

熊本県工業技術センター

研 究 報 告

第 28 号

平成元年度

REPORTS OF
KUMAMOTO INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE

No. 28

1990

平成 2 年 9 月

熊本県工業技術センター

〒862 熊本市東町 3-11

Published by

Kumamoto Industrial Research Institute

3-11, Higashi-machi, Kumamoto-shi 862 Japan

熊本県工業技術センター研究報告

第 28 号 (平成元年度) 平成 2 年 9 月

目 次

木造住宅の設計と音特性

— 木質材料の環境適合性に関する研究 —

..... 中村 哲男・大迫 靖雄・上田 直行・古城 雅彦・寺床 勝也 (1)

高温乾燥した木材の製品性能に関する研究

..... 中村 哲男・大迫 靖雄 (10)

X線検査画像処理ガイダンスシステムの開発

..... 井戸 泰男・重森 清史・藤田 勉・高松 繁男 (17)

表面欠陥検査画像処理システムの開発

..... 重森 清史・井戸 泰男・木村 幹男 (27)

2 系統の導電性ファインセラミックスのワイヤー放電加工性能と評価の検討

..... 富重 定三 (36)

窒化けい素セラミックス上の無電解ニッケルめっき皮膜の密着性

..... 木村 幹男 (44)

リアルタイム OS のための C 言語インターフェース・ライブラリの作成方法	
.....	園田 増雄 (53)
PLD の電氣的特性試験	
.....	上田 直行 (60)
UNIX マシンにおける異種端末の画面制御方法	
.....	河北 隆生 (71)
システム・コントローラの試作	
—— 簡易ハンド・アイ・システムの開発 (第 2 報) ——	城戸 浩一 (76)
膜ろ過のしょうゆ製造工程への応用	
—— 膜法による食品製造技術の改良に関する研究 ——	
.....	松田 茂樹・湯之上雅子・富永 宏 (82)
アルミナ粉体への無電解ニッケルめっきとゴムへの充填効果	
—— 異種材料の複合化による機能性向上に関する研究 (第 2 報) ——	
.....	永田 正典・末永 知子・永山 賛平・本田悠紀雄 (89)
バテライト型炭酸カルシウムの合成及び湿度雰囲気下での結晶転移	
.....	末永 知子・永山 賛平・内野義登志 (96)

REPORT
OF
KUMAMOTO INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE

No. 28 (1989. 4 ~ 1990. 3) Sep. 1990

CONTENT

Relation Between Sound Properties and Design of Wooden House

— Studies on Environmental Flexibility of Wooden Materials —

Tetsuo NAKAMURA Yasuo OHSAGO Naoyuki UEDA

Masahiko KOJO and Katsuya TERADOKO (1)

Studies on the Quality of Wood Kiln-Dried at a Hight Temperature

Tetsuo NAKAMURA and Yasuo OHSAGO (10)

Development of Image Processing Guidance System for X-Ray Inspection

Yasuo IDO Kiyoshi SHIGEMORI Tsutomu FUJITA

and Shigeo TAKAMATSU (17)

Development of Image Processing System for Inspection of Surface Defects

Kiyoshi SHIGEMORI Yasuo IDO and Mikio KIMURA (27)

Wire-cut Electric Discharge Machining and Its Evaluation

of Two kinds of Conductive Fine-ceramics

— Development on Efficient Machinings of Fine-ceramics (2) —

Sadami TOMISHIGE (36)

Adhesion of Electroless Nickel Plating Films on Silicon Nitride Ceramics	
Mikio KIMURA	(44)
Method of Programing C Language Interface Library for Real Time Operating System	
Masuo SONODA	(53)
Test of Electrical Characteristics on Programmable Logic Device	
Naoyuki UEDA	(60)
Method of Control the Screen for Various Terminals on the UNIX machine	
Takao KAWAKITA	(71)
Design and Implementation of System Controller	
— Development of Simple Hand-eye System (2) —	
Koichi KIDO	(76)
An Application for Soy Sauce Processing by Membrane Filtration	
— Studies on Food Processing Improvement by Membrane Filtration —	
Shigeki MATSUDA Masako YUNOUE and Hiroshi TOMINAGA	(82)
Electroless Nickel Plating on Alumina Powder and the Effects of Packing the Alumina to Gum	
— Studies on Functional Improvement by the Composition of Different Material (2) —	
Masanori NAGATA Tomoko SUENAGA Sanpei NAGAYAMA and Yukio HONDA	(89)
Preparation of Vaterite CaCO_3 and Cristal Transition under Various Humid Atmospheres	
Tomoko SUENAGA Sanpei NAGAYAMA and Yoshitoshi UCHINO	(96)

木造住宅の設計と音特性

— 木質材料の環境適合性に関する研究 —

中 村 哲 男*・大 迫 靖 雄**・上 田 直 行***
古 城 雅 彦*・寺 床 勝 也**

Relation Between Sound Properties and Design of Wooden House — Studies on Environmental Flexibility of Wooden Materials —

Tetsuo NAKAMURA* Yasuo OHSAKO** Naoyuki UEDA***
Masahiko KOJO* and Katsuya TERADOKO**

本研究では、熊本県が示した施工方法に基づいて建築された、熊本型新木造住宅「郷の匠」コンペ入選住宅13棟のうち、6棟について床衝撃音を測定した。

また、これらの住宅の床衝撃音特性を比較検討するため、「郷の匠」と同様の工法すなわち軸組在来工法で建築された建売用一般木造住宅および枠組工法モデル住宅についても同様な測定を行った。

実験は、各住宅2階床をタッピングマシン（軽量床衝撃音）およびタイヤ落下（重量床衝撃音）によって衝撃し、これらによって発生する衝撃音の周波数分析を行った。

これらの結果から、軽量衝撃源による衝撃音は、床面が木質フローリングの場合「郷の匠」工法住宅のほうが一般建売住宅より低い傾向を示し、また、重量衝撃源による衝撃音に対する特性は床がフローリング、畳、いずれの場合でも顕著な差を示し、「郷の匠」工法住宅の優位性が示された。

1. 緒 言

木質系住宅の大型化、集合化や木質フロアの増加に伴い、上階から下階への騒音の問題はその重要性が増してきている。¹⁾しかしながら、この木造住宅の床騒音については未解明の部分も多く、今後居住性の向上の点からも床衝撃音の改善を目的とした一層の研究が望まれている。

このような中、熊本県では木造住宅、特に国産材を使用した在来軸組工法²⁾を用いた新しい発想に基づく住宅建築を目的としたモデル住宅の建築

を実施した。

本企画は、木材供給側からの住宅の提案という形で、各構造材寸法の思いきった整理と各建築部分の工法の指定に従って設計された住宅コンペで入選した住宅13棟を、同一団地内に建築させ、モデル住宅として展示したものである。

筆者らはこれらの木造住宅を対象として、居住性、性能特性について種々の検討を行っている。³⁾

これらの住宅は前述のように、ある種の施工方法については指定したマニュアルに基づいた施工をなすことが義務づけられている。²⁾しかし、住宅の設計については、各メーカーの独自性を出したものである。したがって、その居住性についても、各住宅の設計による特性が出るのが考えられる。

*情報デザイン部

**熊本大学教育学部

***電子部

今回は、これらくまもと型新木造住宅「郷の匠」コンペ入選作13棟のうち、6棟の住宅について、主として、床衝撃音を測定した。また、これらの住宅の特性を検討するため、「郷の匠」と同様の工法、すなわち軸組在来工法で建築された建売用一般木造住宅と、枠組壁工法モデル住宅についても同様な測定を行った。

かれらの結果を各住宅の設計と関係づけて検討する。

2. 実験および実験方法

2.1 実験対象住宅

前述した熊本県主催の住宅コンペに入選して、熊本市南部、秋津レークタウンに建築された、くまもと型新木造住宅「郷の匠」13棟のうち、6棟(SH、JA、MA、TA、YO、CH)、熊本市近郊に在来軸組工法によって建築された建売木造住宅(MU、KU)および熊本市内の展示場に展示された枠組壁工法モデル住宅(GI)の計9ヶ所を測定対象とした。なお、床材料特性、室の設計等の差を考慮して、衝撃対象として、床材料は木質床および畳とした。

2.2 「郷の匠」住宅の特性

本報の調査の主たる対象住宅とした「郷の匠」住宅の特性のうち、特に、床衝撃音特性に関係すると思われるものについて以下に示す。

- 1) 熊本産スギ、ヒノキを構造材として使用し、軸組工法で建築する。
- 2) 構造材の種類は表1に示す11種類とする。なお、大きな寸法の柱を使用して、剛性、耐久性のある住宅の建築を目的として、120mm角の柱を主体としたものとする。
- 3) 梁など比較的大寸法の部材については、120mm角の柱材をベースとした重ね梁を採用する。
- 4) 乾燥材(表面含水率19%以下)を使用すること。
- 5) 2階床はプラットフォーム工法として剛性を持たすこと。
- 6) 床下地材として15mm厚の構造用合板を張ること。

モデル住宅は、上記の条件を満たした住宅で、デザインについては設計者の自由に任されている。

表1 木造モデル住宅に使用される構造部材の寸法

構 造 部 材 名	寸法(mm)
柱(通し柱、管柱)・木土台・軒桁・棟木・合掌・束木(洋小屋)・陸梁(和小屋)・添胴差し・添桁	120×120
胴差し・隅木・合掌・陸梁(洋小屋)・添胴差し・添桁	120×150
大引き・床束・田屋・小屋束・床火打ち・小屋火打ち	90×90
間柱・根太(梁間隔 1920mm)	120×40
タルキ・筋達	90×45
根太(1階大引間隔 960mm)	60×40
合掌	120×180

*この他に、2階床梁・小屋梁・添胴差し・添桁には重ね梁(120×240、120×300、120×360mm)を使用する。

2.3 測定方法

実験対象とした各住宅について、2階の床にタッピングマシン(軽量床衝撃音源:リオン株式会社製FI-01型)およびタイヤ落下(重量衝撃音源)によって衝撃を与えた。ここで発生した衝撃音を、図1に示す測定要領で、1階に設置したマイクロホン(B&K社製4165型)で受音し、音響測定装置(B&K社製3360型)を通してコンピュータ(HP社製HP-9000-216型)に取り入れ(測定時間8秒間)、そのデータを1/3オクターブで周波数分析を行った。

この場合、衝撃を与えた場所は、各測定部屋とも、中心を通る対角線上の3箇所とし、受音場所は、各衝撃点に対して、部屋の中心を通る2本の対角線上の5点とした。

その他、測定方法は、JIS-A-1418に準拠して行った。

なお、測定の対象とした各住宅の2階の床組の状況は表2に示す。

3. 結果および考察

測定した結果のうち、本論文では、衝撃点を部屋の中心部とし、その直下で受音した軽量衝撃源、重量衝撃源について衝撃音別分析に関する検討を行う。

さらに、検討にあたっては、床状態による衝撃音に対する特性の差を明らかにするため、床の状

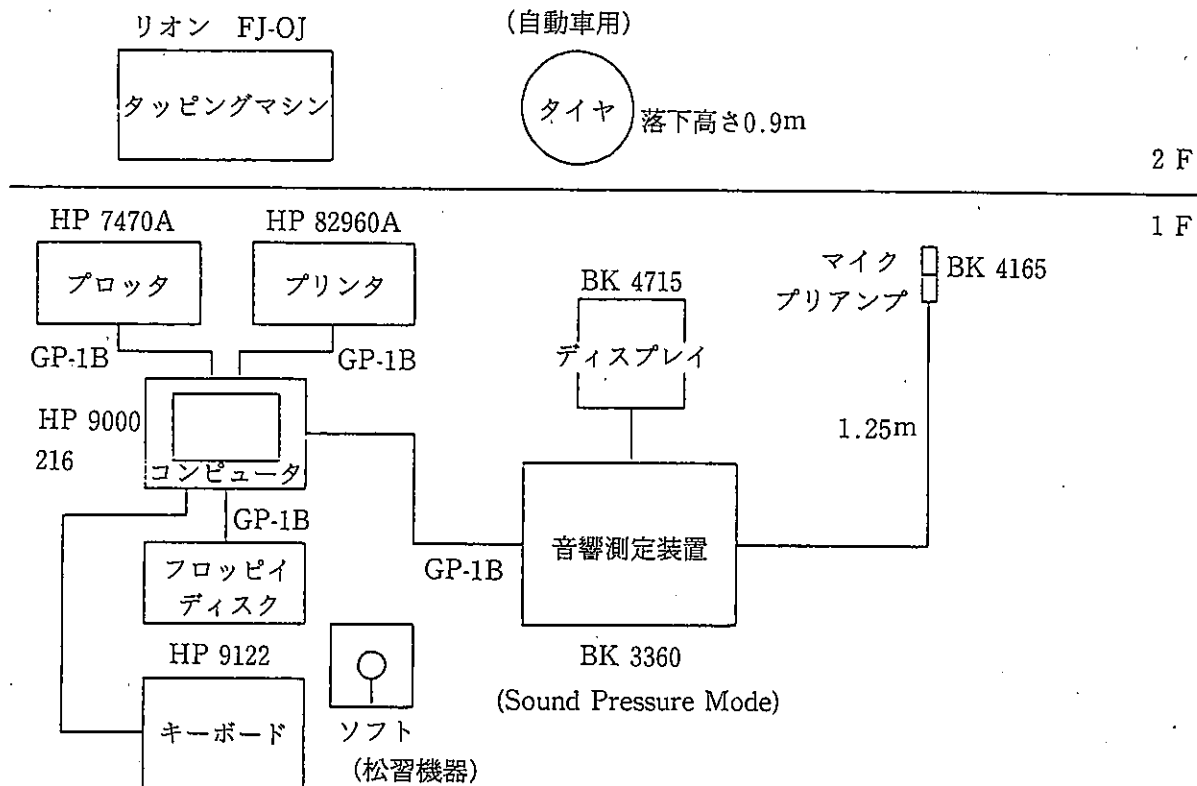


図1 床衝撃音の計測システム

表2 床衝撃音測定住宅の2階床組状況

住宅区分	SH	JA	MA	TA	YO	CH	MU	KU	GI
床の材質	畳	スギ小幅板 緩衝材	フローリング	フローリング	フローリング	畳	フローリング	畳	フローリング 緩衝材
厚さ (mm)	60	15+9	15	12	15	55	12	60	19+38
捨貼り材質	コンパネ	コンパネ	コンパネ	コンパネ	コンパネ	コンパネ	—	コンパネ	—
厚さ (mm)	12	12	12	12	12	12	—	12	—
根太寸法	40×60	40×60	40×60	40×120	40×60	40×60	45×45	45×45	40×210
根太間隔 (mm)	303	303	455	455	380	303	300	400	455
大引寸法 (mm)	90×90	90×90	90×90	90×90	90×90	90×90	90×90	90×90	—
梁寸法 (cm)	12×30	12×30	12×30	12×30	12×12	12×24	10.5×21	10.5×21	—
床下高さ (cm)	30	30	30	30	30	36	52	52	24
天井厚さ (mm)	P.B.9 スギ板9	ply.9 マツ桟	P.B.12 クロス	ply.9 スギ桟	プラ12 クロス	P.B.9 クロス	P.B.9 クロス	P.B.9 クロス	P.B.12 クロス

*SH、JA、MA、TA、YO、CH：くまもと型新木造住宅“郷の匠”工法住宅

MU、KU：建売り住宅（軸組在来工法住宅） GI：モデル住宅（枠組壁工法住宅）

態は、木質床（フローリング）および畳の場合に分けた検討を行う。

3.1 軽量衝撃源（タッピング）、木質床（フローリング）の場合

これに該当する住宅は、表2に示したように、JA、MA、TA、YO、MUおよびGIである。そこで、これらと比較するため、音測定1.980秒時の音圧と周波数の関係を図2に示す。また、この場合のオーバーオール値（OA）およびそのA補正值（OA・A-W）⁴⁾を表3に示す。なお、本表の数値は、音測定1.012秒時、1.980秒時、2.992秒時、4.004秒時、5.016秒時の5回の測定値を平均した値である。

図2から、250Hz以上でのMUの値が高い結果

表3 軽量衝撃源（タッピング）による
音圧レベル(dB) (床面：木質フローリング材)

住宅区分	YO	TA	JA	MA	MU	GI
OA	88.90	92.10	85.86	88.84	96.64	92.20
OA(A-W)	82.08	87.82	75.78	79.66	90.20	84.78

*住宅区分記号は表2参照

が示されている。この場合、MUは平均的な建売住宅と思われる建築物で、他の住宅は、枠組壁工法住宅（GI）および「郷の匠」工法（YO、TA、JA、MA）によるものである。MUは「郷の匠」と同様に、軸組在来工法住宅である。しかしながら、図2において250Hz以上の音圧レベルおよび表2における音圧レベルとも「郷の匠」工法住宅と比較すると高い値を示している。

ところで、MUと「郷の匠」工法住宅とを比較すると表2から明らかなように基本構造材の寸法や床組の状況が異なっている。このような住宅部材や設計の基礎的な違いと床衝撃音特性の関係を検討するため、初めに、MUと「郷の匠」工法住宅の音特性の違いについて検討を加える。

まず、表3のOA値を見ると、「郷の匠」工法住宅のうち最も低い値を示すJAとMUの差は、10.78dBを示している。そして、「郷の匠」工法住宅のなかで、最も高い値を示すTAと比較しても、4.58dBの差があることを示しており、軽量衝撃源に対する床衝撃特性がかなり劣ることが明らかとなっている。

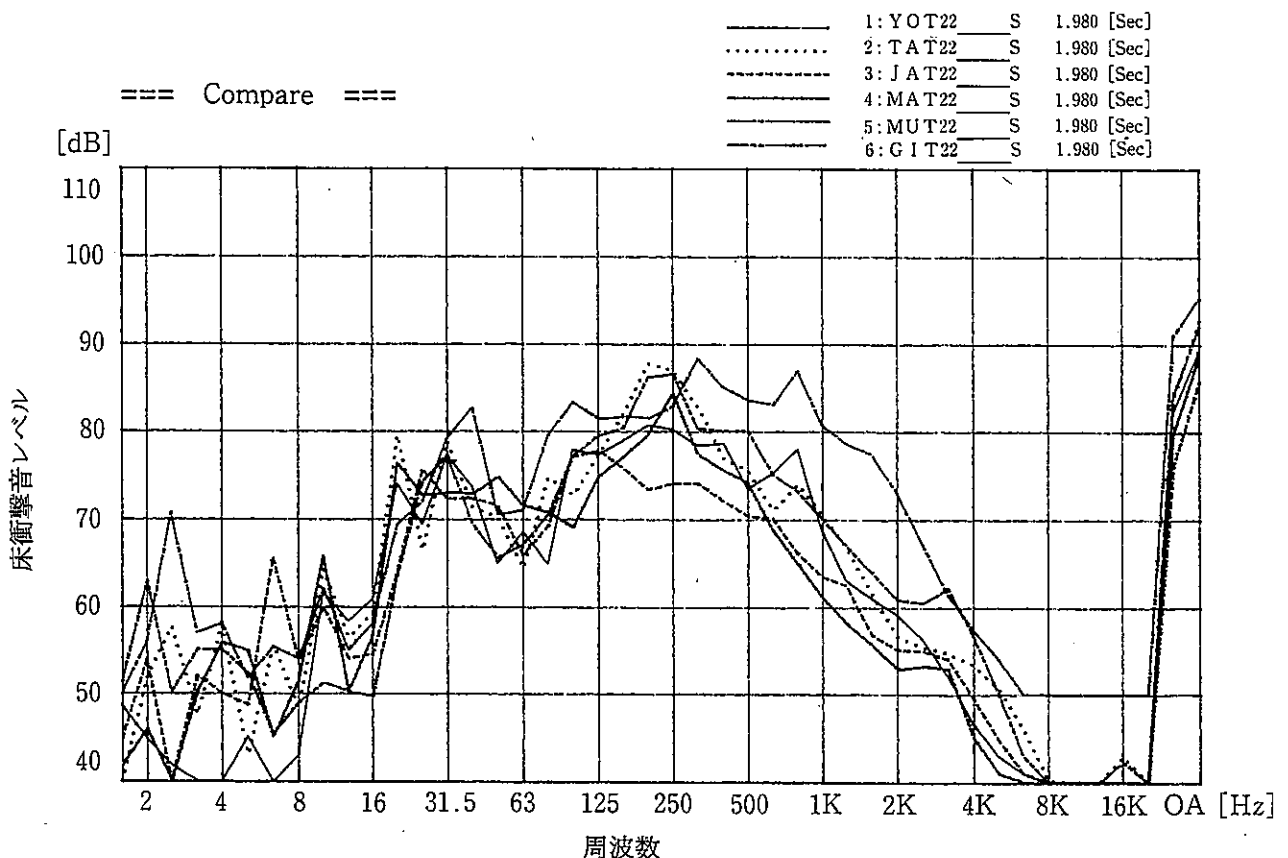


図2 軽量衝撃源（タッピング）の木質床（フローリング）に及ぼす衝撃音レベルと周波数の関係
図中記号は表2参照

さらに、可聴域の音特性を表す $OA \cdot A-W$ 値を見ると、 TA と比較して2.38、そして JA と比較するとその差はさらに大きく、じつに14.49も高い値を示しており、「郷の匠」工法住宅と比較して MU の床騒音がひどいことを示している。

軽量衝撃音は、一般に、住宅の構造体に付加された床材の振動特性に関係するといわれている。⁵⁾ この点から考えると、本測定対象住宅は、いずれも木質床材が使用されており、その振動特性に大きな違いはない。このことを考慮すると、本結果は、「郷の匠」工法住宅の工法特性、たとえば構造材の寸法、床組における捨貼りの義務づけなどが、大きく影響したものと思われる。

ただ、表3の結果は、「郷の匠」工法住宅の中でも、かなりの差があることを示している。とくに、 JA の値が他の住宅と比較して低い値を示している。この結果は、表2の床組状況から明らかなように、 JA は、床下に緩衝材を使用している。木質材料を用いる場合、緩衝材を併用もしくは複合することによって、遮音効果が現れるとする報告はしばしばなされている。⁶⁾

JA の場合、表3の OA 値および $OA \cdot A-W$ 値の低下さらに、図2において、125Hz～500Hzでの音圧レベルの低下が明らかとなっており、緩衝材を使用した効果が現れたことを示している。

また、枠組み工法住宅の GI については、 OA 値、 $OA \cdot A-W$ 値がいずれも「郷の匠」工法住宅で最も数値の高い TA に近い数値を示した。とくに、 GI の $OA \cdot A-W$ 値は MU 、 TA に比べ $A-W$ 値が低い値を示している。表2から明らかなように GI は床衝撃音を低めるため、かなり厚い緩衝材を使用している。このことを考慮すると、 GI の場合、床に緩衝材を複合したことによって、遮音効果が現れたといえよう。ただ、これだけ厚い緩衝材を使用しながら、「郷の匠」工法住宅の YO 、 JA 、 MA より高い音圧レベル値を示したことは、「郷の匠」工法住宅が音特性に対して優れたものであることを示しているといえよう。

3.2 軽量衝撃源（タッピング）、畳床の場合

これに該当する住宅は SH 、 CH および KU である。これらの軽量衝撃源に対する、床衝撃音レベルの周波数分析および OA 、 $OA \cdot A-W$ 値を図

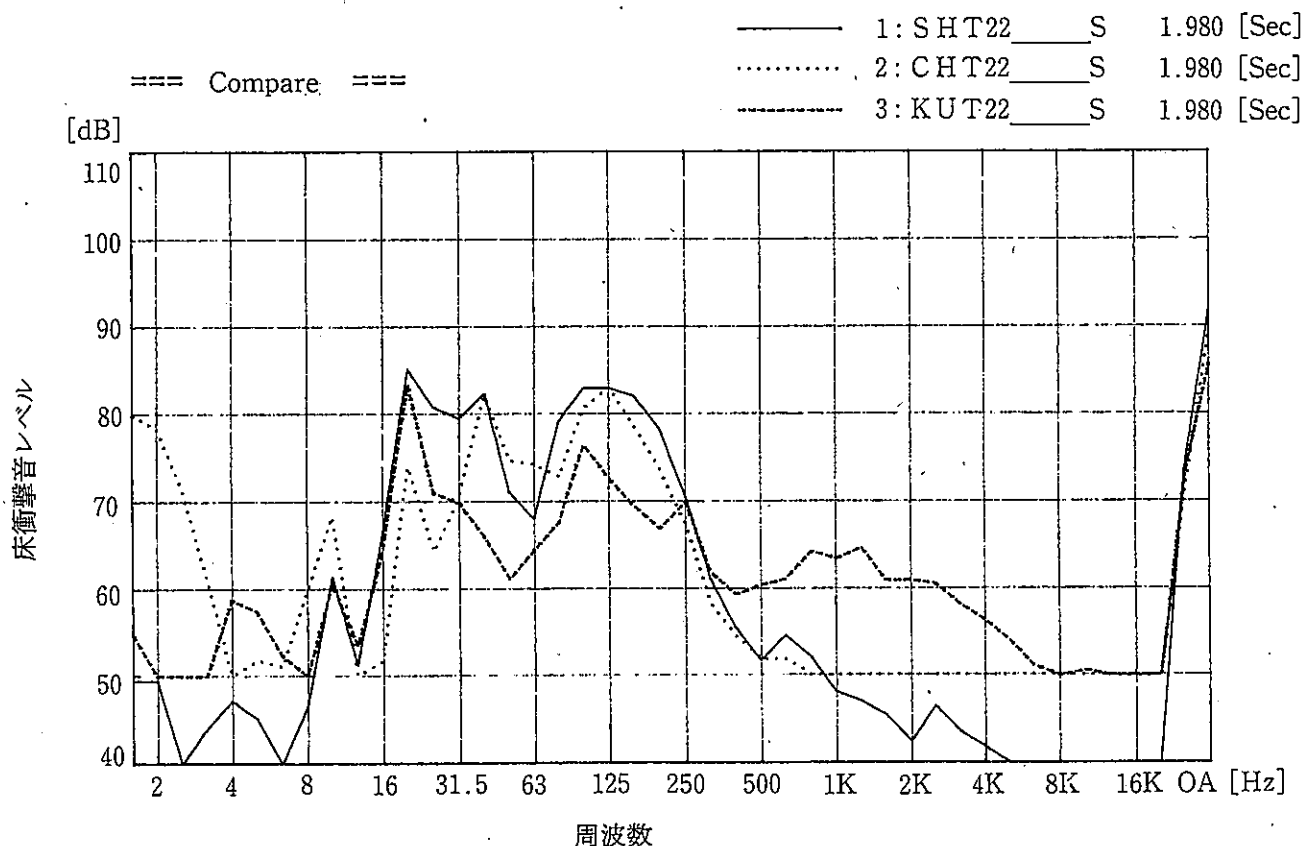


図3 軽量衝撃源（タッピング）の畳床に及ぼす衝撃音レベルと周波数の関係
 図中記号は表2参照

3、表4に示す。

なお、図3は前項と同様測定時1.980秒時、表4の数値については表3と同様5回の平均値を示す。

この場合、「郷の匠」工法による、SH、CHと建売住宅のKUを比較すると、木質フローリング床でみられたような大きな差は見られない。むしろ、「郷の匠」工法のSHの値が大きい傾向を示している。ただ、この場合、表3の木質フローリング床の場合と比較すると、OA・A-W値はかなり低いことが明らかとなっている。

ここで行ったタッピングによる床衝撃音レベルは、前述したように、床材の振動特性に影響を受けるといわれている。そのため、床材料の衝撃力を弱めることによって、この衝撃音レベルは低下する。この点からいえば、たとえば、ブナ挽材の衝撃力は1140N（1N=1kg・m/sec）に対して、畳（5.5cm、比重0.23）の値は192Nという報告⁷⁾があり、畳の衝撃力は木質床材に対して非常に低い値を示す。

また、木質床材でも、緩衝材と複合することによって、衝撃力を、約1/2とすることができるといふ報告⁷⁾もある。このため、本結果も、住宅の構造的な違いより、衝撃力に関係する畳の堅さなどに関係したものといえる。

ところで、ここで行った軽量衝撃試験は、実際的には、ハイヒールなどの土足で床の上を歩く場合などに関係している。しかしながら、日本の家屋では、部屋の中を土足で歩くことは少ない。そのため、軽量衝撃音については、部屋を土足で使用する習慣のあるところより問題が少ないものと思われる。

3.3 重量衝撃源（タイヤの落下）、木質床（フローリング）の場合

まず、重量衝撃源であるタイヤの落下時における衝撃音レベルと測定時間の関係を図4に示す。

表4 軽量衝撃源（タッピング）による
音圧レベル(dB) (床面：畳)

住宅区分	SH	CH	KU
OA	92.18	88.28	85.64
OA,(A-W)	74.16	70.38	72.68

*住宅区分記号は表2参照

タイヤの落下は、瞬間的なため、落下時間を特定するのは困難である。そこで、図4から、衝撃音レベルが最高の値を示した測定時間を特定して、その時点での周波数分析を行い、その結果を図5、表5に示す。

図5の結果より、建売住宅のMUは、31.5Hzの周波数で、枠組壁工法モデル住宅のGIでは25.0Hzの周波数で大きな音圧を示している。また、表5から、OA、OA・A-Wとも「郷の匠」工法住宅以外のMU、GIの値が高いことを示している。とくにOA・A-W値は、「郷の匠」工法住宅のなかで最低値を示すMAと比較すると、MUで14.1、GIで12.0dBもの差があることを示し、最高値を示すJAと比較しても、それぞれ3.2、1.2dB高い値を示している。

重量衝撃音は、軽量衝撃音と異なり、建築物の構造体の床の剛性と質量によって、その伝搬特性が決定されるといわれている。⁸⁾「郷の匠」工法住宅の場合、実験の項で示したように、床の剛性をもたすため、プラットホーム工法を指定している。さらに、梁、根太などの寸法が通常の本造住宅より大きなものを使用することを義務づけている（管柱、間柱などの柱材は、120mm角の角材を使用、通常は105mm角が多い）。したがって、本結果から、建売の在来軸組工法のMUについては、これらの構造体の床剛性の差が本測定値に現れたことを示しているといえる。また、枠組壁工法モデル住宅のGIについては軸組工法住宅と違い、梁、根太をもたず、壁面上に床面として成型された複合パネルを乗せて構成されたものである。したがって、壁面間距離が支点間距離となる。そのため、床自体に、梁、根太に要求されるだけの強度を持たせた構造となっている。しかしながら、本結果は、特性としては、「郷の匠」工法住宅より衝撃音に対する特性が劣ることを示し、構造体の剛性が

表5 重量衝撃源（タイヤの落下）による
音圧レベル(dB) (床面：木質フローリング材)

住宅区分	YO	TA	JA	MA	MU	GI
OA	99.6	100.5	101.1	101.9	107.8	107.0
OA,(A-W)	82.3	79.8	82.6	71.8	85.8	83.8

*住宅区分記号は表2参照

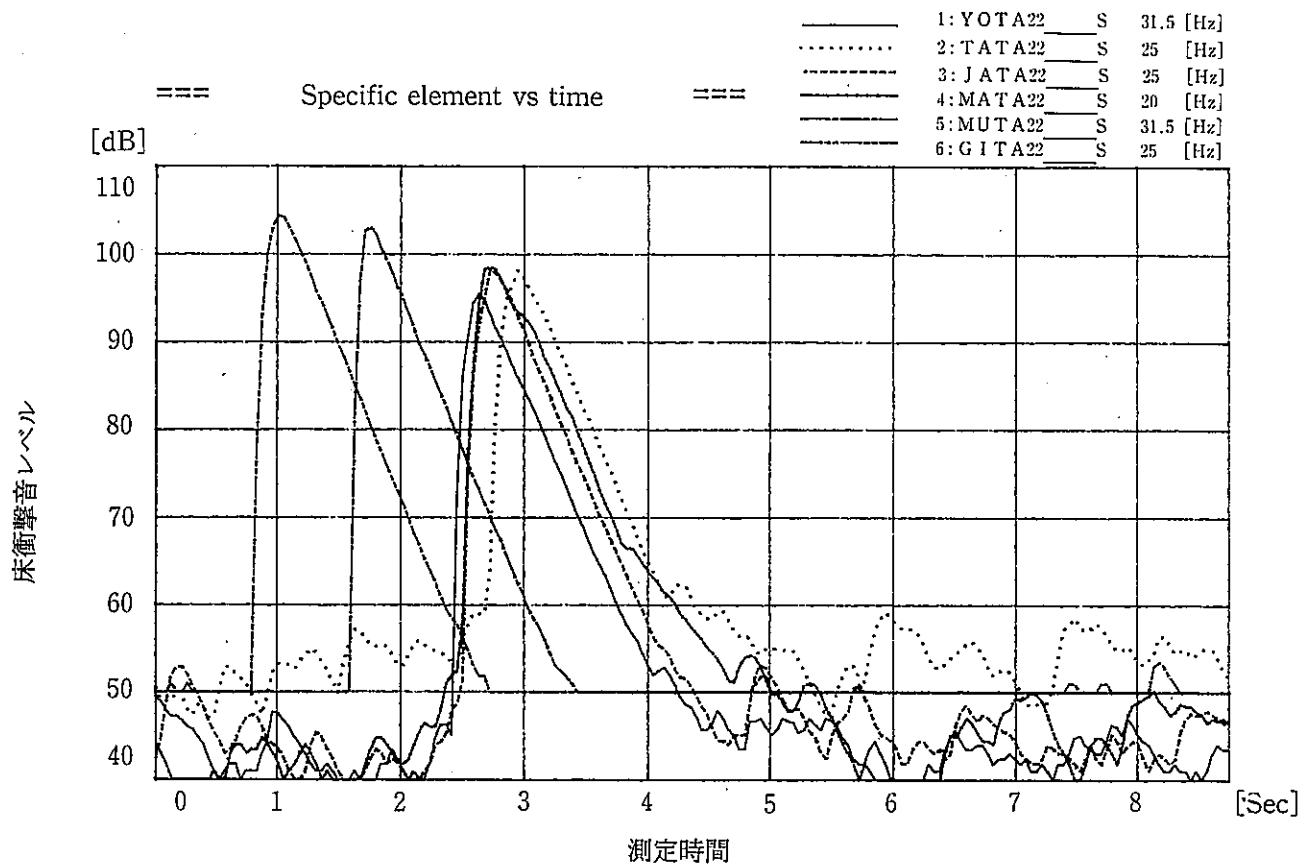


図4 重量衝撃源（タイヤの落下）の木質床（フローリング）に及ぼす衝撃音レベルと測定時間の関係
図中記号は表2参照

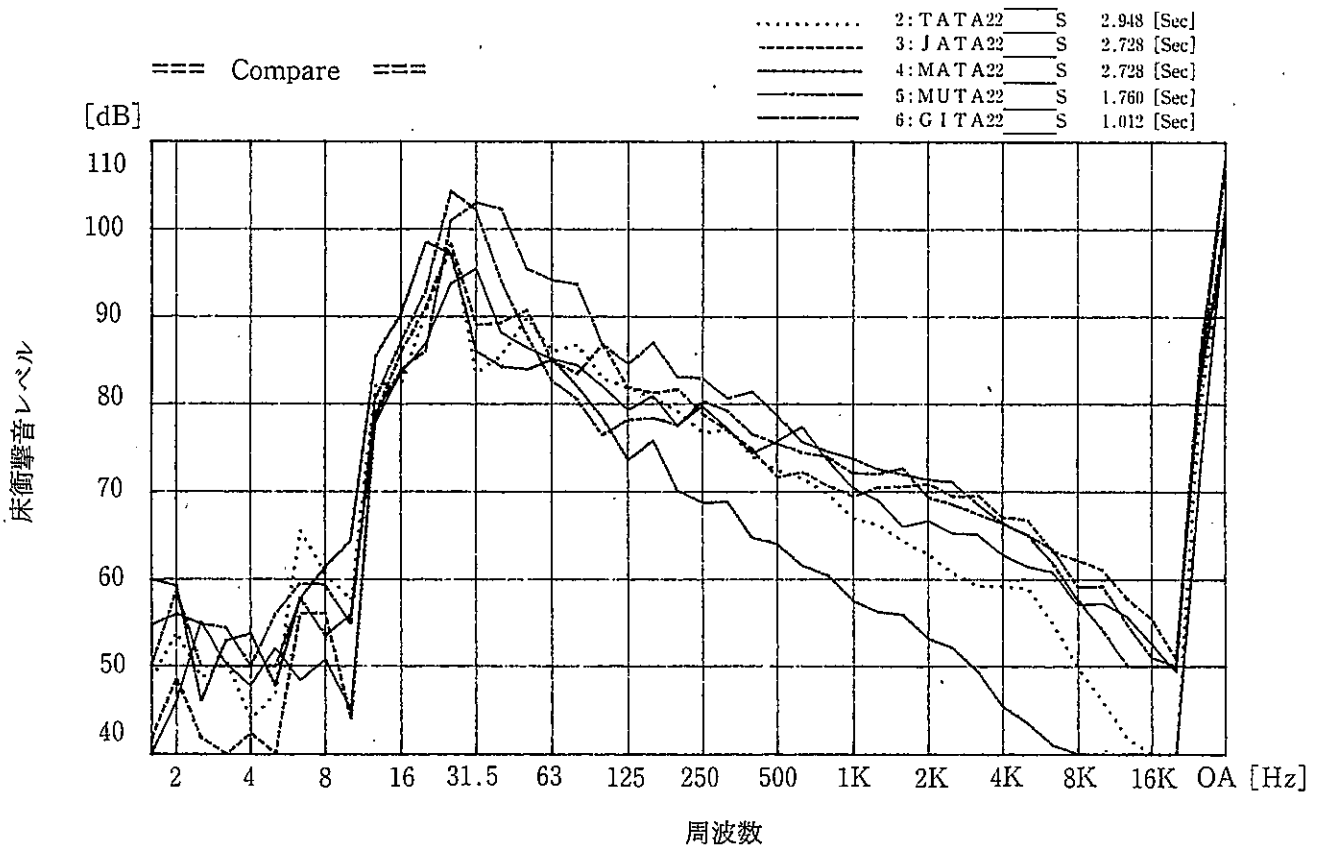


図5 重量衝撃源（タイヤの落下）の木質床（フローリング）に及ぼす衝撃音レベルと周波数の関係
図中記号は表2参照

「郷の匠」より劣ると思われる一般建売住宅の MU と変わらない結果を示している。このことから、枠組工法住宅の重量衝撃源に関する構造体特性は、軸組工法住宅と比較して劣っている事を示しているといえよう。

ところで、「郷の匠」工法住宅の中では、軽量衝撃音に対する特性が最も優れていた JA の値が、重量衝撃音に対しては、最も高い値を示している。このことは、軽量衝撃音特性に効果を示した緩衝材の使用が、重量衝撃音に対しては遮音効果を表さないことを示している。これらの原因については、さらに検討していく予定である。

3.4 重量衝撃源（タイヤの落下）、畳床の場合

重量衝撃源に対する畳床の衝撃音レベルの周波数分析および音圧レベル値を図 6、表 6 に示す。なお、ここで示した値は 3.3 項と同じ時点での値を示している。

図 6 についてみると、建売住宅 KU と「郷の匠」工法住宅のうち、音圧レベルの高い CH とは、ほとんど差がない結果を示している。ただ、KU の場合、高周波域で高い音圧が観察される。この傾向

は、軽量衝撃源による結果と類似している。

次に、表 6 から OA、OA・A-W をみると、KU の OA 値は、「郷の匠」工法住宅のうち、低い値を示す SH より 7.3dB 高い値を示すが、高い値を示す CH と比較すると、わずかに 0.9dB 高い値を示しているにすぎない。しかしながら、可聴域の音圧レベルを示す OA・A-W の値は、「郷の匠」工法住宅のうち、高い値を示す CH より 5.9dB も高い値を示しており、SH よりは、12.3dB も高くなっている。このことは、2 階で発生した重量衝撃音による騒音は、KU で著しくひどくなることを示している。

ここで示した畳床の場合と前項で述べた木質床の場合に対する重量衝撃音に対する音圧レベルの

表 6 重量衝撃源（タイヤの落下）による
音圧レベル(dB) (床面：畳)

住宅区分	SH	CH	KU
OA	102.3	108.7	109.6
OA,(A-W)	78.8	85.2	91.1

* 住宅区分記号は表 2 参照

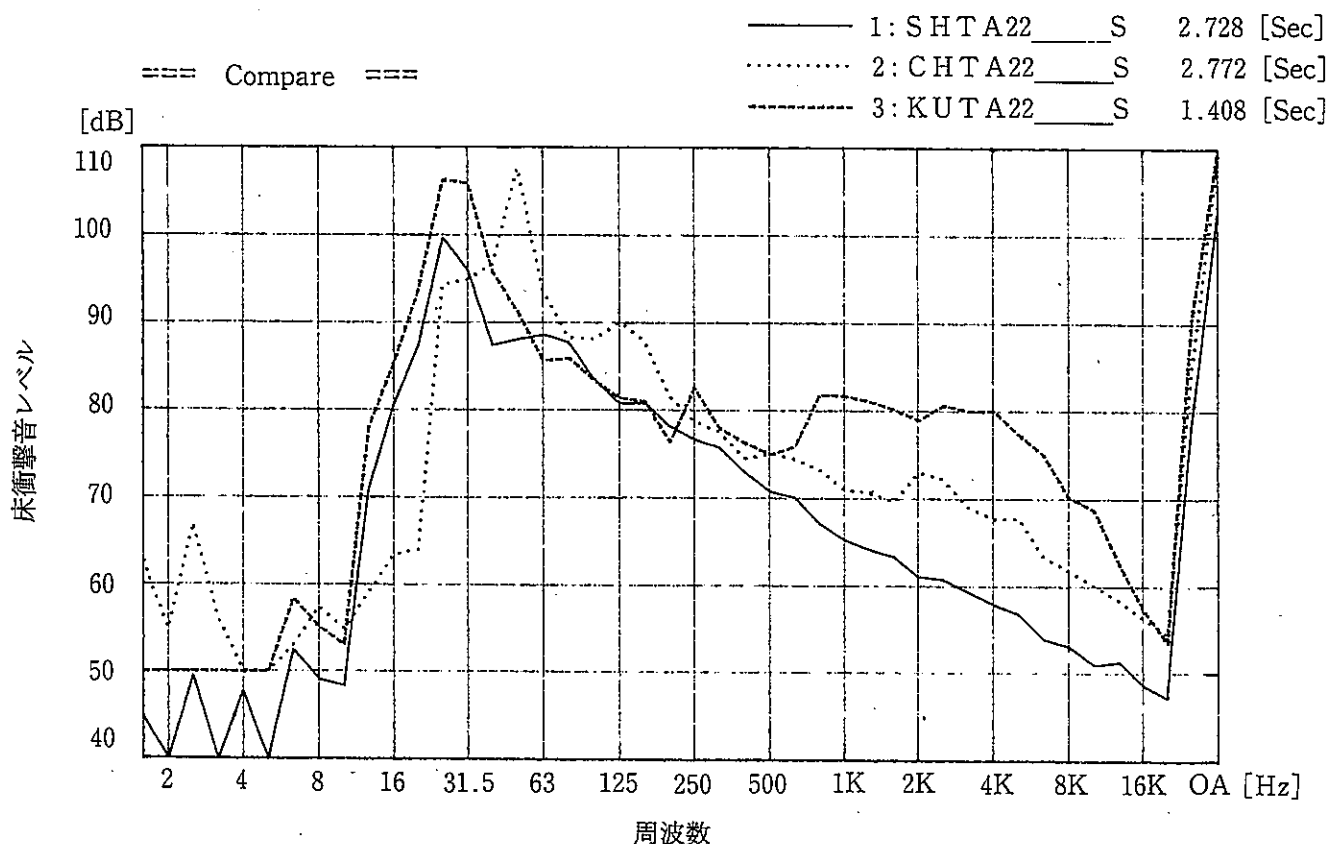


図 6 重量衝撃源（タイヤの落下）の畳床に及ぼす衝撃音レベルと周波数の関係
図中記号は表 2 参照

特性をみると、OA 値は、むしろ畳床のほうが高い傾向を示している。

さらに、OA・A-W 値も同様な傾向を示している。この傾向は、軽量衝撃源に対する傾向と異なったものといえる。この原因は、前述した床材料の特性より構造体の床剛性と質量に関係する重量衝撃音の特性と関係づけて説明できる。

なお、本特性は、たとえば、子供がベッドから飛び降りた場合のように、重量物が落下したときの音と対応している。したがって、このように「郷の匠」工法住宅の重量衝撃源に対する衝撃音レベルが低いことは、本住宅が構造体として優れていることを示しているといえる。

なお、「郷の匠」工法住宅の中で、重量衝撃音レベルが最も高い値を示した CH は、表 2 に示したように、他の住宅と比較して床下高が高い。さらに、梁の寸法がやや小さい。また、畳厚が薄いなど、他の「郷の匠」工法住宅とやや異なった設計となっている。重量衝撃音レベルの差は、このような設計の違いと関係することが推定できる。

4. 要 約

本研究では、熊本県によって開発された、くまもと型新木造住宅「郷の匠」住宅の床衝撃音特性を検討するため、熊本県主催のコンペ入選モデル住宅 6 棟について、床衝撃音を測定した。また、これら住宅の特性を比較検討するため、「郷の匠」工法住宅と同様の工法すなわち、在来軸組工法で建築された一般木造住宅および枠組壁工法によるモデル住宅についても同様な測定を行い、これらの結果について検討した。

その結果を要約すると次のとおりである。

- 1) 床衝撃による音圧レベルの測定から、軽量衝撃源における衝撃音は、床面を木質フローリング材とした場合、畳よりかなり大きな値を示した。ただ、木質フローリング材の場合、「郷の匠」工法住宅の音圧レベルは、一般建売木造住宅よりかなり低い値を示した。とくに、騒音として、人間が感じる可聴域の音圧 OA・A-W の値に顕著な差が見られ、軽量衝撃音に対する「郷の匠」工法住宅の優位性が明らかとなった。さらに、木質床材と緩衝材を併用することによって、遮

音性の効果が顕著になる傾向が見られた。

- 2) 床面が畳の場合、いずれの住宅でも、木質フローリング材と比較して軽量衝撃音レベルは、かなり低い値を示す。そして、この場合は、「郷の匠」工法住宅と一般建売木造住宅の差は少ない。したがって、床面が畳の場合、軽量衝撃では、住宅様式による騒音差はさして問題にならないと思われる。
 - 3) 重量衝撃源による衝撃音に対する特性は、床面が木質フローリングの場合、畳の場合ともに、「郷の匠」工法住宅と一般建売木造住宅では、顕著な差が見られ、いずれも、「郷の匠」工法住宅の優位性が示された。
 - 4) 重量衝撃音レベルは、軽量衝撃音レベルほど床材料に影響を受けず、むしろ、構造体としての剛性や住宅設計、特に床構造設計などに関係する傾向が見られた。このことから、「郷の匠」工法住宅は、一般木造住宅より、構造的に優れた特性を持ち、その結果として、とくに、重量衝撃源に対して優れた特性を持つといえる。
- 最後に、本研究を行うにあたり、便宜を図っていただいた林務水産部木材流通対策室に深謝します。
- 本報の一部は、第40回日本木材学会大会(平成2年4月3日筑波大学)で大迫靖雄が口頭発表した。

参 考 文 献

- 1) 例えば、高橋徹；“木材の科学と利用技術（3. 居住性）”、日本木材学会研究分科会報告、1989、PP、267-281
- 2) 熊本県。木材協会連合会；“国産材の家づくり推進事業”、昭62.3
- 3) 例えば、大迫靖雄外；“熊本大学教育学部紀要——自然科学編——”、39、125-148 (1990)
- 4) 例えば、日本音響材料協会；“騒音・振動対策ハンドブック”、技報堂出版、1982
- 5) 木村翔；“建築音響と騒音防止計画” 彰国社、1977、PP、116
- 6) 例えば、星通、斎藤寿義、末吉修三；木材工業、42、273-276 (1987)
- 7) 末吉修三、斎藤寿義、星通；木材工業、43、112-116 (1988)

高温乾燥した木材の製品性能に関する研究

中 村 哲 男*・大 迫 靖 雄**

Studies on the Quality of Wood Kiln-Dried at a High Temperature

Tetsuo NAKAMURA* and Yasuo OHSAKO**

本研究では、県下の企業が開発した高温乾燥機によって高温乾燥した木材の材質について、従来から行われている蒸気式乾燥（IF 乾燥）と比較しながら検討を行った。

まず、乾燥方法の異なる2つの乾燥機で、供試用としてそれぞれ9本ずつのスギ柱材を、乾燥前、乾燥後に表面割れ、含水率、収縮率、色変化について測定を行い、両乾燥方法による差を明らかにするとともに、各々の資料について検討を行った。

これらの結果から、表面割れについては高温乾燥では、割れ面積の増加がIF乾燥のほぼ半分ですむことが明らかとなった。

また、含水率の分布も、高温乾燥の場合、IF乾燥した材と比較すると、表面と中心部の含水率差が小さいことなどが明らかとなった。

1. 緒 言

近年、建築用木材について、乾燥の重要性が強調され、製材のJAS規格でも新たに乾燥材の特定と未乾燥材の明確化を図った規格の改正が行われようとしている。¹⁾

このJAS規格の改正は、特に建築用構造材として木材を利用する際の材の安定性、品質等を示すものであるため、柱等の製材品を供給する企業にとって、今後は乾燥は不可欠なものになると思われる。しかし、役物柱の乾燥はともかく、構造用のスギ、ヒノキ芯持ち柱材については、ユーザーの要求があっても、実際には乾燥材の供給がなされない状況にある。この原因は、柱材の適切な乾燥技術が確立していないこと、乾燥経費がかかるにもかかわらず、その費用が売価に還元されないこと、乾燥による割れや曲がりなどの発生によっ

て、材の等級が低下するおそれがあることなどによるものと思われる。しかしながら、現状のままでは、木材の信用を失墜させ、その需要を低下させるおそれがある。今後、木材が建築の分野で他の工業材料と肩を並べて使用され、その性能が正しく評価されて行くためには、乾燥材の供給による品質の安定が不可欠であると考えられる。そのためには、柱材の乾燥技術の開発と進歩による乾燥材の普及が望まれる。

この様な状況のなか、県下の企業において、高温処理による高速乾燥機が開発された。²⁾この乾燥機は、従来のものより、かなり高い温度で乾燥を行うため、時間の短縮化が図られる。また、燃料として、廃材を用いるなどによって乾燥経費を軽減している。

ただ、一般に木材を高温かつ高速乾燥を行うと、材の割れ、収縮、反り、ねじれが出るなど材質への悪影響が予想される。³⁾

これらの点に関する乾燥材の材質を明らかにするため、県技術アドバイザー指導事業において、

*情報デザイン部

**熊本大学教育学部

この高温高速乾燥した木材の材質を、従来から行われている蒸気式乾燥（IF 式乾燥）で乾燥した材と比較しながら検討を行った。本研究ではこれらの検討結果について述べる。

2. 実験および実験方法

2.1 供 試 材

熊本県が開発したくまもと型新木造住宅「郷の匠」の主要構造材で、高品質住宅用材料として今後、乾燥材供給の要求が強まることが予想される芯持ちスギ材（スギ特 1 等芯持ち材、寸法：120 mm×120 mm×3 m）18本を供試材とした。これらの供試材は、すべて同一の製材所から購入したもので、含水率、材質等はほぼ同一状態のものと予想される。

2.2 乾 燥 方 法

乾燥は、県下の企業が開発した高温乾燥機と、普及型の IF 乾燥機によって同時乾燥を行った。なお、両乾燥機とも乾燥容量は約13m³でほぼ等しい。乾燥にあたっては、前述のスギ柱材を各乾燥機に9本ずつ、両乾燥ともほぼ同一位置に入れて乾燥を行った。その場合、供試材以外の材として、ほぼ同含水率のヒノキ柱材を入れ、同時に乾燥を行った。なお、乾燥時間は表1に示す。また、乾燥スケジュールは、両乾燥機とも企業で通常使用しているものに従った。なお、供試材については、乾燥機に入れる直前に、含水計（デルタ5）を用いて含水率をチェックした。

3.3 割 れ の 測 定

供試材を乾燥機に入れる前と後に、表面にあらわれた割れの状態を図示し、各々の割れ数をチェックするとともに、長さ、最大割れ幅の寸法を測定し、割れ面積の近似計算を行った。

3.4 含 水 率 の 測 定

IF 乾燥、高温乾燥に供した試験材の中から任意に3本ずつを選び乾燥終了時の含水率を全乾法で

求め、その結果から初期含水率を推定した。その含水率を表2に示す。

乾燥終了直後に、図1に示すように木口より570 mmの位置から木口方向へ長さ70 mm、材の中心を通る幅30 mmの材の厚さのブロックを取り出した。その表面から裏面に向けて、厚さ3～4 mmの試験片を丸鋸によって連続的に切り出した。ただし、試験片の製作は乾燥現場で、製材用丸鋸盤を用いて行った。そのため、加工精度が悪く、小型試験片からの試験片作成には、危険性が伴うため、裏面側では3～4 mmの試験片の作成は不可能であった。これらの試験片の含水率を全乾重量法によって求めた。

なお、重量の測定については㈱島津製作所製電子皿天びん LIBROR3200-D を用いて0.01g 単位まで求めた。

3.5 収 縮 率 の 測 定

表面から中心部にかけての乾燥による応力分布

表2 乾燥による含水率変化

乾燥法	資料番号	含 水 率 (%)	
		初 期	乾燥終了時
I F	No.5	37.4	22.5
	No.8	38.9	22.2
	No.16	38.3	25.7
高温乾燥	No.9	42.1	22.0
	No.11	40.3	18.9
	No.14	46.8	25.7

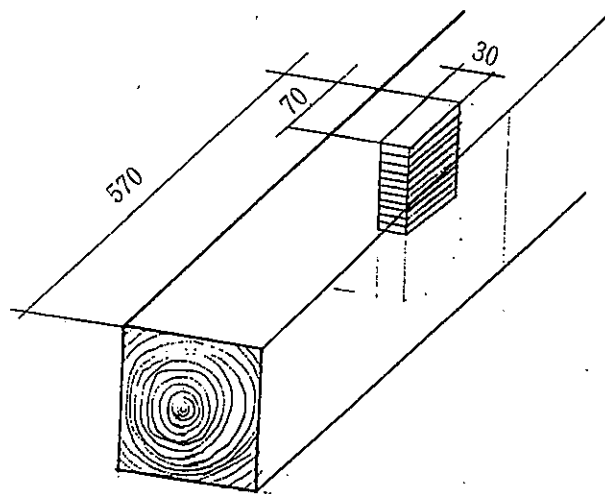


図1 含水率、収縮率測定用試験片の採取部位

表1 乾燥機の稼働時間

乾燥機の種類	乾燥時間 (Hr)	炉内養生時間 (Hr)	合計 (Hr)	最高温度 (°C)
高温乾燥機	90	4	94	99
I F型乾燥機	88	12	100	60

を見るため、含水率の測定を行う際に、各試験片について、長さ、幅および厚さについての寸法を試験片を切り取る直前と直後に測定して、寸法の変化を求めた。

寸法は、マイクロメーターを用いて0.01mm単位まで求めた。

3.6 色変化の測定

色変化の測定は各乾燥機に入れた各9本全ての供試材について行った。

測定箇所は1本の供試材につき表面10ヶ所と両木口3ヶ所ずつの6ヶ所とし、乾燥前と乾燥後に測定位置がずれないように型枠を用いて、特定した部分の測定を行った。また、乾燥後に、栈木の部分を6ヶ所測定するとともに、材内部の色変化状況を見るためプレーナーで約2mm表面を切削した状態での測定を行った。

なお、測定はスガ試験機(株)製ハンディカラーテスター H-CT 型を用いて $L^*a^*b^*$ 表色系について行った。

4. 結果及び考察

4.1 表面割れについて

表3に、高温、IF 両乾燥機によって乾燥された供試材の乾燥直前と、直後の表面割れの数と面積の平均値を示す。

本表から、高温乾燥の場合の、乾燥材の乾燥前と後の割れの数の比は1.04を示し、IF 乾燥機による場合の1.36と比較して割れの増加が著しく少ないことが明らかとなっており、乾燥による新たな割れの発生が、極めて少ないことが推定される。また、割れの面積は、乾燥後、3.18倍となってい

表3 表面割れの特性

乾燥法の種類		表 面 割 れ	
		数 (本)	面積 (cm ²)
高 温	乾 燥 前	4.6	9.08
	乾 燥 後	4.8	28.83
	比*	1.04	3.18
I F	乾 燥 前	5.0	7.19
	乾 燥 後	6.8	46.29
	比*	1.36	6.44

*乾燥後/乾燥前

るが、これは割れた部分の開きが大きくなることを示している。ただ、この値も、IF 乾燥では、6.44倍を示しており、高温乾燥では、割れ面積の増加もほぼ半分ですむことが明らかとなっている。このように、高温乾燥が割れに対する特性に優れていることは、乾燥後の材の歩留まりの向上が予想されることはもちろんのこと、乾燥することによって、材の等級が下がるとする心配も少なくなること示しているといえよう。

4.2 含水率の分布

IF 乾燥によって得られた乾燥材のスライス試験による部位別含水率の変化を図2(a)~(c)に、また、高温乾燥によって乾燥材のスライス試験による部位別含水率の変化を図3(a)~(c)に示す。これらの図から明らかなように IF 乾燥および高温乾燥した供試材と比較した結果、IF 乾燥の場合、いずれの供試材も表面から中心部に向けての水分傾斜角度が大きい。すなわち、表面と中心部の含水率差がかなり大きいことを示している。ただ、高温乾燥の NO.14 については、IF 乾燥したものとあまり差が出ていない。これは、表2に示すとおり、乾燥終了時の全体の含水率が25.7%と高かったためと思われる。この原因については、更に検討する必要があるが、本供試材の設置場所が乾燥機内で温度の最も低い乾燥室の入口部であることを考えると、乾燥炉内の温度分布のバラツキによって含水率が高くなったものと思われる。ただ、表2で明らかなように、高温乾燥した場合の供試材は IF 乾燥用のものと比較して初期含水率がいずれも高かったにもかかわらず、乾燥終了時の含水率には差がなくさらに、乾燥時間も短くなっており、高温乾燥による乾燥効率の良さを示している。しかも、図3のように、No. 9、No. 11については、表面から中心部にかけての含水率差が小さいことを示し、含水率の内部傾斜が少ないことを示している。

柱など厚みのある木材の利用において最大の問題点は、使用時での乾燥にあるといわれ、特に含水率の内部分布差が大きいことが材の割れや狂いなどの原因となることを考えると、表面と中心部の含水率差の少ない高温乾燥は厚みのある柱材の乾燥については、望ましい乾燥法であるといえよ

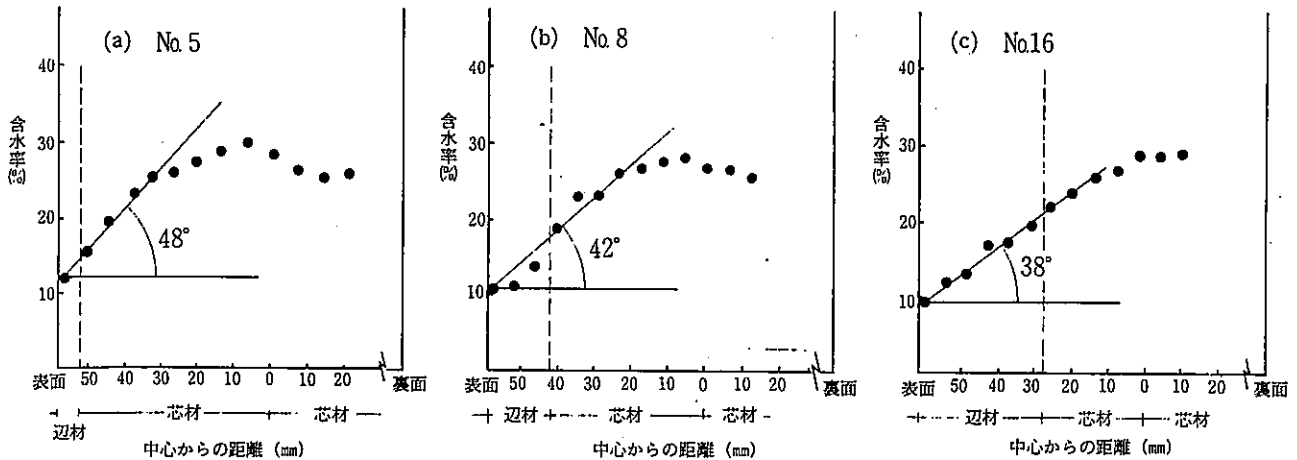


図2 IF乾燥材のスライス試験による部位別含水率の変化

202-3

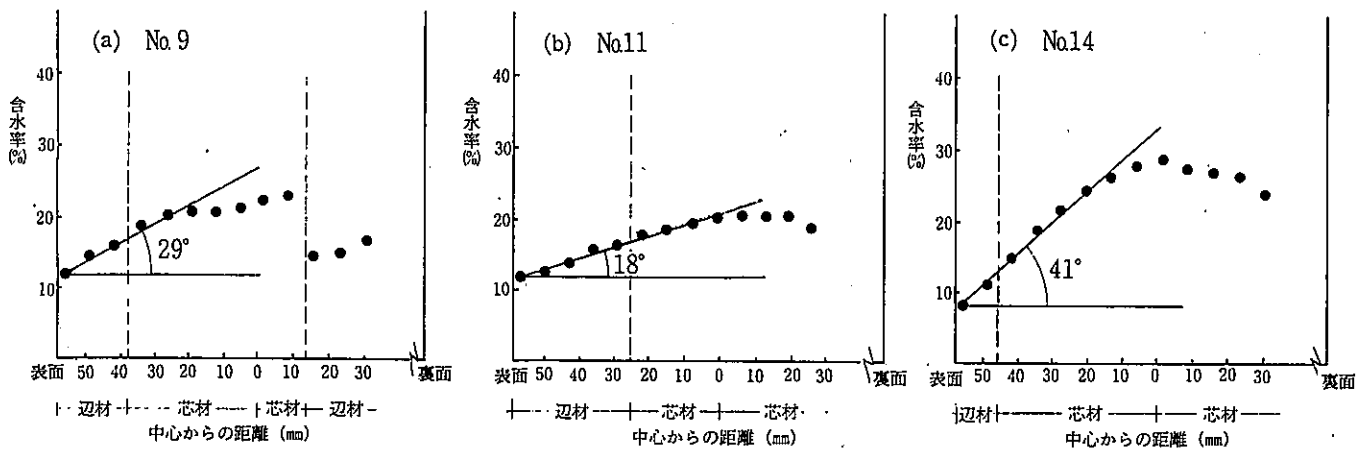


図3 高温乾燥材のスライス試験による部位別含水率の変化

う。

4.3 収縮率の変化

IF乾燥および高温乾燥直後に切り出した試験片の、部位別長さの収縮率を図4(a)~(c)、図5(a)~(c)に示す。これらの図から、長さ方向の平均収縮率をみると、いずれの乾燥法の場合もマイナス値を示し、内部応力として、引張力が存在することが明らかとなった。このことから、乾燥法による乾燥応力の違いは見られないといえる。さらに、収縮量についても乾燥方法による差は顕著には現れなかった。

一般に高温高速による乾燥は、材の乾燥応力の増加による内部応力の増加が予想されるが、今回の実験においては、乾燥応力についても、本報で述べた高温乾燥はIF乾燥とほぼ同様の結果を示

しているといえる。

4.4 色変化

図6にIF乾燥、図7に高温乾燥による材表面の $L^*a^*b^*$ 表色系の変化を示す。

この場合、 L^* 値は白さの程度を示し、数値が高くなるほど白く、低くなるほど黒くなることを示し、 a^* 値は、数値が高くなれば赤方向へ色が変化し、数値が低くなれば緑方向へ変化することを示す。 b^* 値では数値が高くなれば黄方向へ色が変化し、低くなれば青方向へ変化することを示す。

まず、乾燥の結果をみると、IF乾燥した材は表面および積木部の変化がほとんどなく、木口面において、 a^* 値が若干低下し、緑色化するとともに b^* 値が若干上昇し黄色化しているが、その変化は小さいことを示している。

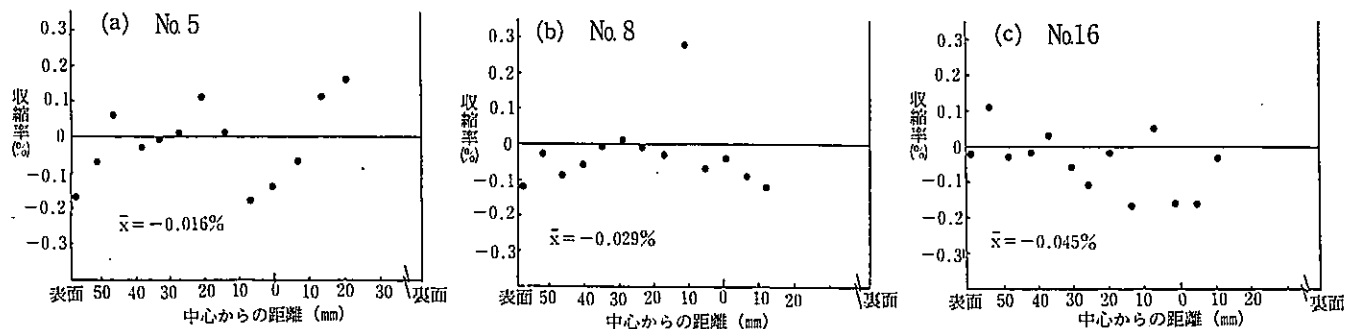


図4 IF乾燥した供試木に対するスライス試験片による部位別長さ(ℓ)の収縮率
 $\bar{x}$: 平均収縮率を表す

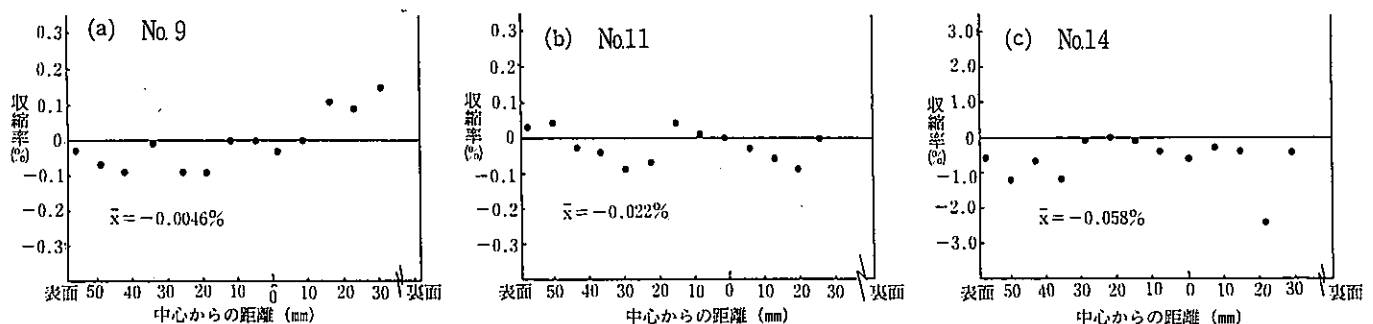


図5 高温乾燥した供試木に対するスライス試験片による部位別長さ(ℓ)の収縮率
 $\bar{x}$: 平均収縮率を表す

これに対して、高温乾燥を行ったものは、乾燥後の表面および木口面の L^* 値の低下つまり白さの低下がみられるとともに、特に表面の b^* 値の上昇、黄色化が激しいことを示している。ただ、 a^* 値の変化は少ない。

なお、図6、7から高温乾燥処理材とIF乾燥処理材の乾燥前の表面、木口の L^* 、 a^* 、 b^* 値の差はほとんどないことから、乾燥後の値の違いは、高温乾燥材が、高温処理による影響を受けたことを示したといえよう。

ただ、乾燥後の栈木部分では乾燥前の表面部分に比べると、 L^* 値ではその変化は少ないが、 a^* 値はむしろ低下し、緑色化が大きくなっており、他の部分とは異なった傾向を示している。

次に乾燥後プレーナー処理を行って測色した結果をみると、 L^* 、 b^* 値については、IF乾燥、高温乾燥いずれもほぼ同じ値を示している。ただ、 a^* 値では3ポイントほど高温乾燥のほうが高い数値を示しているが、 a^* 値は乾燥処理前の供試材でも、高温乾燥処理用柱材の値が1.5ポイントほど高いことが示されていることから、 a^* 値において

も、乾燥法による差はないといえよう。

これらのことから、高温乾燥による変色は外圍雰囲気と直接接している表面部分に限られることが明らかとなった。一般に柱材を表面材として使用する場合、プレーナーによって表面切削され、かな削りされた状態で使用されるため、使用時には高温乾燥の変色による品質の低下はないといえよう。

5. 要 約

本研究では、県下の企業によって開発された高温乾燥機によって高温高速乾燥した木材の製品性能について、従来から行われている蒸気式乾燥(IF式乾燥)と比較しながら検討を行った。

その結果を要約すると次のとおりである。

- 1) 表面割れについては、高温乾燥の場合、割れの変化が少なく、かつ、乾燥による割れ面積の増加もIF乾燥に比べほぼ半分であることが明らかとなった。

このことは、乾燥材の歩留まりの向上が予想されるのはもちろん、乾燥することによる材の等

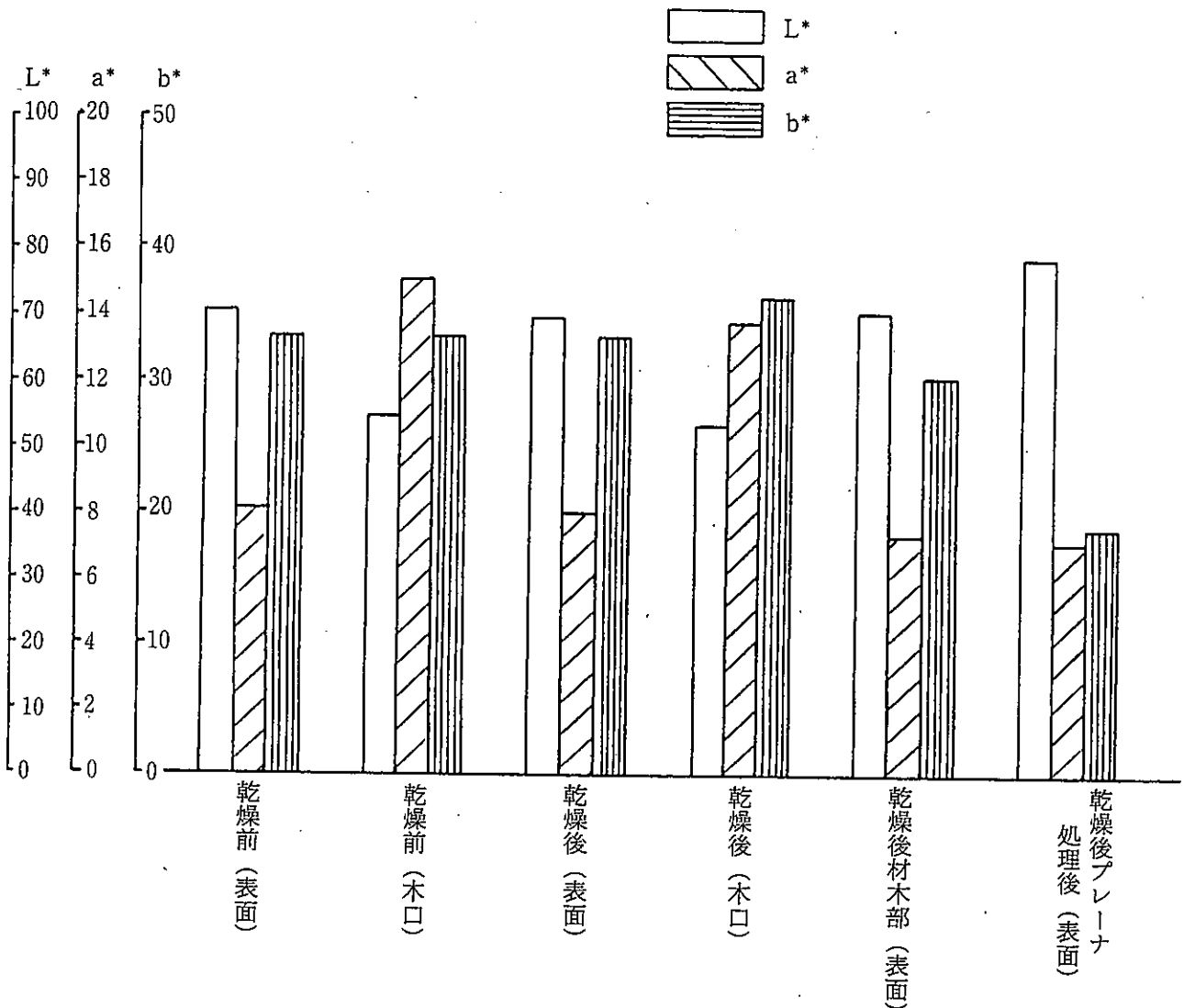


図6 IF乾燥によるL* a* b* 表色系の変化

級低下を防ぐことが出来ることを示している。

- 2) 高温高速乾燥で乾燥した材をIF乾燥した材と比較すると、表面と中心部の含水率差がかなり小さくなることが明らかとなった。一般に含水率の内部分布差が大きいと材の割れや狂いの原因となるといわれている。この結果から、高温乾燥の方がより望ましい乾燥といえる。
- 3) 長さ方法の平均収縮率はIF乾燥、高温乾燥ともその差は小さく、一般にいわれる高温高速乾燥による乾燥応力の増加による内部応力の増加はみられなかった。また、内部応力としては引張力が存在することが明らかとなった。
- 4) 乾燥材の材色の変化については、高温乾燥の場合、若干変化の度合いが大きくなる傾向を示

した。しかし、このような色変化は表面に限られ、表面をプレーナによって削ることにより、変色による材質の変化は防止できることが明らかとなった。

以上のような結果は、柱材などの厚物の乾燥に高温乾燥が有利な方法であることを示しているが、乾燥炉内の温度分布のバラツキによると思われる供試柱材の仕上がりの水分のバラツキが見られ、さらにこの点の改善が必要と思われた。

最後に、本研究を行うにあたり種々の便宜を図っていただいた熊本産業株式会社(社長・藤本照信)に深謝いたします。

(平成2年1月、第4回熊本県産学官技術交流会で発表)

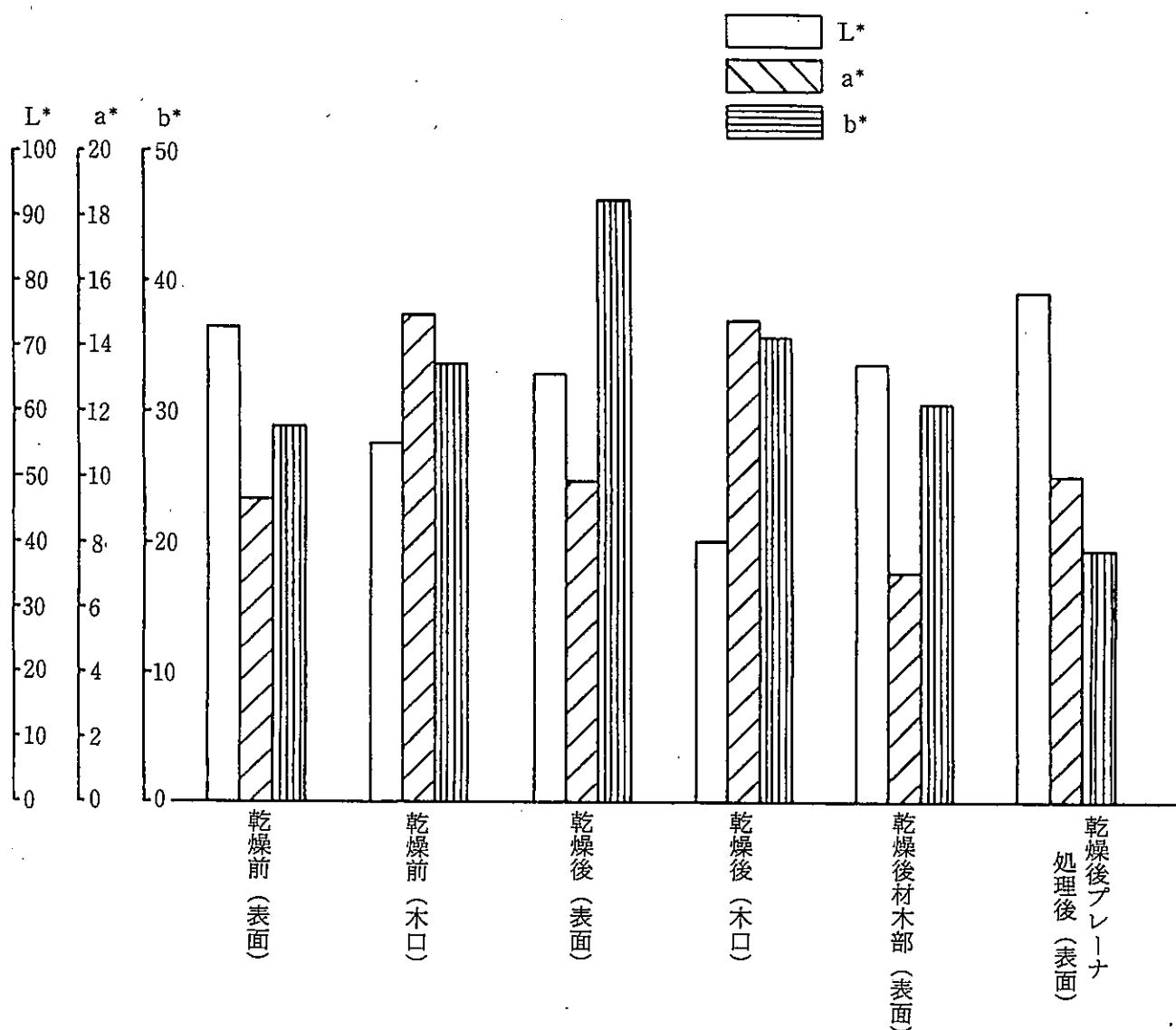


図7 高速乾燥によるL* a* b* 表色系の変化

参 考 文 献

- 1) 製材規格研究会；新しい製材規格のあり方について——21世紀へ向けての製材規格をめざして——、平成元年6月
- 2) FH 式高温木材乾燥機（フジモ・オート）；特許申請中
- 3) 例えば、寺沢真、筒本卓造；“木材の人工乾燥”、日本木材加工技術協会、1976

X線検査画像処理ガイダンスシステムの開発

井戸 泰男*・重森 清史*
藤田 勉**・高松 繁男**

Development of Image Processing Guidance System for X-Ray Inspection

Yasuo IDO*・Kiyoshi SHIGEMORI*
Tsutomu FUJITA** and Shigeo TAKAMATSU**

X線検査装置や画像処理装置に不慣れな人でも、事前に特別の研修、訓練を受けることなく、ワークステーションのモニタの指示どおりに操作し、また質問に答えることにより、これらの装置を簡単に利用できるX線検査画像処理ガイダンスシステムを開発した。当システムのハード構成は、検査画像入力部としてのX線検査装置、入力画像を検査目的に応じ、見易く改善するための汎用画像処理装置、ガイダンスシステムを実行させるためのワークステーションから構成されている。システムの大きな特長は、検査データ（画像を含む）の記録保存、検索、ヒストリ処理等のデータベース管理機能をもっていることである。そのほか、(1)親しみ易いメッセージ表示と対話処理機能をもっている (2)マニュアルレス操作が可能である (3)初心者用のガイダンスのほか、中、上級者を対象としたメニュー処理、コマンド処理を備え、ユーザの技術レベルに対応できる (4)ユーザの機密保護機能をもっている、等の特長を備えている。

1. 緒 言

画像処理のハードウェア、ソフトウェアの発達に伴い、画像処理技術利用者の数は、近年急速に増加している。高級な画像処理装置でも比較的低価格になり、従来画像処理に関係が薄かった分野でも、その利用を試みることも珍しくなくなった。

しかしながら、誰でもが画像処理に取り組んで、すぐに装置を使いこなせるかという疑問である。

画像処理用語の理解、装置取扱説明書の読破等の難関を通過した後、初めて本来の問題解決に取り組むのが現状である。研究開発担当者であれば、新しい技術、装置に接する場合の心掛けとして、

これらの事前作業の必要性を理解し、実行することは可能である。しかし日常業務に忙しい現場技術者にとっては、いかに早く装置が使え、処理結果が得られるかが関心事であり、そのような要求に応えられるシステム開発も重要な課題である。

本研究開発は、以上の観点から、日常X線検査装置や画像処理装置に接する機会が少ない中小企業の技術者が、自社製品、試作品、試験片などの検査・計測を行う場合、事前に特別の研修・訓練を行うことなく、簡単に利用することができるX線検査画像処理ガイダンスシステムの開発を目的としたものである。

関連研究として、昭和62年度に、「非破壊検査画像処理システムの構築」¹⁾として、(1)特定地域における欠陥検査ニーズ調査の実施 (2)実験システムの構築及び欠陥検査実験 (3)本システムの仕様決定 (4)基本的入出力インタフェースの開発を、ま

*生産技術部

**日立造船㈱技術本部技術研究所

た63年度には、「非破壊検査画像処理技術開発」²⁾として、(1) X線検査装置の導入 (2) 各種テストピースによる欠陥検査実験の実施 (3) 画像処理アルゴリズムの開発³⁾⁴⁾ (4) インタフェースの拡充等を行った。

本研究開発は、それらの成果を基に前述のようなガイダンスシステムの開発を行ったものである。

2. ガイダンスシステム概要

本システムの第一の特長は、緒言で述べたように初心者でも簡単に利用できることであり、そのため、以下に述べるようないくつかの機能を持っている。

(1) 親しみ易いメッセージ表示と対話処理機能

初心者を対象としたシステムとしてまず求められることは、ユーザが親しんで使ってくれる機能を持つことである。そのためには、簡潔で分かり易い画面表示、メッセージ表示を行うことが重要である。またユーザに対し適切な質問を行い、その応答に即し順次画像処理手順を実行し、自然に目的とする検査が実行される機能は、ユーザに装置の複雑さを意識させない効果がある。

親しみやすく(ユーザフレンドリー)、案内(ガイダンス)されるままに操作すれば、目的とする検査を行うことができるシステム、これが本研究開発の目的とする X線検査画像処理ガイダンスシステムである。

(2) マニュアルレス操作機能

本システムは基本的にマニュアルレスで操作が行える。画面上に操作手順が順次指示されるが、操作に関し不明な点があれば、ヘルプ機能により随時その項目についての説明が得られる。またその際、イラストを多用し操作箇所など明確に分かるようにした。

(3) 過去のデータを活用する機能(データベース活用機能)

対話処理機能では、X線検査装置操作及び画像処理に関する技術データを用意しており、ユーザの要求に応じ随時提供される。また、データベース管理機能を備えているため、過去に行った X線検査条件、画像処理データも随時利用

できるので、システム利用の経験を蓄積でき、より高度な画像処理が実行できる。また本機能の拡張として、ヒストリ処理機能を持ち、ある検査物に対して過去に行った一連の画像処理の流れをデータとして記録しており、必要に応じて再実行させることができる。

(4) 機密保護機能

システムを利用するユーザは、検査する自社の製品、開発試作品等の画像データを機密にしたいのが通常である。特に IC 関連企業はこの傾向が強い。

そのため、ユーザが安心してシステムを利用できるように、画像処理データの機密保護機能を持っている。

(5) ユーザの熟練度に対応する機能

システムを継続利用することにより、画像処理技術に精通したユーザに対して、より高度な処理が行えるツールを提供することも重要である。

そのため、中級者、上級者用として、メニュー処理、コマンド処理機能を用意している。

装置構成、仕様については、本誌第26号¹⁾、27号²⁾で記述したとおりであり、その外観を図1に、ガイダンスシステム機能分類と全体構成を図2に示す。メニューは、処理メニューと共通メニューに大別される。前者は、ガイダンス処理、メニュー処理、コマンド処理、ヒストリ処理からなり、メニュー上で必要な処理部を指定することにより、その下位のサブメニューが表示される。後者は、処理メニュー実行中、いつでもウィンドウの形で開くことができ参考にすることができる。

また、本研究開発の主テーマであるガイダンス処理部は、X線検査ガイダンス、画像処理ガイダンス、データベース利用ガイダンスに大別され、以下それぞれについて述べる。

2.1 X線検査ガイダンス

X線検査ガイダンスは、X線検査装置操作に関するガイダンスと X線検査条件選択に関するガイダンスに分けられる。

(1) X線検査装置操作ガイダンス

本機能は、(ア)操作内容の逐次表示と (イ)操作方法の随時表示からなっており、(ア)については、

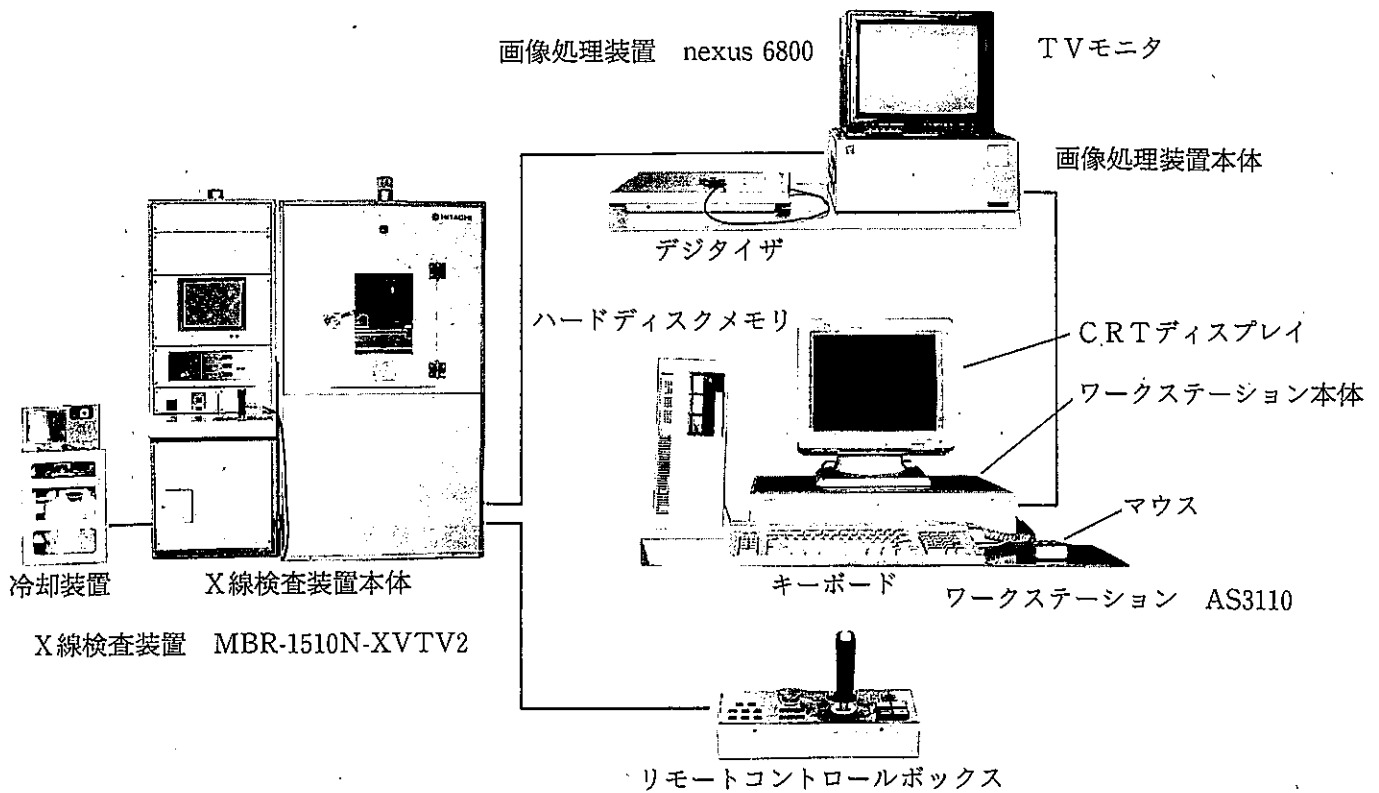


図1 X線検査画像処理システムの外観

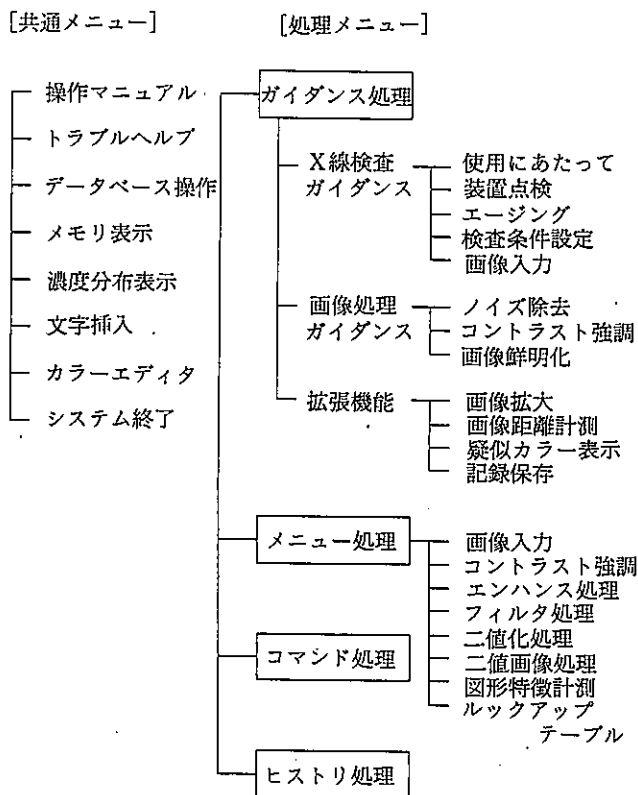


図2 ガイダンスシステムソフト機能分類と構成

X線電源の入力から電圧、電流の設定まで順次必要な操作項目を表示し、ユーザからの操作完了の応答を待ち、次の操作に進むようになっている。(イ)については、ユーザの要求により、操作するスイッチ、ボタンの位置が一目で分かるようにイラスト表示し、ユーザがイラスト上の機器を指定すれば、その機器の操作方法を表示するものとした。図3は(イ)についての具体的例で、この画面上部はリモコン操作パネルのイラストを、また左下のX-Yテーブルの表示は、パネル上のX-Yテーブルについての説明を求められたことを示しており、右下の黒い枠内でX-Yテーブル上下移動操作ボタンの説明を行っている。

(2) X線検査条件選択に関するガイダンス

X線検査装置を利用するためには、(ア)撮像方式の選択(本システムは、X線ビジコン、イメージインテンシファイア(以下I.Iと略する)、X線フィルムの3種類の撮影が出来る)、(イ)焦点寸法の選択(0.3mm×0.3mm、0.6mm×0.6mmを備えている)、(ウ)電圧、電流の設定(10~150

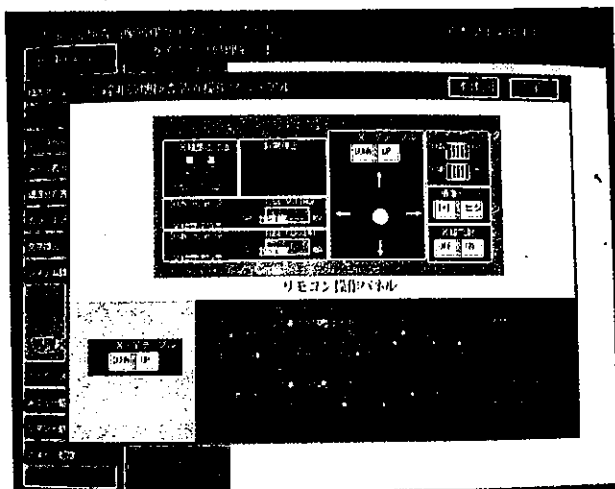


図3 操作マニュアル画面例
(X-Yテーブル上下操作ボタンの説明)

KV、0～5 mA 可変)を行わなければならない。しかし、初心者が最適の検査条件を選択することは容易なことではない。そこでユーザは、検査物の名称、材質などを入力すれば、システムが保有している共通のデータベース及びユーザが過去に本システムを利用して作成したデータベースから対応するデータを検索して、入力内容に対応するデータを表示させるようにした。またデータベースとは別に、ソフト上で標準値データを用意している。ユーザはデータベース検索か、標準値データかのいずれかを選択し、これを参考にしてX線検査条件を入力すればよい。図4は、X線検査条件設定画面であり、一番左の赤の囲みがガイダンス処理が選択されていることを、また、その右の赤の囲みがガイダンス処理の中の条件設定作業であることを示し、コメントでマウスを使って検査条件を設定するように指示している。真中下の2つの青い囲みは、前述した標準値データかデータベース検索かの選択を聞いているものである。

2.2 画像処理ガイダンス

画像処理ガイダンス⁵⁾は、画像入力に始まって、入力画像(原画像)に対して一般的に行われる画像処理手法を、順次ガイド実行してくれるもので、ここでは(1)画像入力、(2)ノイズ除去、(3)コントラスト強調、(4)画像鮮明化、(5)その他の処理を行う。
(1) 画像入力(積分入力)

透視で得られた画像には、通常ランダムノイズがのっている。このノイズを除去するため、フィルム撮影では一般に長時間露出を行い、また、X線ビジコン、I.Iを利用する場合には、積分入力を行う。積分回数は、多い方がノイズ除去効果も大きいがその分時間がかかる。従って、実効上効果がある回数だけ積分入力すればよい。ここでは、ユーザが検査物内容に関する入力を行えば、データベース検索により、参考となる積分回数を表示してくれる。

(2) ノイズ除去

積分入力で除去できないノイズ(検査上障害となる短い周期の濃度変化部分をノイズと呼ぶこととする)は、画素間の演算処理で除去、低減できるものであり、いくつかの手法が提案されている。ここでは、(1)メディアンフィルタ、(2)最大値フィルタ、(3)最小値フィルタ、(4)画像の平滑化、を用意しており、ユーザの選択によりその手法が実行される。図5にノイズ除去のフローチャートを示す。まず(1)のフィルタを実行し、その処理画像をハードディスクへ保存、モニタへ表示する。結果が満足するものでなければ、同様に(2)～(4)を順次実行し、一番良いものを、処理結果としてハードディスクに残し、次のコントラスト強調の原画とする。図6は、その実際の画面で、No 1～No 4がそれぞれの処理画像を示し、その下の青い囲みでどの画像を選択するかを聞いている。

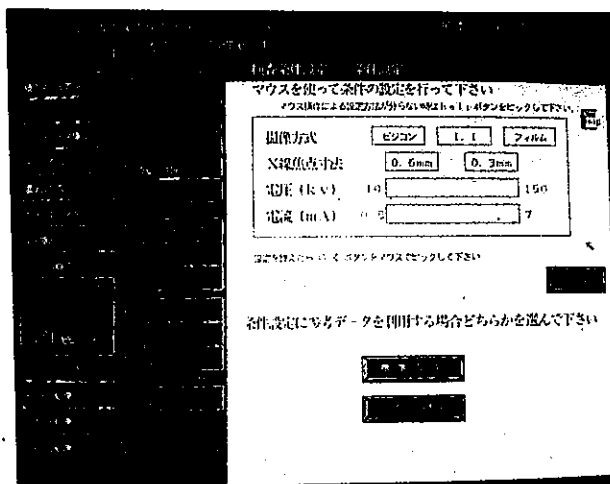


図4 X線検査条件設定画面

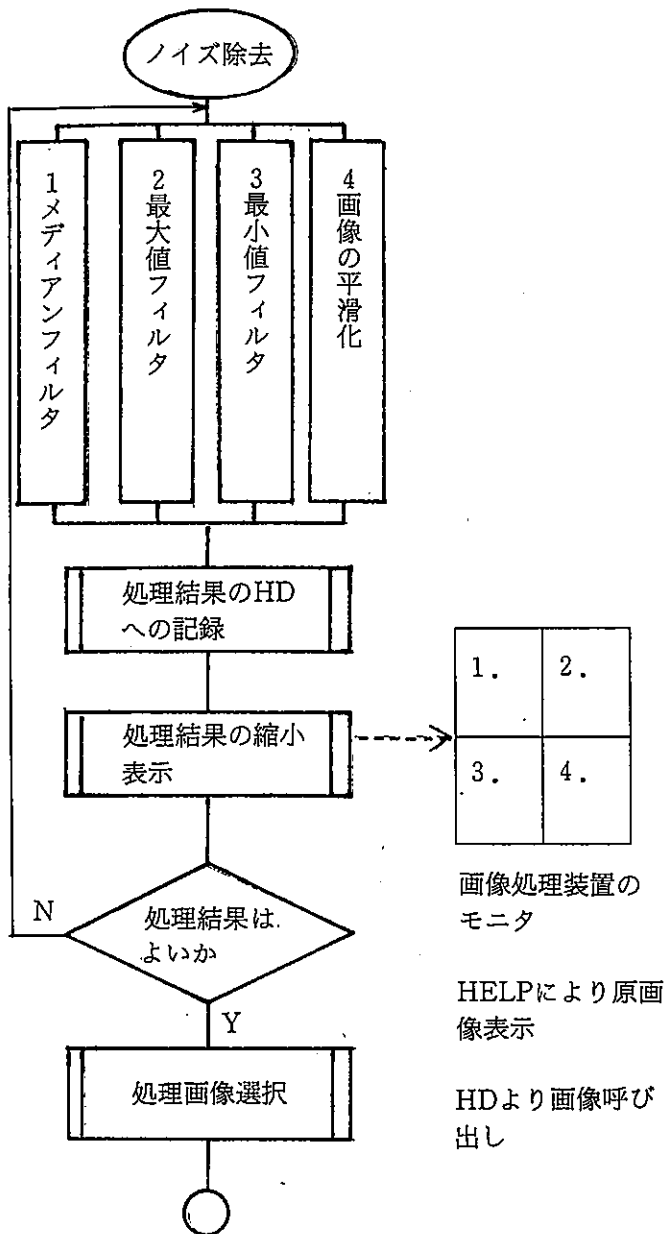


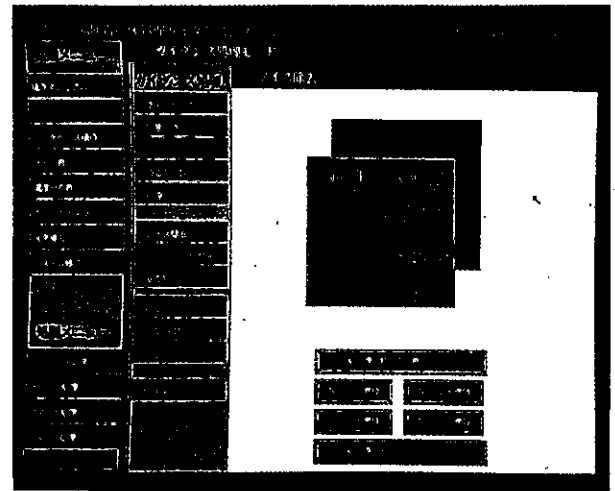
図5 ノイズ除去フローチャート

以上述べたように、用意しているいくつかの手法を満足するまで実行し、その中で一番処理結果が良かったものを採用する手法は、以降の各画像処理において、共通して用いているものである。

(3) コントラスト強調

過大、あるいは過小なコントラストを持つ画像に対して、ヒストグラム処理を施し、観察したい箇所のコントラストを強調して、見易い画像を得るものである。

ここでは、自動処理と手動処理を選べること

図6 ノイズの除去処理画面
(No.1～No.4のフィルタ実施)

とし、前者では、ヒストグラム最適化、ヒストグラム平坦化を用意し、後者では、画像内の強調したい部分に対してコントラスト強調を行えるものとした。

(4) 画像鮮明化

当処理は、画像の微小部分を強調することにより、ぼけた画像を鮮明化させる処理である。

これは微小欠陥部分の強調、あるいは不鮮明な輪郭を強調する効果がある。

ここでは、画像の二次微分処理（ラプラシアンフィルタ）を用いて、原画から原画の二次微分信号を引く方法（画像鮮明化）と周波数フィルタを用いて、高周波画像を求め、これに原画信号を加えて輪郭部を強調する方法（画像鮮鋭化）の2種類を用意した。

(5) その他の処理（拡張機能）

当ガイダンスでは、以上述べた4種類の処理を順次実行していくが、検査目的によっては更に進んだ処理が必要な場合もあり、拡張機能として次の3種類の処理方法と記録保存を用意した。なお、これらの処理法は、ユーザが任意に選べるようにした。

a. 画像拡大処理

処理画像の一部を拡大表示する機能であり、拡大率は、1～16である。

b. 疑似カラー処理

X線検査画像は、本質的には白黒の濃淡画

像であるが、濃度に応じてカラー表示をする機能、すなわち疑似カラー表示が有効な場合も多い。表示方法として、黒から白に至る全ての濃度信号に色を対応づけるカラー表示法と、一部レベルの濃度信号のみに色を付け、画像の一部をカラー強調する、部分カラー表示法を選べるようにした。

c. 画像距離計測

画像処理後、検査物及び欠陥部の寸法、距離を計測できればより有効となる場合も多い。

ユーザがカーソルを操作して、測定したい2点を指示すれば、その2点間の直線距離が測定、表示される。

d. 記録保存

データベースを有効に利用するためには、管理されるデータの内容が常に整理されていることが重要である。

当処理は、システムを利用して作成した画像処理データの内容を整理し、データベースに登録する機能をもつ。

2.3 データベース利用ガイダンス

当システムの機能向上において、データベースの利用は重要な役割を持っている。

初心者が、ガイダンスシステムを使用して検査を行うには、検査物に対するX線検査条件及び画像処理に関する適切な情報が不可欠である。適切な条件は、過去に行った検査実績の中から、これから実行しようとしている検査物に類似した検査物を選びだし、これを参考にすることにより得ることができる。言い換えるならば、データベース利用システムを構築し、これを有効利用することがガイダンスシステム機能向上のキーポイントになる。

本システムでは、データベースとして、日本語UNIFYを組み込み、検査条件、画像処理手順、処理結果などを保存している。

2.3.1 データベース仕様

データベースの主な仕様は以下のとおりである。

- (1) データは、検査物、検査条件、画像処理条件（ヒストリ）及び画像（原画、処理画）データから構成される。
- (2) データベースは、X線検査条件設定時のよう

な逐次処理作業中だけでなく、随時その内容の確認、修正が行える。

- (3) データは、共通データ、個人データに分類される。

ユーザが登録するデータが個人データであり、共通データは、システム管理者が管理するものである。ユーザは、共通、個人両方のデータを検索できる。

2.3.2 ヒストリ処理

画像処理は、一般に単一の処理法を適用するだけで効果をあげることは少なく、いくつかの処理法を逐次用いることが多い。画像処理ガイダンスにおいても、前述したようにノイズ除去から鮮明化処理に至る一連の処理を用意した。この一連の処理において、個々の処理に関して、処理方法、パラメータを選定する必要がある。したがって、その結果として得られる画像処理法（個々の画像処理を結合した処理方法）に関する自由度は非常に大きい。初心者にとって、このように自由度が大きい画像処理法から、目的に合った処理法を選ぶことは非常に大変な作業である。目的とする結果を得るために、試行錯誤的に処理を行い、仮によい結果が得られても、処理過程が不明で、その処理を再現できない場合が多い。したがって、同種の検査物に対して、再度試行錯誤を繰り返さなければならず、前の経験が生かされない。そこで本システムでは、画像処理の過程を記憶し、必要に応じてそれを再実行するヒストリ処理機能を持たせた。すなわち、当該検査物に適用した一連の画像処理の流れをヒストリデータとしてデータベース化し、これから検査しようとしている画像に対して、ヒストリをそのまま、あるいは一部変更して用いるものである。このヒストリ処理は、初心者だけでなく熟練者にとっても便利な機能である。

熟練者は、画像処理ガイダンスよりも、後で述べるメニュー処理、コマンド処理機能を利用することが多いと考えられるが、この場合でも、過去に登録したヒストリを適時変更して利用すれば、効率よく画像処理を実現することができる。本機能の仕様及び特長は以下のとおりである。

- (1) ヒストリの検索は、a. 検査物名称、材質、ま

たは、b. 親ヒストリの2種類で行うことができる。親ヒストリとは、標準的なヒストリであり、今後も繰り返し使う可能性のあるもので、親ヒストリとして登録したものである。

(2) ヒストリの実行にはつぎの3種類のモードがある。

a. 自動モード

ヒストリを構成する一連の画像処理を連続して実行するもので、処理時間が短い。

b. 半自動モード

パラメータを含まない画像処理に関しては連続して実行し、パラメータを含む処理の場合には、既定値で実行した後一時停止し、パラメータ変更に関してユーザの指示を待つ。

c. 手動モード

ヒストリを構成する各画像処理を一つ実行する毎に停止し、処理の続行及び処理内容の変更に関してユーザの指示を待つ。

(3) 画像処理ガイダンスのほか、後述するメニュー処理、コマンド処理でも、ヒストリを作成することができる。

(4) コマンドモードヒストリ処理に関して、手動モードで追加、変更、削除の編集作業が行える。

(5) ヒストリの記憶は、各モードで画像処理を実行したときに行うものとする。

2.4 その他の画像処理機能

ガイダンス処理のほかに、システム操作に慣れたユーザあるいは画像処理に熟練したユーザに対して、メニュー処理及びコマンド処理を用意した。以下その機能を述べる。

2.4.1 メニュー処理

メニュー処理は、ガイダンス処理に比べて多数の画像処理内容を用意し、より高度な処理が行えるようにした。ディスプレイ画面のメニュー処理部をピックすれば、ガイダンス処理メニューに変わって、以下に示すa.～h.のメニューが表示される。a.～h.のうちいずれかを選択すると、その下位のサブメニューが表示される。そこでユーザは、その中から適当なものを選択し、実行する。結果が良ければハードディスクに登録し、効果がなければ、原画を再表示させ、ほかの処理を実行することになる。

a. 画像入力：積分回数を設定して画像入力を行う。

b. コントラスト強調：ヒストグラム平坦化、鮮明化（二次微分）、鮮明化（低周波成分除去）、及び疑似立体化（バイアス微分）の選択実行を行う。

c. エンハンス処理：ルックアップテーブル操作を応用したコントラスト強調を行う。

d. フィルタ処理：3×3空間フィルタ、メディアンフィルタなど8種類のフィルタの選択実行を行う。

e. 二値化処理：濃度ヒストグラム図上でカーソルを操作して、しきい値を設定する。

f. 二値画像処理：画像の収縮、拡散を始め、16種類の処理法を選択実行する。

g. 図形特徴計測：二値化された画像に対して、オイラー数の計測、粒子解析を行う。

h. ルックアップテーブル：画像データをモニタ表示する場合の濃度レベル変換を規定するルックアップテーブルの操作を行う。

2.4.2 コマンド処理

本機能は、本来画像処理装置に用意されているものであり、ユーザに対して画像処理装置のコマンドレベルでの操作が可能であることを表示し、キー入力によるコマンドを受けつける。

2.5 ガイダンス処理支援機能（共通メニュー）

本機能は、ガイダンス処理を円滑に行うための支援機能であり、ガイダンス処理実行中いつでも共通メニューのなかから選択し、利用できるようにした。

(1) 操作マニュアル表示機能

X線検査装置操作ガイダンスのところで述べたとおりX線検査装置の操作説明書の代わりをする機能である。

この機能により、ユーザは、操作説明書を見ることなく、随時操作方法が確認でき、マニュアルレス操作が可能となる。

(2) トラブルヘルプ機能

X線検査装置、画像処理装置操作中、なんらかのトラブルが発生した場合、要求に応じ、それに対する対処方法をCRTモニタ上に表示してくれるものである。

(3) データベース操作

データベースの概要については前に述べたが、ガイダンス処理支援としての機能は以下のとおりである。

a. データベース検索

キーワード検索により、データベースの中から適合するデータを全部選り出して、その代表的な項目について一覧表で表示する。その中で、必要なデータを指定すれば、そのデータに関する全項目が表示される。また、入力画像(原画像)、処理画像等の画像データも見ることができる。

b. データ整理

データの各項目の変更、追加、削除を行い、整理を行う。

c. システム管理

データベース利用の環境整理を行うためのもので、検査物名称、材質に関するコード表の整理(新規登録、削除)を行う。なお、本機能はシステム管理者のみに許されたものである。

(4) メモリ表示

画像処理装置は、8枚の画像メモリを持っている。本システムでは、入力画像、処理途中の画像、処理後の画像の各画像データを、メモリに適時記憶させ、メモリ番号を指定することにより、随時TVモニタ上で観察することができる。

(5) 濃度分布表示

画像処理を実行するためには、どの画像処理法を選ぶか、またそのときのパラメータをどうするかを決めなければならないが、そのとき欲しい情報として、処理画像の濃度分布がある。そのためにこのシステムでは、a. 画面全体に対する濃度分布(ヒストグラム) b. 画面内で指定した位置を含む水平線(X方向)、あるいは垂直線(Y方向)上の画素列の濃度変化(ライン濃度分布) c. 画面内で指定した位置の濃度値(スポット濃度)、に関する情報がいつでも得られるようにした。

(6) 文字挿入

本機能は、TVモニタ上の画像をハードコピ

ーする場合に、画像内に条件データやコメント文などを書き込むために用意したものである。

(7) カラーエディタ

ディスプレイ画面に表示されているメニュー・見出し部・ボタン・文字などの色を、ユーザが独自に設定することができる機能である。この機能により、好ましい配色、疲れにくい配色など、ユーザ独自の色の世界を演出することができる。

(8) システム終了

システム終了にあたって必要な操作は、画像データの後処理である。後処理として必要なことは、a. 作成した画像処理データを消失させることなく、完全に保存すること、b. 他のユーザが利用できないようにすることである。本システムでは、a. の目的のため、一般にハードディスクのバックアップのために用いられるストリーマテープを利用し、個人データを保存することにした。また、b. の目的のために、システム終了指令により、ユーザ領域の画像処理データは全て自動的に消滅するようにした。これにより、データの消し忘れがなくなり、ユーザ個人の機密保護が行える。

3. ガイダンスシステム利用例

以下、本システムを利用して、汎用ICの検査を行った例を示す。

(1) 画像入力

図7は、撮像方式：X線ビジコン、焦点寸法： $0.3 \times 0.3\text{mm}$ 、X線電圧：95KV、電流：1A、積分回数：100回として入力したものである。

(2) ノイズ除去

図8は、用意している全てのフィルタを実行した結果を示しているが、本検査物の場合、いずれのフィルタでもその効果がみられない(ノイズ除去が必要ない)ため、本処理は行わず、次の処理に進む。

(3) コントラスト強調

自動と手動が用意しているが、図9は手動で行った画像である。ここでは強調したい部分として、ICの中央部分を指定した。また、濃度強

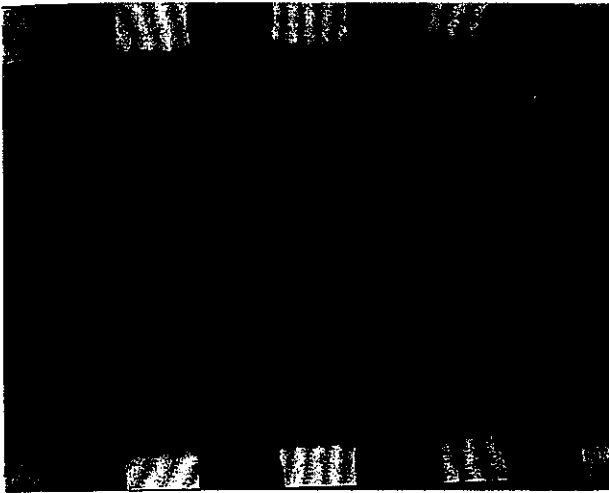


図7 入力画像（積分回数100回）

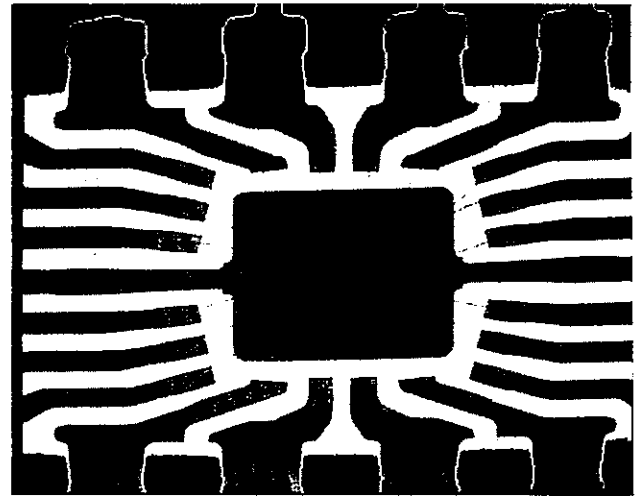


図10 画像鮮明化処理後の画像
（図9の画像に対して）



図8 ノイズ除去処理後の画像

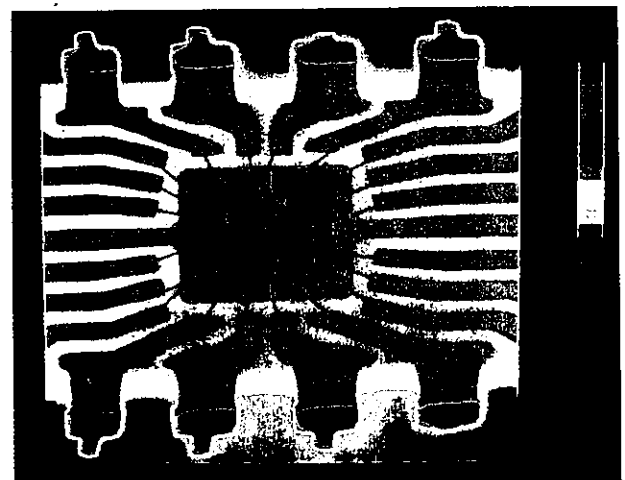


図11 16色疑似カラー表示例

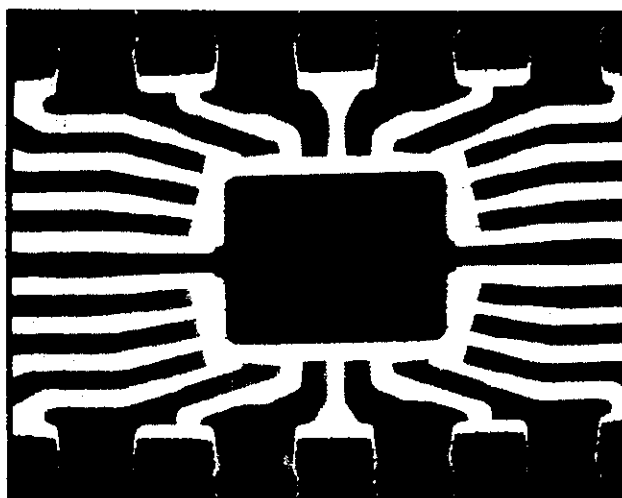


図9 コントラスト強調処理後の画像
（図7の画像に対して）

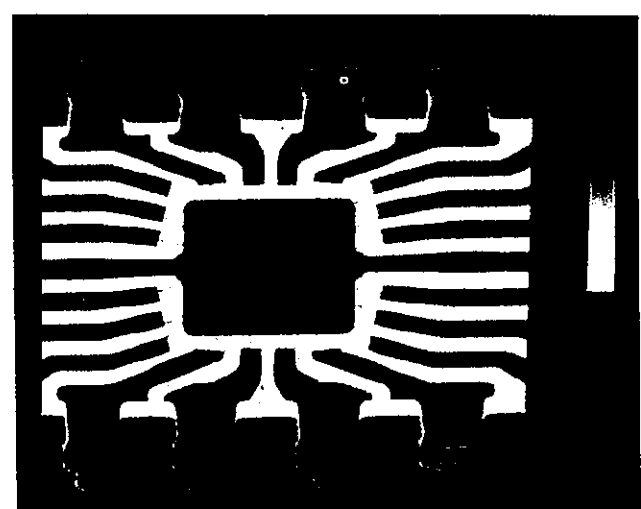


図12 部分カラー表示例

調範囲の指定は、当処理が実時間で行えるため、モニタ画面を観察しながら行った。

(4) 画像鮮明化

ここでは、鮮明化と鮮鋭化を用意しているが、図10は、鮮明化を行った画像を示す。図9に対して、ぼけたところがすっきりし、その効果が良くでている。

(5) 疑似カラー処理

一般的には、(4)画像鮮明化までで十分であることが多く、当ガイダンスにおいても、以下は選択実行するようになっていたが、より見易い画像にするため、拡張機能として用意している疑似カラー処理を施した。図11は、カラー表示として16分割を選んだ場合の画像であり、濃度差が色で表示されるので視覚的に奇麗であり、ワイヤの部分が良く分かる。図12は、部分カラー表示で、ワイヤのボンディング部及びICのピン部に対して、赤色表示するよう指示した場合である。この処理は、観察したいところを視覚的に強調する効果がある。

4. 結 言

事前に特別の研修、訓練を受けることなく、簡単に利用することが出来る X 線検査画像処理ガイダンスシステムを開発したが、システムの特徴を要約すると以下のとおりである。

(1) 開発に当たって、目標とした機能は以下の項目である。

- a. 親しみやすいメッセージ表示と対話処理機能をもっている。
- b. 操作説明書がいらない、いわゆるマニュアルレス操作が可能である。
- c. 過去の検査データを活用する機能をもっている。
- d. ユーザの技術レベルに対応できる。
- e. ユーザの機密保護機能をもっている。

(2) 上記機能を実現するために開発したソフトウェア処理機能は、次のとおりであり、データベースを活用しているところが特長である。

- a. ガイダンス処理：X 線検査装置利用に関す

るガイダンス、画像処理に関するガイダンス及びデータベース利用に関するガイダンス

- b. 高度画像処理：画像処理技術に慣れた技術者に対するヒストリ処理、メニュー処理、コマンド処理

- c. 共通メニュー：随時利用可能な操作マニュアル表示、カラーエディタ等の画像処理支援機能

本研究開発により、画像処理技術を利用した非破壊検査が、誰でも簡単に出来るようになった。

しかし、開発直後の現時点は、ガイダンスシステムを有効に活用するための第一段階である。数多くの検査物に対して検査を行い、そのデータをデータベースに蓄積し、新しい検査物にそのデータを利用できるようになって初めて、ガイダンスシステムが完成したといえる。

言い換えるならば、今は開発したばかりで未熟であるが、これからユーザと共に、段々成長していくシステムであるといえる。

また、データの蓄積を図るとともに、今後、ユーザの意見を取り入れ、より使いやすいシステムへと改良を重ねていくことも重要な課題である。

本研究開発は、加速的技術開発支援事業の共通基盤的技術開発として実施したものである。

参 考 文 献

- 1) 井戸泰男、重森清史：非破壊検査画像処理システムの構築、本誌、No. 26、15-27(1988)
- 2) 井戸泰男、重森清史：非破壊検査画像処理技術開発、本誌、No. 27、19-32、(1989)
- 3) 財大阪科学技術センター：画像処理実利用ガイダンスシステムに関する調査研究報告書、大阪、(財大阪科学技術センター、(1988)
- 4) 財大阪科学技術センター：多元画像処理の技術実態と産業応用システムに関する調査報告書、大阪、(財大阪科学技術センター、(1989)
- 5) 森健、稲田清崇：パソコン画像処理装置(第2報)、昭和63年電子情報通信学会秋期全国大会、電子情報通信学会 (1988)

表面欠陥検査画像処理システムの開発

重 森 清 史*・井 戸 泰 男*・木 村 幹 男*

Development of Image Processing System for Inspection of Surface Defects

Kiyoshi SHIGEMORI* Yasuo IDO* and Mikio KIMURA*

本研究では、日頃、欠陥検査や画像処理に接する機会の少ない者でも容易に表面欠陥検査ができることを目標に、光学顕微鏡と画像処理装置を組み合わせた表面欠陥検査画像処理システムの開発を行った。本システムでは、効果的な欠陥検出を行うため、①画像処理方法をパソコン画面から指示するガイダンス機能、②処理内容を記憶し、それを再現実行するヒストリー機能、③焦点合わせ、XY ステージ移動等の操作をパソコン画面から行う顕微鏡操作機能、④欠陥部をその形状的な特徴で抽出する画像選別機能を備えている。

また、アルミナセラミックスに人工的に作った表面欠陥の検査実験により、その欠陥検出機能の確認を行った。

1. 緒 言

セラミックス等の新素材または光ディスク等の光学製品において、表面欠陥は製品の強度及び品質に致命的な影響を及ぼす場合があり、製品開発及び品質管理の面でその検出は重要である。その検出方法として、光学顕微鏡、超音波探傷¹⁾、レーザ顕微鏡等があり、これらを画像処理装置と組み合わせると更に効果的な検出が可能となる。しかし、画像処理に関してはある程度知識がないと操作が困難な場合が多く、経験のない者にとって使いこなすまでにかなりの時間を要することも多い。

そこで本研究では、操作が簡単で、日頃、欠陥検査や画像処理に接する機会の少ない者でも効果的に表面欠陥検出ができることを目標に、顕微鏡と画像処理装置を用いた表面欠陥検査画像処理システムの開発を行った。

2. 本システムの特長

本システムは、図1に示すシステムで構成され、次のような特長を持っている。

2.1 ガイダンス機能²⁾

欠陥検出において画像処理は効果的であるが、経験のない者にとって、どのような手順で処理をしてよいか頭を悩ませるところである。そこで本システムでは、欠陥検出に必要な基本的処理をガイダンス機能としてまとめ、処理の段階に応じ、パソコン画面からオペレータに指示するようにした。これにより、画像処理の経験のない者でも比較的容易に欠陥検出を行うことが可能である。

2.2 ヒストリー機能

オペレータが画像処理に習熟していない場合、試行錯誤的に処理を行い、仮に目的とする結果が得られても、処理過程が不明でその結果を再現できないことが多い。そこで本システムでは画像処理過程を記憶し、必要に応じそれを再現実行するヒストリー機能を持たせた。これにより、オペレータが試行錯誤的に画像処理を行った場合でも、

*生産技術部

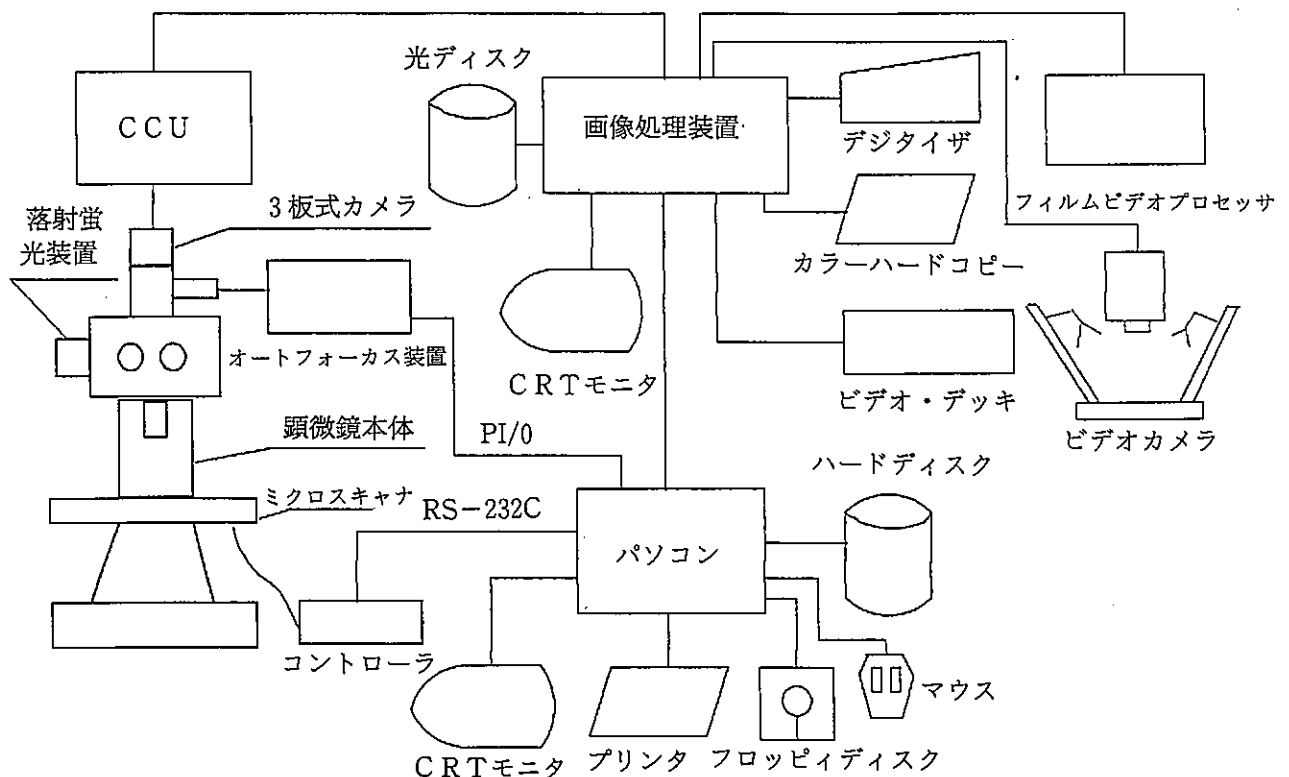


図1 表面欠陥検査画像処理システム構成図

効果的な欠陥検出を行うことが可能である。ヒストリーの実行方法は、自動、半自動の2種類があり、自動実行では記憶した画像処理内容をパラメータも含めそのまま自動的に実行し、半自動実行ではパラメータを処理過程で変更して実行することができる。

2.3 顕微鏡操作機能

顕微鏡画像を画像処理装置へ入力する際、画像処理装置の操作とともに、試料のXY方向への移動、焦点合わせ等の顕微鏡操作が必要であり、手動操作では操作効率が悪くなる。そこで本システムでは操作性向上のためステージ移動用にマイクロキャナ、焦点合わせ用にオートフォーカス装置を導入し、パソコン画面上から操作可能とした。これにより、オペレータはパソコンに向かったまま、マウスで画像処理操作を行うと同時に試料のXY方向への移動、顕微鏡倍率の切り替え及び焦点合わせ等顕微鏡に関する操作を行うことができる。

3. ハード構成

本システムは、大きく分けると、画像入力部、

画像処理部、メモリ部及び制御部からなり、それぞれ次のような仕様である。

3.1 画像入力部

画像入力部は、検査対象物の画像を画像処理装置に取り込むところであり、本システムでは次の画像入力機能を持っている。

- 1) 顕微鏡画像
- 2) ビデオカメラ画像
- 3) ビデオテープ画像
- 4) フィルム画像

この中で顕微鏡画像入力部は本システムの画像入力部の中心となるところであり、顕微鏡とカラーカメラを組み合わせたものである。

効果的な欠陥検出を行うためには、解像度のよい画像を取り込む必要があり、本システムではOLYMPUS顕微鏡(STM 5-MJS)と、水平解像度700本以上の性能を持つOLYMPUSの3板式CCDカラーカメラ(ITC-380M)を使用した。また、各種の欠陥検査に対応するため、通常の明視野画像のほか、落射蛍光画像の入力もできるようにしており、顕微鏡による蛍光探傷が可能である。

このほか、いろいろな画像メディアに対応する

ため、通常のビデオカメラ、ビデオテープ、ネガフィルム等の画像データも入力可能である。

3.2 画像処理部

画像処理部は、入力された画像に各種の画像処理を実行し欠陥部を抽出するためのものであり、本システムでは汎用の画像処理装置 nexus6800を用いている。この装置は、 512×480 画素の分解能と RGB 各 8 ビットのカラー表示の性能があり、図 2 にそのハード構成を示す。また、本システムでは補助装置として画像処理モニタ上で座標指定等を行うためのデジタイザ及びモニタ画像を写真として記録するカラーハードコピー装置を備えている。

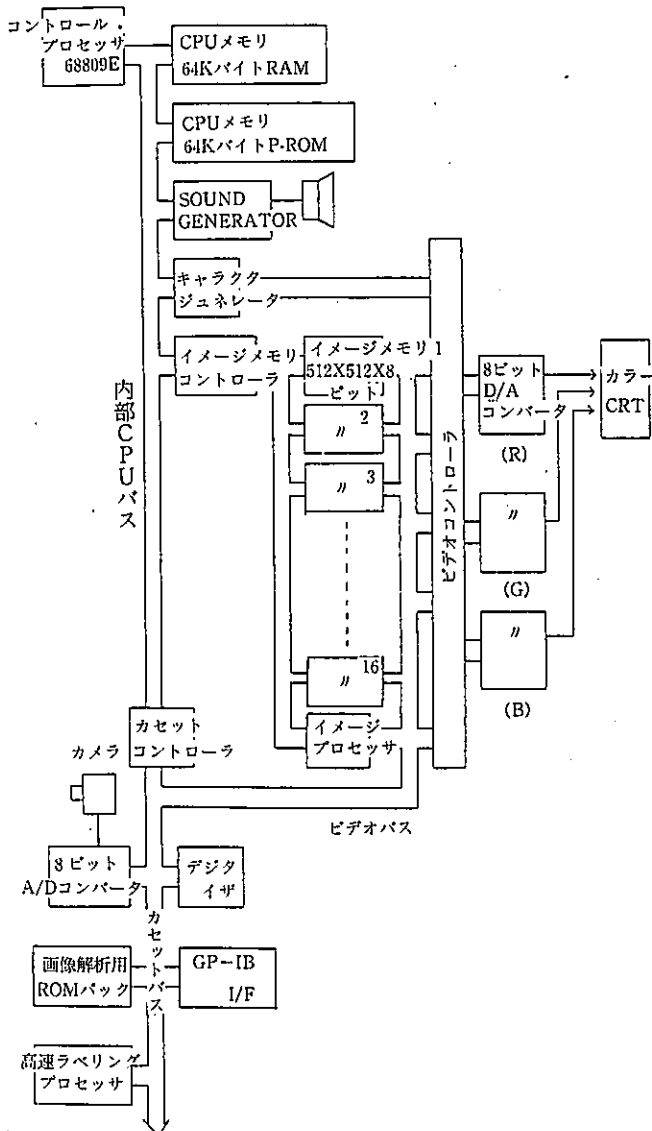


図2 nexusハード構成

3.3 メモリ部

メモリ部は、画像を保存するためのものであり、本システムではフロッピーディスク、ハードディスク（130MB、この内50MBはプログラム保存用）、光ディスク（追記式）から選択できるようになっている。特に光ディスクは、1.2GBの容量があり、カラー画像で約1,850枚が登録可能である。

3.4 制 御 部

制御部は、パソコン (PC9801-VX21) を使用し

表1 ハード仕様

項 目	仕 様
顕微鏡	形式：STM5-MJS (OLYMPUS) 倍率：×50、×100、×200、×500 明視野及び落射蛍光装置付き
顕微鏡用カメラ	形式：ITC-380M (OLYMPUS) 撮像素子：2/3" CCD3板式 同期方式：NTSC(内部同期または外部同期) 水平解像度：700本以上
ミクロスキャナー	形式：自動位置検出装置付X・Y電動ステージ (NIKON) 移動範囲：X方向75mm、Y方向52mm 位置再現精度：±10μm以下 移動速度：2mm/秒 外部I/F：RS-232C
オートフォーカス装置	形式：STM-MJS-BD(OLYMPUS) 合焦方式：赤外光投影法による反射アクティブ法 繰り返し精度：±0.4μm Z軸移動範囲：115mm以下 外部I/F：TTLレベルPI/O
画像処理装置	形式：nexus6800 (nexus) 分解能：512×480画素 走査方式：ラスタ・スキャン方式 ビデオ周波数：NTSC規格 水平方向/15.734KHz、垂直方向/29.9KHz イメージメモリ：512×480×8ビットを16枚 外部I/F：GP-IB
光ディスク	形式：nexus68151 (nexus) 記憶容量：1.2GB モノクロ画像：5,500枚 カラー画像：1,850枚
ハードディスク	形式：PC-HD130(日本電気) 記憶容量：約130MB 平均シーク時間：23msec
パソコン	形式：PC-9801VX21(日本電気) CPU：V30/80286 メインメモリ：640KB クロック周波数：10/8MHz

ており、システム全体の制御、画像処理装置へのコマンドの送信、ミクロスキャナー及びオートフォーカス装置の遠隔操作を行う。本システムの特長であるメニュー処理及びガイダンス機能はパソコン画面に表示される。

以上のハードの詳細仕様を表1に示す。

4. ソフトウェア

ソフトウェアは、MS-C 言語で開発した。ソフトウェア開発にあたっては、できるだけマンマシンインタフェースを良くするために操作はマウスによるメニュー方式で行い、画像処理関連の部分のみ画像処理装置付属のデジタイザ操作とした。次にその概要を示す。

ソフトウェアは、大きく分けてメニュー画像処理部とガイダンス処理部で構成される。メニュー処理部は、ある程度画像処理に習熟した人のためのものであり、各種画像処理をメニュー画面から選択し、自由に実行することができる。また、必要に応じ、画像処理コマンドを直接入力するコマンド処理も可能である。

ガイダンス処理は、日頃、検査や画像処理に接する機会の少ない人のためのものであり、パソコン画面から行うべき処理内容とその意味を指示する。

以下にメニュー処理、ガイダンス処理及び本ソフトウェアが持っているその他の特長について述べる。

4.1 メニュー処理

メニュー処理は、次の処理内容から構成される。

- 1) 画像入力
- 2) 濃淡画像処理
- 3) 2 値化処理
- 4) 2 値画像処理
- 5) コマンド処理
- 6) 画像解析・計測
- 7) ヒストリー処理

このうち、画像入力、濃淡画像処理、2 値画像処理及び画像解析・計測はそれぞれサブメニューを持っており、各項目を選択すると画面にそれらが表示される。

コマンド処理は、画像処理をコマンドレベルで

表面検査画像処理システム															
熊本県工業技術センター															
<メインメニュー>	表示メモリ選択	表示ユニット選択													
単一画像処理	<table><tr><th colspan="2">*** 濃淡画像処理メニュー ***</th></tr><tr><td>ノイズ除去</td><td>その他の処理</td></tr><tr><td>濃度ヒストグラム</td><td></td></tr><tr><td>濃度変換処理</td><td></td></tr><tr><td>画像強調処理</td><td></td></tr><tr><td>エッジ検出処理</td><td>本メニューの終了</td></tr></table>			*** 濃淡画像処理メニュー ***		ノイズ除去	その他の処理	濃度ヒストグラム		濃度変換処理		画像強調処理		エッジ検出処理	本メニューの終了
*** 濃淡画像処理メニュー ***															
ノイズ除去				その他の処理											
濃度ヒストグラム															
濃度変換処理															
画像強調処理															
エッジ検出処理				本メニューの終了											
プログラム終了															
<単一画像処理サブメニュー>															
メニュー画像処理															
ガイダンス処理															
[処理メニュー]															
単一画像入力															
濃淡画像処理															
2値化処理															
2値画像処理															
コマンド画像処理															
画像解析・計測															
ヒストリー処理															

図3 メニュー処理例（濃淡画像処理）

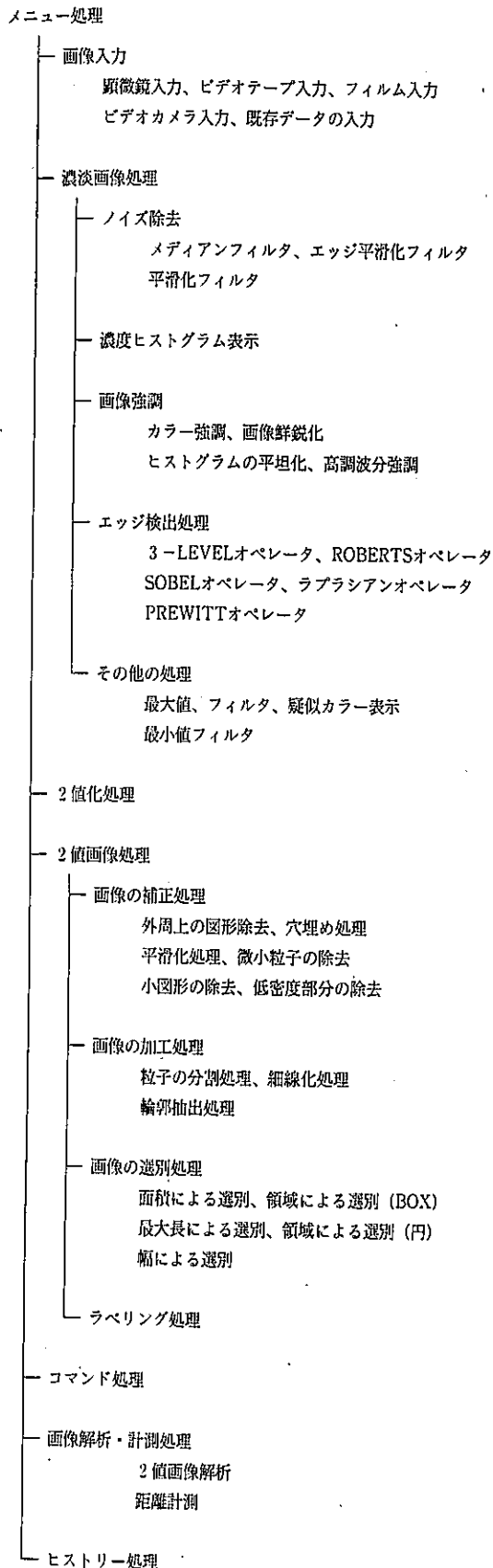


図4 メニュー処理の構成。

行うことができる人のためのものであり、メニュー項目にない処理、またはメニュー処理の処理内容と異なるパラメータで画像処理を実行したいときに使用する。図3にメニュー処理の表示例及び図4にその構成を示す。

4.2 ガイダンス処理

ガイダンス処理は、次の内容から構成される。

- 1) 画像入力
- 2) 濃淡画像処理
- 3) 2値化処理
- 4) 2値画像補正
- 5) 2値画像加工
- 6) 画像解析・計測

本処理は、画像入力から画像解析までの処理をパソコン画面に指示される内容により順次実行していくものであり、画像処理の経験のない者にとって効果的である。本処理では、図5の2値化処理の例のように次に行うべき処理内容とその意味を表示するので、オペレータは指示された内容を確認し、マウスで次の処理の中から選択する。

- 1) 実行：その処理を実行する。
- 2) 次ステップ：その処理を飛ばして、次のステップに進む。
- 3) 前ステップ：前のステップに戻る。
- 4) ガイダンス中止：ガイダンス処理を中止する。

ガイダンス処理では基本的な画像処理のみを行うようにしており、メニュー処理のように自由に画像処理を行うことはできないが、本機能により検査や画像処理に習熟していない者でも比較的容易に欠陥検出を行うことが可能である。

4.3 その他の特長

本ソフトウェアは、以上のメニュー処理機能、ガイダンス機能のほかに次の特長を持っている。

1) 形状による選別処理

これは、2値化された画像の中から、必要な部分をその形状により抽出する機能である。欠陥を抽出する場合、濃度だけで抽出するのは困難な場合が多く、欠陥の大きさや幅等の形状による選別が必要となる。そこで本システムでは、面積、幅、長さ、領域 (BOX)、領域 (円) の5つの条件により、画像内から必要な部分を取り

出すことができるようにした。これにより、欠陥を形状による特徴で抽出することができ、より効果的な欠陥検出が可能となる。

2) 2値画像解析機能

本機能は、図6のような2値化された画像に対し次のデータを得るための機能であり、これにより、欠陥部の数量的な評価ができる。

- | | |
|-------------|---------|
| (1) 水平方向最大幅 | (5) 周長 |
| (2) 垂直方向最大幅 | (6) 面積 |
| (3) 水平方向弦長 | (7) 最大長 |
| (4) 垂直方向弦長 | (8) 幅 |

計測は、全画素または指定画素に対して実行でき、図7に示すリストとしてパソコンの画面に表示される(単位は画素単位表示)。図7は、図6に示す2値画像中の指定した5つの画素に対して、計測を行った例である。

5. 実験結果

次に、本システムを使って行った欠陥検査の実験例を示す。実験は、900℃で1時間加熱し、その後水中で急冷したアルミナセラムックスに対して

行った。実験条件の詳細を表2及び画像処理過程を図8に示す。図8-①は何も処理しない場合の明視野画像(通常の高倍率顕微鏡画像：倍率50倍)であり、中央縦に欠陥らしきものが見えるが、はっきりとは断定できない。そこでこれに蛍光探傷³⁾を行い、落射蛍光装置(紫外線照射による蛍光画像)により観察を行ったものが図8-②である。この写真では、中央縦に大きい欠陥がひとつと中央横に微細な欠陥が数本観察できる。

以下、これを図9のフローに示す画像処理を行い、中央の欠陥部を抽出した例を示す。図8-③は、高調波強調等の濃淡画像処理後、ヒストグラムの平坦化を行った結果であり、図8-④はそれを2値化した画像である。この画像では中央の欠陥のほか、平滑化により生じた外周部の白い枠と表面くぼみに蛍光剤が残ったと思われる微小な白い点が存在している。そこでこれを小図形除去の後、面積による選別を行い(図8-⑤)、その後、画像処理の過程で生じた外周部の白枠部分を領域による選別(BOX)で除去し、長さによる選別を行った。その結果が図8-⑥である。これにより、

表面検査画像処理システム	
熊本県工業技術センター	
<メインメニュー>	表示メモリ選択 表示ユニット選択
単一画像処理	*** ガイダンス処理(2値化処理) *** 1. 2値化処理を行います。 2. 2値化処理とは 通常の画像は、黒から白までの濃淡階調(0~255)で表示されていますが、これをある部分の濃度レベルだけを強制的に白(255階調)、それ以外の濃度レベルを黒(0階調)とする処理です。 後で行う画像計測は、2値化された白の部分にたいして行われます。
プログラム終了	
<単一画像処理サブメニュー>	
メニュー画像処理	
ガイダンス処理	
[処理項目]	
画像入力	
濃淡画像処理	
2値化処理	
2値画像補正	
2値画像加工	ガイダンス中止 前ステップ 次ステップ 実行
2値画像解析	

図5 ガイダンス処理例

6. 結 言

图 6 2 值化画像例

の技術者にも容易に使えることを目標として開発を行った。本研究による成果をまとめると以下のとおりである。

- 1) 画像処理をメニュー処理で実行できる表面欠陥検査システムを開発することができた。
- 2) ガイダンス機能により、欠陥検査や画像処理に習熟していなくても、比較的容易に欠陥検査を行うことが可能となった。
- 3) ヒストリー機能により、試行錯誤による画像処理過程の再現が可能となった。
- 4) 形状選別機能により、欠陥検査に効果的なシステムとすることができた。
- 5) ミクロスキャナー及びオートフォーカス装置導入により、顕微鏡操作が容易なシステムとすることができた。
- 6) セラミックスの欠陥検査実験により、本システムの欠陥検査に対する効果を確認することができた。

本研究により、操作性の良い表面欠陥検査画像

解析結果

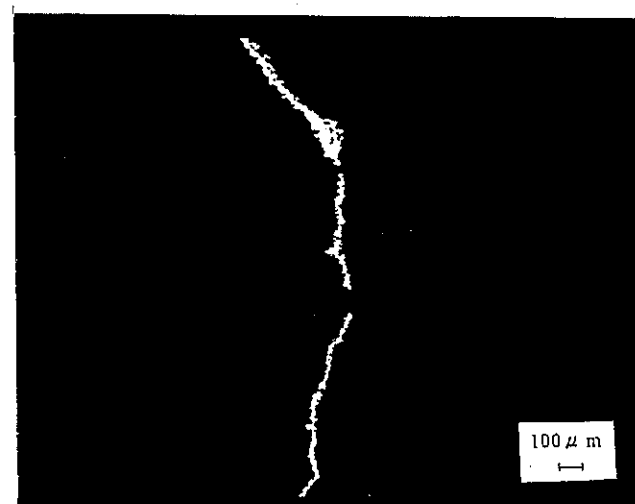
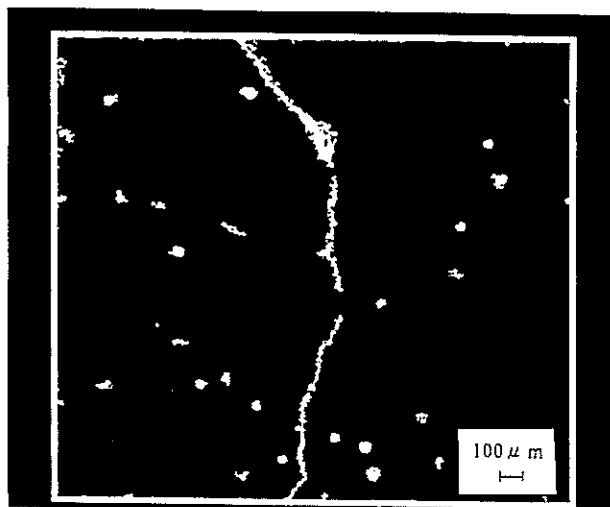
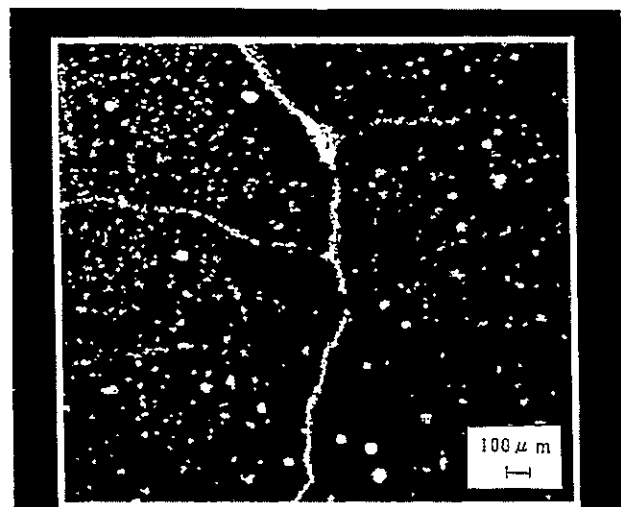
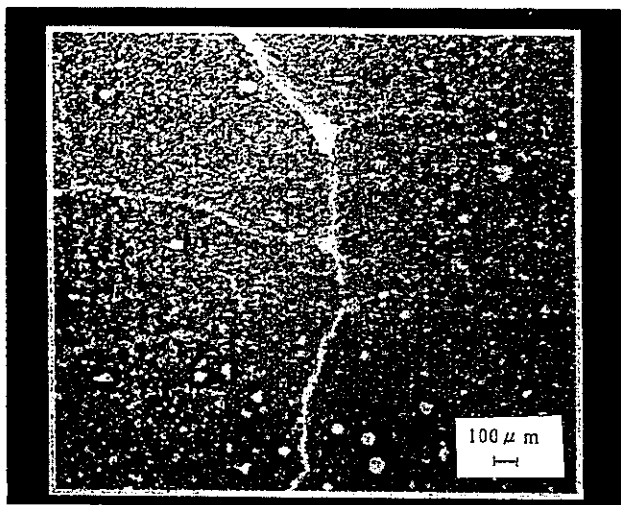
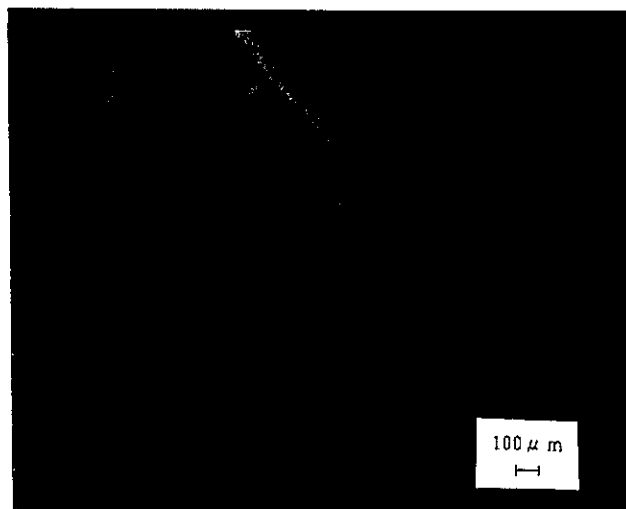
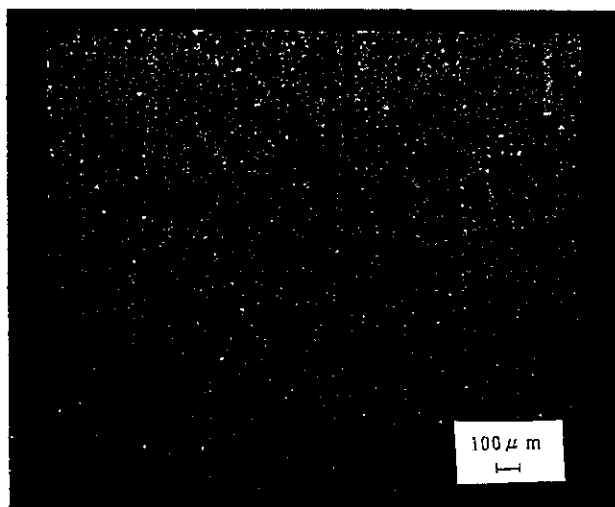
[illegible]

前ページ

次ページ

終了

図7 画像計測結果表示リスト



⑤ 面積による選別処理後の画像

⑥ 処理結果画像

図8 欠陥検出実験例

表2 実験条件

項 目	条 件
試 料	アルミナセラミックス (寸法: 30mm×40mm×3mm)
処理条件	900°Cで1時間加熱後、水中に急冷
蛍光探傷条件	蛍光探傷剤: 水溶性高感度蛍光浸透液 OD-2800II (マークテック製) 浸透時間: 5分

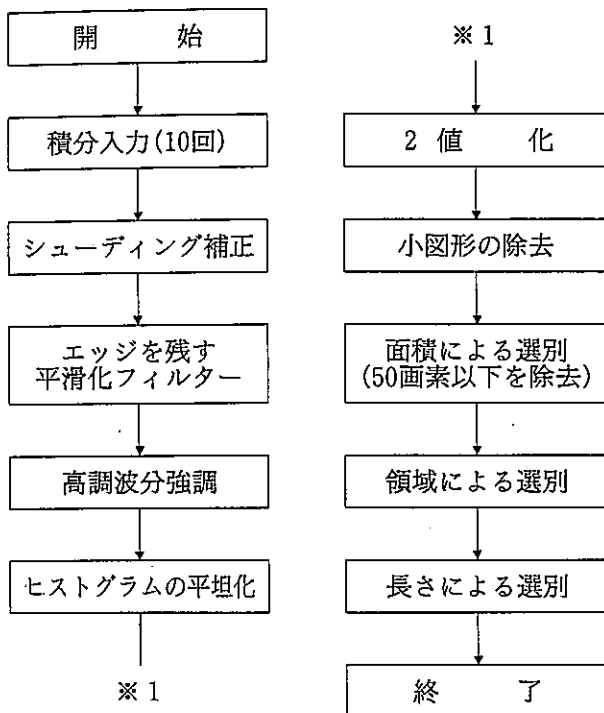


図9 画像処理の内容

処理システムを開発することができたが、今後は、多くの人に利用してもらい、更に操作性の良いものにしていく必要がある。また、効果的な欠陥検出を行うためには、検査方法及び画像処理アルゴリズムの研究が不可避であるが、それは今後の研究課題としたい。

なお、本研究は、国補事業である加速的技術開発支援事業（昭和62年度～平成元年度）⁴⁾⁵⁾の中の本年度の共通基盤的技術開発テーマ「非破壊検査画像処理ガイダンスシステムの開発」の一環として行ったものである。

参 考 文 献

- 1) 小倉幸夫、鈴木嘉昭：“セラミックスの表面欠陥の超音波探傷法”、非破壊検査、Vol. 36、No. 2A (1987)
- 2) 財団法人 大阪科学技術センター：“画像処理実利用ガイダンスシステムの構築に関する調査報告書”、昭和63年3月
- 3) 日本規格協会：“浸透探傷試験方法及び欠陥指示模様の等級分類”、JIS Z 2343(1982)
- 4) 井戸泰男、重森清史、木村幹男、城戸浩一、藤田勉、高松繁男：“非破壊検査画像処理システムの構築”、本誌、No. 26、(1988)
- 5) 井戸泰男、重森清史、木村幹男、城戸浩一、藤田勉、高松繁男：“非破壊検査画像処理技術開発”、本誌、No. 27、(1989)

2 系統の導電性ファインセラミックスのワイヤー放電加工性能と評価の検討

— ファインセラミックスの高効率加工方法の研究 (その2) —

富 重 定 三*

Wire-cut Electric Discharge Machining and Its Evaluation of Two kinds of Conductive Fine-ceramics

— Development on Efficient Machinings of Fine-ceramics (2) —

Sadami TOMISHIGE*

ファインセラミックスは、物性的に従来にない優れた特長をもつことから多方面に利用されるようになってきたが、それにともないファインセラミックスに対する機械加工技術の遅れが指摘されるようになってきた。これを解決するには、ファインセラミックスの高効率加工法の開発と新しい加工方法の適用が不可欠であることから、その一環として本研究では ZrO_2 -NbC 系、サイアロン-TiC 系の 2 系統の導電性ファインセラミックスについてワイヤー放電加工性能とその評価方法について検討した。

その主な結果は次のようであった。(1) ZrO_2 -NbC 系セラミックスは NbC の含有率によって加工性能が複雑に変化する。(2) 2 系統のセラミックスともピーク電流は加工速度に影響を及ぼすが、粗さにおける影響は少ない。(3) サイアロン-TiC 系セラミックスにおいては、パルス幅が長くなると熔融現象による加工が進み、粗さが小さくなる。(4) セラミックスのワイヤー放電加工では、加工条件によって曲げ強度が変化することから、加工方法の評価には強度面からのアプローチが必要である。このようにセラミックスのワイヤー放電加工性能は、鉄系金属に比べ固有の特徴を有することが明らかになった。

1. は じ め に

ファインセラミックスの需要は、優れた特長から飛躍的に拡大しているが、それに伴ってファインセラミックスに対する機械加工の遅れが指摘されるようになってきた¹⁾。需要の原因としては、従来の材料にない物性すなわち断熱性、耐熱性、低膨張性、耐食性、耐摩耗性、高剛性などを有することであるが、これらの優れた物性は反面切削加

工、研削加工あるいは塑性加工などにとっては、ほとんどが難加工性につながるものである。しかしながら、ファインセラミックスの用途は更に複雑な形状あるいは高い精度が要求される分野に広がり問題が深刻化している。これを解決するには高剛性工作機械の開発はもとより加工方法の高効率化、高精度化さらに新しい加工方法の適用が不可欠なものとなっている。そこで、近年精密工作機械として評価を確立したワイヤー放電加工によるファインセラミックスの適用を試みた。本研究では将来構造成用ファインセラミックスとして有望

*生産技術部

視されている ZrO_2 -NbC 系、サイアロン-TiC 系の2系統の新しい導電性ファインセラミックスを対象として、その加工性能と評価方法を検討した。

2. 実験方法

2.1 導電性セラミックス

ワイヤー放電加工には加工原理上、セラミックスに導電性が要求されるが、導電性セラミックスは大きく分けて2つのタイプがある。1つは本来導電性のある物質を焼結させたもの、もう1つは絶縁性物質と導電性物質を混合焼結させ、見かけ上導電性になっているものである。前者としては TaC、NbC、TiC、ZrC、 TiB_2 、 ZrB_2 、TiN、ZrN などがあるが、これらは一般に単体として焼結されることは少ないようである。後者としては導電性の他にセラミックスの高機能化の目的のために Al_2O_3 、SiC、 SiO_2 、 Si_3N_4 、 ZrO_2 などの絶縁性物質と前述の導電性物質を混合した複合セラミックスとして各方面で開発されている²⁾。今回は市場性と構造用セラミックスとして要求される高じん性を考慮して ZrO_2 -NbC 系、サイアロン-TiC 系の2系統の導電性セラミックスを対象として研究を進めた。

ZrO_2 -NbC 系セラミックスの主成分である ZrO_2 は、融点が 2715°C と耐熱性が良く、しかも耐食性も優れていることから耐熱材料の原料として利用されている。また、これに低原子価酸化物 (MgO 、 Y_2O_3 、 CaO) を固溶させたものは部分安定化ジルコニアとして高強度、高じん性を有することから、構造用セラミックス原料として用途³⁾が広がっている。本研究では部分安定化ジルコニアに導電性を付与するため NbC を添加して

いる。

サイアロンは窒化けい素系複合セラミックスであるが、特徴としては高温強度、耐熱衝撃性に優れていることから、近年注目を浴びるようになってきた。主成分の SiN は Al_2O_3 、AlN を固溶し、その酸化物や窒化物の反応によってさまざまなセラミックスができあがる。その一般式が $\text{Si}_{6z}\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_{8z}$ となることからサイアロン (β -サイアロン) と呼ばれている。サイアロンは物性的には Si_3N_4 と類似し、しかも機械加工性能が悪いことから、ここでは TiC を添加して導電性を付与している⁴⁾。実験に用いた導電性セラミックスの物性について表1に示す。

2.2 実験の進め方と実験条件

ワイヤー放電加工は、ワイヤー電極 (直径 $0.1\sim 0.3\text{mm}$ の黄銅線) と被加工物を対向させ、両者間にパルス電圧を印加し、加工液を通して放電を発生させ、この放電熱によって被加工物を加工するものである。したがって、加工特性 (加工速度、粗さ、表面性状など) は、このときの電気条件や加工環境などによって影響をうけるが、その因子は無数といってよい。そこで本実験では、加工条件と加工特性の関係を調べるのに2段階の実験を行った。第1段階として、加工特性に対する影響が大きいと予想される加工条件を6~7選、直交表 L_{18} による実験を行い、大まかな影響の大きさを調べた。直交表の活用によって複数因子の実験の効率化と結果の客観性⁵⁾を目指した。第2段階として2~3の寄与率の大きい加工条件と加工特性の関係について、逐次実験法により実験を行い加工性能を検討した。第1段階の直交表の実験因子と水準については、表2に ZrO_2 -NbC 系セ

表1 セラミックスの物性表

種 類	比 重	硬 度 HV	曲げ強さ Kg/mm^2	破壊靱性 (KC_1) $\text{MN}/\text{m}^{3/2}$	電気抵抗率 $\Omega \cdot \text{cm}$
ZrO_2 +NbC 27.5%	6.54	1350	130	6.5	6.0×10^{-3}
ZrO_2 +NbC 35.0%	6.64	1410	126	6.8	1.2×10^{-3}
ZrO_2 +NbC 40.0%	6.73	1420	108	7.6	0.6×10^{-3}
ZrO_2 +NbC 45.0%	6.78	1450	115	6.2	0.5×10^{-3}
サイアロン+TiC 40.0%	4.00	1550	85	5.0	0.7×10^{-3}

ただし添加物の%は重量比を示す。

ラミックスの場合、表3にサイアロン-TiC系セラミックスの場合を示す。ただし、両者は物性の違いから必ずしも実験因子と水準が一致していない。なお、デューティファクターは放電パルス幅を τ_{ON} 、休止幅を τ_{OFF} としたとき次式によって示される。

$$\text{デューティファクター} = \frac{\tau_{ON}}{(\tau_{ON} + \tau_{OFF})} \times 100 (\%)$$

2.3 加工特性と実験装置

加工条件である無負荷電圧（放電していないときの電圧）、パルス幅（放電時間）、休止時間、ピーク電流（最大放電電流）を測定するため、ワイヤー放電加工機に電気特性測定装置を取り付けた。図1にその概略を示す。なお、実験に使用したワイヤー放電加工機はファナック製のTAPECUT-MODEL-Lである。

加工速度は1分間あたりの加工面積(mm^2/min)として、実際の加工時間と加工長さから求めた。粗さは最大高さ R_{max} (μm)および中心線平均粗さ R_a (μm)を小坂研究所製の触針式表面形状測定機SE-3Cによって求めた。加工表面の観察には日本電子製のSUPER-PROBE-733を用いた。

表2 ZrO₂系セラミックスの実験因子と水準

実験因子		水準		
		1	2	3
無負荷電圧	V	115	120	—
ピーク電流	A	10.6	11.6	13.2
休止時間	μs	10.0	15.0	50.0
パルス幅	μs	0.9	1.2	2.0
加工流量	mm^3/min	4	6	8
NbCの含有率	%	27.5	35.0	40.0

表3 サイアロンの実験因子と水準

実験因子		水準		
		1	2	3
ワイヤー張力	gf	500	1000	—
無負荷電圧	V	139	142	162
ピーク電流	A	8.6	9.4	10.6
パルス幅	μs	0.92	1.82	3.10
デューティファクター	%	3.2	7.1	10.5
加工液流量	mm^3/min	4	6	8

また、曲げ試験はMONSANTO(イギリス)製のオートグラフTENSOMETERを使用した。なお、試験方法及び形状はJIS R 1601によって行った。

3. 実験結果及び考察

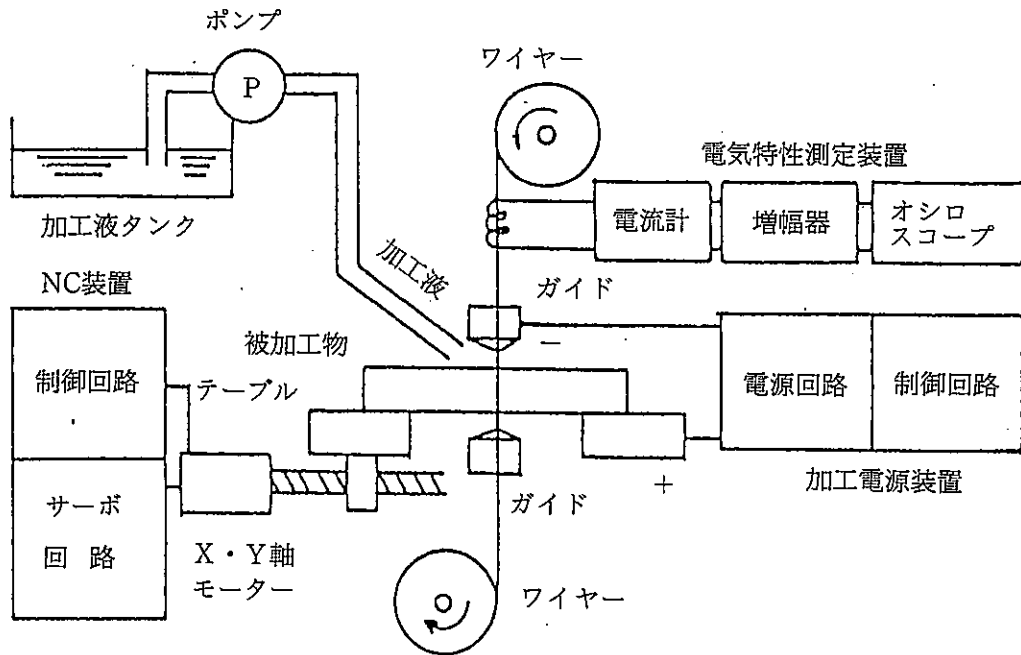
3.1 ZrO₂-NbC系セラミックス

3.1.1 直交表による実験

直交表 L_{18} について加工特性の分散分析を行い、寄与率の大きい加工条件のみ図示することにした。図2に粗さ、図3に加工速度について示す。なお、図には平均値と95%信頼区間の破線を描いている。

粗さにおいて寄与率の大きい加工条件はピーク電流、NbCの含有率および測定場所であった。また加工速度についてはピーク電流、NbCの含有率、パルス幅であった。放電加工は、ミクロ的には1放電ごと発生する熱によって被加工物が局部的に熔融除去され、小さなくぼみを生じさせながら進行する。このくぼみの大きさと形状が加工速度と粗さに関係することから、ピーク電流やパルス幅の寄与率が高くなることも理解できる。なぜならピーク電流とパルス幅は発生する放電熱量を決定する重要な因子であると考えられるからである。しかし、粗さにおけるピーク電流の影響は予想外に少なく、分散分析の結果でも寄与率が5%であった。

NbCの含有率はZrO₂系セラミックスの導電性を支配する要因であるから、これがワイヤー放電加工性能に影響を及ぼすことは十分に考えられる。分散分析においても粗さ、加工速度とも寄与率が90%と高く、その影響が大きいことを示している。ただここで問題なのは、NbCの含有率が高くなると加工速度が低下することである。本来ならばNbCの含有率が高くなるに従って放電性が良くなり、加工速度が向上するはずであるが、結果は逆に低下している。この原因としては次のように考えている。放電加工は前述のように放電熱によって、被加工物を熔融させて加工するものであるから、被加工物の融点の高低が加工速度に影響する。すなわちZrO₂の融点が2710°Cであるのに比べNbCは3610°Cと高い。投入エネルギーが同じであれば、融点の高い物質が多いほど溶融量は減少す



加工機本体：FANUC TAPE CUT-MODEL L

電流計：TEKTRONIX A 6303

増幅器：TEKTRONIX AM503

オシロスコープ：TEKTRONIX 2430

図1 ワイヤー放電加工機と電気特性測定概念図

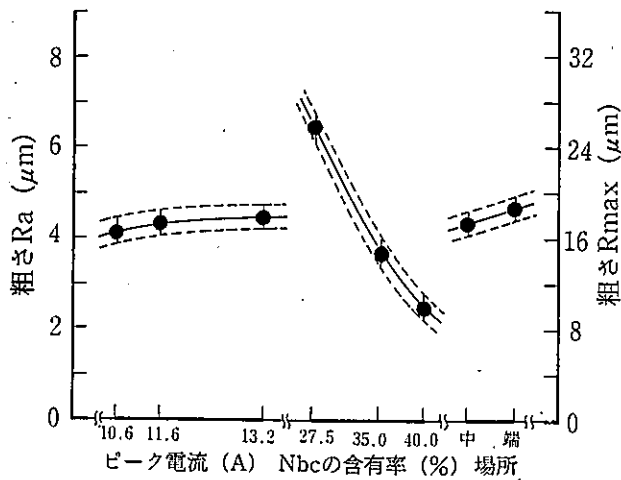


図2 粗さに対する寄与率の大きな加工条件 (ZrO₂-NbC系)

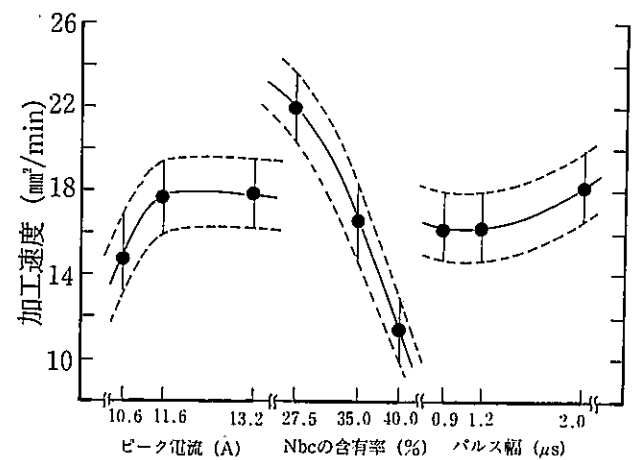


図3 加工速度に対する寄与率の大きな加工条件 (ZrO₂-NbC系)

るので、その結果加工速度が低下するものと考えられる。

つぎに測定場所については、加工条件が同じであれば粗さはどこでも同じになると考えられるが、結果は中央部が端部より小さくなっている。この原因としては、加工くずの排出や加工液の絶縁回復性の難易が放電発生頻度に影響し、中央部が端部より放電発生頻度が高く、粗さが小さくなった

ものと考えられる。このような現象は鉄系金属の加工においても認められている⁹⁾。

3.1.2 逐次実験による結果

前項の実験で加工特性に対する影響の大きい加工条件が明らかになった。ここでは水準を広げ両者の関係について更に検討する。図4はピーク電流と加工特性の関係について示す。

粗さについては、ピーク電流を大きくするに従

ってほぼ比例して大きくなるが、その変化量は極めて少ない。また加工速度については、ピーク電流の上昇とともに速くなるが、その変化率(傾き)は減少している。以上から $\text{ZrO}_2\text{-NbC}$ 系セラミックスのワイヤー放電加工条件選定指標としては粗さよりも加工速度を重視すべきことが分かった。図5はセラミックスの導電率と加工特性の関係について示す。粗さは導電率の上昇(NbC の含有率が高くなる)によって漸次小さくなるが、導電率 $1.0 \times 10^3 \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 以上ではほぼ一定となり、 NbC の含有率上昇による粗さの改善は期待できないことが分かった。加工速度は導電率 $0.12 \times 10^3 \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ をピークとした非対象の曲線であり、 $0.12 \times 10^3 \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 以下では導電率の上昇に伴って加工速度が急激に増加するが、導電率が $0.12 \times 10^3 \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ を越えると導電率の上昇に従って加工速度が漸次減少し、 $1.0 \times 10^3 \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 以上ではほぼ一定になることが分

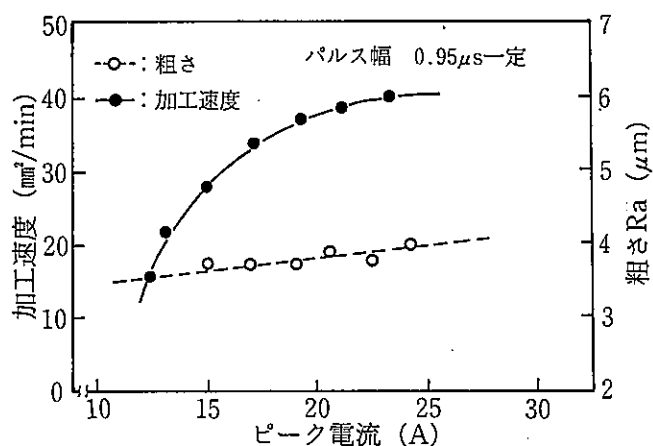


図4 ピーク電流と加工特性の関係
($\text{ZrO}_2\text{-NbC}$ 系)

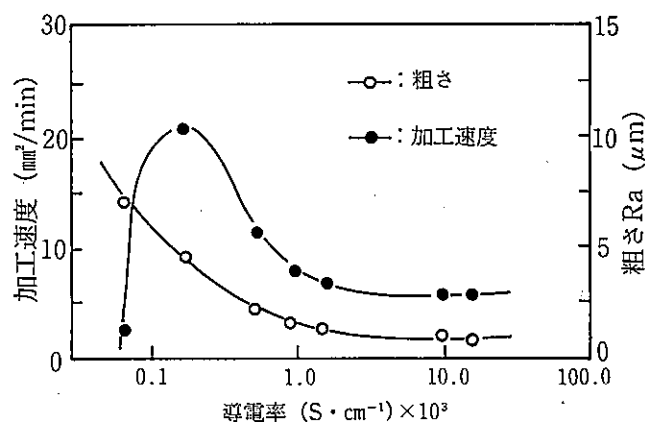


図5 導電率と加工特性の関係
($\text{ZrO}_2\text{-NbC}$ 系)

かった。また導電率 $0.1 \times 10^3 \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 以下では加工ができないことが明らかになった。以上によって、 $\text{ZrO}_2\text{-NbC}$ 系セラミックスでは加工特性の観点から、 NbC の含有による導電率の範囲は $0.1 \times 10^3 \sim 1.0 \times 10^3 \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ が望ましいといえる。このような複雑な関係は、前項で考察したセラミックスの成分の融点だけで説明できるものではなく、更に検討を要することを示唆している。いずれにしても物性が異なる物質の複合セラミックスの加工メカニズムの複雑さを示したものと見える。

3.2 サイアロン-TiC 系セラミックス

3.2.1 直交表による実験

加工特性の分散分析の結果を示すが、図6に粗さ、図7に加工速度について示す。粗さについて寄与率の大きい加工条件はワイヤー張力、ピーク電流、パルス幅であった。加工速度はワイヤー張力、ピーク電流、デューティーファクターであった。

ピーク電流、パルス幅、デューティーファクターなど電気条件によって加工特性が変化するのは加工原理から当然であるが、ただパルス幅において第3水準である $3.10 \mu\text{s}$ で粗さが急激に減少していることが注目される。このことは、やはりサイアロン系セラミックスの加工メカニズムが鉄系金属のそれとは違うことを示唆しているといえるが、更に逐次実験において検討する。

ワイヤー張力の影響については次のようである。放電現象は瞬時に局部的に熱を発生させることが

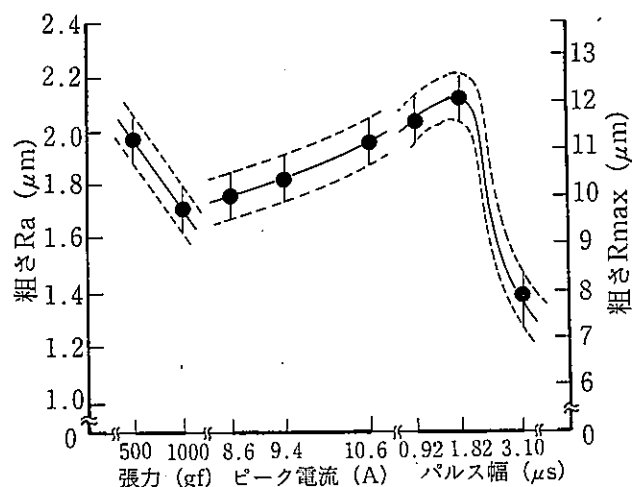


図6 粗さに対する寄与率の大きい加工条件
(サイアロン-TiC系)

ら、被加工物、ワイヤー、加工液の溶融気化あるいは熱衝撃などによってワイヤーが常に振動している。ところがワイヤー放電加工における放電ギャップは $150\sim 200\mu\text{m}$ と極めて狭く、このためワイヤー張力が低いと振幅が大きくなり、適正放電ギャップを狂わせ放電の安定を阻害するものと考えられる。このため鉄系金属に比べ放電性が悪いセラミックスにおいてはワイヤー振動による影響が無視できず、ワイヤー張力は高めに設定すべきことが分かった。

3.2.2 逐次実験による結果

ピーク電流とパルス幅の影響を調べる意味から、EPMAのSEM像による加工表面の観察を行っ

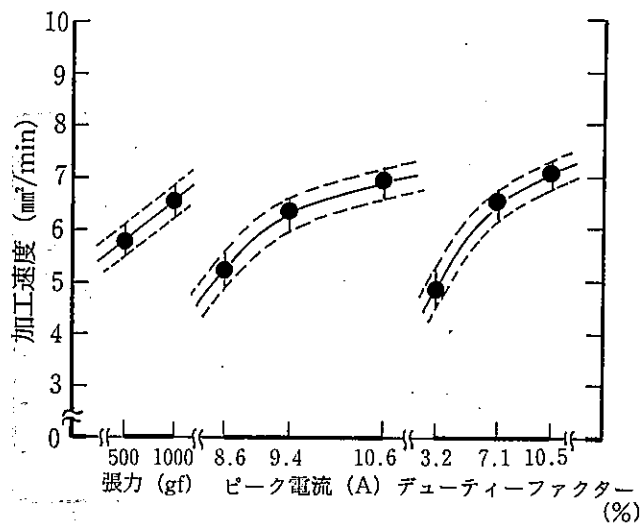


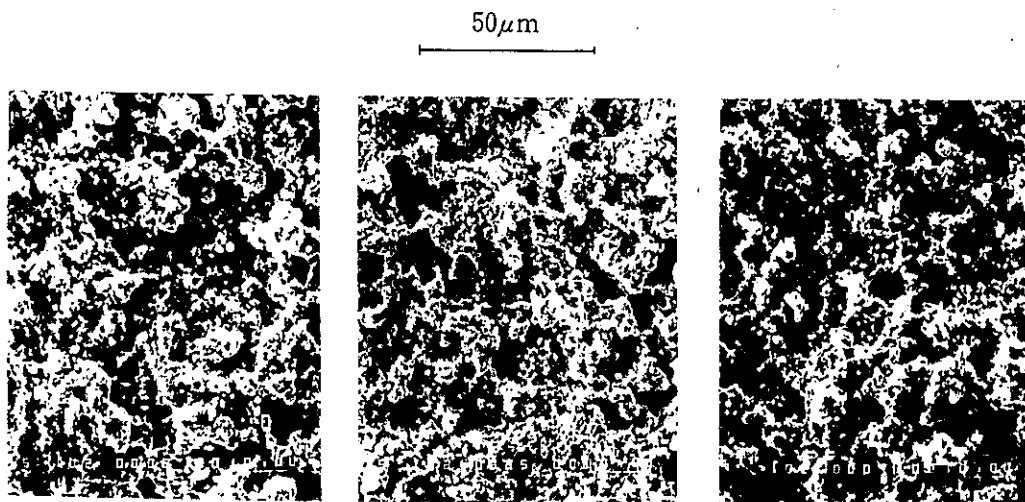
図7 加速度に対する寄与率の大きい加工条件 (サイアロン-TiC系)

た。図8にはピーク電流を変えたときの写真、図9にはパルス幅を変えたときの写真を示す。これらの写真から分かることは、ピーク電流による表面様相の変化が少ないのに比べパルス幅によるそれが著しいことである。パルス幅が長くなるにつれ表面の凹凸が減少するとともに、全面に溶融状態を示していることが分かる。すなわちサイアロン-TiC系セラミックスの加工においては、パルス幅が短い場合溶融現象よりもぜい性破壊現象によって加工が進むが、パルス幅が長くなるに従って溶融現象によって加工が進むことが写真から確認できた。一般に、このような加工パターンは $\text{ZrO}_2\text{-NbC}$ 系セラミックスにも認められることから、導電性セラミックス特有の加工現象ではないかと考えている。

図10はデューティーファクターと加工速度の関係を示す。なおパラメータはピーク電流である。各電流ともデューティーファクターが大きくなるに従って加工速度は速くなるが、デューティーファクターが約10%くらいで変化率(傾き)が0になることが分かる。このことから実際の加工条件の設定にあたっては、エネルギー効率からもデューティーファクターは10%以下が望ましいことが分かった。

3.2.3 曲げ試験

セラミックスは共通する機械的性質として金属に比べじん性が低いことから、加工仕上げ面状態



(a) I_p 6.5A

(b) I_p 8.8A

(c) I_p 12.2A

図8 ピーク電流の異なる加工表面のSEM写真 (デューティーファクター: 6.5%)

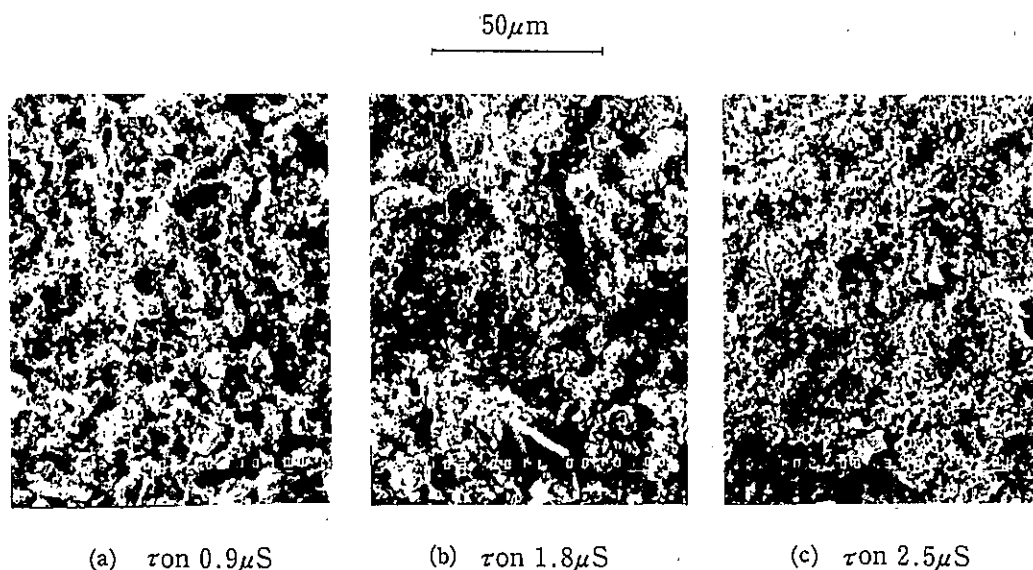


図9 パルス幅の異なる加工表面のSEM写真（デューティーファクター：5％）

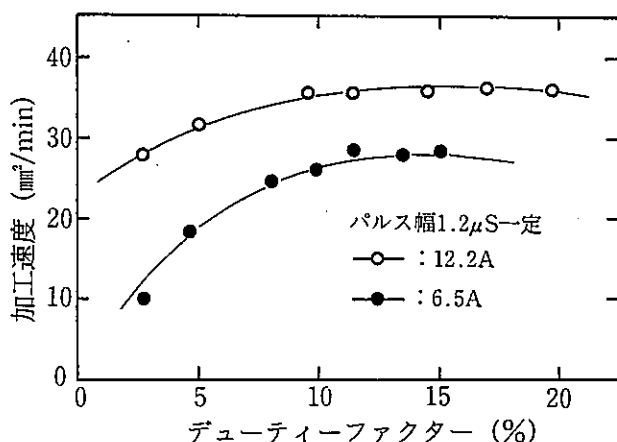


図10 デューティーファクターと加工速度の関係（サイアロン-TiC系）

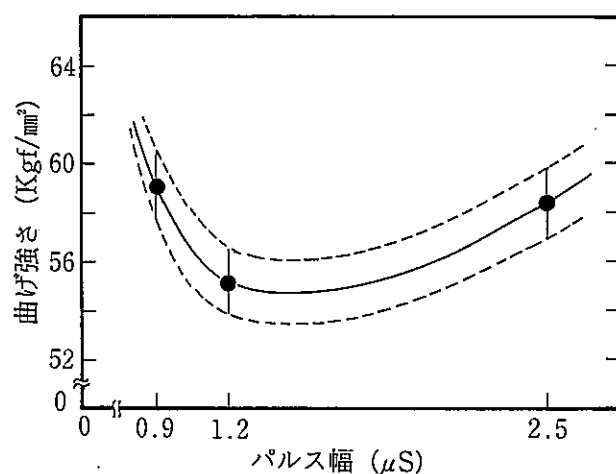


図11 パルス幅と曲げ強さの関係（サイアロン-TiC系）

表4 分散分析表

単位：(kgf/mm²)²

s. v.	s. s.	d. f.	m. s.	fo
パルス幅 ron	352.33	2	176.16	5.62**
誤差 e	3665.83	117	31.33	
合計 T	4018.16	119		

ただし**は95%有意を示す。

がセラミックスの機械的強度に影響を及ぼすことが考えられる。そこでセラミックスの加工方法の評価として曲げ強度試験の適用を試みた。前項においてパルス幅が表面状態に影響を与えることが分かったので、パルス幅と曲げ強度の関係について実験した。一般にセラミックスの曲げ強さはば

らつきが大きいことから、正確さを期するため1水準あたり40本の試験片を用意した。

ばらつきが大きいので統計処理を行ったが、表4に分散分析の結果を示す。図11にパルス幅と曲げ強さの関係について示す。なお破線は95%信頼区間を表す。未加工の曲げ強度が表1に示すように85kgf/mm²であることからすれば、やはりワイヤー放電加工後は全体として強度が低下していることが分かる。しかも曲線がパルス幅が1.2μsを低点として凹状になっていることから、加工条件によっても強度が変化することが分かる。この原因が粗さによるものかほかの原因（たとえば内部亀裂など）によるものかは、これだけでははっきり

しないが、ワイヤー放電加工によって強度が低下することは、セラミックスを利用する立場からすれば、問題を残すことになる。したがって、セラミックスのワイヤー放電加工の評価として粗さ、加工速度ばかりでなく強度の面からの検討も必要であると考えている。

4. お わ り に

導電性ファインセラミックスの高能率加工と加工の多様化を目的としてワイヤー放電加工性能と評価方法について検討した。これをまとめると次のようになる。

- (1) ZrO_2 -NbC 系セラミックスの場合、NbC の含有率によって加工性能が変化するが、その変化パターンは複雑である。
- (2) 両セラミックスにおいてピーク電流によって粗さ、加工速度は変化するが、加工速度に比べ粗さの変化は少ない。
- (3) サイアロン-TiC 系セラミックスにおいては、ワイヤー張力が加工特性に影響を与える。
- (4) サイアロン-TiC 系セラミックスはパルス幅によって加工メカニズムが異なり、パルス幅が短い場合にはぜい性破壊現象、長い場合は熔融現象によって加工が進む。
- (5) サイアロン-TiC 系セラミックスはデューティーファクターによって加工速度が変化するが、実用上は10%以下が望ましい。
- (6) サイアロン-TiC 系セラミックスはパルス幅によって曲げ強度が異なることから、セラミックスの加工性能評価には強度面からの検討が必要である。

ファインセラミックスのワイヤー放電加工は切削や研削加工などに比べ加工メカニズムがまったく異なることから、その加工性能について

はほとんど知られていないのが現状である。本研究では将来市場性が有望な2系統の導電性セラミックスを対象に検討を進めたが、まだ十分とはいえない。ファインセラミックスの実用化のためにはさらに加工技術の研究が必要であると考えている。

最後に本研究を進めるにあたり熊本大学工学部松尾哲夫教授、大島栄一技官のご助言を頂いた。実験を行ううえで熊本大学院生北尾秀昭氏、同学部生渡辺智洋氏の協力を得た。また ZrO_2 -NbC 系セラミックスは日本タングステン(株)、サイアロン-TiC 系セラミックスは日立金属(株)からご提供頂いた。ここに記して謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 通商産業省ファインセラミックス室編：ファインセラミックスハンドブック、68、(1986)、(株)オーム社
- 2) 建設産業調査会：セラミックス加工ハンドブック、365、(1987)、(株)建設産業調査会
- 3) 青柳全：新素材用語辞典、105、(1986)、日刊工業新聞社
- 4) 久保裕、他2名：セラミックス複合材、109、(1987)、日立金属研究報告、日立金属(株)
- 5) 船藤良夫他編：統計的方法、306、(1973)、共立出版(株)
- 6) 富重定三： ZrO_2 -NbC 系導電性ファインセラミックスのワイヤー放電加工性能の検討、33、(1989)、本誌第27号
- 7) 富重定三、他2名：導電性ファインセラミックスのワイヤー放電加工の研究、9、(1988)、本誌第26号

窒化けい素セラミックス上の無電解ニッケルめっき皮膜の密着性

木 村 幹 男*

Adhesion of Electroless Nickel Plating Films on Silicon Nitride Ceramics

Mikio KIMURA*

本研究は、窒化けい素の表面に無電解めっき法を用いてニッケル—リンの皮膜を得ることを目的とした。

特に、今回は素地とめっき皮膜の密着力を向上させるためアンモニア・アルカリ性めっき浴を用い、密着力に影響する因子として、窒化けい素の表面粗さ、めっき浴の温度及び pH、熱処理条件などを取り上げ、各因子と密着強度との相関について検討を行った。

その結果、密着強度は、窒化けい素の表面粗さとめっき浴の温度に強い影響を受け、腐食量、リン含有量、熱処理温度などの影響は比較的少ないこと、また、めっき皮膜の結晶構造は、pH と共に変化するが、pH 8 以下では非晶質、pH 9 以上では結晶質であることなどがわかった。

1. 結 言

セラミックスは耐熱性、耐摩耗性、耐食性など多くの優れた特長を有し、構造用、機能用あるいは生体用材料としてますます応用範囲¹⁾が広がっている。特に、電子分野においては、導電性、誘電性、磁性、光学特性を利用した種々の機能性セラミックスが実用化されているが、これらのセラミックスを利用する場合は、通電あるいはリード線接続のために、セラミックスの表面をメタライズ化する技術が不可欠となる。現在、セラミックスのメタライズ法は、回路基板の導電化に関しては、グリーンシート法、厚膜法、めっき法²⁾などが用いられ、また、金属とセラミックスの接合に関しては、蒸着法、高融点金属法³⁾などが開発されているが、今後、更に高度な技術の要求が予想される。

今回は、セラミックスとして窒化けい素を用い、メタライズ法として湿式成膜法である無電解ニ

ッケルめっきを取り上げた。

無電解ニッケルめっきによるセラミックス表面のメタライゼーションに関する研究は、大野らの⁴⁾セラミックスへのニッケル無電解めっきなどいくつかの報告⁵⁾⁶⁾があるが、使用されているめっき液は酸性浴が多く、アルカリ浴は少ない。そこで、本研究は、アルカリ溶液の中でもリン含有量が少ないといわれているアンモニア・アルカリ性めっき浴を用い、密着力に特に影響する因子として窒化けい素の表面粗さ、めっきの膜厚、めっき浴の温度及び pH、熱処理温度を取り上げ、各因子と密着強度との相関について検討を行った。また、初期におけるめっき皮膜を X 線光電子分光分析 (XPS) を用いて表面分析を行い、めっき皮膜の析出状況の解析も行った。

2. 実 験 方 法

実験に用いた窒化けい素は、黒崎窯業⁷⁾製であり、10×10mm 角、厚さ 5 mm の形状に常圧焼結したものを使用した。化学成分は Si₃N₄ として 90wt %、表面は研削により平均表面粗さ 0.3~0.6 μm

*生産技術部

に加工し、バラツキのないものを使用した。平均表面粗さ (Ra) 及び最大表面粗さ (Rmax) は、(株)東京精密製 (サーフコム550A) の表面粗さ形状測定機を用い、試料の表面を研削方向に対して 90° の方向より長さ 50mm の範囲で 3 回計測を行い、その平均値より算定した。表 1 に窒化けい素の主な特性を示す。

無電解ニッケルめっき浴は、還元剤として次亜リン酸ナトリウム、錯化剤としてクエン酸ナトリウムを使用し、水酸化アンモニウムで所定の pH に調整した。めっき浴の組成及び条件を表 2 に示す。

表 1 窒化けい素の物性

嵩密度	g/cm ³		3.24
曲げ強度	kgf/mm ²	常温	90
		1200°C	45
弾性率	(kgf/mm ²) × 10 ⁴		30
熱膨張率	(1/°C) × 10 ⁻⁶		3.04
熱伝導率	kcal/mHr°C		18
比熱	cal/g°C		0.15
固有抵抗	Ω · cm	常温 (in N ₂)	1.3 × 10 ⁶
		1000°C (in N ₂)	3.1 × 10 ⁶

表 2 めっき浴の組成及びめっき条件

成 分	濃 度
NiCl ₂ · 6H ₂ O	0.19mol dm ⁻³
NaPH ₂ O ₂ · H ₂ O	0.11mol cm ⁻³
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ · 2H ₂ O	0.34mol cm ⁻³
(NH ₄)Cl	0.5 mol cm ⁻³
PH (NH ₄ OHで調整)	6 ~ 10
温 度	40 ~ 90°C

表 3 窒化けい素の前処理

cleaning	NaOH	10%	50°C	60min
roughening	HF	20%	50°C	30min
sensitizing	SnCl ₂	10g/L	25°C	5min
	(HClでPH2に調整)			
activating	PdCl ₂	1g/L	25°C	5min
	(HCl 0.2mol dm ⁻³ 添加)			

表面の脱脂、清浄化 (cleaning)、粗化 (roughening)、センシタイジング (sensitizing) 及びアクチベイトング (activating) には、それぞれ水酸化ナトリウム、フッ化水素酸、塩化第一スズ、塩化パラジウムを用い、脱脂、塩酸中和洗浄、粗化、洗浄、エチルアルコール超音波洗浄、センシタイジング、洗浄、アクチベイトング、洗浄の順序で処理を行った。表 3 にその条件を示す。

密着強度試験片はフォトレジスト法により 2 × 2 mm の正方形のめっき皮膜を作製し、このめっき部分に直径 1 mm の銅線をはんだ合金によりろう接したものを使用した。2 × 2 mm のパターンは、めっき皮膜上にレジスト (東京応化工業 (株) OMR83) の塗布、プレベーク (90°C - 30分)、紫外線露光 (パターン焼付)、現像、ポストベーク (100°C - 30分)、エッチング (HNO₃ + CH₃COOH + H₂O)、レジスト除去の順序に従って作製した。

密着試験は、試験片当たり 2 個のパターンを作り、引張り試験機 (Monsanto 社、Tensometer10) を用い、試験片に対して垂直方向へ引張った。

めっき膜厚は、X 線膜厚測定器 (セイコー電子工業 (株)、SFT-7100) を使用し、試験片当たり 3 ケ所の測定を行い、その平均を求めた。

めっき皮膜の表面解析には、X 線光電子分光分析装置 (日本電子 (株) JPS-90SX) 及び X 線回折装置 (理学電機工業 (株) RAD-II A) を使用した。

めっき皮膜中のリンは、めっき部を (1 : 2) 硝酸で分解し、モリブデン青吸光光度法により分析を行った。

熱処理は、石英の管状炉を用い、窒素雰囲気 (0.5 L/分) で所定の温度に 2 時間保持した後、室温まで炉冷を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 表面粗さと密着強度

無電解ニッケルめっきは、初期の段階では Pd を中心核として Ni が成長し、この Ni が自己触媒となって更にめっき皮膜が成長するが、素地であるセラミックスとめっき金属との間には、単に機械的に結合している状態 (アンカー効果による結合) であり、両者の界面に強い密着力を有した皮膜を得ることは容易でない。このように、素材とめ

き金属の結合が、アンカー効果によるものであるから、素材であるセラミックスの表面粗さは密着力に影響する重要な因子となる。そこで本実験は、水酸化ナトリウムで脱脂を行った試験材について表面粗さを測定し、pH 9、浴温80°Cで30分めっきを行い、平均表面粗さと密着強度の関係について検討した。

図1に平均表面粗さと密着強度の関係を示す。これより窒化けい素の平均表面粗さは $0.3\mu\text{m}$ から $0.6\mu\text{m}$ の範囲におさまっている。

平均表面粗さと密着強度は、一定の幅をもった比例関係を示しているが、平均表面粗さが同一であっても、密着強度は相当のバラツキがみられる。例えば、平均表面粗さが $0.3\mu\text{m}$ の場合は、密着強度は最低が $1\text{ kg}/4\text{ mm}^2$ 、最高が $1.8\text{ kg f}/4\text{ mm}^2$ であり、比較的バラツキは小であるが、平均表面粗さが $0.4\mu\text{m}$ になると最低が $1.2\text{ kg f}/4\text{ mm}^2$ 、最高が $3.6\text{ kg f}/4\text{ mm}^2$ と上下のバラツキが大きくなっている。つまり、平均表面粗さが大きくなると密着強度のバラツキは、比例して大きくなるという結果が得られた。この結果は、次のように説明される。

渡辺の理論⁹⁾によれば、膜の成長機構は、下地表面上に一原子ずつ積層し皮膜を形成する単層成長と最初に核が形成され、この核を中心として皮膜

が形成される核生成成長の二種類があると論じている。セラミックスの無電解めっきは、後者の核生成成長である。しかし、セラミックスの表面は活性に乏しい状態であり、この表面にめっきを行うためには、めっき金属が成長するための核を与える必要があり、一般的には塩化パラジウムで活性化処理を行っている。

セラミックスの表面にPd原子によって核が与えられ、この核を中心としてランダムにNi原子が付着する。これが次第に成長し、島状晶、更に連結されて網目状晶、最終的には板状晶となりめっき皮膜が形成される。

すなわち、Niは初期には極小的なPd原子の核を中心として析出する。この初期の核生成が密着強度に重大な影響を与えるものと推定される。

一方、平均表面粗さは、セラミックスの表面の全体のデータを表示するものである。めっき皮膜の成長が核により発生し、しかも微小領域の現象であることを考慮すれば、両者の相関が少なくなること考えられる。

次に、試験材のエッチング量と密着強度の関係について検討する。

腐食は、20% HF50°C液を使用し、試験材単位面積当たりの腐食減量を腐食量とした。めっきはpH 9、浴温90°Cで30分行った。

腐食量は腐食時間と比例関係にあり、腐食時間15分で $0.5\text{ mg}/\text{cm}^2$ 、30分で $0.7\text{ mg}/\text{cm}^2$ 、60分で $1\text{ mg}/\text{cm}^2$ 、120分で $1.5\text{ mg}/\text{cm}^2$ を示している。

腐食量と密着強度の関係を図2に示す。これによれば、密着強度は腐食量 $1\text{ mg}/\text{cm}^2$ まではわずかに増加する傾向にあり、 $1\text{ mg}/\text{cm}^2$ を超えると逆に減少しているが、ほとんど差異がないものと考えられる。

上條らは⁹⁾アルミナについて10% HFを用いて同様な実験を行っているが、浸漬時間を30分、60分と変化させても密着強度には変化がないという結論を出している。これは次のように説明される。

各々の腐食量において、腐食前後の試験材表面の平均表面粗さと最大表面粗さを表4に示す。いずれも、腐食量の大小にかかわらず腐食前後の表面粗さは変化していない。すなわち、平均表面粗さは腐食量に無関係といえる。しかし、逢坂ら

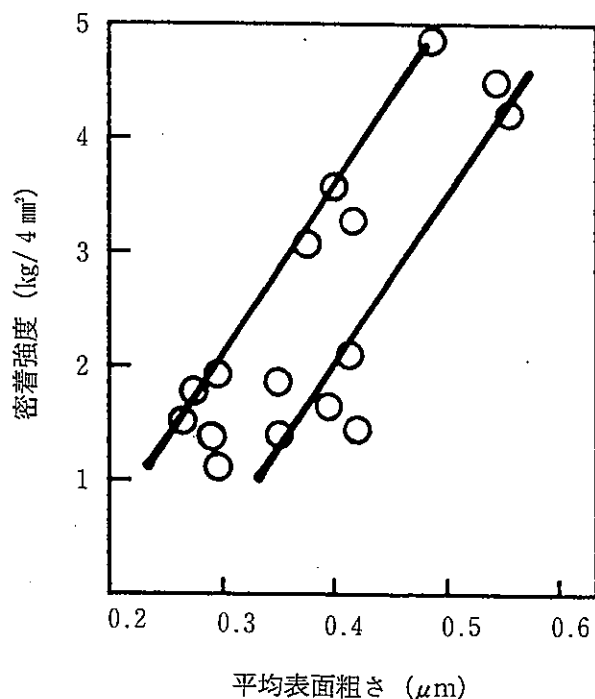


図1. 平均表面粗さと密着強度の関係

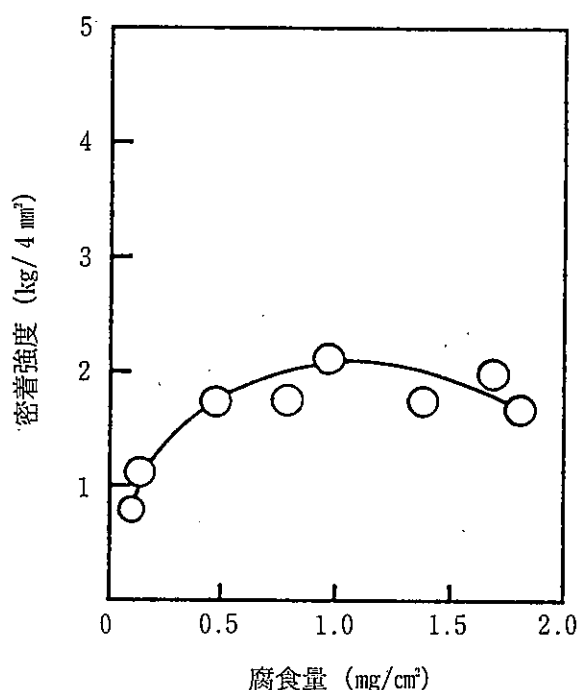


図2 腐食量と密着強度の関係

表4 腐食前後の表面粗さの変化

腐食減量 (mg/cm ²)	腐食前の平均 表面粗さ Ra	腐食前の最大 表面粗さ Rmax	腐食後の平均 表面粗さ Ra	腐食後の最大 表面粗さ Rmax
0.30	0.30	2.72	0.32	2.93
0.50	0.34	3.08	0.32	2.80
0.96	0.39	3.52	0.39	3.45
1.50	0.38	3.80	0.37	3.50
1.70	0.30	3.35	0.31	3.45

表面粗さ (μm)

は⁶⁾、走査型電子顕微鏡を用いてアルミナ基板の破断面を観察しているが、表面はほとんど変化していないが、深さ方向にエッチングが進行していると報告している。この深さ方向を利用すれば、無電解めっきに関しても、更に強い密着力が得られる可能性があると考えられる。

3.2 めっき条件と密着力

密着強度に及ぼすめっき条件として、めっき浴の組成、特に還元剤の濃度、錯化剤の種類などが考えられるが、今回は、これらのめっき浴の組成を一定とし、浴の pH (リン含有量) と浴の温度の 2 因子を取り上げ、密着強度との相関について検討を行った。

次亜リン酸ナトリウムを還元剤とする無電解めっきは Ni と共に P が共析するため、リン含有量

は、めっき皮膜に対して種々の性質を与えることになる。めっき皮膜の P の含有量は主として P の唯一の供給源である次亜リン酸ナトリウムの濃度と浴の pH によって影響される。次亜リン酸ナトリウムの濃度に関しては、同一 pH であればその濃度が増えるに従い、めっき皮膜の中も増加する傾向¹⁰⁾にあるとされている。また、本間らの報告¹¹⁾によれば次亜リン酸ナトリウムの濃度が 0.04mol 以上になると、リン含有量は一定値をとるようになると報告している。めっき浴の pH に関しては、逢坂らは¹²⁾、BathpH とリン含有量はほぼ比例関係にあり、めっき皮膜の比抵抗値の測定などを行うことにより、pH8.6 以下では非晶質としている。しかし、クエン酸ナトリウムを錯化剤として用い、カセイソーダで pH 調整を行った場合、pH 6 以上になると逆に P の含有量が増加するという報告¹³⁾もある。また、本間らは低あるいは高濃度のクエン酸ナトリウム浴において¹¹⁾、pH が変化してもリン含有量は顕著な変化はしないという結果を得ている。いずれにしても、無電解ニッケルめっきにおいては、リン含有量は、錯化剤などの浴組成あるいは pH 調整剤の種類などによって大きく影響を受ける。

一方、リン含有量が密着強度に与える影響について、研究は少ないが、P の挙動がめっき金属の結晶構造を形成する重要な因子であることを考慮すれば、リン含有量と密着強度の相関を求めることは必要である。

そこで本実験は、表 2 に示す組成のめっき浴を用い、水酸化アンモニウムで pH を 6 から 10 まで変化させ、それぞれの pH 領域でのリン含有量及び密着強度を測定した。pH 調整を行わない原めっき浴の pH が 6.0~6.1 であるので、測定は pH 6 を起点としている。その結果を図 3 に示す。

リン含有量に関しては pH 7 で最高値 0.98wt % を示し、pH の増加に従い直線的に減少し、pH10 では 0.33wt % となっている。めっき浴は、文献¹⁰⁾に記載されているアンモニア・アルカリ性浴を使用しているが、予想したものより低い結果が得られた。また、密着強度に関しては、pH 8 にピーク点を有する凸型のなだらかな放物線を描いているが、3.1 で記述したパラツキを考慮すればほ

とんど差がないと思われる。すなわち、リン含有量が1 wt %以下であれば、リン含有量と密着強度との相関はないと結論できる。

次に、同一条件で行った各 pH での X 線回折パターンを図 4 に示す。回折角度 $2\theta = 52^\circ$ については、基地である Si_3N_4 のピークが強いため重複

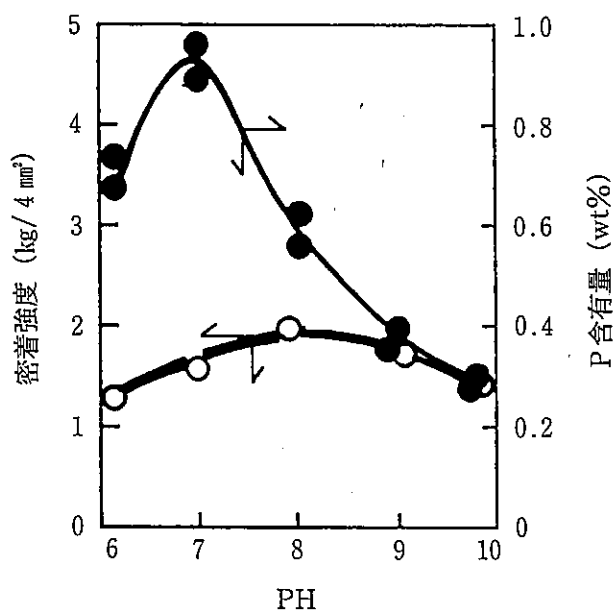


図 3 PHと密着強度の関係

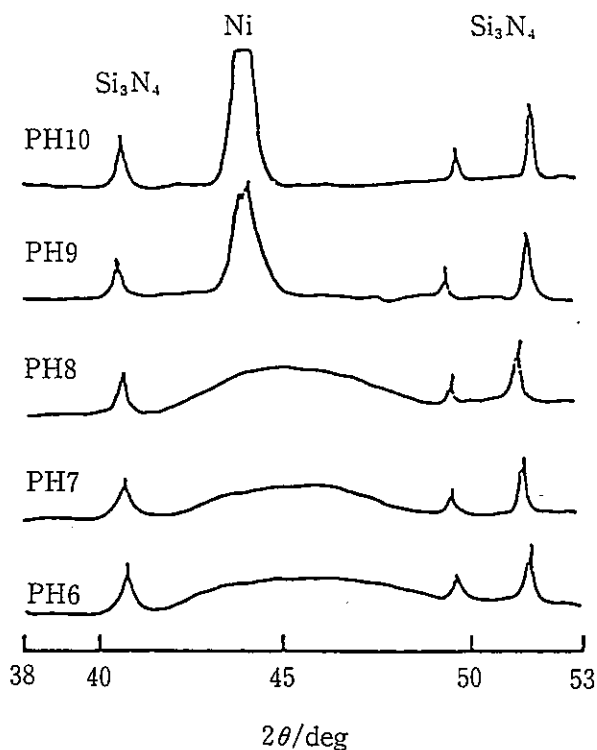


図 4 めっき浴のpHの変化によるX線回折図

し、Ni (200) の回折線が判別できない。

そのために回折角度 $2\theta = 44.5^\circ$ の Ni(111) の回折線のみを比較した。pH 6、7、8 に関しては Ni (111) の回折線のピークが見当たらない。このことは、比抵抗測定など他の試験法を併用して総合的に判定しなければならないが、X 線回折のみの判断では非晶質であるといえる。pH 9 になれば Ni(111) の回折線の鋭敏なピークが見られ、pH10 では更に明確化している。すなわち、リン含有量が1 %以下の低リン域においては、pH 8 以下ではめっき皮膜は非晶質、pH 9 以上では結晶質構造になると考えられる。

次に、めっき浴の温度と密着強度との相関について検討する。

一般に、化学反応は、反応温度が高くなると活発化するが、特にセラミックスの無電解ニッケルめっきに関しては、3.1 で記述したように Pd の核を中心としてニッケルめっきが開始され、めっきされた Ni が自己触媒となって次第に領域を拡大しめっき皮膜が形成される。このような触媒を用いた反応においては、反応温度が特に重要な因子となる。そこで、表 2 に示しためっき浴を用い、浴の温度を 40°C から 90°C まで変化させた場合のめっき速度及び密着強度について測定を行った。そ

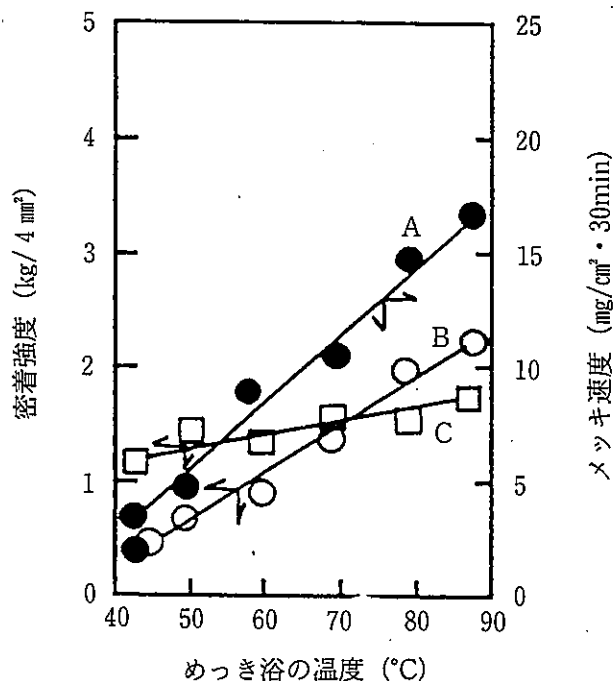


図 5 めっき浴の温度と密着強度の関係

の結果を図5に示す。この図の中で、Aはめっき速度 ($\text{mg}/\text{cm}^2/30\text{分}$)、Bは各温度で30分間めっきした場合の密着強度、Cは各温度でめっき膜厚を $1.6 \pm 2 \mu\text{m}$ とした場合の密着強度を示す。Bは各温度で一定時間めっきを行ったものであり、膜厚を考慮していない。例えば、浴温度 40°C ではめっき膜厚 $0.53 \mu\text{m}$ 、以下 50°C - $0.65 \mu\text{m}$ 、 60°C - $0.95 \mu\text{m}$ 、 70°C - $1.14 \mu\text{m}$ 、 80°C - $1.78 \mu\text{m}$ 、 90°C - $2.01 \mu\text{m}$ の値を示し、浴の温度が低く、膜厚の小さいめっき皮膜が密着強度が小となることが考えられる。

そこでCは膜厚の影響を除外するため、めっき時間を調整し膜厚をほぼ一定にした密着強度試験の結果である。これよりA、B、Cいずれも浴の温度の上昇に従って直線的に増加する正比例の関係を示している。つまり、浴の温度は、密着強度に影響を与える因子であるといえる。

3.3 熱処理と密着強度

無電解ニッケルめっきにおけるめっき皮膜の密着強度は、熱処理時間及び熱処理温度により著しく向上するという報告¹⁴⁾¹⁵⁾がある。

この報告によれば、アルミナ基板上における無電解ニッケルめっきの密着強度は、 300°C -120分の熱処理により、5倍以上の効果があるとしている。しかし、3.2の項で記述したように、無電解ニッケルめっきはPがNiと共に共析するため、めっき皮膜の結晶構造や機械的性質はリン含有量によって著しく影響される。すなわち、リン含有量によっては、熱処理効果が期待できない場合があると予想される。そこで、本実験は、表2に示しためっき浴を使用し、リン含有量0.6wt%、膜厚 $1.8 \pm 0.2 \mu\text{m}$ のめっき皮膜を作製し、熱処理温度を 150°C から 400°C まで変化させた場合の密着強度試験及びX線回折を行った。その結果を表5に示す。

これによれば、密着強度は熱処理によっても変化を示していない。つまり低リン域では、無電解ニッケルめっきの密着強度に関しては熱処理効果

がないという結果が得られた。逢坂らは⁶⁾無電解ニッケルめっきについて、熱処理温度を変化させた場合の硬度と密着強度に関して実験を行っている。

これによれば、熱処理温度を 300°C 、 500°C と変化した場合、硬度の増大はみられるが、密着強度には差がないとしている。このことは、熱処理は、めっき皮膜自体の機械的性質は向上させるが密着強度には影響を与えないといえる。

めっき皮膜の熱処理による機械的性質の変化については、無電解銅めっきに関する報告¹⁶⁾がある。この中で、熱処理によりめっき皮膜の引張り強度と伸びが向上することは、熱処理により格子ひずみが緩和され、結晶粒内の塑性変形が起こりやすくなる一方、結晶粒相互の結合が増大した結果としている。つまり、熱処理による密着強度の向上は、めっき皮膜の機械的性質の変化に起因するものであるといえる。無電解ニッケルめっきに関しては、めっき皮膜の性質はリン含有量によって影響を受ける。特にリン含有量の高い場合は、熱処理温度の上昇に従って Ni_3P が析出し、この Ni_3P の析出効果により、めっき皮膜の機械的性質が著しく変化するといわれており、これに伴い

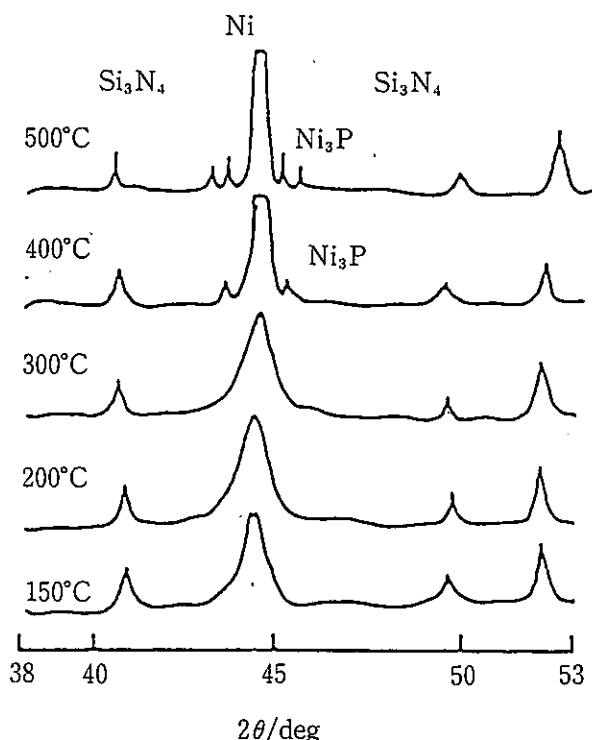


図6 熱処理温度の変化によるX線回折図

表5 熱処理温度と密着強度の関係

熱処理温度 ($^\circ\text{C}$)	150	200	300	400	500
密着強度 ($\text{kg}/4 \text{ mm}^2$)	1.9	2.1	2.0	1.7	2.1

相対的に密着強度も増大するものと推定される。

次に、X線回折について図6に示す。熱処理温度400°C以下では、温度の上昇に伴ってNi(111)の回折パターンが鋭敏となっている。400°CになるとNi(111)回折線のピークは更に鋭敏化し、Ni(111)の回折線の両端にわずかであるがNi₃Pの析出が認められ、500°Cになるとかなり明確に確認できる。Ni-P合金の熱的構造変化に関しては、増井らが電析法によって作製しためっき皮膜について、DSCあるいはX線回折などを用いることによって、詳細な報告¹⁷⁾を行っている。この報告で、リン含有量3.2wt%の合金に関しては、熱処理温度350°Cにおいて、Ni(111)および(200)の回折線がas-depositに比較して次第に鋭敏となる現象は、DSC曲線の200°C~350°Cの幅広い発熱から考察すれば、合金のひずみの解放によるものとし、DSC420°C~470°Cの間の発熱は、Ni₃Pの析出によるものであると解釈している。今回の実験は、この報告と同一の傾向を有していると思われる。今回使用したNi-Pめっき皮膜は、リン含有量の低い合金であり、Ni₃Pの析出によっても、機械的性質に与える影響は少なく、相対的に密着強度の向上も認められなかったものと考えられる。

3.4 初期に析出する皮膜の性状

アルミナ基板の無電解ニッケルめっきは、3.1の項で記述したように核生成成長の型をとり、島状晶、網目状晶などスポット的にめっきが進展する。しかし、今回の窒化けい素に関しては、めっきの開始直後に、表面が黒色皮膜でおおわれてしまう。その後、数分経過して初めてNi特有の光沢を有した皮膜の形成が始まる。つまり、初期段階において、めっき皮膜は黒色皮膜部とNi部の二

層から構成されていると考えられる。そこで、この黒色皮膜の定性を行うため、めっき時間を15秒に設定し、窒化けい素の表面に、厚さ0.018μmの黒色皮膜を形成させ、XPSでめっき面に対して深さ方向にイオンエッチングすることにより、Ni、Pd、Sn、O、C、Cl(定性分析で検出された元素)などの挙動について検討を行った。その結果を図7に示す。最初に、イオンエッチングしないa)について述べる。Ni 2p 3/2 (855eV)は、856eVへと束縛エネルギーの高い方へ移行し、Ni²⁺の構造となっており、ニッケル化合物の生成が推定されるが、O 1s 1/2 (532eV)に関しては、532eVにピークがあり、吸着酸素の可能性が強く、酸化物となっているか否かの判断は難しい。

また、Ni 2p 3/2は束縛エネルギーの低い所(853eV)に、サテライトピークが認められるが、これはNi⁰であり、めっきの初期の段階で金属Niが析出していることがわかる。さらにe)、f)とイオンエッチングが進み、窒化けい素の表面近くになるに従い、Ni 2p 3/2のピークは不明確になるが、表6に示すように、Niの相対量は確認され、Ni²⁺→Ni⁰の反応がめっき初期に発生していることがわかる。

Snに関しては、a)の状態では、Sn 3d 3/2 (494eV)及びSn 3d 5/2 (485eV)がそれぞれ高束縛エネルギーへ移行したピーク(495.5eV、487eV)がみられ、いずれもSn²⁺の構造となっている。b)、c)とイオンエッチング量が増大すればSn 3d 3/2、Sn 3d 5/2は低束縛エネルギー側へ移行し、Sn²⁺→Sn⁰の構造変化が生じていると考えられる。

表6 黒色皮膜のイオンエッチング時間の変化による元素分析結果

Time (sec)	Ni	O	Sn	Pd	C	Cl
0	10.98	41.98	0.90	0.15	45.83	0.93
30	44.99	28.18	2.53	0.94	21.96	1.38
60	39.22	37.54	2.20	0.69	18.83	1.50
120	27.84	51.66	1.54	0.63	16.18	2.13
300	15.88	58.37	0.66	0.47	22.84	1.76
480	16.99	66.78	0.58	0.53	12.64	2.45

(atomic %)

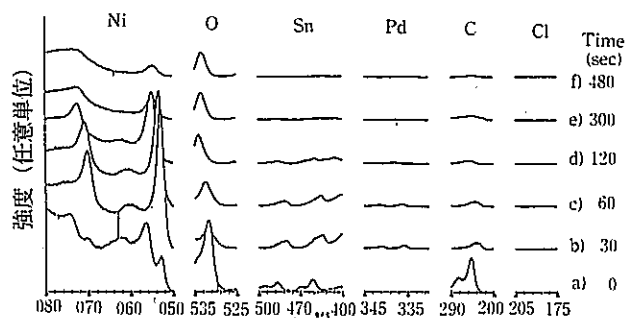


図7 イオンエッチング量の変化によるxpsスペクトル

さらに、窒化けい素の表面近くになると、表6に示すようにXPSのピークは消失しているが、Snの相対量は認められる。すなわち、Snも初期の段階で還元されて Sn^0 の形で黒色皮膜中に含まれているものと考えられる。Pdについては、b)に示すようにPd 3d 3/2 (340eV) 及びPd 3d 5/2 (335eV)のピークがわずかに観察されるが、いずれも不明確である。

Pdの吸着に関しては、浜谷らが¹⁸⁾、アミノシラン処理したガラスビーズを用いて実験を行っている。この中で、Pd吸着担体を NaH_2PO_3 水溶液で処理すると $\text{Pd}^{2+} \rightarrow \text{Pd}^0$ の変化(Pd 3d 5/2: 338,4eV $\rightarrow$ 335,8eV)が起こり、還元された Pd^0 がガラスビーズにクラスター状に集積した担体表面を形成し、この Pd^0 が核となり、めっきが開始されるとしている。

今回の実験で得られた黒色皮膜のPdの挙動については、不明確であったが、浜谷らの報告から検討すれば、窒化けい素に付着した Pd^{2+} が Pd^0 に還元されることによって生成されたパラジウム黒と考えられる。しかも、Niはめっき初期に相当量還元されていて金属Niの構造をとり、黒色皮膜の主成分となっている。同様に、Snについても $\text{Sn}^{2+} \rightarrow \text{Sn}^0$ がみられ、一部金属スズに還元されていることがわかった。

Clの挙動に関しては、岸らが¹⁹⁾、アルミナ粉末を用いることによって定量的に実験を行っているが、その中で、Sn(II)の吸着点は、 Cl^- イオンの吸着によって用意されており、Sn(II)はクロロ錯体として、Pd(II)はSn-Pd複合クロロ錯体として吸着していると推定しているが、今回のXPS分析の結果では、Cl 2p 1/2 (200eV) 及びCl 2p 3/2 (202eV)、いずれについてもピークが得られず、その性状を明らかにすることができなかった。しかし、Clは表4に示すように、皮膜の中に相当量存在しており、Sn、Pdの活性化作用に重要な因子であるものと考えられる。

4. 結 論

窒化けい素表面のメタライゼーションとして無電解ニッケルめっき法を用い、表面粗さなどの各種の条件と密着強度との相関、あるいは、めっき

初期に生成される黒色皮膜の定性などについて検討を行い、次のような結果を得た。

- 1) 表面粗さと密着強度は、一定の幅(バラツキ)をもった比例関係を示しているが、表面粗さが増大すれば密着強度のバラツキも大きくなる傾向があり、表面粗さは、密着強度に影響を及ぼす重要な因子であることがわかった。
- 2) 腐食量と密着強度については、両者の相関は認められなかった。すなわち、腐食量を変化させても密着強度に差異がなかった。
- 3) めっき皮膜のリン含有量は1 wt %以下であり、pH 7で最高値0.98wt %を示し、pHの増加と共に減少し、pH10で0.33wt %となる。めっき皮膜の結晶構造はpHと共に変化するが、pH 8以下では非晶質、pH 9以上では結晶質であることが判明した。リン含有量と密着強度の相関は認められなかった。

また、めっき浴温度と密着強度は、比例関係にあり、温度が高くなる程、強い密着強度が得られることがわかった。

- 4) 熱処理温度と密着強度との相関は認められなかった。熱処理によるめっき皮膜の結晶構造の変化は、300°C以下では、Ni (111)の回折線は明確に現れていないが、400°Cをこえるとシャープになり、 Ni_3P の析出も確認された。
- 5) めっき初期に生成される黒色皮膜は、XPSを用いて検討したが、Ni、Snなどを含んだパラジウム黒と考えられる。

最後に、本研究の実施にあたり、吸光光度分析及びXPS分析でご協力をいただいた材料開発部の永山、永田両研究員に深く感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) 柳田博明 “ファインセラミックスの実用化と展望” 材料フォーラム、Vol. 10、2 (1986)
- 2) 社団法人日本プリント回路工業会 “プリント回路技術便覧” 日刊工業、128 (1986)
- 3) 高塩治男 “ファインセラミックスと金属の接合技術” ファインセラミックス、第5巻、53 (1984)
- 4) 大野淳、石井友二、向正夫 “セラミックスへのニッケル無電解めっき” 金属表面技術、

- Vol. 126, No. 3, 118 (1975)
- 5) 本間英夫、水島信也 “セラミックス上の無電解ニッケルめっき” 金属表面技術、Vol. 33, No. 8, 22 (1982)
 - 6) 逢坂哲彌、中島英治、田宮幸広、小岩一郎 “アルミナセラミックス基板の無電解めっき皮膜によるメタライゼーション” 表面技術、Vol. 40, No. 40, 573 (1989)
 - 7) 浅原照三、上田重朋他 “無電解メッキ” 朝倉書店88 (1986)
 - 8) 渡辺徹 “めっき膜と素地金属の結晶学的結合” 表面技術、Vol. 37, No. 9, 440 (1986)
 - 9) 上條幹人、鮎沢信家 “セラミックス上の無電解ニッケルめっきに関する研究” (第2報) 山梨県工業技術センター研究報告 No. 1, 87
 - 10) 神戸徳蔵 “無電解めっき” 槇書店、42 (1984)
 - 11) H. Honma, K. Kanemitsu “Electroless Nickel Plating On Alumina Ceramic” Platint, 74 (9), 2 (1987)
 - 12) 逢坂哲彌、小岩一郎、川口純 “抵抗材料としての無電解Ni系合金薄膜の作製と評価” 表面技術、Vol. 40, No. 7, 807 (1989)
 - 13) 清水泰、石橋知 “無電解ニッケルめっき膜のリン含量と耐食性について” 金属表面技術、Vol. 19, No. 10, 29 (1986)
 - 14) 本間英夫、水島信也 “無電解ニッケルめっきによる微細パターン加工” 金属表面技術、Vol. 31, No. 2, 94 (1980)
 - 15) 本間英夫、水島信也 “セラミックス上の無電解ニッケルめっき” 金属表面技術、Vol. 33, No. 8, 382 (1982)
 - 16) 水本省三、縄舟秀美、川崎元雄 “無電解銅めっき皮膜の機械的性質に及ぼす熱処理の影響” 金属表面技術、Vol. 39, No. 6, 304 (1988)
 - 17) 増井寛二、丸野重雄、山田敏夫 “電析 Ni-P 合金の加熱にともなう構造変化” 日本金属学会誌、第41巻、1132 (1977)
 - 18) 浜谷健生、熊谷八百三 “アミノシラン処理ガラスへの無電解めっき” 表面技術、Vol. 41, No. 1, 60 (1990)
 - 19) 岸富也、高橋栄一、今井隆之 “アルミナ表面への Sn (II) と Pd (II) イオンの吸着” 表面技術、Vol. 41, 53 (1990)

リアルタイム OS のための C 言語インタフェース・ライブラリの作成方法

園 田 増 雄*

Method of Programing C Language Interface Library for Real Time Operating System

Masuo SONODA*

現在、16ビット CPU を搭載した機器組み込み用ボードコンピュータが多く利用されるようになってきている。このため処理の高速化、メモリの大容量化が可能になってきた。しかし、プログラム開発の面では、8ビット CPU と同じようにアセンブラ言語でプログラムを記述すると開発効率が低下してしまう。これを解決するために高級言語による開発が行われ始めている。特に、制御プログラム言語としては、C 言語が多く使われている。さらに、ボードコンピュータにはリアルタイム OS が搭載され、制御プログラムを最小処理単位のプログラムであるタスクに分割して開発されるようになった。

以上のように C 言語でプログラムを開発する環境においては、プログラム作成者がリアルタイム OS と C 言語プログラムとの間のインタフェース・プログラムを必要とする機能の数だけ用意しなければならない。これらのインタフェース・プログラム群を必要なプログラムだけ取り出せるようにデータベース化したのがインタフェース・ライブラリである。

本報では、HI-TECH-C コンパイラとリアルタイム OS の引数渡しの方法を解析し、ライブラリ登録のためのインタフェース・プログラムの作成方法、ROM 化のための変数の取扱方、開発手順について述べる。

1. 緒 言

現在、自動制御機器や計測機器の開発、研究の分野で使用する組み込み用ボードコンピュータに16ビット CPU を搭載して、制御やデータなどの処理をさせることが多くなっている。16ビットのデバイスを採用すると、プログラムサイズやデータ量が多く扱えるようになる反面、アセンブラ言語で制御用プログラムなどを作成する場合プログラム記述やデバッグなど開発効率が低下し、コスト高になる。そこで開発効率を向上させるために、高級言語で制御プログラムなどを記述するようになってきている。特に高級言語の中で

も C 言語が制御やデータ処理システムのプログラム記述に多く利用されている。

組み込み用ボードコンピュータのプログラムは最終的に ROM 化されるため、いろいろな制約が生じる。例えば、C 言語のメーカから提供されたインタフェース・ライブラリは、ほとんどがコンソールや OS のインタフェースのためのプログラム(関数)である。つまりパソコンやワークステーションの OS での操作環境を前提にして開発されるようになっている。そのため、C 言語で開発されたソフトウェアをそのまま ROM 化しても OS が違うため組み込み用ボードコンピュータでは、実行させることができないという問題が生じる。

これを解決するためには、16ビット CPU を搭載した組み込み用ボードコンピュータに使用され

*電子部

ているリアルタイム OS と C 言語とのインタフェースの役割をするプログラムを作成し、これらをライブラリに登録する必要がある。

本報では、V40CPU 搭載のボードコンピュータ用リアルタイム OS である RX116 (NEC 製、ITRON 仕様) と HI-TECH-C (以下 C という) との間の引数の渡し方、システムコールの方法を解説し、当センターで実現したインタフェース・ライブラリの作成方法及びプログラムの ROM 化について述べる。

2. C から出力されるアセンブラソースについて

C でプログラムを開発する工程は、次のようになる。

- (1) まずホストコンピュータのエディタを使って C 言語でプログラムを記述し、C コンパイラの入力用テキストファイルを作成する。
- (2) C コンパイラは、このテキストファイルを変換してアセンブラソースファイルを出力する。
- (3) アセンブラソースファイルは、さらにアセンブラによって実行可能な機械語のプログラムに変換され、再配置可能なオブジェクトファイルとして出力する。
- (4) オブジェクトファイルは、リンカによってメモリ番地が割り当てられ、実行ファイルに変換される。
- (5) 実行ファイルを ROM ライタを使って ROM 化してボードコンピュータに搭載し、実行される。

以上の工程を経てホストコンピュータで開発したプログラムが動作することになる。

インタフェース・ライブラリに登録されているプログラムは(4)の工程で、必要なプログラムがリンクされる。つまり C 言語で記述したプログラムにインタフェース・ライブラリのプログラムが自動的に追加される。

インタフェース・ライブラリのためのプログラムを作成するための準備として、C コンパイラから出力されるアセンブラソースを解説し、引数を渡すためにどのようにスタックを操作しているか調べ、インタフェース・プログラムの処理方法を決定する必要がある。そのため、図 1 に示すプロ

グラムをコンパイルして、出力されたアセンブラソースを調べた。その結果を図 2 に示す。

アセンブラソースから引数を渡すためのスタック・フレーム構成を読み取ると図 3 のようになる。出力されるアセンブラソースは V40 と互換性のある 8086 (インテル社) 用のコード²⁾であることから、以下図 4 に示す 8086 内部レジスタを使って説

```
main ( ).
{
    int err, arg1, arg2, arg3;
    arg1=1;
    arg2=2;
    arg3=3;
    err=func (arg1, arg2, arg3);
}
```

図 1 テストプログラム 1

```
• globl __main
• even
__main:
    push bp          ; BPレジスタ退避
    mov bp, sp       ; 変数領域用ポインタ
    sub sp, #1       ; 8バイト変数領域確保
    push si          ; SIレジスタ退避
    push di          ; DIレジスタ退避
    mov -4 [bp], #1, word ; arg1に1を書き込む
    mov -6 [bp], #2, word ; arg2に2を書き込む
    mov -8 [bp], #3, word ; arg3に3を書き込む
• globl __func
    push -8 [bp], word ; arg3を引数としてスタックへ
    push -6 [bp], word ; arg2を      //
    push -4 [bp], word ; arg1を      //
    call __func       ; 関数funcをコール
    add sp, #2+2+2    ; 引数領域を削除
    mov -2 [bp], ax, word
                        ; funcからの戻り値をerrへ
    pop di           ; DIレジスタの復帰
    pop si           ; SIレジスタの復帰
    mov sp, bp       ; SPの復帰
    pop bp           ; BPの復帰
    ret
    fl equ 8
```

図 2 プログラム 1 のアセンブラソース

明する。

C でコンパイルすると関数の入口で局所変数領域のスタック・フレームを設定する。以下プログラム 1 のアセンブラソースに従って説明する。

- (1) main 関数にはいるとベースポインタ BP を局所変数のポインタに使用するため、現在の BP の値をスタックへ退避させ(①)、BP にスタックポインタ SP の値を書き込む。
- (2) main 関数で宣言されている局所変数の領域を確保する (②～⑤)。

2 バイト (int 型) × 4 = 8 バイト
変数領域は、宣言された順にとられる。

```
err: -2 [bp]
arg 1: -4 [bp]
arg 2: -6 [bp]
arg 3: -8 [bp]
```
- (3) ソースインデックス SI、ディストネーションレジスタ DI の値をスタックへ退避させる (⑥、⑦)。関数が C で記述したプログラムから呼ばれるときには、BP、SI 及び DI を保存しておく必要がある。そのため、これらのレジスタを使用する前に、スタックに退避し、関数から戻る前に復帰させる。
- (4) 変数 arg 1 から arg 3 に数値を代入する。

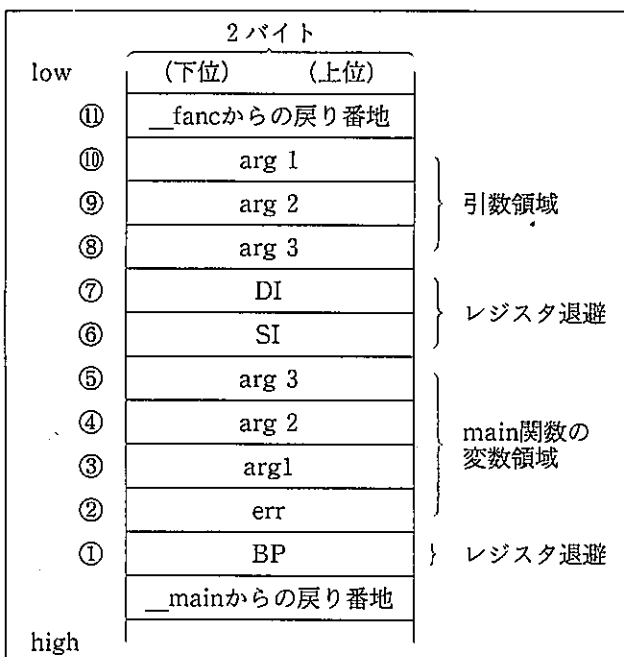


図3 スタック・フレームの構成

- (5) 引数をスタックに書き込む(⑧～⑩)。引数の順番は関数の引数が記述されている () の中の右端（最後）の引数から左に向かって順次スタックに書き込まれる。左端の引数がメモリの一番若い番地になる。
- (6) 関数 func をサブルーチンコールする (⑪)。関数からの戻り番地は、オフセット(2バイト)のみがスタックに書き込まれる。ただし、ラージモデルでコンパイルするとセグメント値とオフセット値(4バイト)が戻り番地としてスタックに書き込まれる。
- (7) 関数から戻ってきたら、引数領域は削除される。
- (8) 関数からの戻り値が変数(err)に代入される。関数の戻り値は、2 バイト (int) の時は AX、4 バイト (long int) の時は DX (high word) と AX (low word) に入っている。1 バイト (char) の戻り値は AL に入り、AH の内容は AL の符号（最上位ビット）が拡張される。
- (9) 退避した値を元のレジスタ (SI、DI、BP) に復帰させて OS へ戻る。
インタフェース・ライブラリを作成するうえで必要なのは、C で作成するプログラムと他のソフ

AX	AH	AL	アキュムレータ
BX	BH	BL	ベースレジスタ
CX	CH	CL	カウントレジスタ
DX	DH	DL	データレジスタ
	SP		スタックポインタ
	BP		ベースポインタ
	SI		ソースインデックス
	DI		ディストネーションレジスタ
	CS		コードセグメント
	DS		データセグメント
	SS		スタックセグメント
	ES		エクストラセグメント
	IP		命令ポインタ
	FLAGS		フラグレジスタ

図4 8086内部レジスタ

ト(市販ソフト、ユーザソフト、OS等)の間のデータの受渡し方法である。ここでは、Cの引数が右端から順番にスタックに書き込まれ、関数をコールしていることに注目して、他のソフトとのインタフェースを考えることにする。

3. RX116システム・コールの方法

3.1 システム・コールの方法

RX116のサービスを受けるためには、ユーザが作成するタスクからシステム・コールを発行する必要がある。

システム・コールの呼び出し方は、パラメータ(引数)をスタックにセットし、AXレジスタにシステム・コール番号をセットし、ソフトウェア割り込みをかける方法である。

AXにセットするシステム・コール番号は0から49まで割り付けられている。ソフトウェア割り込みは、V40ベクタ割り込みの184から189³⁾まで使用している。

3.2 パラメータのセットの方法

パラメータ数や順番は、システム・コール毎に決められている。このパラメータは、決められた順序に従ってスタック書き込まれ、スタックを介してRX116に引き渡される。

必要なパラメータをセットした後は、スタック上のパラメータがスタック領域のどこにあるかというアドレス情報をRX116に伝えなければならない。そのために、セットしたパラメータの先頭アドレス(オフセット値)を更にパラメータのポインタとしてスタックにセットする必要がある。

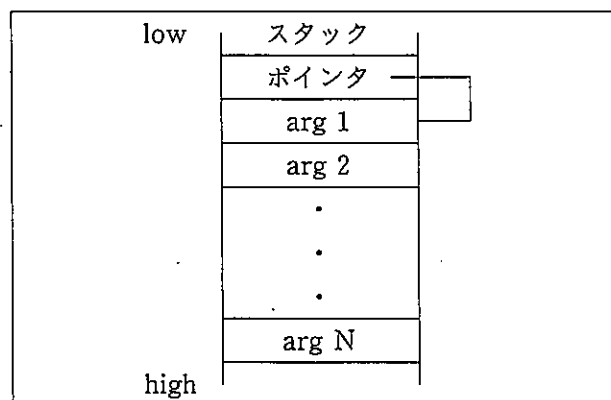


図5 システム・コールのパラメータセットの状態

そのスタックの状態を図5に示す。

3.3 変数の型とスタックへのセットの方法

パラメータをスタックにセットする方法は、その変数の型によって図6のように決められている。

RX116への割り込みから戻ったときには、AXレジスタにエラー・コンディション・コードがセットされている。

システム・コールが終了したら、スタックにセットされたパラメータは、消去する必要がある。

タスクを起動するシステム・コールをアセンブラ言語で記述すると図7のようになる。

4. インタフェース・プログラム

インタフェース・プログラムは、C言語の関数記述のシステム・コールをソフトウェア割り込みに変換し、RX116に制御を渡すサービス・プログラムである。

インタフェース・プログラムの基本動作は、次のとおりである。

- (1) パラメータへのポインタをスタックにPUSHする。
- (2) システム・コールの機能コードをAXレジスタにセットする。

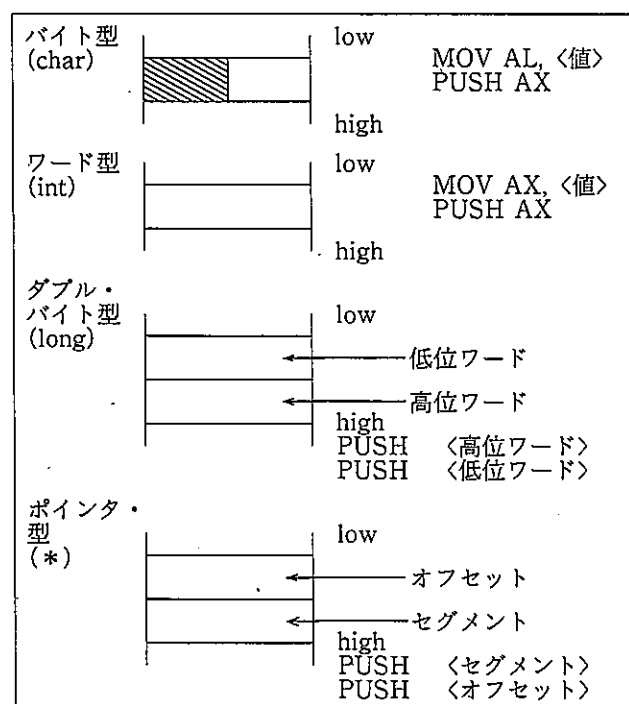


図6 変数の型とスタックへのセット方法

タにセットする。

- (3) 各システム・コールに対応したソフトウェア割り込み発生させる。

以上の手順に従って、インタフェース・プログラムを作成すれば C 言語から関数としてコールすることができる。

当センター作成したインタフェース・プログラムは、C に付属しているアセンブラ言語で記述した。図 7 のシステムコールは、アセンブラ言語で記述すると図 8 のようなプログラムになる。

このインタフェース・プログラムを C プログラムからコールする場合は、次のように記述する。

err=STA_TSK (タスク・アクセス・アドレス, 初期データ);

このようなプログラムを全てのシステム・コール対応するように作成し、ライブラリに登録すればインタフェース・ライブラリが完成する。

C プログラムから関数としてコールできるようにアセンブラ言語で記述するためには、関数名(アセンブラ言語ではラベル)の前にアンダースコア(“_”)を付けなければならない。インタフェース・プログラムをコールしたときのスタックの状態を図 9 に示す。

PUSH	<初期データ>
PUSH	<タスク・アクセス・アドレス>
MOV	BP, SP
PUSH	BP
MOV	AX, 1
INT	184
ADD	SP, 6

図 7 システム・コール例

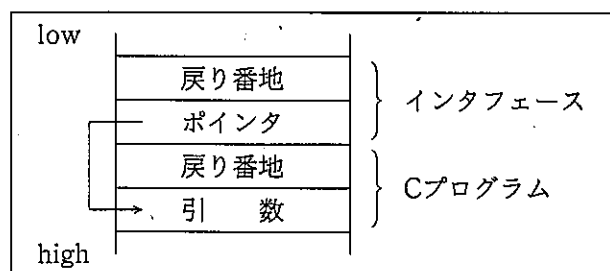


図 9 スタックの状態

5. 開発手順

5.1 ROM 化のための変数宣言

ROM 化を目的として、C 言語でプログラムを作成する場合、変数の宣言の仕方が重要である。ここではスモールモデルでコンパイルする場合について説明する。

C コンパイラが出力するアセンブラソースは、図 10 に示すように `_TEXT`、`data`、`bss` の 3 つのプログラム・セクションのグループにまとめられる。このグループは、リンカによってメモリ領域が割り当てられる。

一般に、プログラム・セクション `_TEXT`、`data` は ROM に割り付け、`bss` は RAM に割り付ける。変数は、`data`、`bss`、スタック (stack) に割り付けられるので、変数の宣言の仕方や宣言場所によって `data`、`bss`、スタックのどれになるかが決まる。変数とプログラム・セクションとの関係を調べるために、図 11 に示すプログラム 2 をコンパイルしてみると、表 1 のような結果になった。

```

・globl  _STA_TSK; グローバル変数宣言
・psect  _TEXT; プログラム・セクション指定
_STA_TSK:
    mov  ax, sp; ポインタのセット
    add  ax, #2
    push ax
    mov  ax, #1; システム・コール・コード
    int  #184; ソフトウェア割り込み
    add  ap, #2; ポインタの削除
    ret

```

図 8 インタフェース・プログラム

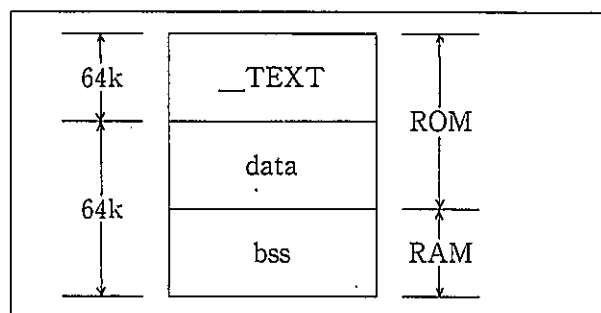


図 10 プログラム・セクション(psect)

```

int      a=1;
int      b;
char     c;

main ( )
{
    char    *s="abcd";
    static  char  d, e;
    char    f;
    static  int   g, h=1;
    int     i, j;

    b=a;
    g=h;
    i=j;
    c=*s;
    d=c;
    e=d;
    f=e;
    poke (0x1234, 0x56, f);
}

```

図11 プログラム2

変数 a、b、c は、main 関数の前に宣言されており、グローバル変数（広域変数）になっている。a は 1 に初期化されているので、psect は data になり、ROM に割り付けられることになる。b、c は初期化されていないので、psect は bss になり、RAM に割り付けられる。

関数の中で宣言されている変数は、基本的にはスタックに領域をとられるが、static 宣言されている変数は bss になる。しかし、グローバル変数扱いにはされない。

関数内で

```
char *s="abcd";
```

と宣言されているときは、スタック領域に割り付けられた s に文字列“abcd”の先頭番地がセットされる。文字列は bss になり、ROM に割り付けられる。

以上のように、変数の宣言の場所や方法によって、変数が ROM に割り付けられるか、RAM に割り付けられるかが決まるので、プログラム記述には注意を要する。

表1 変数の割付

宣言場所	型	変数名	psect	メモリ
mainの前	int	a	data	ROM
〃	int	b	bss	RAM
〃	char	c	bss	RAM
mainの中	char*	s	stack	RAM
〃	文字列	初期値 “abcd”	data	ROM
〃	static char	d e	bss	RAM
〃	char	f	stack	RAM
〃	static int	g	bss	RAM
		h	data	ROM
〃	int	i j	stack	RAM

5.2 MS-DOS 上での開発

プログラムを ROM 化するには、ユーザオリジナルのリセットルーチンと前述のインタフェース・ライブラリをあらかじめ用意し、次のような手順で開発する。

- (1) ユーザのプログラムを C 言語で記述する。
- (2) プログラムをコンパイルし、オブジェクト・ファイルを作成する。
- (3) リセットルーチンとインタフェース・ライブラリをリンクする。このとき、プログラム・セクションのメモリ割り付けを行う。
- (4) インテル HEX フォーマットに変換して、ROM ライタで EPROM にプログラムを書き込む。

6. 結 論

今回、C 言語でプログラムを開発するために環境作りを行った。その中で C プログラムと RX116 とのインタフェース・ライブラリを作成した。

当センター作成したインタフェース・ライブラリは、スモールモデルとラージモデルそれぞれに対応できるようにした。

また、実際に V40 ボードコンピュータに RX116 を搭載し、その上で実行するタスク・プログラムを C 言語で記述し、コンパイル、リンクまで一貫して開発した結果、ボードコンピュータ上で問題なく動作することが確認できた。これにより制御

用プログラムが容易かつ短期間で開発することが可能になった。

C 言語でプログラムを作成する際に、変数の取扱に注意が必要である。変数を ROM に割り付けるか、RAM に割り付けるかプログラム記述前に明確にして、変数宣言を記述しないとプログラムが誤動作する原因になる。

参 考 文 献

1) 宮本慎次郎；“16ビット版 C 言語の ROM

化その課題と実用開発技術”、プロセッサ、7月、2-37、(1987)

2) ハイテック・ソフトウェア；“HI-TECH-C コンパイラ・ユーザーズ・マニュアル”、(1987)

3) NEC；“RX116ユーザーズマニュアル (I) (II)”、(1988)

4) 山下システムズ(株)；“MIS RX116取扱説明書”、(1988)

PLD の電氣的特性試験

上 田 直 行*

Test of Electrical Characteristics on Programmable Logic Device

Naoyuki UEDA*

パイポーラ型の PLD について、どれだけの実用性能があるかを調べるために、①電源変動試験②周波数特性試験③スレシホールド試験④スイッチング試験を行った。PLD は、組合せ回路の標準である 16L8 に NAND 回路を設計して、ライタに書き込んだ後試験した。また、順序回路付きの標準である 16R4 に D-FF 回路を設計して、同様に書き込み・試験を行った。また、PLD との比較をするために、標準 IC についても前記①から④を同一条件で行った。標準 IC は、TTL7400 と CMOS74HC74 を選定した。

これら 4 デバイスの試験結果から、PLD は実用上 TTL とほぼ対等に使えることが分かった。CMOS は、速度を除き、すべての点で、PLD 及び TTL よりよい結果がでた。

1. は じ め に

PLD は、複数の TTL の一部をおきかえるために、大抵のプリント基板に組み込まれている。しかし、PLD が本当に TTL なみに使えるかどうかのデータを確認して、使っているメーカーは少ない。また、データそのものの発表が少ない。そこで本研究では、実用の観点から PLD の基本的な電氣的特性を調べるために、代表的なパイポーラ型 PLD16L8 について、NAND 回路を設計・製造し、①電源変動試験②周波数特性試験③スレシホールド試験④スイッチング試験を行った。一方、この PLD と同じ論理回路を持つ TTL7400 について、同じ条件で試験を行い、両者の電氣的特性を検討した。また、パイポーラ型 PLD16R4 で D-FF 回路を設計・製造し、C-MOS74HC74 と同じ試験条件で同様の 4 つの試験を実施し、両者の比較検討を行った。

2. PLD の設計

PLD の設計は、シミュレーションを含む独自に開発した方法で行った¹⁾。

2.1 NAND 回路の設計

組合せ回路の標準タイプである PLD16L8(A) を使って、2 入力 1 出力の NAND 回路に相当するヒューズパターン及び入出力端子の割付を、CRT 画面に表示された論理回路図上で作成した(図 1)。PLD では、出力をイネーブルにするための 3 STATE ゲート用の信号も必要なため、併せて設計した。NAND 回路数は、1 回路とした。

2.2 D-FF 回路の設計

順序回路付きの標準タイプである PLD16R4(A-2) を使って、D とクロックの 2 入力及び Q と /Q の 2 出力をもつ D-FF 回路に相当するヒューズパターン並びに入出力端子の割付を、CRT 画面に表示された論理回路図上で作成した(図 2)。3 STATE 入力は、Q に 1 個 /Q に 1 個割り当てた。

*電子部

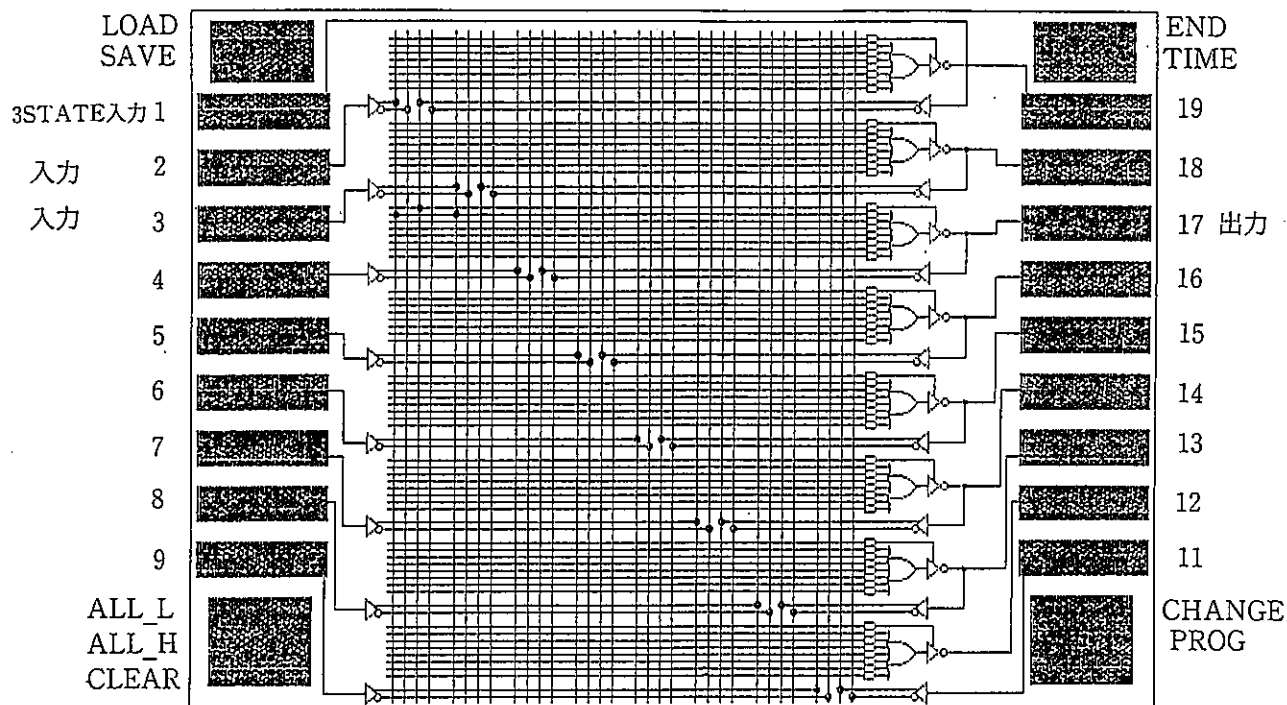


図1 PLD16L8によるNANDのヒューズパターン作成例

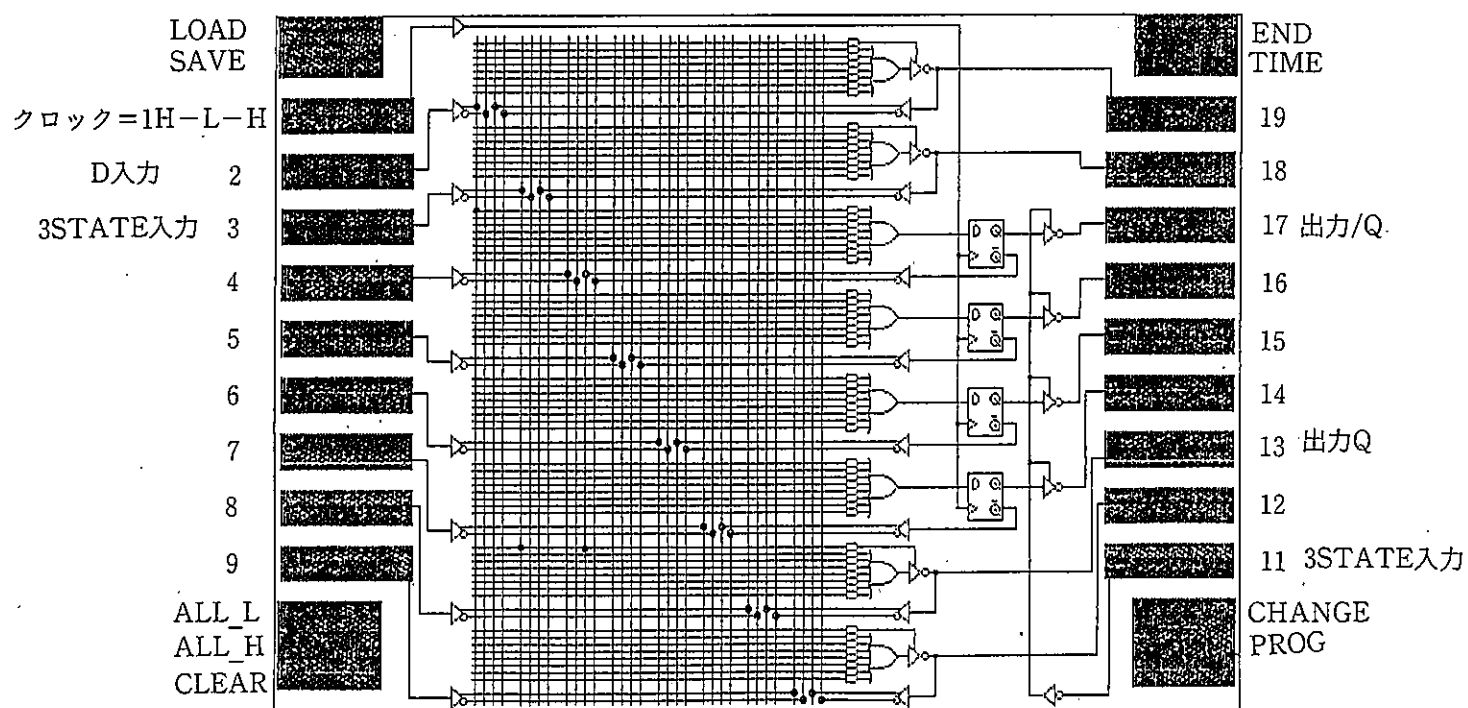


図2 PLD16R4によるD-FFのヒューズパターン作成例

3. PLD の製造

前記開発のシミュレータにより作成したヒューズパターンのデータは、JEDEC フォーマットに準拠して作られている。このデータを、同じく JEDEC フォーマットに準拠した PLD 用ライター (JMC 社製 PROMAC11) に転送し、2 種類の PLD とも書き込みを行った。

4. 標準 IC の選定

デジタル IC は、同一機能を持ったものが数多く市販されている。ここでは、その中から、物性による分類を考慮し、バイポーラ IC から 1 個、ユニポーラ IC から 1 個代表的なものを選択した。

4.1 NAND 回路を持つ IC の選定

標準 IC は、PLD とできるだけ機能的に合わせるために、次の条件を満たす IC を選んだ。

- ① PLD は、トータムポール出力となっているので、これに合った IC を選ぶ。
- ② 回路は、2 入力 1 出力の IC とする。
- ③ バイポーラ IC の中の標準 TTL とする。

以上を考慮し、市販 TTL7400 を選定した。

4.2 D-FF 回路を持つ IC の選定

D-FF 回路の場合は、NAND 回路と条件を変えて PLD がどの程度の性能をもつか調査するために、以下の条件で選んだ。

- ① 入力は、D とクロックがあること。ただし、Preset や Clear はあっても構わない。
- ② ユニポーラ IC の中の CMOS とし、高速タイプとする。

以上を考慮し、市販 CMOS74HC74 を選定した。

5. 試験回路

4 つのデバイスに対する試験回路は、同一条件となるようにした。

5.1 PLD16L8 の試験回路

PLD16L8 を中心とする電子回路は、ブレッドボード上で構成した (図 3)。負荷は PLD のデータブックを参考に、RC の直並列接続のほかに、目視で概略の動作が分かるように LED を付加した。

入力は 2 つあるため、真理値表によれば 4 つの状態組合せが存在するが、この場合は 2 つの入力が同時に H/L に変化する 2 つの組合せのみとした。したがって、1 つの発振器に 2 つの入力端子を共通に接続した。3STATE 入力は、NAND 回

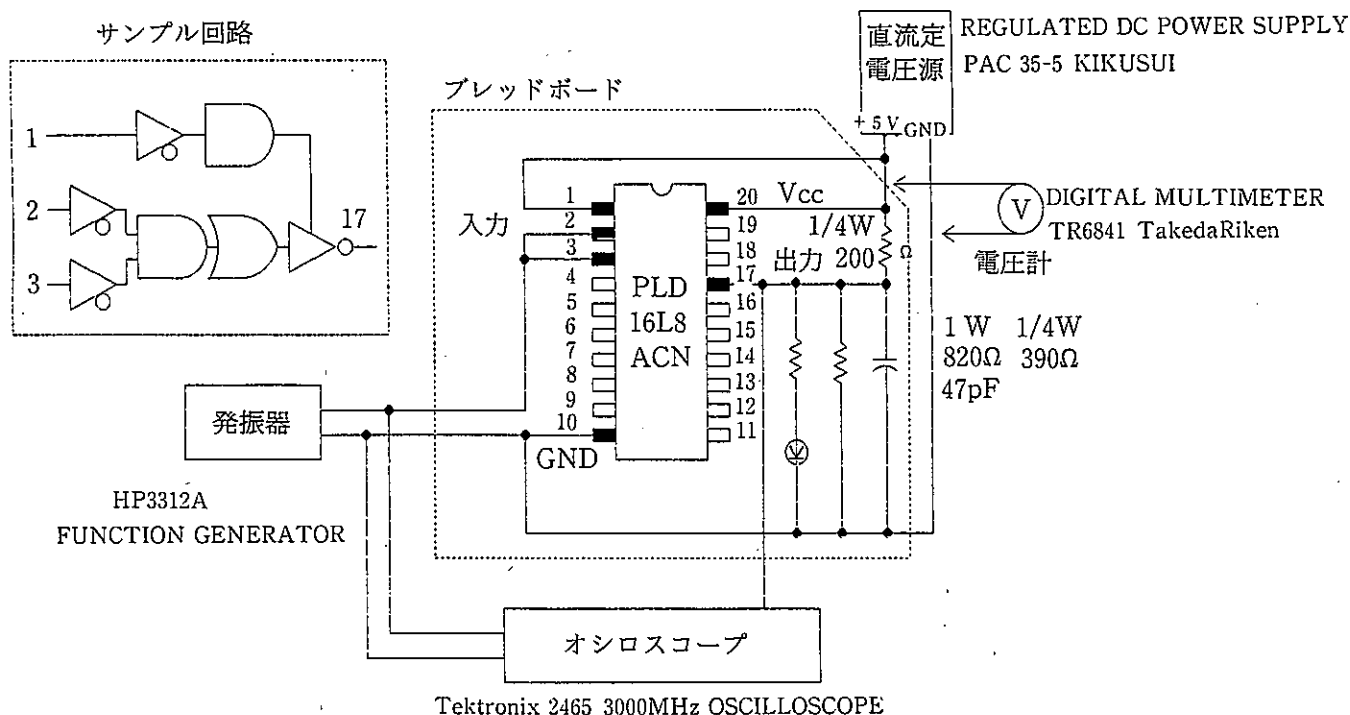


図 3 PLD16L8 特性試験回路

路の出力が常にイネーブルの状態となるように、電源電圧つまりHの状態に固定した。電源は、直列レギュレータ式の可変直流定電圧電源を使用し、デジタルマルチメータにて電圧校正を行った。

入出力のタイミング解析には、波形解析もできるように、オシロスコープを使用した。

PLDの未使用の端子は、耐ノイズ性能試験ではないので解放とした。

5.2 TTL7400の試験回路

このデバイスは、NAND回路を4個内蔵しているため、その中の1回路だけを使用した。

全体の試験回路は、PLDに条件を合わせるために、前記5.1に準拠した(図4)。ただし、こちらでは、3STATE入力は存在しない。

5.3 PLD16R4の試験回路

D-FF回路を動作させるため、2つのパルスが必要である(図5)。クロック入力と発振器、及びD入力と別の発振器とをそれぞれ接続した。3STATE入力は、出力QがイネーブルとなるようにGND(≒L)と接続した。また、出力/Qがイネーブルとなるように電源(=H)に接続した。その他の条件は、PLD16L8の試験回路に準拠した。

5.4 CMOS74HC74の試験回路

このデバイスは、D-FF回路を2個内蔵してい

るので、その中の1個だけを使用した(図6)。

このD-FF回路は、Preset及びClear機能を持っている。したがって、この2つの機能によって、出力が左右されないように、2つとも電源に接続した。其の他の条件は、PLD16R4の試験回路に準拠した。

6. 試験項目と条件

試験は、空調設備のある実験室とし、室温約15~20°C、湿度約50~60%の条件下で行った。以下に、各試験項目とその条件を述べる。

6.1 電源変動試験

電源電圧を変化させて、信号の入出力状態がどう変化するかを調べた。

*電源電圧変動範囲 $V_{CC}=5.50、5.25、5.00、4.75、4.50V$ 、正常入力信号に対する出力信号誤り時の電源電圧最小値(4デバイス共通)

*入力信号の周波数

16L8、7400の場合 $f=1\text{ KHz}$

16R4、74HC74の場合

クロック周波数 $=f_{H-L-H}=f_{CK}=1\text{ KHz}$

Dの周波数 $=f_D < f_{H-L-H}=f_{CK}$ で、同期のとれる周波数とする。

*入力信号のレベル

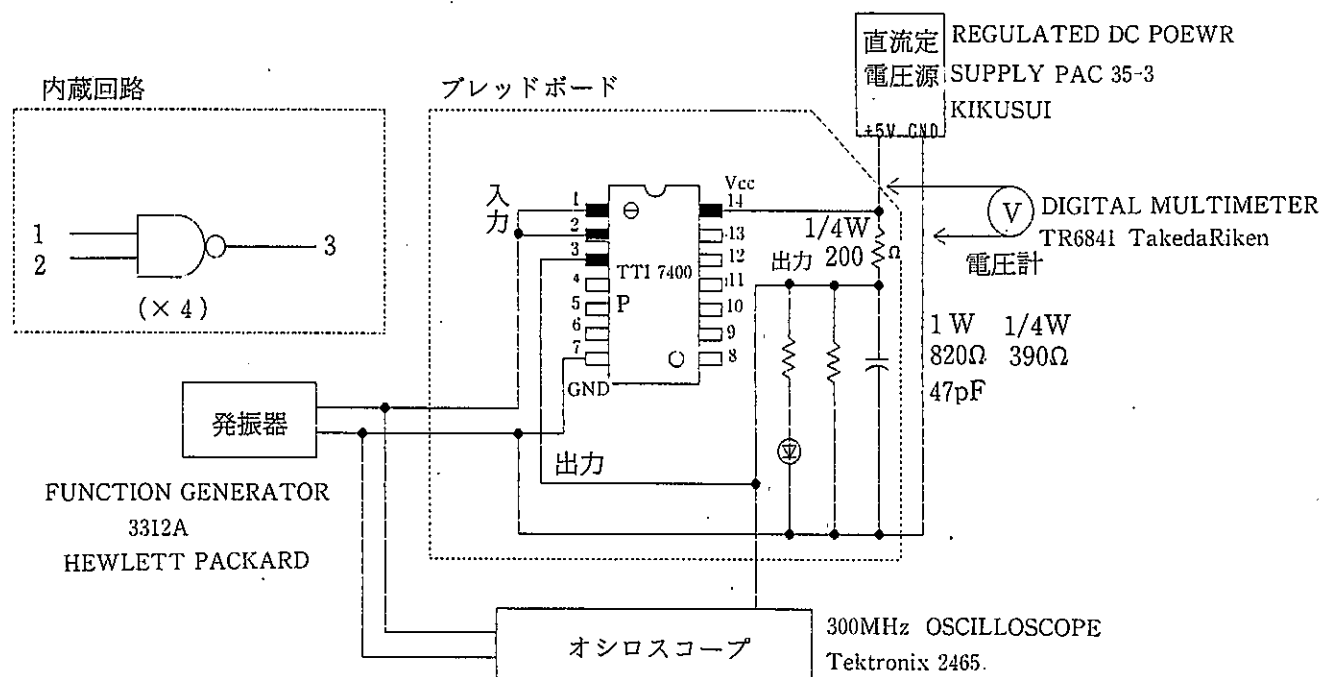


図4 TTL7400特性試験回路

H レベル入力電圧 $= V_{IH}$

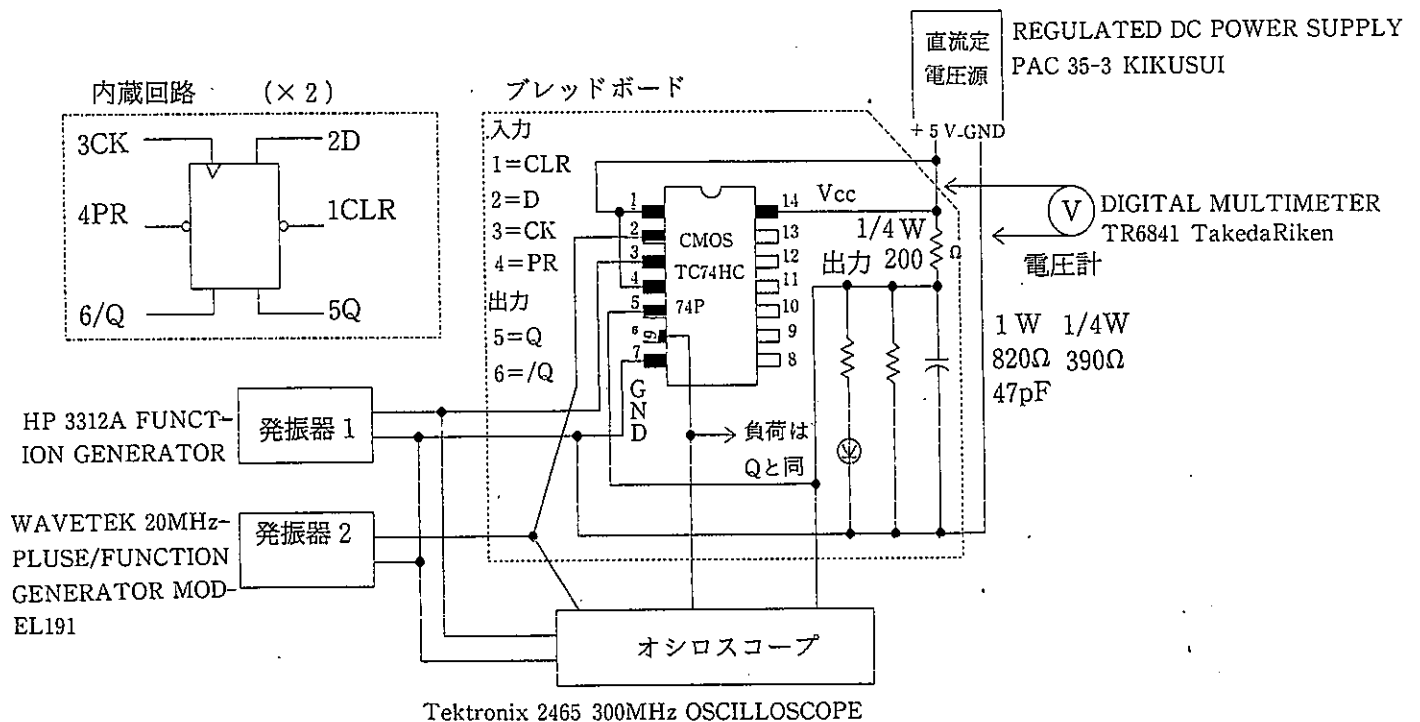
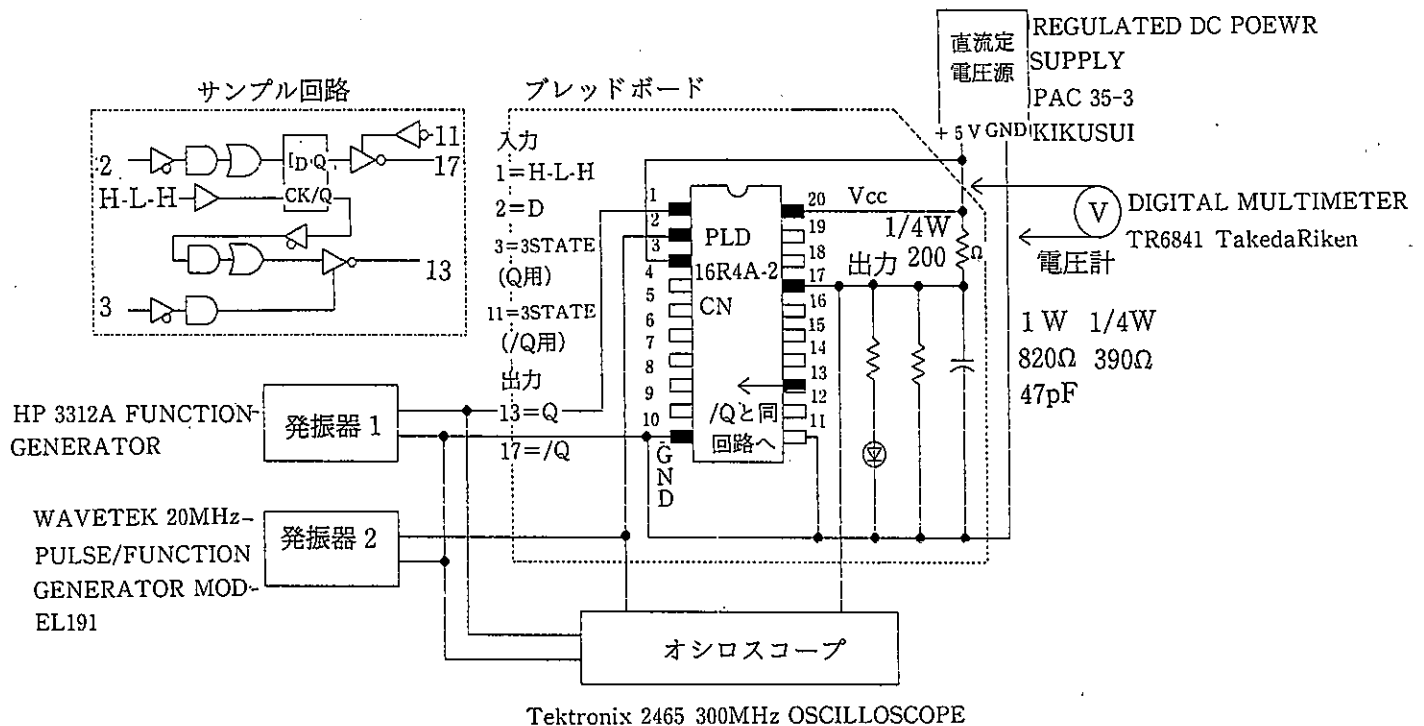
16L8、7400の場合 $= 2\text{ V}$

16R4、74HC74の場合 $= 5\text{ V}$ (クロック、D と
もに)

L レベル入力電圧 $V_{IL} = 0\text{ V}$ (4 デバイス 共
通)

* 3STATE 信号のレベル $V_{as} = V_{cc} = H$

16L8の場合 $= V_{cc} = H$



16R4の場合 = $V_{cc} = H$ (/Q 用)、GND (Q 用)

* 負荷への供給電源 $V_L = V_{cc}$ (4 デバイス共通)

6.2 周波数特性試験

一般に、周波数特性試験の場合高周波を問題とすることが多いが、今回は低周波についても試験を行った。

* 入力信号の周波数測定範囲

16L8、7400の場合 $f = 10$ 、100、1 K、10K、100K、1 M、10MHz

16R4、74HC74の場合

クロック周波数 $= f_{H-L-H} = f_{CK} = 10$ 、100、10 K、100K、1 M、10MHz

D の周波数 $= f_D < f_{H-L-H} = f_{CK}$ で、各周波数において同期のとれる周波数とする

* 電源電圧 $V_{cc} = 5.00V$ (4 デバイス共通)

* 入力信号のレベル 6.1 項と同じ

* 3STATE 信号のレベル 6.1 項と同じ

* 負荷への供給電源 6.1 項と同じ

6.3 スレシホールド試験

出力信号エラー発生の限界値を試験した。

* 入力信号のレベル

H レベル入力電圧 $= V_{IH}$

16L8、7400の場合 = 2 V から徐々に限界値まで下げる

16R4、74HC74の場合 = 5 V (クロック、D ともに) から徐々に限界値まで下げる

L レベル入力電圧 $V_{IL} = 0V$ (4 デバイス共通)

* 入力信号の周波数 6.1 項と同じ

* 電源電圧 6.2 項と同じ

* 3STATE 信号のレベル 6.1 項と同じ

* 負荷への供給電源 6.1 項と同じ

6.4 スイッチング試験

信号の入出力間の伝搬遅延時間を測定する。時間測定の定義は、統一されていないので、ここでは波形の立ち上がり/立ち上がりの50%で測定した。16L8及び7400の場合、順序回路タイプでないためか、周波数は特に定義されていないようであるから、ここでは数10nsecの遅延時間を出す周波数を予備実験で求めた。

16R4、74HC74の場合の周波数は、通常問題とさ

れる数 MHz 帯とした。

* 入力信号の周波数

16L8、7400の場合 $f = 1$ MHz

16R4、74HC74の場合

クロック周波数 $= f_{H-L-H} = f_{CK} = 10$ MHz

D の周波数 $= f_D < f_{H-L-H} = f_{CK}$ で、同期のとれる周波数とする

* 電源電圧 6.2 項と同じ

* 3STATE 信号のレベル 6.1 項と同じ

* 負荷への供給電源 6.1 項と同じ

* 入力信号のレベル 6.1 項と同じ

7. 試験結果及び考察

試験は、全て信号波形をポラロイドカメラにて撮影した。

7.1 電源変動試験結果 (図7)

1) PLD16L8とTTL7400の比較

電源の下限は、両者とも規格値 (民生用 $5V \pm 5\%$ 、MIL 用 $5V \pm 10\%$) の約半分までは正常動作をすることが分かった。また、両者の差は、TTL のほうが PLD より 0.2V 下まで使える結果がでた。しかし、波形でみると、PLD は、出力がほぼ 0V で安定しているのに対して、TTL は、出力約 0.7V で、入力もスイープした不安定な状態がみられた。

この限界値から上の 5.5V までは、両者の入出力特性は、ほぼ同等であった。

2) PLD16R4とCMOS74HC74の比較

PLD の電源の下限は、16L8と16R4でほぼ同じであるが、16R4が 0.39V 大きいのは、順序回路からくる製造プロセス上の差がでているものと思われる。また、CMOS が TTL より 0.85V 低いのは、ユニポーラとバイポーラの違いからでているものと思われる。一方 CMOS は、16R4 の限界値のさらに約半分電源が低下しても、まだ正常動作をしている。入出力間信号の論理だけをみると、16R4 の限界値に出力信号誤りが発生しているのに対し、CMOS の限界値は、レベルは小さいものの、論理どおりに動作している。

この限界値から上の 5.5V までは、両者の入出力特性は、ほぼ同等であった。

出力レベルは、PLD が全体的に低く、 $V_{cc} =$

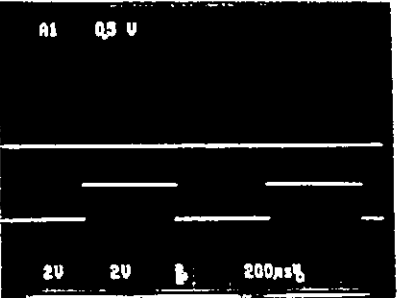
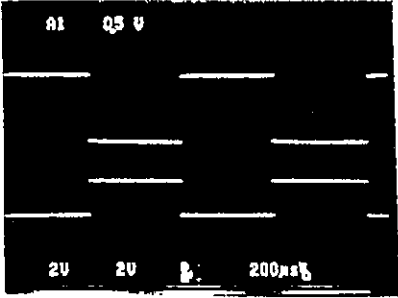
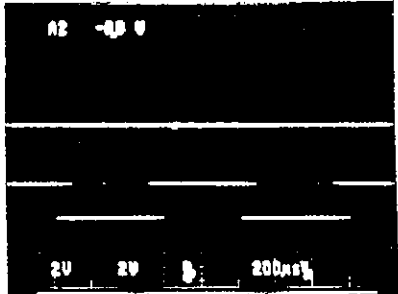
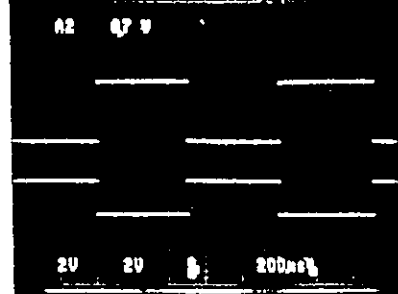
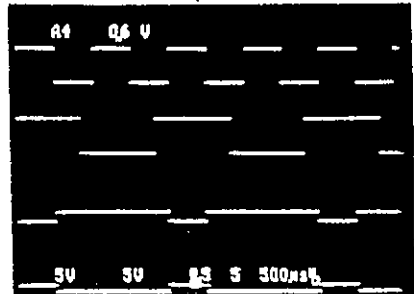
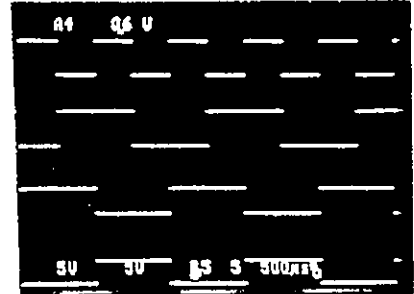
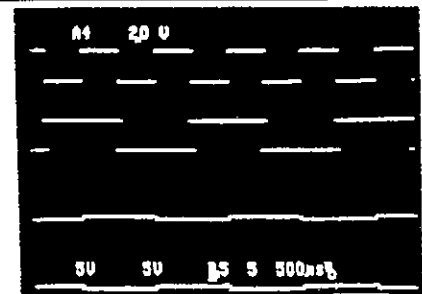
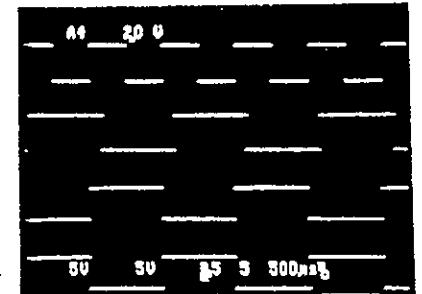
	MIN (限界値)	MAX
PLD 16 L 8 (NAND)	 上=OUT 下=IN =1KHz Vcc=2.30V Y=2V/DIV X=200μSEC/DIV	 上=OUT 下=IN =1KHz Vcc=5.50V Y=2V/DIV X=200μSEC/DIV
TTL 74 00	 上=OUT 下=IN =1KHz Vcc=2.10V Y=2V/DIV X=200μSEC/DIV	 上=OUT 下=IN =1KHz Vcc=5.50V Y=2V/DIV X=200μSEC/DIV
PLD 16 R 4 (DFF)	 クロック =1KHz D /Q=1.7V Q Vcc=2.69V Y=5V/DIV X=500μSEC/DIV	 クロック =1KHz D /Q=4.0V Q Vcc=5.50V Y=5V/DIV X=500μSEC/DIV
CMOS 74 HC 74	 クロック =1KHz D /Q=0.4V Q Vcc=1.25V Y=5V/DIV X=500μSEC/DIV	 クロック =1KHz D /Q=4.8V Q Vcc=5.50V Y=5V/DIV X=500μSEC/DIV

図7 電源変動試験結果

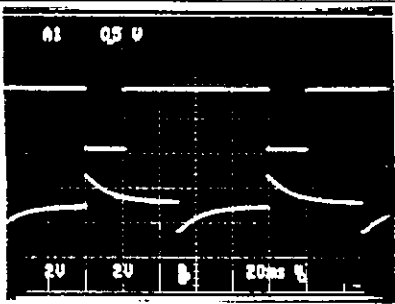
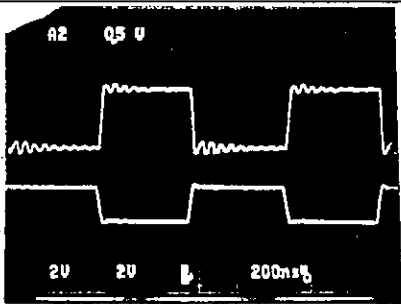
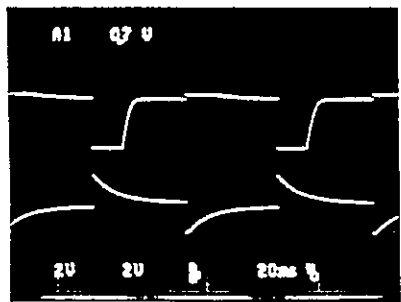
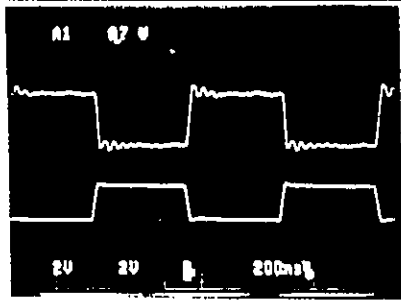
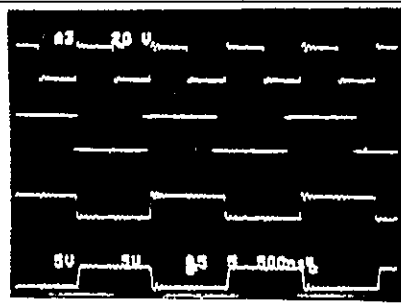
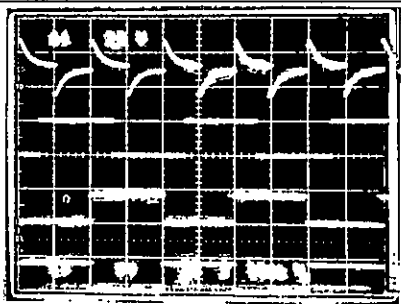
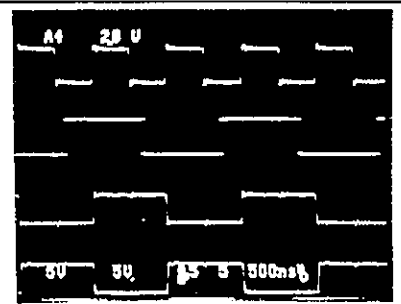
	10Hz	1MHz
PLD 16 L 8 (HAND)	 上=OUT 下=IN =10Hz Vcc=5.00V Y=2V/DIV X=20mSEC/DIV	 上=OUT 下=IN =1MHz Vcc=5.00V Y=2V/DIV X=200nSEC/DIV
TTL 7 4 0 0	 上=OUT 下=IN =10Hz Vcc=5.00V Y=2V/DIV X=20mSEC/DIV	 上=OUT 下=IN =1MHz Vcc=5.00V Y=2V/DIV X=200nSEC/DIV
PLD 16 R 4 (DIF)	 クロック =10Hz D /Q Q Vcc=5.00V Y=5V/DIV X=50mSEC/DIV	 クロック =1MHz D /Q Q Vcc=5.00V Y=5V/DIV X=500nSEC/DIV
CMOS 74 H C 74	 クロック =10Hz D /Q Q Vcc=5.00V Y=5V/DIV X=50mSEC/DIV	 クロック =1MHz D /Q Q Vcc=5.00V Y=5V/DIV X=500nSEC/DIV

図 8 周波数特性試験結果

5.5V で CMOS より 0.8V 低い。これは、PLD 独特の回路からくる出力インピーダンスの違いによるものと思われる。

なお、PLD の出力で、Q が /Q より低くなっているのは、フィードバックによるインピーダンスの影響がでているといえる。

4 デバイスを耐電圧の順に並べると、PLD16R4 > PLD16L8 > TTL7400 > CMOS74HC74 となる。このことは、CMOS が最もよく、次が TTL、PLD の順であることを表している。

7.2 周波数特性試験結果 (図 8)

1) PLD16L8 と TTL7400 の比較

10Hz では、両者とも入力立ち上がりに対する出力応答は、正常であるが、入力立ち下がりでは、出力応答がないので、この周波数では使えない。波形については、PLD 出力波形は歪がない。しかし TTL は、出力立ち上がり時間遅れがあるのと、入力立ち下がりに対応する出力に、不連続点が発生している。

100Hz から 10MHz までは、入出力の論理関係は、両者とも正常であった。

出力波形歪は、両者とも 100kHz から始まり、1 MHz では顕著になった。波形は、両者とも似てはいるが、高調波解析すれば、スペクトルに違いがでることが予想される。これは、IC 内部回路の違いに起因しているものと思われる。また、両者とも 100kHz 以上から、入出力間遅延が大きくなっている。出力レベルは、全体的に PLD が TTL より 0.2V 程度高くなっている。

2) PLD16R4 と CMOS74HC74 の比較

10Hz では、PLD は、クロックの立ち下がりでは出力があり、15msec 位遅れてでている。CMOS のほうは、正常な出力となっている。

100Hz から 10MHz までの入出力論理関係、及び出力波形歪は、前記 1) と同様であった。波形歪については、両者ともクロックの立ち下がりに対して、同期して歪んでいる点に特徴がある。また、レベルは、PLD が CMOS より約 1.5 V (フィードバック経由の場合 2 V) 低くなっている。

4 デバイスの中で、CMOS を除いては、10Hz で正常入力信号に対する出力信号異常を起こすこと

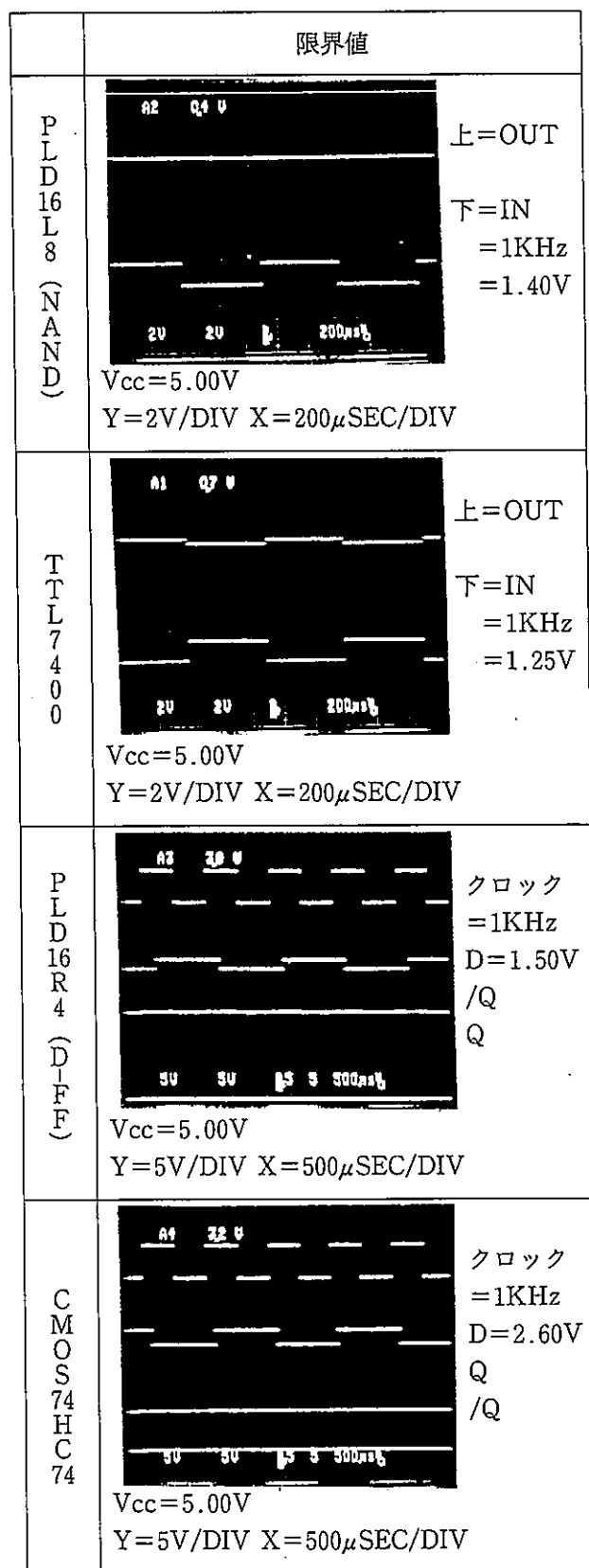


図 9 スレシホールド試験結果

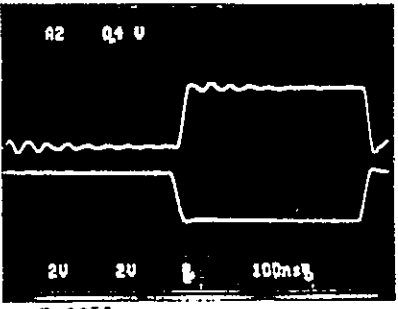
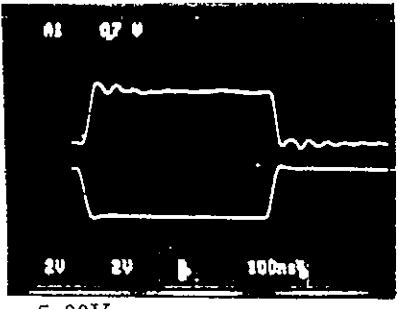
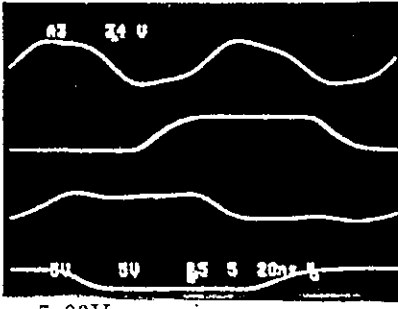
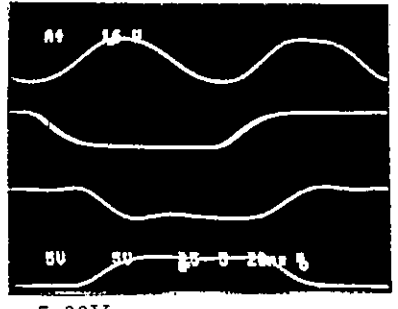
	1MHzまたは10MHz	遅延時間 (nSEC)	
PLD 16 L 8 (NAND)	 上=OUT 下=IN =1MHz Vcc=5.00V Y=2V/DIV X=100nSEC/DIV	IN・OUT間立上り =14.4nSEC	IN・OUT間立下り =12.8nSEC
TTL 7400	 上=OUT 下=IN =1MHz Vcc=5.00V Y=2V/DIV X=100nSEC/DIV	IN・OUT間立上り =11.8nSEC	IN・OUT間立下り =15.4nSEC
PLD 16 R 4 (DFF)	 クロック =10MHz D /Q Q Vcc=5.00V Y=5V/DIV X=20nSEC/DIV	クロック・/Q間立上り =10.95nSEC クロック・Q間立上り =39.05nSEC	クロック・/Q間立下り =7.55nSEC クロック・Q間立下り =36.50nSEC
CMOS 74HC74	 クロック =10MHz D Q /Q Vcc=5.00V Y=5V/DIV X=20nSEC/DIV	クロック・Q間立上り =14nSEC	クロック・Q間立下り =14nSEC

図10 スイッチング試験結果

が分かった。

7.3 スレシホールド試験結果 (図9)

1) PLD16L8と TTL7400の比較

TTL の論理レベルからすると、スレシホールドは 2 V と 0.8V の間にあり、両者ともこれを満足している。ただ、PLD のほうが 0.15V 高い値を示している。このことは、PLD のほうが雑音余裕に優れていることを意味している。

2) PLD16R4と CMOS74HC74の比較

CMOS の論理レベルからすると、スレシホールドは 3.5V と 1.5V の間にある。このスレシホールドは、入力 D についての値であるが、クロックのレベルと組み合わせると 3 つのケースが考えられるが、いずれの組合せで実施しても、ほぼ前記の値が両者とも得られた。

PLD は、CMOS のスレシホールドで考えると下限にある。16L8 と比較すると、16R4 が、0.1 V 高くなっている。

4 デバイスのスレシホールドを高い順に並べると、CMOS74HC74 > PLD16R4 > PLD16L8 > TTL7400 となる。当然のことながら、CMOS が最もよく、ついで TTL より PLD がよい結果となった。

7.4 スイッチング試験結果 (図10)

1) PLD16L8と TTL7400の比較

立ち上がり入力に対する出力応答時間は、PLD が 2.6nsec 遅くなる。立ち下がり入力に対する出力応答時間は、逆に TTL が 2.6nsec 遅くなる。

2) PLD16R4と CMOS74HC74の比較

クロック入力の立ち上がりに対する出力応答時間は、PLD が 3.05nsec 速くなっている。クロック入力の立ち下がりに対する出力応答時間も、PLD が、6.45nsec 速くなっている。つまり、スイッチング特性では、高速 CMOS といえども、PLD より遅い結果がでた。

なお、PLD のフィードバック経路の出力遅延時間は、直接出力の 4 ～ 5 倍あることが分かった。

PLD16L8/TTL7400 と PLD16R4/CMOS74

HC74 とを比較すると、周波数にして 1 桁後者がよい。これは、組合せ回路用か順序回路用かの製造プロセスの違いに起因しているものと思われる。

8. お わ り に

これまで述べてきたことを要約すると、次のようになる。

- 1) 電源電圧は、PLD の下限が TTL よりやや大きいものの、その他はほぼ同じであった。CMOS は、これらより下限がさらに 2 倍程よい特性を示したが、その他は PLD とほぼ同じであった。
- 2) 周波数特性は、CMOS を除き、10Hz で PLD 及び TTL とも出力信号異常を発生した。その他は、10MHz まですべて正常な動作を示した。全てのデバイスの波形は、100kHz あたりから歪が大きくなった。
- 3) スレシホールドは、PLD が TTL よりやや高く、CMOS が最も高かった。
- 4) スイッチング特性は、PLD16L8 と TTL は、立ち上がりと立ち下がりで異なってくるが、ほぼ同じ値であった。PLD16R4 は、高速 CMOS よりも速い結果がでた。なお、フィードバック經由出力は、通常出力の約 4 倍遅れることが分かった。

以上のことから、PLD は、CMOS に比べると劣る点もあるが、TTL に対してはそんな色なく、実用上対等に使うことができる。

今後、問題となっている温度試験、耐ノイズ性能試験を行う予定である。また、各社各様の PLD についての比較試験も必要なので、検討する。PLD は、パイプラインだけでなく、最近 CMOS が次第に普及しつつあるので、これについても検討する。

参 考 文 献

- 1) 上田直行ほか：“PLD 論理回路シミュレータシステムの開発”、地域技術活性化事業 地域システム技術開発 (昭和60年度～平成元年度) 研究報告、熊本県、1990

UNIX マシンにおける異種端末の画面制御方法

河 北 隆 生*

Method of Control the Screen for Various Terminals on the UNIX machine

Takao KAWAKITA*

本研究では、UNIX マシンにおいて異なった種類の端末画面制御を行う C 言語関数、マクロ、ヘッダファイル（インクルードファイル）を作成した。

UNIX マシンでは、端末毎に異なる制御文字列などの端末性情報は、`/etc/termcap` ファイル内にデータベース化されている。端末の画面制御文字列などは、ライブラリ関数を使用し、`/etc/termcap` ファイルから取り出した。その結果、異なった種類の端末画面制御が可能となった。また、端末ドライバの設定を変更するシステムコールを使用することで細かな端末制御が可能となった。これらの処理を行うための関数、マクロおよびヘッダファイルを作成したことで、プログラミングの簡易化を図ることができた。

1. は じ め に

対話形式のプログラムは、ユーザが操作しやすく、見やすい画面表示を行うよう作成する必要がある。そのため、画面制御文字列（エスケープシーケンス）の使用および端末ドライバの設定変更で画面制御を行っている。パソコンや決まった端末の画面制御は、画面制御文字列などが固定されるため、簡単に定義できるが、異なった種類の端末の場合、端末毎に画面制御文字列などが違うため、それぞれの端末にあわせて定義を行う必要がある。

ところで、UNIX マシンでは、様々な種類の端末を接続することが可能である。端末の種類は、通常ログイン時に設定される。これらの端末に関する属性情報（以下、「端末属性情報」と呼ぶ。）は、`/etc/termcap` ファイルにデータベースとして持っており、端末毎に異なる制御文字列などを定義している。UNIX マシンでは、`/etc/termcap` フ

ァイルから端末属性情報を取り出すライブラリ関数を備えており、この関数を使用することにより異なった種類の端末でも画面制御文字列の定義が行える。また、端末ドライバの設定を変更するシステムコールを使用することで細かな端末制御も可能である。

筆者は、UNIX マシンでデジタル部品選択システムを開発したが¹⁾、その開発段階において異なる種類の端末に対応する画面制御を行うため、端末属性情報の取り込み、画面制御文字列の出力および端末ドライバの設定変更を行う C 言語関数、ヘッダファイル（インクルードファイル）を作成した。

本報では、UNIX マシンの C 言語を使用して異なった種類の端末画面を制御する方法について述べる。

なお、本報で述べるオペレーティングシステムは、UNIX BSD 4.2 に準拠したものである。

*電子部

2. 端末属性情報および端末ドライバの概要

2.1 端末属性情報

端末ごとに異なる端末属性情報は、データベースとして/etc/termcap ファイルに保存されている。通常、ログイン時に端末の種類を設定しており、画面制御を必要とするソフトウェアが起動されると、設定された端末の種類にあった端末属性情報を/etc/termcap ファイルから読み込み、その情報を使用し処理を行う。

/etc/termcap は、端末が有する一連の機能および操作がどのように実行されるかについて記述されており、変数(90種類以上)を使用することにより設定される。設定項目は、自動マージンの有無などの特定の機能を持つかどうかの論理値機能、端末画面の大きさや遅延時間の長さなどの数値機能、カーソル移動などの特殊な端末操作を遂行するための文字列シーケンスなどが定義されている²⁾³⁾⁴⁾。現在市販されている端末は、ほとんどデータベース内にあるが、もしユーザが持つ端末が定義されていない時は、ユーザ自身で登録できる。

端末の種類は、通常ユーザのホームディレクトリ内にある、login ファイルで設定される。このファイルは、ユーザがログインした時、必ず実行される。端末の種類は、環境変数 term または TERM に保存されており、次のコマンドで設定される。

```
set term=kterm
```

C 言語による個々の画面制御文字列などの取り出し方法は、次の手順となる。

1) 使用端末の種類の取得

ライブラリ関数 `getenv` を使用する。

2) 使用端末にあった端末属性情報を/etc/termcap ファイルから取得

ライブラリ関数 `tgetent` を使用する。

3) 取得された端末属性情報から画面制御に必要な個々の制御文字列などの情報の取得

ライブラリ関数 `tgetflag`、`tgetnum`、`tgetstr` を使用する。`tgetflag` は論理値機能、`tgetnum` は数値機能、`tgetstr` は文字列機能を取り出す。

2.2 端末ドライバ

端末は、特殊ファイル/dev/tty などの端末ドライバを通して接続される。端末ドライバは、端末との入出力制御を行うための回線規約として、モード、回線入出力速度、遅延時間、パリティ、入力文字エコーの有無、割り込みや入力編集などの特殊文字など様々なデータを持っており、そのデータに基づいて処理を行っている²⁾³⁾。モードには、cooked、CBREAK、RAW モードの3種類あるが、これは入出力文字の処理量により特色がある。cooked モードが、デフォルトになっており、入力行の編集(文字の消去(?, DEL)、単語の消去(^W)、行の消去(^U)など)が実行され、改行コードの入力によりプログラムに文字列が渡される。CBREAK、RAW モードでは、入力編集を行わず、入力された文字を即座にプログラムに渡すため、`getchar` や `read` 関数を使用した1文字の取り込み処理を行わせたい場合などに使用できる。また、cooked、CBREAK モードでは、割り込み(^C、^Z、^Y)、フロー制御(^S、^Q)などの特殊文字を受け付けるが、RAW モードでは受け付けない。cooked、CBREAK モードで割り込み制御などを排除したい場合は、制御文字を別の文字に変更することで排除できる。

回線規約データは、`ioctl` システムコールを使用することにより設定・変更が可能である。

3. 端末制御の関数・マクロ

端末制御を行うため、いくつかの関数・マクロを作成した。ここでは、これらの関数・マクロを示しながら端末制御の方法を説明する。なお、示された関数・マクロには、編集を加えている。

3.1 初期処理・終了処理

1) InitTerm() 初期処理

プログラムの最初には、初期処理として端末制御文字列の取得、端末ドライバ回線規約データの保存を必ず行わなければならない。以下に、作成した初期処理用関数の一部を示す。

```
InitTerm()
{
    char    *term_name;    /* 端末の種類 */
    char    bp[1024];      /* 端末属性情報バッファ */
}
```

```

    /*** 制御文字列取得関連変数 ***/
    char    **tstr1,          /* 文字列ポインタ 1 */
            *tstr2,          /* 文字列ポインタ 2 */
            tstr3[TGETSTR_BUF_SIZE], /* 文字列バッファ */
            *tstr4;          /* 取得文字列の先頭ポインタ */
    /*** 文字列ポインタ関数 ***/
    char    *getenv(),
            *tgetstr(),
            *delete_delay_time();

    /*** 端末の種類の取得 ***/
    if((term_name = getenv("TERM")) == NULL)
        return(-1); /* 環境変数TERMがない */

    /*** 端末属性情報の取得 ***/
    if(tgetent(bp, term_name) <= 0)
        return(-2); /* termcap情報がない */

    /*** 端末制御文字列のデータの取得 ***/
    /* 文字列取得用バッファ・ポインタの設定 */
    tstr2 = tstr3;
    tstr1 = &tstr2;

    /* バックスペース */
    if(tgetflag("bs")) /* bs変数が定義されている */
        BS = BS_CODE; /* ^H */
    else /* 定義されていない */
    {
        /* bc変数が定義されているか */
        if(tstr4 = tgetstr("bc", tstr1))
            BS = *tstr4; /* BS文字 */
        else
            BS = NULL;
    }

    /* 1文字消去の設定 */
    if(BS != NULL) /* BSが設定されている */
        sprintf(EC, "%c %c", BS, BS);
    else /* 設定されていない */
        EC[0] = NULL;

    /* 行の最後まで消去 */
    if(tstr4 = tgetstr("ce", tstr1))
    {
        /* ce変数に制御文字列が定義されている */
        /* Delay timeの削除 */
        if((tstr4=delete_delay_time(tstr4))==NULL)
            return(-3);
        /* 制御文字列の格納 */
        if(strlen(tstr4) < CE_CHAR_LEN)
            strcpy(CE, tstr4);
        else /* 制御文字列が格納エリアよりも長い */
            return(-4);
    }

    /* スクリーンの行数 */
    LI = tgetnum("li"); /* li変数の値を取得 */
    /* 1行のカラム数 */
    CO = tgetnum("co"); /* co変数の値の取得 */

    /*** 端末ドライバ回線規約設定値の保存 ***/
    ioctl(2, TIOCGGETP, &s_tty); /* 基礎ioctls属性 */
    ioctl(2, TIOCGGETC, &s_tchar); /* 特殊文字 */
    ioctl(2, TIOCGSLTC, &s_lchar); /* ローカル特殊文字 */

    return(0);
}

```

端末制御文字列を取得するために、まず端末の種類を取得している。getenv は、環境変数値を取り出す関数で、戻り値は環境変数文字列のポインタを返す²⁾³⁾。

tgetent は、端末属性情報を/etc/termcap から取り出す関数である。第一引き数 bp に情報が格納されるが、このバッファは、1024バイトとられなければならない²⁾³⁾。

属性の個々の情報を取り出す関数は、3種類ある。tgetflag 関数は、ある機能を持つかどうかの論理値機能を取得する。端末のバックスペース文字が ^H かを確認するため、bs 変数の設定状態を確認するのに使用している。tgetstr 関数は、文字列シーケンスを取得する。取得文字列は、tstr1 バッファ内に格納し、* tstr1 を進める。そのため、tstr1 バッファは、取得する全ての変数の文字列シーケンスが納まるサイズを確保する必要がある。tgetnum 関数は、数値機能を取得する。端末のスクリーンの行数、1行のカラム数を得るのに使用している。

端末ドライバ回線規約データの保存は、ioctl システムコールを使用した²⁾³⁾。データには、4つの異なった構造体があるが、変更する恐れのある構造体のみを保存している。これらの構造体は、ヘッダファイル sgTTY.h で定義されており、次の定義で利用できる。

```

struct sgTTYb s_tty; /* 基礎ioctls属性 */
struct tchars s_tchar; /* 特殊文字 */
struct ltchars s_lchar; /* ローカル特殊文字 */

```

この関数では、端末の種類の取得の失敗や属性情報の取得の失敗などのエラーがあると、負の値を返すようにしている。0 が正常終了である。

2) EndTerm () 終了処理

プログラムの終了では、プログラム中で変更した端末ドライバ回線規約データをリセットする必要がある。以下に終了処理のマクロを示す。

```

#define EndTerm()  ioctl(2, TIOCSETP, &s_tty), \
                   ioctl(2, TIOCSETC, &s_tchar), \
                   ioctl(2, TIOCSLTC, &s_lchar)

```

3.2 端末ドライバの制御

端末ドライバの制御は、回線規約データの変更で行われる。変更手順は、現在のデータの設定値

を受け取り、必要に応じて設定値を変更し、再度設定する。データの受け取り・設定は、ioctl システムコールで行い、データの受渡しは、構造体を用いる。これらの構造体は、次の定義で使うことができる。

```
struct sgtyb w_tty; /* 基礎ioctl属性 */
struct tchars w_tchar; /* 特殊文字 */
struct ltchars w_ltchar; /* ローカル特殊文字 */
```

以下に、定義したマクロを示す。

```
/* CBREAKモードオン */
#define Cbreak() ioctl(2, TIOCGTEP, &w_tty), Y
                w_tty.sg_flags|=CBREAK, Y
                ioctl(2, TIOCSETP, &w_tty)
/* CBREAKモードオフ */
#define NoCbreak() ioctl(2, TIOCGTEP, &w_tty), Y
                w_tty.sg_flags&= ~CBREAK, Y
                ioctl(2, TIOCSETP, &w_tty)
/* 入力文字のecho on */
#define Echo() ioctl(2, TIOCGTEP, &w_tty), Y
                w_tty.sg_flags|=ECHO, Y
                ioctl(2, TIOCSETP, &w_tty)
/* 入力文字のecho off */
#define NoEcho() ioctl(2, TIOCGTEP, &w_tty), Y
                w_tty.sg_flags&= ~ECHO, Y
                ioctl(2, TIOCSETP, &w_tty)
/* interrupt('C)、quit('Y)文字の無視 */
#define UnsetIntQuitChar() Y
                ioctl(2, TIOCGTEC, &w_tchar), Y
                w_tchar.t_intrc=w_tchar.t_quitc=UD_CODE, Y
                ioctl(2, TIOCSETC, &w_tchar)
/* stop process signal('Z)、delayed stop
process signal('Y)文字の無視 */
#define UnsetStpProcChar() Y
                ioctl(2, TIOCGTEC, &w_ltchar), Y
                w_ltchar.t_suspc=w_ltchar.t_dsuspc=UD_CODE, Y
                ioctl(2, TIOCSLTC, &w_ltchar)
```

CBREAK モード・入力文字のエコーは、sgttyb 構造体の sg_flags で定義されており、この中に定義されているビットのオンオフにより制御される。

特殊制御文字は、tchars と ltchars 構造体に文字として定義されている。端末ドライバは、定義された文字を受け取った時、割り込み処理を行う。割り込み処理を行わせたくない場合は、別の文字に置き換えればよい。通常、'至377' という値は、文字を無効にする。

3.3 画面表示

CBREAK モードの場合は、出力文字を端末ドライバの出力バッファに蓄えるだけで、即座に表示しない。文字を表示するためには、出力バッファをフラッシュする必要がある。作成した画面表示用の関数・マクロは、この機能を追加している。

フラッシュするための関数は、fflush である。stdout、stderr のフラッシュおよび 1 文字、文字列の出力マクロは、次のように定義した。

```
#define FLSO() fflush(stdout)
#define FLSE() fflush(stderr)
#define PutChar(C) putchar(C), FLSO()
#define PutStrings(S) printf("%s", S), FLSO()
```

CBREAK モード時に、write、putchar や printf などの関数の使用後は、必ずフラッシュを行わなければならない。

カーソルを移動する関数を除いた画面制御用マクロは、制御文字列を PutChar、PutStrings を使用して出力しているだけである。次に、定義しているマクロ例をあげる。

- | | |
|------------------------|------------|
| 1) Beep() | 音声ベル |
| 2) ScreenClear() | スクリーンクリア |
| 3) EraseChar() | 1 文字の消去 |
| 4) EraseChars(l) | 文字列の消去 |
| 5) EraseLine(Y) | 1 行の消去 |
| 6) ReverseMode() | 反転文字出力の開始 |
| 7) UnderLineMode() | 下線文字出力の開始 |
| 8) UnderLineModeStop() | 下線文字出力の停止 |
| 9) AttributeOff() | 全ての文字属性の停止 |

カーソルを移動する制御文字列は、termcap 内では、printf 形式と似たような特殊文字列で定義されており、このままでは、制御文字列と理解できない。tgoto 関数は、このような特殊文字列を端末が理解できる制御文字列へ変換する復号化を行う。tgoto 関数は、戻り値として復号化した文字列の先頭アドレスを返す。以下に、カーソルを移動する関数を示す。

```
void MoveCursor(y, x)
int y, x; /* y:行、x:カラム */
{
char *tgoto(); /* 復号化関数 */

if(CM[0]) /* カーソル移動文字列がある */
    PutStrings(tgoto(CM, x, -y));
else
{
/* 定義されていない場合 */
    Return();
    for( ; x > 1; x-- )
        Space();
}
}
```

3.4 文字の入力

CBREAK モードでは、入力文字を即座にプログラムに渡す。そのため、getchar 関数、read システムコールいずれでも 1 文字を即座にプログラムに取り込むことができる。read システムコールを用いた場合引き数の定義が複雑である。以下に、

read システムコールを使用したマクロ定義の例を示す。

```
#define GetChar(C)      read(0, &C, 1)
```

3.5 リンク時の注意

/etc/termcap から、端末属性文字を取り出したり、画面制御文字を復号化する場合は、特別な関数を使用する。これらの関数は、/usr/lib/libtermcap.a と呼ばれるライブラリに納められている。リンク時は、このライブラリを含むようにする必要がある。コンパイルの例を示す。

```
% cc -o PROG PROG.c term.o -ltermcap
```

4. お わ り に

UNIX マシンに接続された異なる種類の端末に対応した画面制御を行うため、端末属性情報の取り込み、画面制御文字列の出力および端末ドライバの設定変更方法について述べた。

これらの機能は、関数、マクロおよびヘッダファイルを作成することでプログラミングの簡易化を図ることができる。

この方法で動作を確認した UNIX マシンは、東芝社製 AS3260 (SunOS3.5)、DEC 社製 VS2000 (ultrix3.1) であり、OS は、いずれも UNIX BSD4.2 に準拠している。また、動作を確認した端末は、as3000 コンソール、suntool のウィ

ンドウ (shelltool)、X-window の xterm および kterm、VT100 および VT200 シリーズターミナルである。

参 考 文 献

- 1) 河北隆生：デジタル部品選択システムの開発、地域技術活性化事業地域システム技術開発研究報告、1-11、(1990)
- 2) UNIX Interface Reference Manual,
5 FILE FORMAT, TERMCAP (5)、
4 SPECIAL FILES AND DEVICES, TTY (4)、
3 C LIBRARY GENERAL ROUTINES, GETENV (3)、
3 C LIBRARY GENERAL ROUTINES, GETENV (3X)、
3 C LIBRARY GENERAL ROUTINES, TERMCAP (3X)、
2 SYSTEM CALL, IOCTL (2)、
Sun Microsystems, Inc (1986)
- 3) ULTRIX-32 Reference Pages
Section 5, termcap (5)、
Section 4, tty (4)、
Section 3, getenv (3)、
Section 3, termcap (3X)、
Section 2, ioctl (2)、
Digital Equipment Corporation (1988)
- 4) 村井純他 2 名：プロフェッショナル UNIX、
89-92、アスキー出版局 (1987)

システム・コントローラの試作

— 簡易ハンド・アイ・システムの開発 (第2報) —

城 戸 浩 一*

Design and Implementation of System Controller — Development of Simple Hand-eye System (2) —

Koichi KIDO*

システム・コントローラのソフトウェアを Macintosh2 の Smalltalk-80を用いて試作した。システム・コントローラの目的は、マニピュレータやビジョンを制御し、ユーザとの対話を行うことである。

本システムの特長は、機械装置や計測器などの制御パネルをイメージしたメタファー（比喻）の採用とマルチウインドウ方式、メニュー駆動方式及びマウス入力方式により分かりやすく使いやすいユーザ・インタフェースを実現していることである。

本試作では、オブジェクト指向の考え方に基づいてシステムを構成している。システムは、複数の「制御パネル」オブジェクトと一つの「ボディ」オブジェクトから構成される。さらに、制御パネルは、一つの「パネル」オブジェクトと複数の「制御部品」オブジェクトから構成される。制御部品としては、数値入力器、位置姿勢入力器及び作動ボタンなどがある。

また、本試作では、Smalltalk-80に装備されている MVC ユーザ・インタフェース・パラダイムに基づいてシステムを実装している。

本稿では、試作したシステム・コントローラの機能、構成、ユーザ・インタフェース及び実装について報告する。

1. は じ め に

簡易ハンド・アイ・システムの開発を行っている。このシステムの全体構成とマニピュレータ・サブシステム及びビジョン・サブシステムについては既に報告した¹⁾。今回、システム・コントローラのソフトウェアを Macintosh2 の Smalltalk-80を用いて試作したので、その機能、構成及びユーザ・インタフェース等について報告する。

2. システムの機能

システム・コントローラの機能は、次のとおりである。

(1) インストール機能

マニピュレータやビジョンの設置位置と姿勢角を設定できる。

(2) 定数設定機能

マニピュレータやビジョンの定数を設定できる。

(3) 手動操作機能

*電子部

マニピュレータやビジョンを手動で操作できる。

(4) 対象物教示機能

対象物の寸法や特徴を教示できる。

(5) 作業点教示機能

置き換え (pick and place) 作業の各作業点におけるマニピュレータのハンドの位置座標と姿勢角を教示できる。

(6) 作業再生機能

予め教示された置き換え作業を実行できる。

3. システムの構成

3.1 システムの構成方法

本試作では、オブジェクト指向の考え方に基づいてシステムを構成している。オブジェクト指向とは、システムをその中に存在する「もの (オブジェクト)」とそれに対する「働きかけ (メッセージ)」によってモデル化することである。オブジェクトは、ソフトウェア上の一つの処理実体のことで、他のオブジェクトからのメッセージによって起動されそれに応じた振る舞いをする。

3.2 システム構成

本システムは、図1に示すように、大きく分けて「制御パネル (Control panel)」と「ボディ (本体, Body)」の2種類のオブジェクトから構成されている。制御パネルは、システムのユーザ・インタフェース部分に相当する機能を持つオブジェクト

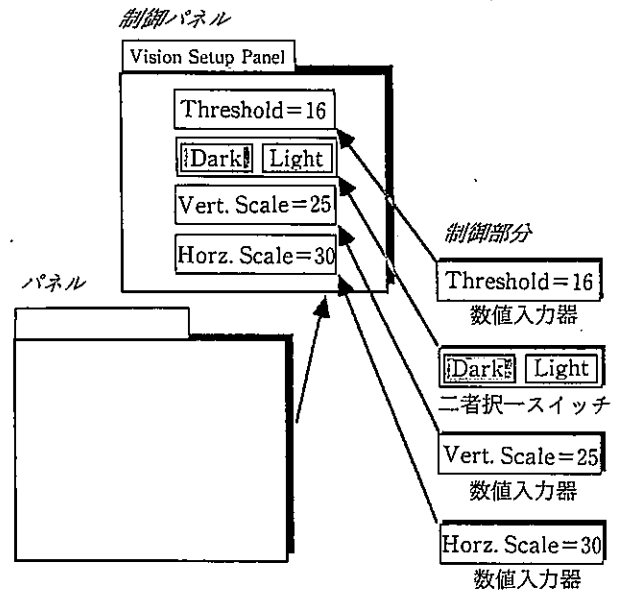


図2 制御パネルの構成

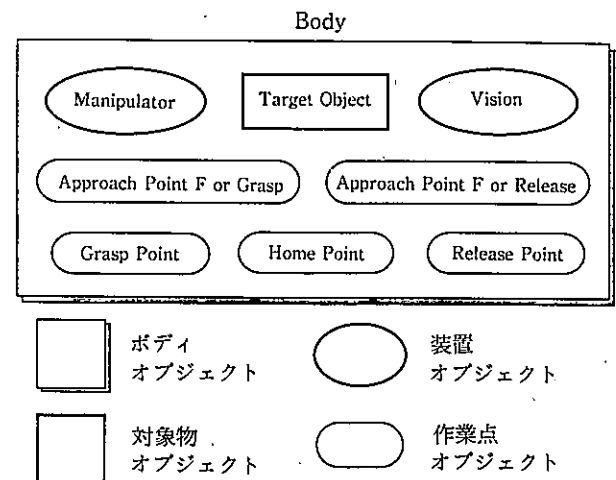


図3 ボディの構成

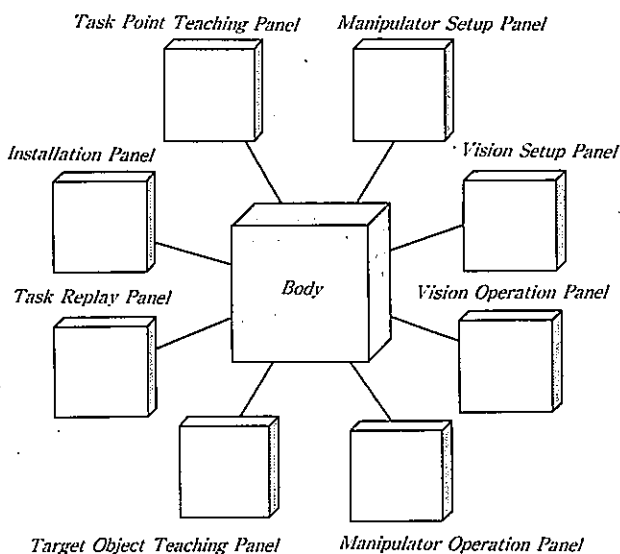


図1 システム構成

トのことである。ボディは、システム全体からユーザ・インタフェース部分を除いたいわゆるプログラム本体に相当する機能を持つオブジェクトのことである。

制御パネルは、図2に示すように一つまたは複数の「制御部品」と一つの「パネル」から構成される。制御部品は、ユーザからの要求を受け付けたりユーザへ情報を提供するためのオブジェクトのことである。パネルは、ある目的の操作または作業を行うために必要な制御部品をまとめて管理するオブジェクトのことである。

ボディは、図3に示すようにシステム・コントローラが制御しなければならない「マニピュレータ」や「ビジョン」、置き換え作業を行うために必

要な「作業点」及び作業の「対象物」といったオブジェクトから構成される。

制御部品とボディとはメッセージを介して結合される。制御部品は、ボディに対してデータの問い合わせや処理の依頼といったメッセージを送る。ボディは、そのメッセージを処理し、必要ならば結果を制御部品に送り返す。

4. システムのユーザ・インタフェース

4.1 ユーザ・インタフェースの特徴と概念

本システムでは、機械装置や計測器などの制御パネルをイメージした画面デザインとマルチウィンドウ方式、メニュー駆動方式及びマウス入力方式により、分かりやすく使いやすいユーザ・インタフェースを実現している。

本システムのユーザ・インタフェース画面には、図4に示すように複数の「制御パネル」と一つの「制御パネル選択メニュー」が表示される。制御パネルは、ユーザがある目的の操作を行うためのウィンドウのことである。制御パネル選択メニューは、ユーザが複数の制御パネルから目的に合ったものを選択するために使用するメニューのことである。

システムに対する要求は、制御パネル選択メニューからマウスで必要な制御パネルを選択しその制御パネル内の制御部品をマウスで操作するかまたはキーボードからデータを入力するかにより、

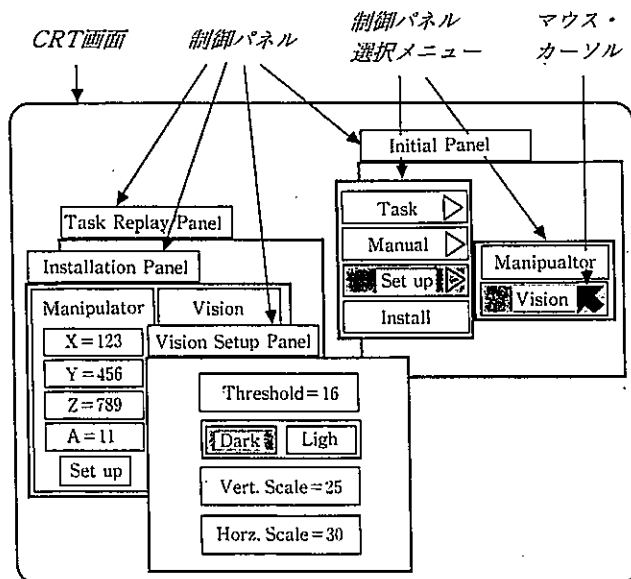


図4 ユーザ・インタフェース画面

すべて実現できる。

4.2 制御部品

作成した制御部品の機能、図形シンボル及び動作を次に述べる。

(1) 数値入力器

数値入力器の機能は、数値の表示と入力である。この部品の図形シンボルと動作を図5に示す。数値入力器は、通常、変数名とその値を表示している(a)。ユーザがこの部品の表示領域内の任意の位置でマウス・ボタンを押すと、部品の表示枠が二重になるのと同時に新しい数値を入力するためのプロンプタがポップアップ形式で表示される(b)。このプロンプタ内で数値をキーボードから入力しリターン・キーを押すと(c)、プロンプタが消滅し部品の表示枠が一重になるのと同時に新しい数値が表示される(d)。

(2) 数値表示器

数値表示器の機能は、数値の表示だけである。この部品の図形シンボルは、数値入力器と同じである。数値の表示以外の動作はしない。

(3) 位置姿勢入力器

位置姿勢入力器の機能は、位置座標及び姿勢角の表示と入力である。この部品の図形シンボルと動作を図6に示す。この部品は、通常、位置座標及び姿勢角の名前とそれぞれの値を表示している(a)。各位置座標及び姿勢角の入力動作は数値入力器のそれと同じである[(b)(c)(d)]。入力が終了した後“Set up”ボタン

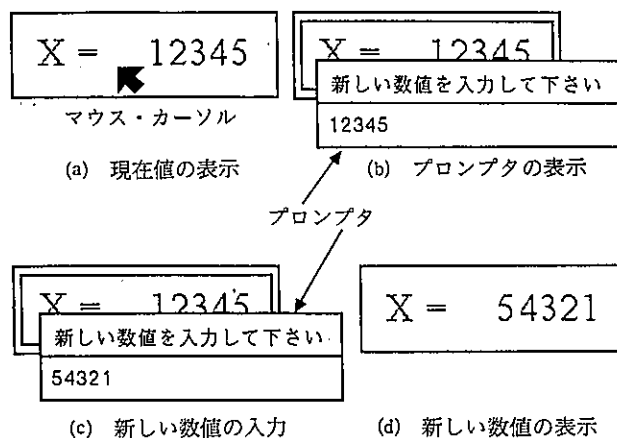


図5 数値入力器の図形シンボルと動作

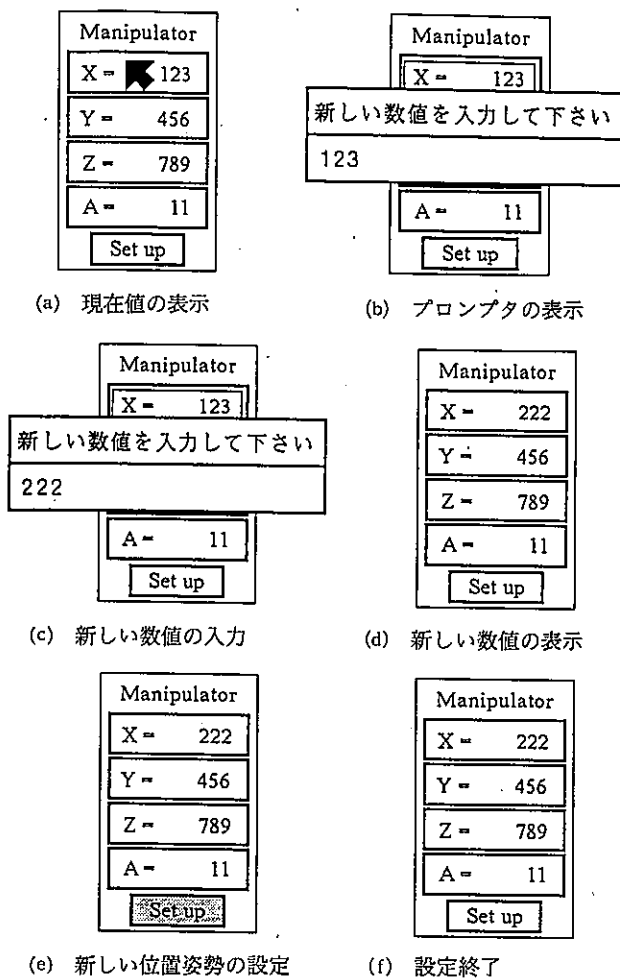
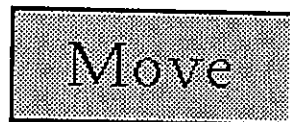


図6 位置姿勢入力器の図形シンボルと動作

(a) 処理名の表示



(b) 処理中の表示



(c) 処理の終了

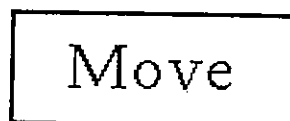
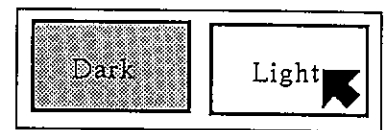


図7 作動ボタンの図形シンボルと動作

(a) 選択前



(b) 選択後

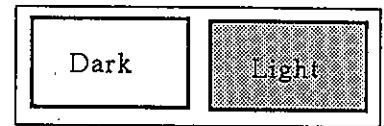


図8 二者択一スイッチの図形シンボルと動作

を押すと(e)、新しい位置姿勢の値が設定される(f)。

(4) 位置姿勢表示器

位置姿勢表示器の機能は、位置座標と姿勢角の表示だけである。この部品の図形シンボルは、位置姿勢入力器と同じである。位置姿勢の表示以外の動作はしない。

(5) 作動ボタン

作動ボタンの機能は、処理（あるいは手続き）の実行である。この部品の図形シンボルと動作を図7に示す。この部品は通常、処理の名前を表示している(a)。ユーザがこの部品の表示領域内の任意の位置でマウス・ボタンを押すと、表示領域が反転表示されると同時に処理が実行される(b)。反転表示は、処理が終了するまで続く。処理が終了すると、反転表示は元の表示に戻る(c)。

(6) 二者択一スイッチ

二者択一スイッチの機能は、2値変数の設定である。この部品の図形シンボルと動作を図8に示す。この部品には2つのデータ表示領域があり、そのどちらかの領域が反転表示されている(a)。ユーザが反転表示されていない領域内の任意の位置でマウス・ボタンを押すと、2つのデータ表示領域の反転表示が入れ替わる(b)。

4.3 制御パネル

作成した制御パネルの目的と機能を次に述べる。

(1) インストール・パネル (Installation Panel)

マニピュレータとビジョンのインストール(据え付け)を行う。据え付け位置の座標と姿勢角が設定できる。

(2) マニピュレータ定数設定パネル

(Manipulator Setup Panel)

マニピュレータの定数を設定する。スピード値やグリップ圧力のパラメータ値が設定できる。

(3) ビジョン定数設定パネル (Vision Setup Panel)

ビジョンの定数を設定する。しきい値の設定、背景値の選択及びスケール係数の設定ができる。

(4) マニピュレータ手動操作パネル

(Manipulator Operation Panel)

マニピュレータを手動で操作する。移動目標点の座標値の設定とその点へのハンドの移動、ホームポジションへの復帰及びグリップの開閉ができる。

(5) ビジョン手動操作パネル

(Vision Operation Panel)

ビジョンを手動で操作する。対象物の画像取り込みと対象物の位置姿勢の計測ができる。

(6) 対象物教示パネル

(Target Object Teaching Panel)

対象物の寸法や特徴を教示する。対象物の初期位置座標と姿勢角の設定、高さの設定及び対称図形かどうかの選択ができる。

(7) 作業点教示パネル

(Task Point Teaching Panel)

置き換え作業に必要な作業点の位置姿勢を教示する。各作業点におけるハンドの位置座標と姿勢角が設定できる。

(8) 作業再生パネル (Task Replay Panel)

予め教示された置き換え作業を再生する。置き換え作業の開始ができる。

(9) 初期パネル (Initial Panel)

システム起動時に現れ、制御パネル選択メニューを表示する。このパネル上でマウス・ボタンを押すことにより、制御パネル選択メニューを表示させ、目的の制御パネルを選択することができる。

4.4 制御パネル選択メニュー

本システムの制御パネル選択メニューの構成を図9に示す。本メニューは、階層構造になっている。

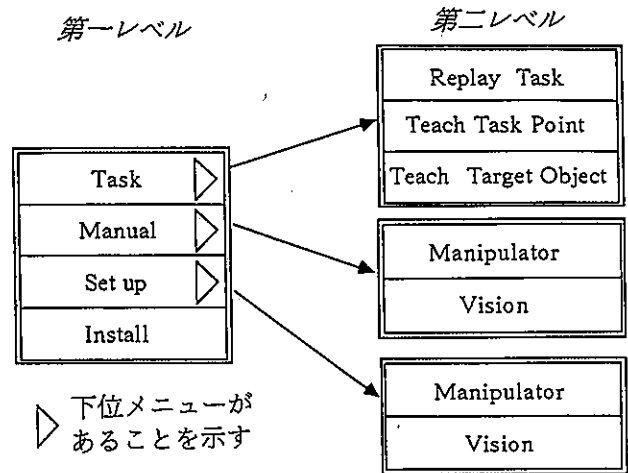


図9 制御パネル選択メニュー

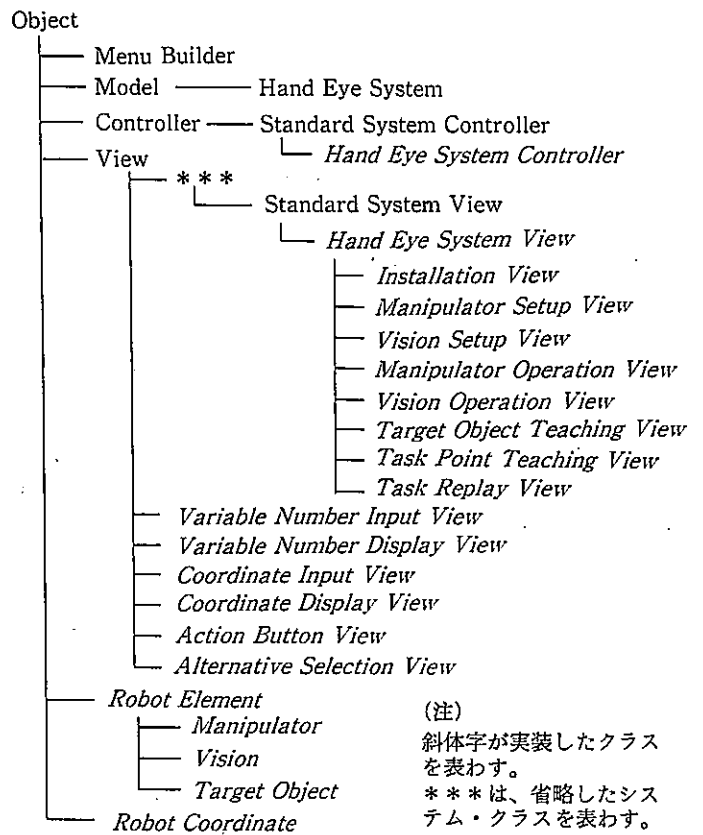


図10 実装したクラスの階層

5. システムの実装

本試作では、Smalltalk-80²⁾³⁾のMVCユーザ・インタフェース・パラダイムに基づいてシステムを実装した。ここで、MVCユーザ・インタフェース・パラダイムとは、Smalltalk-80に装備されているマルチウインドウ方式、メニュー駆動方式及びマウス入力方式といった高度なユーザ・インタフェースを構築するための枠組みのことである。

実装したクラスの階層を図10に示す。各クラスと3.2(システムの構成)で述べたボディやパネル、制御部品などのいわゆるソフトウェア部品との対応を以下に示す。

クラス名	ソフトウェア部品名
MenuBuilder	制御パネル選択メニュー
HandEyeSystem	ボディ
HandEyeSystemView	パネル
VariableNumberInputView	数値入力器
VariableNumberDisplayView	数値表示器
CoordinateInputView	位置姿勢入力器
CoordinateDisplayView	位置姿勢表示器
ActionButtonView	作動ボタン
AlternativeSelectionView	二者択一スイッチ
InstallationView	インストール・パネル
ManipulatorSetupView	マニピュレータ設定パネル
VisionSetupView	ビジョン設定パネル
ManipulatorOperationView	マニピュレータ手動操作パネル
VisionOperationView	ビジョン手動操作パネル
TargetObjectTeachingView	対象物教示パネル
TaskPointTeachingView	作業点教示パネル

TaskReplayView

作業再生パネル

6. お わ り に

本稿では、システム・コントローラのソフトウェアの試作について述べた。

本システムの特徴は、分かりやすく使いやすいユーザ・インタフェースを実現していることである。

今後の予定としては、パソコン(NEC、PC-9801)上でSmalltalk/Vを用いてマニピュレータ部、ビジョン部及びシステム・コントローラ部の3つを統合化し、置き換え作業の自動化を試みることにしている。

参 考 文 献

- 1) 城戸浩一：“簡易ハンド・アイ・システムの開発(第一報)——システムの全体構成とマニピュレータ・サブシステム及びビジョン・サブシステムの試作——”、熊本県工業技術センター研究報告、No.27、(1989)
- 2) Adele Goldberg 原著/相磯秀夫監訳：“Smalltalk-80対話型プログラミング環境”、オーム社、(1986)
- 3) Adele Goldberg、David Robson 共著/相磯秀夫監訳：“Smalltalk-80言語詳解”、オーム社、(1987)

膜ろ過のしょうゆ製造工程への応用

— 膜法による食品製造技術の改良に関する研究 —

松 田 茂 樹*・湯之上 雅 子*・富 永 宏**

An Application for Soy Sauce Processing by Membrane Filtration — Studies on Food Processing Improvement by Membrane Filtration —

Shigeki MATSUDA* Masako YUNOUE* and Hiroshi TOMINAGA**

色調の優れたしょうゆを得ることを目的として、膜ろ過装置および二酸化ケイ素 (SiO_2) を主剤とするろ過剤を組み合わせることによってしょうゆ中のオリ成分を効果的に除去する方法を検討した。

SiO_2 処理の膜ろ過速度および除菌効果に対する影響としては、試料 A の場合 SiO_2 添加区では無添加区に比べてろ過初期において透過流束の上昇が認められており、膜面に付着する物質が SiO_2 により除去されていることがわかった。しかしながら試料 B については SiO_2 添加区、無添加区に差は見られなかった。また、膜ろ過により T・N や NaCl の成分組成を変えることなく、透過液の生菌数をほぼ完全に抑制できた。

また、火入れオリについては透過液では少なく、膜ろ過による効果が認められた。また、膜ろ過をしないで SiO_2 添加区でも無添加区に比べて少ない結果が認められた。

さらに、色調に対する影響を検討した結果、 SiO_2 添加時期として膜ろ過前に添加した場合 ΔA 、Y とともに低い値であり、色調的に良好でないが、逆に火入れ後に添加した場合、膜処理の有無によらず、 ΔA 、Y とともに高く、色調が良い結果を示した。これはろ過助剤の添加を火入れ後に行うことが効果的であることを示すものである。

1. は じ め に

膜分離は物質の相変化を伴わない省エネルギー型の分離法として、近年注目を浴びており、その応用分野は水処理から、食品、医薬、電子産業に至るまで拡大している。特に食品分野の中ではチーズホエーや果汁の濃縮、アミノ酸の分離などに多く利用されている。

調味料であるしょうゆへの応用についても多くの研究がなされており、脱色²⁾、脱塩³⁾、あるいは火入れオリの回収など⁴⁾が検討されている。

一方、生揚げの中には発酵工程における未分解たん白質あるいは微生物菌体等のオリ成分が含まれており、製品化する場合、火入れ、澄し、ろ過等の工程が不可欠であり、この間の作業に多くの時間と労力を必要としている。

膜を利用することにより、これらの火入れオリの除去は可能であるが、いわゆる二次オリといわれる高温保持後に生成するオリについては必ずし

*微生物応用部

**昭和商事(株)研究室

も効果的でない場合もある⁵⁾。また、従来からこれらのオリ成分を除去するためにケイソウ土をろ過助剤としてろ過操作を行っているが、二次オリの生成抑制には必ずしも効果的でない場合があり、最近では二酸化ケイ素 (SiO_2) を主体としたろ過助剤を用いることが多くなってきている⁶⁾。

著者らは、これらのろ過助剤と膜ろ過を組み合わせることによって火入れオリおよび二次オリの生成を抑制する方法を検討したのでその結果について報告する。

2. 実験方法

2.1 膜ろ過装置および運転条件

2.1.1 膜ろ過装置の構造および仕様

試験に用いた装置は(株)山崎鉄工所製「グラレ」膜ろ過試験機でその構造および仕様は図1のとおりである。

2.1.2 運転条件

試料の生揚げをろ過する場合の運転条件は図1のとおりであるが、液温は送液ポンプの発熱によ

り上昇するので試料タンクの外側を流水にて冷却し 32°C の一定温度に保持した。

また、圧力についても試料の容量減少率に応じて変化するのでカートリッジの入口、出口のバルブで圧力を調整し、それぞれ入口 $1.4\text{kg}/\text{cm}^2$ 、出口 $0.4\text{kg}/\text{cm}^2$ の一定とした。

2.1.3 供試料および処理方法

試料として県内しょうゆ工場2社で平成元年度に製造された生揚げ(A、B)を用いた。

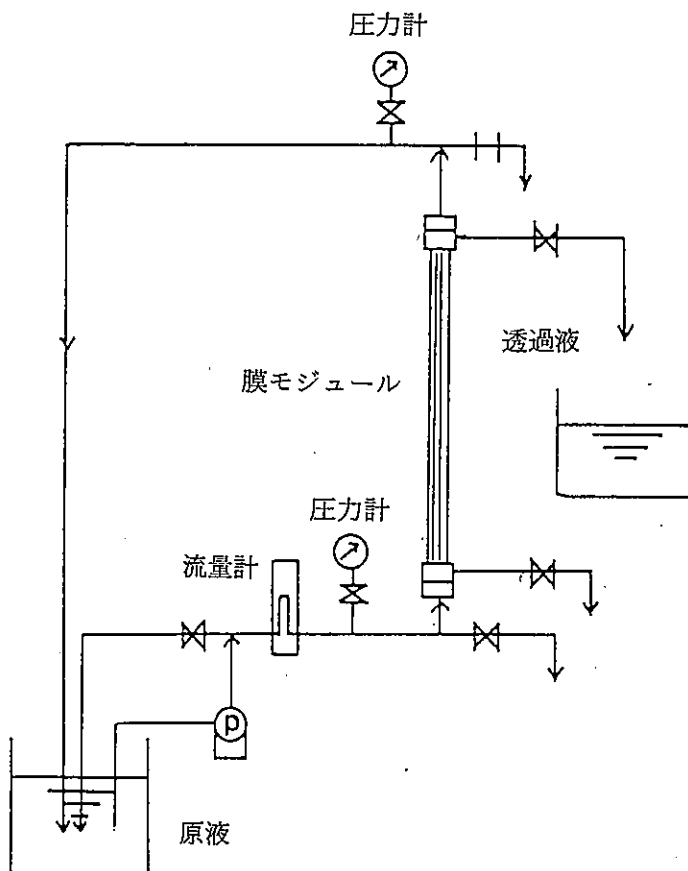
また、実施した試験の膜ろ過およびろ過助剤の使用組合せについては図2のとおりである。

2.2 しょうゆの品質に対する膜ろ過およびろ過助剤の影響

2.2.1 しょうゆ成分組成に対する影響

生揚げそのままのものおよび前処理としてろ過助剤(以下 SiO_2)を添加して得られた生揚げの上澄液について膜ろ過したものとししないものそれぞれの成分分析を行った。

また、膜ろ過時の膜透過液については1Lずつを定量的に分取し、その間の透過時間から各容量



膜モジュールの仕様

膜種類	: ホロファイバー型 (クラレkL-F8102)
膜の材質	: ポリスルホン系
膜孔径	: $0.1\mu\text{m}$ (90%カット)
有効膜面積	: $0.14\text{m}^2/\text{モジュール}$

運転条件

供試料	: 県内醤油工場の生揚げ
前処理	: SiO_2 ろ過助剤 0.1%添加 商品名「コポロール」
試料量	: 20L
ろ過圧力	: $1\text{kg}/\text{cm}^2$
試料温度	: 32°C
循環試料流速	: $2.5\text{L}/\text{min}$
逆洗	: スイッチON-OFFによる (1回/10分)

図1 膜ろ過試験機の構造および運転条件

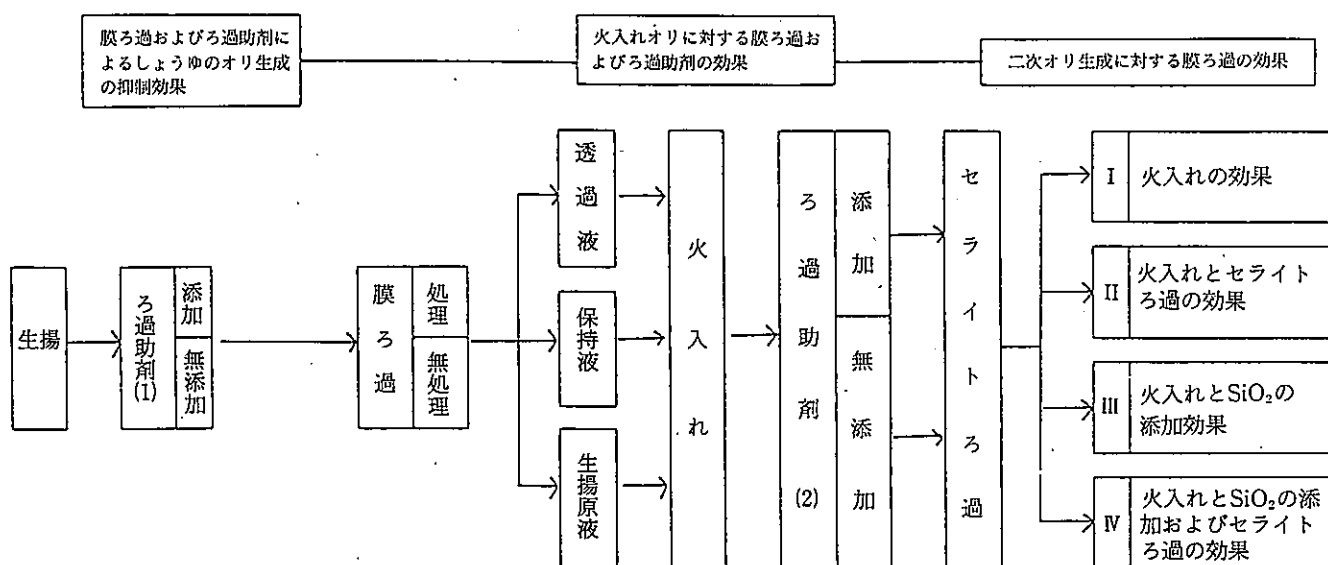


図2 膜ろ過およびろ過助剤の組合せ試験

減少率における透過流束を算出するとともに成分分析に供した。さらに、各容量減少率ごとに分取した透過液および保持液について一般生菌数を測定し、除菌効果についても検討した。

2.2.2 火入れオリおよび二次オリの生成に対する影響

上記と同様の生揚げおよびSiO₂処理した生揚げそれぞれについて膜ろ過したもの、しないものの試料について火入れを行い火入れオリの生成と、二次オリの発生量について測定した。

2.3 成分分析および品質評価

2.3.1 しょうゆの成分組成および生菌数測定

全チツソ (T.N)、塩分 (NaCl)、エキス (Ex) についてはしょうゆ試験法⁷⁾、一般生菌数については食品衛生検査指針⁸⁾ によった。

2.3.2 しょうゆの色調および着色度

しょうゆの色調については試料を希釈し、測色計を用いて透過液のCIE系のY値を求め、着色度については自記分光光度計により400、500、600、700nmの各吸光度を測定し、茂田井らの方法⁹⁾ により着色度 (ΔA) を算出した。

2.3.3 火入れオリおよび二次オリの生成量

火入れオリについては85°C達温後、室温にて放冷し、4日後のオリの沈降容積を全体容積に対する割合 (%) として求めた。

二次オリについては50°Cで48時間加熱保持後の

オリ生成を容積の割合 (%) として算出し、さらに、これらの値を5段階に区分し、二次オリ生成に対する膜ろ過およびろ過助剤の影響として表した。

3. 実験結果および考察

3.1 SiO₂処理の膜ろ過速度への影響

A、Bの生揚げについて生揚げそのままおよびSiO₂を添加して得られた上澄液をそれぞれ膜ろ

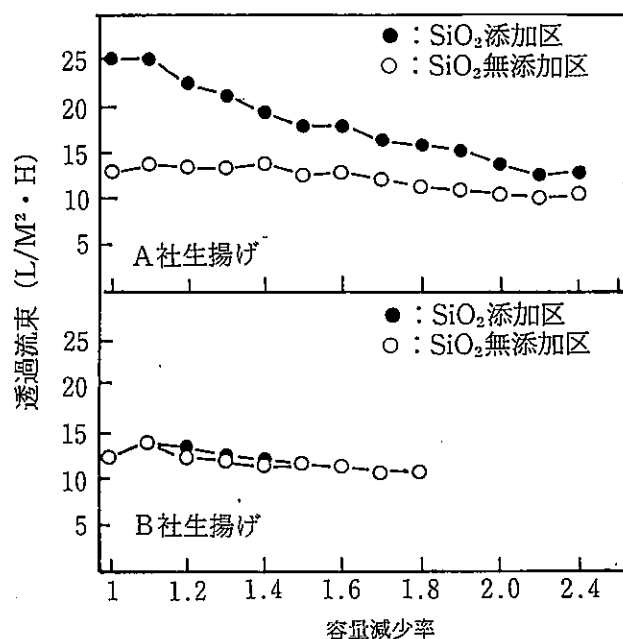


図3 ろ過助剤の透過流束に及ぼす影響

過した場合の各容量減少率における透過流束の変化を図3に示した。Aの SiO_2 無添加の生揚げはほぼ一定した透過速度を示し、容量減少率が高くなると低下する傾向がみられた。また、 SiO_2 添加区ではろ過初期において透過流束の上昇が認められており、膜面に付着する物質が SiO_2 で除去されていることがうかがわれる。これに対して、Bの生揚げでは SiO_2 添加区でも無添加の区に比べて目立った向上は認められなかった。

このように SiO_2 の添加効果が異なることは、製造された生揚げの原料処理や発酵管理等の相違によるものと思われる。

したがって、膜ろ過の前処理として SiO_2 を用いる場合は生揚げの性状を把握し、 SiO_2 処理の適否を検討する必要があると思われる。

3.2 膜ろ過および SiO_2 添加による成分変化

A、Bの生揚げの SiO_2 添加および無添加の試料について膜ろ過した場合の各容量減少率における

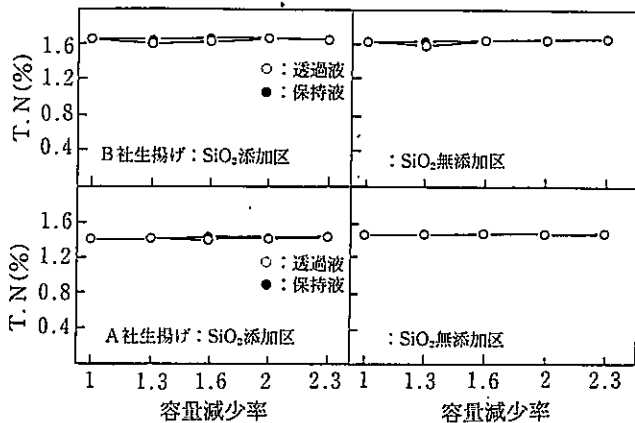


図4 膜ろ過および SiO_2 添加による成分変化 (T.N)

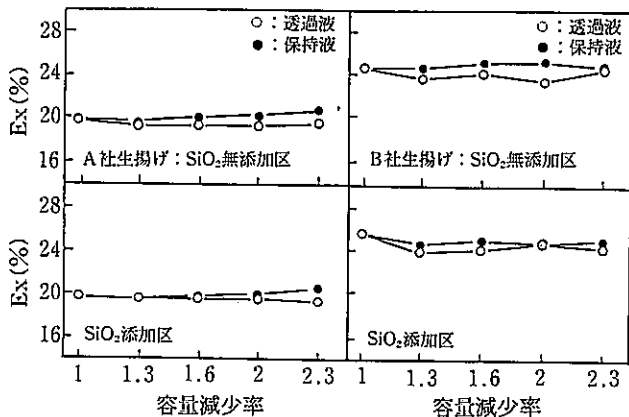


図5 膜ろ過および SiO_2 添加による成分変化 (Ex)

透過液と保持液のT.N、Exについて成分分析結果をそれぞれ図4、図5に示した。

T.NについてはA、Bとも膜透過液、保持液ともに膜ろ過による影響は認められなかったが、ExについてはA、Bとも保持液に比べて透過液で2～3%低い値を示し、逆に保持液の値は高くなった。

これは、生揚げ中の可溶性固形分が膜内に濃縮されたためと思われる。

なお、 SiO_2 添加と無添加の区では成分的にほぼ同じ値を示し、添加による差は認められなかった。生揚げおよび膜ろ過した液の一般生菌数の変化を図6に示した。生揚げ中に $10^2 \sim 10^3$ 個/ml存在する微生物は膜によってほぼ完全に阻止され、透過液ではほとんど生菌数はみられないが、逆に保持液には多く検出された。

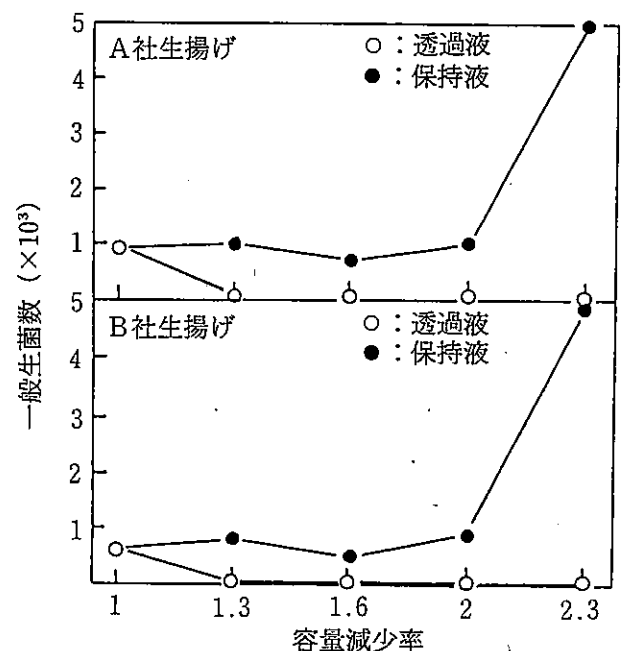


図6 膜ろ過による一般生菌数の変化

3.3 膜ろ過および SiO_2 添加によるオリの生成抑制効果

3.3.1 火入れオリの抑制効果

各試験区における火入れオリの発生状況を表1に示した。A、Bとも膜ろ過した透過液では火入れオリが極端に少なく、逆に保持液にオリが多い。

また、膜ろ過をしない SiO_2 添加区でもやや少ない結果が認められた。

このことは成分的にみても膜内に可溶性固形分

表1 膜ろ過およびろ過助剤の火入れオリに対する影響（オリの生成度合）

試料	SiO ₂ 添加区	膜処理区		
		a ¹⁾	b ²⁾	c ³⁾
生揚げA	無添加	4	0	5
	添加	3	0	4
生揚げB	無添加	5	0	5
	添加	4	0	4

a¹⁾生揚げ原液 b²⁾膜透過液 c³⁾膜保持液

オリの生成度合

5 : 15% - , 4 : 10 - 14.9% , 3 : 5 - 9.9%

2 : 3 - 4.9% , 1 : - 2.9% , 0 : 0%

が多いことなどを考慮すると、既に報告⁴⁾されているように、膜ろ過によるオリ成分の除去効果が認められたものと思われる。

3.3.2 二次オリの抑制効果

Aの生揚げについて膜ろ過およびろ過助剤を併用した場合の二次オリの生成度合を表2に示した。この場合、火入れ後のSiO₂の添加効果があまり認められなかった。むしろ、各試験区で膜ろ過による二次オリの抑制効果が認められた。

さらに、膜ろ過前にSiO₂を添加した区では全体的に二次オリの生成が少なく、これにセライトろ過や膜ろ過を行うことによりほぼ完全に二次オリの生成を防止できた。

表2 膜ろ過およびろ過助剤の併用による二次オリの生成（A社生揚げ）

火入れ後のろ過助剤およびろ過方法	膜処理区分	膜ろ過前SiO ₂ の添加	
		無添加区	添加区
I 火入れ後上澄液	a ¹⁾	3	3
	b ²⁾	2	2
	c ³⁾	5	4
II 火入れ後セライトろ過	a	3	0
	b	2	0
	c	5	3
III 火入れ後SiO ₂ 添加上澄液	a	3	3
	b	0	1
	c	5	4
IV 火入れ後SiO ₂ 添加上澄液セライトろ過	a	0	0
	b	0	0
	c	3	2

a¹⁾生揚げ原液 b²⁾膜透過液 c³⁾膜保持液

表3 膜ろ過およびろ過助剤の併用による二次オリの生成（B社生揚げ）

火入れ後のろ過助剤およびろ過方法	膜処理区分	膜ろ過前SiO ₂ の添加	
		無添加区	添加区
I 火入れ後上澄液	a ¹⁾	5	5
	b ²⁾	4	3
	c ³⁾	4	5
II 火入れ後セライトろ過	a	3	5
	b	3	3
	c	3	5
III 火入れ後SiO ₂ 添加上澄液	a	0	0
	b	0	0
	c	0	0
IV 火入れ後SiO ₂ 添加上澄液セライトろ過	a	0	0
	b	0	0
	c	0	0

a¹⁾生揚げ原液 b²⁾膜透過液 c³⁾膜保持液

オリの生成度合

5 : 15% - , 4 : 10 - 14.9% , 3 : 5 - 9.9%

2 : 3 - 4.9% , 1 : - 2.9% , 0 : 0%

同様にBの生揚げの二次オリ生成度合を表3に示した。この場合、火入れ（I）あるいは火入れ後のセライトろ過（II）では二次オリの生成を抑制できず、火入れ後のSiO₂添加が効果的であると思われる。

また、膜ろ過による抑制効果は（I）、（II）の試験でやや認められるが、二次オリの生成を完全に防止できずSiO₂添加効果ほどではなかった。

膜ろ過前のSiO₂添加でも無添加区とほとんど変わりがなく効果は認められなかった。

なお、Bの生揚げの性状として成分的にT.Nがやや高いこと、膜ろ過時においてSiO₂の添加による透過流束の上昇がみられなかったこと、あるいは火入れオリ量が多かったことを考えると、Bの場合は膜ろ過よりもむしろ火入れ後のSiO₂添加あるいはセライトろ過等のろ過操作に重点をおくことが得策であると判断される。

逆に、Aの場合は、膜ろ過とSiO₂あるいはセライトろ過を組み合わせることによって二次オリの生成を防止できるが、膜ろ過前にSiO₂を添加し、オリ成分の一部を除去して透過流束を上げて処理した方が有利であると思われる。

このように生揚げの性状によりオリ成分を膜ろ

過で除去可能なもの、あるいは SiO_2 で凝集沈殿可能なものなどそれぞれ特性があると考えられるので、それに対応したろ過助剤の使用や膜ろ過を実施する必要があり、これらを組み合わせることによって火入れオリや二次オリの生成を抑制することが可能である。

今回の試験では膜ろ過によって二次オリまで完全に除去することは困難であったが、今後、除去効果のある膜のスクリーニング等を含めて膜ろ過の方法を検討する必要がある。

3.4 色調に対する影響

しょうゆの色の指標として ΔA については大きい値を示すものが色調が良く、Y 値については値が大きい方が明るいことを意味するが、生揚げ A の膜ろ過および SiO_2 を添加した場合の色調を測定した結果を表 4 に示す。

表 4 膜ろ過およびろ過助剤の色調に対する影響
(A 社生揚げ)

SiO ₂ 添加区		ΔA			Y		
膜ろ過前(1)	火入れ後(2)	a ¹⁾	b ²⁾	c ³⁾	a	b	c
無添加	無添加	0.47	0.47	0.45	0.82	0.90	0.77
添加	無添加	0.47	0.47	0.46	0.92	1.03	1.19
無添加	添加	0.51	0.51	0.45	2.76	2.42	1.64
添加	添加	0.54	0.54	0.46	2.64	2.42	1.59

a¹⁾生揚げ原液 b²⁾膜透過液 c³⁾膜保持液

ΔA : 400、500、600、700nmにおける吸光度の対数値から求めた傾き(色調の指標)

Y : 透過液のCIE系測色値(明るさの指標)

SiO_2 の添加時期として膜ろ過前に添加したのは ΔA が低く、Y 値も 1 以下で低い値を示した。逆に膜ろ過前に添加せず火入れ後に添加したものでは ΔA が高く、Y 値も 2.6 以上で、色調が良く、明るい傾向を示した。

また、生揚げ原液と膜透過液ではそれぞれの試験区で ΔA も Y 値もほとんど変化なく、色調、明るさともに類似しているが、保持液については ΔA 、Y 値とも低く、色が濃くなっていることが認められた。

膜ろ過によりメラノイジン様物質が阻止されることからしょうゆの淡色化に有効であるとの報告¹⁰⁾ がなされているが、著者らの今回の試験でもある程度そのことが認められた。しかしながら、

生揚げと膜ろ過した透過液については火入れ後に SiO_2 を添加することによりほとんど差がない結果であった。このことは SiO_2 がかなり着色成分を除去できることを示唆するものであり色調の良いしょうゆを得るためには火入れ後に SiO_2 を添加することが、効果的であると思われた。

4. 要 約

- 1) 膜ろ過とろ過助剤を組み合わせることにより火入れオリおよび二次オリの生成を抑制する方法を検討し、成分分析を行うとともにオリの生成度合を測定した。
- 2) 今回使用した膜ろ過装置では膜ろ過により T. N や NaCl の成分組成を変えることなく、透過液の生菌数をほぼ完全に除去できた。
- 3) 火入れオリに対しても膜ろ過によりかなりの抑制効果が認められた。また、二次オリに対しては顕著な効果はみられなかったが、セライトろ過あるいは SiO_2 添加を併用することによりほぼ完全に抑制できることが明らかになった。
- 4) 生揚げの性状によりオリ成分を膜ろ過で除去可能なものとそうでないものがあるため、それぞれの生揚げの特性に対応したろ過助剤の使用や膜ろ過を検討する必要があると思われた。
- 5) 生揚げ原液と膜透過液の ΔA および Y 値はともにほぼ同じ値を示し、色調、明るさは類似しているが、保持液については濃くなっていることが認められた。

最後に、本研究を進めるに当って終始御指導いただきました工業技術院微生物工業技術研究所酵素工學研究室の細野邦昭室長に感謝します。

文 献

- 1) 薮下利男、中込敬祐：化学装置、6、37 (1987)
- 2) 橋場弘長：農化、47、4、289 (1973)
- 3) 楠戸 修、浜本義人、三宅紹資：日醬研誌、7、3、108 (1981)
- 4) 川口進三、朝家 昭、原田芳祐：日醬研誌、8、3、127 (1982)
- 5) 中西勘二：日醬研誌、12、5、184 (1986)

- | | |
|----------------------------------|--|
| 6) 佐藤 信：醸協、77、553 (1982) | (1978) |
| 7) しょうゆ試験法：財団法人しょうゆ研究所
(1986) | 9) 茂田井宏、井上 進、西沢嘉彦：農化、46、
631 (1972) |
| 8) 食品衛生検査指針：財団法人日本食品衛生協会 | 10) 橋場弘長：日醬研誌、11、5、189 (1985) |

アルミナ粉体への無電解ニッケルめっきとゴムへの充填効果

— 異種材料の複合化による機能性向上に関する研究 —

(第2報)

永田 正典*・末永 知子*
永山 賛平*・本田 悠紀雄*

Electroless Nickel Plating on Alumina Powder and the Effects
of Packing the Alumina to Gum

— Studies on Functional Improvement by the Composition of Different Material (2) —

Masanori NAGATA* Tomoko SUENAGA*
Sanpei NAGAYAMA* and Yukio HONDA*

高熱伝導及び高絶縁性を示すセラミックス-ゴム複合材の開発をめざし、セラミックスとゴム間の親和性を高める目的でセラミックス表面に金属をコーティングし、これをゴムに添加した後、加硫工程で金属硫化物を形成させ、セラミックス-ゴム間の密着性向上を試みた。

すなわち、セラミックスには比較的安価なアルミナ粉末を使用し、前年度報告¹⁾した板状試料への無電解ニッケルめっき法を適用して金属コーティングを行うことにし、まずアルミナ粉末への無電解ニッケルめっき条件を検討した。

無電解ニッケルめっきの前処理として、混酸(HF、HNO₃、CH₃COOH、H₂O₂混合液)に30分浸せきすると、粒子表面に約20nm 間隔でエッチング溝が認められた。また、ニッケルめっきする場合、粉末試料では板状試料に比べ水素ガスの発生が多くなるため、鉛イオンの他にチオ尿素を添加する事、板状試料の場合(85°C)より若干低温でめっきを行う必要がある事など、アルミナ粉末に対する最適なめっき液組成と操作方法を見いだした。

次に、ニッケルめっきアルミナ粉末をゴムに加えて複合材を作り、複合材の表面分析を行った結果、ニッケル表面は酸化もしくは硫化されていることがわかった。しかし、アルミナ粒子表面のニッケルめっき皮膜は剥離しており、ニッケルを媒介としたアルミナ粒子とゴムとの接合は認められなかった。

1. はじめに

セラミックス粉体をゴムに配合させ、熱伝導度

の良好なセラミックス-ゴム複合材を開発する場合、ゴムへ充填後、ゴムの熱伝導率を一桁向上できること及びコスト面からアルミナ粉体が最適であることが報告されている¹⁾。しかし、アルミナ粒子とゴムとの親和性はなく、アルミナは充填補助

*材料開発部

材的な性格が強く、さらに複合効果を向上させるためには、アルミナ粒子とゴムとの間に親和性をもたせる必要があるといわれている¹⁾。

そこで、筆者らは前年度のセラミックス基板に対する無電解ニッケルめっきの研究成果²⁾を基にして、アルミナ粉体に対するニッケルめっき研究を行った。すなわち、アルミナ粒子表面にニッケルをめっきすることにより充填後の加硫で生成すると考えられる硫化ニッケルを媒介として、アルミナ粒子とゴム間の密着性向上をめざした。本年度は、①アルミナ粉体に対するニッケルめっき条件 ②ニッケルめっき表面分析 ③ゴムへの充填結果について報告する。

2. 実験方法

2.1 エッチング

使用したアルミナは昭和電工製 A-12であり物性値を表1に示す。なお、ニッケルめっき実験時、水洗、ろ過操作の容易さを考慮し、平均粒径が58 μm と粗粒アルミナを用いた。

まず、試料をアルカリ脱脂後、前記の混酸または濃厚水酸化ナトリウム溶液(100gNaOH/100mlイオン交換水)に入れ、室温下で所定時間かく拌混合させた。次にエッチング液をデカンテーションで大部分除去した後、デカンテーション法で水洗を数回繰り返し、最後に吸引ろ過を行い、処理液が中性になるまでイオン交換水を加えた。また、水洗後ろ過物は100°Cで3時間乾燥させた。

2.2 感受性及び活性化処理

エッチング処理したアルミナ粉体に無電解法で

ニッケルめっきする場合、以下のとおり感受性及び活性化処理を行った。

(1) 感受性処理

エッチング処理したアルミナ粉体の所定量を $2.4 \times 10^{-2} \text{M/L}$ SnCl_2 溶液約200mlに入れ、40°Cで10分間かく拌混合させた。次に、デカンテーション法で大部分の SnCl_2 溶液を除去した後、吸引ろ過を行い少量のイオン交換水を加え水洗した。

(2) 活性化処理

上記感受性処理試料を PdCl_2 1g/L溶液に加え40°Cで10分間かく拌混合させた後、感受性処理と同様にして水洗し、直ちにニッケルめっき実験に使用した。

2.3 ニッケルめっき実験

ニッケルめっき液組成は基本的には前報²⁾のとおりとした。予備実験では、活性化処理を行ったアルミナ試料を85°Cに加温しためっき液に入れると、急激な水素ガス発生を伴ったニッケル析出が起こり、ビーカー内壁にもニッケルが析出した。そこでニッケルめっき液温度を板状試料の場合より若干下げるとともに空気かく拌を行い、さらに、鉛及びチオ尿素添加による反応制御を行った。ニッケルめっき終了後、吸引ろ過し十分水洗した後、粉体を乾燥させた。

2.4 ニッケルめっきアルミナ粉体の評価

(1) X線回折試験

X線回折装置は理学電機工業製 RAD2Aを使用し、X線管球への電圧/電流：30kv/20mA、スリット条件：SS/RS $1^\circ - 0.15\text{mm} - 1^\circ$ 、走査角度(2θ)：40~60°、走査速度：2°/minとした。

(2) 二次電子像(SEM)観察

銀ペーストを付けた試料ホルダーに粉末をのせ過剰な部分を除去した後、スパッタリング装置を用いてAu-Pdを蒸着させた。蒸着試料を走査型電子顕微鏡(日本電子(株)製 JEM840F型)に設置し所定の倍率下で観察した。

(3) X線光電子分光分析方法

アルミナ-ゴム複合材の表面を研削した後、試料ホルダーに取り付け、ただちにX線光電子分光(XPS)分析装置の試料準備室内の試料交換棒に装着した。なお、使用した装置は日本電子(株)製 JPX-90SXであり、分析前の試料準備室及び分析

表1 アルミナ粉体の物性*

項目	物性値	項目	物性値
Igloss(%)	0.05	かさ密度(g/cm ³)	0.7
Fe ₂ O ₃ (%)	0.01	pH(30wt%スラリー)	10.5
SiO ₂ (%)	0.02	比表面積(m ² /g)	0.6
Na ₂ O(%)	0.28	熱伝導率	
Al ₂ O ₃ (%)	99.7	(cal/cm ² ・sec°C)	0.086
真比重	3.96	比熱(cal/g°C)	0.18
+74 μm (%)	30		
+44 μm (%)	70		
平均粒径(μm)	58		

*商品カタログより転載

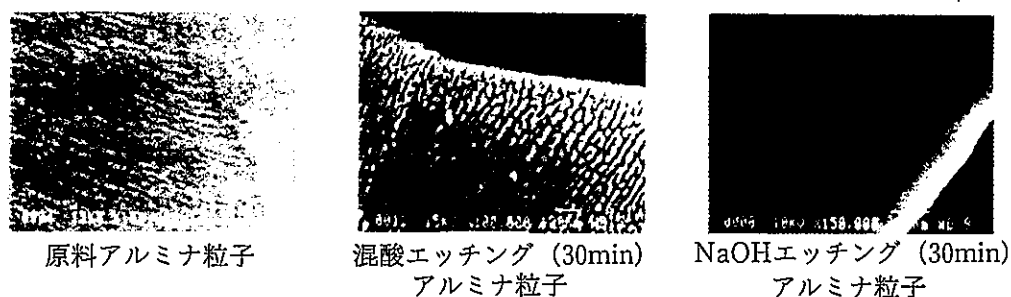


図1 アルミナ粒子表面の微細構造

室の真空度はそれぞれ 4×10^{-4} 、 5×10^{-8} Pa 以下に保持されている。しかし、試料導入時分析室の真空度は $10^{-7} \sim 10^{-6}$ Pa であった。

X線発生源はMgアノードであり試料の定性分析を行う場合、X線源への印加電圧/電流: 10 KV/5mA、エネルギー分解能50eVとした。一方、 Ni_{2p} 、 S_{2p} 準位のXPSスペクトル測定は12KV/15mA、20eVとした。

また、試料準備室において、アルゴン圧 4.5×10^{-2} Pa、498V/8.78mAで15秒間スパッタリングさせて表面エッチングを行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 アルミナ粉体の表面エッチング

アルミナ原料と混酸またはNaOH溶液でエッチングした粒子表面のSEM像を図1に示す。

原料アルミナ粒子について、白色及び黒色条痕が約20nmの間隔で交互に現れており、数10nmレベルのアルミナ超微粒子が積層している様子がわかる。

次に、これを混酸で30分間エッチングするとアルミナ超微粒子の積層状態がさらに明瞭になった。(図1中央写真)これは、表1に示したアルミナの不純物である Na_2O 分(ガラスを構成していると考えられる)が混酸中のHFにより溶出し、アルミナ超微粒子表面がエッチングされたためと考えられる。また、NaOH溶液では粒子表面のエッチング痕は見られない。なお、板状試料の場合、濃NaOH溶液に10分間浸せき後450°Cで熱処理すると基板表面のエッチングが進行するといわれている³⁾。これは、浸せき後の熱処理により基板表面に付着しているNaOHと Al_2O_3 が反応し、 Al_2O_3 が溶解しやすくなるためと考えられる。しか

し、本実験ではNaOH液に浸せき後、水洗いしたため Al_2O_3 との反応が不十分でエッチング効果が認められなかったものと推定される。また、粉末の場合、熱処理後水洗いにより Na^+ イオンを完全に除去することは、ろ過操作から困難と考えられるため、今回は混酸エッチングを基本とした。

3.2 アルミナ粉体へのニッケルめっき

ニッケル析出量とめっき液のpHの経時変化を図2に示す。

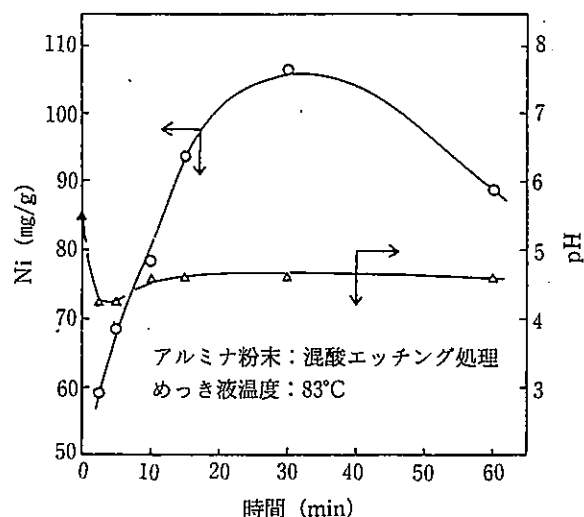


図2 ニッケル析出量とめっき液のpHの経時変化

15分までは時間とともにニッケル析出量はほぼ直線的に増加するが、15~30分間では析出量の増加は緩慢となり、30分以上では逆に減少し、ニッケルが溶解することを示している。

一方、めっき液のpHはめっき開始とともに急激に低下し、2.5分ではpH4.2となるがその後は徐々に上昇し10分以降は4.6と一定値を示した。めっき開始時pHが下がるのは(1)式に示したように H^+ イオンが生じたためで、時間経過とともにめっき液の緩衝作用によりpHが一定となったと考え

られる。しかし、アルミナ粉体の場合、前述の板状試料に比べめっき開始直後、水素ガスの発生が多くなるので水素ガス発生をおさえ (1) 式を選択的に進める目的で鉛及びチオ尿素の添加効果を調べた。鉛イオン、チオ尿素添加量とニッケル析出量の関係を図 3、4 に示す。

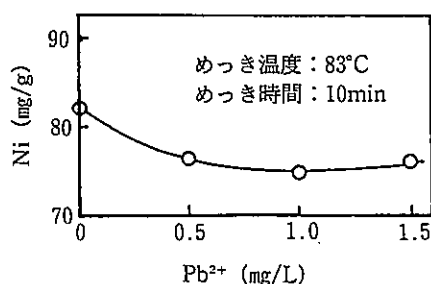


図 3 鉛イオン添加量とニッケル析出量の関係

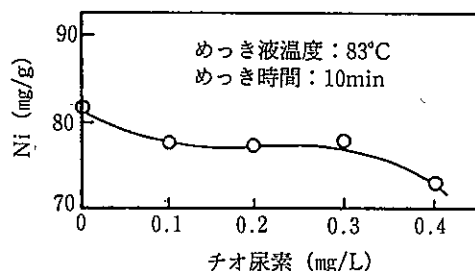


図 4 チオ尿素添加量とニッケル析出量の関係

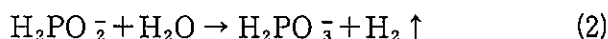
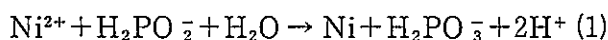


図 3 から、鉛イオン添加とともにニッケル析出量は減少するが 0.5mg/L 以上ではほぼ一定となっている。また図 4 により、チオ尿素も添加量の増大とともにニッケル析出量は減少するが 0.1~0.3mg/L では一定となり、0.4mg/L では再度減少するため、鉛イオンとチオ尿素添加量はそれぞれ 1.0 及び 0.25mg/L とした。

図 2~4 の結果及び基板へのめっき液組成²⁾を

考慮すれば、アルミナ粉体へのニッケルめっき液及び操作は表 2 に示す方式が最適といえる。

3.3 ニッケルめっき表面の性状

ニッケルめっき試料の粉末 X 線回折結果を図 5 に示す。

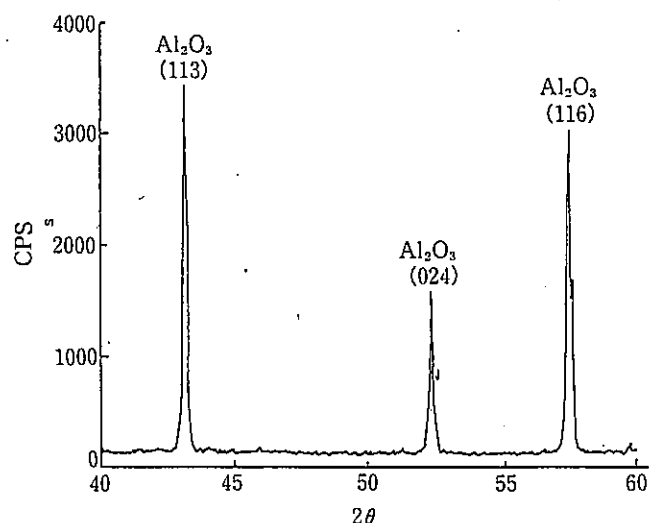


図 5 無電解ニッケルめっきアルミナ粉末の X 線回折パターン

Ni (111) 及び Ni₃P (111) の面間隔はそれぞれ 2.034、2.030 Å であり、44~45° 付近に回折ピークとしてあらわれるが、図より 44~45° に回折ピークは認められない。そのためアルミナ粉体の場合も基板材料と同様ニッケル析出物は非晶質であることが考えられる。なお、明瞭な 3 本の回折ピークはいずれもアルミナ粒子の (113) (024) (116) 結晶面に相当する。

次にニッケルめっき表面の SEM 写真を図 6 に示す。

図 6 (左写真) より、網目または板状物がアルミナ粒子をおおっている様子がわかる。しかし、板状析出物の場合、粒界を伴ない一部は剝離しやすい状態となっておりアルミナ粒子との密着性は

表 2 アルミナ粉体用ニッケルめっき液組成とめっき操作方法

pH	5.5	アルミナ原料粉末処理量	50g/回
塩化ニッケル	0.06mol/L	めっき液量	500ml
次亜リン酸ナトリウム	0.2mol/l	温度	83°C
リンゴ酸	0.135mol/L	時間	10min
コハク酸ナトリウム	0.04mol/L	かく拌方法	空気吹き込み
鉛イオン	1.0mg/L		
チオ尿素	0.25mg/L		

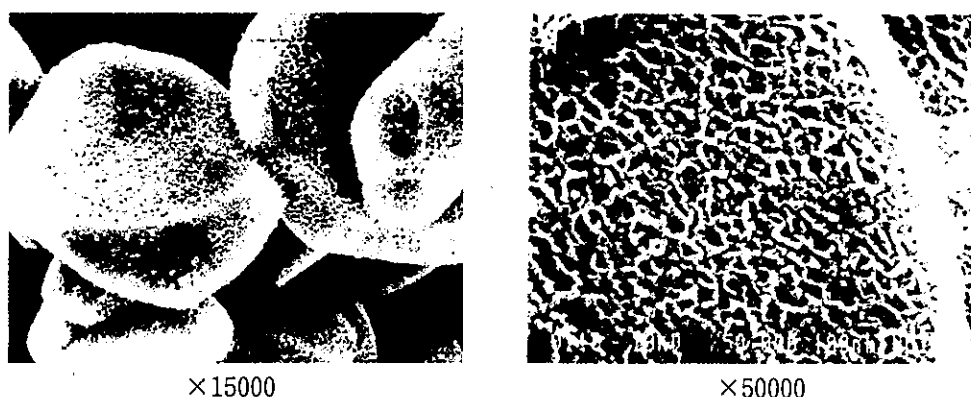


図6 ニッケルめっき表面の構造

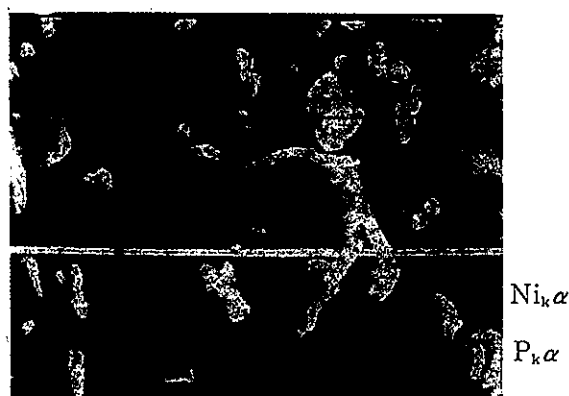


図7 EPMAによるニッケルめっきアルミナ粒子表面の $Ni_{K\alpha}$ 、 $P_{K\alpha}$ 線によるライン分析
 $Ni_{K\alpha}$ 、 $P_{K\alpha}$ 線によるライン分析

不十分だと考えられる。

一方、網目状物はほぼ均一に析出しているので更に高倍率で微細構造を観察すると（図6、右写真）太さ約50nm、長さ数100nmの析出物が網目状に連結している様子がわかる。

そこで、これら析出物の構成元素をEPMAで調べた結果、図7に示すとおり粒子表面における $Ni_{K\alpha}$ 、 $P_{K\alpha}$ 線の強度が大きくなり、ニッケル及びリンで構成されていることが明らかとなった。

3.4 ニッケルめっきアルミナ粉体のゴム充填結果

ニッケルめっきアルミナ粉体（30vol%）をゴムに添加しロールミルで混練、さらに155°Cで17分間加硫して得られた複合材表面の光電子分光分析（定性分析）結果を図8に示す。

検出元素はNi、O、C、S、P、Alで、特にCとOの光電子強度が大きい。これは表面に付着した CO_2 、 H_2O と複合材のゴム及びアルミナからくる

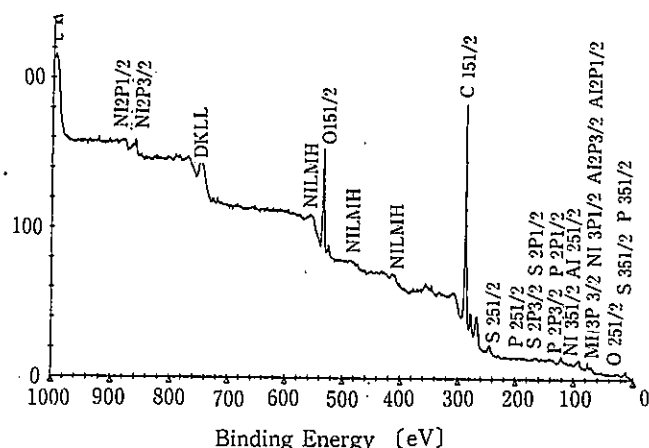


図8 複合材表面のXPS測定結果（ワイドスペクトル）
 VX=10KV、IX=5mA、Mgターゲット、ES=50eV AC=8

光電子と考えられる。

一方、Ni、S、Pの2p準位は強度が小さい。そこでニッケル金属の硫化状態を調べるため、X線強度を大きくし、かつ、測定積算回数を増して

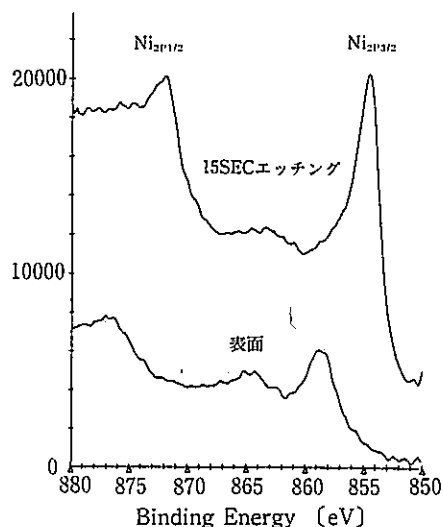


図9 複合材の Ni_{2p} 準位のXPSスペクトル

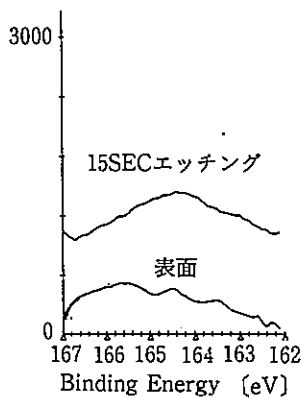


図10 複合材の S_{2p} 準位のXPSスペクトル

XPS スペクトルをとった結果を図9、10に示す。

図9より、複合材表面における $Ni_{2p_{3/2}}$ の結合エネルギーは859eVとニッケル原子(855eV)より4eV高結合エネルギー側にシフトしている。また865eV付近のサテライトも明瞭である。一方、表面をエッチングすると $Ni_{2p_{3/2}}$ は855eV付近にピークがシフトするとともに表面に比べ強度が大きくなり、逆にサテライトは小さくなっていることがわかる。

サテライトピークの成因に関して、電荷移動遷移によるという説が有力視されている。すなわち内殻電子が放出され価電子帯に再配列が起こるもので、このような例はCuOやNiOなど3d⁹のような化合物に見い出され、Cu₂Oのような3d¹⁰の化合物に見い出されないといわれている。⁴⁾

以上により表面のニッケルは酸化されNiO若しくはNiSの状態となっていると考えられる。

次に、図10から明らかなおと、 S_{2p} 準位のXPSスペクトル強度は積算を100回繰り返しても小さい。ただ $S_{2p_{1/2,3/2}}$ の結合エネルギーは165、164eVであり、表面では164.4、163.5eVに小さなピークが認められ、約0.5eV低結合エネルギー側にピークがシフトしている。一方、エッチング表面は164.5eVを中心としたブロードなピーク($S_{2p_{1/2,3/2}}$ のピークが重なっている)となっていることから、表面はイオウ原子が還元(例えば S^{2-} イオン)を受けていることが考えられる。すなわち、 Ni_{2p} 、 S_{2p} 準位の結合エネルギーシフトにより表面のニッケルは一部硫化物として存在していると推定できる。

次に複合材のアルミナ粒子とゴム界面付近の



図11 無電解ニッケルアルミナ粉体のゴム充填後におけるアルミナ粒子像

SEM写真を図11に示す。

中央の塊状物はアルミナ粒子であり、表面に幅100nm以下のエッチング溝が認められ、アルミナ粒子表面の板状若しくは網状ニッケルめっき物は剥離していることがわかる。これは、ゴム添加後混練時のせん断力によりめっき物が剥離したと考えられる。今後更にアルミナ粒子とニッケルめっき物の密着力を向上させる必要がある。

4. ま と め

アルミナ粉体への無電解ニッケルめっきとゴムとの複合化を行った結果をまとめると以下のとおりである。

- 1) アルミナ粒子のエッチングとしては混酸に30分間浸せきすると、幅約20nmの間隔で明瞭なエッチング溝があらわれた。
- 2) アルミナ粉体にニッケルめっきする場合には、板状試料の場合(85°C)に比べめっき温度が高くなるに従って水素ガスの発生が多くなるため、鉛イオンの他にチオ尿素を添加する事、及び板状試料の場合より若干低温でめっきする必要がある事など表2に示すめっき液組成と操作方法を見いだした。
- 3) ニッケルはアルミナ粒子表面に板状若しくは網目状に析出しかつ非晶質であった。
- 4) ニッケルめっきアルミナ粉体をゴム弾性体に加え混練、加硫して得られた試料のXPS検討を行った結果、表面のニッケルは酸化若しくは硫化されていることが明らかとなった。しかしアルミナ粒子表面のニッケルめっき物は剥離しておりアルミナ粒子とゴムの接合は認められなかった。

文 献

- 1) 石橋 剛、北 直子、鍛冶茂樹、“高熱伝導性・高絶縁性セラミックスーゴム複合材の諸特性に関する研究「異種素材の複合化による機能向上に関する研究」”、昭和63年度技術開発研究費補助事業成果普及講習会用テキスト、中小企業庁 (1988)、P18
- 2) 永田正典、末永知子、永山賛平、本田悠紀雄、国本千恵、“セラミックス基板への無電解ニッケルめっき条件について”、熊本県工業技術センター研究報告、Vol27 (1989) 77
- 3) 本間英夫、河内康德、安田伸一郎、“アルミナセラミックス上への直接無電解銅めっき”、サーキットテクノロジー、Vol4、No. 2、41 (1989)
- 4) 日本学術振興会マイクロビームアナリシス第141委員会編、“マイクロビームアナリシス”、朝倉書店、(1985)、P370

バテライト型炭酸カルシウムの合成及び湿度雰囲気下での結晶転移

末 永 知 子*・永 山 賛 平*・内 野 義 登 志*

Preparation of Vaterite CaCO_3 and Crystal Transition under Various Humid Atmospheres

Tomoko SUENAGA* Sanpei NAGAYAMA* and Yoshitoshi UCHINO*

塩化カルシウム、炭酸カリウムによる溶液反応によって純粋なバテライト型炭酸カルシウムを合成することを目的とした。さらに、水、熱に変化し易いバテライトの湿度雰囲気下での結晶転移について調べた。

その結果、塩化カルシウム、炭酸カリウムを同一濃度(1モル比)、同一容量、反応温度 30°C で純粋なバテライト型炭酸カルシウムを合成し得た。また、反応後母液に15分間放置、または水による洗浄によってカルサイトが生成した。そのため純粋なバテライトは反応終了後直ちにろ過しメタノールによる洗浄によって得られる。また、バテライトの湿度雰囲気下でのカルサイトへの結晶転移は、まずバテライトの表面にカルサイトの核が形成され、その核にカルサイトの結晶が成長していく。転移速度は、 $R. H. (\text{相対湿度}) = 100\%$ において $0.012/\text{hr}$ であった。また、核が形成されるまでの時間は、低湿度ほど長く要した。

1. 緒 言

炭酸カルシウム(CaCO_3)はカルサイト、アラゴナイト、バテライトの同質多像形であることが知られている。自然界では、カルサイトは主に石灰石に見られ、アラゴナイトは貝殻等に見られる。しかし、バテライトは自然界には産出せず Vater によって発見された。

バテライトは、表面活性の高い球状粒子を形成していることから工業材料として興味深い材料で将来多分野での利用が期待されている。バテライトの合成方法については、多くの研究^{1),2)}がなされている。本研究においては、塩化カルシウムと炭酸カリウムによる溶液反応によってほぼ純粋なバテライト型炭酸カルシウムを合成することができ

た。バテライトは、表面活性が高いため非常に不安定で、熱、水によって容易に安定なカルサイトに転移する。このため耐水性を向上させるための研究^{3),4)}も行われている。中原ら⁵⁾は、水中でのバテライトからカルサイトへの転移について調べているが、大気中での転移について系統的に調べた報告は見あたらない。バテライトを工業的に使用する場合、湿度雰囲気下での変化を調べるのは有用である。本研究では、湿度雰囲気下でバテライトからカルサイトへの転移について調べた。

2. 実 験 方 法

2.1 バテライトの合成方法

合成の方法は、塩化カルシウムと炭酸カリウムによる溶液反応によって行った。試薬は、和光純薬工業(株)製の一級品を用いた。合成方法の手順は次のとおりである。

*材料開発部

濃度と容量を同一にした塩化カルシウム溶液と炭酸カリウム溶液を所定の温度で瞬時に混合させ10分間攪拌した。この時の攪拌速度は600～1000 rpm とした。攪拌終了後直ちにろ過し100mlのメタノールで2～3回洗浄し105℃で4～6時間乾燥させた。

得られた炭酸カルシウムについてX線回折、走査型電子顕微鏡像及び比表面積を調べた。

2.2 バテライトの湿度雰囲気下での変化

2.1で作成したバテライト試料2.5gを全圧20 tでプレス成形し、25mm φの試料を8分割して、相対湿度（以下 R. H.と記す）20%～100%に調製した硫酸溶液を入れた瓶に入れ25℃に設定した恒温槽に保持した。

湿度雰囲気におけるバテライトからカルサイトへの転移率は $RaO^{(9)}$ のバテライト (V) のカルサイト (C) への結晶転移反応速度の研究と同じく、バテライト (110)、(112)、(114)、カルサイト (104) のX線回折の積算強度 (I) から、炭酸カルシウム中のカルサイト比 (fc) を(1)式に従って求めた。

$$fc = \frac{I_{104(c)}}{I_{110(v)} + I_{112(v)} + I_{104(c)} + I_{114(v)}} \quad (1)$$

また炭酸カルシウム結晶が、カルサイトとバテライトの二成分からなっているとすれば、fc と炭酸カルシウム中のバテライト比 (fv) との間には(2)式が成り立つ。

$$fc + fv = 1 \quad (2)$$

したがって、本実験における炭酸カルシウム粉末のカルサイト、バテライトの成分比についてもX線回折の積算強度の測定から、(1)、(2)式を用いて計算した。

また、バテライト表面の形態変化は走査型電子顕微鏡によって観察した。

3. 結果および考察

3.1 バテライトの合成方法

同一濃度の塩化カルシウム、炭酸カリウムを0.1～2 モル/L に変化させ反応温度を15℃、30℃で反応させた。図1に結果を示す。図より15℃、30℃において低濃度ではカルサイト、バテライトの混合物が生成し、高濃度ではカルサイトだけが生成した。さらに30℃において、0.5、1 モル比で

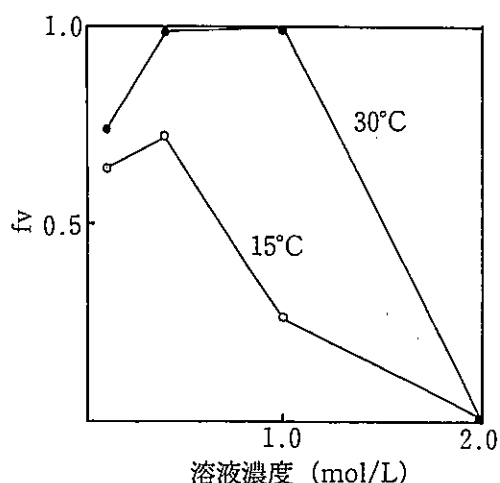


図1 溶液濃度とバテライトの生成比

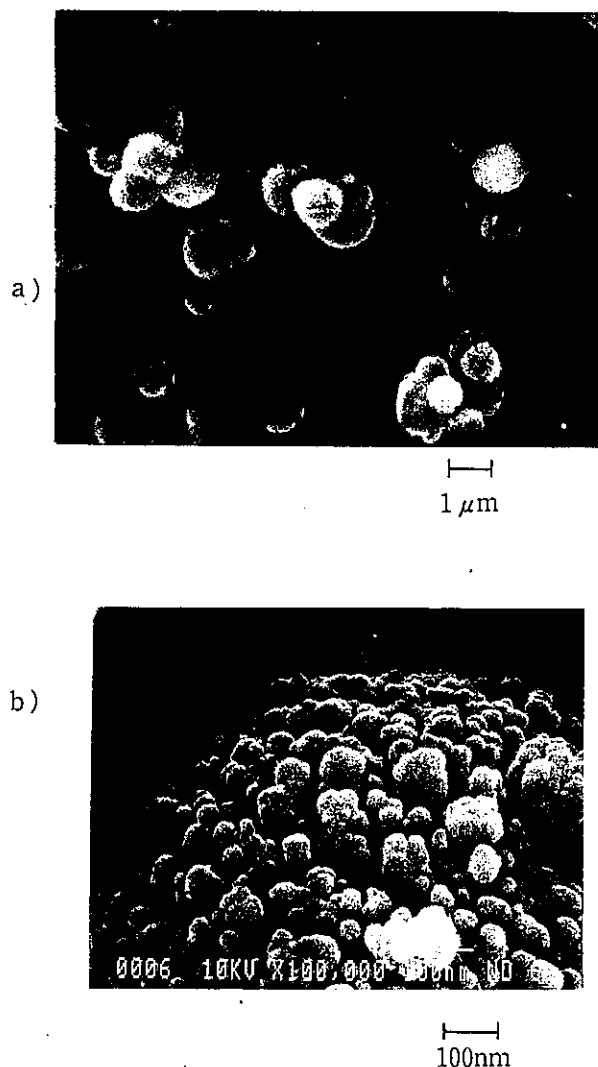


図2 溶液法によるバテライトのSEM像
CaCl₂ · 2H₂O : K₂CO₃ = 1 モル比

ほぼ純粋なバテライトが生成した。形態は図2に示すように約1~2 μm の球形で表面は突起があり、空孔が観察される。比表面積はBET法により測定し7.0 m^2/g であった。また、試料中の残存塩素量をモル法で測定した結果、0.20%であった。X線回折パターンを、図3-a)に示す。

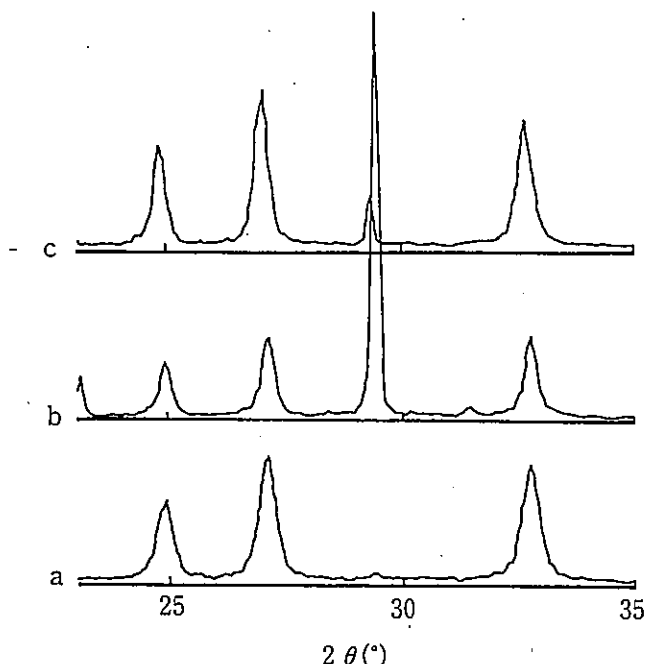


図3 溶液法により合成したバテライトのX線回折パターン

- a) 反応終了後直ちにろ過しメタノール洗浄
- b) 反応終了後母液に15分間放置
- c) 反応終了後ろ過し水による洗浄

塩化カルシウムと炭酸カリウムの $\text{Ca}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{CaCO}_3$ の反応において、この反応はすぐに起こるのではなく、のり状の中間体が生成する。この中間体の水分子の数、及び中間体の分解速度によって結晶形が決まると考えられる^{7),8)}。

北野ら⁹⁾は、低い温度ではカルサイト、中間温度域(40°C~60°C)においてはバテライト、カルサイト、アラゴナイトの混合物が生成することを報告している。本実験では、攪拌後ただちにろ過しメタノール洗浄を行ったため純粋なバテライトが得られたものと考えられる。攪拌終了後母液中に15分間放置した試料は、カルサイトの生成が見られた図3-b)。またろ過後の水洗においてもカルサイトが確認された図3-c)。

3.2 湿度雰囲気下におけるバテライトのカルサイトへの転移

図4に3.1で塩化カルシウム、炭酸カリウム1モル比で合成したバテライト型炭酸カルシウム試料についてR. H.=100%とR. H.=80%でのバテライトからカルサイトへの転移率と時間との関係を示した。R. H.=100%について16時間から72時間まで、転移反応は時間(t)と一次関係にある。その反応速度は0.012/hrで、この結果は水中でのバテライトからカルサイトへの転移反応速度と一致する⁵⁾。R. H.=100%雰囲気下24時間保持試料

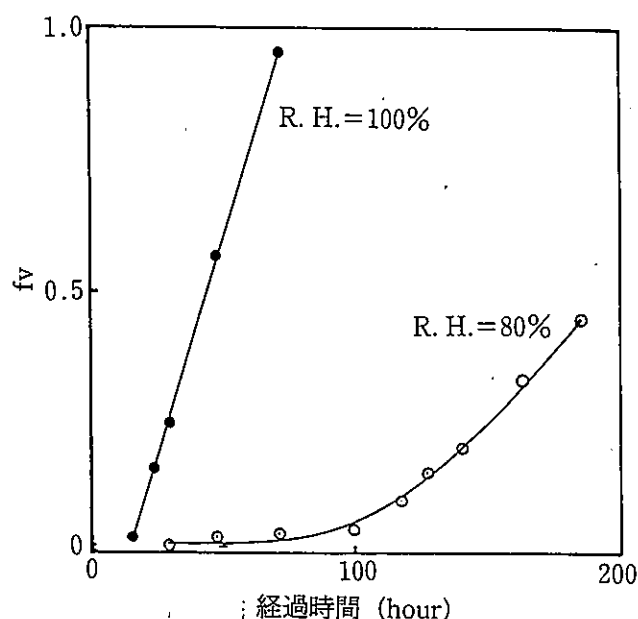


図4 バテライトのカルサイトへの転移率と経過時間

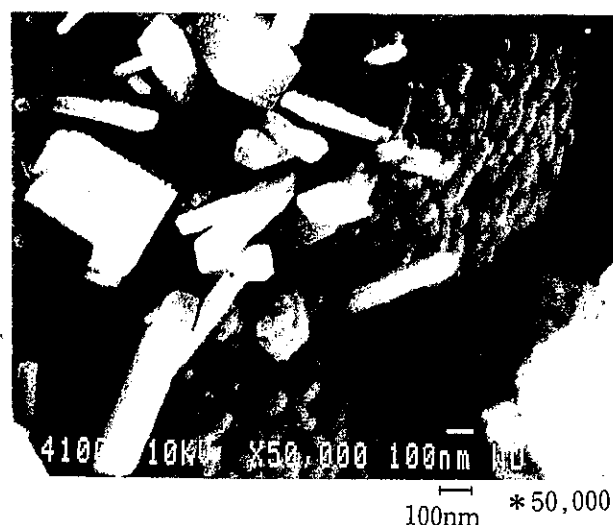


図5 バテライトからカルサイトへの転移
R. H.=100% 24時間保持試料のSEM像

の SEM 像を図 5 に示す。球状のバテライト表面から立方状のカルサイトが生成しているのが観察される。

しかし、0 時間～16 時間までは、この関係は成立しない(データ省略)。R. H. = 80%、0～100 時間においても同じことがいえる。これは、バテラ

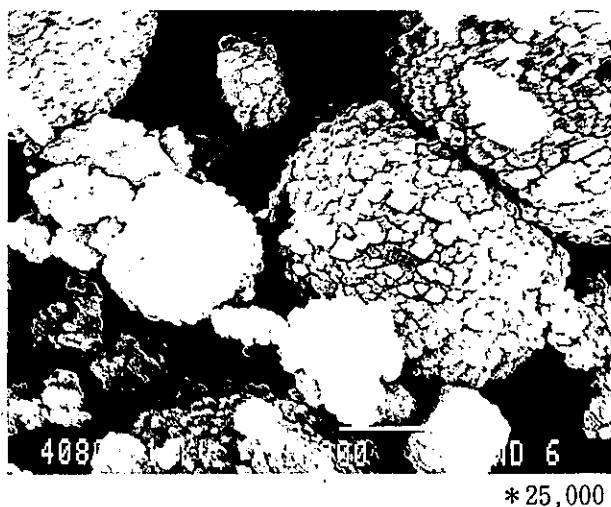


図 6 バテライトからカルサイトへの転移
R. H. = 100% 7 時間保持試料の SEM 像

イト表面においてカルサイトへ転移するのに必要な水分が充分でないためと考えられる。図 6 に R. H. = 100%、7 時間の SEM 像を示す。図からバテライトの表面にカルサイトの立方状の核の生成が観察される。核が生成されるまでの時間は R. H. = 80% と 100% では低湿度ほど長い時間を要する。R. H. = 20% では、本実験中 (1300hr) バテライトからカルサイトへの転移は見られず、長い時間安定であった。大気中でのバテライトからカルサイトへの転移はこのカルサイトの核の生成を経てカルサイトへ転移して行くことがわかる。図 4 より R. H. = 80% において 100 時間経過後のカルサイトへの転移速度は、R. H. = 100% と同じく転移時間と転移率は一次関係にあり、0.005/hr で R. H. = 100% と大きな違いが見られた。

これは、R. H. = 100% では試料表面の水蒸気が水滴となり付着するため水中での転移と同じ値になったものと考えられる。

3. ま と め

塩化カルシウムと炭酸カリウムによる溶液法で

のバテライト型炭酸カルシウムの合成を行った。

30°C で 1 モル比の塩化カルシウム、炭酸カリウムを瞬時に反応させ 600～1000rpm で 10 分間攪拌し、ただちにろ過、メタノール洗浄することにより純粋なバテライト型炭酸カルシウムを合成することができた。

反応後の母液中での放置、水による洗浄によりカルサイトの生成が確認された。

また、バテライトのカルサイトへの転移速度は R. H. = 100% では 0.012/hr で、水中での転移速度と同じであった。低湿度では転移速度は小さくなり R. H. = 80% では 0.005/hr であった。さらに、転移反応は、カルサイトの核の生成が律速で、R. H. = 100% では短時間で核は生成したが、R. H. = 80% では核が生成するまでに長時間を要した。

本実験の SEM 像を撮っていただいた福岡県工業技術センター大崎徹郎氏に対し感謝の意を表します。

文 献

- 1) 宮田 謙一、中原 佳子 日本化学会誌 727 (1976)
- 2) 戸高章元、他 4 名 大分県工業試験場 昭和 60 年度業務年報
- 3) 特開 昭 57-92520
- 4) 戸高章元、他 4 名 大分県工業試験場 昭和 61 年度研究報告
- 5) 中原 佳子、他 2 名 日本化学会誌 No. 5 732 (1976) 「界面反応法により調製された炭酸カルシウムの性質」
- 6) M. S. Rao, Bull. Chem. Soc. Jpn. 46, 144 (1973)
- 7) 北野 康 工業化学雑誌 Vol. 59 11(1956) 「炭酸カルシウムの同質多像形の生成条件に関する考察」
- 8) 井上嘉亀、金治幸雄 石膏と石灰 No. 94 (1968) 「溶液反応より生ずる炭酸カルシウム」
- 9) 北野 康 現代化学 1974 12 (1974)