木製品を提案することができた。試作品を以下に示す。

① 「コート掛け」 (図 30、31)

3本の曲木の脚部品を鉄製のオリジナル金具で組み立てたもの。この金具には、ハンガーや傘などを掛けられるほか、曲木部品の狂いを矯正することに役立つ。曲木用の治具 (型) は1種類のみであるが、曲げ加工した材料の乾燥を効率的に行うために乾燥用治具を複数用意すれば、生産性が向上する。

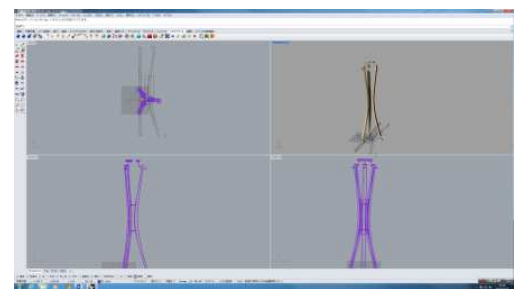


図 30 「コート掛け」デザイン



図31 コート掛け (樹種ニレ)

② 「照明器具 (スタンド)」 (図32、33、34)

曲木の厚みを2分割した部品にLEDモジュールと電気コードを組み込むための加工を施した後、接着接合して本体を整形した。木目が目切れしないように木取りした曲木では接着層がほとんど目立たず、一体の曲木のように見せることができた。照明用LEDモジュールは市販品を利用した。

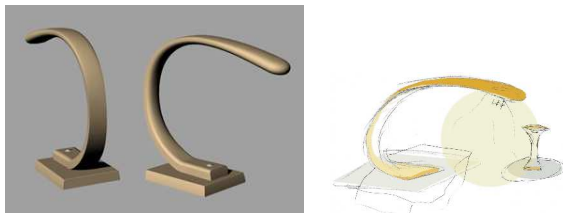
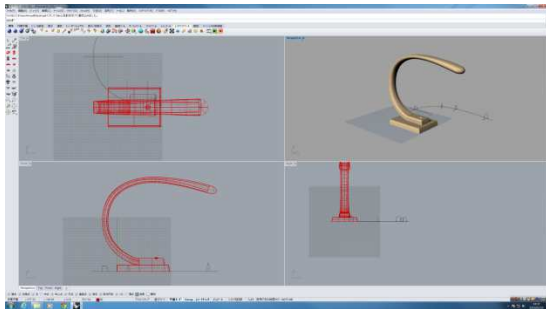


図32 「照明器具 (スタンド)」 デザイン



図33 照明器具 (スタンド、樹種タモ)



図34 照明器具 (スタンド、点灯状況)

③ 「照明器具 (ペンダントライト)」 (図35、36)

天井からワイヤーで吊す照明器具。前述の照明器具 (スタンド) と同様に2分割した曲木部品を接着接合して本体を一体化した後に整形した。照明用LEDモジュールは市販品を利用した。

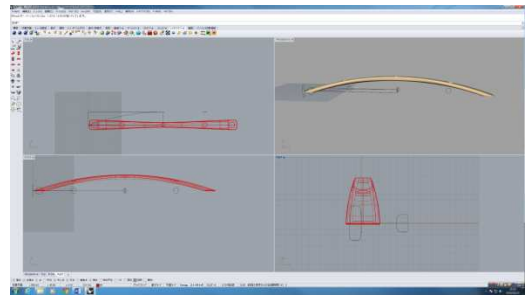


図35 「照明器具 (ペンダントライト)」 デザイン



図36 照明器具 (ペンダントライト、下は点灯状況)

#### 4 まとめ

小規模木工メーカーにおいては、活発に商品開発に取り組むための人材や設備にも限りがある。この状況を解決するため、地域の公設試験研究機関である岩手県工業技術センターを活用することで、最小限のコストで新技術の導入や新たなデザインが可能となる。本事業では、アイデア段階のものも含めコンブウッドシステムの特徴を生かした多くの木製品のデザイン提案と製作事例を示すことができた。阿部工房に委託した試作では、曲木のLED照明などこれまで県内では見られなかった木製品を提案することができた。阿部工房での試作3点は意匠出願した（「天井つり下げ灯」出願番号2015-8459、「電気スタンド」出願番号2015-8460、「衣類掛け」出願番号2015-8461）。試作品はいつでも見て触れることができるよう当センターに展示している。コンブウッドシステムを活用することで新しい曲木加工技術に容易に取り組めるので、他ではまねのできない新しい木製品の提案の活発化など県内木製品製造業の活性化が期待される。

広葉樹は北東北岩手を感じさせる素材である。シンプルな曲線が無垢材で作出す曲木製品は、思わず手を触れたくなるような魅力があり、広葉樹の良さを表現するにはふさわしい製品である。小規模な生産形態ではあっても、熟練した伝統的な技能や岩手県工業技術センターの技術シーズを活用しながら、良質の地域資源を活かして、長く愛される木製品を岩手のものづくりから提案していきたい。今後も沿岸地域の小規模木製品メーカーでの曲木を活用した商品開発支援、及びコンブウッドシステムと曲木利用のための基礎データの収集を継続する予定である。

#### 文 献

- 1) 岩手県の工業（確報）：産業細分類別統計表、品目別統計表（2011）
- 2) compwood Machines Ltd.：ソリッドウッドベンディング



# 鋼製小物に関わる操作性定量評価の研究（第1報）\*

長嶋 宏之\*\*、飯村 崇\*\*\*、井上 研司\*\*\*\*

ピンセットなどの鋼製小物について、意匠により作業効率に差が出るのかを調査するべく、操作性評価実験を行いデータの収集と定量化を試みるため、想定する作業工程の実験の有効性について検討した。その結果、実験の有効性の確認と課題を抽出することができた。

**キーワード：鋼製小物、操作性、定量化**

## Quantifying Handleability of Metallic Instruments (Part 1)

Hiroyuki Nagashima, Takashi Iimura and Kenji Inoue

This work investigated how the shape of medical instruments (e.g., forceps) affects their performance. For the same, we conducted experimental surgical procedures and collected and quantified work-efficiency data. Furthermore, we analyzed the outcomes of the experimental procedures and the associated problems.

**key words : metallic instruments, handleability, quantification**

### 1 緒言

岩手県工業技術センターでは平成20年度から、文部科学省の都市エリア事業や地域イノベーションクラスタープログラムなどを通じて、医療機器開発事業を実施してきた。その中で開発したいいくつかの鋼製小物は開発依頼者（医師など）からの主観的評価は非常に高かったものの、客観的な評価データは得られなかった。

そこで、鋼製ピンセットを使用した作業工程を再現した操作性評価実験を実施することで、鋼製小物の操作に関わる客観的データの入手とその定量化を試みることにした。本稿では実験工程の課題確認を目的とした実験結果について報告する。

### 2 方法

#### 2-1 実験の目的

操作性評価実験の実施のため小規模な実験を行い、有効な定量データの入手が可能かを検討するものである。

なお、使用するピンセットは本来医療用ではあるが、実験環境では生体組織の準備が困難であった。そこで、外科手術と同様にピンセットを主な道具として使用する工場内での組立工程に、作業内容を置き換えて実験を実施することとした。

#### 2-2 実験の概要

作業内容（タスク）は、精密機器にて使用されるフレキシブルフラットケーブル（以下、FFC）を製品に見立てた治具上のコネクタ2箇所へ接続するものである。この作業を同じピンセットで5回繰り返すことを1タスクと設

定し、意匠の異なる2種のピンセットについて一度ずつ行ってもらった（図1、表1、表2）。

#### 2-3 被験者

実験は、岩手県工業技術センターの職員から、女性7名、男性3名を無作為に選別した計10名で行った（表3）。

#### 2-4 使用ピンセット

実験に使用するピンセットは、ピンセットA（ヘキサゴン鑷子 AHT130-011B、全長130mm、グリップ部六角形、SUS420製）とピンセットB（既製品、全長130mm、SUS304製）の2種類である（図2）。

#### 2-5 治具

製品に見立てた「治具」は、3次元モデリングソフトウェア「Alias Design」にて設計、光造形装置 NRM-6000にて造形を行い、設定位置にコネクタを接着した（図3）。



図1 実験の様子

\* 平成25年度 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 企画支援部（現 デザイン部） \*\*\* ものづくり基盤技術第2部（現 素形材技術部）

\*\*\*\* 株式会社東光舎

## 2-6 データの収集法

実験では作業時間の測定と、被験者の官能評価による印象評価調査を行った。

作業時間は治具1個あたりの製作時間と5個分の合計製作時間を計測した。

印象評価調査は、「形状」、「持ちやすさ」、「大きさ・長さ」、「太さ・細さ」、「重さ・重心バランス」、「滑りにくさ」、「つまみやすさ」、「バネの堅さ」、「溝、穴の位置」、「使いやすかったか」の10項目を「大変良い・良い・どちらでもない・悪い・大変悪い」の5段階で評価し、その他として感想や意見を自由回答する形式とした(図4)。



図2 使用したピンセット2種  
(上:ピンセットA / 下:ピンセットB)

## 3 結果

### 3-1 作業時間 (表4)

ピンセットAを使用した場合、1個あたりの作業時間は最遅値が1分35秒(被験者8)、最速値は26秒(被験者5)、平均値は50秒。5個あたりの作業時間は最遅値が5分48秒(被験者8)、最速値は2分52秒(被験者5)、平均値は4分11秒であった。対して、ピンセットBを使



図3 治具

表1 タスクの内容

- 1) 与えられた治具に対し下記2)~7)の作業を、与えられたピンセットを使って行う
- 2) 正面の垂直コネクタにケーブルの端を挿し、ロックする
- 3) 治具表面の溝に沿ってケーブルを這わす
- 4) 2)の途中でケーブルを90°方向転換する
- 5) 続けて、治具表面の溝に沿ってケーブルを這わす
- 6) 上面のコネクタにケーブルの端を挿し、ロックする
- 7) ケーブルの途中を粘着テープで固定する
- 8) 2)~7)の作業を5個の治具に対して行う

表2 実験条件

- 1) 被験者は椅子に座り、テーブル上にて作業する
- 2) 1タスクにつき5個の「治具」を組み立ててもらう
- 3) はじめに実験者が作業手順をひと通り説明する
- 4) 実験に使用しないピンセットで1回以上練習する
- 5) 2種類のピンセットについてそれぞれタスクを1回行う
- 6) どちらのピンセットから始めるかは、実験順によって変更する

表3 被験者内訳

	被験者		使用ピンセット	
	性別	年代	1回目	2回目
1	女性	30	B	A
2	女性	30	A	B
3	女性	40	B	A
4	女性	30	A	B
5	男性	30	B	A
6	女性	20	A	B
7	男性	40	B	A
8	女性	40	A	B
9	女性	20	B	A
10	男性	30	A	B

ピンセットアンケート \_\_\_\_\_

1. あなた自身についてお聞かせください。  
性別 男・女 年齢 歳代 職業 \_\_\_\_\_

2. 以下の項目について、感じたことを適当なものに丸を付けてください。

(1) 形状  
 大変良い    良い    どちらでもない    悪い    大変悪い

(2) 持ちやすさ  
 大変良い    良い    どちらでもない    悪い    大変悪い

(3) 大きさ・長さ  
 大変良い    良い    どちらでもない    悪い    大変悪い

(4) 太さ・細さ  
 大変良い    良い    どちらでもない    悪い    大変悪い

(5) 重さ・重心バランス  
 大変良い    良い    どちらでもない    悪い    大変悪い

(6) 滑りにくさ  
 大変良い    良い    どちらでもない    悪い    大変悪い

(7) つまみやすさ  
 大変良い    良い    どちらでもない    悪い    大変悪い

(8) バネの堅さ  
 大変良い    良い    どちらでもない    悪い    大変悪い

(9) 使いやすかったか  
 大変良い    良い    どちらでもない    悪い    大変悪い

3. その他、感想・ご意見などありましたらご自由に記載ください。

ご協力ありがとうございました。

図4 印象評価調査票

表4 作業時間結果 (m:s)

被験者	性別	年代	タスク回数	ピンセット	1個目	2個目	3個目	4個目	5個目	合計時間	1個あたりの平均作業時間	標準偏差
1	女性	30	1	B	00:39.	00:40.	00:46.	00:40.	00:35.	03:19.	00:40.	00:04.
			2	A	00:42.	00:35.	00:45.	00:34.	00:32.	03:08.	00:38.	00:05.
2	女性	30	1	A	01:26.	01:06.	00:51.	01:01.	00:43.	05:08.	01:02.	00:15.
			2	B	00:54.	00:45.	00:49.	00:39.	00:50.	03:57.	00:47.	00:05.
3	女性	40	1	B	01:06.	00:57.	00:48.	00:40.	00:43.	04:14.	00:51.	00:10.
			2	A	00:41.	00:44.	00:36.	00:37.	00:39.	03:17.	00:39.	00:03.
4	女性	30	1	A	01:08.	01:08.	01:06.	01:05.	00:56.	05:22.	01:04.	00:04.
			2	B	00:46.	00:49.	00:35.	00:39.	00:34.	03:22.	00:40.	00:06.
5	男性	30	1	B	00:47.	00:34.	00:47.	00:40.	00:40.	03:28.	00:42.	00:05.
			2	A	00:36.	00:28.	00:26.	00:47.	00:35.	02:52.	00:34.	00:08.
6	女性	20	1	A	00:48.	00:56.	00:48.	00:53.	00:35.	04:00.	00:48.	00:07.
			2	B	00:47.	00:32.	00:34.	00:41.	00:33.	03:07.	00:37.	00:07.
7	男性	40	1	B	00:32.	00:46.	00:40.	00:43.	00:44.	03:25.	00:41.	00:06.
			2	A	01:11.	00:38.	00:33.	00:31.	00:46.	03:40.	00:44.	00:16.
8	女性	40	1	A	01:35.	01:19.	01:17.	00:53.	00:44.	05:48.	01:10.	00:21.
			2	B	01:13.	00:49.	00:48.	00:47.	00:44.	04:20.	00:52.	00:12.
9	女性	20	1	B	01:12.	01:17.	01:04.	00:50.	00:47.	05:10.	01:02.	00:13.
			2	A	01:14.	01:04.	00:53.	01:01.	01:11.	05:23.	01:05.	00:08.
10	男性	30	1	A	00:53.	00:36.	00:44.	00:30.	00:32.	03:15.	00:39.	00:09.
			2	B	00:41.	00:31.	00:44.	00:37.	00:52.	03:26.	00:41.	00:08.

表5 印象評価結果 (5 = 「大変良い」、4 = 「良い」、3 = 「どちらでもない」、2 = 「悪い」、1 = 「大変悪い」)

被験者	性別	年代	タスク回数	ピンセット	印象評価項目										平均点
					形状	持ちやすさ	大きさ・長さ	太さ・細さ	重さ・重心	滑りにくさ	つまみやすさ	バネの堅さ	溝・穴の位置		
1	女性	30	1	B	5	5	5	4	3	3	4	3	4	4.0	
			2	A	4	5	5	5	5	5	4	5	5	4.8	
2	女性	30	1	A	4	4	4	3	4	4	3	3	4	3.7	
			2	B	4	4	4	4	3	4	4	3	4	3.8	
3	女性	40	1	B	4	5	4	4	3	4	4	3	4	3.9	
			2	A	4	4	4	5	4	4	5	4	4	4.2	
4	女性	30	1	A	5	4	5	3	4	4	5	5	5	4.4	
			2	B	4	5	5	5	5	5	5	5	5	4.9	
5	男性	30	1	B	3	2	4	3	4	3	3	4	3	3.2	
			2	A	4	4	4	4	3	2	4	4	4	3.7	
6	女性	20	1	A	4	5	5	5	5	5	5	4	5	4.8	
			2	B	5	5	5	5	3	4	4	3	4	4.2	
7	男性	40	1	B	4	4	4	4	4	4	3	3	4	3.8	
			2	A	4	3	4	3	3	4	3	3	3	3.3	
8	女性	40	1	A	4	4	3	3	3	4	4	4	4	3.7	
			2	B	3	3	3	3	3	3	4	4	3	3.2	
9	女性	20	1	B	4	4	4	3	3	3	3	3	4	3.4	
			2	A	4	4	4	2	3	4	2	3	3	3.2	
10	男性	30	1	A	2	4	4	2	3	4	3	3	3	3.1	
			2	B	2	2	3	4	2	3	4	2	2	2.7	

表6 作業時間の平均値比較 (m:s)

ピンセット	1個あたりの平均時間			5個の平均時間
	全平均	1回目	2回目	
A	00:50	00:57	00:44	04:11
B	00:45	00:47	00:44	03:47

表7 印象評価の平均値比較

ピンセット	形状	持ちやすさ	大きさ・長さ	太さ・細さ	重さ・重心	滑りにくさ	つまみやすさ	バネの堅さ	溝・穴の位置	平均点
A	3.9	4.1	4.2	3.5	3.7	4.0	3.8	3.8	4.0	3.9
B	3.8	3.9	4.1	3.9	3.3	3.6	3.8	3.3	3.7	3.7

用した場合、1個あたりの作業時間は最遅値が1分17秒（被験者9）、最速値は31秒（被験者10）、平均値は45秒。5個あたりの作業時間は最遅値が5分10秒（被験者9）、最速値は3分7秒（被験者6）、平均値は3分47秒であった。

### 3-2 印象評価（表5）

前述の10項目について、「大変良い」=5、「良い」=4、「どちらでもない」=3、「悪い」=2、「大変悪い」=1として設定。各項目の回答を数値化した。ピンセットAの印象評価については、最低値が3.5（項目4：太さ・細さ）、最高値が4.2（項目3：大きさ・長さ）、平均値が3.9であった。対して、ピンセットBの印象評価については、最低値が3.3（項目5：重さ・重心バランス、項目8：バネの堅さ）、最高値が4.1（項目3：大きさ・長さ）、平均値が3.7であった。

## 4 考察

### 4-1 作業時間

考察に際し、作業時間による被験者の比較は、被験者の能力差の比較になるため考慮しないこととした。また、性別差、年代差についてはサンプル数が偏っているので比較できないと判断した。よって、一被験者の全体的な作業時間と、その成績における値のばらつきを評価する事が必要と考えた。

表4から、作業時間の10名中6名がピンセットBの作業時間の平均値が小さく、Bの作業時間が短い傾向にある。これはBがオーソドックスな意匠を持っており、実際の使用前にピンセットの持ち方や操作方法についてイメージしやすかったことがあったのではないかと推察する。このことは、2回目のタスクの1個あたりの作業時間の平均はA、Bとも大きな差がないことから考えられる。

また、ピンセット別の作業時間の平均値を表6に示すが、1回目よりも2回目のタスクのほうが、作業時間が短い。これは作業を習熟していない状態で実験を開始し、タスクが進むほどに「慣れ」て、時間が短くなったのではと考える。

### 4-2 印象評価

表5から、被験者のピンセット別評価では10人中6

名が評価9項目の平均点でピンセットAをより高く評価していた。ピンセット別の評価点平均値を表7に示が、合計点の平均値もAが0.2ポイント高い。また、各評価項目の平均値でもAが7項目でBの点数を上回っている。各項目で大きな差がついたのは、Aは「バネの堅さ」で0.5ポイント上回っており、Bは「太さ・細さ」で0.4ポイント上回っている。

以上から、印象評価比較ではAが高評価とはなったが、最大でも0.5ポイントの差であるため大きな差はないとも言える。

### 4-3 まとめ

今回の実験により判明した項目は以下のとおりである。

- 作業時間については、「慣れ」の影響が非常に顕著に認められた。
- 今回のデータを総合的に見ると、作業時間ではピンセットBが短く、印象評価ではピンセットAの評価が高いと判断された。すなわち、作業時間（＝作業効率）と印象評価（＝使い心地）で、結果が相反する結果となった。

また、今回の実験を通じて、新たに明らかになった課題は以下のとおりである。

- 実験前にいかに作業に慣れてもらうか
- 「慣れ」の影響をどのように抑えるか
- いかに効率よく多くのデータを収集するか

## 5 結 言

今回の実験では、鋼製小物を使用した作業工程の定量化データ収集について、いくつかの課題を確認することができた。次の目標は、これら課題の解決法を見出し、より多くの被験者から精度の良いデータを得ることにある。本実験を実施するために実験内容の再検討が必要と考える。

## 謝 辞

本研究を進めるにあたり、被験者の皆様、関連各位には大変お世話になりました。この場をお借りしてお礼申し上げます。

# 鋼製小物に関わる操作性定量評価の研究（第2報）\*

長嶋 宏之\*\*、飯村 崇\*\*\*、井上 研司\*\*\*\*

ピンセットなどの鋼製小物について、意匠により作業効率に差が出るのかを調査するべく、操作性評価実験を行いデータの収集と定量化を試みた。本研究では意匠の異なる2種類のピンセットを用いて、想定する作業工程の実験を設定し、その有効性を検討した。その結果、操作性における各ピンセットの違いを把握することができた。

**キーワード：鋼製小物、操作性、定量化**

## Quantifying Handleability of Metallic Instruments (Part 2)

Hiroyuki Nagashima, Takashi Iimura and Kenji Inoue

This work investigated how the shape of medical instruments (e.g., forceps) affects their performance. For the same, we conducted experimental surgical procedures and collected and quantified the associated work-efficiency data. Furthermore, we analyzed the outcomes of the experimental procedures and the associated problems. The results indicate that differences exist between the various forceps shapes.

**key words : metallic instruments, handleability, quantification**

### 1 緒言

岩手県工業技術センターでは平成20年度から、文部科学省の都市エリア事業や地域イノベーションクラスタープログラムなどの外部資金を活用し、医療機器開発事業を実施してきた。その事業で開発した、はさみ、ピンセット、鉗子など、外科的処置や手術に使用する金属製医療機器（以下、鋼製小物）のいくつかは、医師などの開発依頼者による主観的評価は非常に高かったものの、操作性に関する客観的な評価データは得られなかった。

そこで、鋼製ピンセットを使用した作業工程を再現した操作性評価実験を実施し、鋼製小物の操作に関わる客観的データの入手とその定量化を試みている<sup>1)</sup>。

本稿では第2報として、本実験についての報告を行う。

### 2 方法

#### 2-1 実験の目的

実験の目的は評価のための有効な定量データが入手可能かを検討するものである。そこで、被験者がピンセットを使用した軽作業を行う操作性評価実験を実施する(図1)。

#### 2-2 予備実験での課題

予備実験における課題は以下のとおりであった。

- 実験前に、いかに作業を覚えてもらうか
- 実験中の「習熟」の影響をどのように抑えるか
- 実験の時間を抑え、多くデータを収集できるか

そこで、下記に示す実験内容の変更を行った。

- 5回から25回へ、被験者1人あたりの作業回数的大幅な増加
- 実験1回目、2回目、それぞれ日を改めての実施
- 実験1回目のピンセットが「A」からの被験者、「B」からの被験者の人数が同数になるように調整

#### 2-3 実験の概要

作業内容は、精密機器にて使用されるフレキシブルフラットケーブル(以下、FFC)を、製品に見立てた治具上のコネクタ2箇所ピンセットを使って接続するものと設定する。この作業を25回繰り返すことを1タスクと設定し、意匠の異なる2種のピンセットについて1タスクずつ行ってもらおう(図2、表1)。



図1 実験の様子

\* 平成26年度 技術シーズ形成研究事業（発展ステージ）

\*\* デザイン部 \*\*\* 素形材技術部

\*\*\*\* 株式会社東光舎

## 2-4 使用ピンセット

実験に使用するピンセットは、実験者が開発したピンセット A' (ヘキサゴン鑷子 AHT130-011S、全長 152mm、グリップ部六角形、SUS420 製) とピンセット B (既製品、全長 130mm、SUS304 製) の2種類である (図3)。

## 2-5 治具

製品に見立てた「治具」の製作には、3次元モデリングソフトウェア「Alias Design」、光造形装置 NRM-6000 を使用する。これに、設定した位置へコネクタを接着したものを 30 個用意する (図4)。

## 2-6 データの収集法

実験から得られる定量データは、測定する作業時間と、印象評価調査の結果とする。

### 2-6-1 作業時間の計測

作業時間は治具 1 個あたりの製作時間と 25 個分の合計製作時間を計測する。計測方法はタイマーを使用し、実験者が観察中に目視で行う。

### 2-6-2 印章評価の調査

印象評価調査は、「長さ」、「太さ」、「重さ」、「バランス」、「バネの堅さ」、「滑りにくさ」、「持ちやすさ」、「モノのつかみやすさ」、「取り回しのしやすさ」、「使いやすかったか」の印象 10 項目を「大変良い・良い・どちらでもない・悪い・大変悪い」の 5 段階で評価してもらう。また、最後に自由回答を記入してもらう。



図3 使用したピンセット2種  
(上：ピンセット A' / 下：ピンセット B)



図4 治具

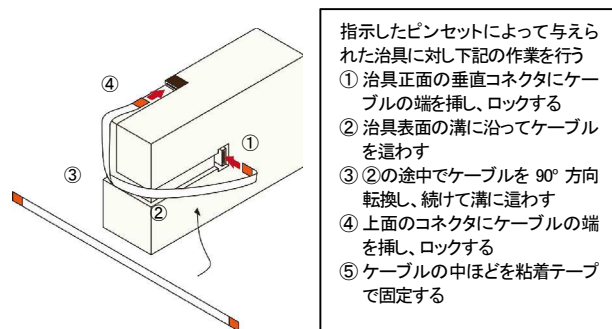


図2 作業内容

表1 作業手順

<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 被験者は椅子に座り、テーブル上にて作業する</li> <li>2) 1タスクにつき 25 個の「治具」を組み立ててもらう</li> <li>3) はじめに実験者が作業手順をひと通り説明する</li> <li>4) 実験に使用しないピンセットで1回以上練習する</li> <li>5) 2種類のピンセットについてそれぞれタスクを1回行う</li> <li>6) 2回目の実験は1日以上、時間を開ける</li> <li>7) どちらのピンセットから始めるかは、実験順によって変更する</li> </ol>
--

表2 被験者内訳

	被験者		使用ピンセット	
	性別	年代	1回目	2回目
1	男性	40	A'	B
2	女性	30	B	A'
3	女性	30	A'	B
4	女性	30	B	A'
5	女性	10	A'	B
6	女性	20	B	A'
7	女性	30	A'	B
8	女性	40	B	A'
9	男性	30	A'	B
10	男性	30	B	A'
11	女性	40	A'	B
12	男性	30	B	A'
13	男性	40	A'	B
14	男性	30	B	A'
15	男性	40	A'	B
16	男性	40	B	A'

01 男性 40歳代

1回目					2回目						
ヘキサゴン錐子					K4MM錐子						
2015年2月6日					2015年2月9日						
タスク内容		計測時間		作業結果	タスク内容		計測時間		作業結果		
セット	個	ラップタイム	経過時間	完了	備考(メモ)	セット	個	ラップタイム	経過時間	完了	備考(メモ)
1	1	00:41.840	00:41.840	☑		1	1	00:37.480	00:37.480	☑	
	2	01:20.970	02:12.820	☑	早急交換		2	00:44.200	01:21.830	☑	
	3	00:53.370	03:08.190	☑			3	00:39.860	02:00.540	☑	中コネクタが動かない
	4	00:44.440	03:55.530	☑			4	00:55.870	02:55.420	☑	
	5	00:44.500	04:35.140	☑			5	00:40.800	03:37.220	☑	
2	6	00:42.380	05:17.520	☑		6	00:46.120	04:23.360	☑		
	7	00:49.590	06:08.090	☑		7	00:44.890	05:08.230	☑		
	8	01:38.990	07:43.060	☑	中コネクタが広がった	8	00:42.590	05:50.890	☑		
	9	00:50.160	08:33.220	☑		9	00:38.990	06:29.610	☑		
	10	00:44.320	09:17.540	☑		10	00:39.710	07:09.530	☑		
3	11	00:47.300	10:05.440	☑	振れてきた	11	00:37.860	07:47.180	☑		
	12	00:34.990	10:40.430	☑		12	00:47.150	08:34.340	☑		
	13	00:46.860	11:27.290	☑		13	00:41.800	09:16.160	☑		
	14	00:57.880	12:05.180	☑		14	01:10.790	10:26.910	☑	中コネクタが動かない	
	15	00:37.930	12:43.100	☑		15	00:41.720	11:08.630	☑		
4	16	00:34.620	13:17.620	☑		16	00:39.400	11:42.030	☑		
	17	00:51.300	14:08.920	☑		17	00:37.200	12:19.240	☑		
	18	01:14.490	15:23.410	☑	中コネクタが動かない(非留まりなくするための意図的)	18	00:40.700	13:05.940	☑		
	19	01:09.790	16:32.220	☑	中コネクタが動かない(非留まりなくするための意図的)	19	00:39.110	13:45.050	☑		
	20	00:44.510	17:16.340	☑		20	00:42.190	14:27.220	☑		
5	21	00:37.080	17:53.000	☑		21	00:37.470	15:04.700	☑		
	22	00:38.940	18:32.750	☑		22	00:48.970	15:53.880	☑		
	23	01:10.780	19:43.530	☑	中コネクタが口より曲がった	23	00:37.860	16:31.640	☑		
	24	01:05.240	20:48.760	☑	ケーブル交換	24	00:38.320	17:10.870	☑		
	25	00:41.820	21:30.450	☑		25	00:40.770	17:51.650	☑		

※1回目は中コネクタをテーパー側で設置し、2回目はコネクタの振れ止めを装着して実施している

※2回目は中コネクタ：指で押す→テーパー側コネクタ/またはピンセット先を指さすようにするの  
が、軌上を先端で突く。

図5 計測時間記録票 (被験者01の例)

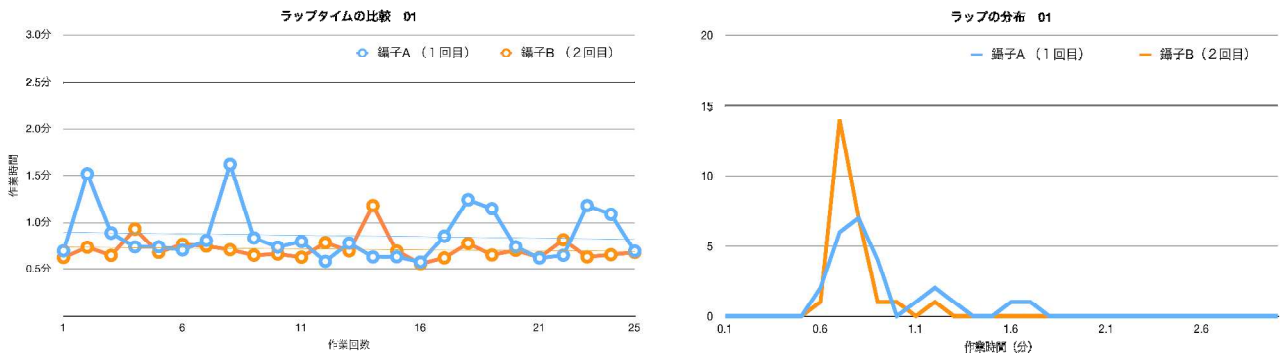


図6 ラップタイムの比較と度数分布 (被験者01の例)

主観評価アンケート			主観評価アンケート		
1回目			2回目		
ヘキサゴン錐子			K4MM錐子		
2015年2月6日			2015年2月9日		
設問	回答	評点	設問	回答	評点
(1) 長さ	良い	4	(1) 長さ	悪い	2
(2) 太さ	どちらでもない	3	(2) 太さ	良い	4
(3) 重さ	悪い	2	(3) 重さ	大変良い	5
(4) バランス	どちらでもない	3	(4) バランス	良い	4
(5) パネの硬さ	良い	4	(5) パネの硬さ	良い	4
(6) 滑りにくさ	大変良い	5	(6) 滑りにくさ	どちらでもない	3
(7) 持ちやすさ	良い	4	(7) 持ちやすさ	どちらでもない	3
(8) モノのつかみやすさ	どちらでもない	3	(8) モノのつかみやすさ	どちらでもない	3
(9) 取り回しのしやすさ	どちらでもない	3	(9) 取り回しのしやすさ	悪い	2
(10) 使いやすさ	良い	4	(10) 使いやすさ	良い	4
自由回答	10個位から振れてきたコネクタが固くてピンセットの先を隠しそうと屈みながら作業したピンセットを拾いやすかった		自由回答	屈いので楽 平らなので持ち直しが難 滑り止めがないので滑りそうなのがする 少しひねりたいときに手をひねるか、製品をひねるかしなければならず作業しづらい	

図7 印象評価記録票 (被験者01の例)

### 3 結果

実験により、10代から40代の男女、16人の被験者について定量データを得ることができた(表2)。

#### 3-1 作業時間データ

被験者一人あたり、25作業×2ピンセット分の作業測時間を得た。よって、16人分の記録数として合計800の計測記録を定量データとして得ることができた(図5、図6)。ピンセットA'、Bの2群についてそれぞれの平均値、中央値、最小値、最大値を表3に示す。

表3 平均値、中央値、最小値、最大値 (m:s.ms)

	ピンセットA'	ピンセットB
平均値	00:43.630	00:40.994
中央値	00:39.300	00:37.310
最小値	00:20.290	00:21.360
最大値	02:16.820	02:56.630

#### 3-2 印象評価

前述した印象10項目について、「大変良い」=5、「良い」=4、「どちらでもない」=3、「悪い」=2、「大変悪い」=1として設定。各項目の回答を点数化。16人分として合計320の定量データを得ることができた(図7)。

### 4 考察

#### 4-1 作業時間

##### 4-1-1 1回目と2回目

第1報で明らかとなった「慣れ」に関する課題から、それぞれの被験者の1回目と2回目の作業時間においては、作業習熟による差があるのではと予想した。そこで、すべての記録を1回目と2回目に分け、この2群間の平均値について有意な差があるかを検定し(関連する2群の差の検定)、有意差があると判定した(表4)。よって、1回目と2回目の記録を分けて分析することとした。

##### 4-1-2 ピンセットA'とBの比較

4-1-1の結果から、1回目の作業時間において、ピンセットA'とBを比べるために、1回目のA'の作業時間とBの作業時間の2群間の平均値について有意な差があるかを検定し(独立2群の差の検定)、有意差があると見られた。同様に、2回目の作業時間においてもA'、Bの2群間の差の検定を行い有意差があると見られた(表5)。

よって、まず、1回目の2群の平均値などを比べると、最小値はほぼ変わらないものの、平均値、中央値においては大幅に差があり、ピンセットBは作業時間が短いと考えられる(表6)。

次に、2回目の2群においては、最小値、平均値、中央値において、ピンセットA'の作業時間が短いと考えられる。標準偏差も1秒以上差がある(表7)。

さらに、ピンセットBについては1回目と2回目とも各値を比べるとあまり差がない。これは、Bのオーソドックスな意匠は、普段から使い慣れているからと推測す

表4 1回目と2回目の差の検定

検定法	一標本t検定
棄却域	0.05, 両側検定
自由度	399
確率(p)	6.1241E-13
有意差の判定	P<0.05により有意差がある

表5 A'とBの差の検定

	1回目	2回目
等分散の検定	F検定	
棄却域	0.05	
自由度	199, 199	
F値	1.0702	1.2266
等分散の判定	等分散である	等分散である
有意差の検定	二標本t検定	
棄却域	0.05, 両側検定	
確率(p)	2.2761E-5	0.033
有意差の判定	P<0.05により有意差がある	P<0.05により有意差がある

表6 1回目の平均値、中央値、最小値、最大値、分散、標準偏差 (m:s.ms)

	ピンセットA'	ピンセットB
平均値	00:49.720	00:41.553
中央値	00:44.790	00:36.875
最小値	00:22.540	00:21.750
最大値	02:16.820	02:56.630
分散	0.1042	0.0974
標準偏差	00:19.371	00:18.725

表7 2回目の平均値、中央値、最小値、最大値、分散、標準偏差 (m:s.ms)

	ピンセットA'	ピンセットB
平均値	00:37.540	00:40.435
中央値	00:35.945	00:37.540
最小値	00:20.290	00:21.360
最大値	01:54.580	02:04.510
分散	0.0458	0.0562
標準偏差	00:12.846	00:14.227

る。つまり、被験者はそれぞれにピンセットBの取り扱いに習熟しており、作業時間の安定につながったのだろう。

一方、A'は1回目と2回目のデータを比較すると2回目の成績がおしなべて良い。つまり、被験者がピンセットA'の取り扱いに対して十分に習熟しているとはいいたいと考える。A'は1回目では作業とピンセットに共に慣れる事が必要で、時間が遅れ、本来の作業時間ではないとも考えられる。2回目のA'の時間は各値とも同じ2回目のBと比べ1~2秒以上短い。

#### 4-2 印象評価

評価項目の回答を点数した16人分、320の定量データを、まずは、1回目と2回目の評価点に差があるかを判定するため、有意水準5%で両側検定のt検定を



行ったところ、 $t(15)=0.74$ ,  $p=0.46$  であり、評価点の平均点の差に有意差は見られなかった。

よって、1回目と2回目を分けることなく、ピンセット A' と B の評価点に差があるのかを検定することとした。有意水準5%で両側検定の  $t$  検定を行ったところ、 $t(15)=1.05$ ,  $p=0.31$  であり、評価点の平均点の差に有意差は見られない、つまり、A' と B との評価に有意差はないと考えられる。

#### 4-3 まとめ

本実験により判明した項目は以下のとおりである。

- 作業時間の計測データとその統計処理は、鋼製小物の操作性評価に有効性を持つことがわかった。
- 被験者それぞれの作業時間の成績推移については、作業後半になるに連れ良くなっていくことから、作業への「慣れ」が大きく影響している。
- ピンセットへの「慣れ」も成績に大きく影響していると考え、各ピンセットの取り扱いを十分習熟させた後、実験を行う必要がある。
- 印象評価において、ピンセット2群間の差は出なかった。

## 5 結 言

今回の実験で鋼製小物を使用した作業工程の定量化を行い、客観的な評価のデータを得た。また、そのデータが操作性評価において有効であることを確認することができた。しかしながら、操作における人間の「慣れ」を排除することは難しく、このような比較評価においては必ず課題になると思われる。

## 謝 辞

本研究を進めるにあたり、被験者の皆様、関係各位には大変お世話になりました。この場をお借りしてお礼申し上げます。

## 文 献

- 1) 長嶋宏之、飯村崇、井上研司：鋼製小物に関わる操作性定量評価の研究（第1報）、地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告、第18号（2015）

# 岩手県工業技術センター内のウルシノキ生育状況調査\*

小林 正信\*\*

岩手県工業技術センターに平成 12 年度に 100 本のウルシノキを植樹した。今回、ウルシノキの生育状況を確認し、樹高及び幹の胸高直径を測定した。その結果、樹高と幹の胸高直径に高い正の相関が確認された。また、植樹場所により樹高が異なることがわかったが、それは防風林のないことが原因のひとつと思われる。

**キーワード：ウルシノキ、樹高、胸高直径**

## Growth of Japanese Lacquer Trees Planted at Iwate Industrial Research Institute

Masanobu Kobayashi

The Iwate Industrial Research Institute has 100 Japanese lacquer trees that were planted in the yard in 2000. In 2014, the tree heights and diameters at breast height of the trees were measured. Tree heights correlated positively with the diameters at breast height of trees. In addition, tree heights depended on where the trees were planted. These results reveal that windbreaks might be important for optimal tree growth.

**key words : japanese lacquer tree, tree height, diameter at breast height**

### 1 緒 言

岩手県工業技術センター（以下、センターという）では従来から漆関連分野の試験研究を実施してきた。漆関連試験研究の一環として、平成 12 年度に浄法寺町産のウルシノキの実生苗（種から発芽した苗）100 本をセンター敷地内に植樹した（図 1）。将来的な試験研究材料への利用が目的である。

一般的には、広葉樹であるウルシノキは定期的に枝打ちして 1 本幹となるように管理する。センターのウルシノキについては、これまでに植樹後の枝打ちや施肥はしておらず、年 1 回の下草刈りのみ実施してきた。

現在、植樹から 14 年を経過して一般的な漆掻き樹齢に達してきていることから、センターのウルシノキの樹高や幹の胸高直径などについて調査した。



図 1 センターのウルシノキ（平成 26 年 12 月撮影）

### 2 調査方法

平成 26 年 12 月 15 日（月）～12 月 19 日（金）に測定調査を実施した。調査時期は観察が容易に行える落葉後に設定した。

#### 2-1 個体確認

ウルシノキの植樹区域で個体確認と病虫害被害等の生育阻害の有無を調査した。生存を確認したウルシノキについては、写真記録と番号札によるナンバリングを行った。また、植樹区域のウルシノキ分布図を作成した。

#### 2-2 樹高と胸高直径の測定

生存を確認したすべてのウルシノキについて、樹高と幹の胸高直径を測定した。

樹高測定には超音波式樹高測定器バーテックス（ハグロフ社製）を用いた。測定は、トランスポンダー（応答器）をウルシノキの主幹（地上高 1.3m）に取り付け、約 10～15m離れた場所からバーテックス（測定器）で測定する方法で行った（図 2、図 3）。ウルシノキの最高端を 0.1m単位で測定し、得られた値を樹高とした。

胸高直径（地上高 1.2mの幹直径）は輪尺で 1cm 単位で測定した（図 4）。輪尺は胸高直径を測るためのノギスで、ジョウと呼ばれる部位で幹を挟んで直径を測定する。

センターのウルシノキは枝打ちをしていないことから、複数の幹に分岐したものも多く存在する。そこで、各個体のすべての幹の胸高直径を測定した。

\* 平成 26 年度 技術シーズ形成研究事業（育成ステージ）

\*\* デザイン部



図2 トランスポンダー (应答器) の取り付け



図3 パーテックスによる樹高測定



図4 輪尺による幹の胸高直径測定

### 3 調査結果

#### 3-1 個体確認

現存するウルシノキの本数は68本であった。確認されたウルシノキには図5のように番号札によるナンバリングをした。全体の約1/3に相当する32本は、植樹場所に樹木の痕跡も全く見られなかったため、植樹後早い時期に枯死したものと考える。

表1には病害虫被害等の生育阻害状況をまとめた。樹液流出痕が最も多く確認された。これは何らかの理由で樹皮の間から漆が自然に流出した痕であるが、すべて固化しており、現在は流出していない。全体として病気に感染している木もなく良好な状態だった。

作成した植樹区域のウルシノキ分布図を図6に示す。図中にはウルシノキの分布及び性別を記した。ウルシノキの性別は、数年に渡って花と果実を観察した結果に基づき、雌花を付けて果実のなる木を雌木と判別した。



図5 ナンバリングしたウルシノキ (No. 32)

表1 病害虫被害等の状況

確認された病害虫被害等	個体数 (本)
樹液流出跡	19
主幹脇の萌芽発生による生育阻害	3
葛絡みによる生育阻害	2
樹皮の巻き込み	2
立ち枯れ	1

#### 3-2 樹高と胸高直径の測定結果

計測した樹高及び胸高直径を表2に示す。樹高は最小2.5m～最大11.4mで平均7.7mであった。幹は最小1本～最大7本に分岐しており、1本あたりの平均幹数は2.2本であった。胸高直径は最小3cm～最大28cmで各ウルシノキの最大幹の胸高直径の平均は14cmであった。

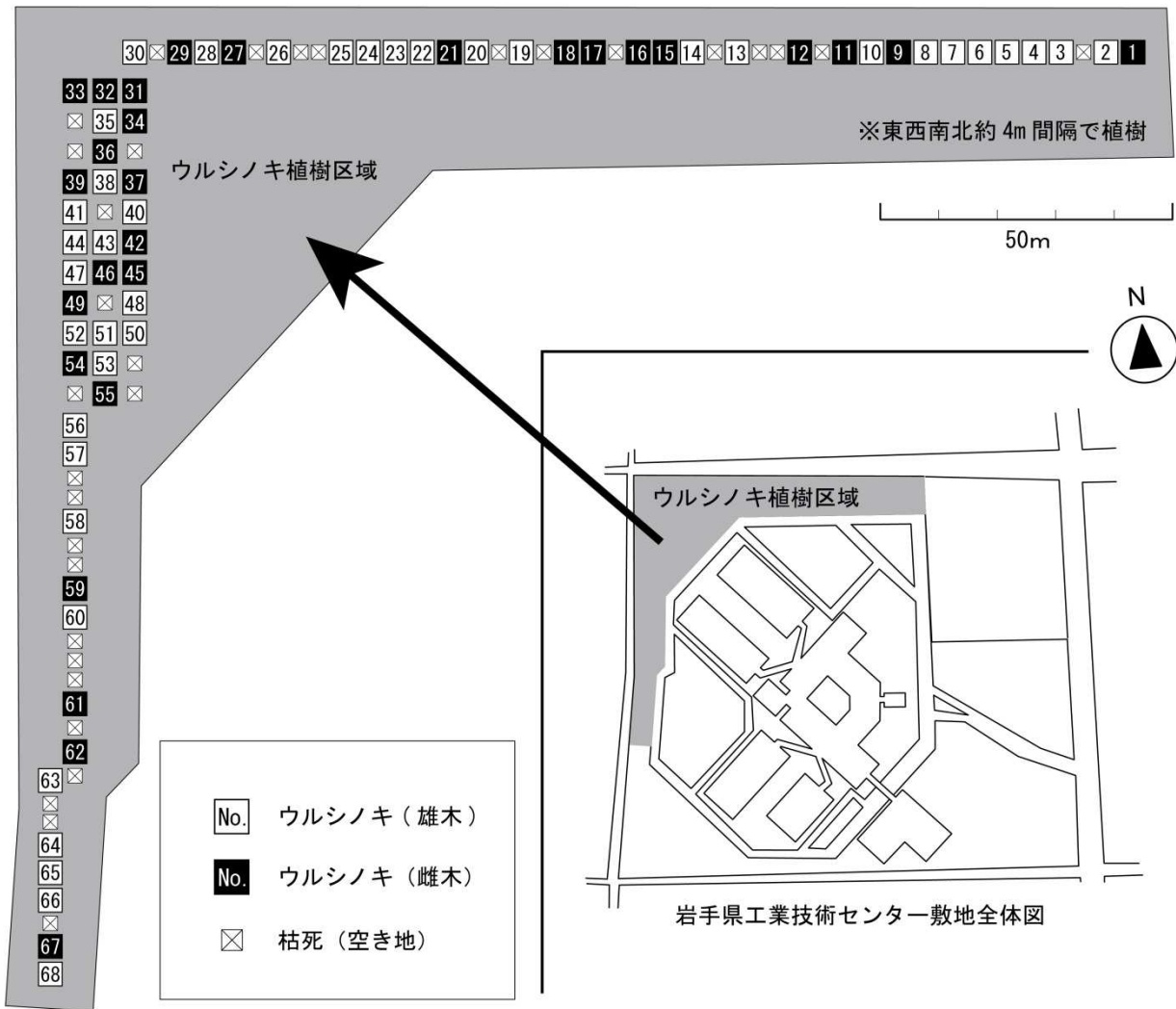


図6 植樹区域のウルシノキ分布

表2 ウルシノキの樹高と胸高直径

No.	樹高 (m)	幹数 (本)	胸高直径 (cm)				No.	樹高 (m)	幹数 (本)	胸高直径 (cm)				No.	樹高 (m)	幹数 (本)	胸高直径 (cm)						
1	5.9	3	12	10	6		24	8.4	1	16				47	10.3	1	17						
2	4.9	5	10	8	8	6	25	8.6	3	12	11	5		48	9.5	4	14	13	13	7			
3	5.3	4	14	12	8	8	26	9.0	4	21	10	5	4	49	8.3	1	16						
4	5.8	3	10	8	6		27	6.4	1	10				50	8.5	2	11	10					
5	5.3	2	8	4			28	5.9	3	8	8	7		51	10.3	3	14	12	6				
6	5.8	2	12	8			29	6.7	1	13				52	10.8	2	18	14					
7	6.4	1	16				30	8.5	3	17	13	6		53	10.5	2	14	10					
8	4.0	2	6	6			31	9.0	2	16	14			54	10.8	2	18	14					
9	6.3	3	12	8	6		32	9.4	1	13				55	10.6	2	14	13					
10	5.2	2	12	8			33	11.4	1	28				56	7.7	2	12	8					
11	6.8	3	12	12	10		34	9.0	1	19				57	3.6	1	4						
12	6.0	2	12	10			35	7.8	2	11	10			58	7.7	2	14	13					
13	3.7	2	6	3			36	8.5	2	15	13			59	6.3	2	12	4					
14	6.7	1	14				37	8.2	2	15	14			60	7.0	2	14	10					
15	7.7	3	16	14	8		38	9.3	1	17				61	6.6	7	14	7	7	5	4	4	4
16	5.5	3	10	4	4		39	7.2	1	13				62	9.2	1	26						
17	5.3	2	10	8			40	10.1	2	21	16			63	7.6	2	15	8					
18	6.3	4	10	8	6	4	41	2.5	1	3				64	10.4	4	20	15	8	6			
19	6.3	4	16	14	10	4	42	8.3	3	15	8	7		65	10.7	3	15	14	3				
20	5.5	2	14	4			43	10.3	2	22	15			66	11.0	3	19	13	5				
21	7.3	1	11				44	9.2	1	17				67	9.4	3	15	8	8				
22	7.2	1	13				45	9.1	2	16	12			68	9.1	2	18	14					
23	5.1	1	6				46	9.9	2	18	10			平均	7.7	2.2	14	※最大幹の平均値					

※ No. 欄の網掛けは雌木

※ 胸高直径は測定値の大きい順に記載

#### 4 考 察

ここでは、ウルシノキの樹高と胸高直径の関連性について、測定データを元に統計的手法により分析した結果を元に考察する。

図7はウルシノキの樹高を縦軸に、最大幹の胸高直径を横軸に取った散布図である。変数間の相関係数 = 0.7881 となり、樹高と最大幹の胸高直径には高い正の相関が見られた。つまり、測定したウルシノキは、樹高が高くなるにつれて最大幹の胸高直径が大きくなる傾向があることがわかった。そこで、相関のある変数の一方である樹高について着目し、さらに他の要因（植樹区域、幹数、性別）との関連性を検証した。統計処理には Microsoft 社 Excel2010 のデータ分析ツールを使用した。

植樹区域は図6に示したとおりである。ここでは、北側1列の区域 (No. 1~30)、西側3列の区域 (No. 31~55)、西側1列の区域 (No. 56~68) の3つの系列に分類し比較した。植樹区域の系列情報を加えた散布図が図8であるが、北1列のウルシノキの樹高が低いように見受けられる。そこで、3つの系列間に樹高平均の差があるのかを一元配置の分散分析により検証した。その結果、 $F(2, 65) = 22.148, P < .05$  となり、植樹区域系列間の樹高平均に有意差が確認された (表3)。さらに有意差のある系列を特定するため Bonferroni 法による多重比較を行った結果、北1列の区域が他の2区域と有意差がある ( $P < .05$ ) ことが確認された (表4)。北1列区域で特徴的なのは周囲の防風林がないことである (図9)。直接風雨に晒されやすい周辺環境は、ウルシノキの生育阻害要因の一つとなっている可能性がある。その他の原因としては土壌の違いなども考えられるが、今回は検討していない。

幹数と樹高の関係については、1本幹と複数幹の系列比較を行った。性別比較については、雄木と雌木の系列比較を行なった。いずれもF検定により系列間の分散の差を検定した後に、t検定により系列間の平均値の差の検定を行ったが、優位差は認められなかった (表5~表8)。つまり、幹数や性別の違いがウルシノキの樹高へ及ぼす影響は少ないといえる。

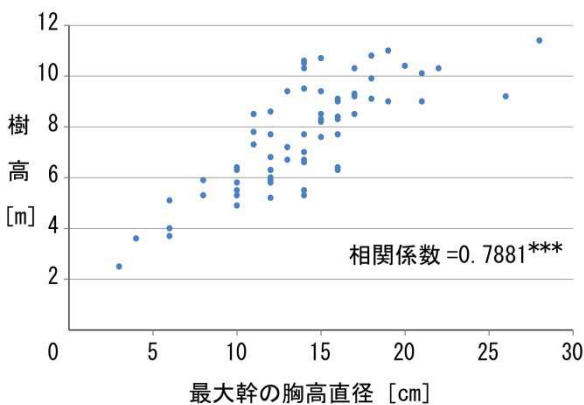


図7 樹高と最大幹の胸高直径の関係

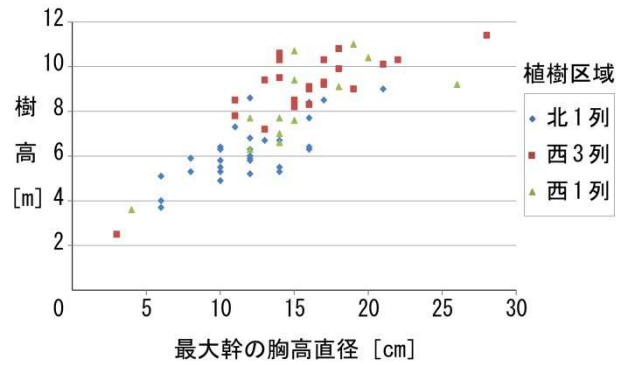


図8 植樹区域別の樹高と最大幹の胸高直径の関係

表3 分散分析による植樹地域による樹高差の検定

分散分析：一元配置

概要				
グループ	標本数	合計	平均	分散
北1列	30	187.8	6.2600	1.6549
西3列	25	228.8	9.1520	3.0484
西1列	13	106.3	8.1769	4.3169

分散分析表						
変動要因	変動	自由度	分散	F	P-値	F 境界値
グループ間	117.8653	2	58.9327	22.1478	4.62492E-08	3.1381
グループ内	172.9575	65	2.6609			
合計	290.8228	67				

表4 植樹地域による樹高差の多重比較

	北1列	西3列	西1列
北1列			
西3列	5.9152E-08		
西1列	0.0215	0.4879	

※ Bonferroni法による多重比較



図9 植樹地区の様子 (平成27年9月撮影)

表5 幹数の等分散性 (F 検定)

F-検定: 2 標本を使った分散の検定

	1本幹	複数幹
平均	7.5579	7.7408
分散	4.9559	4.1908
観測数	19	49
自由度	18	48
F	1.1826	
P (F<=f) 片側	0.3120	
F 境界値 片側	1.8231	

表6 幹数の平均値の差 (t 検定)

t-検定: 等分散を仮定した2標本による検定

	1本幹	複数幹
平均	7.5579	7.7408
分散	4.9559	4.1908
観測数	19	49
プールされた分散	4.3995	
仮説平均との差異	0	
自由度	66	
t	-0.3227	
P (T<=t) 片側	0.3740	
t 境界値 片側	1.6683	
P (T<=t) 両側	0.7480	
t 境界値 両側	1.9966	

表7 性別の等分散性 (F 検定)

F-検定: 2 標本を使った分散の検定

	雄木	雌木
平均	7.5375	7.9071
分散	5.3978	2.8911
観測数	40	28
自由度	39	27
F	1.8671	
P (F<=f) 片側	0.0461	
F 境界値 片側	1.8399	

表8 性別の平均値の差 (t 検定)

t-検定: 分散が等しくないと仮定した2標本による検定

	雄木	雌木
平均	7.5375	7.9071
分散	5.3978	2.8911
観測数	40	28
仮説平均との差異	0	
自由度	66	
t	-0.7574	
P (T<=t) 片側	0.2258	
t 境界値 片側	1.6683	
P (T<=t) 両側	0.4515	
t 境界値 両側	1.9966	

## 5 結 言

今回、センターに植樹したウルシノキの育成調査を行った結果、以下の事項が明らかとなった。

- ①樹高が高い木ほど幹の胸高直径が大きい傾向が見られた。
- ②植樹区域による木の大きさに差が見られた。防風林の無い区域のウルシノキは樹高が低い傾向が見られた。
- ③幹数や性別の違いによる幹の胸高直径の差は見られなかった。
- ④病虫害被害等の生育阻害も少なく健全であった。
- ⑤植樹した約1/3の木は早い段階で枯死していた。

今回の調査対象はセンター敷地内という特殊な場所に植樹し、生育管理もしていないウルシノキであるため、一般の植栽地のウルシノキの育成傾向を表すものではない。しかし、ウルシノキの育成データの一例として参考になれば幸いである。半数程度のウルシノキは漆採取も可能な大きさに成長してきており、今回の結果を踏まえた今後の試験研究の立案を進めたい。

最後になるが、二戸市の久保田忠勝様にウルシノキの測定にご協力いただいた。盛岡地方振興局林務部様には、ウルシノキの測定に使用したバーテックス及び輪尺を貸出いただいた。この場を借りて感謝申し上げます。

# FIR-V ハイブリッドカメラを使った歩行者検知システム\*

長谷川 辰雄\*\*、菊池 貴\*\*、宇都宮 弘純\*\*、鎌田 智也\*\*\*、加藤 浩之\*\*\*\*

クルマの安全性を高める技術は急速に高性能化しており、車両に対する自動ブレーキなど、交通事故を未然に防ぐ予防安全技術の実用化が進んでいる。しかし、歩行者のカメラ検知では、歩行者の形が一様でないことによる未検知の削減と、背景と混同する誤検知の削減を両立することが難しく検知率の向上が課題であった。そこで、車載の遠赤外線カメラと可視光カメラの波長の異なった画像を組み合わせ、さらにオプティカルフローによる動体検出とパターン認識による機械学習の画像処理により、独自の評価データで歩行者検知率 95.2% を達成できた。

**キーワード：歩行者検知、遠赤外線（FIR）カメラ、可視光（V）カメラ**

## Pedestrian-Detection System with Far-Infrared-Visible Hybrid Camera

**Tatsuo Hasegawa, Takashi Kikuchi, Kojoyun Utsunomiya,  
Tomoya Kamata and Hiroyuki Kato**

In recent years, the performance of car-safety technology has rapidly improved and has led to the practical use of safety devices such as automatic brakes. However, detecting pedestrians by using cameras remains difficult because of their ill-defined shape, which leads to confusion between pedestrians and the background. In this report, we present an improved pedestrian-detection system. The approach is based on using images captured by cameras sensitive to two different wavelengths: far-infrared and visible light. The detection algorithm includes motion detection based on optical flow, and the image processing uses pattern recognition-based machine learning. The proposed algorithm achieves a pedestrian-detection rate of 95.2% with our evaluation datasets.

**key words : pedestrian-detection, far-infrared camera, visible range camera**

### 1 はじめに

交通事故防止の観点から、自動車の衝突被害軽減（プリクラッシュセーフティ）の有効性が世界的に認められている。車両周辺監視が衝突被害軽減に有効であり、その中でも歩行者検知の難易度は高く各国の技術開発が進んでいる。車両周辺監視のセンサはミリ波レーダとカメラが代表的であり、30～150mの遠方検知にはミリ波レーダを用い、30m以内の近距離検知にはカメラを用いる方法が有効とされている。より高度な衝突被害軽減のためには、歩行者の認識とその速度、進行方向を実時間に検知し、衝突を事前に予測する必要がある。しかし、ミリ波レーダでは歩行者自体の認識やその移動方向、複数の物体を分離する等の検出が困難であるため、現在ではカメラ画像を用いて、歩行者の特徴形状と移動方向を画像処理で求める方法で研究開発が行われている。

本研究は、遠赤外線カメラ（FIR：Far-Infrared camera）と可視光カメラ（V：Visible camera）のハイブリッドカメラ（FIR-V）を使って、歩行者を実時間

で検知可能な実用装置を開発し、衝突被害軽減などの高度な安全装置を開発する国内メーカーに技術（製品）を提供することを目的とした（図1）。開発目標は、車速50km/h以下で車両から30m以内にいる歩行者を検出率95%以上で検出することとした。

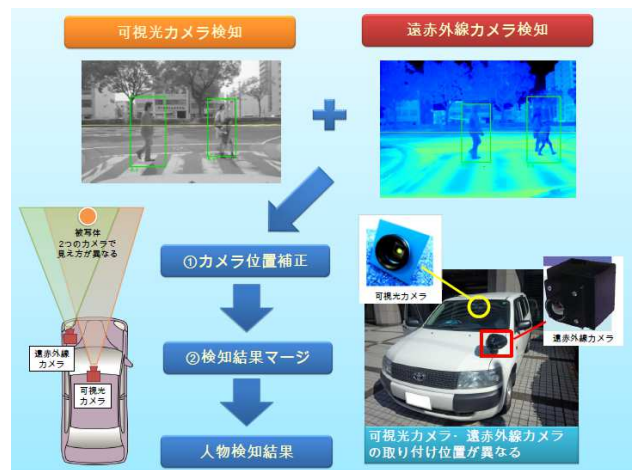


図1 ハイブリッド検知概要図

\* 平成 24～26 年度 経済産業省 戦略的基盤技術高度化支援事業  
\*\* 電子情報技術部 \*\*\* アイエスエス株式会社 \*\*\*\* 萩原電気株式会社

目標達成の方法として、最大事後確率法とオプティカルフローを基盤とした動体検出及び、パターン認識手法を基盤とした学習による識別アルゴリズムを開発した。また、歩行者検出器に必要な遠赤外線(FIR)カメラと可視光(V)カメラで学習及び評価用の画像を録画し、それぞれから画像特徴量を抽出した歩行者検出器を構築した。歩行者画像を入力に HoughForest<sup>1)</sup>処理を行った後、その Hough 投票のスコアが閾値以上の場合に歩行者と認識する手法を構築し評価を行った。

## 2 実験方法

### 2-1 歩行者検知の方法

近年では、計算機性能の向上に伴い、シーン映像からの人物検知を行う手法として、機械学習<sup>2)</sup>によるものが大きなウェイトを占めてきている。本研究においても最終的な人物領域の検出は学習器を用いたものとなるが、一般に学習器による検出計算は膨大な特徴量計算を要するために、実時間性の面で課題がある。本アルゴリズムの狙いは、初めに撮影シーンを解析することによって、歩行者が存在する可能性のある領域を特定し、次に、限定された領域にのみ人物検出処理を行うことで処理全体の計算量を大きく軽減することにある。シーン理解のための前段処理アルゴリズムは、計算時間を要する精度を期待するよりもむしろ、計算量の少ない単純な処理であることが望ましい。そこで、画像領域全体の密なステレオ計算を行うのではなく、疎な特徴点群のオプティカルフローに基づき3次元シーン推定を行う手法の開発を行った。図2は本研究の歩行者検知アルゴリズムの流れ図である。カメラ入力映像に対し、①レンズ歪み補正とカメラ取付け姿勢補正を行い、この補正画像に対し、自車両の進行方向を推測する運動推定<sup>3)</sup>を行った後、②立体物の領域を判定する。最後に Hough Forest 法による歩行者検知を実施する。



図2 歩行者検知アルゴリズム

### 2-2 自車両運動の推定

運動する車両に設置した単眼カメラにて、車両前方の路上シーンを撮影する場合、停車中の歩行者検出は監視

カメラ分野の背景差分法を応用することにより比較的容易に検出可能である。一方、移動車両の場合、背景を含む車両シーン全体が動くため背景差分法を使うことができない。このため、歩行者を検出する処理では、画面全体にわたって歩行者画像を探索する必要があり、組み込みシステムにおいては計算負荷が大きな課題となる。

本研究は、計算資源が制限される組み込みシステム上で歩行者検知処理のリアルタイム処理を実現するため、車両の運動とカメラの間で成立する幾何学条件を用いて、歩行者を含む立体物の領域を予め抽出し、その領域にのみ歩行者検出処理<sup>4, 5)</sup>を適応する。これによって、HoughForest 法による歩行者検出処理を適応すべき領域面積を削減し、歩行者検出に要する計算コストを低減できるアルゴリズムを開発した。図3に自車両運動推定アルゴリズムと立体物判定アルゴリズムの処理の流れを示す。

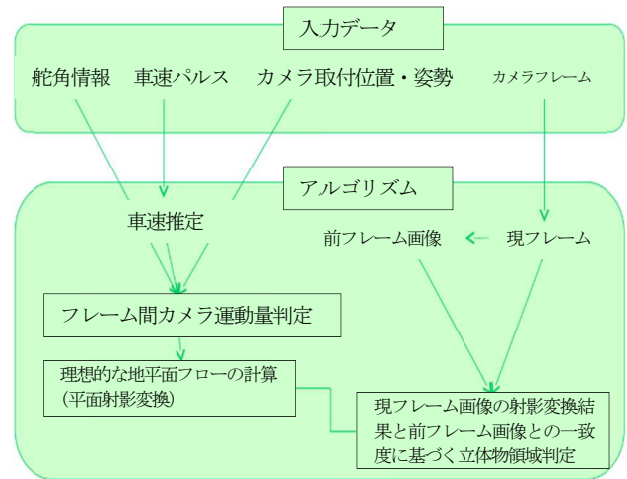


図3 自車両運動推定アルゴリズムと立体物判定

### 2-3 ハイブリッド方法

遠赤外線(FIR)カメラと可視光(VR)カメラのハイブリッド方法は、それぞれの Hough Forest 法の投票値を組合せて歩行者を認識する<sup>6)</sup>。投票値とはエッジ等の特徴量により人の中心座標に投票値を設定するものである。これまでは各投票値を加算した後、閾値より高い投票値を歩行者と定義していたが、この方法では片方のカメラが未検出の場合にハイブリッド法でも未検出となり検知率が低下する課題があった。そこで、図4に示す通り、片方のカメラが検出していれば正検知となる論理 OR 方式を検討し評価した。

高投票値の箇所に枠付

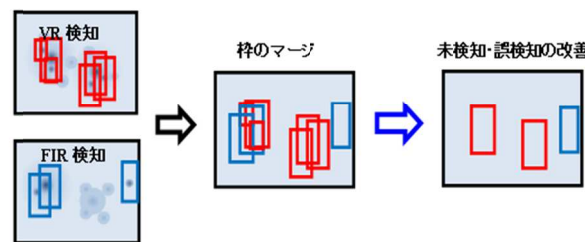


図4 ハイブリッド方法概念図



## 2-4 歩行者画像 DB の構築

実験車両により内部で利用する車両走行シーンの録画撮影を実施した。撮影した画像の中から良質の学習サンプルを選定し評価した。過去2年間の検知結果では、可視光カメラの検知性能が遠赤外線カメラよりも優れていた。そこで、遠赤外線カメラの検知率向上のため、遠赤外線画像 DB から良質な歩行者サンプルを学習成果の中から比較するために、これまでに使用した学習サンプル群から選別した。選別方針として不適格サンプル対象を以下の3項目により、目視により不適格な画像を削除した。

不適格サンプル対象

- (A) 歩行者の背後に直線状オブジェクトがある画像
- (B) 歩行者の中心がずれている画像
- (C) 歩行者が重複している画像

学習サンプルとして不適格と判断した画像例を図5に示す。遠赤外線画像は視認性がおもしろくないので、画像例はコントラストを明瞭化するイコライズ処理を施して選別した。



図5 不適格画像サンプルの例

## 2-5 リアルタイム検知

歩行者検知アルゴリズムの組込コード開発は、Xilinx 製 Zynq (以下 Zynq) を使用した。また、ユーザ企業が本研究成果を評価できるように、専用の評価ボードを試作した。一方、夏季の気温が高い中部地方の特徴を捉えるため、遠赤外線カメラと可視光カメラで学習用及び評価用の路上映像の録画を内部で実施した。過去2年間で、Zynq 上での開発環境構築、専用評価ボードの製作、歩行者検知コードのハードウェア化を実施した。しかし、リアルタイム (33ms) で動作させるには、メモリ構造やタイミングの設計など難易度の高い課題が残った。そこで、高速処理化のためにベアメタル (OS レス) 化や領域マスクの工夫を行い、Zynq に歩行者検知コードを実装し評価した。同ボードに実装した歩行者検知コードの構成図を図6に示す。

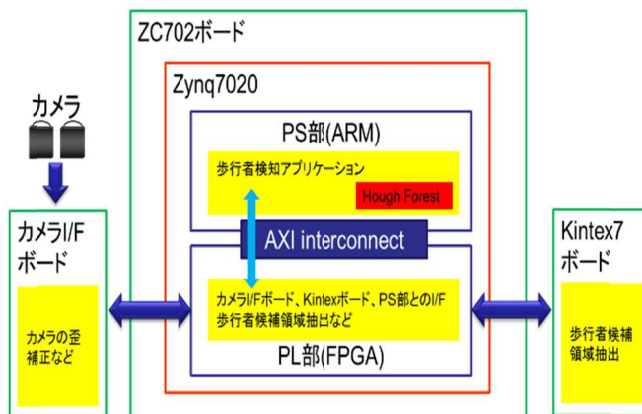


図6 ハードウェアブロック図

## 2-6 ハイブリッド位置合わせ

可視光カメラと遠赤外線カメラのそれぞれの特性を考慮し、可視光カメラはバックミラー付近、遠赤外線カメラは車外に設置した。ハイブリッドは両カメラ画像の位置合わせが必要であるが、両カメラの間隔は約1mと距離が離れ、また画角も多少異なるレンズを用いていることから、位置合わせの誤差が大きくなる課題があった。これに対し、両カメラ画像の較正<sup>7)</sup> (キャリブレーション) の工夫と、ルックアップテーブル (LUT) を使った位置合わせにより、ハイブリッド化の精度向上を狙った。

過去の実験では、遠赤外線カメラと可視光カメラのハイブリッド化のためのキャリブレーションと、両カメラの位置合わせを線形的な幾何学的手法によって検証したが、本研究の各カメラは、画角の違いや、取り付け3次元座標 (x, y, z) の差が大きく、画面の位置で変換誤差が大きくなる課題があった。具体的にはキャリブレーション精度及び位置合わせの精度の向上である。この解決には、従来の線形変換ではなく画面の位置によって変化量を変えるような非線形の変換が必要となる。そこで、両カメラの位置合わせ手法は、図7に示す通り人手で設定した可視光カメラの歩行者座標と遠赤外線カメラの歩行者座標を1対1に対応させたルックアップテーブル (LUT) により行った。対応座標が設定出来ない箇所は非線形方程式による補完により対応座標を推定した。



図7 可視光カメラの歩行者座標 (左図の赤枠) と遠赤外線カメラの歩行者座標 (右図の赤枠)

## 3 実験結果

### 3-1 ハイブリッド歩行者検知結果

ハイブリッド手法による歩行者検知は、学習パラメー

タの最適化、学習サンプルの厳選、フィードバック学習の各技術を発展させ、効果的に活用したことで誤検知・未検知の低減に成功し、論理 OR 方式のハイブリッド手法により目標の検知率 95.2% (評価指標: FPPI=1) を達成することができた (図 8)。FPPI(False Positive Per Image)=1 とは、1 フレームに 1 個の誤検知を許容した場合の歩行者検知率を意味する。可視光カメラ単体では 94.8%、遠赤外線カメラ単体では 96% の検知結果となった。評価方法は、内部で撮影した評価映像の 17 種類 (3,946 フレーム) に対し、正解画像と検出画像を照合する自作検証ツールを使用して評価した。夜間 (遠赤外線カメラのみ、20 種類: 4,043 フレーム) を含む、昼夜間 (24H) の評価では、全 37 種類 (7,989 フレーム) に対し、95.9% (FPPI=1) の成果が得られた。また、このときの結果画像の一部を図 9 に示す。

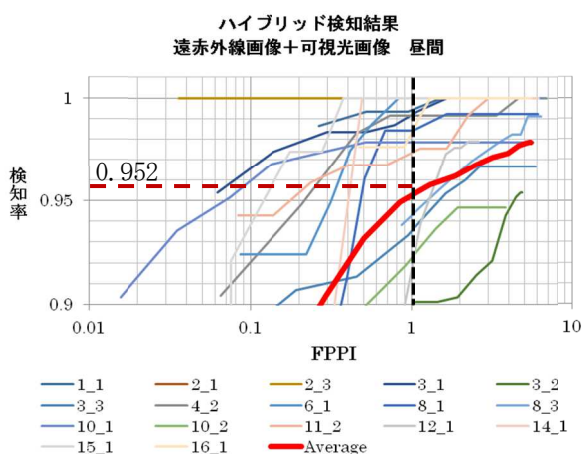


図 8 ハイブリッド歩行者検知結果

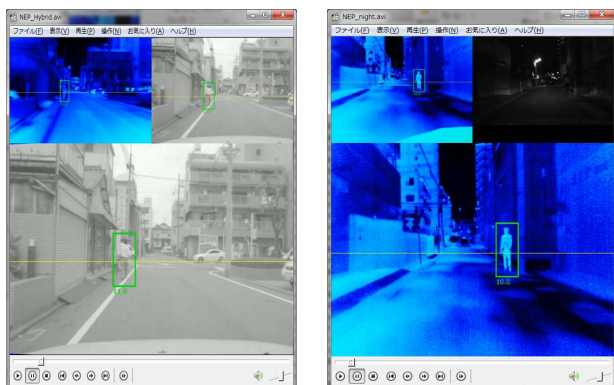


図 9 ハイブリッド検知結果画像

### 3-2 リアルタイム検知

歩行者検知アルゴリズム(Hough Forest)を Zynq 内の ARM へ実装した。表 1 に示すように Zynq ボードの動作環境を構築した上で実装した。Zynq ボードの動作環境は、カメラ入力部と演算負荷を低減させる FPGA ボードをケーブルで接続した構成となっている (図 10)。しかし、検知率を向上させるためにコード量が増加したことが原

因で、目標であった処理速度の 0.033 秒(30fps)に対し、0.177(5.6fps)の結果にとどまった。今後、高速化アルゴリズム検討と高速 CPU の利用など、継続して目標の 30fps を目指す予定である。

表 1 Zynq ボード動作環境

基板/開発ソフトウェア	バージョン
ZC702 Evaluation Kit	—
Xilinx SDK	2014.2
OpenCV	2.3.1

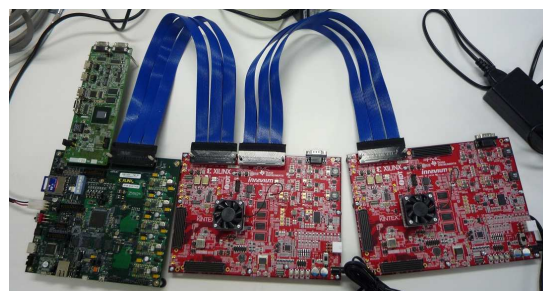


図 10 Zynq ボードの動作環境図

### 3-2-1 高速化の検討

Linux 等の OS 処理を行わない (OS レス) と、画像の拡大縮小処理を 1 段階とする高速化を実施したが、大きな成果が得られなかった。そのため、高速化の対策を行うために、歩行者検知器のパラメータを変化させながら、実際の処理時間を計測した。この結果を表 2 に示す。

表 2 歩行者検知の処理速度結果

検出処理スケール倍率	学習木データファイル数	処理時間 (秒)	プラットフォーム
1.0~3.0 7段階	18	30.4	Zynq(Linux)
2.0~2.0 1段階	18	3.8	Zynq(Linux)
2.0~2.0 1段階	6	1.4	Zynq(Linux)
1.0~3.0 7段階	18	26.7	Zynq(ベアメタル)
2.0~2.0 1段階	18	3.3	Zynq(ベアメタル)
2.0~2.0 1段階	6	1.3	Zynq(ベアメタル)
1.0~3.0 7段階	18	0.7	Windows(※1)

この OS レス化により約 10~15% 程の高速化ができたが、目標のリアルタイム化 (33ms) には不十分であった。また、同時に検出スケールと学習木の木数で調整を試みたが、学習木の数を減らした場合、検知率が低下することが分かったため検出スケールを固定化する等のいくつかの対策を実施し、さらなる高速処理化に取り組んだ。

### 3-2-2 高速化の結果

検知率の結果に影響を与えず、且つ、高速化できるかという観点で検討し、次の 2 項目を実施した。

- ① 1 画素ごとの処理を 4 画素間引く
- ② 不要な左右の領域を 50 画素省く。

この結果、表 3 に示す通り、ソフトウェア (Zynq) とハ

ードウェア (FPGA) の統合処理で、処理時間 0.177 秒と高速化ができた。

表 3 処理速度比較

条件	プラットフォーム	処理時間(秒)
PC版	Windows	0.7
Zynqのみ実施	Zynq(Linux)	30.4
ソフト高速化1	Zynq(ベアメタル)	3.3
ソフト高速化2	Zynq(ベアメタル)	0.295
ソフト・ハード統合高速化	Zynq(ベアメタル)+FPGA	0.177

### 3-3 ハイブリッド位置合わせ

ハイブリッド検知は FIR カメラと VR カメラの位置合わせ精度が重要であるが、これまでの平面射影行列による歩行者足元の3次元座標変換では、誤差が大きくなる課題があった。これに対し、ステレオ平行化による位置合わせを実施したが、両カメラの画角の違いと視差の大きさが影響し誤差縮小はできなかつた。そこで、遠赤外線画像と可視光画像の対応する歩行者の座標を活用した LUT を新たに構築することで、この問題の解決を図った。両カメラ間で座標を変換した際の誤差について図 11 に示す。

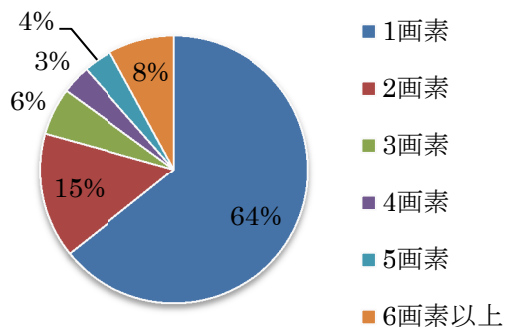
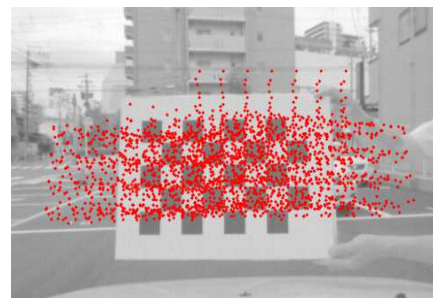
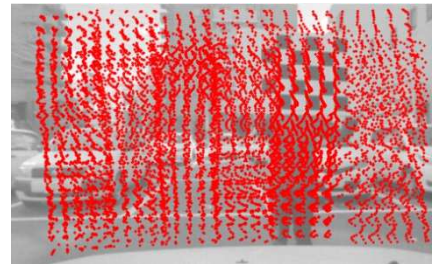


図 11 位置合わせ誤差の割合

これにより、従来では 50 画素あった位置合わせの最大誤差を 27 画素に縮小することができた。また評価データ全体の 97.8%を±10 画素以内、92.6%を±5 画素以内に収めることができた。この位置合わせ誤差の縮小がハイブリッド検知率の向上に寄与したと考える。また、従来の加算式ハイブリッド法に対し、論理 OR 方式にすることでハイブリッド検知率 95.2%の達成に貢献することができた。初回実験のキャリブレーションは、平面射影モデルの Zhang の手法を用いて、遠赤外線画像 45 枚、可視光画像 81 枚のキャリブレーション画像を用いてカメラ内部パラメータ (焦点距離、中心座標、歪補正係数) を求めた。しかし、図 12(a) の通りカバーしきれない領域が存在し、画像中心と歪補正の誤差が大きくなり、結果的にハイブリッド化の検知率が向上とはならなかつた。そこで、図 12 (b) の通り画面全体をカバーするようにキャリブレーション座標を取得することで、中心座標と



(a) 81 枚



(b) 558 枚

図 12 可視光カメラのキャリブレーション

レンズ歪補正の誤差を縮小化した。

図 13 は FIR 画像のキャリブレーションの原画像と歪補正画像で、VGA (640 × 480) の中心座標を基準点 (320, 240) としたとき、キャリブレーションで求めた中心座標 (329, 225) との距離を示している。446 枚の計算によって、距離誤差 44pixel から 17pixel へ精度向上することができた。遠赤外線カメラは画角が広くレンズ歪も大きかったことから、歪補正の効果が大きかったと考察する。可視光カメラは 558 枚のデータ枚数のキャリブレーションで、46pixel から 28pixel へ誤差の改善ができた。

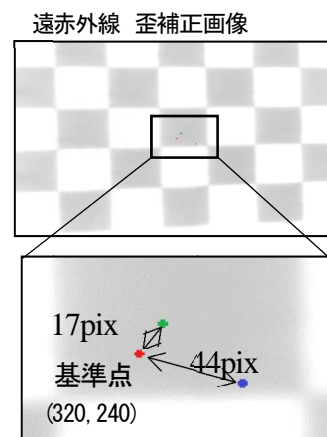


図 13 位置合わせ座標変換の誤差

## 4 考 察

遠赤外線カメラは、物体が放射する温度を画像化するため、可視光 (環境光) の影響を受けない画像が得られる。可視光線と遠赤外線の異なる波長の画像を比較すると、可視光カメラで確認できる歩行者の服の模様や色が、遠赤外線カメラでは確認できない事など、遠赤外線カメ

ラの情報量は少ない。しかし、可視光カメラでは捉えることの出来ない温度の情報を把握できる特徴がある。それぞれのカメラの特徴を組み合わせることで、歩行者検知の性能を上げることが出来た。図14は左上が遠赤外線カメラの結果、右上が可視光カメラの結果、中央画面が両カメラを使ったハイブリッドの結果である。可視光カメラでは看板が誤検知(赤枠)となっているが、遠赤外線カメラでは誤検知は無く、両カメラのハイブリッドの結果は歩行者のみを検知している。これは両カメラの特徴を効果的に利用できた結果と考える。一方で、遠赤外線カメラは熱画像であるため、外気温が高い夏場など、背景と歩行者が同じ温度となる「とけこみ」現象や、歩行者よりも背景温度が高くなる逆転現象などの課題がある。この課題の対策として、外気温が高い場合は可視光カメラを優先させることが有効と考えられる。図15は夜間の遠赤外線カメラのみの検知結果である。このように夏場でも、夜間は外気温が低下するため「とけこみ」現象は少なくなり検知率は向上するため、夜間は遠赤外線カメラを優先させるなど、環境温度の違いによって優先するカメラを選択することが検知率向上に効果的であると考える。

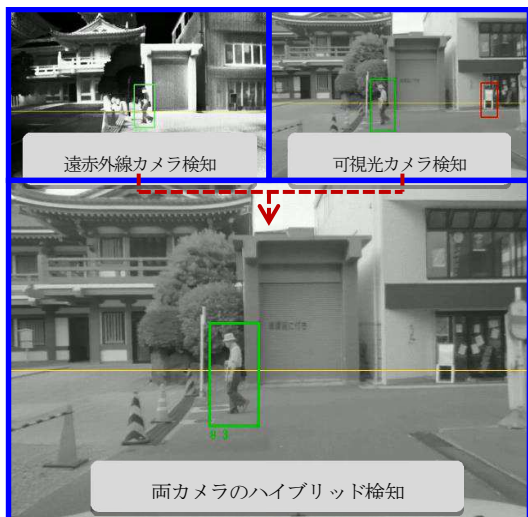


図14 誤検知が除去できた結果



図15 夜間の遠赤外線カメラ検知結果

## 5 結 言

FIRカメラとVRカメラによるハイブリッド検知は、波長の異なる画像を組み合わせることで相乗効果を発揮し検知率を向上させた。17種類(3,946フレーム)の評価用映像に対し検知率95.2%(目標95%以上、条件FPPI=1)を達成した。

しかし、電子基板(Zynq)での目標30fps稼働は、実績値5.6fpsの結果にとどまった。これは、歩行者検知率95%以上達成のため、プログラム量とデータ量が増加したことが原因であった。今後は、高速化の手法を再検討し、継続して30fpsの実現へ取り組む。これには、第一にアルゴリズム自体の高速化が必須と考え、最新の高速化アルゴリズムを検討しながら高速化に取り組んでいく予定である。事業化へ向けては、FIRカメラによる夜間の歩行者検知が有力と考えており、検知率も高い水準であることから実用化のアピール点である。車載歩行者検知は実用化されているが、未だ十分な性能に至っていない。このことから、車載センサによる歩行者認識の難易度が高く、解決すべきキーテクノロジーであることは明らかであり、本研究をさらに推進させることで、国内外でも競争力の高い製品(技術)へ展開が十分期待できると考える。

## 文 献

- 1) J Gall, V Lempitsky : Class-specific Hough forests for object detection, In CVPR2009, p1022-1029 (2009)
- 2) David Geronimo, Antonio M. Lopez : Vision-based Pedestrian Protection Systems for Intelligent Vehicles, SpringerBriefs in Computer Science (2014)
- 3) Hernan Badino, Uwe Franke, David Pfeiffer : The Stixel World ? A Compact Medium Level Representation of the 3D-World, 31st DAGM Symposium on Pattern Recognition (2009)
- 4) Olga Barinova, Victor Lempitsky, Pushmeet Kohli : On Detection of Multiple Object Instances using Hough Transforms, IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (2010)
- 5) Paul Viola, Michael J. Jones : Robust Real-Time Face Detection, International Journal of Computer Vision, p137-154 (2004)
- 6) 岩元、菅谷、金谷 : 3次元復元のためのバンドル調整の実装と評価, IPSJ SIG Technical Report (2011)
- 7) Zhengyou Zhang : A flexible new technique for camera calibration, IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence, 22(11), p1330-1334 (2000)

# Pt/Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O ショットキーフォトダイオード型紫外線センサ\*

遠藤 治之\*\*、高橋 強\*\*

紫外線センサの感度波長帯域制御を目的とし、分子線エピタキシー法を使用して Mg と Zn の組成比によりバンドギャップ制御した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜を c-ZnO 基板上に成膜した。この Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜上に Pt ショットキー電極を形成することで紫外線センサを試作し、逆バイアスモードでの分光感度特性を評価した結果、波長 280 nm において最大 0.72 A/W と高い電流感度が得られたので報告する。

**キーワード：**Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜、ショットキーフォトダイオード、火炎検出器

## Pt/Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O Schottky Photodiodes for Ultraviolet Sensing

Haruyuki Endo and Kyo Takahashi

To fabricate ultraviolet sensors, bandgap-controlled Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O films were deposited on c-ZnO substrates by molecular-beam epitaxy. The ultraviolet sensors with a semitransparent Pt Schottky electrode on the Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O film were fabricated by magnetron sputtering followed by liftoff. In the reverse bias mode, the maximum spectral responsivity of the ultraviolet sensor is 0.72 A/W at a wavelength of 280 nm.

**key words :** Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O film, Schottky photodiode, flame detector

### 1 はじめに

近年、南極圏のみならず北極圏のオゾンホールが過去最大レベルに拡大し<sup>1)</sup>、地表へ届く紫外線 (UV) 増加による皮膚がんなどの発症増加が懸念されている。現在、UV 防護の目安となる UV 強度は UV インデックスで表され、バンドパスフィルタとシリコンフォトダイオード等を用いて UV-A (波長 320 nm ~ 400 nm) と UV-B (波長 280 nm ~ 320 nm) の強度を個別に測定することで算出されている<sup>2)</sup>。しかし、これらのセンサシステムは大型で高価なため個人が持ち歩くには適さず、安価で信頼性の高い UV センサが求められている。

また、UV センサの他の用途として、火炎から放射される UV を検出することで炎を検知する UV 検知式火炎センサがある。物質が燃焼した際、炎からは可視光や赤外線だけでなく UV も放出されている。一方、太陽光からも紫外線が放出されているが、波長 280 nm 以下の UV-C 領域はオゾン層で吸収されるため地上に UV-C は存在しない。従って、UV-C を選択的に検出することで太陽光などの背景光に誤動作せず炎検出が可能となる。一般家庭に設置されている火災警報器には熱感知式や煙感知式が主に使用されているが、炎を使用しない環境での火災発生初期の火炎検出のためには熱感知式や煙感知式では応答速度が不足するので、応答速度の速い光学的検出が有効となる。しかし、小規模の火炎から放射される UV-C は非常に微弱なため、UV 式炎センサ

には、低い可視光感度と高い UV-C 感度が求められる。現在、工場等では光電管式<sup>3)</sup>が使用されている。光電管式は数メートル離れた位置にあるマッチの燃焼炎検知が可能程度の優れた特性を持つが、1) ガラス容器に密封された真空管の一種のため高価、2) 放電を開始させるために必要な駆動電圧が数百ボルトと高い電圧が必要、3) 火炎の有無しか検知できない、などのデメリットがあり、これらを解決するため半導体化が望まれている。

これまでの研究では、半導体のバンドギャップ吸収を利用するダイヤモンドや AlGaIn 系の報告例<sup>4,5)</sup>があるが感度や信頼性に課題があり、火炎検知用としては実用化されていない。また ZnO 系では、サファイア基板上的 Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O と Pt の金属-半導体-金属構造による報告例<sup>6)</sup>があるが、SN 比が低く実用化されていない。

本研究ではこれまで、ZnO 基板に半透明 Pt ショットキー電極を形成した ZnO-UV センサ<sup>7,8)</sup>、そして ZnO 基板に格子整合した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜を二元同時マグネトロンスパッタ法で成膜し、Mg と Zn の組成を変えることでバンドギャップを変調して感度波長帯域を制御した Pt/Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O ショットキーフォトダイオード型 UV センサを開発してきた<sup>9,10)</sup>。しかし、スパッタ法で成膜した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜は結晶性が悪いため低感度であった。そこで本研究では高感度化を図るため、Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜の成膜に分子線エピタキシー (MBE) 法を使用して高品質な Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O

\* 平成 24~26 年度 JSPS 科学研究費助成事業 (基盤研究 C)、JST 復興促進プログラム (マッチング促進)

\*\* 電子情報技術部

薄膜の成膜技術開発を行い、Pt/Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O-UV センサの試作と特性評価を行ったので報告する<sup>11)</sup>。

2 実験及び実験結果

2-1 MBE 法による Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜の成膜

MBE 法は真空蒸着法の一つで、超高真空中でクサーセンサー (K セル) から高純度の金属材料を基板に向けて蒸発させることで、基板上に薄膜を堆積する手法である。超高真空中で成膜するため不純物の混入が少なく、原料の蒸発量を K セル温度で調整することで成膜レートと膜厚を高精度に制御可能なので、量産性は劣るが結晶性に優れた薄膜成膜が可能である。また、RF プラズマソースから酸素を供給し、蒸発する金属原子を酸化することでイオンダメージの少ない高品質な酸化物薄膜の成膜が可能となる。本研究では、ユニバーサルシステムズ製 MBE (UMB-200) を使用し、真空チャンバー内の真空度を 10<sup>-8</sup> Pa 台まで真空引き後、原料として高純度 Zn (純度 6N) と Mg (純度 4N) を使用し、高純度酸素ガス (純度 6N5) を供給することで、Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜を成膜した。

成膜用基板には Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜のステップフロー成長を促進するため、m 軸方向にオフ角 (0.4° ~ 0.6°) を有する c-ZnO 基板 (東京電波製) の Zn 面を使用した。Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜の成膜は、まず基板温度 400°C において低温バッファ層として Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜を 20 分間成膜後、基板温度を 750°C まで昇温速度 10°C/min. で昇温した後に本成膜を 3 時間行った。表 1 に主な成膜条件を示す。堆積された Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜の膜厚は 0.7 μm ~ 1.2 μm である。

図 1 に分光光度計 (日本分光;V-550) で測定した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜の分光反射スペクトルを示す。ZnO 基板と Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜で多重反射が生じることによるフリンジが見られことから、成膜された Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜の光学特性の均一性が高いことが示唆される。最もエネルギーが高い位置にエキシトンによる反射ピークが観測され、エキシトンの束縛エネルギーを約 60 meV とすると<sup>12)</sup>、これらの膜

のバンドギャップは 3.8 eV (波長 326 nm)、4.05 eV (波長 306 nm) および 4.5 eV (波長 276 nm) と見積もられる。Mg を混晶させない ZnO 単体のバンドギャップが 3.37 eV であることから MBE 法を使用して ZnO に Mg を化合させることで、ZnO のワイドバンドギャップ化とバンドギャップ制御が出来たことを確認した。成膜した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜の結晶性は、多機能材料解析 X 線回折装置 (Bruker; D8 Discover) を使用して評価した。X 線回折装置の主なセットアップを表 2 に示す。図 2 に Mg-K セル温度 370°C で成膜した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄

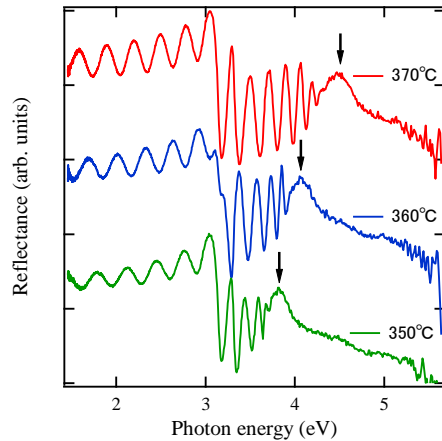


図 1 異なる Mg-K セル温度で成膜した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜の分光反射スペクトル

表 2 X 線回折装置の測定条件

光学系	構成
X 線源	Cu kα1
入射光学系	Goebel mirror External slit 1.2 mm 2 Bounce Ge(220) Monochromator
試料ステージ	Compact Eulerian cradle
受光光学系	Detector slit 9 mm Crystal-3B, Pathfinder

表 1 MBE 法による Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜の成膜条件

項目	条件
基板温度	低温バッファ 400°C 本成膜 750°C
Zn-K セル温度	310°C
Mg-K セル温度	350°C、360°C、370°C
O <sub>2</sub> ガス圧及び流量	3 × 10 <sup>-3</sup> Pa, 1.5 sccm
成膜時間	低温バッファ 20 分間 本成膜 3 時間

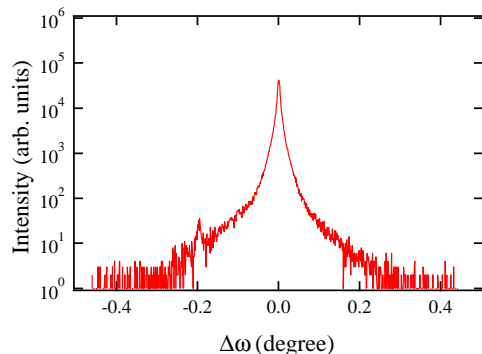


図 2 Mg-K セル温度 370°C で成膜した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜 (0002) のロッキングカーブ測定結果

膜 (0002) のロックンカーブ測定結果を示す。半値幅は 30 arcsec 程度と狭いことから結晶性に優れた Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜を成膜出来たことが分かった。これらの Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O を用いてショットキーフォトダイオード作製を行った。

## 2-2 Pt/ Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O ショットキーフォトダイオードの作製及び特性評価

MBEで成膜した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜上にスパッタ法でフィールドプレート用 SiO<sub>2</sub> 薄膜を 0.3 μm 成膜した。次に、レジストの密着性向上のため HMDS (hexamethyldisilazane、東京応化; OA-P) 雰囲気にて 1 分間暴露後、ポジレジスト (東京応化; OFPR-800-35cp) をパターンニング後、40°C に加熱したバッファード HF (ダイキン工業; BHF-U) で SiO<sub>2</sub> を 10 秒間エッチングしパターンニングした。次に、ネガレジスト (日本ゼオン; ZPN-1150-90) を使用し半透明ショットキー電極用パターンを形成後、Pt 薄膜を膜厚 3 nm スパッタ法で成膜しリフトオフ法でパターンニングした。同様にリフトオフ法によりワイヤボンディングパッド用 Pt を 80nm パターンニングした。λ/4 反射防止膜は主たる検出対象波長 250 nm 付近で感度が最大になるよう膜厚を 40 nm とし、スパッタ法で SiO<sub>2</sub> を成膜後リフトオフ法でパターンニングした。最後に基板裏面に、Al 2 wt% : ZnO ターゲットを用い、低抵抗 ZnO 薄膜を 50 nm 成膜後、連続して膜厚 20 nm の Ti 薄

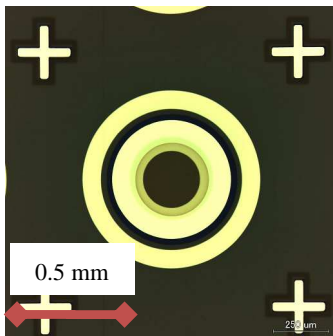


図 3 作製した Pt/Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O ショットキーフォトダイオードの光学顕微鏡写真

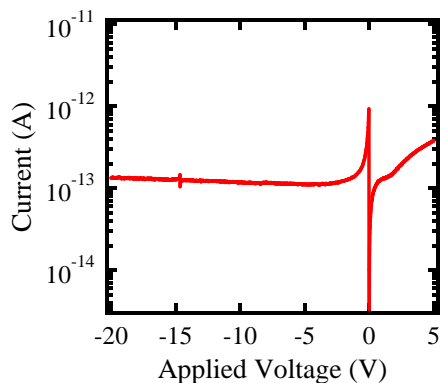


図 4 電流-電圧特性

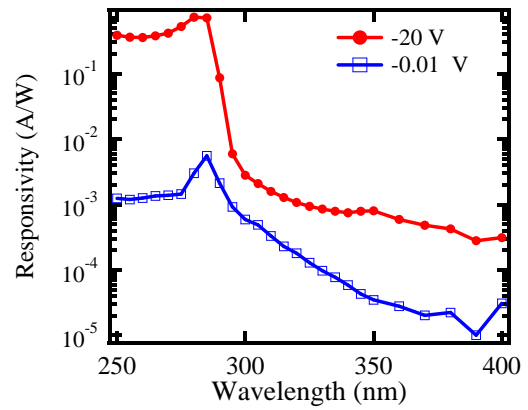


図 5 逆バイアス電圧を変えて測定した分光感度特性

膜と膜厚 50 nm の Au 薄膜を成膜してオーミック電極を形成した。図 3 に作製した素子の光学顕微鏡写真を示す。

試作した Pt/ Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O ショットキーフォトダイオードの電流-電圧 ( $I$ - $V$ ) 特性は、マニュアルプローバ (ハイソル; HMP-200) と半導体特性評価システム (ケースレー; 4200-SCS, pre-Amp) を使用して行った。図 4 に試作した Pt/ Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O ショットキーフォトダイオードの  $I$ - $V$  特性を示す。通常、Pt と Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O の接触で生じるショットキー接触では順方向バイアスを 1 V 程度印加することで順方向電流が指数関数的に増加するが、試作したダイオードの順方向電流は逆方向電流と同等の非常に小さい値となり、高い整流比を得ることが出来なかった。これは成膜した Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄膜がノンドープでバンドギャップが 4.5 eV と大きいため抵抗が高く、且つ膜厚が 1.2 μm と厚いため直列抵抗成分に順方向電流値が制限されたためと考えられる。

次に、試作した Pt/ Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O ショットキーフォトダイオードの分光感度特性を評価した。分光感度特性測定には紫外線特性評価装置 (日本分光; IUUV-25) を使用した。本装置は Xe ランプ (オゾンレスコーティング無) を光源とし、分光器で分光することで波長純度 5 nm 程度の単色光の発生が可能な装置で、主に太陽電池の分光感度特性評価に使用される装置である。また、照射される光を校正された Si フォトダイオード (浜松ホトニクス; S1336-18BQ) で光強度を測定することで、絶対感度を算出した。素子の出力電流測定にはサブフェムトソースメジャーユニット (ケースレー; 6430) を使用し、素子への印加電圧を -0.01 V と -20 V の 2 条件で測定した。

図 5 に Pt/ Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O ショットキーフォトダイオードの分光感度特性を示す。素子への逆バイアス電圧が -0.01 V では、波長による感度の違いは見られるものの光電流が小さいため最大でも 0.002 A/W と非常に低い感度となった。これは Mg<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>O 薄

膜において、UV-C 領域における光の侵入長が 0.1  $\mu\text{m}$  以下と短いため、成膜した  $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$  薄膜全体の導電率変調が生じないことに加え、素子の直列抵抗成分が大きく光電流が流れにくいためと考えられる。一方、逆方向バイアス電圧を -20 V とすることで電流感度は大きく増加し、波長 280 nm において最大で 0.72 A/W と非常に大きな値が得られた。これは、逆バイアス電圧を印加することで外部電界により光電流が流れると共に、ブレークダウンには至らないがなだれ増倍が発生し光電流が増倍されたためと考えられる。この結果より MBE で成膜した  $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$  薄膜の結晶欠陥が少ないため欠陥を介したリーク電流の発生が抑制されたことが示唆された。

今後目標とする極微紫外線検出には、わずかな入射光子でもアバランシェブレークダウンによって光電流を大きく増幅可能なガイガーモード動作が有効となる。今回の研究により逆バイアス動作可能なショットキーフォトダイオードを作製できたので、ガイガーモードの実現に向けて研究を大きく前進することが出来たと考えられる。

### 3 まとめ

本研究では太陽光紫外線の波長弁別検知や火炎検出を目指して UV センサを試作し、基本的な動作を確認した。MBE 法で成膜した  $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$  薄膜はスパッタ法で成膜した薄膜に比較し結晶性に優れ、Zn と Mg の組成比を変えることでバンドギャップ制御を可能にした。また、試作した Pt/ $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$  ショットキーフォトダイオードは、逆バイアス電圧を -20 V 印加することでなだれ増倍が初めて観測され、最大電流感度 0.72 A/W が得られた。今後、極微紫外線検出に向けて、ガイガーモード動作の実現を目指す。

### 謝 辞

本研究を行うにあたり、岩手大学柏葉安兵衛名誉教授から ZnO およびフォトダイオードに関するアドバイスを頂きました。また、東北大学大学院工学研究科の佐橋政司教授、野崎友大助教、Belmoubarik Mohamed 氏および佐藤秀幸氏からは、MBE 法を使用した  $\text{Mg}_x\text{Zn}_{1-x}\text{O}$  成膜に関する共同研究において支援を頂きました。本研究の一部は、JSPS 科研費 基盤研究 (C) 24560433 及び JST 復興促進プログラムにより行われたものです。この場をお借りしてお礼申し上げます。

### 文 献

- 1) Gloria L. Manney et al., Nature (2011) 10556.
- 2) <http://www.eko.co.jp/eko/a/a02-fr.html>.
- 3) [http://jp.hamamatsu.com/products/sensor-etd/pd006/index\\_ja.html](http://jp.hamamatsu.com/products/sensor-etd/pd006/index_ja.html).
- 4) C. Pernot, et al., Jpn. J. Phys. 39, p387-389 (2000)
- 5) M. Liao, et al., Appl. Phys. Lett. 87 (2005) 022105.
- 6) W. Yang, et al., Appl. Phys. Lett. 78 (2001) 2787-2789.
- 7) H. Endo et al., IEEEJ Trans. SM, 127, 131 (2007)
- 8) H. Endo et al., Appl. Phys. Lett., 90(12), (2007) 121906.
- 9) H. Endo et al., phys. stat. sol. (c) 5, (2008) 3111.
- 10) H. Endo et al., Appl. Phys. Express, 1(5), (2008) 051201.
- 11) 遠藤治之他、12a-D1-12、第 68 回応用物理学会春季学術講演会、東海大学 (2015)
- 12) U. Ozgar et al., J. Appl. Phys. 98, (2005) 041301.



# 画像情報とセンサデータを組み合わせた 農業用ハイブリッド環境測定システム\*

菊池 貴\*\*、野村 翼\*\*、千田 麗誉\*\*

農業現場における作業省力化のために、安価で多点観測可能な環境測定装置が求められている。そこで筆者らは、安価なセンサノードとさらにそれらを複数組み合わせたものと通信可能なソフトウェアを開発して、センサネットワークを用いた農業向け環境測定装置を試作した。また、ビニルハウス内環境に基づいた温湿度サイクル試験による筐体の評価を行い、筐体内への水蒸気の侵入が無いことを確認した。  
キーワード：M2M、センサネットワーク、無線LAN、スマートフォン

## Agricultural Hybrid Environmental Measurement System Combining Sensor Data and Image Information

Takashi Kikuchi, Tsubasa Nomura and Yoshitaka Chida

This report describes a prototype of an inexpensive multipoint observable environmental measurement system, which is required to decrease human labor in agricultural fields. The system consists of a low-cost sensor node and software that collects and analyzes the data. To evaluate the sensor node, we use it to measure temperature and humidity cycles in a plastic greenhouse environment. The results confirmed the absence of water vapor ingress into the housing.

key words : machine to machine, sensor network, wireless LAN, smart phone

### 1 緒言

近年、農業分野における高齢化、労働力不足が問題視されており作業の省力化、効率化を目的とした ICT 技術の導入が進んでいる。農業の ICT 化において第一に求められるのは温度、日照、水分量といった圃場環境の測定であり、従来はフィールドサーバ<sup>1,2)</sup>と呼ばれる大型の装置が用いられてきたが、近年では小型で安価なセンサネットワーク<sup>3,4,5,6,7)</sup>が注目されている。

フィールドサーバのメリットは高い耐候性、長い通信

距離、通年稼働が挙げられ、デメリットとしては高価であり、設置工事も必要なことが挙げられる。一方、センサネットワークは耐候性や通信距離、稼働時間は劣るものの、低価格で設置も容易であり、複数点でのデータ取得に適している。

有限会社イグノスと岩手県工業技術センターは、センサネットワークの耐候性の問題を解決した、安価な農業現場向け測定装置の開発を平成 25 年度から共同で行っている。装置の全体像を図 1 に示す。本装置では、設置

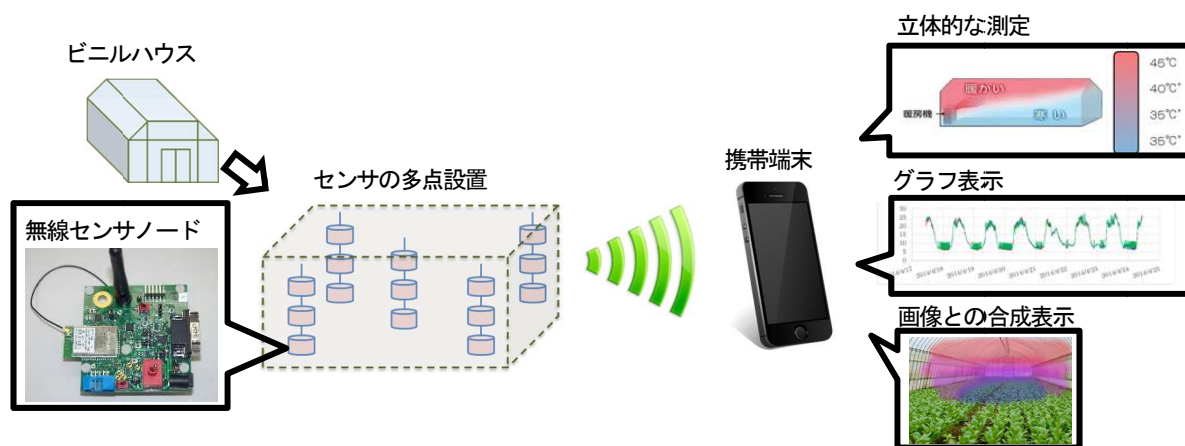


図1 環境測定装置全体像

\* 平成 26 年度 共同研究

\*\* 電子情報技術部

が容易な無線センサによる多点観測と、センサデータとカメラ画像を合成した直感的な表示を安価に実現することを目指している。

平成 25 年度は市販ノード、PC および携帯端末を用いた第 1 試作を行った。図 2 に示す第 1 試作では、PC と携帯端末間で通信するためのソフトウェアを試作し、センサ値を携帯端末で取得する基本的な機能を実現した。しかし、市販ノードや PC を用いるため価格が高くノード台数は 1 台であった。

本研究では低価格化とノードの複数台化を目的とした第 2 試作を行った。図 3 に示す第 2 試作では、市販部品を用いた安価なセンサノードの試作、携帯端末向け通



図 2 第 1 試作構成



図 3 第 2 試作構成

信ソフトウェアの改良を行った。また、本装置はビニルハウス内での使用を想定していることから、筐体に必要な耐候性を調査するためビニルハウス内の測定実験およびビニルハウス内環境を模した温湿度サイクル試験を実施した。

## 2 設 計

図 4 にシステムの全体像を示す。本システムは、複数のセンサノードと携帯端末が無線通信を行い、携帯端末で測定結果を確認する。

試作センサノードは 3 つの異なるセンサを持つ。各センサの出力電圧は増幅器を用いて通信基板の参照電圧にスケールリングする。通信基板は一定周期でセンサ電圧値を携帯端末へデータを送信する。各センサノードは携帯端末への送信のみを行い、携帯端末からの受信やノード間での送受信は行わない。

携帯端末は各ノードからの送信要求がないかを順に確認（ポーリング）し、通信を行う。データ受信後は、センサ電圧値を検量線に従い温度、湿度、照度に変換する。そして、各測定値の表示、グラフ表示、画像と合成した表示を行う。

## 3 試 作

### 3-1 センサノードの試作

図 5 に試作したセンサノードを示す。試作センサノードは、温度センサ、湿度センサ、照度センサの 3 種類のアナログセンサと Wi-Fi モジュール（ディジインターナショナル XBee WiFi S6B）で構成される。各アナログセンサの出力電圧は、オペアンプと抵抗で構成した非反転増幅回路により、Wi-Fi モジュールの参照電圧 2.5V にスケールリングした。各センサの計測範囲を表 1 に示す。

Wi-Fi モジュールは、一定周期でアナログポートのセ

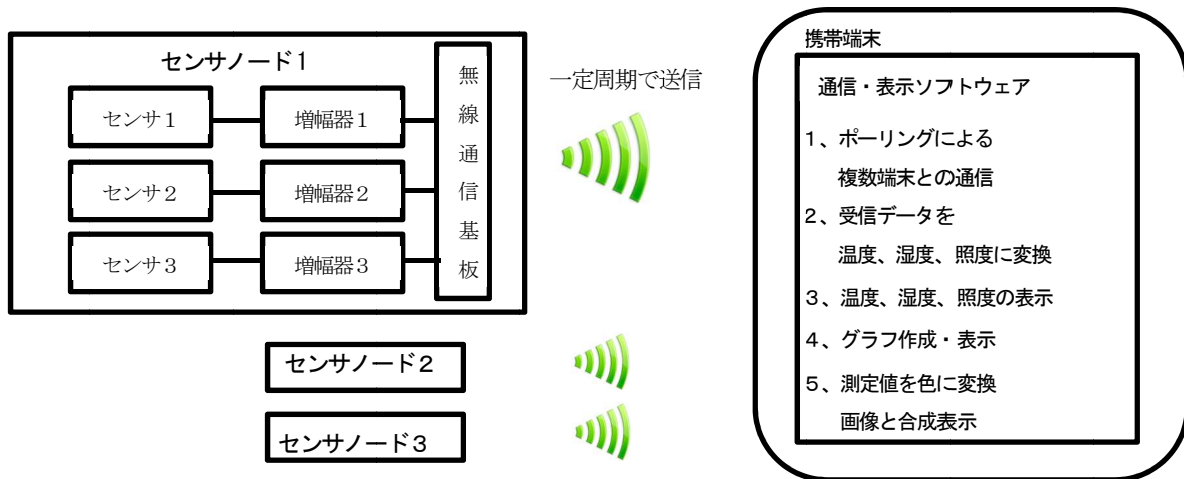


図 4 センサノードと携帯端末の動作

っていた。しかし、本通信ソフトウェアにより、通信基板と直接通信が可能となり、通信用の PC は不要となった。第 1 試作で用いた市販センサノード (GainSpan GS1011MEE) では、1 台あたりの費用が 30,000 円と高価であったため、多点での観測には適していなかった。しかし、本試作センサノードでは、安価な市販部品を組み合わせることで 1 台あたりの費用を 8000 円程度に削減で

きたため、多点観測を安価に実現することが可能になった。

### 3-2 通信ソフトウェアの試作

図 6 に試作した携帯端末向け通信ソフトウェアを示す。通信ソフトウェアは各ノードからの送信要求を順に確認する。送信要求があった場合、送信元の IP アドレスを確認し、予め登録しておいた各ノードの IP アドレスと照合する。その後、受信したデータの保存、電圧値の変換、測定値の表示を行う。

試作センサノードから送られてくるデータはセンサ電圧値であるため、検量線を用いてそれぞれの電圧値を温度、湿度、照度に変換する。温度、湿度、照度の値はメモリ上の記憶領域に保存され、同時に図 6(a) のリアルタイム表示画面上に反映される。グラフ表示ボタンをタッチした際には記憶領域のデータから図 6(b) に示すグラフを作成し表示する。画像とセンサ値の合成表示ボタンをタッチした際には、最新の温度の値を色に変換し半透明画像を作成し、予め登録していた画像と重ねて表示する。表示例を図 6(c) に示す。

本通信ソフトウェアは Android 端末向けに開発した。開発環境については表 2 に示す。

第 1 試作における通信ソフトウェアでは、Windows OS との通信を行うため PC を介して携帯端末との通信を行

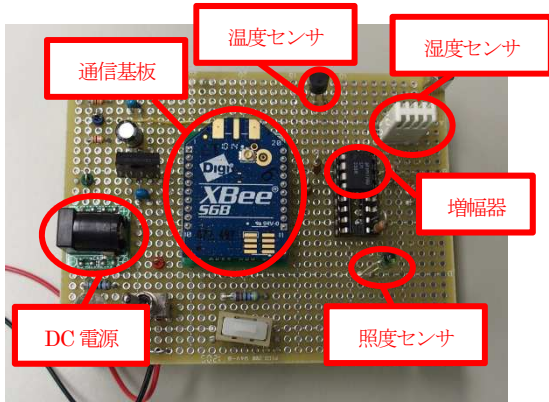


図 5 試作センサノード

表 1 温度、湿度、照度センサの計測範囲

センサ		温度	湿度	照度
メーカー		National Semiconductor	TDK	新日本無線
型式		LM61B	CHS-GSS	NJL7502L
測定範囲	製品仕様	-25~85°C	5~95%RH	1~100000Lx
	設計仕様 (参照電圧 2.5V)	-25~75°C	5~95%RH	1~10000Lx
増幅値		1.7 倍	2 倍	0.3 倍

表 2 通信ソフトウェア開発環境

開発環境	Android Studio 1.1.0
開発言語	Java JRE1.8.0
SDK	Android SDK Tools 24.0.2 Android SDK Platform-tools 21
開発ターゲット	Android 2.2.3



図 6 表示ソフトウェアの画面

(a) センサノード 3 台の測定値をリアルタイム表示 (b) 温度、湿度、照度の測定結果のグラフ表示 (c) 最新の温度情報を色データに変換し、指定した画像ファイルと合成表示

っていた。しかし、本通信ソフトウェアにより、通信基板と直接通信が可能となり、通信用のPCは不要となった。また、複数のセンサノードとの通信を実装したことにより、多点観測を実現した。

#### 4 動作検証

前述の試作センサノードと通信ソフトウェアを用いた動作検証を行った。動作検証に用いた機器を図7に、試験項目を表3に示す。

これらの動作検証により、通信確立、3ノードからのセンサデータ取得、測定データのリアルタイム更新、グラフ表示といった基本的な機能が正常に動作することを確認した。

しかし、試作センサノード3台はセンサ、検量線、環境とも同一の条件で実験を行ったが、得られたセンサ値にはばらつきが見られた。これは使用したアナログセンサの個体差と、センサノードを自作した際に抵抗値が均一ではなくなったことで、センサから取得した電圧値にばらつきが出たと考えられる。センサの個体差を無くするためのキャリブレーション手法の確立が今後の課題である。

また、通信ソフトウェアはノードから送られてきたデータを無作為に取得するため、データの取得回数についてもばらつきが見られた。これについては、ソフトの改良によるデータの順次取得機能の追加や、センサノードのマイコン制御といった対策が考えられる。

今回の実験では、センサノードの電源にバッテリーとAC電源の2種類を用いた。最終製品ではバッテリー駆動を想定しているが、実験ではバッテリーを用いた場合1~2時間程度しか稼働できないことが明らかになった。今後製品化へ向け、バッテリーの改善や小型の太陽光パネル等の活用も検討し長期稼働に向けた取り組みを行う。

#### 5 耐候性試験

本研究で開発している環境測定装置は屋外やビニルハウス内での使用を想定しており高い耐候性が求められる。そこで、実際の圃場における環境を調査するために

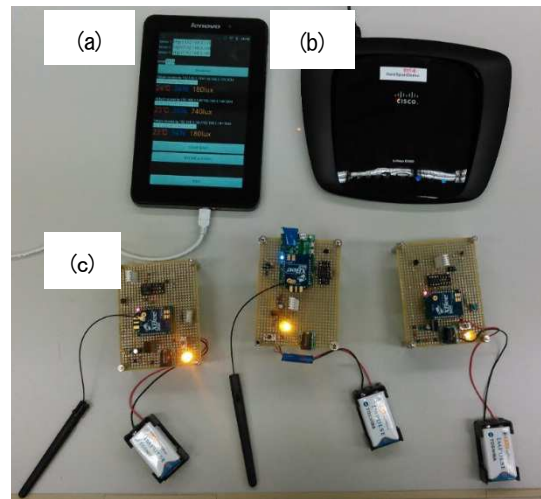


図7 動作検証に用いた機器

(a) タブレット端末 : Lenovo IdeaPad Tablet A1-07 (b) 無線ルータ : Cisco-Linksys E1000 (c) 試作ノード3台 通信基板 : Xbee WiFi S6B

株式会社サラダファームの協力のもと実際の圃場での温湿度計測実験と、そこで得られた温湿度情報をもとにした恒温恒湿槽による温湿度サイクル試験を実施した。

##### 5-1 圃場実験

平成26年4月10日~11月6日まで株式会社サラダファームのビニルハウス2棟で温湿度の計測を行った。計測に用いた装置を表4に示す。

計測では、2棟のビニルハウスにセンサノードを3台ずつの計6台配置した。ビニルハウス内では日中に気温が上昇し湿度は下降する。夜間は逆に気温が下降し湿度が上昇する。夏季は特に温度と湿度の上下が大きくなり電子機器には過酷な環境となる。7~9月における、温度と湿度の測定結果を図8に示す。温度は10~40℃、湿度は40~90%RHの範囲で変化を繰り返していた。この結果から、後述する恒温恒湿槽実験の条件を設定した。

##### 5-2 恒温恒湿槽実験

試作センサノードを圃場で使用する際には耐候性向上のための筐体が必要となる。そこで本研究では、市販の筐体を使用し圃場環境を模した温湿度サイクル試験を実施し、筐体内部への水蒸気の侵入の有無を確認した。実験には図9(a)に示す防水・防塵ボックス(タカチ電機工業 BCAS121210G)を使用した。このボックスの防水・防塵性能はIP65である。

筐体にノードを格納した際に、図9(b)に示すようにセンサ自体は筐体の外に出す必要があるため、筐体に穴を開けてリード線を通し、図9(c)に示すようにシール剤で封止した。この封止が不十分な場合、水蒸気が筐体内部に侵入する恐れがあり、センサノード故障の原因となる。

試験条件は前述の圃場実験から図10に示すような高温(40℃、30%RH)と低温(5℃、90%RH)の上下を1サイ

表3 動作検証項目

	項目	手順
1	ネットワーク設定	センサノード1~3のIPアドレスを入力 ポート番号を入力
2	センサデータの取得	「Connect」ボタンをタッチ
3	グラフの表示	「Create Graph」ボタンをタッチ
4	画像と温度の合成表示	「PICTURE and DATA」ボタンをタッチ
5	ソフトウェア終了	「Finish」ボタンをタッチ

表4 圃場実験で用いた機器

センサノード 6台	
通信基板	クロスボー XM2110
通信規格	ZigBee (無線 2.4GHz 802.15.4)
センサ基板	クロスボー MTS400
温湿度センサ	Sensirion SHT11
電源	単3電池×2
基地局 1台	
PC	ONKYO SK3KX06GA OS : Windows XP CPU : Atom 520 メモリ : 1GByte
通信基板	XM2110
インタフェースボード	MIB520
制御ソフト	Moteview2.0F

入および結露は確認されなかった。これは、筐体自体がIP65 対応であり防水性能が高いことと、センサ用に空けた穴が非常に細くシール剤による封止が容易であったと考えられる。今後はさらに長期の試験や、屋外試験などを行いビニルハウスでの長期稼働の実現を目指す。

## 6 結 言

本研究では、画像情報とセンサデータを組み合わせたハイブリッド環境測定システムの開発に向けた第2 試作と使用環境を想定した耐候性試験を行った。

センサノード試作では、安価な市販部品を用い、温度、湿度、照度の3 種類のセンサを搭載したセンサノードを実現した。通信ソフトウェア試作では、OS 無しのノードとの通信、複数ノードとの通信、検量線による電圧値の

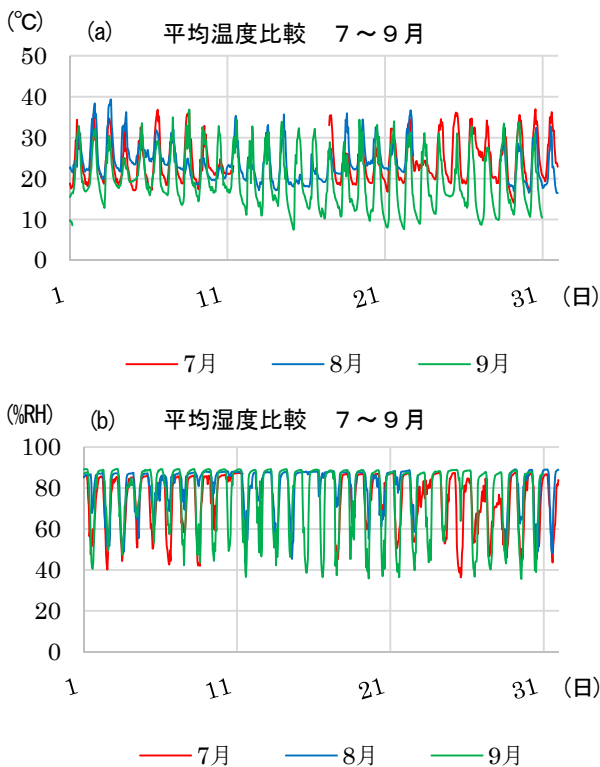


図8 ビニルハウス内の温度・湿度

(a) 7~9月におけるセンサノード6台の平均温度 (b) 7~9月におけるセンサノード6台の平均湿度

クル (3 時間) として 90 回繰り返した。恒温恒湿槽は PL-2KPH (エスペック) を用いた。

筐体内部への水蒸気の進入を確認するためには湿度インジケータースील (as one RH3-70) と水没シール (アセイエ工業 MZ-R) を用いた。湿度インジケータースीलは湿度、70、80、90%それぞれで白から青に変色するため、温度勾配により封止部が呼吸し筐体内部の湿度が上昇したかを確認する。水没シールは濡れることで変色するため筐体内部で結露が発生したかを判定するために用いた。

図 11、12 の実験結果から本実験において水蒸気の進

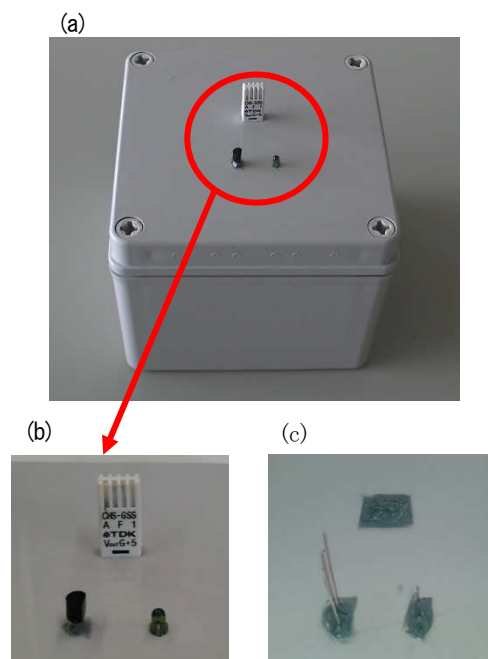


図9 実験に用いた筐体と封止部分

(a) 使用した防水・防塵ボックス BCAS121210G タカチ電機工業 (b) センサ露出部 (c) センサ露出部の裏面、端子用の穴をシール剤によって封止した

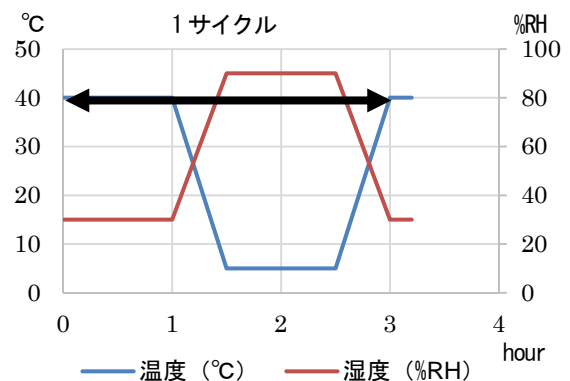


図10 温湿度サイクル試験の設定条件

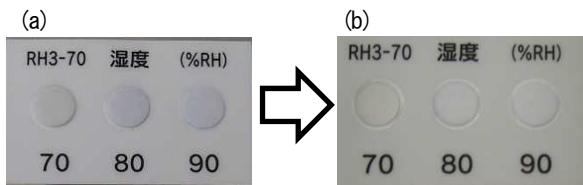


図11 実験前後の湿度インジケータースीलの変化

(a) 実験前の湿度インジケータースील (b) 90 サイクル 270 時間後もシールの変色は無く水蒸気の進入は確認されなかった

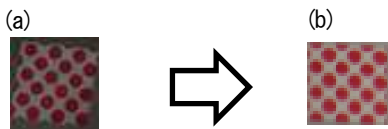


図12 実験前後の水没シールの変化

(a) 実験前の水没シール (b) 90 サイクル 270 時間後もシールの変色は無く結露は確認されなかった

変換処理、グラフ表示、画像と温度データの合成表示を実現した。そして、試作ノードと通信ソフトウェアを用いた動作検証では、通信、データ取得、可視化といった基本的な機能について正常に動作していることを確認した。一方で、センサノード毎の取得値のばらつきや各センサノードからのデータ取得回数のばらつき、バッテリー駆動時間が短いといった課題が明らかになった。

耐候性試験では、ビニルハウスにおける測定実験および、恒温恒湿槽による温湿度サイクル試験を実施した。測定実験では、ビニルハウス内の温度湿度環境を明らかにした。そして、測定結果を元に市販筐体を用いた温湿度サイクル試験を実施し、水蒸気の侵入が無いことを確認した。

今後は、センサノード間のデータのばらつき解消およびセンサノード駆動時間の延長について取り組むとともに、圃場や恒温恒湿槽を用いた耐候性の検証を行い装置の完成度を高め製品化を進めていく。

## 謝 辞

本研究は第11回リエゾン-I 研究開発事業化育成資金の対象事業に認定され、贈呈された資金により実施されました。また、圃場環境測定実験に当たっては株式会社サラダファーム様にご協力を頂きました。深く御礼申し上げます。

## 文 献

- 1) 平藤雅之：フィールドサーバによるユビキタス環境とセンサネットワークの構築、電子情報通信学会、第18回 回路とシステム軽井沢ワークショップ論文集、p175-180 (2004)
- 2) 深津時広、平藤雅之：圃場モニタリングのためのフィールドサーバの開発、農業情報研究、12(1)、p1-12 (2003)
- 3) 浅井徹、松生秀正、志知昭宏：農業用センサネットワーク制御管理システムの開発、愛知県産業技術研究所研究報告、p30-33 (2010)
- 4) 峰野博史：高精度農業を可能とするマルチベンダセンサグリッドの実証的研究、静岡大学科学研究費助成事業(科学研究費補助金) 研究成果報告書 (2012)
- 5) 永原崇範、鹿島拓也、猿渡俊介、川原圭博、南正輝、森川博之、青山友紀、篠田庄司：ユビキタス環境に向けたセンサネットワークアプリケーション構築支援のための開発用モジュール U3 (U-cube) の設計と実装、電子情報通信学会技術研究報告. NS、ネットワークシステム 102(692)、p61-66 (2003)
- 6) Genng Wu, Shilpa Talwar, Kerstin Hohnsson, Nageen Himayat and Kevin D. Johnson : M2M: From Mobile to Embedded Internet, Communications Magazine, IEEE vol. 49. Issue 4, p36-43 (2011)
- 7) 太田義和、菅野正嗣、村田正幸：センサネットワークにおける位置測定のためのデータ収集方式の提案、電子情報通信学会技術研究報告. IN、情報ネットワーク 103(437)、p31-36 (2004)

# 光学設計のための電磁場解析の基礎検討\*

目黒 和幸\*\*

光波長と同程度の微細構造を有する LED の素子構造や反射防止構造の形成などの照明設計では、幾何光学だけでなく波動光学領域の計算が欠かせない。有限差分時間領域(FDTD)法を用いることによって波動光学解析環境を簡単・安価に構築できるが、複雑な解析には多くのメモリが要求される。本研究では、波動方程式から出発した WE (wave equation) -FDTD 法による波動光学解析ソフトウェアを開発した。その結果、WE-FDTD 法の計算速度は従来と比較して 1.1~1.25 倍に高速化され、メモリ使用量は 3/4 に低減された。

**キーワード：電磁場解析、FDTD 法、波動光学、幾何光学**

## Fundamental Electromagnetic Field Analysis for Optical Devices

Kazuyuki Meguro

Designing optical elements with submicron structures (e.g., light emitting diodes, antireflection structures, etc.) requires an analysis based on wave optics. Although such an analysis can be built easily and cheaply by using the finite-difference time domain (FDTD) method, applying it to systems with complicated shapes requires considerable computer memory. In this study, we developed wave-optics analysis software using the wave-equation FDTD method. The calculation speed of the WE-FDTD method is 1.1%–1.25% faster than the conventional FDTD method and requires 75% less computer memory.

**key words : electromagnetic field analysis, finite-difference time domain method, wave optics, geometric optics**

### 1 緒 言

従来の白熱電球や蛍光灯に替わる白色発光ダイオード(LED)を用いた照明器具の開発が盛んに行われている。集光レンズや反射鏡の設計には幾何光学が用いられ、白色LEDの外部量子効率を向上させる素子構造や反射防止構造の設計ではそのサイズが光の波長程度にまで微細になることから物理光学・波動光学が必須となる。さらに、光導波路や表面プラズモン、屈折率の周期構造体であるフォトニック結晶などではスカラー回折近似が成り立たない領域に入ることや時間領域の解析が必要になることからより高度な光学設計が欠かせない。また、光学領域以外でも高周波領域における不要輻射対策やモータの磁気回路設計では電磁場解析技術が求められている。

光学領域でも電波領域でもその根幹となる基本法則はMaxwell方程式であり、違いは周波数と物質定数だけである。Maxwell方程式を解くことであらゆる電磁現象を理解することができるが、解析的に解くことができるのは極僅かの理想的な形状・状況のみである。そのため、現実の系での振る舞いをシミュレーションするにはコンピュータでの数値計算に頼らざるを得ない。電磁場解析シミュレータは数多く市販されているが、ユーザーが求めたい答えを得るためには電磁気学の知識と経験が必要な場合が多い。本研究は、電気電子分野におけるコンピュータ設計支援(CAE)の技術強化を図るため、波動方程式から出発したwave equation - FDTD法による低メモリ使用量の波動光学解析ソフトウェアの開発と波動光学-幾何光学の連携解析について実施した。

ユレーションするにはコンピュータでの数値計算に頼らざるを得ない。電磁場解析シミュレータは数多く市販されているが、ユーザーが求めたい答えを得るためには電磁気学の知識と経験が必要な場合が多い。本研究は、電気電子分野におけるコンピュータ設計支援(CAE)の技術強化を図るため、波動方程式から出発したwave equation - FDTD法による低メモリ使用量の波動光学解析ソフトウェアの開発と波動光学-幾何光学の連携解析について実施した。

### 2 方 法

#### 2-1 FDTD 法

Maxwell方程式を数値計算的に解く方法として有限差分時間領域 (FDTD : Finite Difference Time Domain)法がある。この手法は、図1のように解析空間を各方向にメッシュ状に分割し、それぞれの単位セルに物質定数(誘電率 $\epsilon$ 、透磁率 $\mu$ 、導電率 $\sigma$ )を設定することで複雑な形状を表現することができる。電場  $E$  は辺に、磁場  $H$  は面の中心に配置され、互いを結びつける空間微分を差分で表現す

\* 平成 22 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 電子情報技術部 (現 機能表面技術部)

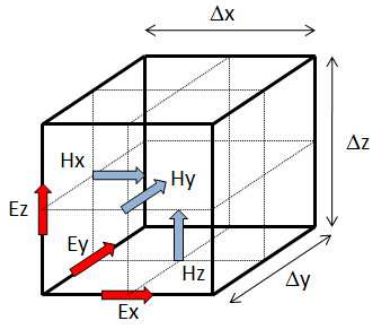


図1 単位セルと電磁場の配置

るのに適した構造となっているのが特徴である。式(1)に示す Maxwell 方程式を数値計算するために、時間および空間について 1 次の中心差分によって差分化する。一例として式(2)に 3 次元における電場の z 成分の差分式を示す。E 右肩の n は n ステップ目の時間であることを示しており、E<sup>n-1</sup> と H<sup>n-1/2</sup> が既知であれば E<sup>n</sup> を計算することができる。このように FDTD 法では電場と磁場を交互に計算していくことで電磁場の時間発展を求めることができ、過渡現象も視覚的に解析することができる手法である。

FDTD 法では、計算誤差を低減させるためにメッシュの一边のサイズ(Δx)を電磁波の波長(光であれば 500 nm 程度)の 1/10 以下に設定することと、解が発散しないように時間ステップ(Δt)を Δt ≤ Δx / c (c : 光速)が満たされるようにしなければならない。一方で、遠方電磁界を評価するには波源や散乱体から十分に離れた位置に吸収境界を設置しなければならないため、必然的に巨大なセル数の解析空間を準備しなければならない。このように、各セルの電磁場の値を保持するためにはセルの一边の数の 3 乗に比例する膨大なメモリが必要となることと、計算時間も総セル数の 3~4 乗に比例することが知られていることから、現実的にはかなり強力な計算資源が要求される。通常の FDTD 法では t = n(現在の時刻)と t = n-1(過去の時刻)の電場 3 成分

$$\begin{aligned} \nabla \times \vec{E} &= -\mu \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} && \text{(Faraday's laws)} \\ \nabla \times \vec{H} &= \epsilon \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} + \sigma \vec{E} && \text{(Ampere's law)} \end{aligned}$$

式(1) Maxwell 方程式

$$E_z^n = \left( \frac{1 - \frac{\sigma \Delta t}{2\epsilon}}{1 + \frac{\sigma \Delta t}{2\epsilon}} \right) E_z^{n-1} + \frac{\Delta t}{1 + \frac{\sigma \Delta t}{2\epsilon}} \left( \frac{\partial H_y^{n-1/2}}{\partial x} - \frac{\partial H_x^{n-1/2}}{\partial y} \right)$$

式(2) 3次元における電場の z 成分の差分式

$$\nabla^2 \vec{E} - \epsilon \mu \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} = \mu \sigma \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}$$

式(3) 電場に対する波動方程式

分(E<sub>x</sub>, E<sub>y</sub>, E<sub>z</sub>)と、t = n-1/2 と t = n-3/2 の磁場 3 成分(H<sub>x</sub>, H<sub>y</sub>, H<sub>z</sub>)の計 12 成分を保持しなければならない。

光学領域では磁化が周波数に追従できないためほとんどの物質では透磁率 μ = 1 となるので、通常は電場の振る舞いだけを議論すれば十分である。そこで、Maxwell 方程式から磁場に関する項を消して式(3)の電場に対する波動方程式のみを考えても結果に変わりはない。波動方程式は 2 階の偏微分方程式であるため、t = n, t = n-1, t = n-2 の電場 3 成分(E<sub>x</sub>, E<sub>y</sub>, E<sub>z</sub>)の計 9 成分を保持しておく必要がある。単純に比較するだけでもメモリの量が 3/4 に低減できる上、計算時間の短縮が期待できる。

### 2-2 幾何光学解析

光学シミュレータソフト ZEMAX™ は、レンズや照明の設計を行うことができるソフトウェアである。光線が入射する順番が決まっている結像系などの設計にはシーケンシャル光線追跡が、光線が光学素子に当たる場合と当たらない場合や多重反射を伴うような系の設計、また照明設計にはノンシーケンシャル光線追跡を行うことができる。さらにレーザなどのコヒーレントビームや光ファイバのモード設計には物理光学伝搬をシミュレーションすることも可能である。しかし、波動光学で議論しなければならない領域の光学素子を扱うことはできない。ZEMAX には任意の光源データを入力することができる機能を有しており、例えば外部の FDTD プログラムで仰角・方位角に対する光放出強度のデータを準備することができればそれを ZEMAX で読み込んで光源として扱うことができる。

### 3 結果と考察

FDTD 法のプログラムを開発するに当たり、以下の性能を有するパソコンを開発環境として使用した。CPU : Core2Quad 2.4GHz、メモリ : DDR2 8GB、OS : WindowsXP 64bit 版、Compiler : Intel Visual Fortran 10.0。3次元空間の FDTD シミュレータを開発し、動作確認のために微小ダイポールのシミュレーションを行った。解析空間の中心に d = 30 mm、振幅 1.0 V/m、周波数 1 GHz の正弦波を入力した結果を図 2 に示す。計算は時間ステップ Δt = 2.0 ns、Courant 数 0.200、解析領域の一边が 283 セルの立方体、16 層の PML (perfectly matched layer)吸収境界条件で行った。画像表示は赤が正の位相、青が負の位相を表している。ダイ



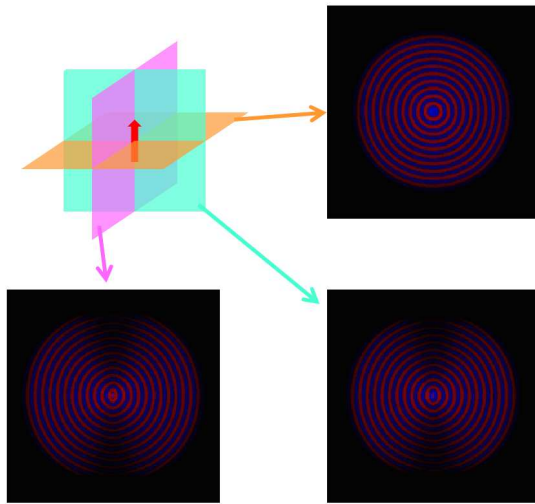


図2 微小ダイポールからの近傍放射パターン

ポールの輪切りにした面(図2のオレンジ)での放射パターンは同心円状に、ダイポールを含む面(図2のピンクおよび黄緑)では8の字パターンが明瞭に現れており定性的にはうまくシミュレーション出来ていると言える。

上記の放射パターンは波源に近い近傍電磁界を図示したものになっている。そこで、準静電界や誘導界を取り除いた遠方界のみを評価するため、界等価原理による近傍界-遠方界変換を試みた。界等価原理とは、波源を含む任意の閉曲面上に電流および磁流を配置することで閉曲面内部の電磁界を表現することができるもので、等価電磁流を積分することで遠方界の放射パターンに変換することが可能である。FDTD法では電磁場の時間発展データを取得できるが、通常は定常状態の放射パターンを知りたいのであるから周波数領域で計算を行うために高速フーリエ変換(FFT)を用いて評価した。解析空間

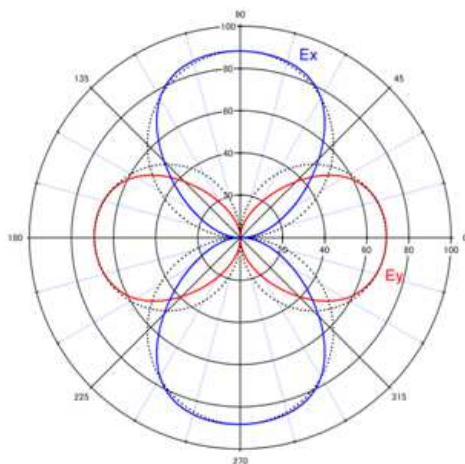


図3 微小ダイポールの遠方放射パターン

の中心に  $E_x$  あるいは  $E_y$  の微小ダイポールを置いて遠方放射パターンを計算した結果を図3に示す。この結果を見て、まず  $E_x$  と  $E_y$  に同じ量を置いたにも関わらず放射強度が異なっていることが分かる。また、放射パターンも  $\cos$  分布からずれが生じていることが見て取れる。この原因を追及するために、波源近傍の位置での電場強度の時間発展をプロットしたものが図4である。上のグラフは波源のある位置、下のグラフは解析空間の端の位置での電場強度である。これを見ると波源直上では理想的に電場が振動しているが、端まで伝播すると右に進む波と左に進む波で電場強度にずれが生じていることが判明した。このプログラムのバグの影響と考えられるが、研究実施期間中には改善することができなかった。以下で行う計算資源の評価では、このプログラムのままの結果を用いて議論を行う。

FDTD法においては現在と過去合わせて合計12成分の電磁場のデータを保持しなければならないのに対して、波動方程式から出発した wave equation (WE) - FDTD法は合計9成分と保持するデータ量を減少させることができる。この検証を行うために2次元 Transverse Magnetic (TM)モードの FDTD および WE-FDTD プログラムを構築し、解析空間の一辺の長さ  $n$  に対する CPU 計算時間をプロットしたものを図5に示す。

$n = 500$  程度までは FDTD の方が高速であるが、 $n = 1,000$  以上では1~2割程度 WE-FDTD の方が高速であることが分かる。この理由として、データ

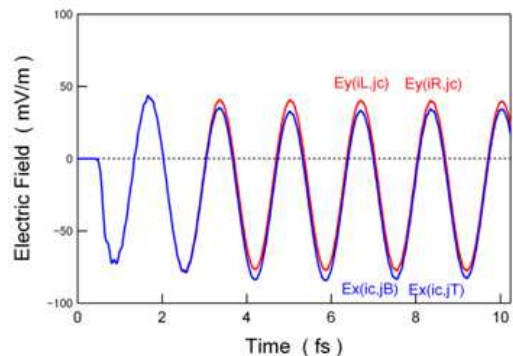
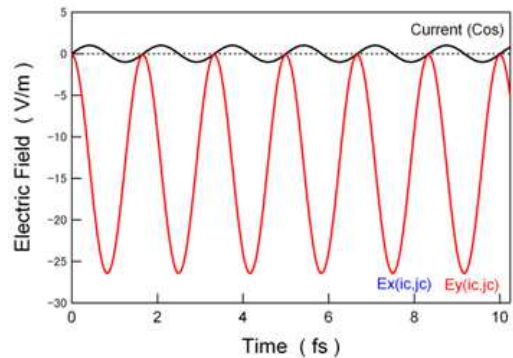


図4 微小ダイポールの電場伝播の様子

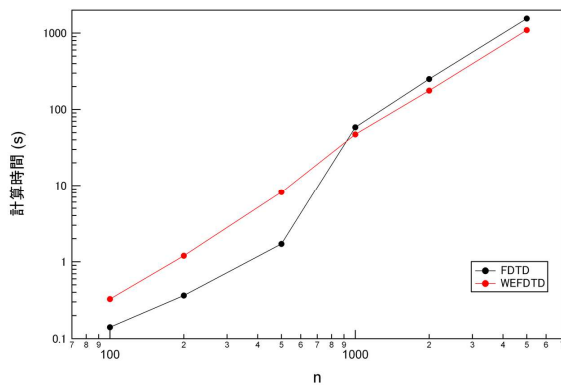


図5 FDTD法とWE-FDTD法の計算時間の比較

量が少ないために全体的に WE-FDTD の方が高速であるが、WE-FDTD は初期条件の設定項目が多いため  $n$  が小さい場合には計算時間にロスが出る原因であると考えられる。セル数が多い状況下での計算時間が短縮できることは大きなメリットであり、さらにメモリも少なく済むため限られた計算資源の下では有効な手段であることが証明された。

次に、ZEMAXによる光源シミュレーションの結果について述べる。現状の FDTD プログラムからは定量性の面で満足できる放射パターンデータを得ることができなかったため、市販の砲弾型 LED 素子の配光パターンデータを取り込んで照度分布のシミュレーションを行った。LED のデータは、Ledman Optoelectronic Co., Ltd.の InGaN 白色 LED (LL1516HCWW1-151)を用いた。LED の前面に  $100,000 \times 100,000$  の検出面を設定し、1,000,000 本の光線を射出してモンテカルロシミュレーションすることで、検出面のどの点に何本の光線が横切るかを見て照度分布を計算するものである。シミュレーションの結果を図 6 に示す。用いた LED は 50% power angle(最大強度の半分の強度になる放角)が  $15^\circ$  であるため非常に指向性が高いが、シミュレーションでも良く再現できている。放射パターンを設定した LED チップの他に電極やレンズを配置することで現実の LED 素子をシミュレーションすることも可能である。将来的には波動光学部分を WE-FDTD で、マクロな幾何光学部分を ZEMAX で連携解析することで照明設計の支援ができるものと考えられる。

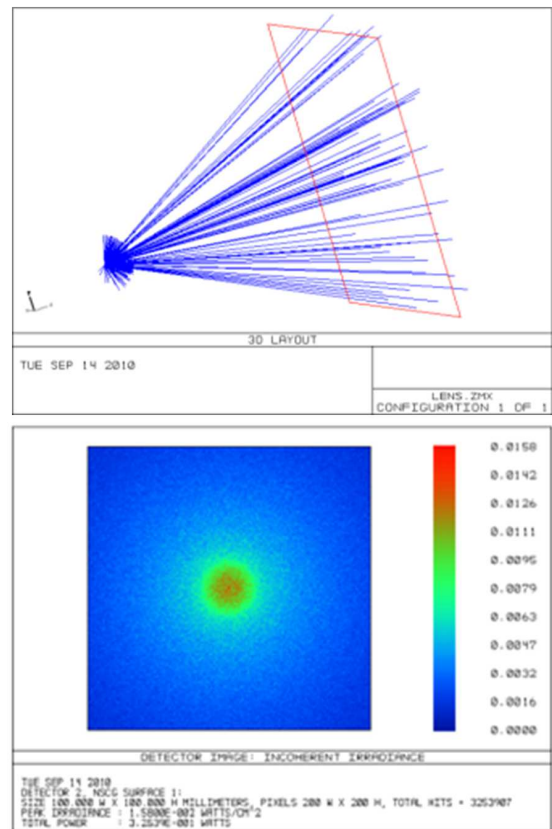


図6 LEDの照度分布シミュレーション

#### 4 結 言

FDTD法および波動方程式から出発した WE-FDTD法を用いて微小な構造を有する光学素子の設計支援シミュレーションを開発した。FDTDからWE-FDTDにすることでメモリ量を3/4程度、CPU計算時間を1~2割低減することができた。これによりパソコンでも計算資源を有効に利用して電磁場解析を行うことができる。しかしながら、近傍界-遠方界変換の際にプログラムにバグがあることが判明したものの、研究実施期間中には改善することができなかった。

また、ZEMAXに外部からLEDなどの発光放出パターンデータを入力することによる照度分布シミュレーションの方法を身に付けた。波動光学シミュレーションの結果を読み込むことには障害はなく、FDTDプログラムの改善によりZEMAXにおける幾何光学シミュレーションとの連携が可能な状況となった。

# 超短パルスレーザーによる光学素子作製のための微細構造形成技術の基礎実験\*

目黒 和幸\*\*、渡邊 涼太\*\*\*、大坊 真洋\*\*\*

超短パルスレーザーは非熱的・非接触で微細加工を実現する優れたツールである。様々な素材に対して加工条件を確立することや、どの程度の寸法精度で加工できるかといった知見を有することが産業応用上非常に重要である。本報告では光学素子作製のための一手法としてレーザー微細加工に注目し、Si(100)表面への溝加工および周期構造形成について加工試験を行った。様々な素材に対して微細加工を行うには、超短パルスレーザーは有用なツールであることが示された。

**キーワード：超短パルスレーザー、微細加工、レーザー誘起微細周期構造**

## Ultrashort Pulsed Laser for Microfabrication of Optical Devices: Fundamental Experiments

**Kazuyuki Meguro, Ryota Watanabe and Masahiro Daibo**

Ultrashort pulsed lasers have become important tools for noncontact and nonthermal microfabrication. For such fabrication, the precision-mechanics industry requires that the processing parameters (e.g., material, laser power, and groove width) of ultrashort pulsed lasers be optimized for a given application. Here we report of the use of ultrashort pulsed lasers for microfabrication of grooves and other periodic structures on a Si(100) surface. The results show that ultrashort pulsed lasers are suitable for fine fabrication of various materials.

**key words : ultrashort pulsed laser, micro-machining, laser-induced periodical surface nano-structure**

### 1 緒言

近年の表示素子では振幅(明るさ)と波長(色)の制御の他、液晶ディスプレイや偏光フィルタ型3DTVなど偏光特性を利用した素子が多く使われ始めている。このようなデバイスにはワイヤグリッド偏光子や回折格子などの偏光状態を制御する光学素子が使われており、その細線の太さや間隔は数百nm～数十 $\mu\text{m}$

の寸法に加工されている。

精密部品の微細加工は機械加工(微細切削、放電加工など)や半導体プロセスで行われるのが一般的である。しかし、上記のような光学素子やMEMS(微小電気機械素子)ではガラスや光学結晶などの硬脆材料や誘電体の加工が要求されることから機械的手法では加工が困難である。一方、半導体プロセスは原

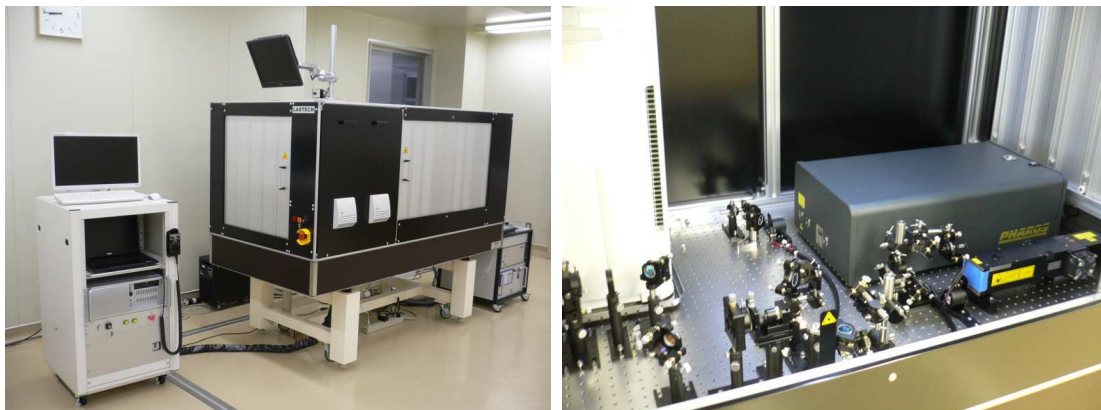


図1 超短パルスレーザー微細加工機(左)とレーザー発振器(右)

\* 平成23年度 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 電子情報技術部(現 機能表面技術部)

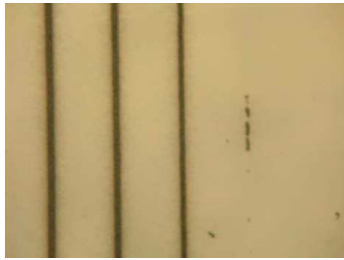
\*\*\* 岩手大学大学院工学研究科

版となるフォトマスクがあれば微細パターンニングが容易であるが、大量生産にならないと製造コストが高額となることが懸念される。そこで近年注目されているのがレーザー微細加工である。

超短パルスレーザーは非常に短い時間(ピコ秒~数百フェムト秒)の光パルスを発生するレーザーである。瞬間的に巨大なエネルギーをターゲットに与えることができ、熱が伝搬する前にレーザーパルスが消失することで溶融箇所のない非常にシャープな断面を得

ることができる。また、その強力な光電場により多光子吸収等の非線形光学効果により、透明体への加工あるいは基本波の回折限界を超えた微細加工も可能である。このような大きな魅力がある一方で、従来の超短パルスレーザーは環境の温度変化や振動で特性が揺らいでしまい非常に扱いにくい一面を有していたが、近年になって安定に動作する超短パルスレーザーが市場に出回りはじめ、サイエンスの道具から産業レベルで役に立つ加工機へと進展しつつある。

Si



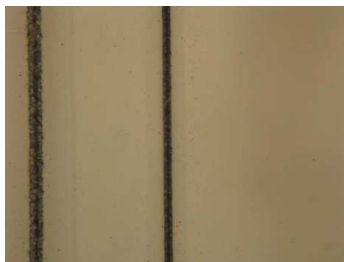
	平均パワー	パルス幅	加工幅	加工深さ
(a)	36 mW	280 fs	10 μm	0.35 μm
(b)	36 mW	1 ps	9 μm	0.22 μm
(c)	36 mW	5 ps	7 μm	0.06 μm
(d)	36 mW	10 ps	×	×

サファイア



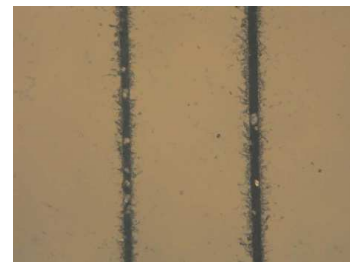
	平均パワー	パルス幅	加工幅	加工深さ
(a)	980 mW	280 fs	12 μm	3.4 μm
(b)	445 mW	280 fs	×	×
(c)	980 mW	5 ps	×	×
(d)	980 mW	280 fs	12 μm	3.4 μm
(e)	4282 mW	5 ps	18 μm	5.3 μm

石英



	平均パワー	パルス幅	加工幅	加工深さ
(a)	4282 mW	5 ps	20 μm	4.8 μm
(b)	1001 mW	280 fs	12 μm	2.8 μm
(c)	498 mW	280 fs	×	×

PMMA



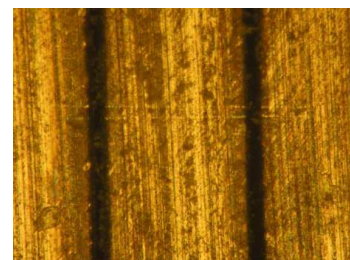
	平均パワー	パルス幅	加工幅	加工深さ
(a)	318 mW	280 fs	10 μm	4.7 μm
(b)	450 mW	280 fs	12 μm	3.6 μm

SUS316L



	平均パワー	パルス幅	加工幅	加工深さ
(a)	2039 mW	5 ps	28 μm	1.7 μm
(b)	998 mW	5 ps	18 μm	7.7 μm
(c)	1001 mW	280 fs	22 μm	3.9 μm

超硬合金



	平均パワー	パルス幅	加工幅	加工深さ
(a)	996 mW	5 ps	19 μm	9.0 μm
(b)	1002 mW	280 fs	18 μm	8.4 μm

図2 超短パルスレーザーによる各種素材の加工例

そこで、本研究では各種材料へのレーザー微細加工の試験を行い、光学素子作製に必要な基礎技術の開発を行った。

## 2 実験

実験に使用した超短パルスレーザー発振器は、Light Conversion 社 PHAROS-4W の Yb:KGW フェムト秒レーザー(発振中心波長 1,030 nm、バンド幅約 8 nm)である。図 1 に超短パルスレーザー微細加工機の外観写真を示す。このレーザーは①出力(～4 W)、②繰り返し周波数(1～200 kHz)、③パルス幅(260 fs～10 ps)を独立に変化させることが可能である、これに④試料ステージの移動速度を加えたパラメータを変化させながら、レーザー微細加工試験を行った。

## 3 結果と考察

### 3-1 様々な素材への加工試験

まず、どのような素材の加工が可能であるかを調査するために、様々な素材を用意して加工試験を行った。用意した加工素材は、Si、石英、サファイア、PMMA(アクリル)樹脂、SUS316L(ステンレス)、超硬合金である。レーザー加工時の集光レンズはミットヨ製赤外補正対物レンズ(倍率5倍)を用い、ガルバノスキャン速度 50 mm/s、レーザー繰り返し周波数 200 kHzに条件を固定して、照射パワーとパルス幅を変化させて加工の様子を観察した。加工痕の幅と深さは三鷹光器製NH-3SPによって断面プロファイルを測定して評価した。この結果を図2に示す。Siに対して照射パワーを36 mWに固定しパルス幅を変化させて加工の状況を観察したところ、パルス幅が長くなるにつれて加工痕の幅・深さ共に減少していき、パルス幅10 psでは加工ができなくなった。これは、パルス幅が長くなるとピークパワーが小さくなることで照射フルエンスが加工閾値を下回ったためと考察できる。サファイアの(a)と(d)は同

条件(照射パワー $P = 980 \text{ mW}$ 、パルス幅 $\tau = 280 \text{ fs}$ )であり加工が行われているが、照射パワーが小さい時(b)やパルス幅が長い時(c)では加工されないことが明確にわかる。パルス幅を長くして照射パワーを極端に大きくする(e)と加工されるが、加工痕の周辺部に熱影響層が観察される。その他の石英、アクリル樹脂(PMMA)、ステンレス鋼(SUS316L)、超硬合金でも加工幅10～20 $\mu\text{m}$ の溝加工が加工であった。これらの内、レーザー波長(1,030 nm)の領域で透明な材料であるサファイア、石英、PMMAについて、いずれの素材も表面に溝加工が可能であった。これは少なくとも3光子以上の多光子吸収による光化学作用で加工が進行したことが容易に推測される。

### 3-2 Si(100)の詳細な加工試験

微細光学素子の作製に当たりMEMSや電子デバイスでも多用されるSi(100)への微細加工条件を詳細に調査した。Si(100)は容易に平滑な試験片を入手でき、ナノインプリントの金型としても使用が可能である。

10倍の対物レンズを用いたSi(100)に対する超短パルスレーザー加工した結果を図3に示す。CCDカメラで加工部を観察し、加工痕の有無をパルス幅に対してプロットしたものである。パルス幅が短くなると小さなパルスエネルギーでも加工が可能であることが明らかである。△印は、一樣に加工されず空間的・時間的に加工されたり加工できなかったりした条件である。この原因は、加工対象表面に不純物による汚染があることや、基板が傾いていたことによる試料表面-レンズ間距離の変化で照射フルエンスに差が出たものと考えられる。正確な加工閾値を見出すためには各加工条件に対して、清浄な試料表面の準備、加工環境の安定化、実験回数を増やすことが必要である。

次に、パルス幅を最短の259 fsに固定してSi(100)表面を加工した際の加工溝幅とパルスエネルギーの関係を図4に示す。約5 nJが加工閾値となり、約10

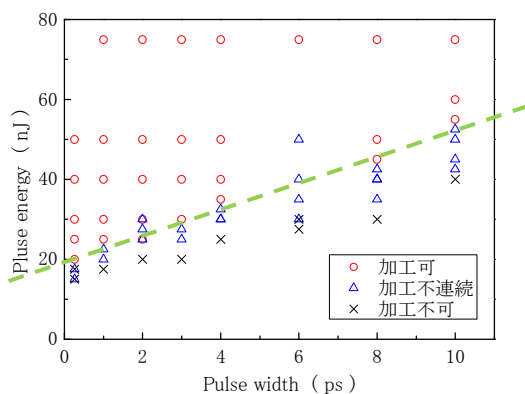


図3 加工痕の有無のパルス幅依存性

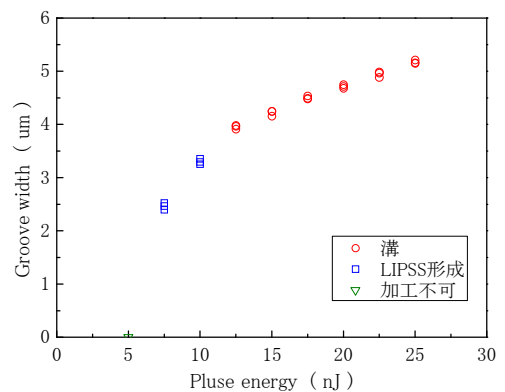
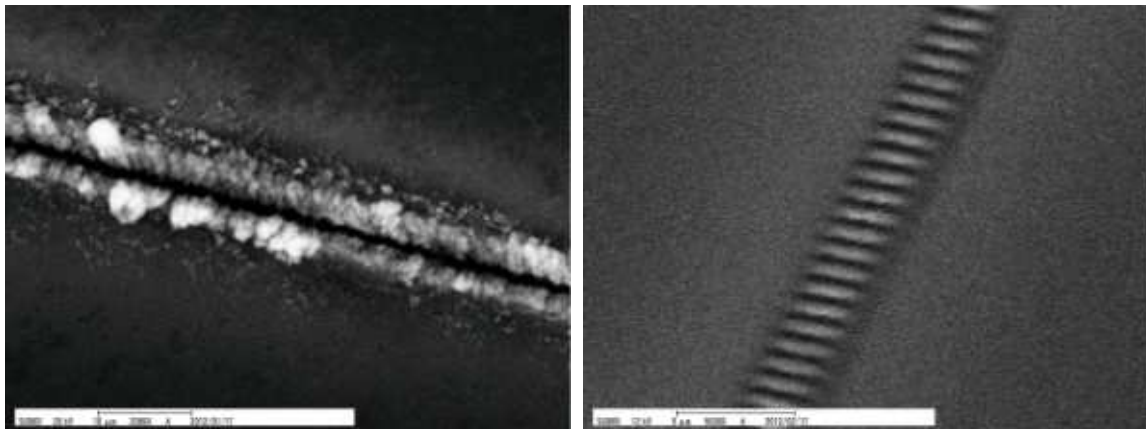


図4 加工溝幅のパルスエネルギー依存性



(a)  $E_p = 22.5 \text{ nJ}$  のとき

(b)  $E_p = 7.5 \text{ nJ}$  のとき

図5 加工痕のSEM像

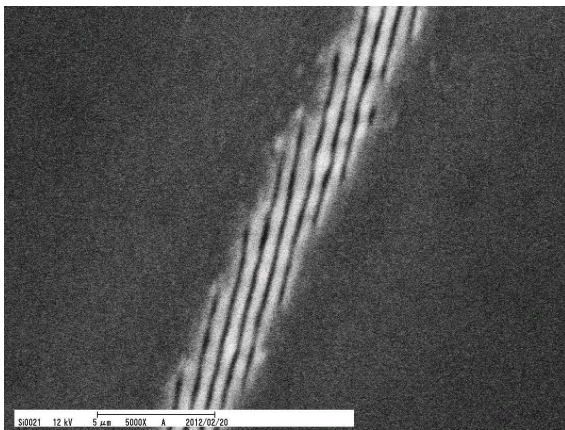


図6 垂直偏光の時のLIPSS形成

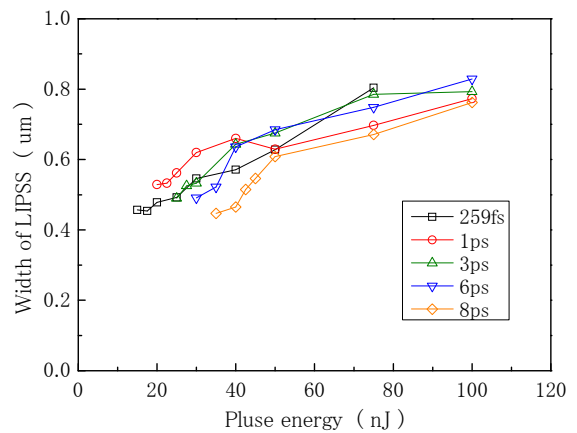


図7 LIPSS幅とパルスエネルギーの関係

nJ以上の領域で溝加工が可能であった。詳細な加工痕の形状をSEMによって観察した結果を図5に示す。図5(a)はパルスエネルギー $E_p = 22.5 \text{ nJ}$ の時のもの、図5(b)は $7.5 \text{ nJ}$ の時のものである。図5(b)には溝形状の内部に周期的な微細溝が形成されているが、これは入射光と試料表面の散乱光の干渉によって生じるレーザー誘起周期表面構造(LIPSS: Laser Induced Periodic Surface Structure)と呼ばれるものである。この条件の場合には約 $800 \text{ nm}$ 周期のLIPSSが形成された。

図5(b)は入射光の偏光方向と溝の長軸方向がほぼ平行の状態加工した結果で、この場合にはLIPSSは偏光方向と直行する方向に周期的な溝が形成された。次に $\lambda/2$ 波長板で偏光を $90^\circ$ 回転させてLIPSS形成を試みた。この結果を図6に示すが、偏光の回転に沿ってLIPSSの方向も回転している様子が観察できた。図5(b)と図6で溝方向に対して完全に直交/平行でない理由は、手持ちの $\lambda/2$ 波長板が $\lambda = 1,064 \text{ nm}$ 用であり、 $1,030 \text{ nm}$ に対してわずかに位相差のずれが生じているためであると考えられる。 $1,030 \text{ nm}$ 用の $\lambda/2$ 波長板および $\lambda/4$ 波長板を準備する必要があるが、任意の方位角への周期構造を形成できる目途が立った。

図7にLIPSSの幅に対する入射パワーエネルギーの依存性を示す。 $40 \text{ nJ}$ 以下の領域でLIPSSの幅がパルス幅に依存している可能性のあるデータが見られる。

超短パルスレーザーによってSi(100)表面に対して溝加工およびLIPSSの形成が可能であり、溝幅やLIPSS間隔が照射パワーに依存していることが分かった。

#### 4 結 言

光学素子作製のための加工技術開発を目指し、超短パルスレーザー加工機を用いて各種素材の加工試験およびSi(100)における溝加工およびLIPSS形成の加工実験を行った。レーザー波長( $1,030 \text{ nm}$ )専用の光学素子が手元に無く、特に偏光に関しては十分な条件で加工実験を行うことができなかったが、レーザー波長以下の微細周期構造を持つLIPSS形成を行うことに成功した。また、LIPSSの幅とパルスエネルギーの間に相関があることを示唆するデータが得られたが、確度が乏しいため再現実験が必要である。目的としていた光学素子(回折格子や複屈折素子など)に対して超短パルスレーザー微細加工は非常に有用なツールであることが分かった。

# 下塗りに電着塗装を利用する VOC 低減化法\*

佐々木 麗\*\*、穴沢 靖\*\*、内舘 真澄\*\*\*、佐藤 博\*\*\*\*、大町 怜\*\*\*\*\*、浅沼 和彦\*\*\*\*\*

溶剤型塗装仕様での VOC 低減化及び粉体塗装の耐食性の向上を目的に、各塗装仕様の下塗りに電着塗装を用い、付着性や耐食性について検討を行った。その結果、電着塗装を用いた溶剤型塗装仕様、粉体塗装仕様において従来の塗装仕様より付着性及び耐食性能が向上することがわかった。下塗りに電着塗装を用いた塗装仕様は VOC の低減化に効果があることもわかった。

**キーワード：VOC、カチオン電着塗装、溶剤型塗装、粉体塗料**

## Method to Decrease Volatile Organic Compounds based on Electrodeposited Undercoating

**Rei Sasaki, Yasushi Anazawa, Masumi Uchidate, Hiroshi Satoh, Ryo Oomachi and Kazuhiko Asanuma**

To improve the corrosion resistance of a powder coating and to decrease the volatile organic compounds (VOC) emitted by solvent-type coatings, an electrodeposited coating was examined as the undercoat for these coatings. In addition, the coating performance of each coating was evaluated. The use of the electrodeposited coating improved the adhesion and corrosion resistance of both solvent-type and the powder coatings. Moreover, the presence of electrodeposited coating decreased the emitted VOC of solvent-type coating.

**key words : VOC, cationic electrodeposition coating, solvent-based coating, powder coating**

### 1 結 言

2004 年に改正された大気汚染防止法の揮発性有機化合物 (VOC) の排出抑制制度により、塗装工場からの VOC 排出削減が急務となっている。VOC 排出量全体のほぼ半分以上が塗料であり、水性塗料、ハイソリッド塗料、粉体塗料、無溶剤型塗料などの低 VOC 塗料の技術開発が行われている。また、塗装方法の対策として、自動車の下塗り塗装として、防錆を目的として水性塗料を利用したカチオン電着塗装が一般的に使用されているが、その他の一般製品への利用は、その設備コスト等の問題から難しい状況である。

一方、水性塗料を用いた電着塗装設備を有する県内企業では、近年の経済状況の影響で生産量が低下し、塗料の使用期限内に塗料を消費することができず、品質保持のために廃棄せざるを得ない状況となっており、稼働率の向上が急務となっている。

そこで、一般製品への溶剤型塗装の下塗りに電着塗装を利用する事ができれば、溶剤型塗装企業では下塗り、中塗り、上塗りのうち下塗り塗料分の VOC 発生量を低減化 (全体の約 1/3) することができる。また、電着塗装設備保有企業では、設備稼働率の向

上及び、産業廃棄物排出量を低減することができる。さらに、形状が複雑な製品への粉体塗装の下塗りに電着塗装を利用することによってエッジ部や、入り込みが難しい部位の耐食性を解決することができる。

しかし、溶剤型塗装、粉体塗装へ電着塗料を利用するためには、それぞれ使用している前処理及び塗料との塗装適性について検討する必要がある。

本研究では、溶剤型塗装の VOC 低減化および粉体塗装の耐食性の向上を図ることを目的に、下塗り塗料として電着塗料を利用して、その付着性や耐食性を検討したので以下に報告する。

### 2 実 験

#### 2-1 供試材料

塗装素材として、試験片形状 2.0×70×150 mm の冷間圧延鋼板 (SPCC-SB) を用い、塗装前処理としてリン酸亜鉛化成皮膜処理を行った。また、供試塗料として、下塗り電着塗料を 2 種類、溶剤型下塗り塗料を 2 種類、溶剤型上塗り塗料を 2 種類、粉体塗料を 1 種類用いた。表 1 に塗料の種類、樹脂名及び略号を示す。なおそれぞれの塗装仕様については、下

\* 平成 23 年度 公募型共同研究事業

\*\* 環境技術部 (現 機能表面技術部)

\*\*\* 東北日東工業株式会社 \*\*\*\* ピーエス株式会社 \*\*\*\*\* 和同産業株式会社

塗り塗料-上塗り塗料 (例えば EDC1-AP) と略記する。以下、塗料名、塗装仕様については略号で示す。

表1 塗料の種類

塗料名	樹脂名	記号
電着塗料1	エポキシアクリル樹脂	EDC1
電着塗料2	エポキシアクリル樹脂	EDC2
溶剤型下塗り塗料1	エポキシ変性アルキド メラミン樹脂	EAM
溶剤型下塗り塗料2	アミノポリエステル樹脂	AP
溶剤型上塗り塗料1	アクリルメラミン樹脂	AM
溶剤型上塗り塗料2	アミノアルキド樹脂	AA
粉体塗料	ポリエステル樹脂	PC

### 2-2 試験片の作製

試験片の塗装は、共同研究参加企業の塗装ラインを利用し、溶剤型塗装仕様は、①前処理→②電着塗装(下塗り)→③溶剤塗装(上塗り)、粉体塗装仕様は、①前処理→②電着塗装(下塗り)→③粉体塗装(上塗り)を行った。性能比較として、従来の塗装仕様の試験片は、溶剤型塗装仕様①前処理→②溶剤塗装(下塗り)→③溶剤塗装(上塗り)、粉体塗装仕様①前処理→②粉体塗装(上塗り)を行った。表2に、電着塗装、溶剤型塗装、粉体塗装の塗装条件を示す。

表2 塗装条件・方法及び乾燥条件

塗料名	塗装条件・塗装方法	乾燥条件
EDC1	200V×2分	195℃×30分
EDC2	220V×2分	190℃×40分
EAM	エアスプレー塗装	120℃×20分
AP	エアスプレー塗装	110℃×20分
AM	エアスプレー塗装	130℃×20分
AA	エアスプレー塗装	110℃×20分
PC	静電エアスプレー塗装	180℃×20分

### 2-3 膜厚測定

JIS-K-5400 (1990) 塗料一般試験法、3.5(2) 電磁式膜厚計により行った。なお、測定値はそれぞれの試験片中央部3ヶ所で行い、その平均値により求めた。なお、膜厚計は、エグザクトFNタイプ(ニッペトレーディング株式会社製)を用いた。

### 2-4 赤外線吸収スペクトルの測定

水性のエポキシアクリル樹脂を主成分とした電着塗膜の耐食性能を確認するため、赤外吸収スペクトルの測定を行った。なお、試験機は、フーリエ変換赤外分光装置 Nicoret 6700 Continuum (サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)製)を用いた。

### 2-5 電気化学的測定

各塗装仕様における耐食性を評価するため、塗膜下金属腐食診断装置(北斗電工(株)製)を用いて測定した。この装置は、カレントインタラプト法<sup>1)</sup>を応用したもので、試験片に微小電流を印加し、一定時間充電後印加を停止する。塗膜成分の時定数と金属界面の時定数に相違があるため、その放電曲線を解析することで金属界面の抵抗値(分極抵抗)と容量値(分極容量)、塗膜成分の抵抗値(塗膜抵抗)と容量値(塗膜容量)を分離測定することができる。3wt%NaCl 水溶液を充填したアクリルリングを試験片中央部にボンドで固定する方法で測定を行った。なお、測定面積は9cm<sup>2</sup>である。図1に試験方法を示す。

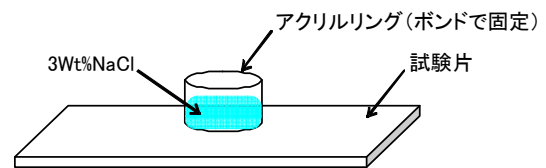


図1 浸漬試験方法

### 2-6 表面界面解析装置(SAIGAS法)による付着強度の測定

各塗装仕様における塗膜の付着強度を表面界面解析装置により測定した。本装置は、鋭利な切れ刃を用いてコーティング材料表面部から界面部にかけて連続して切削するもので、切削理論<sup>2, 3, 4, 5)</sup>を適用して、コーティング材料の切削力から剪断強度、界面切削中の力から付着強度を求めるものである。試験機は、サイカスAN型(大日本プラスチック(株)製)を用いた。測定条件として、塗膜の切削速度は240/μm/min、荷重は0.5~3Nで行った。なお、試験室の温度は25℃である。

### 2-7 塩水噴霧試験

JIS-K-5600 (1999) 塗料一般試験方法第7部: 塗膜の長期耐久性、第1節耐中性塩水噴霧性に準じて行った。なお、試験片中央部へカッターでクロスカットを入れ、カット方向に対して垂直に最大錆幅が片側2mm以上、または2mm以上の塗膜膨れが発生した試験時間について評価した。表3に試験条件を示す。

表3 塩水噴霧試験条件

項目	試験条件
塩化ナトリウム溶液濃度	50g/L
pH	6.5
圧縮空気圧力	98kPa
噴霧量	1.5ml/80cm <sup>2</sup> /h
空気飽和器温度	47±2℃
試験槽温度	35±2℃



### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 膜厚測定結果

表 4 に膜厚を測定した結果を示す。電着塗膜は EDC1 が  $20\ \mu\text{m}$ 、EDC2 は  $16\ \mu\text{m}$  と  $4\ \mu\text{m}$  の膜厚差が生じた。それぞれの塗装ラインの膜厚目標設定は  $20\ \mu\text{m}$  であるが、EDC2 は EDC1 に比べ塗料濃度が低いことが膜厚差に影響したと思われる。上塗りに AM を用いた塗装仕様は  $33\sim 36\ \mu\text{m}$  となり、基準となる EAM-AM の  $33\ \mu\text{m}$  に対して  $\pm 3\ \mu\text{m}$  以内の膜厚となった。また、上塗りに AA を用いた塗装仕様は  $55\sim 59\ \mu\text{m}$  で、基準となる AP-AA の  $57\ \mu\text{m}$  に対して  $\pm 2\ \mu\text{m}$  以内の膜厚となった。また、粉体塗装仕様 PC では  $77\sim 80\ \mu\text{m}$  となり、基準となる PC の  $80\ \mu\text{m}$  に対して、 $\pm 5\ \mu\text{m}$  以内の膜厚となった。

表 4 膜厚測定結果

塗装仕様	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	塗装仕様	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )
EDC1	20	EDC1-AA	55
EDC2	16	EDC2-AA	59
EAM-AM	33	PC	80
EDC1-AM	37	EDC1-PC	85
EDC2-AM	36	EDC2-PC	77
AP-AA	57		

#### 3-2 赤外線吸収スペクトルの測定結果

図 2 に 2 種類の電着塗料の赤外線吸収スペクトルの測定結果を示す。2 種類とも  $1246\text{cm}^{-1}$  のエポキシ化

合物 C-O 伸縮振動、 $1183$ 、 $1036\ \text{cm}^{-1}$  の P 置換ベンゼン環 C-H 面内変角振動と、フェニル基の CC 伸縮振動を表す  $1607$ 、 $1510\ \text{cm}^{-1}$ 、C-H 面外変角振動を表す  $830\ \text{cm}^{-1}$  でのピークが確認された。アクリル樹脂特有の吸収は見られず、エポキシ樹脂の吸収スペクトルとほぼ同じであることから、エポキシ樹脂を主体とした塗料であることがわかる。

#### 3-3 電気化学的測定結果

低濃度の NaCl 水溶液に塗装鋼板を浸すと塗膜は水を吸収し、比較的短時間で飽和する。水がリン酸亜鉛被膜に達するとさらに腐食が始まる。金属界面の腐食は分極抵抗の低下となって現れるので分極抵抗を測定することにより、塗膜下金属腐食の進行を知ることができる<sup>6)</sup>。

図 3 に溶剤型塗装仕様の AP-AA とその下塗り塗料として電着塗料を塗布した AA の分極抵抗を測定した結果を示す。AP-AA の分極抵抗値は浸漬時間の経過とともに低下し、 $24\sim 240$  時間で  $10^9\ \Omega\cdot\text{cm}^2$  から  $10^8\ \Omega\cdot\text{cm}^2$  と低下し、その後、 $480$  時間で  $10^7\ \Omega\cdot\text{cm}^2$  まで低下した。AA、AP の水分の透過が早く、塗膜下で腐食が進行しているものと思われる。AP に替え EDC1、EDC2 を塗布したものでは、いずれも  $24$  時間の浸漬時間で分極抵抗値は  $10^{10}\ \Omega\cdot\text{cm}^2$  と 1 桁オーダー高くなり、 $240$  時間までその抵抗値の低下はほとんど無く、同じ抵抗値を維持した。その後、 $480$  時間で  $10^9\ \Omega\cdot\text{cm}^2$  と 1 桁オーダー低下する傾向を示した。AP よりも EDC 1、EDC2 は水分の透過が

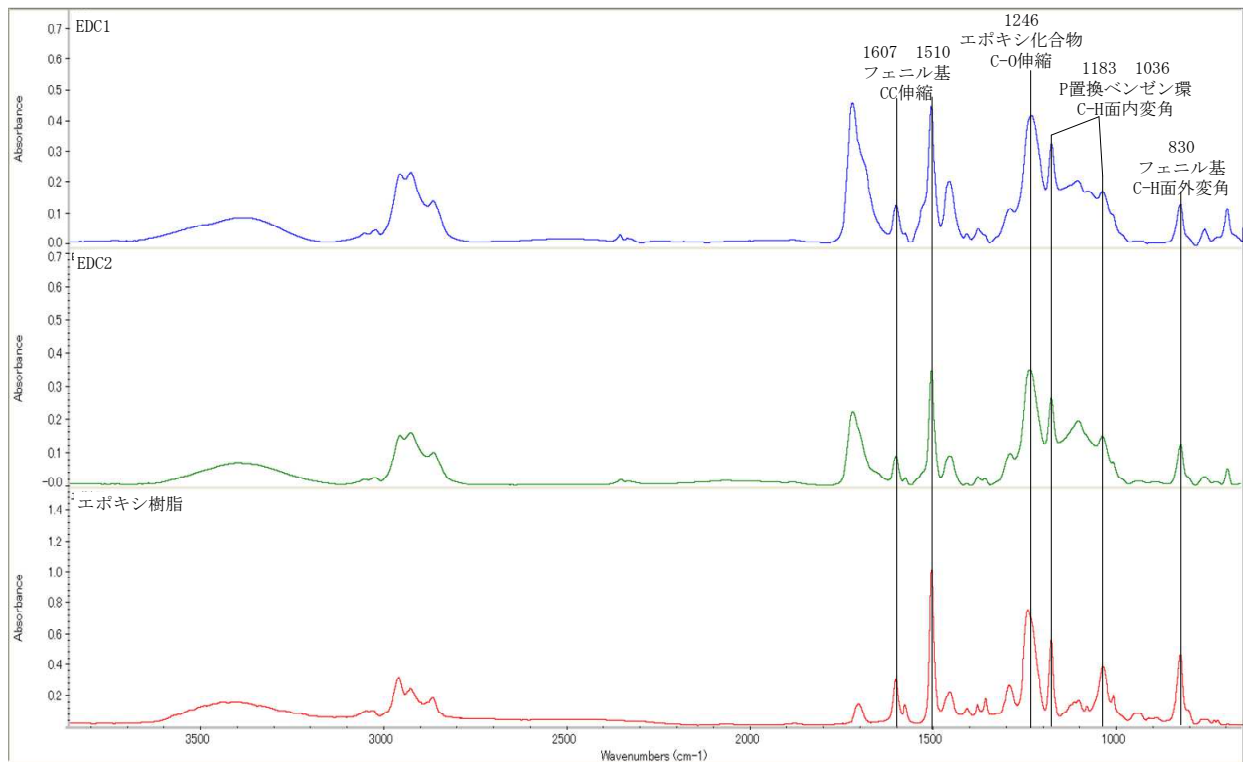


図 2 電着塗料の赤外線吸収スペクトル測定結果

遅いため、浸透した水分が拡散しにくく、塗膜下の腐食の進行はゆっくり進むものと思われる。

図4にEMA-AMとその下塗り塗料として電着塗料を塗布したAMの分極抵抗を測定した結果を示す。EMA-AMは浸漬時間の経過とともに分極抵抗値は低下し24～240時間で $10^9 \Omega \cdot \text{cm}^2$ から $10^8 \Omega \cdot \text{cm}^2$ と低下したが、240時間の分極抵抗値はZP3-AP-AAに比べわずかに高い値を示し、AP-AAよりも水分の透過が遅いものと思われる。しかし、480時間で $10^7 \Omega \cdot \text{cm}^2$ まで低下し、AP-AAの分極抵抗値とほぼ同じ値を示した。EMAに替え電着塗料を塗布したものでは、いずれも240時間まで分極抵抗の低下はほとんど無く $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}^2$ を維持し、480時間で $10^9 \Omega \cdot \text{cm}^2$ と1桁オーダー低下する傾向を示した。APと同様にEMAもEDC1、EDC2より水分の透過が早く、浸透した水分が拡散しやすいものと思われるが、240時間程度まではEMA-AMの分極抵抗値の低下はゆるく、AP-AAより塗膜下の腐食の進行は遅く進むものと思われる。

なお、粉体塗装仕様及び電着塗塗装と粉体塗装仕様の分極抵抗値についても測定したが、いずれも高抵抗値を示し、経時変化を測定することはできなかった。これは水分が金属界面まで十分に浸透しないため高抵抗値を示す現象で、粉体塗膜の耐水性が優れているものと思われる。

### 3-4 SAICAS法による付着強度の測定結果

図5に溶剤型塗装仕様であるAP-AAと、APに替え電着塗料を塗布したAA、及び電着塗料単膜の付着強度を測定した結果を示す。AP-AAの付着強度3.04kN/mに対し、EDC1は2.76kN/m、EDC2は2.46kN/mの付着強度を示し、さらにAAを塗布すると付着強度はEDC1-AAは3.42kN/m、EDC2-AAは3.59kN/mとなった。APに替えEDC1、EDC2を利用することで付着強度が向上する結果となった。

図6に溶剤型塗装仕様であるEMA-AMと、EMAに替え電着塗料を塗布したAMの付着強度を測定した結果を示す。EMA-AMの付着強度は2.95kN/mで、AP-AAとほぼ同じ付着強度を示し、溶剤型塗料の付着強度は、塗料の種類に影響されずほぼ同じ付着強度であった。また、EMAに替え電着塗料を塗布したEDC1-AMは4.13kN/mと付着強度が向上し、EDC2-AMでは3.09kN/mとわずかに高い付着強度を示した。電着塗膜の膜厚差及びAMの膜厚のバラツキの影響が出たものと思われるが、AP-AAと同様にEMAに替えEDC1、EDC2を利用することで付着強度が向上する結果となった。

図7に粉体塗装仕様のPCと下塗り塗料として電着塗料を加えたPCの付着強度を測定した結果を示す。PC単膜の付着強度は5.58kN/mで、溶剤型塗装仕様のAP-AA、EMA-AMに比べ1.8～2.5倍ほどの付

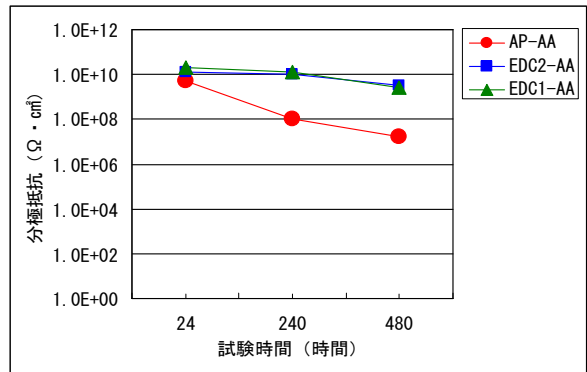


図3 AAを塗布した試験片の分極抵抗測定結果

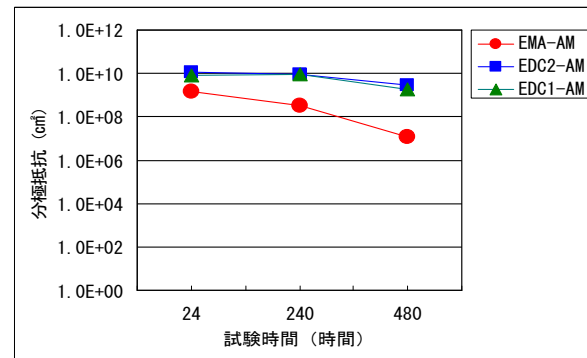


図4 AMを塗布した試験片の分極抵抗測定結果

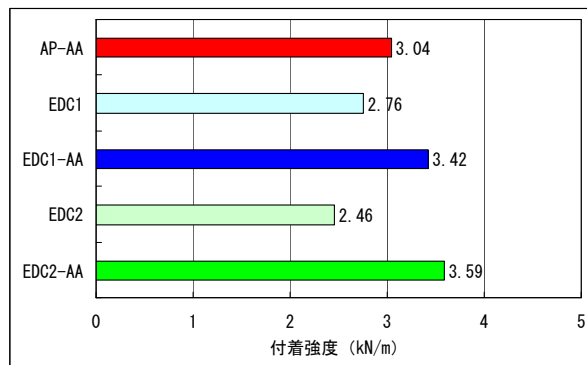


図5 AAを塗布した試験片の付着強度測定結果

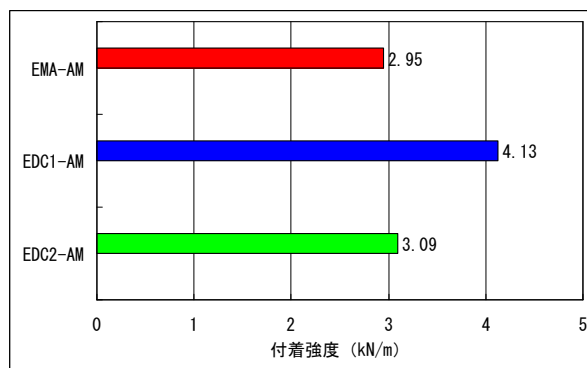


図6 AMを塗布した試験片の付着強度測定結果

着強度を示した。また、EDC1-PC の付着強度は 7.44kN/m、EDC2-PC では 6.88kN/m を示し、どちらの塗装仕様でも付着強度が向上する結果となった。

### 3-5 塩水噴霧試験結果

図 8 に溶剤型塗装仕様である AP-AA と、AP に替え電着塗料を塗布した AA、及び電着塗料単膜の塩水噴霧試験結果を示す。電着塗料単膜の EDC1 は 400 時間、EDC2 は 300 時間でクロスカット片側に 2mm 以上の塗膜膨れが発生した。膜厚測定の結果から、EDC2 は EDC1 より  $4\mu\text{m}$  少なく、膜厚差が耐食性能に影響を及ぼすものと思われる。また、AP-AA では 200 時間で EDC1、EDC2 と同様にクロスカット片側に 2mm 以上の塗膜の膨れが発生し、電着塗料単膜より耐食性が劣る結果となった。AP に替え電着塗料を塗布した EDC1-AA、EDC2-AA はともに、100 時間でクロスカット周辺部に微少の膨れが発生したが、その後 300 時間でも塗膜膨れの増加はなく、クロスカット片側に 2mm 以上の錆が発生した。

図 9 に溶剤型塗装仕様である EMA-AM と、EMA に替え電着塗料を塗布した AM の塩水噴霧試験結果を示す。EMA-AM は 200 時間でクロスカット片側に 2mm 以上の錆が発生した。AP-AA と同じ耐食性を示したが、AP-AA は塗膜の膨れであり、同じ溶剤型塗装仕様でも腐食形態は異なる結果を示した。下塗り塗料の AP、EMA の耐食性能の影響によるものと思われる。EMA に替え電着塗料を塗布した EDC1-AM、EDC2-AM では、AA と同様に、ともに 100 時間でクロスカット周辺部に微少の膨れが発生したが、その後 300 時間でも塗膜膨れの増加はなく、クロスカット片側に 2mm 以上の錆が発生した。

図 10 に粉体塗装仕様 PC とその下塗りに電着塗料を塗布した PC の塩水噴霧試験結果を示す。PC は 600 時間でクロスカット片側に 2mm 以上の錆が発生し、AP-AA、EMA-AM の 3 倍の耐食性を示した。溶剤型塗料に比べ 2 倍以上の膜厚となっていることもあるが、溶剤型塗料よりも架橋密度が高く、付着性が優れているため高耐食性を示すものと思われる。また、下塗りに電着塗料を塗布した EDC1-PC は 400 時間、EDC2-PC は 300 時間でクロスカット片側に 2mm 以上の錆が発生し、PC 単膜の 1/2~2/3 の試験時間で耐食性が低下する結果となり、下塗りした電着塗膜の耐食性能の影響がでる結果となった。

図 11 に粉体塗装仕様 PC とその下塗りに電着塗料を塗布した PC 試験片の塩水噴霧試験 300 時間における経過写真を示す。クロスカット部の評価は図 10 に示したとおりであるが、カット部以外、特にエッジ部の錆の発生状況については、PC 単膜よりも、下塗りに電着塗装を塗布した EDC1-PC、EDC2-PC が錆の発生が少なく耐食性が優れている結果となり、クロスカットによる評価と反対の結果となった。

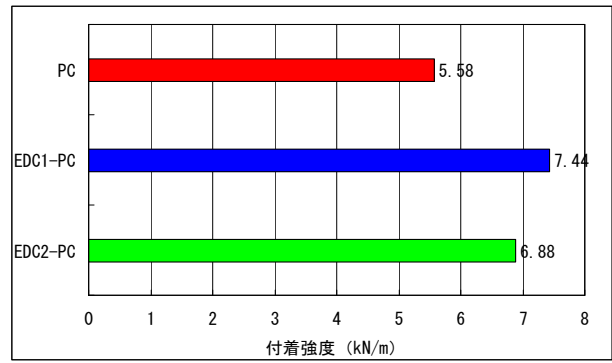


図 7 PC を塗布した試験片の付着強度測定結果

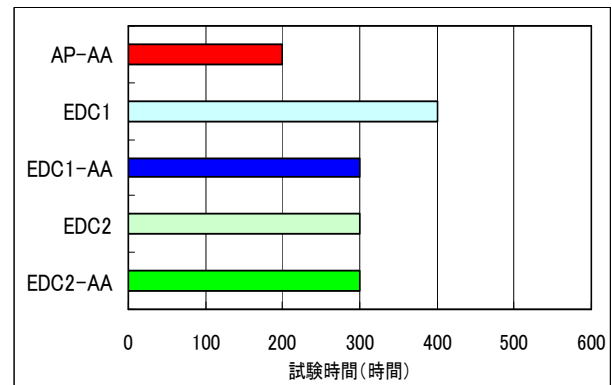


図 8 電着塗料及び AA を塗布した試験片の塩水噴霧試験結果

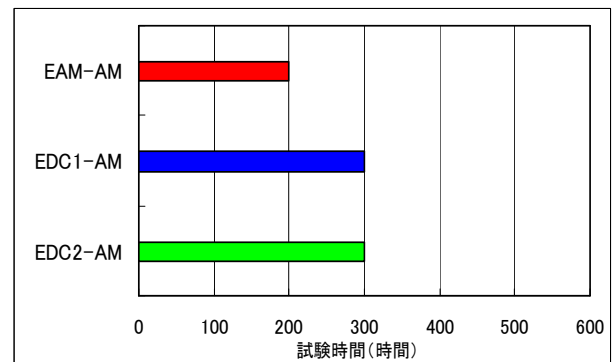


図 9 AM を塗布した試験片の塩水噴霧試験結果

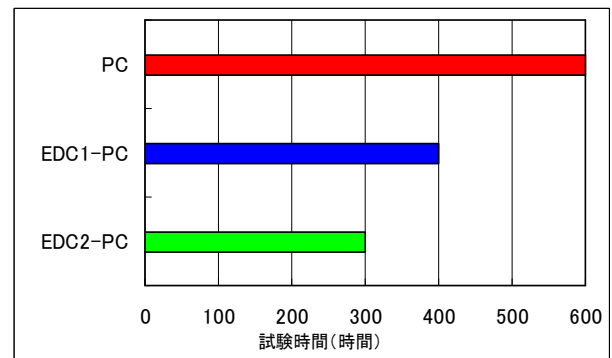


図 10 PC を塗布した試験片の塩水噴霧試験結果

エッジカバリング性に優れたカチオン電着塗装の効果によるものであることがわかる。

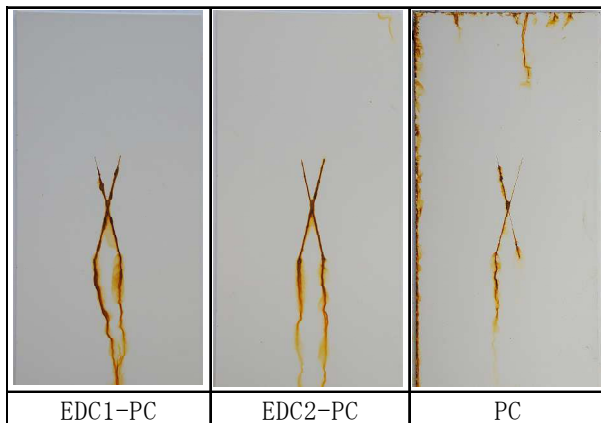


図 11 PC を塗布した試験片の塩水噴霧経過写真

#### 4 結 言

本研究では、溶剤型塗装仕様での VOC 低減化及び粉体塗装の耐食性の向上を図ることを目的に、それぞれの塗装仕様の下塗りに電着塗料を塗布し、付着性、耐食性について検討を行った。以下に結果をまとめた。

- (1) 分極抵抗の測定の結果、電着塗装を用いた溶剤型塗装仕様は、溶剤型塗装仕様と比べ、分極抵抗値の低下は遅くなり、塗膜下の腐食の進行を遅延させる効果がある。
- (2) 付着強度の測定結果、電着塗装を用いた溶剤

型塗装仕様は、溶剤型塗装仕様、粉体塗装仕様と比べ、付着強度の向上を図ることができる。

- (3) 塩水噴霧試験の結果、電着塗装を用いた溶剤型塗装仕様は、溶剤型塗装仕様よりも耐食性が 1.5 倍向上する。また、粉体塗装仕様ではクロスカット部の耐食性は低下するが、エッジ部の耐食性の向上を図ることができる。

以上のことから、溶剤塗装仕様及び粉体塗装仕様への下塗り塗料としての電着塗装の利用は、付着性及び耐食性ともに向上した塗装仕様となり、VOC の低減化が可能である。

今後、各種塗装仕様に対する耐食性の評価方法として、クロスカット部の評価の他、平面部やエッジ部の錆、塗膜の膨れに対する総合的な評価方法について検討を行う必要がある。

#### 文 献

- 1) 佐藤靖、星野稔：防食技術、28、p524-531 (1979)
- 2) 半田隆夫、齊藤博之、高沢壽佳：第 42 回腐食防食討論会講演集、腐食防食協会、p403 (1995)
- 3) 半田隆夫、野路文男、高沢壽佳：塗装工学、Vol. 31、No3、p105 (1996)
- 4) 西山逸雄、島本幸三：塗装工学、Vol. 24、No3、p101 (1989)
- 5) 西山逸雄：塗装技術、No4、p112 (1995)
- 6) 永井昌憲、山本基弘、松本剛司、多記徹、田邊弘往：色材、Vol. 77、No12、p548-551 (2004)

# ダイカスト製品の電着下塗りによる VOC 低減化\*

佐々木 麗\*\*、穴沢 靖\*\*、内舘 真澄\*\*\*、亀山 勝\*\*\*\*、細川 壽博\*\*\*\*

アルミニウムダイカスト及びマグネシウムダイカスト製品における塗装前処理での脱クロム、溶剤型塗装仕様での VOC の低減化を図ることを目的に、前処理にノンクロメート処理しその上に電着塗装で下塗り、溶剤塗装で上塗りした塗膜の付着性、耐候性、耐食性等の塗膜性能について検討を行った。その結果、アルミニウムダイカストでは、従来の溶剤型塗装仕様よりも耐食性が向上し、脱クロム、VOC の低減化を図ることが可能であることがわかった。しかし、マグネシウムダイカストでは、溶剤型塗装仕様よりも耐食性が低下し、課題が多いことがわかった。

**キーワード : VOC、電着塗装、アルミニウムダイカスト、マグネシウムダイカスト**

## Reduction of Volatile Organic Compounds by applying Electrodeposited Undercoating on Die-Cast Products

**Rei Sasaki, Yasushi Anazawa, Masumi Uchidate,  
Masaru Kameyama and Toshihiro Hosokawa**

In an effort to develop a painting technique that complies with environmental regulations, we examine pretreatment methods for aluminum die-cast and magnesium die-cast products, with the goal being to suppress emissions of volatile organic compounds. We compare the performance (adhesion, weather resistance, corrosion resistance) of the film coatings with that of the conventional solvent-type coating. The results indicate that the performance of the film coating improves for aluminum die-cast products, but that the corrosion resistance of the film coating decreases for magnesium die-cast products.

**key words : VOC, electrodeposition coating, aluminum die-cast, magnesium die-cast**

### 1 結 言

2004 年に改正された大気汚染防止法の揮発性有機化合物 (VOC) の排出抑制規制により、塗装工場からの VOC 排出削減が急務となっている。一方、水性塗料を用いた電着塗装設備を保有する企業では稼働率の向上が求められている。そこで、筆者らは、県内の工業塗装製品として多く利用されている鋼材 (SPCC) の溶剤型塗装仕様からの VOC 低減化を目的として、下塗りに電着塗料を利用した塗装仕様について検討を行い、VOC の低減化と、耐食性能や塗膜物性の向上について前報<sup>1)</sup>で報告した。

県内の工業塗装製品として利用されている金属には、鋼材の他に、建築部材等として耐食性に優れ、軽量である<sup>2)</sup>アルミニウムのダイカスト製品、また、農機具、携帯電話やパソコンのハウジングとして、比強度が強く、実用金属中最も軽量で加工性に優れ、リサイクル可能な<sup>3)</sup>マグネシウムのダイカスト製品がある。従来、長期の防食性が要求される製品に

は塗装前処理としてはクロメート処理等が行われ、その後、溶剤型塗装や粉体塗装が行われている。しかしながら、欧州連合 (EU) 環境規制によりクロメート皮膜に含まれる 6 価クロムは使用禁止となる。

そこで、本研究では、鋼材と同様に、アルミニウムダイカスト及びマグネシウムダイカストの製品での脱クロム及び溶剤型塗料を減らして VOC 量の低減化を図ることを目的に、ノンクロム化成処理方法と、電着塗料を用いた塗装仕様方法について検討し、その付着性や耐食性等の評価を行ったので以下に報告する。

### 2 実 験

#### 2-1 供試材料

##### 2-1-1 アルミニウムダイカスト板

塗装素材として、試験片形状 2.0×70×150 mm のアルミニウムダイカスト板 ADC12 (以下 ADC12 と記載) を用いた。

\* 平成 24 年度 公募型共同研究事業

\*\* ものづくり基盤技術第 1 部 (現 機能表面技術部)

\*\*\* 東北日東工業株式会社 \*\*\*\* 株式会社やまびこ盛岡事業所

表1 アルミニウムダイカスト表面処理仕様

処理名	脱脂処理			化成皮膜処理				記号
	時間(分)	温度(°C)	pH	時間(分)	温度(°C)	pH	主成分	
6価クロメート	3	70	9.0	2	40	3.0	6価クロム	Cr <sup>6</sup>
ノンクロメート	3	40	3.0	3	40	3.0	無機有機	IO
3価クロメート	3	70	9.0	1	40	4.5	3価クロム	Cr <sup>3</sup>

表2 マグネシウムダイカスト表面処理仕様

処理名	脱脂処理			化成皮膜処理				記号
	時間(分)	温度(°C)	pH	時間(分)	温度(°C)	pH	主成分	
6価クロメート	2	65	9.4	1	50	3.0	6価クロム	Cr <sup>6</sup>
ノンクロメート	2	65	9.4	2	42	4.2	リン酸マンガ	PMn

2-1-2 マグネシウムダイカスト板

塗装素材として、試験片形状 2.0×70×75 mmのマグネシウムダイカスト板 AZ91D (以下 AZ91D と記載) を用いた。

2-2 試験片の前処理方法

2-2-1 アルミニウムダイカスト

塗装前処理として脱脂処理した後、6価クロメート、ノンクロメート (有機・無機複合被膜系)、3価クロメートの化成皮膜処理を行った。それぞれの処理条件及び記号を表1に示す。

2-2-2 マグネシウムダイカスト

塗装前処理として脱脂処理した後、6価クロメート、ノンクロメート (リン酸マンガ被膜系) の化成皮膜処理を行った。それぞれの処理条件及び記号を表2に示す。

2-3 供試塗料

供試塗料として、下塗り電着塗料、溶剤型下塗り塗料、溶剤型上塗り塗料を用いた。表3にアルミニウムダイカスト、表4にマグネシウムダイカストに使用した塗料名及び樹脂名を示す。なお、それぞれの塗装仕様については、前処理-下塗り塗料-上塗り塗料の組み合わせで示し (例えば Cr<sup>6</sup>-ED-PU)、以下、記号で略記する。

2-4 試験片の塗装方法

試験片の塗装は ADC12、AZ91D とともに、電着塗装は浸漬通電処理により、また、その他溶剤型塗装は、下塗り、上塗りともにエアスプレー塗装で行い、塗料ごとの乾燥条件に従い焼き付け乾燥を行った。表5に塗装条件を示す。

2-5 膜厚測定

JIS-K-5600 (1999) 塗料一般試験方法-第1部: 通則-第7節: 膜厚-11. 方法 No. 6 磁気法、及び、12. 方法 No. 7 渦電流法により行った。なお、測定値はそれぞれの試験片中央部 3ヶ所で行い、その平均値を求めた。なお、膜厚計は、膜厚計 SWT-8000 II (株サンコウ電子研究所) を用いた。

また、クロスカット部の塗膜剥がれの評価は、カ

表3 アルミニウムダイカスト用塗料の種類

塗料名	樹脂名	記号
電着塗装	エポキシアクリル樹脂	ED
溶剤型下塗り塗料	エポキシ樹脂	EA
溶剤型上塗り塗料	ポリウレタン樹脂	PU

表4 マグネシウムダイカスト用塗料の種類

塗料名	樹脂名	記号
電着塗装	エポキシアクリル樹脂	ED
溶剤型下塗り塗料	エポキシ樹脂	EM
溶剤型上塗り塗料	アクリル樹脂	AC

表5 塗装条件・方法及び乾燥条件

塗料名	塗装条件・方法	乾燥条件
ED	200V×2分	160°C×20分
EA	エアスプレー塗装	90°C×15分
EM	エアスプレー塗装	150°C×20分
PU	エアスプレー塗装	120°C×25分
AC	エアスプレー塗装	150°C×20分

ラーマイクロスコープを用いて表面観察した。

2-6 促進耐候性試験

JIS-K-5600 (1999) 塗料一般試験方法、第7部: 塗膜の長期耐久性、第7節: 促進耐候性 (キセノンランプ法) に準じて行い、試験時間 1000 時間後の付着性の評価を行った。表6に試験条件を示す。また、試験機はスーパーキセノンウェザーメーター SX2D-75 (スガ試験機株) を用いた。

表6 促進耐候性試験の試験条件

項目	試験条件
試験サイクル	照射+水噴霧(120分中18分間)
試料面放射照度	180W/m <sup>2</sup> (300~400nm)
ブラックパネル温度	63±3°C
相対湿度	50±3%R. H.

## 2-7 耐食性能試験

### 2-7-1 CASS 試験

ADC12 の耐食性能の評価は、JIS-A-1541-1 (2006) 建築金物一鍵一第 1 部：試験方法 7.3 耐食性試験に準じて行った。試験時間は 48 時間で、試験片中央部へカッターでクロスカットを入れ、カット方向に対して垂直に発生した最大膨れ幅について評価した。表 7 に試験条件を示す。

表 7 CASS 試験条件

項目	試験条件
塩化ナトリウム溶液濃度	50g/L
塩化第二銅溶液濃度	0.205±0.015g/L
pH	3.0
圧縮空気圧力	98kPa
噴霧量	1.5ml/80cm <sup>2</sup> /h
試験槽温度	50±2℃

### 2-7-2 塩水噴霧試験

AZ91D の耐食性能の評価は、JIS-K-5600 (1999) 塗料一般試験方法一第 7 部：塗膜の長期耐久性一第 1 節耐中性塩水噴霧性に準じて行った。なお、試験片中央部へカッターでクロスカットを入れ、カット部からの塗膜膨れが発生した試験時間について評価した。表 8 に試験条件を示す。

表 8 塩水噴霧試験条件

項目	試験条件
塩化ナトリウム溶液濃度	50g/L
pH	6.5
圧縮空気圧力	98kPa
噴霧量	1.5ml/80cm <sup>2</sup> /h
試験槽温度	35±2℃

## 2-8 表面観察

AZ91D の化成皮膜処理の表面観察を、卓上走査電子顕微鏡 JCM-6000 (日本電子株) を用いて行った。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 膜厚測定結果

表 9 に ADC12 のそれぞれの塗装仕様における試験片の膜厚測定結果を示す。溶剤型塗装仕様の Cr<sup>6</sup>、I0、Cr<sup>3</sup> 処理における EA は 18~20 μm で、EA-PU が 38~41 μm であった。また、Cr<sup>6</sup>、I0、Cr<sup>3</sup> 処理における ED は全て 20 μm で、前処理に関係なく、通電効果により均一な膜厚となっていた。ED-PU は 40~42 μm で、ED を用いても溶剤型塗装仕様とほぼ同じく ±3 μm 以内の膜厚となった。

表 10 に AZ91D のそれぞれの塗装仕様における試験片の膜厚測定結果を示す。溶剤型塗装仕様の Cr<sup>6</sup>、PMn 処理における EM は 18 μm で、EM-AC は 41~43 μm で

あった。また、Cr<sup>6</sup>、PMn 処理における ED は全て 20 μm となっており、EM よりわずかに厚膜となった。ED-AC は 39~40 μm と EM-AC より 2~3 μm 薄膜となったが、付着性や耐食性に影響を及ぼす膜厚差ではなかった。

表 9 ADC12 膜厚測定結果

塗装仕様	膜厚 (μm)	塗装仕様	膜厚 (μm)
Cr <sup>6</sup> -EA	18	I0-EA-PU	41
Cr <sup>6</sup> -ED	20	I0-ED-PU	40
Cr <sup>6</sup> -EA-PU	38	Cr <sup>3</sup> -EA	18
Cr <sup>6</sup> -ED-PU	40	Cr <sup>3</sup> -ED	20
I0-EA	20	Cr <sup>3</sup> -EA-PU	40
I0-ED	20	Cr <sup>3</sup> -ED-PU	42

表 10 AZ91D 膜厚測定結果

塗装仕様	膜厚 (μm)	塗装仕様	膜厚 (μm)
Cr <sup>6</sup> -EM	18	PMn-EM	18
Cr <sup>6</sup> -ED	20	PMn-ED	20
Cr <sup>6</sup> -EM-AC	41	PMn-EM-AC	43
Cr <sup>6</sup> -ED-AC	40	PMn-ED-AC	39

### 3-2 付着力試験、促進耐候性試験結果

ADC12 の Cr<sup>6</sup>、I0、Cr<sup>3</sup> 処理における EA-PU では、カット部の縁が完全に滑らかで、どの格子の目にもはがれはなく分類 0 であった。また、ED-PU も分類 0 で、一次付着性ではいずれの塗装仕様も安定した付着性を示した。

図 1 に促進耐候性試験後のカット部をカラーマイクروسコープで観察した結果を示す。一次付着性と同様にいずれの塗装仕様も分類 0 と安定した二次付着性を示した。

また、AZ91D の Cr<sup>6</sup>、PMn 処理における EM-AC、ED-AC の一次付着性も ADC12 と同様に分類 0 で安定した付着性を示した。図 2 に促進耐候性試験後のカット部をカラーマイクروسコープで観察した結果を示す。どちらの塗装仕様も分類 0 と安定した二次付着性を示した。このことから、どちらの素材でも前処理の影響を受けず、EA、EM に替え ED を用いても、素材からの剥離や層間剥離は発生せず、安定した耐候性を示すことがわかった。

### 3-3 耐食性能試験結果

#### 3-3-1 CASS 試験結果

図 3 に ADC12 の各種塗装仕様における CASS 試験 48 時間の結果を示す。Cr<sup>6</sup>-EA-PU はクロスカット部からの膨れ幅が 0.5mm 以内となったが、Cr<sup>6</sup>-ED-PU はカット部からの膨れの発生はなく、Cr<sup>6</sup>-EA-PU よりも安定した耐食性を示した。また、Cr<sup>3</sup>-EA-PU、I0-EA-PU では膨れ幅がともに 1.5mm となり、Cr<sup>6</sup> 処理よりも耐食性が低下したが、Cr<sup>3</sup>-ED-PU、I0-ED-PU ではカット部からの膨れ幅は 1.0 mm 以内となり、EA よりも ED の付

着性や耐水性が優れていた。

これらのことから、Cr<sup>6</sup>、Cr<sup>3</sup>、IO 処理のいずれの処理においても、溶剤型塗装仕様の下塗りに、電着塗装を用いた塗膜は、耐食性が向上することがわかった。

### 3-3-2 塩水噴霧試験結果

図4にAZ91Dの各種塗装仕様における塩水噴霧試験結果を示す。Cr<sup>6</sup>-EM-ACは400時間経過後、クロスカット部から塗膜の膨れが発生したが、Cr<sup>6</sup>-ED-ACは600時間経過後に塗膜の膨れが発生し、EMよりEDの付着性や耐水性がすぐれていた。また、PMn-EM-ACは100時間経過後、クロスカット部から塗膜の膨れが発生したが、PMn-ED-ACは48時間経過後に塗膜の膨れが発生し、EDを用いることで明らかに耐食性が劣っていた。

図5にPMn処理皮膜の塩水噴霧試験結果を示す。試験時間は24時間で、皮膜全体の色味は濃くなったが錆の発生はなく、48時間でわずかに黒点錆が発生した。しかし、白錆の発生はなく皮膜単独でも安定した耐食性を示した。

このことから、EDがPMn処理皮膜の耐食性に影響を及ぼしていることが考えられる。

### 3-4 表面観察結果

図6にAZ91Dの素材及びCr<sup>6</sup>、PMn処理後の表面観察結果を示す。素材表面はダイカスト特有の湯ジワや巣穴が点在し、起伏が大きい表面状態となっている。脱脂処理後のCr<sup>6</sup>、PMn処理の表面では、この起伏が少なくなりなだらかな皮膜であった。AZ91DはpH12以下で腐食領域<sup>4)</sup>であり、脱脂処理はpH9.4の弱アルカリ脱脂剤を使用していることから、脱脂処理により表面がエッチングされ、なだらかな表面形状となった上に皮膜が生成されているものと思われる。Cr<sup>6</sup>処理面は素材の巣穴は残っているが、均一に表面を覆って皮膜を生成していることが確認できる。また、PMn処理面は連続した皮膜を生成しておらず、島状に皮膜を生成しており、素材が露出していることが確認できる。図4のPMn-ED-ACの塩水噴霧試験で耐食性が低下した理由として、EDはpH6.4の水溶性塗料であり、通電効果もあり塗料中に含まれる水分で露出した素材部のエッチングが促進され、PMn皮膜の脱落等の現象が生じ、耐食性が低下したものと考えられる。

また、図7にPMn-ED-ACの塩水噴霧試験後のクロスカット部からの塗膜膨れ部の断面観察した結果を示す。1mm程度の膨れ部の塗膜下では、錆の発生その他素材の孔食が発生していた。一方0.3mm程度の膨れ部では錆の発生はなく、塩水の浸透のみの膨れだけであった。しかし、まだ膨れの発生していない平面塗膜下でも、塩水の浸透によるED-AC塗膜の浮き上がりが確認できた。化成皮膜処理の効果として、耐食性向上の他に、素材と下塗り塗膜との付着性向上

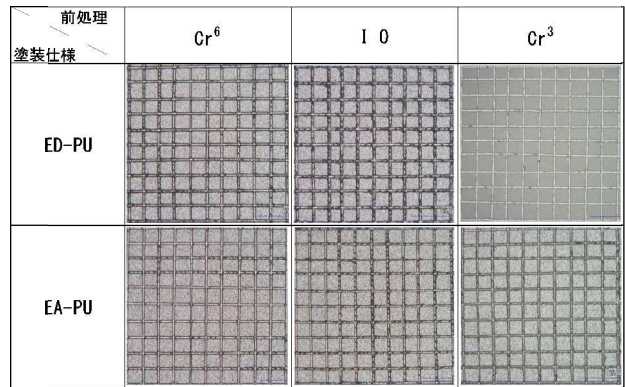


図1 ADC12の促進耐候性試験におけるごばん目試験結果

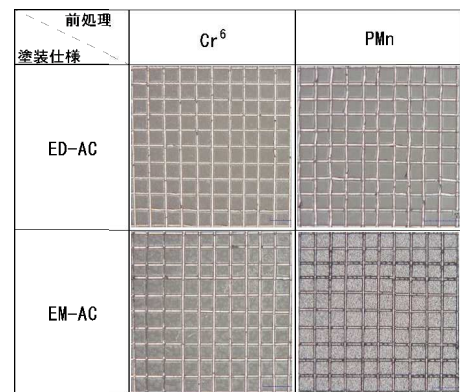


図2 AZ91Dの促進耐候性試験におけるごばん目試験結果

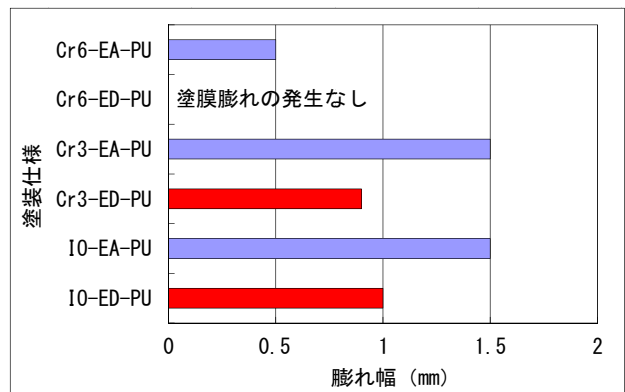


図3 ADC12の各種塗装仕様におけるCASS試験結果

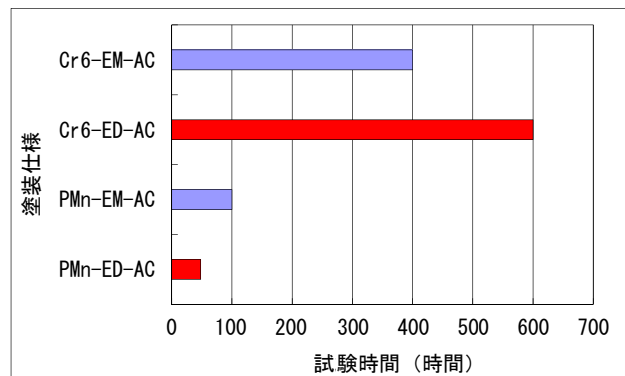


図4 AZ91Dの各種塗装仕様における塩水噴霧試験結果



があげられるが、PMn-ED-AC では PMn 処理の効果が発揮されてなかった。

これらの結果から、PMn 処理した AZ91D への ED の利用については課題が多いことがわかった。

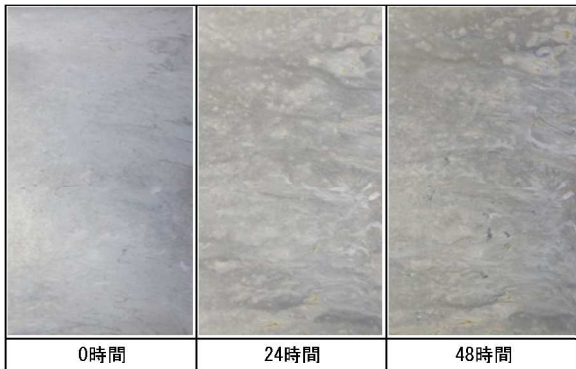


図5 AZ91DにおけるPMn処理皮膜の塩水噴霧試験結果

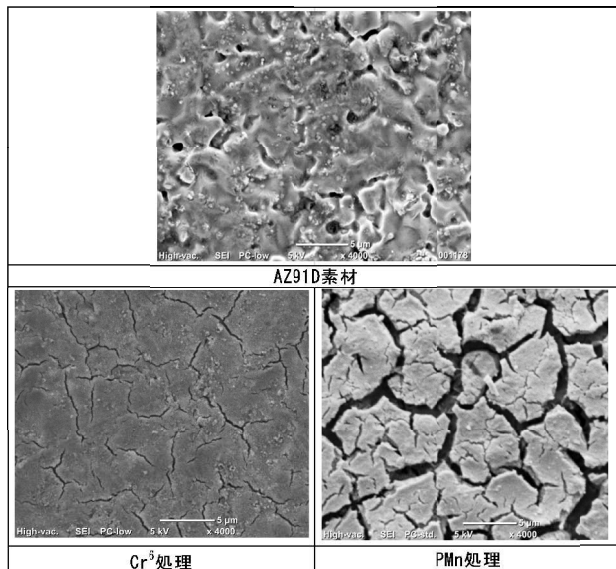


図6 AZ91D 素材及び化成皮膜の表面観察結果

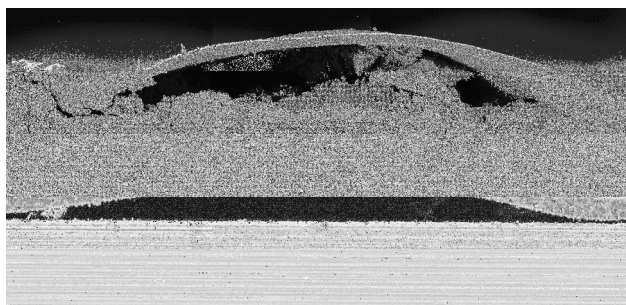


図7 PMn-ED-AC の塗膜膨れ部の断面観察結果  
(上-1mm 膨れ部、下-0.3mm 膨れ部)

#### 4 結 言

本研究では、アルミニウムダイカスト及びマグネシウムダイカスト製品における塗装前処理の脱クロム、溶剤型塗装仕様での VOC の低減化を図ることを目的に、ノンクロメート前処理した後に、下塗りに電着塗膜に対する溶剤型塗料の付着性、耐候性、耐食性等の塗膜性能について検討を行った。

その結果、アルミニウムダイカスト、マグネシウムダイカストへノンクロメート処理及び、下塗に電着塗装を用いた塗装仕様は、紫外線劣化等の影響による付着性の低下は認められず安定した耐候性能が得られた。また、アルミニウムダイカストでは、溶剤型塗装仕様よりも耐食性が向上する結果が得られ、脱クロム、VOC の低減化が可能であることがわかった。

しかし、マグネシウムダイカストでは、溶剤型塗装仕様よりも耐食性が低下する結果が得られ、課題が多いことがわかった。今後、6 価クロメート処理と同等の性能を発揮することができるノンクロメート処理方法の検討や、粉体塗装の下塗りとして電着塗装を用いる等の検討が必要である。

#### 謝 辞

本研究の一部はスガウエザリング技術振興財団平成 24 年度第 31 回研究助成を受けて行われたものです。ここに感謝の意を表します。

#### 文 献

- 1) 佐々木麗、穴沢靖、内館真澄、佐藤博、大町怜、浅沼和彦：下塗りに電着塗装を利用する VOC 低減化法、地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告、第 18 号 (2015)
- 2) 財団法人素形材センター：軽合金鋳物ダイカストの生産技術、p3-5 (2000)
- 3) 軽金属協会：マグネシウム便覧 p179 (1975)
- 4) 高谷松文：軽金属、第 50 巻 第 11 号、p567-576 (2000)

# 超短パルスレーザーを用いる Si および Ni 基合金の微細加工<sup>\*,\*\*</sup>

目黒 和幸<sup>\*\*\*</sup>

超短パルスレーザーを用いた加工を産業に応用する上で、各材質において十分な加工能率と精度を有する加工パラメータを探索することは重要である。同じ照射フルーエンスでもビームスポットの重なり量(移動速度・繰返し周波数)やレーザーパルス幅などの各条件が異なると熱影響の範囲(HAZ)に違いが現れる。ここでは、シリコンおよびニッケル基合金に対する最適加工条件について調査を行い、超短パルスレーザーによる加工性は材料の熱的性質が主要因となることを報告する。

**キーワード：超短パルスレーザー、微細加工、ニッケル基合金**

## Microfabrication of Si wafer and Ni-Based Alloy using Ultrashort Pulsed Laser

Kazuyuki Meguro

Applying ultrashort pulsed laser processing to precision mechanics requires the identification of laser-machining conditions that offer the desired processing and precision for each material. Depending on the overlap between the beam spot (scan speed and repetition rate) and the laser pulse width, different thermal effects (e.g., the heat-affected zone) appear at equivalent fluence. This study investigates the optimum processing conditions for silicon wafer and nickel-based alloys. The workability of these materials by ultrashort pulsed lasers is dominated by the thermal properties of the material.

**key words : ultrashort pulsed laser, micro-machining, nickel-based alloys**

### 1 緒 言

従来の Nd:YAG レーザや CO<sub>2</sub> レーザを用いた加工と比べて、超短パルスレーザーによる加工では、熱影響が少なく<sup>1)</sup>、微細加工が可能であることや透明体の表面あるいは内部への加工が可能であるなど、産業に応用する上で非常に魅力的な加工手法である。これまでの超短パルスレーザー光源としては主に研究用として使われている Ti:Sapphire レーザ(波長 800 nm 付近)を用いた報告例が中心であった。近年、産業用に開発された高安定・高出力・高効率な Yb 系超短パルスレーザー(波長 1,030 nm)が普及し始めているものの、これらのレーザーを用いた際の各種素材に対する最適加工条件はまだ十分に調査されていない。

レーザー加工においては、照射フルーエンス(J/cm<sup>2</sup>)に対する除去体積を計測することで加工除去能や加工閾値の評価を、ビームスポットの重なり量(移動速度・繰返し周波数)を変化させて加工精度および熱影響範囲(HAZ: Heat Affected Zone)の評価を行うのが一般的である。超短パルスレーザー加工の場合には、これらに加えて HAZ の形成に対する

パルス幅の影響についての調査が重要である。これは、パルス幅が電子-格子間衝突緩和時間( $\tau_{e-p}$ )よりも短い場合に格子系に効率良くエネルギーが投入され<sup>2)</sup>、数 ps を境にして HAZ の様相が変化することが考えられるためである。また、超短パルスレーザー加工では、低フルーエンス領域で高精度の加工が可能であるもののアブレーションレートが低く、高フルーエンス領域では熱影響が大きくなることから、パルス幅・繰返し周波数・照射パワー・走査速度など多くのレーザー加工パラメータの最適値を見出すことが必要である。

そこで本研究では、シリコン、金属、合金に対して、各レーザー加工パラメータを変化させた際に加工レートおよび精度、加工部周辺の HAZ について系統的に調査を行い、最適加工条件の探索を行った。

### 2 実 験

超短パルスレーザーによる微細加工実験には、(株)ラステック社製の LPF-2 を使用した。搭載されているレーザー発振器は、最大出力 4 W、中心波長 1,030 nm の Yb:KGW レーザ(Light Conversion 社、

\* 平成 23~25 年度 公益財団法人天田財団 一般研究開発助成 AF-2011216

\*\* 平成 24 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\*\* ものづくり基盤技術第 1 部 (現 機能表面技術部)

PHAROS-4W)である。このレーザーは、fs 発振したレーザー光をチャープパルス増幅する際、再生増幅部で繰返し周波数を 1~200 kHz、パルス圧縮器でパルス幅を 259 fs~10 ps の範囲に可変できる。レーザー光は可変アッテネータでパワーを調整した後、空間フィルターによるビーム整形とビーム・エキスパンダーによるビーム径調整を経て、レンズで集光されて試料表面へ照射される。集光レンズは対物レンズ(ミットヨ M Plan Apo NIR 10×, f = 20)と f-θ レンズ(ジオマテック FT-100, f = 101.3)を、ビーム走査はガルバノスキャナ(最大 4,000 mm/s)と XY ステージ(最大 200 mm/s)を使い分けることが可能であるが、本研究ではすべての実験において対物レンズによる集光と XY ステージによる走査を選択した。

加工対象は、MEMS や電子デバイスで多用されるシリコンと、耐食性・耐熱性等に優れるニッケル基合金材料である。シリコンは、厚さ 0.75 mm の n 型 Si(100)ウェハを硫酸と過酸化水素の混合液で洗浄した後、バッファードフッ酸で酸化膜を除去したものをを用いた。金属試料は、厚さ 0.1 mm の板材を機械的に切断し、中性洗剤および有機溶媒による脱脂洗浄したものをガラス板上へワックス固定したものをを用いた。

### 3 結果と考察

#### 3-1 シリコンの加工結果

図1に高フルーエンス領域(< 10 J/cm<sup>2</sup>)において溝加工を行った際の典型的な加工痕の電子顕微鏡(SEM)像を示す。このSEM像はレーザー加工後に試料を純水および有機溶媒中で超音波洗浄してから観察を行ったものであり、加工溝内部および周辺部に強固に付着したデブリの存在が確認できる。Si 表面にアブレーション閾値を超えたレーザー光を照射すると、多光子吸収イオン化を引き金に逆制動放射による電子加速と衝突イオン化でアバランシェイオン化を生じる<sup>3)</sup>ことでSiが激しく蒸発除去される。レーザービームの強度プロファイルはほぼガウス分布形状(M<sup>2</sup><1.2)をしているため、V字状の溝が形

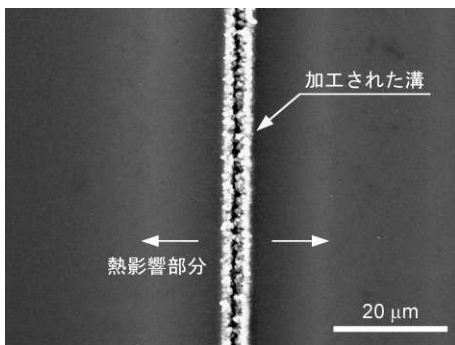


図1 シリコンへの溝加工時の典型例

成されている。加工溝の周辺にはコントラストが違って見える部分が見られるが、表面形状は未加工部と同じ高さで平坦性を保っている。この領域はレーザーパルス継続中の急激な温度上昇とレーザーパルス終了後の急冷によってSiがアモルファス化<sup>4, 5)</sup>したため、SEM像でコントラストの変化として観察されたものであると考えられる。超低フルーエンスでのレーザー照射においてレーザー照射部のみアモルファス化する場合もあることが報告されている<sup>6)</sup>が、今の場合は加工部からの熱伝導の影響でHAZが広がったものであると考えられる。

繰返し周波数200 kHz、スキャン速度 10 mm/s に固定し、照射フルーエンスに対する加工溝幅(groove width)とHAZの幅(HAZ width)をパルス幅 260 fsおよび10 ps で比較を行った結果を図2に示す。ここで照射フルーエンスは、ビームの強度プロファイルを理想的なガウス型と仮定し、溝加工痕の幅と照射パワーからクレーター法<sup>7)</sup>を用いて算出した。パルス幅260 fsの時は、パルス幅10 ps と比べてアブレーション閾値が低フルーエンス側に移動し、溝幅も10~20 %広く加工されていることがわかる。これは、照射フルーエンス F (J/cm<sup>2</sup>) がパルス幅 τ(s) とピークパワー密度 I<sub>0</sub> (W/cm<sup>2</sup>) の積であることから、同一の照射フルーエンスを比較したときに260 fsの方が約40倍のピークパワー密度、即ち約1,600倍もの高強度光電場にさらされているため、より低いフルーエンスでアブレーションが始まりパワー密度の低いレーザーの裾野領域でも加工されるためである。また、熱影響に関しては低フルーエンス領

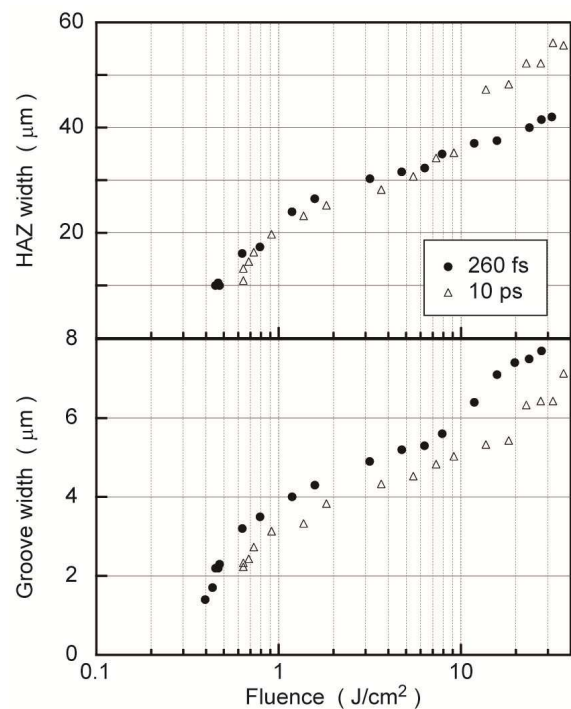


図2 シリコンにおける照射フルーエンスに対する加工溝幅と HAZ 幅の関係

域ではパルス幅の違いでの大きな差は見られないが、 $10 \text{ J/cm}^2$ を超えたあたりから $10 \text{ ps}$ の時に熱影響の増大が見られた。これは、アブレーション加工に使われる以上の余剰な光エネルギーが蓄熱される効果はパルス幅が長いときに顕著に表れることを示している。蓄熱の影響はレーザスポットの重なり率(オーバーラップ・レート)の方がより大きな影響を示すと考えられる。オーバーラップ・レートは走査速度と繰返し周波数の比で決定されるので、スキャン速度を $10\sim 100 \text{ mm/s}$ に増大させて同様の実験を行ったところ、加工閾値の変化が見られた他、パルス幅が短くなるにつれてHAZの幅が減少する傾向が見られることが確かめられた。これにより超短パルスレーザ加工において非熱加工を実現するにはパルス幅が短いことは重要であるが、必要以上にオーバーラップ・レートを上げるとプラズマが発生してアブレーション除去が生じないばかりか蓄熱が促進されることがわかった。

### 3-2 ニッケル合金の加工結果

予備実験としてニッケル板材に対する溝加工時の典型的な加工痕のレーザ顕微鏡観察結果を図3に示す。図中の観察像は右に行くに従って照射フルーエンスが増大した時の表面形状を示しており、低フルーエンス領域ではきれいなV溝が形成されているがフルーエンスの増大に伴って溝のエッジ部に盛り上がりが発生し、ついには元の面より高い山状に膨れ上がってしまう。この原因は、過剰なエネルギーにより高温となった箇所が熔融するよりも早く大気中の酸素と反応して酸化が促進されたものであると考えられる。これをより詳細にまとめたものを図4に示す。加工条件は繰返し周波数 $200 \text{ kHz}$ 、パルス幅 $260 \text{ fs}$ 、スキャン速度 $10 \text{ mm/s}$ に固定し、照射パワーを変化させて溝形状の評価を行ったものである。前節と同様にクレーター法で照射フルーエンスへの換算を試みたが、表面酸化の影響でビームスポット径算出が困難であったため、横軸は照射パワーのまま表示して

ある。加工部の断面プロファイル評価のために、幅や高さを次のように定義した。W1は本来の試料表面位置での溝幅、W2は試料表面から盛り上がりまで含めた最大開口幅、W3は加工部近傍の盛り上がりが生じる最大幅、Dは本来の試料表面位置からの溝深さ、Hは盛り上がりの最大高さである。10 mW付近でアブレーション加工が始まり、照射パワーの増加に伴って溝深さDと溝幅W1が増加していく。その後200 mWでDが最大となって加工効率が最も良くなるが、それ以上のパワーを投入しても蓄熱と酸化の促進に使われて溝ではなく山が形成されていく様子が分かる。また、HAZの幅W3については照射パワーの増加に伴って片対数プロットで直線的な関係性が確認できる。即ち、HAZの幅は照射パワーに対して指数関数的に増大することを表している。試料表面へのレーザパルス照射は $10 \text{ ps}$ 以下の極く短い時間であるが、HAZの評価は十分に熱的平衡に達してから観察していることを考えれば、熱拡散方程式はラプラス方程式に帰着できる。照射パワーによるHAZの幅は、空間的な最大到達温度の分布はレーザ照射位置から指数関数的に減少することが影響していると説明できる。300 mW以上でHAZの幅が一定値に収束することを説明するためには、試料の熱伝導の他に対流や放射を考慮する必要がある。

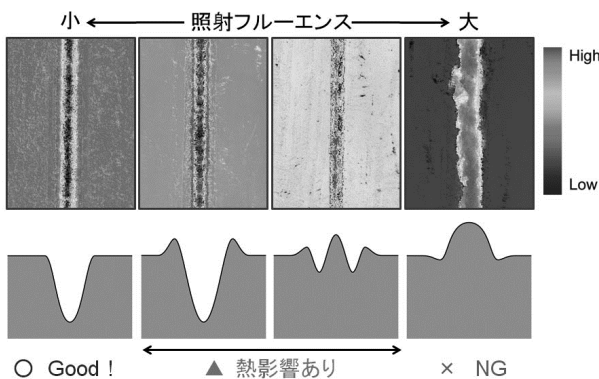


図3 ニッケル材の加工溝形状の様子

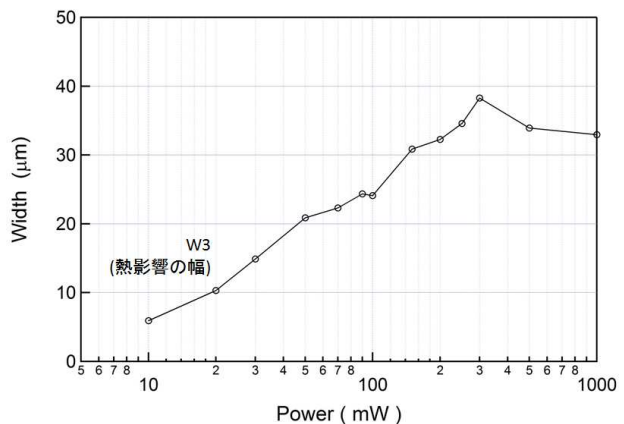
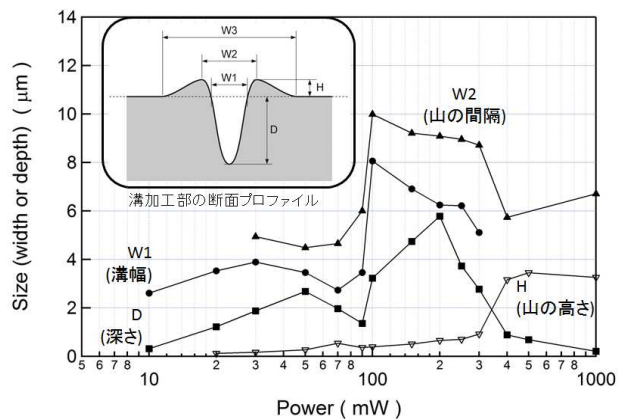


図4 ニッケル材の加工溝形状と照射パワーの関係

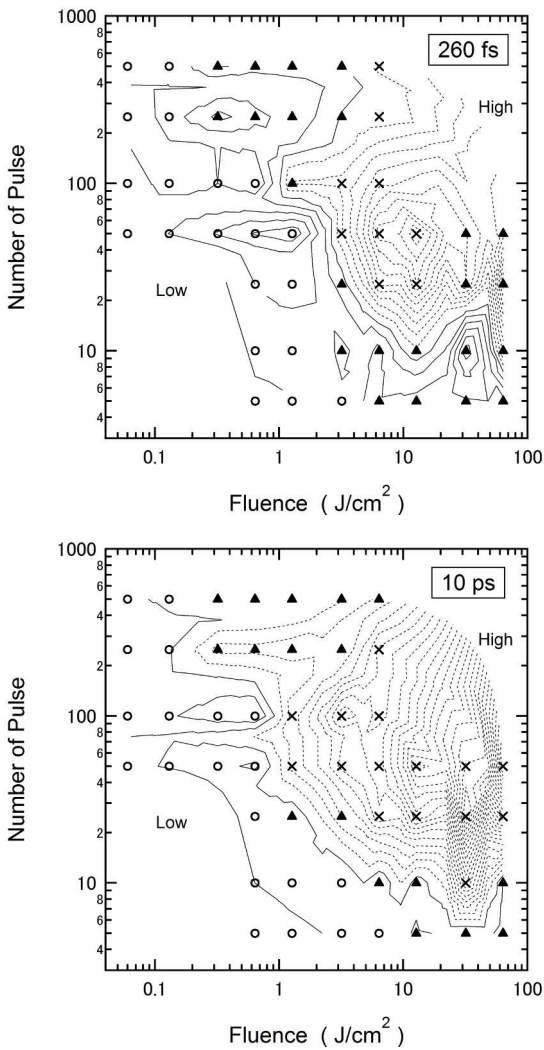


図5 Inconel-600材の加工形状評価結果

次に、ニッケル基合金の加工結果について述べる。ニッケル基合金として、Inconel-600, Hastelloy C-276, Super-Invar, Invar-42を準備した。レーザーの加工条件として、繰返し周波数を10, 100 kHzの2水準、パルス幅を260 fs, 10 psの2水準、照射パワーを10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000 mWの7水準、走査速度を1, 2, 5, 10 mm/sの4水準を取り、各条件で溝加工した際の加工形状をレーザー顕微鏡により評価を行った。Inconel-600における加工形状評価の結果を図5に示す。繰返し周波数  $f$  (Hz)、走査速度  $V$  (mm/s)、ビームスポット径  $a$  (mm)の場合、オーバーラップ・レートは  $1 - V/(f \times a)$  と表されることから、加工点1点に当たるパルス数は  $(f \times a)/V$  となる。この量を縦軸に取り、横軸に照射フルーエンスとして繰返し周波数、照射パワー、走査速度の加工条件を縮約して一つの図に表したものである。厳密には、繰返し周波数10 kHzと100 kHzの時でプラズマの発生状況などが異なるはずである。しかしながら、本実験で繰返し周波数の違いによって加工形状に差異が認められなかった

め、これからの議論では便宜的にこの表示法を採用することとした。加工形状の評価は、先の図3に示したようにきれいな溝形状になる場合を良条件(○印)、溝のエッジ部に盛り上がりがあるなど溝と山が同時に生じる場合を境界条件(△印)、レーザー照射部が山になる場合を不良条件(×印)と判断し、それぞれの加工条件の位置に印を表示した。また、加工溝の深さを等高線として表示し、境界領域において谷と山の高さの差がゼロとなる条件のときを境にして、谷が形成されている場合を実線、山が形成されている場合を破線として表示した。照射フルーエンスが大きいほど、また加工点へのパルス数が多いほど試料表面へ与えられる熱量が多くなるため、

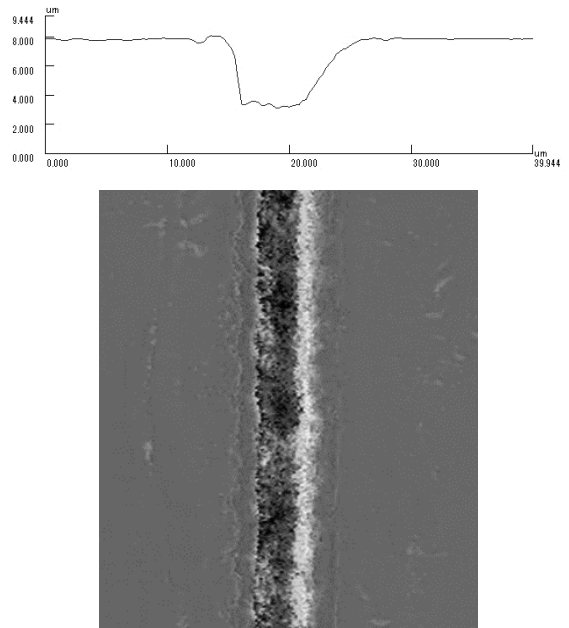


図6 Inconel-600材の加工条件①の加工形状

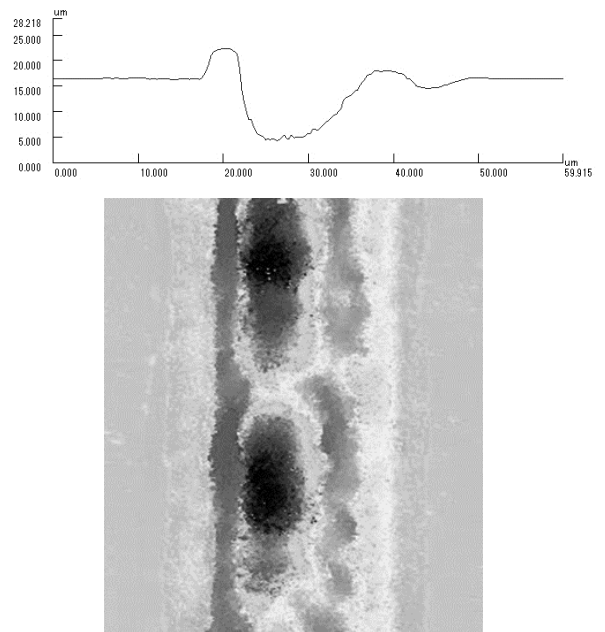


図7 Inconel-600材の加工条件②の加工形状

パルス幅に関わらず図の右上に行くほど熱影響が大きく加工不可条件(×印)になっていくことがわかる。さらに、パルス幅 10 ps のときは×印の領域が広く、等高線も破線と実線の境界が左下に移動していることから、パルス幅が長いと同じ加工条件でも熱影響が大きくなることが明瞭に示されている。パルス幅 260 fs のときに溝深さが深くなる加工条件が、①良条件(パルス数 50, フルーエンス 1.3 J/cm<sup>2</sup>)と②境界条件(パルス数 10, フルーエンス 32 J/cm<sup>2</sup>)に存在する。図 6 に加工条件①における加工形状、図 7 に加工条件②における加工形状評価結果を示す。加工条件①においては、深さ約 4.8 μm の均一な溝形状を有し、熱影響部が最も少ない最適加工条件であることが分かった。一方、加工条件②においては、深さ約 11.9 μm とかなり深い溝形状加工が実現されているが、溝幅が広く、熱影響による山部の形成と走査方向に不均一な溝になっていることから良い加工条件とは言えないことが分かった。パルス幅 10 ps の場合でもほぼ同様の結果であり、最適加工条件はパルス数 100, フルーエンス 0.64 J/cm<sup>2</sup>であった。

同様に Hastelloy C-276 材での結果を図 8 に、Super-Invar 材の結果を図 9 に、Invar-42 材の結果を図 10 に示す。これら他のニッケル基合金においても大まかな傾向は類似しており、図の右上に行くほど熱影響が大きく、パルス幅が長い方が熱影響は大きいことがわかる。これらの合金における最適加工条件は、260 fs のときはパルス数 50, フルーエンス 1.3 J/cm<sup>2</sup>、10 ps のときはパルス数 100, フルーエンス 0.64~1.3 J/cm<sup>2</sup>であった。この結果で興味深い点は、合金の種類に関わらずほぼ同じような加工条件で最適な加工が実現できたことである。一口にニッケル基合金と言っても、耐食性・耐熱性等に優れる Inconel-600 や Hastelloy C-276 と、低熱膨張性の Super-Invar や Invar-42 では、Ni 以外の金属(Cr や Mo 等)の含有量が大きく異なり、その結果として硬さや弾性係数などの機械的物性や化学的物性も大きな違いがある。しかしながらこれらの合金は、融点(1350~1450℃)、比熱(430~460 J/(kg・℃))、熱伝導率(11.1~14.8 W/(m・K))など熱膨張率以外の熱的物性が類似していることから、レーザ加工性には熱的物性だけでほぼ決定

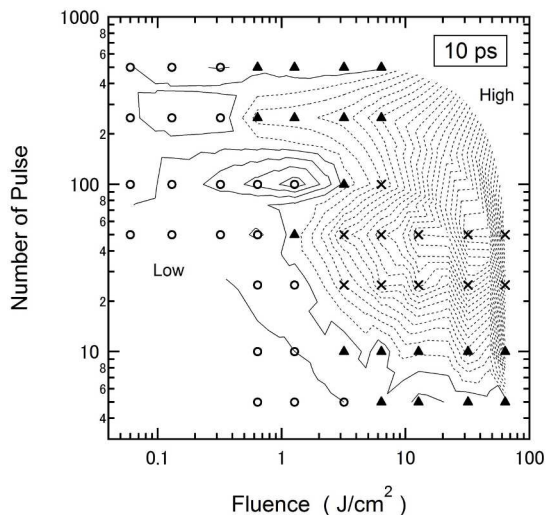
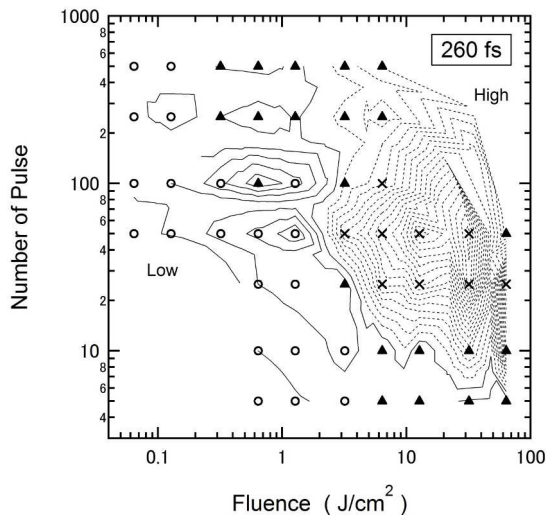


図 8 Hastelloy C-276 材の加工形状評価結果

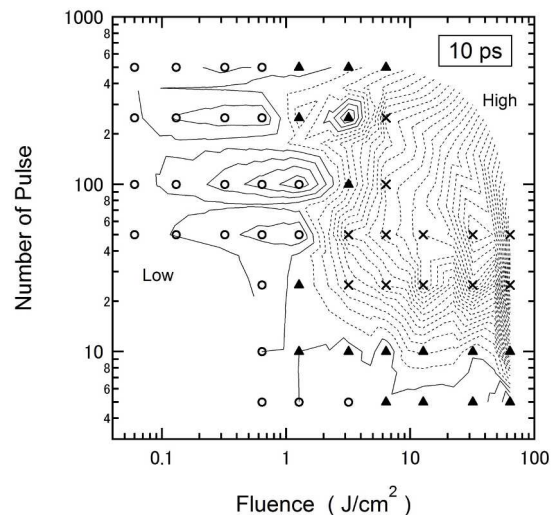
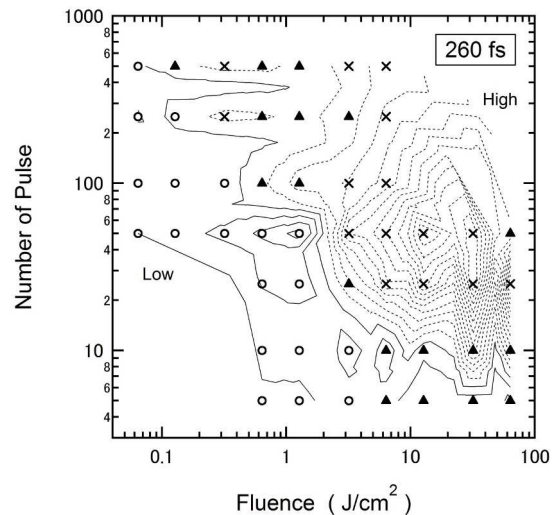


図 9 Super-Invar 材の加工形状評価結果

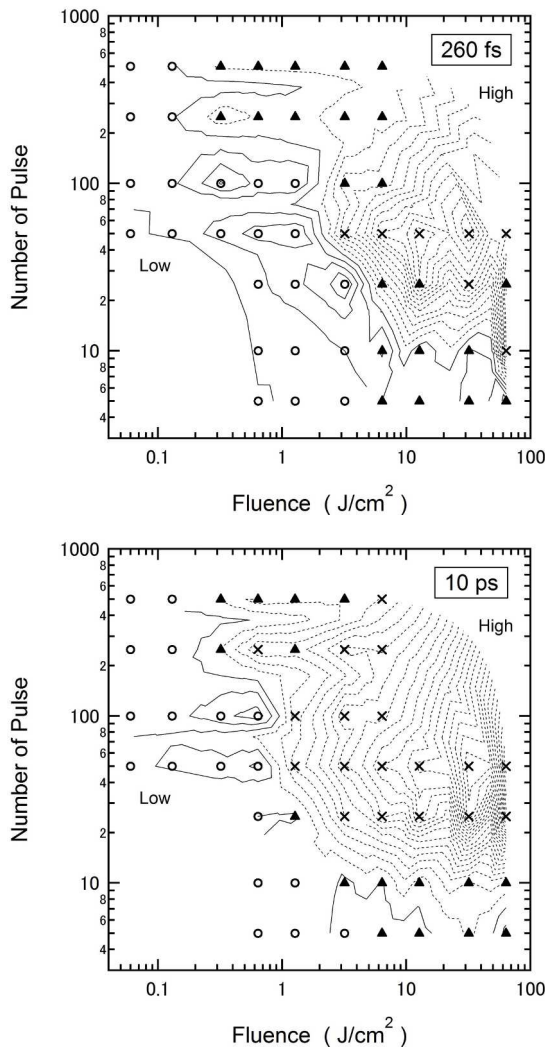


図10 Invar-42材の加工形状評価結果

することが考えられる。一方、パルス幅に関しては260 fsの方がパルス重なり数が少ない条件で最適となることから、10 psと比べて2~3倍のスピードで加工できることが明らかとなった。これはフェムト秒レーザーを使用するとピコ秒レーザーよりも加工精度が高く加工スピードも向上できることを示しており、産業に応用する上で有利と言える結果である。

#### 4 結 言

シリコンおよびニッケル基合金に対して超短パルスレーザーによる微細加工の最適化条件の探索を行った。シリコン、ニッケル基合金共にパルス幅10 psでの加工に比べて260 fsの加工で熱影響が少ないことがわかった。各種ニッケル基合金の加工の結果、材料の熱的性質が近ければ同程度のレーザー加工性が得られることが分かった。

超短パルスレーザー加工において非熱加工を実現するにはパルス幅が短いことは重要であるが、オーバーラップ・レートを必要以上に上げないことがアブレーション加工には有効である。パルス幅260 fsでの加工では、フルーエンス2 J/cm<sup>2</sup>以下、パルス数100以下で精細な加工が可能である。これらの結果から、フェムト秒レーザーはピコ秒レーザーよりも加工精度が高く加工スピードも向上できると言える。

#### 謝 辞

本研究の一部は公益財団法人天田財団平成23年度一般研究開発助成(AF-2011216)を受けて行われたものです。ここに感謝の意を表します。

#### 文 献

- 1) B.N. Chichkov et al., Appl. Phys. A **63**, (1996) 109.
- 2) C. Momma et al., Opt. Commun. **129**, (1996) 134.
- 3) I. Miyamoto, J. Jpn. Laser Proc. Soc. **20** (1) (2013) 1-10.
- 4) A. G. Cullis et al., Phys. Rev. Lett. **49**, (1982) 219.
- 5) K. Murakami, J. Plasma Fusion Res. **79** (10), (2003) 1035-1042.
- 6) Y. Izawa et al., Appl. Phys. Lett. **90**, (2007) 044107.
- 7) M. Fujita and M. Hashida, J. Plasma Fusion Res. **81**, Suppl. (2005) 195-201.

# セラミックスを混合した Co-Cr-Mo 合金のプラズマ粉体肉盛溶接時の硬さ\*

桑嶋 孝幸\*\*、園田 哲也\*\*、斎藤 貴\*\*

Co-Cr-Mo 合金は優れた特性を有する生体材料のひとつである。CCM 合金は高価であり、加工性も悪いことから安価な材料との複合化、接合技術が不可欠である。本研究では PTA 溶接法で軟鋼へ肉盛溶接を行った。セラミックス粉末を混合して肉盛溶接を行うことによって CCM 合金単体と比較して大幅に硬さを向上させることができた。溶接金属の硬さは、溶接電流の増加によって低くなった。

**キーワード：CCM 合金、混合粉末、PTA 溶接**

## Hardness of Plasma-Transferred-Arc Weld of Mixed Powders of Co-Cr-Mo Alloys and Ceramics

Takayuki Kuwashima, Tetsuya Sonoda and Takashi Saito

Cobalt-chromium-molybdenum (CCM) alloy has excellent properties for use as a biomaterial and can be welded onto mild steel using plasma-transfer-arc welding. This study focuses on using this technique for industrial purposes. A mixed powder of CCM alloy and  $\text{Cr}_2\text{C}_3$  ceramic is used as welding material. The welded metal is harder than the CCM alloy alone, although the hardness decreases with increasing welding current.

**key words : CCM alloy, mixed powder, PTA welding**

### 1 緒 言

Co-Cr-Mo 合金（以下、CCM 合金と記す）は、機械的強度が高く耐食性が良い材料で、人工関節などの生体材料を中心に応用されている。岩手県においても原材料を製造して生体材料メーカーへ供給している企業があり、今後の市場拡大が期待されている。

一方、CCM 合金の優れた特性を一般産業へも応用しようとする試みも盛んに行われており、プラスチック射出成形機用スクリュー等の試作等が行われている。

一般的に CCM 合金は高価であり、加工性も悪いことから安価な材料との複合化、接合技術が不可欠である。岩手県工業技術センターにおいても溶射法やプラズマ粉体肉盛溶接法（以下、PTA 法と記す）などによって、鋼材との複合化技術開発に取り組んでいる<sup>1)</sup>。溶射法による複合化技術の開発では、CCM 合金単体でマイクロビッカース硬さ 550 が得られた<sup>2)</sup>。加工速度や製品形状の自由度で、溶射法が優れている点もあるが、皮膜と基材は機械的なアンカー効果で接合されているために溶接法と比較して信頼性や接合強度で劣る。反面、PTA 法では溶接金属と基材は冶金的な接合で接合強度が高く、継ぎ手の信頼性は高い。CCM 合金を PTA 溶接した報告はあまりなく、また、セラミックス粉末と混合した粉末を PTA 溶接した報告は見当たらない。

そこで本研究では、CCM 合金とセラミックスとの混合粉末を用いて、PTA 法による CCM 合金の複合化技術に関

する検討を行うとともに、ダイカスト分野での部品等への応用を考慮して Al 溶湯中での耐久性評価を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 供試材

実験に用いた CCM 合金粉末は、山陽特殊鋼（株）製のガスアトマイズ粉末である。粉末外観の SEM 写真を図 1 に示す。粉末形状は球形で粒径は 63~150  $\mu\text{m}$  である。また、溶接金属の硬さを向上させる目的でセラミックス粉末を CCM 合金粉末と混合して PTA 溶接を行った。用いたセラミックス粉末は、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$  と  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  の 2 種類である。両粉末外観の SEM 写真を図 1 に併せて示す。セラミックス粉末は、粉砕法で製造されたもので形状が角張っていることがわかる。粉末は V 型混合器で混合して使用した。

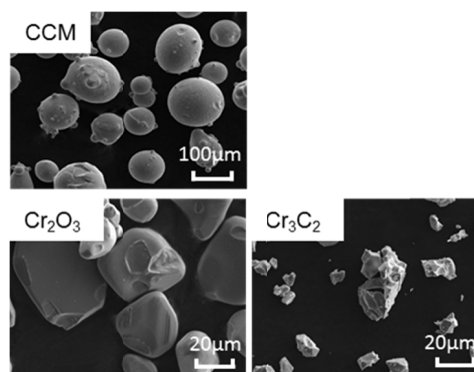


図 1 粉末外観の SEM 写真

\* 平成 24~25 年度 JST 復興促進プログラム (A-STEP 探索タイプ)

\*\* ものづくり基盤技術第 1 部 (現 機能表面技術部)

\*\*\* ものづくり基盤技術第 1 部 (現 企画支援部)





図2 PTA溶接法の概要

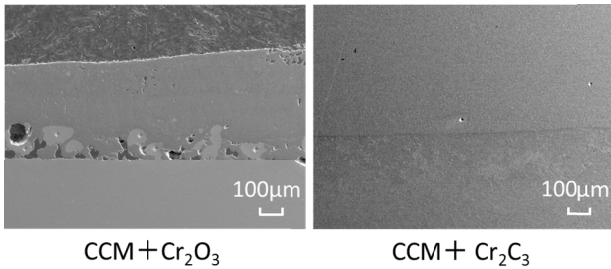


図3 PTA溶接金属断面のSEM写真

混合比は、体積比でCCM合金：セラミックス粉末=60:40である。基材は、SS400(一般構造用圧延鋼材)を用いた。

### 2-2 溶接方法

使用した溶接機は、日鐵溶接工業(株)製のNW-300ASR(電源)、150PPH(溶接トーチ)である。

溶接トーチは(株)安川電機製の六軸多関節ロボットに取り付けウィングを行いながら溶接を行った。ガスはアルゴンガスを用いて、パイロットガス流量1.5L/min、溶接速度6cm/min、溶接電流を150A、180Aの2水準で溶接を行った。PTA溶接の写真を図2に示す。

### 2-3 評価方法

溶接した試験片は、精密切断機で切断して樹脂に埋め込み研磨して、組織観察、マイクロビッカース硬さ測定を行った。マイクロビッカース硬さは、(株)ミットヨ製HM-221を用いて、0.1mmステップで硬さ分布測定を行った。試験荷重は200gである。

溶接金属の分析は、日本電子(株)製のFE-EPMA装置(JXA-8530F)を用いて、金属組織観察、面分析を行った。

液体金属中での耐久性を調べるために純アルミ溶湯中に試験片を浸漬して、一定時間ごとに取り出し、断面を観察して評価した。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 セラミックス粉末の選択

はじめに混合するセラミックス粉末を選択するために同量混合したCr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>とCr<sub>2</sub>C<sub>3</sub>セラミックス粉末を同条件でPTA溶接した。溶接金属断面のSEM写真を図3に示す。Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を混合した断面組織は、基材界面付近に白い組織が認められる。これは混合したセラミックス粉末粒子であると思われる。一方、Cr<sub>2</sub>C<sub>3</sub>を混合したものは一様な組織

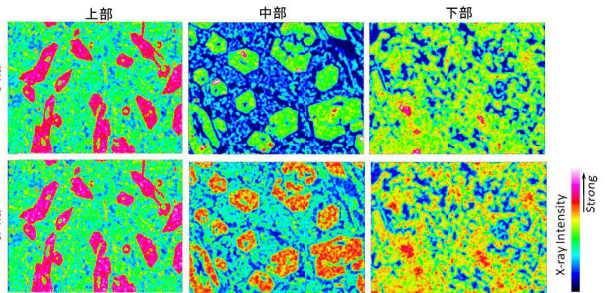
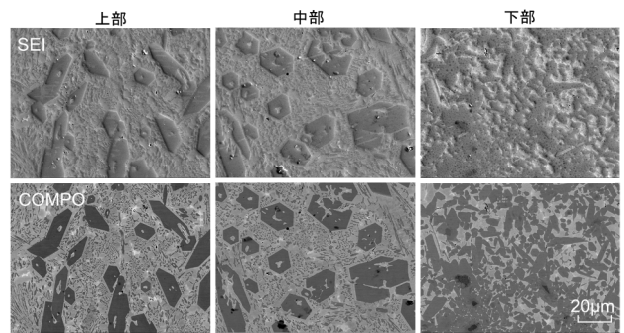


図4 PTA溶接金属断面のSEM写真と面分析結果(溶接電流:150A)

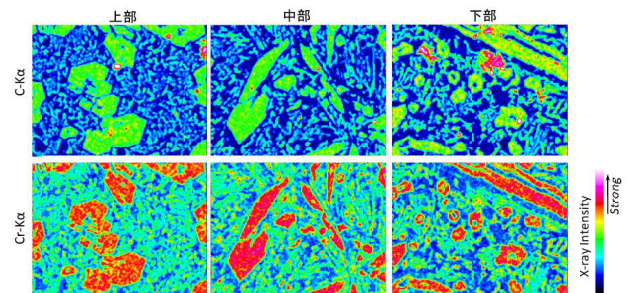
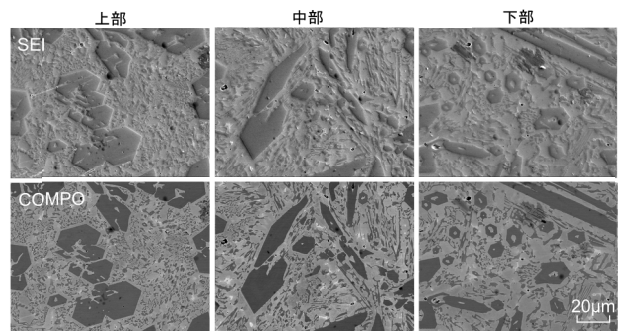


図5 PTA溶接金属断面のSEM写真と面分析結果(溶接電流:180A)

となっており、溶接金属と金属基材界面の状態も良好である。これらの結果から、Cr<sub>2</sub>C<sub>3</sub>を混合するセラミックス粉末として選択し、溶接条件を変化させて、その影響を調査するとともにAl溶湯中での耐久性の評価を行った。

### 3-2 溶接条件の組織、硬さへの影響

CCM合金粉末とCr<sub>2</sub>C<sub>3</sub>セラミックス粉末の混合粉末で溶接電流を変化させて溶接を行った。溶接電流は150A、180Aの2水準である。図4、図5にそれぞれのSEM写真を示す。観察は、溶接金属の下部、中部、上部の3箇所を観察している。溶接電流150Aでは下部組織が非常に細

かい角張った組織となっている。これに対して、中部、上部は大きな角張った組織の周りに細かな組織が観察されている。溶接電流 180A では、下部組織でも大きな角張った組織が観察されている。面分析の結果からこの角張った組織は、Cr 炭化物であることがわかる。この炭化物の大きさは、混合した  $\text{Cr}_2\text{C}_3$  よりも大きな物が多くあることから、溶接によって CCM 合金粉末中の Cr と  $\text{Cr}_2\text{C}_3$  とが反応してできた炭化物である。はじめに大きい炭化物が凝固時に析出し、その後、その周りに細かい炭化物が析出しているものと考えられる。凝固は金属基材側から始まり上部が最終凝固部となると考えられる。溶接金

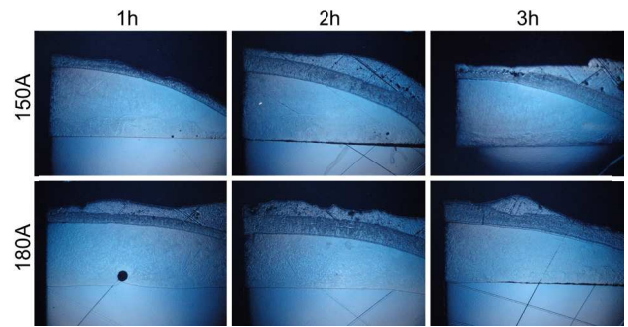


図7 Al 溶湯浸漬試験後の PTA 溶接金属断面のマクロ写真

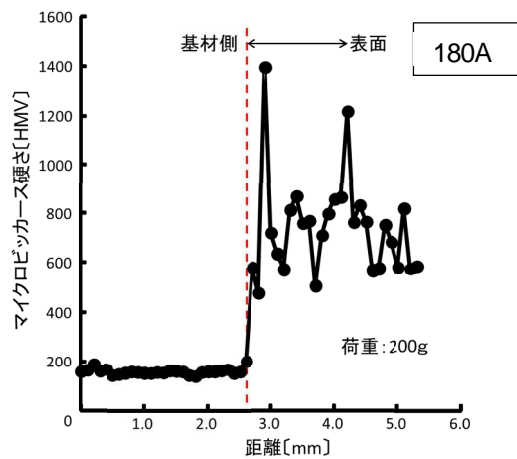
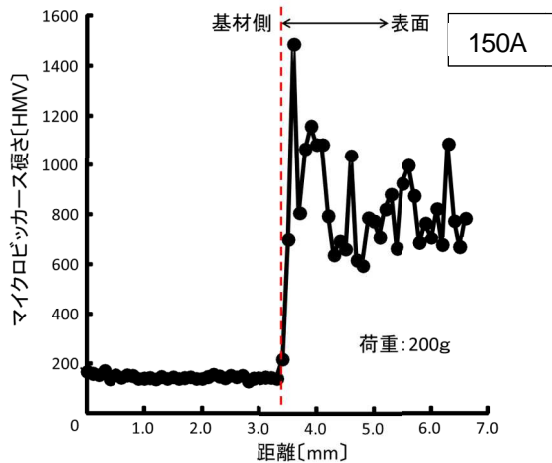


図6 PTA 溶接金属断面の硬さ分布  
(溶接電流、上：150A、下：180A)

属下部組織が細かいのは、CCM 合金と  $\text{Cr}_2\text{C}_3$  が十分に反応する時間が短いことが影響しているものと推察される。

### 3-3 溶接金属の硬さ分布

次に溶接金属の硬さ分布を図6に示す。金属基材の硬さは200程度であるが溶接金属はそれよりも硬くなっている。溶接電流 150A では、溶接金属の硬さは800程度であるが 180A では700程度となっており、少し下がっている。これは溶接電流が大きいため金属基材の溶融量が増加して希釈されたためである。

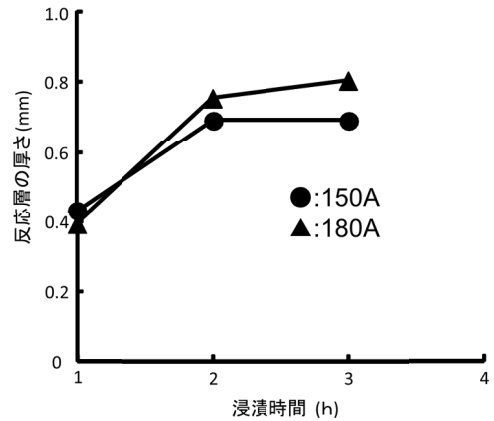


図8 Al 溶湯浸漬時間と反応層厚さの関係

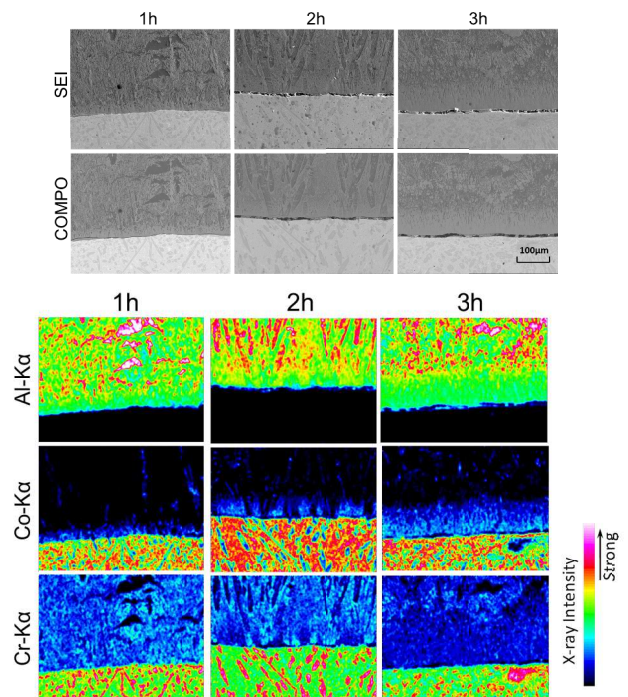


図9 Al 溶湯浸漬後の溶接金属断面の SEM 写真と面分析結果 (溶接電流：150A)

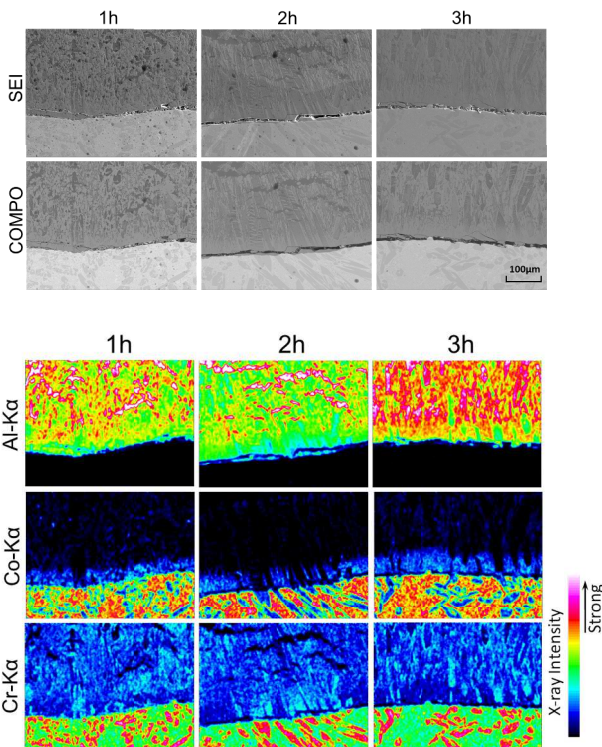


図10 Al 溶湯浸漬後の溶接金属断面のSEM写真と面分析結果 (溶接電流: 180A)

### 3-4 Al 溶湯中での耐久試験結果

次にAl 溶湯中での耐久試験結果について述べる。図7に試験片断面のマクロ写真を示す。溶湯に触れている上部に溶接金属とAlの反応層が観察されている。反応層は時間の経過とともに厚くなっている。浸漬時間と反応層の厚さの関係を図8に示す。時間の経過と共に反応層厚さの増加は少なくなっている。このことから反応速度は徐々に遅くなっていることがわかる。また、溶接電流に

よる差はあまり大きくない。

次にこれらの試験片のAl 溶湯と溶接金属界面のSEM写真と面分析結果を図9、図10に示す。Coの濃度が界面で変化している。溶接金属中の $Cr_2C_3$ は安定な化合物であることから、はじめにAl 溶湯と接触しているマトリクス中の金属成分がAl 溶湯と反応して、反応層が形成されているものと考えられる。

## 4 結 言

本研究では、CCM合金をPTA溶接法でSS400と複合化することを目的として実施した。得られた知見をまとめると以下のとおりである。

- (1) CCM合金と $Cr_2C_3$ セラミックスの混合粉末をPTA溶接することでマイクロビッカース硬さ800が得られ、CCM合金単体と比較して大幅に硬さを向上させることができた。
- (2)  $Cr_2O_3$ セラミックスの混合粉末は均一な溶接金属が得られなかった。
- (3) 溶接電流を高くすると硬さは低下する傾向が認められた。これは金属基材の希釈効果によるものと考えられる。
- (4) Al 溶湯中での浸漬試験では、時間の経過と共に反応層の増加が確認された。

## 文 献

- 1) 地域イノベーション戦略支援プログラム(グローバル型)研究成果集、財団法人いわて産業振興センター(2013)
- 2) 桑嶋孝幸、柳原圭司、飯村崇、園田哲也、岩渕明、千葉晶彦:溶射、日本溶射学会誌、第50巻、第1号(2013)

# 低圧型コールドスプレーで成膜したNi皮膜組織の 熱処理による変化\*

桑嶋 孝幸\*, 佐竹 忠昭\*\*, 園田 哲也\*

## Microstructural Change of Heat-treated Ni Coating Sprayed by Low Pressure Type Cold Spray Equipment\*

Takayuki KUWASHIMA\*, Tadaaki SATAKE\*\*, Tetsuya SONODA\*

The cold spray technique is solid coating process and has a superior feature compare with conventional spraying ones. For a solid process it has some problem, for example cold sprayed coating has a lot of dislocation in the coating. Although the coating has the same composition of bulk material, mechanical properties is different from bulk material. It is important that the dislocation in the coating is evaluated because the dislocation affects coating properties such as corrosion-resistant and so on.

In this study Ni coating sprayed by low pressure type cold spray equipment was evaluated using electron backscattered diffraction (EBSD) analysis. Also the coating micro structure was observed by transmission electron microscopy (TEM). From TEM observation, a lot of sub grain could be observed in the coating. Although Kikuchi pattern could not observe in the coating completely. The area that could not observe Kikuchi pattern included a lot of sub grain. From results of EBSD analysis, misorientation increased in grain average misorientation (GAM) and kernel average misorientation (KAM) by heat treatment. It caused movement of dislocation from area that could not observe Kikuchi pattern. EBSD analysis is useful analysis for evaluate strain of cold spray coatings.

**Keywords** : EBSD analysis, cold spray, microstructure, TEM, Ni coating

コールドスプレー法は固体状態で成膜できるために従来の溶射法と比較して優れた特徴を有している。固体状態での成膜プロセスであるために固有の課題もある。例えば、皮膜は従来の溶射法と異なって皮膜内部に大きな歪みを含んだ組織となっている。コールドスプレーにより得られた皮膜は、バルク体と同じ成分でも全く異なった機械的性質を有している。歪みは耐食性などにも影響を与えることから、皮膜内の歪みの評価をすることは重要である。

本研究ではEBSD法によって低圧型コールドスプレーで成膜したNi皮膜の評価を行った。併せてTEM観察も行った。TEM観察から皮膜はサブグレインを大量に含んだ組織となっていた。熱処理することによって菊池パターンを確認できない部分が大幅に減少した。これはサブグレインを多量に含んでいるためであると思われる。得られたEBSD測定結果からGrain Average Misorientation (GAM) と Kernel Average Misorientation (KAM) を計算した結果から熱処理によってミスオリエンテーションが増加することが確認された。これは菊池パターンを確認できなかった部分に含まれるサブグレインが熱処理によって移動してきたためであると思われる。EBSD法は、コールドスプレー皮膜の歪み評価に有効な方法である。

## 1. 緒言

表面改質技術のひとつである溶射法は加工速度が速く、金属、サーメット、セラミックスなどほとんど材料のコーティ

ングができるために製鉄、電力、自動車産業などの多くの産業で使用されている<sup>1)</sup>。

そのような中で、新しいコーティング方法であるコールドスプレー法が近年非常に注目を集めている<sup>2)</sup>。この方法は、

※原稿受付 2012年12月25日

\* 地方独立行政法人岩手県工業技術センター (〒020-0852 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2)

\*\*山形大学工学部機械システム工学科 (〒992-0038 山形県米沢市城南4丁目3-16)

\* Iwate Industrial Research Institute (3-35-2 Iiokashinden, Morioka, Iwate 020-0852, Japan)

\*\*Faculty Engineering, Yamagata University (4-3-16, Jyonan, Yonezawa, Yamagata 992-0038, Japan)

金属やサーメットなどの粉末をHeなどのキャリアガスによって加速して、基材に吹き付けることでコーティングを行う方法で、ガス圧力で分類すれば1MPaを境に高圧型と低圧型に分類される。この方法では原料粉末を溶かさずにコーティングが可能のため、従来の溶射法のように材料の酸化や分解等が起きず均一な皮膜が得られる特徴があり、原料粉末も用途に併せてCu, Al, Ni, SUSやサーメットなど多くの原料粉末を使用できるようになってきている。

コールドスプレー法を産業に応用するためには、コーティング条件の検討をはじめとした多くの課題がある。固体状態で粒子が積層して成膜されるコールドスプレー法は、従来の溶射法と異なって皮膜内部に大きな歪みを含んだ組織となっている。金属の冷間加工でも組織や硬さが変化するように<sup>3,4)</sup>、コールドスプレーにより得られた皮膜は、バルク体と同じ成分でも全く異なった機械的性質を有している。

一方、このような材料の歪み等の評価に対して、電子線後方散乱回折 (EBSD) 法による測定が盛んに行われている<sup>5,6)</sup>。これは走査型電子顕微鏡に取り付けた装置によって、傾斜させた試料表面に電子線をあてて、表面に観察される菊池パターンで結晶の方位を測定できるもので、サブミクロンオーダーの空間分解能を有しており、個々の結晶粒内の方位を測定できるのみでなく、測定領域のデータを統計処理することによりマクロな領域に対する評価も可能である<sup>7-10)</sup>。

基材に衝突したコールドスプレー粒子の外観写真とFIBによって断面加工した後の走査イオン像をFig.1に示す。最初球形だった粒子は、高速で基材に衝突するために扁平化している。断面組織を見ると非常に細かい組織が観察できる。この組織は、原料粉末では観察されないもので、基材衝突による粒子の変形で発生した応力誘起変態によるものと考えられる。このようにコールドスプレー法では、歪みを含んだ粒子が積層して皮膜が形成されており、皮膜内の歪み等の評価は非常に重要であると考えられる。Yu Zouらは高圧型コールドスプレー装置で成膜したNi皮膜などをEBSDで評価して、成膜過程での粉末粒子変形による組織変化のメカニズムなどを報告している<sup>5,6)</sup>。EBSD法はTEM観察と比較して、比較的簡単に試料を作製できることからコールドスプレー皮膜評価にとって有効な方法の一つである。コールドスプレー法の産業応用のためには、高圧型のみならず低圧型コールドスプレー装置で成膜した試料の評価や皮膜の熱処理等による組織

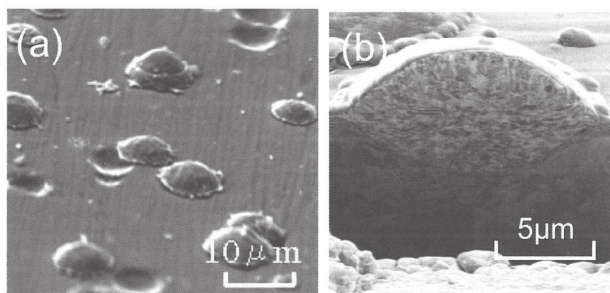


Fig.1 SEM photographs of Ni splat. (a) : overview, (b) : cross section

への影響を調べることは重要であると考えられる。

そこで本研究では、低圧型コールドスプレー装置で成膜したNi皮膜及び熱処理した皮膜に対してEBSD法で解析をするとともにTEM観察を併せて行い、低圧型コールドスプレー装置で成膜した皮膜の微細組織観察と熱処理による皮膜組織の変化について評価を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材及びコールドスプレー方法

金属基材は、幅50mm、長さ60mm、厚さ5mmのSUS304を使用した。使用に際しては、アセトンで洗浄した後、ブラスト処理を行い実験に供した。

使用した粉末外観のSEM写真をFig.2に示す。使用した粉末はカルボニール法で作製された純Ni粉末で、平均粒径は約8 μmである。外観は球形である。

粉末は試験片のコーティングを行う前に、乾燥炉で十分に乾燥した後に実験に供した。

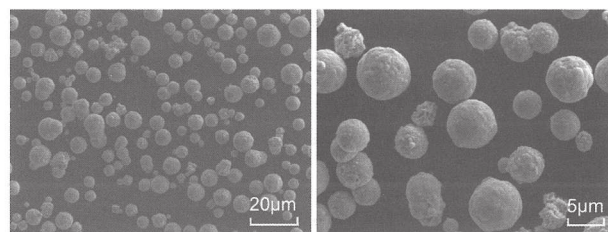


Fig.2 SEM photographs of used powder.

### 2.2 皮膜形成方法

Fig.3にコールドスプレー装置構成の概略図を示す。使用した装置は、米国イノバティ社製のKinetic Metallization System (KM-CDS)である。この装置は、粉末供給装置、ガス調整装置、スプレーガン、制御装置から構成されている<sup>11)</sup>。ボンベから供給されたガスは、装置内でプロセスガスと粉末を搬送するためのキャリアガスの2つの系統に分岐される。プロセスガスは、スプレーガンのヒーターによって加熱され(以下、この温度をTCU設定温度、ガス圧力をTCUガス圧力と記す。)急激に膨張しながら超高速のガス流となってミキシングチャンバーへ流れる。一方、キャリアガスは、粉末供給装置からスプレーガンに原料粉末を搬送する。搬送された粉末は、スプレーガン内のミキシングチャンバー内でプロセスガスと混合され、超高速のガス流とともにノズルから噴出される。このようなプロセスを経て、超高速に加速された原料粉末は、基材に向かって吹き付けられ皮膜が形成される。使用した装置のノズルは、音速ノズルで粉末に対して効率的に運動エネルギーを供給できるといわれている。

Table1にコーティング条件を示す。コーティングに際しては、粉末供給量のキャリブレーションを行い、所定の粉末を供給し、基材上をハシゴ状に動かしてコーティングを行った。スプレーガンは(株)安川電機製の6軸多関節ロボット

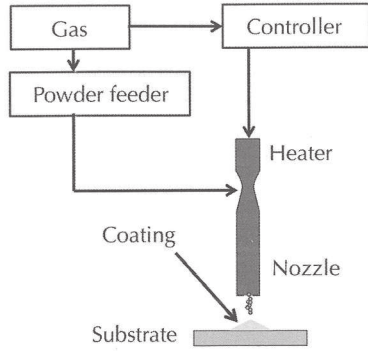


Fig.3 Schematic diagram of Kinetic Metallization System.

Table1 Cold spray condition.

TCU gas pressure	(MPa)	(He) 0.62
TCU gas temperature	(K)	700K
Spray distance	(mm)	15
Traverse velocity	(mm/s)	50
Step	(mm)	0.8
Powder feed rate	(g/min)	15.6

に取り付け、プログラムによる自動方式で、スプレーガンと基材間の距離を15mmに保ちながらコーティングを行った。コーティング前に試験片表面のブラスト処理を行い、粗面化、清浄化を行った。成膜した試料は、応力除去を目的として、真空中で熱処理を行った。最高加熱温度は673K、1073K、保持時間は2hである。冷却は炉冷である。

### 2.3 評価方法

成膜後の試験片は精密切断機で所定の大きさに切断し埋込樹脂に包埋後、自動研磨機で仕上げた皮膜断面をそれぞれ評価した。

皮膜断面組織観察は、日本電子（株）製フィールドエミッション電子プローブマイクロアナライザ（FE-EPMA JXA-8530F）で行った。併せてこの装置に取り付けている（株）TSL製の結晶方位解析装置により粉末断面及びコールドスプレー皮膜断面の結晶方位解析を行った。この装置は、電子顕微鏡中に試料を70°に傾けてセットし、そこに電子線を照射して発生する菊池パターンをカメラで取り込み、そのパターンを解析することにより、その点の結晶方位等を決定する装置である。この測定を連続的に行うことで方位マッピング像のデータとなり、さらに粒界構造、結晶粒分布、極点図等々のデータとして定量的な解析も可能である。結晶方位解析にあたって、機械的な研磨による試料表面の歪みの影響を受けるため、試料作製は、（株）日本電子製クロスセクションポリッシャーでArイオンによる研磨処理を行った。この装置はArイオンビームによるエッチングによって無負荷で試料断面の精密な研磨ができる装置である<sup>12)</sup>。粉末試料は、

G2エポキシ樹脂を混合して真空中で脱泡処理を行った後、Siウェハー上で硬化させ試料とした。皮膜はコーティングを行った試料から10mm×10mm×2mmの厚さに切り出し、その後、クロスセクションポリッシャーで加速電圧5.0kVでエッチングを行い断面観察用の試料を作製した。併せて皮膜の結晶構造を調べるために（株）リガク製のX線回折装置（RINT-2200V）を使用した。

粉末及び皮膜断面の微細組織を観察するために透過型電子顕微鏡を使用した。装置は、（株）日本電子製JEM-2100Fを使用し、観察は薄膜化した試料を作製して行った<sup>13)</sup>。TEMでは微細組織の観察と併せて電子線回折パターンの観察も行った。

### 2.4 EBSD測定結果から得られるデータ<sup>14)</sup>

Fig.4にEBSDにおける結晶粒内の方位差の計算に関する概略図を示す。各種マッピングを作成する場合には、図に示すような六角形のピクセルを用いている。図中A点で示すように、まず結晶粒を定義しその結晶粒内のあるピクセルと他の粒内のすべてのピクセル間で方位差を計算し平均化したものがGrain Orientation Spread (GOS)である。図中B点のように結晶粒内の隣り合うピクセル間の方位差を計算して、それを粒内のピクセルすべてについて平均化したものがGrain Average Misorientation (GAM)である。また、B点で示すように、あるピクセルと隣接する6つのピクセル間の方位差の平均値を計算し、その値を中心のピクセル値としているのがKernel Average Misorientation (KAM)である。今回はこれらのうち、GAMとKAMについて測定結果から計算を行った。

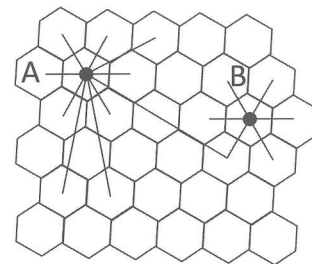


Fig.4 Schematic diagram of calculation for misorientation of crystal grain.

## 3. 実験結果

### 3.1 粉末及び皮膜の微細組織

Fig.5に粉末と皮膜のX線回折結果を、Fig.6に粉末のTEM写真と電子線回折パターンを示す。X線回折測定結果から粉末と皮膜とは同定結果に大きな差は認められず、皮膜のピーク幅も粉末とは大きな差は認められない。

粉末のTEM写真では、比較的大きな粒子(a)と小さな粒子(b)では異なった組織となっている。すなわち(b)では、粒子は50～100nm程度の結晶粒から構成されていて、

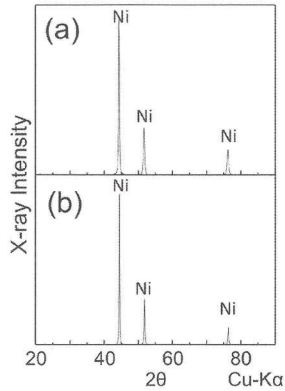


Fig.5 XRD patterns of used powder and coating. (a) : powder, (b) coating

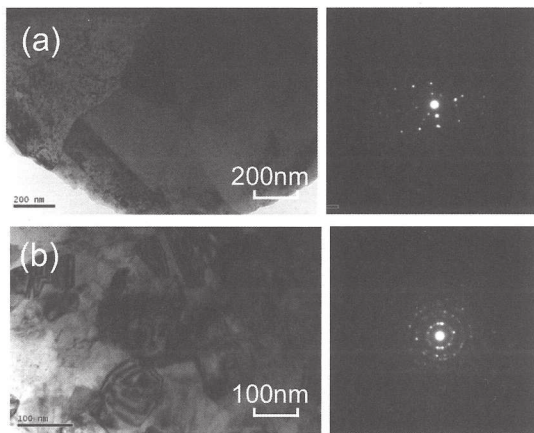


Fig.6 TEM photographs of cross section of used powders and their electron diffraction patterns. (a) : large particle, (b) : small particle

比較的大きな結晶粒 (a) では、一部に少々大きい結晶粒が確認できる。また、小さな粒子では、電子線回折像がリングとなっていることから、粒子はランダム方位を有する微細結晶から構成されていることが分かる。

次に皮膜のSEM, TEM, 電子線回折結果を Fig.7 に示す。SEM 写真では as sprayed 皮膜, 熱処理皮膜ともわずかに気孔が観察できるが非常に緻密な皮膜となっている。皮膜のTEM 写真では、多数の格子欠陥が観察され、100nm 程度のサブグレインが多数形成されている。この皮膜の電子線回折パターンは、リング状になっている。これは、成膜時に非常に高速で基材に衝突した粒子が大きな変形をした強加工によって結晶粒が超微細粒組織になっているためであると思われる。熱処理した皮膜組織では、処理温度が高くなるに従って結晶粒が大きくなっていることがわかる。電子線回折パターンも、再結晶によってパターンが明瞭に確認できる。しかしTEM 写真をよく見ると熱処理温度1073Kでもサブグレインが比較的多く観察されている。このことは、再結晶までの回復過程の途中であることやコールドスプレー法で成膜時に粒子が大きく変形してサブグレインが多く形成されていることが原因と考えられる。

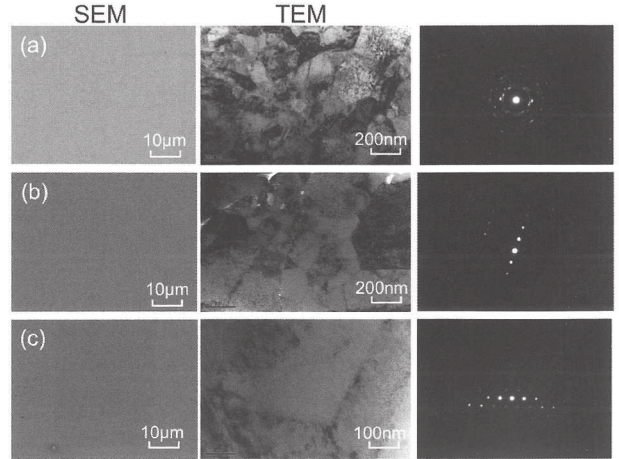


Fig.7 SEM and TEM photographs of cross section of sprayed and heat treated coatings and their electron diffraction patterns. (a) : as spray, (b), (c) heat treated coatings, (b) : 673K, (c) : 1073K

### 3.2 皮膜のEBSD解析結果

Fig.8 にそれぞれEBSDで測定した試料表面のイメージオリエンティ (IQ) マップ及び逆極点図 (IPF) マップを示す。各測定点における試料表面に垂直方向の結晶方位を基準三角形のスケールで表した。データは信頼性の高いCI値0.1以上でフィルターをかけた結果を示している。比較のために粉末のデータも併せて示す。粉末は比較的大きな粒子のデータである。IPFマップでは、1 µm以下の結晶粒から構成されている。IQマップでは皮膜では、像が確認できないところがあるが、熱処理することによって観察できない領域が少なくなっている。この領域はEBSD測定時に、組織内の歪み等が原因と思われるが、菊池パターンが明瞭に観察できない箇所、パターン認識のために設定しているNiの結晶学的なデータから方位が決定できない箇所である。結晶粒の大きさは、as sprayed皮膜では、粉末と比較して皮膜は非常に微細な結晶粒となっているが熱処理のよって方位を決定できなかった黒色部分が少なくなっていて、結晶粒が大きくなっている。

EBSD測定結果から結晶粒界を作図したデータを Fig.9 に結晶粒分布割合についてまとめたものを Fig.10 に示す。図からわかるように熱処理によって結晶粒が大きくなっていて、as sprayed皮膜では、1 µm以下の分布であったが、1073Kの熱処理では数 µmとなっていて、熱処理によって結晶粒が成長していることが確認できる。

次に測定結果から計算したGrain Average Misorientation (GAM) 及びKernel Average Misorientation (KAM) の計算結果を Fig.11 に示す。前者はサブグレインのような小さな方位差があるとこの値が大きくなり、後者は方位が局部的に変化したところで値が大きくなると言われている。GAM, KAMとも、粉末とas sprayed皮膜ではミスオリエンテーションは少なく、差が無いように見えるが、as sprayed皮膜では歪みの影響と思われる測定できない黒色部分が認められ、熱処理によって黒色部分は少なくなり、方位差が大きい部分が増

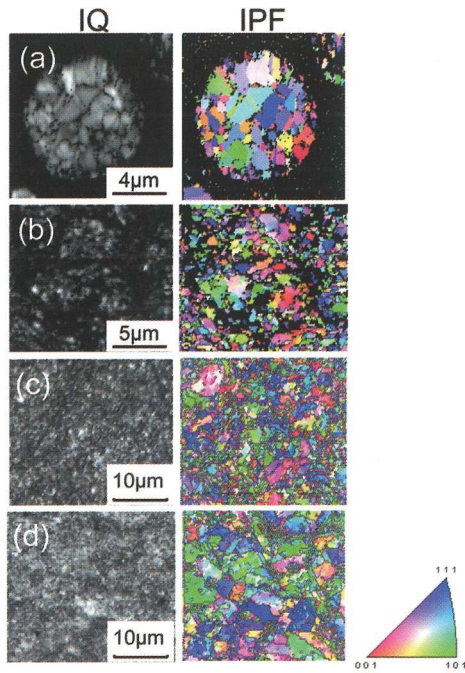


Fig.8 Image quality (IQ) map and inverse pole figure (IPF) map of used powder, as sprayed and heat treated Ni coatings.  
(a) : powder, (b) : as sprayed, (c), (d) : heat treated, (c) : 673K, (d) : 1073K

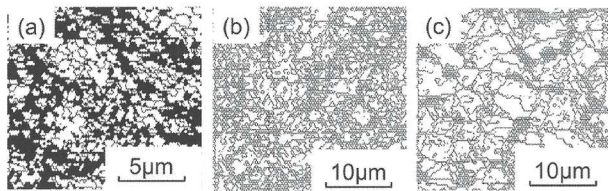


Fig.9 Grain map in each coatings.

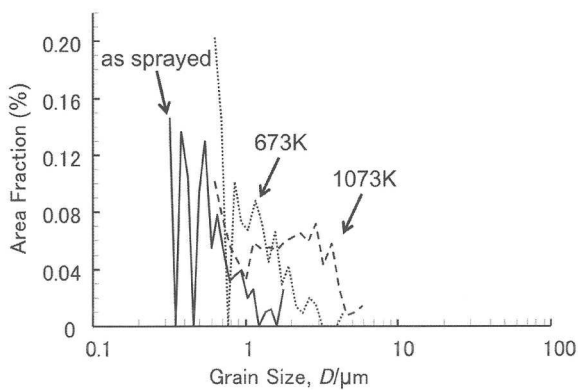


Fig.10 Area fraction of grain size in each coatings.

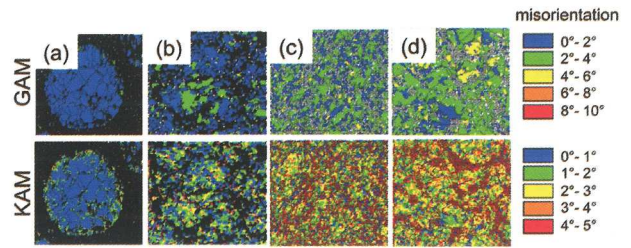


Fig.11 Grain average misorientation (GAM) map and kernel average misorientation (KAM) map of used powder, as sprayed and heat treated Ni coatings.  
(a) : powder, (b) : as sprayed, (c), (d) : heat treated, (c) : 673K, (d) : 1073K

えている。このことは熱処理をしたにも関わらずミスオリエンテーションが増加していることになり矛盾しているように見える。一般的に熱処理によって歪みが増加することは考えにくく、転位が熱処理によって移動して来たと考えるのが妥当である。Fig.7のTEM写真の結果で示したようにas sprayed皮膜は皮膜中に多量のサブグレインが観察された。EBSDで測定できなかった黒色部分では、特にこのサブグレインが多く、結晶格子が歪んでいると考えられる。熱処理による再結晶の過程で、歪みが開放されたために菊池パターンは明瞭に観察された。そして、このサブグレインに含まれる転位が移動して集まったため、GAMでは全体の値が大きくなっていくように、KAMでは粒界に集まった転位の影響でミスオリエンテーションの差が大きくなる結果になったと思われる。

このようにEBSDでは、歪みが大きいコールドスプレー皮膜組織の解析では、注意を要する点はあるものの、皮膜の結晶学的な解析が可能であった。

## 4. 考 察

TEMとEBSDでコールドスプレーしたNi皮膜の解析を行った。組織中の歪みが大きくなると測定が難しいところもあるが、TEM観察結果では、皮膜にはサブグレイン組織が多数観察されていて、EBSDで測定できなかった部分はサブグレインを多く含む組織となっていると考えられる。これらのことをふまえて、コールドスプレーしたNi皮膜の熱処理による回復の過程の概略図をFig.12に示す。1ミクロン以下の微細結晶からなる粉末は、コールドスプレー法での成膜時、

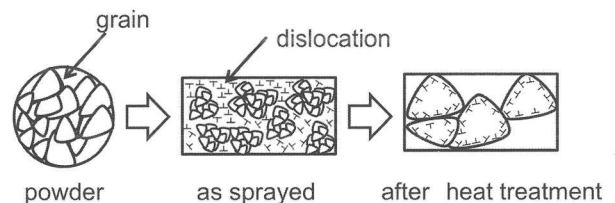


Fig.12 Schematic diagram of dislocation behavior.



基材への衝突による強加工で、サブグレインが多数形成される。EBSDではこの部分では菊池パターンが観察できない。この皮膜を熱処理することによって正しく観察できなかった領域から転位が移動して、結晶粒界に集まってくるために熱処理皮膜では、ミスオリエンテーションが増加しているように見えると考えられる。

EBSD法では試料作製時の注意点等があるが、コールドスプレー皮膜の組織解析にとって非常に有効なツールであると思われる。

## 5. 結 言

コールドスプレー法で作製したNi皮膜のTEM観察及びEBSD測定、解析を行った。得られた結果を要約すると以下のとおりである。

- (1) コールドスプレーしたNi皮膜は、サブグレインを多量に含む組織となっていた。
- (2) Ni粉末のTEM観察では、粒子は50～100nm程度の結晶粒から構成されていて、ランダム方位を有する微細結晶から構成されている。
- (3) コールドスプレーしたNi皮膜のEBSD測定では、一部に菊池パターンを観察できないところがあった。これはサブグレインを多量に含んだ歪みの大きな組織であることが推察された。
- (4) 熱処理することによって結晶粒径は大きくなる傾向を示し、EBSD測定もほとんどの部分で菊池パターンを観察することができた。
- (5) EBSD測定結果からGAM及びKAMマップの計算を行った。熱処理すると両者のミスオリエンテーションは大きくなった。これは、as sprayed皮膜組織でEBSD測定ができなかった部分に多量に含まれているサブグレインが移動して集まってくるためであると考えられる。

## 文 献

- 1) 長坂秀雄：溶射加工技術の現状と将来，溶射技術読本，産報出版，35別冊（1987），36-40.
- 2) 榊 和彦：コールドスプレーの概要ならびにその軽金属皮膜，軽金属，56，7（2006），376-385.
- 3) 本田和一：金属の冷間加工による硬度及び組織分布の変化並びにそれに基づく諸現象について（第1報）冷間引き抜き加工による硬度及び組織分布並びに諸現象の考察，金属学会誌，20，7（1956），360-363.
- 4) 本田和一：金属の冷間加工による硬度及び組織分布の変化並びにそれに基づく諸現象について（第2報）冷間引き抜き加工による硬度及び組織分布並びに諸現象の考察（II），金属学会誌，20，7（1956），363-367.
- 5) Yu Zou, Wen Qin, Eric Irissou, Jean-Gabriel Legoux, Stephen Yue and Jerzy A. Szipunar: Dynamic recrystallization in the particle/particle interfacial, Scripta Materialia, 61, 9（2009），899-902.
- 6) Yu Zou, Dina Goldbaum, Jerzy A. Szipunar and Stephen Yue: Microstructure and nanohardness of cold-sprayed coatings: Electron backscattered diffraction and nanoindentation studies, Scripta Materialia, 62, 6（2010），395-398.
- 7) 木村英彦, 王 昀, 秋庭義明, 田中啓介: EBSD法およびX線回折法によるステンレス鋼の塑性変形におけるミスオリエンテーションの解析, 日本機械学会論文集, 71, 712（2005），1772-1728.
- 8) 鈴木清一: ESM/EBSPによる結晶方位測定, 表面技術, 54, 1（2003），26-27.
- 9) 釜谷昌幸: 電子後方散乱回折（EBSD）による結晶方位差分布の測定, INSS Journal, 18（2011），181-197.
- 10) 佐々木孔英, 釜谷昌幸, 三浦照光, 福谷耕司: 微視的な塑性ひずみ分布と結晶方位差の関係, 日本金属学会誌, 74, 7（2010），467-474.
- 11) KM-CDS技術資料, Inovati社編, Inovati技術資料（2006）.
- 12) クロスセクションポリッシャー（CP）上達への近道, 日本電子データム（株）技術懇談会資料（2008）.
- 13) 佐竹忠明: TEMによる粉末の内部組織観察法, 平成24年度山形大学工学部技術発表会資料（2012）.
- 14) 鈴木誠一: EBSD 読本, (株) TSL ソリューションズ, 技術資料.

## 種々の方法で溶射したCo-Cr-Mo合金溶射皮膜の組織と硬さへの影響因子\*

桑嶋 孝幸\*, 柳原 圭司\*\*, 飯村 崇\*, 園田 哲也\*, 岩淵 明\*\*, 千葉 晶彦\*\*\*

Micro Structure of Co-Cr-Mo Alloy Coatings Sprayed by Cold Spray, HVOF and Plasma Spray Processes and Influential Factor of their Micro Vickers Hardness\*

Takayuki KUWASHIMA\*, Keiji YANAGIHARA\*\*, Takashi IIMURA\*, Tetsuya SONODA\*, Akira IWABUCHI\*\*, Akihiko CHIBA\*\*\*

Co-Cr-Mo alloy has superior material properties such as corrosion and wear resistance and so on. Therefore the alloy is applied to biomaterial. Most studies, however, have not focused on the thermal spray using Co-Cr-Mo alloy.

In this study gas atomized Co-Cr-Mo powder was sprayed on SS400 substrate using cold spray, HVOF and plasma spray methods. Kinetic Metallization System manufactured by Inovati, USA was used as cold spray equipment. Plasma spray was carried out in various spray conditions. Their coating micro structures were observed by FE-EPMA (JXA-8530F manufactured by JEOL) and micro vickers hardness were measured. Cold sprayed coating and used powder were observed electron backscatter diffraction pattern (EBSD). Also heat treated ones were observed, too.

HVOF and plasma sprayed coatings consist oxide in their coatings. Cold sprayed coating was dense coating without oxide. Micro Vickers hardness of coating sprayed by cold spray was higher than other sprayed coatings. Micro Vickers hardness of coatings sprayed by plasma spray tend to increase with increasing plasma power. It was due to quantity of oxide in coating. On the other hand much deformation exists in cold sprayed coating from EBSD analysis. Used powder was  $\gamma$  phase and cold sprayed coating was almost  $\varepsilon$  phase. Stress - induction phase transformation occurs in cold spray process. It is clear that the high hardness is due to deformations in the coating.

**Keywords :** Co-Cr-Mo alloy, thermal spray, microstructure, micro vickers hardness, EBSD

Co-Cr-Mo合金は、耐食性、耐摩耗性に優れている。そのため生体材料として適用されている。しかしながら、その合金の溶射に関する研究はほとんどない。

この研究では、ガスアトマイズされたCo-Cr-Mo合金粉末をコールドスプレー法、HVOF溶射法、プラズマ溶射法でSS400基材上に成膜した。コールドスプレー装置は、アメリカのイノバティ社製の装置を使った。プラズマ溶射装置は、種々の溶射条件で行った。それらの皮膜組織は、FE-EPMA (日本電子製 JXA-8530F) で観察し、マイクロビッカース硬さも測定した。コールドスプレー皮膜は、EBSD解析を行った。また、熱処理を行った皮膜も観察した。

HVOF溶射とプラズマ溶射は、皮膜中に酸化物が認められた。コールドスプレー皮膜は緻密で、他の皮膜よりも硬かった。プラズマ溶射皮膜の硬さは、プラズマ出力の増加に伴って、増加する傾向が認められた。これは、皮膜中の酸化物のためである。一方、EBSD分析の結果からコールドスプレー皮膜には多数のひずみが存在していた。粉末は $\gamma$ 相であったが、コールドスプレー皮膜は $\varepsilon$ 相であった。スプレー中に応力誘起変態が起こった。硬さはこの皮膜中のひずみが原因であることが明らかとなった。

※原稿受付 2012年11月14日

\* 地方独立行政法人岩手県工業技術センター (〒020-0852 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2)

\*\* 国立大学法人岩手大学工学部 (〒020-8551 岩手県盛岡市上田4-3-8)

\*\*\* 国立大学法人東北大学金属材料研究所 (〒980-8577 宮城県仙台市青葉区片平2-1-1)

\* Iwate Industrial Research Institute (3-35-2 Iiokashinden, Morioka, Iwate 020-0852, Japan)

\*\* Faculty Engineering, Iwate University (4-3-8 Ueda, Morioka, Iwate, 020-8551, Japan)

\*\*\* Institute for Materials Research, Tohoku University (2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai, Miyagi 980-8577, Japan)

## 1. 緒言

生体用材料のひとつであるCo-Cr-Mo合金に関する研究開発が盛んに行われている。一時期、Ni基超合金の登場でCo基合金の産業応用に関する研究開発は低調になったが、人工関節材料としての力学的特性の改良、熱処理の最適化、炭化物析出に関する基礎的な研究が展開されてきた。1990年代後半には人工股関節の臨床応用がなされ、耐食性、耐摩耗性などの優れた特性を有するCo-Cr-Mo合金が注目されるようになった。このような中で、より性能の優れたCo-Cr-Mo合金の開発が進められている<sup>1)</sup>。

一方、Co-Cr-Mo合金の優れた特性を一般産業へ応用するための取り組みも行われている。岩淵らは、射出成形機のスクリューへの応用について検討を行っており<sup>2)</sup>、成形時に射出成形材料から発生する腐食性ガスに対して優れた耐食性を示し、このことによって長寿命化が図れることを示している。この他にも多くの試作にトライをしており、一般産業への応用についても盛り上がりを見せている。

一般産業分野では、優れた材料特性を併せて、コスト低減のための取り組みが非常に重要である。Co-Cr-Mo合金では、主要元素がどれも高価な希少金属である、熱間鍛造で成形を行うために製品形状に制限がある、高硬度であるために機械加工に時間がかかるなどコスト低減のための解決すべき課題が山積している。

表面改質技術のひとつである溶射法は加工速度が速く、金属、サーメット、セラミックスなどほとんどの材料のコーティングができるために製鉄、電力、自動車産業などの多くの産業で使用されている。

溶射法ではコーティングする材料をプラズマや燃焼炎などの熱源を利用して加熱しながら基材に吹き付けてコーティングを行う技術である。そのため一部の溶射法を除いて原料の酸化や相変換等が起こり、得られた皮膜もこれらの混合皮膜となり、皮膜組織は粉末冶金のように均一な組織ではないという課題がある。酸化については、減圧プラズマ溶射法によって防止はできるものの、作業性が劣り、熱ピンチ効果によって細く絞られたプラズマに投入された材料は、熱的な影響を受ける。このような中、新しいコーティング方法であるコールドスプレー法が近年非常に注目を集めている。この方法は、金属やサーメットなどの粉末をHeなどのキャリアガスを使って特殊ノズルから音速以上に加速して、基材に吹き付けてコーティングを行う方法である<sup>3)</sup>。この方法では原料粉末を溶かさずにコーティングができるため、従来の溶射法のように材料の酸化や分解等が起きず均一な皮膜が得られる特徴がある。コールドスプレー装置は多くの装置が市販されているが、使用するガス圧力によって低圧型と高圧型に分類される。コスト低減という観点からは、ガス使用量の少ない低圧型が有利であるが、高圧型は、成膜量や原料粉末に関する自由度が広いなどの特徴を有しており、両者とも一長一短がある<sup>4)</sup>。

Co-Cr-Mo合金を溶射法で安価な基材表面に成膜できれば、

製品形状の自由度が上がり、高価な材料の使用量を低減できる。併せて摩耗した基材も補修して再利用できるようになると考えられ、コスト低減にもつながるものと期待される。しかしCo-Cr-Mo合金の溶射に関する研究はほとんど見当たらない。

そこで本研究では、Co-Cr-Mo合金粉末を種々の方法で溶射を行い、皮膜組織や硬さ等の基礎的な物性について検討を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

金属基材は、幅50mm、長さ60mm、厚さ5mmのSS400を使用した。使用に際しては、アセトンで洗浄した後、ブラスト処理を行い実験に供した。

使用した粉末外観のSEM写真をFig.1に示す。粉末は、ガスタマイズ法で製造した粉末で、外観の形状は球形をしている。溶射方法については後述するが、コールドスプレー法は25  $\mu\text{m}$ 以下の粒度、HVOF溶射法、プラズマ溶射法では、25～63  $\mu\text{m}$ の粒度の粉末を使用した。コールドスプレー法の粒度が小さいのは、大きな粒径の粉末では成膜できないためである。粉末は試験片のコーティングを行う前に、乾燥炉で十分に乾燥した後に実験に供した。

### 2.2 溶射方法

溶射はコールドスプレー法、HVOF溶射法、プラズマ溶射法の3種類について試験片を作製した。それぞれの溶射法の成膜条件をTable1～3に示す。コールドスプレー装置は、米国イノバティ社製の低圧型コールドスプレー装置であるKinetic Metallization System (KM-CDS)を使用した。プロセスガスとしてHeを使用した。プロセスガスは、スプレーガンのヒーターによって加熱され(以下、この温度をTCU設定温度、ガス圧力をTCUガス圧力と記す。)、急激に膨張しながら超高速のガス流となり、スプレーガン内のミキシングチャンパー内で粉末と混合され、超高速のガス流とともにノズルから噴出される。超高速に加速された原料粉末は、基材に向かって吹き付けられ皮膜が形成される。

HVOF溶射及びプラズマ溶射は、いずれもスルザーメテコ社製のダイヤモンドジェット溶射装置とF4-MBガンであ

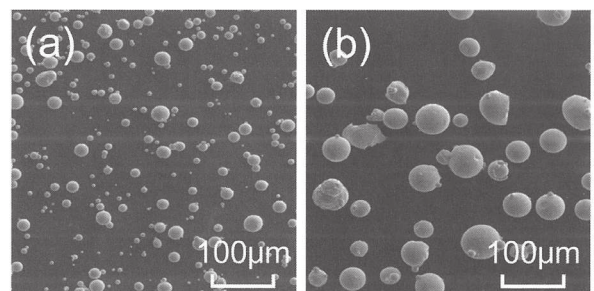


Fig.1 SEM photographs of used powders. Size: (a)-25  $\mu\text{m}$ , (b) 25-63  $\mu\text{m}$

Table 1 Cold spray conditions.

TCU gas pressure (MPa)	(He) 0.62
TCU gas temperature (K)	700K
Spray distance (mm)	15
Traverse velocity (mm/s)	50
Step (mm)	0.8
Powder feed rate (g/min)	15.6

Table 2 HVOF spray conditions.

Flow rate (L/min)/ Pressure (MPa)	O <sub>2</sub>	293 / 1.03		
	Propylene	79 / 0.69		
	Air	350 / 0.52		
Spray distance (mm)		175		
Traverse velocity (mm/s)		750		
Step (mm)		3		
Powder feed rate (g/min)		38		

Table 3 Plasma spray conditions.

Flow rate (L/min)/ Pressure (MPa)	Ar	50 / 0.52			
	H <sub>2</sub>	0.0 / 0.34	0.5 / 0.34	3.0 / 0.34	9.5 / 0.34
Current (A)		600			
Voltage (V)		38	52	60	76
Powder feed rate (g/min)		40			
Spray distance (mm)		140			
Traverse velocity (mm/s)		750			
Step (mm)		3			

る。HVOF 溶射では、プロピレン-酸素を燃料ガスとして使用し、溶射距離175mm、ステップ3mm、トラバース速度750mm/sで溶射を行った。プラズマ溶射では、作動ガスとしてArとH<sub>2</sub>を使用し、プラズマの出力を調整するために2次ガスのH<sub>2</sub>量を調整し、22.8, 31.2, 36.0, 45.6kWの4水準で溶射距離140mm、ステップ3mm、750mm/sで溶射を行った。いずれの溶射方法でも、スプレーガンは(株)安川電機製の6軸多関節ロボットに取り付け、プログラムによる自動方式でコーティングを行った。皮膜厚さは約250 μmになるようにパス数を調整した。

コールドスプレー皮膜では、皮膜の結晶構造等を明らかにするために熱処理を行った。熱処理は、(株)島津製作所製の真空電気炉を使用して、真空中で昇温速度10K/min、保持温度1073K、保持時間3hで行った。冷却は、炉冷である。

### 2.3 評価方法

成膜後の試験片は精密切断機で所定の大きさに切断し埋込樹脂に包埋後、自動研磨機で仕上げた皮膜断面をそれぞれ評価した。

皮膜断面組織観察及び分析は、日本電子(株)製フィールドエミッション電子プローブマイクロアナライザ(FE-EPMA) JXA-8530Fで行った。併せてこの装置に取り付けている(株)TSL製の結晶方位解析装置により粉末断面及びコールドスプレー皮膜断面の結晶方位解析を行った。この装置は、電子顕微鏡中に試料を70°傾けてセットし、そこに電子線を照射して発生する菊池パターンを解析することにより、その点の結晶方位や結晶系を決定する装置である<sup>5)</sup>。この測定を連続的に行うことで方位マッピング像のデータとなり、さらに粒界構造、結晶粒分布、極点図等々のデータとして定量的な解析もできる。結晶方位解析にあたっては、機械的な研磨による試料表面の歪みの影響を受けるため、試料作製は、(株)日本電子製クロスセクションポリッシャーでArイオンによる研磨処理を行った。皮膜の結晶構造を調べるために(株)リガク製のX線回折装置(RINT-2200V)を使用した。

溶射皮膜のマイクロビッカース硬さは、(株)ミットヨ製微小硬さ試験機を用いて試験荷重200gで測定を行った。

また、荒田式溶射皮膜試験装置ACT-JP 3型を用いて、皮膜のプラストエロージョン性を評価した。試験方法の概略図をFig.2に、試験条件をTable4に示す。プラスト材にはアルミナグリッド#54を使用し、噴射角度30°、一回あたりの噴射量70g、噴射時間60sで試験を行った。試験では初期摩耗を考慮して、摩耗減量が安定してから10回試験を行い、平均値を求めて評価した。

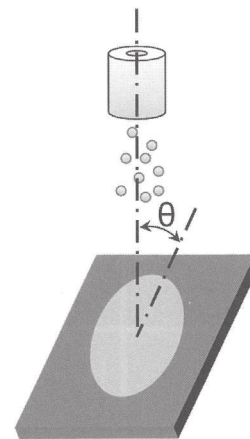


Fig.2 Schematic diagram of blast erosion test.

Table 4 Blast erosion test conditions.

material	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ( #54)
Pressure (kPa)	340
Flow rate (L/min)	296
Blast quantity (g)	70
Blast angle (°)	30

### 3. 実験結果

#### 3.1 Co-Cr-Mo 合金溶射皮膜の断面組織と硬さ

Fig.3にそれぞれの溶射法で成膜した皮膜断面の反射電子線像を示す。HVOF 溶射, プラズマ溶射では皮膜中に黒い酸化物と思われる組織が観察される。HVOF 溶射では, 皮膜中に半円状の組織が観察されるが, これは, HVOF 溶射では粒子速度が非常に速いため, 粉末は半溶融状態で基材に衝突して皮膜が形成されるためである。これに対してよりフレーム温度が高いプラズマ溶射では, 出力の低い条件で成膜した皮膜中には半円状の組織が認められるものの, 36kW以上の出力の高い条件では半円状の組織はほとんど認められず, 黒色と溶射皮膜特有のラメラ組織が観察される。HVOF 溶射皮膜でも, 半円状組織のまわりを中心として黒色の組織が観察されている。この黒色部分を分析したところ酸素の強度が高いことから, 酸化物相であると考えられる。これに対してコールドスプレー法で成膜した皮膜は, 若干の気孔が観察されているが, 黒色の酸化物相は観察されず緻密な皮膜が形成されている。このように皮膜組織では, 溶射材料に対するエネルギーの与え方によって異なる相構成の皮膜が得られる。すなわち運動エネルギーのみを与えるコールドスプレー法では酸化物を含まない皮膜組織となり, 運動エネルギーと熱エネルギーを与えるHVOF 溶射法, プラズマ溶射法では酸化物を含んだ皮膜組織となる。

次にそれぞれの皮膜のマイクロビッカース硬さ測定結果をFig.4に示す。皮膜のマイクロビッカース硬さは, コールドスプレーで成膜したものが520HVと最大値を示している。以下, HVOF 溶射法, プラズマ溶射法の順に硬さは低下傾

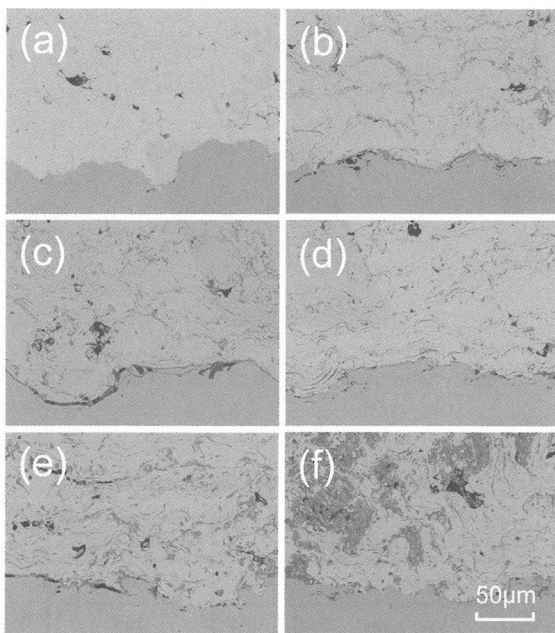


Fig.3 Back scattered electron images of cross section of each sprayed coatings.  
 (a):cold spray, (b):HVOF, (c)-(d):plasma, (c):22.8, (d) 31.2, (e) 36.0, (f) 45.6 (kW)

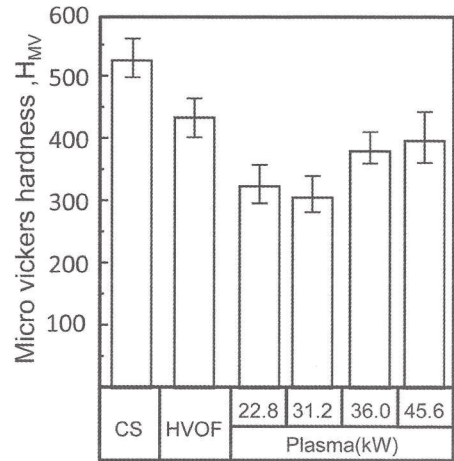


Fig.4 Micro vickers hardness of each sprayed coatings.

向を示すが, プラズマ溶射法では出力31.2kWで硬さが低下するが, 出力36.0kW以上では硬さが増加する傾向が認められる。これらの結果から溶射法によって皮膜の硬さが変化する原因が異なることが示唆された。

#### 3.2 プラズマ溶射 Co-Cr-Mo 合金溶射皮膜の硬さの影響因子

Co-Cr-Mo合金は, 熱間鍛造による強化によってas cast材に比べて, 強度, 伸びとも大幅な性能向上を図れることが知られている<sup>6)</sup>。コールドスプレー法は, 固体状態での成膜プロセスであり, 粒子が基材に衝突した時の変形によって多量の歪みが導入され, 機械的な性質が変化することが推察される。これに対してHVOF 溶射法やプラズマ溶射法は, 原料粉末に熱エネルギーを与えて粉末粒子を溶融または半溶融状態で吹き付けることによって成膜するプロセスであり, 多量の歪みが皮膜中に導入されることは考えにくい。そこでプラズマ溶射でプラズマ出力の増加によって硬さが上昇した原因について検討を行った。

Fig.5にプラストエロージョン試験結果を示す。若干のばらつきはあるものの, コールドスプレー法では, 46mm<sup>3</sup>, HVOF 溶射法では50mm<sup>3</sup>となっている。低出力のプラズマ溶射法による皮膜の摩耗減量は, 出力31.2kWの46mm<sup>3</sup>をピークとして, 出力36kW以上で成膜した皮膜の摩耗減量は, その他の皮膜に比べて100mm<sup>3</sup>前後と2倍以上の摩耗減量となっている。プラストエロージョン試験は, 皮膜中の粒子間結合度の影響を受けると言われている<sup>7)</sup>。出力31.2kWでは, 22.8kWと比較して原料粉末が良く溶けて成膜されたため, 皮膜内の粒子間結合度が強かったためであると推定される。高出力で成膜した皮膜中には, 大気中の酸素によって酸化された介在物が多量に含まれており, 酸化物相と金属相の間には, 冶金的な接合は無く, 粒子間の結合は弱い。そのためプラストエロージョン試験結果に影響を与えていると推察され

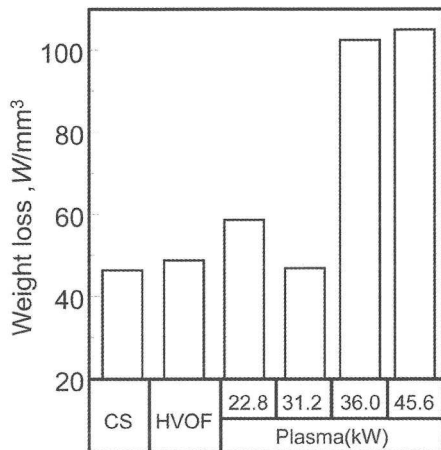


Fig.5 Results of blast erosion tests.

た. Fig.3の反射電子線像では, 出力の高い皮膜中に黒色の組織が多く観察されている. この黒色組織に注目して, プラズマ溶射した皮膜を電子顕微鏡で10カ所の写真を撮影し, 二値化によって黒色部分の全体に対する面積率を求めた. 尚, 二値化するにあたり, 気孔は除いている. この結果をFig.6に示す. この図から明らかなようにプラズマ出力と酸化物の面積率には相関が認められる. すなわち高出力のプラズマ溶射では, 皮膜中の酸化物量が増加して皮膜の硬さが上昇したと考えられる.

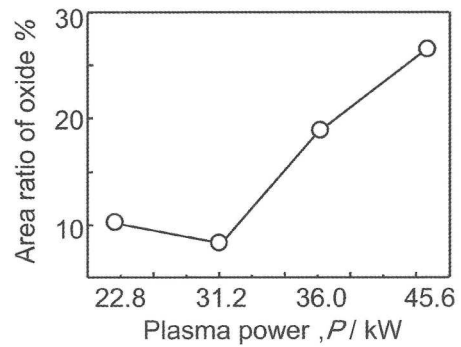


Fig.6 Relationship between plasma power and area ratio of oxide in plasma sprayed coatings.

### 3.3 コールドスプレーした Co-Cr-Mo 合金溶射皮膜組織

次に運動エネルギーのみで成膜されるコールドスプレー皮膜の硬さが高い原因について検討を行った.

コールドスプレーした Co-Cr-Mo 合金溶射皮膜の組織的な検討を行うために結晶方位解析を行った. 比較のために原料粉末についても同様に解析を行った. Fig.7に原料粉末断面及びコールドスプレー皮膜断面のイメージオリティ (IQ) マップ及び逆極点図 (IPF) マップを示す. 結晶方位解析は, Co-Cr-Mo 合金の主要な相である  $\gamma$  相と  $\epsilon$  相について測定を行い, 両マップとも信頼性指数 (CI値) が高いとされる0.1

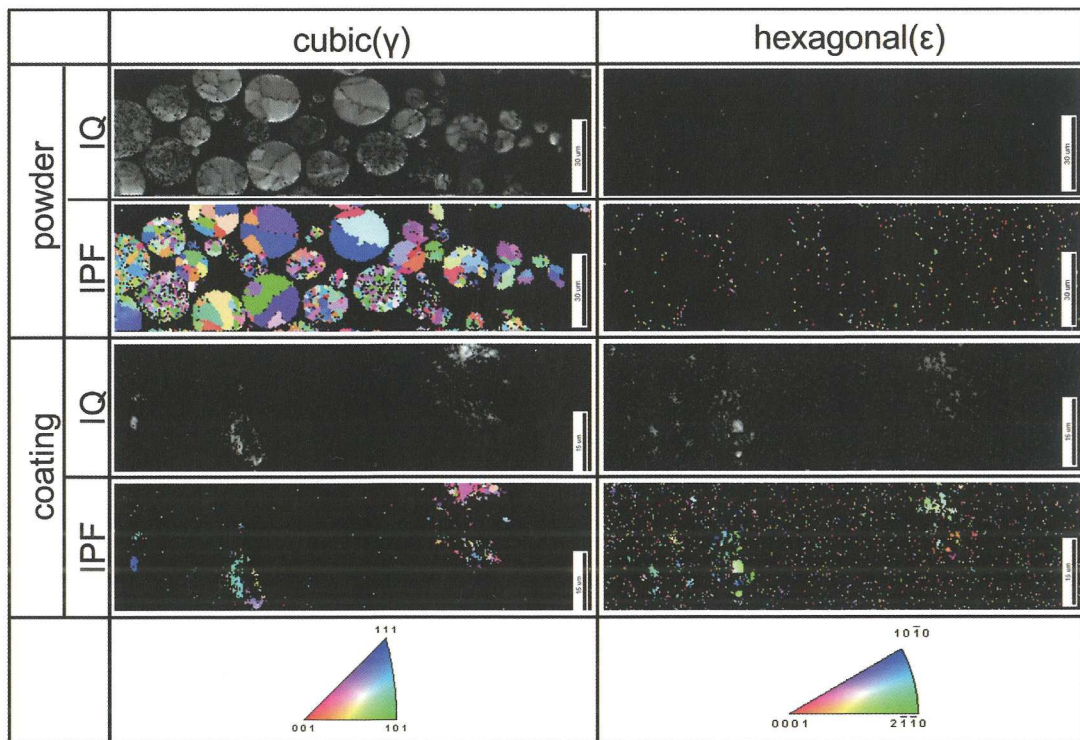


Fig.7 Image quality (IQ) maps and inverse pole Figure (IPF) maps of cross section of used powder and cold sprayed coating.

以上でフィルタリングをしている。この結果からわかるように粉末断面では、良好なIQマップが得られており、IPFマップに注目すると  $\epsilon$  相はほとんど認められず、ガスアトマイズ法で製造されている原料粉末は  $\gamma$  相のみからなっていることがわかる。これに対してコールドスプレー法で成膜した皮膜のIQマップでは、 $\gamma$  相、 $\epsilon$  相ともわずかな領域で像が得られているもののほとんどの領域では良好な像は得られなかった。測定時も菊池パターンはほとんど観察されなかった。結晶方位解析では、あらかじめ測定試料の結晶系情報を設定して測定を行う。そのため大きな歪みが入っているなど格子が設定した情報と異なるような場合は測定が難しい。原料粉末では測定ができていたこと、測定時に菊池パターンが観察されなかったことから成膜時の原料粉末の衝突によって大きな歪みが皮膜中に存在することが推察された<sup>5)</sup>。そこで熱処理を行った皮膜のX線回折測定を行った。その結果をFig.8に示す。比較のために原料粉末、未処理の皮膜の結果も併せて示す。原料粉末はすべて  $\gamma$  相からなっていてピークはシャープである。これに対してコールドスプレー皮膜は、 $\gamma$  相と  $\epsilon$  相から構成されていて、それぞれのピーク幅は広がっている。Co-Cr-Mo合金は応力誘起マルテンサイト変態によって  $\gamma$  相から  $\epsilon$  相に変態する。この結果は、コールドスプレーによる成膜時に粉末粒子の衝突による衝撃によって相変態が起こっていることを示している。皮膜の測定結果では、どのピークもブロードとなっていることから結晶性が悪く、そのため結晶方位解析では、明瞭な菊池パターン得られなかったと思われる。熱処理を行った結果に注目すると粉末では、 $\gamma$  相と  $\epsilon$  相からなっている。 $\gamma$  相からなるCo-Cr-Mo合金は973~1273Kの熱処理で  $\gamma$  相から  $\epsilon$  相に一部が変態

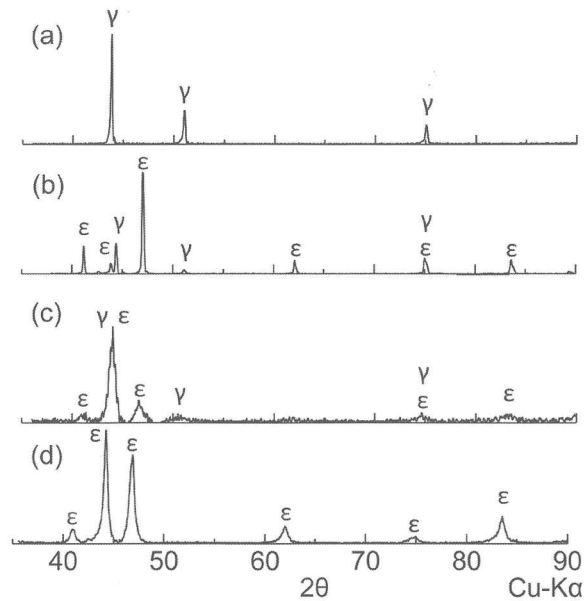


Fig.8 XRD patterns of used powder and cold sprayed coatings and their heat treated ones. (a) powder, (b) heat treated powder (1073K), (c) cold sprayed coating, (d) heat treated coating (1073K)

する。これに対して熱処理した皮膜は、 $\epsilon$  相のみから構成されている。このことは、コールドスプレーでは、成膜時の衝撃による応力誘起変態によってほとんどが  $\epsilon$  相に変化していることを示していると考えられる。

## 4. 考 察

3種類の溶射方法でCo-Cr-Mo合金皮膜を作製し、皮膜組織や硬さなどを調べた。3種類の溶射方法では、原料粉末に対するエネルギーは、コールドスプレーは運動エネルギーのみ、その他のHVOF溶射法、プラズマ溶射法は、運動エネルギーと熱エネルギーである。そのためHVOF溶射法、プラズマ溶射法では、得られた皮膜の相構成は、Co-Cr-Mo合金相の他に酸化物を含んだものとなる。硬さについては、コールドスプレー法で成膜したものが最大値を示し、プラズマ溶射法では出力の上昇に伴って、硬さは高くなる傾向を示した。これらの皮膜硬さの影響因子についてまとめたものをFig.9に示す。すなわち溶射のフレームによって溶融し大気中の酸素と反応して生成した酸化物を含む皮膜については、酸化物の含有量が硬さへ影響を与える。これに対してコールドスプレー法で成膜した皮膜は、固体プロセスで成膜されており、成膜時の衝撃による応力誘起変態によって多量の歪みを含んだ皮膜となることで硬さが上昇する。産業応用の観点から考えるとコールドスプレー法は、まだ発展途中のプロセスであること、粉末粒度が細かいものを使用するために原料コストが高いこと、逆にプラズマ溶射では、酸化物を多量に含んだ皮膜となり、粒子間結合度も高くないことを考慮すれば、現時点では、HVOF溶射法が最適な溶射方法と考えられる。

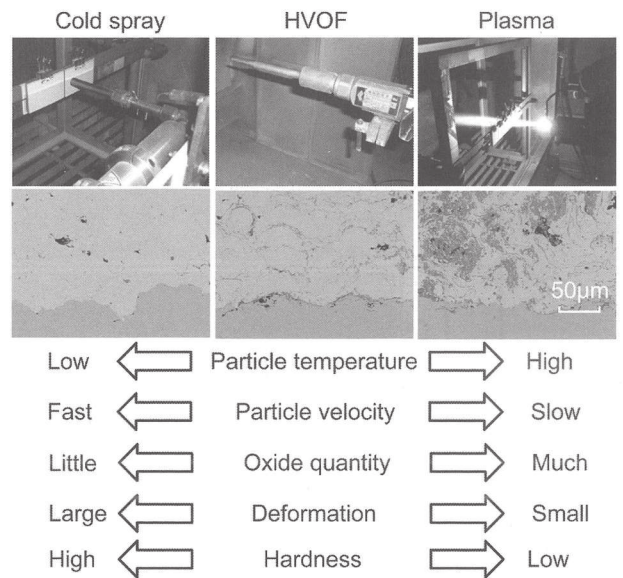


Fig.9 Schematic diagram of influential factor for micro vickers hardness of Co-Cr-Mo coatings in each spray methods.

## 5. 結 言

Co-Cr-Mo 合金粉末を種々の溶射法で皮膜を作製し評価を行った。得られた結果を要約すると以下のとおりである。

- (1) コールドスプレー法で成膜した皮膜は、酸化物を含まない均一な組織となっており、マイクロビッカース硬さも最大値が得られた。
- (2) プラズマ溶射では、出力の上昇に伴って硬さが上昇する傾向が認められた。硬さと酸化物の量は相関があり、酸化物の量が増えることによって硬さが上昇する。
- (3) 原料粉末は  $\gamma$  相のみから構成されていた。コールドスプレー法で成膜した皮膜は、成膜時の衝撃による応力誘起変態によってほとんどが結晶性の悪い  $\epsilon$  相となる。そのため結晶方位解析では、明確な結果を得ることは難しいが、1073Kで熱処理することによって  $\epsilon$  相単体の方位マップが得られた。
- (4) それぞれの溶射に使用する粉末粒度や硬さなどを考慮すると Co-Cr-Mo 合金粉末溶射はHVOF溶射法が最適であると思われる。

## 謝 辞

本研究を実施するにあたりご協力いただいた岩手県工業技術センター研究スタッフ佐藤恵氏、岩手大学工学部4年鈴木理樹也君（当時）に感謝いたします。

本研究は、文部科学省地域イノベーションクラスタープログラムにより実施したものである。ここに記して、関係各位に謝意を表します。

## 文 献

- 1) 千葉晶彦:生体用Co基合金の高機能化, あたりあ, **46**, 3 (2007), 9-12.
- 2) 柳原圭司, 岩淵明, 千葉晶彦, 桑嶋孝幸, 山崎雅広, 小松国夫, 鈴木勝也: PFA用高耐食・高耐摩耗スクリュー・シリンダの開発, 成形加工シンポジア '11 講演概要, 163-164 (2011).
- 3) 榊 和彦: コールドスプレーの概要ならびにその軽金属皮膜, 軽金属, **56**, 7 (2006), 376-385.
- 4) 深沼博隆: 高温・高圧コールドスプレー装置の開発, 溶射, **47**, 4 (2010), 179-188.
- 5) 鈴木誠一: EBSD読本, (株)TSLソリューションズ, 技術資料.
- 6) 千葉晶彦: Co-Cr-Mo 合金, バイオマテリアル, **23**, 2 (2005), 1-7.
- 7) 桑嶋孝幸, 高橋幾久雄, 富田友樹, 大森 明: HVOF-YAG レーザハイブリッド溶射法で作製された WC-12mass%Co 皮膜の硬さに及ぼすレーザ出力の影響, 高温学会誌, **27**, Supplement (2001), 269-273.



# コールドスプレー法で成膜した 可視光応答型光触媒皮膜の光触媒特性\*

桑嶋 孝幸\*, 安岡 淳一\*\*, 佐藤 恵\*, 平野 高広\*, 河田 裕樹\*\*\*

## Photocatalytic Properties of Visible-light Photocatalytic Coating by Cold Spray Technique\*

Takayuki KUWASHIMA\*, Jyunichi YASUOKA\*\*, Megumi SATO\*, Takahiro HIRANO\*, Hiroki KAWATA\*\*\*

Agglomerated visible-light photocatalytic powder was sprayed by cold spray equipment on an Aluminum (JIS A-1100) substrate. DYMET 412k manufactured by OSPC was used as cold spray equipment and the process gas was compressed air. The powder was prepared by the spray dry method. The primary particle size of TiO<sub>2</sub>, MPT-623 made by ISHIHARA SANGYO KAISHA, LTD. was about 20 nm and rutile phase. Also ST-41 powder that could absorb ultraviolet light was used to compare with coating properties. The crystal phase was anatase. Phase transformation and grain growth of both powders didn't observe after cold spraying and provided antimicrobial and deodorization effects. Although their coating thickness was about 5 μm, photocatalytic properties were superior to HVOF sprayed coatings.

It was indicated that cold spraying was useful method to deposit photocatalytic powder.

**Keywords** : Cold spray, visible-light photocatalyst, microstructure, deodorization, antibacterial

### 1. 緒言

光触媒材料は表面への光の照射によって表面が活性化し、防汚性、抗菌性などの特性が得られることから、環境問題への関心の高まりを背景に、注目されている材料の一つである。この材料は比較的低濃度の有害物質をゆっくりとエネルギーをあまり消費せずに安全に分解できる特徴がある<sup>1)</sup>。従来多く用いられてきたアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> は 350nm 付近の紫外線領域で効果を発揮するが、近年では可視光領域で光触媒特性が得られるよう研究開発が盛んに行われている<sup>2,3)</sup>。

光触媒材料の応用分野として、村上らはセラミックス多孔体表面にアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> を塗布したフィルタによるホルムアルデヒドやトルエン等の除去特性等を検討し有効性を報告している<sup>4,5)</sup>。砂田らは光触媒材料の農業分野への応用として TiO<sub>2</sub> を塗布したセラミックスフィルタや TiO<sub>2</sub>-シラスバルーン等を用いて植物の生育阻害物質を分解できることを報告している<sup>6)</sup>。大規模なものとしては、新千歳空港ターミナルでの光触媒空気浄化システム実証試験などが行われてお

り<sup>7)</sup>、空気中の浮遊菌が減少したとの報告もある。このように光触媒材料は非常に幅広い分野での応用が期待されている。

光触媒材料は粉末状または液体の状態であり、製品へ応用するためには何らかの方法で基材に固定化する必要がある。固定化に際しては、基材との密着強度が弱いと耐久性が劣るために容易に剥離しないだけの密着力が必要である。また、分解能力を高めるためには、有害物質との接触面積はできるだけ広い方が良く、多孔質であるほうが有利であると考えられる。

基材表面への成膜方法に関して、宮坂は微粒子ピーニング法で金属チタン粉末を圧縮エアで高速噴射した衝突部分で TiO<sub>2</sub> 皮膜が形成されることを報告している<sup>8)</sup>。田村らはイオンプレーティング法によるステンレス基材上への表面微細ステップ構造をもつ光触媒皮膜の形成について報告を行っている<sup>9)</sup>。溶射法による光触媒皮膜の成膜に関しては、桜田が低温溶射法による光触媒皮膜の殺菌効果に関する開発を行っている<sup>10,11)</sup>。それによれば低温溶射法では PET 不織布上な

※原稿受付 2014年1月7日

\* 地方独立行政法人岩手県工業技術センター (〒020-0857, 岩手県盛岡市北飯岡2-4-25)

\*\* パウレックス(株) (〒376-0101 群馬県みどり市大間々町大間々1719)

\*\*\* 国立大学法人岩手大学人文社会科学部 (〒020-8551 岩手県盛岡市上田3-18-34)

\* Iwate Industrial Research Institute (2-4-25 Kitaiioka, Morioka Iwate, 020-0857 Japan)

\*\* Powlex Co., Ltd (1719 Oomama, Oomamamachi, Midori, Gunma, 376-0101 Japan)

\*\*\* Faculty of Humanities and Social Sciences, Iwate University (3-18-34 Ueda, Morioka, Iwate, 020-8551 Japan)

どに光触媒皮膜を形成でき、アナターゼ型の結晶が25%存在することを明らかにしている。安岡らはジェットコート溶射法による成膜に関して、原料粉末の一次粒径サイズを変化させながら溶射による熱的な影響を考慮した溶射条件の最適化を行い、結晶子サイズやアナターゼ残存率について検討し、熱的な影響をできるだけ抑えながら光触媒皮膜を形成できることに成功している<sup>12)</sup>。

溶射法での光触媒成膜では、結晶構造がアナターゼ相からルチル相への変態や粒成長による性能の低下などが課題であるといわれている<sup>13)</sup>。光触媒材料を応用するためには、何らかの方法で基材に固定化すること、溶射法では熱的な影響をできるだけ抑えながら成膜することが重要である。

溶射法では材料を基材に吹き付けてコーティングを行うために、皮膜表面には数十から数百 $\mu\text{m}$ 程度の起伏があり、皮膜中には数パーセントの気孔を含んでいる。光触媒材料は物質との接触によって効果を発揮することから、接触面積が大きい方が良く、溶射法は光触媒材料のコーティング方法として適した方法である。反面、プラズマや燃焼炎などの熱源で原料粉末を加熱して、基材に吹き付けながら成膜するため、熱的な影響を完全に抑えることは難しい。近年原料粉末を高速で吹き付けて成膜を行うコールドスプレー法が注目されている。この方法では、原料粉末はプラズマ溶射法や高速フレーム溶射法と比較して熱的な影響はほとんど無く、緻密で固体状態で成膜されるので酸化物などを含まない皮膜を形成できる。しかしセラミックス材料の成膜は非常に難しい。光触媒材料の成膜に関しては、Guan-Jun Yangらが高压型コールドスプレー法によるアナターゼ型 $\text{TiO}_2$ 粉末の成膜について<sup>14)</sup>、山田らが凝集酸化チタン粉末による成膜について報告を行っている<sup>15)</sup>。しかし、スプレードライ法などその他の方法で製造された粉末を使った報告はほとんど見当たらない。より広い産業分野への応用のためには、比較的成本の安い低压型コールドスプレー法での成膜方法の開発や可視光応答型光触媒成膜技術の確立が重要であると思われる。

そこで本研究では、スプレードライ法で作製した可視光応答型光触媒粉末を、コールドスプレー法でプロセスガスとして空気を使用して成膜し、得られた光触媒プレートの皮膜組織、抗菌性やガス分解特性について検討を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

金属基材は、幅50mm、長さ100mm、厚さ3mmの純Al (JIS A1100) 板を使用した。使用に際して、アセトン洗浄のみを行い、基材表面を粗面化するブラスト処理は行わなかった。使用した粉末は(株)石原産業製の可視光応答型光触媒粉末であるMPT-623を原料として、スプレードライ法によって造粒したものを使用した。造粒した粉末外観と粉末表面のSEM写真を後述するアナターゼ型光触媒粉末である(株)石原産業製ST-41と共にFig.1に示す。粉末表面のSEM写真(c)

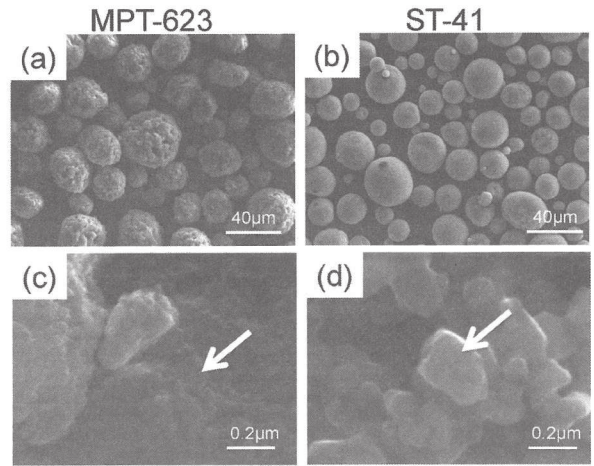


Fig.1 SEM photographs of used powders. (a), (b) : overview, (c), (d) : surface

と(d)の比較からMPT-623の一次粒径はST-41と比較して非常に細かいことがわかる。

スプレードライは(株)坂本技研製のディスク式を用いて、固形分濃度25mass%、固形分1kgあたり、ポリビニルアルコール(PVA)添加量0.3kgで行った。スプレードライした粉末は、分級して粒度範囲10~45 $\mu\text{m}$ にして使用した。これらの粉末のX線回折結果を後述する皮膜の結果と共にFig.7に示す。MPT-623はルチル型、ST-41はアナターゼ型粉末である。MPT-623は可視光下で高い活性を示すよう白金化合物処理された粉末である。

### 2.2 成膜方法

コールドスプレー装置は、ロシアOCPS社製のDYMET 412kを使用した。成膜はスプレーガン(株)安川電機製の6軸多関節ロボットに取り付け、プログラムによる自動方式でコーティングを行った。スプレー条件をTable1に示す。プロセスガスとして空気を使用し、設定圧力0.5MPa、ヒータ設定はHighモード(吐出空気温度約750K)、スプレー距離15mm、ステップ2mm、トラバース速度200mm/sで成膜を行った。粉末供給量は、一定時間粉末を供給し、ホッパー内の粉末の重量変化から求めた。

比較のためにHVOF溶射法でも成膜して光触媒プレートを作製した。成膜条件をTable2に示す。HVOF溶射装置は、スルザーメテコ社製のダイヤモンドジェット溶射装置である。HVOF溶射では、プロピレン酸素を燃料ガスとして使用し、溶射距離175mm、ステップ3mm、トラバース速度750mm/sで溶射を行った。使用した粉末供給装置は、天秤式で消費している粉末量が表示されるもので、これにより供給量を調整した。

### 2.3 評価方法

コールドスプレー光触媒皮膜は非常に薄かったため皮膜表面の観察及び分析を行った。観察用試料は、成膜後の光触媒プレートを精密切断機で15mm $\times$ 10mmの大きさに切断して

Table 1 Cold spray condition.

Air pressure (MPa)	0.5
Spray distance (mm)	15
Traverse velocity (mm/s)	200
Step (mm)	2
Powder feed rate (g/min)	1

Table 2 HVOF spray condition.

Flow rate (L/min) /Pressure (MPa)	O <sub>2</sub>	293 / 1.0
	Propylene	79 / 0.69
	Air	350 / 0.52
Spray distance (mm)		175
Traverse velocity (mm/s)		750
Step (mm)		3
Powder feed rate (g/min)		38

超音波洗浄した後、カーボン蒸着して観察及び分析を行った。観察及び分析は、日本電子(株)製フィールドエミッション電子プローブマイクロアナライザ(FE-EPMA)JXA-8530Fを使用した。皮膜の結晶構造解析はブルカー・エイエックスエス(株)製の粉末X線回折装置(D8 DISCOVER)で測定を行った。MPT-623はルチル相,ST-41はアナターゼ相からなっており、ルチル相は(110)面,アナターゼ相は(101)面のピーク強度から(1)式に示すScherrerの式によって結晶子サイズを計算した。

$$t = \frac{0.9 \lambda}{B \cos \theta_B} \quad \dots\dots (1)$$

t (nm) : 結晶子サイズ  
 B (rad) : 半値幅  
 λ (nm) : エックス線の波長  
 θ B (rad) : ブラッグ角

光触媒性能の評価として抗菌試験とガス分解実験を行った。抗菌試験は、JIS R 1702 ファインセラミックス-光照射下での光触媒抗菌加工製品の抗菌性試験方法・抗菌効果に準じて試験を行った。光触媒プレートの大きさは50mm×50mmで、これをシャーレに入れて使用した。使用細菌は*E. coli*(大腸菌)で、1mlあたり約10万個の菌数に調整した菌液0.15mlに生理食塩水1mlを添加した溶液を光触媒プレート表面に滴下して、アナターゼ型光触媒であるST-41はブラックライト(パナソニック(株)製FL20S-BL-B)を、可視光応答型光触媒であるMPT-623は蛍光灯(東芝ライテック(株)製FL20SD)をそれぞれ2本光源として2時間照射した。照明ランプと光触媒プレートの距離は100mmである。所定の時間

照射後、菌液を回収して寒天培地で培養を行い、コロニー数から抗菌性の評価を行った。抗菌性はコロニー数が基材のみの結果と比較して100分の1以下となる場合に抗菌性有りと判定した。

次にガス分解特性評価方法について述べる。ガス分解実験装置の外観写真をFig.2に示す。容器は、内寸250mm×250mm×95mm(容量約6ℓ)の亚克力製真空デシケータを使用した。この容器に光源となるランプと光触媒プレートを入れて密閉した試験を行った。使用した光源は波長405nm及び365nmのLEDライトである。

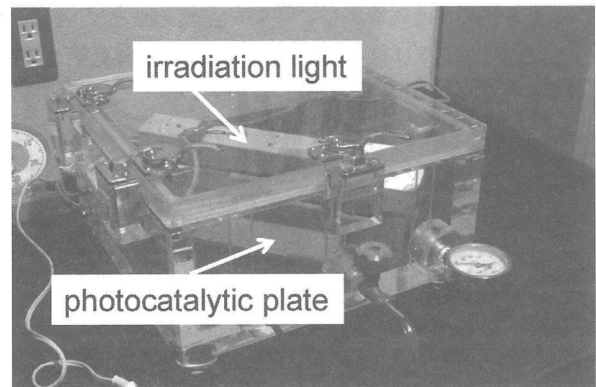


Fig.2 Overview of vessel for gas decomposition test.

ガス分解評価試験では、アセトアルデヒドを使用した。試験ではアセトアルデヒド溶液をマイクロピペットにより15μℓ秤量したものを真空デシケータ内に固定したろ紙に滴下した。直後にフタを閉めて密閉容器内で自然に気化させた。初期濃度は約100ppmである。分解評価実験を行うにあたり、光触媒効果がでない状態、すなわちランプを点灯しない状態でデシケータ内のガス濃度を測定し、十分に気化及び吸着してデシケータ内のガス濃度が一定になる時間を調べたところ20minであった。そのためガス濃度変化は20min経過後から測定を行った。照明と光触媒プレート表面との距離は約30mmである。濃度測定には、(株)ガステック製のガス検知管92Mを使用した。

測定したガス濃度を(2)式で評価した<sup>16)</sup>。この式ではアセトアルデヒド濃度が初期濃度の1/eに分解する時間を光触媒評価値τと定義しているが、このτ値を用いて光触媒特性の評価を行った。このτ値が低いほど光触媒活性は高いことを示している。

$$\ln \frac{C}{C_0} = -\frac{t}{\tau} \quad \dots\dots (2)$$

C<sub>0</sub> : 初期濃度  
 C : 各照射時間後の測定濃度  
 t : 照明照射時間 (s)  
 τ : 光触媒特性値 (s)

### 3. 実験結果

#### 3.1 皮膜の付着状態

Fig.3にスプレーした基材外観の写真を示す。比較のためにHVOF溶射した試験片の写真も示す。皮膜厚さは両者とも薄く、成膜前後の試験片厚さをマイクロメーターで測定した膜厚は、HVOF溶射皮膜が15 μm程度であったのに対してコールドスプレー皮膜は5 μm程度であった。Fig.4～6に表面のSEM写真を示す。Fig.4のHVOF溶射皮膜表面は凹凸があるもののほぼ均一な皮膜が得られている。これに対してFig.5, Fig.6のコールドスプレーした皮膜はMPT-623, ST-41とも基材が所々露出している。MPT-623とST-41を比較するとMPT-623は粒状, ST-41は島状の表面形態となっており、付着している面積はST-41の方が多くなっていることが観察される。これらの結果から粉末の付着量はHVOF溶射したST-41, MPT-623が多く、次にコールドスプレーしたST-41で、コールドスプレーしたMPT-623は付着量が一番少なかった。コールドスプレーした皮膜の密着は機械的なアンカー効果によるものと推察され、観察前に切断、超音波洗浄を行っても脱落しない程度の密着力と思われる。

次に皮膜のX線回折測定結果をFig.7に示す。比較のために原料粉末の測定結果も併せて示す。ST-41のコールドスプ

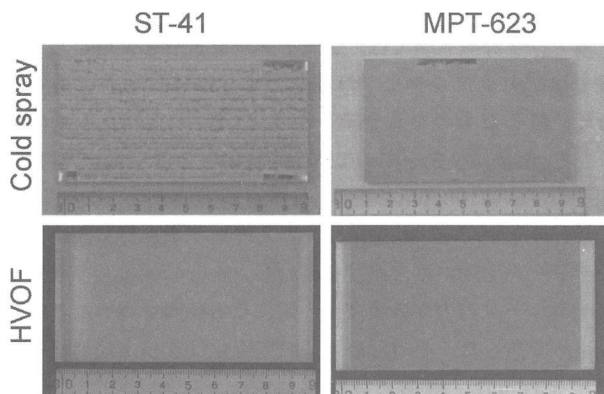


Fig.3 Overviews of sprayed substrate in each spray methods.

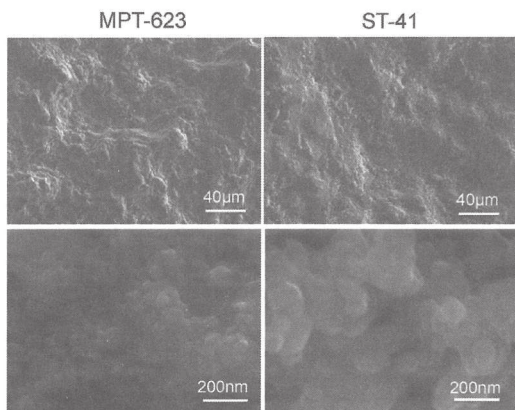


Fig.4 SEM photographs of surface of HVOF sprayed coatings.

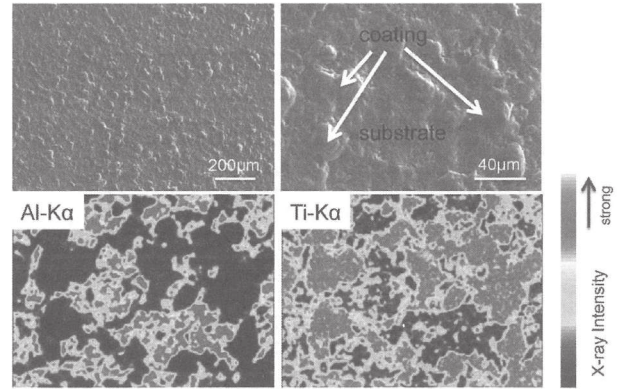


Fig.5 SEM photographs of cold sprayed coating using MPT-623 powder and the result of map analysis.

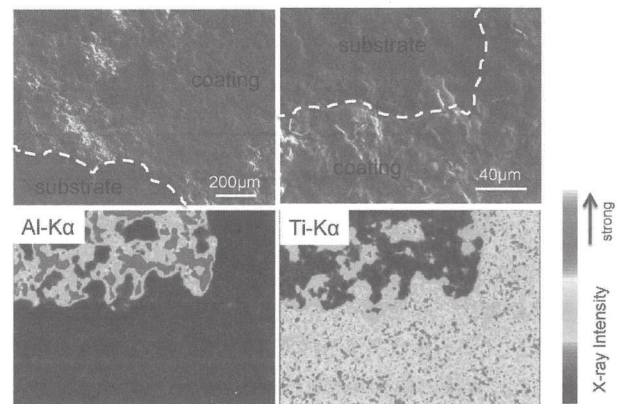


Fig.6 SEM photographs of cold sprayed coating using ST-41 powder and the result of map analysis.

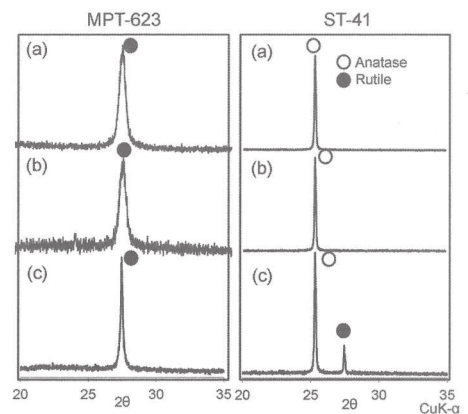


Fig.7 XRD patterns of used powders and sprayed coatings in each powders.  
(a): powder, (b): Cold spray coating, (c): HVOF coating

レー皮膜はアナターゼ相のみのピークが認められるがHVOF溶射皮膜は、フレームの熱影響によって変態したルチル相のピークも認められる。MPT-623を成膜した結果は、HVOF溶射、コールドスプレー両皮膜ともTiO<sub>2</sub>はルチル相のみのピークが認められる。アナターゼ相からなるTiO<sub>2</sub>は溶射の熱影響によって一部がルチル相に変態することが知られてい

るがMPT-623粉末はルチル相からなっているため結晶構造の変化は認められなかった。しかしHVOF溶射皮膜のピークは、原料粉末と比較してシャープになっておりフレームの熱影響があることが推察された。

### 3.2 溶射皮膜の抗菌性

抗菌試験結果をFig.8に示す。レファレンスとして、成膜しない基材のみも試験を行った。ST-41はブラックライトを、可視光応答型光触媒材料であるMPT-623は蛍光灯を照明として試験を行っている。

ブラックライトでの試験ではHVOF溶射で成膜した結果も示しているが、どちらの皮膜も菌は検出されなかった。コールドスプレーしたMPT-623皮膜の蛍光灯による試験でも菌数は、レファレンスが約60,000個、MPT-623皮膜が約400個とレファレンスの100分の1以下に減少しており、光触媒プレートの抗菌効果が認められた。これらのことから粒状の組織で皮膜が非常に薄いコールドスプレーしたMPT-623でも抗菌性を有していることが確認された。

光触媒プレートの製品化のためには、光源をLEDとすれば、装置の小型化、長寿命化などのメリットがあると思われる。そこで光源を紫外線LED(波長365nm)及び可視光LED(波長405nm)とし、更にガス分解性能について検討を行った。

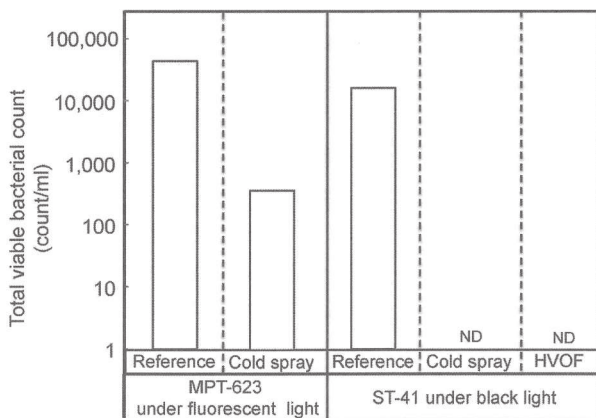


Fig.8 Results of antibacterial activity of photocatalytic coatings.

### 3.3 溶射皮膜のガス分解性能

初めに紫外線LEDでのアセトアルデヒドガス分解実験結果をFig.9に示す。初期濃度は100ppmである。溶射していない基材のみをデシケータに入れた実験では、ガス濃度の変化は認められなかった。光触媒プレートはコールドスプレー、HVOF溶射皮膜とも濃度低下が認められた。ガス検知管で測定できなくなるまでの時間は、コールドスプレーしたST-41皮膜で1.8ks, MPT-623皮膜で3ks, HVOF溶射したST-41皮膜で3.6ks, MPT-623皮膜で3ksとなり、コールドスプレーしたST-41皮膜の分解速度が速かった。

次に光源を405nmのLEDにした場合の分解実験結果をFig.10に示す。ST-41は紫外光のみで光触媒反応が起こるた

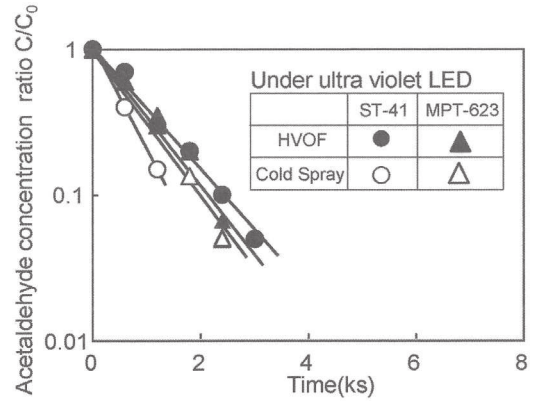


Fig.9 Relationship between time and acetaldehyde concentration ratio  $C/C_0$  under ultra violet LED in each sprayed coatings.

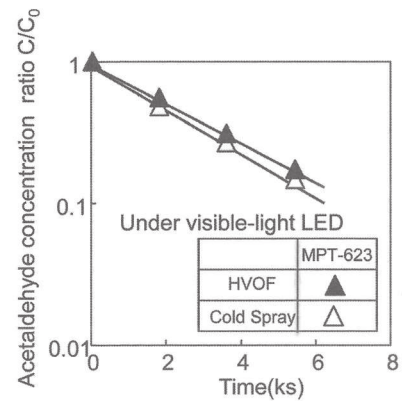


Fig.10 Relationship between time and acetaldehyde concentration ratio  $C/C_0$  of visible-light photocatalytic plates under visible LED.

め、このLEDではガス濃度変化は認められなかった。可視光応答型であるMPT-623では、ガス濃度の減少が認められ、ガス検知管で測定できなくなるまでの時間はコールドスプレー皮膜が5.4ks, HVOF溶射皮膜が7.2ksとなり、わずかであるがコールドスプレー皮膜の分解速度が速かった。基材表面のSEM写真から基材への粉末付着量はHVOF溶射皮膜と比較してコールドスプレー皮膜の付着量が少ないことを考慮すれば、分解能力はコールドスプレー皮膜の方が高く、均一な成膜ができれば、さらに分解性能の向上が期待できると思われる。

今まで評価した条件での各皮膜の光触媒特性値  $\tau$  をFig.11に示す。LEDに関しては、紫外線LEDの  $\tau$  値が低くなっている。これは波長が短く光触媒皮膜表面がより光活性になったためである。紫外線LED下の試験では、コールドスプレーしたST-41の  $\tau$  値が一番低く、これ以外はほぼ同等の結果となった。可視光LEDの結果は、コールドスプレー皮膜の方がHVOF溶射皮膜より低い  $\tau$  値となっている。これらの結果からコールドスプレーによる光触媒皮膜の成膜は、低コストで光触媒材料を固定化できる有効な方法であると考えられる。

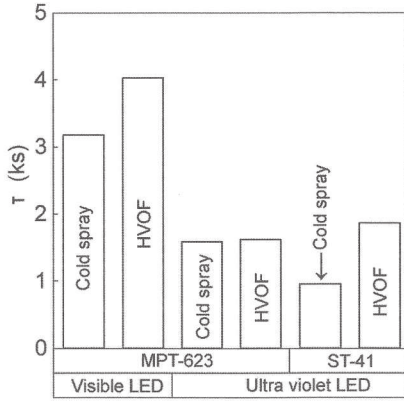


Fig.11 Results of photocatalytic degradation time in each decomposition gas examinations.

### 4. 考察

溶射法で光触媒活性の高いプレートを作成するためには、フレームの熱影響をできるだけ抑えて、結晶型の変化や結晶粒の成長を抑えながら成膜することが重要である。アナターゼ型 TiO<sub>2</sub> の HVOF 溶射皮膜は、フレームによる熱影響でアナターゼ相から一部ルチル相への変態が認められた。熱影響のほとんど無いコールドスプレー法で成膜した皮膜はアナターゼ相のみからなっており、両者のガス分解特性を比較するとコールドスプレー法で成膜したプレートの分解速度が速かった。

可視光応答型光触媒材料である MPT-623 の成膜では、コールドスプレー法による皮膜は、粒状組織となっており、付着率は低いにもかかわらず、ガス分解特性は HVOF 溶射した皮膜よりも少し高かった。X線回折の結果から Scherrer の式によって結晶子サイズを計算した結果を Fig.12 に示す。アナターゼ相は (101) 面、ルチル相は (110) 面のピークから計算をしている。比較のために粉末の測定結果も併せて示す。ST-41 粉末の結晶子サイズは約 50nm で成膜してもほとんど変化せず、また、溶射法による差はほとんどない。これに対して MPT-623 は溶射法によって結晶子サイズに差が認めら

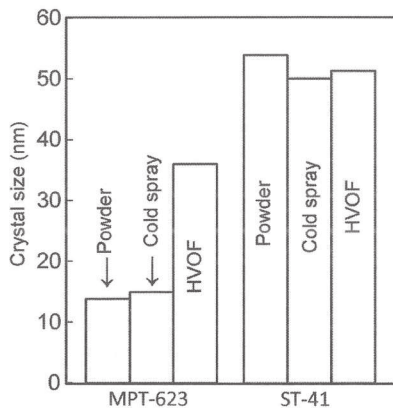


Fig.12 Crystal size of used powders and sprayed coatings.

れる。すなわち原料粉末で 14nm であったものが、HVOF 溶射皮膜では 36nm と 2 倍以上大きくなっているのに対して、コールドスプレー皮膜は 15nm とほとんど変化していない。著者らは一次粒径の異なるアナターゼ型 TiO<sub>2</sub> 造粒粉末を種々の温度で熱処理して結晶構造変化を調べた。それによれば、一次粒径が小さいほどアナターゼからルチルへ結晶構造が変化する温度は低下し、また、変化する割合も大きくなる<sup>17)</sup>。結晶子サイズは小さいほど光触媒活性が高く、溶射による成膜ではフレームの熱影響による結晶粒成長や結晶構造の変化も少ないことが望ましい。光触媒皮膜の有害物質等の分解は、皮膜表面での接触部分でのみ反応が起きるため、皮膜厚さが薄くても十分であると考えられる。コールドスプレー皮膜組織は粒状となっており、均一な成膜への改良が必要であるものの結晶粒成長や結晶型の変化を抑えながら光触媒材料を成膜する有効な方法である。また、粉末構造等の最適化等によって均一な皮膜組織が得られれば、プレートの分解性能が期待できる。

### 5. 結言

低圧型コールドスプレー装置による可視光応答型光触媒材料の成膜及び抗菌性、ガス分解特性について検討を行った。得られた結果を要約すると以下のとおりである。

- 1) 低圧型コールドスプレー装置で造粒した光触媒粉末の成膜を検討した結果、膜厚が薄いものの成膜が可能で、その皮膜は光触媒特性を示した。
- 2) 低圧型コールドスプレーによる可視光応答型光触媒皮膜は、結晶子サイズの変化や結晶型の変化は認められず、また、その皮膜組織は粒状であった。
- 3) 粉体設計の検討などによって均一な組織となるようさらに検討が必要であるが、低圧型コールドスプレーによる光触媒皮膜の成膜は、低コストでプレートを製造できる有効な手段である。

### 謝辞

本研究は、農林水産省「農林水産業・食品産業科学技術研究推進事業」(実施期間：平成 23～25 年度、採択番号：23061) により実施したものである。ここに記して、関係各位に謝意を表します。

### 文献

- 1) 吉本哲夫：光触媒の固定化法，表面技術，50, 3 (1999), 242-246.
- 2) 多賀康訓：可視光光触媒研究開発の現状，まてりあ，47, 2 (2008), 67-71.
- 3) 西島一元，横野照尚：酸化鉄ナノ粒子担持可視光応答型二酸化チタンの開発と性能評価，粉体工学会誌，44, 9 (2007), 664-672.
- 4) 村上栄造，河野仁志，堀 雅宏：光触媒空気清浄機の構成と運転によるトルエンの除去特性，におり・かおり環境学会誌，39, 1 (2008), 1-9.

- 5) 村上栄造, 河野仁志, 堀 雅宏, 小野大介: TiO<sub>2</sub>/光触媒フィルタによるホルムアルデヒドの除去特性, におり・かおり環境学会誌, **37**, 1 (2006), 23-32.
- 6) 砂田香矢乃, 橋本和仁: 農業への光触媒反応の利用, 農業機械学会誌, **71**, 6 (2009), 4-8.
- 7) 栗屋野伸樹: 新千歳空港ターミナルでの光触媒浄化システムの実証試験, 光機能材料研究会第39回研究会概要, (2012).
- 8) 宮坂四志男: FPB処理による光触媒効果の発現とその応用, 精密工学会誌, **72**, 9 (2006), 1075-1078.
- 9) 田村元紀, 加藤敏朗: ステンレス波箔へのこう活性TiO<sub>2</sub>光触媒の成膜, 表面技術, **53**, 5 (2002), 357-358.
- 10) 桜田 司: 光半導体布による微生物の殺菌, 表面技術, **41**, 10 (1990), 1008-1011.
- 11) 桜田 司: 低温溶射法による光触媒殺菌, 表面技術, **49**, 5 (1998), 439-444.
- 12) 安岡淳一, 大森 明: アナターゼ型TiO<sub>2</sub>ナノ粒子造粒粉末の適用による光触媒溶射皮膜の創製, 高温学会誌, **30**, 6 (2004), 316-321.
- 13) 安岡淳一, 大森 明: アナターゼ型TiO<sub>2</sub>ナノ粒子造粒粉末を適用した光触媒TiO<sub>2</sub>溶射皮膜の相変態挙動と粒子成長制御, 高温学会誌, **30**, 6 (2004), 322-329.
- 14) Guan-Jun Yanga, Chang-Jiu Li, Feng Han, Wen-Ya Li, Akira Ohmori: Low temperature deposition and characterization of TiO<sub>2</sub> photocatalytic film through cold spray, Applied Surface Science, **254** (2008), 3979-3982.
- 15) 山田基宏, 中野裕美, 福本昌宏: コールドスプレー法における各種材料皮膜のアプリケーションとセラミックス成膜について, 溶射, **48**, 2 (2011), 59-63.
- 16) Iis Sopyana, Mitsuru Watanabe, Sadao Murasawa, Kazuhito Hashimoto, Akira Fujishima: An efficient TiO<sub>2</sub> thin-film photocatalyst: photocatalytic properties in gas-phase acetaldehyde degradation, Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, **98**, 1-2 (1996), 79-86.
- 17) 桑嶋孝幸, 安岡淳一, 河田裕樹, 太田利夫, 佐藤 一彦, 川崎 栄, 平野 高広, 佐藤 恵, 園田 哲也, 斎藤 貴, 平田 統一, 木戸場 結香, 佐藤 直人, 茂呂 勇悦: 廃棄カキ殻から製造したカキ殻粉末と複合化した光触媒溶射皮膜の組織と抗菌性, 粉体工学会誌, **50**, 4 (2013), 242-249.

# 座標測定機のスキヤニング測定\*

和合 健\*\*、池 浩之\*\*

座標測定機の連続的な倣い測定、所謂スキヤニング測定は、従来カーブ形状評価のみに使用されていたが、円や立方体など幾何形体の座標測定の高精度化や高速化に有利である。ここでは円筒型基準器についてスキヤニング測定を行い測定誤差について評価した。その結果、真円度では点測定とスキヤニング測定の差は平均値で0.0022mm となりスキヤニング測定の動的誤差は無視できるほど小さいことを確認した。

キーワード：座標測定機、スキヤニング測定、シリンダー形状測定物、分散分析

## Scanning Measurement by Coordinate-Measuring Machine

Takeshi Wago and Hiroyuki Ike

Scanning measurements made by coordinate-measuring machines (CMMs) are used to measure curve shapes and can make high-speed and high-precision measurements. In this paper we estimate measurement deviations for a scanning measurement made by a CMM. The difference, which is the mean between point measurements and scanning measurements, is 0.0022 mm, which is sufficiently small to be ignored.

key words : coordinate-measuring machine, scanning measurement, cylinder artifact, anova

### 1 緒言

座標測定機（以下、CMM という）の通常測定では、プロービングにより取得した1点毎の集まりである離散点により円、平面などの幾何学形状を計算で求めていた。従来、カーブ形状評価のみに使用されていた連続的な倣い(スキヤニング)測定は、円や立方体など幾何形体の座標測定の高精度化や高速化に有利である。

ここでは、産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会の共同研究としてパイロットラボが示すプロトコルに従い、ポイント測定とスキヤニング測定を同一の基準器で行い、それぞれの測定誤差について評価した。

### 2 実験方法

#### 2-1 測定装置

実験に使用した CMM は、型式が UPMC550-CARAT、メーカーは Carl Zeiss、ソフトウェアの OS は Windows XP、CMM のソフトウェア及びバージョンは UMESS-LX Ver1.0、最終メーカー校正日は平成 20 年 3 月 14 日である。CMM は門移動型の構造でプローブはパラレルツイン式である。CMM の指示誤差は  $MPE_E=0.8+L/600\mu\text{m}$ (L は測定長さ mm)である。

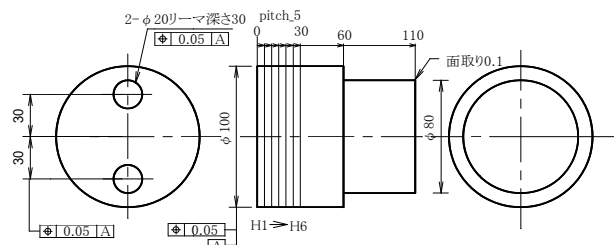


図1 基準器



図2 空間軸 Z+方向

図3 空間軸 X+方向

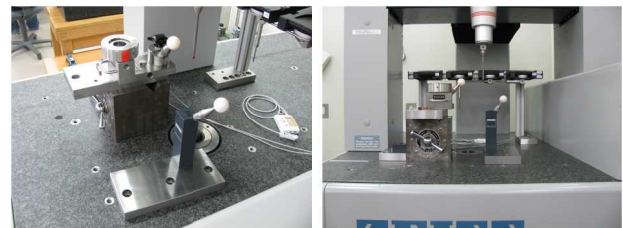


図4 球の保持方法

図5 球の高さ

\* 平成 22 年度 産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会（共同研究）

\*\* 材料技術部（現 素形材技術部）



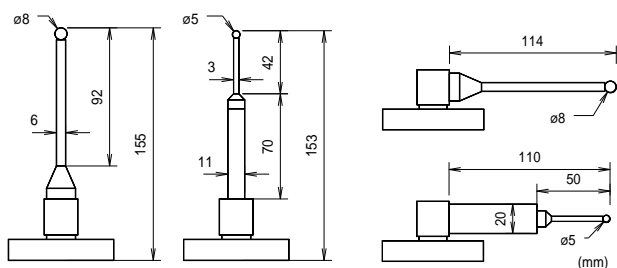


図6 スタイルスの向き

基準器は図1に示す円筒型で上端面から5mm間隔で異なる表面性状を付与したものでH1~H6まで6水準を与えた。基準器の材質はSKS3であり、チップ材質をルビーとした場合に溶着の恐れが無い。

2-2 測定技法

パイロットラボが示したプロトコルでの指示事項はすべて行われ、すべての測定をCNC自動測定で行った。円筒ワークピースの固定は、ワークピース材質が鉄系であることからマグネット治具により図2及び図3の形態で吸着固定した。マスター球の保持方法は、図4のとおり円筒ワークピースと同様にマグネット治具で吸着固定した。球測定で特に注意した点は、図5のとおりスタイルス校正時と同等のZ高さ位置になるように調整した点である。CMM定盤からのZ高さはマスター球が275mm、校正球が215mmであり、その差は60mmであった。図6に使用したスタイルスの向きを示す。チップ径はø8mmとø5mmの2水準とし、スタイルスの長さは同等に揃えた。

3 因子と水準

表1に因子と水準を示す。測定方法が円筒スキヤニングの測定値点数は、チップ径2種類×スキヤニング速度2種類×測定力2種類×スタイルスの向き2種類×円筒ワークピース材質2種類×測定高さ6箇所×測定の繰り返し3回で合計576点となる。測定方法が円筒ポイント測定の測定値点数は、スタイルスの向き2種類×円筒ワークピース材質2種類×測定高さ6箇所×測定の繰り返し3回で合計72点となる。測定方法が球スキヤニングの測定値点数は、チップ径2種類×スキヤニング速度2種類×測定力2種類×スタイルスの向き2種類×測定の繰り返し3回で合計48点となる。測定項目は、直径、真円度、中心座標X、中心座標Yとした。

4 ワークピースの温度及び温度測定方法

温度変動による熱膨張補正はCNCプログラム内に熱膨張補正コマンドを入れて自動で補正した。温度センサはワークピース表面の2箇所に設置した。測定中の温度をCMM定盤上にデータロガーをおいて測定周期10分で温度測定した結果、最大値19.4℃、最小値18.7℃、変動幅0.7℃、平均値19.0℃であった。環境温度の平均値が19.0℃であり標準温度の20℃から低めの温度環境となっ

ていたが、温度変動幅は全体を通して0.7℃であり良好な温度環境であった。

5 実験結果及び考察

5-1 分散分析

得られた直径、真円度、中心座標X、中心座標Yの4つの測定項目毎に分散分析<sup>1)</sup>を行い、表2に円筒スキヤニング(直径、真円度)、表3に円筒ポイント(直径、真円度)、表4に球スキヤニング(直径、真円度)の分散分析結果を示す。円筒スキヤニングと円筒ポイントの測定

表1 因子と水準

円筒スキヤニング		水準					
因子		1	2	3	4	5	6
A	チップ径(mm)	ø8	ø5	-	-	-	-
B	速度(mm/s)	5	10	-	-	-	-
C	測定力(N)	0.2	0.1	-	-	-	-
D	スタイルスの向き	Z軸	X軸	-	-	-	-
E	材質	S35C	SKS3	-	-	-	-
F	位置	H1	H2	H3	H4	H5	H6
G	繰り返し(times)	rp1	rp2	rp3	-	-	-

円筒ポイント		水準					
因子		1	2	3	4	5	6
A	チップ径(mm)	ø8	-	-	-	-	-
B	速度(mm/s)	一定	-	-	-	-	-
C	測定力(N)	0.2	-	-	-	-	-
D	スタイルスの向き	Z軸	X軸	-	-	-	-
E	材質	S35C	SKS3	-	-	-	-
F	位置	H1	H2	H3	H4	H5	H6
G	繰り返し(times)	rp1	rp2	rp3	-	-	-

球スキヤニング		水準		
因子		1	2	3
A	チップ径(mm)	ø8	ø5	-
B	速度(mm/s)	3	6	-
C	測定力(N)	0.2	0.1	-
D	スタイルスの向き	Z軸	X軸	-
E	繰り返し(times)	rp1	rp2	rp3

表2 円筒スキヤニング(直径)及び(真円度)の結果

円筒スキヤニング(直径)						(mm <sup>2</sup> )	
Factor	f	S	V	F	E(V)	σ (mm)	
A	チップ径(mm)	1	0.00	0.00001	2.46	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_A^2$	0.0002
B	速度(mm/s)	1	0.00	0.00000	0.05	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_B^2$	NaN
C	測定力(N)	1	0.00	0.00000	0.10	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_C^2$	NaN
D	スタイルスの向き	1	0.00	0.00000	1.27	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_D^2$	NaN
E	材質	1	0.00	0.00022	68.39	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_E^2$	0.0009
F	位置	5	2.34	0.46713	146251.4	$\sigma_e^2 + 96 \sigma_F^2$	0.0698
G	繰り返し(times)	2	0.00	0.00000	0.00	$\sigma_e^2 + 192 \sigma_G^2$	NaN
e	誤差	563	0.00	0.00000	-	$\sigma_e^2$	0.0018
T	合計	575	2.34	-	-	-	-

円筒スキヤニング(真円度)						(mm <sup>2</sup> )	
Factor	f	S	V	F	E(V)	σ (mm)	
A	チップ径(mm)	1	0.00	0.00004	28.23	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_A^2$	0.0004
B	速度(mm/s)	1	0.00	0.00000	0.14	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_B^2$	NaN
C	測定力(N)	1	0.00	0.00000	1.72	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_C^2$	NaN
D	スタイルスの向き	1	0.00	0.00000	0.91	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_D^2$	NaN
E	材質	1	0.00	0.00025	159.21	$\sigma_e^2 + 288 \sigma_E^2$	0.0009
F	位置	5	0.74	0.14879	95693.4	$\sigma_e^2 + 96 \sigma_F^2$	0.0394
G	繰り返し(times)	2	0.00	0.00000	0.03	$\sigma_e^2 + 192 \sigma_G^2$	NaN
e	誤差	563	0.00	0.00000	-	$\sigma_e^2$	0.0013
T	合計	575	0.75	-	-	-	-

表3 円筒ポイント（直径）及び（真円度）の結果

円筒ポイント(直径)						(mm <sup>2</sup> )
Factor	f	S	V	F	E(V)	σ (mm)
A チップ径(mm)	0	0.00	0.00000	0.00	$\sigma_e^2+72\sigma_A^2$	0.0000
B 速度(mm/s)	0	0.00	0.00000	0.00	$\sigma_e^2+72\sigma_B^2$	0.0000
C 測定力(N)	0	0.00	0.00000	0.00	$\sigma_e^2+72\sigma_C^2$	0.0000
D スタイラスの向き	1	0.00	0.00000	27.29	$\sigma_e^2+36\sigma_D^2$	0.0000
E 材質	1	0.00	0.00000	3.03	$\sigma_e^2+36\sigma_E^2$	0.0000
F 位置	5	0.29	0.05776	3.5E+07	$\sigma_e^2+12\sigma_F^2$	0.0694
G 繰り返し(times)	2	0.00	0.00000	2.36	$\sigma_e^2+24\sigma_G^2$	0.0000
e 誤差	62	0.00	0.00000	-	$\sigma_e^2$	0.0000
T 合計	71	0.29	-	-	-	-

円筒ポイント(真円度)						(mm <sup>2</sup> )
Factor	f	S	V	F	E(V)	σ (mm)
A チップ径(mm)	0	0.00	0.00000	0.00	$\sigma_e^2+72\sigma_A^2$	NaN
B 速度(mm/s)	0	0.00	0.00000	0.00	$\sigma_e^2+72\sigma_B^2$	NaN
C 測定力(N)	0	0.00	0.00000	0.00	$\sigma_e^2+72\sigma_C^2$	NaN
D スタイラスの向き	1	0.00	0.00000	0.70	$\sigma_e^2+36\sigma_D^2$	NaN
E 材質	1	0.00	0.00000	1.25	$\sigma_e^2+36\sigma_E^2$	NaN
F 位置	5	0.09	0.01756	7032.50	$\sigma_e^2+12\sigma_F^2$	0.0383
G 繰り返し(times)	2	0.00	0.00000	0.01	$\sigma_e^2+24\sigma_G^2$	NaN
e 誤差	62	0.00	0.00000	-	$\sigma_e^2$	0.0016
T 合計	71	0.09	-	-	-	-

表4 球スキヤニング（直径）及び（真円度）の結果

球スキヤニング(直径)						(mm <sup>2</sup> )
Factor	f	S	V	F	E(V)	σ (mm)
A チップ径(mm)	1	0.00	0.00000	25.38	$\sigma_e^2+24\sigma_A^2$	0.0000
B 速度(mm/s)	0	0.00	0.00000	0	$\sigma_e^2+24\sigma_B^2$	0.0000
C 測定力(N)	0	0.00	0.00000	0	$\sigma_e^2+24\sigma_C^2$	0.0000
D スタイラスの向き	1	0.00	0.00000	0.10	$\sigma_e^2+24\sigma_D^2$	0.0000
E 材質	2	0.00	0.00000	0.05	$\sigma_e^2+16\sigma_E^2$	0.0000
e 誤差	42	0.00	0.00000	-	$\sigma_e^2$	0.0000
T 合計	47	0.00	-	-	-	-

球スキヤニング(真円度)						(mm <sup>2</sup> )
Factor	f	S	V	F	E(V)	σ (mm)
A チップ径(mm)	1	0.00	0.00000	8.58	$\sigma_e^2+24\sigma_A^2$	0.0000
B 速度(mm/s)	0	0.00	0.00000	0	$\sigma_e^2+24\sigma_B^2$	0.0000
C 測定力(N)	0	0.00	0.00000	0	$\sigma_e^2+24\sigma_C^2$	0.0000
D スタイラスの向き	1	0.00	0.00000	0.04	$\sigma_e^2+24\sigma_D^2$	0.0000
E 繰り返し(times)	2	0.00	0.00000	0.27	$\sigma_e^2+16\sigma_E^2$	0.0000
e 誤差	42	0.00	0.00000	-	$\sigma_e^2$	0.0000
T 合計	47	0.00	-	-	-	-

項目が直径と真円度で因子 F：位置と因子 E：材質の分散比（F 値）が大きいこれは作想的に表面粗さを変えたためであり当然の結果である。また、円筒スキヤニングの真円度で因子 A：チップ径の分散比が 28.23、円筒ポイントの直径で因子 D：スタイラスの向きの分散比が 27.29 であり F 表の信頼限界 5% で有意と判定された。しかし、円筒スキヤニングと円筒ポイント及び球スキヤニングにおいて誤差分散  $V_e$  が非常に小さいことから見かけ上分散比が大きくなる算出されていると予想されるため、以後は期待値 E（V）から算出した標準偏差  $\sigma$  で直接的に因子の効果とそのばらつきの大きさを判断する。ここで NaN（Not a Number）とは計算出来ない程小さい数値を意味する。測定方法が円筒スキヤニングはすべての因子で複数の水準を割り付けたため因子内の水準の効果が

表5 円筒スキヤニングと円筒ポイントの絶対値比較

(mm)					
Method	Height	Diameter	Roundness	X coordinate	Y coordinate
円筒スキヤニング:sc	H1	100.0146	0.0055	-0.0041	-0.0022
	H2	99.8260	0.1096	0.0009	0.0000
	H3	99.8259	0.1069	-0.0019	-0.0001
	H4	99.8897	0.0597	-0.0012	-0.0001
	H5	99.8895	0.0621	-0.0025	0.0000
	H6	99.9163	0.0441	-0.0032	0.0000
円筒ポイント:po	H1	100.0125	0.0054	0.0001	0.0001
	H2	99.8256	0.1052	0.0007	0.0001
	H3	99.8256	0.1048	-0.0020	0.0000
	H4	99.8914	0.0576	-0.0013	0.0000
	H5	99.8915	0.0596	-0.0028	-0.0002
	H6	99.9193	0.0422	-0.0032	0.0000
Diff=sc-po	H1	0.0020	0.0001	-0.0043	-0.0023
	H2	0.0004	0.0044	0.0002	-0.0001
	H3	0.0003	0.0021	0.0001	-0.0001
	H4	-0.0016	0.0020	0.0001	-0.0001
	H5	-0.0021	0.0025	0.0003	0.0001
	H6	-0.0031	0.0019	0.0001	-0.0001
Average of Diff		-0.0007	0.0022	-0.0006	-0.0004

判定できる。その結果、作業者の判断で割り付けた因子 A、B、C、D は  $\sigma$  が非常に小さく因子内の水準間で有意差が無い。図表として掲載していないが円筒スキヤニングと円筒ポイントでの因子 E：材質の  $\sigma$  は測定項目の中心座標 Y の場合に NaN であるのに対し、測定項目の中心座標 X では 0.010mm 程度の大きな値であった。これは、プロトコルで円筒ワークピースの空間軸を Z 軸と X 軸の 2 水準で測定する指示があった。空間軸が Z 軸の場合の中心座標 X とは MCS（機械座標系）の X 軸による測定、空間軸が X 軸の場合の中心座標 X とは MCS が Z 軸により測定が行われていた。対して中心座標 Y では空間軸が Z 軸と X 軸のいずれの場合でも MCS の Y 軸で測定が行われていたため、MCS の異なる 2 軸を使用した中心座標 X で因子 E：材質の  $\sigma$  が大きくなったと推測される。球スキヤニングでは、全ての因子の  $\sigma$  が 0.0000mm（影響を与えない非常に小さい数値）となり動的測定の影響による誤差は見られなかった。

本実験の要点は動的な走査測定と離散的な点測定の場合の測定のばらつきの比較であり以下に考察した。測定項目が直径の場合に円筒スキヤニングの因子 F：位置の  $\sigma$  は 0.0698mm、円筒ポイントの因子 F：位置の  $\sigma$  は 0.0694mm となり同等の値となった。また、測定項目が真円度の場合に円筒スキヤニングの因子 F：位置の  $\sigma$  は 0.0394mm、円筒ポイントの因子 F：位置の  $\sigma$  は 0.0383mm となりこちらも同等の値となった。この結果、動的な測定方法に起因する誤差の発生が懸念されたスキヤニング測定は離散的な点測定の場合と同等のばらつきで測定が行われていたことから、動的な影響の誤差は非常に小さいと言える。

### 5-2 絶対値の比較

表 5 に高さ毎に平均化した円筒スキヤニングと円筒ポ

イント及び両者の絶対値の差を示す。両者の差は、直径が $-0.0007\text{mm}$ であり動的な測定方式による絶対値での誤差は表れていない。真円度は $0.0022\text{mm}$ となり円筒スキヤニングの方が大きく算出された。これは、スキヤニング測定はサンプリング周期が密な測定方法であるため表面粗さの山から谷までが高密度で測定された良い効果であると推測される。X、Y座標値は円筒スキヤニングと円筒ポイントの差はX座標で $-0.0006\text{mm}$ 、Y座標で $-0.0004\text{mm}$ となり絶対値での差は見られなかった。

## 6 結 言

スキヤニング測定は、従来は連続形状の評価にのみ使用されて来たが、高密度な点測定による高精度測定への適用が期待されている。ここでは、点測定とスキヤニング測定を比較した結果、以下の結論が得られた。

(1) 円筒形状ワークピースを使用して動的なスキヤニング測定と離散的な点測定の誤差傾向と誤差の大きさを分散分析により比較した結果、ばらつきの大きさは同等であることからスキヤニング測定での動的誤差は非

常に小さい。

(2) 絶対値で比較した場合は、スキヤニングと点測定では直径の差は $-0.0007\text{mm}$ となり動的な測定方式による誤差は表れていなかった。真円度ではスキヤニング測定はサンプリング周期が密な測定方法であるため、高密度な測定が行われた結果、スキヤニング測定が $0.0022\text{mm}$ 大きな値となり精密さが向上していると推測される。

## 文 献

1) 田口玄一：第3版実験計画法(上)、丸善(1992)

## 謝 辞

本研究は、産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会の共同研究として行われた。実験を行うにあたり本共同研究に参加されたNMIJ/AIST、公設試及び企業の研究員の方々には貴重なご指導を頂き、この場を借りて感謝を表す。

# レーザ変位プローブ式非接触座標測定機の性能検査\*

和合 健\*\*、池 浩之\*\*

レーザ変位プローブ式座標測定機について、旧 JIS B 7441:2009 で示す性能検査方法に従い、3 種類の検査用標準器を使用して性能検査を行い、非接触座標測定で特徴的な誤差について検証した。その結果、点群の分布を正規分布と仮定し標準偏差  $\sigma$  を算出し、 $\pm 2\sigma$  で PFS を算出した場合、球面形状誤差 PFS が占める割合は寸法測定誤差  $E$  の 41% に減少し適正な値を示した。

**キーワード：非接触座標測定機、ボールバー、性能検査、ノイズフィルタ、球面形状誤差**

## Performance of Laser-Probe-Type Noncontact Coordinate-Measuring Machine

Takeshi Wago and Hiroyuki Ike

Using three types of testing standard gauges, we test the performance of a coordinate-measuring machine (CMM) equipped with a laser displacement probe system against the JIS B 7441:2009 standard (i.e., the old JIS standard). We estimated the characteristic deviations of noncontact coordinate measurements, which were then verified. The estimated points formed a normal-distribution cloud with standard deviation  $\sigma$ ;  $\pm 2\sigma$  error was used for PFS spherical form measurements. For CMM size measurement  $E$ , PFS occupies 41% of the error of indication of the CMM. Thus, PFS tends to decrease and accurately indicates the value of  $E$ .

**key words: noncontact coordinate-measuring machine, ball bar, evaluation of performance, noise filter, error of spherical form measurement**

### 1 緒 言

3 次元 CAD を使用した設計製造が汎用化したことにより従来の幾何形状では定義できない自由曲面製品が多く流通している。その製品を検査するには、点群として測定し評価することが必要になりその機能を有する非接触座標測定機（以下、非接触 CMM）が有効になる。非接触 CMM は、製品に寸法値を与える測定装置であるからその測定における不確かさが重要になる。測定の不確かさは測定値に付く値、所謂、測定値毎の固有値であるが、予め性能検査を行い非接触 CMM に指示誤差を提示できれば算出した測定の不確かさの妥当性の目安に活用できる。非接触 CMM の利用度合いが増している現状において、ISO に先駆けて JIS B 7441:2009（非接触座標測定機の受入検査及び定期検査）が 2009/09/24 に制定された。しかし、ISO に準拠した JIS B 7440-8:2015（製品の幾何特性仕様（GPS）—座標測定システム（CMS）の受入検査及び定期検査—第 8 部：光学式距離センサ付き座標測定機）が制定されたため JIS B 7441:2009 は廃止されたが、旧 JIS B 7441:2009 は JIS B 7440-8:2015 を肉付けする有用な考え方が盛り込まれた規格であった。

ここでは、旧 JIS B 7441:2009 で示す性能検査方法に従い、3 種類の検査用標準器を使用してレーザ変位プローブ式座標測定機の性能検査を行い、非接触座標測定で特徴的な誤差の表示方法について検証した。

### 2 実験方法

#### 2-1 実験装置

性能検査を行った非接触 CMM はメーカーがミットヨ + Nikon Metrology (旧 Metris) による型式：CRT-AC776-LC15 である。本体がミットヨ製の門移動形の直交座標系 CMM であり、プローブは Nikon Metrology 製のラインレーザ変位プローブである。CMM の仕様は測定範囲が X、Y、Z ; 705、705、605mm、スケールはリニアスケールで最小表示値は 0.1 $\mu$ m である。プローブの仕様はラインレーザの測定幅が 15mm、測定深さが 15mm、製造者が示す測定精度は 8 $\mu$ m (真球度  $\sigma$ ) である。測定装置のカタログ許容値は CMM がタッチトリガプローブ TP200 使用時の最大許容指示誤差  $MPEE = 1.9 + 4L/1000 \mu$ m (L は測定長さ mm) であり L=500mm の場合では 3.9 $\mu$ m となる。プローブの測定精度が 8 $\mu$ m (真球度  $\sigma$ ) であることから CMM

\* 平成 22 年度 産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会（共同研究）

\*\* 材料技術部（現 素形材技術部）

の機械精度による誤差はプローブの測定精度に包含されると推測される。

## 2-2 検査用標準器の仕様

検査用標準器は旧 JIS B 7441:2009 ではボールバー、検査用標準球、検査用標準平板の3種類の使用を求めている。ただし、旧 JIS B 7441:2009 では直接的にこの3種類の仕様を規定していないため使用者の判断で3種類の検査用標準器の仕様を決定する必要がある。ここでは、NMIJ/AISTが主催する産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会傘下形状計測研究会で配布された3種類の検査用標準器を使用した。以下に検査用標準器の仕様を示す。ボールバーは材質がカーボン製のバーにSUJ2+TiNコーティングされた球6個が一行に配置されたものでバーの線膨張係数は $0.0 \times 10^{-6}/K$  (不確かさ  $0.1 \times 10^{-6}/K$ )、最大球間長さは500mm、ピッチ100mm、球径 $\phi 45mm$ である。検査用標準球は材質がSCM435で線膨張係数は $11.0 \times 10^{-6}/K$  (不確かさ  $1.0 \times 10^{-6}/K$ )、大きさは $\phi 120mm$ で表面にボールバー球と同等のTiNコーティングが施されている。検査用標準平板は材質がセラミックスで線膨張係数は $7.8 \times 10^{-6}/K$  (不確かさ  $1.0 \times 10^{-6}/K$ )、大きさは $100 \times 300 \times 15mm$ である。この3種類の検査用標準器はJIS B 7441:2009の附属書C (参考) 検査用標準器 C.1 一般で指示された“測定表面は、光学的に均一な拡散面であることが望ましい”を満足していた。

## 2-3 検査用標準器の配置方法

ボールバーを使用して球間距離測定誤差 ES(mm)を求める。旧 JIS B 7441:2009 ではボールバーを7形態の姿勢で非接触 CMM の全域に配置することを指示している。図1(A1)のとおり番号3の配置では高さ270mmのプラスチック製輸送箱を使用してボールバーを設置し、番号4～番号7は図1(A2)のとおり傾斜治具を使用した。検査用標準球を使用して球面形状誤差 PFS(mm)と球直径測定誤差 PS(mm)を求める。検査用標準球は5形態の姿勢で設置する必要がある、図1(A3)のとおり番号1の配置では1辺が150mmの桁形マグネットブロックの上面に置いた。検査用標準平面を使用して平板形状測定誤差 PFF(mm)を求める。検査用標準平面は6形態の姿勢で設置する必要がある、図1(A4)のとおり番号4の配置では治具ブロックの上に高さ265mmの木箱を置きその上に検査用標準平面を設置した。

## 2-4 測定方法及び温度補正

### (1) ボールバーの場合

1個の球あたり直交する3面について1面毎にライン測定をした。ここでライン測定とは、ラインレーザプローブの測定幅15mmのラインと直交する方向に1回走査した(線測定した)測定方法をいう。6球をすべて測定するためには6球 $\times$ 3面 $\times$ 1ライン測定により18回のライン測定を行ったことになる。非接触プローブの測定条件はライン方向の点間距離0.1mm、進行方向の点間距離0.1mmとした。非接触プローブのレーザ強度は5/60とした。

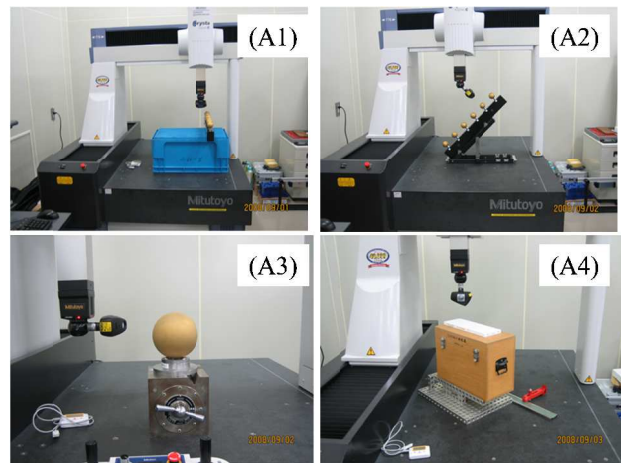


図1 各検査用標準器の配置方法

注) (A1)はボールバーの姿勢が番号3の場合、(A2)はボールバーの姿勢が番号5の場合、(A3)は検査用標準球の姿勢が番号1の場合、(A4)は検査用標準平面の姿勢が番号4の場合。

### (2) 検査用標準球の場合

検査用標準球の測定は極1面及び赤道を90度分割による4面の合計5面を測定した。測定方法は、深さ方向固定のエリア測定により行い非接触プローブ LC15 では測定深さが15mmであるため有効な測定深さに位置した球表面のみが測定できる。ここでエリア測定とは、先に説明したライン測定を奥行き方向にずらして複数回のライン測定をする測定方法をいい、広い面積の測定ができる。非接触プローブの測定条件はライン方向の点間距離0.1mm、進行方向の点間距離0.1mm、隣合うライン同士の重なり長さ0.1mmとした。非接触プローブのレーザ強度は5/60とした。

### (3) 検査用標準平面の場合

検査用標準平面の測定は、平面の測定であるため非接触プローブの測定深さの制限に依存しない測定が行えた。測定方法は深さ方向固定のエリア測定で行い1回の測定で平面の全範囲を測定できた。非接触プローブの測定条件はライン方向の点間距離0.5mm、進行方向の点間距離0.5mm、隣合うライン同士の重なり長さ0.1mmとした。非接触プローブのレーザ強度は6/60とした。また、長さ測定で重要となる温度管理は測定中の温度変動の最大値が $21.1^{\circ}C$ 、最小値が $20.2^{\circ}C$ 、変動幅が $0.9^{\circ}C$ 、平均値が $20.5^{\circ}C$ の良好な温度環境であった。温度環境が良好であり非接触 CMM の測定のばらつきが十分に温度影響を超えていると判断したため $20^{\circ}C$ からの偏りを修正するための温度補正は行わなかった。

## 2-5 誤差指標の算出方法

旧 JIS B 7441:2009 では、球面形状誤差 PFS(mm)、球直径測定誤差 PS(mm)、球間距離測定誤差 ES(mm)、寸法測定誤差 E(mm)、平板形状測定誤差 PFF(mm)の5つの誤差指標を算出しその誤差指標の大きさが非接触 CMM の性能であることを示している。各誤差指標の算出方法は、PFS と PFF が測定値分布幅、PS と ES は校正値との差、

E は PFS と PS 及び ES の和から求められる寸法測定誤差である。

### 3 実験結果及び考察

PFS、Ps、PFF、ES、E の結果を表 1 に示す。E は式(1) のとおり ES と PS 及び PFS の和から求められる。

$$(L_{mea} - L_{cal}) + P_{S,max} > 0 \rightarrow E = (L_{mea} - L_{cal}) + P_{S,max} + P_{FS,max} \quad (1)$$

ただし、 $E_S = (L_{mea} - L_{cal})$

表 2 と図 2 に PFS の算出方法を示す。表 2 より No filter の場合は E の 79% (0.2130/0.2688×100) が PFS により占められている。旧 JIS B 7441:2009 では 5.1 一般事項で“明らかに外乱によるノイズであるとわかる測定点は、製造業者と使用者との合意の下、手動で取り除くことができる”と規定している。所謂フィルターの使用を認めているが外乱によるノイズと判定するための基準は示されていない。そこで、PFS を構成する点群の度数分布を図 3 に示す。この PFS は検査用標準球を番号 4 の位置で測定したものであり、点数が 725230 点で構成する正規分布である。しかし、正規分布の本体から負の方向に外れた点が 13 点でその範囲が 0.075mm、正の方向に外れた点が 9 点でその範囲が 0.042mm で合計 0.117mm の分布範囲を持っている。このため PFS の 55%(0.117mm/0.213mm×100) が 0.003%(22 点/725252 点×100)の点数で形成されていた。

次に表 2 及び図 2 に示した手動フィルター(Manual filter)で外乱ノイズの点を除去した場合の点群の分布を考察する。表中の No filter は手動フィルターを適用しない場合、Manual filter は点群の分布を作業者が確認して正規分布本体から外れた点を外乱ノイズと決定して除去した場合、±3σ は点群の分布が正規分布と仮定して標準偏差 σ を算出して 6σ の範囲とした場合、±2σ は同様に 4σ の範囲とした場合である。この結果、PFS を ±2σ の分布幅とした場合の E は 0.095mm となった。

フィルターにより外乱ノイズの除去方法と分布幅の決定方法による計 4 通りで PFS を算出したところ E が 0.269mm~0.095mm の幅で変化した。このことから、旧 JIS B 7441:2009 ではフィルターの適用基準と PFS 算出における分布幅の検討が必要であった。

2015 年に規定された JIS B 7440-8:2015 は、ここで示した旧 JIS B 7441:2009 の欠点を補う方法を示している。

表 1 各誤差指標の結果 (No Filter の場合)

(mm)		
球面形状誤差 (a)	$P_{FS}$	0.213
球直径測定誤差 (b)	$P_S$	0.047
平板形状測定誤差	$P_{FF}$	0.013
球間距離測定誤差 (c)	$E_S$	0.009
寸法測定誤差 (a)+(b)+(c)	$E$	0.269

表 2 PFS の算出方法

Index	Range of distribution			
	No filter (Max-Min)	Manual filter (Max-Min)	±3σ	±2σ
$P_{FS}$ (mm)	0.213	0.095	0.059	0.039
Points (piece)	725252	725230	723076	688989
Removal points (piece)	0	22	2176	36263
$E$ (mm)	0.269	0.151	0.115	0.095
$P_{FS}/E \times 100$ (%)	79	63	51	41

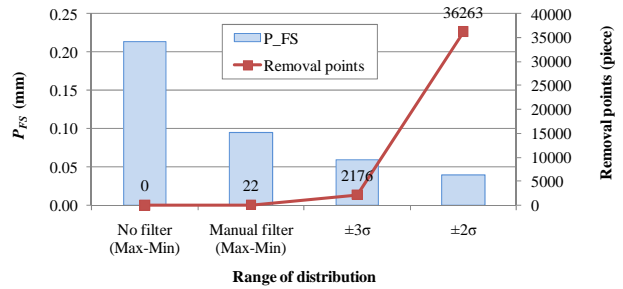


図 2 PFS の算出方法

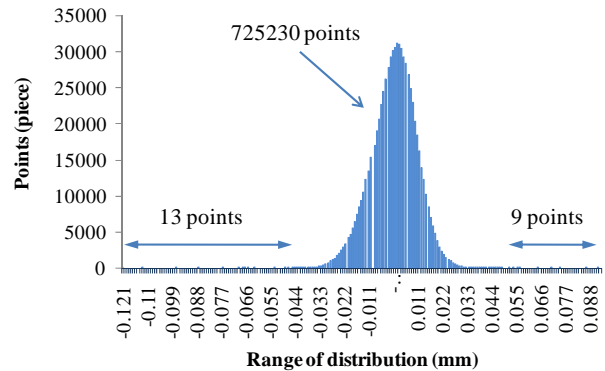


図 3 PFS を構成する点群分布

### 4 結論

旧 JIS B 7441:2009 に従い非接触 CMM の性能検査を行い以下の事項が明らかになった。

- 1) この JIS 規格では外乱ノイズの判定基準が明確に示されていないためフィルターを未使用の場合は PFS が 0.213mm と算出され、その場合の E は 0.269mm と算出され、PFS が E の 79% を占めた。
- 2) 点群の分布を正規分布と仮定し標準偏差 σ を算出し、±2σ で PFS を算出した結果 0.039mm となりその時の E は 0.095mm が得られ PFS が占める割合は E の 41% に減少した。
- 3) JIS B 7440-8:2015 は、ここで示した旧 JIS B 7441:2009 の欠点を補う方法を示している。

### 謝 辞

本研究は、産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会の共同研究として行われた。実験を行うにあたり本共同研究に参加された NMIJ/AIST、公設試及び企業の研究員の方々には貴重なご指導を頂き、この場を借りて感謝を表す。

# 放電加工による小径針側面への多数細穴加工\*

和合 健\*\*、下河邊 秀行\*\*\*

放電加工条件が不明な非鉄材小径針の側面に放電加工により多数個の貫通細穴を加工する技術の構築を図った。その結果、10個の貫通穴直径のばらつき  $\sigma 0.9\mu\text{m}$ 、低電極消耗率 32%を達成し、その時の加工速度は1穴あたり6分46秒であった。  
キーワード：細穴放電加工、非鉄材料、鍼灸針、パラメータ設計

## Electrical Discharge Machining for Processing Multiple Fine Holes on Side of Thin Needle

Takeshi Wago and Hideyuki Shimokobe

We describe the development of a complete processing technique to generate numerous small-diameter holes by electrical discharge machining (EDM) for Co-Cr-Mo-alloy needles, for which processing conditions are unknown. The results reveal the many advantages of EDM, which allow precision machining of holes with hole-diameter variance  $\sigma = 0.9\mu\text{m}$  and a low electrode-wear ratio (32%; defined as tool consumption length divided by processing hole depth). The processing efficiency was high at 6 min 46 s per hole.

key words : electrical discharge machining of minute hole, Non iron material, acupuncture-and-moxibustion needle, parameter design

### 1 緒言

製造部門では、設計部門の高機能製品の設計要求に対応するための高度な加工技術が求められている。ここでの要求事項は図1に示すとおり「 $\phi 0.25\text{mm}$ 程度の非鉄材小径針側面の先端から根本方向へ15mmの範囲にできるだけ多個数の穴を開けること」であった。この要求事項を満足するためには、①曲げ剛性が低い小径針に対して加工力が小さく、②小径工具が利用できる加工方法であることが必要と考えた。放電加工は非接触加工法でありこの二つの要件を満たしていた。

ここでは、非鉄材小径針側面へ多数個穴を製作するための技術構築に取り組んだ。

### 2 実験計画

#### 2-1 基本機能

基本機能を以下に考える。電極を鉛直下方向の加工送り小径針に当たった時に電極径と全く同等形状の貫通穴を生成させる動作を第一工程とする。小径針の中心軸方向と平行に等間隔ピッチで電極を移動させ位置決めする動作を第二工程とする。この第一工程と第二工程を順序良く正確に繰り返すことができれば多数個細穴が生成できる。次に各工程を分解してみる。第二工程は加工機械のNC制御と機械的位置決め精度が十分に機能することを前提とすると、あとは単に小径針の中心軸を加工機械

の駆動軸に平行に設置しワーク座標系が定義できれば良い。第一工程は電極径と穴径の転写性でありその両者の容積が外乱誤差の影響下においても線形的な相互関係を持ち、かつその加工速度が速いことが良い。

#### 2-2 入出力関係

小径針径はその用途に応じて異なることから、そこに生成する穴径も小径針径に応じて変更できる必要がある。穴径を適宜変化させる加工方法は揺動で達成できる。揺動を用いることで  $\phi 0.1\text{mm}$  の棒電極を使用した場合は  $\phi 0.1\text{mm}$  超～ $\phi 0.2\text{mm}$  程度の細穴が生成できる。ここでは図2に示すとおり入力を理想除去量( $\text{mm}^3$ )、出力を実際除去量( $\text{mm}^3$ )として誤差因子を揺動半径( $\text{mm}$ )とした。感度  $\beta$  が大きいことで加工能率が高く、SN比が大きいことで設定した穴径を安定して生成できる。

### 3 因子と水準

#### 3-1 信号因子

信号因子は表1に示すとおり理想除去量とし水準1に  $0.0079\text{mm}^3$  を設定した。信号因子を多水準で設定することで頑健性の高い動特性を実現できるが、ここでは実験能率を考慮して信号因子の水準を一つとした。

#### 3-2 制御因子

制御因子は直交表 L18 への割り付けを前提として表2に示す8種類の因子を設定した。因子A、因子B、因子

\* 平成22年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、中東北3県公設試技術連携推進会議（共同研究）

\*\* 材料技術部（現 素形材技術部）

\*\*\* 岩手大学工学部

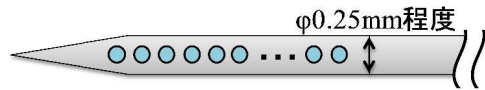


図1 加工空想図

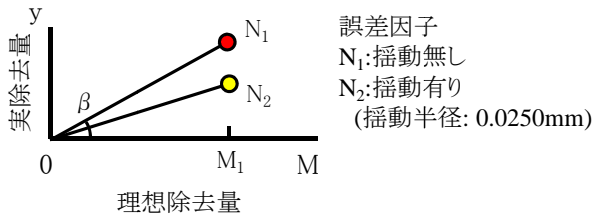


図2 入出力関係

Cは微細加工電源を調整する回路である。因子Eの補助電源(AUX)はコンデンサ電源の場合は充電抵抗( $\Omega$ )となりこの数値を変更することで充電時間、所謂 OFF 時間が制御できる。因子FのF回路(GAP)はコンデンサ電源の場合は付加電圧(V)となり与えるエネルギーの大きさを示す。因子Gの加工調整(GAIN)は異常放電回避のための放電時逃げ後の戻り速度を設定するもので数値が大きい程加工物に接近する速度が速くなる。

3-3 誤差因子

誤差因子は穴径変更時の動特性的安定性を高めるために二つの水準を設定した。水準1は揺動半径が 0mm の場合で水準2は揺動半径が 0.0250mm の場合である。水準1と水準2の理想除去量を等しくするために下加工送り量を水準1で0.1000mm、水準2で0.4444mmに設定した。

3-4 共通の加工条件

共通の加工条件を表3に示す。加工機械は微細加工用形彫放電加工機(三菱電機製EDSCAN8E)を使用した。この加工機械は微細加工に特化した仕様になっており特に因子A、因子B、因子Cで設定した微細加工回路を持っている。電極はφ0.1mm銅パイプ電極とし、小径電極を保持しパイプ管から加工液が噴出できるノック式ホルダで電極を保持した。加工物は非鉄系材料とし、平坦な上端面に対して細穴加工をした。加工穴数は信号因子1水準×誤差因子2水準×直交表L18での実験行数18=36個となる。

4 実験結果及び考察

4-1 加工結果

図3に加工深さと電極消耗率の実験番号毎の結果を示す。電極消耗率とは電極消耗長さ(mm)/加工深さ(mm)×100(%)で表される除去深さに対する電極消耗長さの比である。図3から加工深さは電極消耗率と反比例の関係であることがわかる。また、誤差因子N2の揺動有りの場合は実験番号による加工深さの差が小さいことが分かる。図4に加工時間と電極消耗率の結果を示す。加

表1 信号因子

入出力関係	水準1
入力M:理想除去量(mm <sup>3</sup> )	0.0079
出力y:実除去量(mm <sup>3</sup> )	y <sub>1</sub>

表2 制御因子

制御因子	水準		
	1	2	3
A マイクロSF回路	ON	OFF	—
B コンデンサ回路	ON	OFF	ON
C 電圧LOW回路	ON	OFF	ON
D ガイドの高さ(μm)	200	100	50
E 補助電源(AUX)	3	6	9
F F回路(GAP)	14	12	10
G 加工調整(GAIN)	10	25	40
H サーボ電圧(SV)	5	3	0

注) 因子E,F,G,Hの数値はノッチ

表3 共通の加工条件

項目
電極: φ0.1mm銅パイプ電極
加工材: CCM合金 (幅20mm×奥行20mm×高さ20mm)
加工液: メタルワークスEDF-K2(新日本石油)
加工液噴出強さ: 7/10
ホルダ: RCH-03LA(菱電工機)
触れ抑制ガイド: セラミック製φ0.1mm用
Z軸原点: 加工材表面
初期のZ座標: 0.0500mm
回転数: 200rpm
加工経路: 単純下送り

工時間と電極消耗率では相互の関連性は見られない。

4-2 SN比の算出

この実験計画では各因子間の相性が合わない組み合わせで非常に長時間の穴加工の場合があった。そのために最初に設定した信号因子3因子及び誤差因子2因子から因子数を縮小せざるを得ずここでの実験計画に落ち着いた。信号因子と誤差因子の数を十分に実験に反映できないと十分な頑健性が得られないと言われている。その対策として表4に示す誤差因子の効果を活用した従来のSN比算出に併せて分散型のSN比<sup>1)</sup>を算出して合わせて最適条件を求めた。各SN比算出方法による要因効果図を図5に示す。誤差因子型の最適条件はA1、B1、C1、D2、E1、F3、G2、H3であり、分散型の最適条件はA1、B1、C1、D1、E2、F3、G1、H3となった。二つのSN比算出方法で結果が異なる因子を本文中で太字斜体及び図5中に丸・四角で囲み、それは因子D:ガイド高さ、因子E:補助電源(AUX)、因子G:加工調整(GAIN)であった。最適条件の判定は高精度、高能率が得られる水準を選択することとし、最終的な最適条件はA1、B1、C1、D2、E2、F3、G2、H3を決定した。最適条件では微細加工回路の因子A、因子B、因子CがいずれもONの場合にSN比が高くなっておりφ0.1mm程



放電加工による小径針側面への多数細穴加工

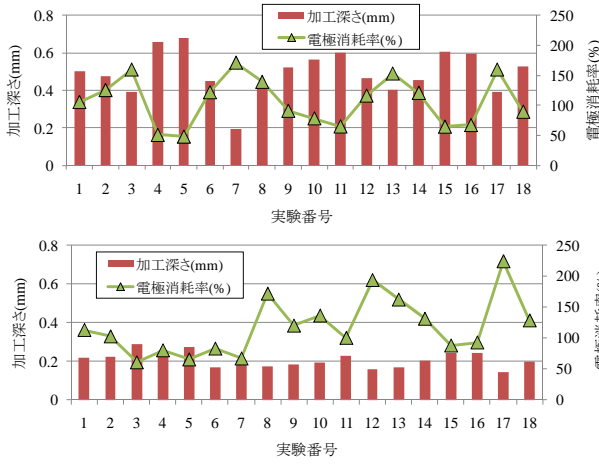


図3 加工深さと電極消耗率 (上: N1、下: N2)

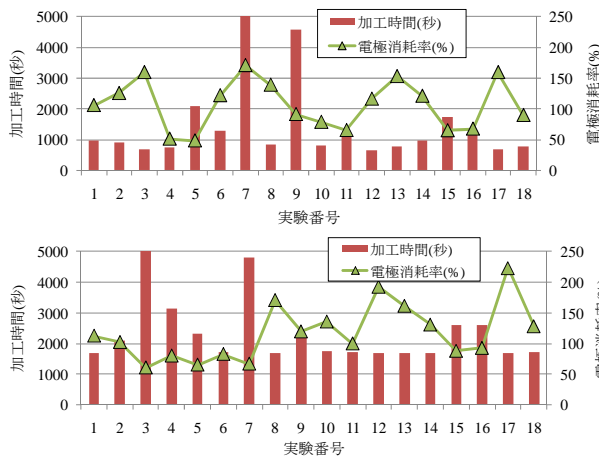


図4 加工時間と電極消耗率 (上: N1、下: N2)

表4 SN比の算出方法

誤差因子型SN比	実験番号行内で誤差因子のL1とL2のばらつきと感度からSN比を算出
分散型SN比	誤差因子を共通外乱と位置付けて、制御因子の水準毎の実験番号行のばらつきと感度を利用してSN比を算出

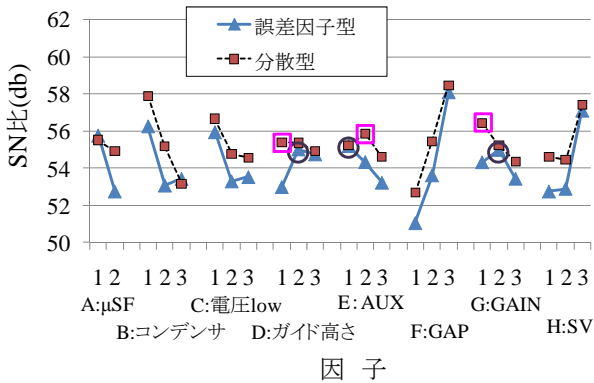


図5 SN比の要因効果図

度の細穴加工を行う場合での加工安定化に必須機能であることを示している。特に、因子 F : F 回路(GAP) で因子内の水準間の効果が大きくエネルギーを小さくする方向で SN 比が大きくなっている。

4-3 確認実験

加工物を非鉄系材料としてその平坦な上端面に対して表5に示す最適条件と現行条件で細穴加工を行い得られた加工結果を図6に示し、利得を表6に示す。ここで現行条件は、加工機械製造者が示す電気加工条件、所謂Eパックを基に微細放電回路(因子 A、B、C)を加えたφ0.1mm 細穴加工条件とした。SN 比では推定値の利得が 17.7db、実験値の利得が 3.3db となりその差は 14.4db となり再現しなかった。感度では推定値の利得が 2.4db、実験値の利得が 2.0db となりその差は 0.4db となり再現したが感度の絶対値が小さいためその信頼性は低い。

5 検証実験

オフライン実験により最適条件が得られたことから、この加工技術を利用して小径針側面に連続的に 10 個の穴加工を試みた。加工物は φ0.25mm の非鉄系小径針で穴位置ピッチは 0.4mm、その他の加工条件はオフライン実験と同等とした。加工後の小径針の写真を図7と図8

表5 確認実験での設定値

因子	項目	最適条件	現行条件
A	マイクロSF回路	ON	ON
B	コンデンサ回路	ON	OFF
C	電圧LOW回路	ON	ON
D	ガイドの高さ(μm)	100	50
	EパックNo.	5029	1951
	回路選択	SF	SF
E	補助電源: AUX	6	3
	極性切換	(-)	(-)
	加工セッティング: IP	0	0
	パルス幅: ON	0	0
	休止時間: OFF	0	0
F	F回路: GAP	10	14
G	加工調整: GAIN	25	40
	上昇距離 :JUMP	0	0
	上昇距離/降下時間 :JU/JD	0 ↑ 1 ↓	0 ↑ 1 ↓
H	サーボ電圧 :SV	0	0

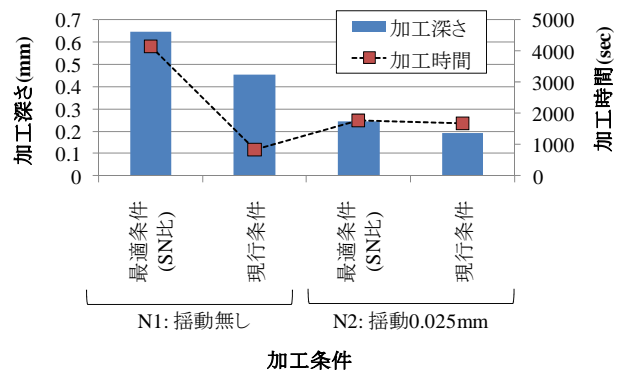


図6 確認実験の加工結果

表6 利得

項目	SN比(db)		感度(db)	
	推定値	実験値	推定値	実験値
最適条件(SN比)	67.3	57.8	-3.2	-3.2
現行条件	49.6	54.5	-5.6	-5.2
利得	17.7	3.3	2.4	2.0

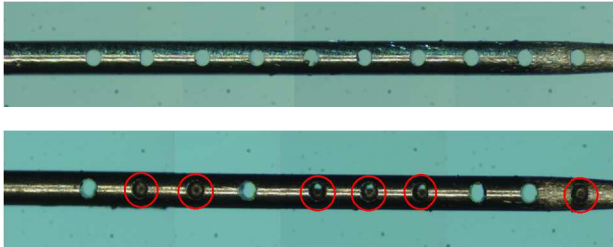


図7 検証実験の写真  
(上：最適条件、下：現行条件)

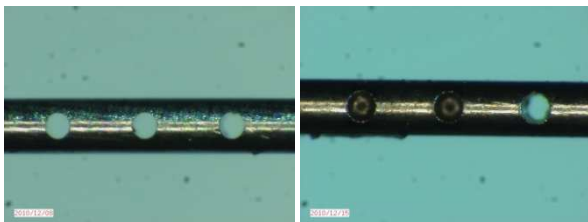


図8 検証実験の写真(拡大図)  
(左：最適条件、右：現行条件)

表7 検証実験の結果

1穴あたりの平均値(穴個数:10個)		
項目	最適条件	現行条件
穴径(mm)	0.1087	0.1245
放電ギャップ(直径, $\mu\text{m}$ )	8.7	24.5
加工時間(h:m:s)	0:06:46	0:00:25
全10個穴の加工結果		
項目	最適条件	現行条件
総電極消耗長さ(mm): p	0.8162	2.1896
総加工深さ(mm): q	2.5000	2.2623
総電極消耗率(%): $p/q \times 100$	32.6	96.8
穴径のばらつき( $\sigma$ , $\mu\text{m}$ )	0.9	3.2
総加工時間(h:m:s)	1:07:43	0:04:11

に示す。最適条件では鋭利なエッジで真円度が良好な穴が全10個生成されているのがわかる。対して現状条件では10個中6個で穴が貫通していない。また現状条件では

穴のエッジがダレて穴形状も歪んでいることがわかる。このことから現状条件では安定的な加工を目的とした場合はその目的に適する加工条件とは言えない。

次に検証実験での加工結果を表7に示す。最適条件は穴径の平均値が  $\phi 0.1087\text{mm}$  となりその結果、放電ギャップは直径で  $8.7\mu\text{m}$ 、穴径のばらつき( $\sigma$ )は  $0.9\mu\text{m}$  となり数マイクロメートル台の精密な結果となった。さらに総加工深さは小径針径  $\phi 0.25\text{mm} \times 10$  個=  $2.5\text{mm}$  のところ総電極消耗長さが  $0.82\text{mm}$  の結果、総電極消耗率は  $32.6\%$  と算出され加工安定性が図れる低電極消耗の加工が実現されていた。対して現状条件は穴径の平均値が  $\phi 0.1245\text{mm}$  となり放電ギャップは直径で  $\phi 24.5\mu\text{m}$ 、穴径のばらつき( $\sigma$ )は  $3.2\mu\text{m}$  であった。総加工深さが  $2.3\text{mm}$  のところ総電極消耗長さは  $2.2\text{mm}$  の結果、総電極消耗率が  $96.8\%$  であり電極消耗が最適条件より多い。ただし特筆すべきは加工時間が1穴あたりでは最適条件が  $0:06:46(\text{h:m:s})$  であるのに対し現状条件では  $0:00:25(\text{h:m:s})$  であり加工速度が非常に速い。現状条件の不貫通問題は加工操作技術で回避出来れば個々の目的に応じた加工安定性重視または加工速度重視など目的別の穴加工方法が選択できる可能性が見られた。

## 6 結 言

$\phi 0.25\text{mm}$  の小径針に多数個細穴を放電加工で生成する加工技術の構築を行った。その結果、以下の知見が得られた。

- (1) オフライン設計で得られた最適条件で確認実験を行った結果、推定値と実験値の利得の差は  $14.4\text{db}$  となり再現しなかった。
- (2)  $\phi 0.25\text{mm}$  の小径針径に  $\phi 0.1\text{mm}$  銅パイプ電極で10個の穴加工を行った結果、最適条件では総電極消耗率  $32.6\%$  で全穴貫通による加工安定性を達成した。ただし、現状条件では不貫通穴6個が見られたが加工時間が  $0:00:25(\text{h:m:s})$  / 個と非常に速い加工速度が得られたので加工安定性と加工速度の目的に応じた穴加工方法が選択できる可能性が見られた。

## 文 献

- 1) 矢野宏: 品質工学計算法入門、日本規格協会、p262-266 (1998)

# 小径針側面への細穴放電加工の再現性\*

和合 健\*\*、細川 結加\*\*\*

鍼灸針による薬剤投与の新しい治療方法を開発するために創成放電加工機を用いてφ0.25mm程度のCo-Cr-Mo合金製鍼灸針にφ0.1mm程度の薬剤注入用の多数個微細穴を安定的に生成する方法の確立を図った。その結果、ガイド穴に詰まったスラッジを除去、あるいはスラッジの侵入を回避しさらに電極に十分な耐曲げ性を与えることで細穴放電加工の安定化を図ることができた。

キーワード：細穴放電加工、再現性、スラッジ、高弾性

## Reproducibility of Minute Holes Fabricated by Electrical Discharge Machining

Takeshi Wago and Yuka Hosokawa

Medicinal needles for applications such as acupuncture and moxibustion require specialized fabrication techniques. This study demonstrates the use of electrical discharge machining to fabricate minute (0.1-mm diameter) holes in 0.25-mm-diameter Co-Cr-Mo-alloy needles. This technique assures the reproducibility of the minute holes, as required to prevent the invasion of sludge into the guide hole and to give high elasticity for pipe electrodes.

key words : electrical discharge machining of minute hole, reproducibility, sludge, high elastic

### 1 緒言

鍼灸針による薬剤投与の治療方法を実現するためには、創成放電加工機(三菱電機 EDSCAN8E)で鍼灸針(φ0.25×50mm)の側面にφ0.1mm程度の細穴を多数個生成することが必要となり、その電気条件の最適化はすでに実施された<sup>1)</sup>。しかしながらその細穴加工では偶然性がまだ多くを占めているため穴加工の能率及び生成確度を向上させるためのその加工における再現性の確立が急務となっていた。φ0.1×200mmの銅パイプ電極を使用した穴加工での最大の留意点は、加工中に電極の触れ抑制ガイド穴(クリアランス半径±2μm以下)にスラッジが侵入し、Z軸上下動を阻害することである<sup>2,3)</sup>。使用している電極の材質は銅であり、鋼材工具と比較してヤング率が非常に小さいため、ガイド穴にスラッジが詰まるとZ軸を下降させる際に電極が撓んでしまい電極が下降しない。

ここでは、振れ抑制ガイドの清掃方法の様式化と高さの適正化、さらに適正な押し込み剛性獲得のための電極短小化について取り組んだ。

### 2 実験項目

#### 2-1 振れ抑制ガイドの清掃方法の様式化と高さの適正化

スラッジによる電極への影響を回避するために、ガイ

ドの穴の清掃を加工の1つの工程として取り入れる必要がある。まず、ガイドを設置する前に、超音波振動機(オムロン株式会社製 HU-10)により約5分間超音波洗浄した後、ガイド穴に金型用洗浄剤(GM-O)を吹きかけ、掃除用の電極(スーパーSFK)を穴中で上下に動かすことで、中に詰まっているスラッジを押し出すという清掃工程を取り入れた。さらに、加工の前後で、電極を回転させながらZ軸を上下に移動するプログラムを使い20分ほどガイド穴の回転清掃を行った。また、加工中にガイド穴に侵入するスラッジの量を減らすためにガイドを適正な高さに設置する必要がある。ここでは、ガイドの高さ、電極の移動量、電極の消耗率を考慮し、針からガイドまで本来0.5mmであったところを0.7mmに引き上げた。以上の2工程により、連続での加工回数を増やすことができた。しかし、ガイドの高さの適正化に関しては、ガイド穴にスラッジが侵入する原因として、加工液中のスラッジの密度の関係だけではなく、加工中に発生する静電気的な問題等も考えられるため、ミクロな挙動をみるという点からも、今後さらなる改善の余地があるといえる。

#### 2-2 適正な耐曲げ性獲得のための電極短小化

ガイド穴に詰まっているスラッジに対して、電極に十分な耐曲げ性を持たせるために、電極の短小化を行った。図1に力の作用点のモデルを示す。電極の下端を固定し(a)のように上端から荷重をかけ、(b)のように撓みが生じ

\* 平成23年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、中東北3県公設試技術連携推進会議(共同研究)

\*\* 材料技術部(現 素形材技術部)

\*\*\* 岩手大学工学部

たときを座屈状態とし、そのときの荷重と応力をそれぞれ座屈荷重、座屈応力とする。座屈応力は(1)式により計算される。

$$\sigma_k = \frac{P_k}{A} = 4\pi^2 E \left( \frac{k}{l} \right)^2 \quad (1)$$

ただし、 $\sigma_k$ は座屈応力[Pa]、 $P_k$ は座屈荷重[N]、 $A$ は断面積[m<sup>2</sup>]、 $k$ は曲率半径[m]、 $E$ はヤング率[Pa]、 $l$ は電極長さ[m]である。式(1)を用いて、電極の長さを25~100mmまで変化させた時の座屈応力を計算し、電極の材質が鉄と銅とで比較することにより適正な長さを求めた。計算結果を図2に示す。銅電極50mmのとき鉄電極100mmより大きい座屈応力を持つことがわかった。これより、電極長さは50mmが適正ではないかと考え、実際に加工を行うことで十分に耐曲げ性を得られているのかを確かめた。ここで、電極の長さ75mmと50mmのもので針に微細穴を10個加工したときの結果を表1及び表2に示し、生成した穴の写真を図3と図4に示す。電極長さ75mmと50mmで加工した時の穴径と加工時間の比較を図5に示す。

以上の結果から、電極の長さ50mmで加工したほうが、穴径の目標値φ0.1mmとの差が小さく加工時間が短いというだけでなく、標準偏差が小さい、つまり加工におけるばらつきが小さいということから、加工が安定しているといえる。さらに、両者の消耗率を比較してみても、短小化した方が半分に抑えられていることがわかる。こ

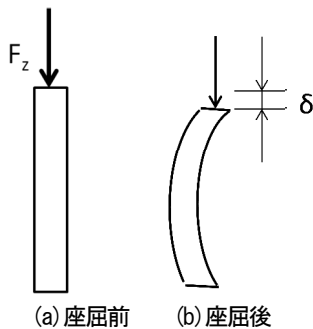


図1 力の作用点

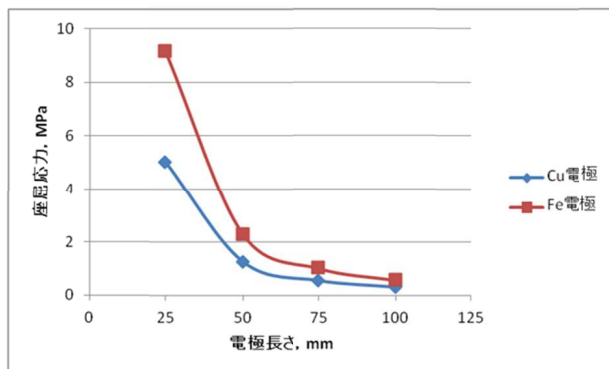


図2 座屈応力と電極長さ

れは、電極を短くしたことで、適正な耐曲げ性を持ったと同時に十分な押し込み力をかけられるようになったためであると考えられる。ここで、電極の長さ50mmでは消耗率28%となり、微細穴を1つ加工するのに電極が0.07mm消耗する。つまり、針1本に微細穴を10個加工する場合、Z方向の可動範囲が4.5mmの場合に約64本生産できることになる。これに比べて電極の長さ75mmでは消耗率56%となり、微細穴を1つ加工するのに電極が0.14mm消耗する。つまり、針1本に微細穴10個加工する場合、約50本生産できることになる。これより、電極の長さ50mmでの加工は75mmの場合と比較すると、生産量が1.3倍大きく、生産性があるといえる。以上の結果より、電極の適正長さは50mmであることがわかった。

表1 電極長さ75mmで加工した結果

電極消耗長さ1.4108mm

電極消耗率56.43%

	加工時間	穴径
1	8:52	0.1336
2	9:34	0.1352
3	6:54	0.145
4	9:39	0.1318
5	10:57	0.1434
6	9:35	0.1473
7	13:13	0.1414
8	11:36	0.1418
9	9:56	0.1385
10	9:46	0.1634
平均	10:00	0.1422
標準偏差	2:07	0.0086

表2 電極長さ50mmで加工した結果

電極消耗長さ0.7089mm

電極消耗率28.36%

	加工時間	穴径
1	5:01	0.1199
2	5:10	0.1198
3	5:11	0.1262
4	5:07	0.1194
5	5:03	0.1198
6	4:52	0.1197
7	4:55	0.1193
8	5:03	0.1229
9	5:05	0.1217
10	5:04	0.1236
平均	5:03	0.1212
標準偏差	0:22	0.0022

### 3 結 言

本研究では鍼灸針による薬剤投与の新しい治療方法を開発するために創成放電加工機を用いてφ0.25mm程度のCo-Cr-Mo合金製鍼灸針にφ0.1mm程度の薬剤注入用の多数個微細穴を安定的に生成する方法の確立を行った。

- (1) 電極下降時にガイドを通過する際に堆積したスラッジから生じる側面抵抗を軽減させるために、ガイド穴の清掃工程を様式化した。
- (2) 電極の長さを75mmから50mmに変更することで穴径及び加工時間のばらつきが小さくなり安定加工が実現し、生産量は1.3倍に向上した。これは座屈応力に起因する電極の撓みが小さくなったことでスピンドルのZ軸下降に対して電極が適正に下降制御されている効果によると思われる。

その結果、ガイド穴に詰まったスラッジを除去、あるいはスラッジの侵入を回避しさらに電極に十分な耐曲げ性を与えることで細穴放電加工の安定化を図ることができた。

### 文 献

- 1) 下河邊秀行：放電加工による鍼灸針への微細穴加工の高精度化に関する研究、岩手大学工学部機械工学科卒業論文（2008）
- 2) 斎藤長男、毛利尚武、高鷲民生、古谷政典：放電加工技術～基礎から将来展望まで～、日刊工業新聞社（1997）
- 3) 三菱電機株式会社、三菱ダイヤックス放電加工ハンドブック

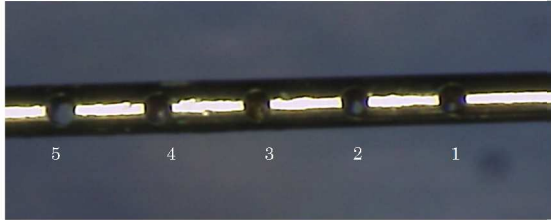
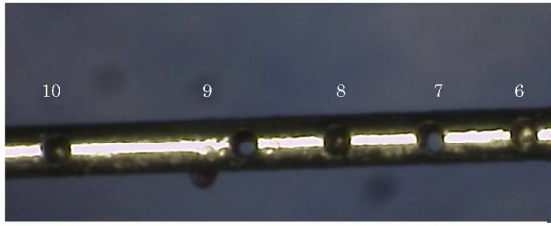


図3 電極長さ75mmで加工した鍼灸針形状写真

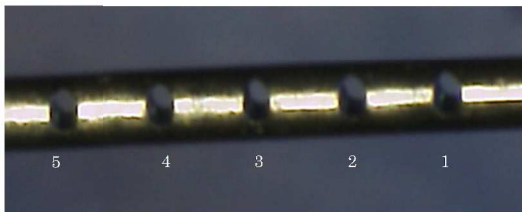
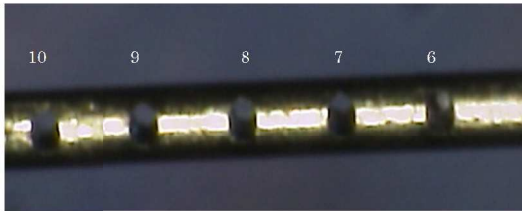


図4 電極長さ50mmで加工した鍼灸針形状写真

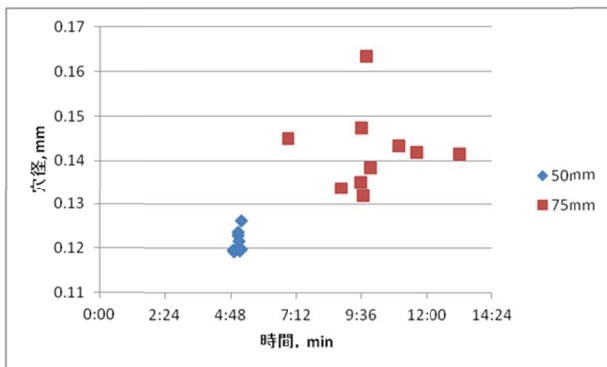


図5 穴径と加工時間

# 微細放電加工の高精度化のための加工条件\*

(精度重視と能率重視の目的に応じた加工条件の探索)

和合 健\*\*、浅沼 拓雄\*\*、下河邊 秀行\*\*\*

形彫放電加工機を用いて  $\phi 0.25\text{mm}$  の小径針に  $\phi 0.1\text{mm}$  程度の多数個微細穴を開ける場合について、精度重視と能率重視の目的に応じた加工条件を探索した。その結果、目的に応じた入出力関係を設定して直交表実験を行うことで目的に応じた加工条件を求めることができ、能率重視では精度重視に比較して加工時間が  $1/3$  に短縮できた。

キーワード：細穴放電加工、加工精度、加工能率、入出力関係

## Conditions for Highly Accurate Microprocessing with Electrical Discharge Machining

(Method to determine conditions to assure accuracy and efficiency as a function of target)

Takeshi Wago, Takuo Asanuma and Hideyuki Shimokoube

This study proposes a method to determine the requisite conditions as a function of target to obtain accurate and efficient microprocessing. The target in this study consists of a 0.25-mm-diameter needle in which numerous 0.1-mm-diameter holes are fabricated by sinking electrical discharge machining. By defining input-output relations according to the purpose and conducting orthogonal-array experiments, suitable processing conditions are obtained. When using conditions for efficiency, the processing time was decreased by 67% compared with that obtained when using conditions for accuracy.

key words : sinking electrical discharge machining of minute hole, processing accuracy, processing efficiency, input-output relations

### 1 緒言

放電加工は加工用電極と加工物の間、所謂、極間に起こさせた放電の作用で、加工物表面層を除去する加工法で、高周波パルス電源により極間に連続的に電圧および電流を流す。トランジスタ電源の場合では、この際のピーク電流値とパルス幅が放電エネルギーの大きさを決定し、単発放電終了後から次の単発放電発生までの休止時間とともに加工速度に影響を与えている。ピーク電流は、大きさにより加工速度が最大となるパルス幅が存在するため、この組み合わせの結果により加工速度は変化する<sup>1)</sup>。

放電加工の加工原理は非接触での金属加工を可能としており、微細かつ硬質な加工物への加工も可能にした。特に放電加工は付与エネルギー量と放電ギャップの関係が高い線形性を持つため、その二つの特性を制御することで  $1\mu\text{m}$  台の高精度寸法加工が行える。このため高精度な寸法加工が要求される精密金型製作においてマザーマシンの位置付けとなり広く活用されている。一方で加工速度が遅いため生産性に課題があり、加工速度の向上は加工時間の短縮につながるため金型製造におけるリード

タイムの短縮に寄与できる。

ここでは細穴放電加工において、精度と能率の相反する要求に対して精度重視の場合、または能率重視の場合とした目的を分けた細穴放電加工において適切な加工条件探索方法の構築について取り組んだ。

### 2 実験方法

#### 2-1 実験装置

実験装置は創成放電加工機(三菱電機 EDSCAN8E)を用いた。EDSCAN8E は型彫放電加工機の本体に微細加工電源を搭載した装置であり、加工目的に応じた電源を選択できる。この装置の放電加工を行う際の電気条件は、E パックと呼ばれ、これは加工機械製造者が示す電気条件の最適値である。

#### 2-2 細穴加工での要求事項

図1のとおり、穴開けの対象は  $\phi 0.25\text{mm}$  の SUS 材の針とし、針の側面に  $\phi 0.1\text{mm}$  程度の穴を 10 個開けることが指示されている。この場合に高精度と高能率の各加工条件を求める。

\* 平成 22~24 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、中東北 3 県公設試技術連携推進会議 (共同研究)

\*\* ものづくり基盤技術第 2 部 (現 素形材技術部)

\*\*\* 岩手大学工学部

ここでの要求事項は、「φ0.25mm程度の非鉄材小径針側面の先端付近に高精度or高能率で10個の穴を開けること」

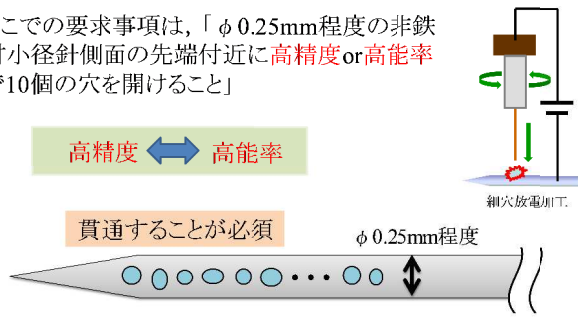


図1 穴開けの要求事項

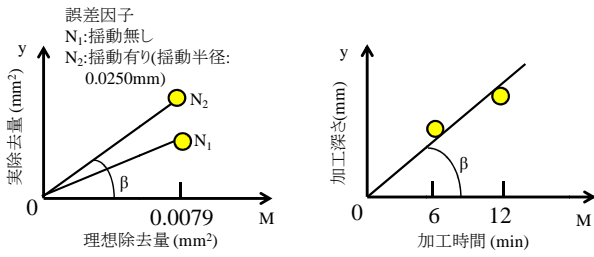


図2 目的に応じた入出力関係

2-3 入出力関係

図2に精度重視の場合と能率重視の場合の目的に応じた実験の入出力関係を示す。精度重視の場合は、入力Mが理想除去量 (mm<sup>2</sup>) で出力yが実除去量(mm<sup>2</sup>)とし、信号因子は1水準、誤差因子はN1：揺動無し、N2：揺動有り(揺動半径 0.0250mm)を設定した。能率重視の場合は、入力Mが加工時間(min)で出力yが加工深さ(mm)とし、信号因子は2水準、誤差因子は設定しなかった。精度重視の場合は、式(1)に示すばらつきの影響σ<sup>2</sup>と感度の効果β<sup>2</sup>の二つの指標を総合的に判断するSN比ηで評価し、SN比ηが大きい程高精度測定が行われていると判定する。一方、能率重視の場合は、単に加工時間が短ければ良いと定義すれば式(1)の感度の効果β<sup>2</sup>が大きければ良いことになり、感度βのみで加工の良し悪しを判定した。

$$\eta = \frac{\beta^2}{\sigma^2} \tag{1}$$

ここでηはSN比(db)、β<sup>2</sup>は感度の効果、σ<sup>2</sup>はばらつきの影響である。

2-4 因子と水準

制御因子は表1のとおり設定した。精度重視の場合は最初の実験であるため直交表L18を使用し、各因子の効果の大きさが不明であったためA~Hの8種類の因子を割り付けた。能率重視の場合は2回目の実験であったため効果の大きい4種類の因子のみを取り上げて直交表L9に因子A~Dのとおりに割り付けた。因子Dは調査して割り付けた。共通の加工条件は表2のとおりとし、特に加工材は図3のとおり精度重視の場合ではCCM合金、能率重視の場合ではSUS440とした。これは対象とした針の材質がその時の指示で異なっていたため、割付実験

表1 制御因子

精度重視(直交表L18)		水準		
		1	2	3
A	μSF回路	ON	OFF	—
B	コンデンサ回路	ON	OFF	ON
C	電圧LOW回路	ON	OFF	ON
D	ガイドの高さ μm	200	100	50
E	OFF時間(AUX)	3(大)	6	9(小)
F	付加電圧(GAP)	14(強)	12	10(弱)
G	戻り速度(GAIN)	10(遅)	25	40(速)
H	サーボ電圧	5	3	0

能率重視(直交表L9)

因子		水準		
		1	2	3
A	付加電圧(GAP)	10(弱)	12	14(強)
B	OFF時間(AUX)	9(小)	6	3(大)
C	戻り速度(GAIN)	10(遅)	25	40(速)
D	微細電源回路	①	②	③
D		①:強	②:中	③:弱
	μSF回路	OFF	OFF	ON
	コンデンサ回路	ON	ON	ON
	電圧LOW回路	OFF	ON	OFF

表2 共通の加工条件

電極	φ0.1mm銅パイプ
振れ止めガイド	セラミックス製φ0.1mm
加工材	精度重視:CCM合金, 能率重視:SUS440
加工液	メタルワークスEDF-K2
加工液噴出強さ	7/10
回転数	200min <sup>-1</sup>



図3 加工材(左: CCM合金、右: SUS440)

時の材質を針の材質に合わせた。

3 実験結果及び考察

3-1 直交表実験での結果

図4に精度重視の場合の直交表実験での結果を示す。直交表L18の実験番号No.1~No.18毎に加工深さと電極消耗率を図示した。ここで右側の縦軸とした電極消耗率とは電極消耗長さ(mm)/加工深さ(mm)×100(%)で表される除去深さに対する電極消耗長さの比である。図4から加工深さと電極消耗率は反比例の関係であることがわかる。また、誤差因子N2の揺動有りの場合は実験番号による加工深さの差が小さい。

図5に能率重視の場合の直交表実験での結果を示す。精度重視の場合と同様に実験番号毎に加工深さと電極消耗率を図示した。この図から実験番号No.8が加工深さが大きく、かつ電極消耗率が小さい良好な加工条件である

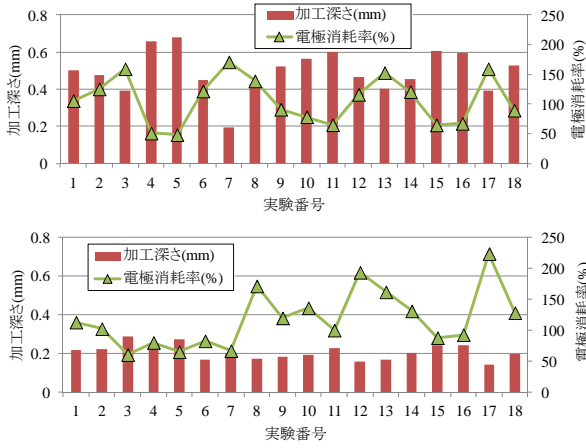


図4 精度重視の場合の実験結果  
(上: N1、下: N2)

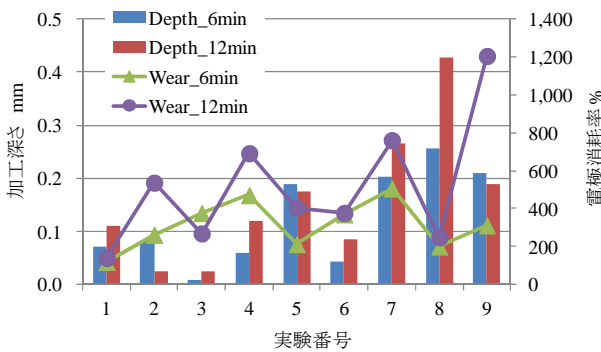


図5 能率重視の場合の実験結果

ことがわかる。

### 3-2 要因効果図

図6に精度重視の場合のSN比の要因効果図を示す。要因効果図とは、各因子において水準毎にSN比または感度の工程平均を計算しグラフ化したものである。図から因子においてSN比の最も大きい水準の組み合わせである最適条件はA1、B1、C1、D2、E1、F3、G2、H3となった。最適条件では微細加工回路の因子A、因子B、因子CがいずれもONの場合にSN比が高くなっておりφ0.1mm程度の細穴加工を行う場合での加工安定化に必須機能であることを示している。また、因子F:付加電圧(GAP)で因子内の水準間の効果が大きくエネルギーを小さくする方向でSN比が大きくなっている。

図7に能率重視の場合の感度の要因効果図を示す。ここでの基本機能は単に加工速度が速いことであるため、体積mm<sup>3</sup>の次元で感度の要因効果図を作成した。その結果、最適条件はA3、B2、C1、D3となった。これを図5で示した実験結果のNo.8と比べてところまさにNo.8の条件と完全に一致した。つまり、No.8の条件が要因効果図で求めた最適条件だったわけである。

### 3-3 検証実験

オフライン実験による直交表実験で得られた最適条件を使用して、針側面への細穴放電加工を行い、再現性を検証した。表3に精度重視と能率重視の場合の電気条件

因子	水準			
	1	2	3	
A	μSF回路	ON	OFF	—
B	コンデンサ回路	ON	OFF	ON
C	電圧LOW回路	ON	OFF	ON
D	ガイドの高さ μm	200	100	50
E	OFF時間(AUX)	3(大)	6	9(小)
F	付加電圧(GAP)	14(強)	12	10(弱)
G	戻り速度(GAIN)	10(遅)	25	40(速)
H	サーボ電圧	5	3	0

↑ (因子と水準)

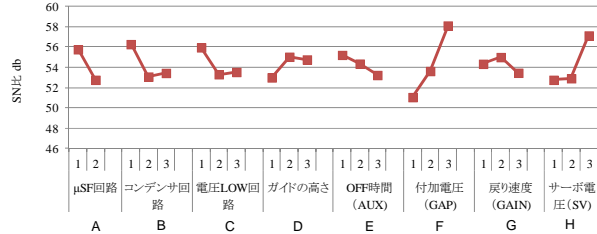


図6 精度重視の場合のSN比(db)の要因効果図

因子	水準			
	1	2	3	
A	付加電圧(GAP)	10(弱)	12	14(強)
B	OFF時間(AUX)	9(小)	6	3(大)
C	戻り速度(GAIN)	10(遅)	25	40(速)
D	微細電源回路	①	②	③

↑ (因子と水準)

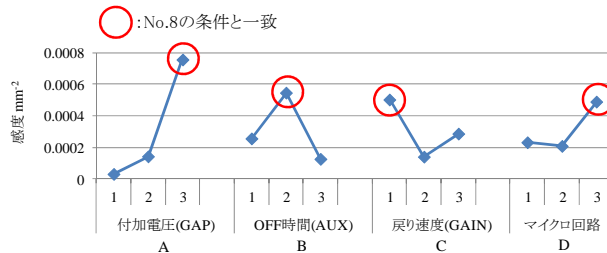


図7 能率重視の場合の感度(mm<sup>2</sup>)の要因効果図

を比較した。ここで推奨条件とはメーカーが示したEパックである。その結果、精度重視と能率重視では僅かに3因子のみ異なる設定であり、この3種類の因子が加工精度と加工能率の分岐となっていた。

表4に加工時間、表5に針穴加工での結果を示す。表1から精度重視の場合は穴10個の加工時間は1時間07分43秒、能率重視の場合は23分57秒であった。その結果、1個あたりの加工時間は精度重視の場合が6分46秒、能率重視の場合が2分24秒であった。その結果、能率重視の場合は精度重視の場合に比較して加工時間が約1/3に短縮できた。

表5から能率重視では加工時間が1/3に短縮できるがその反面、電極消耗率が精度重視の場合は32.6%に対し、能率重視の場合は200.2%と大幅に増加した。これは深さ1mmの穴を開ける場合に精度重視では電極の消耗長さが0.326mm、能率重視では2.002mmを要することを示している。また、精度重視では穴径がφ0.109mmとなりφ0.1mmの電極を使用していることから電極の振れ量を



表3 各目的での電気条件

項目	推奨条件	最適条件 (精度重視)	最適条件 (能率重視)
マイクロSF回路	OFF	ON	ON
コンデンサ回路	OFF	ON	ON
電圧LOW回路	OFF	ON	OFF
ガイドの高さ(μm)	50	100	100
EバックNo.	1951	5029	5033
回路選択	SF	SF	SF
OFF時間:AUX	3	6	6
極性切換	(-)	(-)	(-)
加工セッティング:IP	0	0	0
パルス幅:ON	0	0	0
休止時間:OFF	0	0	0
付加電圧:GAP	14	10	14
戻り速度:GAIN	40	25	10
上昇距離:JUMP	0	0	0
上昇距離:降下時間 JU/JD	0↑1↓	0↑1↓	0↑1↓
サーボ電圧:SV	0	0	0

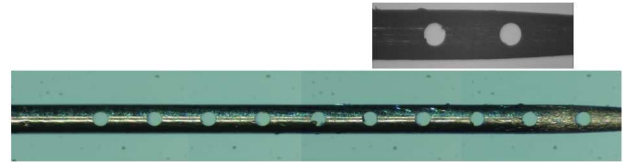


図8 精度重視での加工穴

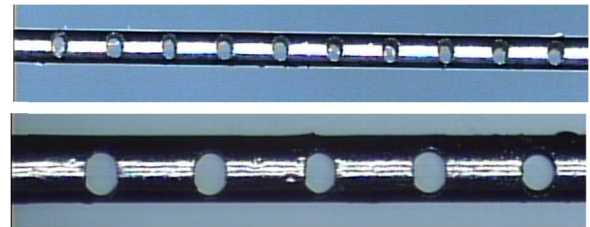


図9 能率重視での加工穴

表4 加工時間

穴番号	(h: m: s)	
	精度重視	能率重視
1	0:07:01	0:02:27
2	0:06:47	0:02:27
3	0:06:27	0:02:24
4	0:06:25	0:02:23
5	0:06:01	0:02:23
6	0:06:48	0:02:23
7	0:06:55	0:02:22
8	0:06:43	0:02:23
9	0:07:04	0:02:22
10	0:07:32	0:02:23
合計	1:07:43	0:23:57

表5 針穴加工での結果

1穴あたりの加工結果	精度重視	能率重視
穴径(mm)	0.109	0.143
放電ギャップ(直径, μm)	8.6	42.5
加工時間(h:m:s)	0:06:46	0:02:24
電極消耗長さ(mm): p	0.082	0.500
加工深さ(mm): q	0.250	0.250
電極消耗率(%): p/q×100	32.6	200.2
穴径のばらつき(σ, μm)	0.9	34(縦横の差)
総加工時間(h:m:s)	1:07:43	0:23:57

含めた放電ギャップが直径で8.6μmであるのに対し、能率重視の場合は穴径の縦横差で34μmと楕円形状の穴になった。図8と図9に精度重視と能率重視のそれぞれの加工穴を示す。図8の穴は真円に近い丸形状であるが、図9ではまさに楕円形状の穴となっている。これは、針の円筒側面への加工であるため針の肉厚の違いにより除去効率が異なり、楕円形状になったと予想される。

#### 4 結 言

φ0.25mmの針側面へφ0.1mmの細穴放電加工を行う際の精度重視と能率重視の目的に応じた加工条件の探索に取り組んだ結果、以下の結論が得られた。

- (1) 各目的に応じた入出力関係を設定して直交表実験を行うことで、目的に応じた加工条件を求めることが出来た。
- (2) 1穴の加工時間が精度重視の場合は6分46秒に対し、能率重視の場合は2分24秒となり0.35倍を達成した。ただし、電極消耗率は精度重視の場合で32.6%に対し、能率重視では200.2%となり、6.1倍となった。
- (3) 精度重視の場合ではほぼ真円の穴形状であるのに対し、能率重視では穴の縦横差が34μmの楕円形状になった。

#### 文 献

- 1) 三菱電機株式会社：形彫放電加工技術資料 (2001)

# 非接触式形状測定機の精度評価法\*

和合 健\*\*、池 浩之\*\*

形状測定機は測定原理が多種多様であるため、測定の不確かさを算出するにはその測定機固有の測定原理に基づく不確かさ発生要因を考える必要がある。ここでは、非接触式形状測定機を利用して測定を行い、その測定における特徴や誤差を求めた。その結果、ゲージの凹凸形状に依存する誤差傾向が見られた。

**キーワード：輪郭形状測定機、基準器、精度評価法、非接触測定**

## Accuracy Evaluation for Noncontact Shape and Contour-Measuring Machine

Takeshi Wago and Hiroyuki Ike

Calculating uncertainty for contour form measurements is difficult because different contour-measuring machines may use different measuring principles, leading to variations in uncertainties. At this stage, some characteristic errors are extracted and considered, and artifacts appear when lines and curves are measured by a noncontact contour-measuring machine. As a result, errors influence the dependence on both circular and rectangular gauge shapes.

**key words: contour-measuring machine, artifact, evaluation method for measuring precise, noncontact measuring**

### 1 緒言

形状測定機は測定原理が多種多様であるため、測定の不確かさを算出するにはその測定機固有の測定原理に基づく不確かさ発生要因を考える必要がある。形状測定機は接触式、または非接触式など多くの方式が存在し、測定範囲、分解能、測定可能な傾斜角度などそれぞれの検出器原理に依存する特徴を有する。本研究は、産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会の共同研究として実施し、形状測定機の精度評価法の構築が目的である。

ここでは、非接触式形状測定機を利用してパイロットラボが示すプロトコルに従って測定実験を行い、非接触測定機での形状測定における特徴や誤差を求めた。

### 2 実験方法

#### 2-1 実験装置及び方法

非接触式形状測定機はレーザオートフォーカス式形状測定機 (NH-3SP、三鷹光器) を使用した。表 1 に主な仕様と測定条件を示す。本装置は一定の焦点距離で測定物表面を追尾しその Z 高さを光学式リニアスケールで取得する方式である。非接触式形状測定機の測定部は図 1 に示すとおり、対物レンズを測定物に近接して輪郭形状を測定する方式である。使用したゲージを図 2、図 3 に示す。ゲージは丸形ゲージと角形ゲージの 2 種類とし、丸形ゲージは羊羹形状の上端面に半径の大きさが異なる円形輪

表 1 主な仕様と測定条件

使用装置名	レーザAF式形状測定機(三鷹光器, NH-3SP)
公称精度	指示誤差: 1+3L/120 μm(Z方向), 0.5+2.5L/150 μm(X,Y方向)
使用プローブ情報	半導体レーザ(波長635nm), AFセンサ方式, 50倍, スポット径2μm
送り速度	0.11 mm/sec
サンプリング	100 pts/mm
測定室温度	21.1-21.5°C (Range 0.4°C)
コメント	丸型と角型で最適条件が一致したので測定は各1回のみ

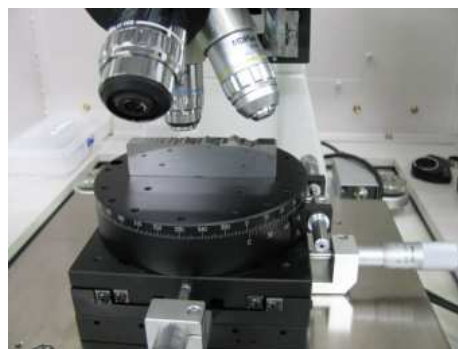


図 1 測定部

郭が連続して配置されたもので、上端部の直線部で回転軸を設定する。角形ゲージは 2 直線で構成する山が連続した形状である。アライメントに関するプロトコルの制

\* 平成 23 年度 産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会 (共同研究)

\*\* 材料技術部 (現 素形材技術部)

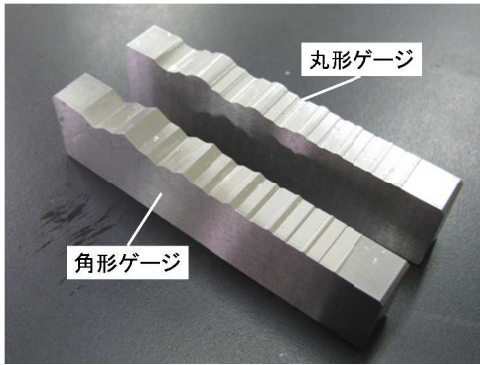


図2 各ゲージの外観

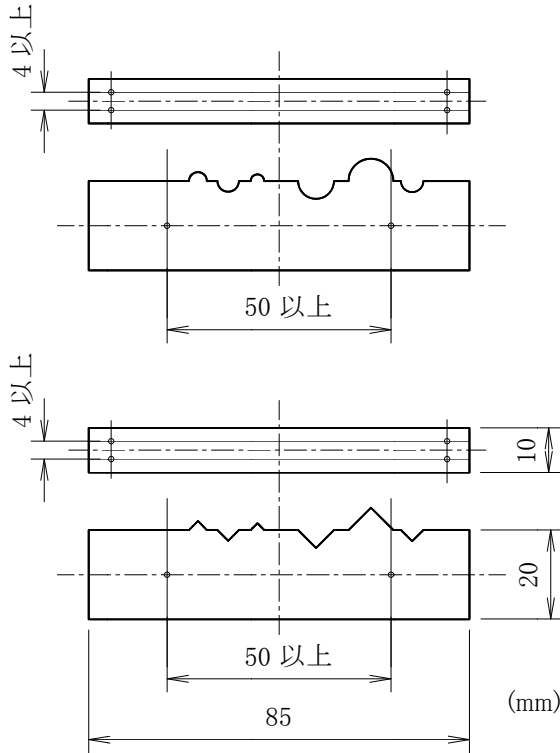


図3 各ゲージの概要  
(上：丸形ゲージ、下：角型ゲージ)

表2 測定項目

名称	測定箇所	測定項目
丸形ゲージ	凹凸計12か所	円半径, 円中心座標X及びZ, 真円度
角形ゲージ	凹凸計12か所	成す角, 交点座標X及びZ, 各線の真直度

表3 因子と水準

因子	水準		
	1	2	3
A	ゲージ	丸形	角型
B	測定位置	y=3mm	y=5 y=7
C	繰り返し	1回目	2回目 3回目
D	測定条件	最適条件	
E	測定機械	NH-3SP	

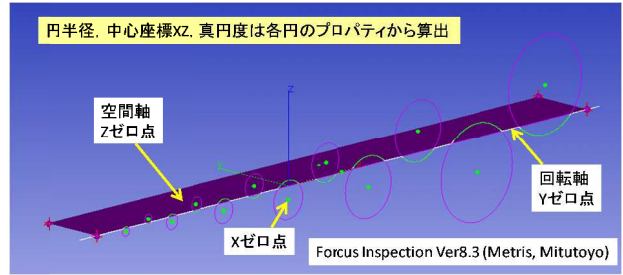


図4 丸形ゲージのワーク座標系

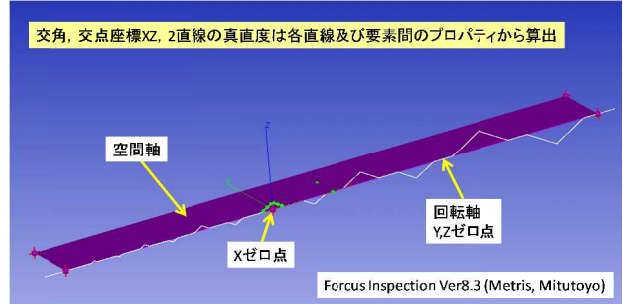


図5 角形ゲージのワーク座標系

限は、上端部で4mm以上、側面部で50mm以上の点間距離を取ることであった。測定条件は丸形と角形の各ゲージで最適条件が一致したので測定は各1回のみで行った。測定項目はプロトコルに指示された表2のとおりである。因子と水準は表3のとおりとした。

### 2-2 測定値の算出方法

NH-3SP で得られた点群を利用して点群評価ソフト (Forcus Inspection Ver8.3、Metris・Mitutoyo) により3次元形体を形成して各測定値を算出した。この方法を用いることで座標、形状、粗さのすべての形体が評価できるが、ここではワーク座標系を作成して一つのゲージあたり12か所の測定要素の位置座標と幾何形状及び寸法を算出した。ワーク座標系は丸形ゲージの場合は、図4のとおり空間軸：X軸直線上の2点とその点をY軸方向に複写した4点で形成する平面、回転軸：X軸直線上の2点で形成した直線、ゼロ点：Xゼロは凸4中心X座標、Yゼロは回転軸上Y座標、Zゼロは空間軸上Z座標とした。角形ゲージの場合も同様に図5のとおりワーク座標系を作成した。測定温度は21.1℃~21.5℃の範囲で変動し、温度変動幅が0.4℃であった。温度膨張補正は、測定長さが十分に小さいために温度膨張が無視できると考えで行わなかった。

### 3 実験結果及び考察

各ゲージとも測定要素凸1~6、凹1~6の計12か所の測定要素を1か所につきY方向3か所及び繰り返し3回の計9回測定した。この9回測定した値の平均値と標準偏差を測定項目毎に算出した。表4に丸形ゲージの平均値と標準偏差、表5に角形ゲージの平均値と標準偏差を示す。丸形ゲージの標準偏差の半径では、半径の大小で標準偏差の差が見られない。接触式の場合、特にCMMを使用した場合にはチップ径が大きい影響から測定対象

表4 丸形ゲージの平均値と標準偏差

要素	平均値 (mm)				標準偏差: $\sigma$ ( $\mu\text{m}$ )			
	半径	中心X	中心Z	真円度	半径	中心X	中心Z	真円度
凸1	0.4970	-23.4196	-0.3518	0.0024	0.87	0.53	1.09	0.53
凹1	0.4953	-20.2197	0.3512	0.0030	1.12	0.50	1.09	0.00
凸2	0.8072	-16.7997	-0.5714	0.0037	1.64	0.50	1.67	0.50
凹2	0.8034	-13.1600	0.5673	0.0029	1.42	0.00	1.58	0.33
凸3	1.2883	-9.1797	-0.9116	0.0027	0.71	0.50	0.73	0.50
凹3	1.2869	-4.8600	0.9103	0.0027	0.60	0.00	0.50	0.50
凸4	2.0496	0.0000	-1.4484	0.0030	0.73	0.00	0.73	0.00
凹4	2.0500	5.4000	1.4498	0.0027	0.87	0.00	0.83	0.50
凸5	3.2798	11.6690	-2.3183	0.0033	1.20	0.00	1.00	0.50
凹5	3.2806	18.8090	2.3191	0.0029	0.73	0.00	1.05	0.33
凸6	5.2468	27.3393	-3.7099	0.0030	0.83	0.50	0.78	0.00
凹6	5.2469	37.2592	3.7110	0.0029	0.60	0.44	0.71	0.33
平均値	-	-	-0.0002	0.0029	1.00	0.35	1.04	0.39

表5 角形ゲージの平均値と標準偏差

要素	平均値 (mm)				標準偏差: $\sigma$ ( $\mu\text{m}$ )					
	成す角度 (deg)	交点X	交点Z	真直度L	成す角度 (deg)	交点X	交点Z	真直度R		
凸1	120.0178	-23.4198	0.2028	0.0020	0.0017	176.39	0.44	0.44	0.00	0.50
凹1	120.0572	-20.2197	-0.2012	0.0022	0.0020	170.20	0.71	0.44	0.44	0.00
凸2	120.0367	-16.7991	0.3298	0.0020	0.0020	67.33	0.33	0.44	0.00	0.00
凹2	120.0336	-13.1591	-0.3278	0.0023	0.0020	61.94	0.33	0.44	0.50	0.00
凸3	119.9999	-9.1794	0.5264	0.0021	0.0026	26.55	0.53	0.53	0.33	0.88
凹3	119.9727	-4.8592	-0.5244	0.0020	0.0020	28.27	0.44	0.53	0.00	0.00
凸4	119.9933	0.0000	0.8381	0.0027	0.0018	9.35	0.00	0.33	0.50	0.44
凹4	119.9943	5.3998	-0.8376	0.0019	0.0028	15.57	0.44	0.53	0.33	1.20
凸5	119.9991	11.6698	1.3393	0.0023	0.0020	7.56	0.44	0.50	0.50	0.00
凹5	119.9938	18.8091	-1.3396	0.0020	0.0020	9.00	0.33	0.53	0.00	0.00
凸6	120.0049	27.3396	2.1421	0.0020	0.0020	3.06	0.53	0.33	0.00	0.00
凹6	119.9924	37.2593	-2.1419	0.0020	0.0021	2.13	0.50	0.33	0.00	0.33
平均値	120.0080	-	0.0005	0.0021	0.0021	76.61	0.45	0.45	0.31	0.48

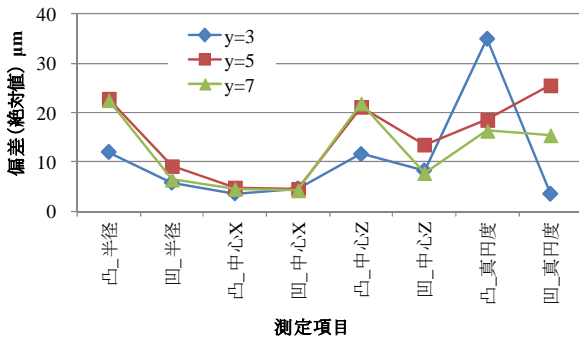


図6 丸形ゲージの偏差

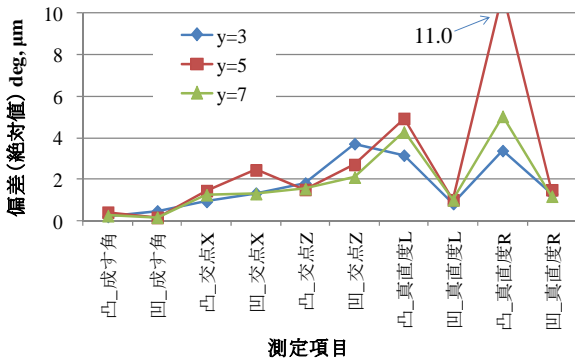


図7 角形ゲージの偏差

半径が小さい場合にサンプリング数が少なくかつ部分円真円度においても半径の大小で明確な差が生じていない。角形ゲージの標準偏差では測定要素が大きい程、成す角で明らかに標準偏差が小さく良好である。角度算出では

個々の直線の方向ベクトルが重要になり線の腕の長さが大きい程、その線を形成する点の個数が多くなり正確な方向ベクトルが決定できる。一方で線の腕の長さが短い測定要素の場合に成す角度のばらつきが大きくなった。測定の制限によりばらつきが大きくなる傾向が予想される。ここでの測定方法の場合はレーザースポット径が $2\mu\text{m}$ かつ対物レンズ50倍の効果から半径の大小で標準偏差に差が見られない。同様に標準偏差の中心 X、中心 Z、他の交点 X、交点 Z、真直度 L、真直度 R については測定要素の大小に起因する標準偏差の違いは見られなかった。図6に丸形ゲージの偏差、図7に角形ゲージの偏差を示す。Y軸方向の3水準毎に分離して図示した。特に1水準毎に凸6個、凹6個の計12個の結果を平均化しているがプラス値とマイナス値を加算して相殺されないように絶対値に変換してから平均値を算出した。そのため平均後の結果はすべてプラスで図示されている。標準値は各ゲージの“測定結果(2011年産総研)”を使用した。丸形ゲージで凸半径が3水準とも大きく最大値 $22.8\mu\text{m}$ となった。対して凹半径では最大値 $9.1\mu\text{m}$ となり凸測定で半径の偏差が大きくなる傾向が見られた。中心座標はZ方向で最大値 $21.8\mu\text{m}$ 、X方向で最大値 $4.8\mu\text{m}$ となりZ方向で偏差が大きい。

角形ゲージでは丸形ゲージと比較して偏差が非常に小さく、凸真直度Rの $11.0\mu\text{m}$ が特出して大きい、ほとんどが $4.0\mu\text{m}$ 以下となっていた。丸形ゲージとの大きな形状の違いは角形ゲージはすべてが直線で形成された要素であった。

#### 4 結 言

非接触式形状測定機の誤差傾向を把握するために、異なる凹凸形状のゲージを利用して測定した結果、以下の結論が得られた。

- (1) ばらつきを評価した場合は、丸形ゲージの場合は測定要素の大小において標準偏差の違いは見られない。角形ゲージの場合は、特に成す角(deg)の算出において測定要素が小さい程、標準偏差が大きくなる傾向が見られた。
- (2) 偏差を評価した場合は、丸形ゲージが角形ゲージと比較して非常に偏差が大きくなった。特徴的なのは丸形ゲージの凸半径で偏差が大きい傾向が見られた。角形ゲージではほとんどが偏差 $4.0\mu\text{m}$ 以下となり、両者の違いは、角形ゲージがすべて直線で形成された要素であった。

#### 謝 辞

本研究は、産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会の共同研究として行われた。実験を行うにあたり本共同研究に参加された NMIJ/AIST、公設試及び企業の研究員の方々には貴重なご指導を頂き、この場を借りて感謝を表す。

# 同時 5 軸マシニングセンタの特徴と性能評価\*

和合 健\*\*、飯村 崇\*\*、堀田 昌宏\*\*

5 軸マシニングセンタは高精度、短納期、複雑形状に対する優位性が期待されており、日本における製品製造の海外との差別化策の一つとなり得る。ここでは、岩手県工業技術センターでの 5 軸マシニングセンタ導入にあたりその使用目的や仕様について調査した。その結果、幅広い要望に対応するために大型ワーク加工かつ高精度加工の両方に対応できる 5 軸マシニングセンタを導入した。

**キーワード : 5 軸マシニングセンタ、5 軸 CAM、設備導入、割り出し 5 軸加工**

## Features and Performance of Simultaneous Five-Axis Machining Center

Takeshi Wago, Takashi Iimura and Masahiro Hotta

Five-axis machining centers are expected to provide the processing technique required for high-precision, high-efficiency, complicated feature work, thus giving Japanese producers a processing advantage over foreign competitors. In this study, we investigate the purpose and machine specifications for a five-axis machining center at IIRI. To respond to wide-ranging requests, we propose to equip the center with both high-precision-processing and large-workpiece-processing capabilities.

**key words : five-axis machining center, five-axis CAM, equipment installation, dividing five-axis processing**

### 1 緒言

近年、製造費用の低減化を目的に人件費を含めた製造単価が安い中国や東南アジアにおいて工業製品製造が行われている。日本で製造を行うためにはこれらの製品製造との差別化が必要になり高精度、短納期、複雑形状など諸外国では対応できない製品製造を実施するための高度技術が求められている。その中で多軸加工法は一回のワーク取付けで製品加工ができる短納期及び高精度に有利な方法である。またマシニングセンタ加工を例にとると 3 軸加工機では突き出し部の下側つまりオーバーハング部の加工はワークを取り外して天地反転する作業が必要であるが、A 軸と C 軸を付加した 5 軸マシニングセンタでは一度のワーク取付けでオーバーハング部を有する複雑形状も加工完結できることから魅力が高い加工機の一つとなっている。

ここでは同時 5 軸マシニングセンタの当工技センターでの導入にあたりその加工機械の特徴、使用用途等について今後の活用を見据えて調査・検討した。

### 2 同時 5 軸マシニングセンタとは

5 軸マシニングセンタは 3 軸マシニングセンタに A 軸と C 軸を付加したものである。代表的な構造は、通常の X 軸、Y 軸、Z 軸を有する立型マシニングセンタのテーブルに X 軸に平行となる回転軸を配置して YZ 平面を振り子運動する A 軸とその中にロータリーテーブルとなる

C 軸を内蔵した構成がある。また、大型重量物ワークの積載を目的とした場合はテーブルを固定しそのテーブル中にロータリーテーブルとなる C 軸を内蔵し、X 軸、Y 軸、Z 軸、A 軸はすべて主軸側に付加した構成であり、特に A 軸は主軸を傾けることにより達成する方式である。同時 5 軸マシニングセンタの同時とは 5 軸を一度に動作させることを言い、特別な機能の一つである。同時 5 軸と対比して割り出し 5 軸という用語が用いられ、割り出し 5 軸とは A 軸と C 軸を動作させてワーク姿勢を一旦変更後に、この 2 軸を固定させて他の X 軸、Y 軸、Z 軸の 3 軸で加工を行う方法のことを言う。ワーク形状によってはこの割り出し 5 軸で十分に対応できる製品も多く見られる。

### 3 導入に関するニーズ調査

5 軸マシニングセンタの導入にあたり県内企業を対象にしたニーズ調査を行った。本調査の趣旨は以下のとおりである。5 軸マシニングセンタは 3 軸マシニングセンタに A 軸と C 軸の 2 軸を付加することで新しい狙いの加工が実現できる装置である一方、部品加工、医療用人工骨加工、金型加工、シリンダブロック加工、タービン翼加工、光学レンズ加工、精密治具加工など、どの領域を狙うかにより同時 5 軸マシニングセンタの仕様が異なる。当工技センターでは県内製造業の今後の方向性や当工技センターの技術ロードマップと照らし合わせながら仕様

\* 平成 23 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 材料技術部 (現 素形材技術部)

検討を行っており本装置の今後の活用において県内企業のニーズが重要であることから、その要望を調査し装置(仕様)決定の参考にする事とした。選択肢にあげた二つの異なる機種を以下に示す。

- (1) 大型同時5軸マシニングセンタ(参考機種型式:例えばDMU40、DMG社)。特長はX:Y:Z軸ストローク=450:400:480mmと広く大型ワークの加工ができる。A軸がスピンドル側にある首振り型であり工具姿勢の自由度が高い。部品加工、シリンダブロック加工、医療用人工骨加工などの高自由度加工に適する。
- (2) 超精密同時5軸マシニングセンタ(参考機種型式:例えばYMC430-5AXIS、安田工業)。特長は0.1μm単位の超精密動作をするリニアガイド。運動性能(X-Y軸)は真円度0.60μm。ただし、ワーク最大回転径はφ250mm、最大積載重量は15kgと小物向け。精密金型加工、光学レンズ加工、精密治具加工などの次世代高精度加工が実現できる。

ニーズ調査の結果は、大型同時5軸マシニングセンタが24票、超精密同時5軸マシニングセンタが25票であった。つまり、各企業の業種によりその要望する性能は異なり、作業目的に応じて機種選定が必要であるという結論であった。同時に回答数は49件であり、回答率は0.315(49/158)となり自由アンケート形式の回答率が3割を超えたことから、関心の高さが示された。

#### 4 導入した5軸マシニングセンタの仕様

5軸マシニングセンタの調査を行った結果、公設試の立場では県内企業の広い業種からのニーズに対応することが必要であることが分かった。そのためには、大型ワーク加工と高精度加工の二つの両端を両立させることが必要であり、その要求仕様を満足できる5軸マシニングセンタを調査した結果、DMG/森精機のHSC55Linearが大型ワークかつ高精度加工を両立できることがわかり、本機種を導入した。また、5軸CAMの選定では5軸マシニングセンタ同様に同時5軸かつ割り出し5軸、さらには汎用2軸3軸など県内企業からの広いニーズと研究範囲を視野に入れて選定した。その結果、コダマコーポレーションのTopCAMを選定した。導入した5軸マシニングセンタの主な仕様を表1、装置外観を図1に示す<sup>1)</sup>。

#### 5 講習会の開催

県内企業への5軸加工技術の啓蒙普及を目的に講習会を開催した。内容は以下のとおりである。講習会名:5軸マシニングセンタ講習会、日時:平成24年7月19日(木)10時00分~15時30分、場所:岩手県工業技術センター、内容:5軸マシニングセンタの紹介10:00~12:00(森精機製作所)、5軸CAD/CAMの紹介13:00~15:00(コダマコーポレーション)。設備見学15:10~15:30(岩手県工業技術センター)。参加者は34名(19社)で講習会後のアンケートで講習会の印象を調査し、その結果を図2に示す。この結果から5軸加工の概要についてはほ

表1 5軸マシニングセンタの主な仕様

本体型式	-	HSC 55 Linear (DMG/森精機)
NC装置	-	Heidenhain iTNC 530
5軸構成	-	立型マシニングセンタ 方式3軸(X,Y,Z)+揺り かご式A軸+回転C軸
作業範囲	X軸,mm	450
	Y軸,mm	600
	Z軸,mm	400
旋回軸	A軸,deg	+10/-110
回転軸	C軸,deg	360
最大回転数	min <sup>-1</sup>	28000
ツールシャンク	-	HSK-A63
最大送り速度	mm/min	80000
早送り速度	X/Y/Z, m/min	80/80/80
作業テーブル	mm	460×600
ワーク最大重量	kg	600
最大加速度	g	>2g
ツールマガジン	本	16



図1 導入した5軸マシニングセンタの外観

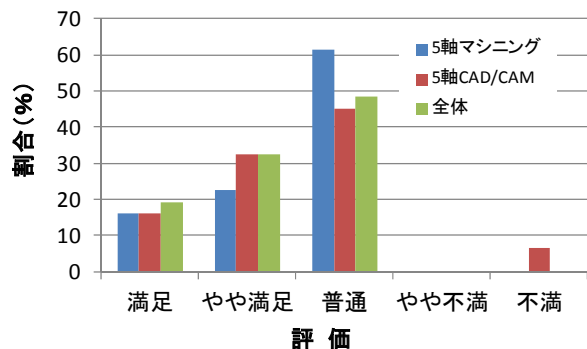


図2 講習会のアンケート結果

ぼ受け入れられたようであるが、今後の技術展開のステージで困難さが多く生じると予想される。

### 6 割り出し5軸加工による試し加工

割り出し5軸を利用して傾斜加工を行った。使用した工具はφ20mmの2枚刃スローアウェイフェイスミルである。加工物の材料はアルミニウムであり、ワーク形状を図3に示す。A軸とC軸を利用して水平面に対して15°の傾斜面の加工を行った。3軸マシニングセンタではボールエンドミルを用いて傾斜面を加工するか、または外付けの割り出し傾斜治具をテーブルに取りつけて行う加工が5軸マシニングセンタでは容易に行えた。加工後の斜面の加工面粗さ測定の様子を図4、形状測定結果を表2、加工面粗さを表3に示す。加工した傾斜面の8面のうちここで設定したワーク座標系と直交する面、つまりX軸を0°とすると90°、180°、270°に位置する傾斜面の4面の水平面との角度を測定した。その結果、平均値が15.002°、最大値と最小値の範囲で0.026°の良好な結果となった。加工面粗さでは15°の傾斜面と水平面を比較したところ、Raは平均値で傾斜面が0.18μm粗い結果となった。Rzも同様に傾斜面で1.30μm粗い結

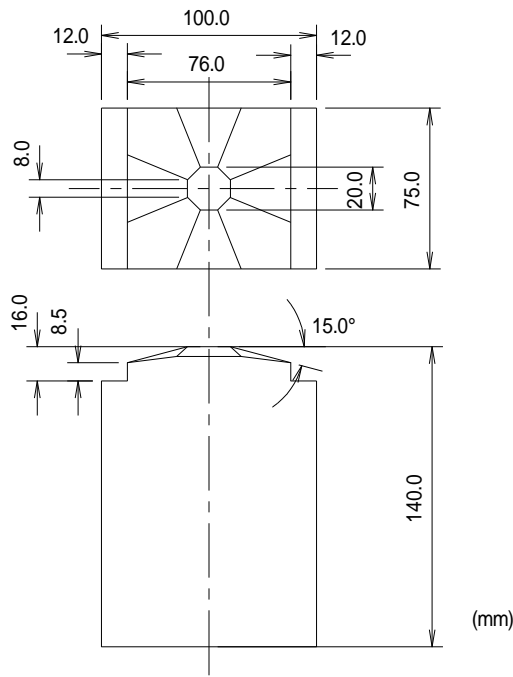


図3 加工物



図4 加工面粗さ測定

表2 形状測定の結果

要素	角度 (deg)
平面1	14.995
平面2	15.011
平面3	15.014
平面4	14.988
平均値	15.002
最大値:A	15.014
最小値:B	14.988
範囲:A-B	0.026

表3 加工面粗さの結果

項目	Ra (μm)		
	Ra	Rz	RSm
傾斜面, 送り垂直	0.70	4.01	73.53
傾斜面, 送り平行	0.56	3.18	104.17
平均値:A	0.63	3.60	88.85
水平面, 送り垂直	0.47	2.31	81.09
水平面, 送り平行	0.43	2.27	104.17
平均値:B	0.45	2.29	92.63
A-B	0.18	1.30	-3.78

果となった。加工順番では水平面が先で傾斜面が後だったためチップの摩耗や構成歯先の影響も考えられるが、今後の検討課題とした。

### 7 結 言

5軸マシニングセンタは高精度、短納期、複雑形状に対する優位性が期待されており、日本における製品製造の海外との差別化策の一つとなり得る。ここでは、岩手県工業技術センターでの5軸マシニングセンタ導入にあたりその使用目的や仕様について調査した。

- (1) 県内企業へ5軸マシニングセンタ導入に関するニーズ調査を行った結果、回答率は0.315 (49/158) となり関心の高さが示された。
- (2) 導入した5軸マシニングセンタは大型ワーク加工かつ高精度加工の両方に対応できる性能を有し、多くの要望に対応できる。
- (3) 割り出し5軸加工による試し加工を行った結果、設計値15°斜面は4面の平均値で15.002°の良好な角度で加工され、本装置は高精度加工に適応できることが示された。

なお、本装置は国庫補助施設設備整備事業補助金で導入されたものであり、今後の技術開発に活用していく予定である。

### 文 献

- 1) DMG/森精機：HSC 55 Linear カタログ (2012)

# 各種輪郭形状測定機の性能比較と測定誤差\*

和合 健\*\*、浅沼 拓雄\*\*

自動車部品等の形状測定は、その形状や材質に適した測定方法を選択して三次元測定機や光学式形状測定機等により行われる。この場合、測定機それぞれの測定原理により測定遂行が制限される場合も多い。接触式輪郭測定機は、測定物の表面を触針で走査し、高精度測定と汎用性を具備する。ここでは、接触式輪郭測定機を対象に検出器原理の異なる機種の比較を行ったが、測定誤差に差異は表れなかった。

**キーワード：輪郭形状測定機、性能比較、測定誤差、検出器原理、測定完遂度**

## Comparison of Performance and Measurement Errors of Contour-Measuring Machines based on Different Principles

Takeshi Wago and Takuo Asanuma

Coordinate-measuring machines (CMMs) can measure the shape of workpieces made from varying materials, such as automobile parts and other parts. However, the measurement is often limited by the measuring principles used by the CMM. By scanning the surface of the workpiece with a stylus, contour-measuring machines are versatile and provide high-precision contour measurements. In this research, we compare the measurement errors obtained from several different contour-measuring machines. We find no difference in measurement error between the contour-measuring machines.

**key words : contour-measuring machine, performance comparison, measuring deviation, detection principle, measurement realizable**

### 1 緒言

輪郭形状測定機は、機械加工やプラスチック成形により製作した部品の輪郭形状を高精度に測定する装置である。特に現状で輪郭形状測定を行う場合に、微細かつ高精度の要求が高く、座標測定機やレーザ式形状測定機では測定原理の制限から対応できない状況が多くなっているため、接触式専用機を導入することとした。ここでは本装置の設備導入にあたり輪郭形状測定機の性能調査と、導入された機種を使用して標準球を測定した事例での測定誤差の考察を行ったので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 輪郭形状測定機の基本仕様

輪郭形状測定機の製造メーカーを調べた結果、日本国内に東京精密、ミットヨ、小坂研究所の代表的な3大メーカーが存在する。この3社のカタログを取り寄せて仕様数値を比較したところ、3社で大きな差は見られなかった。表1に3機種の仕様<sup>1,2,3)</sup>を示す。赤塗りが注目点であり、検出器原理は3機種で異なる機構を有し、接触式輪郭測定で重要となる登坂測定では3機種とも77°登坂測定が可能である。

#### 2-2 持ち回り測定

カタログの仕様数値だけでは各社の測定機の特長が分

からないことから、測定サンプルを独自にワイヤ放電加工機で製作し、三次元測定機(UPMC550-CARAT、Carl Zeiss社)で比較のための標準値の値付けを行った。その後、測定サンプルを持参して3社の工場に赴き、独自に作成した指示書に従って輪郭形状測定を実施した。参考までにこの3社の工場は、北関東エリアに集中して立地されており、2日間で測定を終えることができた。後日、同じ測定サンプルを郵送し、2回目の輪郭形状測定を実施した。

#### 2-3 測定指示書

測定物は「77degサンプル」とし図1~3に示す。77degサンプルは横方向94mm、高さ44mm、奥行き15mmで、材料は焼入れした合金鋼である。ワーク座標系は以下のとおり設定した。空間軸は測定機の定盤面、回転軸は図1のID16点、ID38点が成す直線であり、ID16の1mm領域とID38の3mm領域の複数点を使用することとした。ゼロ点X、ZはID18円とX軸とのXマイナス側の交点として、Y軸は規定しなかった。次に測定方法の注意点を(1)と(2)に示す。

(1) 各社の輪郭形状測定機(ハードウェア)の基本性能を検査するため、77°の傾斜面(ID25線、ID26線、ID29線、ID32線)の測定では測定物を傾斜させて測定し、オーバーラップ部を繋ぎ合わせて合体させるなどのソフトウェアを利用した測定は行わないこと。

\* 平成24年度 文部科学省 地域イノベーション戦略支援プログラム (次世代モビリティ開発拠点プロジェクト)

\*\* ものづくり基盤技術第2部 (現 素形材技術部)



表1 輪郭形状測定機的主要仕様

項目	CONTOURECORD 2600G, 東京精密	FORMCORDER DSF600, 小坂研究所	FORMTRACER CS-3200, ミツトヨ
検出器原理	レーザ光回折スケール	直動リニアスケール	円弧リニアスケール
検出器のZレンジ	50mm	58mm	60mm
検出器のZ分解能	0.025 $\mu$ m	0.05 $\mu$ m	0.02 $\mu$ m
Z軸コラムの調整範囲	450mm	500mm	400mm
X軸の測定範囲	200mm	200mm	200mm
X軸の測定分解能	0.1 $\mu$ m	0.5 $\mu$ m	0.05 $\mu$ m
指示誤差:Z軸	0.8+4H/100 $\mu$ m	1.0+0.04H $\mu$ m	0.8+2H/100 $\mu$ m
傾斜面の追従性	登り77° /下り83°	登り77° /下り83°	登り77° /下り87°
測定力	10-30mN(手動)	10-30mN(手動)	10,20,30,40,50mN(自動)
スタイラスの長さ	最大値で52mm	最大値で42mm	最大値で42mm
標準スタイラスの先端角	円錐形, 最小値で両角24°	円錐形, 最小値で両角16°	円錐形, 最小値で両角20°
スタイラスの先端R	R25 $\mu$ m	R25 $\mu$ m	R25 $\mu$ m
ソフトウェア	ワーク座標設定, 形状解析, 設計値照合など各種補正及 び解析機能	ワーク座標設定, 形状解析, 設計値照合など各種補正及 び解析機能	ワーク座標設定, 形状解析, 設計値照合など各種補正及 び解析機能

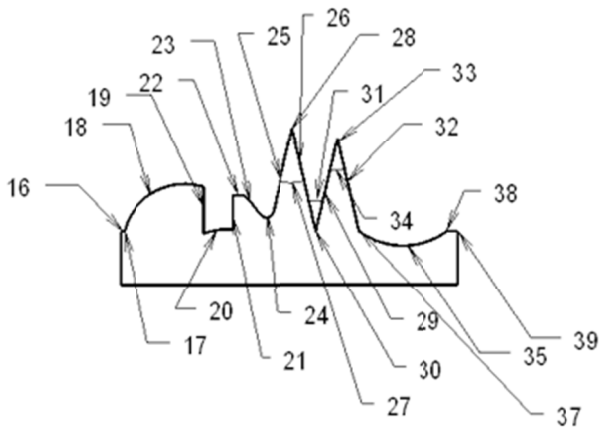


図1 77deg サンプルの測定指示位置

(2) 指示した測定物座標系において、図1に示したすべての箇所を測定すること。測定結果の表示方法は、各直線、円及び点のプロパティとして示すこと。例えば、77°の傾斜面はID25線、ID26線、ID29線、ID32線のプロパティとして角度、X軸及びZ軸との交点座標、真直度を示すこと。また、例えば円と線の測定では真円度、真直度も示すこと。

また、77deg サンプル測定の要点は以下に示す①～④である。①ワーク座標系を定義した状態で77°の傾斜角度及び真直度が正確に測定できるか。②ID28点のZ29mmの山高さを正確に測定できるか。③8mm間隔の壁に囲まれた部分円(ID20円)が正確に測定できるか。④以上の測定が各社の標準装備スタイラスで対応できるか。ただし、スタイラスの先端角の腹が測定物に接触して誤差が生じる場合は特注スタイラスを用いても良い。

2-4 評価方法

評価方法は、①測定精度、②測定完遂度、③手動操作を含めた使い易さ、④ソフトウェア性能の4項目に注目

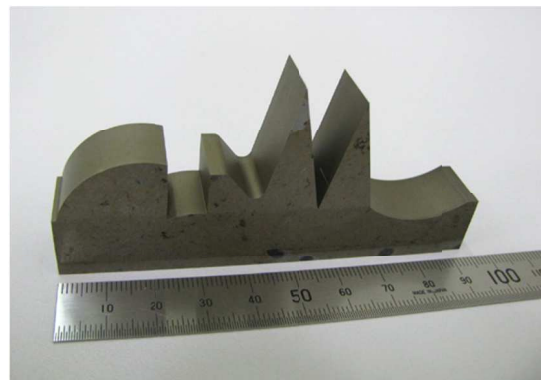


図2 77deg サンプル

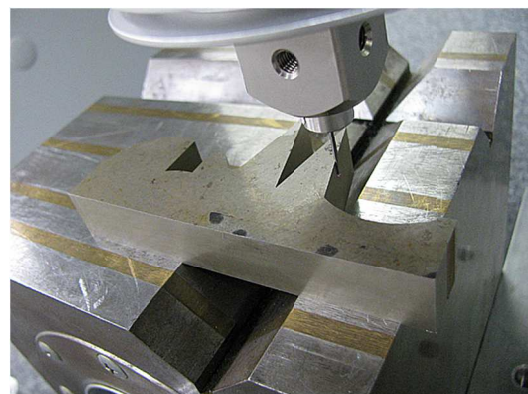


図3 CMMによる値付け

して行った。評価にあたり考慮した点は以下の通りである。①測定精度では、CMMの測定値が標準値となり得るかの疑問点もあることから、3機種間での多数決及び基準値との差による評価とした。ワーク表面が放電面(測定位置で結果が異なる)であり表面粗さの問題、標準値の値付けの正確さについて、部分円、短い直線などは輪郭形状測定機がCMMよりも値付けの不確かさが小さい点を考慮して設定した。②測定完遂度では、特に急勾配の

測定に着目し、垂直壁以降の連続走査測定（77° 斜面の踏破）、ピンポイント位置への着地を評価した。③手動操作を含めた使い易さでは、官能評価となるため測定操作、解析操作を観察し、マウスの画面指示、押しボタンによる動作指示について評価した。④ソフトウェア性能では、測定指示が完遂できるかとし、円と線の交点座標の算出、設計値照合、CAD の読み込みなどを評価した。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 官能評価の項目

②測定完遂度、③手動操作を含めた使い易さ、④ソフトウェア性能について官能的に評価した結果を以下に説明する。②測定完遂度では、1 回目の持ち回りでは3社とも77°登坂測定は完遂できなかった。ワーク表面が放電加工による梨地性状であるため摩擦抵抗が大きいことも77°登坂測定が完遂できなかった一因であるようだった。しかしながら、ワーク測定1回目で完遂できなかった77°登坂測定はサンプルを各社に郵送後の2回目の測定においては各社とも77°の登坂測定は完遂した。ワーク座標系設定のための回転軸は各社で異なり、ミットヨは手動介入テーブルを使用した。東京精密は円筒ゲージで手動合わせをした。小坂研究所は蛍光灯の光を利用して手動調整した。③手動操作を含めた使い易さは、東京精密の測定操作は画面&マウスで実施し、解析はエキスパート向けで高度解析が行える。ミットヨの測定操作は画面&マウスで実施し、解析は現場向けで使い易く、高度解析も行える。小坂研究所は測定機前の押しボタンを多用する考え方であり、スタイラスの動きを直視しながらスタイラス動作制御が行える。解析は古典風の作りであるが、他2社に引けを取らない高度解析が行えた。結論として、操作性や性能に大差は無く、作業者の慣れの問題と感じた。④ソフトウェア性能は、円と線の交点などの要素計算は全社が完遂した。設計値照合も全社が完遂し、CAD形式コンバートは各社すべてが装備し、各社の特徴があった。ソフトウェア評価による差別化は非常に難しい問題であることがわかった。

#### 3-2 測定誤差

表2に標準値の抜粋、図4に測定結果を示す。各機種とも似た傾向を示した。ここでのA、B、Cは表1の機種の並びとは異なり、順不同である。特にAとBが類似した傾向でCがAとBとは異なる傾向を示した。特に測定指示位置、ID20はワークの高い尖頂部の下に位置する部分円でありZとRで3機種の誤差が同様に大きく算出された。これは、測定でスタイラスアームとワーク尖頂部の干渉を防ぐためにスタイラスの長さや姿勢が通常の場合と異なる形態が用いられた影響であると推測された。また、AとBでID21のXで誤差が大きく、ID21はID20と垂直壁の交点であることからID21の誤差が直接的に影響したと予想される。1回目の同行測定後に2回目はワークを各社に郵送して同等項目の測定を依頼した結果、各社から提出された測定値は3社でほぼ一致していた。

表2 CMM測定による標準値（抜粋）

mm				
ID	項目	Nominal by CAD: p	Measured by CMM: q	q-p
19	X	22.000	21.986	-0.015
20	X	28.500	28.510	0.010
	Z	-17.000	-17.129	-0.129
	R	17.600	17.731	0.131
	真円度	0.000	0.001	0.001
21	X	30.000	29.998	-0.002
22	Z	10.000	10.001	0.001
23	X	32.537	32.518	-0.019
	Z	8.000	7.972	-0.028
	R	2.000	2.032	0.032
	真円度	0.000	0.000	0.000
24	X	39.304	39.304	0.000
	Z	5.877	5.877	0.000
	R	2.000	1.998	-0.002
	真円度	0.000	0.002	0.002

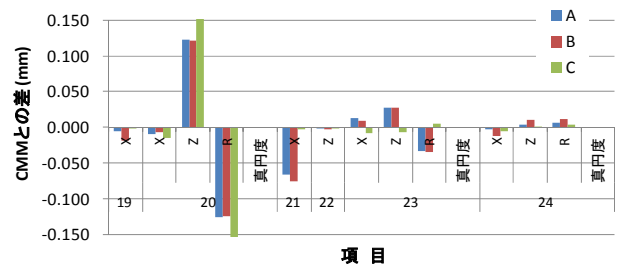


図4 3機種による測定結果

### 4 導入機種での球測定

#### 4-1 実験方法

3社を訪問したサンプル測定の結果では明確な差異は表れなかったことから、装置選定方法は仕様で機種を限定した状況で、3社による入札となった。入札の結果、小坂研究所製輪郭形状測定機、型式 DSF600S が導入され、本装置は横方向をX軸、高さ方向をZ軸とする2軸の測定機であり、先端R25 $\mu$ mのスタイラスを使用して測定物の輪郭を測定する機能を有する。本測定機の性能検証を目的として標準球（軸受球）の直径測定をした。測定に使用したスタイラスは先端角8°の片刃形と先端角16°の円錐形の2種類であり、標準球の校正値はS $\phi$ 25.4mmである。測定方法は、図5のとおりXYテーブルに標準球を設置し、球の頂点をX、Z軸ゼロ点としてX軸マイナス方向12mmの着地点から測定長さ24mm間の球輪郭を6分の1ずつ6か所、左側から右側に測定した。測定速度は0.1mm/秒、サンプリング間隔は1 $\mu$ m、測定力は10mNとした。測定後、テーブルを180°回転させ1回目の測定と同様に6か所の球輪郭を測定した。①～⑥までの球直径結果を図6、スタイラスが片刃と円錐の2通りで測定後、設計値照合した結果を図7に示す。ここで、①～⑥の各領域の球中心角は、①が登り71°～47°、②が登り47°～24°、③が登り24°～0°、④が下り0°～24°、⑤が下り24°～47°、⑥が下り47°～71°である。

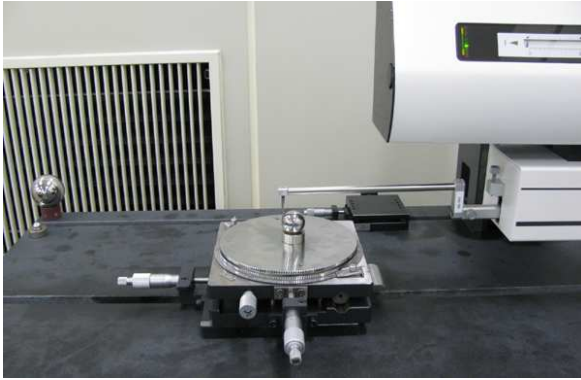


図5 球の測定形態

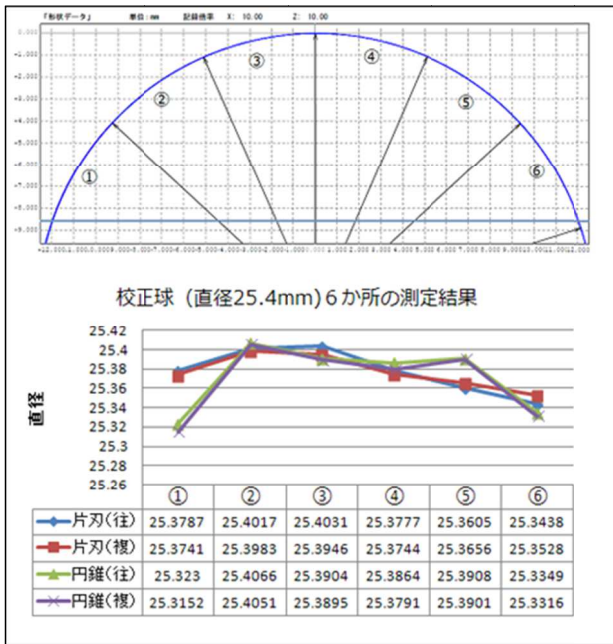


図6 6か所の球直径結果

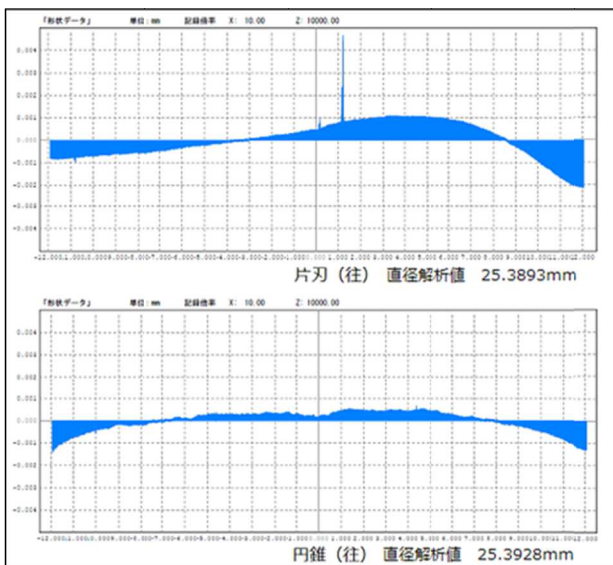


図7 設計値照合結果

#### 4-2 実験結果及び考察

図6より②と③では標準値に近い値となった。両端部①と⑥及び中央部の④では標準値より小さい値となった。図7の設計値照合では両端①と⑥及び中央部下り④と⑤で偏差が大きく、中央の登り②と③で偏差が小さかった。特に片刃でその傾向が顕著であり、片刃スタイラスは引く方向の測定時の下り側でスタイラスの肉厚部での測定になることから干渉など誤差要因の恐れが大きくなった影響と推測された。一方、円錐スタイラスでは干渉による誤差要因は低減し設計値照合の結果では両端部のみで大きな偏差が見られた。しかしながら、円錐スタイラスでは先端部の欠けや摩耗の危険因子の可能性が高くなると思われる。このことから、スタイラス形状と測定物の接触角度と測定方向が測定誤差に影響を与えるので勾配が大きい測定時は注意が必要であることが分かった。

#### 5 結 言

3社の輪郭形状測定機の性能比較を行うため、同一サンプルの持ち回り測定を行い、検出器原理の異なる3機種種の測定結果と機能性及び操作性の評価が得られた。

- (1) 測定精度では3社とも差は出なかった。その理由の一つは、CMMによる標準値は値付けの不確かさが大きいことため基準値として信頼性が低い問題であった。もう一つは2回目の測定としてメーカーにサンプルワークを郵送したところ、メーカーから提出された測定値は3社ともほぼ同等の値を示し、3機種種の測定誤差に差は生じなかったためである。
- (2) 77°傾斜の連続走査は最後には全社が測定完了した。差別化のためには測定指示の段階で時間軸や操作方法などによる制限が必要と思われた。
- (3) 操作性やソフトウェア性能では各社の特色が反映され明確な差異が表れると予想したが、慣れや好みの点が多くを占め明確な差が表れなかった。

#### 文 献

- 1) 小坂研究所：表面形状・粗さ測定機サーフコーダ DSF600 取扱説明書 (2012)
- 2) 東京精密：表面粗さ・輪郭形状測定機 CONTOURECORD 2600G カタログ
- 3) ミットヨ：CNC形状測定機 FORMTRACER CS-3200 カタログ

#### 謝 辞

持ち回り測定にご協力頂いた、小坂研究所様、東京精密様、ミットヨ様に心からお礼を申し上げます。

# 座標測定機のラム軸スタイラスオフセットに起因する長さ測定誤差\*

和合 健\*\*、池 浩之\*\*

JIS B 7440-2:2013 の 6.5 項で示す手順に従って座標測定機 (CMM) の性能検査を行い、ラム軸スタイラスオフセットに起因する長さ測定誤差 E150 を求めるための様式化を試みた。その結果、規格での指示事項を遂行するための測定位置、スタイラス姿勢、プログラミングなど検査の作業要点を示した。

**キーワード** : 座標測定機、JIS B 7440-2:2013、長さ測定誤差、ラム軸スタイラスオフセット、EL テスト

## Length Measurement Error caused by Ram-Axis-Stylus Offset in Coordinate-Measuring Machine

Takeshi Wago and Hiroyuki Ike

We test the performance of a coordinate-measuring machine against the JIS B 7440-2:2013 6.5 standard. We obtained a testing format that allows the extraction of length measurement error caused by the ram-axis-stylus offset. We identified key points, and showed that standard requires knowledge of the measurement position, stylus direction, sequential program, etc.

**key words** : coordinate-measuring machine, JIS B 7440-2:2013, length measurement error, ram-axis-stylus offset, EL test

### 1 緒 言

座標測定機の性能検査は、JIS B 7440-2:2013 (製品の幾何特性仕様 (GPS) -座標測定機 (CMM) の受入検査及び定期検査-第 2 部 : 長さ測定) に従って行われる。特に CMM ではラム軸 (Z 軸を構成するガイド軸) を回転軸とするローリング誤差の影響が大きいと言われている。このラム軸の回転により生じる長さ測定誤差を求める検査が EL テスト (Test of length measurement error) である。

JIS B 7440-2:2013 では 6.3 項でラム軸スタイラスオフセットが 0mm における長さ測定誤差 E0 と 6.5 項でラム軸スタイラスオフセットが 150mm における長さ測定誤差 E150 の二つに場合分けして検査することを指示し、EL テストは後者により行われる。6.5 ラム軸スタイラスオフセット 150 mm における長さ測定誤差、E150 では、ラム軸オフセットの既定値は 150mm、測定空間にゲージを配置する位置は 4 水準など、測定方法を明確に規定してラム軸スタイラスオフセットに起因して生じる長さ測定誤差 E150 の定量化を求めている。

ここでは、JIS B 7440-2:2013 の 6.5 項に従った CMM の性能検査を行い、E150 を抽出するための様式化を試みた。

### 2 実験装置

使用したゲージはステップゲージ (HMC-600、ミットヨ) で、測定範囲は  $10 \leq L \leq 610$ mm、メーカーが示す許容値

は呼び寸法 310mm までの中央寸法の寸法差が  $\pm 2.5 \mu\text{m}$ 、寸法差幅が  $1.2 \mu\text{m}$ 、呼び寸法 310~610mm までの中央寸法の寸法差が  $\pm 3.5 \mu\text{m}$ 、寸法差幅が  $1.5 \mu\text{m}$  であった。ゲージの線膨張係数は  $10.9 \times 10^{-6} 1/^\circ\text{C}$  とした。使用した CMM (UPMC550-CARAT、Carl Zeiss) は門移動型の高精度型で指示誤差は  $\text{MPEE} = 0.8 + L/600 \mu\text{m}$  (L は検査長さ mm) であった。

### 3 実験方法

#### 3-1 測定位置

測定位置は +EL、-EL、E0 と同じ位置の 1 水準のみとし、全測定においてゲージの移動は無かった。ここで +EL とは横向きスタイラスが X 軸の + 方向を向いた姿勢、-EL とは横向きスタイラスが X 軸の - 方向を向いた姿勢、E0 とはスタイラスが鉛直下方向の向きの姿勢をいうが、ここではゲージとスタイラスの干渉を避けるために若干の角度を振った。測定位置は図 1~図 3 のとおりゲージ重心位置が CMM テーブルの中心から X+ 方向かつ Y+ 方向に若干ずれた位置に設置した。ゲージの向きは XY 平面上における回転角では X 軸を基準にして Y 軸 + 方向に  $34.9^\circ$  傾けて設置した。ゲージの降伏角は ZX 面において X 軸を基準にして X+ 方向でゲージが上を向く姿勢で Z+ 方向に  $38.4^\circ$  傾けて設置した。

\* 平成 24 年度 共同研究・東北復興 CMM 事業

\*\* ものづくり基盤技術第 2 部 (現 素形材技術部)



図1 +EL のゲージ位置



図4 スタイルス姿勢



図2 -EL のゲージ位置



図3 E0 のゲージ位置

### 3-2 スタイルスの設定

スタイルスはスタイルスエクステンションを加えて、+EL と -EL の場合は交換皿の中心からチップ中心までが 158.4mm の腕の長さとした。スタイルスの設置角度は交換皿をプローブに取り付けた状態で、CMM テーブルの XY 面を基準にして X 軸を起線とすれば、+EL ではスタイルスの向きは 125.2° 方向、-EL では 306.9° 方向とした。チップ径は  $\phi 5\text{mm}$  でチップを保持するスタイルスの外

径は  $\phi 3.5\text{mm}$ 、長さは 50mm である。スタイルスエクステンションの材質はアルミニウムで外径は  $\phi 11\text{mm}$ 、長さは 80mm である。E0 のスタイルスはスタイルスエクステンションの根元に角度が調節できる自在治具を取付け、その自在治具の中心からチップ中心までの腕の長さは 146.0mm、スタイルスの降伏角は 59.3° である。交換皿の表面から自在治具の中心までの距離は 44.6mm である。

温度測定は CMM 内蔵温度センサ 2 個を使用し、ゲージ本体に磁力で吸着させた。温度補正は UMESS の DI6511 自動補正機能を活用し、ゲージの線膨張係数は  $10.9 \times 10^{-6} 1/^\circ\text{C}$  とした。スタイルス 3 姿勢による全測定中の温度の平均値は 19.0°C、変動幅は 0.1°C であった。

### 3-3 因子と水準

信号因子はゲージが与える端面間の寸法として、70mm、130mm、210mm、290mm、350mm の 5 水準とした。標示因子は、測定位置が 1 水準、スタイルスの向きが 3 水準とした。誤差因子は繰り返し 3 回とした。

### 3-4 計算式

ローリング概算値 ( $\mu\text{m}/\text{m}$ ) の計算式を式(1)に示す。

$$\text{Rolling\_dev} = \{(a-b)/(L_a+L_b)\} \cdot 0.001 \quad (1)$$

ここで、a は信号因子水準 1 (寸法 1 : 70mm) における +EL の平均値 mm、b は信号因子水準 1 (寸法 1 : 70mm) における -EL の平均値 mm、 $L_a$  は +EL のスタイルス長さ (ここでは 158mm)、 $L_b$  は -EL のスタイルス長さ (ここでは 158mm)、Rolling\_dev はローリング誤差の概算値  $\mu\text{m}/\text{m}$  となる。

## 4 実験結果及び考察

得られた測定値とローリング概算値を表 1 に示す。ローリング概算値は最大値で  $-8.4 \times 10^{-4} (\mu\text{m}/\text{m})$ 、最小値で  $-1.1 \times 10^{-4} (\mu\text{m}/\text{m})$  となり、検査した CMM はローリング誤差が非常に小さい結果となった。スタイルス姿勢毎の標準値との差 (誤差) を表 2 に示す。3 つのスタイルス姿勢を比較すると、3 スタイルス姿勢の中で誤差の最大

表 1 実験結果 (mm)

	+EL			-EL			E0(参考)		
	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目
寸法1	70.0013	70.0015	70.0016	70.0016	70.0017	70.0017	70.0015	70.0015	70.0015
寸法2	130.0012	130.0013	130.0014	130.0017	130.0016	130.0014	130.0014	130.0014	130.0014
寸法3	210.0007	210.0006	210.0008	210.0011	210.0009	210.0008	210.0010	210.0009	210.0009
寸法4	290.0001	290.0003	290.0004	290.0004	290.0003	290.0002	290.0001	290.0002	290.0002
寸法5	350.0000	350.0002	350.0001	350.0000	349.9999	349.9997	349.9998	349.9999	349.9998

	+EL			-EL			E0(参考)		
	平均			平均			平均		
寸法1	70.00147			70.00167			70.0015		
寸法2	130.0013			130.0016			130.0014		
寸法3	210.0007			210.0009			210.0009		
寸法4	290.0003			290.0003			290.0002		
寸法5	350.0001			349.9999			349.9998		

	ローリング概算値【um/m】
寸法1	-6.3E-04
寸法2	-8.4E-04
寸法3	-7.4E-04
寸法4	-1.1E-04
寸法5	7.4E-04

スタイラスの長さ【mm】	
+EL	-EL
158	158

表 2 標準値との差 (mm)

寸法測定誤差 [mm]			+EL			-EL			E0(参考)		
呼び寸法	M		1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目	1回目	2回目	3回目
寸法1	70	70.0007	0.0006	0.0008	0.0009	0.0009	0.0010	0.0010	0.0008	0.0008	0.0008
寸法2	130	130.0001	0.0012	0.0012	0.0014	0.0017	0.0016	0.0014	0.0014	0.0014	0.0014
寸法3	210	210.0000	0.0007	0.0006	0.0008	0.0011	0.0009	0.0008	0.0010	0.0009	0.0009
寸法4	290	289.9994	0.0007	0.0009	0.0010	0.0010	0.0009	0.0008	0.0007	0.0008	0.0008
寸法5	350	349.9990	0.0010	0.0012	0.0011	0.0010	0.0009	0.0007	0.0008	0.0009	0.0008
				max	0.0014		max	0.0017		max	0.0014
				min	0.0006		min	0.0007		min	0.0007
				range	0.0008		range	0.0010		range	0.0007
				avg	0.0009		avg	0.0010		avg	0.0009
				stddev	0.00024		stddev	0.00027		stddev	0.00022

値は-ELが0.0017mmであるが+ELとE0も0.0014mmとなりほぼ同等である。最小値、範囲、平均値、標準偏差もほぼ同等の良好な結果となった。これはゲージを全く移動しなかったこと、スタイラス3姿勢とも同じプログラムで測定を行った効果が大きく寄与していると考えた。その結果、ここで検査したCMMは良好な校正状況を維持していると判断できる。

以下に実験で得られた所感を列記する。

- ここではゲージ位置が1水準、スタイラス姿勢が3水準としたためゲージ位置を全く移動させずに測定が行えた。それは、保有していたスタイラス交換皿が3個とそれに接続するスタイラスエクステンション及びスタイラスを個別に揃えることが出来、プローブ校正が一度に行えたためである。(プローブ校正のためゲージを移動させる必要が無かった)
- E0 スタイラスでは図4のとおり腰折れ機構を持ち角度調整が可能な自在治具を利用した。しかし、ゲージの基準面にスタイラス方向を平行に揃えることに非常に苦労した。最終的にはスタイラス交換皿をプローブに接続

した形態で、ネジを軽くロックして現物合わせの方法で平行出しを行い、正確な平行を達成できた。

- +EL スタイラスと-EL スタイラスをゲージの基準面に平行に設置する作業は、交換皿をプローブから外して角度調整を実施しても容易に平行出しが行えた。
- CNCプログラムはE0 スタイラスで作成した1個のプログラムで3姿勢の測定が行えた。ただし、+EL スタイラス、-EL スタイラスでは若干のプログラム修正が必要であり、プログラム修正箇所を以下に示す。
- EL スタイラスの場合：X軸ゼロ点は呼び値25mm駒の+X方向端面をプロービングしたため-EL スタイラスの場合は、この部分のプログラム修正は必要ない。空間軸の設定は基準面を平面測定した。この時に平面の-X軸方向のZ軸下方の点がφ5mmチップスタイラスのスタイラス長さ50mmでは届かないので若干+X方向に測定点を修正する必要があった。
- +EL スタイラスの場合：X軸ゼロ点設定時に、-EL スタイラスの場合とは異なり呼び値25mm駒の+X方向端面のプロービングとしたため物理的にこの端面をプロービングできない。解決策は呼び値25mm駒の-X

方向端面をプロービングして、その後原点を+X方向に9mmオフセットする方法で解決した。また、-ELスタイラスと同様に基準面の平面測定で測定できない点が生じたので使用するスタイラスで届く位置に測定点を変更して平面測定を行った。

- 端面位置座標への正確なプロービング方法は、中間点を適宜入力し、任意位置へ手動のティーチングプレイバック方式でプログラミングし、プロービングではステップを使う。プログラム終了後にエディタ編集でプロトコル指示のプロービング直前位置に位置決めする座標修正を行う方法が良い。繰り返し3回はループ関数を利用した。
- 率直な感想は、ゲージ位置が1箇所だったので1日程度の作業量で済んだが、ゲージ位置が規格で示す4水準ではある程度の作業量になるような感じがした。ELテストがCMMの性能検査で必須の検査項目であるならば、公設試がELテストを実施するための作業要点を提示することも必要であると感じた。

## 5 結 言

JIS B 7440-2:2013 6.5項に従い、ラム軸スタイラスオフセット150mmに起因して生じる長さ測定誤差E150を求めた。その結果、規格での指示事項を遂行するための測定位置、スタイラス姿勢、プログラミング及び検査の作業要点を把握し、示した。作業要点は以下のとおりであ

る。

- スタイラスエキステンションの構成部品を複数揃えることが出来れば、ゲージ位置は1水準で完遂できる。
- スタイラスエキステンションで腰折れ機構治具を使用してスタイラス向きをゲージと平行に設置するには、プローブに取り付けた状態で行えば良い。
- +EL スタイラスと-EL スタイラスの場合は、プローブから外して角度調整してもゲージの基準面に合わせることができる。
- CNCプログラムはE0 スタイラスで作成した1個のプログラムで3姿勢の測定が行えるが、+EL スタイラスと-EL スタイラスの場合で若干のプログラム修正が要る。
- 端面位置座標に正確なプロービングをするCNCプログラミング方法は、手動のティーチングプレイバック方式で一旦プログラムを作成して、後に編集エディタで正確なプロービング直前位置に書き換える方法が良い。

## 謝 辞

本研究は、東北復興CMM事業において独立行政法人産業技術総合研究所をパイロットラボとして東北6県公設試の共同研究として実施された。本実験に関わられたNMIJ/AIST並びに東北6県公設試の研究員の方々には貴重なご指導を頂き、この場を借りて感謝を表す。

# ホールプレートの校正法とそれによる座標測定機の性能評価\*

和合 健\*\*、池 浩之\*\*

高精度座標測定機を使用して、環境温度に依存しない低熱膨張特性を有する低熱膨張セラミックス製ホールプレートへの目盛り付け方法を試み、その不確かさを求めた。さらに、ホールプレートを利用した座標測定機の性能検査を行い、その検査様式を示した。その結果、低熱膨張セラミックス製ホールプレートの校正値の不確かさは、測定長さ 350mm では  $U(k=2)=444\text{nm}$  と算出され、ブロックゲージなど温度膨張材の場合と比較して温度膨張に起因する因子の不確かさが排除できるため不確かさが小さく算出された。

**キーワード：座標測定機、ホールプレート、低熱膨張セラミックス、性能検査、値付けの不確かさ**

## Holeplate Calibration and Performance of Coordinate-Measuring Machine incorporating Holeplates

Takeshi Wago and Hiroyuki Ike

After calibrating holeplates using a reverse method based on a high-precision coordinate-measuring machine (CMM), we calculated the uncertainty in calibration. The CMM performance is demonstrated by comparing the measured dimensions of holeplates against its design values. The result allowed us to calculate the uncertainty in calibration of holeplates made from ceramics with a low thermal-expansion coefficient. For a measurement length of 350 mm, an uncertainty  $U(k=2) = 444 \text{ nm}$  was obtained, which is less than that obtained with materials with normal coefficients of thermal expansion (e.g., gauge block).

**key words : coordinate-measuring machine, holeplate, low coefficient of thermal expansion ceramics, evaluation of performance, uncertainty of calibration**

### 1 緒言

ホールプレート（以下、HP という）は、二次元的に円筒を配置した標準器であり、座標測定機（以下、CMM という）の精度検査や補正テーブル作成に使用されている。HP は低膨張ガラス、インバー合金及び炭素繊維を筐体として測定要素の円筒穴を機械加工で仕上げたものや、円筒ブッシュを埋め込んだものなどが提案・市販されていた。しかしながら、円筒ブッシュを埋め込んだものでは値付け精度の問題点、個々の材料の筐体においても経年変化、難加工性などの多くの問題点を有していた。ここで使用した HP は低熱膨張セラミックスを筐体としたもので、機械加工性が良好、経年変化が小さい、かつ比剛性（ヤング率／密度）が高く大型 HP（□500 mm 以上）へも対応可などの優れた特性を有している。

HP は CMM の性能検査や校正での有効性が高く、広く日本国内の製造産業で稼働する CMM に適用することで CMM の検査及び校正技術が向上すると予想される。HP を広く普及させるためには、全国の公設試において HP

の値付け校正ができること、HP を使用した検査方法技術が蓄積されていることが必要になる。

ここでは、産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会の共同研究として、パイロットラボが示したプロトコルに従い、HP の値付け校正と HP を使用した性能検査を実施した。特に、環境温度に依存しない低熱膨張特性を有する低熱膨張セラミックス製 HP が示す校正値の不確かさの大きさ及びその算出方法、さらに、CMM の性能検査を実施するための治具による固定方法やワーク座標系の設定方法などを把握し、その検査様式を示した。

### 2 実験方法

実験に使用した CMM は UPMC550-CARAT (Carl Zeiss)、ソフトウェアの OS は Windows XP、CMM のソフトウェアのバージョンは UMESS-LX Ver1.0、最終メーカー校正日は平成 25 年 1 月 22 日である。CMM は門移動型の構造でプローブはパラレルツイン式の 3D プロービングが行え

\* 平成 24 年度 産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会（共同研究）

\*\* ものづくり基盤技術第 2 部（現 素形材技術部）



るプローブである。CMMの指示誤差は  $MPEE=0.8+L/600$   $\mu\text{m}$  (Lは測定長さ mm) である。相互測定での測定期日は平成25年2月4日～3月1日、グループはAグループ、HP No.1 である。トレーサビリティの道筋は、国家標準→ホールステップゲージ→HP である。

### 3 HPへの値付け

#### 3-1 固定方法

プロトコルでは HP とホールステップゲージ (以下、HSG) の二つのゲージの固定の制限として、直接 CMM テーブルに固定してはいけないことを指示している。他のゲージ固定に関する指示事項は、付属の支持台の使用は必須ではないこと、熱によるゲージの膨張を阻害しない固定方法にすることのみを指示している。ここでは、写真1に示すとおり、CMM テーブルの上に補助石定盤を置き、その上に T 型治具を置いた構造とした。補助石定盤は自重のみで位置が固定できると予想して直接的に CMM テーブルとネジ止等の固定は行わなかった。付属の T 型治具は写真1のとおり補助石定盤に2箇所をクランプで固定した。反転法による測定で、反転後の位置の再現性を確保するために写真2のとおり CMM テーブルに付き当て板を2箇所設置した。

#### 3-2 測定物座標系

HPの値付けを行うためには、そこで使用する CMM に正確な目盛を与えることが必要であり、その目盛補正方法は国家標準にトレーサブルな寸法標準器を利用して行われる。ここでは、その寸法標準器として HSG を用いて CMM の目盛校正を実施した。この HSG による CMM の目盛校正が HP への値付けにおいて最大の要点であると考えた。

HSGにより行った目盛校正値を HP 測定へ適切に受け渡すためには、HP 測定での測定物座標系 (以下、WCS) の X 軸 (回転軸) と HSG 測定での WCS の X 軸 (回転軸) をほぼ一致させる必要がある。ここでは二つのゲージの X 軸を揃える方策として補助石定盤の -Y 側端面を利用した。この補助石定盤の端面を CMM の機械座標系 (以下、MCS) に揃えて配置することで、この補助石定盤の端面を利用して二つのゲージ間の X 軸を容易に揃えることができると考えた。そこで T 型治具と補助石定盤の -Y 端面をプレートに付き当てて揃えた。CMM テーブル上の2箇所の付き当て板に補助石定盤を押しつけて、T 型治具の -Y 端面の Y 軸方向の出入りを図1に示す点1と点2の位置で測定した。その結果、機械座標系で点1が  $Y0\text{ mm}$ 、点2が  $-0.0578\text{ mm}$  となり Y 軸方向の出入りは  $0.0578\text{ mm}$  であった。次に HP は反転法を利用することから、補助石定盤上に T 型プレートを固定したままで Z 軸を回転中心として補助石定盤を  $180^\circ$  回転させ、CMM テーブル上の付き当て板に補助石定盤を押し当てた状態で図2に示す点3と点4の Y 座標を測定したところ、点3は  $Y322.3953\text{ mm}$ 、点4は  $Y323.7826\text{ mm}$  となり Y 軸方向の出入りは  $1.3873\text{ mm}$  であった。



写真1 T型治具の固定方法



写真2 CMMテーブル上の付き当て板

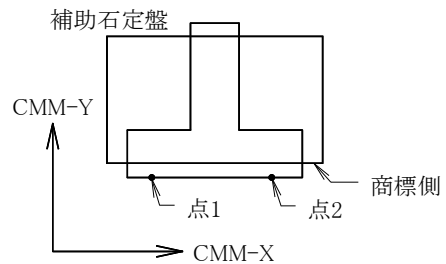


図1 T型治具のY軸出入り測定 (回転前)

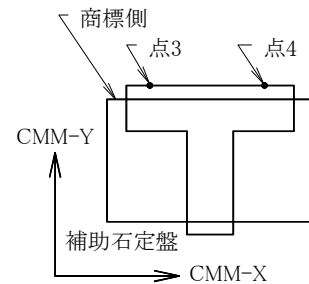


図2 T型治具のY軸出入り測定 (回転後)

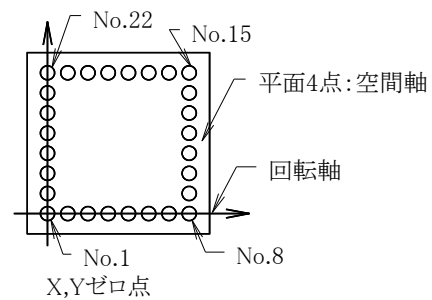


図3 HPのWCS

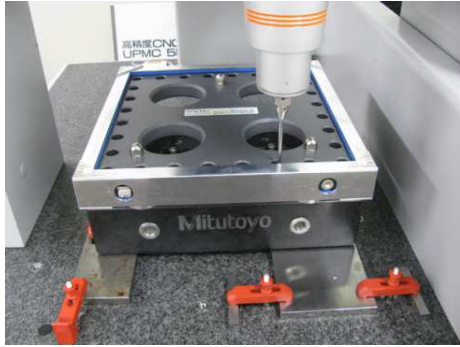


写真3 D0の姿勢



写真4 HSGのX軸の姿勢

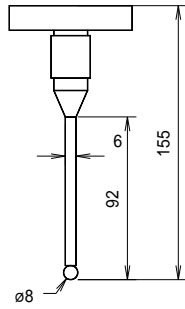


図4 使用したスタイラス



写真5 HSGのY軸の姿勢

HP測定でのWCSは図3のとおり空間軸はHPの上端面を平面4点測定した時の法線ベクトルとし、回転軸(X軸)はNo.1円とNo.8円で成す直線、X、Y軸のゼロ点はNo.1円の中心座標、Z軸のゼロ点はHPの上端面からZ-15mm平行移動させたHPの中立面上の点とした。

### 3-3 反転法による測定

HPは写真3に示すD0、DX、DY、DZの4通りの姿勢で測定した。測定方法はNo.1→No.8→No.15→No.22→No.1の順によるForward方向、続いてNo.1→No.22→No.15→No.8→No.1の順によるBackward方向となる行きと帰りを1セットとして測定し、繰り返しは無しとした。ただし、HP測定でのCMMの測定の不確かさを求めるためにD0のみ繰り返し5回の測定をした。NCプログラム作成では、ボールプレートの時とは異なる外側1列の配列のためにループを入れ子にする必要が無かったために容易にNCプログラムが作成できた。

NCプログラムはD0、DZ用とDX、DY用に1個ずつ用意し、座標系変換DI1711でD0が1、DZが3、DYが7、DXが5を設定することでこの二つのNCプログラムのみで測定対応ができた。1姿勢あたりのForward + Backward測定に要する測定時間は22分であった。スタイラスは図4に示す鉛直下向きのφ8mmチップの赤色ルビーを使用した。

### 3-4 HP測定での温度変動

HP測定中の温度はCMM内蔵温度計の検知部をCMMテーブル上に接触させて測定した。D0、DX、DY、DZの4姿勢の測定を通しての温度の平均値は19.23℃、変動幅は0.1℃であった。HPの線膨張係数がほぼ0/℃であるため、HP測定で温度補正は行わなかった。

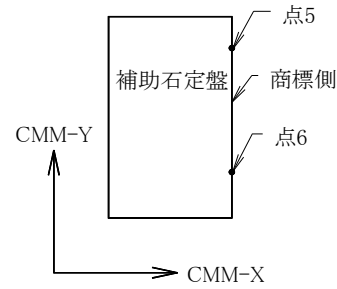


図5 HSGのX軸出入り測定

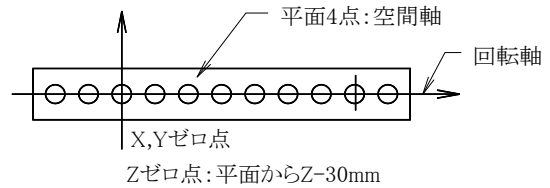


図6 HSGのWCS

## 4 ホールステップゲージによる目盛校正

### 4-1 固定方法

HSGは写真4のとおり補助石定盤上に付属の平行ブロックを敷き、その上にHSGを置いた。HSGの固定方法は、自重に加えて2個のVブロック挟み込む方法とし、クランプ等で固定しなかった。

### 4-2 測定物座標系

HSGの設置要点はHPと回転軸方向が一致するように設置することである。X軸方向の設置では、写真4のとおりCMMテーブル上の付き当りに押し当てた補助石定盤の-Y端面を起点として、長さ150mmの平行ブロックを利用してMCSのX軸に揃えた。Y軸方向の設

置では写真5のとおり補助石定盤を90°回転させてCMMテーブル上の付き当てに押し当てて、長さ75mmのブロックゲージを利用した補助石定盤の基準端面からの長さを一定に揃えて、HSGのY軸方向の向きがMCSに一致するようにした。ここで補助石定盤の右側端面のX座標を図5に示す点5と点6の位置で測定したところ、点5がX269.6867mm、点6がX270.1251mmでありX軸方向の出入りは0.4384mmであった。HSGのWCSは図6のとおり空間軸は上端面で平面4点測定の方法線ベクトルとし、回転軸は左側から3個目の円と10個目の円の成す直線とし、X、Y軸のゼロ点は左側から3個目の円の中心座標、Z軸のゼロ点は上端面からZ-30mm平行移動させた中立面上の点とした。

4-3 HSGの測定

HSGの測定はX-50mmの穴から右に10個目までの穴を円測定し、繰り返しは5回とした。Y軸上に置いた時も同様である。測定時間はX軸、Y軸とも20分を要した。スタイラスは図4に示す鉛直下向きのφ8mmチップの赤色ルビーを使用した。

4-4 HSG測定での温度変動

HSG測定中の温度はCMM内蔵温度計の検知部をCMMテーブル上に接触させて測定した。HSG測定中の温度の平均値は19.3℃、変動幅は0℃であった。HSGの線膨張係数がほぼ0/℃であるため、HSG測定で温度補正は行わなかった。

4-5 値付けの不確かさの算出

(1) 長さに依存しない項

- σ(CMM) : CMMの測定の不確かさ (Aタイプ)  
→HP測定の繰り返しの標準偏差: D0姿勢、112円(行き帰り、XY) × 繰り返し5回
- σ(Mcali) : HSGの値付けの不確かさ (Bタイプ)  
→パイロットラボの提示値(k=2)

(2) 長さに依存する項

- σ(bias) : CMMの偏りの不確かさ (Aタイプ)  
→この因子は目盛補正をしているのでバジェット表か

表1 ホールプレートの値付け測定結果

ホール番号	ホール中心の座標(mm)	
	X	Y
1	0.0000	0.0000
2	50.0000	0.0001
3	99.9993	-0.0006
4	149.9981	-0.0004
5	199.9969	0.0001
6	249.9954	-0.0003
7	299.9879	-0.0006
8	349.9918	0.0000
9	349.9917	50.0014
10	349.9916	100.0019
11	349.9898	150.0013
12	349.9891	200.0025
13	349.9883	250.0049
14	349.9881	300.0056
15	349.9879	350.0075
16	299.9865	350.0089
17	249.9876	350.0093
18	199.9885	350.0098
19	149.9906	350.0103
20	99.9914	350.0110
21	49.9989	350.0115
22	0.0016	350.0119
23	0.0014	300.0099
24	0.0014	250.0085
25	0.0022	200.0069
26	0.0034	150.0068
27	-0.0009	100.0036
28	-0.0008	50.0017

表2 ホールステップゲージを使用して求めた

CMMの目盛誤差

X軸_CMM			Y軸_CMM		
測定値	標準値	誤差	測定値	標準値	誤差
-50.0005	-50.0000	-0.0005	-50.0005	-50.0000	-0.0005
0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
49.9976	49.9975	0.0001	49.9976	49.9975	0.0001
99.9937	99.9934	0.0003	99.9938	99.9934	0.0004
149.9919	149.9916	0.0003	149.9920	149.9916	0.0003
199.9919	199.9917	0.0002	199.9920	199.9917	0.0003
249.9909	249.9908	0.0000	249.9910	249.9908	0.0002
299.9899	299.9896	0.0003	299.9898	299.9896	0.0001
349.9898	349.9896	0.0002	349.9897	349.9896	0.0001
399.9912	399.9913	-0.0002	399.9912	399.9913	-0.0002

表3 バジェット表

長さに依存しない項

記号	不確かさ要因	値	確率分布	序数	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ (mm)
σ(CMM)	CMMの測定の不確かさ	4.96E-05	-	1	4.96E-05	1	4.96E-05
σ(Mcali)	HSGの値付けの不確かさ	4.00E-04	正規	2	2.00E-04	1	2.00E-04

長さに依存する項

記号	不確かさ要因	値	確率分布	序数	標準不確かさ	感度係数	1mm当たりの標準不確かさ (mm)
σ(bias)	CMMの偏りの不確かさ	0.00E+00	F分布	1	0.00E+00	L	0.00E+00
σ(GB)	GBの表示値の不確かさ	4.70E-04	正規	2	2.35E-07	L	2.35E-07
σ(T_digit)	温度計の量子化の不確かさ	5.00E-02	矩形	1.732	2.89E-02	L × α	5.77E-10
σ(α)	HSGの線膨張係数の不確かさ	2.00E-08	矩形	1.732	1.15E-08	L × Δt	1.15E-09

$$U(k=2) = 2 \times (0.00021^2 + (2.35 \times 10^{-7} L)^2)^{0.5} \text{ mm}$$

$$U(k=2) = 444 \text{ nm} \text{ (L=350 mm)}$$

ら除いた。必要であればHSG測定のプロット式の不確かさ $u_m$ により算出する（CMM軸に平行な2姿勢）。

$$u_m = \pm \sqrt{F_f^1(0.05) \frac{M^2}{M_1^2 + M_2^2 + \dots + M_k^2} V_e} \quad (1)$$

ここで、 $F_f^1(0.05)$  は自由度 $f$ のF分布の5%の値、 $M$  はHSGの標準値、 $V_e$ は誤差分散である。

- ・ $\sigma(\text{GB})$  : GBの表示値の不確かさ (Bタイプ)  
→ GBの校正証明書 ( $k=2$ )
  - ・ $\sigma(\text{T\_digit})$  : 温度計の量子化の不確かさ (Bタイプ)  
→ 最小目盛 $0.1^\circ\text{C}$ の矩形分布
  - ・ $\sigma(\alpha)$  : HSGの線膨張係数の不確かさ (Bタイプ)  
→ メーカーの提示値 $\pm 0.02 \times 10^{-6}^\circ\text{C}^{-1}$ 、矩形分布
- 以上の算出方法により値付けの不確かさを算出した。

#### 4-6 実験結果及び考察

表1にHPの測定結果、表2にHSGを使用して求めたCMMの目盛誤差、表3にHPの値付けの不確かさを示す。表1の値は反転法D0、DX、DY、DZによる4姿勢で平均値を算出し、その値に表2の目盛誤差を補正した結果である。また、表1の値の分布する範囲が表3で示す拡張不確かさ $U(k=2)$ である。ちなみに、測定長さが350mm時の不確かさは444nmとなる。表3のバジェット表への不確かさの配置は低熱膨張材型標準器を使用したCMMの中間点検の論文<sup>1)</sup>を参考にした。表3のバジェット表から長さに依存しない項のHSGの値付けの不確かさが大きく影響していた。通常の標準器の校正ではブロックゲージなど温度膨張材料が多くを占め、その場合では温度膨張に起因する不確かさの影響から不確かさが大きく算出される傾向が見られるが、ここでの低熱膨張材型標準器の場合ではこの因子が無視できるため不確かさが小さく算出された。

### 5 ホールプレートによるYZ面の検査

#### 5-1 測定目的

HPを使用してCMMのYZ平面の検査を行い、測定範囲内の測定精度を求める。

#### 5-2 固定方法

HPを利用したCMMのYZ面の検査をした。HPの固定方法は付属治具を利用してYZ面上に平行にHPを直立させた。写真6、7のとおりCMMテーブル上に付き当て板を2箇所設置して、それに押し当ててHPをMCSに揃えた。ZX面におけるX軸方向の出入りを図7の2箇所測定したところ、点7がX239.9809mm、点8がX240.4564mmから0.4755mmであった。XY面におけるX軸方向の出入りは点9がX240.3008mm、点10がX240.0838mmから0.2170mmであった。付属治具を含むHPは自重による設置方法として、クランプ等で直接CMMテーブルに固定することはしなかった。

#### 5-3 測定物座標系



写真6 HPのYZ面の姿勢1



写真7 HPのYZ面の姿勢2

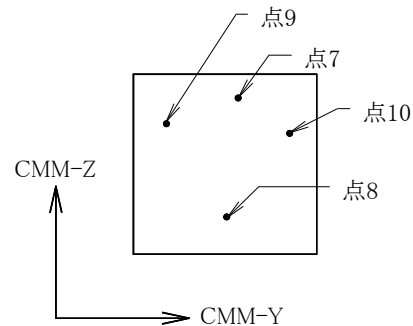


図7 直立姿勢での出入り測定

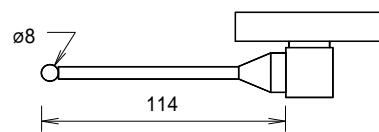


図8 使用したスタイラス

表4 YZ面の誤差

	XY面内	YZ面内	ZX面内
xTx [um/m]	0.0	--	0.0
yTy [um/m]	0.0	-0.3	--
zTz [um/m]	--	0.5	0.0
xWy [urad]	0.0	--	--
yWz [urad]	--	-0.3	--
xWz [urad]	--	--	0.0

HPの向きはNo.1円からNo.8円に向かう方向を+Y方向として設置し、空間軸の方向は+Xとした。WCSは3.ホールプレートへの値付けと同等とした。

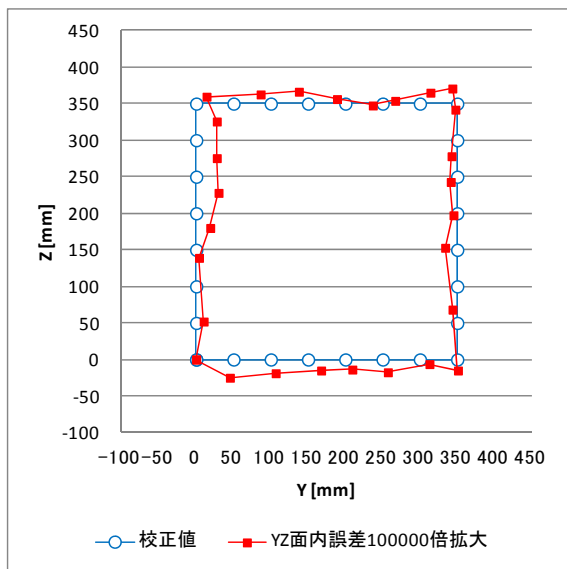


図9 YZ面の誤差

#### 5-4 YZ面のHP測定

Forward+Backward 測定を繰り返し無しで行い、測定時間は20分であった。スタイラスは図8に示す-X方向横方向のφ8mmチップの赤色ルビーを使用した。

#### 5-5 YZ面のHPの測定での温度変動

測定中の温度の平均値は19.3℃、変動幅は0℃であった。YZ面の測定では、HPの線膨張係数がほぼ0/℃であるため温度補正は行わなかった。

#### 5-6 実験結果及び考察

表4と図9にYZ面の誤差を示す。ここで使用したHPの校正値は表1を使用した。つまり、HPを校正したCMMとYZ面を検査したCMMは同じものであり、今後表1の校正値の客観的な検証を要する。表4よりYZ面内の誤差はY軸方向で $-0.3\mu\text{m}/\text{m}$ 、Z軸方向で $0.5\mu\text{m}/\text{m}$ となり検査長さ1mでの指示誤差 $2.4\mu\text{m}$ を大きく下回った。また、Z軸に対するY軸の直角度誤差は $-0.3\mu\text{rad}$ となり非常に小さい。XY面及びZX面は検査を実施していないため数値は0を示している。また、図9から誤差の分布傾向は規則性は見られず、ランダムに分布する誤差

であることからCMMの校正及び仕様の分解能に依存する誤差であると思われる。このことから、現状でのCMMの状態は高精度測定に対応できる良い状態であることがわかった。

## 6 結 言

低熱膨張セラミックス製ホールプレートを使用して、高精度CMMによりホールプレートの値付け校正を行い校正方法の様式化と値付けの不確かさを算出した。また、校正値を与えたホールプレートを使用してCMMの性能検査方法を試した結果、以下の結論が得られた。

- (1) 高精度CMMで反転法により値付け校正した。トレーサビリティを付与するための標準器はホールステップゲージを使用した。その結果、校正値の不確かさは測定長さ350mmでは $U(k=2)=444\text{nm}$ と算出され、ブロックゲージなど温度膨張材料に比較して低熱膨張材料の場合では温度膨張に起因する因子が排除された結果、校正値の不確かさが小さく算出される効果が見られた。
- (2) ホールプレートを使用したCMMの性能検査を試した。YZ面にホールプレートを立てる姿勢では、低熱膨張セラミックスの比重が鉄の1/3の特性効果により軽量で操作性が容易であった。性能検査で得られた結果は、YZ面内での誤差はY軸方向で $-0.3\mu\text{m}/\text{m}$ 、Z軸方向で $0.5\mu\text{m}/\text{m}$ となり検査長さ1mでの指示誤差 $2.4\mu\text{m}$ を大きく下回り、CMMが良好な状態であることが確認できた。

## 文 献

- 1) 和合健、ほか:座標測定機の間時点検手法の考察、精密工学会誌、Vol.79、No.3、p241-247 (2013)

## 謝 辞

本研究は、産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会の共同研究として行われた。実験を行うにあたり本共同研究に参加されたNMIJ/AIST、公設試及び企業の研究員の方々には貴重なご指導を頂き、この場を借りて感謝を表す。

# 同時5軸マシニングセンタによるファン翼の複製とその加工面評価\*

和合 健\*\*、飯村 崇\*\*

同時5軸マシニングセンタ(M/C)を使用してファン翼の複製を行った。ファン翼の複製では5軸CAMを用いて同時5軸M/C特有のツールパスを作成し、3軸M/Cでは実現できない加工法が実現できた。さらに、ファン翼の固定で必要になる固定治具を製作する過程で得られた5軸制御ボールエンドミル加工と旋削加工での鋼材(SKH51)加工面の表面粗さを比較して、5軸制御ボールエンドミル加工の有効性を考察した。その結果、5軸制御ボールエンドミル加工では刃先を擦る現象が低減し、工具寿命の延長が期待できる。

**キーワード：同時5軸マシニングセンタ、5軸CAM、ファン翼、表面粗さ**

## Fan-Blade Duplication using Simultaneous Five-Axis Machining Center and Machining-Surface Evaluation

Takeshi Wago and Takashi Imura

We duplicated a fan wing using a simultaneous five-axis machining center. This showed that this processing method applies not only to three-axis machining centers but also to five-axis machining centers with five-axis computer-aided machining, because of the resulting flexible tool path. Based on ball-end-mill processing with five-axis control, we compared the roughness of the machined surface with that obtained by lathe turning. This approach required the fabrication of a fixed jig made of non-hardened steel (SKH51) to hold the fan wing. The results suggested a longer tool life when using ball-end-mill processing with five-axis control because it decreases rubbing between the tool blade and the workpiece surface.

**key words : simultaneous five-axis machining center, five-axis computer-aided machining, fan wing, roughness**

### 1 緒言

5軸マシニングセンタ(以下、5軸M/Cという)は、箱物形状ワークピースの場合に底面を除く5面の加工ができることから特に鋳物製造における仕上げ加工で多く利用されてきた。この場合の5軸M/Cは、通常、5面加工機と呼ばれワークピースの姿勢変更が自動で行えることから現在において広く普及している。この5面加工機と呼ばれる5軸M/Cは、言わばワークピースの姿勢変更が自動で機械的に行える3軸M/Cであり、本報で対象とする同時5軸制御M/Cとは大きく異なる。本報で対象とする5軸M/Cは、一斉にX軸、Y軸、Z軸、A軸、C軸の5軸を駆動させて加工が行える同時5軸制御ができる加工装置であり、精度、能率、機能など多くの項目について現状水準を超える高付加価値化が期待できる。

ここでは①ファン翼の複製、②円錐治具加工における加工面の表面粗さ評価の二つに取り組んだ。①ファン翼の複製を行うことで同時5軸M/Cを使用するための工具ツーリング、ワークピースの保持方法、ワーク座標系の定義方法、工具パス生成及び切削シミュレーションによる干渉確認など同時5軸M/C加工で必要となる3軸M/C

とは異なる独特の加工方法の有効性が確認できる。また、②円錐治具加工を対象に同時5軸M/C加工と他の汎用切削加工での加工面粗さを比較評価することで同時5軸M/C加工の有効性が抽出できる。

### 2 加工装置

表1に同時5軸M/C、表2にCAD/CAMの主な仕様を示す<sup>1)</sup>。実験に使用した同時5軸M/Cは、立型3軸M/Cのテーブル部にA軸(揺りかご式)とC軸(ロータリテーブル軸)が設置された方式である。この方式は主軸側に首振り機構を与えていないため、加工可能な測定物の大きさは制限されるが剛性が高く高精度加工に有利な構造である。また、実験に使用したCAD/CAMはCADとCAMの連携を強く意識した設計思想を持つ。この連携の利点は、同時5軸M/C加工では干渉問題が非常に大きな比重を占めることから、加工物の他に工具ツーリング、ワークピース保持治具などを総合的なモデリングが必要になり、CAD/CAM連携が強いことが図1に示す切削シミュレーションを利用して工具ホルダとワークピース、治具などの干渉確認に大きな威力を発揮する。

\* 平成24年度 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* ものづくり基盤技術第2部(現 素形材技術部)

表1 同時5軸M/Cの主な仕様

型式	-	HSC 55 Linear (DMG/MORI)
NC装置	-	Heidenhain iTNC 530
駆動ガイド方式	-	リニアガイド・駆動
作業範囲	X軸,mm	450
	Y軸,mm	600
	Z軸,mm	400
旋回軸	A軸,deg	+10/-110
回転軸	C軸,deg	360
最大回転数	min <sup>-1</sup>	28000
ツールシャンク	-	HSK-A63

表2 CAD/CAMの主な仕様

CAD部	
型式	TOPsolid Ver6.13J (コダマコーポレーション)
カーネル	Parasolid
モデリング方式	パラメトリック・フィーチャ・ベース3次元モデラ
取り扱い要素	ワイヤフレーム, サーフェース, ソリッド
2次元CAD	2次元ドラフティング
インターフェース	Parasolid, ACIS, STEP, IGES他多数
CAM部	
型式	TOPcam Ver6.13J (コダマコーポレーション)
軸数	2軸, 3軸, 4/5軸
加工方式	等高線, 走査線, 面沿い, ペンシル加工他
ツールパス	加工手順の入れ替えでパス自動生成可
シミュレーション	切削シミュレーション, モディファイ他

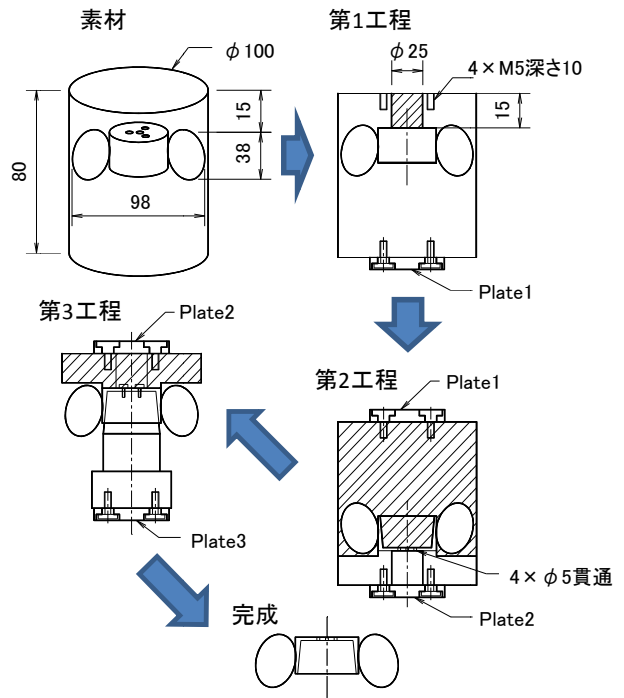


図3 加工工程の説明図 (全3工程)

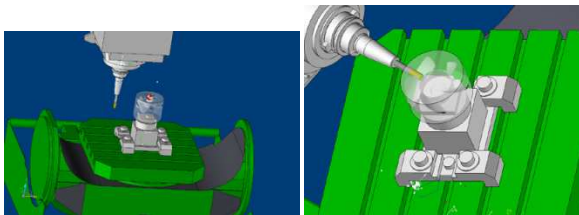


図1 切削シミュレーション (干渉確認)  
(左: 3軸加工、右: 4軸加工)



図2 プラスチック製ファン翼  
(左: 表側、右: 裏側)

### 3 ファン翼の複製

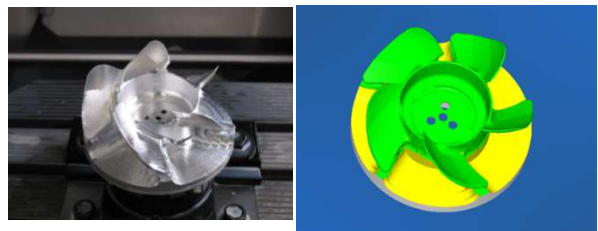
#### 3-1 加工工程

図2に原型となるプラスチック製ファン翼の写真、図3に加工工程の説明図、図4に加工工程毎の進捗図を示す。5軸M/C加工の優位性の一つは、ワークピース姿勢変更が容易に行えるため治具からの取り外しを極力少なくできることが挙げられる。最小の取り外し回数を検討した結果、ファン翼を複製するためには上面、側面、底面の全面を加工する必要があり、そのためにはワークピースを一旦取り外して付け替える作業を3回実施する必

第1工程 (左: 実加工、右: CAM ベリファイ)



第2工程



第3工程 (上段: 加工開始前、下段: 加工後)

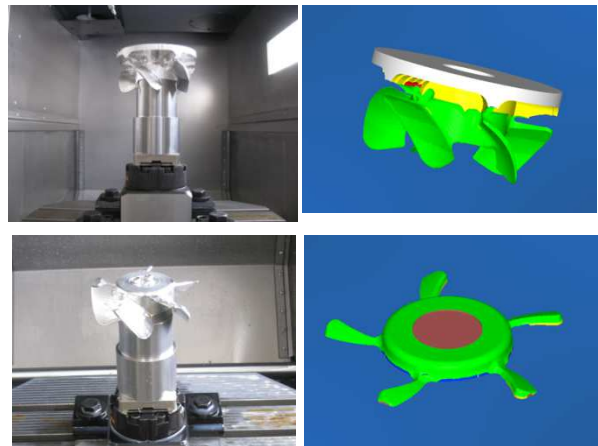


図4 加工工程毎の進捗図

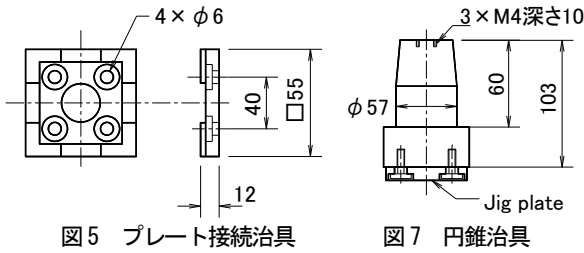


図5 プレート接続治具

図7 円錐治具



第1工程→第2工程 第2工程→第3工程  
図6 CMMによるオフライン測定

要があることがわかった。ここで素材はφ100mmで高さ80mmの円柱形状のアルミ材ブロックである。

第1工程は図5に示すプレート接続治具をPlate1の位置にネジ止めし、このプレート治具を利用して、加工機械テーブルに固定したベース治具と接続固定する。第1工程ではφ25mmのポケット円筒を除去加工する2次元ポケット加工とプレート治具をネジ止めするためのM5ネジ穴4個を加工する工程である。この2次元ポケット加工は第3工程でワークピースを円筒治具にネジ止めするためのネジの挿入口として利用され、このポケットの底面はファン翼の上端面となるため最終仕上げ加工が必要となる。

第2工程は一旦Plate1をベース治具から取り外し、Plate2で固定するためPlate1の姿勢をPlate2に引き継ぐことが必要になる。ここでの姿勢引き継ぎ方法は、図6に示すCMMを利用してオフライン測定によりPlate1とPlate2の回転軸及びX、Y軸のゼロ点を50μm程度以内で一致させた。第2工程ではPlate2でベース治具に固定し、ファン翼の下面側を加工し、最後に第3工程で円錐治具にネジ止めするためにファン翼中心円筒部にφ5mmバカ穴を4個穴開けた。

第3工程は、ファン翼表側上端面部の除去加工である。第2工程と同様にCMMのオフライン測定によりPlate2の姿勢をPlate3に引き渡した。ワークピースの固定方法は、図7に示す円錐治具を利用してファン翼の中心部円筒内面の上面と側面を円錐固定治具に密着させ、M4ネジ3本でネジ止めた。

3-2 加工方法

表3に第1工程～第3工程で使用した工具表、表4に加工表を示す。ここでFEMはフラットエンドミル、BEMはボールエンドミル、CDはセンタドリル、DRはドリル、TPはタップである。工具はすべてハイス鋼を使用し、エンドミルの刃数はすべて2枚刃とした。刃数を2枚刃とした理由は、ブロック材からの削り出しが加工の多くを

表3 工具表

第1工程								
工具番号	工具	材質	工具直径 (mm)	刃数 (刃)	全長 (mm)	突出 (mm)	ホルダ長 (mm)	刃長 (mm)
T1	CD	Co-HSS	6	2	122	17	105	6
T2	DR	HSS	4	2	242	55	187	43
T3	TP	HSS	5	2	181	35	146	8
T4	BEM	Co-HSS	6	2	175	55	120	24
T5	FEM	Co-HSS	10	2	169	49	120	45

第2工程								
工具番号	工具	材質	工具直径 (mm)	刃数 (刃)	全長 (mm)	突出 (mm)	ホルダ長 (mm)	刃長 (mm)
T1	FEM	Co-HSS	16	2	172	67	105	67
T2	FEM	Co-HSS	10	2	176	56	120	45
T3	BEM	Co-HSS	8	2	174	54	120	34
T4	CD	Co-HSS	5	2	229	50	179	6
T5	DR	HSS	5	2	242	56	186	50

第3工程								
工具番号	工具	材質	工具直径 (mm)	刃数 (刃)	全長 (mm)	突出 (mm)	ホルダ長 (mm)	刃長 (mm)
T1	FEM	Co-HSS	16	2	172	67	105	67
T2	FEM	Co-HSS	10	2	176	56	120	45
T3	BEM	Co-HSS	8	2	174	54	120	34

表4 加工表

第1工程		
加工工程	工具番号	切削方式
ポケット荒取	T5(FEM)	側面切削 (スパイラル)
荒取(等高線)	T4(BEM)	曲面切削
3D仕上(等高線)	T4(BEM)	曲面切削
センタ穴	T1(CD)	ドリリング
ドリル穴	T2(DR)	ドリリング
ネジ切り	T3(TP)	タッピング

第2工程		
加工工程	工具番号	切削方式
3軸荒取(上面除去)	T1(FEM)	側面切削
4軸荒取(外周面)	T1(FEM)	溝切削
4軸荒取(外周面)	T2(FEM)	溝切削
4軸面扱い(羽表)	T3(BEM)	曲面切削
4軸面扱い(羽裏)	T3(BEM)	曲面切削
3D輪郭(羽先)	T3(BEM)	曲面切削
3軸荒取(円筒内部)	T2(FEM)	溝切削
面削り(円筒ネジ座部)	T2(FEM)	正面切削
3軸仕上(等高線)	T3(BEM)	曲面切削
面扱い(円筒側面)	T3(BEM)	曲面切削
センタ穴	T4(CD)	ドリリング
ドリル穴	T5(DR)	ドリリング

第3工程		
加工工程	工具番号	切削方式
3軸荒取(Z0.5~Z-13)	T1(FEM)	側面切削
3軸再荒取(Z-12~Z-23)	T1(FEM)	溝切削
3軸荒取(Z0.3~Z-23)	T2(FEM)	溝切削
等高線仕上(羽部, Z-12~Z-23)	T3(BEM)	曲面切削
3軸面沿(円筒上面部)	T3(BEM)	曲面切削

占めていたことから底刃を利用したポケット加工時に切り屑の排出性を考慮した。また、ワークピース材がアルミであることから工具の芯厚(剛性)よりも鋭利で薄い切れ刃(切削性)を重視したエンドミル刃数の選択が適





図8 4軸加工  
(左：4軸荒取り、右：4軸面扱い)

正であると考えた。表2の加工表ではエンドミル加工のすべてで切削速度は60m/min、一刃送りは0.1mm/刃とした。加工表では第1工程と第3工程はすべて3軸以下の軸駆動による加工であり、第2工程で4軸加工を多用する配置とした。これはCAMによる加工表作成の過程で同時5軸M/Cによる今回の加工の場合では、底面を除く5面の加工が第2工程に集約出来たためであり、つまり底面の加工が不要の場合はワークピースの着脱は不要で単工程のみのワンチャックで全加工が完遂できることがわかった。先の説明のとおり第2工程では図8に示す4軸加工を多用しており、実際に4軸加工を体験した感触から、ワークピース形状が円筒形状でその側面部を加工する場合にはA軸を90°傾けた姿勢でC軸を回転しながらX、Y、Z軸を駆動して加工を行う4軸加工は能率及び面品位の観点から高精度かつ高効率に適した加工法であるようだ。

#### 4 固定治具の加工面の表面粗さ評価

##### 4-1 目的

同時5軸M/C加工はワークピースの姿勢変更が行えるため円錐形状の側面部の加工時に工具の突出し長さが短くできる利点がある。またエンドミル加工においてA軸を任意角度に傾斜させ、C軸回転とX、Y、Z軸駆動を同時に行って加工する加工方法<sup>2)</sup>は、エンドミル加工でありながら旋削加工に似た疑似連続切削による高品位面の達成が期待できる。ここでは、ミーリングによるC軸回転5軸仕上げ加工と旋削加工を同一ワークピースで行い、両者の加工面の表面粗さを比較した。

##### 4-2 実験方法

同時5軸M/CとNC旋盤(型式:SL-153MC、メーカー:森精機)の異なる加工法の2台の加工機を使用して円筒加工をした。旋削加工は、NC旋盤でワークピース半径方向軸(X軸)を固定してワークピース円筒軸方向(Z軸)のみに切削送りを与える加工方法で旋削加工をした。両者の加工条件を表5に示す。使用したチップは超硬+TiCVDコーティング材の菱形チップで先端Rは0.4mmである。C軸回転5軸仕上げ加工は、図9のとおりA軸を傾けてC軸回転とX、Y、Z軸の5軸を同時に軸駆動させる加工法である。使用した工具は超硬+(Ti,Al)Nコーティング材のR3ボールエンドミルである。

両者の加工位置は図10のとおり同一円筒ワークピースを使用して最初に旋削加工を行い、次に円筒上部位置

表5 加工条件

項目	C軸回転5軸仕上げ加工 (ボールエンドミル加工)	旋削
切削速度 m/min	19.9	100
送り量	0.18(mm/tooth)	0.15(mm/rev)
Radius depth mm	0.344	1.0
Axis depth mm	Auto	-
突出し長さ mm	26	50
刃物形状	ボールエンドミル	菱形チップ
刃数 tooth	2	-
先端R mm	R3	R0.4
刃物材質	超硬+(Ti,Al)Nコート	超硬+Ti_CVDコート
刃物メーカー	三菱マテリアル	京セラ
刃物型式	VC-2MB	DNMG150404GU
突出し長さ mm	26	68
加工物材質	SKH51生材	



図9 C軸回転5軸仕上げ加工

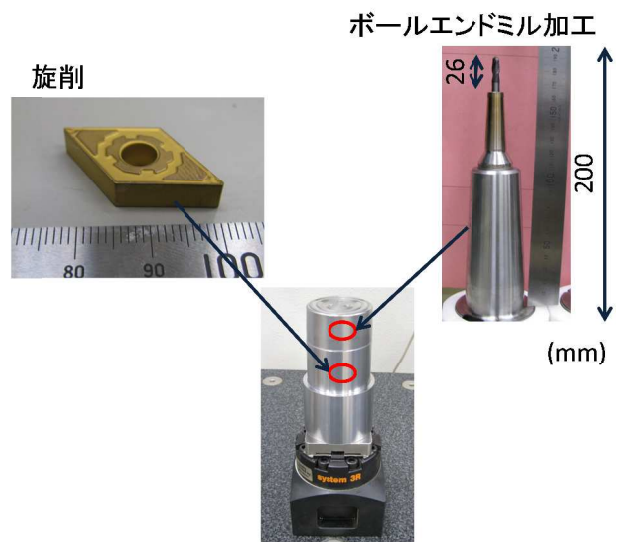


図10 両者の加工位置

のみにC軸回転5軸仕上げ加工により円錐形状に加工した。ここでボールエンドミルをツーリングしたホルダは2ピース型の焼きばめ式を使用し、ホルダと加工機テーブルとの干渉を避けるためにホルダと工具を併せた全長を200mmと大きく取り、一方でエンドミルの撓みを低減させて加工精度を高めるためにエンドミルの突出し長さを26mmと短く設定した。

##### 4-3 実験結果及び考察

図11に加工面の観察、図12に表面粗さの比較、図13に断面曲線の比較、図14にワークピース上面の表面粗さを示す。加工面の観察では、旋削加工は筋状の凹凸が見られ所謂、引物と呼ばれる加工面であることが分かる。対してボールエンドミルによるC軸回転5軸仕上げ加工は連続した鱗状の加工跡が見られ、これは通常のボール

エンドミルを使用した加工跡と同じ軌跡であることがわかる。このことからC軸回転を与えた5軸加工においてもエンドミル加工の鱗状の工具軌跡が踏襲されることが分かった。

図12に示した表面粗さではボールエンドミル加工がRa0.79 $\mu\text{m}$ に対し旋削加工がRa2.44 $\mu\text{m}$ であった。Rzではボールエンドミル加工が4.19 $\mu\text{m}$ に対し旋削加工が10.08 $\mu\text{m}$ であった。これはボールエンドミル加工は切れ刃による切削と同時に切れ刃の裏面でする動作が交互に繰り返される加工原理であるためこする動作により加工面を押し潰す動作が行われたために表面粗さが旋削に比べて小さくなったと予想される。一方、旋削加工は連続的にチップの切れ刃で削る加工法であるため規則的に鋭利な加工軌跡であることがわかる。

図13に示した断面曲線は粗さ曲線がフィルターをかけて高周波成分のみを抽出した波形形状であるのに対し、断面曲線は切削面を単に輪切りにして横方向から覗いた脚色していない断面形状である。ボールエンドミルによるC軸回転5軸仕上げ加工は、2枚刃による断続切削の影響から不規則な凹凸形状になっている。一方、旋削加工の断面曲線は粗さ曲線と類似した規則的な凹凸形状が見られる。両者をそれぞれの理論粗さで比較するとボー

切削方式	最大差Z	理論粗さ $\mu\text{m}$
ボールエンドミル: R3mm	12.4	9.9
旋削: コーナR0.4mm	14.0	7.0

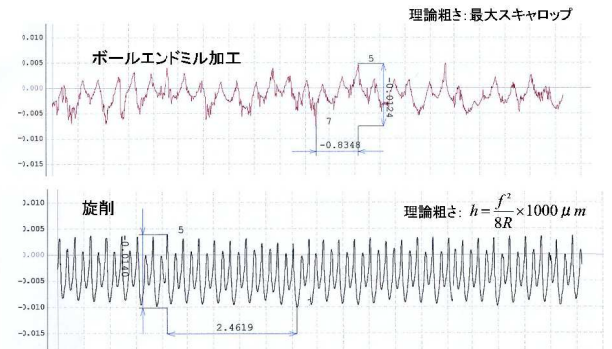


図13 断面曲線での比較

切削方式	Ra	Rz	Rt	理論粗さ $\mu\text{m}$
ボールエンドミル: R3mm	0.40	1.94	3.79	9.9

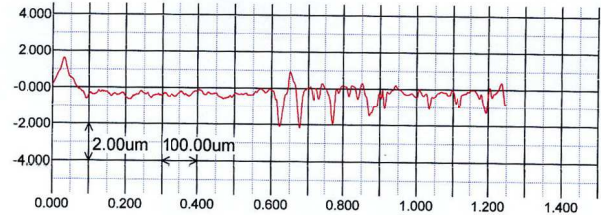
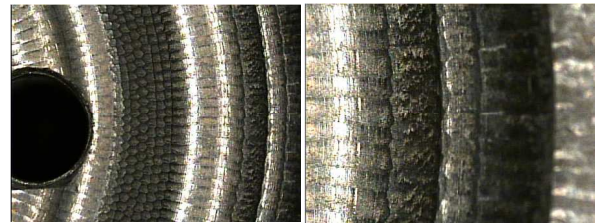


図14 ワークピース上面の表面粗さ

ルエンドミルC軸回転5軸加工では最大差Zが理論粗さよりも2.5 $\mu\text{m}$ 大きく、旋削加工では最大差Zが理論粗さよりも7.0 $\mu\text{m}$ 大きい結果となった。ここで、ボールエンドミルC軸回転5軸加工の理論粗さはCAMが計算して示した最大スキヤロップを使用し、旋削加工では図中に示した式により算出した。その結果、旋削加工で最大差Zと理論粗さで倍の差が生じているが、切削加工領域における最大差7 $\mu\text{m}$ の数値は工具摩耗の進行で容易に生じる大きさであるため、ここでの結果では理論粗さとはほぼ一致したと言える。

図14にワークピース上端面のボールエンドミル3軸仕上げ加工による表面粗さを示す。図1のボールエンドミルC軸回転5軸仕上げ加工の表面粗さと比較するとRaで3軸仕上げ加工の方がほぼ半分の数値になっている。Rz、Rtも同様に3軸仕上げ加工の方が数値が小さい。これは3軸加工ではまさに典型的なボールエンドミルの先端点による切削速度0かつ、擦る加工が行われている証明であると考えられる。対して5軸加工では切削速度0の切削点を避けた切れ刃による良好な切削が行われた効果からこする加工が低減されたために、表面粗さが大き

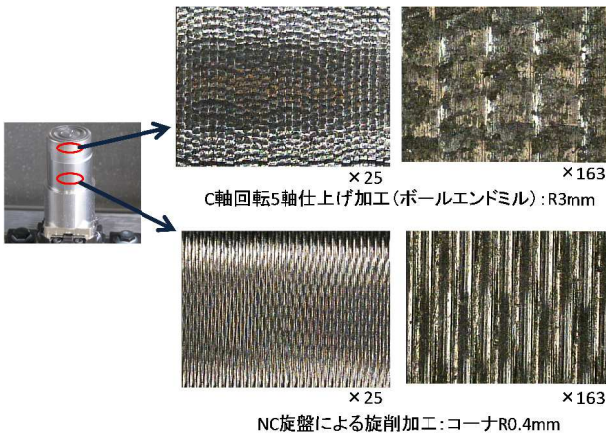


図11 加工面の観察

切削方式	Ra	Rz	Rt	理論粗さ $\mu\text{m}$
ボールエンドミル: R3mm	0.79	4.19	6.34	9.9
旋削: コーナR0.4mm	2.44	10.08	10.92	7.0

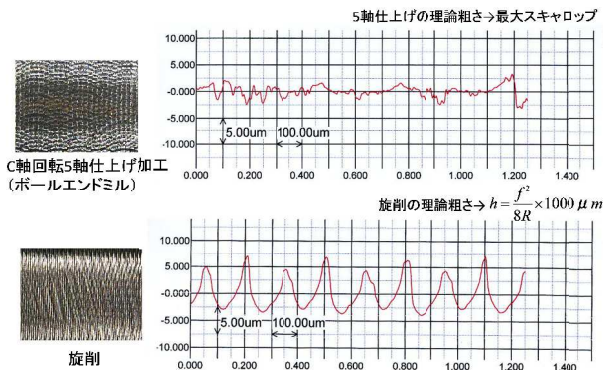


図12 表面粗さでの比較

くなったと考えられる。このことから3軸駆動によるボールエンドミル加工に対して5軸制御によるボールエンドミル加工は切れ刃が適正に切削し、こする現象を低減したために表面粗さが小さくなったとする仮定が正しければ、5軸制御によるボールエンドミル加工は工具摩耗を低減させ工具寿命を延ばす方策に成り得る。

## 5 結 言

同時5軸マシニングセンタと5軸CAMを利用してファン翼の複製に取り組んだ。その中でファン翼加工を実施するために必要となる5軸CAMによるツールパス作成及び固定治具製作を通して同時5軸M/C加工を適正に行うための知見が得られたので以下に示す。

- 1) ファン翼の複製に取り組む5軸CAMによるツールパスを作成し、3軸M/Cでは実現できない同時5軸M/Cにより一斉に5軸を駆動し、工具姿勢を意図した向きに傾けることができる特殊な加工方法によりファン翼が複製出来た。
- 2) ファン翼の複製では底面を含めた全面加工をするためには最終工程で固定治具の活用は必須であり、最小工程数で3つの工程が必要であった。つまり、ファン翼の底面を含めた全面加工を行うためには3回の取り外し後の取付けが必要になる。

- 3) 固定治具を製作する過程で同時5軸M/Cで特徴的な加工法であるボールエンドミルによるC軸回転5軸仕上げ加工法と旋削加工で得られた加工面の表面粗さを比較した。その結果、ボールエンドミルによるC軸回転5軸仕上げ加工法はC軸回転を与えてもボールエンドミルによりワークピース表面を掘り起こす切削現象が変わらないため、通常の3軸M/Cによるボールエンドミル加工で見られる鱗状の切削跡は踏襲される。
- 4) ボールエンドミルによるC軸回転5軸仕上げ加工による加工面の表面粗さと、同一のボールエンドミルを使用した3軸加工による加工面の表面粗さと比較した結果、C軸回転5軸仕上げ加工による加工面で表面粗さが大きくなった。これは切れ刃により擦る現象が低減し、適正な切削原理である切れ刃による削る切削が行われていたことが理由であると仮定すれば、C軸回転5軸仕上げ加工法は工具摩耗の低減に寄与し、工具寿命の延長に繋がるのが期待できる。

## 文 献

- 1) DMG/森精機：HSC 55 Linear カタログ (2012)
- 2) コダマコーポレーション：TopCAM v6.12J  
4/5軸トレーニングガイド

# 座標測定機におけるクランプ力によるワークピースの変形\*

和合 健\*\*、浅沼 拓雄\*\*

座標測定機 (CMM) を利用した適正な測定作業を実施するため、ここではクランプ力を取り上げ、物理現象を数値化して測定誤差に与える影響の大きさを求めた。その結果、熟練者でも手回しねじ締めでは 30N 程度のクランプ力になることから、過度なクランプ力には注意が必要であることが検証できた。

**キーワード：座標測定機、測定戦略、クランプ力、変形、測定誤差**

## Workpiece Deformation due to Clamping Force in Coordinate-Measuring Machine

Takeshi Wago and Takuo Asanuma

When using a coordinate-measuring machine (CMM), measurement error may arise because of deformation of the workpiece due to clamping forces. We thus investigate the clamping force and its effect on dimensional measurements made with CMMs. The results show the necessity of avoiding excessive clamping force, which can easily reach 30 N, e.g., in the case of screw clamping.

**key words : coordinate-measuring machine(CMM), measurement strategy, clamping force, deformation, deviation**

### 1 緒言

座標測定機 (以下、CMM) は、X 軸、Y 軸、Z 軸の 3 軸により構成された空間において、各軸に内蔵された目盛尺によりその軸における位置情報を得ることができるため空間点の (X、Y、Z) 座標値を得ることができる。また、プローブと呼ばれる機械的または電気的な機構を持つトリガスイッチと、スタイラスの先端に取り付けた球状のチップで構成されるプローブシステムが測定物と接触することで測定物形体の位置を高精度に検知できる。

CMM は目盛尺が各軸に並列に配置され、目盛尺と測定物を同一直線上に配置されない、所謂アップの原理に従わない構造であるため高精度測定が難しいことが指摘されていた<sup>1)</sup>。しかしながら今日のパソコン支援による補正技術の革新的な進歩<sup>2)</sup>によりサブミクロン台の測定誤差を保証する高精度測定が実現されている。このように CMM は高精度測定が可能になってきているが、CMM の最大の利点である融通性の高さから作業者の測定戦略<sup>3)</sup> 及び測定技能の違いにより同一の CMM で同一の測定物を測定した場合に測定誤差に違いが見られる。

ここでは、CMM を利用した適正な測定作業の実施を図るため、誤差要因の一つに着目して実験し、その物理現象を数値化して測定誤差に与える影響の大きさを求める。ここで取り上げた誤差要因は「クランプ力」である。物理的な力を加えると測定物は変形し、その物理的な力を解放すると弾性特性により変形が元に戻る。クランプ力を加えた時とクランプ力を解放した時で測定物の形状が

異なっていれば、正確な寸法測定を行ったとしても測定誤差が大きくなる。ここでは、クランプ力に着目してクランプ力が与える測定誤差の大きさ、及び適正なクランプ方法の獲得について取り組んだ。

### 2 実験方法

#### 2-1 実験装置の構成

実験装置の構成を図 1～図 4 に示す。図 1 はデータ集録部でクランプ力は 3 成分動力計を使用して X、Y、Z 方向の 3 力を測定した。測定物の変形量は差動トランス式変位計を使用して測定し、合わせて 4 信号を A/D 変換器を経由してデータ集録パソコンに取り込んだ。各装置の設定では、3 成分動力計の表示単位は 0.0001 (N) に設定した。差動トランス式変位計の測定範囲は  $\pm 0.2\text{mm}$ 、目量は  $0.1\mu\text{m}$ 、校正時の入出力の相関係数は  $R=0.9999985$  であった。図 2 はクランプ部でパラレルブロックの上に断面寸法  $50\text{mm}\times 10\text{mm}$ 、長さ  $350\text{mm}$  の SUS440 のバー状ワークを置き、長さ  $150\text{mm}$  のクランプバーでクランプ力を与える。パラレルブロックの位置はエアリー点とし、バーの全長を  $h$ 、パラレルブロックの間隔を  $q$  とするとエアリー点の位置は  $q \approx 0.577h$  となる。図 3 は 3 成分動力計へのクランプねじの固定方法を示した。3 成分動力計本体に設置されたねじ穴の位置及び穴数がここでの実験で適さなかったため厚さ  $5\text{mm}$  の SS 材鋼板を治具として利用した。図 4 は差動トランス式変位計の設置位置を示したもので、バー状ワークの測定者から向かって左側の端面の X 方向

\* 平成 25～26 年度 共同研究・東北復興 CMM 事業

\*\* 素形材技術部

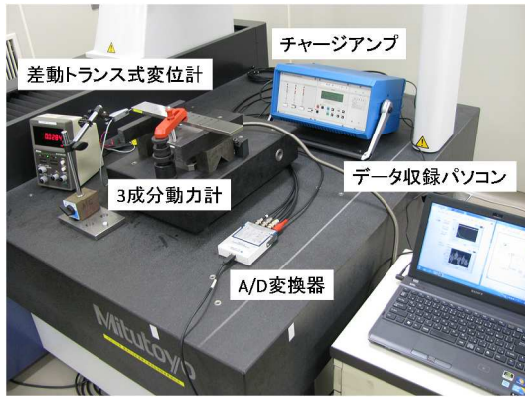


図1 実験装置の構成 (データ集録部)

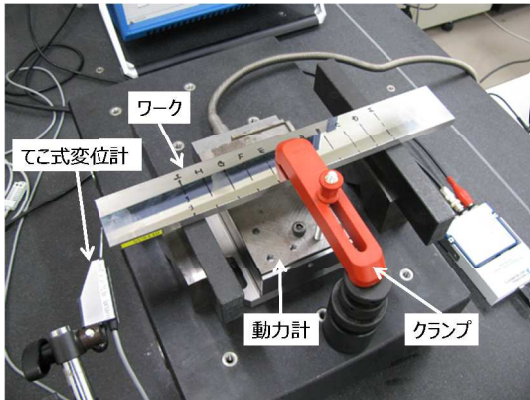


図2 実験装置の構成 (クランプ部)

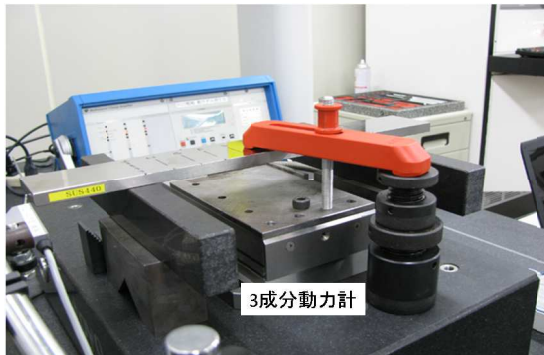


図3 実験装置の構成 (動力計)

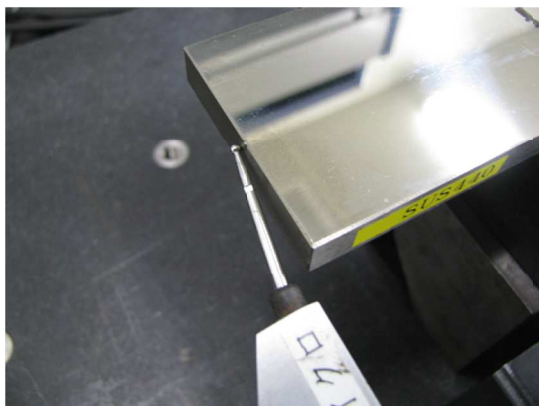


図4 実験装置の構成 (差動トランス式変位計のスタイラス部)

表1 主な仕様

バー状ワーク	
寸法	350×50×10mm (GBは35×9mm)
材質	SUS440
ヤング率	$21.6 \times 10^{10} \text{ Nm}^{-2}$

3成分動力計	
品名	圧電素子型動力計
型式	9257B
メーカー	Kistler
感度	$F_x, F_y -7.5 \text{ pC/N}, F_z -3.7 \text{ pC/N}$
測定範囲	$F_x, F_y, F_z -5 \sim 5 \text{ kN}$

変位計	
品名	ミューチェッカ
型式	M417
メーカー	ミツトヨ
原理	差動トランス式
目量	$0.1 \mu\text{m}$
Range	$\pm 0.2\text{mm}$

変位を測定した。バー状ワークの物性値と各装置の主な仕様を表1に示す。バー状ワークの材質はSUS440でヤング率は理科年表で示す鋼の値とした。3成分動力計は圧電素子型で高剛性かつ高速応答に対応する性能を持ち、差動トランス式変位計は $0.1\mu\text{m}$ の表示分解能を持つ。

### 2-2 クランプ力と変位の測定方法

クランプ力の測定は図5に示す方法で行った。点Kを支点とした時に、ボルトを締め込む力点にかかる力を $F_1$ 、ワークの作用点にかかる力を $F_2$ とすると、2力の関係はモーメントの力の釣り合いから式(1)で示され、式(2)が求められる。

$$F_2 \times 2L = F_1 \times L \quad \dots \dots (1)$$

$$F_2 = \frac{1}{2} F_1 \quad \dots \dots (2)$$

ここでは、クランプ力により生じるワークの変形量を簡易的に測定するため、図6のとおりてこ式変位計を利用して左端面の変位量を測定した。ワークは断面寸法 $50\text{mm} \times 10\text{mm}$ 、長さ $350\text{mm}$ のSUS440で、クランプバーの長さは $150\text{mm}$ とした。ワークの支持方法は、平行ブロックを使用した2点支持として、支持位置はエアリー点(端度器の両端面が平行になる位置)とした。2点支持間の距離は $202\text{mm}$ とした。

また、クランプ力に対するバー状ワークの変形量はバー状ワークの左端面の変位量と定義し、図6に示す位置を差動トランス式変位計で測定した。クランプ力を与えるバー状ワークの位置は図7及び図8に示すとおり、左右のエアリー点の midpoint から左側のエアリー点までを $1 \times P$ (約 $101\text{mm}$ )として、その左隣の位置を $0.6P$ 、次を $0.4P$ 、 $0.2P$ とし、エアリー点上を $0P$ とした5か所にクランプ力を与えた。クランプ力を与えた5か所の位置でのクランプバーの形態を図7に示す。クランプねじを回してクラ

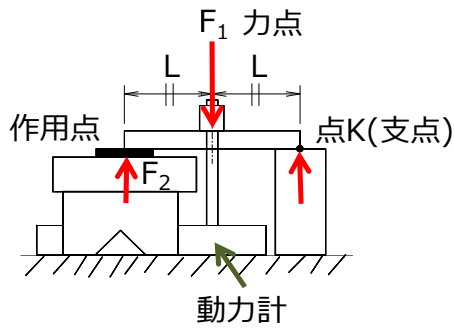


図5 クランプ力の測定方法

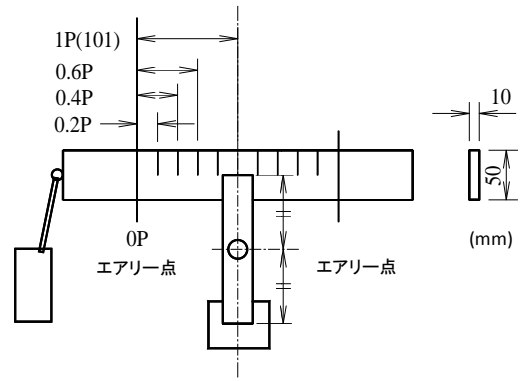


図8 クランプ位置の説明

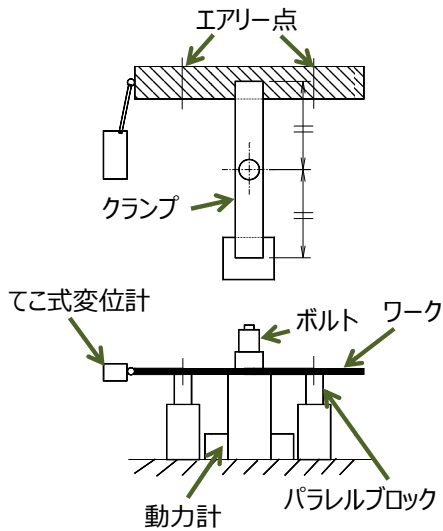


図6 ワークとクランプの配置

クランプ力を増す動作はスパナを利用して連続動作として作業者が手動で行い、Z方向のクランプ力が500Nを超えた時点で、クランプ力の増加を中断し、そこからねじを逆に回して力を減少させ、クランプ力が解放した時点でクランプ力の3信号と変位計の1信号のデータ集録を停止する一連の流れとした。ここで、データ集録のサンプリング周期は、10 ms/Samplingとした。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 クランプ力と端面変位の関係

##### (1) 樹脂クランプの場合

図9に樹脂クランプの場合のクランプ力と端面変位の関係を示す。位置の5水準のすべてでほぼ線形の関係が見られ、予想どおり1Pで傾きが最も大きく、OPのエアリー点のクランプ位置に近づく方向で傾きが小さくなっている。端面変位の大きさは250.0N時に1Pで27.6 $\mu\text{m}$ 、0.6Pで22.3 $\mu\text{m}$ 、0.4Pで19.7 $\mu\text{m}$ 、0.2Pで13.2 $\mu\text{m}$ 、OPで1.6 $\mu\text{m}$ となった。OPでの端面変位が他のクランプ位置と比較して特筆して小さく測定された。このことから測定物をクランプする場合は下当て治具のある位置でクランプすることで測定物の変形が防げる。すべての水準で戻り誤差、通称ヒステリシスが見られ、これはクランプねじの締め込み時にワークからの反力でクランプが押し返される現象と時計回り方向(CW)にクランプねじを回す回転力の二つの力の影響によりクランプバーが横方向(X方向)にズれるために起こったものと思われる。最終的なONの着地では変位も0 $\mu\text{m}$ に収束していることから、反時計回り方向(CCW)のねじ回転によりズレが戻る作用と反力の終息により最初の位置に復帰したと考えられた。また、5水準のすべてで線形性が見られる理由は、樹脂クランプの特性からある程度のワークからの反力を吸収するため、X方向へのズレ量が抑えられたため戻り誤差が小さいと思われる。

##### (2) アルミクランプの場合

図10にアルミクランプの場合のクランプ力と端面変位の関係を示す。アルミクランプでも樹脂クランプと同様に1Pで最も傾きが大きくOPへ向かう方向で傾きが小さくなっている。250.0N時の端面変位は1Pで19.1 $\mu\text{m}$ 、0.6P

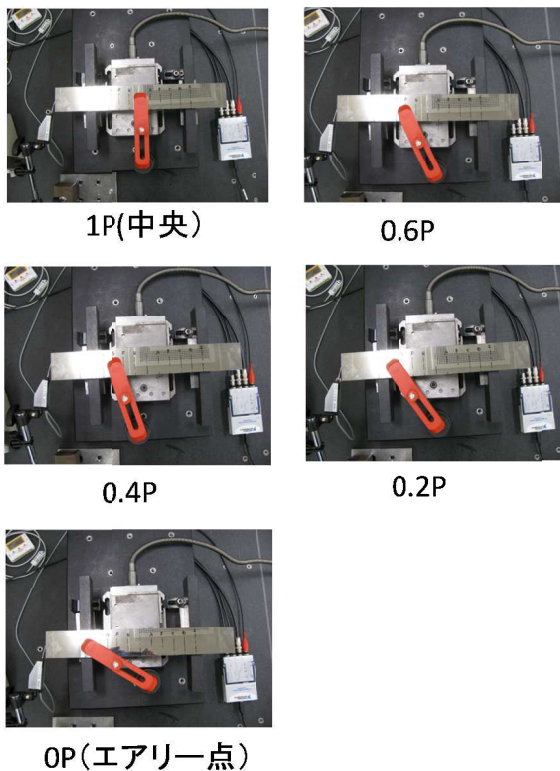


図7 バー状ワークに対しクランプ力を与える位置

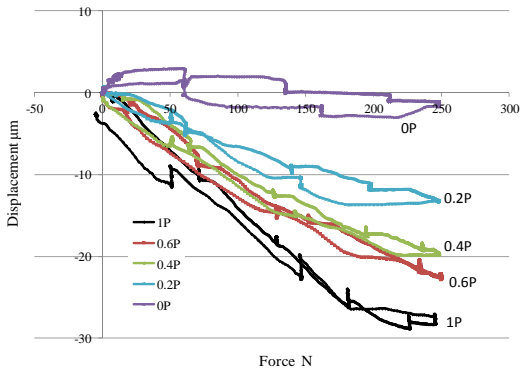


図9 クランプ力対端面変位の関係 (樹脂クランプの場合)

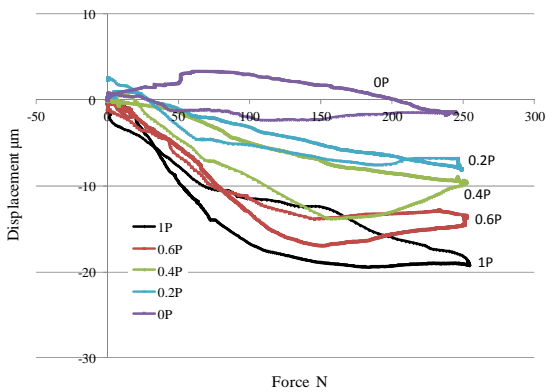


図10 クランプ力対端面変位の関係 (アルミクランプの場合)

で14.4 $\mu\text{m}$ 、0.4Pで9.4 $\mu\text{m}$ 、0.2Pで8.0 $\mu\text{m}$ 、0Pで1.5 $\mu\text{m}$ であった。樹脂クランプと比較して1Pでは8.5 $\mu\text{m}$ 小さく、0Pではほぼ同等であった。このことから樹脂クランプ及びアルミクランプの双方の場合で、下当て治具上でクランプすることがワークを変形させないクランプ方法として非常に有効であることがわかった。

アルミクランプでは樹脂クランプと比較して、各水準の波形が非線形を示し、戻り誤差の幅も大きい。これは、アルミクランプはクランプバーの剛性が高いためクランプねじの締め込み時にかかる力をクランプバーが吸収できず、クランプねじの回転力が直接的に作用してクランプバーのX方向へのズレになり戻り誤差を増幅させたと考えられる。一方で、クランプねじをCCW方向に回転させてクランプ力を解放させる場合には、ねじ回転による戻る方向へのズレとバー形状ワークの弾性特性により開始位置に戻った。このことからアルミクランプを使用する場合にはクランプバーの高い剛性の影響により下当て治具からズレて加力される懸念があるので注意が必要である。

3-2 梁の撓みの理論式

細長い棒が適当な方法で支えられ、その棒に曲げモーメントやせん断力が加わると曲がりが生じる。特に細長い棒の場合は、曲げモーメントの影響が大きく曲がりに

作用する。ここでの曲げは2点の自由支持に該当し、その理論式を以下に示す。

図11の点Cでの撓み $y_c$ は式(3)、式(4)を使用して求められる。

$$y_c = \frac{Wl^3}{3EI_x} \cdot \frac{a^2}{l^2} \cdot \frac{b^2}{l^2} (m) \quad \dots \dots (3)$$

$$I_x = \frac{ed^3}{12} \quad \dots \dots (4)$$

ここで、 $W$ は荷重(N)、 $l$ 、 $a$ 、 $b$ は各長さ(m)、 $E$ はヤング率 ( $\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ )、 $I_x$ は断面二次モーメント、 $d$ 、 $e$ は断面の各辺の長さ(m)で $d$ が垂直方向、 $e$ が水平方向である。ここで使用したバー状ワークに1Pの位置で荷重250Nを与えた場合の鉛直方向の撓み量 $y_c$ を求める。各変数に代入する数値は、 $W=250$  (N)、 $l=0.202$  (m)、 $a=0.101$  (m)、 $b=0.101$  (m)、 $E=21.6 \times 10^{10}$  ( $\text{Nm}^{-2}$ )、 $d=0.01$  (m)、 $e=0.05$  (m) とすると、鉛直方向の撓み量 $y_c=47.7 \mu\text{m}$  が算出された。ここでのバー状ワークの場合に各クランプ位置に250Nを与えた場合の鉛直方向の撓み量 $y_c$ を式(3)により算出すると、図12のとおり1Pでは47.7 $\mu\text{m}$ 、0.6Pでは33.6 $\mu\text{m}$ 、0.4Pでは19.5 $\mu\text{m}$ 、0.2Pでは6.2 $\mu\text{m}$ 、0Pでは0 $\mu\text{m}$ であった。また、式(3)のとおり荷重 $W$ と鉛直方向の撓み量 $y_c$ は比例関係による線形式になることがわかる。ここでの実験で測定した変位は図6に示すとおりバー状ワークの左側端面であるから、式(3)で求めた鉛直方向の撓み量 $y_c$ と異なる。クランプ力による左端面変位は図13に示すメカニズムで生じることが予想され、力点の鉛直方向の撓み $y_c$ を

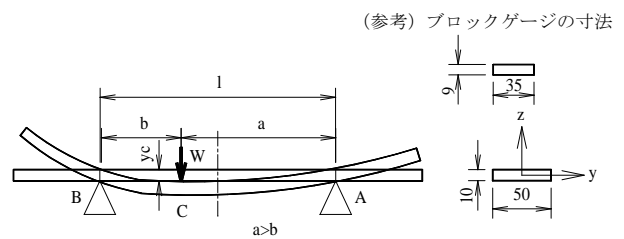


図11 2点の自由支持の場合の撓み曲げ  
モーメントによる撓み

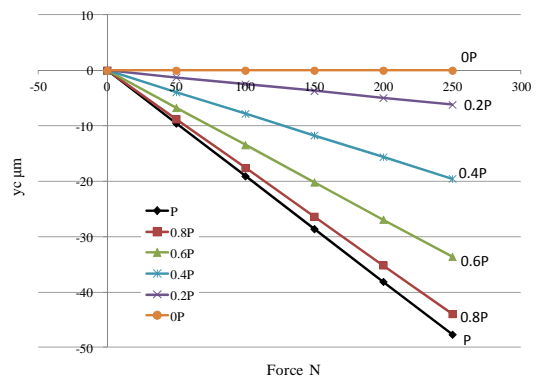


図12 梁の撓みの理論値

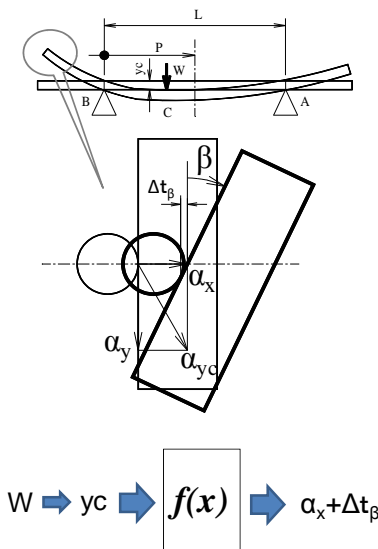


図13 端面の横方向変位が発生するメカニズム

入力として、端面に平行移動と回転により  $\alpha_x + \Delta t_\beta$  の変位が生じた。ここで、 $W$  は力点への荷重(N)、 $y_c$  は力点での鉛直下方向への変位( $\mu\text{m}$ )、 $\alpha_x + \Delta t_\beta$  は端面の横方向への変位( $\mu\text{m}$ )、 $f(x)$  は平行移動と回転による変位の関数である。

### 3-3 ねじの回し角度とクランプ力の関係

#### (1) 樹脂クランプの場合

樹脂クランプとアルミクランプでクランプねじの回し角度とクランプ力とクランプ力と端面変位の関係を測定した。クランプねじは樹脂クランプ及びアルミクランプとも M8 並目で、樹脂クランプのクランプねじは樹脂製の六角外周の内側部に金属製ねじを圧入した構造である。樹脂クランプではクランプ位置が 1P と OP ともクランプねじを  $0^\circ \rightarrow 90^\circ \rightarrow 180^\circ \rightarrow 270^\circ \rightarrow 360^\circ$  の  $90^\circ$  ステップで回した後に一旦回転を停止させる手順でクランプ力と端面変位の関係を測定した。 $0^\circ$  から  $360^\circ$  まで CW 方向にねじを回した後、CCW 方向に  $360^\circ$  から  $0^\circ$  までねじを戻してクランプ力を解放した。

図 14 に樹脂クランプの場合を示す。クランプ位置が 1P では、クランプねじの回し角度  $90^\circ$  でクランプ力  $50.5\text{N}$  → 端面変位  $2.6\mu\text{m}$ 、回し角度  $180^\circ$  でクランプ力  $105.3\text{N}$  → 端面変位  $8.7\mu\text{m}$ 、回し角度  $270^\circ$  でクランプ力  $171.0\text{N}$  → 端面変位  $17.1\mu\text{m}$ 、回し角度  $360^\circ$  でクランプ力  $243.5\text{N}$  → 端面変位  $20.0\mu\text{m}$  であった。樹脂クランプのクランプ位置が OP では、クランプねじの回し角度  $90^\circ$  でクランプ力  $49.5\text{N}$  → 端面変位  $5.1\mu\text{m}$ 、回し角度  $180^\circ$  でクランプ力  $110.1\text{N}$  → 端面変位  $5.9\mu\text{m}$ 、回し角度  $270^\circ$  でクランプ力  $170.8\text{N}$  → 端面変位  $6.5\mu\text{m}$ 、回し角度  $360^\circ$  でクランプ力  $246.8\text{N}$  → 端面変位  $5.9\mu\text{m}$  であった。

樹脂クランプでは戻り誤差が小さいため、行きと帰りではほぼ軌跡が一致している。これは樹脂クランプはクランプバーでワークからの反力を吸収できるためクランプバーの X 方向へのズレが小さく、このことからクランプ力が直接的にワークに作用し、反力吸収の役割を担っている。その半面、ねじ回転の限界が無いのでねじの回し

過ぎに注意が必要である。

#### (2) アルミクランプの場合

アルミクランプでは、クランプ位置が 1P では  $0^\circ \rightarrow 45^\circ \rightarrow 90^\circ$  の  $45^\circ$  ステップ、クランプ位置が OP では  $0^\circ \rightarrow 22.5^\circ \rightarrow 45^\circ$  の  $22.5^\circ$  ステップでクランプねじを CW 方向に回し、その後 CCW 方向にねじを戻してクランプ力を解放する手順で行った。図 15 にアルミクランプの場合を示す。クランプ位置が 1P では、クランプねじの回し角度  $45^\circ$  でクランプ力  $98.8\text{N}$  → 端面変位  $11.7\mu\text{m}$ 、回し角度  $90^\circ$  でクランプ力  $256.4\text{N}$  → 端面変位  $15.2\mu\text{m}$  であった。クランプ位置が OP では、クランプねじの回し角度  $22.5^\circ$  で

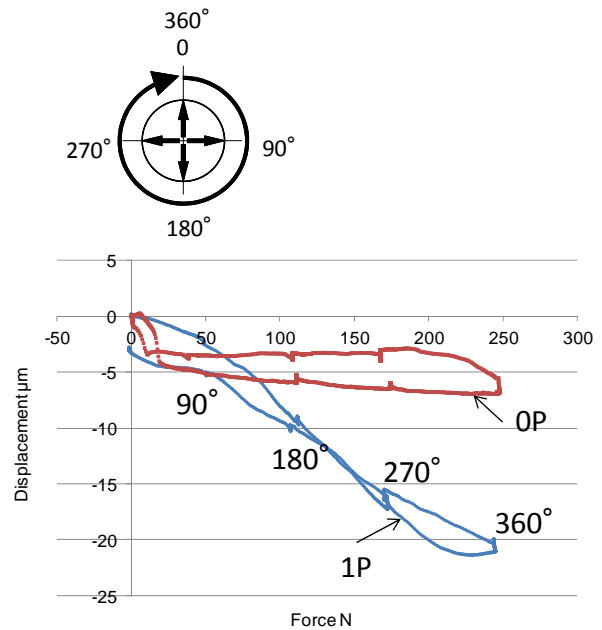


図14 樹脂クランプ (L=150mm) での回し角度とクランプ力

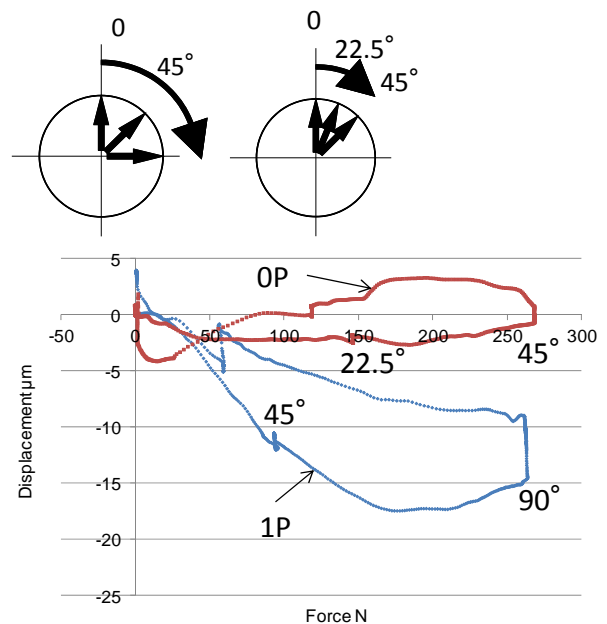


図15 アルミクランプ (L=150mm) での回し角度とクランプ力



クランプ力 120.6N→端面変位 2.2 $\mu$ m、回し角度 45°でクランプ力 267.9N→端面変位 0.3 $\mu$ m であった。アルミクランプでは戻り誤差が大きくみられ、これはアルミクランプでは戻り誤差が大きくみられ、これはアルミクランプクランプバーがねじ回しによるクランプ力の増加で生じるワークからの反力を吸収できないために、その反力を解放するためにクランプバーが X 方向にズレたために生じたと思われる。また、アルミクランプではクランプ位置が OP でクランプねじの回し角度が最大で 45°で限界であった。このことからアルミクランプの場合はクランプ力が直接的にワークに伝達されるため、作業者の技能感覚によるクランプ力の精細な調整が必要となる。

### 3-4 個人差によるクランプ力の相違

#### (1) 樹脂クランプの場合

図16に樹脂クランプの場合の個人差によるクランプ力の比較を示す。個人差の比較対象は熟練者、初心者の男性、初心者の女性とした。図中の手回しとは工具を使わずに指でねじを締めた場合で、スパナとはスパナ工具を使用してねじを締めた場合である。その結果、熟練者は手回しとスパナを使った場合で締め付け力の差異が小さい。一方で、初心者の男性と初心者の女性で過度な締め付け力を与える傾向が見られた。これは、熟練者は樹脂クランプは大きな弾性特性を有しているためねじの回し過ぎに注意が必要であることを理解しているのに対し、初心者はその特性を理解していないため、ねじの締め付け限界までねじを回したためと思われる。また、初心者の女性では女性の非力さから手回しでは締め付け力が適

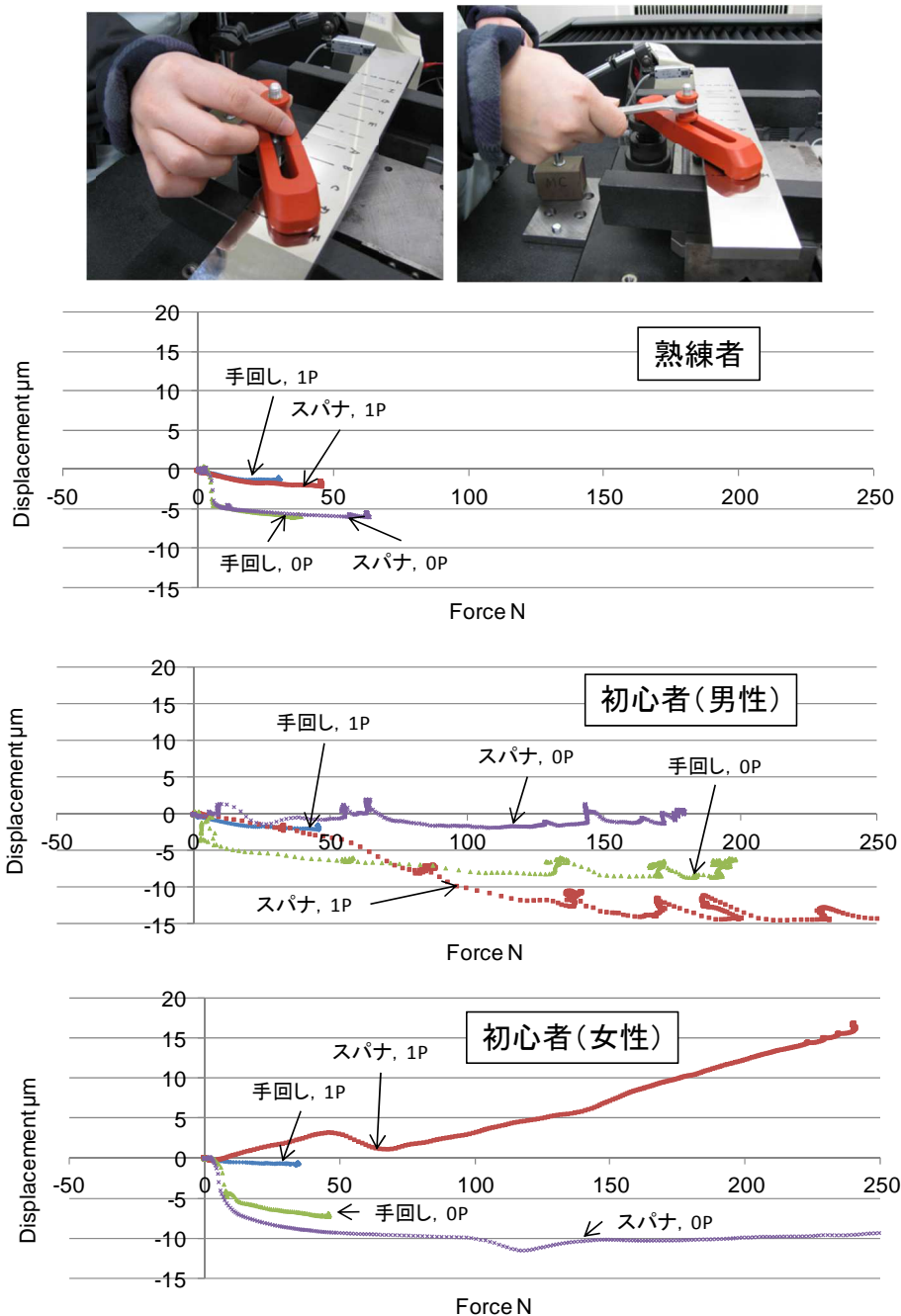


図16 個人差による締め付け力の比較 (樹脂クランプの場合)

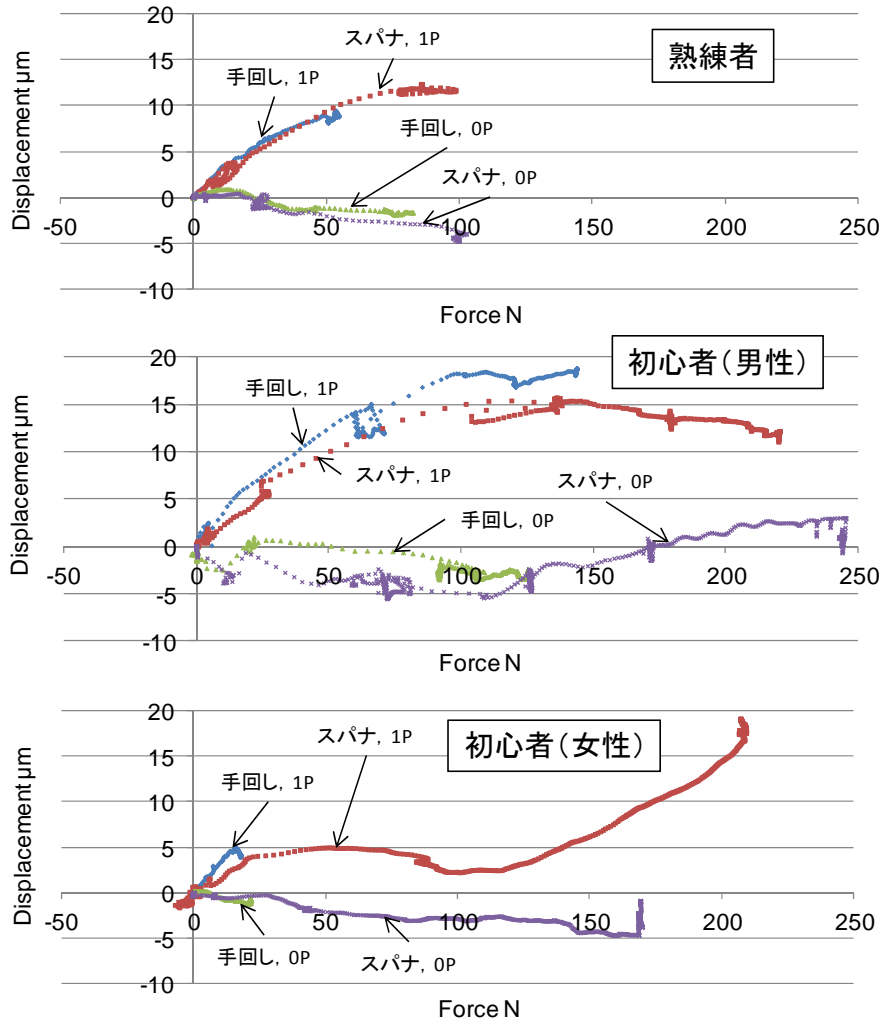
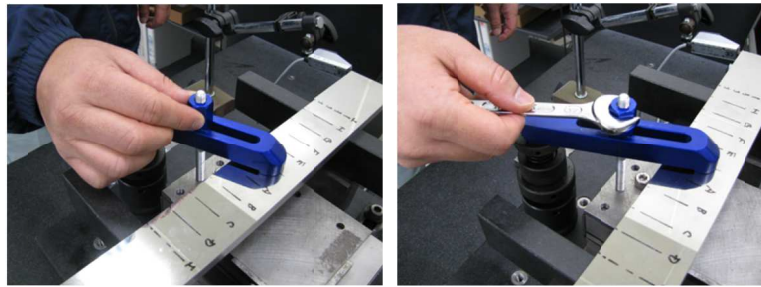


図 17 個人差による締め付け力の比較（アルミクランプの場合）

切であるが、スパナの場合で必要以上の締め付け力が見られた。

(2) アルミクランプの場合

図17にアルミクランプの場合の個人差によるクランプ力の比較を示す。アルミクランプでは熟練者でも 100N 程度の大きな締め付け力が見られた。これはアルミクランプバーの剛性が大きいためねじの回し角度が直接的にクランプ力として作用したためと考えられる。しかしながら、熟練者の場合ではエアリー点の 0P の位置ではクランプ力は 100N と大きいですが、端面変位は 5μm 以下であることから下当て治具上でクランプすることで過度なクランプ力でもワーク変形が回避されている。一方、初心者は

必要以上の締め付け力が見られ、その締め付け力は樹脂クランプとアルミクランプで同じ程度であった。

4 静止摩擦係数の測定

4-1 目的

CMM の測定でクランプをする理由は、CMM のプロービング力によりワークが動くのを防止するためであり、ワークを動かす力の大きさは式(5)に示す静止摩擦力  $F_0$  で説明できる。

$$F_0 = \mu N \quad \dots \dots (5)$$

ここで、 $\mu$  は静止摩擦係数、 $N$  は垂直抗力(N)である。垂



図18 装置の全体図

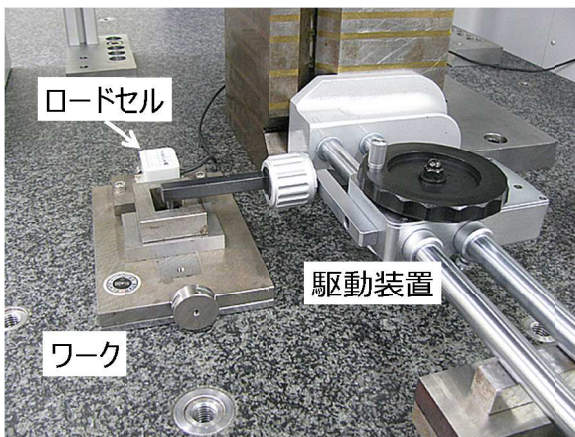


図19 ワークと駆動装置

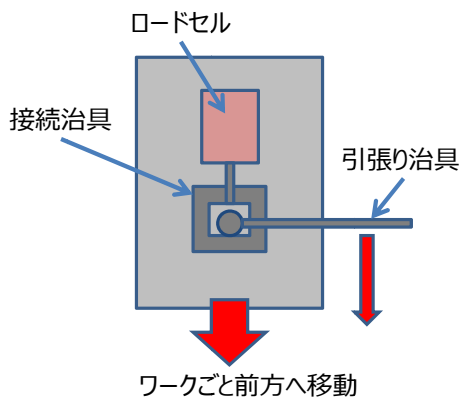


図20 ワーク部の詳細

直抗力は面に垂直に働く力であり、水平面上の場合はワークの重力になる。パラレルツインプローブ式CMM、例えばCarl Zeiss社製UPMC550-CARATのプロベリング力は標準設定が0.2Nであるので、ワークと石定盤の組み合わせによる静止摩擦係数が分かれば0.2Nのプロベリング力で静止状態を保つ垂直抗力の限界を求めることができる。以下に、静止摩擦係数を求める実験を示す。

#### 4-2 実験装置及び実験方法

実験装置は図18、19及び図20で示すとおり、ロードセルを載せた鋼板を作業者がハンドルを手動で回して引張る方式である。ロードセルに与えられた力を表示器

に表示すると共に、A/D変換器を通して連続データとしてパソコンに保存した。パソコンに連続データとして取り込むことにより、瞬間的な最大値から求める必要がある静止摩擦係数が測定できた。CMM定盤と接する鋼板の材質はSK3、その表面の除去加工方法は正面フライス仕上げ、その表面粗さはRa1.48 $\mu$ m、Rz15.62 $\mu$ mであった。CMM定盤と鋼板の接触面は乾燥状態であった。

#### 4-3 実験結果及び考察

ロードセルや接続治具を含めたワークの重量を電子天秤で測定したところ2.4810kgfであった。これに9.8を掛けてニュートン表記にすると24.31Nとなった。繰り返し5回で測定した静止摩擦力の平均値は4.93Nであった。式(5)により静止摩擦係数 $\mu$ を算出すると0.2028となり、UPMC550-CARATのプロベリング力は0.2Nであるからワークが静止してられる最大の垂直抗力は0.987Nが算出された。この結果、クランプ力はわずか1N程度の力を加えるだけでワークは静止できるようだ。図16の熟練者が樹脂クランプを手回して締め付けた場合のクランプ力が30N程度であることから、手回しねじ締めで十分にワークが固定できることが分かった。

### 5 結 言

- (1) クランプ力の個人差を調べた結果、樹脂クランプの締め付け力は、熟練者の手回しで30N程度、熟練者のスパナ使用では45N程度であり、手回しとスパナを使った場合に締め付け力の差異が小さいが、初心者では過度な締め付け力の傾向が見られた。
- (2) アルミクランプでは、熟練者の手回しにおいても80N程度の大きな締め付け力が見られた。初心者では樹脂クランプの場合と同様に過度な締め付け力が見られた。アルミクランプではクランプバーの剛性が大きいと直接的にねじの締め付け力がクランプ力としてワークに働く傾向が見られたので締め付け時に注意が必要である。
- (3) ワークを正面フライス仕上げの鋼板として、CMM定盤面に設置した場合の静止摩擦係数を測定したところ0.2028となった。プロベリング力が0.2NのCMMのプロベリング時にワークが静止してられる最大の垂直抗力は0.987Nとなった。熟練者の樹脂クランプを使用した場合の手回しねじ締め時のクランプ力が30N程度であったことから、ワーク固定は手回しねじ締め程度のクランプ力で十分であることが分かった。

以上を総括すると、作業者の熟練度の違いによりクランプ力の個人差が見られ、初心者は必要以上のクランプ力で締め付ける傾向があるのでワーク変形の注意が必要である。また、熟練者でもアルミクランプの場合では過度なクランプ力が見られたことから、クランプ位置は常に下当て治具の位置でクランプすることが肝要である。また、0.2Nのプロベリング力に打ち勝ってワークが静止してられるクランプ力の最大値は1N程度だった。熟練

者でも手回しねじ締めでは 30N 程度のクランプ力になることから、過度なクランプ力には注意が必要であることが検証できた。

#### 文 献

- 1) ミットヨ : CNC 三次元測定機マイクロコード CRYSTA-Apex S シリーズ、Catalog No.16004(7)
- 2) 高増潔 : 知的計測技術によるメソスケール形状測定、精密工学会誌、74、3、p213 (2008)

- 3) 高増潔 : GPS に基づいた検証方法、第 9 回設計フォーラム、p20 (2004)

#### 謝 辞

本研究は、東北復興 CMM 事業において独立行政法人産業技術総合研究所をパイロットラボとして東北 6 県公設試の共同研究として実施された。本実験に関わられた NMIJ/AIST 並びに東北 6 県公設試の연구원の方々には貴重なご指導を頂き、この場を借りて感謝を表す。

# ごく細パイプ電極を使用した細穴放電加工\*

和合 健\*\*、浅沼 拓雄\*\*

本研究ではφ0.08mmパイプ電極を使用してφ0.1mm未満の細穴放電加工に取り組んだ。特に、φ0.1mm以下の領域では電極の機械的強さが要求されることを予想して、型彫放電加工ではほとんど使用しない黄銅を電極に使用した。その結果、電極材質が銅と黄銅では異なる放電加工特性を有することを確認した。

キーワード：細穴放電加工、電極径φ0.08mm、銅、黄銅

## Pinhole Processing using Sinker Electrical Discharge Machining with Ultrafine Pipe Electrode

Takeshi Wago and Takuo Asanuma

We use sinker electrical discharge machining to fabricate minute holes <0.1 mm in diameter. The holes were machined using a 0.08-mm-diameter pipe electrode. An electrode made of brass is very rarely used for sinker electrical discharge machining because it requires high mechanical strength to produce such small electrodes (diameter <0.1 mm). Thus, copper and brass are found to have differing characteristics when used as electrode materials in electrical discharge machining.

key words : sinking electrical discharge machining of minute hole, φ0.08 mm of electrode diameter, copper, brass

### 1 緒言

Co-Cr-Mo 合金材は生体との親和性が高いため医療用器具としての商品化が進められており、骨と骨を接合するための Co-Cr-Mo 合金材のプレート製作はその商品化の一つである。骨とプレートを連結するには微細なボルト穴が要求され、ボルト穴径は小さいものではφ0.1mm未満の要求もある。放電加工は非接触加工法であるため、加工力が小さくφ0.1mm未満のボルト穴を加工する方法として適する。

φ0.1mm 未満領域の細穴放電加工は、曲がり剛性の弱い極パイプ電極用に専用設計した送り機構や細穴加工に特化した専用電源を持つ、所謂、細穴放電加工機が使用される。しかし、細穴放電加工機は特殊専用機であるため岩手県内企業では保有していない場合が多いことから、保有数の多い形彫り放電加工機を使用して取り組んだ。

ここでは、φ0.08mmパイプ電極を使用した放電加工による穴径φ0.1mm未満の細穴加工を目標にして取り組み、特に複数の電極材質についてその優位性の抽出を行った。目標値は、穴径φ0.08mm、L/D=3以上、加工時間6分/穴、連続穴加工数10個とした。

### 2 実験方法

#### 2-1 基本機能

φ0.08mm程度の微細穴を開けるための基本機能は、①Z軸の降下に伴い、電極が振れ止めガイド穴通過時の

壁面との摩擦力に打ち勝ち、Z軸降下量対電極押出量が1:1となる機械的強さが有ること。②電極材質が電気的に強く、穴加工量の増加に対して、電極消耗が小さく抑えられることと定義した。基本機能が達成されていることを確認するための調査事項は、①各電極材質での加工深さ、②各電極材質での振れ止めガイドφ0.08mmを使用した場合での穴径、③各電極材質での電極消耗率とした。

#### 2-2 電極材質

放電加工は、電極とワーク間に起こさせた放電の作用で、ワーク表面層を除去する加工法<sup>1)</sup>であり、φ0.08mmパイプ電極として銅と黄銅の2種類の材質を取り上げた。一般的に形彫り放電加工の電極の材質は、電極自体が消耗し難いことが必要であるため、それに適する銅が使用されている。一方で、常に新しい電極が供給できるワイヤ放電加工では、電極自身の消耗は許されることから安価で機械的剛性の高い黄銅電極が主流となっている。

本実験で使用する電極材質は純銅(C1220)と黄銅(C2700)を選択し、黄銅は銅65%、亜鉛35%の割合とした。黄銅は銅よりも引張強さに優れ、φ0.08mmの極細パイプ電極でも腰があり取り扱い易く、細穴加工の電極に適すると予想される。

#### 2-3 実験装置

実験装置は創成放電加工機(三菱電機製EDSCAN8E)を用いた。EDSCAN8Eは型彫放電加工機の本体に微細加工

\* 平成25年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、中東北3県公設試技術連携推進会議(共同研究)

\*\* ものづくり基盤技術第2部(現 素材材技術部)

表1 内側の制御因子

因子		水準		
		1	2	3
A	付加電圧(GAP)	12	11	10

表2 割り付け表

No.	内側の制御因子	E) 外側の制御因子					
		E <sub>1</sub> : 銅電極			E <sub>2</sub> : 黄銅電極		
		N) 加工の繰り返し		S/N	N) 加工の繰り返し		S/N
	A) 付加電圧 (ノッチ)	N <sub>1</sub>	N <sub>2</sub>	η (db)	N <sub>1</sub>	N <sub>2</sub>	η (db)
1	12						
2	11						
3	10						

表3 共通条件

項目	設定値
マイクロSF回路	ON
コンデンサ回路	ON
電圧LOW回路	ON
ガイドの高さ (μm)	100
EパックNo.	—
回路選択	SF
OFF時間: AUX	6
極性切換	(-)
加工セッティング: IP	0
パルス幅: ON	0
休止時間: OFF	0
付加電圧: GAP	因子A
戻り速度: GAIN	25
上昇距離 :JUMP	0
上昇距離/降下時間	0 ↑ 1 ↓
サーボ電圧 :SV	0
電極材質	因子E
加工材	CCM合金
加工液	メタルワークスEDF-K2
加工液噴出強さ	7/10
回転数	200 /min
振れガイド径	φ0.08 mm / φ0.1mm
電極径	φ0.08 mm

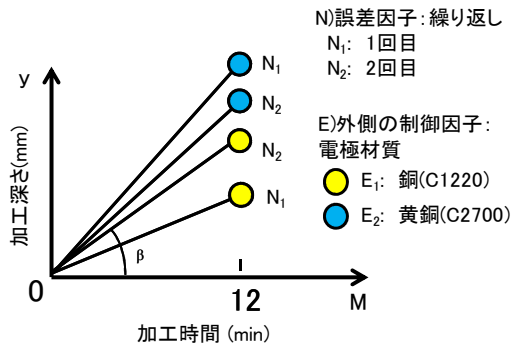


図1 入出力関係

電源を搭載した装置であり、加工目的に応じた電源を選択できる。この装置の放電加工を行う際の電気条件は、Eパックと呼ばれ、これは加工機械製造者が示す電気条件

の最適値である。

### 2-4 入出力関係

細穴放電加工の先の実験から、付加電圧 (GAP) が加工能率に対して大きい影響を与えることが既知である。ここでは過去の実験で得られた加工精度を重視した電気条件を使用することとし、表1のとおり内側の制御因子は付加電圧 (GAP) の1因子、3水準とした。

入出力関係は、図1のとおり入力が加工時間、出力が加工深さとし、信号因子は特性値を加工時間の1水準 (12分) を設定した。誤差因子は、加工の繰り返し2水準、外側の制御因子は電極材質の銅と黄銅の2水準として表2のとおりに割り付けた。共通条件は表3のとおりとし、表2の外側に振れ止めガイド径 (以下、ガイド径という) φ0.08mm と φ0.1mm を割り付けて電極材質の特性を確かめた。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 感度βによる評価

ガイド径 φ0.1mm と φ0.08mm の場合で算出した銅電極と黄銅電極の実験番号毎の感度βを図2に示す。感度βは加工時間12分あたりの加工深さを示し、感度βが大きい程加工深さが大きいと判断する。ガイド径 φ0.1mm では実験番号7と12で感度βが大きい、全体的に銅と黄銅の双方で感度が小さい。対して、ガイド径 φ0.08mm ではガイド径 φ0.1mm よりも全体的に感度βが大きくなっておりこれはガイド内の遊び代が小さいため加工エネルギーが効率良く穴加工に向けられた効果であると思われる。ガイド径 φ0.08mm で感度βが大きい実験番号は銅で実験番号1と4、黄銅で実験番号7と10であった。

#### 3-2 特性値による評価

ガイド径 φ0.08mm で電極径 φ0.08mm の場合、各特性値の結果を表に示し、加工深さを実験番号毎にプロットしたグラフを図3に示す。図3の実験では電極は φ0.08パイプ、ガイド径は φ0.08mm を使用した。図2に示した感度βのグラフでは入出力関係が加工時間と加工深さで

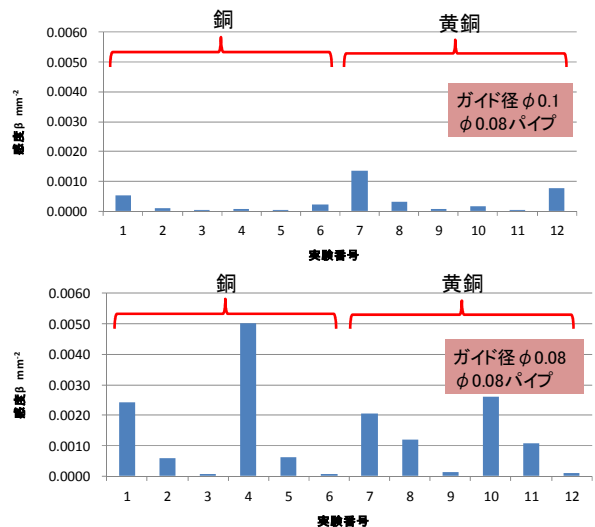


図2 実験番号毎の感度βの大きさ

ごく細パイプ電極を使用した細穴放電加工

No.	内側の標示因子	E) 外側の標示因子						
		E <sub>1</sub> : 銅電極			E <sub>2</sub> : 黄銅電極			
	A) 付加電圧(ノッチ)	N <sub>1</sub>	N <sub>2</sub>	S/N	η (db)	N <sub>1</sub>	N <sub>2</sub>	S/N
1	12	①	④	-24.6	⑦	⑩	-26.3	
2	11	②	⑤	-32.2	⑧	⑪	-29.4	
3	10	③	⑥	-41.7	⑨	⑫	-39.4	

実験No.	ワーク座標(X,Y)	最深部Z	表面部Z	加工穴Z	加工穴φ	真円度(8pnt)	電極消耗率(%)
①	2.0,8.0	-1.134	-0.544	-0.590	0.104	0.003	92
②	2.5,8.0	-0.491	-0.201	-0.290	0.098	0.004	69
③	3.0,8.0	-0.146	-0.044	-0.103	0.092	0.002	43
④	3.5,8.0	-1.739	-0.888	-0.851	0.109	0.002	104
⑤	4.0,8.0	-0.516	-0.216	-0.301	0.095	0.003	72
⑥	4.5,8.0	-0.148	-0.053	-0.095	0.094	0.004	56
⑦	6.0,8.0	-2.641	-2.095	-0.546	0.110	0.003	383
⑧	6.5,8.0	-1.092	-0.676	-0.417	0.100	0.002	162
⑨	7.0,8.0	-0.306	-0.170	-0.136	0.096	0.005	126
⑩	7.5,8.0	-2.637	-2.026	-0.611	0.107	0.005	332
⑪	8.0,8.0	-1.063	-0.669	-0.393	0.100	0.003	170
⑫	8.5,8.0	-0.288	-0.166	-0.122	0.095	0.004	136

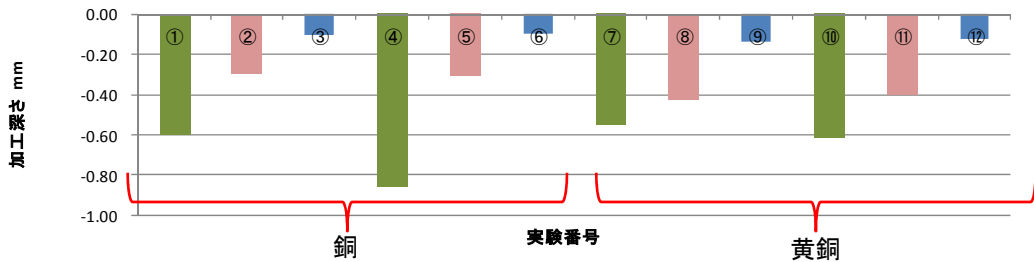
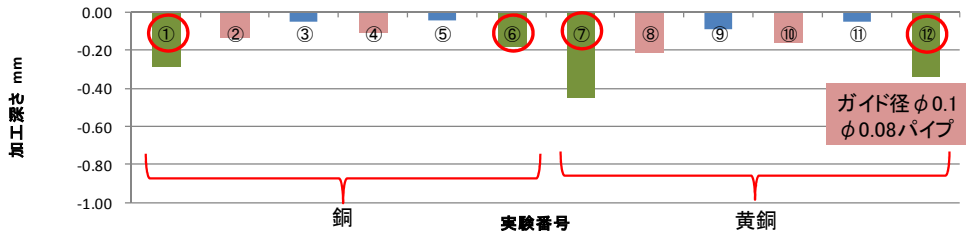


図3 ガイド径 φ0.08 mm、電極径 φ0.08 mm時の特性値による結果

	最適条件	穴深さ mm	穴径 mm	真円度 mm	電極消耗率 %
銅	①, ⑥	-0.228	0.129	0.004	95
黄銅	⑦, ⑫	-0.389	0.125	0.006	203



	最適条件	穴深さ mm	穴径 mm	真円度 mm	電極消耗率 %
銅	①, ④	-0.721	0.107	0.002	98
黄銅	⑧, ⑪	-0.405	0.100	0.002	166

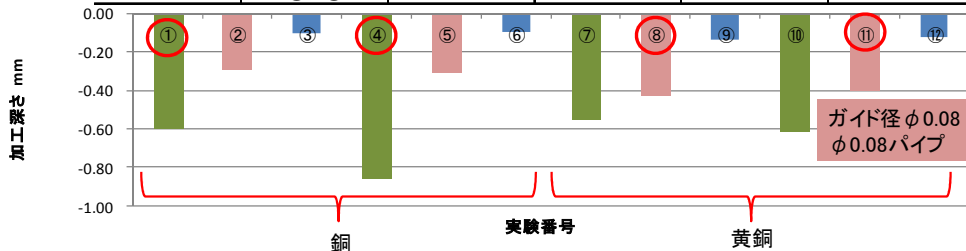


図4 ガイド径毎の特性値による結果

あるため図2と図3の実験番号毎の相対関係は変わらない。この図から最も注目できるのは電極材質が銅と黄銅での電極消耗率の違いである。各電極材質における実験番号6個の電極消耗率の平均値は銅で73%、黄銅で218%であった。型彫り放電加工では電極の消耗がワーク形状精度に大きく影響するために電極消耗は極力少ないこと

が必要となり、その場合では銅が適する。対してワイヤ放電加工では常に新しい電極が供給されるため電極自身も積極的に溶解してワークを溶解させる。黄銅は電極消耗は大きい加工深さは銅と遜色がない結果となった。

次に電極材質毎の最適条件を確かめる。ここでの制御因子は1因子A)付加電圧であるため個別の実験番号が最

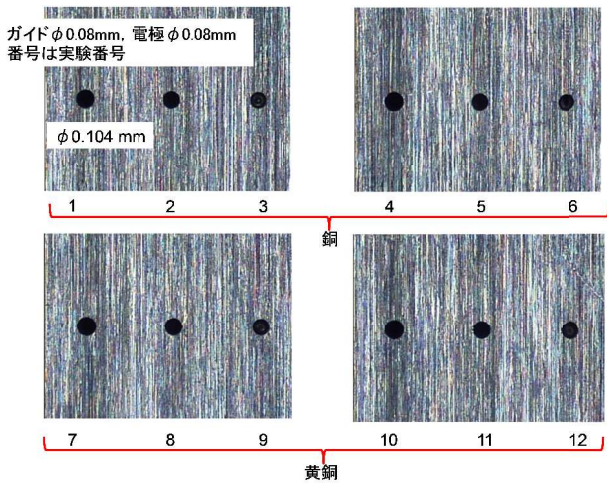


図5 振れ止めガイドφ0.08mmの加工穴

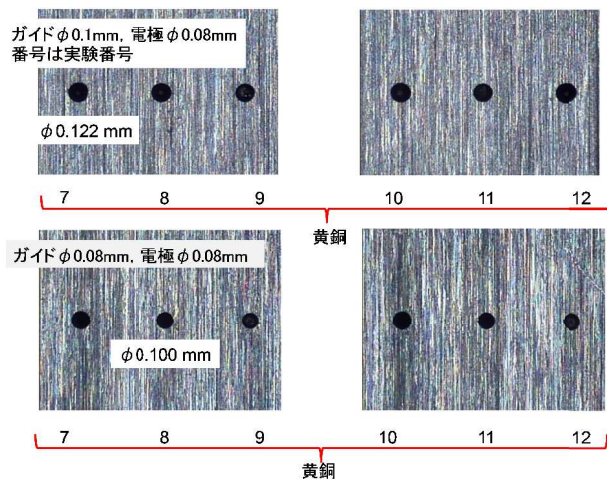


図6 振れ止めガイド径の異なる加工穴

適条件になる。特性値を加工深さで評価すると最適条件は銅で実験番号1と4、黄銅では実験番号7と10になった。実験番号1と4、及び実験番号7と10は、誤差因子とした加工の繰り返しであることから同じ加工条件の実験番号で良好な再現性を示していることがわかる。図2から電極材質が銅の最適条件は実験番号1と4で加工深さは平均値で0.7205mm、電極消耗率は平均値で98%であった。電極材質が黄銅の最適条件は実験番号7と10で加工深さは平均値で0.5785mm、電極消耗率は平均値で357.5%であった。実験番号8と11の加工深さの平均値は0.405mm、電極消耗率は平均値で166%であった。最終的には、加工深さと電極消耗率の両立を考慮して電極材質が黄銅の最適条件は実験番号8と11とした。最適条件のA) 付加電圧は電極材質が銅では12ノッチ、黄銅では11ノッチであった。

### 3-3 ガイド径による比較

ガイド径をφ0.1mmとφ0.08mmとした場合の最適条件の結果を図4に示す。ガイド径がφ0.1mmとφ0.08mmの実験における繰り返しの実験番号が異なることに注意して欲しい。加工穴径は、電極材質が黄銅時ガイド径φ0.1mmでφ0.125mm、ガイド径φ0.08mmでφ0.100mm

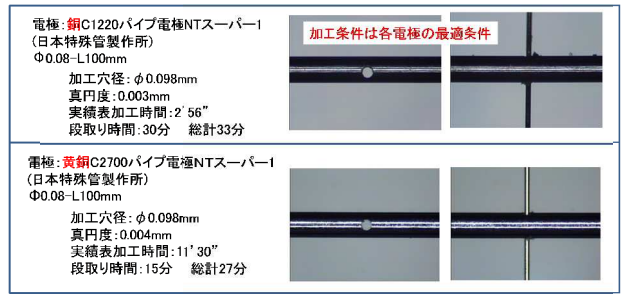


図7 棒材への細穴加工

SPRON510 (φ0.20mm-L60mm)  
ガイドφ0.08mm



図8 棒材へのワイヤ通しサンプル

となった。このことからガイド径φ0.08mmで電極径φ0.08mmを使用した場合に電極の振れ量と放電ギャップの合計は半径あたりで0.010mmであった。図3の実験番号9と12の穴径の平均値はφ0.0945mmとなりφ0.1mmを下回るが、加工深さの平均値は0.129mmと加工効率が低下する。このことから付加電圧10ノッチでφ0.08mm電極を使用することでφ0.1mm未満の穴径加工が行えるが、加工深さの加工効率は穴径φ0.100mmの場合と比較して32%になった。

### 3-4 加工穴の観察

図5にガイド径φ0.08mmで電極径φ0.08mmでの実験番号毎の加工穴を示す。加工穴の真円度は良好で穴縁のバリは観察されず鋭利なエッジであることがわかる。図6に電極材質が黄銅、電極径φ0.08mmの場合のガイド径φ0.1mmとφ0.08mmの加工穴を示す。図中の番号は実験番号である。ガイド径φ0.1mmでは電極径φ0.08mmだと半径あたりの遊び代が0.01mmあるため真円度の劣化が予想されたが、良好な真円度が得られた。

### 3-5 検証実験

Co-Ni-Cr-Mo合金製φ0.2mm棒材に対し側面への細穴加工を行い、棒材と棒材の連結を想定してφ0.05mmのワイヤ挿入を試み、その結果を図7、図8に示す。使用したCo-Ni-Cr-Mo合金はセイコーインスツル(株)製のSPRON510である。ガイド径はφ0.08mmを共通として電極材質は銅と黄銅を使用した。銅は(株)日本特殊管製作所製C1220パイプ電極NTスーパー1、黄銅は(株)日本特殊管



製作所製 C2700 パイプ電極 NT スーパー1 である。その結果、図 7 に示すとおり、銅では加工穴径  $\phi 0.098$  mm、真円度  $0.003$  mm となった。黄銅では加工穴径  $\phi 0.098$  mm、真円度  $0.004$  mm となり銅と黄銅で同等な加工精度となった。

加工深さは棒材の直径が  $\phi 0.2$  mm であることから貫通穴加工では深さ  $0.2$  mm になり、加工時間は銅で 2 分 56 秒、黄銅で 11 分 30 秒となった。この結果、銅が黄銅よりも 3.9 倍の加工能率を有していた。しかしながら、銅は機械的強さが小さいため固定持具への取り付けやガイド穴を通す作業で腰折れを多発し、非常に作業能率が低下した。段取り時間を作業者の感覚で評価した場合に、銅の段取り時間は 30 分、黄銅の段取り時間は 15 分となった。総合的な穴加工を含めた作業時間は、銅で 33 分、黄銅で 27 分となった。以下に作業者の棒材 (SPRON510 : Co-Ni-Cr-Mo 合金) への穴加工での所感を箇条書きで示す。

- ・ 図 8 に示した加工穴へのワイヤ線挿入では、加工穴  $\phi 0.1$  mm に対してワイヤ  $\phi 0.05$  mm であり、ワイヤの先が穴を捉えれば、比較的容易に貫通するようだ。但し、穴径が  $\phi 0.1$  mm と極小であるため肉眼で穴を見つけてワイヤ先端で穴を捉えるのは容易ではないようだ。
- ・ 電極の扱い易さは、電極保持ホルダへの手作業での電極挿入時に電極が曲がる程度の荷重がかかった場合は、銅は弾性が小さく、そのまま折れ曲がることが多い。対して黄銅は折れ曲がった場合でも原形を回復し易いため、黄銅のほうが容易であった。
- ・ 銅は腰が弱いと曲がり易く、スピンドル回転をかけ

ると電極が振れてガイドへの電極挿入が難しい。黄銅は真直性に優れガイドへの電極挿入は容易であった。

- ・ Z 軸マイナス方向への下降は、黄銅が剛性や真直性に優れて折れ曲がることは少なく、折れ曲がった場合でも回復力があり、腰折れ不良による電極交換が不要な場合が多かった。対して、銅はガイド通過時の穴壁面との摩擦負荷により電極が折れ曲がり、電極交換を要することが多かった。
- ・  $\phi 0.08$  mm の領域では段取りのツーリング性で黄銅の性能が銅よりも非常に優れている感触を得た。

#### 4 結 言

- (1) 最適条件での加工深さは銅が  $0.7205$  mm で黄銅が  $0.405$  mm、穴径は銅が  $\phi 0.107$  mm で黄銅が  $\phi 0.100$  mm、電極消耗率は銅が 98% で黄銅が 166% であった。
- (2) ガイド径を  $\phi 0.1$  mm と  $\phi 0.08$  mm で比較すると、 $\phi 0.08$  mm の場合で穴深さが大きくなり、これは放電エネルギーが集中し良好な加工が実施できたものと考えられる。
- (3) ガイド径  $\phi 0.08$  mm では銅と黄銅の加工性能は接近した。注目点として、段取作業が合金としての機械的強さの効果から黄銅の場合で作業性が非常に良好であった。

#### 文 献

- 1) 三菱電機株式会社：形彫放電加工技術資料 (2001)

# Co-Cr-Mo 合金製医療機器の加工法\*

飯村 崇\*\*、和合 健\*\*、長嶋 宏之\*\*\*、井上 研司\*\*\*\*

Co-Cr-Mo 合金は、耐食性および硬度の面から医療用途に適している。この Co-Cr-Mo 合金を利用した医療機器開発の一環で、加工精度を維持しつつマシニングセンタやワイヤ放電加工機を組み合わせることで人の介入を低減し、被削材や加工時間の無駄を抑えた生産が可能な製造方法を検討した。その結果、マシニングセンタを併用することで、目標である加工時間 1/2 を達成することができた。

**キーワード** : Co-Cr-Mo 合金、医療機器、加工方法、マシニングセンタ

## Machining Method for Medical Instruments made of Co-Cr-Mo Alloy

**Takashi Iimura, Takeshi Wago, Hiroyuki Nagashima and Kenji Inoue**

Because of its corrosion resistance and hardness, Co-Cr-Mo alloy is suited for use in medical equipment. For manufacturing medical instruments, we develop production techniques that waste neither material nor machining time, yet delivering high-precision products. The proposed technique uses a machining center with a wire electrical discharge machine and results in a 50% reduction in machining time.

**key words** : Co-Cr-Mo alloy, medical instrument, processing method, machining center

### 1 緒言

文部科学省の都市エリア事業や地域イノベーションクラスター事業にて、岩手医科大学の医師や岩手大学の獣医師の要望を具体化することを目標に、Co-Cr-Mo 合金製の医療機器の開発を行ってきた。その中で、少ない人員・低コストで安定した品質を保ち医療機器を製造するために、生産量に応じていくつもの加工機を組み合わせる最適な加工方法を検討することが必要になってきている。

そこで、精度を維持しつつマシニングセンタやワイヤ放電加工機を組み合わせることで、人の介入を低減し、被削材や加工時間の無駄などを抑えた低コストでの生産が可能な製造方法について検討を行った。

### 2 加工方法の検討

#### 2-1 既存の加工方法における問題点の抽出

医療用の鋼製小物は、使用する術式や患部の形状に合わせて使用する器具が異なることから種類が多く、また製造する点数が少ない典型的な多品種少量生産による製品となっている。そのため国内メーカーでは、加工プログラムの作成が二次元 CAD 図面から容易に行えて、なおかつ加工中の手離れがよく（機械を手動で操作する必要があまりない）、熱処理後の加工が可能で熱処理による変形を考慮しなくても良い等の利点を持つワイヤ放電加工機を用いた生産方法が一般的である。ワイヤ放電加工機を

用いる場合、以下の手順で製造作業が行われる。

- ① 必要に応じて熱処理を行い、硬さを高める。
- ② ワイヤ放電加工により、ブロック状の被削材から製品に近い形状に切断する。ただし、加工は被削材に直行する二方向のみから行われるため（図 1 a）、それ以外の角度が付いた面は加工できない。
- ③ グラインダを用いた研磨加工で、②で切り出した仕掛品のうちワイヤ放電加工で加工できなかった部分を追加加工することにより、製品形状に近づける。
- ④ 磨き工程で製品表面を仕上げる。（細菌等の繁殖や汚れの残留を抑えるため、平滑な面が要求される）
- ⑤ 切れ味や先端のあわせなど必要な機能を満足するための調整を行い、製品を仕上げる。（ハサミやピンセットなど）

このようなワイヤ放電加工を用いた加工方法の問題点として、次の三点が上げられる。

- ① ワイヤ放電加工の加工時間が長い  
加工する距離が 1000mm 程度であるのに対し、ワイヤ放電加工の進行速度が 3~4m/min であり、4~6 時間程度の加工時間を要する。
- ② ワイヤ放電加工で切断後の研磨加工を人の手で行うため形状誤差が大きい
- ③ ワイヤ放電加工はスラッジ除去のため強い水

\* 平成 25 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* ものづくり基盤技術第 2 部（現 素材技術部）

\*\*\* 企画支援部（現 デザイン部）

\*\*\*\* 株式会社東光舎

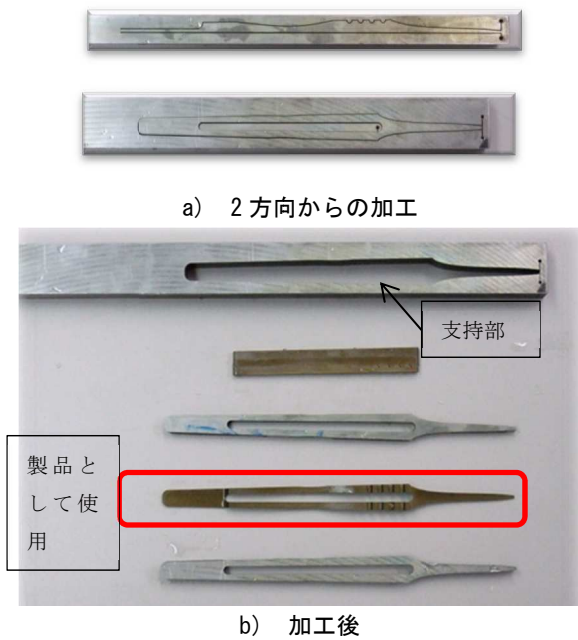


図1 ワイヤ放電加工による切り出し

流を当てる必要があることから、被削材の変形が起こる。また加工による応力バランスの崩れからも被削材の変形が起こる。これらの変形を抑制するため、ワイヤ放電加工では被削材の中に大きな支持部が必要となり、材料歩留まりが悪い。例えば、東光舎・岩手大・工業技術センターが共同で開発したヘキサゴンピンセットの場合、実際に製品として使用するのは図1 b)のうち枠線で囲まれた部分のみである。

これらの問題を解決するため、ワイヤ放電加工以外の加工方法を併用していく必要がある。

### 2-2 マシニングセンタを用いた加工方法

2-1 に挙げた問題点を解決する方法として、マシニングセンタを使用した加工を導入することが考えられる。マシニングセンタを用いる利点として、次の三点が考えられる。

- ① 近年の工具や機械の改良により加工速度が非常に高速化しており、加工時間を短縮できる。
- ② ボールエンドミルやラジアスエンドミルを用いることで、ワイヤ放電加工では加工できない斜めの面や球面の加工が可能となり、後工程において手で加工する量が少なくなる。そのため、形状誤差を小さく抑えることができる。
- ③ 工具のアクセス方向について、ワイヤ放電加工より自由度が高いことから、加工物を並べることで支持部を共通化し、材料歩留まりを向上させることができる。

一方、欠点としては、プログラムの作成に三次元の CAD/CAM ソフトが必要で、準備段階での工数が多くなってしまふこと、材料が硬い場合、工具の摩耗や折損が発生し被作物が破損する恐れがある

ことなどが考えられる。

## 3 加工実験とシミュレーション

### 3-1 加工プログラムの作成

マシニングセンタによる加工を行うための加工プログラムは以下の手順で作成した。

#### ①三次元 CAD 図面の作成

加工プログラムを作成するために、必要な形状を三次元 CAD にてデータ化する。今回は TopSOLID (コダマコーポレーション) を使用してデータを作成する。多数個取りの場合は、横に並べた CAD データをあらかじめ用意する。

#### ②被削材の形状と固定方法の検討

①で作成した CAD データを CAM (TopCAM コダマコーポレーション) 上にコピーし、固定方法や使用する工具などを基に被削材の形状を決定する。

#### ③形状の荒加工・仕上げ加工に関するデータ作成

荒加工では工具径の大きい工具を使用し、一度に大量の除去を行うことで加工効率を高める。また、穴や溝の部分など径の大きい工具が入らない部分については、図2 b)のように工具に不必要な動作をさせないために面を貼り付け、その上にツールパスを作成する。

#### ④穴や溝などの加工に関するデータの作成

③で加工しなかった穴や溝などを、小径工具で加工するためのツールパスを作成する。

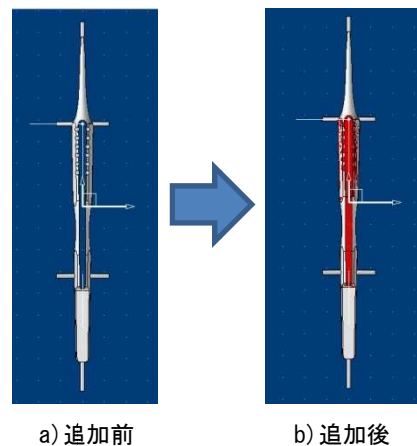


図2 加工用にデータを追加した CAD データ

### 3-2 加工時間および加工精度の比較

マシニングセンタによる加工を評価するために、3-1 に示した手順により、一定の加工条件で、1 個取り・2 個取り・10 個取り・20 個取りの加工プログラムを作成し、加工時間と加工精度の比較を行う。加工時間は工具が移動する経路と工具に設定された工具送り速度によって計算される値、加工精度は、シミュレーション機能により工具の経路に沿って、

被削材の塊から工具の形状を除去し、残った形状を求めるという方法で計算された製品形状と、基になった CAD データとの比較値である。

#### 4 実験結果および考察

実験は、製品間の隙間を 2 種類設定して行った。a)は加工効率を重視し、 $\phi 6$  (R1) のラジラスエンドミルで全面が加工できるように製品間の隙間を 7mm にしたもので、b)は材料歩留まりを重視し製品間の隙間を 2mm に設定したものである。図 3 はそれぞれの隙間で 2 個取りした場合の形状を表す。

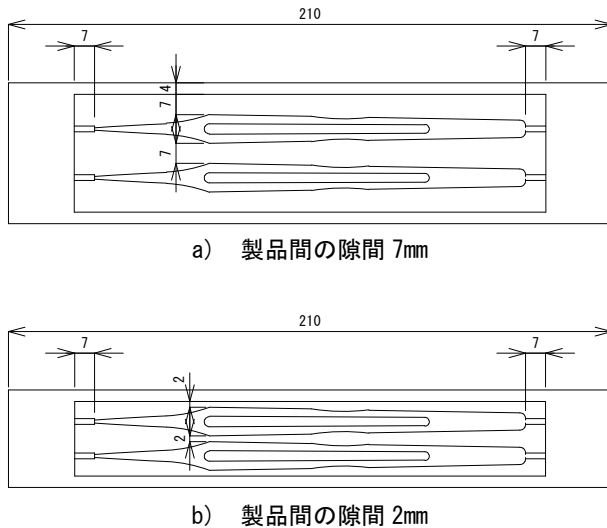


図 3 加工実験を行う被削材の仕上がり形状

##### 4-1 加工時間

プログラム作成の際に設定した工具及び加工条件は、表 1・2 に示すとおりであり、表 1 は製品間の隙間が 7mm、表 2 は製品間の隙間が 2mm の場合である。隙間 7mm の場合は、 $\phi 6$  のラジラスエンドミルで製品の仕上げ加工が可能であるため、荒加工と同じ先端に 1mm の R がついた  $\phi 6$  のラジラス

表 1 形状 a(隙間 7mm)

工具径 (mm)	エンドミルの種類	回転数 (rpm)	Z 切込 (mm)	送り速度 (mm/min)
$\phi 6$ (R1)	ラジラス	5300	0.5	1060
$\phi 1.5$	フラット	10000	0.1	1000
$\phi 1$ (R0.5)	ボール	10000	0.1	1000

表 2 形状 b(隙間 2mm)

工具径 (mm)	エンドミルの種類	回転数 (rpm)	Z 切込 (mm)	送り速度 (mm/min)
$\phi 6$ (R1)	ラジラス	5300	0.5	1060
$\phi 2$ (R1)	ボール	10000	0.2	1000
$\phi 1.5$	フラット	10000	0.1	1000
$\phi 1$ (R0.5)	ボール	10000	0.1	1000

エンドミルで仕上げ加工を行う。隙間 2mm については  $\phi 6$  のラジラスエンドミルでは工具が入り込めないため、同じ 1mm の R を持つ  $\phi 2$  のボールエンドミルを用いて仕上げ加工を行う。それぞれの隙間について、同じ加工条件を用いて、1 個取り・2 個取り・10 個取り・20 個取りの場合についてツールパスを作成し、加工時間を計算した。

##### 4-1-1 隙間 7mm の場合の加工時間

図 4 には隙間 7mm の場合の加工本数と総加工時間の関係を、図 5 には加工本数と 1 本あたりの加工時間 (総加工時間を本数で割った値) との関係を示す。隙間 7mm の場合、1 本あたりの加工時間がいずれの本数の場合でも 45min 以下であり、ワイヤ放電加工による 1 本あたりの加工時間 250min と比べ加工時間が大幅に短縮されていることがわかる。一方、多数個取りによる加工時間のメリットはないことが確認できた。この原因として、次のようなことが考えられる。

- ①荒加工: 工具を大きく動かし不要部分をだまかに取り去る加工で、加工時間は短い。隙間 7mm の場合、径の大きい  $\phi 6$  の工具が製品間に完全に入り込めるため、短時間に被削材全体に対して荒加工を完了することができる。また、加工後は製品表面に少量の仕上げ代を残すのみである。
- ②仕上げ加工: 工具を細かく動かして製品表面を仕上げていく加工。細かいツールパスを作成することから、加工時間が長い。隙間 7mm の場合、製品の面に沿って残った仕上げ代に対してのみ加工が行われることから、加工時間は比較的短くかつ加工本数に比例して増えていく。

隙間 7mm の場合は、①の荒加工の時間が短く②の仕上げ加工が加工時間の多くを占めるようになっていたため、加工する本数に比例して加工時間が増加し多数個取りのメリットが出ていないものと考えられる。

##### 4-1-2 隙間 2mm の場合の加工時間

図 6 には隙間 2mm の場合の加工本数と総加工時間の関係を、図 7 には加工本数と 1 本あたりの加工時間との関係を示す。20 本については、プログラムが大きくなりすぎて計算ができなかったため、1~10 本の結果から外挿した値をプロットした。隙間 2mm の場合 1 本あたりの加工時間が製品本数によって大きく異なり、1 本取りの場合 190min であるのに対し、10 本では 95min と約半分になっていることがわかる。ただし、いずれの場合でもワイヤ放電加工による 1 本あたりの加工時間 250min と比べ加工時間は短縮できている。一方、加工本数によって加工時間に差ができる原因として、次のようなことが考えられる。

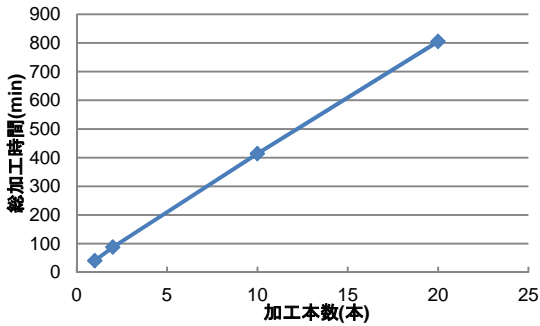


図4 加工本数と総加工時間(隙間 7mm)

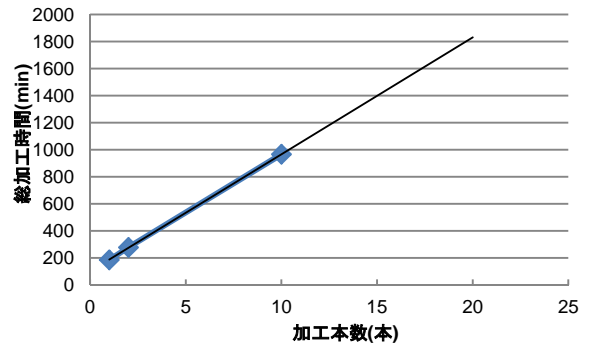


図6 加工本数と総加工時間(隙間 2mm)

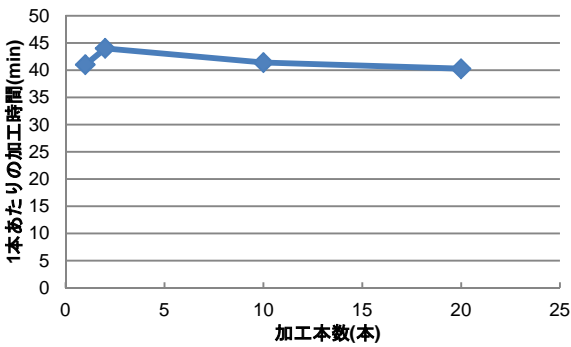


図5 加工本数と1本あたりの加工時間(隙間 7mm)

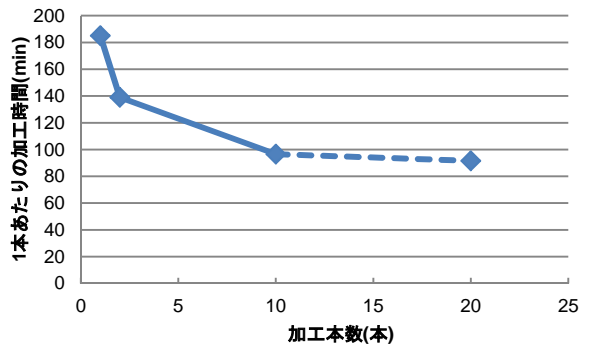


図7 加工本数と1本あたりの加工時間(隙間 2mm)

①荒加工：隙間 2mm の場合、径の大きい  $\phi 6$  の工具が製品間に完全に入り込めないため、被削材の底部に対して荒加工ができず、仕上げ用の  $\phi 2$  の工具で加工する部分が非常に多く存在する。

②仕上げ加工：隙間 2mm の場合、製品の面に沿った加工以外にも荒加工による取り残し部分が多いため、加工本数が少ない場合には取り残し部分の加工時間が大きく影響する。

これらの原因で隙間 2mm の場合、多数個取りのメリットが大きいと考えられる。

#### 4-2 加工精度

加工精度については、シミュレーションの結果、図8、9に示すとおり支持部周辺の工具が入らない部分と曲面の一部以外はほぼ $\pm 0.1\text{mm}$ に収まっており、良好である。特に隙間 2mm については図9に示すとおり全体を小径の工具で仕上げていくため $\pm 0.1\text{mm}$ から外れた部分はほとんど無く、良好であった。いずれの場合も、その後の手作業による加工代が小さくなることから、形状が大きく崩れることはないと考えられ、ワイヤ放電加工において斜め面等が加工できず数 mm を手作業で加工しなければならない場合と比較すると大きなメリットがあると考えられる。

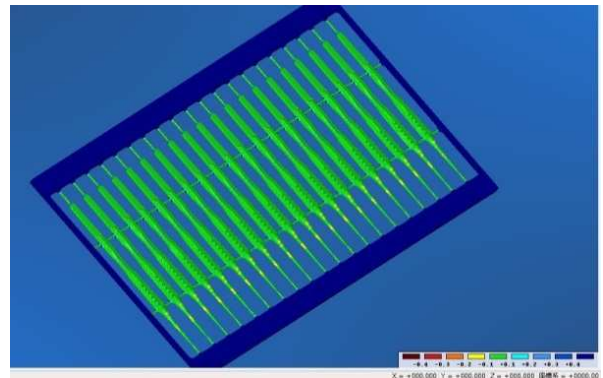


図8 形状精度確認(隙間 7mm、20個取り)

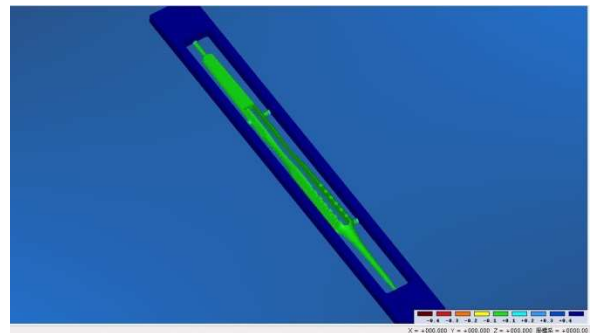


図9 形状精度確認(隙間 2mm、1個取り)



図10 加工サンプル（隙間7mm、10個取り）

図10に示す実際に加工した製品（隙間7mm、10個取り）を見ると、外周の支持部に近いところは、加工後の表面あらかさが良好であるのに対し、外周の支持部から離れた中央部においては表面が荒れているのが確認できた。これは、支持部から離れた中央部において製品の保持力が不十分であるために表面が荒れたと考えられる。これについて、ツールパス作成時に、荒加工で不要部分を完全に除去してから仕上げ加工を行っているが、荒加工の段階で不要部分を完全に除去してしまわず、一部残したままの状態でもめ置くことで、不要部分が補強剤の役割を果たし加工物全体の強度低下を防ぐことができると考えられる。また、仕上げ加工を中央の弱い部分から行っていくことで加工が進行するにつれ強度が大きく低下することを抑制することができると考えられる。これについては平成26年度の課題とする。

#### 4-3 材料歩留まり

ワイヤによる加工の場合、加工時の水流の影響や、加工後の被削材の変形等も大きな要因となることから余裕を持って大きめの支持部が必要となる。計算の結果、ワイヤ放電加工による被削材からの切り出し作業では、十分に支持部を確保した場合、最終的に製品として使用する部分（ $1,511\text{mm}^3$ ）は被削材（ $t9 \times 14 \times 210 = 26,460\text{mm}^3$ ）の5.7%程度と非常に少ない。

一方、今回の加工条件を用いて、マシニングセンタによる加工の場合の材料歩留まりを計算すると、隙間7mmの場合2個取りで材料歩留まりがワイヤ放電加工と同じ5.7%、10個取り（被削材体積

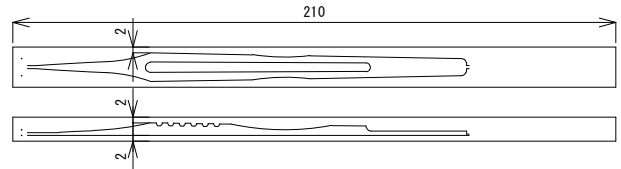


図11 被削材形状（ワイヤ放電加工）

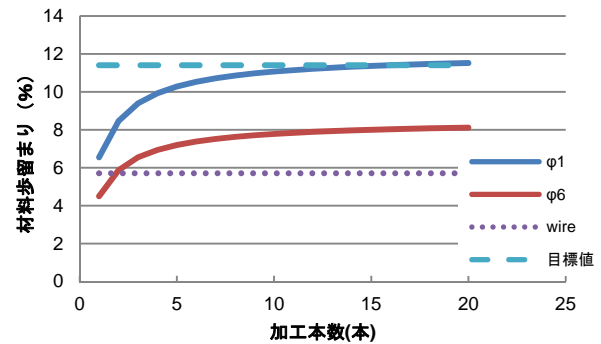


図12 加工本数と材料歩留まり

$194,250\text{mm}^3$ )で材料歩留まり7.8%、20個取りでは8.1%とワイヤ放電加工よりも材料歩留まりは高くなるものの、目標値であるワイヤ放電加工の歩留まりの2倍には至らない。そこで、隙間2mmの工程を考えると、1個取りで既にワイヤ放電加工よりも材料歩留まりが高く、18個取りでワイヤ放電加工の材料歩留まりの2倍である11.4%を越えることが可能となる。

#### 4-4 加工条件の選定

本研究では、材料歩留まりを高めるためにあえて製品間の隙間2mmを設定し検討を進めてきたが、現実的にφ1のエンドミルでCo-Cr-Mo合金などの医療機器に良く用いられる難削材を長時間加工するのは工具摩耗などの観点から非常に困難であり、工具の費用を考慮するとコスト高になるのは確実である。そのため、一般的には材料歩留まりより加工時間や工具のコストを重視して隙間7mmの場合のように、径の大きな工具を用いた条件を選定する。

ただし、このような状況を改善する方法として、5軸マシニングセンタを使用する方法が考えられる。5軸マシニングセンタは工具を斜め方向から当てることで、径の大きな工具で比較的小さな隙間まで加工することが可能であると考えられ、隙間の小さい多数個取りの場合でも小径工具の使用を抑えた加工が可能になると考えられることから、平成26年度に継続して研究を行う予定である。

## 5 結 言

今回の鋼製小物（ピンセット）の加工においてマシニングセンタを併用することで、加工時間について

ては目標値である 1/2 を達成することが可能である。一方材料歩留まりにおいて目標である 2 倍を達成するには、3 軸マシニングセンタの場合小径工具を使用する必要があり、実現は困難であることが確認できた。これについては、5 軸マシニングセンタを用いることで改善の可能性があり、平成 26 年度に継続して研究を行う予定である。

また、今回の研究では、10~20 個取りと比較的多くのものを作る場合に材料歩留まり 2 倍を達成することができたが、カスタムメイドのように、注文に応じた加工を行う場合には、多数個取りでは対応が難しいことから、1 本だけの加工で材料歩留まり 2 倍を達成可能な方法についても、平成 26 年度に検討を行う予定である。

# Co-Cr-Mo 合金製医療機器の切削加工法\*

飯村 崇\*\*、長嶋 宏之\*\*\*、井上 研司\*\*\*\*

Co-Cr-Mo 合金は、耐食性および硬度の面から医療用途に適している。Co-Cr-Mo 合金は非常に高価でありかつ加工が難しい金属であることから、材料歩留まりを向上させるために切削加工について研究を行う必要がある。そこで、 $\phi 2 \sim \phi 8 \text{mm}$  のエンドミルで切削したときの切削抵抗を測定によって明らかにした。これにより、ブランク材の変形量が、切削抵抗から計算によって求められようになり、適切な治具を用いることで狙った精度での加工が可能となった。  
キーワード：Co-Cr-Mo 合金、医療機器、加工方法、マシニングセンタ

## Cutting Method for Machining Co-Cr-Mo Alloy Medical Instruments

Takashi Iimura, Hiroyuki Nagashima and Kenji Inoue

Because of its corrosion resistance and hardness, Co-Cr-Mo alloy is suited for use in medical equipment. To improve material yield, we studied the machining conditions for Co-Cr-Mo alloy, because this material is expensive and hard to cut. The cutting force exerted by an 8-mm-diameter end mill was clarified by measurement and was used to calculate the deformation of the blank material. The results allowed us to machine with nearly target accuracy when the workpiece was fixed with appropriate jigs.

key words : Co-Cr-Mo alloy, medical instrument, processing method, machining center

### 1 緒言

Co-Cr-Mo 合金は耐食性が高く、また同様に耐食性の高い SUS304 等と比べ高い硬度を持つことから、手術器具などの医療機器に適した材料であると考えられる。一方、Co-Cr-Mo 合金はステンレス鋼などと比較し高価であることから、機械加工における材料歩留まりを高め、可能な限り有効活用する必要がある。ところが、Co-Cr-Mo 合金は人工関節や義歯床以外の応用例があまりないため、加工データもあまり示されていない。

そこで、本研究では手術器具のピンセット加工を例にとり、材料歩留まりの向上を図るため、切削抵抗やブランク材の変形量を把握し、必要な精度で加工するための加工条件について検討を行う。

### 2 Co-Cr-Mo 合金とピンセット形状の概要

今回加工を検討する形状として、図 1 に示す厚み方向に立体的な形状を持ったピンセットを用いる。このピンセット形状は、岩手大学農学部獣医学科・株式会社東光舎と岩手県工業技術センターが共同で開発した物で、握り部分は六角形に加工され、ワークを保持したまま指先でひねり動作を加えるこ

とが可能という特徴を持つ。加工実験には、この形状を模した図 2(1)の形状を用いることとする。



図 1 ヘキサゴンピンセット

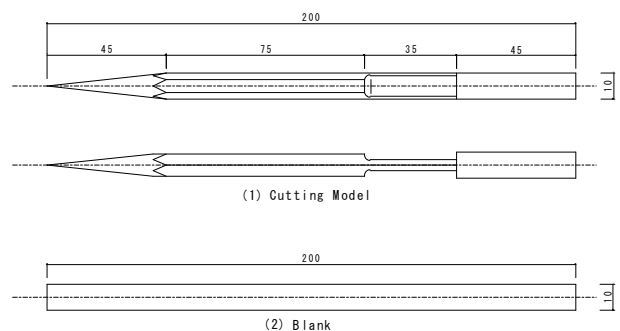


図 2 加工実験モデル

\* 平成 26 年度 技術シーズ形成研究事業（発展ステージ）

\*\* 素形材技術部 \*\*\* デザイン部

\*\*\*\* 株式会社東光舎



また、供試材の Co-Cr-Mo 合金は東北大学と株式会社エイワで共同開発した Ni の含有量を 0.018% 以下に減らし人体への影響を極小化したものである。硬さは HRC45 である。ブランク材は、図 2(1) の形状に最も近くかつ単純な形状である図 2(2) に示す直方体とすることで材料歩留まりの向上を図る。

### 3 切削抵抗測定

#### 3-1 測定方法

直方体のブランク材をそのまま加工すると、切削抵抗により大きな変形が起こると考えられる。そこで変形量を把握するために、初めに Co-Cr-Mo 合金を切削する際の切削抵抗を測定する。加えて、Co-Cr-Mo 合金と比較するために、SUS304、SUS420、Inconel718、Ti-6Al-4V についても同様の実験を行う。測定に使用する装置と工具は次のとおり<sup>1)</sup>。

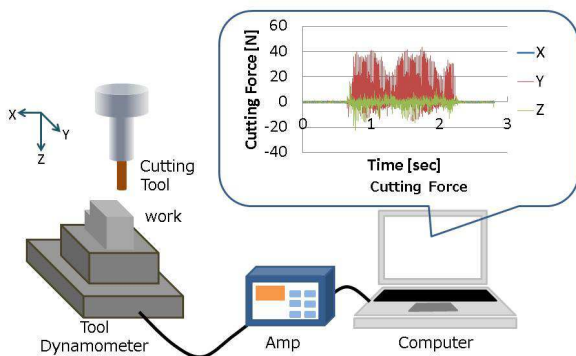


図3 実験装置

表1 加工条件

Diameter of Endmill	φ2, φ4, φ8 mm
Cutting Speed	75m/min
Feed Rate	100, 400, 800mm/min
Cutting Depth(Y)	0.05, 0.1, 0.2 mm
Cutting Depth(Z)	1,2,5,8,10 mm

- マシニングセンタ 三井精機 VS-3A
  - 切削動力計 キスラー Type 9257B
  - 切削工具 日立ツール EPP4020-TH (φ2) EPP4040-TH (φ4) EPP4080-TH (φ8) (4枚刃、ねじれ角 45°)
  - クーラント タイユ メタルカット MC-50S
- 切削条件は表1に示すとおり。

#### 3-2 測定結果

図4、5に Co-Cr-Mo 合金と他の材料の切削抵抗を比較測定した結果を示す。図4から Co-Cr-Mo 合金の Y 方向の切削抵抗は Inconel718 や SUS420J2 と比べ小さく、SUS304 と同程度である。一方、図

5から Z 方向の切削抵抗は Inconel718 や Ti6Al4V と比べておよそ 1.5 倍と大きな値を示しており、他の材料に比べエンドミルの逃げ面摩耗の進行・底刃の欠損につながる可能性がある。

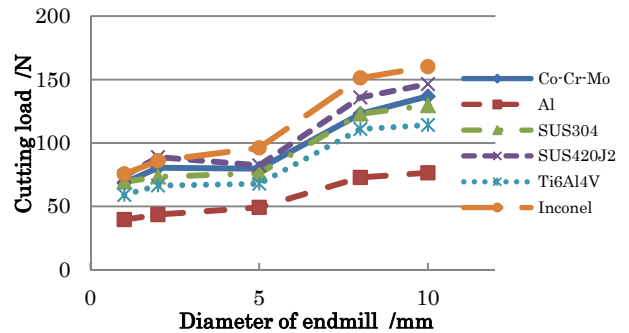


図4 材料による切削抵抗の違い (Y 方向)

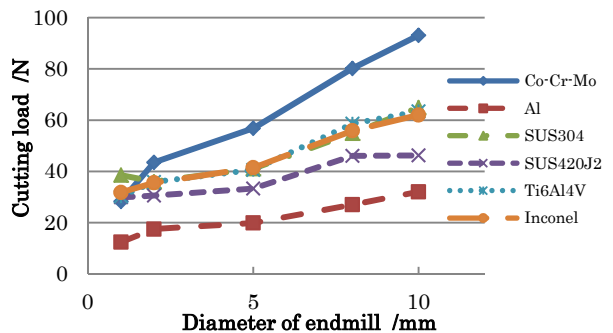


図5 材料による切削抵抗の違い (Z 方向)

以上の結果から φ8 の工具を用いて Z 方向の切り込みは 8mm より小さい値とする。また、Y 方向の切り込みは今回実験で用いた最大値の 0.2mm を採用する。その際のブランク材にかかる切削抵抗の合力は測定値から計算し、およそ 100N となる。

次に、Co-Cr-Mo 合金について実験を行った結果を示す。図6は Z 軸方向の切り込み 1mm の際の、その他の加工条件と切削抵抗の関係を比較した結果であり、図7は φ8mm のエンドミルを用い、Z 方向の切り込みを変えた場合の切削抵抗を比較した結果である。図6より、次の2点が確認できる。

- ① φ2~φ8 において工具径の影響は大きくない。
  - ② Y 方向の切り込み量の影響は大きい。
- また図7より φ8mm のエンドミルでは、
- ③ Z 方向の切り込みが 8mm になると抵抗が急激に大きくなる。

①については、切削速度が等しくなる条件で加工しているため、切削抵抗は変わらないと考えられる。③については刃の Z 方向ピッチが 8mm であることから、8mm より大きい切り込みにすると刃 2 枚で同時に切削するため抵抗が大きくなると考えられる。

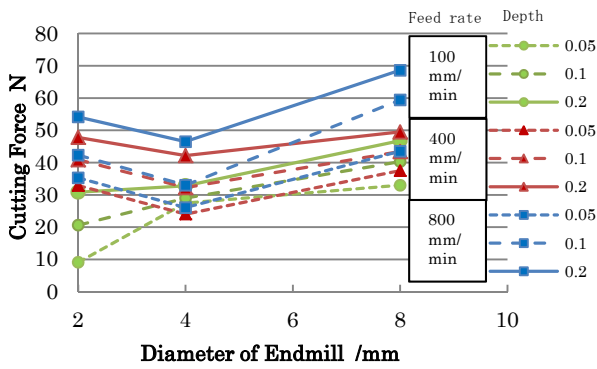


図6 加工条件と切削抵抗の比較 (Y 方向)

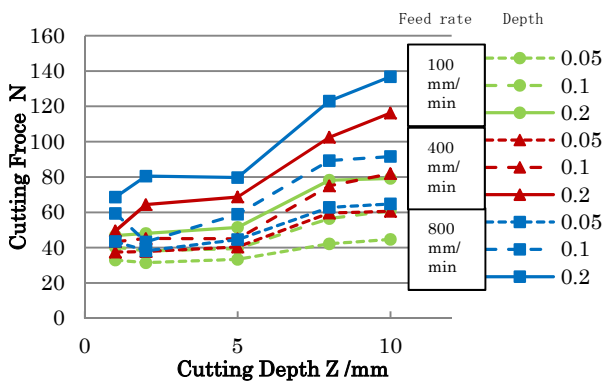


図7 加工条件と切削抵抗の比較 (Z 方向)



図8 加工治具

#### 4 加工実験

図2(2)に示すブランク材に100Nの荷重がかかる場合、変形量を0.01mm程度(仕上げ代0.1mmの1/10と仮定)に抑えるためには、ブランク材を単純支持梁と仮定して計算すると、突き出し量を37mmにする必要がある。ブランク材が160mmであることから、加工精度がやや落ちるが段取り替えの回数を減らすために突き出し量を40mmとする。これによりたわみの計算値は0.012mmになる。

そこで、図8に示すような治具を用意し、先端か

ら順に加工を行うこととする。加工には5軸マシンングセンタを使用することで、3軸では刃の届かない形状や側面に凹凸のある形状にも対応が可能である。

加工の結果、先端部分にはφ0.03mmの平坦部分が見られた(図9)。このことから、先端は片側0.015mm程度ずつたわみが発生したと考えられる。計算値よりたわみが大きくなったものの、およそ必要な精度での加工が可能となった。

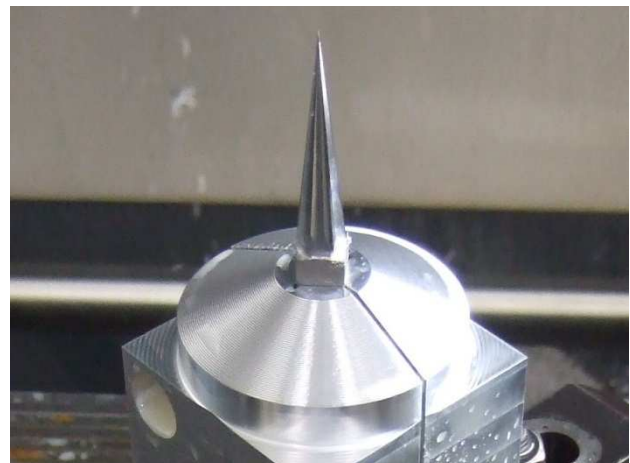


図9 加工したCo-Cr-Mo合金

#### 5 結 言

今回の研究によりCo-Cr-Mo合金をφ2~8mmのエンドミルで加工する際の切削抵抗を測定により明確にし、その値を元にブランク材の変形量を計算で予測し適切な治具を用意することで、ほぼ目標の精度で加工を行うことが可能になった。また、本研究で得られた主な結論は以下の通り。

- Co-Cr-Mo合金の切削抵抗について、Y方向はSUSと同程度だが、Z方向はインコネルと比べ1.5倍である。
- φ2~8の範囲では工具径の影響は小さい。Z方向の切り込みが大きく刃が複数枚同時に接触する場合、切削抵抗が急増する。
- 加工により生じた変形量は、一端固定梁と仮定して求めた変形量の計算値と同程度であり、適切な治具で固定することにより必要な精度での加工が可能となる。

#### 参考文献

- 志田航介、松原厚、山路伊和夫：エンドミル加工における工作物と加工誤差の関係、精密工学会春期大会学術講演論文集 p173 (2012)

# 鋳鉄のワイヤ放電加工条件の最適化\*

和合 健\*\*、浅沼 拓雄\*\*

鋳鉄は鉄のほか炭素やケイ素などを含む合金であり、自動車部品や工作機械の構造材、金型等にも多く使われている。鋳鉄は黒鉛を含む合金組織を有しているため、振動吸収性や耐摩耗性に優れるなどの特長を持っているが、黒鉛によりワイヤ放電加工には適さない材料とされる。そこで、金型加工で多用されるワイヤ放電加工での鋳鉄に適した加工条件を探索し、独自の加工条件で鋳鉄のワイヤ放電加工を行うことができることを明らかにした。

**キーワード：鋳鉄、ワイヤ放電加工機、加工条件、最適化、Eパック**

## Optimization of Wire in Electrical Discharge Machining Condition for Cast-Iron Products

Takeshi Wago and Takuo Asanuma

Cast iron is an alloy that contains carbon and silicon in addition to iron. It is widely used in molds for automobile parts or as structural material for machine tools. Cast iron offers excellent vibration absorption and abrasion resistance because it has an alloy structure containing graphite. For this reason, it is unsuitable for use in wire electrical discharge machining. In this study, we explore the processing conditions suitable for machining cast iron by wire electrical discharge machining. The results show that, under the conditions detailed herein, cast iron can be machined by wire electrical discharge machining.

**key words : cast iron, wire electrical discharge machining, conditions, optimization, E-pack**

### 1 緒言

鋳鉄は合金組織中に黒鉛を含むため、振動吸収性や耐摩耗性及び切削性及加工性にも優れた合金である。その高い機能性から用いられる用途は広く、自動車用部品をはじめ、金型や加工機等の構造材、パイプなどの日用品にも多用されている。しかしながら、鋳鉄は合金組織中に黒鉛があるため、金型加工で多用されるワイヤ放電加工ではワーク材として適さず、ワイヤ断線が多発し加工が難しい場合がほとんどである。ここでは、金型加工で多用されているワイヤ放電加工を用いて、鋳鉄に適した加工条件を探索し、鋳鉄製金型製造におけるワイヤ放電加工の適用性を検証することとした。

### 2 実験方法

#### 2-1 使用機器と加工材

実験に使用する加工機械は三菱電機製ワイヤ放電加工機 DWC90PA とした。ワイヤ電極は沖電線製 BS ワイヤ φ0.2mmFBH-20G5V、千葉テクノ製 BS ワイヤ φ0.2mmCTW-20TH-P5、菱電工機エンジニアリング製 BS ワイヤ φ0.2mmRBHA-20N の3種類を順次使用した。ワイヤ電極の製品差における加工性能の違いはここでは同等とみなし、実験での因子としては取り上げない。加

工物はFC200 鋳鉄(寸法 L100mm、H35.6mm、W50mm 上下部分フライス切削実施)及び FCD550 鋳鉄(寸法 L100mm、H21mm、W50mm 全面フライス切削実施)のブロック材2種である。

#### 2-2 加工方法と加工条件の設定

加工方法はY軸方向のワイヤカットNCプログラムを作成し、加工機左側テーブルに治具で横向きに固定した加工材を、Y軸プラスの奥行き方向に直線でワイヤカットを行った。加工条件は製造業者が示した加工材種、加工材厚さ、仕上げ表面粗さ毎に17種類の電気条件因子を組み合わせたメーカー推奨の加工条件最適値、所謂、Eパックを使用して設定した<sup>1)</sup>。例えば表1中のE397がEパックと呼ばれるメーカー推奨条件であり、Eに続く数値が登録番号である。加工条件の最適化は作業者が加工状況を観察して17種類の電気条件因子を適宜調整する方式で行った。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 FC200 鋳鉄を使用した実験

FC200 鋳鉄を使った実験では、最初にSKD-11加工材の厚さ40mm用のE397を使用して加工を開始したが、即断線したためSKD-11厚さ30mm用E391に変更した。

\* 平成26年度 研究成果展開事業研究成果最適展開支援プログラム A-STEP ハイリスク挑戦タイプ (復興促進型)

\*\* 素形材技術部

E391も即断線したため、加工開始後Eパックの数値と加工速度を適宜変更して加工状態を確認することとした。表1の実験番号1、2ではデフォルト設定のままEパックを使用、実験番号3、4ではメーカー取扱説明書よりワイヤ断線多発の対策に基づきSB(安定回路B)を2~4、VG(平均加工電圧)を2~10ノッチ上げ、IP(加工セッティング)を1~2ノッチ下げを適宜組み合わせ加工を実施した。依然として断線が多発することから、合金組織中に黒鉛を含む鋳鉄の性質に着目し、メーカーが提示するグラファイト加工用の加工条件で実施した。その結果、断線が大幅に減少し、以降の実験は加工速度を変更して加工状態を確認した。実験番号9はE391と類似したE673を使用した試験的な加工であったが、AE(電源モード)12の影響が良好な加工ができなかった。ここまでの結果、表皮の酸化鉄部分以外の加工ではFA(加工速度)1.5mm/min以下、WT(ワイヤ張力)3が最適であることがわかった。また、表皮部分(0~500um程度)の加工時の断線を防止するためにはFA0.03~0.05mm/min以下が必要であることがわかった。これらのデータをもとに鋳鉄加工用の独自Eパック302を作成し、加工能力を確認して実験を終了した。

3-2 Eパック302の加工性能の確認

作成したEパック302を使用した加工回数は4回であったが、加工時間内にFA(加工速度)を適宜変更しながら実験を行った。表2実験番号1では、加工開始時のFAをデフォルトの1.0mm/minから0.01mm/minに変更し加工を開始した。その後断線が無いことを確認しY=20umずつFA0.02、0.03、0.04、0.05mm/minと速度を上げながら加工を行った。その結果FA0.05mm/minで断線が発生した。実験番号2では、FA0.04mm/minで加工を開始したが断線が発生、FA0.03mm/minで加工を継続しY=0.5mmまで加工後FA1.0mm/minに変更、Y=1.0mm加工後FA1.5mm/minで加工を継続した。加工中は多少接触が見られるものの、正常に加工は行われた。加工終了間際には再度表皮部分の加工が行われるため、FA1.5mm/minでは断線が発生した。やはり表皮部分の加工は加工速度を下げる必要がある。実験番号3では、FA0.03mm/minで加工開始したが断線が発生、再度FA0.03mm/minで加工を行った。Y=0.2mmでFA1.5mm/minに切換したが、加工は順調に行われた。加工終了時Y=1.5mmを残してFA0.03mm/minに変更、断線無く加工は終了した。加工途中FA1.5mm/minからFA1.6mm/minに変更したが、電圧が不安定となり接触過多となった。実験番号4では、FA0.03mm/minで加工を開始しY=0.1mmでFA1.5mm/minに変更、加工終了残Y=1.0mmでFA0.5mm/minにして加工を終了した。ここまでの結果、表皮部分ではFA0.03mm/min以下で0.5mm程度の加工が必要であり、表皮以外はFA1.5mm/min程度の加工は可能である。また、Eパック302とグラファイト用の条件との大きな相違はWT(ワイヤ張力)であった。次にFCの黒皮加工の検討として、黒皮部分を上

表1 実験番号毎の加工条件(その1)

No.	実験番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
E	Eパック番号	397	391	391	391	391	391	391	391	673	391	391
Vo	電圧切換	4	4	4	4	8	8	8	8	8	8	8
Ip	加工セッティング	8	9	7	6	7	7	7	7	7	7	7
OFF	休止時間	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
SA	安定回路A	3	3	3	3	2	2	2	2	2	2	2
SB	安定回路B	10	10	14	14	14	14	14	14	14	14	14
WS	ワイヤ速度	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
WT	ワイヤ張力	8	8	8	8	5	3	3	3	3	3	3
PT	プリテンション	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
LQ	加工液流量	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
LR	加工液比抵抗	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9
VG	平均加工電圧	47	52	62	57	65	65	65	65	57	65	65
SC	安定回路C	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
FS	フィードバック	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
AE	電源モード	11	11	11	11	11	11	11	11	12	11	11
SE	安定回路E	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
FA	加工速度(最大)	1.00	0.10	0.05	0.05	0.05	0.10	0.50	1.00	1.00	1.50	2.00

表2 実験番号毎の加工条件(その2)

No.	実験番号	1	2	3	4
E	Eパック番号	302	302	302	302
Vo	電圧切換	8	8	8	8
Ip	加工セッティング	7	7	7	7
OFF	休止時間	1	1	1	1
SA	安定回路A	2	2	2	2
SB	安定回路B	14	14	14	14
WS	ワイヤ速度	12	12	12	12
WT	ワイヤ張力	3	3	3	3
PT	プリテンション	8	8	8	8
LQ	加工液流量	2	2	2	2
LR	加工液比抵抗	9	9	9	9
VG	平均加工電圧	65	65	65	65
SC	安定回路C	1	1	1	1
FS	フィードバック	1	1	1	1
AE	電源モード	11	11	11	11
SE	安定回路E	1	1	1	1
FA	加工速度(最大)	0.05	0.04	0.03	0.03

表3 FCとFCDに適した加工条件

Mate	加工物	FC	FCD
E	Eパック番号	302	303
Vo	電圧切換	8	8
Ip	加工セッティング	7	4
OFF	休止時間	1	1
SA	安定回路A	2	2
SB	安定回路B	14	16
WS	ワイヤ速度	12	12
WT	ワイヤ張力	3	1
PT	プリテンション	8	8
LQ	加工液流量	2	2
LR	加工液比抵抗	9	9
VG	平均加工電圧	65	65
SC	安定回路C	1	1
FS	フィードバック	1	1
AE	電源モード	11	11
SE	安定回路E	1	1
FA	加工速度(最大)	1.00	1.00

下にし、フライス加工部分を前後にして加工を実施した(H50mm、W35.6mm)。FA0.1mm/minで加工開始、FA0.5、1.0、1.5mm/minと速度を変更、FA1.5mm/minでは電圧が不安定となりFA1.0mm/minに変更して加工、断線は発生しなかった。この結果、酸化膜が上下にあっても加工は可能であり、前後に酸化膜がある方が、ワイヤ接触面積が大きく断線が発生しやすい。

3-3 FCD550 鋳鉄を使用した実験

加工物をFC200鋳鉄からFCD550鋳鉄に変更してE302の条件で加工を開始した。1回目はY=15mmで断線した。2回目はWT(ワイヤ張力)を1に変更した表3のFCD用独自E303を作成し、FA1.0mm/minに固定したままで断線無く加工は終了した。FCD550 鋳鉄は全面フライス加工を施しており、黒皮がないため、E303の条件で容易に加工することができた。この結果から、鋳鉄のワイヤ放電加工ではWTの影響が大きく、FC200ではWT3が最適値であったのに対して、FCD550ではWT1が最適値となった。

#### 4 加工面の平面度評価

表4に図1～図7に示した加工面の平面度の統計値を示す。図1～図7に平面度を高さ別色分布で表示した図を示す。図1は表1の実験番号No.1～11で得られた平面度、図2は表2の実験番号No.1、2で得られた平面度、図3は表2の実験番号No.3で得られた平面度、図4～図7は表2の実験番号No.4で得られた平面度である。

図1は実験最初の加工条件による平面度である。断線を繰り返し、実験番号1～11において因子を調整して加工を繰り返した理由もあるために平面度が大きく Rangeで $34\mu\text{m}$ 、 $\sigma$ で $7\mu\text{m}$ であり、図2～図7に比較して大きい。平面度が大きいのは断線を繰り返した理由もあるが、加工条件が最適値からずれているための加工条件不良が平面度劣化の一因であることも考えられる。図2～図7はFC及びFCDに適合した加工条件の調整で、図番が大きくなる方向で良好な方向に推移した図であるため、図5、7では平面度 $\sigma$ が $0.003\text{mm}$ を示し良好な平面度となっていた。因子WT（ワイヤ張力）は図2以降ではWT3に設定され、これはワイヤ張力を弱める方向の調整であった。ワイヤ張力が弱まると断線の危険性は低下するが、加工中の爆発溶解現象によりワイヤの振動が大きくなり、平面度が劣化することを予想したが、平面度の加工結果から平面度の劣化は見られなかった。加工条件をFC及びFCDに適する組み合わせに調整することにより安定加工が実現され、WT（ワイヤ張力）の低下は結果的には安定加工により包含され良好な平面度が得られたと考えられた。

この結果、FC及びFCDに適する加工条件に調整することで、断線しない安定加工と同時に良好な平面度を得ることが出来た。

表4 加工面の平面度の統計値

Fig.	Points	Max dev	Min dev	Range	Men dev	Sigma	RMS
1	70	0.018	-0.016	0.034	-0.001	0.007	0.007
2	70	0.009	-0.011	0.02	-0.003	0.005	0.005
3	70	0.003	-0.009	0.012	-0.004	0.003	0.003
4	70	0.007	-0.049	0.056	-0.002	0.007	0.007
5	70	0.005	-0.007	0.013	-0.001	0.003	0.003
6	70	0.009	-0.001	0.02	-0.001	0.005	0.005
7	70	0.003	-0.008	0.011	-0.003	0.003	0.003

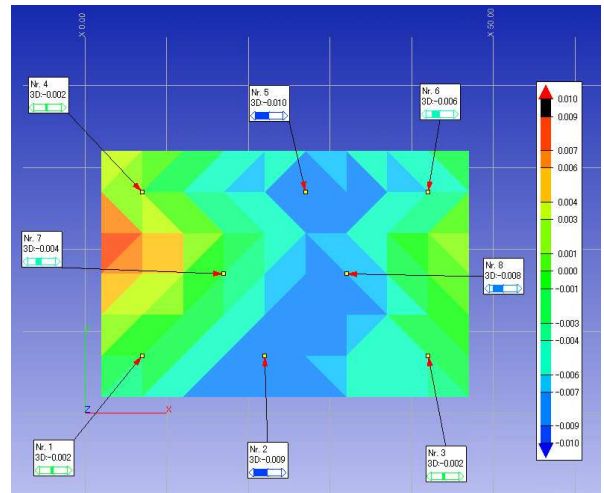


図2 表2の実験番号No. 1、2で得られた平面度

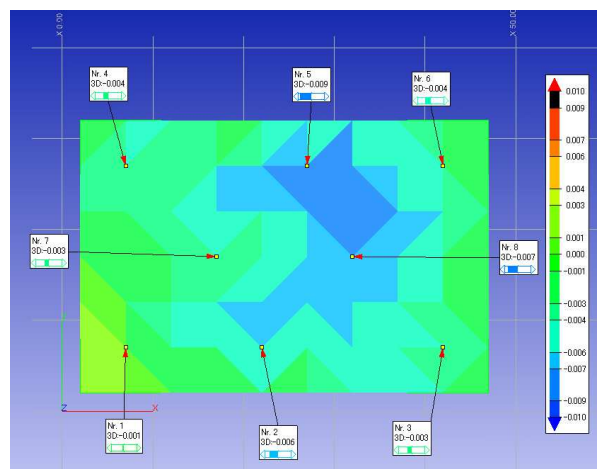


図3 表2の実験番号No. 3で得られた平面度

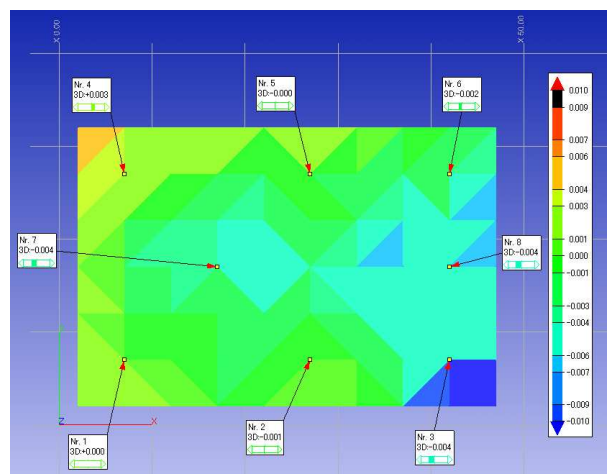


図4 表2の実験番号No. 4で得られた平面度

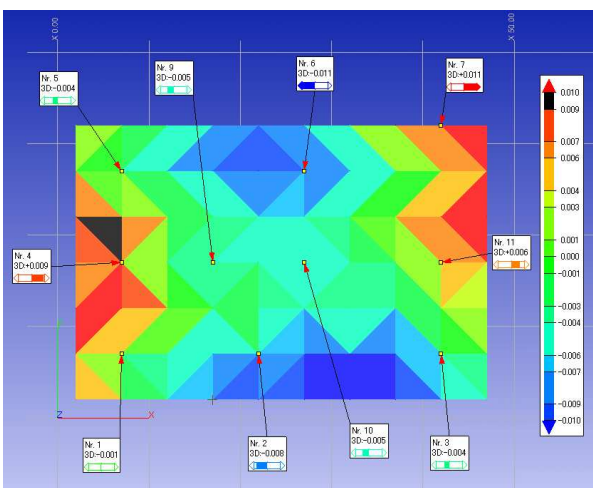


図1 表1の実験番号No. 1～11で得られた平面度

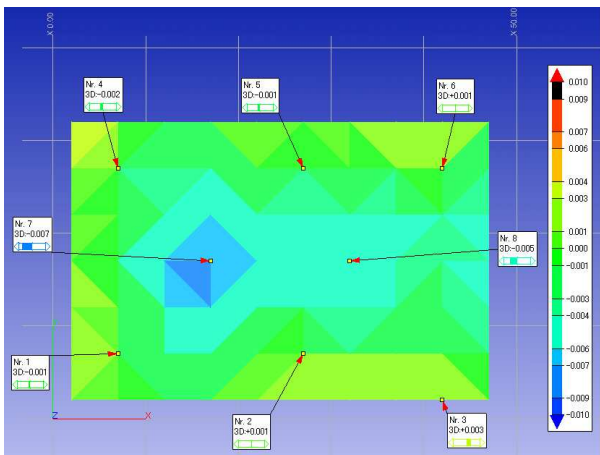


図5 表2の実験番号No.4で得られた平面度

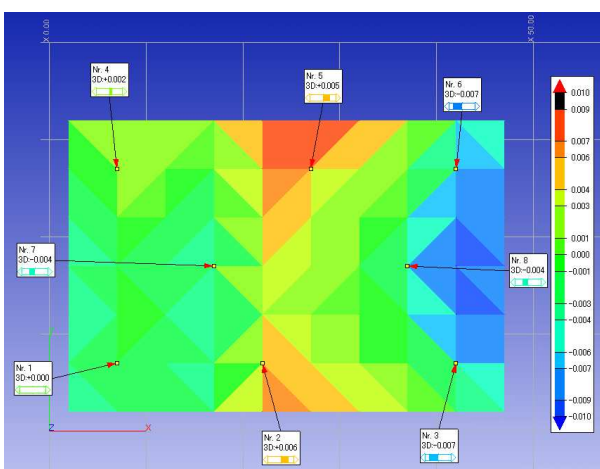


図6 表2の実験番号No.4で得られた平面度

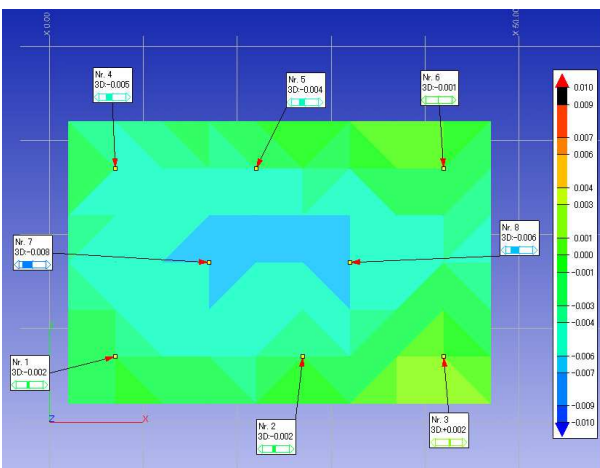


図7 表2の実験番号No.4で得られた平面度

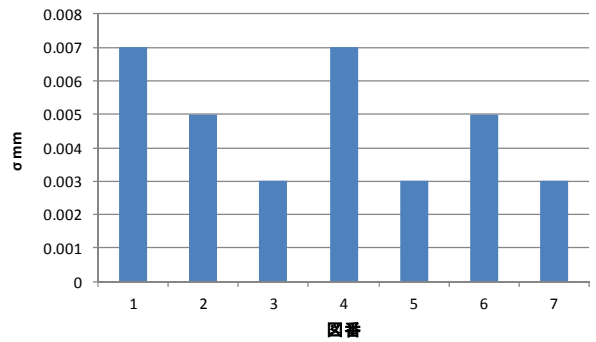


図8 平面度σ (測定点数N=70)

## 5 結 言

ワイヤ放電加工で、加工物をFC及びFCD、加工液を水浸漬式、ワイヤ電極をφ0.2mmBS、電源をトランジスタ回路交流電源とし加工方法の最適化を試みた。その結果、IP（ピーク電流）、SB（安定回路B）、VG（平均加工電圧）、FA（加工速度）、WT（ワイヤ張力）の5因子を最適な組み合わせにすることで、FC及びFCDに対してFA（加工速度）が1.0mm/minの安定加工が達成出来た。この最適条件はグラファイト材の加工条件に近く、鋼材の加工条件とは全く異なる加工条件であった。

ワイヤ放電加工による1stカットのみの加工面粗さを鋼材とFCの場合で比較した結果、鋼材ではRa2.70μm、FCではRa2.91μmとなりほぼ同等であった。次に、FC及びFCDを安定加工するためにWT（ワイヤ張力）を下げる必要があるため、加工中の振動で平面度が劣化する恐れがあった。そこで加工面の平面度を検査した結果、WTを下げて最適化を図った加工条件による加工面の平面度が最も平面度が良好であることがわかった。

総括として、ワイヤ放電加工機を使用した鋳鉄FC200及びFCD550の加工は、それぞれに適した加工条件を使用すれば、FA1.0mm/minで断線することなく加工は可能である。FC200鋳鉄の加工で困難な部分は、黒皮部、平坦でない加工面（組織硬化したざらざら面）、加工中にワイヤが引っ掛かる素材異常箇所（巣や異物などの導電性に問題がある箇所）である。いずれも不導電性により放電加工原理を妨げることが異常加工の原因と考えられ、黒皮部等は予め切削加工で除去することでワイヤ放電加工が可能になるようであった。

## 文 献

- 1) 三菱電機:三菱ワイヤ放電加工機DWC90PA取扱説明書(1996)

# 減圧凝固法による Al-Mg 系砂型用合金の溶湯品質評価\*

岩清水 康二\*\*、池 浩之\*\*、黒須 信吾\*\*

鋳造における Al-Mg 系合金は、高耐食、高靱性に優れることから、自動車部品などとして需要が拡大している。しかし、Al-Mg 系合金の特性や溶湯品質評価に関する報告が少ない。そこで本研究では、Al-Mg 系合金の鋳造用 AC7A 合金の減圧凝固法による溶湯品質評価を試みた。その結果、鋳造の現場においては、戻り材中の Si 量が増加する傾向のあることが明らかになった。

**キーワード：AC7A 合金、減圧凝固法**

## Quality of Al-Mg System Molten Metal for Sand Mold using Gas Contest Test under Low-Pressure Solidification

Koji Iwashimizu, Hiroyuki Ike and Shingo Kurosu

In aluminum casting, Al-Mg alloy is valued because of its superior corrosion resistance and strength. Thus, for strength and lightness, many motor parts are made from Al-Mg alloy. However, a few reports raise questions about the melt quality of Al-Mg alloy. To clarify this issue, the present study used vacuum tests to check the quality of Al-Mg alloy melt. The results indicated that, in casting factories, silicon tends to increase in the return materials.

**key words : AC7A alloy, vacuum gas test**

### 1 結 言

アルミニウム合金は、鉄系材料や銅合金と比較し、密度が低く、比強度が高いため、輸送機器分野、産業機械分野では軽量化を図るためその需要が高まっている。特に、自動車分野においては、ハイブリット車をはじめ、エンジン部品や車体軽量化材にアルミニウム合金が多く使用されている。従来、このエンジン部品の合金材料には、ダイカスト材 AD12 や鋳造材 AC4CH に代表される Al-Si 系もしくは Al-Si-Cu 系合金が多く用いられてきた。しかし、最近では、車体ボディパネルに 6000 系アルミニウム合金など高靱性、耐食性の優れた、Al-Mg 系合金が使用されるようになり、鋳造においても Al-Mg 系合金の需要が高まっている。しかし、Al-Mg 系合金の溶湯品質評価や結晶粒微細化による機械的特性や流動特性などに関する文献・報告が少ない。また、鋳造現場においては、鋳造材料として新材と湯口部、湯道部など製品部外戻り材を再溶解し使用しているが、その配合や溶湯品質に与える影響についても不明な点が多い。

ところで、岩手県工業技術センター、宮城県産業技術総合センター、山形県工業技術センターでは、中東北 3 県公設試技術連携推進会議（通称：IMV 連携会議）においてアルミニウム合金鋳造技術の高度化について課題解決を進めてきた。

そこで、本事業においても、Al-Mg 系合金の特性について合同で実験を行い、各県のテーマによる調査研究を進めてきた。本報は、岩手県工業技術センターが担当し

た「減圧凝固法による Al-Mg 系砂型用合金の溶湯品質評価の検討」についての調査結果を報告する。

### 2 調査研究内容

岩手県では、鋳造現場における溶湯品質評価法の利用拡大による品質向上を目的とし、減圧凝固法による溶湯品質評価について検討を行った。

減圧凝固法は、溶湯中のガス量を鋳造現場炉前にて定性評価する方法である。試験は、専用のステンレス製小ルツボに溶湯を採取し、減圧下で凝固させ、溶湯中のガスをポロシティ（気泡）として発生させる。評価は、凝固後の試験片の膨らみ方や試験片中心部を縦方向に切断し、内部に発生したポロシティを目視で観察する。簡便なことから鋳造の現場では広く使用されているが、ポロシティの発生には、ガス量だけではなく介在物量や溶湯温度の影響を受けることが分っている<sup>1)</sup>。そこで、本調査研究では、代表的な Al-Mg 系合金である AC7A 材の減圧凝固試験による溶湯評価を検討した。

#### 2-1 実験方法

実験に用いた合金は、溶湯処理後および結晶粒微細化剤が溶湯品質に与える影響の検討と鋳造現場において再溶解される戻り材の溶湯評価を検討するため、表 1 に示す JIS アルミニウム合金 AC7A と鋳造現場にて得られた AC7A 戻り材を用いて、新材および戻り材の配合を表 2 に示すとおり変化させた。戻り材は、湯口部、湯道部であり、製品部から切断後、ショットブラストにて、表面鋳

\* 平成 26 年度 東北経済産業局 自動車関連次世代技術基盤データベース構築事業、中東北 3 県公設試技術連携推進会議（共同研究）

\*\* 素形材技術部

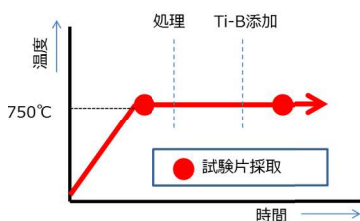


図1 溶解線図

表1 使用したアルミニウム合金成分

	(mass%)							
	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ti	Al
新材	0.006	0.076	4.45	0.010	0.118	0.004	0.013	rem

(固体発光分光分析による)

表2 溶解No.と溶解材料の配合

溶解No.	新材(g)	戻り材(g)	Ti-B(g)	合計(g)	新材:戻り材
1	6,491	—	—	6,491	10:0
2	6,491	—	132	6,623	10:0
3	3,397	3,318	—	6,715	5:5
4	1,892	4,541	—	6,433	3:7
5	—	6,712	—	6,712	0:10
6	—	6,824	136	6,960	0:10

物砂や酸化膜を除去後、保管した材料である。これらの材料を#20 黒鉛るつぽに約 6,500g 充填し、高周波誘導加熱炉で溶解した。溶解作業は、図1の溶解線図に従って行い、常温より溶解し 750°Cで減圧凝固試験片、介在物測定用のKモールド試験片を採取した。そして溶湯重量に対し 0.2wt%のフラックス剤にて脱滓、アルゴンガスにより脱ガス処理後、10分の沈静を行った。その後、減圧凝固試験片、Kモールド試験片、4号引張試験片を金型にて採取した。また、組織結晶粒微細化による溶湯評価を行うため、Al-5%Ti-1%B母合金を溶湯処理後に合金組成の0.1wt%添加した。

減圧凝固試験後に取り出した凝固試験片は、水中秤量法で見掛密度を測定した。その後、同試験片の中央部から切断、切断面を#600のエメリー紙で研磨仕上げした後、ポロシティ発生形態やマクロエッチングによる組織を目視・光学顕微鏡で観察し、溶解直後、溶湯処理後およびTi-B添加後の溶湯について評価を行った。また、採取した4号引張試験片による強度測定とブリネル硬度による硬度測定を行った。更に、組成を確認するため固体発光分光分析による成分分析を行った。

2-2 実験結果と考察

2-2-1 AC7A材および微細化剤を添加した溶湯品質評価

図2には、表2の溶解No.1の溶湯による溶解直後、溶湯処理後の減圧凝固試験片断面、見掛密度、K値を示す。AC7A材の20°Cにおける密度は、2.66g/cm<sup>3</sup>であるが図3によると、本試験片は、溶解直後が2.52g/cm<sup>3</sup>、溶湯処理後が2.59g/cm<sup>3</sup>という数値を示している。また、溶解直後、溶湯処理後の減圧凝固試験片とも、上部の膨らみがないことから溶湯中のガス量は少ないと考えられる。

	溶解直後	溶湯処理後
減圧凝固試験片断面		
見掛密度(g/cm <sup>3</sup> )	2.52	2.59
K値	10<	0.27

図2 新材の溶解直後、溶湯処理後の溶湯評価

溶解直後の減圧凝固試験片断面を観察すると細かいポロシティが、試験片断面内部に分散発生し、上部には、さらに微細なポロシティが発生している。これと比較し、溶湯処理後の減圧凝固試験片内部には、ポロシティが少ない。また、介在物量を示すK値は、溶解直後K>10であるが、溶湯処理後は、介在物がK=0.27であり、介在物量が多いとポロシティ発生量が増加する傾向にある。これは、溶湯中の介在物が、凝固時、ポロシティ生成核となったためと考えられる。組織観察を行った結果、試験片内部の結晶粒サイズの違いから、凝固方向が試験片下部および外周部より内部へ進んだことが分る。また、溶解直後と溶湯処理後の結晶粒径を比較すると溶湯処理後の組織が大きい。これは、溶解直後の溶湯の減圧凝固試験は、凝固時、溶湯中の介在物がAl結晶核となり、組織が微細化されたことが推察できる。以上により減圧凝固法を用いてAC7A合金の溶湯処理によるポロシティ発生量や粒径の差などが確認できた。

新材	溶解直後	溶湯処理後	Ti-B添加後
減圧凝固試験片断面			
密度(g/cm <sup>3</sup> )	2.50	2.59	2.47
K値	10<	0.27	2.36

図3 新材にTi-B添加後の溶湯評価

図3には、表2の溶解No.2の溶湯による溶解直後、溶湯処理後、Ti-B添加後の減圧凝固試験片断面、見掛密度、K値を示す。減圧凝固試験片断面の組織観察をみると、溶解直後は、試験片断面にポロシティを分散発生しているが、溶湯処理によりポロシティが減少し、結晶粒が大きくなった。その後、Ti-Bを添加すると組織は微細化され、Ti-B添加の効果が確認できた。しかし、溶湯処理後には、ポロシティ発生量が少ないが、Ti-Bを添加することにより、ポロシティが散発生し、溶解直後と比較し数、粒径も増加している。また、見掛密度が溶湯処理後に比べ低下していることから、溶湯中のガス量も増加したと考えられる。




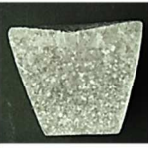
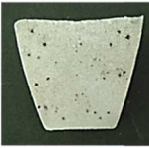
戻り材	溶解直後	溶湯処理後	Ti-B添加後
減圧凝固試験片断面			
密度(g/cm <sup>3</sup> )	2.58	2.57	2.55
K値	0	0	0.2

図4 戻り材による溶湯評価

図4には、表2の溶解No.6の溶湯の溶解直後、溶湯処理後、Ti-B添加後の減圧凝固試験片断面、見掛密度、K値を示す。溶解材料は、戻り材のみを用いているが、溶解直後の介在物量がK=0であり、減圧凝固試験片の上部の膨らみもないことから、溶湯は、清浄な状態と考えられる。これは、溶解No.5の場合も同様であった。図3と同様に、溶解直後から溶湯処理を行うことでポロシティ数は減少しているが、その後、Ti-Bを添加すると、ポロシティ数が増加し、介在物量も増加する傾向にある。

これらの結果から、溶解直後、溶湯処理後、Ti-B添加後のそれぞれによる溶湯品質評価が可能であった。

### 2-2-2 戻り材が溶湯品質評価に与える影響の検討

図5には、表2の溶解No.1、3、4、5の溶湯の溶解直後、溶湯処理後の減圧凝固試験片断面を示す。いずれの試験結果においても溶解直後、溶湯処理後の減圧凝固試験片断面観察およびK値の結果から溶湯処理の効果が確認できた。溶解直後の介在物数を比較すると、新材の介在物量が最も高い。本実験において使用した戻り材は、再溶解前にショットブラストで表面の酸化被膜や不純物を除去した。このことから、表面の酸化膜や不純物の混入が少なく、溶解後のK値に影響を与えたと考えられる。

溶解No.1、3の溶解直後の試験片断面を比較すると、溶解No.3の試験片断面に発生したポロシティが大きい。K値を比較すると溶解No.1のK値が高い。これは、溶湯中




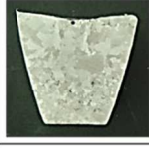
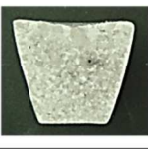
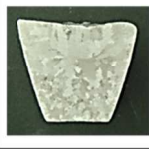
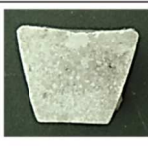
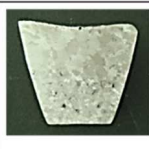
溶解No	新材、戻り材割合	溶解直後	溶湯処理後
1	10:0		
	K値	10<	0.27
3	5:5		
	K値	0.27	0
4	3:7		
	K値	0.1	0
5	0:10		
	K値	0.45	0

図5 新材、戻り材による試験結果

の介在物量が増加することで凝固時、介在物を中心核とし、引けやガスが分散したことが考えられる。溶解No.4、5は、溶解材料中の戻り材の割合が高いが、溶解直後の試験片断面のポロシティが少ないことからガス量が少ないと考えられる。

図6には、図5における溶湯処理後の減圧凝固試験片断面と機械的性質について示す。溶解No.5の試験片断面は、他の試験片断面と比較して、ポロシティ数が多い。


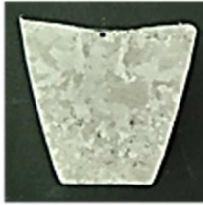


溶解No	1	3	4	5
新材:戻り材	10:0	5:5	3:7	0:10
減圧凝固試験片断面				
引張強度(Mpa)	215	198	192	201
伸び(%)	16.7	9.6	8.8	6.3
硬さHB(10/500)	52	57	55	55
密度(g/cm <sup>3</sup> )	2.59	2.59	2.59	2.57
K値	0.27	0	0	0

図6 新材、戻り材の配合の違いによる試験結果と機械的性質

しかし、引張強度はNo.1 が高く、硬さは、大きく変化していない。戻り材が増加することによる引張強度、硬さ試験結果において大きな差がなかった。しかし、戻り材の割合が増えると、伸びが低下する傾向にある。

表3 新材、戻り材の配合した合金の組成

mass%固体発光分光分析による

新材:戻り材	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ti	Al
10:0	0.006	0.076	4.41	0.010	0.118	0.004	0.013	rem
5:5	0.004	0.219	4.23	0.008	0.116	0.004	0.013	rem
3:7	0.006	0.276	4.11	0.009	0.113	0.004	0.014	rem
0:10	0.007	0.378	4.11	0.010	0.123	0.004	0.015	rem

表3には、図6の溶湯処理後の組成を示す。これによると、戻り材が増加するとMgが減少し、Siが増加する傾向にあった。Mgは、酸化の傾向がAlに比べ強いいため、溶解作業中に酸化が進み減耗したと考えられる。更に、戻り材が増加するとSiが増加する傾向にあった。この混入については、鋳物砂や耐火物、他合金の混在が考えられるが、原因の特定には至っていない。しかし、Al合金の特性としてSiが増加すると、耐摩耗性、注湯時の流動性は向上するが、伸びが低下する特徴がある。以上のことから、成分中のSi量が増加により伸びが低下したと考えられた。

以上より、戻り材は、溶解前に表面の酸化膜を除去することで、品質の高い溶湯を得られるが、戻り材の組成は、Mgが低下し、Siが増加する傾向にあることから成分管理を厳密に行う必要があると考えられた。

### 3 まとめ

本調査研究において減圧凝固法によるAC7A材およびTi-Bを添加した溶湯の品質評価と戻り材が品質に与える影響を検討した結果、以下の結論が得られた。

- ・減圧凝固試験を用いて、溶湯処理の確認が可能である。
- ・減圧凝固試験片にTi-Bを添加することで組織微細化の確認ができる。
- ・Ti-Bを添加するとポロシティが多く発生し、ポロシティ径が大きくなった。
- ・戻り材の成分分析の結果、戻り材の添加量を増加させると、Mgが減少し、Siが増加する傾向にあった。

### 文 献

- 1) 例えば、(財)素形材センター：軽合金鋳物ダイカストの生産技術 p116 (1993)

## 高リン含有廃棄物（塗装スラッジ）からの リン酸カルシウムの合成および特性評価\*

佐々木昭仁<sup>1</sup>・工藤洋晃<sup>2</sup>・河合成直<sup>3</sup>・佐藤佳之<sup>4</sup>・阿部貴志<sup>1</sup>・菅原龍江<sup>1</sup>

キーワード リン回収、工業系産業廃棄物、リン酸亜鉛化成処理工程排出スラッジ、リン酸肥料、電解析出法

### 1. はじめに

国際的な高品位リン（P）鉱石の枯渇危惧は、リン資源の戦略物資化と目まぐるしい肥料価格変動を生じ、日本の安定的な食糧生産を脅かしている（藤原ら、1993；大竹ら、2011）。現在、リン鉱床を持たない日本などの国々は、リン鉱石（リン酸肥料原料）の代替材料をリン含有産業廃棄物に求めた研究を展開している（守屋ら、2009；菅原ら、2012）。このリン鉱石代替材料の代表例として、Pを十数%（wt%）含む、下水汚泥焼却灰が注目されている。この下水汚泥焼却灰は全国的に廃棄量が多く、処理費用や廃棄場所の確保が自治体の負担となっており、多くの自治体が早期の有効活用を求めている。さらに、組成中のP含有量の変動が少なく廃棄量が安定的であることから、リン酸肥料の安定供給が期待できる。既に、下水汚泥焼却灰中のPをアルカリ抽出した回収法が検討され、岐阜市をはじめとした市町村において、リン酸化学肥料の合成が実用化されている（佐々木ら、2010）。

一方、下水汚泥焼却灰よりPを多く含み、有効利用が期待されている未利用廃棄物として、リン酸亜鉛化成処理工程排出スラッジ（塗装スラッジ）が注目されている。このスラッジは、リン酸塩化成処理（パーカー処理）工程において多量に発生し、塗装工程を有する工場から排出されている（石井、2010）。多くの塗装スラッジは、Pをおよそ15～20 wt%（150～200 g kg<sup>-1</sup>）含む、工業系高P含有産業廃棄物である。

リン酸亜鉛化成処理は、鋼製材料などの処理対象物表面

に防錆皮膜を形成し、塗料ぬりを高める効果がある。この工程はディップ方式（処理液中へ処理対象物を浸漬させる方式）が一般的であり、リン酸亜鉛化成処理液（酸性）中へ処理対象物を浸漬することで、鋼製材料から溶解し酸化された鉄イオン（Fe<sup>3+</sup>）と処理剤のリン酸イオン（PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>）が反応し、多量のリン酸鉄（FePO<sub>4</sub>）が発生する。この塗装スラッジはFePO<sub>4</sub>を主成分とし、リン酸亜鉛（Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>）のほか、NaFeP<sub>2</sub>O<sub>7</sub>、Fe<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>、およびZn<sub>2</sub>Fe(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>など、様々なリン酸塩組成が混在している。さらに、鋼製材料由来の金属成分、塗装工程由来の油分、および原料由来のポリマーを含んでいる。

塗装スラッジを排出する企業は岩手県内で50～60社存在し、1社あたり年間数kg～数十t程度の塗装スラッジを排出している。塗装工程を有する企業の多くは、このスラッジの処分方法および処理費用負担に苦慮している。最終処分方法として、焼成灰化物を埋め立て処分またはセメント混合資材として処理しているが、塗装スラッジの有効な活用方法は見出されていない。

本研究では塗装スラッジをリン資源の一つとして注目し、下水汚泥焼却灰のリン回収で利用されている、アルカリ抽出法によるリン酸化学肥料または原料の合成検討を行った。下水汚泥焼却灰の農地への直接施肥や堆肥化の事例があるが、塗装スラッジは農業利用に適さない処理工程由来の成分（油分等の有機物、金属）を含んでいる。そこで、塗装スラッジ中の油分等を除去するために高温焼成処理を検討し、さらに焼成物からPを抽出する際の重金属の溶出挙動を調べた。これら有害成分を低減したリン酸化学肥料の合成方法を検討し、さらに、試作したリン酸カルシウムの有害重金属の含有量および肥料分析法に基づくリン酸含有量の評価を行ったので報告する。

### 2. 材料および方法

#### 1) 塗装スラッジ

供試材料は、岩手県内企業A社より排出された塗装スラッジ廃棄物を用いた。A社排出塗装スラッジは、県内企業が有する塗装工程のうち廃棄量が比較的多く、一般的なディップ方式工程から排出されている。供試材料（塗装スラッジ）の前処理は、1ロット（ペール管20L）を105℃恒量乾燥後、その中から1kgを採取し、粉碎均一混合した（乾燥スラッジ（105℃））。

\* 本研究は、平成22～24年度環境省「環境研究総合推進費補助金研究事業（旧 循環型社会形成推進事業）」の一環として実施した。また、本報告の一部は日本土壤肥科学会鳥取大会（2012.9）において発表した。

<sup>1</sup> 地方独立行政法人 岩手県工業技術センター（020-0852 盛岡市飯岡新田3-35-2）

<sup>2</sup> 岩手大学 三陸復興推進機構（020-8550 盛岡市上田3-18-8）

<sup>3</sup> 岩手大学農学部（020-8550 盛岡市上田3-18-8）

<sup>4</sup> 岩手県 県土整備部下水環境課（020-8570 盛岡市内丸10-1）

Corresponding Author：佐々木昭仁

2012年7月13日受付・2013年8月2日受理

日本土壤肥科学雑誌 第84巻 第5号 p.367～374 (2013)

2) 分析方法

乾燥スラッジに含まれる元素について、蛍光X線分析装置（スペクトリス（株）社製：形式MagiX-Pro PW2592/45）を用い、定性分析を実施した。

検出された主成分および肥料取締法上の有害無機成分の定量分析は、シーケンシャル型ICP発光分光分析装置（SII ナノテクノロジー（株）社製：形式SPS3520UV）を用い測定した（上本, 2010）。この定量分析用検液の調製は、乾燥スラッジを1g（一部0.5g）採取し、HNO<sub>3</sub>（10mL）による加熱分解後、蒸留水を加え検液（100mL）とした。焼成スラッジ（後述）は一部焼結が認められたため、試料1gに王水50mLを添加し、加熱分解濃縮後（NO<sub>x</sub>発生が落ち着いた後）、HNO<sub>3</sub> 5mL, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 1mL, およびHClO<sub>4</sub> 5mLを順に添加し、さらに加熱分解を行った。水銀（Hg）、砒素（As）、および一部のPの定量分析（高濃度）は、湿式化学分析法（日本工業標準調査会, 2008）を用いた。

塗装スラッジに含まれる油分について、FT-IR測定器（サーモフィッシャーサイエンティフィック（株）社製：形式Nicolet 6700 FT-IR）を用い、定性分析を行った。

油分分析試料の前処理として、工程排出状態（水分および油分を含む）の塗装スラッジを固液分離（吸水しないメッシュ上で簡易濾過）し、直ちに採取し、未乾燥スラッジを分析試料とした。油分含有量は、JIS K 0102のヘキサン

抽出法により抽出した。また、ヘキサン抽出温度を超えた沸点を有する油分の含有量は、850℃焼成による重量減少（低沸点無機物の揮発も含まれる）を測定し推定した。

供試材料の水分含有量は、油分分析試料を105℃恒量乾燥させ、重量減少量（105℃以下の低沸点有機物の揮発も含まれる）を測定し定量した。なお、水分含有量表示はヘキサン抽出物量を除いて示した。

分析試料のサンプリングは同一試料中の異なる2か所から採取し、得られた2点の分析結果の平均値を表示した（表1, 2）。

3) 油分等有機物の除去

塗装スラッジ中の油分や塗装由来のポリマー除去のため、電気炉による高温焼成を行い、炭化分離（分解）または二酸化炭素（CO<sub>2</sub>）生成による気化分離を検討した。乾燥スラッジを平皿容器に小分けし、200℃条件で3時間仮焼成を実施後、5℃min<sup>-1</sup>条件で850℃に昇温し、6時間保持して油分等有機物除去スラッジを得た（焼成スラッジ（850℃））。

4) リン抽出および他成分溶出試験

油分等を除去した焼成スラッジからのP抽出方法として、アルカリ抽出法（灰アルカリ法；守屋ら, 2009）を用いた。この灰アルカリ法は、供試材料を水酸化ナトリウム（NaOH）溶液中に分散することで、高効率なP抽出が可

表1 塗装スラッジ（リン酸亜鉛化成処理工程排出スラッジ）の組成分析結果

元素名 (単位)	塗装スラッジ主成分						
	P (g kg <sup>-1</sup> )	Fe (g kg <sup>-1</sup> )	Zn (g kg <sup>-1</sup> )	Na (g kg <sup>-1</sup> )	Mn (g kg <sup>-1</sup> )	Ba (g kg <sup>-1</sup> )	K (g kg <sup>-1</sup> )
乾燥スラッジ (105℃) サンプル A	160	150	100	46	15	2.4	0.50
焼成スラッジ (850℃) サンプル A	210	230	98	33	11	4.0	0.60
元素名 (単位)	肥料取締法上の許容値が定められている元素 (焼成汚泥肥料)						
	Al (g kg <sup>-1</sup> )	Cr (g kg <sup>-1</sup> )	Ni (g kg <sup>-1</sup> )	Pb (mg kg <sup>-1</sup> )	As (mg kg <sup>-1</sup> )	Cd (mg kg <sup>-1</sup> )	Hg (mg kg <sup>-1</sup> )
肥料取締法基準 (焼成汚泥基準値)		≤ 0.5	≤ 0.3	≤ 100	≤ 50	≤ 5	≤ 2
乾燥スラッジ (105℃) サンプル A	0.42	0.06	1.6	3.3	<0.1	<0.1	<0.01
焼成スラッジ (850℃) サンプル A	0.68	0.06	3.0	8.8	<0.1	<0.1	<0.01

値は2反復の平均値を表示。  
参考として、肥料取締法上の規制値（焼成汚泥基準）を表示。

表2 合成肥料の成分分析結果

元素名 (単位)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (g kg <sup>-1</sup> )	CaO (g kg <sup>-1</sup> )	K <sub>2</sub> O (g kg <sup>-1</sup> )	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (g kg <sup>-1</sup> )	Zn (g kg <sup>-1</sup> )	Na <sub>2</sub> O (g kg <sup>-1</sup> )	MnO (g kg <sup>-1</sup> )	BaO (g kg <sup>-1</sup> )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (g kg <sup>-1</sup> )
合成肥料	470	480	5.2	<0.1	<0.1	0.50	<0.1	<0.1	0.2
肥料取締法基準									
元素名 (単位)	肥料取締法（焼却汚泥基準）対象元素								
	Cu (g kg <sup>-1</sup> )	Co (g kg <sup>-1</sup> )	MgO (g kg <sup>-1</sup> )	Cr (g kg <sup>-1</sup> )	Ni (g kg <sup>-1</sup> )	Pb (g kg <sup>-1</sup> )	As (mg kg <sup>-1</sup> )	Cd (mg kg <sup>-1</sup> )	Hg (mg kg <sup>-1</sup> )
合成肥料	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.05	<10	<1	<0.01
肥料取締法基準				≤ 0.5	≤ 0.3	≤ 0.1	≤ 50	≤ 5	≤ 2

[データ確認実施]

値は2反復の平均値を表示。  
参考として、肥料取締法上の規制値（焼成汚泥基準）を表示。

能である。本研究では、肥料成分のカリウム (K) を含む水酸化カリウム (KOH) 溶液を用い、焼成スラッジを KOH 溶液中に分散して P 抽出液を得た。

基礎的な抽出条件調査として、焼成スラッジを 5g 採取し、所定濃度の KOH 溶液を 50 mL 加え、恒温振とう機により所定温度で 30 分間攪拌抽出を行った。P 抽出率と KOH 濃度との関係の調査は、室温 (22°C) 環境下において、0.5, 1, 2, 3, 4~12 mol L<sup>-1</sup> の KOH 水溶液を加えた。一方、P 抽出率と温度関係の調査は、1 mol L<sup>-1</sup> の KOH を用い、30, 40, 50, 60, および 70°C 条件下で抽出を行った。さらに、肥料合成条件を精査する際は、焼成スラッジを 100 g 採取し、0.5, 1, 2, 3, 4~12 mol L<sup>-1</sup> の KOH 水溶液を 1 L 加えて混合した後、ホットスターラーを用い、70°C 環境下で 30 分間攪拌抽出を行った。いずれの場合も攪拌抽出後、No.5C ろ紙 (アドバンテック社製 No.5C ろ紙) を用いてろ過し、P 抽出液と抽出残渣に分離した。

各成分 (元素) の溶出率は、塗装スラッジに含まれる各元素重量 (wt%) と溶出重量 (wt%) の比を % (パーセント) で表記した。尚、抽出試験は 3 回反復試験を実施した。

#### 5) 重金属除去

焼成スラッジに含まれる鉄 (Fe)、マンガン (Mn)、およびニッケル (Ni) などの重金属の除去方法として、アルカリ抽出の特性を活かし、金属水酸化物 (抽出残渣) 形成による分離を検討した。高濃度のアルカリ抽出の際、亜鉛 (Zn) などの両性元素は金属水酸化物を形成せず、P 抽出液中へ溶出することから、電解析出法による Zn の低減および除去を検討した (藤島ほか, 2004; 電気鍍金研究会編, 1986)。

P 抽出液に溶存する Zn および重金属の電解析出分離条件として、定電流電解装置 (北斗電工 (株) 社製 HAB-151A) を用い、白金板 (5×3 cm<sup>2</sup>) の陽極および陰極に定電流 1.0 A を印加し、室温 (22°C) 環境下で 12 時間電解析出を行った。電解効率を高めるため P 抽出液 (電解液) 中の硝酸イオンを除去する必要があるが、本研究ではこれを省略し、直接 P 抽出液の電解析出を行った。

このように、アルカリ抽出により得た P 抽出液を電気分解することにより、精製したリン酸液 (リン酸抽出液) を得た。

#### 6) リン酸化学肥料の合成

リン酸肥料は様々な組成のものが見られるが、本研究ではリン鉱石の品位の指標物質である Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> と同じモル比となるよう、リン酸カルシウムの合成を目指した。

合成条件として前述の P 抽出最適条件を用い、焼成スラッジ 100 g に対し 3 mol L<sup>-1</sup> KOH 溶液 1 L の割合で攪拌抽出を行い、電解析出法により精製したリン酸抽出液を得た。このリン抽出液中の P 含有量を ICP 発光分光分析により定量し、検出された P 濃度 (mol) に対して Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> の組成比 (モル比) に必要なカルシウム (Ca) 濃度 (mol) を算出した。Ca 添加には、前述のモル比に相当する量の炭酸カルシウム (CaCO<sub>3</sub>, 約 100 g) を

HNO<sub>3</sub> (溶解に必要な最少量) と純水により溶解し、1 L に定容した Ca 溶液を用いた。この Ca 溶液 (1 L) とリン酸抽出液 (1 L) を室温 (22°C) 条件下で徐々に攪拌混合し、アルカリ域 (pH14) で 30 分間反応させ沈殿物を得た。得られた沈殿物をろ過分離 (アドバンテック社製: No.5A ろ紙) し、純水 2 L で洗浄し、105°C 条件下で恒量乾燥を行い、最終的にリン酸カルシウム (白色粉末) を得た。

試作したリン酸カルシウム (合成肥料) の化学量論組成の推定は、X 線回折装置 ((株) リガク社製: 形式 RINT R-2200) を用い、X 線回折測定により行った。

#### 7) 合成したリン酸カルシウムの安全性および基礎的な肥料評価

合成肥料の P の肥効を調べるため、肥料分析法に従ってリン酸全量、ク溶性リン酸、可溶性リン酸、水溶性リン酸を分析した (越野, 2001)。尚、リン酸の定量は、リンバナドモリブデン酸法による吸光光度法により行った。

### 3. 結果および考察

#### 1) 塗装スラッジの組成

乾燥スラッジの蛍光 X 線分析を行ったところ、P, Fe, Zn, Mn, およびナトリウム (Na) が 1 wt% (10 g kg<sup>-1</sup>) オーダー以上で検出された。検出された主成分および肥料取締法上の規制対象元素について、ICP 定量分析結果を表 1 に示す。P 換算で 160 g kg<sup>-1</sup> (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 換算で 370 g kg<sup>-1</sup>) を示し、高濃度の P 含有が認められた。焼成スラッジはリンの濃縮が進み、P 換算で 210 g kg<sup>-1</sup> (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 換算で 480 g kg<sup>-1</sup>) を示した。また参考として、同県内 B 社排出塗装スラッジの P 含有量を調査したところ、P 換算で 180 g kg<sup>-1</sup> 含んでいた。リン鉱石評価 [BPL (Bone Phosphate of Line)] に換算すると、データは省略したが、調査した塗装スラッジはリン酸が最も低いものでも BPL 68% 以上 (リン鉱石の場合は中・高品位リン鉱石に該当する値) を示していた (藤原ら, 1993)。また、塗装スラッジは FePO<sub>4</sub> を主成分とし、Zn のほか、処理対象物 (鋼材) の溶出成分である Mn および Ni を含んでいた。

一方、工業製品は国際的に RoHS 規制 (EU 諸国などに輸出する際、有害成分に対する規制) の制約があり (EUR-Lex, 2003)、多くの日本企業がこれら規制に対応している。例えば、各製品部材は Pb ≤ 1,000 ppm, Hg ≤ 1,000 ppm, およびカドミウム (Cd) ≤ 100 ppm などの規制値を満たす必要がある。ゆえに、リン酸化処理膜中において、それらの有害重金属がほとんど含まれていない。そのため、今回供試した塗装スラッジは、それぞれ鉛 (Pb) < 10 mg kg<sup>-1</sup>, Hg < 0.01 mg kg<sup>-1</sup>, および Cd < 0.1 mg kg<sup>-1</sup> を示していた。

国内規制として、焼成汚泥を原料とする肥料は焼成汚泥肥料に区分され、最終的に精製された肥料中の成分はそれぞれ As ≤ 50 mg kg<sup>-1</sup>, Cd ≤ 5 mg kg<sup>-1</sup>, Hg ≤ 2 mg kg<sup>-1</sup>, Ni ≤ 300 mg kg<sup>-1</sup>, クロム (Cr) ≤ 500 mg kg<sup>-1</sup>, および Pb ≤ 100 mg kg<sup>-1</sup> の規制値を満たす必要がある。表 1 に示す通

り、用いた乾燥スラッジはNiの値のみが基準値の約5.3倍(焼成供試材料約10倍)を示していたが、他の成分は十分に規制値を下回っていた。

## 2) 焼成による油分等の除去

塗装スラッジの含水量( $\text{H}_2\text{O}$ )、油分含有量(ノルマルヘキサン抽出油分)、および $850^\circ\text{C}$ 焼成による重量減少量(処理剤由来の低沸点化合物、塗装由来のポリマー)は、それぞれ $130\text{ g kg}^{-1}$ 、 $39\text{ g kg}^{-1}$ 、および $130\text{ g kg}^{-1}$ (含水量およびノルマルヘキサン抽出量を除く)であった。また、堀口ら(1983)の方法による、ノルマルヘキサン抽出物のFT-IR分析の結果、供試した塗装スラッジ中にパラフィン系油分が含まれていた。安全性が求められる肥料合成において、前述の廃棄物(塗装工程)由来の油分およびポリマー成分などの混入を抑制するため、焼成法などによる原料前処理段階での除去の必要が認められた。

焼成によるダイオキシンなどの発生を抑制するため、 $850^\circ\text{C}$ の条件下で焼成処理を検討したところ、スラッジ中の油分は完全に炭化または除去( $\text{CO}_2$ による気化)された。残存した炭化物は、P抽出工程上のろ過(後述)により、リン酸抽出液と分離が可能であった。

乾燥スラッジと焼成スラッジの濃度を比較すると、焼成スラッジではリン酸とFeは濃度が明らかに高まっていたが、他の成分を含めて含有量の増減とその変動幅は成分毎に異なった(表1)。これは、乾燥スラッジに含まれる油分やポリマーの影響による元素の偏析が影響したものと考えられた。

## 3) リン抽出効率および他成分溶出率

アルカリ(KOH)濃度の変化によるP抽出効率の変化を図1に示す。 $\text{H}_2\text{O}$ 抽出を行った場合、P抽出効率は0.1%以下であった。一方、 $\text{KOH } 0.5\text{ mol L}^{-1}$ 溶液を用いた場合、P抽出効率が約9%に向上した。さらに、室温条件下

( $22^\circ\text{C}$ )でKOH濃度を徐々に増加してP抽出を行った結果、1, 3, 6, および $12\text{ mol L}^{-1}$ における抽出効率はそれぞれ13, 18, 39, および98%を示した。室温条件下でKOH濃度を増加させることで、P抽出効率が95%以上まで改善したが、KOH濃度が $1\text{ mol L}^{-1}$ 増加することで試薬アルカリのコストが倍になり、高濃度アルカリ利用は実用的ではないと判断された。

P抽出コスト低減のため、低濃度アルカリ溶液を用い、抽出温度制御によるP抽出効率の改善を検討した。KOH水溶液 $1\text{ mol L}^{-1}$ を用い、抽出温度とP抽出効率の関係を図2に示す。抽出温度 $30^\circ\text{C}$ の場合、P抽出効率は約8%程度であったが、 $40^\circ\text{C}$ 、 $50^\circ\text{C}$ 、 $60^\circ\text{C}$ 、および $70^\circ\text{C}$ において、それぞれ11, 14, 22, および43%とP抽出効率の改善が見られた。抽出温度を高めることにより、飛躍的にP抽出効率の改善が認められた。しかし、 $70^\circ\text{C}$ を超える抽出環境の構築は工業化学的に設備が大掛かりとなるため、製造コストとのマッチングを要する。本研究では、加温条件の最大温度を $70^\circ\text{C}$ に設定し、以降の実験を進めた。

$70^\circ\text{C}$ 加温条件下における、KOH濃度の変化とP抽出効率の関係を図3に示す。 $70^\circ\text{C}$ 加温抽出条件はP抽出効率を大幅に改善し、 $2\text{ mol L}^{-1}$ 程度の低アルカリ濃度でPが約80%抽出された。このことから、抽出温度の上昇により、低KOH濃度によるP抽出効率が飛躍的に向上することが分かった。なお、 $12\text{ mol L}^{-1}$ のKOHを用いることで、Pがほぼ100%抽出された。

これら一連の実験結果から判断し、 $2\sim 3\text{ mol L}^{-1}$ 程度の比較的低濃度のKOHを用い、 $70^\circ\text{C}$ 抽出を行うことでPが効率的に抽出されたことから、この条件をP抽出の最適条件とした。

前述した通り、塗装スラッジの主成分としてFe, Zn, Mn, NiおよびNaが含まれていたことから、P抽出の最適条件( $70^\circ\text{C}$ 条件)におけるこれらの元素の溶出量を調査し

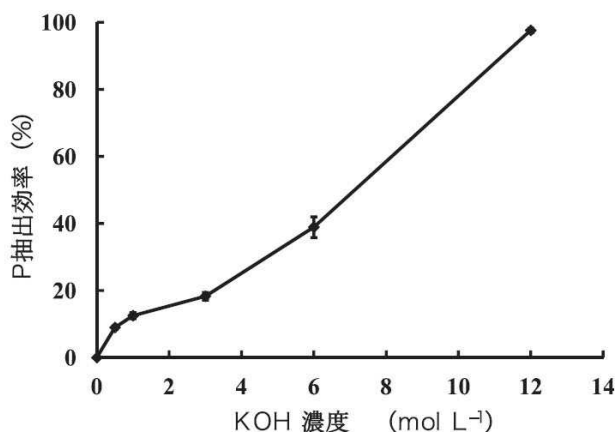


図1 KOH濃度の変化とリン(P)抽出効率の変化

室温( $22^\circ\text{C}$ )環境下で抽出。

サンプルは均一混合後、同一ロットから3点採取。

値は3点の平均値を表示。

試料は5g採取しKOH溶液50mLへ分散。

焼成スラッジ( $850^\circ\text{C}$ )中のP全量に対し、抽出液中のP含有量を定量し、P抽出効率(%)を算出。

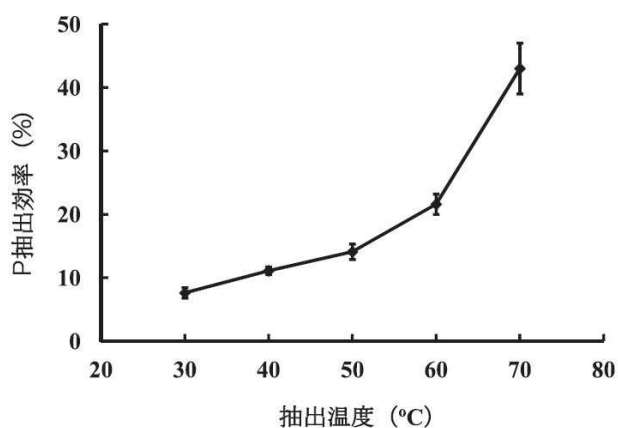


図2 抽出温度とリン(P)抽出効率の変化

$1\text{ mol L}^{-1}$ のKOH溶液により抽出。

値は3反復の平均値を表示。

試料は5g採取しKOH溶液50mLへ分散。

焼成スラッジ( $850^\circ\text{C}$ )中のP全量に対し、抽出液中のP含有量を定量し、P抽出効率(%)を算出。

た。ICP 発光分光分析の結果、スラッジ組成 ( $\text{g kg}^{-1}$ ) と比較して、Na は約  $10 \text{ g kg}^{-1}$ 、および Zn は約  $20 \text{ g kg}^{-1}$  相当が溶出し、Fe、Mn、および Ni の溶出は  $0.1 \text{ g kg}^{-1}$  相当以下に抑制された。重金属はほぼ残渣へ移行し、P 抽出液にはほとんど残存していなかったが、Zn のみ残存量が多かった。なお、Zn と同じく両性元素であるアルミニウム (Al) の溶出は、塗装スラッジ中の含有量が少ないことから (表 1)、 $0.1 \text{ g kg}^{-1}$  相当以下を示した。Zn の詳細な溶出率を調べたところ、各社より排出された塗装スラッジの Zn 濃度は、各企業の有する工程の特性により異なり、およそ  $50 \sim 100 \text{ g kg}^{-1}$  を含むことが明らかとなっている (斎藤ら, 1996)。

KOH 濃度の変化 ( $1 \sim 12 \text{ mol L}^{-1}$ ) による、P 抽出液への Zn 溶出効率 (溶出率) を図 4 に示す。Zn 溶出率は P に比べ低く、KOH  $1 \text{ mol L}^{-1}$  で約 1.2% を示し、2, 3, 5, 6, および  $12 \text{ mol L}^{-1}$  では、それぞれ約 4.1, 19, 40, 46, および 65% の溶出率を示した。したがって、P 最適抽出条件である KOH 濃度  $2 \sim 3 \text{ mol L}^{-1}$  の範囲において、Zn は  $4 \sim 19 \text{ g kg}^{-1}$  (供試材料中に含まれる亜鉛総量に対し  $4 \sim 19\%$  相当) が溶出していた。

一方、KOH  $2 \text{ mol L}^{-1}$  溶液を用いて焼成スラッジから P を抽出した場合、酸化鉄 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) と思われる微粒 (茶褐色) が生じた。この微粒はろ過分離 (No.5C) が困難であり、清澄なる液が得にくいため、以下 KOH  $3 \text{ mol L}^{-1}$  溶液抽出を最適条件とした。

アルカリによる塗装スラッジ (主成分：リン酸鉄) 中の  $\text{PO}_4^{3-}$  抽出メカニズムを検証するため、抽出アルカリ濃度を変化させ、得られた P 抽出残渣の X 線回折測定を行った。測定の結果、KOH (アルカリ抽出液) 濃度を高めることで P 抽出率は向上し、同時に得られた残渣はリン酸鉄から酸化鉄 ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) へと相変化していた (データ略)。

この結果より、アルカリ抽出液の濃度を高めることで、NaOH、KOH などの水酸化物イオン ( $\text{OH}^-$ ) と  $\text{FePO}_4$  お

よび  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  を構成する  $\text{PO}_4^{3-}$  との間において、溶解性リン酸アルカリ塩へのイオン交換を促進し、リン酸溶解 (遊離) が発現することで  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  残渣が得られるものと推察される。

一般的な Zn の溶解過程において、pH 10.5 以上では、ヒドロキシン錯体の亜鉛酸陰イオン ( $[\text{Zn}(\text{OH})_3(\text{H}_2\text{O})_3]^-$ ,  $[\text{Zn}(\text{OH})_4(\text{H}_2\text{O})_2]^{2-}$ ) などを段階的に形成して溶解し、 $\text{PO}_4^{3-}$  または  $\text{Zn}^{2+}$  の溶解はアルカリの濃度の上昇と共に促進されると考えられる (独) 製品評価技術基盤機構, 2008)。したがって、pH 14 以上の高アルカリ (KOH  $2 \sim 3 \text{ mol L}^{-1}$ ) 域において、大部分の Zn は P 抽出液中に存在するものと考えられるが、前述の結果の通り、多くの Zn が抽出残渣中に残っている。この結果により、Zn は  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  の形態のみではなく、塗装スラッジ (リン酸鉄) が沈殿形成する際に、一部構造内部に取り込まれ、溶出しにくい Fe と Zn の共沈形態として存在すると考えられる (三好, 2002)。実際、総リン酸と Fe および Zn の総てが  $\text{FePO}_4$  および  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  を形成すると仮定した場合、Fe および Zn が過剰に存在している (表 1)。これらの結果は、前述で述べた通り、Fe および Zn はスラッジ中で  $\text{NaFeP}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2$ , および  $\text{Zn}_2\text{Fe}(\text{PO}_4)_2$  などの組成の存在のほか、共沈現象を示しているものと推察される。

#### 4) リン抽出液中の亜鉛除去

P 抽出液には多量の  $\text{PO}_4^{3-}$  が含まれ、中和の際、緩衝作用により pH 4 前後で  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  を安定的に析出することが観察された。中和滴定および X 線回折測定の結果、pH 6 付近より  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  が徐々に析出し、pH 4.2 付近で最大析出が認められた。尚、上述のリン抽出最適条件により得られたリン酸抽出液は、 $\text{OH}^-$  のほか  $\text{PO}_4^{3-}$  を共存し、水酸化亜鉛 ( $\text{Zn}(\text{OH})_2$ ) では無く、リン酸亜鉛 ( $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$ ) を安定的に析出することが明らかとなった。

一方、 $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  析出の際、反応熱により液温の上昇が認められた。Zn 化合物は比較的溶解性が高いことから、

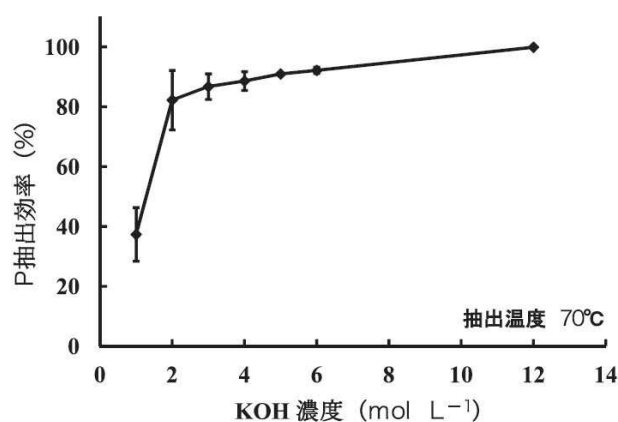


図 3 KOH 濃度の変化によるリン (P) 抽出効率の変化 ( $70^\circ\text{C}$ ) 恒温槽により  $70^\circ\text{C}$  に加温し抽出を実施。

値は 3 反復の平均値を表示。

試料は  $100 \text{ g}$  採取しアルカリ溶液  $1000 \text{ mL}$  へ分散。

焼成スラッジ ( $850^\circ\text{C}$ ) 中の P 全量に対し、抽出液中の P 含有量を定量し、P 抽出効率 (%) を算出。

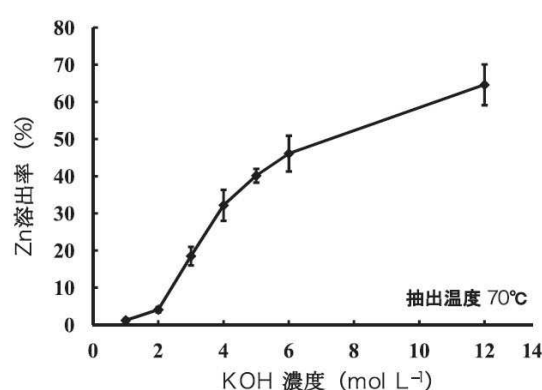


図 4 KOH 濃度の変化と亜鉛 (Zn) 抽出効率 (溶出率) の変化 ( $70^\circ\text{C}$ )

$70^\circ\text{C}$  環境下 (図 3 と同等) で抽出を実施。

値は 3 反復の平均値を表示。

試料は  $100 \text{ g}$  採取し KOH 溶液  $1000 \text{ mL}$  へ分散。

焼成スラッジ ( $850^\circ\text{C}$ ) 中の P 全量に対し、抽出液中の Zn 溶出量を定量し、Zn の抽出効率 (溶出率, %) を算出。

Znの溶解度を極力低減させるため冷却(15℃前後)し、ろ過分離を行った。その結果、P抽出液中のZnを約90%以上分離(除去)することが可能であった。実際、この分離段階で、リン酸抽出液中のZn濃度をおよそ1wt%(10 g kg<sup>-1</sup>)相当以下に低減することで、合成リン酸カルシウム(Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>) (後述)のZn混入量を0.5wt%(5 g kg<sup>-1</sup>)以下に抑えることが可能であった。実施例として、塗装スラッジにZnが98 g kg<sup>-1</sup>含まれる場合、前述の最適抽出条件で得られたP抽出液中のZn濃度は約15 g L<sup>-1</sup>であり、中和およびろ過分離後のリン酸抽出液中のZn濃度は約1.2 g L<sup>-1</sup>を示し、およそ92%相当のZn低減が可能であった。このリン酸抽出液を用いてリン酸カルシウムを合成した結果、Znの含有率は約2.8 g kg<sup>-1</sup>であった。

土壤管理基準(農用地における土壤中の重金属等の蓄積防止に係る管理基準)によると、Znの管理基準(1 kg 土壌)は120 mg kg<sup>-1</sup>であり(環境省, 1984)、Zn混入肥料の連続施肥はこの管理基準に抵触する可能性がある。ゆえに、P抽出液中のZnは可能な限り、低減または除去することが望ましいと考える。

Zn化合物の水への溶解度は塩の化合形態によっては高く、pH、温度、または酸およびアルカリ濃度等の条件により変化するため、P抽出液中のZn濃度を0.1 wt%相当以下に抑えることが難しい。そこで本研究では、電解析出法による微量溶解Znの析出分離を検討した。ZnはpH調整すること無くアルカリ側(pH 14)での電解析出が可能であり、P抽出液(アルカリ)を直接電解析出させることで、P抽出液中のZn濃度を100 mg L<sup>-1</sup>以下に低減することが可能であった。

一方、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>が混在したP抽出液を電解析出する場合、本試験条件の通り、析出電極上の電流密度を高める必要があった。したがって、電解条件(電流密度)および溶液中のイオン濃度等により、Znの析出効率(電解効率)が大きく異なることから、更に電解効率を高める条件検討が必要である。

#### 5) リン酸カルシウムの合成および評価

前述の通り、焼成スラッジ中にPはP換算で約210 g kg<sup>-1</sup>含まれており、電解析出後のリン酸抽出液1 L中にPが約20 g L<sup>-1</sup>含まれていた。このリン酸抽出液へCa溶解液を添加し、得られたリン酸カルシウムのX線回折パターンを図5に示す。得られたリン酸カルシウム(合成肥料)のX線回折測定を行った結果、Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>に基づく回折ピークが確認された。一般的に、リン酸カルシウム塩はCaおよびPの存在割合は様々な比率を示し、またX線回折ピークが類似している場合が多い。得られたリン酸カルシウムの回折ピークがブロードであることから、Ca:P=10:6のmol比は多少変化しているものと推察される。

合成肥料の組成分析結果を表2に示す。抽出試薬由来のKなどの塩を若干含むが、Znは0.1 g kg<sup>-1</sup>以下の低減(除去)が果たされた。また、供試材料の主成分であるFeな

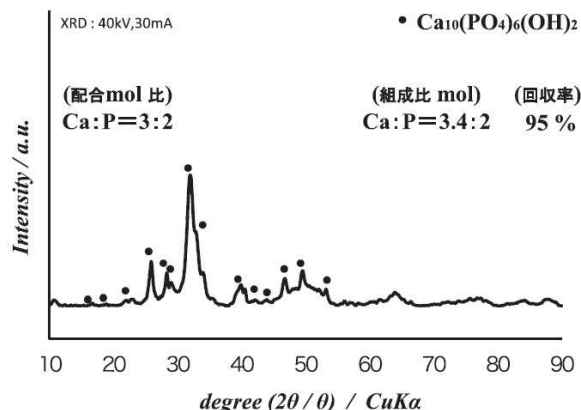


図5 合成肥料(リン酸カルシウム)のX線回折パターン  
回折パターンはJSPDS No. 74-0566, No. 89-6495, No. 22-0805, No. 01-0667ほかを参照。  
回折走査速度2° min<sup>-1</sup>。  
105℃で乾燥後、X線回折測定を実施。

どの重金属類も低減(除去)され、肥料取締法上の規制対象成分も基準値以下を示した。

肥料分析法に基づき合成肥料を評価したところ、リン酸全量470 g kg<sup>-1</sup>、ク溶性リン酸400 g kg<sup>-1</sup>、可溶性リン酸150 g kg<sup>-1</sup>、水溶性リン酸11 g kg<sup>-1</sup>であった(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>表記)。Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>組成上の理論上のリン酸全量は424 g kg<sup>-1</sup>であるが、不純物として混入したK、NaおよびAlがリン酸塩として存在し、さらにPおよびCa組成の一部が非量論組成として存在しているため、実際のPの測定値が理論値を上回っているものと推察される。市販肥料の保証成分と比較すると、ク溶性リン酸は熔リンの倍以上の値であり、可溶性リン酸については過リン酸石灰並みの数値であった。このことから、肥料原料としてのみならず、肥料として十分な肥効が期待されることが明らかとなった。なお、実際の植害および肥効試験については、有機有害成分分析と併せて現在実施中である。

#### 4. ま と め

リン資源として塗装スラッジ(工業系高リン含有廃棄物)に注目し、リン酸肥料合成用原料としての利用検討を行った。本報において、下記の結果を得た。

- ①供試したリン酸亜鉛化成処理工程排出スラッジ(塗装スラッジ)はPを16 wt%程度含み、一般的にFePO<sub>4</sub>を主体としてZn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>も含むこと、肥料取締上規制されているNiを含むこと、および油分等を含むことが活用上の課題であることを認めた。
- ②供試した塗装スラッジを850℃で焼成することで油分等の除去が可能であり、かつP濃度がP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>換算で370 g kg<sup>-1</sup>から480 g kg<sup>-1</sup>へと高まった。
- ③P抽出条件として下水汚泥焼却灰で用いられているアルカリ抽出法を参考にし、KOH溶液による抽出法を検討したところ、最適条件は70℃、KOH 2~3 mol L<sup>-1</sup>であった。
- ④塗装スラッジに含まれるFe、Mn、およびNiは、アル



カリ性 KOH 溶液で抽出することで不溶性の金属水酸化物を形成し、抽出残渣として分離できたが、P 最適抽出条件である KOH 濃度  $2\sim 3\text{ mol L}^{-1}$  の範囲において、含有 Zn は P 抽出液中に  $4\sim 19\%$  移行したため、さらなる除去対策が必要であった。

⑤リン抽出液中の Zn は、電解析出法を応用することで  $100\text{ mg L}^{-1}$  以下に低減でき、合成肥料中の濃度は  $0.1\text{ g kg}^{-1}$  未満となった。

⑥合成したリン酸カルシウムは、リン鉱石代替原料として利用可能なヒドロキシアパタイトを主成分とし、ク溶性リン酸  $40\%$ 、可溶性リン酸  $15\%$  を含有し（酸化物表記）、リン酸肥料として利用可能なレベルにあった。また、有害重金属の混入は認められなかった。

このように、リサイクル技術を含む無機工業化学および電気化学の技術を応用することで、工業系リン含有廃棄物利用上の課題を克服し、塗装スラッジからリン酸化学肥料合成用原料が得られた。

謝辞：本研究は、平成 22～24 年度 環境省「環境研究総合推進費補助金研究事業（旧循環型社会形成推進事業）」の支援を受け実施した。

試験研究実施にあたり、(地独) 岩手県工業技術センター 特命部長兼 上席専門研究員 穴沢 靖氏、同専門研究員 佐々木麗氏、同技術スタッフ 小向隆志氏、関川貴子氏、同コーディネーター 浪崎安治氏、同センター技術経営アドバイザー 齊藤博之博士（農学）、東北工業大学名誉教授 新関良夫工学博士の皆様、貴重なアドバイスまたは実験補助を戴き、心より感謝申し上げます。

## 文 献

石井 均 2010. 自動車車体用リン酸亜鉛処理. 表面技術, 63, 232-238.  
 EUR-Lex 2003. Directive 2002/95/EC of the European Parliament and of the Council of 27 January 2003 on the restriction of the use of certain hazardous substances in

electrical and electronic equipment., <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=CELEX:32002L0095:EN:NOT>

大竹久夫・長坂哲也・松八重一代・黒田章夫・橋本光史 2011. リン資源枯渇危機とはなにか. 大阪大学出版会.  
 上本道久 2010. ICP 発光分析・ICP 質量分析の基礎と実際. (社) 日本分析化学会関東支部編, オーム社.  
 環境省 1984. 農用地における土壤中の重金属等の蓄積防止に係る管理基準について. <http://www.env.go.jp/hourei/syousai.php?id=06000049>  
 斎藤哲夫・伊藤利秋・石下和年・平山俊夫 1996. 特許公開 平10-25153.  
 越野正義 2001. 第二改訂 詳細肥料分析法, p.96-106. 養賢堂.  
 佐々木正人・足立良富・岡 正人・西川治光 2010. 下水汚泥等から回収されたリン資源の有効利用に関する研究. 岐阜保健環境研報, 18, 13-17.  
 菅原龍江・佐々木昭仁・阿部貴志・佐藤佳之・菅原隆志・嶋 弘一・大友英嗣・工藤洋晃・河合成直・小山田哲也・羽原俊祐・晴山 渉・中澤 廣・菊池明浩・森國博全・初山祥太郎・守屋由介・柳瀬哲也 2012. 地域におけるリン含有廃棄物リサイクルの検討. 第23回廃棄物学会研究発表会講演論文集, 315-316. <http://jsmcwm.or.jp/taikai2012/files/2012/11/B8-7.pdf>  
 電気鍍金研究会編 1986. めっき教本. 日刊工業新聞社.  
 独立行政法人 製品評価技術基盤機構ホームページ 2008. 亜鉛の水溶性化合物 (概要). PRTR 番号:1. <http://www.safe.nite.go.jp/risk/riskhykd101.html>  
 日本工業標準調査会 2008. JISK0102 工場排水試験方法. 日本規格協会.  
 藤島 昭・相澤益男・井上 徹 2004. 電気化学測定法 (上). 技報堂出版.  
 藤原彰夫・岸本菊夫 1989. 磷と植物 (I) 磷の農学と農業技術. 博友社.  
 藤原彰夫・岸本菊夫 1993. 磷と植物 (II) 磷の工学と工業技術. 博友社.  
 堀口 博 1983. 赤外吸収図説総覧. 三共出版  
 三好康彦 2002. 重金属物質処理技術「汚水・排水処理の知識と技術」. オーム社, 172-184.  
 守屋由介・坪井博和・池田裕一 2012. アルカリ抽出法による下水汚泥焼却灰からのリン回収システム. 用水と排水, 51, 833-838.

**Synthesis of chemical phosphate fertilizer by recovery process  
from industrial waste of the paint sludge**

Teruhito SASAKI<sup>1</sup>, Hiroaki KUDO<sup>2</sup>, Shigenao KAWAI<sup>2</sup>, Yoshiyuki SATO<sup>3</sup>, Takashi ABE<sup>1</sup> and Ryukou SUGAWARA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Iwate Industrial Research Institute*

<sup>2</sup>*Iwate University*, <sup>3</sup>*Iwate Prefecture Government*

The aim of our study is to develop a practical method to recover phosphorus from industrial wastes in order to obtain phosphorus compounds for fertilizer use. Among the various phosphorus-rich wastes, we used the paint sludge which is generated during the Parkerizing process, because the sludge contained large amount of phosphorus. The sludge was free from toxic heavy metals such as cadmium or mercury, but contained oil and polymer substances. We chose an alkali extraction method for phosphorus recovery from the sludge. Before phosphorus extraction, the sludge was heated at 200°C for 3 hours and at 850°C for 6 hours in an electrical furnace in order to remove oil and polymer substances. Then, phosphorus was extracted by potassium hydroxide solution (1-12 mol L<sup>-1</sup>) under controlled temperature (30~70°C). We needed avoid contamination of some metal elements, such as iron or zinc. Iron was not dissolved in extracted phosphorus solution. Zinc was removed from the solution containing extracted phosphorus by lowering the pH of the solution to about 4.0 with 6 mol L<sup>-1</sup> nitric acid or by employing electrodeposition. After that, calcium salt was added to the solution, and the extracted phosphorus was precipitated at different pH (pH 3~14). Results showed that an optimal condition of phosphorus extraction from the sludge was incubation with 3 mol L<sup>-1</sup> potassium hydroxide at 70°C. Removal efficiency of zinc by electrodeposition was better than that by neutralization with nitric acid. In addition, as an optimal condition of phosphorus precipitation, we chose an addition of calcium solution which dissolved calcium carbonate in nitric acid and precipitation at alkali condition (pH 12). The recovered phosphorus was precipitated as calcium phosphate containing few and little impurities. Thus, we propose that this method is applicable for recycling phosphorus in the paint sludge and producing phosphorus fertilizer.

*Key words:* phosphorus recycling, industrial waste, waste phosphate sludge, phosphorus fertilizer, electrodeposition

(Jpn.J. Soil Sci. Plant Nutr., **84**, 367-374, 2013)

# リン酸カルシウム肥料資材としての下水汚泥焼却灰およびアルカリ廃液原料の組成調査と合成リン酸カルシウムの肥料特性評価および原料由来の有害元素の移行調査\*

佐々木昭仁<sup>1</sup>・工藤洋晃<sup>2</sup>・佐藤佳之<sup>1,3</sup>・阿部貴志<sup>1,4</sup>・菅原龍江<sup>1</sup>・  
守屋由介<sup>5</sup>・初山祥太郎<sup>5</sup>・添田直希<sup>6</sup>・河合成直<sup>7</sup>

キーワード リン回収、下水汚泥焼却灰、アルカリ廃液、アルカリ抽出法、リン酸肥料

## 1. はじめに

近年、リン酸質肥料の原料であるリン鉱石の戦略物資化が加速し(大竹ら, 2011)、安定的なリン(P)資源の確保が急務とされ、高リン含有廃棄物である下水汚泥焼却灰を原料としたリン酸質肥料(副産リン酸肥料等)の製造方法が次々と提案されている(守屋ら, 2009; 菅原ら, 2012; 工藤ら, 2012; 佐々木ら, 2013; 工藤, 2013)。この下水汚泥焼却灰は、処理施設周辺の環境(水質・土壌)や下水処理工程で用いられる凝集剤(アルミニウム(Al)系凝集剤、鉄(Fe)系凝集剤など)の違いにより、リン酸塩ほか含まれる無機物質の組成が大きく異なる。このリン酸塩の種類として、酸および強アルカリに可溶性金属(Al, Feなど)と結合した金属リン酸塩と、酸に可溶性ヒドロキシアパタイト(HAP)およびリン酸マグネシウムアンモニウム(MAP)などのリン酸塩の2種類が存在し、その存在比がリン酸抽出法の選択へ大きな影響を与えている。

例えば、ヨーロッパ諸国など、土壌に石灰成分を多く含

む硬水地域は下水流入水にカルシウム(Ca)やマグネシウム(Mg)成分が多く溶出するため、HAPやMAPを下水汚泥に含む割合が高い。また、CaやMg成分はリン酸( $\text{PO}_4^{3-}$ )との結合性が極めて強いため、海外では溶解効率に優れた酸溶解法が主に検討されている(M.Franz, 2012)。しかし、酸溶解法を用いた場合、下水汚泥焼却場に含まれる有害物質の溶出を促進し、回収したリン酸の精製にイオン交換法などの高度な精製工程を必要とするため、製造コストが割高である点が指摘されている。

国内においては、土壌に含まれる石灰成分が海外(ヨーロッパ諸国など)に比べ少なく概ね軟水地域であり、火山性土壌由来のAlやFe成分が下水流入水に含まれ、さらに凝集剤の成分も加わるため、AlやFeなどの濃度が相対的に高まり、HAPおよびMAPのほか、リン酸アルミニウム( $\text{AlPO}_4$ )やリン酸鉄( $\text{FePO}_4$ )などの金属リン酸塩の生成率が比較的高い。この種の金属リン酸塩は、多くは両性金属または両性金属としての性質が強い金属と結合しているため、酸および強アルカリに対し可溶性であり(守屋ら, 2009; 菅原ら, 2014)、2通りの抽出方法の選択が可能である。このうちアルカリ抽出法は、リン酸の抽出と同時に下水汚泥焼却灰に含まれる重金属の溶出抑制を果たすことも可能であり、リン酸精製工程の簡略化と製造コストの低減に繋がるため、国内ではアルカリ抽出法(灰アルカリ法; 守屋ら, 2009)が目玉されている。

一方、下水汚泥焼却灰を原料とした汚泥肥料の場合、肥料取締法上(総務省行政管理局, 2014)、有害金属成分の許容量が厳しく規制されているが、連続施肥による下水汚泥由来の有害金属(鉛(Pb)、カドミウム(Cd)ほか)の潜在的な土壌蓄積が懸念されている(河野ら, 2012)。さらに、廃棄物由来の原料は肥料取締法令上の規制元素以外の微量な有害元素の含有も想定される。しかし、原料となる下水汚泥焼却灰や汚泥肥料について、Pや肥料取締法に掲げる無機元素以外の元素分析評価事例(湿式化学分析法による定量分析など)の報告は少なく、下水汚泥焼却灰からリン酸を抽出して肥料を合成する際に、それら無機物質が合成肥料へ移行する割合についての詳細な評価事例の報告も少ない。さらに、アルカリ抽出法は酸抽出法と比

\*本研究は、平成22~24年度環境省「環境研究総合推進費補助金研究事業(旧 循環型社会形成推進科学研究費補助金)」の一環として実施した。

<sup>1</sup> 地方独立行政法人 岩手県工業技術センター (020-0857 盛岡市北飯岡2-4-25)

<sup>2</sup> 岩手大学 三陸復興推進機構 (020-8550 盛岡市上田3-18-8)

<sup>3</sup> 現在、岩手県 県土整備部 下水環境課 (020-8570 盛岡市内丸10-1)

<sup>4</sup> 現在、岩手県立産業技術短期大学校 電子技術科 (028-3615 紫波郡矢巾町大字南矢幅10-3-1)

<sup>5</sup> メタウォーター株式会社 R&Dセンター (101-0041 千代田区神田須田町1-25 JR 神田万世橋ビル)

<sup>6</sup> 株式会社日立ハイテクサイエンス 分析応用技術部 (104-0041 中央区新富2-15-5 RBM 築地ビル)

<sup>7</sup> 国立大学法人 岩手大学農学部 (020-8550 盛岡市上田3-18-8)

Corresponding Author: 佐々木昭仁

2015年1月13日受付・2015年6月5日受理

日本土壤肥科学雑誌 第86巻 第4号 p.291~299 (2015)

較し、リン酸カルシウム（肥料）製造コストの低減が可能であるが、リン酸化学肥料の単価（約40円 $\text{kg}^{-1}$ （2012年調査））に対し、アルカリ抽出に用いる水酸化ナトリウム液（試薬NaOH液；以下、試薬アルカリ）の占める経費割合が高く、収益性が依然として低い点が課題であった（菅原ら, 2012）。

本研究では、下水汚泥焼却灰をリン酸化学肥料の原料として安全に有効利用するため、国内で採取した下水汚泥焼却灰（岩手県内2地域および西日本地域で採取）に含まれる無機成分（72元素）について、主にICP発光分光分析法により詳細な定量分析を行った。また、灰アルカリ法を基本とし、リンリサイクル上のリン抽出試薬のコスト削減を果たすため、岩手県内製造企業（電子プリント基板製造業社）が多量かつ安定的に排出するアルカリ廃液（廃アルカリ）の代替利用を検討した。この使用済みアルカリ廃液（特別管理産業廃棄物）の有効利用（リサイクル技術）は、多くの自治体ニーズでもある。さらに、実用化を想定したミニプラント（下水汚泥焼却灰50~100kg規模の試験が可能）によるリン酸カルシウム（リン酸化学肥料原料）合成を行い、廃棄物原料由来の無機成分が合成リン酸カルシウムへ移行する割合について調べた。これら試験結果を基に、産業廃棄物の複合利用によるリン酸カルシウム肥料原料の安定供給の可能性調査、得られた合成リン酸カルシウムの有害成分評価、および肥料成分の基礎特性を評価したので報告する。

## 2. 材料と方法

### 1) 下水汚泥焼却灰

リン酸化学肥料のP原料となる下水汚泥焼却灰は、岩手県内にある下水処理場2事業所（都南浄化センター（盛岡市）、北上浄化センター（北上市））から採取した（以下、都南灰A、北上灰B）。さらに、比較評価試験サンプルとして、県外の下水処理場1事業所（西日本地域）で採取した下水汚泥焼却灰（以下、西日本灰C）を供試した。

都南灰Aおよび北上灰Bは、共に活性汚泥法により発生した下水汚泥を濃縮、消化、脱水、および焼却（約850℃）の各工程を経ており、西日本灰は活性汚泥法を基本としているが消化工程を有していない。また、岩手県は東日本大震災（平成23年3月11日）の影響を受け、震災直後の下水処理が停電等により断続的であったため、下水汚泥焼却灰の性状分析および経時変化の調査は、震災前（平常時）のサンプル（都南灰A、北上灰B：平成22年7月および平成22年12月採取（X線回折測定用サンプルは平成22年6月採取））を用いた。西日本灰Cは、震災の影響を受けていないことから、採取当月（平成24年5月採取）の灰を供試した。

### 2) 廃アルカリ（水酸化ナトリウム廃液）

P抽出用試薬アルカリの代替材料として、岩手県内電子機器製造企業D社から排出されたNaOH廃液（以下、廃アルカリ）を用いた（平成22年9月、平成23年5月、

および平成24年6月採取）。この廃アルカリは、電子基板製造工程から高分子膜を剥離させる工程において多量に排出されており、通常、特別管理産業廃棄物として処理されている。また、アルカリ濃度はNaOHに換算して約0.3~0.7 $\text{molL}^{-1}$ を示し、岩手県内で排出される廃アルカリの大半を占めている。この廃アルカリを供試材料として用いた際、プリント基板由来の高分子膜夾雑物（ゴミ）をろ紙（5A、アドバンテック社製）または同等の性能を示すろ布を用いて除き、清澄なる液を得てこれを供試した。

### 3) リン（P）抽出条件の検討

廃アルカリを代用する際、NaOH換算で約0.5~1 $\text{molL}^{-1}$ の範囲で変動が予想されたため、アルカリ濃度を試薬NaOH（一級試薬；関東化学社製）により、0.5, 0.75, および1 $\text{molL}^{-1}$ の条件に設定し、さらにプラント（後述）の昇温可能温度（最大値70℃）内で50℃, 60℃, および70℃に変化させ、最適なP抽出条件を求めた。ここでは、焼却灰（平成22年7月採取）300gに対しアルカリ溶液3Lを用いて抽出し、1次抽出液と1次抽出残渣に固液分離し、さらに同量のアルカリ溶液を用いて1次抽出残渣を再度抽出した。この1次抽出液と2次抽出液を混合して試料液とした。

また、廃アルカリ0.47 $\text{molL}^{-1}$ （平成22年9月採取）を用い、50℃, 60℃, および70℃に変化させ、試薬NaOHを用いた場合と同じ試験条件により、最適なリン抽出条件を求めた。

### 4) ミニプラントによるリン酸化学肥料合成の検討

実用化を目指すにあたり、実験室レベルの試験検討結果は実用化レベル（量産ベース）の検討結果と異なることが多いため、100kg試験規模のミニプラント（リン回収実証プラント；メタウォーター社製）を使用し、上記3種の灰（都南灰A（平成23年3月採取）、北上灰B（平成23年4月採取）、および西日本灰C（平成24年4月採取））とアルカリ液（試薬アルカリ、廃アルカリ（都南灰Aおよび北上灰B試験用：平成23年5月採取、西日本灰C試験用：平成24年6月採取））を用いて、灰アルカリ法によるリン酸カルシウム合成試験（リン回収実証試験）を行った。

ミニプラント試験のP抽出条件は、反応槽（1.5 $\text{m}^3$ ）に充填した試薬アルカリ（1 $\text{m}^3$ ）または廃アルカリ（0.5 $\text{m}^3$ ）を70℃に加温し、下水汚泥焼却灰（試薬アルカリ試験時100kg、廃アルカリ試験時50kg）を投入後30分間攪拌混合した。抽出後、ろ布（ろ紙5A相当）により固液分離を行い、1次リン酸抽出液および抽出残渣を得た。さらに、1回目の固液分離で回収不能なPを効率良く回収するため、1次抽出残渣へ新たな試薬アルカリ（1 $\text{m}^3$ ）または廃アルカリ（0.5 $\text{m}^3$ ）を加え、同様の条件により再度抽出（2回抽出）を行い、2次リン酸抽出液および最終残渣を得た。最終的に、1次リン酸抽出液と2次リン酸抽出液を併せ、リン酸抽出液（約1 $\text{m}^3$ または約2 $\text{m}^3$ ）を得た。

都南灰Aおよび北上灰Bを原料としたリン酸カルシウ

ム ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) の合成は、リン酸抽出液に P 濃度当量の 1.3 倍に相当する (上述 3) の検討結果により) 消石灰 ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , 一級; 関東化学社製) を添加し、常温 ( $20 \pm 5^\circ\text{C}$ ) で 12 時間攪拌混合により行われた。西日本灰 C を原料とした場合は、都南灰 A を原料とした場合に添加した Ca 量と等量の消石灰を添加した。

### 5) 分析方法

固体分析試料のサンプリングは同一試料中の異なる 2 点または 3 点から採取し、液体分析試料のサンプリングは同一試料中から 2 回採取した。分析結果はそれぞれの分析点の平均値を示した。

供試材料に含まれる元素の分析、肥料取締法上の有害無機成分、および環境省 (庁) 告示規程上の成分分析は、固体試料の場合はあらかじめ蛍光 X 線分析装置 (スペクトリス社製: 形式 MagiX-Pro PW2592/45) による定性分析を行った。また、X 線回折装置 (Rigaku 社製; 形式 RINT-2200) により XRD (X 線回折パターン) 測定を行い、構成される化合物を同定した。下水汚泥焼却灰を構成する粒子は、EPMA (電子線プローブマイクロアナライザ, 日本電子社製; 形式 JXA-8900M) 用い、観察と元素マッピングを行った。その後、各元素の前処理方法 (溶解法) を選定し (日本下水道協会, 2007; 日本下水道協会, 2007; 日本工業標準調査会, 2008; 越野, 2001), 後述の前処理を経た試料溶解液をシーケンシャル型 ICP 発光分光分析装置 (日立ハイテクサイエンス社製; 形式 SPS3520UV) または原子吸光分光光度計 (島津社製; 形式 AA-6300) を用いて定量分析 (表 1 に掲げる元素のうち, C, N, S, Hg および Si を除いた 67 元素) を行った。

#### ① 下水汚泥焼却灰の分析

下水汚泥焼却灰は偏析が認められることから、100 g 単位で採取し、 $105^\circ\text{C}$  条件下で恒量乾燥したサンプルを遊星型ボールミル (フリッチュ・ジャパン社製; 形式 P-4) により微粉碎したものを供試した。

下水汚泥焼却灰の正確な定量を行うため、アルカリ溶解法による全溶解処理を経て検液の調整を行った。試料をジルコニウム (Zr) またはニッケル (Ni) 製のつばへ  $0.5 \sim 0.1$  g 採取し、さらにアルカリ融剤として四ホウ酸リチウム ( $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (無水小粒), 特級; 和光純薬社製), または過酸化ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{O}_2$  (粒状), 特級; メルク社製) および炭酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 特級; 和光純薬社製) を 3:2 に混合した融剤をそれぞれ試料の約 10 倍相当量を添加し、ブンゼンバーナーを用いた強熱によりアルカリ溶解を行った。溶解および放冷後、つば外壁面を蒸留水で水洗し、200 mL ビーカーへ移し入れ、溶解物を硝酸 ( $\text{HNO}_3$ ) 希釈液 ( $\text{HNO}_3$  (EL 級; 関東化学社製): 蒸留水 = 1:1) により完全溶解し、250 mL のポリエチレン製メスフラスコまたはガラス製メスフラスコへ硝酸希釈液を用いて定容した。その後、この溶解液を測定元素ごとの最適濃度に蒸留水を用いて定容し、標準添加法により測定した (上本, 2012)。

分析手法が特殊な成分である水銀 (Hg), 砒素 (As), けい素 (Si), 全窒素 (N), 炭素 (C), 硫黄 (S), 一部の高濃度成分 (Ca, バリウム (Ba)) の定量分析、および水分含有量分析は、下水汚泥分析方法および JIS (K 0102) に規定される湿式化学分析法や燃焼赤外吸収法を参考に実施した (日本下水道協会, 2007; 日本工業標準調査会, 2008)。

#### ② 廃アルカリの分析

ろ布またはろ紙により夾雑物を除した廃アルカリをメスフラスコ (100 mL) へ 5 mL または 10 mL 採取し、酸 ( $\text{HCl}$  または  $\text{HNO}_3$ ) で中和後、さらに 5 mL 酸 (中和に用いた酸) を加え蒸留水で希釈した。その後、測定元素ごとの最適濃度に成るよう更にメスフラスコへ分取し、酸および蒸留水を添加して定容し供試した。尚、ICP 発光分光分析を行う際は標準添加法により測定した (上本, 2012)。

#### ③ 合成リン酸カルシウムの分析

合成リン酸カルシウムの肥料成分の分析は、肥料分析法 [農林水産省農業環境技術研究所法] (越野, 2001) に従い、定量分析を行った。肥料分析法に規定されていない成分の定量分析用検液調整は、供試試料  $1 \sim 0.5$  g をテフロンまたはガラス製ビーカーへ採取後、王水 ( $\text{HCl}$  (特級; 関東化学社製):  $\text{HNO}_3$  (特級; 関東化学社製) = 1:1) 50 mL を加えて加熱分解を行い、その後、 $\text{HNO}_3$  5 mL, 過酸化水素水 ( $\text{H}_2\text{O}_2$ , 特級; 関東化学社製) 1 mL, および過塩素酸 ( $\text{HClO}_4$ , 特級; 関東化学社製) 5 mL を順に添加し、さらに加熱分解を行った。尚、塩素 (Cl) 混入による揮散が懸念される元素は、試料  $1 \sim 0.5$  g に  $\text{HNO}_3$  10 mL 添加し、穏やかに加温溶解を行った。得られた分解または溶解物は、ろ紙 (5C, アドバンテック社製) による固液分離後、蒸留水を加えて検液 (100 mL) とした (上本, 2012)。

#### 6) 合成リン酸カルシウムの基礎的な肥料評価

得られた合成リン酸カルシウムは、リン酸全量、ク溶性リン酸、可溶性リン酸、および水溶性リン酸を測定した (越野, 2001)。また、リン酸の定量はバナドモリブデン酸アンモニウム法による吸光光度法を用いた。

## 3. 結果および考察

### 1) 下水汚泥焼却灰の組成

都南灰 A と北上灰 B (平成 22 年 7 月および同年 12 月に採取)、および西日本灰 C (平成 24 年 5 月採取) の組成分析結果を表 1 に示す。3 試料共に Si, P, Al, Ca, および Mg を主成分とし、アルカリ金属 (ナトリウム (Na), カリウム (K)), アルカリ土類金属 (ストロンチウム (Sr), Ba), 両性元素 (亜鉛 (Zn)), および金属成分 (チタン (Ti), マンガン (Mn), Fe, Cu など) を含んでいた。P は約  $0.10 \sim 0.15 \text{ kg kg}^{-1}$  程度含有し、HAP, MAP, リン酸アルミニウム、およびリン酸鉄などの形態で、P が含まれているものと推察された。また、7 月 (夏季) と 12 月 (冬季) において、12 月採取の下水汚泥焼却灰は P の含有率が低下する傾向が見られたが、Fe や Al などの成分に大きな

表1 下水汚泥焼却灰の無機成分分析結果

[試料名]	[元素記号] [単位]	Li	Be	B	C	N	Na	Mg	Al	Si
		(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(kg kg <sup>-1</sup> )	(kg kg <sup>-1</sup> )	(kg kg <sup>-1</sup> )
都南浄化センター(岩手県) 下水汚泥焼却灰 A	(H22.7採取)	<100	<100	<100	2300	<100	4.300	0.050	0.066	0.11
	(H22.12採取)	<100	<100	<100	1700	-	4.700	0.040	0.075	0.12
北上浄化センター(岩手県) 下水汚泥焼却灰 B	(H22.7採取)	<100	<100	<100	1900	100	4.600	0.052	0.075	0.12
	(H22.12採取)	<100	<100	<100	2100	-	4.600	0.066	0.076	0.10
西日本地区 下水汚泥焼却灰 C	(H24.5採取)	<100	<100	<100	-	-	3.800	0.0099	0.14	0.13

[試料名]	[元素記号] [単位]	P	S	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn
		(kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
下水汚泥焼却灰 A	(H22.7採取)	0.13	2,500	7,200	0.082	<100	4.200	<100	130	1,500
	(H22.12採取)	0.094	3,200	8,300	0.077	<100	3,200	<100	110	1,000
下水汚泥焼却灰 B	(H22.7採取)	0.11	2,800	8,100	0.074	<100	3,800	<100	110	1,200
	(H22.12採取)	0.088	4,800	6,700	0.083	<100	4,200	<100	150	1,900
下水汚泥焼却灰 C	(H24.5採取)	0.13	-	9,000	0.042	<100	3,100	<100	<100	1,000

[試料名]	[元素記号] [単位]	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se
		(kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
下水汚泥焼却灰 A	(H22.7採取)	0.068	<100	110	1,300	3,100	<500	<100	<50	<100
	(H22.12採取)	0.064	<100	100	2,200	3,100	<500	<100	<50	<100
下水汚泥焼却灰 B	(H22.7採取)	0.023	<100	<100	2,200	3,500	<500	<100	<50	<100
	(H22.12採取)	0.021	<100	<100	3,700	3,500	<500	<100	<50	<100
下水汚泥焼却灰 C	(H24.5採取)	0.014	<100	<100	1,100	1,300	<500	<100	<50	<100

[試料名]	[元素記号] [単位]	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Ru	Rh	Pd
		(kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
下水汚泥焼却灰 A	(H22.7採取)	<0.01	520	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<500
	(H22.12採取)	<0.01	630	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<500
下水汚泥焼却灰 B	(H22.7採取)	<0.01	680	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<500
	(H22.12採取)	<0.01	600	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<500
下水汚泥焼却灰 C	(H24.5採取)	<0.01	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<500

[試料名]	[元素記号] [単位]	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	Cs	Ba	Hf
		(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(kg kg <sup>-1</sup> )	(kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
下水汚泥焼却灰 A	(H22.7採取)	<100	<100	<500	<100	<100	<100	<0.01	0.013	<100
	(H22.12採取)	<100	<100	<500	<100	<100	<100	<0.01	0.021	<100
下水汚泥焼却灰 B	(H22.7採取)	<100	<100	<500	<100	<100	<100	<0.01	0.018	<100
	(H22.12採取)	<100	<100	<500	<100	<100	<100	<0.01	0.015	<100
下水汚泥焼却灰 C	(H24.5採取)	<200	<100	<500	<100	<100	<100	<0.01	0.0032	<100

[試料名]	[元素記号] [単位]	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl
		(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
下水汚泥焼却灰 A	(H22.7採取)	<100	<100	<100	<200	<100	<100	<100	<1.0	<100
	(H22.12採取)	<100	<100	<100	<200	<100	<100	<100	<1.0	<100
下水汚泥焼却灰 B	(H22.7採取)	<100	<100	<100	<200	<100	<100	<100	<1.0	<100
	(H22.12採取)	<100	<100	<100	<200	<100	<100	<100	<1.0	<100
下水汚泥焼却灰 C	(H24.5採取)	<100	<100	<100	<200	<100	<100	<100	<1.0	<100

[試料名]	[元素記号] [単位]	Pb	Bi	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd
		(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
下水汚泥焼却灰 A	(H22.7採取)	100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
	(H22.12採取)	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
下水汚泥焼却灰 B	(H22.7採取)	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
	(H22.12採取)	100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
下水汚泥焼却灰 C	(H24.5採取)	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100

[試料名]	[元素記号] [単位]	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	U	Th
		(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	(10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
下水汚泥焼却灰 A	(H22.7採取)	<100	<200	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
	(H22.12採取)	<100	<200	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
下水汚泥焼却灰 B	(H22.7採取)	<100	<200	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
	(H22.12採取)	<100	<200	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
下水汚泥焼却灰 C	(H24.5採取)	<100	<200	<100	<100	<100	<100	<100	-	-

※ 分析値は3反復の平均値であり、有効数字2桁を表示。分析感度が低い元素については有効数字1桁を表示。  
 ※ 定量下限値は設定下限値のさらに2分の1の値 (100 (10<sup>-6</sup>kg kg<sup>-1</sup>)に設定した場合は50 (10<sup>-6</sup>kg kg<sup>-1</sup>)) の測定結果により分析値を保証。  
 ※ 分析感度上、100 (10<sup>-6</sup>kg kg<sup>-1</sup>)を保証できない元素は100 (10<sup>-6</sup>kg kg<sup>-1</sup>) 以上で個々に定量下限値を設定。  
 ※ 定量結果のうち、SiおよびBaは重量法、CおよびSは燃焼赤外吸収法、Hgは吸光度測定法、Nは蒸留法+吸光度法を適用。

差は認められなかった。国内の下水汚泥焼却灰活用に関する他の報告事例においても、Si, P, Al, Fe, Ca, およびMgの元素比率が高いことが報告されている (河野ら, 2012)。

供試した下水汚泥焼却灰は、処理工程で添加される凝集剤 (Al系やFe系) の種類も反映し、都南灰A, 北上灰B, および西日本灰Cはそれぞれ茶褐色、茶灰色、およびね

ずみ色を呈していた。X線回折測定およびEPMAによる粒子の元素マッピング測定の結果、リン酸アルミニウムやリン酸鉄に基づく回折ピークが観察され(図1)、下水汚泥焼却灰中に微細な白色粒状物質が数多く含まれており、HAPまたはMAPを主とする粒子形態が認められた(佐藤ら, 2012)。

一方、肥料取締法上規制されているCd、クロム(Cr)、As、Ni、およびHgは、規制値(後述の表4に参考として併記)以下の値を示した(表1)。また、Hgをはじめとした低沸点有害金属の多くは、下水汚泥の焼成処理(約850°C)工程において揮散するものと推察された。そのほか、有害性が懸念される金属元素(テルル(Te)、タリウム(Tl)、錫(Sn)、アンチモン(Sb)、およびセレン(Se))の含有量は $1.0 \times 10^{-4} \text{ kg kg}^{-1}$ 以下を示していたが、Pb含有量は肥料取締法上の規制値( $1.0 \times 10^{-4} \text{ kg kg}^{-1}$ )前後で変動が見られた。

下水汚泥およびその焼却灰の性状は、地域の生活環境に応じて変化し易く、肥料取締法上規制されるPbなどの物質が規制値前後で変動する場合も認められるため、土壤環

境保全と食の安全確保の観点より、下水汚泥焼却灰を肥料原料として用いる場合は精製の必要が認められた。

## 2) 廃アルカリの組成

廃アルカリに含まれる主成分、廃棄物規制法上の規制対象元素、および肥料取締法上の規制対象元素の定量分析結果について表2に示す。供試した廃アルカリは平成22年9月(廃アルカリ①)、平成23年5月(廃アルカリ②)、および平成24年6月(廃アルカリ③)にそれぞれ採取したものであり、NaOH濃度換算でそれぞれ0.47, 0.65, および $0.36 \text{ mol L}^{-1}$ のアルカリ濃度を示した。電子プリント基板製品は海外輸出品へ搭載されることから、RoHS規制(EUR-Lex, 2003)に対応しており、電子プリント基板の生産工程より排出されたこれら廃アルカリ(供試材料)は、CdやHgなどの代表的な有害成分をほとんど含んでいない( $\text{Cd} < 1.0 \times 10^{-5} \text{ g L}^{-1}$ ,  $\text{Hg} < 1.0 \times 10^{-6} \text{ g L}^{-1}$ )が、Cu含有量はそれぞれ2.7, 5.7, および $2.0 \times 10^{-2} \text{ g L}^{-1}$ を示していた(表2)。

また、液体の産業廃棄物に関する国内規制値として、海洋投棄処分にあたる含有量試験基準(環境庁(省)告示第13号(産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法))が最も厳しいことから、この規制値(環境省, 2014; 以下、環告13号)を参考に廃アルカリを詳しく評価した。その結果、供試した廃アルカリはCuを平均で約 $3.5 \times 10^{-2} \text{ g L}^{-1}$ 含み、環告13号規制値の約2倍の値を示したが、Cu以外の成分は規制値以下を示した。尚、ICP発光分光分析装置による定量分析の結果、表2に示す元素以外の成分(表1に掲げる金属成分)のうち、NaおよびKを除く元素は $1.0 \times 10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ 以下であった。

一方、下水汚泥焼却灰1kgと廃アルカリ10Lを原料として得られたリン酸カルシウム(約200g)において、廃アルカリ1L中にCuが $6.0 \times 10^{-2} \text{ g L}^{-1}$ 含有(測定値最大 $5.7 \times 10^{-2} \text{ g L}^{-1}$ 含有)し、廃アルカリ10L用いて全量移行したと仮定した場合、最大0.6gのCuを合成肥料が含むため、場合によっては施肥した際の土壤汚染が深刻となる。しかし、 $0.1 \text{ mol L}^{-1}$ (NaOH)以下の濃度でアルカリ抽出を行った場合、Cuの多くは水酸化物または他元素

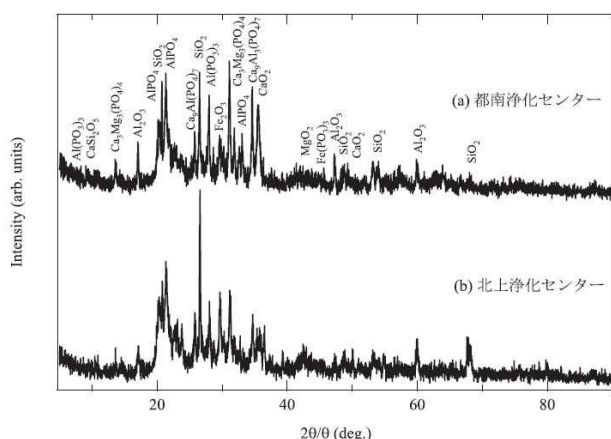


図1 下水汚泥焼却灰のX線回折パターン

※ 測定条件; X線源としてCuK $\alpha$ , 40kV, 30mA, 測定角度5~90°, 発散・散乱スリット1°, 受光スリット0.3mm, 走査速度2° min<sup>-1</sup>.

※ 粉末X線回折法による測定を実施。

※ 平成21年6月採取サンプル。

表2 廃アルカリ液(NaOH)中の無機成分分析結果

[元素記号]	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	As	Cu	Zn	Be	Cr	Ni	V	Se	アルカリ濃度
[単位]	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $10^{-3} \text{ g L}^{-1}$ )	( $\text{mol L}^{-1}$ )
[サンプル名]													
D社廃アルカリ①	<0.001	<0.01	<0.01	<0.05	0.01	27	0.05	<0.01	<0.10	<0.10	<0.20	<0.002	0.47
D社廃アルカリ②	<0.001	<0.01	0.13	<0.05	0.01	57	0.14	<0.01	0.11	<0.10	<0.20	<0.002	0.65
D社廃アルカリ③	<0.001	<0.01	0.08	<0.05	0.02	20	0.06	<0.01	<0.10	<0.10	<0.20	<0.002	0.36
[環境庁告示13号基準]	<0.025	<0.1	<1	<0.5	<0.15	<10	<20	<25	<2	<12	<15	<0.1	

[元素記号]	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)
[単位]	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )
参考【RoHS指令規制値(EU)】	$\leq 1000$	$\leq 100$	$\leq 1000$	$\leq 1000$

[元素記号]	Hg	Cd	Pb	As	Cr	Ni
[単位]	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )	( $10^{-6} \text{ kg kg}^{-1}$ )
参考【肥料取締法規制値(日本)】	$\leq 2$	$\leq 5$	$\leq 100$	$\leq 50$	$\leq 500$	$\leq 300$

※ 分析値は2反復の平均値を表示。

※ 参考として、環境庁告示13号告示(廃棄物処理法、海洋投入処分(廃アルカリ))の基準値、RoHS指令(EU)の規制値、および肥料取締法(日本)の許容値(焼成汚泥基準)を表示。

※ 廃アルカリ採取日1平成22年9月、2平成23年5月、3平成24年6月。

※ アルカリ濃度はNaOH換算濃度を表示。

との共沈(吸着)と共に抽出残渣中に捕捉され、合成肥料に銅を含まなかった(後述)。さらに、廃アルカリ 10Lに含まれる極微量の規制対象元素がリン酸カルシウム析出物(後述)へ全量移行したと仮定して試算したところ、得られた合成リン酸カルシウムに含まれる規制成分が肥料取締法上(焼成汚泥基準)の規制値(総務省行政管理局, 2014)を十分に下回ることが明らかであった。

Cuの土壤汚染に係る環境基準[農用地(田に限る)](環境省, 2014)は土壌1kgにつき125mg未満であるが、灰アルカリ法を用いてP抽出を行う場合、合成リン酸カルシウムへの重金属混入が抑制されるため、廃アルカリは合成用原料として十分に利用可能であることが認められた。

### 3) リン抽出条件の検討

試薬アルカリ濃度、抽出温度、およびP抽出液(アルカリ)中のP濃度の関係を表3に示す。廃アルカリの濃度変動幅(約0.5~1.0molL<sup>-1</sup>)でアルカリ濃度を増加させ、加温可能範囲で加熱して試験を実施した結果、濃度と温度の上昇はアルカリ抽出液のP濃度(P換算)を直線的に増加させる効果が認められたため、廃アルカリ使用時の最適抽出温度を70℃(プラント加熱可能最大温度)とした。

また、同程度濃度の廃アルカリ(0.47molL<sup>-1</sup>; NaOH換算)および試薬アルカリ(0.50molL<sup>-1</sup>)を用いたP抽出試験結果を比較したところ、P抽出率はアルカリのモル濃度と抽出温度の上昇と共に高まり、同濃度の場合P抽出に対する効果はほぼ同様であることが認められた。

しかし、下水汚泥焼却灰に含まれる全リン酸に対する抽出量を見ると、都南灰Aおよび北上灰B(平成22年7月採取)は1kgあたりそれぞれP(P換算)を130gまたは110gと総重量の約1割程度含有しているが(表1)、0.5molL<sup>-1</sup>の試薬アルカリ抽出(70℃)の場合、それぞれ約39gまたは約47g程度と、重量比でそれぞれ約0.30kgkg<sup>-1</sup>または約0.43kgkg<sup>-1</sup>程度の抽出量であり、多くのPが残渣へ残存していた。

P抽出量が0.50kgkg<sup>-1</sup>以下に留まっている理由として、岩手県内採取の下水汚泥焼却灰はHAPやMAPとしてリン酸塩の多くが存在し、アルカリに対し難溶解性を示すものと推察された。さらに、AlやFeの存在形態についても、AlやFeは含まれるが金属リン酸塩(リン酸アルミニウム、リン酸鉄ほか)としての存在割合が低く、金属酸化物としての割合が高いことも原因の一つとして推察された。実際、XRDの測定により、多くの金属酸化物(酸化鉄、酸化アルミニウムなど)に基づく回折ピークが観察されており(図1)、全リン酸塩中の金属リン酸塩の割合が低いことが認められた。

### 4) ミニプラントによるリン酸化学肥料合成

供試材料からリン酸化学肥料への主要な成分の移行を正確に把握するため、ミニプラントによるP抽出試験に用いた下水汚泥焼却灰(平成23年4月)の主要成分の分析結果について表4に示す。分析の結果、表1に記載した詳細元素分析の結果と概ね一致し、廃アルカリ、試薬アルカリ由来による重金属等の混入は認められなかった。

また、岩手および西日本地区の処理場で採取した灰は、共に約0.25kgkg<sup>-1</sup>前後のリン酸含有量(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>換算)を示したほか、Mg, Al, Fe, およびCaなど、リン酸と結合可能な金属成分の含有量において地域差が認められた。さらに、西日本灰Cは都南灰Aおよび北上灰Bに比べ、Al含有量が約2.5倍高く、一方、都南灰Aおよび北上灰Bは西日本灰Cに比べCa含有量が約3倍高かった。この差を反映して、下水汚泥焼却灰に含まれるP全量に対し、リン酸カルシウム(Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>)として回収される割合が都南灰Aおよび北上灰B(約0.15~0.18kgkg<sup>-1</sup>)に比べ、西日本灰C(約0.30kgkg<sup>-1</sup>)は高かった。これら結果より、アルカリ抽出の際、Ca結合態のリン酸抽出量は少ないが、Al結合態のリン酸抽出量は多いことを示している。

一方、肥料取締法(焼却汚泥基準)の規制成分のうち、Pbのみ規制値前後を示す場合が認められたが、他の成分は規制値以下を示した。

表3 リン抽出条件の変化に伴う抽出液中のリン(P)濃度変化

下水汚泥焼却灰	アルカリ抽出液 (molL <sup>-1</sup> )	抽出温度 (°C)	抽出液P濃度 (gL <sup>-1</sup> )	下水汚泥焼却灰	アルカリ抽出液 (molL <sup>-1</sup> )	抽出温度 (°C)	抽出液P濃度 (gL <sup>-1</sup> )
	1	70	2.25		1	70	2.60
	1	60	2.14		1	60	2.56
	1	50	2.18		1	50	2.50
	0.75	70	2.22		0.75	70	2.49
	0.75	60	2.02		0.75	60	2.50
都南灰A (H22.7月)	0.75	50	2.00	北上灰B (H22.7月)	0.75	50	2.47
	0.5	70	1.97		0.5	70	2.37
	0.5	60	1.84		0.5	60	2.40
	0.5	50	1.89		0.5	50	2.31
	廃アルカリ(0.47)	70	1.91		廃アルカリ(0.47)	70	2.38
	廃アルカリ(0.47)	60	1.79		廃アルカリ(0.47)	60	2.19
	廃アルカリ(0.47)	50	1.71		廃アルカリ(0.47)	50	2.14

※ 焼却灰300gに対しアルカリ抽出液3Lを用いて抽出。1回目および2回目それぞれの抽出液を混合後分析。

※ 値は2反復の平均値を表示。

※ 廃アルカリ表示以外、試薬アルカリ調整液を使用。

※ 廃アルカリは表2のD社廃アルカリ①を使用。



これらミニプラント試験の結果より、下水汚泥焼却灰を約  $0.35\sim 0.65\text{molL}^{-1}$  濃度のアルカリ (NaOH) へ分散し、P 抽出および固液分離後に、アルカリ抽出液中でリン酸カルシウムを沈殿合成した場合、下水汚泥焼却灰および廃アルカリ由来の不純物混入量 (共沈量) を低減し、肥料取締法上の規制対象元素の混入を抑制することが可能であった。

このように、灰アルカリ法は、酸抽出法 (2012, 工藤ら) と比較して P 抽出効率は低いが、P 抽出後の不純物除去 (高度精製) 工程を経由する必要が無く、工程が簡素である点が優れていた。さらに、県外の性状の異なる西日本灰 C と廃アルカリを用いた場合も、肥料取締法上の有害金属成分を抑制したリン酸カルシウム (肥料原料) の合成 (灰アルカリ法) が可能であることが明らかとなった。

5) ミニプラントにより得られたリン酸カルシウムの組成  
ミニプラントによる、下水汚泥焼却灰 (表 4)、試薬アルカリ、および廃アルカリ (都南灰 A および北上灰 B の

場合は表 2 の廃アルカリ②、西日本灰 C の場合は表 2 の廃アルカリ③) を原料としたリン酸カルシウムの成分分析結果を表 5 に示す。灰アルカリ法による合成肥料は、肥料取締法に掲げる有害金属成分の規制値を大幅に下回る値を示した。

また、合成肥料の Cu 含有量を分析した結果  $0.1\text{g kg}^{-1}$  以下を示し、廃アルカリ由来の Cu の混入も抑制されていた。上述の通り、Cu は土壤環境基準において規定 (土壤  $1\text{kg}$  につき  $125\text{mg}$  未満) されているが、合成したリン酸カルシウムは施肥により、土壤汚染を引き起こす危険性が無いことも明らかとなった。

一方、リン酸カルシウムは P 濃度や Ca 濃度の変化など、合成条件の違いにより組成比が変化することが知られているが (安江ら, 1993)、試薬アルカリまたは廃アルカリより得られたリン酸カルシウムは、互いにリン含有量 (組成比) が概ね一致し、他成分においても大差は見られなかった。

表 4 プラント試験に用いた下水汚泥焼却灰の主成分分析結果

[成分] [単位]	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (kg kg <sup>-1</sup> )	MgO (kg kg <sup>-1</sup> )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (kg kg <sup>-1</sup> )	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (kg kg <sup>-1</sup> )	SiO <sub>2</sub> (kg kg <sup>-1</sup> )	CaO (kg kg <sup>-1</sup> )
[試料名]						
都南灰 A (H23.3)	0.27	0.044	0.099	0.094	0.18	0.14
北上灰 B (H23.4)	0.28	0.063	0.097	0.028	0.25	0.14
西日本灰 C (H24.5)	0.24	0.016	0.26	0.027	0.23	0.056
[元素記号]						
	肥料取締法 (焼却汚泥基準) 対象元素					
[単位]	Cr (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	Ni (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	Pb (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	As (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	Cd (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	Hg (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
[試料名]						
都南灰 A (H23.3)	200	<100	100	<20	<1	<0.005
北上灰 B (H23.4)	100	<100	<100	<20	<1	<0.005
西日本灰 C (H24.5)	<100	<100	<100	<40	<2	<0.01
【肥料取締法基準】	≤500	≤300	≤100	≤50	≤5	≤2

※ 値は 2 反復の平均値を表示。

※ 参考として、肥料取締法上の許容値 (焼却汚泥基準) を表示。

表 5 ミニプラント試験により合成したリン酸カルシウムの成分分析結果

[成分] [単位]	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (kg kg <sup>-1</sup> )	CaO (kg kg <sup>-1</sup> )	SiO <sub>2</sub> (kg kg <sup>-1</sup> )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (kg kg <sup>-1</sup> )	MgO (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
[合成リン酸カルシウム試料名]						
試薬アルカリ + 都南灰 A (H23.3)	0.29	0.55	0.022	0.018	6,900	4,100
試薬アルカリ + 北上灰 B (H23.4)	0.28	0.46	0.013	0.026	6,400	2,400
試薬アルカリ + 西日本灰 C (H24.5)	0.33	0.43	0.011	0.020	5,600	3,100
廃アルカリ + 都南灰 A (H23.3)	0.30	0.52	0.018	0.010	6,100	2,700
廃アルカリ + 北上灰 B (H23.4)	0.31	0.49	0.020	0.018	6,100	2,000
廃アルカリ + 西日本灰 C (H24.5)	0.32	0.45	0.017	0.020	6,300	5,900
[元素記号]						
	肥料取締法 (焼却汚泥基準) 対象元素					
[単位]	Cr (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	Ni (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	Pb (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	As (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	Cd (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )	Hg (10 <sup>-6</sup> kg kg <sup>-1</sup> )
[合成リン酸カルシウム試料名]						
試薬アルカリ + 都南灰 A (H23.3)	<50	<50	<50	<10	<1	<0.005
試薬アルカリ + 北上灰 B (H23.4)	<50	<50	<50	<10	<1	<0.005
試薬アルカリ + 西日本灰 C (H24.5)	<50	<50	<50	<20	<2	<0.01
廃アルカリ + 都南灰 A (H23.3)	<50	<50	<50	<10	<1	<0.005
廃アルカリ + 北上灰 B (H23.4)	<50	<50	<50	<10	<1	<0.005
廃アルカリ + 西日本灰 C (H24.5)	<50	<50	<50	<20	<2	<0.01
参考【肥料取締法基準】	≤500	≤300	≤100	≤50	≤5	≤2

※ 値は 2 反復の平均値を表示。

※ 参考として、肥料取締法上の許容値 (焼却汚泥基準) を表示。

表6 肥料分析法によるリン酸カルシウム基礎評価結果

[成分]	リン酸全量	ク溶性リン酸	可溶性リン酸	水溶性リン酸
[単位]	(0.01 kg kg <sup>-1</sup> )	[対リン酸全量] (0.01 kg kg <sup>-1</sup> )	[対リン酸全量] (0.01 kg kg <sup>-1</sup> )	[対リン酸全量] (0.01 kg kg <sup>-1</sup> )
[合成リン酸カルシウム試料名]				
試薬アルカリ+都南灰 A (H23.3)	100	89	23	0.02
試薬アルカリ+北上灰 B (H23.4)	100	87	19	0.03
試薬アルカリ+西日本灰 C (H24.5)	100	82	6.1	0.38
廃アルカリ+都南灰 A (H23.3)	100	88	17	0.02
廃アルカリ+北上灰 B (H23.4)	100	88	18	0.06
廃アルカリ+西日本灰 C (H24.5)	100	93	7.7	0.63

※ 肥料分析法に準拠。

※ 値は2反復の平均値を表示。

西日本灰C由来の合成肥料(リン酸カルシウム)は、岩手県内下水汚泥焼却灰に比べP含有量が高いことが確認された。これは、焼却灰中のAl含有量が高く、相対的にリン酸と結合したリン酸アルミニウムの含有割合が高いため、アルカリ抽出によるPの抽出量が向上し、等量(都南灰Aと西日本灰Cに用いた消石灰量は同じ)のカルシウム量に対し、Pの比率が高いためと推察された。

#### 6) ミニプラントにより得られたリン酸カルシウムの肥料成分評価

得られたリン酸カルシウムのリン酸全量、ク溶性リン酸、可溶性リン酸、および水溶性リン酸の分析結果を表6に示す(越野, 2001)。都南灰Aおよび北上灰B由来のリン酸カルシウムは同様の性状を有するが、西日本灰C由来のリン酸カルシウムは可溶性リン酸値が低く、水溶性リン酸値が比較的高い。

この理由として、Caの添加量は都南灰Aおよび西日本灰Cの試験において等量であるが、リン酸カルシウム組成のうちP含有量が高いため、CaおよびPO<sub>4</sub>で構成される結晶構造が変化し、PとCaの結合力に変化が生じることで水溶性が高いと推察された(島村, 2007)。

これらの結果より、合成したリン酸カルシウムは、リン酸化学肥料の原料のみならず、肥料として直接施肥しても十分に効果が期待される。

#### 4. ま と め

リン酸化学肥料の原料(リン鉱石)の代替として下水汚泥焼却灰を活用し、さらにP抽出用資材としてアルカリ廃液(廃アルカリ)を用い、リン酸カルシウム(リン酸化学肥料原料)の合成とその特性評価を行った。

本研究において下記の成果を得た。

- ① アルカリ溶融法ほか全量溶解による詳細な定量分析を行い、Pほか構成元素を明らかにした。岩手県内2カ所および県外(西日本)の灰を比較した結果、P含有量は同程度であったが、AlおよびCa含有量が大きく異なり、灰アルカリ法によるP抽出量が異なった。また供試した下水汚泥焼却灰は、肥料取締法(汚泥肥料基準)上のPb含有量の規制値に近づく場合があり、安全な肥料を供給する上で、アルカリ抽出法(灰アルカリ法)による精製が必要であった。さらに、廃

アルカリを用いたP抽出およびリン酸カルシウム合成は、性状の異なる県内外の下水汚泥焼却の利用の可能性を認めた。

- ② 下水汚泥焼却灰からPを抽出する場合、電子プリント基板洗浄用アルカリ廃液(NaOH廃液)を試薬アルカリ抽出液の代用として利用することが可能であり、ミニプラント試験においても、リン酸化学肥料(リン酸カルシウム)合成が可能であった。
- ③ 灰アルカリ法において、アルカリ抽出液の濃度と温度の上昇と共にP抽出率が向上することから、下水汚泥焼却灰を用いたP抽出条件として、70℃抽出条件を最適とした。また、P抽出において、アルカリ廃液と試薬アルカリ液の性能を比較した結果、アルカリ廃液中の不純物の影響が認められず、アルカリ濃度が重要であることを認めた。

このように、下水汚泥焼却灰と比較的低汚染のアルカリ廃液(特別産業廃棄物)を活用することで、肥料取締法に定める有害金属を規制値以下に低減し、廃棄物のみを原料としたリン酸カルシウム(リン酸化学肥料原料)の合成が可能であることを実証した。

謝辞：本研究は、環境省「環境研究総合推進費補助金研究事業(旧 循環型社会形成推進研究事業)」の支援(H22-24)を受け実施した。本研究実施にあたり、岩手県北上川上流流域下水道事務所 間山秀信氏、岩手県職業能力開発協会 小向隆志氏、岩手大学農学部河合研究室 吉田有宏氏、岩手県工業技術センター研究スタッフ 関川貴子氏ほか、ご協力を戴いた皆様へ謝意を表します。

#### 文 献

- 上本道久 2012. ICP 発光分析・ICP 質量分析の基礎と実際。(社)日本分析化学会関東支部編、オーム社。
- 大竹久夫・長坂哲也・松八重一代・黒田章夫・橋本光史 2011. リン資源枯渇危機とはなにか。大阪大学出版会。
- 河野陽子・矢内純太・山田秀和・中島健太・安居大貴・竹部和典 2012. 下水汚泥炭化物の物性評価と植物生育量への影響の検討。土肥誌, 83, 125-132。
- 環境省, 産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法。http://www.env.go.jp/hourei/syousai.php?id=11000178
- 環境省, 土壌の汚染に係る環境基準について(別表「環境庁告示

- 46号]. <https://www.env.go.jp/hourei/01/000057.html>
- 工藤洋晃・佐々木昭仁・河合成直・佐藤佳之・阿部貴志・菅原龍江 2012. 岩手県内で排出される下水汚泥焼却灰および廃酸を用いたリン回収プロセスの検討. 土肥誌, **83**, 288-291.
- 工藤洋晃 2013. 岩手県内で排出される下水汚泥焼却灰および廃酸を用いたリン回収プロセスの検討について. 再生と利用, **37** (No.138), 61-67.
- 下水汚泥分析法改訂委員会編著 2007. 下水汚泥分析法. (公社) 日本下水道協会.
- 越野正義 2001. 第二改訂 詳細肥料分析法, p.96-106. 養賢堂.
- 佐々木昭仁・工藤洋晃・河合成直・佐藤佳之・阿部貴志・菅原龍江 2013. 高リン含有廃棄物 (塗装スラッジ) からのリン酸カルシウムの合成および特性評価. 土肥誌, **84**, 367-374.
- 佐藤佳之・小山田哲也・羽原俊祐・佐々木昭仁 2012. 岩手県の下水汚泥焼却灰の基礎性状およびアスファルト混合物用フィラーとしての適用性. J.MMIJ, **128**, 519-525.
- 島村和彰 2007. 難溶解性リン酸塩の晶析現象を利用した下水からのリン回収プロセスの開発. 早稲田大学大学院理工学研究科 博士論文. [http://dspace.wul.waseda.ac.jp/dspace/bitstream/2065/28407/7/Honbun-4395\\_04.pdf](http://dspace.wul.waseda.ac.jp/dspace/bitstream/2065/28407/7/Honbun-4395_04.pdf)
- 菅原龍江・佐々木昭仁・阿部貴志・佐藤佳之・菅原隆志・嶋 弘一・大友英嗣・工藤洋晃・河合成直・小山田哲也・羽原俊祐・晴山渉・中澤 廣・菊池明浩・森國博全・初山祥太郎・守屋由介・柳瀬 哲也 2012. 地域におけるリン含有廃棄物リサイクルの検討. 第23回廃棄物資源循環学会研究発表会講演論文集, **B8-7**, 315-316. <http://jsmcwm.or.jp/taikai2012/files/2012/11/B8-7.pdf>
- 菅原龍江・佐々木昭仁・阿部貴志・佐藤佳之・守屋由介・初山祥太郎 2012. 廃アルカリ利用によるリン回収実証試験及びリン回収プラント稼働コスト試算. 第23回廃棄物資源循環学会研究発表会講演論文集, **B8-5**, 311-312.
- 総務省行政管理局. 肥料取締法施行規則. <http://law.e-gov.go.jp/htmldata/S25/S25F00601000064.html>
- 日本工業標準調査会 2008. JISK0102 工場排水試験方法. (一社) 日本規格協会.
- Franz, M. 2012. Phosphate fertilizer from sewage sludge ash (SSA). *J. Environ. Sci.*, **24**, 1533-1538.
- 守屋由介・坪井博和・池田裕一 2009. アルカリ抽出法による下水汚泥焼却灰からのリン回収システム. 用水と排水, **51**, 833-838.
- 安江 任・荒井康夫 1993. 最近の非晶質リン酸カルシウムに関する研究. *Gypsum & Lime*, **243**, 108-116.
- EUR-Lex 2003. Directive 2002/95/EC of The European Parliament And of The Council of 27 January 2003 on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment., <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=CONSLEG:2002L0095:20100925:EN:PDF>

## Measurement of the elements of sewage sludge incineration ash and alkaline waste water, and assessment of component of phosphate and toxic elements derived from raw material in the recovered phosphate fertilizer

Teruhito SASAKI<sup>1</sup>, Hiroaki KUDO<sup>2</sup>, Yoshiyuki SATO<sup>1,3</sup>, Takashi ABE<sup>1,4</sup>,

Ryukou SUGAWARA<sup>1</sup>, Yusuke MORIYA<sup>5</sup>, Shotaro HATSUYAMA<sup>5</sup>, Naoki SOETA<sup>6</sup> and Shigenao KAWAI<sup>7</sup>

<sup>1</sup> Iwate Industrial Research Institute, <sup>2</sup> Organization of Revitalization for Sanriku-region, Iwate University,

<sup>3</sup> Present address: Iwate Prefecture Government, <sup>4</sup> Present address: Iwate Industrial Technology Junior College,

<sup>5</sup> METAWATER Co., Ltd. R&D Center, <sup>6</sup> Hitachi High-Tech Science Co., <sup>7</sup> Faculty of Agriculture, Iwate University

We examined alkaline extraction of phosphorus from sewage sludge incineration ash as a practical phosphorus recovery method for manufacturing phosphate chemical fertilizer. In addition, we examined whether alkaline wastewater can be used for the phosphorus extraction process. The extensive analysis showed that the major components of the sewage sludge incineration ash were phosphorus (0.13 kg kg<sup>-1</sup>), silicon, calcium, aluminium, iron, magnesium, barium, potassium, and sodium. The results of analysis for trace elements showed that lead content of the sewage sludge incineration ash might exceed the Japanese regulation value (1.0 × 10<sup>-4</sup> kg kg<sup>-1</sup>). Therefore, in order to prevent farmland contamination by toxic heavy metals, we chose the way to recover phosphorus from sewage sludge incineration ash rather than that to compost it. The phosphorus extraction efficiency by the alkali extraction method showed a result similar to that when it was obtained with 0.5-1.0 mol L<sup>-1</sup> solution of sodium hydroxide under 70°C. In this case, heavy metals were not detected in the extracted phosphorus fraction. When alkaline wastewater (its alkaline concentration was 0.5-1.0 mol L<sup>-1</sup>) was used instead of the sodium hydroxide solution (prepared with a commercial reagent), we obtained the same result as the case employing the commercial reagent in phosphorus extraction efficiency and contamination of heavy metals into the extracted phosphorus fraction. The employed alkaline wastewater did not contain heavy metals such as cadmium and mercury because the factory that discharged the wastewater is compliant with the Restriction of Hazardous Substances. Thus, the alkaline wastewater can be used in the phosphorus extraction process. We obtained calcium phosphate from the extracted phosphorus fraction. The obtained calcium phosphate contained 0.3 kg kg<sup>-1</sup> of phosphorus without contamination of heavy metals. Our results propose a possible strategy for producing high-quality phosphorus fertilizer from sewage sludge in combination with some industrial wastes.

**Key words:** phosphorus recovery, sewage sludge incineration ash, alkaline wastewater, alkali extraction method, phosphate fertilizer

(Jpn. J. Soil Sci. Plant Nutr., **86**, 291-299, 2015)

# 醤油用麹菌「南部もやし」の開発\*

畑山 誠\*\*、及川 和宏\*\*\*

(株)秋田今野商店より提供された種麹を候補として醤油用麹菌の選抜を行った。麹菌選抜の指標は、①高プロテアーゼ活性、②高グルタミナーゼ活性、③醤油の官能評価とした。結果、単菌で全ての特性が良好な麹菌は得られなかったが、AOK139 (*A. oryzae*) と AOK39 (*A. sojae*) の組み合わせで醸造を行うことで良質な醤油を造ることができた。この新しい種麹を「南部もやし」と命名した。

キーワード：醤油、種麹、南部もやし

## The Development of Aspergillus Fungus “Nanbu Moyashi” for Soy Sauce Brewing

Makoto Hatakeyama and Kazuhiro Ohikawa

Aspergillus fungi for soy sauce brewing are selected using the candidate spores of Aspergillus fungus provided by Akita Konno Syoten (Ltd.). The selection criteria were (1) high protease activity, (2) high glutaminase activity, and (3) sensory evaluation of soy sauce. As a result, no single fungus had all the desired properties. However, good soy sauce became available using a combination of the spores AOK139 (*A. oryzae*) and AOK39 (*A. sojae*). This new Aspergillus fungus is named “Nanbu Moyashi.”

key words : soy sauce, spore of Aspergillus fungus, Nanbu Moyashi

### 1 緒言

近年、日本の食の多様化や人口減少により醤油の出荷量は減少の一途を辿っており、醤油製造企業にとって容易に解決出来ない深刻な問題となっている。この課題を解決する糸口を掴むとともに、大手醤油メーカーとの価格競争を避ける方法を模索した。

そこで県内企業と共同で開発した微生物を醸造に用いることにより製品醤油の差別化を図ることとした。今回は醤油醸造に関わる微生物（麹菌、耐塩性酵母、耐塩性乳酸菌）のうち、醤油の味に大きな影響を与える麹菌の選抜を行った。

本試験では、(株)秋田今野商店より供与された 12 株の候補麹菌を用いて、旨味成分の多い醤油を造るためにプロテアーゼ活性とグルタミナーゼ活性が高いこと、試作醤油の官能評価が良いことの 3 つを麹菌選択の指標として製麹試験と醤油醸造試験を進めた。

### 2 実験方法

#### 2-1 原材料

大豆は、単菌仕込み試験には平成 22 年産タチナガハを複菌仕込み試験には 24 年産ナンブシロメを使用した。小麦には(株)八木澤商店の炒煎割砕小麦を食塩には並塩を用いた。製麹に使用した種麹を表 1 に示した。12 株の

表 1 醤油用種麹

No.	麹菌名	菌種
1	AOK12-2	<i>A. oryzae</i>
2	AOK39	<i>A. sojae</i>
3	AOK65	<i>A. oryzae</i>
4	AOK77	<i>A. oryzae</i>
5	AOK98	<i>A. oryzae</i>
6	AOK139	<i>A. oryzae</i>
7	AOK210	<i>A. oryzae</i>
8	AOK224	<i>A. sojae</i>
9	AOK231	<i>A. oryzae</i>
10	AOK1638	<i>A. oryzae</i>
11	AOK1641	<i>A. oryzae</i>
12	AOK1654	<i>A. oryzae</i>
13	丸福 SP-01	<i>A. oryzae</i> + <i>A. sojae</i>
14	丸福 SP-05	<i>A. oryzae</i>
15	Bioc 醤油用	<i>A. oryzae</i>
16	樋口刈-ガ' 代	<i>A. oryzae</i>

候補種麹と対照に市販種麹 4 株を用いた。

#### 2-2 原料使用量

製麹には 1 試験区大豆 750 g、炒煎割砕小麦 750 g と種麹 1 g を使用した。市販菌はメーカー指定量を使用した。

#### 2-3 原料処理

大豆を洗浄し一晚浸漬吸水させたのち、水切りしオー

\* 平成 25 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、平成 26 年度 事業化支援事業

\*\* 醸造技術部

\*\*\* 醸造技術部 (現 企画支援部)

トクレーブで121℃、45分間蒸煮した。蒸煮大豆は28℃まで放冷後、予め種麴を分散させておいた炒煎割砕小麦と混合して、45ℓのビニール袋に入れた。

#### 2-4 製麴

製麴原料を入れたビニール袋は中に空気をたっぷり入れて口を締め、設定30℃の恒温器の中に静置し、床寝せとした。2日目の盛時に麴物料を麴蓋に移し、設定温度、湿度を28℃、95%RHとしたアドバンテック製恒温恒湿器 THG102FB 内に入れ、4日麴として製麴を行った。手入れは盛、1番手入れ、2番手入れの3回行い、1番手入れの時に恒温恒湿器の温度設定を22℃に下げた。

以上が製麴の基本作業であるが、種麴により発熱速度が異なるため手入れや温度設定変更は麴の最高温度が40℃を越えないように品温上昇具合を観察しながら適宜行った。

#### 2-5 醤油諸味の仕込み

単菌仕込みは醤油麴700gを2ℓ梅酒瓶に入れ、これに20%食塩水1250ml(12水)を加えて醤油諸味とした。複菌仕込みは2種類の醤油麴をそれぞれ350g入れ、同様に塩水を加え醤油諸味とした。

#### 2-6 発酵熟成

醤油諸味の仕込み直後、醤油用乳酸菌を2ml添加した。仕込み後1ヶ月目まで諸味を15℃で静置し、その後30℃に昇温した。この時、醤油用酵母を20ml添加した。発酵熟成は5ヶ月目まで継続し、諸味の様子を観察しながら適宜攪入れを行った。

#### 2-7 諸味の濾過

熟成の終了した諸味をガラスファイバーフィルター(アドバンテック GA-100)で濾過し、生醤油と粕に分離した。

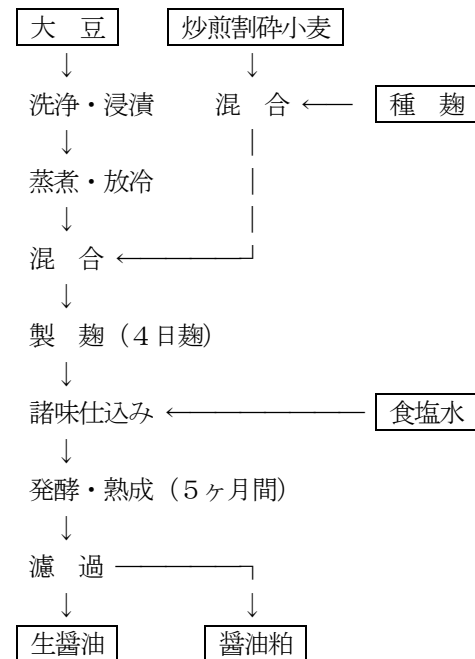


図1 醤油製造のフロー図

表2 醤油麴の酵素力価(大豆はタチナガハ使用)

No.	種麴名	水分(%)	酵素力価			
			全プロテアーゼ (U/g)	グルタミナーゼ (mU/g)	αアミラーゼ (U/g)	糖化力 (U/g)
1	AOK12-2	28.0	157	0.98	2821	408
2	AOK39	26.6	406	0.82	183	468
3	AOK65	26.4	156	0.92	5839	1198
4	AOK77	25.7	121	1.54	5095	984
5	AOK98	26.1	292	0.56	1993	963
6	AOK139	26.4	121	4.11	4575	1673
7	AOK210	27.5	373	0.64	1994	1052
8	AOK224	26.7	312	3.14	150	500
9	AOK231	25.6	159	1.36	6336	1246
10	AOK1638	26.9	159	0.19	5431	1042
11	AOK1641	24.7	181	0.75	6177	1279
12	AOK1654	26.8	190	1.87	6220	1246
13	SP-01	27.6	185	1.40	1478	856
14	SP-05	26.4	258	0.63	2014	1030
15	Bioc	25.7	205	1.06	1850	1005
16	スーダヤ	26.4	304	0.62	2235	1005
No.13-16 平均値		26.5	238	0.93	1394	974

醤油用種麹「南部もやし」の開発

表3 醤油（単菌仕込み）の分析値と官能評価

No.	種麹名	色度	全窒素分(%)	食塩分(%)	グルコース(g/L)	pH	グルタミン酸(mmol/L)	きき味評点
1	AOK12-2	24	1.34	15.6	0.73	4.70	84	3.0
2	AOK39	26	1.37	15.0	1.13	4.66	104	2.8
3	AOK65	22	1.44	15.8	0.57	4.66	89	2.7
4	AOK77	22	1.36	15.9	0.64	4.71	90	2.8
5	AOK98	24	1.40	15.8	0.50	4.88	84	2.7
6	AOK139	24	1.36	16.1	0.65	4.69	92	2.6
7	AOK210	24	1.42	15.8	0.51	4.84	87	2.6
8	AOK224	26	1.39	15.8	1.30	4.90	116	4.3
9	AOK231	24	1.37	16.2	0.64	4.66	88	2.5
10	AOK1638	24	1.37	16.0	0.58	4.68	71	3.4
11	AOK1641	22	1.43	15.9	0.59	4.67	90	2.9
12	AOK1654	24	1.37	15.9	0.59	4.67	88	3.2
13	SP-01	22	1.40	15.9	0.69	4.91	85	2.9
14	SP-05	26	1.37	15.7	0.58	4.88	72	3.0
15	Bioc	24	1.34	16.0	0.75	4.86	79	3.0
16	スリーダイヤ	24	1.33	15.8	0.52	4.87	82	2.7

表4 醤油（複菌仕込み）の分析値と官能評価

No.	種麹名	色度	全窒素分(%)	食塩分(%)	グルコース(g/L)	pH	グルタミン酸(mmol/L)	きき味評点
1	AOK139 + 39	22	1.36	15.3	0.42	4.86	109	2.4
2	AOK139 + 224	24	1.39	15.3	0.41	4.91	91	2.4
3	AOK210 + 39	20	1.42	15.1	0.41	5.12	98	3.8
4	AOK210 + 224	24	1.41	15.5	0.41	5.13	96	3.6
5	AOK231 + 39	22	1.38	15.3	0.40	4.92	89	2.4
6	AOK231 + 224	24	1.36	15.3	0.39	4.95	97	2.2

\* きき味評点は1～5点で採点し、平均点が小さい方が香味に優れた醤油である。

表5 醤油（複菌仕込み）のアミノ酸量

No.	種麹名	旨味アミノ酸 (mmol/L)	甘味アミノ酸 (mmol/L)	苦味アミノ酸 (mmol/L)	(旨味+甘味) 苦味
1	AOK139 + 39	153	113	193	1.38
2	AOK139 + 224	130	94	171	1.31
3	AOK210 + 39	145	111	214	1.19
4	AOK210 + 224	142	109	213	1.17
5	AOK231 + 39	129	98	182	1.24
6	AOK231 + 224	142	105	200	1.24

\* 旨味アミノ酸はグルタミン酸、アスパラギン酸の和、甘味アミノ酸はグリシン、アラニン、プロリン、セリンの和、苦味アミノ酸はフェニルアラニン、チロシン、アルギニン、イソロイシン、ロイシン、バリン、メチオニン、リジンの和である。

2-8 分析

麹の水分と全プロテアーゼの分析はしょうゆ試験法<sup>1)</sup>に従った。糖化力とαアミラーゼ測定にはキッコーマンの醸造分析キットを用いた。グルタミンナーゼ活性は、ヤマサL-グルタミン酸測定キットIIを用いて測定した。

醤油の全窒素は、Tecator社製KJELTEC AUTO SAMPLER SYSTEM 1035 Analyzerを用いて分析した。アミノ酸は、

(株)日立製作所製アミノ酸アナライザーL-8900型で分析した。グルコースは、(株)アットウィル製全自動糖分析装置GA05で分析した。色度、食塩分、pHはしょうゆ試験法<sup>1)</sup>に従い分析を行った。

2-9 官能評価

9名のパネラーによる5点法で醤油のきき味を行った。

### 3 実験結果および考察

#### 3-1 単菌仕込み

麴の酵素力価を表2に、醤油の分析値と官能評価の結果を表3に示した。

全プロテアーゼ活性はAOK39、AOK210とAOK224で高く、グルタミナーゼ活性は、AOK139とAOK224で高かった。AOK39とAOK224で $\alpha$ アミラーゼが著しく低かった。

醤油成分では、AOK39とAOK224のグルコースとグルタミン酸が高かった。グルコース含量が高いのは糖の消費が少ないとされる *A. sojae* のためと考えられる。AOK139では麴のグルタミナーゼ活性が高いにもかかわらず醤油のグルタミン酸量は低かった。ペプチド末端に作用するエキソ型酵素であるグルタミナーゼは多いが、全プロテアーゼが低いことからタンパク質全体に作用するエンド型酵素の活性が低かったと考えられる。このことからグルタミン酸量が多い醤油を造るには、全プロテアーゼ活性とグルタミナーゼ活性の両方がバランス良く必要であることが示唆された。

醤油の官能評価の高いAOK139、AOK210、AOK231は全て *A. oryzae* であった。全プロテアーゼ活性が高く、グルタミン酸含量も高い *A. sojae* (AOK39、AOK224) の醤油は必ずしも評価が高くなかった。

結果として、単菌で高プロテアーゼ活性、高グルタミナーゼ活性、良好な官能評価のすべてを満たす麴菌はなかった。

#### 3-2 複菌仕込み

醤油の官能評価が良好であった *A. oryzae* 3株 (AOK139、AOK210、AOK231) と全プロテアーゼ活性が高く醤油中のグルタミン酸量が多い *A. sojae* 2株 (AOK39、AOK224) を組み合わせて醤油を醸造した。その醤油の分析値と官能評価を表4に示した。

その結果、AOK139とAOK231を使った醤油4点は単菌で造った醤油より評価が良好であった。AOK210を使った醤油2点は評価が劣った。評価の良かった4点でさらに官能試験を行ったところ、9名のパネラーのうち5名がAOK139とAOK39の組み合わせを一番良質な醤油に選んだ。

AOK139とAOK39で造った醤油はグルタミン酸量が一番多い。しかし全アミノ酸量を示す指標である全窒素量や甘味成分であるグルコース量が多いわけではない。また

AOK231の醤油は官能評価の劣るAOK210の醤油よりグルタミン酸量は少ない。これらのことから官能評価に影響する要因は他にあるものと考えられた。

旨味アミノ酸、甘味アミノ酸、苦味アミノ酸の各総量と苦味アミノ酸量に対する旨味と甘味アミノ酸量の和の比を表5に示した。官能評価の劣るAOK210の醤油は、旨味や甘味アミノ酸量が少ないのではなく、それらに対し相対的に苦味アミノ酸量が多い。逆にAOK139とAOK39を組み合わせた醤油は苦味アミノ酸量に対して相対的に旨味と甘味のアミノ酸量が多い。これがAOK139とAOK39を組み合わせた醤油の官能評価が良好な理由と推測された。

### 4 結 言

(株)秋田今野商店より提供された候補麴菌を用いて製麴試験と醤油醸造試験を行った。麴菌選抜の指標をプロテアーゼ活性とグルタミナーゼ活性が高く、試作醤油の官能評価が良好なこととした。

高プロテアーゼ菌はAOK39、AOK210、AOK224、高グルタミナーゼ菌はAOK139とAOK224、官能評価の高い菌はAOK139、AOK210、AOK231であった。しかし、全て良好な特性を示す単菌は存在しなかった。

そこで官能評価の良好な *A. oryzae* 3株 (AOK139、AOK210、AOK231) とグルタミン酸の多い *A. sojae* 2株 (AOK39、AOK224) を組み合わせて醤油醸造を行った。その結果、AOK139 (*A. oryzae*) とAOK39 (*A. sojae*) の組み合わせが醤油醸造に適する麴菌として選ばれた。この組み合わせで造った醤油は苦味アミノ酸量に対して相対的に旨味と甘味のアミノ酸量が多いことが判った。

この新しい醤油用種麴は岩手みそしょうゆ学びの会により「南部もやし」と命名された。

### 謝 辞

本試験を実施するにあたり種麴菌を快く提供していただいた(株)秋田今野商店様に深く感謝いたします。

### 文 献

- 1) しょうゆ試験法：財団法人日本醤油研究所 (1986)

# 岩手オリジナル清酒酵母の開発\*

中山 繁喜\*\*、米倉 裕一\*\*、佐藤 稔英\*\*

既存の吟醸酒酵母と異なる風味を醸し出し発酵力の優れた岩手オリジナル清酒酵母を目指し開発に取り組んだ。岩手2号由来の泡無化酵母は、「きょうかい7号」酵母より発酵が早く酸生成が低くて特徴ある香りの清酒を造る酵母であった。県内酒蔵場での試験醸造でも高評価が得られ、実用化が期待される。

**キーワード：清酒酵母、酵母育種、低酸性**

## Development of *Iwate* original sake yeast

Shigeki Nakayama, Yuichi Yonekura and Naruhide Sato

We are developing an *Iwate* original sake yeast and emphasizing a novel sake taste and excellent fermentation. Using the non-foaming yeast from *Iwate-2gou*, we select yeast with early fermentation, low acid product, and the desired characteristic odor. This yeast received higher evaluations in brewing tests and is expected to be put into practical use.

**key words : sake yeast, yeast strains, low acidity**

### 1 緒言

当センターでは県オリジナル酵母として、「岩手吟醸2号」、「ジョバンニの調べ」、「ゆうこの想い」を開発し、現在多くの酒蔵場で使用されている。これら酵母は、華やかな吟醸香を生成する酵母である。一方、岩手県では吟醸酒が注目される以前の昭和40年から50年代にかけ、「岩手2号」、「同3号」と呼ばれる酵母を頒布していた。しかし、酒造現場では作業性に優れた泡無酵母の使用が増え、公益財団法人日本醸造協会が頒布する泡無酵母に移行していった。

著者らは吟醸酵母と異なる新たな県オリジナル酵母の開発を目指し、当所で保存していた「岩手2号」「同3号」酵母を泡無化し、発酵試験、小仕込試験を行った結果、2号酵母から有望株を取得することができた。この株は酒造現場での実地醸造でも良好であったので、このことについて報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 発酵試験

岩手2号酵母の泡無株5株(2-3、2-8、2-9、2-10、2-12)と酒造現場で広く使われている「きょうかい7号」および「同701号」を用い、各々の酵母毎に総米300gの発酵試験を行った(表1)。仕込みは酵母仕込みによる前日水麴法とした。容器は1Lトールビーカーを用い恒温機内に水を張り温度管理を行った。原料米は、岩手県協同精米所で精米した25年産「吟ぎんが」精米歩合55%を用い、製麴では岩手県オリジナル麴菌「黎明平泉」(榊秋田今野商店製)を使用した。

表1 総米300g発酵試験の仕込配合(g)

	水麴	初添	仲添	留添	計
総米	18	36	93	153	300
蒸米	0	36	75	129	240
麴米	18	0	18	24	60
汲水	75	0	117	228	420

・水麴：汲水に $2 \times 10^7$  cells /mlになるように培養酵母を添加した。

#### 2-2 小仕込試験

前述の2-1発酵試験で良好と判定した酵母については、引き続き総米30kg小仕込試験を行った(表2)。酒母を省略したアンプル仕込みとし、容器は100Lステンレスタンクを用い室温および保温マットにより温度管理を行った。原料米は、岩手県協同精米所で精米した25年産吟ぎんが精米歩合55%を、種麴は「黎明平泉」(榊秋田今野商店製)を使用した。分析は、国税庁所定分析法<sup>1)</sup>に準じて行った。官能評価は岩手県工業技術センター職員等5名で行った。

表2 総米30kg小仕込試験の仕込配合(kg)

	水麴	初添	仲添	留添	計
総米	1.7	3.7	8.6	16	30
蒸米	0	3.7	6.7	13.6	24
麴米	1.7	0	1.9	2.4	6
汲水	5	3	12	19	39

・水麴：汲水に500mlの酵母培養液を添加した。

\* 平成25年度 基盤的・先導的技術研究開発事業、平成26年度 技術シーズ形成研究事業(発展ステージ)

\*\* 醸造技術部



表3 泡無酵母の発酵試験

酵母	アルコール分 (%)	日本酒度	酸度 (ml)	グルコース (%)	酢酸エチル (ppm)	酢酸イソアミル (ppm)	カプロン酸エチル (ppm)	アルコール取得率 (%)	粕歩合 (%)
2-3	19.0	+11	2.5	0.7	58	3.6	0.9	29.4	52.0
-8	19.2	+9	2.5	0.9	71	4.3	1.1	29.6	54.0
-9	19.1	+8	2.4	1.0	65	3.8	1.1	29.3	53.1
-10	19.5	+9	2.5	0.9	75	4.3	1.0	30.6	52.3
-12	19.4	+9	2.6	1.0	76	4.3	1.0	30.3	53.9
K701*1	18.9	+6	2.4	1.1	71	3.5	1.0	29.1	51.9
K7*2	18.2	+7	2.5	1.0	51	2.2	1.6	27.3	59.1

\*1:「きょうかい701号」、\*2:「きょうかい7号」

表4 選抜酵母の小仕込み試験

酵母	アルコール (%)	日本酒度	酸度 (ml)	アミノ酸度 (ml)	グルコース (%)	酢酸エチル (ppm)	酢酸イソアミル (ppm)	カプロン酸エチル (ppm)	醸日数 (日)	アルコール取得率 (%)	粕歩合 (%)
2-8	17.2	-1	1.9	1.2	0.03	66	4.8	1.1	22	328	38.0
2-9	17.1	-1	1.9	1.2	0.04	51	3.5	0.8	21	313	41.5
K7*	16.8	±0	2.3	1.2	0.04	47	2.5	2.6	24	324	41.7

\*:「きょうかい7号」

### 3 実験結果および考察

#### 3-1 泡無酵母の発酵試験

供試菌株と対照の「きょうかい701号」「きょうかい7号」酵母を用いて総米300gの発酵試験を行った。製成酒の成分と歩合を表3に示す。供試株全般にアルコール分、日本酒度およびアルコール取得率が対照より高く、どの酵母も十分な発酵力を有していた。

製成酒の官能評価では、2-8、2-9株が特徴的な芳香があり綺麗な酒質であったので、この2株を有望株とした。

#### 3-2 泡無酵母の総米30kg仕込み試験

発酵試験で評価が良い2-8、2-9株と対照の「きょうかい7号」酵母を用いて総米30kgの発酵試験を行った。製成酒の成分と歩合を表4に示す。供試2株は対照に比べ、醸日数が短くても製成酒のアルコール濃度が高い等発酵が早く、酸度が低かった。また、酢酸イソアミルやカプロン酸エチル等の香気成分濃度は、それぞれ異なるバランスであった。

製成酒の官能評価の結果を表5に示す。評価が最も良かったのは2-9株であった。味の幅があり後味の良さが評価された。2-8株は醪が前急型に進み、味乗りが薄く渋味が浮いて「きょうかい7号」酵母より評価が劣った。香りは両者とも「きょうかい7号」酵母と異なる個性的な香りであった。香りについては今後解析を進める予定である。

表5 30kg仕込み試験での製成酒評価

酵母	評価	コメント
2-8	3.3	軽快な味、味細い、渋味、香りの特徴
2-9	2.3	味の幅がある、後味良、柔らかな香り
K7	3.0	酸味、綺麗な旨味、エステル香

評点:1良い 2普通 3欠点有り 評価者3名の平均

#### 3-3 岩手2号泡無し酵母の実地醸造

評価が良かった2-9株については、県内企業2社に協力を依頼し、通常の蔵での仕込み方法で試験醸造を行った。製造担当者の所見や状況を表6にまとめた。我々が行った小仕込試験とほぼ同様に発酵が順調で製成酒の酸度が少なく特徴ある香りがあるという感想があり良好であった。

表6 実地醸造での所見

酵母	コメント
2-9	A社:酸度、アミノ酸度が低い。 香りに特徴あり味は既存酵母より良い
	B社:爽やかな香り、この酵母を使い続けたい。

### 4 結 言

本研究では、新たな清酒用酵母を開発するため、泡無し化した岩手2号酵母の中から選抜を試みた。その結果、岩手2号由来酵母から、発酵力が強く、酸生成が少なく、特徴ある香りを生成する酵母を選抜することができた。企業での実地醸造でも「既存酵母より良い味」「この酵母を使い続けたい」等の肯定的な意見が出された。

今後は、岩手の新酵母として普及させる予定である。

### 文 献

- 1) 注解編集委員会編:第4回改正国税庁所定分析法(1993)

# 酒造好適米「結の香」の精米試験\*

佐藤 稔英\*\*、中山 繁喜\*\*、米倉 裕一\*\*

近年、米の特長をより引き出した清酒の評価が高まっており、『結の香』の心白が小さく米粒中心に発現する特長を生かした高精白醸造を望む声が上がってきている。そこで精米歩合 30%までの精米試験を行った結果、精米歩合 40%の『山田錦』よりも無効精米歩合が低く、良好な白米を得ることができた。

**キーワード：酒造好適米、結の香、精米試験**

## Polishing Test of Sake Rice *Yuinoka*

Naruhide Sato, Shigeki Nakayama and Yuichi Yonekura

Several features are desired in sake rice. In particular, the strength of the rice grain is important for brewing high-quality sake. In this study, to clarify the suitability of *Yuinoka* for brewing high-quality sake, we submit *Yuinoka* to polishing tests. The results reveal that the unavailable ratio of *Yuinoka* is less than that of *Yamadanishiki*. This advantage of *Yuinoka* is because of its small white-core region.

**key words : sake rice, *Yuinoka*, polishing test**

### 1 緒言

清酒のアルコール分や酸味、甘味や旨味は、米由来のデンプンおよびタンパク質から米麴の酵素による作用や酵母の発酵によりもたらされる。「米」は清酒造りの重要な原料であり、米の分解生成物を起点として発酵が始まることを鑑みると、米質が清酒の酒質に与える影響は非常に大きい。しかし、米には製品へ直接移行するような特徴的な香味は無く、また、清酒の製造工程は極めて複雑で、工程管理が酒質の良否に直接影響するため、酒造用としての米の良否判定も工程管理の難易に関係するところが大きい。一般的に酒造用米の適否の判定基準として

- ① 蒸しが容易で良い蒸米ができること
- ② 麴菌の破精込みが良いこと
- ③ 溶解糖化のよいこと
- ④ 大粒で心白のある軟質米
- ⑤ 粗タンパクおよび脂肪分が少ないこと

が挙げられ、以上の項目をクリアした米は酒造好適米と呼ばれる。また、特に吟醸酒に代表される特定名称酒に用いられる酒造好適米は、米質のみならず精米方法の巧拙による白米品質のバラツキが大きくなりがちで、精米特性も酒造好適米の重要な性質と考えられている。

『結の香』は岩手県で平成 24 年度に品種登録された酒造好適米で、精米歩合 40%の純米大吟醸酒が製造されている。選抜試験において酒造特性を第一に精米特性も含めて検討され、搗精時の碎米、醸造工程での浸漬裂傷の

発生が低く抑えられる品種およびその栽培条件を見出した。その結果、醗工程では必要以上に溶解せず、雑味が少なく端麗でスッキリ、凜とした酒質になりやすい酒造好適米として高い評価を得ている。近年、米の特長をより引き出した清酒の評価が高まっており、『結の香』の心白が小さく米粒中心に発現する特長を生かした高精白醸造を望む声が上がってきている。そこで本研究では精米歩合 30%までの精米試験を行い、搗精時の千粒重および無効精米歩合の分析を行ったので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料と処理方法

試料玄米は平成 26 年度奥州市産の『結の香』を用いた。また、対照として平成 26 年度兵庫県産『山田錦』を用いた。搗精は(株)サタケ社製小型精米機 NDB-15A を装填ロール#70 で使用し、張り込み玄米 600kg を見かけ精米歩合 30%まで精白した。搗精条件は表 1 に示すとおりである。

#### 2-2 評価方法

玄米の分析は酒造用原料米全国統一分析法<sup>1)</sup>に準じて分析した。また、玄米の胴割れ・未熟粒の判定は(株)サタケ社製穀粒判別機RGQI-10Aを使用し、玄米の心白測定は当センターで開発された「RiceCheck1」プログラムを用いた<sup>2)</sup>。精白米の評価は千粒重を測定し、無効精米歩合を算出した。

\* 平成 26 年度 共同研究

\*\* 醸造技術部

表1 搗精条件

設定値					
搗精ステップ	精米歩合 (%)	回転数 (rpm)	電流値 (A)	流量弁開度	万石開度
1		920		1	5
2	95	970	18.5	2	5
3	90	920	19.5	3	5
4	85	860	17.5	3	4
5	80	810	16.0	3	3
6	75	750	14.5	2	3
7	70	740	14.0	2	3
8	62	720	13.5	2	3
9	54	700	13.0	2	2
10	46	680	12.5	2	2
11	38	660	12.0	2	1
12	30	650	12.0	2	1

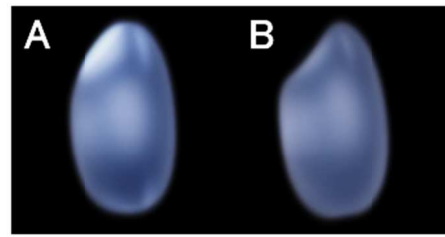


図1 心白測定結果  
A : 結の香 B : 山田錦

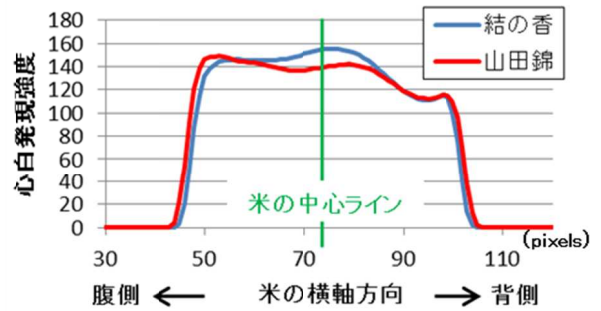


図2 心白発現量解析結果

### 3 実験結果

#### 3-1 原料米分析結果

今回試験した原料米分析結果を表2に、穀粒判別機での分析結果を表3に示す。平成26年度の岩手県内の気象は登熟期以降の日照時間が平年を下回って経過し、登熟はやや不良となったことから『結の香』の千粒重は平成25年度に比べてやや低下した。また、登熟期以降の気温は全国的に低めに推移したことから、『結の香』、『山田錦』ともに奥田らの報告<sup>3,4)</sup>の通り、Brix値が増加した。さらに『結の香』は平成25年度に比べて70%搗精時の粗タンパク質は低下したものの砕米率はやや増加した。平成25年度に比べて胴割粒の割合が減少したものの、未熟粒の割合が増加したためと考えられる。

#### 3-2 原料心白測定結果

『結の香』と『山田錦』の千粒加算平均画像を図1に、加算平均画像の縦軸中心位置の心白発現量解析結果につ

いて図2に示す。『結の香』は『山田錦』に比べてやや腹側に発現する心白発現強度が低く、米粒中心の心白発現強度が高かった。近年の醸造技術の進歩などから、従来ほど心白発現を重要視しない傾向があるものの、高精白に耐えるためには心白の発現位置に偏りが少なく、米粒の中心に発現することが望ましい。『結の香』は選抜試験過程から精米特性を考慮して米粒中心に心白を発現する施肥方法等が検討されてきた<sup>5)</sup>。本結果は『結の香』の特性が普及後も維持されていることを示している。

表2 原料米分析結果

	品種名	産地	等級	玄米	無効	砕米率	20分	120分	蒸米	Brix	アミノ酸	粗タンパク
				千粒重	精米率		吸水率	吸水率	吸水率			
				(g)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(ml)	(%)
H26年度	結の香	前沢	3等	24.2	2.6	6.2	26.5	27.7	34.4	11.1	0.7	4.0
	山田錦	兵庫	特等	27.5	-0.5	4.3	27.6	28.6	35.3	11.2	0.6	3.8
H25年度	結の香	前沢	3等	24.7	0.7	2.8	25.5	27.0	34.3	10.1	0.9	4.5
	山田錦	兵庫	特等	27.1	1.4	7.4	28.4	29.0	37.6	10.6	0.7	4.3

表3 穀粒判別機の分析結果

	品種名	心白粒数	無心白粒数	未熟粒	砕粒	胴割粒	その他被害粒	合計
H26年度	結の香	282	394	293	9	6	16	1000
	山田錦	179	430	280	12	99	0	1000
H25年度	結の香	109	652	161	1	72	5	1000
	山田錦	410	340	245	0	1	4	1000

### 3-3 精米試験結果

表4に『結の香』の搗精経過、表5に搗精結果を示す。既に対照となる『山田錦』の心白発現強度が腹側に強いことが明らかであったため、無効精米歩合の増加を抑えるために搗精時の最高品温30℃を上限として搗精を進行させた。その結果、『結の香』の搗精結果は『山田錦』と比較すると非常に良好で、精米歩合40%の『山田錦』よりも精米歩合30%の『結の香』の無効精米歩合は低くなった。無効精米歩合が低くなった理由としては『結の香』の心白発現位置が『山田錦』と比較して中心部に小さく発現するために搗精時の碎米が発生しにくいためと推察された。

一方、精米時間は精米歩合40%以降の搗精に長時間を要する結果となった。通常の搗精ではロール#60で精米歩合40%まで最高品温35℃を上限として50~65時間程度で終了する。今回の試験では、白米を緩やかに搗精する目的でロール#70を使用し、搗精時の碎米増加を抑えるために電流値を低めに設定して最高品温を増加させない条件で搗精を行ったため、白米品質は良好であったものの搗精時間が長時間化したものと考えられた。

現在の搗精は全国的に見ても共同精米が多く省エネおよびコストの面から短時間化が求められるため、白米品質を落とさずに搗精時間を短くする搗精条件の検討が今後の課題として挙げられた。

表4 『結の香』の搗精経過

搗精 ステップ	測定値				各ステップ 所要時間	
	重量 (kg)	品温 (℃)	外気温 (℃)			
1	600	13	14		0 H	14 M
2	570	22	15		1 H	48 M
3	541	25	15		1 H	15 M
4	513	27	14		3 H	26 M
5	482	26	14		5 H	29 M
6	459	26	15		11 H	41 M
7	421	27	14		11 H	51 M
8	375	24	12		10 H	55 M
9	325	24	13		11 H	18 M
10	280	22	13		13 H	15 M
11	229	25	14		13 H	32 M
12	180	23	14		21 H	29 M
			合計		106 H	13 M

表5 精米試験の結果

	精米歩合 (%)	千粒重 (g)	無効精米歩合 (%)
結の香	30	8.53	5.20
	40	10.85	4.80
山田錦	40	12.61	5.84

### 4 結 言

本研究では、『結の香』の特長をより引き出した清酒製造を目指すため精米歩合30%までの精米試験を試みた。その結果、精米歩合40%の『山田錦』よりも無効精米歩合が低く、良好な白米を得ることができた。これは『結の香』選抜時から検討されてきた「米粒中心部に小さく発現する心白」という、高い精米特性を普及後も維持しているためと考えられる。

今後は、白米品質を落とさずに搗精時間を短くする搗精条件の検討を行い、安定して高品質の白米流通させることで『結の香』の特長をより引き出した製品開発につなげていきたい。

### 文 献

- 1) 酒米研究会：酒造用原料米全国統一分析法（1996）
- 2) 佐藤稔英、米倉裕一、中山繁喜：酒造好適米『結の香』の心白発現と醸造特性、地方独立行政法人岩手県工業技術センター 成果集、p25（2014）
- 3) M. Okuda, K. Hashizume, I. Aramaki, M. Numata, M. Joyo, N. Goto-Yamamoto, S. Mikami：Influence of Starch Characteristics on Digestibility of Steamed Rice Grains under Sake-making Conditions, and Rapid Estimation Methods of Digestibility by Physical Analysis, *J. Appl. Glycosci.*, 56, p185-192（2009）
- 4) 奥田将生、橋爪克己、沼田美子代、上用みどり、後藤奈美、三上重明：気象データと原料米の酒造適正との関係、醸協 104, p699-711（2009）
- 5) 菅原浩視、阿部陽、川代早奈恵：大吟醸酒原料向け水稻品種「岩手酒 98 号」の育成、平成 23 年度 岩手県農業研究センター試験研究成果書、普-03-1（2011）

地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告  
平成 28 年 2 月 第 18 号

Journal of Local Independent Administrative Agency  
Iwate Industrial Research Institute  
2016 February Vol.18

発行 平成 28 年 2 月 18 日

地方独立行政法人岩手県工業技術センター

〒020-0857 岩手県盛岡市北飯岡 2-4-25

TEL: 019-635-1115

FAX: 019-635-0311

ホームページ URL: <http://www.pref.iwate.jp/~kiri/>

お問い合わせ E-mail: [CD0002@pref.iwate.jp](mailto:CD0002@pref.iwate.jp)