

REPORTS
OF
THE
INDUSTRIAL
RESEARCH
CENTER
OF
SHIGA
PREFECTURE

1991 研究報告

滋賀県工業技術センター

目 次

研究報告

画像処理の利用による加工組立作業の自動化に関する研究（第二報） 櫻井 淳	1
検査作業の自動化のための視覚システムの研究（第二報） 川崎雅生、有木康雄、中川俊男	9
電子機器の電磁環境評価法の研究（第三報） 木村昌彦	14
バッチ式ガス焼成炉における焼成工程の自動化に関する研究（第一報） 小川栄司、中島 孝、今西康博、伊藤敏博、亀井且有、井上和夫	23
光センシング技術による表面粗さ判定法の研究（第一報） 河村安太郎	33
機械部品整列のための姿勢検出装置の試作（第一報） 月瀬寛二	39
高分子複合材料の非破壊評価技術に関する研究（第二報） 井上栄一	46
移動部品を把持できるロボットの研究（第一報） 深尾典久	52
炭素繊維強化エポキシ樹脂（CFRP）の“ぬれ性”に関する研究（第五報） 山中仁敏	60
強化繊維と耐熱性エンブラとの複合化の研究 那須喜一、山中仁敏、中村吉紀	65
フッ素化合物のプラズマ重合膜に関する研究 中村吉紀、丹田久嗣	74
デザイン手法の高度化に関する研究（第四報） 野上雅彦	83

実験レポート

機械部品の平面度・直角度測定装置の試作（第一報） 井上栄一	89
合金鋼へのプラズマ CVD による硬質被膜の形成に関する研究 西内廣志、松本价三良	93

技術開発報告

コンピュータシミュレーションの電気機器設計への応用 井上嘉明、川崎雅生、木村昌彦、月瀬寛二 石原好之、松原孝史、饗場 徹、北村慎悟	99
自己燃焼反応熱を利用したダンヤモンドと金属の瞬間接合技術の開発 中村吉紀、松本价三良、大柳満之、上條栄治 小泉光恵、竹谷芳一、上田 章	104
茶の葉の有効成分を生かした機能性ジャムの開発 松本正、原口健司、西野英治	116

研 究 報 告

画像処理の利用による加工組立作業の 自動化に関する研究（第二報）

— 画像処理を利用した電子部品の マーク文字等の自動認識法の研究 —

技術第一科 櫻井 淳

あらまし：電子基板等の組立作業は、まだ人の目に頼る作業が多いが、電子部品の小型化により人の目に頼る作業は限界になりつつある。例えば、品名等を表すマーク文字は認識が困難なほど電子部品は小型化して来ている。そこで、前年度の研究に引き続き画像処理を利用して、これらのマーク文字等を自動認識する方法について研究を行った。

本年度は、プリンタで印字した全角文字、半角文字、I Cのマーキング文字のそれぞれ36種類の大文字英数字について、複数の特徴量を組み合わせたパターンマッチングによる方法と幾何的特徴分類による認識方法の二つの方法について検討し、各手法の有効性を確かめた。その結果、標準パターンと同一のフォント、あるいは分類規則を定めたフォントと同一のフォントでは、各方法とも100%の認識を行うことが可能であったが、異なるフォントを認識させると、認識率がかなり低下した。

1. ま え が き

本研究では、画像処理技術を利用して電子部品のマーク文字を認識する方法について検討を行った。昨年度は、文字を識別するための特徴量として交差回数、側面距離、ヒストグラムを用い、各特徴量ごとにパターンマッチング法により認識実験を行ったところ、印字英数字において最高86%の認識率しか得られなかった。そこで今年度は、更に認識率を上げるため、これらの特徴量の組み合わせによる方法、および幾何的特徴分類による方法について検討を行った。

2. 前 処 理

カメラで入力した画像については、以下の前処理を行っている。

2-1 2値化レベルの設定および2値化画像の抽出

入力画像においては、被写体の色や照明環境の変化などによりデータの濃淡レベルがかなり変動するため、入力画像の状態に合った2値化レベルを設定し2値化を行う必要がある。一般的には、濃淡レベルのヒストグラムなどにより2値化レベルを決める方法が用いられるが、処理を簡易かつ高速に行うため、次の方法により2値化レベルの自動設定を行っている。

式(1)～式(3)のように、入力ウィンドウの画像の中央部の水平1ライン上で、文字部と考えられ

る画素（ある基準値以上の値を持つ画素）の平均値より2値化レベルを設定する。次に、この各2値化レベルを用いてRGB画像の2値化を行い、その画像の論理積により2値化画像を抽出する。

$$R = \left(\sum_{x=1}^{lx} rda[x, y] \right) / rn - k \quad (1)$$

$$G = \left(\sum_{x=1}^{lx} gda[x, y] \right) / gn - k \quad (2)$$

$$B = \left(\sum_{x=1}^{lx} bda[x, y] \right) / bn - k \quad (3)$$

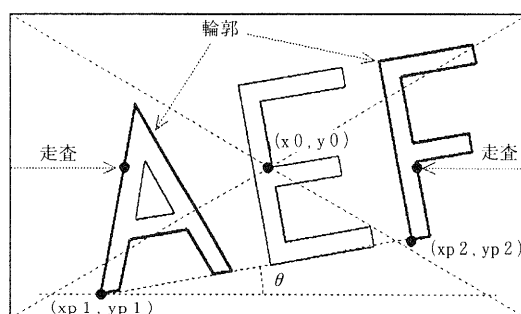
ここにR, G, B : 各2値化レベル
rn, gn, bn : 加算した画素数
k : オフセット値(10~20)

rda, gda, bda : 各画像データの値
lx : 水平走査の長さ

2-2 傾き補正処理

後で述べる特徴量のパターンマッチング法および幾何的特徴分類による認識法では、特徴量の抽出の前に入力文字の傾きを補正しておく必要がある。そこで、傾きの補正処理は、次の手順で行っている。図1に示すように、まず入力ウインドウ内の左右両端の2つの文字の輪郭線の端点（下端または右端）の座標値を用い、式(4)により文字の傾き角度を求める。次に、式(5)式(6)により座標の回転を行う。

図1 傾き補正処理



$$\theta = \text{atan}((yp2 - yp1) / (xp2 - xp1)) \quad (4)$$

$$x1 = (x - x0) * \cos(-\theta) - (y - y0) * \sin(-\theta) + x0 \quad (5)$$

$$y1 = (x - x0) * \sin(-\theta) + (y - y0) * \cos(-\theta) + y0 \quad (6)$$

(xp1, yp1) : 左端文字の端点の座標

(xp2, yp2) : 右端文字の端点の座標

(x0, y0) : 座標回転の中心座標

2-3 ノイズ除去

2値化処理、回転補正処理を行った画像では、入力時のノイズ成分や回転補正時の画素の抜け落ちなどのノイズ成分が含まれている。そこで、それらのノイズ成分を除去するため、中心および上下左右の5画素のフィルタを設け、そのフィルタ内の画素数により中心の画素の削除、挿入を行っている。通常は、フィルタ内に3画素以上ポイントがあれば中心にポイントを置き、無ければ取り除く処理を行うが、特に線幅の細い文字については2画素以上の条件を用いている。

2-4 細線化処理⁽²⁾

認識を行う文字は、フォントの種類あるいは文字部の色の明暗により、2値化後の線幅が様々である場合が多い。これは、特に、ヒストグラムの特徴量に大きな影響を与える。そこで、第5

章で述べる手法A-3については、次の方法により線幅が1になるように、細線化により線幅の均一化を行った。2値化画像に対し、図2に示すフィルタを設け、以下4つの条件をすべて満たす時、p0の点の値を0にする。

(条件1) 点p1～p8の値の和は2～6である。

(条件2) 点p1～p8には値1の点の固まりが1箇所のみ存在する。

(条件3) 点p1, p3, p7の内、少なくとも1個は値0の点がある。

(条件4) 点p1, p5, p7の内、少なくとも1個は値0の点がある。

図2 細線化のフィルタ

p4	p3	p2
p5	p0	p1
p6	p7	p8

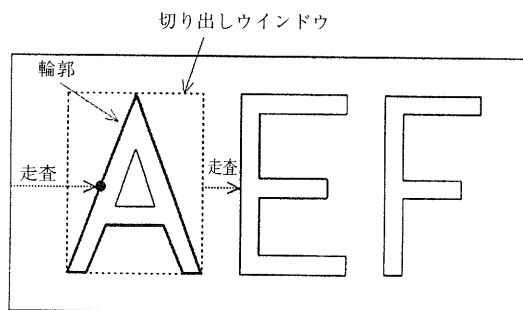
2-5 文字切り出し処理

複数文字を一度に認識する場合、順次各文字の切り出しを行っていく必要がある。ここでは、文字の切り出しを、次のような方法で行っている。

図3に示すように、まず複数文字が存在する入力ウインドウの中心部を水平方向に走査し、文字と交差するポイントを見つける。次に、そのポイントから文字の輪郭を抽出し、文字を囲む最小領域のウインドウを求め文字

の切り出しを行う。そして、このウインドウの外から、同様に、水平走査、輪郭抽出、ウインドウ設定の処理を繰り返し行い、すべての文字について切り出し処理を行う。

図3 文字切り出し処理



3. 特徴量のパターンマッチングによる文字の認識

パターンマッチングによる文字認識の手法では、文字の特徴量を用いて判別を行う方法（特徴抽出法）が多く用いられている。そこで、本研究では、3-1にあげる特徴量を用い、その組み合わせによる方法について検討を行った。

3-1 特徴量抽出⁽¹⁾

(a) 交差回数

kx [1～ly] : 水平方向の交差回数

ky [1～lx] : 垂直方向の交差回数

kl [1～lx+ly] : 左斜め下方向の交差回数

kr [1～lx+ly] : 右斜め下方向の交差回数

(b) 側面距離

sl [1～ly] : 左側面からの距離

sr [1～ly] : 右側面からの距離

st [1～lx] : 上面からの距離

sd [1～lx] : 下面からの距離

(c) ヒストグラム

hx [1 ~ ly] : 水平方向のヒストグラム
hy [1 ~ lx] : 垂直方向のヒストグラム
hl [1 ~ lx+ly] : 左斜め下方向のヒストグラム
hr [1 ~ lx+ly] : 右斜め下方向のヒストグラム

(d) 輪郭線ベクトル

v [1 ~ lv] : 輪郭線の方法ベクトル

(lx: 水平方向の文字サイズ ly: 垂直方向の文字サイズ lv: 文字の輪郭長)

3-2 標準パターンの特徴量の登録

パターンマッチングによる認識方法では、標準パターンの特徴量を事前にコンピュータに登録しておく必要がある。そこで、実際の入力するパターンの特徴量、パソコンのROMにあるCRTフォントの特徴量、CRTフォントを細線化したパターンの特徴量の3種類の特徴量を、標準パターンとしてパソコンに登録した。

3-3 文字判別方法

文字判別は、式(7)により、標準パターンと入力パターンとの各特徴量の差を求め、その差の累積値に重み係数を掛け加算する。次に、式(8)により、その加算値が最小となる文字を見つけ認識文字として出力する。

$$\begin{aligned} S_m = & \alpha * \left(\sum_{n=1}^{lx} (kxi[n] - kxt[n]) + \sum_{n=1}^{ly} (kyi[n] - kyt[n]) + \sum_{n=1}^{lx+ly} (kli[n] - klt[n]) + \sum_{n=1}^{lx+ly} (kri[n] - krt[n]) \right) \\ & + \beta * \left(\sum_{n=1}^{ly} (sli[n] - slt[n]) + \sum_{n=1}^{ly} (sri[n] - srt[n]) + \sum_{n=1}^{lx} (sti[n] - stt[n]) + \sum_{n=1}^{lx} (sdi[n] - sdt[n]) \right) \\ & + \gamma * \left(\sum_{n=1}^{lx} (hxi[n] - hxt[n]) + \sum_{n=1}^{ly} (hyi[n] - hyt[n]) + \sum_{n=1}^{lx+ly} (hli[n] - hlt[n]) + \sum_{n=1}^{lx+ly} (hri[n] - hrt[n]) \right) \\ & + \delta * \sum_{n=1}^{lv} (vi[n] - vt[n]) \end{aligned} \quad (7)$$

$$\text{結果: } m \leftarrow \min \{ S_m, m = 1 \sim 36 \} \quad (8)$$

(XXi: 入力パターンの特徴量、XXt: 標準パターンの特徴量、 $\alpha \beta \gamma \delta$: 各重み係数)

4. 幾何的特徴分類による文字の認識

通常、人は文字の形状幾何的な特徴に基づき認識を行っていると考えられる。そこで、文字の幾何的な特徴に基づき文字を分類し認識する手法について検討を行った。

4-1 幾何的特徴量の抽出

この手法では、以下の(a)~(d)にあげる幾何的特徴を用いる。この特徴量は、特徴量のパターンマッチングによる認識手法で用いたものと基本的に同じであるが、ここでは、文字の全域に対し特徴量を抽出するのではなく、字形の違いにより文字を区別しやすい特徴量を部分的に抽出し利用している。

(a) 文字の形状

loop_n : ループ数

loop_p : ループ位置

loop_k : ループ径

y_l/x_l : 縦横の比

(b) 交差回数

k_x[line] : 水平方向の交差回数

k_y[line] : 垂直方向の交差回数

(c) 側面距離

s_l[line] : 水平方向の左側面からの距離

s_r[line] : 水平方向の右側面からの距離

s_t[line] : 垂直方向の上面からの距離

s_d[line] : 垂直方向の下面からの距離

(d) ヒストグラム

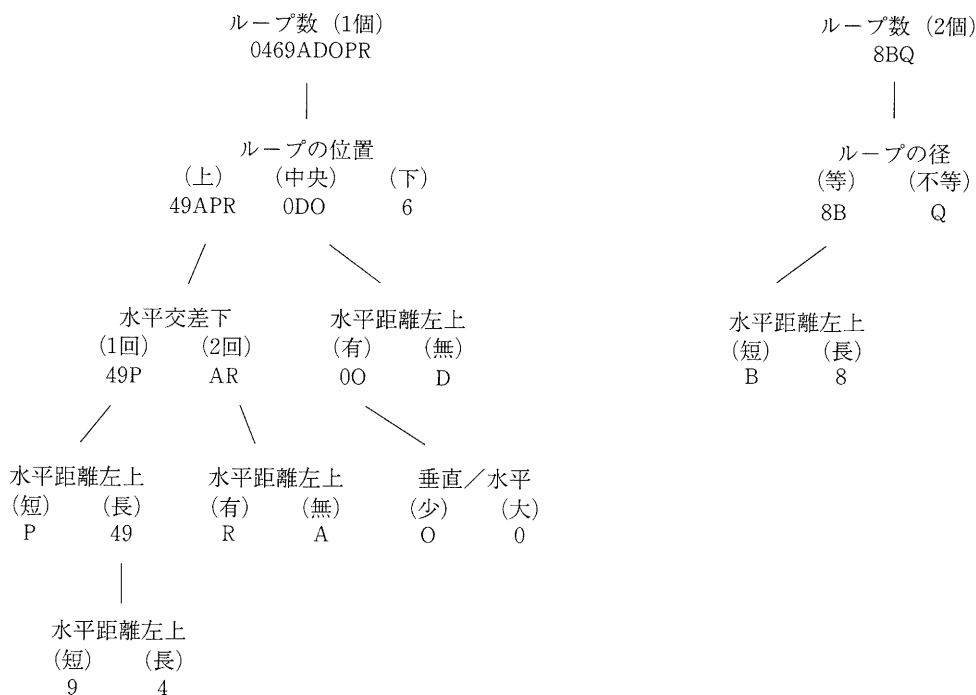
h_x[line] : 水平方向のヒストグラム

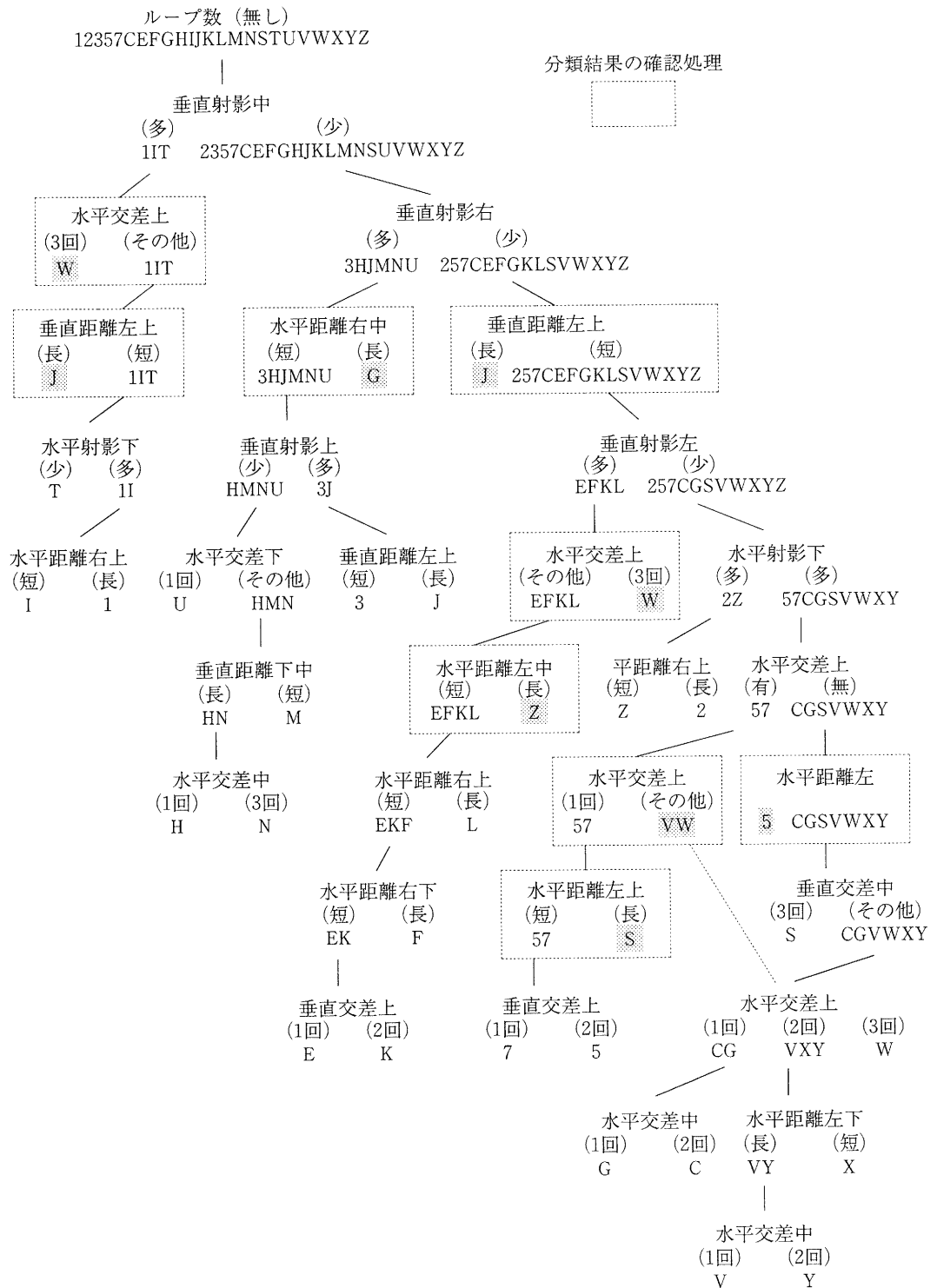
h_y[line] : 垂直方向のヒストグラム

4-2 幾何的特徴分類方法

幾何的特徴に基づく認識方法のアルゴリズムの例を図4に示す。これは、4-1にあげた幾何的特徴量の違いに基づき、入力文字をグループ分けして行き文字を判別する方法である。分類誤りを起こしやすい文字については、再度分類結果の確認処理を行うようにしている。

図4 幾何的特徴による文字の分類





5. 各手法による文字認識の実験

5-1 文字判定の手順

文字判定は、カメラにより文字の画像をメモリに取り込み、マウスにより設定した入力ウインドウ内の画像領域について前処理を行い、特徴量を抽出し文字の認識を行う。このとき1文字のサイズは、約30×40画素で入力している。

5-2 認識結果

表1に2つの手法による文字の認識実験の結果を示す。印字全角文字および半角文字の認識率については、プリンタで印字した36文字の英数字を入力した時の入力文字数と正解文字数より求め、IC文字については、数個のICのマーキング文字を入力した時の入力文字数と正解文字数より求めている。処理時間については、文字が複数存在する一定サイズのウインドウ画像の処理時間より、1文字当たりに要する平均処理時間を求めている。

表1 各手法による文字認識の結果

			特徴量のパターンマッチングによる認識			幾何特徴分類による認識	
手 法			手法 A-1	手法 A-2	手法 A-3	手 法 B	
前 処 理			2 値化 回転補正 ノイズ除去 切り出し	2 値化 回転補正 ノイズ除去 切り出し	2 値化 回転補正 ノイズ除去 切り出し 細線化	2 値化 回転補正 ノイズ除去 切り出し	
認識に用いる特徴量			交差回数 側面距離 ヒストグラム 輪郭ベクトル	交差回数 側面距離 ヒストグラム 輪郭ベクトル	交差回数 側面距離 ヒストグラム 輪郭ベクトル	ループ数、径、位置、縦横比 交差回数 側面距離 ヒストグラム	
標 準 パ タ ー ン			印 字 全角文字	印 字 半角文字	画 面 表 示 用 ROM フォ ン ト 文 字	画 面 表 示 用 ROM フォ ン ト の 細 線 化 文 字	———
認 識 率	入 力	印字全角文字	100%	98%	92%	89%	100%
		印字半角文字	98%	100%	75%	69%	100%
		I C 文 字	100%	100%	100%	98%	83%
1 文字当 たりの処 理時間	前 処 理	1.6sec	1.6sec	1.6sec	1.6sec		
	認 識	1.4sec	1.4sec	3.6sec	0.2sec		
	合 計	3.0sec	3.0sec	5.2sec	1.8sec		

認識率(%)：(正解文字数/入力文字数)×100

5-3 考 察

(手法A-1)

この方法では、実際に認識させるパターン（プリンタで印字した全角および半角の英数字）をカメラで入力し、その特徴量を抽出し標準パターンとして使用する。この方法では、全角文字の標準パターンを用いて半角文字を認識する場合やその逆の場合、特徴量の違いだけでは0と0の識別が不可能な場合があった。しかし、数字と英字の並びには規則性があるという条件を設けると、その識別は可能であった。

(手法A-2)

この方法では、CRT表示用のROMの英数字のビットパターンより特徴量を抽出し、標準パタ

ーンとして使用する。この方法では、標準パターンと入力パターンとのフォント、文字の線の太さ、輪郭の滑らかさ、ノイズの有無などの違いにより、認識率はかなり低い。特に、半角文字の認識では、入力パターンは、ノイズ等の影響により画像の取り込み段階で字形がかなり崩れてしまうのに対し、標準パターンは、ROMのビットパターンであるため入力時のノイズが無く、抽出した特徴量にかなり違いが生じ、認識率が特に悪くなった。

(手法A-3)

この方法は、(手法A-2)の問題点であった線の幅、輪郭などの違いを取り除くため、細線化処理を行った後に認識処理を行う方法である。しかし、細線化後も入力パターンの字体の崩れは残り、認識率は良くならなかった。

(手法B)

幾何的特徴による分類方法では、1つの分類アルゴリズムで、プリンタで印字した全角文字および半角文字とも完全に認識することが出来た。しかし、ここで設定した分類アルゴリズムは、特定フォント用に設定した条件であるため、ICのマーキング文字を入力した場合のように、異なるフォントでは分類誤りを起こし認識率はあまり良くなく、マーキング文字用に分類アルゴリズムを作り直す必要がある。

6. む す び

本文においては、英数字文字の認識の手法を確立するため、特徴量のパターンマッチングによる方法および幾何的特徴の分類による方法の2つの方法について検討した。特徴量のパターンマッチングによる方法では、複数の特徴量を組み合わせることにより、昨年度行った単一の特徴量を用いる方法に比べ認識率をかなり向上させることが出来、この研究での認識実験では完全な認識を行うことが出来た。また、幾何的特徴の分類による方法では、ほぼ完全な認識が可能なおうえ、認識速度も前者の方法に比べかなり早く、特定のフォントにおいては非常に有効な手法であった。ICのマーキング文字の認識では、特徴量のパターンマッチングによる手法の方が、フォントの多少の違いや入力の状態の変化に対し安定性が良く、高い認識結果を得ることが出来た。

しかし、どちらの方法も、特定の標準パターンあるいは特定の分類アルゴリズムで複数のフォントに対応することは出来ず、完全な認識手法を確立するには更に検討を進める必要がある。また処理速度についても、本研究では全てソフトウェアにより処理を行うため認識速度が遅く、ハードウェアによる高速化などの課題がある。

謝 辞

本研究について御指導いただいた渡部透研究参与(立命館大学理工学部教授)と井上紘一研究参与(京都大学工学部教授)に感謝します。

[参考文献]

- (1) 櫻井：平成3年度 滋賀県工業技術センター研究報告。
- (2) 尾崎 弘，谷口慶治：画像処理—その基礎から応用まで—第2版 共立出版。

検査作業の自動化のための 視覚システムの研究（第二報）

— 微細パターンの自動欠陥検査法の研究 —

技術第一科 川崎 雅生
龍谷大学 有木 康雄
大西電子(株) 中川 俊男

あらまし：中小企業の製造現場における近年の状況として、人手不足と従業員の高齢化問題が挙げられる。また、技術の進歩と関連して、超精密・超小型の部品や製品を要求されることが多くなってきている。これらの事情により、従来目視でしか対応できなかった高度な検査作業も、「自動化」という課題に迫られている。

本研究では、多層プリント基板用フィルムから、通電検査用のピンをたてる位置を、抽出する作業（以下、「ポイント取り」と呼ぶ）の自動化について検討し、実用レベルに近いシステムができたので、その概要を報告する。

1. ま え が き

コンピュータや周辺機器の発達により、県内の電子部品や電子製品を生産する企業においても、各種の自動化が進められている。検査作業の分野においても、2次元 CCD カメラを使った画像入力装置が比較的安価になり、適用分野が拡大しつつある。本研究は、検査作業の自動化を行う場合に重要となる視覚システムについて平成2年度より4年計画で始めたものであり、本年度はその2年目に当たる。

初年度に行った多層プリント基板のフィルム1層に関するポイント取りで抽出できた問題点をもとに、本年度は、複数枚の配線パターンの組を使ったポイント取りの自動化に関する研究を行った。

2. システムの概要

部品を登載する前のプリント基板を検査する方法の一つとして、プリント基板に検査用のピンを立てて、通電検査する方法がある（これにより、基板上の配線パターンの断線、短絡が確実に検査できる）。本システムは、この検査用ピンをどこに立てるかを基板用フィルムから自動で抽出することを目的としており、このフィルムをイメージリーダで入力し、8層のつながり状況を考慮しながらポイント取りを行って、実寸で印刷出力することができる。

なお、本システムで対象にしたフィルムは6層用であり、表面の信号層（以下、S1、S2層と呼ぶ）、内層の信号層（S3、S4）、グランド層（G層）、電源層（V層）の6枚とS1、S2層に対応するレジストフィルム（R1、R2層）の8枚から構成されている。

図1にシステムの処理の流れを示す。

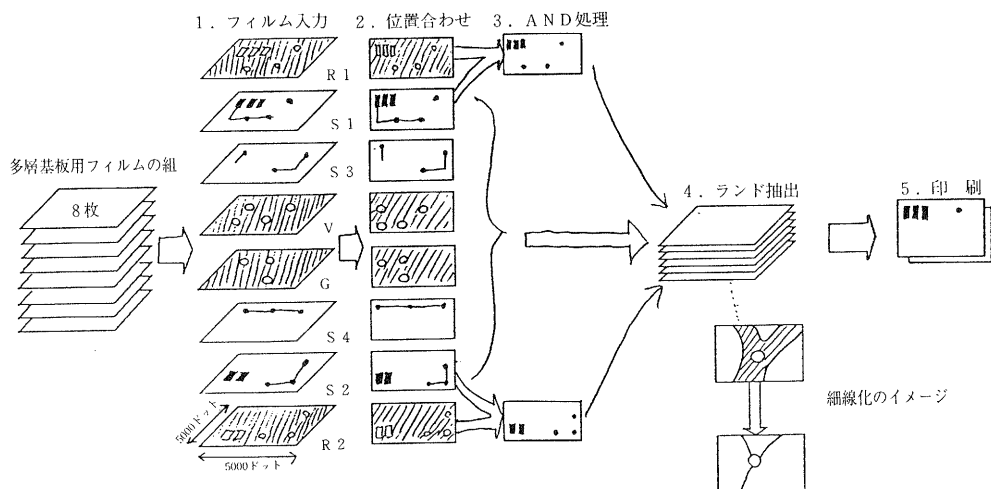


図1 システムの処理の流れ

2-1 ハードウェア構成

図2にシステムのハードウェア構成を示す。処理装置と入力装置は、RS 232 Cと平行インタフェースで接続されており、入力装置に対するパラメータの設定や動作指示はRS 232 Cで行い、入力データは平行インタフェースから送られてくる。処理装置と出力装置は、平行インタフェースで接続されており、コマンドやビットイメージのデータを送っている。

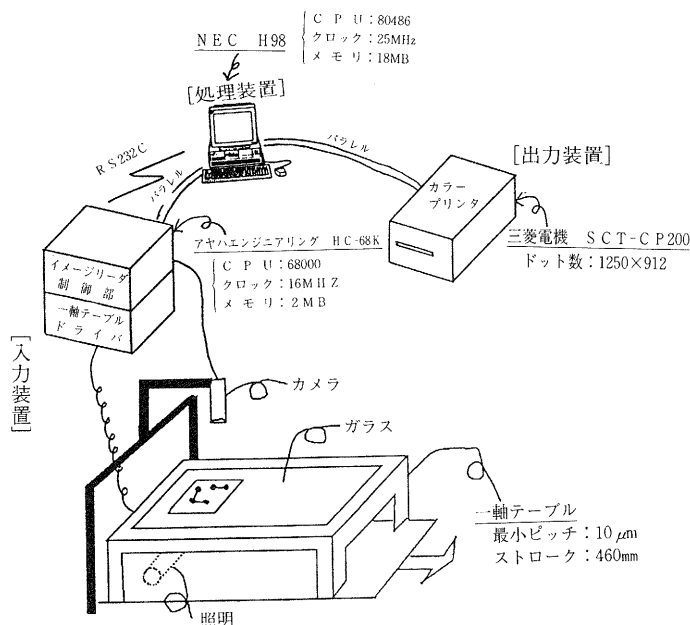


図2 システムのハードウェア構成

2-1-1 入力装置

フィルムパターンは、最小の線幅が $200\mu\text{m}$ 程度であるが、線の両端での ± 1 ドットのふらつきを考えると1画素の視野が $70\mu\text{m}$ 以下である（最小の線幅部分でも最低1ドットは検出でき

ることが必要になる。また、実寸印刷を行う必要があるため、1視野でフィルム幅全体(250mm)を入力できる方が良い。市販されている2次元CCDは、1024×1024素子程度であり、分解能の点で問題があるため、本研究では1次元ラインセンサを入力装置とした。このラインセンサは、レンズを交換することにより、視野を任意に設定できる。

2-2 ソフトウェア構成

複数枚のフィルムを入力し、基本的な前処理（位置補正等）を行う場合、並列処理を行った方が全体の処理時間を短縮できるため、OS/2のマルチタスク機能を利用した。プログラムは、MS-Cで記述しており、全体で3000ステップ程度となっている。以下に主なタスクの概要を記す。

1 回の起動でフィルム 1 枚を、縦方向に、50 μ m ピッチで 5000 行（最高 10000 行）分入力する。本タスクは、同時に任意個起動をかけても良いが、入力資源の関係で 2 個目以降は、資源待ちとなる。入力終了時に位置補正のタスクを自動で起動する。

図3 システムのソフトウェア構成

縦方向に $50\mu\text{m}$ ピッチでテーブルが移動するのに対し、CCDの視野（横方向）は、1ドット当たりおよそ $55\mu\text{m}$ （レンズの視野 $2750\text{mm} \div 5000$ ドット）であるため、横方向に1.1倍する。また、レンズ中央部と端部で1画素に対する大きさが異なるため、その補正も行う。

2-2-3 位置合わせ

ならないが、各フィルムの対応する場所は若干ずれる。そこで、ディスプレイ画面上にG層と位置合わせを行うパターンとを表示し、両方のパターンの共通ランド*をマウスでピックアップすることにより、座標変換（回転と平行移動）を行う。

レジストパターンとそれに対応する信号層（R1層とS1層、R2層とS2層）の処理が完了すれば、マスク処理を起動する。

2-2-4 マスク処理

ランド抽出の精度向上と高速化を行うために、レジスト層と信号層のAND処理を行う。全てのパターンが準備できた状態になれば、ランド抽出のタスクを起動する。

2-2-5 ランド抽出

マスク処理を行ったパターン、信号層（S1～S4層）、G層、およびV層よりランド抽出を行う。

タスク内部の処理は、2段階に分かれていて、第1段階では、各ランドの中心位置・およその大きさ等を抽出し、第2段階では、各ランドに接続している配線数（以下、「手」と呼ぶ）を調べている。

手の数を調べる場合に、細線化が有力な手段であるが、画像パターン全域（5000×5000）に作用させると処理時間がかかり過ぎる。そこで、第1段階で抽出したランド近傍のみに細線化を作用させ、処理時間の短縮を行っている。

2-2-6 印刷

ランド抽出で処理されたランド情報（ランドの属性や手の数）をもとに、検査用ピン位置をS1層やS2層とともに色分けして印字する。

使用しているプリンタの解像度の問題（1250×912ドット/枚）で画像を圧縮しているため、パターンの密集している部分がつながって見える箇所や±1ドットのパターンずれが発生している箇所がある。

3. 結果と考察

図4-1から図4-4に処理結果の例を示す。表面実装と呼ばれているランドは、ほとんどが細長い長方形であり、その部分は片面（1層）だけの配線であり、裏表それぞれ別々のパターンになっている。スルーホールを持つランドは、裏表で同一場所に同じ結果が表示されている。

今回のシステムは、8枚組（6層）のフィルムを対象にしたものであるが、7枚組（5層）以下のフィルムに適用することも、比較的容易である。

3-1 処理時間

処理時間は、8枚のフィルムを入力して結果を印刷するまでで、約4時間30分かかる。しかし、人が介在する時間は、フィルム入力時と位置合わせの時の最初の部分（マウスでピックアップするまで）の計30分程度だけであり、残りの時間は自動で処理できるため、かなりの省力化が計れると思われる。

最近はワークステーションも安価になり、これを利用すれば、処理時間そのものを短縮するこ

ランド…ここでは、部品を半田付けする場所、もしくは、層と層を電気的に接続するための穴（スルーホールと呼ぶ）のある場所を意味する。

とも容易であると思われる。

3-2 精 度

実用化の目安として最も重要な抽出精度については、本来抽出すべき（目視作業で抽出される）ところが100箇所とすると、100に近いほうが抽出精度が良いということになる。ただし、100未満では使えないという条件が付く。

本システムによる自動抽出の結果は、実験で使用したフィルムで確認する限り、この条件は満たしており、約2000箇所の抽出ポイントに対して9箇所多くなっている。ただし、この9箇所の中で8箇所は、ランドが大きすぎるため細線化を行わないで抽出したものであり、処理時間を考慮しなければ細線化によりカットすることができる。

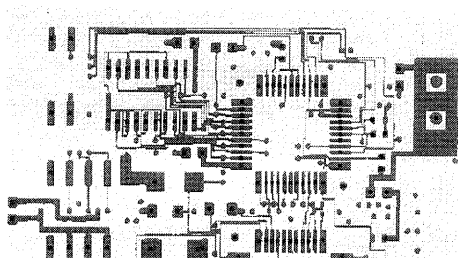


図 4-1 S 1 層の一部

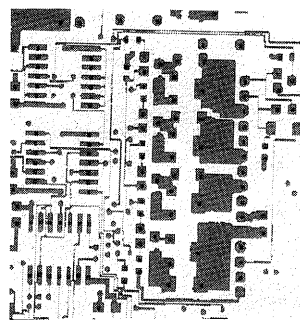


図 4-2 S 2 層の一部（図 4-1 の裏側）

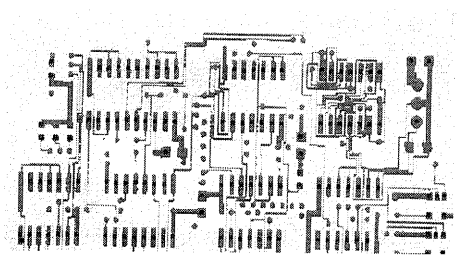


図 4-3 S 1 層の一部

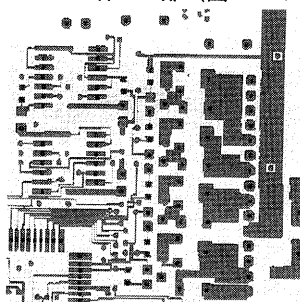


図 4-4 S 2 層の一部（図 4-3 の裏側）

4. む す び

実験結果をみるかぎり、本システムの有効性は高く、実用化のために各種の実験を繰り返していく予定である。

ただし、本システムは、ポイント取りに必要な機能のかなりの部分を含んでいるが、現場サイドで行われている全ての作業ルールをカバーしているわけではない。この点については、今後、必要があれば作業ルールの追加を行う必要がある。

〔参考文献〕

川崎他：「検査作業の自動化のための視覚システムの研究（第一報）」，1990滋賀県工業技術センター研究報告，17-22 p.

尾崎弘、谷口慶治著：「画像処理 — その基礎から応用まで」，共立出版。

画像処理ハンドブック編集委員会編：「画像処理ハンドブック」，昭晃堂。

電子機器の電磁環境評価法の研究（第三報）

— 電磁波シールド材料の特性とその評価法に関する検討 —

技術第一科 木村 昌彦

あらまし：エレクトロニクス機器の高集積化、高速化に伴い、外來電磁波ノイズによって機器が暴走や誤動作する、いわゆる電磁波障害の問題が深刻化してきている。そのため規制が実施されており、今後さらに強化されていくものと思われる。こういった電磁波ノイズを出さないあるいは受けないためには、機器にシールドを施す必要があるが、このシールド技法はまだ開発途上であり、シールド効果の測定法も種々のものが提案されていて、それらのデータに互換性はない。

そこで、シールド材の効果測定方法とこれらのデータの相関性およびシールド材の温湿度変化による性能劣化について検討した。また、これらシールド材を実機に使用した場合の特性を把握するため、端面処理の違いによる性能変化を測定した。

その結果、シールド材評価器の違いによるデータの相関性ならびに各種材料の耐環境性および筐体の隙間が及ぼすシールド性能の劣化が把握できた。

1. ま え が き

近年、社会の高度情報化はめざましく進展した。これは電子機器のデジタル化による高速化・高集積化に負うところが大きい。しかし、これらの機器が微弱な信号で動作するようになればなるほど、電磁波ノイズに敏感に、すなわち、ノイズに対してどんどん弱くなっていることになる。したがって、電磁環境がますます悪化していく現代において、電磁波シールドの技術は、その必要性がさらに増していくものと思われる。

この一手段としてシールド材料の使用があるが、これは非常に多くの形態のものが開発され、供給されている。そしてその性能もいろいろあり、うまく適用しないと期待した効果が得られないことになる。それにはまずその材料の特性を知る必要があるが、カタログなどに表示されているデータはその測定方法がいろいろでそのまま比較することはできない。また、これらのデータはテストピースで測定されているので、その材料を使ってシールドを施した場合、カタログ値どおりの成果が得られないことが多い。そして、当然のことながら、使用中には温度および湿度の影響を受けるので、経年変化により性能は劣化していく。

そこで、まずシールド材料の各種特性評価法のデータの相関性を調べ、温湿度サイクル試験によりシールド材の性能劣化実験を行った。また、これらシールド材料を電子機器等の筐体に適用した場合を想定して、模擬筐体により、シールド材の端面の接合処理の違いによる特性変化を検討したので報告する。

2. 電磁波シールド材の測定方式

電磁波シールド効果の評価測定方法は、現在日本では標準的なものが制定されておらず、その測定には多くの方式が提案、実施されている。各方式によるシールド効果の測定値は、その材料が本来持っているシールド効果の一部分を表しているものである。

よく用いられる測定方法には次のようなものがある。

- ① アドバンテテスト社方式（アドバンテテスト社が推奨する方法）
- ② KEC 方式（㈱関西電子工業振興センターで考案された方法）
- ③ Dual TEM - cell 法（R. D. Scheps、トヨタ中研）
- ④ ASTM 方式（アメリカの ASTM 規格に基づいたもの）

また、別角度からのシールド特性のアプローチの方法として、

- ⑤ 伝達インピーダンスによる方法（試料の持つ伝達インピーダンスの値から計算によりシールド効果を求めるもの）

がある。

本報告では、これらのうち①、②、③、⑤を検討した。

3. 実 験

3-1 試 料

各種測定法の比較検討のために用いた試料は次のものである。

- ① 金属化繊維織布（ポリエステル繊維にニッケルメッキしたもの）
- ② 金属蒸着フィルム（PET フィルムに銅を蒸着したもの、銅厚み $5\ \mu\text{m}$ ）
- ③ 導電化不織布（短カーボン繊維をニッケルメッキし、フェルト状にしたもの）
- ④ 銅メッシュ（15メッシュ／インチ）
- ⑤ アルミ箔（ $15\ \mu\text{m}$ ）
- ⑥ アルミシート（ $50\ \mu\text{m}$ ）
- ⑦ 銅箔（ $35\ \mu\text{m}$ ）
- ⑧ 導電性塗料（銅系）

3-2 シールド材評価器

次の評価器にて測定を行った。

- ① アドバンテテスト法……アドバンテテスト TR17301A（近接界シールド効果測定）
- ② Dual TEM - cell 法……アドバンテテスト TR17302（遠方界シールド効果測定）
- ③ KEC 法……アンリツ MA8602B（近接界シールド効果測定）
- ④ 伝達インピーダンス法……YHP YS - 11146H

3-3 シールド効果測定システム

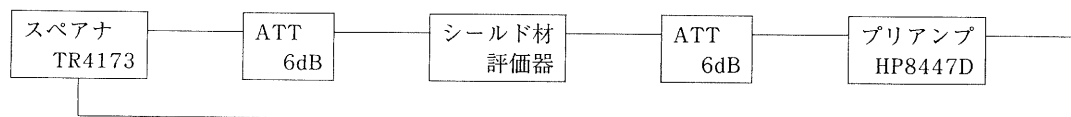


図1 シールド効果測定システムブロック図

3-4 加速劣化試験

シールド材の経時変化を調べるために、次の条件で温湿度サイクル試験を行い、100時間経過毎にシールド効果を測定した。

- 温度：-20℃（1時間） $\leftrightarrow$ +85℃（1時間）[1サイクル6時間]
- 湿度：95% RH
- 試験時間：1000時間

3-5 隙間がシールド効果に及ぼす影響

電子機器の筐体にシールド材を使用した場合を想定し、その端面の接合の処理の仕方でのようにシールド効果に変化するか、模擬筐体を用いて調べた。

なおこの実験では、試料として、3-1の①、②と銅系導電性塗料（⑧）で処理した（人手によりスプレー塗布した）ものを用いた。また、試験機器構成は図2のとおりで、模擬筐体は縦300×横300×高さ150（mm）の寸法のものを使用した。

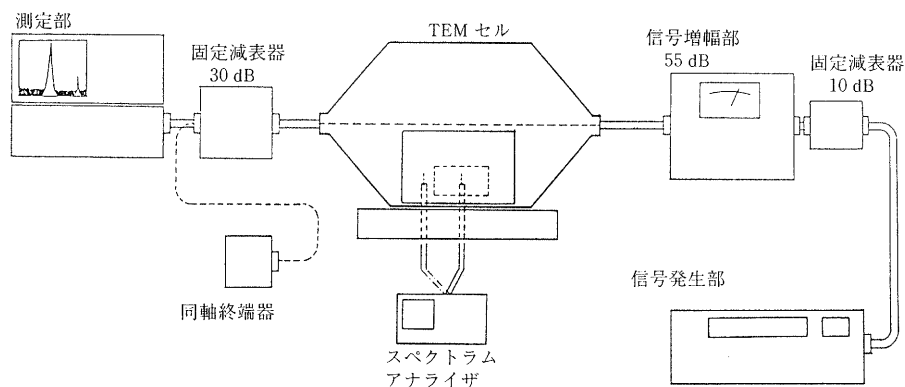


図2 模擬筐体シールド効果測定機器構成

4. 実験結果および考察

4-1 評価器の違いによるシールド効果データの比較検討

4-1-1 各評価器の周波数特性

図1に示す機器構成で、各評価器の周波数特性を測定したものを図3に示す。これは、評価器に試料をセットしない状態で、スルーの特性を見ている。理想的には、全帯域でフラットなものが望ましいが、実際はどれも周波数依存性がみられ、特に100 MHz以下で著しいレベル低下がある。ただ、このなかではKEC法の2つが他の3つに比べややフラットな特性を持っていることがうかがえる。そのため、ダイナミックレンジも低周波側で10~20 dB 広く取れ、それだけシールド効果の大きい試料が測れることになる。

これらの評価器に試料をセットして得られるカーブと、このスルー特性との差がその試料の持つシールド効果ということになる。

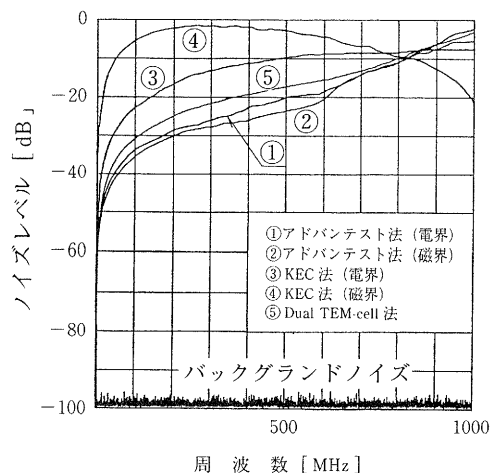


図3 各評価器の周波数特性

したがって、スルー特性と測定器のバックグラウンドノイズとの差が測定できる最大値、すなわちダイナミックレンジであり、100 MHz 以上で60～100 dB あることが分かる。

4-1-2 各評価器によるシールド効果の測定

同じ試料（寸法200×200mm）を異なった評価器で測定した。ただし、Dual TEM-cell 法と伝達インピーダンス法は試料寸法が異なるので、同じ素材から採取したものを使った。測定結果を図4-1～4に示す。

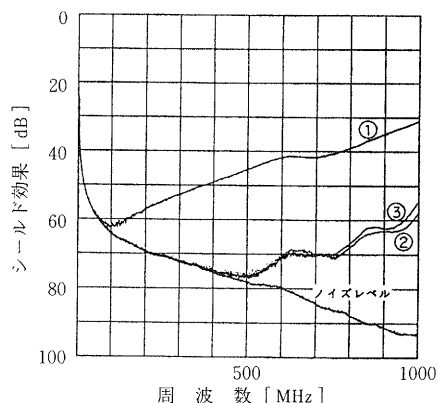


図4-1 アドバンテスタ法〈電界〉

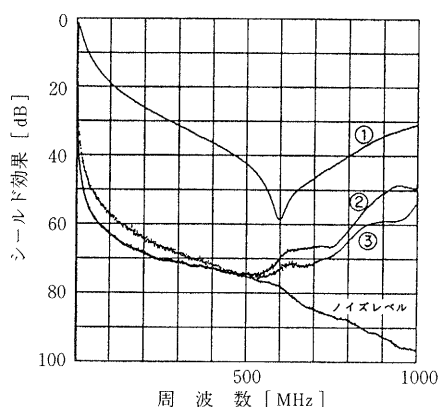


図4-2 アドバンテスタ法〈磁界〉

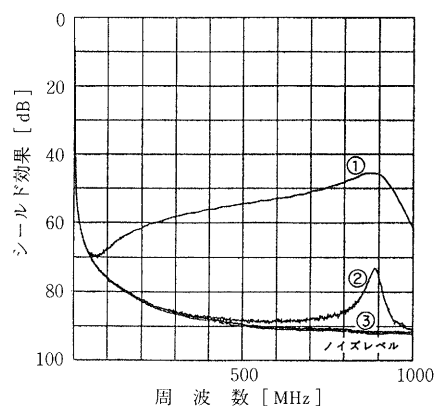


図4-3 KEC法〈電界〉

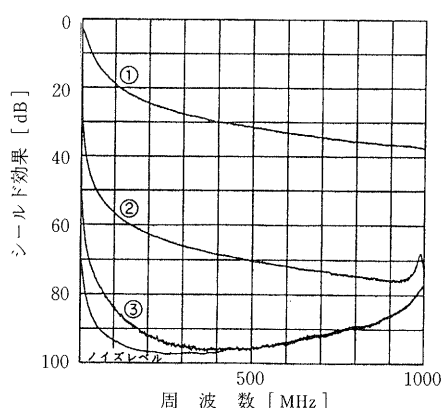


図4-4 KEC法〈磁界〉

アドバンテスタ法とKEC法を近接界について比べてみると、大まかな傾向は似ているが、アドバンテスタ法の磁界波が600 MHz 付近からシールド効果が減少していき、この点がKEC法と大きく異なっている。理論的に近接界においては、周波数が高くなるほどシールド効果は、電界波に対しては下がっていき、磁界波に対しては上がっていく。すなわち、周波数が高くなるということは波長が短くなるということであり、放射源からの距離は相対的に大きくなっていくことになる。よって、高インピーダンス電界では、材料の特性インピーダンスとの比が小さくなっ

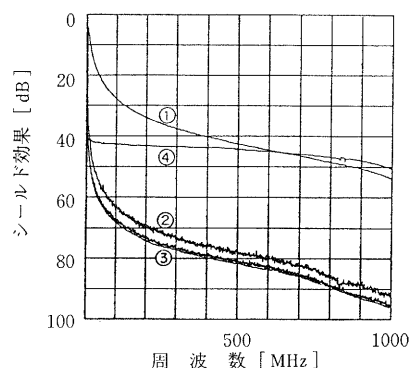


図5 Dual TEM-cell法〈遠方界〉

で反射損失が減少し、シールド効果が悪くなっていく。低インピーダンス磁界ではインピーダンス比が大きくなっていき、この逆となる。この観点からすればKEC法の方がこの傾向を示しているといえる。電界、磁界とも、どちらの方式も500 MHz ぐらいまでは10 dB 程度の差で値がでており大差ない。ただし、磁界波でダイナミックレンジの影響により、アドバンテスト法では低周波域でシールド効果が測定できていない材料（③導電化不織布）があるが、KEC法では400 MHz まで測れている。これは、ダイナミックレンジの広いKEC法のメリットであろう。

遠方界については、Dual TEM - cell 法の評価器（試料寸法150×50mm）で測定した。そのデータを図5に示す。ここでは部屋のシールドに使われたりする銅メッシュも測定している。相当粗いメッシュであるが、ニッケルメッキ繊維を織った布（金属化繊維織布）と同等の特性を持っている。むしろこちらの方が広帯域でフラットである。

4-1-3 伝達インピーダンスによるシールド効果の評価

伝達インピーダンスは、2組の同軸管中央部において内外導体間を供試試料を挟み込むことで短絡し、一方の同軸管側から発振器により電流を供給したときに、他方の同軸管に伝達インピーダンスによって生ずる電圧を測定することで求まる。

なお、その算出は図6の等価回路から、 $Z_{tr} \ll Z_0$ として

$$Z_{tr} = 2Z_0 \frac{V_2}{V_1} \quad \dots\dots (1)$$

ここで、 Z_0 ：測定系特性インピーダンス

Z_{tr} ：供試試料伝達インピーダンス

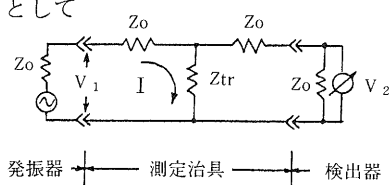


図6 等価回路

で求められる。

この実験では、伝達インピーダンスの測定に横河ヒューレットパッカード(株)のYS-11146H（三菱電線工業(株)製ZTR39D）を使用した。なお、試料は内径φ11.5mm、外径φ50mmのドーナツ状にカットして作成した。この測定治具で得られた特性を図7に示す。図中の丸数字は3-1項の試料の番号に対応している。

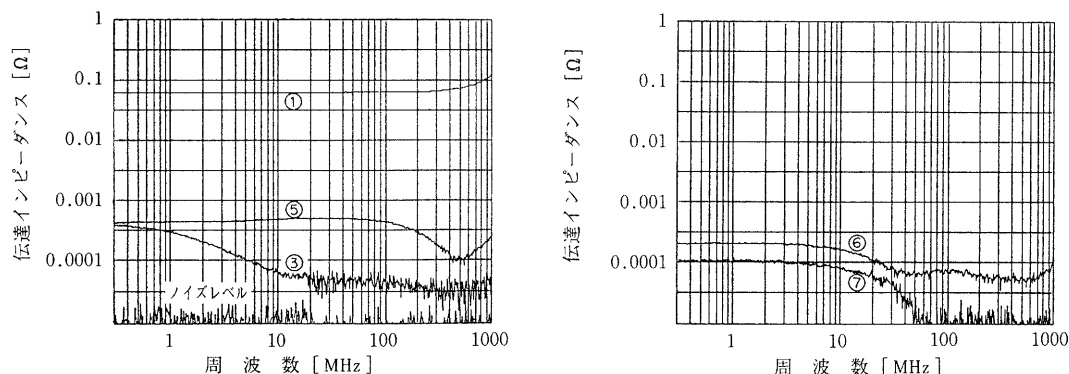


図7 各シールド材の伝達インピーダンス特性

この伝達インピーダンスは、値が小さいほどシールド効果は大きくなるが、このままではオーム [Ω] の表示なのでシールド効果として把握しにくい。そこで、この値からシールド効果を計算により求めることを検討する。

伝達インピーダンスから求まるシールド効果と理論値との比較を容易にするため、試料として

物理定数の分かっている金属箔を使用することにする。シールド効果理論式は Donald R. J. White による式が知られており、次のように表される⁽²⁾。

$$SE = 20 \log \left\{ e^{\alpha t} \left| \frac{(1+K)^2}{4K} \left[1 - \left(\frac{K-1}{K+1} \right)^2 e^{-2\gamma t} \right] \right| \right\} \dots (2)$$

ここで、

SE：シールド効果 (dB)

$$\gamma = \alpha + j\beta = (1+j) \sqrt{\pi f \mu \sigma}$$

f：周波数 (Hz)

μ ：透磁率

σ ：導電率

$$K = \frac{Z_w}{Z_m} = \frac{120\pi}{(1+j)\sqrt{\pi f \mu / \sigma}} \cdot \frac{1}{1+(kr)^2} \sqrt{\frac{(kr)^6 + 1}{(kr)^2}} \quad (\text{電界})$$

$$K = \frac{Z_w}{Z_m} = \frac{120\pi}{(1+j)\sqrt{\pi f \mu / \sigma}} \cdot \left\{ 1 + (kr)^2 \right\} \sqrt{\frac{(kr)^2}{(kr)^6 + 1}} \quad (\text{磁界})$$

Z_w ：波動インピーダンス

Z_m ：材料の特性インピーダンス

t：シールド材の厚さ (m)

r：放射源とシールド材との距離 (m)

$$k = 2\pi / \lambda$$

λ ：波長 (m)

そして、伝達インピーダンスからのシールド効果の計算は、シュルクノフの式から導かれた次式により求まる。^{(1), (2)}

$$SE = 20 \log \frac{50}{120\pi} \cdot \frac{Z_w}{Z_{tr}} \dots (3)$$

アルミ箔 (15 μm) と銅箔 (35 μm) に関し(2)式から求めた理論値と(3)式から求めた計算値を図8-1、2に示す。図中の距離は電磁波放射源からシールド材料までの距離を示し、点線および実線はそれぞれ電界、磁界の理論値を表す。また、白ドットと黒ドットはそれぞれ電界、磁界における計算値で、実測により得られた伝達インピーダンスから求めたものである。

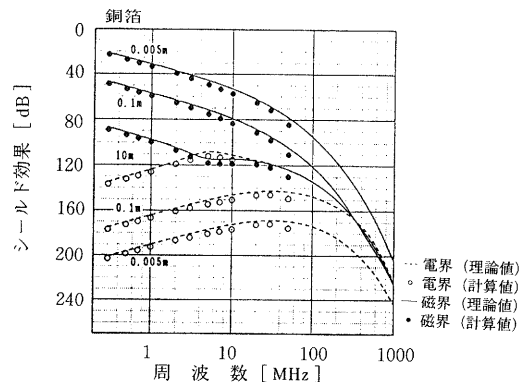
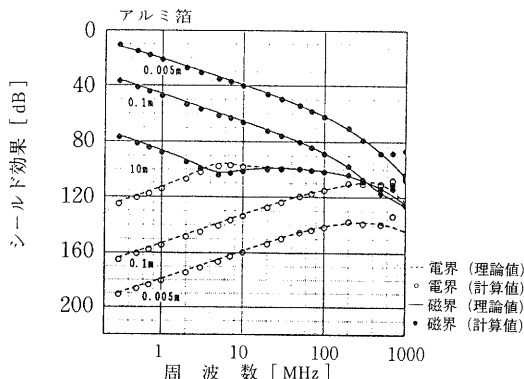


図8-1 アルミ箔 (15 μm) のシールド効果特性

図8-2 銅箔 (35 μm) のシールド効果特性

これをみると、理論値と計算値がよく整合していることが分かる。このことから、物理定数の測定が困難で理論計算により求めることが難しい材料（不織布や導電性塗料等の複合材料）のシールド効果評価方法の一つとして有用であると考えられる。

次に、従来方法と伝達インピーダンス法の相関性を検討してみる。試料No①、②、③のデータを示したものが図9である。このうち②は理論値で示してある（図中の実線のデータ）。なお、放射源と試料との距離は5mmと想定している。

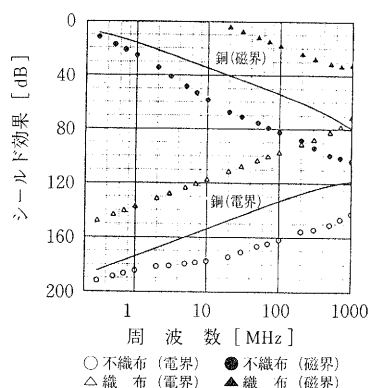


図9 各シールド材のシールド効果特性

これと図4-1～4と比較すると電界では、試料①でアドバンテスト法、KEC法とも30～40dBの差がある。磁界では、アドバンテスト法は100MHz～400MHzぐらいまで差が数dBであるのに対し、KEC法では3種類の試料とも100MHzから通常測定される上限（1000MHz）まで数dBの差に収まっている。この結果から、アドバンテスト法、KEC法、伝達インピーダンス法ともに、磁界に関しては3者ともかなり近い値を示しており、十分相関性があると考えられる。

4-2 温湿度変化によるシールド効果の劣化

シールド材料は使用中に、温度変化や雰囲気中の水分により表面が酸化され、シールドの根本である接触（アース）が悪くなり、シールド性能が低下していく。また、今回は検証できなかったが、樹脂内部に導電性繊維をコンパウンドした複合タイプのシールド材料でも、当初は接触し合っていた導電性繊維が、温度変化により膨張、収縮率の違いから、接触しなくなり、シールド効果が低下することもあると考えられる。

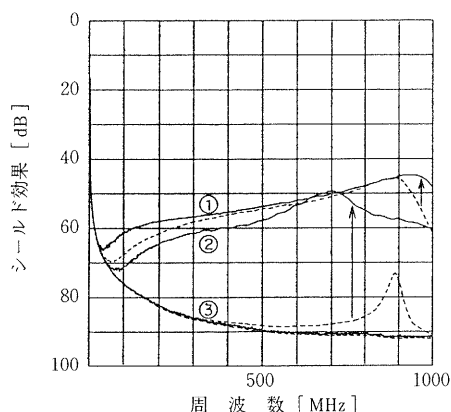


図10-1 KEC法<電界>（1000時間）

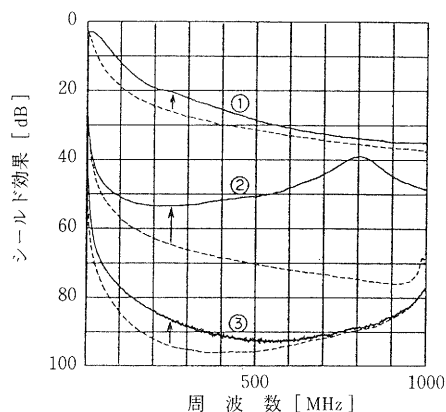


図10-2 KEC法<磁界>（1000時間）

温湿度サイクルによるシールド効果の変化を、100時間ごとにそれぞれの方式で測定したうちのKEC法とDual TEM-cell法の1000時間経過後のデータを図10-1～3に示す。図中の点線はサイクル試験前のデータであり、1000時間後には矢印のところまでシールド効果が落ちたことになる。材料①、③は悪くても10dB程度の劣化であるが、②、④はほぼ全周波数域で10dB以上あり、最大で38dB劣化した。これらから全体の傾向としていえることは、表面がニッケルメッキされたものは、環境変化に強く、性能は大きく変化しないが、銅がむき出しのものは、周波数

域によっては30 dB 以上と大きく劣化することがある。この実験で特に劣化が激しかったのは近接電界における②銅蒸着フィルムであるが、これは表面が酸化したためにインピーダンスが上がり、波動インピーダンスとの比が小さくなって反射損失が減ったためと考えられる。また、図10-3の遠方界（Dual TEM - cell 法）のデータで④銅メッシュの特性が波打ってきたのは、最初メッシュの全交点接触していたものが、酸化により接触が不安定になって、遮蔽量が減ったためであろう。

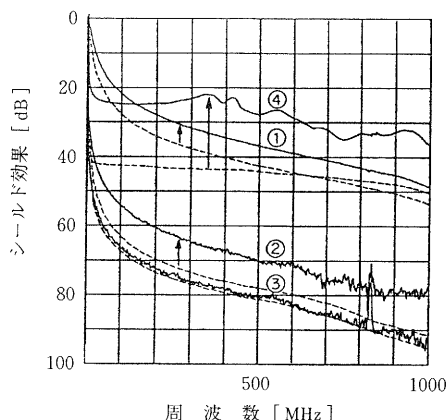


図10-3 Dual TEM - cell 法 (1000時間)

4-3 模擬筐体によるシールド効果測定

模擬筐体は、バーク板で作った箱の表面に各シールド材を貼り付け、端面（シールド材の合わせ面）を銅の導電性テープで接着して導通をとった。そして、この中に電界センサに見立てた同軸ケーブルのプロープアンテナを固定し、同寸法のことを模擬筐体の外部にも設置した。この両者の電界強度の差をもって、試料のシールド効果としている。それぞれの試料の測定結果を図11-1、2に示す。なお、図11-2は端面処理の違いによるシールド性能を表している。

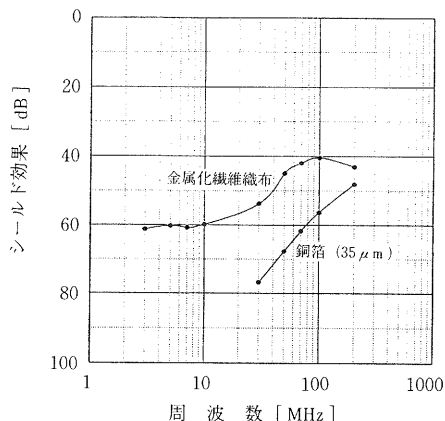


図11-1 模擬筐体のシールド効果

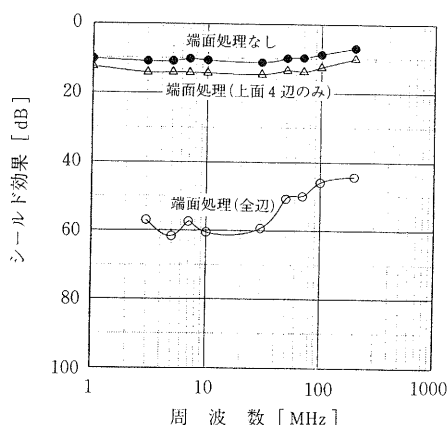


図11-2 端面処理の違いによるシールド効果

また、周波数上限はTEMセルの帯域により200 MHz までとした。下限はパワーアンプの出力の限界で1 MHz まで測定できていないものもある。

シールド効果は、開口部がほとんどない（同軸ケーブルを通して穴だけ）ため、どの試料も測定した全体域で40 dB 以上の特性を示している。しかし現実にはツマミ用の穴や表示用の窓があったり、放熱用のスリットがあるのでこの値よりも低下する。

そこで、隙間があった場合、シールド効果がどの程度低下するか調べたのが図11-2である。この模擬筐体は6面とも導電性塗料を塗布したものであるが、ただこのまま箱に組んだだけでは10 dB の効果しかないことが分かる。これを全辺導電性のシールドテープで接続してやれば、40～60 dB のシールド効果が得られるようになる。また、いくつかの辺だけ接続した場合をみると、上面の4辺だけ、あるいはたての4辺だけ端面処理したものではほとんど効果はみられない。

5. む す び

本報告では、おもに電磁波シールド材料の特性評価に関して検討してきた。それらをまとめると、

- 1) シールド効果の近接界測定において、アドバンテスト法と KEC 法のデータは大まかな傾向は似ているが、磁界の600 MHz 以上でかなり異なったものとなる。また、KEC 法の方が測定できるシールド効果の範囲が広い。
- 2) アドバンテスト法、KEC 法、Dual TEM - cell 法、伝達インピーダンス法のうちで、金属箔を試料とした測定では、伝達インピーダンス法が最も理論値に近かった。
- 3) 温湿度変化に対するシールド効果の劣化は、銅系のものでは30 dB 以上あり、ニッケル系のものでは数 dB 程度であった。
- 4) シールド材料を実機に使用する場合、そのつなぎ目を電氣的に十分接続しないと効果は得られない。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、御指導と御助言をいただいた京都工芸繊維大学工芸学部電子情報工学科堤誠教授に感謝します。

[参考文献]

- (1) 関，他：ノイズ対策最新技術，総合技術出版（1986）.
- (2) 工藤：信学技報 EMCJ89-96 .
- (3) 友野，他：電磁波シールドの基礎，シーエムシー社（1989）.
- (4) アプリケーションノートNo. 6-1，アドバンテスト.

バッチ式ガス焼成炉における焼成工程の 自動化に関する研究（第一報）

技術第一科

小川 栄司

信楽窯業試験場

中島 孝 今西 康博

立命館大学理工学部

伊藤 敏博 亀井 且有 井上 和夫

あらまし：現在、信楽で主に使用されているバッチ式ガス焼成炉では、その焼成工程により炉内の温度と雰囲気を適正に制御する必要があるが、焼成炉は多入力多出力の非線形なシステムであり熱容量も非常に大きいことから、その操作には熟練者の経験と勘が必要となっている。そこで、上記焼成工程の自動化を図るため、焼成炉の動特性のモデル化を行い、PID 制御による自動化を試みた。その結果、焼成炉内部状態の相互干渉による制御の乱れや若干のオーバーシュートは見られるものの、ほぼ良好な制御特性と燃料ガスの省エネルギー化につながるであろう結果を得ることができた。

1. ま え が き

現在、信楽で使用されている陶磁器焼成炉の大部分は、昭和40年代中頃より急速に普及した液化石油ガス（LPG：Liquefied Petroleum Gas）を燃料とするバッチ式シャトル窯である⁽¹⁾。近年の暮らしの多様化、個性化の進み中で、製造業における高付加価値製品の多品種少量生産は社会の要望であり、信楽においてもバッチ式焼成炉による多品種少量生産の形態は今後も続くものと考えられる。

一方、バッチ式焼成炉による陶磁器製品の焼成では、焼成工程により炉内の温度および雰囲気（酸素および一酸化炭素濃度）を適正な値に制御する必要があり、これらの値は焼成製品の色合い、外観、品質などに大きな影響を及ぼす。このため、焼成にあたっては、炉内の温度や雰囲気を随時測定しながら、燃料のガス圧力やエアダンパーの開度を適度に調節する必要があるが、焼成炉は炉内の温度と雰囲気の相互干渉によりその動特性が複雑に変化する非線形なシステムであり、また炉の熱容量も非常に大きいことから、その操作には熟練者の経験と勘が必要となっている。

焼成工程の自動化は、炉内温度に関してはPID調節計などによりほぼ目的を達成しているが、炉内雰囲気に関しては、依然、熟練者によるエアダンパーの手動操作、またはプログラム調節計などによるプログラム制御によるところが大きい。炉内雰囲気をも含めた焼成工程の自動化は、近年の人手不足対応への一助となり、さらには焼成条件の安定化による製品の歩留まり向上や多様化による高付加価値化、供給ガス量と流入空気量の最適化による省エネルギー化などに大きな効果をもたらすものと期待される。

そこで、上記焼成工程の自動化を図るため、信楽窯業試験場の所有する焼成炉をその制御対象とし、炉内温度と雰囲気の測定および供給ガス圧とエアダンパー開度の調整の自動化、焼成炉の動特性のモデル化、およびPID 制御による自動化を試み、炉内雰囲気を含めた焼成工程の自動化の可

能性と、多入力多出力の非線形システムの制御に適しているといわれるファジィ制御適用の有効性を検討したので報告する。

2. 焼成炉の構造と焼成方法

2-1 焼成炉の構造

今回の実験で使用した焼成炉の仕様を表1に、外観と構造を図1および図2に示す。焼成工程では、炉内の温度と雰囲気気を適正な値とするために、燃料のガス圧とエアダンパー開度の操作を行う。ガス圧の操作により炉内へ供給される燃料のガス量が調節され、エアダンパーの操作により炉内燃焼ガスの煙突からの放出量が調節される。燃料に必要な空気は自然吸入であるため直接操作はできないが、エアダンパーの操作により炉内の圧力が変化し、間接的にその量が調節される。炉内温度は、燃料ガスの燃焼により発生する熱量と煙突より放出される燃焼ガスの持ち去る熱量などにより決定され、炉内雰囲気は、炉内に吸入される空気量と燃料ガスの燃焼反応により決定される。

表1 焼成炉の仕様

名 称	小型シャトル式ガス炉
製 造	高砂工業(株)
内 寸 法	1850mm×960mm×1200mm
燃 料	液化石油ガス(ブタン:プロパン=7:3)
焼成時間	15～18時間

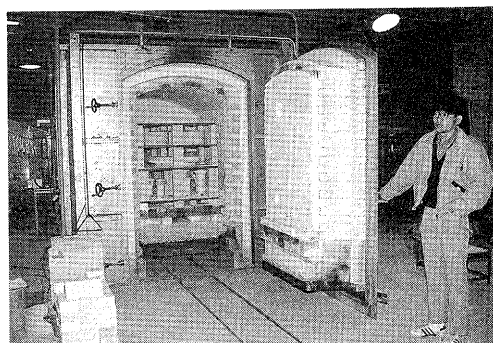


図1 焼成炉の外観

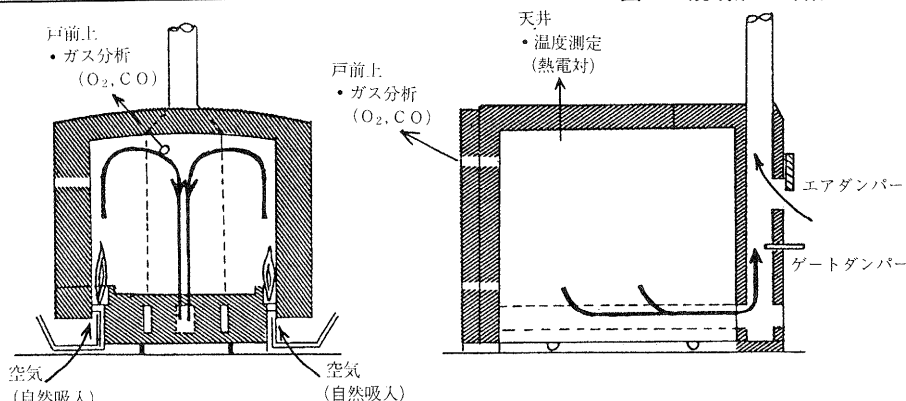


図2 焼成炉の構造と各種データ測定位置

2-2 焼成方法

焼成の方法には、酸化焼成 (O. F : Oxidized Firing) と還元焼成 (R. F : Reduced Firing) の2種類がある(図3参照)。酸化焼成では、焼成工程中すべての完全燃焼の状態¹³⁾で素地や釉薬中に含まれる酸化金属物と酸素を結合させながら焼成を行う。還元焼成では、焼成の途中から不完全燃焼の状態とし酸化金属物から酸素を奪い取りながら焼成を行う。酸化焼成と還元焼成とは、

同じ釉薬を使用していても、焼き上がったときの色つやがまったく異なったものとなる。

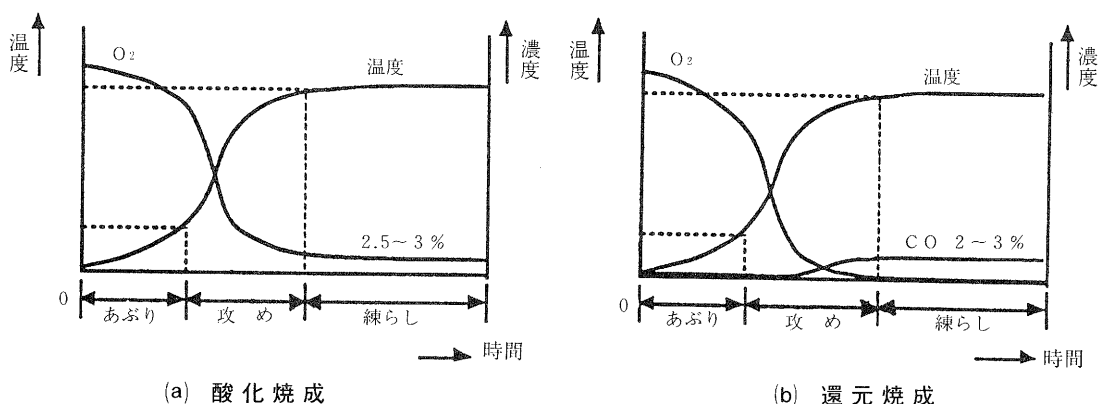


図3. 酸化焼成と還元焼成

実際の焼成では、以下に示す3つの工程に従って焼成が行われ、図4に示すような操作が行われている。⁽³⁻⁴⁾

- あぶり工程：素地の含む水分や有機物の除去
温度の急上昇は素地内の水分が急膨張し破裂をひきおこすため、徐々に温度を上げる。
空気の流れを良くし、蒸発した水蒸気や有機物を炉外へ逃がす。
- 攻め工程：素地の含む結晶水の脱水・分解
脱水に伴う吸熱反応により素地の温度が上昇しにくいいため、十分な熱量を供給する。
熱効率良く焼成を行うため、必要以上の空気の流れは制限する。
還元焼成では900℃位から不完全燃焼とし、釉薬の溶け出す温度まで上昇させる。
- 練らし工程：釉薬の熟成
温度の上昇を緩やかにし炉内の温度を均一化させる。
目的の温度（1230℃位）で1時間程度保ち、釉薬を熟成させる。

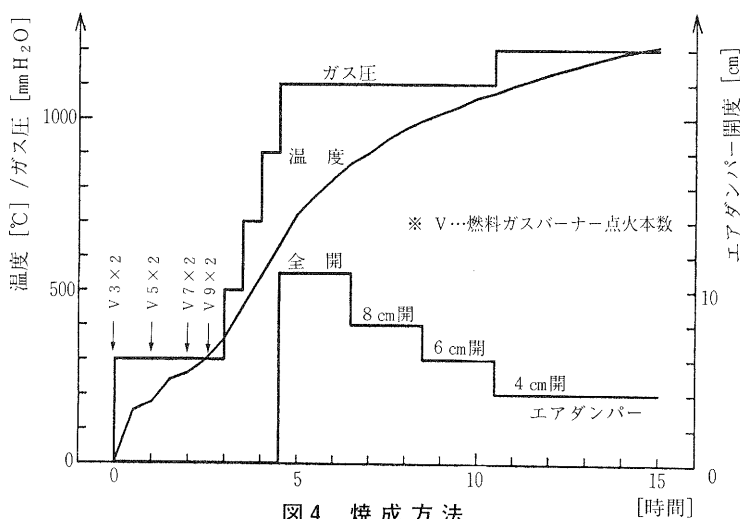


図4 焼成方法

3. 焼成炉モデリング

3-1 焼成炉内の反応

焼成炉は、燃料のガス圧とエアダンパーの開度を入力、炉内温度と雰囲気を出力とする2入力2出力のシステムと考えることができる。主として炉内温度は燃料のガス圧に

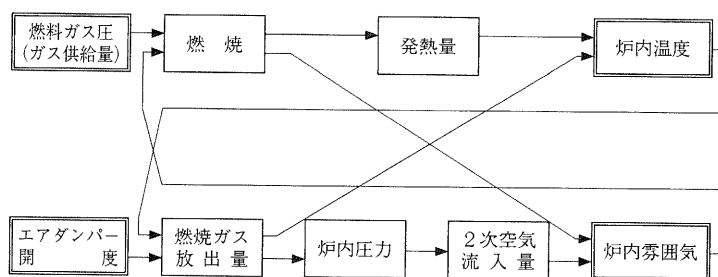


図5 焼成炉内の反応

よって、雰囲気はエアダンパーの開度によって変化するが、これらの信号は図5に示すフローチャートのように、互いに干渉しあい非線形なシステムをなしている。

3-2 モデリング

焼成炉のモデリングは、炉への入出熱関係や燃焼反応式をもとに行い、理論的に得るのが困難なパラメータについては、実際の焼成炉による焼成データからの近似によった⁽⁵⁾。以下に、モデリングの結果を示す。

- 単位時間あたりの発熱量： Q [J/min]

$$Q = 110295 A_1 + 12851 A_2 - C_p (B + 2.35 A_1 + 6.55 A_2) (T_i - T_0) / 22.4$$

- 単位時間ごとの酸素濃度： X_i [vol%]

$$X_i = (0.21 B + X_{i-1} V/K - 6.05 A) / (V/K + 2.35 A + B) \times 100$$

- 単位時間ごとの一酸化炭素濃度： Y_i [vol%]

$$Y_i = (Y_{i-1} V/K + 3.7 (6.05 A - 0.21 B - X_{i-1} V/K) / 4.2) / (1 - X_{i-1}) V/K + 8.4 A + 0.79 B \times 100$$

- 単位時間あたりに完全燃焼する燃料の体積： A_1 [litter/min]

$$A_1 = A \quad \dots \text{完全燃焼時}$$

$$= (0.21 B + X_{i-1} V/K - 1.85 A) / 4.2 \quad \dots \text{不完全燃焼時}$$

- 単位時間あたりに不完全燃焼する燃料の体積： A_2 [litter/min]

$$A_2 = 0 \quad \dots \text{完全燃焼時}$$

$$= (6.05 A - 0.21 B - X_{i-1} V/K) / 4.2 \quad \dots \text{不完全燃焼時}$$

- 単位時間あたりの流入空気量： B [litter/min]

$$B = a \cdot \exp(-bD) \cdot A^c \cdot [\exp\{-d(T_i - T_0)\} - \exp\{-e(T_i - T_0)\}]$$

(a, b, c, d, e : 測定データより最小二乗法により求めた係数)

- 焼成炉内の温度： T_i [°C]

$$T_i = \sum_{j=1}^{i-1} f_j (Q_{i-j} - Q_{i-j-1}) + f_i Q_0 + T_0 \quad (i = 0, 1, \dots)$$

$$f_j = p \{1 - q \cdot \exp(-u \cdot \Delta t \cdot j) - v \cdot \exp(-w \cdot \Delta t \cdot j)\}$$

(p, q, u, v, w : 測定データより最小二乗法により求めた係数)

- 完全燃焼条件

$$B \geq (6.05 A - X_{i-1} V/K) / 0.21$$

- 不完全燃焼条件

$$B < (6.05 A - X_{i-1} V/K) / 0.21$$

前記の関係式の中で使用しているおもな記号は以下の通りである。

- A : 単位時間あたりの燃料の体積 [litter/min]
D : エアダンバーの開度 [cm]
V : 焼成炉容積 [litter]
 T_0 : 外気温度 [°C]
 Δt : 単位時間 [min]
 C_p : 理想気体の定圧比熱 [J/K · mol] ($8.31 \times 5/2$: 近似値)⁽⁶⁻⁷⁾
K : 気体の体積膨張率 ($1 + T/273$)⁽⁶⁾

4. 焼成炉制御システム

4-1 ハードウェア構成

今回の実験で使用した焼成炉制御システムのハードウェア構成を図6に、その仕様を表2に示す。焼成炉制御システムは、実験段階における制御プログラムの開発効率や測定データの収集・整理の利便性を考慮して、パーソナルコンピュータをコントローラとする形でシステムを構成した。

4-2 制御プログラム

今回の実験用に開発した焼成炉制御プログラムのおもな機能を表3に、画面表示の一例を図7に示す。焼成炉制御プログラムは、操作の容易なマンマシンインタフェースと実験段階での測定データのモニター・収集機能をできる限り確保することを目標に開発した。また、設定した目標焼成曲線によりどのように焼成が行われるかが焼成前に容易に確認できるように、制御シミュレーション機能も組み込んだ。

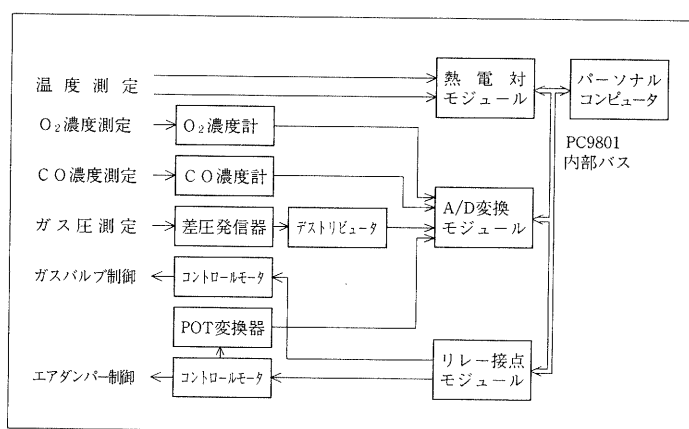


図6 焼成炉制御システム構成

表2 焼成炉制御システムの仕様

- (1) パーソナルコンピュータ (PC 9810 E: 日本電気株)
CPU : 8086、FPU : 8087、クロック : 8 MHz、HDD : 40 MByte
- (2) 熱電対入力モジュール (ITC 98-R : 株アドバンスコントロールテクノロジー)
適合熱電対 : R-type、測定範囲 : 0~1760°C、入力点数 : 4 ch
- (3) A/D変換モジュール (ADI 12-8 CL (98) : 株コンテック)
入力信号 : 0~5 VDC、入力点数 : 8点、分解能 : 12 bit
- (4) リレー接点出力モジュール (98 P-RY (16) : 株インタフェース)
出力点数 : 16点 (a 接点)、接点容量 : AC 120 V / 3 A
- (5) 差圧発信器 (FFC 34 WE 2-100 Y : 富士電機株)
測定範囲 : 0~6400 mm H₂O、出力信号 : 4~20 mA
- (6) デストリビュータ (PWM13A Y 1 : 富士電機株)
入力信号 : 4~20 mA、出力信号 : 1~5 VDC (出力抵抗 : 250 Ω)
- (7) 酸素濃度計 (POT-101 : 株島津製作所)
測定範囲 : 0~10/25 vol%、出力信号 : 0~1 VDC
- (8) 一酸化炭素濃度計 (CGT-10-2A : 株島津製作所)
測定範囲 : 0~5/15 vol%、出力信号 : 0~1 VDC
- (9) コントロールモータ (CM-150 E 2 : 日章計器工業株)
回転速度 : 58 sec / 90°、トルク : 1.5 kgfm
- (10) コントロールモータ (CM-101 TP^H/L : 日章計器工業株)
回転速度 : 36 sec / 90°、トルク : 1.25 kgfm、出力信号 : 0~135 Ω
- (11) ポテンショメータ変換器 (RC-1 : 日章計器工業株)
入力信号 : 0~135 Ω、出力信号 : 1~5 VDC

表 3 制御プログラムの主な機能

制御モードの選択

- マニュアル制御モード
キー入力によるガス圧／ダンパーの手動;
- プログラム制御モード
ガス圧／ダンパー制御データによる自動;
- P I D 制御モード
炉内温度／雰囲気制御データによる自動;

測定データの画面モニタ、グラフ描画

測定データのログファイル作成、プリンタ出

制御データのマウス入力

制御データのファイル保存／読みだし

制御データによる制御結果のシミュレシヨ

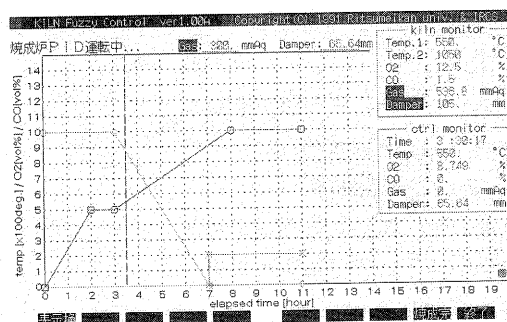


図 7 制御プログラム画面表示例

5. 制御方法

5-1 フィードバック制御

実際の焼成炉は、図 5 に示したように、炉内温度と雰囲気が互いに干渉し合う非線形なシステムとなっているが、今回の実験では、図 8 に示すように、炉内温度と雰囲気をそれぞれ独立にフィードバックし、その制御を行った。フィードバック制御の制御動作は、炉内温度については P I D 動作とし、雰囲気については、その応答が制御間隔に対して比較的速いことと、制御パラメータ決定の際に使用する焼成炉モデルが静特性のみを考慮したものとなっていることを考慮して、I 動作とした。

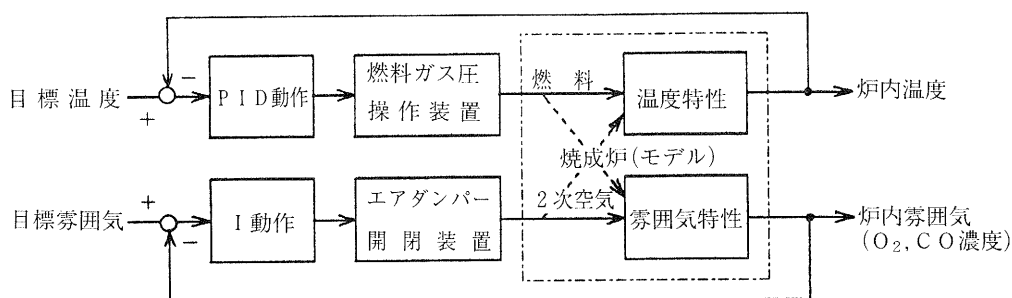


図 8 焼成炉制御方法

5-2 制御パラメータ

炉内温度および雰囲気の制御パラメータは、焼成炉モデルに対し図 8 に示す制御系を適用し、これに対し実際の焼成時の目標温度および雰囲気を与えてシミュレーションを行い、そのシミュレーション結果が実際の焼成結果に最も近くなった時の値を選んだ。炉内温度の制御は当初 P I 制御としていたが、制御特性を改善するために、表 4 に示す限界感度法のパラメータ決定表⁽⁸⁾に基づき P I D 制御パラメータに換算し使用した。

表 4 限界感度法パラメータ

	K_P	T_I	T_D
P	$0.5 K_C$	—	—
P I	$0.45 K_C$	$T_C / 1.2$	—
P I D	$0.6 K_C$	$0.5 T_C$	$T_C / 8$

[注] K_C : P 制御での安定限界のゲイン

T_C : そのときの振動周期

6. 焼成実験

6-1 焼成実験

焼成実験における焼成条件は下記の通りとした。

焼成雰囲気：還元焼成

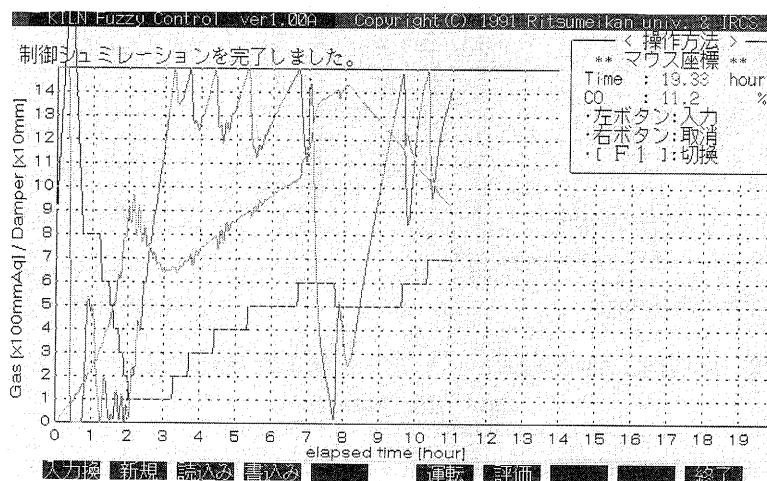
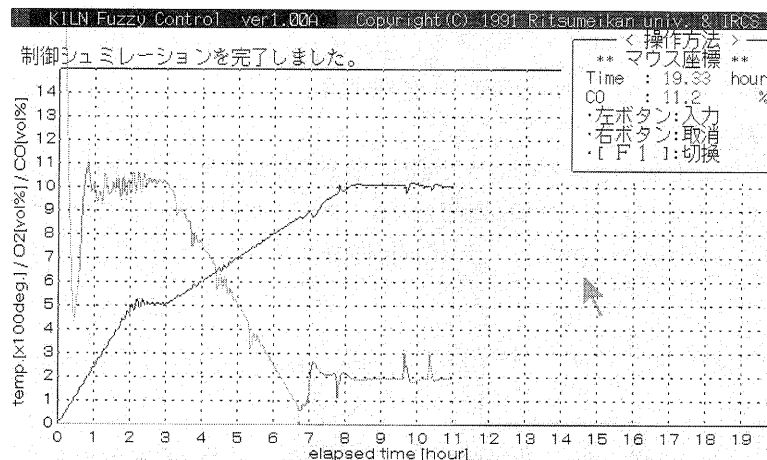
目標焼成曲線：図11参照

制御間隔：1 分間

窯詰め品：焼成済み製品（耐火材）

6-2 制御シミュレーション

焼成実験に先立ち、第3章に示した焼成炉モデルの正確さと焼成実験の結果をあらかじめ確認するために、制御シミュレーションを行った。その結果を図9に示す。本シミュレーションでは、エアダンパーが可動範囲を大きく越える結果となったため、エアダンパーが可動範囲を越える度にゲートダンパーを1段（エアダンパー50mm相当）操作することを模擬してシミュレーションを行った。



(b) 制御入力 [燃料ガス圧、エアダンパー開度]

図9 制御シミュレーション結果

6-3 予備実験

今回開発した焼成炉制御システムによる焼成と熟練者による焼成を比較するために、人間の操作による焼成を予備実験として行った。その結果を、図10に示す。

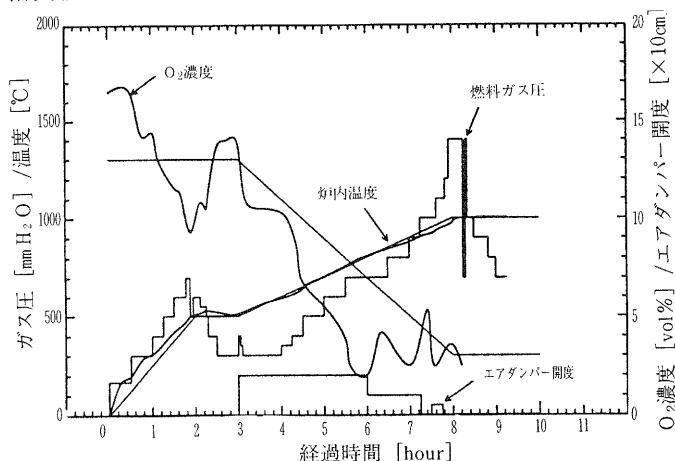
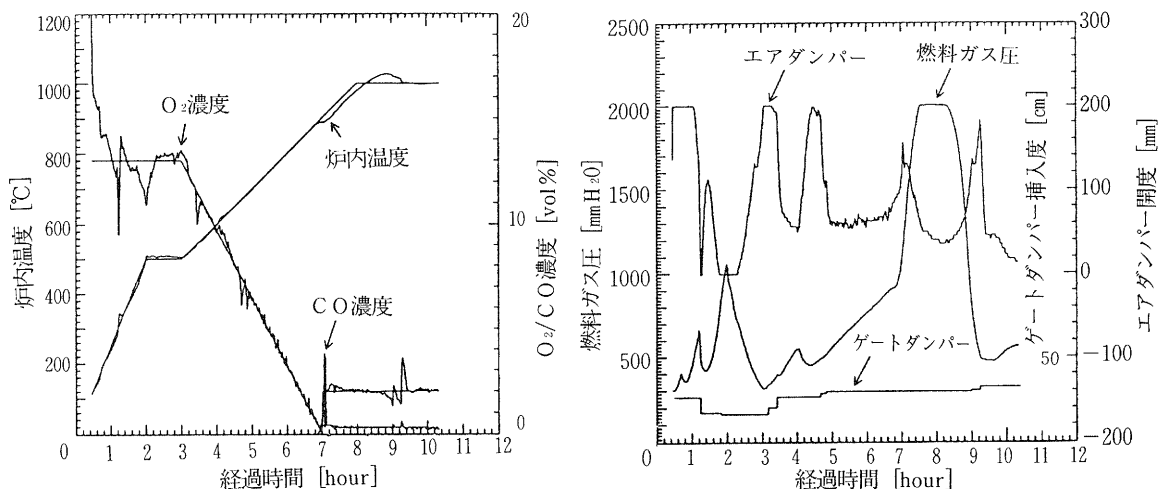


図10 予備実験結果

6-3 焼成実験

今回開発した焼成炉制御システムにより、実際の焼成炉で焼成を行った結果を図11に示す。焼成実験においても、エアダンパーが可動範囲を大きく越える結果となったため、ゲートダンパーの初期値を26cmとし、以降エアダンパーが可動範囲を越える度にゲートダンパーを操作して実験を行った。



(a) 制御結果 [炉内温度, O_2 /CO濃度]

(b) 制御入力 [燃料ガス圧, エアダンパー, ゲートダンパー]

図11 焼成実験結果

7. 焼成実験結果の考察

制御シミュレーションおよび焼成実験の結果より、以下の内容が考察される。

- (1) 焼成炉は2入力2出力の非線形なシステムであるが、炉内温度（燃料ガス圧）と雰囲気（エアダンパー）をそれぞれ独立にフィードバックして制御を行った結果、炉内温度と雰囲気の相互干渉による制御の乱れが一部で見られるが、ほぼ良好な制御結果が得られた。これは、炉内温度と雰囲気の時定数が大きく異なっているため、炉内温度の制御に雰囲気が追従する形で安定したためと考えられるが、上記の内部状態の相互干渉による制御の乱れを改善するためには、多入力多出力のシステムに適した何らかの制御方法の適用が必要である。
- (2) 炉内温度の制御がランプ制御から定値制御に切り替わった時点で、焼成炉の持つ大きな熱容量による比較的大きなオーバーシュートが見られる。特に焼成の練らし工程では、このようなオーバーシュートは焼成物の品質を損なう恐れがあるため、さらなる制御パラメータの調整、もしくは制御方法の改善が必要である。
- (3) 炉内雰囲気の数値を設定し炉内温度とともに制御を行うためには、従来からのエアダンパーの操作だけでは不可能であった。これは、従来からの熟練者による焼成では、焼成工程の前半ではほとんど雰囲気の制御は行わず成り行きのままとしていることと、目標焼成曲線が通常の焼成曲線と異なった不自然なものとなっているためと考えられる。今後、従来からの焼成条件の枠を越えて、焼成工程の自動化による効果の検討を進めてゆくためには、ゲートダンパーの操作も自動化する必要がある。
- (4) 焼成実験の結果と制御シミュレーションの結果を比較すると、細部においてその値は異なっているものの、シミュレーション結果がその特徴を良く表していることがわかる。ただし、シミュレーション結果の焼成初期における酸素濃度の急激な低下に代表されるように、焼成実験には見られない結果もいくつか見うけられるため、シミュレーションの精度を上げるためには、たとえば近似により得ていた炉内への流入空気量の数式化など、さらに焼成炉モデルの精度を上げる必要がある。
- (5) 熟練者の手動操作による予備実験とPID制御による焼成実験の燃料ガス消費量（図12）を比較すると、PID制御の方が消費量が大きい結果となった。これは、予備実験では炉内の雰囲気を厳密に制御せず成り行きのままとしていた（目標値より酸素濃度が平均的に低いため、煙突からの余分な燃料ガスの排出が少ない効率の良い燃料となっていた）ことと、焼成雰囲気の違い（予備実験：酸化焼成、PID制御：還元焼成）によるものと考えられるが、逆にこの結果より、炉内雰囲気の制御を積極的に行うことによる燃料の省エネルギー化の可能性をうかがうことができる。
- (6) 焼成炉の制御は炉内温度と雰囲気の独立した二つの閉ループにより行っているが、炉内温度の反応が非常に緩慢なことにより、特に燃料ガスの燃焼効率の低い還元雰囲気中において炉内温度が目標値

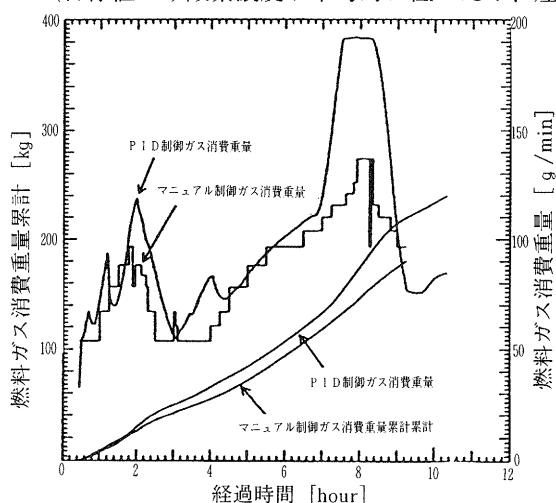


図12 燃料ガス消費量

を大きく下回った場合には、図11に示す焼成実験結果のように、燃料ガス圧はどんどん増加する傾向にある。さらに、燃料ガスの増加に伴う酸素濃度の減少（一酸化炭素濃度の増加）を補うために、反応速度の速い炉内雰囲気の開ループがエアダンパーを閉じて煙突からの燃焼ガスの排出量を増加させ、これにより炉内の温度が低下するため、上記の傾向にさらに拍車をかけている。従って炉内温度が目標値を大きく下回った場合の温度目標値の補正や、燃料ガス圧とエアダンパー開度の組み合わせの最適化などを行うことにより、さらなる燃料の省エネルギー化が可能性であるように思われる。

8. む す び

P I D制御により焼成工程の自動化を試みた結果、炉内温度と雰囲気との相互干渉に代表される非線形な動特性や大きな熱容量による制御の乱れは見られるものの、ほぼ良好な制御特性を得ることができた。しかし、炉内温度と雰囲気の独立した二つの閉ループによる制御では、これらの制御値が過渡状態においては安定せず、必ずしも効率の良い焼成が行われている保証のないことや、目標焼成曲線の設定により燃料ガス消費量が大きく影響を受けることなどがわかった。平成4年度には、ファジィ制御の適用による制御特性の改善や燃料ガスの省エネルギー化などの可能性を検討する予定である。

【参考文献】

- (1) 今西康博ほか：L P G 焚シャトル陶磁器焼成炉の効率的な操炉方法の検討について、滋賀県立信楽窯業試験場業務報告 p 33-41 (1980).
- (2) 稲垣順一、伊濱啓一：ガスシャトルキルンの自動化、三重県窯業試験場年報 (vol - 23) p 11 - 17 (1989).
- (3) 梅田正弘：陶技入門、光芸出版 (1991).
- (4) 鈴木巳代三、小島豊之進：窯業窯炉、窯業協会 (1976).
- (5) 伊藤敏博ほか：焼成炉に対するファジィ制御の適用－焼成炉のモデリングについて－、電気関係学会関西支部連合大会講演論文集 G 42 (1991).
- (6) 久保亮五ほか：理化学辞典、岩波書店 (1987).
- (7) G.M.BARROW：物理化学 (上)、東京化学同人 (1968).
- (8) 片山徹：フィードバック制御の基礎、朝倉書店 (1987).

光センシング技術による表面粗さ判定法の研究（第一報）

技術第一科 河村安太郎

あらまし：製品品質を確保する上から加工工程での全品検査が必要となっており、このため加工現場で使える各種の精度判定装置の開発が望まれている。その一つとして、加工現場で使える非接触の面粗さ判定機がある。今回、レーザー光の反射光強度分布から面粗さを判定する装置の開発を目的として、高感度フォトラインセンサーとスポット径が変えられるレーザー光反射ユニットを用いて、研削加工面から反射光強度分布を測定し、反射光強度分布から面粗さの判定が可能なが確認できた。

1. ま え が き

現在、高品質を確保するには、各加工工程ごとに部品の全品検査・管理を行うことが必要になってきた。しかし、加工ラインの中に寸法検査等の工程を入れることは生産性の低下となり、これらの自動化が求められている。

機械加工品の寸法検査の1つに、表面粗さの測定による表面状態の検査がある。しかし、現在の表面粗さ測定機は接触式であるため、振動やゴミの問題がない専用の測定室で行う必要があり、工程数が増えるとともに時間もかかる。そのため、表面粗さ測定に関しては、抜取り検査をすることになり、PPMと言われる不良率を保証することは難しい。簡易的には、比較測定用表面粗さ基準片を現場に置き加工品と目視で比較して表面状態の可否を出すことも行われているが、人意的判断が入るため、ばらつきが多く十分とは言えない。

そこで今回、光センシング技術を用い、現場で表面粗さ等表面状態を非接触で判定する方法を検討したので報告する。

2. 反射光強度分布と表面粗さについて

光を用いた表面粗さの非接触測定は、10数年前より研究されており、数々の提案や試作が行われた。⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾

いままで検討された方法として①正反射光法、鏡面反射率法、②総散乱光法、③拡散反射光法、対比光沢度法、④角度分布法、⑤スペックル法、⑥偏光解析法、⑦複合化された方法などがある。これらのなかでは③と④を測定原理にした方法が実用性のある方法とされている。⁽⁴⁾なお、③の拡散反射光法は正反射光とそれ以外の一定部分に届く拡散反射光の比でもって論じる方法であり、④は散乱光の全角度分布でもって論じる方法である。

しかし、これらも実用化されているものは少ない。そこで、今回新たに感度の高いMOS型ラインセンサーと、照射スポット径が変えられるレーザー集光ユニットを用い、③と④と同様な反射光強度分布を測定することにより、反射光強度分布から表面粗さが判定できるかどうか検討した。

3. 実験装置

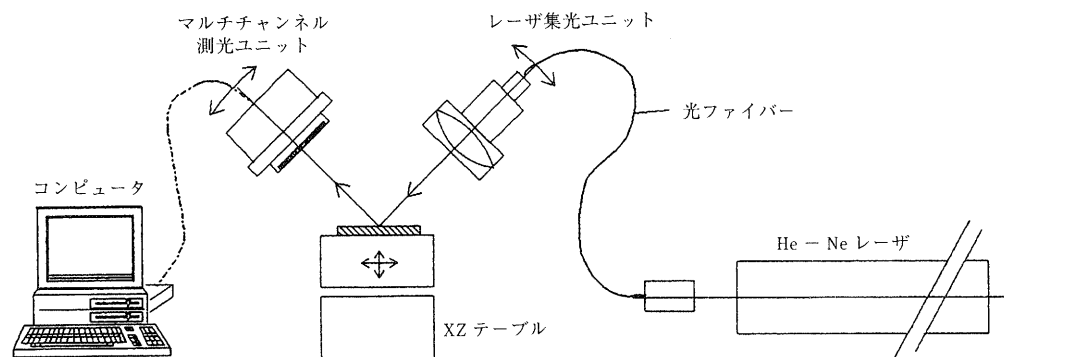


図1 反射光分布測定解析装置の概要図

図1は今回実験に使用した反射光分布測定解析装置の概要図である。光源には一般的なHe-Ne レーザ（波長632.8nm）を用いた。また、測定の自由度を持たせるため光ファイバー式のレーザ集光ユニット（日本科学エンジニアリング㈱製）を用い測定部と光源を切り離した。また、測定試料への投光ビームは集光ユニットのレンズ光学系（焦点距離40mm）で絞られている。試料からの反射光の測定は蓄積型のMOS型ラインフォトセンサー（浜松ホトニクス㈱製、フォトダイオード25 μm ×0.5mm×1,024素子=25.6×0.5mm）を用いて、コンピュータに反射光の強度分布を取り込めるようにした。また、試料台にはXZテーブルを用いた。なお、レーザ集光ユニットとラインフォトセンサー部は角度が変えられるようにゴニオテーブルに取り付けてある。

また、実験に用いた試料は、表面粗さのクラス毎のサンプルが揃っている英国 Rubert 社製の粗さ標準片（No315、平面研削面 8 クラス）を用いた。

4. 実験結果および考察

4-1 斜角反射光強度分布

図2はレーザ投射光の角度を45°に受光面の角度を45°に設定し、集光ユニットのレンズ系の焦点位置付近に粗さ標準試料をセットした状態で、XZテーブルを上下方向に0.2mm ずつ移動させたときの反射光強度分布の変化を示したものである。図3はここで用いた粗さ標準試料の触針式表面粗さ測定機による断面形状曲線と粗さパラメータである。

図2左側に示す0mmの位置（目視では焦点を正確に測定することが難しいため、図2の測定結果から焦点位置すなわち0mmの位置を

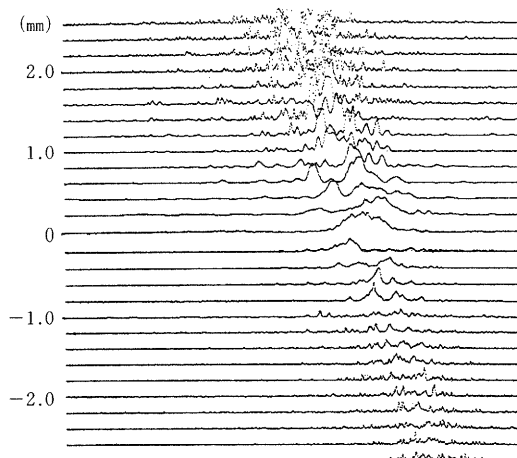


図2 上下移動時の反射光強度分布の変化

求めている)では、反射光強度分布はなだらかな1山形分布をしている。しかし、少しテーブルを上昇させると反射光強度分布は図2より判るように2山3山分布と分離していき、焦点から離れるほど山数は多くなっている。分布が分離した多数の山をもつと言うことは、干渉縞が現われているためである。

ところで、ここで使用している集光ユニットは最小スポット径が約 $10\mu\text{m}$ で、レンズ面での光径が約 3mm である。よって試料面が 0.2mm 上昇する毎にレーザスポット径は $21\mu\text{m}$ づつ大きくなる。すなわち、図2はレーザスポット径を約 $20\mu\text{m}$ づつ大きくしていった場合の影響を見ていると言える。

この場合、干渉縞はレーザスポットの当たる部分の表面の形状の微細な変化により、その形が大きく変わる。図4は 1.5mm 上方位の位置でテーブルをX方向に動かし4つの場所を測定したものである。図4 aは中央に強いピークがあり、bは多数の山に分散しており、cは2山が分離しており、dは左に大きな山がある。このように同じ試料でも分布形状が非常にばらついており、これでは表面状態を反射光強度分布から求めることは出来ない。図2において、さらに上方すなわちレーザスポット径が大きくなると、 2mm のラインの様に、さらに山数が増え、 $25\mu\text{m}$ ピッチで隣合う1個づつのフォトセンサー素子毎に受光量が大きく変動するようになる。

4-2 レーザスポット径

さらに上昇させてレーザスポット径を 0.8mm にした場合(8mm 上昇させた場合)の反射光強度分布を図5 aに示す。上述の様に、反射光の量はミクロ的に見るとバラバラであるが、マクロ的に見ると一山で左右対称な分布形状となっている様に見える。そこで、左右に連続するフォトセンサー素子 n 個分の平均値を求めて図5 aを書き直す。なお、 n 個の素子平均をとると言うことは、フォトセンサー径の大きさが素子の n 倍の大きさのもので素子ピッチ毎に測定していったのと同じと考えられる。図5 bは20素子の平均をとっている。図5 cは80素子の平均をとったものである。左右対称な1山分布となっていることが判る。

また図6 aは、図5 aと同じ高さすなわち同じレーザスポット径を当てて試料をX方向に 2mm ピッチで動かしていった時の反射光強度分布を三次元的に表したものである。なお、図6 aは他の分布との重なりを少なくするため縦軸を図5 aの $1/10$ にしてある。図6 bは図6 aを20素子

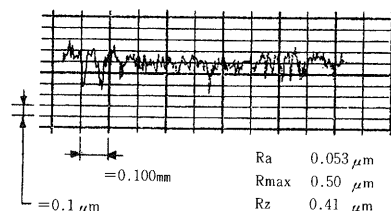


図3 標準試料の断面形状曲線と粗さパラメータ

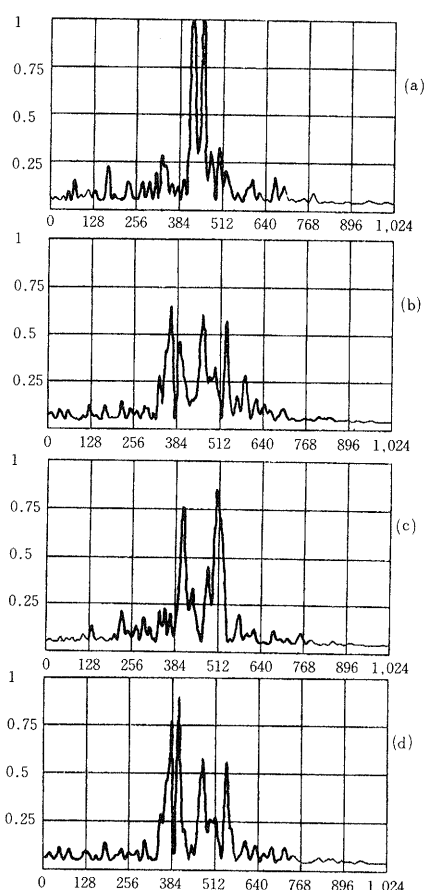


図4 X方向移動時の4場所の反射光強度分布

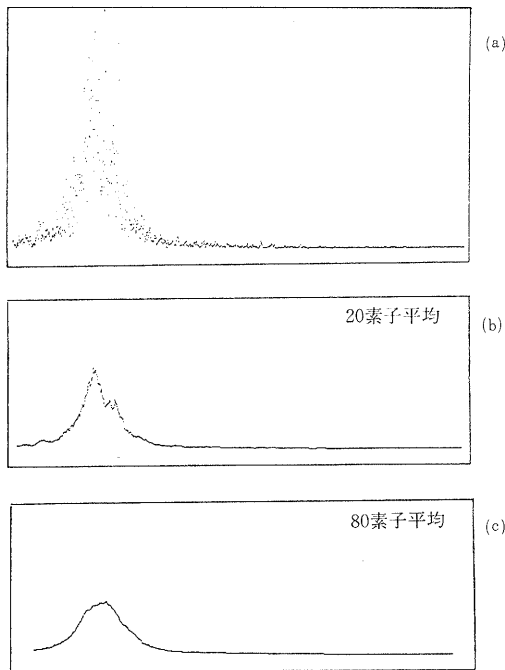


図5 照射レーザスポット径0.8mm時の
反射光強度分布とその移動平均

平均したものであり、図6 c・図6 dは各々40素子平均・80素子平均したものである。図6 aではミクロ的なばらつきが大きく断定できないが、図6 b・図6 c・図6 dと平均の母数を増やして行くと、測定位置の異なる反射光強度分布がほとんど同じ形状になっているのが判る。すなわち、レーザスポット径が0.8mm位の大きさになると形状の部分的な微細変化の影響が消え、全体の表面形状の特性が反射光分布に現われると言える。

4-3 斜角反射光強度分布と表面粗さとの関係

図2から図6 dは、Rubert 社製の平面研削面の粗さ標準（No315）の表面粗さ $Ra=0.053\mu\text{m}$ の標準試料片を測定したものである。そこで、表面粗さの異なる試料片についても反射光強度分布をとった。図7は $Ra=0.030\mu\text{m}$ 、 $0.053\mu\text{m}$ 、 $0.133\mu\text{m}$ 、 $0.21\mu\text{m}$ の4個の試料片を測定したものである。最上方の分布曲線が $Ra=0.030\mu\text{m}$ で以下順番に並んでいる。なお見やすくするため20素子平均でプロットしてある。図7から判るように表面粗さが小さいものほど立ち上がった分布となり最大値も大きいが、粗くなるほどなだらかな分布となり最大

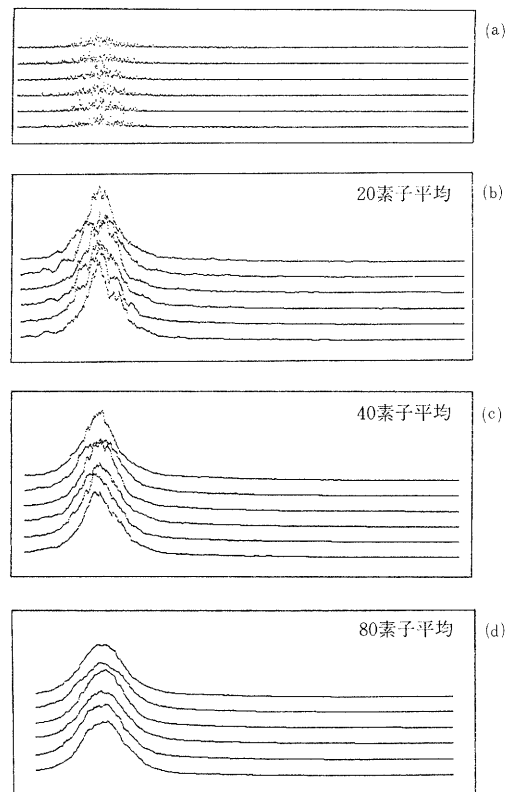


図6 試料をX方向に2mmピッチで
移動した時の、反射光強度分布の
三次元表示とその移動平均

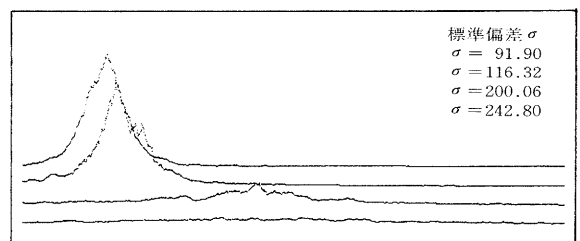


図7 表面粗さの異なる4試料の
反射光強度分布と標準偏差

値も小さくなっている。よって、表面粗さを判定するには、分布のなだらかさか、最大値の大きさを調べれば良いことになる。

しかし、最大値で測定するのは試料面の汚れや光源の安定性等の影響を受けやすく問題が多い。そこで、なだらかさを示す指標として、分布の半値巾を用いてみた。図8は各粗さに測定場所を6箇所とり、80素子平均化した分布より半値巾を読み取り、縦軸に表面粗さRa、横軸に半値巾（半値巾は分布図の印刷紙上で実測した長さ（mm）を用いた。半値巾20（mm）は100素子分に相当する。）をとり、グラフにしたものである。図8より半値巾は表面粗さと関係が有るといえる。しかし、測定場所によるばらつきが大きい。これは、図6 dの分布図の違いからもわかる。図6 dの各分布はすそ野はほぼ同じであるが、ピーク部が尖ったり潰れたりしており、このピーク値を基準に半値巾に半値巾を求めるとばらつきが大きくなる。

4-4 反射光強度分布の統計的处理

そこで、統計的な処理を考えてみる。図5 a・図5 b・図5 cまたは図6 b・図6 c・図6 dを見ると、図9に示す統計の正規分布曲線に似ている。そこで、反射光強度分布を正規分布と見なし標準偏差を求めた。図7の右上に示す数字は、図中の分布図の横軸を値とし、縦軸をその値の度数としたときの標準偏差を求めたものである。上方の σ は上方の分布、下方の σ は下方の分布の標準偏差を示している。図10は、図8で用いた反射光強度分布をn個素子平均をせず図5 aの様な分布データのまま標準偏差を求め、縦軸に表面粗さRa、横軸に標準偏差をプロットしたものである。

図10から表面粗さは反射光強度分布の標準偏差と非常に強く関係していることがわかる。これより、反射光強度分布の標準偏差を求めることで、表面粗さを推定することができると言える。

しかし、ここで使用した粗さ標準試料は平面研削面だけであり、旋削面やフライス面などの切削面やラッピング面などの表面形状についても検討も今後行っていく必要がある。また、これらを一般化する上で理論面での考察も行っていく必要があろう。

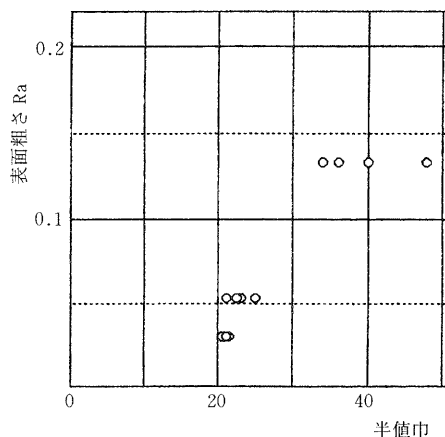


図8 80素子平均分布の半値巾と表面粗さRaの関係

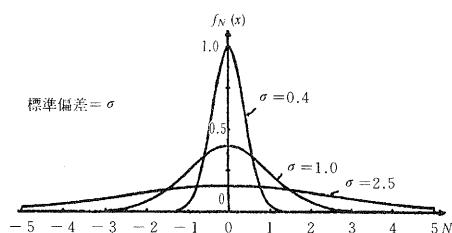


図9 正規分布の曲線

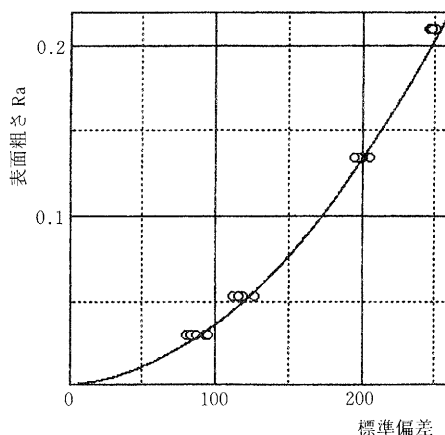


図10 反射光強度分布の標準偏差と表面粗さRaの関係

5. ま と め

今回の研究で、次のことが判った。

1. 反射光強度分布により表面粗さを測定する時には、照射するレーザスポット径を極端に絞らず、0.8mm程度の大きさにするとよい。
2. 表面粗さを求めるための反射光強度分布の特性値は、半値巾より標準偏差の方がよい。

今回は研削面の表面粗さについて調べたが、今後、切削面や他の加工面についても検討を加えるとともに、現場で使える表面粗さ判定機の試作を行っていく予定である。

【参考文献】

- (1) 高遠英生，石田次雄，草鹿履一郎：「新しい粗度評価法と鋼板面での光の散乱特性解析への応用」鉄と鋼 1976，第6号，P75～83.
- (2) 浅野有一郎，塩住基仁，栗田邦夫，矢部 直，守屋 進：「冷延鋼板の光反射特性解析とそのオンライン表面粗度測定への応用」鉄と鋼，1984，第9号，P111～118.
- (3) 安達正明，稲荷隆彦，亀井光仁：「反射レーザー光広がりによる金属表面粗さ形状のモニタリング」計測自動制御学会論文集，1984，第6号，P66～71.
- (4) 柳 和久：「反射光強度分布による精密加工表面粗さの非接触測定」非接触方式による精密加工表面の性状評価，(社)精機学会，光を用いた光学表面の性状評価分科会偏.

機械部品整列のための姿勢検出装置の試作（第一報）

技術第一科 月瀬 寛二

あらまし：産業用ロボットにある程度感覚機能とさまざまな状況に対する対応策を教えておけば、その作業能力を飛躍的に高めることができる。一般的に、知能ロボットには、感覚機能、認識・判断能力、運動機能、マン・マシンインターフェイスが必要である。そこで、感覚機能の中でも特に視覚に着目し、視覚による認識・判断機能を持ったロボットシステム実現のための要素技術である部品の姿勢検出装置の開発を試みた。

本年度は、任意の位置に置かれ静止した状態の部品を認識・種別判断し、ロボットコントローラに把持位置を出力するシステムを試作し、実際にロボットに部品を把持させる実験を行ったところ、認識判断、把持とも良好な結果が得られた。

1. ま え が き

人間は、自由に置かれた部品を見て方向と姿勢を判断し、部品を手で持ち位置・方向を整えられる。ところが、ロボットにこの作業を行わせるとすれば、カメラ等に入力した画像から部品の形状・位置を求め、それらの情報をロボットに与えてやる必要がある。さらに精度良く把持するには、感覚やより細かな視覚により位置決め誤差を補正する必要がある。また、対象とする部品が多種類ある場合、人間は部品を目で見て種別を判断し、種別に対応した作業が可能であるが、ロボットではカメラなどで得た画像を処理して認識・判断する必要がある。JIS用語の中で知能ロボットとは、「感覚機能および認識機能によって行動決定のできるロボット」と定義されている。つまり、ロボット自身が周囲の状況を認識し作業手順を自動生成することであるが、実用化には至っていない。そこで、ロボットが行動決定のための感覚機能の一部でも持てば、単に部品を持つ動作だけを取り上げても、その自由度は高まる。

本研究では、ロボットを智能化する際の最も重要な要素技術である目の部分のシステム開発を行う。本年度は、固定したCCDカメラによる画像情報から、部品の種類を判別すること、ならびにその部品を把持する位置を認識することを試みたので、その結果を報告する。

2. 姿勢検出システムの構成と概要

図1に姿勢検出システムの構成を示す。システムは、CCDカメラ、画像処理装置、パーソナルコンピュータ、照明装置、およびモニタテレビなどで構成される。

画像処理装置では、CCDカメラで部品画像を入力し、ノイズ除去、入力画像の二値化、部品の認識・識別のための特徴量の算出、部品の重心位置や慣性主軸角度などの計算を行う。照明は、安定した光を得るた高周波点灯方式の蛍光灯を用い、斜光照明を行う。

パーソナルコンピュータでは、特徴量から部品形状の認識・識別を行い、任意に置かれた部品の

重心位置や慣性主軸角度などから、部品を把持する位置の計算をし、ロボット座標に変換する。ロボット制御部では、この情報を部品把持のための位置情報として利用する。なお、画像処理装置とパーソナルコンピュータおよびパーソナルコンピュータとロボットコントローラ（パソコン）とは、RS-232Cにより接続した。

表 1 に姿勢検出システム構成装置の仕様を示す。

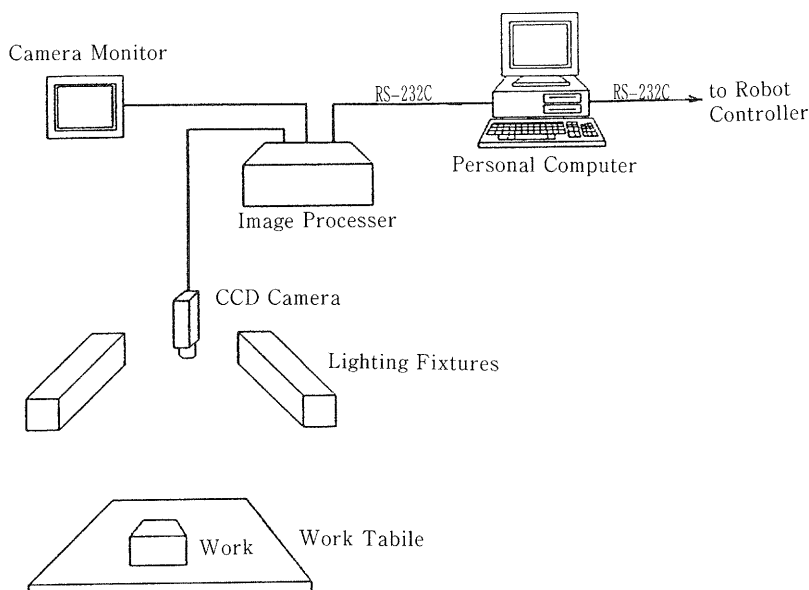


図1 姿勢検出システムの構成

表1 姿勢検出システム構成装置の仕様

3. 対象としたモデル部品

対象とした6種類のモデル部品の形状を、図2に示す。部品形状の認識面は、図2のハッチングで示す面である。部品A～Cは長方形（正方形）で面積、高さの異なる部品、部品Dは、部品Aと同じ面積であるが平行四辺形である部品、部品E、Fは、部品の重心位置と把持位置の異なる非対象形状の部品で

1. 画像入力部 • C C D カメラ • 照明装置	XC-77 (SONY) 有効画素数 768×493 pixel セルサイズ 11.0×13.0 μm FL-V80 (エス・エフ・シー) 高周波点灯方式による蛍光ランプ 4 本
2. 画像処理部	ROBOTEC V-250 (ダイキン工業) CPU 68020 (32 bit) 20 MHz 分解能 512×480 pixel 特徴値抽出 30種類
3. 演算処理部 • コンピュータ • 増設 R S 232 C	PC-9801RA (NEC) AZI-4101 (インターフェイス)

の異なる非対象な形状の部品である。なお、部品材料はアルミで、フライス加工面である。

4. 特 徵 量

CCDカメラより入力された画像は、様々な種類の雑音や歪が含まれている。この様な画像を二値化しても、対象としている部品の形状が異なってしまう形状や位置の認識が正しく行えない。そこで、雑音除去とフライス加工のバイト目による画像入射照度の高い部分の除去を目的として、フ

フィルタリング処理を行った。フィルタリングは、1画素に対して3×3画素のマスキングをかけ、画像の膨張・収縮を行い、孤立雑音除去を行った。このフィルタリング処理により部品表面のフレイズ目状の照明による反射の影響をほぼ除去できた。

この様にして得た二値化画像から、部品の大きさを表す特徴量として面積と周囲長、形状を表す特徴量として角数、さらに部品の位置・方向を表す特徴量として重心の座標と慣性主軸方向角度を使用した。図3に、特徴量と基準部品ファイルおよびロボットコントローラへの出力データの流れを示す。

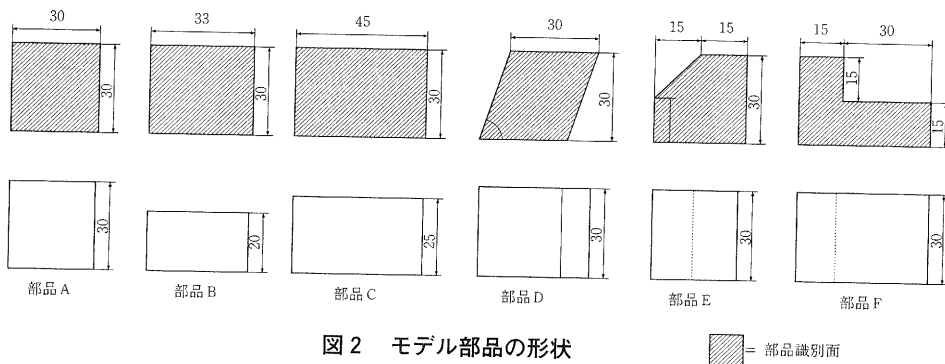


図2 モデル部品の形状

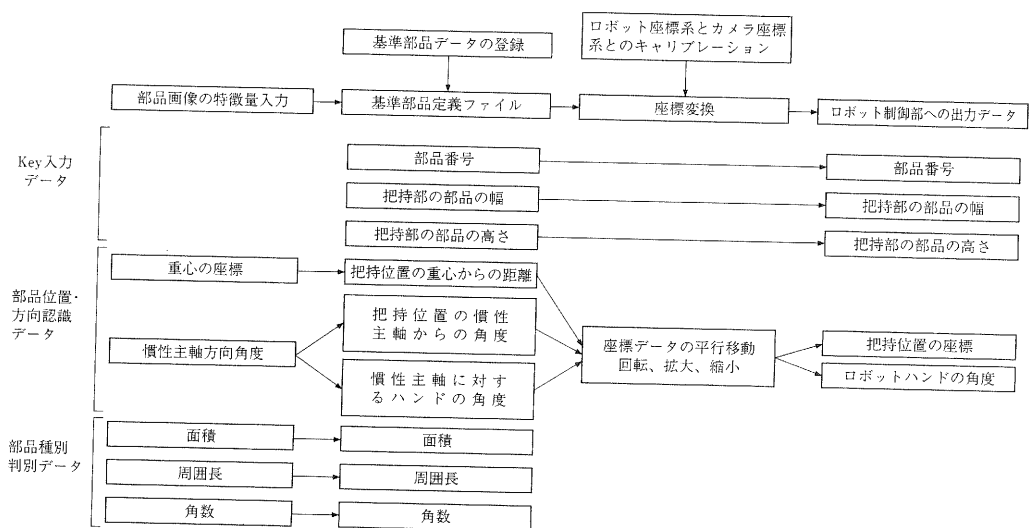


図3 特徴量データの流れ

5. 形状認識識別法

多種類の部品をロボットにより把持し、それを部品の種類毎に決められた加工ステーションや検査ステーションへ搬送しようとするれば、形状から部品種別を判断し、種別に応じた把持やロボット動作が必要となる。

一般的に、形状認識手法¹⁴⁾として、

- ①判別木法：対象画像の各特徴量の値に基づき、判別木を作成し、これに従って候補を絞っていく方法。

②特徴空間法：対象画像の特徴量を一つの座標系上で表し、座標距離の最も近い物と同一と見なす方法。

③パターンマッチング法：あらかじめ用意してある画像と入力画像の形状を重ね合わせて、その一致度を見る方法。

等がある。

判別本法は、識別時間は短いが判別木への追加登録が容易でなく、多種類の部品を対象にする場合不利である。パターンマッチング法は基準パターンのファイル容量が大きくなり、パターンマッチングのための認識時間が長くなる。特徴空間法は、識別時間が判別本法に比べ長いが基準部品ファイルへの追加登録が容易で、ファイル容量も少なくすむので、この手法により認識を行った。

まず、基準部品ファイル作成に当たり部品形状をカメラから取り込み、面積、周囲長、角数の特徴量を得、部品番号などと共にファイルを作成した。カメラの撮像面と部品を置く面との平行度やカメラレンズの収差などの影響で、カメラ視野全体の1画素の大きさが一定とは言えない。そこでこれら大きさの吸収のため、基準部品ファイルに、同じ部品をカメラ視野の中央と周辺部2箇所の計3種類分ファイルした。

次に、任意の部品のこれら特徴量と、基準部品ファイルの特徴量との差を求め、差の最小な基準部品を選定した。なお、角数については、差0つまり一致を原則としたので、角数が一致しなかった基準部品とは、面積、周囲長の差を計算せず、識別時間の短縮を図った。

6. 部品位置の認識法

カメラによる位置情報に基づいて、ロボットに部品を把持させようとするとき、まず、カメラ座標系とロボット座標系を一致させる必要がある。そこで、カメラ座標系とロボット座標系との関係を得るために、まず、ロボットでキャリブレーションの

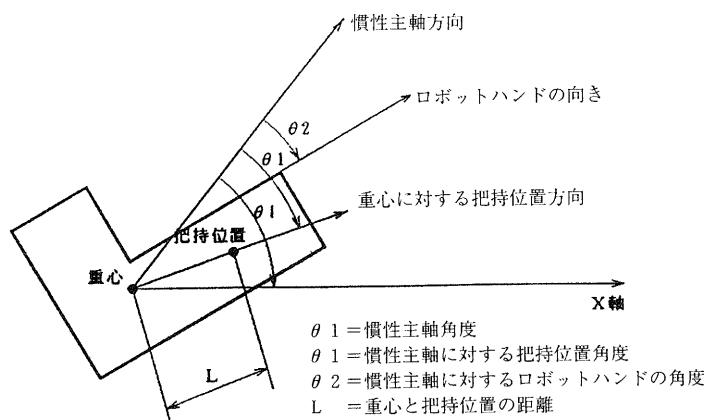


図4 重心位置と把持位置の関係

ための部品（ $\phi 20\text{mm}$ 、高さ 30mm ）をロボット座標の原点位置に置き、カメラでその重心位置を認識し、次に、同じくロボット座標の $X=100\text{mm}$ 、 $Y=0\text{mm}$ の位置にキャリブレーション部品を置き、同じくカメラで重心位置を認識し、両者の関係から、両座標系の原点位置の関係、座標軸の回転角度、寸法値の拡大縮小関係を得た。

部品を把持するのに必要な情報は、部品の把持する箇所の座標値、つまりロボットハンド先端を位置決めする座標値（以下、把持位置と言う）とロボットハンドの向き（部品の向き）である。部品の重心位置と把持位置が同じ部品A～Dは重心座標＝把持位置座標とした。ところが、重心位置と把持位置の違う部品E、Fについては、基準部品ファイル作成時に、把持位置のマーク（マジックなどによる小さな点）を認識し、重心位置と把持位置との距離 L と、慣性主軸方向ベクトルと重心位置と把持位置とのベクトルとの角度 θ_1 を得ておき、対象部品の慣性主軸方向角度 θ_1 と重心座

標から把持位置を計算した。また、ロボットハンドの角度は、部品の慣性主軸方向に対するロボットハンド方向の角度 θ_2 との関係を基準部品ファイルに登録しておくことにより対象部品の慣性主軸方向角度から計算した。図4に、重心位置と把持位置が違う場合の関係を示す。

得られた把持位置座標とロボットハンドの角度を、カメラ座標系からロボット座標系に座標変換を行い、ロボットコントローラに出力した。

6-1 繰り返し位置認識誤差

部品が同じ位置に置かれているときに、認識した把持位置座標と部品の向きをばらつきを調べた。部品は、座標系キャリブレーション用の円柱($\phi 20\text{mm}$, 高さ 30mm)部品で、把持位置=重心位置であるので、重心位置の認識誤差が、ロボット座標系へ座標変換を行った把持位置誤差となる。計測は、500回繰り返し、得られた座標値からその平均値を引き、その度数分布を図5に示す。誤差の標準偏差は、X軸方向が $7\mu\text{m}$ 、Y軸方向が $8\mu\text{m}$ であった。CCDカメラの1画素当たりが約 0.4mm に相当することから、面積重心の認識は良好な誤差分布である。

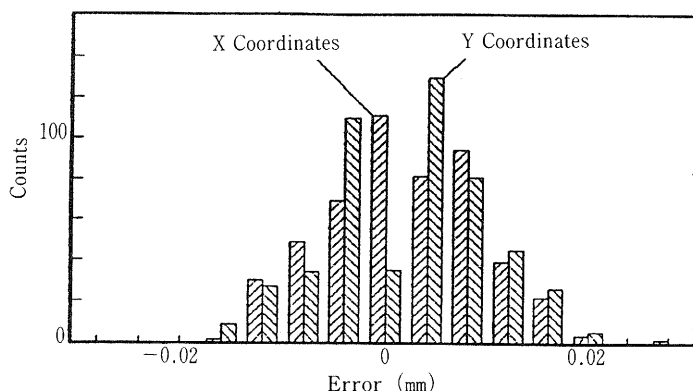


図5 繰り返し位置認識誤差

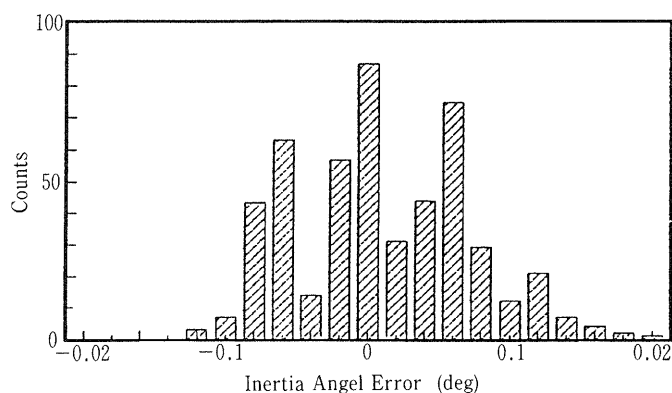


図6 慣性主軸方向角度認識誤差

次に、部品Cにより慣性主軸方向角度の認識誤差について調べた。慣性主軸方向角度から、部品の向きつまりロボットハンドの先端角度を決めているので、この認識精度が回転方向の把持精度となる。これも同じく500回計測を行い、その誤差の度数分布を図6に示す。標準偏差が 0.06° であり、通常の機械加工されたワークを把持する場合に、十分な精度と考えられる。

6-2 絶対位置認識誤差

部品の位置の認識、つまりロボットで把持する位置の絶対的な認識の精度を調べた。6-1で画像処理装置の繰り返し位置認識誤差は $1/100\text{mm}$ 以下であったが、現実的には、ロボット座標での絶対的な位置の認識誤差が把持精度に対して大きく影響する。そこで、カメラ座標系とロボット座標系のキャリブレーションを行い、ロボット座標の $x = 0\text{mm}$, $y = 0\text{mm}$ と $x = 50\text{mm}$, $y = 50\text{mm}$ の2箇所にキャリブレーション用の円柱部品を置き、50回把持位置の認識を行い、絶対位置認識誤差を調べた。さらに、再度キャリブレーションから行う測定を計3回繰り返した。その結

果を、図7に示す。絶対的な誤差は、原点位置で0.15mm程度、 $x = 50\text{mm}$ 、 $y = 50\text{mm}$ の位置で0.3mm程度であったが、キャリブレーション毎に絶対誤差の片寄りがあり、キャリブレーション時の誤差がそのまま以後の把持位置認識に影響している。また、 $x = 50\text{mm}$ 、 $y = 50\text{mm}$ の位置の方が絶対誤差が大きいのは、キャリブレーションを原点付近で行っており、原点から遠くなるほどその誤差が拡大しているためである。この対策として、キャリブレーション精度の向上のために、キャリブレーション時の画像処理を多数回繰り返し、重心位置算出誤差の平均化などを行う必要がある。

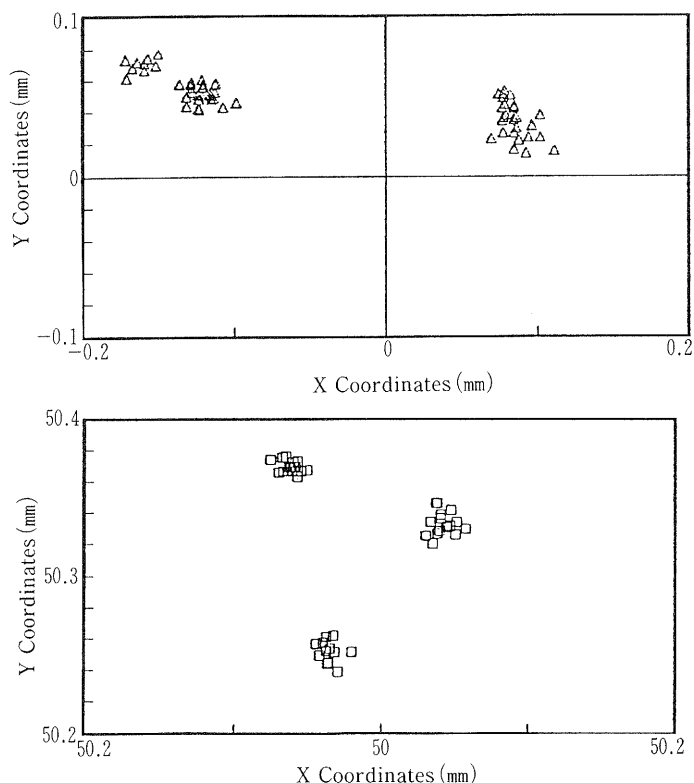


図7 絶対位置認識誤差

7. 認識時間

ロボットコントローラからスタート信号が図1の画像処理用のパソコンに送られ、さらに画像処理用装置に信号が送られ部品像を取り込み、特徴量からパソコンで把持位置を算出し、最終的にロボットコントローラに把持位置座標を返すまでに要する時間は、約0.5秒であった。

8. む す び

任意の位置に部品を置き、その部品種別を認識判断し位置を求め、ロボットコントローラに情報を出力するシステムを試作した。その結果、部品種別の認識では、対象とした6種類の認識判断が行え、部品位置は、絶対誤差0.3mm以内での算出ができた。また、認識時間については、約0.5秒であった。

今後、部品の位置検出の絶対誤差を小さくする手法の検討や、部品種別の認識判断への統計的概念の適用、さらには、ベルトコンベア上の移動部品をロボットで把持するための画像処理技術の研究などを行う予定である。

謝 辞

本研究について御指導頂いた井上紘一研究参与（京都大学工学部教授）と渡部透研究参与（立命館大学理工学部教授）に感謝します。

〔参考文献〕

- (1) 若松清司，赤堀寛，柿倉正義：知能ロボット読本，日刊工業新聞社（1983）.
- (2) 宮沢 勇：“ビジョン付き組立ロボットシステム”，オートメーション，36， 6， P 44～48.
- (3) 江尻正員，大田友一，池内克史：マシンビジョン，昭晃堂（1990）.
- (4) 今出政明，岡田三郎，宮内秀和，住本哲宏：“ベルトコンベア上を移動する加工物の識別とロボットアームの把持制御”，中国工業技術試験所報告，37， P 33～P 49（1991）.
- (5) 田村秀行：コンピュータ画像処理入門，総研出版（1985）.
- (6) 尾崎 弘，谷口慶治：画像処理，共立出版（1988）.
- (7) 辻中順平：応用画像解析，共立出版（1981）.
- (8) 長尾 真：パターン認識と図形処理，岩波書店（1983）.

高分子複合材料の非破壊評価技術に関する研究

— 超音波速度による炭素繊維複合材料の 繊維体積含有率の推定（第二報） —

技術第一科 井上 栄一

あらまし：一方向炭素繊維複合材の繊維体積含有率簡易評価法の一つとして、超音波速度による方法の有効性を調べるために、異なる体積含有率を有する試験片の繊維軸方向の音速を、温度一定の水槽中で1探触子による反射エコー法を用いて測定し、含有率と超音波速度との相関性を調べてみた。その結果、繊維軸方向に超音波の伝播がなされる場合、複合材料弾性率の並列モデルから求められた理論式の値と含有率の実験値がよく合致しており、超音波法による繊維体積含有率の推定が有効であることが分かった。

1. ま え が き

炭素繊維強化複合材料（CFRP）の繊維体積含有率は、その力学特性を論じる上で重要なパラメータである。前回、従来の測定方法よりも簡便な非破壊的评价法として、超音波速度の測定による含有率の推定の可能性について研究を行った。その結果、一方向材において繊維に垂直な方向に超音波が伝播する場合、弾性率の直列モデルから導かれた実験式が含有率推定に有効であることが分かった。今回は超音波を繊維軸方向に伝播させた場合について検討をする。

一方向材の繊維軸方向に超音波を伝播させる場合、繊維内を伝播する音速は、繊維の異方性から、繊維に垂直な方向に比較してかなり速い。一方、マトリックスであるエポキシ樹脂内での音速は、方向によらず等しいと考えられるので、繊維の軸方向での超音波速度とエポキシ樹脂内での超音波速度には大きな速度差がある。この場合、複合則の並列モデルを導入すると繊維体積含有率の僅かな差でもかなり大きな速度差として現れるので、垂直方向の場合よりもより有効な評価法として使えたと予想されるが、本文で述べる実験結果からもこれが正しいことが分る。

2. 実験方法

2-1 実験装置

実験装置の概要を図1に示す。水槽中の温度は23℃、10 MHz 用探触子の波形をダンピングによって調整し、狭帯域10 MHz の受信フィルターを用いて測定を行った。また、探傷面からの反射エコー信号が最高値となるように θ 、 ϕ の両角度調整も行った。

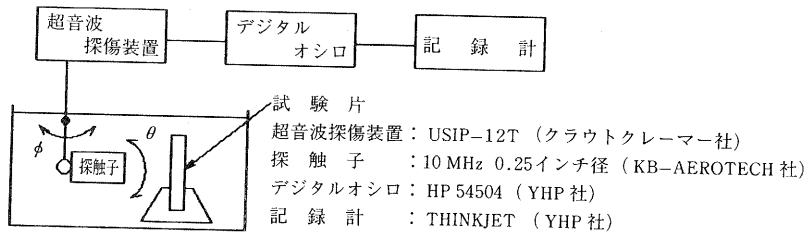


図1 実験装置概要

2-2 試験片

試験片は前報と同様、炭素繊維にT 300、マトリクス樹脂にエポコート828、硬化促進剤には、3 phr の3フッ化ほう素モノエチルアミン錯塩を用いて作成したものを図2に示すような手順で加工した。張合わせにはマトリクス樹脂と同じ配合のエポキシ樹脂を使用し、かつ繊維含有率に影響がでないよう、できるだけ接着樹脂層が薄くなるようにした。

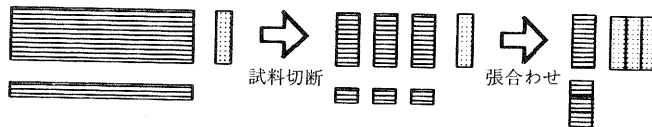


図2 試験片の加工

2-3 音速測定

音速は測定によって得られた図3の波形から、送信派によってかかったトリガーを基準時間として、試験片の表面反射波ピークと底面反射波ピークの時間差と試験片の厚さから計算によって求めた。

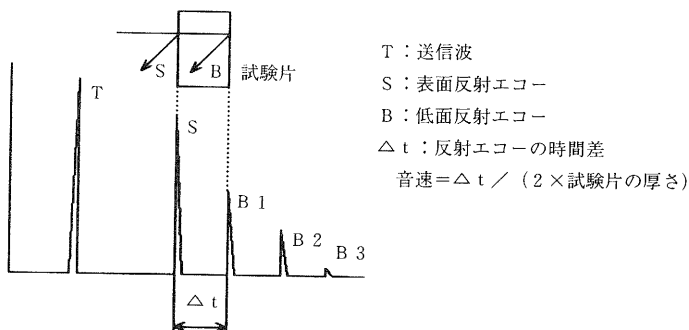


図3 測定波形

3. 実験結果および考察

複合材の繊維体積含有率 V_f と試験片の繊維方向の音速 C_c の実験結果を表1に示す。繊維体積含有率が高くなるのに従って、超音波速度が速くなっている。この結果は次のようなモデルを想定することにより、うまく説明される。

3-1 超音波伝播モデル

超音波は、積層面に対して、平行に伝播するので、複合材料弾性率の並列結合式(1)を適用し、

また弾性率と音速の間にはよく知られた関係式(2)が成立する。そこで、これらの式から体積含有率 V_f について解くと、式(3)の関係式が導かれる。

表 1 繊維体積含有率と超音波速度

番 号	繊維体積含有率 [%]	速度 C_c [m / s]
1	75	9,982
2	74	10,110
3	73	10,092
4	73	9,845
5	72	10,091
6	68	9,812
7	66	9,528
8	65	9,497
9	62	9,516
10	60	9,294
11	59	9,486
12	58	8,876
13	58	9,378
14	49	8,806
15	0	2,497

$$E_c = V_f \cdot E_f + V_m \cdot E_m \quad \text{---(1)}$$

但し、 E_c ：試験片の弾性率 E_f ：繊維弾性率 E_m ：樹脂弾性率
 V_f ：繊維体積含有率 V_m ：樹脂体積含有率

$$E = \rho \cdot C^2 \quad \text{(弾性率と音速の関係式)} \quad \text{---(2)}$$

$$V_f = a + b \cdot C_c^2 \quad \text{(音速と繊維体積含有率の関係式 1)} \quad \text{---(3)}$$

$$\begin{pmatrix} a = -\rho_m \cdot C_m^2 / c \\ b = \rho_c / c \\ c = \rho_f \cdot C_f^2 - \rho_m \cdot C_m^2 \end{pmatrix}$$

但し、 ρ_c ：試験片密度 ρ_f ：繊維密度 ρ_m ：樹脂密度
 C_c ：試験片音速 C_f ：繊維音速 C_m ：樹脂音速

さらに式(3)において、試験片密度の関係式(4)を用いて、式(5)のように書き換えられる。ここで C_f 、 C_m および ρ_f 、 ρ_m は測定できるので、試験片音速から繊維体積含有率の値を求めることが可能であると考えられる。

$$\rho_c = V_f \cdot \rho_f + V_m \cdot \rho_m \quad (\text{試験片密度の関係式}) \quad - (4)$$

$$V_f = A + B \cdot C_c^2 \quad (\text{音速と繊維体積含有率の関係式 2}) \quad - (5)$$

$$\left[\begin{array}{l} A = a \cdot c / d \\ B = \rho_m / d \\ d = c + (\rho_m - \rho_f) \cdot C_m^2 \end{array} \right]$$

3-2 考 察

横軸に音速の自乗、縦軸に体積含有率を取って実験値をプロットしたのが図4である。破線は式(5)に表2の物性値を代入して得た理論値である。但し、表2の物性値のうち樹脂音速については、硬化剤等の量によって変化するので実測値を使用した。また、実験値から回帰直線を求め、実線で示した。

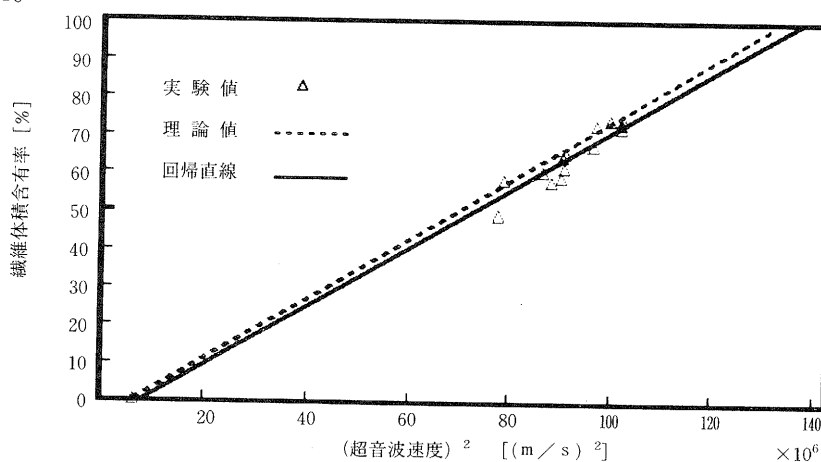


図4 超音波速度と繊維体積含有率の関係

表2 樹脂と繊維の物性値

	密度 (g / cm ³)	音速 (m / s)
炭素繊維	1.77 ⁽³⁾	11,460 ⁽³⁾
エポキシ樹脂	1.20 ⁽⁴⁾	2,497

式(6)、(7)によって求めた残差Sおよび食い違いの測度xを表3に示す。垂直方向の場合の食い違いの測度が、6.07であったのに対して、繊維軸方向では1.64と、より一層測定値に一致している。これは、 θ と ϕ の2つの角度調整を十分行い、探触子と試験片の位置合わせをより厳密にしたため、測定値のばらつきが小さくなったのではないかと考えている。また音速差についても、垂直方向の場合が200m/sしかなかったのに比べ、繊維軸方向では1000m/s以上の差があり、僅かな体積含有率の差でも大きな速度差として捉えることができ、体積含有率評価がかなり容易に行えるのではないかと考える。

回帰直線と理論式の傾きに見られる僅かなズレは、理論値における音速値に引張弾性率と密度から計算した値を適用したため、小さくなったのではないかと考えている。

$$S = V_{th} - X \quad (\text{残差式}) \quad -(6)$$

但し、S：残差 V_{th} ：理論含有率 X：実験値

$$x^2 = \sum (S^2 / V_{th}) \quad (\text{食い違いの測度式}) \quad -(7)$$

但し、 x^2 ：食い違いの測度

表3 理論値と実験値の残差と食い違いの測度

番号	残差 S
1	0.17
2	1.24
3	0.35
4	-2.32
5	-3.50
6	1.36
7	-2.27
8	1.61
9	-1.85
10	3.57
11	2.82
12	-1.16
13	-6.13
14	2.07
食い違いの測度 x^2	1.64

4. む す び

以上の結果をまとめると、

- (1) 一方向材のCFRPでは、超音波速度を測定することで炭素繊維体積含有率を非破壊で推定することが可能であることがわかった。すなわち、繊維軸方向に音速が測定可能で、しかも各成分の物性値が分かっているならば複合材の複合則の並列結合式と弾性率と音速の関係式から繊維体積含有率の推定が可能である。
- (2) 体積含有率差が40%から70%の範囲で、音速差が1000 m/s以上あり、垂直方向の測定によるよりも評価しやすい。

謝 辞

本研究を行うのに当り御指導、御助言をいただいた木村良晴研究参与（京都工芸繊維大学教授）ならびに相馬勲、成澤雅紀両博士（大阪工業技術試験所）に深く感謝いたします。

【参考文献】

- (1) 日本化学会編：化学総覧複合材料，学会出版センター， 8 号， P.12-14 (1975).
- (2) 山中仁敏：炭素繊維強化エポキシ樹脂の“ぬれ性”に関する研究，滋賀県工業技術センター研究報告， P.67-72 (1987).
- (3) マテリアルデータベース編集委員会編：マテリアル・データベース新素材，日刊工業新聞社， P.30.
- (4) 中西陽一郎：炭素繊維強化エポキシ樹脂の耐水性，第11回高分子研究成果発表会資料，複合材料の性質と応用，(財)日本産業技術振興会， P.29-38 (1976).

移動部品を把持できるロボットの研究（第一報）

技術第一科 深尾 典久

あらまし：従来、産業用ロボットの導入目的は、単純作業を人間に代わり繰り返し行うものが多かったが、近年の多品種少量生産の流れの中で、柔軟な動作をするロボットが求められている。そこで、本研究では視覚とロボットアームを組み合わせ、ベルコン上にあって移動中の複数種類の部品のなかから特定種類の部品を識別し、把持するロボットの開発を行う。本年度は、ロボットアームと視覚を組み合わせ、静止した部品を把持するシステムを作成したので報告する。

1. ま え が き

従来、産業用ロボットは、規則正しく置かれた定型物のハンドリング等、単純作業を人間に代わり繰り返し行うために導入される事が多かった。しかし、近年の少品種大量生産から多品種少量生産の流れの中で、柔軟な動作が出来るロボットすなわち、視覚等の感覚機能や判断能力をもち、作業環境を自ら把握しながら作業が出来るロボットの開発が望まれている。この様な要求を満たすため、本研究ではベルトコンベアにあって移動中の複数種類の部品の中から、視覚センサにより特定種類の部品とその位置を認識して、それを把持できるロボットを開発する。

本年度は、静止した複数種類の部品を、視覚センサから得られる2次元画像により、部品種別および把持位置を求め、ロボットアームによる把持を行ったので報告する。今回必要となった要素技術は、「画像処理による部品の種類位置および姿勢（2次元座標）等の情報の取得」、「カメラとロボットの間の座標合わせ」、「ロボットの基準位置の校正」等である。このうち、「画像処理による部品情報の取得」は、本誌の「機械部品整列のための姿勢検出装置の試作（第一報）」の中で報告する。

2. 今回作成したシステムの構成および概要

システムの構成を、図1に示す。以下に、構成要素および動作実験結果について記す。

2-1 ロボット

ロボットアームおよびコントローラには、三菱電機の MoveMaster EX を用いた。表1に MoveMaster の主な仕様を記す。なおハンドには、カメラとの座標合わせの時、円柱部品を精度良く把持できるようV字形の切欠きの入った爪をつけた。またロボットコントローラのプログラム言語には、多数の位置教示命令があるが、3. で示すロボットの基準位置の校正の方法を反映させるため、関節角度指令を用いた。

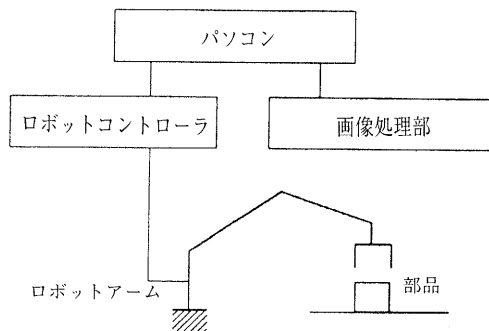


図1 今回作成したシステムの構成

表1 MoveMaster の主な仕様

構 造	5 自由度垂直多関節形
駆動方法	D C サーボ
アーム長さ	アッパーアーム 250mm フォアアーム 160mm
繰り返し精度	±0.3mm
可搬重量	1.2kgf(ハンド含む)

2-2 画像処理部

上部に固定したカメラ、画像処理装置、部品種別照合のための処理を行うパソコンからなる。画像処理部に関する詳細は別途、本誌の『機械部品整列のための姿勢検出装置の試作（第一報）』に記す。

2-3 パソコン

パソコンは、ロボットおよび、画像処理部のコントロールを行う。

2-4 本システムの機能

(1) 座標合わせ

画像処理部で使う座標系とロボット制御装置で使う座標系は異なっている。また画像処理における長さの単位はカメラのピクセル数が基本にある。そこで、両者の座標合わせのための座標変換を行う必要がある。

座標合わせは次のように行った。すなわち、図2に示す様に、ロボットのハンドを用い、座標合わせのための円柱型の部品を2個所におく。その時、一方をロボット座標系の原点とし、一方をロボット座標系のX軸上の一定の距離の点とする事により、ロボットと画像処理の間で、座標（原点、X軸方向、Y軸方向）および長さ（カメラのピクセル対長さ比）の整合性をとる。なおこの座標合わせは、二次元について行い、Z軸の傾きについては考慮していない。

(2) 把持動作

カメラ視野の任意の位置に置かれた部品について、画像処理部から把持位置と姿勢情報を得、ロボットで把持する。把持位置と姿勢情報は、部品の把持位置の座標値およびハンドの向き（部品の向き）であり、(1)の座標合わせを行った値で得られる。その値から、ロボットの各関節軸角度を算出し、ロボットに把持動作を行わせる。

検証として、部品を把持しそれを離すこと無く、同じ位置へ（ロボットアームに）置かせ、もとの位置との比較を行ったところ、最大で2mm程度の誤差があった。その際画像処理部の位置情報取得のための所用時間は約0.5秒程度であった。

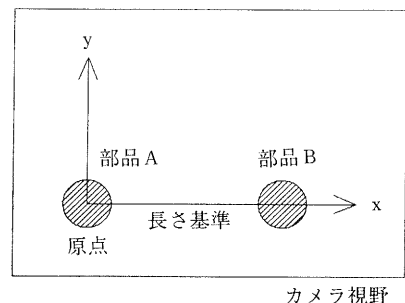


図2 ロボット系と画像処理系の座標合わせ

3. MoveMaster のアームの運動の記述および基準位置の校正

3-1 概 要

今回使用したロボット MoveMaster の基準位置における姿勢を図3に示す。図3で、ロボットの各関節軸は、水平である必要があるにも係わらず微妙に傾いている。基準姿勢に誤差があると、ハンド移動時の位置にその誤差が乗るため、角関節角に、一定値をオフセットとして乗せる必要がある。

MoveMaster は、初期位置の設定機能を持っているが、正確に調整するには各関節の角度を精密に測定して位置決めをする必要があり、治具等が必要になる等大がかりになる。そこで、ハンド先端の指示位置と実際の位置を何点か測定し、基準位置のオフセットを求める方法について考察した。また、3-3に示す解（リンク間角度）は、ロボットに対する位置指令にも用いた。

MoveMaster のアームの運動は、同時変換行列を用いて記述する。同時変換行列は、ロボットマニピュレータの運動学あるいはコンピュータグラフィックス等の分野で、良く用いられる手法である。以下に、用いた記号について簡単に記す。

$$\begin{array}{l}
 \text{点ベクトル} \\
 (x/w, y/w, z/w)
 \end{array}
 \begin{bmatrix} x \\ y \\ z \\ w \end{bmatrix}$$

$$\begin{array}{l}
 \text{平行移動} \\
 \text{Trans}(x, y, z)
 \end{array}
 \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & x \\ 0 & 1 & 0 & y \\ 0 & 0 & 1 & z \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

$$\begin{array}{l}
 \text{x 軸回りの回転} \\
 \text{Rot}(x, \theta)
 \end{array}
 \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \theta & -\sin \theta & 0 \\ 0 & \sin \theta & \cos \theta & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

$$\begin{array}{l}
 \text{z 軸回りの回転} \\
 \text{Rot}(z, \theta)
 \end{array}
 \begin{bmatrix} \cos \theta & -\sin \theta & 0 & 0 \\ \sin \theta & \cos \theta & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

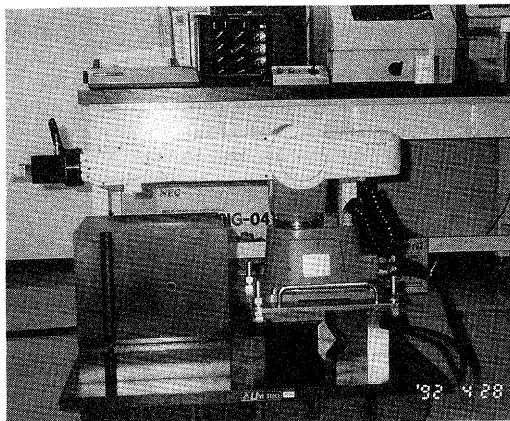


図3 初期位置における姿勢

3-2 MoveMaster のA行列

一般にロボットアームは、関節により結びついた一連のリンクから成り立っている。あるリンクとリンクの位置関係を表す同時変換を、A行列とする。MoveMaster の様に、隣合う関節軸が交差するかもしれない平行な回転関節のみからなるアームにおいてリンク間は、図4に示す関係があり、リンクの長さ a_n 、関節軸間角度 α_n 、リンク間角度 θ_n により記述できる。

ここで、リンク n の座標系をリンク $n-1$ の座標系に関係づける変換 A_n を、次のように定義する。

$$\begin{bmatrix} x_{n-1} \\ y_{n-1} \\ z_{n-1} \\ 1 \end{bmatrix} = A_n \begin{bmatrix} x_n \\ y_n \\ z_n \\ 1 \end{bmatrix} \quad (1)$$

A_n は、次の手順を示す変換である。

- z_{n-1} 軸まわりに、 θ_n 回転する。
- 回転後の x 軸、つまり x_n に沿って a_n 並進する。
- x_n 軸まわりに、 α_n 回転する。

したがって、

$$A_n = \text{Rot}(z, \theta) \text{Trans}(a, 0, 0) \text{Rot}(x, \alpha)$$

$$= \begin{bmatrix} \cos \theta & -\sin \theta \cos \alpha & \sin \theta \sin \alpha & a \cdot \cos \theta \\ \sin \theta & \cos \theta \cos \alpha & -\cos \theta \sin \alpha & a \cdot \sin \theta \\ 0 & \sin \alpha & \cos \alpha & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (2)$$

MoveMaster の各リンクに対し、図 5 の様に座標系を割り当てると、リンク 1 からリンク 5 における A 行列は、以下のようになる。

$$\begin{aligned} A_1 &= \begin{bmatrix} C_1 & 0 & S_1 & 0 \\ S_1 & 0 & -C_1 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} & A_2 &= \begin{bmatrix} C_2 & -S_2 & 0 & a_2 C_2 \\ S_2 & C_2 & 0 & a_2 S_2 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \\ A_3 &= \begin{bmatrix} C_3 & -S_3 & 0 & a_3 C_3 \\ S_3 & C_3 & 0 & a_3 S_3 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} & A_4 &= \begin{bmatrix} C_4 & 0 & S_4 & 0 \\ S_4 & 0 & -C_4 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \\ A_5 &= \begin{bmatrix} C_5 & -S_5 & 0 & 0 \\ S_5 & C_5 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \end{aligned}$$

ただし、 $S_n = \sin \theta_n$
 $C_n = \cos \theta_n$

(3)

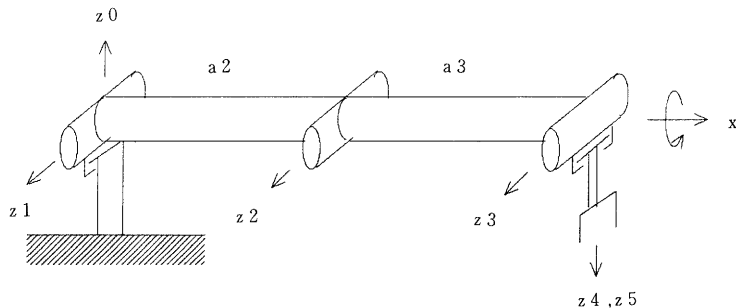


図 5 MoveMaster に対する座標系

3-3 MoveMaster の T 変換および解

T 行列を以下のように定義する。

$$T = A_1 A_2 A_3 A_4 A_5$$

MoveMaster の場合には、(3)より、以下ようになる。

$$T = \begin{bmatrix} C_1 C_{234} C_5 + S_1 S_5 & -C_1 C_{234} S_5 + S_1 C_5 & C_1 S_{234} & C_1 (C_{23} a_3 + C_2 a_2) \\ S_1 C_{234} C_5 - C_1 S_5 & -S_1 C_{234} S_5 - C_1 C_5 & S_1 S_{234} & S_1 (C_{23} a_3 + C_2 a_2) \\ S_{234} C_5 & -S_{234} S_5 & -C_{234} & S_{23} a_3 + S_2 a_2 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

ただし、 $C_{23} = \cos(\theta_2 + \theta_3)$ $S_{23} = \sin(\theta_2 + \theta_3)$
 $C_{234} = \cos(\theta_2 + \theta_3 + \theta_4)$ $S_{234} = \sin(\theta_2 + \theta_3 + \theta_4)$ (4)

T 行列は、アームの根元から先端への変換を表す。さらに、図 6 に示す様に、基準座標からアームの根元への変換を Z、アーム先端からハンドへの変換を E、基準座標からハンドへの変換を B とすると、次の関係が得られる。

$$B = Z T E \quad (5)$$

これにより、 $\theta_1 \sim \theta_5$ が決まれば、ハンド先端の位置、姿勢が得られる。

次に、T が指定された場合の $\theta_1 \sim \theta_5$ を得る方法について記す。(5)は、

$$T = Z^{-1} B E^{-1} \quad (5)$$

に変形出来るので、ハンド先端の位置、姿勢から T を求める事が可能である。一般にこの問題は、解として 0 通り、または 1 通り、または複数通りの $\theta_1 \sim \theta_5$ の組を持つ (例えば、ハンドの届かない遠さの位置を指定しても解は得られない)。

複数の解が得られる場合、どれをとるかはリンク間角度の可動範囲の妥当性から判断する事にすると、MoveMaster の場合の解は次のようになる。

$$T = \begin{bmatrix} n_x & o_x & a_x & p_x \\ n_y & o_y & a_y & p_y \\ n_z & o_z & a_z & p_z \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (6)$$

とすると、

$$\theta_1 = \tan^{-1}(p_y / p_x) \quad \text{または、} \theta_1 = \theta_1 + \pi \quad (7)$$

$$\theta_5 = \text{atan2}(S_1 - n_x C_1 n_y, S_1 o_x - C_1 o_y) \quad (8)$$

$$\theta_3 = \cos^{-1} \left(\frac{(C_1 p_x + S_1 p_y)^2 + p_z^2 - a_2^2 - a_3^2}{2 a_2 a_3} \right) \quad (9)$$

$$\theta_2 = \text{atan2} \left((C_3 a_3 + a_2) p_z - S_3 a_3 (C_1 p_x + S_1 p_y), (C_3 a_3 + a_2) (C_1 p_x + S_1 p_y) + S_3 a_3 p_z \right) \quad (10)$$

$$\theta_4 = \text{atan2}(n_z, (C_1 n_x + S_1 n_y)) - \theta_2 - \theta_3 \quad (11)$$

ここで $\text{atan2}(y, x)$ は、 $\tan^{-1}(y/x)$ を範囲 2π (red) で計算する関数とする。

(C 言語の数値演算ライブラリ等にあるもの)

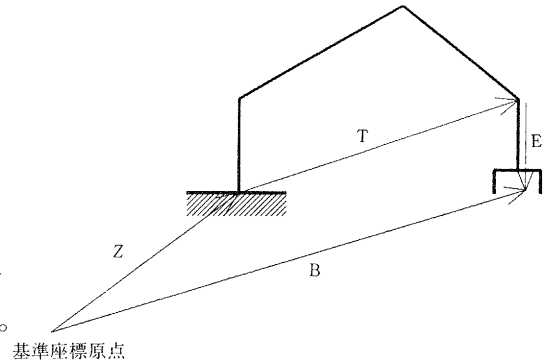


図 6 基準座標と MoveMaster

3-4 基準位置の校正

$\theta_2 \sim \theta_4$ のオフセットを求めるために、まず図7に示す様に、ロボットのハンドにペンをもたせてグラフ用紙上に点を画かせ、その時ロボットが認識している座標および、描かれた点の座標を測定した。

図8に示す様に、基準原点からグラフ用紙のます目への変換をP、グラフ用紙内でのプロットされた点への変換をQとすると、P、QおよびBは次のように定義できる。

$$P = \text{Trans} (x_0, y_0, z_0) \text{ Rot} (z, \delta)$$

$$= \begin{bmatrix} \cos \delta & -\sin \delta & 0 & x_0 \\ \sin \delta & \cos \delta & 0 & y_0 \\ 0 & 0 & 1 & z_0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad Q = \begin{bmatrix} \cos \theta_5 & -\sin \theta_5 & 0 & x \\ -\sin \theta_5 & -\cos \theta_5 & 0 & y \\ 0 & 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (12)$$

z_0 は既知 x, y はグラフ用紙上の座標

$$B = P Q$$

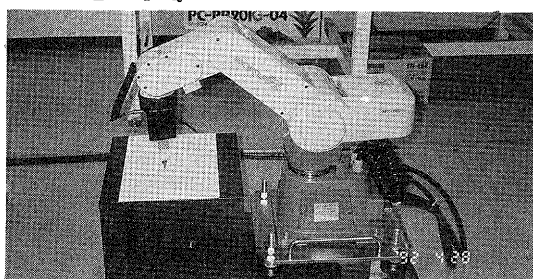


図7 キャリブレーション実験

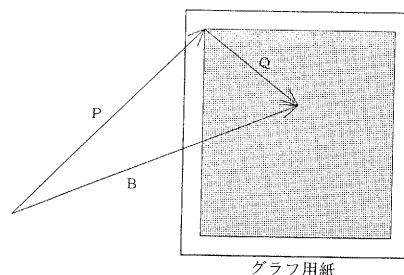


図8 基準座標とグラフ用紙の関係

基準座標をロボットのT変換と同一し、アームの先端からペン先までの距離を a_e (既知) とすると、

$$Z = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad E = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & a_e \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (13)$$

よって(5)'より、

$$T = Z^{-1} B E^{-1}$$

$$= \begin{bmatrix} \cos (\delta - \theta_5) & \sin (\delta - \theta_5) & 0 & x \cos \delta - y \sin \delta + x_0 \\ \sin (\delta - \theta_5) & -\cos (\delta - \theta_5) & 0 & x \sin \delta + y \cos \delta + y_0 \\ 0 & 0 & -1 & a_e + z_0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (14)$$

ここで、中間変数 x_0, y_0, δ は、結果として必要な値ではないが、計算のため求める必要がある。

(7)より、

$$\tan \theta_1 = p_y / p_x$$

$$= \frac{x \sin \delta + y \cos \delta + y_0}{x \cos \delta - y \sin \delta + x_0}$$

なので、

$$a \cdot \cos \delta + b \cdot \sin \delta + c \cdot x_0 - y_0 = 0$$

$$\text{ただし、 } a = x \tan \theta_1 - y$$

$$b = -y \tan \theta_1 - x$$

$$c = \tan \theta_1$$

(15)における a 、 b 、 c は、実験により求まる値なので、 a 、 b 、 c の組を3組測定すれば、未知数 x_0 、 y_0 、 δ が決定できる。これにより T 行列が決定するので各実験値に対し、(9)～(11)の方法で、 $\theta_2 \sim \theta_4$ の実測値が求まる。この値を、ロボットが認識するリンク間角度 $\theta'_2 \sim \theta'_4$ と比較することにより基準位置でのオフセットを求める事が出来る。

補正結果を、表2に示す。ここでのオフセットは、上記の方法を3回行った平均であり、補正により従来3%程度あった位置誤差が、1%以下になった。

表2 基準姿勢の補正結果

指 示 座 標 2点(x, y)	指 示 距 離 (mm)	2点間実側距離(mm)	
		補 正 前	補 正 後
(-100,250) - (100,250)	200.0	194.5	201.2
(-100,300) - (100,300)	200.0	193.5	200.8
オフセット θ_2 : 1.29° θ_3 : -6.53° θ_4 : 5.24°			

4. む す び

本年度の研究の結果以下の事が可能となった。

- (1) カメラ視野内の任意の位置に置かれた部品をロボットにより把持することが出来た。
 - (2) 今回使用したロボットは、関節軸基準位置の校正を行う場合治具が必要となるなど大がかりになるので、基準姿勢における位置誤差を関節角（リンク間角度）のオフセットとして求め、基準姿勢を補正する方法について検討した。その結果、位置決め精度の改善が出来た。
- 今後の課題としては、以下の事が考えられる。

- (1) 把持位置誤差の吸収

今回の実験において、誤差が僅かで把持できたが、位置決め精度が高い作業では十分でない。しかし、現在のカメラによる位置測定では誤差を避けられないので、誤差吸収の工夫が必要である。その方法としては、ロボットのハンドに、カメラその他のセンサーを取り付け、位置補正する方法等が考えられる。

- (2) 移動物の把持

本年度の研究では、静止した部品の把持を行ったが、移動物を把持する場合には、時間を考慮したロボットアームの制御が必要になる。通常、ロボットのコントローラは、目的位置および動

作軌跡は指示できるが時間についてはおよその値が指示できる程度なので、コントローラを用いず関節軸を直接制御する等の検討が必要である。

謝 辞

本研究について御指導頂いた井上絃一研究参与（京都大学工学部教授）と渡部透研究参与（立命館大学理工学部教授）に感謝します。

[参考文献]

- (1) 三菱電機(株)：MOVEMASTER EX 取扱説明書
- (2) 今出ほか：“ベルトコンベア上を移動する加工物の識別とロボットアームの把持制御”，中国工業技術試験所報告 No.37（1991）．
- (3) Paul 著, 吉川訳：“ロボットマニピュレータ”，コロナ社（1984）．

炭素繊維強化エポキシ樹脂（CFRP）の “ぬれ性”に関する研究（第五報）

— 気相酸化による液晶ピッチ系炭素繊維の 炭素繊維の表面特性および力学特性の変化について —

技術第二科 山中 仁敏

あらまし：炭素繊維強化エポキシ樹脂（CFRP）の材料力学的特性は、強化繊維とマトリックス樹脂の材料力学的性質だけで決定されるものではなく、繊維—樹脂界面の接着性（ぬれ性）に大きく依存する。従って界面の接着性を向上するために、炭素繊維の表面処理が一般におこなわれている。ところが、炭素繊維の表面処理には、繊維—樹脂界面の接着力の向上と同時に、炭素繊維自体の力学的特性の低下という面もあり、過度の表面処理はCFRPの力学的特性に悪影響を及ぼす場合もある。

前報⁽¹⁾では、液晶ピッチ系炭素繊維を気相酸化することにより、CFRPの層間せん断強度（ILSS）ならびに3点曲げ強度が増加することを確認した。そこで、今回の報告では、この気相酸化による液晶ピッチ系炭素繊維自体の表面特性、力学的特性、およびCFRPの引張特性（樹脂含浸ヤーン引張試験）の変化について調べた。その結果、気相酸化による表面処理では、処理温度が700℃以上から炭素繊維の表面特性が改善されるが、同時に繊維自体の強度も低下しており、またそれに伴いCFRPの引張強度も低下することがわかった。

1. はじめに

CFRPの強化繊維である炭素繊維は、マトリックス樹脂との接着性（ぬれ性）があまりよくないため、焼成したままの炭素繊維で強化した場合では、炭素繊維がもつ性能は十分に発揮されない。そこで繊維—樹脂間の接着性を向上させる目的で、炭素繊維の表面処理が一般的に行われている。ところが、炭素繊維の表面処理には、繊維自体の力学的特性を低下させる場合があり、適切な表面処理を行う必要がある。

一方、液晶ピッチ系炭素繊維は、PAN系炭素繊維よりも安価に製造できる可能性があり、しかも高弾性系が製造しやすいという点で注目されている。液晶ピッチ系炭素繊維は、焼成温度が高いため、特に繊維—樹脂界面の接着性が低い。従って表面処理が不可欠であるが、液晶ピッチ系炭素繊維での気相酸化法による表面処理効果については、ほとんど解明されていないのが現状である。

そこで前報⁽¹⁾では、液晶ピッチ系炭素繊維の気相酸化において、酸化条件の違いがCFRPの層間せん断強度（ILSS）、および曲げ強化にあたえる影響について調べた。その結果表面処理によりILSSが増加し、さらに曲げ強化の増加につながることを確認した。今年度は、単繊維引張強度、樹

脂含浸ヤーン法によるCFRPの引張強度、X線光電子分光法による炭素繊維表面の酸素濃度およびBET法による比表面積について調べた。

2. 実 験

2-1 炭素繊維の気相酸化表面処理

液晶ピッチ系炭素繊維は、(株)ペトカ製の表面処理されていないものを用いた。その炭素繊維は引張弾性率が600GPa、1ヤーンが6000フィラメント、密度2.181である。

炭素繊維の気相酸化は、前報に準じ、長さ1000mm、外径58mm、内径50mmの石英ガラス管を装備した、長さ600mm内径60mmの電気管状炉を使用して空気中で行った。酸化時間を120秒とし、酸化温度を500℃～800℃まで変化させた。

2-2 炭素繊維の表面特性

炭素繊維の表面酸素濃度は、(株)アルバックファイ製 ESCA model 5400を使用し、C_{1s}とO_{1s}のピーク面積に両元素の感度比で補正し測定した。

また繊維の比表面積は、(株)島津製作所アサップ2000を用い、BET法によりクリプトンガスを使用し測定した。

2-3 樹脂含浸ヤーン法による引張試験

樹脂含浸ヤーン引張強度は、既報⁽²⁾に従って作成した。各試料につき8本作成し、3枚組のアルミ製タブでチャック部を補強した。引張試験は、試験長200mmで、引張速度1mm/minで、(株)島津製作所製オートグラフAG500-A型を使用して行った。

2-4 単繊維引張試験

単繊維引張試験は、JIS R7601に準じた。すなわち、図1のように、1本の単繊維を穴あき台紙上にエキボシ系接着剤で接着し、試験片を引張試験機のつかみ治具に取り付けた後、左右の台紙中央部を切断し、引張速度1mm/minで試験した。

また、炭素繊維の断面を電子顕微鏡で観察したところほぼ円形であったため、繊維直径の測定には、JIS R7601に準じ、レーザ光の回折を利用する方法とし、式1から算出した。

$$D = \frac{21\lambda}{L} \times 10^{-6} \quad \text{—— 式1}$$

D：繊維の直径(mm)

l：繊維とスクリーンの距離(mm)

L：スクリーン上の中心から最も近い

1対の回折強度極小距離(mm)

λ：レーザ光の波長(nm)

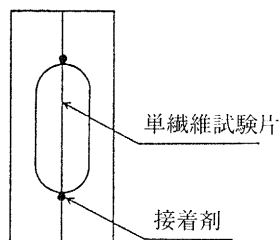


図1 単繊維引張試験片

試験数は、各試料40本ずつ行い、平均して単繊維引張強度とした。

3. 結果と考察

3-1 炭素繊維の表面特性の変化

酸化温度の違いによる繊維表面の酸素濃度を図2に示す。繊維表面の酸素濃度は、600℃以下

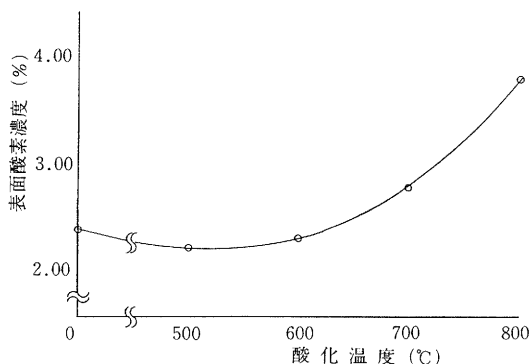


図2 酸化温度と表面酸素濃度の関係

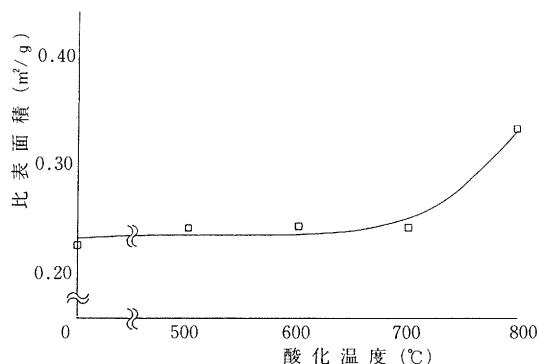


図4 酸化温度と比表面積の関係

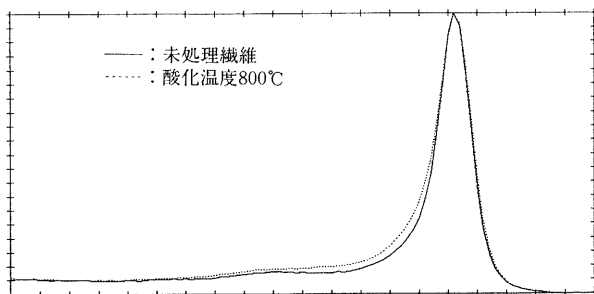


図3 ESCAによるC_{1s}のピーク

では、ほぼ同じであったが、700℃以上で増加した。表面酸素の増加は、気相酸化処理により繊維表面に酸素含有官能基が増加したためであると考えられる。これは図3のESCAによるC_{1s}のチャートからも分かるように、高エネルギー側のショルダピークが大きくなっており、酸素と結合した炭素が増加したためだと考えられる。

次に、繊維比表面積の変化を図4に示す。繊維表面積は700℃を過ぎてから増加した。気相酸化処理によって炭素繊維表面に存在する結晶サイズの小さい黒鉛結晶や、黒鉛結晶の欠陥部の酸化され易い部分が選択的に酸化除去されるので繊維表面の凹凸が増加したと考えられる。従って液晶ピッチ系炭素繊維の場合は、700℃以上の酸化温度で粗面化が急激に進むと考えられる。

3-2 表面特性と界面接着力との関係

酸化温度と層間せん断強度 (ILSS) との関係を図5に示す。ILSSは、繊維—樹脂間の界面接着力の指標であり、ILSSの増加は界面接着力の増大を示している。界面接着力の増加する原因としては、主に繊維表面の酸化物官能基の増加による繊維表面と樹脂との化学結合の増加と、繊維表面の凹凸の増加によるアンカー効果の増大の2つが考えられる。今回

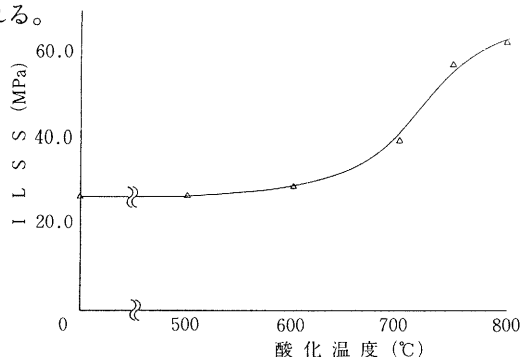


図5 酸化温度とILSSの関係

の実験では、ILSSと表面酸素濃度および繊維比表面積の増加がほぼ同じ傾向を示していることから、化学結合の増大とアンカー効果の向上の両者がILSSの増加につながったと考えられる。

3-3 単繊維引張強度および樹脂含浸ヤーン引張強度

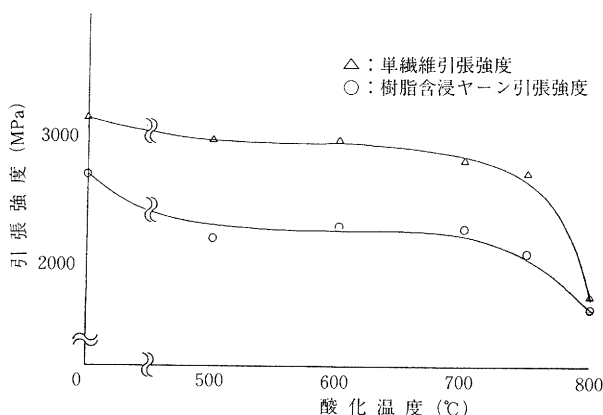


図6 酸化温度と各引張強度の関係

通過する際の繊維の物理的な損傷と考えられる。700℃以上での低下は酸化処理による繊維表面の欠陥の増加のために起こった炭素繊維自体の劣化だと考えられる。

炭素繊維は、ボイドなどの欠陥のために同じ一本の繊維の各部分での強度にばらつきがあるため、強度差を生ずる。従って単繊維引張強度は測定繊維長間における最も弱い部分の強度の平均を示している。これに対して、樹脂含浸ヤーン引張強度は、繊維束中で弱い繊維が少量破壊してもその荷重は隣接部の繊維が受け持つことが可能であるが、数%の繊維が破壊すれば、全体の破壊につながるため、平均強度よりも弱い強度を示す。このために単繊維強度は、樹脂含浸ヤーン強度より強い値を示したと考えられる。また、3-1でも述べたように、繊維の劣化とは表面全体に均一的に起こるものではなく、部分的な欠陥を生じるため、単繊維引張強度は大きく低下する。それに対して、樹脂含浸ヤーン引張強度は少量の破壊では全体が破壊しないため強度の低下が小さかったと考えられる。このために、700℃以上での強度低下に違い見られたと考えられる。

3-4 液晶ピッチ系炭素繊維における気相酸化による表面処理とCFRPの力学的物性

表1 表面処理によるCFRPの力学的特性

酸化温度 (°C)	ILSS (MPa)	曲げ強度 (MPa)	樹脂含浸ヤーン引張強度 (MPa)
未処理	26.7	404	2720
500	26.9	407	2220
600	28.1	393	2310
700	39.9	445	2300
750	57.3	486	2100
800	62.6	489	1660

図6に単繊維引張強度と樹脂含浸ヤーン引張強度を示す。両方の強度とも500℃では低下を示し、500℃と600℃ではほぼ同じ強度を示したが、700℃以上で再び大きく低下する傾向を示した。また、全ての酸化温度で、単繊維引張強度は樹脂含浸ヤーン引張強度より大きかったが、700℃以上で単繊維引張強度は樹脂含浸ヤーン引張強度より大きく強度を低下させた。500℃での強度低下は、表面処理時に繊維がプリーを

表1に各酸化温度のILSS、曲げ強度、樹脂含浸ヤーン引張強度を示す。曲げ破壊は圧縮側から起こっており圧縮強度が曲げ強度を決定している。このため気相酸化処理による、CFRPの曲げ強度の増加は、樹脂-界面の接着強度の向上により圧縮強度が増加したためと考えられる。

しかし、引張強度の低下から推測できるように、繊維自体の圧縮強度も低下していると考えられ、また750℃～800℃での曲げ強度の増加も小さくなっていることより、今回より強い条件

での表面処理を行うと、繊維—樹脂の界面接着力の向上に反して、圧縮強度はより大きくなるとは限らず、反対に低下することも考えられる。従って、過度の表面処理は、CFRPの力学的物性によくないとも考えられ、繊維自体の劣化とバランスのとれた表面処理条件を検討する必要性があると思える。

4. む す び

気相酸化法により液晶ピッチ系炭素繊維の表面処理を行い、処理した炭素繊維の表面特性、樹脂含浸ヤーン引張試験、単繊維引張強度を測定し、次のような結果を得た。

- 1) 繊維表面特性の変化はILSSの増加と相関性があり、表面処理による炭素繊維表面の改質が繊維—樹脂界面の接着力向上につながる事がわかった。
- 2) 気相酸化では、酸化温度700℃が（酸化時間120sec）以上で繊維強度が大きく低下した。
- 3) 単繊維引張強度と樹脂含浸ヤーン引張の強度低下率の違いは、炭素繊維の劣化機構に起因すると考えられた。

謝 辞

本研究について御指導をいただいた大阪工業技術試験所 無機機能材料部 複合材料化学研究室の皆様、ならびに御助言いただいた京都工芸繊維大学の木村良晴教授に深く感謝します。

[参考文献]

- (1) 山中仁敏：1990年滋賀県工業技術センター研究報告
- (2) 山中仁敏：1988年滋賀県工業技術センター研究報告
- (3) E.Fitzer, R.Weisst Carbon, 25, 455, (1987).
- (4) 小川俊夫, 横島聖一：材料, 39, 1438, (1990).
- (5) 大谷杉郎：“炭素繊維” 近代編集社
- (6) 松井醇一：“炭素繊維の展開と評価方法” リアライズ社

強化繊維と耐熱性エンブラとの複合化の研究

技術第二科 那須喜一 山中仁敏 中村吉紀

あらまし：本研究では、高性能炭素繊維強化プラスチックの開発を目的としてマトリックスに耐熱性と靱性の両者を合わせ持つポリイミド系熱可塑性樹脂を用いて炭素繊維との複合化を検討し、一方向CFRTPを作製した。そして、このCFRTPの評価を行った結果、この複合材料が一般の力学特性や接着性はエポキシ樹脂と同程度であるが、樹脂の持つ特性を活かした、耐熱性と靱性を合わせ持つCFRTPであることを確認した。

1. ま え が き

繊維強化複合材料は、既に我々の身近に幅広く実用化されている。今までのガラス繊維に加えて、近年では炭素繊維（CF）が種々の分野に利用されるようになり、その中でも炭素繊維－エポキシ樹脂複合材料が最もよく知られている。しかし、主として産業機械部品や航空・宇宙分野を中心により高性能な複合材料が求められており、マトリックス樹脂、強化繊維、および両者の接着性の向上など、多方面から検討が進められている。

最近の動きの1つとして、熱可塑性樹脂を用いた複合材料（Fiber Reinforced Thermoplastics：FRTP）の開発があげられる。これは強化繊維として炭素繊維を用い、マトリックス樹脂として高性能熱可塑性樹脂を用いた複合材料である。これらはエポキシ樹脂などを用いた従来の熱硬化性樹脂複合材料と比較して、次のような特徴を有している。

- （長所）・破壊靱性に優れている。
 - ・成形時間が短く生産性が高い。
 - ・熱融着・熱賦形が可能であり、リサイクル使用が可能である。
 - ・プリプレグの保管寿命が半永久的である。
- （短所）・加工に高温を要する。
 - ・樹脂の熱分解防止の点から、加工温度に上限がある。
 - ・樹脂の粘度が高く、繊維への含浸が難しい。
 - ・室温ではタック性、ドレープ性がない。

このような特徴を生かして、これまでポリエーテルエーテルケトン（PEEK）系のCFRTPなどが開発されているが^{1,2)}、OA機器や家電製品用部品の分野や、航空・宇宙用材料分野で、より耐熱性の高い熱可塑性樹脂複合材料が求められている。

そこで本研究では、耐熱性エンジニアリングプラスチック（エンブラ）として、熱可塑性ポリイ

ミド系樹脂を取り上げ、炭素繊維との複合化について検討を行った。熱可塑性ポリイミドは比較的長い芳香族鎖に他の結合を導入することによりイミド単位の組成を抵減し、熱可塑性を付与したもので、ポリエーテルイミドやポリスルホンイミド等が知られている。これらの熱可塑性ポリイミド樹脂と、代表的な全芳香族系のイミド樹脂であるカプトンなどとを比較したのが表1である。耐熱性はカプトンよりもかなり低い、熱可塑性・溶媒可溶性で加工性を有している。さらにこの分野では熱硬化性樹脂で問題になる靱性にも優れているため、高靱性の耐熱性CFRPが開発できると考えられる。

表1 ポリイミド系樹脂の比較

項目	単位	全 芳 香 族 ポ リ イ ミ ド		熱可塑性ポリイミド	
		カ プ ト ン (フィルム)	ユーピモール (成形体)	ポリエーテルイミド	ポリスルホンイミド
				ウルテム (成形体)	S - 6 3 (成形体)
T g	℃	420	300*	215	245
溶 融 性		不 融	不 融	溶 融	溶 融
引張強さ	kgf/mm ²	18	9	11	10
引張弾性率	％	300	260	306	250
曲げ強さ	％	—	13	15	10
曲げ弾性率	％	—	390	337	308

*ユープレックスR（フィルム）の値

2. 実 験

2-1 試 料

熱可塑性ポリイミド系樹脂として以下の2つを用いた（図1）。

ポリスルホンイミドS-63（新日本理化(株)、Mn = 14,400、Mw = 28,700）、およびポリエーテルイミド（日本ジーイープラスチックス(株)、ウルテム-1000）。また、比較のために、汎用（非耐熱性）エポキシ樹脂No.2500（東レ(株)）を用いた。

炭素繊維としては、トレカT-300、3K（東レ(株)）を用いた。

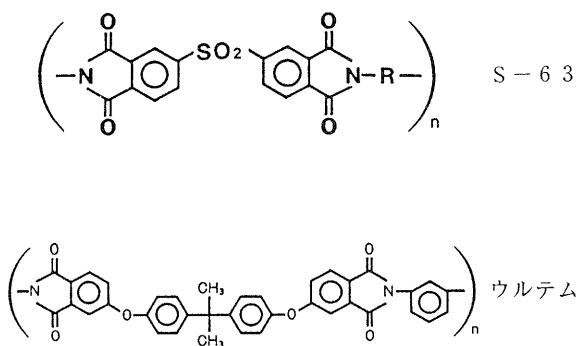


図1 マトリックスに用いた樹脂の構造

2-2 テストピースの作製

炭素繊維を $200 \times 150 \times 2$ mmのガラス板に巻き取り、そのままメチルエチルケトン（MEK）中に2回繰り返し浸漬し、出荷時に塗布されたサイジング剤を除去した。この炭素繊維に、S-63、あるいはウルテムのジクロルメタン溶液を3回（両者とも1回目5%、2、3回目10%）塗布した後、 120°C で7時間乾燥した。このような湿式含浸法において得られた一方向炭素繊維プリプレグを所定の幅に切断し、図2のようなステンレス

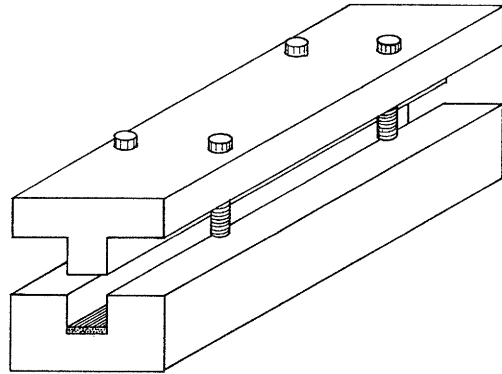


図2 一方向CFRP作製用金型

製のオープンエンド金型に数枚重ねて入れネジ止めした。これをS-63の場合は 350°C で30分、またウルテムの場合は、 360°C で30分間加熱し、両者とも途中でネジを締め直して30分加熱・加圧した。得られた $200\text{mm} \times 10\text{mm} \times 2 \sim 3$ mmの成形物を、適当な大きさに切断し表面を研磨して小型の一方向CFRTPを得た。

2-3 繊維体積含有率

S-63とウルテムのCFRTPは試験片の一部を切り取り、N-メチルピロリドン（NMP）中で還流して樹脂を溶解した。その後繊維を濾別・洗浄し、繊維重量を測定して、繊維体積含有量（Vf，%）を求めた。また、エポキシについては、樹脂を無酸素炎中で熱分解する熱分解法を用いて繊維重量を測定した。

2-4 曲げおよび層間せん断試験

23°C および 200°C での曲げ試験はJIS K7074を参考に長さ100mm、幅10mm、厚さ2mmの試料を用いて行った。また、 23°C での層間せん断試験をASTM D2344を参考に長さ12mm、幅10mm、厚み2mmの試料を用いて支点間距離8mmとして、万能材料試験機（インストロン社製）を用いて行った。

2-5 樹脂含浸ストランド試験

CFRPの強化繊維としての炭素繊維の評価法の1つに樹脂含浸ストランド法がある。一般にはエポキシ樹脂が用いられ、炭素繊維自体の引張強さと弾性率の1つの指標とされる。また、一方向材の引張物性の目安ともされる。ここでは繊維と樹脂との接着性などについての補足的な知見を得るためにストランド試験を行った。繊維を各イミド樹脂の15% N，N-ジメチルホルムアミド（DMF）溶液に連続的に含浸し、ローラを通し金枠に巻き取った後乾燥した。得られたストランドの強度をJIS R 7601（アルミ板のタブを使用）に準じて測定した。

2-6 層間破壊靱性試験

ダブルカンチビーム法³⁾により層間破壊靱性を調べた(図3)。試験片は厚み3mm幅10mm長さ250mmのものを、長さ10mmの亀裂を繊維と平行にいれた(初期亀裂長さ $a_0=10$)。これにエポキシ系接着剤でヒンジを取付け万能材料試験機で測定した。

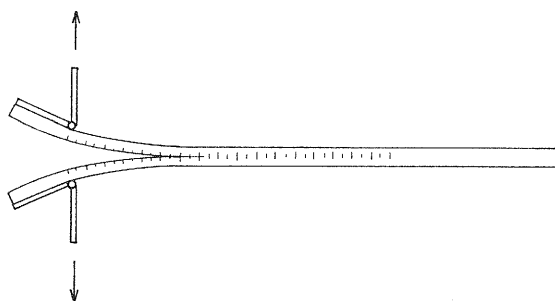


図3 ダブルカンチビーム法

2-7 シャルピー衝撃試験

装置および試験片の形状(エッジサイズ:幅10、厚み2、長さ80mm)はJIS K7111に準じて行った。ただし、切欠きの代りにダイヤモンドカッターで長さ2mm、幅0.35mmの溝を入れた。

3. 結果および考察

3-1 高温における曲げ強さおよび曲げ弾性率

S-63とウルテムをマトリックスとした一方向CFRTP、比較としてエポキシ樹脂をマトリックスとしたCFRPの23℃と200℃における曲げ強さ、弾性率を表2に示す。

23℃での曲げ強さがウルテムでやや高くなっているのは、ウルテムが軟らかいために圧子の応力が一点に集中しにくかったためではないと思われる。これは曲げ試験において圧子の下にフィルムをはさんで試験したときに応力の集中が緩和され強度が高くなる⁴⁾のに似ている。200℃での曲げ強さの室温での強さに対する保持率はウルテムで56%、S-63で50%であった。これはエポキシに比べ高いものになっており耐熱性のあることが分かる。なお、 T_g はウルテムよりもS-63の方が高いにもかかわらず、S-63の曲げの強さが高温において低かった原因として、プリプレグ作製工程の残留溶媒による空隙や、成形時におけるS-63の熔融粘度が高いため内部に微細な空隙が残留していた事も考えられ、成形条件等に対する最適化が必要と考えられた。

表2 ウルテムおよびS-63をマトリックスとした一方向CFRPの曲げ物性

	ウルテム		S-63		エポキシ (No.2500)	
	室温	200℃ (保持率)	室温	200℃ (保持率)	室温	200℃ (保持率)
曲げ強さ (MPa)	1,810	1,020 (56%)	1,360	680 (50%)	1,479	145 (10%)
曲げ弾性率 (GPa)	118	118 (100%)	117	115 (98%)	118	18 (7%)

(Vf 60%補正)

次に、温度に対する曲げ弾性率の保持率の変化を図4に示す。両樹脂とも各々の T_g に相当する温度で急激に低下しており、S-63の方が約20℃高かった。

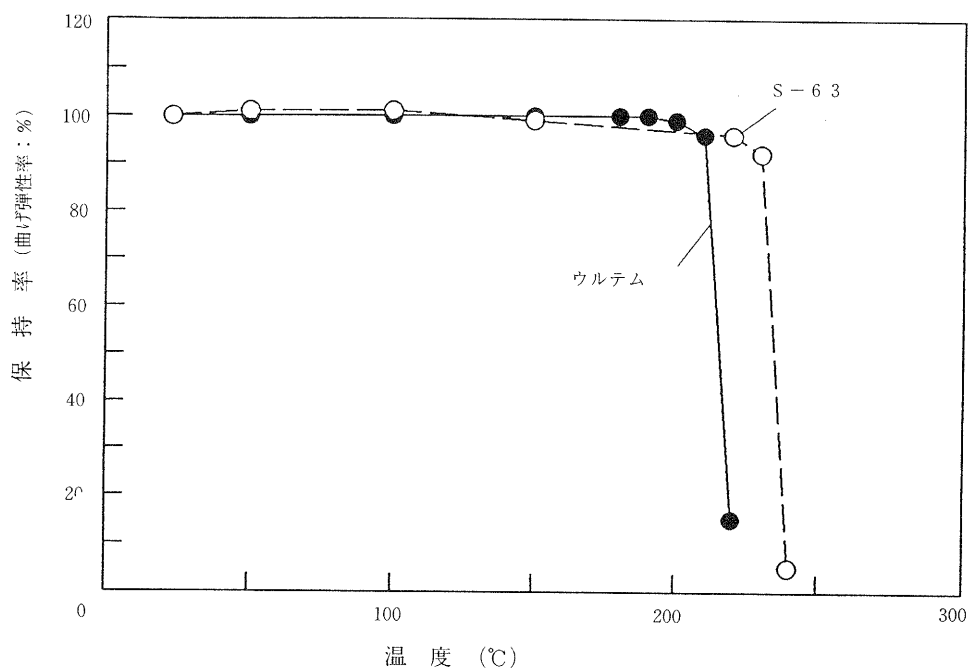


図4 曲げ弾性率の保持率と温度との関係

図5に23℃で曲げ試験した後の破断面の状態を示す。S-63、ウルテム、エポキシのいずれの試験片にも分断破壊が観察された。圧縮側の座屈の様子も引張側の繊維の引き抜きの状態も、大きな差は認められなかったが、エポキシ樹脂よりもポリイミドの方が引張り側における繊維の引き抜けが若干多いように思われた。これは、エポキシ樹脂は脆いために繊維と樹脂が接着したまま破断しているが、他の二つは樹脂が伸びるために繊維の引き抜けがより多く生じたものと考えられる。

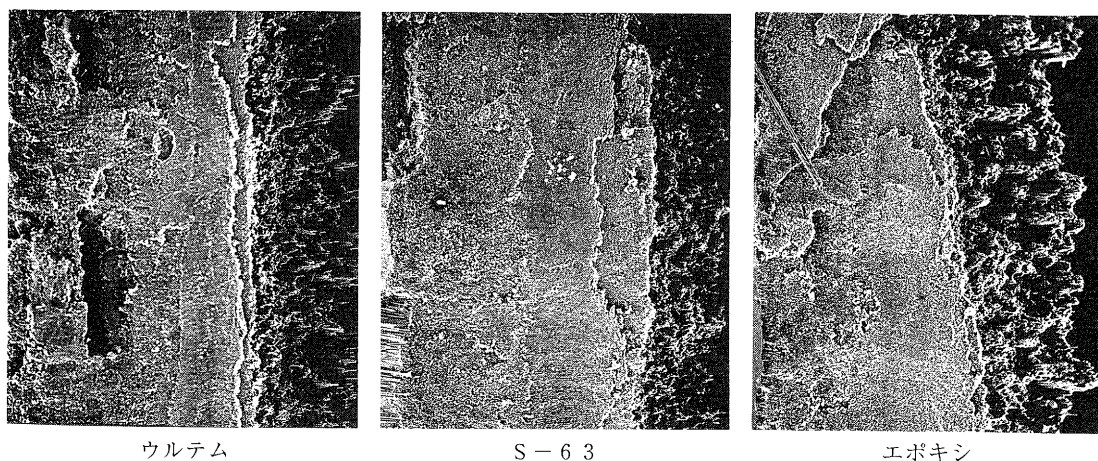


図5 23℃における曲げ破壊後の破断面 (×30)

3-2 プリプレグの動的粘弾性挙動

前項では静的な弾性率の温度による変化を調べたが、ここでは動的粘弾性の温度分散について検討した。試料としてはS-63とウルテムの炭素繊維プリプレグを用いた。結果を図6に示す。ウルテムの場合200℃付近から E' （動的弾性率）の低下が認められるのに対して、S-63では250℃でもガラス状態を維持しており、静的な場合よりもやや高い耐熱性を有することが示唆された。

3-3 各樹脂と炭素繊維の界面接着性およびサイジング剤の影響

炭素繊維には取扱い上サンジグ剤が塗布されており、エポキシ系のものが使用されていることが多い。

一方向にしてもクロスにしても、サイズ糸が作業上好ましいが、耐熱性の複合材料の場合、成形時等の高温で繊維表面のサイジング剤が劣化あるいは分解して接着性に悪影響を与える場合があると言われている⁵⁾。そこで、サイズ糸をそのまま用いた場合と、サイジング剤を除去した糸を用いた場合について、マトリックス樹脂と繊維との接着性に及ぼす影響について層間せん断強さにより調べた。ここで用いたCFのサイジング剤の付着量は約1%であり、種類はエポキシ系であった。表3に示すように、サイジング剤の影響は少なく、むしろサイズ糸の方が層間せん断強さが高かった。この原因として、ポリイミド系樹脂と炭素繊維表面のぬれ性がサイジング剤により良くなったことが考えられる。以上の結果から、実用上は市販のサイズ糸をそのまま用いても特に問題なく、十分な接着強度が得られることが分かった。また、ウルテム、S-63、エポキシ樹脂との層間せん断強度の比較においてもあまり差はなく、これらの界面接着性は同程度であることが確認された。

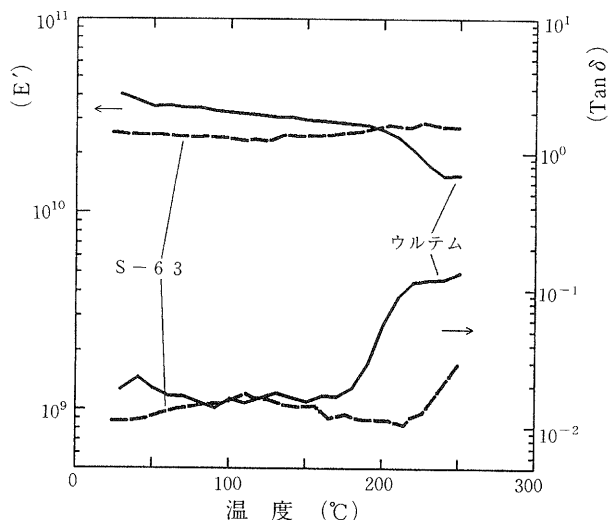


図6 S-63とウルテムの炭素繊維プリプレグの動的粘弾性挙動

表3 サイジング剤がCFRTPの層間せん断強さに及ぼす影響

	ウルテム		S-63		エポキシ
	サイズ糸	洗浄糸	サイズ糸	洗浄糸	サイズ糸
層間せん断強さ (MPa)	100	107	109	94	97

Vf=58~64%, 支点間距離/厚み=4、試料長さ/厚み=6

3-4 樹脂含浸ストランド強さ

前述のように、この方法は本来炭素繊維自体の引張強さと弾性率を知るための手法であるが、引張強さには樹脂の性質も反映されており、接着力が低いと強度は低下する。これまではほとんどエポキシ樹脂が用いられており、条件が適切であれば、樹脂組成や樹脂含有率（約30%以上）によらずほぼ一定となり、トレカ T 300 の場合、通常 $3.0 \sim 3.2 \text{ GPa}$ が普通であり、最大でも 3.48 GPa であることが報告されている。今回の熱可塑性ポリイミドを用いて測定した結果、これに近い値（S-63で 3.42 、ウルテムで 3.5 GPa ）が得られた。このことは、両樹脂とも炭素繊維との接着性がきわめて良好で、適当な強度を有し、かつ樹脂の伸びが大きいことによると考えられる。

3-5 層間破壊靱性

ポリイミド系 CFRP の層間破壊靱性を測定したところ、試料中の繊維が直線状に並んでいないため、層間のみの亀裂の進展ではなく繊維の破断を伴った破壊が認められた。このため、結果は予想される値より大きな値になっているが参考値として報告する。図 7 に S-63 のモード I でのデラミネーションパターンを示す。表 4 には S-63、ウルテムの層間破壊靱性値 G_{IC} とともに、他の樹脂の一方方向 CFRP の値（文献値）を示した。靱性を改良したものも含め熱硬化性樹脂の場合最大でも $1,000 \text{ J/m}^2$ であり、今回比較に使用したエポキシ樹脂の値でも 800 J/m^2 であった。これに対し、S-63、ウルテムとも $1,250 \sim 1,400 \text{ J/m}^2$ の高い値を示している。このことから、PEEK や PPS などの熱可塑性マトリックスと同様、層間破壊靱性に優れていると考えられる。

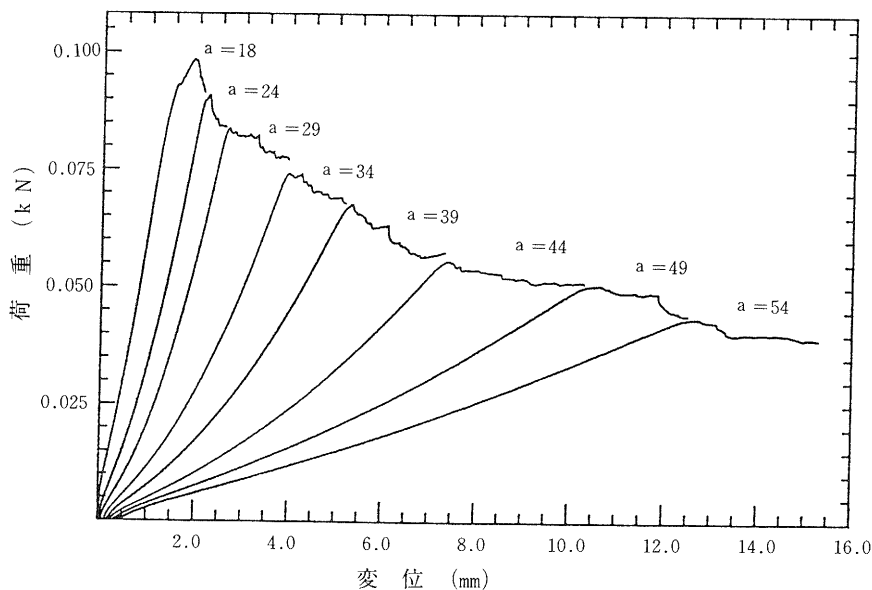


図7 S-63（一方方向CFRP）のモードIのデラミネーションパターン

表 4 一方向CFRP層間破壊靱性値 G_{IC} の比較

マトリックス樹脂	G_{IC} (J/m ²)	備 考
ウルテム	1,390	
S-63	1,250	
エポキシ	800	
PEEK	1,400	文 献 6
PPS	1,360	
P S	650	
エポキシ	110	
ビスマレイミド (BMI)	320	文 献 7
BMI+ウルテム (13%)	590	

3-6 衝撃強度

破壊靱性同様、もろいエポキシ樹脂に対して熱可塑性樹脂をマトリックスとして複合化したものについては衝撃強度にも優れていると考えられる。S-63、ウルテムとも表5に示すようにエポキシ樹脂に比べ高いシャルピー衝撃強度を示している。また破断面を見てみると（図8）、エポキシ樹脂マトリックスでは炭素繊維の圧縮破壊をしているのに対して、他の二つは曲げ試験の引っ張り側のように繊維の引き抜きを伴った破壊様式になっている。これは、エポキシ樹脂には伸びが少なくもろいため、エネルギーが分散しにくく亀裂が一方向に進展して行くが、他の二つは伸びがあるためにエネルギーの分散が起こり、亀裂の進展が一箇所に集中しにくいためであると考えられる。

表 5 マトリックスの違いによる衝撃強度の比較

マトリックス樹脂	ウルテム	S-63	エポキシ (No.2500)
シャルピー 衝撃強度 (kJ/m ²)	128.3	143.5	87.8

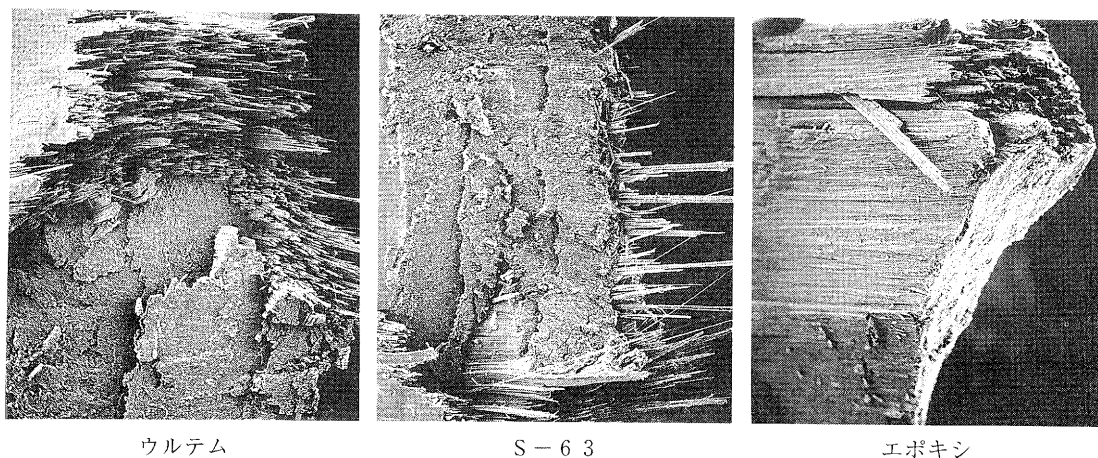


図8 シャルピー衝撃試験後の破断面 (×40)

4. ま と め

この研究では樹脂溶液による湿式含浸法によって、耐熱性のある熱可塑性ポリイミド系樹脂をマトリックスとするCFRTPの開発に成功した。このCFRTPは一般のエポキシ樹脂マトリックスCFRPに比べ耐熱性、力学的性質とも優れていることが分かった。特に破壊靱性については熱可塑性樹脂の特性を活かした高靱性CFRTPになっていることが確認できた。

謝 辞

本研究について御指導いただいた木村良晴研究参与(京都工芸繊維大学教授)に深謝します。また試料およびデータの一部を提供していただいた新日本理化株式会社に感謝します。

本研究は、技術開発研究費補助事業(広域共同研究)の一環として行った。

[参考文献]

- (1) 南雲 隆, 坂井英男: “耐熱高靱性熱可塑性複合材料の開発”, 日本複合材料学会誌, **15**, 5, p 194~200 (1989).
- (2) 山口泰弘, 吉田幹根: “熱可塑性樹脂系複合材料成形法に関する基礎研究”, 三菱重工技報, **27**, 6, p 584~553 (1990).
- (3) L.A.CARLSSON, R.B.PIPERS: “高性能複合材料の実験的評価”, 第13章, 古今書院 (1990).
- (4) JIS K7074: “炭素繊維強化プラスチックの曲げ試験方法 解説”
- (5) 松井醇一: “炭素繊維の展開と評価方法”, p 105, リアライズ社 (1989.2).
- (6) 升谷正宏: “熱可塑性プラスチックをマトリックスとする高性能複合材料について” 日本複合材料学会誌, **11**, 1, p 7~15 (1985).
- (7) H.D.STENZENBERGER, W.ROMER, M.HERZOG, P.KONIG: “Toughened Bismaleimids”, 33rd International SAMPE Symposium, 1546-1560 (1988).

フッ素化合物のプラズマ重合膜に関する研究

技術第二科 中村 吉紀
株式会社 I . S . T 丹田 久嗣

あらまし：新しい機能性の有機薄膜を得る目的で、5種類のフッ素化合物のプラズマ重合を行い、重合条件と成膜状態との関係を調べた。そして、比較的成膜状態の良いものについて、硬度、基材との接着性、ぬれ性、摩擦特性などの物性評価、およびFT-IR、ESCAによる構造解析を行った。その結果、プラズマ重合膜は良好な力学的性質を有するが、フッ素系樹脂膜に特有なはっ水性や滑り性は低いことが明かとなった。重合体の構造は、架橋、枝分かれ、二重結合、フッ素あるいは酸素を含む置換基、などが存在する複雑な構造であると考えられた。また、従来の湿式コーティング法によるフッ素系樹脂膜との比較を行い、構造と物性との関係についても考察した。

1. ま え が き

プラズマ重合法は新しい有機薄膜の気相合成法として注目されている。これまで数多くの重合性、非重合性の化合物が用いられてきており、フッ素化合物についてもテトラフルオロエチレン (TFE) を中心に研究されている¹⁾。機能的には気体分離膜²⁾あるいは液体分離膜³⁾としての性能が調べられている。

本研究では、新しい機能性の有機薄膜を得る目的で、まず始めにポリイミドフィルム上で各種のフッ素化合物のプラズマ重合を行い、いくつかの重合条件下で成膜状態を調べた。次に、各化合物について成膜状態の比較的良いものを選び、鉛筆硬度、セロテープ剥離、接触角、摩擦係数などの物性評価、およびFT-IR、ESCAによる構造解析を行った。また、湿式法で作製したPTFE膜との比較から、構造と物性との関係についても考察を試みた。

2. 実 験

2-1 プラズマ重合

成膜装置：プラズマ重合装置 (サムコインターナショナル研究所、Model PD-2)

基 材：ポリイミドフィルム (ユーピレックス50S、宇部興産)

モノマー：

HFB ヘキサフルオロベンゼン (C_6F_6 , bp 81°C、東京化成工業)

PFS 2, 3, 4, 5, 6-ペンタフルオロスチレン ($C_6F_5CH=CH_2$, bp 140°C、同)

HFIA アクリル酸 1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロイソプロピル

($CH_2=CHCOOCH(CF_3)_2$, bp 74°C、同)

CTFE クロロトリフルオロエチレン ($CClF=CF_2$, bp -28.4°C、Aldrich Chemical)

D F E 1, 1-ジフルオロエチレン (C_2F_4 , bp -83°C 、同)

重 合 条 件:

R F 電 源 13.56 MHz

電 極 容量結合型内部電極 (平行平板型)

電極間距離 17 mm

基 板 径 100 mm ϕ

基板温度 $20 \pm 3^\circ\text{C}$

放 電 電 力 5 ~ 150 W

処 理 時 間 ~ 30 分

圧 力 0.04 ~ 0.5 Torr

ステンレス製の基板 (下部電極) 上にポリイミドフィルム ($100 \times 100 \text{ mm}$) を置き、両端をスライドガラスで押さえた。一旦 5×10^{-5} Torr 以下に減圧した後、モノマーガスを導入し、所定の圧力と電力で特に断らない限り30分間重合を行った。

2-2 物 性 評 価

作成したプラズマ重合物について、成膜状態の観察を行った。次に、項目(1)(2)により、膜硬度および基材との接着性を調べた。さらに、成膜状態の良いものについては、項目(3)~(7)による評価も行った。

(1) 鉛 筆 硬 度

鉛筆引っかき試験機 (安田精機、553型) を用い、角度60度、荷重0.5 kg f (4.9 N) で重合膜上を速度0.5 mm/sec で約5 mm走らせた。この操作を5回行い、4回以上膜が剥離しなかった場合を膜の平均的硬度とした。剥離の判定には光学顕微鏡を用いた。

(2) セロテープ剥離

市販のセロテープを重合膜に十分接着させて剥した時に、重合膜が基材から剥離する度合を次の4段階で評価した。

- ◎ 全面でまったく剥離しなかった場合.
- 中心部は剥がれず周辺部がいくらか剥離した場合.
- △ 部分的に剥離した場合.
- × 全面で剥離した場合.

(3) 表面粗度および厚さ

表面粗さ計 (ランク・テラーホブソン、タリサーフ6型) を用い、表面粗度は重合膜上の任意の3点を測定し平均した。また、厚さはスライドガラス上に作成した重合膜の有無による段差を利用して測定した。

(4) 表 面 抵 抗

表面抵抗計 (三菱油化、Hilester) を用い、電圧500 V、応答時間10秒で3回測定した。

(5) 接 触 角

重合膜上に $5 \mu\text{l}$ の純水をゆっくり前進で滴下し、マイクロウォッチャー (三菱化成、V S - 20 S) を用い真横から50倍の拡大写真を撮影した。得られた写真の作図により接触角を求めた。

(6) 摩擦特性

表面性試験機（Heidon、T Y P E 14 DR）の試料台に、50×30mm大の試料片をセットした。ボール型圧子（S U S 製、10mm ϕ ）を試料面に接触させ、速度100mm/min で移動した時の動的摩擦係数を測定した。1 試料片につき5箇所測定し平均値を求めた。

2-3 構造解析および形態観察

(1) F T - I R

フーリエ変換赤外分光分析装置（島津製作所、F T - I R 4200）を用い、スライドガラス上に堆積した重合物をかきとり、K B r 錠剤法により測定した。

(2) E S C A

X線光電子分光分析装置（アルバックファイ、Model 5400）を用い、F/C、O/C比の算出と、C 1 s ピークの波形分離を行った。帯電補正はF 1 s ピークが689.3 eV になるように補正した。

(3) S E M

走査型電子顕微鏡（日立製作所、S - 650）を用い、重合膜表面の形態を調べた。特に粒状析出物の有無、ピンホールの有無、および平滑性に注目して観察した。

表1 フッ素系プラズマ重合物の成膜状態と膜の性質

モノマー	圧力 (Torr)	電力				
		5 W	10 W	25 W	50 W	150 W
ヘキサフルオロペンゼン (HFB)	0.004	膜, 1.2 μ , HB, Δ				
	0.05	膜, 4 μ , H, $\times$				
	0.1				膜, 7 μ , 2H, $\times$	膜 8 μ , 2H, $\times$
2,3,4,5,6-ペンタフルオロエチレン (PFS)	0.004	膜, 0.5 μ , 2H, $\odot$				膜 0.3 μ , 2H, $\odot$
	0.05	膜(粉), 5 μ , B, Δ				
	0.1	粉 ^a				
アクリル酸1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロピル(HFIA)	0.05	膜, 1 μ , HB, $\circ$		膜, 1 μ , 3H, Δ		
	0.1	膜, 2.1 μ , H, $\circ$		膜, 3 μ , 2H, Δ	膜(粉), 2 μ , 4H, Δ	
クロロトリフルオロエチレン (CTFE)	0.1		膜, 0.9 μ , B, $\times$			
	0.3		膜, 0.7 μ HB, $\times$			
	0.5					
1,1-ジフルオロエチレン (DFE)	0.06		膜, 0.5 μ , 3H, $\circ$			
	0.1		膜, 3.5 μ , 3H, $\odot$		膜(粉), 0.3 μ , 4H, $\odot$	
	0.3		膜, 0.5 μ , 3H, $\odot$		膜(粉) ^b , 0.8 μ , 4H, Δ	

注1 成膜状態、膜厚、鉛筆硬度、セロテープ剥離の順に記した。

成膜状態のうち、膜（粉）は粉体を含んだ膜が生成したことを意味する。

セロテープ剥離……… $\odot$ または $\circ$ ：剥離なし、 Δ ：部分剥離、 $\times$ ：全面剥離（本文参照）。

注2 重合時間は30分（ただし、aは3分、bは6分）。

3. 結果と考察

3-1 重合状態と重合膜の性質

5種類のフッ素系モノマーについて、重合条件と重合物の状態との関係を表1に示す。電力、圧力、モノマー流量などの重合パラメータの変化によって、重合物の形態がどのように変化するかを表したプラズマ重合特性図が、エチレン⁴⁾やエタン⁵⁾などで知られている。本研究の場合にも、条件によって均一な膜から完全な粉体まで、種々の状態のものがポリイミドフィルム上に生成した。全般的に圧力あるいは電力が低い程成膜しやすい傾向にあった。

次に膜状の形態を示したものについて、簡単な評価を行った。重合膜の鉛筆硬度は膜自身の硬さだけでなく、膜厚および基材との接着力にも依存すると考えられるので、鉛筆硬度とセロテープ剥離の二種類の試験により、成膜状態のおおよその評価は可能であると考えられる。表1に示すようにモノマー種により、また重合条件によって膜性能は大きく異なった。DFEとPFSでは、鉛筆硬度、セロテープ剥離ともに優れた膜が生成した。HFIA、HFBではセロテープ剥離が低下した。またCTFEでは強い膜構造とはならなかった。小数の例外を除くと、膜厚は圧力が高くなる程大きくなったが、電力による変化は小さかった。また、CTFE以外では、30分重合後の膜厚が薄い程、言いかえると重合速度が遅い程、均一で硬度が高く接着力に富んだ膜が形成される傾向にあった。

各モノマーの重合膜の中で比較的成膜状態の良いものについて、さらに物性評価および構造解析を行った。物性の結果を表2に示す。DFEおよびPFS膜は、サブミクロンの薄膜にもかかわらず、湿式コーティング法によるPTFE膜と同等かそれ以上の硬度と接着性を示した。特にDFE膜が優れていた。今回、各モノマーに対する重合条件の最適化は行わなかったが、適当な条件を選べば、各モノマーについて良好な膜が得られる可能性も残されている。

表2 フッ素プラズマ重合膜の物性

モノマー	重合条件		鉛筆硬度	セロテープ剥離	厚み μm	表面粗さ、μm		表面抵抗 Ω	接触角 deg	摩擦係数
	Torr	W				Rz	Rmax			
ヘキサフルオロベンゼン (HFB)	0.004	5	H B	△	1.2	0.20	0.86	>10 ¹²	85	0.19
ペンタフルオロスチレン (PFS)	0.004	5	2 H	◎	0.5 ^c	0.21	1.00	〃	84	0.15
アクリル酸ヘキサフルオロイソプロピル (HFIA)	0.1	5	H	○	2.1	0.21	1.35	〃	89	0.49
クロロトリフルオロエチレン (CTFE)	0.1	10	B	×	0.9	0.17	1.03	〃	96	測定時 に剥離
ジフルオロエチレン (DFE)	0.06	10	3 H	○	0.5>	0.21	1.24	〃	78	0.25
	0.1	10	3 H	◎	3.5	0.25	1.19	〃	76	0.21
	0.3	10	3 H	◎	0.5 ^b	0.29	1.19	〃	81	0.41
	0.1	50	4 H	◎	0.31	0.21	0.93	〃	79	0.20
	0.3	50	4 H	△	0.8	0.22	1.23	〃	76	0.17
PTFE ポリイミドフィルム			H~2 H —	◎ —	5~6 ^c —	0.24 0.08	1.37 0.67	〃 〃	131 75	0.03 0.16

注1 重合時間は30分（ただし、aは6分）

注2 膜厚はスライドガラス上での測定値（ただし、bはフィルム上で、またcはダイヤルゲージで測定した）。

注3 PTFEはポリイミドフィルム上にPTFEをコーティングしたもの。

表面抵抗性はいずれも $10^{12}\Omega$ 以上であり、各々の差は不明であった。ポリイミドフィルム上の PTFE 膜の水に対する接触角は131度であるのに対して、重合膜のそれは76~96度とかなり小さく、表面のぬれ性に大きな差が認められた。PTFE 膜と重合膜の表面粗さには大きな差がないことから、この差は表面の化学構造の違い—例えば極性基の存在など—に起因していると考えられる。同様に、重合膜の摩擦係数も0.2~0.5と、PTFE 膜の0.03に比べてかなり大きかった。これについても表面のフッ素量などの化学構造上の違いが考えられる。

3-2 重合膜の分析

(1) IR

各種重合膜の代表的な IR スペクトルを図1に示す。これらの結果は以前に報告されている TFE⁶⁾ や DFE⁷⁾ のプラズマ重合物の IR スペクトルと良く一致した。すなわち、いずれの重合膜にも $1100 \sim 1400\text{cm}^{-1}$ に CF_2 、 CF_3 基の C-F 伸縮振動による吸収が、また $1620 \sim 1750\text{cm}^{-1}$ には F 置換、あるいは未置換の二重結合に基づくと考えられる吸収が認められた。PTFE には存在しない 3450cm^{-1} 付近の水酸基のピークもすべての重合膜にみられた。さらに、各モノマーの構造に由来する特徴的な吸収としては、HFIA では 1780cm^{-1} 付近にエステル基が、またビニルモノマーのうち、PFS と HFIA では 2950cm^{-1} 付近にメチレン基の吸収が認められた。一方、ビニルモノマーでも DFE 膜ではメチレン基の吸収は極めて小さく、架橋やフッ素の転移などによる大きな構造変化が起ったと考えられる。

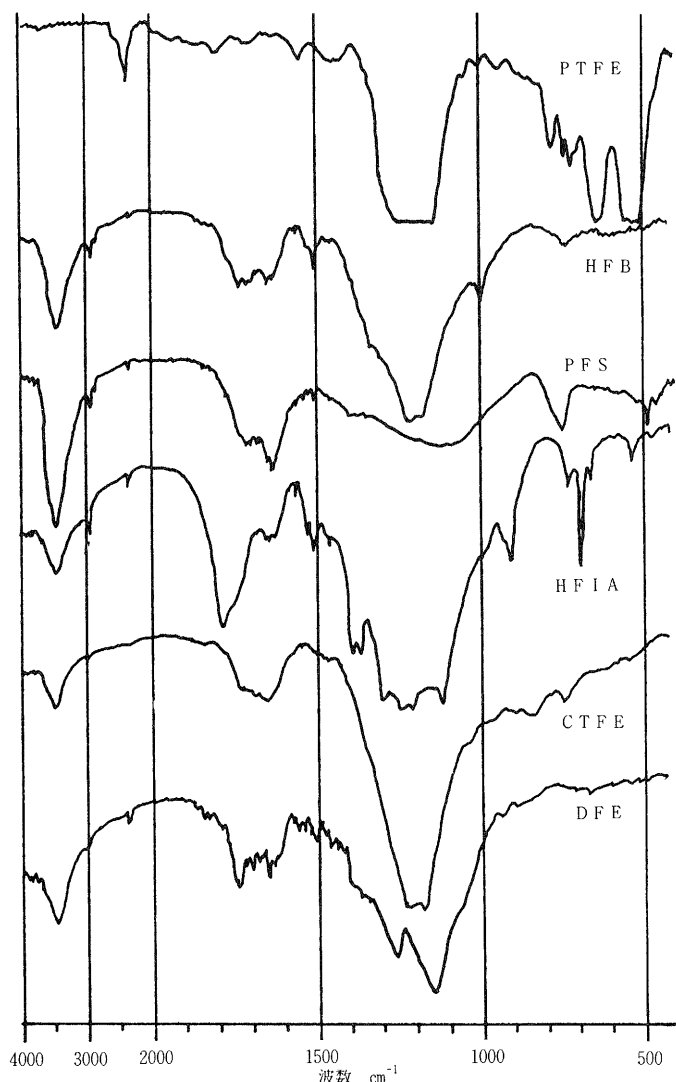


図1 フッ素系プラズマ重合膜の赤外吸収スペクトル

PTFE : ポリテトラフルオロエチレン
HFB : ヘキサフルオロベンゼン
PFS : 2,3,4,5,6-ペンタフルオロスチレン
HFIA : アクリル酸1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロスチレン
CTFE : クロロトリフルオロエチレン
DFE : 1,1-ジフルオロエチレン

注) 重合条件は表3と同じ。

各種プラズマ重合膜の表面の化学組成を表3に示す。PTFEとポリフッ化ビニリデン (PVdF) を比較試料とした。いずれの重合膜においてもF/Cはモノマーのその約1/2であった。表面酸素濃度は、モノマー中に酸素を含まない重合膜においても、O/Cで0.1~0.2と高かった。Nakajimaら⁸⁾はTFEのプラズマ重合物のESCA分析を行い、F/Cは0.8~12であり、O/Cは0.4~3.2×10⁻²であると報告している。今回の結果を彼らの結果と比較すると、F/Cはいずれもモノマーの約1/2であり、類似した結果が得られた。フッ素の減少はモノマー中のフッ素がプラズマ放電中にF・、HF、F⁺、等の形で脱離したためと考えられる。Nakajimaらは、少量の表面酸素の原因として残存ラジカルによる酸化反応をあげている。今回、酸素濃度が高かった原因としては、残存ラジカル以外に、重合時の反応槽中の残留酸素の影響なども考えられる。

モノマー	重合条件		F/C (モノマー)	O/C (モノマー)
	圧力(Torr)	電力(W)		
ヘキサフルオロベンゼン (HFB)	0.004	5	0.50 (1.0)	0.19 (0)
2,3,4,5,6-ペンタフルオロスチレン (PFS)	0.004	5	0.19 (0.63)	0.15 (0)
アクリル酸1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロピル (HFIA)	0.1	5	0.50 (1.0)	0.21 (0.33)
クロロトリフルオロエチレン (CTFE)	0.1	10	0.71 (1.5)	0.13 (0)
1,1-ジフルオロエチレン (DFE)	0.1	10	0.51 (1.0)	0.09 (0)
PTFE			1.84 (2.0)	0.11 (0)
PVdF			0.58 (1.0)	0.23 (0)

C1s ピークはモノマーの種類によって違ったパターンを示した(図2)。フッ素置換ベンゼン環を有する HFB、PFB では低結合エネルギー側の炭素が主体であった。一方、HFA では CF₃ の高結合エネルギーピークが特徴的に現われており、また 4 置換エチレン構造を有する CTFE では、他のものと比べて相対的に高結合エネルギー側のピークの割合が大きかった。

① C F ₃	~294 e V
② C F ₂	~292 e V
③ C F, C=O, C O O	287.5~289.5 e V
④ C H ₂ - C F, C - O	~287 e V
⑤ C H ₂	~284.5 e V

D F E のプラズマ重合膜を P V d F と比較すると、後者では $-(C F_2-CH_2)_n-$ の両炭素②、④がほぼ等しい強度で現れたのに対して、前者では高結合エネルギー側のピークが小さくなっており、フッ素置換度の高い炭素が減少し、逆にフッ素置換度の低い炭素が増加したことを示している。また、① $C F_3$ ピークが出現したことから、フッ素の脱離や転移が起きていることが分かる。

T F E のプラズマ重合物の構造として図 3 のようなモデルが提案されている⁶⁾。D F E 膜をはじめ今回作成したフッ素系重合膜も、 $C F$ 、 $C F_2$ および $C F_3$ の構成単位の他に、二重結合や枝分かれ構造、また進んだ架橋構造を有しており、さらには酸素官能基を含むなど、その化学構造は相当複雑であると考えられる。このような構造が原因で、表面のぬれ性や摩擦特性などの点で、直鎖状高分子である P T F E とは全く異なった物性を示したものと考えられる。

(3) 重合膜表面の形態

D F E の重合膜表面の S E M 観察を行った。目視では均一な膜であったが、図 4 に見られるとおり膜中および膜表面に $0.2 \sim 1 \mu m$ の微小な粒子が認められる。図 4 の(B)、(E)のように膜厚が大きく、従って重合度が大きいと考えられる条件ほど、粒子が多く存在した。反対に重合速度が小さく、30分の重合では $1 \mu m$ 以下の薄膜を生成する条件下では、粒子が少なくなり均一に成膜していることが分かった。このようなプラズマ重合膜における粒子の存在はよく知られており、次のように説明されている⁹⁾。即ち、重合速度が大きいと、重合体は気相で急速に成長し、重力に抗しきれず落下し膜中に粒子となって取り込まれる。一方、重合速度が小さい場合は、成長しきらないうちに基板に衝突し薄膜を形成する。

今回の実験でも、電極間において気相中での重合が観測されたことや、上述の重合条件下で T F E の重合速度が大きいことが知られていることから⁸⁾、提案されているような機

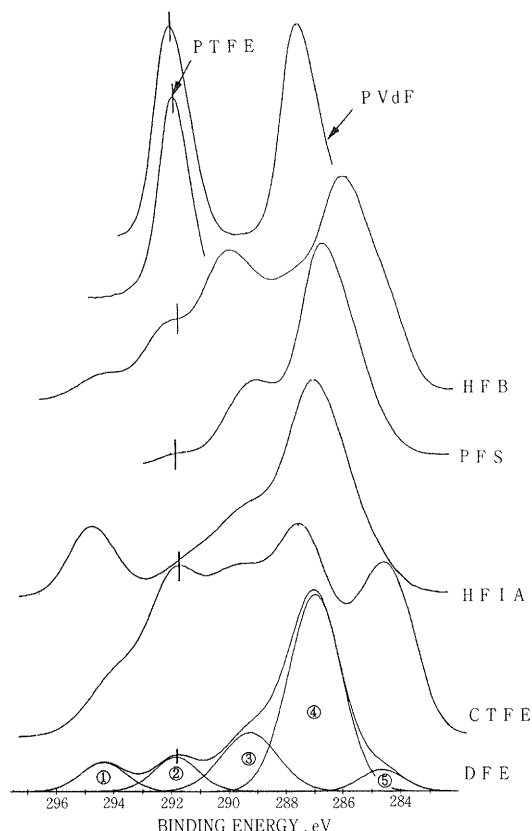


図 2 フッ素系プラズマ重合膜の E S C A (C 1 s) スペクトル

P V d F : ポリフッ化ビニリデン
P T F E : ポリテトラフルオロエチレン
H F B : ヘキサフルオロベンゼン
P F S : 2,3,4,5,6-ペンタフルオロスチレン
H F I A : アクリル酸1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロピル
C T F E : クロロトリフルオロエチレン
D F E : 1,1-ジフルオロエチレン
注) 重合条件は表 3 と同じ。

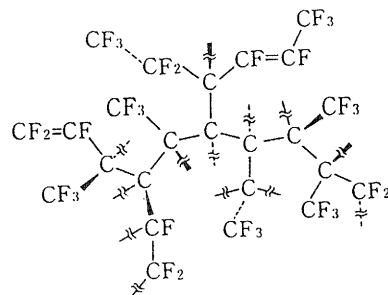
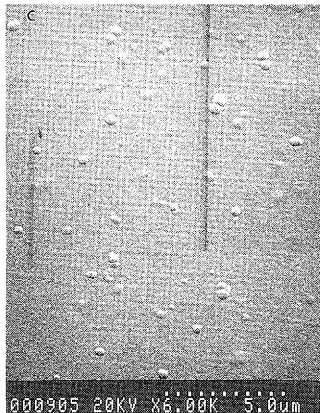
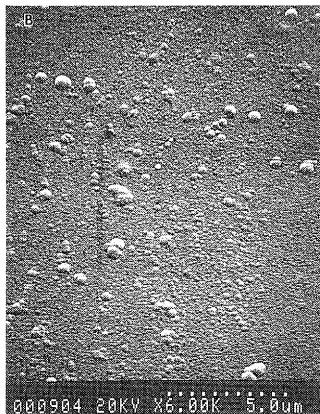


図 3 テトラフルオロエチレンのプラズマ重合物のモデル構造⁶⁾

で成膜したものと考えられる。

なお、プラズマ重合膜の特徴の一つとして、ピンホールフリーの膜が生成することがあげられる。今回のD F E膜の場合も、粒子の有無にかかわらずピンホールは認められなかった。このことは予備的に行った硫酸水溶液の浸漬実験とそれらの表面観察からも裏付けられた。



	重 合 条 件			膜 厚
	Torr	W	min	μm
A	0.06	10	30	0.5>
B	0.1	10	30	3.5
C	0.3	10	30	0.5
D	0.1	50	30	0.3
E	0.3	50	6	0.8

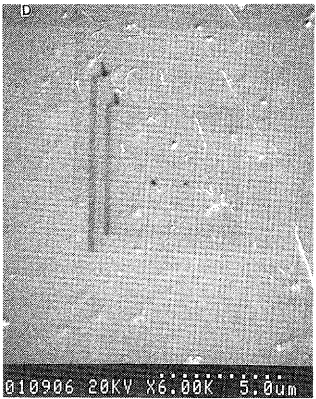


図4 1, 1－ジフルエチレン（D F E）のプラズ重合膜の表面状態

4. ま と め

5種類のフッ素化合物をモノマーとして、ポリイミドフィルム上にプラズマ重合膜を作成し、成

膜状態および膜表面の観察、物性評価、および構造解析を行った。

- (1) モノマーの種類や重合条件により、均一な膜、粉体を含んだ膜、あるいは粉体が生成した。そのうち1, 1-ジフルオロエチレン (DFE) が均一性、硬度、および基材との接着性に優れたフッ素含有薄膜を与えた。薄膜は重合条件によってサブミクロンから数ミクロン (30分間重合) まで変化し、かつピンホールフリーであった。
- (2) テトラフルオロエチレン (テフロン) 膜と同じか、より硬い膜が得られたことから、従来のフッ素樹脂コーティングで問題であった物理的強度を向上させうる可能性がある。
- (3) しかしながら、今回のプラズマ重合膜は、はっ水性と滑り性が低く、これらをフッ素樹脂の延長上で評価するならば不十分であった。しかしながら、プラズマ重合条件を選ぶことによって、フッ素の脱離と酸素の導入を抑制することができれば、これらの性能をある程度改善することは可能であろう。
- (4) 生成した膜をFT-IR、ESCAで分析した。モノマー種や重合条件によって差が認められたが、全体としてフッ素の脱離・転移、酸素官能基の導入が起こっており、骨格では架橋、枝分かれ、二重結合などが存在する複雑な構造であると考えられる。
- (5) DFEのプラズマ重合膜中には1 μm 以下の微小な粒子が取り込まれており、他のプラズマ重合と同様の成膜現象が起こっていると考えられる。
- (6) フッ素系の膜について、従来のコーティング法とプラズマ重合法の比較を表4に示す。

表4 コーティング法とプラズマ重合法によるフッ素系膜の比較

方法 \ 項目	方 式	成 膜 温 度	厚 さ	組 成
プラズマ重合法	乾 式	常 温	サブ μ ～	不 定
コーティング法	湿 式	高 温 焼 式	μ ～	一 定

謝 辞

本研究についてご指導いただいた木村良晴研究参与 (京都工芸繊維大学教授) に感謝します。

【参考文献】

- (1) 長田義仁ら：プラズマ重合，東京化学同人，p 85～98 (1986)。
- (2) 寺田一郎，梶山千里，原口俊幸：日本化学会誌，10，1899 (1985)。
- (3) 鮫島俊一：第1回次世代産業基盤技術シンポジウム予稿集，37 (1983)。
- (4) H.KOBAYASHI, M.SHEN, A.T.BELL, J.Macromol.Sci.,Chem., **A 8** (2) 373 (1974)。
- (5) H.HIRATSUKA, G.AKOVALI, M.SHEN, A.T.BELL, J.Appl.Polym.Sci., **22**, 917 (1978)。
- (6) K.HOZUMI, K.KITAMURA, T.KITADE, Bull.Chem.Soc.Jpn., **54**, 1392 (1981)。
- (7) Y.OKADA, Thin Solid Films, **74**, 69 (1980)。
- (8) K.NAKAJIMA, A.T.BELL, M.SHEN, M.MILLARD, J.Appl.Polym.Sci., **23**, 2627 (1979)。
- (9) (1)と同，p 35，108。

デザイン手法化に関する研究（第四報）

ー デザイン開発における三次元手法に関する研究 ー

技術第二科 野上 雅彦

あらまし：コンピューターの普及に伴い、デザイン分野でのその利用も各方面ですすめられている。中小企業へのフィードバックを前提とした、パーソナルコンピューター（以下P C）ベースでの研究と共に、エンジニアリング・ワークステーション（以下E W S）上で三次元C Gソフトウェアを用いた研究も進めている。

本年度では、P C二機種（P C 9 8、Macintosh）とE W Sの効果的な複合利用環境の構築を行った。データ転送については、イーサネットによるオンライン接続を使用する以外、三機種間共通のデータ転送は困難である。データフォーマットの互換性については、アプリケーションの汎用性の高いフォーマットへの対応を確認する必要がある。

1. ま え が き

今日、C A Dの普及には著しいものがあり、デザインの分野においても様々な分野での利用が拡大されつつある。消費者ニーズの多様化により多品種少量生産が要求される今、デザイン作業の合理化のためのみならず、コンピューターの利用により初めて可能となる創造や表現こそ、これから推し進めていくべき課題であると思われる。当センターでは、デザイン手法の高度化を進めながら、県内中小企業への導入を促進していく。

当センターでは昨年度までN E CのP C 98とI B Mの汎用計算機を用いて研究を進めていた。今年度からは汎用計算機に変わり、おなじくI B MのU N I X・E W Sマシンと、あらたにアップル社のマッキントッシュコンピューターを導入した。これにより現在、またこれからしばらくの間は主流であり続けられると思われるO Sである、M S - D O S / M S - Windows、MacOS（System 7）、UNIX / X-Windowの三種がそろった。

近年、デザイン業界においてアップル社のマッキントッシュコンピューター（以下M a c）が急速に普及し、業界の標準機となった感がある。基本的な操作の修得が容易なことと、非常に優れたアプリケーションが豊富にそろっていること、最終出力の環境が整備されていることなどがその主な理由である。M S - D O Sマシンにおいては、M S - Windowsの発展でプラットフォームは整備されたが、日本においてはアプリケーション待ちの状態である。U N I X / X-Windowは、高い計算能力を持つE W Sの標準O Sとしての地位を確立し、その強力なネットワーク機能とあいまって最も注目されている。本年度では、上記の異機種、異なるプラットフォームでの複合利用環境の構築を行い、その報告を行う。

2. 機器構成

機器構成を図－1に示す。

図1 機器構成

機 種	O S	ハードウェア環境	ソフトウェア	用 途
EWS* I B M R S 6000 530/320 H	U N I X (A I X) X - W i n d o w	C P U P O W E R (R I S K 25M) R A M 64/32M B H D D 1200/640M B C R T 19inch (1280×1024×24bit)	AliasDesinger C A E D S	三次元C G 三次元C A D 構 造 解 析
P C* Apple Macintosh IIfx	M a c O S (S y s t e m 7)	C P U 68030 (40M) R A M 20M B H D D 300M B C R T 17inch (1152×870×24bit)	FreeHand/Illustrator Photoshop PageMaker Director	フルカラーグラフィク ス、D T P、D T P R
P C N E C P C-98X L 2	M S-D O S M S-Windows	C P U 80386 (16M) R A M 9.6M B H D D 180M B C R T 17inch (1024×768×8 bit)	Designer PageMaker Hyper彩子	フルカラーグラフィク ス、D T P

*平成3年度導入

3. 各機種について

P Cでは、計算能力が向上したとはいえ、複雑な三次元処理をするには速度の点で実用的とはいえない。逆にEWS側もアプリケーションの種類・価格などの点で、多様な目的に柔軟に対応できない点がある。そこでそれぞれの利点を活かした複合利用環境を構築する。

3-1 P C98

一般企業とのインターフェイスの機能を受け持つ。豊富なM S - D O S ベースのソフトウェアが資産であるが、その互換性は低く、フルカラー化や大画面化になると汎用的なハードウェアが整備されておらず、専用機となりやすい。M S - W i n d o w s の登場、発展によってその問題は解決された。しかし、日本においてはアプリケーションが不足しており（特にビットマップグラフィクス系）、ようやくプラットフォームが整備された状態である。

3-2 Macintosh

デザイン業界とのインターフェイスの機能を受け持つ。M S - W i n d o w s より歴史の古い分ハードウェア、ソフトウェアとも整備されている。しかし、O S レベルでは弱点も目に付く。操作においては、取っ付きやすい半面、キーボードによる操作は補助的にしか考えられていないため、習熟による操作速度の向上の限界は低い。また、M S - W i n d o w s に比べてマルチタスクの機能の弱さが目立つ。しかし、非情に優れたアプリケーションの豊富さ、データを印刷原稿にそのまま使用可能な環境、マルチメディア機能の充実、ネットワークへのO S レベルでの対応などその長所は数多い。

3-3 EWS

三次元モデリングなど複雑な計算処理を担当する。高い計算能力と、マルチユーザー、完全なマルチタスク環境が得られる。U N I X / X - W i n d o w のネットワークは強力で、イーサネット、リモートホスト、ネットワークファイルシステムなどの機能が標準で装備されている。

4. データ転送の問題点

システムを構築するにあたり、第一の問題点はデータ転送の方法である。その方法は大きく二つ考えられる。ひとつはフロッピーディスクなどの媒体を通じての方法であり、もうひとつはオンラインにより転送する方法である。

まず媒体を用いた方法であるが、コストや設備の容易さの面では優れている。媒体として考えられるものに、フロッピーディスク、光磁器ディスク、テープカートリッジなどがあるが、現在一般的に共通で読み書き可能なものは、フロッピーディスク（3.5インチ）のみである。Macは附属のユーティリティによりIBMフォーマットの読み書きが可能である。（図-2）そのフロッピーディスクも、PC98は1.4MBフォーマットをサポートしていないため、三機種共通のフォーマットは存在しないことになる。フルカラーデータを扱うには、容量的に不足である。今一番期待のかかる光磁器ディスク（3.5インチ）は、MS-DOSマシン内ではフォーマットの共通化が固定しつつあるが（IBMフォーマット）、Macでは混沌とした状況であり、現在のところ共通化の目処はたっていない。

図2 3.5インチフロッピーディスクのフォーマット

	EWS/R S-6000	Macintosh IIfx	PC-98XL2	IBMPC
2HD	1.4MB	1.4MB	1.2MB	1.4MB
2DD	×	720KB	720KB/640KB	720KB

もうひとつのオンラインによる方法である。三機種を接続する方法のひとつに、イーサネットによるネットワークがあるが、コスト・設置の作業などの点を除けばベストの方法である。他の方法として、Macが標準で装備しているローカルトークによる接続、シリアルポートによる接続が考えられる。これらの方法は、コスト、セットアップの容易さなどで優れているが、転送速度の点で不安がある。ここではPC98とMacの二機種間において、ローカルトークとシリアルポートによる接続を試験し、その実用性を報告する。まず、ローカルトークによる接続である。ソフトウェアには、サンマイクロシステムズ社の「TOPS」を使用した。「TOPS」は、分散型のファイル共有ソフトウェアで、EWSでもサンとソニーのNEWSに対応製品が存在する。転送速度は230Kbpsである。セットアップは極めて容易であるが、大容量のファイルを転送するには速度に不足を感じるが、その頻度が少ないのであれば十分使用に耐えられる転送速度である。イーサネットにも対応しているので、転送速度が不足であればスピードアップは可能である。しかしMS-DOS上では、使用メモリーが大きい（クライアントモードで123KB、サーバモードでは190KB）実用に耐えられない。

次にシリアルポートでの接続であるが、技術評論社の「DataCAP」を使用した。高解像度・フルカラーなど、データの大容量化の時代において、シリアルポートでのデータ転送にはやはり無理があった。転送速度は最大で57Kbpsであるが、CPUの性能の低い機種の場合9600bps迄となる。この程度のスピードでは、むしろフロッピーディスク経由でデータを転送する方が

快適である。

結論として、現在のところイーサネット以外では三機種のデータの転送は困難であるといえる。

5. データフォーマットの問題点

物理的なファイルの転送の次に、論理的なデータのフォーマットの違いの問題がある。このフォーマットの違いを、まずテキストデータ、バイナリデータレベルで考える。バイナリデータに関しては、この三OS間では問題なく転送可能である。テキストデータで問題となる点は改行コードの違いで（図－3）変換は容易であり、このレベルでは問題はないと考えられる。

次にグラフィクスデータなどのデータ構造の違いによって、アプリケーション間のデータ互換性が十分でない点である。主なソフトウェアとそのデータの互換性を図－4に示す。

図4 主なソフトウェアとそのデータの互換性

		B i t m a p		D r a w		
		T I F F	R G B	E P S	P I C T	D X F
E W S	Alias Designer	W	R*	×	×	W/R
M a c	Photoshop	R/W	R/W	R/W (Bitmap)	R/W (Bitmap)	×
	Illustrator Freehand	×	×	R/W	R/W	×
P C 98	Designr	R/W	×	R/W	R/W	R/W
	Hyper彩子	×	R/W	×	×	×

*ファイルコンバータを作成

この中で着目した項目は、EWS / AliasDesigner と Mac / Photoshop 間でのビットマップグラフィックデータの互換性である。AliasDesigner は三次元CGソフトウェアで、3Dモデルの表面にイメージデータのマッピングが可能である。Photoshop はイメージスキャナからの入力、データの加工・修正を行なうアプリケーションである。またドローデータであるEPSファイルをラスターライズ化してビットマップデータに変換するなど、様々なデータフォーマットの読み書きが可能のためデータコンバータとしての機能も豊富である。この両者間の読み書きは、AliasDesigner と Mac から Photoshop 方向へのみ可能であったが、この逆方向が可能となることにより Mac に蓄えられたグラフィクスデータのみならず、写真や印刷物として存在するグラフィクスのデータベースを、三次元モデルのテクスチャ表現、ラベルデザインの三次元モデル化などに展開することが可能となる。そこで、RGBベタファイルからAliasDesignerのビットマップファイル形式であるPIXファイルへのコンバータを作成した。各ファイルのフォーマットを図－5に示す。また、このコ

図5 RGBベタファイルとPIXファイルフォーマット

■RGBベタファイル

このベタファイルはRGB各8bitのイメージデータファイル本体と、XYサイズなどをテキスト形式で持つIPRファイルの二つのファイルに分かれる。

1. IPRファイル (テキスト)

Xsize Ysize Xoffset [EOF]

2. RGBファイル (バイナリ)

R	G	B	R	G	B	...
---	---	---	---	---	---	-----

3 byte

■PIXファイル (バイナリ)

このファイルは計10bitのヘッダ部と、24bitフルカラーまたは8bitグレースケールのデータ部からなる。

1. ヘッダ部

Xsize	Ysize	Xoffset	Yoffset	Bit	データ部...
-------	-------	---------	---------	-----	---------

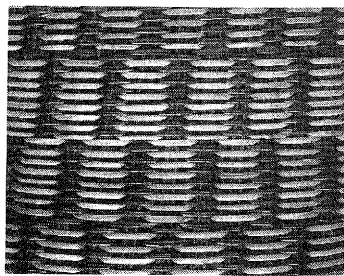
2 byte Bit = 1ピクセルあたりのbit数

2. データ部 (フルカラー)

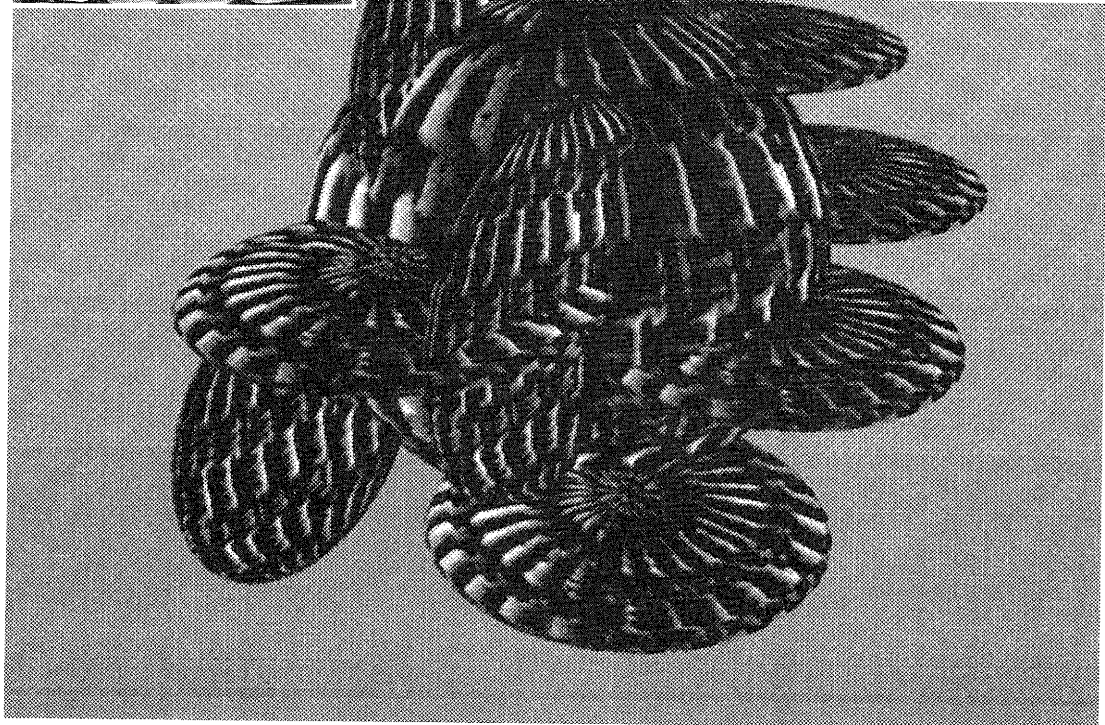
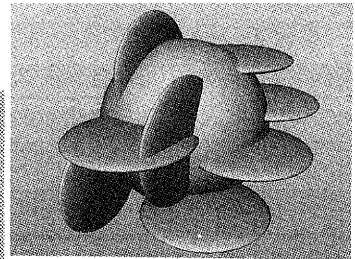
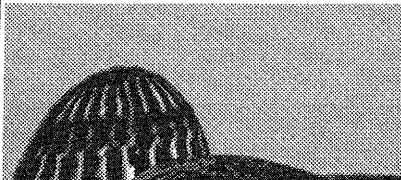
n	G	B	R	n	G	B	R	...
---	---	---	---	---	---	---	---	-----

4 byte n = 繰り返し回数 (最大256)

図6 Macのイメージデータをテクスチャマッピングした例



<竹細工のテクスチャ



ンバータの利用により三次元モデルにMacのイメージデータをテクスチャマッピングした例を図-6に示す。

6. ま と め

EWS (IBM RS/6000)、Mac、PC98という三機種のコピューターについて、異機種・異なるプラットフォームでの複合利用環境の構築をおこなってきた。データ転送については、イーサネットによるオンライン接続を使用する以外、三機種間共通のデータ転送は困難である。データフォーマットの互換性については、現状では十分な状態とはいえない。しかし、互換性の高いデータフォーマットは存在するので (TIFF、EPSF、DXFなど)、アプリケーションの選択の際にはこれらのフォーマットへの対応を確認すべきである。来年度には、イーサネットによるオンライン化を構築し、このシステムの新製品開発への応用を行う。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、御指導、御助言をいただいた濱崎修平研究参与に対し感謝します。

実験レポート

機械部品の平面度・直角度測定装置の試作（第一報）

技術第一科 井上 栄一

あらまし：インラインでの寸法計測は不良品を減らし、製品品質向上の面から大変重要なことであるが手間を要するので、昨今の作業者不足や、コスト低減のために十分に行えない状況であり、測定工程の自動化のニーズは大きい。

本研究では、加工現場における寸法自動計測システムの一構成装置として平面度等の幾何形状および幾何公差を自動測定し、判定する装置の設計、製作をし、装置の基本となる各軸の真直度を調べたところ、今後の幾何形状測定システムで目標とする精度内であった。

1. ま え が き

労働時間の短縮が言われ、人材確保が著しく困難になった今日、中小企業においては以前よりも増して自動化が必要となっている。品質管理上重要なウエイトを占める加工現場における寸法計測についても計測の自動化が望まれている。

平成2年度に行った当所の調査でも、製造工数に占める寸法計測の手間の割合が多く、寸法計測工程の中でも、平面度や直角度の計測自動化を要望する企業が多かった。

そこで今回、1/100mm程度の精度を目標にして、パソコン制御の平面度・直角度測定装置を試作し、基本となる各軸の真直度を調べ試作装置の評価を行った。

2. 試作機の概要と構成装置

2-1 試作機の構成

試作機の全体構成を図1に示す。制御装置には32bitパソコンを使用し、平面度等のデータ解析もこれによって行うこととした。

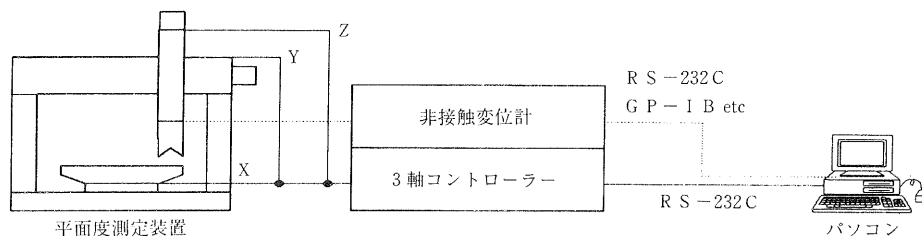


図1 試作機構成図

2-2 測定機本体

本体は、図2のように剛性上有利な固定ブリッジ形のものとした。駆動部には停止時の位置決め精度を高めるため5相ステッピングモータによる位置決めテーブルを用いた。その単体の仕様を表1に示す。

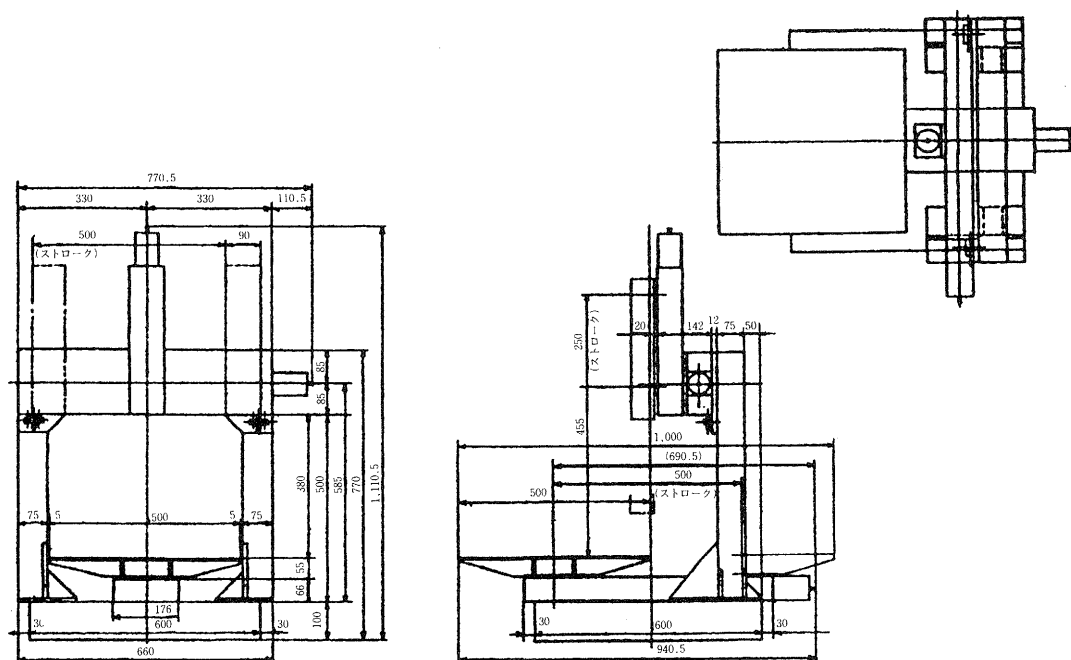


図2 平面度測定装置本体

表1 位置決めテーブル仕様 (単位 μm)

X 軸：位置決め精度	28.2
繰り返し位置決め精度	± 0.5
テーブル運動の平行度	15.0
バックラッシュ	3.9
Y Z 軸：Y 軸位置決め精度	20.8
Y 軸繰り返し位置決め精度	± 0.7
Z 軸位置決め精度	26.8
Z 軸繰り返し位置決め精度	± 0.4
テーブル運動の平行度	10.0
直 角 度	30.0

X 軸：TSL 170-500 A/S 5 E 62	日本トムソン(株)製
Y Z 軸：CTSL 170/90 E 30	日本トムソン(株)製

3. 試作機の精度

試作機では、構造上、位置決めテーブルを横置きに組んだり、アルミのステージが取り付けたりするため、単体の精度ではない。そこで、組み込んだ場合の各軸の精度を測定するため、オートコリメータ（ランク・テラー・ホブソン社製：T A 121）を使用し、傾きの相違から真直度を求めた。⁽¹⁾

3-1 オートコリメータによる測定

X 軸の測定をするため、図3のようにステージの上に反射鏡を置き、リミットスイッチによって静止した位置を原点として10.000mmづつ電動で移動させ静止して数十秒経ってから、その位置での角度変化を記録した。そして、計算によって各測定点での高さの差を求め、測定開始点と最終点を結ぶ直線を基準直線として減じ、基準面からの高さの差を求めた。その結果を図4に示す。

またYおよびZ軸については、Z軸位置決めテーブルに反射鏡取付治具および反射鏡を取り付け、同様な測定を行った。その結果を図5、図6に示す。

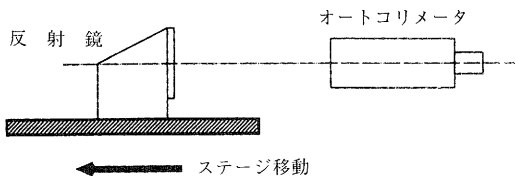


図3 テーブルの真直度測定概要図

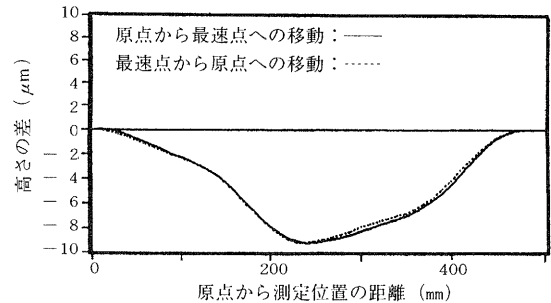


図4 X軸の真直度

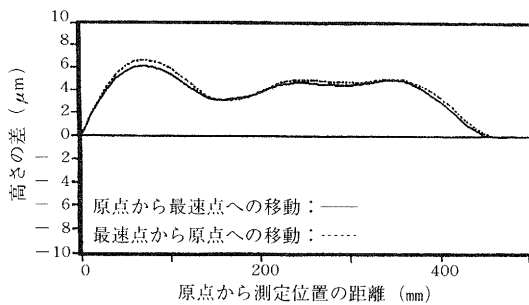


図5 Y軸の真直度

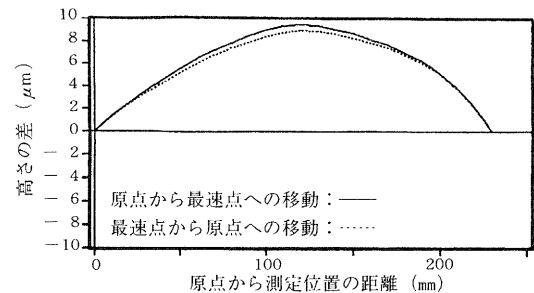


図6 Z軸の真直度

3-2 測定結果考察

X軸にはアルミのステージが取り付けられているため、中央部にたわみが生じる可能性があったが、定盤上に完全に固定されているので、真直度は9μmであった。Y軸は7μmでほぼ中央部が平坦となっている。またZ軸の真直度も9μmで中央部に凸面があることが確認できた。各軸ともほぼ10μm以内の真直度となっており、十分測定装置として使用できると考えられる。

測定時に明らかになった問題は、Z軸の変位計取り付け治具がかなり軽量化を図る必要性があったので、図7のような首の細い形状としたが、Z軸およびY軸の測定時にテーブルを移動した直後はかなりの振動が確認できた。従って、自動測定化に際しては、この振動が減衰するまで十分時間をかけるか、治具の構造を変更する必要があると思われる。

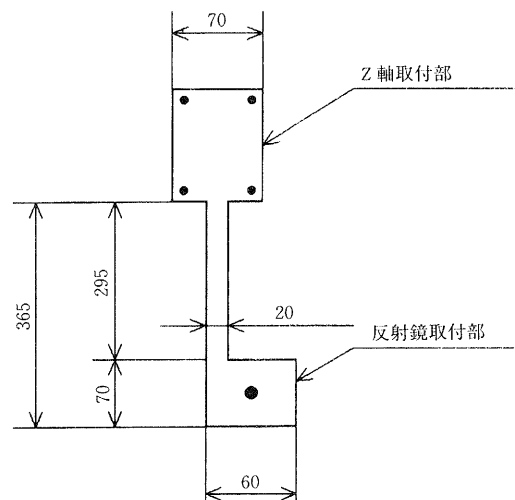


図7 反射鏡取付治具

4. む す び

以上の結果をまとめると、平面度・直角度測定装置の本体を試作し、X Y Z 各軸の真直度測定したところ、各軸の真直度は10 μ m内で、測定装置として十分使用可能である。自動化に際して、1パルスずつの送りは振動が大きすぎ、測定に不適である。また、変位計取り付け治具は振動に考慮した構造変更もしくは、自動運転プログラムでの配慮が必要である。

今後の課題として、実際の製品形状計測に適用する上で変位計の特性の把握や、測定位置決めの自動化、幾何形状判定プログラム等を作成し、作業者に使用し易いシステムの構築を図る必要がある。

〔参考文献〕

- (1) 青木保雄：改訂精密測定(2)，標準機械工学講座，コロナ社，P 358－P 359.

合金鋼へのプラズマ CVD による 硬質被膜の形成に関する研究

技術第二科 西内 廣志 松本 价三良

あらまし：従来、合金鋼（SKH）に熱処理を施した材料が工具等に使用されているが、過酷な使用条件（摩耗、破損）に耐えることが出来ず耐久性のある材料の開発が要求されている。このような要求に応えるために金属材料の表面改質が注目されている。前年度は基材の耐久性の向上を図ることを目的としてプラズマ窒化処理の検討を行った。今回は低温で処理出来るプラズマ CVD 装置を用いて合金鋼への TiN 被膜形成の処理条件の検討を行った。その結果、ガス流量比（ $N_2/TiCl_4$ ）、材質によって TiN 膜の形成が異なることが分かった。

1. はじめに

近年、産業技術の著しい進展とともに産業用各装置や機械部品等に対する高機能化、高性能化の要求がますます強くなってきている。このような要求に応えるために金属材料の表面改質技術が注目されている。過酷な状況で使用される金型、工具への硬質被膜処理として PVD(物理的蒸着法)、熱 CVD (化学的蒸着法) による乾式表面処理方法がある。しかしながら PVD による方法は基材との密着性が弱く、熱 CVD 法は処理温度が $1,000^{\circ}C$ 前後であるため基材の変形等の問題がある。

そこで、PVD よりも密着が良く熱 CVD と比べ $500^{\circ}C$ 前後で低温処理出来る PCVD 法（プラズマ CVD）が注目されている。PCVD 法は主として半導体分野での利用が先行しているが、TiN などの耐摩耗性膜の適用は遅れている。そこで、今回 PCVD の基礎的データの蓄積を図ることを目的として PCVD の処理条件の検討と得られた膜の特性（膜厚、硬さ、組織）について調べた。

2. 実験方法

2-1 供試材

基材にはオーステナイト系ステンレス鋼（SUS 304）および高速度工具鋼鋼材（SKH 51）を用いた。形状は SUS 304 は $25 \times 50 \times 5$ mm、SKH 51 は $30 \times 20 \times 5$ mm である。SKH 51 は HRC 63 の硬さに焼入れ焼き戻しの熱処理を行った。基材はすべてエメリー紙 #600 までの研磨を行った。いずれも PCVD 処理直前にアセトン脱脂（超音波洗浄）を行った。

2-2 PCVD 装置および TiN 膜の処理条件

図 1 に PCVD 装置の模式図を示す。装置

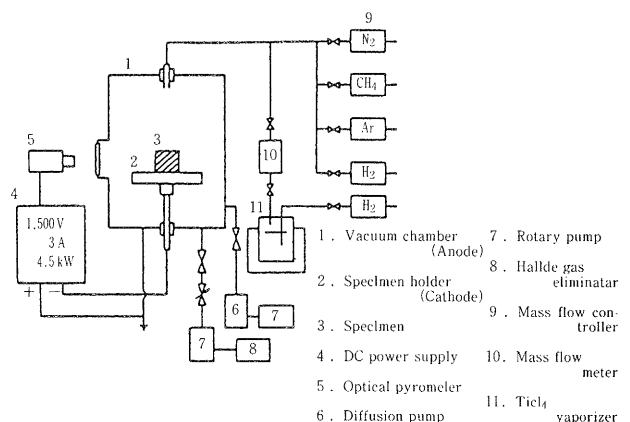


図 1 PCVD 装置模式図

はガス供給系、反応系、真空排気系から構成されている。直流のグロー放電を利用するイオン窒化装置と同様に炉壁を陽極、基材を陰極としてこの間でグロー放電を発生させる。TiN コーティングの原料ガスとして高純度四塩化チタン (TiCl_4)、超高純度窒素 (N_2)、および超高純度水素 (H_2) を用いた。 TiCl_4 は専用のソースタンクを用い10℃の恒温状態で使用した。 H_2 は TiCl_4 バブリング・キャリアガスとして使用した。図2にPCVD 処理工程の模式図を示す。炉体内を 10^{-5} Torr 以下に排気した後、Ar、 H_2 で昇温を行い、表1に示す条件でTiN コーティングを行った。処理後は室温に達するまで H_2 で炉冷した。

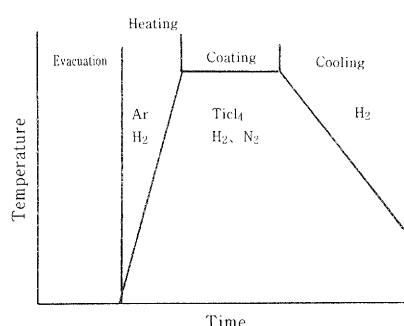


図2 PCVD 処理工程模式図

表1 PCVD 処理条件 (TiN)

条 件	No. 質	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5
材		SUS	sus	SKH	SKH	SKH
ガス流量 mℓ/min	N_2	50	50	50	50	50
	H_2	300	250	250	250	250
	Bubbling H_2	250	100	100	200	250
	TiCl_4	11	11	6	10	12
温 度	(℃)	500	500	500	500	500
圧 力	(10^2 Pa)	1.5	1.3	1.4	1.6	1.7
放電電圧	(V)	1,000	1,300	1,300	1,300	1,300

2-3 TiN コーティング層の評価

(1) 形成相の同定

X線回折装置を用いて、管電圧40 kv、管電流80 mAでCuKα線を使用して処理品の形成相を同定した。

(2) コーティング層の表面および断面観察

TiN 被膜の表面観察は高分解能走査型電子顕微鏡で断面観察は走査型電子顕微鏡で観察した。

(3) コーティング層の厚みおよび表面硬さ

処理後の試験片断面を走査型顕微鏡で観察しTiN 被膜の膜厚を測定した。表面硬さについてはマイクロピッカーズ硬度計で25 g～200 gの荷重で測定した。

(4) 表面分析

TiN 膜の表面分析についてはX線光電子分光分析装置 (ESCA) およびオージェ電子分光分析装置 (AES) で分析した。

3. 実験結果および考察

3-1 形成相の解析

図3に表1の条件で処理したPCVD膜のX線回折図形を示す。No. 1の条件で形成された膜は(200)面の配向性を有するTiN被膜が得られたが、基材のSUSの γ 相が検出された。膜の色調は茶褐色であった。 TiCl_4 の消費量が多かった為、SUSの表面が酸化され良好な膜が得られなかった。No. 2のSUSについては黄色のTiN膜が得られたものの部分的に剝離した。No. 3、No. 4のSKHについては色調がTiN特有の黄金色に近いものが得られ、一部 α 相が見られるものの

(200) 面の配向性を有する TiN 膜が得られた No. 5 の SKH については TiCl_4 の消費量が多かった為、基材の酸化腐食が起り全面剥離が生じた。そのため基材の α 相が大部分で僅かに TiN が検出された。

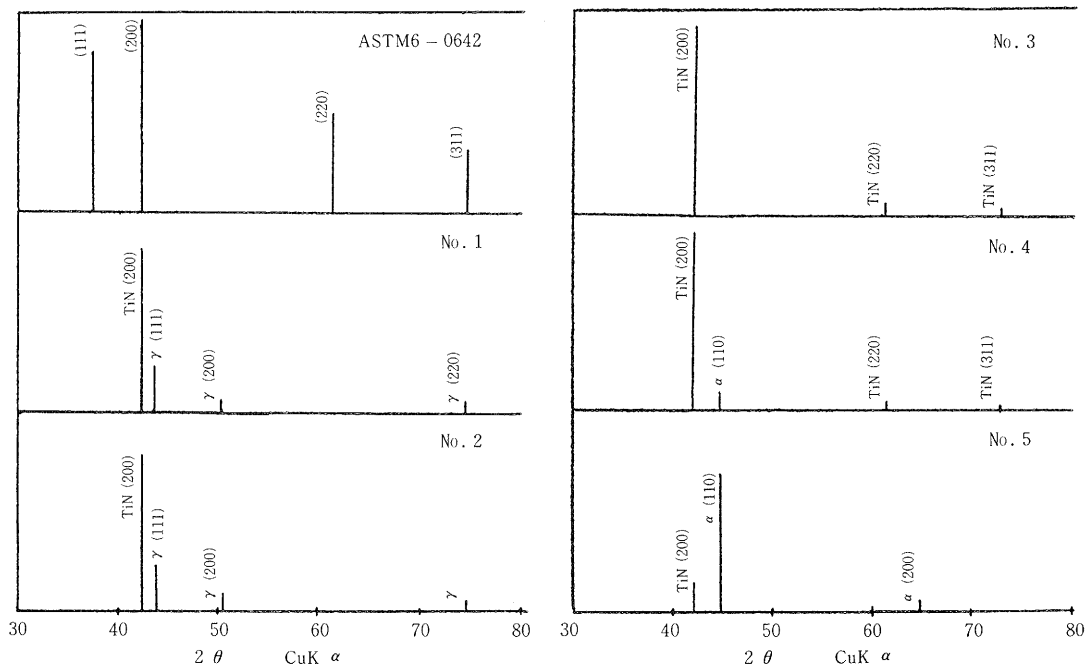
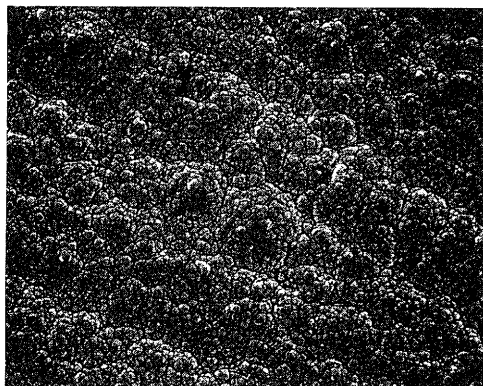


図3 コーティング層表面のX線回折図形

3-2 コーティング層の表面および断面観察

写真1・2にTiN被膜の表面および断面のSEM観察写真を示す。表面状態は写真1に示すごとく微細な粒状の化合物が堆積したように見受けられる。一方、断面組織は基材から表面に向けて柱状組織が見られる。



2 μm

写真1 TiN膜の表面組織



15 μm

写真2 TiN膜の断面組織

3-3 コーティング層の膜厚および表面硬さ

図4に処理時間と膜厚との関係を示す。処理条件はNo. 3の条件で TiCl_4 の流量は 6 ml/min である。時間と膜厚との関係は直線的な増加を示した。このことは PCVD の反応機構は写真1で示すように堆積機構によるものと考えられる。

次に処理条件の違いによる TiN 膜表面の硬さを調べた。処理条件No. 1、No. 5は極薄膜、剝離のため測定を除外した。一般的に薄膜の表面硬さは膜厚、基材硬さ、測定荷重の影響を受けるため膜自体の硬さを求めるのは困難とされている。今回は処理条件No. 2の SUS 材、No. 3、No. 4の SKH 材について測定荷重と表面硬度の関係調べた。PCVD 処理後の硬さは SUS が Hv 250、SKH が Hv 850 であり、膜厚はいずれも $5 \mu\text{m}$ 前後であった。測定結果を図5に示す。処理条件No. 2の SUS の表面硬さは荷重25 gf では Hv 1,100であったが荷重が増加するに従って表面硬さは漸次減少した。処理条件No. 3、No. 4の SKH の表面硬さは荷重25 gf で Hv 1,600、2,300であり SUS と同様荷重の増加に従い漸次表面硬さが減少した。No. 4の表面硬さは一般的に報告されている PVD 等の TiN の表面硬さ (Hv 2,500~3,000) に概ね近似している。図5に示すとおり処理条件が同一であっても基材の硬さによって表面硬さが大きく異なるので膜厚、荷重等を考量する必要がある。

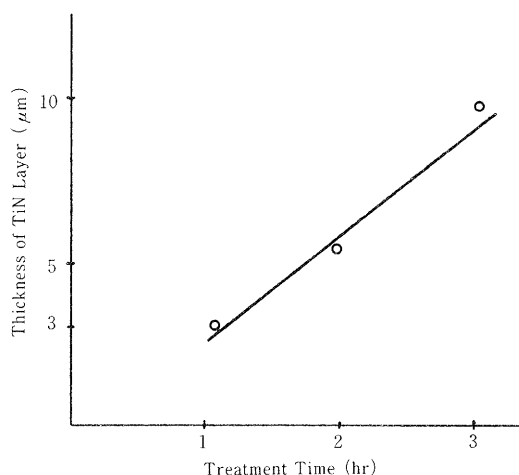


図4 PCVD 処理時間と膜厚の関係

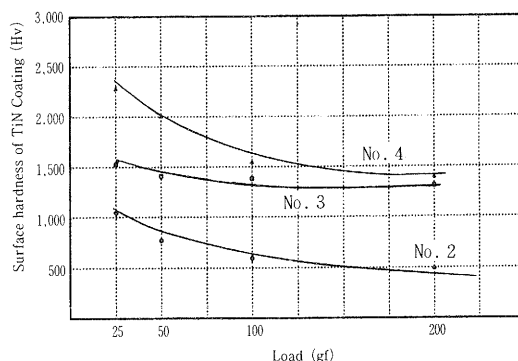


図5 測定荷重と表面硬度

3-4 TiNの表面分析

表2に処理条件No. 1~No. 4の TiN 膜表面の ESCA による分析結果を示す。No. 5については膜が全面剝離し表面の汚れがきつかったので除外した。ESCA による分析結果からわかるように良好な膜は主成分の Ti、N 以外に不純物である O、Cl の量が少なく Ti

表2 膜表面の ESCA 分析結果

処理条件 ガス流量比 (N_2/TiCl_4)	原子数 (%)				
	Ti 2p	N 1s	O 1s	Cl 1s	Cl 2p
No. 1 (4.5)	29.25	14.92	33.50	20.98	1.34
No. 2 (8.3)	42.40	30.29	17.73	8.63	0.95
No. 3 (8.3)	36.31	25.86	27.30	9.53	1.00
No. 4 (5.0)	41.38	28.24	23.74	5.57	1.07

と N の原子数の比が概ね1.4前後であった。一方、No. 1のように TiCl_4 のガス流量が多い場合は O、Cl の量が多く Ti と N の原子数の比が2であった。次に、No. 1とNo. 3の試料について AES で膜の表面および深さの分析を行った。一般的に AES のエッチングスピードは ESCA の約

10倍と言われている。図6にAESの分析結果を示す。No. 1の試料はESCAの分析結果と同様、不純物のO、Clの量が多かった。No. 3の試料については不純物のO、Clの量が少なくTiとNの原子数の比が概ね1であった。ESCAの分析結果と異なるのはエッチングレイトの違いによるものと考えられる。以上の結果から推察されることは N_2 と $TiCl_4$ のガス流量比が膜質に影響すると考えられる。

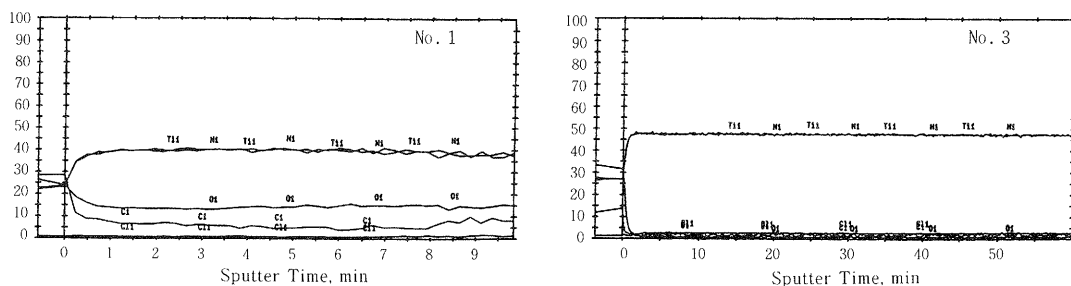


図6 AES分析結果

4. ま と め

PCVDによるSKH、SUS材のTiNコーティングの処理条件の検討を行った結果、次のことが言える。

- (1) SUS材はSKH材と比べ熱伝導度が高いためPCVD処理後基材との熱膨張差による熱応力で剥離しやすい。
- (2) PCVDによるTiNのX線パターンは(200)の配向性を有する。
- (3) ガス流量比($N_2/TiCl_4$)によって色調が変化する。また $TiCl_4$ の消費量が多いとClによる基材の酸化腐食が起これ剥離しやすい。
- (4) TiNの膜厚は一定の処理条件では時間に比例する。
- (5) TiNの表面硬さは測定荷重によって変化する。

謝 辞

本研究を遂行するにあたって御指導いただいた津崎兼彰研究参与(京都大学工学部助教授)に感謝します。

[参考文献]

- (1) 石井 芳郎, プラズマCVDによるTiN膜形成とプラズマ診断, 溶融塩, Vol. 134, No. 3, (1991. 9).
- (2) 日本電子工業(株), 技術資料, プラズマ熱処理技術, P15~16.
- (3) 松田 福久, DCプラズマCVDによるTiNコーティング膜形成に及ぼす各種処理パラメータの影響, (社)溶接協会, 表面改質技術小委員会, 昭和63年2月.

技術開発報告

コンピュータシミュレーションの 電気機器設計への応用

技 術 第 一 科 井上 嘉明、川崎 雅生
木村 昌彦、月瀬 寛二
同志社大学工学部 石原 好之
米子工業高等専門学校 松原 孝史
草津電機株式会社 饗場 徹、北村 慎悟

あらまし：昭和63年度から平成3年度までの4年間、コンピュータシミュレーションを応用した電気機器設計法の研究、具体的には有限要素法による磁界解析を電動機の設計に応用する研究を標記の産学官が共同して行った。研究の対象にした電動機は、単相誘導電動機、くま取りコイル型誘導電動機および直流サーボモータで、それぞれの電動機に適用できる三種類の磁界解析プログラムを作成した。その結果、実験では求めることが難しい電動機内部のミクロな磁界分布が分かるようになり、それを利用して合理的な指針のもとに電動機設計を行う手法が確立できた。

1. ま え が き

近年、コンピュータシミュレーションを応用して工業製品の開発期間の短縮や開発費用の低減を図る、いわゆるCAE（コンピュータ・エイデッド・エンジニアリング）の手法が急速に進歩している。なかでも、パソコンやワークステーションの低価格化、高性能化によって構造解析シミュレーションや強度解析シミュレーションを利用する機械装置の設計法は身近なものになっている。

本研究では、コンピュータシミュレーションのうちで、とくに磁界有限要素法を応用して、性能のよい電気機器、具体的には電動機を短期間に設計開発する方法を研究した。対象にした電動機は単相誘導電動機、くま取りコイル型誘導電動機ならびに直流サーボモータの三種類である。

前二者の電動機の磁界解析手法は既に当所研究報告（参考文献(1)～(3)）で報告しているので、本文では、主として直流サーボモータの磁界解析法について述べる。

2. 直流サーボモータの磁界解析

本報では永久磁石を含む直流サーボモータの磁界解析を行う。まず磁界有限要素法における永久磁石の取扱い方を説明したのち、直流サーボモータの磁界解析結果の一例を示す。

2-1 永久磁石の方程式^[4]

磁界有限要素法においては、永久磁石を図1のように一次三角形要素に分割し、各要素の磁化を、その要素の辺上を流れる等価的な電流（等価磁化電流）に置き換える。以下、永久磁石を等価磁化電流に置換する方法について説明する。

永久磁石と一般の磁性材料が混在している電気機器等を解析する場合、永久磁石の磁気特性は磁化 M を用いて表現し、一般の磁性材料は透磁率 μ によって表現する。すなわち、永久磁石の磁気特性は磁束密度を B 、磁場の強さを H 、真空の透磁率 μ_0 とすれば、次式で表わされる。

$$B = \mu_0 H + M \quad (1)$$

また、一般の磁性材料の磁気特性は次式で表わされる。

$$B = \mu H \quad (2)$$

式(1)にアンペールの周回則を適用すると、

$$\text{rot} \frac{1}{\mu_0} (B - M) = J_0 \quad (3)$$

と、表わすことができる。ここで、 J_0 は強制電流密度を示す。 B をベクトルポテンシャル A で表わすと、

$$\text{rot} \nu_0 (\text{rot} A - M) - J_0 = 0 \quad (4)$$

ただし、 ν_0 は真空の透磁率の μ_0 の逆数である。式(4)を変形すると、

$$\nu_0 \text{rot} (\text{rot} A) = J_0 + \nu_0 \text{rot} M \quad (5)$$

となる。ここで式(5)の右辺第2項は磁化によって生じる項であり、電流と同じ働きをする。そこで、これを等価磁化電流密度 J_m で表わせば、

$$J_m = \nu_0 \text{rot} M \quad (6)$$

と表わすことができる。二次元場では式(5)は次のようになる。

$$\nu_0 \frac{\partial A}{\partial X} + \nu_0 \frac{\partial A}{\partial Y} + (J_0 + J_m) = 0 \quad (7)$$

ここで、 A 、 J_0 、 J_m は A 、 J_0 、 J_m の z 方向成分である。このように、永久磁石を含む磁界は従来のポアソン方程式に等価磁化電流密度 J_m を追加することによって表わすことができる。

つぎに、一次三角形要素を用いた場合の等価磁化電流密度について考察する。磁化 M の x 方向成分と y 方向成分をそれぞれ M_x 、 M_y とすれば、二次元場において式(6)は次式のようにになる。

$$J_m = \nu_0 \left(\frac{\partial M_y}{\partial X} - \frac{\partial M_x}{\partial Y} \right) \quad (8)$$

一次三角形要素においては、磁束密度 B および磁界の強さ H は要素内で一定である。一方、磁化 M は磁束密度 B により決まるので、 M も要素内で一定になる。したがって、式(8)より J_m は要素内では0になる。つまり一次三角形要素を用いた場合は、各要素は図1のように境界の辺上のみ等価磁化電流が流れている三角形磁石であると考えればよい。

2-2 永久磁石の磁気特性の表示法

永久磁石を含む磁界の非線形解析を行う場合、磁化 M の近似式が必要である。 M は次のような手法により、 B の関数として近似される。

永久磁石の磁気特性は図2(a)のような減磁特性曲線（ $B-H$ 曲線）で与えられるので、これを図2(b)のように $M-B$ 曲線に変換する必要がある。このために、まず $B-H$ 曲線から近似式 $H=$

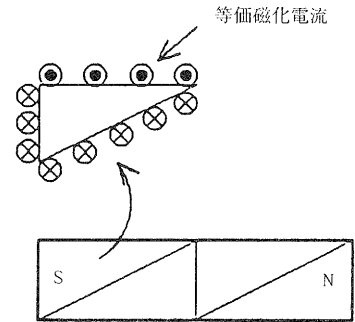


図1 等価磁化電流による永久磁石の表現

$f(B)$ を求め、つぎに式(1)の関係を使って $M-B$ 曲線の近似式を求める。すなわち、式(9)のようになる。

$$M = B - \mu_0 H = B - \mu_0 f(B) = g(B) \quad (9)$$

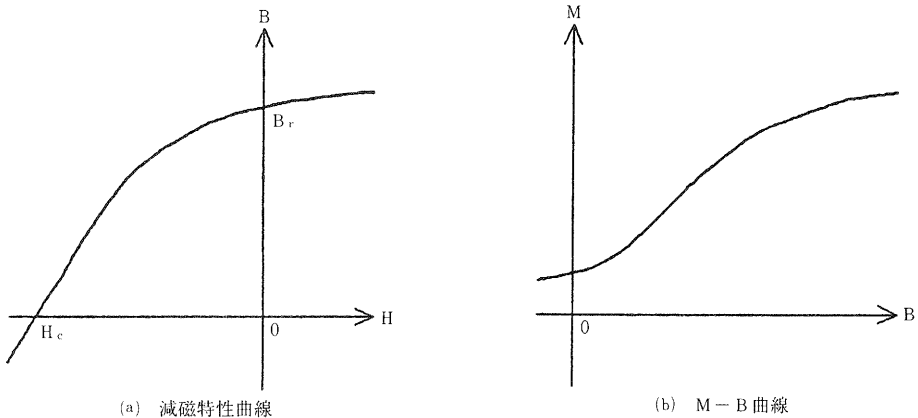


図2 永久磁石の磁気特性の表示法

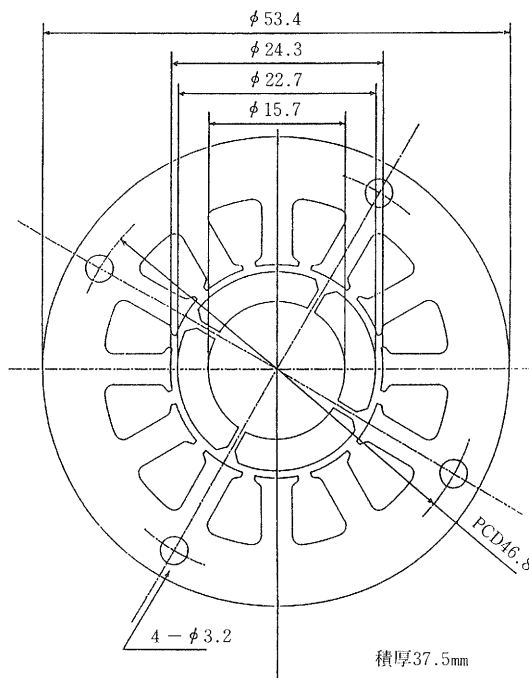


図3 解析モデルの構造

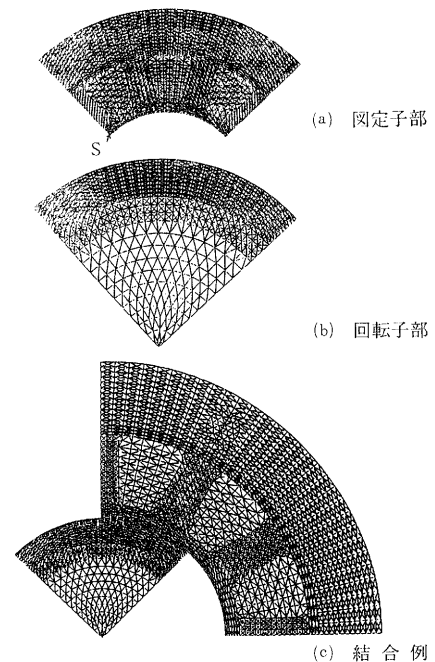


図4 解析モデルの1/4領域の分割図

3. 解析モデルと解析結果

3-1 解析モデル

解析モデルとする直流サーボモータ（4極）の構造を図3に示す。回転子に取り付けられた永久磁石の材質は希土類コバルト磁石（住友特殊金属㈱製 CORMAX - 2000）、シャフトの材質

はS54C、固定子の材質は珪素銅板（50R M400）である。CORMAX-2000は保磁力 $H_c = 597 \text{ kA/m}$ 、残留磁束密度 $B_r = 0.85 \text{ T}$ である。また、固定子と回転子の積み厚は、ともに37.5mmである。

4極構造と言う解析モデルの対称性から、全周を解析領域にする必要はなく、1/4を解析領域にすれば十分である。解析モデルの回転子部と固定子部の1/4領域の分割図を図4(a)と図4(b)に示す。回転子部の分割は、要素数1,800、節点数940、固定子部の分割は、要素数3,894、節点数2,012である。この2つの分割図を図4(c)のように結合させて解析を行う。

3-2 解析結果

図4(c)の固定子と回転子の位置関係を基準にして、回転子が 0° 、 15° および 30° 回転したときの磁束線の流れ（磁束分布）を、図5に示す。ただし、これらの磁束分布は固定子巻線に電流が流れていないときのものである。

なお、本報告では示さないが、図4に示した固定子と回転子の分割図を任意の角度で組み合わせることにより、回転子が任意の角度に回転したときの磁束分布を求めることができる。

4. む す び

参考文献(1)～(3)ならびに本報告で、単相誘導電動機、くま取りコイル型誘導電動機ならびに直流サーボモータの三種類の電動機の磁界解析法と解析結果について述べた。

実際に設計現場に適用することについても、報告(2)で述べたように、たとえパソコンベースであっても、ハードとソフトの高速化によって磁界分布の計算などが数時間以内にできるので、磁界解析シミュレーションを設計作業のなかに十分組み込めることが実証できた。

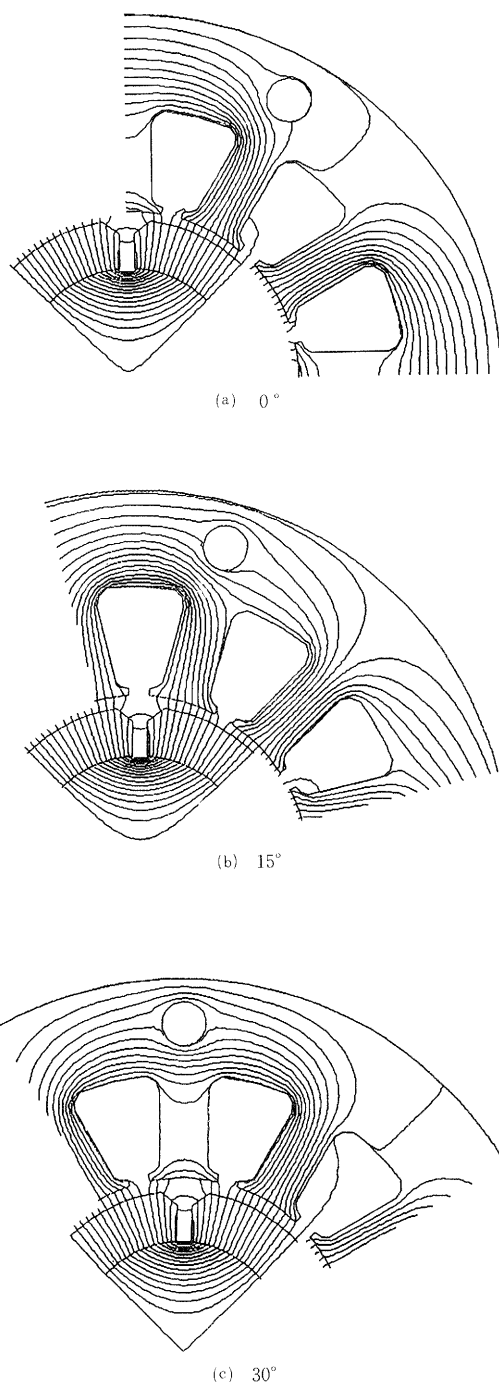


図5 回転に伴う磁束分布の変化

[参考文献]

- (1) 井上 嘉明、他：“コンピュータシミュレーションの電気機器設計への応用研究（第一報）”，滋賀県工業技術センター研究報告，2，(1988).
- (2) 井上 嘉明、他：“コンピュータシミュレーションの電気機器設計への応用研究（第二報）”，滋賀県工業技術センター研究報告，3，(1989).
- (3) 井上 嘉明、他：“コンピュータシミュレーションの電気機器設計への応用研究（第三報）”，滋賀県工業技術センター研究報告，4，(1990).
- (4) 中田 高義，他：電気工学の有限要素法，森北出版，(1982).

自己燃焼反応熱を利用した ダイヤモンドと金属の瞬間接合技術の開発

技術第二科

中村吉紀 松本价三良

龍谷大学 科学技術共同研究センター

大柳満之 上條栄治 小泉光恵

(株)日新ダイヤモンド製作所

竹谷芳一 上田 章

あらまし：自己燃焼反応によって発生する反応熱を利用することにより、ダイヤモンドと金属とを瞬間的に直接ろう付けする技術の開発に成功した。この技術の特徴は、①1分以内の極めて短時間で接合が完了する、②熱膨張係数の大きい金属でも接合が可能である、③ダイヤモンドにクラックが発生しない、と言った点にある。これらの優れた点は、自己燃焼反応という化学反応により瞬時に発生する3000℃近い高温と、それに続く極めて速い冷却過程を利用することにより、初めて可能となったものである。この技術をダイヤモンド切削工具に応用し、高品質のろう付けバイトを作製することができた。本接合技術はセラミックスと金属などの異種材料の接合にも幅広く応用できる技術であると考えられる。

1. はじめに

切削用ダイヤモンド工具は、硬度と耐摩耗性の大きさを生かして、Al-Si合金などの非鉄金属、セラミックス、および複合材料などの難切削材用に広く使用されている。ダイヤモンド工具の種類としては、粉末状ダイヤモンドを超合金、あるいはその構成粉末とともに焼結した焼結ダイヤモンド工具や、単結晶の天然ダイヤモンドを研磨して支持シャンクに機械的に固定（かしめ付け）した工具などがある。最近では刃先に直接気相合成ダイヤモンドをコーティングした工具も試作されている。しかしながら、焼結ダイヤモンド工具では多結晶体による刃先表面の凹凸や粒界の耐熱性に問題があり、かしめ付け法では装着（固定）の寿命や信頼性に問題がある。また、コーティング法では基体との密着性が問題であると言われている。

われわれは、かしめ付け法における問題点を解決するために、これまでに真空ろう付け法により単結晶ダイヤモンドを金属に直接ろう付けする技術を開発してきた¹⁾。この技術をダイヤモンド工具に応用することにより、①ダイヤモンドをより有効に利用できる、②ダイヤモンドとシャンクの密着性が高く熱拡散性が良い、③ダイヤモンドをシャンクにつけたまま精度良く再研磨できる、などの結果を得た。

真空ろう付け法で良好な接合体を得るには、ろう材成分、熱膨張係数の小さい相手金属、および真空ろう付けにおける温度制御、等が重要であった。温度制御については、加熱・冷却速度が大きいとダイヤモンドにクラックが生じることがあり、1サイクル当たり3時間以上を必要とした。また、真空電気炉が必要であり、一度に処理できる個数や形状にも制約があった。

一方、化学反応熱により3000℃近くの高温を瞬時に発生させる反応の組み合わせが知られており、

約20年以上前から自己燃焼反応として体系づけられてきている^{2,3)}。著者らはこの反応熱を制御して、ろう付けの熱源とすることを考え、共同研究に取り組んだ。その結果、ダイヤモンドと金属とを瞬間的に直接ろう付けできる技術の開発に成功し^{4,5)}、ダイヤモンド工具への応用をはかったので報告する。

2. 実 験

2-1. 自己燃焼反応

粉末状の単一元素あるいは化合物を複数種混合・成形し、その一端に着火したときに、連鎖的な発熱反応が燃焼波として成形体中を伝播して進行するような反応は、自己燃焼反応あるいは燃焼合成反応 (Self-propagating High Temperature Synthesis) と呼ばれている。自己燃焼反応を用いて、炭化物 (TiC、SiC、WC等)、窒化物 (TiN、AlN、BN 等)、ホウ化物 (CrB、TaB₂、LaB₆ 等)、および金属間化合物 (NiAl、FeAl、TiNi 等) などを含め、300種類以上の化合物および複合体が合成されている。この反応は各種の化合物が高純度でしかも簡単なプロセスで合成できることの他に、超高温反応 (1500~4000℃)、極めて速い昇温・降温速度 ($10^3 \sim 10^6$ ℃/s) などの特徴を有している。本研究では特にこの点に着目し、自己燃焼反応熱を熱源として利用することによる瞬間的なろう付け接合について検討した。

ここではTi粉末とC粉末とからTiCを合成する反応を利用した。等モルのTiとCの粉末を十分混合した後、錠剤成形機でペレットとした。図1のように、Ar雰囲気中でペレットの一端に炭素リボンヒータ等で着火すると、燃焼波の伝播に伴い、反応物が約3000℃の高温を発生して、生成物であるTiCに変換される。反応プロセスの1例を図2に、また昇温・降温カーブの例を図3に示す。

最高温度まではほぼ直線的に上昇した後、数十秒で冷却した。なお、原料粉体中にあらかじめ生成物であるTiCの粉末を混合しておくと、最高到達温度を下げるができる。

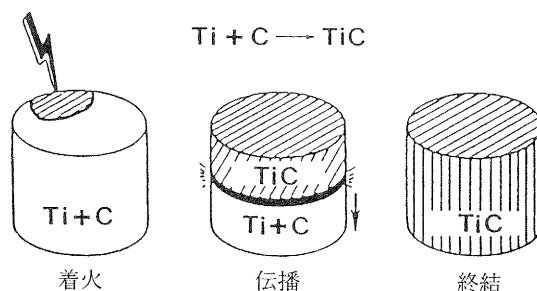


図1 Ti + C系における自己燃焼反応の模式図

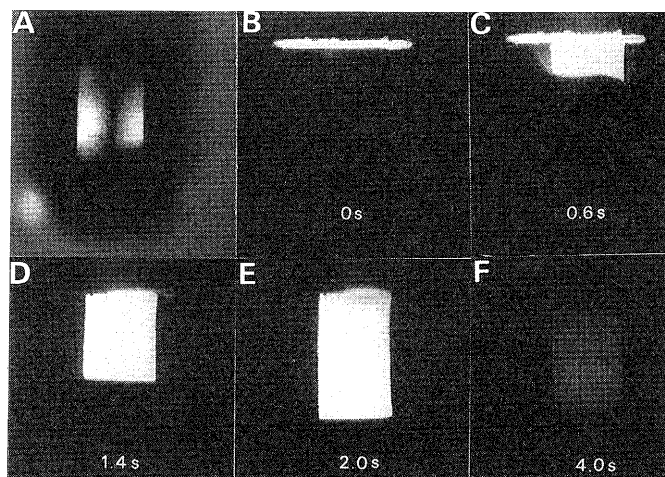


図2 Ti + C系における自己燃焼反応過程
Ti : C = 1:1mol、ペレット:11mmφ×18mm

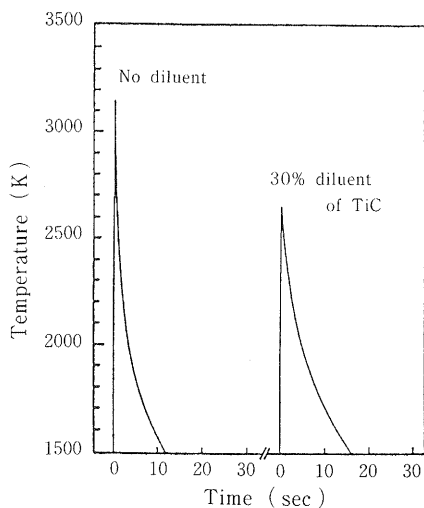


図3 Ti + C系の自己燃焼反応における
燃焼温度の時間変化

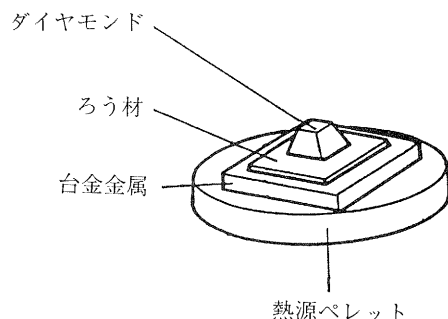


図4 ダイヤモンド／金属の瞬間接合
のための配置図

2-2. ダイヤモンドと金属の瞬間接合

上述のようにして作製したTiとCの圧粉混合体を熱源ペレットとした。図4のようにこのペレットの上に、金属板、ろう材、ダイヤモンドの順に重ねて置いた。台金用の金属板としてはCu-W合金、超硬合金、ステンレス、Moなどを用いた。ろう材は前報¹⁾と同じAg-Cu-Ti系を用いた。ダイヤモンドは1/3~1/2カラットの天然ダイヤモンドを用いた。これらをAr雰囲気の中に入れ、2-1の方法によりペレットに着火し自己燃焼反応を誘起させた。

熱源の燃焼反応、およびその反応熱による台金金属やダイヤモンドの加熱・冷却の様子を高速ビデオで撮影した。また熱源ペレットの温度は二色温度計で測定した。

2-3. 接合体の評価

得られた接合体について、ダイヤモンドのクラックの有無や接合界面の状態を、目視やルーペによって観察した。ダイヤモンド/Cu-W合金の接合体について以下の評価を行った。研磨によって接合体の断面を調製し、SEM観察とEPMAによる分析を行った。また、前報¹⁾の方法により、ESCAによる接合層の深さ方向分析、および接合体のせん断強度の測定を行った。さらに、接合体を用い単刃バイトを試作し、Al-Si合金の切削耐久試験を試みた。切削距離約30km毎に、ダイヤモンドの刃先をシャンクに取り付けたまま再研磨する工程を繰り返した。

3. 結果と考察

一般に、セラミックスと金属の接合においては、両者の熱膨張係数の差が大きいため、接合界面の残留応力によるセラミックスの破壊が問題とされる。われわれが開発したダイヤモンドと金属の真空ろう付け法においても同様の問題があり、台金金属はMoなどの熱膨張係数の小さいものに限定された。さらに、ろう付け後の冷却速度を10℃/min以下とし、接合界面での応力を緩和させ、ク

クラックの発生を防止する工夫が必要であった。

これに対して、極めて短時間に大量の熱を発生しうる自己燃焼反応を熱源として利用した場合、真空ろう付け法とは全く異なる結果が得られた。第1に、加熱開始から冷却終了まで約1分と極めて短時間で接合できた。第2に、合金金属の熱膨張係数には余り制限されず、ステンレスでも接合可能であった。第3に、ろう付け直後の冷却速度が極めて大きいにもかかわらず、ダイヤモンドにクラックが発生せず、透明度も維持された。さらに驚くべきことに、もともと微小なクラックを内包しているダイヤモンドでさえも、そのクラックを成長することなくそのままの状態で接合された。これらはいずれも、自己燃焼反応が発生する約3000℃の超高温、瞬間的な昇温過程、およびそれに続く急冷過程に起因するものと考えられる。

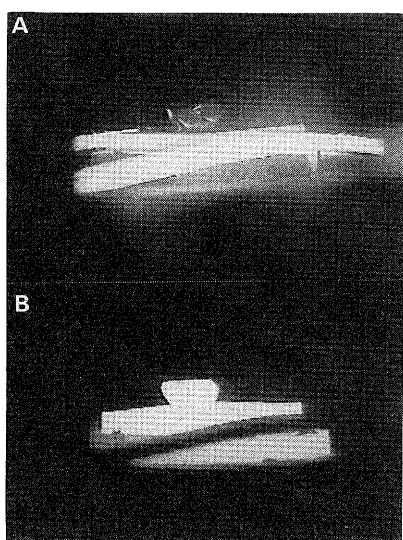


図5 ダイヤモンド/Cu-W合金の瞬間接合における自己燃焼反応直前(A)と直後(B)の様子

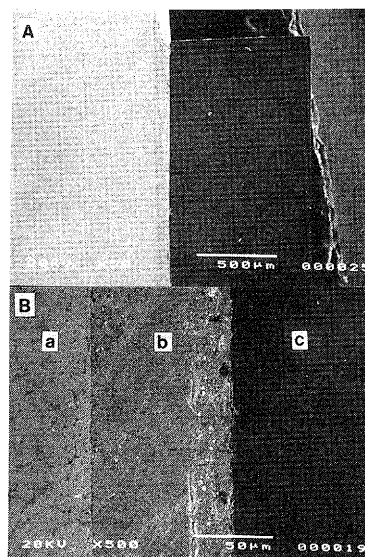


図6 ダイヤモンド/Cu-W合金の接合体断面のSEM写真、(B)は接合層の拡大写真

図5に合金金属にCu-W合金を用いた場合の自己燃焼反応直前(A)と、直後(B)における接合過程の1フレームを示す。熱源ペレットの上面に接触している炭素リボンヒータに通電すると、図5(A)に示すようにヒータは橙白色になり、Cu-W合金の側面にこれが反射しているのが分かる。次に自己燃焼反応直後の図5(B)では、ヒータは黒変し、反応熱の伝導により合金とダイヤモンドは橙白色に変化し、また熱を奪われた熱源ペレットは橙色になっている。二色温度計により測定した熱源の最高到達温度は約2700℃であった。

図6にダイヤモンド/Cu-W合金接合体断面のSEM写真を示す。(A)の右側の暗い部分がダイヤモンドであり、クラックは発生していない。(B)は接合界面を拡大したもので、Cu-W合金(a)、ろう材層(b)、ダイヤモンド層(c)の3層から成っており、各界面の接合状態が非常に良好であることが分かる。ろう材層(b)はさらに2層に分かれており、線分析よりダイヤモンドに近い接合層には、TiやWが含まれていることが分かった。このことはESCAによる接合層の深さ方向の分析からも裏付けられた(図7)。Tiは真空ろう付け法の場合同様、TiC、およびTiO₂などのTiの酸化物として存在することが分かった。Wについても炭化物や酸化物が考えられたが、微量のため正確な同定はできなかった。

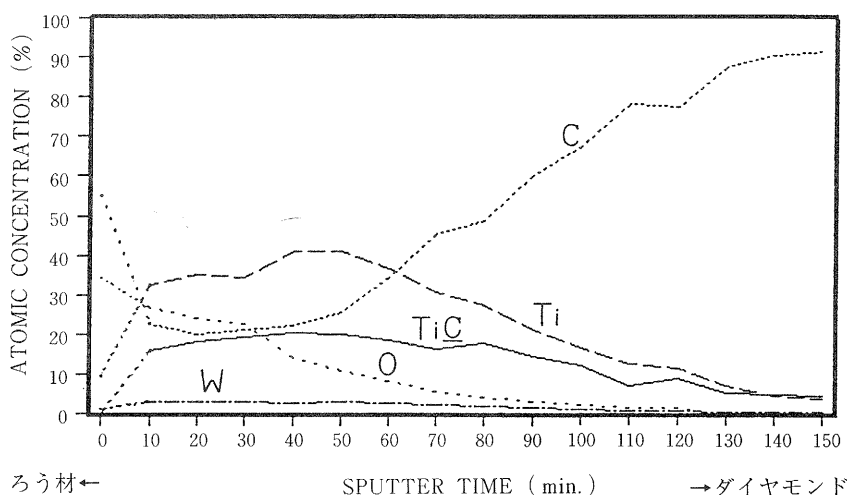


図7 ダイヤモンド/Cu-W合金の接合層のESCAによる深さ方向分析

接合体のせん断強度は約 20 kgf/mm^2 であり、実用上十分な強度と考えられた。次に、図8に示すような単刃バイトを試作し、現在切削耐久試験を実施中である。再研磨20回で切削距離約600kmの時点でもバイトの状態は良好であった。本接合技術によって、今後切削用ダイヤモンド工具の高性能化・高品質化が期待できると思われる。

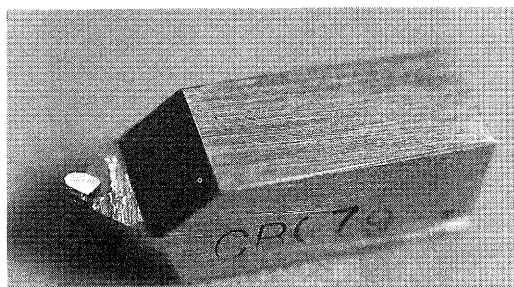


図8 ダイヤモンド/Cu-W合金の接合体を加工して作製した単刃バイト

4. ま と め

自己燃焼反応という化学反応により瞬時に発生する超高温と、それに続く速い冷却過程を利用することにより、ダイヤモンドと金属の瞬間接合技術の開発に成功した。本接合技術は熱膨張係数が大きく異なるセラミックスと金属など、異種材料の接合に幅広く応用できると考えられる。

ダイヤモンドと金属の接合について、従来の真空ろう付け法と今回の瞬間接合法とを比較したのが表1である。特筆すべき点としては、①接合作業に要する時間が、例えば約20分程度と短時間であり、生産性が10倍以上向上する。②真空加熱炉が不要で、ガス置換ができる簡単な装置で良い。③長時間の冷却過程を経なくてもダイヤモンドにクラックが生じない。④ただし、接合が極めて短時間で完了するため、反応温度等を制御するために十分な条件設定が必要である。

今後、本方法における接合機構、特に接合界面における応力緩和のメカニズム等を解明していく必要があろう。

表1 ダイヤモンド／金属の接合における真空ろう付け法と
自己燃焼反応熱を利用したろう付け法の比較

	項 目	真空ろう付け	自己燃焼反応熱による ろう付け
ろ う 付 け 方 法	ダイヤモンド	天然、人工ダイヤモンド	
	ろ う 材	Cu-Ag-Ti系	
	接合金属	Mo、W及びその合金	Mo、W及びその合金 超硬、高速度鋼、SUS
	加熱方法	電 気 炉	化学反応熱
	雰 囲 気	真空 (1×10^{-4} Torr)	Ar (1.2atm)
	所要時間	約4時間	約20分
	コントロール のしやすさ	易	難
効 果	生 産 性	△	◎
	クラック	○	◎
	色	△	○
	強 度	◎	○
	実用性能	O K	O K

追 記

本研究は平成2年10月から平成4年3月まで、滋賀県における産学官の共同研究として実施した。

[参考文献]

- (1) 中村吉紀, 今西康博, 上田 章: 滋賀県工業技術センター報告, 80 (1989).
- (2) Z.R.MUNIR: Cer.Bull., **67**, 2, 342 (1988).
- (3) 宮本欽生, 小泉光恵: 日経ニューマテリアル, 3月号, 79 (1986).
- (4) M.OHYANAGI, Y.TAKETANI, Y.NAKAMURA, E.KAMIJO, and M.KOIZUMI: Cer.Bull.,
投稿中
- (5) 上條栄治 他 特許出願 特平願2-313149号

茶の葉の有効成分を生かした 機能性ジャムの開発

技 術 第 二 科	松 本 正
京都府立茶業研究所	原 口 健 司
滋賀県茶業指導所	西 野 英 治

あらまし：滋賀県と京都府の重要な地域特産品として栽培されているチャ（*Thea sinensis* L.）の新規用途開発と高付加価値化を図る目的で、茶の葉に多く含まれる機能性成分を生かしたジャムの開発を試みた。加熱処理によりジャムの製造を行うと、茶の葉に含まれる機能性成分が損出し、製品も褐色に変化することから、生葉を使用し、極力熱の使用を抑えた製造法を確立することにした。茶の葉は生でも褐変しやすく、また独特の青臭みがあるため、ジャムにするには困難であったが、茶の生葉を凍結乾燥し、粉碎後、マイクロ波処理で香りの改善を行い、あらかじめ調製したジャム基材に添加し、高圧処理により殺菌を行うという工程で目的のジャムの開発に成功した。今回開発したジャムは、ビタミンA、C、E、やポリフェノール類（タンニン）、葉緑素等の機能性成分を多く含有し従来の飲む茶とは味や香りが全く違うフルーティーな新規食品として完成することができた。

1. はじめに

最近わが国の食生活は高級指向、本物指向の傾向が進み、食品業界では消費者の興味や動向に対応した美味しく、健康的で安全な新製品の開発が必要になっている。そして、このことは県内の食品関連中小企業においても緊急の課題となっていることが、当所が委託して実施した業界の技術実態調査にて明らかになっている¹⁾。

このような業界のニーズに対応できる技術を開発するため、筆者らは昭和62年度より、高圧下においてタンパク質が変性したり、微生物が死滅する現象を食品の加工や保存へ応用するという一連の研究である「食品への高圧利用」研究に取り組んでおり²⁻¹²⁾ 各種の食品や食品素材に高圧処理を適用しその性質を検討している。

昨年度までは主に高圧を食品へ適用した場合の現象把握について研究を行ってきたが、関連企業に本技術を移転する場合、具体的な新製品を開発した方がインパクトが大きいのでは今回は具体的な新製品開発を実施することにした。

チャ（*Thea sinensis* L.）はツバキ科の常緑の低木でありその葉は古来より飲用に供されている¹³⁻¹⁴⁾。そして、現在滋賀県の南部地方や京都府の宇治周辺では地域の重要な特産品として大量に栽培されている。茶の葉はポリフェノール類やアルカロイド類、フラボノイド類、アミノ酸類やビ

タミン類等を多量に含有しており¹⁴⁾、特にビタミンEはあらゆる食品の中で最も多く存在し、またそのほとんどがビタミンEとしての効果が最大の α -トコフェロールとして存在することが知られている^{15~17)}。茶の成分の一部とその機能性^{14~24)}を表-1に示すが、機能性、保健性成分として

表-1 茶葉に含まれる主な機能性成分と効果^{14~24)}

成 分	生 体 に 対 す る 効 果
ビタミンA	視覚色素等の生成、皮膚・粘膜細胞の正常化等
ビタミンC	壊血病、貧血、成長不良の抑制等
ビタミンE	抗酸化作用、コレステロールバランス調節、動脈硬化抑制、老化抑制、ホルモンバランスの正常化等
カテキン (タンニン)	う蝕予防、口臭予防、血圧上昇抑制、制ガン性、コレステロール上昇抑制、動脈硬化抑制等
葉緑素	口臭予防、造血、治創等
食物繊維	整腸、便秘解消、痔の予防、大腸ガン予防、糖尿病予防、血中コレステロールの調節、肥満防止等

最近特に注目されているものが多いことがわかる。しかし、緑茶への製茶過程で、損出する成分も多く¹⁷⁾、またビタミンAやE等の水に不溶の成分は、抹茶以外の飲み方すなわち茶葉を湯で浸出させて飲む場合には茶がらに残り摂取できない。そこで、我々は茶の生葉の成分を損なわずに全量摂取できる食品の開発を試みることにした。

また、高級茶は年1回5月に摘まれた新芽で作られるが、新芽を摘まれた後の茶樹には緑色の濃いいわゆる古葉が残る。古葉の一部は番刈という作業で刈落とされるが、現在ではほとんど利用されずに廃棄されているのが現状であり、その量は年2600トン以上と推定される。そして、この古葉には機能性成分、特にビタミンEが新芽より多く含まれており^{15~17)}、未利用資源としての利用価値は高いと考えられる。そこで、未利用古葉の高付加価値化をめざし、原料は古葉を中心に検討することにした。

さらに、最近わが国の食生活も大きく変化し、和食中心の食生活から特に朝食ではパンを主食とするいわゆる洋食の割合が増加した。しかし、緑茶は和食の時に飲用されるのが通常で、洋食の時に飲まれることは減多にない。そこで、洋食ナイズされた現在、緑茶の需要が少しでも向上するように新規に開発する機能性食品は洋食の際に需要のあるジャムとした。

そして、茶の生葉の成分を生かした機能性ジャムを開発することから、成分を保持したまま殺菌のできることを確認されている^{25~36)}高圧処理技術を応用し、種々検討を重ねたところ開発に成功したのでその概要を報告する。

2. 実験材料

2-1 茶 葉

滋賀県茶業指導所および京都府立茶業研究所の圃場から採取したものを用了。

2-2 その他材料

砂糖は家庭用市販品を、ペクチン、クエン酸、アスコルビン酸等は試薬特級品を使用した。

3. 実験方法

3-1 凍結乾燥

真空凍結乾燥装置（日本真空技術(株)製D F-01 H型）を使用した。茶葉は、-45℃で4時間以

上予備凍結した後、真空度0.5mmHg、周囲温度40℃の条件で乾燥した。

3-2 乾燥茶葉の粉碎

実験用粉碎機（イウチ(株)粉碎君）を使用し、粉碎した。

3-3 マイクロ波処理

家庭用電子レンジ（(株)サンヨー製E M O-A52型等）を使用し、強度は強で1～5分間行った。

3-4 高圧処理^{25～36)}

食品用高圧試験装置（三菱重工業(株)製M F P-7000型）を使用し行った。本装置の高圧容器内容積は約500mlであり、これに蒸留水を満たしたうえに袋に封入した試料を入れ加圧した。加圧に要する時間は400MPaまで約50秒であった。高圧処理は、目的圧力に到達後、一定の時間保持し、減圧後試料を取り出すことにより行った。

3-5 保存方法

恒温恒湿器（タバイエスベック(株)製L H U-112型）を使用し、20℃で実施した。

3-6 生菌数測定

スパイラルシステム（スパイラルシステム社製）を使用し、平板塗末法にて測定した。すなわち、スパイラルプレートD型を用い平板塗末し、培養後レーザーコロニーカウンター500A型でコロニー数を計測した。培地として標準寒天培地を用いた。

3-7 色の測定

測色色差計（日本電色工業(株)製S Z-Σ80型）を使用し測定した。測定した色はL a b法で表示した。ジャムの色の变化の判定は、主に緑色度・黄色度比（-a/b）で行った。

3-8 官能検査

滋賀県工業技術センター、滋賀県茶業指導所および京都府立茶業研究所の職員5～10名により実施した。

3-9 ビタミン類等成分の測定

池ヶ谷、高柳らの茶の分析法³⁹⁾に準じて行った。

4. 実験結果

4-1 基本的なジャムの製造方法の確立

茶葉を使ったジャムの製造方法については予備試験により種々検討を加えたが、通常の緑茶や抹茶を原料として使用したり、生葉を原料とした場合でも加熱処理

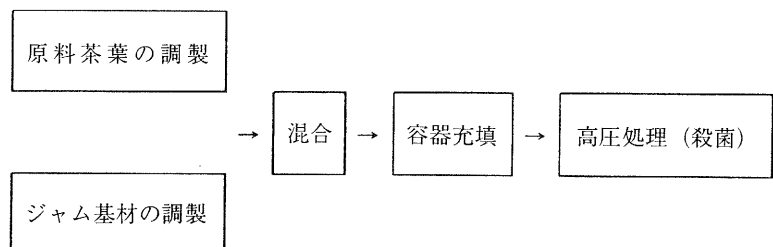


図-1 茶の葉ジャムの基本的製造工程概略

によりジャムを製造すれば、茶の葉をイメージするような鮮やかな緑色のジャムは得られなく、また有効成分の損出もおこるので、今後開発実験を行っていく基本的な製造工程として図-1の工程で製造する方法を確立した。

各工程の詳細は次のとおりである。

(1) 原料茶葉の調製

原料茶葉は生のままか、蒸し処理を行って用いる。茶葉は繊維質が多く、そのままでは粉碎しにくいので乾燥する必要がある。乾燥には茶葉のもつ機能性成分（ビタミンA、C、E、カテキン、葉緑素等）の損出を抑えるため、凍結乾燥法を用いて乾燥する。乾燥後、口当たりを良くするため、粉碎器で細かく（0.5mm以下まで）粉碎する。

(2) ジャム基材の調製

ジャム基材は原料茶葉と混合する前に調製する。調製法は次のとおりとした。

- ① 砂糖と水を4：3の割合で混合する。
- ② 砂糖量に対し、2％のパクチン、1％のクエン酸、0.5％のL-アスコルビン酸を加える。
- ③ 混合物を加熱し、温度が104℃に到達した時点で加熱を終了し、冷却する。

(3) 茶葉乾燥粉末とジャム基材との混合

ジャム基材に対して2～3％量の茶葉乾燥粉末を加え、攪拌・混合する。風味の改善のため抹茶を添加することもある。

(4) 包装・高圧処理

圧力の伝わる柔軟な容器にジャムを充填し、400MPaで10分間加圧処理し殺菌する。

4-2 試作品の色、香り、風味について

4-2-1 生葉および蒸葉を材料とした場合の長所、短所について

生葉乾燥粉末を単一原料にした場合、その長所として色が鮮やかなことがあげられた。短所としては、生葉特有の青臭みが残ることであった。この青臭みは原料粉末の混合割合を減少させても緩和できなかった。次に蒸葉乾燥粉末を単一原料にした場合は、長所として青臭みが少ない点にあった。しかし、反面非常に褐変しやすく、ジャムを調製してからわずか数時間で褐変が始まり、この原料粉末を使っでの商品化は難しいと考えられた。

これらのことから、茶の葉ジャムを開発する場合、原料としては生葉を用い青臭みの緩和方法等を検討するのが良いと思われた。また、生葉の場合も長時間おくと多少褐変するので、褐変の抑制方法を検討する必要がある。

4-2-2 フレーバリング、マスキング剤としての抹茶の添加効果

生葉特有の青臭みを緩和するために、フレーバリングまたマスキング剤として抹茶を添加し、その効果を検討した。生葉乾燥粉末と抹茶を表-2の割合で混合したジャムを調製し、その香気の官能検査を行った。抹茶添加により香気はかなり改善され、生葉粉末2％（ジャム基材に対して）、抹茶3％の混合割合が最も良好であった。

そこで、この混合割合で調製したジャムを20℃で保存し、色の経時変化を調べた。その結果、図-2のように1日目から色に変化し始め、3日目では大きく変化した。このままでは商品になりにくいので、褐変の抑制を検討する必要がある。

表-2 抹茶の添加効果

試 験 区	1	2	3	4	5
生 葉 粉 末 (%)	3	3	2	2	2
抹 茶 (%)	3	2	1	2	3
官 能 評 価	C	B	C	B	A

(A>B>C)

4-2-3 原料茶葉の検討

—新芽（3番芽）の利用

古葉を材料とした場合、含まれるビタミンEが多いと言うメリットがあるが、未利用茶葉の利用化の開発という点では、古葉と同様に利用途の開発が望まれている2番芽や3番芽の新芽を活用する検討も必要である。そこで、3番芽を原料としたときのジャムの官能検査を行った。混合割合および結果を表-3に示す。その結果、官能的には試験区5（生葉粉末2%、抹茶2%）が1番優れていた。また、味に関しては古葉に比べ若干青臭く、また薄く感じたが、古葉と全く同様にジャムの原料に使用できるものと思われた。

そこで、この混合割合で調製したジャムを20℃で保存し、色の経時変化を調べた。その結果、図-3のように古葉を用いたのと同様1日目から褐変が始まった。また時間の経過とともに徐々に青臭みが強くなった。

なお、ここで過度の褐変の原因を調べるため、マイクロウォッチャー（三菱化成(株)製V S-20s型）を使用し、ジャムを顕微鏡観察したところ、ジャム基材中に点在する生葉は褐変していなく、抹茶が褐変の原因であることがわかった。以後、抹茶の使用は中止することとした。

4-3 原料茶葉処理方法の検討

抹茶の添加によるマスキングやフレーバリングでは20℃の保存1日目褐変が始まり、また徐々に青臭みが戻るといふ余り良好な結果が得られなかったので、青臭みを除去する他の処理方法の検討を開始した。

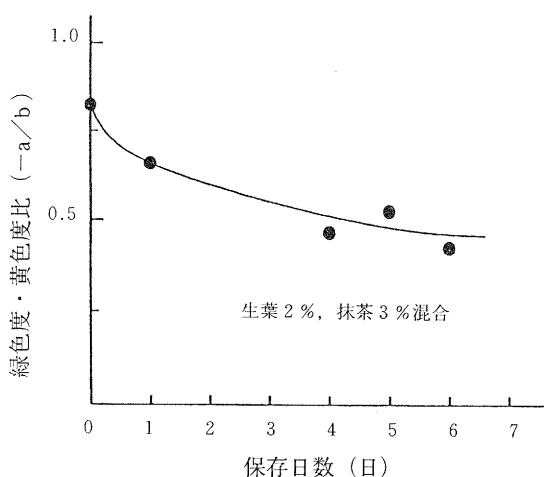


図-2 古葉を原料とするジャムの20℃保存による色の経時変化

表-3 3番芽を原料とするジャムの官能検査結果

試 験 区		1	2	3	4	5	6
生 葉 粉 末 (%)		3	3	3	2	2	2
抹 茶 (%)		1	15	3	1	2	3
官 能 評 価	香 気	C	C	A	B	A	A
	味	C	C	A	B	A	A

(A > B > C)

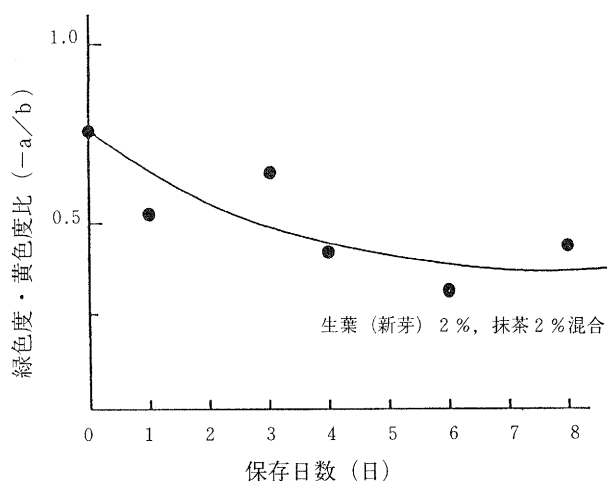


図-3 3番芽を原料とするジャムの20℃保存による色の経時変化

4-3-1 マイクロ波処理の検討

生葉の青臭みは青葉アルコールに起因すると考えられ、蒸しにより緩和されるにで何らかのエネルギーを与えれば、分解による緩和が期待できる。ただし、ここで通常の乾燥機による火入れ処理を行うと、原料成分の劣化を招き、また凍結乾燥を実施した意味も薄れるので、マイクロ波によりエネルギーを与え、青葉アルコールのみを分解することを実施した。

まず、マイクロ波処理の適応性を検討するため古葉乾燥品を粉碎し、30秒から5分間マイクロ波処理を施し、処理時間とクロロフィルのフェオフィチンへの変化率を調べた。その結果、図

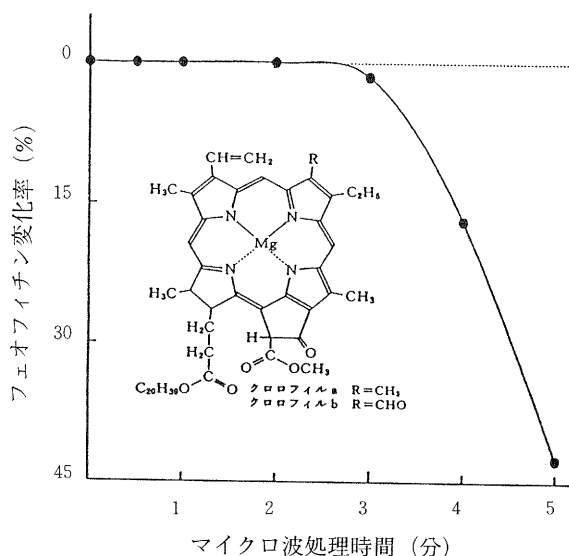
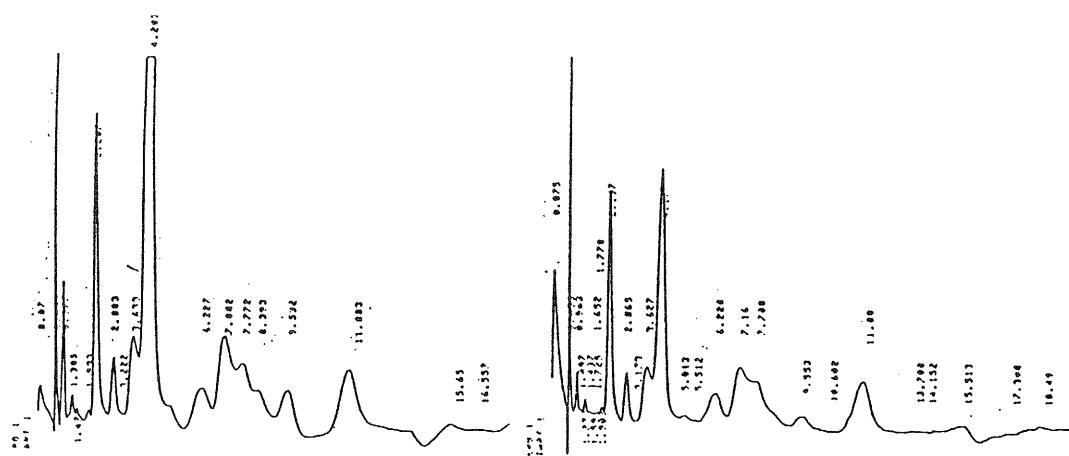


図-4 茶葉粉末のマイクロ波処理によるクロロフィルのフェオフィチンへの変化

4のように、処理時間3分まではクロロフィルが変化せず残っていることがわかった。なお、5分間処理では褐変し試料が一部焦げていた。問題となった青臭みは、未処理と比較して緩和されていた。ガスクロマトグラフによるヘッドスペースガスの分析を行ったところ、図-5のようになった。図において、保持時間4.2分のピークがマイクロ波処理を行うことによって大きく減少しているが、このピークは青葉アルコールに起因するピークであると考えられる。以上により、マイクロ波処理を行うことによって生葉特有の青臭みを緩和することが可能であることがわかった。



4-3-2 生葉のマイクロ波による乾燥の可能性

今まで凍結乾燥による処理を検討してきたが、マイクロ波により直接乾燥することが可能ならばジャムの製造コストを大幅に減少することができるので、マイクロ波による乾燥について検討した。図-6に生の古葉をマイクロ波処理した場合のクロロフィルのフェオフィチンへの変化率と残存水分率の関係を示す。その結果、クロロフィルのフェオフィチンへの変化はマイクロ波処理時間との間に明確な相関関係は見いだせなかったが、7~15%変化した。凍結乾燥粉末では3分以内の処理で変化しなかったのに対して、生葉は水を含んでいるのでマイクロ波により水が加熱され高温になり、クロロフィルが分解したものと考えられる。

残存水分量については、3分間以上の処理で4%以下まで減少することがわかった。

4-4 マイクロ波処理原料を用いたジャムの試作

凍結乾燥後マイクロ波処理（3分間）した試料と生葉を直接マイクロ波処理（4分間）により乾燥させた試料を用いジャムを試作し、20℃で保存を行い色の変化を観察した。ジャム基材への混合割合はいずれも3%とし、マ

イクロ波処理をしていない凍結乾燥品を用いて試作したジャムを対照とした。その結果、図-7のように対照および凍結乾燥品をマイクロ波処理した試料で作成したジャムの色の变化は少なく、良好な結果を示した。これに対して、直接マイクロ波で乾燥させた試料で作成したジャムは、褐変が激しかった。凍結乾燥後マイクロ波処理する方法が最適と考えられた。

4-5 味・風味の改善

味や風味を改善する目的で、ジャム基材の調製法を変更したり、種々の果実の凍結乾燥粉末を添加し、味・風味を検討した。

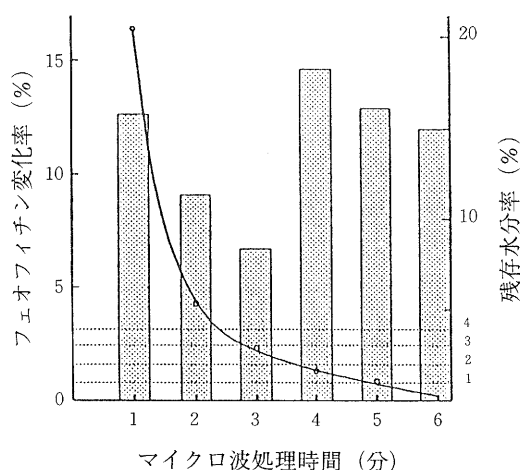


図-6 茶葉のマイクロ波乾燥によるクロロフィルのフェオフィチンへの変化と残存水分率

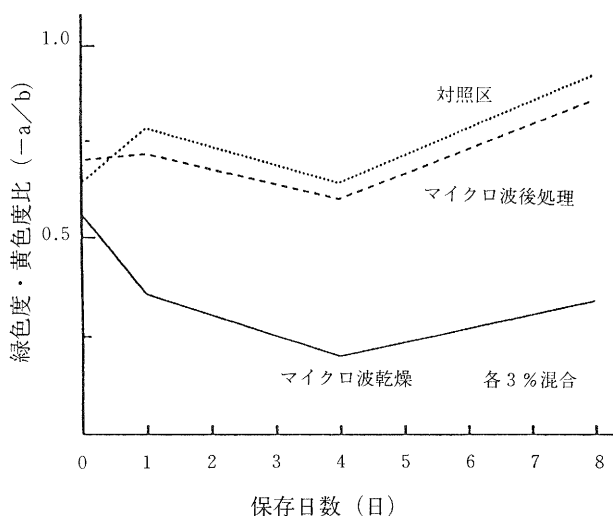


図-7 マイクロ波処理原料を用いたジャムの20℃保存による色の経時変化

4-5-1 ジャム基材の改良

今までの実験ではジャム基材のペクチン濃度を砂糖に対して2%としてきたが、やや固めであったので、食感を良くするため1.5%に減量した。また、酸味が強く感じられたのでアスコルビン酸の添加を中止した。このようにジャム基材の改良を行ったところ、以前に比べ甘味が増し、物性的にもプレザータイプのジャムに近いものに仕上がった。

4-5-2 凍結乾燥果実の添加

風味を改善するため、レモン、ミカン果皮、キウイ果肉の凍結乾燥粉末をそれぞれ1%添加した茶の葉ジャムを試作し、官能検査と20℃での保存における色の経時変化の検討を実施した。

混合割合および官能検査結果を表-4に示す。官能検査の結果、最も良好だったのは3区（レモン添加）、4区（ミカン果皮添加）、で2区（果実無添加）も良好な結果を得た。繰り返しになるが、前述の検討結果と同じく1区（マイクロ波処理無し）は青臭みが強く、5区（キウイ添加）は重くてくどい風味であった。ただし、3区、4区とも果実のイメージが風味に強くでてしまうので、お茶のイメージを残すためにも、0.3~0.5%の添加で十分であろうと思われた。

次に、これらの混合割合で作成したジャムの保存による色の経時変化を図-8に示す。各区とも、大きな変化は観察されなかったが、3区のミカン果皮添加区がやや色の劣化が大きかった。

4-6 高圧処理によるジャムの殺菌

高圧処理による保存性向上効果を検討するため、ジャムを400MPaで10分間高圧処理を施し、20℃で0から30日間保存し、生菌数を測定した。対照としては無処理のジャムを用いた。その結果、表-5のように高圧処理を施せば30日間の保存によっても、生菌数は全く増加しないことが判明した。高圧処理により、微生物的には保存性を向上させることが可能である。

4-7 茶の葉ジャムと他のジャムとの成分比較

今回開発した茶の葉ジャムと他の食品ジャムとの成分の比較を表-6に示す³⁸⁾。本ジャムではビタミンA、Eや粗繊維、タンニン、葉緑素等の機能性成分を多く含有するのが特徴である。

表-4 各種凍結乾燥果実の添加効果

試験区		1	2	3	4	5
古葉粉末 (%)		2	2	2	2	2
マイクロ波処理		無	3分	3分	3分	3分
果実の添加	レモン (%)	0	0	1	0	0
	ミカン (%)	0	0	0	1	0
	キウイ (%)	0	0	0	0	1
官能評価	香気	C	A B	A	A	C
	味	C	A	A	A	B

(A > B > C)

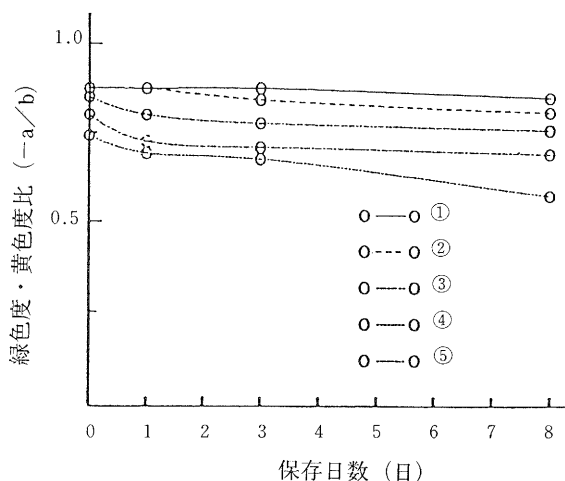


図-8 果実凍結乾燥粉末を添加したジャムの20℃保存による色の経時変化

5. 茶の葉ジャムの開発に関する考察

5-1 茶の葉ジャム開発の特徴

今回開発したジャムおよびその製造技術の特徴は次のとおりである。

- (1) 従来、茶は飲物中心に考えられてきたが、全国で初めて食品としての茶の生葉を使ったジャム開発に成功した。
- (2) 通常のジャム製造方法（加熱処理）で製造すると、茶の葉に含有される機能性成分（ビタミンA、C、E等）が損失し、また製品の色も褐色に変化し茶の葉をイメージさせる鮮やかな緑色のジャムは得られない。本研究では、凍結乾燥技術

と高圧処理技術、マイクロ波処理技術を駆使することによって、茶の生葉の保有する色、味、芳香、有効成分等を損失することなく、茶の葉の

特性、特質を生かした食品としての茶の葉ジャムの開発に成功した。

- (3) 茶の葉ジャムの開発により、茶の葉に含有される全ての保健性、機能性成分の全量摂取が可能になり、茶の有効性を高めることができた。これは機能性食品として、時代のニーズにマッチする。
- (4) 茶の葉の新規利用用途開発と消費拡大に貢献できる。特に、本ジャムは利用価値の低い古葉から製造することができ、古葉の付加価値を高めることができる。
- (5) 食品業界へは茶の葉ジャムという新しい材料を提供することができる。

5-2 既存高圧処理ジャムとの違い^{39, 43)}

高圧処理によるジャムは既に(株)明治屋から市販されているが、本ジャムの製造法上での大きな違いは次のとおりである。

- (1) 原料には果実ではなく、植物の葉を使っている。そのため、前処理として細かく粉碎する必要がある、本方法では凍結乾燥法により生の特徴を生かしたまま乾燥し、粉碎している。
- (2) 前処理として凍結乾燥をしているため高圧処理を施さなくともジャムの製造は可能であり、高圧処理は殺菌の目的のみで使用している。

5-3 加工設備

本ジャムを製造するためには、凍結乾燥装置と高圧処理装置が必要である。高圧処理装置は、1日70kg程度のジャムの製造なら実験用の機種でも可能である。また、凍結乾燥は、大量に行う

表-5 高圧処理（400MPa，10分間）による茶の葉ジャムの保存性向上効果（20℃保存による一般生菌数の変化）

保存日数	無 処 理	高圧処理
処理直後	1.8×10^3	300以下
3 日 目	2.1×10^3	300以下
7 日 目	1.9×10^3	300以下
15 日 目	2.4×10^3	300以下
21 日 目	2.6×10^3	300以下
30 日 目	2.2×10^3	300以下

表-6 茶の葉ジャムと他のジャムとの機能性成分の比較³⁸⁾

機能性成分	ビ タ ミ ン			粗 織 維	無機成分		葉 緑 素	カ テ キ ン
	A効果	C	E		Ca	K		
茶の葉ジャム	160IU	10mg	5 mg	600mg	22mg	60mg	11mg	218mg
イチゴジャム	0	20	0	0.6	0.2	80	0	0
リンゴジャム	0	0	0	0.7	16	50	0	0

場合加工を請け負う業者もあるので利用することもできる。茶の葉は収穫時期に収穫し、凍結保存あるいは凍結乾燥し粉末で保存しておけば、必要なときにジャムへの加工が可能になる。

5-4 エネルギー

本ジャムの製造には、工程の前半で凍結乾燥というエネルギーとコストのかかる方法を採用するが、後半の高圧処理では、直接加工用の熱は使用しない上に、圧力は一度上げてしまえば、原理的にそれ以上のエネルギーの追加は不用となる。高圧処理のみをとってみれば従来の加熱加工の1/10程度のエネルギーしか必要でないとの報告³³⁾もあり、工程の全体を通して、従来の加熱法と同程度かそれ以下のエネルギーで済むものと考えられる。

5-5 容器・包装材料、包装方法等

通常多くのジャムはガラス瓶にいれて販売されているが、本ジャムでは製造の最終工程で高圧処理を施すので、圧力を伝達する柔軟なプラスチック容器に充填するのが望ましい。フィルムの材質としては、変色を防止する意味からガスバリアー性の良いものが望まれる。なお、無菌化包装設備（アプセティック）を使用すれば、高圧処理により殺菌を行った後、無菌的にガラス瓶に充填することも可能である。

5-6 流通形態

通常のジャムでは常温流通が一般的であるが、本ジャムは生の茶の葉に由来する色や風味が特徴であり、残存酸素の影響等により特に色調が変化しやすいので、鮮やかな緑色を長期間保つためにも影響が顕在化しにくい低温流通が必要である。

なお、可能ならばジャムが凍結しない程度の氷点下（-5℃程度）での流通・保存が望ましく、この場合は3ヵ月以上の保存も可能である。

5-7 法的規制^{42, 44)}

ジャムに関しては、食品衛生法等法律的な殺菌条件の規制はない。しかし、JASでは加熱による加工がジャムの要件になっている。すなわち、本ジャムは、加熱してないのでJASの表示をしての販売はできないが、JAS表示をしなければ販売できる。ジュース等の他の食品では規制のかかる現行の法律や、JAS規格等は高圧処理法の開発される以前に制定されたものであり、今後逐次見直されるべきであると考え。そのためにも、高圧処理法の益々の技術的、論理的進展が必要であると考え。

5-8 今後の課題

今後製品化に向けて、また高品質化のためには次の課題が残されている。

- (1) 味や風味に関しては、完全に確立されたものではなく、個人的な好みが重要なものである。商品化にあたっては販売のターゲットにより味の改良・改善を図っていく必要がある。
- (2) 試作品では、ゼリー化するための糖類として砂糖を用いたが、機能性食品として開発したジャムであるので、フラクトオリゴ糖やガラクトオリゴ糖等のオリゴ糖類やカップリングシュガーなどの機能性糖類を原料の一部とする検討も必要である。

6. おわりに

茶の需要拡大と高付加価値化を目的に茶の生葉を利用したジャムの開発を実施し、今回その開発に成功したが、本ジャムが機能性を高めた新規食品として受け入れられ、早期に製品化され世の中

で販売される日を待ち望んでいる。

[参考文献]

- (1) 滋賀県工業技術分野別実態調査報告書（食品分野），地域計画研究所（1988）.
- (2) 松本 正：滋賀県工業技術センター研究報告，**2**，79－89（1988）.
- (3) 松本 正：滋賀県工業技術センター研究報告，**3**，77－91（1988）.
- (4) 松本 正：滋賀県工業技術センター研究報告，**4**，107－116（1990）.
- (5) 松本 正：滋賀県工業技術センター研究報告，**5**，78－87（1991）.
- (6) 松本 正，矢田 稔，今西康博：「昭和63年度技術開発研究費補助事業成果普及講習会テキスト」，第Ⅵ章，中小企業庁（1989）.
- (7) 松本 正，林 力丸：農化，**64**，1455－1459（1990）.
- (8) 松本 正，林 力丸：「加圧食品－研究と開発－」（林 力丸編），pp. 237－247，さんえい出版（1990）.
- (9) 松本 正：食品と開発，**25**（12），21－23（1990）.
- (10) 松本 正：農化，**65**，388（1991）.
- (11) 松本 正：「加圧食品と高圧生物学」（林 力丸編），pp. 368－377，さんえい出版（1991）.
- (12) 松本 正：材料，**41**，294－298（1992）.
- (13) 本田正次，林 弥栄，古里和夫監修：「原色園芸植物大図鑑」，p. 249，北隆館（1984）.
- (14) 木村康一，木村猛淳：「原色日本薬用植物図鑑」，pp. 69－70，保育社（1981）.
- (15) 河村眞也，故倉宏至，松村康生，森 友彦：農化，**61**，1567－1569（1987）.
- (16) 河村眞也，原口健司，故倉宏至，松村康生，森 友彦：農化，**62**，1355－1356（1988）.
- (17) 故倉宏至，原口健司：フレグランスジャーナル，11月号，71－77（1990）.
- (18) 小池五郎，福場博保編：「栄養学事典」，朝倉書店（1977）.
- (19) 奥田拓男編：「天然薬物事典」，廣川書店（1986）.
- (20) 満田久輝，宮崎基嘉編：「栄養化学」，朝倉書店（1973）.
- (21) 橋本 実，斉藤 桂：食品と開発，**25**（10），30－36（1990）.
- (22) 橋本 実，斉藤 桂：食品と開発，**25**（11），45－51（1990）.
- (23) 機能性食品連絡会：食品と開発，**26**（4），14－40（1991）.
- (24) 食品と開発編集部：食品と開発，**27**（3），24－27（1992）.
- (25) 林 力丸：食品と開発，**22**（7），55－62（1987）.
- (26) 林 力丸：化学と生物，**25**，703－705（1987）.
- (27) 林 力丸：食品機械装置，**25**，53－59（1988）.
- (28) 林 力丸：食品と開発，**23**（12），40－45（1988）.
- (29) 林 力丸：蛋白質・核酸・酸素，**34**，119－123（1989）.
- (30) 林 力丸：バイオサイエンスとインダストリー，**46**，29－31（1988）.
- (31) R.Hayashi：in “Engineering and Food”， vol.2（ed. W.E.L. Spiess and H.Schubert），Elsevier Applied Science, England, pp. 815－826, 1989.

- (32) 林 力丸：食品工業，**33**（8），20－24（1990）.
- (33) 堀 恵一：食品と開発，**23**（12），46－50（1988）.
- (34) 林 力丸編：「食品への高圧利用」，さんえい出版（1989）.
- (35) 林 力丸編：「加圧食品－研究と開発－」，さんえい出版（1990）.
- (36) 林 力丸編：「加圧食品と高圧生物化学」，さんえい出版（1991）.
- (37) 池ヶ谷賢次郎，高柳博次，阿南豊正：茶業研究報告，第71号，43－74（1990）.
- (38) 科学技術庁資源調査会編：「四訂日本食品標準成分表準拠・食品成分表」，第一出版（1983）.
- (39) 堀江 雄：食品と開発，**25**（12），24－26（1990）.
- (40) 堀江 雄，木村邦男，井田雅夫，吉田康博，大亀邦仁：農化，**65**，975－980（1991）.
- (41) 堀江 雄，木村邦男，井田雅夫，吉田康博，大亀邦仁：「加圧食品と高圧生物科学」（林 力丸編），pp. 336－343，さんえい出版（1991）.
- (42) 堀江 雄，木村邦男，堀恵一：農化，**65**，1469－1474（1991）.
- (43) 公開特許公報（A），平3－219844，特許庁（1991）.
- (44) 厚生省生活衛生局食品保健課，乳肉衛生課，食品化学課監修：「食品衛生小六法（平成2年度版）」，新日本法規出版（1990）.

工業技術センター研究報告

第 6 号

平成4年8月 印刷発行

発 行 滋賀県工業技術センター
滋賀県栗太郡栗東町上砥山232
T E L (0775) 58-1500

印 刷 大津紙業写真印刷株式会社
大津市月輪一丁目9番33号