

熊本県工業技術センター
研 究 報 告

第35号 平成8年度

REPORTS OF
KUMAMOTO INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
No.35 1997

平成9年11月

熊本県工業技術センター
〒862 熊本市東町3-11-38
Published by
Kumamoto Industrial Research Institute
3-11-38, Higashi-machi, Kumamoto-shi 862 Japan

熊本県工業技術センター研究報告

第35号 (平成8年度) 平成9年11月

目 次

〔報文〕

衝撃圧を受ける円板の自由張出し及び型成形の変形機構 －精密成形技術の開発研究－	石冰泰夫	1
	藤田昌大	
	持原 稔	
	苧阪浩男	
	井山裕文	
金属粉末を用いた厚膜作成 －金属粉末射出成形法を用いた高機能複合材料の開発（第1報）－	上村 誠	6
	木村幹男	
	東家節生	
	出納正道	
	福田晴人	
小形門型マシニングセンターによる小径穴貫通実験 －高精度機械加工における機能計測に関する研究－	村田 勝	11
	富重定三	
	石冰泰夫	
超音波研削によるセラミックスの穴加工 －超音波アシスト加工技術に関する研究－	高橋孝誠	15
	八戸和男	
クロール型階段昇降機の折返しのある階段への適応	森山芳生	19
	橋野 賢	
クランプフィルタを用いた試作マイコンボードの伝導・放射ノイズ特性 －電磁ノイズ両立性に関する研究－	上田直行	22
自己組織化ニューラルネットワークを用いた画像の領域分割	重森清史	28
スイッチトキャパシタ変成器を用いたDC-ACコンバータの改良 －電磁ノイズ両立性に関する研究－	石松賢治	34
	大田一郎	
	上野文男	
スイッチトキャパシタ変成器を用いたエレクトロルミネッセンス用電源の研究	石松賢治	39
	大田一郎	
	上野文男	

自動液体配合システムの開発	松田茂樹	43
—発酵食品工程の高度化と合理化に関する研究—	富永 宏	
酵母の育種による米焼酎（減圧）の香気改良	林田安生	47
—蒸留酒用酵母の改質とその利用技術—	土谷紀美 西村賢了 J C スロータ 嶋崎孝行 白上公久 弥永俊次	
酵母による香気活性フランノンの麦芽エキス発酵中の生成挙動	林田安生	52
—蒸留酒用酵母の改質とその利用技術—	J C スロータ	
湿式法による圧電性薄膜の特性評価	末永知子	55
—応力検知能力を有する構造用セラミックス材料に関する研究（第5報）	本田悠紀雄 永田正典 上田直行 上田峰朗	
反応性スパッタリング法によるAlN薄膜の作製	本田悠紀雄	59
—応力検知能力を有する構造用セラミックス材料に関する研究（第4報）	末永知子 永田正典 上田直行	
無電解ニッケルめっき皮膜の密着性向上に関する研究	永田正典	64
	田上 修 村田 豊	
改良木材の開発と特性に関する研究	永山賛平	67
—浴室用改良木材の特性（第1報）—	大迫靖雄	

REPORTS OF KUMAMOTO INDUSTRIAL RESEARCH

No.35 (1996.4—1997.3) Nov.1997

CONTENTS

[Original Papers]

Deformatin Mechanism in Free Forming and Die Forming of a Circular Plate Subjected to Shock Pressure	1
— Developement of Precise Forming Technology —	
Yasuo ISHIGORI, Masahiro FUJITA, Minoru MOCHIHARA, Hiroo OSAKA and Hirofumi IYAMA	
Forming a Thick Layer from Metal Powder	6
— Development of High Functional Composite Materials by Metal Injection Molding (1st Report) —	
Makoto UEMURA, Mikio KIMURA, Setsuo TOHYA, Masamichi SUITOH and Haruto FUKUDA	
Test of Drilling Small Through Holes Using a Compact Gantry-type Machining Center	11
— Study on Robust Design of the Function in High Precision Machining —	
Masaru MURATA, Sadami TOMISHIGE and Yassuo ISHIGORI	
Machining of Holes in Ceramics by Ultrasonic Assisted Grinding	15
— Study on Ultrasonic Asisted Machining —	
Kousei TAKAHASHI and Kazuo YAE	
Application of a Crawl Type Stair Lift to Turned-back Stairs	19
Yoshio MORIYAMA, Satoshi HASHINO	
Characteristics of Conductive and Emissive Electromagnetic Noise on the Trial Microprocessor Boards Using Clamp Filters	22
— Study on Electromagnetic Compatibility —	
Naoyuki UEDA	
Image Segmentation Using Self—organizing Neural Network	28
Kiyoshi SHIGEMORI	
Improvement of a DC—AC Converter Using a Switched—Capacitor Transformer	34
Kenji ISHIMATSU, Ichirou OOTA and Fumio UENO	
A DC—AC Converter Using a Switched—Capacitor Transformer for Electroluminescence Panels	39
Kenji ISHIMATSU, Ichirou OOTA and Fumio UENO	

Development of an Automated Liquid Blending system	43
- Study on Process Improvement and Labor Saving for Fermentation Food Manufacturing Factories -	
Shigeki MATSUDA and Hiroshi TOMINAGA	
 Breeding Shochu Yeast for Flavour Improvement of Rice Shochu (Vacuum Type)	47
-- Development of the Yeast for Liquor and its Usage for Distilling Industry --	
Yasuo HAYASHIDA, Kimi TSUCHIYA, Kenryo NISHIMURA, J C SLAUGHTER, Takayuki SHIMAZAKI, Hirohisa SHIRAKAMI and Shunji YANAGI	
 Biosynthesis of Flavour-active Furanones by <u>Saccharomyces cerevisiae</u> during Fermentation Depends on the Malt Type Used in Medium Preparation	52
- Development of the Yeast for Liquor and its Usage for Distilling Industry -	
Yasuo HAYASHIDA, J C SLAUGHTER	
 Properties of Piezoelectric Thin-Films Fabricated in Sol-gel and Pyrosis Process	55
- Study no Stress-responsive Ceramics for Application to Frame Material (5th Report) -	
Tomoko SUENAGA, Yukio HONDA, Masanori NAGATA, Naoyuki UEDA and Mineo UEDA	
 Deposition of AlN Thin-Film Using the Reactive Sputtering Method	59
- Study on Stress-responsive Ceramics for Application to Frame Materials (4th Report) -	
Yukio HONDA, Tomoko SUENAGA, Masanori NAGATA and Naoyuki UEDA	
 Study on Adhesive Property of Electroless Nickel Plating Deposites	64
Masanori NAGATA, Osamu TANOUE and Yutaka MURATA	
 Development of Functional Woods with Improved Properties	67
- Properties of Functional Woods for Use in Bathrooms (1st Report) -	
Sanpei NAGAYAMA and Yasuo OHSAKO	

衝撃圧を受ける円板の自由張出し及び型成形の変形機構 —精密成形技術の開発研究—

石水泰夫*・藤田昌大**・持原 稔***・芋阪浩男****井山裕文**

Deformation Mechanism in Free Forming and Die Forming of a Circular Plate Subjected to Shock Pressure.
—Developement of Precise Forming Technology—

Yasuo ISHIGORI*, Masahiro FUJITA**, Minoru MOCHIHARA***,
Hiroo OSAKA****and Hirofumi IYAMA**

衝撃圧を受けた円形金属版の変形機構について、実験装置を製作し、自由張出し成形、円すい凹型成形及び溝型成形を対象として実験及び解析を行い、実験結果と解析結果について比較検討を行った。

自由張出し成形については、板押さえで拘束した場合と単に型の上に乗せた場合を実施したが、破損の影響やしづの影響等を除くと解析結果は実験結果と良い一致を示した。

円すい凹型成形では、板は変形途中で型と衝突するため、曲げ波が型との衝突によって押し出され、そのために曲げ変形の領域は狭くなり、急激な下に凸の曲げ波と上に凸の曲げ戻し波が狭い領域に生じて、これらが外周から中央部へ移動すると共に型に沿った成形がなされる。溝型の成形では、溝の両側壁部に下に凸の曲げ波と上に凸の曲げ波が生じ、溝の形状に沿って成形が行われ、下に凸の曲げ波が中央部に進行すると両者が合体して、板の中央部を下に押し出す働きをする。実験結果では、円すい凹型への成形の場合、せん頭部を除いて型に密着した形状が得られたが、せん頭部では厚肉化して変形が途中で停止した状態になった。溝型成形の場合には、全面にわたって型に密着した形状が得られた。

1. はじめに

衝撃圧を受けた板の自由成形及び型成形の変形機構について、実験及び解析により検討を行った。自由成形は型という障害物がないため、衝撃負荷圧力を推定する有効な手段でもある。型成形を精度良く行うには、型成形の変形機構を正しく詳細に理解しておくことが不可欠である。しかし、型成形の変形機構を実験的に検討することはほとんど不可能であり、妥当性のある数値シミュレーションに頼るのが最善の方法と考える。芋阪らも型成形について言及しているが²⁾、彼らは型と板が衝突した後反発して跳ね上がる現象や型の上を滑る時まさつ力を受ける現象などを考慮せず、板は型と衝突した瞬間に固着すると考えて解析している。本研究ではこれらの現象も含めた解析プログラムを作り、さらに固定条件も現実に即した条件を導入し、材料は弾粘塑性体とした。

このようにして、実際問題に近い条件を導入して解析を行った。なお、解析の方法については参考文献²⁾に詳述している。

2. 実験装置

図1は実験に用いた成形装置を示している。装置は下部の型容器と上部の水圧容器から構成され、型容器の中へ成形用の型を挿入する。実験は、成形装置を水槽の中に沈めて行った。金属板の上にビニールシートを置いて、型内を密閉し真空ポンプで中の空気を排除した。これは金属版が衝撃負荷を受けると高速で飛しょうし成形が行われるが、その際に空気が残留していると圧縮され金属板の変形を疎外するためである。

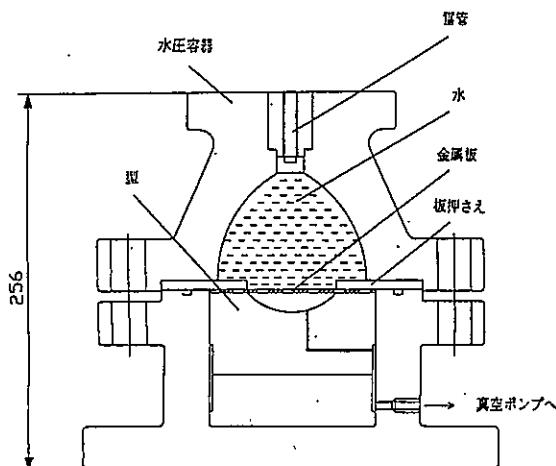


図1 衝撃液圧成形実験装置

* 生産技術部

** 熊本大学工学部

*** 鹿児島工業高等専門学校

**** 熊本工業大学

成形は先ず上部の雷管が爆発し、水圧容器の中の水に水中衝撃波が発生し、水中を伝ばして金属板に到達する。金属板に衝撃圧が負荷されると板は変形を開始し、高速で変形が進行する。その後、板が型にぶつかると型から強い変形抵抗を受け、型に沿った板の成形が進行する。この場合、水が型からの反発による板の変形を押さえ型に良くなじんだ成形が達成されるようである。

実験には解析モデルと同じ形状の型を用いた。

3. 負荷衝撃圧の測定

実際の実験結果と比較するためには、まず板に負荷される衝撃圧の大きさを求める必要がある。図2は衝撃圧測定装置を示している。この中で水圧容器は成形実験に使用したものである。また、成形実験は雷管のみで行ったので、爆薬ケースには雷管のみを装備している。測定の方法は次のとおりである。図の爆薬ケースの中の雷管が起爆し、水圧容器の中の水中衝撃波が発生する。これが圧力計の先端に到達し、圧力計の圧力棒の中を衝撃波が伝ばす。この衝撃波の伝ばを半導体ひずみゲージで捕らえ、圧力を測定した。なお、この圧力を測定するために用いた棒はベリリウム銅棒で、ヤング率が138.8GPaと高く、しかも高張力であるので、したがって圧力の測定上限も高くなっている。測定時間は入射応力波がひずみゲージを通過して、自由端で反射し、反射波がひずみゲージ部に達するまでの間であるので、それをできるだけ長くするため、棒の長さを十分長くしている。

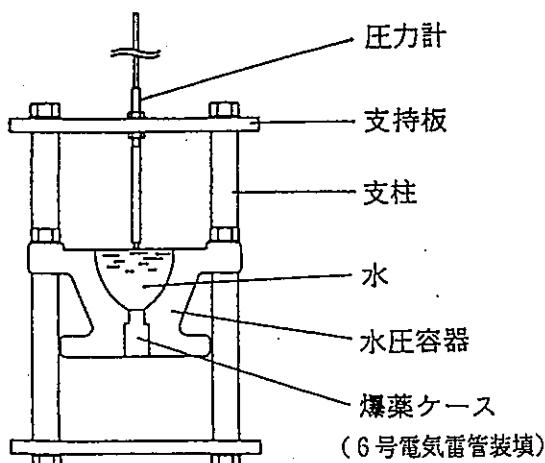


図2 衝撃圧測定装置

図3は測定により得られた衝撃圧波形である。この測定結果によると、おおよそ $P_m=100\text{ MPa}$ 、 $t_p=40\mu\text{s}$ の三角パルスと見なすことができる。しかし、棒が静止したままであるのに対し、試料（素板）は圧力を受けると速度を与えられて変位するので、そのように逃げる分だ

け圧力は低下する。したがって、板は $40\mu\text{s}$ より前に圧力0になると推察される。そのように考えて、 $t_p=30\mu\text{s}$ とした。これは後の示すように、解析結果における最終変形形状との照合から、この値に決定した。

この結果、解析に用いた襲撃圧力負荷は、

$$\text{衝撃圧最大圧力} \quad P_m = 100\text{ MPa}$$

$$\text{衝撃圧負荷時間} \quad t_p = 30\mu\text{s}$$

$$\text{衝撃圧の立ち上がり時間} \quad t_{fp} = 2\mu\text{s}$$

となる。

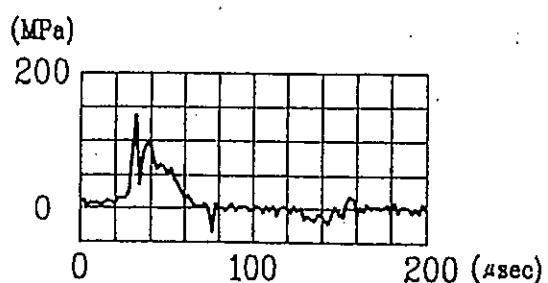


図3 衝撃圧波形

4. 解析対象

解析対象とするのは、図4に示す3とおりである。

(A) は自由成形張出し成形、(B) は円すい凹型を用いた成形、(C) は円環状溝型を用いた型成形である。

このうち(A)は自由張出し成形を行った場合の変形を見ることにより、負荷圧力の適正值を求ることにも使用した。(B)は一定傾斜面を持つ型の上での変形機構を知るために取り上げており、(C)は溝の外側と内側とで応力状態が異なるので、その影響がどのように現れるかを知るために取り上げている。

周辺部は板厚6mmの円環状の押さえ板によって押さえられている。この押さえ板と型上面の間げきは変形の全過程を通じて、元の板厚のままに保持されているとし、板が内方へしうる動する時、押さえ板下面及び型上面の両面から高い圧力を受け、その結果しうる動方向には摩擦力を受けるとする。板が型の上面をしうる動する際にもまさつ力を受けるが、まさつ係数はいずれも0.3とした。なお、板押さえ及び型は剛体と考えた。なお(A)の場合については、板押さえのない場合についても検討を行った。

板の材料は板厚1mm、直径100mmの銅板とした。芋阪らは、材料を弾完全塑性体としたが、ここでは弾粘塑性体とした。

なお、水中衝撃波を受けた板は加速され型と衝突するが、型と衝突する場合に型からの反発により、板は飛び上がろうとするが、その際板の背面には氷が追随してき

ており、板に急激な速度変化つまりプラスの速度からマイナスの速度に変化するような場合には、それに対応して水を押し止めようとするので、反作用として板には $p\Delta v$ の圧力作用が生じる。³⁾なお、 Δv は衝突直前直後の板の速度変化を表している。これによって、反発は抑制されると考えた。

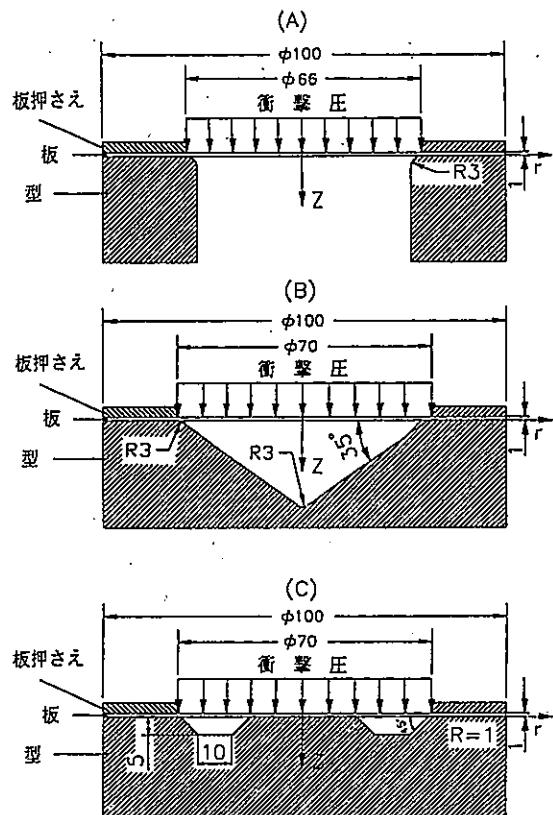
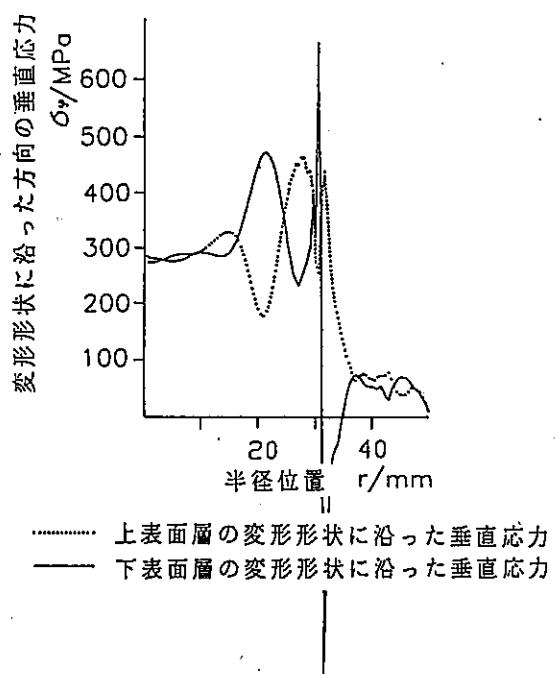


図4 解析モデル

5. 自由張出し成形の場合

図5は数値解析において変形途中の $t=50 \mu s$ における変形形状に沿った方向の垂直応力分布を示している。曲げ波は変位が拘束される外周部（型の肩部）近傍に生じるが、それは上に凸の曲率の小さな曲げが先行し、ついで中央未変形部と変形傾斜部を滑らかに連結する下に凸の曲率の大きな曲げ、その後に下に凸の曲げ変形からほぼ直線的な変形傾斜部への曲げ戻しのための上に凸の大きな曲げが続く。この一連の曲げ波が周辺部から中心に向かって移動し、その移動と共にやや丸みのある円すい殻状の変形形状が形成される。

図6は板の下表面の実験結果と解析結果を比較したものである。（A）は周辺を板押さえで拘束した場合であり、中央部が破損しているため、破損による急激な突きだした部分は除いている。これをみると、実験結果の方が若干外方へ広がっているがこれは中央部の破損が影響していると考えられる。変形の形状については、実験結

図5 変形形状に沿った方向の垂直応力分布 ($t=50 \mu s$)

果の方が若干傾斜角度が浅いように思われるが、破損による変形の戻りの影響も考えられれば一致していると考えて良いと思われる。

(B)は、周辺を拘束しない場合で実験結果と解析結果を中央部の変形形状を一致させるようにして示したものである。周辺部のしづわの発生により、実験結果は解析結果と比較して大きく絞り込まれている。しかしながら、中央部の形状は実験結果と解析結果は非常に良く一致していることがわかる。

自由張出し成形において、解析においては板に与える圧力パルスを三角波形と仮定して、その大きさを $P_m=100 \text{ MPa}$, $t_p=30 \mu s$ としたが、この結果から、ほぼその程度の圧力が板に負荷されていると考えて良いと思われる。

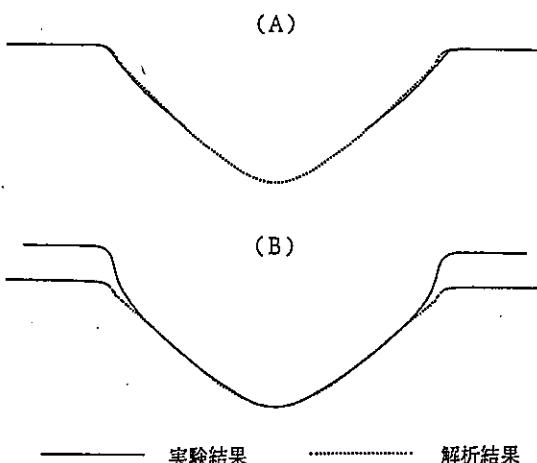


図6 自由張出し成形の実験結果と解析結果の比較

6. 型成形の場合

図7は円錐凹型を用いた場合の変形過程の解析結果であり、時間の経過と共に型に衝突点近傍で急激な折れ曲がり変形を生じるようになる。図8は実験結果と解析結果を比較して示したものである。中央部においては実験結果では変形が未達成であるため厚肉化が顕著であるが、周辺部においては両者がよく一致していることが分かる。

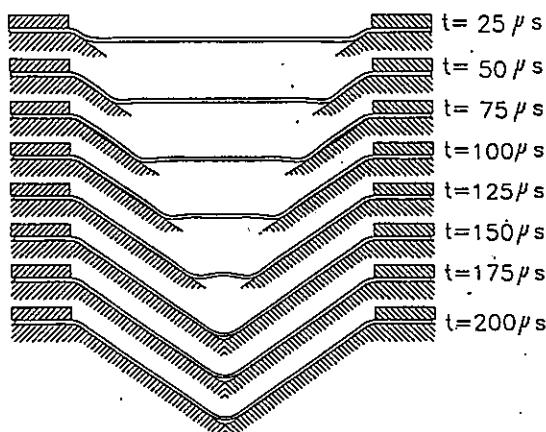


図7 円錐凹型を用いた場合の変形過程

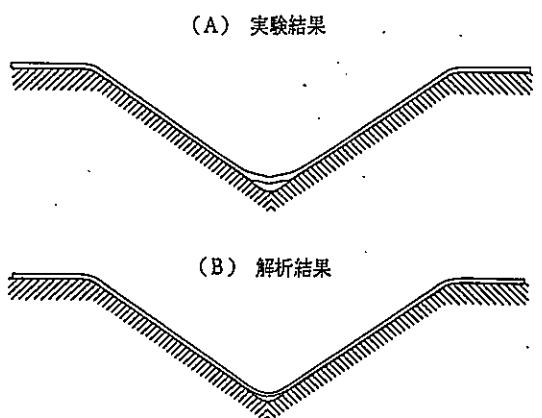


図8 円錐凹型成形の実験結果と解析結果の比較

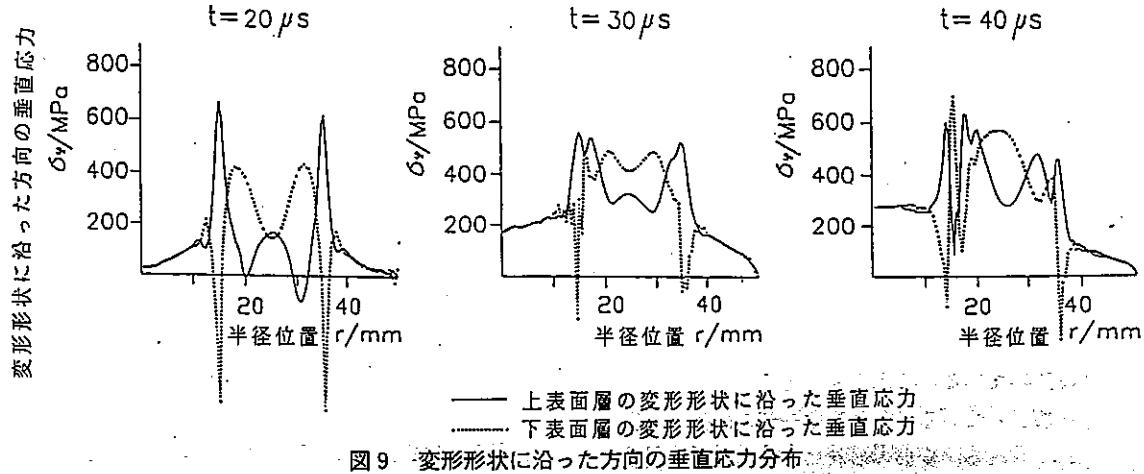


図9 変形形状に沿った方向の垂直応力分布

図9は溝型成形の場合のt=20 μs、30 μs、40 μsにおける応力分布を示している。これから判るように両側面部には、下に凸と上に凸の曲げ波が連続して生じている。そして、その値は内面側、外側共にほとんど等しく、内面側壁より内側及び外側側壁より外側の応力状態はこの近傍の応力には影響していない。しかし、内面壁より内側と外側より外側の応力分布には違いが見られる。内側部分の肩部より内部及び外側部分の板押さえで固定されている部分は、いずれもほぼ平たんを保っていて、見た目には変化がないが、内部部分では膜力的な応力成分が次第に上昇して、外側部分より高い応力となる。この応力は肩部近傍の応力に影響を与えており、内面側の肩上部の上に凸の曲げによる応力及びその直前の下に凸の曲げによる応力を引き上げている。これが過大になると、内側壁上部のRの近傍で破断が生じることになる。実際、圧力や変形量が過大の場合、この部分で破断が生じた。

変形は曲げ波の移動と共に側壁に沿って下方へ進行し、下に凸の曲げ波が溝の中央部で合体する(t=40 μs)ために、中央部は丸く膨らんで底部と衝突する。その後底部との衝突は溝の中央から両側へ進行するので、最後に溝内外の隅部まで成形されて、成形は完了する。図10は最終変形形状の解析結果と実験結果の比較を示してい

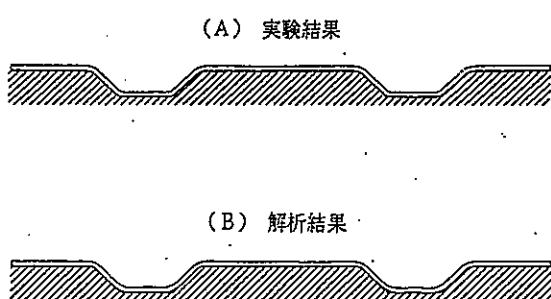


図10 溝型成形の実験結果と解析結果の比較

る。実験結果は断面形状を投影機によって測定したものである。図から判るように、解析結果と実験結果は比較的良く一致しているが、実験結果の方がよりシャープに成形が行われている。これは板の背後にある水の影響のためと考えられる。

7.まとめ

- (1) 衝撃圧をピーク圧100MPa、作用時間30μsの3角パルスと見積もって、自由張出し成形の解析を行ったが、これによって得られた最終変形形状は実験結果と良く一致し、衝撃圧の見積の妥当性と変形解析の妥当性を確認することができた。
- (2) 円すい凹型を用いた型成形の場合、板は型との衝突部でほとんど屈曲したように変形しながら、型に沿った成形が進行する。せん頭部では凹みを生じた形状から平たんへ移行し、更に下方へ突出しなければならないが、凹み形状から突出形状への移行の際に、高速に加速された凹み部に対し側面部からの強い拘束により、底部がはく離して平たんに近い状態で変形は停止してしまう。
- (3) 溝型の成形では、曲げ及び曲げ戻し波が溝型の内側面と外側面に生じ、それらは溝中央部に向かって進行する。やがて下に凸の曲げ波が溝中央部で合体して、下に凸の膨らみを有した形状となり、溝中央部で底面と衝突する。底面との衝突は溝中央から内方及び外方へ進行し、側面部でも型との衝突は下方へ進行するので、最後に内側面、外側面の最下部（隅部）が成形されて成形過程は終了する。

文 献

- 1) 孽阪浩男、藤田昌大、花崎紘一、藤中雄三
“衝撃荷重を受ける動続素板の変形の数値解析”
塑性と加工. Vol.27, No.301, p.288-294 (1986).
- 2) 石冰泰夫、藤田昌大、持原 稔、孳阪浩男、伊東繁
“周辺固定円板の横衝撃変形の数値解析”
本誌. No.33, p.21-26 (1995).
- 3) A.A.Ezra, "Principles and Practice of Explosive Metalworking"
Great Britain, Garden City Pess. Vol.1, p.45-47 (1973).

金属粉末を用いた厚膜作成

—金属粉末射出成形法を用いた高機能複合材料の開発（第1報）—

上村 誠*・木村幹男*・東家節夫*・出納正道*・福田晴人**

Forming a Thick Layer from Metal Powder

—Development of High Functional Composite Materials by Metal Injection Molding (1st Report)—

Makoto UEMURA*, Mikio KIMURA*, Setsuo TOHYA *,
Masamichi SUITOH* and Haruto FUKUDA**

本研究は、金属粉末射出成形法に用いられる10 μ m以下の金属粉末に、時硬性樹脂（反応硬化型樹脂）や熱可塑性樹脂を流動化材として混練し、金属粉末射出成形体表面に減圧下で浸漬塗布したものを脱脂・焼結することにより、ステンレス鋼の厚膜を表面に有する機械構造用合金鋼の製作を目的とした。

流動化材をエポキシ系にした場合、硬化剤の濃度でしか塗布材料の粘性または流動性を制御できなかったことから、浸漬塗布での膜厚の制御は比較的困難であった。

流動化材をアクリル系のものにした場合、ワックスの添加率や加熱温度を制御することにより、塗布材料の粘性または流動性を制御することができたので、浸漬塗布での膜厚の制御は比較的容易であった。

エポキシ系の樹脂を流動化材として用いた場合、膜部が気孔の多いものとなり、良好な焼結ができなかった。また、アクリル系の樹脂を流動化材として用いた場合、良好な焼結ができた。

1. 緒言

産業技術の発展に伴い、構成材料に対する種々の機能の要求は、ますますその強さを増している。高性能化材料は機械産業、電子産業、航空宇宙産業、輸送機器産業で開発が意欲的に進められている1)。特に、材料の表面を改質することにより材料バルクの性質を活かし、更に表面機能を付与した高機能化材料の創製が近年富に試みられるようになった2)。

また、MIM(Metal Injection Molding)技術の進歩につれて、その市場はこれまでの精密機械部品等の需要分野から、我が国的主要部品である自動車や電子部品に適用が進むと予想されている3)。

しかし、MIM製品の市場拡大を妨げる要因として、その製品価格の高さがある。

ガスアトマイズ粉末の価格は、精密鋳造品の製品価格とほぼ同価格で、この粉末を使用したMIM製品は精密鋳造品の3～5倍の価格となる4)。

したがって、これまでのMIM製品は特殊な形状を有するものや後加工の困難なものに利用されてきた。

本研究では、比較的安価な機械構造用合金粉末を用いMIM法で作成した成形体の表面に、ステンレス鋼粉末を用いた厚膜を塗布し、通常より原料コストをおさえて

高機能な表面を有する焼結部材を作成するための基礎的実験を行い、良好な結果を得たので報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材料

被覆対象材は、UFPテクノロジー社（米国）製SCM415粉末にアクリル系有機結合材を40vol%添加したコンパウンドをダンベル型引張り試験片形状に射出成形したものを使用した。

被覆材は、UFPテクノロジー社（米国）製SUS304L粉末に種々の流動化結合材を添加して用いた。両粉末ともに粒径は20 μ m以下のものを使用した。

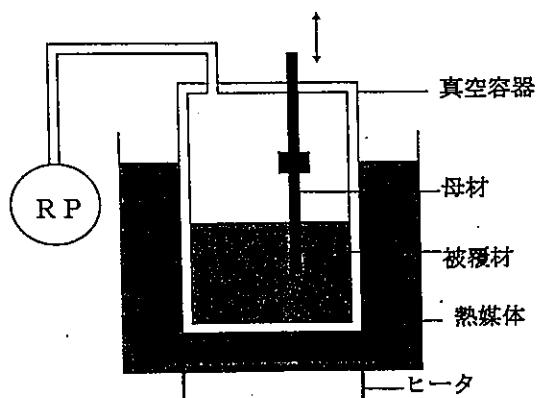


図1 真空浸漬装置の概要

* 生産技術部

** (株)九州ノゲデン

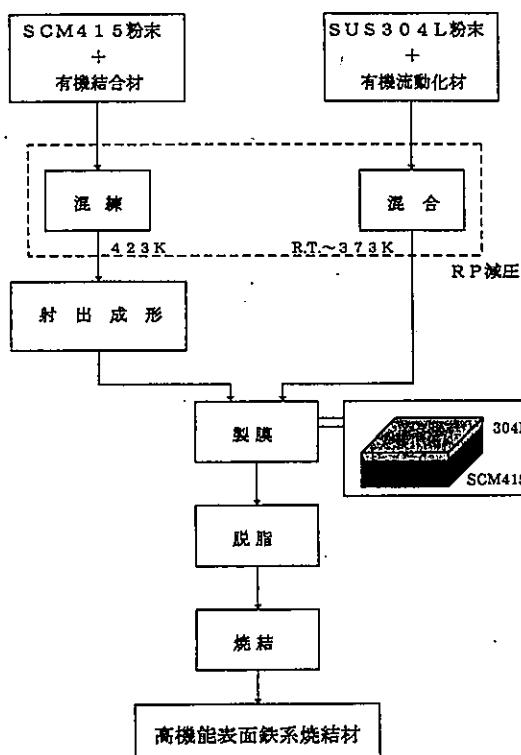


図2 厚膜作成プロセスの概要

使用金属粉末及び流動化結合材の諸特性を表1に示す。

表中の時硬性樹脂（エポキシ樹脂及びアクリル樹脂）は、ピューラ社（米国）製の顕微鏡試料作成用試料埋め込み樹脂を使用した。

なお、射出成形原料作成用結合材には前報⁵⁾で報告した、三菱レーヨン製ダイヤナールBR-105レジン、j中京油脂製セルナNE-119ワックスを重量比で1対1で混合したもの用いた。

2.2 実験装置及び処理方法

鈴木らの研究では、射出成形体表面に薄肉（0.3mm～2.0mm）の射出成形体を接着し脱脂・焼結することによって接合する方法で機能性表面の作成を行っている⁶⁾。

著者らは、より成形コストを低減するために、機能性表面の導入を塗布及び浸漬によって行った。

被覆対象と被覆材界面へのガスの混入を防ぐため、浸漬法のみ雰囲気をR.P.（ロータリポンプ）程度の真空とした。真空浸漬装置を図1、厚膜作成プロセスを図2に示す。

なお、エポキシ樹脂を流動化結合材として用いた場合は、脱脂工程で雰囲気に水素を用い分解を促進させた。

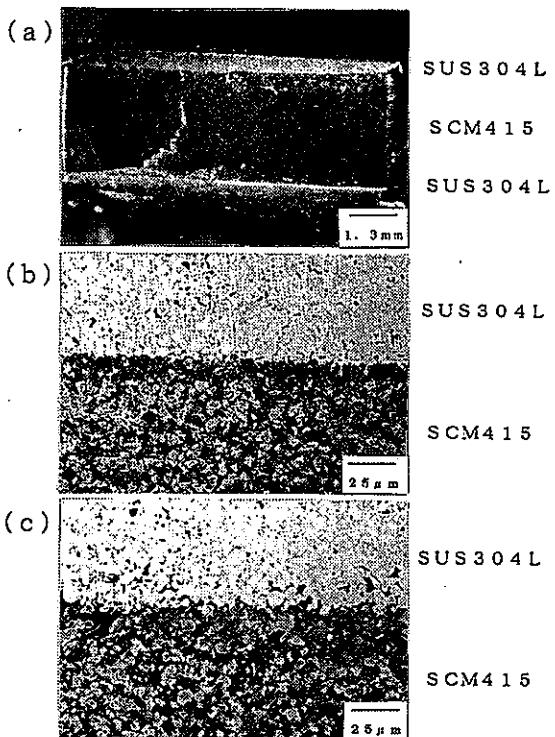
また、ステンレス鋼粉末を原料とした射出成形体の脱脂は一般に大気中で行われることが多いが、被覆対象材をSCM材とした今回の実験では、粉末の酸化を防ぐために雰囲気は大気圧の高純度窒素を用いた。

焼結雰囲気は加圧(1kg/cm²)及び大気圧の高純度窒素を用いた。

3. 結果及び考察

3.1 界面の観察

被覆対象材SCM415に被覆材SUS304Lを焼結させた接合界面（以下、SUS304L/SCM415接合界面という）の観察は、被覆材の流動化結合材としてエポキシ系樹脂を用い製膜した後、脱脂・焼結を行い、表面から垂直方向に切断し、たものを用いた。その結果を図3に示す。



(a) 焼結体断面 (b) 良好な接合部
(c) 亀裂の進展した接合部

図3 エポキシ樹脂を有機流動化材に用いたSUS304/SUS304L接合界面観察

(a)は断面を鏡面仕上げし、エッティングなしで実体顕微鏡を用いて撮影したものである。これより、良好な接合部分とそうでない部分が混在しているように観察された。しかし、金属顕微鏡による(b)及び(c)によると、接合不良部はSUS304L/SCM415接合界面にあるのではなく、接合部付近のSCM415（被覆対象材）側に進展した亀裂であることが分かった。

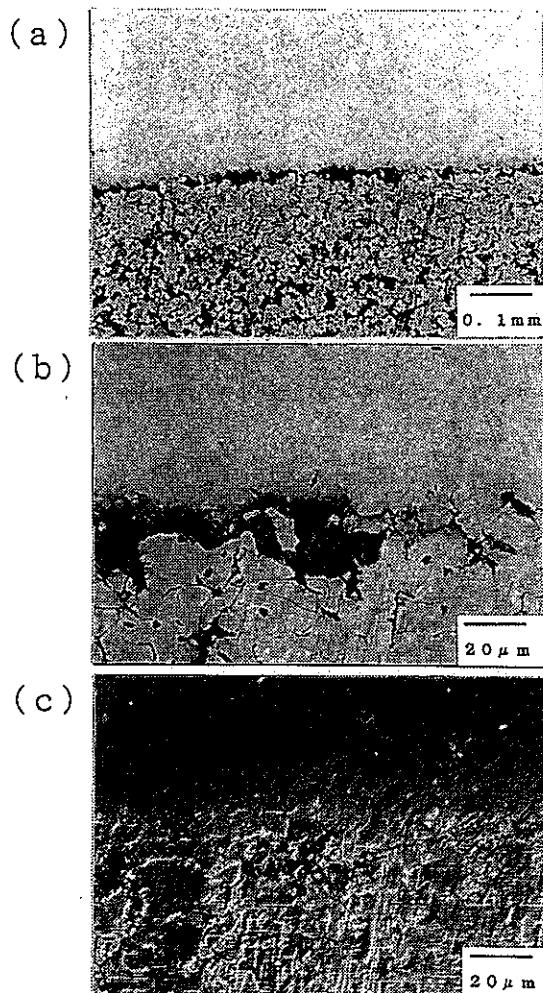
この現象は、他の試験片にも同様に発現し、脱脂時点での既に観察されたことから、被覆材の脱脂変形によるものではないかと考えている。

今回の実験で被覆材の流動化結合材として用いたエポキシ系樹脂は、金属粉末射出成形法に用いられる脱脂変形が少ないとされている⁷⁾ものを用いた。しかし、被

覆材の流動化結合材として膜状に固化させた場合、通常のMIM品と違い脱脂変形することが分かった。

次に、被覆材の流動化結合材としてアクリル系樹脂にワックスを添加したものを用い製膜した後、脱脂・焼結を行い、表面から垂直方向に切断しSUS304L/SCM415接合界面の観察を行った。

その結果を図4に示す。



(a) 焼結体断面 (b) 良好な接合部
(c) (b) における微分干渉像

図4 アクリル系有機流動化材（アクリル：ワックス=7:3）を用いたSUS304/SCM415焼結体の界面観察

(a)(b)は断面を鏡面仕上げし、5%ナイタル液でエッチングし金属顕微鏡で観察したものである。また、(c)は金属顕微鏡による微分干渉像である。これらの観察結果より、旧接合界面が消失し、組織的変化が無く欠陥のない良好な接合がなされていることが分かった。これは、被覆材料の流動化結合材組成が被覆対象材の結合材組成とほとんど近似であったことから良好な脱脂工程が実現

されたために欠陥の無い接合界面が創製できたと考えている。

さらにアクリル系樹脂を用い製膜後、脱脂・焼結した複合焼結体のSUS304L/SCM415接合界面付近のEPMAによる元素分析（線分析）の結果を図5に示す。

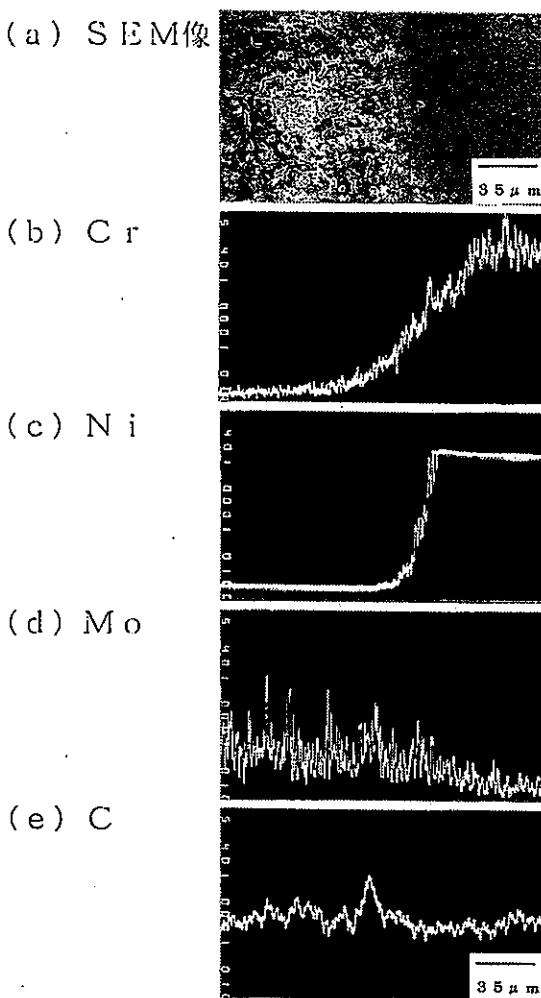


図5 アクリル系有機流動化材（アクリル：ワックス=7:3）を用いたSUS304/SCM415界面のEPMAによるSEM像及び中心付近の各元素における線分析結果

ニッケル、クロム、モリブデンの分布結果より、各元素濃度が連続的に変化しており、拡散が良好に進行したことが分かる。また、旧接合面付近で炭素濃度の上昇が見られた。これは、脱脂時にガス化した有機成分が旧接合界面を通じて排出されるため⁴⁾、最も多く残留したと考えている。

3.2 膜厚制御

金属粉末射出成形体自体が100°C付近から軟化する熱可塑性のものであることから、当初、被覆材は常温で流动性のあるエポキシ系樹脂としていた。しかし、硬化時間が限られていることから、時間とともに粘性及び流动性が変化することから、膜厚に再現性のある被覆が困難

であった。そこで、膜厚制御実験にはアクリル系樹脂を用いた。

今回、浸漬法での膜厚コントロールは、流動化結合材の組成及び被覆材の温度管理によって行った。流動化結合材は表1に示したとおり、アクリル樹脂／ワックスの比を1:9及び3:7にしたものを用いた。また、射出成形を140°C付近で行ったことから、被覆材料の浸漬時の加熱温度は80~130°Cに設定した。

表1 供試材の種類と特性

合 金 成 分 (wt%)	成 分 (wt%)								溶 解 度 (wt%)	流動 性 能			
	Cr	Ni	Si	Mn	Mo	Cu	S	O					
SCWHIS	1.13	0.12	0.31	0.85	0.28	0.01	0.15	0.01	0.08	Bal.	7.74	アクリル樹脂	
SSUSOH	1.16	11.9	0.67	0.09	-	-	0.02	0.00	0.06	0.05	Bal.	7.83	アクリル樹脂
有 機 系 被 覆 材 料	材 性	溶 解 度 (wt%)	軟 化 温 度 (°C)	软 化 程 度	软 化 手 法	软 化 时 间 (hr.)							
エポキシ樹脂	1.23	常温化	油性物質アミンの混合物添加			6.00							
アクリル樹脂	1.13	8~105	多種のモノマーを混合し射出成形			0.25							
①アクリル樹 脂+ワックス	0.99	110	アクリル:ワックス=1:1に混合し常温下放置			-							
②アクリル樹 脂+ワックス	0.98	80	アクリル:ワックス=7:3に混合しより強硬			-							
③アクリル樹 脂+ワックス	0.98	80	アクリル:ワックス=9:1に混合しより柔軟			-							

図6に被覆温度域でのレオロジ特性を示す。また、この温度域でのアクリル樹脂／ワックス比を1:9にした被覆材料での被覆膜厚と被覆温度の関係を図7に示す。

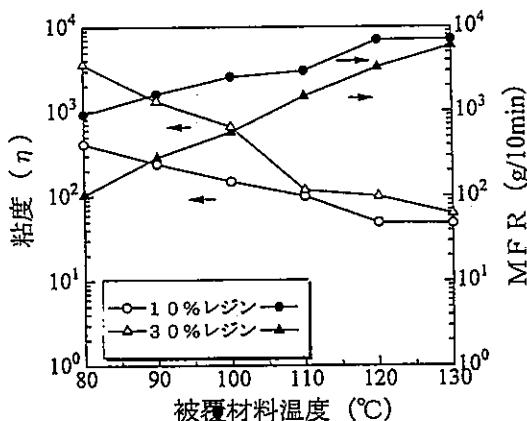


図6 被覆材料の物理特性変化

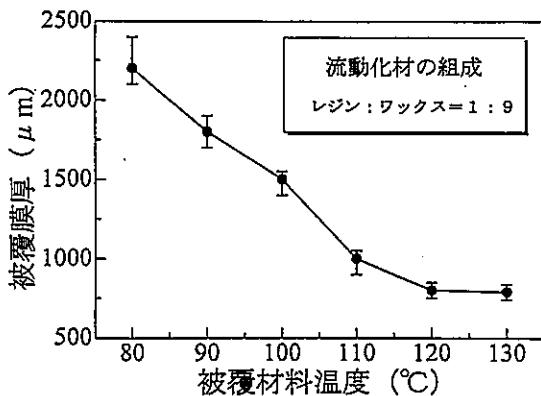


図7 被覆材料温度と膜厚の関係

図6より、アクリル樹脂10%のものが30%のものに比べ粘性が小さく流動性を示す指標であるMFR（メルトフロー率）が大きくなっていることが分かる。つまり、アクリル樹脂の添加量が少なくなると粘性が下がり、被覆材料の流れ量が大きくなることが分かる。

また、120°C超の温度域では流れ量がほぼ限界値に達していることもわかる。したがって、流れ量及び粘度が直線的に変化している110°C以下の温度域で浸漬塗布を行った方が安定した処理が行え、温度制御によって膜厚の管理が可能であることを示している。

これは、図7より被覆温度の上昇とともに110°Cまでは被覆膜厚が直線的に小さくなっている、それ以上の温度では温度上昇による薄膜化の程度が小さくなっている被覆材温度と膜厚の関係からも読みとれる。

更に、浸漬塗布は被覆対象材が140°C付近で射出成形したものであることから、より低温で行わなければならぬことや、実際の浸漬塗布実験で100°C付近から射出成形体の熱変形が始まることからも、100°C以下の温度域での浸漬塗布が今回の浸漬塗布方法に最適な温度域であることになる。

今回の実験では1000μm以上の厚膜の作成が可能であることが分かり、80~110°Cに被覆材料温度を制御することにより、温度の増減に対し直線的に膜厚を変化させることができることが分かった。

5. 結論

金属粉末射出成形法に用いられるステンレス鋼粉末を流動化結合材とともに射出成形体に浸漬塗布し、複合化する実験を行った結果、次のことが分かった。

- 1) 金属粉末を用いた厚膜の作成が可能である。
- 2) エポキシ樹脂を流動化材に用いて被覆材を膜状に固化させた場合、良好な接合部とそうでない部分が混在していた。
- 3) アクリル系樹脂を流動化材に用いて被覆材を膜状に固化させた場合、良好な接合部のみ得られた。
- 4) 接合部付近では組織的な変化がなく、元素濃度的にも連続変化が起きていることから、旧接合界面が消失した。
- 5) 浸漬塗布温度を80~110°Cに変化させることにより、被覆厚膜の膜厚を約1000~2000μmで制御できる。

文 献

- 1) 吉倉広志、『機能材料市場年鑑』、東京、(株)シーエムシー、p170-174(1992)
- 2) 表面技術研究協会編、『表面改質技術総覧』、東京、

- 産業技術サービスセンター, p.31-33(1993)
- 3) 素形材センター編. “粉末射出成形技術の事業化への展望”. 東京, 素形材センター, p.31-33(1996)
- 4) 素形材センター編. “粉末射出成形技術の事業化への展望”. 東京, 素形材センター, p.1-10(1996)
- 5) 上村誠. “結合材添加量による焼結材料の特性変化”, 本誌, p.27-32(1995)
- 6) 鈴木日出夫, “表面性状に優れた射出成形による粉末焼結体の製造方法”, 特開平5-51609, 日本
- 7) 斎藤勝義ら監修. “金属粉末の射出成形技術”. 東京, 株式会社総合技術センター, p.13-27(1988)
- 8) Radall M German, “Theory of Thermal Debinding”, Int.J Powder Metall, Vol.23(4) p.237-245(1987)

小形門型マシニングセンターによる小径穴貫通実験

—高精度機械加工における機能計測に関する研究—

村田勝*・富重定三*・石水泰夫*

Test of Drilling Small Through Holes Using a Compact Gantry-type Machining Center

—Study on Robust Design of the Function in High Precision Machining—

Masaru MURATA*, Sadami TOMISHIGE* and Yassuo ISHIGORI*

本研究は、機械加工の1/3を占めるともいわれている穴加工について、品質工学的手法を用いて高精度加工を行うための適正条件を求ることを目的とした。

今回は、被削材として炭素工具鋼鋼材を用い、0.2~2.0mmの小径超硬ドリルによる貫通穴加工について、加工条件として送り、主軸回転数及びステップフィードを取り上げ、加工穴の形状精度、穴内壁表面粗さ、切削除去及びドリル摩耗について検討した。

一般に、大径ドリル加工の場合と比較して直径が0.3mm程度から微小になるほど加工技術は確立されていないとされているが、0.2mm直径ドリルで加工検討の結果、送り80mm/min、主軸回転数8000~10000min⁻¹、ステップフィード0.2mm/回の条件下で穴形状精度 $\sigma \approx 0.006\text{mm}$ 、表面粗さ $R_{\max} \approx 9\mu\text{m}$ と概ね良好な数値を得ることができた。

1. 緒言

機械加工の1/3を占めるといわれる穴加工は、基本的で重要な加工であり、最近はエクトロニクス等精密加工部品の微小穴加工の需要が増加してきている。微小穴加工は、理論的に未解明部分もあり、現場の、いわゆるKKD手法(勘・経験・度胸)に頼る職人技等に負うところが大きく¹⁾、限界もあるとされている。したがって、今後いかに効率的、効果的かつ再現性よく加工条件の最適化を図り、安定的な加工精度を保持してゆくかが重要なポイントとなってくる。

そこで、今回はこの効率性、効果性及び再現性を満たす品質工学的手法を用いて、小径穴貫通加工時の適正加工条件について検討を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1 実験機器

本実験に使用した穴加工機械は、A社製小形門型マシニングセンターである。穴加工用ドリルは、前加工用(もみ付け)にセンターホール超硬ドリル(直径0.4mm)を、本実験用にドリル直径0.5、1.0及び2.0mmの超硬ストレートシャンクドリルを用い、追加実験用には0.2mmのものを用いた。

* 生産技術部

切削剤¹⁾は、ダフニTU30(出光興産(株)製、油性)を用いた。

被削材は、炭素工具鋼鋼材(SK3)を用い、(穴深さ/穴径)の値を4~5の範囲に設定し被削材両面を研削仕上げして、ドリル直径に応じて被削材寸法を次のとおりとした。

ドリル直径1.0mm用被削材形状を57×57×厚さ5(mm)とし、直径2.0mm用では70×70×厚さ8(mm)とした。

又、ドリル直径0.5mm及び0.2mm用被削材のベースを70×70×厚さ5(mm)とし、更にその中央部に直径0.5mm用には30×30×厚さ2.5(mm)形状の平滑面を、直径0.2mm用には30×30×厚さ1.0mmの平滑面加工を施し、セッティングに際して周辺部で支持することにより加工中に中央加工部位に対して外力等の影響を及ぼさない構造とした。

また、ドリル加工後の被削材及びドリルは、加工直後の切削等の付着状態を残せるよう切削油を溶剤で簡単に落とす程度として測定に用いた。

2.2 計測機器

ドリル加工後の穴径測定及びドリル観察には、小型高倍率測定顕微鏡(オリンパス(株)、STM5-UM、最小読み取り量0.1μm)を用いた。

穴軸方向表面粗さは、被削材を加工穴軸方向にワイヤカット放電加工機で2分割としたものについて、表面粗さ形状測定機((株)東京精密、サーフコム570A)で測定した。

被削材への切削付着重量は、電子天秤(メトラ社、A

B204、最小読み取り量0.1mg)で計量した。

2.3 実験の方法及び評価関数

今回の実験では、被削材をSK3と固定し、実験要因として表1のようにドリル、実機主軸回転数、送り量、ステップフィード量を取り上げ、要因が加工精度に及ぼす影響を検討した。

実験は、まずセンタードリルによるもみ付け¹⁾を深さ0.1mmで本加工用穴径0.5(0.2)、1.0及び2.0mmに対応して各穴ピッチを2.4及び3mmのように設定して行った後、本実験では表1及び表2に示すように、直交表L₉に各要因・水準を割り付け、1行当たり10穴加工しこれを10回繰り返し合計100穴加工した。

表1 ドリル加工実験の要因及び水準

要因	水準			
	1	2	3	
ドリル径 mm	A	0.5	1.0	2.0
主軸回転数 min ⁻¹	B	6000	8000	10000
送り mm/min	C	40	60	80
ステップフィード mm/回	D	0.2	0.3	0.4

表2 ドリル加工実験の割り付け

実験 No	A	B	C	D	データ
1	1	1	1	1	
2	1	2	2	2	
3	1	3	3	3	
4	2	1	2	3	
5	2	2	3	1	
6	2	3	1	2	
7	3	1	3	2	
8	3	2	1	3	
9	3	3	2	1	

加工穴直径の測定は、11～20行目、41～50行目及び81～90行目についてワークの表裏両方向から合計60穴について行い、各行の穴直径平均値からドリル直径(時系列的には変化するが、この場合変化量が無視できる。)を差し引いた値(以下、穴偏差量という。)を求めて、これを代表的な評価関数とした。

加工穴表面粗さ測定²⁾に際しては、各被削材の41～50行目穴を前述のように2分割とし、小型高倍率測定顕微鏡を用いて、切屑付着物等のないクリアな縦断面部分であることが確認されたものについて(試料8～9点)のみ表面粗さRa、Rmax値を測定し平均値を求めた。

また、被削材への切屑付着量について説明するため、

ドリル加工前後の被削材重量を恒温室で計量し、この計量値とドリル加工により被削材から完全に除去されたと仮定した100個分の計算重量値との関係を求めた。

3. 実験の結果及び考察

3.1 加工穴の形状精度

加工穴のピッチ精度に関しては、機械自体の精度によるものと考えられることから、検討の対象から除いた。

今、仮にドリルがある点に位置決めされて次にドリル加工に入るとすれば、与えられた条件下でのドリル加工の運動の軌跡が、ストレートに加工穴へ転写されて影響を及ぼすものと推察される。

したがって、本実験では、測定が比較的容易で効率的な穴直径を計測して穴偏差量をもとめて、これを代表的な穴加工精度の評価関数と考えた。

ここで、穴偏差量をx_i(i=1,2,3,4,5,6)とすれば、x_iは微小な値ほど望ましい値(望小特性)である。これらの値を次式

$$\sigma^2 = (1/6)(x_1^2 + x_2^2 + x_3^2 + x_4^2 + x_5^2 + x_6^2)$$

$$SN\text{比} = 10\log(1/\sigma^2) \quad (\text{dB})$$

に代入して穴偏差量について望小特性のSN比を求める

表3 穴偏差量のSN比

実験 No	A	B	C	D	穴偏差量 のSN比 (dB)
1	1	1	1	1	40.34
2	1	2	2	2	40.53
3	1	3	3	3	35.79
4	2	1	2	3	30.68
5	2	2	3	1	28.85
6	2	3	1	2	29.46
7	3	1	3	2	22.53
8	3	2	1	3	26.10
9	3	3	2	1	25.74

平均値T=31.113

また、これを分散分析した結果を表4に示す。

表4のように誤差分散項がない場合は、最小のV_b値をこの場合誤差分散と考えると、V_bに比較して十分大きいV_A、V_B、及びV_Cが有意であることが分かった。

表3から穴偏差量の要因水準別SN比平均値を算出したのが表5で、これを要因別に効果を示したのが図1である。

表4 穴偏差量の(SN比)の分散分析

要因	f	S	V
A	2	3,075,352.66	1,537,676.33
B	2	33,820.67	16,910.33
C	2	192,182.00	96,091.00
D	2	12,644.67	6,322.33
S _t	8	3,314,000.00	

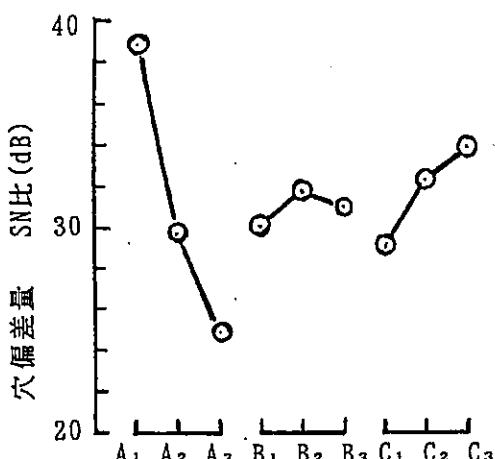


図1 穴偏差量の要因効果

表5 穴偏差量の要因・水準別 S N 比平均値

水準 要因	(dB)			
	A	B	C	D
1	38.89	31.18	31.97	31.64
2	29.66	31.83	32.32	30.84
3	24.79	30.33	29.06	30.86

図1から、要因毎の平均値の最大値(表5の強調数字)を組み合わせた条件A₁B₂C₂D₁(この場合、D₁=0.2mm/回という経験値も考慮に入れることにした。)が最適条件ということになるが、ここで、加工効率も考慮に入れて、送り条件を最大の80mm/minにセットし直して、A₁B₂C₂D₁で確認実験を行うこととした。

A₁B₂C₂D₁条件下での工程平均値μを推定すれば、次のとおりとなる。

$$\mu = A_1 + B_2 + C_2 + D_1 - 3T \\ = 38.08 \text{ dB}$$

これを穴偏差量に換算すれば、

$$10\log(1/\sigma^2) = 38.08 \text{ から}$$

$$\sigma = 0.0125 \text{ mm} \text{ となる。}$$

次に、A₁B₂C₂D₁条件下で確認実験を行った結果、SN比は38.38dBとなり、上記推定値と比較してほぼ一致し

再現性が確認された。

ここで、穴偏差量に換算すれば、

$$10\log(1/\sigma^2) = 38.38 \text{ dB}$$

$$\text{よって } \sigma = 0.0120 \text{ mm} \text{ となる。}$$

さらに、同条件下においてドリル直径0.2mmで追加実験した結果、次のように良好な穴偏差量が得られた。

$$10\log(1/\sigma^2) = 45.07 \text{ dB}$$

$$\sigma = 0.0056 \text{ mm}$$

3.2 加工穴表面粗さ

加工後的小径穴を穴軸方向に2分割後、顕微鏡による観察で、付着物等のない試料(8~9点)についてのみ軸方向表面粗さを測定した結果の平均値は、次のとおりであった。

本実験のうち、加工条件A₁B₂C₂D₁で直径0.5mmドリルによる加工穴の場合、Ra=0.5、Rmax=8.0μmであった。

確認実験(加工条件A₁B₂C₂D₁で、ドリル直径0.5mm)による加工穴の場合、Ra=2.0、Rmax=13.1μmとなり、追加実験(加工条件A₁B₂C₂D₁で、ドリル直径0.2mm)による加工穴の場合、Ra=1.1、Rmax=9.4μmという結果が得られた。

直径0.5mmドリル加工において、送り速度を上げることで表面粗さが少しだけ大きくなっているが、穴偏差量ではほとんど変化がなく、加工時間も短縮されるという良好な数値が得られ、0.2mm直径の場合についても概ね良好であった。

図2に直径0.2mmドリル加工穴表面粗さを、図3に直径0.5mmドリル加工穴表面粗さ測定結果の1例を示す。

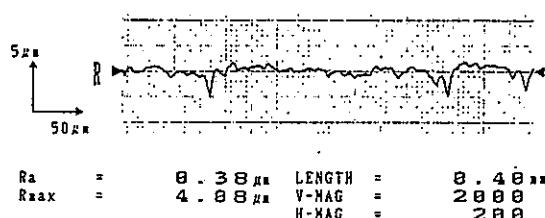


図2 直径0.2mmドリル加工穴の表面粗さ測定例

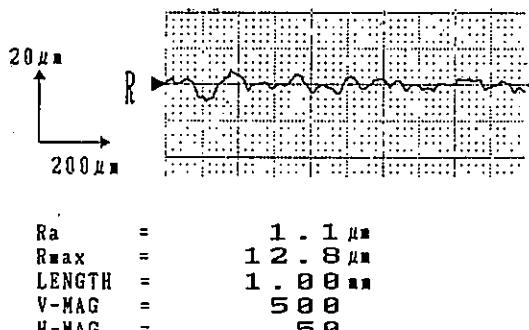


図3 直径0.5mmドリル加工穴の表面粗さ測定例

3.3 切屑除去について

一般に、ドリル加工により被削材から排除されるべき切屑重量は、ドリル加工前後の被削材重量差に等しくはならず、切屑が穴端面等に付着して仕上げ工程の手間をとらせることとなる。

ドリルは、ら旋状に切屑を排出してゆくわけであるが、今、ドリル直径の許容差が非常に微小であって加工穴1個分の切屑合計重量が（ドリル直径×被削材板厚h）の円柱重量で表されると仮定して、ドリル加工前後の被削材重量差M(g)とこの円柱重量との関係を、直径0.5及び1.0mmの場合について求めてみると、ミリグラムオーダの誤差で次式が成立することが分かった。

$$M = 0.0417h + 0.3232 \text{ (直径} 0.5\text{mm)}$$

$$M = 0.6390h - 0.0705 \text{ (直径} 1.0\text{mm)}$$

(ここでhは、被削材平均板厚mm)

なお、直径2.0mmの場合は上記のように有意な1次式は得られなかった。

いずれにしても、被削材に付着した切屑推定重量は、直径0.5mmのドリル加工で0.015~0.027g、直径1.0mmのドリル加工で0.055~0.059gと非常に微小範囲の値であり、切屑除去については、エアでブローするなど簡便な作業で仕上げられる程度のものであった。

3.4 ドリル損耗

今回の実験においては、ドリル刃部の一部には微小な逃げ面摩耗、チゼルエッジ摩耗、切刃摩耗、外周摩耗及びクレータ摩耗などが生じているケースも認められたが、定性的な傾向を把握できるほどのデータは得られなかつた。

しかし、現場では数千穴というドリル加工を行う場合もあり、ドリルによるヒット数(開孔数)とドリル損耗の相関性を明らかにし、経済的な工具交換等の結果が得られるように加工穴数を少なくとも10倍以上に上げる今後の実験にゆだねたい。

4. 結論

今回の実験をまとめると、次のようになる。。

(1) ストレートシャンクドリルについては、JIS B430.1にドリル直径の許容差が規定され、直径0.2mmと0.5mmでは、-0.010~0mm、1.0mmと2.0mmでは-0.014~0mmとなっている。

このように直径1.0mmドリルを直径0.5及び0.2mmドリルと比較すれば、静的にはわずか0.004mmの直径差であるが、1mm直径ドリルで加工後の穴直径のばらつきは、0.5mm直径の場合の3倍以上、0.2mmとでは5~6倍以上大きくなる。

(2) 加工条件の加工穴径に及ぼす寄与度の大きさ順でみると、送り、主軸回転数、ステップフィードとなり、数値的にはこの順序で80mm/min、8000~10000min⁻¹、0.2mm/回と0.2mm以下の小径ドリル加工においても適用できるものと推測される。

(3) 0.3mm以下の微小径加工においては、大径加工に比較し実際の加工技術は確立されておらず、画期的な方法がないとされ、独自の工夫などに負うところが多い。

(4) 微小径加工ともなれば、加工後の被削材の評価など容易なことではないが、逆に、各種の外乱、誤差要因等含めて実験を行う場合の品質工学手法の効率性、効果性及び再現性が發揮されるものと思われ、現場等での活用を奨めたい。

謝辞

今回の実験で、終始ご協力頂きました株式会社ジャバソリッチ各位に感謝いたします。

文献

- 1) 望月学、大峯恵.“特集;穴加工技術の最新動向”,機械と工具.Vol.39, No.10, p.39~43(1995).
- 2) 秋本伸幸ほか.“微小径深穴用光学式内径測定装置の開発”.精密工学会誌.Vol.62, No.4, p.584~588(1996).

超音波研削によるセラミックスの穴加工

—超音波アシスト加工技術に関する研究—

高橋孝誠*・八戸和男**

Machining of Holes in Ceramics by Ultrasonic Assisted Grinding

—Study on Ultrasonic Assisted Machining—

Kousei TAKAHASHI* and Kazuo YAE**

本研究では、各種構造用セラミックスに小径穴を加工する目的で、ダイヤモンド電着砥石を使用した超音波研削加工方式における送り速度と軸方向研削抵抗、穴あけ個数と軸方向研削抵抗、砥石の摩耗状態、加工穴の表面性状等についての検討を行った。

その結果、

- (1)超音波研削方式では、研削方式に比較すると研削抵抗は1/10以下に減少する。
 - (2)セラミックスの種類においては、アルミナのCIP、アルミナのHIP、ジルコニアのCIP、ジルコニアのHIPの順位で加工が容易である。
 - (3)電着砥石の摩耗形態は、研削速度ゼロとなる中心部から摩耗が進行しコーナ部に進展するとともに、コーナ部の摩耗も電着強度が落ちるため早期に摩耗する。
 - (4)加工穴形状は穴の10%程度のクラックが発生し、穴径は砥石の直径、振れに影響される。
- ことなどが分かった。

1. はじめに

近年、セラミックスの細穴加工が、各種のノズルやフィルター、軸受け、耐熱部品、電子機器関連を中心に多くなってきている。

小径穴加工方法としては、粉末成形時に素穴をあけ焼結後に仕上げ加工を行う方法、各種のレーザ加工、超音波加工、電子ビーム加工等が実用化されている。この中で、超音波加工はすでに実用化されている方法であるが、筆者らは平成元年度から、超音波加工と研削加工の複合である超音波研削加工方法を用いて、メタルボンドダイヤモンド砥石（直径10mm、内径7mmのコア砥石）を使用した各種セラミックスの穴加工に取り組んできた。その結果、研削抵抗が大幅に減少することによって、高能率な穴加工が実現できることを確認した^{a)}。

この方法で小径穴加工への適用を検討する目的で、ダイヤモンド電着砥石等を使用して、各種セラミックスの小径穴加工（直径0.5mm～2.5mm）を取り組んだので、その結果について報告する。

2. 実験方法

2.1 使用機械

使用した機械は（株）岳将製の超音波加工機（型式UT-404ZNC）であり、超音波発振周波数40kHz、発振出力700Wである。振幅はP-P値でmax20 μm、スピンドル回転数は50～4,000rpm可変である。

また、軸方向の研削抵抗は2分力動力計（佐藤工機製AST-BM）で測定を行った。

2.2 加工材料

加工材料は、アルミナセラミックス(Al_2O_3)、ジルコニアセラミックス(ZrO_2)のそれぞれCIP、HIP材の板厚3mmを用いた。セラミックスの物性を表1に示す。

表1 使用セラミックの物性

材質 物性値他	Al_2O_3 (CIP)	Al_2O_3 (HIP)	ZrO_2 (CIP)	ZrO_2 (HIP)
名称	AH-100S	NPA-1	Z-95	NPZ-1
メーカー	イリガシ	日本ケンテック	イリガシ	日本ケンテック
密度(g/cm^3)	3.9	3.97	6.05	6.10
曲げ強度 (MPa)	400	735	1700	1765
硬度(HRA)	92.8	93.8	91.0	91.5
熱膨張係数 ($\times 10^{-6}/\text{K}$)	7.1	7.4	9.2	10.5

* 生産技術部

** 九州東海大学工学部

2.3 工具

ダイヤモンド電着砥石の直径2.5mm(#100)、1.0mm(#140)、0.5mm(#325)を使用した。また、粒度の影響を見るため0.5mmは3種類(#140, 500, 1000)を使用した。

2.4 実験条件

実験条件は各材料の物性値に相違があるため同一の条件で行うことはできなかった。予備実験の結果をもとに、機械の仕様と砥石の組み合わせにより、加工可能と思われる加工条件をそれぞれの材料について設定した。

主な条件は、主軸回転数3000rpm、送り速度0.14~4.2mm/minの範囲内で設定して行った。研削液は、ソリュブル50倍希釈液を使用した。

3. 実験結果及び考察

3.1 ダイヤモンド電着砥石の穴加工特性

3.1.1 送り速度と軸方向研削抵抗の関係

図1に直径2.5mmのダイヤモンド電着砥石(以下電

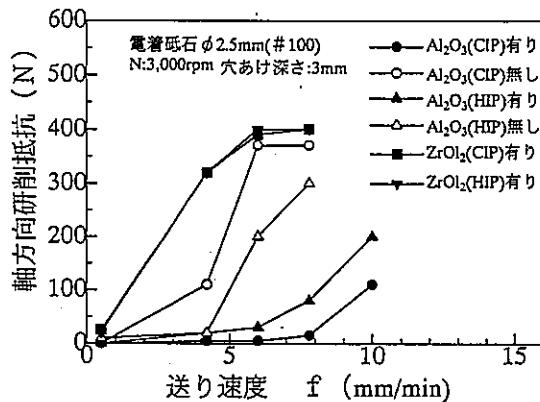


図1 送り速度と軸方向研削抵抗の関係

着砥石と称す)を使用した送り速度と軸方向研削抵抗の関係を示す。図1で有り、無しとあるのは、超音波付加が有りで研削のみが無しである。コア砥石の場合とほぼ同一の傾向を示す¹⁾、アルミナ系セラミックス(以下アルミナと略す。)のCIP、HIPとも超音波付加の場合、研削抵抗は1/10以下に減少する。アルミナの超音波研削では、送り7.8mm(2.3μm/回転)程度までは安定した加工が可能である。これが回転だけの研削になると、抵抗は急激に増加する。また、ジルコニアセラミックス(以下ジルコニアと略す。)では研削のみでは加工ができなかつたので、超音波研削の結果のみのデータである。CIP、HIPのいずれも4.2mmの送り速度で抵抗が400N程度になる。これもアルミナ同様にコア砥石と同様の傾向を示した。

ジルコニアでは、アルミナと比較して曲げ強度が高く、

破壊韧性値も大きいため、塑性流動型の研削形態を示すので超音波の効果がアルミナより少なくなることで研削抵抗が増加するものと思われる。

小径電着砥石の加工においては、切り屑排出が砥粒の突き出し部分しかないので、排出に関わる抵抗や砥粒そのものに対するダメージが発生する。超音波研削では、通常の研削のみに比較して、軸が振動することでクランクの進入や切り屑の排出を助成すること、振動速度で破碎性が良くなり先行クラックの発生も助長できることで研削抵抗の低下につながってくるものと考えられる。

図2に直径1.0mmの電着砥石を使用した場合の、送

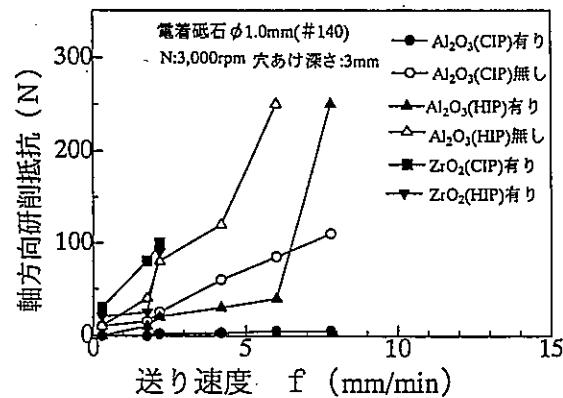


図2 送り速度と軸方向研削抵抗の関係

り速度と軸方向研削抵抗の関係を示す。図2の有り、無しは図1と同様である。2.5mmの電着砥石と同様の傾向を示しているが、抵抗値は砥石径に比例して少なくなっている。アルミナのHIPで有り、無し共に途中から急激に抵抗が増加しているのは、砥粒の脱落により加工不可能の状態になったものである。送り方向は強制駆動を行っているので加工が不可能になると砥石軸が曲がってくる現象が生じる。

3.1.2 穴あけ回数と軸方向研削抵抗の関係

図3に超音波研削によるダイヤモンド電着砥石(以下電

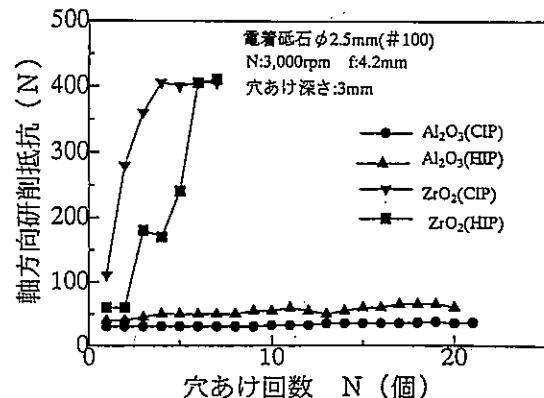


図3 穴あけ回数と軸方向研削抵抗の関係

着砥石と称す。)の直径2.5mm、粒度100を使用した

穴あけ回数と軸方向研削抵抗の関係を示す。送り速度は、予備実験で求めた軸方向研削抵抗が安定した領域である4.2mm/minとした。アルミナのCIP,HIPともに20回以上（総加工長60mm）の穴加工が可能であり研削抵抗も安定している。ジルコニアの場合はCIP,HIPともに7回程度の穴あけ加工で研削抵抗が急増し加工が不可能になった。工具の先端は砥粒層が完全に脱落した状況が確認された。

図4に摩耗形状の一例を示す。特に中心部分は研削速度

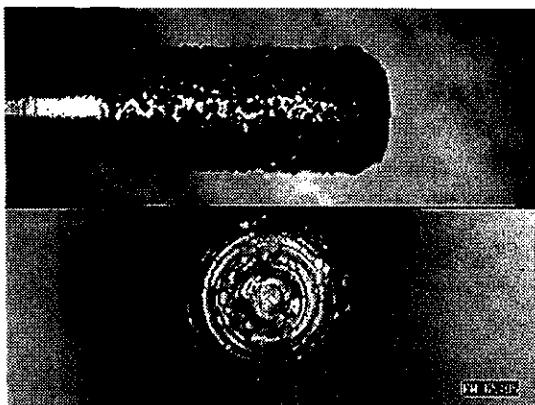


図4 電着砥石（ $\phi 2.5\text{mm} \#100$ ）の摩耗形態

がゼロになるため、押し切りの状態で砥石が送られる。そのため、中心部から砥粒の脱落が始まり、周辺へ広がって摩耗が進行していくと予想される。また、砥石コーナ部は、電着軸の直角部にあたるため、電着強度が低く脱落が起きやすい。そのため摩耗の進行も早くなっていく。この対策としては、コーナ部にR面かC面取りを行って電着することが考えられる。

図5に超音波研削による電着砥石の直径1.0mm、粒

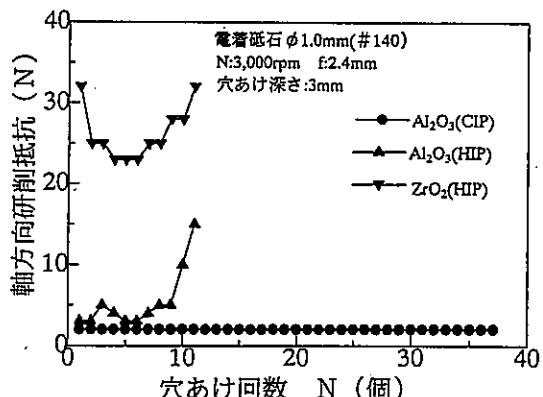


図5 穴あけ回数と軸方向研削抵抗の関係

度140を使用した穴あけ回数と軸方向研削抵抗の関係を示す。送り速度は、2.4mm/minである。アルミナのCIPでは研削抵抗も少なく37個以上の穴加工が可能である。アルミナのHIPは10個程度から研削抵抗の増加が急増し、砥石の摩耗も大きくなる。

ジルコニアはHIPの材料のみ実験を行っているが、送り速度を2.4mm/minに設定しているため、砥石直径2.5mmの場合より安定した加工ができている。これは送り速度が低下することによって、塑性流動形態の研削でも超音波の効果が発揮できるものと考えられる。

図6に超音波研削による電着砥石の直径0.5mm、粒

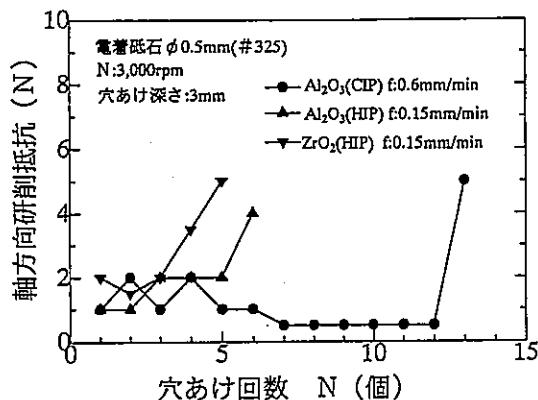


図6 穴あけ回数と軸方向研削抵抗の関係

度325を使用した、穴あけ回数と軸方向研削抵抗の関係を示す。送り速度は加工可能領域で設定し、アルミナのCIP材で0.6mm/min、アルミナのHIP材で0.15mm/min、ジルコニアのHIP材で0.15mm/minとした。

アルミナのCIP材は10個以上の加工が可能であるが、HIP材は送り速度を1/4にしても、CIP材の1/2程度しか穴あけができない。ジルコニアもアルミナのHIP同様の加工個数であった。

電着砥石1.0mmについて砥石粒度の違いによる穴あ

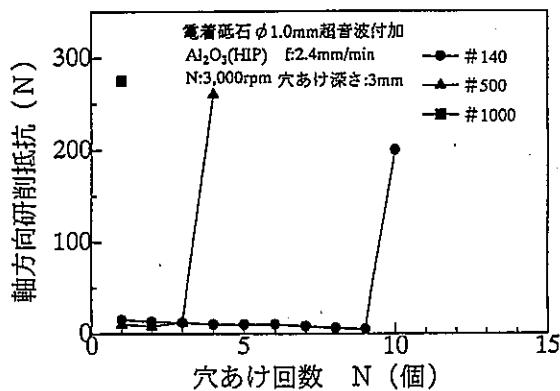


図7 穴あけ回数と軸方向研削抵抗の関係

け回数と軸方向研削抵抗の関係を図7に示す。被削材はアルミナ(HIP)で、送り速度は2.4mm/minである。

砥石の粒度が小さくなっていくと穴あけ個数が少なくなる傾向を示している。特に砥石粒度#1000では実験条件では1個の穴加工しかできなかった。これは前にも述べたとおり切り屑の排出は砥粒の突き出し部分しか持つ

ていないので、粒度が小さくなると排出に対する抵抗と、研削抵抗の合力にボンドの強度が耐えられないため、脱落が早くなるためと考えられる。超音波研削では、可能な限り砥石粒度を大きく選定することが工具寿命を延ばす対策につながってくると思われる。

3.1.3 穴の表面性状

加工穴の一例を図8に示す。材料はアルミナのHIP材

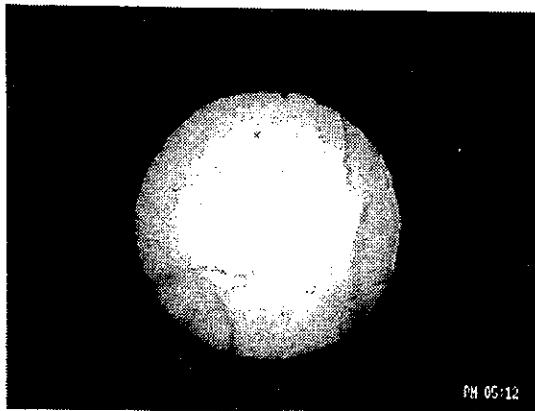


図8 加工穴（アルミナHIP直径1.0mm）

で、加工穴径は1.0mm、送り速度は2.4mmである。

穴のエッジに0.1mm程度のチッピングが発生しているが比較的良好な穴加工ができている。寸法精度は1.1mmから1.2mmである。これは本来の使用目的が治具研削盤に使用される電着砥石であるため、直径の寸法にバラツキがあること、また超音波加工機の主軸振れ精度も0.1mm程度発生していることによるものである。電着砥石の寸法精度を一定にすることは非常に困難であり、従って小径穴加工を電着砥石で行う場合には、10%から20%程度の拡大が発生すると考えなければならない。

4. 結論

ダイヤモンド電着砥石を用いて超音波研削方式によりアルミナセラミックス、ジルコニアセラミックスの小径穴加工を行い、種々の研削特性及び寿命について検討し、次の結果を得た。

- (1) 超音波研削による穴あけ加工では、通常の研削方式に比較すると、軸方向研削抵抗は1/10以下に減少する。
- (2) 加工の難易度はアルミナのCIP、アルミナのHIP、ジルコニアのCIP、ジルコニアのHIPの順位になるが、アルミナに比較してジルコニアの場合は研削抵抗が急増し加工が困難である。
- (3) 電着砥石の粒度によって寿命は変化し、粒度の小さいものは寿命は短くなる傾向を示す。
- (4) アルミナのCIP、HIP材ともに超音波研削方式で穴あけ加工では、板厚3mmにおいて30個（総加工長90mm）程度の加工が可能である。
- (5) 工具摩耗の形態は研削速度ゼロとなる中心部の摩耗とコーナ部の摩耗が大きくなる傾向を示す。
- (6) 穴加工精度は、チッピングが直径の1割ほど発生する。寸法精度は砥石の直径、振れ精度に起因するが、10~20%は大きくなると予測される。

文 献

1)高橋孝誠、石冰泰夫、八戸和男。

“アルミナ、ジルコニアセラミックスの穴あけ及び溝加工特性”、本誌、No. 29, P・30-42 (1990)

クロール型階段昇降機の折返しのある階段への適応

森山芳生*・橋野 賢**

Application of a Crawl Type Stair Lift to Turned-back Stairs

Yoshio MORIYAMA*, Satoshi HASHINO**

階段昇降機の機構として全く新しいクロール型を開発し、直線階段、らせん階段に適用させ、その有効性と実用性を確認した。ここでは更に進めて、一般的な建築物に見られる折返しのある階段に適応できる装置の開発を行った。

折返しのある階段への適応は、これまで開発されている直線階段対応とらせん階段対応の装置を組み合わせて構成することで可能であるが、直線部とらせん部の遷移部分において両方の駆動ガイド（円盤の回転運動を直線運動に変換する部分）を接続したものが必要になり製品化する上で極めて不利である。

本研究では、回転円盤の外周部に等間隔に取り付けられた回転自在のローラの数を従来の4個から5個に増やすことで遷移部分を含まないようにした。

更に、製品化する上で重要な課題となる取り付け方法についても検討を行い、駆動ガイド取り付け部のユニット化設計も試みた。

1. はじめに

車いす利用者にとって、段差・階段は社会参加を妨げる大きな障害物である。現在階段を昇降するシステムとしてエレベータ、エスカレータ、天井走行式リフタ、クローラ等いくつか存在するが、大がかりな工事を必要としたり、コストが高い、乗り心地が悪いなど様々な問題を抱え普及するには至っていない。

そこで、われわれは円盤の回転運動を直線運動に変換し、昇降装置本体を上下に移動させることができるシンプルな機構の「クロール型階段昇降機」について開発を行った。

なお、本システムは機械技術研究所福祉応用研究室において研究され、直線階段、らせん階段にそれぞれ対応したプロトタイプがすでに開発されており、設計方法等については参考文献1)、2)に詳述している。本装置も同様の解析を行っているが、本報告での説明は省略する。

今回はさらに駆動ガイドの設計および運動解析を行い、一般的な建築物に見られる折返しのある階段に対応できるシステムの開発を行った。また、複雑な3次元曲線を描く駆動ガイドの壁面への取付が容易にできるよう取付方法についても検討し、この部分のユニット化についても研究を行った。

2. 本システムの原理と構成

円盤を直線上で滑らかに転がすと円周上の1点はサ

イクロイド曲線を描く。逆に円周上の1点をサイクロイド曲線に沿わせて移動させると、円盤の中心は直線軌道を描く。そこで、本研究では回転する円盤の外周部に回転自在なローラを複数個等間隔に設置し、これらのローラを「駆動ガイド」に沿って移動させることで、円盤の回転運動を直線運動に変換させ、装置本体を上下に移動させている。

図1にシステムの概略を示す。本システムは移動本体と壁に設置される移動ガイド、駆動ガイドから構成される。移動本体の裏面にモータに連結された回転円盤とローラがある。

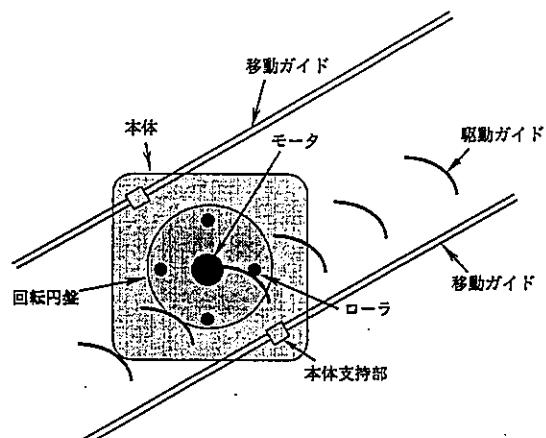


図1 クロール型階段昇降機の概略図

3. 本システムの特徴

本階段昇降装置には、次に述べるような様々な特長を

* 生産技術部

** 工業技術院機械技術研究所

有している。

- (1) 駆動ガイドは、健常者にとっては手すりに相当する移動ガイドより壁側にあるため、これらガイドが健常者の歩行の妨げになることはない。すなわち、健常者との共存が可能である。
- (2) 駆動ガイドはパイプで構成され、ローラがその上を滑るだけであるから潤滑の必要がない。また、駆動ガイドは上面のみを使用するので、下面に飾りを付けることによって機械のイメージを和らげることもできる。
- (3) 駆動ガイド、移動ガイドともにパイプで構成され、鋭いエッジがないため、子供などが不注意によってけがすることはない。
- (4) モータと回転円盤はウォームギアで連結されているために、停電によって円盤が回転することはない。また、回転しない円盤は駆動ガイドと干渉するためには、停電時に滑落することもなく本質的に安全である。
- (5) 構造が極めてシンプルであるため、低コスト化が期待される。
- (6) 直線階段においては、駆動ガイドの形状は階段の傾きに無関係である。

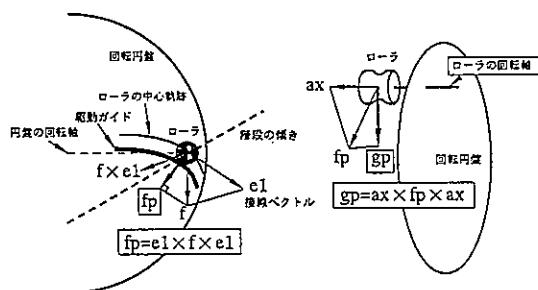


図 2 駆動ガイドの解析条件

4. 駆動ガイドの設計

本研究で最も重要な部分である駆動ガイドの設計について図 2 に示す。

まず、円盤の回転に伴うローラ中心の描く軌跡を求め、その接線ベクトル e_1 とローラの回転による力 f のなす平面上に fp を算出する。さらにこの fp とローラの軸方向ベクトル ax のなす平面上にベクトル gp を算出する。このベクトル gp の延長線上に駆動ガイドの中心がくるように設計を行う。駆動ガイドの算出は階段の種類によらず常にこの方法を用いる。こうして算出した駆動ガイドは、シミュレーションより得られた本体を持ち上げるのに効的な範囲である約 $2\pi / (\text{ローラの本数})$ の部分を用いている。

5. 折返しのある階段への適応

折返しのある階段への適応は前述の算出方法より得られた直線階段、らせん階段の駆動ガイドを組み合わせることによって可能である。図 3 に折返しのある階段に対応

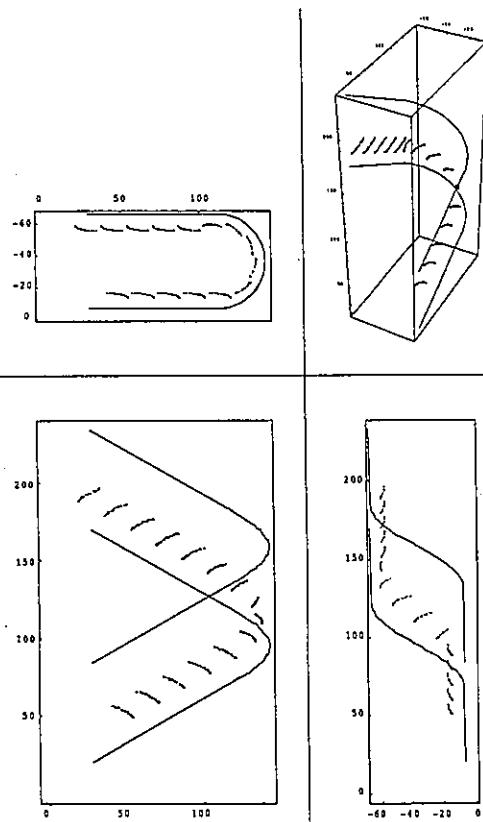


図 3 折返しのある階段に対応したシステム

させたときの概略図を示す。しかし、これまで研究してきたローラが 4 個の場合では直線部とらせん部の遷移部分において不連続な部分が生じ両方の駆動ガイドを途中で接続したものが必要となり計 4 種類の駆動ガイドが必要となる。ローラの個数は駆動ガイドの数と力伝達効率から得ているが、多種類の駆動ガイドの設計を行うことは製品化する上で非常に多くの手間とコストを要する。そこで、本研究ではローラの数を 5 個に増やし、ローラが駆動ガイドに最初に当たる位置を円盤中心軌跡に合わせることによって遷移部分をなくした。この結果、駆動ガイドは直線階段部とらせん階段部の 2 種類ですむことが確認できた。図 4 に遷移部分の状態を示す。

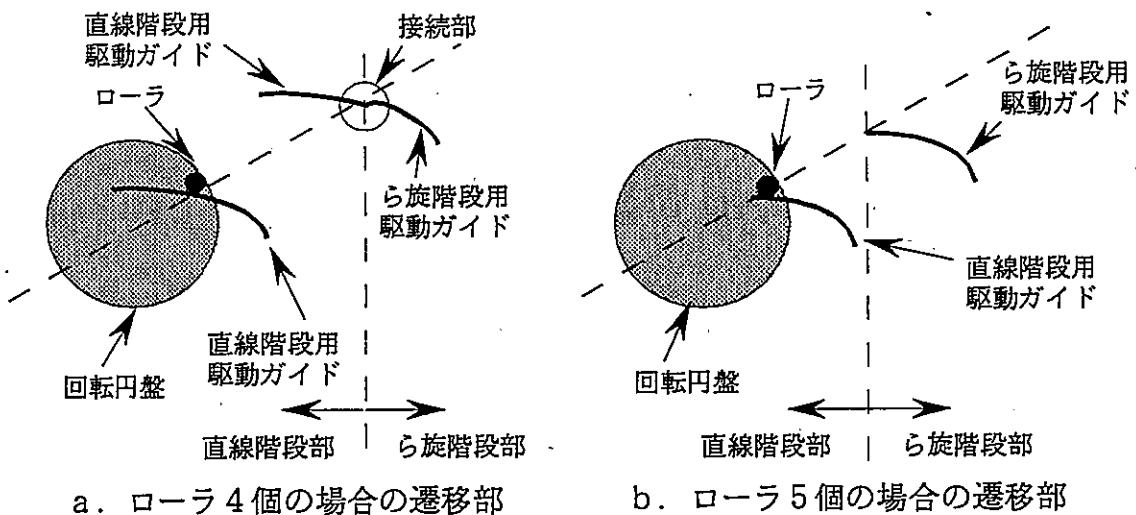


図4 ローラ 4 個の場合と 5 個の場合の比較

6. 駆動ガイドのユニット化

解析の結果得られる駆動ガイドは3次元曲線を描くので壁面への取付は困難を要する。

そこで、駆動ガイドの端点と壁面のある1点をベジェ曲線で結び全体を1つの曲線にすることを考案した。駆動ガイド端点と壁面上の点の間に制御点を2つ設け、この制御点の位置を変えることでベジェ曲線の曲率半径を変化させ目的とする曲線を生成させる。駆動ガイドはパイプを曲げ加工して作製してあるので曲率半径が小さい場合、加工することができない。

こうして作製した駆動ガイドを板に取り付けユニット化しこの部品をそのまま壁面に付ければさらに設置が容易になる。

7. まとめ

クロール型階段昇降機において、より実用的なシステムの研究を行い、以下の結論を得た。

(1) 直線階段対応、らせん階段対応のシステムを組み合わ

せて折返しのある階段に適応できるクロール型階段昇降装置について解析を行った。

(2) 回転円盤の外周部に取り付けたローラの数を4個から5個に増やすことで直線部とらせん部の遷移部分をなくすことが確認できた。

(3) 駆動ガイド端点と壁面をベジェ曲線で結び全体を1つの曲線でつなぎ、更に板に取り付けユニット化することで壁面への取付が容易になる。

今後の課題としては、踊り場のある階段への適応、らせん階段用駆動ガイドのユニット化が考えられる。

なお、本研究は職員研修事業で機械技術研究所で行ったものである。関係者に深く感謝いたします。

文献

- 1) 橋野賢、猪川暁史。“身障者用階段昇降装置の開発”, 第16回バイオメカニズム学術講演会, p.249-252(1995)
- 2) 橋野賢、森山芳生。“螺旋階段対応クロール型階段昇降機の開発”, 第17回バイオメカニズム学術講演会, p.211-214(1996)

クランプフィルタを用いた試作マイコンボードの伝導・放射ノイズ特性 —電磁ノイズ両立性に関する研究—

上田直行*

Characteristics of Conductive and Emissive Electromagnetic Noise on the Trial Microprocessor Boards Using Clamp Filters
—Study on Electromagnetic Compatibility—

Naoyuki UEDA*

市販の電磁ノイズ対策用電子部品であるクランプフィルタ（フェライトコア製）を使用して、試作Z80マイコンボードの伝導・放射ノイズ試験を行った。伝導ノイズ試験では、疑似電源回路網(LISN)を用いて、マイコン電源線から導体内に発生する雑音端子電圧試験を行った。その結果、周波数10-30MHz帯で、最大で約10dB μ Vの低減効果が確認できた。また、放射ノイズ試験では、電波暗室を用いて、マイコン全体から空間に放射される雑音電界強度試験を実施した。その結果、周波数120MHz付近で、最大値約10dB μ V/mの減衰効果が得られた。また、垂直偏波のほうが、水平偏波よりも効果が顕著であった。周波数範囲は、30-300MHzで行ったが、全帯域で低減がみられた。電磁ノイズ整合性からみると、クランプフィルタの使用により、雑音端子電圧にも雑音電界強度にも減衰効果をもたらすことが分かった。

1. はじめに

電子機器の電磁ノイズに対する信頼性・安全性を確保するには、電磁ノイズ妨害(EMI)と電磁ノイズ耐性(EMS)の両面から検討する必要がある。すなわち、EMIまたはEMSの一方だけにしか機器のノイズ規格が満足できないのは、整合性において問題であり、EMIとEMSの両方の規格を満たす電磁ノイズ両立性(EMC)の確立が最終目標となる。一方、対象とする電子機器からみた電磁ノイズの発生と伝搬部位は、エンクロージャ（きょうう体）・電源・信号・アースの4箇所になる。また、電磁ノイズの伝送形態は、伝導ノイズと放射ノイズに分かれる¹⁾。

これまででは、単一のノイズ性能を満足すれば良かったものが、これからは複数のノイズ性能を同じタイミングで要求される傾向にある。

EMCの考え方からすれば、EMIまたはEMSの様々なノイズ項目に対しても、全て機器のノイズ規格が満足されねばならない。

そこで本研究では、EMIの伝導ノイズと放射ノイズについて検討を行った。対象機器は、Z80マイコンチップ搭載の試作ボードとし、対策部品は汎用のクランプフィルタを使用した。そして、疑似電源回路網(LISN)を使用して、ボード電源部の伝導ノイズを測定する雑音端子電圧試験並びに電波暗室を使用して、マイコン全体の放射ノイズを測定する雑音電界強度試験を行った。

2. 試験条件

2.1 被試験体(EUT)

試験用電子機器は、クロック周波数2.45MHzのZ80マイコンを搭載した試作ボードを用いた²⁾。この試作マイコンを通常の動作状態にして測定を行った。また、伝導ノイズについては、単に電源のみ入力した場合も測定した。

2.2 対策部品

電磁ノイズ対策部品としてよく使用されている市販のクランプフィルタを使用した。この仕様は、インピーダンスの周波数特性が1MHz-1GHzに対応して約25-300Ωのフェライトコアで製造されている。この部品の挿入は、試作マイコンの電源線のAC部、DC部、信号バス部、計測器用電源線、コンセント入力部とした。また、対策部品の有り無しで比較して試験を行った。

2.3 雜音端子電圧試験

試作マイコンの電源線に発生する伝導ノイズを測定した。電気回路は、疑似電源回路網(LISN)と試作マイコンとを直列に接続し、LISNからのノイズ信号を、スペクトラムアナライザへ入力した。

また、LISNの影響を除いて、試作マイコンのみからのクロックや電源線・信号線の近傍磁界測定、並びにこれらの相互関係をみるために、磁界プローブとノイズ波形が鮮明に表示できるアナログオシロスコープを使用した。

2.4 雜音電界強度試験

基本的には、前記のLISNを除去した試作マイコンとク

* 電子部

ランプフィルタを使って試験した。測定は3m法に従って、試作マイコンの回転方向、受信アンテナの水平・垂直偏波、受信アンテナの高さをパラメータとして、スペクトラムアナライザへ入力した³⁾。

2.5 評価法

2.5.1 規格

VCCI規格に準拠した⁴⁾。

2.5.2 評価法

2.5.2.1 雜音端子電圧試験

周波数0.15~30MHzに対する電圧で評価した。また、時間領域での信号の波形観測及び磁界波形を観測した。

2.5.2.2 雜音電界強度試験

周波数30M~300MHzに対する電界強度で評価した(図1、図2)。

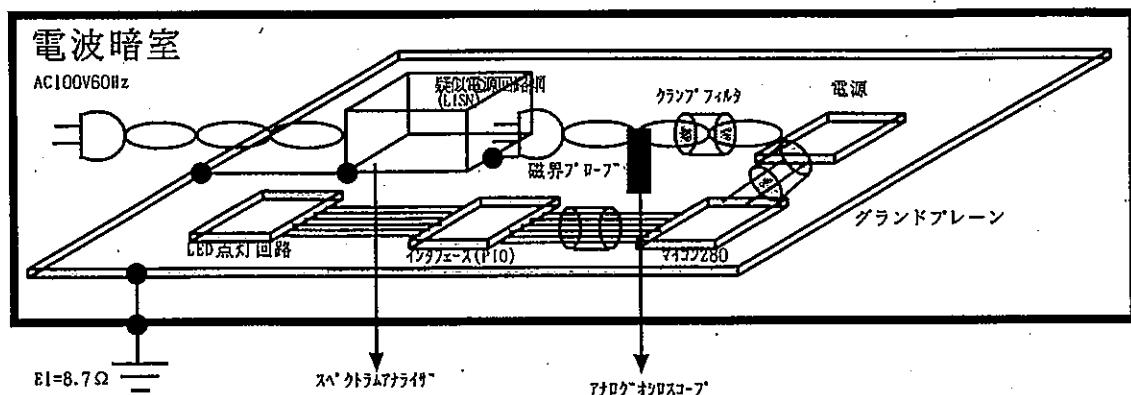
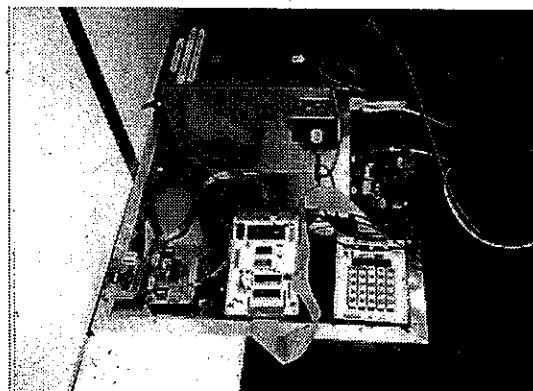
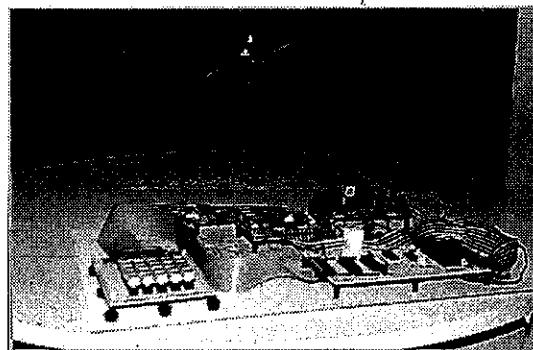


図1 雜音端子電圧試験システム



b) 雜音端子電圧試験



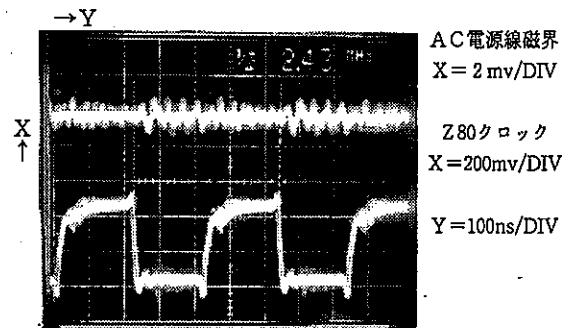
c) 雜音電界強度試験

図2 E M I 伝導・放射ノイズ試験

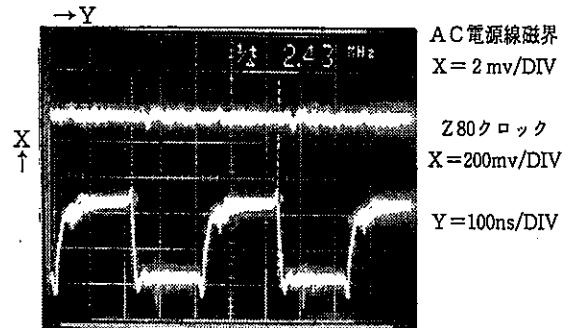
3. 試験結果及び考察

3.1 雜音端子電圧特性

まず、クランプフィルタの基本特性である放射効果について考察を行った。図3の交流電源線から空間に放射



b) クランプフィルタ無



c) クランプフィルタ有

図3 クランプフィルタの磁界低減効果

される近傍磁界波形観測結果から、明らかに交流電源線にクランプフィルタを挿入した場合が、挿入しない場合より減衰効果が得られた。一方、このクランプフィルタがZ80のクロック波形に影響を及ぼすかどうか測定した結果、若干ではあるが、有意な低減効果があるように思えた。これについては、後述の遠方電磁界のスペクトル解析で、その関連について考察する。

このクランプフィルタがノイズ低減効果を示す理由は、前記のフェライトコアの周波数特性に依存するが、クランプフィルタを挿入することにより、マイコン回路の特に高周波領域におけるインピーダンスが増加することが、その本質と考えられる。すなわち、電源側からみた元のマイコン回路の等価な電圧をv、電流をi、インピーダンスをzとすると、オームの法則に従い、

$$v = i \cdot z \quad (1)$$

となる。ここに、v、i、zはいずれも複素関数である。つぎにクランプフィルタを挿入した時の電流をic、インピーダンスをzcとすれば、電源は定電圧と考えられるので、

$$v = ic \cdot zc \quad (2)$$

に変化する。ここで、(1)と(2)の電流とインピーダンスを比較して、

$$zc > z \quad (3)$$

従って、

$$i > ic \quad (4)$$

が成立していると考えられる。

つまり、クランプフィルタを挿入することにより、インピーダンスが等価的に増加し、そのかわり電流が等価的に減少して、その積である電圧は両者とも等しくなるということである。

icが小さくなるということは、icによって発生する磁界が減少することを意味し、磁界の変化によって発生する電界も減少することになる。

また、クランプフィルタで磁界が減少する物理的理由は、その材料がフェライトでできており、磁界を吸収したために、電源線から発生する磁界が減少したと考えることが出来る。ここに、クランプフィルタとインピーダンスとの関係は、インピーダンスが増加すれば、電流が減少して磁界が減少するので、クランプフィルタの磁界吸収量も減少するという反比例関係にある。(図4)。

3.2 クランプフィルタの挿入個数と場所

一般には、すでに電子機器製造後は、実装スペースがない場合が多いので、クランプフィルタは電源線に挿入するのに向いており、内部回路へ挿入するのには、向きである。そこで、本試験では交流100V電源線のほかに、複数箇所クランプフィルタを挿入した場合の効果をみる目的で、直流5V電源線、フラットケーブル信号線

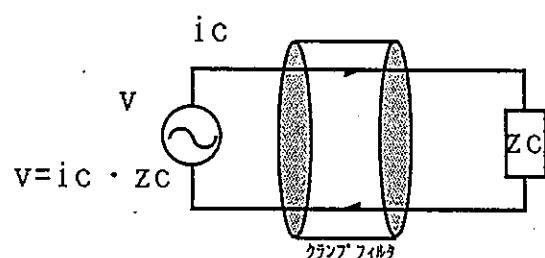
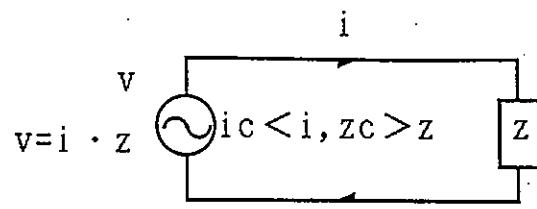


図4 フィルタ挿入有り無しの回路比較

にも同時に挿入してみた。結果は、相乗効果がはっきりと現れた。すなわち、1個より2個、2個より3個のほうが、交流100V電源線から空間に発生する磁界が漸次低減していった。このように異なる箇所に挿入することで、等価インピーダンスの増大、等価電流の減少に寄与していると考えられる。なお、直流電源による直流磁界には効果がなく、直流電源に重畠する高周波成分に対して、低減効果があることに注意する必要がある。

3.3 クランプフィルタの飽和現象

今回の試験では、同一箇所への挿入は、2個までが限界で、それ以上は効果がないことが分かった。また、電源の周波数30~300MHz帯域における放射電力測定用に、今回使用したクランプフィルタ素子十個に相当する吸収効果のあるフェライト製の吸収クランプを使用したが、特別に効果はなかった。これは、当該電流に比例した磁界を、クランプフィルタでほとんど吸収してしまえば、それ以上クランプフィルタを使用しても、フェライトのヒステリシス現象により磁界吸収が飽和てしまい、効果がなくなるためと考えられる。また、フェライトの高周波に対する吸収低減つまりインピーダンス減少も起因している。何れもこの本質をなすのは、透磁率の電流（磁界）や周波数に対する非線形性・飽和が原因である。

3.4 直流に対するクランプフィルタの挿入

マイコン用直流電源は、2本線で構成しており、+側が5V、-側が0Vすなわちコモンとしている。この+側に高周波成分の電圧が重畠しているので、+側にクランプフィルタをいたるほうが効果的であった。直流電源線で効果の小さい方から羅列すると、-側のみ挿入→+側のみ挿入→-側の両方に挿入→-側まとめて1個に挿入の順に効果があった。最後が最もよかったのは、クランプフィルタで線をまとめることにより、磁界もまとめて

吸収できると考えられる。

3.5 マイコンの電源・動作状態

マイコンのDC5VがONすなわち、クロックが動作しているだけの場合と、マイコンがソフトに従ってLEDを点灯させる動作状態との雑音端子電圧を比較した。その結果、クロックのみのほうが、最高約6dBほど大きかった。これは、たとえばクロックのみの電流値実測が2.3mAと約0.3mA動作状態よりも大きかったことで一応の説明がつく。もちろん、この場合低周波での実測であるが、高周波においても、同じ現象が発生していると考えられる。しかし、動作状態では、クロックのみと比べて、スプリアスノイズが多数増加し、電圧値も全体的に増加する特徴がみられた。要は、クロック動作だけでも、通常の動作状態をしのぐノイズが発生していることに注意する必要がある。

3.6 電波暗室電源の問題

雑音端子電圧試験では、電界強度試験の場合のように、アンテナやケーブルの補正は行わないで、平坦なバックグラウンドノイズが期待できる。しかし、実際試験してみると、最高15dB μ V程度のノイズが発生していた。本電波暗室用電源は、ノイズカットトランスやノイズフィルタで外部ノイズの侵入を阻止するようにできているが、もとの高圧六千ボルト引き込みのキューピクル電源が一緒であるため、この電源を使用している他の機器からの影響があったものと思われる。このような場合、安定化電源を使用するのも1手法として有効である。また、必ずしも安定化電源がよいとは限らないので、試験タイミングを別の時間や日にずらして実施することもよいと思われる。今回は、安定化電源を使用した場合が、使用しない場合より7~10MHz付近で約4dBほど多く出ていたので、安定化電源は使わなかった。なお、これは、バックグラウンドノイズを測定してわかったことであり、正規のデータをとるまえに、このようなノルマライズ動作をすることが望ましい。

3.7 クランプフィルタの物性

クランプフィルタは、交流電源（ツイストペア線に限らない）、直流電源、信号線、制御線のどこでも、外部から挿入することにより、その効果を確認できた。ここでは、電流を被破壊的に測定するクランプメータと比較しながら考察する。元の回路における磁束は、地絡事故などが無い限り、電流が同じであるから、往路の線路と復路の線路で大きさは同じで方向が正反対の磁束同士でキャンセルされる。しかし、往路と復路の外部には、磁束が照射されている。フィルタの場合は、高周波領域では、内外の全ての磁束を吸収するよう作用する。ただし、低周波ではこの作用は少ない。しかし、メータの場合は、鉄心（けい素鋼板製と思われる）で出来ているた

め、低周波領域では、内外の磁束を取り込んですべてキャンセルするため、測定は不可能である。もちろん、漏えい電流を測定するときは、この方法でよい。しかし、高周波では、この機能は果たさなくなる。従って、低周波において、1次側の電流を測定する場合は、単一電線ごとに挿入して測定しなければならないわざらわしさがある。

つまり、高周波領域ではメータを挿入しても、当該回路のインピーダンスは変化しないが低周波領域においては、一種の変流器(CT)を形成するため、その一次系のインピーダンスは、増加方向にあると考えられる。従って、商用電源周波数の厳密な計測には、注意をする必要がある。

周波数については、フィルタがMHz帯までの高周波用、メータが数百Hz帯までの低周波でその性能を發揮する。

ここで、吸収という意味は、磁気を磁性体である鉄心やフェライトコア内に閉じこめて、外部にできるだけ透過しないようにする現象である。しかし、後述するように、磁界の時間的な変化は電界を発生させることにより、結局メータに鉄心のヒステリシス損、渦電流損、残留損が発生するように、フィルタのフェライトコアも同様の損失が発生する。また、メータにもフィルタにも共にヒステリシス現象があるために、磁気飽和が存在し、飽和以上の磁界に対しては、吸収することなく外部に漏えい

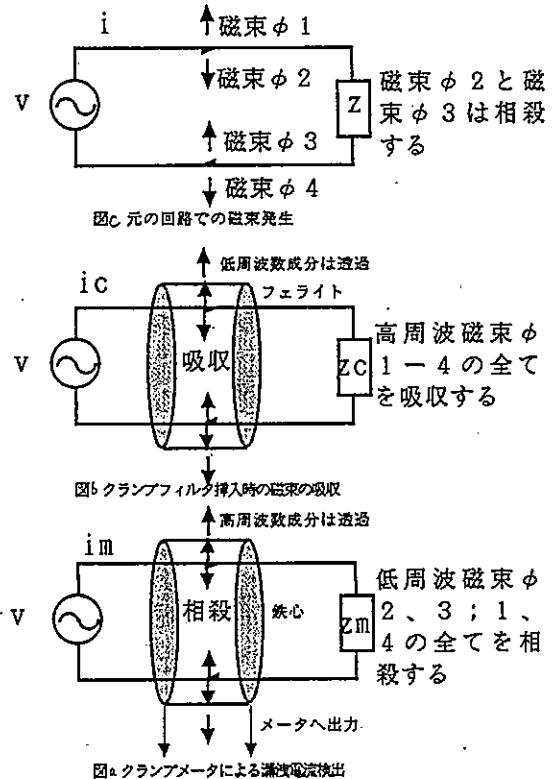
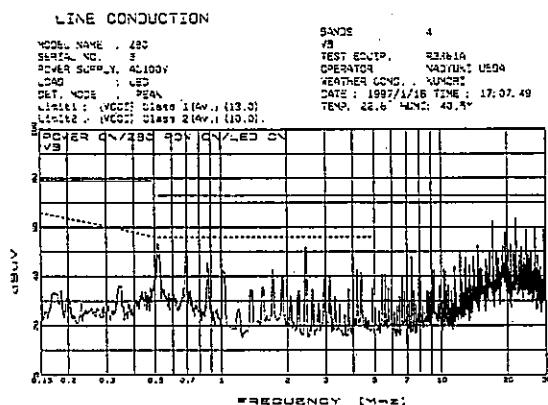


図5 フィルタとメータの比較

してゆくことになる。従って、両者ともに大電流に対する線形性に注意する必要がある。また、メータによる計測では特に、過渡応答性や位相特性も考慮する必要がある^{5~9)}（図5）。

3.8 雑音端子電圧試験特性

図6から分かるように、クランプフィルタ挿入前の20



図a クランプフィルタ有

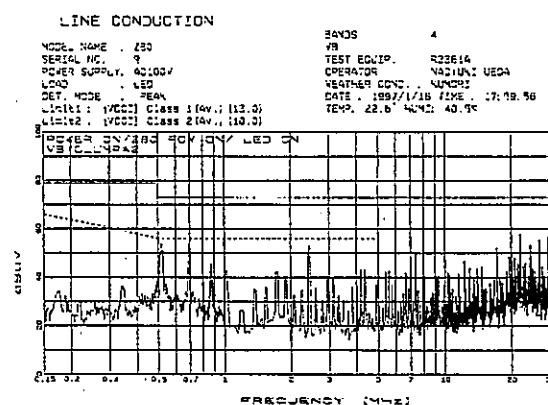


図6 雑音端子電圧試験結果

MHz前後の電圧は、最高約63dB μ Vで、VCCI規格からすれば規格外となつた。しかし、クランプフィルタを挿入した後の特性は、最高でも約58dB μ Vで規格を満足する低減効果が得られた。すなわち、約5dB μ Vの改善がみられた。最大の低減は、約19MHz付近の約62-52=10dB μ Vが得られた。

周波数では、10-30MHz帯で効果がもっともあらわれており、その他の周波数帯域では、ほとんど効果はなかった。これは、クランプフィルタのインピーダンスの周波数特性において、1MHzでは約25Ωであったものが、30MHzで約170Ωと約7倍に増加しているために、低減効果が顕著にあらわれたと考えられる。

すなわち、一見すると、クランプフィルタは、放射ノイズ用で内部の伝導ノイズには、効かないようと思われるが、前記のように内部等価回路において、等価インピーダンスの増加は、等価電流の減少へつながる。また、この雑音端子電圧特性は、Z80マイコンのクロック周波

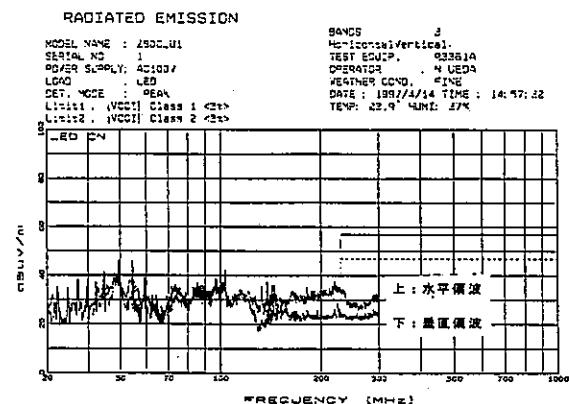
数2.45MHzの高調波成分がスペクトル特性にはほとんど寄与しているが、あまり高調波成分を除去しすぎると、クロック本来の機能が発揮できない恐れもあると思われる。

ただし、放射ノイズの場合は、すべての周波数のノイズを取り去ることが理想である。

また、クランプフィルタを挿入することにより、周波数のスプリアスがあらわれることはなかった。つまり、挿入前と挿入後の周波数スペクトラム分布は、0.15-30MHzにおいては同じであった。

3.9 電界強度試験特性

VCCI規格でいえば、規格内に納めることはできなかつた。しかし、全体的にみると、図7でみられるよう



図a クランプフィルタ有

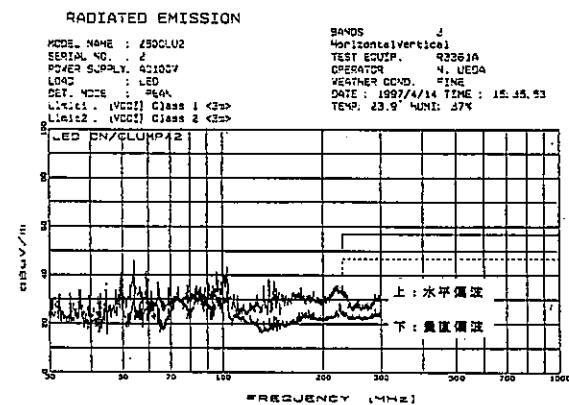


図7 雜音電界強度試験結果

に全周波数帯域にわたりかなりのクランプフィルタ使用による低減効果はみられた。最大は、120MHz付近で、約10dB μ V/mが得られた。この場合の特徴は、水平偏波と垂直偏波の周波数スペクトラムは同じであるが、電界強度は、クランプフィルタを挿入するほど顕著に差が開くことである。また、クランプフィルタの挿入は、垂直偏波のほうにより効果があることがわかった。しかし、水平偏波では、かえって電界強度が増加する場合もあるので、注意する必要がある。これは、当該周波数におけるクランプフィルタが、マイコン回路とたまたま共振ま

たは反共振現象を起こして、電界強度が増加する方向に動いたこと、更に余分のスプリアスが増加したことも考えられる。逆に低減しているのは、電界強度を減少する方向に動いたためと思われる。

クランプフィルタの低減効果は、前述のように、クランプフィルタを挿入したことによる等価インピーダンスの増加、従って等価電流の現象により、空間に放射する近傍磁界が減少したことによる。この現象は、アンペールの導電電流に対する法則から、マックスウェルの方程式を使って、

$$\text{rot}H = i \quad (5)$$

であらわすことができる。なおHは、磁界を示す。

この磁界の時間的な変化は、ファラディの電磁誘導の法則により、

$$\text{rot}E = -\mu \partial H / \partial t \quad (6)$$

となって、電界が発生することになる。なお、Eは電界、 μ は透磁率、tは時間を示す。

この電界が原因となって、再びアンペールの変位電流に対する法則を用いると、

$$\text{rot}H = \epsilon \partial E / \partial t \quad (7)$$

となって、磁界が発生する。 ϵ は誘電率を示す¹⁰⁾。

このようにして、電界と磁界が空間を伝搬し、近傍界から平面波としての遠方界として、光速で伝搬する。

この一連の物理現象において、

クランプフィルタの挿入→インピーダンスの増加→導電電流の減少→磁界の減少→電界の減少→電界強度[dB μ V/m]の減少

という流れで、クランプフィルタと電界の関係が説明できる。もちろん、電界源の場合は、(6)、(7)式の順で同様の説明がつく。

前記の周波数の関係で論ずると、0.15~30MHzでの電源から放射されるノイズは、明らかにクランプフィルタで低減できたわけであるから、高周波領域でも低減が期待できる。一方、クロック波形からは、あまり低減はないようであったが、本試験結果により、基本クロック周波数以外の高調波にも、クランプフィルタの低減効果がはっきりとあることがうらづけられたことになる。

3.10 伝導ノイズと放射ノイズの整合性

今回は、クランプフィルタを用いて、当初は放射ノイズ低減を期待して試験を行った。しかし、その効果は、伝導ノイズに対してもあることが分かった。今回は、両

者ともに低減効果があったが、EMCという観点にたてば、他のEMI試験項目やEMS試験で増加することも考えられる点に注意する必要がある。

4. おわりに

EMCの観点から、EMIの一部について検討した。すなわち、クランプフィルタを用いて、試作Z80マイコンの雑音端子電圧試験及び雑音電界強度試験を試みた。その結果、伝導・放射のいづれにも電磁ノイズ低減作用があることが分かった。今後、EMS試験を行い、EMIとの整合性を検討する予定である。

文 献

- 1) 上田、古賀、下塩、井手口、北村。“電磁ノイズの計測と対策に対する取り組みについて”。第11回熊本県産学官技術交流会資料集。熊本県工業技術センター他, p. 11305 (1997).
- 2) 上田直行。“TEMセルによるマイコンボードのイミュニティ試験”。本誌, No. 31, p. 17-23 (1993).
- 3) 上田直行。“試作マイコンボードの遠方電磁界における電磁波測定”。本誌, No. 33, p. 38-44 (1995).
- 4) 情報処理装置等電波障害自主規制協議会(VCCI)。“情報処理装置等電波障害自主規制協議会案内”。東京, VCCI, p. 10-11 (1993).
- 5) 荒木庸夫。“電磁妨害と防止対策”。東京, 東京電機大学出版局, p. 124-126 (1977).
- 6) 清水康敬。“電磁波の吸収と遮蔽”。東京, 日経技術図書, p. 97-128 (1989).
- 7) 山田直平。“改訂版電気磁気学”。東京, 電気学会, p. 239-255 (1968).
- 8) 山田一、宮澤永次郎、別所一夫。“基礎磁気工学”。東京, 学習社, p. 29-38, 52-53, 63-68 (1989).
- 9) 近角聰信“強磁性体の物理(下)”。東京, 裳華房, p. 225-275, 313-326 (1995).
- 10) 清水忠雄。“電磁波の物理”。東京, 朝倉書店, p. 10-18 (1991).

自己組織化ニューラルネットワークを用いた画像の領域分割

重森清史*

Image Segmentation Using Self-organizing Neural Network

Kiyoshi SHIGEMORI*

画像認識のために効果的な領域分割を行う手法として、階層型自己組織化モデル及びそれを用いた領域分割方法を提案し、実験によりその有効性を確認した。

従来の領域分割方法は、領域分割のためのしきい値をあらかじめ決定しておく必要のあるもののが多かったが、本手法は、Kohonenの自己組織化特徴マップを応用することにより、画像ごとあるいは画像内の濃度むら等の状態変化に対応して、領域分割条件を自動的に決定するという特徴を持っている。本手法は、屋外等における画像認識への効果が期待される領域分割方法であり、実験によりその有効性を確認した。

1. はじめに

画像の領域分割^{1) 2)}は、画像をある一定の特徴をもつ小領域ごとに分割する処理であり、セグメンテーション(Segmentation)と呼ばれる。画像の領域分割は、画像の理解のための前処理として必要不可欠で重要な処理である¹⁾。良好な領域分割を行うためには、領域間で差異のできるような適当な画像特徴量(色、模様等)及びしきい値等の分割基準を決定する必要があるが、それらの諸条件は画像ごとに異なり一定しない場合が多い。例えば、ロボットビジョンにおいては、使用環境が一定とは限らず照明条件に伴い画像状態が変化するため、それに応じて分割基準等の諸条件を画像ごとに決定しなければならないことが多い。また、外観検査の自動化への応用については、照明条件の影響が大きく、良好な検査結果を得るために、照明のセッティングに神経を使わなければならない。

そこで、本研究では、照明条件に影響されにくい領域分割を行うため、ニューラルネットワーク^{3) - 5)}のひとつであるKohonenの自己組織化特徴マップ⁶⁾を応用した階層型自己組織化モデル及びそれを用いた領域分割法を提案する。本領域分割法は、1) 画像状態に応じて、領域分割条件を自動的に決定する。2) シェーディング等の照明条件に影響を受けにくい。3) ノイズに強い。等の特徴があり、実験によりその有効性を確認する。

2. 階層型自己組織化モデル

ここで提案する階層型自己組織化モデルは、Kohonen

の自己組織化特徴マップを図1のように階層状に配置したものであり、各層のニューロン数は左側の下位層から右側の上位層に行くに従い減少し、最上位層では分割したい領域数に設定される。また、自己組織化の際、各層は独立して左端の下位層から順に右側の上位の層に向けて行われる。すなわち、第1層の自己組織化が終われば、その結果を基に第2層を自己組織化を行い、第2層の結果を基に第3層の自己組織化を行う。同様にして、下位層から順に最上位層まで自己組織化を行う。また、自己組織化用の入力信号として図1の一番左側にある最下位層では入力信号として、画像からサンプリングされた画素の位置情報と画像特徴量(画像濃度、テクスチャ等)を用いるが、それより上位の層ではひとつ下位の層からサンプリングしたニューロンのデータを用いる。

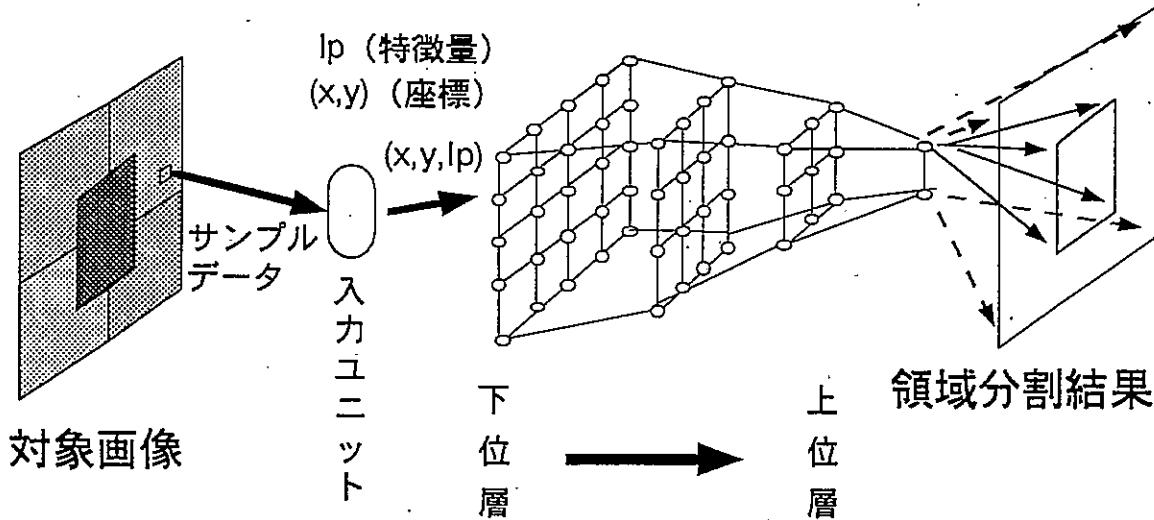
3. 領域分割方法

本モデルを用いた領域分割方法は、2段階からなる。第1段階は、サンプリングした画像データにより本モデル上に画像データを最上位層のニューロン数に分類するような変換器を構成する処理であり、これを自己組織化過程とする。第2段階は、自己組織化された本モデルに画像上の全ての画素を入力し最上位層のいずれかのニューロンに分類する処理であり、これを画像分類過程とする。以下にその詳細を述べる。

3.1 自己組織化過程

本過程は画像を指定の領域数に分割するための変換器を階層型自己組織化モデル上に構成する処理である。すなわち、画像からサンプリングしたデータを基に画像データを階層型自己組織化モデルの各層のニューロン数に分類するように自己組織化させ、階層が上るごとに徐々に

* 電子部



ニューロン数に応じて分類数を減らしながら、最終的に最上位層のニューロン数に分類するような変換器を本モデル上に構成する。

各層における自己組織化は、最下位層では画像から直接データをサンプリングし、それ以外の層ではひとつ下位の層からデータをサンプリングする。例えば、第J層にサンプリングデータ $x_{j,i}$ が入力されると、n次元ベクトルからなる第J層のk個のニューロン $m_{j,i} = (\mu_{j,1}, \mu_{j,2}, \dots, \mu_{j,n})$ （但し、 $i=1 \sim k$ ）の中から、(1)式により入力信号 $x_{j,i}$ にユークリッド距離が最も近い最適一致ニューロン $m_{j,i}$ が選択され、(2)式により $m_{j,i}$ と $N_{j,i}(t)$ で示される近傍ニューロンの重みが、入力信号 $x_{j,i}$ に近づくように重みの更新が行われる。そして、このサンプリング及び重み更新処理を繰り返し行うことにより第J層の自己組織化が行われる。

$$\| D_{j,i}(x_{j,i}(t) - m_{j,i}(t)) \| = \min \| D_{j,i}(x_{j,i}(t) - m_{j,i}(t)) \| \quad (1)$$

$$m_{j,i}(t+1) = \begin{cases} m_{j,i}(t) + \alpha_{j,i}(t) \cdot (x_{j,i}(t) - m_{j,i}(t)) & (i \in N_{j,i}(t) \text{ の場合}) \\ m_{j,i}(t) & (\text{それ以外}) \end{cases} \quad (2)$$

ここで(1)式の $D_{j,i}$ は第J層への入力信号 $x_{j,i} = (\varepsilon_{j,1}, \varepsilon_{j,2}, \dots, \varepsilon_{j,n})$ の各ベクトル成分の自己組織化に対する重みづけを決定する(3)式に示すような対角行列であり、これにより $\varepsilon_{j,1} \sim \varepsilon_{j,n}$ の中の特定のベクトル成分に重きを置いた自己組織化を行うことができる。

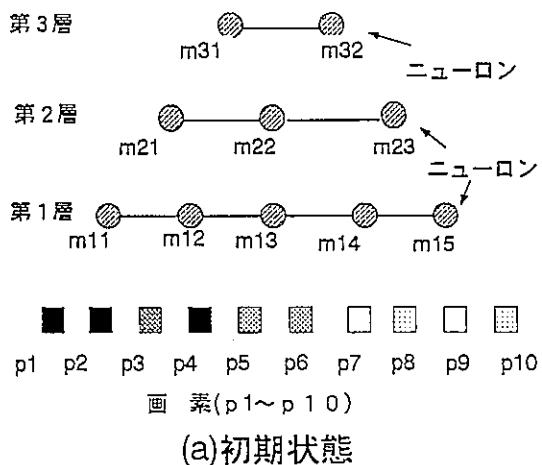
$$D_{j,i} = \begin{bmatrix} r_{j,1} & 0 & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & r_{j,2} & 0 & \cdots & \vdots \\ 0 & 0 & \ddots & \cdots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \ddots & \ddots & \vdots \\ 0 & 0 & \cdots & r_{j,(n-1)} & 0 \\ 0 & 0 & \cdots & 0 & r_{j,n} \end{bmatrix} \quad (3)$$

また、(2)式の $N_{j,i}(t)$ は位相的近傍ニューロン、そして、 $\alpha_{j,i}(t)$ ($0 < \alpha_{j,i}(t) < 1$) は利得係数を示し、両者とも時間とともに小さくなる。

このようにして各層の自己組織化を行うと、各ニューロンは、画像の微小エリアあるいは下位層の一部のニューロンを代表するような値に変化し、階層が上位に行くにつれて、次第に階層型自己組織化モデル上に画像を最上位層のニューロン数に分類する変換器が構成されることになる。

図2の例を用いて説明する。図2(a)は3層からなる階層型自己組織化モデルであり、画素10個($P_1 \sim P_{10}$)が1列に並んでいる。階層型自己組織化モデルは最下位層である第1層が5個、第2層が3個そして最上位層の第3層が2個とし、画像特徴量として画像濃度を用いるとする。なお、各ニューロンは白と黒の中間くらいの濃度に初期化しておく。そして、各ニューロンを3次元ベクトルとし、任意に選択した画素(P_1 ; 但し、 $l=1 \sim 10$)のx座標を ε_1 、y座標を ε_2 及び画像濃度を ε_3 とした入力信号 $x = (\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3)$ を階層型自己組織化モデルに繰り返し入力する。そして、 $D_{j,i}$ を下位の層では位置情報(x座標、y座標)の重みづけを大きく、上位層では画像濃度の重みづけを大きくするように設定する。例えば、図2(b)のように画素 P_2 と P_3 がサンプリングデータとして選択されたとすると、(1)式により第1層のニューロンの中から、 P_2 に対してはニューロン $m_{1,2}$ が、同様

に P_1 に対しては m_{11} が最適一致ニューロンとして選択され、(2)式により重み更新を行うと m_{11} と m_{12} はそれぞれ P_2 及び P_7 に近づいた値に変化する(図2(b))。同様に任意に選択したサンプリングデータを繰り返し第1層に入力すると、最終的に第1層の5つのニューロンは、その下にある近傍のいくつかの画素を代表するよう

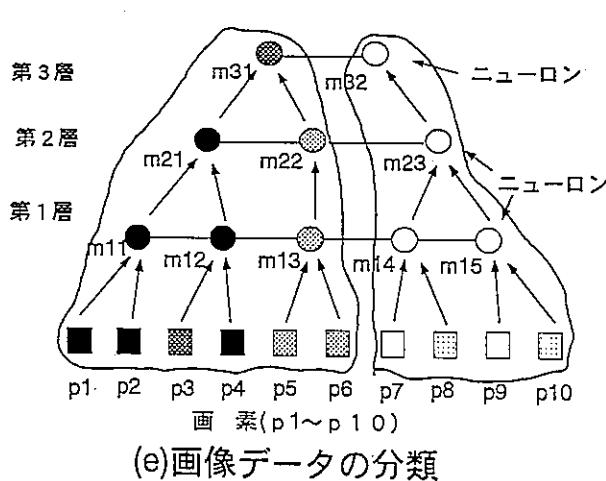


3層
m31 m32 ニューロン

2層
m21 m22 m23 ニューロン

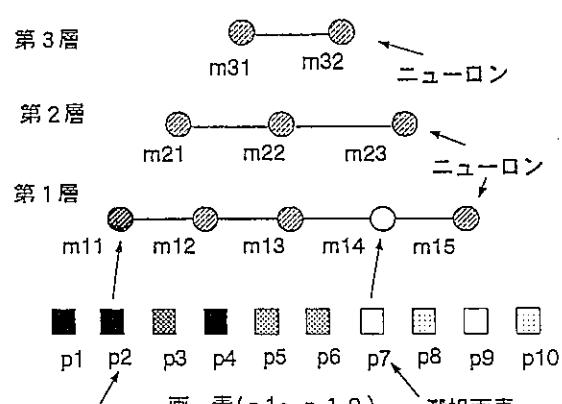
1層
m11 m12 m13 m14 m15 ニューロン

p1 p2 p3 p4 p5 p6 p7 p8 p9 p10
画素(p1～p10)

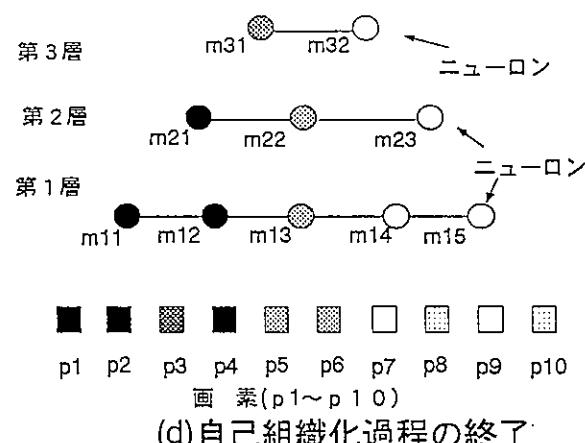


な値に自己組織化される(図2(c))。そして、次に第1層のニューロンのデータを用いて第2層を、第2層のニューロンのデータを用いて第3層を自己組織化すると、図2(d)のように階層型自己組織化モデル上に、画像データを2つのグループに分類するような変換器が構成される。

3.2 画像分類過程



(b) 第1層におけるデータサンプリング



(a)～(d)：自己組織化過程
(e)：画像分類過程

図2 階層型自己組織化モデルによる領域分割

3.1節で自己組織化された変換器を用いて画像データの分類を行う。任意に選択した画素を領域分割のための変換器として構成された本モデルの最下位層に入力し、その層における最適一致ニューロン m_{1c} を選択する。そして、この最適一致ニューロン m_{1c} をひとつ上の第2層に入力し、 m_{1c} に対する最適一致ニューロン m_{2c} を選択する。例えば、第k層について考えると、(4)式に示すように第(k-1)層の最適一致ニューロン $m_{(k-1)c}$ を入力信号として第k層に入力し、ニューロン m_{kc} の中から第k層における最適一致ニューロン m_{kc} を選択する。

$$\|D_k(m_{(k-1)c} - m_{kc})\| = \min \|D_k(m_{(k-1)c} - m_{j,c})\| \quad (4)$$

ここで D_k は(1)式と同様に第K層への入力信号 $m_{(k-1)c} = (\epsilon_{(k-1)c1}, \epsilon_{(k-1)c2}, \dots, \epsilon_{(k-1)cn})$ の各ベクトル成分の自己組織化に対する重要度を決定する対角行列であり、自己組織化過程と同じものを用いる。以上の操作を全ての画素に対して行うと、画像は最上位層のニューロン数に分割されることになる。

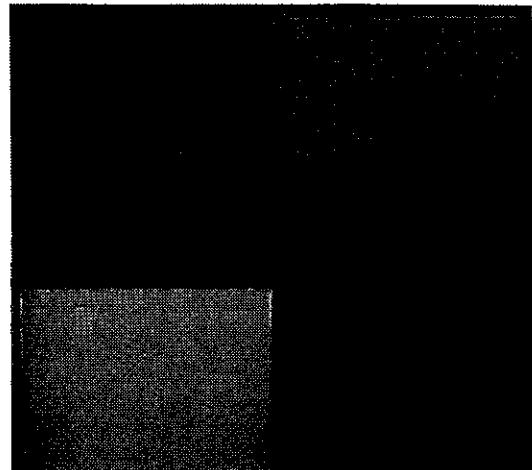
図2の例で示せば、全ての画素($P_1 \sim P_{10}$)について(4)式により、各層における最適一致ニューロンをたどり第3層上でどちらのニューロンに属するかを調べる画像の分類過程を実行すると、 $P_1 \sim P_{10}$ の画素は最上位層のいずれかのニューロンに領域分割されることになる。例えば、画素 P_3 の第1層での最適一致ニューロンは位置的及び濃度的に近い m_{12} となり、 m_{12} の第2層での最適一致ニューロンは m_{21}, m_{21} の第3層での最適一致ニューロンは m_{31} が選択され、画素 P_3 は最上位層では m_{31} に分類されることになる。同様の操作を全ての画素に対して行えば、各画素は m_{31} か m_{32} のいずれかのニューロンに分類されることになる。

このように本手法では、同一領域と見なすしきい値等の分割条件を設定するのではなく、分割したい領域数を設定すればよいので、融通性のある領域分割を行うことができる。

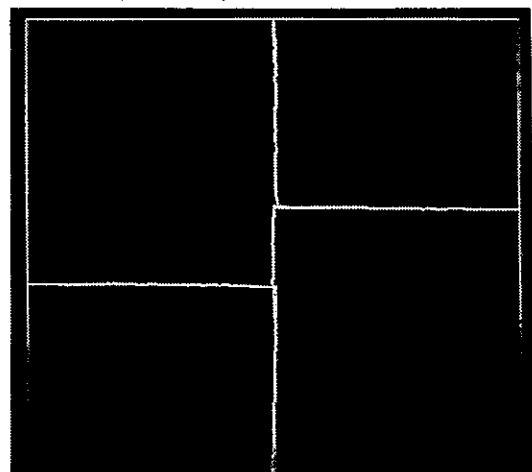
4. 実験結果と考察

図3(a)に示す4つの濃度の違う領域を持つ画像に対し、最上位層のニューロンを4つ及び2つにして、本手法による領域分割実験を行った。図3(b)は最上位層のニューロンを4つにした場合の結果であるが、濃度の異なる4つのエリアに良好に分割されており、また、最上位層のニューロンを2つにした場合、図3(c)のように濃度の近い左上と右下及び右上と左下の2つの部分が統合され、いずれも良好な領域分割結果を示している。

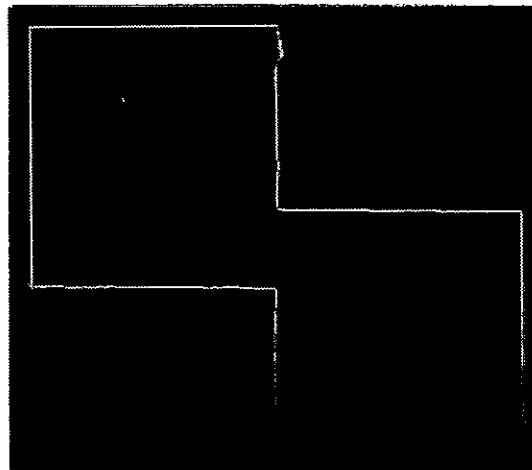
図4(a)に示す画像は台の上に手帳を置いたものであるが、光が右上方から照射されており、これを単純に2



(a) 原画像



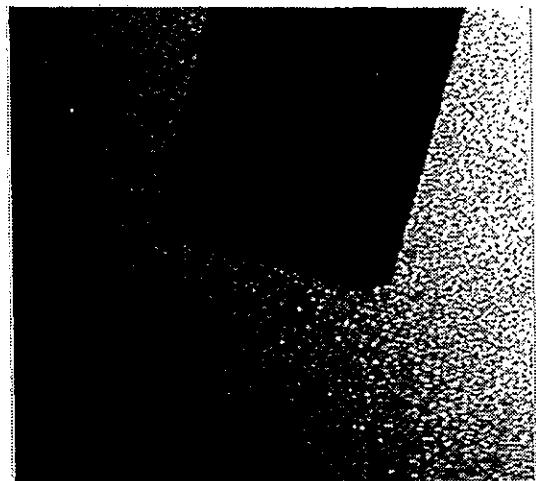
(b) 領域分割結果（領域分割数：4）



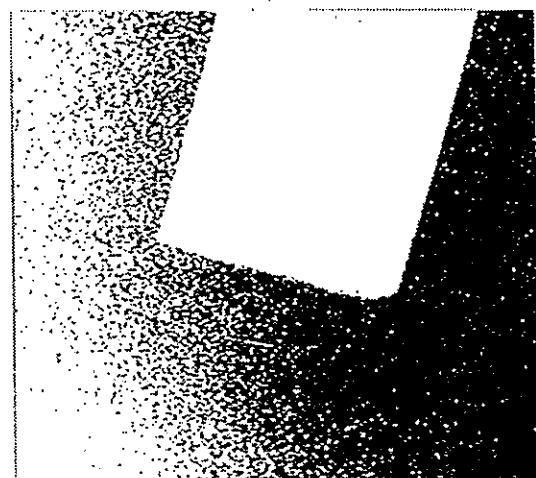
(c) 領域分割結果（領域分割数：2）

図3 実験結果(1)

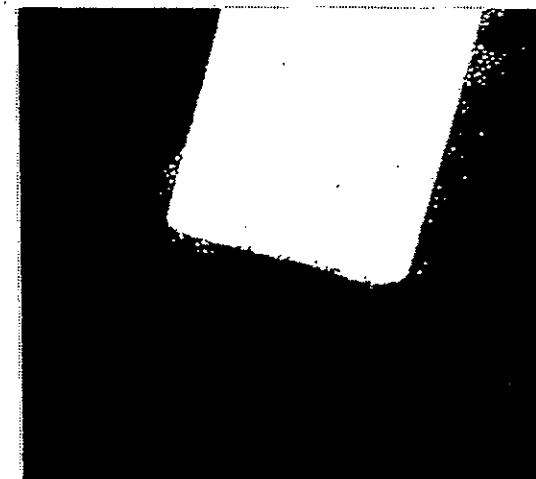
値化して対象物を抽出しようとすると、濃度むらにより図4(b)のように左側の部分及び右側のごま塩状のノイズ状が除去されずに残ってしまう。しかし、本システムを用いると画像上の濃度むらを吸収し、同図(c)のよう



(a) 原画像



(b) 2値化による領域分割結果（しきい値：110）



(c) 自己組織化による領域分割結果

図4 実験結果(2)

に良好な領域分割を行うことができる。なお、いずれの場合も領域分割条件は、本システムが自動的に決定しており、画像に応じた領域分割を行っていることが分かる。

実験条件は、図3(b)の場合は表1、図3(c)及び図

4(c)の場合は表2であり、画像状態に応じた領域分割を行っている。なお、実験装置は、画像処理装置としてnexus6800及びホストコンピュータとしてPC9801FAを用いた。

4.まとめ

本研究では、照明条件に影響されにくい画像の領域分割方法として、階層型自己組織化モデル及びそれを用いた領域分割法を提案し、実験によりその有効性を確認した。

本手法は、自己組織化ニューラルネットワークを用いたものであり、画像状態に応じ領域分割条件を自動的に決定するという特徴を持っている。そのため、屋外での画像認識への応用あるいは外観検査に関しては、照明のセッティングにかける時間の短縮等の効果が期待される。なお、実験では画像濃度による領域分割例を示したが、画像特徴量を画像濃度だけでなく色あるいはテクスチャを用いることにより、ロボットビジョン、外観検査あるいは監視システム等各種認識システムへの応用が可能である。今後は、本領域分割方法を用いた画像認識システム及び高速処理技術の検討を行う必要がある。

表1 領域分割実験条件（領域分割数：4）

条件 階層	ニューロン数		
第1層 (最下位層)	100個 (=10×10)	× 座標	1.0
		γ 座標	1.0
		画像濃度	0.6
第2層	36個 (=6×6)	× 座標	1.0
		γ 座標	1.0
		画像濃度	0.8
第3層 (最上位層)	4個 (=2×2)	× 座標	0.8
		γ 座標	0.8
		画像濃度	1.0

表2 領域分割実験条件（領域分割数：2）

条件 階層	ニューロン数		
第1層 (最下位層)	100個 (=10×10)	× 座標	1.0
		γ 座標	1.0
		画像濃度	0.4
第2層	49個 (=7×7)	× 座標	1.0
		γ 座標	1.0
		画像濃度	0.6
第3層	16個 (=4×4)	× 座標	1.0
		γ 座標	1.0
		画像濃度	0.8
第4層 (最上位層)	2個	× 座標	0.1
		γ 座標	0.1
		画像濃度	1.0

文 献

- 1) 安居院猛, 長尾智晴.“画像の処理と認識”. 東京, 昭晃堂
128P(1992)
- 2) 江浩, 鈴木秀智, 鳥脇純一郎.“濃淡画像のセグメンテー
ションのための領域生成および領域分割手法の比較評価
について”. 信学論(D-6). Vol.J76-D-6, No.7, p.1120
-1131(1992).
- 3) 甘利俊一 編著.“ニューラルネットの新展開—研究の
最前線を探る—”. 東京, サイエンス社, p.127-172(1993)
- 4) (社)日本工業技術振興協会ニューロコンピュータ研究
部会 編著.“ニューロコンピューティングの基礎理論”.
東京, 海文堂出版, p.59-120(1990)
- 5) 上坂吉則.“ニューロコンピューティングの数学的基礎”.
東京, 近代科学社, p.104-151(1993)
- 6) T.Kohonen.“The Self-Organizing Map”. proceeding of The IEEE, Vol.78, No.9, p.1464-1480(1990)

スイッチトキャパシタ変成器を用いた DC-ACコンバータの改良

石松賢治*・大田一郎**・上野文男**

Improvement of a DC-AC Converter
Using a Switched-Capacitor Transformer

Kenji ISHIMATSU*, Ichirou OOTA** and Fumio UENO**

キャパシタの端子電圧を平均化するSC変成器を用いた新しいDC-ACコンバータは、入力160Vの直流電圧から周波数60Hz実効値115.3Vの交流電圧が得られ、このとき300Wの最大出力電力、96%の電力変換効率と非常に良好な特性が得られ、出力電力の増加を達成できた⁹⁾⁻¹⁰⁾。今回の研究では、電圧平均化方式のSC形DC-ACコンバータを基に(1)電圧平均化クロックを変えることによるピーク電流の減少、(2)出力側スイッチのデッドタイムをなくすことによる出力電圧雑音の軽減等を改良した新しいSC形DC-ACコンバータを提案する。個別部品を用いて回路を試作し、試作回路を実測した結果から、入力160Vの直流電圧から周波数60Hz実効値113Vの交流電圧が得られ、このとき197.3Wの最大出力電力、95.5%の電力効率と非常に良好な特性が得られた。

1. はじめに

電子機器、通信機器の小形化に伴い、電源の小形軽量化・高効率化・高信頼性化が強く望まれている。これらの課題を解決する有効な手段の一つとして、スイッチトキャパシタ（以下SCと略す）変成器を用いたDC-ACコンバタ回路が考えられる。SC変成器は、複数個のキャパシタ間の接続をスイッチにより高速に切り換えることで電圧変換を行うものである。これを用いた電源は、DC-DC、AC-DC、DC-AC、AC-ACコンバータなどの電源¹⁾⁻⁶⁾が提案されている。これらの電源は、トランジスタやコイルなどの磁性部品を用いないことから、IC化することが可能²⁾で、小形・軽量・高効率という特長を有する。

従来、直列固定方式のSC形DC-ACコンバータは、エレクトロルミネッセンス用の点灯用電源として研究されてきた⁵⁾⁻⁷⁾。このSC形DC-ACコンバータは、常にn個のキャパシタが直列に接続され、各キャパシタを入力電圧と高速に接続することで、n倍の出力電圧が得られる変成器を用いている。このDC-ACコンバータは、入力電源とそれぞれのキャパシタを高速にオンオフするため、インバ尔斯状の不連続な入力電流となり、大電力化と高効率化することが難しかった。これを改善するためには、キャパシタの端子電圧を平均化し、入力電流が連続となるSC変成器を用いた新しいDC-ACコンバータを検討した⁸⁾⁻¹⁰⁾。実際に試作回路を構成し、実験の結果、

入力160Vの直流電圧から周波数60Hz実効値115.3Vの交流電圧が得られ、このとき300Wの最大出力電力、96%の電力変換効率と非常に良好な特性が得られ、出力電力の増加を達成できた。

今回の研究では、電圧平均化方式のSC形DC-ACコンバータを基に

(1)電圧平均化クロックを変えることによるピーク電流の減少
(2)出力側スイッチのデッドタイムをなくすことによる出力電圧雑音の軽減等を行った新しいSC形DC-ACコンバータを提案する。個別部品を用いて回路を構成し、本回路に抵抗負荷を接続し、定常状態での出力特性を測定し、各部の電圧電流波形を観測する。

2. 回路構成

2.1 SC形DC-ACコンバータ基本回路構成

図1に、本報告で提案するSC形DC-ACコンバータ回路とクロックを示す。4個の電荷転送用キャパシタ C_k ($k=1 \sim 4$)は常時直列接続され、入力端子1-1'に接続されている。電圧平均化スイッチ Φ_k ($k=1 \sim 4$)は、電圧平均化用キャパシタ C_0 とキャパシタ C_k ($k=1 \sim 4$)を高速に並列接続させる。即ちスイッチ Φ_k はキャパシタ C_k の端子間電圧を平均化して入力電圧 V_1 の1/4倍にする。電圧選択スイッチ Φ_n ($k=1 \sim 4$)によりキャパシタ C_k に充電された電圧を選択し、スイッチ Φ_p と Φ_n により極性を反転させることで、類似正弦波の出力電圧 V_2 を得る。

本回路では、直列に接続された4個の電荷転送用キャ

* 電子部

** 熊本電波工業高等専門学校

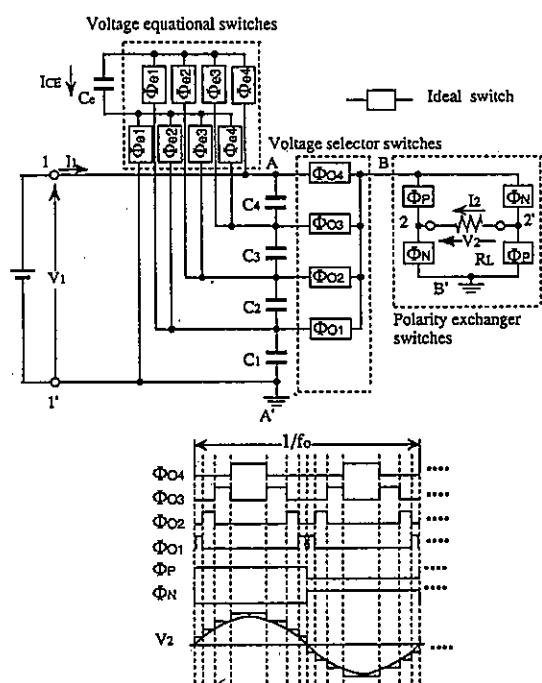


図1 提案するSC形DC-ACコンバータ

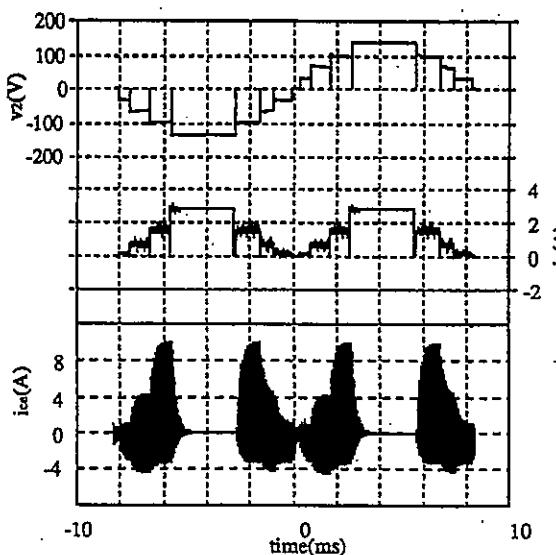
キャパシタ C_k は入力電圧 V_1 と常時接続されているので、入力電流が連続となる。また、電圧平均化スイッチを流れる電流は電圧平均化用キャパシタ C_k の電圧リップル分のみで、電流のはほとんどは電圧平均化スイッチを通らずに負荷に供給される。そのため本回路は、(1)大電力化が可能となる、(2)高効率である、(3)電磁ノイズが減少する、等の特長を有する。その他の特長として、各キャパシタ C_k に加わる電圧が入力電圧 V_1 の1/4倍と低いことから、容量が小さくかつ耐圧の低いキャパシタを使用できる。さらに電圧平均化スイッチ Φ_{ek} と電圧選択スイッチ Φ_{ok} は

同期する必要がないので、出力周波数 f_o を任意の値に可変することができる。

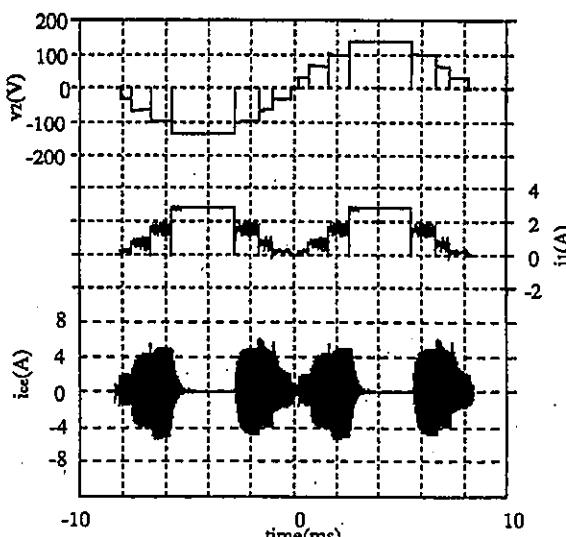
2.2 電圧平均化スイッチのクロックの改良

従来の電圧平均化用スイッチ Φ_{ek} への供給クロックは4相クロックを使用し、電圧平均化キャパシタ C_k をキャパシタ C_1, C_2, C_3, C_4 の順番に高速に接続させていた⁹⁾。その時のSC形DC-ACコンバータ（入力電圧140V、負荷抵抗200Ω）の回路シミュレーション結果を図2(a)に示す。電圧平均化キャパシタ C_k に流れ込む電流 i_{ek} は、キャパシタ C_k (k=1~4)と電圧平均化キャパシタ C_k が接続されたときに、インパルス状の電流が流れる。電圧選択スイッチ Φ_{ok} がオンのとき、電流 i_{ek} ピーク値は10A以上にもなる。この解析結果は、電圧平均化用クロック Φ_{ek} に4相クロックを使用した実験結果⁹⁾とよく一致している。

表1に状態平均化スイッチ Φ_{ek} のクロックシーケンスを示す。状態平均化スイッチ Φ_{ek} の切換の順番は電圧平均化キャパシタ C_k に流れる電流 i_{ek} のピーク値が少なぐなるようにする。そのためには、電圧平均化キャパシタ C_k の電圧変化を小さくする。すなわち、電圧選択スイッチ Φ_{ok} によって放電されるキャパシタと充電されるキャパシタが決まるので、電圧平均化用キャパシタ C_k は放電されるキャパシタと充電されるキャパシタとを交互に並列接続される順番でスイッチングされる。簡単のため図3に示すように、本SC形DC-ACコンバータの電圧選択スイッチ Φ_{ok} がオンの時を考える。この時、キャパシタ C_1, C_2, C_3 は、負荷抵抗RLに接続され、放電される。またキャパシタ C_4 は、キャパシタ C_1, C_2, C_3 の端子間電圧が低下するので、充電される。放電されるキャパシタ C_1, C_2, C_3 と充電されるキャパシタ C_4 とを交互に並列接



(a) 平均化スイッチクロック改善前

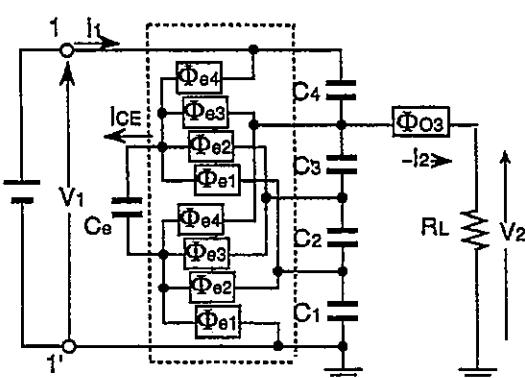


(b) 平均化スイッチクロック改善後

図2 SC形DC-ACコンバータ各部の波形（計算値）

表1 電圧平均化スイッチのクロックシーケンス

Φ_{ok}	Φ_{ek}
Φ_{o4}	1 3 2 4, 1 3 . . .
Φ_{o3}	4 1 4 2 4 3, 4 1 . . .
Φ_{o2}	1 3 2 4, 1 3 . . .
Φ_{o1}	1 2 1 3 1 4, 1 2 . . .

図3 Φ_{o3} がオンのときの等価回路

続され、つまり電圧平均化スイッチ Φ_{ek} は Φ_{o4} 、 Φ_{o1} 、 Φ_{o4} 、 Φ_{o2} 、 Φ_{o4} 、 Φ_{o3} の順番にオンになる。

本回路の解析方法は、キャパシタ C_k と C_o の端子電圧を状態変数とし、各状態における状態方程式を導出し、この状態方程式をHamming法を用いて数値解析した¹⁾⁻⁶⁾。本回路の解析は以下の条件で行った。

- (1)全てのスイッチのオフ抵抗は無限大である。
- (2)スイッチの寄生容量はゼロである。
- (3)キャパシタの等価直列抵抗はゼロである。
- (4)回路の寄生インダクタンスは全てゼロである。

表2に数値解析で使用した回路パラメータを示す。

表2 数値解析で使用した回路パラメータ

電圧平均化スイッチ Φ_{ek} の合成オン抵抗値	0.56(Ω)
電圧選択スイッチ Φ_{ok} のオン抵抗値	0.28(Ω)
極性切換スイッチ $\Phi_P \Phi_N$ のオン抵抗値	0.28(Ω)
電荷転送用キャパシタ C_k 容量値	60(μF)
電圧平均化用キャパシタ C_o 容量値	60(μF)
電圧平均化クロック周波数 f_c	25(kHz)
出力電圧周波数 f_o	60(Hz)

3. 実際の回路構成

図4に変成比1/4のSC形DC-ACコンバータの実際の回路構成を示す。本回路のキャパシタ C_k と電圧平均化キャパシタ C_o は等価直列抵抗分の少ない積層セラミックコン

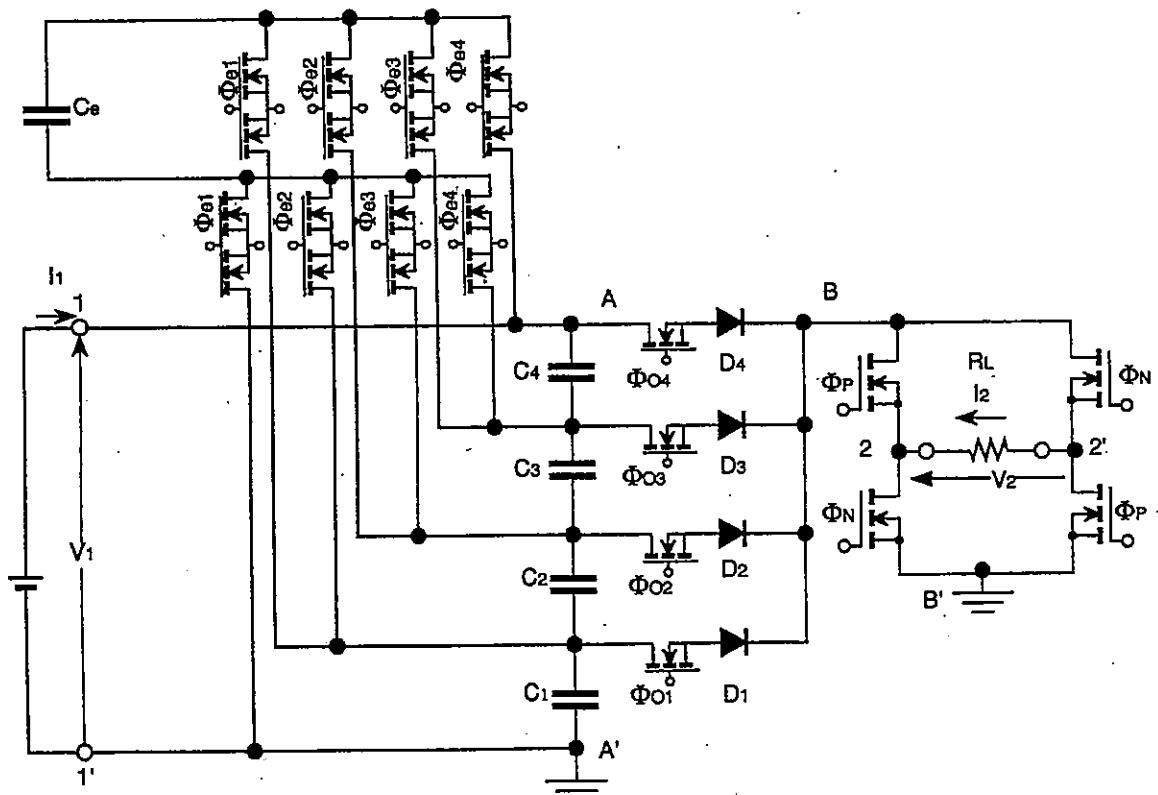


図4 実際の回路構成

デンサ($60 \mu F$)を使用し、本回路の総キャパシタ容量は $300 \mu F$ である。

全てのスイッチは、PチャンネルMOSFETよりオン抵抗の低いnチャンネルの電力用MOSFET(IRF644)とダイオード(UES-1304)を用いて構成した。電圧平均化用スイッチは、双方向に電流が流れ、スイッチの両端に正及び負の電圧が加わる瞬間がある。一方、nチャンネルMOSFETは、ドレイン電位をソース電位より高くした場合、ゲート・ソース間電圧にかかわらず寄生ダイオードによって導通状態になる。これを防止するため、電圧平均化スイッチ Φ_{ak} は2個のnチャンネルMOSFETを直列接続して1個のスイッチとする。電圧選択スイッチ Φ_{ak} は、1個のnチャンネルMOSFETとダイオードで構成する。図5に電圧選択スイッチと Φ_{ak} と極性切

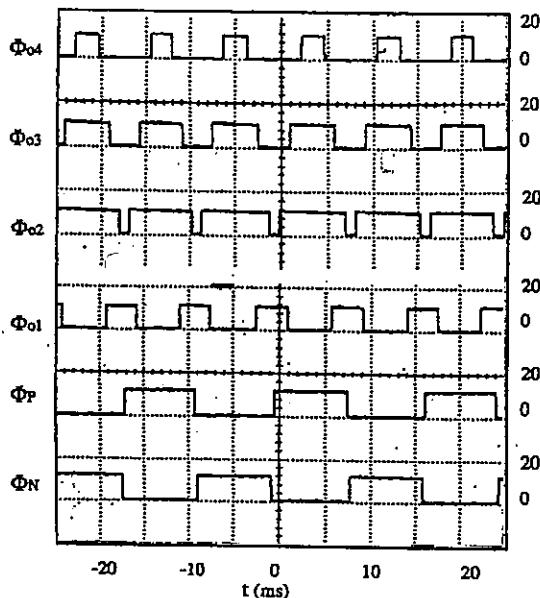


図5 電圧選択スイッチと極性切り換えスイッチへのクロック

換えスイッチ Φ_p と Φ_N に加えられるクロックを示す。このクロックが高レベルのとき、電圧選択スイッチ Φ_{ak} はオンになる。電圧選択回路は、電圧選択スイッチ Φ_{ak} が数個同時にオンになっても、最も高い電圧を選択したスイッチがオンになる最大値の回路になっている。そのため、出力電圧 V_2 の波形がデッドタイムのない波形にすることができる。極性切り換えスイッチ Φ_p と Φ_N は、図4の端子Bの電位は常に正の電位なので、1個のnチャンネルMOSFETで構成できる。

4. 実験

4.1 出力特性

図6に、負荷抵抗 R_L を 100Ω に固定し、直流入力電圧 V_1 を変化させた場合の交流出力電圧 V_2 の実効値と電力

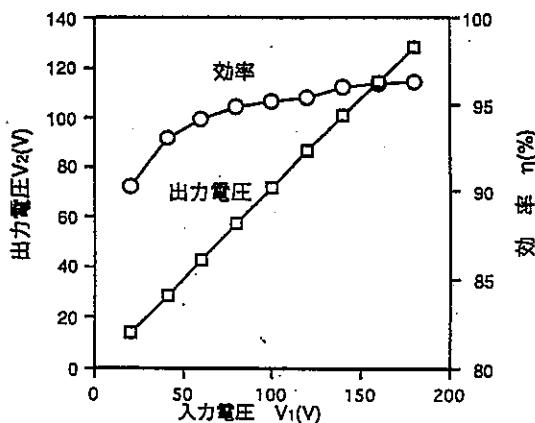


図6 対入力電圧特性

変換効率 η の特性を示す。出力電圧は、入力電圧のほぼ0.75倍の出力電圧が得られる。入力電圧が低いとき、効率 η の測定値は低下する。これは、無負荷時の電力損失とダイオードの障壁電圧による電力損失の影響が大きくなるためである。

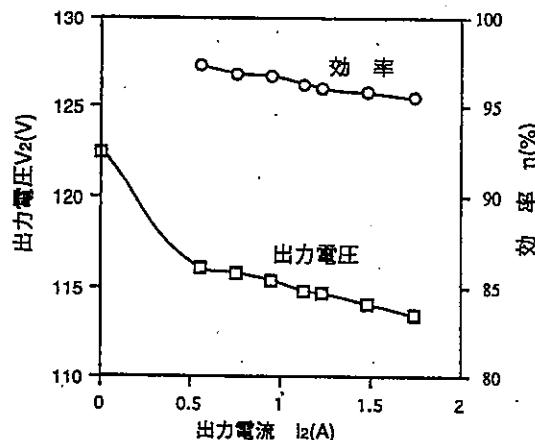


図7 対出力電流特性

図7に、 $160V$ の直流入力電圧 V_1 を加え負荷抵抗 R_L を変えて、出力電流の実効値 I_2 を変化させた場合の、交流出力電圧の実効値 V_2 と効率 η の特性を示す。出力電流が $1.74A$ のとき出力電力 $197.3W$ 、効率 95.5% の良好な特性を得ることができた。出力電流 I_2 を増加すると、出力電圧 V_2 および効率 η は、電荷転送用キャパシタ C_L の端子電圧のリップルが増大するために、減少する。同図より本回路の出力インピーダンスは 2.2Ω と低い値であった。

4.2 各部の実測波形

図8に、 $140V$ の直流入力電圧 V_1 を加え 200Ω の抵抗負荷を接続したときの、各部の電圧電流の実測波形を示す。同図より、出力電圧 V_2 はデッドタイムのない擬似正弦波が得られることが分かる。入力電流 I_1 は、電圧選択スイッチ Φ_{ak} がオンのとき最も大きく流れる。出力電流 I_2 は、抵抗負荷を接続しているので、出力電圧 V_2 と同じような波形である。電圧平均化用キャパシタ C_L に流れ込む電流

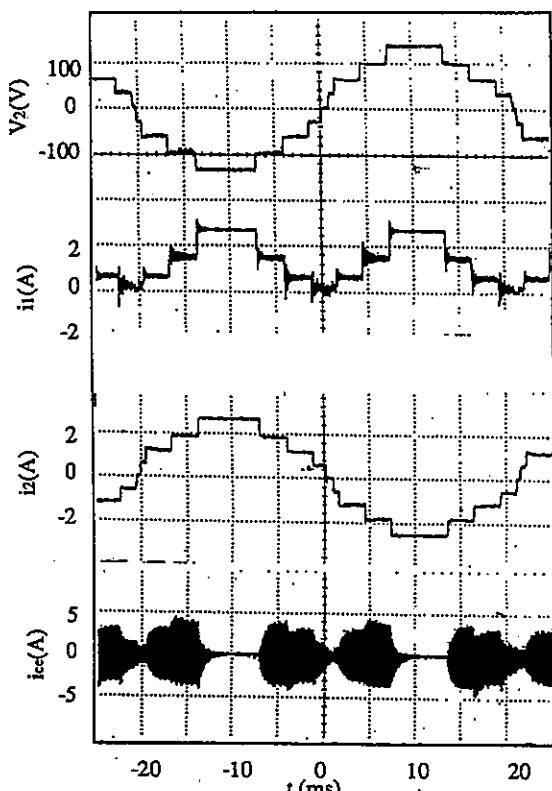


図8 抵抗負荷接続時の各部の波形（実験値）

L_d のピーク値は、表1に示す電圧平均化スイッチのクロックシーケンスを使うことにより4A程度に減らすことができた。同図の観測結果は、図2(b)の解析結果とよく一致している。

5. むすび

電圧平均化方式のSC形DC-ACコンバータを基に、新しいSC形DC-ACコンバータを個別部品を用いて構成し、

- (1)電圧平均化クロックを改良することによりピーク電流を10A⁹から4Aに低減できた。
- (2)電圧選択スイッチのデットタイムをなくした。等の特性を改良することができた。

試作回路を実測した結果から、入力160Vの直流電圧から周波数60Hz実効値113Vの交流電圧が得られ、このとき197.3Wの最大出力電力、95.5%の電力効率と非常に良好な特性が得られた。

文献

- 1) 大田一郎、上野文男、井上高宏。“スイッチトキャパシタ変換器を用いた小電力電源の構成とその解析”。信学論(C). Vol.J66-C, No.8, p.15-20(1992)
- 2) 上野文男、井上高宏、大田一郎、梅野徹。“混成集積可能なスイッチトキャパシタ変換器の解析とその応用”。信学技報. No.CAS8812, (1989).
- 3) 大田一郎、上野文男、井上高宏。“高い昇圧比の得られるスイッチトキャパシタ変換器の解析とその応用”。信学論(C). Vol.J72-C, No.8, p.195-203(1989).
- 4) I.Oota, F.Ueno, T.Inoue, H.b.Lian. "Realization and Analysis of New Switched-Capacitor AC-DC Converter". 第2回回路とシステム軽井沢ワークショップ. p.213-218(1989).
- 5) 上野文男、井上高宏、大田一郎。“出力電圧リップルの少ない新しいSC変換器の実現と解析”。信学技報. No.PE86-10(1986-5).
- 6) F. Ueno, I. Oota, I. Harada, K.Ishimatsu. "A DC-AC converter using a tapped capacitors string for lighting Electroluminescence". SPEC' 94. p.5-8(1994).
- 7) 上野文男、大田一郎、原田一孝、石松賢治。“100W出力が得られるスイッチトキャパシタDC-ACコンバータの実現”。電気関連学会九州大会. No.654, p. 392(1993) .
- 8) 大田一郎、原田一孝、上野文男、井上高宏。“スイッチトキャパシタ形AC-ACコンバータを用いたエレクトロルミネセンス用電源”。信学論(C). Vol.J77-C, p.538-546(1994).
- 9) 大田一郎、原田一孝、石松賢治他.“商用電源との連携を可能にするスイッチトキャパシタDC-ACコンバータ”。第9回回路とシステム軽井沢ワークショップ. p.213-218 (1996) .
- 10) 石松賢治、原田一孝、大田一郎、上野文男。“昇降圧が可能なスイッチトキャパシタDC-ACコンバータの解析”。電気関連学会九州大会. (1996) .

スイッチトキャパシタ変成器を用いた エレクトロルミネッセンス用電源の研究

石松賢治*・大田一郎**・上野文男**

A DC-AC Converter Using a Switched-Capacitor Transformer
for Electroluminescence Panels

Kenji ISHIMATSU*, Ichiro OOTA** and Fumio UENO**

キャパシタを直列に接続した直列固定方式スイッチトキャパシタ(SC)変成器を用いた新しいDC-ACコンバータを提案する。このコンバータの特長は、(1)磁性部品を使用しない(2)効率が高い、などがあげられる。実際に4個のキャパシタを直列に接続したSC変成器(昇圧比=4)を用いてDC-ACコンバータを試作し、負荷にエレクトロルミネッセンス(EL)を接続し、ELの点灯実験を行った。その結果、出力電圧を100V/400HzでEL負荷を接続した場合、コンバータの効率は最大82.4%、制御回路を含んだ回路全体の効率は74.3%と高い効率が得られ、最大出力電力は31.2Wと良好な特性が得られた。

1. まえがき

エレクトロルミネッセンス(以下ELと略す)は、100V/400Hzを加えると発光する面発光体素子である。このEL用の電源として、スイッチトキャパシタ(以下SCと略す)変成器を用いたDC-AC、AC-DCコンバータなどの電源^{2),3)}が提案されている。SC変成器は、スイッチとキャパシタにより構成され、キャパシタ間の接続をスイッチにより切り換えることで電圧変換を行うものである。これを用いた電源は、トランス・コイルなどの磁性部品を用いないことから、小形・軽量・高効率という特長を有する。

本報告ではSC変成器を用いた新しいDC-ACコンバータを提案する。本コンバータは、常にn個のキャパシタが直列に接続されている直列固定方式のSC変成器⁴⁾を用いている。このコンバータは、(1)キャパシタが常時接続しているので、損失が少なくかつ効率が高い(2)各キャパシタに加わる電圧が入力電圧まであり低い(3)コイルレスであり集積化が可能(4)出力電圧の周波数は任意に変化できるなどの特長を有する。試作回路として、昇圧比n=4のSC変成器を用いて入力の直流電圧から周波数100V/400Hzの疑似正弦波を出力するDC-ACコンバータを個別部品を用いて構成する。本回路に容量性負荷であるELを接続し、ELの点灯実験を行う。更に、本回路のスイッチのオン抵抗、ダイオードの障壁電圧などを考慮に入れた状態方程式を導出し、数値解析

を行う。数値解析した出力特性や各部の波形などの結果と実験結果を比較検討する。

2. 回路構成と動作原理

2.1 動作原理

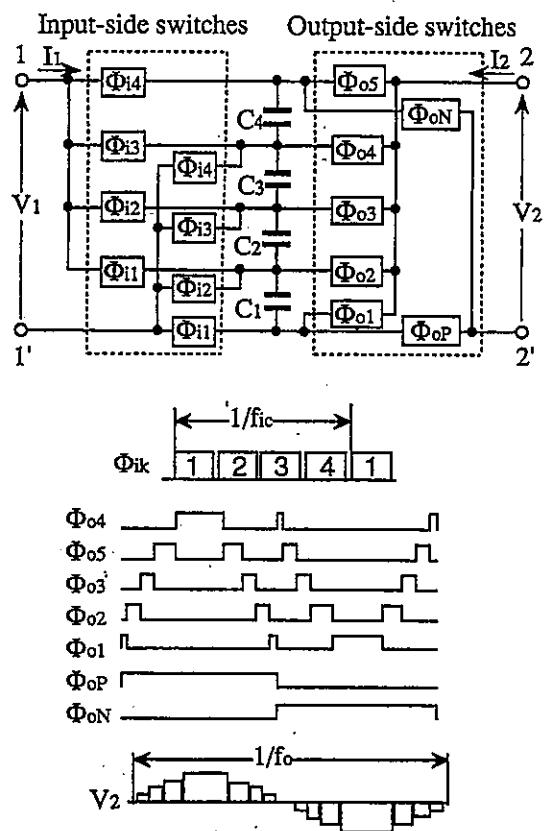


図1 提案するDC-ACコンバータとクロック波形

* 電子部

** 熊本電波工業高等専門学校

図1に、昇圧比n=4のSC変換器を用いたDC-ACコンバータ回路とクロックを示す。四角で囲まれた Φ_{ik} (k=1~4)、 Φ_{ok} (k=1~5)、 Φ_{on} と Φ_{op} はそれぞれスイッチを表し、同図下部に示すクロックが高レベルのときオンになる。電荷転送用キャパシタ C_k (k=1~4)は、常に直列に接続されている。入力側のスイッチ Φ_{ik} はお互いに重なり合わない4相クロックで駆動され、電荷転送用キャパシタ C_k (k=1~4)は入力電圧 V_1 まで充電される。スイッ

チ Φ_{ok} (k=1~5)は、出力側のスイッチを表し、キャパシタ C_k に充電された電圧を選択する。またスイッチ Φ_{on} と Φ_{op} で極性を反転させることで、疑似正弦波電圧出力を得る。本回路は、(1)スイッチのオン抵抗による損失が少ないので、(2)各キャパシタ C_k に加わる電圧が入力電圧 V_1 以下と低い、(3)出力周波数を任意の値に設定することができる等の特長を有する。

2.2 実際の回路構成

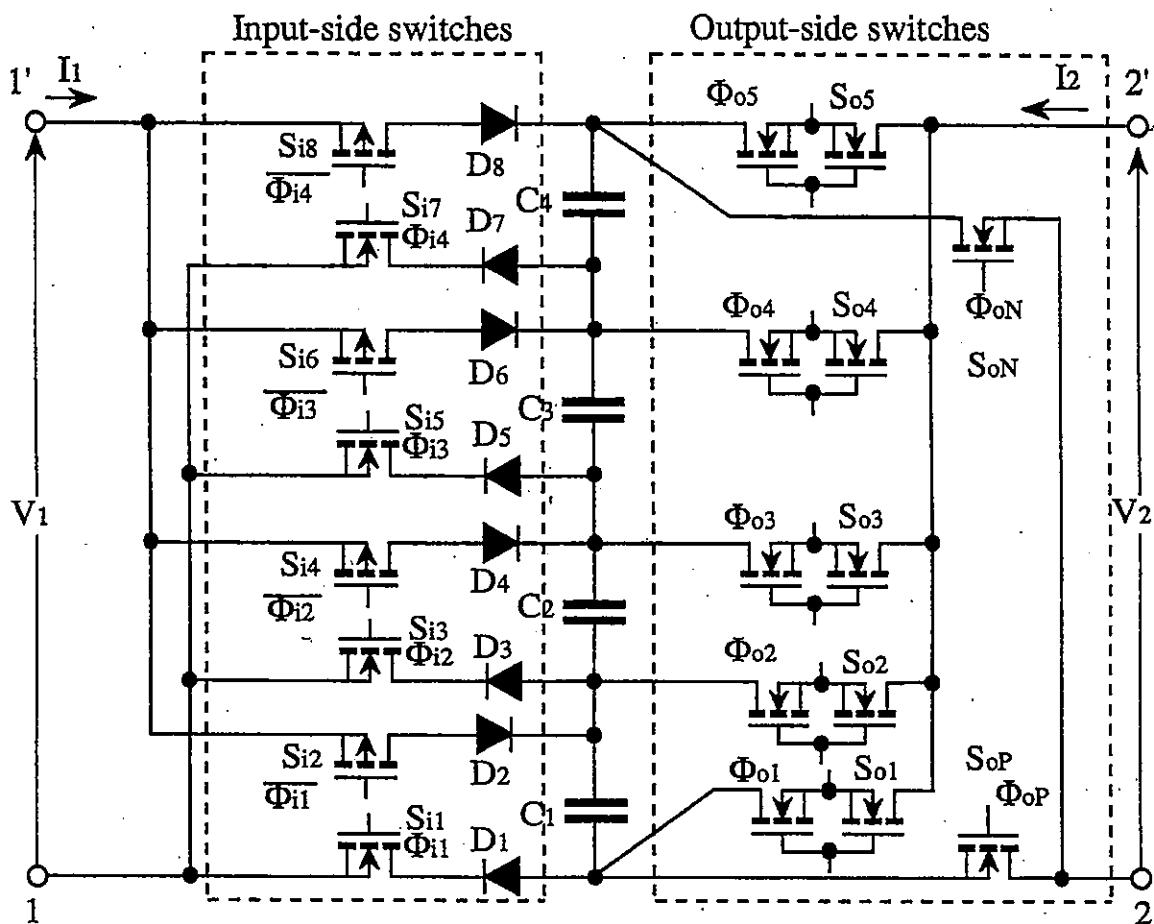


図2 DC-ACコンバータの実際の回路構成

図2に電力用MOSFETを用いてn=4のDC-ACコンバータの回路構成を示す。

入力側スイッチ Φ_{ik} は、入力ポート1に接続しているスイッチをPチャンネルMOSFETを、入力ポート1'に接続しているスイッチとしてNチャンネルMOSFETをそれぞれ用いる。PチャンネルMOSFETはドレイン電圧をソース電圧より高くした場合、ゲート電位にかかわらず寄生ダイオードによって導通状態になる。これを防止するために、ダイオードD₁~D₈を挿入する。電荷転送用キャパシタ C_k は、等価直列抵抗分の少ない積層セラミックコンデンサを使用する。

出力電圧の極性切換えスイッチ Φ_{on} と Φ_{op} は、オン抵抗の低いNチャンネルMOSFETを使用する。また、こ

のスイッチは非接地のスイッチであるので、クロック図3(a)のようにホトボルカブラー(TLP590A)とホトカブラー(TLP504A)を用いて供給した。電圧選択スイッチ Φ_{ok} は、非接地かつ双方向スイッチであるので、図2に示すように2個のNチャンネルMOSFETを直列接続して1個のスイッチとする。また非接地であるから同様にクロックは図3(b)のようにホトボルカブラーとホトカブラーを用いて供給する。同図に示すように、ホトボルカブラー2個は、入力のホトダイオードを直列に、出力のダイオードを並列に接続した。このことで、クロック供給電源の出力抵抗を低くし、これらのスイッチを高速に動作させることができる。

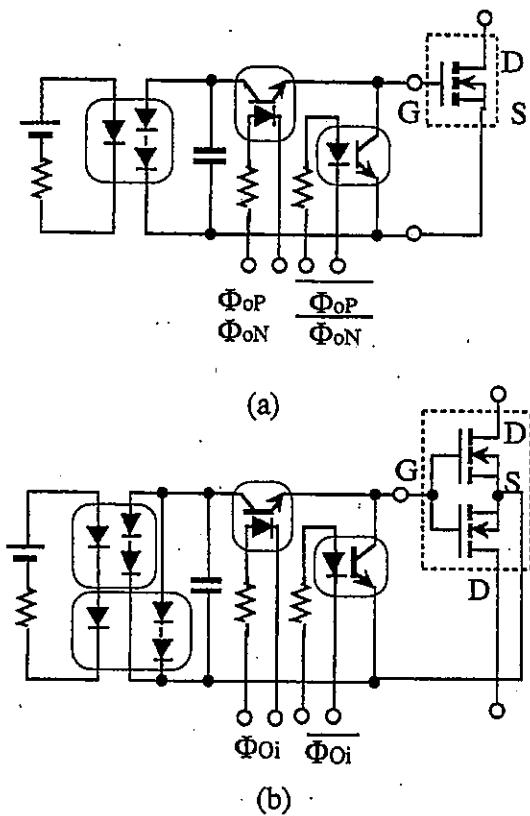


図3 MOSFETへのクロック供給回路

2.3 解析方法

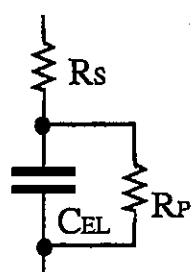


図4 EL等価回路

図4にELの等価回路を示す。解析で使用した 0.3m^2 のELの値は、 $C_{el}=2\mu\text{F}$ 、 $R_s=20\Omega$ 、 $R_p=400\Omega$ とする。本回路の解析は、 C_s と C_{el} の端子電圧を状態変数として、各状態における状態方程式を導出し、この状態方程式をHamming法を用いて数値解析する。

3. 実験結果

入力側の4相クロックは、周波数が25KHz、デッドタイム（入力側クロックが全てオフになる時間）を $3\mu\text{sec}$ とする。出力側のクロックは、出力電圧の周波数が400Hzになるようにする。

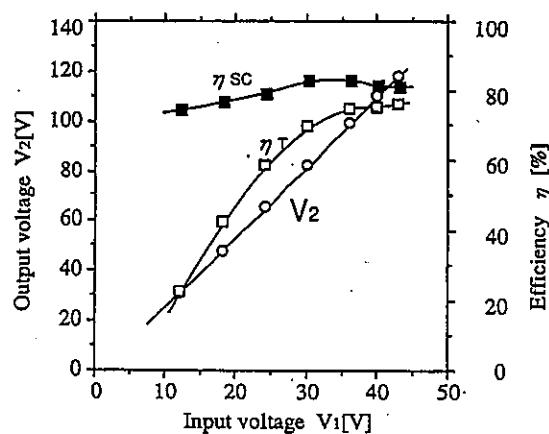


図5 入力電圧対出力電圧、効率

出力電圧の周波数を400Hzにして実験を行った。図5に示す試作回路に、EL負荷 (0.3m^2) を接続し、入力電圧を変えた場合の、出力電圧の実効値と効率 η の特性を示す。出力電圧は、入力電圧に比例する。 η_{sc} はコンバータのみの効率で、 η_T はクロック供給回路を含めた全体の効率を表す。クロック供給回路の損失はほぼ1.68Wであった。コンバータの最大効率 η_{sc} は83.4%、回路全体の効率 η_T でも76.2%の高い効率が得られた。入力電圧が低いときは、ダイオードの障壁電圧により、効率 η_{sc} が低下する。

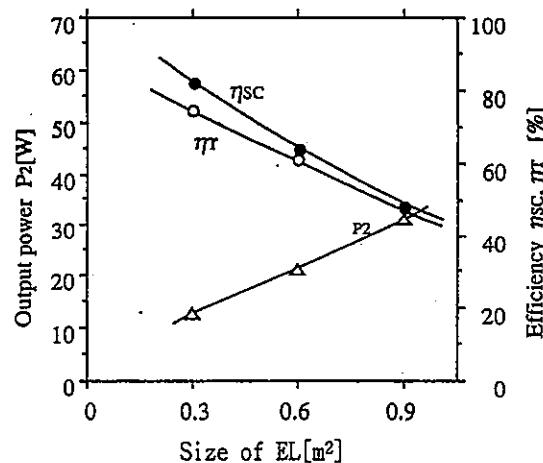


図6 負荷ELの面積を変えたときの特性

図6に、出力電圧を100V/400Hzにし、接続するEL負荷の枚数を変えた場合の、電力 P と効率 η の特性を示す。ELの枚数を増やすと効率 η が低下する。これは、スイッチのオン抵抗およびSC抵抗が高くなるためである。

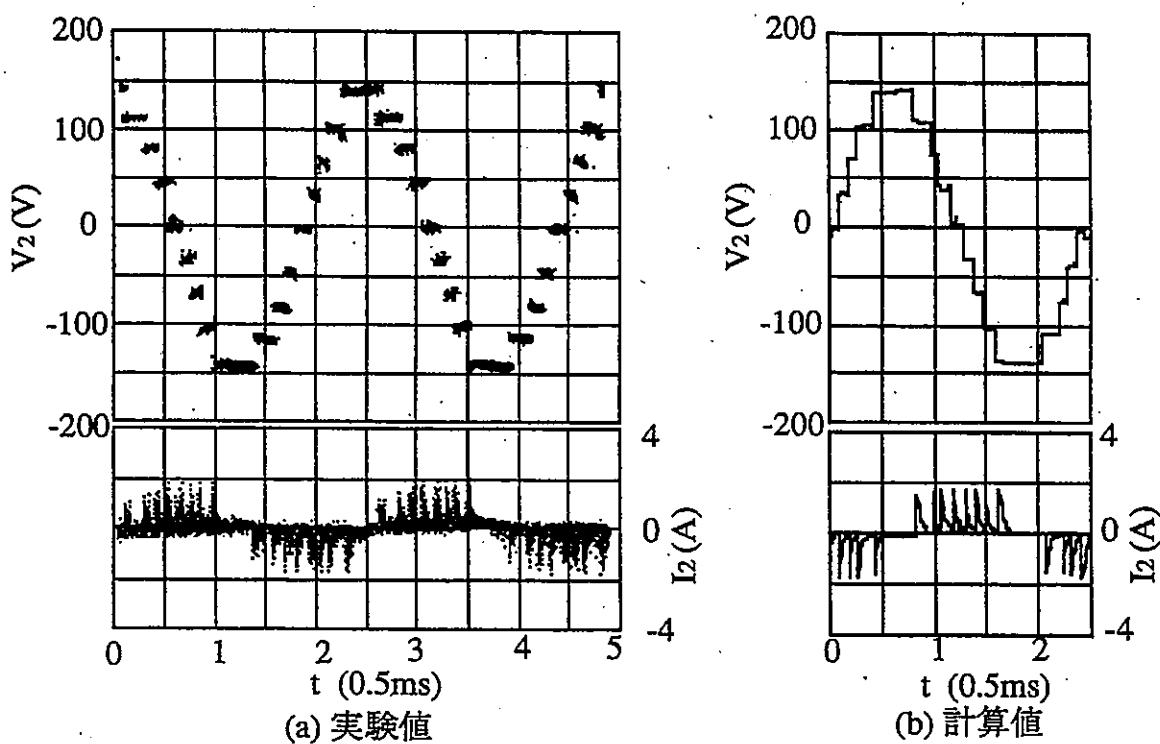


図7 定常状態における出力電圧・電流の波形

図7(a)に定常状態の出力電圧と出力電流の実測波形を示す。同図(b)に数値解析の結果を示す。同図の測定条件は、EL負荷1枚接続し出力電圧を100V/400Hzとした。出力電圧は正弦波に近い波形が得られた。出力電流はインパルス状の波形であった。これは、ELが容量性の負荷のためである。実測波形と数値解析した波形はよく一致し、解析方法の妥当性を確認できた。

4. むすび

今回SC変成器を用いた新しいDC-ACコンバータを提案する。本回路は、(1)スイッチのオン抵抗による損失が少ない、(2)各キャパシタ C_k に加わる電圧が入力電圧 V_i 以下と低い、(3)出力周波数を任意の値にすることができる等の特長を有する。

本回路を試作し、EL負荷を接続し実験した。その結果、出力電圧を100V/400Hzした場合、ELを点灯することができ、コンバータの効率は最大82.4%、制御回路を含んだ回路全体の効率は74.3%と高い効率が得られ、最大出力電力は31.2Wと良好な特性が得られた。今後の課題は、電磁ノイズの原因となるインパルス状の出力電流波形の改善の問題の解決がある。

文献

- 1) 大田一郎, 上野文男, 井上高宏. "スイッチトキャパシタ変成器を用いた小電力電源の構成とその解析". 信学論(C). Vol.J66-C, No.8, p.576-583(1983).
 - 2) 上野文男, 井上高宏, 大田一郎, 梅野徹. "混成集積可能なスイッチトキャパシタ変成器の解析とその応用". 信学技報. No.CAS8812, (1989).
 - 3) 大田一郎, 上野文男, 井上高宏. "高い昇圧比が得られるスイッチトキャパシタ変成器の解析とその応用". 信学論(C). Vol.J72-C, No. 8, p.195-203(1989).
 - 4) I.Oota, F.Ueno, T.Inoue, H.b.Lian. "Realization and analysis of New Switched-Capacitor AC-DC converter". 第2回回路とシステム軽井沢ワークショッブ. p.213-218(1998).
 - 5) 上野文男, 井上高宏, 大田一郎. "出力電圧リップルの少ない新しいSC変成器の実現と解析". 信学技報. No.PE86-10(1986).

自動液体配合システムの開発

－発酵食品工程の高度化と合理化に関する研究－

松田茂樹*・富永宏**

Development of an Automated Liquid Blending System

—Study on Process Improvement and Labor Saving for Fermentation Food Manufacturing Factories—

Shigeki MATSUDA* and Hiroshi TOMINAGA**

しょうゆ成分の不安的要素のひとつとして、工場における原料配合工程での人的あるいは機械的な計量誤差があると考えられる。そこで、しょうゆの火入れ工程における省力化と品質の安定を目的として、原料の定量配合のための流量制御によるシステムを開発した。この装置は流量計、インバーター制御の送液ポンプ、原料液切換バルブなどから構成され、装置本体単独での制御に加えてパソコンを接続して専用ソフトでの配合操作も可能である。この装置についてしょうゆ原料各液の設定から送液配合までの制御機能の評価を行った。その結果、しょうゆ成分の全窒素1.37%、塩分15.8%の理論的設定に対して配合実測値はそれぞれ1.38%、15.6%であり、本システムの流量制御により、設定値どおりに正確に且つ再現性よく送液が行われることを確認した。また、この装置は正確な流量計を装備しているので、配合操作のみならず原料受け入れでの液量チェック及び製品の定量充てんなど工場現場において幅広い用途に使用でき、経験や労力を必要としないことから中小規模の工場でも導入可能であると考えられた。

1.はじめに

しょうゆ製造の配合工程における省力化と品質の安定を目的として、原料液の流量制御による配合システムを開発した。このシステムは配合量を設定し、スイッチを入れるだけの簡単な操作で複数液の自動混合が可能であり、パソコンを接続して、制御と製造量の集計も行うことができる。

本県におけるしょうゆの製法としては本醸造方式よりも新式醸造あるいはアミノ酸液混合方式によるものが多い。¹⁾したがって、品質的にはアミノ酸液に由来する特徴ある風味を有するしょうゆとなっているが、これらの製造方式においては、原料の調製段階で生揚げ、食塩水の配合に加えアミノ酸液を調製する必要がある。このことが、工場現場においては工程の煩雑さと品質変動の要因となっている。また、しょうゆ工場の大半を占める中小規模の工場では、作業員の人手不足や熟練者の高齢化等の問題も存在し、品質の安定化とともに製造工程の合理化や製造コストの低減を図ることが求められている。

このようなことから、しょうゆ工場の原料配合工程の現況について実態調査を行うとともに、しょうゆ製造の配合工程における品質の安定と合理化のため、中小規模

の工場でも導入可能な流量制御による原料配合システムを開発し、性能評価を行ったので、その結果を報告する。

2.実験方法

2.1 ショウユ製造の配合工程における現況調査

平成7年4月から平成8年9月まで県内の17のしょうゆ工場について火入れ工程の現況調査を行った。調査項目として、火入れ方式、タンクの容量、配合時の計量方法、作業人員と作業時間等について、現場確認しながら聞き取り調査を行った。

2.2 実験室規模の流量制御システムの仕様

しょうゆの原料液の配合を精度良く行うために、パソコンを用いた実験室規模の流量制御システムを新たに開発したが、その構成及び仕様は次のとおりである。

(流量制御部)

送液ポンプ：インバーター制御エンペラー方式

(アリミツ(株))

流量計：電磁流量計(5~50L/min)

(日本フローセル(株))

切換バルブ：電磁式(4液)

(VENN(株))

制御盤：送液量の設定及び表示

電源：100V

(管理ソフトの機能)

* 微生物応用部

** 昭和商事株式会社

本システムは配合管理ソフトにより、パソコンで配合液の種類と量の設定、計算、制御が可能であり、次のような機能がある。

- ・原料各液及び混合液の設定と表示
- ・原料各液の送液実行及び流量計の積算による再計算
- ・配合量の日報及び月報集計

2.3 流量制御システムの性能評価

流量制御システムによる配合作業の正確さと再現性を確認するために1Lから50Lまでの定量送液の繰り返しを行い、ポンプ、流量計など一連の制御系の動作確認及び性能評価を行った。製品しょうゆの定量充てんにおける再現性も確認した。

2.4 流量制御システムによるしょうゆの配合試験

配合試験においては、実際のしょうゆ原料を用いた配合試験を行い、原料各液（生揚げ、アミノ酸液、塩水及び水の4液）及び配合終了液の成分分析を行うことにより、配合液の理論値と実測値を求め、正確さを検証した。また、管理ソフトの日報、月報の出力についても確認を行った。

2.5 原料等の成分分析

原料として用いた生揚げ、アミノ酸液、塩水の各液及び配合液については、全窒素と塩分をしょうゆ試験法²⁾に準じて分析した。

表1 工場における火入れ工程の調査結果

区分	種類	工場数
火入れ方式	蛇管	17
	二重釜	0
	プレート式	0
タンクの材質	F R P 製	15
	木桶	1
	ホーロー製	0
タンクの容量	ステンレス	1
	100L >	0
	100~500L	0
配合の計量方法	500~1000L	2
	1000~2000L	12
	2000L <	3
作業人員	尺棒	3
	タンク目盛	13
	流量計	3
合計 17 工場	計量容器	1
	1人	11
	2人	5
	3人	1
	4人	0

合計 17 工場

3.結果及び考察

3.1 しょうゆ製造の配合工程における調査結果

県内17のしょうゆ工場について実施した配合工程の調査結果を表1に示す。火入れの方法は蛇管方式がほとんどであり、タンクもFRP製のものが多かった。このことは、以前の蒸気吹き込み方式や木おけを使用していた場合に比べてしょうゆ成分の変動や品質の劣化は相当改善されてきていると思われる。³⁾しかしながら、原料液を計量する場合、何らかの計量器を使用している工場は少なく、計量方法としては火入れタンクの目盛りによるものが多く、火入れ工程が自動化された工場はほとんど見受けられなかった。このことは、依然として計量誤差や人的な配合ミスなどが起こりうる環境にあることをうかがわせるものである。また、配合工程の要員として複数の作業員が必要な工場もあり、工程のレイアウトの検討と併せて人員の適正配置を考慮すべきと考えられる。



図1 流量制御システムの本体外観

3.2 流量制御システムの性能評価

新たに開発した流量制御システムの全体外観を図1に示す。また、実際の配合操作の流れを図2に示す。このように、本システムでは操作盤上に一體的に配置された設定スイッチ又はパソコンにより、配合すべき原料の量を設定し、開始スイッチを押すことにより、順次原料の配合を実行することができる。本システムに対応するパソコンはNEC PC-9800シリーズ、98NOTEでの使用が可能であり、RAM容量640Kbytes、3.5インチFDD実装の装置であれば十分である。また、ソフトウェアはN88-日本語BASIC (MS-DOS版) により開発したもの

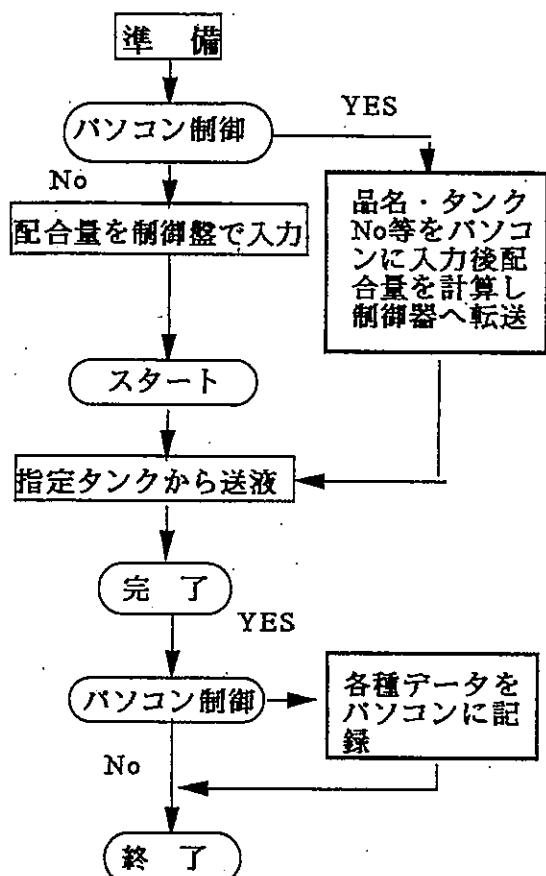


図2 流量制御システムの配合操作フロー

である。パソコンを用いて配合操作を行う場合、図3のようなモニター画面上で各原料も送液量や成分分析値を入力する。それらのデータを制御機本体へ転送し、スタートボタンにより配合を実行する。また、生揚げやアミノ酸液の全窒素分を入力することにより、生揚げ加用率が表示されるが、これにより製造するしょうゆについて定められた品質管理基準と照合し、確認することができる。

3液・4液配合 設定値入力画面
DATE:1997-06-30
TIME:09:42:26

設定値		
(1) 品名	L	30.00
(2) 求める配合量	CL (%)	15.50
(3)	TN (%)	1.35
(4)	L	20.00
(5) 生揚げ	CL (%)	17.00
(6)	TN (%)	1.60
(7)	CL (%)	20.00
(8) アミノ酸	TN (%)	2.45
(9)	CL (%)	19.50
(10) 塩水	L	10.00
(11) タンクNo.		
(12) 製造年月日	970630	
3液配合の時は(5)をゼロで入力して下さい。		
F.I.: 終了		

図3 流量計のパソコンによる配合入力画面

この一連の制御機構の確実性を確認するため、原料の1液から4液までそれぞれ、1、5、20、50Lに設定し、水道水を用いて送液を行い、それらの各送液量を個別に計

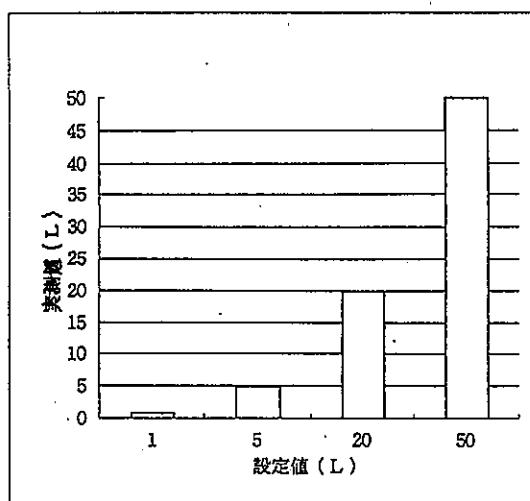


図4 流量計による設定値と送液実測値の関連

量して正確さと再現性を検討した結果を図4に示す。この結果、1Lから50Lまでの範囲において設定値と実測した計量値は直線関係にあり、ほとんど誤差が認められなかった。

次に、しょうゆ工場において実際に製品しょうゆの定量充てん試験を行い、製造現場での再現性を確認した。その結果を表2に示す。業務用ポリコンテナ18Lの設定

表2 小口容器への定量充填結果

LOT	流量計の設定値 (L)	充填液量 (L)
1	18.0	18.0
2	18.0	18.1
3	18.0	18.0
4	18.0	18.0
5	18.0	17.9
平均値	18.0	18.0

値に対し5回の反復試験において17.9～18.1Lの変動幅で、平均値は18.0Lであった。

このように、本システムは複数液の混合操作のみならず、製品の分注あるいは原料や製品受け入れ時の液量チェックにも応用できる。幅広い範囲において正確且つ精度良い流量制御が可能なことを表している。

3.3 流量制御システムによるしょうゆの配合試験

本システムの配合試験に用いる各原料とそれぞれの配合量及び送液後の実測値を表3に示す。3回の反復にお

表3 配合量の設定及び送液実測値

原 料	流量計の設定値 (L)	混合後の実測液量(L)		
		LOT-1	LOT-2	LOT-3
生揚げ	14.6	14.59	14.60	14.48
アミノ酸液	6.7	6.67	6.67	6.57
塩水	3.9	3.98	3.96	3.87
水	4.7	4.79	4.78	4.70
合 計	29.9	30.03	30.01	29.62

いて各原料の送液量及び合計量ともに、ほとんど一致する結果が得られた。このことは生揚げやアミノ酸液のように、水に比べて比重や粘性のある液体でも問題なく配合できることから、しょうゆ以外の液体、例えばつゆ、タレなどの調味料や清涼飲料水などの工程へも応用可能と考えられる。

次に、原料各液の成分分析値と配合終了液の分析値を表4に示す。県内の新式醸造やアミノ酸液混合方式のしょ

分析項目	T.N(%)	NaCl(%)
原料	生揚げ	1.71
	アミノ酸液	2.38
	塩水	-
混合液理論値*	1.37	15.8
混合液分析値	LOT-1 LOT-2 LOT-3	1.38 1.38 1.39
	平均値	15.6

* 表3の流量計の設定値と原料分析値から算出

表4 原料及び混合液の分析結果

うゆの一般的な配合割合となっている。なお、理論値は原料各液の設定量と成分分析値から算出した全窒素(T.N)と塩分の値である。3回の反復試験において、混合液の実際の分析結果は全窒素では1.38~1.39%で、塩分は15.4~15.7%と両成分ともほとんど変動がなかった。また、各試験区の全窒素と塩分の平均値はそれぞれ1.38%、15.6%であり、理論値の1.37%、15.8%に極めて近似した値で、その差は分析誤差の範囲内と認められた。

これらのことから、本システムの流量制御により原料各液を設定値どおりに正確に送液できること。また、配合操作の再現性に優れていることが明らかになった。

4. おわりに

しょうゆ製造における品質変動の要因にはいくつか考えられる。機械的なトラブルや人的なミスなどもあるし、品質管理体制そのものの不備に起因する場合も想定される。このような変動要因や工程の省力化のため、原料調製から火入れ工程、さらに製品調整工程まで自動化したシステムを導入している工場もある。しかしながら、そのようなシステムはその工場特有の仕様となり、導入経費も高額である。本稿ではこのような品質変動の要因をなるべく排除する観点から、特に火入れ工程における定量混合装置として汎用性が高く、中小規模の工場でも導入できる仕様の流量制御システムを考案し、その性能を評価した。その結果、しょうゆ原料である生揚げ、アミノ酸液、塩水及び水の4液について、配合試験を繰り返したところ、それぞれの液が所定の設定量で正確に送られ、且つ繰り返しの操作でも変動が少なく、再現性も良好で、混合液の成分の分析値も理論値とよく一致することを認めた。また、しょうゆ製造だけでなく、他の液状食品の製造にも有効な自動混合装置であると考えられた。

本研究を遂行するにあたり、ご助言をいただきました昭和商事株式会社の浜田申一社長並びに試作機の開発にご協力をいただきました(有)木下システム技研の木下憲一社長に、心より謝意を表します。

文 献

- 1)熊本県.“熊本県味噌醤油業界診断報告書”.熊本県中小企業総合指導所, p.28(1987).
- 2)(財)日本醤油研究所.“しょうゆ試験法”.東京, 醤協通信社, p.1(1985).
- 3)石田清和, 原田洋子, 前田美智子.“県産しょうゆの品質に関する調査”.本誌. No.20, p.25-35 (1982).

酵母の育種による米焼酎（減圧）の香気改良 —蒸留酒用酵母の改質とその利用技術—

林田安生*・土谷紀美*・西村賢了*・ジョン・コリン・スローター**
嶋崎孝行***・白上公久***・弥永俊次***

Breeding Shochu Yeast for Flavour Improvement of Rice Shochu (Vacuum Type)

—Development of the Yeast for Liquor and its Usage for Distilling Industry—

Yasuo HAYASHIDA*, Kimi TSUCHIYA*, Kenryo NISHIMURA*, J C SLAUGHTER**
Takayuki SHIMAZAKI***, Hirohisa SHIRAKAMI*** and Shunji YANAGI***

熊本国税局主催の平成7年酒類鑑評会に出展された米焼酎（減圧）について香気成分と官能評価の相関を調査したところ、香気を高め品質を向上させる香気成分として酢酸イソアミル等、逆に異臭と感じられる異臭成分としてジアセチル等を見いたしました。

この結果に基づいて、現在、球磨地方に分譲している焼酎用酵母KF-1から、酢酸イソアミルの生成能を高めた焼酎用酵母を育種し、そのジアセチル生成挙動を研究した。そして、カナバニン耐性を持つ育種株の1つCAN-1を、米焼酎（減圧）の香気を強化し異臭生成が少ない酵母として選抜した。

さらに、CAN-1を使用して中間プラント規模の焼酎製造試験を行った。製造した焼酎を日を追って行った2度の審査会で審査したところ、いずれの場合でも、CAN-1を使用したものは、親株KF-1を使用したものより高い官能評価を受け、かつ、従来の米焼酎（減圧）の中でも高い評価を得た。

1. はじめに

焼酎は九州地方における代表的な蒸留酒であり、蒸煮した穀類を麹カビの酵素によって糖化させながら酵母によって発酵させ（もろみ）、これを蒸留して製造される。熊本県球磨地方には、米を原料とした米焼酎の製造場が多く点在しており、その製造は地方経済にとって重要である。

焼酎もろみは、従来、常圧条件で蒸留されてきたが、消費者嗜好の変化に伴い、減圧蒸留が導入されてきた。現在では、熊本県内のほとんどの米焼酎製造場が減圧蒸留法を使用しており、この蒸留方法で製造された米焼酎（米焼酎（減圧））は製品の主流となっている。

焼酎の香りは、その製品の品質を決定する重要な因子であるが、減圧蒸留で製造された焼酎は、香気成分全体における低沸点化合物の割合が高くなり、軽く華やかな香りを持つ。このため、香りのバランスや、微量に含まれる異臭成分が、その品質に影響を与える。特に、原料由来の個性が穏やかとされている米を原料にしている球磨焼酎は影響を受けやすいので、米焼酎（減圧）の香気と、その香気を強化し異臭生成の少ない焼酎用酵母の開発に係る研究が望まれていた。

しかしながら、米焼酎（減圧）の香気についてはほとんど研究がなされておらず、その結果を考慮した焼酎用酵母の育種も行われていない。そこで、本研究では、熊本国税局主催の平成7年酒類鑑評会に出展された米焼酎（減圧）の香気成分と官能評価について検討し、このタイプの焼酎の品質を向上させる香気成分、逆に異臭と感じられる異臭成分を見いたしました。そして、この結果に基づいて、香気を強化し異臭生成が少ない焼酎用酵母の育種を試みた。さらに、育種した優良酵母を用いて焼酎の中間プラント製造試験を行ったので、報告する。

2. 方法

2. 1 香気成分分析

焼酎を分析する場合、焼酎1mLに内部標準物質としてノルマルデカノールの0.1%w/vエタノール溶液を0.1mL混合し、よく攪拌後、この混合液1μLをガスクロマトグラフで分析した。

焼酎もろみを分析する場合は、まず、もろみ試料2gにノルマルデカノールの0.1%w/vエタノール溶液を0.1mL加えてよく混合した後、塩化ナトリウムで飽和させた。これに、3mLの酢酸メチルを加えて、10分間振とう、3000rpmで10分間の遠心分離を行った後、有機溶媒層1mLを採取し、採取した量と同量の酢酸メチルを加えて同様の抽出操作を更に5回繰り返した。この有機溶

* 微生物応用部

** ヘリオット・ワット大学

*** 熊本国税局鑑定官室

媒層を減圧下で1mLまで濃縮して香氣抽出液とし、抽出液1μLをガスクロマトグラフで分析した。

ガスクロマトグラフ分析条件は次のとおり。

GC；ガスクロマトグラフGC-14A（島津製作所），カラム；DB-WAX φ0.25mm×30m（J&W），カラム温度；40℃から200℃まで3℃/minで昇温後200℃で40分間放置，キャリアガス；ヘリウム(1kg/cm²)，検出器；FID及びSniffing system ODO-1(SGE Pty. Ltd.)。同定は、標準サンプルのリテンションタイムとの比較で行った。

2. 2 ジアセチル分析

焼酎試料1gを塩化ナトリウムで飽和させてからバイアル内に密閉し、60℃で30分間加熱した後、バイアルのヘッドガスをガス質量分析計QP-5000（島津製作所）に次の条件で導入して分析した。ヘッドガスサンプラー；HS-40（パーキン・エルマー）、ヘッドガスサンプリング圧；0.1kg/cm²，加圧時間；30秒，サンプリング時間；12秒，カラム；DB-624 φ0.32mm×60m（J&W），カラム温度；40℃から200℃まで5℃/minで昇温，キャリアガス；ヘリウム(1kg/cm²)，イオン化エネルギー；70eV。

標準添加法によって定量するため、塩化ナトリウムで飽和させた1mLの焼酎に2mg/Lジアセチル(aqu)50μLを加えたものを別のバイアルに密封して、同様に分析した。

2. 3 もろみ中のアルコール分析

もろみ試料2gをバイアルに密閉し、50℃で15分間加熱したときに生じるヘッドガス1mLをガスクロマトグラフで分析した。定量は標準添加法を用いて行った。ガスクロマトグラフ分析条件は次のとおり。

GC；ガスクロマトグラフGC-14A（島津製作所），カラム；DB-WAX φ0.25mm×30m（J&W），カラム温度80℃，検出器；FID。

2. 4 官能評価

焼酎試料は、熊本地方酒類審議会委員12名によって審査された。採点については、1：優、2：良、3：可とし、評価の平均値を官能評価値とした。

2. 5 焼酎用酵母の育種

カナバニン耐性株及び5,5-トリフルオロロイシン耐性株は、秋田等¹⁾及びAshida等²⁾の方法によってそれぞれ育種した。

2. 6 焼酎小仕込み試験

焼酎の発酵は伝統的手法を小スケールで行うこととし、次の通り行った。すなわち、（1）480gの焼酎麹に同重量の水を加え、（2）焼酎酵母を10⁶cells/mLになるよう加えた（一次もろみ）。（3）もろみは25℃で6日間発酵させた（一次発酵）。（4）1,320gの蒸煮米と1,560gの水をもろみに加え、同様の条件で更に14日間発酵を続けた（二次発酵）。

2. 7 焼酎中間プラント製造試験

麹歩合40%、汲み水歩合165%、総量64.9kg（米24.5kg、水40.4kg）の条件で常法により行った。発酵温度は25℃で1次発酵6日間、2次発酵13日間とした。蒸留は、焼酎蒸留機（ケーアイ製）を用いて減圧蒸留（減圧度710～700mmHg）で行った。1回の蒸留には焼酎もろみ59Lを使用し、冷却には水道水を用いた。

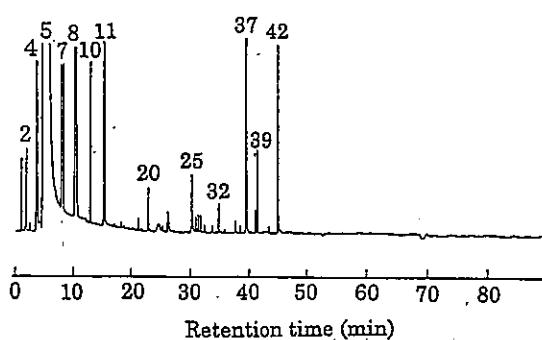
3. 結果及び考察

3. 1 米焼酎（減圧）の香気成分と官能評価

図1に典型的な米焼酎（減圧）香気のクロマトグラムを示す。クロマトグラム上の香気成分をスニッフィング法によって官能的に評価し、香りが強いと感じた15成分について同定した。すなわち、エタノールや高級アルコール及びブタンジオールからはアルコールまたは溶媒様の香りを感じた。また、酢酸イソアミル、カプロン酸エチル、酢酸β-フェネチル、β-フェネチルアルコールからは果実または花様の華やかな香りを感じたが、アセトアルデヒド、酢酸エチル、アセトイソ、メチオノールからは、それぞれ、若いもろみ、溶剤、ヨーグルト、漬け物様のあまり好ましくない香りを感じた。それ以外のピークからは樟腦様の香りを感じた、または、香りを感じられなかった。

ジアセチルのピークは図1のクロマトグラムにおいてエタノールの巨大ピークに重なり、また、FIDの感度がこの物質の検出に不十分（検出限界1μg/L）であったので、当該化合物の分析には別の方針（2. 2 ジアセチル分析参照）を用いた。図2が示すとおり、この分析でジアセチルはPeak4として検出された。なお、クロマトグラム上に現れるその他の大きなピークは図1で既に定性されたものであった。

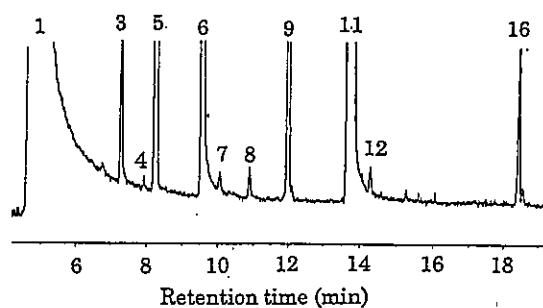
熊本国税局主催の平成7年度酒類鑑評会に出品された米焼酎（減圧）67点について、ジアセチルを加えて同定した16香気成分を定量した。そして、官能評価値とそれぞれの香気成分濃度との相関係数を算出した。結果を各香気成分の濃度代表値と共に表1に示す。採点方法により、相関係数が負の成分は、その濃度が高い程、官能的に良好な傾向を持ち、相関係数が正の成分は、その



Peak 1: アセトアルデヒド；4: 酢酸エチル；5: エタノール；7: ノルマルプロパノール；8: イソブタノール；9: 酢酸イソアミル；10: ノルマルブタノール；11: イソアミルアルコール；12: ヘキサン酸エチル；13: アセトイント；18: 乳酸エチル；25: 2,3-ブタンジオール；28: メソ-2,3-ブタンジオール；37: ノルマルデカノール(内部標準)；39: 酢酸β-フェニチル；42: β-フェニチルアルコール。

GC分析条件は方法に記載

図1 米焼酎(減圧)のガスクロマトグラム



Peak 1: エタノール；3: ノルマルプロパノール；4: ジアセチル；5: 酢酸エチル；6: イソブタノール；8: ノルマルブタノール；9: アセトアルデヒド；11: イソアミルアルコール；16: 酢酸イソアミル。

GC分析条件は方法に記載

図2 米焼酎(減圧)のヘッドスペースガスクロマトグラム

濃度が高い程、官能的に不良な傾向を持つ。5%以下の危険率で前者の有意な相関があった成分は、酢酸エチル、酢酸イソアミル、イソアミルアルコール、後者の有意な相関があった成分は、ジアセチル、乳酸エチル、アセトイントアルデヒドのそれぞれ3成分であった。

酢酸イソアミルは果実様の香りを持つ日本酒の重要な香気成分である。酢酸β-フェニチルやβ-フェニチルアルコール、カプロン酸エチルも果実または花様の香りを持っているが、酢酸イソアミルはこれらの化合物の中で最も低い相関係数を持っていた。この結果によれば、酢酸イソアミルの濃度強化は、効果的に米焼酎(減圧)の品質を向上させると考えられる。

酢酸イソアミルはイソアミルアルコールの酵素的なアセチル化によって生じる。また、生成するエステルの量は、培地中のイソアミルアルコール濃度に影響を受ける。秋田等³⁾は、イソアミルアルコールの培地への添加が酢酸イソアミル濃度を高めるのに有効であるとしている。イソアミルアルコールの香りが、アルコールまたは溶媒様であるにも関わらず官能評価と高い相関を持つのは、このことに起因すると考えられる。酢酸エチルはそれ自身溶媒様の香気を持つが、表1に示した濃度範囲では、製品に華やかな香気を付与するのであろう。

ジアセチルは、16成分の中で最も官能評価との相関が強かった。岩田等⁴⁾は米焼酎に含まれるビシナルケトン類を比色法で分析し、官能評価との相関が強かったことを報告している。ジアセチルはビシナルケトンの中でも低い官能閾値(0.1ppm)を持つ。また、ジアセチルは、同じアルコール飲料のビールやウイスキーのオフフレーバーとされている^{5) 6)}。米焼酎(減圧)の品質を高く保つには、この物質の生成抑制、または除去が必要であろう。ジアセチルは乳酸菌によって生成される場合があるので、麹及びもろみの微生物管理が重要になる。

また、この物質は酵母によっても生成されるが、再び酵母体内に取り込まれて、アセトイント、ブタンジオールに変換されることが知られている。アセトイントやブタンジオールと官能評価との相関は、ジアセチルとのそれと比べて弱い。このことは、酵母によるジアセチルの変換が、焼酎香気を向上させていることを示唆している。

乳酸エチルは乳酸菌の活動に関係して、官能評価との相関が強くなっているのかもしれない。また、アセトイントアルデヒドは初留に多く含まれ、木香臭の原因物質とされている。

表1 米焼酎(減圧)の香気成分と官能評価の相関(n=67)

香気成分	相関係数 r	濃度(mg/)		
		平均	最大値	最小値
酢酸エチル	-0.33***	71.9	126.2	29.7
酢酸イソアミル	-0.29**	6.4	14.5	nd
イソアミルアルコール	-0.28*	372.9	739.8	244.0
ノルマルプロパノール	-0.23	100.8	214.8	56.8
ノルマルブタノール	-0.21	9.3	35.7	1.3
酢酸β-フェニチル	-0.19	43.9	105.4	nd
β-フェニチルアルコール	-0.19	43.9	105.4	8.4
ヘキサン酸エチル	-0.14	1.0	4.9	nd
イソブタノール	-0.09	167.6	328.6	109.5
メチオノール	0.00	1.3	3.3	nd
2,3-ブタンジオール	0.13	10.8	29.0	1.9
メソ-2,3-ブタンジオール	0.15	5.1	11.8	2.8
アセトイント	0.20	0.9	5.0	nd
アセトイントアルデヒド	0.32***	27.0	110.3	10.4
乳酸エチル	0.44****	2.1	6.6	nd
ジアセチル	0.49****	0.032	0.141	0.007

*: p < 0.05, **: p < 0.02, ***: p < 0.01, ****: p < 0.001

3. 2 育種株を用いた焼酎小仕込み試験

前章で、米焼酎（減圧）の香気成分濃度と官能評価の相関より、酢酸イソアミル及びジアセチルがそれぞれ香気成分、異臭成分として焼酎の香気に寄与していることが明らかになった。そこで、酢酸イソアミル生成能を強化した株を焼酎用酵母から3つの方法によって育種し、これらの株を用いた焼酎もろみ発酵試験中のジアセチル生成挙動を測定した。

焼酎酵母S.cerevisiaeKF-1（熊本県工業技術センター所有）から、2種類の育種株、CAN（カナバニン耐性株）及びFL（5,5,5-トリフルオロロイシン耐性株）を育種した。イソアミルアルコールの生成能を高めるために、CAN株は菌体内のロイシン蓄積能が高められ、また、FL株では、ロイシンによるフィードバック阻害が解除されるとされている。また、CAN株に5,5,5-トリフルオロロイシン耐性を付与した株FLCANも育種した。それぞれの育種株は、発酵能及びイソアミルアルコール生成能を基準に選抜し、CAN-1、FL-13、FLCAN-17 (CAN-1の5,5,5-トリフルオロロイシン耐性株より選抜) の計3株を優良株として取得した。

得られた3株を使用して、焼酎の小仕込み試験を行った。表2に2次発酵終了時の焼酎もろみ中に含まれる香気成分を示す。酢酸イソアミルとイソアミルアルコールの濃度は両方とも、育種株を用いた発酵もろみ中で、親株より高い濃度を示していた。特に、FL-13、FLCAN-17を用いた時のイソアミルアルコール濃度は400ppm以上になった。この結果によれば、焼酎の発酵において、ロイシンフィードバックを解除した酵母の利用は酢酸イソアミルを強化するうえで、かなり効果的であった。もう1つのメジャーなフーゼルアルコールであるイソブタノールはCAN-1を使用したもろみで強化された。しかし、FL-13やFLCAN-17を用いたもろみでは、その濃度は減少した。

表2 焼酎もろみの香気成分

香気成分	KF-1	CAN-1	FL-13	FLCAN-17
エタノール (%w/w)	15.6	15.6	15.1	15.6
ジアセチル (ug/L)	4.4	3.6	4.4	4.5
ノルマルプロパノール (mg/L)	54.2	51.4	42.9	44.4
イソブタノール	119.8	145.4	67.7	74.2
酢酸イソアミル	6.2	8.3	15.9	16.8
イソアミルアルコール	274.1	284.4	449.9	523.0
アセトイソブタノール	6.2	trace	trace	0.5
乳酸エチル	3.4	2.9	3.0	3.0
2,3-ブタンジオール	273.0	287.1	234.2	218.0
メゾー2,3-ブタンジオール	88.1	87.5	73.2	66.0
メチオノール	87.0	73.6	68.9	64.2
酢酸βフェネチル	87.0	73.6	68.9	64.2
βフェネチルアルコール	129.7	124.0	112.4	116.0

もろみのジアセチル分析は、もろみが液状化しサンプルが均一に採取できるようになった2次発酵3日目から行った。図3にその結果を示す。ジアセチルはすべてのもろみで発酵6日目まで減少し、その後ほぼ一定の値を発酵終了時まで示した。Nakatani等⁶⁾によると、ウィスキーの発酵について、ジアセチルは、麦汁に含まれる遊離アミノ態窒素量(FAN)の量によって2種類の挙動をとる。麦汁中のFANが高い場合、ジアセチルのピークは発酵初期に1つだけ現れる。しかし、FANが低い場合、2番目のピークが発酵後期に現れる。図3には発酵後期のピークが見られないことから焼酎もろみのFANは高い濃度で含まれていると思われる。また、使用する株によってジアセチルの挙動は異なり、FL-13、FLCAN-17を使用したもろみ中のジアセチルは発酵初期においてCAN-1、KF-1よりも大きな濃度で含まれていた。ジアセチルはロイシン生合成経路の中間体の1つαアセト乳酸が脱炭酸して生じる。FLやFLCAN株ではロイシン生合成が親株と異なる機構で行われていると考えられるが、その結果、αアセト乳酸が菌体内に高い濃度で生成しているかもしれない。

我々が選択したロイシンのフィードバック阻害を解除した育種株FL-13、FLCAN-17は、焼酎もろみ中の酢酸イソアミルを強化するのに有効であった。しかし、焼酎もろみ発酵中におけるジアセチルの生成挙動より、これらの株は、発酵時の状態によって、親株よりも高い濃度のジアセチルを生成することが示唆された。他方、CAN-1はKF-1に比べて酢酸イソアミルが1.2倍に強化されていたが、ジアセチルの生成挙動はKF-1とはほぼ同じであり、最終濃度はKF-1より低い値を示した。そこで、CAN-1を米焼酎（減圧）の香気を強化し、異臭の生成が低い株として選抜した。

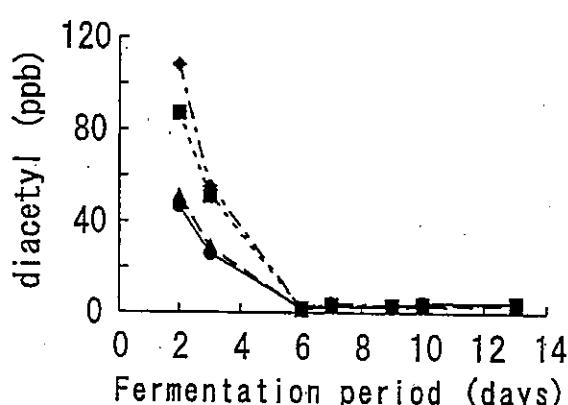


図3 焼酎二次発酵におけるジアセチルの生成挙動

●:KF-1;▲:CAN-1;■:FL-13;◆:FLCAN-17

3. 3. 焼酎の中間プラント製造試験

選抜したCAN-1及び親株であるKF-1を用いて、常法により、中間プラントスケールでの焼酎製造試験を行った。いずれの試験区でも、アルコール発酵は順調に行われており、もろみの最終アルコール濃度(CAN-1;17.1%v/v, KF-1;17.3%v/v)は両試験区でほとんど同じであった。

焼酎製品について、CAN-1を使用した製品はKF-1より華やかな香りを呈していた。この製品の香気成分分析結果を表3に示す。CAN-1株の酢酸イソアミルはKF-1の1.4倍であった。その他の香気成分もCAN-1に高い濃度で含まれており、育種株の性質は中間プラントスケールの製造でも保たれていた。また、ジアセチルは、CAN-1を使用した製品が、KF-1を使用したものより少なかつた。

この製品を、球磨焼酎組合で日を替えて行われた2度の審査会で評価したところ、CAN-1を使用した製品は、2度とも、親株であるKF-1で製造した焼酎よりも高い官能評価を受け、かつ、従来の球磨焼酎製品の中でも高い評価を得た。

表3 焼酎製品の香気成分

香気成分(mg/l)	CAN-1	KF-1
ジアセチル	0.012	0.020
ノルマルブタノール	122	111
イソブタノール	151	120
ノルマルブタノール	17	11
イソアミルアルコール	324	301
酢酸イソブチル	0.2	trace
酢酸イソアミル	4.3	3.0
ヘキサン酸エチル	1.7	1.6

謝 辞

この研究を行うにあたり、御指導いただいた生命工学工業技術研究所 栗山博氏、サントリー株式会社 最田優氏、同社 前村久氏、熊本国税局鑑定官室 木曾邦明氏に感謝いたします。

文 献

- 秋田修, 蓬尾徹夫, 原昌道, 吉沢淑. "カナバニン耐性清酒用酵母による糖化後発酵と香気生成". 発酵工学会誌. Vol.67, No.1, p.7-14(1989).
- S. Ashida, E. Ichikawa, K. Suginami. "Isolation and Application of Mutants Producing Sufficient Isoamyl Acetate, a Sake Flavor Component. Agricultural and Biological Chemistry. Vol.51, No.8, p.2061-2065 (1987).
- 秋田修, 蓬尾徹夫, 大場俊輝, 宮野信之. "酵母による酢酸イソアミル生成に対するアミノ酸濃度とイソアミルアルコール添加の影響". 日本醸造協会雑誌. Vol.81, No.11, p.805-809 (1986).
- 岩田博, 中嶋則行, 水野昭博, 高原康生, 黒須猛行; 里見弘司, 石井徹, 伊藤康, 菅間誠之助. "本格焼酎中のダイアセチルについて". 日本醸造協会雑誌. Vol.79, No.1, p.51-55 (1984).
- 田中純一. "ダイアセチル臭低生成性ビール酵母の育種". 日本醸造協会雑誌. Vol.79, No.7, p.436-441 (1988).
- K. Nakatani, T. Takahashi, K. Nagami and J. Kumada. "Kinetic Study of Vicinal Diketones in Brewing, 6: Theoretical Aspect for the Formation of Total Vicinal Diketones". MBAA Tech. Quart.. Vol.21, No.4, p.175-183 (1984).

酵母による香気活性フランノンの麦芽エキス発酵中の生成挙動 —蒸留酒用酵母の改質とその利用技術—

林田安生*・ジョン・コリン・スローター**

Biosynthesis of Flavour-active Furanones by Saccharomyces cerevisiae during Fermentation Depends on the Malt Type Used in Medium Preparation

—Development of the Yeast for Liquor and its Usage for Distilling Industry

Yasuo HAYASHIDA*, J C SLAUGHTER**

3種類のフランノン4-ヒドロキシ-5-モノメチル-3(2H)-フランノン(HMMF), 4-ヒドロキシ-2,5-ジメチル-3(2H)-フランノン(HDMF), 4-ヒドロキシ-2(or5)-エチル-5(or2)-メチル-3(2H)-フランノン(HEMF)の色の異なる2種類の麦芽エキス発酵中の生成挙動は、使用する麦芽エキスによって大きく影響を受けた。

1. 緒言

フランノン類、HMMF、HDMF及びHEMFは、大豆発酵食品、チーズ、ナッツ、ボイルドビーフ、ローストコーヒーそしてビールなど多くの食品から分離されている。その中で、HDMFとHEMFは甘いカメリ様の香氣を持ち、非常に低い官能しきい値(0.16ppm, 0.02ppm)を持つため、これらの食品の香氣成分として重要であると思われる。両化合物はアミノ酸と5单糖の反応や、酵母の発酵によって生成する^{1) 2)}。佐々木等はしょうゆの発酵についてキシリース-5-リノ酸がHEMFの前駆体であることを明らかにしており³⁾、また、ビールでは、佐久間等がその生成挙動が酵母株によって異なることを示している⁴⁾。

また、HEMFは香氣での重要性に加えて、マウス試験でその抗腫瘍性が報告された⁵⁾。このことは、この物質が食品含有の機能性物質群の一部として健康に寄与している可能性を示唆している。

2. 方法

2.1 麦芽エキスの調製

麦芽は商業的に製造された薄色(Pale=P)タイプと着色(Coloured=C)タイプのものを使用した。麦芽エキスを調製するために、75gの麦芽をブライユニバーサル試験用円盤ミルにより、0.2mmクリアランスで粉碎した。この粉末と350mlの水を65℃で1時間、20分毎にかくは

んしながら放置した後、No.2ろ紙でろ過し、ろ液を50分間煮沸した。冷却後、清澄化のため、遠心分離を行って、煮沸時に生成したオリを除去した。この上澄みの比重を、殺菌水で1.065に調製し、以下の実験に供した。

2.2 使用した酵母株と発酵条件

S.cerevisiae KF-1(熊本県工業技術センター所有)を2%YPD培地を用いて28℃で1夜振とう培養した。試験発酵については、50mLスクリューキャップ付き試験管に20mLの麦芽エキスを入れ、酵母を10⁷cell/mLになるように接種し、緩くキャップを締めた状態で28℃で静置発酵を行った。

2.3 GC分析

フランノンを抽出するために内部標準物質としてノルマルデカノールの0.1%w/vエタノール溶液を0.1mL加えた2mLの試料を塩化ナトリウムで飽和させた後、3mLの酢酸メチルを加えた。その混合物を10分間振とうした後、2000×gで10分間遠心分離し、上層として分離した有機溶媒層をガスクロマトグラフ質量分析計HP6890で、以下の条件で分析した。カラム；HP-5M 0.25mm×30m, カラム温度；40℃から200℃まで3℃/minで昇温、キャリアガス；ヘリウム、イオン化エネルギー；70eV。フランノンの検量線はHDMFを用いて作成した。検出限界は0.01ppmで、0.02ppmから50ppmまで直線性が保たれた。

発酵中のエタノール分析については、1mLのサンプルに4mlの1%1-butanol溶液を混合して、混合液2μLをFIDを検出器としたガスクロマトグラフに導入して分析した。分析条件は次のとおり。カラム；CP Cilica 5CB 0.32mm×10m, カラム温度；80℃, キャリアガス；ヘリウム。

* 微生物応用部

** ヘリオット・ワット大学

3. 結果と考察

調製した麦芽エキスの色度はそれぞれ、Pタイプ；10° EBC、Cタイプ；50° EBCであった。麦芽エキスに酵母を加えて発酵を行なわながら、サンプルのフランノン組成を測定した。フランノン組成と比重の測定は発酵が終了するまでの3日間、毎日行った。また、塩化ナトリウムを20%含んだ麦芽エキスを用いて同様の実験を行った。発酵終了時の結果（いずれの試験区も2つのサンプルを調製し、結果はその平均として算出した。）を表1に示す。2度目の実験について、エタノール濃度はPタイプで1.5%、Cタイプで2.5%であった。塩化ナトリウムを含んだ培地からは、エタノールは検出できなかった。

この結果は繰り返した2回の試験区間にかなりの差が見られたが、2度目の結果は常に低い値を示し、Cタイプの発酵後の濃度はPタイプのそれに比べてかなり高かった。また、Cタイプについて、HDMFとHEMFの相対生成量は両方の試験でかなり相似に近い値を示した。すなわち、両実験でHDMF濃度はHEMFの16及び19倍であった。HMMFはPタイプ、Cタイプのいずれにも含まれており、発酵全期間を通じて増加した。アルコール発酵が塩化ナトリウムによって阻害されると、HMMFの生成はPタイプでは抑えられ、Cタイプでは減少した。HMMFは麦芽製造及び発酵の2つの時期に生成する。

しかし、この実験では、その濃度が官能しきい値に近くことはなかった。

Pタイプの麦芽エキス中からHDMFは見いだせなかつたが、Cタイプ中には官能しきい値を越える濃度で含まれていた。この物質は両エキスの発酵中に生成したが、

Cタイプの発酵液には特に高い濃度で生成した。Pタイプ発酵液の最終濃度は、この物質の官能しきい値に近いものであったが、Cタイプの1/10以下であった。HEMFは、いずれの麦芽エキスからも検出できなかつた。この物質は、Cタイプの麦芽エキス中で発酵中に生成し、その最終濃度は官能しきい値の5倍になつた。しかし、Pタイプの発酵中には、まったく検出できなかつた。これらの結果は佐久間等¹⁾のそれと一致する。佐久間等¹⁾は、200Lの中間プラントを使用して、工業生産と同様の方法で麦汁を調製した。その麦汁中にはHDMFは含まれていたが、HEMFは存在しなかつたとしている。更に、2種類の酵母株を用いて、麦汁を発酵させたところ、株間にHDMF生成能の違いが認められたとしている。

著者等の結果では、麦芽エキス中のHDMFとHEMF最終濃度が、発酵終了後には官能しきい値を越えており、甘い、麦芽様、カラメル様と言う言葉でこれまで表されてきたビールの香気にこの物質が寄与していると考えられた。また、この結果はHDMFとHEMF最終濃度の決定に麦芽の調製方法が大きく影響していること、発芽及びその乾燥工程中に、これらの化合物の前駆体が生成する条件を決定するのに重要な因子があることを示唆している。佐久間等¹⁾は、酵母株間でのフランノン生成能の差異を報告しているが、生成メカニズムを明らかにするには、生成挙動の1部だけでなく、麦芽製造から発酵までの広い範囲での研究が、必要であろう。

文献

- 1) M. Sasaki, N. Nunomura, T. Mtsudo. " Biosynthesis of 4-Hydroxy-2(or5)-ethyl-5

表1 発酵麦芽エキス中のフランノン

麦芽 種類	化合物	濃度(ug/L)				
		実験1		実験2		
		初日	3日後	初日	3日後	3日後*
P	HMMF	55	246 (191)	13	84 (71)	46 (33)
C	HMMF	359	1012 (653)	311	800 (489)	277 (-34)
P	HDMF	nd	314 (314)	nd	123 (123)	24 (24)
C	HDMF	544	2358 (1814)	333	1693 (1360)	290 (-43)
P	HEMF	nd	nd (0)	nd	nd (0)	nd (0)
C	HEMF	nd	113 (113)	nd	70 (70)	nd (0)

P:pale malt; C:coloured malt; *:食塩 (20%w/v)含有; nd: 不検出。

分析法の詳細は方法参照。括弧内は発酵中の増加量。

- (or2)-methyl-3(2H)-furanone by Yeasts". J. Agric. Food. Chem. Vol.39, p.934-938(1991).
- 2) I. Blank, L. B. Fay. "Formation of 4-Hydroxy-2,5-dimethyl-3(2H)-furanone and 4-Hydroxy-2(or5)-ethyl-5(or2)-methyl-3(2H)-furanone through Maillard Reaction Based on Pentose Sugars". J. Agric. Food. Chem. Vol.44, p.531-536(1996).
- 3) M. Sasaki. "Isolation and Identification of Precursor of 4-Hydroxy-2(or5)-ethyl-5(or2)-methyl-3(2H)-furanone from Isolated Soybean Protein and Shoyu". J. Agric. Food. Chem. Vol.44, p.230-235(1996).
- 4) S. Sakuma, K. Kobayashi, T. Tayama, H. Yokoyama. "Formation of Sweet Flavor Compounds During Fermentation". J. Amer. Soc. Brew. Chem. Vol.54, p.37-40(1996).
- 5) M. W. Pariza. "Fermentation-Derived Anticarcinogenic Flavor Compound". Amer. Chem. Soc. Sym. Series. Vol.546, p.349-352(1994).

湿式法による圧電性薄膜の特性評価

応力検知能力を有する構造用セラミックス材料に関する研究（第5報）

末永知子*・本田悠紀雄*・永田正典*・上田直行**・上田峰朗***

Properties of Piezoelectric Thin-Films Fabricated in Sol-gel and Pyrosis Process

— Study on Stress-responsive Ceramics for Application to Frame Material (5th Report) —

Tomoko SUENAGA*, Yukio HONDA*, Masanori NAGATA*,
Naoyuki UEDA**and Mineo UEDA***

ゾル・ゲル法及び熱分解法によって圧電性薄膜(PZT)をアルミナ、部分安定化ジルコニウム等構造材に製膜し、構造材の破壊の予知等をモニターできるセラミックスと薄膜を一体化したインテリジェントの可能性について検討した。ゾル・ゲル法及び塗布熱分解法どちらの作成法においても周波数特性によって圧電性が確認できた。この時の共振、反共振点は40~100MHz、280~320MHzであった。電気機械結合係数は基板がアルミナでゾル・ゲル法で作成した膜が最も大きく2.4%であった。また、衝撃力による発生電圧を測定した。その結果、分極処理をしていないすべての膜で電圧が発生した。また、膜厚と発生電圧に比例関係が認められた。更に、同じ膜厚において塗布熱分解法で作成した膜よりも、ゾル・ゲル法で作成した膜の方が高い電圧を発生をした。これはSEM観察の結果、粒子の充てん密度によると考えられる。同じ衝撃力において最も高い電圧は配向した膜であった。

1. はじめに

近年、セラミックスは電磁気的性質、化学的性質、機械的性質、光学的性質等多機能性を利用して構造材、工具、電子材料等広い分野で用いられている。一方、セラミックスの決定的欠点としての「もろさ」を克服する研究も行われている。すなわち、セラミックス材料に機能性繊維材料、導電相を複合化する方法、及び機能性膜等をセラミックス、金属材料等にセンシング機能として付加する破壊の予知が検知できるシステムを構築する研究がされている。^{1), 2)}

前回筆者等は圧電性薄膜としてPZT ($Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})$) を塗布熱分解法で、単一なペロブスカイト層を作成する条件を明らかにした³⁾。又、基板と膜界面にTiをバッファーレンとして挿入した場合、粒子成長が抑えられることも明らかにした。本年度は塗布熱分解法及びゾルゲル法で作成した膜について圧電特性を表面弹性波及び落下試験による発生電圧によって明らかにした。又、塗布熱分解法、ゾルゲル法による膜作成法の相違による粒子径と電気機械結合係数との相関についても検討した。

2. 実験方法

塗布熱分解法の原材料及び製膜法は前報と同様とした。ゾル・ゲル法による作成法については次年度報告する予定。基板はアルミナ多結晶基板、部分安定化ジルコニウム(YSZ)及び単結晶SrTiO₃(100)を用いた。得られた膜の圧電性及び機械結合係数を調べるために、周波数特性を図1に示すくし形電極(くし数13対、くし幅40μm)を金で蒸着しインピーダンスアナライザーで測定した。また、実際図2に示す装置を組立て、膜の発生電圧をデジタルオシロスコープで測定した。さらに、PZTの粒子形状をフィールドエミッション走査型電子顕微鏡(日立製S-4000型)で観察した。PZTは元素組成によって強誘電相の結晶相が変わる物質であるため、組成をICP(セイコー電子工業 SPS-950)で分析を行った。

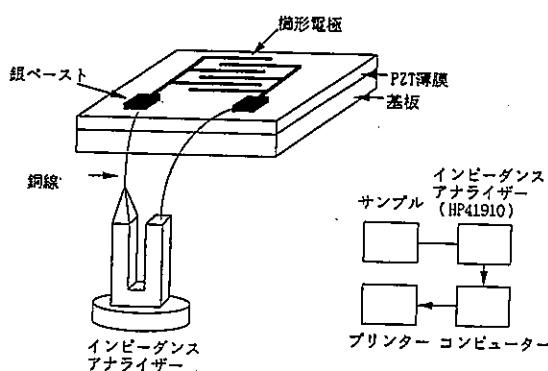


図1 周波数測定装置

* 材料開発部

** 電子部

*** (株) 九州ノゲデン

3. 実験結果及び考察

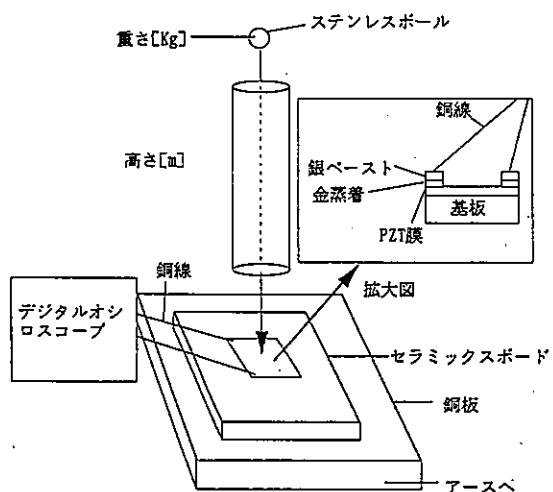


図2 衝撃試験測定装置

3.1 周波数特性試験

ゾル・ゲル法及び塗布熱分解法で作成したすべての膜で共振、反共振が測定され圧電性が確認された。図3は各種基板及び製膜法が異なった膜の周波数特性を示す。図3-Dに示すSrTiO₃ (100) 基板に配向した膜の共振・反共振点の周波数は位相が0になる周波数とインピーダンスが最小及び最大になる周波数が一致している。しかし、同じゾル・ゲル法で作成した無配向膜の周波数特性は共振、反共振の位相0でのインピーダンスが最小になる周波数が一致しなかった。これは配向した膜は分極軸が一定方向に揃っているが、無配向膜は分極軸がランダムな方向にあるため位相0とインピーダンスの最小値が一致しなかったと考えられる。

SrTiO₃ (100) に配向した膜の共振点は40MHzで反

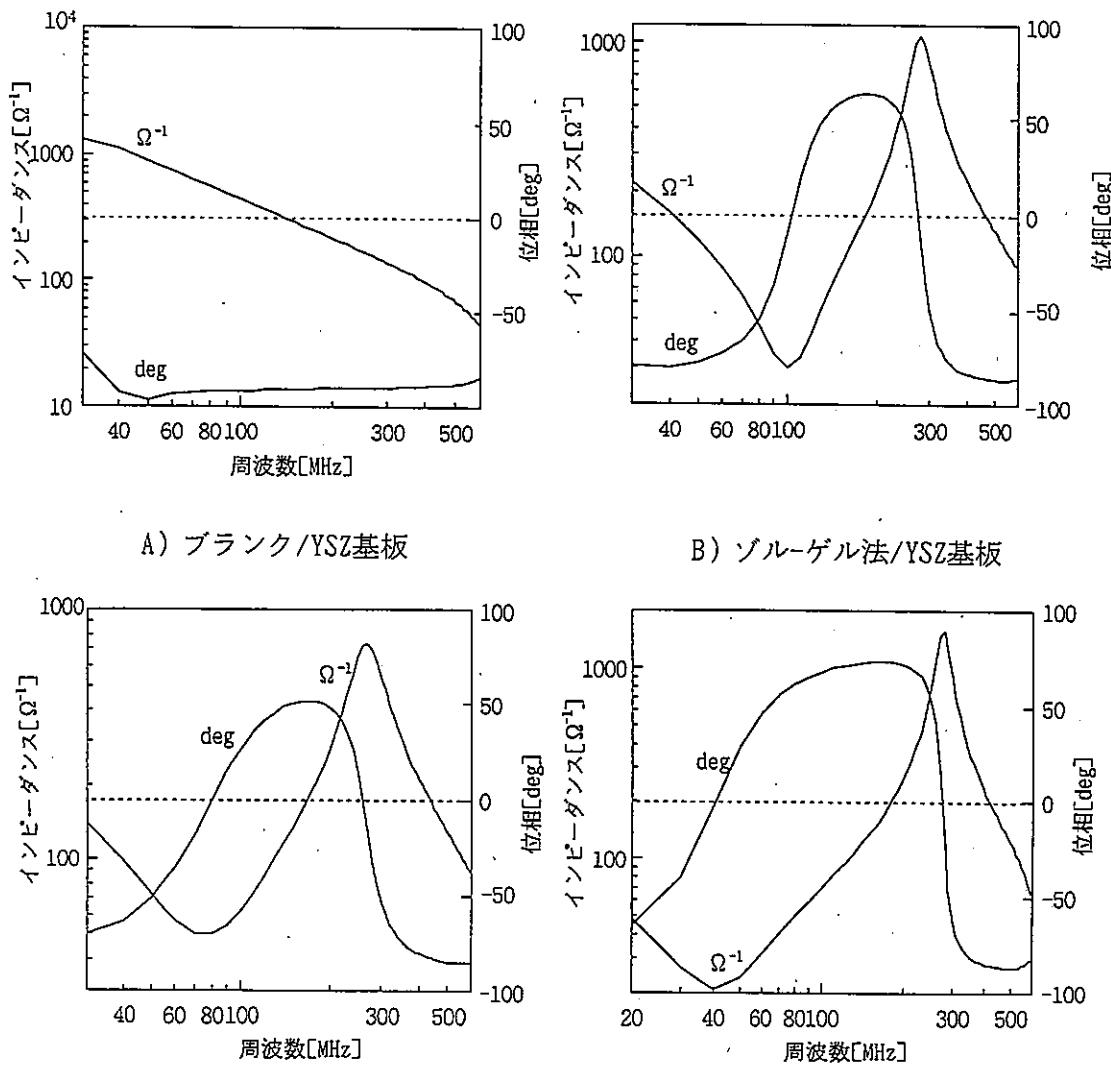


図3 製膜法及び基板の違いによる周波数特性

共振点は320MHzであった。この結果から児島らの式⁴⁾

(1) より電気機械結合係数 (k^2) を求めた。

$$k^2 = Ga / 8f_0 C T N \quad (1)$$

k^2 : 電気機械結合係数

Ga : 中心周波数のコンダクタンス

f₀ : 中心周波数

CT : くし形電極のN対の電気容量

N : くし形電極の対数

その結果、電気機械結合係数 (k^2) は0.73%であり、これはバルク体の2.6%比へ約30%であった。これは、薄膜 ($1.2\mu m$) であるため基板、及び粒子の影響を受けたためと考えられる。

3.2 電気機械結合係数と粒子径及び基板との関係

表1 電気機械結合係数と平均粒径

基板	ゾル・ゲル法		塗布熱分解法	
	k^2	$\phi [nm]$	k^2	$\phi [nm]$
Al ₂ O ₃	2.4	40.2	1.33	252
YSZ	0.89	31.7	0.96	392
SrTiO ₃ (単結晶)	0.73	72.6		

表1に電気機械結合係数と粒子径及び基板の関係について示した。岡崎⁵⁾らはバルク体において、粒子径が大きくなる程電気機械結合係数が大きくなると報告している。この場合粒子径サイズは μm 単位である。ゾル・ゲル法において粒子径と機械結合係数に明確な比例関係は見られなかった。これは報告が μm サイズに対してゾル・ゲル法での粒子が非常に小さく nm サイズであるためと考えられる。また、塗布熱分解法においても同様のことと言える。さらに、基板と電気機械結合係数の関係ではアルミナ (Al₂O₃) 基板が最も大きく、YSZ、SrTiO₃ (100) の順となり、アルミナでは2.4とバルク体の約90%と大きな値を示した。これは、基板の影響を受け、それぞれの基板の伝播速度の違いが電気機械結合係数に現れていると考えられる。

3.3 衝撃力と発生電圧

図4に図2に示した装置でステンレスボールを落下させたときのデジタルオシロスコープで測定した発生電圧を示す。発生電圧はプラスとマイナスで最大に発生した電圧の和とした。

作成法及び膜厚の違いにより発生した電圧を表したのが図5である。電気的に外部からノイズが入らないように、装置はすべてアースしている。また、確認のためア

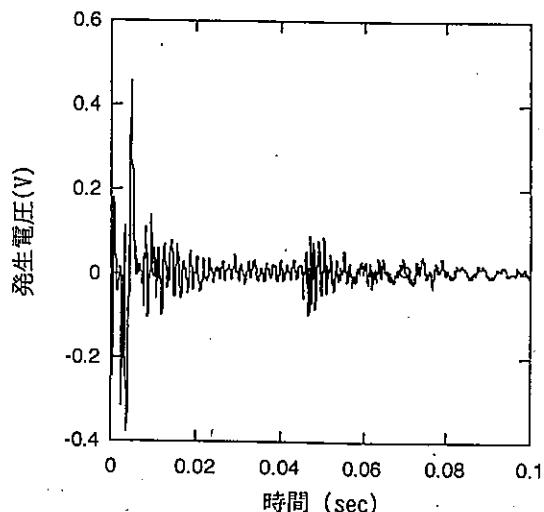


図4 衝撃力による発生電圧

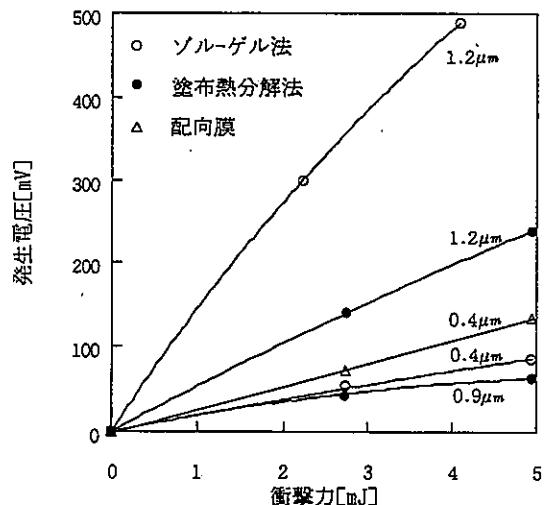


図5 衝撃力及び膜厚と発生電圧

ルミナ基板にステンレスボールを落させ空試験を行った。その結果、発生電圧は認められなかった。図5より衝撃力と発生電圧は比例関係が見られた。さらに、膜厚と発生電圧においても比例関係が見られた。また、塗布熱分解法よりゾル・ゲル法が発生電圧は大きかった。この結果は機械結合係数の結果からも支持される。配向膜について考察すると、同じ衝撃力において発生電圧は大きくなっている。これは、分極処理をしていない状態においても、結晶構造が一定方向に並んでいたため分極軸も一定方向にそろっている。このため同じ衝撃力で高い発生電圧が生じたと考えられる。また、通常バルク体はランダムな結晶方向を持っているため、電極を一定方向に並べるために分極処理がなされるが、本研究において、分極処理を行っていない無配向の膜においても衝撃力による電圧が発生した。これは、表2に示す結晶構造のC軸成分が結晶全体の約

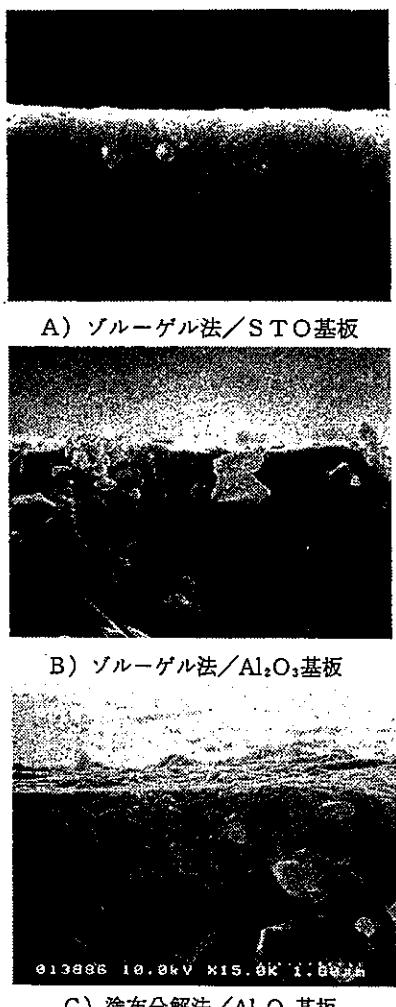
表2 PZTの結晶構造とX線強度

面間隔 (d)	面指数 (hkl)	X線強度(cps)
4.0920	001, 100	2150
2.8842	101, 110	8623
2.3865	111	5961
2.0413	002, 200	2467
1.6654	112, 211	3441

ゾル・ゲル法で製膜したPZTのX線強度

$$\text{C轴強度割合} = \frac{(001)(100) \text{のX線強度} + (002)(200) \text{のX線強度}}{\text{全X線強度}} = 0.20$$

20%存在するためと考えられる。それぞれの膜の微細構造を調べた結果を図6に示す。図から粒子が最も密なのは配向膜で、ゾル・ゲル膜、塗布熱分解膜の順に緻密さが低下している。これらの結果から、発生電圧の大きさは粒子の充てん密度に比例すると考えられる。

図6 ゾル・ゲル法及び塗布熱分解法による
薄膜断面のSEM像

- A) 配向膜 ゾル・ゲル法/SrTiO₃ (100) 基板
- B) 無配向膜 ゾル・ゲル法/Al₂O₃基板
- C) 無配向膜 塗布分解法/Al₂O₃基板

4. まとめ

セラミックス構造材の亀裂予知のために圧電性薄膜を構造材の上にゾル・ゲル法、塗布熱分解法によって製膜し、膜をインテリジェント化するための可能性を検討した。その結果、次のことが明らかとなった。

(1) ゾル・ゲル法、塗布熱分解法で作成した膜の周波数特性で共振、反共振が確認され、圧電性が示された。この時の電気機械結合係数はアルミニナ基板において、2.4%でバルク体と比べると約90%であった。

(2) 電気機械結合係数は薄膜の場合、基板の影響を受け、アルミニナが最も大きな値を示した。

(3) 配向膜、無配向膜共に分極処理をしない状態においても電圧が発生した。

(4) 衝撃による発生電圧は膜厚と比例関係があり、また、配向膜は発生効率が高く、塗布熱分解法よりゾル・ゲル法が発生電圧は大きかった。これは粒子のち密さに比例することが分かった。

本研究は、中小企業庁の技術開発研究の一環として実施したもので、ご指導いただきました九州工学技術研究所の渡辺忠彦部長、秋山守人研究員、佐賀大学の信田克則教授、熊本工業大学の松下教授に感謝を表します。

5. 文献

- (1) スマートストラクチャー研究会：“環境応答・内部診断自蔵型材料の創設に関する調査研究報告”(1993)
- (2) 松原秀彰、石田積：“セラミックスにおける自己診断”，機能性材料Vol 15. No 1. (1995)
- (3) 末永知子、永田正典、本田悠紀雄、上田直行.“塗布熱分解法による圧電性薄膜の作製”. 本誌. No 33, (1995)
- (4) 児島俊宏・表面弾波入門.“ニューセラミックス”No 7. p 61-69 (1993)
- (5) K.Okazaki,K.Nagata: Proc. 1971 Int. Conf. on Mech. Behavior of Mater. 8 (J. Soc. Mater. Sci. Jpn) (1972)

反応性スパッタリング法によるAIN薄膜の作製

—応力検知能力を有する構造用セラミックス材料に関する研究（第4報）—

本田悠紀雄*・末永知子*・永田正典*・上田直行**

Deposition of AlN Thin Film Using Reactive Sputtering Method

—Study on Stress — responsive Ceramics for Application to Frame Materials (4th Report)—

Yukio HONDA, Tomoko SUENAGA, Masanori NAGATA, and Naoyuki UEDA

構造用セラミックスは高強度、耐磨耗性等の性質を利用して機械部品等に使用されている。しかし信頼性や安全性に問題があり、これらの課題を解決するため環境応答性が求められている。本研究では、構造用セラミックスに圧電性薄膜を形成し、使用時に発生する異常な応力によるクラックや破壊を未然に防止する自己診断機能を持つ、スマート・ストラクチャーセラミックスの構築を目的として行った。同機能は、非酸化物セラミックスを対象にAlN圧電性薄膜を形成し、材料が受ける応力を電圧へ変換する方式を用いた。AlN薄膜の作製は、化合物薄膜の形成が比較的容易な反応性スパッタリング法を用い、基板加熱温度、成膜中の真空度、Ar : N₂の比率等を変化させて行った。その結果、AlN薄膜の結晶方位をC軸方向に配向させ、圧電特性を有する薄膜を作製するための最適な成膜条件は、基板温度：300°C、成膜圧力：0.123 Pa、Ar : N₂=2.69:1、カソードパワー：165W、ラジカル源rパワー：50Wである。また、AlN薄膜の配向性は、ロッキングカーブの半価幅が3.43度であり、c軸配向が顕著な圧電性薄膜であった。

1 はじめに

AlN薄膜の作製法には、直流マグネットロンスパッタリング法^{1,2)}、rfマグネットロンスパッタリング法³⁾等があるが、いずれも放電ガス（Arガス）中にあらかじめ窒素ガスを混合する方法で行われており、ラジカルソースを用いた試みは見あたらない。固体表面に高エネルギー粒子（多くは磁場で加速された正イオン）を衝突させると、固体表面から原子（分子）がはじき出される。スパッタリング法による薄膜の作製は、この現象を応用したものである。スパッタリング法でターゲットに化合物を用い、化合物薄膜を形成すると、形成された薄膜の組成がターゲットの組成から外れることが多い。このため、不足する成分を放電ガス（スパッタガス）中に混合して補う方法がよく用いられている。放電ガス中に活性なガスを混合すると、そのガスのイオン、ラジカル、励起分子などが発生し、ターゲットから来た材料と一緒に基板表面に到達し、化合物薄膜が形成される。混合するガスは、酸化物では酸素、窒化物では窒素あるいはアンモニア、炭化物ではメタンなどがよく用いられている。

本研究では、スパッタガスと反応ガスを個別に放電させ、カソードでAlを蒸気化しラジカル源でN₂を活性化し、構造用セラミックスとしての非酸化物セラミックス基板上に、c軸配向AlN圧電性薄膜を作製するために必要な成膜条件について検討し、材料にかかる応力を電圧へ変換できるか否かを検討した。

2 実験方法

2.1 装置及び基板

AlN薄膜の作製に用いた装置を図1に示す。本装置は、カソードにヘリカルスパッタカソードを用い、一方、N₂ガスを活性化しターゲットから来たAl蒸気と反応しやすくするため、ラジカル発生装置を別系統に配置したスパッタ装置である。

基板は、市販のスライドガラスと、高密度、高硬度であり、また、曲げ強さ・耐摩耗性に優れ、かつ導電性を持つ30%TiB₂-70%Ti(C,N)多結晶体⁴⁾を鏡面研磨し、15×15×15mmに切断して用いた。30%TiB₂-70%Ti(C,N)基板の特性を表1に示す。

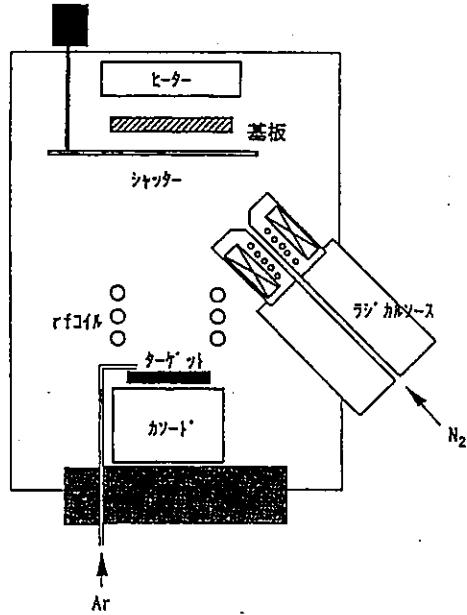


図1 反応性スパッタリング装置

* 材料開発部

** 電子部

表1 30%TiB₂-70%Ti(C,N)基板の特性

曲げ強さ	465~689MPa
表面粗さ	R _a 0.03 μm
寸 法	15×15×5mm

2.2 成膜条件及び評価法

AlN薄膜を作製するための主な成膜条件は、基板とターゲット間距離：200mm、ターゲットサイズ：直径2インチ、ターゲット：金属Al(5N)、スパッタガス：Ar、反応ガス：N₂、カソードパワー：165W、ラジカル源rfパワー：50Wである。これらの条件を固定し、AlN薄膜の結晶方位をc軸方向に揃えるため、基板温度：100~450℃、成膜中の真空中度：0.106~0.147Paの範囲でArとN₂の流量比を3:1に固定し、Arは9ml、9.9ml、11.4ml、12ml、N₂は3ml、3.3ml、3.5ml、3.8ml、4mlの5段階にそれぞれ変化させて、成膜した。また、Ar及びN₂の導入量を、N₂流量1に対しAr1.51~3.08(Arは9.8~11.4ml、N₂は3.7~6.5mlの中から所定量流した。)、成膜時間を120~600分の間でそれぞれ変化させ、最もc軸配向する成膜条件についても検討した。

X線回折装置、XPS、SEM、AFM、表面粗さ計、インピーダンスアナライザ、及びデジタルオシロスコープを用い、得られたAlN薄膜の結晶構造、配向性、化学組成、像観察、表面粗さ、膜厚、厚電特性及び応力による発生電圧を測定した。

3 結果及び考察

スマート・ストライクチャーセラミックスに用いるAlN圧電性薄膜は、構造用セラミックス上に作製され使用することになるので、苛酷な環境での使用となる。したがって、密着性に優れ容易に剥離しないこと、さらに高密度を必要とするのでc軸配向した結晶構造を持つことが必要である。このうち密着性については、スパッタリング法を用いることから比較的良好であると考えられる。そこでc軸配向性に優れた成膜条件を見いたした。

3.1 スライドガラス基板上へのAlN薄膜の作製

AlN薄膜の結晶方位を決定する要因として、基板温度、成膜中の真空中度、Alの蒸発量及び基板表面付近におけるN₂ガスの濃度等がある。最適条件を見いだすため、まずスライドガラス基板を用い、Arを10.5ml、N₂を3.5ml(成膜中の真空中度0.121Pa)に設定し、c軸配向に必要な基板温度について検討した。得られたAlN薄膜のX線回折パターンを図2に示す。

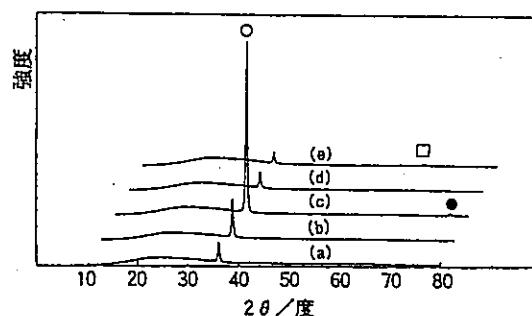


図2 成膜中の真空中度: 0.121Pa、Ar:N₂=3:1、成膜時間: 120分に固定し、基板温度を変化させスライドガラス上に作製した、AlN薄膜のX線回折パターン
(a)100℃、(b)200℃、(c)300℃、(d)400℃、(e)450℃
○: (002)、●: (004)、□: (103)

図2からAlN薄膜は、(002)及び(004)面からの回折が大部分である。また、基板温度については、300℃で作製した薄膜が最も(002)面からのX線回折強度が強く、基板面に対し六方晶が垂直方向に成長しやすいことを表している。

次に、温度を300℃に固定し、成膜中の真空中度を変化させて成膜した。成膜中の真空中度は、Ar:N₂の比率を流量比で常に3:1になるように、Ar及びN₂の流量を5段階に調整し、それぞれカソード及びラジカル源へ導入した。得られたAlN薄膜のX線回折パターンを図3に示す。

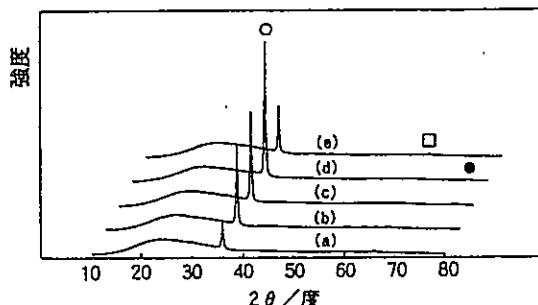


図3 成膜中の真空中度を変化させて作製したAlN薄膜のX線回折図
基板: スライドガラス、基板温度: 300℃
Ar:N₂=3:1、成膜時間: 60分
(a)0.106Pa、(b)0.114Pa、(c)0.121Pa、(d)0.123Pa、
(e)0.147Pa、○: (002)、●: (004)、□: (103)

図3から、成膜中の真空中度が0.123Pa(Ar:N₂=11.1ml:3.7ml)を基準に、これより高くても低くても、(103)面のピークが出現し、(002)及び(004)面のピークは減少した。

さらに、基板温度300℃、成膜中の真空中度0.123Paに固定し、Ar:N₂の比率を8段階に変化させて成膜した。得られたAlN薄膜の(002)面に対する、ロッキングカーブの半価幅とAr:N₂の比率の関係を図4に示す。

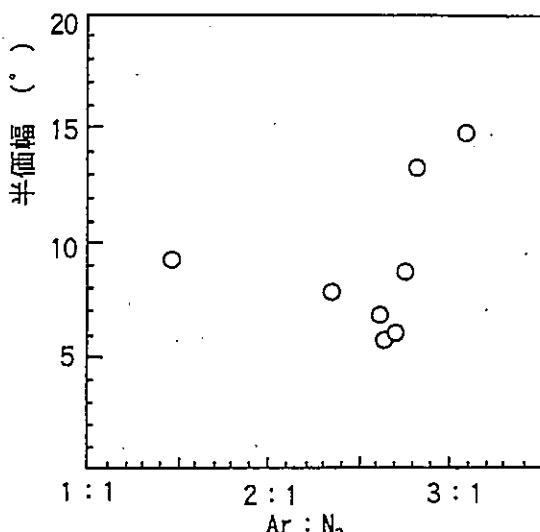


図4 Ar : N₂の比率と(002)面に対するロッキングカーブの半価幅の関係

基板：スライドガラス

基板温度：300°C

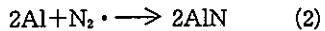
成膜中の真空中度：0.123Pa

成膜時間：120分

Ar : N₂の比率を変化させるとAl蒸発量が変化し、AlN薄膜の膜厚も変化することが予想される。このためArの流量が少ないと膜厚が薄くロッキングカーブの半価幅は、広く測定される可能性がある。したがって、図4は、c軸配向膜を効率よく作製するために必要な、Ar : N₂の比率を見いだすことを目的として作製した。図4から、Ar : N₂の比率を2.64 : 1（流量では11.1ml : 4.2mlに相当する）に調整した試料で最も半価幅が小さい値は6.1度であった。しかし、a軸及びb軸方向については、ランダムに配置し方向性はないと考えられる。

このことは、温度及び圧力を最適条件に設定し、基板表面におけるAl原子と反応に関与する窒素ラジカルの比率が、基板近傍で1 : 1付近になるように操作すれば、ある程度c軸配向したAlN薄膜の作製が、可能であることを示唆していると考えられる。

薄膜は、不均一核生成によって形成される。したがって、不均一核生成における活性化エネルギーから推察すると、AlN薄膜を形成するためには、まず基板面にAl原子が付着し、拡散、再蒸発、衝突・合体、核生成の過程で、窒素ラジカルと反応し、式(1)及び(2)に示す化学反応によってAlNとなり、連続的に供給される原料気体によって、薄膜が成長すると考えられる。



XPSを用いスライドガラス基板に作製したAlN薄膜の化学分析結果を図5に示す。図5から、AlN薄膜の化学

組成は、膜の表面付近では、空気中の酸素を吸着し多量の酸素を検出したが、内部に達するにしたがって減少し、Al : N : O = 51 : 46 : 3の割合でほぼ一定に達する。このうち酸素については、チャンバー内に残留するもの、アルゴン及び窒素ガス中に含まれるもの、チャンバー内壁に付着するもの等が考えられ、微量に存在する酸素が優先的にAl原子と反応することから、薄膜中の酸素をなくすことは困難である。

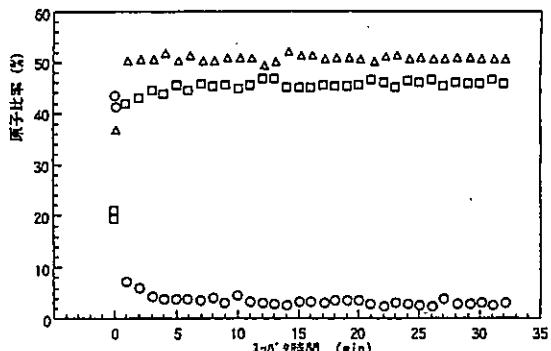


図5 AlN薄膜の深さ方向における化学組成
基板：スライドガラス、基板温度：300°C、成膜中の真空中度：0.123Pa
Ar : N₂=2.64 : 1、成膜時間：120分
△ : Al、□ : N、○ : O

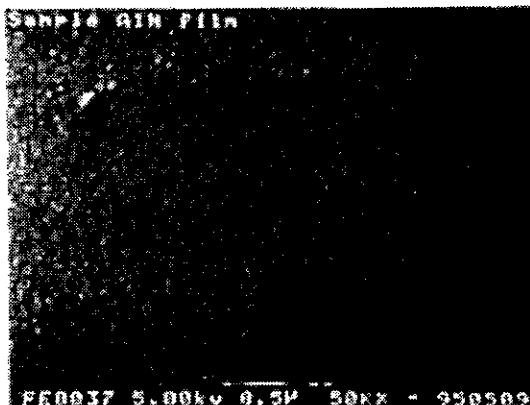


図6 AlN薄膜のSEM写真 (×5000)
基板：スライドガラス、基板温度：300°C
成膜中の真空中度：0.123Pa、Ar : N₂=2.64 : 1
成膜時間：120分

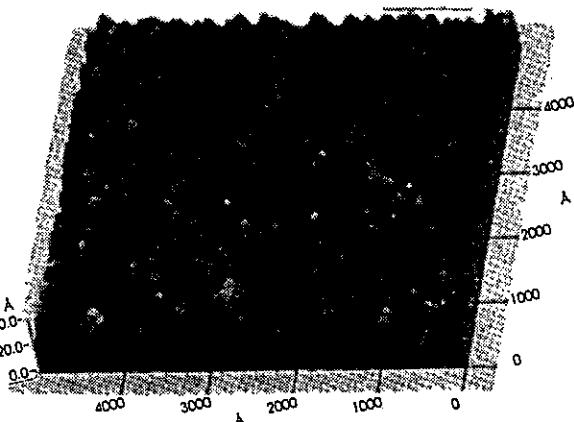


図7 AlN薄膜のAFM写真
基板：スライドガラス、基板温度：300°C
成膜中の真空中度：0.123Pa、Ar : N₂=2.64 : 1
成膜時間：120分

また、スライドガラス基板に作製したAlN薄膜のSEM写真及びAFM写真を図6及び図7に示す。図6及び7から、AlN薄膜の膜面はフラットであり、均一な薄膜が形成されていることが観察された。

3.2 30%TiB₂-70%Ti(C,N)基板上へのAlN薄膜の作製

次に、スライドガラスの代わりに、30%TiB₂-70%Ti(C,N)板を用い、成膜中の真空中度：0.123Pa、基板温度：292°C、Ar:N₂の比率を2.64:1（流量では11.1ml:4.2mlに相当する）に固定し、成膜時間を変化させて成膜した。結果を図8及び9に示す。ただし、基板温度については、装置の使用を一部変更したため再度検討した結果、292°Cで作製したAlN薄膜の(002)面に対するX線回折強度が最も強く表れたため、292°Cを採用した。図8から、得られたAlN薄膜の成膜時間と膜厚の関係は、成膜時間が6時間までは時間とともに一定速度で厚くなるが、以後やや速度は低下する傾向にある。このことは、膜厚が厚くなると、柱状に成長したAlN結晶が傾斜することが考えられる。またロッキングカーブの半価幅は、膜厚が薄いと半価幅は広く測定されることが知られており、図9からc軸配向性を論じるために、膜厚が約0.74μm以上必要であることを表している。30%TiB₂-70%Ti(C,N)基板上に作製したAlN薄膜の半価幅は、最も小さい値が6時間成膜した試料で3.43°であり、応力を検知するために必要なc軸配向性は十分満足するものであると考える。

30%TiB₂-70%Ti(C,N)基板の表面粗さ及び同基板に10時間成膜したもの表面粗さを図10に示す。図10から、基板の表面粗さは、Ra=0.032μm、Rmax=0.23

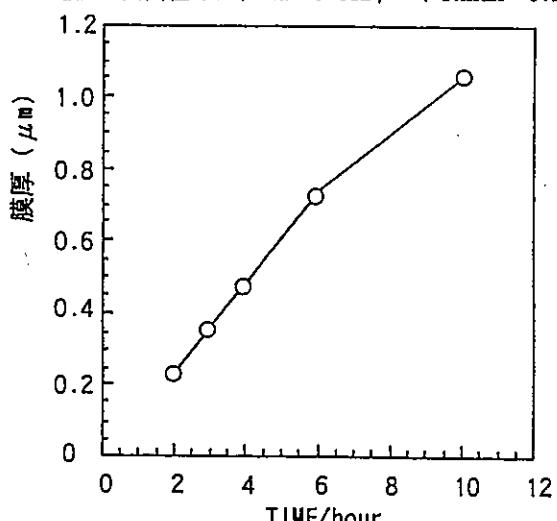


図8 成膜時間と膜厚の関係

基板：30%TiB₂-70%Ti(C,N)
基板温度：292°C
成膜中の真空中度：0.123Pa
Ar:N₂=2.64:1

μmであり、膜面の粗さも基板面とはほぼ同様に推移していることから、基板面の凸凹に沿ってAlN結晶が成長することを表している。

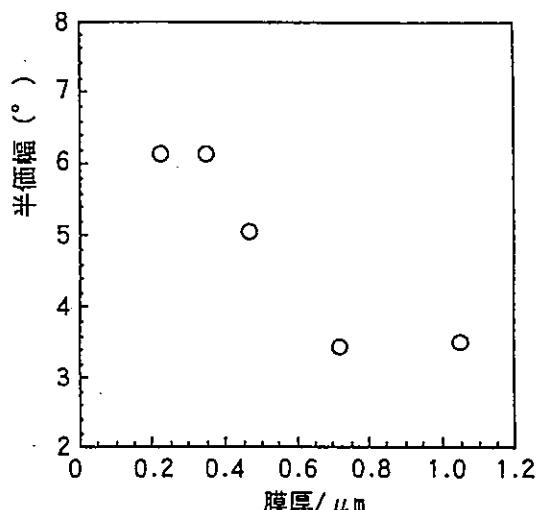


図9 膜厚とロッキングカーブの半価幅の関係

基板：30%TiB₂-70%Ti(C,N)
基板温度：292°C
成膜中の真空中度：0.123Pa
Ar:N₂=2.64:1

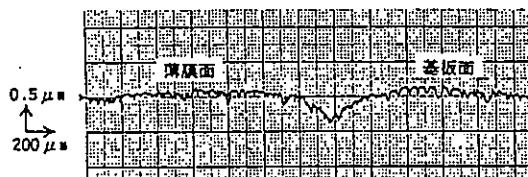


図10 表面粗さ
基板：30%TiB₂-70%Ti(C,N)、基板温度：292°C
成膜中の真空中度：0.123Pa、Ar:N₂=2.64:1
膜厚：1.05 μm

4 まとめ

反応性スパッタ法を用い、c軸配向が顕著なAlN薄膜の作製条件について検討した結果、次のようなことが判明した。

- (1) AlN薄膜のX線回折パターンは、(002)及び(040)面から構成されている。
- (2) c軸配向に必要な成膜条件は、ガラス基板の場合、基板温度：300°C、成膜中の真空中度：0.123Pa、Ar:N₂=2.64:1、カソードpower：165Wである。また、同条件で作製したAlN薄膜の半価幅は6.1度でありc軸配向性を示す。
- (3) 30%TiB₂-70%Ti(C,N)基板の場合、基板加熱

温度が292°C以外はガラス基板とほぼ同様の成膜条件で、c軸配向性が顕著なAIN薄膜が得られる。また、基板材料が多結晶体であっても、配向性が良好な薄膜の形成が可能である。

- (4) 30%TiB₂-70%Ti(C,N)基板の場合、AIN薄膜の配向性は、基板の表面粗さがRa=0.03、Rmax=0.23程度であれば、ロッキングカーブの半価幅が3.43度であり、c軸配向性が顕著な薄膜を得ることが可能である。
- (5) 膜の化学組成は、Al、N、Oから構成され、それぞれ51:46:3の割合で含まれている。
- (6) AlN薄膜の膜面は均一で平滑である。

謝 辞

本研究を進めるに当たりご指導いただきました九州通商産業局の角中正博課長補佐、原口高之係長、九州工業技術研究所の渡辺忠彦部長、秋山守人研究員、佐賀大学の信田克則教授、福岡大学の友景肇教授、熊本工業大学の松下徹教授に謝意を表します。また、SEM写真をいただきました(株)エリオニクス及びAFM写真をとっていただきました(株)ニコン、オリンパス販売(株)に感謝します。

文 献

- 1) 秋山守人、野中一洋、菖蒲一久、渡辺忠彦
“MoSi₂基板上に作製したAIN薄膜の多機能性”、日本セラミックス協会学術論文誌。Vol103、p.974-976 (1995) .
- 2) 秋山守人、野中一洋、菖蒲一久、渡辺忠彦
“多結晶基板上に作製したAIN薄膜の結晶配向性と圧電性”、日本セラミックス協会学術論文誌。Vol103、p.1093-1096 (1995) .
- 3) 野中研二、石川由加里、柴田典義
“反応性スパッタリング法で作製したAIN薄膜の結晶性”、日本セラミックス協会学術論文誌。Vol102、p.1079-1087 (1995) .
- 4) 渡辺忠彦、菖蒲一久、道津毅
“Ti(C,N)-TiB₂混合粉末のホットプレス焼結”、 “鉄鉱用高性能切削工具の開発に関する研究”、工業技術院九州工業技術研究所、鳥栖、1990. p.2-8.

無電解ニッケルめっき皮膜の密着性向上に関する研究

永田正典*・田上修**・村田豊**

Study on Adhesive Property of Electroless Nickel Plating Deposites

Masanori NAGATA*, Osamu TANOUYE**, and Yutaka MURATA**

セラミックス基板への無電解ニッケルめっき皮膜の密着性を向上させる目的で、触媒化工程の改善を図るため従来の塩化第1スズ、塩化パラジウム溶液に浸せきする触媒担持法に代わる、パラジウムのイオンスパッタによる蒸着法について研究した。イオンスパッタを行って基板表面にパラジウム粒子を析出させ、無電解ニッケルめっきすると、いずれもニッケルめっき皮膜が形成され触媒作用の発現が認められた。また、イオンスパッタ条件とニッケル皮膜の密着性との関係を調べた結果、スパッタ装置の出力電力200W、ターゲット基板間距離30mm、アルゴンガス圧1.0Paで1分間スパッタさせることが良好で、 1.1N/mm^2 以上のニッケル皮膜の密着力が得られることが分かった。

1. はじめに

近年セラミックスやエンジニアリングプラスチックス等不導体表面への金属化技術は飛躍的な進歩を遂げているが、その中でも無電解ニッケルめっきは多方面にわたりその技術が応用されている。この無電解ニッケルめっきの最大の特徴は被めっき物の形状に関係なく均一に成膜することが可能な点にある。なお、セラミックスなどの不導体素材に無電解ニッケルめっきを施す場合、重要なポイントとなるのが触媒付与および触媒活性化工程であり、現在めっき工場においては塩化第1スズ溶液、塩化パラジウム溶液の順に素材を浸漬させる2液法が多く用いられている。しかしへき皮膜にはく離等の不良が生じる場合、その原因のほとんどが触媒付与・活性化工程に集中しており、特に活性化されたパラジウム触媒の素材に対する均一分散性及び担持力に問題がある。そこで、従来の浸せき触媒付与・活性化方法に代わるイオンスパッタ法によるパラジウム触媒の蒸着を中心とした新規触媒付与法について研究した。すなわち、不導体素材上に直接金属パラジウムをイオンスパッタにより成膜することで、パラジウム粒子の均一分散性及び担持力の向上とその結果としてニッケルめっき皮膜の密着性向上を目指した。

2. 実験方法

2.1 実験材料

被めっき素材として、 α -アルミナ（純度96%京セラ

（株社製） $25.4 \times 25.4 \times 0.635\text{mm}$ 基板を使用した。また、イオンスパッタ用ターゲットには真空冶金㈱製パラジウムターゲット（ $80\Phi \times 3t$ ）を使用した。基板のエッチングは、 $\text{HF} 2.0\text{mol/L}, \text{HNO}_3 4.5\text{mol/L}, \text{CH}_3\text{COOH} 4.3\text{mol/L}, \text{H}_2\text{O}_2 3.3\text{mol/L}$ の混酸¹⁾で行った。

無電解ニッケルめっき液は通常の酸性ニッケルめっき液¹⁾とし、市販の試薬特級品で表1に示す組成となるよう調製した。

表1 無電解ニッケルめっき液組成

成分	濃度 (mol/L)
塩化ニッケル・6水和物	0.06
次亜リン酸ナトリウム	0.2
DL-リシゴ酸	0.135
コハク酸ナトリウム	0.04

2.2 無電解ニッケルめっきと密着力評価法

まず、アルミナ基板のアルカリ脱脂を行った後混酸に5分間浸せきして表面粗化を行い、更に超音波洗浄器で十分洗浄して90℃で乾燥した。次に、表面粗化処理した基板にイオンスパッタ法によるパラジウム蒸着を行った。なお、イオンスパッタ装置は真空機工㈱製RFS-200型を使用し、基板間距離30mm、放電出力200W、アルゴンガス圧1.0Pa、スパッタ時間10分を標準的なスパッタリング条件とした。次に、表1に示すめっき液をpH5.5に調製後85℃に加温し、空気かくはんを行いながらパラジウム触媒を蒸着した基板を15分間浸せきしてニッケル皮膜を形成させた。

また、ニッケルめっき皮膜の密着力の評価は次のとお

* 材料開発部

** 西日本エレクトロニクス工業株式会社

りとした。

まず、パラジウムをスパッタ蒸着したアルミナ基板に、熱硬化性めっきレジスト剤（株）山栄化学製・SER-420C-31）をスクリーン印刷によって塗布し90°Cで15分間保持して固化させ、 $2 \times 2\text{mm}$ の正方形レジストパターン（16個）を作製した。ついで、上記のとおりニッケルめっき皮膜を形成させた後、2.0%NaOH液に40°C下10分間浸せきし、さらに、超音波洗浄によってめっきレジストを除去した。水洗・乾燥後ニッケルめっき皮膜部分（ $2 \times 2\text{mm}$ ）に先端をL字型に曲げた銅線（Φ1.2mm）をはんだ付けした後、モンサント社T-10オートグラフを使用し、引っ張り速度を1mm/分に設定して密着強さを測定した。

3. 実験結果と考察

3.1 パラジウム膜厚とニッケルめっき皮膜の密着力

パラジウムターゲットのアルゴンスパッタにともなう基板表面へのパラジウム析出（膜厚）とニッケルめっき皮膜の密着強度の経時変化を図1に示す。スパッタ開始後10分までは急激にパラジウムが蒸着され膜厚が増加するが、10分以降では緩慢な増加となっている。また、図1の条件でスパッタを行って無電解ニッケルめっきすると、いずれもニッケルめっき皮膜の形成が可能であり従来の2液浸せき法に代わる触媒担持法を見い出すことができた。しかし、ニッケルめっき皮膜の密着力は1分間

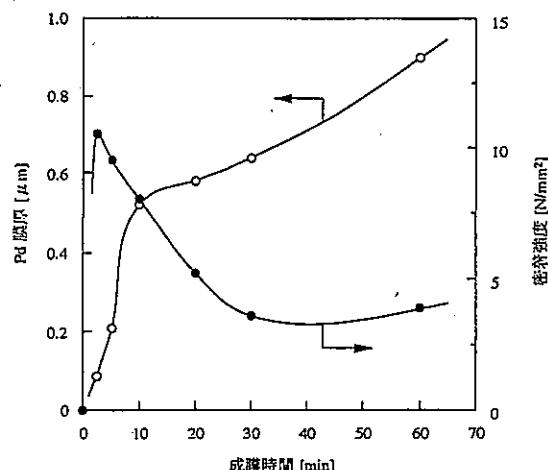


図1 アルゴンスパッタ時間とパラジウム膜厚及びニッケル皮膜の密着強度の関係

スパッタの場合が最も大きく、逆に30分までは減少し30分より長時間スパッタリングを行っても密着力は0.5N/mm²以下と小さくかつほぼ一定となっていることが分かる。このことはスパッタ初期においてパラジウム粒子が基板表層のみに析出すると、その後の無電解ニッケルめっきの触媒作用が十分発揮されることを示している。すなわち、パラジウム膜厚の大きさがかなずしも密着力向上につながっていないので、次に、パラジウムスパッタ条件とニッケルめっき皮膜の密着力との関係を調べた。

3.2 パラジウムスパッタ条件の検討

スパッタ条件として、アルゴンガスの放電出力、ター

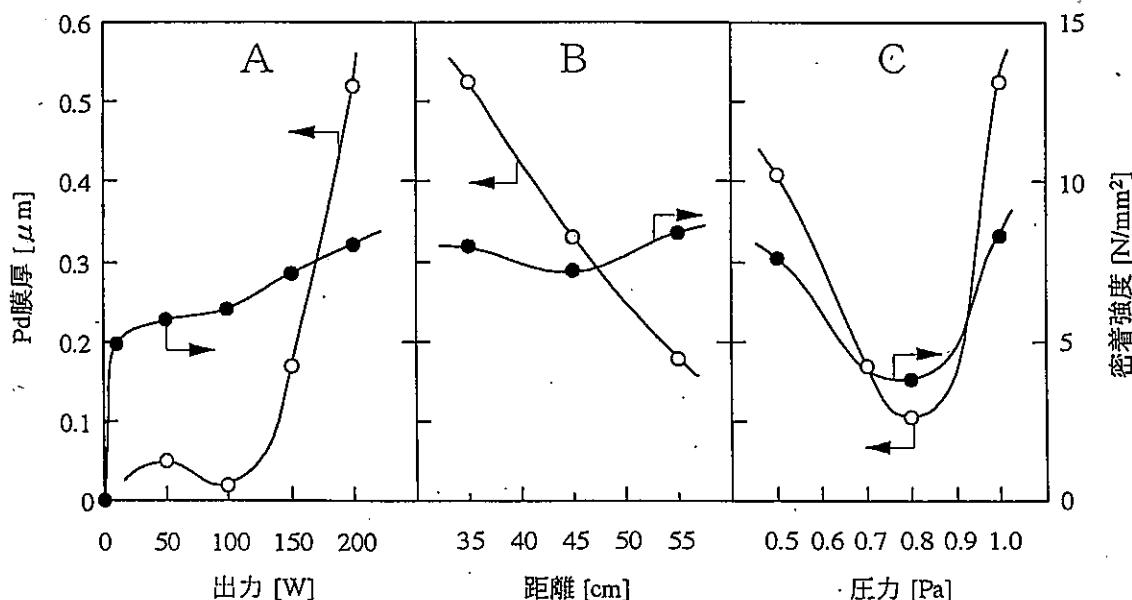


図2 アルゴンスパッタ条件とパラジウム膜厚及びニッケル皮膜の密着強度の関係

ゲットと基板間距離、ガス圧が考えられるので、これらの条件とパラジウム膜厚及びニッケル皮膜の密着強度の関係を求めた結果を図2に示す。

図2(A)より、放電出力が100w以上になると膜厚が急激に大きくなり、200wでは $0.5\mu\text{m}$ となっている。一般的に金属の成膜速度は、高周波電力が大きいならイオン化量が増加し、スパッタ量が増えるため大きくなる。特にパラジウムの場合、パラジウムターゲットに対するアルゴンイオンのスパッタリング率(S)は入射イオンエネルギーが増えるにしたがって大きくなり、加速電圧が200、600VではS値はそれぞれ1.0、2.4になるといわれている²⁾。本研究においては放電電流は100mAと一定として加速電圧を0.1~2KVと変化させている。したがって放電出力が大きくなるにつれ膜厚も増加したと考えられる。また、密着強度は放電出力が大きくなるにしたがって増加する傾向がある。これはアルゴンイオンの運動エネルギーが大きくなるのでスパッタされるパラジウム粒子の運動エネルギーも大きくなり、基板に対する固着力が向上したためと考えられる。

また、図2(B)から基板とターゲット間距離が大きくなるにしたがい、パラジウム膜厚は小さくなっている。これは、スパッタされたパラジウム粒子同士の衝突によって散乱される割合が多くなるためと考えられる。一方、密着強度はほとんど影響されないことが分かる。

次に、アルゴンガス圧に関しては図2(C)に示すとおり、0.7~0.8Pa付近でパラジウム膜厚は $0.1\mu\text{m}$ と最小となっている。このことについて次のとおり考察した。スパッタされたパラジウム粒子は、平均自由行程から粒子同士の衝突があり、衝突散乱によって基板以外にも析出する。ここで1Pa程度とアルゴンガス圧が十分大きい場合、ガス圧効果によりスパッタされ放出するパラジウム粒子数が増え、基板に析出するパラジウム粒子も相対的に多くなるので膜厚の増加が考えられる。一方、0.5Paまでアルゴンガス圧が低下すると、スパッタされるパラジウム粒子数が減少するとともに粒子間の衝突による散乱のため、基板への析出が減少し膜厚も小さくなつたと考えられる。

しかし、スパッタリング法による成膜では、ガス圧を小さくしていくとターゲット原子とは無関係に成膜速度は極大値を示すといわれており、例えば高周波スパッタにおける金膜の析出速度のアルゴンガス圧依存性を調べると、0.15Pa付近で析出速度は最も大きくなると報告されている²⁾。本実験においても、0.8Paよりガス圧が小さくなるとパラジウム膜厚が増加しており、0.5Paでは $0.4\mu\text{m}$ となつた。

今回はパラジウム膜厚が極大となると予想される0.5Pa以下の低ガス圧域については調べていない。ニッケ

ルめっき皮膜の密着強度は、本研究でのガス圧力範囲(0.5~1.0Pa)においてパラジウム膜厚とはほぼ同じ傾向となつてている。

めっきに必要な触媒であるパラジウムの量は、最小でもパラジウム粒子が基板上に均一に析出した状態で存在すると仮定した場合、それ以上のスパッタによる成膜はパラジウムの積層につながり、パラジウム金属は高価であるため経済的でない。そのため可能なかぎり薄いパラジウム薄膜となり、かつニッケルめっき皮膜の密着力が向上するようなスパッタ条件が重要である。結局、図1のスパッタ時間が1分で膜厚 $0.1\mu\text{m}$ の時ニッケルめっき皮膜の密着強度は約 1.1N/mm^2 と最高となり、その時のスパッタ標準条件は、放電出力200w、ターゲット基板間距離30mm、アルゴンガス圧1.0Paであり、最適なパラジウム触媒担持条件といえる。

4.まとめ

無電解ニッケルめっきに関し、パラジウムのイオンスパッタ法によるアルミナ基板上への触媒担持法について研究を行い以下のことを明らかにした。

- (1)アルゴンイオンスパッタでパラジウム粒子を基板に析出させることによって、無電解ニッケルめっきに関する従来の2液浸せき法に代わる触媒担持が可能である。
- (2)条件として、放電出力200w、ターゲット基板間距離30mm、アルゴンガス圧1.0Paで1分間スパッタを行うと、ニッケルめっき皮膜の密着強度は約 1.1N/m^2 と最高となることが分かった。

最後に、本研究を行うにあたり御協力をいただいた西日本エレクトロニクス工業の大澤宏一社長に心から感謝の意を表します。

文献

- 1)永田正典.“異種材料の複合化による機能性向上に関する研究”.昭和63年度技術開発研究費補助事業成果普及講習会テキスト.中小企業庁.P.1~9(1988)
- 2)山本良一,外“新素材プロセス総合技術”,東京,R&Dプランニング社,274P(1987)

改良木材の開発と特性に関する研究

—浴室用改良木材の特性(第1報) —

永山賛平*・大迫靖雄**

Development of Functional Woods with Improved Properties

—Properties of Functional Woods for Use in Bathrooms(1st Report)—

Sanpei NAGAYAMA* and Yasuo OHSAKO**

使用条件の厳しい浴室で使用可能な改良木材の開発を目的として、内装に改良木材を使用した浴室を試作し、使用状態下での変色性及び寸法安定性について検討した。

現段階では、変色性、寸法安定性に関しては無機質複合化木材が優れた結果を示した。ただ無機質複合化木材が流水にさらされた場合、無機質の結晶が流出することが予測され、今後実用化するためには検討の余地がある。アセチル化木材は当初の色彩は素材と異なっているが、使用していくにつれ、素材に近づく傾向を示し、寸法安定性の面からも浴室用内装材として使用できる可能性が見いだされた。

1.はじめに

最近、住宅用部材の工業製品化の要求が高まり、木材に関しても、これに対応するため木質系新素材（改良木材等）の研究開発が行われている。筆者も木質材料をベースにした工業用材料としての木質系新素材の開発を行ってきた。その目的は、木材の欠点（狂う、腐る、燃える）の克服と、新しい機能を付与した木質材料あるいは木質系複合材料の開発である。^{1) 2)}

その一環として、使用条件が厳しい浴室で使用可能な改良木材の開発を目的として、各種改良木材の変色性、寸法安定性についての検討を行った。浴室の木材は、高温多湿下で使用されるため、温度、湿度、流水あるいは結露等の複合的な作用によって劣化する。これらの条件下での状況を検討するため、本研究では、内装に改良木材を使用した浴室を試作し、使用状態下での変色性及び寸法安定性について検討し、若干の知見を得たのでその結果について報告する。

2.実験方法

本実験用として、ヒノキ無処理材（対照用）、A社製改良木材及びワックス処理材を内装用として使用した2浴室を試作した。また、各浴室には、試作した無機質複合化木材とアセチル化木材（板目板：80×200×6mm）を浴室内壁の流水のあたる位置に各2枚づつ設置した。浴槽には温水(40℃)を常時循環させ、実際に浴室を使用

した。測定は、試験開始後一定の使用期間ごとに、表面のL*a*b*表色系の変化をカラーテスターH-CT型（スガ試験機）を用いて測色した。³⁾ なお、測定時は、浴槽から温水を抜き、少なくとも2昼夜放置した状態とし、ノギスを用いて各々の測定部の寸法の変化を測定した。

3.実験結果及び考察

3.1 目視による外観の変化

試験開始後、対照材及びワックス処理材は黒くなる傾向を示し、A社製改良木材もやや黒ずむ傾向を示した。これに対して、無機質複合化木材及びアセチル化木材は白くなる傾向を示した。また無機質複合化木材及びA社製改良木材は含まれている複合物が表面に析出する傾向がみられた。更に対照材のみは表面割れの発生がみられた。

3.2 L*a*b*表色系及び△E*の変化

材面の変色状況から木材の劣化を見るため、L*、a*、b*、△E*の変化について述べる。

図1にL*の変化を示す。本図から対照材、A社製改良木材及びワックス処理材は、使用日数が経過するにつれて値が低下しており、表面が黒化し、浴室を使用することによって表面が汚染される傾向を示している。一方、無機質複合化木材とアセチル化木材はL*値が増加する傾向を示し、表面が白色化することを示している。特に、アセチル化木材は対照材、A社製改良木材の試験前の状態に近い値を示している。これらの結果は、アセチル化木材は使用することによって、素材に近い値に近づくことを示しているといえる。

図2に△E*の変化を示す。本図から対照材、アセチ

* 材料開発部

** 熊本大学教育学部

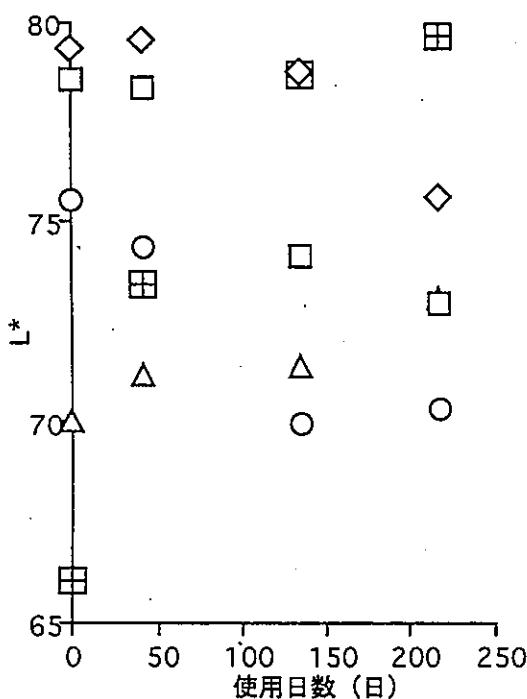


図1 L*の変化
 □対照材 ◇A社改良木材
 ○ワックス処理材 △無機質複合材
 田アセチル化材

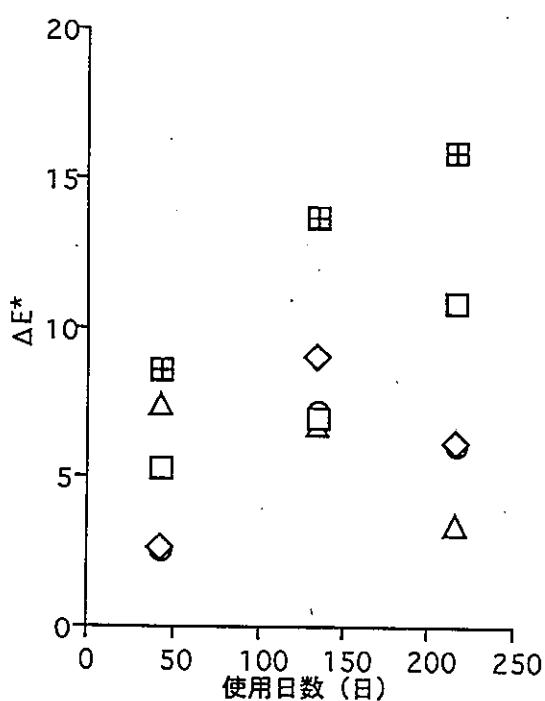


図2 ΔE*の変化 (記号は図1参照)

ル化材の ΔE^* 値は増加傾向を示している。これにたいして、A社製改良木材、ワックス処理材、無機質複合化木材は試験開始直後に値が増加し、その後減少する傾向

を示している。本試験期間での値は、無機質複合化木材 < ワックス処理材、A社製改良木材 < 対照材 < アセチル化材となっており、アセチル化材以外は、対照材である素材より耐変色効果が高いことを示しているといえる。ただ、 ΔE^* の変化が大きいアセチル化木材は、前述したL*値及びb*値が対照材の初期値に近い値に変化しており、劣化というよりも使用することによって視覚的な状況が、素材に近づく傾向を示しているといえる。

3.3 寸法変化

使用日数による寸法変化を図3に示す。本図から対照

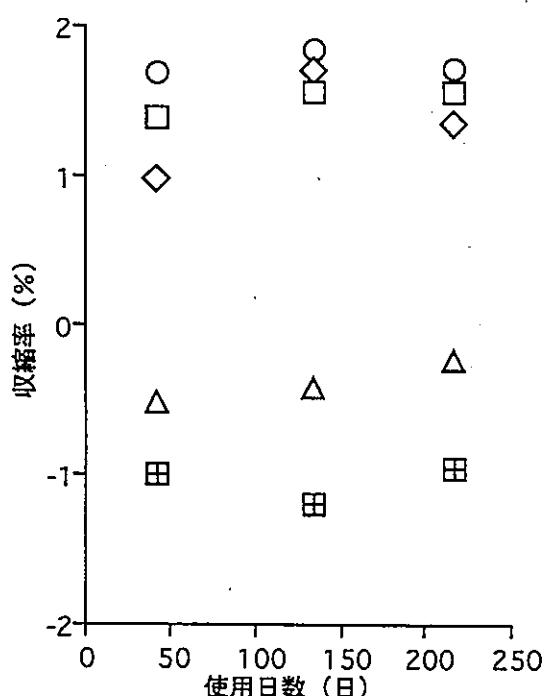


図3 収縮率の変化 (記号は図1参照)

材A社製改良木材、ワックス処理材は収縮、無機質複合化木材及びアセチル化木材は膨潤する傾向を示している。更に収縮率、膨潤率の絶対値は、無機質複合化材 < アセチル化材 < A社製改良木材 < 対照材 < ワックス処理材となっており、改良木材が寸法安定性に優れている傾向が示されている。ワックス処理材については、表面のみにワックスを含浸させた状態であり寸法安定性の面からは問題があるといえる。

4.まとめ

本試験は現在継続中であるため、更に今後の試験結果を検討する必要があるが、現段階では、変色性、寸法安定性に関しては、無機質複合化木材が優れた結果を示しているといえる。ただ、無機質複合化木材が流水にさらされた場合、無機質の結晶が流出することが予測され、

今後実用化するためには検討の余地がある。また、浴室用等での使用が可能とされているA社製改良木材については、内容物の流出が観察されており、この場合も、実際使用するにあたっては、検討の余地があるといえる。これに対してアセチル化木材は、当初の色彩は素材と異なっているが、使用していくにつれて、素材に近づく傾向が示され、寸法安定性の面からも浴室用内装材として使用できる可能性が期待できる。

文献

- 1) 永山賛平、大迫靖雄.“各種改良木材の特性に関する研究”. 第8回熊本県産学官技術交流会資料. p.23-24(1994).
- 2) 日本木材学会.“変わらる木材”. 東京, 海青社, 210p(1991)
- 3) 森礼於他.“色彩関連JIS解説書”. (財)スガウェザリング技術振興財団.(1998).

編集委員

井戸泰男

中村哲男 松田茂樹

畠重定三 永岡昭二

宮川隆二

熊本県工業技術センター研究報告 第35号、1997

編集・発行 熊本県工業技術センター
〒862 熊本市東町3丁目11-38
TEL 096-368-2101 (代表)
FAX 096-369-1938

印刷所 ホープ印刷
