



道總研

ISSN 0441-7402

CODEN HOKSA 9

# 北海道立総合研究機構 工業試験場報告

Reports  
of  
the Hokkaido Industrial Research Institute

(No.311)

2012

地方独立行政法人 北海道立総合研究機構  
産業技術研究本部

工業試験場

## 目 次

### 一般論文

1	カラマツ大径材のための形状計測システムの開発	高橋 裕之, 本間 稔規, 飯島 俊匡 …………… 1 伊藤 洋一, 佐久間澄夫, 石河 周平 白川 真也
2	FPGAを用いたリアルタイムステレオビジョンセンサの開発	大村 功, 三田村智行, 堤 大祐 …………… 7
3	画像情報処理の高速化のためのソフトウェア設計と実装に関する研究	飯島 俊匡, 本間 稔規, 高橋 裕之 …………… 15 橋場 参生
4	画像処理による道産カラマツ材格付け評価システム	高橋 裕之, 飯島 俊匡 …………… 23
5	水を利用したマイクロ化学プロセスによる道産資源の高機能化	松嶋景一郎, 浦 晴雄, 鎌田 樹志 …………… 31 内山 智幸, 成田 正直, 武田 忠明 清水 英樹, 河野 慎一, 柿本 雅史
6	X線CTシステムを用いた三次元形状評価	相山 英明, 田中 大之, 万城目 聡 …………… 39 片山 直樹, 宮腰 康樹, 高橋 英徳 中嶋 快雄, 金井 理, 伊達 宏昭 溝口 知広, 北原総一郎, 根本 英希
7	ホタテ貝殻/ポリプロピレン複合材料の特性評価	吉田 昌充, 山岸 暢, 金野 克美 …………… 45 大市 貴志, 内山 智幸
8	歯のバイオリサイクル医療技術の開発と応用	赤澤 敏之, 執行 達弘, 野村 隆文 …………… 51 稲野 浩行, 板橋 孝至, 山岸 暢 中村 勝男, 日高 青志, 万城目 聡 三津橋浩行, 高橋 徹, 村田 勝 長野 二三, 田崎 純一, 飯田 俊二 柏崎 晴彦, 大久保直登, 柴田 智裕 菊地 雅彦
9	熱ナノインプリント法による微細回路形成技術の開発	斎藤 隆之, 片山 直樹, 見山 克己 …………… 61
10	大気圧プラズマを用いた表面処理と応用	片山 直樹, 斎藤 隆之 …………… 67
11	デザイナーと依頼企業の合意形成を支援する手法の開発	日高 青志, 万城目 聡 …………… 73
12	生体情報による生活モニタリング技術	桑野 晃希, 中島 康博, 前田 大輔 …………… 83 吉成 哲



13 粉末R P 鋳型による迅速鋳造プロセスの実用性向上	戸羽 篤也, 稲野 浩行, 平野 繁樹 ……………	89
14 溶湯熱を利用したアルミ合金鋳物の複合化	戸羽 篤也, 高橋 英徳, 片山 直樹 ……………	99
15 高精度 5 軸加工のためのCAD/CAM活用技術と関連技術	安田 星季, 戸羽 篤也, 櫻庭 洋平 …………… 岩越 睦郎, 中村 勝男	109
16 レーザ溶接の品質に及ぼす溶接姿勢の影響に関する研究	櫻庭 洋平, 安田 星季, 三戸 正道 …………… 宮腰 康樹, 中嶋 快雄, 相山 英明	117

## 研究ノート

1 超高周波領域センシング技術に関する基礎的研究	宮崎 俊之 ……………	125
2 院内機器の位置同定・管理システムに関する研究	高橋 裕之, 本間 稔規, 飯島 俊匡 …………… 波 通隆	129
3 小径管検査ロボットの位置認識技術	多田 達実, 鈴木 慎一 ……………	133
4 小型燃料電池の寒冷地対策技術	白土 博康, 保科 秀夫, 富田 和彦 ……………	139
5 マンガン酸化物被着る材を用いたアンモニウムイオン・クロ ラミンの除去	浅野 孝幸 ……………	145
6 層状粘土鉱物を利用したメソポア材料の開発	野村 隆文, 執行 達弘, 吉田 憲司 …………… 橋本 祐二, 板橋 孝至, 赤澤 敏之 工藤 和彦	151

## CONTENTS

### Regular Paper

- 1 Development of the Shape Measurement System for Large-diameter Japanese Larch ..... 1  
Hiroyuki TAKAHASHI, Toshinori HONMA, Toshimasa IIJIMA, Youichi ITO  
Sumio SAKUMA, Shuhei ISHIKO, Shinya SHIRAKAWA
- 2 Development of the Real-time Stereo Vision Sensor using an FPGA ..... 7  
Isao OHMURA, Tomoyuki MITAMURA, Daisuke TSUTSUMI
- 3 Study on Software Design and Implementation for Acceleration of Image Processing ..... 15  
Toshimasa IIJIMA, Toshinori HONMA, Mitsuo HASHIBA, Hiroyuki TAKAHASHI
- 4 Development of Grading System for Japanese Larch from Hokkaido using Image Processing ..... 23  
Hiroyuki TAKAHASHI, Toshimasa IIJIMA
- 5 Development of High Value-added Products made from Hokkaido Natural Resources  
using High-pressure High-temperature Water Micro Chemical Process ..... 31  
Keiichirou MATSUSHIMA, Haruo URA, Tatsuyuki KAMADA, Tomoyuki UCHIYAMA  
Masanao NARITA, Tadaaki TAKEDA, Hideki SHIMIZU, Shinichi KONO,  
Masashi KAKIMOTO
- 6 Evaluation of Three-dimensional Shape using X-ray CT System ..... 39  
Hideaki AIYAMA, Hiroyuki TANAKA, Akira MANJOME, Naoki KATAYAMA  
Yasuki KATAYAMA, Hidenori TAKAHASHI, Yoshio NAKAJIMA, Satoshi KANAI  
Hiroaki DATE, Tomohiro MIZOGUCHI, Souichirou KITAHARA, Hideki NEMOTO
- 7 Properties of Scallop Shell / Polypropylene Composites ..... 45  
—Properties of composites prepared by twin-screw extruder—  
Masamitsu YOSHIDA, Tohru YAMAGISHI, Katsumi KONNO, Takashi OHICHI  
Tomoyuki UCHIYAMA
- 8 Development and Application of Bio-recycle Therapy Technology for Human Teeth ..... 51  
Toshiyuki AKAZAWA, Tatsuhiro SHIGYO, Takafumi NOMURA, Hiroyuki INANO  
Koji ITABASHI, Tohru YAMAGISHI, Katsuo NAKAMURA, Seiji HIDAHA  
Akira MANJOME, Hiroyuki MITSUHASHI, Tohru TAKAHASHI, Masaru MURATA  
Futami NAGANO, Junichi TAZAKI, Shunji IIDA, Haruhiko KASHIWAZAKI  
Naotoshi OUKUBO, Tomohiro SHIBATA, Masahiko KIKUCHI

9	Development of Fine Circuit Fabrication Process by Thermal Nanoimprint .....	61
	Takayuki SAITOU, Naoki KATAYAMA, Katsumi MIYAMA	
10	Surface Treatment by Atmospheric Pressure Plasma and the Application .....	67
	Naoki KATAYAMA, Takayuki SAITOU	
11	Development of Support Method for Consensus Building between Designer and Client Company .....	73
	Seiji HIDAKA, Akira MANJOME	
12	Biological Information Monitoring Technology for Daily Life Activity .....	83
	Kouki KUWANO, Yasuhiro NAKAJIMA, Daisuke MAEDA, Satoshi YOSHINARI	
13	Improvement of Casting Process using Rapid Prototyping Mold .....	89
	Atsuya TOBA, Hiroyuki INANO, Shigeki HIRANO, Tadashi MOMONO Kazuhiro YAHATA, Takayuki Ogawa, Kinya NAYUKI	
14	Hybridization Process using Heat of Melt Aluminum Alloy .....	99
	Atsuya TOBA, Hidenori TAKAHASHI, Naoki KATAYAMA	
15	CAD/CAM using Technology and Related Technology for High Accuracy 5axis Cutting .....	109
	Seiki YASUDA, Atsuya TOBA, Yohei SAKURABA, Muturo IWAKOSHI Katsuo NAKAMURA	
16	Research on the Effect of Welding Position on the Quality of Laser Welding .....	117
	Yohei SAKURABA, Seiki YASUDA, Masamichi MITO, Yasuki MIYAKOSHI Yoshio NAKAJIMA, Hideaki AIYAMA	

## Research Note

1	A Basic Study on Technology using Super High Frequency Electromagnetic Wave .....	125
	Toshiyuki MIYAZAKI	
2	Study on Location Tracking System for Medical Equipments .....	129
	Hiroyuki TAKAHASHI, Toshinori HONMA, Toshimasa IJIMA, Michitaka NAMI	
3	Position Recognition Techniques for Small Diameter Pipe Investing Robot .....	133
	Tatsumi TADA, Shin-ichi SUZUKI	
4	Countermeasure Techniques for Water Freezing of Small Fuel Cells .....	139
	Hiroyasu SHIRATO, Hideo HOSHINA, Kazuhiko TOMITA	
5	Elimination of Ammonia and Chloroamine using Manganese Oxide Medium .....	145
	Takayuki ASANO	
6	Development of Mesoporous Material using Layered Clay Mineral .....	151
	Takafumi NOMURA, Tatsuhiro SHIGYO, Kenji YOSHIDA, Yuji HASHIMOTO Koji ITABASHI, Toshiyuki AKAZAWA, Kazuhiko KUDOH	

**一 般 論 文**

**Regular Paper**

## カラマツ大径材のための形状計測システムの開発

高橋 裕之, 本間 稔規, 飯島 俊匡, 伊藤 洋一\*, 佐久間澄夫\*, 石河 周平\*, 白川 真也\*

### Development of the Shape Measurement System for Large-diameter Japanese Larch.

Hiroyuki TAKAHASHI, Toshinori HONMA, Toshimasa IJIMA,  
Youichi ITO\*, Sumio SAKUMA\*, Shuhei ISHIKO\*, Shinya SHIRAKAWA\*

#### 抄 録

北海道内におけるカラマツ人工林材の多くは、40年生以上の林齢に達しており、今後大径材の生産量増大が予想される。しかし、カラマツ製材工場では小・中径材から梱包材、パレット等を生産しているところが多く、中・大径材から建築用材を生産している工場はほとんどない。カラマツ大径材の利用拡大を図るためには、品質や性能の確かな建築用材を安定供給できる生産技術について早急に検討する必要がある。

このため本報では、熟練を要する大径材からの木取りを支援する製材木取り補助システムの開発を目的に、画像処理技術を用いた原木の形状計測システムの開発を行った。さらに、木取りプログラムと統合して木取り補助システムを構築し、動作試験を行い、形状計測および木取りパターンの提示が行えることを確認した。

キーワード：カラマツ大径材，形状計測，木取り，画像処理システム

#### Abstract

The Japanese larch forest in Hokkaido are produced mostly from planted forest after several decades, therefore the increase of production of large diameter logs is expected. However, most of larch sawmills in Hokkaido produces pallets or packing materials rather than building products from small or medium diameter logs. To increase the use of large diameter logs, prompt study on technique for producing high quality and stable supply building materials is necessary.

This paper describes the development of shape measurement system for raw larch shapes to assist when wood conversion using image processing. Furthermore, availability of the system with capability of measuring shape of raw larches and of providing wood conversion pattern of them is verified.

KEY-WORDS : Large-diameter Japanese larch, Shape measurement system, Wood conversion, Image processing system

#### 1. はじめに

北海道内におけるカラマツ人工林面積の約7割は40年生以上の林齢に達しており、今後は大径材の生産量増大が予想される。このため、大径材から柱や梁などの建築用材を地域の製材工場で生産し、地域で住宅等に活用する「地材地消」の

推進が期待されている。しかし、カラマツ製材工場では小・中径材から梱包材、パレット等を生産しているところが多く、中・大径材から建築用材を生産している工場はほとんどない。さらに平成21年度のカラマツ製材総出荷量に占める建築用材の割合は僅か17%である。カラマツ大径材の利用拡大を図るためには、品質や性能の確かな建築用材を安定供給できる生

\* (地独)北海道立総合研究機構 林産試験場

\* Local Independent Administrative Hokkaido Research Organization Forest Products Research Institute

事業名：重点研究

課題名：カラマツ大径材による建築用材生産技術の検討（平成21～23年度）

産技術について早急に検討する必要がある。

カラマツを製材している企業や団体からは、構造用柱・梁材に適した原木選別基準、大径材に見られる心割れなどの欠点や熟練作業不足などにも配慮した効率的な製材の木取り方法、プレカット工場等への安定供給を確保できる人工乾燥方法への支援やカラマツ大径材からの住宅用構造材の製材・乾燥技術確立への要望が挙げられている。

以上のことから、今後生産量の増大が予想されているカラマツ大径材を品質と性能の確かな建築用材として安定供給するための生産技術を検討することにより、建築用製材の需要拡大を図るとともに、道内木材産業等の競争力強化への寄与が期待される<sup>1)</sup>。このため本報では、建築用材を安定供給する生産技術への取り組みの一環として、熟練を要する大径材からの木取りを支援する製材木取り補助システムの開発を目的に、画像処理技術を用いた原木の外観形状計測システムの開発を行った。

## 2. 大径材用製材外観形状計測システムの開発

### 2.1 システムの概要

大径材用製材木取り補助システムについては、道内の種々の生産規模の製材工場に幅広く普及させることが目標となる。そのためには製材オペレーターの経験の浅深や製材機械の能力差によらず、木取りに関して提供できる情報や技術レベルの整理が必要である。同時に各工場の生産目的や生産量に合わせた導入可能な技術のメニューづくりも必要となる。

小規模の製材工場については、製材オペレーターが木取りの際に参考となるような情報や画像を提供することが目標となる。また、ある程度の生産量が見込まれる量産型の工場については、第一鋸断面を自動で決定するシステムづくりを考えることが必要となる。このためには原木形状を計測し、効率的な木取りパターンを提示する必要がある<sup>1, 2)</sup>。

### 2.2 原木外観形状計測手法の検討

原木の外観形状計測手法として、センサによる接触式、光切断法等による非接触式が考えられる。どちらも外観形状を計測しながら、回転方向または長手方向への移動を行うことで、全体形状を計測する。図1に回転・接触式の外形計測装置の一例を示す<sup>1)</sup>。

システム開発においては、従来装置との兼ね合いや計測精度、コスト等により手法を選択する必要がある。このため本報では、既設の製材機に設置可能なシステムとして開発することが、製材工場へ導入するための知見が得やすいと考え、このための形状計測手法を検討し、送材車付き傾斜帯のご盤(以下本機、図2)へ搭載するための計測システムとして開発を行った。

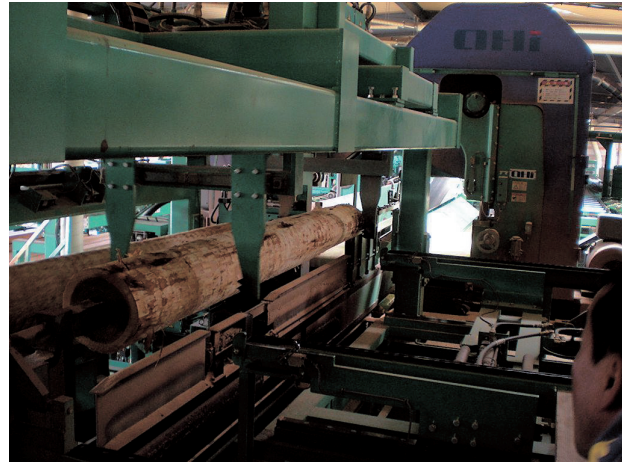


図1 回転・接触式外形計測装置例



図2 送材車付き傾斜帯のご盤を使った製材

### 2.3 計測手法の検討

本機では、原木を回転・移動する機構を有していることから、この機能を活用する。基本的な計測原理は、原木を回転させながら、両木口、側面を撮像した3画像から、外観の輪郭線を抽出して、一回転分のデータを統合することで外観形状を取得する。図3に概念図、以下に要素技術を示す。

#### a) 回転角度、平行移動量計測処理の検討

本機の回転機構は、切断するための位置合わせ機構であるため、回転軸を固定することはできない。このため、回転しながら撮影した連続画像(図4)の位置が一定ではない。本報では、木口図形の重心を基準点として統合する計測手法を検討した。ここでは、原木の上部切断面である末口側の木口図形を基準として、最初に獲得した画像から重心と輪郭線を求め、図形の傾き(重心周りの方向主軸)を算出した。これ以降の画像では重心と傾きを算出し、基準画像に対する傾きのズレを回転角、重心座標のズレを平行移動量として算出した。元口側の画像からは、重心のみを計測し、平行移動量のみを算出した。



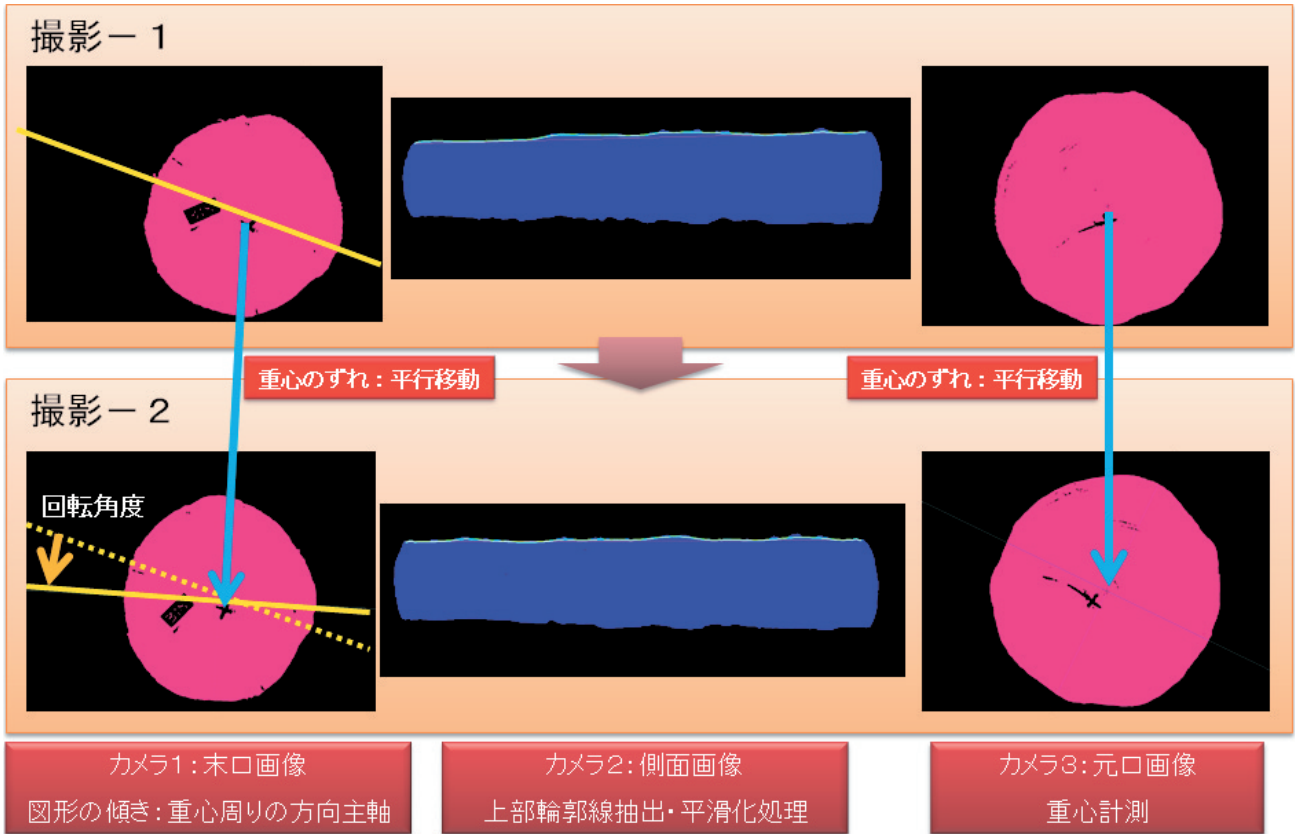


図3 画像処理概念図

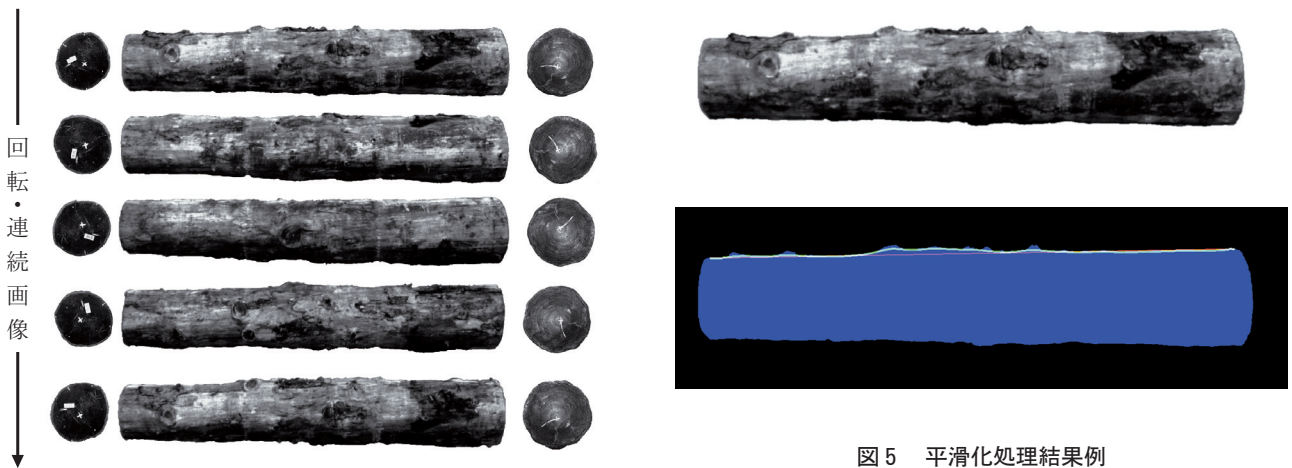


図4 連続撮影画像例

図5 平滑化处理結果例  
(上: 原画像、下: 処理結果)

b) 側面上部輪郭線平滑化処理の検討

原木の側面に現れる節等に起因する凹凸が原木形状評価の妨げになっていることから、平滑化処理を行い、原木における有効製材部分を決定することが必要である。平滑化処理は、上部輪郭データに対して、領域を可変（20画素～50画素）にして座標値の平均化処理を複数回行った。このとき、単純に平均化処理を行うと、凸部により輪郭データから乖離する場合があるため、最初は平均化処理結果が原木図形外に離れた場合、輪郭データにフィッティングする処理を付加した。領

域を可変にしたことで様々な大きさの節等に起因する凸部の影響を低減して、原木の大局的な形状を抽出できた（図5）。

さらに、両端を結んだ直線から膨らんだ輪郭線までの幅の最大値を曲がり矢高位置とした。

c) 樹心計測処理の検討

樹心の近傍では割れなどが生じる場合も多く、製材を行うにあたって樹心位置計測は重要な要素技術である。

木口画像の年輪情報から樹心位置を画像処理により計測す



図6 樹心にチョークで印をつけた原木木口面の例

る手法が考えられるが、様々な製材工場などにおける撮像条件等を想定した場合に現実的ではない。このため、樹心位置を明確化することが可能となれば画像処理に係るコスト低減に寄与することができる。そこで、製材前に樹心位置をチョークにて●印をつける（図6）ことで、明確化が容易となる。白いチョークは照明の反射効率が良く、木口に対して明るくなることから、樹心位置周辺画像を切り出し、2値化処理を施し、ノイズ除去を行い得られた図形の重心を算出することで樹心位置計測を行った。

## 2.4 計測システムの構築

これまでに検討を行った計測処理を統合して、外観形状計測を実行するための計測システムを構築した。システム構成は、両木口および側面を撮像するための3台のカメラと各照明装置（ハロゲン光源）、画像処理装置（MS-Windows 7 PC）から成る。図7に全体図を示す。統合して外観形状を計測するための処理フローを以下に示す。

- ① 3台のカメラで同時に撮影
- ② 木口画像から、木口図形を抽出
- ③ 木口図形から重心、図形の傾き、輪郭を抽出して、回転・平行移動量を算出
- ④ 木口画像から樹心を計測
- ⑤ 側面画像から上部輪郭線を求め、平滑化処理を施し、③で得られた平行移動量分補正
- ⑥ ⑤で得られた側面上部輪郭線は、木口図形の上端部と統合
- ⑦ 原木を回転させながら、①～⑥を一回転分繰り返すことで全周分の輪郭線（外観形状）が取得できる。

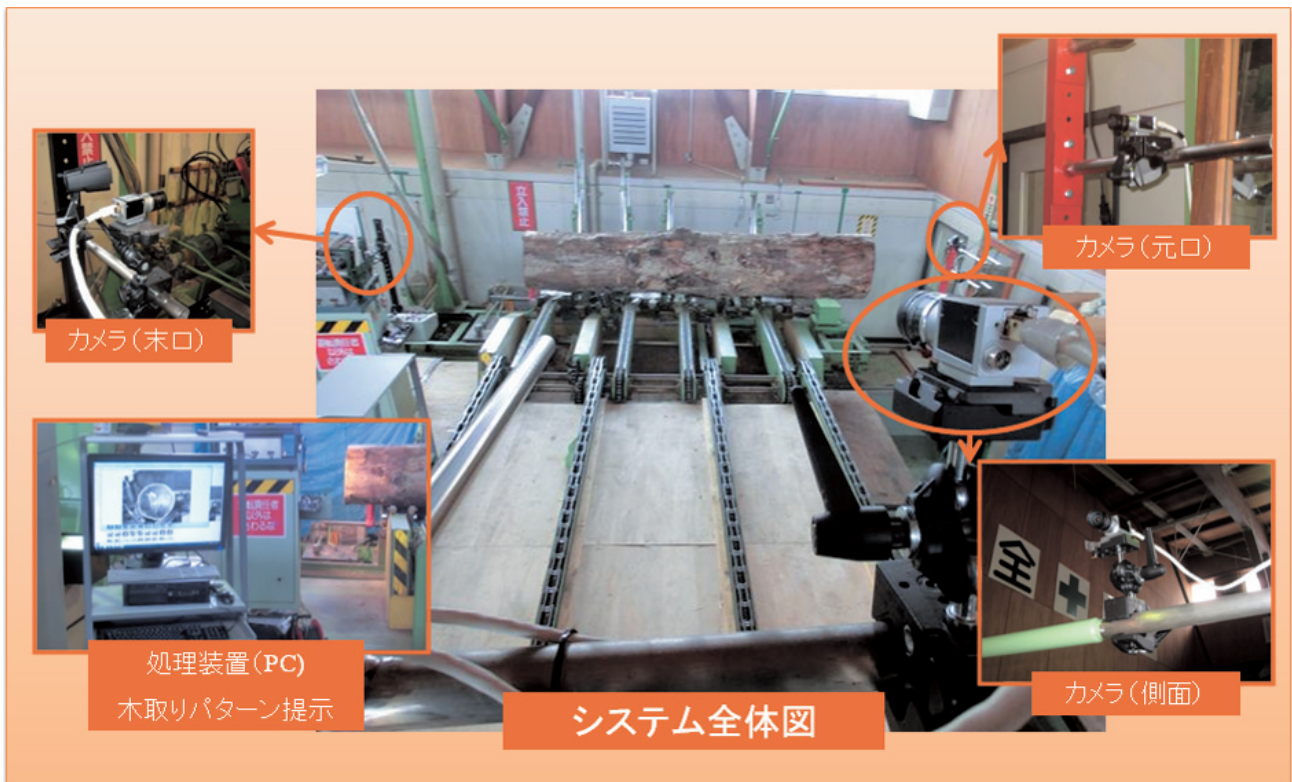


図7 システム全体図



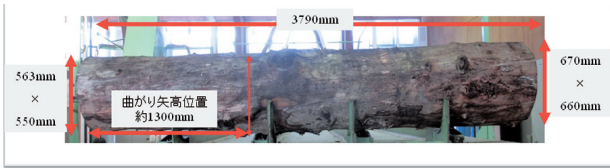
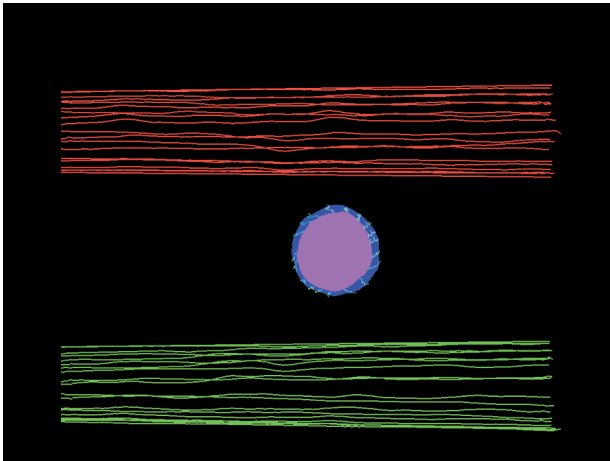
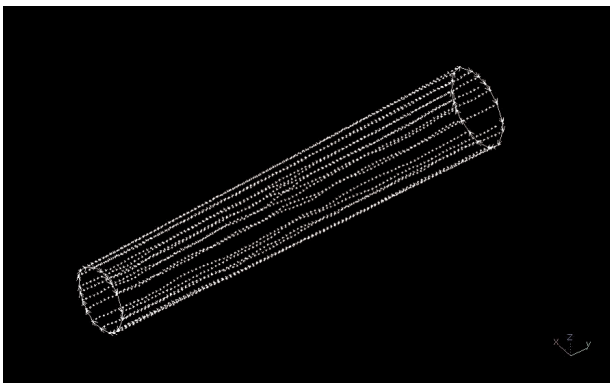


図8 計測対象（原木）



a) 三面図表示例



b) 3次元表示例

図9 外観計測結果

## 2.5 形状計測試験

計測対象とした原木を図8に示す。

本手法では、形状を計測するためには、1) 撮像毎に処理を行うか、2) 全周分の画像を取得した後にまとめて処理を行うことが考えられる。2) の場合には、処理時間分回転が進むため、精度良く計測するためには高速な処理が必要となる。また、2) の場合は、多数の画像（撮像回数×3シーン）を保持している必要があり、多くの画像メモリが必要である。本システムでは、1) の撮像毎に処理を行い、全周を約20～30回程度の撮像・処理を行えることが確認できたことから、原木形状計測としては、十分な処理量が得られたと思われる。外観形状計測結果例を図9に示す。

## 3. 大径材用製材木取り補助システムの開発

### 3.1 木取りプログラムの作成

木取りプログラムは、カラマツ大径材の製材工程を支援することを目的に、径級や曲がりなどの情報を基に最適な木取りパターン候補を提示するものである。本プログラムでは原木形状（末口・元口の断面形状ならびに軸方向の曲がり）から、丸太モデルを再現し、指定した製材条件に従って、予め作成した木取りパターンを自動選択し、提示する（図10）。なお、現在の木取りパターンは、熟練者への調査等をもとに、径級や心位置などに応じて作成したもので194種類を有する。

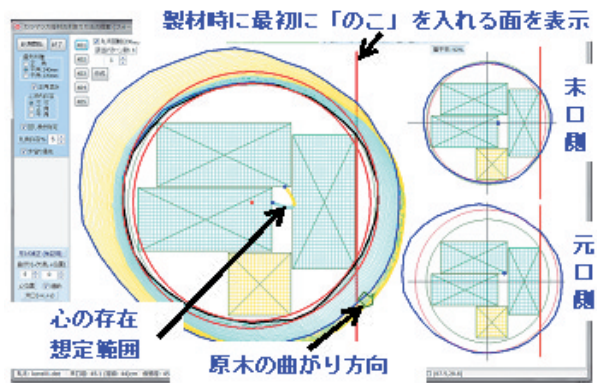


図10 木取りプログラム実行例

### 3.2 木取り補助システムの構築

原木の形状計測が可能であることが確認できたことから、木取りプログラムとの統合を図り、木取り補助システムを構築した（図11）。木取りプログラムが形状計測システムで用いた処理用PC上で動作することでシステム構成を簡素化できる。本システムでは、形状計測処理終了後に処理結果を木取りプログラム用のテキストファイルとして保存した後、木取りプログラムを起動することで、統合化を図り、一連の機能を実現した。木取りプログラムは、両木口の輪郭データと曲がり（矢高データ）から木取りパターンを提示するため、次に示す通り、計測フローを簡略化して実装した。

- 3台のカメラで同時に撮像を行う。
- 側面画像から上部輪郭線を求め、両端を結んだ直線からの距離が最大となる座標を曲がり矢高データとして算出する。
- b) で求めた矢高データがこれまでの矢高データと比較して最大値の場合、木口画像を保持する。
- 回転させながら a) ～ c) を一回転分繰り返す。
- 最終的に最大矢高を頂点とする木口画像が保持されているため、この木口輪郭、樹心を計測する。
- 計測結果をテキストファイルに保存し、木取りプログラムを起動する。

### 3.3 木取り補助システムの動作試験

構築したシステムの動作試験を行った。この結果、木口輪郭形状を抽出して、最大矢高（曲がり）が計測できた（図12）。さらに、計測処理結果を取得し、木取りプログラムを起動させて、木取りパターンが提示できることを確認した（図13）。

本システム開発では、既設の製材機に搭載することを前提に進めてきた。このため、撮像環境も従来通りの開放的な環境で構築せざるを得なかった。このため、背景と原木の分離が難しい場合があり、さらに、日射の影響等により作業時間帯で画像処理条件が変化するなど、計測条件が非常に厳しかった。システムをより安定的に動作させるためには、遮光などを行い、撮像環境の変化がないシステム構築が重要である。

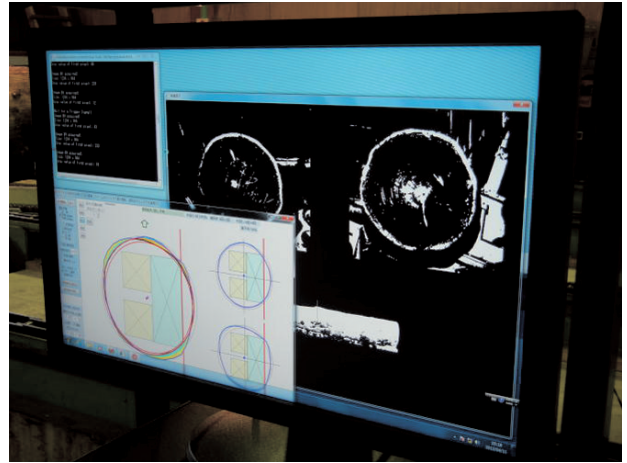


図13 計測結果および木取りパターン表示例

## 4. まとめ

本報では、画像処理技術を用いた形状計測システムを開発し、木取りプログラムと統合して、木取り補助システムを構築した。さらに、動作試験により形状計測が行え、木取りパターンの提示ができることを確認した。これにより、既存の製材機に搭載するための木取り補助システム構築のための技術蓄積を図ることができ、道内の中小製材工場で活用するための技術移転を行うための知見が得られた。今後は、本システムの普及を進め、実用化を図っていくための活動を行っていく。

## 引用文献

- 1) 伊藤洋一，白川真也，高橋裕之他，重点研究報告書「カラマツ大径材による建築用材生産技術の検討」（2012）
- 2) 高橋裕之，飯島俊匡，本間稔規他：林産業に向けた画像処理技術応用開発事例，技術移転フォーラム2012 工業試験場成果発表会プログラム・発表要旨 pp.5-7（2012）
- 3) 高橋裕之，本間稔規，飯島俊匡：カラマツ大径材により建築用材生産技術の検討，工業試験場技術支援事例集2012 pp20（2012）

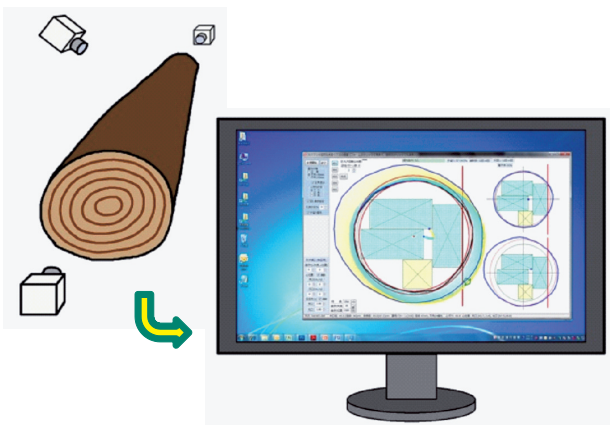


図11 原木形状の取り込みイメージ

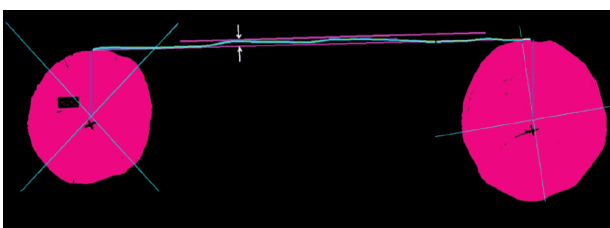


図12 計測処理結果のイメージ

# FPGAを用いたリアルタイムステレオビジョンセンサの開発

大村 功, 三田村智行, 堤 大祐

## Development of the Real-time Stereo Vision Sensor using an FPGA

Isao OHMURA, Tomoyuki MITAMURA, Daisuke TSUTSUMI

### 抄 録

方向符号照合(OCM)を導入することで屋外での安定した計測を可能にするとともに、FPGA(Field Programmable Gate Array)を用いた独自のハードウェア処理により、高速処理、小型化、低消費電力を実現したステレオビジョンセンサを開発した。左右画像間の対応点探索にOCMを導入することで明るさが大きく変化する屋外環境においても安定した計測が可能となり、FPGAの特長を活かした回路設計を行うことで毎秒60画面以上の高速なステレオ画像処理と中規模FPGAによるシングルチップ処理を実現した。屋外向けの農作業機械をはじめ、さまざまな用途における自動化、高機能化を進めるための視覚センサとして、応用展開を進めている。

**キーワード**：ステレオ画像処理，方向符号照合，FPGA，ロバスト，高速処理

### Abstract

We have developed the stereo vision sensor that designed by using Orientation Code Matching (OCM) and FPGA (Field Programmable Gate Array) realization. OCM applied for the stereo image processing made our sensor much robust for changing brightness in outside use. FPGA realization of the stereo image processing achieved high-speed processing over 60 frames per second. The size of the circuit is so small that can be programmed in an FPGA as single-chip stereo image processing. We are going to apply the sensor for weeding robots in agricultural fields.

**KEY-WORDS** : Stereo image processing, Orientation code matching, FPGA, Robustness, High-speed processing

## 1. はじめに

人間の視覚と同様に2つの画像から対象物の距離情報を得ることができるステレオ画像処理は、すでに自動車における衝突防止装置やロボットの視覚に利用されるとともに、今後もさまざまな応用が期待されている。しかし、多大な演算量や屋外での明るさ変動などが課題となっており、このため高い処理能力を備えたコンピュータの導入や撮像環境に合わせた再調整などを行う必要があった。

本研究では、方向符号照合(OCM)と呼ばれる画像照合の方法を導入することで屋外での安定した計測を可能にするとともに、FPGA(Field Programmable Gate Array)を

用いた独自のハードウェア処理により、高速処理、小型化、低消費電力を実現したステレオビジョンセンサを開発した。

OCMは北海道大学で開発され、実環境で頻繁に生じる遮蔽や明度の変動などに対して高いロバスト性を備えた画像照合手法である<sup>1-3)</sup>。農作業機向けセンサに適用した事例<sup>4,5)</sup>では、さまざまな環境の圃場実験により屋外使用における高いロバスト性を確認している。本研究では、左右画像間の対応点探索手法としてOCMを導入することで、明るさが大きく変化する屋外環境においても安定した計測を実現した。

さらに本研究では、ステレオ画像処理における多大な演算を高速に処理するため、FPGAを用いたハードウェア化を行った。パイプライン処理、並列処理による高速化を図るとも

事業名：経常研究

課題名：高精度ステレオビジョンセンサの開発と屋外作業機への応用(平成22~23年度)

に、FPGAの特長を活かした回路設計を行うことで、毎秒60画面以上の高速な処理を実現し、中規模クラスのFPGAによるシングルチップでのステレオ画像処理を可能とした。特にシングルチップ処理としたことで外部のデバイスに依存せず利用可能となり、デバイス構成の異なる他の処理系への移植が容易となった。さらに画像のサイズなどの処理構成をパラメータにより変更可能としたことによって、高い汎用性を備えたIP (Intellectual Property) として広く利用が可能となった。

開発したステレオビジョンセンサは、1枚のボード上に撮像系と処理系を搭載し、従来のコンピュータ処理をベースとしたステレオ画像処理システムと比較して、設置スペースや消費電力、発熱等の点で大きな優位性を有するセンサとなっている。さらに屋外での安定した計測を可能としたことによって、これまで導入の難しかった屋外向けの農作業機械をはじめ、さまざまな用途における自動化、高機能化を進めるための有効な画像センサとなることが期待できる。

## 2. 方向符号照合を用いたステレオ画像処理

### 2.1 ステレオ画像処理

ステレオ画像処理は、2つのカメラで対象物を捉えることで、カメラから対象物までの距離を三角測量の原理で計測する技術である。この技術では2つの画像間における対応点の探索が、もっとも重要でかつ処理時間の要する処理となる。このため、ステレオ画像処理では、左右画像で対応する点(対応点)の探索処理の簡略化と演算量の低減のため、図1に示す平行ステレオカメラ系が一般に採用される。

このカメラ系では左右の2つの光学系において、光軸が平行で、レンズの焦点距離 $f$ が等しく、投影面(イメージセンサデバイス面)が同一平面上にあり、さらに対象とする点と左右の撮像系のレンズ中心を結ぶ線(エピポーラ線)が撮像

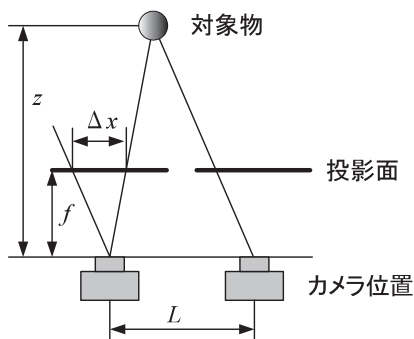


図1 平行ステレオカメラモデル

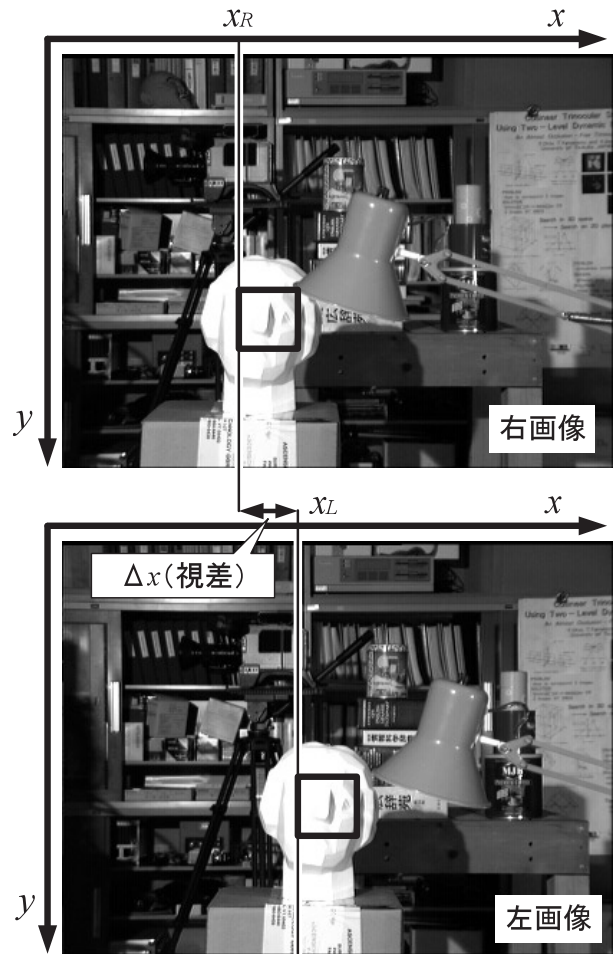


図2 ステレオ画像における視差

デバイスの同一水平ライン上に投影される。このような拘束条件のもとで得られたステレオ画像では、図2<sup>6)</sup>に示すように、対象物との距離は右と左の2つの画像における投影位置の水平方向のずれ量(視差) $\Delta x$ として観測される。このとき、対象物の距離 $z$ は三角測量の原理から、カメラ間の距離(基線長) $L$ 、レンズの焦点距離 $f$ を用いて、以下のように計算される。

$$z = \frac{fL}{\Delta x} \quad (1)$$

視差 $\Delta x$ は、図2に示した座標系において、右画像に投影される $x$ 座標位置を $x_R$ 、左画像に投影される $x$ 座標位置を $x_L$ とすると、イメージセンサデバイスの画素サイズ $a$ を用いて、 $\Delta x = a(x_L - x_R)$ と表される。ここで2つの座標位置の関係は、図1に示した対象物とカメラの関係から、常に $x_L \geq x_R$ となる。したがって、右画像を基準とした場合、左画像上の対応点は右と同じ座標位置を視差0として、常にそれより右側(+ $x$ 方向)に対応点が存在する。これを利用して探索範囲を絞った効率的な視差検出処理が可能となる。

左右画像の対応点の探索処理は、一般に画像照合を利用す



る。画像照合を利用したステレオ画像処理では、左右の画像における小領域を比較して対応点を検出する。画像照合方法としては、正規化相関がもっとも安定した手法として知られているが、実利用では演算量が多い点が課題となっている。特に演算量の多いステレオ画像処理では、より計算量の少ないSAD (Sum of Absolute Difference) が一般に利用されている。OCMはSADと比較して、同等の演算量で処理可能で、さらに遮蔽や明度変動におけるロバスト性に優位性がある<sup>3,7)</sup>。

## 2.2 方向符号照合法

OCMにおいては、2つの画像の類似度を評価するために画像の明度そのものではなく、画素近傍における明度変化が最大となる勾配方向を量子化した値を符号として用いる。この方向符号 (OC: Orientation Code) の分布は画像ごとに固有性が高く、照明不良などに起因する明度変動に影響されにくく、無相関画像間における類似度は定値性を有するという特性がある<sup>1)</sup>。OCMの処理は符号化処理と照合処理の2つの処理に分けられ、以下のように定義される。

画素  $(x, y)$  での明度を  $I(x, y)$  とし、画像の  $x$  方向および  $y$  方向の勾配をそれぞれ、

$$\nabla I_x = \frac{\partial I(x, y)}{\partial x} \tag{2}$$

$$\nabla I_y = \frac{\partial I(x, y)}{\partial y}$$

と定義すると、対象とするすべての画素について、勾配角度  $\theta(x, y)$  は、

$$\theta(x, y) = \tan^{-1} \frac{\nabla I_y}{\nabla I_x} \tag{3}$$

として計算することができる。勾配演算としては本研究ではSobel演算を用いている。

方向符号  $c_{xy}$  は適当な量子化幅  $\Delta\theta = 2\pi/N$  により量子化された勾配角度符号として、次式で定義される。

$$c_{xy} = \begin{cases} \left\lfloor \frac{\theta(x, y)}{\Delta\theta} \right\rfloor & \text{if } |\nabla I_x| + |\nabla I_y| \geq \Gamma \\ N & \text{otherwise} \end{cases} \tag{4}$$

ここで、 $\Gamma$  は安定な符号生成を行うためのしきい値として使用する値で、十分な勾配値が得られない場合、すなわち低コントラストな画素であった場合に無効符号  $N$  を割り当てる。有効な方向符号は  $0 \sim N-1$  として得られる。

さらに、参照画像を  $I_{ref}$ 、比較する対象画像を  $I_{search}$  (ともに画素サイズ  $S_x \times S_y$ ) とし、それぞれの方向符号を  $C_{ref}$ 、 $C_{search}$  とする時、それらの残差絶対値  $d$  の平均残差絶対値  $D$  を照合評価値として次式により定義する。

$$D = \frac{1}{S_x \times S_y} \sum_{S_x \times S_y} d(C_{ref}, C_{search}) \tag{5}$$

$$d(a, b) = \begin{cases} \min\{|a-b|, N-|a-b|\} & \text{if } a \neq N, b \neq N \\ N/4 & \text{otherwise} \end{cases} \tag{6}$$

ここで、各画素間での残差絶対値  $d$  は、方向符号が巡回的であることを考慮した算出方法を採用している。図3に  $N = 16$  とした場合の方向符号化と残差絶対値の算出例を示す。なお、本研究では  $N = 16$  として方向符号化している。

照合評価値  $D$  は、0 から  $N/2$  までの値を採るが、類似度の高い画像間では0に近い評価値を示し、無相関では  $N/4$  に近い値を採る。 $N/4$  以上の評価値については、一般に相関の低い照合結果として処理する。

視差の検出では、前述したように右画像から小領域 (本研究では  $16 \times 16$  画素) を切り出し、これを参照画像 (テンプレートと呼ぶ) として、左画像の同座標から順に照合を行う。1画素ずつ対象画像の切り出し位置を水平方向に移動させながら、最大視差 (本研究では127画素) までの評価値を算出し、そのうちの最も類似度の高かった位置を照合結果とする。実際には、遮蔽や視差の探索範囲外に対応点が存在する場合がある。そのため、得られた評価値は、しきい値などを設けて、信頼性の高い照合結果のみを対応点として採用する。

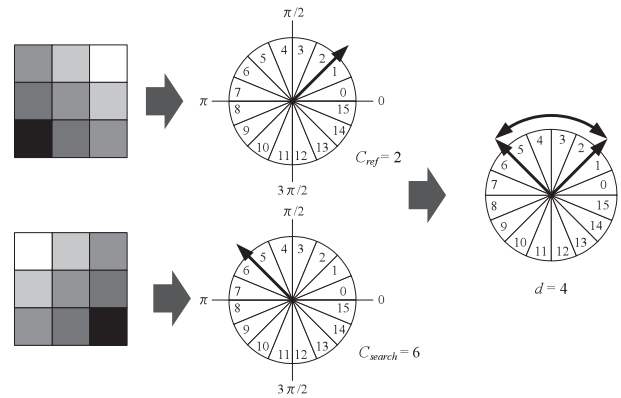


図3 方向符号化と残差絶対値の算出例

## 3. FPGAを用いたハードウェア化

### 3.1 ハードウェア構成

ステレオ画像処理をFPGAを用いてハードウェア化した処理構成を図4に示す。全体の処理は完全なパイプライン処理となっており、画素データの入力から照合結果出力までの時間はFPGA内部での遅延のみとなっている。特に、外部のフレームメモリを使用せずすべてFPGA内部のメモリを使用することで、高速化で問題となるメモリアクセス競合をなくし、すべての処理でクロック毎のデータ入力を可能とする高いス

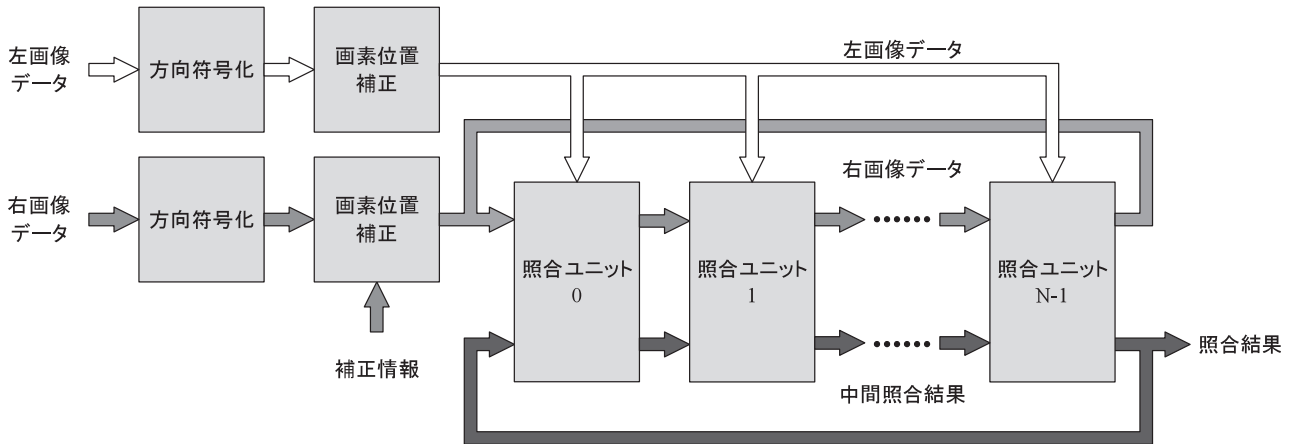


図4 ハードウェア化したステレオ画像処理の構成

ループットを保証した。

左右の画像データは、入力後、まず方向符号化処理と画素位置補正処理が行われる。入力直後に画像データを方向符号化することで、8 bitの明度データを16の明度方向と無効符号を表す5 bitの方向符号に置き換えることができ、以降の処理では5 bitのデータを対象とした処理とすることができる。画素位置の補正処理は、前述したカメラモデルと実際の撮像系の違いを吸収するためのもので、キャリブレーションにより予め算出した補正情報をもとに画素位置の補正を行う仕組みである。FPGA内のメモリを利用した画像全体の平行移動と各画素の位置補正を行っている。

これらの処理回路から出力された画素データは一旦バッファに保持され、16画素分（テンプレートのy方向の画素数に相当）をまとめて、視差検出処理を行う照合ユニット群へ送出される。照合ユニットはテンプレートサイズに合わせた照合を連続的に処理可能な回路で、高速化のため、視差に相当する数の照合ユニット（試作センサでは64個）を局所並列化している。

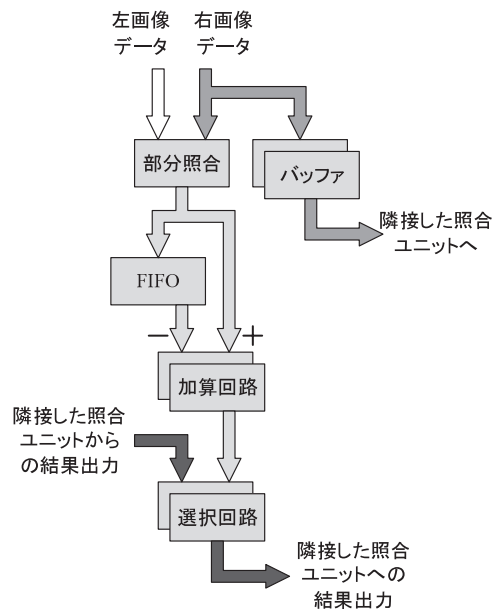


図5 照合ユニットの内部構成

### 3.2 照合処理回路

照合ユニットの内部構成を図5に示す。照合ユニット内部では、連続的に入力される2つの画像データ列を照合処理するため、テンプレートサイズに合わせたFIFO（First In First Out）バッファを備え、照合時に必要な差分のみを計算する構造とすることで回路規模を低減している。照合処理の出力は、(5)式における照合評価値  $D$  においてテンプレート画素数による除算を省いたものである。テンプレートサイズは処理中変わることがないため、画素間の残差絶対値の総和でのみでの評価が可能であり、さらに除算回路を削減することで大きな回路規模低減を図っている。

各照合ユニットには、図4に示すように視差に対応した番号が割り振られており、この番号順に接続されて、最終段のユニットへ右画像データと中間照合結果が伝搬する構成となっ

ている。一方、左画像については直接、各照合ユニットへ入力される。これにより、左画像における入力位置と右画像における最大視差までのずれた位置との照合を同時に処理していることになる。照合ユニットの出力段では、図5に示すように、算出された評価値を隣接したユニットからの結果と比較し、より小さい（より類似度の高い）結果をそのユニット番号とともに選択して出力している。この結果を順に照合ユニットを介して伝搬させることで、最終的に右画像の各位置に対応した照合結果（評価値とユニット番号）が最終段から出力される構成となっている。この出力結果のユニット番号が照合処理回路により検出した視差となる。

これらの回路構成により、FPGAの動作クロック毎に1画素分の視差検出処理を可能として、高い実効処理性能を備えたステレオ画像処理を実現した<sup>8,9)</sup>。

### 3.3 対応視差の拡張と汎用性

高速化を図る上で並列化は大きな効果がある一方、回路規模が増大し、デバイスコストが大きく増大することになる。そのため本研究では、上記回路をさらに拡張し、照合処理の並列度を上げずに対応視差を広げるしくみとして、照合ユニットの時分割での多重化処理機能を加えた。

時分割での処理では、動作周波数を画素データ入力の2倍とし、各照合ユニットの一部を多重化して、処理の切り替えを可能とする回路を追加する。中間結果と右画像データは一連の照合ユニット間の伝搬のループを2回経て、最終結果が得られる構成となる。図4に示した全体の構成では、この方法により視差を拡張した際の中間結果のリターンパスを、図5に示した照合ユニットではバッファ等を2重化したブロックを含んでいる。この機能拡張により、使用するFPGAの回路規模に応じて、高速化と回路規模のバランスを調整した設計が可能となった。

これらの処理回路は、さまざまな機器で利用可能とするため、回路記述にパラメータを多用した汎用性の高い設計を行った。ステレオ画像処理部分では、画像サイズ、照合におけるテンプレートサイズ、対応する最大視差と視差の拡張機能について、変更を可能とした。回路記述にはVHDLを使用している。

### 3.4 FPGAへの搭載結果

照合部分の回路規模は、AlteraのFPGAデバイスCycloneIIIシリーズを使用した場合、画像サイズ752×480画素、テンプレートサイズ16×16画素に対して、64視差（照合ユニット64個）で約27kLEとなった。また、視差を2倍に拡張した場合は約32kLEで、照合ユニット1個が約360LEであることを考慮すると、拡張機能による回路規模抑制の効果は大きいと考えられる。なお、照合方法としてSADを利用した場合は64視差で43kLEとなり、OCMを利用することで回路規模が5/8程度と低減することができた<sup>7)</sup>。開発環境はAltera社のQuartusII Web Edition v9.1を使用した。

## 4. センサの試作と屋外画像による評価

### 4.1 センサの試作

試作したセンサは、FPGAとCMOSタイプのイメージセンサ、SRAM、Flash ROM、USBコントローラを搭載したボードとレンズを装着するためのアルミ製マウントベースから構成される。アルミ製マウントベースはCSマウントタイプに対応しており、アプリケーションに応じてレンズを交換することが可能である。使用したイメージセンサデバイスはモノクロで、画像サイズがWVGA（752×480画素）タイプである。FPGAは収容回路規模が40kLE（800kGate相当）のデバイスを採用した<sup>11)</sup>。試作したステレオビジョンセンサの外

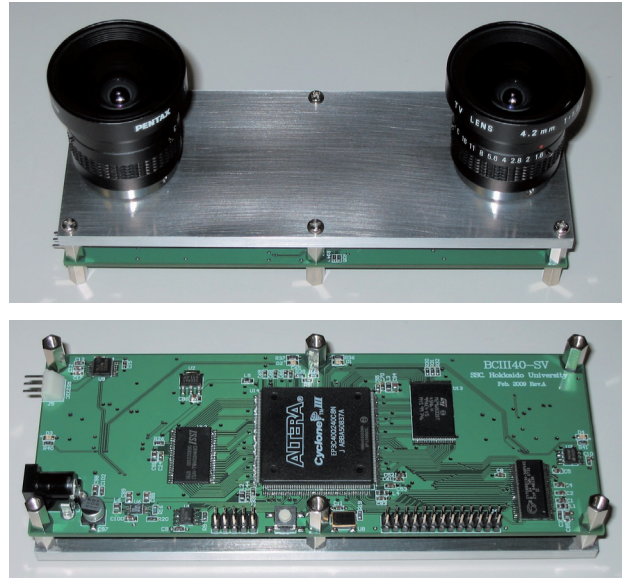


図6 試作したステレオビジョンセンサの外観

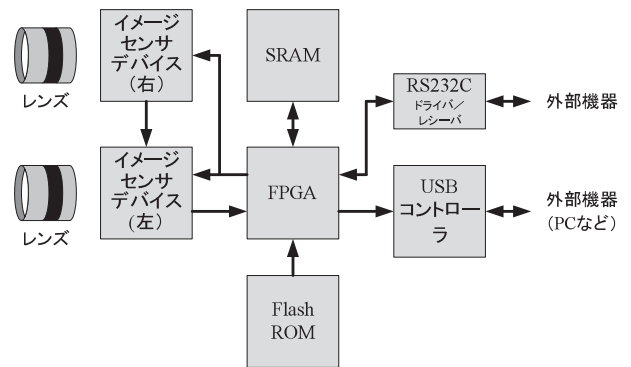


図7 ステレオビジョンセンサの構成

観を図6に、構成を図7に示す。また、センサボードの仕様を表1に示す。

2つのイメージセンサデバイスは、動作クロックレベルで完全に同期した動作となるようにFPGAから制御しており、左右の画像の同一座標の画素データは同時にFPGAに入力される。イメージセンサの動作クロックは26.5MHz、FPGA内

表1 試作したセンサボードの仕様

FPGA	Altera EP3C40Q240C8 (40k Logic Element)
イメージセンサデバイス	Microm MT9V032 (WVGA, mono, 60fps)
SRAM	ISSI IC61WV51216BLL-10TLI (16bit, 512kWord)
Flash ROM	ST Micro M29W800DT (16bit, 512kWord)
ボードサイズ	160×60mm
センサ間距離(基線長)	120mm





(1) 左センサによる画像

(2) 右センサによる画像

(3) 生成した距離画像

図8 試作したステレオビジョンセンサによる計測例

の処理回路は視差検出部を時分割で動作させるため画素データ入力の2倍の53MHzで動作させた。その結果、イメージセンサデバイスの解像度(WVGA:752×480画素)を対象として、テンプレートサイズ16×16画素、最大視差128画素までの処理を、60fpsで処理可能な処理回路をFPGAに実装可能とした。

ボード上の2つイメージセンサデバイスは、可能な限り前述した平行カメラモデルに合致するように実装しているが、センサデバイスの画素サイズ6μmに比較して、十分な精度での実装は困難である。また、レンズマウントの精度はさらに1桁以上悪く、レンズ収差等をとまなうため、各撮像素での校正と左右画像におけるエピポーラ線を一致させるための補正が不可欠となっている。このような問題に対応するために、本センサではFPGA内に画像全体の平行移動を行う回路を設けるとともに、Flash ROMを搭載して画素毎の補正情報を保持可能とした。なお、補正情報については、キャリブレーション用画像を撮影してパソコン上で校正処理を行い、予めFlash ROMに書き込んでおく必要がある。

また、本センサは屋外での使用を想定しており、天候や時刻によって撮影環境が大きく変わる可能性があるため、イメージセンサデバイスのオートゲイン機能を有効にして動作させている。本センサで使用しているOCMは明度の変化にロバストであるため、ゲインの変化がある場合でも安定した動作が可能であることが確認されている<sup>7,10)</sup>。オートゲイン機能と合わせることで、日中の広い時間帯で、さらに照明機器を装備することで、時間帯にかかわらず使用可能なセンサとなることが期待できる。

なお、外部とのインターフェースは、RS232CおよびUSBを装備しており、入力画像、処理画像をパソコン等外部機器へ出力可能とした。

#### 4.2 実環境での試験と処理結果

図8に試作したセンサによるステレオ画像処理の例を示す。実験画像は鶴沼ワイナリー(浦臼町)のぶどう園場において、曇りの日の日中に計測したものである。中央付近に黒っぽく捉えているのがぶどう樹の幹で上部にはぶどうの実も一部見

えている。図8において、(1)(2)はそれぞれ撮影した左の画像と右の画像、(3)は視差をマッピングした距離画像である。距離画像では、誤照合による結果を低減するため、画像照合結果に一定のしきい値を設け、しきい値に満たないものを黒で表示している。対応点がある部分については、その視差に応じて濃淡で表示し、より近いものを白色で表示した。

実験では、圃場における場所や天候など条件の異なる複数のぶどう樹を対象とした画像において、同様に距離データを得ることができた。

#### 4.3 今後の課題

本研究では、従来のステレオ画像処理で課題であった屋外での安定性や高速化、小型化、省電力化等の点を大きく改善し、実利用可能なセンサを実現した。しかし、実際の利用においては、キャリブレーションの煩雑性や計測精度、さらに認識機能など、自動化機器の視覚センサとしては不十分な点もまだ残されている。

特に開発したセンサでは、レンズ交換等によるセンサの幅広い応用を可能とした一方で、その都度キャリブレーション処理が必要となっており、煩雑な手間の低減が大きな課題となっている。

また、農作業への応用では、作物の種類の識別なども求められており、そのためには距離分解能の向上やカラー処理による精度の高い対象物の検出が必要と考えられる。

さらに、屋外作業機への応用では、耐久性や保守性などの点も重要な要素であり、今後検討していく必要がある。

#### 5. おわりに

本研究では、屋外での利用と組込み向けに利用できるコンパクトなステレオビジョンセンサを目指した研究開発を行ってきた。その結果、OCMを用いた屋外での安定した計測性能とFPGAによる高速処理と小型化を実現し、従来にないステレオビジョンセンサを実現した。ステレオ画像処理については、中規模クラスのFPGAのみで、シングルチップ処理が



可能となっており、移植性の高いIPとして他のシステムへの利用を可能とした。

実利用については、いくつかの課題が残されているが、単体のセンサとしてさまざまな機器に利用可能なサイズとなっており、今後は、用途に応じた機能の開発を進めながら、実用化に向けた検討を進めていく。

本センサは、平成23年度より開始している研究プロジェクト「果樹園向け除草作業試験ロボットの研究開発」において、視覚センサとして利用しており、今後も機能の向上を図る予定である。

## 謝辞

(有)鶴沼ワイナリーには、開発センサの実地試験にあたり、圃場の一部を使用させていただきました。ここに記して感謝いたします。

## 引用文献

- 1) F.Ullah・S.Kaneko・S.Igarashi：Orientation code matching for robust object search, *IEICE Trans on Inf. & Syst.*, Vol.E84-D, No.8, pp.999-1006 (2001)
  - 2) F.Ullah・Kaneko：Using orientation code for rotation-invariant template matching, *Pattern Recognition*, Vol.37, No.2, pp.201-209 (2004)
  - 3) 金子俊一：画像処理におけるロバストなセンシング技術, 精密工学会誌, Vol.69, No.10, pp.1383-1386 (2003)
  - 4) 中原和哉・高氏秀則・金子俊一・田中孝之・清水将志・宮下行雄・大村功：方向符号照合による農作業機のためのロバスト速度計測, 電子情報通信学会論文誌D Vol. J91-D, No.3, pp.793-802 (2008)
  - 5) 大村功・三田村智行・中原和哉・高氏秀則・金子俊一・清水将志・宮下行雄：方向符号照合法のFPGA実現に基づく農作業機のための実時間速度計測センサ, 電子情報通信学会論文誌 Vol.J91-D, No.5, pp.1325-1335 (2008)
  - 6) Daniel Scharstein・Richard Szeliski：Middlebury stereo vision page, URL:<http://vision.middlebury.edu/stereo/> (2007)
  - 7) 大村 功・三田村智行・高氏秀則・金子俊一：方向符号照合を用いたリアルタイムステレオビジョンセンサ, 動的画像処理実利用化ワークショップDIA2011, pp.344-348 (2011).
  - 8) 大村 功・三田村智行・高氏秀則・金子俊一：方向符号照合のFPGA化によるステレオビジョンセンサ, ビジョン技術の実利用ワークショップViEW2009, pp.232-236 (2009)
  - 9) 大村 功・三田村智行・高氏秀則・金子俊一：FPGAベー
- スリアルタイムステレオビジョンセンサ, ロボティクス・メカトロニクス講演会2010, 2P1-E08 (2010).
  - 10) I.Ohmura・T.Mitamura・H.Takauji・S.Kaneko：A real-time stereo vision sensor based on FPGA realization of Orientation code matching, Proc. of ISOT 2010 International Symposium on Optomechatronic Technologies, 3DSI-2 (2010)
  - 11) Altera corp.：CycloneIII Device Hand Book (2009)

# 画像情報処理の高速化のためのソフトウェア設計と実装に関する研究

飯島 俊匡, 本間 稔規, 橋場 参生, 高橋 裕之

## Study on Software Design and Implementation for Acceleration of Image Processing

Toshimasa IJIMA, Toshinori HONMA, Mitsuo HASHIBA, Hiroyuki TAKAHASHI

### 抄 録

近年、様々な産業分野でコンピュータを用いた画像情報処理により計測や評価を行うシステムが利用されている。こうした計測及び評価システムでは計測精度の向上やリアルタイム処理などへの要求が強く、その実現のためには画像情報処理ソフトウェアの高速化が大きな課題となっている。

一方、近年のコンピュータはCPU動作速度の向上が鈍化しており、それを補うためマルチコアCPU構造や、GPU（グラフィックス描画処理装置）など汎用CPU以外のプロセッサを併用するヘテロジニアス（異種混合）構造へと転換しつつあるが、こうした構造のコンピュータの性能を引き出すためには、並列計算などを考慮したプログラムの実装が必要となる。

そこで本研究では、マルチコアCPUやヘテロジニアス構造の計算機を効果的に利用するために必要なソフトウェア設計と実装方法に取り組んだので報告する。

キーワード：画像情報処理, 並列計算, GPGPU

### Abstract

In recent years, measurement and evaluation systems by computer image processing has been used in various industrial fields. In order to improve the performance of these systems, speed of the image processing software is important.

On the other hand, growth of CPU speed has slowed down, and heterogeneous computer systems based on multi-core CPU and GPU is beginning to be used. However, in these systems, to implement a program using parallel computation is required.

Thus, we report the working on software design and implementation for acceleration of image processing using multi-core CPU and GPGPU.

KEY-WORDS : Image processing, Parallel computing, GPGPU

## 1. はじめに

近年、様々な産業分野でコンピュータを用いた画像情報処理(\*)により計測や評価を行うシステムが利用されている。例えば、工業分野では工場の生産ラインにおける部品の位置決めや検品など、農水産分野では生産物の品質評価や異物検出などである。現場でも、実環境における移動体の検出・追

跡技術に関する研究<sup>1)</sup>や、超解像処理を利用した画質改善技術に関する研究<sup>2)</sup>、廃棄物処分場向けの積雪寒冷地用監視カメラシステムの開発<sup>3)</sup>など、画像情報処理を用いた研究開発を実施してきた。

これら画像情報処理を利用した研究開発や実用化では、計測及び評価システムへの要求が益々高度化してきており、多種多数の対象物への対応や計測精度の向上、さらに処理速度

事業名：経常研究

課題名：画像情報処理の高速化のためのソフトウェア設計と実装に関する研究（平成22～23年度）

(※) 画像情報処理とは、カメラやセンサなどから得られる信号を解析し、人間にとって意味を持つ情報を得る処理のことを言い、一般的にソフトウェアで実装される。

のリアルタイム性などが求められている。こうした要求に応えるためには、高解像度のカメラを用いるなど扱うデータの量を増やしたり、高度な情報解析手法を用いるなど扱う計算の量を増やすことで、より精度の高い計測や信頼度の高い評価を行うことができる。しかし、データ量や計算量が増えることで、一度に処理できる対象物の量が限定されたり、長い処理時間が必要となってしまう。したがって画像情報処理の高速化が産業応用への大きな課題となっている。

これまでの画像情報処理の高速化は、CPU（Central Processing Unit：中央演算処理装置）などのコンピュータハードウェアが年々高速化することにより、ソフトウェアで実装される画像情報処理も自動的に高速化がなされてきた。しかし、近年のコンピュータは半導体集積度を向上させることが限界に近づきつつあるため、CPUの性能向上が鈍化しており、それを補うためCPU内部に複数の演算コアを持つマルチコアCPU構造や、GPU（Graphics Processing Unit：グラフィックス描画処理装置）など汎用CPU以外のプロセッサを併用するヘテロジニアス（Heterogeneous：異種混合）構造へと転換しつつある。このような構造のコンピュータで従来の画像情報処理ソフトウェアを実行しても速度が向上することは無く、その性能を引き出すためには、並列計算などを考慮した上で適切なソフトウェアの設計及び実装が必要となる。

そこで本研究では、マルチコアCPUやヘテロジニアス構造のコンピュータを効果的に利用するために必要なソフトウェア設計と実装方法に取り組んだので報告する。

## 2. コンピュータ構造とソフトウェア開発の転換

### 2.1 マルチコア化

コンピュータの演算はCPUで行われており、その性能は基本的に動作周波数×IPC（Instruction Per Cycle：1サイクルで実行できる命令の数）で決まる。CPUを製造する半導体メーカーは、2004年頃までは1つの演算コアを持つシングルコア構造のCPUに対して、動作周波数を上げることによりその性能向上を実現してきた。しかし、動作周波数に比例して増大する消費電力とCPUから発生する熱を処理しきれなくなり、更なる周波数向上が困難となったためCPUの性能向上が鈍化した。

そこで半導体メーカーは、動作周波数の向上によるCPU性能の強化から、1つのCPU内部に複数の演算コアを持つマルチコア構造のCPUへと転換することによりIPCを増やし、その性能向上を実現してきた。

例えば、汎用コンピュータ向けで大きなシェアを持つインテル社<sup>5)</sup>のCPUでは、Pentium4以前はシングルコアであり、PentiumDやCoreシリーズ以降のCPUは全てがマルチコアとなっている。また、アドバンスド・マイクロ・デバイセズ

（AMD）社<sup>6)</sup>のCPUでは、Athlon64以前はシングルコアCPUであり、Athlon64 X2以降は全てマルチコアとなっているなど、現在市販されている汎用コンピュータのほとんどはマルチコアCPUを搭載している。

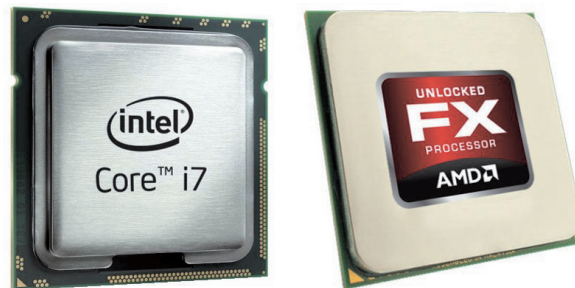


図1 マルチコアCPU  
(左：インテル Core i7, 右：AMD FX-Series)

### 2.2 ヘテロジニアス化

汎用コンピュータには映像を出力するハードウェアが搭載されており、近年は3次元グラフィックス描画処理を効率よく行うため、高速な浮動小数点演算回路を持ち、大規模な並列計算が可能なプロセッサ構造を持つGPUが搭載されている。代表的なものではエヌビディア（NVIDIA）社<sup>6)</sup>のGeForceシリーズ、AMD社のRADEONシリーズなどがある。

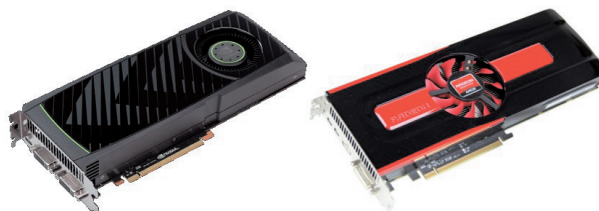


図2 GPU  
(左：NVIDIA GeForce GTX580, 右：AMD RADEON HD7950)

これらのGPUはCPUに比べて単機能の演算コアしか持たないが、コアの数がCPUは4～8個であるのに対し、GPUは数百個持つものもあり、大規模な並列計算が可能となっているため大幅な高速処理が可能である。図3は、2002年以降のインテル社のCPUとNVIDIA社のGPUの性能差をGFLOP/s（1秒あたりの浮動小数点演算性能）で表したグラフである。

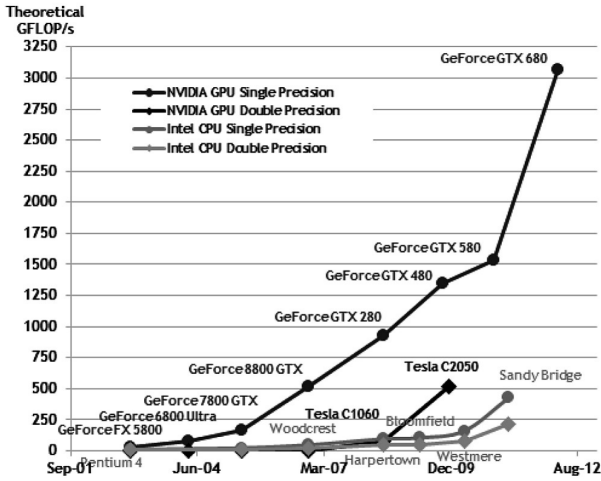


図3 CPUとGPUの理論性能差の変遷  
 (“CUDA C Programming Guide”<sup>7)</sup>より引用)

このようにGPUはCPUに比べて大幅に高速な処理が可能であることが分かる。ただし、この図が示す値は全ての演算コアを無駄なく利用した場合の理論値である。

現在はこうした高性能なGPUをグラフィックス描画処理だけではなく、一般的な数値演算に利用する試みがなされてきており、そのような使い方を総称してGPGPU (General Purpose Graphics Processing Unit) と言う。

前節で述べたように、速度向上が鈍化したCPUに加えてGPGPUを利用したヘテロジニアスコンピューティングが今後のコンピュータ利用環境の主流を占めていくと考えられ、それに対応したソフトウェア開発が重要となっている。

### 2.3 ソフトウェア開発への要求

一方、ソフトウェア開発においては、2004年頃まではシングルコアCPUのコンピュータ環境しかなかったこともあり、ソフトウェアの機能向上に主眼が置かれ、高速化はCPUの性能向上に依存してきた。つまり、ソフトウェア側は何もなくても、CPU性能が上がるのを待っていれば、同じ設計のソフトウェアが速く動くようになっていた。

ところが、2005年以降コンピュータ環境がマルチコアCPUになると、これまでのソフトウェアをそのまま実行しても、1つの演算コアでしか処理が行われずCPUの能力を一部しか使えない。そのため、CPUの能力を最大限に活かすためには、CPUの持つコア数に応じて処理を分割し、各コアの計算量が同程度になるようにするなど、ソフトウェアを改めて設計してプログラムを実装する必要がある。

また、GPGPUを利用する場合も同様であり、GPUの持つ大規模な並列回路を効果的に利用しようソフトウェアの設計を変える必要があり、GPUを用いて並列計算を実行するようにプログラムを実装する必要がある (図4)。

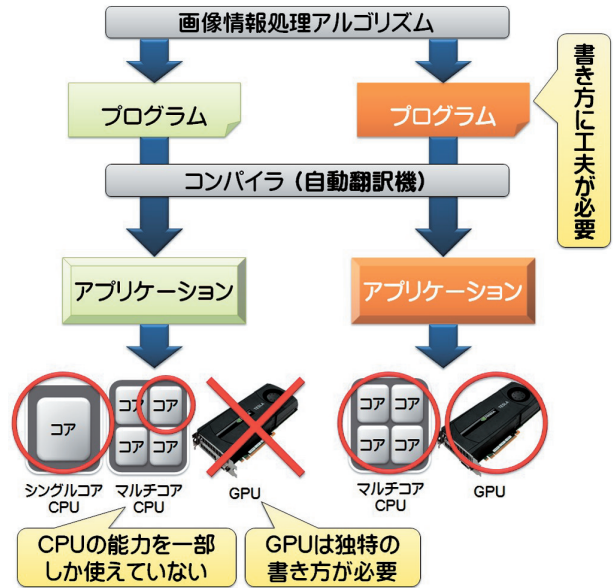


図4 実行環境によるソフトウェア開発の違い

## 3. ソフトウェアの設計とプログラムへの実装

### 3.1 アルゴリズムの並列計算化

一般的に画像情報処理ソフトウェアは、そのアルゴリズム (計算手法) に基づき、入力されたデータの端から一つずつ計算を行う逐次処理でプログラムに実装されているが、マルチコアCPUやGPGPUの性能を引き出すために並列計算を用いて実装する必要がある。

あるアルゴリズムの一部または全部が並列計算可能かどうかはその処理内容によるが、ソフトウェア設計の基本的な戦略は以下ようになる。

まず、逐次処理は複数の処理から成り立っているため、それぞれの処理で分割することを検討する。また、扱うデータが複数ある場合には、それぞれのデータ毎に処理を分割することを検討する。

次に、分割を検討した処理やデータに依存関係が無いか調べ、処理の実行に順序関係がある場合は正しい実行順序になるようグループ化して処理を行う。

最後に、分割した複数の処理から読み書きされるデータが、正しく書き込まれるような排他制御やデータの同期を行う。

例えば、画像のフィルタ処理の並列化は、分割した画像同士に依存関係が無いいため、データ並列性を利用した並列計算が可能である (図5)。

また、逐次処理の実行順序に依存関係が無い収束計算処理などの並列化は、分割した処理同士に依存関係が無いため、タスク並列性を利用した並列計算が可能である (図6)。



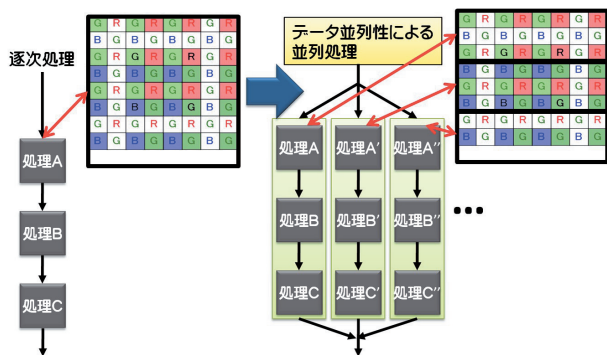


図5 データ並列性による並列計算

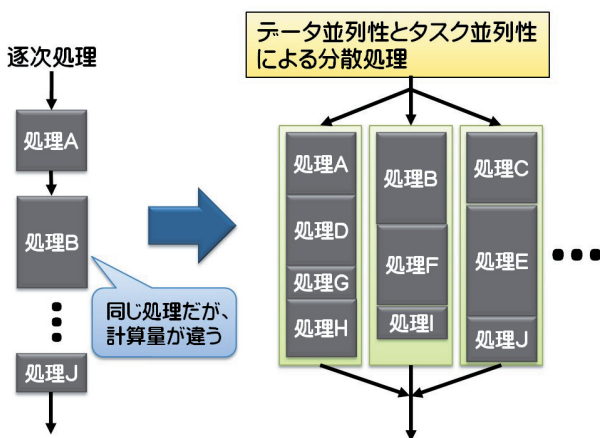


図6 タスク並列性による並列計算

### 3.2 プログラムへの実装

前節の戦略に基づきソフトウェア設計した画像情報処理アルゴリズムをプログラムに実装する。

#### 3.2.1 SIMD

近年のCPUはSIMD (Single Instruction Multiple Data) 演算機能を持ち、1回の命令で複数のデータを同時に演算することができる。例えば、赤青緑の各色を256段階 (8bit) で表現した大きさが640×480画素のカラー画像を従来の手法で計算する場合、307,200回の演算が必要である。しかし、128Bitの演算が可能なSIMDを用いれば5画素を一度に演算することができ、単純計算で5倍の速度で処理が完了する。ただし、境界問題やメモリアクセス効率などの問題により、実際の処理速度は5倍にはならない。また、SIMDはメモリアクセスの境界合わせ (アライメント) を行わないと、処理速度が遅くなってしまう。

表1は、Intel Core i7-950 (動作周波数3.07GHz) のCPUでカラー画像をグレースケールに変換する処理について、実装方法の違いによる処理時間の違いを表したものである。通常の実装方法に比べ、SIMDで実装した方が2.79~3.04倍速いことが分かる。

表1 グレースケール変換処理時間の比較

カラー画像の大きさ		通常の実装 (固定小数)	SIMD (SSE2)※	SIMD (SSE2)
1920x1080	処理時間[ms]	32.44	23.99	10.68
	通常実装との比	1.00	1.35	3.04
6400x4800	処理時間[ms]	490.02	341.47	175.41
	通常実装との比	1.00	1.44	2.79

※アライメント無視

#### 3.2.2 マルチスレッド

マルチコアCPUを効率的に利用するためには、プログラムをマルチスレッドで実装することが有効である。スレッドとは、逐次的に動作する一連のプログラムの流れを言い、マルチスレッドはスレッドを複数同時に実行することである。

図5の左側のように1つの逐次処理で動作するプログラムをシングルスレッドプログラムと言い、図5の右側のようにスレッドを複数同時に実行するものをマルチスレッドプログラムと言う。これまでの画像情報処理はほとんどがシングルスレッドプログラムで実装されていた。

また、現在使われているWindows7などのOSは、マルチスレッドプログラムを実行すると、各スレッドを自動的に各CPUコアに振り分けるようになっている。そのため、マルチコアCPUを効率的に利用するためには、コア数に応じたスレッド数となるようにマルチスレッドプログラムを実装する必要がある。

#### 3.2.3 GPGPU

GPUを制御するためのプログラムを作成する環境がGPUメーカーから提供されており、NVIDIA社によるCUDA (Compute Unified Device Architecture)<sup>8)</sup> や、AMD社によるAPP SDK (Accelerated Parallel Processing)<sup>9)</sup> を利用すれば容易にGPGPUを実現可能となっている。ここではCUDAを用いて実装を試みた。

NVIDIA社のGPUは図7のような構成になっており、演算コアはGPU内部のデバイスメモリにしかアクセスできない。そのため入出力するデータは必ずデバイスメモリを介する必要がある。CPUとGPU間のメモリ転送処理にかかる待ち時間 (オーバーヘッド) が生じる。したがって小さなデータを小刻みに転送するよりも、大きなデータを一度に転送するよう実装すると、高速化の効果が得られる。

また、GPUの演算コアで実行されるCUDAのプログラムはカーネル関数と呼ばれ、1つのコアで1つのスレッドが実行される。CUDAでは、同じカーネル関数を実行する複数のスレッドを集めたスレッドブロックという単位で並列計算を行い、さらにそのスレッドブロックを複数集めて一連の処理を行う (図8)。

このとき、あるスレッドブロックの演算が他のスレッドブロックの演算対象データに影響が無いよう実装しなければ

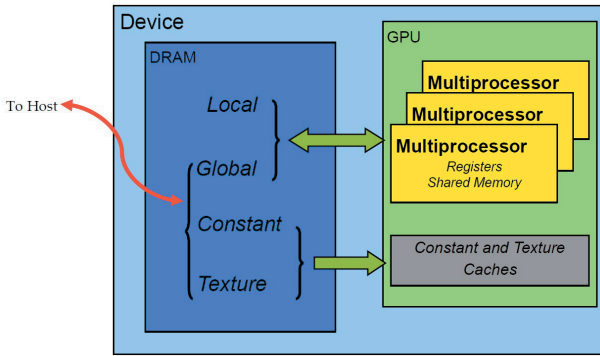


図7 NVIDIA GPUのメモリ空間  
 (“CUDA C Best Practices Guide”<sup>7)</sup>より引用)

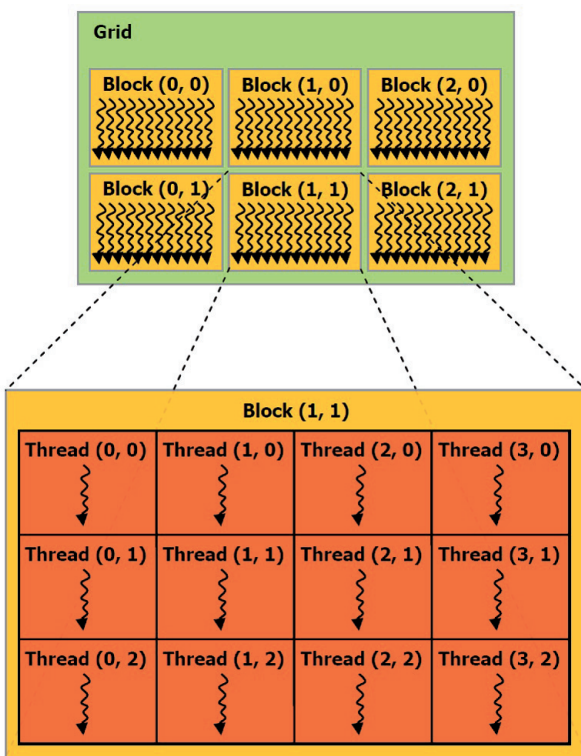


図8 スレッドとスレッドブロック  
 (“CUDA C Programming Guide”<sup>7)</sup>より引用)

らないため、3.1節のデータ並列性に基づいてソフトウェア設計することが重要である。

#### 4. アプリケーションへの適用

既存の画像情報処理アプリケーションを対象に、データ並列性やタスク並列性に基づいてソフトウェアを設計し直し、マルチコアCPUやGPGPUを用いて高速化したアプリケーションを試作し、その効果を検証した。

#### 4.1 移動物体検出アプリケーション

以前の研究<sup>1)</sup>で作成した移動物体検出アプリケーション(図9)は、入力された画像の背景画像をLMedS (Least Median of Squares) 推定を用いて背景モデルを作成し、背景差分処理により移動物体を検出するアルゴリズムである。



図9 移動物体検出アプリケーション

その中で用いている画像データのグレースケール変換処理、画像データの差分処理は、計算対象となる画素が空間軸方向に連続しており、かつ計算が他の画素に依存しないため、SIMDを用いた局所並列計算を行うように実装した。

また、背景画像のLMedS推定処理は、計算対象となる画素が空間軸方向には連続していないが、計算が他の画素に依存しないため並列計算が可能である。そこで、LMedS推定処理は画面を上下2分割し、それぞれの処理をマルチスレッドを用いて実装した。

以前の移動物体検出アプリケーションと、新たに実装したアプリケーションをそれぞれIntel Core i7-950 (動作周波数3.07GHz) のCPUで実行した結果を表2に示す。

表2 移動物体検出処理の速度比較

移動物体検出アプリケーション	これまでの実装	高速化した実装	向上率
背景更新処理時間 [s]	11.15	5.08	2.19
動作フレームレート [FPS]	40.78	45.44	1.11

背景更新処理時間は平均して11.15秒から5.08秒となり、動作速度の向上率が約2.2倍となった。また、移動物体検出処理の動作フレームレートは、毎秒40.78フレームから45.44フレームに向上した。動作フレームレートの向上率が約1.1倍にとどまるのは、SIMDを利用して並列計算を行った部分が、処理全体に対して2割程度であったためと考えられる。

#### 4.2 光散乱シミュレーションソフトウェア

農水産物の内部状態や異物混入の有無を検査するために、近赤外光などの光を用いる方法が知られている。光を用いた計測技術は、光検出器で得られた情報と入力した光を基に物

質内部での光学特性分布を推定して計測する。推定した光学特性分布が正しいかどうかは、光伝搬解析を計算した結果と測定値を比較して評価する。この光伝搬解析をコンピュータでシミュレーションする手法としてモンテカルロ (Monte Carlo) 法がある。

モンテカルロ法は、図10のように光を多数の光子と考え、この光子の吸収散乱体内部での伝搬現象をシミュレーションするもので、精度を上げるためには光子数を増やして計算する必要があるが、計算時間がかかるという欠点がある。

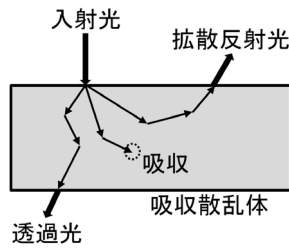


図10 モンテカルロ法

Lihong Wangによる光散乱シミュレーションソフトウェア<sup>10)</sup>を用いて、拡散反射光を捕捉する検出器で光子を1,000個検出したときの吸収散乱体での光子の吸収を表したものが図11である。光子は $x=y=z=0$ の点(図の矢印)から入射し、検出は $x=0.2, y=z=0$ にある $0.04 \times 0.04$ の大きさの検出器で捕捉する。上部は $y=0$ の $x-z$ 平面、下部は $z=0$ の $x-y$ 平面を表し、白い部分ほど吸収が多いことを示す。

このモンテカルロ法のアルゴリズムでは、光子は吸収散乱体に1個ずつ投入して計算され、その処理結果が他の光子に影響を与えることは無いため、タスク並列性を利用した並列計算が可能である。また、シミュレーションでは光子を大量に投入するため、マルチコアCPUによる実装よりもGPGPUを用いた実装の方が適している。そこで、CUDAを用いて光伝搬処理をカーネル関数で記述し、光子1個の動きが1つのスレッドで処理されるようプログラムを実装した。

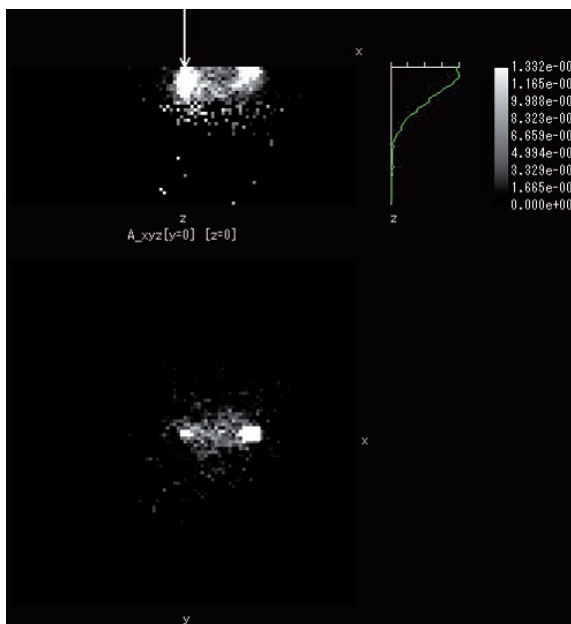


図11 光散乱シミュレーション結果

光子を一定数投入する場合と、検出器で光子を一定数検出するまで光子を投入し続ける場合について、今回実装したプログラムでシミュレーションした処理時間の結果を図12、表3、表4に示す。

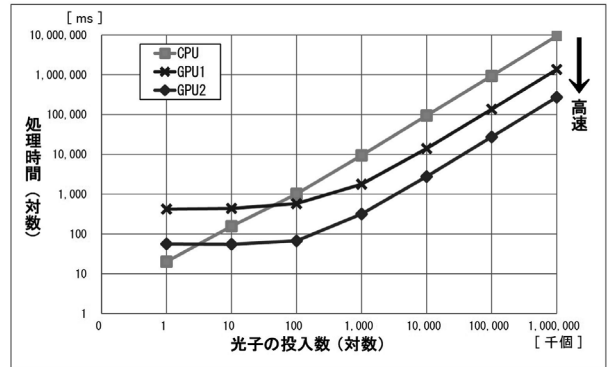


図12 光散乱シミュレーションの速度比較グラフ

表3 光散乱シミュレーションの速度比較

光子の投入数 [個]	CPU	GPU1		GPU2	
	[ms]	[ms]	CPU比	[ms]	CPU比
1,000	20	421	0.05	56	0.36
10,000	156	437	0.36	55	2.84
100,000	1,014	578	1.75	67	15.13
1,000,000	9,391	1,778	5.28	317	29.62
10,000,000	94,616	14,009	6.75	2,770	34.16
100,000,000	938,279	136,048	6.90	27,349	34.31
1,000,000,000	9,422,591	1,357,405	6.94	273,103	34.50

表4 光散乱シミュレーションの速度比較

(検出器で一定数検出するまで光子を投入)

光子の検出数 [個]	CPU	GPU1		GPU2	
	[s]	[s]	CPU比	[s]	CPU比
1,000	7.46	1.62	4.60	0.43	17.35
10,000	79.85	11.70	6.82	2.08	38.39
100,000	736.97	112.29	6.56	20.67	35.65
1,000,000	7,386.71	1,110.52	6.65	206.00	35.86

表中のCPUはIntel Core i7-950 (動作周波数3.07GHz)、GPU 1はNVIDIA NVS3100M (演算コア16個)、GPU 2はNVIDIA Tesla C2050 (演算コア448個)である。

投入する光子数が少ない場合、つまり計算量に比べてデータ数が少ない場合はGPUの方がCPUより処理時間がかかっている。これはGPUで計算する際に必要なメモリ転送のオーバーヘッドのためである。しかし、光子数が多くなるとCPUでの処理速度に比べGPUの方が速くなり、GPU 1では約7倍、GPU 2では約35倍の実行速度が得られ大幅な高速化がなされている。

## 5. おわりに

マルチコアCPUやヘテロジニアス構造の計算機における画像情報処理ソフトウェアを高速化するためのソフトウェア設計と実装について取り組み、移動体検出アプリケーションと光散乱シミュレーションソフトウェアの試作を通じてその効果を確認した。

これまでデータ量や反復計算が多くリアルタイムに処理できなかった画像処理やパターン認識、信号処理などに本研究成果を適用することで、より高度な計測システムの実現が可能となる。また、マルチコアCPUやヘテロジニアス構造の計算機に対する適切なソフトウェア設計手法に関する知見は、様々な産業分野に展開が見込まれ、今後は一次製品の加工工程や工場の生産ラインにおける計測システムなどの実用機に適用を図る予定である。

## 引用文献

- 1) 堀武司・波通隆・飯島俊匡：“実環境における移動体の検出・追跡技術に関する研究”，北海道立工業試験場報告No.305, pp.9-15 (2006)
- 2) 飯島俊匡・高橋裕之・橋場参生：“超解像処理を利用した画質改善技術に関する研究”，北海道立総合研究機構工業試験場報告No.309, pp.17-22 (2010)
- 3) 飯島俊匡・高橋裕之：“積雪寒冷地用監視カメラシステムの構築”，北海道立総合研究機構工業試験場成果発表会要旨, pp.28 (2011)
- 4) インテル, <http://www.intel.com>
- 5) アドバンスド・マイクロ・デバイセズ (AMD), <http://www.amd.com>
- 6) エヌビディア (NVIDIA), <http://www.nvidia.com>
- 7) “CUDA C Programming Guide”, “CUDA C Best Practices Guide”, <http://developer.nvidia.com/nvidia-gpu-computing-documentation>
- 8) “CUDA Zone”, <http://developer.nvidia.com/category/zone/cuda-zone>
- 9) “AMD Accelerated Parallel Processing (APP) SDK”, <http://developer.amd.com/sdks/AMDAPPSDK>
- 10) Lihong Wang, Steven L. Jacques, Liqiong Zheng : “MCML - Monte Carlo modeling of light transport in multi-layered tissues”, Computer Methods and Programs in Biomedicine 47, pp.131-146 (1995)



## 画像処理による道産カラマツ材格付け評価システム

高橋 裕之, 飯島 俊匡, 古賀 信也\*, 秋元 紀幸\*\*, 松永 秀司\*\*

### Development of Grading System for Japanese Larch from Hokkaido using Image Processing.

Hiroyuki TAKAHASHI, Toshimasa IJIMA, Shinya KOGA\*  
Noriyuki AKIMOTO\*\*, Shuji MATSUNAGA\*\*

#### 抄 録

道産カラマツ人工林材の多くは、40年生以上の林齢に達しており、今後大径材の生産量増大が予想される。現在、カラマツ製材工場では、小・中径材からパレット・梱包材などの産業用途への生産が多く、集成材・合板などの建築用途の需要も確立されてきているが、大径材の生産量が増す状況において、より付加価値の高い無垢材の建築材利用が進んでいない。

カラマツ大径材から製材した無垢材が建築用途として利用が進まない一因として、乾燥後に「ねじれ」を生じることが挙げられる。このため本研究では、原木木口面から得られるパラメータを基に製材後のねじれ発生を予測することで、原木の段階での格付けを行う原木等級格付けのための評価システムを開発した。

キーワード：道産カラマツ材，格付け評価，画像処理システム

#### Abstract

The Japanese larch forest in Hokkaido are produced mostly from planted forest after several decades, therefore the increase of production of large diameter wood is expected. The production rate in industrial use such as palette, packing materials with the small or medium diameter wood is high, and the demand of building use such as laminated lumber or plywood with them has been established in recent years. However, in the circumstances of increasing production of large diameter wood, building use with solid wood from large diameter larches has not been progressed.

One reason for not utilizing solid logs from large diameter larches is "warp" when dried. This paper describes that development of evaluation system for grading raw larch logs, predicting "warp" after processed from some parameters acquired from cut surface of them.

KEY-WORDS : Japanese larch from Hokkaido, Grading system, Image processing system

#### 1. はじめに

北海道のカラマツ林は、人工林面積のほぼ3割を占め、その約7割は40年生以上の林齢に達している。今後、伐採により生産される原木（素材）量の増加が見込まれ、その中で大径材の比率が高くなることが予想される。このため、大径材

から柱や梁などの建築用材を地域の製材工場で生産し、地域で住宅等に活用する「地材地消」の推進が期待されている。

現在、カラマツ製材工場では、小・中径材からパレット・梱包材などの産業用途への生産が多く、集成材・構造用合板などの建築用途の需要も確立されつつあるが、大径材の生産量が増す状況において、より付加価値の高い無垢材等の建築

\* 九州大学大学院農学研究院 \* Kyushu University Agro-environmental Sciences \*\* (株)サトウ \*\* Satoh Inc.

事業名：公募型研究

課題名：道産カラマツ材高付加価値利用のための格付け評価システムに関する技術開発（平成20～21年度）

事業名：職員研究奨励事業

課題名：道産カラマツ材向け格付け評価システム用画像センサシステムの実用化研究（平成23年度）

材利用が進んでいない。この一因として、乾燥後に生じる「ねじれ」が挙げられる。

そこで本報では、カラマツ材の建築用途利用拡大を目的に、画像処理技術を用い、木口画像から得られるパラメータを基に原木の製材後に発生するねじれを予測して原木等級格付けを行うための技術の確立と評価システムの開発に関する検討を行った。これにより、北海道の重要な森林資源であるカラマツ材の高付加価値利用を促進し、林業・林産業の振興に寄与できるものと考え<sup>1,2)</sup>。

## 2. 原木等級格付けのための評価システム

### 2.1 原木評価手法の検討

これまで、製材後のねじれに対する原木評価手法の検討を行ってきた<sup>1)</sup>。伐採した原木に対して評価を行うため、木口から得られるさまざまなパラメータを実測した後、製材を行い、乾燥後のねじれ量を計測した。この結果から統計的手法により実測パラメータとねじれ発生の相関関係を導き、原木からねじれない製材が何本とれるかを算定する評価式(1)を得た。この評価式からねじれの予測には、木口情報から得られる直径、未成熟材率、心材率、扁平率の依存度が高く、これらを精度良く計測できれば良いことがわかった。

$$n = a \cdot DT + b \cdot JW20B + c \cdot HWPB + d \cdot RB + e \dots (1)$$

ただし、

$DT$  : 直径,  $JW20B$  : 未成熟材率,  $HWPB$  : 心材率,  
 $RB$  : 扁平率

ねじれを 8 度以下とした場合、

$$a=0.2786, b=-0.09604, c=0.0444, d=-8.30067, e=5.4988$$

ねじれを 5 度以下とした場合、

$$a=0.2327, b=-0.0739, c=0.05023, d=2.19299, e=-5.94663$$

ねじれを 3 度以下とした場合、

$$a=0.1326, b=-0.0378, c=0.04613, d=5.13308, e=-8.31885$$

ここで、実測パラメータの定義を以下に示す(図1)。

樹心(髓) : 年輪の中心

径 : 樹心を通る辺から辺までの直線

半径 : 樹心から辺までの長さ

長径 : 一番長い半径を有する径

短径 : 長径の垂直方向の径

直径( $DT$ ) : 長径, 短径の平均値

扁平率( $RB$ ) : 長径と短径の比(短径/長径)

木口 : 皮を除いた原木の切断面

未成熟材 : 本報では固定(20年)年輪内部

未成熟材率( $JW20B$ ) : 未成熟材面積と木口面積比

心材 : 木口の色(彩度)が変化する中心部

辺材 : 木口の色(彩度)が変化する外部部

心材率( $HWPB$ ) : 心材面積と木口面積比

この評価式は、現場における評価法として有効性が高いことから、実測パラメータを自動計測するため、画像計測手法の検討を行った。



図1 実測パラメータ

### 2.2 画像計測手法の検討

画像処理で人手と同じようにパラメータを計測することは、非効率であるため、画像計測に適した手法を検討し、実測パラメータによる評価結果と同等の結果が得られれば画像計測による評価システムの実現性が高いと考えられる。以下に検討した画像計測手法を示す。

#### 2.2.1 樹心位置計測

年輪は同心円状の中心近傍に位置する。このため、年輪の水平・垂直方向のエッジ成分を抽出して、射影演算処理を行ったときのピーク座標が樹心の位置となる。同心円が偏っている場合でも、水平・垂直線分が偏るが同様なピーク座標が得られる。

具体的な処理として、垂直・水平線分を抽出するため、微分(ソーベル演算)処理を施した。このとき、垂直・水平微分のどちらにも一定以上の値を持つ画素を斜め方向の線分として除去することで、垂直・水平エッジ成分のみの出現頻度を得ることができる。さらに微分画像に対する射影演算処理を行い、エッジの出現頻度を計数した。微分処理では節や明度のバラツキによりノイズが生じるため、射影演算結果に対して平滑化処理を行い、その最大値の座標を算出した。

本処理手法では、木口面の節等により年輪が抽出できない場合、計測誤差の要因となるため、年輪の欠けを補間する処理や射影演算結果の傾斜から真のピーク座標を推定することで計測誤差を減らせる可能性がある。図2に処理結果例を示す。



a) 原画像

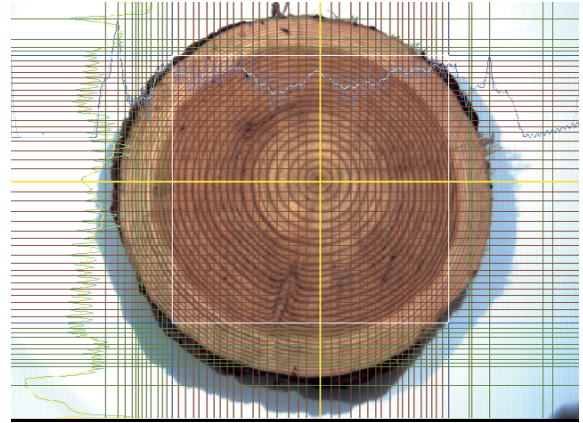
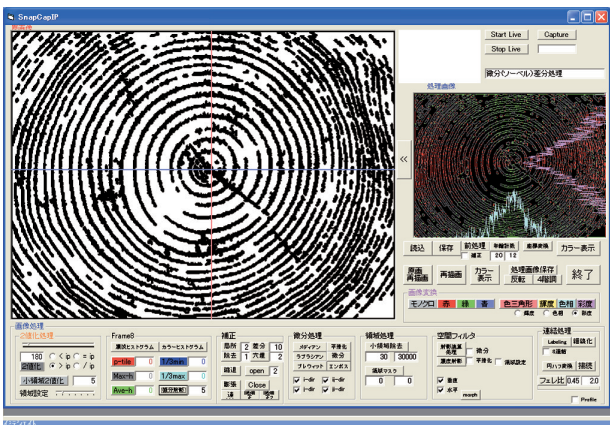


図3 年輪計測処理例



b) 処理プログラム実行例

図2 樹心位置計測処理例

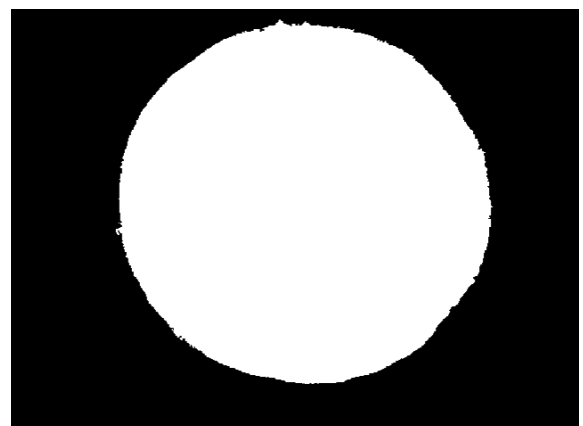


図4 木口図形の抽出

### 2.2.2 年輪計数処理

樹心に対して、垂直・水平方向に年輪を数えることで年輪計数を行うが、微分画像では、必ずしも垂直・水平方向成分のエッジが明確化されない。このため、濃淡画像の樹心位置に対して水平・垂直方向の帯状の領域を設定して濃度投影処理を行うことで、年輪によるデータ列が得られる。このデータ列の極小値を求めることによって年輪を計数できる。

樹心近傍の年輪は径が小さく濃度が薄いことが多く、濃度投影データが不明瞭となり正確な計数ができない場合が見られた。そこで、最初に得られた年輪幅が既定値より大きい場合に、その内側に年輪があると仮定して計数処理を行った。図3に処理結果例を示す。

### 2.2.3 木口図形の抽出

背景から原木木口を分離し、さらに、皮部分を除いた木部を抽出して木口図形とした。

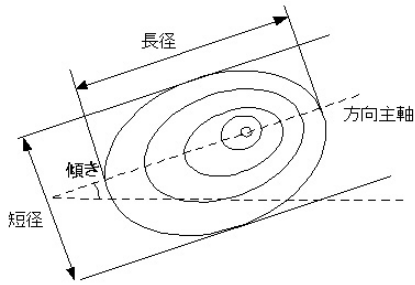
木口から皮を除去する処理として、本処理では、カラー(RGB)画像から彩度画像を算出し、閾値処理を行った。このとき、年輪部など、皮と彩度濃度が近い画素が除去されるため、穴埋め処理を施し、最終的に、輪郭部に小さな凹凸が出現するためノイズ除去処理を行った(図4)。

### 2.2.4 長径・短径の抽出

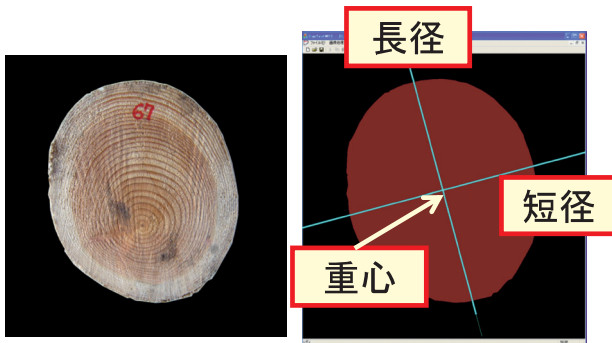
長径・短径を実測値と同じ定義で計測することは難しいため、本手法では、木口図形から重心を算出し、重心周りの方向主軸の傾きを求め、その直線と図形との切片を長径とし、求めた直線に平行な2本の直線で挟んだ幅を短径とした。図5に概念図と計測結果例を示す。

重心と樹心は、必ずしも同様の座標値とはならないが、木口が大きく歪んだ原木は評価値が低く、そもそも事前に選別され、計測対象とはしないことから、問題にはならないと考える。





a) 木口面図形形状特徴パラメータ概念



b) 原画像

c) 処理結果

図5 木口特長パラメータ  
(長径・短径計測処理結果)

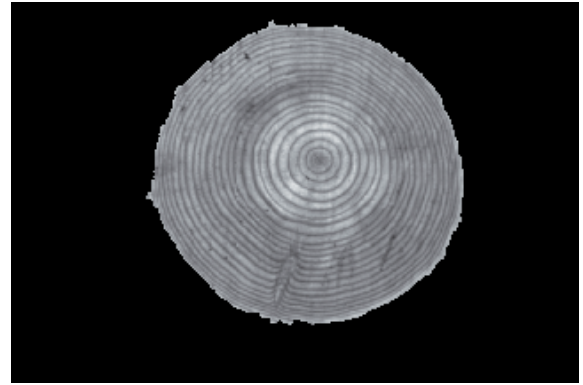
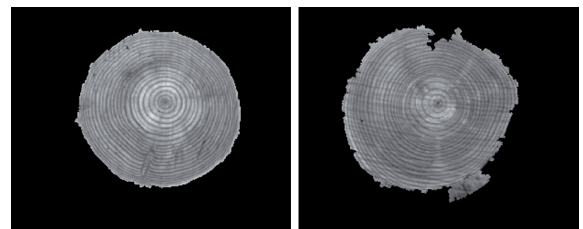


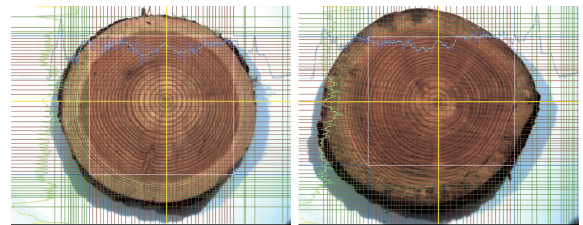
図6 心材部識別処理結果



原画像



心材図形



樹心・年輪計数画像

a) カラマツ1

b) カラマツ2

図7 画像処理結果

### 2.2.5 心材・辺材識別処理

木口面の外周部とその内側では濃度値が変化する。この内側を心材，外側を辺材と呼ぶ。この心材・辺材は，明らかな相違により一見して判別できる場合と，濃度値が酷似している場合がある。明確な相違がある場合は，明度や彩度画像により，比較的簡単な閾値処理で判別できる。しかし，明確でない場合も多いため，どちらの場合にも判別可能な処理として色相画像に対する閾値処理を行った。その結果，残った皮や影などの影響から，木口輪郭部近傍で残存画素が生じることが分かったため，先に求めた木口図形から輪郭部を一定幅で縮退した画像を処理対象に用い，画像を小領域に分割した濃度ヒストグラムから算出した閾値による閾値処理を行うことで辺材部を判別し，心材図形を抽出した。図6に計測結果例を示す。

表1 処理結果

		木口面積	心材面積	未成熟材面積	心材率	未成熟材率	長径	短径	平均直径
		(実測値:mm2、画像:dot)			(%)	(%)	(mm)	(mm)	(mm)
カラマツ1	a)面積実測	74000.0	49537.5	36700.0	66.94	49.59	309	305	307
	b)半径実測	74022.9	48305.1	36643.5	65.26	49.50	309	305	307
	c)画像重心	347070	246819	191665.3	71.12	55.22	312.1	304.8	208.4
	d)画像樹心	347070	246819	191665.3	71.12	55.22	308.9	307.5	308.2
カラマツ2	a)面積実測	80412.5	53987.5	35237.5	67.14	43.82	333	311	322
	b)半径実測	81435.1	55990.0	36305.0	68.75	44.58	333	311	322
	c)画像重心	384143	277343	182466.7	72.20	47.50	341.3	316.2	328.7
	d)画像樹心	384143	277343	182466.7	72.20	47.50	339.9	327.8	327.8

## 2.3 画像評価手法の検証

本画像計測手法の総合的な処理フローを以下に示す。この処理フローに従い、画像パラメータを計測し、評価値を算出した。

- (1) 木口撮像画像の取得
- (2) 樹心位置計測
- (3) 年輪計数処理（未成熟材率）
- (4) 木口図形の切り出しおよびパラメータ抽出  
（重心座標、方向主軸の傾き、扁平率）
- (5) 心材・辺材判別（心材率）
- (6) 評価値の算出

本処理フローにより抽出した画像パラメータから、直径、未成熟材率、心材率、扁平率を算出して、ねじれ評価値を算出した。それぞれの処理結果を表1、処理画像例を図7に示す。

表1では、評価値を次のa～dの4つの場合に分けて算出し、画像パラメータの有効性を検証した。

- a) 面積実測：木口面積、心材面積、未成熟材面積をグラフ用紙にトレースして、グラフ用紙5mmマスを計数して求めた実測パラメータを用いて評価値を算出
- b) 半径実測：長径、短径から木口半径、心材半径、未成熟材半径を求め、半径から円の面積を計算したパラメータを用いて評価値を算出
- c) 画像重心：各面積は画素数を計数し、長径・短径を木口図形の重心点を通る直線として算出したパラメータから評価値を算出
- d) 画像樹心：各面積は画素数を計数し、長径・短径を木口画像から樹心位置を抽出して、樹心を通る直線として算出したパラメータから評価値を算出。

表1-a), b) から、面積実測値と半径実測値で算出した評価値は同等の値が得られた。本処理では、木口形状が円に近い形状であることから、平均半径から算出した円の面積値を実測値として用いても、良好な結果が得られた。今後は、実測評価値を平均半径から算出したものを用いる。

試験サンプル数が少ないが、画像処理では木口面積に比べて、心材面積、未成熟材面積が大きな値として求まった。心材面積が大きくなった要因の一つに、心材部と辺材部が分離できずに心材部に残る場合があることが挙げられる。特に、カラマツ2が顕著であるが、これは、辺材部と心材部が類似しており、さらに辺材部にしみの様な濃度の低い（暗い）部分があるため、色相の濃淡だけでは判別できない。このような原木が多い場合、心材部は、木口形状を樹心方向に縮小した形状をしていることから、平均的な半径から補正するなどの手法の検討を行う。また、未成熟面積が大きくなる要因として、非常に幅の狭い年輪の場合、計数できない場合があり、処理手法の高精度化を図る必要がある。

## 3. 等級格付けシステムの開発

### 3.1 画像システムの構築

これまで、画像処理手法を確立するために、輪切りにした木口を撮像した静止画像を用いて処理を行ってきた。しかし、選木機への搭載など、評価システムを実用化するためには、次々と搬送される原木を捉えて、処理を行う必要があり、高精細な画像を高速で処理できるシステムの構築が不可欠である。また、原木の搬送位置が揃っていないため、位置計測を行って画像を補正する必要がある。このため、レーザー光源を照射して、照射位置を計測し、補正する機能を検討した。システム構成は、高解像度GigEカメラ（500万画素）、画像処理コントローラ（PC）、レーザー光源、画像取込トリガ信号発生装置からなる。図8にシステム概念図、試験風景を示す。

#### 3.1.1 画像キャプチャ用トリガ信号発生装置

搬送機で運ばれた原木を的確に撮影して画像を捉えるため、撮影位置に運ばれた原木を検出するためのトリガ信号が不可欠である。本システムでは、トリガ信号の発生装置を光電スイッチ（2個）とUSB接続のマイコン（Gainer）で構成し、光電スイッチを搬送機両端の2カ所に設置した。高速性の観点から、トリガ信号は直接カメラに入力することが望ましいが、システム構成上、画像処理用コントローラにUSBで接続し、プログラム処理により画像キャプチャ処理を行った。

#### 3.1.2 位置計測による画像補正処理の検討

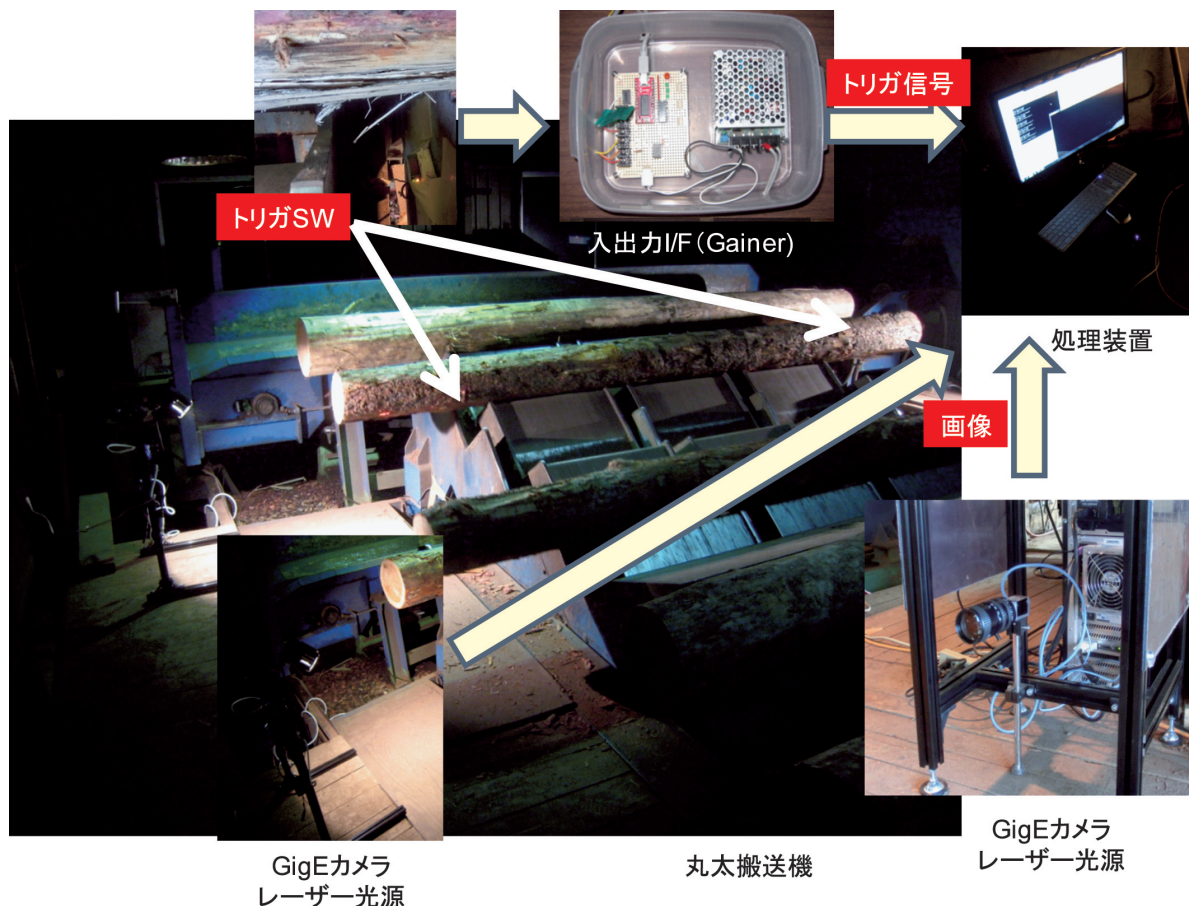
原木は、搬送機上で整列されていないため、カメラから原木までの距離が異なり、画像の縮尺が不定となり、正確な画像計測が行えない。そこで、本システムでは、レーザーによるポイント光源を照射し、その位置から物理量への変換係数を求め、計測値を算出する手法を検討した。手法の概念図を図9-aに示す。図に示す通り、カメラに対して、斜め方向からレーザー光を照射すると、対象物の位置によりレーザー光の照射位置が異なる。予め、距離と座標との関係を測定（図9-b）することで、変換係数を算出することができる（図9-c）。

### 3.2 画像計測試験結果および考察

道産カラマツ32cm径級の原木の両木口を切断して3600mmの長さ揃えたもの100本に対して、計測試験を行った。併せて、切断した木口円盤をデジタルカメラで撮影しておき、画像からパラメータを抽出して実測値として用い、これを基準値として、システムの検証を行った。

本試験は、実際の選木場で行ったため、カメラ設置位置等に制約があり、位置ズレが大きい場合や、搬送速度が合わずにブレやボケが生じて、明瞭な画像が撮像できない場合があっ





a) システム構成



b) 試験風景

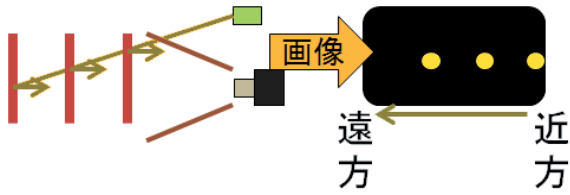
図8 画像システム

た。このため、計測誤差が大きいものは、画像毎に画像処理用のパラメータを調整して評価値を算出した。画像計測システムで得られた画像の一例と評価結果を図10、表2に示す。

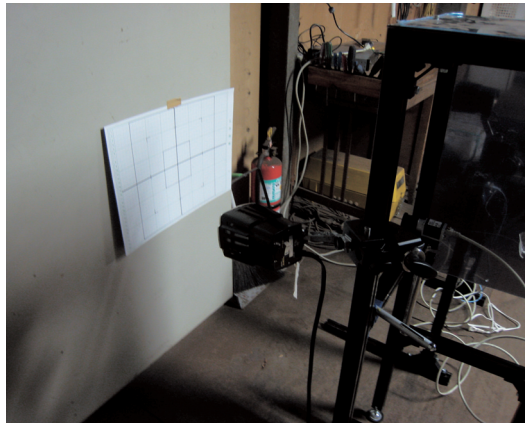
表2から、基準値と計測値を比較すると、20年輪率、心材率、扁平率は、画像計測で得られた画素単位の比較であり、良好な計測結果が得られた。しかし直径は、レーザー光源位置を基に補正を行ったが、距離に応じて、誤差が生じて評価値へ影響した。直径の誤差が大きな対象に対して、直径が適

正に計測できたと仮定した場合、基準値と同等の評価値が得られることを確認できた。

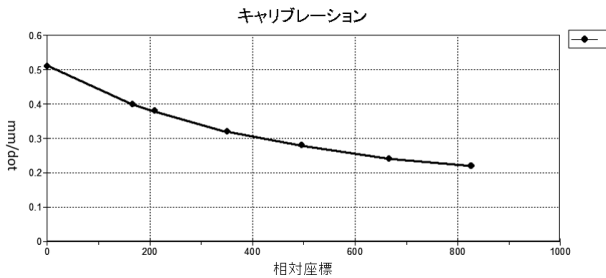
実用化のためには、原木の位置を揃えるか、距離計測を正確に行うことが重要である。



a 距離計測の概念



b 測定風景



c 相対座標と変換係数のグラフ

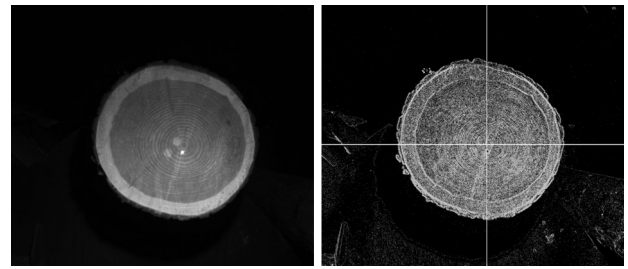
図9 距離計測処理

#### 4. まとめ

木口から製材後の原木を評価する手法を考案し、これを自動で計測するための画像計測手法並びにシステム開発を行い、計測試験を行った。この結果、明瞭な画像が撮像できた場合には、実測と同等のパラメータを計測し、評価値の算出ができた。これと基準値を比較した場合、位置補正による誤差が生じていたが、位置計測を高精度に行うことで同様な結果が得られることが確認できた。

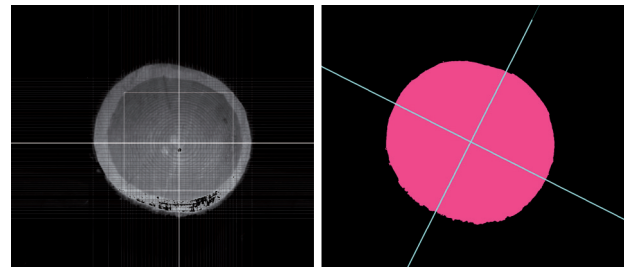
一方で、画像が不明瞭であったり、原木が撮像範囲からズレており、画像パラメータを取得できない画像が見られた。この要因として、次の項目が考えられる。

- 1) カメラの設置位置が限られたため、光学的な制約があり、原木の位置ズレに対応できず、焦点が合わなかった。
- 2) 搬送タイミングを作業者が操作しているため、搬送間



a) 原画像

b) 樹心位置計測



c) 年輪計数

d) 方向主軸計測

図10 画像計測結果例

表2 画像評価結果例

No.		直径(cm)	20年輪率	心材率	扁平率	3度以下	5度以下	8度以下
57	基準	27.2	0.55	0.72	0.99	0.38	2.55	4.85
	計測	27.17	0.56	0.69	0.95	0.32	2.52	4.91
69	基準	29.88	0.47	0.68	0.92	0.39	3.03	6.16
	計測	28.31	0.51	0.60	0.91	0.13	2.64	5.78
74	基準	39.05	0.46	0.73	0.92	1.60	5.16	8.73
	計測	37.03	0.46	0.70	0.95	1.48	4.75	7.92

隔にバラツキがあり、操作が早いときには処理が間に合わず、移動のためのブレや撮像範囲から外れた。

これらの課題は、操作や設置に関することであり、構成の見直しや運用での対応を検討する。これらの課題を解決することで、原木を評価して格付けするための画像システムの実用化が可能であると考えられる。

今後は、本システムと原木強度計測装置とを組合わせて、格付け区分を細分化することで、用途に適した材料を峻別することが可能になると思われる。これにより、原木の段階で適正な用途を指定することができ、さらなる利用促進が期待できるものと考えている。

#### 引用文献

- 1) 高橋裕之, 飯島俊匡, 古賀信也, 秋元紀幸, 仙頭敏彦: 地域ニーズ即応型報告書「道産カラマツ材高付加価値利

用のための格付け評価システムに関する技術開発」  
(2010)

- 2) 高橋裕之, 飯島俊匡, 本間稔規他: 林産業に向けた画像処理技術の応用開発事例, 工業試験場成果発表会プログラム・発表要旨2012 pp.102 (2010)
- 3) 高橋裕之, 本間稔規, 飯島俊匡: 画像処理による道産カラマツ材格付け評価システム, 技術支援事例集2011.07 pp4 (2011)



## 水を利用したマイクロ化学プロセスによる道産資源の高機能化

松嶋 景一郎, 浦 晴雄, 鎌田 樹志, 内山 智幸, 成田 正直\*, 武田 忠明\*  
清水 英樹\*\*, 河野 慎一\*\*, 柿本 雅史\*\*

### Development of High Value-added Products Made from Hokkaido Natural Resources Using High-pressure High-temperature Water Micro Chemical Process

Keiichiro MATSUSHIMA, Haruo URA, Tatsuyuki KAMADA, Tomoyuki UCHIYAMA  
Masanao NARITA\*, Tadaaki TAKEDA\*, Hideki SHIMIZU\*\*  
Shinichi KONO\*\*, Masashi KAKIMOTO\*\*

#### 抄 録

北海道産天然エキスであるカニ煮汁およびホタテ外套膜煮汁を原料に、次世代技術である高温・高圧水マイクロ化学プロセスを用いて、メイラード反応により香味を向上させ、低分子化反応により透明化した付加価値の高い調味料を開発した。また、官能による香味評価を補助する分析法として、アミノ酸組成分析および揮発性成分分析による手法を開発した。さらに、高温・高圧水マイクロ化学プロセスによる高速反応工程が、食品加工に用いるには十分な殺菌機能を持つことを確認した。すなわち、マイクロ化学プロセスが高付加価値食品を製造すると同時に、食品加工で重要な殺菌工程として利用できることが分かった。

キーワード：高温・高圧水，マイクロ化学プロセス，天然エキス，環境調和型プロセス

#### Abstract

We have developed new natural seasonings made from extracts of crabs and scallop's mantle. Maillard reaction and depolymerization induced with high - pressure, high- temperature water micro chemical process gave the extracts pleasant fragrance and high - clarity, they became to be high - value added seasonings consequently.

New evaluation methods of smell were constructed based on analyses of volatile constituents and amino acid compositions. The methods assisted sensory evaluation with food odor.

It was confirmed that a high-speed manufacturing method using high - pressure, high- temperature water micro chemical process had sufficient sterilizing effect for food processing. Namely, high - pressure, high- temperature water micro chemical process could be used as food manufacturing method and also sterilizing process.

KEY-WORDS : High-pressure and high-temperature water, Micro chemical process extract of natural resource, Environmental harmony process

#### 1. はじめに

北海道の豊富な天然資源・未利用資源を有効利用した製品の開発や道産食品の高付加価値化に関する技術開発が、道内

大学、企業等で盛んに行われている。

一方、持続可能な循環型社会の実現を目指して、環境・安全・健康へのリスクを最小にすると同時に経済的なプロセス設計を可能とする「グリーンエンジニアリング」の開発が急

\* (地独)北海道立総合研究機構 水産研究本部, \*\* (地独)北海道立総合研究機構 食品加工研究センター

\* Local Independent Administrative Agency Hokkaido Research Organization Fisheries Department,

\*\* Local Independent Administrative Agency Hokkaido Research Organization Food Processing Research Center

事業名：重点研究

課題名：水を利用したマイクロ化学プロセスによる道産資源の高機能化（平成21～23年度）

務となっている。そのため、資本投資・エネルギー消費の削減や、安全性、環境調和性を強化したプロセス、および技術のハイブリッド化が重要視されている。

数百マイクロン以下の微小な流路や空間を利用したマイクロ化学プロセスは、反応・分離等の高効率化・高速化、および新規な特異反応場として注目されている次世代技術であり、ナノテクノロジーや超臨界技術等の先進技術が集積したハイブリッドプロセスである。現在までに、セラミックパウダー、ポリマー微粒子製造や酸化、水素化、エステル化反応などの無機・有機合成反応、あるいはタンパク質分解などの生化学反応で、従来の数千から数万倍の速さで反応が進み、かつ低収率・低選択な反応を向上させるといった報告例がある<sup>1,2)</sup>。すなわち、マイクロ化学プロセスは従来の化学プロセスの概念を覆す、コンパクトで、安全な、優れたエネルギー効率を持つプロセスであり、実用化が進められている次世代技術である。

本研究では、水の機能と微小空間とのハイブリッドである「高温・高圧水マイクロ化学プロセス」を用いて、北海道の天然エキスを原料とした高付加価値食品素材の開発を行った。

## 2. 高温・高圧水マイクロ化学プロセス

水の状態図を図1に示す。水は常温・常圧下では安全な物質であるが、臨界点（温度374℃、圧力22.1 MPa）以上の状態である超臨界水、あるいは、それ以下の高温・高圧状態の液相である亜臨界水になると物性が大きく変化し、反応性に富んだ媒体となる。

例えば、高温・高圧状態になると、常温・常圧下と比べ誘電率が著しく減少し、極性の低い有機物質を溶解させることができる。また、イオン積は亜臨界域で最大となり、超臨界域では極端に減少する。しかし、水素結合が臨界点を極大として減少するためプロトンの活性化が起こる<sup>3,4)</sup>。しかも、これらの物性は、温度・圧力条件により連続的に変化させる

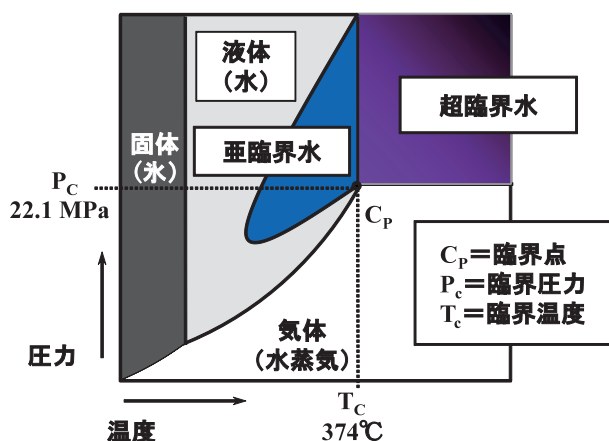


図1 水の状態図

ことができる。

この水の特異的機能を利用し、有機溶媒や触媒などを用いずに、高温・高圧水のみで反応を促進させる環境調和型プロセス技術の研究が盛んに行われている。1990年代にはPCB、ダイオキシンなどの危険物および難分解性物質の分解・無害化や、半導体工場などの廃污水处理技術などが実用化され、大規模プラントが建設された。しかしながら、バッチ処理で行うプロセスであるため、経済的な問題から現在も稼働している例は世界的に見ても極僅かであり、特殊な用途に限られている。

バッチ反応の欠点を克服し、高温・高圧水の多様な機能を最大限に利用するために開発されたシステムが、微小空間とのハイブリッドによる「高温・高圧水マイクロ化学プロセス」である。本プロセスは、水の機能と微小空間の持つ特性とのシナジー効果を利用した連続流通型システムであり、反応の効率化・高速化や新規反応が発現する特異反応場として注目されている。

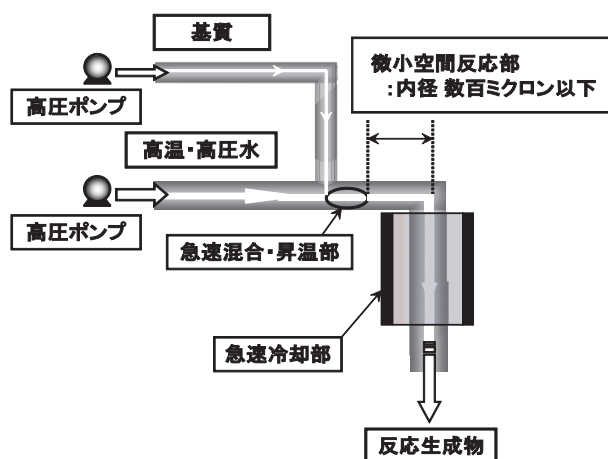


図2 高温・高圧水マイクロ化学プロセス

高温・高圧水マイクロ化学プロセスの概念を図2に示す。内径数百マイクロン以下の微小な流路を反応場として利用することで、流体の拡散のみによる混合、所定の温度までの急速昇温ができる。また、反応を速やかに停止させる急速冷却も可能となる。すなわち、精密な反応時間・温度制御が可能で、これにより副反応が抑制され、反応選択性の向上や新規化学反応の発現が期待できる。既に、環境に有害な有機溶媒や高価な触媒・酵素を必要とせずに反応を促進させたり、僅か数センチ角の極小反応部しかない装置で、現状の実機と同等の生産力を生み出すことが報告されている<sup>5,6)</sup>。

すなわち、高温・高圧水マイクロ化学プロセスは、枯渇しない資源であり安全な物質である水を高温・高圧状態にすることにより機能化し、さらには微小空間の特性を利用することで、高選択・高速反応を実現させる次世代の環境調和型プロセス技術である。

### 3. マイクロ化学プロセスによる食品開発

#### 3.1 高付加価値調味料の開発

筆者らは、平成19～20年度 経済産業省委託事業 地域資源活用型研究開発事業において、高温・高圧水マイクロ化学プロセスを利用し、ホタテ乾貝柱の製造工程で副産される天然エキス「ホタテ煮汁」を原料とした高付加価値調味料を開発した<sup>1)</sup>。

この調味料は、亜臨界水マイクロ化学プロセスによりメイラード反応を促進させ、高付加価値のもととなる芳醇な香りをホタテ煮汁に付与することで製造される。また、同時に、グリコーゲンやタンパク質などの高分子化合物を低分子化し、エキスを透明化する。これにより、調味料を使用する際に食材を濁らせることがなくなり、高級食材への利用が可能となる。

構築した高温・高圧水（亜臨界水）マイクロ化学プロセスは、上述のメイラード反応と低分子化反応を1秒以下の極めて短い時間で同時に促進・制御することが可能である。本研究では当該技術を応用し、他の道産天然エキスを原料とした高付加価値調味料の開発を検討した。

##### 3.1.1 高温・高圧水マイクロ化学プロセスラボシステム

本研究で構築した高温・高圧水マイクロ化学プロセスのラボシステムを図3に示す。

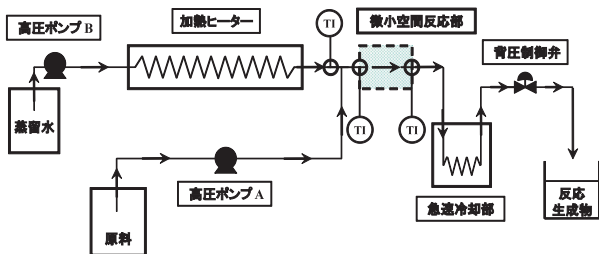


図3 高温・高圧水マイクロ化学プロセスラボシステム

脱気した蒸留水をヒーターで加熱しながら高圧ポンプB (PU-2086, 日本分光㈱) により連続的に送液する。同様に高圧ポンプA (NP-KX-550, 日本精密科学㈱) にて連続送液された原料は、微小空間反応部（内径0.5mm, 長さ30～3,000mm, 体積0.0059～0.59cm<sup>3</sup>）入り口の混合ティアーで加熱蒸留水と精密混合されることにより、所定の反応温度まで急速昇温される。また、反応部出口を冷却することで混合液が急速冷却され、反応を速やかに終了することができる。これにより、液の流速を調整することのみで0.1秒以下の精密な反応時間制御が可能となる。圧力は背圧弁 (ER3000S, TESCOM.CO.) にて調整する。

#### 3.1.2 ホタテ外套膜煮汁

水産加工会社A社より、廃棄物として処理されているホタテ外套膜の煮汁を入手し、これを原料に用い、「ホタテ煮汁由来香味調味料」と同様に、香味と透明度を持つ調味料の製造方法を検討した。

ホタテ貝柱からの抽出エキスである「ホタテ煮汁」とホタテ外套膜煮汁の成分比較を表1に示す。

表1 ホタテ煮汁およびホタテ外套膜煮汁の成分比較

	ホタテ煮汁			ホタテ外套膜煮汁
	オホーツク産	サロマ産	噴火湾産	
グリコーゲン (g/100g)	1.6	2.0	0.7	0.013
遊離アミノ酸総量 (mg/100g)	918	887	884	1,008
Gly (mg/100g)	434	486	420	538
Glu (mg/100g)	23	38	24	31

ホタテ煮汁およびホタテ外套膜煮汁ともに、主成分となるアミノ酸はグリシン (Gly) であり、その含有量および遊離アミノ酸の総含有量に差は無かった。一方でホタテ外套膜煮汁のグリコーゲン含有量がホタテ煮汁と比べ著しく少なかった。香味を発現させるメイラード反応は、還元糖とアミノ化合物（アミノ酸、ペプチド、タンパク質など）の反応である。そのため、ホタテ外套膜煮汁をマイクロ化学プロセス処理してもホタテ煮汁ほどの芳醇な香りを得ることが困難と推測された。しかしながら、図3のラボシステムを用い、反応時間0.088秒の超高速反応域で反応温度を変化させ、マイクロ化学プロセス処理の効果を検討したところ、表2に示すようにA社から「ホタテ煮汁香味調味料とは明らかに異なる香りであるが、良好な香味が生成している」と高評価を得た。また、反応温度の上昇に伴い透明度（低分子化反応）の進行も確認された。

表2 A社評価によるホタテ外套膜煮汁の高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理結果

Entry	温度 (°C)	時間 (秒)	圧力 (MPa)	混合比 (水:原料)	香味	透明度
1	250				±	±
2	275	0.088	25	3:1	+	+
3	300				++	++

±:普通, +:良好, ++:極めて良好

A社から高評価を得られたが、以下の理由から、より香味・透明度を向上させる処理条件の探索が必要と判断した。

- ① 300°Cで完全に透明化するが、香りに若干焦げ臭を感じる。

② 300℃より低温では、生臭みをやや感じる。

高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理条件の最適化により、香味と透明度を同時に向上させることは十分可能であると考えられたが、原料煮汁を製造する段階で生臭みを弱めることができれば、同処理条件の選定がより容易になると判断した。そこで、香味調味料の原料としてのホタテ外套膜煮汁製造法を検討した。

外套膜自体の生臭みを弱めることが最も簡便と考え、外套膜を乾燥させた後、通常の煮汁製造工程と同様に熱水抽出（煮熟）でエキスを製造する方法を検討した。

まず乾燥温度の最適化を検討した。40～100℃の範囲でホタテ外套膜を乾燥し、煮熟によりエキスである乾燥外套膜煮汁を得た。

乾燥温度を変化させ得られたホタテ外套膜煮汁の官能評価結果を表3に示す。

表3 乾燥ホタテ外套膜煮汁の官能評価

乾燥温度 / °C	生臭み	香味
40	—	—
60	±	±
80	+	+
100	+	±

—:悪い, ±:普通, +:良好

60℃および80℃で生臭みが弱まり香味も感じられるようになった。100℃では、香味が弱まったため、60～80℃を最適乾燥温度とした。

次に熱水抽出条件の最適化を検討した。60℃および80℃乾燥外套膜、比較のため40℃乾燥外套膜について、熱水温度を90℃とした時のアミノ酸溶出量と抽出時間の関係を図4に示す。

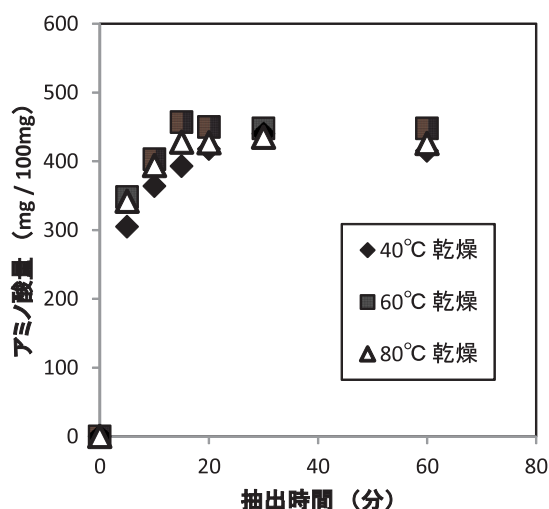


図4 乾燥ホタテ外套膜煮汁の熱水抽出時間とアミノ酸量の関係

いずれの外套膜も遊離アミノ酸量が20分ではほぼ平衡に達するのが分かった。

経済性を考慮すると、高温・高圧水マイクロ化学プロセスにおいては高濃度原料を処理することが効率的である。そこで、煮汁の製造で一般的に行われている繰り返し煮熟処理を行い、外套膜煮汁の濃度を高めることにした。

前述の結果を基に、乾燥外套膜を20分間煮熟した後、外套膜を取り出し、その煮汁を用いて新たな外套膜を煮熟するという操作を3回繰り返した。

得られた煮汁のアミノ酸量を表4に示す。60℃および80℃乾燥外套膜煮汁のアミノ酸量が、A社から提供を受けた外套膜煮汁と同程度であることが分かった。

表4 乾燥ホタテ外套膜3回煮熟煮汁のアミノ酸量

乾燥温度 (°C)	アミノ酸量 (mg / 100mg)
無乾燥	597
40	1,081
60	999
80	999
100	821
A社ホタテ外套膜煮汁	1,008

香りの評価においては、60℃および80℃乾燥煮汁が適していると判断したが、40℃乾燥煮汁も同程度のアミノ酸量が抽出されており、無乾燥外套膜煮汁と比較し明らかに生臭みが減少していたため、40、60、80℃乾燥の3種類の煮汁についてマイクロ化学プロセス処理を検討することにした。なお、100℃乾燥外套膜煮汁はアミノ酸量からも不適と判断した。

前述の3種類の乾燥外套膜煮汁について、A社提供のホタ

表5 乾燥ホタテ外套膜煮汁の高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理結果

Entry	外套膜乾燥温度	反応温度 (°C)	生臭み	香味	透明度
4	40℃	210	+	+	++
5		220	++	++	++
6		230	++	++	++
7	60℃	240	++	+	++
8		225	++	+	++
9		240	++	++	++
10	80℃	220	++	+	++
11		230	++	++	++
12		240	++	±	++

—:悪い, ±:普通, +:良好, ++:極めて良好

\* 反応時間 0.088秒, 圧力 25 MPa, 混合比 3:1 (水:煮汁)



テ外套膜煮汁と同様に、0.088秒の超高速反応域でマイクロ化学プロセス処理を検討した結果を表5に示す。

40℃乾燥煮汁も同処理により生臭みを消失させることができ、全ての乾燥外套膜煮汁から良好な香味と高い透明度を持つ調味料を得ることができた(Entry 5, 6, 9, 11)。しかも、A社提供の煮汁処理条件と比較し、より低温で製造が可能であった。

### 3.1.3 カニ煮汁

水産加工会社B社より、廃棄物として処理されているズワイガニ肩脚肉の煮汁を入手し、これを原料に高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理による高付加価値化を検討した。

反応圧力を25MPaで固定し、①反応温度、②反応時間、③高温・高圧水と原料の混合比を変化させ検討した結果を表6に示す。

1秒以下の超高速反応域でも、温度250℃以上で透明化することが確認できた。また、200℃より高温で原料の持つ生臭みが消失し、適正な反応条件を設定することで、香ばしい焼きガニ臭を持たせることが可能であった(Entry 15, 16, 18)。以上より、カニ煮汁はホタテ煮汁およびホタテ外套膜煮汁と同様に、高付加価値調味料の原料として適用可能と判断した。

表6 B社ズワイガニ肩脚肉煮汁の高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理結果

Entry	温度(℃)	時間(秒)	混合比(水:原料)	香味	透明度
13	200	0.088	3:1	—	±
14	225			+	+
15	250			++	++
16	275			++	++
17	300			±	++
18	250	0.176	1:1	++	++
19	275			±	++
20	200			±	+
21	250			+	++

—:悪い, ±:普通, +:良好, ++:極めて良好

カニ煮汁は、その多くが廃棄物として処理されており、カニの種類や煮熟処理する部位によって濃度やアミノ酸組成が異なる。そこで、種々のカニ煮汁を収集し、組成を分析した。例として、B社提供ズワイガニ肩脚肉煮汁とC社提供ズワイガニ姿煮汁のアミノ酸組成を表7に示す。

表7 B社ズワイガニ肩脚肉煮汁およびC社ズワイガニ姿煮汁のアミノ酸組成

アミノ酸	B社ズワイガニ肩脚肉煮汁	C社ズワイガニ姿煮汁
	(mg / 100mg)	
Tau	204.2	56.6
Asp	2.7	4.4
Thr	14.6	2.3
Ser	20.3	3.9
Glu	27.7	21.6
Pro	59.4	16.6
Gly	450.6	91.6
Ala	211.4	24.3
Cys	1.2	0.3
Val	21.7	13.7
Met	24.6	7.7
Ile	20.7	12.2
Lue	20.2	11.7
Tyr	9.8	7.6
Phe	21.0	8.4
Lys	11.1	2.7
His	1.4	2.1
Arg	168.0	18.3
合計	1290.5	305.9

組成分析の結果、煮汁の種類によって濃度は大きく異なるが、グリシン(Gly)およびアラニン(Ala)が主成分であることを確認した。これらのアミノ酸を指標に、収集したカニ煮汁それぞれに適した濃縮・脱塩等の前処理を行い、高温・高圧水マイクロ化学プロセスの原料を調製した。

カニ風味調味料は既に市販されており、呈味性も重要な要素となる。そこで、高温・高圧水によるアミノ酸の分解を極力防ぐため低温で、かつ混合比1:1の高濃度の処理条件で、香味と透明度を持つ調味料の製造を検討した。

高濃度処理で製造条件の最適化を行った結果を表8に示す。

表8 高温・高圧水マイクロ化学プロセスによるカニ香味調味料製造条件の最適化

原料	温度(℃)	時間(秒)	圧力(MPa)
ズワイガニ姿煮汁	180	8.8	25
ズワイガニ肩脚肉煮汁	180	8.8	25
カニだき肉エキス*	200	8.8	25
カニドリップエキス	200	8.8	25

\*市販業務用エキスの高付加価値化

収集した4種全てのカニ煮汁について、200℃以下の温度条件で、良好な焼きガニの香味と透明度を発現させることができた。

### 3.2 香りの評価

香りを発現させるメイラード反応は、コーヒー豆焙煎時の香味など、食品工業において加工や貯蔵の際の香味成分生成に関わる非常に重要な反応である。しかし、多数の素反応からなる過程であるため反応経路は未だ明確になっておらず、香氣成分発生量などを定量的に評価することは極めて困難である。また、食品業界では、メイラード反応に限らず香りの評価を専門スタッフによる官能で行っており、定量的な評価法は確立されていない。

そこで、本研究では、官能評価の補助を目的としたメイラード反応の分析・評価方法の確立を検討した。

#### 3.2.1 揮発性成分およびアミノ酸組成分析

反応時間0.088秒、圧力25MPa、混合比3:1(高温高压水:原料)の条件下で温度変化させ、マイクロ化学プロセス処理したカニ煮汁を用いて評価法を検討した。

ガスクロマトグラフ質量分析による、揮発性成分の分析結果を図5に示す。

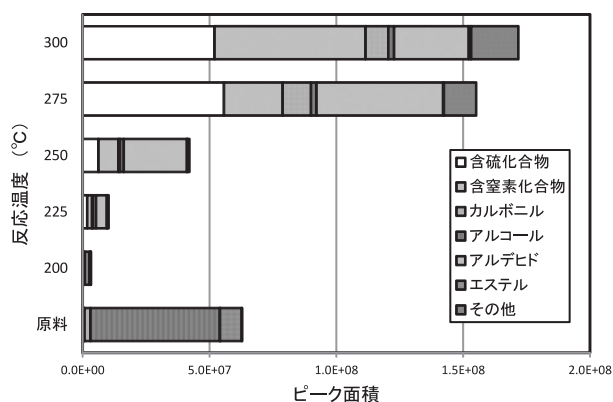


図5 高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理によるカニ煮汁の揮発性成分変化

高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理により揮発性成分が大きく変化し、処理温度の上昇に伴いその強度が増加することが分かった。また、官能で良好な香味を感じ始める225℃より高温で含窒素環状化合物、特にピラジン類が増加することを確認した。しかし、ピラジン類が増加し過ぎると焦げ臭も感じ始めたことから、良好な香味と感じる「いき値」が存在すると予想された。

一方、メイラード反応がアミノ酸を消費する反応であることから、アミノ酸量の変化についても分析した。

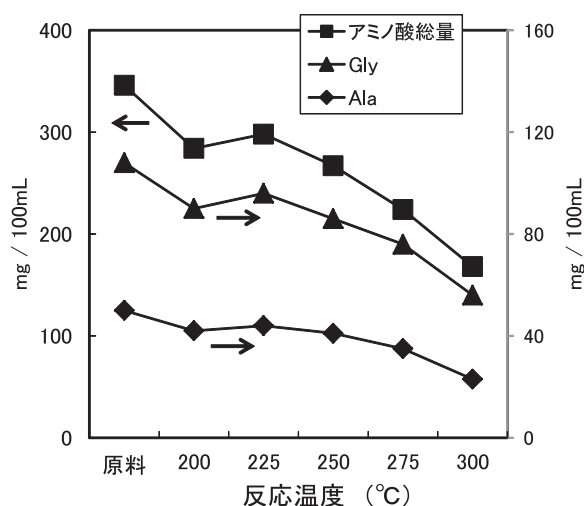


図6 高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理によるカニ煮汁のアミノ酸量変化

反応温度とアミノ酸量の関係を図6に示す。官能で良好な香味を感じ始める225℃より高温になると、急激にアミノ酸量が減少することが分かった。すなわち、香味の発現がメイラード反応に起因すると考えられる一つの根拠を示すことができた。また、カニ煮汁の主成分であるアミノ酸GlyとAlaが、特異的に減少することも分かった。

以上より、揮発性成分分析およびアミノ酸組成分析が、香味の官能評価を補助する手法として有効であると考えられた。

#### 3.2.2 メイラード反応のモデル化

筆者らは、本研究のなかで、ホタテ外套膜煮汁やカニ煮汁以外にも様々な天然エキスの高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理を試み、アミノ酸組成の変化を分析してきた。その結果、本処理により減少するアミノ酸や、安定して存在するアミノ酸を確認しており、この知見をもとに、メイラード反応のモデル化を検討した。

マイクロ化学プロセス処理による挙動が明確になってきたアミノ酸を8種類選択し、還元糖として最も基本的なグルコースとの混合水溶液を調製した。この混合水溶液を処理し、アミノ酸の変化量を分析した。また、アミノ酸単独の水溶液についても処理を行い、糖が存在しない条件下での変化量、すなわちアミノ酸の分解挙動についても評価した。

アミノ酸とグルコースの混合水溶液、およびアミノ酸単独水溶液の高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理結果を図7に示す。

本モデル反応により得られた結果は、天然エキスを高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理したときのアミノ酸変化と傾向が一致した。また、グリシン (Gly)、アラニン (Ala)、バリン (Val) およびプロリン (Pro) が、アミノ酸単独水溶液に比べ、グルコース共存下で大きく減少することが分かった。この結果は、これらのアミノ酸が、高温・高圧水マイク

ロ化学プロセス処理においてメイラード反応に寄与することを示すものであり、GlyやAlaを多く含むカニ煮汁およびホタテ外套膜煮汁の同処理による香味の発現を裏付けるものである。

以上より、本モデル反応の検討によって、高温・高圧水マイクロ化学プロセスを用いたメイラード反応に寄与するアミノ酸を明確にした。また、高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理による香味調味料製造において、アミノ酸組成分析が原料天然エキスの選定に利用できることが示された。

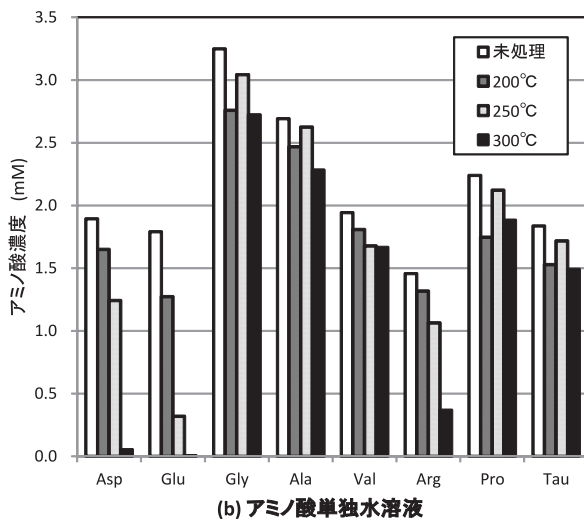
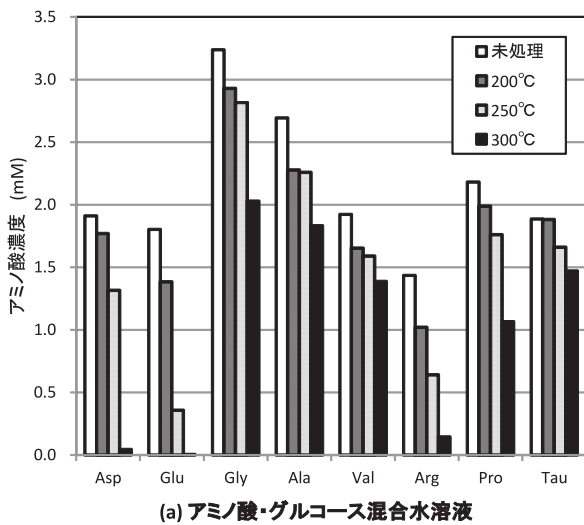


図7 高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理によるメイラード反応モデル水溶液のアミノ酸量変化

### 3.3 殺菌プロセスとしての利用

食品製造において、「殺菌」は重要かつ必須のプロセスである。高温・高圧水マイクロ化学プロセスは、文字通り「高温・高圧下」で行う製造技術であることから、殺菌プロセスとしても利用可能と考えられる。そこで、超高速反応域における高温・高圧水マイクロ化学プロセスの殺菌機能について

検証した。

耐熱性の高い*Bacillus subtilis* JCM1465胞子を $7.89 \times 10^7$ 個の高濃度で懸濁させたスラリーを調製し、反応時間0.088秒、温度250°C、圧力25MPa、混合比3:1（高温高圧水：原料）の条件で処理した。また、比較のため、常温・常圧下、および常温・25MPaでも処理を行った。

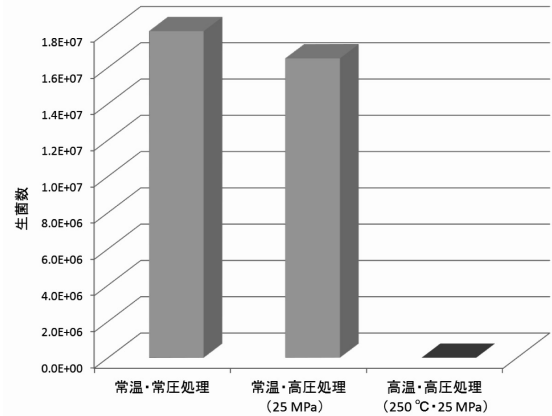


図8 高温・高圧水マイクロ化学プロセスの殺菌機能評価

高温・高圧水マイクロ化学プロセスの殺菌機能評価の結果を図8に示す。

マイクロ化学プロセス処理後の生菌数を計測した結果、0.088秒の超高速反応域でも、高温条件であれば食品加工に用いるには十分な殺菌機能を有していることを確認した。すなわち、高温・高圧水マイクロ化学プロセスが、食品製造と同時に殺菌工程として利用できることが分かった。

## 4. まとめ

北海道の有用資源である天然エキスを原料に、次世代の環境調和型製造技術である高温・高圧水マイクロ化学プロセスを用いて、高付加価値調味料を開発した。

- (1) 乾燥ホタテ外套膜から抽出したエキスを原料に、高温・高圧水マイクロ化学プロセスによる食品素材の製造を検討した結果、メイラード反応および低分子化反応を0.088秒の超高速で同時に促進・制御させることができ、良好な香味と高い透明度を持つ高付加価値調味料を製造することができた。
- (2) 姿、肩脚肉など部位および処理法の異なるカニ煮汁やカニドリップエキスを収集し、高温・高圧水マイクロ化学プロセス処理を検討した結果、いずれの原料も、ホタテ外套膜煮汁と同様にメイラード反応および低分子化反応を発現させることができ、香ばしい焼きガニ臭を有する褐色透明な調味料を製造することができた。

- (3) 官能による香味評価を補助する分析法として、アミノ酸組成分析および揮発性成分分析による手法を開発した。また、香味の向上した食品製造を目的とする高温・高圧水マイクロ化学プロセスにおいて、原料を選定する際にアミノ酸組成が一つの指標となることも分かった。
- (4) 高温・高圧水マイクロ化学プロセスが十分な殺菌機能を有していることを確認した。すなわち、マイクロ化学プロセスが高付加価値食品を製造すると同時に、食品加工で重要な殺菌工程として利用できることが分かった。

## 引用文献

- 1) Masahiro Sato, Keiichiro Matsushima, Hajime Kawanami, Yutaka Ikushima : A Highly Selective, High-Speed, and Hydrosis-Free O-Acylation in Subcritical Water in the Absence of Catalyst, *Angew. Chem. Int. Ed.*, Vol.46 No.33, pp.6284-6288 (2007)
- 2) 特開2007-269766
- 3) William L. Marshall, E. U. Franck : Ion Product of Water Substance, 0-1000 °C , 1-10,000bars New International Formulation and Its Background, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, Vol.10 No.2, pp.295-304 (1981)
- 4) Donald G. Archer, Peiming Wang : The Dielectric Constant of Water and Debye-Huckel Limiting Law Slopes, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, Vol.19 No.2, pp.371-411 (1990)
- 5) Yutaka Ikushima, Kiyotaka Hatakeda, Masahiro Sato, Osamu Sato, Masahiko Arai : Innovation in a Chemical Reaction Process Using a Supercritical Water Microreaction System: Environmentally Friendly Production of  $\epsilon$ -Caprolactam, *Chem. Commun.*, Vol.38 No.19, pp.2208-2209 (2002)
- 6) Keiichiro Matsushima, Hironori Minoshima, Hajime Kawanami, Yutaka Ikushima, Makoto Nishizawa, Atsushi Kawamukai, Kozo Hara : Decomposition Reaction of Alginic Acid Using Subcritical and Supercritical Water, *Ind. Eng. Chem. Res.*, Vol.44 No.25, pp.9626-9630 (2005)
- 7) 特開2009-225690



## X線CTシステムを用いた三次元形状評価

相山 英明, 田中 大之, 万城目 聡, 片山 直樹, 宮腰 康樹, 高橋 英徳, 中嶋 快雄  
金井 理\*, 伊達 宏昭\*, 溝口 知広\*\*, 北原 総一郎\*\*\*, 根本 英希\*\*\*\*

## Evaluation of Three-dimensional Shape using X-ray CT System

Hideaki AIYAMA, Hiroyuki TANAKA, Akira MANJOME, Naoki KATAYAMA  
Yasuki MIYAKOSHI, Hidenori TAKAHASHI, Yoshio NAKAJIMA  
Satoshi KANAI\*, Hiroaki DATE\*, Tomohiro MIZOGUCHI\*\*  
Souichirou KITAHARA\*\*\*, Hideki NEMOTO\*\*\*\*

### 抄 録

デジタル家電や自動車部品を中心とした製品開発において、IT技術を活用した仮想試作システムの構築が進められている。一方、CADデータと実際の加工品との間にかい離があり、実際の試作段階で多くの修正が発生することが課題となっている。

本研究では内部構造を有する試作品の三次元形状を図面の三次元CADデータと比較照合する目的で、マイクロフォーカスX線CTシステムを用いて対象物を計測する研究開発を行った。三次元形状に関しては、ほぼ±0.1mmの誤差範囲で評価できた。また内部空隙率に関しては10%以下の誤差範囲で評価できた。

**キーワード**：X線CT, 三次元形状評価, 非接触形状評価

### Abstract

In the product development consisting mainly of digital consumer electronics and automotive parts, construction of virtual prototyping system using IT has been developed. On the other hand, there is a gap between the actual workpieces and CAD data, and many modifications occur in the actual prototype stage. Therefore, it has become an issue.

On the purpose of matching the three-dimensional shape having an internal structure of the prototype and the three-dimensional CAD data, this study has been investigated using micro focus X-ray system. It could be evaluated within an error of nearly  $\pm 0.1\text{mm}$  for three-dimensional shape. In addition, it could be evaluated within an error of less than 10% for internal porosity.

**KEY-WORDS** : X-ray CT , Evaluation of three-dimensional shape , Non-contact evaluation of shape

### 1. はじめに

デジタル家電や自動車の開発は、世界的な競争の激化、ユーザーの多様化により、製品開発期間の短縮化が強く求められている。各メーカーはIT技術に基づく三次元CAD化、大規模なCAE解析による解析結果の高精度化、部品組み立てをPC上で検証できる仮想試作を積極的に導入し、数度の試作で製

品開発を完了できるデジタルエンジニアリングシステムの構築を進めている。しかしCAD上の図面データと実際の加工品である現物との間に加工形状のかい離が有り、実際の試作段階で多くの修正が発生することが大きな課題となっている。この課題を解決するために、三次元形状計測技術を用いて現物の情報をデジタル化しその情報をデジタルエンジニアリングシステムで活用する、現物融合型デジタルエンジニアリン

\* 北海道大学 \* Hokkaido Univ. \*\* 日本大学 \*\* Nippon Univ. \*\*\* ホクダイ \*\*\* Hokudai Co.LTD.

\*\*\*\* (株)ISS北海道 \*\*\*\* ISS Hokkaido Inc.

事業名：重点研究

課題名：マイクロフォーカスX線CTシステムを用いた現物融合型CAD/CAE解析技術の開発（平成22～23年度）

グ技術の研究開発が活発に行われている<sup>1)</sup>。

試作品の三次元形状は各種光学的手法によって短時間に高精度で計測する技術が実用化されているが、内部構造に関しては必要部位を切断により実測し、多大な労力と時間を要しているのが現状である。一方、産業用X線CTシステムは線源のマイクロフォーカス化、検出器の高精度化、データ処理の高速化等に伴い、非破壊で短時間に内部構造を含めた三次元形状データを取得できつつある。また画像処理を活用した光学測定装置は、大型部品を対象に高精細な表面形状を短時間に測定できるシステムが実用化されている。

本研究では、内部構造を有する各種試作品の三次元形状を図面の三次元CADデータと比較照合する目的で、マイクロフォーカスX線CTシステムを用いて、対象物を非破壊で迅速に計測する研究開発を行った。

- ・線源・カメラ間距離：400,600,800,1000mm
- ・フィルター：Cu及びAl 0.5,1.0,2.0mm
- ・ソフトウェア：VGStudio Max2.1 (Volume Graphics社製) PointMaster5.0 (Wenzel社製)



図1 X線CTシステムの外観

## 2. 試験方法

X線CTシステムを用いて対象物を観察・計測する場合、誤差要因として以下のような影響因子が考えられる<sup>2)</sup>。

### 1) 装置や撮影条件による因子

- ・X線の電流、電圧、フィルターの種類
- ・X線の焦点サイズ、検出器の画素サイズ
- ・検出器の特性、分解能
- ・ステージ等のメカの位置決め精度
- ・各種アーチファクトの影響

### 2) 対象物による因子

- ・材質
- ・厚み、形状

### 3) ソフトウェア技術

- ・材料と背景を分離するしきい値の設定
- ・最終データ形式、変換処理プロセス
- ・再構成アルゴリズム方式

本研究では、上記の影響因子の中で、特に2)の因子として材料による影響を中心に検討を行った。

### 2.1 X線CTシステム

図1にX線CTシステムの外観を示す。

装置仕様は以下のとおりである。

- ・X線管電圧：30～225kV
- ・X線管電流：0～1000 $\mu$ A
- ・最大出力：135W
- ・X線焦点寸法：5 $\mu$ m
- ・検出器：イメージインテンシファイア (I・Iカメラ) 9/7.5 /6/4.5インチ 4段可変視野
- ・搭載可能サンプル：直径300×高さ300mm, 重量9kg
- ・CT撮像視野 (FOV)：直径5～200mm

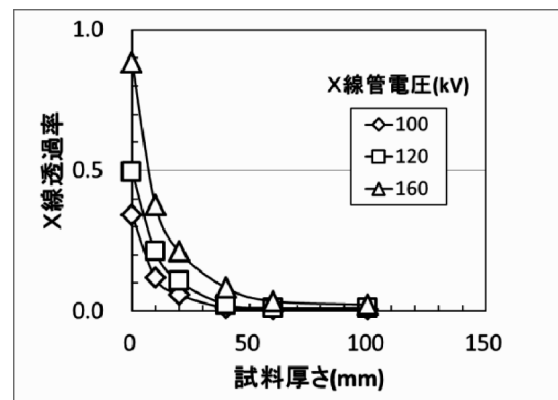


図2 試料厚さとX線透過率の関係  
(アルミニウム合金：フィルター無し)

### 2.2 X線CTシステムの撮影条件の決定

図2にX線管電圧を変えた時のアルミニウム合金の試料厚さとX線透過率の関係を示す。ここで、試料のないところのX線透過率はI・Iカメラの最高輝度を超えないように管電圧を設定した。X線透過率はI・Iカメラの最高輝度を100%とし、その比率で表した。

管電圧が160kVを越えると、I・Iカメラの輝度がオーバーフローするので、Cuのフィルター (0.5mm厚さ) を挿入した。その結果を図3に示す。

適正なX線CT像を撮影するためには、検出感度としてX線透過率は5～10%以上必要である。試料厚さのX線透過率が約8%となる場合のアルミニウム合金の試料厚さとX線管電圧の関係を図4に示す。

X線管電圧等の撮影条件が決まった後に、エアオフセット校正を行う。これが正しく校正されない場合には、図5に示すアーチファクト (実際の物体ではない二次的に発生した疑似画像で、この場合リング状のノイズ) が現れ計測誤差の要因の一つとなる。

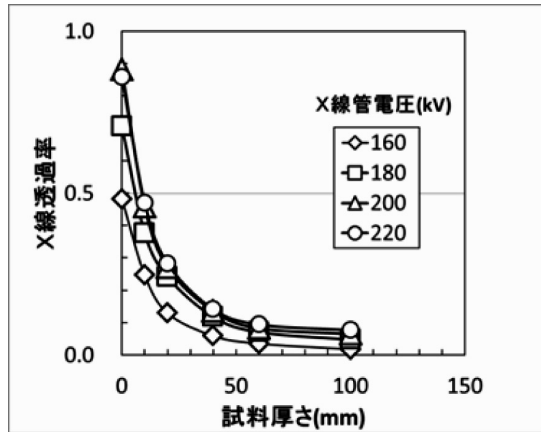


図3 試料厚さとX線透過率の関係  
(アルミニウム合金：Cuフィルター（0.5mm厚）有り）

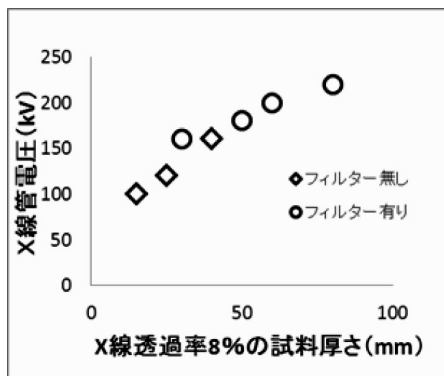


図4 試料厚さとX線管電圧の関係  
(アルミニウム合金：X線透過率8%)

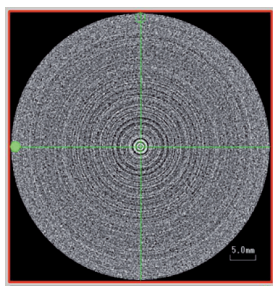


図5 リング状ノイズ

その他、以下の条件で撮影を行った。

- ビュー数（一回転の分割数）：600
- 解像度：512×512
- スライス厚：最小分解能厚さ  
(カメラサイズ、線源とカメラ間距離及び線源と試料間距離により決定される。)

### 2.3 試験体

X線CTシステムを用いて内部構造を有する試料を計測す

る場合、外部とつながっている開放系と内部で閉じている閉鎖系が考えられる。そこで2種類の試料を考案し評価を行った。また材料の違いによる差異を検討するために、アルミニウム合金（ADC12）とアクリル樹脂の2種類で同一形状の試料を作製し比較検討した。

#### 2.3.1 寸法測定用試験体

開放系の内部構造を有する試料において、アーチファクトの影響も併せて評価するために、外径50mm、高さ50mmの円柱に、直径8mmの貫通内孔9個を同心円状に配置した試料を作製した。図6に寸法測定に用いた試験体の形状を示す。それぞれの試験体の外径、高さ、内孔径を三次元形状測定機（ミットヨ製、総合精度1μm）で測定し、X線CTシステムによる同一箇所の測定値と比較した。

X線CTシステムの測定条件は、以下のとおりである。

- X線管電圧：アクリル樹脂110kV、アルミニウム合金200kV
- X線管電流：アクリル樹脂とアルミニウム合金共に40μA
- I・Iカメラサイズ：9インチ
- 線源とI・Iカメラ間距離：800mm

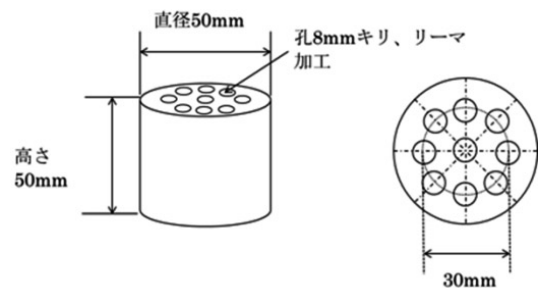


図6 寸法測定用試験体

#### 2.3.2 空隙率測定用試験体

完全に閉鎖した内部構造を有する試料を高精度に作製することは非常に困難である。また、作製した試料を別の手法で計測し、両者を比較する必要もある。そこで、球体の積層による擬似的な閉鎖空間を利用した評価方法を考案した。

球体の積層方法として単純立方構造と体心正方構造の2種類を用いた。この構造体は各々の理論的な空隙率が算出でき、体積測定法として知られているアルキメデス法により実測できる利点がある。

図7に空隙率測定に用いた試験体の一例を示す。内寸40×40×40mmの立方体（アクリル樹脂製）の中に、直径10mmの球を単純立方構造で並べたものである。球の材質はアクリル樹脂である。

空隙率の測定は、アルキメデス法により立方体に球を積層し、そこに水を注入し、注入前後の重量差から水の密度を1g/cm³として空隙部分の体積を求めた。



図7 空隙率測定用試験体  
(アクリル樹脂, 単純立方構造)

### 2.3.3 引張強さ測定用試験体

実際の製品において内部空隙に相当するボイドやクラック等の欠陥は引張強度に大きな影響を及ぼす。一方、内部空隙に相当するボイドの大きさやその量、金属中の位置を作製時に制御することは非常に困難である。そこで内部空隙形状と引張強度との関係を調べるために、インゴット作製時に欠陥を人為的に導入し、図8に示す引張強さ測定用試験体に加工した。試験体の平行部分を対象にX線CT撮影により欠陥抽出を行い、実際に生成した欠陥の大きさとその量から欠陥率を算出し欠陥率に応じて3水準の試験体に分けた。

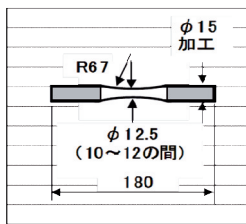
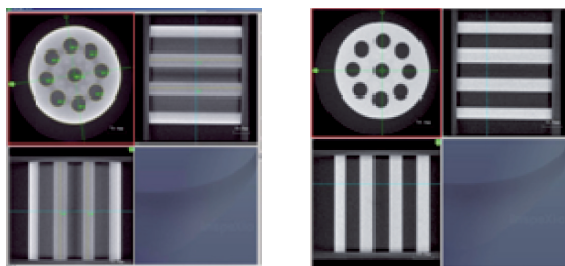


図8 引張強さ測定用試験体

## 3. 結果及び考察

### 3.1 外形形状の評価

図6に示した円柱状試験体のX線CTシステムによるアルミニウム合金の測定結果を図9(a)に、アクリル樹脂の測定結果を図9(b)に示す。平面、正面及び側面各々任意の面の断面像が観察できる。左上が平面図、左下が正面図、右上が側面図である。



(a) アルミニウム合金 (b) アクリル樹脂  
図9 円柱状試験体のX線CT断面像

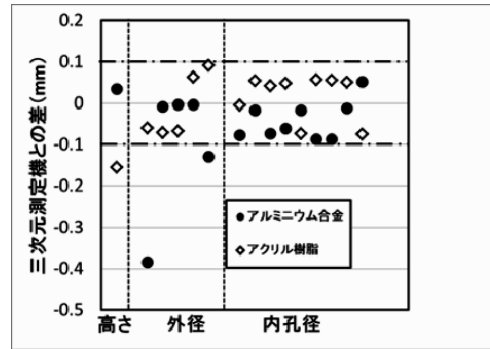


図10 X線CTと次元測定機との測定結果の差

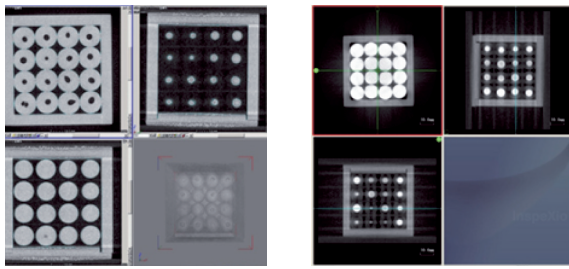
形状測定において、距離はX線CT像の二点間の画素あるいは二直線を選択すると、その間の距離が表示される。また、円形は、円弧上の三点以上の画素を選択することにより、その円の径と中心座標が表示される。測定値の比較を行うために用いた三次元測定機は標準試験片を用いて総合精度1  $\mu\text{m}$ に校正されている。この測定値を基準としてX線CTシステムによる計測値と比較した。図10に各箇所におけるX線CTシステムによる測定結果と三次元測定機の測定結果との差を示す。一部の外径の測定値において大きな差がみられるが、ほぼ $\pm 0.1\text{mm}$ 以内の範囲で測定可能であることが分かった。測定精度は、前述の通り装置や撮影条件、対象物、ソフトウェア技術による各因子の測定誤差の総和で決定され、これらの因子の低減が重要となる。ここでは50mmの試料を $512 \times 512$ の画素数で撮像したので、1ラインの1画素は $50\text{mm}/512 \approx 97 \mu\text{m}$ となり、今回の測定では、この画像誤差が測定精度の大半を占めていると考えられる。このため測定精度を向上させるためにはX線CT撮像時の画素数を増加させる必要がある。一方、16bit階調で $2048 \times 2048$ の画素数で500枚のX線CTを撮像した場合データ容量は4GB以上となり、現行の32bitOSでは対応できないため、64bitOSによる大容量の画像データ処理が必要になる<sup>2)</sup>。

また、アルミニウム合金よりアクリル樹脂の方が比較的精度が良いことも分かった。これはアルミニウムなどX線吸収率が高い物質を計測した場合にX線の透過方向に複数の内孔が部分的に重なりX線が透過する試料の厚みが異なるために再構成画像にノイズを生じるメタルアーチファクトを完全に除去できていないことに起因すると考えられる<sup>3)</sup>。一方、アクリル樹脂は軽元素の水素、炭素、酸素から構成されており、X線吸収率が低くメタルアーチファクトの発生は少ない。

### 3.2 空隙率の評価

図11(a)に空隙率測定用試験体(アクリル樹脂)のX線CT断面像を、図11(b)にアルミニウム合金の断面像を示す。アルミニウム合金の場合、前述のメタルアーチファクトが現れ、球の境界面を正確に決定することが難しいことが分かった。





(a) アクリル樹脂 (b) アルミニウム合金  
図11 空隙率測定用試験体のX線CT断面像

図12に各々の試料について、X線CT断面像から空隙の領域を積算した結果とアルキメデス法で求めた測定結果との差を示す。何れの場合も10%の誤差範囲で内部空隙率を計測できることが分かった。積層方法では体心正方構造の方が比較的精度が良いことも分かった。これは、体心正方構造の場合、単純立方構造よりも高さ方向に伸長した空隙の多い状態であり、X線透過方向の球の重なり部分が少なくメタルアーチファクトが少なくなったためと考えられる。材料ではアルミニウム合金よりアクリル樹脂の方が比較的精度が良いことも分かった。これは、アルミニウム合金の場合前述のメタルアーチファクトが現れ、球の境界面を正確に決定することが難しいためと考えられる。

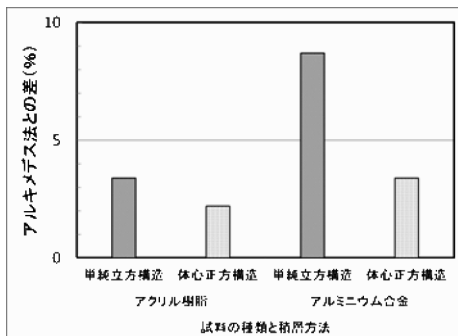


図12 空隙率におけるX線CTシステムの結果とアルキメデス法との差

### 3.3 欠陥率と引張強さ

図13に引張強さ用試験体平行部のX線CT撮像結果を示す。

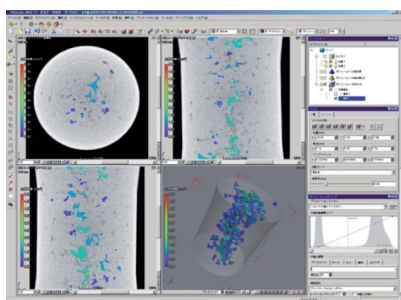
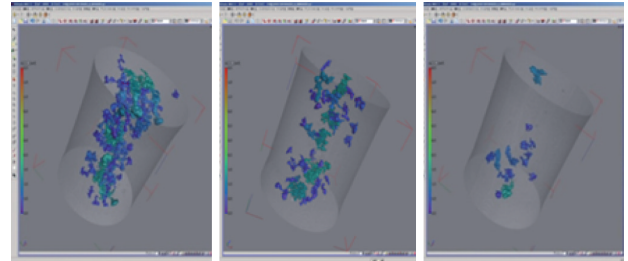


図13 引張強さ用試験体のX線CT撮像結果

左上が平断面図、左下が正面断面図、右上が側断面図である。右下は試験体の各断面像を三次元像に再構成し、欠陥抽出したものである。

欠陥率の3水準について欠陥抽出した例を、図14(a)~(c)に示す。



(a)欠陥率：2.0% (b)欠陥率：1.1% (c)欠陥率：0.3%  
図14 欠陥抽出 (X線CT三次元像)

これらの試験体について、引張試験を行い、その時の引張強さと欠陥率の関係について調べた。試料は各欠陥率においてそれぞれ3本ずつ評価した。図15にその結果を示す。各欠陥率における引張強さのばらつきが大きいものの、欠陥率が大きいほど引張り強さが小さくなる傾向にあった。しかしながら、引張強さとボイド等の欠陥の間には、欠陥率ばかりではなくボイドの位置や分布も大きな影響を及ぼすため、破断位置や破断面の観察なども詳細に検討する必要があることが分かった。

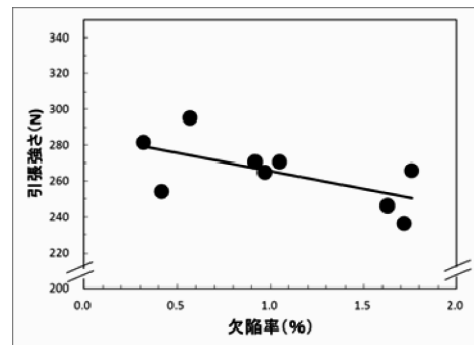


図15 欠陥率と引張強さ

## 4. まとめ

マイクロフォーカスX線CTシステムを用いて、対象物を非破壊で迅速に計測する研究開発に取り組み以下のような結果が得られた。

- 1) 三次元形状評価に関して、ほぼ±0.1mmの誤差範囲で評価できる。
- 2) 空隙率評価に関して、10%以下の誤差範囲で評価できる。

X線CTシステムによる計測では試料表面でのX線の反射、散乱等の影響で表面形状データにノイズを多く含んでおり、0.1mm以下の微細な表面形状の再現には向いていないことが課題となった。一方、本報告では触れていないが、光学式の非接触三次元測定機で計測した表面データは微細な表面形状の再現が可能であることから、今後X線CTシステムによる内部構造データとの合理的な合成方法の開発が課題となる。

さらにX線CTシステムによる計測に関してはISO規格の国際標準化が進められており<sup>4)</sup>、産総研、関連する企業、大学等から情報収集に務めながら対応できるよう検討していく。

## 引用文献

- 1) 鈴木宏正：三次元計測とデジタルエンジニアリングの融合，精密工学会誌，vol.71，No.10，1205-1208，2005.
- 2) 金子奨，青木義満，滝 克彦：産業用X線CT画像の形状精度追求に関する考察，映像情報メディア学会技術報告，31，14，17-20，2007.
- 3) 小関道彦，佐藤慎平，木村仁，伊能教夫：X線CT画像におけるメタルアーチファクト低減手法，日本機械学会第6回生産加工・工作機械部門講演会講演論文集，191-192，2006.
- 4) 大澤尊光，藤本弘之，三澤雅樹，高辻利之：幾何形状測定する産業用X線CT装置の動向，日本非破壊検査協会誌，vol.61，No.4，135-140，2012

# ホタテ貝殻／ポリプロピレン複合材料の特性評価 — 二軸押出機で調製した複合材料の特性 —

吉田 昌充, 山岸 暢, 金野 克美, 大市 貴志, 内山 智幸

## Properties of Scallop Shell / Polypropylene Composites — Properties of composites prepared by twin-screw extruder —

Masamitsu YOSHIDA, Tohru YAMAGISHI, Katsumi KONNO,  
Takashi OHICHI, Tomoyuki UCHIYAMA

### 抄 録

北海道内においてホタテガイの貝殻が大量に排出され、この有効利用が期待されている。ホタテ貝殻をプラスチックの充填材に利用することを目的に、ホタテ貝殻の粉砕物をポリプロピレンと複合化し、その材料特性を評価した。この複合材料は炭酸カルシウムを充填した場合に比べ機械的特性や線膨張係数が向上することを確認した。

キーワード：ホタテ貝殻, プラスチック, ポリプロピレン, 複合材料, 機械的特性

### Abstract

A large amount of scallop shells abandoned in Hokkaido are requested to be recycled. We examined properties of composites made from polypropylene using scallop shell as filler was developed for their recycling. Pulverized scallop shell / PP composites were prepared by the twin-screw extruder and injection molded. We confirmed that flexural strength and modulus, tensile modulus and Izod impact strength of scallop shell / PP composites were higher than calcium carbonate /PP composites.

KEY-WORDS : Scallop shell, Plastics, Polypropylene, Composite, Mechanical property

## 1. はじめに

ホタテガイは全国の約8割の約40万トンが毎年北海道で漁獲されており、道内の基幹水産物のひとつである<sup>1,2)</sup>。ホタテガイの多くは、むき身の状態で出荷されるため、道内では年間約20万トンの貝殻が排出されている<sup>3)</sup>。ホタテ貝殻は従来より石灰質肥料やカキ養殖用採苗器、暗渠資材などに利用されており、近年では当工業試験場も開発に携わった横断歩道用路面標示塗料やチョーク等<sup>4)</sup>にも利用され始めているが、なお未利用の貝殻が多くあり、その有効利用が求められている。

プラスチック材料は、機械強度や寸法、耐熱性、電気特性、耐燃性などの特性を改質するため、粉体や繊維等の様々な形

状の無機・有機材料を充填材として複合化を行い使われる場合がある。アスペクト比が高いガラス繊維などと複合化したプラスチック材料は、機械的特性が向上することから様々な用途に使われている。

ホタテ貝殻は重質炭酸カルシウムが主成分で、この粉砕物はアスペクト比のある棒状粒子であり<sup>5)</sup>、同成分からなる石灰石粉末と形状が異なる。このためプラスチックにホタテ貝殻粉砕物を複合化することで、プラスチック材料の機械的特性の向上等が期待される。

本報では、先の報告<sup>6)</sup>に引き続き、二軸押出機を使ってポリプロピレン（以下、PP）とホタテ貝殻粉砕物を複合化した材料について、炭酸カルシウムを複合化した材料と特性比較を行った。

事業名：職員研究奨励事業

課題名：ホタテ貝殻の有効利用に関する研究（平成23年度）

## 2. 試験方法

### 2.1 材料

試験に使用したPPには、射出成形に適したメルトフローレート（MFR）のブロック共重合体（以下、ブロックPP）とランダム共重合体（以下、ランダムPP）の2種類を使用した。表1に、このPPの概要を示す。また充填材には粒度が異なるホタテ貝殻の粉碎物を2種類使用し、比較の材料として石灰石の粉碎物である重質炭酸カルシウム（以下、炭酸カルシウム）を使用した。表2に使用した充填材の平均粒子径、また図1に形状を示す。

表1 使用したプラスチック材料

材 料	メーカー	グレード	特性
ポリプロピレン ブロック共重合体	㈱プライムポリマー	J715M	射出成形用 MFR=9(g/10min.)
ポリプロピレン ランダム共重合体	㈱プライムポリマー	J721GR	射出成形用 MFR=11(g/10min.)

表2 使用した充填材

材 料	平均粒子径	備 考
ホタテ貝殻粉碎物	6 μm	—
	1 μm	—
重質炭酸カルシウム	4 μm	旭鉦末(株)製 ミクロンカルMC-120
	2 μm	三共精粉(株)製 エスカロン#2300

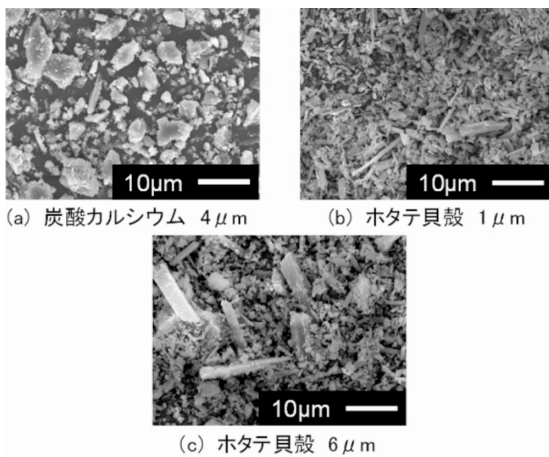


図1 各充填材の形状

### 2.2 複合材料の調製

PPと充填材を、二軸押出機（東芝機械㈱製 TEM-26SS）を用いてシリンダ設定温度200～220℃で熔融混練・均質化し、ストランドを水槽内で冷却固化した後、付属のペレタイザーでカットすることで、充填材比率10～50重量%のペレット状材料を作製した（図2、図3）。図4に作製した複合材料の一例を示す。

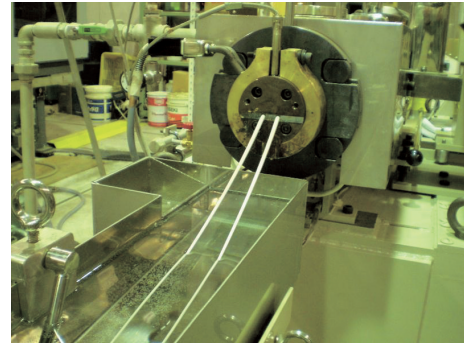


図2 二軸押出機による複合材料の作製  
（材料の熔融混練および水槽での冷却固化）

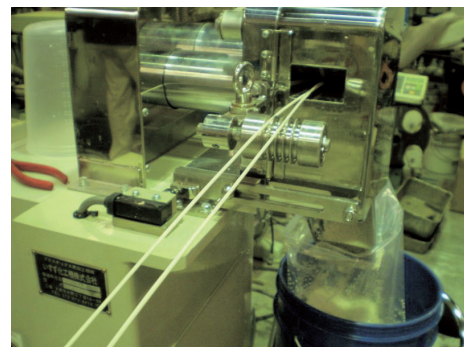


図3 二軸押出機による複合材料の作製  
（ペレット状材料の作製）



図4 作製したホタテ貝殻複合材料

### 2.3 試験片の作製

JIS K7162に規定されている金型を使用し、厚さ4mmの1A型試験片を作製した。この試験片の成形には、射出成形機（東芝機械㈱製EC100SX-3 A 100トン電動式）を使用し、シリンダ温度210～220℃、金型温度20～30℃に設定して行った。図5に作製した試験片形状を示す。以降に示す各種の特性試験には、この試験片を使用した。



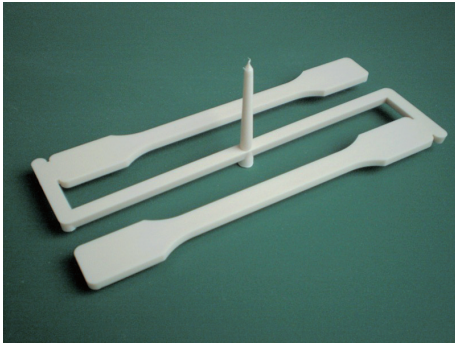


図5 作製した試験片（スプルー・ランナー付きの状態）

## 2.4 引張試験

引張強さと引張弾性率の評価は、JIS K 7161に準拠して行った。引張試験は、万能材料試験機（株式会社島津製作所製オートグラフAG-250kND）を用い、試験片数は5片とした。試験速度は引張強さの測定が50mm/min、引張弾性率の測定は1 mm/minとした。

## 2.5 曲げ試験

曲げ強さと曲げ弾性率の評価は、JIS K 7171に準拠して行った。曲げ試験は、万能材料試験機を用いて支点間距離は64mm、試験速度は2 mm/min、試験片数は5片とした。

## 2.6 アイゾット衝撃強さ

アイゾット衝撃強さの測定は、衝撃試験機（株式会社安田精機製作所製万能衝撃試験機No.258）を使用し、JIS K 7110に準拠して行った。なお試験片はタイプAノッチ付を使用し、試験片数は7片とした。

## 2.7 線膨張係数

熱変位測定装置（エスアイアイナノテクノロジー株式会社製EX STAR TMA/SS6100）を使用し、昇温速度5℃/minで、30～80℃における平均線膨張係数を求め、これを線膨張係数とした。測定試料には2.3に示したJIS K7162の1A型試験片を使い、試験片の長手方向を流れ方向として、厚さ方向と共に二つの方向で測定した。

# 3. 試験結果

## 3.1 曲げ強さ

図6にブロック共重合体PP（以下、ブロックPP）をベースポリマーに使用した時のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の曲げ強さの関係を示した。ブロックPP系複合材の曲げ強さは、ホタテ貝殻粉砕物と複合化することで未充填時に比べ高くなり、平均粒子径6μmのホタテ貝殻粉砕物を使用した場合、充填率30重量%のときに最高値を示した。ホタテ貝殻を複合化した材料は、同じ充填率で炭

酸カルシウムを複合化した場合に比べ曲げ強さが高い値を示した。

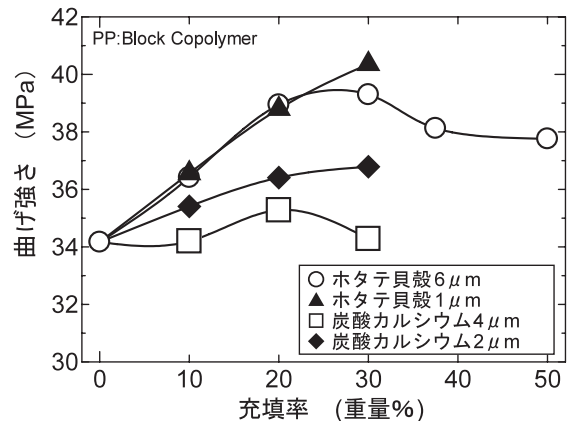


図6 充填率と曲げ強さ（ブロックPP系）

図7にランダム共重合体PP（以下、ランダムPP）をベースポリマーに使用した場合のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の曲げ強さの関係を示す。ランダムPPの複合材の曲げ強さは、先に示したブロックPP系の複合材と同様に、充填率が30重量%まではホタテ貝殻粉砕物の充填率の増加とともに高くなる傾向を示した。また同じ充填率の炭酸カルシウム複合化材に比べ高い値を示すことが分かった。

ホタテ貝殻粉砕物を充填した複合材料の曲げ強さが、炭酸カルシウム複合材よりも高くなったのは、ホタテ貝殻粉砕物がアスペクト比の高い粒子形状であるため、射出成形時にホタテ貝殻粉砕物が試験片の中で配向したためであると推察される。

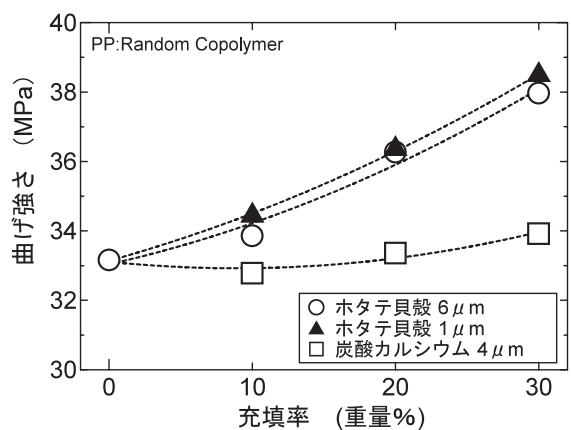


図7 充填率と曲げ強さ（ランダムPP系）

## 3.2 曲げ弾性率

図8にブロックPPをベースポリマーに使用した場合のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の曲げ弾性率の関係を示す。ブロックPP系複合材の曲げ弾性率は、

ホタテ貝殻粉砕物の充填率が増加すると高くなる傾向を示し、同じ充填率の炭酸カルシウム複合材に比べ高い値を示した。またホタテ貝殻粉砕物の粒子径  $1\ \mu\text{m}$  を充填した方が、粒径の大きい  $6\ \mu\text{m}$  ホタテ貝殻粉砕物を充填した時に比べ曲げ弾性率が高くなる傾向を示した。

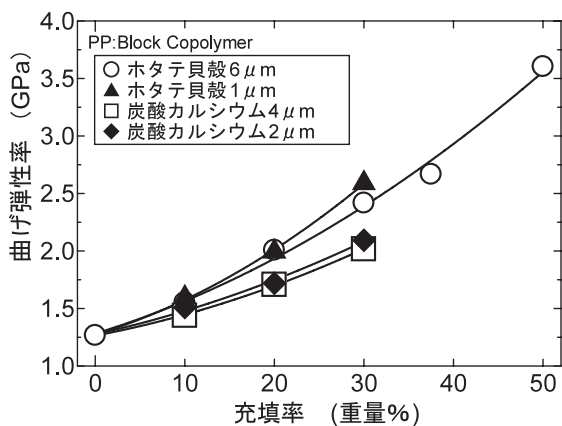


図8 充填率と曲げ弾性率 (ブロックPP系)

図9にランダムPPをベースポリマーに使用した場合のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の曲げ弾性率の関係を示す。ランダムPP系複合材の曲げ弾性率は、ホタテ貝殻粉砕物の充填率が増加すると高くなり、同じ充填率の炭酸カルシウム複合材に比べ高い値を示した。ブロックPP系複合材でもみられたこの傾向は、曲げ強さの場合と同様にホタテ貝殻粉砕物がアスペクト比の高い粒子形状であるため、この配向によるものであると推察される。

またホタテ貝殻の粒子径についても、粒子径の小さい  $1\ \mu\text{m}$  の粉砕物を充填した方が、 $6\ \mu\text{m}$  ホタテ貝殻粉砕物を充填した時に比べ曲げ弾性率が高くなる傾向を示した。

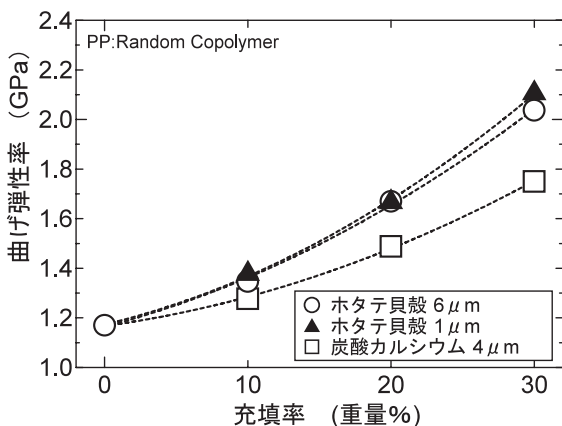


図9 充填率と曲げ弾性率 (ランダムPP系)

### 3.3 引張強さ

図10にブロックPPをベースポリマーに使用した場合のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の引張

強さの関係を示す。ブロックPP系複合材の引張強さは、ホタテ貝殻粉砕物の充填率が増加すると未充填時に比べ低くなる傾向を示した。ホタテ貝殻を複合化した材料は、同じ充填率で炭酸カルシウムを複合化した時に比べ引張強さが高い値を示した。

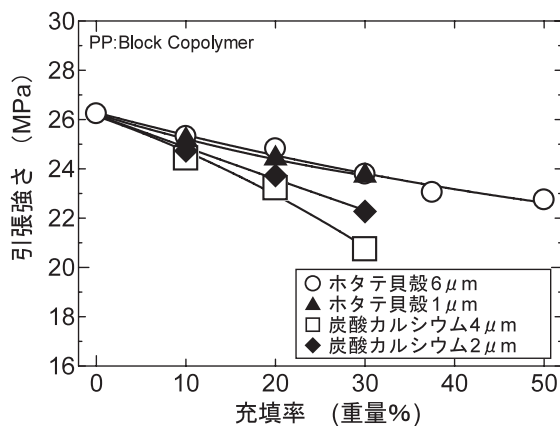


図10 充填率と引張強さ (ブロックPP系)

図11にランダムPPをベースポリマーに使用した場合のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の引張強さの関係を示す。ランダムPP系複合材の引張強さは、図10に示したブロックPP系複合材と同様にホタテ貝殻粉砕物の充填率が増加すると未充填時に比べ低くなる傾向を示した。しかしながらホタテ貝殻を複合化した材料は、同じ充填率で炭酸カルシウムを複合化したときに比べ引張強さが高い値を示した。

これまでにPPに炭酸カルシウムを複合化する場合、PPの変性や炭酸カルシウムの表面処理、第3成分の添加などを行うことで機械的特性が向上する報告もあることから、本結果はPPとホタテ貝殻や炭酸カルシウムとの界面のぬれ性に起因するものと考えられる。ホタテ貝殻/PP複合材料の引張強さは、上記の方法により向上できる可能性があり、今後の検討課題である。

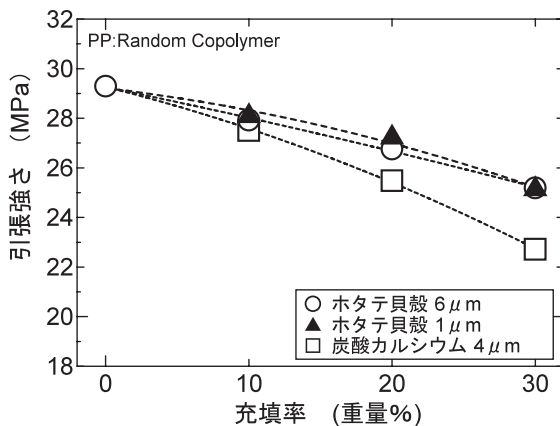


図11 充填率と引張強さ (ランダムPP系)

### 3.4 引張弾性率

図12にブロックPPをベースポリマーに使用した場合のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の引張弾性率の関係を示す。ブロックPP系複合材の引張弾性率は、ホタテ貝殻粉砕物の充填率が増加すると共に高くなる傾向を示し、同じ充填率の炭酸カルシウム複合材に比べ高い値を示した。

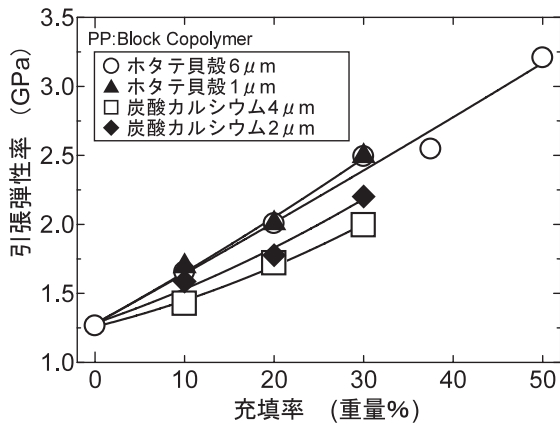


図12 充填率と引張弾性率 (ブロックPP系)

図13にランダムPPをベースポリマーに使用した場合のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の引張弾性率の関係を示す。ランダムPP系複合材の引張弾性率は、図12に示したブロックPP系複合材と同様にホタテ貝殻粉砕物の充填率が増加すると高くなる傾向を示した。ホタテ貝殻を複合化した材料は、同じ充填率で炭酸カルシウムを複合化したときに比べ引張弾性率が高い値を示した。ブロックPP系複合材でもみられたこの傾向は、曲げ弾性率の時と同様にホタテ貝殻粉砕物がアスペクト比の高い粒子形状であるため、この配向によるものと推察される。

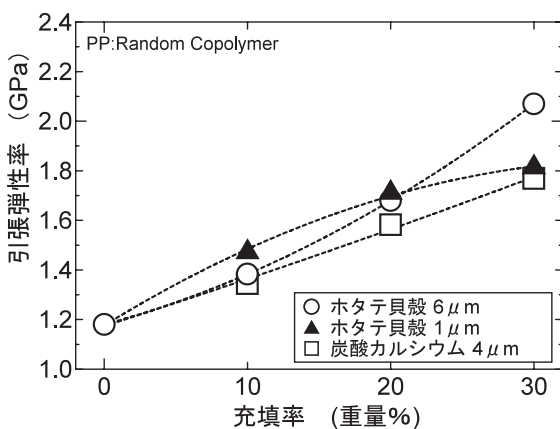


図13 充填率と引張弾性率 (ランダムPP系)

### 3.5 アイゾット衝撃強さ

図14にブロックPPをベースポリマーに使用した場合のホ

タテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材のアイゾット衝撃強さの関係を示す。ブロックPP系複合材のアイゾット衝撃強さは、ホタテ貝殻粉砕物や炭酸カルシウムの充填率が増加するのにもない低下する傾向を示した。ホタテ貝殻複合材では粒子径 1 μmの方が 6 μm粒子径の場合よりも衝撃強さが高い傾向にあった。

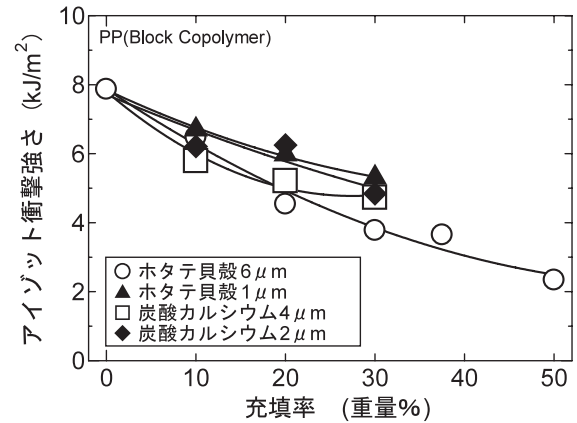


図14 充填率とアイゾット衝撃強さ (ブロックPP系)

図15にランダムPPをベースポリマーに使用した場合のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材のアイゾット衝撃強さの関係を示す。ランダムPP系複合材のアイゾット衝撃強さは、ブロックPP系複合材と傾向が異なり、ホタテ貝殻粉砕物や炭酸カルシウムを充填することで未充填時に比べ高くなる傾向を示した。中でも平均粒子径 6 μmのホタテ貝殻粉砕物を用いた場合の衝撃強さは、炭酸カルシウムとの複合材に比べ高く、充填率が20重量%の時が最も高い値を示した。この傾向は、ホタテ貝殻粉砕物が高いアスペクト比の粒子形状であり、これらが配向することによる補強効果と推察される。

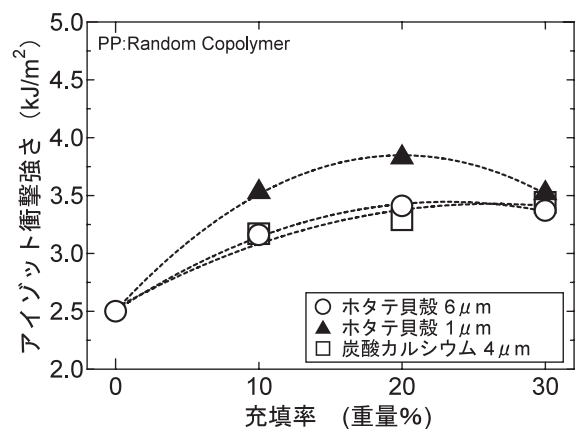


図15 充填率とアイゾット衝撃強さ (ランダムPP系)

### 3.6 線膨張係数

図16にブロックPPをベースポリマーに使用した場合のホ

タテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の流れ方向の線膨張係数の関係を示す。ブロックPP系複合材の流れ方向の線膨張係数は、ホタテ貝殻粉砕物や炭酸カルシウム充填率が増加すると共に未充填時に比べ小さくなる傾向を示した。ホタテ貝殻を複合化した材料は、同じ充填率で炭酸カルシウムを複合化した場合と比較し線膨張係数が小さい値を示した。中でも平均粒子径が1 $\mu\text{m}$ のホタテ貝殻を複合化した材料が最も線膨張係数が小さくなる傾向であった。

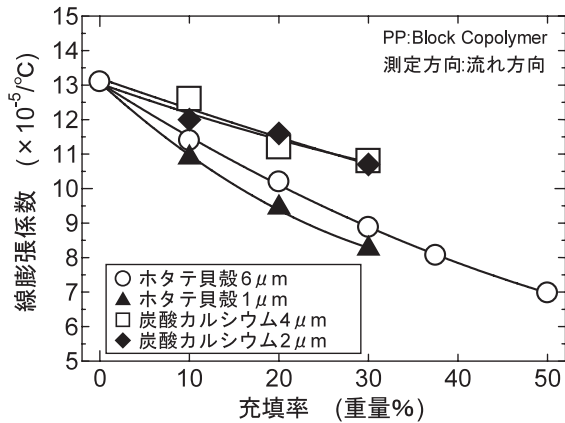


図16 充填率と線膨張係数 (ブロックPP系, 測定方向: 流れ方向)

図17にブロックPPをベースポリマーに使用した場合のホタテ貝殻粉砕物及び炭酸カルシウムの充填率と複合材の厚さ方向の線膨張係数の関係を示す。ブロックPP系複合材の厚さ方向の線膨張係数は、ホタテ貝殻粉砕物や炭酸カルシウム充填率が増加すると共に未充填時に比べ小さくなる傾向を示した。ホタテ貝殻を複合化した場合は、同じ充填率で炭酸カルシウムを複合化した場合と比較し、線膨張係数が大きい値を示した。

ホタテ貝殻複合材の線膨張係数は、流れ方向の方が厚さ方向よりも小さくなる傾向にあった。この傾向は、未充填のPPでも見られている。またガラス繊維を複合化したプラスチック材料の射出成形品でもよく見られる傾向である。このこと

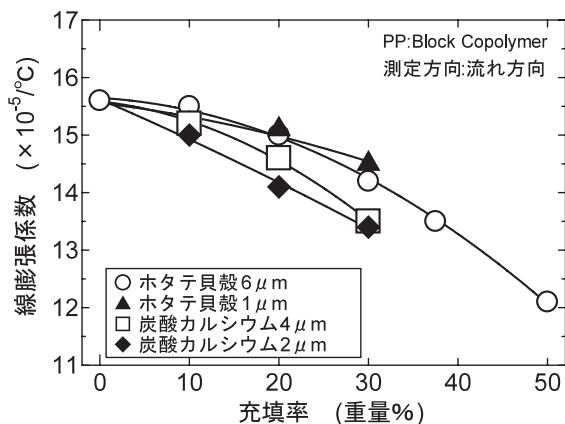


図17 充填率と線膨張係数 (ブロックPP系, 測定方向: 厚さ方向)

から、射出成形によるポリマー自身の配向に加えホタテ貝殻粉砕物の配向に起因するためと考える。

#### 4. まとめ

二軸押出機を使ってポリプロピレンにホタテ貝殻粉砕物を複合化した材料の特性について、炭酸カルシウムを複合化した材料と比較し各種の特性試験を行った結果、次の結論が得られた。

- (1) ホタテ貝殻/ポリプロピレン複合材料の曲げ強さ・弾性率及び引張強さ・弾性率は、同率で炭酸カルシウムを複合化した材料に比べいずれも高い値が得られることがわかった。
- (2) ホタテ貝殻/ポリプロピレン複合材料はポリプロピレンの種類にかかわらず、曲げ強さ・曲げ弾性率、引張弾性率が、ホタテ貝殻を複合化することで向上することがわかった。
- (3) ホタテ貝殻/ポリプロピレン複合材料のアイゾット衝撃強さは、ブロック共重合体ポリプロピレンを使用した系ではホタテ貝殻の充填率が増加するにつれ低下するが、ランダム共重合体ポリプロピレンを使用した系ではホタテ貝殻と複合化することで高くなる傾向にあった。
- (4) ホタテ貝殻/ポリプロピレン複合材料の線膨張係数はホタテ貝殻の充填率が増加するにつれ低くなる傾向にあり、流れ方向では同率で炭酸カルシウムを充填した場合に比べ低くなることがわかった。

以上のことから、ホタテ貝殻をポリプロピレンの充填材に活用することの有効性が確認された。

#### 謝辞

本研究で複合材料の調製に使用した二軸押出機と試験片の作製に使用した射出成形機は、地域産学官共同研究拠点整備事業により整備されました。記して感謝いたします。

#### 引用文献

- 1) 北海道水産林務部：北海道水産現勢
- 2) 農林水産省：海面漁業生産統計調査
- 3) 北海道水産林務部：水産系廃棄物発生状況
- 4) 若杉郷臣, 内山智幸, 作田庸一：水産系廃棄物の有効利用, 冷凍, No.975, pp35-40 (2009)
- 5) 内山智幸, 山岸暢, 長野伸泰, 柿本雅史, 清水英樹, 濱岡直裕：ホタテ貝殻の有効利用に関する研究, 実用産業情報, No.303, pp34-43 (2004)
- 6) 山岸暢, 可児浩, 吉田昌充, 内山智幸, 長野伸泰, 蓑嶋裕典：ホタテ貝殻/ポリプロピレンの複合材料の材料特性, 北海道立工業試験場報告, No.303, pp59-66 (2003)



## 歯のバイオリサイクル医療技術の開発と応用

赤澤 敏之, 執行 達弘, 野村 隆文, 稲野 浩行, 板橋 孝至, 山岸 暢  
中村 勝男, 日高 青志, 万城目 聡, 三津橋 浩行, 高橋 徹  
村田 勝<sup>\*1</sup>, 長野 二三<sup>\*1</sup>, 田崎 純一<sup>\*1</sup>, 飯田 俊二<sup>\*2</sup>  
柏崎 晴彦<sup>\*2</sup>, 大久保直登<sup>\*3</sup>, 柴田 智裕<sup>\*4</sup>, 菊地 雅彦<sup>\*5</sup>

## Development and Application of Bio-recycle Therapy Technology for Human Teeth

Toshiyuki AKAZAWA, Tatsuhiko SHIGYO, Takafumi NOMURA, Hiroyuki INANO  
Kohji ITABASHI, Tohru YAMAGISHI, Katsuo NAKAMURA, Seiji HIDAKA  
Akira MANJOME, Hiroyuki MITSUHASHI, Touru TAKAHASHI  
Masaru MURATA<sup>\*1</sup>, Futami NAGANO<sup>\*1</sup>, Junichi TAZAKI<sup>\*1</sup>  
Shunji IIDA<sup>\*2</sup>, Haruhiko KASHIWAZAKI<sup>\*2</sup>, Naotoshi OUKUBO<sup>\*3</sup>  
Tomohiro SHIBATA<sup>\*4</sup>, Masahiko KIKUCHI<sup>\*5</sup>

### 抄 録

高齢化社会に役立つ骨再生医療の革新と普及を目的として、自己の不要な歯（抜去歯）を活用し、歯から骨をつくる観点で臨床治療を行う医用技術を検証、展開する方法を提案した。歯の象牙質や歯髄細胞をリサイクルするため、ヒト抜去歯を冷却高速粉碎する装置を改良、製品化した。その装置を用いて歯を粉碎、酸処理する脱灰象牙質マトリックス（DDM）顆粒の調製とその表面改質法、歯髄の迅速分取・細胞培養法を確立し、北海道からアジアへ発展する医療ビジネスモデルを構築した。DDM顆粒は優れた吸収性・骨誘導性生体材料として、大学病院、公立病院、一般歯科医院で50症例の臨床試験に応用された。

**キーワード：**ヒト抜去歯、バイオリサイクル、歯用高速粉碎装置、象牙質脱灰顆粒、表面改質、歯髄細胞、医療ビジネスモデル

### Abstract

For the innovation and dissemination of useful bone-regeneration therapy in graving society, a bio-recycle therapy technology utilizing unnecessary teeth (extracted teeth) of patient's own was proposed to verify and spread the medical technology that was clinically applied from the viewpoint realizing bone-regeneration using human teeth. Bio-recycling extracted human dentin and dental pulp, a cooling and high velocity-pulverizing apparatus was improved and produced commercially. Extracted human teeth were easily pulverized using the apparatus and dissolved with acids to form partially or completely demineralized dentin matrix (DDM) granules. Surface modification methods of DDM and rapid extraction and cell-culture techniques of dental pulp were established, so that a medical business model would be developed from Hokkaido prefecture to Asian countries in the future. The DDM granules were successfully applied as excellent bio-absorbable and osteoinductive biomaterials for 50 cases of clinical studies in University hospitals, public hospitals, and general dental clinics in Japan.

**KEY-WORDS :** Extracted human teeth, Bio-recycle, High velocity-pulverizing apparatus for human teeth, Demineralized dentin matrix granules, Surface modification, Dental pulp, Medical business model

---

事業名：職員奨励研究、課題名：ヒト天然歯のバイオリサイクル医療の革新と海外ビジネス戦略（平成22年度）

<sup>\*1</sup> 北海道医療大学歯学部 (School of Dentistry, Health Sciences Univ. of Hokkaido), <sup>\*2</sup> 北海道大学大学院歯学研究科 (Graduate School of Dental Medicine, Hokkaido Univ.), <sup>\*3</sup> 岩手医科大学 (Iwate Medical Univ.), <sup>\*4</sup> 東京医研(株) (Tokyo Iken Co., LTD.), <sup>\*5</sup> (株)ムトウ (Mutoh Co., LTD.)

## 1. 緒言

高齢社会の到来に伴い、歯周病患者が急増し、安全・簡便な治療法が熱望されている。非吸収性の生体材料は、生体組織にとって異物であり、線維や骨で被包化、排除される。骨再生には、骨代謝に調和する材料が必要である。したがって、臨床医学及び歯学領域では、患者の埋入部位や状況に応じて、吸収速度と強度が生体内で適当なバランスを保持し、骨新生・骨再生に伴い吸収、母組織に置換される生体材料の開発が強く要望されている。生体組織由来材料は、生体環境中微量元素イオンやサイトカインの包含により、生命体が構築した粒子形態、表面構造及び化学的性質を維持している<sup>1)</sup>。細胞が構築した3次元的多孔構造は、細胞が増殖、分化、遊走する環境に最適である。先天奇形、腫瘍摘出、外傷による骨欠損には、生体模倣材料を用いた骨再生療法が有効である。

歯は表層から深部へエナメル質、象牙質、歯髄で構成され、象牙質には、微量の骨形成促進物質が含有されている。北海道医療大学では、2004年に歯の銀行を構築し、その有効利用と臨床応用に着手している<sup>2-4)</sup>。従来、自己の不要な歯(抜去歯)の粉碎方法は、液体窒素下で金属製乳鉢・乳棒を用いた長時間粉碎であり、顆粒の粒度分布の制御は極めて困難である。この方法を歯科領域の治療へ普及するには、短時間の冷却高速粉碎、脱灰工程により、患部の埋込に適当な粒径分布の粉体を得ることが重要である。

我々は、歯科・医科領域の骨再生医療のイノベーションとして、抜去歯をリサイクルし、象牙質に微量含有される骨形成蛋白質を有効活用するため、ヒト抜去歯用冷却粉碎装置を開発(図1参照)、日本、米国、ヨーロッパの特許を申請した<sup>5)</sup>。抜去歯の粉碎部品には、泥漿鑄込法、高温酸化焼成法により、機械的強度と耐酸性に優れたジルコニア( $ZrO_2$ )セラミックス製容器と回転刃(菱形、長方形)を試作した。それを用いて脱灰象牙質顆粒(DDM)を迅速に作製、動物実験より骨誘導能を立証後、大学・公立病院、一般歯科医院で約50例の臨床試験を実施した<sup>6-10)</sup>。図2に、ヒト歯由来脱灰象牙質顆粒の臨床症例を示す。北海道医療大学倫理委員会の承認下で、上顎顎堤高度萎縮症の患者にDDM顆粒を埋入する骨増生手術を行い、歯槽骨再生4ヶ月後チタン製人工歯根を埋入、2年間で咬合機能を完全に回復させることに成功した<sup>6,7,9)</sup>。

本研究では、高齢化社会に役立つ骨再生医療の革新と普及を目的として、抜去歯を活用して、歯から骨を再生する視点で臨床治療する医用技術を検証し、発展、普及する方法を考案した。すなわち、ヒト抜去歯を容易に冷却高速粉碎する装置を改良、製品化し、抜去歯の粉碎顆粒、酸処理した脱灰象牙質マトリックス(DDM)顆粒を作製すると共に、吸収性と骨誘導能に優れたDDM顆粒の表面改質法、歯髄の迅速分取・細胞培養法、韓国医療チームとの連携下で北海道からアジアへ発信する医療ビジネスモデルの構築等を検討した。

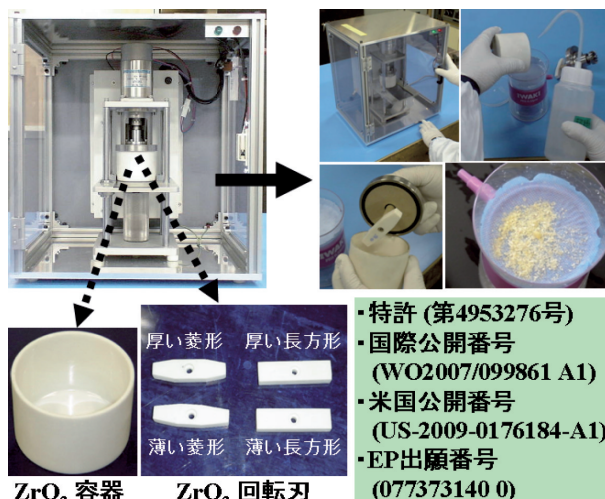


図1 ヒト抜去歯用冷却粉碎装置とその使用法

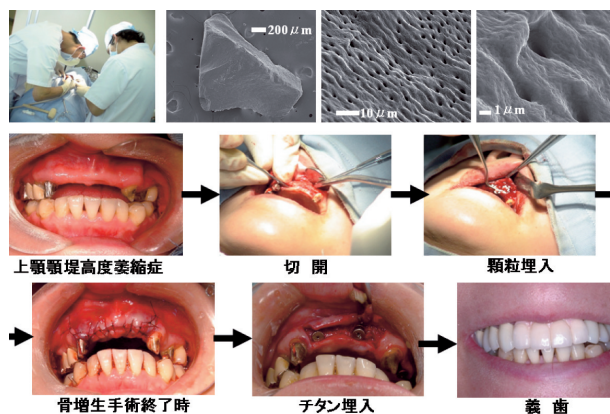


図2 ヒト抜去歯由来脱灰象牙質顆粒の表面組織と臨床症例

## 2. 実験方法

### 2.1 歯用冷却高速粉碎の試作と抜去歯の粉碎

従来のジルコニア( $ZrO_2$ )製容器と回転刃を装着した抜去歯用冷却高速粉碎装置について、医療従事者の使用状況を調査、改善要求事項を抽出・整理し、そのデザイン開発を行い、改良装置を設計・試作した<sup>11-14)</sup>。

抜去歯の粉碎部には、 $ZrO_2$ セラミックス製容器と回転刃を用いた。それを冷却高速粉碎装置に装着後、ヒト抜去歯を12,000rpm、30~60sで冷却高速粉碎した。その際、象牙質由来の生理活性物質の失活防止と洗浄効果のため、生理食塩水と共に粉碎した。そのスラリーを吸引濾過、洗浄、室温乾燥により粉碎顆粒を作製した<sup>11-14)</sup>。

### 2.2 象牙質脱灰顆粒の調製と表面改質方法

抜去歯の粉碎顆粒を0.3~2.0%硝酸( $HNO_3$ )や塩酸(HCl)水溶液へ添加、277~310Kで攪拌または超音波溶解し、脱灰象牙質マトリックス(DDM)顆粒を作製した<sup>11-13)</sup>。その表面改質では、生体模倣環境として、309.5K、pH7.4で細胞が存在しないアパタイトに対して過飽和な疑似体液(SBF)を調製した。

DDM顆粒を309.5K、pH7.40のSBFに浸漬し、水酸アパタイト（HAp）微結晶を析出させ、顆粒表面を改質した<sup>14,15)</sup>。

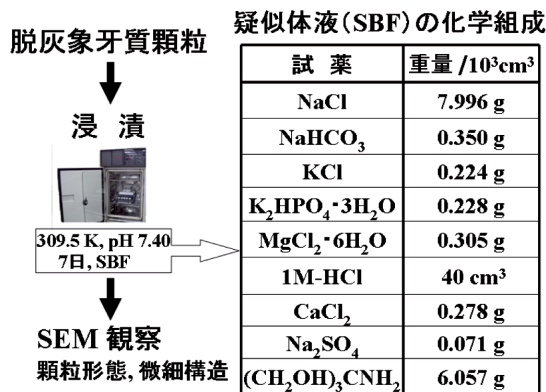


図3 生体模倣環境下でヒト脱灰象牙質顆粒の表面改質法

### 2.3 各種顆粒の物理化学的特性の評価

得られた試料について、X線回折（XRD）より生成相を同定、誘導結合プラズマ発光分光分析（ICP）と電子線微小部分分析（EPMA）より化学組成を分析、走査形電子顕微鏡（SEM）より微細構造を観察、窒素吸着法よりBET比表面積と細孔径分布（PSD）を測定した。粉碎顆粒の酸溶解特性では、HNO<sub>3</sub>やHCl希薄水溶液を用いた脱灰処理前後の重量変化より、溶解効率の経時変化を測定した。

### 2.4 DDM顆粒の生物検定

生体親和性や骨誘導特性の評価では、DDM顆粒をWistar系ラット背部皮下組織内に埋入、2～4週後周辺組織を一塊として摘出、固定、脱灰し、ヘマトキシリン・エオジン（H-E）染色後、光学顕微鏡より組織形態学的観察を行った<sup>5,9)</sup>。

### 2.5 歯髄組織の採取・細胞培養方法

図4に、歯髄組織の採取装置を示す。歯髄細胞の採取では、抜去歯を抗菌薬（ペニシリン、ストレプトマイシン）含有のリン酸緩衝液へ浸漬、洗浄した。それを自動精密切断機、滅菌した粉碎装置や歯用固定装置（過去の開発商品：FIXくん）等を用いて切断し、歯髄組織を採取した。特に、歯用固定装置の場合では、抜去歯を固定後、各種歯科用加工工具により歯を分割、切断し、歯髄組織を採取した<sup>15)</sup>。



図4 歯髄組織の採取装置

(a)自動精密切断機, (b)歯用粉碎装置, (c)歯用固定装置)



図5 歯用固定装置を活用した歯髄細胞の採取方法

歯髄の細胞培養では、歯髄組織を2mm角に切断、抗菌薬含有リン酸緩衝液に細胞を抽出、309.5Kのインキュベータ内DMEM（Dulbecco's Modified Eagle Medium）培地で7日間静置培養後、光学顕微鏡より細胞数・細胞形態を評価した<sup>15,16)</sup>。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1 改良高速粉碎装置の試作と抜去歯の最適粉碎

図6に、本研究で試作した歯用冷却高速粉碎装置を示す<sup>11-13)</sup>。図1の現行粉碎装置を基本として、ZrO<sub>2</sub>製容器の装着と取り出し、昇降台の操作、パネルの構成、台座の形状、装置カバー、運搬性等を改良した。連続運転使用の耐久性、安全確認試験を実施し、医療機器申請を予定している。



図6 歯用冷却高速粉碎装置

図7に、歯用冷却高速粉碎装置を用いて、12,000rpm、30s粉碎した抜去歯由来顆粒の微細構造を示す<sup>5-8)</sup>。粉碎後、生理食塩水が残存し、歯槽骨の再生に有効な粒度0.5～2mmの顆粒が得られ（a), b)), 歯由来HApとコラーゲンの複合組織（c), e), f)), 約1～3μmの象牙細管（d))が観察された。この顆粒は、XRDよりHAp相が同定、ICPより1%以下のNa<sup>+</sup>、Mg<sup>2+</sup>が検出され、(Ca/P)のモル比は1.60～1.66を示し、微量金属イオン含有Ca<sup>2+</sup>欠損型HAp複合体であることが明らかになった。なお、ZrO<sub>2</sub>製容器や回転刃の摩耗粉の混入は認められなかった。



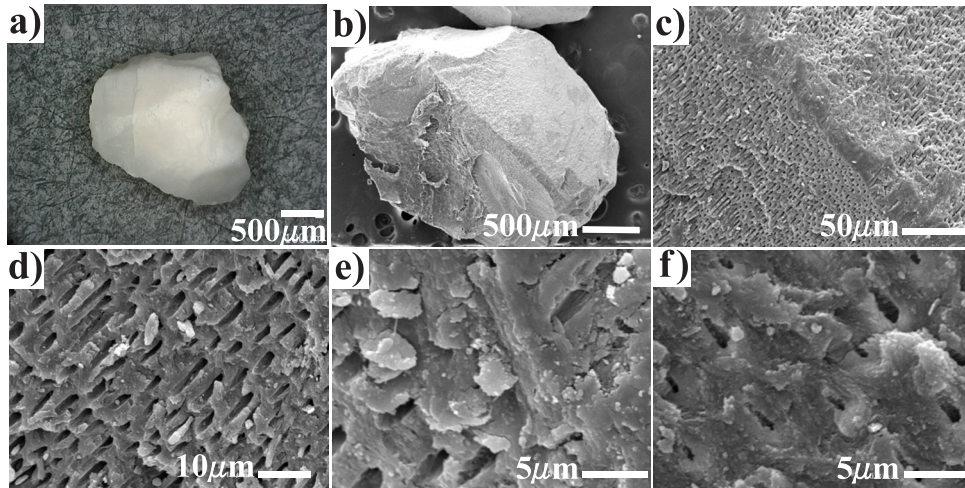


図7 ヒト抜去歯由来粉碎顆粒の微細構造

(生理食塩水, ZrO<sub>2</sub>回転円・容器, 回転数12,000rpm, 30s, a):DM80倍, b):SEM45倍, c):50倍, d):2,000倍, e), f):5,000倍)

### 3.2 部分・完全DDM顆粒の作製と評価

骨形成蛋白質の徐放速度を制御するため、抜去歯のエナメル質や象牙質からミネラル成分を脱灰除去する工程として、粉碎顆粒の酸処理条件を検討した。HNO<sub>3</sub>やHCl希薄水溶液を用いた攪拌処理により、溶解効率の異なるDDM顆粒を調製した。図8に、異なる液温の2.0% HNO<sub>3</sub>水溶液中で、ヒト抜去歯粉碎顆粒の攪拌時間と溶解効率の関係を示す<sup>8, 11, 12, 14</sup>)。処理温度が高い方が溶解効率は高く、攪拌時間の経過に伴い試料重量は減少、溶解効率は増加した。293K, 30min攪拌では、EPMAより顆粒表面のCa<sup>2+</sup>とPO<sub>4</sub><sup>3-</sup>は検出されず、表面近傍のHAp相の脱灰は完結することが分かった。図9は、ICPにより各攪拌時間のHNO<sub>3</sub>処理溶液中Ca<sup>2+</sup>とPO<sub>4</sub><sup>3-</sup>溶解量を示したものである。各種試料の(Ca/P)のモル比は1.8~2.0であることから、部分DDM顆粒はCa<sup>2+</sup>欠損型HApとコラーゲン複合体であると推測される。図10に、a) 10min攪拌の部分DDM (溶解効率42%), b) 60min攪拌の完全DDM顆粒 (91%)の微細構造を示す<sup>8, 11, 14</sup>)。a)では均質な1~3 μmのマイクロ細孔が分散した平滑表面、b)では凹凸が激しい表面が観察された。

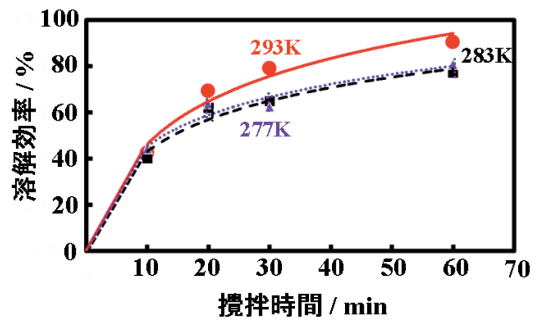


図8 ヒト抜去歯由来粉碎顆粒の攪拌時間と溶解効率の関係 (溶解温度277-293K, pH1, 2.0% HNO<sub>3</sub>, 攪拌回転数500rpm)

120W, 38kHz, 293~310K超音波溶解については、ほぼ同等の溶解効率曲線が得られ、超音波処理30と45minの溶解効率は、それぞれ76と86%であった<sup>12, 13</sup>)。

図11に、0.3~2.0% HNO<sub>3</sub>水溶液中3 h処理したDDM顆粒の微細構造を示す<sup>14, 17</sup>)。いずれの濃度でも約1~2 μmの象牙細管の形跡が多数観察され、HNO<sub>3</sub>濃度の上昇に伴い顆粒表面の凹凸が激しくなり、XRDよりHAp相が減少し、試

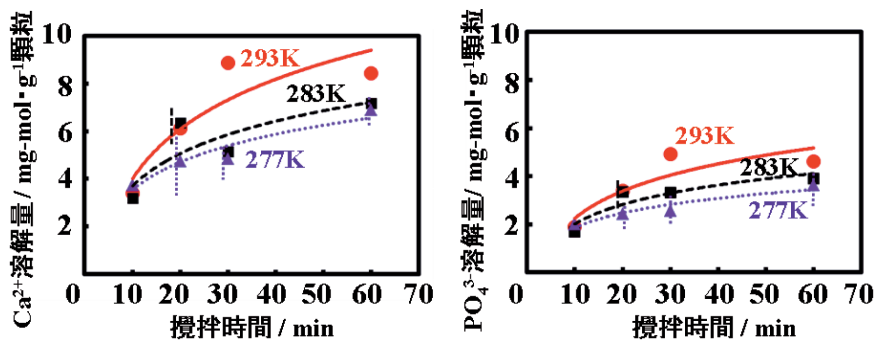


図9 ヒト抜去歯由来粉碎顆粒の硝酸溶液中攪拌時間と溶解量の関係 (溶解温度277-293K, pH1, 2.0% HNO<sub>3</sub>, 攪拌回転数500rpm)



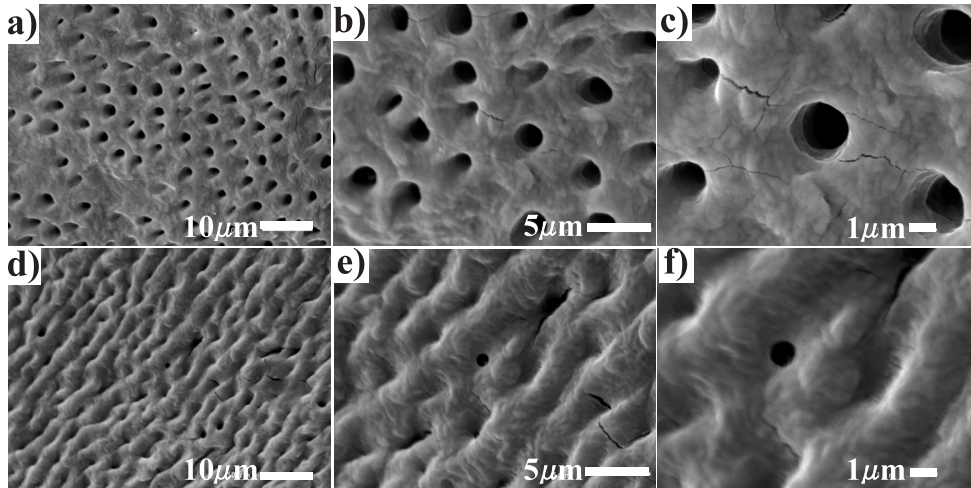


図10 ヒト抜去歯由来DDM顆粒の微細構造  
(溶解温度293K, pH1, 2.0% HNO<sub>3</sub>, 攪拌回転数500rpm, a), b), c):10min, d), e), f):60min)

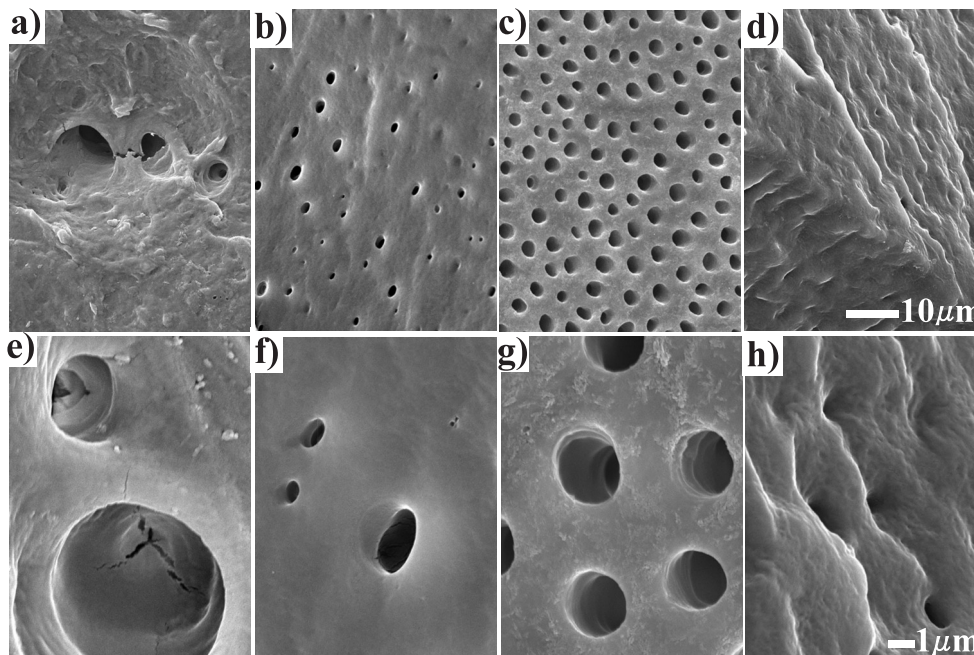


図11 ヒト抜去歯由来DDM顆粒の微細構造  
(溶解温度293K, pH1, 攪拌回転数500rpm, 3 h, a), e):0.3% HNO<sub>3</sub>, b), f):0.5%, c), g):1.0%, d), h):2.0%)

料重量の減少と溶解率の増加がみられた。HCl水溶液を用いた場合でも、ほぼ同様な傾向が得られた。

### 3.3 生体模倣環境でDDM顆粒の表面改質

生体高分子を選択的に吸着、骨形成細胞を活性化する性質を付与した自家移植材料を設計するため、DDM顆粒にHAp結晶をコーティングした<sup>18)</sup>。HApの被覆状態及び被覆量により、治療箇所のニーズに適応した材料の生体吸収速度や骨誘導能を制御することができる。生体模倣環境下SBF浸漬で、DDM顆粒表面へ蛋白質吸着や細胞接着・遊走に有効なHAp結晶の析出条件を検討した。脱灰状態に依存して異なる形態と

サイズのHAp結晶が析出した。図12と13に、293KでHNO<sub>3</sub>脱灰後、SBFに10min浸漬した部分DDM顆粒と60min浸漬した完全DDM顆粒の微細構造を示す<sup>8,11,14)</sup>。図12より8 h浸漬から骨類似HAp結晶が次第に析出し、144 hでコラーゲンに配向した繊維状HAp結晶も観察される。図13より粉碎顆粒の脱灰率が高い条件では、抜去歯由来ミネラルの結晶癖は少ないため、48 h浸漬でDDM顆粒表面上に数10nmのHAp結晶が均質分散した組織が観察された。これらの試料では、PSDよりアルブミン等の蛋白質吸着に有効な細孔構造と大きなBET比表面積を有することが判明した<sup>15)</sup>。

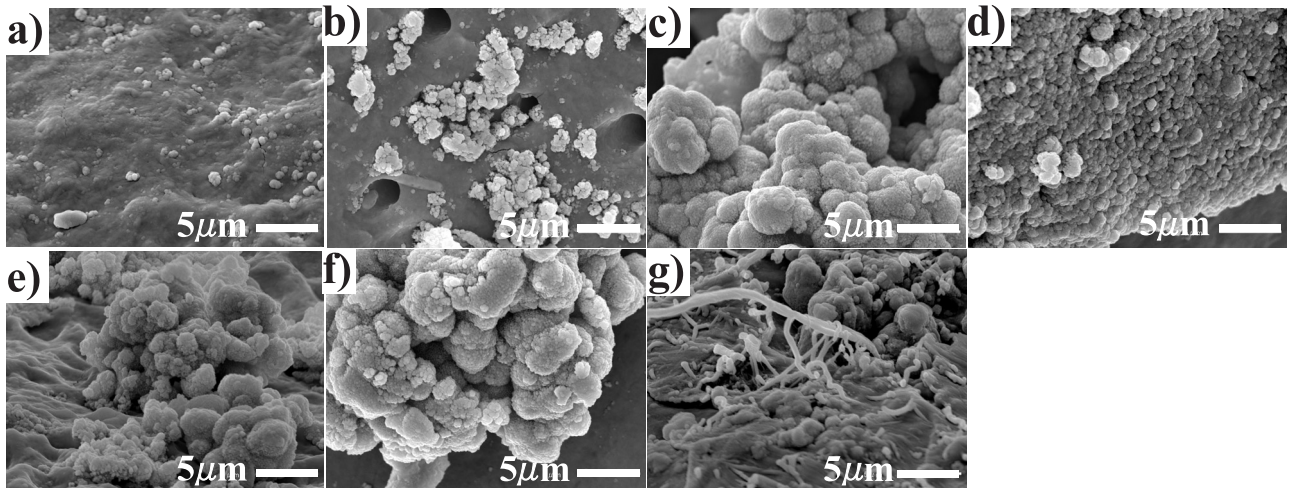


図12 疑似体液へ浸漬したヒト部分DDM顆粒の微細構造 (293K, 10min, 2.0% HNO<sub>3</sub>溶液中部分脱灰後, 309.5K, pH7.40の疑似体液へ浸漬, a):4 h浸漬, b):8 h, c):24h, d):48h, e):72h, f), g):144h)

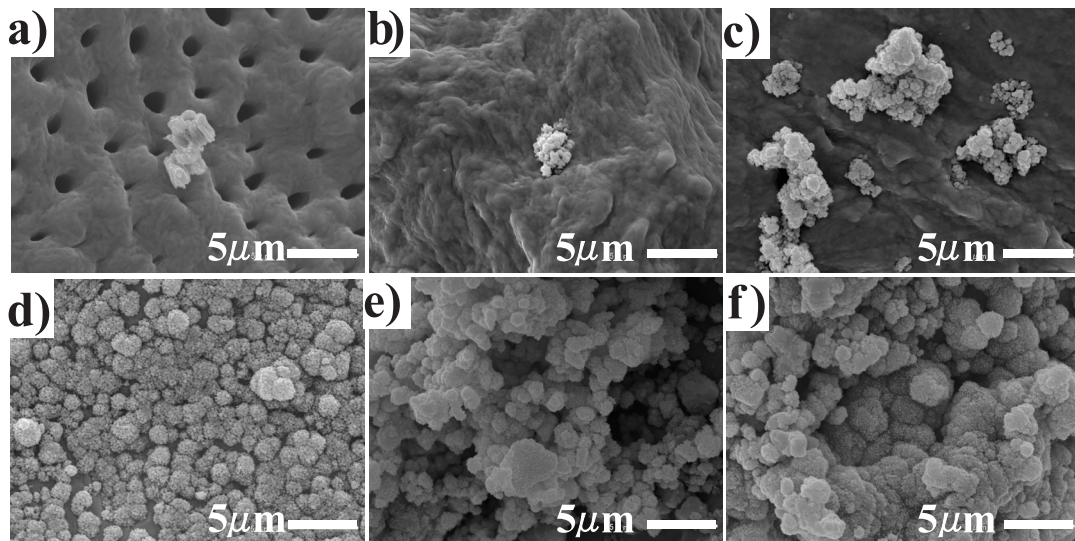


図13 疑似体液へ浸漬したヒト完全DDM顆粒の微細構造 (293K, 60min, 2.0% HNO<sub>3</sub>溶液中部分脱灰後, 309.5K, pH7.40の疑似体液へ浸漬, a):4 h浸漬, b):8 h, c):24h, d):48h, e):72h, f):144h)

### 3.4 部分・完全DDM顆粒の生物検定

攪拌または超音波溶解したDDM顆粒をラット背部皮下組織内へ埋入した。図14に、攪拌溶解した完全DDM顆粒の標本組織を示す<sup>5, 9)</sup>。埋入2週後では、炎症性細胞浸潤はみられなく、DDM顆粒表層に巨細胞が少ないにも拘わらず、体液浸透と吸収が認められた。4週後では、DDMは全体的に残存し感染や排除はなく、顆粒表面に骨誘導が観察された。超音波溶解、部分DDM顆粒の場合でも、同様な結果が得られたことから、DDMの組織適合性と生体親和性が立証された<sup>13, 17, 18)</sup>。

DDM顆粒では、酸処理によりミネラル成分の溶解効率が増加するに伴い、比表面積は減少し、残存した象牙細管の物理的構造(細管径と細管長)が鮮明に観察された。完全DDMの酸不溶性コラーゲンは、微視的に疎水性平滑表面を有する

ため、一般細菌の付着有効表面積は小さいと予想される<sup>19)</sup>。

DDM顆粒が生体組織に移植された場合、象牙細管は周辺組織に栄養成分を配送する経路となる。血液や体液と接触した固体表面では、蛋白質や電解質の吸脱着は容易に起こるが、その境膜層は極めて薄くなり、円滑な体液流動によって体液の局所的貯留は少なく、炎症性巨細胞が接着しにくいと考えられる。さらに、その象牙細管の細管径と細管長は小値であるため、市販生体材料に比べ、材料内部への細菌の物質移動は困難であり、感染確率も低くなると推察される<sup>19)</sup>。

以上の結果から、歯由来粉碎顆粒は、HNO<sub>3</sub>やHCl濃度(0.5~2.0%)と時間の処理条件の選定により、歯の有効成分や石灰化促進能を活用し、治療箇所に応じた吸収速度と骨誘導を有するDDMの設計・制御が可能である。



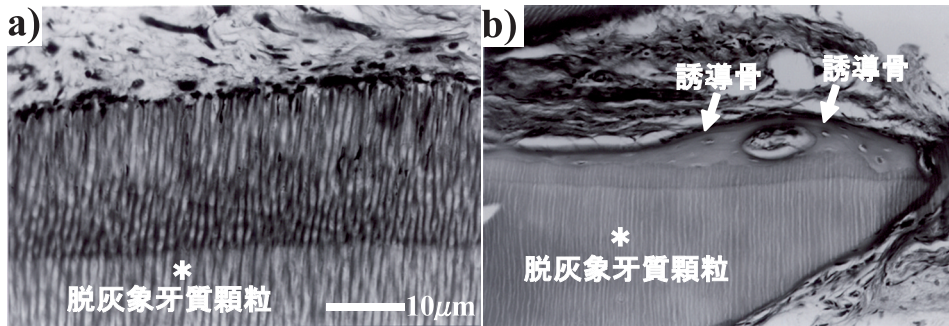


図14 ヒトDDM顆粒のラット背部皮下組織内への埋入標本組織 (a):埋入2週後, b):4週後)

### 3.5 歯髄の迅速採取と細胞培養

図15に、抜去歯由来歯髄の細胞培養手順と培養組織を示す<sup>15)</sup>。抜去歯用冷却粉碎装置を用いた12,000rpm, 5sの粗粉碎, または、歯用固定装置と加工具を用いた数分の切断により、抜去歯から歯髄組織を採取した (a))。それを切断 (b)), 抗菌薬含有リン酸緩衝液へ抽出 (c)), 309.5Kで7日静置培養 (d)), 光学顕微鏡により観察した (e), f))。DMEM培地へ10%FBS (ウシ胎児血清), 100Unit・cm<sup>-3</sup> ペニシリン・ストレプトマイシン, 1.0μg・cm<sup>-3</sup> アンフォテリシンB, 10ng・cm<sup>-3</sup> FGF1 (線維芽細胞成長因子), 15μgヘパリン) の添加により, 活発な紡錘状細胞が観察された<sup>15,16)</sup>。

SBF浸漬したDDM顆粒は, 固体表面にナノサイズのHAp微結晶が析出しているため, 歯髄細胞の固定, 増殖が可能である。今後, 歯髄細胞/HAp/DDM複合材料は, 歯周病による骨欠損部, 歯の移植やインプラント植立の骨増生のような歯科医療や高度先進医療への応用が期待される<sup>17,18)</sup>。

### 3.6 歯のバイオリサイクル医療のビジネス展開

抜去歯利用の骨再生治療は, 北海道医療大准教授 村田勝博士が発明した世界初の歯科医師提案型医療である。2009年, 韓国でKorea Bio-Tooth Service (KBTS) 社が設立され, 歯科医療機関から抜去歯を収集, 粉碎加工後, 返却する医療サービスがアジアで開始された。KBTSは, 韓国12の大学・歯科病院とネットワークを形成, Japan Bio-Tooth Service (JBTS), ロシア, タイと提携し, オーストラリア, シンガポール, マレーシア, 台湾, 欧米にも, 医療拠点を拡大している<sup>15)</sup>。

歯のバイオリサイクルシステムの普及と臨床応用を管理するため, 2010年, 韓国でKorea Auto-Tooth Bone Bank (KABB), 日本でJapan Auto-Tooth and Bone Bank (JABB: 会長; 長崎大学教授 朝比奈泉博士, 副会長; 北海道医療大学准教授 村田勝博士, 事務局; 高松歯科口腔外科クリニック 口腔外科医 三次正春博士) の学術団体が発足,

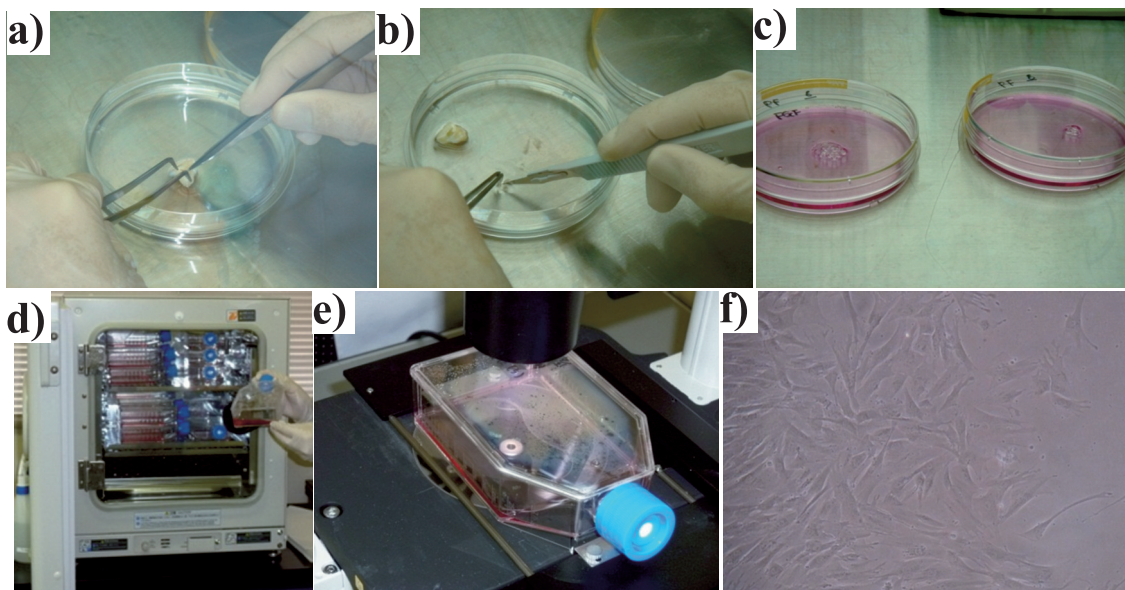


図15 ヒト抜去歯由来歯髄の細胞培養手順と培養組織

(a):歯髄採取, b):歯髄切断, c):抗菌薬含有リン酸緩衝液へ抽出, d):309.5K静置培養, e):光学顕微鏡観察, f):7日培養, DMEM培地;10% FBS (ウシ胎児血清), 100Unit・cm<sup>-3</sup> ペニシリン・ストレプトマイシン, 1.0μg・cm<sup>-3</sup> アンフォテリシンB, 10ng・cm<sup>-3</sup> FGF1 (線維芽細胞成長因子), 15μgヘパリン)

その姉妹提携が締結された。2011年12月、九州大学で第2回IABB国際会議が開催され、日本、韓国、中国、タイ、フィリピンから歯科医や研究者が集結し、歯移植やDDM医療の臨床例の紹介があり、その有効性、優位性が議論された。特に、韓国では、30,000症例の実績があり、親子間移植も安全に行われている<sup>19)</sup>。2012年12月には、北京大学で第3回IABB国際会議の開催が予定されている。

歯の冷却高速粉碎装置を使用した臨床治療を普及するためには、KBTS社と協調しながら、国内外大学、歯科医院との連携協力を深めたDDM顆粒デリバリーシステムの構築が重要であろう<sup>15)</sup>。今後、我々は、東京医科歯科大学、東京歯科大学、長崎大学、JBTS、JABB、北海道大学病院高度先進医療センターと臨床研究を実施すると共に、世界へ発信するDDM医療として英語版テキストの発行、北海道ラボラトリーの発足や医療材料調製サービス等を検討中である。

#### 4. 結 言

ヒト抜去歯をリサイクルして、粉碎、酸処理、表面改質により、骨再生に関わる臨床治療する医用技術を検証し、発展、普及する方法を検討した結果、下記の結論が得られた。

- 1) 旧歯用高速粉碎装置の問題点として、ZrO<sub>2</sub> 製容器の装着と取り出し、昇降台の操作、パネルの構成、台座の形状、装置カバー、運搬性等を改良し、新粉碎装置を設計・試作、製品化した。
- 2) 新歯用冷却高速粉碎装置を用いた抜去歯の30s粉碎では、歯槽骨等の再生に有効な粒度の顆粒が得られた。
- 3) 抜去歯由来粉碎顆粒は、微量の生体由来イオン含有HApとコラーゲン複合体であった。
- 4) 0.5~2.0% HNO<sub>3</sub> やHCl水溶液中10~60min攪拌・超音波処理により、溶解効率の異なるDDM顆粒を調製できた。
- 5) SBFに浸漬したDDM顆粒は、脱灰状態に依存して異なる形態とサイズのHAp微結晶の表面設計が可能であった。
- 6) 完全DDM顆粒のラット背部皮下組織への埋入では、2週後でDDM表層に巨細胞が少ないにも拘わらず体液浸透と吸収が認められ、4週後で顆粒表面に骨誘導が観察され、DDMの組織適合性と生体親和性が立証された。
- 7) 歯用冷却高速粉碎装置を用いた12,000rpm、5sの粗粉碎、または、歯用固定装置と加工具を用いた数分の切断により抜去歯から歯髄組織を採取できた。
- 8) 歯髄組織を切断、歯髄を抽出、309.5K、DMEM培地上で7日静置培養により、活発な紡錘状細胞が観察された。
- 9) 国内の大学、公立病院、歯科医院に加えて、韓国で歯のデリバリーシステムを構築したKBTS社との連携協力により、粉碎装置を用いた臨床治療・教育をアジアで普及した。

したがって、DDM顆粒活用の治療法は、患者の時間的・経済的負担が極めて低い実用的治療法であり、その即時移植治療は、大学・公立病院、歯科医院等への普及が予想される。また、歯髄細胞の利活用は細胞工学や医療産業への波及効果が大きく、歯髄細胞/HAp/DDM複合体の創製は、生体模倣材料の再生医療技術として、歯周病のみならず、難治療疾患の骨欠損部等の歯科・医科医療や高度先進医療への応用が期待される。

#### 引用文献

- 1) 赤澤敏之, 中村勝, 村田勝, 田崎純一, 日野純, 田畑泰彦, 山本雅哉, 埴隆夫, 菊地雅彦, 山近秀和, 田中勝, 大森哲也, 板橋孝至, 稲野浩行, 堀川弘善, 高橋英徳, 吉成哲, 奈良岡美穂, 米代武司, 第17回無機リン化学討論会講演要旨集 pp.116-117, (2007).
- 2) 村田勝, 赤澤敏之, 有末眞, 自己の組織を利用する新治療システム, 骨と歯の再生医療-生物学的原理・問題点とその指針-, 学際企画, pp97-106 (2007).
- 3) 赤澤敏之, 中村勝男, 村田勝, 日野純等, 日本セラミックス協会2007年年会講演要旨集, p.132 (2007).
- 4) T. Kawakami, Y. Kuboki, J. Tanaka, S. Hijikata, T. Akazawa, M. Murata, R. Fujisawa, H. Takita, M. Arisue, Regenerative Medicine of Bone and Teeth - with special references to biological principles, problems and their indicators-, Journal of Hard Tissue Biology, Vol.16, No.3, pp.95-113 (2007).
- 5) 村田勝, 赤澤敏之, 中村勝男, 新井実, 小野寺雄人, 齊藤隆史, 高度先進医療に応用できる抜去歯粉碎品, 抜去歯由来の脱灰粉体, 脱灰粉体とアパタイトとの複合体を調製する方法および粉碎機, 特許 第4953276号
- 6) 村田勝, 赤澤敏之, 患者までとどいている再生誘導治療-バイオマテリアル, 生体シグナル因子, 細胞を利用した患者のための再生医療の実際-, メディカルドウ, pp. 64-68 (2009).
- 7) M. Murata, T. Akazawa, M. Takahata, M. Ito, J. Tazaki, J. Hino, K. Nakamura, N. Iwasaki, T. Shibata, M. Arisue, Bone Induction of Human Tooth and Bone crashed by Newly Automatic Mill, Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol. 118, No. 6, pp. 434-437 (2010).
- 8) 赤澤敏之, 村田勝, 日野純, 中村勝男等, 日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会, p.56 (2010).
- 9) M. Murata, T. Akazawa, M. Mitsugi, I. Um, K. Kim, Y. Kim, Human Dentin as Novel Biomaterial for Bone Regeneration, Biomaterials, INTEC, ISBN 978-953-307-418-4 (2011).



- 10) J. Tazaki, M. Murata, Y. Nakanishi, M. Ochi, T. Akazawa, S. Yodogawa, J. Hino, K. Ito, M. Arisue, T. Shibata, Simultaneous Implantation of Dental Implants and Autogenous Human Dentin, *Key Engineering Materials*, Vols. 493-494, pp. 426-429 (2012),
- 11) T. Akazawa, M. Murata, J. Hino, F. Nagano, K. Ito, K. Nakamura, T. Yamagishi, T. Shigyo, T. Nomura, H. Inano, K. Itabashi, S. Hidaka, A. Manjome, S. Iida, H. Kashiwazaki, Bioactive Surface Structure and Osteoinduction Controlled in Biomimetic Environment of Demineralized Dentin Matrix Granules Derived from Human Teeth, *Proceedings of the 6th Asian Science Seminar*, p.19, November 20-22, Taichung, Taiwan (2010).
- 12) T. Akazawa, M. Murata, Y. Minamida, J. Hino, J. Tazaki, S. Iida, H. Kashiwazaki, Bioactive Microstructure of Human Teeth Designed by a Supersonic Demineralization and Biomimetic Coating, *Proceedings of the 11th Asian BioCeramics Symposium*, O-018, November 30-December 2, Tsukuba, Japan (2011).
- 13) T. Akazawa, Surface Structure and Chemical Nature of Bioactive Composites Materials designed by Supersonic Demineralization and Biomimetic Precipitation of Human Teeth, *Proceedings of the 2nd International Auto-Tooth Bone Bank Symposium*, December 11, p.24-26, Fukuoka, Japan (2011).
- 14) T. Akazawa, M. Murata, J. Hino, F. Nagano, T. Shigyo, T. Nomura, H. Inano, K. Itabashi, T. Yamagishi, K. Nakamura, T. Takahashi, S. Iida, H. Kashiwazaki, Surface Structure and Biocompatibility of Demineralized Dentin Matrix Granules Soaked in Simulated Body Fluid, *Applied Surface Science*, <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433212000670> (2011).
- 15) 赤澤敏之, 稲野浩行, 執行達弘, 野村隆文, 山岸暢, 中村勝男, 日高青志, 万城目聡, 高橋徹, 三津橋浩行, 板橋孝至, 北海道医療大, 北大院歯, 岩手医科大, 東京医研究, ムトウ, 技術移転フォーラム2011-工業試験場成果発表会-発表要旨, pp. 29-31 (2011).
- 16) N. Okubo, A. Ishisaki, T. Iizuka, M. Tamura, Y. Kitagawa, Vascular Cell-Like Potential of Undifferentiated Ligament Fibroblasts to Construct Vascular Cell-Specific Marker-Positive Blood Vessel Structures in a PI 3 K Activation-Dependent Manner, *Journal of Vascular Research*, Vol. 47, No. 5, pp. 369-383 (2010).
- 17) T. Akazawa, M. Murata, J. Hino, K. Nakamura, M. Kikuchi, M. Mitsugi, I. Um, Surfaces Design and Functional Control of Demineralized Dentin Matrix Granules Derived from Human Teeth, *JABB Text in press* (2012)
- 18) T. Akazawa, M. Murata, J. Hino, K. Nakamura, J. Tazaki, M. Kikuchi, M. Arisue, Materials design and application of demineralized dentin/apatite composite granules derived from human teeth, *Archives of BioCeramics Research*, Vol. 7, pp. 51-54 (2007).
- 19) 三次正春, 村田勝, In-Woong Um, 朝比奈泉, 楠川仁悟, 赤澤敏之, 自家抜去歯を使用する新しい骨移植材 Auto-Tooth Bone, *ザ・クインテッセンス*, Vol. 30, No. 6, pp. 87-95 (2011)

# 熱ナノインプリント法による微細回路形成技術の開発

斎藤 隆之, 片山 直樹, 見山 克己\*

## Development of Fine Circuit Fabrication Process by Thermal Nanoimprint

Takayuki SAITOU, Naoki KATAYAMA, Katsumi MIYAMA\*

### 抄 録

熱ナノインプリント法は、熱可塑性材料へ微細構造を転写できる加工技術である。この方法により樹脂基材上へ幅  $1\ \mu\text{m}$  の微細回路形成を試みた。基材として高耐熱性の液晶ポリマー (LCP) を選び、転写型として  $15\text{mm}$  角の領域に幅  $1\ \mu\text{m}$ 、深さ  $5\ \mu\text{m}$  の直線状トレンチを多数有するシリコン型を用い、適切なナノインプリント条件により、全面に型側の形状を保った転写を実現した。その後、半導体の銅の溝埋めめっき技術であるダマシン法を適用することで、LCP表面のトレンチ内部への銅フィリングめっきを実現した。さらに過剰な銅の表面層を、硫酸と過硫酸アンモニウムの混合溶液でソフトエッチングすることにより、ほぼ  $10\text{mm}$  角の領域に独立したトレンチ状の銅パターンを形成できた。次世代に求められると考えられるが、まだ未確立の  $10\ \mu\text{m}$  以下のパターンを有するプリント基板製造技術への熱ナノインプリント法の応用可能性を見いだした。

**キーワード**：熱ナノインプリント法、液晶ポリマー、微細回路形成、プリント基板

### Abstract

Thermal nanoimprint is a fabrication method to transcribe fine structures of a mold to thermoplastic materials. This method was applied to fine circuit fabrication on polymer substrate. Liquid crystal polymer (LCP) with high heat resistance was used for the substrate and Si mold with linear trench structure of  $1\ \mu\text{m}$  width and  $5\ \mu\text{m}$  depth on the surface was used for the master mold. Applying to the substrate thermal nanoimprint, Cu filling electro-plating on “Damascene process” and soft etching the excessive Cu surface with the mixed solution of  $\text{H}_2\text{SO}_4$  and  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , we fabricated isolated linear Cu patterns of  $1\ \mu\text{m}$  width on domain of an about  $10\text{mm}$  square. It is found that thermal nanoimprint will be applicable to manufacture of printed circuit board with pattern width under  $10\ \mu\text{m}$ , still the technique is not established.

**KEY-WORDS** : Thermal nanoimprint, Liquid crystal polymer (LCP), Fine circuit fabrication, Printed circuit board.

## 1. はじめに

ナノインプリント法とは、凹凸のパターンを形成した型(モールド)を材料に押し付け、その形状を転写する加工技術である。大別すると光硬化性樹脂に光透過性の型を押し当てた状態で紫外線を照射することで型の微細構造を転写する光ナノインプリントと、型を高温で熱可塑性材料に加圧成形することで微細構造を形成する熱ナノインプリントがある<sup>1)</sup>。

この技術は従来のリソグラフィによる半導体加工技術と比べて設備コストが安く、多様な材料への応用が利くと考えられる<sup>2)</sup>。

一方、IC、抵抗、コンデンサー等の部品を搭載し、電気回路を構成するプリント基板は、電子機器の高機能化、軽量、薄型化に伴い、高密度配線化が進んでいる。現在、回路形成法として、サブトラクティブ法\*やセミアディティブ法\*\*が一般的に行われている。これらの手法では、形成可能な導体幅と間隙(L/S)の下限がサブトラクティブ法で  $30/30\ \mu\text{m}$ 、

\* 北海道工業大学 創生工学部 \* Faculty of Advanced Engineering, Hokkaido Institute of Technology

事業名：重点研究

課題名：ナノインプリント法による高機能微細構造の創製と応用に関する研究 (平成20～22年度)

セミアディティブ法で15/15 $\mu\text{m}$ とされており、工程が複雑で、フォトリソグラフィに用いる露光機やエッチング等の装置性能に依存するとともに、設備導入によるコスト負担が課題となっている。さらに次世代に求められる電子機器の多機能・小型化には、10 $\mu\text{m}$ 以下の高密度配線が必要になると考えられる。そこで、本研究では、リソグラフィを用いずに、簡易に微細回路形成する手法として、ナノインプリント技術の応用を試みた。

※サブトラクティブ法：絶縁基板上に銅箔を張った基板にレジストを形成し、不要な銅箔の部分をエッチングにより取り除き、回路パターンを形成する方法。

※※セミアディティブ法：絶縁基板上に薄い導電層をあらかじめ形成し、めっきレジストを形成した後に電解銅めっきで回路パターンを形成する方法。

## 2. 実験方法

### 2.1 熱ナノインプリント法による微細回路形成プロセス

本研究では、図1に示した熱ナノインプリント、銅めっきおよびソフトエッチングを組み合わせることにより、微細回路の形成を目指した。これは大きく4つのプロセスからなる。

- ① 熱可塑性基材に熱ナノインプリントを施し、表面にトレンチ（溝）構造を形成する。
- ② 触媒処理などの、めっき前処理を行う。
- ③ 無電解銅めっきと電解銅めっきによりトレンチ部のフィリング（充填）めっきを行う。
- ④ エッチングによって、基材表面に析出した余分な銅を除去し、独立したパターンを形成する。

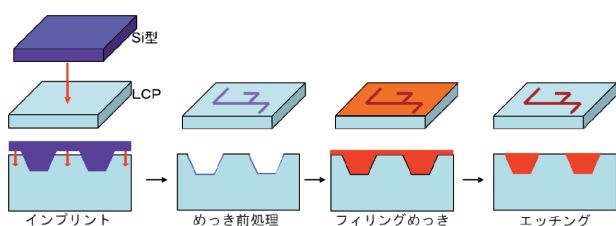


図1 熱ナノインプリント法による微細回路形成プロセス

### 2.2 基材の選定と熱物性測定

プリント基板として用いるため、基材にははんだ接合に対する耐熱性ととも、絶縁性や誘電特性などの電気的特性が求められる。これらの観点から、熱可塑性でありながら耐熱性が高く（ $>260^{\circ}\text{C}$ ）、高周波数（GHz帯）の誘電正接が小さい液晶ポリマー（LCP）を選定した。実際に用いたのは（株）プライマテック製のBIAC<sup>®</sup>である。これは全芳香族ポリエステルで、耐薬品性が極めて高く、寸法安定性も高いという特長も持つ。

樹脂などの非晶質の固体において温度上昇に伴い完全に溶融する融点以前で、急激に弾性と粘性が低下する温度をガラス転移点 $T_g$ と呼ぶ。熱ナノインプリントは、高温で基材を変形できる状態にして微細構造を転写するため、 $T_g$ または融点近傍での粘弾性の温度変化を知ることが、初期条件設定のため重要である。ここで用いたLCPは明確なガラス転移点が存在しないため、インプリントは融点付近で実施する必要がある。

LCPについて、熱分析装置EXTER6000（SIIナノテクノロジー製）を用いDSC（示差走査熱量測定）およびDMA（動的粘弾性測定）を行った。前者は試料を徐々に昇温しながら、その吸発熱を測定することにより相転移、分解および融解などを捕らえる。後者は試料に曲げ、引っ張り/圧縮などの振動変位を与え、応力を測定することにより $E'$ （縦弾性率またはヤング率）の実数部である貯蔵弾性率（ $E'$ ）と虚数部である損失弾性率（ $E''$ ）の温度変化を得る。 $E'$ は樹脂の硬さを $E''$ は粘性を反映している。なお、変位としてせん断やねじり振動を用いた場合では $G$ （横弾性率または剛性率）が得られ両者には $E=2G(1+\nu)$ （ $\nu$ ：ポアソン比）の関係がある。

### 2.3 熱ナノインプリントと形状の評価

図1での回路形成プロセスを実現するため、はじめに熱ナノインプリントによる適切な転写条件について検討した。使用した熱ナノインプリント装置であるSCIVAX社製X-200を図2に示す。また型は、（株）協同インターナショナル製のシリコン（Si）製の型（ $20 \times 20\text{mm}$ 、厚み1mm）2種類を用いた（図3）。転写されるLCPは $25 \times 25\text{mm}$ 、厚み0.5mmを用いた。図4にナノインプリント実験の構成を示す。実験では、まず（a）の型で幅 $5\mu\text{m}$ 、深さ $5\mu\text{m}$ の線と隙間（L/S）の横パターン（○で示した部位）のLCPへの転写を目的としたインプリントを行い、コンフォーカル顕微鏡（レーザーテックHD100D）での断面評価で十分な転写条件が得られた後、15mm角の領域に幅 $1\mu\text{m}$ 、深さ $5\mu\text{m}$ のL/Sを有する（b）の型を用いてトレンチ（溝）形成を行い、電界放射型走査電子顕微鏡：FE-SEM（日本電子JSM-7001F）と原子間力顕微鏡：AFM（SIIナノテクノロジーL-trace II）で評価した。2段階でインプリントと評価を実施したのは、コンフォーカル顕微鏡は容易に断面形状の定量評価が可能だが、画像分解能から評価可能なのは幅 $5\mu\text{m}$ までの制約があったためである。（a）の型を用いた実験では熱物性測定で得られた融点などから初期値を設定し基材と型の温度、成形荷重、成形時間について断面評価結果をもとに条件調整を行った。この条件で（b）の型でインプリントし、転写面全体を評価した。両型の表面には型の汚れとなるインプリント時のLCPの移着を防止し離型性も向上させるためにフッ素系単分子膜の形成処理を行っている。

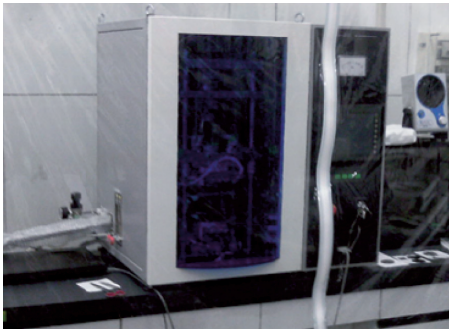


図2 熱ナノインプリント装置X-200

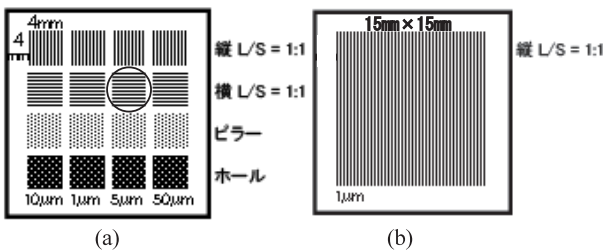


図3 実験に用いた型

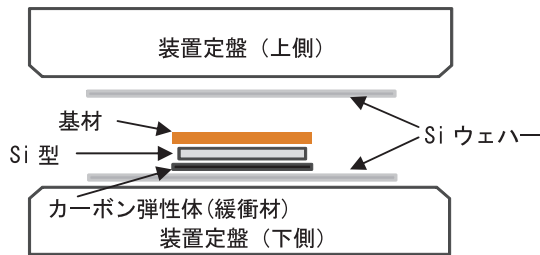


図4 ナノインプリント実験の構成

用いた型 (a) の幅 $5\mu\text{m}$ 、深さ $5\mu\text{m}$ のL/Sパターンのコンプォーカル顕微鏡による断面形状を図5に、型 (b) のパターンのAFMによる断面形状を図6に示した。図5の結果から型 (a) の平均深さ $R_c$ を求めると $4.9\mu\text{m}$ で、誤差範囲で $5\mu\text{m}$ と一致した。一方、図6の結果から、型 (b) の $R_c$ は $4.7\mu\text{m}$ で、 $5\mu\text{m}$ より有意に小さかったが、これは計測する針の長さがほぼ $5\mu\text{m}$ で針の支持部がトレンチ上部と接触しているためと考える。

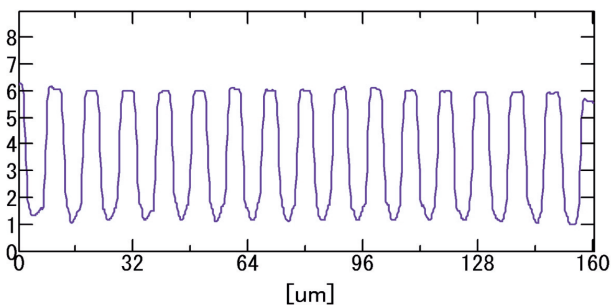


図5 (a)型の幅 $5\mu\text{m}$ 深さ $5\mu\text{m}$ のL/Sパターンの断面形状

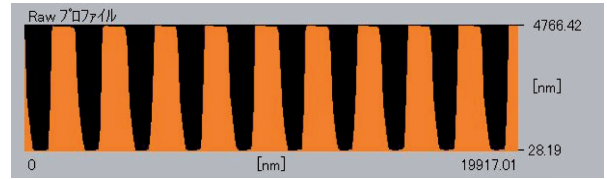


図6 (b)型のパターンの断面形状

## 2.4 銅フィリングめっき

形成されたトレンチ内部に銅をフィリング（充填）するために、予め、酸化剤によるLCP表面処理を行った上で、半導体への銅の溝埋めめっき技術であるダマシン法の適用を行った。酸化剤による表面処理は通常樹脂めっきの際、表面粗化するための必須の工程であるため、めっき工程に先だって実施した。これらの処理については、保有する設備装置では対応できなかったため、めっき関連企業へ依頼した。

## 2.5 銅のソフトエッチング

トレンチ部以外の余分な銅の表面層を除去し、基板上に独立した銅パターンを形成するために、均一に銅を溶解させるソフトエッチングを行った。図7のように、容器内でエッチング液を攪拌した状態で試料を投入し、エッチングを行った。この際に前処理として、プラズマ処理装置を用いて表面の汚れ除去と親水性の向上を図った。エッチング液には、硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 5vol%,過硫酸アンモニウム( $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ) 100g/Lの混合溶液を原液として、純水で希釈して濃度調整を行い、希釈濃度及びエッチング時間の最適な条件について検討した。

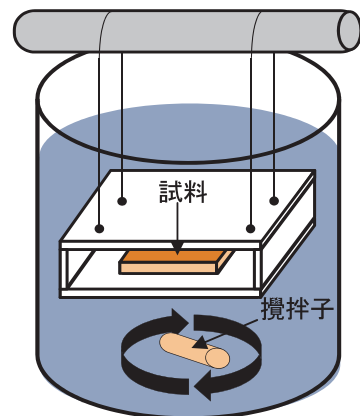


図7 ソフトエッチング処理装置

## 3. 実験結果と考察

### 3.1 基材の熱物性測定結果

図8にLCPのDMS測定結果を示す。なお図中の点線は、DSC測定で得た融点 $T_m$ : $323^\circ\text{C}$ である。融点の近傍で急激に損失弾性率（粘性）と貯蔵弾性率（硬さ）が低下している。



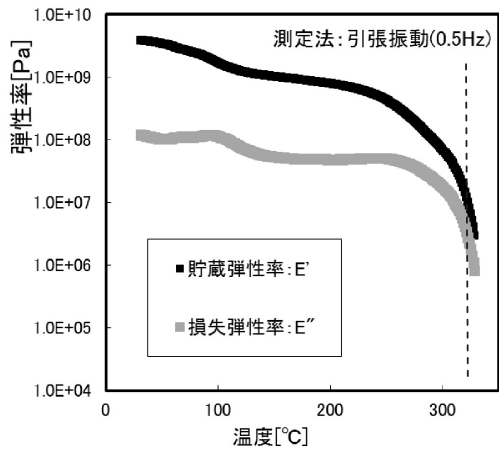


図8 LCPの動的粘弾性 (DMS) 測定結果

この結果は、引っ張り振動0.5Hzにおける動的結果でありナノインプリント時の成形圧力に抗する静的な粘弾性とは異なるが、融点近傍では $10^7$ Pa程度の圧力で成形可能だと考えられる。

### 3.2 熱ナノインプリント ((a) 型による結果)

熱物性の測定結果を参考に、型の温度は $300^{\circ}\text{C}$ 、基材の温度をそれより低い $250^{\circ}\text{C}$ 、成形圧力・時間は $3\text{MPa} \cdot 300$ 秒を初期条件として、図3の(a)の型により幅 $5\mu\text{m}$ の線と隙間(L/S)パターンの転写状態を評価しながら条件の最適化を行った。その結果、型の温度： $310^{\circ}\text{C}$ 、基材の温度： $210^{\circ}\text{C}$ 、成形時間： $300$ 秒でほぼ条件を固定すべきことが分かった。この評価に当たっては、転写されたトレンチパターン形状の正確さ・深さおよび基材そのものの破損・変形の少なさを基準とした。これら条件のもと圧力について最適化を目指した。 $2\text{MPa}$ 、 $2.5\text{MPa}$ 、 $3.0\text{MPa}$ 、 $3.5\text{MPa}$ で転写を行い転写形状と深さをさらに評価した。コンフォーカル顕微鏡による $2.5\text{MPa}$ と $3.5\text{MPa}$ の条件での断面形状を図9、10に示す。それぞれ平均深さ $R_c$ として $5.07\mu\text{m}$ 、 $4.21\mu\text{m}$ を得ている。 $2\text{MPa}$ では歪みは少ないが、 $R_c$ が $5\mu\text{m}$ に達せず、 $3.0\text{MPa}$ 以上では深さの不均一と形状歪みがみられた。荷重が大きすぎると形成されるトレンチに亀裂や歪み等の変形が発生すると考えられる。これらの結果から、液晶ポリマーへの転写での適正な成形圧力を $2.5\text{MPa}$ とした。

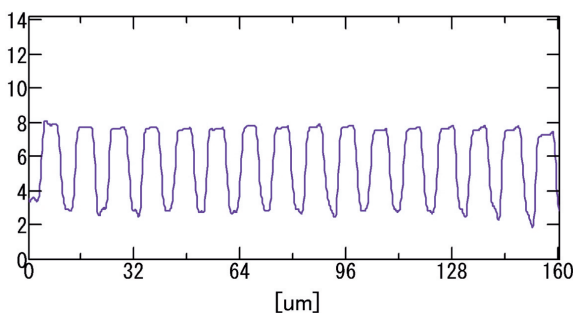


図9 LCPの成形圧力 $2.5\text{MPa}$ における断面形状

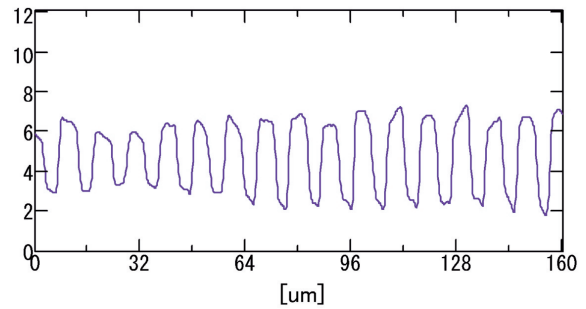


図10 LCPの成形圧力 $3.5\text{MPa}$ における断面形状

### 3.3 熱ナノインプリント ((b) 型による結果)

前項で決定されたナノインプリント条件で大面積パターンを有する(b)の型でLCPへ転写を行い、表面のトレンチ形状の評価を行った。図11にLCPのFE-SEMによる表面画像を示す。部分的に“壁”が割れたような欠陥が見られるが、Si型の周期と形状を良く保ったまま転写されている。ただ、このような欠陥の他、異物や傷が位置によってはまれに存在した。これは最初から材料自体にあったものと試料の取り扱いやナノインプリント操作時に生じたもの両方が考えられる。パターンの存在する $15\text{mm}$ 角ほぼ全域でトレンチが形成されていた。

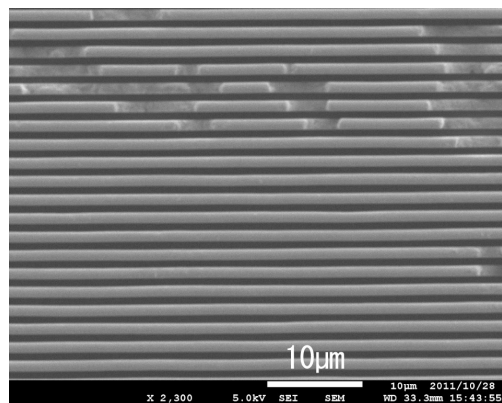


図11 FE-SEMによる転写されたLCPの表面

図12に同一試料のAFMによる断面形状を示す。トレンチの山の幅がSi型(空隙に対応する)に比べ $1.6\mu\text{m}$ と広がっているとともに、谷の深さも $4.0\mu\text{m}$ と浅くなっている。幅については、AFMでは有限の幅の針で物理的に試料をなぞるため、原理的にトレンチの山の幅は真の値より大きめに検出される。しかし転写時に弾性変形が起こることにより、実際に山の幅が型より広がっている可能性が高い。谷の深さも、幅が狭くなった谷に阻まれて $0.5\mu\text{m}$ 程度の幅の針が底まで到達できない可能性とともに、弾性変形のため $5\mu\text{m}$ より浅くなったことも考えられる。しかしトレンチが形成され少なくとも $4.0\mu\text{m}$ の深さを有するので、目的とする独立した銅のパターン形成には支障がないと判断し、銅めっきを実施した。

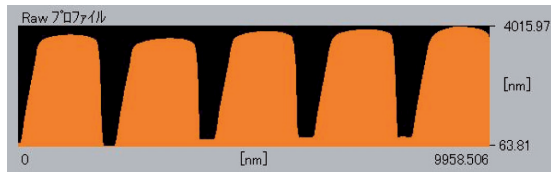


図12 AFMによる転写されたLCPの断面形状

### 3.4 銅フィリングめっきの結果

トレンチ形成したLCPに銅フィリングめっきを施した後、その断面を金属顕微鏡により観察した結果を図13に示す。観察の結果、LCP基材に形成された深さ4~5 $\mu$ mのトレンチ内部は銅が十分充填（フィリング）されており、基材の表面を膜厚2~3 $\mu$ mの銅が被覆していた。

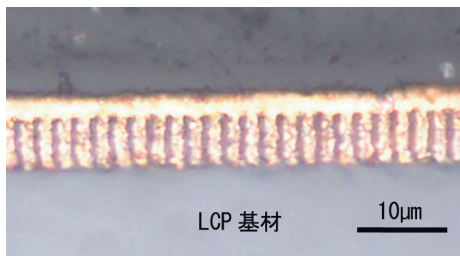


図13 金属顕微鏡による銅めっき後のLCPの断面

### 3.5 銅のソフトエッチング条件とエッチング結果

純銅板により2.5項で示した組成の溶液を1~10倍希釈し、予め銅のエッチング状況を調べた。時間を要するが10倍希釈で最も均一なエッチングが可能だった。この溶液で2 $\mu$ mをエッチングするのに約10分要した。この10倍希釈液を用い、めっき後のLCPに対しエッチングを行った。目視で観察しながら過剰な銅を除去できたと判断した時間で直ちに溶液から出し、希硫酸洗浄でエッチングを停止した。さらに表面状態を金属顕微鏡で評価しながら、追加エッチングを繰り返し最適な時間を見積もった。独立した銅パターンの形成が達成されたエッチング時間は13分であった。このエッチング前後の表面状態を図14に示す。また図15に、金属顕微鏡で観察したエッチング後の表面画像を示す。明るい部分が銅である。

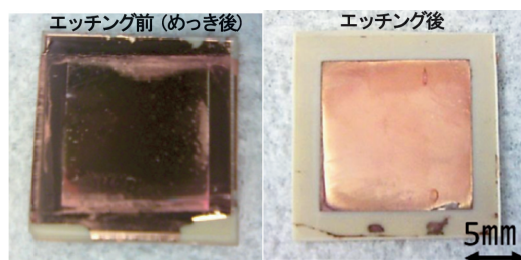


図14 LCPのエッチング前後における表面状態

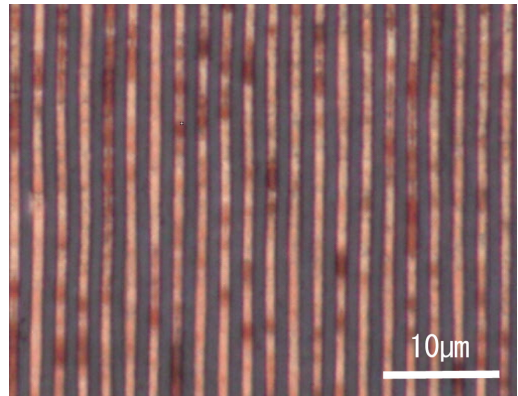


図15 LCPのエッチング後の表面状態

さらに、FE-SEMによるこの試料の表面および断面を図16, 17に示す。灰色の部分がLCP樹脂で白色の部分が銅のパターンである。これらの観察結果から、幅約1 $\mu$ mの直線状の独立した銅パターンが形成されたといえる。約10mm角の領域で独立パターンが形成されていたが、15mm角のパターン周辺部は、エッチングが不十分な箇所が見受けられた。大面積化のためには、2~3 $\mu$ mあった過剰な銅の表面層をより薄くすることで広範囲に均一なエッチングが期待される。

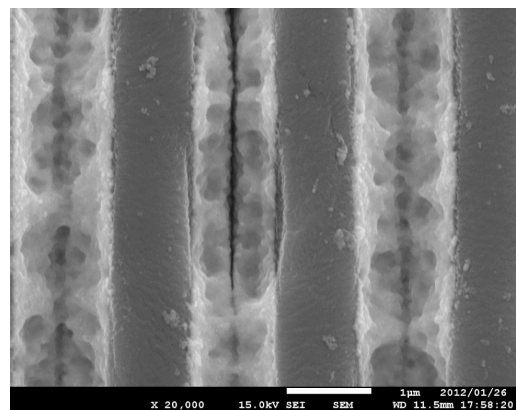


図16 FE-SEMによるLCPのエッチング後の表面状態

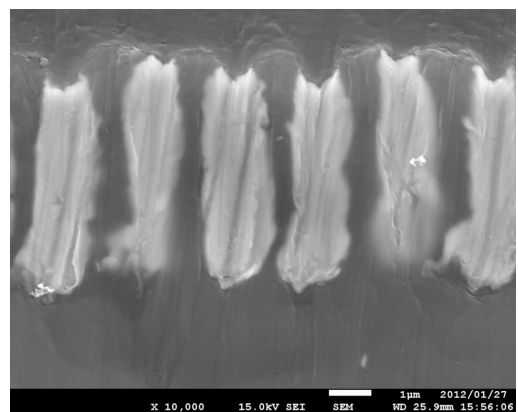


図17 FE-SEMによるLCPのエッチング後の断面

図16では、液晶ポリマーに形成された銅のパターンには、中央部にクラックのような現象が発生している。図17の断面像から銅パターンが表面からV字状にエッチングされていることが分かる。実際の回路になった場合この状態では、銅パターン破損などの障害が発生する可能性がある。従って実用化のためには、局所的にも均一なエッチング条件をさらに検討する必要がある。

#### 4. まとめ

次世代に求められると考えられるが、まだ未確立の10 $\mu$ m以下のパターンを有するプリント基板製造技術への、熱ナノインプリント法の応用を目指し、ナノインプリント条件、めっき方法および過剰な銅の表面層のエッチング条件を検討し、次の結果を得た。

- (1) 基材として高耐熱性の液晶ポリマー（LCP）を選び、  
型側温度：320℃、基材温度：210℃、成形圧力：2.5MPa、  
成形時間：300sの条件により、15mm角に幅1 $\mu$ m、深さ5 $\mu$ mの直線状トレンチを多数有するSi型の形状をほぼ保ったまま、基材への転写を実現した。
- (2) 酸化剤によるLCP表面処理と半導体への銅の溝埋めめっき技術であるダマシン法の適用により、トレンチ内部への銅の十分な充填が可能だった。
- (3) 過剰な銅の表面層を、硫酸と過硫酸アンモニウムの混合液で適正時間エッチングすることで取り除き、約10mm角の領域に幅約1 $\mu$ mの直線状の独立した銅パターンを形成できた。

#### 引用文献

- 1) 平井義彦：ナノインプリントの発展と今後の展望，表面技術，Vol.59 No.10, p p.642-647 (2008).
- 2) 松井真二：ナノインプリント技術，表面科学，Vol.25 No.10, p p.628 -634 (2004).

# 大気圧プラズマを用いた表面処理と応用

片山 直樹, 斎藤 隆之

## Surface Treatment by Atmospheric Pressure Plasma and the Application

Naoki KATAYAMA, Takayuki SAITOU

### 抄 録

大気圧低温プラズマによる表面処理について検討し、リモートプラズマではキャリアガスである窒素に微量酸素(0.1%以下)を混合することでシリコーンゴムの親水化が促進され、0.2%以上の酸素濃度では逆に親水性が低下することが明らかとなった。プラズマ処理を施したポリイミド樹脂の接着力は未処理に比べて3倍に向上した。これは表面への親水性官能基の修飾と微細凹凸の形成による相互作用によるものと考えられた。また、窒素とCF<sub>4</sub>の混合ガスを用いたプラズマ処理は、熱ナノインプリントプロセスにおける樹脂モールドの離型処理としての有効であることが見いだされた。

**キーワード**：大気圧プラズマ，親水性，接着性，ナノインプリント，離型性

### Abstract

Surface treatment by the atmospheric pressure low-temperature plasma was investigated. With the remote plasma treatment, the hydrophilicity of silicone rubber was improved by mixing 0.1% or less of O<sub>2</sub> to N<sub>2</sub>. However, it was deteriorated by 0.2% or more of oxygen concentration. Adhesive strength of polyimide resin with the N<sub>2</sub>-1.0% O<sub>2</sub> direct plasma treatment was 3 times compared with non-treatment. It was considered to be based on implantation of the hydrophilicity functional groups and etching on surface by the plasma treatment. Moreover, it was found out that the N<sub>2</sub>-CF<sub>4</sub> plasma treatment is effective as the mold-releasability processing of the resin mold in a thermal nanoimprint.

**KEY-WORDS** : Atmospheric pressure plasma, Hydrophilicity, Adhesion, Nanoimprint, Mold-releasability

## 1. はじめに

プラズマは正の電荷を持つイオンと負の電子に電離し、電氣的に中性になっている状態で、高いエネルギーを有することから各種産業に利用されている。大気圧下では電離した電子とイオン、中性ガスとがほぼ同じ温度となる熱平衡プラズマとなり、数千度の高温を利用して金属の溶解や溶射、溶接等の加工に用いられている。一方、100Torr以下の低圧化では、粒子間のエネルギー変換が十分に行われなため、電子温度は高くてもガス温度はほぼ常温となる非熱平衡状態の低温プラズマが生成され、半導体産業における皮膜形成や微細加工等に用いられている。

近年、大気圧下で安定した低温プラズマを生成する技術が

開発され、その応用が注目されている。プラズマは電極間に高電圧を印可し、ガス放電させることで生成される。このとき、大気圧下では高電流のアーク放電に移行してしまうが、電極間への誘電体の挿入、パルス電源の使用等により、アーク放電への移行を抑制し、グロー放電による低温プラズマの生成が可能となっている<sup>1-2)</sup>。大気圧低温プラズマでは、真空装置が不要となるため、プラズマ発生装置のインライン化や連続処理等が可能となり生産性が向上される。プラズマはドライプロセスであるため、従来の脱脂、エッチング等のウェットプロセスを代替する環境負荷の低減化プロセスとしても期待できる。

本研究では大気圧低温プラズマを用いた樹脂や金属表面の親水化と接着性の改善に関する基礎的な検討を行うとともに、

事業名：経常研究

課題名：プラズマによる高機能表面の創成技術



微細パターン形成法であるナノインプリントプロセスへのプラズマ処理の適用を図った。

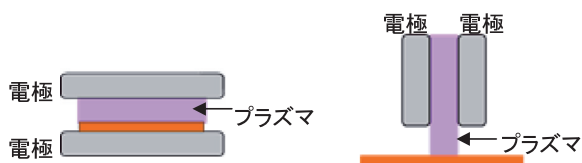
## 2. 大気圧プラズマによる表面処理試験

### 2.1 プラズマ装置

プラズマ表面処理には大気圧化で低温プラズマを生成できる積水化学工業(株)製のAP-TO2-L120(図1)を用いた。本装置は窒素をキャリアガスとし、パルス電圧を印可することで低温プラズマの生成を可能としている<sup>3)</sup>。本研究ではパルス周波数30kHz、パルス幅5 $\mu$ s、ピーク電圧12kVで一定として試験を実施した。また、プラズマを生成する電極ヘッドは図2に示すように電極間に試料を配置するダイレクトプラズマ方式と試料の直上でプラズマを生成して吹き付けるリモートプラズマ方式の2種類を用いた。



図1 大気圧プラズマ装置  
(積水化学工業(株)製AP-TO2-L120)



(a)ダイレクト方式 (b)リモート方式

図2 プラズマヘッド

### 2.2 親水性評価

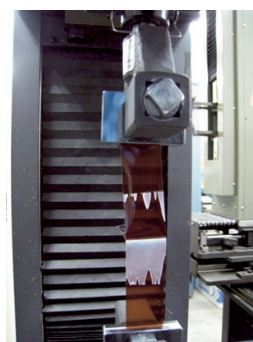
窒素と酸素の混合ガスによるリモートプラズマを樹脂と金属に照射し、親水性を水接触角によって評価した。試験片にはポリイミド樹脂、シリコンゴム、無酸素銅板および純アルミニウム板を用いた。銅板には鉱物油を塗布してプラズマを照射した。親水性に及ぼすプラズマ照射時間やガス中の酸素濃度の影響および親水化された表面の持続性について評価した。接触角測定には(株)協和界面科学社製の水接触角計Drop Master300を用いた。

### 2.3 接着力評価

プリント基板等の電子部品に用いられるポリイミド樹脂を対象にプラズマ照射による接着性の改善効果を検証した。接着力の評価はJIS-K6854-3(接着剤-剥離接着強さ試験方法)に準拠して実施した。2枚のポリイミド樹脂に窒素と酸素の混合ガス(N<sub>2</sub>+1.0% O<sub>2</sub>)によるダイレクトプラズマを照射し、エポキシ系接着シート(厚さ40 $\mu$ m)を接着剤としてホットプレスで熱圧着(160 $^{\circ}$ C, 50kgf/cm<sup>2</sup>)した後、T形試験片(幅25mm, 長さ210mm)を作製して、引張試験機によってはく離速度10mm/minで接着力を計測した。評価にははく離の最初と最後の25mmを除いた100mmの平均値を用いた。



(a)T形試験片



(b)引張試験機

図3 接着力試験

## 3. 親水性評価結果

### 3.1 プラズマ照射時間と親水性

窒素に酸素を0.1%混合したガスによるリモートプラズマを試験片に照射した。ポリイミドとシリコンゴムのプラズマ照射時間と水接触角の関係を図4に示す。ポリイミドの接触角は未処理で74度であるが、プラズマ照射1秒で30度に低下し、5秒では10度以下に親水化される。一方、シリコンゴムは未処理では接触角100度以上の撥水性を示すが、照射時間を長くすることで徐々に接触角が小さくなり、20秒照射すると10度以下に親水化された。これはプラズマによる表面汚れの分解や親水性の官能基が修飾され、表面エネルギーが大きくなることにより、親水性が向上したと考えられる。

同様のプラズマ条件で金属表面に照射した結果を図5に示す。樹脂と同様に処理時間とともに親水化が進行する。鉱物油を塗布した銅板においても速度は遅いものの、照射時間とともに親水化されており、プラズマ照射によって金属表面の脱脂効果が得られることが確認できた。

### 3.2 酸素濃度の影響

キャリアガスである窒素に含まれる酸素濃度が親水性に与える影響について、シリコンゴムを対象に調べた。プラズマ照射時間を5秒としたときの酸素濃度と接触角の関係を図

6に示す。

窒素のみでは接触角が60度以上であるが、0.05および0.1%の微量酸素を混合することで接触角は小さくなり親水化が進んでいる。一方、酸素濃度を0.2%以上に増やすと接触角は大きくなり、親水性が低下する傾向を示した。微量酸素の添加による親水化は酸素が窒素の活性種や紫外線によってラジカルを形成することで酸化力が高まり、汚れの分解や親水性官能基の修飾が促進されることによるものと考えられる。また、窒素プラズマ中では酸素量が多くなると窒素の活性種が酸素との反応によって減少することが報告されており<sup>4)</sup>、このために酸素量の増加によって親水効果が低下するものと考えられる。

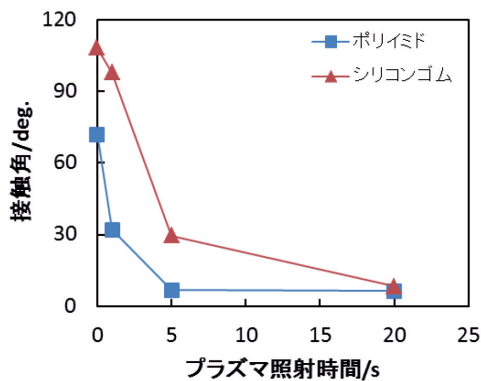


図4 プラズマ照射時間と樹脂材料の接触角

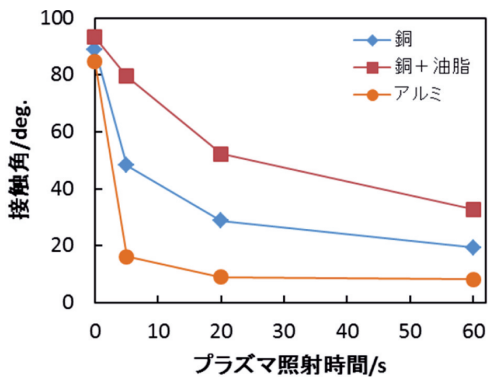


図5 プラズマ照射時間と金属材料の接触角

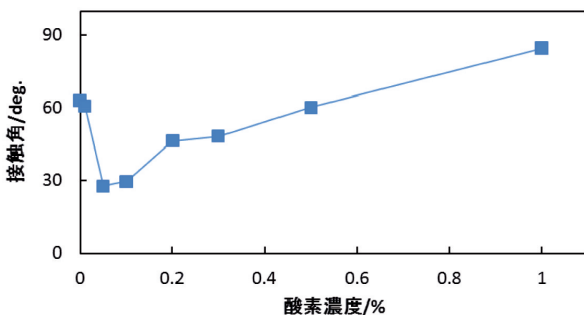


図6 窒素ガス中の酸素濃度と接触角

### 3.3 親水性の経時変化

プラズマ処理による親水化の持続性を調べるため、プラズマ照射したポリイミド樹脂の接触角の経時変化を計測した。図7に示すように、プラズマ照射後の経過時間とともに接触角は増加するが、168時間経過後においても接触角は40度以下であり、未処理(74度)の半分程度に維持することが確認された。処理後に親水性が低下するのはプラズマ処理で修飾された親水性官能基が内部にもぐりこむことによって高い表面エネルギー状態が安定化することや汚れの付着によるものと考えられる。

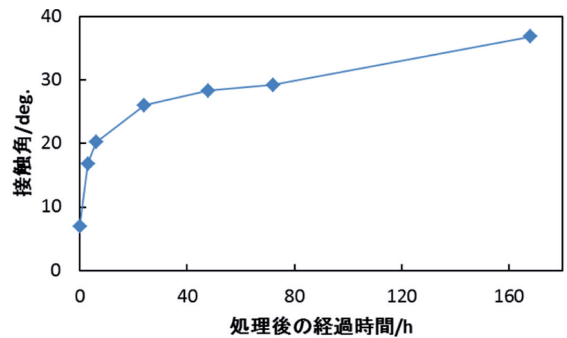


図7 プラズマ処理後の経過時間と接触角

### 4. 接着力評価結果

プラズマ処理を施したポリイミド樹脂の接着力について、照射時間との関係を図8に示す。プラズマ照射によってポリイミドの接着力は向上しており、1秒照射ではばらつきはあ

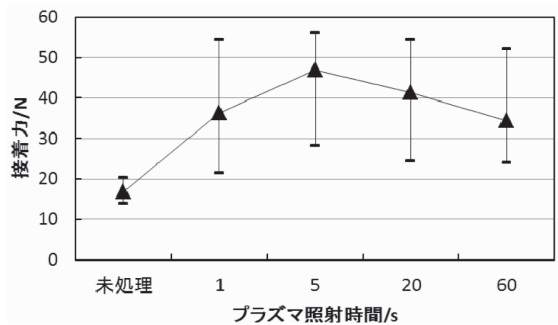
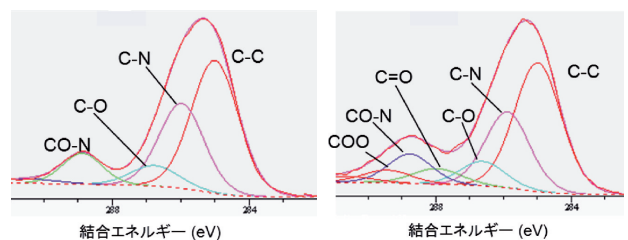


図8 ポリイミド樹脂のプラズマ処理時間と接着力



(a) 未処理 (b) プラズマ照射

図9 ポリイミド表面のXPS解析

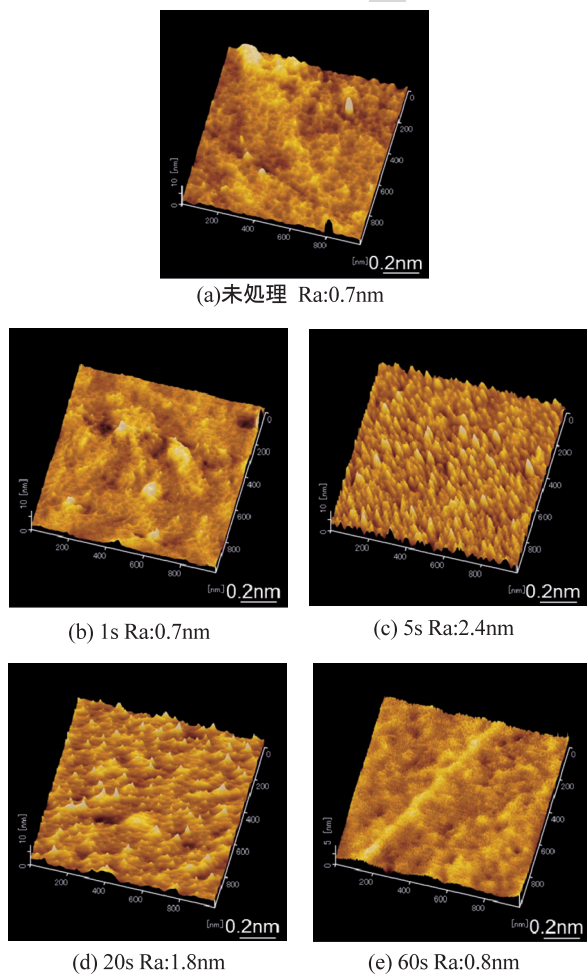


図10 ポリイミド表面のSPM形状像

るものの、平均接着力は未処理の2倍となり、5秒照射では3倍程度の接着力が得られることがわかった。照射時間を長くすると接着力は低下する傾向を示した。

図9のX線光電子分光分析(XPS)によるポリイミド樹脂表面の解析結果から、プラズマ処理によってカルボキシル基やカルボニル基の親水性官能基が修飾されていることが確認された。走査プローブ顕微鏡(SPM)を用いて計測した各照射時間における表面形状図と平均面あらし(Ra)を図10に示す。1秒照射では未処理と比較して表面形状は変わらないが、5秒照射した場合は表面に微細な凹凸が形成されていることがわかる。1秒照射では表面形状が変わらないにもかかわらず接着力は向上しており、一方、プラズマ照射したものは照射時間による表面あらしと接着力が相関を示している。このことから、プラズマ照射による接着性は親水性官能基の表面修飾による化学的效果と表面積の増大による物理的效果の相互作用によって改善されるものと考えられる。

## 5. 熱ナノインプリントプロセスへの応用

### 5.1 熱ナノインプリント

熱ナノインプリント法は、図11に示すように微細構造を形成したモールド(型)を樹脂やガラスに押しつけ、加圧・加熱により転写成形する技術で、簡易な微細パターン形成手法として注目されている。一般的に熱ナノインプリントには、モールドとして半導体プロセス技術によって作製されたSi型(マスター)をそのまま用いる場合と、Ni電鍍金型(レプリカ)を用いる場合との二通りが主流である。いずれも高価であり、また、モールドと成形体である樹脂との離型処理には薬剤処理が用いられ、その処理工数が課題となっている。

そこで、熱ナノインプリントのローコストプロセス化を目的に、安価な樹脂製のモールドを用い、プラズマ表面処理による樹脂モールドへの離型性の付与について検討した。

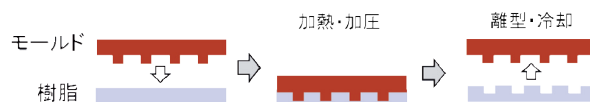
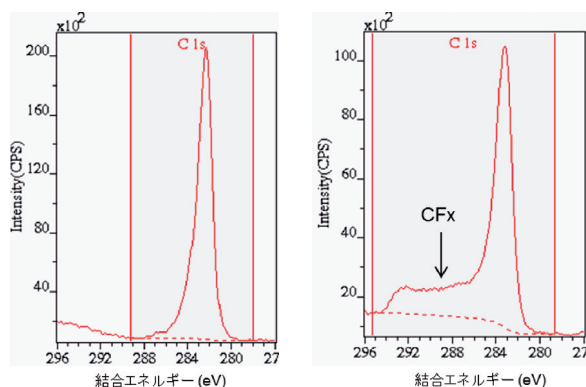


図11 熱ナノインプリントプロセス

### 5.2 樹脂モールドへのプラズマ離型処理

樹脂モールド材にはガラス転移点(Tg)135°CのCOC樹脂(シクロオレフィンコポリマー)を用い、Si型をマスターとしてパターンを転写した。COC樹脂モールド表面に対して、窒素に20%CF<sub>4</sub>を混合したガスでプラズマ処理を行った。モールド表面のXPS測定を行った結果、図12のように表面にCF<sub>x</sub>基が修飾されていることが確認された。



(a)未処理 (b)プラズマ照射

図12 COC樹脂のXPS解析

### 5.3 樹脂モールドによる成形

COC樹脂モールドを用いてPMMA樹脂にインプリントした。インプリントにはSCIVAX社製熱ナノインプリント装置X-200を用い、成形条件は温度:125°C、成形荷重:2MP

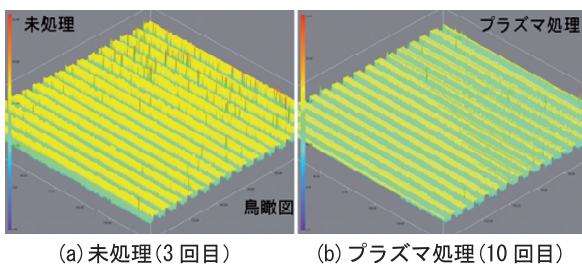
a, 負荷時間：60sとした。

成形後の形状プロファイルをコンフォーカル顕微鏡で評価した結果、プラズマ処理を行わない樹脂モールドでは、PMMAとの離型性が悪く、3回のインプリントで図14 (a) のように基材が引き伸ばされて成形された。一方、プラズマ処理を施したモールドでは、10回の成形においても離型性が良く安定した形状が得られた。

以上のことから、樹脂モールドと大気圧プラズマによる離型処理を組み合わせることで、ローコストで、工数の少ないナノインプリント成形プロセスが見出された。



図13 ナノインプリント装置  
SCIVAX社製熱X-200



(a) 未処理(3回目) (b) プラズマ処理(10回目)

図14 ナノインプリント成形後のPMMAの形状

## 6. まとめ

大気圧低温プラズマを用いた表面処理技術について検討し、以下の知見が得られた。

- (1) 窒素に0.1%以下の微量酸素を混合したガスを用いてリモートプラズマを照射することでシリコン樹脂の親水性が促進されるが、0.2%以上の酸素濃度では逆に親水性が低下することが明らかとなった。
- (2) プラズマ処理を施したポリイミド樹脂の接着力は未処理に比べて3倍程度に向上した。これは表面への親水性官能基の修飾と微細凹凸の形成による相互作用によるものと考えられた。
- (3) 窒素と $CF_4$ の混合ガスを用いたプラズマ処理は、熱ナノインプリントプロセスにおける樹脂モールドの離型処理

としての有効であることが見いだされた。

## 引用文献

- 1) 小駒益弘：大気圧プラズマによる最近の表面処理とCVDコーティング技術，表面技術，Vol.58, No.12, 81-86 (2007)。
- 2) 高木浩一他：大気圧グロー放電の発生，J. Plasma Fusion Res., Vol.79, 1009-1015 (2003)。
- 3) 湯浅基和：大気圧プラズマを利用した電子材料製造プロセスへの応用，表面技術，Vol.60, No.6, 28-33。
- 4) 末富英一：窒素-酸素混合ガスの大気圧グロー放電プラズマシミュレーション，KONICA MINOLTA TECHNOLOGY REPORT, Vol.3, 80-83 (2006)。



# デザイナーと依頼企業の合意形成を支援する手法の開発

日高 青志, 万城目 聡

## Development of the Support Method for Consensus Building between Designer and Client Company

Seiji HIDAKA, Akira MANJOME

### 抄 録

魅力的な製品等のデザイン開発を実施するためには、課題に対して適切な対応が可能なデザイナーの選択と適切なデザイン業務の設計及びその実施が重要である。

本研究では、依頼者とデザイナー間の合意形成を促進し、製品等のデザイン開発プロジェクトを成功に導くことを目的として、まず、デザインプロジェクトの関与者を対象としたインタビュー調査等を行い、製品デザイン開発プロジェクトの現状や問題の構造化を試みた。次いで、それらの問題を解決するためのデザイン開発手順と、その手順に沿ったデザイン開発を支援するための複数のツール類を試作し、製品デザイン開発ケーススタディを通じて、その有用性の検証や課題の整理を行った。最終的に、中小企業やデザイン業が製品デザイン開発に臨む際の心構えや、開発した手順及びツール類を提供するためのwebサイトを開発した。

**キーワード：**製品デザイン, デザインプロジェクト, KJ法, インタビュー調査, デザインブリーフ

### Abstract

In order to carry out design development of attractive products, it is important to select the designer who can respond appropriately to the subject, and make suitable design process and enforce it.

In this research, for the purpose of promoting consensus building between a client and a designer, and leading product design development projects to a success, we tried to make the structure of the present condition and problems of the product design development project. Next, we made the design development procedure for solving those problems, and two or more tools for supporting the design development which met the procedure as an experiment. And we performed verification of the usefulness of those procedures and tools, and arrangement of the subject through the product design development case study. Finally, we developed the web site for offering mental attitude at the time of small and medium-sized enterprises and designers attending product design development, and the procedure and tools which we developed.

**KEY-WORDS :** Product design, Design project, Affinity diagram, Interview investigation, Design brief

## 1. はじめに

中小企業がユーザの視点を取り入れて、魅力的な製品等の実現に貢献できるデザイン開発を実施するためには、依頼者が抱えるデザイン課題に対して適切な対応が可能なデザイナーを選択し、課題解決のための適切なデザイン業務を設計・実

施していくことが重要である。しかし、中小企業の立場から見た場合、デザイナーの探索を独力で行うための情報や機会は乏しく、また、デザインを依頼する場面においても、デザイナーとのやり取りには不安や疑問を感じるという声も多く聞かれる。さらに、デザイン業務を依頼した後も、結果としてデザイナーの側で良いデザイン成果として着地させられな

事業名：経常研究

課題名：デザインコーディネート支援システムに関する研究（平成22～23年度）

いケースも多くある。

これらの原因として、特に中小企業からの依頼で始まる製品等のデザイン開発には、スタイリング等のいわゆる狭義のデザインだけでは解決できない、例えば事業モデルが明確に描けていないといった問題などが含まれており、それらの問題について依頼者とデザイナーが十分な協議や合意形成をしないままデザイン業務が開始されてしまうことが考えられる。

本研究では、中小企業におけるデザイン活用を成功に導くことを目的として、主にスタイリングデザインを中心とした狭義のデザイン業務に入る以前の段階における、依頼者とデザイナー間のデザイン業務に関する合意形成を促進するための手順や手法の開発を試みた。

具体的には、まず製品等のデザイン開発に関与する依頼者・デザイナー・コーディネーターを対象としたインタビュー調査等を行い、製品デザイン開発プロジェクトの現状や問題の構造化を試みた。次に、それらの問題を解決するための理想的なデザイン開発手順の仮説として、コーディネーターを軸に依頼企業とデザイナーが早い段階でチームを組んだ上で、マッチング段階、プレデザイン段階、デザイン実行段階の三つの段階を踏んでデザインの依頼から業務遂行までを進めていく方法を提案した。また、その手順に沿ったデザイン開発を支援するための複数のツール類を試作した。

また、それらのプロセス・ツール仮説を、実際の製品デザイン開発プロジェクトにおいて活用し、その有用性の検証や課題の整理を行った。

最終的に、地場製造業やデザイン業が製品デザイン開発に臨む際の心構えや、理想的なデザイン開発のプロセスとその実施を支援するツール類を提供するためのwebサイトを開発し、暫定運用を開始した。

本稿では主に、インタビュー調査の結果得られた、中小企業の依頼により進められる製品等のデザイン開発プロジェクトにおける現状や問題の構造と、それを改善するために試作したプロセス及びツール類の概要について報告する。

## 2. デザイン開発プロジェクトの現状・課題の構造化

### 2.1 関与者インタビュー

中小企業からの依頼で進められる製品等のデザイン開発プロジェクトにおける現状や問題を把握するため、デザインの依頼者、デザインの担い手であるデザイナー、両者をつなぐコーディネーターの三者、合計7名を選定し、インタビュー調査を行った。調査対象および質問のテーマ、項目は表1のとおりである。

本調査を通じて、当研究チームが推測しえなかった新たな気づきや課題、アイデアなどの仮説も広く探ることを目的としたため、インタビュー方法には、事前に用意した質問項目に沿ってインタビューを進めつつ、必要に応じてそれら以外

表1 インタビュー調査概要

	インタビュー対象者	対象者数	質問のテーマ・質問項目例
デザイン依頼者	製品のデザインをデザイナーに依頼したことのある中小企業経営者	2名	テーマ:「デザイナーを活用し製品開発を成功させるには」 ・デザイン依頼の経緯 ・デザイナーとの接点、情報入手の方法 ・依頼前におけるデザイナーに対するイメージ ・デザイナーやデザイン業務への期待・不安・疑問
デザイナー	中小企業との製品デザイン開発経験を持つデザイナー	3名	テーマ:「いい企業と出会い、いいデザインをするには」 ・デザインに対する考え方、デザイン業務の進め方 ・依頼者とのコミュニケーションの実際と課題 ・デザインを進めていくのが厳しいと感じるケース ・デザイン料についての考え方や基準
コーディネーター	地域の中小企業とデザイナーをコーディネートした経験を持つコーディネーター	2名	テーマ:「地域企業にデザインをうまく活用してもらうためには」 ・デザイン相談受付の実際と課題 ・デザイナーやデザイン業務に対する期待・不安・疑問 ・デザイナー活用の効果

についても論点を広げて尋ねていく半構造化インタビューを採用した。

インタビューデータの記録方法としては、ビデオカメラによる撮影とICレコーダによる録音を同時に行う方法を採用した。得られたインタビューデータは、KJ法を活用して次の2.2項に示す手順により分析を行った。

### 2.2 インタビュー調査結果の分析

得られたテキストデータには、デザインに対する考え方・とらえ方・認識などについてのコメントや、他の関与者に対する意見・感想コメント、全体を振り返っての感想・反省などのコメントなどさまざまな情報が含まれているが、これらをバラバラの状態ではなく、因果関係などを含めて構造化し、デザイン依頼からデザイン業務遂行までの文脈として捉えることを狙いに、KJ法<sup>1)</sup>による分析を行った。その手順は次のとおりである。

- ① ビデオカメラおよびICレコーダに記録した発話データをテキスト化する。
- ② テキストデータのうち、中小企業における製品等のデザイン開発プロジェクトの問題・現状に関して本質的な部分に触れていると考えられるコメントを特定する。
- ③ 個々のコメントを1.5センチ×5センチ程度の大きさのカードにする（インタビュー1件あたり100枚程度）
- ④ カードを広げ、記載された内容が似ていると感じられるカード同士を近くに寄せて集める
- ⑤ 上で集めた記載内容が似たカードの一群に対して相応しいタイトル（表札）を付け、クリップ等で束ねておく
- ⑥ 表札を付けた束も一つのカードと考え、上の④からの作業を繰り返す
- ⑦ カードの束（島とも呼ぶ）が10個以下になるまで④～⑥の作業を繰り返す
- ⑧ カードの束同士の因果関係や目的・手段関係などを見極

めた上で配置を整え、矢印などで関係を図解する

- ⑨ カードの束をばらし、島の内部におけるカード同士についても⑧と同様の作業を行う
- ⑩ 全体の位置関係を調整し、模造紙等に貼り付ける (KJ法A型図解の作成)
- ⑪ ⑩で作成したA型図解をもとに、分析結果を文章化する (KJ法B型図解の作成)

以上の作業を通じて得られたインタビュー調査の分析結果の一例を図1に示す。

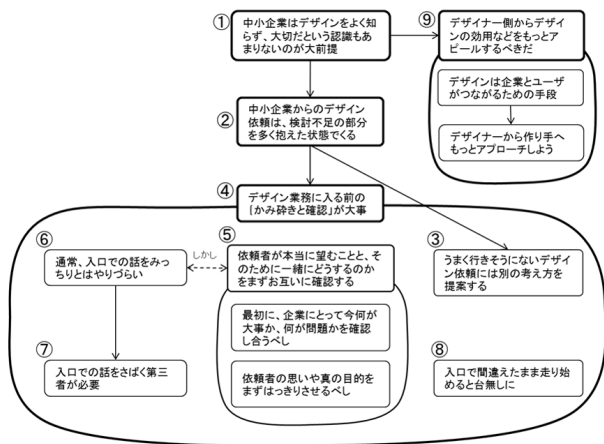


図1 デザイナーの視点で捉えたデザインプロジェクトの現状・問題の構造

### 2.3 デザインプロジェクトの現状・問題の構造化

各関係者の立場から捉えられた、デザインプロジェクトの現状や問題の構造を眺める限り、中小企業におけるデザインプロジェクトでは、デザインに対する依頼者とデザイナーの認識の相違に関する問題をはじめ、デザインの依頼方法及び依頼内容に関する問題、デザイン業務の進め方に関する問題などが複雑に絡み合い、製品等のデザイン開発の成功を阻害しているものと推測された。こうした現状を改善していくためには、依頼者・デザイナー・コーディネーターの三者が関わる実際のデザインプロジェクトの全体的な文脈を把握しておく必要があると考えられた。

そこで、2.2項におけるインタビュー結果の分析で得られた表札を材料として、KJ法による分析を再度行った。その結果、図2に示すとおり、中小企業におけるデザインプロジェクトの現状・問題の全体構造を整理することができた。

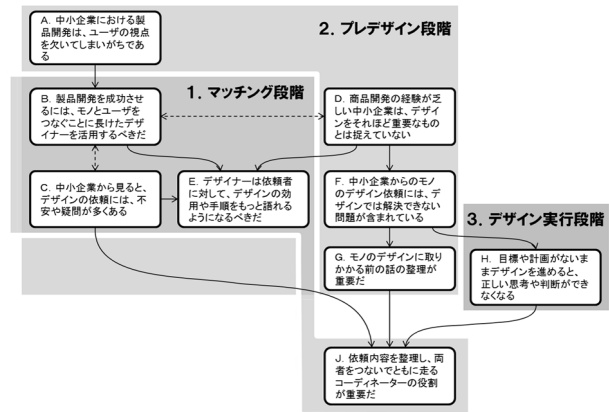


図2 デザインプロジェクトの現状・問題の構造

### 【デザインプロジェクトの現状・問題の構造】

中小企業における製品開発は、ユーザの視点を欠いてしまいがちである (A)。だから、製品開発を成功させるには、モノとユーザをつなぐことに長けたデザイナーを活用すべきである (B)。しかし、中小企業から見ると、デザインの依頼には不安や疑問が多くある (C)。また、商品開発の経験が乏しい中小企業は、デザインをそれほど重要なものとは捉えていない傾向がある (D)。

以上のことから、デザイナーは依頼者に対して、デザインの効用や手順をもっと語れるようになるべきである (E)。

また、中小企業はデザインを重視していない (D) がゆえに、中小企業からのモノのデザイン依頼は (深く考えないままなされてしまうことも多く、そのため) デザインでは解決できない問題を多く含んだままデザイナーに渡されてしまう (F)。だから、モノのデザインに取りかかる前の「話の整理」が重要である (G)。ここをないがしろにして、目標や計画があいまいなままデザインを進めていっても、正しい思考や判断ができない (ため、失敗してしまうことになる) (H)。

以上のように、依頼者のデザインに対する不安や疑問を減らし (C)、デザインに取りかかる前の話の整理を進め (G)、目標や計画を立てた上でデザインに取り組んで行く (H) には、デザインの依頼内容を整理し、さらに依頼者とデザイナーをつないでともに走る、コーディネーターの役割が重要である (J)。

## 3. 解決策仮説の試作

### 3.1 デザイン開発プロジェクトにおける三つの段階

図2に示した分析結果を眺めると、デザイン依頼から業務遂行までは、大きく次の三つの段階に分けて捉えることができる。

#### ① マッチング段階

依頼者が依頼したい内容をコーディネーターの助けも得な

から整理し、その依頼内容に対して適切な対応ができるデザイナーを加えて、三者でチームを組む段階

②プレデザイン段階

何のための何をどうデザインしていくのかといった、デザインの目標や進め方を、三者で検討して明らかにする段階

③デザイン実行段階

プレデザイン段階で定めたデザインの目標や進め方に沿って、実際のスタイリングデザインなど狭義のデザイン作業を進めていく段階

3.2 デザインプロジェクト改善のための要求事項の抽出

次に、図2に示したAからJまでの各内容に対して、デザインプロジェクトの現状・問題を改善していくための要求事項を抽出した。ここでは図3に示すとおり、例えばCの内部構造（A型図解）からB型図解を作成し、現状や問題点を述べているフレーズそれぞれを要求事項として読み替えていく方法を採用した。その結果、85個の要求事項を得ることができた。

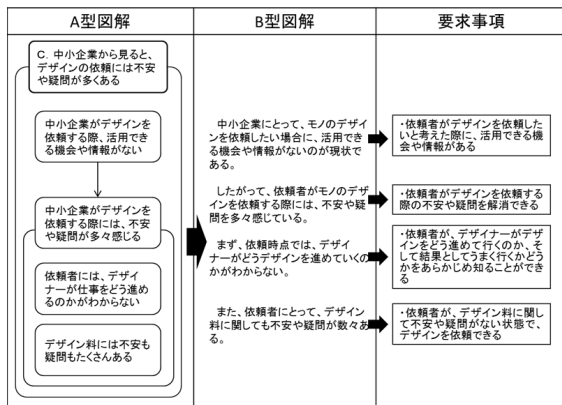


図3 デザインプロジェクト改善に向けた要求事項の抽出方法

また、得られた要求事項をKJ法により構造化し、B型図解を作成した。その結果を次の(1)～(3)に示す。

(1) マッチング段階改善のための要求事項

- 1) 依頼者はデザインを依頼する前に、デザイナーの効果的な活用方法を知る必要がある。具体的には、どのような場合にどのようなデザイナーを選べば良いのかということや、製品コンセプト開発段階からデザイナーを活用すべきだということを知っておくことが望ましい。
- 2) 依頼者は依頼内容をもっとうまく整理する必要がある。具体的には、開発品の目的や用途、コンセプトなどをしっかりデザイナーに伝えなくてはならず、開発品を活用した事業のイメージや予算のイメージなども明確化しておかなければならない。
- 3) 1) や 2) を実現するためには、依頼者はデザインやデザイナーについて、依頼前にある程度知っておくべきである。

(2) プレデザイン段階改善のための要求事項

- 1) プレデザイン段階においては、最終的に依頼者とデザイナーの両者が、不安や無理を感じることなくデザインへ入っていけるようになる必要がある。
- 2) そのためにはまず、依頼者とデザイナーの双方が納得できる“良い目標”を作る必要がある。具体的には、依頼者が望む開発品の目標などを、デザイナーとコーディネーターも加わった三者で検討して明確化するとともに、依頼時のアイデアを評価した上で、より良いアイデアに見直していくことも必要である。こうした作業を通じて“良い目標”を定め、開発品を活用した事業の勝算を持った上でデザインに入っていく必要がある。
- 3) 1) を実現するためには、デザインの進め方についても両者の合意を作らなければならない。そのためには、依頼者が製品デザイン開発の目的や流れを理解できるように、まずデザイナーがデザインの効果や目的・進め方・費用などを依頼者に対してもっと明確に説明できるようになる必要がある。
- 4) 1) を実現するためには、両者のパートナーシップづくりを促進する必要がある。

(3) デザイン実行段階改善のための要求事項

- 1) デザイン実行段階では、デザイナーの直感や依頼者の好みに任せたデザイン案創出・評価を防がなくてはならない。
- 2) そのためには、デザインの目標に照らしてデザイン案の創出・評価ができるようになる必要がある。

3.3 要求事項を満たす解決策仮説の創出

3.2項で明らかにした要求事項を踏まえた上で、依頼者とデザイナー間におけるデザイン業務に関する合意形成を促進し、中小企業におけるデザインプロジェクトを成功に導くことを狙いとした支援ツール群の仮説を創出した。これらを複合的に活用することで、デザインプロジェクトの三つの段階にまたがる多様な要求を満たしながら、製品デザイン開発を成功に導くことができる。個々のツールの概要及び各段階における要求事項との対応関係を図4に示す。

試作した個々のツール類の特徴・働き、活用方法などを次に説明する。

(1) デザイナー情報データベース

マッチング段階においては、製品等のデザインを依頼・相談したいと考えた依頼者やコーディネーターが、デザイナーについて十分な情報を知ることができ、さらにデザイナーの活用方法を知ることができるのが望ましい。しかし、本道においては、依頼者やコーディネーターから見て適切なデザイナーを探索するために活用できる情報がほとんどない。また、デザイナーの立場からは、スタイリングデザイン業務だけで



開発したツール類	デザイナー情報データベース	開発したツール類					知識・ツール提供Webサイト
		5つの話題	デザインプロジェクトマップ	デザイン業務項目リスト	デザインブリーフ	知識・ツール提供Webサイト	
デザイナー情報データベース	デザイナーのデザインに対するポリシーや具体的なデザインの進め方を発信	プレデザイン段階において十分に検討しておくべき話題項目のリスト	デザイン開発の進め方とデザイン業務項目を一覧できるマップ的なツール	デザイン業務の組み立て・検討を支援する。デザイン業務項目のリスト	プレデザイン段階における検討・リサーチ等の結果を明記し共有するための文書	開発したプロセスやツール類、知見等を提供するためのwebサイト	
デザインプロジェクトの3つの段階	依頼者がデザインやデザイナーを理解できる						
マッチング段階	デザイナーの活用方法がわかる						
	依頼内容を整理できる						
プレデザイン段階	両者が納得できる“良い目標”を作れる						
	デザインの進め方に関する両者の合意を作れる						
	両者のパートナーシップづくりを促進できる						
	両者が不安や無理を感じずにデザインに入れる						
実行段階	開発目標に照らしてデザイン案を創出・評価できる						
	デザイナーの直感や依頼者の好み任せを防げる						

図4 要求事項とツールの対応関係

なく、リサーチやコンセプト作りなど上流工程から製品開発に関与したいと考えているものの、具体的にどういったケースにおいてどういった業務が可能かという具体的なアピールができていないために、そうした思いが依頼者側に伝わっていないという状況がある。

本ツールは、そうした現状を多少なりとも改善していくことを狙いに試作された、デザイナーのマニフェストともいえる情報提供ツールである。単なる作品集ではなく、それぞれのデザイナーが、モノのデザインに対してどういった考え方や視点を持ち、具体的にどのようなプロセスでデザインに臨むのかといったメッセージを中心に開示・アピールする構成となっている。

【活用方法】

- 1) デザイン依頼・相談を考えている依頼者やコーディネーターが閲覧し、デザイン課題に対して適切なデザイナーを探索する。
- 2) デザイナー自身が営業ツールあるいは、初期打合せにおける説明用ツールとして活用する。

(2) プレデザイン段階における「5つの話題」

デザインプロジェクトを成功に導くためには、プレデザイン段階においてデザインの与件や目標、進め方、事業化のイメージ等の複雑多岐にわたる話を、開発チーム内でもれなく検討・整理し、その結果を明確化・共有することが非常に重要である。

そうした検討・整理を行うべき話題を、3.2項に示したプレデザイン段階における要求事項を踏まえ、図5に示す5つのグループに整理した。

**A. どんな体制で製品開発・デザイン開発を進めるのか？**  
【パーティを決める】

話題1: 製品開発の体制

- ・開発コアメンバー
- ・製品化・製造体制
- ・販売・プロモーション体制

---

**B. 何のためのどんなモノをデザインするのか？**  
【目的地を決める】

話題2: 依頼者の思い

- ・開発品の役割、存在意義
- ・製品開発の動機
- ・着目した機会

話題3: 事業・商品のイメージ

- ・開発品により見込まれる利益
- ・商品ブランドのイメージ
- ・商品の構成
- ・販売価格

話題4: 製品コンセプト

- ・ターゲット顧客
- ・使用状況・使用方法
- ・提供価値・解決する問題
- ・顧客の好感・共感ポイント
- ・製品アイデア
- ・競合選定
- ・独占・排他的方法

---

**C. どうデザインをしていくのか？**  
【ルートを決める】

話題5: デザイン業務内容

- ・プロジェクトの範囲
- ・デザイン業務項目
- ・フェーズごとの所要期間・予算
- ・デザイン成果物

図5 プレデザイン段階における「5つの話題」

【活用方法】

- 1) 依頼者が製品等のデザインを他者に依頼・相談したいと考えた際、デザインを依頼したいと考えているモノのコンセプトや、その時点で構想している事業のイメージ、開発体制、予算、期間など、コーディネーターやデザイナーなど他者に伝えるべき情報を整理する。
- 2) プレデザイン段階の初期において、開発チーム全員（依頼者・デザイナー・コーディネーター）で、依頼者が依頼時点において整理・作成したものをベースに、徹底的にディスカッションをしながら内容を詰めていく。必要があれば各種のユーザーサーチ（ユーザーインタビュー、使用状況観察調査など）や市場調査（競合環境調査・分析、売り場調査、サブユーザへのインタビュー調査など）を行って、必要な情報を入手する。

### (3) デザインプロジェクトマップ (図6)

製品等のデザインをどのように進めていくのかは、依頼者にはわからないが、デザイナーによる説明も十分なされているとは現状では言いがたい。両者が不安なくデザイン業務に入っていくためには、この先どんな流れでデザイン開発が進んでいくのかについて、あらかじめ両者の合意が形成されている必要がある。

一般的なデザイン開発の進め方と、必要と考えられるデザイン業務項目の例を一覧できる、デザインプロジェクトのマップ的なツールを試作した。

#### 【活用方法】

- 1) 開発チームにおける初期の打合せなどの場面で、開発チーム全員で、今後のデザイン開発プロジェクトの流れや、具体的なデザイン業務のイメージを検討し、共有する。
- 2) モノのデザインを相談したり依頼したりする前に、依頼者が、モノのデザインの進め方がある程度把握・理解しておく。
- 3) モノのデザインに関する相談を受けた後、デザイナーが、今後のデザイン開発プロジェクトの流れや、具体的なデザイン業務について検討した上で、依頼者やコーディネーターに対して説明する。

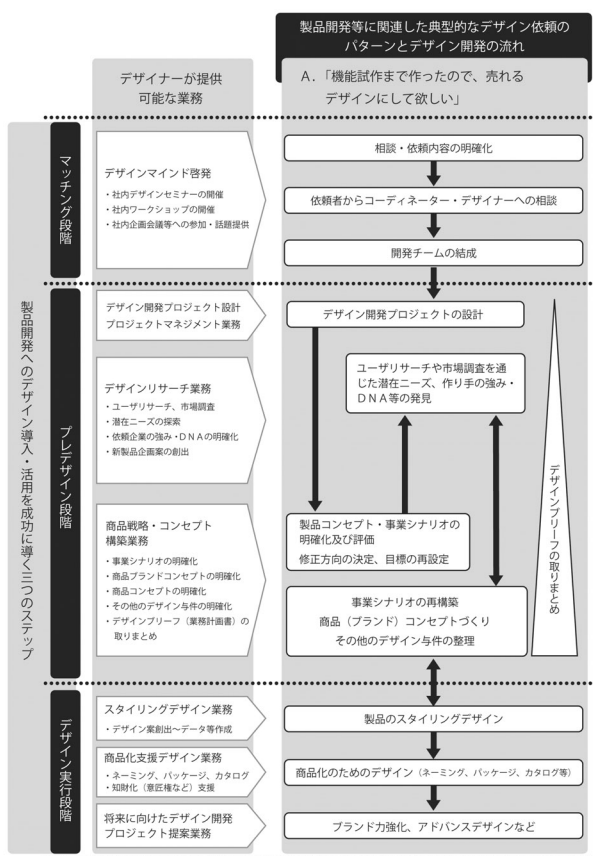


図6 デザインプロジェクトマップ

### (4) デザイン業務項目リスト

中小企業からの依頼によるモノのデザインを成功に導くには、デザインをどのように進めて行くのかを、早い段階でデザイナー側から説明し、依頼者との間で合意形成することが重要である。そのためデザイナーは的確に、かつ短期間でデザイン業務の組み立て・検討を行う必要がある。主にそうした作業を支援する目的で、製品等のデザイン開発における具体的なデザイン業務メニューの一覧を試作した。

#### 【活用方法】

マッチング段階からプレデザイン段階において、主にデザイナーが、デザイン業務の組み立てや進め方を検討する際に活用する。デザイン工程表や見積書作成のための基礎資料としても活用できる。

### (5) デザインブリーフ

デザインブリーフとは、一言で言えば「デザインプロジェクトの計画書」である。その役割は、デザイン実行段階に入る前に、デザインの目的や進め方、成果の活用イメージなどについて依頼者とデザイナーが合意を形成し、その内容を両者が共有しておくことにある。デザインブリーフを作成しておくことにより、次のような効果が期待できると言われている<sup>2)</sup>。

- ・プロジェクトの始まりから完了までのあらゆるステップを定義するロードマップとなる。
- ・プロジェクトを追跡(記録)したり、進捗を管理したりできるツールともなる。
- ・デザイン成果の最終的なプレゼンテーションや、プロジェクト完了の確認のためのアウトラインにもなる。
- ・デザインブリーフを実際に作成する過程を通じて、依頼者がデザインプロジェクト完了までの込み入ったフェーズを理解できるようになる。

デザインブリーフの体裁は特に定められていない。テキストが主体の文書でも、写真や図版が豊富なビジュアル資料でも良いとされている<sup>2)</sup>。デザイン実行段階において開発メンバーが何度も見直したくなるような、創造性を刺激する、魅力的で簡潔な内容にとどめることがポイントとなる。

#### 【デザインブリーフの記載項目】

デザインブリーフは「5つの話題」による検討結果をベースに作成することができる。その一例を図7に示す。モノのスタイリングに関わる具体的な指示など、デザイナーの創造性を制約してしまう恐れのある記述は避けるべきとされている<sup>2)</sup>。

#### 【デザインブリーフの作成方法】

依頼者とデザイナーが共同で作成する。プレデザイン段階における三者でのディスカッションや、補足的に行うリサーチなどを通じて完成させていき、完成したデザインブリーフは開発メンバー全員で共有する。



図7 デザインブリーフの記載項目

#### 4. 製品開発ケーススタディによるツール類の検証

試作したツール類の有用性の検証及び課題抽出を目的として、依頼者、デザイナー、コーディネーターの三者が参画する製品デザイン開発ケーススタディを実施した。ケーススタディの概要は図8の通りである。



テーマ	電源自給型可搬式無線通信装置の試作デザイン開発
ゴール	試作のためのデザイン開発及び、実装試作機5台の製作・納品
依頼者	札幌市内IT企業
デザイナー	デザインメソッド勉強会参加デザイン業(二社)
コーディネーター	北海道立総合研究機構工業試験場 デザイン担当(筆者)
実施期間	2011年9月～2012年3月

図8 ケーススタディ概要

ケーススタディは3.1項で解説した「デザインプロジェクトを成功に導くための三つの段階」に沿って進めた。以降ではその概要と、ケーススタディを通じて得られたツール類の評価結果・課題等を解説する。

##### (1) マッチング段階

自社にとって初めてのオリジナル製品のデザイン開発を外部デザイナーへ依頼したいと考えた依頼者から、コーディネーター(筆者)へ、課題解決に相応しいデザイナーの紹介が依頼された。今回は道内の若手デザイナーの勉強会である「デザインメソッド勉強会」のメンバーに依頼し、デザイン開発業務を担ってもらうこととした。

この段階では、「5つの話題」をアレンジして作成した「デザイン相談依頼書」(図9)を依頼者へ渡し、項目に沿っ

た記入作業を依頼した。記入された相談依頼書は、デザイナーも含めた三者で共有した。

##### 【ツール類の評価・課題】

デザイン相談依頼書の記入項目は、主に「5つの話題」における「事業・商品のイメージ」や「製品コンセプト」、「依頼者の思い」に関連した項目により構成した。しかし、これに対し実際に記入をした依頼者からは「正直に言うと、面倒くさいなと感じた部分もあった」、「何のためにこうした情報が必要なかわからなかった」といった評価・感想も得られた。

このことから、デザイン依頼時に5つの話題について詳細に尋ねる書式だけを依頼者に渡して記入させる方法は、現実的には適切でなく、むしろ続くプレデザイン段階におけるデザイナーやコーディネーターとの対話を通じて、それらを明確化していくべきと考えられる。

- デザイン相談依頼書 記入項目
- 依頼者プロフィール
  - 開発品を用いた事業のイメージ・ターゲット顧客・提供価値
  - 特徴的な製品アイデア
  - デザイン後の事業化体制
  - 事業規模・期間
  - 開発品のコンセプト
  - 開発品が満たすユーザーズ・参考イメージ
  - 依頼者の思い
  - デザイン開発予算・期間
  - 要求する成果物



図9 デザイン相談依頼書

##### (2) プレデザイン段階

###### 1) 両者が納得できる“良い目標”の構築

本件におけるデザイン開発の対象は、新規市場を開拓するこれまでにない種類の製品であり、依頼者自身もどういったユーザがどういった用途で使うものかを特定できない状態でのデザイン依頼であった。したがって、「5つの話題」のうち特に「事業・商品のイメージ」「製品コンセプト」に関する検討が必要であった。また試作の方法や体制も未定であったため検討が必要であった。

これらの検討においては、出された意見やアイデア、課題などを大型のホワイトボードに貼り付けていき、適宜KJ法を活用して整理をしながら、事業・商品イメージや製品コンセプトを煮詰めていった。

また、製品コンセプトの検討や事業性の検討において、特定のターゲットユーザの意見が必要と考えられた部分については、ユーザへのインタビュー調査を実施することで情報を補った。また、関連する商品等の調査も行い、製品コンセプト検討の参考情報として活用した。

これらの作業の結果、今回は特定のユーザをターゲットとするのではなく、不特定多数のユーザにまず開発品を見てもらいながら、多様な使い方のイメージを喚起するための“パ



イロットプロトタイプ”を開発目標とすることにした。その上で、屋外空間においてさまざまな設置方法に対応でき、かつユーザや使い方を特定しないシンプルな形状・機能から成るプロダクトのデザインを目指すことで合意した。

#### 【ツール類の評価・課題】

中小企業からの依頼で進めるデザイン開発では、スタイリングだけでなく製品コンセプトや事業のイメージ、設計・試作・製造の方法や体制といった、デザインの「上流・下流」に関する検討が必要な場合が多い。本件では5つの話題を意識したミーティングを行うことで、事業化までに必要な検討項目をぬけもれなく検討できた。

「ビジュアルシンキング」とも呼ばれる、ホワイトボードと付箋紙を用いた会議手法は、依頼者とデザイナー双方の合意のもとに開発目標や製品コンセプトを検討・構築していける点で、非常に有用な手法であると感じられた。ただし、製品コンセプトや事業イメージなどは、開発チーム内での会議だけで決めていくべきものではなく、ユーザの生の声や実際の使用状況といったユーザリサーチによってのみ得られる情報や、競合品調査など市場リサーチから得られる情報による補強・裏付けが必要となることも多い。

### 2) デザインの進め方に関する合意の形成

本件において、デザイナーには色形の創造だけでなく、製品コンセプトの再検討やそのための各種リサーチ、製造方法や試作者の検討、実装試作機開発までのトータルなプロジェクトマネジメントといった、さまざまな業務が求められることになると考えられた。そこで、デザイン業務項目リストを用いて、デザイナーが中心となって進めるデザイン開発プロセスの全体像と、それを構成する具体的な業務項目を整理した。また、それらをベースとして業務見積書等を作成・提示した。これらの手続きを通じて、デザイン開発の進め方や、デザインの所要期間・費用などに関する両者の合意形成を促進することができた。

#### 【ツール類の評価・課題】

こうした手続きを踏んだことに関して、依頼者からは「(デザインの進め方の説明が)とてもわかりやすかった」との評価を得た。ツールを活用して行ったデザイナー側の情報開示の努力が、依頼者のデザインに対する理解の促進と、ひいては安心感の醸成につながったものと評価できる。

デザイン業務に関する見積書は、デザイン案やスケッチ、モデルなど目に見える成果物の対価として、デザイナーから依頼者に提示されることも多い。しかし、中小企業から依頼される製品等のデザイン開発業務においては、デザインの上流工程である各種リサーチや製品コンセプト構築、あるいは下流工程である製造・試作の方法や体制の検討、さらには製品開発プロジェクトの全体的マネジメントといった、いわゆるデザインワーク以外の業務についてもデザイナーが担当す

ることになるケースが多い。そのような場合、デザイナー自身が本ツールを活用しながら、必要と考えられる業務を整理して依頼者へ説明することで、それが依頼者の安心につながるのはもちろんのこと、デザイナー側のビジネスの幅を広げることにもつながっていく可能性があると感じられた。

### 3) デザインブリーフの作成・共有

上述の1)及び2)を通じて依頼者とデザイナーが合意した内容、すなわち開発目標をはじめ、製品コンセプト、デザインの進め方などをあらためてデザインブリーフの形で文書化し、デザイン実行段階に向けたデザインのよりどころとして三者で共有した。

#### 【ツール類の評価・課題】

デザインブリーフは、依頼者とデザイナーが協同で作成するのが理想とされているが、今回はコーディネーターが主体となって作成したものを両者に配付した。デザインブリーフの作成過程における依頼者とデザイナーの主体的な関与をいかに図っていくかが課題である。

### (3) デザイン実行段階

デザインブリーフに記載した開発目標や製品コンセプトを実現するための製品デザインを、デザイナーチームが主体となって検討した。具体的には、建築足場等に用いられる単管により組まれた各種工作物への設置方法の検討や、段ボール等を用いた簡易プロトタイプの検討、三次元CADによるモデリングなどの工程を経ながらデザイン開発を進め、実質1ヶ月あまりで最終デザイン案を作成した。

また、本件では機能部品等を実装した試作機の作成までがデザイン業務の成果として求められたため、デザインチームは引き続き、試作を担当する企業との試作方法の検討や、試作作業のフォロー等を行った。

#### 【ツール類の評価・課題】

プレデザイン段階で開発品の役割や製品コンセプト等を十分に検討できたため、デザイン実行段階ではスタイリングデザインを迅速に進めることができた。

また、複数のデザイン案を比較検討する際に、デザインブリーフに沿った評価をすることで、開発者の直感や好みに頼った誤った評価を避けることができた。さらに、実装試作機完成までの詳細なタイムラインをデザインブリーフ上に明記したことで、デザイン案検討などのデザイン開発業務のタイムリミットを常に意識して作業を進めることができた。これが、最終的にデザイン業務を期間内に完了させる上で非常に役立ったと感じられる。

本件では複数のデザイナーが協力し合ってデザイン業務に取り組んだが、デザインブリーフはこのような場合に、非常に有用であると考えられる。



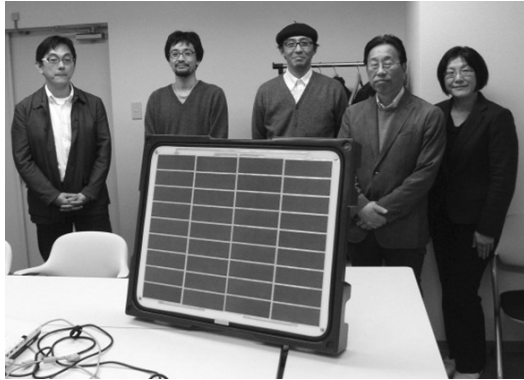


図10 完成した実装試作機

## 5. 知識・ツール提供用webサイトの開発・公開

前項までで述べた、中小企業における製品等のデザイン開発を成功に導くためのプロセスやツール類、さらに、関与者インタビューや製品デザイン開発ケーススタディを通じて得られた知見等を、製品デザイン開発にのぞむ中小企業経営者やエンジニア、デザイナー、コーディネーター等を対象として広く提供することを目的としたwebサイト(図11)を開発し、暫定運用を開始した。開発したwebサイトの概要は次の通りである。

【タイトル】モノのデザインを成功に導くガイド

【URL】<http://monodesign.p2.bindsite.jp/index.html>

【対象とする読者】

- ・デザイン活用経験の乏しいデザイン依頼者
- ・中小企業とモノのデザインに取り組むデザイナー
- ・両者をつなぐコーディネーター
- ・その他、ものづくりに関わるあらゆる方々



図11 webサイト「モノのデザインを成功に導くガイド」

【提供する情報】

現時点における主なコンテンツは次の二つである。

### 1) モノのデザインにのぞむ際の心構え

中小企業からの依頼で取り組むモノのデザインでは、うまく結果に結びつかないケースも多くある。その大きな原因の一つとして「モノのデザインや商品開発という行為に対して、デザイナー、依頼者、コーディネーターなど関与者それぞれが持つ認識や心構えに大きな差があること」があげられる。

本コンテンツでは、デザインの依頼者、デザイナー、コーディネーターの三者それぞれの立場から、モノのデザインに取り組む際の心構えを提案している。

### 2) モノのデザインを始めよう

実際にモノのデザインを依頼したい中小企業経営者や、その依頼を受けることになったデザイナー等を対象に、本研究で開発した、三つの段階を踏んだデザイン依頼から業務遂行までの進め方や、主にプレデザイン段階におけるさまざまな検討を支援するツール類についての情報を提供する。

【反響・評価】

2012年5月に本webサイトの暫定公開を開始し、フェイスブックによりその告知をしたところ、主にデザイン業、公的支援機関、デザイン教育者等から多くの良い反響を得ることができた。

## 6. まとめ

中小企業における製品等のデザイン開発は、さまざまな原因から開発した製品がユーザの心を捉えるところまで行けず、失敗に終わることも多い。こうした現状を改善する目的で、まず製品等のデザイン開発に関与する依頼者・デザイナー・コーディネーターを対象としたインタビュー調査を行い、中小企業からの依頼により進められる製品等のデザインプロジェクトにおける現状や問題の構造を明らかにした。

次に、デザインプロジェクト改善のための要求事項を抽出し、それらに対応した解決策として、三つの段階を踏んだデザイン依頼から業務遂行までのプロセスと、それを支援するツール類を開発した。

さらに、開発したプロセス及びツール類を活用した、実際の製品デザイン開発ケーススタディを実施し、プロセス及びツール類の有用性の検証と課題の抽出を行った。

最終的に、本研究を通じて得られた中小企業のデザインプロジェクト改善のための知見や、開発したプロセス・ツール類を提供するためのwebサイトを開発し、公開・運用を開始した。

今後は、開発したwebサイトを活用して正しいデザイン活用方法の普及啓発に努めるとともに、道内で活躍するデザイナーに関する情報や、製品コンセプト構築に活用できるデザインリサーチ手法等に関する情報などを提供するコンテンツを追加していき、道内中小企業およびデザイン業等のための、バーチャルなデザイン相談窓口としての機能充実を図っていきたい。

## 謝辞

本研究を実施するにあたり、株式会社コボの山村真一代表取締役社長には多くの有益なご助言をいただきました。ここに心から感謝を申し上げます。

また、インタビュー調査にご協力いただいた道内企業経営者、産業支援機関コーディネーター、デザイナー諸氏、そして製品デザイン開発ケーススタディにご協力頂いた企業経営者、デザイナー、試作協力者諸氏に深く感謝申し上げます。

## 引用文献

- 1) 川喜田二郎：続・発想法 KJ法の展開と応用，中公新書，316pp., (2008)
- 2) Peter L. Phillips : Creating the Perfect Design Brief, Allworth Press, 205pp (2004)

# 生体情報による生活モニタリング技術

桑野 晃希, 中島 康博, 前田 大輔, 吉成 哲

## Biological Information Monitoring Technology for Daily Life Activity

Kouki KUWANO, Yasuhiro NAKAJIMA, Daisuke MAEDA, Satoshi YOSHINARI

### 抄 録

医療費の増大が課題である昨今、個人の自律的な体調管理による予防医学の重要性が指摘されている。そこで、生活パターンや活動状態の把握による健康管理を目的として、心拍情報と身体動作を脈波センサと加速度センサよりモニタリングし、変動するセンサ値から代表量を抽出する計測・処理技術を開発した。赤外LEDのパルス発光により外光ノイズの低減手法を開発し、安定した脈拍の計測ができるようになり、また加速度センサ情報から走行、歩行、軽作業などの基本動作と姿勢の判別が可能になった。

キーワード：光電脈波，加速度センサ

### Abstract

The technology for physical condition measurement system that monitored heart beat information and the bodily movement from a photoplethysmography and a acceleration sensor for the management of state health and physical condition by understanding life patterns and activities, extracted the amount of the representative from the noisy signals which contain slowly moving DC offset voltage, and recorded was developed. The decrease technique of the outside optical noise was developed by the pulse luminescence of LED, the measurement pulses wave was enabled stably, and the discerning the basic motion running, walking, and working, etc. became possible from acceleration sensor information.

KEY-WORDS : Photoplethysmography, Acceleration Sensor

## 1. はじめに

健康寿命の延伸に向け、疾病の治療による三次予防や健康診断による二次予防に加え、生活習慣の見直しによる一次予防が重要視されている<sup>1)</sup>。北海道は全国的にも一人あたりの医療費が高く<sup>2)</sup>、また死亡原因のうち糖尿病、心筋梗塞、脳血管疾患、がんなどの生活習慣病の占める割合が過半数を超えていることに加え、その受療率が全国平均を上回っている状況にある。

そこで、生活パターンや活動状態の把握による健康管理を目的として、心拍情報と身体動作を脈波センサと加速度センサよりモニタリングし、変動するセンサ値から代表量を抽出する、計測・処理技術の開発に取り組んだ。

## 2. 光電脈波の安定計測技術

### 2.1 光電脈波のしくみと課題

脈波とは血液が心臓の収縮により大動脈に押し出されたときに発生する血管内の圧力変化が抹消方向に伝わっていく波動のことである。このときの血管の容積変化を光学的に検出した波形を光電容積脈波、あるいは光電脈波と呼び、測定部位は指尖部か耳朶が一般的である。

図1に脈波計測のしくみを示す。計測センサ部は発光部と受光部からなり、発光部には通常、発光ダイオード(LED)を用い、受光部はフォトダイオードやフォトトランジスタで反射光を電位に変換して収集する。

事業名：経常研究

課題名：生体情報による生活モニタリング技術の開発（平成22年～23年）

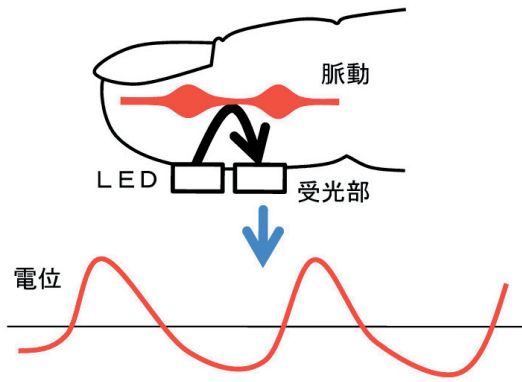


図1 脈波計測のしくみ



図2 市販されている脈拍計

図2は一般的な脈拍計であり、耳に装着するプローブと脈拍数の表示部を備えている。しかしながら、脈波による受光量の変化は微小で、体動や環境光の乱れによって、脈波と関係のない光が混入すると電位が大きく変動し、脈波信号が埋没することになる(図3)。

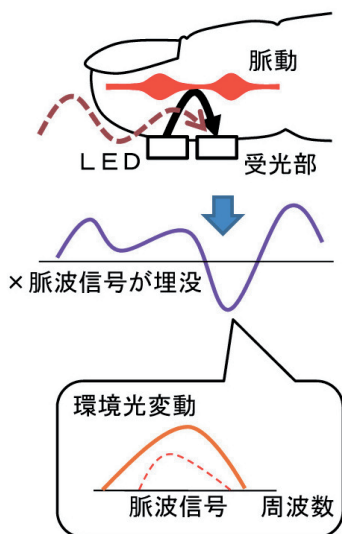


図3 脈波計測の課題

そのため、環境光が入らないよう計測センサ部を遮蔽するか、環境光を上回る光量をLEDから照射するなどの対策が取られてきた。しかし、遮蔽には覆いが必要で、かさばることや煩わしさがあり、また発光量を上げると電力消費も増大することなどから、より効果的な対策が求められてきた<sup>3)</sup>。

## 2.2 パルス光を用いた手法

本研究では、環境光ノイズを除去する方法として、発光方式にパルス駆動による変調光を用いた。これにより、脈波信号はパルス周波数を搬送波とする高周波領域に移動される。その後、環境光の変動成分をフィルタで除去し、信号を復調することでクリアな脈波波形が収集できるようになった(図4)。この方法では、パルス駆動されるLEDには定格値以上の電流を流すことが可能なため、S/N比の向上も期待できる<sup>4)</sup>。

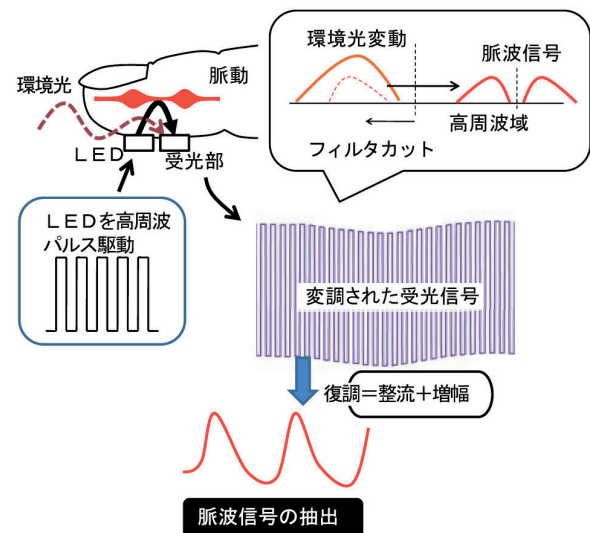


図4 パルス駆動による信号抽出

図5は実際に計測した波形処理の過程であり、フィルタ処理によって脈波の分離と復元が行われているのがわかる。

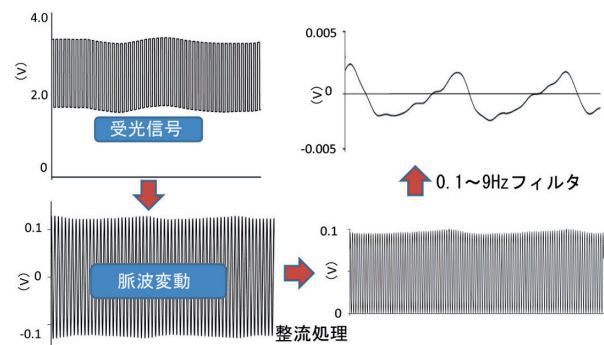


図5 脈波の抽出過程



### 2.3 心拍数の算出とサンプリング周波数の設定

脈波信号から得られる情報として心拍数がある。ここでは心拍の検出に、図5における脈波信号の正から負へのゼロクロス間隔を取得することとした。

一方、最大運動負荷を求める場合、下記の式から得られる心拍数による指標が用いられる<sup>5)</sup>。

$$\text{最大心拍数} = 220 \text{拍/分} - \text{年齢}$$

そこで、上式を参考に測定範囲を240拍までとし、分解能を1拍として、1拍ごとの時間から心拍数を算出することとした場合、必要とされる時間分解能 $n$ (秒)は、

$$\begin{aligned} n &= 60/239 - 60/240 \\ &= 1.046 \times 10^{-3} \text{s} \end{aligned}$$

である。したがって、1拍の精度で心拍数を導出するために必要なサンプリング周波数 $K$ (Hz)は、

$$\begin{aligned} K &= 1/1.046 \times 10^3 \\ &= 956 \text{Hz} \end{aligned}$$

となり、約1kHzの比較的高い周波数となる。しかしながら、同じON時間ならばサンプリング周波数が高いほど、比例してLEDの消費電力が増大することや、一方で1拍ごとの心拍数が必要とされる場面は考えにくいことなどから、一定時間内の平均心拍数を求める方法を検討した。

例として、対象時間を5秒間とした場合について述べる。最大心拍数を240拍/分とすれば、1拍あたり0.250sであり、239拍/分ならば0.251sで5秒間では少なくとも19拍分発生し、その時間はそれぞれ4.750s、4.770sとなり、その差は0.020sある。この差を検出できれば1拍の分解能で計測できることになり、サンプリング周波数が50.0Hz(=1/0.020)以上であればよいこととなる。したがって、5秒間の平均心拍数を測定範囲240拍/分、分解能1拍で記録するには、LEDを50Hzで、かつ受光部のA/D変換に必要な時間のみ発光すれば十分である。

### 2.4 加速度脈波の抽出

加速度脈波とは、光电指尖脈波を二階微分して得られる波形を指す(図6)。加速度脈波波形は加齢とともに変化し、血管壁の硬化や静脈環流の状態を表す。そのため、心機能や脳血管障害などの生活習慣病の予防に向けた簡易な診断に採用されている。図7は血管状態を「良い」から「悪い」の順にAからGに分類した診断用に用いられるチャート図である<sup>6)</sup>。このチャートから個々人の加速度脈波波形を比較し、被験者の現状や推移を把握することができる。

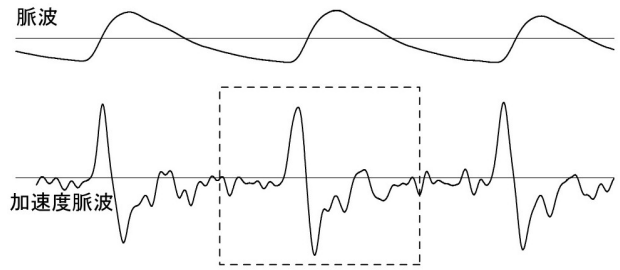


図6 脈波と加速度脈波

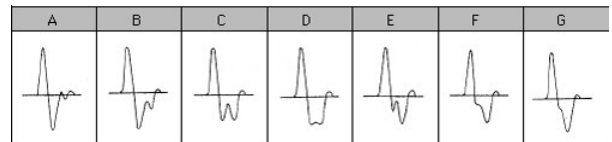


図7 加速度脈波チャート図

ところで、図6を観察すると、一拍ごとにわずかに波形が異なっていることが分かる。これはセンサと皮膚との接触状態、呼吸に伴う血圧の変化が原因である。そこで、代表となる波形を抽出するため、図8左で示したA部のように正から負に極性が変化するゼロクロス点を一拍動ごとに比較演算にて探索し、その点を基準に波形を加算平均することにした。

しかしながら、この条件では図中○で示した箇所も誤認識してしまう恐れがある。そこで図8右のように、原波形から正から負の明白なゼロクロス点Bを検出し、この時刻に最も近い点をA点とすることで波形を抽出できると考え、この条件を加え波形処理を行った。その結果、誤りなく加算平均できることを確認した。

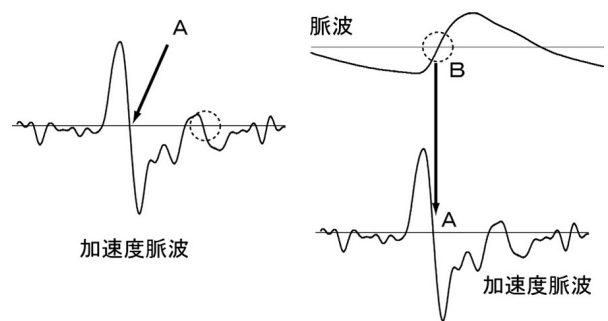


図8 加速度脈波の加算基準点

図9はこのようにして得られた、被験者3名の加速度脈波であるが、図7のチャート図を参照し、被験者M、KはBタイプ、被験者NはDタイプとして分類できる波形を抽出できていることがわかる。

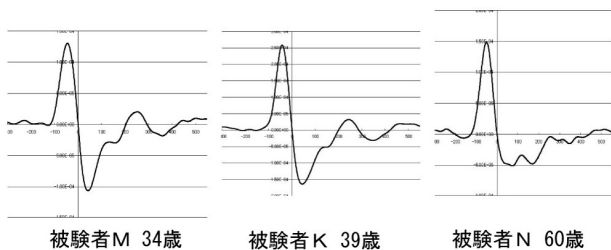


図9 被験者3名の加速度脈波

### 3. 加速度センサによる活動計測

身体動作を運動学的に観測する手段として、加速度センサが使われる。単に歩数を計測する場合、歩数計と呼ばれる装置があるが、歩数のみならず生活内における身体活動の推定を目的に、本研究では三軸加速度センサを用いた動作と姿勢の推定を試みた(図10)。加速度センサは頭部に配置し、鉛直上向きをX軸の正方向、前方をY軸の正方向、右方向をZ軸の正方向とした。

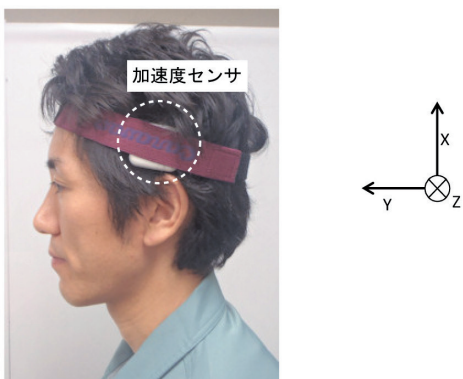


図10 加速度センサ配置

#### 3.1 活動強度による生活動作判別

図11は屋内作業中の鉛直方向加速度波形である。波形には、次の特徴が見られる。

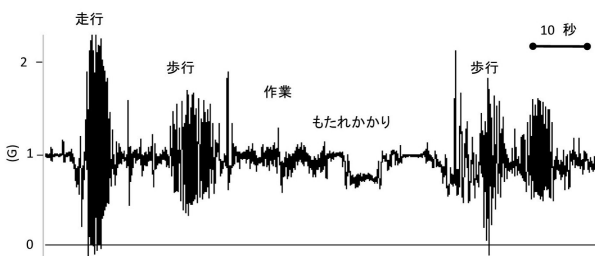


図11 屋内作業中の鉛直(X)加速度波形

- ①重力加速度の1Gを中心に波形が変動している
- ②走行中、歩行中、作業中、の順に振幅が大きい
- ③もたれかかり(傾斜)時は1Gから振幅中心が有意に下

がるが、中心からの変動は小さい

以上のことから、「走行」、「歩行」、「作業」の動作判別にあたり以下の処理を行った。

- i. 重力加速度成分の除去
- ii. 走行、歩行、作業の変動成分の抽出
- iii. 変動強度の比較による走行、歩行、作業の弁別

このことから、i, iiに関して適切な帯域を選定したバンドパスフィルタを適用した。iiiの変動強度の比較対象には振幅のピークtoピークが考えられるが、ピークの探索には、何層かの条件処理が必要となるため、今回は一定時間内のデータの“ばらつき”から1回の演算で変動量を算出する、分散値の比較による方法を採用した。図12にその手順を示す。また各処理の設定値を下に示す。

- サンプリング周波数：50Hz
- バンドパスフィルタ：5 - 2 Hz
- 分散計算用標本数：5個(0.1秒間)
- 移動平均ポイント数：100点(2秒間)
- 作業判別レベル：2以上500未満
- 歩行判別レベル：500以上15,000未満
- 走行判別レベル：15,000以上

以上の処理によって、図12右下に示したとおり動作を判別できることを確認した。

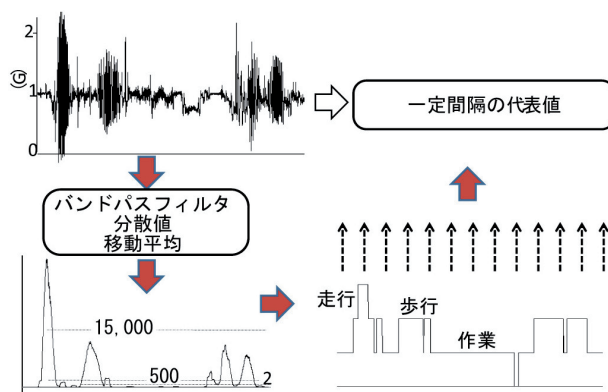


図12 動作判別処理

#### 3.2 定常波形からの姿勢判別

動作判別では除去される定常状態を示す波形には、先の例で“もたれかかり”などの姿勢の情報が含まれている。そこで前後左右への傾斜を判別する方法を検討した。図13は前後左右へ体を傾斜させた時の三軸加速度波形である。

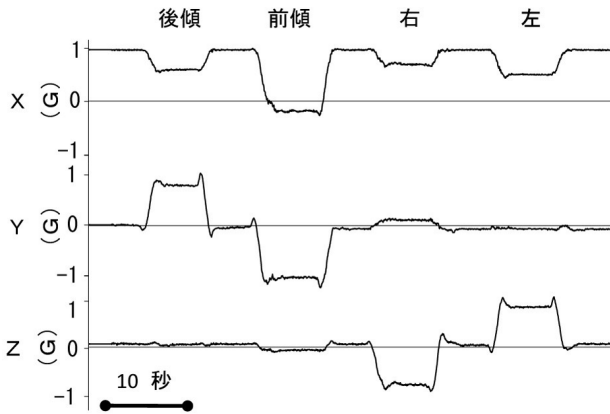


図13 傾斜姿勢と三軸加速度波形

波形には以下の特徴が見られる。

- ①傾斜時には鉛直加速度が1G以下で推移する
- ②傾斜方向は前後左右の加速度成分に現れる

以上のことから、以下の処理によって姿勢の判別が可能と考えた。

- i. ローパスフィルタによる定常成分の抽出
- ii. 前後左右方向の加速度の絶対値比較

それぞれ、適切なカットオフ周波数と、閾値を以下の通り設定することで、傾斜の有無と方向の判別が可能であることを確認した(図14)。

- カットオフ周波数：0.5Hz
- 傾斜判別閾値：0.71 (G) (※45° 傾斜時)

なお、傾斜判別閾値は判別する姿勢に応じて値を設定することで、転倒状態や仰臥位、腹臥位、側臥位の検出が可能である。

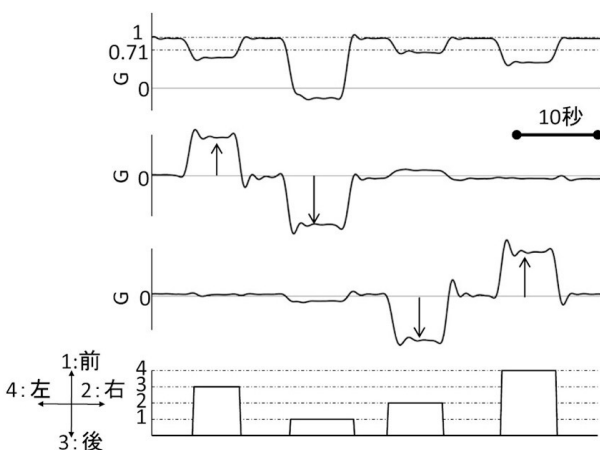


図14 姿勢判別処理と結果

#### 4. 評価回路への実装

光電脈波の安定計測処理系と、活動・姿勢判別プログラムをマイコンに実装し、センサとBluetooth2.1規格の無線送信機を搭載した評価回路を製作し動作検証を行った。その結果、リアルタイムに所望の出力が得られることを確認した。以下に各部の特徴を下記する。

- マイコン  
マイクロチップ・テクノロジー社製 dsPIC30F3013  
サンプリング周波数：50Hz
- 光電脈波センサ部  
発光部：LED 波長950nm  
受光部：フォトダイオード 最大感度波長 950nm
- 加速度センサ  
ADXL345 (最大±16G)

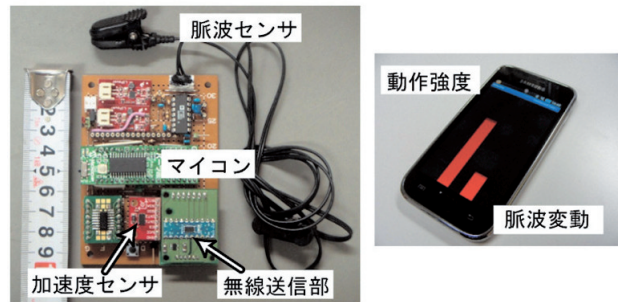


図15 評価回路とモニタ端末

図15は携帯端末（Android）を用いて、無線受信した活動強度と脈拍をモニタしている様子を示している。

#### 5. まとめ

生活習慣や活動状態の把握による健康管理を目的として、心拍情報と身体動作を脈波センサと加速度センサよりモニタリングし、変動するセンサ値から代表量を抽出する計測・処理技術の開発に取り組んだ。以下に、結果を要約する。

- (1) パルス光の採用によって、光電脈波計測のノイズ源となる環境光変動を除去し、安定したデータ収集が可能になった。
- (2) 血管の健康状態の指標とされる加速度脈波を自動的に抽出することが可能になった。
- (3) 三軸加速度センサ出力の変動成分から作業、歩行、走行の各動作の判別が可能になった。
- (4) 三軸加速度センサ出力の定常的变化から、身体の姿勢と傾斜およびその方向を判別することが可能になった。
- (5) 各種センサとマイコンを組み合わせた評価回路を製作し、オンラインにて上記判別結果が得られることを確認した。

## 引用文献

- 1) 厚生労働省：「健康日本21」中間評価報告書，(2007)
- 2) 北海道：「北海道医療費適正化計画の進捗状況について」  
(2011)
- 3) 高橋一清：超低消費電力携帯型体調把握支援システム，  
電子情報通信学会総合大会講演論文,381 (2004)
- 4) T. Miyata : A Reflection-Type Pulse Oximeter Using  
Four Wavelengths Equipped with a Gain-Enhanced  
Gated-Avalanche-Photodiode, IFMBE Proceedings  
2009, Vol 23, pp493-496
- 5) P. O. Astrand and Irma Ryhming : ANomogram for  
Calculation of Aerobic Capacity (Physical Fitness)  
From Pulse Rate During Submaximal Work, J  
Appl Physiol, Vol.7, No.2, pp.218-222 (1954)
- 6) 佐野・片岡・小山内：加速度脈波による血液循環の評価  
と応用，労働科学61巻3号，pp.129-143 (1985)



## 粉末RP鋳型による迅速鋳造プロセスの実用性向上

戸羽 篤也, 稲野 浩行, 平野 繁樹, 桃野 正\*, 八幡 一宏\*\*, 小川 貴行\*\*, 名雪 欣也\*\*\*

### Improvement of Casting Process using a Rapid Prototyping Mold

Atsuya TOBA, Hiroyuki INANO, Shigeki HIRANO, Tadashi MOMONO\*,  
Kazuhiro YAHATA\*\*, Takayuki OGAWA\*\*, Kinya NAYUKI\*\*\*

#### 抄 録

粉末積層成形技法で製作した鋳型・中子を使用する迅速鋳造プロセスは模型や木型を必要とせず、従来の造型法に比べて型製作費用の低減、工期の短縮などの優位性が期待される。インクジェット式無機粉末積層成形装置では低コストで成形体が得られることに着目し、これまでに耐熱性の高い粉末材料および水性硬化剤の開発等の基礎研究に取り組んだ。これらの成果を踏まえ、無機粉末積層成形法で製作した鋳型・中子を用いる鋳造法の実用化を目的に、粉末成形体の品質向上を図るとともに、従来鋳型で製作した鋳物との品質比較を行って同技法の有用性を検証した。

キーワード：迅速鋳造プロセス，粉末RP（3Dプリント），鋳鉄鋳物，銅合金鋳物

#### Abstract

The rapid casting process using the molds and the cores made by powdery laminated method does not need models or patterns, and it is expected that has a superiority of low-cost and short work time in comparison with conventional molding process. We are interested in producing low-cost works by using the ink-jet 3D printer with inorganic powder, and we have researched to develop the high heat-resistant powder and the binding solutions.

On the basis of these results, for the purpose of the practical use of molds and cores made by the laminated molding method with inorganic powder, we have investigated the quality improvement of the powdery works, and we inspected utility of 3D printing techniques by comparing the quality of the castings that made by conventional molds.

KEY-WORDS : Rapid casting process, 3D-printing, Castings of cast iron, Copper alloy castings

#### 1. はじめに

3次元形状データから簡便かつ迅速に実立体を製作するRP（Rapid Prototyping）技法は、複雑な立体形状を取り扱う“ものづくり”分野においても、その有効活用が期待されている。RP技法の一つに、無機粉末材料を用いて立体成形する粉体積層成形法がある。この技法で製作した成形体は

他のRP手法で製作したものに比べて極めて高い耐熱性を有する。その耐熱温度は1,000℃を超える水準となるので、これらを鋳型・中子として利用することで、これまで鋳型造りに必須とされている模型や木型を使わずに鋳造品を得るプロセスを提案できる<sup>1-2)</sup>。

筆者らは、耐熱性無機粉末RP技法で製作した鋳型・中子を利用した迅速かつ低コストの鋳物製作プロセスに注目し、

\* 室蘭工業大学, \*\* 株式会社光合金製作所, \*\*\* 株式会社田中工業

\* Muroran Institute of Technology, \*\* Hikari-gokin Corporation., \*\*\* Tanaka Industry Co., LTD.

事業名：重点研究

課題名：鋳物製造業の競争力強化のための粉末RP鋳型プロセスの実用化（平成22～23年度）

成形体を鋳型や中子として利用するために必要な強度、通気性、寸法再現性等の品質向上を図るための基礎研究に取り組み<sup>3)</sup>、粉末材料素材の選択および配合量の成形性、成形体強度への影響を明らかにするとともに、それらの適切な配合条件を見出した。

本報告は、これまでの基礎試験で得た知見をもとに、インクジェット式無機粉末RP装置で製作した鋳型を使用した鋳造プロセスの実用化を図るため、鋳鉄鋳物および銅合金鋳物の鋳造試験を通して、この技法の有用性を検証した。

## 2. 基礎研究

耐熱性の高い無機粉末に水硬性バインダを配合した粉末積層成形法（以下、「無機粉末RP」という）を用いて製作した鋳型および中子（以下、「粉末RP鋳型」という）を用いた鋳造法に関して、これまでの基礎研究により得た知見を以下に整理しておく。

### 2.1 粉末技法と鋳造用鋳型への応用

一般に、積層成形法は成形用材料として樹脂を用いるものが多い<sup>4)</sup>。これらの技法で用いられる樹脂材料の耐熱温度は300℃に満たず、錫などの低融点の金属を鋳造する場合でも鋳型としては使用できず、鋳型を作るための模型（消失模型も含む）としての用途に限定される。これに対して無機粉末RPで製作した成形体の耐熱温度は1,000℃以上であり、アルミ合金などであれば、その成形体を鋳型として利用し、鋳物を得ることが可能である。

そこで、無機粉末RP装置のメーカーが提供する粉末材料を用いて鋳型・中子を製作し、これにアルミ鋳物用合金を鋳造する実験を行って、無機粉末RP鋳型を用いる迅速鋳造プロセスの可能性を確認した。

一方、融点の高い鋳鉄を同プロセスで鋳造する試験では、ほとんどの事例で鋳造欠陥が発生し、健全な鋳物を得ることができなかった。また、銅合金を鋳造する実験でも、鋳物の形状によって一部の試料に欠陥が生じた<sup>5)</sup>。

### 2.2 粉末材料の耐熱性向上

無機粉末RP装置のメーカーが供給する粉末材料で製作した粉末RP鋳型を用いた鋳鉄および銅合金の鋳造試験で健全な鋳物が得られなかった事例に関して、その鋳造欠陥の主なものは鋳型内に発生した何らかのガスによるブローホール欠陥であった。

この欠陥について、粉末RP鋳型の成形に水性硬化剤を使用するので、成形体に残留する水分の蒸発がその発生原因の一つではないかと考えられた。この対策として、鋳造する前に粉末RP鋳型を乾燥することでガス欠陥の発生を抑えようとしたが、その効果は限定的であった。

そこで、粉末RP鋳型が高温に熱せられたときのガス発生状況を探るために粉末材料の示差熱分析を行ったところ、粉末材料の粘結材として石膏成分が多く含まれていることが判明した。石膏は水分を含んで硬化する粘結材として機能するが、約150℃以上に熱せられると結晶水の一部が蒸発して焼石膏（半水石膏）に変化し、さらに熱せられて1,200℃に達すると石膏そのものが酸化カルシウム（CaO）と三酸化硫黄（SO<sub>3</sub>）とに熱分解する。すなわち、粉末RP鋳型に銅合金や鋳鉄溶湯を鋳込むと鋳型は1,200℃付近まで加熱されるので、粉末RP鋳型の粘結材として配合された石膏が熱分解して鋳型内に三酸化硫黄ガスが発生し、これが鋳物にガス欠陥を生じさせていることが分かった。

そこで、高温溶湯の鋳造にも対応できるように、石膏に替わる水硬性粘結材としてセメント系材料を配合した粉末材料の開発を試みた。積層成形に適するセメント系素材を検討した結果、一般のセメントよりも短時間で硬化する速硬性セメントの配合が有効であり、その配合量を適切に選ぶことで積層成形が可能であることを見出した。この粉末材料を用いて粉末RP鋳型を製作し、これに鋳鉄を鋳造したところ、ガス欠陥のない鋳物が得られた<sup>6)7)</sup>。

### 2.3 耐熱性粉末成形用水性硬化剤の検討

セメント系粘結材を配合した粉末材料を用いて製作した成形体は、無機粉末RP装置メーカー供給の粉末材料を使用したものに比べて寸法の再現性が劣る傾向が認められた。メーカー供給の粉末および水性硬化剤に成形性に寄与する何らかの添加剤が配合されていると考え、セメント系粘結材を配合した粉末材料の成形性向上に有効な添加剤を見出そうと試みたが、思わしい結果は得られなかった。

無機粉末RP法は、積層厚さの制限から主材粒径を100μm以下としなければならず、配合する水硬性粘結材も極めて微細な粉末となる。無機粉末RP成形法では、インクジェットノズルを介して水性硬化剤を吹き付け、粘結材を硬化させて成形する。このとき、吹き付けた水性硬化剤の一部が粉末や粘結材の微細な隙間に浸透すると、成形体形状よりも少し外側の部分も硬化するため、指示した寸法が再現できない。粉末間隙への水性硬化剤の浸透を抑えるために水溶液の表面張力を増大させると、今度は逆に水性硬化剤が十分浸透せずに成形不良となった。

そこで、セメント系粘結材を含む高耐熱性粉末材料に適合した水性硬化剤の開発を試みた。水性硬化剤は、粘性調整剤と界面活性剤の配合量を変えた水溶液を用意して成形試験を行い、インクジェットノズルから適量の水性硬化剤が噴出すること、成形断面の指示領域に十分に水性硬化剤がいきわたること、粉末材料の成形領域外への浸透が抑えられることなどの視点から良否を評価し、セメント系粘結材を配合した粉末材料に対して最適な溶質成分の配合量を得た<sup>8)</sup>。

### 3. 無機粉末RP技法の実用化に向けた課題

これまでの試験で得られた知見により、銅合金鋳物や鋳鉄鋳物の試作製造において無機粉末RP法で製作した鋳型・中子を使用した迅速な鋳造プロセスの適用可能性が確認されたので、粉末RP鋳型を実際の鋳物製品に適用するために解決すべき技術課題を整理した。

粉末材料に耐熱性の高いオリビン砂とセメント系粘結材を配合したことにより、銅合金や鋳鉄等の高融点金属を鋳造しても熱分解ガスの発生を少なく抑えた粉末RP鋳型を製作することができた。一方、成形性（寸法の再現性）や成形体の強度について課題を残していた。これまでの試験で人工砂を配合した場合に成形体強度の向上に効果があるとの定性的な知見を得ていたが、本技法の実用化に当たり、人工砂を配合した場合の効果について定量的な知見を得る必要がある。

さらに、人工砂を主材とした粉末材料を用いて製作した粉末RP鋳型は、従来の製造現場で用いている砂型と比べて熱的特性が異なることが予想される。鋳物の材質は鋳造後の冷却条件によって大きく影響を受けるので、本技法の実用化の観点から、粉末RP鋳型を使用して製作した鋳物と、従来の鋳型で製作した鋳物との材質の違いについて検証しておく必要がある。

粉末RP鋳型の特徴として、極めて通気性が小さいことが挙げられる。鋳造方案で通気性の悪さを補う工夫も可能であるが、鋳型内に溶湯が満たされた後で何らかのガスが発生すると、それを排出することは困難である。粉末RP鋳型は水硬性粘結材の結合力を保持するのに必要な水分の存在がその強度に寄与しているという特徴的なメカニズムがあり、鋳造後の溶湯熱を受けてこの水分が蒸発したときにこれを鋳型の外に適切に排出されるように配慮しなければならない。しかし、鋳物の形状によっては複雑な中子を使わなければならないが、完全に鋳造方案でガス欠陥の解決につなげることは難しい。そこで、鋳造前に粉末RP鋳型を乾燥することにより含有水分を減らした場合のガス欠陥防止効果と鋳型の強度への影響を検証しておく必要がある。

以上の、粉末RP鋳型を用いた迅速鋳造プロセスの実用化に向けた課題にそってそれぞれ試験した結果を報告する。

#### 3.1 人工砂の配合による寸法再現性の向上

無機粉末RP法では、成形表面に粉末材料を薄く敷き詰める「スキージング動作」において、粉末材料の主材にはほぼ真球形状を有する人工砂を使用すると材料の流動性が良くなり、成型体の見かけの密度（かさ密度）が高まる効果により成形体強度が向上することを確かめた。

人工砂の配合に関して、前報<sup>8)</sup>ではK社製人工砂を使用した試験の例を紹介したが、その粒径は図1の粒度構成に示すように100 $\mu\text{m}$ を中心とした1ピーク分布を呈しており、最大200 $\mu\text{m}$ 程度の粒径が含まれていた。無機粉末RP成形の積

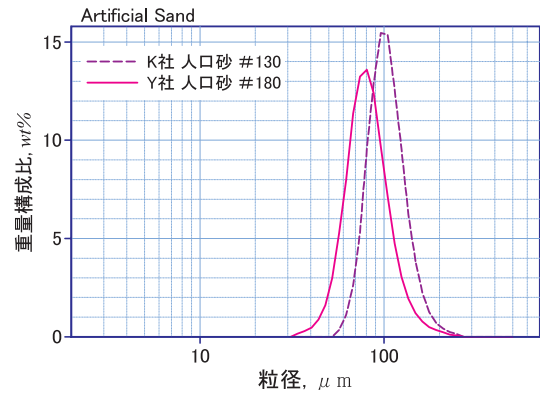


図1 人工砂の粒度構成



a) 天然砂と人工砂を配合した粉末で成形した鋳型

b) 細粒人工砂を用いた粉末材料で成形した鋳型

図2 細粒人工砂配合の効果

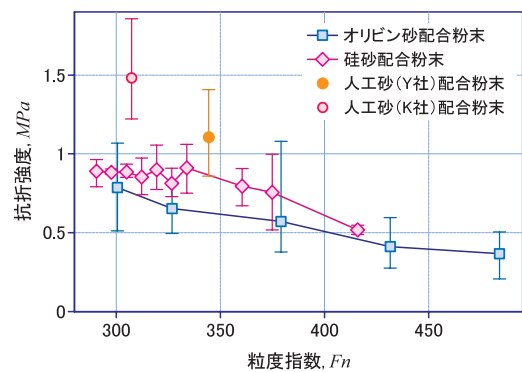


図3 粉末材料の粒度指数と抗折強度の相関性

層厚さは約120 $\mu\text{m}$ に設定されているので、粉末主材の粒径は理論上120 $\mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。その後、より細かい粒径を中心とした粒度構成であるY社の人口砂を入手したので、これを粉末材料に配合して粉末RP鋳型を製作した。図2は、天然鉱石のオリビン砂にK社の人工砂を配合した粉末材料で製作した粉末RP鋳型と、Y社の人工砂を主材とした粉末材料で製作した粉末RP鋳型を比較したものである。外観は、Y社の人工砂を用いた材料で製作した成形体の方がよりはっきりとした形状が再現され、成型体の寸法再現性



の向上に効果が認められた。

この原因として、主材の粒径の微細化により比表面積が増大したことで、粉末材料が要求する水性硬化剤の量が増えるが、インクジェットノズルから噴出する量は変わらないので、水性硬化剤量は相対的に不足気味になる。そのため成形領域外に浸透する量も減ったことが推定される。図3に粉末材料の粒度指数と成形体強度との関係を示した。粒度指数は、粉末の粒度構成に関して粒径が小さな粉末を多く含むほど大きい値となる。微細粉末の割合が多いほど比表面積が増大すると相対的に水性硬化剤の量が不足して成形体強度が低下したとする説明と矛盾しない。

また、同図でK社の人工砂を配合した粉末材料で製作した試料とY社の人工砂を配合した粉末材料で製作した試料の強度を比較すると、粒径の小さいY社の人工砂を配合した試料の強度が小さい傾向を示すが、これも同様の考え方で説明できる。

### 3.2 鑄鉄鑄物の品質に及ぼす粉末RP鑄型材質の影響

鑄物砂には鑄型を成型するため粘結材が配合される。鑄型に高温の溶湯が鑄込まれると、粘結材に含まれる成分が熱分解し、炭素、酸素、硫黄等の化合物ガスが発生する。鑄型に通気性があれば、これらのガスは鑄型の外に排出されるが、粉末RP鑄型は通気性がほとんどないため、これらガス成分の影響を受ける可能性がある。そこで、粉末RP鑄型に鑄鉄溶湯を鑄込んだ際のガスの影響を調べた。

鑄造試験は、図4に示す階段状模型を用いて粉末RP鑄型、

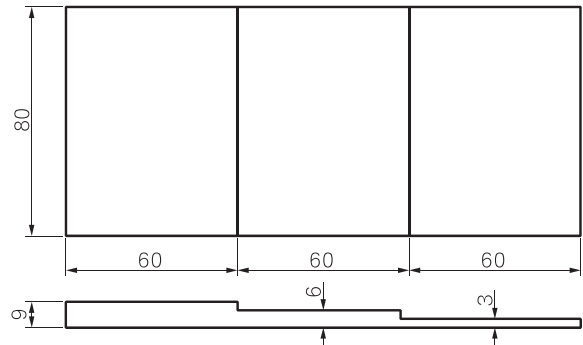


図4 鑄造試験に用いた階段状試験片

生型、CO<sub>2</sub>ガス型で鑄型を造型し、これらに球状黒鉛鑄鉄溶湯（FCD450）を1,350℃の鑄込み温度で鑄造した。鑄造後、試験片の各板厚中央部分を切断してその組織を観察した。

それぞれの鑄型で鑄造した鑄物試料の表面付近の組織写真を図5に示す。生型およびCO<sub>2</sub>ガス型で鑄込んだ鑄物の組織観察では、いずれも良好な球状黒鉛組織が観察された。鑄物肉厚  $t = 3\text{ mm}$  の試料で黒鉛粒径が小さく粒数が多い。一方、鑄物肉厚が厚くなるに従って黒鉛粒径が大きくなり粒数も減少する。これらの傾向は、鑄造時の冷却速度の影響を受ける球状黒鉛鑄鉄の典型的な組織である。いずれも、ごく表面に酸化膜（黒皮）と思われる薄い層が見られるが、表面付近まではほぼ健全な黒鉛球状組織が得られた。

これらに対して、粉末RP鑄型で鑄込んだ試料の断面組織観察では、鑄物の表面付近に球状化不良となっている部位が見られた。また、肉厚の薄い  $t = 3\text{ mm}$  の試料では、基地組

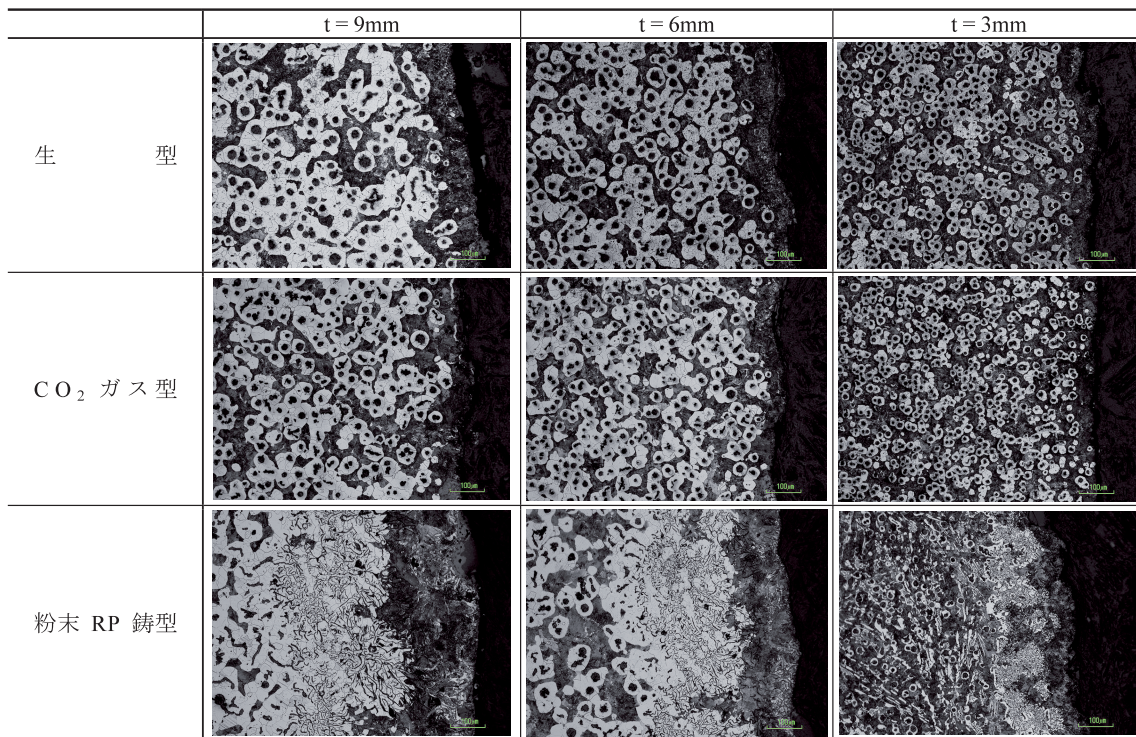


図5 鑄型の違いによる鑄物試料の組織変化



織中に“チル”と呼ばれる鉄の炭化物組織がみられる。この組織はセメントイト ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) が晶出したもので、鑄鉄を鑄造した後の冷却速度が大きいきに晶出しやすい硬くて脆い組織である。同じ肉厚でも、生型および $\text{CO}_2$ ガス型で鑄造した試料には見られないことから、粉末RP鑄型は鑄造後の冷却速度を大きくする効果があると推定される。粉末RP鑄型の熱特性については鑄造時の鑄型温度を計測する試験を行っているので、その結果と併せて後項で考察することにする。

粉末RP鑄型で鑄込んだ試料の表面近傍で生じた球状化不良は、粉末RP鑄型の粘結材に配合した速硬性セメントに含まれている少量の石膏成分が熱分解し、高温の溶湯を鑄込んだ際に硫酸化物のガスが発生したものと推察する。

鑄鉄溶湯の凝固過程で晶出する黒鉛の形態に関して、溶湯中の酸素および硫黄濃度が黒鉛の球状化に影響することが知られている<sup>9)</sup>。粉末RP鑄型に鑄鉄溶湯を鑄込んだとき、溶湯熱で鑄型表面の石膏成分が熱分解し、三酸化硫黄ガスが生じることは前述の通りであるが、これがさらに分解して硫黄ガス、酸素ガスとなって鑄物表面の硫黄濃度、酸素濃度が高まったことで黒鉛が球状化せずに片状黒鉛として晶出した可能性が考えられる。試験片肉厚が6 mm、9 mmの試料では、表面から中央に向かって、片状黒鉛組織領域からCV黒鉛組織の遷移領域を経て球状黒鉛組織領域に移行している様子が見られる。試験片の肉厚が厚くなるほど黒鉛球状化不良領域の厚さも厚くなっている傾向が認められるが、その厚さは概ね0.5mm程度であった。

鑄物表面の球状化不良対策として、鑄型内面に耐火物の微粉を塗装する“塗型処理”による改善を試みたが、塗型の厚さを厚くすると鑄物の寸法再現性を損なうことになり、効果は限定的であったため、ガス抜きなど鑄造方案による改善を検討すべきとの結論を得た。

黒鉛の形態は鑄物の機械的性質に影響を及ぼすので、粉末RP鑄型を使用した球状黒鉛鑄鉄品の製作においては、表面の一定厚さに球状化不良が発生することを念頭に入れて鑄物の形状を設計するか、必要に応じて機械加工を施すなどして実用に供する。

### 3.3 銅合金鑄物の品質に及ぼす粉末RP鑄型材質の影響

一般的な鑄造用鑄型は、シリカを主成分とする天然砂に様々な粘結材を混練し、これを成型して用いる。一方、粉末RP鑄型の主材として配合している人工砂は、シリカ ( $\text{SiO}_2$ ) とアルミナ ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) からなるムライト ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) と呼ばれる物質が主成分である。この組成に含まれるアルミナはセラミックスに分類され、高い耐熱性を有するとともに熱伝導率は小さい。

鑄物は、鑄造後の冷却条件が異なると金属組織が変化し、鑄物の機械的性質に影響を及ぼす。したがって、鑄型の熱的特性が異なると鑄造後の冷却条件が変わり、鑄物の材質に影

響を及ぼす可能性がある。そこで、本技法を銅合金鑄物の製作に適用した場合の材質への影響を調べ、粉末RP鑄型の実用性を検討することにした。

鑄造試験は、前項の図4に示した階段状模型を用いて生型と粉末RP鑄型を製作し、銅合金溶湯 (CAC406) を鑄込み温度 $1,150^\circ\text{C}$ で鑄造した。このとき、それぞれの鑄型について、試験片肉厚6 mmの中央部で、鑄型表面および鑄型深さ3 mmと6 mmの3点に熱電対を設置して鑄造後の温度変化を計測した。鑄造した銅合金鑄物は外観観察を行うとともに中央部で切断してそれらのマクロ組織観察を観察した。また、別の試料からは図6に示す部位から引張試験片を切り出し、引張強度、伸び、ブリネル硬さを計測した。

図7に鑄造試験で得られた鑄物の外観写真を示す。図7-a)は生型を用いて鑄造した試料、図7-b)は粉末RP鑄型で鑄造した試料である。生型で鑄造した試料の表面は鑄肌が粗く、これに比べて粉末RP鑄型で鑄造した試料の鑄肌は幾分滑らかである。生型は粘結材に水分を含んでおり、鑄造時に溶湯熱でこれが蒸発して水蒸気を発生する。生型には通気性があるので、大部分の水蒸気は鑄型の外に排出されるが、鑄込ま

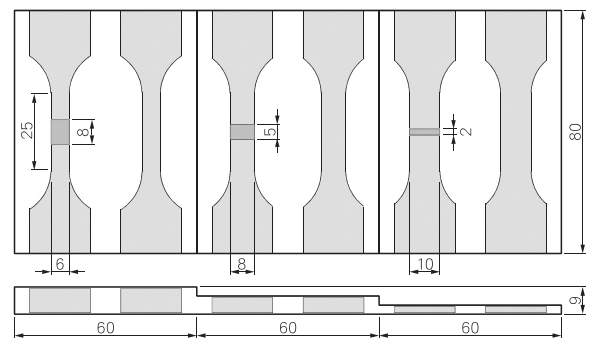


図6 引張試験片の切り出し方法



a) 生型で鑄造した試料



a) 粉末 RP 鑄型で鑄造した試料

図7 鑄造試料の外観写真

れた溶湯が鋳型に触れて凝固する際に鋳型表面近傍で水蒸気の影響を受けて鋳肌が粗くなったと推定される。一方、粉末RP鋳型に高温溶湯を鋳造したとき鋳型から硫酸化物ガスが発生することを前項の考察で述べた。粉末RP鋳型で鋳込んだ試料の鋳肌はこのガスの影響をあまり受けていないように見えるが、これは鋳込み温度が鋳鉄に比べて200℃ほど低いことや、溶湯が鋳型壁面に触れてその表面層が早々に凝固することでガスの影響が少なかったと考える。

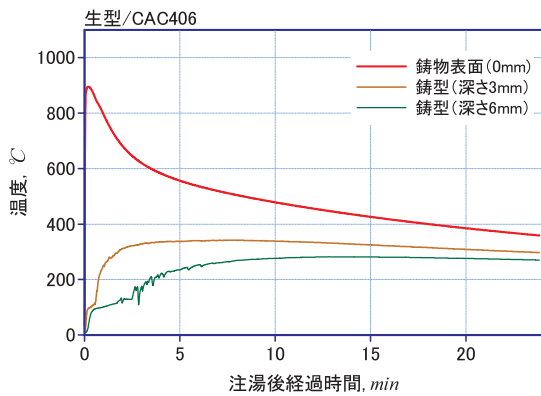
次に、鋳造時の鋳型の温度変化を図8に示す。図8-a)は生型の温度変化、図8-b)は粉末RP鋳型の温度変化を示す。両者を比較すると、鋳型表面温度で示される鋳物表面近傍の冷却過程には大きな差が見られないことが分かる。その一方で、鋳型の深さ方向に関して若干の違いが認められる。すなわち、生型の深さ3mm、6mm位置の温度は粉末RP鋳型のそれらと比較して温度上昇が少ない。特に、粉末RP鋳型の深さ3mmの測定点において温度の立ち上がりが大きく、深さ6mmの測定点においても同様に生型に比べて立ち上がり大きい。

この原因については、水分の蒸発という生型の特徴的な挙動が影響していると考えられる。図9に図8で示した鋳型温度変化から鋳造直後の時間部分を拡大して鋳型の温度変化を示す。生型の深さ3mmの部位では、鋳造後の溶湯熱で鋳型が熱せられ、粘結材に含まれる水分が蒸発して完全に乾燥す

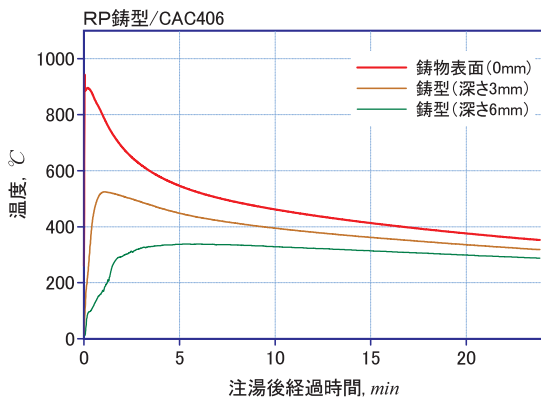
るまでの間、約35秒間にわたり温度が100℃に停滞していることが分かる。深さ6mmの部位では、さらに長時間にわたってこの挙動が継続し、約2分間100℃にとどまっている。これに対して、粉末RP鋳型は鋳型の深さ方向に溶湯熱が伝わって温度が徐々に上昇している。

これら温度計測結果をもとに鋳型の熱伝導率を推定するため、鋳造CAEを利用して伝熱解析の境界条件パラメータを変化させながら計測結果と計算結果の合わせこみを行った。当初、両鋳型の温度計測結果を比較すると粉末RP鋳型の方が熱を伝えやすいように見えた。ところが、両鋳型の温度変化を再現するためには、粉末RP鋳型の熱伝導率を生型より小さく設定しなければならないことが分かった。それは、粉末RP鋳型の3つの温度計測点間の温度差が開いており、特に深さ3mmと6mmの部位間の温度差が生型に比べて粉末RP鋳型の方が大きい、この部位の温度勾配の大きさを説明するには粉末RP鋳型の熱伝導率が生型より小さい必要があるからである。このことは、珪砂を主材とする生型に対して、セラムックス系の材料を含む人工砂を主材とする粉末RP鋳型の方が熱伝導率は小さくなると説明することもできる。

粉末RP鋳型の深さ方向の温度が鋳造後に生型より早く立ち上がったことについて、前述のとおり生型の水分が溶湯熱を受けて蒸発し、その気化熱で温度上昇が抑えられたことが原因の一つとして考えられる。加えて、先の鋳造CAEによ

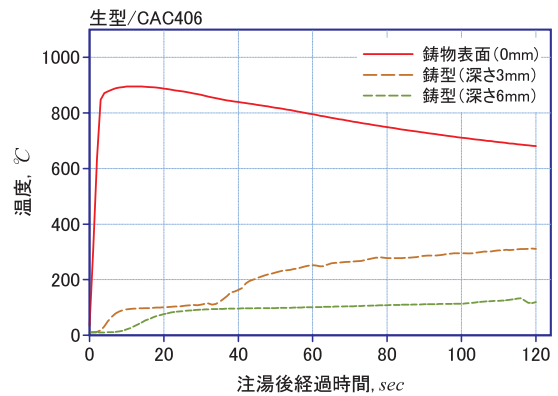


a) 生型の温度変化

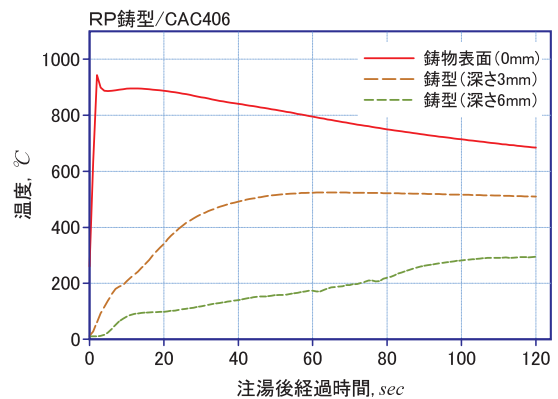


b) 粉末 RP 鋳型の温度変化

図8 鋳造後の鋳型温度計測結果



a) 生型の温度変化



b) 粉末 RP 鋳型の温度変化

図9 鋳造直後の鋳型温度変化



図10 生型と粉末RP鋳型で鋳造した銅合金鋳物のマクロ組織観察

る伝熱解析の境界条件を設定する際に、鋳物と粉末RP鋳型との間の熱伝達率を生型とのそれよりも大きく設定すると計測値の挙動に近づくことを見出した。すなわち、鋳造直後において生型は水蒸気の発生で溶湯熱が鋳型に伝わりづらくなるのに対して、粉末RP鋳型は比較的气体発生量が抑えられ、溶湯熱が鋳型へ伝わりやすい状態になったと推定される。このことは、粉末RP鋳型で製作した鋳物の鋳肌が生型で製作した鋳物表面より滑らかであったことから説明できる。

さらに、生型と粉末RP鋳型の主材を比較すると珪砂よりムライトを主成分とする人工砂の方が比熱は大きい。珪砂も人工砂も比重はあまり変わらないので、同じ熱量を受けたとき、珪砂に比較して人工砂の温度上昇は低く抑えられることになる。熱伝達において熱移動量は温度差に比例するから、生型に比較して鋳型温度が上昇しにくい粉末RP鋳型の方が溶湯の熱を鋳型に移動しやすいことになる。

以上をまとめると、粉末RP鋳型は、その熱容量が大きいこと、ガス等を介在せずに溶湯と接しやすいことから、注湯直後の鋳物と鋳型との熱伝達率が大きくなっていると考えられる。前項の鋳鉄溶湯による鋳造試験において、薄肉部でチル組織が見られたことについて、粉末RP鋳型の熱容量の大きさにより溶湯の冷却速度が大きくなり、セメントタイトが晶出しやすい条件となったと考えることができる。

粉末RP鋳型の実用性評価において、生型と粉末RP鋳型との熱的特性の違いによりどの程度鋳物の材質に影響を及ぼすかを把握しておかなければならない。鋳造した試料断面のマクロ組織を比較した写真を図10に示す。生型鋳造試料、粉末RP鋳型鋳造試料のいずれも薄肉部（肉厚  $t = 3 \text{ mm}$ ）ではほぼ中心部まで柱状晶が見られ、肉厚部（肉厚  $t = 9 \text{ mm}$ ）では表層  $1 \text{ mm}$  程度の厚さが柱状晶で中心部は等軸晶であった。写真から、生型で鋳造した試料の肉厚部等軸晶の結晶粒ははっきりと認められるが、粉末RP鋳型で鋳造した試料の同部位の結晶粒は生型のものに比べてはっきりとしていない。しかし、薄肉部および肉厚部の柱状晶の現れ方が似ていることから鋳物の機械的性質に与える影響は小さいものと推定される。

図11は、それぞれの鋳型を用いて鋳造した試料から試験片

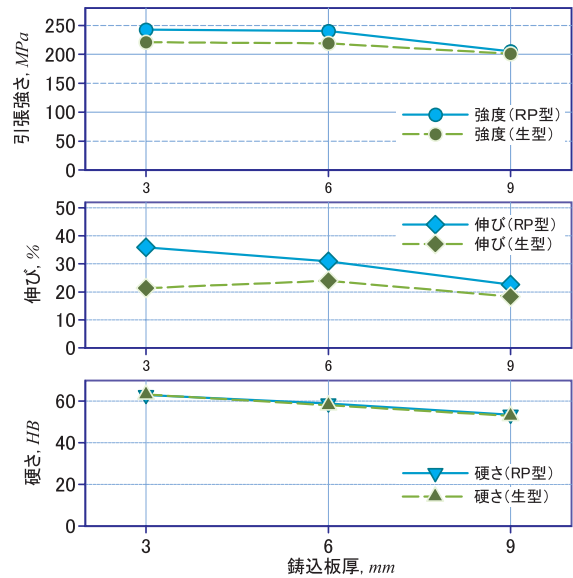


図11 試料から切り出した試験片による機械的性質の比較

を切り出して引張強度、伸び、ブリネル硬さを計測した結果をまとめたものである。引張強度は、薄肉部が少しだけ高強度になっているが、概ね  $200 \text{ MPa} \sim 250 \text{ MPa}$  の値が得られた。伸びは、薄肉側でばらつきが見られたが、いずれも概ね  $20\%$  以上の伸びが得られた。これらの値は、いずれも JIS 規格 (JIS H 5120) の規定値である引張強度  $195 \text{ MPa}$ 、伸び  $15\%$  を超えていた<sup>10)</sup>。鋳造した銅合金材料 (CAC406) に関してブリネル硬さの JIS 規定値はないが、概ね  $\text{HB}50 \sim 60$  の値が得られており、ブリネル硬さについては鋳型の違いによる差異は認められなかった。引張強度、伸び、ブリネル硬さに関して、いずれも薄肉部の方が高い値を示している。これは、鋳造後の冷却速度が大きいと結晶粒が微細化するので、これが機械的性質に影響を及ぼしたものと考える。先にも述べたように粉末RP鋳型は熱容量が大きいので、鋳造後の初期段階で鋳物を急冷させる効果があると考えられるが、特に薄肉部で粉末RP鋳型により鋳造した鋳物の強度および伸びが生型鋳造品よりも高い値を示したのも、その効果が結晶の微細化に影響したことによるものと考えられる。



### 3.4 粉末RP鋳型を用いた銅合金鋳物の試作実験

鋳鉄および銅合金を粉末RP鋳型に鋳込む際、従来の鋳型との差異に関する情報を得るための鋳造実験を行った結果、球状黒鉛鋳鉄を鋳込んだときに鋳物表面近傍の組織への影響はあるものの、鋳鉄および銅合金鋳物の試作鋳造において概ね実用に供して大きな問題がないことを確かめた。そこで、上下水道用配管製品に使用される銅合金部品の中から試作対象を選び、粉末RP鋳型を実際の鋳物製作へ適用した。

上下水道用バルブの銅合金鋳物部品を製作するための粉末RP鋳型の外観写真を図12に示す。鋳物は、長手方向が約80mm、高さ約50mm、幅が約35mmの寸法を有する青銅製バルブボディである。弁の入口と出口で内径が若干異なるが、 $\phi 15\text{mm}$ ～ $\phi 18\text{mm}$ の流路に弁の開閉機構を設けた形状であり、内部流路部分には中子を設置する。

試作した青銅鋳物の外観を図13に示す。外観検査では特にガス欠陥や外引け等の欠陥も見られず、ほぼ健全な鋳物を得ることができた。鋳造方案は、写真に示すようにバルブ流路の入出力面の一部にセキを設け、特にガス抜きや揚がりやを設けなかった。鋳造の際、粉末RP鋳型を乾燥砂でバックアップしたが、鋳造時に鋳型内部で発生したガスは、主型の合わせ面や中子の幅木部分から外に排出されたものと考えられる。

次に、内部構造が少し複雑な鋳物の試作を行った。試作に用いた粉末RP鋳型の外観を図14に示す。鋳物の肉厚は概ね5mm程度である。鋳物の内部構造は少々複雑で、図14-a)に示すように主型の中に中子が2つ設置される。鋳造後、鋳

型が銅合金溶湯で満たされると、これらの中子は周囲を溶湯で囲まれてしまうため、相当の耐熱性と強度が要求される。図14-b)は粉末RP鋳型を組み立てた後の外観である。溶湯の注ぎ口となる湯口は、鋳物の肉厚を考慮して溶湯を素早く満たすように大きい寸法とした。鋳型の製品部分の上部に4つの円筒状の付加形状が見られるが、これらは鋳型内部で発生したガス等を効率よく鋳型外へ排出するための“揚がり”と呼ばれる鋳造方案である。

この鋳型を生型でバックアップし、銅合金溶湯を鋳造した。図15の写真は鋳造時の様子を撮影したものであるが、銅合金溶湯の注湯と同時に揚がりから勢よくガスが噴出しているのが見える。鋳造後の型ばらしと砂落としした後の鋳物の写真を図16に示す。鋳物の上部には鋳造時に噴出したガスによると思われるブローホール欠陥が見られた。

これまでの試験から得た知見により、鋳型から噴出するガス成分として粉末RP鋳型の粘結材に配合した速硬性セメントに含まれる石膏成分が熱分解して排出されるであろうと想定していたが、噴出の勢いからして、石膏の熱分解ガス以外にセメントの水和硬化を担っている水分の蒸発や中子の空間に存在していた空気が溶湯で熱せられて急膨張して噴出したことなどが考えられる。

その後の試験で、使用する中子を粉末RP鋳型で製作した

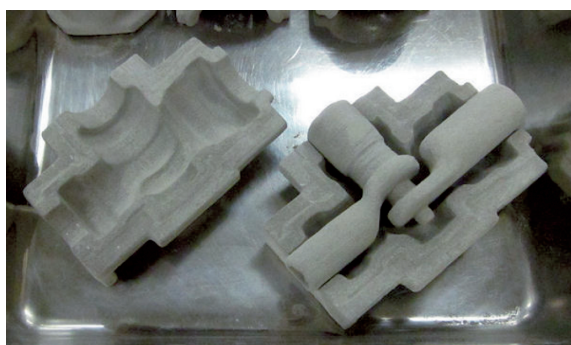


図12 銅合金鋳物試作用粉末RP鋳型の外観

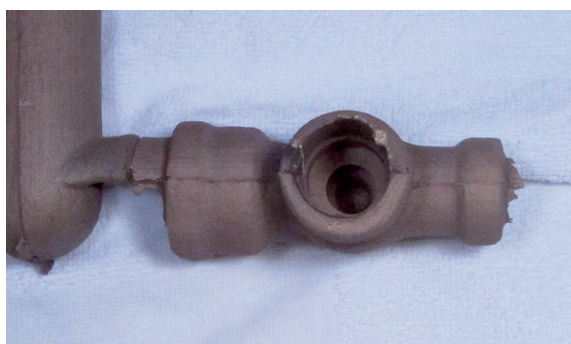
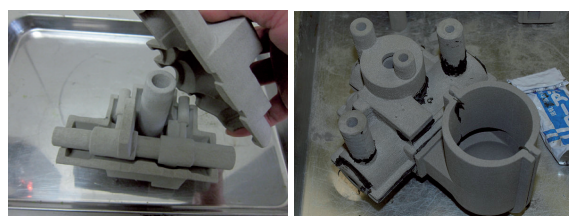


図13 試作した銅合金鋳物の外観写真



a) 鋳型の内部構造 b) 組立て後の外観

図14 銅合金鋳物試作用粉末RP鋳型の外観



図15 銅合金鋳造試験の様子

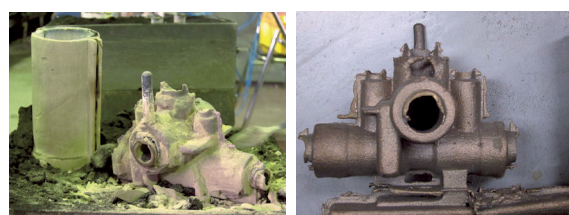


図16 試作した銅合金鋳物の外観写真



中子の代わりに現行使用しているシェル中子を用いた場合にガス欠陥の改善が見られた。シェル鑄型とは鑄物砂にフェノール樹脂をコーティングした材料を用い、これを金型で焼き固めて製作する鑄型や中子をいう。試験に用いた中子形状および寸法から、中子は中実（内部に空間がなく詰まったもの）となるので、中子内部にはほとんど空気を含まない。また、シェル鑄型・中子は通気性がよいので、フェノール樹脂の燃焼ガスや少々空気の膨張があってもこれらのガスは効率よく鑄型の外に排出される。シェル中子を用いることでガス欠陥が抑えられたことから、中子の空間部分に存在した空気の膨張によって鑄型内に大量のガスが発生したことがガス噴出の原因の一つであることが分かった。

一方、粉末RP鑄型の粘結材に含まれる水分の蒸発の影響については、別に試験用鑄型を製作して実験を行った。

### 3.5 鑄型含有水分と乾燥処理の効果<sup>11)</sup>

粉末RP鑄型の粘結材に含有する水分が、鑄造時の溶湯熱を受けて蒸発することを想定し、鑄型内に発生する水蒸気が鑄物へ与える影響について調べた。実験に用いた供試材は、粉末RP成形で製作した中子によるガス発生の影響を考慮し、図17に示すように中空部の大きい鑄物形状とし、これを製作するために図18に示す粉末RP鑄型と中子を用意した。

鑄造試験に先立って、粉末RP鑄型に含有する水分を蒸発させるための乾燥条件を知るための試験を行った。乾燥試験

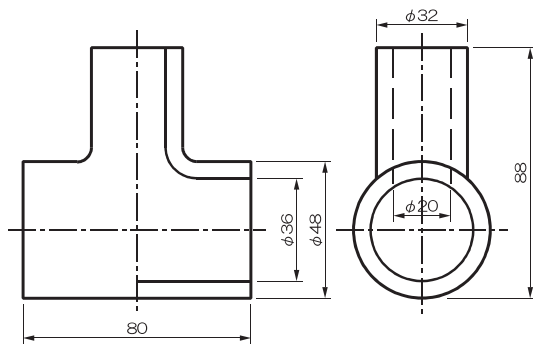


図17 供試材の形状と寸法

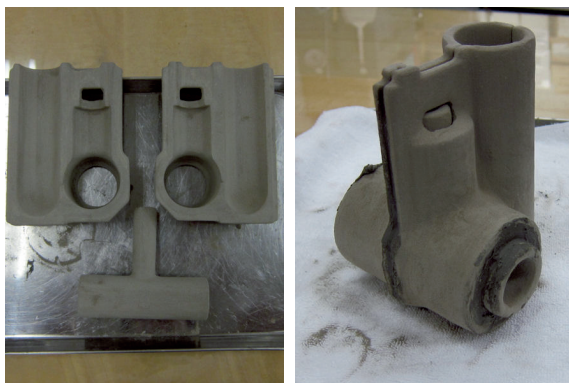


図18 試験用粉末RP鑄型

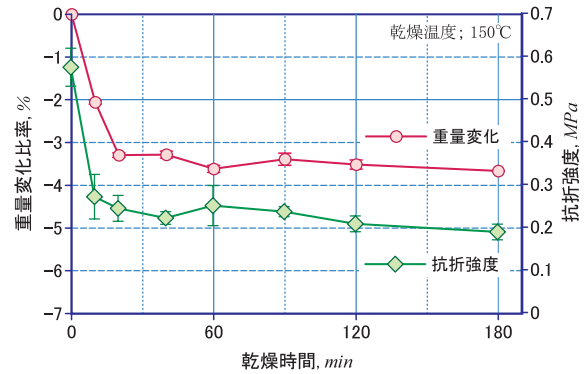


図19 粉末RP鑄型の乾燥と強度変化

は、板厚 6 mm の板状試験片を製作し、形状および重量を計測した後、これを150°Cのオーブンで所定の時間乾燥させ、その重量減量を計測して乾燥によって蒸発した水分量を推定した。また、重量計測後の試料を用いて抗折試験を行い、成形体強度の変化を調べた。

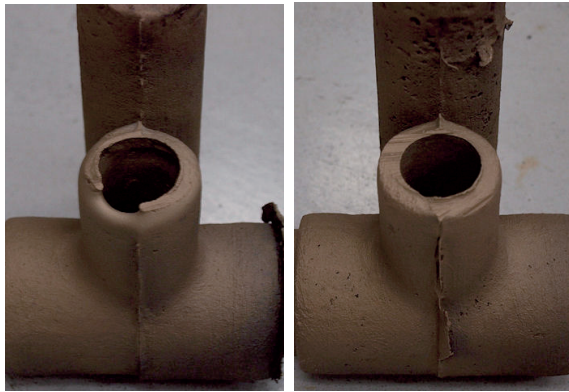
実験の結果を図19に示す。乾燥による重量減量の変化をみると、鑄型内含有水分は乾燥処理後直ちに蒸発し、約30分間の乾燥で約3.5wt%の水分が蒸発することが分かった。粉末RP鑄型は、通気性の観点から概ね肉厚 6 mm で製作することになっているが、150°Cで30分から1時間程度の乾燥条件で粉末RP鑄型の乾燥処理がほぼ完了することが分かった。

前報までに粉末RP鑄型の成形時にインクジェットノズルから吹き付けられる水性硬化剤の量について、成形体重量比で 5 wt%程度となることを明らかにした<sup>8)12)</sup>。粉末RP鑄型の強熱減量試験 (IgLoss/1,000°C, 1時間)を行ったところ、約6.3wt%の減量を得たが、これには水分の蒸発以外に水性硬化剤に配合した有機材料やその他の揮発分も含まれているので、粉末RP鑄型に含有する水分としては 5 wt%程度の割合というは妥当なところと考える。

この試験結果から、150°Cの乾燥温度において1時間以上の乾燥を行っても粉末RP鑄型に含有する水分の3.5wt%分のみの蒸発にとどまることを示している。したがって、150°Cで乾燥した後の粉末RP鑄型には 2 wt%に満たない水分がとどまり、これが成形体強度の維持に寄与していると考えられる。

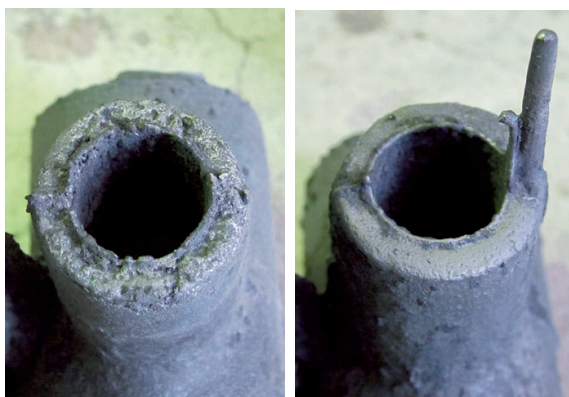
乾燥後の成形体抗折強度の計測結果をみると、水分の蒸発に伴って抗折強度が低下する傾向が認められ、1時間以上乾燥した試料の抗折強度は約0.2MPaとなった。特に乾燥直後10分以内に抗折強度は急激に低下することが分かった。これらの結果から、粉末RP鑄型の水分含有量と抗折強度との間には強い相関関係があり、150°Cで十分乾燥した粉末RP鑄型にも若干の水分がとどまり、成形体の形状を維持しているとの知見を得た。

成形して水分を含有する粉末RP鑄型と、150°Cで1時間の乾燥処理をして含有水分を減少させた粉末RP鑄型を用いて、銅合金 (CAC406) および鑄鉄溶湯 (FCD450) を鑄造し、ガス欠陥防止の効果を確かめた。



a) 鋳型乾燥なし      b) 鋳型乾燥あり

図20 銅合金鋳物における鋳型乾燥の効果



a) 鋳型乾燥なし      b) 鋳型乾燥あり

図21 鋳鉄鋳物における鋳型乾燥の効果

粉末RP鋳型を用いて銅合金を鋳造して得られた鋳物の外観を図20に、同様にして得られた鋳鉄鋳物の外観を図21に示す。

水分を含有する粉末RP鋳型を用いて製作した鋳物を観察すると、銅合金鋳物では上部にブローホール欠陥が見られ、鋳鉄鋳物では、ガスによると思われる細かな凹凸が見られた。一方、乾燥処理をした粉末RP鋳型で製作した鋳物ではこれらの欠陥が見られず、鋳型乾燥処理のガス欠陥防止効果を確認することが出来た。

乾燥処理した粉末RP鋳型の抗折強度が0.2MPa程度になると少しの力で成形体が崩壊してしまい、鋳型のハンドリングに注意を要した。また、鋳造時に主型を乾燥砂等でバックアップする際、砂の外圧で鋳型を破損する例や、中子の強度不足により、鋳造時に溶湯の浮力を受けて中子が崩壊してしまう事例などが見られた。

本技法の実用化の観点から、今後、鋳型の乾燥と強度維持を両立させる技術の開発が必要である。

## 6. まとめ

無機粉末RP技法によって製作した鋳型・中子を用いる鋳造プロセスの実用性を向上させる観点から、これまでの知見を

整理するとともに、従来使用していた鋳型を粉末RP鋳型に代えたときに想定される鋳物材質への影響や鋳型内で発生するガス等への対応策を検討した。

鋳型の違いによる鋳物材質への影響について、球状黒鉛鋳鉄品のごく表面近傍の球状化不良が認められた以外は、鋳鉄鋳物、銅合金鋳物ともに大きな問題は認められなかった。複雑な中子構造を持つ鋳物への適用においては中子内部の空間に存在する空気の膨張に配慮した鋳造方案をとるとともに、乾燥処理によって鋳型に含有する水分を減らすことで改善できた。

ただし、鋳型の乾燥によって強度が低下する傾向があるので、今後は粉末RP鋳型が低水分で強度を得るための技術開発を進めることでさらに本技法の実用性を高めていきたい。

## 参考文献

- 1) 戸羽 篤也；「RP技術を利用した鋳物製造プロセス」、日本鋳造工学会北海道支部会報No.132 (2006.6).
- 2) 戸羽 篤也, 安田 星季, 岩越 睦郎；「迅速型成形技術を利用した鋳物製造プロセス」、北海道立工業試験場報告 No.305 (2006.8).
- 3) 戸羽 篤也, 安田 星季, 和田 晴司, 清水 一道, 桃野 正, 津村 治, 沖野美佐男；「粉末RP成形体を利用した鋳物づくり」、日本鋳造工学会第149回全国講演大会講演概要集 (2006.10).
- 4) 丸谷 洋二, 早野 誠治, 今中 暎；「積層造形技術資料集」、オプトロニクス社 (2002.10)
- 5) 戸羽 篤也；「粉末RP鋳型による超迅速鋳物づくり技術の開発」、外部資金活用研究(平成19年度シーズ発掘試験研究)報告書 (2008.3).
- 6) 戸羽 篤也, 稲野 浩行, 平野 繁樹, 上野 慶典；「鋳鉄鋳物製作のための高耐熱性RP粉末」、北海道立工業試験場報告No.308 (2009.8).
- 7) 戸羽 篤也, 稲野 浩行, 平野 繁樹；「インクジェット式粉末RP鋳型を利用した鋳鉄鋳物の製造」、日本鋳造工学会第155回全国講演大会講演概要集 (2009.10).
- 8) 戸羽 篤也, 稲野 浩行, 平野 繁樹；「粉末積層成形型による鋳鉄鋳物の迅速鋳造プロセス」、北海道立工業試験場報告No.309 (2010.8).
- 9) 鄭 想勲, 中江 秀雄；「鋳鉄における球状黒鉛の生成機構」、早稲田大学大学院論文集 (2006.3)
- 10) 日本規格協会；「JISハンドブック」、日本規格協会 (2010.1)
- 11) 戸羽 篤也, 稲野 浩行, 平野 繁樹；「無機粉末RP鋳型による鋳物製造におけるガス欠陥対策」、日本鋳造工学会第159回全国講演大会講演概要集 (2011.10).
- 12) 戸羽 篤也, 井家 勝八, 井家 洋；「小ロット鋳鉄・鋳鋼品製造のためのRP造形法による迅速鋳型製造技術」、北海道立工業試験場平成21年度受託研究報告書 (2010.3)

# 溶湯熱を利用したアルミ合金鋳物の複合化

戸羽 篤也, 高橋 英徳, 片山 直樹

## Hybridization Process using Heat of Melt Aluminum Alloy

Atsuya TOBA, Hidenori TAKAHASHI, Naoki KATAYAMA

### 抄 録

無電解ニッケルめっき処理後に熱処理を施すことによって高硬度皮膜が形成できる技術に着目し、アルミ合金鋳物の耐摩耗性を要する部位に低コストで高硬度皮膜を付与する鋳ぐみ複合化技法の可能性を検討した。

予め無電解ニッケルめっきを施した純アルミ基板をアルミ合金溶湯で鋳ぐむ試験の結果、鋳型を予熱して温度を高めた金型に溶湯温度を低く抑えて鋳込むことにより、鋳物との良好な接合と、硬い表面皮膜が得られることを確認した。

**キーワード**：アルミ合金鋳物, 無電解ニッケルめっき, 複合化

### Abstract

We focused on the hard layer formed by heat-treatment after electroless nickel plating and examined possibilities of the low-cost hybridizing process to sections that required wear resistance of the aluminum alloy castings.

We have examined the casting process that combines the aluminum alloy castings with the aluminum base-plate which has the electroless nickel plating layer. As a result, it is revealed that adequate combined condition is elucidated between the aluminum base-plate and aluminum alloy castings, and the surface layer of the electroless nickel plating is hardened, when the molds are pre-heated and the temperature of the molten metal is moderate.

**KEY-WORDS** : Aluminum alloy castings, Electroless nickel plating, Hybridization

## 1. はじめに

アルミ合金鋳物は、比重が比較的小さく軽量化が可能なこと、融点が比較的低いことから製作に要するエネルギーが小さく、金型を用いた量産が可能なこと、さらにリサイクル性に富み地球環境負荷が小さい材料であることなど多くの優位性をもつ。一方、鉄鋼材料等に比較して引張強度などの機械的性質や表面硬さが小さいなどの機能性に劣る。

アルミ合金の優位性を活かしつつ、要求される部位に機能性を付与するための複合化技術が有効である。アルミ合金製品の表面硬さを向上させる方法として、無電解ニッケルめっきを施し、これを熱処理することで硬い皮膜を形成する技法

が知られている。そこで、表面硬さが要求される部位に予め無電解ニッケルめっきを施した基板を鋳型内に設置し、これにアルミ合金を鋳込むことで鋳物とその基板を接合すると同時に無電解ニッケルめっき皮膜の熱処理を行う鋳ぐみ複合化技術の可能性を検討した。

## 2. 研究の目的

### 2.1 無電解ニッケルめっきの熱処理と表面硬さ

無電解ニッケルめっき（以下「Ni-Pめっき」という）は、耐食性、耐摩耗性に優れていることに加えて、化学的な析出反応により被加工表面に一樣の厚さでめっき皮膜が形成され

事業名：経常研究

課題名：アルミ合金鋳物の溶湯熱を利用した低コスト複合化技術の開発（平成22～23年度）



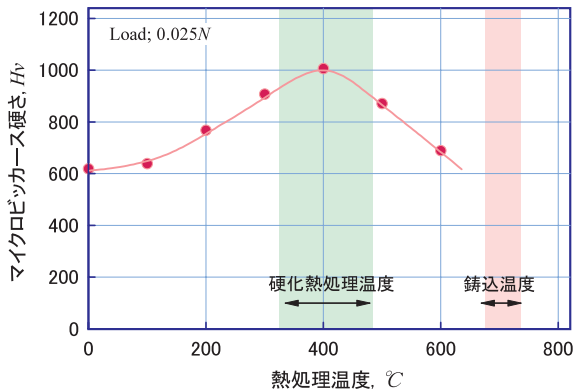


図1 無電解Ni-Pめっき皮膜の熱処理温度と表面硬さ

る。この特徴により、Ni-Pめっきをアルミ合金製機械部品などに施すことでその寸法精度を損なうことなく表面に硬い機能的皮膜を形成することができる<sup>1,2)</sup>。

7～10%程度のリンを含有するNi-Pめっき皮膜の硬さはおよそHv600程度であるが、めっき後に熱処理を加えることで、さらにその硬さを増大できることが知られている。このときの熱処理温度と皮膜硬さの関係について、図1にその一例を示す<sup>3)</sup>。熱処理温度を上昇させると皮膜硬さが増加し、400°Cで約1時間の熱処理を施すことで組織が結晶化して皮膜硬さはHv1,000程度まで上昇する。しかしながら、さらに熱処理温度を上昇させると、今度は逆に皮膜の硬さは減少し、熱処理温度が600°Cになると、もとのNi-Pめっきを施したときと同等のHv600程度まで硬さが低下する<sup>4)</sup>。したがって、Ni-Pめっきの硬い皮膜を得るには、熱処理温度の管理が重要となる。

## 2.2 アルミ溶湯熱を利用した熱処理条件

本研究の目的は、アルミ鋳物とNi-Pめっき皮膜との複合化において、鋳ぐるみ時の溶湯熱を利用してNi-Pめっきの結晶化熱処理をすることである。前述のとおり、Ni-P皮膜の硬さは熱処理温度が高すぎると低下するという特性がある。

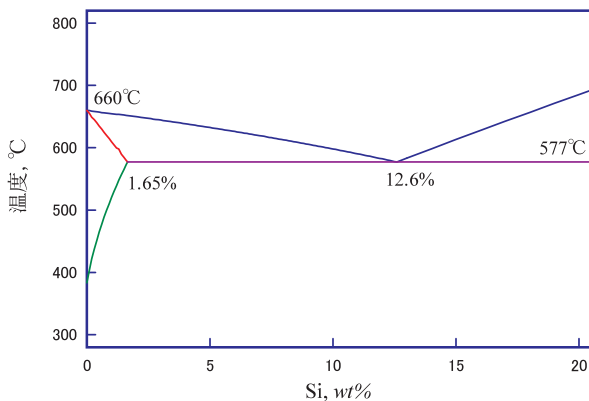


図2 Al-Si平衡状態図

Al-Si平衡状態図<sup>5)</sup>を図2に示す。共晶温度が577°Cであることから、アルミ合金鋳物の注湯温度は最も融点の低い共晶組成の合金でも注湯温度は600°Cを超える。アルミ鋳物用合金として、最も広く使用されるAC4CはSiを7wt%程度配合しており、一般に液相線温度から100°C程度高い720°C前後で注湯する。この温度は図1で「鋳込温度」として示した温度範囲となり、この温度で加熱するとめっき皮膜はHv600以下に低下することになる。

一般にNi-Pめっきの熱処理は400°Cで約1時間の処理が行われる。これに対し、鋳ぐるみによる複合化プロセスは、溶湯が鋳込み直後から鋳型への伝熱によって急速に冷却されるため、一般のNi-Pめっきの熱処理条件とは異なる。

そこで、鋳ぐるみ時の溶湯熱によるNi-Pめっき皮膜硬化の可能性を確かめるため、熱処理条件とNi-Pめっき皮膜の硬さとの関係を計測することにした。

## 3. Ni-Pめっき皮膜の硬さに及ぼす熱処理条件の影響

### 3.1 実験方法

試験に供した試料は、板厚1mmの純アルミニウム板（以下、「純アルミ母材」という）の片面をマスキングし、他方の面に約100 $\mu$ mの厚さでNi-Pめっきを施し、この試料から一辺がおよそ30mmの矩形小片を切り出して用いた。

試験は、予め所定の温度に昇温した電気炉内に供試材を投入し、所定の時間保持した後に炉外で空冷し、その中央部を切断して樹脂に埋め込み、断面を研磨してからめっき皮膜断面の硬さをマイクロビッカース硬さ計で計測した。

熱処理条件は、間口、高さ、奥行きがそれぞれ300mmの容積をもつ電気炉内を350°Cから700°Cまで50°C間隔で8水準の温度に設定した。一方、試料の炉内への投入から再び炉外に取り出すまでの時間は30秒、60秒、90秒、120秒および240秒の5水準を設定し、これら熱処理温度と熱処理時間との組み合わせによって熱処理条件とした。

### 3.2 実験結果

電気炉により熱処理条件を変えた時のNi-Pめっき皮膜の硬さ計測結果を図3に示す。図3-a)に、加熱温度350°Cで試験したときの加熱保持時間の違いによるNi-Pめっき皮膜の硬さの変化を示す。240秒以上の加熱保持時間を経過してもNi-Pめっき皮膜の硬さに大きな変化は認められず、ほぼ当初のめっき硬さであるHv600程度のままであった。併せて、純アルミ母材の硬さを計測したところ、加熱時間に関わりなく当初の硬さHv60前後の硬さを示した。

図3-b)に、温度を400°Cとしたときの加熱保持時間の違いによるNi-Pめっき皮膜の硬さの変化を示す。電気炉内へ投入した当初から90秒経過するまでNi-Pめっき皮膜の硬化は認められなかったが、120秒加熱保持した試料のNi-Pめ



き皮膜の硬さは最大でHv951まで急激に上昇した。併せて、純アルミ母材の硬さを計測したところ、350℃での熱処理条件と同じく熱処理の加熱保持時間によって変化は見られなかった。

図3-c)に、温度を450℃としたときの加熱保持時間の違いによるNi-Pめっき皮膜の硬さの変化を示す。電気炉内投

入後30秒経過するまではNi-Pめっき皮膜の硬化が緩やかであるが、その後の加熱保持時間の経過とともにNi-Pめっき皮膜の硬さが上昇し、60秒経過したときにその硬さがHv947程度に達した。その後は、保持時間を経過してもNi-Pめっき皮膜の大きな硬さ上昇は見られなかった。

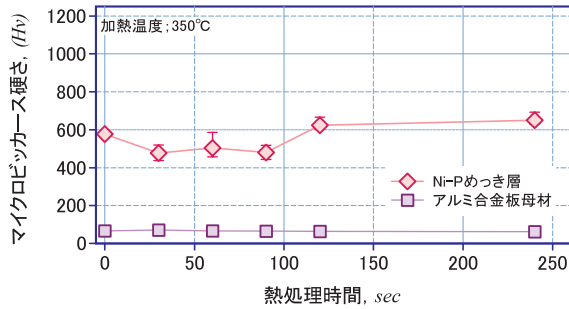


図 3-a) 加熱保持温度 350℃

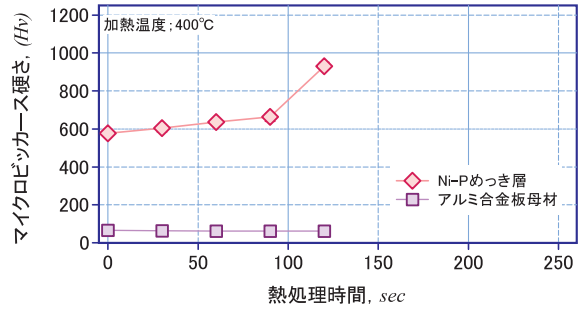


図 3-b) 加熱保持温度 400℃

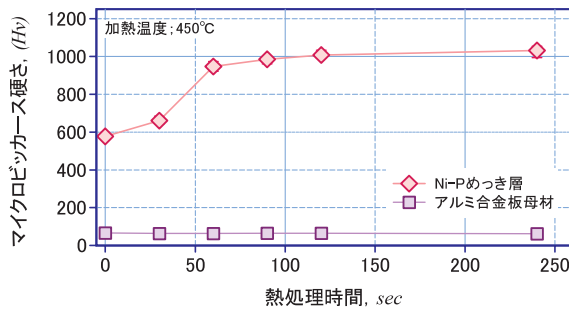


図 3-c) 加熱保持温度 450℃

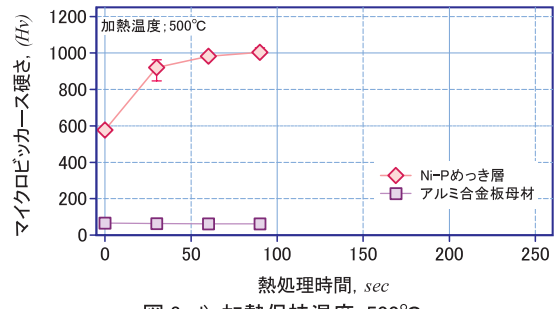


図 3-d) 加熱保持温度 500℃

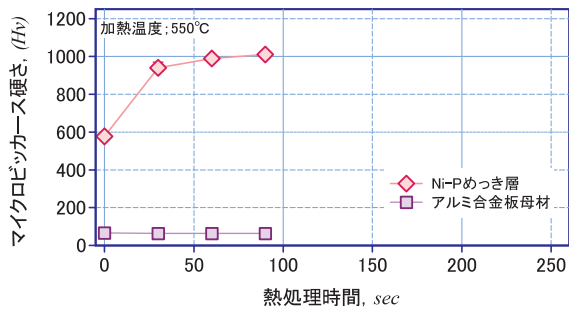


図 3-e) 加熱保持温度 550℃

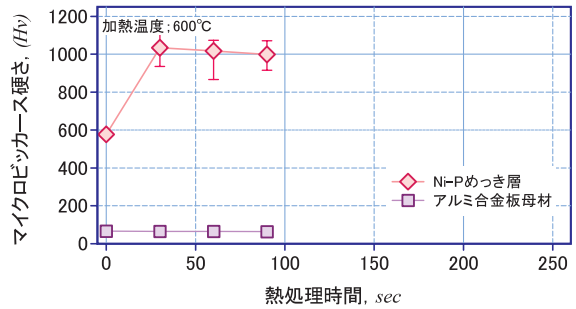


図 3-f) 加熱保持温度 600℃

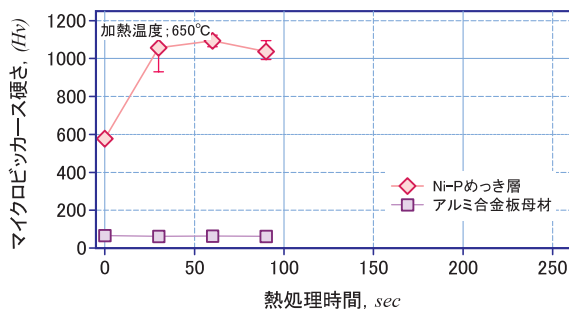


図 3-g) 加熱保持温度 650℃

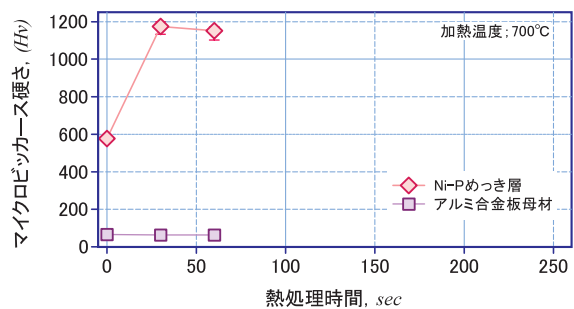


図 3-h) 加熱保持温度 700℃

図 3 種々の加熱保持温度における熱処理時間とマイクロピッカース硬さとの関係

純アルミ母材の加熱保持時間に伴う硬さ上昇は、前出の熱処理条件の場合と同様に変化が見られなかったため、以下の説明では母材の硬さ計測結果については割愛する。

図3-d)に、温度を500℃としたときの加熱保持時間の違いによるNi-Pめっき皮膜の硬さの変化を示す。電気炉内投入後ただちにNi-Pめっき皮膜の硬化が進行し、30秒経過した時点でHv920前後の硬さが計測された。その後60秒後にHv980を超え、90秒後にはHv1,000に達した。

図3-e)に、温度を550℃としたときの加熱保持時間の違いによるNi-Pめっき皮膜の硬さの変化を示す。電気炉内に投入後ただちにNi-Pめっき皮膜の硬化が始まり、約60秒経過して皮膜の硬さがHv1,000程度まで上昇し、電気炉の温度が500℃の試験結果と極めて似た挙動を示した。

図3-f)に、温度を600℃としたときの加熱保持時間の違いによるNi-Pめっき皮膜の硬さの変化を示す。電気炉内投入後、Ni-Pめっき皮膜の硬化が直ちに始まり、30秒経過後には最大Hv1,120に達した後は、保温時間が長くなるに連れて徐々に低下する傾向が認められた。90秒後のNi-Pめっき皮膜の硬さは約Hv1,000であり、500℃で90秒間熱処理した場合の硬さとほぼ同一水準である。

図3-g)に、温度を650℃としたときの加熱保持時間の違いによるNi-Pめっき皮膜の硬さの変化を示す。電気炉の温度を600℃としたときと同様に、試料を電気炉内投入後、Ni-Pめっき皮膜の硬化が直ちに始まり、30秒経過後にはHv1,056、60秒経過後にはさらに硬化してHv1,090に達した。さらに温度を保持すると、90秒後にはNi-Pめっき皮膜の硬さは若干低下してHv1,043程度の硬さとなった。

図3-h)に、温度を700℃としたときの加熱保持時間の違いによるNi-Pめっき皮膜の硬さの変化を示す。電気炉投入後、急激に硬化が進行し、30秒経過後には最大Hv1,200に達する試料も見られた。その後は硬さが低下する傾向が認められた。

### 3.3 鑄ぐるみ時の加熱制御手法に関する考察

電気炉を用いたNi-Pめっき皮膜の熱処理条件と硬さ変化に関する試験の結果をまとめると、以下のとおりである。

- 加熱処理温度が350℃のとき、処理時間が240秒を超えてもNi-Pめっき皮膜の硬さに顕著な硬化は認められない。
- 加熱処理温度が400℃～450℃のとき、加熱後少し時間が経過した後にNi-Pめっき皮膜の硬化が始まり、硬さがHv1,000程度に達した後、時間の経過とともに若干の硬さ増加が認められた。
- 加熱処理温度が500℃以上のとき、加熱直後からNi-Pめっき皮膜の硬化が始まり、加熱温度が高いほど最大硬さの値も高い傾向が認められた。

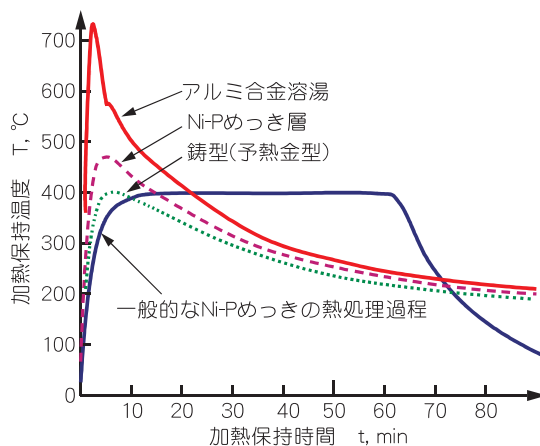


図4 鑄ぐるみ時の熱履歴曲線（模式図）

- 加熱処理温度が600℃以上のとき、加熱処理後30秒程度で最大硬さに達した後は、加熱保持時間の経過に伴ってNi-Pめっき皮膜の硬さが低下する傾向が認められた。

以上の結果から、加熱温度が600℃以上で30秒以上加熱処理すると、過熱によるNi-Pめっき皮膜の硬さ低下が生じるとの知見を得た。このことは、熱処理温度が400℃を超える過熱状態となっても保持時間が短時間であれば高い硬さを保ったままのNi-Pめっき皮膜が得られることを意味しており、鑄ぐるみ時の溶湯熱でNi-Pめっき皮膜の硬化熱処理プロセスの可能性が見いだせた。

図4は、鑄ぐるみによるNi-Pめっき皮膜硬化の熱処理条件について、アルミ合金注湯後の溶湯温度、鑄型温度およびNi-Pめっき皮膜の温度変化を模式的に示したものである。図中に太い実線で示した曲線は、一般的なNi-Pめっきの硬化熱処理に用いられる条件である400℃で概ね1時間の加熱保持する過程を示している。これに対し、鑄ぐるみでは注湯された溶湯が鑄型を介して冷却される過程の中で、同図に示す3本の冷却曲線の様にアルミ合金溶湯、鑄型（金型）および純アルミ母材に施されたNi-Pめっき層がそれぞれの温度差を保ちながら温度変化をたどる。

今回の実験で、加熱温度が400℃を下回ると、鑄ぐるみプロセスにおけるNi-Pめっき皮膜の硬化熱処理には余り効果を及ぼさないことが分かった。したがって、図4の破線で示したNi-Pめっき皮膜の冷却曲線において、その部位の温度が400℃を超える範囲に相当する経過時間がNi-Pめっき皮膜の硬化熱処理の有効時間になると考えられる。

そこで、鑄ぐるみによる複合化試験の実験方法を計画するにあたり、鑄造CAEシステムを利用して鑄造後の鑄物と鑄型の温度変化を試算した。

図5は、鑄物の肉厚と鑄型の予熱温度を変えて凝固解析を行った結果から得た鑄造後の鑄物と鑄型表面の冷却曲線である。解析に用いた境界条件として、鑄物は鑄造用アルミ合金

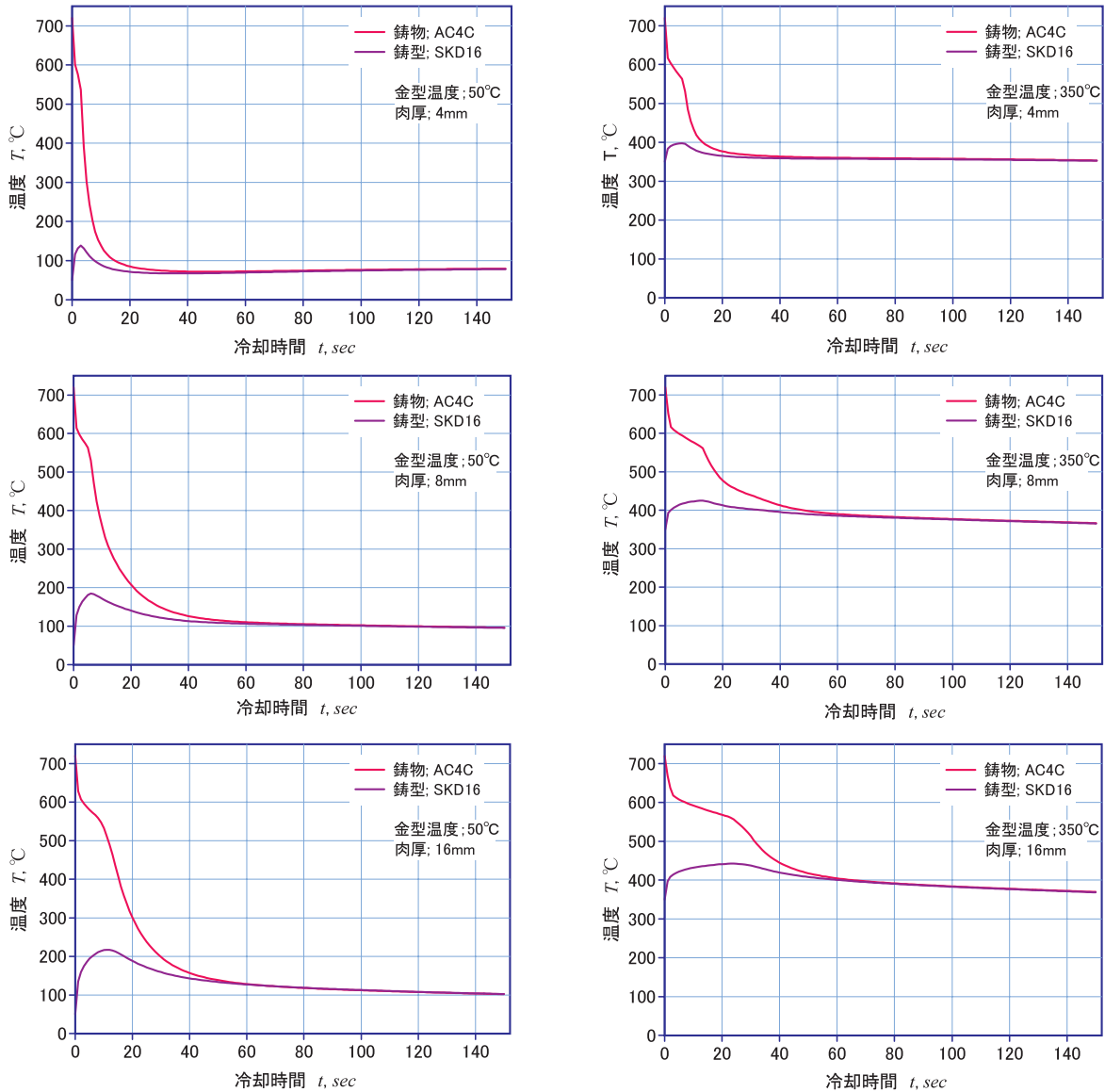


図5 鋳造CAEによる鋳ぐるみ後の冷却シミュレーション例

として広く用いられているAC4Cの物性値を用いた。一方、鋳型は金型とし、SKD16の物性値を用いた。本来、この解析の目的はNi-Pめっき皮膜および純アルミ母材の温度変化を推定することであるが、数値解析の重要な境界条件である熱伝達係数が得られていないため、ここでは目的を大まかな有効熱処理時間の制御に関する可能性を検証することとし、母材およびめっき皮膜の温度変化は金型表面温度の温度変化から推定することとした。

図5の上段から鋳物肉厚を4mm、8mm、16mmとして鋳物の熱容量を変化させ、金型の予熱温度は50°Cと350°Cの2水準とした。

解析結果は、鋳物の熱容量が大きくなると冷却速度が小さくなるため冷却過程における温度変化が緩やかになることを示しており、鋳造後に溶湯が凝固して金型温度付近まで冷却されるのに要する時間は鋳物の肉厚とともに変化し、肉厚4

mmで約20秒、8mmで約40秒、16mmで約60秒となった。鋳ぐるみ複合化における有効熱処理時間は、最大でもこれらの値となるが、解析結果から推測すると肉厚6mm程度の鋳物でも30秒間程度の有効熱処理時間が得られる可能性があることを確認した。

また、熱処理温度は金型の予熱温度に大きく影響を受け、50°Cの金型に鋳込んだ場合は最大加熱温度が400°Cに達することなくその後冷却が進むのに対して、金型を350°Cに予熱した場合は、複合化基板の温度が400°Cを超える領域が得られることを示した。

以上の解析結果から、鋳ぐるみ複合化におけるNi-Pめっき皮膜の有効熱処理時間は、主に冷却速度とこの部位の最高到達温度に支配され、鋳物と鋳型の重量（熱容量）が決まれば、アルミ合金を鋳込む際の注湯温度と鋳型の予熱温度によって制御できる見通しが得られた。

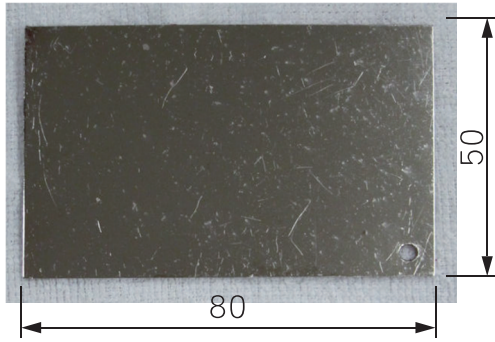


図6 実験に供した铸ぐるみ複合化試料

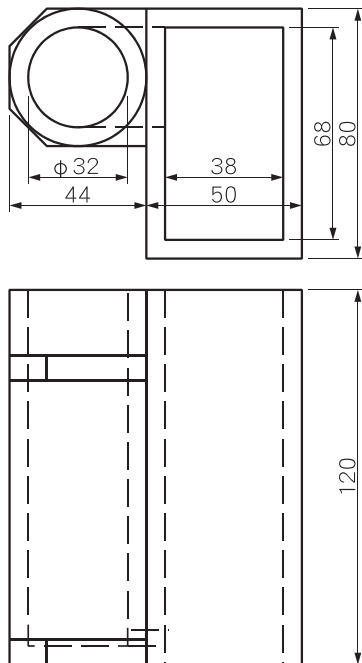


図7 実験に用いた铸型の形状・寸法

#### 4. アルミ铸物の铸ぐるみ複合化試験

##### 4.1 実験方法

铸ぐるみによるアルミ铸物のNi-Pめっきの熱処理硬化処理による複合化の可能性を確認したので、Ni-Pめっきを施した純アルミ母材を設置した铸型にアルミ合金溶湯を铸造し、その品質を評価した。

実験に用いた複合化試料は、縦80mm×横50mm×板厚0.8mmの純アルミ母材の片面をフロンマスクでマスキングし、他方の表面に皮膜厚さ0.03mm (30 $\mu$ m) となるように一連のNi-Pめっき処理を施した。その後、フロンマスクを除去し、接合性に悪影響がないようにマスク除去面をアセトンで脱脂処理して実験に供した。複合化試料の外観を図6に示す。

実験に用いた铸型は、図7に示す形状および寸法の砂型を粉末RP铸型法<sup>6,7)</sup>により製作し、底面の窓の空いた部位に複合化試料をめっき処理面が外側に向くように取り付け、この面を下向きにして金型に見立てた鉄製基板の上に静置した

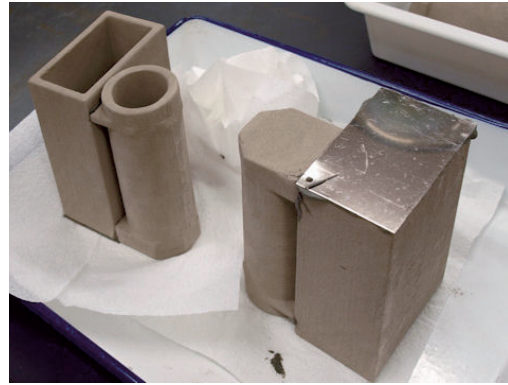


図8 粉末RP铸型とこれに取付けた複合化試料

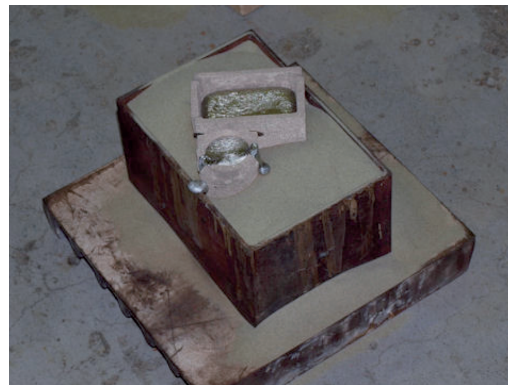


図9 铸ぐるみ実験での铸造後の様子

後、铸型の周りに金枠を置いて乾燥砂でバックアップした。

铸造に用いるアルミ合金材料は、前項の铸造解析で解析条件として設定した材質とほぼ同等のAl-Si系铸造用アルミ铸物用合金AC4CHを用いた。溶解は、黒鉛るつぼに約5kgの材料を投入し、るつぼをLPGガスバーナーで加熱昇温し、所定の温度に達したところで铸型に铸込んだ。

铸造試験は、铸型底部に設置した金型に見立てた鋼製定盤を電熱ヒーター等で徐々に予熱し、所定の温度に落ち着くように保温し、一方のアルミ合金溶湯の温度が所定の温度になったところで加熱を止め、目標の铸込み温度になったところで铸型に注湯した。铸造条件は、金型温度については、室温(20 $^{\circ}$ C付近)、100 $^{\circ}$ C、200 $^{\circ}$ C、300 $^{\circ}$ Cの4水準とし、注湯温度は650 $^{\circ}$ C、700 $^{\circ}$ C、750 $^{\circ}$ Cの3水準とした。

铸造後の試験片は铸型から取り出し、铸型砂等を除去したところでNi-Pめっき面の外観観察を行い、その後試料を切断して接合部位断面の顕微鏡観察を行った。

図8に、実験に使用した粉末RP铸型の外観写真を示す。手前に見える铸型は上下が逆さになっており、铸込み時に底側になる部位には、純アルミ母材にNi-Pめっきを施した複合化試料が耐熱性接着剤で取り付けられている。

铸造実験において、鋼製定盤の上に製作した粉末RP铸型を静置し、周囲を乾燥砂でバックアップしてアルミ合金を注湯した後の写真を図9に示す。金型に見立てた鋼製定盤を予



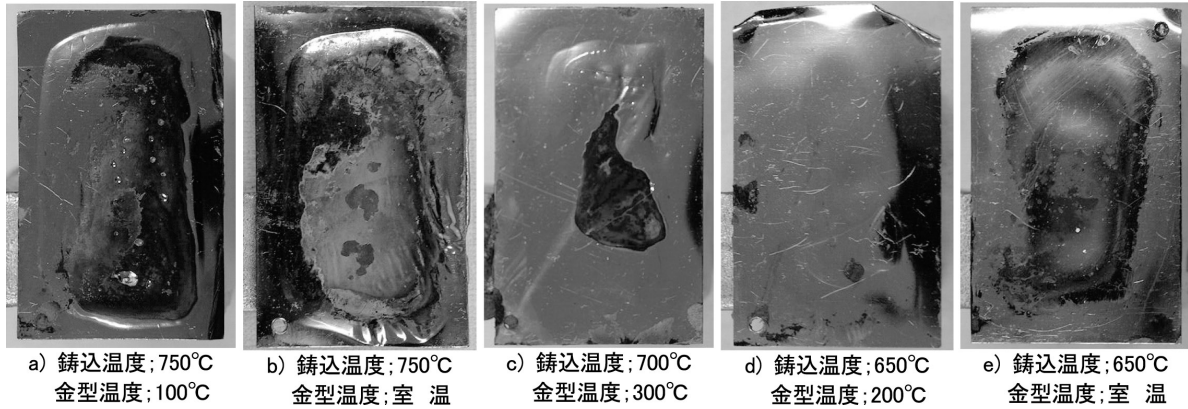


図10 鑄ぐるみによる複合化試料のNi-Pめっき皮膜外観写真

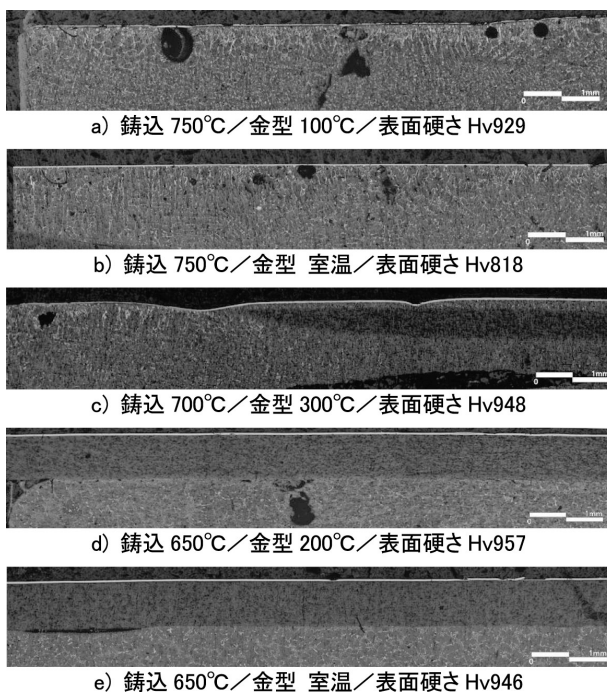


図11 鑄ぐるみ複合化試料の断面組織観察

熱する試験では、写真の定盤の下に電熱ヒーターを置くなどして加熱し、定盤上の金枠付近で表面温度計測して予熱温度を確認した。また、実際の鑄造試験では、粉末RP鑄型の上部に錘を置くなどして鑄型が鑄造時のアルミ溶湯による浮力で鑄型が浮き上がらないように配慮した。

#### 4.2 実験結果

鑄ぐるみ鑄造試験で得られた試料のNi-Pめっき皮膜の外観写真を図10に示す。それぞれの試料の鑄造条件は試料写真の下に記述したとおりである。

鑄込み温度750°Cで鑄造した試料a)およびb)は、表面が大きく変形しており、過熱の影響を受けたと思われる変色が見られるとともに、一部めっき皮膜が剥離した。試料a)は金型予熱温度を100°C、試料b)は金型予熱温度を室温

(約20°C)でそれぞれ鑄造したものであるが、これらに関して金型予熱温度の差による顕著な違いは認められなかった。

試料c)は、鑄込み温度700°C、金型予熱温度300°Cの条件で鑄造した試料である。めっき面の中央部に過熱によると思われる変色とめっきの剥離が見られる。また、750°Cで鑄造した試料と同様に、めっき表面の変形は見られるが、その程度は若干抑えられているように見える。

試料d)と試料e)は、鑄込み温度650°Cで鑄造した試料である。試料d)は金型予熱温度を200°C、試料e)は金型を室温(約20°C)で鑄造したものであり、いずれも700°C以上で鑄込んだ試料に比べて表面の変形が小さい。特に、金型を200°Cに予熱した試料d)の変形は試験で得られた試料の中で最も変形が小さく抑えられていた。

次に、各試料の中央付近を切断し、その断面の金属組織を観察した。図11に各試料の断面組織を示す。

鑄込み温度750°Cで鑄造した試料a)およびb)は、複合化試料の純アルミ母材が残存しておらず、表面近傍までAl-Siの共晶組織となっている。試料a)と試料b)で切断した箇所が異なるが、試料a)の表面にはNi-Pめっき皮膜が認められず、溶湯温度による過熱および母材の大きな変形等によりめっき皮膜が剥離したものであると思われる。一方の試料b)は表面にNi-Pめっき皮膜の残存が見られるが、めっき皮膜の直下からAl-Si共晶組織となっている。鑄込み温度が750°Cでは、金型の温度に関わらず、鑄造後の冷却過程でアルミ合金の溶湯熱により複合化試料の純アルミ母材をすべて熔融する加熱条件となったことが伺える。また、いずれも表面近傍に空孔の存在が認められた。

鑄込み温度700°Cで鑄造した試料c)は、写真の右側から真ん中より少し左側まで複合化試料の純アルミ母材が残存しているのが認められる。それよりさらに左側は、試料a)、試料b)と同様に、純アルミ母材が熔融したものと考える。さらに、同部位の表面にはNi-Pめっき皮膜が残っておらず、熱影響および母材の変形によりめっき皮膜が剥離している。一方、複合化試料の純アルミ母材が残存した領域では表面に

めっき皮膜が残存している。

鑄込み温度650℃で鑄造した試料d)と試料e)は、いずれも複合化試料の純アルミ母材およびNi-Pめっき皮膜ともに残存しており、良好な複合化品質が得られた。金型に見立てた鋼製定盤を予熱せずに室温のまま鑄込んだ試料e)では、複合化試料の純アルミ母材と鑄物の間に空隙が存在する部位が認められる。一方、鋼製定盤を200℃に予熱した試料d)では鑄物表面近傍に空隙らしいものが認められるものの、純アルミ母材とアルミ鑄物との間には空隙等がなく、概ね良好な冶金学的接合状態が得られたと考える。

また、これらの試料について表皮膜のNi-Pめっき皮膜の硬さを計測した結果、鑄込み温度750℃で鑄造した試料a)、試料b)のめっき皮膜が残存する境界付近ではHv900前後の硬さが得られ、700℃以下で鑄造した試料c)、試料d)、試料e)では、それより若干高いHv950程度の硬さが得られた。

いずれも、皮膜硬さがHv900以上となったことから、鑄ぐり時の溶湯熱を利用した無電解Ni-Pめっき皮膜の硬化熱処理が有効であることが分かった。

以上の結果から、本研究の目的であるアルミ鑄物の表面に硬い皮膜を形成する条件として、複合化試料の母材全てを溶融させずに残存させることが重要となることが分かった。

### 4.3 考察

一般に、AC4Cアルミ合金の鑄込み温度は約720℃で鑄造される。特に、金型鑄造において肉厚が薄い部位があって湯回り不良が心配されるものについては、若干高めの温度で鑄込まれる場合もある。しかし、溶湯保持温度が高いと大気中から溶湯中にガスを取り込み、鑄物にブローホールやピンホールなどのガス欠陥を生じやすくなる。一方、アルミ合金は熱伝導性がよく比熱も小さいので、鑄造後の冷却速度が速くなり、注湯温度が低いと肉薄部に溶湯が回らないなどの鑄造欠陥につながる。

今回の実験において鑄込み温度としては低温限界に近い650℃で鑄込んだ時に良好な接合が得られたことは、鑄ぐりによる複合化に際しては、溶湯温度を低く設定し素早く鑄込む

ことが要求されることを示しており、鑄物の形状によっては湯回り不良、湯境不良などの発生に十分配慮しなければならない。

一般に鑄造品の肉厚は一律ではない。鑄物の肉厚変動により接合やめっき皮膜の加熱処理の品質に影響する熱容量が変化するので、複合化試料の母材と鑄物との接合性やめっき皮膜硬化のための有効熱処理時間は一律にならない。また、鑄造時の鑄物から鑄型あるいは複合化試料への熱移動において、鑄造時の溶湯流速は熱伝達量に大きく影響するので、鑄型内で早期に溶湯が満たされる部位と常に高温の溶湯が流入するセキ近傍とでは溶湯から伝達される熱量が異なる。同一試料の断面組織観察において、複合化試料のアルミ母材が残存する領域と残存しない領域の境界が観察されたのはこのためと考えられる。

したがって、本技法の利用に当たっては、鑄物の形状や鑄造方案も考慮して複合化する部位を検討する設計手法が必要となる。

ここで、本研究で想定される鑄ぐり複合化時の熱の伝わり方について考察する。図12に、鑄ぐり複合化におけるアルミ合金溶湯、鑄型および複合化母材となるNi-Pめっきを施した純アルミ母材を配置したときの溶湯熱量の移動に伴う温度分布の模式図を示す。アルミ溶湯は鑄型に注湯されたあと、この伝熱状態に沿って鑄型へと熱量が移動して凝固、冷却が進行する。

鑄ぐり時の冷却過程において図の右側のアルミ溶湯から左側の鑄型に向かって熱流が生じる。鑄造後、純アルミ母材が溶湯と接する部位で、温度が純Alの溶融温度に達すると、母材表面が溶融してアルミ鑄物と冶金学的に接合する。また、この部位が純Alの溶融温度に達しない場合でも、アルミ溶湯側から純アルミ母材表面にSiが拡散して、その組成の液相線温度に達すれば同じく冶金学的に接合する。

複合化試料の純アルミ母材とアルミ合金鑄物との境界付近では、温度が純Alの融点より低い場合は純アルミ母材に接した溶湯が母材に冷却されAl-Si系合金の共晶凝固温度である577℃となる。この温度を境として、アルミ溶湯側と純アルミ母材側でそれぞれの温度勾配をもつ温度分布となるが、アルミ系材料は熱伝導率が大きいため、鑄物と金型の間に相当の温度差がなければ、この温度勾配はあまり大きくなりません。純アルミ母材とアルミ鑄物が冶金学的に接合されればこの境界における熱伝達係数は小さな値とならないので、純アルミ母材とアルミ鑄物との間にあまり大きな温度差が生じないことになる。

一方、Ni-Pめっき皮膜の熱処理条件は、純アルミ母材側から流入する熱量と鑄型側へ奪われる熱量の差、すなわちNi-Pめっき皮膜層に残留する熱量によって加熱温度および加熱保持時間が決定される。複合化試料のNi-Pめっき表面と金型は機械的に接触しているだけであるから、この境界で

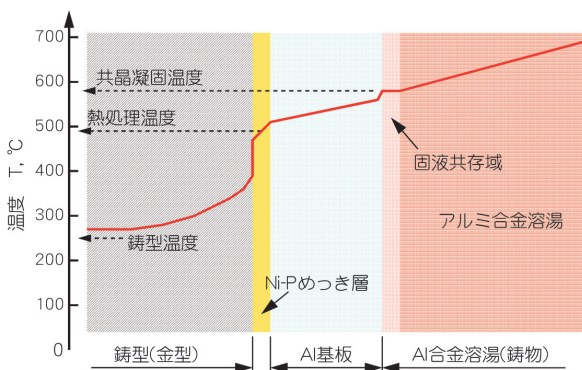


図12 鑄ぐり時の熱の伝達状態 (模式図)



の熱伝達係数は小さくなる。したがって、アルミ溶湯から複合化試料のNi-Pめっき皮膜まではあまり温度差が生じず、鋳物と鋳型（金型）の温度差のほとんどが、めっき皮膜表面と金型の境界で生じるという温度分布になることが想定される。すなわち、溶湯熱を利用したNi-Pめっき皮膜へ硬化熱処理において、Ni-Pめっき皮膜に流入する熱量が金型へ奪われる熱量を大きく上回るため、Ni-Pめっき皮膜の加熱温度は、金型の予熱温度よりもアルミ合金の注湯温度の方が支配的となる。鋳込み温度を750℃とした試料で、金型の温度に関わりなく複合化試料の純アルミ母材が溶融して残存しなかったのは、この理由によるものと考えられる。

さらに、Ni-Pめっき皮膜と金型の熱伝達が良くないとすれば、金型の温度を熱処理に必要な温度になるべく近づけ、溶湯温度を純Alが溶融する温度よりわずかに高い温度で鋳込む条件で最良の接合状態が得られることになる。金型温度を200℃に予熱し、アルミ溶湯を650℃で鋳込んだ試料で最良の複合化品質が得られたのはこの考え方で説明できる。

さらに、溶湯温度と金型の温度差が小さい場合に有利な条件として考えられるのは、複合化基板の変形への影響が小さくなることである。純Alおよびアルミ合金は、比較的熱膨張係数が大きいことが知られている<sup>5)</sup>。

鋳ぐるみの際に溶湯と純アルミ母材の間に大きな温度差があると、溶湯の注入によって母材が急激に加熱される。このとき、今回の試験のように複合化試料の周辺が拘束されている条件では、母材が加熱されて膨張すると内側か外側に変形せざるを得なくなる。

これに対して、金型の予熱によって徐々に温度が上昇した場合は、溶湯による加熱とは異なって基板の拘束力に打ち勝って全体が一様に膨張できるため変形は少なくて済む。また、溶湯との温度差も小さい分、変形も小さくなる。金型を200℃で予熱し、650℃で鋳込んだ試料で最も変形が少なかったことは、この考え方で説明できる。

最後に、実験で得られた試料の中で、アルミ鋳物内に空孔が生じた原因として、鋳造時の空気の巻き込み、溶湯内のガスが気化して生じたブローホール、あるいは酸化物等の介在物などが考えられる。いずれも、方案設計あるいは鋳物の溶湯管理という、鋳造の基本的な欠陥対策で防止できるものであり、健全な複合試料を得るためには、温度管理に加えて、溶湯管理も重要である。

## 5. まとめ

アルミ鋳物の優位性を活かしつつ、さらに部分的に耐摩耗性を付与して従来のアルミ鋳物の機能性向上を図る複合化法として、予めNi-Pめっきを施したアルミニウム基板を鋳型内に設置して、これにアルミ合金溶湯を鋳込む「鋳ぐるみ法」を利用した低コスト複合化技法の可能性について検討した。

Ni-Pめっき皮膜の熱処理による硬化に注目し、特に鋳ぐるみの場合の熱処理パターンが、従来採用されている熱処理パターンと異なることから、加熱温度と保温時間を変えて熱処理した試料のめっき皮膜硬さを計測した結果、鋳ぐるみを想定した高温かつ短時間の加熱保温プロセスでNi-Pめっき皮膜の硬さがHv1,000程度まで硬化できることを確かめた。

また、本プロセスにおいて鋳型と鋳物の間にNi-Pめっきを施した複合化試料を配置するが、Ni-Pめっき皮膜への有効な加熱温度と保温時間を得るためには、鋳型には金型を選択し、350℃程度に予熱して用いるのが効果的であることが分かった。

また、純アルミ母材の片面にNi-Pめっきを施した複合化試料を用いた複合化実験の結果、金型を200℃に予熱し、これに650℃の低温で溶解したアルミ溶湯を鋳込むことで最も良好な接合品質が得られた。

一方、鋳造時に溶湯で急激に加熱されることにより複合化試料の表面に変形が生じる。これはアルミ合金材料の熱膨張に起因すると推定されることから、これを防止するには試料を金型に密着させる等の工夫が必要である。

## 参考文献

- 1) 阿部芳彦, 片山直樹, 浅野信夫, 中尾英弘; 「無電解ニッケルめっきに関する研究 (第4報)」, 北海道立工業試験場報告 No. 294 (1995.6)
- 2) 阿部芳彦, 片山直樹, 西村智也; 「無電解ニッケルめっきに関する研究 (第5報)」, 北海道立工業試験場報告 No. 296 (1997.6)
- 3) 馬籠隆広, 西本洋道, 山下嗣人; 「クエン酸浴からのNi-P結晶質/非晶質系多皮膜膜の作製及び特性評価」, 神奈川県産学公交流研究発表会要旨集 (2006.10)
- 4) 岡田紘子, 小林靖之, 野呂美智雄, 藤原裕, 松川公洋; 「無電解Ni-P/PTFE複合めっき皮膜の撥水特性に及ぼす熱処理の影響」表面技術協会講演大会講演要旨集 (2008.2)
- 5) 「金属データブック」日本金属学会編, 丸善 (1987.10)
- 6) 戸羽篤也, 安田星季, 和田晴司, 清水一道, 桃野正, 津村治, 沖野美佐男; 「粉末R P成形体を利用した鋳物づくり」, 日本鋳造工学会第149回全国講演大会講演概要集 (2006.10)
- 7) 戸羽篤也; 「粉末R P鋳型による超迅速鋳物づくり技術の開発」, 外部資金活用研究 (平成19年度シーズ発掘試験研究) 報告書 (2008.3)

# 高精度 5 軸加工のためのCAD/CAM活用技術と関連技術

安田 星季, 戸羽 篤也, 櫻庭 洋平, 岩越 睦郎, 中村 勝男

## CAD/CAM using Technique and Related Technology for High Precision 5-axis Machining

Seiki YASUDA, Atsuya TOBA, Yohei SAKURABA,  
Muturo IWAKOSHI, Katsuo NAKAMURA

### 抄 録

5 軸加工は、複雑な形状を高精度かつ迅速に加工できるため、製造業において注目されている。5 軸加工を高精度に行うためには、5 軸加工やCAD/CAMソフトの特徴を理解し、適切な加工プログラムを作成する必要がある。また、実際の5 軸加工に関する技術や知識（ノウハウ）を蓄積・活用することが重要である。そこで本研究では、5 軸加工およびCAD/CAMソフトの重要な特長を抽出し、その特長について調査した。また、実際の5 軸加工に関するノウハウを蓄積し、活用するため、実際の5 軸加工に関するデータを収集・閲覧可能なシステムを開発した。

キーワード：5 軸加工, CAD/CAM

### Abstract

5-axis machining is considered as an effective technology to form sophisticated shapes rapidly and accurately in Japanese industrial scenes. In order to perform high-precision 5-axis machining, it is necessary to understand the characteristics of 5-axis machining and CAD/CAM software, and to create an appropriate processing program.

The accumulation of knowledge and techniques for practical utilization in 5-axis machining is also required. We focused on distinctive features of 5-axis machining and CAD/CAM software and investigated them in detail.

A data collecting system is developed for recording a wide variety of data on 5-axis machining such as video or power consumption. We also developed data display software which shows a wide variety of recorded data on one display in PC.

KEY-WORDS : 5-axis machining, CAD/CAM

## 1. はじめに

周辺国の高度成長、顧客ニーズの多様化により、低コスト化、短納期化が進むなど、日本の機械加工業を取り巻く環境は非常に厳しくなっている。そうした中、日本の機械加工業において「5 軸加工」が注目されている。

5 軸加工は、複雑な形状を高精度かつ迅速に加工できるため、高付加価値の部品を迅速に加工できる方法とされている<sup>1)</sup>。

また、5 軸加工機や5 軸加工用CAMソフトが高機能化する一方で、それらの低価格化が進むなど、5 軸加工を導入しやすい環境が整ってきている<sup>2)</sup>。

5 軸加工の加工精度や加工面品位には、加工時の工具の動きが大きく影響する。したがって、高精度な5 軸加工を行うためには、5 軸加工や5 軸加工に対応したCAD/CAMソフト（以下、CAD/CAMソフト）の特長を理解し、適切な5 軸加工プログラム（以下、5 軸加工パス）を作成する必要がある。

事業名：経常研究

課題名：高精度5軸加工のためのCAD/CAM活用の最適化技術（平成22～23年度）



一方で、実加工時の工具の動きや振動、加工面の表面粗さなどはシミュレーションで予測できない。したがって、高精度な5軸加工を行うためには、実加工に関する技術や知識(以下、ノウハウ)を蓄積し、活用する必要がある。

本研究では、5軸加工機のオペレーターが5軸加工およびCAD/CAMソフトの特長を理解し、適切な5軸加工パスを作成できるように、5軸加工およびCAD/CAMソフトの重要な特長を抽出し、調査した。また、5軸加工機のオペレーターが実加工のノウハウを蓄積・活用できるように、動画データなど実加工に関する数種類のデータを収集・閲覧可能なシステムを開発した。

## 2. 5軸加工およびCAD/CAMソフトの特長の調査

### 2.1 5軸加工の特長

#### 2.1.1 同時5軸加工と固定5軸加工

5軸加工は同時5軸加工と固定5軸加工に大別される。同時5軸加工は、XYZの3軸同時移動に加え、工具軸を傾斜させながら加工する方法である。同時5軸加工による代表的な加工例であるインペラーを図1に示す。このような部品を3軸加工で加工すると多くの段取り替えが必要であり、非常に手間がかかるが、同時5軸加工で加工すると高精度かつ迅速に加工できる。

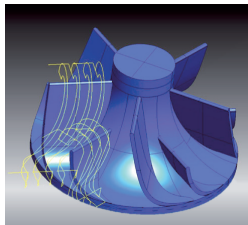


図1 インペラー

固定5軸加工は、位置決め動作のみに5軸動作を行い、切削時には2軸から3軸同時移動で加工する方法である。同時に移動する軸数が同時5軸加工よりも少ないため、加工精度や加工面品位が向上するとされている。また、同時5軸加工より5軸加工パスの計算時間が短くなる傾向がある。固定5軸加工のCAD/CAMソフト画面の例を図2に示す。

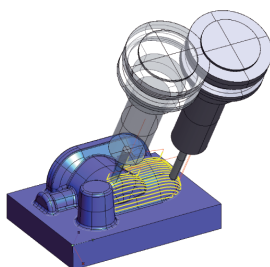


図2 固定5軸加工

#### 2.1.2 回転工具先端の切削速度

回転工具の回転中心は切削速度がゼロになるため、工具の回転中心部で加工した加工面にはむしれ等が生じ、加工精度や加工面品位が低下する。5軸加工は加工面に対して工具を傾斜させることができるため、切削速度が遅い工具の回転中心部を避け、工具の切削速度が速い工具の外径部を使って加工することができる。加工面に対して工具を傾斜させた場合に工具の切削速度が速くなることを表す模式図を図3に示す。

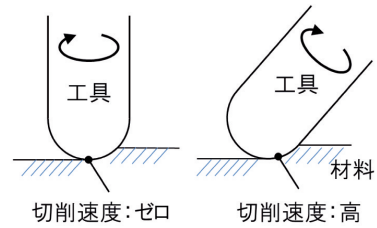


図3 加工面に対して傾斜した工具の切削速度

#### 2.1.3 工具突き出し長さ

5軸加工は材料に対する工具の角度を変えることができるため、深い加工を行う場合などにおいて3軸加工よりも工具突き出し長さを短くすることができる。このため、工具系の剛性が向上し、加工精度や加工面品位が向上する。5軸加工と3軸加工との工具突き出し長さの違いを図4の模式図に示す。

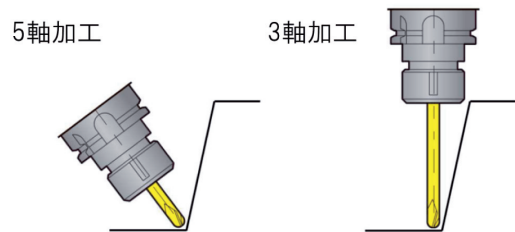


図4 工具突き出し長さの違い

## 2.2 5軸加工に対応したCAD/CAMソフトの特長

### 2.2.1 傾斜した座標系

5軸加工機で材料に対する工具の角度を変えて加工する場合、CAD/CAMソフトでは傾斜した座標系(以下、フレーム)を利用して5軸加工パスの加工プログラムを作成することが多い。

フレームは、加工プログラムの基準となる座標系(加工機のワーク座標系)から任意の角度傾斜した補助的な座標系のことです。大まかに加工方向を指定したり、加工範囲を制限したりする目的で使用します。CADデータの複数の加工面に対して複数のフレームを定義した例を図5に示す。

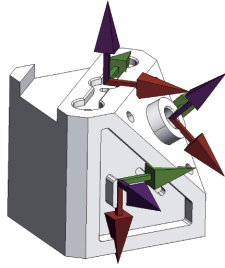


図5 フレーム  
(矢印方向がXYZ+方向)

### 2.2.2 UVカーブ

UVカーブは、CADデータのサーフェス（以下、サーフェス）の形状を決定する複数の曲線のことで、サーフェスの四辺の曲線のうちの一辺に沿った曲線がUカーブであり、これと垂直な曲線がVカーブである。5軸加工パスの加工方向や工具姿勢はUVカーブを表す関数に基づいて計算される場合が多い。サーフェスのUVカーブの模式図を図6に示す。

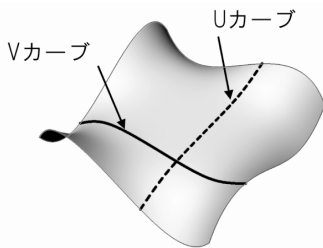


図6 サーフェスのUVカーブ

一つのサーフェスは一組のUVカーブで表せるが、一つのサーフェスを複数組のUVカーブで表せる場合がある。例えば、あるサーフェスがあるサーフェスより一回り大きいサーフェスを切り出した形状で表せる場合、そのサーフェスは一回り大きいサーフェスのUVカーブでも表せる。したがって、あるサーフェスを5軸加工する際に、オペレーターの意図と異なる5軸加工パスがCAD/CAMソフトで生成される場合、そのサーフェスが複数組のUVカーブで表せる場合は、そのサーフェスを編集し、UVカーブを変更することで、オペレーターが意図する5軸加工パスを生成できる場合がある。

## 3. 加工実験による5軸加工の特長の検証

5軸加工の重要な特長の一つは、3軸加工よりも工具突き出し長さを短くできるため、工具系の剛性が向上し、加工精度や加工面品位が向上する点である。

工具系の剛性の度合いはL/D値（工具突き出し長さ÷工具の直径）で表すことができる。例えば、シャンク径がφ4mmの工具で工具突き出し長さが32mmの場合、L/Dは8となる。

L/Dの違いが加工面の表面粗さに与える影響を、加工実験により検証した。

### 3.1 実験方法

加工実験ではL/D=8およびL/D=12の条件で単純な溝加工を行い、加工痕の表面粗さを測定し、加工痕を実体顕微鏡で観察した。L/Dの違いが加工面の表面粗さに与える影響と同時に、工具と材料との相対角度（以下、相対角度）の違いが加工面の表面粗さに与える影響を調べるため、試験片は図7の形状とした。本実験では、工業用樹脂材料として一般的に使用されている4種類の材料を選定し、5軸加工機（庄田鉄工製、NC7000U-1631X）で試験片を製作した。5軸加工機の外観を図8に示す。また、実験条件を表1に示す。切り込み深さおよび切削条件は使用工具のメーカーの推奨値とした。加工の様子を図9に示す。

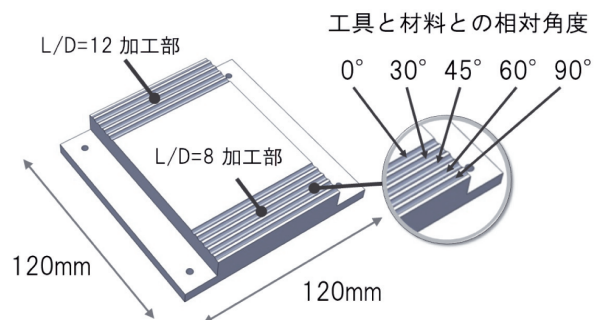


図7 試験片



図8 5軸加工機の外観

表1 実験条件

材料	ABS, MCナイロン, アクリル, ポリアセタール
工具と材料との相対角度	0°, 30°, 45°, 60°, 90°
工具	シャンク径φ4mm, 刃径φ4mm, 樹脂用ボールエンドミル, 全長100mm, 刃長16mm
L/D	8(工具突き出し長さ32mm), 12(工具突き出し長さ48mm)
切込み深さ	1mm
切削条件	送り速度: 180mm, 回転数: 3600min <sup>-1</sup>

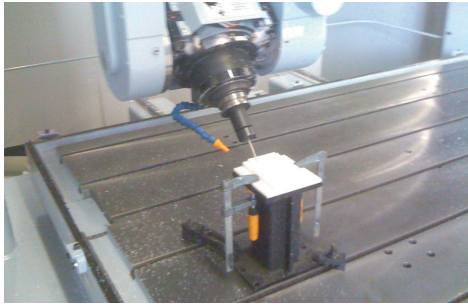


図9 加工の様子

加工痕の表面粗さを接触式表面粗さ計（ミットヨ製，SV-600）で測定した。全ての相対角度の加工痕において同じ切削速度で加工した箇所を測定するため，ボールエンドミル先端のRの中心点を中心にして，工具軸方向から45°回転した点で加工した箇所の表面粗さを加工方向に測定した。表面粗さを測定した箇所を図10に示す。また，表面粗さ測定の様子を図11に示す。また，加工面の状態を実体顕微鏡（オリンパス製，SZX16）で観察した。

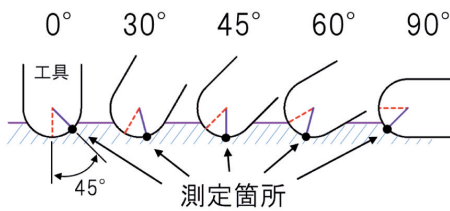


図10 表面粗さ測定箇所

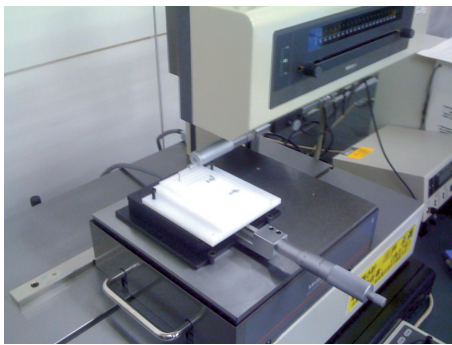


図11 表面粗さ測定の様子

### 3.2 実験結果

加工痕の表面粗さを測定した測定曲線の例を図12に示す。この例では，L/D=8の表面粗さ（Ra）は0.6 $\mu\text{m}$ であり，L/D=12の表面粗さは3.7 $\mu\text{m}$ だった。したがって，この例の条件においてはL/D=12で加工した場合はL/D=8で加工した場合よりも表面粗さが6倍程度大きくなることが分かった。同様に他の相対角度，他の材料における加工痕の表面粗さを測定した結果を図13～16に示す。

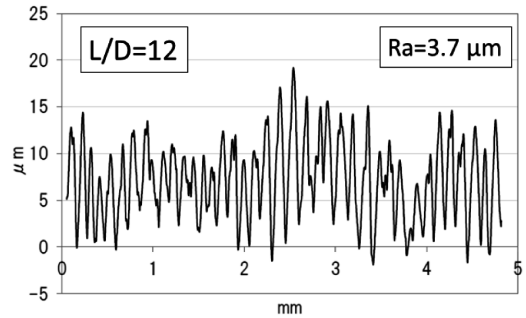
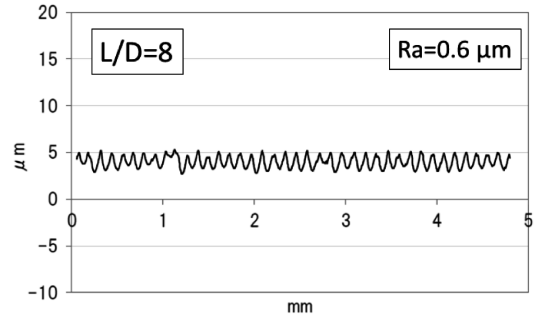


図12 表面粗さの測定曲線

（相対角度：60° 材料：ABS）

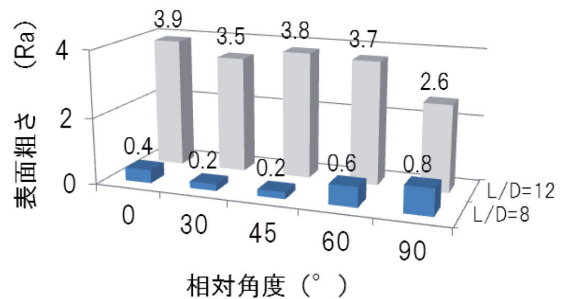


図13 L/D, 相対角度, 表面粗さの関係（材料：ABS）

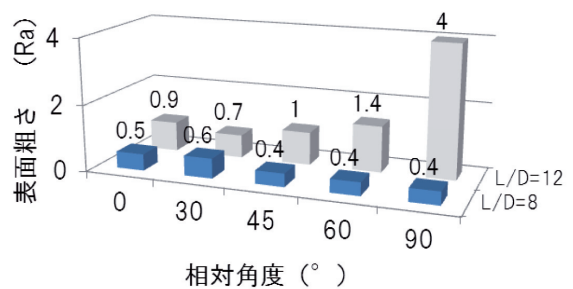


図14 L/D, 相対角度, 表面粗さの関係（材料：ポリアセタール）

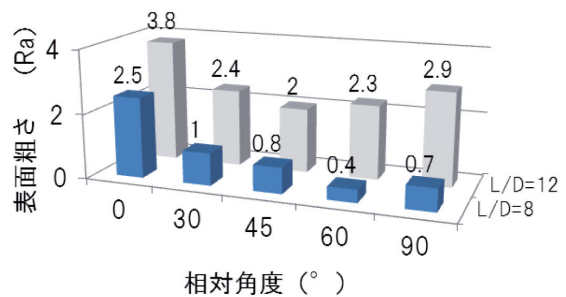


図15 L/D, 相対角度, 表面粗さの関係（材料：MCナイロン）



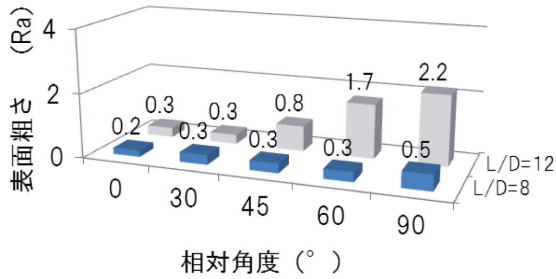


図16 L/D, 相対角度, 表面粗さの関係 (材料: アクリル)

測定の結果, ABSでは, L/D=12の表面粗さの方がL/D=8の表面粗さより, 最大で20倍程度大きいことが分かった。また, ポリアセタールでは最大で10倍程度, MCナイロンおよびアクリルでは最大で5倍程度大きいことが分かった。したがって, ある特定の条件においてはL/D=12で加工した場合はL/D=8で加工した場合よりも表面粗さが最大で20倍程度大きくなることが分かった。

顕微鏡観察から, 全ての条件においてL/D=12の方がL/D=8よりも加工面のカッターマークが大きいことを確認した。また, ABS及びポリアセタールではL/D=12の場合, 全ての相対角度で加工面に毛羽立ちを確認した。

加工痕の顕微鏡画像の例を図17に示す。

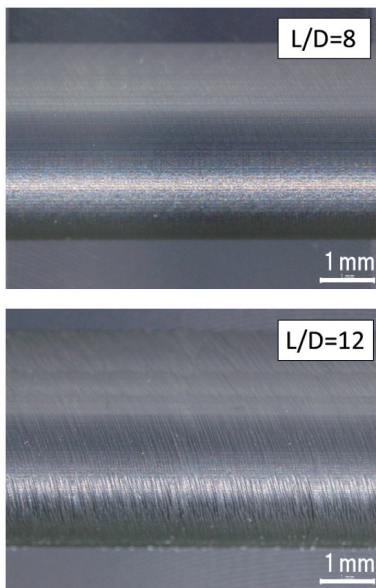


図17 加工痕の顕微鏡画像 (対角度: 60° 材料: アクリル)

### 3.3 考察

#### 3.3.1 L/Dと表面粗さ

工具突き出し長さ(工具のたわみ量(工具の剛性)との間には, 次のような関係が知られている<sup>3)</sup>。

$$\delta = \frac{P \cdot L^3}{3 \cdot E \cdot I}$$

- δ: 工具のたわみ量
- P: 切削抵抗
- L: 工具突き出し長さ
- E: 工具の縦弾性係数
- I: 断面2次モーメント

したがって, L/D=12の工具の剛性はL/D=8の工具の剛性の1/3程度である。本実験ではL/D=12の表面粗さの方がL/D=8の表面粗さよりも最大で20倍程度大きかった。この要因は, L/D=12の工具系の剛性が低いことにより, 工具の振動の振幅が増大し, ビビリや加工面の毛羽立ち等が発生したことなどが考えられる。

#### 3.3.2 相対角度と表面粗さ

本実験では, 材料がABSでL/D=8の場合, ポリアセタールでL/D=12の場合, MCナイロンでL/D=12の場合, アクリルでL/D=8およびL/D=12の場合において, 相対角度が45°から90°に大きくなるに従い, 表面粗さが大きくなる傾向が認められた。これは, 相対角度が45°から大きくなるに従い, 工具に掛かる曲げモーメントが増大し, 工具の振動の振幅などが大きくなることによると考えられる。また, 材料がABSでL/D=8の場合, MCナイロンでL/D=8およびL/D=12の場合において, 相対角度が0°から45°に大きくなるに従い, 表面粗さが小さくなる傾向が認められた。これは, 相対角度が0°から大きくなるに従い, 材料と工具が接触する面全体における工具の切削速度が速くなり, 切削性能が向上することによると考えられる。しかし, 材料がアクリルおよびポリアセタールではこの傾向が認められなかった。これは, 次項に示す樹脂の耐熱性などの材料の性質によると考えられる。

#### 3.3.3 材料の性質と表面粗さ

ABSはポリアセタールおよびアクリルと比べて荷重たわみ温度が低く, 加工時に発生する熱により軟化しやすい。荷重たわみ温度は, 試験片に規格で規定された荷重を与えた状態で, 試験片の温度を上げていき, 試験片のたわみが規定された量になる温度のことであり, 樹脂の耐熱性を評価する指標の一つである。また, MCナイロンはポリアセタールおよびアクリルと比べて荷重たわみ温度が高いが, 切削加工すると特有の粘りがある。したがって, ABSおよびMCナイロンはポリアセタールおよびアクリルよりも加工面にカッターマークや毛羽立ちが発生しやすいと考えられる。また, 相対角度が0°から45°の間は, 相対角度が45°から90°の間よりも材料と工具が接触する面全体における工具の切削速度が遅いため, 相対角度が0°から45°の間は, 相対角度が45°から90°の間よりも加工面にカッターマークや毛羽立ちが発生しやすいと考えられる。このため, 相対角度が0°から45°の間においてABSおよびMCナイロンの方がポリアセタールおよびアクリルよ



りも表面粗さが大きくなり、相対角度による表面粗さへの影響が強く現れたと考えられる。

#### 4. 5 軸加工支援ツールの開発

高精度な5軸加工を行うためには、5軸加工およびCAD/CAMソフトの特長を理解し、適切な5軸加工パスを作成する必要がある。そこで、5軸加工の初心者のためのガイドブックを作成した。さらに、5軸加工機のオペレーターが実加工に関するノウハウを蓄積・活用することを支援するシステムを開発した。

##### 4.1 5軸加工ビギナーズガイド

5軸加工機のオペレーターが5軸加工およびCAD/CAMソフトの特長を理解し、適切な5軸加工パスを作成できるように、5軸加工およびCAD/CAMソフトの特長などをまとめたガイドブック（「5軸加工ビギナーズガイド」）を作成した。本ガイドブックの内容は、2章で示した5軸加工およびCAD/CAMソフトの重要な特長や高精度な5軸加工を行うためのポイントなどである。本ガイドブックの主な内容は下記の通りであり、その抜粋を図18に示す。

- ① 同時5軸加工と固定5軸加工の特長
- ② 5軸加工機の特長と操作上の留意点
- ③ フレームの説明とフレーム利用時の加工パスの特長
- ④ UVカーブと5軸加工パスとの関係
- ⑤ 工具突き出し長さと加工面の表面粗さの関係
- ⑥ 5軸加工における切削速度



図18 5軸加工ビギナーズガイド

#### 4.2 加工データ収集・閲覧システム

5軸加工機のオペレーターが実加工のノウハウを蓄積・活用するための支援ツールとして、実加工に関するデータを収集・閲覧できるシステムを開発した。

##### 4.2.1 加工データ収集システム

加工データ収集システムは、カメラなどの映像・測定機器

とパソコンから成る。本システムの構成を図19に示す。

本システムは、加工中の動画などのデータを加工機の周辺に設置した映像・測定機器で取得し、取得したデータを逐次パソコンに保存する。本システムを構成する映像・測定機器を表2に示す。

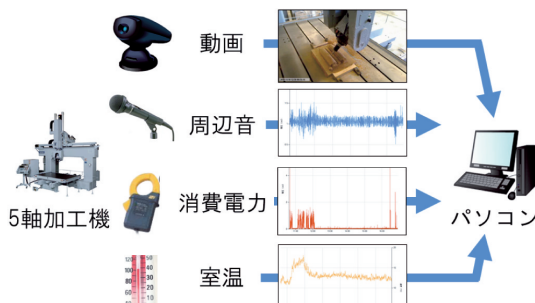


図19 加工データ収集システムの構成

表2 システムを構成する映像・測定機器

機器名	メーカー・型番
カメラ	ロジクール・QCAM-200RX
マイク	AKG・D2200S
電流クランプオンプローブ	横河メータ&インストルメンツ・751550
熱電対	八光・Kタイプ
データロガー	グラフィテック・GL200A

##### 4.2.2 加工データ統合閲覧ソフト

加工データ統合閲覧ソフトは、ハードディスク上などに散在する加工データをパソコンの一つのウィンドウ上で閲覧できる。本ソフトのウィンドウ画面を図20に示す。本ソフトはVisualBasic 2008 Express Edition (Microsoft製)で作成した。本ソフトの主な機能は下記の通りである。

- ① 動画データの再生
- ② NCプログラムの表示 (一部)
- ③ 消費電力、周辺音、室温データのグラフ表示
- ④ ③を利用した実加工時間の推定

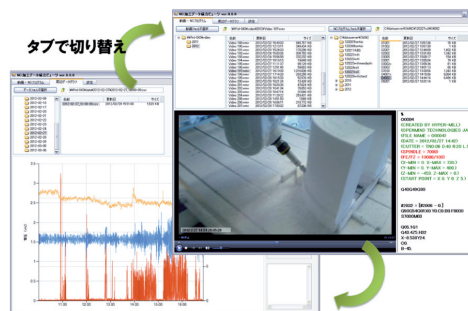


図20 加工データ統合閲覧ソフト

#### 4.2.3 加工データ収集・閲覧システムの効果と今後の課題

本システムの使用により下記の効果が得られた。

- ① 材料の固定方法や加工状況などに応じて，加工機で調整した送り速度（オーバーライド）などの推定が可能になった。
- ② 材料の固定方法や段取りなどの5軸加工機周辺のノウハウの蓄積・活用が可能になった。
- ③ 加工機が異常動作をした場合や工具干渉などの事故が発生した場合の現象を記録し，原因特定の資料としての活用が可能になった。

本システムは，実加工に関する複数のデータを簡便に収集できる点で有用と考える。しかし，現在のところオペレーターが加工データを検索する際に，データファイルの作成日時や動画データの一部のサムネイル画像から所望の加工データが含まれるデータファイルを推定し，さらにそのデータファイルの中から該当する加工に関する加工データ部分を特定する必要がある。加工データへのタグ付け等の検索機能の強化が今後の課題である。

## 5. まとめ

本研究では，高精度な5軸加工を行うための技術蓄積および技術開発を行い，下記の成果を得た。

- ① 5軸加工およびCAD/CAMソフトの重要な特長を抽出し，その特長を調査した。
- ② ①の内容を基に，ガイドブック「5軸加工ビギナーズガイド」を作成した。
- ③ 5軸加工機による実加工に関するデータを収集・閲覧可能な加工データ収集・閲覧システムを開発した。
- ④ ③により，5軸加工機による実加工のノウハウを蓄積・活用できるようになった。

今後は，本研究成果の普及，加工事例およびノウハウの蓄積，本研究で開発したシステムの改良などに取り組んでいく予定である。

## 謝辞

本研究で使用した「5軸NC加工システム」は，財団法人JKAの機械振興補助事業により整備されました。ここに記して感謝いたします。

## 参考文献

- 1) 四国イノベーション創出協議会：高精度5軸加工技術マニュアル（2010）
- 2) 乾正和：加工命令の自動生成における加工シミュレーションの利用と今後への期待，型技術，Vol.26 No.9，pp.18-22（2011）
- 3) ツールエンジニア編集部：エンドミルのすべて，pp.62-63（2007）

# レーザー溶接の品質に及ぼす溶接姿勢の影響に関する研究

櫻庭 洋平, 安田 星季, 三戸 正道, 宮腰 康樹, 中嶋 快雄, 相山 英明

## Research on the Effect of Welding Position on the Quality of Laser Welding

Yohei SAKURABA, Seiki YASUDA, Masamichi MITO, Yasuki MIYAKOSHI,  
Yoshio NAKAJIMA, Hideaki AIYAMA

### 抄 録

レーザー溶接は他の溶接法より溶接部の幅や体積が小さいため、製品の軽量化やひずみ除去工程の効率化が期待されている。しかしながら、溶接姿勢の品質への影響や対策についての情報は少ない。本研究では代表的なステンレス鋼やアルミニウム合金の突き合わせレーザー溶接により溶接姿勢の影響を確認し、溶接姿勢の変化に対する溶接条件の修正方法を検討した。これにより溶接姿勢間での強度や内部欠陥のばらつきを抑え、安定した溶接品質が得られることを確認した。

**キーワード**：レーザー溶接, ファイバーレーザー, 溶接姿勢, 溶接品質, レーザ溶接条件

### Abstract

Laser welding is expected to reduce the weight of the product and the efficiency of the strain-removal step, because width and volume of weld zone is less than other welding methods. However, information about the effect of welding position impact on the quality of welding and countermeasures is small. In this study, we see the effect of welding position by laser butt-welding of stainless steel and aluminum alloy, we examined how changes welding conditions for welding positions. It was confirmed that we learn the steady quality of welding, by reducing the variability of strength and internal defects between the welding position, stable is obtained.

**KEY-WORDS** : Laser welding, Fiber laser, Welding position, Quality of welding, Laser welding condition

## 1. はじめに

環境負荷低減を目指した工業製品の薄肉軽量化と、新興工業国の台頭を見据えた生産コストの低減は国内製造業の大きな課題であり、溶接製品においてもその例外ではない。

高出力レーザーを利用した板状部品の溶接は、加工点のエネルギー密度がアーク溶接や半自動溶接などと比べ格段に高いため、小さな溶接ビードで溶込みを深くすることが可能である<sup>1)</sup>。このため、溶接部の極小化による製品の軽量化、熱変形が小さいことによる低ひずみ・高精度化など、製品そのものの品質向上や、ひずみ処理工程の簡略化といった効果が期

待されている。

しかしながら、レーザー溶接を実用するうえで不可欠な溶接条件に関する情報は、溶接速度と溶込み深さの相関などごく一部の情報に限られ、ほとんど公開されていない。このため、良好な溶接条件を得るには購入した装置のメーカーが持つ溶接条件データを入手するか、あるいは自力で良好な溶接条件を抽出しているのが現状であり、レーザー溶接を広くかつ効果的に運用するうえで、実用的な溶接条件のデータベースが求められている。

本研究では、代表的なステンレス鋼とアルミニウム合金に対する、溶接姿勢による品質への影響評価を行い、溶接姿勢

事業名：公募型研究

課題名：高出力ファイバーレーザーによる複雑立体形状の溶接に関する研究（平成23年度）

によらず溶込み量や溶接焼けなどの外観品質が良好となる溶接条件を抽出した。また、溶接姿勢ごとに修正した溶接部の強度試験や内部欠陥観察を行い、物性面においても溶接姿勢間でのばらつきを一定の範囲に収められることを確認した。

これと併せて、上記の材料にレーザー出力を変えた場合の溶融断面寸法や形状を計測し、材料ごとの溶融傾向についてデータ収集を行ったので報告する。

## 2. 高出力レーザー溶接の現状

### 2.1 ファイバーレーザー溶接

レーザー溶接とは、レンズで集光した高パワー密度のレーザー光で材料を溶接する技術であり、ビードの幅に比べ溶込みが深いキーホール型（深溶込み型）の溶融池が得られることが特徴である（図1）。これは、アーク溶接や半自動溶接などエネルギー密度が低い溶接法では溶融池が幅広で浅い熱伝導型溶融となるのに対し、レーザー溶接ではパワー密度を103 (W/mm<sup>2</sup>) 以上に高めることで溶融池が蒸発し、蒸気圧により溶融池にくぼみ（キーホール）が形成されるためである<sup>1)</sup>（図2）。

この効果により、同じ溶込み深さを得るのに必要な溶融池を小さくできるため、溶接部の寸法を極小化し製品を軽量化することができる。また、溶融池が小さくなることで溶接ひずみが抑えられるため、溶接後のひずみ除去工程を簡略化し生産効率の改善にも繋げることができる。

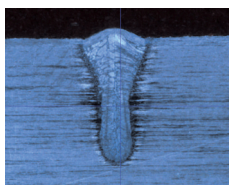


図1 キーホール型溶融

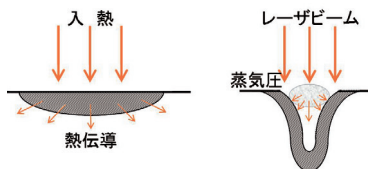


図2 溶融状態イメージ  
(左：熱伝導型 右：キーホール型)

本研究で使用したYtterbiumファイバーレーザーは、Ytterbiumなどのレーザー媒質をファイバーにドーブ（添加）し、ファイバーそのものを増幅器としたレーザー発振器である。レーザーの波長は $\lambda = 1,070 - 1,090$  (nm) の近赤外線領域で、一般に用いられているNd:YAGレーザー ( $\lambda = 1,064$ nm) に近いが、発振器の構造上ビーム品質はNd:YAGレーザーより良好で、かつ励起効率も最大30%（電気-光変換効率）と優れている<sup>3)</sup>。また、同じく一般に利用されているCO<sub>2</sub>レーザー ( $\lambda = 10,600$ nm) と比べ、鉄やニッケルなど金属元素に対する吸収率が高く、エネルギー効率の良い溶接や加工が可能である<sup>4)</sup>。

### 2.2 溶接姿勢

溶接姿勢はJISやWES（日本溶接協会規格）の溶接技術検

定に関する規格で定められており、平板の溶接については下向、立向（壁面での上下方向溶接）、横向（壁面での水平方向溶接）、上向（天井面での溶接）が規定されている（図3）。(株)日本溶接協会の溶接技術検定試験では、下向溶接は基本級と呼ばれ、合格率が70～80%と高水準で安定している。

これに対し専門級と呼ばれる他の溶接姿勢では、溶融池の垂れやシールドガスの対流など重力の影響を考慮する必要があるため良好溶接条件の範囲は狭くなる。溶接技術検定試験においても、合格率が30～40%台になる場合もあり、難易度も高い<sup>5)</sup>。

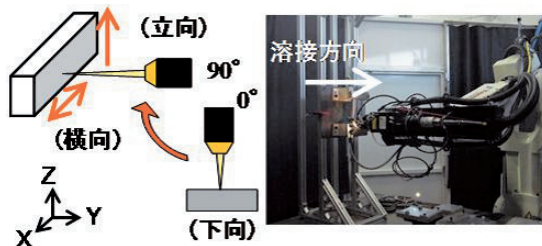


図3 溶接姿勢（左：概念図 右：90° 横向姿勢）

## 3. 実験方法

本研究における溶接実験は、当場の住友重機械メカトロニクス(株)製レーザー加工装置を使用した（図4）。この装置は、レーザー発振器にIPG Photonics社のYtterbiumファイバーレーザー発振器：YLS-2000（出力：50～2,000W）を使用している。この装置で設定可能な溶接条件パラメータを表1に示す。



図4 レーザ加工装置外観  
(左：レーザーヘッド部 右：レーザー発振器)

表1 レーザ加工装置の設定可能パラメータ

調整箇所	項目	溶接パラメータ
レーザー発振器	出力	50～2,000W
	波形	連続波(CW)
		パルス波(ON-OFF, 強弱, 周期)
集光レンズ	焦点径	$\phi 0.075$ mm $\phi 0.15$ mm $\phi 0.30$ mm
	種類	アルゴン, 窒素
シールドガス	流量	0～25L/min(ガス配管1系統あたり)
	配置	同軸ガス, サイドガス, バックシールドガス
固定治具	予熱	あり(373K), なし(室温)
	ウラ当金	あり, なし



供試材料には、SUS304とSUS430のステンレス鋼2種類と、溶接用アルミニウム合金のA5052を使用した。

溶接姿勢は下向(0°)を基準姿勢とし、90°立向と90°横向、これに比較用の45°横向を加えた合計4姿勢で行った。なお上向姿勢(180°)については、レーザーヘッドの可動範囲を超えヘッドや伝送ファイバーを損傷する可能性があるため断念した。

### 3.1 各溶接姿勢の良好な溶接条件の抽出

良好な溶接条件の抽出実験は、最初に下向突き合わせ溶接の良好な条件を抽出し、これを基準溶接条件とした。次にこの基準溶接条件で他の姿勢の溶接実験を行い、下向溶接と同等程度の品質が得られた場合には、基準溶接条件をこの姿勢の良好溶接条件とした。また、基準溶接条件では良好な溶接部が得られなかった場合のみ、姿勢ごとに溶接条件を修正した。

溶接条件の抽出および修正作業は、最初にレーザー出力を100W単位で増減させ、裏面まで突き合わせ部が貫通する出力が判明したところで50W単位の微調整を行い、条件の絞り込みを行った。次にシールドガスの配置や流量を10L/min単位で調整し、溶接焼けを極力抑えた条件を抽出した。なお、パルス波レーザーや予熱・ウラ当金の使用については、CW(連続波)出力のレーザーで突き合わせ部の貫通溶接が安定しない場合や、シールドガスの調整では溶接焼けの防止効果が不十分な場合のみ試験することとした。

試験片は、長さ100mm×幅20mmの板材を溶接治具に固定し、端部を突き合わせて溶接した(図5, 図6)。板厚はSUS304とSUS430を2.0mm, A5052を3.0mmとし、突き合わせ部は試験片の密着度を高めるため、機械加工によりI型に仕上げた。



図5 溶接状況



図6 溶接試験片

溶接部の評価は外観検査により行い、溶接部のいずれかの面に溶込み不良がある場合、薬品洗浄で除去できない過度な焼けがある場合、板厚の2割以上に及ぶ凹部(アンダーカット)がある場合の3項目を不良とした。

なお、レーザー溶接の溶込み状態に大きく影響する溶接速度は600mm/min(=10mm/s)固定とした。この速度は一般

的なレーザー切断機などの数分の1程度と遅めではあるが、使用した装置のロボットアーム剛性を考慮し、溶接部の信頼性の確保を優先させた。同様に、溶込み状態に大きく影響する集光レンズは、突き合わせ部のすき間(ギャップ)をすり抜けるレーザー光の割合を減らすことに配慮し、使用したレーザー加工装置では焦点径が最大となる、φ0.30mmのものを使用した。

### 3.2 各溶接姿勢の溶接品質評価

溶接部の品質は強度試験による破壊評価と、非破壊による内部欠陥観察で評価した。

強度試験は、JISの引張試験方法(JIS Z2241)と3点曲げ試験方法(JIS Z2248)に準拠した。引張試験は、前述の溶接試験片から作成したJIS 13B号試験片を使用し、母材破断または母材強度の95%以上で溶接部破断した場合を良好とした(図7)。また曲げ試験についてはJISの3号試験片を使用し、画像測定により表面割れの有無を確認した(図8)。なお溶接姿勢の影響については、引張強度のばらつきが±10%以内に収まった場合を良好とした。

内部欠陥観察にはX線CTシステムを使用し、CT画像の観察から割れが確認されない場合と、直径0.05mm以上のポロシティ総量が溶接部体積の2%以内に収まる場合を良好とした(図9)。

実験装置は、万能材料試験機(強度試験)、X線CTシステム(内部欠陥観察)、二次元画像測定機(画像測定)をそれぞれ使用した(表2)。



図7 引張試験状況

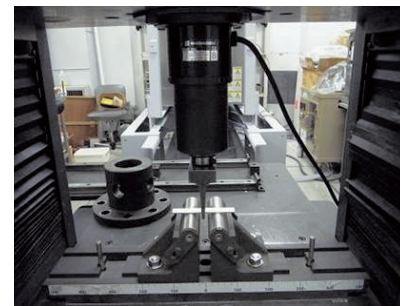


図8 3点曲げ試験状況



図9 X線CTシステム

表2 計測・評価機器一覧

試験項目	機器名	装置型番	メーカー名
画像測定	二次元画像測定機	QI-B3017B	(株)ミツヨ
強度試験	万能材料試験機	AG250KND	(株)島津製作所
内部欠陥観察	X線CTシステム	inspeXio SMX-225CT	#

3.3 レーザ出力ごとの溶融状態の計測評価

レーザー出力と溶融状態の相関について、ビードオンプレート溶融試験を行い、溶融部の寸法計測と形状に関する傾向を評価した(図10)。実験は、板厚10mmの材料に10mm間隔でレーザーを照射し、切断面の溶融ビードの幅や溶込み深さの計測、熱伝導型溶融からキーホール型溶融に移行する出力域を二次元画像測定機により計測した(図11)。

レーザーの出力は、表3のとおり50W~2,000W (CW) の10段階とした。また、溶接速度は突き合わせ溶接と同様に600 mm/min固定とした。

なお、今回の溶融試験ではアルミニウム合金の溶接で大量に発生するスパッタから光学系を保護するため、SUS304とSUS430には焦点径φ0.15mmのレンズを、A5052にはレンズと試験片の距離を取れるφ0.30mmの異なる集光レンズを使用した。これにより、同じレーザー出力でのエネルギー密度が表3のとおり異なることとなった。後述するビードオンプレート溶融試験の結果については、混乱を避けるためエネルギー密度 (J/mm<sup>2</sup>) で表記する。

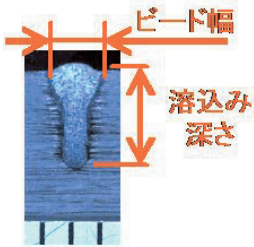
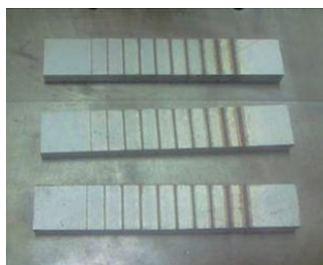


図10ビードオンプレート試験片 図11 溶融部の計測項目

表3 ビードオンプレート試験のエネルギー密度条件

試料	エネルギー密度(J/mm <sup>2</sup> )									
	50	100	200	400	600	800	1,000	1,200	1,600	2,000
SUS304	33.3	66.7	133	266	400	533	667	800	1,067	1,333
SUS430	33.3	66.7	133	266	400	533	667	800	1,067	1,333
A5052	16.7	33.3	66.7	133	200	266	333	400	533	667

4. 結果と考察

4.1 各溶接姿勢の良好溶接条件抽出

ファイバーレーザーによる、下向突き合わせ溶接の基準溶接条件の抽出を行った。例として図12および図13にSUS304での結果を示す。

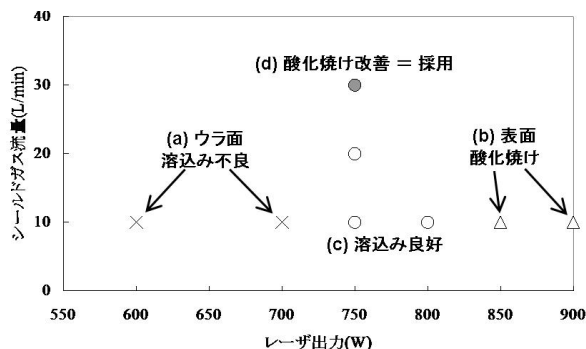


図12 基準溶接条件の抽出 (SUS304)

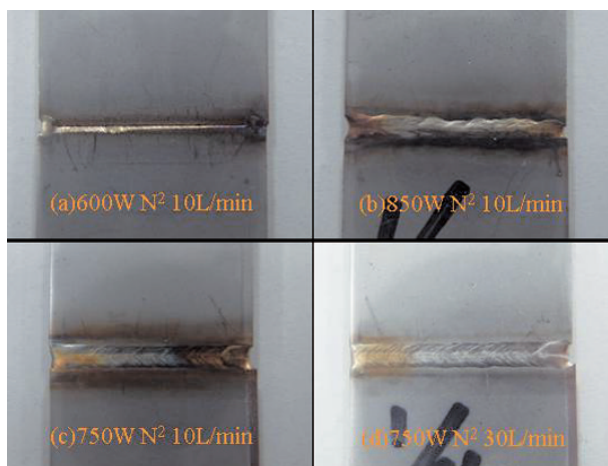


図13 溶接状態比較

(左上：ウラ面溶込み不良 (a) 右上：表面酸化焼け (b)  
左下：溶込み良好 (c) 右下：酸化焼け改善 (d))

SUS304においては、文献やメーカー提供の溶接サンプルをもとに、レーザー出力600Wから条件抽出を開始した。その結果、600Wでは図13 (a) のようにウラ面まで溶融池が貫通せず、700Wでは溶融池が貫通する場合としない場合が半々程度となり、ビードが不安定であった。また、850W以上においては図13 (b) のように表面酸化が顕著になるため、ビードが安定しかつ表面状態が良好な750Wと800Wを良好条件とし、表面酸化を抑制するため入熱量を可能な限り絞り込むという観点で、750Wを基準として採用した(図13 (c))。

続いてシールドガスの配置および流量の調整を行った。なお、ステンレス鋼に対するシールドガスの種類については、窒素ガスを使用した場合にアルゴンガスと比べポロシティの抑制効果が確認されているため<sup>6)</sup>、窒素ガスのみで評価することとした。

初期条件は、ガス配置をサイドノズルとバックシールドとし、試験片の表裏両面から5 L/minずつ (合計10L/min) 供給することとした。ガスの合計流量を10L/minずつ増加させたところ表面酸化が改善され、30L/minのときに酸化焼けが最も少なくなったため、これを基準のガス条件として採用した(図13 (d))。

SUS430やA5052についても同様の評価を行い、それぞれの基準となる下向溶接条件を抽出した(表4)。ただしA5052については、溶接部の表側に溶融池が沸騰したような跡がほぼ確実に発生し、凹部のないビード形成に課題が残った(図14)。

この跡について、A6061でも同様の傾向が確認されたが、A2017においては発生しなかったため、5000番代および6000番代のアルミニウム合金に多く含まれるマグネシウムが何らかの反応を起こした可能性が考えられるが、詳しい原因やメカニズムを明確にすることができず、また他の溶接パラメータの調整でも有効な対策は得られず、今後の課題とした。

表4 レーザによる下向溶接の良好条件

試料	板厚(mm)	レーザー照射条件			シールドガス条件		治具条件	
		出力(W)	波形	種類	サイドノズル(L/min)	バックシールド(L/min)	予熱	ウラ当金
SUS304	2.0	750	連続波	窒素	15	15	-	-
SUS430	2.0	900	連続波	窒素	10	10	-	-
A5052	3.0	1,600(6ms) -1,300(3ms)	強弱波	アルゴン	25	-	-	あり



図14 溶融池アンダーカット (A5052)

次に、表4の基準溶接条件で溶接姿勢を変えたところ、

①SUS430の横向溶接およびA5052全般で溶融池が裏面まで貫通しない(図15)

②SUS304とSUS430の立向溶接において洗浄不能な黒色酸化が生じる(図16)

という問題が生じたため、これらの溶接姿勢に対する溶接条件の修正方法を検討した。

①の原因について、下向溶接では溶融池が重力で自然にウラ面(=下側)に流れるが、他の姿勢ではウラ面に流れる力が働かない。このため、溶融池の粘性が高いSUS430や、熱伝導率が高く融点が低いA5052では、溶融池がウラ面に回らなかった可能性が考えられる。また②の原因については、レーザーの入熱による溶接部周辺のシールドガスが他の溶接姿勢より対流が激しく、下向や横向姿勢よりも周辺の酸素を多く巻き込んだ可能性が考えられる。

これらの対策として、①に対してはレーザー出力を高めることにより溶融池を拡大する方法や、シールドガスに意図的に酸素を添加することで溶融池の粘性を低下させる方法<sup>7)</sup>などが考えられる。また、②に対してはシールドガスの流量調整や治具配置の変更によりシールドガスの対流を抑制する方

法など、様々な対策法が考えられるが、今回は基準溶接条件を抽出した時と同様に、溶込みに対してはレーザー出力の調整で、溶接焼けなどの表面状態に対してはシールドガスの変更で対処することとし、表5の溶接条件を抽出し溶接品質を改善することができた。

#### 4.2 各溶接姿勢の溶接品質評価

姿勢ごとに溶接条件を修正した後、それぞれの強度試験と内部欠陥観察を行った。

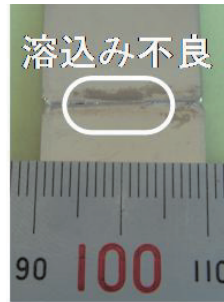


図15 ウラ面溶込み不良 (SUS430横向)

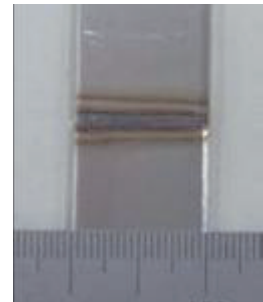


図16 立向黒色酸化 (SUS304)

表5 溶接条件補正パラメータ

試料	溶接姿勢	補正箇所	補正前	補正後
SUS304	90°立	ガス流量	15L + 15L	→ 10L + 10L
	45°横	レーザー出力	900(CW)	→ 1,100(CW)
SUS430	90°横	〃	〃	→ 〃
	90°立	ガス流量	10L + 10L	→ 5L + 5L
A5052	45°横	レーザー出力	1,600(6ms)- 1,300(3ms)	→ 1,600(6ms)- 1,300(2ms)

表6 溶接姿勢ごとの引張試験結果

試料	評価項目	0°下向	45°横向	90°横向	90°立向
SUS304 (639.8)	最大強度[MPa]	652.4	653.9	659.0	655.1
	最小強度[MPa]	645.5	642.9	644.7	644.5
	平均強度[MPa]	647.8	650.0	654.3	651.7
	標準偏差[-]	3.24	5.19	6.92	4.92
	母材比[平均・%]	101.25%	101.59%	102.27%	101.86%
溶接姿勢間のばらつき[%]		2.44%			
SUS430 (497.9)	最大強度[MPa]	463.9	465.6	467.1	464.6
	最小強度[MPa]	462.2	462.0	461.6	462.5
	平均強度[MPa]	463.1	464.0	464.0	463.5
	標準偏差[-]	0.88	1.86	2.38	0.85
	母材比[平均・%]	93.01%	93.18%	93.18%	93.10%
溶接姿勢間のばらつき[%]		1.17%			
A5052 (228.0)	最大強度[MPa]	196.7	191.0	191.7	193.2
	最小強度[MPa]	193.1	177.7	190.4	183.1
	平均強度[MPa]	194.7	184.4	190.1	188.5
	標準偏差[-]	1.54	6.67	1.78	4.47
	母材比[平均・%]	85.38%	80.87%	83.37%	82.67%
溶接姿勢間のばらつき[%]		9.64%			

※ 表中、試料名下の()内は母材の平均強度[MPa]を示す。

強度試験について、表6に引張試験の結果を示す。SUS430は全試験片で母材部から、SUS304およびA5052は一部を除いて溶接部から破断した。また溶接姿勢間のばらつきは、SUS304で±2.44%、SUS430で±1.17%、A5052で±9.64%となった。



この結果について、溶接部の強度は一般的に母材側で破壊した場合、溶接部からの破壊であっても母材の95%以上の強度が得られた場合が良好とされている。このためSUS304とSUS430については、全ての溶接姿勢でこの条件のいずれかを満たしており、良好な溶接部であることを確認した。また溶接姿勢間のばらつきについても、目標の±10%以内に収めることができた。

しかしながら、A5052については母材の80～85%に留まり、いずれの溶接姿勢においても十分な強度が得られなかった。これについては、前述のアンダーカットにより溶接部の厚さが不足したことが原因と考えられる。

また、SUS304においては、ほぼ全ての試験片が溶接部から破断しながら、強度については全て母材を上回るという結果となった。これについて、溶接部の溶融・再凝固により成分や組織が変わり、剛性が高まったことが一因と考えられるが、材料面以外にもビード形状や残留応力状態など、様々な要因が複合した結果と考えられ、原因を特定することはできなかった。

次に、3点曲げ試験の結果を表7に示す。SUS304では全ての溶接姿勢で割れは発生せず、溶接条件が良好であることを確認した。一方、SUS430およびA5052では一部の溶接姿勢で割れが発生した。この原因について、A5052の割れが生じた部分には、目視可能な大きさのポロシティがあり、これが原因となった可能性が考えられる(図17)。しかしながら、SUS430については明確な欠陥は確認できず、原因の究明や対策について課題が残った。

表7 曲げ試験における割れ発生状況

試料	(割れ発生数)/(試験片数)			
	0°下向	45°横向	90°横向	90°立向
SUS304	0/4	0/4	0/4	0/4
SUS430	0/4	1/4	1/4	3/4
A5052	2/4	2/4	0/4	0/4

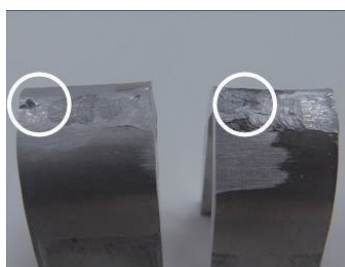


図17 割れ部分のポロシティ跡  
(左：A5052 0°下向 右：A5052 45°横向)

続いて、内部欠陥の観察結果について、図18にX線CT画像を、表8に溶接部のポロシティ体積割合を示す。

X線CT画像を確認した結果、全ての試験片で直径0.05mm

以上の点状のポロシティが、溶接部全体に分布しているのを確認した。しかしながら、これらのポロシティが多数繋がった亀裂状の空隙は確認されなかった。このため溶接割れについては発生していないものと考えられる。

また、ポロシティの体積割合については、溶接姿勢間でのばらつきは2～3倍と大きいですが、表8のとおり全ての溶接姿勢で目標の2%以下に収まることを確認した。

これらの結果、内部欠陥の状態においては、各溶接姿勢の溶接条件が概ね良好であることを確認した。

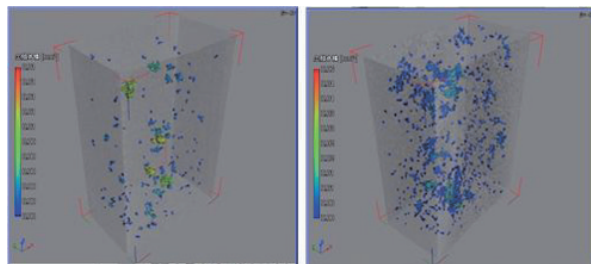


図18 X線CT画像によるポロシティ分布  
(左：SUS304 0°下向 右：SUS430 90°立向)

表8 溶接姿勢ごとのポロシティ割合

試料	ポロシティ割合(%)			
	0°下向	45°横向	90°横向	90°立向
SUS304	0.229	0.165	0.205	0.507
SUS430	0.312	0.819	0.706	0.601

#### 4.3 レーザ出力ごとの溶融状態の計測評価

レーザー出力と溶融状態との相関について、溶融ビードの寸法計測および形状の観察を行った。代表的な傾向を示したSUS304のビード幅を図19に、溶込み深さを図20に示す。

なお、当初は供試材料全てをφ0.15mmの集光レンズのみで行う予定であったが、前述のアルミニウム合金のスパッタにより、レンズと試験片との距離が150mmと近いφ0.15mmの集光レンズでは光学系部品が損傷する危険が生じたため、A5052のみ距離を300mm確保できるφ0.30mmレンズに急遽変更した。

実験結果について、ビード幅は図19に示すとおり、エネルギー密度の増加に応じて比較的単調に増加することを確認した。グラフおよび断面写真からも、特徴的な傾向は確認できなかった。

これに対し溶込み深さについては、全ての材料で溶込み深さが急激に深くなるエネルギー密度域が確認された。これについて断面写真の状況と照らし合わせた結果、SUS304では図21のように、100 (J/mm<sup>2</sup>) 前後を境に幅が広くて浅い熱伝導型溶融から、深さのあるキーホール型溶融に移行していることを確認した。

同様に、SUS430は100～150 (J/mm<sup>2</sup>)、A5052では約600



( $J/mm^2$ ) からキーホール型溶融に移行することを確認した。なお、材料によりキーホール型溶融に移行するエネルギー密度に差が生じた原因は、熱伝導率が高い材料ほど入熱が逃げてしまうため、溶融池にキーホールが形成されるのにより高いエネルギー密度が必要になるためと考えられる。

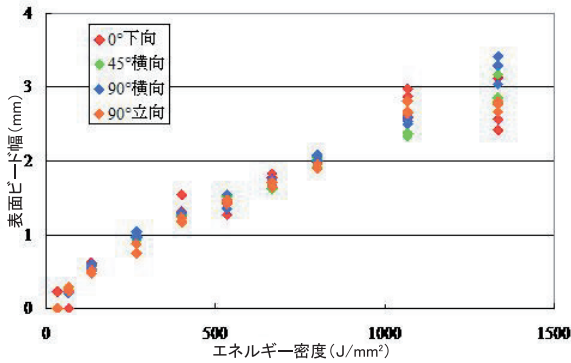


図19 レーザ出力と表面ビード幅の比較 (SUS304)

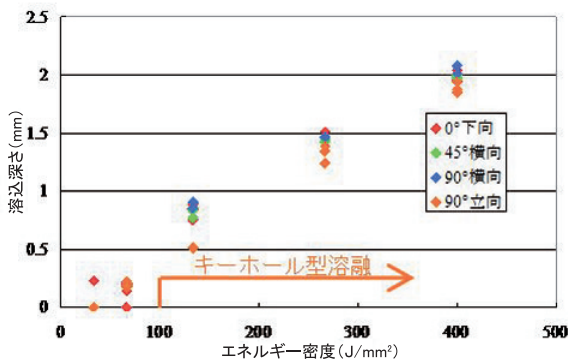


図20 レーザ出力と溶込み深さの比較 (SUS304)

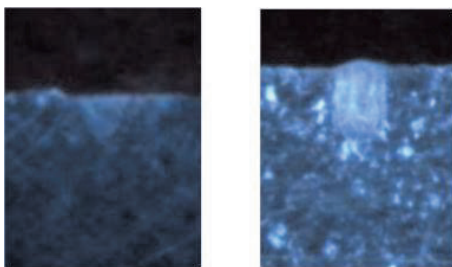


図21 熱伝導溶融からキーホール型溶融への遷移 (SUS304 左:  $66.7J/mm^2$  右:  $133J/mm^2$ )

また、使用したレーザー加工装置に関する特徴的な現象として、A5052にエネルギー密度:  $200\sim 400 (J/mm^2)$  のレーザーを照射した場合、レーザー発振が強制的に停止し、溶融ビードが寸断されてしまう現象が多発することを確認した (図22)。強制停止の原因は、一定以上の強さのレーザー光が発振器に反射した場合に、発振器の自損を防ぐ安全回路が作動するためである。今回のケースはエネルギー密度が不十分のため、

材料の溶融が始まる前に比較的高いエネルギーのレーザー光が反射し、それをレーザー発振器側が検知したことが原因と考えられる。

このため、レーザーが発振器側と異なる方向に反射した場合、発振器ではそれを検出できないため、レーザーヘッドや周辺設備を焼損しつづける恐れもある。このためA5052を溶接する際にはこのエネルギー密度域を避け、溶接始端に高密度なレーザーを照射し、瞬時に溶融池を形成するなどの対策が必要となる。



図22 レーザ発振停止によるビードの寸断 (A5052)

## 5. まとめ

本研究により、代表的なステンレス鋼とアルミニウム合金の薄板突き合わせ溶接における、下向溶接を基準とした溶接姿勢ごとの良好なレーザー溶接条件を抽出した。これらの溶接部の強度や内部欠陥を評価した結果、物性面においても溶接姿勢間で大きくばらつかず、安定した品質が得られることを確認した。

また、各材料にエネルギー密度を変えてレーザーを照射した結果、エネルギー密度と溶融ビードの幅や深さの相関についてのデータや傾向について把握することができた。

さらにはA5052において、レーザーの反射エネルギーが極大化し、装置や周辺設備が自損する危険性の高いエネルギー密度域があることを確認した。

今後はレーザーによる難溶接材料の接手法や表面処理技術の研究、またはレーザーによるテスト加工のニーズ対応を通じて、道内企業のレーザー加工技術や溶接・接合技術の向上を支援していく。

## 謝辞

本研究は(独)科学技術振興機構の研究成果展開事業研究成果最適展開支援プログラムの支援により実施しました。また本研究で使用したファイバーレーザー加工・溶接装置は、(独)科学技術振興機構の地域産学官共同研究拠点整備事業により整備されました。ここに記して感謝いたします。

## 引用文献

- 1) 池田正幸・藤岡知夫・堀池靖浩・丸尾大・吉川省吾：レーザープロセス技術ハンドブック普及版，朝倉書店，pp.118 (2009)
- 2) 新井武二：レーザー加工の基礎工学－理論からシミュレーションまで－，丸善，pp.318-319 (2007)
- 3) 住村和彦，西浦匡則：解説ファイバーレーザー－基礎編－，オプトロニクス社，pp.52-53 (2011)
- 4) 新井武二：絵ときレーザー加工基礎のきそ，日刊工業新聞社，pp.84 (2007)
- 5) (株)日本溶接協会：資格認証・認定制度のご案内，日本溶接協会，pp.35 (2012)
- 6) (財)北海道中小企業総合支援センター：平成20年度戦略的基盤技術高度化支援事業「圧力容器製造に適応するレーザー溶接の技術開発」成果報告書，(財)北海道中小企業総合支援センター，pp.9 (2009)
- 7) 塚本進：レーザーおよびハイブリッド溶接におけるキーホルの安定化とポロシティの防止－酸素添加による効果－，第73回レーザー加工学会講演論文集[73]，pp.73-80 (2010)

研究ノート

Research Note

# 超高周波領域センシング技術に関する基礎的研究

宮崎 俊之

## A Basic Study on Technology using Super High Frequency Electromagnetic Wave

Toshiyuki MIYAZAKI

### 抄 録

電磁波の一つであるテラヘルツ波は、簡便な発生方法や安価な受信方法が無かったため、長く未利用の領域であった。近年、レーザー光源やセラミックヒータを用いた発振方法が確立され、また光学デバイスの長波長側への急速な発展があったことから、センシングへ利用するための研究が盛んに行われるようになった。本研究では、主に食品中の成分を対象とし、テラヘルツ波を用いたセンシング技術に関する基礎的研究を行った。

キーワード：テラヘルツ波、センシング、FT-IR、食品計測

### 1. はじめに

0.1~10THzの非常に高い周波数の電磁波はテラヘルツ波と呼ばれ、電波と光の中間の性質を持っている。赤外線やマイクロ波などの電磁波を用いたセンシング（物質計測）では、対象となる原子や分子の吸収現象を利用して、物質の有無や含有量を推定する。センシングの視点で見た場合、テラヘルツ波は非常に興味深い性質を持っている。図1は水分子を例に、各種電磁波と分子との吸収作用を示す。

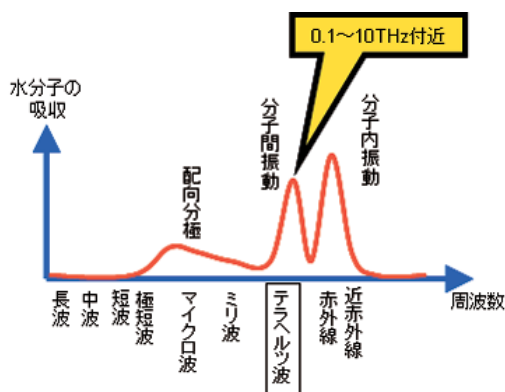


図1 水分子による電磁波吸収現象

電磁波をセンシングに用いる場合、「どの吸収現象を利用するか」、「どの程度の深さまで電磁波を浸透させるか」、「対象の大きさはどの程度か」等により最適な周波数帯を見いだす必要がある。テラヘルツ波を用いたセンシングは、下記のような特徴を持っている。

- テラヘルツ波の周波数帯では、分子同士の結合ネットワーク（水素結合等やファンデルワールス力などによる相互作用）による共振現象が発生する。テラヘルツ波を照射することで複数分子が互いに連携しながら振動するため、この吸収量を測定することで物質全体の特徴を捉えることができる。
- 水分子同士の結びつきとの相互作用が大きいため、対象物の温度変化に敏感である。また対象物を冷凍させることで物質内部の計測ができる。
- 波長が $10^{-5}$ ~ $10^{-4}$  (10~100 $\mu\text{m}$ )と細胞サイズと同程度であり、細胞全体の特性（特定の細胞の有無など）をセンシングできる可能性がある。

この様にテラヘルツ波は食品の品質に関わりの深い水分への感度の高さと、適度な内部浸透性を持つことから、冷凍状態の把握や水溶性物質の即時計測など、様々な活用が期待されている。しかしながら、形状や特性が多岐に渡り個体差が大きい食品に対するテラヘルツセンシングの研究事例はほとんどなく、安定した計測方法の開発が望まれている。

事業名：経常研究

課題名：超高周波領域センシング技術に関する基礎的検討  
(平成20~21年度)



## 2. テラヘルツ波計測装置の概要と研究目的

本研究で使用したテラヘルツ波帯のフーリエ変換赤外分光光度計（以下、FT-IR）の仕様を表1に示す。

表1 テラヘルツ波FT-IRの仕様

メーカー・型番	日本分光製 FT-IR-6300FV
構成	光源、干渉計、試料室、検出器の一体構成
光源	セラミック光源 水銀高圧ランプ
検出器	PE 窓 DLATGS
実用測定波長	30～650 カイザー（透過測定時）
最小波長 分解能	4 カイザー
測定ユニット	透過、反射、1回ATR、3回MATR

テラヘルツ波の計測系としては、照射する光強度が高く、また位相情報も同時に計測できる時間領域分光装置（THz-TDS）が主流であり、医療分野やセキュリティ分野を中心に使用されている。しかし、照射光の励起に高価なフェムト秒レーザーを使用することから、商品単価が安い食品向けの装置としては、装置コストが高いことが難点となっている。赤外線計測装置を流用するテラヘルツ波FT-IRは比較的安価で、現場向け装置への展開が見込まれるが、セラミック光源の光量を大きくできないため、検出感度を表わす信号雑音比（S/N）が低くなる。したがって、安定した計測を行うためには測定対象に応じた測定ノウハウの蓄積が必要となる。

本研究では、工業試験場に導入したFT-IRを用い、食品等に含まれる成分を安定して計測するための基礎技術の開発を行った。

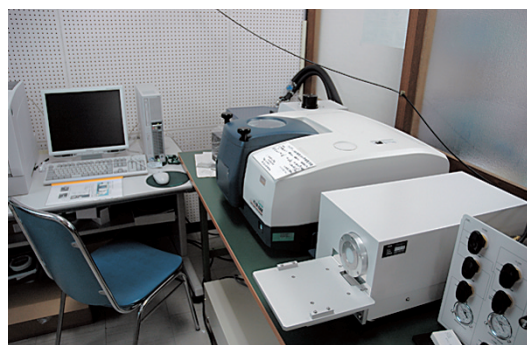


図2 遠赤外線領域FT-IR計測器

## 3. テラヘルツ波による計測

FT-IRを用いた計測においては、サンプルの形態や予想される吸光度の大きさに応じて、最適な計測法を選択する必要がある。本研究では、下記の2方式で測定法開発を行った。

- ATR（減衰全反射）法  
……………高吸光度のサンプル全般用
- 透過法（液膜透過法）  
……………低吸光度の液体計測用

FT-IRを用いた測定の流れは下記の通りである。

- ① テラヘルツ光強度の基準となる、サンプル無し状態での測定値（エアリファレンス値）を計測
- ② サンプルをセットし、信号強度を計測（シングルビーム値）
- ③ サンプルを複数回測定
- ④ サンプル測定終了後、再度、エアリファレンス値の計測
- ⑤ サンプルシングルビーム値をエアリファレンス値で除算し、試料の透過率計算
- ⑥ （ATR法の場合）プリズム透過率を考慮したATR補正の実施
- ⑦ ノイズ低減処理
- ⑧ 吸光度算出  
（※測定時には試料室の真空引きを行う必要がある）

### 3.1 ATR法による計測

ATR法はシリコン等のプリズム上に試料を載せ、プリズムへ入射したテラヘルツ光が試料とプリズムの境界面で全反射する際に、エバネッセント波と呼ばれる電磁界の「しみだし」が発生し、試料による吸収が生じることを利用した計測法で、液体、固体、気体など幅広い試料に対応できる（図3）。ATRプリズム中の多重反射回数により1回ATR、3回ATR等に区別される。

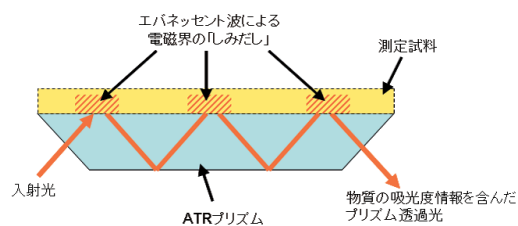


図3 ATR法測定原理

ATR法により食品計測を行う場合、測定試料とプリズムの密着が重要となり、特にゲル状物質では密着状態を適切に保つことが難しい。本研究ではサンプル量の最適化を行い、プリズム上に均質に塗布する方法を開発することで、高粘度のゲル状試料でも安定した計測が可能となった。一例として、ゲル状のアルギン酸水溶液の濃度を0.2%、1%、10%と変えた際の吸光度を図4に示す。濃度に応じて吸光度が変化していることが分かる。また同一濃度のサンプルに対して、安定した計測が実現できている（図の濃度10%①、②）。

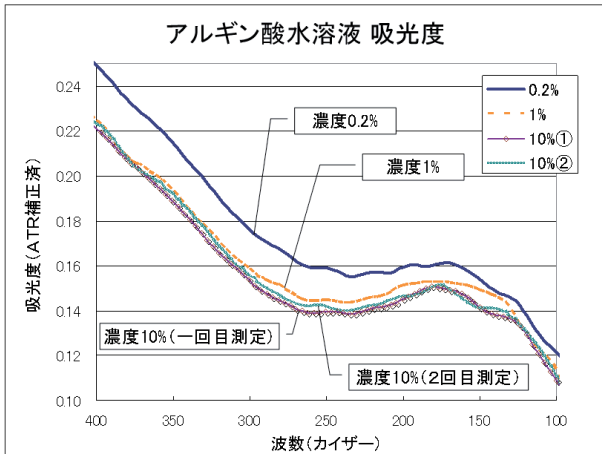


図4 ATR法によるアルギン酸水溶液吸光度測定

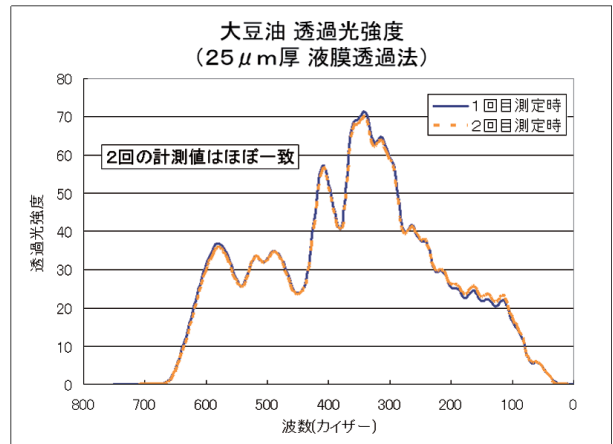


図6 大豆油 (試薬) の透過光強度

### 3.2 透過法による計測

ATR法による吸光度計測は、測定対象物を幅広く選ぶことができるが、プリズムの入射面の面積が小さいことと、電磁界のしみ出し現象を利用する原理的な問題から測定のス/Nが小さくなり、油脂など吸光度が小さい物質に対しては測定誤差が非常に大きくなる。このような物質を計測するには、サンプルにテラヘルツ波を直接照射し、透過光により吸光度を計測する方法（透過法）が有効となる。透過法ではサンプルの厚さが不均一であると測定結果が大きく変動するため、図5の様に板（セル窓）で液体を挟み込み、スペーサにより液膜の厚さを調整し、一定厚の液膜を形成する手法が有効である（液膜透過法）。

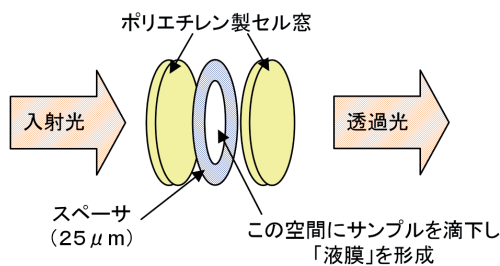


図5 液膜透過法の測定原理

液膜透過法は表面張力が大きい水溶液に対しては適切な測定が可能であるが、液体油脂など表面張力が小さく、浸透性が強い液体では、セル窓とスペーサ間にサンプルが浸出するため液膜厚を均質に保つのが難しくなり、不向きとされてきた。本研究ではサンプル滴下方法を改良し、2つのセル窓に別々に少量サンプルを滴下後、速やかに一定圧で挟み込むことにより、液体油脂に対しても安定して液膜を形成する手法を開発した。この手法を用いて大豆油試薬の透過光強度を計測した例を図6に示す。日時を置いて計測した2つの結果はほぼ一致しており、高い計測安定性が達成できていることが分かる。

また、図6と同じ大豆油試薬を、ATR法と透過液膜法で比較計測した結果を図7に示す。ATR法ではS/Nが低いため、吸光度値は非常に誤差が大きく、全帯域で計測不能となっている。液膜透過法では40~650cm<sup>-1</sup>の全域に渡り、安定した計測結果が得られている。

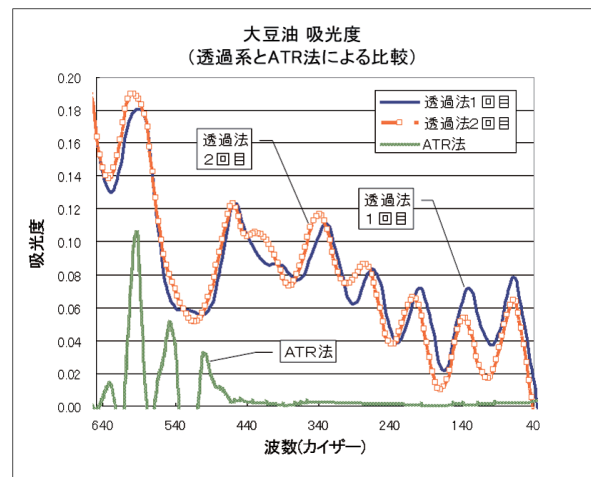


図7 大豆油 (試薬) の吸光度

## 4 まとめ

本研究では、テラヘルツ波の比較的安価な計測器であるFT-IRを用い、食品内成分を安定して計測する技術を開発した。テラヘルツ波領域では分子全体の振動状態を捉えることができることから、タンパク質などの高分子構造や、生体における水分子との相互作用など、これまで計測できなかった現象をセンシングできる可能性があり、食品計測への適用が期待されている。

食料基地としての北海道において、生産性や付加価値の向上、品質安定化のために、新たな計測技術の開発が求められている。この需要に応えられる可能性を持つテラヘルツ計測技術の開発は、我々にとって重要な課題であり、今後も計測

精度の向上，および実用化に向けて研究開発を継続する予定である。

## 謝辞

テラヘルツ計測技術の開発にあたり，ご指導を頂いた京都大学大学院農学研究科 小川雄一先生に，深く御礼を申し上げます。

またサンプルのご提供ならびに測定にあたり多大なご尽力を頂いた北海道大学大学院水産科学研究院 高橋是太郎先生，長崎諒氏に，心より感謝致します。

# 院内機器の位置同定・管理システムに関する研究

高橋 裕之, 本間 稔規, 飯島 俊匡, 波 通隆

## Study on Location Tracking System for Medical Equipments.

Hiroyuki TAKAHASHI, Toshinori HONMA, Toshimasa IJIMA, Michitaka NAMI

キーワード：院内機器, 位置同定・管理システム, ZigBee

### 1. はじめに

病院内で使われる人工呼吸器など移動型の医療機器・器具等は、手術や救急の対応時に速やかに使用可能なように所在管理とメンテナンス履歴が管理されている必要がある。また、これらの機器は、病院の規模によって複数台必要となるが、高価な機器が多いことから過不足なく適切に配備することが重要である。しかしながら、機器使用后、所定の位置に戻すことを徹底することにも限界があり、管理が適切に行われずに患者への処置や定期メンテナンスに支障をきたすことも多い。このため、大規模な病院では、移動型機器の管理をバーコードやICタグ入力等による管理システムを導入しているが、緊急時の対応では、取込ミスなどにより機器の所在不明が発生することが少なくない。

以上のような背景から、医療機器の位置を自動で計測し、その結果に基づいて、所在や稼働状況、動線履歴、メンテナンス履歴などの管理が行えるシステム開発の要望が高く、このためにICタグや無線LAN等を利用した病院等屋内向けの位置同定システムが開発されているが、複雑な院内環境への適合性、管理システムとの統合、コスト的な課題などから普及するまでには至っていない。

そこで本報では、IEEE802.15.4を物理層として、ネットワーク層とアプリケーションインタフェースを標準化した通信規格であるZigBeeを利用して、位置を特定するための低コストな管理システムの開発を目的として、そのための基礎的な技術となる位置計測技術の実現性について検証を行った。

### 2. 位置同定手法の検討

位置を測位するための代表的な方法を以下に示す。

#### 1) GNSS

GNSS (Global Navigation Satellite System) は、人工衛星による測位システムであり、複数の人工衛星からの電波を受信して、その到達時間 (ToA) 等から位置を測定する。代表的なシステムにはGPS, GLONASSがあり、屋外での測位として、カーナビゲーションなどに利用されているGPSが最も普及している。

#### 2) 無線LAN測位

無線LANのアクセスポイントから発信される電波を受信して、その到達時間や到達時間差 (TDoA), 受信電波強度 (RSSI) 等により測位する。無線通信として無線LANの普及が進んでいることから、既存の無線LAN受信機を用いることができる。

#### 3) ICタグ測位

RFID (Radio Frequency Identification) 等のICタグを用いた測位では、ゲートなどに設置されたリーダ端末が、近傍を通過したICタグからのID情報を受信することで、エリアへの浸入情報等を取得し、所在位置を推定することができる。

#### 4) 画像測位

対象や所定の場所に設置された印 (ランドマーク) をカメラ等で撮影し、画像認識することで、対象を特定して所在位置を推定することができる。

#### 5) ZigBee測位

ZigBeeは、周波数2.4GHz, 伝送速度が250kbpsと低速であり、転送距離は短い (~70m程度) が、比較的安価で消費電力が少ないという特長を有し、センサネットワーク等での活用が期待されている。ZigBeeでは、各ノード間でRSSIを送信する機能を有しており、位置を測位するには、複数ノードから得られたRSSIから、三角測量の原理を用いて推定できる。

事業名：経常研究

課題名：院内機器の位置同定・管理システムに関する研究  
(平成22~23年度)



本報では、既設の施設に設置が容易で、低コストでシステムを構成できる可能性が高いことから、ZigBeeによる測位システムに関する技術検討を行った。

### 3. 位置計測試験

#### 3.1 空間内位置計測試験

ZigBeeによる位置計測の実現性を検証するため、小規模ネットワーク（コーディネータ1、ルータ2、センサノード1）を構成した（図1）。このときのノード接続図を図2に示す。本ネットワークシステムに用いたノードにはZigBeeの機能に、定期的にRSSIを送信する機能を付加した。

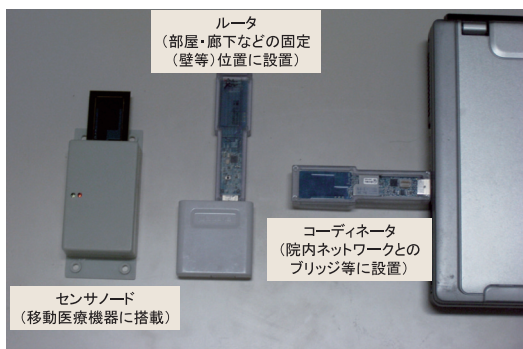


図1 位置同定システム

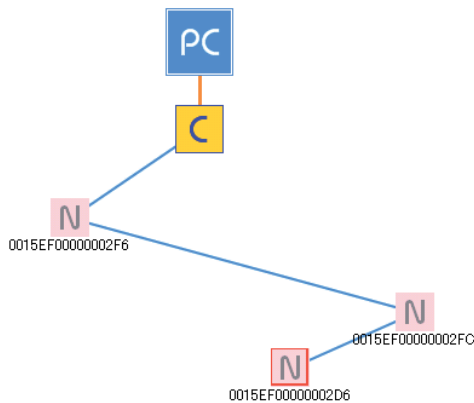


図2 ノード接続図

定点観測試験として、空間内（幅6m×奥行6m×高さ2.55m）にルータとセンサノードを床から約1mの高さの適当な位置に設置した場合のRSSIを計測した（図3）。試験結果から、センサノードを移動させた直後のRSSIは不安定であったが、数秒後には安定した。このとき、人が通過するなどの環境に変化がなければデータの再現性が高いことが確認できた。

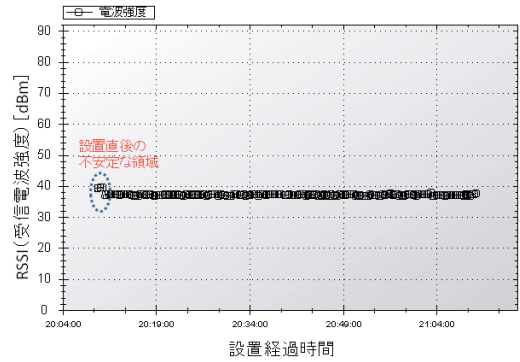
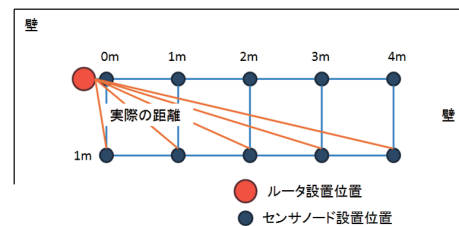


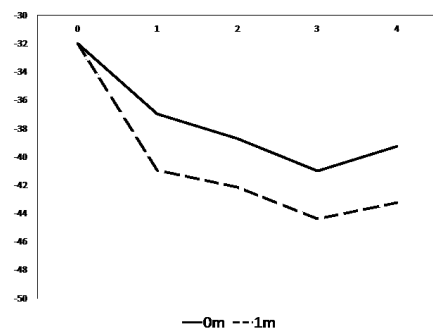
図3 定点観測試験

そこで、同じ空間内の床から約1mの高さで、図4-aに示すように壁から1mの位置にルータを配し、センサノードをルータからの距離0m～4m地点まで1m間隔で移動した場合、そこから1m平行移動した位置で同様に計測したRSSI計測結果を図4-bに示す。このとき計測値は5秒間隔で10回取得し、平均値とした。以降の計測値も同様に計測した。この結果から、1m地点はRSSIが非常に強く安定しており、2m地点から3m地点までは緩やかに減少した。4m地点が3m地点よりも大きな値になったのは、壁からの反射波の影響によるものと考えられる。この範囲内であれば、障害物の影響を考慮することで、約1m程度の精度で位置計測が可能であると考えられる。

空間を1m間隔毎に区切り、RSSIを計測することで、その空間内のRSSIマップを作成することができる。複数のルータによるマップを基に、位置の推定ができる。図5にRSSIマップ作成例を示す。



a) 計測試験でのセンサノード配置図



b) 計測結果

図4 空間内位置計測

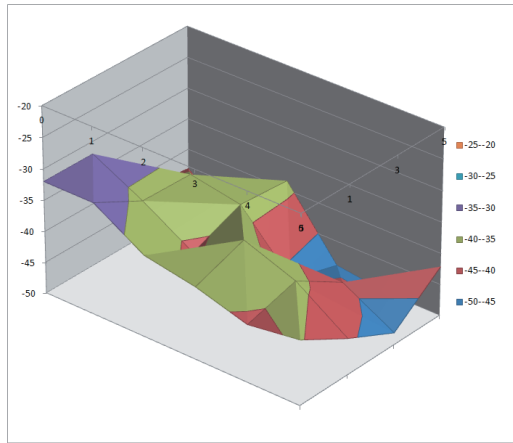


図5 RSSIマップ

### 3.2 廊下移動計測試験

廊下移動計測試験として、ルータを廊下のコンセント位置に設置し、1m～20mまで1m間隔のRSSIを計測した。試験風景を図6、試験結果を図7に示す。この結果から、1m～2m地点でのRSSIは非常に強く、ほぼ同等の値を示した。3m～6m地点までは、緩やかに減少し、それ以降は、5m間隔程度で強弱の変動を繰り返した。これは、廊下の壁からの反射等による電波が、直接受信した電波と合成されるためと考えられる。このため、廊下では、ルータを10m毎に配置することで、両側のノードのRSSIを基に位置計測が行える。しかしながら、医療機器を廊下に常駐させることが少ないこ



図6 廊下移動計測試験風景

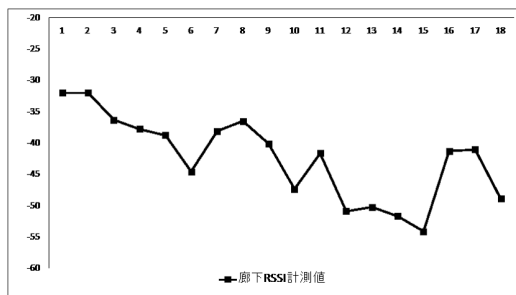


図7 廊下におけるRSSI計測結果

とから、移動方向が捉えられれば良いのであれば、30m～40m程度の間隔に配置することで支障はないと考える。また、通過の確認だけであれば、分岐点などに配置することで情報が得られる。

### 4. 位置同定システムの検討

これまでの試験結果から、以下のことが確認できた。

- 1) RSSI計測により約1m～5m地点までの位置計測を行うことが可能である。
- 2) 遮蔽物等の影響により、計測値と距離の相関が得られない場合があるが、同じ環境条件の下では、再現性が確認できた。
- 3) 廊下での移動では、約5mまでは、距離の特定が可能であり、それ以降では、強弱を繰り返すが連続的にRSSIを取得することで移動方向の特定が可能である。
- 4) 人などが、周りを移動するとRSSIが不安定になるため、定期的な計測が必要である。

以上の内容から、位置同定システムの検討を行った。計測内容は次の通り、部屋（空間）と廊下に分けて考えることができる。

- a) 廊下：ルータを配置（10m～30m間隔）することで、病棟や階層をどの方向に向かったかを判断できる。
- b) 部屋：遮蔽物や空間の広さによるが、2個以上のルータを配備し、予めそれぞれのRSSIマップを作成することで、部屋内での大まかな位置同定が行える。

これらの位置同定結果はZigBeeネットワークによりコーディネータに伝送されて、院内通信網を通じて管理サーバー等へ蓄積し、所在位置、稼働履歴等のデータとともに管理することが可能となる。概念図を図8に示す。

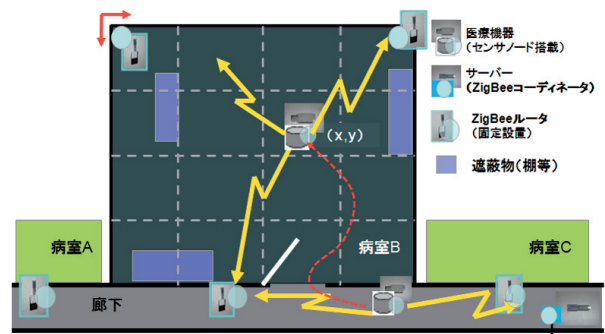


図8 位置同定システム概念図

### 5. まとめ

本報では、ZigBeeによる測位技術に関する基礎的な試験を行い、院内の施設における距離計測の実現可能性が得られたことから、位置同定システムを開発するための概念設計を

行った。

しかしながら、現段階は、ZigBeeを利用して位置情報を取得するための知見が得られた段階である。今後は、適切な数のルータを配したネットワークを構成し、病院内での試験を行うことで、検討した位置同定システムの具現化を目指す。これにより、多くの移動型医療機器（ストレッチャー、可動型心電図、ポータブル撮影機、シリンジポンプ、輸液ポンプなど）に活用されることで、安心な医療の実現に寄与できるものとする。また、在庫・メンテナンス履歴を管理することで、適正な個数管理を行いムダな在庫や機材の削減が可能となり、コスト縮減に繋げられる。

さらに、インフラが整備されていない既存施設内でのシステム構築が容易であることから、流通業や畜産業など位置の特定を要する様々な応用分野への展開を図っていく。

## 引用文献

- 1) 高橋裕之, 飯島俊匡, 本間稔規, 波 通隆: 院内機器の位置同定・管理システムに関する研究, 技術移転フォーラム2012 工業試験場成果発表会プログラム・発表要旨 pp.44 (2012)
- 2) 高橋裕之, 飯島俊匡, 本間稔規, 波 通隆: 院内機器の位置同定・管理システムに関する研究, 工業試験場技術支援事例集2012 pp23 (2012)

# 小径管検査ロボットの位置認識技術

多田 達実, 鈴木 慎一

## Position Recognition Techniques for Small Diameter Pipe Investing Robot

Tatsumi TADA, Shinichi SUZUKI

キーワード：小径管，検査，ロボット，位置認識

### 1. はじめに

地中にはガス管や上下水道管など多くの管が埋設されておりその検査作業では、GPSや地中レーダーなどが利用できず、検査結果と検査位置との対応付けをリアルタイムに行うことができないことから作業に多くの時間を要している。そのため、小径管の地中位置をリアルタイムに計測できる技術確立が我々の生活に直結するライフラインのメンテナンスにおいて緊急な課題となっている。本研究では、管検査ロボットに内蔵された角速度センサ（ジャイロ）や加速度センサなどから得られる冗長な情報と管内検査ロボットの送り出し距離情報から、地中埋設小径管（ $\phi 50\sim 200\text{mm}$ ）の三次元地中位置をリアルタイムに推定することができるシステム（図1）の基本技術開発に取り組んだ。

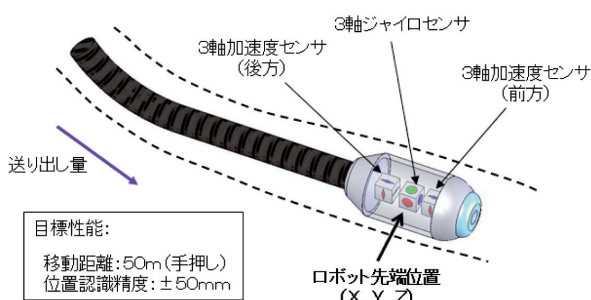


図1 小径管検査ロボットのイメージ

### 2. 位置計測原理

本研究では、ロボットにジャイロの他に複数の3軸方向加速度センサを内蔵させ、それらの値とロボットの送り出し距離の情報から最も確からしい三次元地中位置を推定する技術開発を行った。センサ情報から三次元位置を推定する方法を図2の位置認識原理図により説明する。ジャイロと複数の3軸方向加速度センサを内蔵したセンサカプセルのある時刻の3次元姿勢（ $\alpha, \beta, \gamma$ ）（ $\alpha$ :ロール方向角,  $\beta$ :ピッチ方向角,  $\gamma$ :ヨー方向角）をそれらのセンサ情報から求め、その値とセンサカプセルを管に沿って挿入する時の押し込み量（ $L$ ）から以下の方法でセンサカプセルの管内位置を求める。

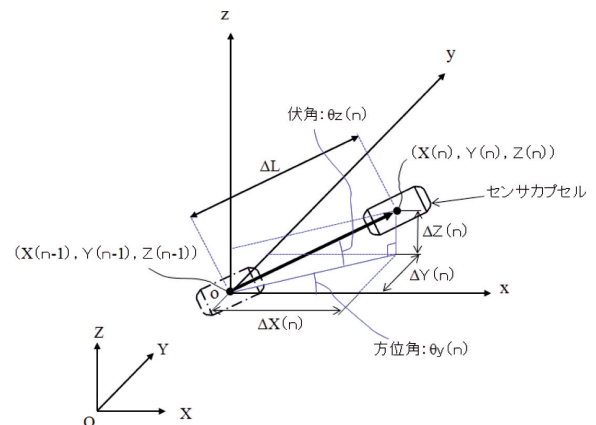


図2 位置認識原理

本方法では、計測した時点のセンサカプセルの姿勢（ $\alpha(n), \beta(n), \gamma(n)$ ）からその時点の方位角 $\theta_y(n)$ と俯角 $\theta_z(n)$ を求め、センサカプセルは計測のサンプリング時間 $\Delta t$ にセンサカプセルの進行方向（本研究ではセンサカプセルの長手方向）に送り出し量として計測される変位量 $\Delta L$ 進むものと



仮定する。以下の式 (1) ~ (16) に位置を求める計算式を列挙する。

なお、式を表現する変数は以下を意味する。

- X(n), Y(n), Z(n) : 現時点のセンサユニットの位置
- X(n-1), Y(n-1), Z(n-1) : 1 サンプルの前のセンサユニットの位置
- $\theta_y(n)$  : 現時点のセンサユニットの方位角
- $\theta_z(n)$  : 現時点のセンサユニットの伏角
- $\theta_y(n-1)$  : 1 サンプルの前のセンサユニットの方位角
- $\theta_z(n-1)$  : 1 サンプルの前のセンサユニットの伏角
- $\alpha(n)$  : 現時点のセンサユニットのローリング角
- $\beta(n)$  : 現時点のセンサユニットのピッチング角
- $\gamma(n)$  : 現時点のセンサユニットのヨーイング角

1 サンプル前後の位置の関係 :

$$X(n) = X(n-1) + \Delta X(n) \dots\dots\dots (1)$$

$$Y(n) = Y(n-1) + \Delta Y(n) \dots\dots\dots (2)$$

$$Z(n) = Z(n-1) + \Delta Z(n) \dots\dots\dots (3)$$

ここで、送り出し量と方位角、伏角から

$$\Delta L(n) = L(n) - L(n-1) \dots\dots\dots (4)$$

$$\Delta X(n) = \Delta L(n) \cdot \cos \theta_y(n) \cdot \cos \theta_z(n) \dots\dots\dots (5)$$

$$\Delta Y(n) = \Delta L(n) \cdot \sin \theta_y(n) \cdot \cos \theta_z(n) \dots\dots\dots (6)$$

$$\Delta Z(n) = \Delta L(n) \cdot \sin \theta_z(n) \dots\dots\dots (7)$$

1 サンプル前後の方位角、伏角の関係 :

$$\theta_y(n) = \theta_y(n-1) + \Delta \theta_y(n) \dots\dots\dots (8)$$

$$\theta_z(n) = \theta_z(n-1) + \Delta \theta_z(n) \dots\dots\dots (9)$$

ここで、方位角と伏角は現時点のセンサカプセルの姿勢 ( $\alpha(n)$ ,  $\beta(n)$ ,  $\gamma(n)$ ) から

$$\Delta \theta_y(n) = \Delta \beta \cdot \sin \alpha(n) - \Delta \gamma \cdot \cos \alpha(n) \dots\dots\dots (10)$$

$$\Delta \theta_z(n) = \Delta \beta \cdot \cos \alpha(n) + \Delta \gamma \cdot \sin \alpha(n) \dots\dots\dots (11)$$

と求められる。

また、センサカプセルの姿勢 ( $\alpha(n)$ ,  $\beta(n)$ ,  $\gamma(n)$ ) は、1 サンプル前の姿勢 ( $\alpha(n-1)$ ,  $\beta(n-1)$ ,  $\gamma(n-1)$ ) とロール、ピッチ、ヨー方向回りの角速度 ( $\omega_\alpha(n)$ ,  $\omega_\beta(n)$ ,  $\omega_\gamma(n)$ ) から以下のように求められる。

$$\alpha(n) = \alpha(n-1) + \omega_\alpha(n) \cdot \Delta t \dots\dots\dots (12)$$

$$\beta(n) = \beta(n-1) + \omega_\beta(n) \cdot \Delta t \dots\dots\dots (13)$$

$$\gamma(n) = \gamma(n-1) + \omega_\gamma(n) \cdot \Delta t \dots\dots\dots (14)$$

$$\Delta \alpha(n) = \omega_\alpha(n) \cdot \Delta t \dots\dots\dots (15)$$

$$\Delta \beta(n) = \omega_\beta(n) \cdot \Delta t \dots\dots\dots (16)$$

以上の式は、ジャイロセンサなどから得られるロール、ピッチ、ヨー軸回りの角速度からセンサユニットの姿勢 ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ) を求めることを示しているが、使用するセンサの特性 (感度) やセンサカプセルの動きの早さ・状態などに応じて以下のセンサ信号の組み合わせから求めることができる。

低速時 : 3 軸加速度センサで計測される重力方向から推定

中速時 : 2 組の 3 軸加速度センサ計測値から推定

高速時 : 3 軸ジャイロセンサ計測値から推定

### 3. センサカプセルと計測システム

本研究で設計し、製作したセンサカプセルの構造を図 3 に、その外観写真を図 4 に示す。センサカプセルは、内径 50mm 程度の小径な管に挿入して使用することを考え外径 38mm、長さ 90mm に収まる寸法とした。また内部にはカプセルの前方と後方 2 箇所にて 3 軸加速度センサを各 1 個、センサカプセルの中央部にロール、ピッチ、ヨー方向の回転角速度を捉える 3 つの単軸ジャイロを固定した。図 5、表 1 と図 6、表 2、それぞれに本研究で使用した単軸ジャイロセンサと 3 軸加速度センサの外観と仕様を示す。

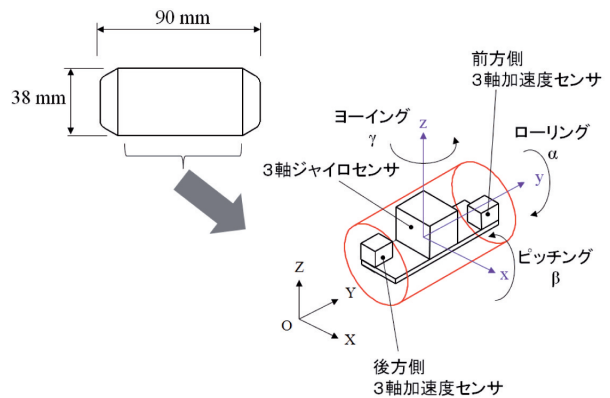


図 3 センサカプセルの構造

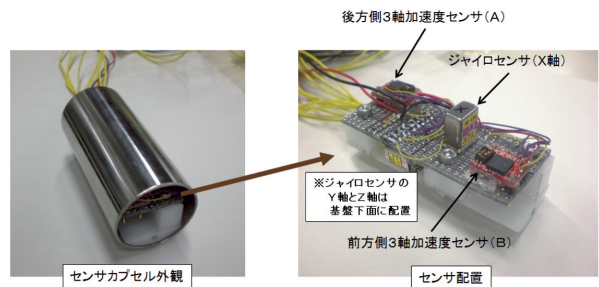


図 4 センサカプセル

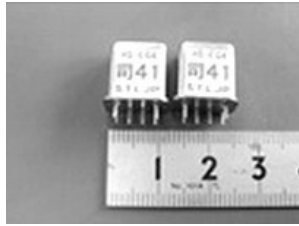


図5 ジャイロセンサ

表1 ジャイロセンサの仕様

項目	仕様
メーカー	STL-JAPAN製
型番	司41
検出角速度	±80度/秒
出力感度	25mV/度/秒、CW回転時+
温度影響	動作温度範囲内±5%
動作温度	-40~80°C(宇宙空間可)
取付姿勢	水平±5°以内
駆動電圧	DC3~7V、5V±5%標準
出力リップル	DC10mVpp以下
出力電圧	DC0.3~4.7V±5%(5V時)
出力電流	最大1mA
消費電流	6mA以下
外寸	8.5×12.6×12.4mm/2g



図7 センサカプセルと送り出し量計測部

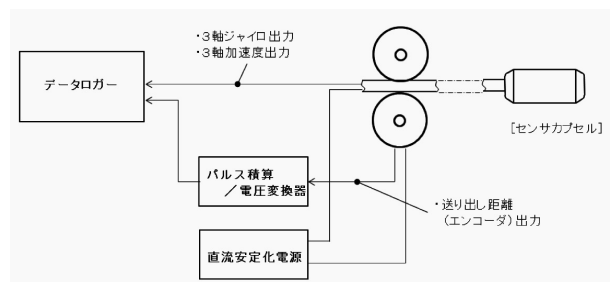


図8 試験システム

また、送り出し量の計測のため、図7に示すようにセンサカプセルの後端に固定したワイヤーを挟み込み、ワイヤーの送り出し量に比例したパルスを出力する計測部を製作した。

以上のセンサカプセルに内蔵した3軸方法の角速度を計測する3つの単軸ジャイロセンサと2つの3軸加速度センサ、およびセンサカプセルの送り出し量計測部から得られる信号は、図8に示すようにそれぞれ電圧信号として一つのデータロガーで同時に計測・記録した。

#### 4. 計測試験

前述のセンサカプセルの性能を図9に示す室内試験において確認した。試験では、床に配置した管(外径75mm、内径65mm、透明樹脂管)の一端からセンサカプセルを挿入し、入り口と逆側からセンサカプセルに固定したワイヤーを巻き取ることでセンサカプセルを移動させた。図10に試験の様子を示す。また、試験で計測したカプセル内蔵センサの計測データを図11に、そのデータを用いてセンサカプセルの姿勢を推定した結果(ローリング角度:  $\alpha$ )を図12に、前述の計測原理に基づき推定した管位置結果を図13に示す。

センサカプセルの姿勢推定については、カプセルの移動速度が0.4m/sであり、ジャイロから得られる角速度から求める方法で問題がなく、3軸加速度センサ情報からセンサカプセルの姿勢を精度良く推定するには動きが静的で運動による

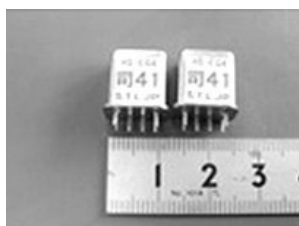


図6 3軸加速度センサの外観

表2 3軸加速度センサの仕様

項目	仕様
メーカー	浅草千研製
型番	AS-3ACC
測定加速度	6G/4G/1.5G 可変
測定傾斜角	-90° ~ 90°
感度	1.5Gモード時 800mV/G(±7.5%)
	2Gモード時 600mV/G(±7.5%)
	4Gモード時 400mV/G(±7.5%)
	6Gモード時 200mV/G(±7.5%)
応答周波数	X, Y: 350Hz Z: 150Hz
耐衝撃	±2000G
動作温度	-20~85°C
他軸感度	±5%
駆動電圧	DC3.3V または DC4.3~16V
オフセット電圧	1.65V(±10%)
(0G時の出力)	
消費電流	7mA以下
外寸	13×15mm

加速度の重畳がない状況である必要があることが分かった。また、管位置の推定については、姿勢推定方法や位置推定方法による誤差の累積により、目標精度±50mmに対して精度±150mmと不十分であることが分かった。

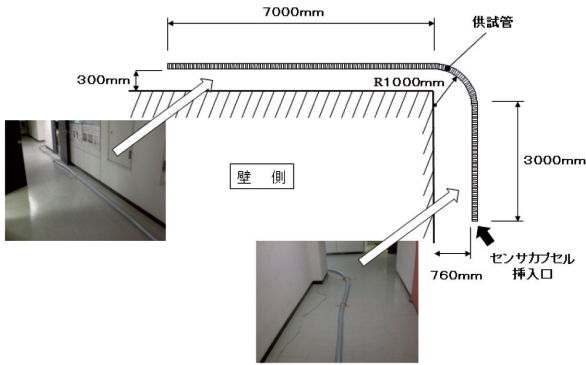


図9 試験における管配置



図10 試験状況

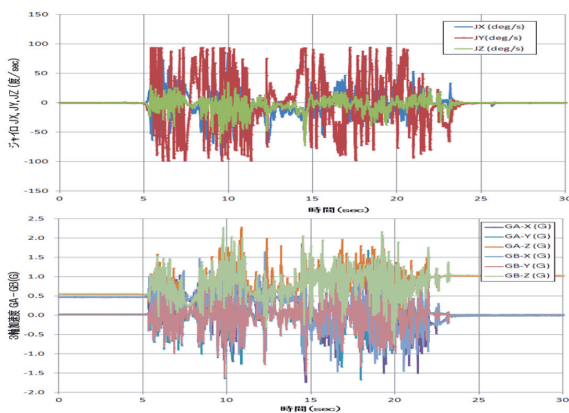


図11 計測データ

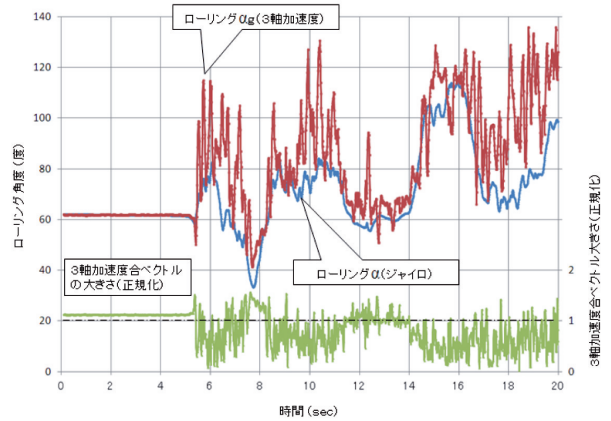


図12 センシングカプセル姿勢推定結果

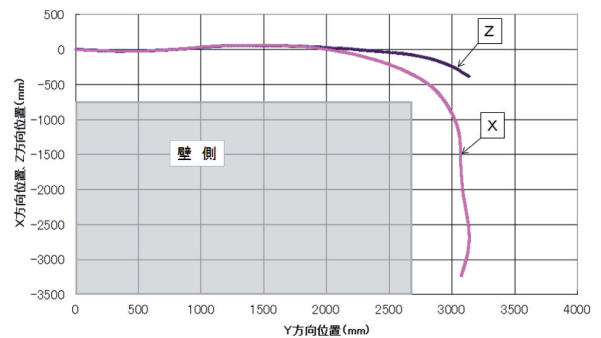


図13 管位置推定結果

## 5. 図面フィッティング

小径管の検査においては、設計図面との対応関係を常に意識することが必要である。そのため、位置認識センサから得られる位置情報を管内映像へ対応させる機能検討を行い、計測位置情報を管路図面データにフィッティングするプログラムを検討した。位置推定データの図面フィッティングとは、図14に示すように推定位置を最も確からしい図面上の位置に対応させる処理を意味する。その手法はいろいろあるが、本研究では、管を有限の断面の集合体と定義し、推定位置からそれらの全管断面（今回の場合は円断面）への垂線を求め、その長さが最小となるもっとも確からしい断面の図心を求め、推定位置をその点に修正する方法を採用した。本手法を図13のデータに適用し配管位置へのフィッティングを試みた結果を図15に示す。本結果により、本研究の手法が利用可能であることが分かった。

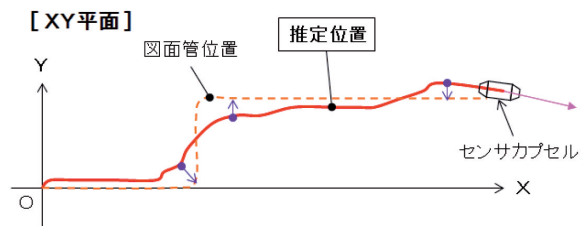


図14 図面フィッティング

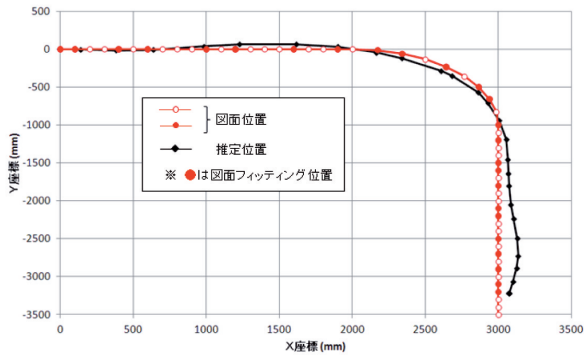


図15 図面フィッティング結果

## 6. まとめ

本研究では、3軸方向の角速度センサ（ジャイロセンサ）と2個一對の3軸方向加速度センサを内蔵したセンサカプセルとロボットの送り込み距離を計測するユニットから構成する小径管用の三次元地中位置計測システムを製作し、精度は不十分であるが計測可能であることを試験により確認した。また、位置認識センサから得られる位置情報を管内映像へ対応させる機能検討を行い、計測位置情報を管路図面データにフィッティングするプログラムを検討した。現時点において、目標精度を達成するためにはジャイロセンサと加速度センサを内蔵したセンサカプセルの運動に伴う信号の干渉を極力排除する信号処理技術と機構的にはカプセルのねじれを抑えカプセルの運動を単純化することが必要であると考えており、今後も継続してそれらの課題に取り組んでいきたい。

## 参考文献

- 1) 遠山繁樹：機械系のためのロボティクス，総合電子出版社，1989
- 2) 出願人：日本鋼管株式会社，位置計測装置及び計測方法，公開特許公報：特開平5-306933



# 小型燃料電池の寒冷地対策技術

白土 博康, 保科 秀夫, 富田 和彦

## Countermeasure Techniques for Water Freezing of Small Fuel Cells

Hiroyasu SHIRATO, Hideo HOSHINA, Kazuhiko TOMITA

### 抄 録

小型の固体高分子形燃料電池電極の凍結防止対策として、電極に不凍液を投入する方法、発電時の排熱を利用する方法を検討した。小型燃料電池における水分の凍結防止のために電池性能を維持する不凍性物質として酢酸カリウム30mass%を選択した。不凍液注入方法としてバブラー加湿が有効であったが、周囲温度 $-20^{\circ}\text{C}$ で長時間発電を維持することは困難であることが分かった。一方、発電容量30W以上の燃料電池は発電時の排熱により、周囲温度 $-10^{\circ}\text{C}$ から起動可能であることが分かった。 $-20^{\circ}\text{C}$ から起動する際には、 $-10^{\circ}\text{C}$ まで加温する必要があった。

キーワード：固体高分子形燃料電池、小型電池、寒冷地、不凍液、加湿、水分の凍結

## 1. はじめに

ユビキタス社会（「いつでも、どこでも、だれでも」がネットワークにつながるにより恩恵を受ける社会）を迎え、画像や音声等の利用拡大に伴い、より高い電力容量を必要とする携帯端末・無人端末が求められている。これらの端末用途には現在、リチウムイオン電池やニッケル水素電池が利用されているが、要求されるエネルギー密度（単位重量あたりのエネルギー貯蔵量）の大幅な改善は困難と言われている。また、それらの電池の原材料は高価なうえ、電気自動車等需要の拡大により、今後その安定供給が困難となることが予想されており、代替する電源の開発が早急に求められている。

一方、燃料源（水素源）に高いエネルギー密度を有する水素貯蔵材料を利用することにより、固体高分子形燃料電池（以下、燃料電池）がこのニーズに答え得る小型電源として期待されている。しかし、小型の燃料電池の場合、発電時の排熱量が少ないため、氷点下では電極界面等における水分の凍結が避けられず、現状では寒冷地での利用が困難である。このような背景から、早期に小型燃料電池の寒冷地対策技術の確立が求められている。

本報告では、本道の厳しい気象条件に対応した小型燃料電池の寒冷地対策技術を確立することを目的として小型燃料電池の寒冷地対策について、いくつかの試みを行ったのでその結果について報告する。

## 2. 研究方法

### 2.1 研究の概要

図1に小型燃料電池電極の概念図を示す。燃料電池の電極は、水素または空気の供給口と排出口を有するエンドプレート、供給したガスを電極に送る溝付きのセパレータ、ガスを電極に拡散させるガス拡散層、カーボンに担持されたPt触媒と固体高分子電解質膜を接合させた膜電極接合体（以下MEAと呼ぶ）、電極反応によって発生した電子を外部電気回路に送る集電体等によって構成される。

図2に空気側のMEAとガス拡散層の模式図を示す。水素と空気（酸素）の反応により水が発生するが、氷点下ではその水が拡散層内で凍結し、空気のMEAへの拡散が阻害されるために発電不良になることが知られている。

そこで本研究では以下の2つのアプローチにより、空気側の水の凍結を回避することを検討した。

- ①空気極に不凍液を混入させる
- ②発電の際に発生する排熱を利用する

事業名：経常研究

課題名：小型燃料電池の寒冷地対策技術（平成21～22年度）

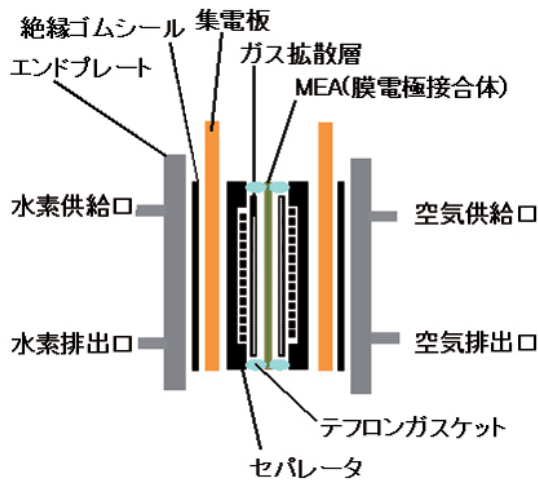


図1 小型燃料電池電極の概念図

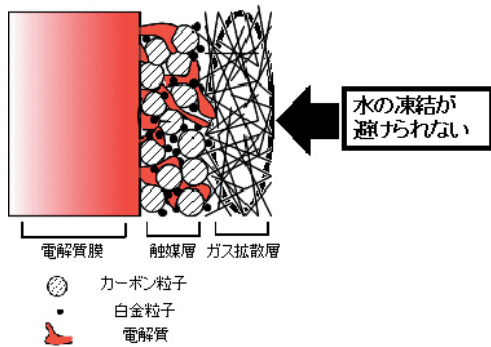


図2 空気側MEAとガス拡散層の模式図

## 2.2 燃料電池単セル及び試験装置

単セルの燃料電池を製作し、試験に使用した。MEAにはジャパングアテックス社の膜電極接合体PREMEA#5510を用いた。このMEAは、 $30\mu\text{m}$ の電解質膜GORESELECTの両面に $0.3\text{mg}/\text{cm}^2$ の白金を担持させたカーボン担体を塗布している。電極の(幾何学的)表面積は $37.7\text{cm}^2$ である。単セルは、MEAの両側をジャパングアテックス社のガス拡散層(カーボクロスCARBEL-CL400 $\mu\text{m}$ )、テフロンガスケット及び1本溝のガス流路構造を持つセパレータで挟み、その外側に外部の負荷と電氣的に結合させた銅に金メッキを施した集電板を配置した。さらにその外側にテフロン性の絶縁ゴムシールを置き、ガスを導入するステンレス製のエンドプレートで締めている。

なお、本研究では、空気極に不凍液を混入させる際に、以下の2つの方式を検討した。

- ①セルと加湿器を一体化し、空気を加湿器中でバブリングすることによって、空気中に不凍液の飛沫を含ませる方式
- ②空気側の配管から一定流量の不凍液を発電前に注入する方式

図3にセルと加湿器を一体化した燃料電池の外観を示す。一般に加湿器は固体高分子膜の水分含有量を増加させ、そのイオン伝導度を向上させるために設置するものであるが、本研究では、寒冷地仕様であることを考慮し、発電に伴う水分の凍結防止を目的に使用するものである。

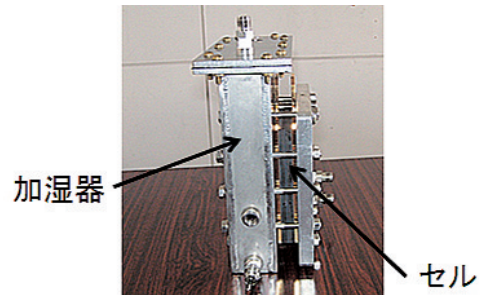


図3 セルと加湿器を一体化した燃料電池

図4に試験装置の模式図を示す。製作したセル、水素と空気をセルへ導入する配管を恒温恒湿器の中に配置し、燃料の水素ポンプ、酸化剤の標準空気ポンプ、及びガスの流量を制御する質量流量制御装置、電子負荷装置((株)NF回路ブロックAs-10-3100/4)を恒温恒湿器の外(室温)に設置した。ガス配管については、空気側に外部からポンプによって不凍液を一定流量で注入できるシステムを配置した。なお、不凍液を発電前に注入する場合は、加湿器を外して実験を行った。

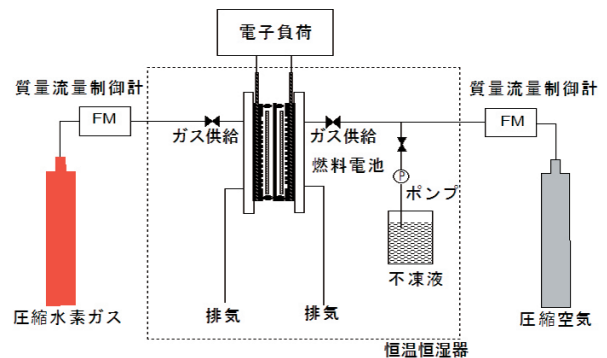


図4 試験装置模式図

## 3. 試験方法

### 3.1 不凍性物質の利用や混入方法の検討

#### 3.1.1 不凍性物質の発電に及ぼす影響の評価

表1に試験に用いた不凍液の種類を示す。最終的には使用可能最低周囲温度が $-20^{\circ}\text{C}$ である燃料電池を想定しているため、加湿器中の水分が凍結しないよう凍結温度が $-30^{\circ}\text{C}$ 以下となる濃度を設定した。なお、塩化カルシウム水溶液などの無機金属塩系水溶液や有機・無機酸水溶液は鋼材に対する腐食性が高いため、またエタノールについては沸点が低く、燃

料電池運転時に水とエタノールが共沸すると考えられるため、さらにグルコース系は $-20^{\circ}\text{C}$ の不凍液濃度が得られなかったため、除外した。

表1 不凍液の種類

不凍液の種類	濃度	特徴
超純水	—	不純物がなく、電極への影響を考慮する必要なし
プロピレングリコール水溶液 (PG)	50vol%	主に給湯・暖房用で使われる。沸点も高いため、加温用としても理由が可能と思われる。低温で粘度がやや高い。
酢酸カリウム水溶液 (KAc)	30wt%	主に凍結防止剤として使われる。低温でも粘度が低い。水溶液が弱アルカリ性であるため、鋼材に対して低腐食性である。

表1の不凍性物質の発電に及ぼす影響を評価するため、加湿器に超純水または不凍液を導入し、恒温槽の温度を $80^{\circ}\text{C}$ （セル温度、加湿器温度 $\approx 80^{\circ}\text{C}$ ）として発電試験を行い、その影響を評価した。また、その考察のため、別途、セルを除き、ガスの露点・飛沫中の不凍液濃度分析を目的とした加湿器試験装置を作製した。図5にその模式図を示す。加湿器へ300mlの不凍液または超純水を導入し、加湿器のフランジを締めた。恒温槽を閉じ、環境温度を測定温度まで加熱または冷却し、その後ボールバルブを開け質量流量計で流量を $15\text{l/min}$ （NTP）に制御された空気をコンプレッサーから加湿器内へ導入し、ガス出口露点、加湿器液温を導入直後から5秒毎に測定した。なお、初期温度 $80^{\circ}\text{C}$ の実験では、室温で冷却され結露した加湿出口ガス中の水分をサンプル瓶に5分毎に採取し、そのTOC濃度を測定することにより、加湿器から発生する水の飛沫中に含まれる不凍液濃度を算出した。

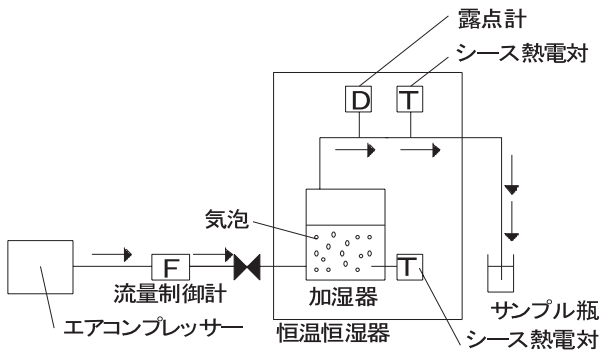


図5 加湿器試験装置の模式図

### 3.2.2 不凍性物質の投入方法の検討

不凍性物質の投入方法には、下記の2つの手法を用いた。

- ① 発電前に不凍性物質を所定量注入し、ただちに発電する
- ② バブラー加湿により不凍性物質を混入させる

発電試験条件は周囲温度 $-20^{\circ}\text{C}$ 、電流密度 $0.26\text{A/cm}^2$ （10A）とし、電圧降下が起こり発電不良となるまで計測した。なお、①の不凍液投入速度は $0.062\text{g/s}$ とし、10秒、20秒、30秒不凍液を投入する実験を行った。

### 3.2.3 排熱の利用

単セルで電流密度を $0.26\text{A/cm}^2$ （10A）の他に $0.52\text{A/cm}^2$ （20A）として無加湿で起動試験を行い、排熱の影響を評価した。さらに排熱量を増加させるため、単セルの代わりに4セルスタックを組み、電流密度を $0.52\text{A/cm}^2$ （20A）として起動試験を行った。計測項目は、セルの電流電圧特性、セル温度、恒温恒湿器内環境温度、入力ガス温度であり、5秒毎に計測した。

## 4. 試験結果

### 4.1 不凍性物質の発電に及ぼす影響の評価

図6に加湿器に超純水、プロピレングリコール50vol%、酢酸カリウム30mass%を入れ、セル温度、加湿器温度 $80^{\circ}\text{C}$ にて発電試験を行った際の、電流－電圧特性を示す。加湿器を純水とした場合に対し、不凍液を用いた場合の電流－電圧特性は低下する。ただし、酢酸カリウム30mass%ではその低下率は低い。

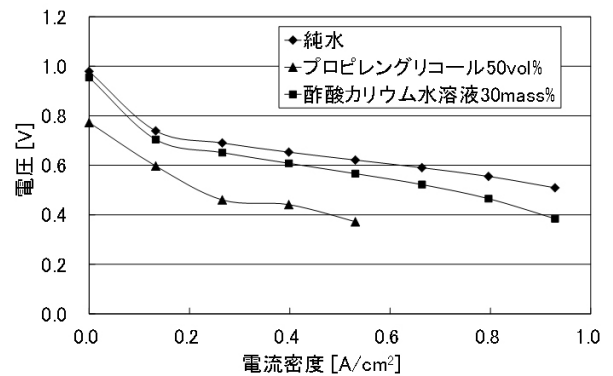


図6 加湿器の不凍液別の電流－電圧特性

図7に試験開始1分後の超純水、プロピレングリコール水溶液、酢酸カリウム水溶液の液温と出口ガスの露点の関係を示す。

超純水はほぼ相対湿度100%の線上に位置するが、プロピレングリコール水溶液、酢酸カリウム水溶液は約 $3\sim 4^{\circ}\text{C}$ 程度露点が液温より低下する。この理由は、不純物が高濃度含まれていることによって、溶液の飽和蒸気圧が減少し、露点が低下しているためと考えられる。

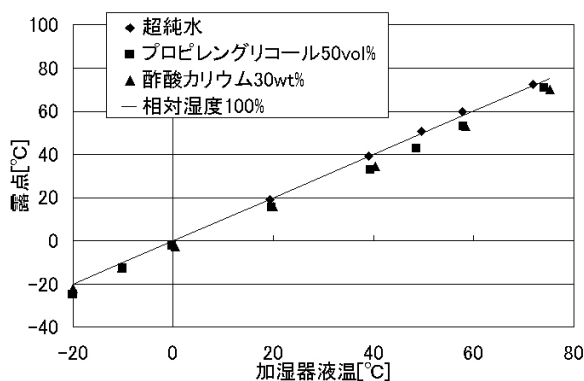


図7 液温と出口ガスの露点の関係（試験開始1分後）

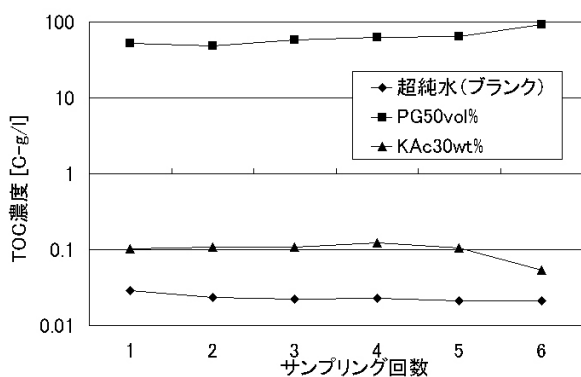


図8 サンプリング液のTOC濃度

図8に加湿出口ガスを室温で結露させ、サンプリングした液のTOC濃度をサンプリング順、不凍液種類別に示す。プロピレングリコール50vol%水溶液においては、加湿出口ガスの結露水の濃度は48.2~92.4[C-g/l]であり、原液に対し10.6~20.2%であった。プロピレングリコールにおいては、多くの不凍液成分が加湿器から外へ流出している。これに対し、酢酸カリウム水溶液においては、加湿出口ガスの結露水の濃度は0.05~0.12 [C-g/l]であり、原液に対し0.1%であった。

不凍液成分の加湿器外へ流出している濃度がプロピレングリコール水溶液と酢酸カリウム水溶液で大きく異なる原因は、プロピレングリコールと酢酸カリウムの揮発性の差によるものと考えられる。酢酸カリウム水溶液においては、ブランクの濃度を差し引き、カリウムイオン濃度に変換すると、加湿出口ガスの結露水の真の濃度は88~203mg/l[K<sup>+</sup>mg/l]であった。陽イオンが電極に与える影響にも留意する必要があるが、容易に入手でき、露点、加湿水出口の不凍液成分の飛沫量が少ないという点で良好であることから、本研究では酢酸カリウム30mass%を用い以下の実験を行った。

#### 4.2 不凍性物質の投入方法の検討

図9に雰囲気温度-20°C、0.26A/cm<sup>2</sup> (10A)における発電電圧の経時変化を不凍液の投入方法別に示す。不凍液を注

入する場合、その注入量には最適値があり、不凍液を注入しない場合と比較し、0.0165g/cm<sup>2</sup>注入した場合、発電継続時間を数秒延ばすことができた。加湿器で加湿した場合も20秒程度発電継続時間を延ばすことはできた。しかしながら、いずれも1分未満の継続時間であり、実用に足る大きな改善は認められなかった。

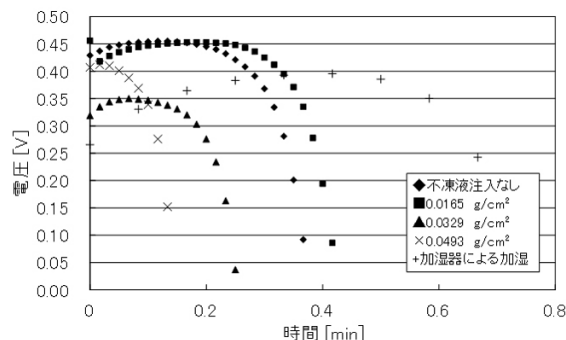


図9 不凍液の投入方法別の発電電圧の経時変化

#### 4.3 排熱の利用

4.2項で周囲温度-20°Cからの起動は不十分であったため、目標を-10°Cに変更し、起動試験を行った。図10に周囲温度-10°C、無加湿における発電電圧・セル温度の経時変化を示す。図10には単セルで電流密度0.26A/cm<sup>2</sup> (10A)とした場合と単セル、4セルで電流密度0.52A/cm<sup>2</sup> (20A)とした場合を示した。なお、4セルで実施した場合のセル温度は外側から2枚目のセル温度である。また、単セル及び4セルで周囲温度-20°Cで電流密度0.52A/cm<sup>2</sup> (20A)とした場合、瞬時に発電不能となったので、図10から割愛している。

単セルでは電流密度0.52A/cm<sup>2</sup>とした場合 (20A)、電流密度0.26A/cm<sup>2</sup> (10A)とした場合に比べ、初期セル電圧は低下するが、発電維持時間は増加する。しかしながら、いずれもセル温度を0°C以上まで上昇させることはできない。これに対し、排熱量を増加させた4セル電流密度0.52A/cm<sup>2</sup> (20A)の場合では1分15秒程度でセル温度を0°C以上とすることができる。4セルスタックの発電開始直後の電力は32W、排熱量は86Wであり、この程度の排熱量を与えることにより、周囲温度-10°Cからの起動は可能となることが分かった。



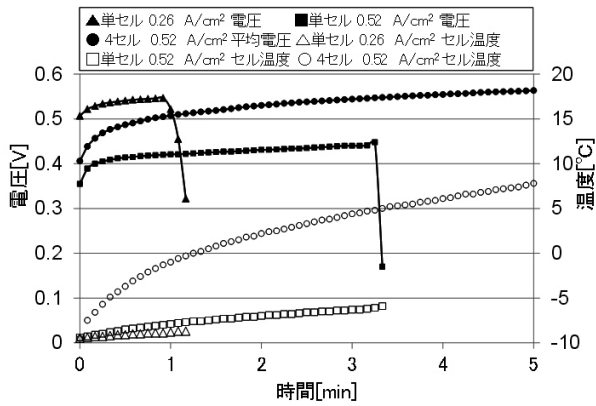


図10 無加湿条件における発電電圧の経時変化 (周囲温度-10°C)

## 5. まとめ

小型の固体高分子形燃料電池電極の凍結防止対策として、電極に不凍液を投入する方法、発電時の排熱を利用する方法を検討し、以下の知見を得た。

- (1) 小型燃料電池電極における水分の凍結防止のため、電池性能を維持する不凍性物質を発電特性、加湿時の露点、加湿水中に含まれる不凍液成分濃度から、酢酸カリウム30 mass%を選択した。
- (2) 不凍液注入方法としてバブラー加湿が効果があったが、周囲温度-20°Cで長時間発電を維持することは困難であることが分かった。
- (3) 発電量30W以上の燃料電池は発電時の排熱により、周囲温度-10°Cから起動可能であることが分かった。-20°Cから起動する際には、-10°Cまで加温する必要がある。

# マンガン酸化物被着ろ材を用いたアンモニア・クロロアミンの除去

浅野 孝幸

## Elimination of Ammonia and Chloroamine using Manganese Oxide Medium

Takayuki ASANO

キーワード：マンガン，ろ材，アンモニア，クロロアミン，地下水，プール

### 1. はじめに

食品製造業においては洗浄用水として深層地下水がしばしば利用されている。しかし、アンモニアが含まれている場合があり、このような地下水に次亜塩素酸ナトリウムを添加して食品の洗浄・殺菌をすると、作業者が目の痛みを訴えたり、気分が悪くなったりすることがある。これはアンモニアと次亜塩素酸との反応で生じた揮発性の高いクロロアミンが原因とされる<sup>1)</sup>。

また、遊泳プール・公衆浴場においては衛生管理上、残留塩素濃度を一定値以上に保つよう指導されており<sup>2, 3)</sup>、次亜塩素酸ナトリウムを添加している事例が多い。このため利用者からもたらされるアンモニアとの反応によりクロロアミンが生成することがあり、快適な利用環境を損ねている<sup>4, 5)</sup>。

地下水中のアンモニアは大部分がアンモニウムイオンとして存在しているため、水中のアンモニウムイオンをイオン交換作用により選択的に吸着するゼオライトを利用してアンモニアを除去した報告例<sup>1)</sup>がある。この方法では定期的な濃食塩水による再生操作とアンモニアを含む廃食塩水の処理が必要となり煩雑である。

一方、地下水に含まれるマンガンイオンの除去には、水和二酸化マンガンを担持したろ材に次亜塩素酸ナトリウムを添加して通水する接触酸化法<sup>6)</sup>が用いられている。この方法ではマンガンイオンがろ材表面で次亜塩素酸により酸化され、水和二酸化マンガんとしつろ材に被着する。

著者は、このろ材にアンモニア含有地下水を次亜塩素酸ナトリウムを添加して通水すると迅速にアンモニアが除去されることを見出した。もともとアンモニアは反応当量以上の次亜塩素酸が存在するとクロロアミンを経由して最終的には窒

素ガスへと酸化分解される<sup>7)</sup>。しかし、後段の反応が比較的遅いためクロロアミンが蓄積し、上記のような事象が生じる。水和二酸化マンガンを担持したろ材が、アンモニアと次亜塩素酸との反応促進に触媒として作用し、アンモニアの除去に応用可能であれば、ゼオライトのような再生操作が不要となり好都合である。遊泳プール・公衆浴場のクロロアミン濃度も窒素ガス化を促進して低減化できる可能性もある。

そこで、本研究では、水和二酸化マンガンを担持したろ材を触媒とするアンモニア、クロロアミンと次亜塩素酸との反応特性の解明を試み、地下水のアンモニア除去、遊泳プールのクロロアミン除去への応用について検討した。

### 2. 試験方法

#### 2.1 マンガン酸化物担持ろ材

水和二酸化マンガンを担持した市販の徐マンガンろ材を使用した。粒径はおよそ1～2 mm、マンガン付着量分析結果は約8 mg/ろ材1 gであった。

#### 2.2 アンモニウムイオン・クロロアミンの測定

アンモニウムイオンについてはHACH社製吸光度計DR/2000と専用試薬を用い、ネスラー法によって測定し、アンモニア性窒素濃度 (mgN/L) で表示した。

クロロアミンについてはHACH社製吸光度計DR/2800と遊離残留塩素専用試薬及びヨウ化カリウムを用い、Standard Methods<sup>8)</sup>およびJIS K 0101<sup>9)</sup>に準拠してDPD法により、クロロアミン総量として結合残留塩素を測定した。また、同法により、モノクロロアミン (NH<sub>2</sub>Cl)、ジクロロアミン (NHCl<sub>2</sub>)、トリクロロアミン (NCl<sub>3</sub>) の分離測定を行った。測定結果は残留塩素濃度 (mgCl/L) で表示した。

#### 2.3 アンモニア除去試験

φ20mmのコック付きクロマトカラムにろ材を充填し、層

事業名：外部資金活用研究

課題名：金属酸化物触媒を用いた水循環系内での結合塩素抑制方法の開発 (平成20年度)

高を20~200mmとした。ここに塩化アンモニウム溶液と次亜塩素酸ナトリウム溶液をそれぞれ別々のポンプで供給・混合し、下向流で通水した。各溶液の濃度、通水量は混合後の濃度が、アンモニア性窒素約1mgN/L、残留塩素7.6~10.0mgCl/Lとなるよう調整し、空塔速度(SV)を10~100h<sup>-1</sup>とした。

ろ材のマンガ酸化物の酸化度を上げるための前処理として、500mgCl/Lの次亜塩素酸ナトリウム溶液1~2Lをろ材カラムに通水した。残留塩素が検出されなくなるまで水洗してから2mgCl/Lの次亜塩素酸ナトリウム溶液をSV=10h<sup>-1</sup>で通水し、マンガ酸化物の残留塩素消費による濃度低下を5%以下とした。

実際の地下水の試験については、φ30mmのコック付きクロマトカラムにろ材を充填し層高を850mmとした。ろ材には市販のマンガ付着量分析結果が約20mg/ろ材1gである色度処理用マンガ酸化物担持ろ材を用いた。

## 2.4 クロロアミン除去試験

所定濃度に調製した塩化アンモニウム溶液と次亜塩素酸ナトリウム溶液を混合・静置し、生成したクロロアミン濃度の時間変化が緩やかになってから、アンモニア除去試験と同様のろ材カラムにSV=10h<sup>-1</sup>で通水した。また、ろ材層高を20mmとしてSV=95h<sup>-1</sup>で通水した。

## 2.5 室内プールモデル試験

塩化アンモニウム溶液と次亜塩素酸ナトリウム溶液を混合して主にNH<sub>2</sub>ClとNHCl<sub>2</sub>を生成させた調製プール水2.5Lを恒温水槽中で攪拌して30℃に保持しておき、試験開始時にさらに次亜塩素酸ナトリウム溶液を添加してNCl<sub>3</sub>を生成させ、ポンプで毎時0.66Lをφ20mm×H20mm(6.3mL)のろ材カラムにSV=100h<sup>-1</sup>で循環通水した場合とろ材カラムがない場合についてNCl<sub>3</sub>の消長を比較した。図1にモデル試験のフローを示す。

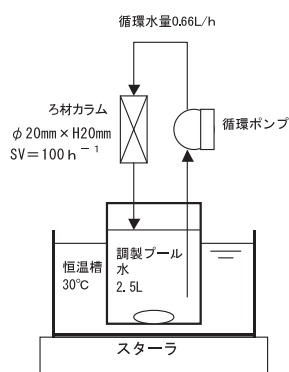


図1 室内プールモデル試験フロー

## 2.6 実施設プール水のクロロアミン除去試験

プール水量400m<sup>3</sup>の中規模施設において試験水を採取し、その直後、アンモニア除去試験と同様のろ材カラムにSV=10h<sup>-1</sup>で通水した。

## 3. 結果と考察

### 3.1 アンモニア除去試験

図2にろ材カラムに塩化アンモニウム溶液のみを通水した場合(Cl無添加)と次亜塩素酸ナトリウム溶液を同時に通水した場合(Cl添加9mgCl/L)について、ろ材カラム流出液のアンモニア性窒素濃度を示す。ろ材充填層高はいずれも200mmで、SVを10h<sup>-1</sup>とした。

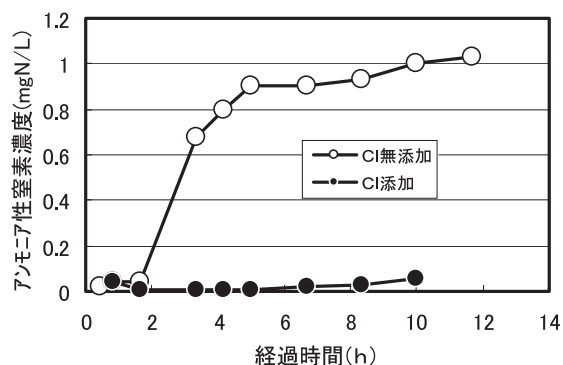


図2 ろ材によるアンモニア除去試験結果

Cl無添加では通水初期において、吸着によると思われるアンモニア性窒素濃度の低下が見られるが、すぐに破過しており、このろ材のアンモニア性窒素吸着能はほとんどないことが分かった。一方、Cl添加では全試験範囲において0.1mgN/L以下であり、アンモニアが安定して除去されることが分かった。

アンモニアの塩素化合物による酸化分解反応では、中間体としてクロロアミンが生成し、多数の素反応から構成されているが、全体の反応式は以下のように表され、残留塩素とアンモニア性窒素との反応質量比は約7.6(Cl/N=7.6)である。



したがって反応質量比以上の残留塩素を添加することにより、ろ材を使用することなくアンモニアを窒素ガスにまで酸化分解することは可能であるが、この反応の進行は比較的遅いため大型の反応槽を必要とする。これに対してろ材との接触により迅速に反応が進行すると反応槽の小型化が期待できる。ろ材使用時と非使用時の反応進行程度をクロロアミンの総量を表す結合残留塩素で比較した試験結果を表1に、ろ材非使用時の経過時間と結合残留塩素の関係を図3に示す。

ろ材非使用時の試験では、所定濃度に調整した塩化アンモニウム溶液と次亜塩素酸ナトリウム溶液を混合・静置し、所

定時間経過後に結合残留塩素を測定した。ろ材使用時の試験は前述のろ材カラムによるアンモニア除去試験と同様に行った。この場合の経過時間はろ材カラム滞留時間に測定試料採取時間を加えた概略時間である。

表1 ろ材による反応促進効果試験結果

ろ材	非使用時(混合静置)			使用時(カラム通水)	
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -N(mgN/L)	0.97	0.97	0.95	1.05	1.10
Cl/N	7.8	8.3	9.5	7.7	9.2
経過時間(min)	15	10	20	(10)	(10)
結合残留塩素(mgCl/L)	1.83	0.97	0.78	0.23	0.10

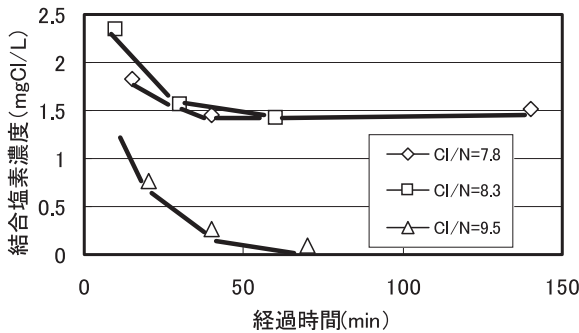


図3 ろ材非使用時の結合残留塩素濃度の経時変化

表1から明らかのようにろ材非使用時には結合残留塩素がより高濃度で存在しており、反応が未だ進行中であることを示している。それに対してろ材使用時には、カラム流出時点で結合残留塩素が極めて低濃度になっていることから、反応がほぼ完結していると考えられる。図3からは反応が比較的速いCl/N=9.5の反応条件においても、ろ材使用時と同程度の結合残留塩素濃度に達するにはおよそ1時間を要することが分かる。ろ材使用時のカラムでの滞留時間は、SV=10h<sup>-1</sup>であるから、わずか6分であり反応槽の著しい小型化が可能であることが分かる。

表2にはSVをさらに大きくし、高速でろ材カラムに通水したときの流出液中の結合残留塩素濃度を示す。SVを大きくすれば反応槽をより小型化できるが、試験結果では結合残留塩素濃度が高くなる傾向が見られる。したがってこの条件ではSVを10~20h<sup>-1</sup>程度とするのが適当と思われる。

表2 SVと結合残留塩素濃度の関係

SV(h <sup>-1</sup> )	10	20	100
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -N(mgN/L)	1.10	0.92	0.92
Cl/N	9.2	9.4	9.4
結合残留塩素(mgCl/L)	0.1	0.28	0.46

アンモニア性窒素がより高濃度の場合には、Cl/N=7.6以上とするため、次亜塩素酸ナトリウムの添加量を多くする必要がある。次亜塩素酸ナトリウムは広く利用されているが、

微量の塩素酸が不純物として含まれることがあり<sup>10)</sup>、高添加量では塩素酸濃度が水道水基準を超える可能性がある。このため、処理対象水のアンモニア性窒素濃度は数mgN/L以下とするのが適当と思われる。

実際の地下水を使った試験では、SV=13h<sup>-1</sup>、Cl/N=8の条件において、原水で0.62mgN/Lであったアンモニア性窒素が流出水では0.01mgN/L未満となった。このように、マンガン酸化物担持ろ材は塩素化合物を添加しながら、地下水のマンガンや色度を除去処理するために使われているが、同時にアンモニアの除去にも応用可能であることが分かった。

### 3.2 クロロアミン除去試験

アンモニア除去試験においては、塩化アンモニウム溶液と次亜塩素酸ナトリウム溶液をろ材カラムの直前で混合通水しており、カラム流出液には結合残留塩素の測定から、反応中間体であるクロロアミンがほとんど残存していないことが分かった。図3のCl/N=7.8の条件では、結合残留塩素濃度が30~150分間経過後まで一定であることから、クロロアミンが安定して存在していることが分かる。このように既にクロロアミンが含まれている試料水をろ材カラムに通水したときのクロロアミン除去について試験した。

表3、表4に試験結果を示す。原水はそれぞれ主としてNH<sub>2</sub>Cl、NHCl<sub>2</sub>、NCl<sub>3</sub>が生成するようCl/N、pHなどを変化させて調製した。SV=10h<sup>-1</sup>での試験では、いずれも80~99%の高い除去率でクロロアミンが除去されていることが分かる。SV=95h<sup>-1</sup>という極めて高速での通水においても50~80%の除去率が得られている。

表3 クロロアミン除去試験結果 (SV=10h<sup>-1</sup>)

試験No.	1		2		3	
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -N(mgN/L)	1.00		0.23		1.04	
Cl/N	2		8.9		9.7	
	原水	流出水	原水	流出水	原水	流出水
遊離残留塩素	0.04	0.03	0.02	0.17	0.84	0.74
NH <sub>2</sub> Cl	2.01	0.02	0.08	0.04	0.01>	0.04
NHCl <sub>2</sub>	0.01>	0.01>	0.77	0.02	0.01	0.01>
NCl <sub>3</sub>	0.01>	0.01>	0.02	0.01>	0.32	0.06

(単位:mgCl/L)

表4 クロロアミン除去試験結果 (SV=95h<sup>-1</sup>)

試験No.	4		5	
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> -N(mgN/L)	0.23		0.23	
Cl/N	9		9	
	原水	流出水	原水	流出水
遊離残留塩素	0.06	0.20	0.36	0.28
NH <sub>2</sub> Cl	0.42	0.08	0.03	0.02
NHCl <sub>2</sub>	1.18	0.54	0.05	0.03
NCl <sub>3</sub>	0.01>	0.01>	0.12	0.04

(単位:mgCl/L)

試験No.1では、通水倍率が高くなるとともに流出水中のNH<sub>2</sub>Cl濃度が徐々に高くなる傾向が見られた。試験後に2mg



Cl/Lの次亜塩素酸ナトリウム溶液を通水すると、流出水の残留塩素は0.2mgCl/Lに低下していた。これは、Cl/N=2と7.6以下であることから塩素が不足しているため、NH<sub>2</sub>Clは酸化分解ではなくろ材に吸着除去されており、そのため、通水倍率が高くなると吸着能が低下して一部が漏出し、試験後に次亜塩素酸ナトリウム溶液を通水すると、吸着されたNH<sub>2</sub>Clが残留塩素を消費して酸化分解され、流出水の残留塩素濃度が低下するものと考えられる。

試験No. 2, 4において、遊離残留塩素濃度が原水よりも流出水で高くなっているが、この現象はNHCl<sub>2</sub>が分解し、窒素ガスと次亜塩素酸を生成するためと考えられている<sup>11)</sup>。

### 3.3 室内プールモデル試験

実際の室内プールでの水の循環フロー例を図4に示す。プール水は常時循環（6ターン/日）され、ろ過・加温・塩素注入処理されている。この循環経路にマンガ氧化物担持ろ材を組み込むことにより、クロロアミン除去ができると期待される。

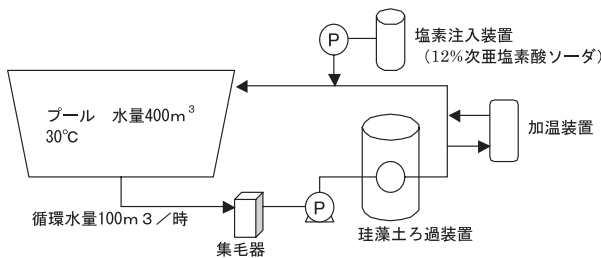


図4 室内プール循環システム例

図1のモデル試験では、調製プール水量と循環水量の比率(2.5/0.66=3.8)を、実際の室内プールの事例(400/100=4)に合わせている。ろ材カラムの充填量は、SV=100h<sup>-1</sup>となるよう約6.3mLとした。実際の室内プールの規模に換算すると1m<sup>3</sup>となり実用的な規模である。ろ材によりクロロアミンが除去されることは、クロロアミン除去試験の結果から明らかであるが、室内プールのように大量の水を4時間で1ターンするようろ材への緩速通水によって、プール水のクロロ

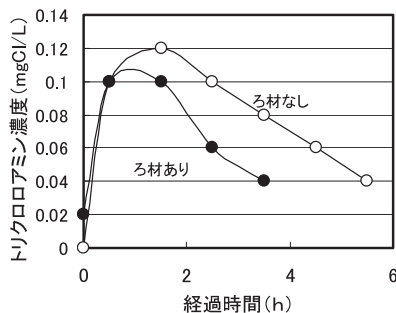


図5 室内プールモデル試験結果

アミン濃度を有意に下げることが可能であるか確認することを目的とした。

NCl<sub>3</sub>の測定結果を図5に示す。ろ材を使うとNCl<sub>3</sub>濃度の低下がろ材なしに比べ明らかに速くなっていることが分かる。なお、NH<sub>2</sub>Cl、NHCl<sub>2</sub>については大きな差異が見られなかった。遊泳プールの臭気にはNCl<sub>3</sub>の寄与が最も大きいと見られる調査結果<sup>4)</sup>があるので、NCl<sub>3</sub>濃度を下げることができれば室内プールの利用環境を快適化することが可能と思われる。

### 3.4 実施設プール水のクロロアミン除去試験

試験結果を表5に示す。塩化アンモニウム溶液に次亜塩素酸ナトリウム溶液を添加混合して生成させたクロロアミンの除去試験においては、表3のようにいずれのクロロアミンも高率で除去されているが、実施設プール水ではNCl<sub>3</sub>を除いてほとんど除去されないことが分かった。

表5 実施設プール水のクロロアミン除去試験結果

試験No.	1		2		3	
	原水	流出水	原水	流出水	原水	流出水
遊離残留塩素	1.13	1.03	1.13	0.75	0.77	0.7
NH <sub>2</sub> Cl	0.17	0.08	0.09	0.15	0.08	0.1
NHCl <sub>2</sub>	0.68	0.65	0.68	0.61	0.46	0.49
NCl <sub>3</sub>	0.1	0.01>	0.02	0.02	0.08	0.01>

(単位:mgCl/L)

この原因について種々の試験を行い検討した結果、DPD法によりNH<sub>2</sub>Cl、NHCl<sub>2</sub>として検出されているが、以下の理由により、実際にはクロロアミンではなく、アミノ基を有する有機窒素化合物と塩素との反応生成物であると推定される。

- (1) 塩化アンモニウム溶液に次亜塩素酸ナトリウム溶液を添加混合して生成させたクロロアミンは、遊離残留塩素が存在すると、数時間以内には消滅する。しかし、プール水に検出されるクロロアミンはNCl<sub>3</sub>を除いて極めて安定である。
- (2) 塩化アンモニウム溶液に次亜塩素酸ナトリウム溶液を添加混合して生成させたNHCl<sub>2</sub>はばっ気により揮散しやすいが、プール水に検出されるNHCl<sub>2</sub>は揮散せず安定である。
- (3) プール水に塩化アンモニウム溶液を添加してクロロアミンを生成させ、これをろ材カラムに通水すると生成したクロロアミン相当分は除去されるが、プール水に最初から存在していた分は除去されず残存する。したがって、プール水にクロロアミン除去に対する妨害物質が存在するのではない。
- (4) 有機窒素化合物が塩素と反応すること、その生成物がDPD法でクロロアミンとして検出されることがあると知られている<sup>12)</sup>。

以上、今回試験対象としたプール水中には、NH<sub>2</sub>Cl、NHCl<sub>2</sub>がほとんど含まれておらず、NCl<sub>3</sub>の除去効果のみが確認できた。しかし、実施設プール水のNH<sub>2</sub>Cl、NHCl<sub>2</sub>につ

いても、上記(3)のようにプール水に塩化アンモニウム溶液を添加して生成したクロロアミンを除去できているので、除去効果があるものと考えられる。本法を適用する場合のろ材槽の設置位置は、塩素濃度が高い条件でクロロアミンが生成しやすいので、図4の塩素注入直後にするのが適当と思われる。

#### 4. まとめ

水和二酸化マンガンを担持したろ材を触媒とするアンモニア・クロロアミンの次亜塩素酸による酸化分解反応特性を把握し、ろ材充填層への通水による地下水のアンモニア除去、遊泳プールのクロロアミン除去への応用について検討した。その結果、以下の知見を得た。

- (1) アンモニア性窒素として数mgN/Lのアンモニアを含む地下水を処理することが可能で、処理条件として、アンモニア性窒素の8～9倍(質量比)の塩素添加と空塔速度を $10\sim 20\text{h}^{-1}$ とするのが適当であることが分かった。
- (2)  $1\sim 2\text{mgCl/L}$ のクロロアミンを空塔速度 $10\sim 100\text{h}^{-1}$ で処理できることが分かった。遊泳プールの循環システムに組み込み、クロロアミン濃度を低減することが可能と考えられた。

#### 謝辞

本研究で使用した純水製造システムは財団法人JKAの機械振興補助事業により整備されました。記して感謝いたします。

また、本研究の一部は平成20年度JST「シーズ発掘試験」として実施したものです。ここに謝意を表します。

遊泳プールでの調査・試験にあたっては、株式会社スコールに多大なご協力をいただきました。厚くお礼申し上げます。

#### 引用文献

- 1) 浅野孝幸：地下水に含まれるアンモニアのゼオライトによる除去，北工試だより，Vol.24, No.2, p.10 (2001)
- 2) 厚生労働省健康局長通知：遊泳用プールの衛生基準について，平成13年7月24日付け健発第774号
- 3) 厚生労働省健康局生活衛生課長通知：公衆浴場における衛生等管理要領について，平成18年8月24日付け健衛発第0824001号
- 4) 関 秀和・李 正雄：プール水質管理への提言，用水と廃水，Vol.33, No.5, pp.403-409 (1991)
- 5) 西尾恵里子・森田士郎：プール水におけるクロラミンの生成，九州共立大学研究報告，No.24, pp.89-92 (2000)
- 6) 高井 雄・中西 弘：用水の除鉄・除マンガン処理，産業用水調査会，323PP. (1987)

- 7) 水処理管理便覧編集委員会編：水処理管理便覧，丸善，1072PP., pp.412-413 (1998)
- 8) APHA・AWWA・WEF：Standard Methods for the Examination of Water and Waste water, 20th Ed. (1998)
- 9) JIS K 0101-1998 工業用水試験方法
- 10) 社団法人 日本水道協会編：水道用次亜塩素酸ナトリウムの取扱い等の手引き (Q & A) (2008)
- 11) 寺島勝彦・井川 清：塩素によるアンモニアの分解反応機構及び分解反応速度，水道協会雑誌，Vol.52, No.6, pp.33-42 (1983)
- 12) 深瀬勝己・田中航也・洲上知弘・林 広宣：HS-GC/MS法を用いたトリクロラミンの分析と挙動に関する調査，[www.city.osaka.lg.jp/suido/cmsfiles/contents/0000116/116493/07-H22kansai.pdf](http://www.city.osaka.lg.jp/suido/cmsfiles/contents/0000116/116493/07-H22kansai.pdf)

## 層状粘土鉱物を利用したメソポア材料の開発

野村 隆文, 執行 達弘, 吉田 憲司, 橋本 祐二, 板橋 孝至, 赤澤 敏之, 工藤 和彦

### Development of Mesoporous Materials using Layered Clay Minerals

Takafumi NOMURA, Tatsuhiro SHIGYO, Kenji YOSHIDA, Yuji HASHIMOTO  
Koji ITABASHI, Toshiyuki AKAZAWA, Kazuhiko KUDOH

キーワード：層状粘土鉱物，層間架橋粘土，モンモリロナイト，メソポア，水蒸気吸脱着

#### 1. はじめに

粘土鉱物は金属イオンを層間に含む層状構造をもつため、容易に水を吸着、イオン交換し、層間化合物を生成する。特に、膨潤機能を有するスメクタイト系粘土鉱物には、モンモリロナイト、バイデライト、ヘクトライト等がある。モンモリロナイトを主成分としたベントナイトは膨潤性、各種化学物質の吸着、イオン交換能を有することから、農業分野の徐放材料、廃棄物処理で遮水材、食品分野で吸着材等、様々な産業分野で利用されている<sup>1,2)</sup>。

道産粘土鉱物資源の主要な用途分野は暗渠土管や煉瓦等の農業、土木・建築分野であるが、近年、その生産量は年々減少傾向にあり、業界から新規用途開発が切望されている。一方、農業や食品加工分野等において、調湿・吸着徐放性の機能性無機材料のニーズが増加している<sup>3,4)</sup>。

層状粘土鉱物では、粘土層間に種々の交換性陽イオンを多核金属水酸化物イオン等でイオン交換後、焼成、層間に酸化物支柱を形成することにより、多種多様な機能性無機複合材料（層間架橋粘土）の開発が可能である<sup>5)</sup>。従来、層間架橋粘土の合成では、多くの研究が報告されているが、そのほとんどがマイクロ領域（2 nm以下）の細孔制御に関する研究である<sup>6,8)</sup>。近年、建材、食品分野では、メソポア領域付与層間架橋粘土の合成技術がメソポア領域（2～50nm）多孔体の作製技術として注目されている<sup>9)</sup>。

本研究では、道産粘土鉱物資源の高機能化と応用を目的として、モンモリロナイト含有天然粘土資源に対し、層間挿入法によりメソポア（細孔径2～50nm）を付与した層間架橋粘土複合体の最適作製条件を検討し、その水蒸気吸脱着量の

測定から、気固系吸脱着特性に及ぼす微細構造の影響を検討した。

#### 2. 実験方法

##### 2.1 層間架橋粘土複合体の作製条件

出発原料として、粘土原料には、精製モンモリロナイト（クニミネ工業製クニピアF: K0）、天然ベントナイト（ホーゲン製穂高: B0）、天然ゼオライト（共成レンテム製とかちゼオライト: Z0）、層間挿入物質には、層間の酸化物架橋の前駆体として塩基性塩化アルミニウム（多木化学製タキバイン1500: PA）、層間拡大に寄与する有機物として、ポリビニルアルコール（和光純薬工業製ポリビニルアルコール1000、完全けん化型、平均重合度900-1100: PVA）、ラウリン酸ナトリウム（和光純薬工業製: LN）を用いた。

図1に、層間架橋粘土複合体の作製方法を示す。粘土原料と蒸留水を混合、超音波分散した粘土懸濁液とPVA溶液を混合・攪拌し、粘土2.0mass%-PVA1.0mass%懸濁液を調整した。その懸濁液にPA溶液を添加、混合・攪拌後、60℃で24h養生した。それにLN溶液を混合、60℃で24h養生、吸引ろ過洗浄、室温乾燥後、300～600℃で4h焼成により精製モンモリロナイト、天然ベントナイト、天然ゼオライトの層間架橋粘土複合体KP、BP、ZPを作製した。層間挿入物質の層間密度による細孔構造の変化を検討するため、配合重量比（PA（Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>換算）/C（粘土原料））とLN配合重量比（LN/C）は、それぞれ、0.25～1と0.5～2.2に調製した。

事業名：経常研究

課題名：層状粘土鉱物を利用したメソポア材料の開発  
（平成21～22年度）

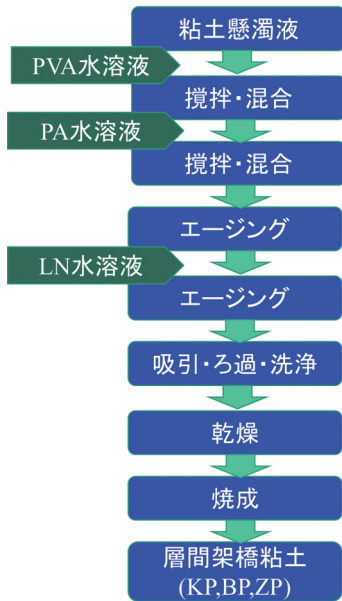


図1 層間架橋粘土複合体の作製方法

## 2.2 層間架橋粘土複合体の各種物性評価

原料粘土及び得られた試料について、X線回折により生成相を同定、窒素ガス吸着法により比表面積、細孔径分布の測定、示差熱重量分析を行った。気固系水蒸気の吸脱着特性では、25℃、相対分圧0～0.9における水蒸気吸脱着等温線の測定を行った。

## 3. 結果と考察

### 3.1 精製モンモリロナイトによるメソポア付与条件の検討

精製モンモリロナイト (K0) を用いてメソポアを付与するため、PAの最適添加量を検討した。合成粘土を用いたメソポア付与に効果的な添加量<sup>9)</sup>として、LN/C=1.1で固定し、PA/C=1, 0.5, 0.25の条件で、層間架橋粘土複合体 (KP) を作製した。図2に、KPの細孔径分布曲線を、表1に、KPの比表面積、全細孔容量及びメソポア細孔容量を示す。

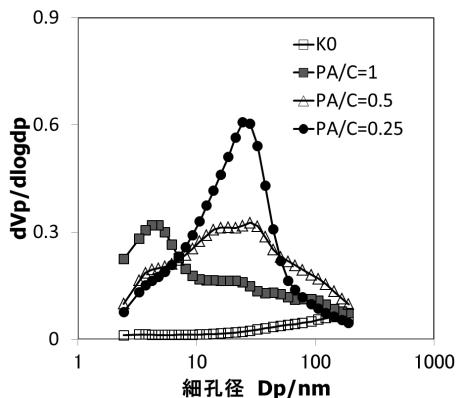


図2 K0に対するPA添加量と細孔径分布の関係

K0と比較して、KPはいずれもメソポア領域 (直径2～50 nm) の細孔付与が認められた。PA添加量の増加に伴い、比表面積は減少し、細孔容量は増加した。PA/C=0.25のメソポア細孔容量は、K0の17倍増加し、0.445 cm<sup>3</sup>/gと最大値になった。

表1 KP (PA/C=0.25-1) の多孔特性

試料名	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	全細孔容量 (cm <sup>3</sup> /g)	メソポア細孔容量 (cm <sup>3</sup> /g)
K0	24.6	0.058	0.026
KP(PA/C=1)	358.7	0.379	0.295
KP(PA/C=0.5)	197.0	0.451	0.355
KP(PA/C=0.25)	157.1	0.520	0.445

図3に、K0とKP (PA/C=0.25) のX線回折パターンを示す。モンモリロナイト相に帰属される底面反射ピークが低角度側へシフトしていることから、酸化物架橋による粘土層間の拡大が示唆された<sup>10)</sup>。一般に、層間拡大による多孔質化は比表面積と細孔容量の増加をもたらすが、PA/C=0.25では、比表面積が減少、細孔容量が増加していることから、メソポアの付与は粘土層間の拡大のみならず、粘土粒子の結合状態 (層間剥離に起因する多孔構造) と考えられる<sup>11)</sup>。

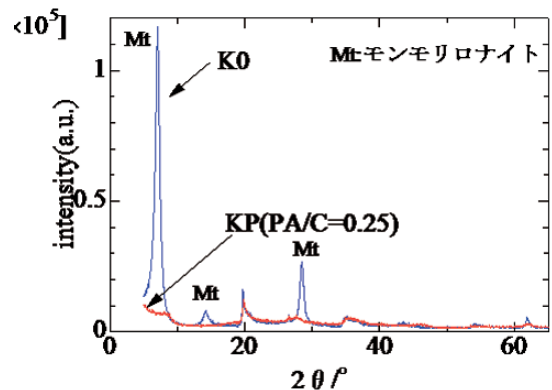


図3 K0とKP (PA/C=0.25) のX線回折パターン

次にメソポア付与に効果的なLNの最適添加量を検討した。PA/C=0.25を固定し、LN/C=0.5, 1.1, 2.2の条件でKPを作製した。図4にKP (LN/C=0.5-2.2) の細孔径分布曲線を、表2に比表面積、全細孔容量及びメソポア細孔容量を示す。



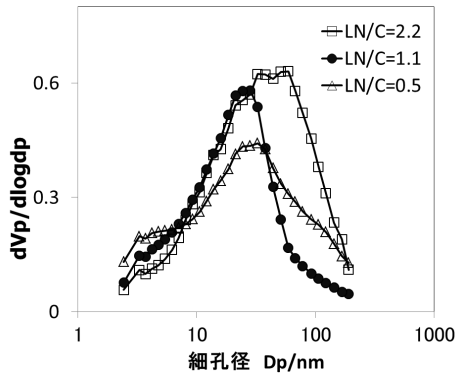


図4 K0に対するLN添加量と細孔径分布の関係

表2 KP (LN/C=0.5-2.2) の多孔特性

試料名	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	全細孔容量 (cm <sup>3</sup> /g)	メソポア細孔容量 (cm <sup>3</sup> /g)
KP(LN/C=2.2)	138.1	0.710	0.460
KP(LN/C=1.1)	157.1	0.520	0.445
KP(LN/C=0.5)	273.2	0.570	0.400

LN添加量の増加に伴い、比表面積は減少し、全細孔容量は増加した。LN/C=2.2では、メソ-マクロポア領域の細孔が顕著に増加していることから、LNは造孔剤として機能し、粘土層間の拡大に寄与すると推測される。

メソポア細孔容量の序列はLN/C=2.2>LN/C=1.1>LN/C=0.5、メソポア細孔容量と全細孔容量の比率の序列はLN/C=1.1(0.88)>LN/C=0.5(0.73)>LN/C=2.2(0.66)となった。

### 3.2 天然ベントナイト及び天然ゼオライトを用いたメソポア材料の作製

メソポアを付与できる層間架橋粘土複合体の作製条件として、PA/C=0.25、LN/C=1.1またはLN/C=0.5を選定し、天然ベントナイト(B0)と天然ゼオライト(Z0)に対し、層間架橋粘土複合体(BP, ZP)を作製した。図5にBPの細孔径分布曲線を、表3にBPの比表面積、全細孔容量及びメソポア細孔容量を示す。

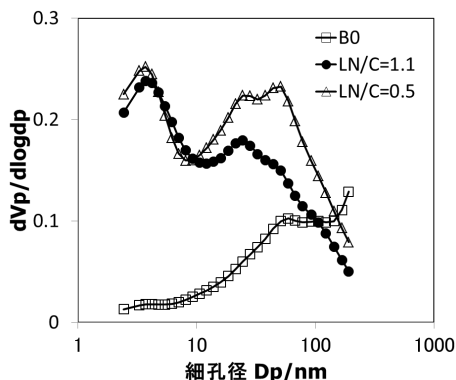


図5 BP (LN/C=0.5-1.1) の細孔径分布曲線

表3 BP (LN/C=0.5-1.1) の多孔特性

試料名	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	全細孔容量 (cm <sup>3</sup> /g)	メソポア細孔容量 (cm <sup>3</sup> /g)
B0	25.9	0.114	0.060
BP(LN/C=1.1)	243.9	0.365	0.305
BP(LN/C=0.5)	288.8	0.440	0.330

LN/C=1.1と0.5のメソポア細孔容量は、B0と比較して、それぞれ6.1倍、6.6倍に増加した。いずれも2つのピークを持つ細孔分布を示し、特にLN/C=0.5はメソポアからマクロポア領域に大きなピークが認められた。X線回折パターンでは、モンモリロナイト相の底面反射ピークが低角度側ヘシフトしていることから、粘土層間の拡大が示唆された(図6参照)。

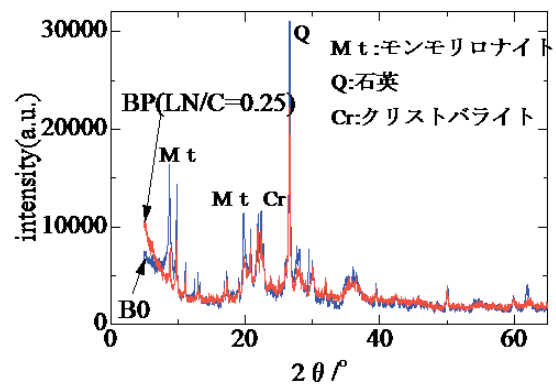


図6 B0とBP (LN/C=0.5) のX線回折パターン

図7にZPの細孔径分布曲線を、表4に比表面積、全細孔容量及びメソポア細孔容量を示す。LN/C=1.1と0.5のメソポア細孔容量は、Z0と比較して、それぞれ3.3倍、4.3倍に増加したが、B0より、その増加量は少なかった。メソポア領域でのピークは認められず、B0とは異なる曲線を示した。

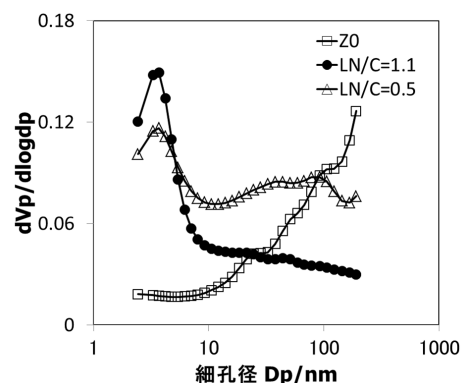


図7 ZP (LN/C=0.5-1.1) の細孔径分布曲線

表 4 ZP (LN/C=0.5-1.1) の多孔特性

試料名	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	全細孔容量 (cm <sup>3</sup> /g)	メソポア細孔容量 (cm <sup>3</sup> /g)
Z0	59.6	0.090	0.030
ZP(LN/C=1.1)	136.2	0.180	0.100
ZP(LN/C=0.5)	60.1	0.145	0.130

図 8 の X 線回折パターンでは、モンモリロナイト相の底面反射ピークの低角度側へのシフトがみられ、B0と同様に粘土層間の拡大が示唆された。X線回折による鉱物組成では、B0はモンモリロナイト相、石英相、クリストバライト相が、Z0はモルデナイト相、モンモリロナイト相、石英相が同定された。

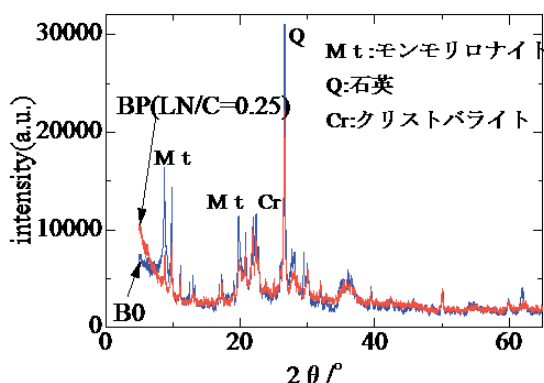


図 8 Z0とZP (LN/C=0.5) の X 線回折パターン

モンモリロナイト相は層間にある陽イオンの種類により、Na型とCa型に大別され、層間膨潤性はCa型がNa型より小さいと言われている<sup>12)</sup>。Na型とCa型の簡便な判定法は示差熱重量分析 (TG-DTA) により、Na型は層間水の脱水による吸熱ピークが100°C付近のシングルピークに対し、Ca型は150-200°Cに肩を持つダブルピークで判別できる<sup>13)</sup>。TG-DTAより、B0は100°C付近と150°C付近の弱いダブルピーク、Z0は100°C付近と155°Cに明確なダブルピークが認められたことから、前者はNa-Ca混合型で、後者はCa型と推察される。

粉末X線解析リートベルト法による鉱物定量<sup>14)</sup>は、実測回折パターンに計算パターンを一致させ、試料中の鉱物量を求める方法である。この方法を用いて算出した天然ベントナイト (B0) と天然ゼオライト (Z0) のモンモリロナイト含有量は、それぞれ40.8mass%、6.2mass%であった。

K0と比較して、B0ではメソポア領域のシャープな細孔ピークは認められず、3 nm付近と10nm以上の2つのピークが認められた。この結果は、モンモリロナイト相は層間膨潤性が大きいNa型と膨潤性が小さいCa型の混在に起因している。B0と比較して、Z0ではメソポア領域の細孔の付与が少なく、10nm以上に細孔ピークが認められなかった。その要因は、

モンモリロナイト相の含有量が小さいこと、モンモリロナイト相が膨潤性に劣るCa型であるためと推察される。

以上の結果から、層間架橋粘土複合体のメソポアの増加は、モンモリロナイト相の種類や含有量に比例した層間や粒子間隙の増加に起因すると推察される。

### 3.3 層間架橋粘土複合体の水蒸気吸脱着特性

図 9 に、KP(LN/C=1.1)、BP(LN/C=0.5)、ZP(LN/C=0.5) の水蒸気吸脱着等温線を示す。すべての試料において、相対圧0.6~0.8でメソポア細孔に起因する吸着等温線の立ち上がりが見られた。BP(LN/C=0.5)、ZP(LN/C=0.5) では相対圧0.01以下から急激な水蒸気吸着量の増加が認められた。これは層間粘土およびゼオライトに起因しており、N<sub>2</sub> ガス吸着法では測定できないH<sub>2</sub>O分子 (有効分子径約0.28nm) が侵入可能なマイクロ孔を多く有する多孔体と考えられる。

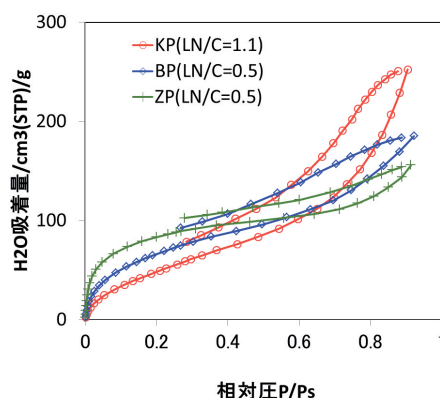


図 9 層間粘土複合体のH<sub>2</sub>O吸脱着等温線

試料表面の親水性・疎水性の評価<sup>15)</sup>をH<sub>2</sub>Oと N<sub>2</sub>の吸着等温線から算出したBET比表面積の比率 (比表面積 (H<sub>2</sub>O)/比表面積 (N<sub>2</sub>)) で検討した。ZP(LN/C=0.5):3.9>KP (LN/C=1.1):1.1>BP(LN/C=0.5):0.67の序列であった。最も親水性が高いZP(LN/C=0.5) はゼオライトに起因する親水性と推察される。BP(LN/C=0.5) は最小値となり、ZP(LN/C=0.5) やKP(LN/C=1.1) よりも疎水性表面を有していることから、水蒸気共存下でのガス吸着材に有効と考えられる。

疎水性発現の要因は、一般に、粘土層間にある陽イオンが架橋物で置換されることにより、疎水的な吸着特性を示す<sup>16)</sup>と言われている。また、層間拡大に寄与する挿入物質 (PVA, LA) が完全に焼失せず、残留炭化物として存在している可能性も考えられ、今後、詳細な検討が必要である。

## 4. まとめ

モンモリロナイト含有天然粘土資源に対し、層間挿入法によりメソポア (細孔径 2-50nm) を付与した層間架橋粘土複

合体の最適作製条件を検討した結果、モンモリロナイト以外の不純物を含有する粘土資源においても、層間及び粘土粒子の層間剥離に起因する多孔構造により、メソポアの付与が可能であることを確認した。層間架橋粘土複合体の生成に伴うメソポアの増加は、モンモリロナイト相の種類や含有量に比例した層間や粒子間隙の増加に起因することが分かった。

今後、種々の道産粘土鉱物資源へ本技術の導入・適用を検討する予定である。

## 引用文献

- 1) 日本粘土学会, ベントナイト利用研究グループ資料集 (1), 57 (1993)
- 2) 鈴木啓三: 放射性廃棄物処分におけるベントナイトの役割, デコミッショニング技報, 13号, 52-61 (1995)
- 3) 多孔質吸着材ハンドブック, フジテクノシステム, 1-715 (2005)
- 4) 徐放技術と用途展開, 東レリサーチセンター, 1-366 (2002)
- 5) 黒田一幸・佐々木高善: 無機ナノシートの科学と応用, 1-416 (2005).
- 6) 山中昭司・服部 信: 表面, 27, 290-301 (1989)
- 7) 高濱孝一・横山 勝・平尾正三・山中昭司・服部 信: 日本セラミックス協会学術論文誌, 99[1], 14-18 (1991).
- 8) 中尾俊章・野上正行: 日本セラミックス協会学術論文誌, 113, 435 (2005).
- 9) 山口敏弘・中尾俊章: アルミナ架橋粘土多孔体の開発, 愛知県産業技術研究所研究報告, 5号, 2-5 (2006).
- 10) 中尾俊章: PVAを用いたシリカピラー化粘土の合成, 愛知県産業技術研究所研究報告, 4号, 2-5 (2005).
- 11) 多孔質体の性質とその応用技術, フジテクノシステム東レリサーチセンター, 119-120 (1999).
- 12) Fukushima, Y. Clays Clay Miner., 32, 320-326 (1984).
- 13) 鈴木啓三・榎戸洋之・伊藤弘志: 山形産モンモリロナイトの交換性陽イオン組成, 粘土科学, 第45巻 第1号, 14-18 (2005).
- 14) 日本分析化学会X線分析懇談会: 粉末X線解析～リートベルト法入門～, 朝倉書店, 1-196 (2002).
- 15) 川端浩二・藤井英司・村岡賢: 水蒸気吸着等温線測定による多孔質粉体の評価, 岡山県工業技術センター報告, 33号, 11-13 (2007).
- 16) 多孔質体の性質とその応用技術, フジテクノシステム東レリサーチセンター, 117 (1999).