

CNF とポリエチレンの複合化に関する研究 (IV)

—PEG を用いた CNF と相溶化剤の複合化の検討—

宇高 英二, 森川 彩花

CNF と相溶化剤の複合化において、有害性が低く、水との混和性が良い PEG を使い、水の蒸発に伴う CNF の凝集を緩和しつつ相溶化剤の融点以上の温度に至る状態を作れないかと考え、CNF 水懸濁液と PEG、及び相溶化剤を混合して加熱攪拌を行った。その結果、凝集物の形成や、相溶化剤と PEG との反応等の課題はあるものの、PEG を用いることで CNF の水を除去し、相溶化剤の融点以上に加熱が可能であり、相溶化剤が反応を生じている可能性を示唆する知見を得ることができた。

1 緒言

市販されているセルロースナノファイバー (以下 CNF) のほとんどは水懸濁液の状態であり、プラスチックとの複合化では、必ず水を除去しなければならない。これまで、低密度ポリエチレン (以下 LDPE) と CNF の複合化について、固相せん断法や水系エマルジョンの利用等を検討してきたが、融点の低い LDPE は処理中に軟化・溶解して固相せん断の十分な効果が得られず、水系エマルジョンの利用では、CNF の良好な分散のために必要なエマルジョンの量が強度に影響した^{1),2)}。いずれも良好な分散を得るためであるが、加えて複合体の良好な物性を得るには、親水性の CNF と疎水性の LDPE の界面強度を向上させる必要があり、そのために相溶化剤が用いられている。一般的に相溶化剤は、プラスチックには自身の分子鎖との絡まり合いで、親水性の添加物にはその水酸基と自身の酸変性基とのエステル結合で界面強度を得ている。また、相溶化剤には、親水性の添加物の表面を覆うことでプラスチック中での凝集を防ぎ、分散性を向上させる役割も持つ³⁾。

予め CNF に相溶化剤を結合させれば、LDPE 中での分散性と界面強度の向上が期待できる。しかし、CNF は水懸濁液の状態であり、LDPE 系の相溶化剤の融点は水の沸点を超えている。压力容器を用いて融点以上にしても、水はエステル結合を加水分解して両者の複合化を阻害する。CNF 水懸濁液と混合可能で、相溶化剤の融点以上での揮散が少なく、かつ安全な媒体を検討したところ、相溶化剤と反応する可能性は否めないが、ポリエチレングリコール (以下 PEG) を利用できないかと考えた。PEG は有害性が低く、水との混和性が良いため、相溶化剤の熔融温度に至る過程での水の蒸発に伴う CNF の凝集を緩和できないかと考えた。

そこで、CNF 水懸濁液と PEG の混合液を加熱攪拌して水を蒸発させ、さらに相溶化剤の融点以上に加熱して CNF と相溶化剤の複合化を試みた。

2 試験方法

2.1 供試材料

CNF と LDPE は前報同様に、ビンフィス (WMA-10010, 株式会社スギノマシン)、フローセン (UF-20S, 住友精化株式会社) を用いた。相溶化剤にはハイワックス (1105A, 三井化学株式会社) を使用した。ハイワックスは酸変性タイプで、プラスチックに添加してフィラーの分散性を向上させる用途や、

繊維加工の助剤として使われており、密度は 0.94 g/cm^3 、融点は $104 \text{ }^\circ\text{C}$ 、分子量は 1500 である⁴⁾。PEG は、沸点が $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 以上ある物として、分子量 400 の PEG (ポリエチレングリコール #400, ナカライテスク株式会社) を用いた。

2.2 PEG 中での CNF と相溶化剤の加熱攪拌

予め濃度を調整した CNF 0.1 wt% 水懸濁液 100 g と 100 g の PEG を 300 ml のトルビーカーに入れ、超音波洗浄機 (US-1, 株式会社井内盛栄堂) で 10 分間処理した。攪拌子を入れて盤面温度 $250 \text{ }^\circ\text{C}$ 、回転数 600 rpm に設定したホットスターラー (CHPS-170DFD, アズワン株式会社) で 6 時間の加熱攪拌を行った。なお、相溶化剤は CNF と PEG の混合時に投入した。盤面温度は、予め CNF と相溶化剤の混合物の DSC を測定し、 $170 \text{ }^\circ\text{C}$ 以上で反応が進むと判断し、液温がそれ以上になるように設定した。攪拌中の液温は K 熱電対データロガー (RX-450K, アズワン株式会社) で 10 秒ごとに記録した。

加熱攪拌が終わり、室温まで冷えた混合液を 500 ml ビーカーに移し、400 g まで加水して超音波洗浄機で 20 分間処理し、親水性 PTFE タイプの孔径 $0.1 \text{ } \mu\text{m}$ のメンブレンフィルター (H010A090C, アドバンテック東洋株式会社) で減圧濾過して 1 回目の水洗とした。メンブレンフィルター上に残った混合物を、同様に加水して超音波処理を行い 2 回目の水洗とし、計 3 回水洗した物を CNF と相溶化剤の複合体とした。

2.3 LDPE との加熱混練と試験片の作製

CNF と相溶化剤の複合体 0.1 g は、ホットスターラーで加熱したガラスシャーレ内でステンレススプーンを使い、手で 1.0 g の LDPE と 10 分間混練した。また、比較用として LDPE のみ 1.0 g と、1.0 g の LDPE に相溶化剤を 0.1 g 加えた混練も行った。各混練物を小型熱プレス機 (H300-01, アズワン株式会社) により 0.6 MPa で加熱圧縮して厚さ ($90 \sim 180 \text{ } \mu\text{m}$) のシートを作製し、打ち抜きカッター (SDMP-1000, 株式会社ダンベル) と打ち抜き機 (SDL-200, 株式会社ダンベル) を用いて JIS K6251 のダンベル状 7 号形試験片をシートから打抜いて引張試験に供した。

2.4 複合体の評価

作製した CNF・相溶化剤の複合体や、CNF・相溶化剤/LDPE の複合体は、走査型電子顕微鏡 (SU-3500, 株式会社日立製作所) で観察し、FT-IR (ALPHA, ブルカー・オブティクス株式会社) で吸光度を測定した。

引張試験にはオートグラフ (AG-50kND, 株式会社島津製作所) を使用し, つかみ具間距離 20 mm, 試験速度 10 mm/min の条件で実施し, 制御 PC で弾性率と最大応力, 及びひずみを求めた。

3 結果と考察

3. 1 CNF と相溶化剤の複合化

CNF0.1 wt%水懸濁液 100 g には, CNF が 0.1 g 含まれており, 相溶化剤を重量で 1~10 倍 (0.1 g~1.0 g) の範囲で添加した。相溶化剤を CNF の重量比で 10 倍添加した場合の加熱攪拌中の液温変化を図 1 に示す。加熱開始とともに液温は上昇し, 100 °C 付近で横ばいが約 1 時間続いた後, 再び液温が上昇して 175 °C 付近で一定となった。100 °C 付近では水の蒸発により温度上昇が抑えられていて, 水が無くなると再度昇温したと考えられる。この温度上昇の傾向は, 相溶化剤の有無に関わりなく生じるとともに, 相溶化剤の添加量による顕著な差異もみられなかった。

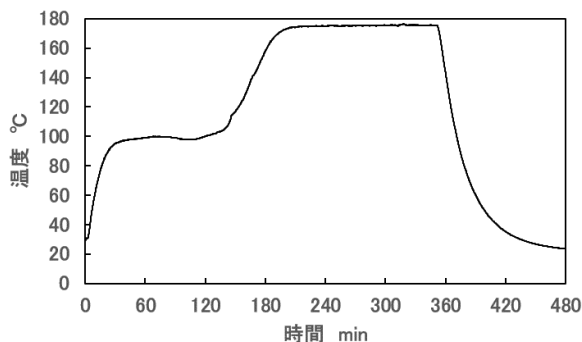


図 1 CNF/PEG/相溶化剤 (重量比 10 倍) の加熱攪拌中の温度変化

図 2 には, 加熱攪拌を終了し, 室温まで冷えた CNF0.1 wt%PEG 懸濁液 (PEG+CNF) と, 相溶化剤を CNF の重量比で 3 倍入れたもの (PEG+CNF+相溶化剤), CNF の代わりに水を入れて同じ処理を行ったもの (PEG+水) の状態を示す。CNF 中の水が PEG に置き換わった懸濁液は, 数日すると CNF が沈殿したが, 振ると再び分散した。また, 相溶化剤が入ると白濁し, CNF を重量比で 2 倍以上入れると, 液中に目視で確認できる白い粒が生じた。相溶化剤が加熱攪拌で融けた状態から冷える過程で析出して白濁の原因となる μm 単位の粒子や, 目視可能な粒を形成していると思

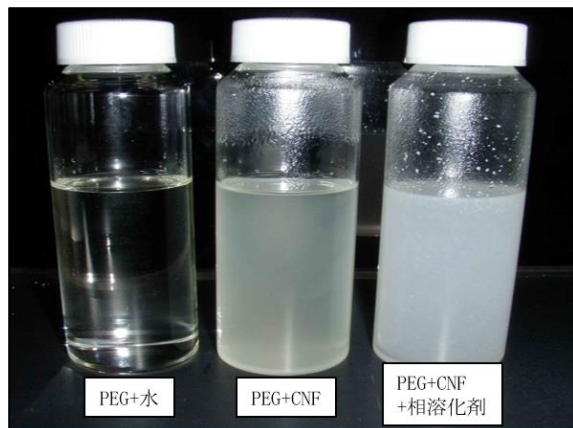


図 2 加熱攪拌後の各液の状態

われるが, その中に CNF が含まれているのかは, 液状では分からなかった。

図 3 は, CNF の重量比で 10 倍の相溶化剤を入れて加熱攪拌を行い, 水洗したものを再度加熱して融かした後の SEM 画像である。繊維状に見えるものと, 直径約 $2 \mu\text{m}$ の粒子状に見えるものが多数存在する様子が確認できた。粒子が CNF の凝集物か否かは, 明確に判断することはできなかった。

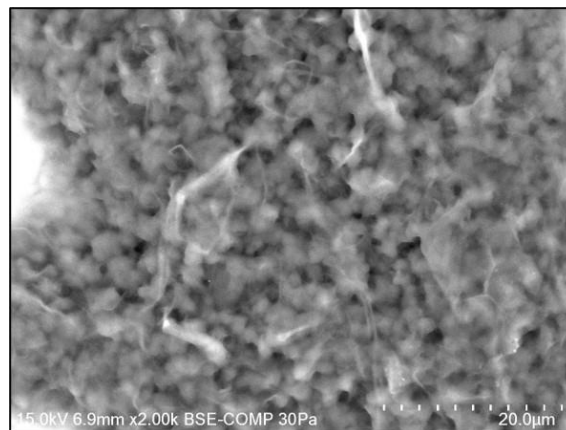


図 3 加熱溶融後の CNF・相溶化剤の複合体

図 4 に, 水洗した CNF・相溶化剤の複合体 (CNF の重量比で 10 倍の相溶化剤) の FT-IR 測定結果を示す。比較のために, 一度加熱して融かした相溶化剤と, CNF フィルムの結果も示す。複合体には CNF には無い幾つかのピークがあるが, 相溶化剤と同じ波数に出るものも多く, これは CNF の表面に相溶化剤が存在する, あるいは全体に占める割合が多いためと推測する。CNF を始めとするセルロース系材料のオレフィン系樹脂との複合化では, マレイン酸をグラフト化したオレフィン樹脂が使われるのが代表的で, セルロースの OH 基とマレイン酸基がエステル結合を形成し, 界面強度が向上するとされている⁵⁾。また, CNF のアセチル化でも, エステル結合の形成として 1730 cm^{-1} 付近のピークが挙げられている⁶⁾。複合体では, 矢印のように 1730 cm^{-1} 付近にピークが見られ, CNF と相溶化剤のエステル結合が生じていると推察される⁷⁾。

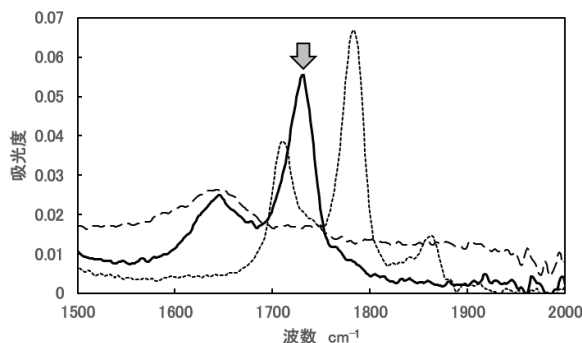


図 4 加熱攪拌後の CNF・相溶化剤複合体の FT-IR 結果
 — : CNF・相溶化剤複合体,
 ----- : 相溶化剤, - - - : CNF

図 5 に, CNF0.1 wt%PEG 懸濁液と, PEG 中で相溶化剤のみを加熱攪拌して水洗した物 (以下, ブランクと呼ぶ) の FT-IR の測定結果を示す。比較のために, PEG の結果も示

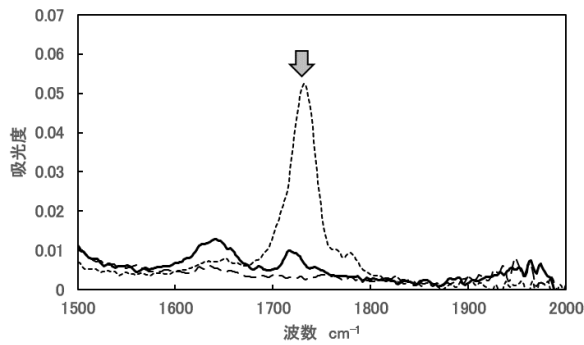


図5 加熱攪拌後のCNF・相溶化剤複合体のFT-IR結果
 ——: CNF0.1 wt%PEG懸濁液,
 -----: ブランク, ---: PEG

す。CNF0.1 wt%PEG懸濁液、ブランクともに矢印で示す1730 cm⁻¹付近のピークが見られた。パルプ中のセルロースの非晶領域には、OH基300個に1個の割合でCOOH基が存在するとされている⁸⁾。また、CNFの原料のパルプにヘミセルロースが残っていると、それがCNFにCOOH基をもたらす場合もあり、これらがPEGと反応したのではないかと推測する。また、相溶化剤もPEGと反応したと思われる。

図4と図5の結果より、PEG中でCNF水懸濁液と相溶化剤を加熱攪拌すると、水が蒸発した状態でCNFと相溶化剤の反応が起こるかもしれないが、それは他の組み合わせすべてで起こる可能性があると考えられる。

3. 2 複合体の引張試験

複合体の引張試験の結果を図6に示す。CNF含有率約1 wt%において、弾性率はLDPEの180 MPaから250 MPaまで増加し、約1.4倍に向上した。最大応力はほとんど変わらず、最大応力時のひずみは減少した。また、既報でLDPEの機械的性質が10 wt%程度HDPEを添加すると影響を受けたため、相溶化剤を10 wt%添加した試験片を調べ

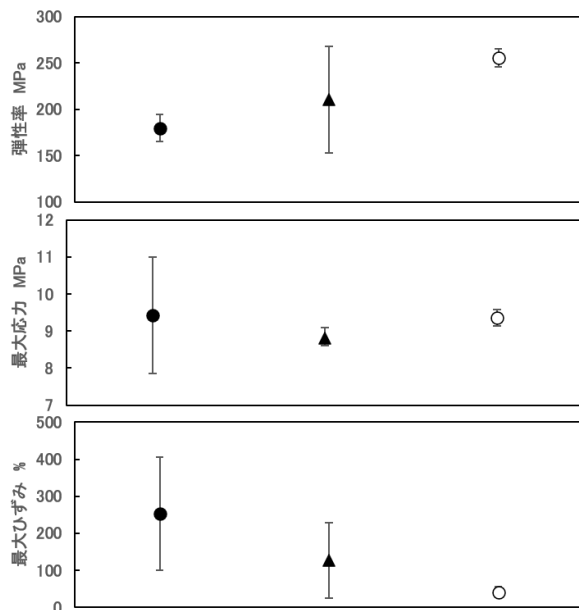


図6 各試験片の機械的特性

●: LDPE, ▲: LDPE+相溶化剤 (混合比 10:1),
 ○: LDPE+CNF・相溶化剤複合体 (混合比 100:1:10)

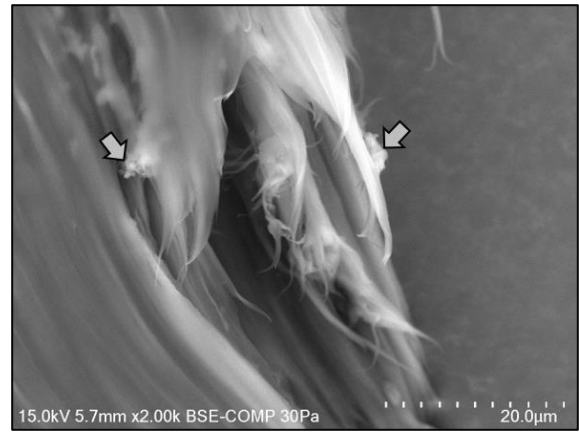


図7 引張破断面のSEM画像

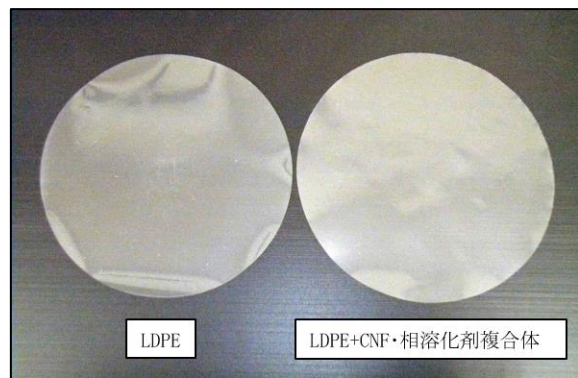


図8 作製したシートの状態

たところ、最大応力がLDPEよりも僅かに減少する傾向が見られた。そこから考えると、CNFが加わることで最大応力は改善されたと考えられる。

また、試験片の破断面を観察したところ、図7の矢印で示す約2 μmの凝集物のようなものが認められた。しかしながら図8に示すように、試験片を打ち抜いたシートには目視で確認できる凝集物はほとんどなく、PEGを用いて作製した複合体で、CNFの分散性がある程度は改善されたと考えられる。

4 結言

PEGを用いたCNF水懸濁液と相溶化剤の加熱攪拌により、CNFの水を蒸発させ、相溶化剤の融点を超えて加熱することで、CNFと相溶化剤の複合化を試みた。

加熱攪拌中の液温は、水の沸騰する100℃付近で停滞した後、設定した170℃以上で一定になった。また、作製したCNF・相溶化剤の複合体を加熱した後にSEMで観察すると、2 μmほどの粒状と繊維状のものが確認できた。また、FT-IRによる測定では、CNFと相溶化剤の複合体にエステル結合を示すと思われるピークが現れたが、PEGとCNFにも同様なピークがみられた。CNFと相溶化剤の複合体をLDPEに加熱混練して機械的な性質を調べたところ、弾性率は180 MPaから250 MPaに上昇し、最大応力はほとんど変わらず、最大ひずみは低下する結果が得られるとともに、その破断面には約2 μmの凝集物らしきものが認められた。

凝集物の形成や、相溶化剤とPEGとの反応等の課題はあるものの、PEGを用いることでCNFの水を除去し、相溶化

剤の融点以上に加熱が可能であり、相溶化剤が反応を生じている可能性を示唆する知見を得ることができた。

参考文献

- 1) 宇高英二, 藤澤茜: CNF とポリエチレンの複合化に関する研究 (II), 香川県産業技術センター研究報告, No. 19, pp. 39-42 (2018).
- 2) 宇高英二, 森川彩花: CNF とポリエチレンの複合化に関する研究 (III), 香川県産業技術センター研究報告, No. 20, pp. 39-42 (2019).
- 3) プラスチック改質技術入門, 矢崎文彦, 日刊工業新聞社 (2011).
- 4) 三井化学株ホームページ,
<https://jp.mitsuichemicals.com/jp/service/packaging/coatings/hi-wax/index.htm>
- 5) セルロースナノファイバーの調整, 分散・複合化と製品応用, 技術情報協会, pp. 270-272 (2016).
- 6) 甲野裕之, 田島健次, 沼田ゆかり, 松島得雄: 発酵セルロースナノファイバーの表層修飾と複合材料への展開, 公益財団法人北海道科学技術総合振興センター研究報告, No. 19, pp. 37-39 (2019).
- 7) 赤外スペクトルの読み方 (基礎編), サーモフィッシュャーサイエンティフィック.
- 8) セルロースの材料科学, 磯貝明, 東京大学出版会, No. 3, pp. 79-84 (2001).

係留用高分子繊維ロープ表面への海洋生物等の付着防止技術の検討（第3報） —海洋生物等の付着防止を目的とした高分子繊維ロープの開発—

白川 寛, 小川健太*

漁業分野における生簀の係留や海上ブイの係留には主に高分子繊維ロープが使用されている。しかし、この高分子繊維ロープを係留用途で使用した場合、海藻や貝類が係留ロープ表面に付着し、ロープの耐久性低下や交換時の煩雑さが問題となっている。そこでこれまでに開発した樹脂被覆技術を用いて、4種類の検体ロープを作製し、樹脂被覆していないロープと比べることで海洋生物の付着状況の違いを観察した。今回の検討により、高分子繊維ロープを樹脂被覆することで海洋生物の付着を遅らせることができ、添加する忌避剤を選ぶことで付着の初期段階である付着珪藻（プランクトン）の付着を遅延させる効果があることが示唆された。

1 緒言

高機能高分子素材を繊維化したスーパー繊維と呼ばれる原糸が各繊維メーカーから販売されている。このスーパー繊維は、高分子繊維であるにも関わらず鋼製チェーンと同等の強度を持ち、軽量でかつ、耐久性に優れており、特に船舶、洋上構造物の係留分野でのロープとして関心が高まっている。しかしながら、高分子繊維ロープを使用した場合、鋼製のチェーンに比べて海洋生物の付着が多く発生し、繊維ロープ自体の耐久性低下等が懸念されている。

そこで海洋生物の付着防止を目指し一昨年度は、高分子繊維の前処理として大気圧プラズマ処理と高分子繊維を被覆するための樹脂について検討を行い、樹脂被覆した係留ロープの試作を行った¹⁾。昨年度は、3種類の異なる樹脂で被覆した係留ロープと樹脂被覆していない係留ロープを用いて海洋生物の付着状況の違いを確認した。しかし、検体ロープ全てを同一のプラスチック製のネット上に並べて観察を行ったため観察結果の正確性に欠けていた²⁾。そこで今年度は検体ロープ5種類を各々独立して海に設置し、海洋生物の観察を行うことで被覆樹脂の違いによる付着状況の差をより明確に確認したので以下に報告する。

2 観察用検体ロープの作製

使用する検体ロープとして、ロープ素材には高分子量ポリエチレン繊維（東洋紡製 商品名イザナス 以下、イザナスという）を使用した。イザナスを用いて検体ロープを作製するにあたっては、一昨年度と同様の方法で行った。つまり市販のイザナス原糸からセカンドヤーンを撚糸し、セカンドヤーンに大気圧プラズマ処理をした後、被覆樹脂を塗工・乾燥することで樹脂被覆されたセカンドヤーンを得た。この樹脂被覆されたセカンドヤーンからストランドを作製し、さらにストランドを数本撚糸して検体ロープを作製した¹⁾。

今回はイザナスを被覆するための塗工液を4種類作製した。ベースとなる塗工液は、一昨年度と同じ方法で作製

し、水分散ポリオレフィン塗工液を作製した¹⁾。この水分散ポリオレフィン塗工液に3種類の添加物を添加し、昨年度と同じ方法を用いて合計3種類の水分散塗工液を作製した²⁾。添加物としては、パラフィンオイル、サポニン、ヒトデ粉末、の3種類を選択した。パラフィンオイルは被覆樹脂中に添加することで樹脂表面の滑り性が良くなり海洋生物の付着が抑制されると考えたからである。サポニンとヒトデ粉末については、海洋生物に対する天然由来の忌避物質として既に報告がなされていることが理由である³⁾。検体ロープ及び比較用の樹脂被覆なしのロープも含めて製造についてはこれまで同様、県内繊維ロープ製造企業（高木綱業株式会社）に製造を依頼することとし、図1のような全長10m、直径12mmの検体ロープを調達した。



図1 検体ロープ外観（全長10m、直径12mm）

3 検体ロープの海への設置方法について

昨年度試作した検体ロープは、図2のようにプラスチック製のネット上に並べて固定し、海に設置した。



図2 昨年度試作した検体ロープの固定状況

このように検体ロープをネット上に並べて固定した結果、**図3**のように海洋生物が最も多く付着した箇所である下部から上部へ徐々に付着したように思われ、被覆樹脂の違いによる明確な付着状況の違いが得られなかった。



図3 昨年度の海洋生物付着状況（設置後約5か月）

そこで、今年度はロープ間での海洋生物の付着が起らないようにするため、検体ロープを一本ずつ独立して海に設置することにした。さらに今年度は、検体ロープの同一部分が海水面からほぼ1mの部分に位置するようにするため、**図4**のように検体ロープの海水面から2mの部分に適切な重さの重りを追加し、ロープの先端には沈子を付けて検体ロープ海底に固定することにした。

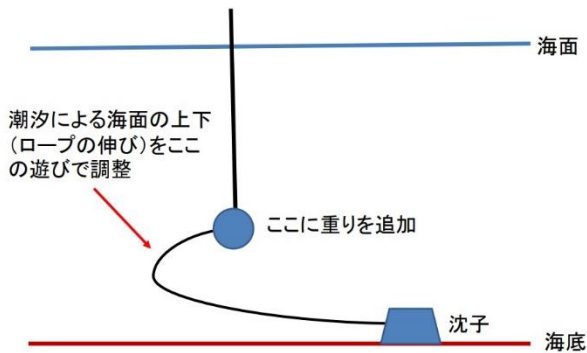


図4 検体ロープの海への設置方法

このようにして今年度は海水面からおおよそ1mの範囲にある検体ロープへの海洋生物の付着状況を確認していくことにした。実際に検体ロープを屋島湾沿岸（水産試験場生簀）に令和2年9月1日から設置し、その設置現場の様子を**図5**に示す。



図5 検体ロープの設置状況

4 検体及び比較ロープへの海洋生物付着状況の確認

海に設置から約1か月後の令和2年10月7日に引き上げたロープの外観を**図6**に示した。**図6**を確認すると、樹脂被覆無しロープに比べて樹脂被覆したロープ及び添加物を加えた樹脂被覆ロープ表面の付着物が少ないことが確認できる。また、樹脂被覆無しロープ以外の検体ロープの中では、ヒトデ粉末添加樹脂被覆ロープの表面が最も白いことが確認できる。



図6 検体ロープの外観（設置後約1か月）

以下、図中の番号は以下のとおりとする。

- ① : 樹脂被覆無しロープ
- ② : 添加物無し樹脂被覆ロープ
- ③ : パラフィンオイル添加樹脂被覆ロープ
- ④ : サポニン添加樹脂被覆ロープ
- ⑤ : ヒトデ粉末添加樹脂被覆ロープ

次に、海に設置から約3か月後の令和2年11月26日に引き上げたロープの外観を図7に示した。図7を確認すると設置後約1か月後と同様に、樹脂被覆なしロープに比べて樹脂被覆したロープ及び添加物を加えた樹脂被覆ロープ表面の付着物が少ないことが確認できる。また、樹脂被覆なしのロープに比べて添加物を加えた樹脂被覆ロープの方が海藻の発生が少ないことが確認できる。続いて、海に設置から約4か月後の令和2年12月28日に引き上げたロープの外観を図8に示した。



図7 検体ロープの外観（設置後約3か月）

図8を確認すると、樹脂被覆なしのロープに比べて樹脂被覆ロープ及び添加物を加えた樹脂被覆ロープ表面の海藻の付着が全体的に少ないことがわかる。また全体として海藻は海水面近傍（赤の矢印線）で発育しやすいことが確認できる。

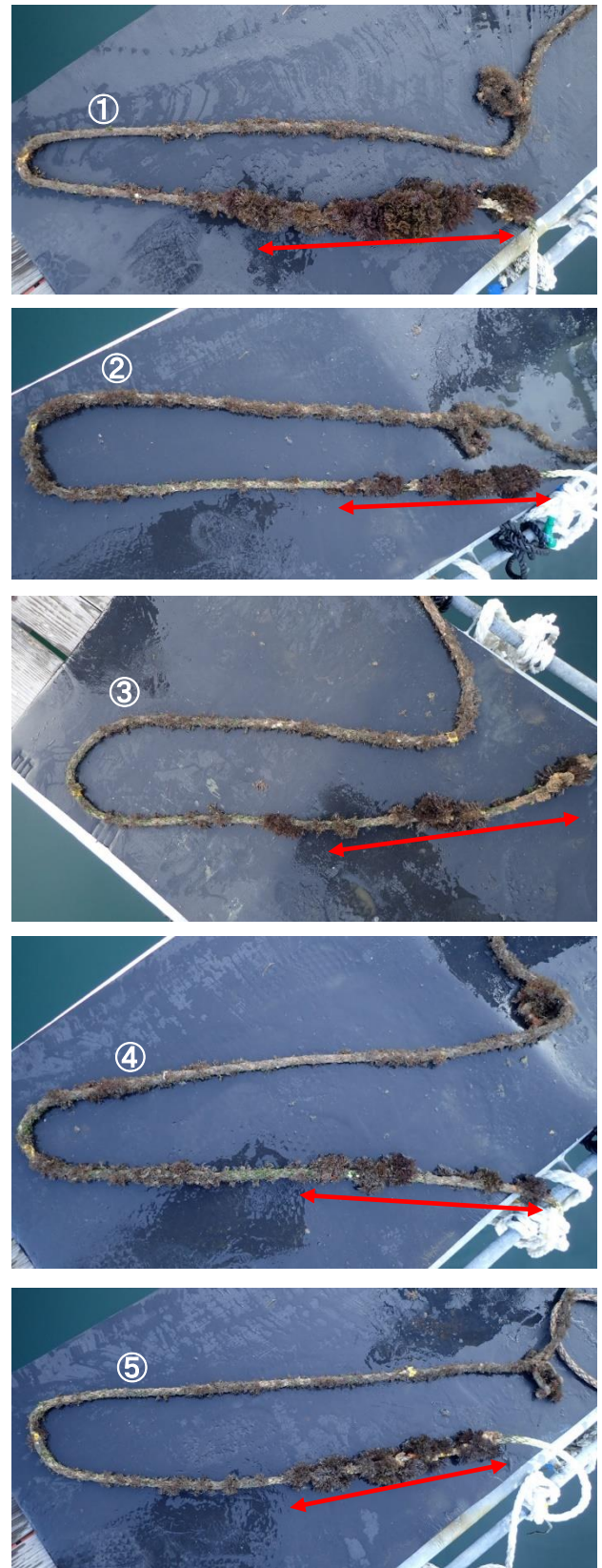


図8 検体ロープの外観（設置後約4か月）

次に、海に設置から約5か月後の令和3年2月10日に引き上げたロープの外観を図9に示した。図9を確認すると、いずれのロープについてもロープ全体に海藻が付着しており、樹脂被覆なしとそれ以外のロープの間で顕著な違いはみられなかった。今回の観察から、ロープ設置初期には図6のようにロープ表面に付着珪藻（プランクトン）が付着し始めることでロープ表面が薄茶色になり、その後図7及び図8のようにフサコケムシ（茶色の海藻）が付着し始めることが分かった。また図9からはワカメ（緑色の海藻）の付着が確認できる。このことから、海洋生物のロープへの付着には付着する順番があり、プランクトンが付着した後に藻類が付着し発育するものと考えられる。



図9 検体ロープの外観（設置後約5か月）

5 考察

今回海に設置した検体ロープを約5か月間観察した結果、高分子繊維ロープを樹脂被覆することで、海に設置後4か月程度は樹脂被覆無しロープと比べて海洋生物の付着を遅らせる効果がみられた。この理由については、以下のように考えられる。図6から図8よりロープを海に設置すると、最初に付着藻類がロープに付着し、その後フサコケムシ等の海藻が徐々に付着することが分かる。そして図6から図8にある樹脂被覆無しロープと樹脂被覆ありロープを比較すると、樹脂被覆ロープでは付着藻類の付着が樹脂被覆なしロープと比べて遅く、樹脂被覆ロープへのフサコケムシの付着も樹脂被覆無しロープと比べて遅いことがわかる。次に図9をみると、フサコケムシが付着した後1か月程度経過すると樹脂被覆無しロープと樹脂被覆ありロープの間に付着状況の大きな差がないことが分かる。つまり、樹脂被覆したロープは、樹脂被覆無しロープに比べて3か月程度の期間は付着藻類の付着遅延効果が徐々に薄くなりながらも発揮するが、3か月以降になると付着藻類の付着を抑えきれずフサコケムシの付着及び発育が確認できる。このことから、高分子繊維ロープを樹脂被覆することで付着藻類の付着を3か月程度遅らせる効果があり、その結果フサコケムシ等の付着が遅れたためだと考えられる。

次に樹脂被覆したロープ同士について詳しく見ていくと、検体ロープに付着珪藻が付着し始める初期段階ではヒトデ粉末添加樹脂被覆ロープ表面への付着が最も遅いことが確認できる（図6及び図7）。このことから、ヒトデ粉末は他の添加物と比べて付着珪藻に対する忌避剤として効果があることが示唆される。

6 結言

今回の検討により、高分子繊維ロープを樹脂被覆することで樹脂被覆無しロープと比べて海洋生物の付着を4か月程度までは遅らせることができ、添加する忌避剤を選ぶことで海洋生物付着の初期段階である付着珪藻の付着を遅延させる効果が期待できることが示唆された。

謝辞

本研究の実施にあたり、ご協力頂いた高木綱業株式会社の関係各位に深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 白川寛, 小川健太: 係留用高分子繊維ロープ表面への海洋生物等の付着防止技術の検討 (第1報), 香川県産業技術センター研究報告, 19, 46-48 (2019)
- 2) 白川寛, 小川健太: 係留用高分子繊維ロープ表面への海洋生物等の付着防止技術の検討 (第2報), 香川県産業技術センター研究報告, 20, 39-41 (2020)
- 3) 伊那和夫: 海洋付着生物の嫌いな物, 色材協会誌, 64, 464-470 (1991)

産業技術連携推進会議知的基盤部会分析分科会 第 63 回分析技術共同研究（ペタライト）

森川 彩花

分析分科会は毎年、全国の公設試験研究機関等を対象に分析技術の検証および向上等を目的とした共同研究を開催している。今年度の共通試料はペタライトで、強熱減量は重量分析法、 SiO_2 は脱水重量分析・吸光光度分析併用法、 Al_2O_3 は CyDTA-亜鉛逆滴定法、 Na_2O および Li_2O は原子吸光分析法により定量分析を行い、いずれも良好な結果が得られた。

1 緒言

産業技術連携推進会議知的基盤部会分析分科会は、国立研究開発法人産業技術総合研究所（産総研）と公設試験研究機関が協力し、化学分析に係わる共通の課題について、情報交換や研究に取り組み、時代の要求に沿った国際的に通用する分析技術の確立を図ることを目的とする¹⁾。

分析分科会の活動の一つである分析技術共同研究は、1957年（S32）に始まり2020年（R2）で63回目を迎え、毎年、共通試料を用いた共同研究を行っている。今年度の共同研究は34機関、75名が参加し、分析試料はリチウムを含む鉱物の一種であるペタライトであった。

分析方法の妥当性の検証および情報収集を行うことで分析技術の向上を図ることを目的として、当所も本共同研究に参加したので報告する。

2 実験方法

2.1 試料

試料は日陶産業株式会社より購入したペタライトで、目開き100 μm の篩を用いて篩い分け後、均質化されたものである。これを110 $^{\circ}\text{C}$ の乾燥機で2時間乾燥後、シリカゲル入りのデシケーターで放冷したものを分析に使用した。



図1 ペタライト試料

2.2 分析項目および分析方法

ペタライトは微量成分まで含めると多数の化学成分を含むため、本共同研究ではデータ集計の煩雑さを考慮して分析項目は5成分に絞られている。今回の分析

項目は、強熱減量および SiO_2 、 Al_2O_3 、 Na_2O 、 Li_2O であり、JIS M 8853「セラミックス用アルミノけい酸塩質原料の化学分析方法」（以降、公定法とする）に準拠して実施した。なお、 Li_2O は公定法に分析方法の記載が無いため、 Na_2O の分析方法に準拠して実施した。

また、分析装置として、吸光光度分析には株式会社日立製作所製 U-1100 を、原子吸光分析には株式会社日立製作所製 Z-8200 を用いた。

2.2.1 強熱減量

試料1.0 g を白金るつぼにはかり取り、1025 $^{\circ}\text{C}$ の電気炉で60分間強熱した前後の質量差から算出した。

2.2.2 SiO_2

試料0.5 g を白金るつぼにはかり取り、アルカリ融解後、脱水重量分析法により主酸化ケイ素、モリブデン酸青吸光光度分析法により溶存酸化ケイ素の定量を実施し、両者の和から SiO_2 の含有率を算出した。

2.2.3 Al_2O_3

試料0.5 g を白金るつぼにはかり取り、アルカリ融解後、シクロヘキサンジアミン四酢酸（CyDTA）-亜鉛逆滴定法により分析した。

なお、 Al_2O_3 の定量値補正のため、1,10-フェナントロリン吸光光度分析法により Fe_2O_3 、ジアンチピリルメタン吸光光度分析法により TiO_2 、原子吸光分析法により MnO の分析も行った。

2.2.4 Na_2O および Li_2O

試料0.2 g を白金るつぼにはかり取り、酸分解後、原子吸光分析法により分析した。

3 結果および考察

本共同研究において報告した分析結果を表1に示す。

表1 ペタライトの化学成分分析結果

分析項目	報告値 (mass%)	付与値 (mass%)	Z スコア
強熱減量	1.1080	1.1250	-0.3
SiO_2	75.87	76.020	-0.1
Al_2O_3	16.49	16.49	0.0
Na_2O	0.5719	0.5483	0.5
Li_2O	4.303	4.215	0.4

3. 1 zスコア法による評価

分析分科会における共同研究では、各機関からの報告値が満足できるものかを判定する基準として、次式で表されるzスコアが用いられている。

$$z \text{ スコア} = (\text{測定値} - \text{付与値}) / \text{ばらつき} \text{の標準値}$$

ここで、「付与値」とは、各機関からの報告値（69～75件）を昇順にソートしたとき、50%の順位に相当する値（メディアン）のことである。判定の目安として、|z|が2.0以下を「満足」、2.0を超え3.0未満を「疑わしい」、3.0以上を「不満足」とされているが、本共同研究では、参加者の多くが指導的な立場にある機関に所属していることを考慮し、|z|が2.0以下の「満足」とされる報告値のみに認定証が発行されることとなっている²⁾。今回の共同研究において、当所の報告値は、すべての分析項目において|z|が0.5以下の良好な結果となった。

3. 2 SiO₂

SiO₂の脱水重量分析操作で留意すべき点について述べる。本操作では、白金るつぼ内の試料を炭酸ナトリウムでアルカリ融解した後、融成物に塩酸を加えて加熱溶解する工程がある。その際に塩類が突沸し、内容物がるつぼの外に飛び散ってしまう現象が発生し、このときのSiO₂の定量値は73.3899 mass%と低値を示した。再分析の際、加熱時の温度を低めに設定したところ、突沸することなく溶解することができ、定量値も付与値に近い結果が得られた。

本操作の後、最終的に調製された試料溶液は、Al₂O₃およびその補正に必要なFe₂O₃およびTiO₂、MnOの分析にも用いられるため、これらの定量値にも影響を与える恐れがあることから、加熱溶解時の温度管理には注意が必要である。

3. 3 Al₂O₃

Al₂O₃の定量では、亜鉛溶液による逆滴定操作の後、別にFe₂O₃およびTiO₂、MnOの含有率を求め、次式により補正を行った³⁾。

$$Al_2O_3 = \frac{(V_2 - V_1) \times F \times 0.0010196}{m \times 50/250} \times 100 - [(Fe_2O_3 + TiO_2) \times 0.638 + MnO \times 0.719]$$

ここで、V₁、V₂：試験溶液、空試験での滴定操作による亜鉛溶液の使用量[ml]、F：亜鉛溶液のファクター、m：試料のはかり取り量[g]である。補正を行わなかった場合、Al₂O₃の定量値は16.52 mass%と僅かではあるが高値となった。今回の分析では補正による影響は少なかったが、Fe₂O₃等の共存成分を多く含む試料では、これらが滴定の妨害成分となることでAl₂O₃の定量値に大きな誤差を生じるため、補正は重要であると言える。

3. 4 Na₂O およびLi₂O

当所では、Na₂O およびLi₂Oの分析を原子吸光分析法により実施したが、参加機関の他の分析法として、ICP発光分析法のほか、ICP質量分析法、蛍光X線分析法（Na₂Oのみ）、炎光光度法による報告もあった。各分析方法での報告件数および異常値棄却後の平均値、相対標準偏差（RSD）を表2、表3に示す。

表2 各分析方法におけるNa₂O分析結果

分析方法	件数 (棄却数)	平均値 (mass%)	RSD(%)
原子吸光分析法	8(1)	0.5274	12.31
ICP発光分析法	43(3)	0.5524	9.94
ICP質量分析法	4(2)	0.5159	13.37
蛍光X線分析法	9	0.5338	8.71
炎光光度法	1	0.5226	-

表3 各分析方法におけるLi₂O分析結果

分析方法	件数 (棄却数)	平均値 (mass%)	RSD(%)
原子吸光分析法	13	4.309	5.75
ICP発光分析法	43(5)	4.180	5.26
ICP質量分析法	6	3.931	7.93
炎光光度法	2	4.154	-

Na₂O、Li₂OのいずれもICP発光分析法による報告が大半を占めている。当所はICP発光分析装置を保有していないため原子吸光分析法で対応したが、いずれの項目も他の測定法による平均値と大きな相違はなく、分析方法として問題がなかったと思われる。

4 結言

公設試験研究機関の分析担当者が参加する分析分科会の共同研究において、今年度はベタライトの強熱減量およびSiO₂、Al₂O₃、Na₂O、Li₂Oの定量分析を行い、いずれも良好な結果が得られた。

近年、分析機器の飛躍的な進歩によって装置自体の感度や操作性が向上しているものの、前処理方法や条件設定において経験や知識が必要となる場面も多く、データの信頼性の確保が重要課題となっている。

今後も、分析業務に対するニーズは増えるとともに、内容もさらに多岐に渡ると予想される。引き続き共同研究に参加することで、分析技術の向上、情報収集に努めたい。

参考文献

- 1) 知的基盤部会分析分科会 HP
(https://unit.aist.go.jp/nmi/collab/bb_kai/)
- 2) 知的基盤部会分析分科会年会総合資料(2020)。
- 3) JIS M 8853, セラミックス用アルミノけい酸塩質原料の化学分析方法(1998)。

精密測定業務の高度化による企業支援の充実（第2報）

—機能性をもつ微細構造の三次元表面性状評価について—

松島 康晴, 熱田 俊文

精密測定業務の高度化の一環として、非接触の三次元粗さ測定により、微細な表面構造の機能性を定量的に評価する手法について検討を行った。代表的な機能性として濡れ性を取り上げ、切削による微細加工で表面の濡れ性を変化させた微細凹凸面を作製した。その微細凹凸面について、一般的な濡れ性の評価指標である接触角と三次元粗さ測定で取得した三次元粗さパラメータとの相関関係を検証した。その内容を報告する。

1 緒言

三次元粗さ測定は、従来の「線データ」を取得する二次元粗さ測定とは異なり、「面データ」を取得することで、表面性状の詳細な情報が定量的な数値として得られる。その利点から、“表面粗さ”だけではなく、試料表面の微細な構造の“三次元形状”や“機能性”を評価する手段として期待されている。一方で、フィルタ処理やパラメータが複雑であり、二次元粗さ測定のような明確な規定は現在のところ存在しない。そのため、機能性をもつ表面構造の三次元性状を定量的に評価するためには、測定者の判断で評価パラメータを決定しなければならず、三次元粗さ測定への理解が不可欠である。

機能性をもつ表面構造の例として、蓮の葉はその表面の微細な突起形状により極めて強い撥水性を有する。これはロータス効果と呼ばれ、乳加工製品のフタなどに応用されている¹⁾。このような表面の微細構造による種々の機能（濡れ性、摩擦、光学機能など）の応用は、機械部品や光学部品などにおいても増えつつあり、その表面性状の評価手法に対するニーズは高まっている。

そこで本研究では、非接触の三次元粗さ測定により、微細な表面構造の機能性を定量的に評価する手法について検討を行った。機能性としては濡れ性を取り上げた。まず、切削による微細加工で表面の濡れ性を変化させた試料を作製した。その微細凹凸面について、一般的な濡れ性の評価指標である接触角の測定を行った。そして、接触角と三次元粗さ測定で取得した三次元粗さパラメータとの相関関係の検証を行った。

2 実験方法

2.1 試料の作製

試料にはアクリルを使用した。加工面の表面積を増やし、撥水性を向上させる目的で、表面の約4mm四方の領域に櫛状または格子状の微細加工を施した（図1）。加工条件は表1のとおりであり、加工には立形マシニングセンタを用いた。加工面の例を図2、図3に示す。図2はφ20μmの工具を用い、ピッチ30μm、切込深さ2μmで櫛状加工を行った加工面である。図3はφ40μmの工具を用い、ピッチ62μm、切込深さ8μmで格子状加工を行った加工面である。また、図4は加工面の断面形状の例である。実験では櫛状および格子状加工面のそれぞれについて、溝幅、ピッチ、深さの異なる試料を作製した。

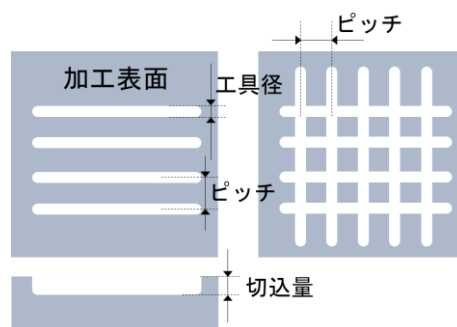


図1 加工面概略図（左より、櫛状、格子状）

表1 加工条件

加工機	5軸立形マシニングセンタ (三井精機, Vertex550-5X)
切削工具	微細加工用エンドミルφ20, φ40, φ50 μm
加工条件	回転数 20,000 min ⁻¹ 送り 20 mm/min 溝のピッチ 30 ~ 140 μm 切込量 2 ~ 30 μm 切削油剤 浸透潤滑材を表面に塗布

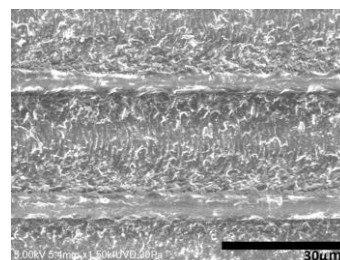


図2 櫛状加工面の例（φ20μm 工具）

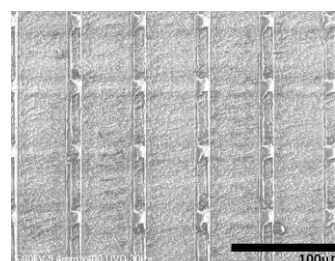


図3 格子状加工面の例（φ40μm 工具）

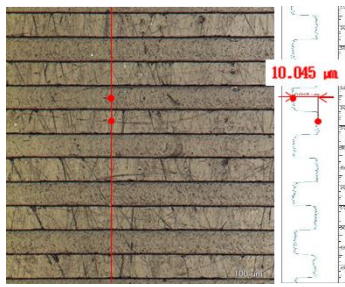


図4 断面形状の例（櫛状加工面）

2. 2 濡れ性の評価

一般的な濡れ性の評価指標として、接触角を測定した。接触角は、接触角測定装置（協和界面科学，DM-500）を用い、静的接触角を $\theta/2$ 法により測定した。櫛状加工面については水滴の広がりにも異方性があることを考慮し、直交した2方向から観察を行った。観察方向は溝加工の送り方向に対し、直交方向から見た時の接触角を〈縦〉とし、水平方向からを〈横〉と定義した。作製した試料の形状および接触角の測定結果を表2にまとめる。図5に示すように未加工面の接触角 77.8° に対し、加工面の接触角が 77.8° 以上の場合に撥水性が向上したと判断した。試料②に関しては〈横〉方向で最大の接触角 125.8° を得られた。

格子状の加工では、未加工面と接触角がほぼ同一であった試料⑧～⑩はピッチから溝幅を引いた未加工面の幅が $10\sim 22\mu\text{m}$ であるのに対し、撥水性が向上した試料⑪～⑮では $50\sim 90\mu\text{m}$ となっている。未加工面の幅を縮め、水滴と加工面との間の空気層を増やすことで撥水性が向上するという予想とは相反する結果となった。

表2 加工形状の寸法

No	加工模様	工具 (溝幅) μm	ピッチ μm	切込 深さ μm	接触角 (縦) deg	接触角 (横) deg
	未加工面	—	—	—	77.8	
①	櫛	40	120	5	75.1	88.9
②	櫛	40	120	22	75.0	125.8
③	櫛	40	45	5	68.2	79.3
④	櫛	40	120	10	74.5	101.1
⑤	櫛	40	120	15	76.0	104.4
⑥	櫛	40	100	10	74.3	109.3
⑦	櫛	20	30	2	68.1	73.5
⑧	格子	40	55	10	70.2	
⑨	格子	40	50	12	78.9	
⑩	格子	40	62	8	83.8	
⑪	格子	50	100	30	88.9	
⑫	格子	50	120	30	92.7	
⑬	格子	50	140	15	89.6	
⑭	格子	50	120	15	95.0	
⑮	格子	50	100	15	100.7	

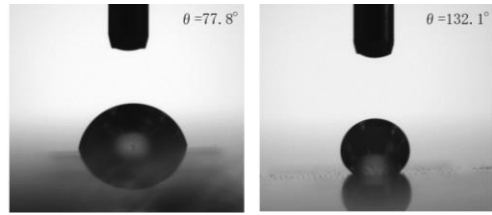


図5 加工による接触角の変化
(左：未加工面 右：加工面)

2. 3 加工面の表面性状評価

加工面の形状測定および表面性状評価についてはレーザー顕微鏡による白色光を用いて計測した(表3)。

表3 形状測定・表面性状の評価方法

非接触式	共焦点式レーザー顕微鏡 (レーザーテック, OPTEICS HYBRID)
	光源 キセノンランプ (白色光)
	使用レンズ 倍率20倍 (開口数 0.45)
	視野角 $750\times 750\mu\text{m}$

二次元粗さ測定では測定結果に対し、輪郭曲線フィルタ(短波長より $\lambda_s, \lambda_G, \lambda_F$)を用いて、ノイズやうねりを除去する。一方、三次元粗さ測定では、ネスティングインデックス(短波長よりSフィルタ, Lフィルタ, Fフィルタ)が二次元粗さ測定における輪郭曲線フィルタに相当する。本測定の非接触による三次元粗さ測定では、形状成分から濡れ性を評価するため、Lフィルタを除いたS-F曲面により評価を行った。測定面についてはノイズ補正および傾斜補正を入れた。Sフィルタは、光学式分解能の3倍以上の値が推奨されていること²⁾を考慮して $5\mu\text{m}$ に設定した。

濡れ性の評価に用いたパラメータは以下のとおりである。これらのパラメータは、加工面と水滴の間のできる空気層の割合を定量化できることを期待して選定した。

(A) Ssk：輪郭曲線の歪度

領域内において山と谷のどちらが多いかを表す無次元量のパラメータである(式1)。

$$S_{sk} = \frac{1}{S_q^3} \left[\frac{1}{A} \iint z^3(x, y) dx dy \right] \quad (1)$$

(B) Sdr：輪郭曲面の展開界面面積率

基準領域の完全平面に対し、界面の面積の増加量の比として定義されている。単位は%で表記される(式2)。

$$S_{dr} = \frac{1}{A} \left[\iint_A \left(\sqrt{1 + \left(\frac{\partial z(x, y)}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial z(x, y)}{\partial y} \right)^2} - 1 \right) dx dy \right] \quad (2)$$

3 実験結果および考察

3. 1 加工面の表面性状評価

櫛状および格子状の結果は以下のとおりである。

I) 櫛状加工 ($\phi 20, 40\mu\text{m}$ 工具)

図6に櫛状加工面について接触角とSskとSdrの相関について示す。黒塗の丸が未加工面でのデータである。

Ssk に関しては、未加工面以外、すべて正の値であり、山の割合が多い結果となっている。また、縦方向についてはほぼ接触角に変化はなく、横方向に関しては試料間で接触角が大きく変動しているが、いずれも Ssk と接触角との相関はみられなかった。

Sdr に関しては、すべての加工面の Sdr の値が未加工面よりも大きな値をとっており、加工による表面積の増大を示している。横方向の観察方向では Sdr と接触角に相関がみられた。

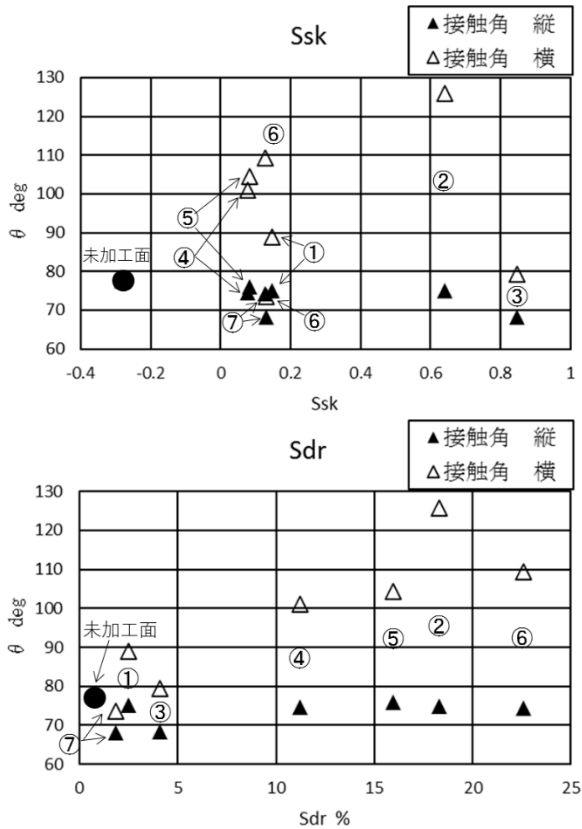


図6 φ20~40μm 工具での三次元粗さパラメータ (上:Ssk, 下:Sdr)

II) 格子加工 (φ40, 50μm 工具)

図7に格子状加工面の Ssk, Sdr の結果について示す。2 方向の加工は同条件で行っているため、接触角は 2 方向の平均値での比較とした。結果として Ssk は、接触角との相関はみられなかった。 Sdr に関しては、未加工面と比べて、加工面はいずれも表面積が増大しているが、撥水性が向上した試料だけでなく、未加工面と撥水性の

変わらない試料も存在した。これは表面積の増加量だけでなく、界面力学の影響など複合的な要素からの検討が必要であることを示唆している。

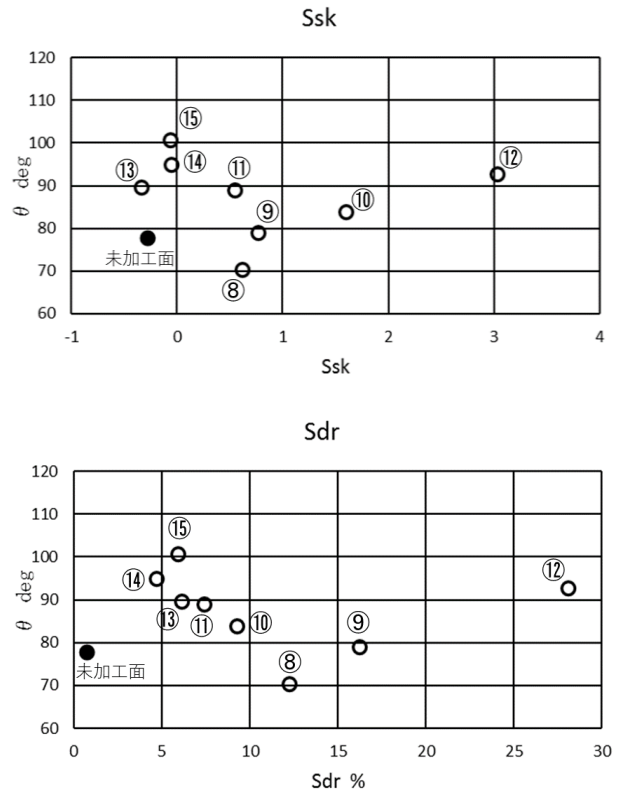


図7 格子状加工での三次元粗さパラメータ (上:Ssk, 下:Sdr)

4 結言

本研究では、以下のような知見が得られた。

- (1) 櫛状の加工において、加工方向に対して、直交方向と平行方向で撥水性に違いが現れた。Sdr と横方向の接触角については相関があることがわかった。
- (2) 格子状の微細加工においては、Ssk および Sdr のパラメータにおいても接触角との相関はみられなかった。未加工面の幅が 50μm 以上の場合には撥水性が向上することがわかった。

参考文献

- 1) 西川浩之; 表面技術, 67, 482 (2016) .
- 2) ISO 25178-3.

摩擦攪拌点接合の薄板適応についての検討（第1報）

新名 楓, 熱田 俊文, 吉村 英徳*

摩擦攪拌接合 (FSW) は、接合時に大きな負荷が発生するため、高い剛性を有する装置が必要である。しかし、接合対象が微細であるマイクロ接合であれば、低い負荷で施工可能であり、電子機器や精密部品への適応が考えられる。そこで本研究では、FSW によるマイクロ接合の基礎的知見を得ることを目的に、板厚 0.1 mm の薄板 (SUS304) に対する突合せ点接合の検討を行った。その結果、接合の成否は不安定であったが、いくつかの条件で接合に成功し、接合成功時には、接合部の金属組織が攪拌され、結晶粒が微細化されていることを確認した。

1 緒言

摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding : FSW) は、回転させたツールを材料に押し付けて攪拌し、塑性流動させることで材料同士を接合させる手法である。特徴として、溶融溶接法よりも熱影響による強度低下が小さいこと、ヒューム・スパッタが発生しないことなどが挙げられ、鉄道や航空機などの分野で実用化されている。対象となる材料はアルミニウム合金などが多いが、炭素鋼やステンレス鋼などでも報告例がある¹⁾。

通常、FSW の装置は、接合時に発生する高い負荷に耐えられるよう高い剛性が求められ、大型の装置になる。しかし、接合対象が微細であるマイクロ接合であれば、装置を大幅に小型化でき、電子機器や精密部品への適応が考えられる^{2)~4)}。薄板の場合では、重ね合わせ接合の報告例に比べ、突合せ接合の報告例は少ない。

そこで、本研究では、FSW によるマイクロ接合の基礎的知見を得ることを目的に、板厚 0.1 mm のステンレス薄鋼板に対する突合せ点接合条件の検討を行った。

2 実験方法

2.1 実験材料

供試材として、板厚 0.1mm のオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304) を用いた。供試材の接合に用いるツールは直径 10 mm の丸棒から試作した。材質は SKH51 (16.1 HRC) であり、ツール形状は図 1 のとおりである。ツール先端に攪拌による盛り上りを抑制するため、半径 15 mm の球頭部を設け、球頭部先端には攪拌を行うため、直径 1.5 mm の平坦面 (Ra 0.11 μm) を設けた。

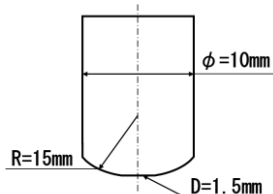


図 1 ツール形状

2.2 接合方法

接合実験の方法を図 2 に、接合条件を表 1 に示す。マシニングセンタ (ヤマザキマザック, VERTICAL CENTER

* 香川大学創造工学部

NEXUS 430B-II HS 型) の主軸に試作したツールを取付け、接合実験を行った。継手形状は、突合わせ形状とし、裏当て材には、供試材との凝着防止のため、アルミナ製のセラミックプレートを使用した。セラミックプレートの下部にロードセル (エー・アンド・デイ, LC1205-K100) を設置し、荷重データを測定した。ツールの位置合わせは、ツールを静止状態で供試材に接触させ、規定の初期荷重を与える位置を原点とした。そして、一度ツールを供試材から離れたのち、回転させ、原点まで下降して摩擦攪拌点接合を行った。

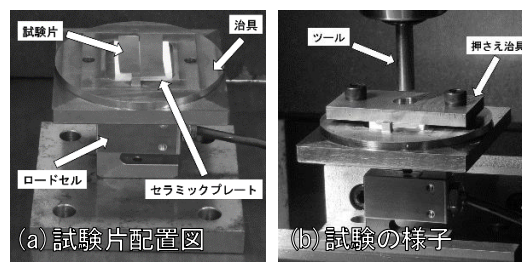


図 2 接合実験の方法

表 1 接合条件

回転数 rpm	3000, 4500, 6000
初期荷重 N	10, 25, 50, 75, 100
押し込み速度 mm/min	0.5
接合時間 sec	1.5

2.3 評価方法

接合実験における接合の成否は、目視によって判断した。試験片の接合部に目視では欠陥が認められなかった場合を「成功」、接合部が欠落した場合や、ツールと接触した痕はあるが、突き合わせ面に変形が見られなかった場合を「不成功」とした。なお、条件によっては、接合の成否が不安定であったが、ここでは複数回の試行で一度でも接合に成功した条件は「成功」と判断した。

接合実験後に接合部の強度評価のためオートグラフ (島津製作所, AG-50kND) を用いて引張試験を行い、最大荷重を測定した。引張試験片は、成功した接合条件において、各 1 個作製した。また、接合部が組織的に攪拌されていることを確認するため、マクロ試験を行い、断面観察を行った。マクロ試験は、回転数 6000 rpm, 初期荷重

100 N の接合条件において行い、光学顕微鏡を用いて観察した。

3 結果と考察

3.1 接合結果

各接合条件における接合の成否を図3に示す。また、例として回転数 4500 rpm の条件における接合後の接合部、ツール表面の外観および荷重測定の結果をそれぞれ図4、図5、図6に示す。

接合が不成功であった場合のうち、初期荷重が低い条件では、供試材表面にツールの接触痕は確認できたが、突き合わせ面の変形は見られなかった。この場合、接合中の荷重にも、初期荷重からの変化は見られなかった。それに対し、接合に成功した場合、接合中の荷重は初期荷重よりも高い値にまで上昇した。攪拌が開始したことで接合中の荷重が上昇したものと考えられる。ただし、初期荷重が高すぎる場合においては、攪拌を示す荷重上昇が見られるが、接合部中心に欠落が生じた。また、回転数が上昇するほど、初期荷重が低い条件で接合に成功した。これは、回転数の上昇により摩擦入熱が増加し、攪拌が開始されやすくなるものと考えられる。

接合実験全体を通して、接合の成否は不安定であった。図7に回転数 6000 rpm、初期荷重 50 N の条件における接合成功時および不成功時の荷重測定結果を示す。接合に成功した場合と接合中心部に欠落した場合の接合荷重を比較した場合では、不成功時よりも成功時は、荷重が低い場合があった。このことから、接合中の過度な荷重上昇を抑制することが重要であると考えられる。

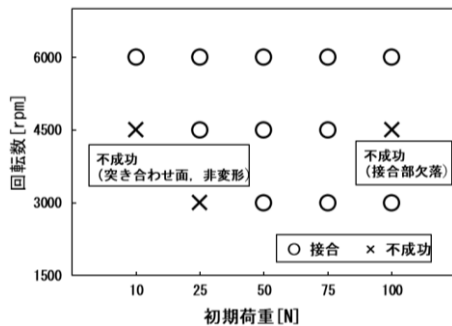


図3 各接合条件における成否

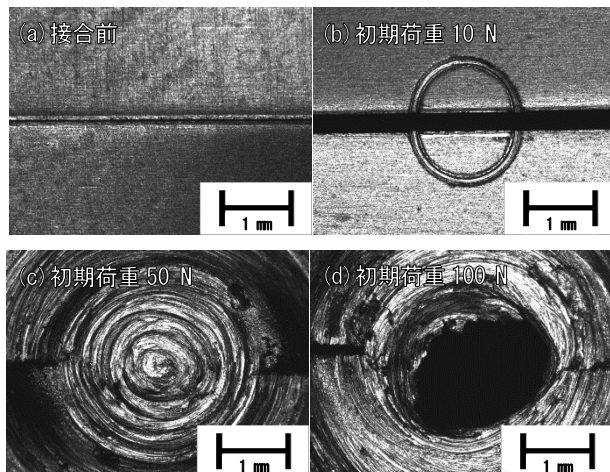


図4 接合部の拡大写真 (回転数 4500 rpm)

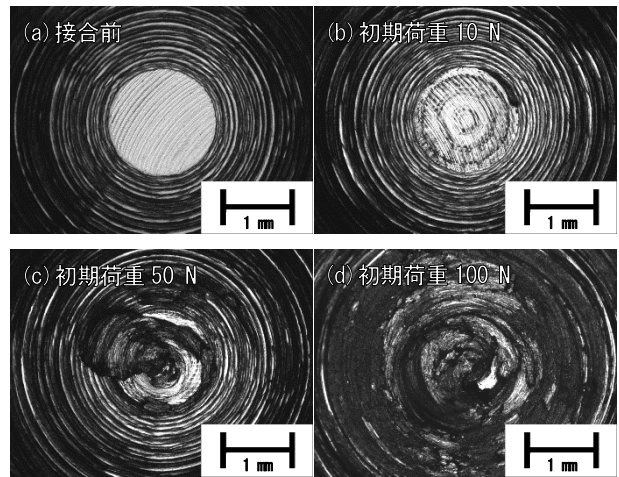
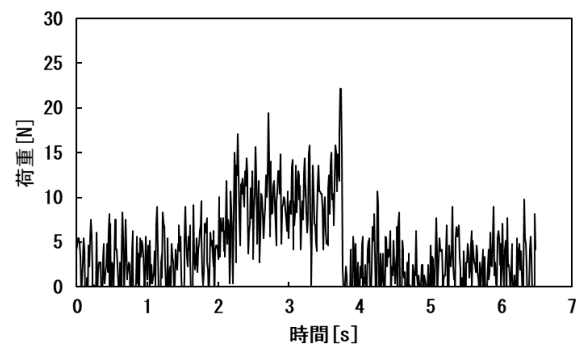
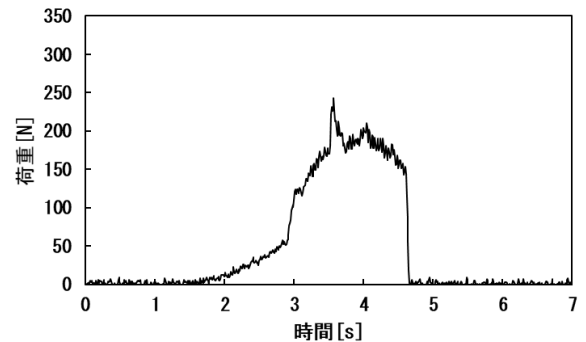


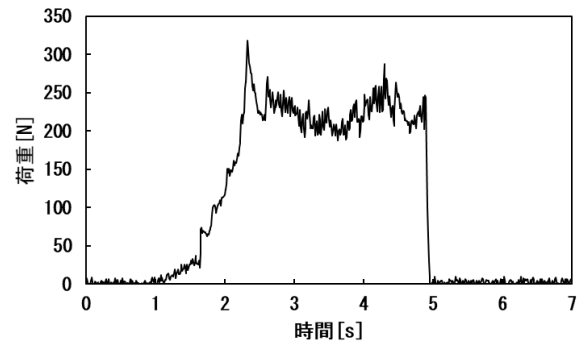
図5 ツールの拡大写真 (回転数 4500 rpm)



(a) 回転数 4500 rpm 初期荷重 10 N 不成功時
(突き合わせ面, 非変形)



(b) 回転数 4500 rpm 初期荷重 50 N 成功時



(c) 回転数 4500 rpm 初期荷重 100 N 不成功時
(接合部欠落)

図6 荷重測定結果 (回転数 4500 rpm)

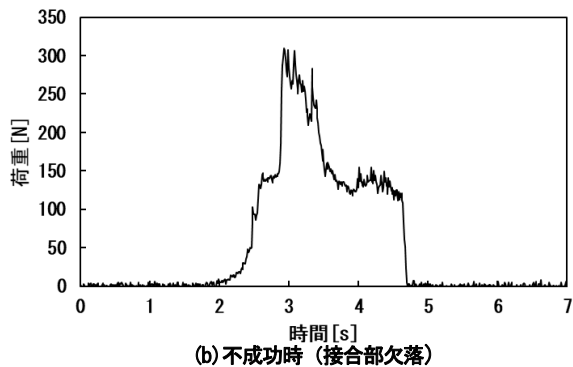
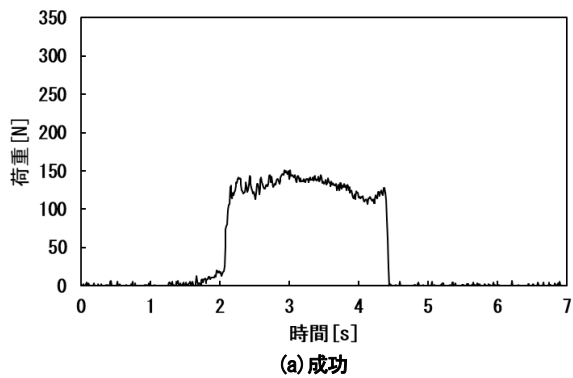


図7 荷重測定結果
(回転数 6000 rpm, 初期荷重 50 N)

3. 2 引張試験

図8に引張試験片の形状、図9に引張試験の結果を示す。接合に成功した場合、初期荷重および回転数はいずれも高い場合に高強度が得られた。このことから、初期荷重と回転数が低い条件では、摩擦入熱の低下などで攪拌が不十分になり、接合強度が小さくなると考えられる。

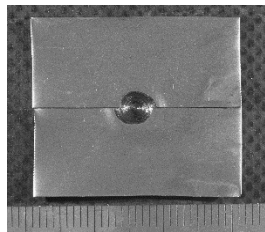


図8 引張試験片の形状

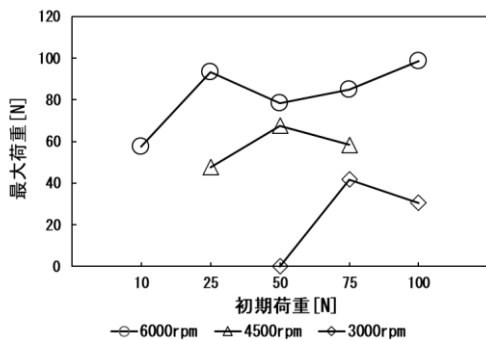


図9 引張試験結果

3. 3 マクロ試験

図10にマクロ試験によって観察された金属組織の様相を示す。マクロ試験の結果、接合前の突き合わせ面は確認されず、接合部では、攪拌により結晶粒が微

細化していた。また、その近傍では、結晶粒界が板厚に対してせん断方向に伸びており、鉛直方向に押しつぶされ、攪拌されている様相が表れていた。ツールの球頭部に接触していたと思われる箇所では、結晶粒が徐々に大きくなっていった。以上のことから、金属組織が攪拌され、供試材の突き合わせ面が接合していることが確認された。

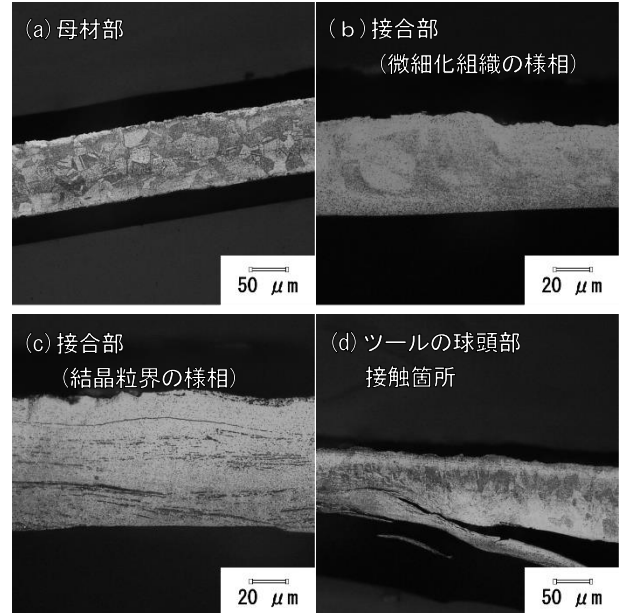


図10 金属組織の様相

4 結言

FSWによるマイクロ接合の基礎的知見を得るために、板厚0.1 mmの薄板(SUS304)について、摩擦攪拌突合せ点接合を行った。その結果、以下の知見を得た。

- (1) 接合に成功した場合、攪拌の開始を示すと考えられる接合中の荷重上昇が発生した。一方、不成功時では、初期荷重が低い場合、荷重上昇及び突き合わせ面の変形は、見られなかった。初期荷重が高過ぎる場合は、荷重上昇は見られたが、接合部中心に欠落が生じた。
- (2) 回転数が上昇するほど初期荷重が低い条件においても接合に成功した。
- (3) 初期荷重および回転数がいずれも高い場合に高強度が得られた。
- (4) 接合部のマクロ試験の結果、接合部における金属組織の攪拌および結晶粒の微細化を確認した。

参考文献

- 1) 編者 社団法人 溶接学会 発行者 馬場信：摩擦攪拌接合—FSWのすべて—, (2006)
- 2) 村岡稔基：薄板オーステナイト系ステンレス鋼の突合せ摩擦攪拌点接合, (2020)
- 3) 皆川仁志, 松坂壮太, 比田井洋史, 千葉明, 森田昇：卓上摩擦スポット接合(FSJ)装置の開発及びマイクロ接合への適用, 2015年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, p289, p290, (2015)
- 4) 青田欣也：摩擦攪拌接合法のマイクロ接合への応用, 溶接学会誌 第72巻(2003)第3号, p185-p188, (2003)

未利用広葉樹の活用技術

— 木材乾燥試験及び強度試験 —

大北 一也

香川県内で伐採された未利用広葉樹の利用を検討する基礎資料とするため、木材乾燥試験及び強度試験を行った。その結果、本実験で用いた樹種は比較的表面割れと断面変形が大きいことから、人工乾燥では乾燥初期に低温かつ乾湿球温度差が小さい条件から始める必要があることがわかった。また曲げ強さ及び縦圧縮強さでは、試験体の含水率が標準の15%より低かったため、含水率補正をしたうえでの比較となったが、文献値をやや上回る結果が得られた樹種もあった。

1 緒言

香川県の森林面積は8万8千ヘクタールであり、その内59%を広葉樹林が占める¹⁾。しかしその広葉樹の利用はあまり進んでいない。この未利用広葉樹の活用を促進する必要があるが、そのためには木材乾燥特性と強度性能の把握並びに試作などを行い、製品化の可能性を明らかにしていくことが必要である。本研究では県内で伐採されたアベマキなど7樹種について、木材乾燥試験及び強度試験を実施するとともに、企業による試作を行い、未利用広葉樹の用材としての可能性を検討した。

2 実験方法

実験に用いた樹種は、アベマキ、クリ、ケヤキ、コナラ、シロブカガシ、ホオ、ヤマザクラである。この内アベマキ、コナラはさぬき市、それ以外は仲多度郡まんのう町の森林から伐採されたものである。これらの丸太を厚さ3cm、長さ1mに製材した後、木口面にシリコンシーリング剤を塗布して、香川県産業技術センター実験棟内で積みしめて天然乾燥を行った。

木材の人工乾燥スケジュールの作成には、木材乾燥スケジュール簡易決定法²⁾（以下100℃試験という）を用いた。この方法は、木材含水率50%以上の厚さ2cm、幅10cm、長さ20cmの無欠点板目材を試験材として用い、100℃に保たれた恒温器内で急速乾燥し、その試験体に現れる木口割れ、内部割れ、表面割れ、また断面変形などを観察して分類し、乾燥初期温度、乾湿球温度差及び乾燥末期の温度を決定するものである²⁾。

人工乾燥試験には木材乾燥試験機（DK-1E-HT型：日本電化工機株式会社製）を用いた。人工乾燥に用いた試験体は長さ1m、厚さ3cmで、幅は調整していない。

強度試験は曲げ試験と縦圧縮試験を行った。試験体のうち、アベマキは辺材と心材の識別でき、また試験体を取るだけの半径方向の幅があったため、両者を区別して強度試験を行った。しかし他の樹種は辺材の幅が狭いものや、辺材と心材の区別が難しかったため、辺材と心材が混在した状態で試験を実施した。

また、ケヤキとホオは、強度試験を行えるだけの試験体数が得られなかったため、強度試験は行っていない。

曲げ強さ及び見掛けの曲げヤング係数（以下曲げヤング係数という）はJIS Z 2101:2009の3点荷重方式に準

じ、以下の式より算出した。

$$\sigma = \frac{3}{2} \cdot \frac{LF}{wT^2} \dots \dots (1)$$

ここに、 σ : 曲げ強さ (N/mm²)
 L : 支点間距離 (mm)
 F : 荷重 (N)
 w : 幅 (mm)
 T : 高さ (mm)

$$E = \frac{L^3}{4wT^3} \cdot \frac{F}{\Delta\ell} \dots \dots (2)$$

ここに、 E : 曲げヤング係数 (kN/mm²)
 L : 支点間距離 (mm)
 F : 荷重 (N)
 w : 幅 (mm)
 T : 高さ (mm)
 $\Delta\ell$: 曲げたわみ量 (mm)

曲げ試験体は、木口面の一辺の長さが20mm、繊維に沿った長さは320mmである。支点間距離は280mm、試験速度は2mm/min、荷重面はまさ目面である。

曲げ試験体の木材含水率は、試験後損傷を受けていない部分の端部から30mm内側に入った部分を長さ20mm採取し、全乾法で測定した。

圧縮試験はJIS Z 2101:2009の縦圧縮試験に準じて行った。試験体は一辺の長さが20mm、繊維に沿った長さは40mmである。試験速度は2mm/minとした。木材含水率は縦圧縮試験体全体を恒温乾燥器内で乾燥し、全乾法で測定した。

3 結果と考察

3.1 100℃試験

表1に100℃試験で求めた乾燥条件の結果を示す。また、図1に100℃試験で急速に乾燥させた試験体の断面の状況を示す。表中の初期割れ及び断面変形は8段階、内部割れは6段階で評価しており、値が大きいほど損傷が大きいことを表す。初期割れについては、

表 1 100℃試験から求めた乾燥条件

番号	樹種名	初期含水率%	損傷の種類と段階			推定乾燥日数	推定された乾燥条件		
			初期割れ	断面変形	内部割れ		初期温度℃	初期温度差℃	終末温度℃
1	アベマキ	33.9	6	6	4	15	49	2.3	73
2	クリ	103.2	7	6	5	19	47	1.8	71
3	ケヤキ	43.3	5	6	2	9	49	3.0	75
4	シリブカガシ	75.1	7	6	5	17	47	2.0	71
5	ホオ	52.7	5	6	2	9	49	3.0	75
6	ヤマザクラ	52.1	6	7	3	16	48	2.3	73

クリ、シリブカガシが7段階、アベマキ、ヤマザクラが6段階であり、これらは乾燥初期の表面割れが発生しやすいことを示す。そのため、人工乾燥時の初期の乾湿球温度差が2℃前後と小さくなった。断面変形はヤマザクラが7段階、そのほかは6段階とどの樹種も比較の変形が大きいことがわかった。図1に示す通り、内部割れはクリ、シリブカガシが5段階で、内部割れが生じやすいことを示したが、ケヤキ、ホオは2段階で比較的內部割れが生じにくいことがわかった。断面変形と内部割れは、乾燥初期の温度が高く、乾湿球温度差が大きい場合に発生しやすいとされている²⁾。そのため、クリ、シリブカガシなどは比較的低温度、高い相対湿度から始める人工乾燥スケジュールとなった。

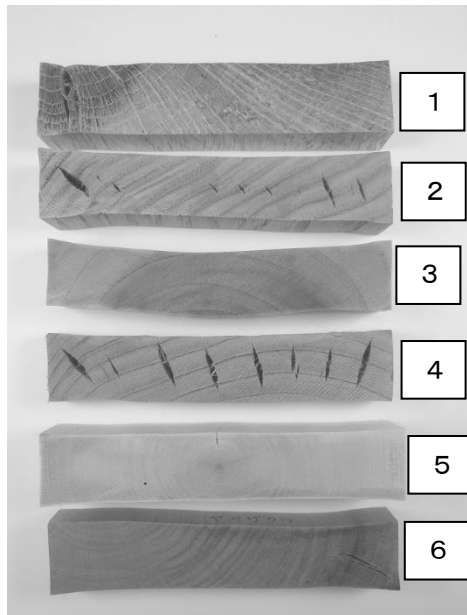


図 1 100℃試験で急速に乾燥した試験材の断面

- 1 : アベマキ, 2 : クリ, 3 : ケヤキ
4 : シリブカガシ, 5 : ホオ, 6 : ヤマザクラ

今回実験に供したアベマキは、木材含水率が33.9%と100℃試験に用いるには低含水率であった。また内部割れ、断面変形の状況が辺材と心材との間で大きく異なることが観察されたが、図1の1に示す通り、本試験体は心材部分の占める割合が小さかった。そのため心材部が多くを占める材の場合は、表1に示したも

のより厳しい乾燥スケジュールになると思われる。

コナラはアベマキの中に混入していることに気が付かなかったため、100℃試験による個別の人工乾燥スケジュールが作成できなかった。そのためアベマキと同じスケジュールで人工乾燥を行っている。

3. 2 人工乾燥試験

100℃試験から導かれた人工乾燥スケジュールを用いて乾燥試験を実施した。その一例としてケヤキの人工乾燥経過を図2に示す。図2で示したケヤキは、1ヶ月間天然乾燥された試験体であったため、人工乾燥開始時には木材含水率が20%以下であった。そのため、天然乾燥材を仕上げ乾燥することとなった。今回の場合、人工乾燥開始時は木材含水率43%の条件である乾球温度(DBT)49℃、湿球温度(WBT)46℃から開始し、その後小刻みに乾燥条件を変更し、実際の木材含水率に対応する乾球温度、湿球温度の条件になるよう修正しながら乾燥作業を進めた³⁾。人工乾燥開始から175時間後に木材含水率が目標含水率の10%以下になったため、イコライジングを8時間、コンディショニングを24時間行い、人工乾燥を終了した。人工乾燥後の材に表面割れや内部割れは発生していなかった。

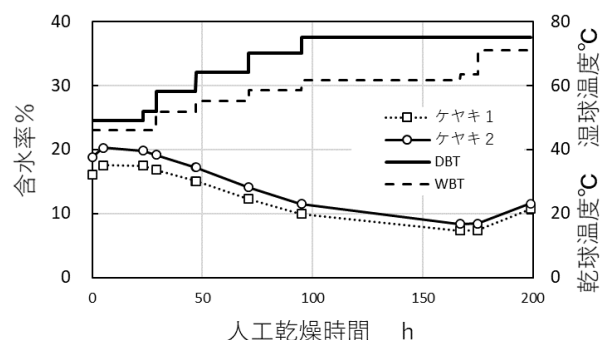


図 2 ケヤキの人工乾燥経過

3. 3 曲げ試験

曲げ試験の結果を表2に示す。木材の物理的性質は木材含水率の影響をうけることが知られている。繊維飽和点以下では木材含水率1%変化したとき、曲げ強さが2%、曲げヤング係数が4%、縦圧縮強さが6%増減するとされている⁴⁾。本研究で用いた曲げ試験体は、木材含水率が10~11%と低含水率であった。そこ

で他の文献値と比較するため、含水率を15%に補正した値を表3に示す。

表2 曲げ試験結果

測定項目	アベマキ		クリ	コナラ	シリブカガシ	ヤマザクラ
	辺材	心材				
曲げ強さ N/mm ²	115	111	98	148	107	126
曲げヤング係数 kN/mm ²	14.2	14.2	9.5	16.3	11.3	11.4
気乾密度 g/cm ³	0.80	0.87	0.54	0.86	0.59	0.77
木材含水率 %	10.2	10.1	11.0	10.4	10.1	10.4

表3 木材含水率を15%に補正した曲げ試験結果

測定項目	アベマキ		クリ	コナラ	シリブカガシ	ヤマザクラ
	辺材	心材				
曲げ強さ N/mm ²	105	101	91	136	98	115
曲げヤング係数 kN/mm ²	11.9	11.9	8.2	13.7	9.5	9.6

表3のクリは曲げ強さが91N/mm²、曲げヤング係数が8.2kN/mm²であった。文献値⁵⁾では曲げ強さが80N/mm²、曲げヤング係数が9.0kN/mm²であり、文献値に比較して実験値は、曲げ強さがやや大きいものの、逆に曲げヤング係数は小さかった。コナラは曲げ強さが136N/mm²、曲げヤング係数が13.7kN/mm²と比較的高い値を示した。この値はシラカシやアカガシと同程度であった⁵⁾。

3. 4 縦圧縮試験

縦圧縮試験の結果を表4に示す。縦圧縮強さはアベマキの辺材が59N/mm²、心材が79N/mm²で曲げ強さとは逆に心材の値が大きかった。また、クリは縦圧縮強さが51.6N/mm²。コナラは同68.5N/mm²、シリブカガシが同55.4N/mm²、ヤマザクラが同68.7N/mm²であった。

曲げ試験と同様に、木材含水率を15%に補正した各値を表5に示す。表からクリは縦圧縮強さが43.1N/mm²であったが、文献値⁵⁾では40N/mm²であり、実験値がやや大きかった。

表4 縦圧縮試験結果

測定項目	アベマキ		クリ	コナラ	シリブカガシ	ヤマザクラ
	辺材	心材				
圧縮強さ N/mm ²	59.0	79.3	51.6	68.5	55.4	68.7
気乾密度 g/cm ³	0.75	0.91	0.57	0.84	0.60	0.75
木材含水率 %	10.5	10.7	11.7	10.4	11.1	10.2

表5 木材含水率を15%に補正した縦圧縮試験結果

測定項目	アベマキ		クリ	コナラ	シリブカガシ	ヤマザクラ
	辺材	心材				
圧縮強さ N/mm ²	46.5	63.0	43.1	53.7	44.9	53.4

今回の実験ではアベマキが高い縦圧縮強さを示した。これは表4に示すように、気乾密度が0.91g/cm³と高かったことが影響したと思われる。

4 試作例

本研究の目的は、県産広葉樹材の利活用を検討することである。今回企業に依頼し、人工乾燥を行った試験材を用いて木工用ろくろで皿を試作した。試作品の一部を図3に示す。試作品はヤマザクラを材料とした直径36cmの皿である。現在皿以外にも試作を進めている。



図3 県産未利用広葉樹材で試作した皿（直径36cm）

5 結言

香川県産未利用広葉樹材の利用を検討するため、乾燥特性及び強度特性を検討した。その結果、以下の知見を得た。

- 100°C試験の結果から、本実験で用いた樹種は比較的表割れと断面変形が大きかった。そのため乾燥初期に低温で乾湿球温度差が小さい条件から人工乾燥を行う必要があることがわかった。
- 強度試験では、クリが文献値をやや上回る結果を得た。またコナラの強度値が高く、シラカシやアカガシと同程度であった。しかし、試験体の木材含水率が10~11%程度と標準の15%より少なかったため、含水率を補正したうえでの比較であった。

参考文献

- 香川県環境森林部みどり整備課：香川県みどりの基本計画，p.9（2015）。
- 寺沢真：木材乾燥スケジュールの簡易決定法，木材工業，Vol.20，pp.2-7（1965）。
- 寺沢真，筒本卓造：木材の人工乾燥（改訂版），社団法人日本木材加工技術協会，pp.107-108（1992）。
- 石丸優，古田裕三，杉山真樹：木材科学講座3 木材の物理，海青社，p164（2017）。
- 森林総合研究所監修：木材工業ハンドブック改訂4版，丸善，p194（2004）。

Deep Learningによる画像異常検知の可視化

—異常検知への SPADE 手法適用—

長谷見 健太郎, 多田 幸弘, 高原 茂幸

AI, 特に Deep Learning による画像処理技術は, ものづくり企業において工業製品の目視検査への応用が期待されている. 工業製品では異常が出にくく, 異常データが集まりにくいという状況が起こりやすい. そこで正常データのみを使用して学習し, 異常検知を行うことができれば望ましい. これまでの研究では正常か異常かの判定だけを行ってきたが, AI が画像中のどの部分を異常と判断したのかを可視化することができれば, AI の異常検知が正しいかどうかによりわかりやすくなる. 本研究では, そのような可視化手法である SPADE を実装し, その実用性を検証した.

1 緒言

ものづくり企業における画像処理技術の応用分野として期待されている一つが目視検査である. 目視検査は, 製品を正常か異常かに判別することであるが, 工業製品では正常に比べて異常の発生数が少ない場合が多い. そこで, これまでの研究では, 正常データのみを使って学習を行うことができる Metric Learning という手法を実装し, その精度を検証した¹⁾. この手法は, 従来手法を上回る精度で正常・異常の判定ができていたが, 画像中のどの部分を異常と判断したかを可視化することができなかった. このような可視化ができれば, AI による異常検知の説明性が上がり, AI の判断を人間が理解しやすくなる.

本研究では, 異常検知の可視化ができる手法の一つである SPADE²⁾ を実装し, 正常・異常の判定精度や, 異常部をどれだけ正しく可視化できるかを検証した.

2 SPADE について

SPADE は Semantic Pyramid Anomaly Detection の略称であり, Deep Learning による画像の特徴抽出を異常検知に応用した手法である. SPADE は特徴抽出, 異常判定, そして異常ピクセルの判定という 3 段階で行われる.

2. 1 特徴抽出

SPADE では, 最初に画像の特徴抽出を行う. ここでいう画像の特徴とは, Deep Learning の画像認識モデルを通して得られたベクトル値のことである. SPADE では ImageNet で学習済みの Wide-ResNet50x2³⁾ における最後の CNN 層に Global Average Pooling をかけたあとのベクトルを特徴量として用いている. ここで, この特徴量抽出を行う関数を F , 画像を x_i とすると, 特徴量 f_i は以下の式 (1) で得ることができる.

$$f_i = F(x_i) \quad (1)$$

学習段階において, すべての正常画像に対して特徴量抽出が行われ, その特徴量を保存する. 推論の段階では, 異常検知をしたい画像 y に対して同様に特徴量 f_y が抽出される.

2. 2 異常判定

SPADE による異常検知では, まず画像そのものが正常であるか異常であるかの判定を行う. この判定は前述の特徴量を用いて行われる.

まず, すべての正常画像の特徴量から, 異常検知を行う画像 y の特徴量 f_y に最も距離が近い K 個の特徴量 $N_K(f_y)$ を算出する. ここで距離はユークリッド距離とする. 画像 y と正常画像との距離 $d(y)$ は, 以下の式 (2) で表される.

$$d(y) = \frac{1}{K} \sum_{f \in N_K(f_y)} \|f - f_y\|^2 \quad (2)$$

式 (2) で得られた $d(y)$ が, しきい値 τ を上回った場合, 画像 y は異常として判定される.

2. 3 異常ピクセルの判定

次に, 異常と判定された画像において, 実際にどの部分が異常と判断されたかを可視化する. この可視化は, Feature Pyramid と呼ばれる特徴マップを用いて行われる.

まず, 2. 2 で選ばれた K 個の正常画像を, 2. 1 と同じ Wide-ResNet50x2 に入力する. 2. 1 では Global Average Pooling をかけたあとのベクトルを用いていたが, ここでは Wide-ResNet50x2 における 3 つのレイヤー (Layer1, Layer2, Layer3) の最終 CNN 層を用いる. これらの層は, それぞれ $56 \times 56 \times 256$, $28 \times 28 \times 512$, および $14 \times 14 \times 1024$ の層数になっている. 次にこれら 3 つの CNN 層のそれぞれにおいて, 各ピクセルの正常画像の特徴量を並べ, これをギャラリー G と呼ぶ.

異常検知を行う画像 y も同様に Wide-ResNet50x2 に入力し, 3 つのレイヤーの最終 CNN 層を得る. それぞれのレイヤーにおけるピクセル p の特徴量を $F(y, p)$ とし, この $F(y, p)$ と最も距離が近い κ 個の特徴量 $N_\kappa(F(y, p))$ をギャラリー G から算出する. このとき, 画像 y のピクセル p が異常と考えられるスコア $d(y, p)$ は, 以下の式 (3) で表される.

$$d(y, p) = \frac{1}{\kappa} \sum_{f \in N_{\kappa}(F(y, p))} \|f - F(y, p)\|^2 \quad (3)$$

3つのCNN層それぞれで $d(y, p)$ が算出され、これらの平均値が最終的な異常スコアとして用いられる。この最終的な異常スコアが、しきい値 θ を上回った場合、ピクセル p は異常として判定される。

3 実験

3.1 データ

本研究はものづくり企業における工業製品の目視検査をターゲットにしている。このようなタスクで用いられるデータとしてMVTec AD⁴⁾というデータセットがある。これは工業製品の正常および異常画像を集めたデータセットで、正常画像のみを学習させて異常検知を行うことを意図して作られている。図1に正常および異常の画像例を示す。データセットにはObjectが10種類、Textureが5種類含まれているが、これまでの研究¹⁾と同様にObjectのみを使用した。

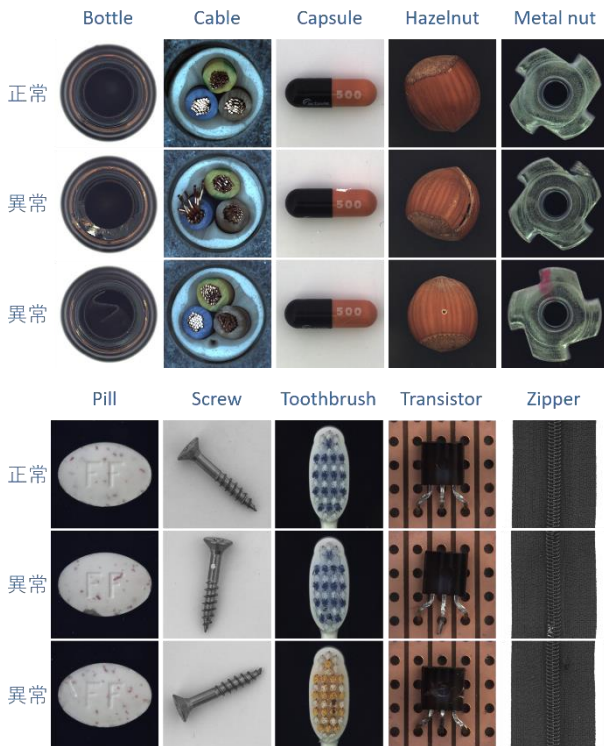


図1 MVTec ADのObject画像例

3.2 パラメータ

SPADEでは設定可能なパラメータとして2.2の K 、および2.3の κ がある。本研究ではSPADEの論文²⁾においてMVTec ADのデータセットに対して用いられていた、 $K = 50$ 、および $\kappa = 1$ をそれぞれパラメータとして用いた。

3.3 画像が異常であるかの精度

精度には様々な評価指標があるが、これまでの研究と比較するために、本研究でも同様にAccuracyを用いた。Accuracyは表1の混同行列において以下の式(4)で表される。すべての予想が実際と合っていれば1、逆にすべての予想が実際と合っていなければ0となる。

表1 混同行列

		予測	
		正常	異常
実際	正常	True Positive (TP)	False Negative (FN)
	異常	False Positive (FP)	True Negative (TN)

$$Accuracy = \frac{TP + TN}{TP + TN + FP + FN} \quad (4)$$

得られた結果を表2に示す。Auto Encoder, AnoGANの精度は論文⁴⁾に、またL2-ConstrainedおよびArcFaceの精度はこれまでの研究¹⁾に記載された値である。それぞれのObjectにおいて最も精度の良い手法を太字で記載している。これまでの研究¹⁾ではL2-ConstrainedとArcFaceのMetric Learning手法はObjectの10種類のうち8種類において最も高い精度となっていたが、そのうちcapsule, pill, およびzipperではSPADEのほうが高い精度となった。その他のObjectにおいては、他の手法より精度が低くなった。

3.4 異常部の可視化の精度

これまでの研究¹⁾で使用していたMetric Learningでは、異常部の可視化ができなかったため、ここでは論文⁴⁾に記載された値と結果の比較を行った。可視化精度の評価指標は論文⁴⁾と同様にROC AUCを用いた。ROC AUCのうちROCとはReceiver Operating Characteristicの略で、縦軸にTPR(True Positive Rate)、横軸にFPR(False Positive Rate)の割合をプロットした曲線である。AUCはArea Under Curveの略で、ROCの曲線の下部分の面を表し、AUCの面積が大きいほど機械学習の性能が良い事を意味している。ROCとAUCは図2のような形で示される。

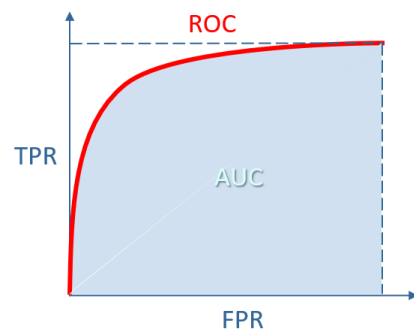


図2 ROC AUC

図2が意味することは、たとえば異常検知というタスクにおいて、TPRは真の値が異常であるものを異常と予想した割合で、FPRは真の値が正常であるものを異常と予想した割合である(正常と異常は逆でも良い)。異常の見逃しを減らすため、つまりTPRを上げるために異常と判断するしきい値を下げると、過検出が増えるためにFPRも

表2 画像が異常であるかの判定精度 (Accuracy)

手法\Object名	bottle	cable	capsule	hazelnut	metal_nut	pill	screw	toothbrush	transistor	zipper
Legacy	0.565	-	0.515	-	0.575	0.565	0.550	0.800	-	-
AE_SSIM	0.875	0.610	0.605	0.535	0.540	0.600	0.600	0.740	0.515	0.800
AE_L2	0.795	0.555	0.620	0.885	0.725	0.615	0.685	0.985	0.710	0.800
AnoGAN	0.69	0.525	0.580	0.495	0.495	0.620	0.345	0.565	0.665	0.590
L2-Constrained	0.945	0.768	0.655	0.817	0.734	0.681	0.542	0.753	0.803	0.829
ArcFace	0.966	0.818	0.785	0.911	0.796	0.725	0.609	0.831	0.835	0.788
SPADE	0.912	0.772	0.789	0.793	0.661	0.752	0.548	0.783	0.796	0.908

表3 異常部の可視化の精度 (ROC AUC)

手法\Object名	bottle	cable	capsule	hazelnut	metal_nut	pill	screw	toothbrush	transistor	zipper
AE_SSIM	0.93	0.82	0.94	0.97	0.89	0.91	0.96	0.92	0.90	0.88
AE_L2	0.86	0.86	0.88	0.95	0.86	0.85	0.96	0.93	0.86	0.77
AnoGAN	0.86	0.78	0.84	0.87	0.76	0.87	0.80	0.90	0.80	0.78
SPADE	0.976	0.937	0.987	0.987	0.973	0.956	0.993	0.989	0.891	0.989

上がるという関係を示した図である。もし異常と正常の間に明確なしきい値を設けることができれば、ROC 曲線は FPR=0 の時点で TPR=1 となり、直角の線となる。このとき AUC は 1 となる。

得られた結果を表 3 に示す。それぞれの Object において最も精度の良い手法を太字で記載している。SPADE は 10 種類の Object のうち 9 種類において最も高い精度であった。また残りの transistor においても、わずかに AE_SSIM を下回るだけであった。このことから、SPADE は異常部を可視化するために有効な手法であると考えられる。

また可視化した例を図 3 に示す。この例は左側の 1 列目から順番に、元画像、データセットに示された異常部の正解位置、SPADE が予測した異常部の位置、そして予測された異常部と元画像を重ね合わせたものである。上の 2 行は bottle と cable の予測例であり、異常部をほぼ正確に捉えられていることがわかる。一方で 3 行目は metal_nut の予測例であり、異常部は捉えられているものの、正常部を誤って異常と判定している部分もある。また 4 行目の pill の例に関しては、異常部を捉えることができていない。

4 考察

3. 3 では、画像が異常であるかの精度について検証を行った。その結果、Object によって Metric Learning より精度が高いものと低いものがあった。Metric Learning は SPADE と同様に Deep Learning の画像認識モデルを利用した手法であることから、両手法をうまく組み合わせることができれば、高精度に異常画像を検知しつつ、異常部の可視化を実現できる可能性がある。

また 3. 4 では、画像の異常部を可視化する精度について検証を行った。Object によって、正確に可視化できているものと、そうでないものがあった。このことから、SPADE が得意な Object や、異常の特徴などがあると考えられるが、さらなる検証が必要である。

5 結言

本研究では、Deep Learning による工業製品画像の異常検知で、異常部の可視化ができる SPADE 手法を検証した。これまでの研究で扱ってきた Metric Learning と比べると、画像が異常であるかを判定する精度は、Object の種類によってまちまちであった。一方で Metric Learning

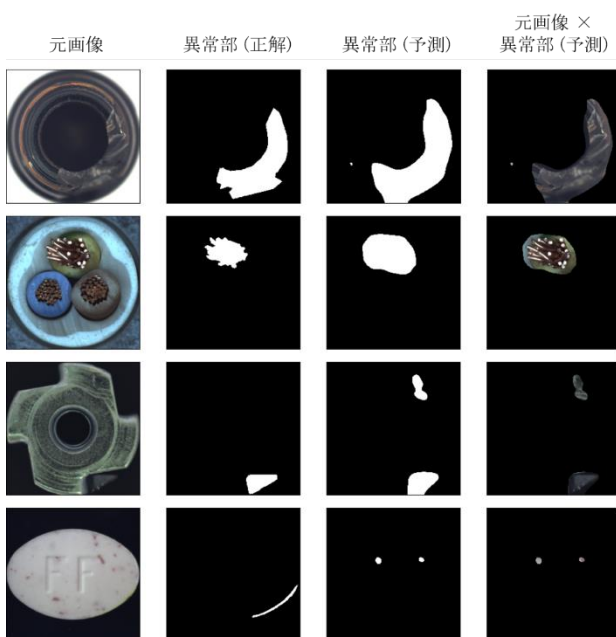


図3 異常部の可視化例

では異常部の可視化ができなかったため、これは SPADE の優れた点であると考えられる。また可視化の精度は、ほとんどのObjectにおいて従来の手法を上回っていたことから、SPADE 手法の有効性を確かめることができた。

今後は、Metric Learning の異常判定精度と SPADE の可視化をうまく組み合わせることによって精度向上を目指すことが考えられる。またそれだけに限らず、SPADE の得意な画像や異常の特徴を検証し、従来手法などと併用しながら実用性を上げていくことも考えられる。

参考文献

- 1) 長谷見ほか: Deep Learning による工業製品画像の異常検知—異常検知へのMetric Learning適用—, 香川県産業技術センター研究報告, No. 20, pp. 47-51 (2019).
- 2) N. Cohen, and Y. Hoshen: Sub-Image Anomaly Detection with Deep Pyramid Correspondences, *arXiv 2005.02357* (2020)
- 3) S. Zagoruyko, and N. Komodakis: Wide Residual Networks, *arXiv 1605.07146* (2016)
- 4) P. Bergmann, M. Fauser, D. Sattlegger, C. Steger: MVTec AD - A Comprehensive Real-World Dataset for Unsupervised Anomaly Detection, *IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR)* (2019)

香川県産業技術センター小型簡易電波暗室の性能評価 －VCCI登録暗室（10m法大型電波暗室）と比較して－

海老野 洋二郎

香川県産業技術センター小型簡易電波暗室（以下「センター暗室」という。）は、6面に電波吸収体を内装した3m法準拠小型電波暗室である。天井高さの不足で測定方法の基準を満たしていないため、VCCI等への登録等はできない。そのためあくまでもEMC試験の対策用あるいは認証試験前の事前測定用としての利用を想定している。今回、センター暗室とVCCIに登録されている10m法大型電波暗室（以下「登録暗室」という。）との性能を比較した。その結果、センター暗室と登録暗室との差異が確認された。センター暗室での測定結果を認証試験前の事前測定として考慮する際の注意点の一端を示す。

1 緒言

当センターでは平成9年度にセンター暗室を整備し多くの企業等に利用されてきたが、現在、簡易暗室のため放射EMI試験で通常求められるサイトアッテネーション特性（±4dB）やS-VSWR特性（6dB以内）を満たすことができない。利用においては作業効率化のため、床面に反射体を敷かずクランプ走行台や移動式カメラは暗室内に置いたままで運用している。また測定機器の校正等についても十分に行われているわけではない。そのため、あくまでもEMC試験の対策用あるいは認証試験前の事前測定用としてその利用を想定しているが、VCCI等への登録サイトとの測定結果との乖離程度によっては、認証試験等における事前試験としての価値に疑問が生じる場合がある。しかし登録された暗室同士でも放射EMIの測定値が15dB程度ずれた事例も報告されている¹⁾ため、試験体の真値を求めての測定ではなく、暗室の違いによる測定結果の比較を行った。

今回センター暗室とVCCIに登録されている10m法大型電波暗室との性能を比較することにより、センター暗室の特性を確認するとともに、センター暗室での測定結果を認証試験前の事前測定として考慮する際の注意点を示した。

2 試験方法

2.1 試験体

試験体は、当センターで恒常的に暗室性能をチェックする際に用いているコムジェネレータ（NEXTEM製 SRG-R-1001-10M）（以下「試験体」という。）とした。

2.2 試験方法

センター暗室と登録暗室それぞれで通常行う方法により、上記の試験体を測定した。

センター暗室ではターンテーブルの中央に試験体を水平偏波測定時には水平に、垂直偏波測定時には垂直に置き（アンテナ間距離3m アンテナ高さ1～2m）測定した。登録暗室でも同様に試験体を設置し、アンテナ間距離10mでアンテナ高さ1～4mで測定した。

設置状況を図1、2に示す。センター暗室で4日間に6回、登録暗室で2日間に3回ずつ測定した。その他の測定条件は表1に示す。

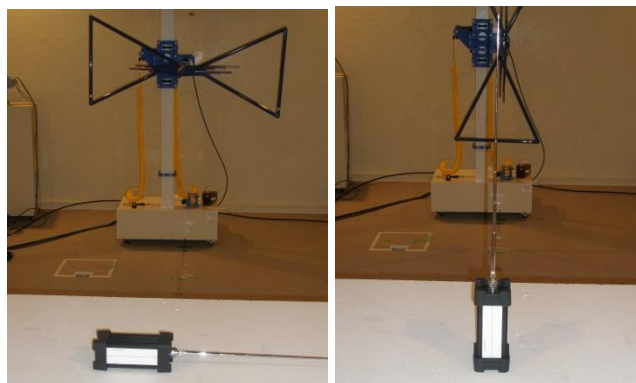


図1 センター暗室での試験体の設置状況
(左：水平、右：垂直)

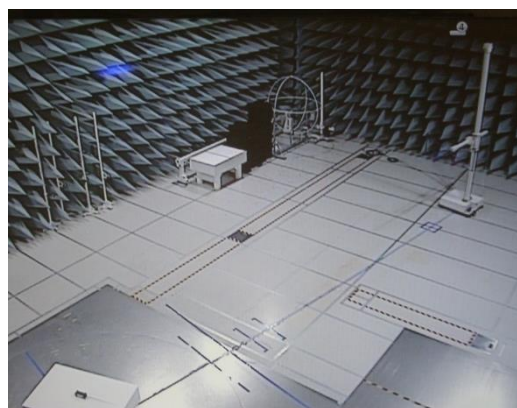


図2 登録暗室での測定状況

表1 測定条件

	センター暗室	登録暗室
ターンテーブル速度 (rpm)	3.0	3.0
アンテナ速度 (cm/s)	20.0	25.0
分割レンジ数	2	6
アンテナ可動高さ (m)	1～2	1～4

3 結果と考察

表2に水平偏波の測定結果の平均値、表3に垂直偏波の測定結果の平均値を示す。網掛けの周波数では登録暗室での最大値測定時のアンテナ高さが2mを超えていた。

表2 水平偏波での差

周波数 (MHz)	センター暗室測定値 (dB(μV/m))	登録暗室測定値 (換算値) (dB(μV/m))	センター暗室と登録暗室との差 (dB(μV/m))
30	43.53	36.47	7.07
50	45.35	43.30	2.05
70	49.38	49.83	-0.45
90	55.38	53.97	1.42
130	63.95	64.10	-0.15
170	70.45	71.53	-1.08
210	67.32	70.30	-2.98
290	55.97	58.43	-2.47
360	56.43	60.30	-3.87
420	58.58	64.53	-5.95
500	56.92	60.57	-3.65
620	53.68	57.43	-3.75
840	50.12	54.60	-4.48
910	49.40	53.97	-4.57
990	52.77	57.73	-4.97

表3 垂直偏波での差

周波数 (MHz)	センター暗室測定値 (dB(μV/m))	登録暗室測定値 (換算値) (dB(μV/m))	センター暗室と登録暗室との差 (dB(μV/m))
30	51.57	51.50	0.07
50	46.08	54.10	-8.02
70	48.03	58.33	-10.30
110	55.63	63.53	-7.90
150	66.02	71.70	-5.68
190	66.27	72.27	-6.00
230	62.98	65.17	-2.18
270	57.70	58.03	-0.33
360	53.98	54.47	-0.48
460	54.70	60.43	-5.73
580	48.90	55.93	-7.03
680	52.32	55.43	-3.12
740	52.23	57.33	-5.10
840	44.48	49.30	-4.82
990	47.53	52.57	-5.03

センター暗室では測定不可能な高さである。水平偏波では測定周波数の3分の2において、垂直偏波では3分の1で2mを超えていた。ただ、センター暗室ではアンテナが2mを超える高さで測定できないため測定値差が大きくなるというわけでもなかった。

図3に登録暗室とセンター暗室との測定結果の差のグラフを示す。登録暗室の測定結果は3m法での測定値へと換算して差を評価した。登録暗室の値が大きいとマイナス側にプロットされる。図から、水平偏波では最大7dBの測定値差が生じた。垂直偏波では最大10dBの測定値差が生じた。またセンター暗室の値の方が30MHzを除いて小さくなっていた。水平・垂直偏波ともにセンター暗室のほうの値が小さいのは、やはり床面に反射体を設置していないため、アンテナに届くのは直接波のみで、反射波は届かないためであろう。なお、今回の性能評価はセンター暗室の運用上の指針を得るために行ったものなので、センター暗室は床面反射体を設置しない通常状態での測定とした。

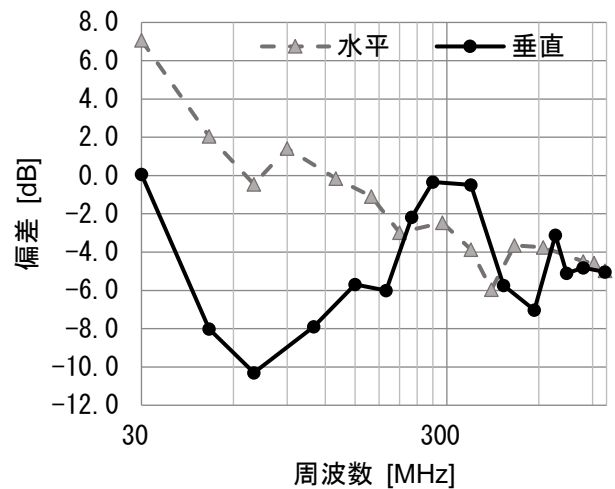


図3 測定結果の差（センター暗室－登録暗室）

4 結言

センター暗室とVCCIに登録されている10m法大型電波暗室との性能を比較し以下の知見を得た。

- ・水平偏波では最大7dB、垂直偏波では最大10dBの測定値差が確認できた。
- ・差には大きな傾向等はなく、あくまで周波数によって個々に違っていた。
- ・センター暗室と登録暗室との構造上の違いである可動アンテナ高さについては、登録暗室では2mを超える高さで最大測定値が生じる周波数が多数あるが、それが測定値に大きな影響を与えているかについては疑問が残った。

今後は、上記の結果を一般利用時における注意点として周知していきたい。なお、今回の結果は用いた試験体においての結果であり、これがどこまで汎用性を持つかは不明である。

参考文献

- 1) 泉：EMC測定・試験の基礎から実線へ，月刊EMC，No. 278，pp. 109-111(2011)。