日本大学工学部紀要

第 54 巻 第 1 号

平成24年9月

日本大学工学部 工学研究所



工 学 編

既存鉄骨造はり継手の補強方法に関する研究

日比野巧・本田 優・浅里和茂(1)

インドにおけるCO2削減を目的とした無焼成フライアッシュレンガ作製方法の検討

Sanjay PAREEK · 斎藤雄仁 (9)

Cu-Al-Mn超弾性合金を用いたコンクリート梁ひび割れ自己修復システムの適用性 Sanjay PAREEK・三浦裕騎・大平旭洋・荒木慶一

Kshitij C. SHRESTHA・鈴木裕介(15)

Characterization of Sol-Gel-Derived Crystalline ZrO₂-Y₂O₃ Thin Films

Hirofumi SHIMIZU · Toshikazu NISHIDE (21)

テクスチャ処理による塗装膜の付着性制御と評価 渡辺 暁・溝口知広・小林義和・白井健二・若林裕之 原 靖彦・岩城一郎・子田康弘・李 和樹・近藤 司(29)

画像認識を用いた把持ロボットの自動操作システムの開発 吉田拓文・溝口知広・小林義和・白井健二・原 靖彦 (33)

工 学 編

既存鉄骨造はり継手の補強方法に関する研究

日比野 巧*・本田 優**・浅里 和茂*

Study on Reinforcement Method to Beam Joint on Existing Steel Building

Takumi HIBINO*, Yu HONDA**, Kazushige ASARI*

Abstract

The beam joints in existing steel buildings are weak points in earthquake-resistant performance as they do not suite the present standards. The method of welding reinforcing steel plates to both rims of the flange is frequently used as a method of reinforcing this part. However, there is no clear prescription about the details of these reinforcing steel plates. Therefore, in this study, FEM analysis is carried out on reinforced joints, and appropriate methods of reinforcement are proposed. From the results of analysis, it was found that 30 degrees is the desirable angle of the reinforcing steel plate and that up to 45 degrees is permissible. Further, in cutting off the end parts in consideration of workability, there is no influence on the reinforcing effect up to a width of 30mm.

Key words: Seismic evaluation, Beam joint, FEM

1. はじめに

東北地方太平洋沖地震(2011)の震動による建築物の構造的被害は、そのほとんどが1981年に施行された新耐震設計法以前のものであり、いわゆる既存不適格建築物によるものであった。これら耐震安全性の低い建物、特に児童生徒が使用する学校施設に対する耐震補強は、中国四川地震(2008)による人的被害の大きさもあり、全国的に進められている。

鉄骨造建築物においては学校施設で主に屋内運動場がそ の対象となる。その際,鉄骨部材断面の不足もさることな がら,接合部の耐力不足がウィークポイントとなることが きわめて多い。現行規準¹⁾では鉄骨構造の優れた靭性能に 期待するために,接合部を保有耐力接合として設計するこ とが必須であるが,このような建物ではそれを満足するこ とはできない。特にボルト接合部は,過大なボルト孔や不 適切なボルト配置などのため,所定の耐力が得られない場 合が多い。このようなボルト接合部の補強方法の代表例と して,はり継手ではH形鋼フランジの両縁に鋼板を溶接し, フランジ断面を増加させる方法がとられる。しかし,補強 鋼板の寸法詳細について明確な規定は示されておらず²⁾, 設計者に任されているのが現状である。

そこで本研究では、このような補強を施された継手を対象として、補強鋼板の取り付き角度などをパラメータとした FEM 解析を行い、その挙動を比較したうえで適切な補

平成24年5月31日受理

強方法を提案することを目的とする。

2. 解析概要

2.1 解析モデル

図1にH形鋼はり継手を想定した解析対象継手を示す。 フランジ厚が薄く,ボルト孔によりフランジ断面積が不足 するため無補強では保有耐力接合とならない。そこでフラ ンジ両縁に補強鋼板(以下,耳板)を完全溶込溶接するこ とで,補強されている。

解析モデルにはこの継手のフランジ部分だけを取り出し たものとする。図2に解析モデルを示す。フランジ厚は6 mm, ボルト孔径22 ϕ として, 耳板厚は溶接施工性を考え てワンサイズアップの9mmとした。また, 耳板の平行部 分の幅は両側の和がフランジ幅と等しくなるように定め, ボルト孔断面欠損のある最外端まで維持するものとした。



図1 解析対象継手

^{*}日本大学工学部建築学科

^{**} 日本大学大学院工学研究科建築学専攻

この耳板のはりフランジに対する取り付き角度を30度,45 度,60度と変化させたものをそれぞれ PL-30, PL-45, PL-60とした。また、フランジと鉛直となる90度では、ボルト 孔最外端からの距離が 0 mm,耳板幅と同じ100 mm のもの をそれぞれ PL-90S, PL-90L とした。図2(b)には施工 性を考慮して耳板の鋭角部分を切断したものを隅切補強モ デルとして示す。このモデルは耳板がフランジに取り付く 鋭角部分を切断し、30 mm の鉛直部を確保したもので、角 度を30度、45度のものを対象としてそれぞれ PL-30C, PL-45C とした。



(a) 耳板補強プレート



図2 解析モデル



図3 ひずみ硬化後折点算出方法

2.2 材料モデル

解析に材料非線形性を反映させるため、鋼材の応力ひず み曲線を多直線近似で表現し、鋼材の材料モデルとした。 さらに、降伏応力度と引張強さなどを過去の平鋼引張実験 結果から定めたものと JIS 規格によるものの2種類(いず れも SS400)のモデルを使用し、それぞれの名称を実験値 モデル、規格値モデルとする。材料モデルの作成手順は以 下による。

- (1)ヤング係数は $\mathbf{E} = 2.05 \times 10^5 (\mathbf{N} / \mathbf{mm}^2)$, ポアソン比は v = 0.3とする。
- (2)降伏応力度および引張強さは、実験値モデルでは引張実験結果の平均値を用い、規格値モデルでは $\sigma_y = 235 (N / mm^2), \sigma_u = 400 (N / mm^2) とする。$
- (3)ひずみ硬化開始ひずみ度は2.5%とする。
- (4)ひずみ硬化終了のポイントは図3のA点を次のように求める。実験結果より、ひずみ硬化部分およびひずみ硬化 終了後をそれぞれ直線近似する。この2つの近似曲線の 交点をA点とし、平均を求める。
- (5)規格値モデルのA点は、実験値モデルとの降伏応力度の 比により求める。
- (6)前記のA点とひずみ硬化開始点,および破断点を直線で 結ぶ。

(7)破断点の伸びを30%とする。



図4 規格値モデル



図5 実験値モデル



以上のように決定した規格値モデルを図4に,実験値モ デルを図5に示す。また,解析モデル名称の末尾に規格値 モデルは M1,実験値モデルは M2を付して区別する。

溶接部分の材料モデル³⁾は Bi-Linear 型とし、ヤング係 数およびポアソン比は鋼材と同等とする。図6にモデルを 示す。

FEM 解析には ANSYS13を使用し, 平面解析に用いた要素は四辺形4節点要素とした。解析モデルの一端を固定, 他端を一方向漸増載荷した。

3. 解析結果

3.1 耳板補強解析結果

図7,図8にそれぞれの材料モデルによる荷重-伸び率 曲線を示す。ここでの伸び率とは、伸び変位を解析モデル 全長で除したものである。図中の太横線は保有耐力接合の 条件である、フランジ降伏耐力の1.3倍を表している。

材料を規格値モデルとした図7では、耳板の角度が90度 で最外端ボルト孔までしか補強を行っていないPL-90S-M1が,最終的な耐力では保有耐力接合を満足するものの、 他の結果より早期に降伏に至り,最大耐力も大きく下回っ ている。これ以外の解析モデルでは,PL-60-M1の耐力が わずかに低いものの,他の解析モデルはほとんど同じ曲線 性状を示している。材料を実験値モデルとした図8では、 材料の降伏比が規格値モデルより大きいため、降伏後の耐 力上昇幅が小さく、余裕分が小さい。特にPL-90S-M2 が1.3.P,を下回り、保有耐力接合を満足していない。他の モデルの曲線性状は、PL-60-M2を含めて同様なものと なっている。

以上の結果より, PL-90S-M1, PL-90S-M2 は補強方 法として明らかに不適切であるので,これを除いたモデル について応力度分布の比較を行う。

図 9 ~ 図12に PL -90S - M1 以外の解析モデルの,材料 を規格値モデルとしたミーゼスの相当応力度分布を示す。 結果は 3 つの荷重階で代表して示すものとし,(a)は降伏 後のひずみ硬化域,(c)は破断前で10%程度の塑性変形が 生じた付近,(b)はその中間とした。

最も耳板角度の小さい PL -30-M1 はフランジのボルト 孔外側部分と耳板の 2 枚のフランジのギャップ部分から降 伏し,フランジ内側と耳板全体に塑性化が進展している。 P = 450kNの時点でも,ボルト孔周辺の応力度が高くなら ず,補強部分外端のフランジの塑性化が進展していること から,保有耐力接合にかなった補強だと言える。PL -45-M1 では,降伏当初より PL -30-M1 に比べて,ボルト孔 群周辺に比較的高い応力度がみられる。P = 410kN では耳 板の応力度もフランジへの取り付き部全体から高くなって おり,P = 450kN ではボルト孔間に塑性化の進展がみられ る。しかし,このモデルも補強部分外端のフランジで塑性 化が進行し,ここでの応力度が最も高く,フランジでの破 断となっている。PL -60-M1 は,PL -45-M1 よりも,さ らに高い応力度を全体的に示しており,P = 410kNで耳板 端とフランジギャップ部の溶接部に応力度の集中がみられ る。次に P = 450kN では、溶接部およびボルト孔間で破断 の恐れが生じる程度の高い応力度がみられ、変形量も大き い。PL -90L - M1 は、PL -45- M1 にとても近い応力度分 布の傾向を示しており、フランジでの破断となる。これら 4 つの解析モデルでは、荷重 – 伸び率曲線で差異があまり 見られないが、応力度分布から判断すると PL -60- M1 は補 強方法として望ましくないと思われる。

図13~図16には、前述と同様に PL-90S-M2以外の解 析モデルの、材料を実験値モデルとした相当応力度分布を 示す。こちらも結果は3つの荷重階で代表して示すものと する。PL-30-M2では、フランジのボルト孔群の応力度 が全般に低く、補強部分外端での破断となる。耳板では、 やはりフランジギャップ部付近の応力度が周辺よりも高い が、全体ではフランジよりも低い範囲に収まっている。規 格値モデルで応力集中がみられた PL-60-M1と同形状の PL-60-M2では、同様に溶接部とボルト孔間で応力度が高 く、変形量も大きくなっている。PL-45-M2と PL-90L-M2 は、ここでも似通った応力度分布性状を示しており、どち らも補強部分外端での破断となる。この実験値モデルの場 合でも、PL-60-M2は補強方法として推奨できない。



図7 荷重-伸び率曲線(規格値モデル)



図8 荷重-伸び率曲線(実験値モデル)





3.2 隅切耳板補強解析結果

前節と同様,図17,図18に耳板の鋭角部分を切断したモ デルによる荷重-伸び率曲線を示す。いずれの材料モデル の場合でも保有耐力接合の条件を満たしている。また,耳 板角度が30度と45度の相互の比較において曲線性状に大き な差異はみられず,切断していない耳板補強モデルとも同 様の性状を示している。

図19,図20に隅切補強モデルの,材料を規格値モデルと した応力度分布を示す。こちらの結果も3つの荷重階で代 表して示す。PL-30C-M1,PL-45C-M1のいずれも隅切 なしの応力度分布結果と比較すると,フランジのボルト孔 群周辺の応力度が高くなっている。特にPL-45C-M1が



図17 荷重-変位曲線(規格値)



P=450kNにおいて,溶接部のフランジギャップ部と端部 に高い応力度がみられる。しかし,いずれの解析モデルも 補強外端部での破断を示しており,保有耐力接合を満たす ものとなっている。

図21, 図22に隅切補強モデルの,材料を実験値モデルと した応力度分布を示す。その傾向は規格値モデルの結果と 同じく,隅切なしのモデルより高い応力度を示す部分もみ られる。また,PL-45C-M1ではP=450kNにおいて, フランジと耳板との力の流れがスムーズであるような分布 も示している。保有耐力接合に関しても規格値モデルと同 様である。





4. まとめ

本研究では、補強された継手を対象とした FEM 解析を 行った。その結果、耳板補強プレートの角度は、30度が望 ましく、45度までは許容されると考える。また、施工性を 考慮し耳板に隅切を行う場合、幅30mm であれば影響は少 ない。

耳板の材種として降伏比の上限規定が定められている SN400Bを使用し、さらなる性能改善を目指すことも考え られるが、最終的な耐力および変形性能は既存フランジ部 分で決定されるため、耳板の材種による本研究結果に及ぼ す影響はあまり大きくないと思われる。



参考文献

- 日本建築学会:鋼構造設計規準-許容応力度設計法-,丸
 差,2005.9
- 2)日本建築防災協会:耐震改修促進法のための既存鉄骨造建 築物の耐震診断および耐震改修指針,1996.9
- 3) 佐藤邦彦:溶接強度ハンドブック,理工学社,1998.1

インドにおける CO₂削減を目的とした 無焼成フライアッシュレンガ作製方法の検討

Sanjay PAREEK* · 斎藤 雄仁 **

A Study on Production Method of Non-Burnt Bricks to Reduce CO₂ in India

Sanjay PAREEK* and Takehito SAITO**

Abstract

The objective of this study is aimed to produce non-burnt bricks using high volume contents of fly ash discharged as a waste-product from the thermal electric power stations. In this study, fly ash, lime, slag cement, sand and an alkali activator was used to initiate the pozzolanic reaction. All the mortar mixes for the non-burnt bricks were prepared using these materials and placed by press-molding at various press-loads. The press consolidated specimens were further subjected to hot-water and steam curing at different temperature and time periods, respectively. Compressive strength tests were conducted for the respective accelerated cured specimens after 24 h of press molding and evaluated for the feasibility of non-burnt bricks. Furthermore, extensive scanning electron microscopy and X-ray analysis was conducted on the microstructures of the mortar specimens and investigated for strength development of mortars with high volume content of fly ash for pozzolanic reactivity by the analysis.

From the test results, it was found that the proposed mix proportioning utilizing high volume content of fly ash and accelerated steam curing is highly effective in enhancing the pozzolanic reaction and strength development of the mortars in a short curing time of 24h. The non-burnt brick production method proposed in this study is a highly cost effective and environmentally-friendly method for the CO_2 reduction.

Key words: Fly-Ash, Hot-Water Curing, Steam Curing, Compressive Strength, Pozzolanic Reaction

1. はじめに

近年,地球温暖化など,多くの環境破壊に影響を及ぼす CO₂(二酸化炭素)排出量の問題が各メディアで採り上げ られている。2009年12月に開催された温室効果ガス排出規 制の国際会議 COP15(第15回気候変動枠組条約締約国会 議)で,インドは2020年までに国内総生産(GDP)当たり の CO₂排出量を,2005年比で20~25%削減するという目標 値を掲げた。しかし一方で,国内における CO₂排出量は今 後も増加していくと予想されており,削減方法の開発が課 題となっている。

一方,現在,インドにおける焼成レンガ製造数は年間約 3600億個であり,製造における燃焼(900℃以上)工程で 使用される石炭は年間約1億4400万t,それに伴うCO₂排 出量は年間約1億8600万tと報告されている¹⁾。インドで 製造される多くのレンガは,非効率焼成であり,手作りの ため品質も不安定で,労働条件もまた劣悪である。レンガ 製造に使用される多量の地下水の汲み上げにより水資源の 枯渇,荒地化の問題も発生している。

インドにおいて火力発電所から発生する石炭灰は、2006

年で約1億1500万tと言われているが,再利用率は39.1% に止まっている。今後,2020年までに発生する量は2億3000 万tに達すると見込まれている²⁾。

本研究では、インドでのレンガ製造において、CO2削減 を目的とした無焼成製法でのレンガ製造(石炭の消費抑制)、 材料に石炭灰を有効利用して、石炭灰の約9割を占めるフ ライアッシュを使用すること³⁾、レンガ製造において機械 化⁴⁾による品質の安定化、水資源枯渇化の解消、作製コス トの削減、製造工期の短縮を目標とし、本論文では無焼成 製法でのレンガ作製における養生条件、吸水率およびポゾ ラン反応が圧縮強さに及ぼす影響について検討を行う。

2. 実験概要

本研究では、無焼成製法で作製する過程において、レン ガ試験体に施す養生条件の違いが圧縮強さにどのような影 響を及ぼすか検討を行う。

2.1 使用材料

フライアッシュ II 種 (能代火力発電所産),高炉セメン ト B 種,消石灰,山形珪砂 5 号,添加剤 A (硫酸ナトリウ ム Na_2SO_4)を使用した。Photo 1 に,電子顕微鏡により 観察したフライアッシュの微細構造 (5000倍)を示す。

平成24年6月7日受理

^{*}日本大学工学部建築学科准教授

^{**} 日本大学大学院工学研究科建築学専攻



Photo 1 SEM Photo of Fly-Ash

2.2 試験体の作製

Fig. 1 に実験手順, **Table** 1 に材料の密度, 試験体の調 合率(%) および調合(kg / m³), **Fig.** 2 に調合比率を 示す。なお, フライアッシュを全体重量比の約45%と多く 用いた。

まず、Table 1 の調合で試料を練り混ぜ、試験体が寸法 ϕ 50×60mm になるようにアムスラー型万能試験機を用い



Fig. 1 Flow Chart of Accelerated Test Method for Non-Burnt Bricks

 Table 1
 Mix Proportions and Physical Properties of Materials Used for Non-Burnt Bricks

	Fly Ash	Slag Cement	Lime	Sand	Water	Additive A
Specific Gravity (g/cm ³)	2.30	3.04	2.21	2.63	1.00	2.66
By Weight (%)	44.0	8.8	6.2	29.0	11.0	1.1
By Volume (kg/m ³)	758.6	200.5	102.0	572.5	109.9	21.1

て10N / mm²でプレス形成した⁴⁾。

次に,養生条件の違いが圧縮強さに及ぼす影響について 検討を行うため,以下の3項目について実験を行った。 [1] 水中養生

1 h 乾燥(80℃) + 水中養生はそれぞれ3,5,14お よび28dで20℃水中+1 d 乾燥(80℃)養生を行った。 ただし、全て最初の1 h 乾燥養生中10m おきに少量の水 の噴霧を行なった。

[2] 乾燥(80℃)+温水(80℃)養生の繰り返し

Fig. 3 に各乾燥および温水養生時間を示し,合計 8 h でA, B, C, D, E, F および G の 7 通りを行った。た だし,全て最初の養生中10m おきに少量の水の噴霧を 行った。

[3] 蒸気養生

蒸気養生は Autoclave (栗原製作所)を使用し,60,80 および100℃ で,それぞれ1,2,3,5,8,12および16 h行った。また,ポゾラン反応をより詳細に調べるた めに180℃ で3hの養生を行った。

なお, [2] および [3] で養生したものについては, 総養生時間が24 hになるように, 湿空[20℃, 90% (RH)] 養生を行い, 養生時間を調節した。



Fig. 2 Mix Proportions of Non-Burnt Bricks



Fig. 3 Dry $(80\,^\circ C)$ and Hot-Water $(80\,^\circ C)$ Curing Method for Non-Burnt Bricks

2.3 圧縮強さ試験

[1] の条件で養生した試験体については、それぞれ 3、5、14および28d で20℃ 水中+1 d 乾燥(80℃)養生 を行った後すぐに、また、[2] および[3] で養生した 試験体については、24h 養生後すぐに、JIS R 1250(普通 れんが) 圧縮強さ試験方法に従い、アムスラー型万能試験 機を用いて圧縮強さ試験を行った。

実験結果および考察

3.1 レンガ品質基準

試験結果の比較基準として、インド規格 IS 1077(Common Burnt Clay Building Bricks)および日本規格 JIS 1250(普通れんが)の圧縮強さ、および、吸水率の基準値 を Table 2 に示す。

 Table 2
 Quality Standard of Common Bricks Used in India and Japan

		Туре	Average Compressive Strength (N/mm ²)	Water Absorption (%)
India	IS	-	≧7	≦20
		2	≧15	≦15
Japan	JIS	3	≧20	≦13
		4	≧30	≦10

3.2 水中養生[1]による圧縮強さ

養生条件[1]で作製した無焼成レンガ試験体の圧縮強 さを Fig. 4 に示す。

1 h 乾燥(80℃) +水中(20℃)の養生後, 圧縮強さ試 験を行ってみたものの圧縮強さは低い値を示したため, 水 中養生させた後, 全てにおいて1 d 乾燥(80℃)養生を施 し, 圧縮強さ試験を行った。圧縮強さは, 浸水時間の経過 に伴い5 d の試料でやや低下し, その後, 緩やかに増加す る傾向を示した。5 d 以降の圧縮強さが,水中養生時間の 経過に伴って増加する要因として,ポゾラン反応の活性化 が考えられる。また,[14d 水中(20℃)養生]試験体は, JIS R 1250レンガ品質3種の圧縮強さを上回る結果となっ た。28d 水中養生した試験体の重量変化は,1h乾燥(80℃) +28d 水中(80℃)養生をすることで養生前に比べ増加し, その後の1 d乾燥(80℃)養生で減少し,結果的に養生に よる総重量変化は減少した。本研究の目標である無焼成レ ンガ製造を考えたとき,養生工程で蒸気養生および温水養 生を行うことができない場合,水中養生+1 d乾燥養生を 養生工程条件として,推奨できると考えられる。ただ,イ ンドは年間気温が高いため電力をほとんど使用しなくても 50℃以上の水中養生+乾燥養生が可能である。そのような 現地条件を利用して無焼成レンガの養生に必要な加熱に関 わるエネルギー消費量の削減を目指すことができる。

3.3 乾燥+温水養生[2]の繰り返しによる圧縮強さ

養生条件[2]の乾燥+温水養生の繰り返しを行い作製 した無焼成レンガ試験体の圧縮強さを Fig. 5 に示す。

乾燥+温水養生を繰り返した試験体の圧縮強さは、温水 養生時間を長くするほど増加する傾向を示した。B と E で は、最初の乾燥養生で噴霧なしと噴霧ありの実験を行った が、10mごとに噴霧を行うことでやや圧縮強さが増加する 結果となった。乾燥養生中にも試験体に水分を与えたため に圧縮強さは増加したと考えられる。Cは、合計温水養生 時間4hの試料であるが温水と乾燥のサイクル数が他より 多く, 圧縮強さ22.1N/mm²の高い値を示した。これは, サ イクル数を増やすことで蒸気養生に近い養生方法ができた ため高い値を示したと考えられる。Dは、合計温水養生時 間5hの試料であるが圧縮強さは16.8N/mm²と低い値 を示した。これは、最初の乾燥養生が3hで、最初に試験 体の水分を蒸発させ過ぎたことが低い値の圧縮強さを示す 原因と考えられる。また、Dの養生を2回、3回と繰り返 すことで, 圧縮強さがそれぞれ2.8N/mm², 8.1N/mm² ずつ増加した。これは、温水養生時間を長くし、試験体に



Fig. 4 Compressive Strength of Water Cured Non-Burnt Brick Specimens



Fig. 5 Compressive Strength of $Dry(80\,{\rm °C})$ and Hot-Water $(80\,{\rm °C})\,Cured$ Specimen of Non-Burnt Brick Specimens

水分を多く与えたため圧縮強さが増加したと考えられる。 圧縮強さが、温水養生時間を長くするほど増加する要因と して、ポゾラン反応の促進が考えられる。また、[1h乾 燥+7h温水養生]試験体は、インド規格 IS 1077のレン ガ圧縮強さの基準より3倍以上、JIS R 1250 3種を上回 る結果となった。インドでの無焼成レンガ製造を考えた場 合、圧縮強さ、養生時間、効率性、コスト、CO2排出量を 配慮した時、Gの養生方法が妥当ではないかと考えられる。 インドは、平均気温が高いためその温度を利用した乾燥+ 温水養生を行えるのでコスト、CO2排出量を抑えられる。 最初の乾燥養生については、10m おきに噴霧を行っていた が、噴霧は噴霧機を使用して手で行っているため、それぞ れの試験体にかかる水分の量が若干ばらつくと考えられる。 いかに初期段階で試験体を溶けさせずに、温水養生の段階 まで持っていけるかが今後の課題である。

3.4 蒸気養生 [3] による圧縮強さ

養生条件[3]の蒸気養生を行い作製した無焼成レンガ 試験体の圧縮強さを Fig. 6 に示す。また、各養生条件で得 られた圧縮強さの標準偏差および変動係数を Table 3 から Table 5 に示す。

圧縮強さは、蒸気養生時間の経過に伴って増加し、高温 で養生を行うことでさらに著しく増加する傾向を示した。 なお、(蒸気+湿空)養生による重量変化量も同様な傾向 を示した。16h 蒸気養生の圧縮強さは、1hの試料と比べて 各温度で1.5倍から2.9倍高い値を示した。また、蒸気養生 100℃の圧縮強さは、60℃のものと比べて2.0倍から3.8倍 高い値を示した。[16h 蒸気(80℃)養生]試験体でも、



Fig. 6 Effect of Temperature and Steam Curing Period on Compressive Strength of Non-Burnt Brick Specimens

Table 3	Standard Deviation and Coefficient of Variation	ı of
	Steam (60°C) Cured Non-Burnt Brick Specimen	ıs

	60°C				
Steam Curing Time (h)	Average Compressive Strength (N/mm ²)	Standard Deviation (N/mm ²)	Coefficient of Variation (%)		
1	5.4	0.5	8.7		
2	7.9	0.5	6.7		
3	9.9	0.6	6.0		
5	10.9	1.0	9.5		
8	14.2	1.2	8.3		
12	14.7	0.4	3.0		
16	15.7	0.6	3.5		

Table 4 Standard Deviation and Coefficient of Variation of Steam (80°C) Cured Non-Burnt Brick Specimens

	80°C				
Steam Curing Time (h)	Average Compressive Strength (N/mm ²)	Standard Deviation (N/mm ²)	Coefficient of Variation (%)		
1	9.6	0.6	5.8		
2	13.6	0.8	6.1		
3	14.9	1.5	9.8		
5	17.8	0.9	5.0		
8	20.6	1.7	8.0		
12	20.7	1.9	8.7		
16	21.9	1.8	9.7		

Table 5 Standard Deviation and Coefficient of Variation of Steam (100°C) Cured Non-Burnt Brick Specimens

		100°C	
Steam Curing Time (h)	Average Compressive Strength (N/mm ²)	Standard Deviation (N/mm ²)	Coefficient of Variation (%)
1	20.7	1.8	8.5
2	25.4	1.5	5.8
3	27.6	1.8	6.5
5	27.7	1.1	3.9
8	28.3	1.7	6.0
12	30.1	1.9	6.3
16	31.2	1.7	5.5

[3 h 蒸気(100℃)養生] 試験体の圧縮強さを上回ること ができない。いかに、蒸気養生の温度が圧縮強さに影響を 及ぼしているかが分かる。圧縮強さが、蒸気養生時間およ び高温養生により増加する要因として、ポゾラン反応の促 進が考えられる。また,短時間養生である[3h蒸気(100℃) 養生] 試験体は、インド規格 IS 1077のレンガ圧縮強さの 基準より3倍以上高い値となり, JISR 1250 3種よりも 高い値となった。[3h蒸気(180℃)養生]試験体の圧縮 強さは、51.4MPaと高い値を示し、[3h蒸気(100℃) 養生] 試験体に比べ約2倍高い値となった。笠井ら⁵⁾の論 文では、フライアッシュ:普通セメント=50:50、蒸気養 生200℃で作製した試験体は、蒸気養生180℃の試験体に比 べ、圧縮強さが増加することを示した。また、Table 3か ら Table 5 に示すように、標準偏差が2.0以下、変動係数 は10%以下であることから、この実験結果の正確性が裏付 けられる。S MAITRA⁶⁾ らの論文は、フライアッシュ:石 灰=9:1の調合で、蒸気養生を600℃ までの範囲で施し た試験体は、蒸気養生250℃のものが最大圧縮強さを示し た。本実験の蒸気養生の温度をさらに上昇させるとことに よって、短時間で圧縮強さを増加させられる可能性がある と考えられる。しかし、本研究の目標である無焼成レンガ 製造を100℃ 以上の養生条件で考えた場合, Autoclave 内 に高い圧力がかかる。60℃ および80℃ ではほぼ無圧力の ため、養生条件を整えるために、100℃ についても圧力を 抜くという作業を行った。

3.5 蒸気養生試験体の電子顕微鏡写真によるポゾラン 反応考察

Photo 2 および Photo 3 に電子顕微鏡により観察した 60℃ および180℃ でそれぞれ 3 h 蒸気養生した試験体の微 細構造(10000倍)を示す。

球体状のものはフライアッシュである。[3h蒸気(60℃) 養生] 試験体は、空隙が多くみられることから結合状態が 悪く、圧縮強さの強度発現にあまりつながらなかったと考 えられる。

一方,それに対し,[3 h 蒸気(180℃)養生]試験体は, フライアッシュの周りを多くの針状物質が覆っているのが 分かる。これはエトリンガイト硬化体であり,結合状態が 緻密になり,圧縮強さ増加につながったと推察される。

さらに、Ogawa ら⁷⁾は、ポゾラン反応とは、フライアッシュから溶出した Na⁺, K⁺が粒子表面の反応性を高め、フ ライアッシュから遊離した SiO4⁴⁻および AlO₂⁻が、セメ ントの水和反応により生成した C-S-H硬化体から遊離し た Ca²⁺と接することで、Ca-Si 系および Ca-Al 系水和 物を生成する現象であるとした。また、山本ら⁸⁾は、ポゾ ラン反応の進行に伴い 3~20nm 区分の細孔容積率が増加 し、20~330nm 区分の細孔容積率は減少することを示した。

写真からフライアッシュの周りをポゾラン反応により生成した C-S-H硬化体,エトリンガイト硬化体(針状のもの)で密に覆われていることが確認できる。これが結合状態を高め,圧縮強さの強度発現につながったと推察される。





Photo 3 SEM Photo of $[3h \text{ Steam}(180 \degree) \text{ Cured}]$ Non-Burnt Brick Specimen (×10000)

4. 結 論

- 1)水中養生については、5d以降の圧縮強さが、水中養生時間の経過に伴って増加する要因は、ポゾラン反応の活性化によるものと推察される。また、[14d水中(20℃)養生]試験体は、JISR1250レンガ品質3種の圧縮強さを上回る結果となった。
- 2) 乾燥+温水養生の繰り返し水中養生については、圧縮 強さが、温水養生時間を長くするほど増加する要因とし て、ポゾラン反応の促進が考えられる。また、[1 h乾 燥+7 h 温水養生] 試験体は、インド規格 IS 1077のレ ンガ圧縮強さの基準より3倍以上、JIS R 1250 3種を 上回る結果となった。
- 3) 蒸気養生については、圧縮強さが、蒸気養生時間およ び高温養生により増加する要因として、ポゾラン反応の 促進が考えられる。また、短時間養生である[3h蒸気

(100℃)養生] 試験体は、インド規格 IS 1077のレンガ 圧縮強さの基準より3倍以上、JIS R 1250 3種を上回 る結果となった。

4) 無焼成製法で作製したレンガ試験体は,水分を多く与 え,かつ高温養生を行うほどポゾラン反応が促進され, 圧縮強さが増加する傾向にある。

以上から, 無焼成レンガは, 作製に7~14d 以上要する 焼成レンガに比べ, 1 d 養生で IS の基準を著しく上回り十 分な強度が得られ, 提案した調合および作製方法を用いて 無焼成レンガ作製が可能なため大幅な作製工期短縮ができ る。今後は, インドでの製造をより実現化するために, イ ンド産の材料を使用して実験を行う必要がある。

謝 辞

財団法人 JFE21世紀財団より,助成を受けて実験を行い ました。ここに,記して謝意を表します。

本研究を進めるに当たり,実験を進めて頂いた株式会社 太平エンジニアリング 安保亮さんには,心から感謝の意 を表します。

参考文献

- CDM:インド・未利用資源を有効利用した無焼成レンガ製 造事業調査,亀井製陶(株),pp1-39, Mar. 2007.
- NEDO:インドにおける石炭燃料灰事業実施可能性調査, 独立行政法人 新エネルギー・産業技術開発機構, pp1-2, Mar. 2007.
- 3) ディニル・プシュパラール, 松本年史:フライアッシュを 大量に用いたエコ煉瓦開発に関する調査, 第64回セメント 技術大会講演要旨, pp. 192-193, 2010.
- 4) Yin-Sung Hsu,Bing-Jean Lee and Henry Liu:Mixing Reservoir Sediment with Fly Ash to Make Bricks and Other Products, 2003 International Ash Utilization Symposium, Center for Applied Energy Research, University of Kentucky, p89, 2003.
- 5) 笠井芳夫,松井勇,長野基司,嵩英雄:各種フライアッシュ -普通ポルトランドセメント-水系オートクレーブ養生, 第7回コンクリート工学年次講演会論文集,Vol. 7, No. 1, pp201-204,1985.
- 6) S MAITRA, S DAS, A K DAS and A BASUMAJUMDAR : Effect of heat treatment on properties of steam cured fly ash-lime compacts, Bulletin of Materials Science, Vol.28, No. 7, pp697-702, Dec. 2005.
- 7) Ogawa K, Uchikawa H, and Takemoto K : The mechanism of the hydration in the system C 3 S-pozzolan, Cement and Concrete Research, Vol. 10, p683-696, 1980.
- 山本武志,金津努:フライアッシュのポゾラン反応に伴う 組織緻密化と強度発現メカニズムの実験的考察,土木学会 論文集 E, Vol. 63, No. 1, pp52-65, 2007.

Cu-Al-Mn 超弾性合金を用いたコンクリート梁ひび割れ自己修復システムの適用性

Sanjay PAREEK*, 三浦 裕騎 **, 大平 旭洋 **

荒木 慶一 ***, Kshitij C. SHRESTHA***, 鈴木 裕介 ***

FEASIBILITY OF SELF-REPAIR NETWORK SYSTEM IN CONCRETE BEAMS WITH Cu-Al-Mn SUPERELASTIC ALLOY BARS

Sanjay PAREEK*, Yuki MIURA**, Akihiro OHIRA** Yoshikazu ARAKI***, Kshitij C. SHRESTHA***, and Yusuke SUZUKI***

Abstract

Experimental works were done to assess the seismic behavior of smart self - repairing concrete beamsreinforced with newly developed Cu - Al - Mn superelastic alloy (SEA) bars in combination with epoxynetwork system. SEA reinforced concrete (RC) beams demonstrated strong capability of recenteringwith comparable normalized strength and ductility compared to conventional steel RC beam specimen.Self - repair network applied on pre-tested SEA - RC beam showed complete healing of previous cracksconfirmed by origination of new cracks on reloading.

Key words: Cu - Al - Mn 超弾性合金, 自己修復コンクリート, エポキシ樹脂, ネットワーク 3 点繰返し載荷 Cu - Al - Mn Superelastic Alloy Bars, Self-repair Concrete, Epoxy, Network Three - Point Cyclic Loading

1. はじめに

鉄筋コンクリート(以下, RC)構造物におけるひび割れ は避けられないものであり,ひび割れの発生は構造物の耐 震性の低下や劣化因子の侵入により耐久性の低下を引き起 こす直接的な要因となり得る。そのため、著者らはひび割 れの自己修復機能を付与したコンクリート部材の開発的研 究を行っている^{1)~4)}。詳細として,無筋コンクリートにお いてひび割れの発生が予測される引張側断面に,ひび割れ 補修剤である1液性エポキシ樹脂の注入孔(以下,ネット ワーク)を設け,ひび割れ発生後,自動的に補修剤を充填 させることでひび割れ発生前の曲げ強度を回復させるシス テムの開発である(Fig.1)。

一方, RC 骨組構造における耐震設計の二次設計では, 人命の確保とともに経済的な建物が要求されているため, 部材の塑性履歴エネルギーによって大規模地震の地震力を 吸収させる設計法が採用されている。しかし, 塑性変形し た構造物は, 残留変形が過大なものとなるため大規模な修 繕又は取壊しが必要となり, いずれにしろ多大な費用を要 することになる。そこで RC 造部材が塑性履歴エネルギー 発揮(塑性変形)後も残留変形を小さなものに抑えるとと もにひび割れの閉鎖が期待される工法として,超弾性合金 (Superelastic Alloy 以下,SEA 又は合金)を部材主筋に代 替する工法に着目する。当該範囲における既往の研究では, ニッケルーチタン(以下,Ni-Ti)合金を使用する報告例 が大半であるが^{5),6)},Ni-Ti合金は生産コストが高く,機 械加工性が低いことが知られている。著者らは,Ni-Ti合 金に代わる SEA として,それと比して安価で加工性に優れ る,銅-アルミニウム-マンガン(以下,Cu-Al-Mn) 合金^{7),8)}をコンクリート梁部材の引張側主筋に用いること を提案する。

以上より本研究では、ひび割れの自己修復機能を有し、 かつ引張側主筋に Cu - Al - Mn 合金を用いた縮小モデル化 コンクリート(セメントモルタル)梁部材の3点曲げ載荷 試験を行い、従来配筋 RC 梁における塑性変形に相当する 変形を与えた後のひび割れ閉鎖、並びに、閉鎖後の残留ひ び割れに対する自己修復機能の働きについて基礎的な検討 を行うことを目的としている。

2. 試験体概要

Fig. 2 に試験体形状及び配筋を示す。試験体は、引張主筋に **Cu** - **Al** - **Mn** 合金を用いた **SEA** - **RC** 及び比較用として準備した従来型配筋の **ST** - **RC** の 2 種類とし、いずれも同寸法 $b \times D \times L = 80 \times 120 \times 420$ mm とし、引張主筋以外の配筋形状は同一とする。また、試験体底面から20mm上部に ϕ 6 mm のネットワークを設け、エポキシ樹脂注入

平成24年6月8日受理

^{*}日本大学工学部建築学科

^{**} 日本大学大学院工学研究科建築学専攻

^{***} 京都大学大学院工学研究科建築学専攻



Fig. 2 Specimen reinforcement details



Fig. 3 Resisting force - Strain curve

によるひび割れの自己修復機能を付与した。

3. 使用材料概要

3.1 試験体母体

母体にはセメントモルタルを使用し、その配合比をセメント: ϑ :水=1:4.4:0.6として作製した。また $\phi \times h$ =50×100mmのテストピースを用いた圧縮試験を行った結果、圧縮強度 σ_B =23.6MPa(標準偏差2.86MPa)であった。

3.2 鉄筋(補強筋)

SEA - RC 試験体の引張鉄筋には直径 6 mm の Cu - Al - Mn 合金を使用し, SEA - RC の圧縮鉄筋及び ST - RC の

両主筋には ϕ 6 (SR235) を使用した。なお、Cu - Al - Mn 合金は、直径12mmの棒鋼をねじ切り加工し、直径 6 mm に成形したものである。また、一軸引張試験の結果を Fig. 3 に示す。SEA の特徴として、普通鉄筋では除荷後の残留ひ ずみが残るのに対して、SEA では残留ひずみがゼロとなる。 Cu-Al-Mn 合金は降伏強度 σ_y = 400MPa, ヤング係数 E_s = 25GPa を有したものである。

3.3 ひび割れ補修剤

ひび割れ補修剤には、粘性の異なる2種類の1液性エポ キシ樹脂を使用し、修復を行うひび割れ幅の大小によりそ れを使い分けた。Table1に使用したエポキシ樹脂の材料 特性を示す。

4. 実験方法

実験を行うにあたり、当初、Cu - Al - Mn 合金が RC 梁の残留変形及び残留ひび割れをどの程度に抑えることがで

 Table 1
 Characteristics of epoxy resin

Epoxy	Hordoning	Thivotropio	Specific	Viscosity
Resin	Mashaniam	L	Gravity	mPa.s,
Туре	wiechamsm	muex	g/m ³ , 23°C	23°C
L	Moisture	1.0	1.15	150
М	Sensitive	2.2	1.07	1900



Fig. 4 Test plan - 1 work details



Fig. 6 Network epoxy injection in SEA - SR 2 specimen



Fig. 5 Test plan - 2 work flow

きるか不明であったため、ひび割れ補修剤に使用するエポ キシ樹脂の種類(粘性など)の選定が困難であった。その ため本実験では、以下に記す2パターンの実験を計画し、 Cu - Al - Mn 合金の RC 梁の残留変形及び残留ひび割れ抑 制効果の検討を行うこととした。

4.1 実験計画1

Fig.4に実験計画1の概要を示す。実験計画1では、Cu-Al-Mn 合金を使用した RC 梁の残留変形及び残留ひび割れ抑 制効果のみを検討するため、ひび割れ自己修復機能を付与 せず(Unrepair,以下UR)に作製したSEA-UR1及び ST-UR1の3点曲げ試験を行い比較した。載荷方法とし て、ひび割れの発生又は所定の変形量までの載荷から除荷 後までを1Cycleとし、これを4Cycle繰返した。各Cycle のピーク時及び除荷終了時において、クラックスケールを 用いて最も大きいひび割れ幅の計測を行った。その結果か ら、Cu-Al-Mn合金による残留ひび割れの閉塞効果を評 価した。

4.2 実験計画2

Fig. 5 に実験計画2の概要フローを示す。実験計画2で は、Cu-Al-Mn合金を使用したRC梁の自己修復ネット ワークシステムの適用性について検討する。はじめに自己 修復ネットワークシステムを施し(Self-repair以下,SR), かつCu-Al-Mn合金を引張主筋に使用した試験体を3体 準備し,実験結果1の結果を参考に第1載荷として、3点曲 げ試験を行い,除荷後の残留ひび割れが0.2mm以下(SEA-SR2),0.5mm以下(SEA-SR3)又は1.0mm以下(SEA-SR4)程度となるよう加力を行った。その後、各残留ひび 割れ幅から選定したエポキシ樹脂をFig.6に示すようネッ トワークに注入し、過度に注入された樹脂をエアーコンプ レッサーで排出した。なお、エポキシ樹脂の選定は文献[1, 2]を参考とし、SEA-SR2にはエポキシ樹脂Lを、SEA-SR 3にはエポキシ樹脂Mを、SEA-SR4には、エポキシ樹



Fig. 7 Cyclic loading response for SEA - UR 1 and ST - UR 1 specimen





5. 実験結果

造梁の有用性を評価した。

5.1 引張主筋の代替とした SEA の適用性(実験計画 1)

Fig.7に実験計画1の結果として, SEA-UR1及びST-UR1の荷重-変形角関係及びひび割れ状況をそれぞれ示 す。また、各図内に引張主筋(又は SEA)の降伏強度及び 破断強度から算出した RC 梁曲げ強度の計算値を併記する。 ST-UR1は, Cycle1終了時における残留変形はわずかで



Fig. 9 Pictures showing crack recovery for SEA - UR1 and ST - UR1 specimens

あったものの, Cycle 2 ではピーク時の荷重が降伏強度の 計算値に達し、除荷終了後における残留変形が大きなもの となった。その後の Cycle では、引張主筋の塑性変形が進 行したため除荷後の残留変形も著しく増大し、最終 Cycle 終了時の残留変形はピーク時の約70%に至った。これに対 して SEA - UR1は, Cycle 2 のピーク時点で SEA 破断時 の曲げ強度計算値まで達したものの, SEA の持つ変形回復 効果から残留変形は大幅に抑制された。その後の Cycle に おいても、ST-UR1における塑性変形域と同等以上の変 形を与えたが、残留変形は小さなものとなり、Cycle 4 終 了時点でピーク時の約20%まで抑える結果を得た。

Fig.8に各試験体における Cycle 別のひび割れ幅比較を, Fig.9にCycle4ピーク時及び除荷終了時におけるひび割 れ状況を示す。Fig.7から考察した残留変形同様,ST-UR 1には大きな残留ひび割れ幅が見られ、各 Cycle ピーク時 に対するひび割れ閉鎖率は平均で34%程度であった。これ と比較してSEA-UR1では、優れた変形回復力から残留ひ び割れ幅も小さなものとなり、各 Cycle ピーク時に対する ひび割れ閉鎖率の平均値が87%と良好な結果が得られた。





Fig.11 Comparison of crack widths and stiffness degradation for unrepaired and self - repaired specimens



しかし,今回の実験では合金と普通鉄筋の形状が異なるため,ひび割れ幅の変化に多少の影響を与えていると考えられる。そのため,付着性については今後の研究課題である。 上記の結果までから, RC 梁部材の引張主筋に普通鉄筋 (SR235)の代替として SEA を使用することで,大規模地 震力入力後も構造部材を比較的容易に補修・改修できる可 能性を示唆した。

5.2 自己修復ネットワークシステムの有効性(実験計画 2) Fig.10に実験計画 2 の結果として、SEA - SR 2, SEA -SR 3 及び SEA - SR 4 の荷重 - 変形角関係及びひび割れ状 況をそれぞれ示す。また、Fig.11にひび割れ幅回復率の比較、 及び、第 1 載荷に対する第 2 載荷の初期剛性低下率を、実 験計画 1 の実験結果(SEA - UR 1)と照合して示す。並び に、Fig.12に第 2 載荷前後のひび割れ状況を示す。「4.2実 験計画 2」で前述したような 3 パターンの残留ひび割れ幅 が提示されるよう第 1 載荷の曲げ試験をそれぞれ行った結 果、SEA - SR 2 の残留ひび割れ幅は0.1mm(ピーク時ひび 割 れ 幅1.4mm)、SEA - SR 3 は0.4mm(3.0mm)、及び、 SEA - SR 4 はひび割れが 2 本発生し、それぞれ0.5mm (4.0mm), 0.2mm(0.8mm)であった。これは SEA - UR 1 試験結果と非常によく適合しているため(Fig.10-a),今 後更なる検討を行うための信頼性の高い実験資料になり得 ると考えられる。次に,自己修復ネットワークシステムに よるひび割れ修復後,第2載荷の曲げ試験として,第1載 荷と同等の変形角に至るまで加力した結果,SEA-SR2, SEA-SR3及びSEA-SR4すべての試験体において,補 修された断面での再破壊は起きず,新たなひび割れが発生 した(Fig.12)。よって,非破壊試験と漏水試験による結果 に加え,第2載荷試験結果からも著書らが提案するひび割 れ自己修復ネットワークシステムによるひび割れ閉鎖の有 効性が確認された。更には、SEA-UR1との初期剛性低下 率を比較すると(Fig.11-b),SEA-UR1が第1載荷の30% 程度の値であったのに対し、SEA-SR2~4は,約60~ 80%と比較的良好な結果が得られた。

6. まとめ

本研究から得られた知見を以下に述べる。

- 従来型配筋試験体(ST-UR1)では、引張主筋降伏 後の挙動において、必然的に大きな残留変形及び残留ひ び割れを示した。
- ② SEAを引張主筋に代替した試験体(SEA-UR1)では、従来配筋型における塑性変形域に達するまで加力した場合であっても、除荷後の残留変形及び残留ひび割れを著しく抑制することが可能であった。そのため、Cu-Al-Mn合金の変形回復力(超弾性効果)が確認された。
- ③ 実験計画1及び2における各試験体の残留ひび割れ幅 検討結果から、Cu-Al-Mn合金が持つひび割れ閉鎖率 に関する実験資料が得られた。
- ④ ひび割れ修復後の第2載荷試験において、修復断面外の新たなひび割れが発生したため、著者らが提案する自己修復ネットワークシステムのひび割れ閉鎖に関する有用性を確認した
- ⑤ 本研究結果及び更なる研究を行うことで、Cu Al Mn 合金を引張主筋に用い、かつ、自己修復ネットワークシ ステムを付与した構造部材(SEA - SR 2, SEA - SR 3 及びSEA - SR 4)は、大規模地震力入力後であっても、 経済的かつ早期的に復旧を目指すことが可能な新しい部

材になると考えられる。

謝 辞

本研究の一部は科学研究費補助金基盤研究(B) No. 20360253の下で実施した。ここに記して謝意を表する。

参考文献

- 1) 熊田 廣樹, Sanjay PAREEK, "ネットワークを用いた曲げ 強度の自己修復機能を有するモルタルに関する基礎的研 究", コンクリート工学年次論文集, Vol.32, No.1, pp.1871-1876, 2010.
- 2) Pareek, S. and Oohira, A., "A Fundamental Study on Regain of Flexural Strength of Mortars by Using a Self - repair Network System", Proceeding of 3rd International Conference on Self - Healing Materials, Bath, 2011.
- 3) 熊田 廣樹,大平 旭洋, Sanjay PAREEK, "ネットワーク 及び補修剤を用いた自己修復システムにおけるひび割れの 自己修復性能に関しての検討",コンクリート工学年次論文 集, Vol.33, No.1, pp.1445-1450, 2011.
- 西脇 智哉, 熊田 廣樹, 大平 旭洋, Sanjay PAREEK, "連 結材ユニットを用いた自己修復コンクリートの RC 構造物 への適用に関する実験的研究", コンクリート工学年次論文 集, Vol.33, No.1, pp.1463-1468, 2011.
- 5) Song, G., Ma, N. and Li, H. N. (2006), "Applications of Shape Memory Alloys in Civil Structures", Engineering Structures, Vol. 28, pp. 1266-1274, 2006.
- 6) Tajiri, S. et al., "Reversed Cyclic Loading Test of Concrete Beams Using Pseudo - Elastic Shape Memory Alloy as Longitudinal Reinforcement", Proceeding of AIJ, C -2, pp. 155-156, 2002.
- 7) Araki, Y. et al., "Potential of Superelastic Cu Al Mn Alloy Bars for Seismic Applications", Earthquake Engineering and Structural Dynamics, Vol. 40, pp.107-115, 2010.
- 8) Shrestha, K. C. et al., "Applicability of Cu Al Mn Shape Memory Alloy Rods to Retrofitting of Historical Masonry Constructions", Earthquakes and Structures, An Inter national Journal, Vol. 2, pp.233-256, 2011.
- 9)大平 旭洋, Sanjay PAREEK, "自己修復コンクリートの非 破壊試験法による補修剤の充填性の評価",日本建築学会東 北支部研究報告集,構造系(74), pp.153-154, 20111.

Characterization of Sol-Gel-Derived Crystalline ZrO₂ -Y₂O₃ Thin Films

Hirofumi SHIMIZU* and Toshikazu NISHIDE**

Abstract

We have successfully prepared sol-gel-derived Y doped $ZrO_2 (ZrO_2-Y_2O_3)$ thin films on Si(001) substrates, by firing the composite gel films in air between 350 and 700 °C. The thin films provided an improved leakage current in MOS capacitor superior to that in sol-gel-derived ZrO_2 thin films. This was caused by the flat surfaces of the $ZrO_2-Y_2O_3$ thin films. The observation of the crystallized film surface fired at 700 °C with an atomic force microscope explicitly demonstrated crack-free state compared with that of ZrO_2 thin films. The Y in the composite films reduced the shrinkage of the films during the firing processes, resulting in smoother surfaces, which improved the adhesion of Al electrode on the composite film interface and also improved the thin film characteristics.

Key words: silicon, sol-gel-derived ZrO₂-Y₂O₃, CMOS device, high-k material

1. Introduction

In the field of silicon (Si) semiconductor device processes, zirconium oxide (ZrO_2) and hafnium oxide (HfO_2) thin layers as high permittivity gate insulator materials (high-k) are usually deposited by chemical vapor deposition (CVD) or physical vapor deposition (PVD) or sputtered onto Si substrates using argon (Ar) and O₂ mixed gases in aggressively scaled advanced complementary metal-oxide-semiconductor (CMOS).¹

The sol-gel method supplies amorphous or crystalline thin gel films of metallic solid compounds by solidifying a sol formed by hydrolyzing and polymerizing a solution containing metallic compounds. Sol-gel processes are widely employed in the field of material chemistry to prepare ceramic powders and thin films of ZrO_2 and HfO_2 to obtain high-quality ceramics and insulators with the advantages of low cost, relative simplicity, and easy control of the composition of the layers formed. In general, characteristics of sol-gel-derived thin film depend on the composition of the sol solution, and residual H_2O may affect the performance of the film.

The continuing miniaturization of CMOS devices requires a high permittivity gate insulator material (high-k); upon scaling down to 22 nm technology nodes and beyond. The scaling of the CMOS devices has led to the substitution of gate Si dioxide (SiO_2) with insulators having high dielectric constants (k) to avoid the direct tunneling effect.¹⁾ Thus, the integration of novel insulators as gate dielectrics presents a tremendous challenge,²⁾ and oxides such as HfO_2 , 3-6) ZrO_2 , 7-10) and $La_2O_3^{(11)}$ as well as silicates of Zr ($ZrSi_xO_y$) and Hf ($HfSi_xO_y$)^{12, 13)} have received considerable attention as alternative gate dielectrics. In particular, ZrO₂ is one of the most promising candidates for the high-k material. In a previous paper, ¹⁴⁾ characteristics of a sol-gel-derived ZrO₂ have been presented. The solgel-derived ZrO₂ films on Si(001) wafers fired in air at 350 and 450 \degree , using Zr(OH)₄ sol based on formic acid (HCOOH) solution, were amorphous and approximately 9 - 10 nm thick. The crystallization of the ZrO₂ thin films occurred at first at 550 $^{\circ}$ C as amorphous/tetragonal (011), and finally, at 700 $^{\circ}$ C, the ZrO₂ film crystallized into tetragonal (011)/monoclinic $(\bar{1}11)$ and (111) structures. ¹⁴⁾ According to a temperature-programmed desorption (TPD) curve, five distinct H₂O desorption components, physisorbed H₂O, chemisorbed OH, and Zr-OH bonds in the ZrO_2 film, were reported to depend on firing temperature.¹⁴⁾ Based on the electrical performance of the Al/ ZrO_2/Si diode, the leakage current of the sol-gel-derived ZrO2 films on Si substrates has to be improved for the practical use as the gate insulator of the miniaturized CMOS devices.¹⁴⁾ This was presumably caused by the roughness and/or the crack on the surfaces of crystallized ZrO_2 thin films. The sol-gel-derived ZrO_2 thin film depends on the composition of the sol solution, the roughness of the thin film and residual H_2O may affect the electrical performance of the film.¹⁴⁾ Nishide and coworkers $^{15)}$ have already reported that yttrium (Y) doped sol-gel-derived HfO₂ (HfO₂-Y₂O₃) had a

Received May 30, 2012

^{*} Department of Electrical and Electronic engineering, College of Engineering, Nihon University

^{* *} Department of Chemical and Applied Chemistry, College of Engineering, Nihon University

novel structure and was promising for electrical applications. The HfO₂-Y₂O₃ thin film fired higher than 500 $^{\circ}$ C was postulated to be cubic structure. ¹⁵⁾ Simultaneously, composite zirconium oxide thin films such as Y doped sol-gel-derived ZrO₂ (ZrO₂ -Y₂O₃) where Y₂O₃ is dissolved in ZrO₂ thin film, stabilized the high temperature structure, or tetragonal and/or cubic crystal structure. ^{16–20)}

Therefore, characteristics of sol-gel-derived ZrO_2 - Y_2O_3 thin film are worthy to evaluate in detail for the practical use in scaled CMOS devices.

In this study, sol-gel-derived $ZrO_2 - Y_2O_3$ thin films fired at 350, 450, 550, and 700 °C in air were characterized by current-voltage (*I-V*) and capacitance-voltage (*C-V*) methods in combination with an atomic force microscopy (AFM), and the desorption of H_2O in the $ZrO_2 - Y_2O_3$ thin films was examined by TPD.

2. Experimental Procedure

2.1 Sample preparation of sol-gel-derived ZrO₂-Y₂O₃ thin films

Sol-gel-derived ZrO_2 - $\operatorname{Y}_2\operatorname{O}_3$ thin films were fabricated on 76-mm-diameter Czochralski-grown n-type Si(001) wafers in a way described as follows. Initially, zirconia-yttria sol solutions were prepared by dissolving $\operatorname{ZrOCl}_2 \cdot 8 \operatorname{H}_2\operatorname{O}(5.48 \text{ g}, 0.017 \text{ mol})$ and $\operatorname{YCl}_3 \cdot 6 \operatorname{H}_2\operatorname{O}(0.61 \text{ g}, 0.002 \text{ mol})$ in ethanol (C₂H₅OH, 31.81 g) at 50 ± 2 °C for 40 min. The sol solutions were followed by the addition of H₂O (0.61 g), formic acid (HCOOH, 7.18 g) and nitric acid (60% HNO₃, 1.80 g). Then, C₂H₅OH (4.69 g) was added and maintained at 50 ± 2 °C for 4 h. The final sol solutions were filtered and adjusted to be 50 g. Two mililiters of the solution was spin-coated onto Radio Corporation of America (RCA)²¹⁾ alkaline solution-rinsed Si(001) wafers (hydrophilic) at a spin speed of 2000 rpm for 270 s. The Si(001) wafers were fired in air by placing them in an electric furnace at either 350, 450, 550, or 700 °C for 30 min. This sol-gel-fabrication method is favorable to reject Cl ion in the film with the aim of semiconductor processes.

2.2 Film thickness measurement

The film thickness of sol-gel-derived ZrO_2 - Y_2O_3 thin films was measured using a single-wavelength ellipsometer (Mizojiri Optical: DVA-36VW). The ellipsometer employed a He-Ne laser (wavelength: 632.8 nm) with a measurement beam diameter of 1 mm on the wafer surface. The incident angle was 70° with respect to the sample surface, and the refractive index of the oxide was taken to be 1.46. Film thicknesses were measured at nine locations per wafer and the mean thickness was evaluated. In every case, the standard deviation on the mean thickness was within 0.05 nm.

2.3 Characterization of sol-gel-derived ZrO₂-Y₂O₃ surfaces using AFM

The surface morphologies of $ZrO_2 Y_2O_3$ thin films fired at 350, 450, 550 and 700 °C were examined using the AFM (Digital Instrument, Nanoscope-3 A). For the characterization, $10 \times 10 \text{ m}^2$ samples were cut from the central area of the wafer. Scanned images $500 \times 500 \text{ nm}^2$ in area were analyzed.

2.4 Electrical characterization of sol-gel-derived ZrO₂-Y₂O₃ thin films

In order to electrical characteristics (i.e., *I-V* and *C-V* characteristics) of sol-gel-derived ZrO_2 - Y_2O_3 thin films on Si(001) substrates, the wafers were cut into the size of 2. 5×3.0 cm². A 0. 2-mm-diameter aluminum (Al) electrode was deposited on the top of the ZrO_2 - Y_2O_3 thin films. Capacitors with Al/ZrO₂- Y_2O_3 /Si sandwich structure were fabricated on n-type Si wafers using a shadow mask in a vacuum. Ohmic contact was formed by gluing indium foil with silver paste on the back surface of the Si substrates. *I-V* characteristics were measured for both reverse bias (-5 - 0 V) and forward bias (0 - 5 V) and the step bias was 0.1 V. The differential capacitance was obtained as a function of the dc bias voltage (-5 to + 5 V) on which an AC voltage of 30 mV with 1 Hz, 10 kHz and 100 kHz, was applied to the dc current. The voltage sweep speed was 0.2 V/sec. The relative permittivity $\varepsilon_{\operatorname{ZrO}_2-\operatorname{Y}_2O_3}$ of the $\operatorname{ZrO}_2-\operatorname{Y}_2O_3$ thin films was calculated using the following equation for the capacitance in the accumulation region:

$$\varepsilon_{\mathrm{ZrO}_2 \cdot \mathrm{Y}_2 \mathrm{O}_3} = C_{\mathrm{ZrO}_2 \cdot \mathrm{Y}_2 \mathrm{O}_3} d / \varepsilon_0 \mathbf{S}$$
⁽¹⁾

where *d* is the thickness of the ZrO_2 - Y_2O_3 , S is the area of the circular Al electrode, and \mathcal{E}_0 is the permittivity of free space (8.854 × 10⁻¹² F/m).

2.5 Detection of H_2O in sol-gel-derived ZrO_2 - Y_2O_3 thin films by TPD method

TPD (EMD-WA 1000S/W; ESCO) is essentially a method of analyzing desorbed gases from heated samples as a function of temperature under vacuum conditions using a detector of quadruple mass spectroscopy (QMS), indicating the intensity of the signal depending on mass (*m*) and electronic charge (*z*). Samples used in the TPD were cleaved ZrO_2 - Y_2O_3 film/Si wafers (typically $10 \times 10 \text{ mm}^2$) and were introduced into a load-locked chamber. TPD curves of the films can be measured in the temperature range of 50-900 °C at a constant heating rate of 20 °C/min under a pressure of $10^{-7} \sim 10^{-8}$ Pa with TPD equipment. The density of the total amount of H_2O that evolved from the sol-gel-derived ZrO_2 - Y_2O_3 thin films fired at 350 and 700 °C was detected by QMS.

3. Results and Discussion

3.1 Film thicknesses and refractive indexes of sol-gel-derived ZrO $_2$ -Y $_2$ O $_3$

Figure 1 shows the film thicknesses and refractive indices of the sol-gel-derived ZrO_2 - Y_2O_3 fired from 350 to 700 °C for 30 min. The film thicknesses became thinner at higher temperatures than 450 °C (11 and 7 nm thick at 450 and 700 °C, respectively). If this ZrO_2 - Y_2O_3 thin film has an excellent characteristics with high permittivity, this thickness range can be an available as gate insulator. Though the refractive indices between 350 and 700 °C increased with firing temperature, the refractive indices were less than those of monoclinic ZrO_2 crystal.²³

The packing densities in the ZrO_2 - Y_2O_3 thin films were calculated using the Lorentz-Lorentz equation, $^{24-26)}$

$$p = \frac{n_{\rm f}^2 - 1}{n_{\rm f}^2 + 2} \times \frac{n_{\rm m}^2 + 2}{n_{\rm m}^2 - 1}$$
(3)

where p is packing density, nf is refractive index of a film and nm is refractive index of a crystal. The refrac-



Fig. 1 . Film thicknesses and refractive indices of the sol-gelderived ZrO $_2$ -Y $_2$ O $_3$ $\,$ fired at 350, 450, 550 and 700 $^\circ\!\!C$ for 30 min.

tive indices were 1. 24 at 350 °C, 1. 26 at 450 °C, 1.27 at 550 °C, and 1. 42 at 700 °C. The basic refractive index of the ZrO₂ crystal (monoclinic) for calculating the packing density was 2. 22. ²⁸⁾ As a result, the packing densities were estimated to be 0. 27 at 350 °C, 0. 29 at 450 °C, 0. 30 at 550 °C and 0. 44 at 700 °C. The packing density of the film became large as the firing temperature increased. This is because the more H_2O desorbed at higher firing temperature and small gaps of nano pores were squeezed or evaporated as shown in § 3. 4.

3.2 Surface morphologies of sol-gel-derived ZrO_2 - Y_2O_3 thin films by AFM

Figures 2 (a) and 2 (b) show AFM images of surface microstructures of ZrO₂-Y₂O₃ thin films fired at 350 and



Fig. 2 . AFM images of the surface microstructures of ZrO_2 - Y_2O_3 thin films fired at (a) 350 and (b) 700 $^{\circ}C$

700 °C, respectively. The morphology depended on firing temperature. The surface of the ZrO_2 - Y_2O_3 thin film fired at 350 °C gave a homogeneous structure as shown in Fig. 2 (a). The surface roughness (root mean square; RMS) was determined to be 0.15 nm at 350 °C. In Fig. 2 (b) , RMS of the film obtained at 700 °C was 0.24 nm and the surface structure was slightly wavy, but it did not show grain boundaries and/or cracks caused by crystallization. ²⁹⁾. Similar result have been reported by Peters et al. ³⁰⁾ with reference to crack-free nano- and microcrystalline ZrO_2 - Y_2O_3 thin films deposited on sapphire substrates.

3.3 Electrical characteristics of sol-gel-derived ZrO₂-Y₂O₃ thin films

Figure 3 (a) and (b) plot *I-V* characteristics, namely, current density vs electric field relationship for sol-gel-derived $ZrO_2 \cdot Y_2O_3$ thin films fired at 350 and 700 °C in air, respectively, in comparison with those reported for sol-gel-derived ZrO_2 thin films.¹⁴⁾ The reverse bias quantities are plotted as absolute values. As shown in Fig. 3 (a), the leakage current of the $ZrO_2 \cdot Y_2O_3$ thin film became approximately five orders of magnitude smaller than that of ZrO_2 thin film for forward bias at an electric field of 2 M V/cm, and three orders of magnitude smaller for reverse bias at -2 M V/cm. This improvement of the leakage current was outstanding. In the sample fired at 700 °C shown in Fig. 3 (b), a similar improvement was observed. This is considered to be that the reduced surface roughness and crack-free state of the $ZrO_2 \cdot Y_2O_3$ surfaces may reduce the leakage current compared with the ZrO_2 thin films as described in § 3. 2. Simultaneously, in comparison with the $ZrO_2 \cdot Y_2O_3$ thin films fired between 350 and 700 °C, the leakage current of the latter was reduced two orders of magnitude than the former one as shown in Fig. 3 (a) and 3 (b). This is probably due to the crystallization of the film such as packing density and/or the difference of a considerable amount of H₂O in the film as shown in § 3. 4.

The leakage current (forward bias) for the sample fired at 700 °C was approximately 5×10^{-7} A/cm² in an electric field of 1 M V/cm, which was one or two orders of magnitude smaller than that obtained by Chim et al., ³⁰⁾ which seemed to be a densely compacted ZrO₂ thin film, because they were fabricated by sputtering in argon plus oxygen gas ambient and annealed at 400 °C in a nitrogen ambient for 5 min.³⁰⁾ For reverse bias, the leakage current at 700 °C was superior to the others measured. Therefore, there are some possibilities for sol-gel-derived ZrO₂-Y₂O₃ thin film to be an alternative high-*k* material of gate insulators in miniaturized CMOS devices.³¹⁾



Fig. 3 . I-V characteristics, namely, current density vs electric field relationship for sol-gel-derived ZrO_2 - Y_2O_3 thin films fired at (a) 350 and (b) 700 °C in air, respectively, in comparison with those reported in sol-gel-derived ZrO_2 thin films.

Figure 4 (a) and 4 (b) show *C*-*V* curves for the Al/ZrO₂-Y₂O₃/n-Si capacitors of which the sol-gel- derived ZrO₂-Y₂O₃ films were fired at 350 and 700 °C for 30min, respectively. The *C*-*V* curves are plotted from -5 to 5 V so that practical devices can be regularly operated. The *C*-*V* curves showed well-defined transfer from depletion and inversion to accumulation as the applied voltage was varied from -5 to 5 V, similar to the *C*-*V* characteristics of normal Al/SiO₂/Si capacitors.³²⁾ The *C*-*V* characteristics did not show any dependence on frequency, but the capacitance

decreased with increasing firing temperature. Here, on the basis of the well-defined capacitances in the accumulation region of the *C*-*V* curves, the relative permittivity $\varepsilon_{ZrO_2-Y_2O_3}$ of the sol-gel-derived $ZrO_2-Y_2O_3$ thin film fired at 350 °C was calculated to be 8. 6 and 5. 6 at 700 °C. This is probably because the $ZrO_2-Y_2O_3$ thin film may contain abundant nano pores, considering relatively low packing density of the film. This will be discussed in § 3. 4.



Fig. 4 . C-V curves for the Al / ZrO $_2$ -Y $_2$ O $_3$ / n-Si capacitors of which the sol-gel-derived ZrO $_2$ -Y $_2$ O $_3$ films were fired at (a) 350 and (b) 700 $^\circ$ for 30 min as a function of frequency.

3.4 Analyses of sol-gel-derived ZrO2-Y2O3 thin films by TPD

Figure 5 plots the TPD curves of H_2O (m/z = 18) that evolved from the sol-gel-derived ZrO_2 - Y_2O_3 thin films on Si(001) wafers, which were fired at 350 and 700 °C for 30 min, respectively. The vertical axis depicts the current value of QMS. The film thicknesses were determined to be 11. 1 and 6. 9 nm, respectively. The intensity of TPD curves decreased as the firing temperature increased, indicating that the amount of H_2O was reduced in the ZrO_2 - Y_2O_3 thin films. For the ZrO_2 - Y_2O_3 thin film fired at 350 °C, the peaks seen at 370 and 400 °C were atbributed to equipment noise.

Two TPD curves were close to those of ZrO₂ thin films, except that the sample fired at 350 $^\circ C$ did not show any similar protrusions between 100 and 200 $^\circ\!\!\mathbb{C}$ as shown in ZrO₂ thin film. ¹⁴⁾ The peak was separated into several components using Gaussian-type, and the waveform indicated by dashed line are shown as a function of temperature in Fig. 5.¹⁴⁾ The desorption temperature of the main peak of the ZrO_2 - Y_2O_3 thin film was approximately between 100 and 200 $^{\circ}$ C. This implies that the peak in the TPD curves may be due to physisorbed H_2O (mere adsorption of H_2O). On the contrary, at 700 $^{\circ}$ C, the TPD curves for the H₂O desorption showed a similar shape with that of ZrO_2 thin film. ¹⁴⁾ The peak from 100 to 200 $^\circ\!\! C$ is due to the adsorption of physisorbed H₂O and the main peak approximately at $250 \,^{\circ}\mathrm{C}$ is caused by the condensation of Zr-OH (chemisorbed).^{33, 34} According to Niinisto et al., ¹⁹ the relative permittivity of ZrO2 formed by atomic layer deposition has been reported to be 23. In general, rela-



Fig. 5 . TPD curves of H_2O (m/z =18) that evolved from the sol-gel-derived ZrO₂-Y₂O₃ thin films on Si(001) wafers, which were fired at 350 and 700 °C for 30 min.

tive permittivity is essentially governed by the polarization of a material. In the present sol-gel-derived $ZrO_2-Y_2O_3$ film, H_2O , and OH groups in nano pores and other impurities are considered to cause electronic and ionic polarizations, resulting in the reduction of the relative permittivity. The details of the relative permittivity are under investigation.

4. Conclusions

We have characterized sol-gel-derived Y doped ZrO_2 ($ZrO_2-Y_2O_3$) thin films on Si(001) substrates between 350 and 700 °C using ellipsometry, *I-V* and *C-V* techniques, and TPD, with the aim of establishing the $ZrO_2-Y_2O_3$ thin film as an alternative gate insulator in next-generation of scaled CMOS devices. Sol-gel-derived $ZrO_2-Y_2O_3$ thin films on Si substrates fired in air between 350 and 700 °C greatly improved electrical characteristics such as leakage current in MOS capacitor compared with those in ZrO_2 thin films. This is because of the reduced surface roughness in the $ZrO_2-Y_2O_3$ thin films. Furthermore, the crystallized $ZrO_2-Y_2O_3$ surface fired at 700 °C explicitly realized crack-free state compared with the ZrO_2 thin films. Thus, the crystallization of the ZrO_2-Y_2O thin films may reduce the leakage current. Physisorbed H_2O , chemisorbed OH, and Zr-OH bonds in the ZrO_2-Y_2O thin film have to be removed to upgrade the performance of the thin film.

Acknowledgments

This work was supported by a grant from Nihon University. The authors are also indebted to Dr. M. Ikeda for his diligence in assisting with measuring electrical characteristics.

References

- 1) E. Gusev: in Defects in High-k Gate Dielectric Stacks, ed. E. Gusev (Springer, Dordrecht, 2005) p. 1.
- H. R. Huff and D. G. Gilmer: *High Dielectric Constant Materials-VLSI MOSFET Applications* (Springer, Berlin Heidelberg, 2005) p. 1.
- 3) B. H. Lee, L. Kang, R. Nieh, W.-J. Qi, and J. C. Lee: Thermal stability and electrical characteristics of ultrathin hafnium oxide gate dielectric reoxidized with rapid thermal annealing, Appl. Phys. Lett., 76, pp. 1926-1928 (2000).
- 4) Z. Xu, M. Houssa, S. De Gendt, and M. Heyns: Polarity effect on the temperature dependence of leakage current through HfO₂/SiO₂ gate dielectric stacks, Appl. Phys. Lett., 80, pp. 1975-1977 (2002).
- 5) M.-H. Cho, Y. S. Roh, C. N. Whang, and K. Jeong: Thermal stability and structural characteristics of HfO₂ films on Si (100) grown by atomic-layer deposition, Appl. Phys. Lett., 81, pp. 472-474 (2002).
- 6) P. D. Kirsch, C. S. Kang, J. Lozano, J. C. Lee, and J. G. Ekerdt: Electrical and spectroscopic comparison of HfO₂/Si interfaces on nitrided and un-nitrided Si(100), J. Appl. Phys., 91, pp. 4353-4364 (2002).
- 7) G. D. Wilk, R. M. Wallace, and J. M. Anthony: High-k gate dielectrics: Current status and materials properties considerations, J. Appl. Phys., 89, pp 5243-5276 (2001).
- M. Copel, E. Gibelyuk, and E. Gusev: Structure and stability of ultrathin zirconium oxide layers on Si(001), Appl. Phys. Lett., 76, pp. 436-438 (2000).
- 9) K. Kukli, M. Ritala, J. Ararik, T. Uustare, and M. Leskela: Influence of growth temperature on properties of zirconium dioxide films grown by atomic layer deposition, J. Appl. Phys., 95, pp. 1833-1840 (2002).
- 10) S. K. Dey, C.-G. Wang, D. Tang, M. J. Kim, R. W. Carpenter, C. Werkhoven and W. Shero: Atomic layer chemical vapor deposition of ZrO₂-based dielectric films: Nanostructure and nanochemistry, J. Appl. Phys., 93. pp. 4144-4158 (2003).
- 11) J. A. Ng, Y. Kuroki, N. Sugii, K. Kakushima, S.-I. Ohmi, K. Tsutsui, T. Hattori, H. Iwai, and H. Wong: Effects of low temperature annealing on the ultrathin La₂O₃ gate dielectric; comparison of post deposition annealing and post metallization annealing, Microelectronic Engineering., 80, pp. 206-209 (2005).
- 12) G. D.Wilk, , R. M. Wallace and J. M. Anthony: High-k gate dielectrics: Current status and materials properties considerations, J. Appl. Phys., 89, pp. 5243-5275 (2001).
- G. D. Wilk and R. M. Wallace: Hafnium and zirconium silicates for advanced gate dielectrics, J. Appl. Phys., 87, pp. 484-492 (2000).
- 14) H. Shimizu, S. Konagai, M. Ikeda, and T. Nishide: Characterization of Sol-Gel Derived and Crystallized ZrO₂ Thin Films, Jpn. J. Appl. Phys., 48, pp. 101101-1-101101-6 (2009).
- 15) T. Nishide, S. Honda, M. Matsuura, Y. Ito, and T. Kakase: Oriented and Non-Oriented HfO₂-Y₂O₃ Films on Amorphous Quartz Glass Substrates Prepared by Sol-Gel Processes, Jpn. J. Appl. Phys., 39, pp. L237-L240 (2000).
- 16) T. Okubo, T. Takahashi, M. Sadakata, and H. Nagamoto: Crack-free porous YSZ membrane via controlled synthesis of zirconia sol, J. Membr. Sci., 118, pp. 151-157 (1996).
- 17) C. Sakurai, T. Fukui, and M. Okuyama: J. Am. Ceram. Soc., 76, pp. 1061-1064 (1993).
- 18) K. Miyazawa, K. Suzuki and M. Y. Wey: J. Am. Ceram. Soc., 78 (1995) 347.
- 19) J. Lee, T. Matsubara, T. Sei, and T. Tsuchiya: J. Mater. Sci., 32 (1997) 5249.

- 20) P. Christoph, W. Andre, B. Benjamin, G. Dagmar, and I-T. Ellen: Grain-size Effects in YSZ Thin-Film Electrolytes, J. Am. Ceram. Soc., 92, pp. 2017-2024 (2009).
- 21) W. Kern and D. A. Puotinen: Cleaning solutions based on hydrogen peroxide for use in silicon semiconductor technology, RCA Rev., 31, pp. 187-206 (1970).
- 22) H. Shimizu, T. Sato, S. Konagai, M. Ikeda, T. Takahashi and T. Nishide: Temperature-Programmed Desorption Analyses of Sol-Gel Deposited and Crystallized HfO₂ Films, Jpn. J. Appl. Phys., 46, pp. 4209-4214 (2007).
- 23) J. Niinisto, M. Putkonen, L. Niinisto, K. Kukli, M. Ritala, and M. Leskela: Structural and dielectric properties of thin ZrO₂ films on silicon grown by atomic layer deposition from cyclopentadienyl precursor, J. Appl. Phys., 95, pp. 84-92 (2004).
- 24) T. Yamada, M. Mizuo, T. Ishizuka, and T. Noguchi: Liquidus-curve measurement in the system zirconia-hafnia, Adv. Ceram, 24, pp. 959-964 (1988).
- 25) G. Bauer: Ann. Phys. (Leibzig) 19 (1934) 434 [Lin German].
- 26) T. Nishide and M. Shibata: Orientation and Surface Properties of Sol-Gel Derived Y₂O₃ Films, J. Sol-Gel Sci. Technol., 21, pp. 189-193 (2001).
- 27) T. Nishide, S. Honda, M. Matsuura, and M. Ide: Surface, structural and optical properties of sol-gel derived HfO₂ films, Thin Solid Films, 371, pp. 61-65 (2000).
- 28) T. Yamada, M. Mizuno, T. Ishizuka, and T. Noguchi: Liquidus-curve measurement in the system zirconia-hafnia, Adv. Ceram., 24, pp. 959-964 (1988).
- 29) H. Shimizu, D. Nemoto, M. Ikeda, and T. Nishide: Characterization of Sol-Gel Derived and Crystallized HfO₂ Thin Films Dependent on Sol Solution, Jpn. J. Appl. Phys., 49, pp. 121502-1-121502-6 (2010).
- 30) W. K. Chim, T. H. Ng, B. H. Koh, W. K. Chol, J. X. Zheng, C. H. Tung, and A. Y. Du: Interfacial and bulk properties of zirconium dioxide as a gate dielectric in metal-insulator-semiconductor structures and current transport mechanism, J. Appl. Phys., 93, pp. 4788-4793 (2003).
- 31) H. Shimizu and T. Nishide: Characterization of Sol-Gel-Derived and Crystallized HfO₂, ZrO₂, ZrO₂, ZrO₂-Y₂O₃ Thin Films on Si (001) Wafers with High Dielectric Constant, Advances in Crystallization Processes, ed. Y. Mastai (Intech, Croatia, 2012) Chap. 13, pp. 315-346.
- 32) E. H. Nicollian and J. R. Brews: MOS (Metal Oxide Semiconductor) Physics and Technology (Wiley, New York, 1981) Chapter 4.
- 33) T. Nishide, T. Meguro, S. Suzuki, and T. Yabe: Ultraviolet Irradiation Hardening of Hafnia Films Prepared by Sol-Gel Processes, J. Ceram. Soc. Jpn., 113, pp. 77-81 (2005).
- 34) T. Takahashi and T. Nishide: Fabrication and Ultraviolet Irradiation Hardening of Sol-Gel-Derived Hafnia Films, J. Ceram. Soc. Jpn., 112, pp. S234- S238 (2004).

テクスチャ処理による塗装膜の付着性制御と評価 渡辺 暁*・溝口知広**・小林 義和**・白井 健二**・若林 裕之** 原 靖彦**・岩城 一郎***・子田 康弘***・李 和樹****・近藤 司*****

Adhesion Control and Evaluation of Coating Film by Texturing

Akira WATANABE*, Tomohiro MIZOGUCHI**, Yoshikazu KOBAYASHI**, Kenji SHIRAI**, Hiroyuki WAKABAYASHI**, Yasuhiko HARA**, Ichiro Iwaki***, Yasuhiro Koda***, LEE Hwa-soo**** and Tsukasa Kondo****

Abstract

In this work, we developed a coating robot mounted with X-Y orthogonal electrical powered sliders to realize the coating of various types of textured metal sheets with distemper. To verify the relation between coating properties and surface texturing process using this coating robot, we measured the surface roughness of coated metal sheets with a scanning white light interferometer, and evaluated coating film adhesion qualitatively by cross cut tests.

Key words: coating robot, under coating, top coating, clear coating, cross cut test.

1. 緒 言

近年,自動車など多くの工業製品の表面には塗装が施さ れている。塗装は視覚・触覚品位の向上や防腐効果のため 製品の付加価値を向上させる重要な技術である。しかしな がら,種々の表面形状を有する製品への高品質な塗装を行 うための塗装条件すなわち塗料の噴射量や塗装回数などを 明確に記述したデータは公表されていない。

本研究においては、塗装ロボットを試作し¹⁾塗装特性と その表面テクスチャとの関係を検証することにより、最適 な塗装条件の詳細なデータの算出を目的としている。この 条件により、製品への高品質な塗装を実現させる。

2. 塗装ロボットの開発

図1に塗装ロボットの概観を示す。また、表1に塗装ロ ボットの仕様を示す。本システムは、X、Y軸の電動スラ イダと、X軸目に取り付けられたスプレーガンにより構成 されている。電動スライダの移動速度とスプレーガンの ON/OFF はコンピュータ制御されている。本実験では、 各基板上に下地塗料、上塗り塗料およびクリヤー塗料の3 種類の塗装を行った。塗料の噴射量は、それぞれの塗料に おいて実際に1分間噴射させ、その重量変化の測定により 算出した。エアー圧力は0.3MPa、塗装する速度は50mm/ sとした。

平成24年5月15日受理	
*日本大学大学院工学研究科情報工学専攻	
** 日本大学工学部情報工学科	
*** 日本大学工学部土木工学科	
**** 日本大学理工学部精密工学科	
***** 函館工業高等専門学校	



図1 塗装ロボットの概観

表1 塗装ロボットの仕様

Range of Coating	Slider axis X: 400 mm
	Slider axis Y: 350 mm
Maximum speed	200 mm/s
of coating	
Injection quantity	Under coating: 4.5g/min
	Top coating : 3.0g/min
	Clear coating : 3.0g/min

3. 塗装回数による表面粗さの相違

塗装回数による塗装の品質の相違を検証するため、塗装 ロボットによって基板へ塗装し、塗装表面を走査型白色干 渉計で測定した。基板への塗装処理は、脱脂処理をした後 に下地処理、上塗り塗装およびクリヤー塗装の順に行う。 16枚の基板のうち4枚ずつに下地処理を0~3回行い、異 なる回数の下地処理を行った基板に上塗り塗装を1~4回 ずつ行った。また、仕上げのクリヤー塗装は2回ずつ行った。図2に塗装後の基板を示す。その結果、下地処理と上塗り塗装を2回ずつ行った基板の塗装表面の二乗平均平方 根粗さSqは0.44μmとなった。図3に下地処理と上塗り 塗装を2回行った基板の塗装前後の表面状態を示す。この 基板の二乗平均平方根粗さSqは1.28μmから0.44μmとな り、塗装前と比べかなり滑らかな塗装表面が得られた。



図2 塗装後の基板



After coating



図3 下地処理と上塗り塗装を2回行った基板の塗装前後の 表面状態

4. テクスチャ処理をした基板の塗装実験と視覚的評価

まず、4枚の基板を準備した。それら基板の表面に粗さ が異なる400番,800番,1200番のサンドペーパー及び釘を 使って直線方向ヘテクスチャ処理をした。それら基板に塗 装し、その表面を測定した。基板には、前述の実験で最も 良い結果であった下地処理と上塗りを2回ずつ塗装した。 表2にテクスチャ処理した基板の塗装前後の粗さを示す。 塗装の結果,4枚の基板は,前述の実験で最も状態が良かっ た下地処理と上塗りを2回ずつ塗装した基板とほぼ同じ滑 らかな表面粗さを得た。また、基板表面の塗料の付着具合 を見るため、塗装した基板を樹脂で固めて切断し、その断 面を電界放射型走査電子顕微鏡で測定した。図4に400番の サンドペーパーでテクスチャ処理した基板の断面写真を示 す。さらに図5に釘でテクスチャ処理した基板の断面写真 を示す。400番のサンドペーパーでテクスチャ処理した基板 の膜厚はおよそ13µm, 釘でテクスチャ処理した基板の膜 厚はおよそ12µmであった。

表 2	テクスチャ	·処理	した基板の塗装前後の粗さ
-----	-------	-----	--------------

		No texture treatment	#400	#800	#1200	Nail
	Root mean square	1.28	1.19	0.91	0.89	1.78
ng	Peek to valley	15.26	29.69	11.94	10.39	46.54
Befo coati	Value of ten-point height of irregularities	12.26	22.95	10.04	8.69	28.98
	Root mean square	0.44	0.59	0.53	0.48	0.82
ng	Peek to valley	3.94	4.87	7.43	4.08	7.26
Afte coati	Value of ten-point height of irregularities	2.76	3.17	3.86	3.22	4.92
						(Unit:μm)



Resin Clear coating : 3 μ m Top coating : 2 μ m Under coating : 8 μ m

図4 400番のサンドペーパーでテクスチャ処理した基板の断 面写真



図5 釘でテクスチャ処理した基板の断面写真

テクスチャ処理を行った基板への塗装実験と付 着性評価

80番, 150番, 220番, 500番, 800番および1200番の6種 類のサンドペーパーを用いて筋目方向が直線、縦横直交ク ロス, 45° クロスとなるように基板表面のテクスチャ処理 を行った。それら基板へ前述の実験で最も滑らかな表面が 得られた下地処理,上塗り塗装及びクリヤー塗装を2回ず つ,室温24.3℃,湿度15.9%の条件下で行った。その表面 を走査型白色干渉計で測定し、塗装した基板の塗膜の付着 性をクロスカット法により評価した²⁾。図6にクロスカッ ト法による試験方法を示す。また、図7に付着テープの引 き剥がす方向を示す。テクスチャ処理をせずに塗装したも のを含む19種の基板3枚ずつにクロスカットを行い、塗膜 の付着性が良かった順に分類0~5の6段階の評価値を与 えた。表3に基板の表面粗さとクロスカット法による評価 の結果を示す。また、図8にクロスカット法を行った基板 の表面を示す。粗さが220番よりも滑らかなサンドペーパー でテクスチャ処理をした基板の評価は全く剥がれのない分 類0或いは切り込みの交差点において僅かな剥がれがある 分類1を得た。しかしながら、80番および150番のサンド ペーパーでテクスチャ処理をした基板の評価には、切り込 みに沿って剥がれがある分類2や格子内において大きな剥 がれがある分類3も検出された。



図6 クロスカット法による試験方法

表3 基板の表面粗さとクロスカット法による評価の結果

	Root mean square (Unit : μm)		Cross cut test
	Before coating	After coating	Grading of 3 sheets (sheet 1, sheet 2, sheet 3)
Non textured sheet	1.169	0.422	(0, 1, 1)
#80 single	2.382	0.679	(0, 2, 3)
#80 90°double	1.342	0.477	(0, 1, 2)
#80 45°double	1.220	0.553	(0, 1, 1)
#150 single	1.403	0.475	(0, 1, 2)
#150 90°double	1.310	0.434	(1, 1, 2)
#150 45°double	1.109	0.313	(0, 1, 1)
#220 single	1.215	0.505	(0, 0, 1)
#220 90°double	1.050	0.396	(0, 1, 1)
#220 45°double	0.944	0.454	(0, 1, 1)
#500 single	10.56	0.307	(0, 0, 0)
#500 90°double	0.892	0.473	(0, 0, 0)
#500 45°double	0.798	0.599	(0, 0, 0)
#800 single	0.961	0.409	(0, 0, 0)
#800 90°double	0.748	0.435	(0, 0, 0)
#800 45°double	0.748	0.318	(0, 0, 1)
#1200 single	1.075	0.515	(0, 1, 1)
#1200 90°double	0.681	0.456	(0, 0, 0)
#1200 45°double	0.687	0.363	(0, 0, 1)



図8 クロスカット法を行った基板の表面



図7 付着テープの引き剥がす方向

 クリヤー塗装回数の違いによる基板の表面粗さと 付着性の相違

クリヤー塗装回数と表面粗さ及び付着性の関係を検証す るため、前述の実験で最も付着性が弱い80番のサンドペー パーで直線方向のテクスチャ処理をした基板を用意し、下 地処理と上塗り塗装を2回ずつ行った。塗装は、室温24.5℃、 湿度18.7%の条件下で行った。この基板にクリヤー塗装を 0~4回行い、クロスカット法で評価した。図9にクリヤー 塗装なしと3回行った基板の表面状態を示す。さらに表4 に異なる回数のクリヤー塗装をした基板の粗さとクロス カット法による評価を示す。表面の粗さはクリヤー塗装な しの基板以外は、かなり滑らかな表面が得られた。このこ とから、 クリヤー塗装には下地塗装および上塗り塗装の塗 膜表面の粗さを滑らかに補正する効果のあることがわかっ た。付着性について、クリヤー塗装なしと1回行った基板 の塗膜には十分な付着性が得られず、2回の基板にも、僅 かな剥がれがあった。十分な付着性が得られたものは、ク リヤー塗装を3回以上行った基板で塗膜の剥がれは全くな かった。

7. 結 言

今回,塗装ロボットを試作し塗装特性とその表面テクス チャとの関係を検証した。その結果,エアー圧力0.3MPa, 塗装速度50mm/s,下地塗料の噴射量4.5g/min,上塗り 塗料及びクリヤー塗料の噴射量3.0g/minの条件下におい て最適な塗装回数は下地処理2回,上塗り塗装2回,クリ ヤー塗装3回であることがわかった。さらに,クリヤー塗 装回数と塗膜の付着性及び表面テクスチャの関係をクロス カット法により視覚的な評価をした。今後,塗膜の付着力 の具体的な数値をプルオフ法により算出し,定量的評価を 行う。

本研究は,平成22年度,平成23年度日本大学研究助成 (総合研究)の一部として行なわれたものである。

参考文献

- S Hamada : An Improved Robotic Painting Method that Improves Painting Efficiency, Yamaha Motor Technical Review, No.35, pp.197-203, 2003.
- 2) ISO2409 : 2007-Paints and varnishes--Cross-cut test



図9 クリヤー塗装なしと3回行った基板の表面状態

表4 異なる回数のクリヤー塗装をした基板の粗さとクロス カット法による評価

Numer of	After coating surface roughness	Grading of cross cut test
coatings	Root mean square (Unit: μ m)	Grading of 3 sheets (sheet1, sheet2, sheet3)
0	1.175	(5, 5, 5)
1	0.294	(3, 4, 5)
2	0.329	(0, 0, 1)
3	0.320	(0, 0, 0)
4	0.344	(0, 0, 0)

画像認識を用いた把持ロボットの自動操作システムの開発

吉田 拓文*・溝口 知広**・小林 義和**・白井 健二**・原 靖彦**

Development of Automatic Operation System for Gripping Robots by Image Recognition

Takumi YOSHIDA*, Tomohiro MIZOGUCHI**, Yoshikazu KOBAYASHI**, Kenji SHIRAI** and Yasuhiko HARA**

Abstract

The purpose of this study is to develop a system which positions micro objects, in the aim to realize automation of the manipulation of micro-sized objects by image recognition. This system is based on the technique of first determining the position and shape of the object being operated accurately, and then calculating the amount of work required from images of the object. Specifically, first images of the object placed on the x-y stage are shot with a CCD camera. Next, the object is detected from the shot images by image recognition, thus allowing the system to measure the travel distance between the x-y stage and gripping robot, and position them. This paper discusses the positioning accuracy of the system and the technique for automating the positioning of gripping robots.

Key words: image recognition, positioning, automatic operation

1. 緒 言

近年の工業製品は、電子機器や機械製品が小型化されて きている。またバイオテクノロジーの分野における研究活 動では細胞や微小生物などの物体を操作する機会が多い。 しかしながらこれらの対象物との接触作業は人の手やマニ ピュレータを用いたマニュアル作業であり、その作業者、 操作者にかかる負担が大きい。また疲労が蓄積されると操 作者がミスをする恐れがあることや、その高度な技能の熟 練による人的コストの増大という問題がある。

これらの問題の解決策として,現在マイクロマニピュ レータ作業の自動化に関する研究が行われている。このシ ステムの実現のためにはまず操作対象の位置と形状を正確 に把握する必要がある。本研究ではまず,マイクロマニピュ レータの自動化の一環として,電動アクチュエータを備え た小型把持ロボットを開発する。次に人間が物体やエンド エフェクタの状態を確認しながらマニュアル操作により画 像認識を利用して必要な動作量の算出により,必要最小限 の指示で自動操作を行うシステムの開発を目的としている。

2. システム構成

2.1 微小物体操作システムの概要

図1に微小物体操作システムの構成を示す。本システム は、把持ロボットとXYステージ、CCDカメラおよび制御

平成24年5月15日受理

用PCにより構成されている。まずXYステージ上に配置さ れた操作対象の物体を任意の位置に移動し,その後,把持 ロボットにより物体の把持,運搬をする。物体を配置する XYステージはXY方向への移動手段を持たない把持ロボッ トの動作を補助する目的で用いた。最大動作幅は20mm, 分解能は10nmである。これらは制御用PCからの動作パル スと制御信号により動作する。CCDカメラはXYステージ の真上に設置し,画像を取得することによりステージ上の 物体の位置と状態を確認する。カメラからの入力画像は制 御用PC内にあるキャプチャーボードを介して取得する。入 力画像の解像度は640×480dpiである。



図1 微小物体操作システムの構成

^{*}日本大学大学院工学研究科情報工学専攻

^{**} 日本大学工学部情報工学科

2.2 把持ロボットの構成

図2に把持ロボットの外観を示す。このロボットはハン ド部、Z軸ステージおよび回転ステージから構成される自 由度2のSCARA型である。ハンド部にはピンセットが取 り付けられており、開閉動作によりピンセットを操作し、 物体を把持する。最大動作幅が9mm、繰り返し精度は± 0.01mmである。Z軸ステージ部はピンセットの高さを把持 する物体にあわせることができる。これはストロークが 20mm、最小分解能は0.86 µmである。回転和ステージは把 持した物体を運搬することができる。回転範囲は±180°、 最小分解能は0.004°である。動作用のサーボモータはス テッピングモータを使用した。把持ロボットの各アクチュ エータはコネクタボードを介して制御用PCのモーション コントロールボードに接続されており、パルス信号より動 作できる。

2.3 微小物体自動把持操作

自動把持操作の第一段階としてXYステージ上に配置さ れた微小物体の位置を測定する必要がある。本システム では物体の位置を確認するために後述の画像認識手法を用 いて物体の有無を判定し,測定する。次に自動位置決め動 作により物体を把持ロボットの動作範囲へと移動させた後, 把持ロボットにより物体の把持と運搬を行う。その際に回 転ステージ, Z軸ステージ,ハンド部の動作量を画像認識 により算出する。算出された動作量を基に回転ステージを 動作させピンセットを物体の真上に移動しZステージを降 下させ物体の高さに合わせハンド部を閉じる。以上の操作 により物体の把持を完了し,物体の運搬を行う。しかしな がら現時点ではZ軸ステージの動作量を2次元画像から算 出することが出来ない。そのためZ軸の動作量だけは固定 値として読み込ませるシステムとしており,自動操作を行 う上で何らかの手法の検討が必要である。

3. 画像認識手法

3.1 テンプレートマッチング

本システムにおいてXYステージ上の物体の位置を確 認するための画像認識手法としてまずテンプレートマッチ ングを用いた^[1]。この手法は入力画像からテンプレート画 像と同じ高さ,幅の画像を選択し,画素同士の比較により 選択領域における物体の有無を測定する手法である。比較 の手法として今回は正規化相互相関を用いた^[2]。この手法 により画像上における物体の位置を求め,移動目標の位置 との相対的な距離を画素単位で求められる。XYステージの 動作には μ m単位での指示が必要である。そこで,画素単 位の距離に1 画素当たりの幅との乗算により μ m単位の動 作量を算出する^[1]。そして位置決めの指示によりこの量 だけロボットの可動部をを動作させる。これにより自動位 置決めを可能とした。図3にその検出結果を示す。

この手法は正規化しているため一様な明るさの変化に強く,ステージが移動するなどして物体の見え方や姿勢がテ ンプレートに対して大きく変化しない限り高い精度を期待



図2 把持ロボットの外観



図3 テンプレートマッチングによる検出



図4 閾値処理後の検出

できる。しかしながらテンプレート画像全体を入力画像と 比較しているため、テンプレート画像中の物体以外の余白 部分も精度の影響を受ける。また、単純なアルゴリズムで あるため画像中に複数の操作対象物体がある場合の検出に は不向きである。そのため、図4に示すように類似度を算 出し物体を検出する際に単純な閾値処理をすることで検出 は可能となるが、別の物体を誤検出する可能性がある。

3.2 面積と輪郭長を用いた物体検出

システムの実用化を考えた場合,入力される画像中に操 作対象の物体が複数個存在する場合のほうが多いと考えら れる。しかし前述の通りテンプレートマッチングでは対処 が難しい。そこで予めテンプレートとカメラ画像からそれ ぞれ物体の面積と輪郭長を算出し,これらを比較すること によりカメラ画像中から把持対象物体を識別する手法を提 案した。この処理手順の流れを図5に示す。各々の処理の 詳細を述べる。

1) 二值化

入力されたテンプレート画像とカメラ画像のそれぞれ に対し二値化処理を行う。まず画像をグレースケール化 し,得られた0~255までの濃淡値から閾値処理によって 二値化を行う。閾値は本システムにおいて物体を配置す るステージを考慮し50とした。この処理により画像上の 物体と背景を識別する。ここで識別したテンプレート画 像中の物体をTとする。

2) ラベリング処理

二値化処理されたカメラ画像に対してラベリング処 理^[3]する。二値化された画像において連続する画素集合 をひとつのグループとしてラベル付けし,画像中の物体 を認識する。ここで認識された物体をそれぞれ {Ci} と する。

3)輪郭算出

T, {**Ci**} に対してそれぞれ輪郭長を算出する。まず二 値化画像上において境界線追跡^[3] することで境界線と なる画素集合を求め,その合計画素数を輪郭長とする。 ここで**T**の物体の輪郭長を length (**T**), {**Ci**} の輪郭長を {length (**Ci**)} とする。

4) 面積算出

T, $\{Ci\}$ に対して面積を算出する。二値化処理によって画像上の物体と背景の判別が完了しているため、物体部分の画素数を面積とする。ここでTの面積を area(T), $\{Ci\}$ の面積を $\{area(Ci)\}$ とする。

5) 検出物体照合

Tと {Ci} との,面積と輪郭長を比較し,照合を行う。 このとき以下の式(1),(2)のいずれもの条件をも満たす Ci を把持対象物体であると判定する。

$ area(T) - area(Ci) \le tharea$	(1))
$length(T) - length(Ci) \mid \leq th length$	(2)

ここで tharea, thlength は閾値であり, 画像の解像 度によらず容易に決定できるように, tharea = a area (T), thlength = β length (T) のように決定した。本シ ステムにおいては経験的に a = 0.1, $\beta = 0.1$ に設定した。 これにより画像上の複数の把持対象物体を検出すること が出来る。この手法を前処理として位置決めの際にテン プレート及びカメラ画像中の物体部分のみを改めてテン プレートマッチングすることにより複数の物体の位置と 動作量を算出することが出来る。

4. 検証実験

4.1 対象物体検出実験

提案手法を実装した自動位置決めシステムを使用し,物 体の検出実験を行った。まずは対象物体が単体のときに検 出出来ているかを検証する。対象物体は高さと幅が5mm の歯車(小)と高さと幅が7mmの歯車(大)である。予 め検出を行うカメラ画像から歯車(小)の画像をテンプレー





図7 単体の検出結果

トとして取得する。画像のサイズは80×75ピクセルである。 使用したテンプレートを図6に示す。その後、カメラ画像 上の物体の姿勢を無作為に変化させ、その画像に対して検 出を行った。カメラ画像のサイズは640×480ピクセルであ る。検出結果を図7に示す。検出対象となる物体の姿勢を テンプレートから変化させても検出出来ていることがわか る。

次に複数の対象物体を検出する。今度は歯車(大)をテ ンプレートとして取得する。画像のサイズは90×90ピクセ ルである。使用したテンプレートを図8に示す。その後、 ステージ上に同じ形状の4個の物体を配置する。このとき、 先ほどと同様に無作為に姿勢を変化させ配置した。検出結 果を図9に示す。これにより、同じ形状の物体4個を同時 に検出出来ていることがわかる。また、物体の姿勢もそれ ぞれ変化しているが問題なく検出することが出来ている。 また、この状態で自動位置決め動作を行った結果、XYス テージの連続的な位置決めも問題なく動作した。





図9 複数個対象物体の検出結果

4.2 自動位置決め実験

提案した手法が位置決めの精度において従来のテンプ レートマッチング法を用いた手法と比較して有効であるこ とを検証するため本システムの自動位置決め動作により物 体を移動させその移動量と誤差を測定し、位置決め精度を 比較・検証した。

まずXYステージ上に物体を配置する。対象物体は高さ と幅が5mmの歯車である。ステージ上の物体の現在位置 を原点とし位置決め目標に指定する。次にステージを手動 で動作させ位置決めの理論値分移動させる。そして物体を 位置検出し、位置決め目標位置まで自動的に移動させる。 これによりステージは原点の位置まで移動する。このとき のステージの移動位置と原点との距離を誤差とした。繰り 返し位置決め量を変更しながらX軸方向に対して0.5mm~ 5.0mmまで0.5mm毎に測定した。その実験結果を表1に示 す。2つの手法を比較した結果、従来までの手法と比較し て誤差値の幅が少ないことがわかる。また発生した最大及 び最少の誤差値を比較してみると従来の手法の場合は最大 値が移動量5.0mmのとき約0.17mmで最小値が移動量1.0m mのときに約0.03mm発生している。それに対して提案手法 の場合では最大値が移動量4.5mmのときに約0.04mmで最 小値が移動量0.5mmのときに約0.01mmとなった。本シス テムでは画像上の1画素の幅が約0.15mmである^[4]。従来 までの手法ではこの値を上回る場合があるのに対し、この 提案手法では発生した誤差値がいずれも0.15mmを下回っ ている。以上のことから提案手法は従来の手法と比較して より高精度な位置決めが可能である。

今後は他の形状の物体に対しても同様の高い精度が得ら れるか検証をしていく必要がある。

	誤差値[mm]		
移動量[mm]	テンプレートマッチング	提案手法	
0.5	0.06329	0.00143	
1.0	0.03400	0.01871	
1.5	0.05153	0.01701	
2.0	0.06800	0.03162	
2.5	0.08590	0.02528	
3.0	0.10307	0.04126	
3.5	0.12026	0.02033	
4.0	0.13743	0.03312	
4.5	0.15462	0.04357	
5.0	0 17181	0.04101	

5. 結 言

5.1 結 論

微小物体自動位置操作システムの開発を目的として画像 認識による検証実験を行い,以下の結論を得た。

- (1) 画像認識により動作量を算出することにより,物体の 自動把持操作が可能となった。
- (2) 物体の面積と輪郭長の情報を用いた画像認識により物 体の判別及び対象物体の複数検出を可能とした。
- (3) 本システムにおいて2つの画像処理手法の自動位置決めの検証実験を行った結果,面積と輪郭長を用いた手法ではテンプレートマッチングと比較して自動位置決めの精度が向上した。

5.2 今後の課題

- (1) 様々な形状の物体を対象とした物体の位置決めの検証
- (2) 把持ロボットの Z 軸ステージの動作量を取得するため の手法の検討
- (3) 連続的な把持操作を行う際に適切な順序

参考文献

- 田村 秀行,「コンピュータ画像処理」、オーム社、(2002)、 pp252~255
- 2)奈良先端科学技術大学院大学 OpenCV プログラミングブック製作チーム「OpenCV プログラミングブック」,株式会社毎日コミュニケーションズ,(2007),pp176~183
- 酒井 幸市、「ディジタル画像処理の基礎と応用 ~基本概 念から顔画像認識まで~」、CQ 出版社、(2007)、pp47~78
- 4) 吉田 拓文,小林 義和,白井 健二:ロボットハンド用 微小物体位置検出システムの開発2010年度精密工学会秋季 大会学術講演会 pp441~442

表1 自動位置決め実験結果

日本大学工学部紀要	第54巻第1号
平成24年9月20日 印	刷
平成24年9月25日 発	行 非売品
編 集 兼	日本大学工学部工学研究所
発 行 者	8642 福島県郡山市田村町徳定字中河原1
〒963	Tel. (024) 956-8648
〈e-maı	Laddress〉 kenkyu@ao.ce.nihon-u.ac.jp
印刷考	土 学 印 刷 株 式 会 社
∓963-	77.4 福島県郡山市田村町上行合字西川原7-5 Tel. (024) 943-0001代



JOURNAL OF THE COLLEGE OF ENGINEERING NIHON UNIVERSITY Vol. LIV, No. 1, 2012 CONTENTS

ENGINEERING

Study on Reinforcement Method to Beam Joint on Existing Steel Building	
	(1)
A Study on Production Method of Non-Burnt Bricks to Reduce CO ₂ in India 	(9)
FEASIBILITY OF SELF-REPAIR NETWORK SYSTEM IN CONCRETE BEAMS	
WITH Cu-AI-Mn SUPERELASTIC ALLOY BARS	
Sanjay PAREEK, Yuki MIURA, Akiniro OHIRA, Yoshikazu ARAKI,	(15)
Characterization of Sol-Gel-Derived Crystalline ZrO ₂ -Y ₂ O ₃ Thin Films	
Hirofumi SHIMIZU and Toshikazu NISHIDE	(21)
Adhesion Control and Evaluation of Coating Film by Texturing	
Akira WATANABE, Tomohiro MIZOGUCHI, Yoshikazu KOBAYASHI,	
Kenji SHIRAI, Hiroyuki WAKABAYASHI, Yasuhiko HARA, Ichiro IWAKI,Yasuhiro Koda, LEE Hwa-soo and Tsukasa Kondo	(29)
Development of Automatic Operation System for Gripping Robots by Image Recognition	