FUJICO

技報「創る」
tsukuru

FUJICO Technical Report 2010

No.18

表紙の言葉
tsukuru［創る］

独創的な複合技術で総合エンジニアリング企業を目指す弊社の企業理念をフジコー技報『創る』に物づくりの原点に立ち返り表現してみました。表紙は卓越した技術で制作された金属作品で飾りました。“独創的な技術開発”という弊社の開発理念をこの作品に託し、メッセージといたします。

打ち出し加工によるバイオリン

■解説

匠の技。昭和39年に営業運転を開始した初代新幹線0系。以来今日に至るまで歴代の新幹線の三次元流線形の顔づくりを支えてきたのは『打ち出し板金』と呼ばれる手仕事の技です。現山下工業所の創業者で相談役の山下清登氏は、一本の片手持ちハンマーと金床を基本とするこの技法を、人間技とは思えない水準にまで高め、後輩職人を育成しました。

山下工業所では、打ち出し板金の技能継承者を募るため、職人の道に少しでも興味をもってもらおうと、金属製のチェロやバイオリンを製作しています。これらの金属製の弦楽器は、楽器としての機能も備えており実際に式典や演奏会においても使用されています。演奏の模様は同社のホームページでも公開中です。

www.yamashita-kogyosho.com

『ハンマーは打つのではない。振り下ろすと、金床に当たり自然に跳ね上がる。このときにハンマーと金床、板を一点に集中させるのだ』と山下清登氏は語ってくれました。お問い合わせは、山口県下松市東海岸通１-27　株式会社山下工業所　０８３３-４１-３３３３まで。

(写真撮影：アソートフジ)

フジコー技報

創る

No.18

2010

目　次

ホームページアドレス　http://www.kfjc.co.jp

tsukuru

Fujico Technical Report 2010

No.18

2010

CONTENTS

Homepage Address http://www.kfjc.co.jp

巻　頭　言

フジコー技報第 18 号によせて

人間力強化について思うこと

新日本製鐵株式会社
常務執行役員
君津製鐵所長

藤井　康雄
Yasuo Fujii

「フジコー技報」は、フジコー殿が創立 40 周年を記念して発刊を決意され、爾来 17 年に渡って毎年刊行し続けておられると伺いました。このことは長年に亘る技術力の裏付けなしにはできないことであり、改めてフジコー殿の実力の高さを実感しています。そして、技術を大切にしてきた会社であることに深く敬意を表したいと存じます。今回、第 18 号の「創る」への寄稿の機会を与えていただきましたので、同じ「技術」を大切にしたもの造りをしている者として、最近考えていること、悩んでいることについて自身の思いを綴ってみたいと思います。

君津製鐵所がこの君津の地で操業を開始したのは 1965 年(昭和 40 年)であり、今年(2010 年)で 45 周年となります。君津製鐵所は、1965 年から 1971 年(昭和46年)までの間で高炉一貫体制が整備され、ほぼ今の工場群が形成されました。丁度 18 才で 1965 年に入社された方が今年で 63 才に、1971 年に入社された方が 57 才を迎えることになります。その結果、現場は大量年満時期となり、まさに世代交代の真っ只中にあります。そのような中、従来では考えられないようなトラブルも発生しており、製造実力にほころびが見え始めているのでは、と心配している状況です。実力低下に歯止めをかけ、上向きにすべく最大限の努力をしているところであります。

一方、世界の鉄鋼生産は、2009 年粗鋼で 12 億屯でしたが、うち日本は 0.9 億屯と 1 割にも満たない生産量となってしまいました。企業別の粗鋼生産においても新日鐵は 2008 年に世界第 2 位でしたが、2009 年粗鋼生産では第 6 位になる等、中国をはじめとした新興勢力の台頭が目覚ましくなっています。今や鉄鋼業は世界的な大競争時代に入り、差別化された商品なしには将来生き残れない状況となっています。「差別化」とは「技術力」であり、ますます「技術」に裏打ちされた競争力が重要になってきています。

世代交代が進む中、一方で大競争時代を迎えた今、どのように「技術力を継承」して、「技術力を向上」させるかが非常に重要になっています。今の時代に「技術力の継承・向上」に取組むということは、結局は「技術力のある人材」若しくは「技術力を向上できる人材」をどう確保し育てられるか、即ち「人材造り」をどう進めるかということに行き着きます。技術力を向上できる人材をどう生み出せるか、育成できるかが勝負であり、次の時代を担う「人材造り」をどうするか、日々悩みながらいろいろ考え、実行しているところです。

技術力を向上するために、専門技術を身につける教育を進めていますが、専門的な技術を必死に勉強しただけの人では不十分です。頭の中で理解できた

だけでは、技術力向上に何も役に立ちません。現場で問題を発見し、現場で対策を実現しながら技術レベルを上げていくことがもの造りにおいて必要ですが、単に知識があるだけでは実現できません。「高い目標を持ち、自ら問題を発掘し、関係者を巻き込みながら、解決できる」、そうした人材が求められていると思います。もの造りにおいては、意欲・現場観察力・執念深さ・自分で考える癖、そして人を動かす力など、知識以外のことも必要であり、これらが無くしては何も生み出せません。突き詰めていくと、言わば「人間力強化」が大切なのではないか、と思うに至った次第です。

そうして、考えを巡らせていくうちに思い当たったのが「たたら」の木原村下（むらげ：たたら吹き全体の総指揮者）のお話でした。以前勤務していた八幡製鐵所では、社内人材育成と地域貢献の一環として、「たたら吹き」で鋼を造る試みを毎年行っています。たたら製鉄は、日本古来の製鉄法で千年以上の歴史を持ちます。「もののけ姫」にもたたら吹きの場面が出ていましたが、砂鉄を原料として、木炭の燃焼熱による高温下で砂鉄を還元し鉄を造る方法です。たたら吹きでできた玉鋼は炭素含有量1～1.5%の鋼で、日本刀に最も適した化学成分を持っています。

たたら吹きの際には、島根県奥出雲町の「日刀保たたら」で村下職である「木原明」氏をお迎えしてご指導をいただいております。木原村下は 1935年(昭和10年)のお生まれで、 1986年(昭和61年)には「国選定保存技術保持者　玉鋼製造（たたら吹き）」の認定を国から受けておられる方です。以前「プロジェクトX」で紹介されましたのでご存知の方も多いと思います。ここで木原村下の「村下としての志」について、以前伺ったお話を紹介させていただきたいと思います。

『村下は3回失敗すれば、クビになる。鉄造りは命がけである。』と、冒頭お話されました。たたら吹きは3日間に渡って行われます。この3日間は昼夜に亘るため、徹夜での作業となります。『先ず個人の「体力」が必要であり、当然ながら「気力＝根性」がなくては集中力を保って製造できない。しかも、良いものを造り出そうとすると、結局最後は「感性」が大切である。更に、チームとして仕事をするため、村下の「人柄」も重要である。部下は村下の心を観る。心がないとトップには立てない。これらが1つ欠けても良い鋼はできない。』とおっしゃっていました。また、『村下は技師長であり職人である。自分で原料を選び、自分で炉を設計し、自分で製造する。人間の力で鉄を造る。そのためには五感を研ぎ澄まし、現場現物現実を直視し、改善を進めなくてはならない。最後は「誠実が美鋼を生む」、真心が技よりももっと大切である。』というお話を伺いました。

木原村下のお話を伺って、これはもの造りに携わる者の心構えをよく示していると思いました。『「誠実」なもの造りが大切だ。「体力」「気力」「感性」「人柄」という人間の基本的な部分が、最後には製造の勝負を決めるのだ。これがもの造りにとって重要なことである。』と、我々が忘れかけていたことを思い出させてくれました。

翻って現在の学校教育は知識偏重教育であり、なかなか人間を鍛える教育ができていない状況にあると思います。そうした中、企業として「体力」「気力」「感性」「人柄」といった人間の基本的な部分の強化について積極的な関与が必要な時代に来ているのではないか、と考える次第です。「技術力のある人材」若しくは「技術力を向上できる人材」を育てるためにも、「人間力強化」に取組む必要があると痛感しています。

技術力こそが国際競争に勝つ道です。技術力のあるフジコー殿が、今後ともますます技術を磨き、我々とともに発展し続けられることを心より祈念いたします。

【履歴書】

ふじい　やすお
藤井　康雄
昭和２６年１０月１４日 生

【学　歴】

昭和５２年　３月　京都大学大学院工学研究科　数理工学専攻修了

【略　歴】

昭和５２年　４月　新日本製鐵株式會社入社
平成１１年　４月　八幡製鐵所 設備部長
平成１３年１１月　八幡製鐵所 生産技術部長
平成１５年　４月　八幡製鐵所 副所長
平成１７年　４月　取締役 建材事業部 堺製鐵所長
平成１９年　４月　執行役員 八幡製鐵所長
平成２１年　４月　常務執行役員 君津製鐵所長

随　想

ダーウィンの海を渡ろう

財団法人 北九州産業学術推進機構
産学連携センター
産学連携　担当部長
(産学連携コーディネーター)

道家　隆博
Takahiro Doke

研究開発においては、基礎研究に成功しても最終製品に結びつけられず、技術が埋もれてしまうことが多くあります。「死の谷を越えられなかった」といわれるように、事業化につながる例は稀なのが実情です。

死の谷を越え事業化に成功した事例の講演が、平成22年6月24日北九州イノベーションギャラリーでありました。テーマは「リチウム電池の開発と今後の2次電池の展望」で、携帯電話に搭載されているリチウム2次電池の事業化を成功させた旭化成フェロー吉野彰氏の講演でした。その中で、事業化には15年かかり、魔の川に5年、死の谷に5年、ダーウィンの海を5年で渡って成功した経緯のご紹介がありました。

ちなみに魔の川とは“シーズ研究から応用研究までの間の障壁”、死の谷とは“応用研究から製品化（パイロットライン）までの間の障壁”、ダーウィンの海とは“製品化から事業化までの障壁”といわれています。

この講演を聴き、光触媒の開発に成功し、今まさにダーウィンの海を渡ろうとしている御社（以下フジコーと表記）の状況が重なりました。次頁の表1のようにフジコーの光触媒の開発経緯を並べてみると、フジコーが魔の川を経て死の谷をクリアし、事業化に向け漕ぎ出している状況であることが分かります。世界をリードしているリチウム2次電池に匹敵する事業化ポテンシャルが、フジコーの光触媒にもあるのではないかと期待が膨らみます。

今回テーマを“ダーウィンの海を渡ろう”としましたのは、フジコーの開発の経緯を私の視点でご紹介し、今までの流れを省み、事業化に向かう道筋の参考になればと思うからです。開発及び事業化推進の関係者の皆様がこれを共有し、これから進むべき方向を展望することは意味のあることと考えます。

フジコーと私の初めての出会いは、私が平成16年12月に中小企業支援センターで光触媒講演会「光触媒活用動向セミナー」を開催し、市内企業の光触媒に対する関心の高さを感じ、光触媒商品化研究会を開催したことに始まります。当初フジコーからは永吉英昭技術開発センター長と尾崎龍宏同主任(当時)に参加していただきました。

フジコーが北九州市日明浄化センターで光触媒をコートした金属片の耐久性試験をしていた頃、2兆円市場と期待された光触媒の市場は、既に10年が経っていたにもかかわらず伸びていませんでした。その原因として、実用化において必要な光触媒の性能アップ、可視光化はもとより、商品化には必須の耐久性に課題がありました。

研究会を重ねるにつれて、フジコーが持つ技術力を生かせば上記の課題を克服できるとの思いを強くしました。しかも光触媒の市場は未開であるため、事業化の可能性は大いにあるはずです。

フジコーの持ち味は製鉄産業で培われた溶射技術です。フジコーはその蓄積された溶射技術で光触媒（TiO_2）を基材に溶射コートすることにトライし

ていました。その結果、接触角曲線で表わされる親水性性能は従来品と比べはるかに高いものを実現し、耐久性は TiO_2 粒子がアンカーのように基材の金属面に結合され強いものでした。

さらに、当時光触媒の実用化に対して課題であった、耐久性があり且つ比較的高い光触媒活性を発現する製膜は、真空で行う半導体スパッタ方式しかできませんでしたが、それに対してフジコーの溶射技術は大気下で強固な光触媒膜をコートできました。

また、光触媒の効果が発揮されるのはアナターゼ型結晶ですが、それは800℃以上だと活性のないルチル型 TiO_2 になってしまい、溶射で活性のある TiO_2 のコートは無理だと思われていました。しかしながら、フジコーは既に低温溶射技術で、アナターゼ結晶型 TiO_2 をコートする技術に成功していました。平成16年度ものづくり大賞につながる TiO_2 溶射技術開発の基礎研究の成果でした。

ここまでが「魔の川」の5年間といえるでしょう。

この耐久性のあるフジコー光触媒コート技術と、「光触媒商品化研究会」に講師として出席していただいた、当時可視光型光触媒Sドープ型 TiO_2 で学会をリードされていた九州工業大学横野照尚教授の光触媒改質技術とを組み合わせることで、シーズ技術が揃うことになり、光触媒の実用化に向けた突破口になるのではないかと予感しました。

けれども商品化、実用化については、やはり経験者が必要です。そこで商品・開発研究、光触媒事業を経験した原賀久人氏（現フジコー光触媒プロジェクトリーダー）をフジコーに紹介して参画をお願いし、フジコーの若手社員の樋口友彦氏（技術開発センター主任）と二人で実用化に向け開発のレベルアップを進めていきました。

しかしながら死の谷を越えるのは容易ではありません。出だしは苦難の連続でした。その経緯は私がコーディネータとして参加した以下の 5 本の開発事業に現れています。

・平成18年度
　北九州市産学官連携研究開発事業 FS 枠「高速低温溶射による高感度可視光応答殺菌溶射皮膜技術開発」

・平成19年度
　北九州中小企業産学官連携研究開発事業一般枠「抗菌金属担持可視光応答型 TiO_2 溶射技術を用いた高性能抗菌製品技術開発」

・平成19年度
　九州経済産業局新連携対策補助金連携体構築支援事業「光触媒抗菌溶射製品市場化調査」

・平成20年度
　九州経済産業局地域資源活用型研究開発事業「溶射法による広域波長型触媒を用いた生活空間浄化製品の開発」

・平成21年度
　九州経済産業局地域イノベーション創出研究開発事業「溶射法による広域波長型触媒を用いた生活空間浄化製品の開発」

表1 フジコー光触媒事業化の推移

事業化ステップ	フジコー光触媒事業経緯
魔の川（基礎研究）	H13年北九州市産学連携研究開発事業～低温溶射技術確立
死の谷（開発研究）	H18年北九州市産学官連携研究開発事業～H22年3月地域イノベーション終了
ダーウィンの海（事業研究）	H22年4月九経局のマーケティング支援スキーム「新連携」にてマーケティングアドバイスを受けながら事業化推進

転機は、上記平成19年「抗菌金属担持可視光応答型 TiO_2 溶射技術を用いた高性能抗菌製品技術開発」で、驚異的な滅菌効果が共同研究開発者である北九州市立大学森田洋准教授によって発見されたことです。

抗菌効果のある事が知られている Ag、Cu、Zn 等を TiO_2 溶媒に混ぜ溶射することで、そのコート面は化学的消毒剤、例えば次亜塩素酸で処理した時と同じ効果を発揮し、しかも持続できることは驚きでした。この性能は当の森田准教授はもとより、横野教授、我々にとっても驚嘆すべき事実でした。

この大発見は超親水性の発見に勝るとも劣らないでしょう。この滅菌性能と耐久性、種々の基材にコートできることは、フジコーの光触媒商品化に向けた持ち味であることが強く意識されました。ほとんどの製品に滅菌機能を付加できるのです。しかも従来できなかった耐久性の必要な床材にも活用することができます。

平成20年、21年は産学官で事業化に向けての大きな成果が得られました。開発した技術を、具体的な殺菌効果を必要としているタイル、空気清浄機という商品群と結びつけたことです。産学官の研究開発のタイトル「溶射法による広域波長型触媒を用いた生活空間浄化製品の開発」からもわかるように、フジコーの溶射、コート技術が対象物を自在に選択できるという特徴を活かしています。

商品化、事業化には品質、性能、品揃え、コストの目処をつけなければなりません。マーケットを開拓し利益を上げるためには以下の課題があります。

まず、実用化、事業化に向けたコストの作りこみや、折衝の為の値付け。次に、製品性能確認の実証試験をするための現場確保と性能の可視化のデータ作り。

さらに、今回開発した生活浄化製品は商品の効果が直接目に見えない菌、におい、VOC が対象であるので、顧客に対する効果、評価手法のビジュアル化が必要です。

また、「環境・衛生診断」サービスとの組み合わせなどの販売方法、販売ルートの開拓が必要で、現在展開中です。特に「環境・衛生診断」サービスと組み合わせた点は、ハード中心のフジコーのイメージ刷新です。

以上の取り組みを振り返ると、ここまでできたかと驚くほどの成果でした。この辺りで死の谷を越えたとの印象があります。

世界市場に向けた事業化が始まっています。フジコーが製鉄関連の中で培ってきた技術をベースに、世界を視野に入れた新規事業を立ち上げることは、北九州の企業の大きな励みとなると思います。是非、滅菌環境技術を広め、新しい市場を切り開いていっていただきたい。また、約2兆円の光触媒関連市場のポテンシャルがありながら実用化が進まない中、期待のすばらしい商品化事例になるに違いありません。その環境技術で北九州市だけでなく、広く世の中を変えていく原動力となっていくでしょう。

フジコーは今、死の谷を越えダーウィンの海に漕ぎ出したところです。現在「新連携」にて、引き続き産学官で事業化に向けて進んでいます。これからが勝負です。私も微力ながら応援していきたいと思っています。そして是非この事業を成功させていこうではありませんか。

この事例が成功し、新規事業のノウハウとしてフジコーのＤＮＡに組み込まれ、進化し、御社が益々発展していくことを願っています。

技術解説

傾斜機能材料の作製と応用

Fabrication of Functionally Gradient Materials
and its Application

九州大学大学院工学研究院
材料工学部門
教授

工学博士　中島　邦彦
Kunihiko Nakashima

1．はじめに

従来の材料科学では“均質性”と“界面“が重視され、材料内部で組成や組織が変化し、それによって性質が変わっていくような物性が定義できないものは取り扱われなかった。しかし、これまでの材料では達成できない革新的な性質や機能を実現するための新しい概念として、傾斜機能材料(Functionally Gradient Material; FGMs)が提唱され、1987 年に最初の報告が行われて以来、熱応力緩和型傾斜機能材料を中心に研究が展開され、数多くの研究開発が行われるようになった [1,2]。これまでの材料、例えば、表面窒化した鋼、イオン打ち込みによる表面改質材料にも単純な、あるいは自然な傾斜層は見ることができる。また、自然界における植物の竹、動物の骨や歯、貝殻などは単純で自然な傾斜構造を形成しており、様々な機能を得て複雑な環境に適応している。しかし、傾斜機能材料であるためには、1）要望される機能を発現するように組成や物性の分布を予め定量的に予測し、それに基づいて意図的に組成や組織の傾斜を組み上げていること、2）再現性のある最新の傾斜構造の作製プロセスを用いて、設計通りの組成・組織分布が正確に創製されること、の二点が少なくとも満たされていなければならない [1]。

2．放電灯

高輝度放電灯（High Intennsity Discharge Lamp; HID）[3]は、発光内圧が 20～200 気圧の高輝度光源であり、この製造難易度は高く、特に「完全な密閉構造に高い信頼性が必要とされる一方で、電気を通すための通電部が必要」という課題を抱えている。図 1 に従来の HID ランプの構造、および SiO_2 と Mo の熱膨張率 [4,5]を示す。密閉構造を実現するため、現状では約 30μm の Mo 箔を、放電管である SiO_2 ガラスで挟み込んだ構造が用いられている。しかし、物理的な界面を有する本構造では、温度上昇による Mo 箔の酸化により、SiO_2 ガラスと Mo 箔との密着が破壊されてリークが発生し、発光部の真空度が低下し易い。そのため、Mo 箔を長くしたり、使用温度を制限したり、強制冷却することによって対応している。また、図 1 からわかるように、金属 Mo と SiO_2 ガラスで熱膨張率が違うことから、高温での溶着加工時に変形や歪みが大きいという問題を抱えている。これらの問題点を克服するために、「電気は通すが外部とは完全に隔絶された放電空間を作り出す」ための放電灯の新しいシール構造の開発が強く望まれている。

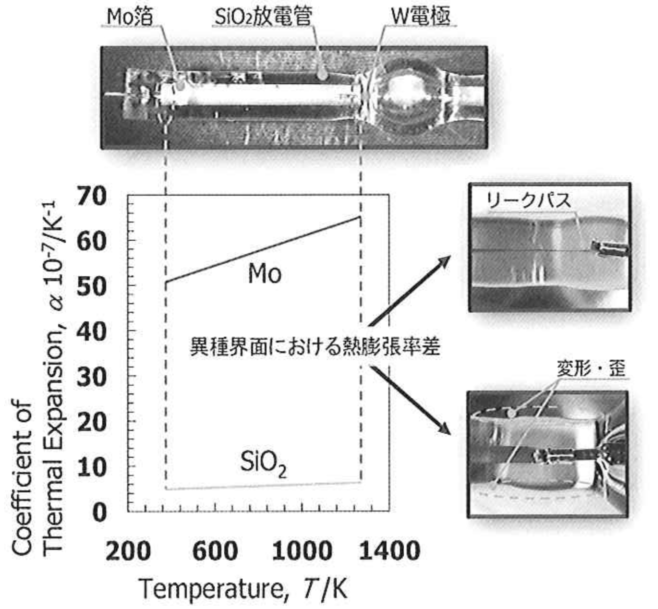


図 1　従来の放電灯の構造と課題

そこで、ガラスから金属へと連続的に材料組成が変化する高純度傾斜機能材料を開発し、これを放電灯のシール構造に用いることで電気は通すが外部とは完全に隔絶された放電空間を作り出すことが可能になる。図2に SiO_2-Mo 傾斜機能材料（以後、SiO_2-Mo FGM と記す）を用いた超高圧放電灯構造の概念図[6]を示す。SiO_2-Mo FGM の一端は W 電極と接合させるために、良電気伝導体でなければならない。もう一端は SiO_2 ガラスで構成されており、ガラス発光管と溶着することにより、完全な密封系が実現できる。また、SiO_2 ガラスから Mo へと傾斜組成が連続的に変化することにより、傾斜組成部での導電が可能となり、さらに熱による変形・膨張を最低限に抑えることが可能となる。

本稿では、バルク体であり、かつ連続傾斜組成を有する SiO_2-Mo 傾斜機能材料の作製と、SiO_2-Mo 傾斜機材料を用いた「放電灯」の開発について紹介する。

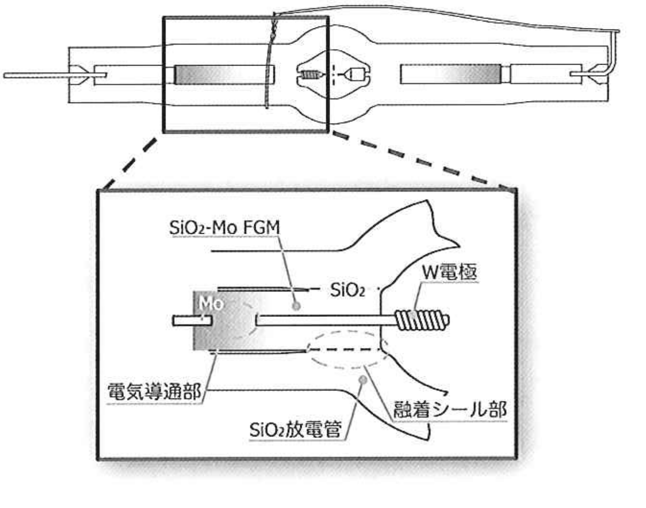


図2　FGM を用いた放電灯のコンセプト

3．SiO_2-Mo FGM の作製と評価

現在、バルクの傾斜機能材料は少しづつ組成の異なった層を積み重ねる積層法を用いて作製されており、マクロ的には組成傾斜しているが、ミクロ的には界面が存在しているのが現状で、完全な連続傾斜組成をもつバルクの傾斜機能材料は作製されていない。本研究では、シリカ粉末と金属粉末の凝集挙動（沈降速度）を制御した加圧スリップキャスティング法を用いることにより、高純度の SiO_2 ガラスから Mo 金属へと組成が連続的に傾斜する成形体を作製した。スリップキャスティング技術は、古くから陶磁器や衛生陶器の製造に用いられてきたが、傾斜機能材料の作製に応用された例はない。

図 3 にスリップキャスティング法を用いた SiO_2-Mo FGM の作製方法を示す。前処理を施した Mo 粉末および SiO_2 粉末に所定量の超純水を加え、SiO_2/Mo 混合スラリーを作製した。スリップキャスティング法（図3参照）では、加圧の際に溶媒のみを排出させるために、Al_2O_3 多孔質体を底としたアクリル製の鋳型を用いた。SiO_2/Mo 混合スラリーを鋳型に充填後、所定の温度・圧力条件にてスリップキャストを行うことにより、SiO_2-Mo FGM の成形体（図3参照）を作製した。

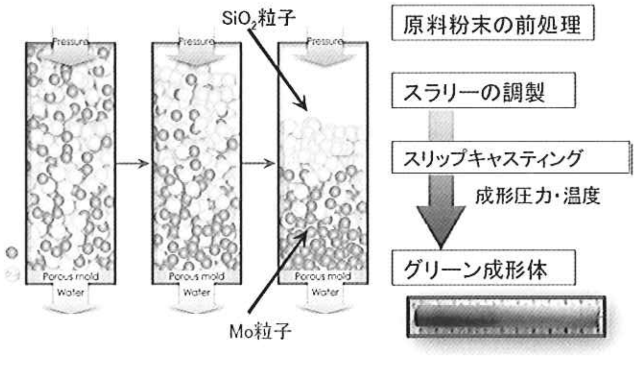


図3　スリップキャスティングを用いた FGM の作製

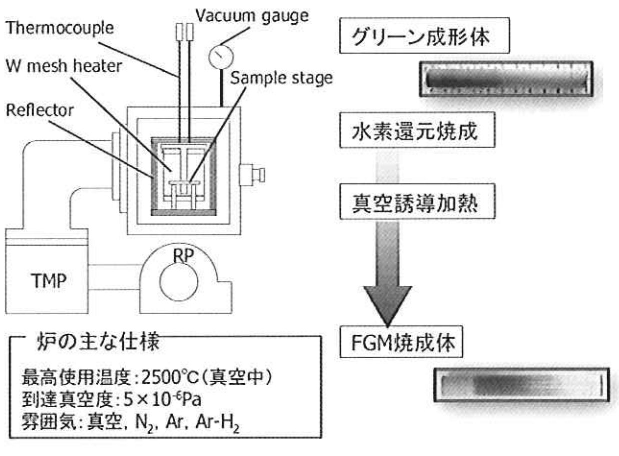


図4　超高温雰囲気調整炉を用いた FGM の焼成

図4に SiO_2-Mo FGM の焼成に用いた超高温雰囲気調整炉、および焼成条件を示す。SiO_2-Mo FGM の焼結過程では、SiO_2 は軟化・結合して透明なガラスとなり、金属 Mo は焼結体となるが、SiO_2 と金属 Mo の混在部では SiO_2 の軟化・結合と金属 Mo の焼

結とが混在して進行する。一般に金属の粉末焼結は、金属粉末の酸化防止と結晶粒成長の防止のため、できるだけ低温の強還元雰囲気で行われる。本研究では、Mo 粉末の焼結のための低温での水素還元焼成と SiO_2 の軟化･結合のための高温での真空焼成を組み合わせた二段階焼成法によって SiO_2-Mo FGM の焼成体を作製した。

図 5 に Mo-SiO_2 FGM 焼成体の写真、SEM 写真および面積分率による傾斜組成分布をそれぞれ示す。SEM 写真の白い部分が Mo で、黒い部分が SiO_2 である。図より、連続的に組成が Mo-rich（約 50%Mo）側から SiO_2（100% SiO_2）へと傾斜変化するバルク体を作製することができた。

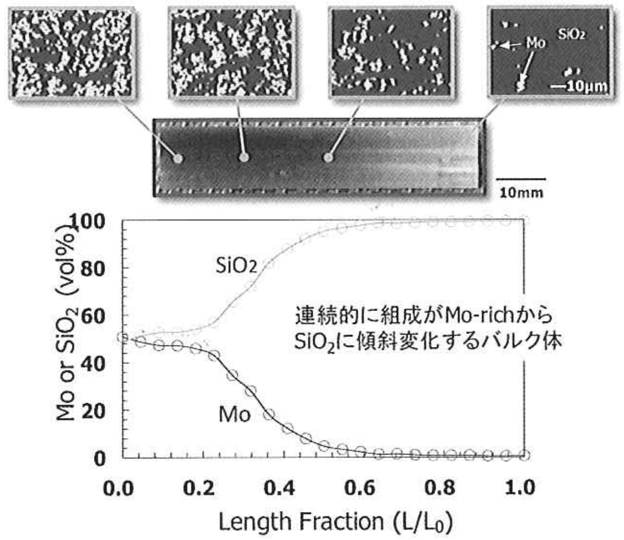


図 5　Mo-SiO_2 FGM の組織写真と傾斜組成

4．SiO_2-Mo FGM を用いた放電灯の作製と評価

図 6 に Mo-SiO_2 FGM を用いた放電灯およびシール構成部の拡大写真を示す。作製した放電灯の構造は、SiO_2-Mo FGM の SiO_2 部が発光管と一体となり、完全に同材質のガラスシール部を形成していることがわかる。また、従来構造が厚み 30μm の金属 Mo 箔を SiO_2 ガラスで溶融圧着させる必要性を有しているため、歪みや変形（図 1 参照）が大きいのに対して、本研究での放電灯シール部は形状が整然としている。この結果、本研究の放電灯構造は、図の右端に存在する発光空間が安定で性能が均質になる。また、ガラスの加熱による加工は、その形状変形度が大きいほど製造工程で発生した歪を除去するアニーリングの難易度が高くなるが、蒸気化する発光物質を内封した放電灯の場合はアニーリング温度が充分に取れないため、歪除去の観点からも、本研究のような加工変形が少ない製品構造の方が好ましい。

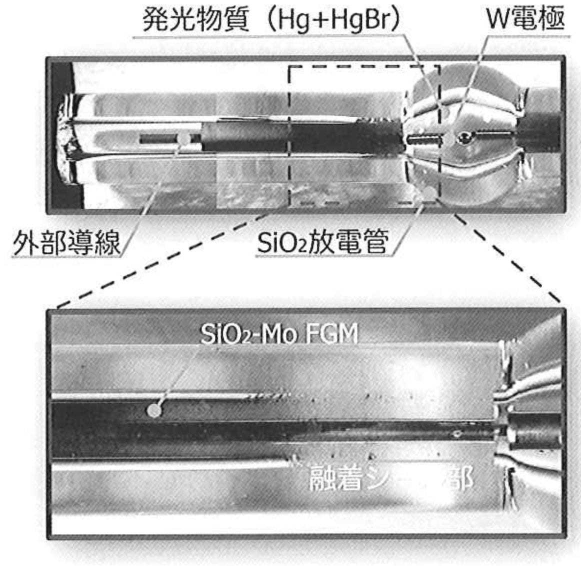


図 6　FGM 放電灯の構造

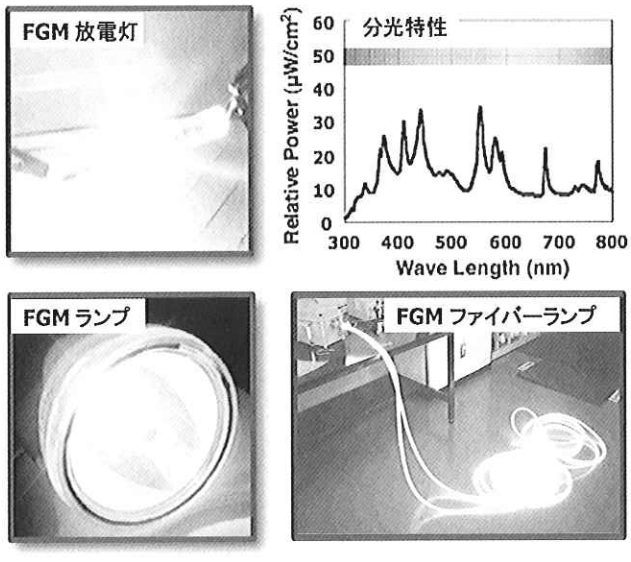


図 7 FGM 放電灯、発光スペクトルおよび応用例

図 7 に FGM 放電灯、分光特性および FGM 放電灯の応用例を示す。人の目が感知できる光の範囲はおおよそ 300～800nm の波長領域であり、波長が短いほど青色の発光、波長が長いほど赤色の発光となり、500～550nm 近傍に緑色の発光特性域が存在する。放電灯製品の発光色はこれらの発光強度のバランスで決まり、このバランスで製品の色温度や演

色性が決まる。分光特性からわかるように、本研究のFGM放電灯は、すべての波長域がバランスよく発光していることを特徴とし、太陽光を基準とした演色性指数Raが85と極めて太陽光に近い光である。また、FGMランプは、①自然光に近い演色性を示し、従来のハロゲンランプの約3倍の発光効率を有していること、②冷却の必要なく、10万回のON-OFFヒートサイクルによっても発光管のシール密閉構造が壊れないこと、③冷却フリーで4000時間以上の長寿命であること、④60mmキューブに納まる小型放電灯であること、等の特徴を有している[7,8]。一例として、FGMファイバーランプ（図7参照）を示したが、FGMランプは、60Wという非常に少ない電力で、ハロゲンランプの3倍という高いエネルギー効率で動作する発光体であり、ファイバーを用いて必要な場所に光を搬送することができるため、省電力・高効率照明として利用が期待される。さらに、初期不良・突発不良が極めて少ない高い信頼性の光源として、内視鏡やマイクロスコープ用光源、半導体の傷など微細な傷の高速検査用の光源などへの応用[7,8]も期待される。

5．おわりに

本稿では、古くから陶磁器や衛生陶器の製造に用いられてきたスリップキャスティング技術をナノテクノロジーへと高度化することにより、バルク体であり、かつ完全な連続傾斜組成をもつ高純度SiO_2-Mo FGMの製造、およびSiO_2-Mo FGMを用いた高圧放電灯の作製について紹介した。傾斜機能材料はその概念からもわかるように、単一材料では実現できない幅広い機能発現の可能性を秘めており、機械的機能を主とした構造材料、エネルギー関連材料、エレクトロニクス材料、光通信材料、生体材料などの幅広い分野[1]の材料への応用展開が期待される。

参考文献

1) 幅広い分野に展開する“傾斜機能材料の作り方と応用”，テイー・アイ・シイー，(2000) 1-3
2) M. Koizumi, Proc. 1st Int. Symp. FGM, Ed. M. Yamanouchi, *et.al.*，(Fanctionally Graded Materials Forum)，(1990) 3
3) 特許庁，平成16年度特許出願技術動向調査報告書“放電灯点灯回路”，(2005) 1-3
4) H. Choe, T. Hsieh and J. Wolfenstine, *Mater. Sci. and Eng.*, A237, (1997) 250-55
5) L.R. Pinckney, J. Non-Crystal. Sol. 255，(1999) 171-177
6) H. Ishibashi, H. Tobimatsu, T. Matsumoto, K. Hayashi, A.P. Tomsia and E. Saiz, Metallurgical & Materials Transactions A, 31A, (2000) 299-308
7) A. Umemoto, K. Hayashi, K. Nakashima, N. Saito, K. Kaneko, and K. Ogi, J. Am. Ceram. Soc., Vol.89, No.3,（2006）1133-1135
8) 梅本歩，“九州大学学位論文”，(2008)

技術解説

環境分析技術を産業界に生かす

Make Use of the Technique of Environmental Analysis in the Industrial World

北九州市立大学　国際環境工学部
エネルギー循環化学科
教授

工学博士　石川　精一
Seiichi Ishikawa

1．緒言

明治以降の急速な工業化・都市化は、各地に多くの深刻な公害問題を引き起こしました。これに対処するため、産学官、住民が一体となって、環境改善に取り組み、現在のような環境までに回復してきました。地方自治体においても、昭和40年代から、国と共同で、開発した分析方法を用いた環境汚染・挙動調査や汚染源調査、汚染源対策、毒性・生態系影響調査等を実施してきました。これらの調査・研究は、多種類でpptレベルの極微量物質の同定・定量が要求されるため、生産性のない分野に、高額の設備費や維持管理費、人件費等を費やす必要がありました。その分、国や地方自治体の研究所では、高度な分析技術や知識を持つ多くの人材が育成されました。

現在では、著しい公害も収まり、どの自治体も公害分野に力を入れなくなり、また、豊かな経験を持った人材も退職する時期に来て、長年かけて習得したこれらの技術や知識も継承されなくなっています。しかし、公害問題の解決で培った技術や知識は、環境産業をはじめ、生産性のある他の分野においても利用可能であると思われます。特にこうした設備や人材を確保できない企業も多く、安い経費で手伝いができれば、産業界にも貢献できると思われます。

本報告では、特に、公害問題で培った環境分析技術を、今後、大いに利用していただくため、著者の研究経験を紹介します。

2．環境調査及び研究

2.1 分析方法の開発

昭和49年から環境省の化学物質総点検調査[1]が全国的に実施された。環境調査を行う前に、正確で高回収率、迅速なpptレベルの分析方法の開発[2]が要求された。著者らも当初からこのプロジェクトに参加し、食品の酸化防止剤として使用されるジヒドロキノリン類[3]やプラスチック難燃剤の有機リン酸エステル類[4]、有機物の酸化分解過程で生成する脂肪族アルデヒド類、カルバメート系及び尿素系農薬等の分析方法を開発してきた。

分析操作は、抽出、クリーンアップ、誘導体化、脱水、濃縮及び測定の各過程で検討が行われた。抽出は液液抽出や固液抽出、クリーンアップはシリカゲルやフロリジル、活性炭等のカラムクリーンアップ、誘導体化はアセチル化やエステル化、シリル化、測定はGCやGC/MS、熱分解-GC/MS、LC、LC/MS、イオンクロマトグラフ等を用いて行った。機器等の進歩や安定同位体をサロゲート試薬や内部標準試薬として用いることにより、正確で、1千種近い化学物質の多成分同時分析が可能となった。

2.2 環境及び汚染源調査

開発された分析方法を使用して、多くの環境調査や汚染源調査が行われた。北九州地域では、有機リン酸エステル類[4]や多環芳香族炭化水素類、腐植酸[5]をはじめ、多くの調査[6,7]が行われた。ノンポイント汚染である有機リン酸エステル類はpptと低レベルではあるが、全体的な汚染が確認された。これらの汚染源調査[8,9]も行われ、汚染経路の全貌が明らかにされていった。

2.3 環境挙動研究

環境調査や汚染源調査を進めていくと同時に、汚

染物質の挙動や有害性についての研究も行った。広範囲の汚染が確認された有機リン酸エステル類の環境挙動と各種水処理過程における挙動[10,11]や水中のアミノ酸と塩素との反応生成物の定量[12]、石炭廃液中のフラン及びキノン系化合物の合成とAims試験による毒性評価[13,14]などが揚げられる。この頃から光化学的挙動調査も行ってきた。有害で難分解性の塩素系芳香族化合物を中心に、数十種類の化学物質の挙動[10,15-18]が明らかになった。

3. 環境改善に関する研究

確実な水処理方法は開発されているものの、多量の排水処理や環境水改善のためには、低コストの方法が要求される。現場を使って試みた研究例を紹介する。

3.1 廃棄物処分場浸出水の浄化

海面埋立廃棄物処分場においては、埋立末期に場内水質が悪化し、排水処理による浄化が困難になってくる。そこで、埋立時に廃棄物と覆土をサンドイッチ構造とし、窒素及びリンの溶出挙動と凝集沈殿処理効果を調べた。

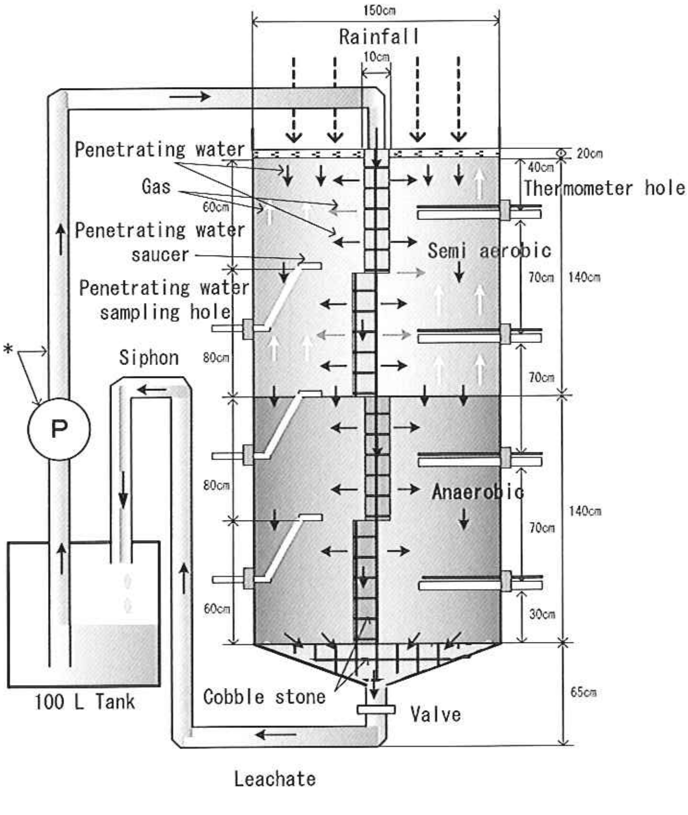


Fig.1 Illustration of leachate circulation system seaside land reclamation pilot plant

また、浸出水を嫌気好気構造をした海面埋立モデルプラント(Fig. 1)の中を循環させ、CODやTOC、窒素、リン等を除去したり[19]、埋立廃棄物を活用して（Photo 1)、水質浄化を試みた[20]。

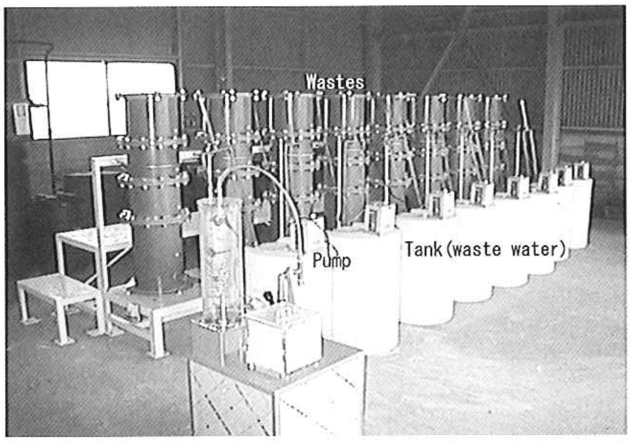


Photo 1 Pilot plant of water purification using wastes

3.2 水道水の改善

浄水処理では、水道原水の悪化による異臭味や塩素処理によるトリハロメタン類の生成等の問題を常に抱えている。水道水源での藻類の増殖を防ぐため、イケチョウガイ筏や植物筏を設置したり、石灰石の浄化作用を利用する研究を行った。カビ臭物質やトリハロメタン類の酸化チタン触媒/紫外線照射処理による分解や有機物の酸化チタン/太陽光照射処理による分解実験も行った。

4. 環境産業に関する研究

公害問題も収まってくると地球環境問題や資源・エネルギーの枯渇問題と関連して、廃棄物処理・処分やリサイクル、再資源化の課題がクローズアップされてきた。この時期から産学官連携で実施する機会が多くなってきた。

4.1 オゾン/キャビテーションを併用した下水汚泥の減容化[21]

下水処理において生成する汚泥の処分には費用がかかる。海洋投入や埋立処分、焼却は当然であるが、メタン発酵にしても消化汚泥が生成し、その処分が必要だし、セメント原料化にしても処分委託費用がかかる。それで、様々な汚泥減容化が検討され

た。著者らは、オゾンとキャビテーションで汚泥を可溶化させ、再度、活性汚泥で処理する方法を検討した（Fig. 2）。

オゾン単独で汚泥を可溶化するよりも、キャビテーションを併用することで1/2のオゾン量で同量の可溶化が起り（イニシャルコスト 50%、ランニングコスト30%削減）(Fig. 3)、活性汚泥処理される。8分間の処理で 10%の汚泥が削減された。また、反応槽上部に生じる泡を回収することにより、約70%のリンを除去できた。

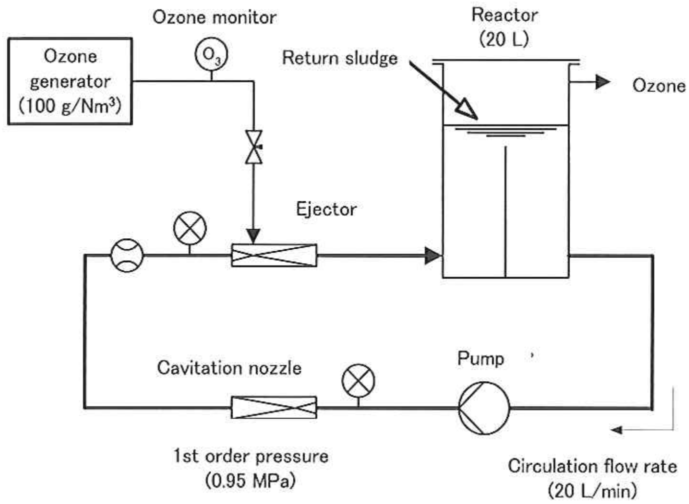


Fig. 2 Ozonation/cavitation system

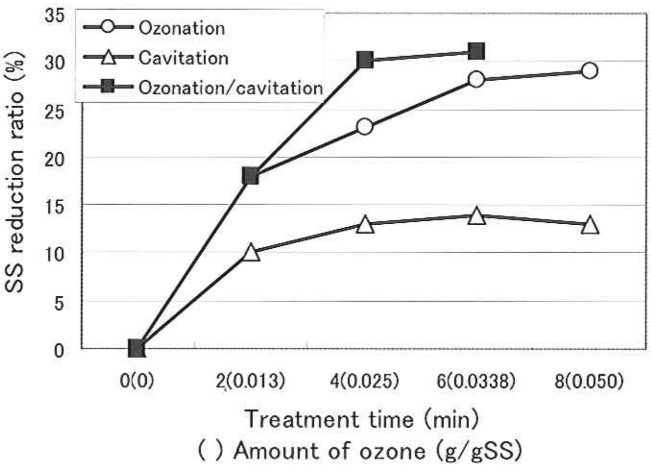


Fig. 3 SS reduction ratios

4.2 上水汚泥からの凝集剤の回収及び利用 [22, 23]

使用されたアルミ系凝集剤は、上水汚泥から硫酸で容易に回収でき、回収凝集剤を用いたCODや全窒素（T-N）、全リン（T-P）の除去率は市販の硫酸バンドやPACよりも高く（Table 1）、生成汚泥の脱水性も良く、処理水水質の問題もなかった。また、回収に使用した試薬のコストは、市販凝集剤を買うコストよりも安かった。この回収凝集剤は、有機物と連結していると思われ、これが農薬に対する除去率も上げている（Table 2）。

Table 1 Comparisons on maximum removal ratios of COD, T-N and T-P with $Al_2(SO_4)_3$ and PAC in case of sewage clarification

Parameter	Maximum removal ratio (%)		
	Recovered coagulant	$Al_2(SO_4)_3$	PAC
COD	66.8	48.7	52.7
T-N	29.9	20.3	12.4
T-P	98.9	47.3	52.1

Sample water, raw influent from a municipal sewage treatment plant (pH,7.5; COD, 44.0- 79.6mg/L; T-N, 31.4-33.0mg/L; T-P, 2.70-3.29 mg/L); sample volume, 1L; pH, 6.0

Table 2 Removal ratios of 17 pesticides

Pesticide	Removal ratio (%)		
	Recovered	$Al_2(SO_4)_3$	PAC
Acetamiprid	100	33.0	36.2
Alachlor	18.0	1.2	0.0
Bifenox	50.7	50.3	48.1
Bitertanol	55.7	52.1	51.2
Butachlor	24.9	17.6	16.7
Cafenstrole	50.6	45.7	45.3
Captan	15.1	4.6	13.9
Chinomethionat	25.6	16.8	22.4
Chlorfenapyr	72.7	71.9	71.3
Clofentezine	23.1	0.0	8.0
Cyhalofopbutyl	64.8	62.3	61.3
Cyproconazole	22.7	17.3	17.7
Cyprodinil	25.0	19.0	21.7
Difenoconazole	100	69.6	100
Diflufenican	39.2	41.3	39.6
Dimethenamid	17.9	4.5	3.3
Dimethomorph	28.2	22.4	34.1

4.3 廃タイヤ活性炭の溶出物質 [24]

廃タイヤは、わが国では熱利用や輸出が 69.8%、マテリアルとしての利用は 13.2%に過ぎないが、自動車大国のアメリカでは、リサイクル率 80.2%で、マテリアル利用率が 31.4%と高い。資源循環から考えても、直接焼却するよりもマテリアルとして利用

後最終的に焼却、熱利用することが好ましい。

近年、この廃タイヤから活性炭を製造し、種々の脱臭や排ガス対策、水質浄化等に使用されつつあるが、こうした廃棄物から製造された活性炭については、その性能を調べるとともに有害性についても常にチェックする必要がある。石油ゴムや天然ゴム等の有機物質を原料としている廃タイヤ活性炭については、化学物質の溶出性について調査する必要がある。著者らは、廃タイヤから製造した活性炭の水及び有機溶剤による化学物質溶出試験を行い、市販の試薬活性炭や原料の廃タイヤと比較した。

水溶出では、廃タイヤ活性炭からは試薬活性炭と同様に化学物質は検出されなかった。TOC も試薬活性炭が 2.4mg/l、原料の廃タイヤが 5.5mg/l に対し、1.0mg/l と低かった。

アセトン溶出では、アルカン類（0.076～7.6mg/kg）、アルケン類、ベンゼン類（0.047～6.1mg/kg）及びフタル酸エステル類（0.037～3.2mg/kg）等が検出されたが、試薬活性炭と比べても極端に高い含量ではなかった。一方、原料の廃タイヤからは、水溶出においても、アルカン類（0.29～10μg/l）、アルケン類、フタル酸エステル類（0.91～1.2μg/l）、スチレン、フェノール類、ビスフェノール類、ケトン類、アミン類、アミド類、カプロラクタム、イソシアネート類、ピリジン類、キノリン類、ピリミジン類、イミダゾール類、トリアジン類、イミド類、イソインドール類、イソチオシアネート類、ベンゾチアゾロン、ベンゾチアゾール類、有機リン酸類及びケイ素化合物等の物質が高濃度に溶出した。

本廃タイヤ活性炭は、脱臭や排ガス対策、廃水処理等に使用することが好ましいが、環境水の浄化に使用する場合においても、活性炭の吸着能力が保たれている期間程度であれば、重大な化学物質汚染をもたらすことはないと考えられた。

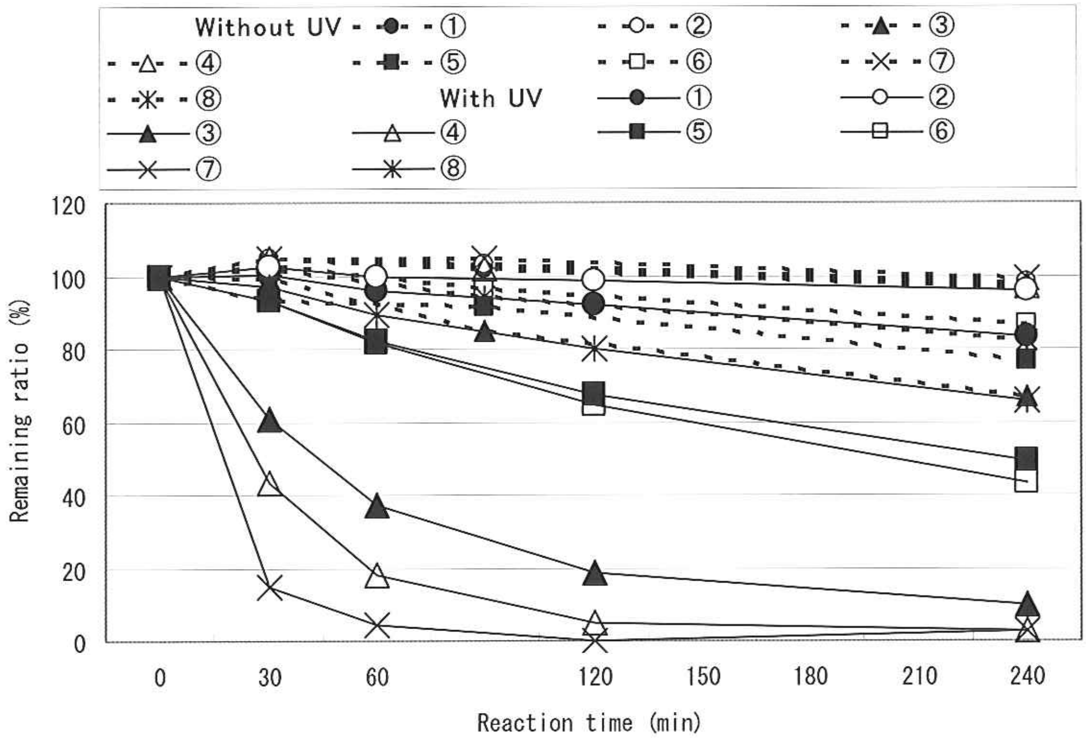
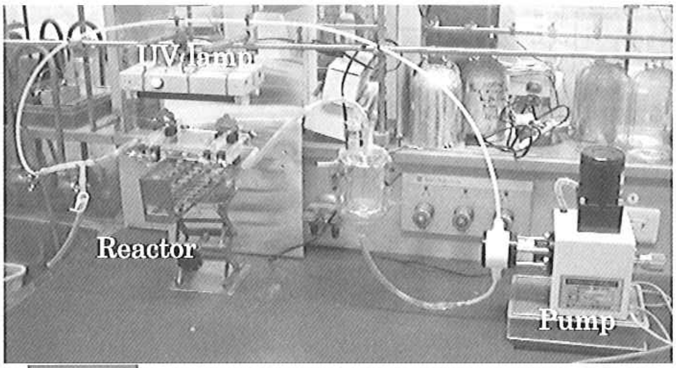
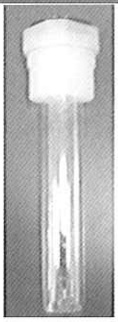


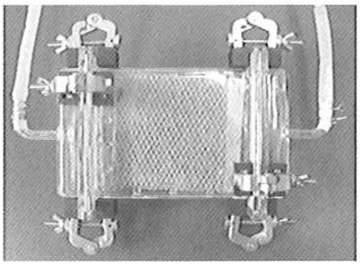
Fig.4 Photodecomposition of volatile organic compounds

①*Trans*-1,3-dichloropropene; ②1,1,2-trichloroethane; ③tetrachloroethylene; ④dibromochloromethane; ⑤*m,p*-xylene; ⑥*o*-xylene; ⑦bromoform; ⑧*p*-dichlorobenzene; flow rate, 0.5L/min; UV intensity, 3.4mW/cm^2; each concentration, 1mg/L





UV lamp



Quartz glass reactor

Photo 2　Photodecomposition apparatus

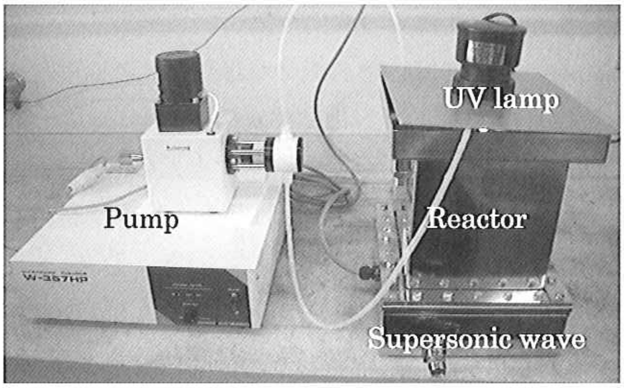
4.4 光化学に関する研究

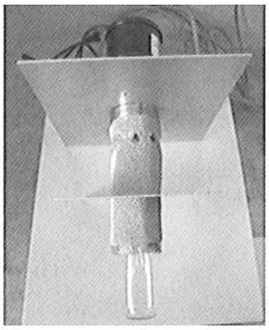
光化学反応については、化学合成の目的で、学生時代から取り掛かり、研究所時代は環境水中や水処理過程の挙動 [10,15-18]、さらに、水道水の改善目的で実施してきた。大学に移動してからは、(財)北九州産業学術推進機構(FAIS)のお世話により、㈱フジコーさんと水質浄化や IC ウェハー洗浄水の製造について研究する機会が得られた。

水質浄化については、水道水中の 23 種類の低沸点有機化合物の挙動について検討した [25]。光触媒は、㈱フジコー殿が用意した、高性能の酸化チタン材料に、低温高速フレーム溶射成膜技術を用いて、アルミ繊維上に高密着担持した 5 種類の酸化チタン触媒を用いた。石英製の反応容器にブラックライトや殺菌灯を照射して、流水系で分解性を調べた (Photo 2 及び Fig. 4)。

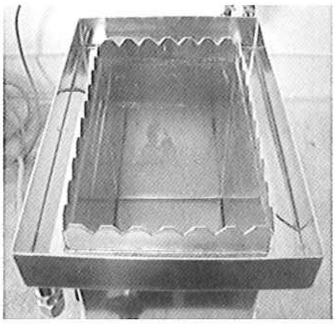
また、㈱フジコー殿が提供してくれた回分式の反応装置で超音波照射を加えて、精製水やメタノール水、DMSO 水を用いて、メタノール及び DMSO の分解挙動や生成物質の挙動を調べた [26] (Photo 3)。精製水だけでも超音波照射で酸化剤は生成し (Fig. 5)、しばらくは存在した。紫外線照射のみでは、酸化剤は生成したかもしれないが、測定時には検出されなかった。両者同時の場合、紫外線照射に係わる触媒効果が明らかになった。DMSO (Fig. 6) 及びメタノール (Fig. 7) も酸化分解され、超音波と紫外線の併用照射効果及び触媒効果が見られた。

これらの結果を基に、現在、㈱フジコーさんが作成した IC ウェハー洗浄水製造装置を用いて、生成水の種々の効果を検討しているところである。





UV lamp



Reactor

Photo 3　Photodecomposition apparatus

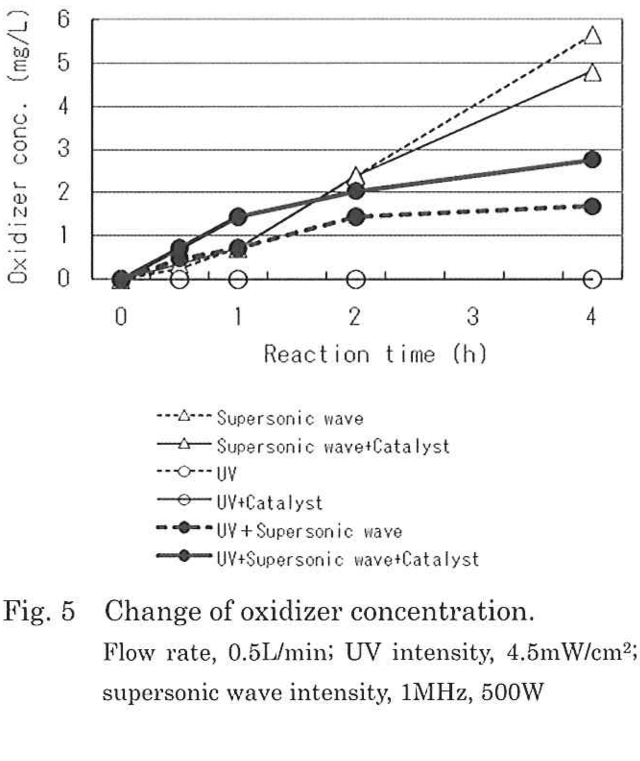


Fig. 5　Change of oxidizer concentration.
Flow rate, 0.5L/min; UV intensity, 4.5mW/cm^2; supersonic wave intensity, 1MHz, 500W

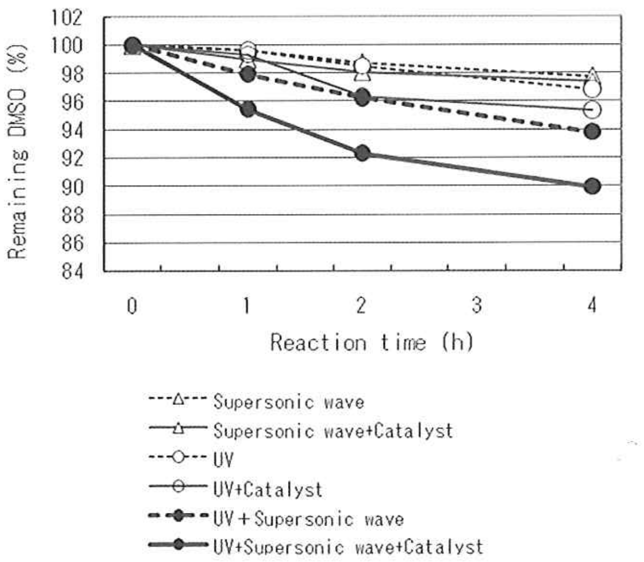


Fig. 6　Change of DMSO concentration.
Flow rate, 3.3L/min; UV intensity, 4.5mW/cm²; supersonic wave intensity, 1MHz, 350W;DMSO, 100mg/L

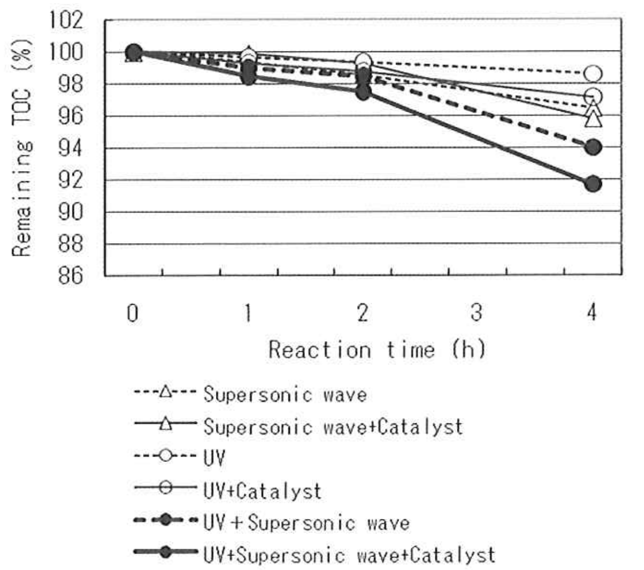


Fig. 7　Change of methanol-TOC concentration.
Flow rate, 0.5L/min; UV intensity, 4.5mW/cm²; supersonic wave intensity, 1MHz, 350W; methanol, 0.1ml/L

5．結語

現在、多額な費用と人力を費やした環境分析技術が継承されずに消えつつある。一方、全ての企業が製品評価等のための試験所や研究所を持っているわけではなく、安い費用で、企業の要求に答えられる試験研究機関があれば助かると思われる。また、環境分析に関する技術や知識の提供ばかりでなく、物質の性質や挙動、物質と生体との関係、全体的なバランス等に関しても明らかになってきた部分もあり、生態や医療分野にも生かせる可能性がある。ただ、産業界が優先する要求は、試験研究機関のものとは異なることが多いので、それに対応できる柔軟な頭脳と迅速な行動が要求される。

参考文献

1) 環境省環境保健部環境安全課：経年モニタリング・暴露量調査，化学物質と環境，(2001 - 2004)
2) 環境省水環境部企画課：要調査項目等調査マニュアル，（2001 - 2004）
3) 石川精一，武冨眞，立石才子，小嶋勉，安田和彦，重森伸康：ガスクロマトグラフィーによる環境試料中の 2,2,4-トリメチル-1,2-ジヒドロキノリン及び6-エトキシ-2,2,4-トリメチル-1,2-ジヒドロキノリンの定量，分析化学，31（5），246-251（1982）
4) S. Ishikawa, M. Taketomi, R. Shinohara: Determination of Trialkyl and Triaryl Phosphates in Environmental Samples, Water Research, 19(1), 119-125(1985)
5) 石川精一，内村豊，上田直子，城戸浩三：北九州市周辺海域及び河川感潮域における底質中の腐植酸分布と有機汚濁への寄与，資源環境対策，30（3），231-237（1994）
6) 内村豊，石川精一，篠原亮太，城戸浩三：洞海湾と化学物質，全国公害研会誌，15（3），98-104（1990）
7) 石川精一，苗床江理，川村誠二，山口理香，樋口雅之，小嶋勉，大和康博，高橋正規：北九州市域に流通する食品中の残留農薬調査，食品衛生学雑誌，45（2），87-94（2004）
8) 石川精一，重住研一，安田和彦，重森伸康：工場排水及び生活排水中の有機リン酸エステル類の定量，水質汚濁研究，8（8），529-535（1985）
9) S. Ishikawa, Y. Sakazaki, Y. Eguchi, R. Suetomi, E. Nakamura: Identification of Chemical Substances in Industrial Wastes and Their Pyrolytic Decomposition Products, Chemosphere, 59(9), 1343-1353(2005)

10) 石川精一，重住研一，安田和彦，重森伸康：有機リン酸エステル類の各種水処理過程における挙動，水質汚濁研究，8（12），799-807（1985）

11) S. Ishikawa, K. Baba: Reaction of Organic Phosphate Esters with Chlorine in Aqueous Solution, Bull. Environ. Contam. Toxicol., 41(1), 143-150(1988)

12) 石川精一，藤野廣，安田和彦，重森伸康：アミノ酸と塩素との水溶液中における反応生成物，水質汚濁研究，9（12），786-792（1986）

13) 石川精一，日下浩隆，高木誠，上野景平：ジベンゾフラン型及びジナフトフランキノン型縮合フランの合成，日本化学会誌，（5），743-751（1988）

14) 石川精一，高木誠：2,3:5,6-位でナフトフランと縮合したベンゾキノンの合成及び縮合フランのニトロ化，日本化学会誌，(5)，752-762（1988）

15) S. Ishikawa, K. Baba, Y. Hanada, Y. Uchimura, K. Kido: Photodecomposition of o-Chloroaniline in Aqueous Solution with Low Pressure Mercury Lamp, Bull. Environ. Contam. Toxicol., 42(1), 65-70(1989)

16) S. Ishikawa, Y. Uchimura, K. Baba, Y. Eguchi, K. Kido: Photochemical Behavior of Organic Phosphate Esters in Aqueous Solutions Irradiated with A Mercury Lamp, Bull. Environ. Contam. Toxicol., 49(3), 368-374(1992)

17) 石川精一，末冨良次：環境化学分野における光化学反応の利用，環境化学，3（2），295-304（1993）

18) S. Ishikawa: Utilization of Photochemical Reaction in Environmental Chemistry, KITAKYUSHU ENVIRONMENTOPIA, 11(1), 2-5(1996)

19) 石川精一，大庭俊一，野村義夫，一田謙一，坂寄代志夫，小嶋勉，福本真紀，鈴木學，柳瀬龍二，立藤綾子，松藤康司，三井清志，中西淳二，前田信一：浸出水循環式埋立実証プラントを用いた海面埋立処分場における浸出水の浄化および埋立廃棄物の早期安定化に関する研究，廃棄物学会論文誌，18（2），107-117（2007）

20) 石川精一：埋立廃棄物を活用した浸出水処理における負荷量の低減化，水，49（10），14-20（2007）

21) 池英昭，竹内庸介：ハイブリッド型汚泥減量化システム，技報安川電機，システム電気品特集，70（4），194-199（2006）

22) 石川精一，上田直子，奥村裕司，飯田義和，樋口雅之，苗床江理，徳永保範，馬場謙三：上水汚泥から回収した凝集剤の農薬類等に対する凝集沈殿効果，水環境学会誌，29（10），653-658（2006）

23) S. Ishikawa, N. Ueda, Y. Okumura, Y. Iida, K. Baba: Recovery of Coagulant from Water Supply Plant Sludge and Its Effect on Clarification, Journal of Material Cycles and Waste Management, 9(2), 167-172 (2007)

24) 石川精一，上田直子，江口芳夫，梨田実，谷崎定二：廃タイヤから製造した活性炭からの化学物質の溶出試験，環境科学会誌，20（1），21-27（2007）

25) 石川精一，江口芳夫，伊藤聖恵：トリハロメタン等低沸点有機化合物，平成19年度低温溶射酸化チタン触媒－光分解実験（Ｉ）報告書（株式会社フジコーへの研究報告書），（2008）

26) 石川精一，江口芳夫，伊藤聖恵：ジメチルスルホキシド及びメタノールの分解挙動，平成19年度ＴＮＴを用いた光／超音波複合技術の開発（Ｉ）報告書（株式会社フジコーへの研究報告書），（2008）

技術解説

応力集中係数と切欠き係数について

Stress Concentration Factor and Fatigue Notch Factor

九州工業大学工学部
機械知能工学科　教授
工学博士　野田　尚昭
Nao-Aki Noda

九州工業大学工学部
技術部　技術専門職員
博士(工学)　高瀬 康
Yasushi Takase

1．はじめに

破壊事故の 80～90%は疲労が原因と言われている。それらの破壊の発端となった場所を機械や構造物について調査してみるとほぼ100%が孔､切欠き、段付き部、き裂、欠陥、きずなどの形状変化部である [1)]。

今日では、設計資料として応力集中係数の書籍や便覧が利用できるほか、計算機を利用した解析によって実物の応力集中をかなり正確に求められるようになっている。しかし、応力集中すなわち最大応力が正確に求まっても、その応力集中の強度がまっすぐな試験片(平滑材)の強度と比べるとどれだけ低下するか簡単に求められない。すなわち、その材料が切欠き等の応力集中に対してどれだけ敏感であるかは、図1に示すような試験片によって実験により明らかにする必要がある。

すなわち切欠きの評価にまず必要となる応力集中係数は、設計や研究に便利なようにハンドブックや便覧に多くの形状が示されているが、その中でも最も重要なものは材料の強度研究に用いられる丸棒切欠き試験片の応力集中係数(図1)である。その理由はこの応力集中係数を基に種々の材料の疲労強度が実験的に考察されるためである。

表1は本解説で紹介する精度の高い応力集中係数を真のK_tとして示している。表1に示すように比較的最近の実験に用いられている数値K_t(文献 2)、図1の円周切欠きを有する丸棒試験片)にも誤差が20%以上ある場合がある [2)]。最近は計算機の発達にしたがって有限要素法(FEM)解析による応力集中係数も用いられているけれども、Neuber(ノイバー) [3)]が 1930 年代に提唱した近似値よりも大きな誤差を含む場合なども認められる。

このように最も重要な試験片に関してもいまだ不正確な応力集中係数が使用されていることに注目する必要がある。このことからも明らかなように、応力集中の評価を誤ったことが主な原因で応力集中部の疲労による事故が現在でも多発していると考えられる。

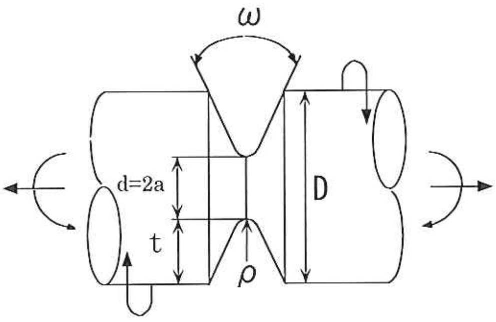


図１ 円周切欠きを有する丸棒試験片

2．平滑材の強度と切欠き材の強度はどちらが大きいか

機械や構造物の強度は一般に平滑材の強度ではなく、応力集中部の強度によって支配される。そこで、このような切欠きなどの応力集中部を有する部材の強度について考える。構造部材や機械部品の“強度”とは、一般的にはその材料の引張強さσ_Bを

表1　最近の実験に用いられている応力集中係数の値（文献2、図1の試験片）

Ref	ρ	t	d	D	ω	2ρ/D	2t/D	Specimen	Notch Shape	Loading	Kt	KtN	Ktreal	Error(%)
OKADA et. al	7.0	3.0	4.0	10.0	-	1.4	0.6	Round bar	Circular-arc-notch	bending	1.08(?)	1.081	1.081	0.09
WANG et. al	2.0	1.5	9.0	12.0	-	0.3333	0.25	Round bar	Circular-arc-notch	bending	1.51(Neuber)	1.508	1.560	3.2
KAWAGOISHI et. al	7.0	3.5	3.0	10.0	-	1.4	0.7	Round bar	Circular-arc-notch	bending	1.06(?)	1.062	1.061	0.09
OSHITA, HATANAKA	1.0	2.5	5.0	10.0	0°	0.2	0.5	Round bar	U-notch	tension	2.32(FEM)	1.822	1.934	20.0
	2.5	2.5	5.0	10.0	-	0.5	0.5	Round bar	Circular-arc-notch	tension	1.75(FEM)	1.384	1.416	23.6
	4.0	2.0	5.0	10.0	-	0.8	0.4	Round bar	Circular-arc-notch	tension	1.54(FEM)	1.295	1.321	16.6
TAKADA, SAKANE	0.8	1.0	6.0	8.0	60°	0.2	0.25	Round bar	V-notch	tension	2.0(FEM)	2.036	2.179	8.2
	0.1	1.0	6.0	8.0	60°	0.025	0.25	Round bar	V-notch	tension	4.8(FEM)	4.745	5.275	9.0
	0.05	1.0	6.0	8.0	60°	0.0125	0.25	Round bar	V-notch	tension	6.4(FEM)	6.473	7.277	12.1
OCHI et. al	1.6	1.0	10.0	12.0	-	0.2667	0.1667	Round bar	Circular-arc-notch	bending	1.62(Peterson)	1.635	1.959	17.3

意味することが多い。たとえば図2(a)の平滑試験片に引張荷重Pを作用させて破断することが実験で確認されたとき、われわれはその材料の引張強さ$\sigma_B = P/A (A = \pi d^2/4)$とみなす。これにより同じ材料の他の直径の破断強度も決まることになる。

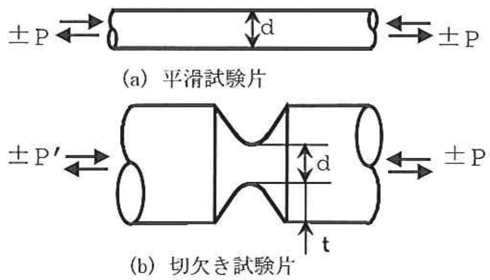


図2 切欠き試験片と平滑試験片の引張り

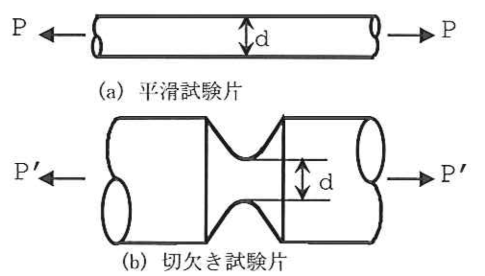


図 3 切欠き試験片と平滑試験片の繰返し引張り・圧縮

それでは、図2(b)のように図2(a)と同じ直径の最小断面部を有する切欠き材の強度、すなわち、その引張強さ$\sigma_B' = P'/A$をσ_Bと比べるとどちらが大きいか。切欠き部は設計上危険視するのが常であるから、概して$\sigma_B' < \sigma_B$と考えがちであるが、実際はそうとは限らない。もし、図2(b)の試験片がS10C焼きなまし材のような軟鋼で延性に富む材料の場合には$\sigma_B' > \sigma_B$となる。これは切欠き部には応力集中による最大応力は確かに生じるが、その集中応力が生じている部分が塑性変形することで耐えうる最大荷重は平滑部の最大荷重より高くなるためである。しかし、材料の硬さが増すと$\sigma_B' = \sigma_B$の場合も有り得る。また、鋳鉄のような脆性材料の場合には$\sigma_B' < \sigma_B$となる。すなわち、「図2(a)と図2(b)の強度はどちらが大きいか」という問に対して、「それは、材料に依存する」と答える必要がある。以上の結論は静的荷重に対する強度を問題としたものであるが、繰返し荷重を受ける部材の"強度"としては疲労限度を意味することが多い。

すなわち破壊事故がほとんど疲労によって起きていることからも明らかなように、多くの場合疲労強度が最も重要である。その際、同じ材料でも荷重の形態によってその答えが異なるので注意が必要である。すなわち、図 3 に示すように試験片に引張・圧縮の繰返し荷重を作用させて、疲労試験を行うことにより、図3の平滑試験片において、破断に至らない最大の応力振幅、すなわち疲労限度

$\sigma_{wo}=P/A$が求められたとする。このとき、S10Cのような延性材料でも、図3(b)の切欠き材の疲労限度$\sigma_w=P'/A$と比べると、一般に$\sigma_{w0}>\sigma_w$となる。

すなわち、引張強さの大小にかかわらず、切欠き材の疲労限度は平滑材の疲労限度と比べて小さな値となることに注意する必要がある。では、設計上の切欠き係数$K_f=\sigma_{w0}/\sigma_w$の値はどの位を見込んだらよいのであろうか。図3(b)は切欠き材であることから$K_f=\sigma_{w0}/\sigma_w$の値は応力集中係数と同じと考えて良いのであろうか。その答えとしては(1) $K_f\cong K_t$すなわち、応力集中係数でほぼ支配される場合（疲労限度がσ_{w1}で決まる場合）と(2) $K_f<K_t$すなわち、応力集中係数にあまり依存しない場合(疲労限度がσ_{w2}で決まる場合)の 2 ケースがあるということになる。

3. 記　号

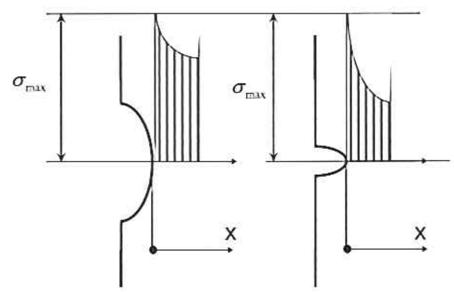
本解説で用いる記号をまとめて以下に示す。

K_t	:応力集中係数（正確な近似式）
K_{tN}	:応力集中係数（ノイバーの近似式）
K_{ts}	:浅い切欠きの応力集中係数
K_{td}	:深い切欠きの応力集中係数
χ	:応力勾配
P	:引張荷重
σ_{max}	:切欠き底の最大応力
ρ	:切欠き半径
d	:最小断面部の直径

4. 切欠き材の疲労強度も必ずしも最大応力のみでは決まらないこと

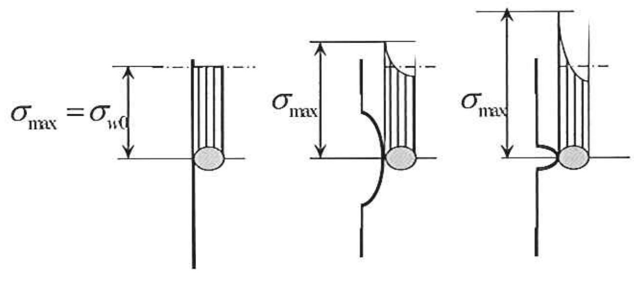
我々が設計対象とする機械部品や構造部材の多くには切欠きや段付き、孔などの形状変化部が存在し、特に機械部品の使用においては多数回の繰返し荷重が作用することが多い。そこで、設計実務上、切欠き材の疲労強度を求めることが重要となる。しかし、切欠き材の疲労強度も必ずしも最大応力σ_{max}のみでは決まらない。たとえば、材料内部に向かって応力がどのように変化するか、ということも考慮すべき重要因子である。

図4に示すようにσ_{max}が同じでも材料内部に向かって(a)穏やかに減少する場合と(b)急激に減少する場合とでは、材料が受ける負担に差が生じる。すなわち、図4(a)の場合が図4(b)より厳しい状態になる。これは、切欠き底では両者の厳しさは同じであるが、わずかに内部に入った位置では(a)の厳しさが(b)より大となるためである。このように応力分布の差によって疲労強度に差が生じる程度を材料別に明らかにするために応力分布の差を示す量として、応力勾配χを導入する。応力勾配χは、図4のような切欠き付近の応力分布のうち、疲労強度に影響するごく切欠き近傍の部分を直線に近似してその直線の勾配を応力の変化を示す第一近似的な因子とするものである。ただし、勾配の絶対値を使用すると形状が同じものでも負荷の応力ごとに値が変化し、形状の影響が明らかにできないので、式(1)に示すように切欠き底の最大応力σ_{max}で無次元化した応力分布の切欠き底での勾配χが定義されており、用いられている。



(a)緩やかに減少する応力　(b)急激に減少する応力

図4　材料内部への応力変化



(a)　$\rho=0$　　(b)　$\rho=\rho_1$　　(c)　$\rho=\rho_2$

図5　疲労限度における切欠き底に繰返される最大応力σ_{max}

$$\text{応力勾配}\ \chi=\left|\frac{d\sigma^*}{dx}\right|_{x=0}、\ \sigma^*=\frac{\sigma_y}{\sigma_{max}} \tag{1}$$

図 4(b)のような円周切欠きを持つ試験片の引張りおよび曲げに対しては、

$$\chi=\frac{2}{\rho}\ (\text{引張り})、\ \chi=\frac{2}{\rho}+\frac{2}{d}\ (\text{曲げ}) \tag{2}$$

の近似式が提案されている。曲げ荷重においても、一般には d は ρ よりかなり大きいので、式(2)より切欠き寸法の中で χ の大きさを支配するのは主として切欠き半径 ρ であることがわかる。

いま、図 3(b)の試験片において疲労限度における切欠き底に繰返される最大応力は、図 3(a)の平滑試験片とどのように異なるかを考察する。図 4 の二種類の応力分布では図 4(a)が図 4(b)より危険であることからわかるように、χ が大となるにつれて切欠き底に繰返される最大応力は大となる(図 5)。

図 5 では(a) $\rho=\infty$、(b) $\rho=\rho_1>\rho_2$、(c) $\rho=\rho_2<\rho_1$ の 3 種類の試験片の疲労限度における切欠き底に繰返される最大応力が示されているが、ρ が大→小(すなわち χ が小→大)となるにつれて σ_{max} は増大する。このとき、切欠き底の一結晶程度の受けるダメージがほぼ等しい(χ が大のとき応力分布は急激に減少する)。このような現象を種々の材料ごとに調べた図が図 6 である。

図 6 では、χ の増加とともに σ_{max}/σ_{w0} が増加している。しかし、その増加の状況は各材料で異なる。なお、図 6 で材料によって σ_{max} の増加の状況が異なるのは疲労き裂発生に関与する切欠き底の領域のサイズが異なるためである。χ の増加に対して $\sigma_{max}/\sigma_{w0}\cong 1$ または1に等しい場合には、疲労限度が σ_{max} のみによってほぼ支配されることを意味しており、切欠きに対して敏感であるといえる。一方、σ_{max}/σ_{w0} が 1 よりかなり大となる場合には疲労限度は最大応力にあまり関与していない。すなわち切欠きに対して敏感であると言える。

5．強度研究用試験片の応力集中係数を与える計算式 2)~4)

応力集中部を有する疲労強度についての問題はその重要性の故に古くから各国の研究テーマとして採り上げられており、各種試験片形状に関して種々の応力集中係数の求め方が示されている。図 1 の円周切欠きを有する丸棒や両側や片側に切欠きを有する帯板に引張りや曲げ応力が作用する場合の応力集中に関する強度評価については、設計や強度研究上で特に重要である。しかしながらこれらの問題については解析が困難であるために 70 年にわたり、式(3)のドイツのノイバー[3)]の提案した三角則による近似値が用いられてきた。

$$K_{tN}=\frac{(K_{ts}-1)(K_{td}-1)}{\left\{(K_{ts}-1)^2+(K_{td}-1)^2\right\}^{\frac{1}{2}}}+1,\quad K_{ts}=1+2\sqrt{\frac{t}{\rho}},$$

$$K_{td}=\frac{1}{N}\frac{3}{4}\left(\sqrt{\frac{d}{2\rho}+1}+1\right)\left\{3\frac{d}{2\rho}-(1-2\nu)\sqrt{\frac{d}{2\rho}+1}+4+\nu\right\},$$

$$N=3\left(\frac{d}{2\rho}+1\right)+(1+4\nu)\sqrt{\frac{d}{2\rho}+1}+(1+\nu)\Big/\left(\sqrt{\frac{d}{2\rho}+1}+1\right) \qquad (3)$$

著書らは体積力法による応力集中係数を基に、ノイバーの三角則に替わる正確な応力集中係数を与える計算式を提案した[4)]。

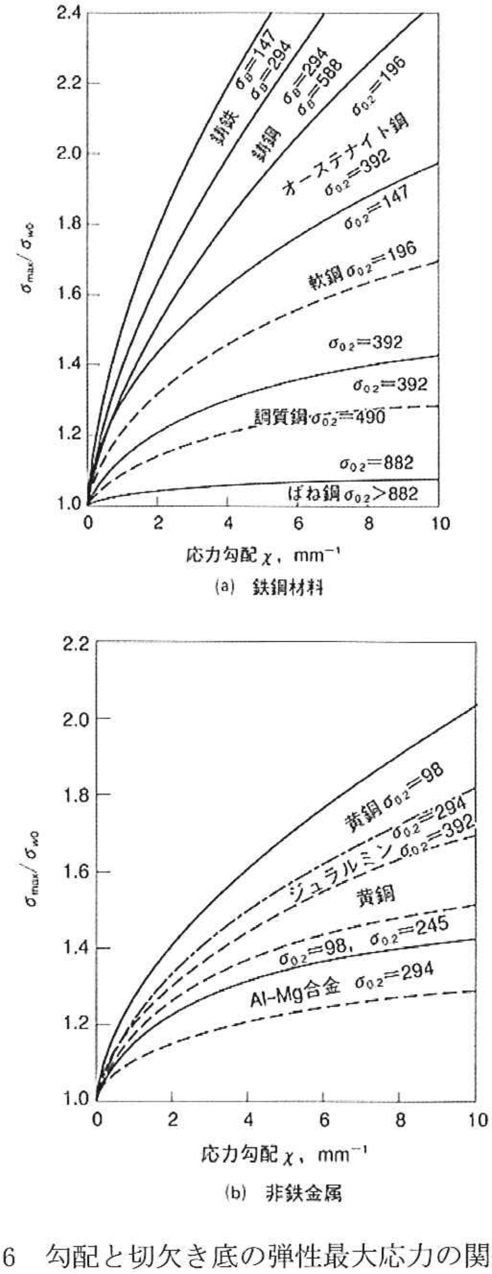


図 6　勾配と切欠き底の弾性最大応力の関係
(E. Siebel and M. Stieler)

例えば、60°V 形切欠きを有する丸棒の曲げに対する近似式を付録に示す。ここで、曲げ応力集中係数を示すのは、回転曲げ疲労試験が最も安定した疲労試験で古くから用いられており、データも多いためである。回転曲げとは試験片に曲げモーメントが作用した状態で試験片が回転するため、試験片に引張りと圧縮が繰返し作用する試験をいう。ここでは式(A1)に示す正確な近似式を、熱処理を施した切欠きを有する丸棒試験片に適用し、実際の試験片について正確な疲労限度を求めてみる。試験片としては、①S20C 焼なまし材[5]、②S50C 焼なまし材（以下 A 材と呼ぶ）、③S50C 焼入れ焼戻し材(以下 B 材と呼ぶ)、④S50C 焼入れ焼戻し材(以下 C 材と呼ぶ)[6]を使用する。

6．切欠きを有する S20C 電解研磨材と加工層材のき裂発生に基づく疲労限度 σ_{w1} と破断に基づく疲労限度 σ_{w2} の寸法効果 [5]

ここで、σ_{w1} はき裂が発生しない最大応力、すなわちき裂発生に基づく疲労限度である。また、σ_{w2} は停留き裂が存在する範囲での破断しない最大応力、すなわち破断に基づく疲労限度である。表 2 は、S20C 焼きなまし材の回転曲げ試験を行い疲労限度 σ_{w1}、σ_{w2} の寸法効果について調べた実験結果である[5]。これまでの研究ではノイバー三角則から計算した応力集中係数 K_t を用いて σ_{w1}、σ_{w2} を求めていることが多い。表 2 の切欠きが鋭い場合［(A3) d=5mm、t=0.1mm、ρ =0.05mm、(B3) d=10mm、t=0.2mm、ρ =0.1mm のとき］の K_t の値に注目すると、文献[5]で用いた値は付録の式 (A1) と比べて誤差が 4.5%あることがわかる。そこで、表 2 では、正確な K_t（式(A1)）を用いて、き裂発生限界において 切欠き底に繰り返される最大応力振幅 $K_t\sigma_{w1}$ を示している。

試験片には切削加工層を持ったままの試験片と電解研磨により表面を直径で 20 μm 取除いた試験片の両方を使用している。また、寸法効果をみるために試験片の最小断面の直径 d を 5mm および 10mm の二種類に変えて実験しているが、表 2 は加工層材と電解研磨材の σ_{w1} と σ_{w2} の結果［単位：MPa］である。

表中の寸法の組合せ (A1) と (B1) を比較すると以下のようになっている。

加工層材：

(A1) d=5mm、t=0.1mm、ρ =∞のとき、$\sigma_{w1} = 245.0\,MPa$

(B1) d=10mm、t=0.2mm、ρ =∞のとき、$\sigma_{w1} = 230.3\,MPa$

電解研磨材：

(A1) d=5mm、t=0.1mm、ρ =∞のとき、$\sigma_{w1} = 220.5\,MPa$

表 2　S20C 電解研磨材と加工層材の試験片主要寸法と疲労限度

	d (mm)	t (mm)	ρ (mm)	χ (mm^{-1})	K_{tN} 文献3)	K_t 式(A1)	疲労限度							
							加工層材				電解研磨材			
							σ_{w1}	σ_{w2}	$K_t\sigma_{w1}$	K_f	σ_{w1}	σ_{w2}	$K_t\sigma_{w1}$	K_f
(A1)	5	0.1	∞	0.4	1.00	1.00	245.0	—	245.0	1.00	220.5	—	220.5	1.00
(A2)			0.3	8.4	1.90	1.91	156.8	166.6	299.5	1.47	147.0	156.8	281.3	1.41
(A3)			0.05	44.1	3.39	3.55	127.4	171.5	452.3	1.43	102.9	151.9	365.5	1.45
(B1)	10	0.2	∞	0.2	1.00	1.00	230.3	—	230.3	1.00	210.7	—	210.7	1.00
(B2)			0.6	4.2	1.90	1.91	142.1	—	271.4	1.62	137.2	—	261.7	1.54
(B3)			0.1	22.6	3.39	3.55	102.9	137.2	365.3	1.68	93.1	132.3	330.3	1.59

表 3　S50C 焼きなまし材(A 材)、S50C 焼入れ焼戻し材(B 材)、S50C 焼入れ焼戻し材(C 材)の化学成分、熱処理、機械的性質とビッカース硬さ

材料	化学成分 %						熱処理		硬さ	機械的性質(MPa)			
	C	Si	Mn	P	S	Cu			Hv	σ_{sl}	σ_B	σ_r	絞り
A材	0.54	0.28	0.77	0.017	0.016	0.06	焼なまし	833℃, 1h	1734.6	346.9	673.26	1031.0	414.5
B材							焼入れ	810℃, 1h, 水冷	3126.2	857.5	1010.4	1710.1	556.6
							焼戻し	550℃, 1h, 水冷					
C材							焼入れ	810℃, 1h, 水冷	3704.4	1131.9	1245.6	1805.2	454.7
							焼戻し	480℃, 1h, 水冷					

(B1) d=10mm、t=0.2mm、$\rho=\infty$のとき、$\sigma_{w1}=210.7MPa$
同じ平滑材であるが応力勾配が異なるので d=5mm と d=10mm の結果が異なることに注意していただきたい。

また、電解研磨材では表面の加工層が取り除かれているので加工層材に比べて強度は小さい。

次に、(A2)と(B2)の試験片に注目するとこれらは相似で応力集中係数$K_t=1.91$は同じであるが、その疲労強度は以下のような違いがある。

加工層材：

(A2)d=5mm、t=0.1mm、ρ=0.3mm のとき、

$\sigma_{w1}=156.8MPa,\ \sigma_{w2}=166.6MPa$

(B2)d=10mm、 t=0.2mm、ρ=0.6mm のき、

$\sigma_{w1}=142.1MPa$

電解研磨材：

(A2)d=5mm、t=0.1mm、ρ=0.3mm のとき、

$\sigma_{w1}=147.0MPa,\ \sigma_{w2}=156.8MPa$

(B2)d=10mm、t=0.2mm、ρ=0.6mm のとき、

$\sigma_{w1}=137.2MPa$

さらに(A3)と(B3)の相似試験片においても、疲労限度に(A2)と(B2)の試験片と同様の違いが認められる。

7．S50C 焼きなまし材（A 材）、S50C 焼入れ焼き戻し材（B 材）、S50C 焼入れ焼き戻し材（C 材）のき裂発生に基づく疲労限度σ_{w1}と破断に基づく疲労限度σ_{w2} [6)]

表 3 に S50C 焼きなまし材（A 材）、S50C 焼入れ焼き戻し材（B 材）、S50C 焼入れ焼き戻し材（C 材）の化学成分、熱処理、機械的性質とビッカース硬さを示す。また、表 4 にその疲労限度を示す[6)]。表 4 では、正確なK_t(式（A1）)を用いて、き裂発生限界において切欠き底に繰り返される最大応力振幅$K_t\sigma_{w1}$を示している。

また、図 7 には、A 材、B 材、C 材のき裂が発生するか否かの限界において、切欠き底に繰り返される最大応力と応力勾配の関係を正確なK_tを用いて示している。き裂発生限界において切欠き底の結晶粒に生じるダメージはほぼ等しいので、応力勾配が大となれば切欠き底に繰り返される最大応力振幅は大となる。しかし、図 7 に示す S50C A 材、B 材、C 材を比較すると、応力勾配が大となったとき、どの程度最大応力振幅$K_t\sigma_{w1}$が大きくなるかは材料によって異なることがわかる。すなわち、B 材、C 材の S50C 焼入れ焼き戻し材では$K_t\sigma_{w1}/\sigma_{w0}$の値は、A

表 4　S50C 焼きなまし材(A 材)、S50C 焼入れ焼戻し材(B 材)、S50C 焼入れ焼戻し材(C 材)の試験片主要寸法と疲労限度

材料	d (mm)	t (mm)	ρ (mm)	X (mm^{-1})	K_tN 文献[3)]	K_t 式(A1)	σ_w(MPa)			K_f
							σ_{w1}	σ_{w2}	$K_t\sigma_{w1}$	
A材	5	0.2	100.00	0.4	1.01	1.01	274.4	−	275.9	1.00
	5	0.1	0.30	8.4	1.90	1.91	186.2	−	356.3	1.48
	5	0.1	0.10	23.4	2.66	2.73	147.0	161.7	400.9	1.71
	5	0.1	0.05	44.1	3.39	3.55	117.6	161.7	417.2	1.71
B材	5	0.2	10.00	0.6	1.07	1.08	470.4	−	506.6	1.00
	5	0.1	0.30	8.4	1.90	1.91	313.6	−	600.1	1.62
	5	0.1	0.10	23.4	2.66	2.73	235.2	−	641.4	2.15
	5	0.1	0.05	44.1	3.39	3.55	196.0	235.2	695.3	2.15
C材	5	0.2	10.00	0.6	1.07	1.08	578.2	−	622.6	1.00
	5	0.1	0.30	8.4	1.90	1.91	362.6	−	693.8	1.72
	5	0.1	0.10	23.4	2.66	2.73	284.2	−	775.1	2.19
	5	0.1	0.05	44.1	3.39	3.55	235.2	284.2	834.4	2.19

材のS50C焼きなまし材に比べて$K_t\sigma_{w1}/\sigma_{w0}$は1に近い。すなわち、き裂発生限界において切欠き底に繰り返される応力は、最大応力のみによって決まる傾向があり、応力勾配の影響は比較的小さい。このような材料では、切欠きの応力集中係数そのものが疲労限度を支配する傾向が強いので、切欠きに敏感である。

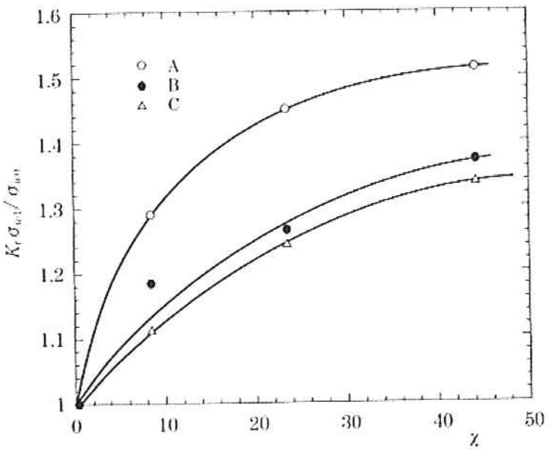


図7　S20C材、S50C焼きなまし材(A材)、S50C焼入れ焼き戻し材(B材)、S50C焼入れ焼き戻し材(C材)のき裂発生限界において切欠き底に繰り返される最大応力と応力勾配の関係

8．種々の材料、種々の寸法に対するき裂発生に基づく疲労限度σ_{w1}と破断に基づく疲労限度σ_{w2}の予測

図8に示すような任意のρ, t, dを有する試験片のき裂発生に基づく疲労限度σ_{w1}および破断に基づく疲労限度σ_{w2}を求める手順を示すと以下のようになる。

(1)もし、$\rho > \rho_0$ならばσ_{w1}のみ存在する。ここでρ_0は分岐点(図9の点B)における切欠き半径の値である。表5に示すようにρ_0の値は材料によって決まる材料定数である。まず、応力勾配の近似式$\chi = 2/\rho + 2/d$より、応力勾配を求める。次に、き裂発生限界において切欠き底に繰り返される最大応力σ_{max}と応力勾配の関係(図7など)よりσ_{max}/σ_{w0}を求める。ここで、$\sigma_{max} = K_t\sigma_{w1}$（$K_t$は$\rho, t, d$に対する応力集中係数）であるので、$\sigma_{w1} = \sigma_{max}/K_t\big|_{\rho,t,d}$より$\sigma_{max}$が求まる。

(2)もし、$\rho < \rho_0$ならばσ_{w1}とσ_{w2}が存在する。そのσ_{w1}は上述の(1)と同様にして求めることができる。また、ρ, t, dの寸法におけるσ_{w2}は、図9に示すように。ρをρ_0で置き換えた場合の、すなわち、図8で$\rho = \rho_0, t, d$の寸法におけるσ_{w1}に等しい。すなわち$\sigma_{w2}\big|_{\rho,t,d} = \sigma_{w1}\big|_{\rho=\rho_0,t,d}$であるので、$\rho \to \rho_0$と置き換えることにより$\sigma_{w2}$も$\sigma_{w1}$と同様にして求まる。

表5　各種材料の分岐点における切欠き半径のρ_0の値

材料		σ_B[MPa]	σ_{sl}[MPa]	$\sigma_{0.2}$[MPa]	ρ_0[mm]
S10C焼きなまし材		373	203	－	0.6
S20C焼きなまし材		470	279	－	0.5
S30C焼きなまし材		537	309	－	0.4
S35C焼きなまし材		600	336	－	0.4
S50C	焼きなまし材(A材)	674	347	－	0.25
	焼入れ焼き戻し材(B材)	1010	－	858	0.1
	焼入れ焼き戻し材(C材)	1250	－	1133	0.1
SNCM26焼き戻し材		1390	－	1140	0.1
7:3黄銅焼きなまし材		311	－	100	0.6
時効硬化AL材		309	－	250	0.4
銅焼きなまし材		217	－	39	0.4

[例題]

表 6 に示す応力集中係数 $K_t = 4.73$ の相似試験片の回転曲げ疲労限度 σ_{w1} と σ_{w2} を求めよ。ただし、材料は S50C 焼きなまし材(A 材)、S50C 焼入れ焼戻し材(B 材)、S50C 焼入れ焼戻し材(C 材)[6]であり、各々の試験片の平滑材の疲労限度 σ_{w0} は表 4 に示してある。また、応力勾配 χ と $K_t\sigma_{w1}/\sigma_{w0}$ の関係は、図 7 で与えられるものとする。

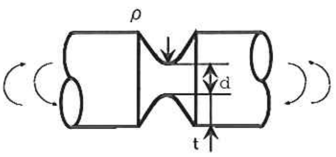


図 8　ρ, t, d の寸法を有する丸棒切欠き試験片

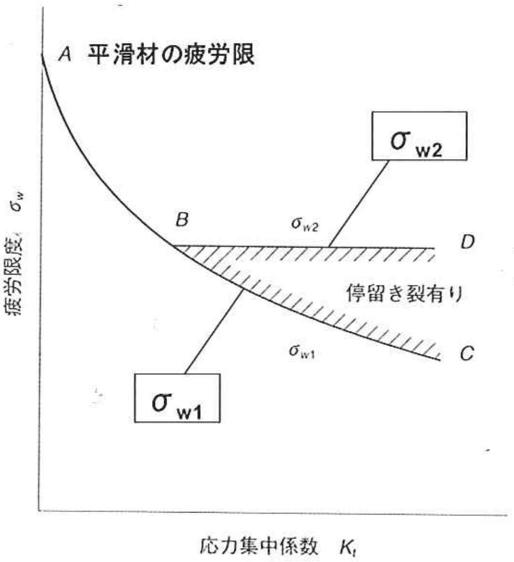


図 9　応力集中係数 K_t と疲労限度の関係

[解答]

(1) 表 5 より、S50C 焼なまし材(A 材)の ρ_0 は、0.25mm と分かる。よって試験片 No.4、5 は、$\rho > \rho_0$ であるので σ_{w1} のみ存在する。先ず、試験片 No.4 について計算する。応力勾配 $\chi = 2/\rho + 2/d$ より、$\chi = 2/0.4 + 2/80 = 5.03$ となる。このとき $K_t\sigma_{w1}/\sigma_{w0}$ は、図 7 から $K_t\sigma_{w1}/\sigma_{w0} = 1.21$ と読み取れる。そこで、$\sigma_{w1} = (K_t\sigma_{w1}/\sigma_{w0}) \times \sigma_{w0}/K_t$ と $K_t = 4.73$ であることより、$\sigma_{w1} = 1.21 \times 275.9/4.73 = 70.6MPa$ が求まる。

(2)試験片 No.1～3 は、$\rho < \rho_0$ の場合であるので、σ_{w1} と σ_{w2} が存在する。先ず、試験片 No.1 について計算する。σ_{w1} は上述の(1)と同様にして求められ、$\sigma_{w1} = 1.51 \times 275.9/4.73 = 88.1MPa$ となる。次に、σ_{w2} は、ρ を ρ_0 として χ を求めると、$\chi = 2/\rho + 2/d$ であるので、$\chi = 2/0.25 + 2/10 = 8.2$ となる。このとき $K_t\sigma_{w1}/\sigma_{w0}$ は図 7 から $K_t\sigma_{w1}/\sigma_{w0} = 1.279$ と読み取れる。$K_t\Big|_{\rho_0,t,d}$ は、$\rho = \rho_0 = 0.25mm$ で、$K_t = 2.51$ である。そこで、$\sigma_{w2} = 1.279 \times 275.9/2.51 = 140.8MPa$ が求まる。試験片 No.2、3、5 についても同様に計算すると表 7 の値が求まる。

同様の計算を B 材、C 材についても行って表 7～9 にまとめて示す。表 7～9 より、各々の材料で形状は相似試験片を用いているが、疲労限度の値は異なる結果となった。また、各々の材料の K_f を比較すると、試験片の寸法 d が大きくなる(No.1→5)とともに、K_f も K_t に近づいて増加していることがわかる。これは、d が大きくなると応力勾配が緩やかになり、疲労限度における切欠き底近傍での最大応力が平滑材の疲労限度 σ_{w0} に近づくことによるものである。一般に設計では、単純に $K_t = K_f$ として疲労限度を見積もることも多いが、表 7～9 に示すように $K_t > K_f$ となる場合も多い。

表 10 にノイバーの K_{tN} と正確な K_t を用いた場合の疲労限度 σ_{w1}, σ_{w2} の比較を示す。ノイバーの K_{tN} を用いた場合、正確な σ_{w1}, σ_{w2} が求まらないことが多いことに注意する必要がある。

表 6　応力集中係数 $K_t = 4.73$ の相似試験片の疲労限度の予測

試験片	d	t	ρ	χ	$K_t\sigma_{w1}/\sigma_{w0}$	σ_{w1}	σ_{w2}
No.1	10	0.20	0.050	?	?	?	?
No.2	20	0.40	0.100	?	?	?	?
No.3	40	0.80	0.200	?	?	?	?
No4	80	1.60	0.400	?	?	?	?
No.5	160	3.20	0.800	?	?	?	?

表 7　S50C 焼なまし材（A 材）の疲労限度（$K_t = 4.73$）

試験片	d (mm)	t (mm)	ρ (mm)	χ (mm^{-1})	$K_t \sigma_{w1}/\sigma_{w0}$	σ_{w1} (MPa)	σ_{w2} (MPa)	K_f
No.1	10	0.2	0.05	40.20	1.510	88.1	140.8	1.96
No.2	20	0.4	0.10	20.10	1.430	83.4	108.7	2.54
No.3	40	0.8	0.20	10.05	1.320	77.0	81.6	3.38
No.4	80	1.6	0.40	5.03	1.210	70.6	—	3.91
No.5	160	3.2	0.80	2.51	1.140	66.5	—	4.15

表 8　S50C 焼入れ焼戻し材（B 材）の疲労限度（$K_t = 4.73$）

試験片	d (mm)	t (mm)	ρ (mm)	χ (mm^{-1})	$K_t \sigma_{w1}/\sigma_{w0}$	σ_{w1} (MPa)	σ_{w2} (MPa)	K_f
No.1	10	0.2	0.05	40.20	1.360	145.7	179.4	2.82
No.2	20	0.4	0.10	20.10	1.250	133.9	134.3	3.77
No.3	40	0.8	0.20	10.05	1.156	123.8	—	4.09
No.4	80	1.6	0.40	5.03	1.090	116.7	—	4.34
No.5	160	3.2	0.80	2.51	1.047	112.1	—	4.52

表 9　S50C 焼入れ焼戻し材（C 材）の疲労限度（$K_t = 4.73$）

試験片	d (mm)	t (mm)	ρ (mm)	χ (mm^{-1})	$K_t \sigma_{w1}/\sigma_{w0}$	σ_{w1} (MPa)	σ_{w2} (MPa)	K_f
No.1	10	0.2	0.05	40.20	1.330	175.1	216.4	2.88
No.2	20	0.4	0.10	20.10	1.220	160.6	161.5	3.85
No.3	40	0.8	0.20	10.05	1.128	148.5	—	4.19
No.4	80	1.6	0.40	5.03	1.070	140.8	—	4.42
No.5	160	3.2	0.80	2.51	1.033	136.0	—	4.58

表 10　ノイバー三角則 K_{tN} を用いた場合の疲労限度 σ_{w1}, σ_{w2} の誤差

試験片	d [mm]	t [mm]	ρ [mm]	χ [mm^{-1}]	疲労限度[MPa]				誤差[%]	
					K_t[式(A1)]		K_{tN}[ノイバー]			
					σ_{w1}	σ_{w2}	σ_{w1}	σ_{w2}	σ_{w1}	σ_{w2}
No.1	10	0.2	0.05	40.2	88.2	140.8	94.2	141.3	6.8	0.3
No.2	20	0.4	0.1	20.1	83.6	108.7	89.2	112.1	6.7	3.2
No.3	40	0.8	0.2	10.05	77.1	81.6	82.3	86.6	6.7	6.1
No.4	80	1.6	0.4	5.03	70.7	-	75.5	-	6.8	-
No.5	160	3.2	0.8	2.51	66.6	-	71.1	-	6.8	-

参考文献

1) 村上敬宜,金属疲労　微小欠陥と介在物の影響,（1993）, 24
2) 野田尚昭,高瀬康,設計に活かす切欠き・段付き部の材料強度,日刊工業新聞社（2010）
3) Neuber,H.,Kerbspannungslehne（第 1 報）,（1937）,（第 2 報）,（1958）, 9, Springer-Verlog.
4) 野田尚昭,高瀬康,神崎健太郎,西谷弘信,切欠き形状の全範囲に対して正確な応力集中係数を与える計算式（円弧形及び 60° V 形切欠きを有する回転曲げ試験片）日本機械学会論文集,64-625, A（1998）, 2251-2256
5) 西谷弘信,炭素鋼の回転曲げ試験における分岐点ならびに疲れ限度の寸法効果（小形材による検討）, 日本機械学会論文集, 34-259, A（1968）, 371-382
6) 西谷弘信,千代一郎, S50C 焼なまし材および焼入れ材の切欠き感度と平滑試験片における微視的停留き裂（回転曲げ疲れの場合）, 日本機械学会論文集, 40-329, A（1974）, 41-52

付録

曲げについては、

$$K_{tN} = \left[(K_{ts}-1)(K_{td}-1) \Big/ \left\{ (K_{ts}-1)^{2.8} + (K_{td}-1)^{2.8} \right\}^{1/2.8} \right] + 1$$

において、次のように(1)～(5)の範囲に分けて考える。

(1) $0 \le x \le 1.0$ の場合

$$\begin{aligned} K_t/K_{tN} = &\left(1.0007 - 0.0061187x + 0.00019231x^2\right) \\ &+ \left(0.032136 + 0.99308x - 1.3017x^2\right)\lambda \\ &+ \left(-1.2472 - 7.8148x + 17.571x^2\right)\lambda^2 \\ &+ \left(10.760 + 21.099x - 96.522x^2\right)\lambda^3 \\ &+ \left(-42.163 - 9.0602x + 283.69x^2\right)\lambda^4 \\ &+ \left(88.539 - 63.407x - 482.22x^2\right)\lambda^5 \\ &+ \left(-103.01 + 133.10x + 474.10x^2\right)\lambda^6 \\ &+ \left(62.562 - 105.45x - 250.04x^2\right)\lambda^7 \\ &+ \left(-15.472 + 30.559x + 54.712x^2\right)\lambda^8 \end{aligned} \tag{A1. a}$$

なお、上式で求める正確な応力集中係数 K_t は、修正ノイバーの応力集中係数 K_{tN} との比にして表わしている。以下も同様である。

(2) $1.0 \le x \le 1.9$ の場合

$A = x - 1.0$

$$\begin{aligned} K_t/K_{tN} = &\left(0.99533 - 0.0035974A + 0.0051222A^2\right) \\ &+ \left(-0.32401 - 1.2760A - 0.83101A^2\right)\lambda \\ &+ \left(9.9470 + 22.740A + 4.1519A^2\right)\lambda^2 \\ &+ \left(-78.130 - 145.14A - 0.32590A^2\right)\lambda^3 \\ &+ \left(288.43 + 463.53A - 36.046A^2\right)\lambda^4 \\ &+ \left(-578.45 - 825.96A + 91.919A^2\right)\lambda^5 \\ &+ \left(647.76 + 836.06A - 100.76A^2\right)\lambda^6 \\ &+ \left(-380.88 - 450.51A + 52.837A^2\right)\lambda^7 \\ &+ \left(91.652 + 100.57A - 10.954A^2\right)\lambda^8 \end{aligned} \tag{A1. b}$$

(3) $1.9 \le x \le 1.99$ の場合

$B = 10(x - 1.90)$

$$\begin{aligned} K_t/K_{tN} = &\left(0.99540 - 0.0054492B + 0.0060139B^2\right) \\ &+ \left(-1.9557 + 0.65302B - 0.34860B^2\right)\lambda \\ &+ \left(29.326 - 10.901B + 3.2846B^2\right)\lambda^2 \\ &+ \left(-175.64 + 78.343B - 31.852B^2\right)\lambda^3 \\ &+ \left(555.91 - 254.28B + 107.53B^2\right)\lambda^4 \\ &+ \left(-1010.7 + 413.27B - 143.87B^2\right)\lambda^5 \\ &+ \left(1059.8 - 340.54B + 51.147B^2\right)\lambda^6 \\ &+ \left(-595.49 + 127.03B + 41.581B^2\right)\lambda^7 \\ &+ \left(138.76 - 13.576B - 27.476B^2\right)\lambda^8 \end{aligned} \tag{A1. c}$$

(4) $1.99 \le x \le 1.999$ の場合

$C = 100(x - 1.990)$

$$\begin{aligned} &K_t/K_{tN} \\ &= \left(0.99195 + 0.0014095C + 0.0010083C^2 + 0.0014459C^3\right) \\ &+ \left(-1.0217 - 0.11317C + 0.40147C^2 - 0.66757C^3\right) \\ &+ \left(8.8740 - 1.0204C - 2.5041C^2 + 3.2927C^3\right) \\ &+ \left(-31.384 + 6.0540C + 7.3248C^2 - 7.8197C^3\right)\lambda^3 \\ &+ \left(52.354 - 11.900C - 11.175C^2 + 10.153C^3\right)\lambda^4 \\ &+ \left(-41.343 + 10.217C + 8.5027C^2 - 6.8543C^3\right)\lambda^5 \\ &+ \left(12.528 - 3.2355C - 2.5540C^2 + 1.8930C^3\right)\lambda^6 \end{aligned} \tag{A1. d}$$

(5) $1.999 \le x \le 2.0$ の場合

$$\begin{aligned} &K_t / K_{tN} = 0.99169 \\ &+ (-1.0102 - 0.61332D + 1.3132D^2 - 1.0003D^3)\lambda \\ &+ (4.9323 + 1.3538D - 2.3860D^2 + 2.1124D^3)\lambda^2 \\ &+ (-10.768 + 0.042333D - 2.1750D^2 + 0.51667D^3)\lambda^3 \\ &+ (10.608 - 2.0962D + 7.2681D^2 - 4.0639D^3)\lambda^4 \\ &+ (-3.7555 + 1.3326D - 4.0733D^2 + 2.4700D^3)\lambda^5 \end{aligned} \tag{A1. e}$$

技 術 論 文

2層複合鋳造ライナーの界面溶着特性に及ぼす湯流れの影響
Influence of Molten Metal Flow on Characteristics of Interfacial Cladding in Two-layer Composite Casting Liner

技術開発センター
商品・生産技術開発班
主任 花田 喜嗣
Yoshitsugu Hanada

技術開発センター
商品・生産技術開発班
課長 古田 博昭
Hiroaki Furuta

技術開発センター
商品・生産技術開発班
課長 牟田 敏克
Toshikatsu Muta

技術開発センター
商品・生産技術開発班
班長 博士(工学) 姜 孝京
Hyo-Gyoung Kang

技術開発センター
センター長
博士(工学) 永吉 英昭
Hideaki Nagayoshi

要　旨

当社の代表的な高温耐摩耗用鋳造複合製品である EST ライナーは独自の鋳掛技術により製造しており、更なる品質向上および製造コストダウンを目指し、鋳掛方案の大幅な変更を検討している。そこで、方案改造の効率化を図るため、鋳造シミュレーションシステムを導入した。湯流れのシミュレーション解析結果により、製品部の湯流れを全体的に均一化する鋳型構造を構築したことで、実機試験において製品としての欠陥である鋳物とベース板との未溶着部を大幅に抑制することができた。今後の開発において、シミュレーション解析は鋳造鋳掛方案の効率的な改善手法として期待ができる。

Synopsis:

EST liner has been manufactured by FUJICO's original cast cladding method, and extensively used as the typical two-layer composite liner with the high wear resistance in high temperature environments. We have been developing extensive modifications of casting designs for EST liner to reduce manufacturing cost. We have introduced the casting simulation system that was useful for improving the efficiency in casting designs. From the simulation results for molten metal flow, it was confirmed that the mold designing to make uniform molten metal flow can be minimized amount of the uncladding defect by the comparisons of simulation results and real casting results. Therefore, the casting simulation can be expected to improve the efficiency for cast cladding designs.

1．緒言

当社の代表的な高温耐摩耗用鋳造複合ライナーとして EST シリーズ EST-1, EST-2 があり [1] 、高温環境下で耐摩耗性を要求される設備に広く適用されている [2,3]。EST ライナーは当社独自の鋳掛け技術により製造しているが、更なる価格競争力を向上させるため、現行の鋳掛方案の見直しを含んだ製造工程の効率化が求められている。そのため、大幅な方案変更が必須となるが、工場設備を使用した実機試験では、生産工程の遅延・圧迫や試験負担額の増大といった影響がある。さらには一般的な鋳掛方案の設計は技術者の勘や経験に頼った試行錯誤的な手法が主流であるため、多大な費用と時間が必要となっているのが現状である。

そこで、本研究では鋳造シミュレーションシステムを導入した鋳掛方案の改善に努めた。鋳造シミュ

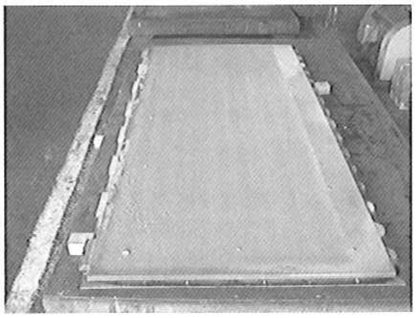
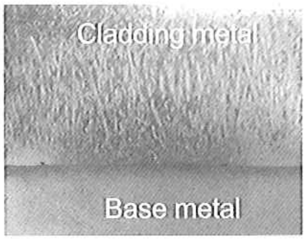
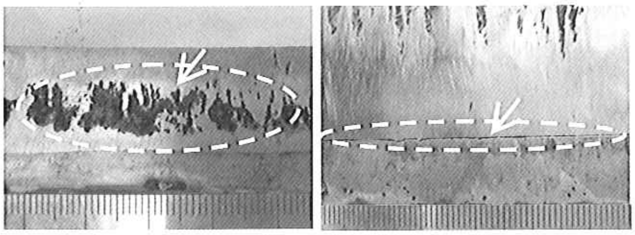


Fig.1　Photo showing appearance of EST liner after casting



(a) Acceptable quality



(b) Shrinkage cavities　(c) Cladding defect

Fig.2　Photos showing cross section of specimen for acceptable quality and production defects for EST liner

レーションシステムは鋳型内への溶融金属の流入状態や凝固過程をシミュレーションし、その過程を三次元で視覚的に表現することができるため、鋳造品の品質改善、歩留り向上およびコスト低減などに非常に有効である。これにより、鋳造欠陥を事前に予測できることから、大掛かりな実機試験を行うにあたって、試験費用と時間を大幅に節約できるため、効率的な改善を進めることができる。

本研究では、市販の鋳造シミュレーションシステム[4)]を用いて、EST ライナーの鋳造における湯流れおよび凝固状態の計算解析を行った。鋳掛方案の変更によって変化する注湯中の湯流れ状態および湯充填後からの凝固過程を把握することで、複合材として重大な欠陥であるベース板と鋳掛材との未溶着性および引け巣の鋳造欠陥の相関性を調査した。実機試験によりシミュレーションの予測に対する検証を行い、相互の結果を組み合わせることで、品質向上を目指した鋳掛方案の最適化を進めた。本稿ではその結果を報告する。

2．EST ライナーの鋳造方案

当社の EST ライナー製品は SS 鋼板をベース板にし、高 Cr 鋳鉄材をクラッドした 2 重構造を持つ複合鋳造ライナーである。Fig.1 に鋳造後の EST ライナー外観を示す。この一枚のライナーから要求されるサイズへと加工する。複合ライナーとして本来の性能を発揮するためには、SS 鋼板と高 Cr 鋳鉄材との完全界面溶着が必須である。また、製品歩留りを上げるためにも、全面的な溶着不良を抑制しなければならない。この溶着性には鋳込み溶湯温度、鋳込み溶湯量、SS 鋼板の予熱など様々な要素が影響を及ぼすが、特に湯流れが非常に大きく影響すると考えられる。ところで、今回は複合ライナーとしての製品不良の対象ではないが、一般的な鋳造欠陥として、広範囲に存在する引け巣部が懸念されている。引け巣部は空洞あるいはスポンジ状となり、本来の高耐摩耗性を有することができない。Fig.2 に良好な溶着状態およびに欠陥部位の写真を示す。これらの欠陥の評価法として超音波探傷試験(UT)を用い、溶着性の向上とともに、引け巣の最小化を目指した。

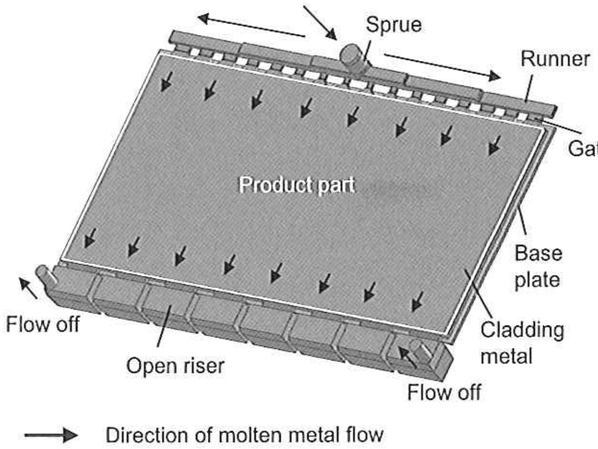


Fig.3　Schematic illustration showing molten metal flow and mold design for casting of EST liner

本稿では、これまで取組んできた鋳掛方案の検討結果について一部を紹介する。Fig.3 に EST ライナー鋳造の鋳型および湯流れの概略図を示す。湯口から入った湯は左右の湯道で分かれ、各堰から製品部

へ流れ込む。それから、製品部の充填とともに揚がり部へと流れ、鋳型内の充填が完了する。この方案は、湯口から揚がりまでの湯流れが一方向となるよう設計した。

このシミュレーションシステムでは3次元CADで設計したモデルが必要であり、基本的に湯口の設置と鋳型がすべて連続体であれば、形状やサイズに関わらず解析が可能である。また、湯流れや凝固予測だけでなく、引け巣や金属組織の予測も可能となり、鋳造欠陥対策に対しても大いに期待できるシミュレータである。今回は、湯流れ状態と湯充填後からの凝固予測の解析を行い、実機試験結果との比較検証を行った。

3．湯流れおよび凝固解析結果

前節の基本方案に基づき、湯流れおよび凝固予測の解析を行った。Table 1に鋳物と砂型の物性値を示す。Fig.4に湯の充填開始からの湯流れ、Fig.5に湯の充填後からの凝固の様子を示す。いずれの図も(a)から(d)にかけて時間経過を表している。

Fig.4では、濃淡の濃い箇所ほど湯温が高く、流れる湯量が多いことを示す。湯口付近の堰から製品部へ湯が順次的に入り始め、徐々に全体的に充填される様子が確認できる。湯は堰と同じ幅を持ったままで製品部へと流れ込み、湯が広がるとともに湯温が低下している。また、先に中央部から入った湯は時間が経過しても、中央部が優先的に流れていくことがわかった。Fig.4(d)を全体的に見ると、揚がり側よりも湯口側の方が湯温は高くなり、揚がりへと近づくにつれ湯温は低下していることがわかった。

Fig.5では濃淡の濃いところが残液の状態であり、白色部は凝固部である。凝固はまず製品部の端部から始まり徐々に中心部へと進む。最終凝固部と予測されるのは、Fig.5(d)から見てとれるのが製品部の中央湯口側である。ここは湯口に近く、常に高温の湯が供給される場所であるため、湯の充填後も湯温が高い箇所であり、鋳造欠陥として引け巣が発生する可能性が高いことが推察される。

Table 1　Properties of cast iron and sand mold used for calculation

Material	Density (kg/m³)	Thermal conductivity (W/m/K)	Heat capacity (J/kg/K)	Viscosity (m²/s)	Initial temperature (℃)
Cast iron	7.00	0.080	150	0.0078	1580
Sand mold	1.45	0.002	250		25

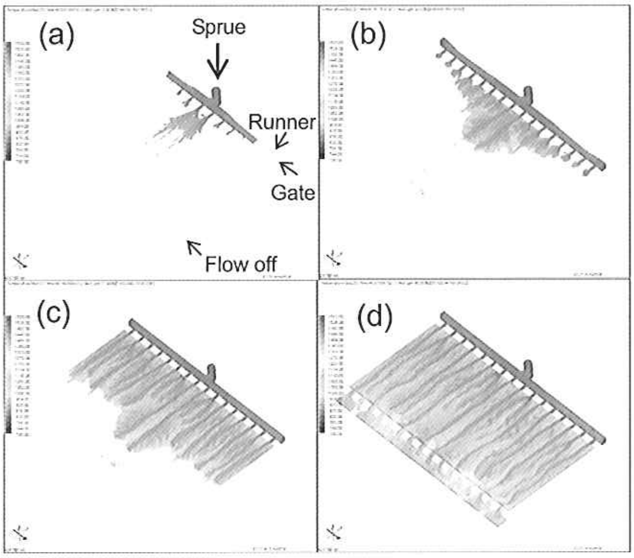


Fig.4　Change of flow pattern of molten metal at filled ratio of (a) 5%, (b) 10%, (c) 25% ,and (d) 50%

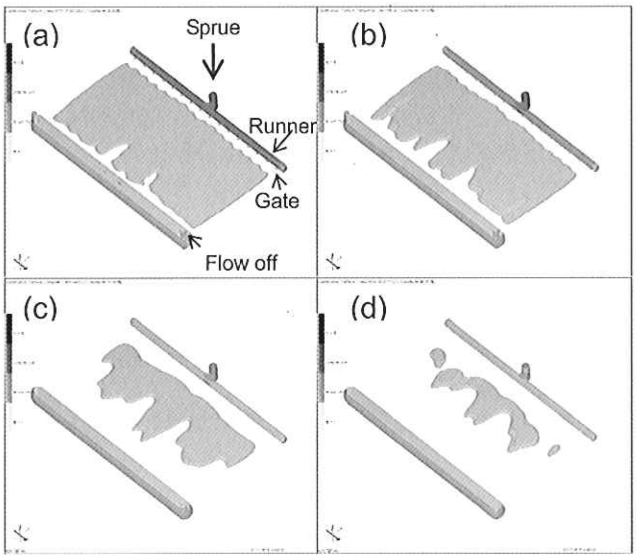


Fig.5　Change of solidification of molten metal after pouring at (a) 100s, (b) 200s, (c) 400s, and (d) 600s

Fig.3の鋳掛方案を基にした実機鋳掛試験を行った。Fig.6に鋳造後の鋳物表面上のUT検査結果を示す。UT検査によりベース板との溶着可否および引け巣部の評価を行った。評価記号として、×は未溶着部、△は引け巣部を表す。湯流れ方向は図に対して上方（湯口側）から下方（揚がり側）である。未溶着部は揚がり側に集中しており、板の端へいくにつれて広がっている。また、湯口側にある未溶着

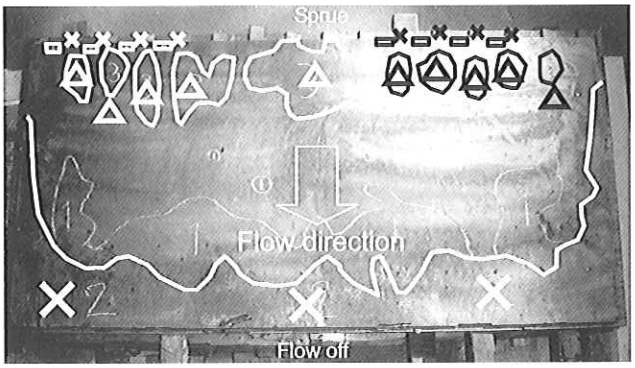


Fig.6 Photo showing ultrasonic testing inspection results on cladding metal surface of EST liner after cast cladding:
×, uncladded place; △, shrinkage cavities

部は堰と堰との間に多く存在している。Fig. 4 の湯流れ解析結果から考察すると、湯口側から揚がり側へと湯が進むにつれて湯温が低下することにより、ベース板への溶着能力の低下が未溶着部の発生に繋がっているといえる。また、両端側部の方がより未溶着部が広範囲であることは、端部は湯口からの距離が長く、より湯温の低下が大きく、また湯流れ速度の低下と鋳型接触による流動の減少があったと推察される。さらに、堰間の未溶着の原因は堰近傍の湯は勢いが強く一方向だけの流れとなり、幅方向の広がりがあまりないためと推察される。これらのことから、全体的な未溶着を抑制するには、局部的な湯温の低下を防ぐとともに、均一な湯流れが必要となることがわかった。

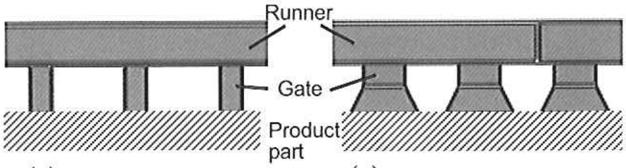
次に、引け巣部は湯口側に多く存在している。Fig.5 の凝固予測結果から考察すると、最終凝固部となりうる箇所とほぼ同位置である。凝固収縮部が引け巣となるが、解析によって予測可能であることが確認できた。

これらの結果から、解析と実機試験の相関が確認でき、高い精度での欠陥予測が可能であることが検証できた。次章からは、方案変更に伴う湯流れおよび凝固状態の解析とともに、実機試験による品質検証を行った事例を紹介する。

4．堰形状による湯流れ制御

4.1 加圧型鋳造

Fig.6 の結果を踏まえ湯道堰間における幅方向の湯流れを与えるため、堰幅を拡大させ製品部へ接続される箇所をさらに広げる構造に変更した。Fig.7 に堰形状を示す。また、湯口断面積と堰断面積の比を調整し、堰面にかかる湯圧を制御することで、開放型から加圧型鋳掛方案[6]へ変更した。Fig.8 に湯口、湯道および堰の構造を示し、その断面積比率を Table 2 に示す。湯口部の面積率を 1 とし、湯口、湯道および堰までの断面積比を徐々に小さくすることで、湯の充填中は堰面への圧力が一定にかかるようにし、いずれの堰においても通過する湯の流速を一定かつ安定化させる構造に設計した。



(a) Non-pressure type (Design No.1)　(b) Pressure type (Design No.2)

Fig.7 Schematic image showing shapes of runner and gate

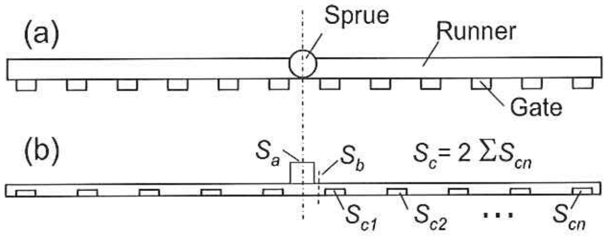


Fig.8 Schematic illustration showing structure for each parts (a) and cross sectional area(b): S_a, sprue; S_b, runner; S_c, sum of all gates

Table 2 Comparison of each area ratios by difference of casting mold design

Design No.	Pressure	Sprue (S_a/S_a)	Runner (S_b/S_a)	Gate (S_c/S_a)
1	×	1.00	1.27	1.07
2	○	1.00	0.98	0.91

Fig.9 および Fig.10 に堰の形状および面積比を変更した場合の湯流れおよび凝固解析結果を示す。いずれの図も(a)は前節の結果と同一である。Fig.9(a)と(b)を比較すると、堰からの湯の広がりが大きくなり、揚がり側へ進むにつれてより湯温が低くなっていることがわかる。また、中央部分に集中的であった流れは緩和され、両側端の方の流れが改善されて

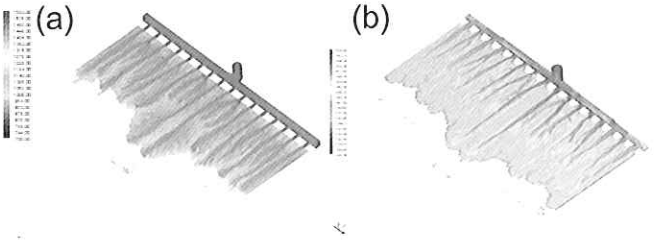


Fig.9　Effect of change of casting design on flow pattern of molten metal:
(a) non-pressure type, (b) pressure type

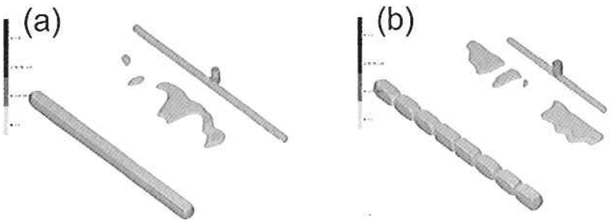


Fig.10　Effect of change casting design on solidification process of molten metal:
(a) non-pressure ype, (b) pressure type

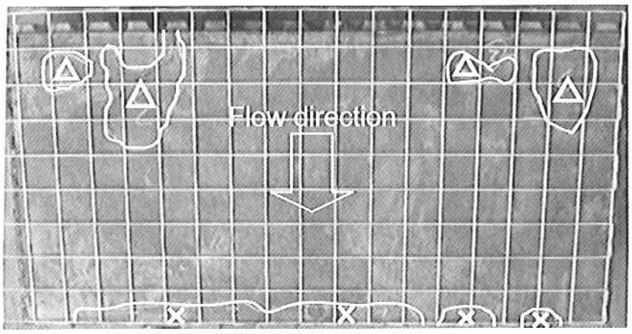
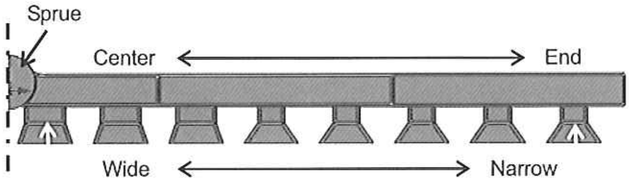


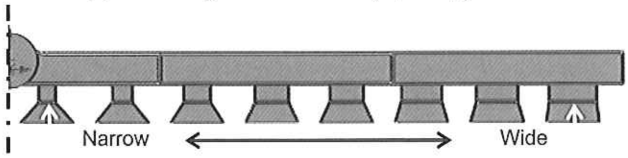
Fig.11　Quality inspection result for actual product mode by pressure type casting design:
×,uncladded place; △,shrinkage cavities

いることがわかった。Fig.9(a)の開放型では湯口に近い場所の堰ほど湯量が比較的多い。これは湯道が十分に充填されることなく、湯が最短の堰から流出してしまうため、堰によって湯量が異なる。堰面に対する湯圧を開放型から加圧型へ変更することで、どの堰からも一定の湯量の確保がしやすくなる。

Fig.10(a)と(b)を比較すると、最終凝固部が中央部からやや左右端側へ広がりを見せている。先に述べたように中央部に集中的であった流れがより均一に分配されたためであると考えられる。



(a) Wide gate at center, (Design No.3)



(b) Narrow gate at center, (Design No.4)

Fig.12　Schematic illustration showing gate structures for controlling molten metal flow

Table 3　Comparisons of area ratios of each part and area slope ratio of gates

Design No.	Area ratio			Slope-ratio of gates
	Sprue (S_a/S_a)	Runner (S_b/S_a)	Gate (S_c/S_a)	(S_{cn}/S_{c1})
2	1.00	0.97	0.91	all same
3	1.00	0.97	0.86	0.67
4	1.00	0.97	0.87	2.80

Fig.11に堰の変更を行った方案を用いて、実機試験を行った鋳物表面でのUT結果写真を示す。UT検査によりベース板との溶着可否および引け巣部の評価を行った。Fig.6の結果と比べ揚がり側の未溶着部が減少している。Fig.9(b)の湯流れが示すように、端の湯流れを促進することにより未溶着部の縮小を確認できた。しかしながら、未溶着部は未だ揚がり側端部全体に広がっている。また、引け巣部が左右端部側へと移動していることは、Fig.10(b)が示す最終凝固部の箇所と一致した。

このように、鋳造方案の変更に伴う品質への影響は、今回の解析によっておおよその予測が可能であることを確認した。

4.2 湯流れ制御による未溶着部の抑制

前節の結果を受けて、堰幅を調整することで湯流れを制御し、未溶着部を抑制させる効果を確認する。Fig.12に変更する堰幅形状を示し、Table 3に面積

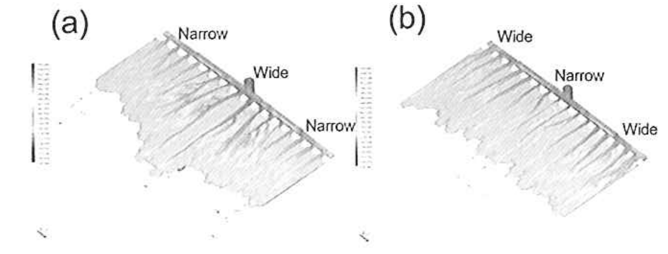


Fig.13 Effect of gate structures on flow pattern of molten metal

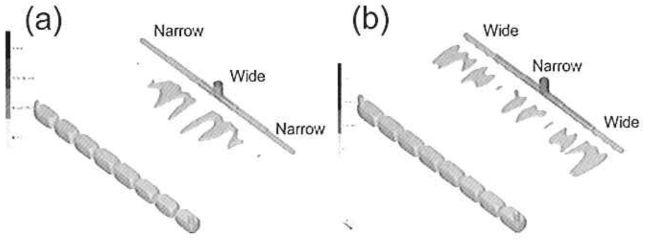
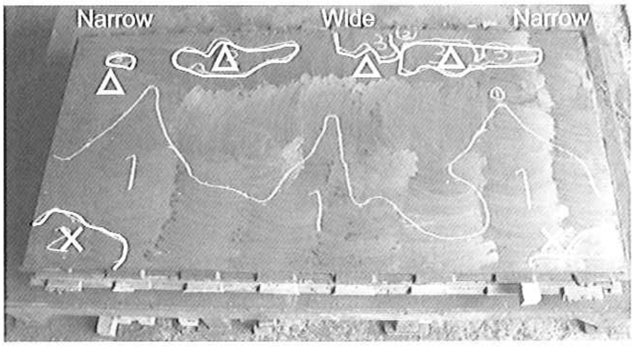


Fig.14 Effect of gate structures on solidification process of molten metal

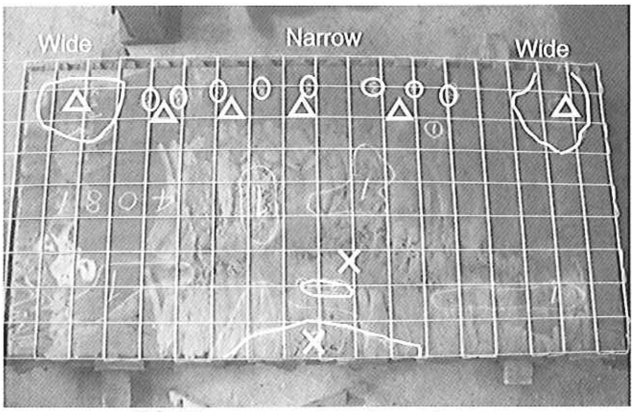
比率および各堰の面積傾斜率を示す。また、加圧鋳掛法を維持したままで、製品部へ流れ込む湯量を制御させる。(a)の方案は中央部の堰幅を広く、端側を狭くした。逆に(b)の方案は中央部の方を狭くした。このように極端に堰幅を操作し、それに伴う湯流れが溶着性に及ぼす効果を確認した。

Fig.13 に湯流れの解析結果を示す。(a)では中央部で極端に優先的な流れになっており、(b)では中央部への湯量を抑えたことで、ほぼ均一な流れとなった。(a)の方案の流れは Fig.11 の結果が示す揚がり側中央部付近の未溶着部を抑制させ、一方、(b)では流れを揚がり方向に対して一様にし、どの箇所においても一定の湯量を通過させることで、欠陥の分散および最小化を図った。Fig.14 に最終凝固部の予測結果を示す。Fig.14 では濃淡が濃く示されている湯温の高い場所が最終凝固部となっている。湯流れを中央部に集中させれば、中央部に引け巣部が発生する傾向が強く、流れを均一化させると引け巣部は分散する傾向を示す結果となった。

Fig.15 に Table 3 の堰変更方案での実機試験における鋳物表面の UT 検査写真の評価結果を示す。基本的には予測通りの結果となった。ただし、いずれの方案でも未溶着部の完全解消までにはいたっていない。Fig.15(a)の結果からは、湯流れが中央部へ集中することにより、中央部の未溶着部はなくなったものの、端部の未溶着部が残存しているのが確認できた。また、Fig.15(b)の結果からは、解析上で均一な湯流れとして堰幅を決定したものの、揚がり側の中央部に未溶着が発生した。



(a) Wide gate at center



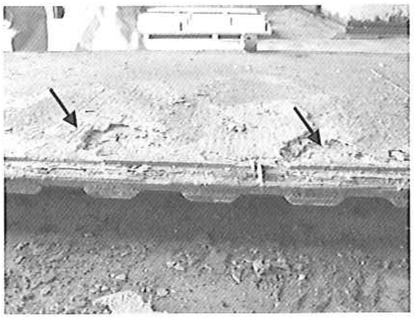
(b) Narrow gate at center

Fig.15 Quality inspection result for actual products made by two types of gate structure:
×, uncladded place; △, shrinkage cavities

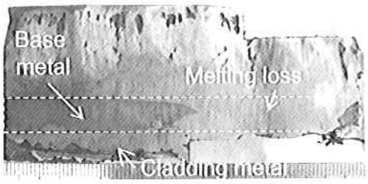
これらの実機試験の結果を基に、湯流れ解析結果を再度検証すると、湯口側から揚がり側までの間において、十分な高温溶湯が供給できず、湯温が低下することで未溶着を招いていることが推察される。最適な湯流れを実現するための条件は、Fig.15(b)の結果から、Fig.12(b)の方案において中央部の湯流れを改善する手段が有効であると予測できる。

5. 引け巣部最小化対策

次に、引け巣部の最小化対策を取入れた鋳掛方案を解析した。一般的な対策では押湯を設置することで収縮分の湯を補給することにより、引け巣を抑え



(a) Appearance of damaged plate



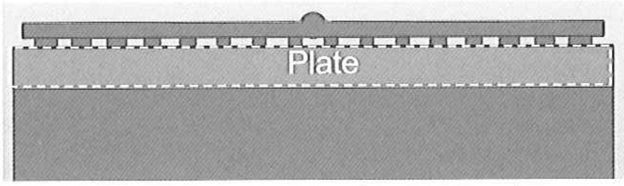
(b) Melting loss of base metal

Fig.16　Photos showing melting damage on base metal by molten metal flow

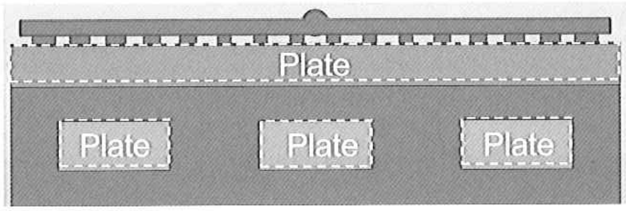
ることが可能であるが、ライナーの製造コストを考えると、大幅な鋳型改造および追加工程として仕上げ加工を必要とするため、コストの面から効果的ではない。堰形状の変更だけの方案改造では、解析および実機試験の結果から、最終凝固部は必ず製品部上に存在すると推察される。対策の狙いとして、製品歩留りを低下させ品質悪化を招く面積を持つ引け巣に対し、いかに分散・最小化させるかを対策の指針として考えた。

ここで、実機試験の結果から、堰近傍の集中的な湯流れによりベース板が溶け込み、貫通するほどの溶損が発生していることが問題となっている。Fig.16 にベース板の溶損状態を示す。堰直下の板が完全に溶損していることが確認でき、ベース板の裏へ大量の湯差しがあった。

そこで、局所的な冷却方法として冷し金の設置を検討した。問題となる最終凝固部の湯を速く冷却させることで、ベース板の溶損防止および凝固促進を図った。Fig.17 に 2 種類の冷し金設置パターンを示す。冷し金はベース板の裏面に接するように設置した。(a) では湯口側全体の引け巣部を除去および溶損防止のため、冷し金として平板を設置した。また、(b) では (a) の方案を軸にして、Fig.15(b)の結果からさらに引け巣部を挟むように3枚の冷し金を設置し、引け巣部の分散化を狙った。



(a) Long plate only, (Design No.5)



(b) Long plate and three short plates, (Design No.6)

Fig.17　Installation configuration of chiller plates on underside of base metal

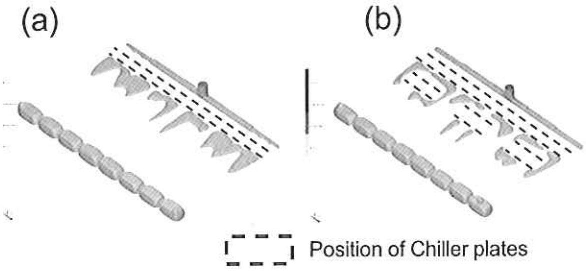
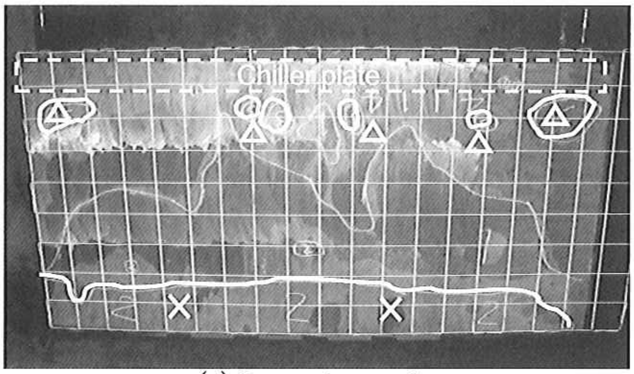


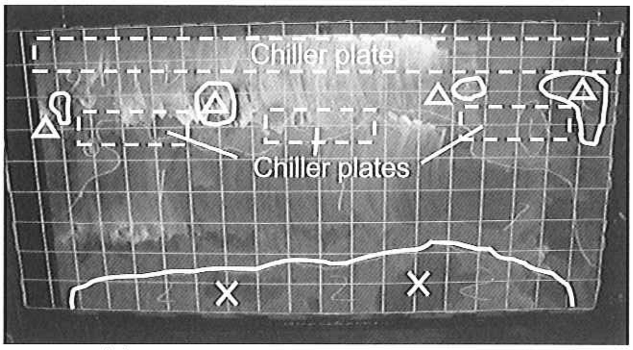
Fig.18 Effect of chiller plates on solidification of molten metal:
(a) long plate only, (b) added three short plates

Fig.18 に冷し金を用いた凝固予測結果を示す。(a)を見ると最終凝固部の位置が冷し金の効果により、揚がり側へとずれるように移動していることがわかった。(b)では(a)の結果に加え、3 枚の冷し金設置部を避けるように、最終的な凝固部が現れていることがわかった。したがって、凝固予測では(b)案の方がより凝固部を分散化できることが確認できた。しかしながら、いずれの冷し金による凝固への影響の解析結果からも、冷し金の効果による大幅な改善は困難であることが考えられる。

Fig.19 に実機試験における現物の評価結果写真を示す。解析予測の通りに冷し金を避けるように引け巣部が発生した。これまでの実機テスト結果と比



(a) Long plate only



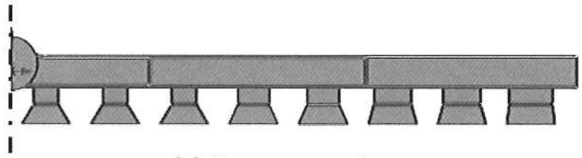
(b) Long plate and three short plates

Fig.19 Quality inspection results for actual product made by casting mold with chiller plates:
×, uncladded place; △,shrinkage cavities

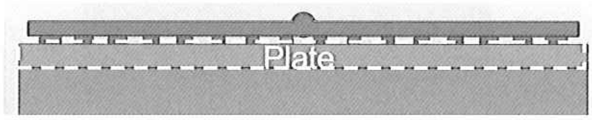
較すると、全体的に引け巣部の縮小が見られた。しかし、未溶着部位を見ると、明らかに拡大しているのが確認され、結果として品質の悪化を招いた。この原因としては、冷し金による湯温の低下の影響が大きいと考えられる。そのため、引け巣対策の方向は未溶着の拡大を促進させることから、効果を見極め、最低限の引け巣部縮小化の対策を施す必要であることがわかった。しかしながら、ベース板の溶損に対しては湯差しが改善され、冷し金による一定の効果が認められた。

６．方案最適化

これまでの試験結果により、溶着範囲の向上および引け巣欠陥の最小化を図るための鋳掛方案の最適化の検討を行った。Fig.15, Fig.19 の実機結果を受けて解析を行い、Fig.20 のような方案に決定した。Table 4 に寸法比率および各堰の面積傾斜率を示す。Fig.20(a)は Fig.12(b)を基に、中央部から端部への



(a) Structure of gates



(b) Shape of chiller plate

Fig.20 Schematic illustration showing optimized casting design,(Design No.7)

Table 4 Areas ratio and slope ratio of gate for optimized casting design

Design No.	Area ratio			Slope-ratio of gate
	Sprue (S_a/S_a)	Runner (S_b/S_a)	Gate (S_c/S_a)	(S_{cn}/S_{c1})
7	1.00	0.97	0.93	1.75

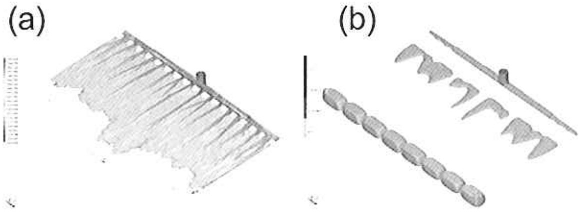


Fig.21 Prediction results for optimized casting design: (a) flow pattern,(b) solidification of molten metal

堰幅比率を緩やかに拡大させ、端側の湯量を保持しつつも中央部への湯流れを促すような構造に設定した。また Fig.20(b)は Fig.17(a)を基に、冷し金の幅を小さくし、できるだけ湯温の低下を防ぐようにし、引け巣よりも未溶着の対策を優先させた。

Fig.21 に湯流れおよび凝固解析の予測結果を示す。Fig.13(b)に比べ、Fig.21(a)では中央部の湯流れが改善されており、また Fig.21(b)では、最終凝固部の位置が冷し金分だけ移動した結果となった。

この解析結果を踏まえて、Fig.22に実機試験を行った鋳物表面のUT品質評価写真を示す。引け巣部の完全除去はできなかったものの縮小しており、また未溶着部の面積も大幅に減少した。これまでの

Table 5　Comparisons of rejectable quality and shrinkages area ratio at all test castings (%)

Design No.	Pressure	Width of gates	Chiller plate	Rejectable quality	Shrinkages area
1	×	All same (1)	-	25	10
2	○	All same (1)	-	7	7
3	○	Wide→Narrow (0.67)	-	5	5
4	○	Narrow→Wide (2.87)	-	3	6
5	○	Narrow→Wide (2.87)	Long plate only	14	3
6	○	Narrow→Wide (2.87)	Four plates	15	3
7	○	Narrow→Wide (1.75)	Long plate only	1	4

( ): Slope-ratio of area as S_{cn}/S_{c1}

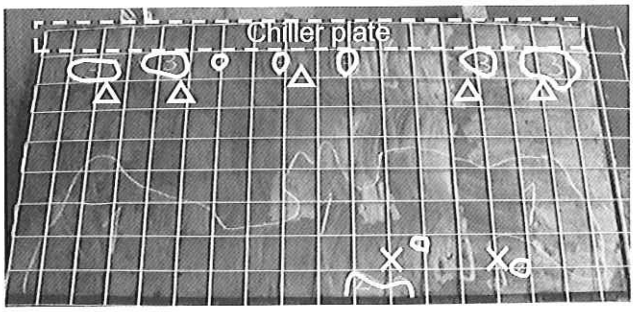


Fig.22　Quality inspection result for actual product made by optimized casting design:
×, uncladded place; △, shrinkage cavities

方案の中で最も品質合格率が高く、全体的に改善が実施できた。Table 5にこれまでの実機試験における品質の評価結果を示す。初期方案Design No.1に比べ最適化方案Design No.7では、引け巣の範囲および不良である未溶着部の縮小化については、かなりの改善ができた。特に未溶着部の出現率は25%から1%まで低下させることができた。

シミュレーションシステム導入以前に比べ、導入後は改善に対する準備期間および費用は格段に抑えることが可能になった。また、改善対策においても、より効果的な方案を検討できるようになった。

7. 結言

本研究では、市販の鋳造シミュレーションシステムを用いて、鋳掛方案の構築および結果予測により、ESTライナー鋳掛方案の改善を行った。実機鋳掛試験により鋳造した鋳物表面の品質評価を行い、方案の適否を検証し、改善を進めた。今回得られた研究成果を要約すると次の通りである。

1) 本稿で用いた鋳造シミュレーションシステムは、高い精度で鋳造結果の予測が可能であることを確認し、当社独自のライナー製法に対して効果的な改善手段であることが実証された。
2) 鋳物とベース板との溶着は湯流れに大きく影響され、湯流れが弱いところほど未溶着部になりやすいことがわかった。
3) 最適な湯流れ方案として、未溶着部を抑制させるには、製品部の湯流れを均一化させることが有効であることがわかった。
4) 冷し金による引け巣部の最小化対策は大きな効果はなく、むしろ未溶着部の拡大を招いたが、ベース板の溶損には効果的であった。
5) シミュレーション解析を用いた手法により、鋳掛方案の改善を大幅に効率化することができた。さらには製品結果である未溶着部を25%から1%まで縮小化することができた。

参考文献

1) 宮崎　裕之：フジコー技報 No.8, 2000, 43-51
2) 大野　京一郎, 吉永　宏, 嵩　純孝：フジコー技報 No.15, 2007, 47-52
3) 大野　京一郎, 野村　大志郎：フジコー技報 No.13, 2005, 60-64
4) 鋳造シミュレーションシステム ADSTEFAN ホームページ: http://www.adstefan.com/, 茨城日立情報サービス㈱, 2010年10月7日
5) 鋳型の生産技術教本編集部会：鋳型の生産技術, 2002, 194-218
6) 中江　秀雄：鋳造工学, 1995, 産業図書, 108-112

技　術　論　文

PTA 溶接制御システム開発　（第一報）
-溶接条件に及ぼす溶融池とアークの形状変化について-
Development of PTA Welding Control System (Part1)
-Relation between PTA Welding Conditions and Shape Variation of Welding Pool and Arc-

技術開発センター
商品・生産技術開発班
主任 博士（工学） 牟 用煥
Yong-Hwan Mo

技術開発センター
商品・生産技術開発班
課長 古田 博昭
Hiroaki Furuta

技術開発センター
商品・生産技術開発班
主任 木村 健治
Kenji Kimura

技術開発センター
商品・生産技術開発班
主任 嵩 純孝
Sumitaka Take

技術開発センター
商品・生産技術開発班班長
博士（工学） 姜 孝京
Hyo-Gyoung Kang

要　旨

生産設備の長寿命化やメンテナンスフリーを目的として、高い耐熱性、耐腐食性、耐摩耗性材料の表面処理が行われている。その表埋処理法の一つとして、高性能材料を様々な形状に被覆可能な PTA 溶接法がある。しかし、超耐久性の高合金材料の PTA 溶接に限っては、作業者の技量に頼る面が多く溶接技術はまだ確立されていない。フジコーでは、PTA 溶接製品の更なる品質安定性と生産効率を大幅に向上することを最終目的にし、PTA 溶接の監視制御システムの開発を行なっている。本稿では、監視制御システム開発の第一段階として、溶接条件の違いによる溶融池とアークの形状変化に関して画像化及びデータ化に成功したので報告する。

Synopsis:

To increase using life for production facility and to obtain maintenance-free, the surface treatment has been introduced by using the materials with the high temperature resistance, high corrosion resistance, and high wear resistance. One of the surface treatment methods, plasma transferred arc (PTA) welding process can be coated the high characteristic materials on the base metal with various shapes. However, in the case of the PTA welding using of high-alloy materials with the super durability, the quality of welding products had been dependent on an ability of workers, and the PTA welding technology has not been established yet. We are developing the monitoring and control system for the PTA welding process as the final propose to improve the stability in quality and to increase production efficiency. As the first stage in order to develop welding monitoring and control system, we reports that the making to data and imaging for the shape variation of the welding pool and arc on the difference of the welding conditions are successful.

1．緒言

国内の鉄鋼メーカーでは国際競争力向上を背景に、鋼材の高性能化、高機能化への取組みが展開されている。これに伴い、製造過程で使用される消耗機器も、高機能製品および高性能製品が求められている。

ごみ焼却プラントでは、ダイオキシン類排出抑制

のための燃焼温度の高温化(1997年 800℃以上の規制)が義務付けられている。近年では、エネルギー変換効率を高めるため、更に燃焼温度を高温化する傾向があり、これまで以上に、生産設備の高寿命化への要求が強くなっている。

このような状況下で使用される材料には、耐熱性・耐摩耗性・耐腐食性などを同時に満足する事が必要不可欠である。このため、上記設備類の金属表面への溶接による表面処理が広く行われているが、一般的な材料の表面処理では十分な耐用が得られていないのが現状である。過酷な使用条件下で十分な耐用を得るために、鉄やニッケルをベースにクロム、モリブデン、タングステンを合金化した材料や、その合金に硬質の炭化物を複合化した材料が使用されている。しかし、高合金になると溶接の難易度が高くなるため、熟練した技能工に頼る面が大きく、生産性の高い溶接技術が確立されていないのが現状である。高特性材料の表面処理において、低コストで高生産性な溶接技術の確立が可能となれば、鉄鋼分野や環境分野における生産設備の表面処理ニーズに十分応えることができる。

当社では、従来は表面処理が非常に困難であった超耐久性の高合金材料のPTA溶接による表面改質技術及び監視制御システムの開発を実施している。これにより品質や技能面での問題点が解決でき、溶接の困難な材料でも安定した表面処理が可能となる。具体的には、表面処理製品の品質に関係の深い溶融池と溶接アークの状態を動画で監視しながら、各々の状態に影響する溶接電流、電圧、送り速度、予熱温度、シールドガス等の様々な溶接条件を適切な管理範囲内に自動調整するシステムの開発を進めている。この溶接制御システムが確立できれば、PTA溶接による表面処理製品を効率的に安定した品質で製造することが可能となる。

そこで本報では、第一報として溶融池と溶接アークの形状を観察するための手法と、その形状に及ぼす溶接条件の違いによる影響について調査した。さらに開発中の画像処理システムによるアーク画像解析を実施した。

2. 溶接画像処理の開発

2.1 PTA溶接法の概要

Fig.1にPTA溶接の原理を示す。PTA溶接の原理はタングステン電極とトーチとの間にパイロットアークを発生させ、その外周にプラズマガスを供給し、タングステン電極と被加工物の間にプラズマトランスファアークを発生させる。そのアーク中にノズルから溶接材料の粉末を送給し母材表面に融着させる方法である。

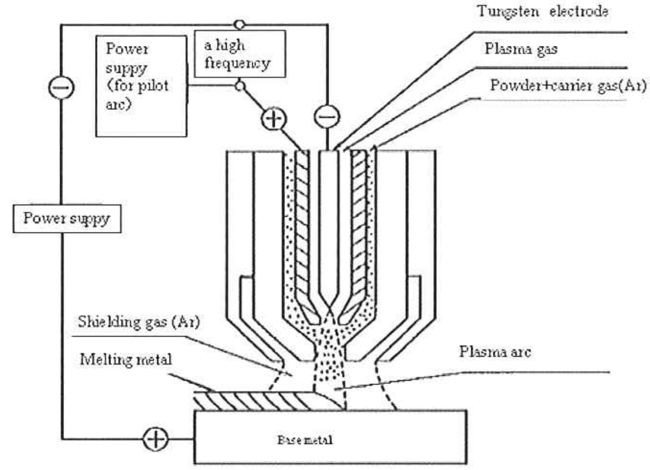


Fig.1 Schematic representation of PTA welding method

2.2 溶接技能者による監視作業

特殊溶接材料のPTA溶接では、溶接アークと溶融池の状態の変化を作業者が監視し、その微妙な溶接状態の変化を制御している。また、溶接材料に粉末材料を使用しているため、高熱のアークに粉末が投入されるノズル近傍では、時折、溶融粉末の凝集体が発生しノズルが閉塞することがあるため、ノズルが閉塞しないように作業者が溶接アークを監視し、粉末除去工具を使用して、凝集体の除去作業を行っている。Fig.2に溶融粉末の凝集体の発生状況とその除去の様子を示す。

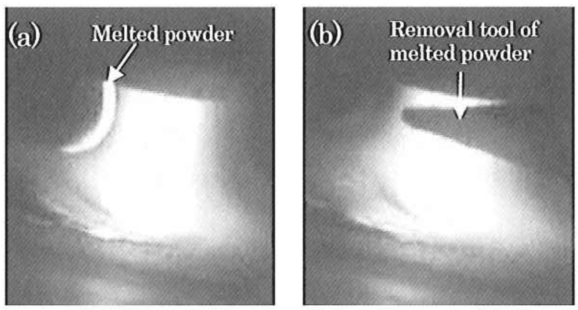


Fig.2 Photos showing welding monitoring tasks:
(a) monitoring of melted powder,
(b) removing of melted powder

これらの監視作業を確実に実施できない場合は、溶接欠陥であるブローホールや割れが発生し、その溶接欠陥の発生原因が明確にできないまま、再施工となることが多い。特に、施工が難しい特殊溶接材料の溶接においては、監視作業が重要な役割を果たしている。Fig.3 に PTA 溶接時に発生する欠陥の例を示す。

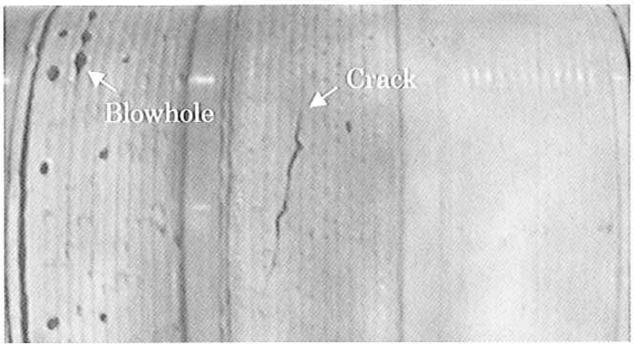


Fig.3 Photo showing example of defects occurred in PTA welding

2.3 溶融池とアークの監視制御システム

溶融池とアークの監視制御システムの概略図を Fig.4 に示す。カメラで撮影した溶接画像は、ライブサーバーで圧縮処理を行う。溶接条件と溶接データはセンサーからライブサーバーに送られて監視制御される。ライブサーバーにより溶接画像と溶接データの同時処理を行うことで、溶接画像と溶接条件などの時間の同調が可能となり、それらの情報を PC 上に映像化する。さらに撮影した溶融池とアークの画像処理を行い、溶接条件を管理する。具体的には、良好なアークの画像を基準にし、その画像とリアルタイムの画像を比較して制御する方法である。

溶融池とアークを画像処理するため、カメラで鮮明な溶接画像を撮ることが重要である。そこで溶融池とアークの分光特性に合ったフィルターを使用して、不必要な波長を遮光する必要がある。今回、下記に示すフィルターを用いて、溶融池と溶接アークの画像を撮影し、適正なフィルターを選定した。

1)可視光透過フィルター
近赤外光以上長い波長の光を透過させないフィルター

2)ローパスフィルター
特定の波長以上に長い光を透過させるフィルター

3)バンドパスフィルター
特定の波長のみ透過させるフィルター

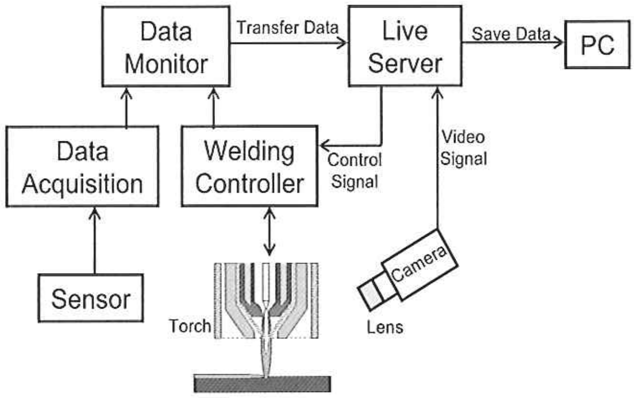


Fig.4 Schematic diagram showing monitoring and control system in PTA welding

2.4 溶接試験

溶接材料には耐摩耗性に優れる特殊高合金鋼を用い、SCM440（クロムモリブデン鋼）丸鋼材(Φ300mm×L600mm)を母材とした。溶接アークと溶融池の形状に及ぼす溶接条件の違いによる影響を調査するため、溶接電流を 150A～200A、粉末供給量を 7V～21V、アーク長を 7mm～11mm に変化させたときの溶接アークと溶融池の形状をそれぞれ撮影し、その画像を解析して各溶接条件との関連性を調査した。溶接条件を Table1 に示す。

Table1 Welding conditions for experimental test

Arc current (A)	Powder feed rate (V)	Arc length (mm)
200	7	9
200	14	9
200	21	9
150	14	9
175	14	9
200	14	7
200	14	11

3. 試験結果及び考察

3.1 溶接アークと溶融池の可視化

可視光透過フィルター及びローパスフィルター、バンドパスフィルターを用いて撮影した溶接画像を Fig.5 と Fig.6 に示す。

溶接アークは、紫外線から近赤外線の波長域で発光する、一方、溶融池は、近赤外線の波長域で発光する。アークの観察には可視光透過フィルターを用いた。さらにNDフィルターを用いてアークの輝度を減衰させることで、鮮明な画像を得ることが可能となった。NDフィルターとは、分光特性に影響を与えることなく、光量のみを少なくするものである。溶融池の画像は、ローパスフィルターを用いると、λ=900nm以上の近赤外線を透過させることで形状が確認できた。さらに、バンドパスフィルターを用いてλ=900±10nm範囲の近赤外線を取入れることで、より鮮明な溶融池の画像を得ることが可能となった。

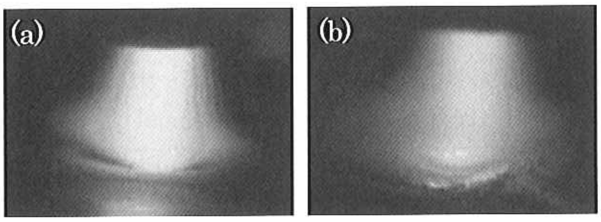


Fig.5　Effect of filter on welding arc image：(a)visible light pass filter,(b) ND filter and visible light pass filter

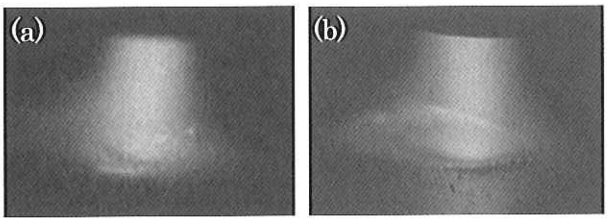


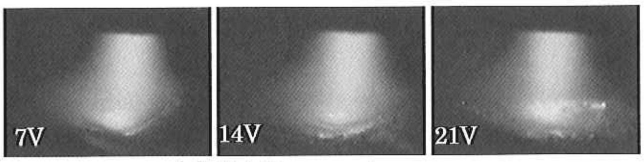
Fig.6　Effect of filter on welding pool image: (a) low pass filter, (b) band pass filter

これは、特定波長以上の長い波長を透過するローパスフィルターでは、アーク中の近赤外線領域の波長の光がすべて透過してしまうので、溶融池の画像を鮮明に出来ないと考えられる。一方、特定の波長域の光を透過するバンドパスフィルターを用いた場合は、溶融池から発生する近赤外線領域の波長の光を多く取り込み、アークの近赤外線の波長の光を極力遮蔽することができたため、鮮明な溶融池の画像が観察できたものと思われる。

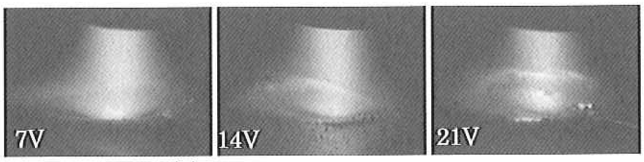
3.2 溶接アークと溶融池の形状に及ぼす粉末供給量の影響

粉末供給量を変化させた場合のアークと溶融池の形状をFig.7に示す。粉末供給量は、電圧調整により設定する。図中の左側から粉末供給量が7V、14V、21Vである。ここで、電圧が高いほど、供給量が多くなる。

粉末供給量を変化させても目視では溶接アークの形状の変化は認められなかった。そこで、溶接アークの画像解析を行った結果、粉末供給量が増加するとアークの面積が僅かではあるが増加する傾向が確認された。粉末供給量とアークの面積比の関係性を調査した結果をTable2に示す。解析方法は、撮影したアーク画像からアーク光のみを抽出し、各溶接条件のアーク光の面積比を測定した。



(a)Welding arc images



(b)Welding pool images

Fig.7　Effects of powder feed rate on shape of welding arc and welding pool

Table2 Relation between powder feed rate and area ratio for welding arc and pool

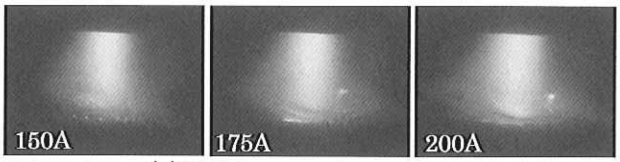
Powder feed rate	7V	14V	21V
Welding arc area ratio	1.00	1.03	1.07
Welding pool area ratio	1.00	1.26	1.55

粉末供給量の増加とともに溶融池の面積が増加する傾向を確認した。また、粉末供給量が少ない場合は、母材の溶け込みが深くなり、粉末供給量が多いと一部の粉末が溶融せずに飛散する状況が観察できた。

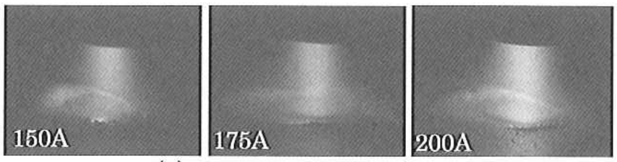
3.3 溶接アークと溶融池の形状に及ぼす電流値の影響

溶接電流値を150A、175A及び200Aに変化させた場合のアークと溶融池の形状をFig.8に示す。図中の左側から電流値が150A、175A、200Aである。

溶接電流値の増加とともにアークの輝度が高くなり、発光面積が増加することが確認できた。
溶接電流値とアークの面積比の関係性を調査した結果を Table3 に示す。電流値が増加するとともにアークの面積が増加することが確認できた。



(a)Welding arc images



(b)Welding pool images

Fig.8 Effects of arc current on shape of welding arc and welding pool

Table3 Relation between arc current and area ratio for welding arc and pool

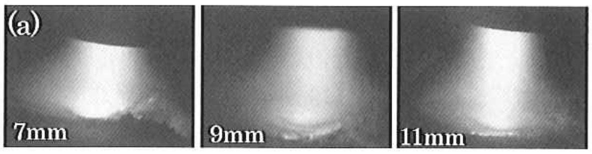
Arc current	150A	175A	200A
Welding arc area ratio	1.00	1.52	1.74
Welding pool area ratio	1.00	1.40	1.46

溶融池の形状は、電流値の低下とともに面積が縮小し、未溶融粉末の飛散が観察された。電流値の低下で未溶融の粉末が発生したのは、アークの熱量が低下したためだと考えられる。

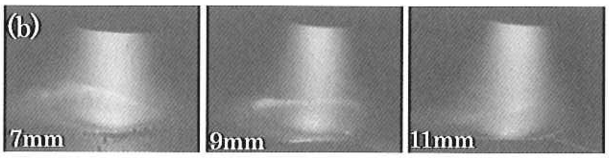
3.4 溶接アークと溶融池の形状に及ぼすアーク長の影響

アーク長を 7mm、9mm 及び 11mm に変化させた場合のアークと溶融池の形状を Fig.9 に示す。アーク長が長くなるとアーク中心部の高輝度域が溶融池付近で細くなることが確認できた。

アーク長とアークの面積比の関係性を調査した結果を Table4 に示す。アークの面積率は、アーク長の増加に伴い増加する。一方、溶融池は、アーク長の増加に伴い面積が縮小することが確認できた。



(a)Welding arc images



(b)Welding pool images

Fig.9 Effects of arc length on shape of welding arc and welding pool

Table4 Relation between arc length and area ratio for welding arc and pool

Arc length	7mm	9mm	11mm
Welding arc area ratio	1.00	1.04	1.35
Welding pool area ratio	1.45	1.33	1.00

4. 溶接アークの画像処理システムの開発

カメラで撮影した溶接画像をライブサーバーで圧縮処理を行いパソコンで画像比較処理を行うソフトを福岡県工業技術センターの協力で開発した。

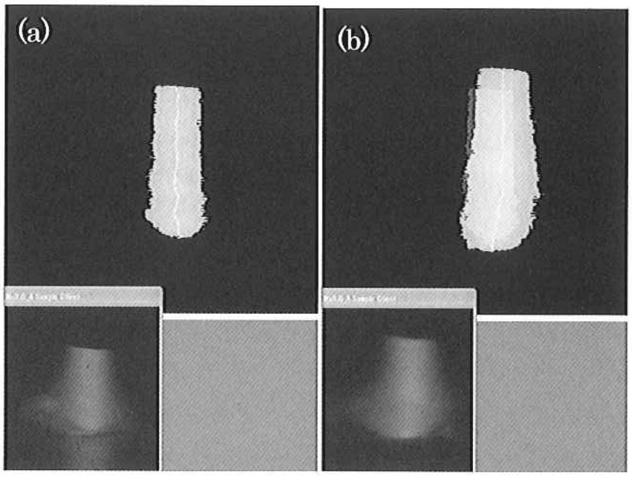


Fig.10 Welding arc images processing: (a) criterion image, (b)comparison image

撮影した溶接アーク画像データの処理結果を Fig.10 に示す。図中の(a)は、安定した溶接条件のアーク光だけを抽出した画像である。(b)は溶接条件を

変えたときのアーク光と(a)の基準アーク光を重ね合わせて比較したものである。溶接条件を変えることで基準アーク光から形状や重心位置がずれていることがわかる。この画像処理における差異を用いることで、リアルタイムに基準アーク光と実際のアーク光を比較し、アーク異常の検知が可能になる。

5. 結言

PTA 溶接制御システム開発の第一ステップとして、アーク光と溶融池の観察手法の検討と各種溶接条件の変化によるアーク光と溶融池の形状変化の観察を行った結果、溶接状態を監視し管理する手法として、以下の知見を得た。

1) 可視光透過フィルターと ND フィルターを用いることで、アーク光形状の監視が可能である。また、干渉フィルターを用いることで、溶融池形状の監視が可能である。
2) 溶接条件の粉末供給量、電流値、アーク長の変化によるアーク及び溶融池の形状変化を、ライブサーバーを通じて画像で記録し、そのデータを解析することで、数値化することが可能である。
3) 画像処理システムの開発により基準アーク光と実時間のアーク光との比較が可能となり、今後アルゴリズム化が完成すれば溶接異常の検出と制御が可能となる。

今後は、画像処理システムの比較データを数値化する機能等を作り上げて、アークと溶融池を制御することにより、PTA 溶接製品を効率的に安定した品質で製造可能になると考えられる。

6. 謝辞

本研究は、中小企業産学官連携研究開発事業の一環で行ったものです。ここに改めて、御支援と御協力頂いた財団法人北九州産業学術推進機構殿と福岡県工業技術センター機械電子研究所殿へ厚く御礼申し上げます。

参考文献

1) 林　千歳、篠田　剛、加藤　喜久：粉体および粉末冶金 Vol.49 (2002) No.5　360-366
2) 小川洋司：溶接学会誌Vol.72 (2003)No.6 470-473
3) 山崎　圭、泉谷　瞬：溶接技術 Vol.58 (2010) 126-130
4) 井上 勝敬 ：溶接学会誌 Vol.50 (1981)1118-1124
5) Patee, H. E.：Welding Journal Vol.52(1973) N0.5 297-308

技　術　論　文

有限要素法を用いたボルト締結体に生じる応力集中の解析
Stress Concentration Analysis for Bolt and Nut Joints Using Finite Element Method

技術開発センター
センター長付
主任 博士(工学) 肖　陽
Yang Xiao

九州工業大学工学部
機械知能工学科
教授 工学博士 野田 尚昭
Nao-Aki Noda

九州工業大学工学部
機械知能工学科
久原 昌浩
Masahiro Kuhara

要　旨

ボルト締結体は長い使用歴史を持っているにもかかわらず、振動等の外力によるねじ谷底での応力集中に起因した重大事故が現在でも発生している。すでに応力集中の対策を施したボルト・ナットが幾つか開発され市販されているが、その改善効果に関するメカニズムは未だ不明な点が多い。本研究では、まず有限要素法によってボルト・ナットの締結状態をシミュレーションし、高精度の有限要素解析法を求め、ボルトねじ山谷底の応力集中に影響する因子を明らかにした。それを基に、ボルト・ナット締結体に最適な形状設計を適用することにより、最大 20%の応力緩和効果が得られた。

Synopsis:

Although bolt-nut joints have long using history, it is reported that failures usually happen at the root of the first bolt thread where the maximum stress concentration occurs. Several methods have been proposed to reduce the stress concentration through improving the profile of bolts and nuts. However, the mechanism has been unclear yet. In this study, first the fastening conditions of bolt and nut are simulated by finite element method (FEM). The stress concentration factors got by FEM and body force method (BFM) are discussed in order to get the high-precision research method. Then the effects on stress concentration factor are analyzed evidently. And lastly, the bolt-nut joints with tapered threads are studied with the high-precision finite element method. As the result, the optimums geometrical conditions are decided and stress concentration can be reduced 20%.

1. 緒言

一般にボルトとナットで構成されるボルト締結体においては、ナット座面に近いボルトのねじ谷底で応力集中がピークとなることが知られている。この応力集中がボルト締結体の強度上の問題となっており、その対策としてボルト又はナットの形状を変更することにより応力集中を緩和させることが検討されている。そのような応力集中緩和効果の有効性に関しては疲労試験結果によって考察されており[1]、商品としての使用実績も多いが、そのメカニズムに関してはまだ不明な点が多い。

本稿では、まず有限要素法によって求められるボルトの応力集中係数の解析精度についてメッシュと解析誤差との関係を調べる。次に、体積力法の厳密解を用いることによって、解析精度を向上させる方法についても検討を行い、ボルトの呼び径が応力集中係数に及ぼす影響を明らかにする。次に、応力集中を緩和させる方法として西田ら[2-4]によって提案されたねじ山高さを漸減させたボルト・ナット 締結体(CD ボルト)を例として、有限要素法で応力集中

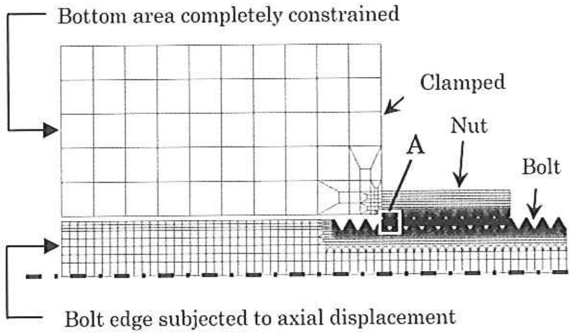
緩和効果の解析を行い、そのメカニズムを説明する。さらに、ボルト・ナット締結体において最大の応力緩和効果を得るための最適な形状設計条件に関して調査した結果を述べる。

2. 通常ボルトの応力集中について

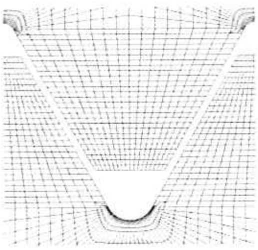
解析対象のボルト締結体の設計はJIS B 0002に基づいて設計を行った。メートル並目ねじM12×1.75のボルトを研究対象として有限要素法によって求められるボルトの応力集中係数の解析精度についてメッシュと解析誤差の関係を検討した。

2.1 応力場の相似性に基づく高精度法の検討

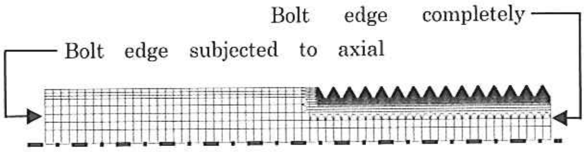
M12の場合、ねじ山のらせん角は約2.7°と微小であるため、ねじ山のらせん形状を考慮しなくとも応力評価



(a) Bolted joint



(b) Detail of A

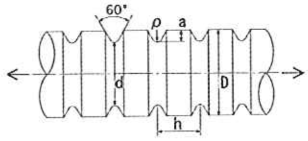


(c) Single bolt under tension

Fig.1 Axi-symmetric model having standard thread

Table 1 Comparison of FEM and BFM on stress concentration factor K_t

	60° V Notch		
a/h	$K_{t,\mathrm{FEM}}$	$K_{t,\mathrm{real}}$	$K_{t,\mathrm{FEM}}/K_{t,\mathrm{real}}$
→0 (≅0.01)	4.094	4.051	0.989
0.5	2.770	2.741	0.989
0.613 (M12)	2.572	2.545	0.989



は可能であるといえる。よって、軸対称モデルの解析ではボルトねじ部の形状は連続切欠きを持つ丸棒の引張試験片とみなすことができる。切欠き問題のFEM解析においては、その結果には要素分割に起因する誤差が少なからず含まれており、その結果は相対応力分布（最大応力を1としたときの応力の分布）と要素分割との関係で決まっている。また、切欠き底近傍の相対応力分布は、ほぼ切欠き半径ρの値のみによって決まることが知られている[5]。したがって、ρが等しい二つの切欠き問題において、切欠き底近傍の要素分割を一致させてFEM解析を行えば、それらの誤差は、ほぼ等しくなる。ここで連続切欠きを持つ丸棒の引張荷重による応力集中係数は体積力法によりほぼ厳密解に近い値が求められている。そこで、FEMを用いて、モデルのボルトねじ部に強制変位による引張り荷重を与えて、ボルトねじ谷底の応力集中の解析を行う。そしてFEM解析の結果を体積力法により求めた厳密解と比べて補正することで、高精度の解析法を検討する。

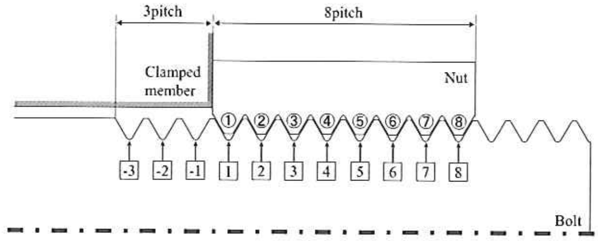
Fig.1に通常のねじ山の軸対称モデルの要素分割例を示す。Fig.1(a)に示すように、軸対称モデルの境界条件はナットの締付けによる締結を表現するため、被締結物のボルト頭部側の面を軸方向に固定し、ボルト軸部を軸方向に強制変位させて締結力を与える。要素分割については、応力集中が生じるボルトのねじ谷底をFig.1(b)に示すように細密化している。Fig.1(c)はボルト単体が単純引張りを受ける軸対称モデルの要素分割例であり、その境界条件はボルト先端側の面を固定し、ボルト軸部を軸方向に強制変位させてボルトに軸力を与える。このモデルはボルト締結体におけるはめあいねじ部で負担される全荷重により、ボルト単体が引張りの作用を受ける場合と、ボルト締結体においてナットを介してボルトが引張りの作用を受ける場合とを比較するために用いる。

高精度の解析モデルを求めるため、連続切欠きをもつ丸棒の引張りをFig.1と同様のメッシュを用いてFEM解析し、a/h = 0.01,0.5,0.613(M12の値)に対して応力集中係数 $K_{t,\mathrm{FEM}}$ としてTable1に示す。$K_{t,\mathrm{real}}$ は $a/h \to 0$ のとき得られている体積力法の厳密解で補正した値である。Table1より有限要素法(FEM)と体積力法(BFM)との誤差は1%未満であり、本解析の高精度解析モデルが求められた。西田ら[6]の論文では第0節点法による補正を行うことで解析精度を向上させることが報告されているが、本論文で扱うボルトの問題ではFig.1のメッシュを用いることで誤差1%以下解析が可能となった。

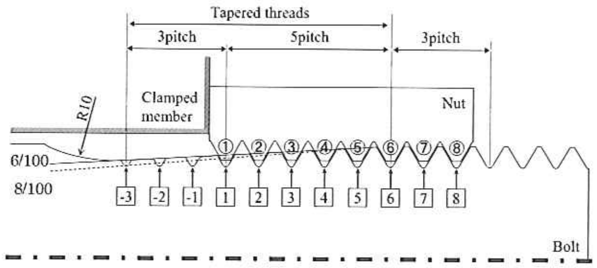
2.2 ボルト呼び径の応力集中係数への影響

次にFig. 1のボルトをナットで締付けることによりボルト締結体に締結力を発生させる場合を想定する。Fig.2(a)に解析対象であるボルト締結体の概略図を示す。図中には注目ボルトのねじ谷底に場所を指定する番号をつけている。ナット高さを8ピッチとしたので、ボルトとナットのねじ山同士が接触する部分であるはめあいねじ部は8ピッチである。また、ボルトのあそびねじ部を3ピッチとした。Fig.1(a)に示すようにボルトねじ谷底の曲率半径に対する最小メッシュのサイズを同じにしてM1.6、M12、M64のボルトとナット締結体のFEM解析を行い、ボルトの呼び径を変えたときの各ねじ山谷底の応力集中係数 K_t を求めた。いずれの呼び径でも第1ねじ谷底において K_t は最大となる。

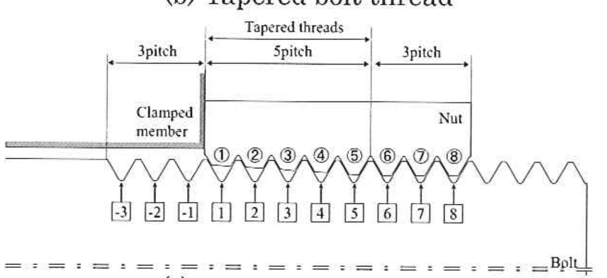
Fig.3はそのボルトの呼び径の変化が第1ねじ谷底に生じた最大 $K_{t\max}$ を示している。Table2に、各呼び径のボルトの切欠き半径 $2\rho/D$、切欠き深さ $2a/D$、切欠き間距離 $2h/D$ と最大の K_t の値を示す。



(a) Standard thread



(b) Tapered bolt thread



(c) Tapered nut thread

Fig.2 Profile of bolted joint: ○, thread number; □, root number

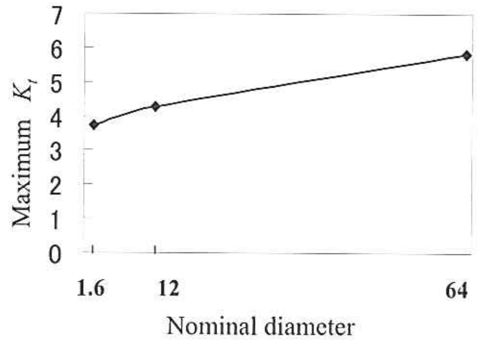


Fig.3 Maximum K_t and nominal diameter for M1.6, M12, and M64

Table 2 Maximum K_t and dimensions

	M1.6	M12	M64
$2\rho/D$	0.066	0.043	0.027
$2a/D$	0.279	0.181	0.116
$2h/D$	0.455	0.296	0.189
K_t	3.722	4.277	5.816

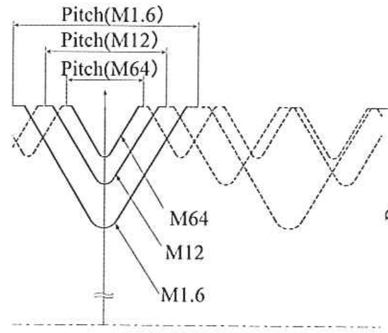


Fig.4 Schematic illustration showing threads shape

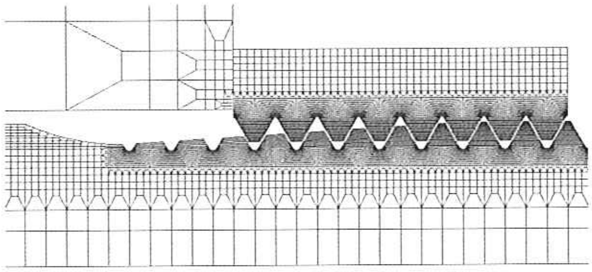
Fig.4 は M1.6、M12、M64 のねじ山形状を比較するため、ねじ山外径 D を揃えてねじ形状を示す。Table2 と Fig.3 から分かるように、ボルトサイズを大きくすると相対的にボルトの切欠き半径が小さくなり、ボルトの切欠き深さは浅くなる。さらに切欠き間距離が短くなり、いわゆる細目となる。このことから、ボルト呼び径を大きくすると応力集中係数 K_t が高まるのは相対的にねじが細目となり切欠き半径が小さくなることが主たる原因であることが理解できる。

3. CD ボルトの応力集中について

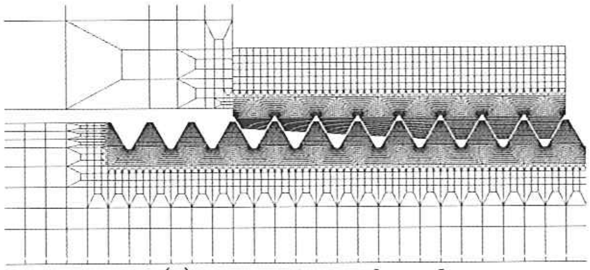
解析対象のボルト締結体の設計は JIS B 0002 に基づいて設計した。本解析ではメートル並目ねじ M12×1.75 のボルトを内径 13mm、外径 50mm、厚さ 35mm の円筒形の被締結物に通し、これをナットで締付けることによりボルト締結体に締結力を発生させる場合を想定する。Fig.2 に解析対象であるボルト締結体の概略図を示す。ねじ山高さの漸減については提案されている設計思想[2]に基づいて設計する。それを Fig.2(b)に示す。すなわち、ねじ山漸減の勾配は 6 / 100 を中心として変化させるものとし、はめあいねじ部 8 ピッチのうちねじ山漸減部分は 5 ピッチ、残りの 3 ピッチの部分は通常のねじ山高さとなるようにする。Fig.2(b)はボルトのねじ山高さを漸減させた場合で、ボルトのテーパー部から円筒部にかけてはゆるやかな円弧(R=10) でつないでいる。同様に、Fig.2(c)はナットのねじ山高さを漸減させた場合で、ナット座面側でねじ山高さが最も低くなるようにナットのねじ山を漸減する。図中には注目するはめあいねじ部のねじ山と応力集中が生じるボルトのねじ谷底に場所を指定する番号をつけている。ナット高さを 8 ピッチとしたので、ボルトとナットのねじ山同士が接触する部分であるはめあいねじ部は 8 ピッチである。また、ボルトのあそびねじ部を 3 ピッチとする。

3.1 解析モデル

ねじ山の寸法は 6H/6g（はめあい区分“中”）の公差域の中央とし、応力集中が生じるボルトねじ谷底の丸み半径 ρ はピッチ p との比を ρ/p =0.1 とした。ボルト締結体における全ての接触面の摩擦係数は 0.15 とし、ボルト、ナット、被締結物の材料は



(a) Tapered bolt thread



(b) Tapered nut thread

Fig.5 Axi-symmetric model of tapered thread

全て弾性体で、ヤング率は 205GPa、ポアソン比は 0.3 である。Fig.5(a)にボルトのねじ山高さを漸減した場合、Fig.5(b)にナットのねじ山高さを漸減した場合のボルト締結体の軸対称モデルの要素の分割例を示す。Fig.5(a)、(b)は、はめあいねじ部近傍のみを示しているが、ボルト締結体とボルト単体の境界条件は、Fig.1 の通常のねじ山高さの場合の軸対称モデルの境界条件と同様である。

3.2 ねじ山高さの漸減による応力集中の緩和効果

本研究では、ボルト締結体におけるボルトねじ谷底の応力集中を評価する指標として応力集中係数 K_t を次式で定義する。

$$K_t = \frac{\sigma_{t\max}}{\sigma_n} \tag{1}$$

ここで $\sigma_{t,\max}$ はボルト谷底の最大接線方向応力、および σ_n はボルト軸力(F=40kN)をボルトねじ谷底断面積(A=72.25mm^2)で除した値である。Fig.6 に応力集中係数 K_t とボルトのねじ谷底番号の関係を示す。通常のボルトとねじ山高さを変えたボルト、ナットのすべてにおいて、第 1 ねじ谷底で最も大きい応力集中が発生しており、ボルトのテーパー部においても大きな応力集中が生じている。しかし、ボルトのねじ山高さを漸減した場合では最大の応力集中がおよそ 8%低減しており、応力集中の緩和効果が認められる。さらに、テーパー部から円筒部にかけてゆるやかな円弧でつないだことによってボル

ト・ナットとかみ合わないFig.2およびFig.6の-3、-2、-1部の応力集中も低減している。一方、ナットのねじ山高さを漸減した場合では応力集中の低減が1%以下であり、応力集中の緩和効果はほとんど認められない。Fig.7に、はめあいねじ部における荷重分担率とねじ山番号の関係を示す。荷重分担率とはボルト軸力とはめあいねじ部における各ねじ山が負担する荷重との比である。通常のボルトとねじ山高さを変えたボルト、ナットのすべてにおいて、ナット座面に最も近い第1ねじ山で荷重分担

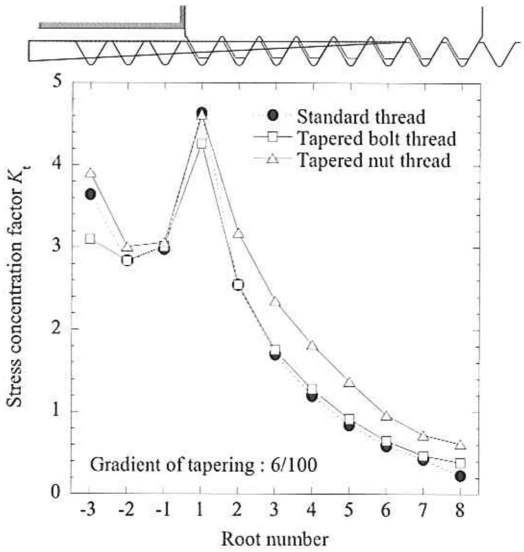


Fig. 6　Effect of tapering threads on Stress concentration factor K_t

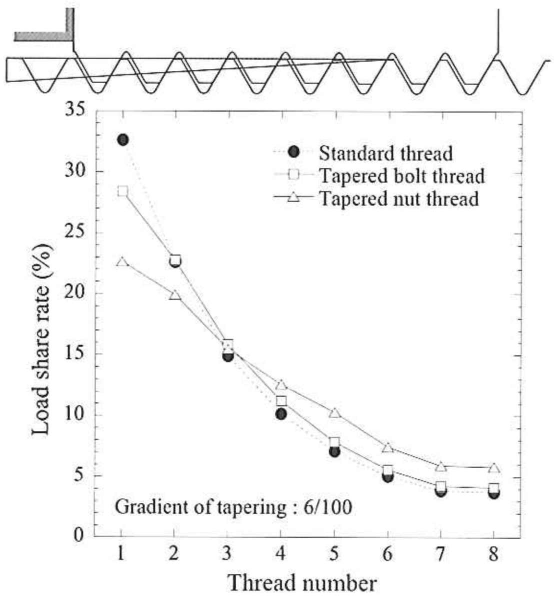


Fig.7　Effect of tapering threads on load share rate of mating threads

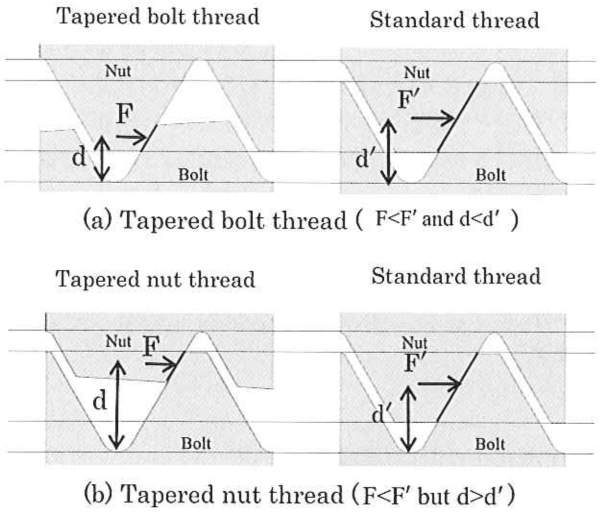


Fig.8　Comparison of standard thread and tapered thread on thread profile

率が最大となっており、ナット頂面側に近づくに従い荷重分担率が減少していく。しかし、ねじ山高さを漸減した場合は、ナット座面側において荷重分担率が低下しており、その分ナット頂面側の荷重分担率が増加している。

Fig.6とFig.7により、ボルトのねじ山高さを漸減した場合では、荷重分担率の低下と応力集中の緩和とは整合しているが、ナットのねじ山高さを漸減した場合では、荷重分担率の低下と応力集中が変化しないこととが整合していない。これは次のように説明できる。すなわち、Fig.6の応力集中が最大となる第1ねじ山に注目すると、Fig.8(a)に示すようにボルトのねじ山高さが漸減した場合では、ねじ山高さが低減されたボルトのねじ山と接触するのがナットのねじ山の先端側になる。そのため、荷重分担率の低下とねじ山高さが低減されたことによるモーメントのうでの長さdの低下とが相まって、ボルトねじ山に作用する曲げモーメントを減少させ、ボルトねじ谷底の曲げの応力集中を緩和したと考えられる。一方、Fig.8(b)に示すようにナットのねじ山高さを漸減した場合ではナットの第1ねじ山と接触するのはボルトのねじ山の先端側になる。そのため、応力集中が生じるボルトねじ谷底からねじ山高さが低減されたナットのねじ山とボルトのねじ山との接触面までの距離dが増加する。このことと荷重分担率の低下とが相殺するため、ナットのねじ山高さを漸減した場合では応力集中の緩和効果が得られなかったものと考えられる。

3.3 応力集中の緩和効果と漸減勾配の関係

Fig.9に応力集中係数 K_t の最大値と漸減勾配との関係を示す。漸減勾配は0/100(通常のねじ山高さ)、4/100、6/100、8/100 と変化させた。漸減勾配を増していくにつれて、応力集中係数 K_t の最大値が低減していく。最も応力集中の緩和効果が得られた漸減勾配が 8/100 の場合では、通常のねじ山高さの場合に比べておよそ14%最大応力を低減できる。Fig.10に漸減勾配を変化させた場合のはめあいねじ部における荷重分担率とねじ山番号との関係を示す。漸減勾配を増していくにつれて、ボルト頭部側のねじ山において荷重分担率が低下し、荷重分担の均一化が起こっている。また、荷重分担率の最大値は低減していく。このことと応力集中の緩和とは整合しており、第1ねじ山の荷重分担率の低下が応力集中の緩和効果に大きな影響を与えることがわかる。これは第1ねじ山の荷重分担率が低下すると、ボルトの第1ねじ山に作用する曲げモーメントが低下し、応力集中が最大となるボルトの第1ねじ谷底における曲げの応力集中が緩和されることを示している。なお、漸減勾配が 8/100 の場合に、第2ねじ山における荷重分担率が最大となるが、応力集中が最大となるのはボルト第1ねじ谷底である。これは、第1ねじ山谷底の引張りの応力集中がはめあいねじ部の全てのねじ山が負担する荷重で引っ張られることにより生じていることに対し、第2ねじ山谷底の引張りの応力集中ははめあいねじ部の第1ねじ山を除いた第2ねじ山から第8ねじ山が負担している荷重の総和で引張られることにより生じている。さらに、第1ねじ山に負荷される荷重によって第2ねじ山谷底に圧縮応力が生じることにより、第2ねじ山谷底の応力集中は第1ねじ山谷底の応力集中に比べて低減するためである。

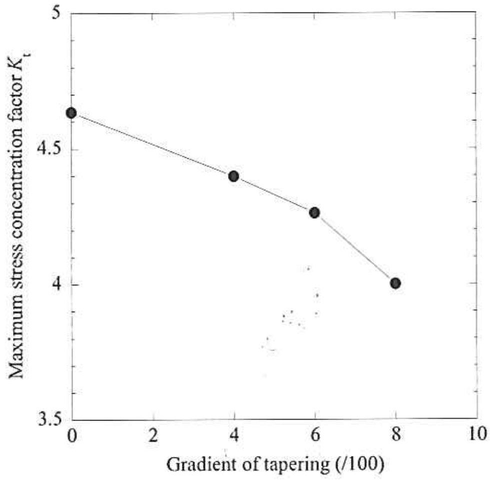


Fig. 9 Relation between tapering gradient and maximum stress concentration factor K_t

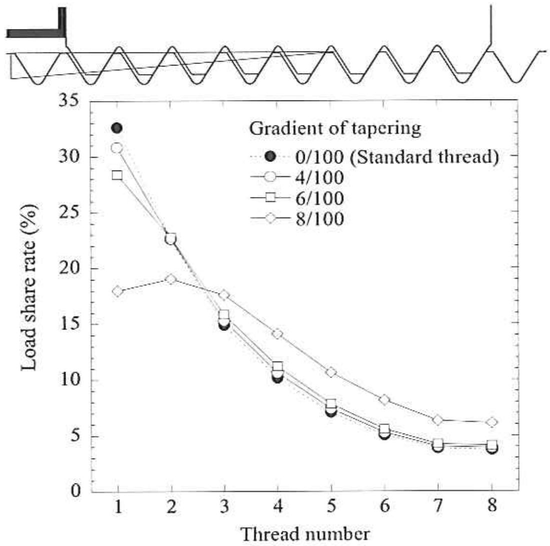


Fig.10 Relation between gradient of tapering and load share rate of mating threads

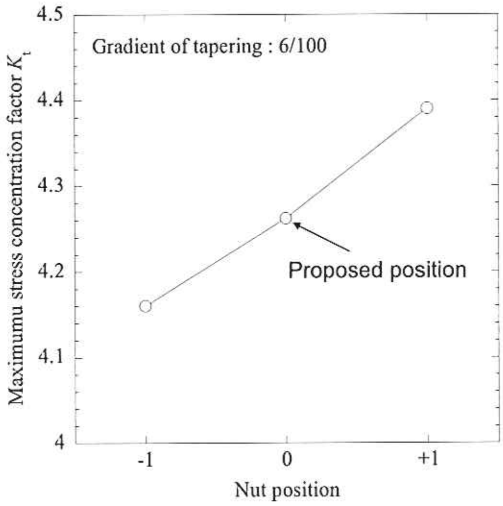


Fig.11 Relation between nut position and maximum stress concentration factor K_t

3.4 応力集中の緩和効果とナット締結位置の関係

Fig.11に応力集中係数 K_t の最大値とナット締結位置との関係を示す。ナット締結位置は Fig.2(b)のナット締結位置をナット位置0とし、その位置からボルト頭部側に1ピッチ寄せた位置をナット位置-1と定め、ボルト頭部側とは反対側に1ピッチ移動さ

せた位置をナット位置+1 と定めている。それをFig.12に示す。ナット締結位置をボルト頭部側に寄せると応力集中係数 K_t の最大値が低減し、ナット締結位置をボルト頭部側とは反対側に移動させると応力集中係数 K_t の最大値が増加する。すなわち、ナット締結位置をボルト頭部側に寄せることによって応力集中の緩和効果が高まることが明らかとなった。Fig.13 にナット締結位置を変化させたときのはめあいねじ部における荷重分担率とねじ山番号と関係を示す。ナット締結位置をボルト頭部側に寄せていくにつれて、荷重分担率の最大値は低減していく。すなわち、ナット締結位置をボルト頭部側に寄せることによって第1ねじ山の荷重分担率が低下し、応力集中の緩和効果が高まることがわかる。ねじ山高さの漸減による応力集中の緩和効果を高めるためには、ナット締結位置は可能な限りボルト頭部側にすることが望ましいと結論できる。

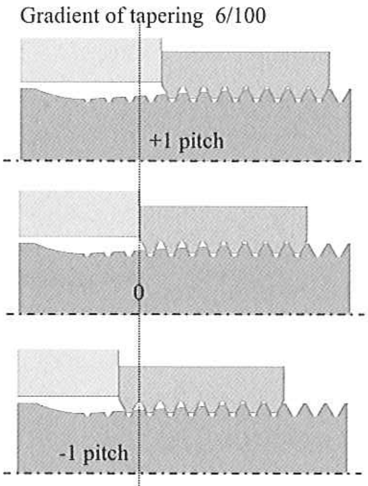


Fig.12 Nut position

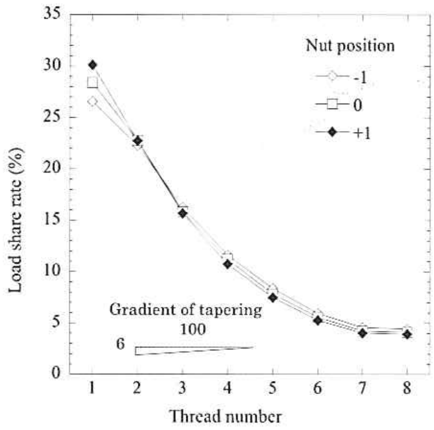


Fig.13 Relation between nut position and load share rate of mating threads

4. 結言

ボルト締結体におけるねじ谷底の応力集中を有限要素法により考察した。さらに、その応力集中の緩和効果を向上させる条件について求めた。得られ研究成果をまとめると以下のようになる。

1) ボルトの応力集中問題を連続切欠きをもつ丸棒の問題として考察した。有限要素法解析によって求めた応力集中係数 $K_{t,\mathrm{FEM}}$ は体積力法の厳密解と誤差 1%以下で一致することを示した。
2) ボルトに生じる応力集中に及ぼすボルト呼び径の影響を考察した。M1.6 から M12、M64 とサイズが増加するについて応力集中係数はそれぞれ 3.722、4.277 及び 5.816 へ増加する。ボルト呼び径を大きくすると応力集中係数 K_t が高まるのは相対的にねじが細目となり切欠き半径が小さくなることが主たる原因であることが分かった。
3) M12 を研究対象として、ボルトとナット締結体の応力集中を解析した。ねじ山高さの漸減による応力集中の緩和効果のメカニズムを明らかにして、この応力集中の緩和効果さらに向上させる条件を検討した。本研究で考察した範囲で最大応力は最大 20%まで低減された。

参考文献

1) Nishida, S., Failure Analysis for Engineer, A Method to Improve the Fatigue Strength of Bolt, *Plant Engineer*, Vol. 35, No.4 (2003), pp. 64-67 (in Japanese).
2) Nishida, S., et al., 1977, Manufacturing Bolted Connection Having Improved Fatigue Strength, Japan Patent (in Japanese) 1977-131060.
3) Kuhara, H., Stress Concentration Analysis for Bolted Joint with Standard Nut and with Outer Cap Nut, Graduated paper, Kyushu Institute of Technology,2007.
4) Kuhara, H., et al., the Reduction of Stress Concentration by Tapering Threads, the Japan Society of Mechanical Engineers, (2008),pp.1305-1313.(in Japanese).
5) Teranisi, T., et al., Determination of Highly Accurate Values of Stress Intensity Factor in a Plate of Arbitrary Form by FEM, Transaction of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.65, No.638(1999), pp.2032-2037.
6) Nishitani, H., et al., The Tension of Periodic Notches in a Round Bar, Transaction of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.49, No.411(1983), pp.602-610.

技　術　論　文

溶射法による可視光応答型ルチル型酸化チタン光触媒皮膜の開発
Development of Photocatalyst of Rutile TiO_2 Coatings Responding to Visible Light by Thermal Spraying Process

技術開発センター 事業化開発班	光触媒プロジェクト プロジェクトリーダー	技術開発センター 事業化開発班	光触媒プロジェクト 営業グループ	光触媒プロジェクト 開発・製造グループ	技術開発センター 事業化開発班
主任 樋口 友彦	原賀 久人	班長 吉永　宏	主任 梅田 陽平	山﨑 健之	山本 清司
Tomohiko Higuchi	Hisato Haraga	Hiroshi Yoshinaga	Youhei Umeda	Takeshi Yamasaki	Kiyoshi Yamamoto

要　旨

弊社は高速フレーム溶射技術によって、可視光型光触媒硫黄ドープ酸化チタンと抗菌金属とのハイブリッド光触媒溶射皮膜を開発した。その皮膜は高い抗菌活性を示すが、硫黄ドープ酸化チタン材料はその複雑な作製工程により、高価となっている。ルチル型酸化チタンは鉄を担持することで高度に可視光応答化することが知られており、弊社ではその技術を溶射に応用し、安価で高性能な可視光応答型ルチル型酸化チタン光触媒溶射皮膜の開発を行った。開発したルチル型酸化チタン溶射皮膜は硫黄ドープ酸化チタン皮膜と比較しても同等の殺菌性能とガス分解性能を示した。

Synopsis:

FUJICO has developed the hybrid photocatalyst films of visible light responsive the S-doped TiO_2 and the antibacterial metal by the high velocity oxy-fuel spraying. The developed films show high sterilization activity, but S-doped TiO_2 material is expensive because of complicated manufacturing process. It was known that the Fe-deposited rutile TiO_2 showed highly photocatalytic activity under visible light. So we have developed the thermal spraying film of Fe-deposited rutile TiO_2 used metal deposition technique for low cost and high-performance. The developed rutile TiO_2 thermal spraying films were shown similar activity in a sterilization and gas degradation compared with S-doped TiO_2.

1．緒言

高齢化社会の進展により、免疫力の低下した高齢者の全人口に占める割合が増加傾向にあり、それに伴って、院内感染や食中毒等の予防の観点から、医療現場や食品生産及び加工現場における衛生管理の強化が喫緊の課題となっている。こうした社会的背景を受けて、様々な抗菌加工製品が開発されており、近年、抗菌加工への光触媒機能の利用が特に注目を集めている[1)~3)]。

光触媒に用いられている、酸化チタンは紫外線照射下でしか光触媒活性を発現しないために、紫外線成分を殆ど含まない室内光の下では充分な触媒活性を発現することができない。そのため、酸化チタンに鉄錯体を担持することで、可視光照射下で高い光触媒活性を発現させる技術が知られている。

可視光照射下においては担持された鉄が励起し、励起電子が酸化チタン側に移動することで鉄表面にて酸化反応、酸化チタン表面で還元反応が起き、可

視光応答性が発現する(Fig.1)。紫外光照射下では酸化チタンが励起し、励起電子が鉄側に移動することで酸化チタン表面にて酸化反応、鉄表面で還元反応が起き、電化分離によって光触媒性能が向上する(Fig.2)。

弊社ではルチル型酸化チタンに鉄錯体を担持する工程と皮膜を形成する工程を溶射で同時に実施することで、安価で高い製造歩留まりをもつ光触媒成膜手法の開発を行った。

また、開発皮膜の殺菌性能試験、ガス分解試験を実施し、実用レベルで使用可能か評価を行った。

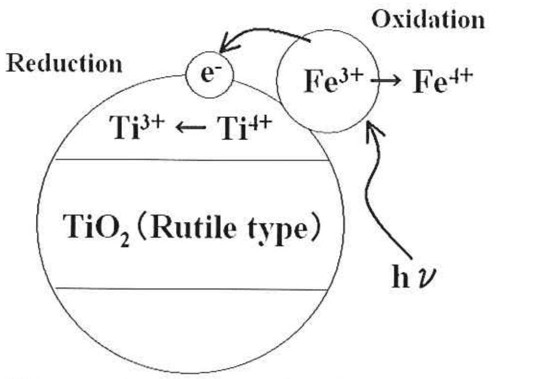


Fig.1 Schematic diagram showing mechanism of the photocatalysis on Fe-deposited TiO_2 under visible light

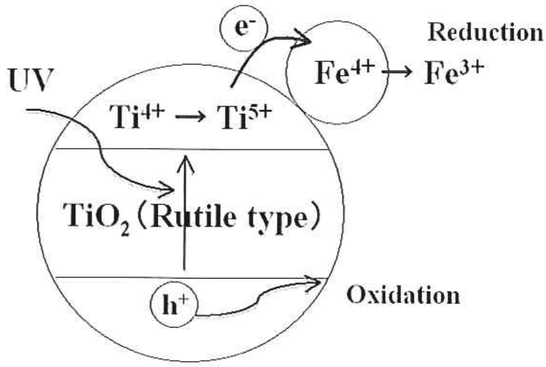


Fig.2 Schematic diagram showing mechanism of the photocatalysis on Fe-deposited TiO_2 under UV

2. 鉄担持ルチル型酸化チタン溶射技術開発

弊社では光触媒溶射を高速フレーム溶射による低温高速溶射と、材料をスラリー化(水と溶射材料の固体流動体)して供給する方法を組み合わせた、特殊な溶射法によって実施している。それにより、溶射材料の熱による変質が少なく、本来送給できないナノレベル微粒子も溶射可能な優れた特徴をもっている。溶射法の詳細を Fig.3 に示す。

高圧の酸素と灯油の燃焼によって溶射ガンから吹出した高速のフレームに、作製した溶射材料スラリーをポンプで送給し、対象基材に高速で衝突させることで皮膜を形成させる。また、高圧酸素にブースターコンプレッサーで高圧エアをミキシングすることで、酸素使用量の削減とフレームのさらなる高速化を実現している[4)]。

本報告の光触媒皮膜はこの低温高速スラリー溶射法を用いて作製した。

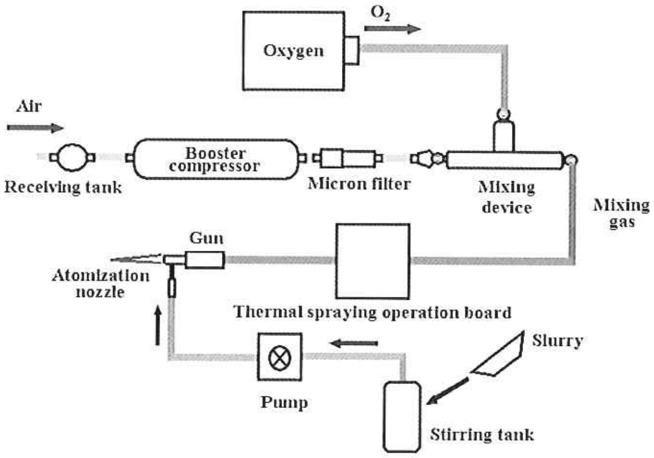


Fig.3 Schematic diagram showing system of the low temperature HVOF with the slurry

鉄の担持されたルチル型酸化チタンの溶射方法としては 1.鉄を溶射前に酸化チタンに担持して溶射する方法、2.鉄を溶射工程時に同時に酸化チタンに担持する方法、3.鉄を溶射後に酸化チタン皮膜に担持する方法が考えられる。そのため、最善の方法を確認するため実際に 3 種類の皮膜を作製し、分析を行うこととした。基材には全て磁器タイルを用いた。

鉄を溶射前に担持する方法として、鉄錯体または塩化合物水溶液に酸化チタン(TiO_2)粒子を浸漬し、攪拌して酸化チタンに鉄を担持させた後、洗浄、乾燥、粉砕、分級することで、鉄が担持された酸化チタン粉末を作成した。その後、鉄が担持された酸化チタン粉末をスラリーにして溶射することで光触媒皮膜を作製した(溶射前担持法)。

鉄を溶射と同時に酸化チタンに担持する方法として、鉄錯体または塩化合物と酸化チタン粒子を混合してスラリーを生成した。こうして得られたスラリ

ーを溶射して、溶射時に、スラリー中の酸化チタン粒子に鉄を担持しながら光触媒皮膜を作製した(溶射同時担持法)。

鉄を溶射後に酸化チタン皮膜に担持する方法として、酸化チタン粒子の水スラリーを用いて溶射を行い、酸化チタン皮膜を成膜した。その後、成膜した酸化チタン皮膜を鉄錯体または塩化合物水溶液中に浸漬して酸化チタン皮膜に鉄を担持し、洗浄を行った(溶射後担持法)。

作製した3種類の皮膜をX線回折分析装置(XRD)及びエネルギー分散型X線分光器(EDS)によって分析した。

FeOOHは可視光を照射することで励起し、励起電子と酸化力をもつ Fe^{4+} によって光触媒反応を起こすことが知られている。しかし、Fe_2O_3 では紫外光で励起した酸化チタンの電化分離には効果があるが可視光化には寄与しない。

溶射前鉄担持法のXRD分析結果をFig.4に示す。溶射前鉄担持法のXRD分析結果では、FeOOHと Fe_2O_3 の両方のピークを観測することができ、光触媒の可視光化に寄与するFeOOHが溶射時の熱によって酸化され、可視光化に寄与しない Fe_2O_3 となっていることが分かった。

FeOOHと Fe_2O_3 の第一ピークの強度比をとると「FeOOH : Fe_2O_3 =1.78 : 1」となり、溶射同時鉄担持法と比較して得られた光触媒皮膜と比較すると、Fe_2O_3 の割合が多いことが分かる。よって、Fe_2O_3 の割合が多いために可視光応答特性が充分でないと考えられる。

溶射同時鉄担持法のXRD分析結果をFig.5に示す。溶射同時鉄担持法のXRD分析結果は、ほとんど Fe_2O_3 のピークが存在せず、溶射の熱による可視光応答特性の劣化が低く抑えられていることが分かった。この方法で得られた光触媒皮膜では、FeOOHと Fe_2O_3 の第一ピーク比をとると、「FeOOH : Fe_2O_3 =2.25 : 1」となり、光触媒の可視光化に寄与するFeOOHの割合が多い。

溶射後鉄担持法のXRD分析結果をFig.6に示す。溶射後鉄担持法でのXRD分析結果は、Fe_2O_3 のピークは見られなかった。これは、溶射による熱影響をFeOOHが受けないためである。

溶射前鉄担持法のEDS分析結果をTable1のaに示す。EDS分析結果では、Cl成分を確認することができた。これは、鉄担持時に使用した $FeCl_3$ の影響によるものと考えられる。即ち、鉄担持時にClが何らかの化合物を作り、溶射の熱によって揮発しにくい状態となったためと考えられ、こうした不純物のコンタミネーションに起因して光触媒皮膜の光触媒特性が低下する懸念がある。

溶射同時鉄担持法のEDS分析結果をTable1のbに示す。溶射同時鉄担持法で得られた光触媒皮膜では前担持法の様なClのコンタミは存在していないことが分かった。このことは、イオン状態でスラリーに添加されていたClが溶射の熱によって揮発し、対象物(基材)に到達する前に大気中に拡散したためと考えられ、純度の高い光触媒皮膜を実現している。

溶射後鉄担持法のEDS分析結果をTable1のcに示す。溶射後鉄担持法の結果では、TiとFeの割合が同時担持法及び前担持法で得られた光触媒皮膜と比較して高いことが分かる。これは、Feが皮膜表面に担持されてしまうといった後担持法の特性によって、分析表面にFeが偏析したためと考えられる。こうした場合には、皮膜が摩耗するといった状況になった場合に皮膜内部にFeが存在しないために、可視光応答特性の寿命が短いといった懸念が生じる。

Table1　EDS result of Fe deposit method by thermal spray

Sample	Element (wt%)					
	Ti	Fe	O	Si	Al	Cl
a	52.30	0.58	45.37	0.84	0.41	0.51
b	64.76	0.69	33.51	0.48	0.56	N.D.
c	61.06	1.54	35.86	0.97	0.58	N.D.

a : Before thermal spray　b : Simultaneous thermal spray　c : After thermal spray

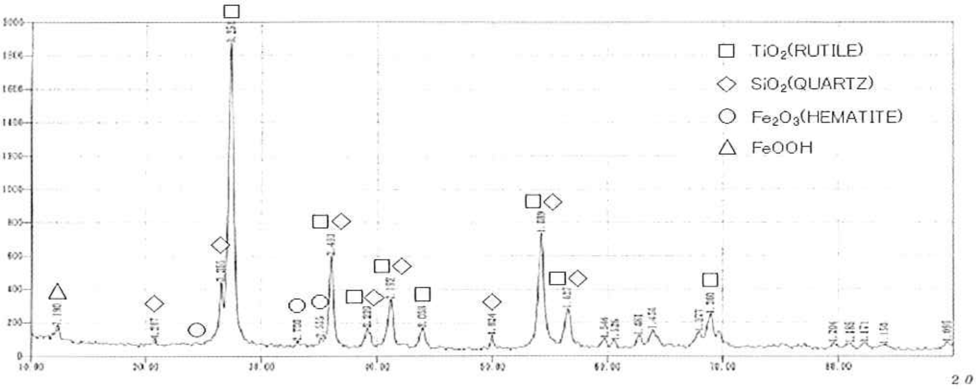


Fig.4　XRD result of Fe deposited films before thermal spray

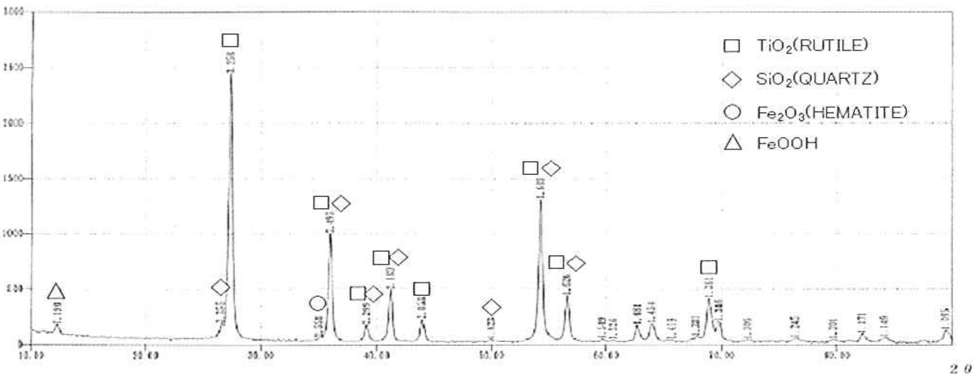


Fig.5　XRD result of Fe deposited films simultaneous thermal spray

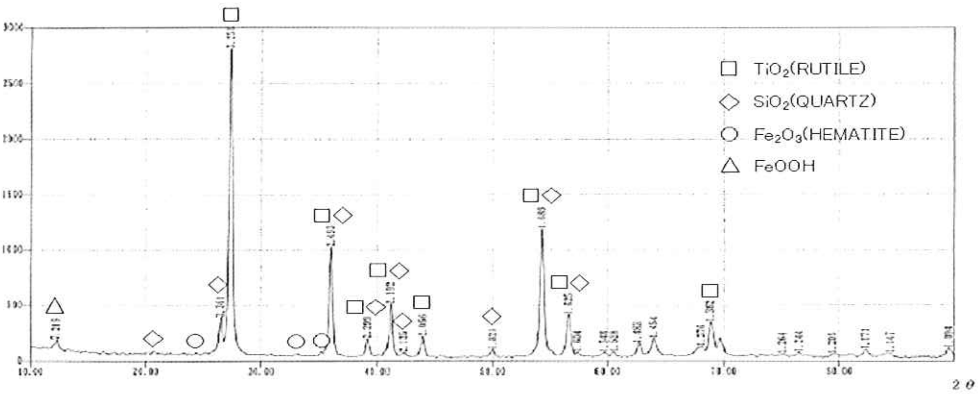


Fig.6　XRD result of Fe deposited films after thermal spray

３．開発光触媒皮膜の性能評価

3.1 開発皮膜のガス分解性能評価

開発した光触媒皮膜のガス分解性能試験を、アセトアルデヒドガスを用いて行った。

評価試験方法の概念図を Fig.7 に示す。評価に用いた溶射皮膜の試験片は約 50 mm 角のサイズで、基材には磁器タイルを用いた。試験片は表面を予めアルコールで洗浄し、紫外線(紫外線強度 1mW/cm²)を 12 時間照射する前処理を施して、ガス分解の評価試験に用いた。

分解対象ガスはアセトアルデヒドを使用し、テドラーバッグ(125cc)に約 450ppm になるように調整

した。光源はLEDライト(波長415nm)を用いて、光強度6mW/cm²でサンプルの皮膜表面を照射した。

試験を行ったサンプルは、溶射同時鉄担持法で作製した皮膜と、溶射後鉄担持法で作製した皮膜で行った。さらに比較のため、市販の光触媒タイルと、すでに開発した可視光型光触媒である硫黄ドープ酸化チタン[5)]溶射皮膜でも試験を行った。

それぞれの皮膜のアセトアルデヒドガス分解試験結果をFig.8とFig.9に示す。

溶射同時鉄担持法によって作製された皮膜は高いアセトアルデヒドガス分解活性を示した。二酸化炭素についてもアセトアルデヒドの約2倍量の発生がみられ、完全分解が行われている。

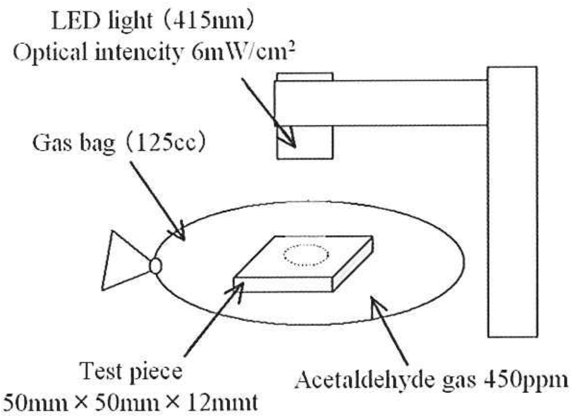


Fig.7 Schematic diagram of the experimental setup for the decomposition of acetaldehyde gas by photocatalyst

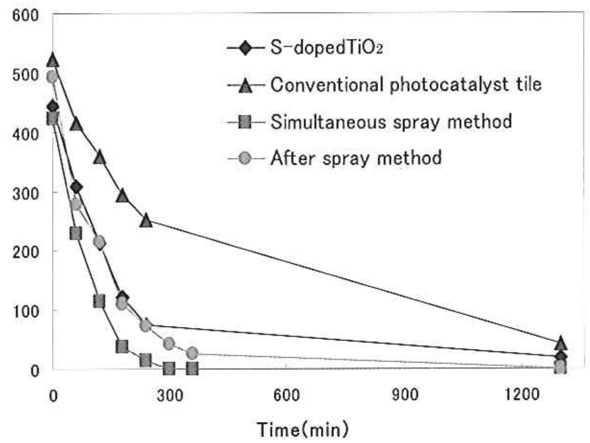


Fig.8 Photocatalytic removal of acetaldehyde on developed photocatalyst film

溶射後鉄担持法によって作製された皮膜は硫黄ドープ酸化チタンと比較しても同等のガス除去性能を示した。しかし、二酸化炭素発生量が同時担持と比較して少なく、試験後に中間生成物と思われる酸味臭がした。従って、この場合のガス分解反応は、完全ではなかったものと推察される。

市販光触媒タイルについて行ったガス分解試験結果は、開発皮膜と比較してかなり低い分解活性となった。

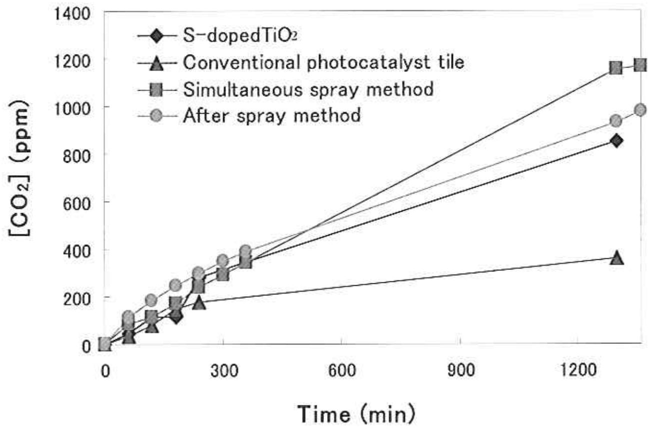


Fig.9 CO_2 evolution from the photodegradation of acetaldehyde on developed photocatalyst film

3.2 開発皮膜の殺菌力評価

開発した皮膜の殺菌効果に対しても評価した。評価試験方法の概念図を、Fig.10に示す。

評価に用いた溶射皮膜の試験片は、約50 mm角のサイズで、基材には磁器タイルを用いた。試験片は表面を予めアセトンで洗浄し、紫外線(紫外線強度1mW/cm²)を6時間照射する前処理を施して、抗菌活性の評価試験に供した。評価試験方法はシャーレ(直径90 mm)に各々のサンプルを設置し、大腸菌の懸濁液を30 ml加え、これを蛍光灯による照射条件(照度1700 lux)の下で、30 ℃に保った状態で放置して後、残存する細菌数を経時的に測定した。細菌数の計測はコロニーカウント法で行った。

評価したサンプルはガス分解試験と同じく、開発皮膜(同時担持法)と硫黄ドープ酸化チタン皮膜、市販光触媒タイルで行った。評価試験結果をFig.11に示す。

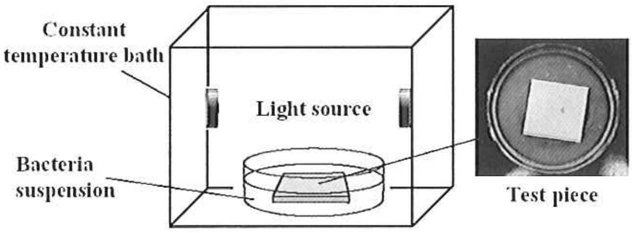


Fig.10 Schematic diagram of the experimental setup for the sterilization effect of *E.coli* by photocatalyst

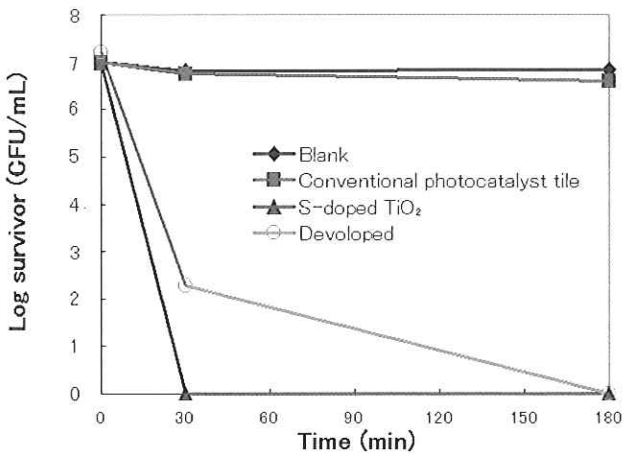


Fig.11 Photocatalytic inactivation of *E.coli* on developed photocatalyst film

開発皮膜の大腸菌に対する殺菌力は30分で4オーダー減少、180分で6オーダー全ての菌を殺菌という高い殺菌性能を示した。硫黄ドープ酸化チタンで見られた、30分で6オーダーの殺菌力[6),7)]には届かなかったが、実用化には十分の性能を持っている。なお、市販光触媒タイルはブランクと比較してもほとんど生菌数の減少はみられず、低い性能であった。

4．結論

今回得られた結果を要約すると次の通りである。

1）ルチル型酸化チタンに鉄を担持する方法として、溶射前に担持、溶射と同時に担持、溶射後に担持を比較するとXRDとEDSの結果から、溶射同時担持が可視光化に寄与するFeOOHが熱影響なく担持されコンタミや偏析もなく良好な皮膜となっていることが分かった。

2）ルチル型酸化チタンに鉄を担持した皮膜(同時担持)のアセトアルデヒド分解試験結果を見ると、迅速な分解と二酸化炭素の発生量から完全分解がされており、既存の硫黄ドープ酸化チタンと比較しても高い性能を示した。

3）ルチル型酸化チタンに鉄を担持した皮膜(同時担持)の殺菌試験結果を見ると、既存の硫黄ドープ酸化チタンには及ばないものの、180分で6オーダーの殺菌がなされており、高い殺菌性能を示した。

4）鉄の担持されたルチル型酸化チタン溶射皮膜(同時担持)は性能面でも申し分なく、材料の安価化に利用できる可能性が示された。

5．謝辞

本稿の研究開発は、九州工業大学の横野研究室、並びに北九州市立大学の森田研究室をはじめとする研究機関等の指導と支援により行われました。

ここに改めて、関係各位の皆様へ厚く御礼申し上げます。

参考文献

1) 砂田香矢乃：光触媒 基礎・材料開発・応用，㈱エヌ・ティー・エス，(2005)，780.

2) 大谷文章：「光触媒のしくみがわかる本」株式会社技術評論社(2003)

3) 佐藤しんり：「図解雑学 光触媒」ナツメ社(2005)

4) 特許広報(B2)，特許第3978512号，特願2003-209398

5) 横野照尚：図解 光触媒のすべて，工業調査会，(2003)，133.

6) 樋口友彦，原賀久人，吉永宏，梅田陽平，山崎健之：フジコー技報17（2009）49 福田翼等：「Bactericidal activity against *Staphylococcus aureus* on sulfur doped TiO_2 plus copper metal thin film under visible-light illumination」環境バイオテクノロジー学会誌(2008)

7) 森田洋等：光触媒の抗菌効果(30Pp-15)，日本防菌防ばい学会 第34回年次大会 要旨集，(2007)，33.

技 術 論 文

高速フレーム溶射法により成膜したTiO_2多孔質膜を用いた色素増感太陽電池の作製及び評価

Fabrication and Evaluation of DSSC using TiO_2 Nano Porous Film Formed by High Velocity Oxy-Fuel Spraying Method

技術開発センター
基盤技術開発班
主任 博士(工学) 坂口 昇平
Shohei Sakaguchi

技術開発センター
基盤技術開発班
係長 野村 大志郎
Daishiro Nomura

技術開発センター
基盤技術開発班
主任 増住 大地
Daichi Masuzumi

技術開発センター
事業化開発班
主任 博士(工学) 裵 銀榮
Eunyoung Be

技術開発センター
基盤技術開発班
課長 藤田 和憲
Kazunori Fujita

技術開発センター
センター長
博士(工学) 永吉 英昭
Hideaki Nagayoshi

要旨

色素増感太陽電池の製造において生産効率の向上は重要な課題の一つである。色素増感太陽電池の作用極は二酸化チタンペーストを塗布し焼成した後、色素を吸着させ作製する。二酸化チタンの塗布工程は数分程度で行われるが焼成工程には数時間を要する。本報では、高速フレーム溶射法を用いることで二酸化チタンの成膜時間を大幅に短縮する試みを行った。その結果、成膜時間を約1/100程度に短縮でき、性能においては従来の塗布法と比較し、開放電圧(Voc)は同程度の性能を示した。短絡電流(Jsc)は多少の差異はあるが溶射条件をコントロールすることで改善が見込める。

Synopsis:

The improvement of productivity is an important factor for the dye sensitized solar cell (DSSC). The working electrode is made of transparent conductive oxide (TCO) substrate and wide-gap TiO_2 semiconductor film on which dye molecules are adsorbed. And the working electrode is constructed according to coating, sintering, and adsorbing of a dye. Although the coating process is finished within a few minutes, the sintering process needs over one hour. In this report, we investigated the performance of working electrode made by high velocity oxygen fuel spraying method without the sintering process. As a result, coating time was decreased about 1/100, and the open-circuit voltage was shown the same performance to the conventional method. However, the short-circuit current was shown a slight decrease, it can be improved by controlling the thermal spray condition.

1. はじめに

地球のエネルギー資源のうち、石油可採埋蔵量は現在の消費量の41年分、天然ガスは63年分、ウランは72年分といわれ、いずれも有限である[1)]。これらエネルギー資源の枯渇を防ぐ為にも21世紀はこれら化石燃料の消費比率を下げ、再生可能なエネルギーの消費比率を上げる必要がある。太陽光はクリーンかつ永続的であり、再生可能なエネルギーとして最も注目を集めているエネルギー源であるため、太陽電池の開発が盛んに行われている。太陽電池は大きく分類するとシリコン系、化合物系、有機、色素系に分類される。そのなかで現在、太陽電池市場

ではシリコン系が主流である。シリコン系太陽電池をさらに分類すると、バルク系（結晶、微結晶系）、薄膜系に分類でき製造工程が異なる。バルク系シリコン太陽電池を作製するためにはシリコンを溶融させるために 1400℃程度の高温加熱設備が必要である。また薄膜系太陽電池では、CVD 装置などの半導体製造設備が必要となる。そのため、製造装置の導入コストが高いという問題点がある。色素増感太陽電池は、シリコン半導体とは異なり、チタニアナノ粒子酸化物を光電変換のための半導体として用い、大気中で塗布プロセスにより作製できる。更に、製造工程にかかる加熱温度が 450℃と低く高額な加熱設備や真空装置が不要であり、次世代型の低コスト太陽電池として注目されている [2-6]。しかし、塗布と加熱の工程にかかる時間は、チタニア間のネッキング（結合）のため数時間必要となり、生産工程の中でも大きな比率を占める。

本研究では生産工程において大きく時間的ロスとなっている二酸化チタン多孔質膜の成膜工程を短時間で行い、生産性向上を図ることを目的に、高速フレーム溶射を用いた成膜を試みた。加えて、太陽電池特性においても従来の塗布法と性能比較を行い、その結果を評価した。

2. 色素増感太陽電池の構造及び発電機構

2. 1 色素増感太陽電池の構造

グレッツェルらが開発した色素増感太陽電池の構成を Fig.1 に示す [2)]。

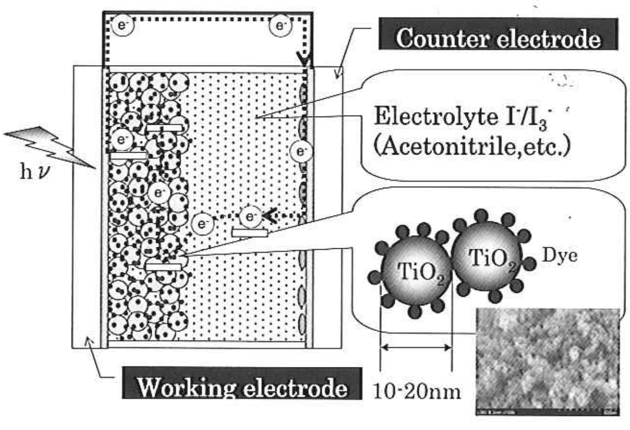


Fig.1　Structure of dye sensitized solar cell

色素増感太陽電池はワーキング電極、カウンター電極、電解液から構成される。ワーキング電極は透明導電膜上に二酸化チタン多孔質膜を積層し、色素が単分子吸着（色素分子がチタニア界面に単一層で吸着）することで形成される。カウンター電極は導電性ガラス基板に白金(Pt)をスパッタしたものや、塩化白金酸(H_2PtCl_6)水溶液を塗布後、焼成還元したものが使用される。電解液は一般的にヨウ素（ヨウ素イオン）を有機溶剤（アセトニトリル、プロピレンカーボネート、メトキシプロピオニトリル等）に溶解したものが用いられる。色素増感太陽電池は上記のワーキング電極とカウンター電極の間に電解液を注入したサンドイッチ構造のセルである。

2. 2. 色素増感太陽電池の発電機構

Fig.2 に色素増感太陽電池の発電機構を示す。導電性ガラス基板を透過して入射した太陽光はチタニアに吸着している色素に吸収される。光を吸収した色素は基底状態(S^0)から励起状態(S^*)になり、電子が色素からチタニアに注入される。効率的に電子注入を起こすためには、ルテニウム色素の最低空準位(LUMO)はチタニアの伝導帯より負（電子エネルギー準位が高い）でなければならない。チタニアに注入された電子はチタニア内の電子トラップ（電子を捕獲する欠陥部）をホッピングしながら拡散し（アンバイポーラ拡散）、透明導電膜(Fluorine doped Tin Oxide、 以下 FTO と記す)に到達する。電子拡散を考慮するとチタニアの膜厚は薄いほうが好ましいが、色素が太陽光を吸収するためには、ある程度の膜厚を確保する必要がある。FTO に到達した電子は外部回路を通り対極近傍にある I_3^-に電子を渡す。この際、触媒として白金薄膜がよく用いられる。電子を受け取ったI_3^-はI^-となり電解液中をイオン拡散し、色素に電子を戻す。

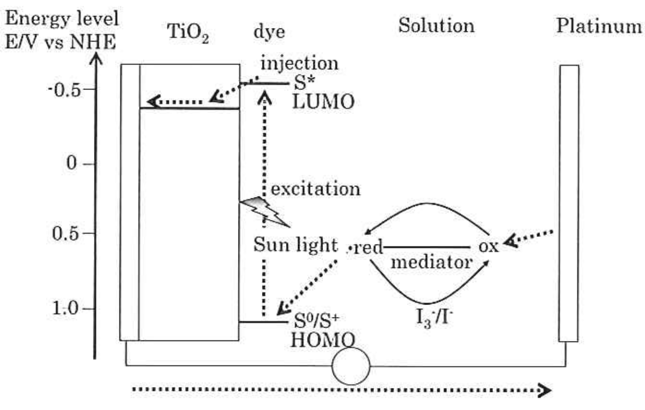


Fig.2　Working principle for dye sensitized solar cell

3. 目的達成へのアプローチ

色素増感太陽電池のワーキング電極の製造工程は透明導電膜付ガラス上に二酸化チタンを塗布し、焼成を数時間行った後、色素に一晩浸漬させることで作製する。以上のような二酸化チタン成膜基板の焼成および二酸化チタン多孔質膜への色素吸着工程には数時間を要し生産性向上のために時間短縮が望まれている。その中、色素の多孔質膜への吸着工程については加圧二酸化炭素中での吸着等で短時間での二酸化チタン膜への単分子吸着が報告されている[7)]。しかし、二酸化チタン膜の焼成はチタニア粒子間のネッキングに時間を要するため焼成時間の短縮は難しい。そこで、本報では高速フレーム溶射を用いることで二酸化チタン多孔質膜の成膜を試みた。Fig.3に本開発に用いた高速フレーム溶射法を示す。

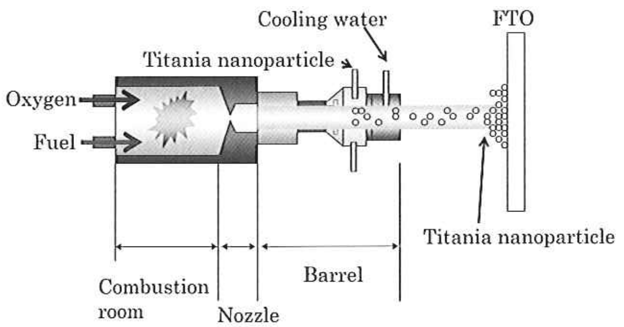


Fig.3 Schematic image of high velocity oxy-fuel spraying method

高速フレーム溶射は燃焼室において酸素と燃料が燃焼し、加熱されたガスが細いノズルで絞られ、さらにバレル（銃筒）を通過することで高速のジェット噴流となる。原料粉末（本報では二酸化チタン）はこの高速ガスに乗り、加熱されると同時に高速でガンから噴出され、基材に衝突することで皮膜が形成される。高速フレーム溶射により形成された膜は高温で燃焼された微粒子が基板に高速でたたきつけられるため、粒子が溶融し、緻密な膜を形成することが報告されている[8)]。しかし、色素増感太陽電池に用いる二酸化チタン薄膜は粒子界面に増感色素を吸着させるため、表面積の広いほうが性能面で有利である。また、二酸化チタン膜深部までイオン拡散を効率的に行う必要があり多孔質膜の作製が不可欠となっている。したがって、従来の高速フレーム溶射では緻密な膜を形成してしまうため色素吸着量の低下、または薄膜中のイオン拡散の阻害が起こりうる。そのため、色素増感太陽電池に用いるには適さない。

そこで、本報では溶射の時の温度条件を低温にすることで溶融状態をコントロールし、多孔質膜を形成することを試みた。低温溶射技術は、2003年に「温度可変型の高速溶射装置」として特許権[9)]を取得している。

4. 実験方法

高速フレーム溶射法を用いたセル作製プロセスをFig.4に示す。

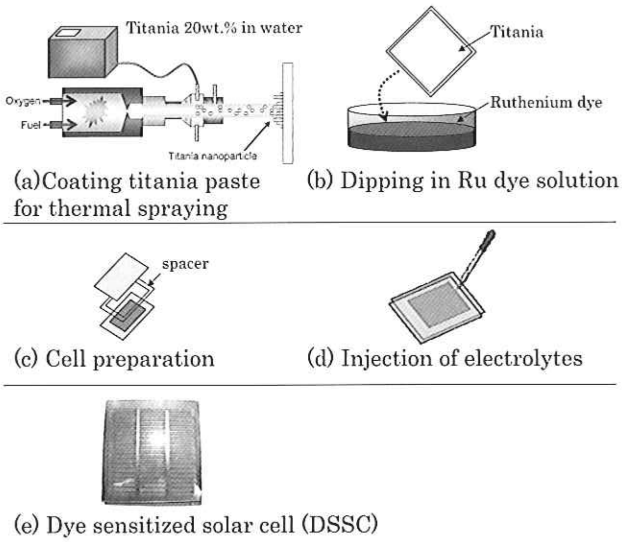


Fig.4 Schematic image showing fabrication process of dye sensitized solar cell made by high velocity oxy-fuel spraying method

二酸化チタンを純水に20wt%加えたものをスラリーとして用いた。スラリーを厚さ3mmの透明導電膜付ガラス基板（日本板硝子（株）/FTO:F dope SnO_2）に高速フレーム溶射を用い成膜を行い10μm程度の膜を形成した。その後、t-ブチルアルコールとアセトニトリル混合溶液（体積比1：1）に色素を3×10^{-4}M溶解させた溶液に一晩浸漬させチタニア界面に色素を吸着させた。色素溶液から基板を取り出した後、基板をt-ブチルアルコールとアセトニトリル混合溶液（体積比1：1）で十分洗浄した。カウンター電極はハイレートスパッタリング装置(ULVAC社製 SH-250-T04/MA03-8001）を用い白金（Pt）を基板上に成膜した。作用極と対極間にスペーサーを挿入し100℃程度で熱圧着した。電解液は毛細管

現象によりスペーサーの隙間から注入した。電解液にはアセトニトリルにヨウ化リチウム(500mM)、t-ブチルピリジン(580mM)、ヨウ素(50mM)、イオン液体(600mM)を添加したものを用いた。エポキシ樹脂により封止を行い、太陽電池を作製した。

上記のように高速フレーム溶射を用い成膜した二酸化チタン多孔質膜と従来の塗布により成膜した二酸化チタン多孔質膜の様子を走査型電子顕微鏡(SEM)を用い観察した。また、太陽電池の性能比較のため、電流電圧特性、色素吸着量、細孔分布、チタニア内電子拡散の測定を行った。太陽電池特性は、分光計器社製分光感度測定装置 KHP-1 型を用い測定し、100mW/cm^2、AM1.5 の擬似太陽光照射下で太陽電池特性を評価した。セル面積は 0.25cm^2(0.5mm×0.5mm)とした。色素吸着量測定は二酸化チタン多孔質膜に吸着したルテニウム色素をアルカリ水溶液に浸漬させ色素を剥離させた。その後、紫外－可視光分光光度計(日本分光：V530)を用い、色素の吸光度測定により最大吸光波長を決定し、検量線から算出した。細孔分布測定は比表面積計(BET:Quantachrome Autosorbu-1C/MS)を用いることで測定を行った。チタニア内の電子拡散は光強度変調光電流分光法(Intensity Modulated Photocurrent Spectroscopy、以下 IMPS と記す)を用いて測定した[10,11]。IMPS の測定方法は、色素増感太陽電池に照射する光量を時間変調する事により、出力される電流の位相差から電子拡散係数を求める方法である。複素平面で、半円が得られ、位相差が最大となる点の周波数を式(1)に代入することにより、拡散係数(D)を算出できる。照射光源には 635nm のレーザーダイオードを用いた。

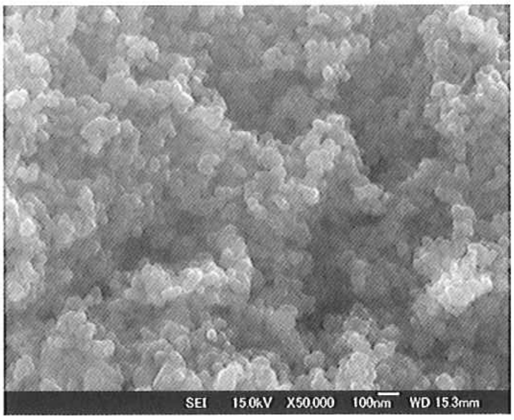
$$D = 2\pi f_{\min(IMPS)} \cdot d^2 \tag{1}$$

$f_{\min(IMPS)}$:位相差が最大となる点の周波数、d:膜厚

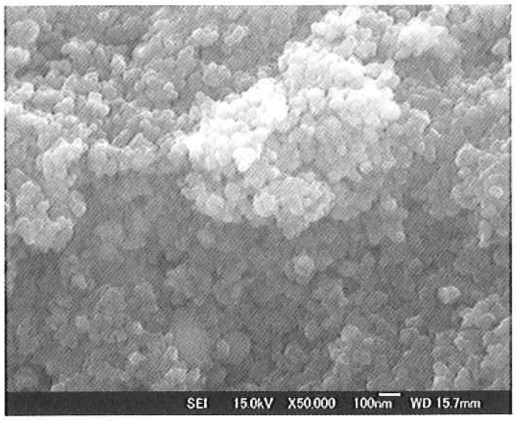
5. 従来法（塗布法）と高速フレーム溶射法の比較結果及び考察

本研究では高速フレーム溶射法を用いて二酸化チタン多孔質膜を成膜する事で塗布法では 3 時間程度を要して成膜していたところ、2 分程度で成膜できることを確認した。

Fig.5 に従来の塗布成膜を用い成膜した膜（Fig.5(a)）と高速フレーム溶射成膜を用い成膜した二酸化チタン膜（Fig.5(b)）の SEM 画像を示す。



(a) Conventional coatings



(b) Developed coatings

Fig.5 SEM images of (a) conventional coatings and (b) developed coatings

高速フレーム溶射を用いた成膜は一般的に緻密な膜を形成する。しかし、溶射温度条件をコントロールすることで、従来の塗布後に焼成して得られる多孔質膜と同質の膜を形成することが確認できた。

Fig.6 に各々の電流電圧特性を示す。塗布による成膜を用いたときの電流密度は、10.2mA/cm^2 が得られ、高速フレーム溶射を用い成膜したときは、9.3mA/cm^2 となり、わずかな差がみられた。開放電圧は、共に、0.8V と同程度の値を示した。

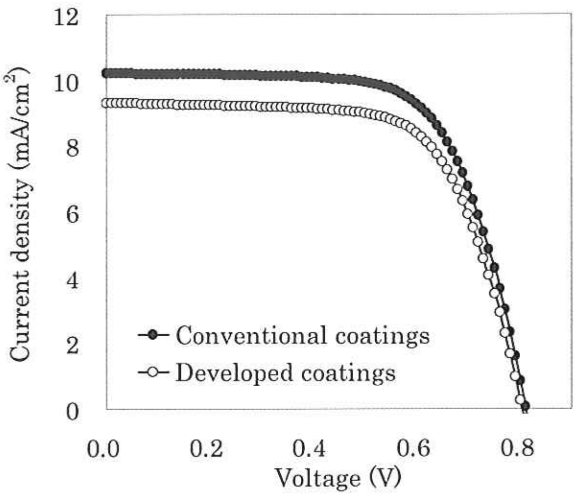


Fig.6 IV-curves for conventional coatings and developed coatings

色素増感太陽電池の電流密度は主に二酸化チタン界面に単分子吸着する色素量と二酸化チタン内を拡散する電子の拡散係数によって決定される。また、色素は 2nm 程度の大きさであり、二酸化チタン多孔質膜内を効率よく拡散し、二酸化チタン界面に吸着しなければならない。そのため、ある程度の空隙をもつ多孔質膜を成膜する必要がある。

そこで本研究では電流密度差の原因を細孔分布測定、色素吸着量、チタニア内の電子拡散を測定することで検討した。Fig.7 に細孔分布測定の結果を示す。塗布による成膜は 20nm から 50nm に細孔が分布しているが、溶射による成膜は 10nm から 20nm に分布していた。高速フレーム溶射法を用いて成膜された膜は高圧でたたきつけられた衝撃により、空隙が小さくなったと考えられる。

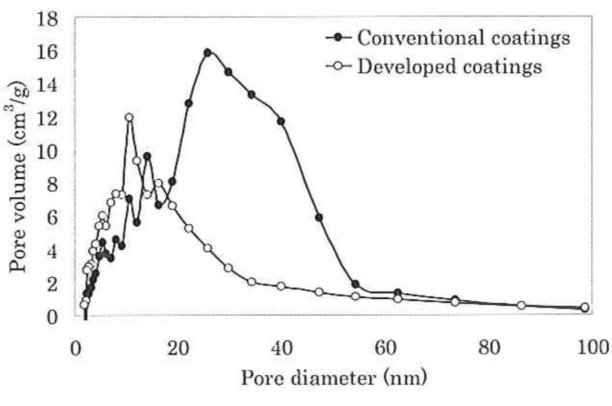


Fig.7 Pore distribution curves for conventional coatings and developed coatings

また、Fig.8 に二酸化チタン界面に吸着した色素吸着量を示す。溶射成膜された膜は吸着量が塗布成膜に比べ少なく、ポアサイズが小さいこと、そのことにより多孔質膜深部まで色素が拡散していないことが要因として考えられる。

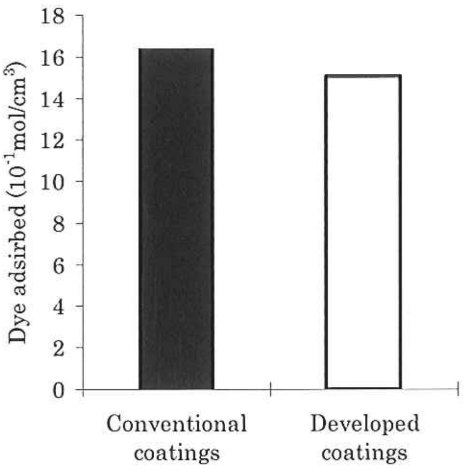


Fig.8 Amount of dye adsorption for conventional coatings and developed coatings

Fig.9 に各々の電子拡散係数を示す。溶射成膜が塗布成膜に比べ差が生じているのは、溶射膜のポアサイズが小さいため色素がナノポーラス膜のナノポア内を拡散できずに色素未被覆部が残存していると考えられる。そのため、色素未被覆部が電子トラップとなり電子拡散の低下を促していると推測できる[12]。

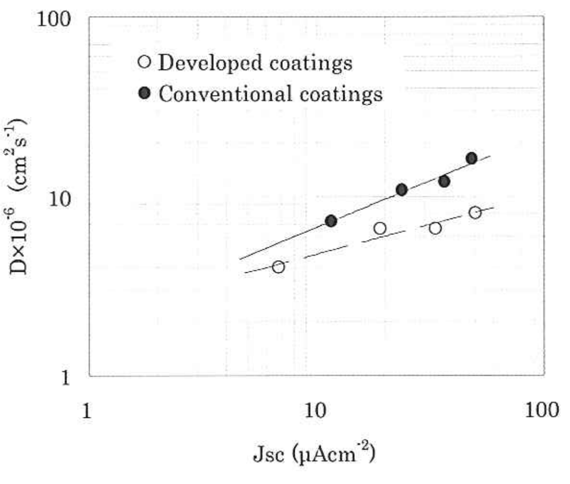


Fig.9 Electron diffusion coefficients for conventional coatings and developed coatings

以上のことから､溶射成膜を用いた色素増感太陽電池の若干の性能差の原因は推測できた。しかし、その性能の違いは僅差であり、溶射条件を整えることで塗布成膜と同等の性能を有する膜を成膜することは可能である。さらに､成膜時間が塗布成膜の 1/100 程度になることをも考慮すると塗布成膜の代替技術として十分に期待できる技術である。

最後に、本報では高速フレーム溶射を用い作製した色素増感太陽電池に関して報告したが、溶射成膜を用いたシースルー型モジュールの開発も行っており、平成20年度低炭素社会に向けた技術シーズ発掘・ 社会システム実証モデル事業 の「低炭素社会向け太陽電池利用の 多機能テラスシステム技術開発とモデル実証」において報告している。Fig.10に作製した10cm×10cmのサブモジュールを9つ組み合わせたモジュールを示す。

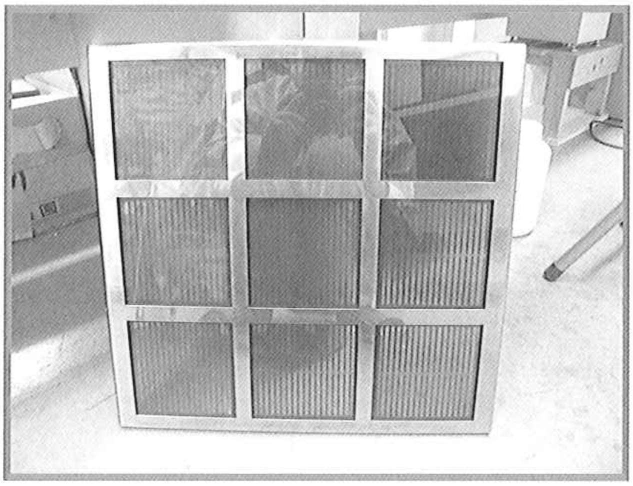


Fig.10 Photo showing appearance of dye sensitized solar cell module made by high velocity oxy-fuel spraying method

6. 結論

本報では、高速フレーム溶射を用いることで二酸化チタンを短時間で成膜でき、生産効率向上の指針を得た。加えて、溶射成膜したナノポーラス二酸化チタン膜を用い色素増感太陽電池を作製した結果、従来の塗布法と同程度の太陽電池特性を得ることができた。性能の違いは、ポアサイズが小さいこと、それにより、色素吸着量が少ないこと、チタニア内電子拡散が低いことが原因であった。これらの性能低下原因は溶射条件のコントロールにより改善することが可能である。

7. 謝辞

本研究は九州工業大学生命体工学研究科早瀬研究室の皆様方のご支援とご協力の下に行われたもので、諸氏に厚く御礼申し上げます。

参考文献

1) H.Arakawa, Recent Advances in Research and Development for Dye-Sensitized solar cells, (2001).
2) B. O'Regan, M. Grätzel, *Nature*, **353**, 737 (1991).
3) A. Hagfelt, M. Grätzel, *Acc. Chem.Res.*, **33**, 269 (2000).
4) M. K. Nazeeruddin, P. Pecky, M. Grätzel, *Chem .Commum.*, **18**, 1705 (1997).
5) A. Hagffeldt, M. Grätzel, *Chem. Rev.*, **95**, 49 (1995).
6) M. Grätzel, *Cattech,* **3**, 4 (1999).
7) Y. Ogomi, S. Sakaguchi, T. Kado, M. Kono, Y. Yamaguchi, S. Hayase, *J. Electrochem. Soc.*, **153**, A2294 (2006).
8) G.-J. Yang, C.-J. Li, F. Han, A. Ohmori, *Thin Solid Films,* **466**, 81, (2004).
9) 特許第 3978512 号、特願 2003-209398
10) S. Kambe, S. Nkade, Y. Wada, T. Kitamura, S. Ynagida, *J. Mater. Chem.*, **12**, 723 (2000).
11) G. Schlichthorl, S. Y. Huang, J. Sprague, A. J. Frank, *J. Phys. Chem., B*, **101**, 8141 (2000).
12) S. Kambe, S. Nakade, Y. Wada, T. Kitamura, S. Yanagida, *J. Mater. Chem.,* **12**, 723, (2002).

新　製　品　新　技　術

再生熱延ワークロール

1．はじめに

鉄鋼圧延現場における技術改善は、製品品質向上、生産性向上および製造コスト低減を目的にしており、この種の改善は永遠のテーマであります。特に、圧延メーカーにおいては、在庫圧縮を背景に少ないロール常備数で圧延製品の品質向上を達成するため、高機能でかつ長寿命ロールの要望が高い状況下にあります。

このような圧延ロールの性能向上ニーズに対応するものとして、高速度鋼系材料(以下ハイスと呼ぶ)を適用したハイスロールが主として適用されています(図1)。その製造プロセスとしては連続鋳掛け法(Continuous Pouring process for Cladding、以下CPC と記す)、遠心鋳造法等があります。当社が独自に開発したCPC 法は、遠心鋳造法で製造したハイスロールに比べ、微細な金属組織を有し、耐摩耗性と耐肌荒れ性に優れています。

更に製造コスト低減、CO_2 排出量の削減を目指し、新たに再生技術を開発しました。この再生技術を利用した再生熱延ワークロールは、ロールコストの大幅な低減と環境負荷の削減を実現しましたので紹介します。

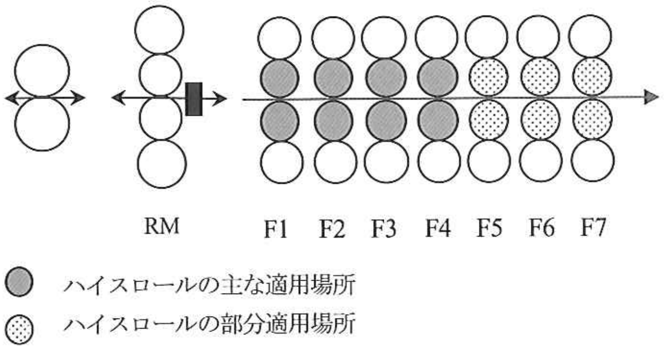


図1.　ホット・ストリップミルの圧延ラインとハイスロールの適用例

2．再生ワークロールとは

従来の熱延ワークロールは、新製径から廃却径まで使用されたのち、廃棄処理されるのが普通でした。再生ロールとは、この使用済ロールをお客様から引取り再度、ワークロールとして生まれ変らせる斬新な考え方です。

その手法は、圧延製品と接触する部位にCPC 法を用い、ハイス層を再成形します。さらに軸部の形状復元に溶接法を駆使することで使用済ロールを新たなロールとして再生し、圧延ロールとして提供致します。この再生技術は、フジコーが得意とするハードフェイシング技術を融合させ生まれた独自のワークロールの再生技術です。この再生熱延ワークロールの製品イメージを図2に示します。この技術で製造されたロールは、耐摩耗性、耐肌荒れ性、強靭性およびロール形状のすべてにおいて新製品と同様の性能を有しております。

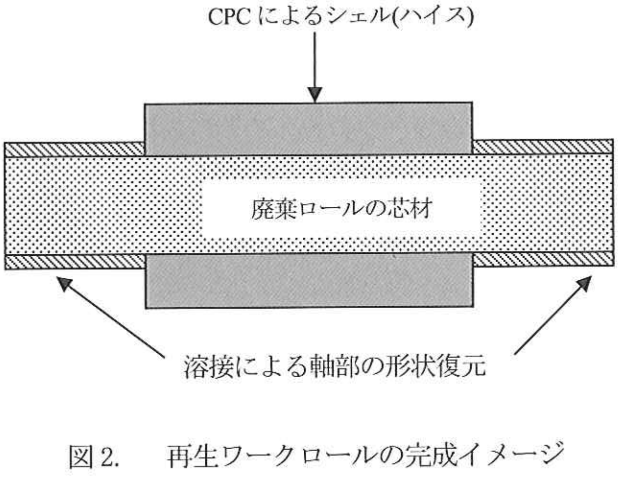


図2.　再生ワークロールの完成イメージ

3．ワークロールに要求される事項

ワークロールに要求される性能としては、耐摩耗性、耐肌荒れ性、高靭性の3点があります。

耐摩耗性と耐肌荒れ性については、遠心鋳造法等と比してCPC 法の最大の特徴である偏析なく高合金かつ多合金化が可能であり、なおかつ水冷モールドによる高速凝固により

① 高硬度の炭化物と基地組織の最適なバランス
② 均一な金属組織
③ 微細な結晶組織と美麗なロール表面肌
を得ることができ、耐摩耗性と耐肌荒れ性に優れています。芯材には高靭鋼を使用していますので、高負荷圧延にも十分対応できます。

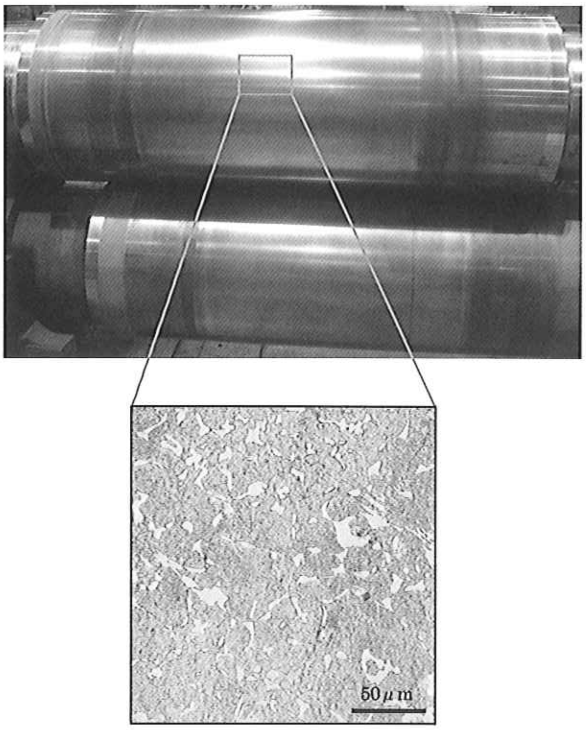


図 3. 熱延仕上圧延機用再生ワークロールの適用例とミクロ組織

4. 再生 CPC ワークロールの期待効果

廃棄ロールを芯材として再利用することで、従来の新品ロールの価格から約 20%のコストダウンを実現致しました。これにより、CPC ハイスロールでコストパフォーマンスを得られなかったミルにおいても、十分にご満足頂ける製品となっております。コストパフォーマンスの一例を表 1 に示します。

また、芯材を再利用することで、芯材製造に関する CO_2 排出量を大幅に削減することが可能となり、ワークロールの製造時に発生する CO_2 排出量の約 55%を削減しました(図 4)。

環境に優しいエコロールとして、北九州市から 2009 年度のエコプレミアム商品として認定を受けております。

表 1 再生 CPC ハイスロールのコストメリット分析

区分	パフォーマンス（比）	原単位（比）	価格（比）
遠心鋳造ハイス	1	1	1
CPC ハイス	1.5 (1.2-2.0)*	0.8	1.2 (1.2-1.5) *
再生 CPC ハイス	1.5 (1.2-2.0) *	0.67	1 (1.0-1.2) *

*使用 Std.および圧延環境によっての差異

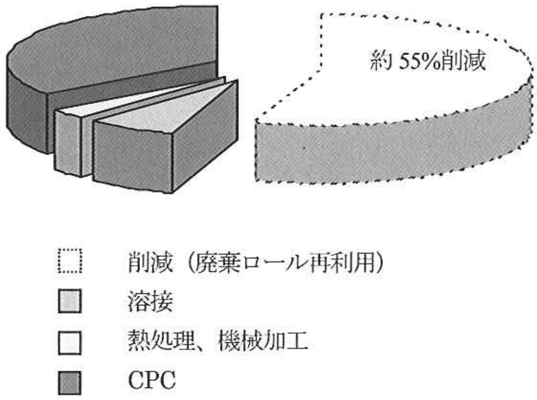


図 4. 再生ロールによる CO_2 削減効果

5. むすび

当社では、独自の技術開発により高性能 CPC ハイスロールを低価格で御提供を可能にしました。

お客様各位の資材購入費ならびに設備メンテナンス費の低減と共に、CO_2 削減による環境対策にも貢献していく所存です。

問い合わせ先
本社　製品事業部
ロール事業本部
担当：芳谷 和政
TEL：093-871-3724
FAX：093-884-0009

新　製　品　新　技　術

高耐摩耗スクリュー溶射製品

1．はじめに

近年、ディーゼル車の排ガス規制強化により、排ガス処理用粒子状物質除去フィルター（SiC-DPF）の需要が増加しています。DPF用ハニカム構造体は、押出成形法で製造されています。DPF原料は硬質のSiC粉体であるため、製造装置の損傷が激しく、消耗機材の長寿命化が大きな課題としてクローズアップされています。

本製品は、硬質な微粉体（SiC）による耐アブレージョン摩耗性を向上させた溶射材料を開発し、独自の自動溶射装置を使用することで、複雑形状スクリューにおいても、膜厚を均一化し、安定した機能を発揮できることを特徴としております。

2．スクリューの溶射工程

ご支給頂いたスクリュー形状の素材にブラスト処理を行い、開発材料を独自の自動装置で溶射します。溶射後に皮膜強度を上げるために熱処理炉で再溶融処理を行います。長尺製品では、歪み矯正を行い、仕上げ加工を行い納品致します。

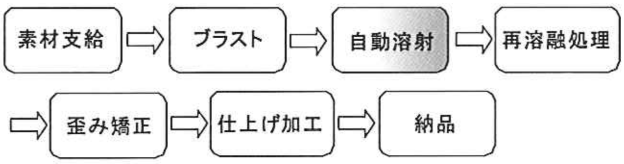


図1．スクリューの溶射工程

3．スクリューの自動溶射

多軸制御（7軸）の自動溶射装置で、溶射ガンとスクリューのリードを同調させることが可能となりました。自動溶射装置を用いることで複雑な形状においても均一な厚みで溶射することが出来ます。

図2．スクリューの自動溶射

4．耐アブレージョン摩耗性に優れた溶射皮膜

国内では、スクリューのハードフェーシング材として、ニッケル基地の自溶性合金に耐摩耗性を向上させる目的で硬質のWC-12Co等のサーメットを複合した皮膜が使用されております。この皮膜の原料は、機械的に混合されたものが使用されており、ミクロ的に偏析した組織となっております。被摩耗粉が組織の偏析よりも細かい場合は、柔らかい部位が選択的に摩耗し、アバタ状に摩耗が進行します。この溶射のミクロ的な偏析を改良するために、原料粉を微粉化しております。更に、溶射性を改善するために自社内に造粒設備を導入し、造粒粉の試作技術を確立しております。図3に試作開発スキームを、図4に機械的混合材料と開発材料を溶射した皮膜の組織写真を示します。

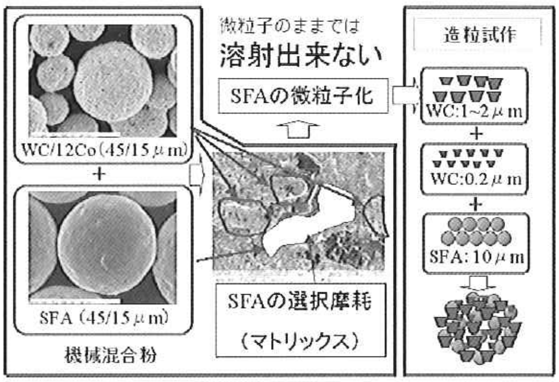
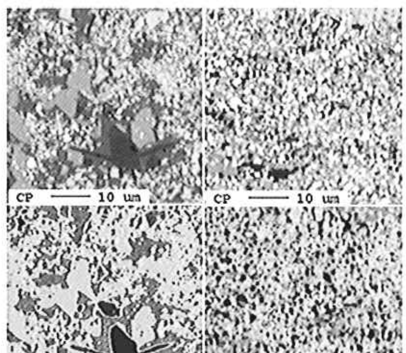


図3．　試作開発スキーム



機械的混合材料　　開発材料

図4．溶射皮膜のSEM・EPMA像

５．溶射皮膜特性

溶射皮膜のアブレージョン摩耗特性は、図５に示すラバーホイール試験で評価を行いました。従来の機械的混合材料は、実製品と同様にアバタ状に摩耗が進行している様子が観察されました。造粒粉の開発材料では、アバタ状の摩耗は発生しておりません。摩耗試験後の外観写真を図６に示します。

開発材料の溶射後の皮膜表面は、表面粗さが Ra2μm 以下となっており、滑らかな摩耗面を呈しております。図７に摩耗試験後の表面粗さを示します。

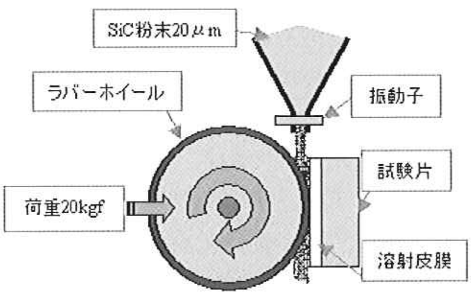


図５．ラバーホイール試験

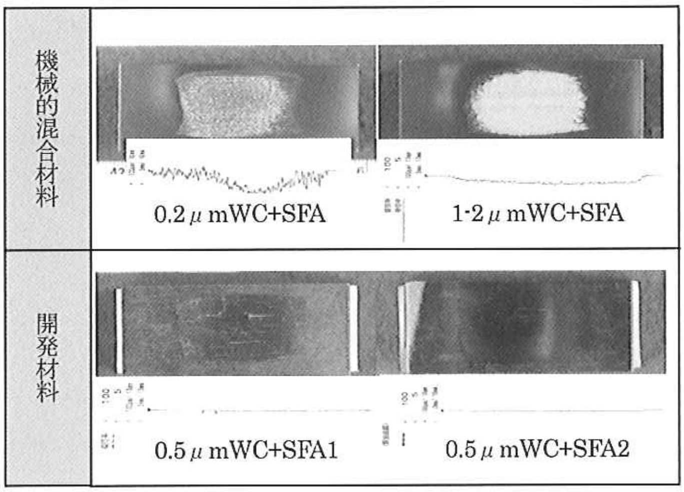


図６．摩耗試験後の外観写真

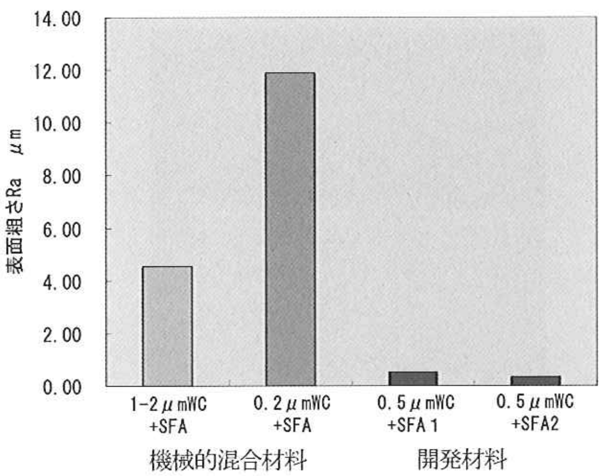


図７．摩耗試験後の皮膜表面粗さ

開発材料の耐摩耗性は、従来の機械的混合材料と比較して、５倍以上の耐用が確認されております。

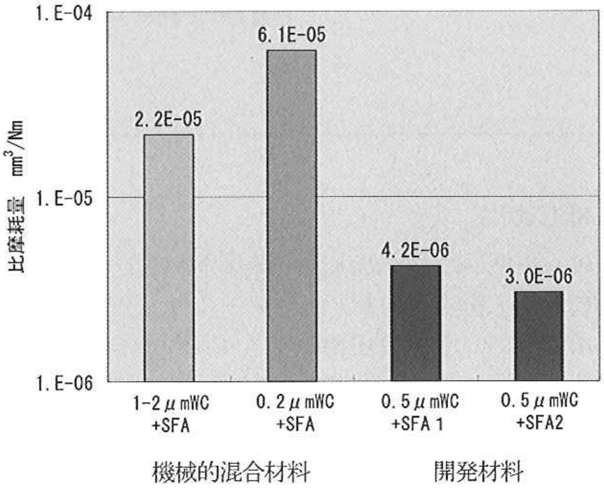


図８．耐摩耗性

６．おわりに

今回、開発した溶射材料または自動溶射技術は加圧成形用のスクリューに使用され、良好な結果が得られております。また、お客様の細かなニーズに対処できるように、自社内で材料設計、材料試作、溶射までの開発を一環してできる体制を整えております。

スクリュー溶射製品の開発は、平成 19 年度、20 年度の福岡ナノテク推進会議ナノテク産業化促進事業で実施しております。また、材料開発においては、福岡県工業技術センターとの共同研究で実施しております。

問い合わせ先
本社　商品技術室
担当：宮崎　裕之
TEL　093－871－3724
FAX　093－884－0009
技術開発センター
担当：古田　博昭
TEL　093－871－0761
FAX　093－882－0522

新製品｜新技術

高性能光触媒製品　「MaSSC」

1．MaSSCとは

弊社では、独自の低温高速フレーム溶射により、高性能光触媒皮膜の実用化に成功しました。その材料を「強い殺菌能力を持つ材料」(Material with Strong Sterilization Capability)の頭文字をとって、「MaSSC」(マスク)と名づけました。

またMaSSCのコーティング、及び、MaSSCをコーティングされたアイテムを「MaSSCシールド」と呼称いたしております。

この非常に高性能の光触媒効果を持つMaSSCシールドを、フロアタイルや空気浄化機の内部ユニットとして利用した商品化を進めています。

図1．MaSSCロゴ

2．MaSSCシールドタイルの紹介

「MaSSCシールドタイル」は、弊社が作る殺菌タイルのことです。

MaSSCシールドタイルは、一般的な光触媒よりも広範囲の波長域の光で殺菌効果を有するので、蛍光灯などの室内光でも殺菌・消臭作用を発揮いたします。

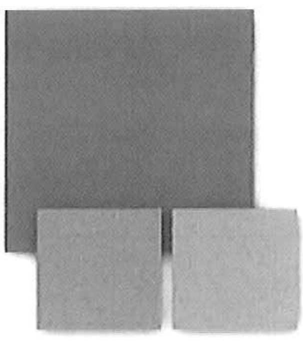


図2．MaSSCシールドタイル

以下にMaSSCシールドタイルの主な特長を記します。

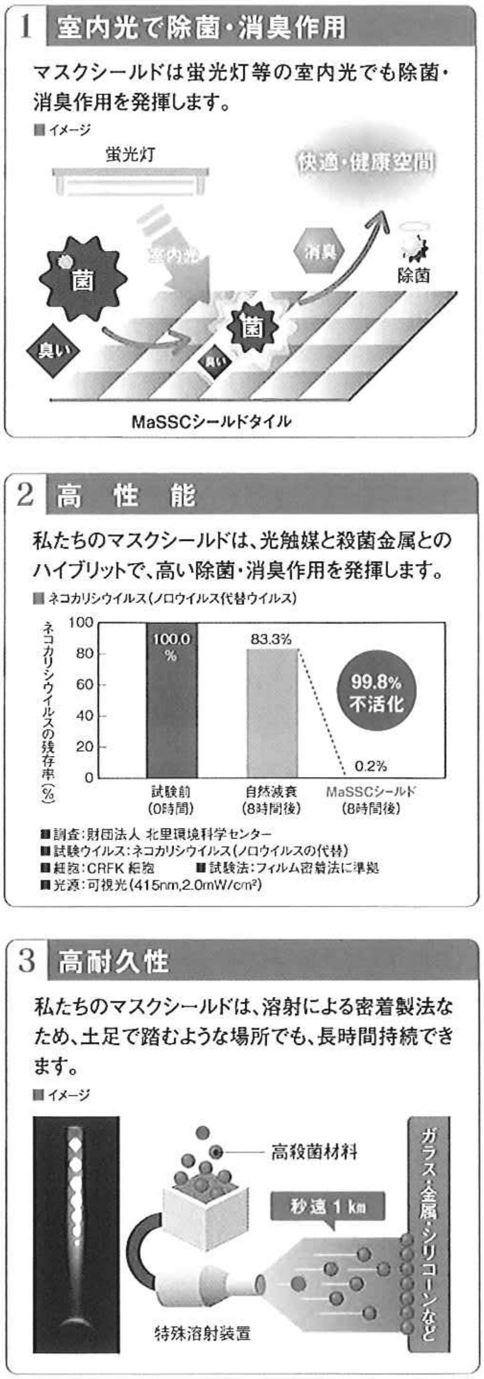


図3．MaSSCシールドタイルの特長

3．MaSSC クリーンの紹介

「MaSSC クリーン」とは、MaSSC シールドを利用した空気浄化機です。

MaSSC クリーンの製品内部には、MaSSC シールドフィルターという光触媒アルミ繊維フィルターと、高出力・低電力の紫外光ランプによって構成される殺菌ユニットが組込まれており、空気浄化機が取り込んだ菌やウイルスは、この殺菌ユニットの働きで分解・除去されます。以下に MaSSC クリーン製品の例と特長を記します。

図４．業務用空気浄化機 MC-P

図５．家庭用小型空気浄化機 MC-V4

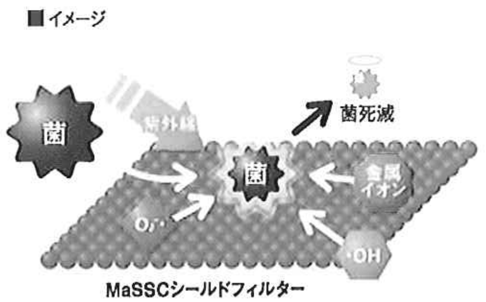


図６．MaSSC シールドフィルターイメージ図

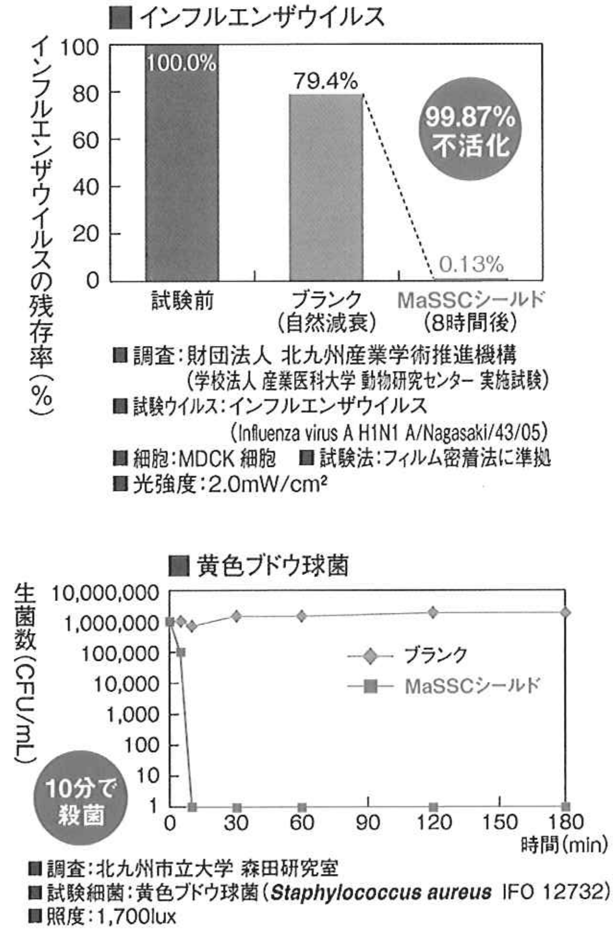


図７．MaSSC シールドフィルター殺菌データ

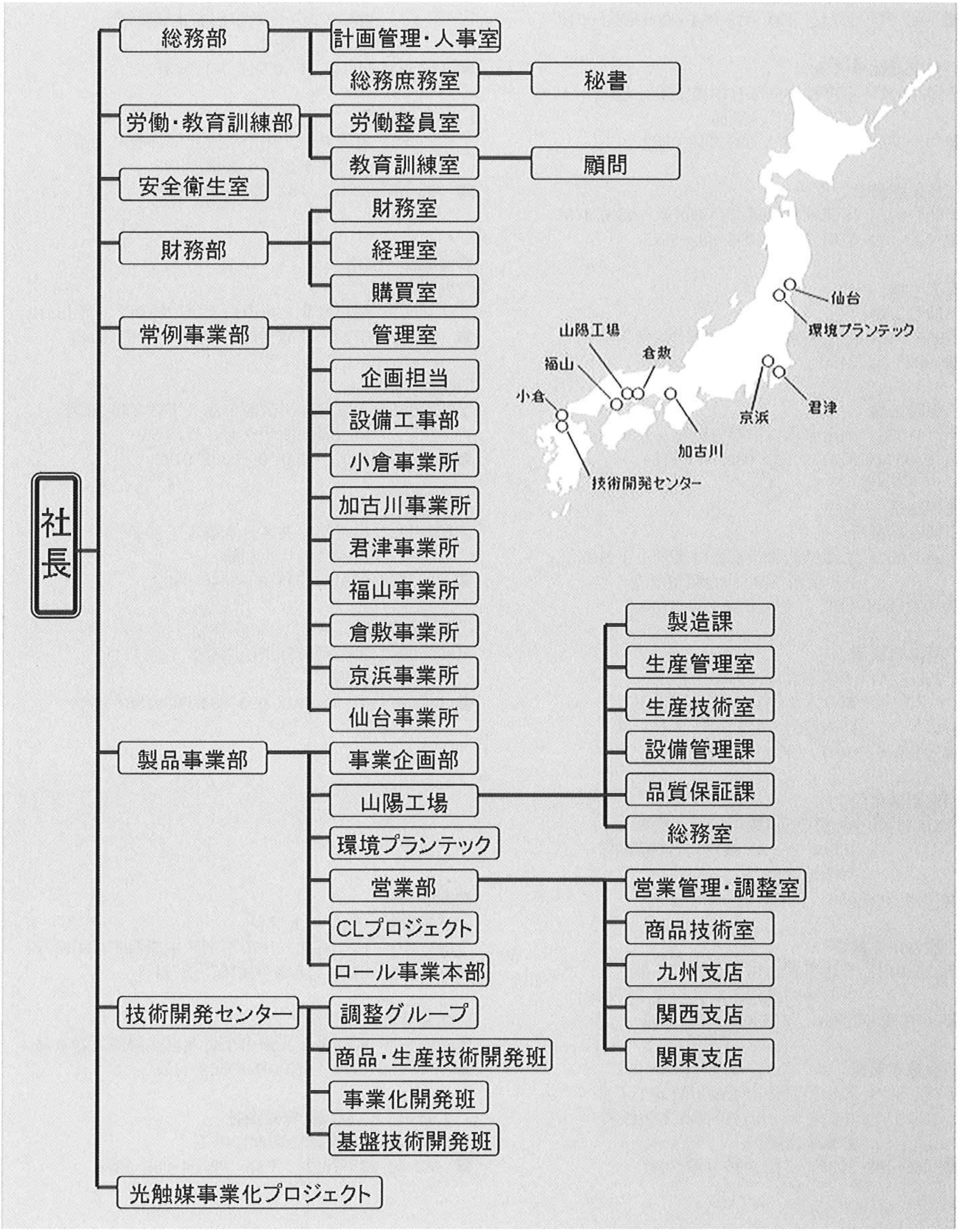
4．むすび

今後は、MaSSC シールド製品を基本とする殺菌力の向上に磨きをかけるだけではなく、意匠性の高いカラータイルや、工場対応型・大容量タイプの空気浄化機など、さらに商品バリエーションを広げるための研究開発に日々邁進していく所存です。

問い合わせ先
本社　光触媒事業化プロジェクト
担当：松島　幸徳
　　　大野　京一郎
TEL　093-871-3724
FAX　093-884-0009

FUJICO 運営組織図

平成22年11月1日現在



FUJICO　事業所・工場所在地

平成 22 年 11 月 1 日現在

□本　社
〒804-0011 福岡県北九州市戸畑区中原西 2 丁目 18-12
☎ 093-871-3724　FAX 093-884-0009/884-0048

□東京本社事務所
〒103-0027 東京都中央区日本橋 1 丁目 20-8
三木共栄ビル別館
☎ 03-3548-0881　FAX 03-3548-0882

□技術開発センター
〒804-0054 福岡県北九州市戸畑区牧山新町 4-31
☎ 093-871-0761　FAX 093-882-0522

■工　場

□仙台工場
〒989-2421 宮城県岩沼市下野郷字新南長沼 87-1
☎ 0223-24-2450　FAX 0223-29-2084

□山陽工場
〒719-0253 岡山県浅口市鴨方町鳩ヶ丘 1-1298
☎ 0865-44-5151　FAX 0865-44-5154

■事業所

□仙台事業所
〒983-0001 宮城県仙台市宮城野区港 1 丁目 6-1
JFE 条鋼(株) 仙台製造所内
☎ 022-258-4182　FAX 022-258-4183

□君津事業所
〒299-1141 千葉県君津市君津 1 番地
新日本製鐵(株)君津製鐵所
構内協力会社転炉サブセンター
☎ 0439-52-0497　FAX 0439-52-0498

□京浜事業所
〒210-0868 神奈川県川崎市川崎区扇島 1－1
JFE スチール(株)東日本製鉄所
京浜地区構内
☎ 044-288-5565　FAX 044-288-5563

□加古川事業所
〒675-0137 兵庫県加古川市金沢町 1 番地
(株)神戸製鋼所加古川製鉄所構内
☎ 079-435-0393　FAX 079-435-9641

□倉敷事業所
〒712-8074 岡山県倉敷市水島川崎通 1 丁目
JFE スチール(株)西日本製鉄所
倉敷地区構内
☎ 086-448-3035　FAX 086-448-3037

□福山事業所
〒721-0931 広島県福山市鋼管町 1 番地
JFE スチール(株)西日本製鉄所
福山地区構内
☎ 084-941-0924　FAX 084-941-0937

□小倉事業所
〒803-0803 福岡県北九州市小倉北区許斐町 1 番地
(株)住友金属小倉構内
☎ 093-561-2081　FAX 093-561-2083

■営業部・支店

□九州支店
〒804-0011 福岡県北九州市戸畑区中原西 2 丁目 18-12
☎ 093-871-3724　FAX 093-884-0009/884-0048

□関西支店
〒532-0011 大阪府淀川区西中島 5 丁目 2 番 12 号
新大阪駅前サクセスビル 5F
☎ 06-6305-9101　FAX 06-6305-9102

□関東支店
〒103-0027 東京都中央区日本橋 1 丁目 20-8
三木共栄ビル別館
☎ 03-3548-0881　FAX 03-3548-0882

□大分出張所
〒870-0913 大分県大分市松原町 3 丁目 1-11
鉄鋼ビル 5F
☎ 093-871-3724　FAX 093-884-0009/884-0048

■関連会社

□株式会社　アソートフジ
〒804-0011 福岡県北九州市戸畑区中原西 2 丁目 18-12
☎ 093-873-8770　FAX 093-873-8771

□株式会社　フジケア
〒803-0826 福岡県北九州市小倉北区高峰町 3 番 3 号
☎ 093-562-1112　FAX 093-562-1175

□大新 METALLIZING 株式会社
大韓民国浦項市南区長興洞 140-5
☎ +82-54-285-7021　FAX +82-54-285-5275

フジコー技報－tsukuru No.18　平成22年11月1日

発行人　永吉英昭
発行所　株式会社フジコー
技術開発センター
〒804-0054　北九州市戸畑区牧山新町4番31号
☎093-871-0761　FAX093-882-0522

シンボルマークは、富士山の形とフジコーのFをデザイン化したものです。小ブロックが右上がりのHOP、STEP、JUMPと飛躍、拡大していく状態を表現しております。