

# 研究報告

第 2 号 (2007)

Bulletin of Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute No.2



地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター  
研究報告 第2号  
平成19年

目次

論文

熱電対基準接点用としての恒温槽の不確かさ評価 沼尻 治彦 佐々木 正史 尾出 順	2
直流電圧校正自動化システムの開発 水野 裕正 沼尻 治彦 尾出 順 沼知 朋之 遠藤 忠	6
メガネレンズの自動加工装置の開発 浅見 樹生 大畑 敏美 和田 公男 高橋 和弘	10
動的リンクを用いた組込みLinuxのセキュリティ向上技術の開発 大原 衛 岡野 宏	14
高機能拡大読書器の開発 横田 裕史 日比野 克彦	18
準動的環境における移動ロボットの地図生成と位置決め 周 洪鈞 坂根 茂幸	22
微小分離カラム構造の製作 石束 真典	26
自光型避難誘導標識の設計・試作 小林 丈士 五十嵐 美穂子 宮島 良一	30
照明用LEDモジュールの光学特性測定システムの開発 岩永 敏秀 山本 哲雄 中村 広隆	34
骨伝導技術を利用した耳鼻科診療椅子の開発 石橋 睦美 神田 浩一 小林 丈士 三上 和正 宇田川 好隆	38
分光応答度測定システムの開発 (I) 中村 広隆 岩永 敏秀 山本 哲雄 中島 敏晴	42
アルミニウムおよびジルコニウムインサート材を用いた 純チタンと純マグネシウムとの抵抗溶接 青沼 昌幸	46

イオンビームスパッタリング法により作製した Mg-Ni 薄膜の構造 三尾 淳 森河 和雄 内田 聡 川口 雅弘	50
DLC 膜表面上の PFPE 化学吸着に及ぼす加熱処理の影響 川口 雅弘 青木 才子 三尾 淳	54
Al-Mg-B 系高ホウ化物結晶の作製 田中 実 東 以和美	58
廃ガラスを使った放射性廃棄物の減容・固化 小山 秀美 小林 政行	62
バックグラウンド計測を必要としない電解濃縮トリチウム水測定法 斎藤 正明 今泉 洋 加藤 徳雄 石井 吉之 高橋 優太 斎藤 圭一	66
光ルミネッセンス法による照射食品の迅速測定とその特性 関口 正之 山崎 正夫 水野 弘明 後藤 典子 蘓原 昌司 等々力 節子 本田 克徳	70
<b>ノート</b>	
三次元測定機による幾何偏差量測定の不確かさ評価 中西 正一 中村 弘史	76
熱電対測定データ取得の自動化 沼尻 治彦	78
一般住宅用分電盤に用いられる避雷器の適用方法 滝田 和宣 山田 隆博	80
金属組織および表面の改質による DLC 膜の密着性向上 吉川 光英 基 昭夫 春名 靖志 清水 敬介 野村 博朗	82
プレス部品の洗浄レスタップ加工の実用化 吉川 光英 基 昭夫 増田 成孝 鈴木 英機 野村 博朗 春名 靖志 清水 敬介	84
ワーキングマザーのための機能的マタニティウェアの製品開発 藤田 薫子 平山 明浩 大泉 幸乃	86
超高分子量ポリエチレン素材の表面処理 榎本 一郎 添田 心 藤代 敏 関口 正之	88
凹凸編地の開発 飯田 健一 池上 夏樹	90

プリーツ性試験方法と装置の開発 田中 みどり 岩崎 謙次 松澤 咲佳 池上 夏樹 栗田 征彦	92
塩ビ系壁紙の再資源化技術の開発 樋口 明久 窪寺 健吾 網本 吉之助 西下 孝夫 赤星 裕 室井 野州夫 荒井 峰夫 平川 祥博	94
衣類の濡れに伴う変色 吉田 弥生 池田 善光	96
モータ回転軸への温度測定用試薬の固定方法 長谷川 孝 山口 勇	98
電気メステスタの実態調査と評価 岡野 宏 大原 衛 西澤 裕輔 富樫 昌之 高柳 政晴 日向 一郎 青木 紀二 山口 十貴哉 小島 正美 山崎 正喜 海老塚 稔 岡嶋 浩二 岩田 稔 加藤 直也 酒井 輝幸 野沢 浩之	100
IC 内蔵型フルカラーLED を利用したパネルの設計・試作 五十嵐 美穂子 小林 丈士 宮島 良一 吉田 正雄	102
超音波ねじり振動を援用した砥粒レス超音波研磨法の試み 横澤 毅 高野 茂人 寺西 義一	104
光触媒とマイクロ化学チップを利用した揮発性有機化合物ガス分解処理デバイスの可能性 渡邊 禎之	106
クエン酸ニッケルめっき液中の鉄不純物の簡易分析法 土井 正 吉本 圭子 上原 さとみ 梶山 哲人 水元 和成	108
海洋性発光バクテリアを用いた簡易毒性試験方法 荒川 豊 野々村 誠 栗田 恵子 杉森 博和	110
イオン注入によるダイヤモンドのカラー化技術 谷口 昌平 渡邊 宝 斎藤 幸典	112
製品デザインにおけるコンプライアンス支援に関する研究 中村 優 小山 元子 山田 一徳 伊瀬 洋昭	114
二酸化ケイ素及びガラス標準試料中のウラン、トリウムの分析 山崎 正夫	116

小核法を用いたマウス胚性幹細胞染色体の安定性評価	金城 康人 宮崎 則幸	118
--------------------------	-------------	-----

ハイサポート製品の圧迫圧測定方法の確立	大泉 幸乃 松澤 咲佳 飯田 健一	120
---------------------	-------------------	-----

## 外部発表一覧

論文	123
----	-----

口頭発表	127
------	-----

総説	141
----	-----

# BULLETIN OF TOKYO METROPOLITAN INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE

NO.2 2007

## Papers

- Uncertainty evaluation of the temperature controlled bath as the reference junction of thermocouples  
Haruhiko Numajiri, Masashi Sasaki, Jun Ode 2
- The development of automation system for the calibration of direct current voltage  
Hiromasa Mizuno, Haruhiko Numaziri, Jun Ode, Tomoyuki Numachi,  
Tadashi Endo 6
- Development of an automatic processing device of lens for glasses  
Tatsuo Asami, Toshimi Oohata, Kimio Wada, Kazuhiro Takahashi 10
- A software-based approach for improving security of embedded Linux systems using dynamic linkers  
Mamoru Ohara, Hiroshi Okano 14
- Development of a high performance closed circuit TV  
Hiroshi Yokota, Katsuhiko Hibino 18
- Mapping and localization for mobile robot in semi-dynamic environment  
Hongjun Zhou, Shigeyuki Sakane 22
- Fabrication of micro structure for nano liter volume column device  
Masanori Ishizuka 26
- A design and trial production of a self-lighting type refuge guidance sign  
Takeshi Kobayashi, Mihoko Igarashi, Ryouichi Miyajima 30
- Development of a measuring system of the photometry of LED modules  
Toshihide Iwanaga, Tetsuo Yamamoto, Hirotaka Nakamura 34
- Development of the medical chair in otolaryngology using bone conduction technique  
Mutsumi Ishibashi, Koichi Kanda, Takeshi Kobayashi, Mikami Kazumasa,  
Yoshitaka Udagawa 38

Development of a relative spectral responsivity measurement system (I)	Hiroataka Nakamura, Toshihide Iwanaga, Tetsuo Yamamoto, Toshiharu Nakajima	42
Resistance spot welding of Titanium to Magnesium using Aluminum and Zirconium Insert Metals.	Masayuki Aonuma	46
Structural investigation for Mg-Ni alloy film deposited by ion beam sputtering	Atsushi Mitsuo, Kazuo Morikawa, Satoshi Uchida, Masahiro Kawaguchi	50
Effect of heat treatment on chemisorption behavior of PFPE on DLC film surface	Masahiro Kawaguchi, Saiko Aoki, Atsushi Mitsuo	54
Crystal growth of Boron-rich compounds in the Al-Mg-B system	Minoru Tanaka, Iwami Higashi	58
Volume reduction and solidification of radioactive waste Incineration ash with waste glass	Hidemi Koyama, Masayuki Kobayashi	62
Tritium measurement without background counting for water sample treated by electrolysis enrichment	Masaaki Saito, Hiroshi Imaizumi, Norio Kato, Yoshiyuki Ishii, Yuta Takahashi, Keiichi Saito	66
The characteristics of rapid detection of irradiated foods by photostimulated luminescence (PSL)	Masayuki Sekiguchi, Masao Yamazaki, Mizuno Hiroaki, Michiko Goto, Shoji Hagiwara, Setsuko Todoriki, Katsunori Honda	70
<b>Notes</b>		
Evaluating uncertainty of geometric deviation measurement by CMM	Shoichi Nakanishi, Hiroshi Nakamura	76
Automation of voltage measurement with thermocouples	Haruhiko Numajiri	78

The application method of the surge arrester used for the distribution board for general residences	Kazunori Takita, Takahiro Yamada	80
Adhesion improvement of DLC film by optimization of a material structure and surface condition	Mitsuhide Yoshikawa, Akio Motoi, Yasushi Haruna, Keisuke Shimizu, Hirorou Nomura	82
Practical use of non washing tapping for press parts	Mitsuhide Yoshikawa, Akio Motoi, Hidetaka Masuda, Hideki Suzuki, Hirorou Nomura, Yasushi Haruna, Keisuke Shimizu	84
Product development of a functional maternity dress for working women	Kaoruko Fujita , Akihiro Hirayama , Yukino Ooizumi	86
Surface treatment of the ultra high molecular weight polyethylene materials	Ichiro Enomoto, Shin Soeda, Satoshi Fujishiro, Masayuki Sekiguchi	88
Development of Uneven Knit	Kenichi Iida, Natsuki Ikegami	90
Development of testing method and apparatus for pleating	Midori Tanaka, Kenji Iwasaki, Emika Matsuzawa, Natsuki Ikegami, Yukihiko Kurita	92
Development of recycling technique of waste PVC wallpaper	Akihisa Higuchi, Kengo Kubotera, Kichinosuke Amimoto, Takao Nishishita, Yutaka Akahoshi, Yasuo Muroi, Mineo Arai, Yoshihiro Hirakawa	94
Color change caused by the wetting of clothing	Yayoi Yoshida, Yoshimitsu Ikeda	96
An adhesion method of chemical reagents for measuring temperature on the rotating motor shaft	Takashi Hasegawa, Isamu Yamaguchi	98

Investigation and evaluation of actual conditions of electrosurgical tester	Hiroshi Okano, Mamoru Ohara, Yusuke Nishizawa, Togashi Masayuki, Masaharu Takayanagi, Ichiro Hyuga, Toshiji Aoki, Tokiya Yamaguchi, Masami Kojima, Masaki Yamazaki, Minoru Ebizuka, Koji Okajima, Minoru Iwata, Naoya Kato, Teruyuki Sakai, Hiroyuki Nozawa	100
A design and trial production of a panel using IC-equipped full color LED	Mihoko Igarashi, Takeshi Kobayashi, Ryouichi Miyajima, Masao Yoshida	102
Attempt on “Non abrasive ultrasonic vibration polishing” with ultrasonic torsional vibration	Tsuyoshi Yokosawa, Shigeto Takano, Yoshikazu Teranishi	104
Reaction device for oxidation of volatile organic compounds using photocatalysts and micro-reactors	Sadayuki Watanabe	106
Simple analysis method of iron impurity in nickel citrate electroplating bath	Tadashi Doi, Tetsuto Kajiyama, Kazunari Mizumoto, Keiko Yoshimoto, Satomi Uehara,	108
Simple toxicity testing method using oceanic luminescence bacteria	Yutaka Arakawa, Makoto Nonomura, Keiko Kurita, Hirokazu Sugimori	110
Coloring of gem diamonds by ion implantation	Shohei Taniguchi, Takara Watanabe, Yukinori Saito	112
The research of the compliance support in product designing	Masaru Nakamura, Motoko Koyama, Kazunori Yamada, Hiroaki Ise	114
Analysis of Uranium and Thorium in certified reference materials of silicon dioxide and glass	Masao Yamazaki	116
Evaluation of chromosomal stability in murine embryonic stem cells by using the cytokinesis-block micronucleus technique	Yasuhito Kinjo, Noriyuki Miyazaki	118

Establishment of evaluation methods of clothing pressure of high supported clothes  
(The relation between clothing pressure of stretch clothes measured on  
a dummy and the human body)

Yukino Ooizumi, Emika Matsuzawa, Kenichi Iida 120

Abstracts other published papers and presented at society meeting

Papers . . . . . 123

Presentations . . . . . 127

Review . . . . . 141

## 論文

## 熱電対基準接点用としての恒温槽の不確かさ評価

沼尻 治彦\* 佐々木 正史\* 尾出 順\*

## Uncertainty evaluation of the temperature controlled bath as the reference junction of thermocouples

Haruhiko Numajiri\*, Masashi Sasaki\*, Jun Ode\*

To satisfy the requirement of Japan Calibration Service System, in addition, to improve the work efficiency of the thermocouple calibration, we have developed the automatic calibration system in Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute <sup>(1)</sup>.

However the reference junction is necessary for the thermocouples and it is important to maintain the reference junction of thermocouples at 0 °C continuously during the thermocouple calibration. In case of using crushed ice and water, we must replenish them at intervals of 1 or 2 hours because ice melts. With this, it is not easy to say that the work efficiency improvement was able to be attempted even if the automatic calibration system is developed. On the other hand using an automatically operating ice-point device, it is difficult to say that the reference junction is maintained at 0 °C because the insertion depth cannot be secured with certainty. With this, correspondence to various thermocouples used in the industry becomes difficult.

Then, the temperature controlled bath that is able to be driven continuously was decided to be used as the reference junction of the thermocouple. Moreover NMIJ, that is National Metrology Institute of Japan, is using the triple point of water maintenance bath in the same usage, and they say that the stability of that water bath had a standard deviation of 0.5 mK at 0 °C <sup>(2)</sup>.

Then we also use TPW maintenance bath as the reference junction, confirmed the efficacy as the reference junction and evaluated its uncertainty.

キーワード：熱電対，基準接点，不確かさ

Keywords : thermocouple, reference junction, uncertainty

## 1. はじめに

現在の温度標準は 1990 年国際温度目盛(ITS-90) <sup>(3)</sup> <sup>(4)</sup>に基づいて設定されており、水の三重点(0.01 °C)など複数の定義定点が定められている。さらに補間計器として、銀の凝固点(961.78 °C)以下の温度域では白金抵抗温度計、それ以上では放射温度計が規定されている。しかしながら、鉄鋼、石油、ガラス、窯業、半導体や発電など産業界の多くでは取扱いが容易であるなどの理由で熱電対が使用されており、当センターにおける温度に関する依頼試験でも9割が熱電対となっている。これらの熱電対ユーザーである産業界からは高精度の温度計測を達成することによる生産効率の改善や品質の向上を目的としたトレーサビリティへの要求が強まってきている。このような状況の中、当センターは信頼性の高いトレーサビリティを確保するため、国際的な品質保証体制である計量法校正事業者登録制度(JCSS)への登録に取り組んできている <sup>(5)</sup> <sup>(6)</sup>。

「温度」分野においては産業界でもっとも広く使用されている熱電対を校正対象として、R熱電対を標準器とした比較校正での登録を目指している。

本報告は、熱電対の比較校正を行う際、基準接点として用いる恒温槽(水の三重点保持槽)の 0 °C における不確かさを評価した結果である。

## 2. 基準接点装置

熱電対は2種類の異種金属からなる閉回路の両端に温度差を与えることで回路中に電流が流れる現象(ゼーベック効果)を利用する温度センサーである。したがって一端(基準接点)の温度を一定温度に保ち、熱起電力の値を測定することにより他端(测温接点)の温度を知ることができる。この一定とすべき温度は原則として 0 °C であり、JIS <sup>(7)</sup>に規定されている規準熱起電力も基準接点温度が 0 °C に保持されているときのものである。

したがって、熱電対の校正には基準接点を 0 °C に保つ必要があるが、これまでの薄く削った氷と水を混ぜ合わせる方法では、適宜氷を補充する必要があった。また、電子冷却式基準接点装置の使用では 0 °C に対する安定性に不安があるとともに満足できる挿入長の確保が困難であった。一方、独立行政法人産業技術総合研究所計量標準総合センター(NMIJ/AIST)では、水の三重点保持槽を用いることで、熱電対の基準接点温度を長時間連続して安定に実現させてお

\* 製品化支援室

り, 0 における安定性は標準偏差で 0.5 mK であると報告されている<sup>(2)</sup>。

そこで今回我々は水の三重点保持槽を熱電対の基準接点として用いた場合の不確かさを評価し, 熱電対校正における基準接点温度実現の信頼性と利便性の向上を目指した。

熱電対用基準接点として用いる水の三重点保持槽には HART SCIENTIFIC/Fluke Company の TPW MAINTENANCE BATH Model 7312 (図 1 参照) を使用し, 冷媒にはエタノール(99.5 %)を 18 ℓ(深さにして 450 mm)用いた。



図 1. 水の三重点保持槽

### 3. 不確かさ評価

熱電対の基準接点の 0 実現における不確かさ要因として安定性・再現性および温度分布(深さ方向, 水平方向)を挙げ, これらについての評価を行った。

測定には抵抗温度計を 2 本(RT-1, RT-2)使用した。抵抗温度計は, 先端をエタノール液面から 200 mm (恒温層の底から 250 mm)の深さまで挿入し, その設置位置は恒温槽開口部(175 mm × 95 mm)中央とした(図 2, 3 参照)。以下, この位置を基準設置位置とする。また測定間隔は 2 分とした。



図 2. 恒温槽開口部

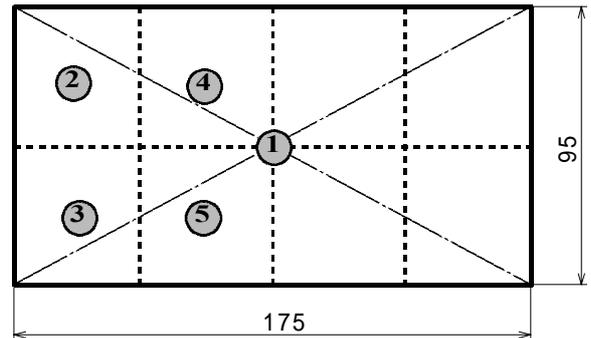


図 3. 温度計挿入位置

個々の不確かさ要因の評価方法および結果を以下に述べる。

#### 3.1 安定性

槽内温度が 0 となるように設定し, 4 日間連続運転を行った。抵抗温度計(RT-1)の設置位置は基準設置位置(図 3, 液面-200 mm)とした。

得られた結果を図 4 に示す。100 時間の連続運転で $\pm 5$  mK の安定性が得られ, この 100 時間のデータから求めた実験標準偏差である 1.5 mK を安定性の不確かさとした。

#### 3.2 再現性

電源を切った状態から運転を開始し, 抵抗温度計(RT-1)で槽内温度を測定する。設置位置は基準設置位置とした。これを日を変えて 5 回繰り返し, 0 到達 1 時間後からの 3 時間分の平均値を求めた。その結果を図 5 に示す。再現性として $\pm 1$  mK となり, 得られた 5 個の平均値の標準偏差 0.7 mK を再現性の不確かさとした。

#### 3.3 温度分布(深さ方向)

抵抗温度計(RT-2)を基準設置位置に固定し, 抵抗温度計(RT-1)を図 3 から の各位置で挿入長を変えて測定を行った。挿入長は液面より 20, 30, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 430 mm とした。

測定した温度差を挿入長に対してプロットしたものを図 6 に示す。なお, 温度差は恒温槽内の温度変動の影響を除くため, 同時刻の通常設置位置での温度との差から算出したものである。さらに RT-2 を の位置で, 先端をエタノール液面から 200 mm (恒温層の底から 250 mm)の深さに固定し, RT-1 を の位置で挿入長を変えて測定を行った。この場合, の位置との差から深さ方向の温度差を求めた。結果として液面下 50 mm から 430 mm の 380 mm 間での温度均一性が $\pm 2$  mK であることが分かった。ここで深さ方向において均熱である 380 mm 間での標準偏差を から の各位置で求め, この中で最大である 0.7 mK を深さ方向の不確かさとした。

#### 3.4 温度分布(水平方向)

3.3 で測定した温度差を測定位置に対してプロットしたものを図 7 に示す。結果として $\pm 1$  mK の温度均一性であることが分かった。さらに挿入深さごとの標準偏差を求め, この中で最大である 0.9 mK を水平方向の不確かさとした。

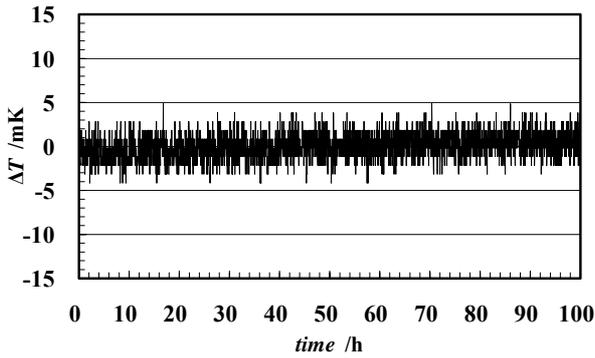


図4.0 における安定性

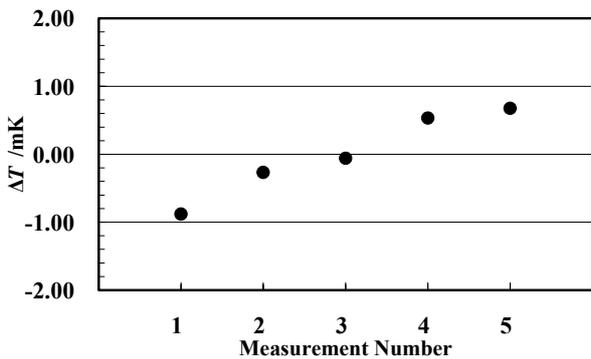


図5.0 実現の再現性

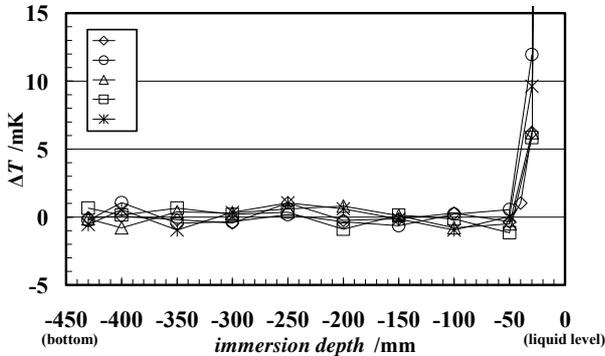


図6. 深さ方向の温度分布

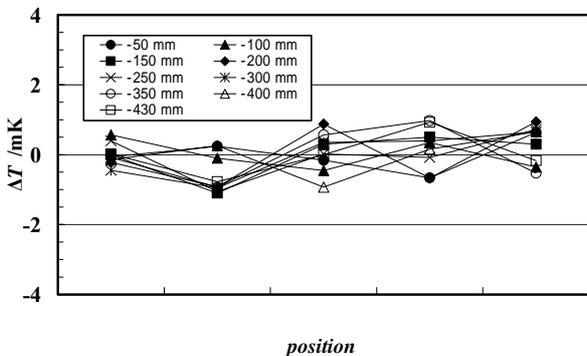


図7. 水平方向の温度分布

#### 4. 校正の不確かさ

2.で述べたとおり, 熱電対の基準接点は原則として 0 に保持されていなければならない。したがって, 溶媒温度が 0 からずれていると正確な温度を測ることができない。そこで溶媒温度を校正し, 基準接点の温度の妥当性を確認する必要があるが, そのときの不確かさについて検討した。

校正は氷点(0)を基準として溶媒と氷点を交互に測定する比較校正とした。したがって氷点の不確かさについても評価が必要となる。氷点の不確かさ要因として安定性, 再現性, 温度分布について評価し, それぞれ 0.9 mK, 0.4 mK, 1.4 mK が得られた。恒温槽に比べ温度分布が劣っているのは氷点を実現する容器の深さが 200 mm であり, 挿入長が確保できず, 結果として熱の流入の影響を受けているものと考えられる(図8参照)。氷点の不確かさとしては上記の値の合成標準不確かさを求めることで得られる。不確かさ( $u_1, u_2, \dots, u_n$ )の合成は次式

$$u_c = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2} \dots\dots\dots (1)$$

により求められるため, 氷点の不確かさは 1.7 mK となる。

校正は抵抗温度計で恒温槽の溶媒温度と氷点温度(薄く削った氷と水で実現)を交互に測定した。結果を図9に示す。温度計が示した溶媒温度と氷点温度の平均値はそれぞれ 2.53 mK, 0.05 mK であった。本来氷点は 0 であるので, 使用した抵抗温度計は 0.05 mK ずれていることになり, この分の補正を加えると溶媒温度は 2.48 mK となる。この補正量 0.05 mK は, 標準器となる R 熱電対の 0 での熱起電力に換算すると 0.25 nV, 最も影響のある E 熱電対にしても 3 nV である。ここで依頼温度を電気炉で行う最低温度である 200 であったと仮定すると, R 熱電対, E 熱電対の規準熱起電力はそれぞれ 1469  $\mu$ V, 13421  $\mu$ V であり, 熱電対を校正する上では無視できる数字である。したがって, 今回は補正を行わず 2.53 mK を溶媒温度としても問題はない。

次に校正の不確かさについて述べる。溶媒温度のばらつきは 3.1 で評価した安定性の不確かさ 1.5 mK 以内であり, これに関してはすでに組込まれていると考えられる。同様に氷点についても先に述べた安定性 0.9 mK 以内であり, ここでは考慮しない。一方, 測定の繰り返し性は溶媒温度, 氷点温度それぞれの最大値と最小値の差を幅を持つ一様分布と考え, 分布の幅の半分を  $a$  とすると, 以下の式により求まる。

$$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \dots\dots\dots (2)$$

したがって, 測定の繰り返しによる不確かさは溶媒温度と氷点温度で各々 0.44 mK, 0.03 mK となる。その他, 抵抗温度計の自己過熱による不確かさ等も考えられるが, これらも熱電対を校正する上では無視できる数字であり組込まないこととする。よって溶媒温度校正の不確かさは上記の 2

要素と先に評価した氷点の不確かさの合成となる。(1)式より校正の不確かさは 1.8 mK となる。

ここで校正値の有効期間について考察してみる。仮に月曜日に校正を行ったとすると安定性の評価は 3.1 で述べた通り 100 時間考慮している。週末である金曜日までの連続運転に匹敵する。次に 3.2 で評価した再現性は 5 回分である。週末に電源を切ったとして 5 週間分に匹敵する。このため溶媒温度の校正値は 1 ヶ月間有効であると考えられる。

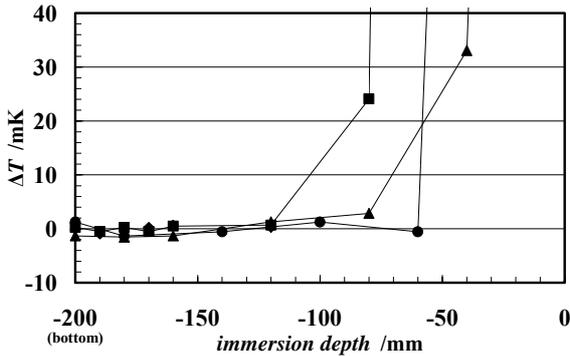


図 8. 氷点の温度分布

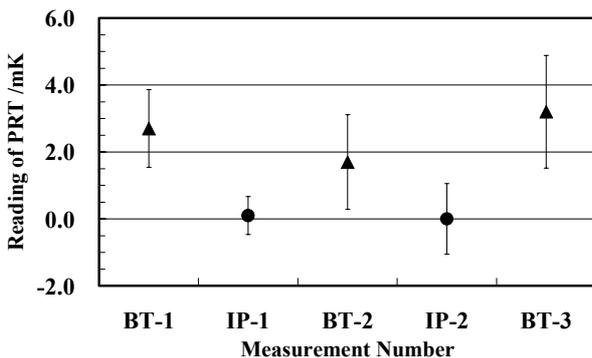


図 9. 溶媒温度の校正  
BT: 恒温槽溶媒温度 IP: 氷点温度

### 5. 不確かさの合成

表 1 に 3 章, 4 章で評価した結果をまとめ、不確かさバジェット表として示す。各要因の合成標準不確かさは(1)式より 2.7 mK となった。また拡張不確かさ  $U$  は、合成標準不確かさ  $u_c$  と包含係数  $k$  から次式により求める。

$$U = k \times u_c \dots\dots\dots (3)$$

計量法トレーサビリティ制度などでは一般的に信頼の水準が 95 % となる  $k=2$  が使われている。したがって、ここでは包含係数を 2 として、拡張不確かさは 5.4 mK となった。これは  $\pm 5.4$  mK の間に測定結果の 95 % が含まれることを意味する。

表 1. 不確かさバジェット表

不確かさ要因	標準不確かさ /mK	合成標準不確かさ /mK
校正	1.8	2.7
安定性	1.5	
再現性	0.7	
温度分布(深さ方向)	0.7	
温度分布(水平方向)	0.9	

### 6. まとめ

今回、熱電対校正の際の基準接点用として、水の三重点保持槽の 0 における安定性・再現性および温度分布(深さ方向, 水平方向)についての不確かさ評価を行った。さらに溶媒温度の校正を行いそれに伴う不確かさも求めた。結果として合成標準不確かさが 2.7 mK, 拡張不確かさとして 5.4 mK (包含係数  $k=2$ ) が得られた。

当センターでは特定二次標準器を所有する事業者を上位機関とし、定点校正を受けた R 熱電対を常用参照標準として、比較校正を行う予定である。現在、上位機関によって供給される貴金属熱電対の定点校正の不確かさは、銅の凝固点において 0.2 ~ 0.25 (  $k=2$  ) である。これに対する水の三重点保持槽の 0 における不確かさ 5.4 mK (  $k=2$  ) の影響は小さく、基準接点として十分使用可能であると言える。また、この装置を使用することで氷の補充等の作業から開放され、校正作業の効率化が可能となった。

(平成 19 年 6 月 29 日受付, 平成 19 年 8 月 10 日再受付)

### 文 献

- (1) 沼尻治彦, 尾出順: 「熱電対自動校正装置の開発」, 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター平成 19 年度研究発表会要旨集, p.2 (2007)
- (2) M. Izuchi, H. Ogura, H. Narushima, H. Numajiri and M. Arai: "EMF CHANGES OF Pt/Pd THERMOCOUPLES IN THE RANGE 420 °C TO 1080 °C", TEMPMEKO 2004 Proceedings, Vol.1, pp.471-476 (2004)
- (3) H. Preston-Thomas: "The International Temperature Scale of 1990", Metrologia, Vol.27, pp.3-10 (1990)
- (4) H. Preston-Thomas, T. J. Quinn: "Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990", Bureau International de Poids et Mesures, (1990)
- (5) 水野裕正: 「地方独立行政法人東京都立産業技術研究センターの計測管理」, JEMIC 計測サークルニュース, Vol.36, No.2, pp.6-9 (2007)
- (6) 水野裕正: 「地方独立行政法人東京都立産業技術研究センターの計測管理の取り組み」, 計測標準と計量管理, Vol.57, No1, pp.56-57 (2007)
- (7) JIS C 1602, 熱電対 (1995)

## 論文

## 直流電圧校正自動化システムの開発

水野 裕正<sup>\*1)</sup> 沼尻 治彦<sup>\*1)</sup> 尾出 順<sup>\*1)</sup> 沼知 朋之<sup>\*2)</sup> 遠藤 忠<sup>\*2)</sup>

## The development of automation system for the calibration of direct current voltage

Hiromasa Mizuno<sup>\*1)</sup>, Haruhiko Numaziri<sup>\*1)</sup>, Jun Ode<sup>\*1)</sup>, Tomoyuki Numachi<sup>\*2)</sup>, Tadashi Endo<sup>\*2)</sup>

Calibration of the voltage standard is indispensable in the electricity, electronic, and automobile industries which have an industrial Japanese basis. The automation system for the calibration of the multi-function-calibrator for which the direct current voltage generating device being used widely in the industrial world, based on 10V of the standard voltage generation vessel calibration with upper organization, was developed. And a digital-multi-meter is calibrated by using the multi-function-calibrator. We were able to evaluate all the calibration values of the multi-function-calibrator and digital-multi-meter to within 1ppm standard deviation. A comparison with the usual manual calibration value showed that it corresponded within 1ppm, so we were also able to confirm the validity of software to automate calibration of the direct current voltage.

キーワード：校正，直流電圧

Keywords：Calibration, direct current voltage

## 1. 緒言

測定データの信頼性を確保するために標準器の維持管理が国家計量標準にトレーサブルであることが要求されている。

本研究は、図1に示す直流電圧のトレーサビリティ体系図のとおり、上位機関で校正された特定二次標準器（標準電圧発生器）の10Vを基準にして直流電圧発生装置（マルチファンクション・キャリブレータ、以下、キャリブレータ）の直流電圧設定レンジ及び直流電圧測定装置（デジタルマルチメータ、以下、DMM）の直流電圧測定レンジを校正するための自動化システムを開発したものである。

(独)産業技術総合研究所	： 特定標準器
--------------	---------

日本電気計器検定所	： 特定副標準器
-----------	----------

都立産業技術研究センター	： 特定二次標準器(10V)
--------------	----------------

図1 直流電圧のトレーサビリティ体系図

## 2. 直流電圧校正自動化システム

直流電圧校正自動化システムの測定装置を図2に示し、



図2 測定装置

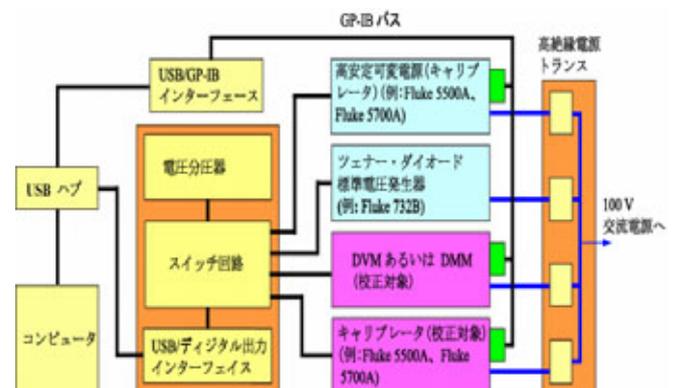


図3 直流電圧校正自動化システムの構成

\*1) 製品化支援室

\*2) MTA ジャパン株式会社

構成を図3に示す。図2の装置に付した番号は，標準電圧発生器，電圧分圧器，スイッチ回路，高絶縁電源トランス，キャリブレータ(校正対象)，高安定可変電源，DMM(校正対象)を示す。今回開発した装置は，電圧分圧器，スイッチ回路，高絶縁電源トランスである。電圧分圧器は，上位機関で校正された標準電圧発生器の10Vを基準にしてキャリブレータの10Vレンジ(+10V,+8V,+6V,+4V,+2V,+1V,0V,-1V,-2V,-4V,-6V,-8V,-10V)の校正を行うために抵抗器を使用して分圧比(1.0,0.8,0.6,0.4,0.2,0.1)を作成する装置である。スイッチ回路は，各計測器の電源をON又はOFFにする装置である。高絶縁電源トランスは，校正に影響を与える電源ノイズを除去するための装置である。

直流電圧校正自動化システムのソフトウェアのスタート画面を図4に示す。始めに図4の「内蔵抵抗分圧器の分圧比の決定」を選択して電圧分圧器の分圧比(1.0,0.8,0.6,0.4,0.2,0.1)の校正を行う。次に図4の「ゼナー電圧標準器を基準としてキャリブレータを校正」を選択して，始めに校正した電圧分圧比の校正データを用いて標準電圧発生器の10Vを基準にしてキャリブレータの10Vレンジ(+10V,+8V,+6V,+4V,+2V,+1V,0V,-1V,-2V,-4V,-6V,-8V,-10V)の校正を行う。最後に図4の「キャリブレータを基準としてDMM/DMMのDC電圧を校正」を選択して，校正されたキャリブレータの10Vレンジ(+10V,+8V,+6V,+4V,+2V,+1V,0V,-1V,-2V,-4V,-6V,-8V,-10V)を基準としてDMMの10Vレンジ(+10V,+8V,+6V,+4V,+2V,+1V,0V,-1V,-2V,-4V,-6V,-8V,-10V)の校正を行う。

2.1 電圧分圧器の分圧比の校正 電圧分圧器の分圧比の校正原理を図5に示す。図5のR1-1とR1-2には5kを使用し,R2からR5は10kを使用してセレクタスイッチ1,2を切り替えて電圧分圧器の分圧比(1.0,0.8,0.6,0.4,0.2,0.1)の校正を行う。

図4の直流電圧校正自動化システムのソフトウェアのスタート画面の「内蔵抵抗分圧器の分圧比の決定」を選択し，画面左下の「次へ」ボタンをクリックすると，図6に示す電圧分圧器の分圧比の校正画面が表示される。この図6の電圧分圧器の分圧比の校正画面で右側にて「測定パラメータ」の入力を行う。始めに校正対象電圧範囲を「10V」を選択し，定電圧源用校正器，ゼロ検出用DVM/DMM，分圧器電源用校正器の型番とGPIBアドレスを設定する。分圧器電源用校正器の設定電圧は10Vを入力し，1データ当りの読取回数を2回，電源切換後の待ち時間を4秒，接点作動後の待ち時間を2秒，各分圧比データを一組とする繰返し組数の2を入力した後，図6の左上の「測定開始」をクリックすると，電圧分圧器の分圧比の校正が開始され測定データは図6の左側にある白い空欄に表示される。

2.2 キャリブレータの校正 キャリブレータの校正原理を図7に示す。上位機関で校正された10V(基準電圧発生器)を電圧分圧器の両端に与える。校正対象となるキャ



図4 直流電圧校正自動化システムのソフトウェアのスタート画面

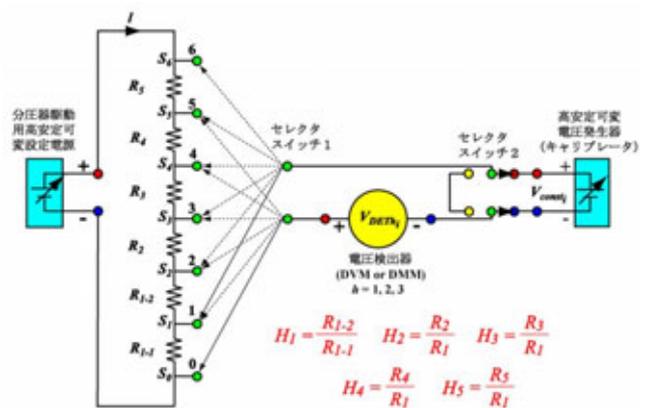


図5 電圧分圧器の分圧比の校正原理



図6 電圧分圧器の分圧比の校正画面

リブレータの 10V レンジ(+10V,+8V,+6V,+4V,+2V,+1V,0V,-1V,-2V,-4V,-6V,-8V,-10V)の+10V は電圧分圧器を使用せず，基準電圧発生器の 10V との差電圧を電圧検出器の DMM で測定する。+8V 以下の測定は電圧分圧器を使用し，図 7 のセレクトスイッチを使用して，基準電圧発生器の 10V の 0.8 倍との差電圧を電圧検出器の DMM で測定する。また，負側 (-1V,-2V,-4V,-6V,-8V,-10V) の測定は，図 7 の極性切り替えスイッチを使用して同様に測定する。

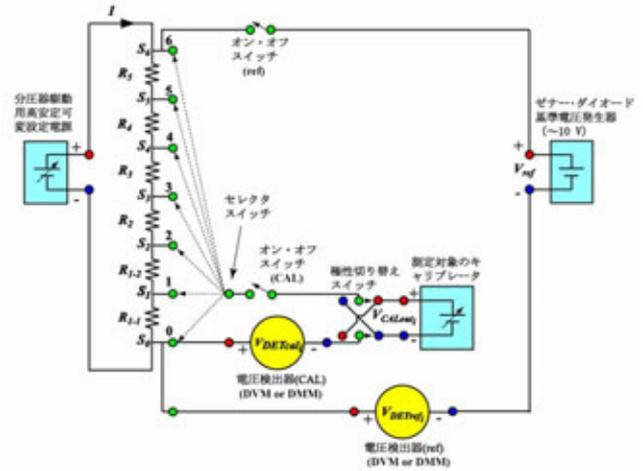


図 7 キャリブレータの校正原理

図 4 の直流電圧校正自動化システムのソフトウェアのスタート画面の「ゼナー電圧標準器を基準としてキャリブレータを校正」を選択し，画面左下の「次へ」ボタンをクリックすると，図 6 と同様なキャリブレータの校正画面が表示される。キャリブレータの校正手順は次のとおりである。



図 8 DMMの校正原理

被校正対象のキャリブレータの情報入力（メーカー名，型番，シリアル番号など） 内蔵分圧器の分圧比データ（2.1 電圧分圧器の分圧比の校正のデータを使用する） 上位機関で校正された 10V（基準電圧発生器）の情報（メーカー名，型番，シリアル番号，上位校正機関名，校正年月日，校正電圧値，校正不確かさなど） 測定パラメータの設定は前項(2.1)同様に設定する。図 6 同様の左上の「測定開始」をクリックすると，キャリブレータの校正が開始される。

2.3 DMMの校正 DMMの校正原理を図 8 に示す。校正されたキャリブレータ 10V レンジ(+10V,+8V,+6V,+4V,+2V,+1V,0V,-1V,-2V,-4V,-6V,-8V,-10V)を基準にして DMM の 10V レンジ(+10V,+8V,+6V,+4V,+2V,+1V,0V,-1V,-2V,-4V,-6V,-8V,-10V)を校正する。

表 1. 電圧分圧器の分圧比の校正結果

分圧比	分圧比の校正結果	平均値の標準偏差	校正結果に影響する不確かさ(ppm)
1.0	1.000 000 000	0.000 000 000	0
0.8	0.799 995 805	0.000 000 023	0.029
0.6	0.599 995 067	0.000 000 022	0.037
0.4	0.399 996 364	0.000 000 019	0.048
0.2	0.199 997 935	0.000 000 021	0.11
0.1	0.099 999 468	0.000 000 022	0.22

図 4 の直流電圧校正自動化システムのソフトウェアのスタート画面の「キャリブレータを基準として DVM / DMM の DC 電圧を校正」を選択し，画面左下の「次へ」ボタンをクリックすると，図 6 と同様な DMM の校正画面が表示される。DMM の校正手順は次のとおりである。 基準となるキャリブレータの情報入力（メーカー名，型番，シリアル番号，10V レンジの校正値など） 被校正対象の DMM の情報入力（メーカー名，型番，シリアル番号など） 測定パラメータの設定は前項(2.1)同様に設定する。図 6 同様の左上の「測定開始」をクリックすると，DMM の校正が開始される。

表 2. キャリブレータの校正結果

キャリブレータの設定電圧 (V)	本システムの校正結果 (V)	手動による校正結果 (V)	校正結果の差 (ppm)
+10.000 000	+9.999 958 6	+9.999 957 2	0.14
+8.000 000	+7.999 968 1	+7.999 966 8	0.17
+6.000 000	+5.999 975 8	+5.999 974 3	0.25
+4.000 000	+3.999 984 2	+3.999 983 0	0.3
+2.000 000	+1.999 992 2	+1.999 991 0	0.6
+1.000 000	+0.999 996 3	+0.999 994 9	1.4
0.000 000	0.000 000 1	0.000 000 1	0
-1.000 000	-0.999 996 1	-0.999 995 7	0.4
-2.000 000	-1.999 992 2	-1.999 990 8	0.7
-4.000 000	-3.999 984 3	-3.999 983 1	0.3
-6.000 000	-5.999 975 6	-5.999 974 1	0.25
-8.000 000	-7.999 968 0	-7.999 966 6	0.18
-10.000 000	-9.999 958 9	-9.999 958 6	0.14

### 3. 校正結果と考察

3.1 電圧分圧器の分圧比の校正 電圧分圧器の分圧比の校正結果を表 1 に示す。電圧分圧器の分圧比の校正結果からキャリブレータの校正結果に影響する不確かさは平均値の標準偏差から 0.8 は 0.029ppm, 0.6 は 0.037ppm, 0.4 は 0.048ppm, 0.2 は 0.11ppm, 0.1 は 0.22ppm であり，電圧分圧器の分圧比の校正が全てにおいて 1 ppm 以内で評価できたことは，直流電圧校正自動化システムによる校正は高い信頼性が得られていると考える。

3.2 キャリブレータの校正 キャリブレータの校正結果と手動による校正結果を表 2 に示す。本システムの校正

結果と手動による校正結果の差は，+10V は 0.14ppm,+8V は 0.17ppm, +6V は 0.25ppm, +4V は 0.3ppm, +2V は 0.6ppm, +1V は 1.4ppm, 0V は 0ppm, -1V は 0.4ppm,-2V は 0.7ppm, -4V は 0.3ppm, -6V は 0.25ppm, -8V は 0.18ppm, -10V は 0.14ppm であり，10V レンジ全てにおいて 1.5ppm 以内であった。これにより直流電圧校正自動化システムのソフトウェアの妥当性の確認が出来たと考える。

3.3 DMMの校正 DMMの校正結果と手動による校正結果を表 3 に示す。校正結果はキャリブレーションの校正結果との差（補正量）で表示している。本システムの校正結果と手動による校正結果の差は，+10V は 0.2ppm,+8V は 0.38ppm, +6V は 0.34ppm, +4V は 0.25ppm, +2V, +1V, 0V, -1V 及び -2V は 0ppm, -4V は 0.5ppm, -6V は 0.34ppm, -8V は 0.25ppm, -10V は 0.2ppm であり，10V レンジ全てにおいて 1ppm 以内であった。これによりキャリブレーションを基準にしてDMMを校正するソフトウェアの妥当性の確認が出来たと考える。

図 9 はキャリブレーションとDMMの 10Vレンジの校正結果を公称値からの差のグラフである。キャリブレーションとDMMともに図 9 の中心である 0 点を通るリニアリティ（直線性）が確認できた。

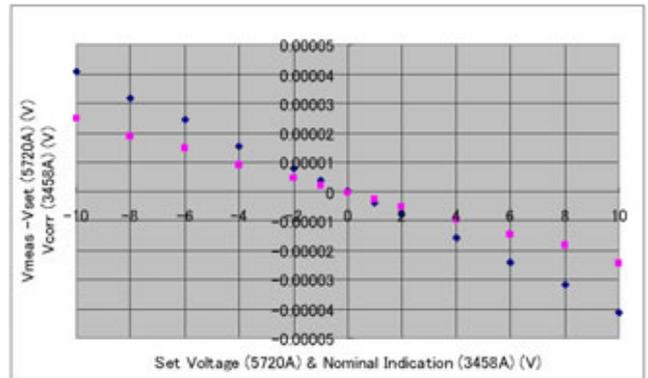
また，図 10 のグラフは，図 9 と同じキャリブレーションを使用して複数台のDMMの校正を行った中の 1 つのデータである。このDMMは，0 点から正側及び負側，両方に直線性が認められる。しかし，その直線の傾きが正側と負側で違う状態にある。通常DMMによる直流電圧の測定は，DMMのかたよりを除去するために，正側と極性を反転させた負側との平均値により測定値を求めている。この図 10 のような特性を有するDMMでは正確な測定は不可能となる。図 10 のような特性をもつDMMは，校正を行うことにより知ることができると，DMMの校正を行う重要性の再確認ができた。

#### 4. 結 言

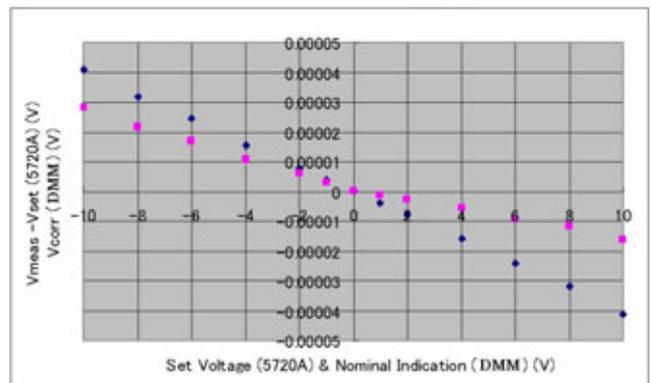
特定二次標準器の 10V を基準として，キャリブレーションの 10V レンジの校正を行うために分圧器は必要条件である。開発した分圧器の分圧比の校正において，校正結果に影響する不確かさが 1ppm 以内で評価できたことにより，信頼性の高い校正結果を得ることができた。信頼性の高い校正結果を中小企業に供給することは，中小企業の品質管理や製品の品質保証をサポートできることにつながる。本研究で確立した技術は，製品開発を行う中小企業の技術振興に役立つものと期待される。

表 3. DMMの校正結果

デジタルマルチメータの表示電圧値(V)	本システムの校正結果 <補正量(V)>	手動による校正結果 <補正量(V)>	校正結果の差 (ppm)
+10.000 000	-0.000 024 5	-0.000 024 3	0.2
+8.000 000	-0.000 018 5	-0.000 018 2	0.38
+6.000 000	-0.000 014 7	-0.000 014 5	0.34
+4.000 000	-0.000 009 8	-0.000 009 7	0.25
+2.000 000	-0.000 005 2	-0.000 005 2	0
+1.000 000	-0.000 002 6	-0.000 002 6	0
0.000 000	-0.000 000 6	-0.000 000 6	0
-1.000 000	0.000 001 9	0.000 001 9	0
-2.000 000	0.000 004 5	0.000 004 5	0
-4.000 000	0.000 009 0	0.000 008 8	0.5
-6.000 000	0.000 014 6	0.000 014 4	0.34
-8.000 000	0.000 018 7	0.000 018 5	0.25
-10.000 000	0.000 025 0	0.000 024 8	0.2



キャリブレーションの校正結果 DMMの校正結果  
図 9 キャリブレーションとDMMの校正結果



キャリブレーションの校正結果 DMMの校正結果  
図 10 キャリブレーションとDMMの校正結果

(平成 19 年 6 月 29 日受付，平成 19 年 8 月 31 日再受付)

# メガネレンズの自動加工装置の開発

浅見 樹生<sup>\*1)</sup> 大畑 敏美<sup>\*2)</sup> 和田 公男<sup>\*3)</sup> 高橋 和弘<sup>\*3)</sup>

## Development of an automatic processing device of lens for glasses

Tatsuo Asami<sup>\*1)</sup>, Toshimi Oohata<sup>\*2)</sup>, Kimio Wada<sup>\*3)</sup>, Kazuhiro Takahashi<sup>\*3)</sup>

Processing for joining glasses frames and glasses lens is mainly done by a diamond grinder by grinding down material for each lens to match it with the frame. In this case all the ground-off material is handled as industrial waste and is useless. In addition, the dusty and smelly inferior processing environment and troublesome processing methods become a problem. A technique to solve these problems by automatic processing with a machine is suggested in this report. First, image data is acquired by image processing from a USB camera, and the solution technique extracts the image of a part to be cut. Next, the coordinates of a cut part are calculated from an extracted image, and a message is transmitted to a motor system order controller. Lastly, the product of a joint development company which is a processing machine that drives a diamond cutter machine and motors is an automatic cutting system. As a result of implementing these systems, and having examined them, it was shown that they had sufficient performance.

キーワード：NC加工機，画像処理，USBカメラ，イーサネット

**Keywords:** Numerical Control machining, Image processing, a USB camera, Ethernet

### 1. はじめに

メガネフレームとメガネレンズの合わせ加工は、主としてダイヤモンド製のグラインダでフレームに合わせて片方ずつレンズ材を削り落として加工を行っている。

この場合、削り落とした屑は全て産業廃棄物として処理されムダとなっている。そして削り落とす際には破片が飛散し、加工を行っている人間が負傷する場合もある。またレンズ材は、ガラスレンズから軽量で屈折率の高いプラスチックレンズへと移行している。これは屈折率を高くすることで軽量化を図る目的であるが、加工環境は屈折率が高いほど加工時に発生する刺激臭が強くなるといわれている。こうした手間のかかる加工方法が問題となっている。

そこで本研究開発では、上述した問題を解決するためにメガネレンズを自動で加工する装置の試作を行う。このシステムは、人間が直接加工する部分を減らすことで人体への影響を軽減させる。また加工時間の短縮にもつながり、産業廃棄物を軽減することが可能となる。

### 2. 設計方針

#### 2.1 システム構成

今回開発したシステム構成を図1に示す。

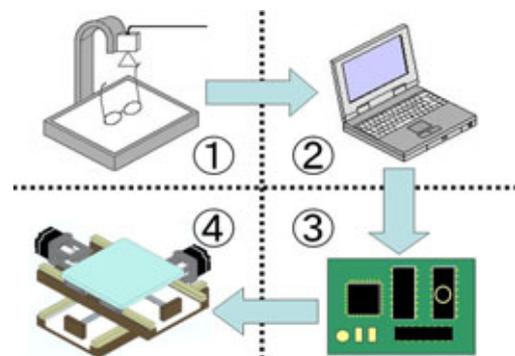


図1．システム構成図

それぞれ USB カメラ， パソコン， モータコントローラ， X-Y 加工ステージである。 の USB カメラは入手のしやすさを考慮して汎用のものを使用している。ただし AF (オートフォーカス機能) を装備しているものは焦点距離が変更されてしまうため、不適切である。そのために今回はピンホール式のカメラを使用している。 のモータコントローラについては、安価で短期間の開発が可能である PIC を使用している<sup>(1)</sup>。こちらも一般での入手がしやすく、部品の保守性に優れている。制御点数の関係から DIP の 40 ピンタイプを実装している。 の X-Y テーブルは微小な移動距離を再現可能とするため、ステップ数が多くトルクの高いモータを実装している。

また、 と は USB で接続しており、 と はイーサネットにより接続している。ノートパソコンでの利用を想定

<sup>\*1)</sup> ITグループ

<sup>\*2)</sup> 元 ITグループ

<sup>\*3)</sup> 株式会社 リョーワ

しているため、モータコントローラに標準的な通信インターフェースを実装した。 と については専用のモータドライバを介してケーブルで接続している。モータドライバを利用することにより、制御系と動力系の電力を分け、相互に影響を与えないようにするとともにモータ制御も簡略化されるため、開発効率が向上するという長所がある。

### 2.2 切削方式

通常、NCルータなどの加工機は、平面上のX-Y軸を任意に移動させることが可能である。CADによって図面を描き、切削するデータを決まったコードに変換している。その後、X-Y テーブルのモータコントローラにコードを送信している。今回使用する帯鋸は、共同研究を行う企業の主力製品であるダイヤカットマシンである。あらゆる材料を破損させることなくきれいに切断する機能を有している。しかしある一部の方向のみ切削が可能であるため、通常の切削方式を変更しなければならない(図2左参照)。そこで、回転軸から切削部分までの距離と回転角度の制御により切削する方式とした(図2右参照)。この制御方法は、出入りの多い切削には向かないが、切削対象がメガネレンズであることを考慮して適していると判断した。

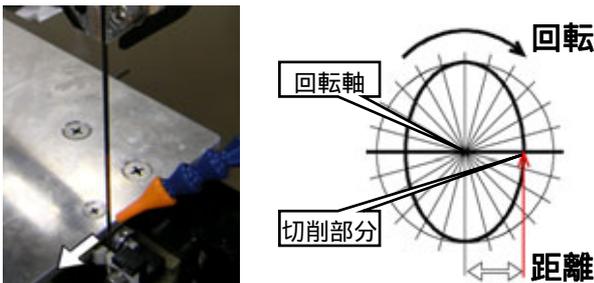


図2．帯鋸の切削方向(左)と切削方式の動作図(右)

### 2.3 画像処理

今回は利用者に使いやすいシステムとするため、CADなどの図面を描かずに切削データを得ることを目標とした。取得された画像データには、必要となるフレームの内側輪郭とそれ以外の切削に不要な部分のデータが存在する。切削データから内側輪郭のデータを自動抽出するため、必要な画像データに変換する処理を行い、抽出された座標データから必要な値を計算し、モータコントローラへデータを送信するためのソフトウェアを開発した。図3に試作したソフトウェアの処理結果を示す。

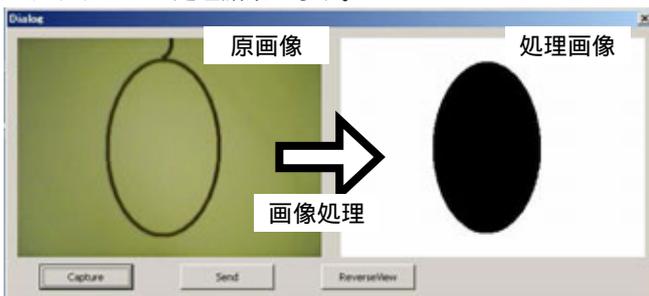


図3．開発したソフトウェアの処理結果

図3において、左画面はカメラから取得する画像データ表示であり、右画面は得られた画像データから輪郭抽出を行うために処理された画像データ表示である。

データの処理は色々な処理方法が存在する。そして処理方法の組み合わせ方によっても処理された結果が変わってくる。有効と考えられる処理方法を数種類実装し、その順番と組み合わせ方も併せて検討を行った結果、ここでは二値化、孤立点除去、ラベリング、輪郭追跡処理の順番で処理を行うものとした。

はじめに図3左側の原画像データに「二値化」を適用することで、必要な部分と不要な部分を分けている(図4参照)。また二値化を行うことによって、処理速度の向上も見込まれる。たとえば特徴点抽出を行いたい場合、各ピクセル単位でデータを走査していき、黒いピクセルに処理を行い、白いピクセルを無視するといった具合である。今回はメガネフレームの輪郭抽出を目的としているため、白と黒2色のデータで処理できる。

続いて、「孤立点除去」を適用する。二値化は、ある閾値をもって白または黒に選別する処理である。しかし閾値の前後の値が周囲と反対の色になることがある。このような点を除去し、できる限り均一化を図るために孤立点除去を行う。これによって二値化された画像の精度が上がり、その後の処理を確実なものにする。

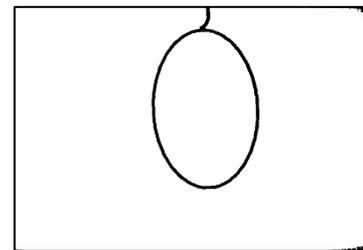


図4．二値化適用画像

次に「ラベリング」処理であるが、それぞれの画像データが同じ色で接しているかどうかを判断し、グループ分けを行う処理である。具体的な原理は二値化された画像を左から右に走査していき、白のピクセルにのみ識別番号を付加していく。この際連続しているピクセルは同じ識別番号を付加する。次に上下で識別番号を付加されたピクセルが隣接しているかを判定し、再度識別番号を付加しなおす。この処理を繰り返していく事で閉じられたエリアを分類することが可能になる。

			1	1	1			2	2	2
		3	3	3	3	3		4	4	4
		5	5	5	5	5	5			
		6	6	6	6	6	6	6	6	6
		7	7	7	7	7		8	8	8
		9	9	9				0	0	

図5．ラベリング例( は黒いピクセル，数字は識別番号を示す)

図5において白いデータエリアは2つであるが左右に走査して認識番号を付加した状態である。その後にグルーピングを行い、任意のデータエリアだけを表示すれば特定の画像が抽出できる。このように、隣接しているデータエリアをグループ単位で認識する処理をラベリングという。

実際のプログラムでは、中心部分を内包するエリアを選択し、黒で塗りつぶした表示を行っている(図6左参照)。この処理によりフレーム枠内に隣接した部分が黒い色で抽出される。

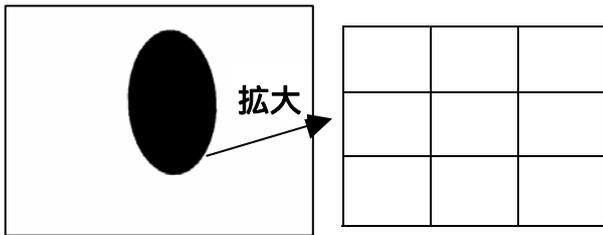


図6. ラベリング適用画像(左)と3×3マトリクス例(右)

最後に「輪郭追跡処理」である。輪郭追跡処理とは、図6左のように目的とした部分を抽出した画像データを得た後で、外周部分を移動しながら移動角度の増加分と画像中心からの距離を求めていく。ここでは、外周追跡と距離・角度演算処理を輪郭追跡処理と呼ぶ。

具体的な動作を説明すると、最初に図6左の画像から外周部分を一点探し出す。この一点をとして隣接する8つのピクセルについて注目する(図6右参照)。このような3×3マトリクスはエッジ検出処理などにおいて利用される手法である<sup>(2)</sup>。ここで図中において、を黒いピクセル、空白を白いピクセルとする。注目するの部分を中心に反時計回りに各ピクセルを調べていく。最初に見つけた黒いピクセルを輪郭と判断し、そのピクセルを中心に隣接する8つのピクセルを調べる。この操作の繰り返しにより輪郭座標を1つずつ見つけていく。開始点まで戻ってきたら処理を終了する。

またモータコントローラに送信されるデータは、画像の中心からの距離と移動角度の増加分を、輪郭検出する際に同時に演算している。

### 2.4 モータコントローラ

パソコンからの座標データを受信し、その値に追従するようにモータを駆動させるための制御用コントローラを試作した(図7参照)。

構成はCPUとしてPIC16F877を中心に、状態表示用のLCD、イーサネットでパソコンと通信を行うためのX-PORT、状態制御用のボタン、手動で動作させる際に値を入力するボリューム(可変抵抗器)から成り、そのほかにX-Y ステージを駆動させるためのステッピングモータ、回転軸用のステッピングモータ、リミットスイッチなどをCPUに接続している(図8参照)。

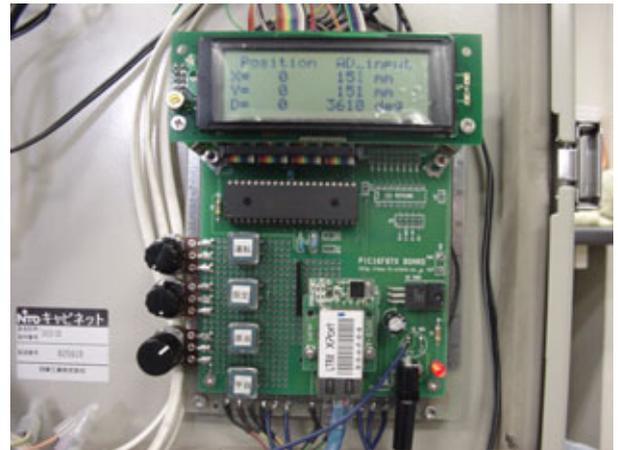


図7. 開発した制御用コントローラ

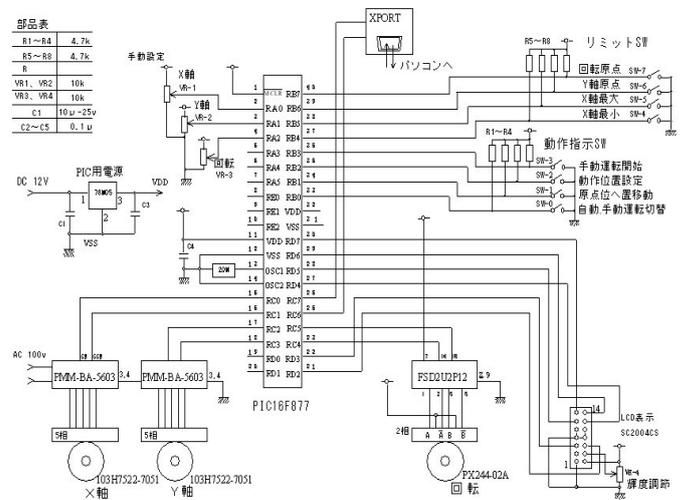


図8. 回路図

次に制御方法であるが、ここで必要な条件として

- ・受信データから自動でモータを動作させる
  - ・手動・自動の切り替えができ、状態表示を確認できる
  - ・手動時には設定した値により、モータを動作させる
- などが挙げられる。これらの条件を満たすよう制御プログラムを試作した。図9にフローチャートを示す。

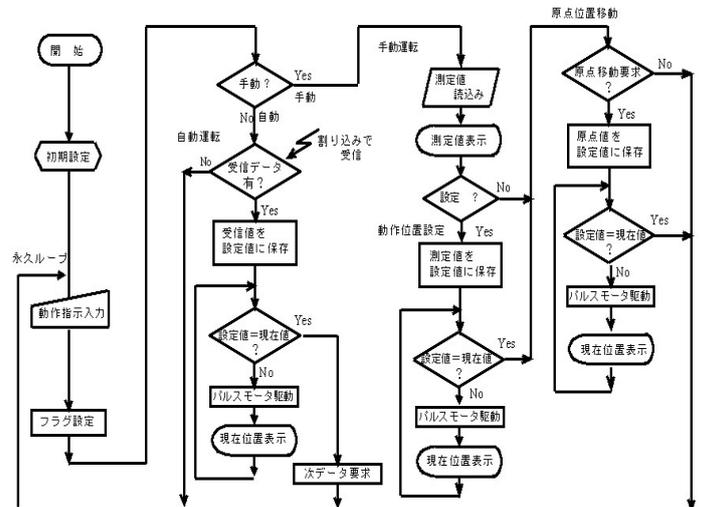


図9. フローチャート

フローチャートは大きく分けて自動運転モードと手動運転モードで構成される。

自動運転モードは，パソコンが送信する座標データにしたがってモータを動作させるモードである。データを受信しないときは何もしない。

手動運転モードは，任意のボリューム入力値（X軸，Y軸，回転角度）を設定し目標値に達する動作とそれぞれのモータを原点へ戻す動作の二つがある。各ボリュームはCPUのAD入力へ接続し，設定ボタンを押すことによって目標値を各変数に格納する。その後，運転ボタンを押すと目標値へモータを動作させる。一方，原点へ戻すモータ駆動は，原点ボタンを押すことで原点座標を変数に格納し，モータを原点復帰させる。

### 3. 評価および考察

試作機を用いて動作確認を行った。図9左はテスト用の型紙である。これをUSBカメラで画像データを取得する。取得されたデータを画像処理によって切削対象エリアを抽出し，座標データを演算した後にモータコントローラへ送信した。モータ駆動によって制御されるX-Yステージの回転軸上に紙を設置し，本来帯鋸が切削する位置にサインペンを固定した。これにより得られた軌跡が図9右である。

入力元であるテスト用型紙と出力先として得られた切削軌跡を比較することにより，精度の確認を行った。

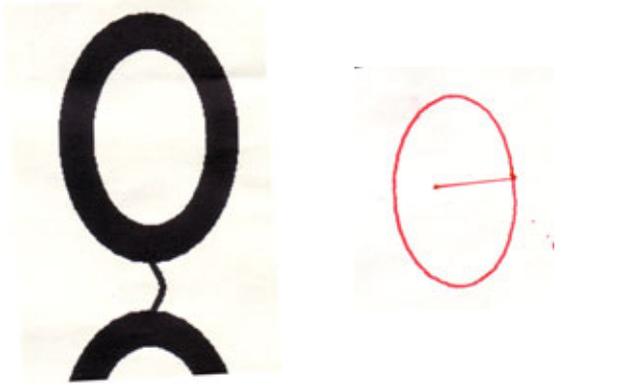


図10．テスト用型紙（左）と得られた軌跡（右）

テスト用型紙と試作機により描かれた切削軌跡を画像処理ソフトにより合成したものが図10左である。この画像を拡大して切削部分を調べた結果，誤差が一番大きい部分は7 pixelであった（図10右 参照）。また縮尺率を得るため定規とピクセル数の関係を調べた結果，0.5 mm / 6 pixel となった。つまり，これらの画像縮尺率は0.083 mm / pixel となる。

したがって，最大誤差は

$$7 \text{ (pixel)} \times 0.083 \text{ (mm / pixel)} \\ = 0.581 \text{ (mm)}$$

であった。

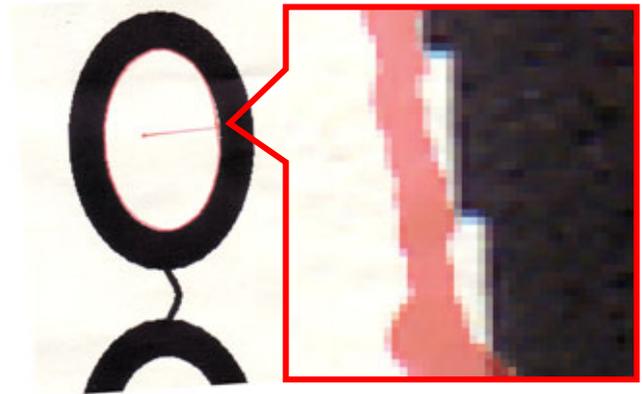


図11．合成画像（左）と拡大画像（右）

この原因として考えられることは，現在のソフトウェアでは1ピクセル単位でデータ送信を行っているためモータの動作において駆動と停止を頻繁に行っている。それによりX-Yステージ部のバックラッシュによる振動が発生しているものと考えられる。

振動を軽減する手法については，ソフトウェアで座標データを演算した後，同じ量であった場合にまとめて送信することや半円などの式に当てはめられるかを判断させる手法が考えられる。またX-Yステージ側ではレンズの固定は気体を吸い込んで吸着させる固定方法を選択しているが，切削と回転の方向によって，ゆがみやずれが生じているものと考えられる。したがって切削精度を高めていくためには，制御方法や固定方法を再検討する必要がある。

### 5. まとめ

メガネレンズの自動加工装置の試作開発を行った。帯鋸に適したX-Yテーブルと回転角度の3軸制御による切削方法と画像データを処理することで，CADなどの作図を行うことなく切削できる方法を実証した。この成果として

グラインダで削り落としていく方法と比較して，加工時間の短縮

異臭や飛散などといった劣悪な環境の改善

産業廃棄物の減少

などが見込まれる。

（平成19年6月29日受付，平成19年8月13日再受付）

### 文 献

- (1) 重松宏志，栗原秀樹，山口勇，山本克美，坂巻佳壽美，乾剛：「PICマイコンネットワークモジュールの開発」，東京都立産業技術研究所センター究報告，No. 1, pp. 22-25 (2006)
- (2) 横田裕史，大畑敏美，浅見樹生，阿保友二郎，大高忠，日比野克彦：「モバイル用プレゼンテーションカメラの開発」，東京都立産業技術研究所センター究報告，No. 1, pp. 30-34 (2006)

## 論文

## 動的リンカを用いた組み込み Linux のセキュリティ向上技術の開発

大原 衛<sup>\*1)</sup> 岡野 宏<sup>\*2)</sup>

A software-based approach for improving security of embedded Linux systems using dynamic linkers

Mamoru Ohara<sup>\*1)</sup>, Hiroshi Okano<sup>\*2)</sup>

Growing number of embedded systems are connected to the Internet recently. For example, we can read E-mails and browse home pages with the digital TVs. Today, we have to consider the network security of such networked embedded systems. Traditional security techniques used in PCs are often too complicated to apply them to the embedded systems because the embedded systems are usually poor in hardware resources. We also have difficulties in developing general-purpose secure hardware for the embedded systems due to the wide variety of their hardware constructions. In this paper, we propose a software approach to improve network security of the embedded systems. We made alternations to a Linux dynamic linker, which is a part of the programming language processors, so that the linker dynamically modifies codes in insecure programs just before running them. We implemented the dynamic linker for a testbed system consisting of the ARM processor and embedded Linux and examined the effectiveness of the proposed technique by running some programs having buffer-overflow vulnerabilities. We could confirm that the dynamic linker could detect the attacks to the vulnerabilities and gracefully handle them.

キーワード：組み込みシステム，組み込み Linux，セキュリティ，スタック破壊脆弱性，動的リンカ

Keywords：Embedded systems, embedded Linux, security, stack-smashing attacks, dynamic linkers

## 1. まえがき

近年，コンピュータネットワークに接続される組み込み機器が増加し，ネットワークの利用目的も多様化している。このような組み込み機器において，ネットワークセキュリティの確保が急務となっている。これまで数多くのセキュリティ対策手法が提案されてきたが，これらの多くは PC などの比較的高性能な計算機を対象としたものであり，ハードウェアリソースの乏しい組み込み機器には適用が困難な場合がある。このため，組み込み機器に適用できるセキュリティ対策技術が求められている。

本研究では，組み込み機器のネットワークセキュリティを向上させるソフトウェア技術の研究開発を行った。組み込み機器は比較的ハードウェアリソースが乏しく，多様性が高いため，特定のハードウェア機能に依存した技術は，十分な汎用性を確保できない場合がある。ソフトウェアによる対策技術は，組み込み機器のハードウェアの多様性を隠蔽し，多くの組み込み機器に広く適用できる可能性がある。

本稿では，スタック破壊攻撃を検出する機能を，ユーザプログラムに動的に付加する手法を提案する。スタック破壊攻撃は，最も頻繁に利用される攻撃手法の一つである。提案手法は，動的リンカと呼ばれる特別なプログラムを変更して，ユーザプログラムを実行時に書き換えられるよう

にする。動的リンカなどの実行時処理系を改変する手法は，他の手法に比べて，カーネルを含めた既存ソフトウェアに加える必要のある修正が少ない。このため，提案手法を用いることで，既存ソフトウェア資産にほとんど修正を加えることなく，セキュリティの向上を図ることができる。

本研究では，ARM プロセッサ上で動作する Linux 向けの動的リンカを開発した。近年，組み込み機器は多機能化を求められており，Linux のような汎用 OS が採用される製品例が増加している。開発した Linux 向け動的リンカを用いて，スタック破壊攻撃を検知・対応できることを確認した。

本稿は以下のように構成される。2 節では，これまでに提案された関連する研究について概説する。3 節は，本稿で議論するスタック破壊攻撃の原理について述べる。4 節は本研究で行なった技術開発について報告する。5 節は本稿のまとめと今後の課題を示す。

## 2. 関連研究

コンピュータシステムの脆弱性を攻撃する手法は，通常以下の 2 段階の手順で攻撃を行なう。すなわち，

システムに不正なプログラムコードを挿入する。

挿入したプログラムコードを実行させる。

プログラムに与えられた入力データであるかプログラムであるかを判別するのは困難であるため，は本質的に対策が難しい。このため，これまでに提案されているセキュリティ技術には，の攻撃手順の無効化を図るものが多い。

<sup>\*1)</sup> IT グループ

<sup>\*2)</sup> エレクトロニクスグループ

の手順は、例えばシステムのメモリを随時監視して、既知の不正なプログラムのビットパターンと合致するコードをメモリから削除するなどの手法で防ぐことができる。このような手法は、PC 向けウイルス対策ソフトウェア等で用いられているが、多量のビットパターンを蓄積しなければならないため、組込み機器への適用が難しい。

の順序に対する対策技術は、ソフトウェアを用いるもの<sup>(1)(2)</sup>とハードウェアに機能を付加するもの<sup>(3)(4)(5)</sup>がそれぞれ提案されている。ソフトウェアを用いる手法は、静的な手法と動的な手法に大別できる。静的な手法の代表的なものは、コンパイラに機能を付加する手法である<sup>(1)</sup>。この手法は、コンパイラがプログラムのソースコードの情報を得られるため、プログラム作成者の意図を反映しやすい点で優れている。静的な手法の欠点は、既にコンパイル済みのプログラムに対して適用できないことである。商用プログラムのソースコードの入手は困難であることが多いため、これらの手法は適用できない場合がある。

動的な手法は、プログラムの実行時処理系を変更する。この手法の代表的な例として、Baratloo らによる libsafe と libverify が挙げられる<sup>(2)</sup>。libsafe は、C 言語の標準関数のうち、使い方を誤るとプログラムに脆弱性を与える可能性のあるものを、特別なライブラリによって置き換える。プログラム実行時に使用するライブラリを変更することは容易であるため、すでに複数の製品で採用されている。しかし、C 言語の標準関数以外には適用できない。

また、libverify は、プログラム開始直前にプログラム中のすべての関数をヒープ領域にコピーし、このコピーに後述するような戻りアドレスの保護機能を付加する。さらにプログラム中のすべての関数呼び出しをこのコピーを呼び出すよう書き換えることで、既存ソフトウェアにセキュリティ機能を追加することができる。プログラム開始直前に動的にコードを書き換えて戻りアドレスを保護する点で、libverify は提案手法と類似している。

本稿の提案手法は、このような既存の動的な手法と相補的に用いられることを想定している。提案手法は、ライブラリ化されていないユーザ関数の脆弱性を修正するが、ライブラリ関数は修正しない。このため、既に libsafe などの対策技術を導入しているシステムにも提案手法を適用することが可能である。

ハードウェアに機能を付加する手法は、実行時の性能オーバーヘッドをほとんど伴わない点で優れている。Intel 社や AMD 社のプロセッサは、メモリ管理ユニット (MMU) のページテーブルを拡張し、メモリページごとに実行の可否を制御することができる<sup>(3)(4)</sup>。実行が禁止されたメモリページ上にプログラムの制御が移ると、MMU がこれを検知して割り込みを生じさせる。

Lee らは、近年のプロセッサが持つリターンアドレススタック (Return Address Stack: RAS) を利用した SRAS (Secure RAS) 手法を提案した<sup>(5)</sup>。RAS は、プロセッサの投機実行の効率を向上する目的で導入され、関数の呼出履歴を保持し

ている。これを用いて、プログラムの実行フローの変更を検知する。これらのような追加的なセキュリティ機能を持ったハードウェアは比較的高価であるため、組込み製品での採用実績は少ない。

### 3. スタック破壊攻撃

スタック破壊攻撃は、バッファオーバーフローと呼ばれるソフトウェア脆弱性を利用する攻撃手法である。この脆弱性は、主に C 言語などで開発されたプログラムに多く見られる。図 1 は、C 言語などで開発されたプログラムにおけるスタック領域の利用例を示している。この例では、プログラムに関数 A と B が存在し、関数 A がその処理の途中で関数 B を呼び出すとする。また、関数 A は a, b 二つの変数を使用し、関数 B は 16 文字以内の入力を外部から受け取って変数 input に格納するものとする。

バッファオーバーフロー脆弱性を持つプログラムは、想定を超えた量のデータを入力された場合に対応することができない。この例では、16 文字を超えるデータを入力されると、変数 input にデータが収まりきらず、その直下の戻りアドレスを書き換えられてしまう可能性がある。攻撃者は、このように戻りアドレスを書き換え、プログラムの動作を任意に変更することができる。

### 4. 提案手法

本稿の提案手法は、プログラムの実行直前に動的にコードを書き換えて戻りアドレスの保護機能を追加する。関数の呼出直前と復帰直前に追加的なコードを挿入し、以下の処理を行うことで、戻りアドレスが不正に書き換えられていないことを検証する。

関数が呼び出され、その処理が行われる直前に、戻りアドレスを含むスタック領域の内容を別のメモリ領域にコピーする。

関数が復帰する直前に、前項で作成したコピーとスタック領域の内容を比較し、戻りアドレスの書き換えの有無を検証する。

図 2 は、提案手法の追加する および のセキュリティ機能とプログラム中の任意の関数 A および、A から呼び出

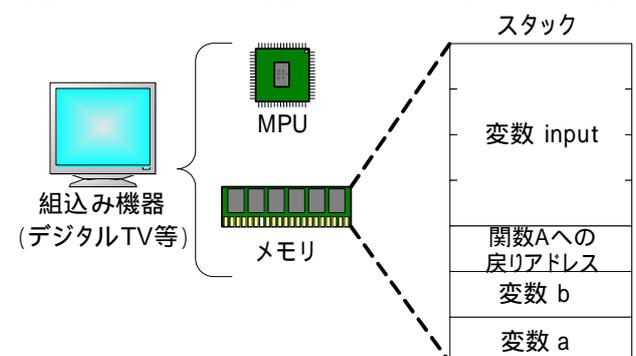


図 1. 組込み Linux におけるスタック領域の利用例

される関数 B の関係を模式的に表したものである。通常のプログラムでは，関数の呼出しは，図の関数 A に示したような 2 段階の手順で行なわれる。すなわち，関数に与える引数をスタック領域にコピーし，コール命令を実行して目的関数に制御を移す。呼び出された関数 B は，まず戻りアドレスをスタックに保存し，関数の機能を実現するためのいくつかの命令を実行した後，リターン命令を実行する。

提案手法のプログラム処理系は，プログラムの実行前に呼出コード片と復帰コード片を自動的に生成する。次に，プログラム中のコール命令のオペランドを書き換え，呼び出し先を呼出コード片に変更する。また，リターン命令を復帰コード片へのジャンプ命令に書き換え，スタックの内容に係らず必ず復帰コード片が実行されるようにする。呼出コード片は，スタック領域のコピーを行った後，本来のコール命令を実行する。復帰コード片は，スタック領域中の戻りアドレスの変更の有無を検証し，変更がなかった場合はリターン命令を実行する。変更が検出された場合は，ソフトウェア例外を発生させ，プログラムに通知する。

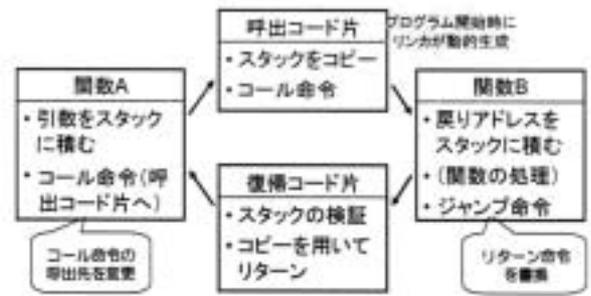


図 2. 提案手法における関数の呼出・復帰フロー

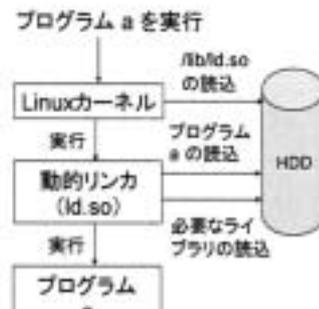


図 3. 組み込み Linux におけるプログラムの実行開始フロー

4. 1 Linux のプログラム実行手順と動的リンカ Linux における ELF ( Executable and Linking Format ) 形式プログラムの実行開始フローを図 3 に示す。ユーザがプログラム a の実行を指示すると，カーネルは動的リンカと呼ばれる特別なプログラムを実行する。

動的リンカは，カーネルから実行すべきプログラム名 a を受け取り，このファイルの冒頭に置かれたヘッダを読み込む。動的リンカは，このヘッダに従ってプログラム a および必要な共有ライブラリをメモリに読み込む。

次に，動的リンカはプログラムの再配置処理を行う。再配置処理では，プログラム a 内で共有ライブラリ内の関数を呼び出している命令を検索し，命令オペランドの呼び出し先アドレスを共有ライブラリが実際に読み込まれたアドレスを基に修正する。最後に，動的リンカはカーネルに処理を戻し，カーネルはプログラム a が実行可能になったと判断して，a をスケジューリング可能にする。

このように，Linux において，動的リンカはプログラムの読み込みとメモリ内への配置を担当する。本研究では，動的リンカに改造を加え，再配置を完了しカーネルに処理を戻す前に，上述したスタックのコピーおよび検証を行なうコードを生成する手順を追加する。

4. 2 PLT と GOT 今日の多くの OS では，ライブラリは複数のプログラム間で共有される共有ライブラリとして提供される。共有ライブラリの作成時には，このライブラリがどのようなプログラムから利用されるのかを想定することはできない。このため，実行時にプログラムと共有ライブラリの調整を行なう目的で，前述の動的リンカによる再配置処理が行われる。ELF 形式のプログラムでは，再配置は Procedure Linkage Table( PLT ) と Global Offset Table( GOT ) と呼ばれる仕組みを用いて実現される。

提案手法では，libsafe などの既存のセキュリティ対策手法

の併用を可能にするため，共有ライブラリ中の関数については戻りアドレスの保護機能を追加しない。提案手法の動的リンカは，プログラムと共有ライブラリ間の再配置を完了したあと，後述の手順でプログラムを走査し，関数呼び出しと復帰に関するコードを書き換える。この際に，あらかじめプログラムの PLT および GOT を調べることで，共有ライブラリに含まれる関数を判別し，これらに関する書き換え処理を省略する。

4. 3 提案手法の実装 提案手法を図 4 に示したマイコンボード上に試験的に実装し，改造した動的リンカの動作を確認した。マイコンボードは，Linux と組み合わせる組み込まれることの多い英 ARM 社のプロセッサを搭載する。このマイコンボード上に，Linux 2.6 カーネルと C 言語の実行時処理系である GNU glibc 2.5 を組み合わせる実装した。

通常，ARM アーキテクチャ上の C コンパイラは，関数呼び出しを BL 機械語命令に変換する。BL 命令は，リンクポイントと呼ばれるレジスタに戻りアドレスを格納して，指定されたアドレスにジャンプする命令である。関数呼び出しが 2 重以上の入れ子になる場合に，リンクポイントに格納された戻りアドレスをスタックに退避するのは，呼び出された関数の役割である。試験実装では，以下の処理を行って関数呼び出し時にスタックのコピーを行なわせるコードを挿入した。メモリに読み込まれたプログラムを線形探索して BL 命令を発見する。BL 命令のオペランドには呼び出される関数の相対アドレスが指定されている。この関数の絶対アドレスを計算し，これが初出のものであれば対応する呼出コード片を生成する。ただし，絶対アドレス

が PLT を指していれば、この BL 命令を無視して手順に戻る。BL 命令のオペランドを、対応する呼出コード片の先頭アドレスに書き換える。フローチャートを図5に示す。

ARM アーキテクチャでは、関数からの復帰を表現できる機械語命令列が数種類存在する。試験実装では、簡単のため、GNU gcc 3.4 コンパイラが生成する機械語を参考にして、最も使用される頻度の高い LDMDDB 命令を対象に書き換えを行なった。LDMDDB 命令は、オペランドで指定されたアドレスから連続する複数語を、複数のレジスタにロードする。これを用いて、スタックからの関数コンテキストの復帰を 1 命令で実行できる。コードの書き換えには、前述の BL 命令の書き換えと同様のアルゴリズムを用いた。

以上のアルゴリズムを実行する動的リンカを作成し、これを用いた処理系で、小規模なプログラム prime を実行した。prime は、引数として与えられた数以下の素数を発見する自作のプログラムである。まず、prime が正常に実行できることを確認した。

次に、prime に意図的にバッファオーバーフロー脆弱性を作りこみ、スタック破壊実験を行なった。prime は 1000 個の要素を持つ配列に発見した素数を格納することとし、1000 個以上の素数が発見された場合には戻りアドレスが書き換えられるようにした。この実験の結果、引数として 10000 を指定した場合に、復帰コード片がスタックの破壊を検知し、ソフトウェア例外を発生させることを確認した。

提案手法の時間オーバーヘッドは、プログラムの構造に大きく依存する。頻繁に関数を呼び出すプログラムほど性能の劣化が大きい。prime は、3 重ループの最も内側で非常に頻繁に関数を呼び出すため、提案手法の処理系では、通常のリンカを用いた場合の 8 倍程度の処理時間を要した。一方、ループ内の関数呼び出し回数を最小化するようにプログラムを変更した場合、提案手法はほとんど時間オーバーヘッドを伴わなかった。

提案手法の空間オーバーヘッドは 2 つの要因で増加する。まず、動的リンカが呼出・復帰コード片を追加するために、1 つの呼出・復帰の組について 20 語程度のメモリを静的に消費する。また、戻りアドレスのコピーのために動的に消費するメモリ量は、1 回の関数呼び出しについて 2 語である。動的に消費されるメモリは、関数の復帰後には再利用することができるので、平均的には許容できるオーバーヘッドであると考えられる。静的な空間オーバーヘッドの大きさは、プログラムに含まれる関数コール、リターン命令の個数に依存する。例えば、prime では 20 か所の命令を書き換え、約 800 バイトのメモリを消費する。

一方、busybox のようなプログラムの書き換えには多量（数百 k バイト）のメモリを必要とした。busybox は、ls や cat 等の Linux の基本的なコマンドを、ディスク容量を節約する目的で複数集めたプログラムである。このため、通常、多数の関数を含む。busybox は組込み Linux で頻繁に用いられるため、このようなプログラムに対する空間オーバーヘッドの削減は今後の主要な課題である。



図4. 試験実装機

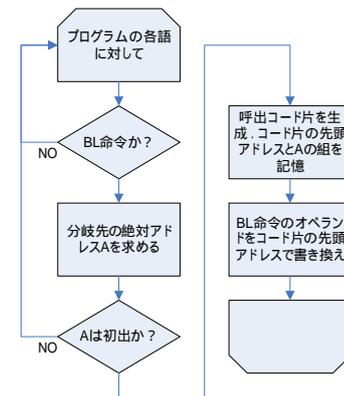


図5. BL 命令の書き換えアルゴリズム

## 5. まとめ

本研究では、組込み Linux の動的リンカを改造して、プログラムを実行直前に動的に書き換えることで、スタック破壊攻撃の有無を検出可能にする技術を開発した。制作した動的リンカを用いて動作実験を行い、バッファオーバーフロー脆弱性を有するプログラムに不正な入力を行なった際に、提案手法によってこれを検出できることを確認した。

提案手法は、プログラムを動的に修正するため、既存のソフトウェア資産を再コンパイルすることなくセキュリティの向上を図ることができる。また、libsafe 等の従来手法を相補的に用いてセキュリティの向上を図ることができる。

今後の課題として、busybox などのプログラムの書き換えにおける空間オーバーヘッドの削減が挙げられる。

(平成 19 年 6 月 29 日受付, 平成 19 年 8 月 22 日再受付)

## 文 献

- (1) C. Cripson et. al: "StackGuard: Automatic Adaptive Detection and Prevention of Buffer-Overflow Attacks," Proc. 7th USENIX Security Sympo., pp. 63-78 (1998)
- (2) A. Baratloo et. al: "Transparent Run-Time Defence against Stack Smashing Attacks," Proc. USENIX Annual Technical Conf. (2000)
- (3) S. Kuo: Executable Disable Bit Functionality Blocks Malware Code Execution, available at <http://www.intel.com/cd/channel/reseller/ijkk/jpn/products/250637.htm>
- (4) Microsoft TechNet, Changes to Functionality in Microsoft Windows XP Service Pack 2 - Part 3: Memory Protection Technologies, available at <http://technet.microsoft.com/en-us/library/bb457155.aspx>
- (5) R. Lee et. al: "Enlisting Hardware Architecture to Thwart Malicious Code Injection," Proc. Int'l Conf. Security in Pervasive Computing, pp. 237-252 (2003)

# 高性能拡大読書器の開発

横田 裕史<sup>\*1)</sup> 日比野 克彦<sup>\*2)</sup>

## Development of a high performance closed circuit TV

Hiroshi Yokota<sup>\*1)</sup>, Katsuhiko Hibino<sup>\*2)</sup>

We succeeded in developing a small, light, high performance closed circuit TV at low cost. The closed circuit TV is welfare equipment for amblyopic people who account for most of the visually handicapped and especially for the severely amblyopic. It is often set up in libraries and the official body of Facilities for Senior Citizens and the Disabled etc. Old goods have expanded characters and images by optical zoom. As the structures are formed from several expensive optical lenses, there are many of these expensive, large fixed types. Then, assuming mobile usage, a small, light product to be carried with a notebook PC was planned. It connects with the USB port of the notebook PC, and is managed by software on the PC, and as power is supplied by the USB port it is unnecessary for the camera to have a power supply. Moreover, we used a board lens for CMOS cameras of 1.3 million pixels to keep the price low. Expansion uses image data processing technology, and by software managed on the notebook PC, digital zoom is utilized. The problem when expanding by digital zoom is deterioration of the image chiefly from mixing of the noise element from when taking the image. Then, we developed software that removed the random noise by spatial filter processing and temporal axis filter processing for expanding by third interpolation processing. We achieved good results in making a trial product of the closed circuit TV that maintained image quality of the original picture image and enabled high magnification of characters.

キーワード：拡大読書器，デジタルズーム，画像処理

Keywords：Closed circuit TV, Digital zoom, Image data processing

### 1. はじめに

拡大読書器は、視覚障害者の多くを占める弱視者、とりわけ重度弱視者向けの福祉機器である。書籍や文献、新聞等の文字や画像を、モニタ画面に大きく拡大して表示する機器である。ルーペやメガネ等と比べて高倍率で拡大できる点が特徴である。図書館や福祉施設等の公的機関では、設置され利用されていることが多い。拡大読書器を使用している弱視者は、単に本や図を見るだけでなく、自分自身が書く文字等も拡大し、拡大読書器で読んだり書いたりする場合もある。読み書きで不自由さを感じている部分をかなり補ってくれる機器である。内閣府統計「障害者白書」によると日本国内には約30万人、米国商務省統計によると米国には約900万人、重度弱視者がいる。

従来品は、据え置きを前提としたものが多く、持ち運びは困難である。そこで、株式会社ポート電子と共同で、モバイル用途に対応した拡大読書器を企画し、開発・試作を行った。

### 2. 開発品の設計方針

#### 2.1 開発品のコンセプト

従来品が大型で重量があることから、据え置き型が多い。そこで、モバイル用途を想定し、小型・軽量で持ち運びが可能な製品を想定した。また、従来品は高価であり、さらなる価格上昇につながると、製品としては魅力が薄れてしまう。一方で、低価格を追求するため、安価な部品を用いて実現することで、低性能あるいは低機能な製品となった場合、同様に魅力が薄れるとともに、安易に他社の模倣・追随を許すこととなる。

そこで、従来製品との比較を行い、開発目標を設定した（表1参照）。従来品と大幅に変える点は、主に機器構成と拡大方法である。開発品の主な特徴は以下の2点である。

機器構成：カメラ部分とUSB接続されたノートパソコンで拡大読書器として機能する。ノートパソコンとともに持ち運び、パソコンにUSB端子で接続して使用する製品を想定した。部品点数を削減することにより、低価格で小型・軽量の製品の実現を目指した。

<sup>\*1)</sup> ITグループ

<sup>\*2)</sup> 株式会社ポート電子

表 1. 従来品との比較および開発目標

	従来品例	今回の開発品	開発目標
外観			ノートパソコン と USB 接続
	据置型	モバイル対応	
接続	RGB 端子またはビデオ端子でモニタに接続	パソコンに USB 端子で接続	
電源	商用 100V	パソコンの USB 端子から供給	商用電源不要
拡大	光学ズーム	デジタルズーム	高機能
重量	約 10kg 程度	(目標) 1kg 以下 (本開発品)	小型・軽量
価格	20 ~ 50 万円	(目標) 10 万円程度 (本開発品)	低価格

デジタルズーム：文字や画像の拡大はデジタルズームにより行う。従来品は、光学ズームで拡大を行っているために、高価で大型となっている。デジタル画像処理技術を用い、パソコン側でソフトウェア処理により行う。

## 2.2 機器構成

従来品は、カメラとコントローラ、さらに AV 端子で接続された TV モニタから構成される。コントローラには CPU を搭載し、カメラの制御や画面の 2 値化、白黒反転等については、ハードウェアによる制御で行っている。

開発品は、シンプルなカメラ部分と USB 接続されたパソコンで構成される。カメラの制御や、処理負荷の重いデジタル画像処理については、全て高性能なパソコン側の CPU がソフトウェア処理により実現している。カメラのオートフォーカス制御、画面の 2 値化、白黒反転、コントラスト、デジタルズーム、ノイズ除去等について、全てデジタル画像処理技術を用いて行っている。

パソコンは市販品であり、本開発内容は、カメラ部分とパソコンで使用する拡大読書器用ソフトウェアである。カメラ部分の構造は非常にシンプルであり、安価、小型・軽量に寄与している。

カメラ部分の内部構成は、以下の部品のみで構成される。

レンズ：低価格なボードカメラ用レンズを使用した。

CMOS センサ：光を電気信号に変換する受光素子は、近年普及が進んでいる低価格な CMOS センサを用いた。

USB インターフェイス回路：パソコンとの接続用回路。

カメラ用の直流電源は、USB 端子を通じてパソコンから給電するため、カメラ用の電源回路は不要である。商用 100V 端子に接続する電源ケーブルも不要であり、カメラ側の接続端子は USB 接続端子のみである。

また、この構成のメリットとして、処理は基本的にパソコン側で行うため、新しい機能を追加する際は、パソコンの Windows 環境にてソフトウェアを追加することで容易に機能追加が実現可能となる。

## 2.3 デジタルズーム

従来品は、画像の拡大については、光学レンズを用いたハードウェア制御による光学ズーム方式で行っている。

開発品は、デジタル画像処理技術を用いたソフトウェア処理によるデジタルズーム方式で行っている。両者には、表 2 に示す長所、短所がある。

表 2. 光学ズームとデジタルズームの比較

特徴	光学ズーム	デジタルズーム
長所	拡大により 画像が劣化しない	安価・軽量
	但し、画面全体が 暗くなる場合がある	ソフトウェア処理のため、 カメラ部分の構造がシ ンプルで部品点数が少ない
短所	高価・重量	拡大により 画像が劣化する
	複数の高価な光学レン ズを使用し、焦点距離を 変更するメカニズムが必 要なため、構造が複雑で 部品点数が多く重い	不足する画素を 補間する必要がある

デジタルズームのしくみは、撮像素子の中央部分で撮影した画像を拡大することである（図 1 参照）。

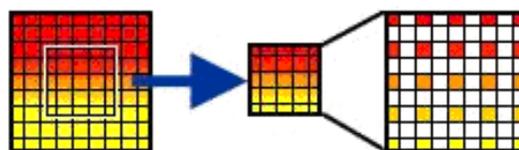


図 1 デジタルズームのしくみ

拡大により不足する画素を補間する必要がある。これを、デジタル画像処理技術を用いて実現する。

### 3. デジタル画像処理による拡大機構の試作

#### 3.1 デジタル画像処理

自然界の画像は連続量で表現されるアナログ画像であり，これを離散的な値である画素を用いて変換したものがデジタル画像である（図2参照）。

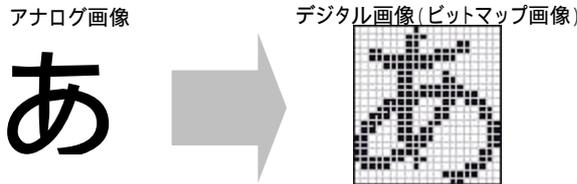


図2 アナログ画像からデジタル画像への変換

連続したアナログ画像を，画素単位にデータに変換することを標本化という。連続画像の標本化は，連続画像と矩形関数の畳み込みにより求めることができる。矩形関数のフーリエ変換は標本化関数 sinc(x)で表現される(図3参照)。

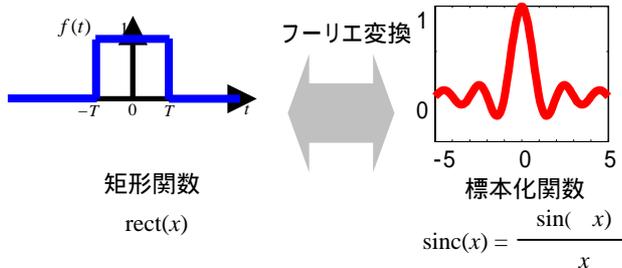


図3 矩形関数と標本化関数

標本化定理によると，標本化間隔をある空間周波数以上にとれば，理論的には標本点から連続画像を完全に復元できる。この復元はフーリエ逆変換によって行われる。

#### 3.2 画像補間

##### 3.2.1 拡大補間処理

デジタルズームにより不足した画素の補間処理方法には主に以下の3つの方法がある。

表3. 補間方法の比較

最近傍法 (ニアレストネイバー)	補間したい点に最も近い点の画素値を求める点の画素値とする	処理が 軽い ↑ ↓ 画像が きれい
線形補間法 (バイリニア)	補間したい画素の周囲4点の画素を用いる。距離に応じて加重平均する	
3次補間法 (バイキュービック)	補間したい画素の周囲16点の画素を用いる。標本化関数(sinc関数)を使用する。	

3次補間法は，画素の補間に標本化関数を用いており，原画を最も忠実に再現することが可能である。画像処理ソフトやCG等で主に用いられている。一方で，他の方法に比べて処理負荷が非常に重い。開発品は高性能なパソコンのCPUを用いて演算をする構成であるため，3次補間法による処理が可能となった。

##### 3.2.2 3次補間処理

補間したい画素(x,y)の周囲16点(f11~f44)の画素を用いる(図4参照)。補間関数 h(x)には標本化関数(sinc(x))を用いる。

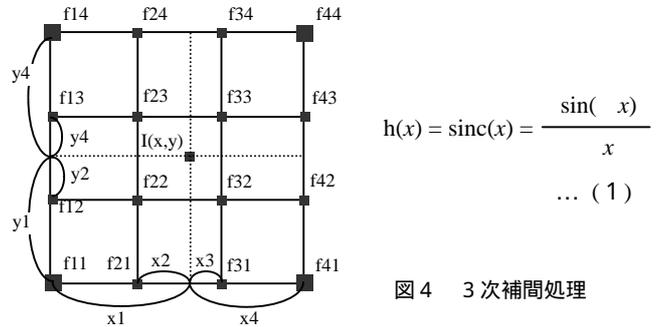


図4 3次補間処理

補間する画素値を I(x,y)とすると，次式で表される。

$$I(x,y) = [h(x1) h(x2) h(x3) h(x4)] \begin{bmatrix} f11 & f12 & f13 & f14 \\ f21 & f22 & f23 & f24 \\ f31 & f32 & f33 & f34 \\ f41 & f42 & f43 & f44 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h(y1) \\ h(y2) \\ h(y3) \\ h(y4) \end{bmatrix} \dots (2)$$

関数 h(x) = sinc(x) は正負に無限大であるため，実際には近似した以下の三次多項式を用いる。

$$\begin{cases} (a+2)|x|^3 - (a+3)|x|^2 + 1 & (|x| \leq 1) & \dots (3) \\ a|x|^3 - 5a|x|^2 + 8a|x| - 4a & (1 < |x| \leq 2) & \dots (4) \\ 0 & (2 < |x|) & \dots (5) \end{cases}$$

デジタルズームによる拡大機構の試作においては，以上をソフトウェアに実装することにより実現した。

#### 3.3 デジタルノイズ除去処理

画像にノイズがのる原因は様々である。撮影方法やレンズの歪みなどに因るものの他，撮像素子にCMOSを用いていることから電子回路における，暗電流ノイズ，熱雑音ノイズなど原因は多岐にわたる。これらの画像ノイズを取り除く必要がある。そこで，空間フィルタによるノイズ除去，時間軸ノイズ除去を試みた。

##### 3.3.1 空間フィルタ

注目画素とその周辺の画素を用いて，3x3や5x5等のマトリクスをオペレータとして行う演算処理である。画像内に含まれる雑音の除去等，画像処理を行う。以下の空間フィルタのソフトウェアへの実装を行った。

###### 3.3.1.1 メディアンフィルタ

インパルス雑音と呼ばれるノイズ除去に効果がある。注目画素の周辺の値をソートし，その中央値を値に設定するフィルタである。

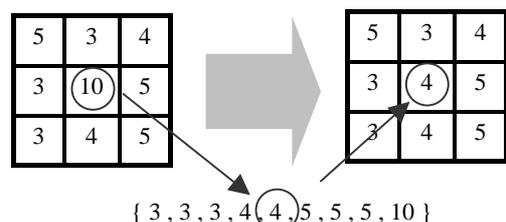


図5 メディアンフィルタ

3.3.1.2 加重平均値フィルタ

白黒濃淡の変化の大きい文字等の拡大の場合、ギザギザが出やすい。これを取り除く目的で平均値フィルタを使用する。滑らかになるが、ぼけるという短所もある。そこで、加重平均フィルタを用いた(図6参照)。

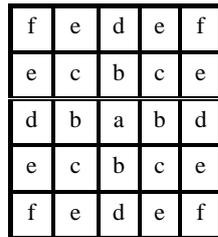


図6 加重平均フィルタ  
注目画素に近い点には大きな重みを、遠い点には小さな重みを付けて、加重平均をとる。

3.3.2 時間軸ノイズ除去

動画映像では、連続するフレーム間でランダムなノイズ(画面がチラチラする、近似色内が揺れ動く)が発生する場合があります。キャプチャ時にノイズがのる可能性がある。フレーム間の情報を時間軸で比較しながら、ノイズの除去を行う(図7参照)。

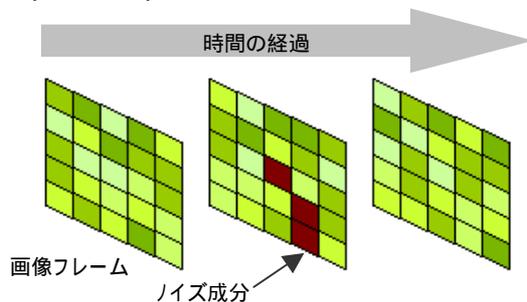


図7 時間軸ノイズ除去の原理  
突発的に発生するノイズを、その前後の数フレームと比較して識別し除去する。入力ノイズを低減することで画質の向上に寄与する。

具体的には、1回の撮影で複数フレームをキャプチャし、順に加算して平均する。動画に対して行くと、動きが消える等の短所もあるため、静止画を対象とした。

4. デジタルズーム方式の拡大読書器の評価

開発品は、3次補間法による拡大を行い、空間フィルタによるノイズ除去および時間軸ノイズ除去による対策を行った。結果として、自然画であれば縦横各10倍程度、モニタ上では縦横各20倍程度までは、原画の画質をあまり損なわずに拡大が可能となった。



図8 試作機の外観および文字拡大の様子

一方で、文字は白黒濃淡の変化が激しいため、エッジ部でややぼける傾向にあるが、画面表示機能として、白黒2値化や白黒反転を用意しているため、こちらを用いること

により、実用に耐えるレベルにあることを確認した(図8)。

5. まとめ

本共同開発研究は、製品の企画を行う段階から取り組みを行った新製品開発である。モバイル用途を想定し、ノートパソコンとともに持ち運び、デジタルズームによる拡大処理をパソコン側で行う、小型・軽量の製品を企画した。

拡大による画像の劣化や画像ノイズ等の課題に対して、画像処理技術を応用したソフトウェア処理による課題の解決を行った。3次補間処理による拡大、空間フィルタ処理および時間軸ノイズ除去処理によるランダムノイズ除去を行うソフトウェアを開発し、原画像の画質を維持して、画像や文字の高倍率拡大を可能とする拡大読書器の試作品を開発した。

表4に試作品の仕様を示す。使う人の立場に立った機能性の向上を目指し、「低価格、小型・軽量、高機能」を実現した拡大読書器の試作を行うことができた。モバイル対応で、非常に使い勝手のよい試作品となり、製品化の後には視覚障害者の方にお使いいただけるものと期待される。

表4. カメラ部分のハードウェア仕様

撮像素子	1/4 インチ CMOS 130万画素(1280×1024)
接続	パソコンにUSB端子で接続
電源	パソコンのUSB端子から給電
インターフェース	USB2.0規格
画面表示	動画、静止画(画面キャプチャ) カラー、白黒2値化、白黒反転
拡大倍率	動画4倍、静止画 20倍
フォーカス	オートフォーカス
画像保存	JPEG BMP
撮影領域	Max 300×210 (mm) Min 122×86 (mm)
外形寸法	370×110×65 (mm)
重量	約800g(試作品)
対応OS	Windows XP 以上

(平成19年6月29日受付,平成19年8月13日再受付)

文 献

- (1)大畑敏美,北原枢,土屋敏夫,戸田知雄,上野章,糸永正敏:「口腔内検査用カメラの開発」,東京都立産業技術研究所研究報告, No. 6, pp. 113-114 (2003)
- (2)佐藤正利,大畑敏美,加世田光義:「個人宅設置型小型セキュリティ監視装置の開発」,東京都立産業技術研究所研究報告, No. 7, pp. 81-82 (2004)
- (3)横田裕史,大畑敏美,浅見樹生,阿保友二郎,大高忠,日比野克彦:「モバイル用プレゼンテーションカメラの開発」,東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 1, pp. 30-33 (2006)
- (4)酒井幸市:「デジタル画像処理入門」,CQ出版社
- (5)増田久喜:「USBターゲット機器開発のすべて」,CQ出版社
- (6)松原拓也:「USB機器の製作」,電波新聞社

## 準動的環境における移動ロボットの地図生成と位置決め

周 洪鈞<sup>\*1)</sup> 坂根 茂幸<sup>\*2)</sup>

## Mapping and localization for mobile robot in semi-dynamic environment

Hongjun Zhou<sup>\*1)</sup>, Shigeyuki Sakane<sup>\*2)</sup>

Mapping and localization play important roles for autonomous mobile robots. Since most of the conventional mapping methods assume a static environment, the obtained map lacks reliability for localization when a real environment violates the assumption. In this paper, we deal with mapping in environments containing semi-dynamic objects such as cabinets with wheels, chairs, and doors which can be moved occasionally. We propose SLAM-SD, an extended SLAM method for semi-dynamic environments, which allows simultaneous localization of a robot, mapping of the environment, and localization of semi-dynamic objects. The method can update an occupancy grid map properly when semi-dynamic objects have been moved. We conducted experiments using a mobile robot equipped with a LRF and an IC tag reader. The results show the effectiveness of the SLAM-SD.

キーワード：移動ロボット、環境地図生成、位置決め、準動的環境、IC タグ

Keywords : mobile robot, mapping, localization, semi-dynamic environment, IC tag

## 1. 初めに

近年、ロボットの環境地図生成と自己位置決めとを同時に行う SLAM (Simultaneous Localization and Mapping) の技術が発展している<sup>(1)(2)(3)(4)</sup>。しかし、従来の SLAM の殆どは静的環境を仮定している。そのため、もしも環境に動的物体が存在して、そのポーズ(位置・姿勢)が変化すると、センサ情報と環境地図との誤対応により、ロボットの自己位置決め信頼性が著しく低下する問題がある。

本研究では、屋内環境にある物体を、物体のポーズの変化の頻度に基づいて、静的物体、動的物体、準動的物体に分ける。すなわち、壁や大きな家具など動かないとしてもよいものは静的物体であり、歩行する人間のように頻繁に動く物体は動的物体である。そして、普段には移動される場合が少なく、常に移動している物体より動く頻度が低く、時々動く可能性のあるものを準動的物体と呼ぶ。例えば、オフィス環境では、可動型キャビネット、ドア、椅子などで、そのポーズが時々変化するがその頻度は動的物体よりも少ない。地図作成時には静止していると見なしてもよい物体である。

動的物体を扱う従来研究には文献<sup>(1)(2)</sup>等がある。地図作成時にロボットは動的物体を追跡し、その影響を環境地図から削除する。ロボットは走行する時に動的物体の動きを検出し位置推定の誤りを減らす。ただし、準動的物体の場合にはロボットが作業する時には動かず、作業しない時にその位置が動かされる場合が多い。そのために、ロボットは

準動的物体の動きを内外センサで検出することが難しい。

準動的環境の地図生成と位置決めの問題を対応するために、本論文では、環境地図の生成、ロボットの自己位置決め、および、準動的物体のポーズの推定を同時に行う手法 SLAM-SD (Simultaneous Localization and Mapping for Semi-Dynamic Environment) を提案する。本手法では、移動ロボットのポーズ、環境地図、準動的物体のポーズ、LRF (Laser Range-finder) のスキャンデータ情報、および、IC タグの検出情報、の依存関係を動的ベイジアンネットワーク (Dynamic Bayesian Network, 以下では DBN と略す) で表現し、変数の高次元化を緩和する RBPF (Rao-Blackwellised Particle Filter)<sup>(5)(6)</sup> を用いて、最適な環境地図、ロボットのポーズ、および、準動的物体のポーズを同時に推定する。静的物体、および、準動的物体を含む地図の表現には、占有グリッド (Occupancy grid)<sup>(7)</sup> を用いている。準動的物体のポーズが変化した場合には、そのポーズを表す占有グリッドの値を更新し、その時点までに生成してきた地図の更新を行う。そして、LRF と IC タグリーダを搭載する移動ロボットを用いた実験により、提案手法の有効性を確認した。

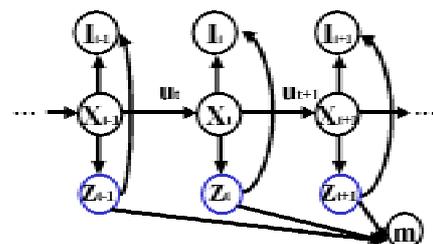


図1 SLAM-SD を推定するための DBN

\*1) IT グループ

\*2) 中央大学理工学部経営システム工学科

## 2. RBPF を用いた SLAM-SD

本手法 SLAM-SD では、RBPF を用いて、環境地図の生成、ロボットの自己位置決め、および、準動的物体のポーズの推定を同時に行う。図 1 の様に環境地図(M)、ロボットのポーズ(X)、準動的物体のポーズ(D)、センサ情報(Z)、の依存関係を DBN 表現する。ノード  $X_t$  とノード  $D_t$  は、それぞれ時刻  $t$  にロボットのポーズとロボットに検出された準動的物体のポーズを表す。ノード  $Z_t$  は時刻  $t$  にロボットのセンサ情報をしており、LRF のスキャンで得る距離データと、IC タグリーダ (およびアンテナ) による IC タグの検出の有無の情報を含んでいる。時刻  $t$  におけるロボットのオドメトリ情報を  $U_t$  で、環境地図をノード  $M_t$  で表す。 $I_t$  は時刻  $t$  に準動的物体のポーズを表す。また、図 1 の矢印は各ノード間の依存関係を表している。

### 2.1 ロボットと準動的物体のポーズの推定

下記の式(1)は、DBN のモデルでセンサ情報のノード値  $Z_{1:t}$  とオドメトリ情報のノード値  $U_{0:t}$  が与えられたときの、3つの隠れ状態に関するノード値 (すなわち、ロボットのポーズ  $X_{1:t}$ 、準動的物体のポーズ  $D_{1:t}$ 、及び環境地図  $M_t$ ) の条件付き確率を表したものである。式(1)を展開すると式(2)になる。

$$P(X_{1:t}, D_{1:t}, M_t | Z_{1:t}, U_{0:t}) \quad (1)$$

$$= P(M_t | X_{1:t}, Z_{1:t}) \times P(X_{1:t}, D_{1:t} | Z_{1:t}, U_{0:t}) \quad (2)$$

式(2)の  $P(M_t | X_{1:t}, Z_{1:t})$  は、ロボットのポーズ情報  $X$  とセンサデータ  $Z$  が与えられたときに、環境地図  $M$  を推定する事後確率[7]であり、これは解析的に求めることが可能である。そして、式  $P(X_{1:t}, D_{1:t} | Z_{1:t}, U_{0:t})$  は、センサデータとオドメトリ情報が与えられたときの、ロボットと準動的物体のポーズの事後確率である。RBPF では、この事後確率分布をパーティクルフィルタで近似する。ロボットと準動的物体のポーズの推定は、以下に示す「予測」と「更新」の2ステップから構成されている。「予測」は、時刻 1 から  $t-1$  までのセンサ情報とオドメトリ情報に基づいた、時刻  $t$  におけるロボットと準動的物体のポーズの結合確率である。

予測：

$$\begin{aligned} & P(X_{1:t}, D_{1:t} | Z_{1:t-1}, U_{0:t-1}) \\ &= \sum_{X_{t-1}} \sum_{D_{t-1}} P(X_t | X_{t-1}) \times P(D_t | D_{t-1}) \\ & \quad \times P(X_{t-1}, D_{t-1} | Z_{1:t-1}, U_{0:t-1}) \end{aligned} \quad (3)$$

ここで、 $P(X_{1:t-1}, D_{1:t-1} | Z_{1:t-1}, U_{0:t-1}) = B_{t-1}$  と置き換えると、式(3)は次の様に書き直せる。

$$= \sum_{X_{t-1}} \sum_{D_{t-1}} P(X_t | X_{t-1}) \times P(D_t | D_{t-1}) \times B_{t-1} \quad (4)$$

ステップ「更新」では、ベイズの定理を用いて、予測した式(3)にセンサ情報とオドメトリ情報の事前確率を掛け合わせて  $B_t$  を求める。

更新：

$$\begin{aligned} B_t &= P(X_{1:t}, D_{1:t} | Z_{1:t}, U_{0:t}) \\ &= \eta \times P(Z_t, U_t | X_t, D_t) \times P(X_t, D_t | Z_{1:t-1}, U_{0:t-1}) \\ &= \eta \times P(Z_t, U_t | X_t, D_t) \times \\ & \quad \sum_{X_{t-1}} \sum_{D_{t-1}} P(X_t | X_{t-1}) \times P(D_t | D_{t-1}) \times B_{t-1} \end{aligned} \quad (5)$$

$\eta$  は確率を正規化するための定数である。式

$P(Z_t, U_{0:t} | X_t, D_t)$  はセンサデータの事前確率である。この事前確率を展開すると次の式となる。

$$\begin{aligned} P(Z_t, U_t | X_t, D_t) &= P(Z_t | D_t) \times P(Z_t | X_t) \\ &= P(I_t | D_t) \times P(L_t | D_t) \times P(L_t | X_t) \end{aligned} \quad (6)$$

確率  $P(I_t | D_t)$  と  $P(L_t | D_t)$  は、それぞれ準動的物体のポーズに基づいた IC タグの有無と LRF のスキャンデータの事前確率である。 $P(L_t | X_t)$  はロボットのポーズに基づいた LRF スキャンデータの事前確率である。センサデータの事前確率  $P(Z_t, U_t | X_t, D_t)$  を「センサモデル」と呼ぶ。

### 2.2 RBPF を用いた SLAM-SD の推定

準動的物体に対する IC タグの相対座標と準動的物体の幾何形状のモデルは共に IC タグに記述された物体の ID データ(ポイント)経由で取り出すことが可能という前提から、IC タグのポーズを検出することにより準動的物体のポーズが推定できる。IC タグのポーズは3つの自由度  $x, y, \theta$  を含んだベクトルである。その3自由度は、各 IC タグの  $x, y$  グローバル座標と、IC タグ正面からみた法線ベクトルの  $x, y$  平面の方向である。ロボットのポーズも3自由度  $x, y, \theta$  を含んだベクトルである。 $x, y$  はロボットのグローバルな2次元位置座標、はロボットの(2次元)姿勢である。ロボットと準動的物体のポーズは式(5)により推定する。本手法では、sequential importance sampling という近似的な手法で式(5)を推定する。ロボットは時刻  $t-1$  から時刻  $t$  にロボットと準動的物体のポーズの状態遷移する確率  $P(D_t | D_{t-1})$

と  $P(X_t | X_{t-1})$  を以下の分布で推定する。

$$q(X_{1:t}, D_{1:t} | Z_{1:t-1}) =$$

$$P(D_t | D_{t-1}) \times P(X_t | X_{t-1}) \times P(D_{1:t-1}, X_{1:t-1} | Z_{1:t-1})$$

$q(X_{1:t}, D_{1:t} | Z_{1:t-1})$  は前時刻の観測データに基づいた現時刻におけるロボットと準動的物体のポーズの提案分布である。この提案分布は，次の重みに基づいて  $B_t$  を更新する。

$$\omega_t = \frac{P(X_{1:t}, D_{1:t} | Z_{1:t})}{q(X_{1:t}, D_{1:t} | Z_{1:t-1})} \propto P(Z_t, U_t | X_t, D_t)$$

環境地図生成，ロボットのポーズの推定，および，準動的物体のポーズの計算は，以下の4ステップの繰り返しにより行われる：

**SLAM-SD アルゴリズム：**

**1. 初期化： ( $t=1$ )**

- ・ ロボットのポーズとロボットに搭載したRFIDアンテナの検出範囲によりN個のパーティクル ( $i=1, \dots, N$ ) を一様分布で生成し，時刻tは2に設定する。

**2. パーティクルの予測：**

- ・ N個のパーティクル ( $i=1, \dots, N$ ) は遷移確率により時刻  $t-1$  状態から時刻tの状態に遷移する。状態遷移確率は以下のようになる。

$$\tilde{D}_t^{(i)} \leftarrow P(\tilde{D}_t^{(i)} | D_{t-1}^{(i)})$$

$$\tilde{X}_t^{(i)} \leftarrow P(\tilde{X}_t^{(i)} | X_{t-1}^{(i)})$$

- ・ ここで， $\tilde{D}_t^{(i)}$ ,  $\tilde{X}_t^{(i)}$  は状態遷移確率 ( $P(\tilde{D}_t^{(i)} | D_{t-1}^{(i)})$  と  $P(\tilde{X}_t^{(i)} | X_{t-1}^{(i)})$ ) に基づき予測されたパーティクルの状態である。
- ・ 重みにより各パーティクルの尤度を評価する。

$$\begin{aligned} \omega_t^{(i)} &\propto P(Z_t, U_t | D_t^{(i)}, X_t^{(i)}) \\ &= P(I_t | D_t^{(i)}) \times P(L_t | D_t^{(i)}) \times P(L_t | X_t^{(i)}) \end{aligned}$$

- ・ 上の式は，RFID アンテナ，レーザセンサなどにより計算したパーティクルを更新するための尤度である。
- ・ 計算した尤度は正規化する。

**3. パーティクルの更新：**

- ・ 前ステップで計算した尤度に基づき Residual Resampling アルゴリズム [8] によりパーティクルを再サンプリングする。
- ・ パーティクルの効率を評価するパラメータ  $N_{eff}^{(9)}$  を計算する。

$$N_{eff} = \frac{1}{\sum_{i=1}^N (\omega^{(i)})^2}$$

- ・  $N_{eff}$  の最大なパーティクル集合の中で最大の重みを持つパーティクルのポーズは，ロボットとICタグのポーズである。

**4. 環境地図生成：**

- ・ 確率  $P(M_t^{(1)} | X_t^{(i)}, Z_{1:t})$  により各パーティクルに対応する環境地図  $M_t^{(1)}$  を生成する。
- ・ 時刻tは  $t+1$  に設定しステップ2に戻る。

**3. 実験**

本手法の有効性を評価するために，実ロボットから得たログデータを利用して SLAM-SD を実行した。実験に用いた移動ロボット (ActivMedia 製, Pioneer3) は UHF 帯 IC タグリーダー・ライター，RFID アンテナ (富士通製)，LRF (SICK 社製, LMS200) を搭載している。このアンテナが IC タグを検出できる最大距離は 2[m] である。また，IC タグのメモリ容量は 256byte (内ユーザ領域 192byte) である。実験に用いたコンピュータの CPU は AMD Athlon XP 3200+ であり，メモリは 1GB である。実験環境はドアとゴミ箱などの準動的物体を含む廊下環境である。

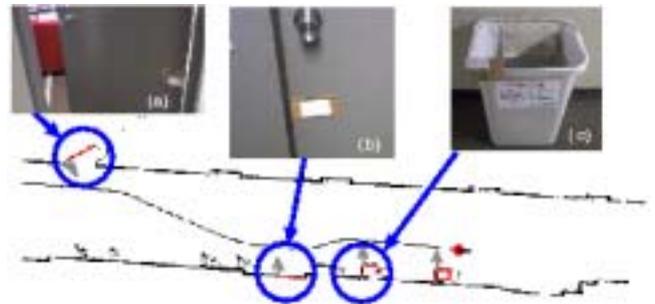


図2 ゴミ箱とドアなどを含む短い廊下で行った SLAM-SD 実験の結果

ドアの開閉は，屋内環境におけるロボットの走行に非常に大きな影響を与える。そこで，廊下環境において，準動的物体であるゴミ箱とドアのポーズ変化を検出し，それに伴い地図を更新する実験を行った。まず，ロボットは 10[m] × 3[m] の短い廊下環境で 2 つのドアと 2 つのゴミ箱を検出する実験を行った (図2)。SLAM-SD アルゴリズムに従って，ロボットは IC タグの ID 情報を検出した時，1000 個のパーティクルを一様分布で生成する。そして，SLAM-SD の STEP 2 から STEP 3 までの繰り返し処理によりパーティクルを収束されていく。最後，収束したパーティクルの平均位置と姿勢は検出した IC タグのポーズになる。図2の矢印のポーズは収束したパーティクルの平均位置と姿勢である。

図2の中に矢印は検出した IC タグの位置とタグが貼られた面の法線ベクトルの方向を示している。IC タグは物体に添付したので，ドアとゴミ箱の位置と姿勢は IC タグの位置

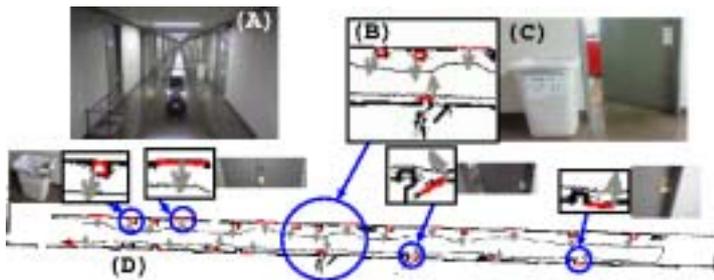


図3 長い廊下でゴミ箱とドアなどの検出実験の結果

と方法から推定できる。矢印と垂直になった棒のポーズは推定したドアの位置であり、矢印の始点にある箱の位置はゴミ箱の位置を示す。図2(a,b,c)は実際の準動的物体の写真である。写真に示された準動的物体のマッピング結果は、矢印が指している丸で囲まれた部分である。実験結果より、本手法が、ゴミ箱だけではなく、ドアの開閉の状態の検出についても正しく行えることを確認した。

アルゴリズムの一般性を検証するために、更に 50[m] × 3[m]の長い廊下環境でSLAM-SD実験を行った。実験環境とロボットを図3(A)に、また、SLAM-SDの実験結果を図3(D)に示す。環境内には、大きいサイズのドア、小さいサイズのドア、および、ゴミ箱、の3種類の準動的物体が混在する。大きいサイズのドアの数が6個、小さいサイズのドアの数が7個、ゴミ箱が11個である。実験結果を見やすくするために、小さい丸で囲まれた環境地図の部分拡大し、環境地図の上側で対応した準動的物体の写真と並べて示した。図3(B)は廊下の真中の部分の実験結果の拡大した画像である。画像の隣は、この画像の下に示された検出したドアとドアのそばにあるゴミ箱の写真である。画像に示すように、ロボットが検出したドアの位置は実際のドアの位置から外れて、ゴミ箱の外側に重なるエラーを生じた。ロボットは、そのドアに添付したICタグを検出したときに、搭載したRFIDアンテナの検出範囲内にはドアとゴミ箱が両方あり、また、LRFでスキャンした距離データのパターンとレイトラッキングで生成したパターンとの差でドアとゴミ箱の外側を区別できないため、ドアの検出エラーを生じた。本実験の検出結果を表1にまとめた。小さいサイズのドアで2回エラーを生じた以外は、準動的物体であるドアの開閉の変化の検出ができており、複数種類の準動的物体が混在しても本手法が適用できることが検証された。廊下環境に於けるSLAM-SD実験により生成した占有グリッドマップのグリッドのサイズは2[cm]である。SLAM-SDを実施するとき、パーティクルが毎回再サンプリングと更新などを行う計算時間は平均0.8秒である。

#### 4. 結論

移動ロボットの環境地図の生成において、従来の方法の多くは静的環境を前提としており、動的環境での地図生成の手法の開拓が課題であった。本論文では、移動ロボットの環境として、準動的物体を含む環境下でロボットの自己位置決めと地図生成を行うシステムの構成を目指し、環境

のSLAM-SDを行いながら準動的物体を検出・位置決めをする手法：SLAM-SD (Simultaneous Localization and Mapping for Semi-Dynamic Environment)を提案した。本手法では、ロボットのポーズ推定、準動的物体のポーズ推定、および、環境地図の生成を同時に行う。この結果に基づいて環境地図を更新する。LRF(レーザ距離センサ)とICタグを搭載する移動ロボットを用いて、可動キャビネット、ゴミ箱、ドアなどを含む準動的環境下で地図を生成する実験を行い、本提案手法の有効性を確認した。

表1. ゴミ箱とドアを含む長い廊下でSLAM-SD実験の結果

	大きいサイズのドア	小さいサイズのドア	ゴミ箱
物体の数	6	7	11
正確に検出した数	6	5	11

(平成19年6月29日受付, 平成19年7月13日再受付)  
文献

- (1) Denis Wolf, et al.: "Online simultaneous localization and mapping in dynamic environments", In Proc. of the Int. Conf. on Robotics and Automation (ICRA), 2004.
- (2) C. Wang, C. Thorpe, and S. Thrun: "Online simultaneous localization and mapping with detection and tracking of moving objects: Theory and Results from a Ground Vehicle in Crowded Urban Areas", Proc. of the IEEE Int. Conf. on Robotics and Automation (ICRA), 2003.
- (3) J. Leonard and H. Feder: "A Computationally efficient method for large-scale concurrent mapping and localization", In Robotics Research: The Ninth Int. Symp. Snowbird, UT: Springer Verlag, 2000.
- (4) D. Hahnel, W. Burgard, D. Fox, and S. Thrun: "A highly efficient FastSLAM algorithm for generating cyclic maps of large-scale environments from raw laser range measurements", In Proc. of the IEEE/RJSJ Int. Conf. on Intelligent Robots and Systems (IROS), 2003.
- (5) K. Murphy, "Bayesian map learning in dynamic environment", Neural Info. Proc. Systems (NIPS), 1999.
- (6) A. Doucet, N. de Freitas, K. Murphy and S. Russell: "Rao-Blackwellised particle filtering for dynamic Bayesian networks", Proc. of Conf. on Uncertainty in Artificial Intelligence (UAI), 2000.
- (7) H.P. Moravec, "Sensor fusion in certainty grids for mobile robots", AI Magazine, pages 61-74, Summer, 1988.
- (8) J. Liu and R. Chen: "Sequential Monte Carlo methods for dynamical Systems," Journal of the American Statistical Association, Vol. 93, pp. 1032-1044, 1998.
- (9) J.S. Liu: "Metropolized independent sampling with comparisons to rejection sampling and importance sampling", Statst. Comput. 6: pp. 113-119, 1996.
- (10) 周 洪鈞, 坂根 茂幸: 「ベイジアンネットワークの構造学習と推論を用いた移動ロボット位置決めのためのセンサプランニング」, 日本ロボット学会誌, Vol.22, No.3, pp.245-255, 2004.

# 微小分離カラム構造の製作

石束 真典\*

## Fabrication of micro structure for nano liter volume column device

Masanori Ishizuka

In this paper, a new fabrication method of the micro column device to separate chemical or bio material is presented. The micro channel size was of 100 $\mu$ m width and of 20 $\mu$ m depth. A 15 $\mu$ m height dam structure was design to hold the micro beads inside the channel. The dam structure embedded micro channel was realized by conventional micro fabrication technique such as photolithography, micro electroplating and micro molding of plastic material. To fabricate the dam structure, two step silicon dry etching process was introduced. Since two types of material were used as hard mask for each etching process, two silicon molds of different height were realized. The silicon mold structure was transcribed into electroplating nickel mold. Pure and cured poly (dimethylsiloxane) is injected on a nickel mold. Finally, PDMS micro column structure was released. We verify the dam structure function as to stop micro beads. PDMS has been widely used for micro fluidic device application due to easy fabrication and low cost [1]. Some PDMS reactors such as PCR chips, synthesis reactors have been reported [2-4]. In micro fluidic applications for chemical analysis and chemical reactions, plastic material micro column are getting substantial attraction. In particular, our issue is to fabricate dam structure embedded micro channels.

キーワード：微細加工，ダム構造，型，めっき，シリコーン

Keywords：micro fabrication, dam structure, mold, electroplating, PDMS

### 1. はじめに

近年バイオテクノロジーの分野ではポストゲノムと呼ばれるタンパク質等を対象とした研究・開発が盛んである。タンパク質を研究対象とする多くの場合には，その研究対象タンパク質を純粋な状態で入手することをもとめられる。しかしながら，研究対象となるタンパク質は生体中においては存在量が少なく，生合成や細胞外合成を行ったとしても生産量は極めて限られたものとなる。このような入手性の困難さを伴う試料においては，微量（数 $\mu$ L）かつ低濃度（nmol/L）の試料を取り扱うことが要求される。

本研究では分離精製操作の一種類であるカラム分離を数 $\mu$ Lの微量試料に対応させるために，カラムを構成する微小な容器としての流路構造にゲル等の粒子状充填材を充填するのに必要な構造について検討した。また，検討の結果得られた微小構造について製作した。

### 2. 製作

2.1 構造の検討 構造の検討は，流路抵抗と製作工程の妥当性から評価を行いダム型の構造を選択した。図1に検討した構造を示す。

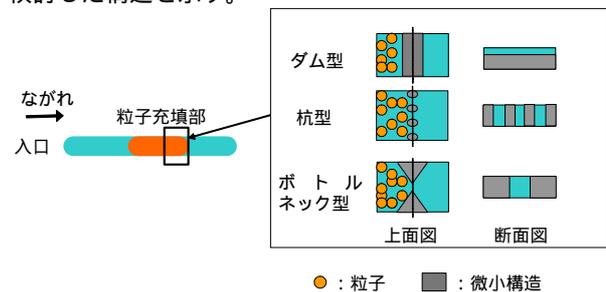


図1. 検討したせき止め構造

\*エレクトロニクスグループ

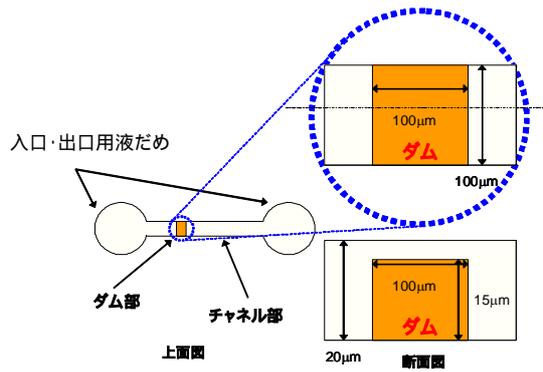


図2. ダム構造付き直線流路構造

2.2 微細加工 微小分離カラム構造の製作は、シリコンの微細加工により型を製作し、この型を元に電鍍によるニッケル鑄型を製作した。金型を用いた樹脂基板へのホットエンボスにより樹脂の構造体を得ている。

シリコン型製作工程を以下に示す。(図3参照)

- 1) 40mm×40mm のシリコン基板を有機洗浄、水洗し、脱水ベークを行った。
- 2) イオンビームスパッタ装置 (ESI - 220, エリオニクス製) によりクロム膜を形成。形成したクロム膜上にフォトレジスト (S1818, シュプレイ) をスピンコート法にて塗布した。フォトマスクを用いて露光し、現像を行ってレジストによるパターンを形成。形成したレジストパターンを使用してクロムエッチング液を用いてクロム膜をエッチングした。フォトレジストをアセトンで取り除きクロム膜のパターンを得た。
- 3) イオンビームスパッタ装置 (ESI - 220, エリオニクス製) によりシリコン酸化膜をターゲットとしてシリコンの酸化膜を形成。形成したシリコン酸化膜上にフォトレジスト (S1818, シュプレイ) をスピンコート法にて塗布した。フォトマスクを用いて露光し、現像を行ってレジストによるパターンを形成。形成したレジストパターンを使用してフッ酸にてシリコン酸化膜をエッチングした。フォトレジストをアセトンで取り除きシリコン酸化膜のパターンを得た。
- 4) シリコン酸化膜のパターンをマスクとして ICP ドライエッチング装置 (ESC-101, エリオニクス製) にてエッチングすることで15マイクロメートルの深さを持つ構造を得た。
- 5) 酸化膜をフッ酸系のエッチング液で除去した。
- 6) クロム膜をマスクとして用いて2回目の ICP ドライエッチングを5マイクロメートル行なった。
- 7) クロム膜をクロムのエッチング液で除去した。
- 8) 2段階の深さを持つ構造が実現し、ダムのような流路内で一部が深さの異なる形状となる。本研究では、一回目の15マイクロメートルと2回目の5マイクロメートルをあわせて深さ20マイクロメートルのチャンネル内に15マイクロメートルのダムを実現した。



図3. シリコン型の製作工程

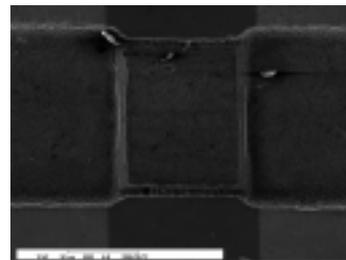


図4. シリコン型 (ダム構造部分)

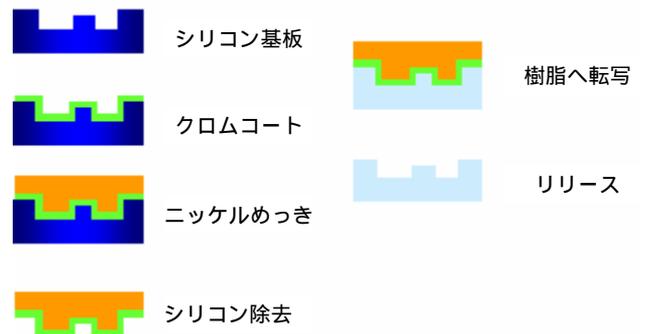


図5. 電鍍および樹脂への転写工程



図6. 金型

シリコンを用いた電鍍工程および電鍍金型を用いた樹脂への転写工程を以下に示す。(図5参照)

- 1) シリコン型表面を洗浄し、クロム(10nm)と金(100nm)をイオンビームスパッタリングにより形成した。

- 2) 形成した金属膜を電極とするシード層としてニッケルめっきを行った。めっきの条件は，スルファミン酸ニッケル浴，電流密度  $1.25 \text{ mA/cm}^2$ ，温度  $23^\circ\text{C}$ ，168時間である。これにより150マイクロメートルの厚みを得た。
- 3) めっき浴から引き上げた後，洗浄を行った。シリコンの部分は70%の30%水酸化カリウム水溶液で溶解させて取り除いた。得られた金型の概観を図6に示す。
- 4) 得られた金型に樹脂材料としてシリコン（シルポット184，ダウコーニング製）をキャストして75度に加熱し硬化を行った。硬化時間は4時間である。硬化後に，メカニカルリフトオフ法を用いて金型より樹脂構造体を取り出した。図7に金型のダム構造部分及び転写した樹脂構造体のダム構造部分を示す。[5,6]

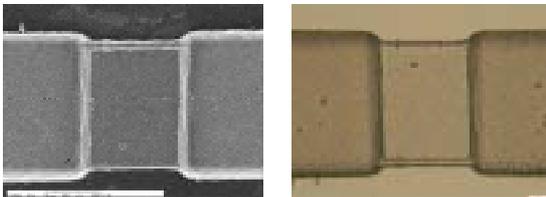


図7. 金型および樹脂構造体  
(左)ニッケル金型 (右)転写した樹脂構造体

### 3. 実験

樹脂構造体のダム構造機能（せき止めおよび充填）を評価するために直径  $8 \mu\text{m}$  の微小粒子を微小流路内へ導入し顕微鏡観察を行った。（図8）

界面活性剤を添加した水溶液に微小粒子を分散させ，マイクロチャンネル内へ滴下した。毛細管現象により，チャンネル内に水溶液と共に微小粒子を導入し，ダム部分で溶液の進行が停止することを確認した。

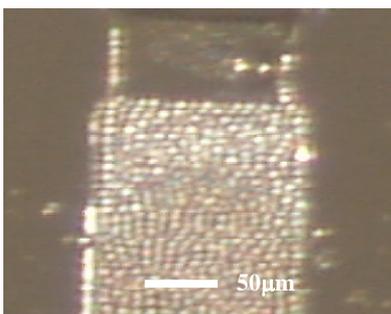


図8. ダム型構造による粒子充填

### 4. 結果

シリコンの微細加工，電鍍による金型，および転写した樹脂の形状を顕微鏡観察し比較した。各工程で製作した形状に，相同性があり設計との差異も少ないことが確認できた。しかしながら，今回の製作工程で使用したシリコンのエッチング方法が，等方的なエッチングとなってしまう，

そのため流路の深さに相当する量のサイドへのエッチングが行われている。これにより，設計との差異が生じているが，エッチング条件をさらに検討することにより解消可能と考えている。（図9参照）[7-13]

ダム構造によるせき止めは成功し，これにより粒子を充填することができた。粒子径が十分大きいためダム構造を超えて流失する粒子も観察されていない。今後は充填材によるダムを用いたせき止めの確認と，モデル物質を用いてのカラムろ過実験を行う予定である。

### 5. まとめ

ダム型構造を持つ鋳型製作のために基板を異なるマスク（シリコン酸化膜とクロム膜）で2回エッチングすることで2段階の高さを持つ構造を製作した。エッチングが等方的条件となったため，エッチング量に応じて流路幅やダムの長さに変化している。これは異方性エッチングを用いることで改善可能である。

フォトリソグラフィと電鍍技術を用いて製作した，2段階の深さを持つ型を使用し，キャスト法を用いて樹脂へ形状を転写した。この転写により高さの異なる構造を実現でき，ダム構造を持つ微小分離カラム用の樹脂構造体を製作できた。このダム構造により，微小流路中に微小粒子を水溶液と共に導入しダムによりせき止め充填した。充填量は約  $0.5 \text{ nL}$  であった。

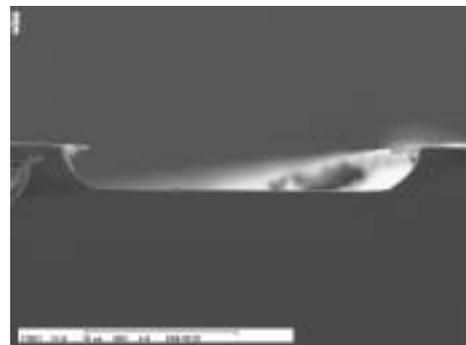


図9. シリコンのエッチング後断面写真

（平成19年6月29日受付，平成19年9月22日再受付）

### 文 献

- (1)H. Becker, L.E. Locascio, "Polymer microfluidic device", Talanta 56 pp267-287 (2002)
- (2)D.C. Duffy, J.C. McDonald, O.J.A. Schueller, G.M. Whitesides, "Rapid Prototyping of Microfluidic Systems in Poly(dimethylsiloxane)", Anal. Chem. 70 pp4974-4984 (1998)
- (3)T.Yamamoto, T. Nojima, T. Fujii, "Cell-free protein synthesis in PDMS-based parallel microrreactors", Proc. Micro Total Analysis Systems 2001; mTAS2001, Monterey, pp69-71 (2001)
- (4)J.W. Hong, T. Fujii, M. Seki, T.Yamamoto, I.Endo, "Integration of gene amplification and capillary gel electrophoresis on a polydimethylsiloxane-glass hybrid micorchip", Electrophoresis, 22

pp328-333 (2001)

- (5) M. Ishizuka, H. Houjou, M. Abe, K. Akahori, N. Honda, M. Mori, T. Sekiguchi, S. Shoji, "Design and Fabrication of Metal Electrode Implanted PDMS Structure for Micro Flow Device", Proc. Micro Total Analysis Systems 2002; mTAS2002, Nara, pp413-415 (2002)
- (6) M. Ishizuka, M. Abe, H. Houjou, S. Shoji, J. Mizuno, K. Tsutsui, Y. Wada, "Design and Fabrication of Multi-metal Electrodes Implanted PDMS Structures for Micro Flow Devices Using 3-D Assembly", 12th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems; (Transducers '03), June 11, Boston, (2003) pp.999-1002
- (7) M. Ishizuka, T. Suzuki, H. Shinohara, H. Houjou, S. Motokawa, J. Mizuno, T. Momma, T. Osaka, S. Shoji, "Cost effective plastic micro direct methanol fuel cell ( $\mu$ DMFC)", The 9th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences, ( $\mu$ TAS2005), Boston, USA, Oct. 9-13, pp.1212-1214, 2005
- (8) J. Mizuno, H. Shinohara, M. Ishizuka, T. Suzuki, G. Tazaki, Y. Kirita, T. Nishi, S. Shoji, "PMMA micro-channel array for blood analysis fabricated by hot embossing", The 9th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences, ( $\mu$ TAS2005), Boston, USA, Oct. 9-13, pp.1340-1342, 2005
- (9) H. Houjou, S. Motokawa, M. Ishizuka, J. Mizuno, T. Momma, T. Osaka, S. Shoji, "Metallization on 3-D microstructures using spray coating for high performance micro direct methanol fuel cell ( $\mu$ DMFC)", The 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, (Transducers '05), Seoul, Korea, June 5-9, pp.1437-1440, 2005
- (10) J. Mizuno, H. Ishida, S. Farrens, V. Dragoi, H. Shinohara, T. Suzuki, M. Ishizuka, T. Glinsner, F. P. Lindner, S. Shoji, "Cyclo-olefin polymer direct bonding using low temperature plasma activation bonding", The 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, (Transducers '05), Seoul, Korea, June 5-9, pp.1346-1349, 2005
- (11) M. Ishizuka, J. Mizuno, S. Shoji, "Fabrication of fine microchannel by using hot embossing", Electrochem. Soc. Proc. Microfabricated Systems and MEMS VII, Vol. 2004-09, pp.303-307, 2004
- (12) J. Mizuno, T. Honda, T. Glinsner, M. Ishizuka, T. Edura, K. Tsutsui, H. Ishida, S. Shoji, Y. Wada, "Fabrications of micro-channel devices by hot emboss and direct bonding of PMMA", Int. Conf. On MEMS, Nano, and Smart Systems, Banf (2004) pp.26-29
- (13) Shinji Motokawa, Mohamed Momamedi, Toshiyuki Momma, Shuichi Shoji, Tetsuya Osaka, "MEMS-based design and fabrication of a new concept micro direct methanol fuel cell", Electrochemistry Communications 6 (2004) 562-565

## 論文

## 自光型避難誘導標識の設計・試作

小林丈士<sup>\*1)</sup> 五十嵐美穂子<sup>\*1)</sup> 宮島良一<sup>\*2)</sup>

## A design and trial production of a self-lighting type refuge guidance sign

Takeshi Kobayashi<sup>\*1)</sup>, Mihoko Igarashi<sup>\*1)</sup>, Ryouichi Miyajima<sup>\*2)</sup>

A refuge guidance sign guides disaster victims at the time of the disaster, and wherever they may be they can necessarily take refuge quickly and exactly by seeing the sign.

However, many of the present refuge guidance signs do not emit light, there are many that emit light with an external power supply, and when the power supply is interrupted by disaster at night, they cannot function as a refuge guidance sign. Furthermore, although there is also a system using EL, there is a problem with the brightness of the EL, its lifetime, etc. Then, an experimental refuge guidance sign was made using LEDs, it had an independent power supply by solar cells and further with a battery. An experimental system which can emit light was designed which had a power supply which became independent even if it faced an earthquake at night. In addition, "LED lighting circuit for AC" (patent 3122870) is used for the LED panel. Hereafter, the contents are reported.

キーワード：避難誘導標識，LED

Keywords：Refuge guidance sign,LED

## 1. はじめに

避難誘導標識は災害発生時に被災者を誘導するもので、誰がどこにいてもその標識を見ることによって迅速・的確に避難できる必要がある。現在の避難誘導標識の多くは非発光もしくは外部電源で発光するものが多く、夜間の災害により、電源が遮断された場合、避難誘導標識として機能できない。さらに、ELを用いたシステムもあるが、ELの明るさ、寿命等に問題がある。そこで、LEDを用いて避難誘導標識を試作し、さらに太陽電池と蓄電池による独立電源を備え、夜間の地震に際しても独立した電源により、発光可能なシステムを設計・試作した。LEDパネルには「交流用LED点灯回路」(特許第3122870号)を用いている。以下、その内容について報告する。なお、この研究は産学公連携研究(委託研究)にて行なったものである。

## 2. 実験と結果

2.1 現状のパネルの評価 現在すでに設置を行なっているELパネルについて評価を行なった。その写真を図1に示す。(a)は避難誘導標識で、(b)はELパネルを点灯するための電源である。ELパネルは、4枚で、表裏各2枚で構成されている。

また、EL1枚当たりの電気的な特性を測定した結果、360Vp-p, 125Vrms, 700Hzであった。



図1 EL光源の避難誘導標識と電源

次に光学的な測定を行った。その結果、図1の「矢印」の白の部分は  $94\text{cd/m}^2$ 、人の緑の部分は  $10\text{cd/m}^2$ であった。以上の評価結果等から次の点が問題点として挙げられた。

<問題点>

ELの寿命 (通常：～3年程度)

ELを用いているため、電圧100V以上、周波数500Hz以上の専用電源が必要。

暗い。輝度：緑  $10\text{cd/m}^2$ 、白  $94\text{cd/m}^2$  (ELの特性)

これらの問題点を解決するために、今回、LEDを用いて試作を行なうこととした。ただしELと比べ消費電力が増えることが予想されたが、LEDを使った場合のメリットとしては次の点が考えられる。

寿命 LED：定格以内で使用していれば十年以上。

電源の小型化可能。

ELに比較し高輝度が可能。

<sup>\*1)</sup> 研究開発部第一部 エレクトロニクスグループ

<sup>\*2)</sup> 事業化支援部 製品化支援室

2.2 LED パネルの概要 EL パネルの測定結果及び委託元との協議の結果、LED パネルの発光部表示面輝度は、100cd/m<sup>2</sup>程度と決定した。

そこで、LED点灯方式について検討を行なった。直流点灯においては、抵抗器を用いる方式であると、個々に安定した点灯を実現できる。しかし、消費電力は多く、さらに2cm幅に10本以上の並列配線が必要となり、LED基板の配線が複雑となる。また、昇圧回路を用いた場合は、配線を少なくすることも可能であるが、高い電圧まで引き上げることのできるICや装置で、小型、安価なものが無かった。交流点灯方式では、DC-ACコンバータの変換効率による消費電力のロスがあるが、特許の回路を使用することで、LED基板の小型化が可能である。そこで、今回は交流点灯方式を採用し設計・試作することとした。

2.3 システムの概要 図2にシステム全体について示す。また、目標とする仕様を満たすためのシステムの概要について検討を行なった。

- 消費電力 概算 250Wh (20Ah)
  - 鉛蓄電池 20Ah 以上。
  - 太陽電池・4hで満充電させるためには、  
250Wh÷4h÷0.9=70W 以上。
  - ・8hで満充電させるためには、  
250Wh÷8h÷0.9=39W 以上
- (ただし、効率を0.9と仮定)



図2 避難誘導標識全体図

2.4 LED パネルの試作

(1) 点灯回路とLEDを用いた基礎実験

これまでの実験結果をもとに、採用するLEDの検討を行い、5Φ 砲弾型と決定した。次に、回路定数の検討・実験を行なった。回路定数と関連するのは以下の点である。

- 輝度を実現するための点灯波形
- 基礎データ波形の確認
- LED直列接続個数の最大数の確認
- 消費電力の確認

採用した回路は、LEDを点灯させるには直列で接続する個数が多いほど有利であるが、LEDの個数が多くなると点灯時間が短くなる特徴を有している。実験の結果から、R1、R3の定数を決め、LED個数は発熱テストから最大26~30個、消費電力の測定では、LED200個 8回路 約30Wであった。

(2) LED パネルの試作と評価

次に(1)の結果を元に、避難誘導標識板及び協賛板のLED数、点灯回路数等を決定し、第1次試作を行なった。さらに、電気的な評価及び光学的な評価を行なった。その結果、全体の消費電力が多く、避難誘導標識板は目標とする明るさの2倍以上得られた。そこで、導光板の工夫を行い、LEDの配置を両側から片側のみの照射へ変更し最終的な試作を行なった。その電気的特性を表1に示す。

表1 電気的特性

	LED数	点灯回路数	電流	消費電力
	個	個	Ap-p	W
避難誘導標識板	60	2	0.14	7.1
協賛板	76	3	0.22	11.6
合計	136	5	0.34	18.5

次に、光学的評価を行なった。避難誘導標識板及び協賛板について各4個ずつ測定を行った。その結果、全てのパネルで平均100cd/m<sup>2</sup>以上であった。測定結果の内、ばらつきが一番多いものを図3、4に示す。

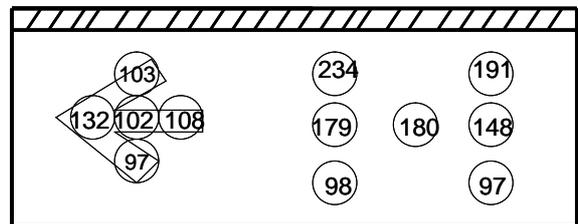


図3 避難誘導標識板の測定結果

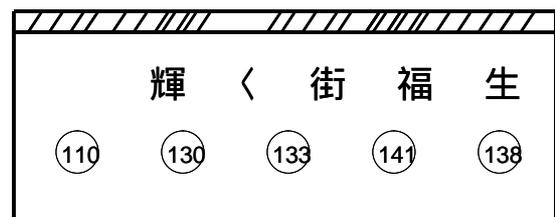


図4 協賛板の測定結果

2.5 システム全体の設計・試作 LED パネルの試作・評価を行い，委託元と検討した結果，以下の仕様とすることとし，システムの概要を図5に示す。

主な仕様

- 輝度 100cd/m<sup>2</sup>以上。
- 点灯時間と間隔
- 夜間（明るさが一定値より下回ったとき）から
- 6時間点灯 0.5秒点灯5秒 or8秒消灯
- 6時間点灯後，12時間は再度点灯しない。
- 夜間，振動センサが動作すると，30分間
- 0.5秒点灯，5秒消灯を繰り返す。
- 避難誘導標識板のみ点灯

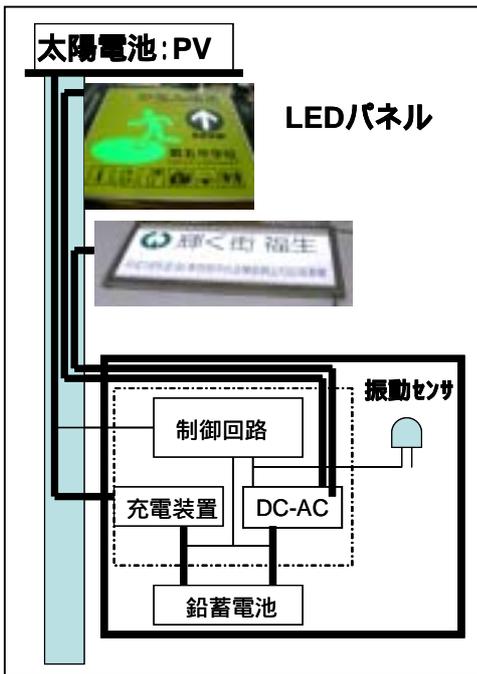


図5 システム概要

次にシステムに使用する装置について検討を行なった。

(1) 鉛蓄電池の検討

システムに使用する鉛蓄電池について検討を行なった。車載用等の安価な鉛蓄電池と密閉型の鉛蓄電池を充放電させ特性を比較した。その結果，車載用の安価な鉛蓄電池の場合，一定以上の充放電（ディープサイクル）を繰り返すと特性劣化を生じることがわかった。そのため，ディープサイクルに対応可能な密閉型鉛蓄電池(22Ah)を採用した。

(2)太陽電池の検討

2.3 で計算した結果では，4時間で満充電させるためには，70W以上が必要であり，また，8hで満充電させるためには，39W以上必要である。しかしながら，委託元との打ち合わせの結果，39Wでも大きさが535×666×35mm，重さが4.3kgとなり，ポールに設置するのは大きすぎるのではないかとのことから，今回は，383×449×25mm 18W（max1A）とした。ただし，満充電するためには，22Ah÷1A=22時間が必要である。

(3)充放電回路の検討

太陽電池から蓄電池へ充電するためのコントローラ（制御装置）については，今回は設計・試作するのではなくすでに市販されているものを組み込むこととした。確認のため，コントローラを用いて充電特性を測定し，必要な性能が得られたので採用した。

(4)DC-ACインバータ回路の検討

DC-ACインバータ回路についても充放電回路同様に市販されているものを組み込むこととした。市販されている装置のうち比較的入手しやすい3種類の装置について出力波形の測定を行った。その結果3種類中2種類は，方形波に近い波形となっており，今回のシステムには不向きなため，残る一つの正弦波波形に近い波形を出力する装置を使用することとした。そこで，鉛蓄電池，LED点灯回路，LED及びDC-ACインバータ装置を用いて放電実験を行なった。実験では，LED229個，点灯回路8回路を用いており，LEDを連続点灯させた。その結果，この条件であれば，4.5時間連続点灯可能であり，全ての装置を5秒に0.5秒動作させれば5倍の時間点灯が可能と思われる，4.5時間×5=22.5時間点灯できる。

(5)制御装置の設計・試作

(1)から(4)まで報告した装置を制御するための，ハードウェアを設計した。その概要を図6に示す。

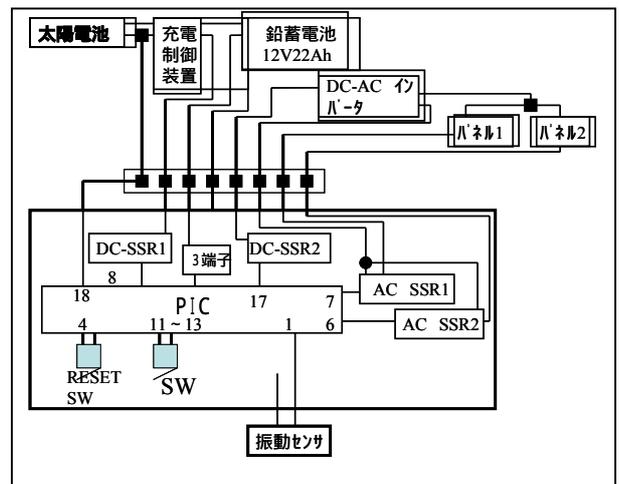


図6 制御装置のハードウェア概要

太線で囲ってあるところが，今回試作した制御基板である。CPUを用いて，太陽電池の電圧，振動センサからの入力信号をもとに，充放電制御回路，DC-ACインバータ，避難誘導標識板及び協賛板を制御している。

また制御の条件は，

日没後6時間点灯

5秒 or8秒間点灯 0.5秒間点灯

- ・日没は，太陽電池からの入力が5分間（1分間隔のサンプリング）5V以下の時。
- ・日没判定後，太陽電池からの入力が5分間（1分間隔のサンプリング）5V以上の時。

点灯停止（係数のリセット）

・6h 点灯後，12 時間は再度点灯しない。

振動センサからの出力があった場合

- a) 昼間 振動が起きてても 不点灯
- b) 夜間 点灯中 5 秒 0.5 秒点灯 強制 30 分点灯  
通常動作
- c) 夜間，不点灯 強制 30 分点灯 通常動作

さらに，制御用ソフトウェアの全体の流れ図を図 7 に示す。  
今回のソフトウェアでは，時間を正確に刻むのではなく，太陽電池からの出力電圧で昼・夜の区別をしている。

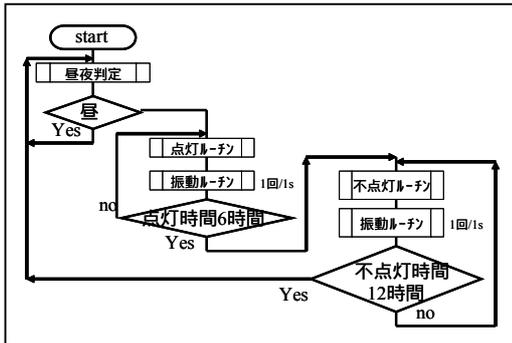


図 7 制御用ソフトウェアの全体の流れ図

なお，夜 6 時間点灯後，12 時間は再度点灯しない設定とし，振動センサ動作時は 30 分 ON である。

また，設置時に動作を確認できるようにするため，鉛電池が接続されると動作をするソフトウェアを追加した。

さらに，動作確認及びデモストレーションが可能なテストプログラムも作成した。

(6) システム全体の評価

システムを組み合わせ評価を行なった。システム全体の評価時のデータを図 8 に示す。

この実験は，太陽電池に太陽が当たらないように設定することで，6 時間点灯，12 時間消灯を繰り返し行なったものである。図から，満充電であれば，5 日間点灯することが確認できる。

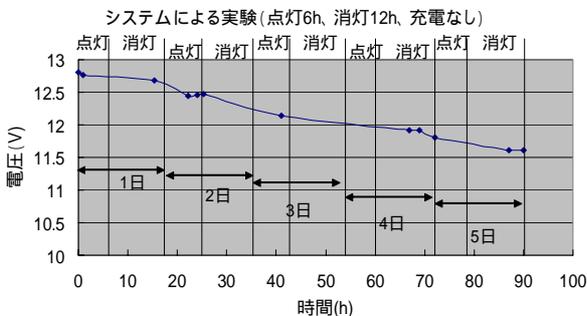


図 8 試作システムによる実験結果  
(太陽電池不日照：点灯 6h，消灯 12h)

3. まとめ

本研究では，まず EL パネルの評価を行ない，問題点を把握し，LED パネルの仕様を検討した。

その後，LED パネルの第一次試作・評価を行なった。LED パネルは「交流用 LED 点灯回路」(特許第 3122870 号)を用いて試作を行ない，評価した。その結果，当初予定していた両方向からの照射で無く，片側からの照射で目的とする明るさを達成することが確認でき，最終試作・評価を行なった。その結果，LED パネルでは，当初 46W の消費電力であったものを，18.5W まで低下させることができた。

また，この設計・試作では，できるだけ省電力化を目指し，太陽電池及び鉛蓄電池を小さくする努力をした。

さらに，太陽電池，蓄電池等を組み合わせたシステムを設計試作し，評価を行なった。当初予定していた太陽電池より設置等の条件及び LED パネルの省電力化が実現したことから小型化できた。しかし，充電量が不足する可能性があり，蓄電池がある一定電圧以下となった場合，協賛板を点灯しない設定を組み込むことで，消費電力を減らす工夫をした。

また，当初設計していた値より充放電制御装置が，夜間蓄電池から電流(数十 mA)を消費することがわかった。今後は，充放電制御装置の消費電力を少しでも抑える工夫が必要と思われる。

DC-AC コンバータについても当初検討していた消費電力より，待機時の消費電力が大きい。そこで，入力に DC-SSR を用いて，消費電力を減らす工夫を取り入れ，点灯している 6 時間，及び振動センサが動作したときのみ，動作する回路とした。これにより，昼の消費電力は抑えることができた。なお，夜間 6 時間は 8 秒間消灯に 0.5 秒間点灯を繰り返しているが，この 8 秒間については，電源を切断していない。

今後は更に消費電力を減らす工夫が必要と考えられ，フィールドテストの結果から再度システムを見直す必要があると思われる。

(平成 19 年 6 月 29 日受付，平成 19 年 8 月 7 日再受付)

文 献

- (1) ミネベア株式会社：「下向きプリズムシートを用いた高効率 LED バックライトの開発」，信学技報，EID2004-36(2005-01)
- (2) ミネベア株式会社：「LED バックライト輝度ムラ改善効果」，信学技報，EID2004-36(2005-01)
- (3) 多摩電気工業：「バックライトの最適設計化と効率向上」，電子材料，(1995 年 12 月)
- (4) 上野武司，宮島良一，吉田裕道，佐藤正利：「交流 LED 点灯回路」，特許第 3122870 号(2000)
- (5) 上野武司，宮島良一，吉田裕道，佐藤正利：電気学会 論文誌 C，115 巻 1 号(1995)，166,65
- (6) 五十嵐美穂子，小林丈士，宮島良一，吉田正雄，窪田栄二，高田亜由美：「LED を用いた大型電飾ボードの開発」，東京都立産業技術研究センター 研究発表会要旨集平成 18 年 6 月 30 日

## 論文

## 照明用 LED モジュールの光学特性測定システムの開発

岩永 敏秀\* 山本 哲雄\* 中村広隆\*

## Development of a measuring system of the photometry of LED modules

Toshihide Iwanaga\* , Tetsuo Yamamoto\* , Hirotaka Nakamura\*

We have developed the measuring system of the photometric quantities (illuminance, luminous intensity distribution and total luminous flux) of LED modules for lighting. This system is mainly composed at the photometer-bench, the light source mounting unit and the photometer unit. The photometric quantities can be measured automatically using the control system of the motorized linear stages (0.6-5 m) and the rotation stages (  $\pm 120$  degrees from the vertical,  $\pm 180$  degrees of horizontal-angle). The color correction factor can be measured by combining the spectrophotometer with the photometer when measuring colored LEDs.

We have developed a method that reduces the angle error when setting up an LED module. As a result, the photometric precision was improved by this system. Also, the appropriate measured distances have been obtained by verifying the error from the inverse-square law which causes large errors when measuring luminous intensity.

The uncertainty of the illuminance measurement was estimated across the system. As a result, the combined standard uncertainty was about 2% to the LED module with strong directivity and was about 1% to the LED module with weak directivity. Therefore, sufficient measurement reliability has been obtained across the system.

キーワード：光度，配光，全光束

Keywords : luminous intensity, luminous intensity distribution, total luminous flux

## 1. はじめに

近年，LED の小型，集積化可能な特長を生かした様々な構造・形状の LED モジュール(LED, 点灯回路, 光学部品などを組み合わせたもの)製品の開発が活発化している。LED の効率向上，演色性の改善，低価格化等にはめざましいものがあり，次世代の照明用光源として大いに期待されている。一方，照明用光源として用いられるためには，照度・光度・配光・全光束などの光学特性を正確に把握することが必要不可欠である。一般的には，これらの光学特性は電球や放電灯など従来光源用のシステムで測定が行われている。LED 素子(単体)については，従来光源にない測光上の問題点を考慮した規格・技術報告<sup>(1)(2)</sup>が発行され，それに沿った測定が行われている。当センターでも，LED 素子を測定するためのシステム開発を行い，依頼試験等に対応してきた<sup>(3)(4)</sup>。しかし，LED モジュールについては，従来光源用または LED 素子用の測定システムでは測定誤差が大きくなるなどの不具合が多い。そこで今回，LED モジュールの光学特性を測定する際に問題となる誤差要因について検討し，測定精度を向上させたシステムの開発を行ったので報告する。

## 2. 開発したシステムの概要

2.1 システムの構成と仕様 今回開発した測定システムの構成を図1に示す。システムは，電球測定用の測光ベンチ上に構築した。本測光ベンチは，リニアモータにより，受光器を設置したステージを駆動させることで 0.6m ~ 5m までの測光距離について， $\pm 0.1$ mm 以内の繰り返し精度で測光距離を設定することができる。LED モジュール設置部

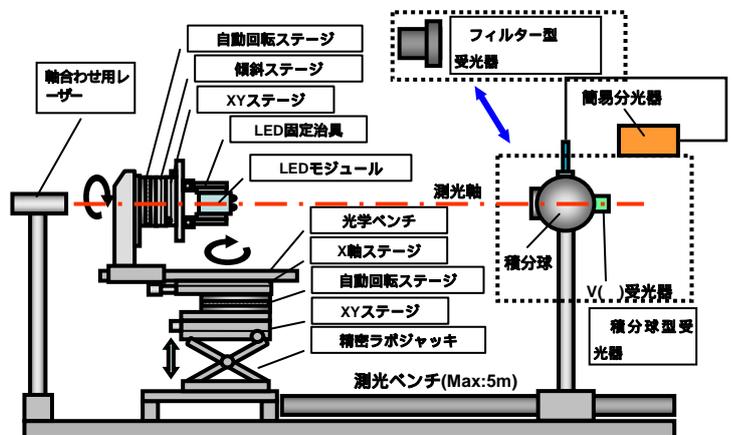


図1. 開発したシステムの概要

\*光音グループ

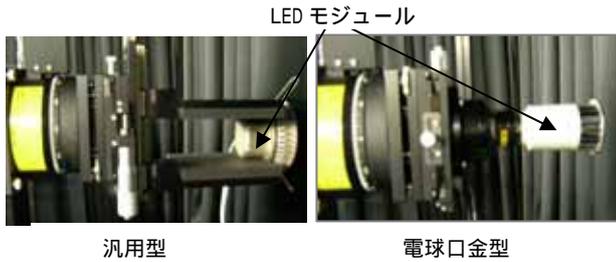


図2.測定 LED モジュール固定治具

は、各種ステージ類およびモジュール固定治具で構成されている。2 台の直交する自動回転ステージにより鉛直角 ± 120°、水平角 ± 180° の範囲内の配光測定を行うことが可能である。モジュール固定治具は、汎用型および電球口金型の 2 種類を用意し、100mm × 100mm 程度までの大きさの様々な形状のモジュールを設置することができる(図 2 参照)。受光器部は、フィルター型( )受光器、積分球型 V( )受光器および照度計を切り替えて設置できる構造となっている。また、光ファイバー導入式の簡易分光器(マルチチャンネル分光器)を並置することができ、有色 LED を測定する際に特に問題となる色彩誤差を補正することができる。

測光距離の設定、配光測定および全光束算出は、パーソナルコンピュータ上の専用ソフトウェアにより自動で行うことができる。

2.2 光学特性の測定方法

照度は、所望の測光距離に被測定 LED モジュール(以下、被測定モジュール)および照度計または V( )受光器を設置し、照度値を読み取る。V( )受光器については、光度標準電球を用いて予め照度応答度(V/lx)の校正を行っておく。光度は、光度標準電球との比較測定により(1)式から算出する<sup>(5)</sup>。ここで、 $I_t, I_s$  はそれぞれ被測定モジュール、標準電球の光度(cd)、 $K$  は色補正係数、 $r_t, r_s$  はそれぞれ被測定モジュール、標準電球を点灯したときの受光器の読み、 $d_t, d_s$  はそれぞれ被測定モジュールおよび標準電球の測光距離である。

$$I_t = K \cdot I_s \cdot \frac{r_t \cdot d_t^2}{r_s \cdot d_s^2} \dots\dots\dots (1)$$

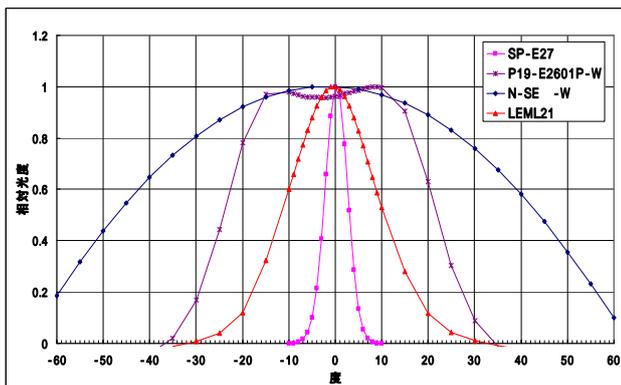


図3.配光特性の測定例

色補正係数は、光度標準電球および被測定モジュールの分光分布と受光器の分光応答度から算出する。配光特性は、2 軸の自動回転ステージを制御することにより鉛直角 ( ± 120° ), 水平角 ( ± 180° )内では求めることができる。全光束 (lm)は、配光特性の各方向の光度値を用いて球帯係数法により次式から求める<sup>(6)</sup>。

$$= \sum Z(\theta) \cdot I(\theta) \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 $Z(\theta)$  は球帯係数、 $I(\theta)$  は鉛直角  $\theta$  に被測定モジュールを設定したときの平均光度である。

配光特性の測定例を図 3 (サンプルは図 7 の一部) に示す。測定角度間隔は 5° 毎 (一部 1° 毎) である。

3. 誤差要因の検討と改善

3.1 異色測光誤差 照度や光度のような測光値  $F$  は、最大視感効率  $K_m$ 、被測定光源の相対分光分布  $P(\lambda)$  および人の眼の標準的な視感度を示す分光視感効率  $V(\lambda)$  から次式で定義される<sup>(7)</sup>。

$$F = K_m \int P(\lambda) \cdot V(\lambda) d\lambda \dots\dots\dots (3)$$

しかし、実際の測光においては、 $V(\lambda)$  に近似した分光応答度  $s(\lambda)$  を持つ受光器を用いて、次式から算出される。

$$F = K_m \int P(\lambda) \cdot s(\lambda) d\lambda \dots\dots\dots (4)$$

$s(\lambda)$  は  $V(\lambda)$  に近似しているが完全には一致していないため、そのずれによる誤差が生じる。被測定光源が白色の場合このずれによる測光誤差は大きくない。しかし、有色(特に青や赤)の場合測光誤差が大きくなる。今回のシステムではこの誤差を低減するために  $V(\lambda)$  への一致度が高い受光器を使用している。また、分光器を組み合わせ、色補正係数を算出することにより、測光精度を大幅に向上させている。表 1 に従来の受光器と今回使用の受光器(フィルター型および積分球型)の測光誤差比較例を示す。

表 1.分光視感効率からの外れによる測光誤差の比較

	従来の受光器	今回使用の受光器	
		フィルター型	積分球型
$f_{1'}$	6.76	3.74	1.69
白色 LED	1.5%	0.5%	0.2%
青色 LED( $\lambda_p=465\text{nm}$ )	7.5%	2.3%	2.0%
赤色 LED( $\lambda_p=640\text{nm}$ )	3.0%	1.8%	1.5%

$f_{1'}$  は、分光視感効率  $V(\lambda)$  からの外れを示し、値が小さいほど一致度が高い。 $\lambda_p$  は LED のピーク波長を示す。

3.2 光源の設置角度再現性 LEDモジュールはLEDチップにレンズや反射板を組み合わせ、指向性を高めたものが多い。このような光源を測定する場合、測定システムの測光軸と光源の光軸がずれることによる測光誤差が大きくなる。従来システムでは、軸合わせを原点系およびレーザー光を使って行っている<sup>(8)</sup>が、今回システムでは測量器を使った手法を取り入れた(図4参照)。この手法による測光精度の向上を確認するために特に指向性が強いLEDモジュールについて次の実験を行った。被測定モジュールを従来法(原点系合わせ)と今回の手法(測量器合わせ)のそれぞれで軸合わせをした後、測光軸の周りに被測定モジュール(指向角 $2_{1/2}=4^\circ$ )を回転させたときの照度変動を記録した。結果を図5に示す。軸ずれが小さいほど回転による照度変動も小さくなると考えられる。図5に示す回転による照度変動を標準偏差で表すと今回の手法( $\sigma=2.1\%$ )は従来法( $\sigma=9.6\%$ )に比べて軸ずれが大きく抑えられていることが分かる。

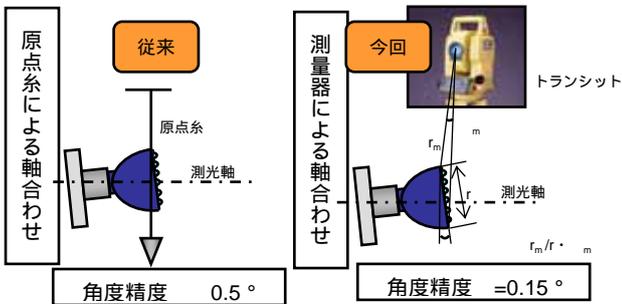


図4. 軸合わせ手法の比較

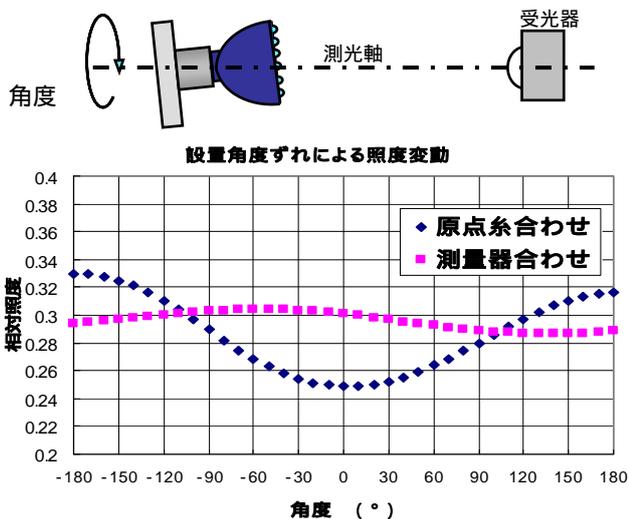


図5. 軸合わせ手法の違いによる測光誤差の比較

3.3 距離の逆二乗則からの外れ誤差 光度は、(1)式から求められるが、この式は(5)式に示す照度に関する距離の逆二乗則(以下、逆二乗則)が成立することが前提となっている。

$$I = E \cdot r^2 \dots\dots\dots(5)$$

ここで、Iは光源の光度(cd)、Eは光源の照度(lx)、rは測光距離(m)である。逆二乗則は、厳密には均等点光源についてのみ成立する法則である。均等点光源以外の光源については、光源の大きさや指向性による受光面の照度変動などを原因とする逆二乗則からの外れが生じる(図6参照)。このような場合でも測光距離を十分にとることにより近似的に逆二乗則が成立することが知られている。例えば、直管型の蛍光ランプでは、管長の10倍以上の測光距離をとれば誤差を0.5%以内に抑えることができる<sup>(9)</sup>。市販されているLEDモジュール製品は様々な大きさ、指向性を持っている

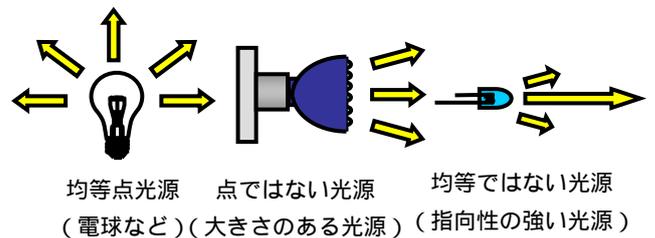


図6. (非)均等点光源の説明



図7. 距離の逆二乗則を評価したLEDモジュール

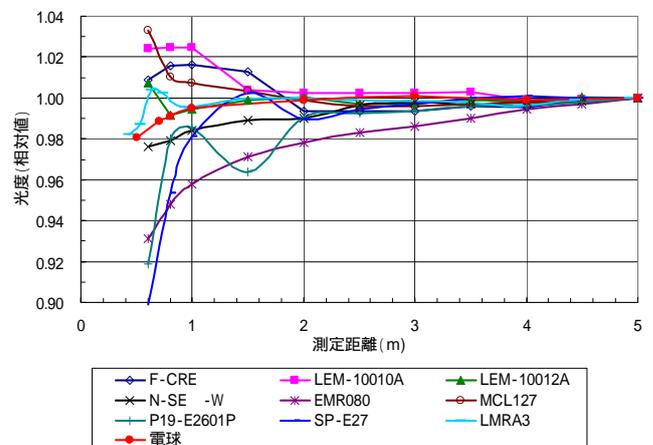


図8. 距離の逆二乗則の検証結果

ため、どの程度の測光距離をとれば逆二乗則が成立するの  
かを実験で求めた。実験に用いた LED モジュールは、図 7  
の通りである。受光器は、照度計（一般型 AA 級、受光径  
=23mm）を用いた。実験は 0.6m～5m まで測光距離を変えな  
がら照度を測定し、(5)式によって光源の光度を算出した。  
実験結果（図 8）から明らかなように測光距離が長くなる  
に従って光度は一定値に収束する。収束の仕方は、被測定  
光源によって異なる。比較のために測定した電球について、  
逆二乗則からの外れが 1%以内となる距離は、1m 以上であ  
る。一方、LED モジュールでは、もっとも外れが大きい製  
品について、逆二乗則からの外れが 1%以内および 2%以内  
となる距離は、それぞれ 3.5m 以上および 2.5m 以上と求め  
られた。光度・配光・全光束測定では、本実験で求めた測  
光距離以上で測定を行う必要がある。

#### 4. 開発したシステムの評価

4.1 評価方法 本システムの評価は、照度測定につい  
ての主要な不確かさを算出することで行った。不確かさ要  
因としては、受光器の校正、受光器の安定性・直線性、光  
源の設置角度再現性、測光距離再現性、色補正係数の不確  
かさなどが挙げられる。受光器は、フィルター型 V( )受光  
器について評価した。光源の設置角度再現性については、  
指向性の非常に強いモジュール（指向角  $2_{1/2} = 4^\circ$ ）と指  
向性が弱いモジュール（指向角  $2_{1/2} = 50^\circ$ ）について評価  
した。色補正係数は、白色（青色 LED+黄色蛍光体）、青色  
（ピーク波長 465nm）、赤色（ピーク波長 640nm）の 3 種類  
の LED について評価した。また、光源(被測定モジュール)  
の点灯安定性・温度依存性などは光源によって様々である  
ので今回は考慮に入れていない。

4.2 評価結果と考察 不確かさの評価結果を表 2 に  
示す。その結果、まず受光器校正（標準不確かさ  $u=0.67\%$ ）、  
受光器の直線性( $u=0.46\%$ )が比較的大きな不確かさ要因であ  
った。受光器校正は光度標準電球を用いて行うが、その不  
確かさ( $u=0.5\%$ )が校正不確かさのほとんどを占めている。指  
向性の強い LED モジュールでは、設置角度再現性( $u=1.83\%$ )  
が最も値の大きな不確かさ要因となっている。また、青色  
LED、赤色 LED では色補正係数の不確かさ（それぞれ  
 $u=0.7\%, 0.37\%$ ）もかなり大きな不確かさ要因となっている。

合成標準不確かさを見ると、指向性の非常に強い LED モ  
ジュールについても 2.5%以下であり、実用上十分なレベル  
の不確かさに抑えられているといえる。

#### 5. まとめ

LED モジュールの光学特性測定システムの開発を行っ  
た。本システムは、0.6m～5m までの測光距離で照度・光度・  
配光・全光束測定を行うことができる。専用治具を用意す  
ることにより、様々な形状・大きさ（100mm×100mm まで）  
の LED モジュールに対応することができる。開発に当たり、  
LED モジュールを測定する際に大きな誤差要因となる色彩

表 2.照度測定の相対不確かさ（ $k=1,\%$ ）

	白色 LED	青色 LED	赤色 LED
受光器の校正	0.67		
受光器の直線性	0.46		
迷光	0.08		
測光距離(5m)	0.07		
光源の設置角度再現性	1.83(0.05)		
色補正係数	0.06	0.70	0.37
合成標準不確かさ	2.04(0.90)	2.20(1.21)	2.08(0.98)

主要要因を示す。( ) 内の値は、指向性が弱い LED モジュール  
の結果を示す。被測定 LED モジュールの安定性、温度依存性な  
どは考慮されていない。

誤差、設置角度再現性、距離の逆二乗則からの外れについ  
て検討を行い、測光精度を向上させた。システムの評価を  
行った結果、実用上十分なレベルの測定信頼性が確保でき  
た。本システムは、照明用 LED モジュールに加えて、車載  
用（LED）光源、各種表示用(LED)光源などにも応用可能な  
システムとなっている。

今後は、被測定 LED モジュールの点灯安定性、温度依存  
性要因の不確かさ評価、球形光束計による全光束値との比  
較・検討を行い、依頼試験等に対応していく。

（平成 19 年 6 月 29 日受付，平成 19 年 8 月 17 日再受付）

#### 文 献

- (1) CIE127: "Measurement of LEDs" (2007)
- (2) JIS C8152: 「照明用白色発光ダイオード(LED)の測光方法」(2007)
- (3) 岩永敏秀, 山本哲雄, 中村広隆: 「都産技研における LED 光度・  
配光・全光束測定システムの開発」, 平成 18 年度照明学会全国  
大会講演論文集, pp.223 (2006)
- (4) 岩永敏秀, 山本哲雄, 中村広隆: 「LED 光学特性測定システム  
の開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, 第 1 号  
pp.102-103 (2006)
- (5) JIS C7613: 「測光標準用電球の測光方法」, pp.3 (1985)
- (6) JIEC-003: 「配光測定の学会技術基準」, pp.21 (1993)
- (7) (社) 照明学会編: 「光の計測マニュアル」, pp.10 (1990)
- (8) JIS C7613: 「測光標準用電球の測光方法」, pp.解 3 (1985)
- (9) JIEC-003: 「配光測定の学会技術基準」, pp.70 (1993)

## 論文

## 骨伝導技術を利用した耳鼻科診療椅子の開発

石橋 睦美<sup>\*1)</sup> 神田 浩一<sup>\*1)</sup> 小林 丈士<sup>\*2)</sup> 三上 和正<sup>\*2)</sup> 宇田川 好隆<sup>\*3)</sup>

## Development of the medical chair in otolaryngology using bone conduction technique

Mutsumi Ishibashi<sup>\*1)</sup>, Koichi Kanda<sup>\*1)</sup>, Takeshi Kobayashi<sup>\*2)</sup>, Mikami Kazumasa<sup>\*2)</sup>, Yoshitaka Udagawa<sup>\*3)</sup>

In otolaryngological medical examinations, it is hard to have conversations with the patient because they have difficulty in hearing. In order to improve their intelligibility of conversations, a medical chair in otolaryngology using bone conduction techniques has been developed. The medical chair has the headrest cover with built-in piezoelectric bone vibrators which vibrate the back of the head and the mastoid of the patient. As it is not clear how human beings perceive the loudness of bone conducted sound in the vibration position of the back of the head, the loudness matching test between bone conducted sound and air conducted sound was carried out (Experiment I). Then, building the filter based on the result of Experiment I in the system, the word intelligibility was tested with the medical chair having the headrest cover with built-in piezoelectric bone vibrators (Experiment II). As a result, it has been found that the intelligibility is improved by the bone conduction technique.

キーワード：骨導音，ラウドネス，単語理解度

Keywords：bone conducted sound, Loudness, Word intelligibility

## 1. まえがき

耳鼻科診療では、聴覚障害により診察時の会話がしにくいことがあり、患者の個人情報了他の人にも聞こえるほどの大きな声でやりとりしなければいけないこともしばしば発生する。そこで、音声の聞き取りやすさを目的として、骨伝導技術を利用した耳鼻科診療椅子を開発した。

骨伝導技術は近年、多様な製品に利用されはじめている技術で<sup>(1)</sup>、外耳や鼓膜を通して知覚される気導音ではなく、頭蓋骨等の骨を直接振動させて知覚される骨導音を伝えるものである。鼓膜や中耳の骨等の伝送系の障害による難聴者に対する補聴システムとして用いられるほか、周囲の騒音が大きいところで、気導音を塞ぐことなく特定の音を聞き取る必要がある場合に有効な補聴手段となる。

骨導聴力に関する研究では、前頭部や乳様突起部を加振した場合の聴感特性（ラウドネス特性）について研究が行われている<sup>(2)-(3)</sup>。しかし、今回開発した耳鼻科診療椅子ではヘッドレスト部に埋め込んだ骨伝導スピーカにより後頭部を加振することから、本研究では後頭部におけるラウドネス特性を主観評価実験により検討した（実験Ⅰ）。さらに、実験Ⅰの結果に基づき周波数補正を施した骨伝導スピーカを用いて、実際の音声の聞き取りやすさについて単語理解度に関する主観評価実験を行った（実験Ⅱ）。

## 2. 骨伝導技術を利用した耳鼻科診療椅子の構成

耳鼻科診療椅子のヘッドレスト部に着脱可能なヘッドレストカバーを作製し、その中に骨伝導スピーカを埋め込んだ（図1参照）。骨伝導スピーカの種類として、電磁式、圧電式、超磁歪式などがあるが、今回はヘッドレストカバーに埋め込むため薄型の圧電式骨伝導スピーカ（NECトーン(株)製 KDS-M-01）<sup>(4)</sup>を採用した。圧電式スピーカの仕様を表1に、人工マストイドにより500gの加重をかけて測定したスピーカの振動加速度特性（1V入力）を図2に示す。

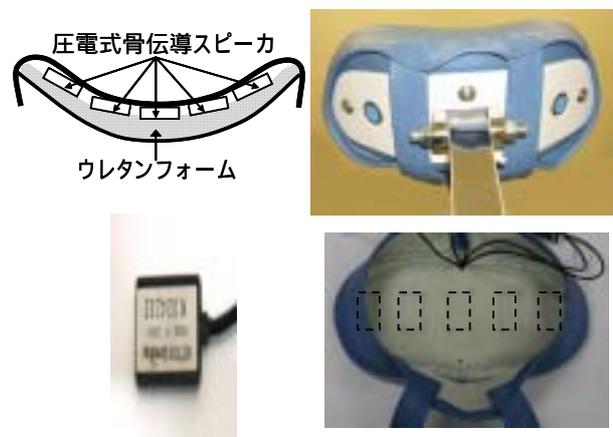


図1. ヘッドレストカバーの概要

左上：カバー断面図，右上：カバー装着時，  
左下：圧電式骨伝導スピーカ，右下：骨伝導スピーカ配置

<sup>\*1)</sup> 光音グループ

<sup>\*2)</sup> エレクトロニクスグループ

<sup>\*3)</sup> 有限会社京浜医科工業所

表 1. 骨伝導スピーカの仕様

寸法	32 × 16 × 2.5 mm
単体重量	3.7 g
電極間静電容量	1.2 μF
最大駆動電圧	30 Vpp (ノイズ信号)
動作環境	-20 ° ~ +80 °

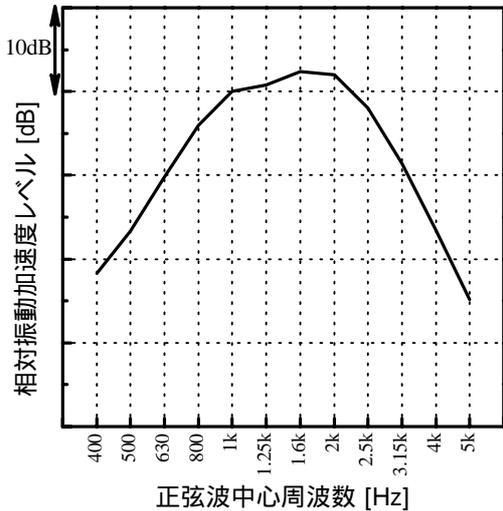


図 2. 骨伝導スピーカの振動加速度特性

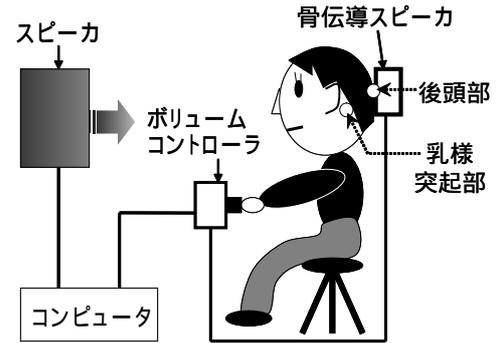


図 3. 自由音場等価ラウドネス計測用実験システム

3. 骨導音のラウドネス評価実験 (実験 1)

後頭部および乳様突起部における骨導音の聴覚感度特性を検討するため、スピーカから再生した音(気導音)と骨伝導スピーカから再生した音(骨導音)のラウドネスを比較して、自由音場等価ラウドネスを主観評価実験により計測した。

3.1 実験システム システムの概要を図 3 に示す。スピーカは被験者の前方 1.2m の位置に設置し、骨伝導スピーカはゴムバンドにより被験者の後頭部または乳様突起部に取り付けた。スピーカと骨伝導スピーカから交互に同一周波数の純音(2Hz で AM 変調した信号)を再生した。骨伝導スピーカのレベルはアンプのボリュームコントローラにより調節できるようにした。

3.2 実験方法 被験者は椅子に座り、スピーカからの音と同じ大きさ(ラウドネス)になるように骨伝導スピーカの音の大きさをボリュームコントローラにより調節する。1 回目は、骨伝導スピーカの音がスピーカからの音より十分小さい状態から始め、骨伝導スピーカのレベルを大きくしながら調節し、2 回目は逆に骨伝導スピーカからの音が十分大きい状態から始め、骨伝導スピーカのレベルを小さくしながら調節させた。数回の練習の後、本実験を行った。

3.3 実験条件 スピーカから再生される純音の音圧レベルの最大値を被験者の頭の位置(受聴位置)で 55dB とするよう設定した。被験者は聴力の正常な 20 歳代から 30 歳代の男女 20 名(男 11 名, 女 9 名)である。測定周波数は

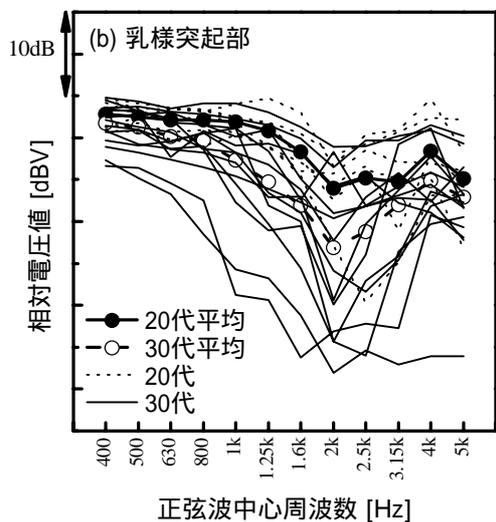
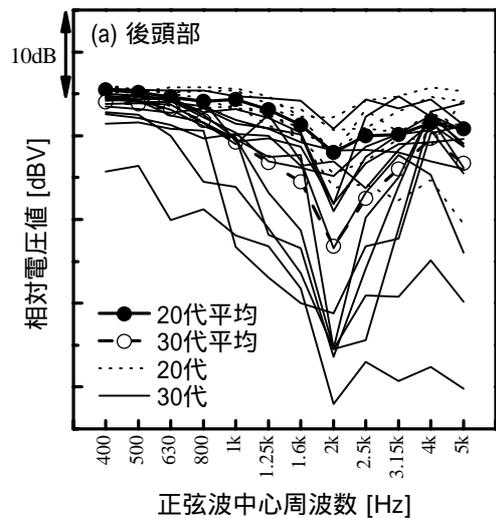


図 4. 自由音場等価ラウドネスの測定

400 Hz から 5 kHz までの 12 周波数とし、後頭部および乳様突起部の各加振位置において測定した。なお、骨導音再生時に反対側の耳のマスクングは行っていない。

3.4 実験結果 後頭部および乳様突起それぞれについて各被験者の測定結果と平均値を図 4 に示す。各被験者の結果のばらつきが大きく、20 歳代と 30 歳代での大きな差異は見られなかった。

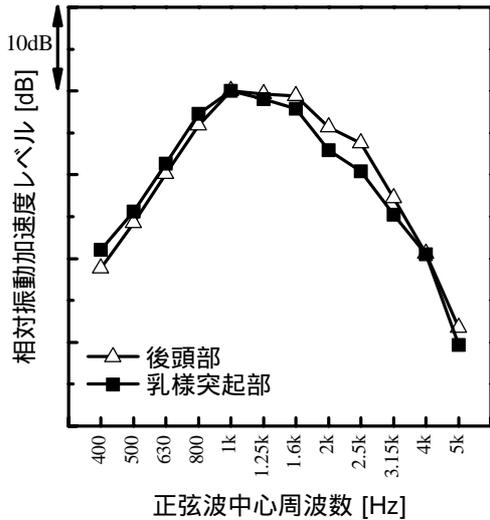


図5. 自由音場等価ラウドネスの測定 (振動加速度レベル換算値)

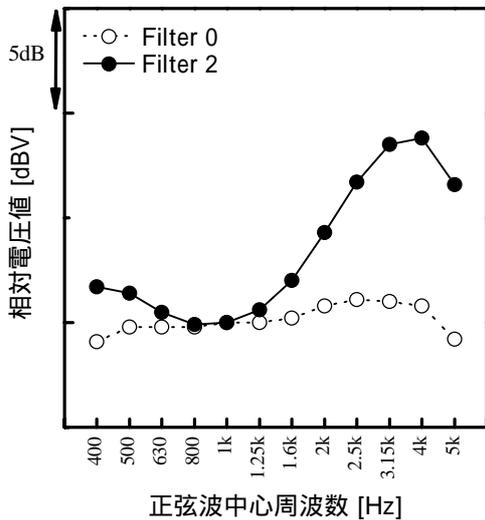


図6. 骨伝導スピーカ補正フィルター

骨伝導スピーカの振動加速度特性を考慮して、被験者全員の平均値をプロットしなおした結果を図5に示す。後頭部および乳様突起部での測定結果に大きな差異は見られなかった。低い周波数については、圧電式スピーカのため、被験者が骨伝導スピーカの音量を十分に上げることができない場合があり、今後再検討の余地があることが示唆された。

#### 4. 単語理解度試験 (実験II)

実験Iの結果をもとに、2 kHz から 4 kHz の電圧値を大きくするフィルターを2種類作製し (図6参照)、実験システムに組み込み、暗騒音下における音声の聞き取りやすさに関する単語理解度試験を行った<sup>(5)</sup>。

4.1 実験システム 実際の利用状態を再現した実験システムを構築した (図7参照)。被験者の正面 1.2m の位置に、話者の代わりとして音声再生用スピーカを設置し、音声を再生した。その音をマイクロフォンで收音し、フ

被験者がヘッドレスト部に頭を自然に当てると、ヘッドレストカバーに内蔵した骨伝導スピーカから、マイクロフォンで收音した音が骨導音として聞こえる。

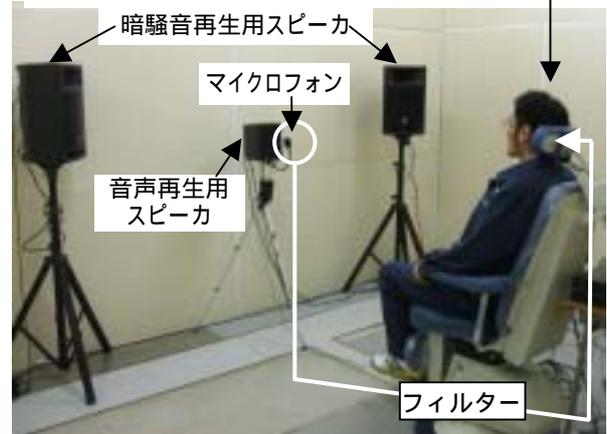


図7. 実験システムの概要および実験風景

ルター補正した骨伝導スピーカから再生した。周囲の騒音を模擬するため、被験者の斜め前方の左右にスピーカを設置し、一般的な環境騒音を模擬した定常雑音 (-6dB/oct. band) を受聴位置での騒音レベルが 45 dB となるよう再生した。音声および暗騒音はコンピュータから出力し、DA 変換器を通してスピーカから再生した。

4.2 実験方法 骨伝導スピーカ内蔵の耳鼻科診療椅子に座った被験者に、音声再生用スピーカから再生される四音節から成る一単語 (例えば「アイアイ」など) を2回聞いた後、聞こえてきた単語を口頭で回答させた。本試験で使用した単語は、親密度別単語理解度試験用音声データベース<sup>(6)</sup> (発売元: NTT アドバンステクノロジー株式会社) に収録されている、比較的親密度の高い単語リスト (親密度 5.5~4.0) から抜粋したもので、再生音は男性話者による音声を用いた。

4.3 実験条件 実験条件を表2に示す。条件Iは、音声再生用スピーカからのみ音を再生した場合で、音声の再生レベル (一単語の継続時間における等価騒音レベル) は受聴位置において 50dB とした。条件IIから条件IVでは音声再生用スピーカに骨伝導スピーカを付加している。骨伝導スピーカの配置として、条件IIおよび条件IIIでは中央と両端の3個とし、条件IVでは中央から等間隔に左右2個ずつの計4個配置している。

被験者は 50 歳代から 60 歳代の男女 7 名 (男 6 名, 女 1

表2. 実験条件 (各条件 50 単語)

	骨伝導スピーカ	骨伝導スピーカフィルター特性	骨伝導スピーカ配置
条件 I	なし	-	-
条件 II	あり	Filter 0	3 個
条件 III	あり	Filter 2	3 個
条件 IV	あり	Filter 0	4 個

名)である(一般被験者)。この被験者の中には4kHz以上の聴力の低下や、片側聴力低下を示す被験者も含まれる。

さらに少数ではあるが、参考として日常的に補聴器を使用している難聴者(補聴器使用の女性)2名に、補聴器を装着した状態で実験条件IとIVを行った。実験条件IIおよびIIIは予備実験の結果から省略した。

4.4 実験結果 50単語中、四音節すべてを正答した単語の割合を正答率として、各被験者及び各条件の結果を図8(一般被験者)、図9(補聴器使用者)に示す。

一般被験者の結果をみると(図8参照)、いずれの被験者も音声再生用スピーカのみの場合(条件I)に比べて、骨伝導スピーカを付加した場合に、正答率が増加する結果が得られた。この結果から、骨伝導スピーカによる補聴効果が示された。

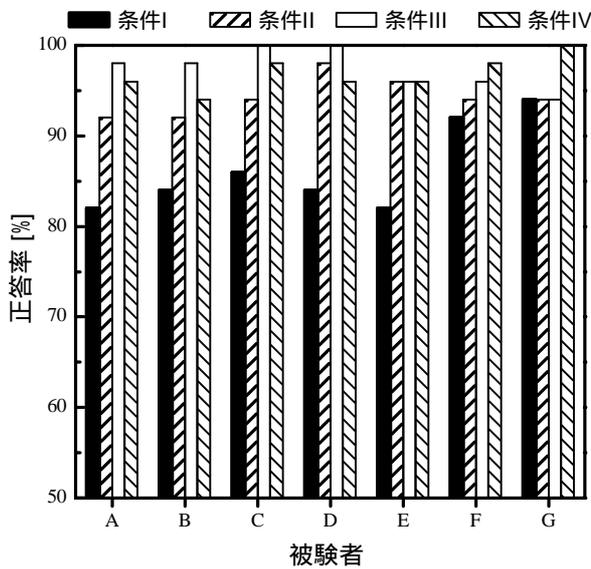


図8. 各条件における単語の正答率(一般被験者)

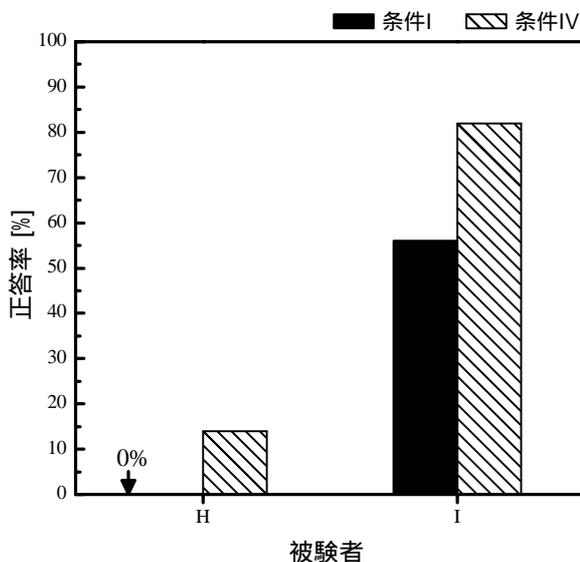


図9. 各条件における単語の正答率(補聴器使用者)

フィルター特性の違いについてみると、被験者AからCの3名は条件II(Filter 0)とIII(Filter 2)でわずかに差がみられ、正答率がFilter 2の場合に増加しているものの、他の4名については差が見られなかった。被験者A,BおよびCの3名は4kHz以上の聴力低下や片側聴力の低下を示す被験者に相当していることから、難聴者に対してフィルター特性の違いが聞き取りやすさに影響したと考えられる。

骨伝導スピーカの配置の違いについて見ると、被験者Gを除いて大きな差異は見られなかった。中央と両端2個の計3個の骨伝導スピーカで十分補聴効果が得られていると考えられる。

補聴器使用者の結果をみると(図9参照)、被験者Hの場合、骨伝導スピーカを付加しても正答率は低く、補聴効果が見られなかった。一方、被験者Iについては、骨伝導スピーカ4個を付加することにより、正答率が増加し、ある程度の補聴効果を示す結果となった。しかし、この場合も正答率は80%程度にとどまり、実用上さらに高い効果が得られるように検討する必要性が示唆された。

## 5. まとめ

耳鼻科診療時に医師の話を聞き取りやすくするための補聴システムとして、骨伝導スピーカ内蔵の耳鼻科診療椅子用ヘッドレストカバーを開発し、その補聴効果について検討した。後頭部および乳様突起部における骨導聴覚をラウドネス評価実験で計測した結果、両加振部位によるラウドネス感度特性に大きな差はなく、2kHzから4kHzの周波数帯域で電圧値を大きくする必要性が示された。これをもとにフィルターを作製し、ヘッドレストカバーに内蔵する骨伝導スピーカの補正をしたうえで、聞き取りやすさの評価実験を行った。その結果、骨伝導スピーカによる補聴効果が見られた。参考として行った補聴器使用の被験者に対しては、十分と言えるまでの補聴効果はみられなかった。

今後、補聴器を使用する必要がある伝音性難聴者に対してデータを蓄積し、有効な補聴効果が得られるように、骨伝導スピーカの配置等について検討していきたい。

(平成19年7月5日受付,平成19年7月12日再受付)

## 文 献

- (1) 永戸美樹:「歯科治療における骨伝導技術の有用性～骨伝導スピーカ内蔵ヘッドレスト(骨伝導枕)～」,日本医用歯科機器学会誌, Vol. 11, No. 2, pp. 40-42 (2005)
- (2) 山田義則, 門脇伸壽, 石渡裕政:「骨導音の聴感特性について」,日本音響学会講演論文集, pp.191-192 (1981)
- (3) 渡邊祐子, 鈴木良樹, 浜田靖夫:「骨伝導による音響信号生成に関する基礎検討」,日本音響学会講演論文集, pp.497-498 (2005)
- (4) 阿部善幸, 田村光男:「圧電式骨伝導スピーカの開発」, NEC TOKIN Technical Review, Vol.31, p.56-63 (2004)
- (5) 高橋明, 伊藤久祥, プリマ・オキ・ディッキ・A, 伊藤憲三:「環境騒音下における骨導聴取が音声明瞭度に及ぼす影響」,日本音響学会講演論文集, pp.529-530 (2005)
- (6) 坂本修一, 鈴木陽一, 天野成昭, 近藤久久:「親密度を統制した単語了解度に単語連想が及ぼす影響」,日本音響学会講演論文集, pp.405-406 (2005)

## 論文

## 分光応答度測定システムの開発(I)

中村 広隆\* 岩永 敏秀\* 山本 哲雄\* 中島 敏晴\*

## Development of a relative spectral responsivity measurement system (I)

Hirotaka Nakamura\*, Toshihide Iwanaga\*, Tetsuo Yamamoto\*, Toshiharu Nakajima\*

The spectral responsivity of a photodetector, that is, its sensitivity at each wavelength, is an important characteristic, essential in the accurate measurement of the emission spectrum of light sources. The precise measurement of the spectral responsivity and the maintenance of a spectral responsivity measurement system are important for the photometric characterization of light sources such as fluorescent lamps, incandescent lamps, LED's, and EL's. The spectral responsivity measurement techniques are equally useful in the photodetector assessment and in the evaluation of newly fabricated photodetectors. We propose a relative spectral responsivity measurement system for the spectral range from 250 nm to 2500 nm. In this study we report on the construction and the evaluation results of such a system working in the spectral range from 250 to 1150 nm.

キーワード：分光応答度，受光器，標準受光器

Keywords：spectral responsivity, photodetector, standard detector

## 1. はじめに

分光応答度とは，受光器の波長毎の感度特性を表し，光源の放射特性を正確に測定するために必要な受光器の特性である。LED，EL，蛍光灯，電球などの測光において正確な測定を行うために，分光応答度測定システムの整備が重要となっている。特に，近年の新光源開発による青色LED等の単色光源の測光において， $V(\lambda)$ 受光器を用いた測定では大きな誤差が生じやすい。これは，受光器の分光応答度が $V(\lambda)$ には完全には一致しておらず， $V(\lambda)$ からのずれがあるためである。そのため，比較的ずれが大きい波長帯域での測定では大きな誤差が生じる。このような誤差の補正を行うために受光器の分光応答度の校正が重要である。また，分光応答度測定技術<sup>(1)-(3)</sup>を確立することで，様々な受光器の評価や新しい受光器製作などへの技術応用が期待できる。本研究では，250～2500nmの相対分光応答度測定システムの開発を目的としている。今回，分光応答度測定システムの構築と250～1150nmでのSiフォトダイオードによるシステム評価および1150～2500nmでの相対分光応答度測定に使用する標準受光器として，焦電型センサーによる適合性評価の基礎検討を行った。また，サーモパイル，焦電型センサーによる900～2500nmでの応答出力測定を行い，1150～2500nmにおける相対分光応答度測定方法の基礎検討を行った結果について報告する。

## 2. 測定システムの概要と測定方法

## 2.1 測定システムの概要

分光応答度測定システムの構成を図1に示す。測定システムは大きく分けて，光源部，分光器，受光部，計測・制御部で構成される。分光応答度測定システムは，既設の分光測定システムに新たに分光応答度測定機能を追加する形で構築をした。本システムの測定波長範囲は250nm～2500nmである。

光源にはハロゲンランプ(150W，測定波長範囲：250～2500nm)と重水素ランプ(30W，測定波長範囲：200～400nm)を使用している。光源からの光は分光器(ダブルモノクロメータ)により各波長の単色光に分光されて受光器へ射出される。受光器に入射した各波長の放射エネルギーが電気信号として出力される。ダブルモノクロメータ方式にすることで迷光を非常に小さく抑えることができる。測定システムの仕様を表1に示す。

表1. 測定システムの仕様

分光器	プリズム-回折格子ダブルモノクロメータ
測定波長範囲	200～2500nm
波長分解能	0.2～24nm
波長精度	±0.2nm
迷光	0.01%以下(633nm)

\* 光音グループ

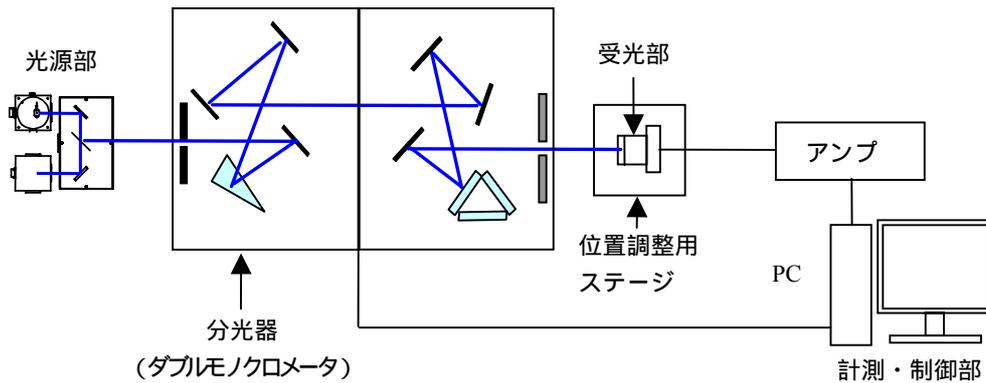


図1 測定システムの構成

2.2 相対分光応答度測定方法

構築した分光応答度測定システムの評価として、250～1150nmでのSiフォトダイオードおよび焦電型センサーの相対分光応答度測定を行った。測定に用いたSiフォトダイオードは浜松ホトニクス社製(S1337-1010BR, S1337-1010BQ, S2281, S2281-10),焦電型センサーはInfraTec社製(LIE-329)を使用した。測定方法として、まず値付けされた受光器をリファレンスとして測定を行う。次にサンプル受光器の測定を行い、値付けされた受光器との比較測定により次式から各受光器の相対分光応答度を算出した。

$$S_{\text{samp}}(\lambda) = S_{\text{ref}}(\lambda) \frac{D_{\text{samp}}(\lambda)}{D_{\text{sref}}(\lambda)} \quad (1)$$

ここで、 $S_{\text{samp}}(\lambda)$ はサンプルの相対分光応答度、 $S_{\text{ref}}(\lambda)$ は標準受光器の分光応答度、 $D_{\text{samp}}(\lambda)$ はサンプルの波長ごとの出力、 $D_{\text{sref}}(\lambda)$ は標準の波長ごとの出力である。各測定は、入射スリット幅:2mm, 出射スリット幅:1mm(可視域で約6nm相当)として測定を行った。

2.3 1150～2500nmにおける相対分光応答度測定方法の基礎検討

1150nm～2500nm における相対分光応答度測定での標準受光器として、波長依存性が少ない焦電型センサーまたはサーモパイルの使用を考えている。そこで、この2種類のセンサーを用いて1150nm～2500nmでの各波長におけるセンサーの応答出力の測定を行い、1150nm～2500nm における本測定システムの動作確認を行った。サーモパイルはタツモ株式会社(現在:SSC株式会社)MIR-1002S,焦電型センサーはInfraTec社製(LIE-329)を使用した。

3. 結果および考察

3.1 Siフォトダイオードの相対分光応答度測定結果

測定システムの測定値の妥当性と計測信号安定性の評価のためにS1337とS2281タイプのSiフォトダイオードを使用

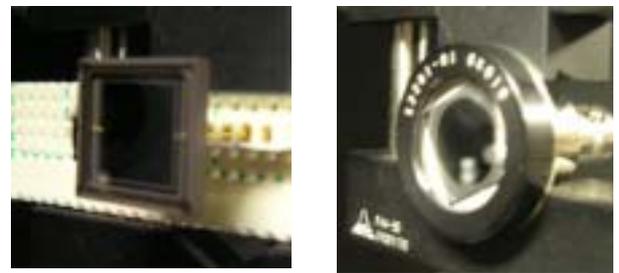


図2. Siフォトダイオード

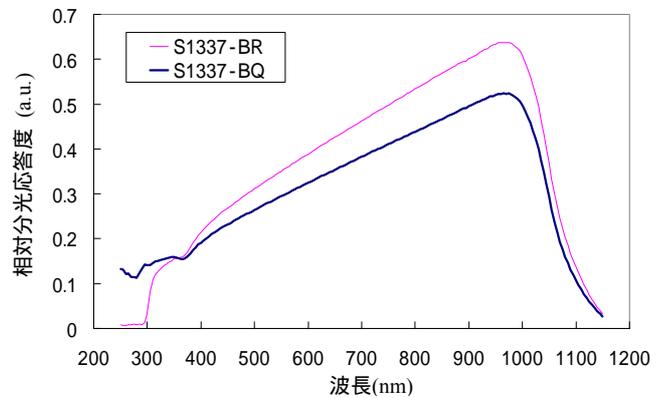


図3. Siフォトダイオード(S1337)の分光応答度

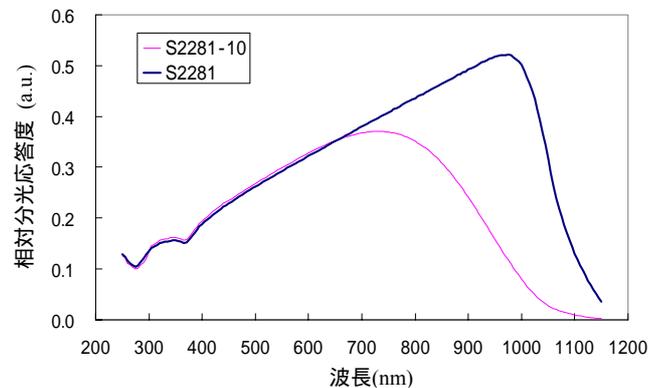


図4. Siフォトダイオード(S2281)の分光応答度

した。Si フォトダイオードの受光面の形状は各タイプで異なり，S1337では長方形(10mm×10mm)，S2281では円形(φ11.3mm)である(図2参照)。

図3はS1337-1010BR，S1337-1010BQ，図4はS2281，S2281-10の相対分光応答度の測定結果を示す。本測定システムによるS1337-1010BQの分光応答度測定結果とS1337-1010BQの値付けされた分光応答度を比較した結果ほぼ一致していることが確認できた。

Si フォトダイオードの測定結果により，S1337-1010BQの測定値の安定性は250nm～300nm：標準偏差1.5%以内，300nm～1150nm：標準偏差1.0%以内，S2281-10の測定値の安定性は250nm～350nm：標準偏差2.0%以内，350nm～1150nm：標準偏差1.0%以内の結果が得られた。S1337-1010BQ，S2281-10共に，250nm～300nmにおける測定値の安定性が300nm～1150nmより低い要因として，受光面に入射するビームスポット位置の僅かな位置ずれなどが考えられる。より安定した測定値が得るために，光学系の調整，受光器固定治具の改良を検討している。

### 3.2 焦電型センサーの分光応答度測定結果

本研究では，250～2500nmの相対分光応答度測定システムの開発を目的としており，250～1150nmでの分光応答度測定では校正されたSi フォトダイオードを標準受光器として使用する。しかし，1150～2500nmにおいて，校正された標準受光器の供給がなされていない。そこで，1150～2500nmにおける標準受光器として，各種受光器の適合性を評価して選定する必要がある。現在，1150～2500nmの標準受光器の特性として波長依存性が少ない受光器として，焦電型センサーとサーモパイルに着目し，標準受光器として適合性があるか評価を行っている。波長依存性がない(フラットな分光応答度特性)ことを利用した相対分光応答度の測定を考えている。

今回，本測定システムを使用し，焦電センサーの450～1150nmでの分光応答度測定を行った。測定では，窓材がある場合と窓材なしの場合の2種類の焦電センサーにおいて測定を行った。焦電センサー(窓材あり)の外観図を図5に示し，窓材はCaF<sub>2</sub>を用いている。

図6に焦電型センサーの測定結果を示す。焦電型センサーの窓材ありと窓材なしでは特性はほぼ同じことが確認できた。これは，窓材の透過率が250～1150nmにおいて波長依存性が少ない(フラットな波長特性)ためと考えられる。焦電型センサーの分光応答度のわずかな波長依存性はセンサー表面の反射率に波長依存性があるためと考えられる。今後は，センサー表面の分光反射率測定を行い，分光応答度の補正を行う。

### 3.3 1150～2500nmにおける相対分光応答度測定方法の基礎検討

分光応答度の波長依存性が少ないサーモパイルと焦電型センサーを用いた1150～2500nmにおける相対分光応答度

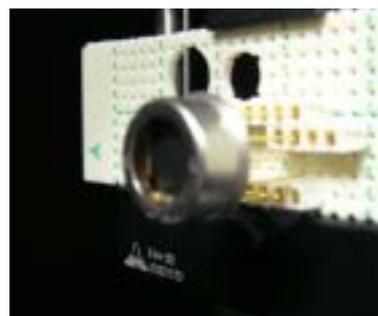


図5. 焦電センサー(窓材:CaF<sub>2</sub>)

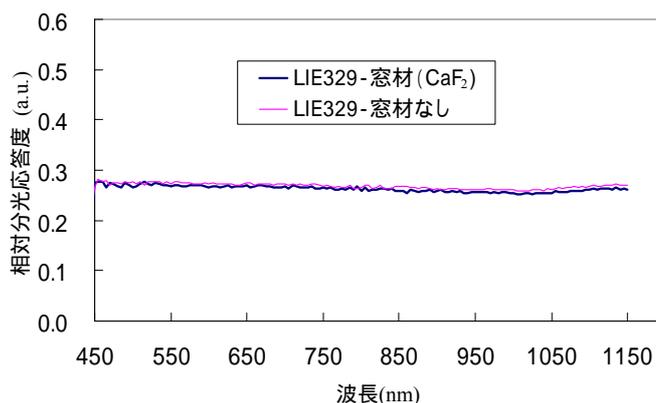


図6. 焦電センサーの分光応答度



図7. サーモパイル

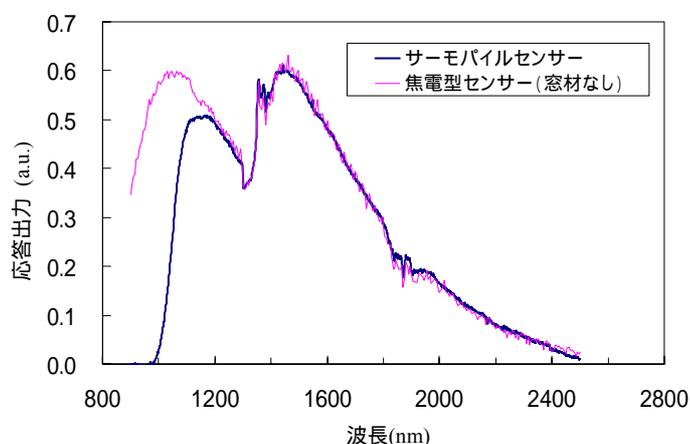


図8. サーモパイルの出力(光源:ハロゲンランプ)

測定の基礎検討として、光源にハロゲンランプを使用し、900～2500nm における各波長の応答出力の測定を行い、本測定システムの動作確認を行った。サーモパイルを用いた測定では、センサーからの出力はプリアンプを通した後、DC(直流)検出を行った。測定に使用したサーモパイル(窓材あり)の外観図を図7に示す。焦電型センサー(窓材なし)は相対分光応答度測定(3.2)に用いたセンサーを使用した(図5参照)。

各センサーの応答出力の測定結果を図8に示す。本データはシステムからの生信号であるため、光源のハロゲンランプの分光分布、分光器、サーモパイルの分光応答度の波長特性が含まれている。図8から、サーモパイルの応答出力が1000nm付近から立上っているのは窓材の透過率の波長特性である。サーモパイルに使用している窓材の透過帯域は1～18 $\mu$ mである。また、2つのセンサーの応答出力の波長特性は1200nm付近からほぼ一致している。これは、1200nm～2500nmでの両センサーの分光応答度の波長特性がほぼ等しいことを示している。

1150～2500nmにおける標準受光器としての適性として、受光器の検出能力や出力の安定性を評価する必要がある。一般に熱形検出器は検出能力が低いので、十分な応答出力が得られるかを確認する必要がある。今回の結果は、各センサー共に1150～2500nmの波長範囲における分光応答度測定に十分対応できる応答出力があることを示している。

今後は、サーモパイルを用いた相対分光応答度測定において、より出力の安定性を高めるために低周波チョッパを導入し測定システムの改善を行う。また、サーモパイルについても、焦電型センサー同様、250～1150nmにおける、窓材ありと窓材なしのサーモパイルの相対分光応答測定を行い、波長特性、出力の安定性等の受光器評価を行う。

#### 4. まとめ

分光応答度測定システムの構築とSiフォトダイオードおよび焦電型センサーの分光応答度測定、サーモパイルの応答出力の測定を行った。

Siフォトダイオードの測定では、250～1150nmでの測定値の安定性評価を行い、S1337-1010BQとS2281-10の測定結果を合わせた本測定システムの測定値の安定性は、250nm～350nm:標準偏差2.0%以内、450nm～1150nm:標準偏差1.0%以内の結果が得られた。

焦電型センサーの測定では、450～1150nmにおいて波長依存性が少ないことが確認できた。また、1150～2500nmでの分光応答度測定が可能な応答出力が得られ、1150～2500nmにおける標準受光器として期待できる有用な結果が得られた。

サーモパイルの測定では、1150～2500nmにおける相対分光応答度測定の基礎検討として、900～2500nmにおけるサーモパイルの応答出力による本測定システムの動作確認

を行い、分光応答度測定に十分な応答出力が得られた。

今後は、サーモパイル、焦電型センサー等の受光器の感度むら、窓材等の特性評価を行い、標準受光器としての適合性を評価し、1150nm～2500nmの波長範囲での分光応答度測定技術の確立を行う。

(平成19年6月29日受付,平成19年8月29日再受付)

#### 文 献

- (1) 照明学会：受光器分光応答度測定方法に関する調査研究委員会報告書「光電素子の相対分光応答度測定方法」, JIES-007 (1997)
- (2) “Determination of the spectral responsivity of optical radiation detectors”, CIE Pub., No.64 (1984)
- (3) 照明学会：短波長紫外線の測定法に関する研究調査委員会報告書, JIER-066 (2000)

論文

# アルミニウムおよびジルコニウムインサート材を用いた 純チタンと純マグネシウムとの抵抗溶接

青沼 昌幸\*

Resistance Spot Welding of Titanium to Magnesium using Aluminum and Zirconium Insert Metals.  
Masayuki Aonuma\*

This paper deals with resistance spot weldability of pure titanium to pure magnesium plates using aluminum and zirconium insert metals. Materials used in resistance spot welding were a 0.8mm thick magnesium plate and a 0.6mm thick titanium plate. The effect of an insert metal, which was put into the bonding interface, on the joint strength was examined. Tensile shear test and peel test were done at an as-welded condition. In Ti/Al/Mg joints using aluminum insert metal, the Al-Mg intermetallic compound layer was formed on the interface and the strength of these joints was remarkably low. In Ti/Zr/Mg joints using zirconium insert metal, the Ti-Zr intermediate layer was formed on the Ti/Zr interface and the joining area at Mg/Zr interface was larger than those of Ti/Mg direct joints under equal welding conditions. The intermetallic compound layer was not observed on the interface by a scanning electron microscope. Consequently the strength of Ti/Zr/Mg joints was much higher than those of Ti/Mg joints. This suggests that using zirconium insert metal was effective for increasing the joint strength.

キーワード：抵抗スポット溶接，純チタン，純マグネシウム，異種金属接合，インサートメタル

Keywords：resistance spot welding, pure titanium, pure magnesium, dissimilar metal joining, insert metal

## 1. 緒言

近年，構造物の軽量化を目的としたチタン合金，マグネシウム合金などの高比強度金属材料の実用化が進んでおり，高比強度金属材料の異種金属間の接合が望まれている。しかしチタン合金と異種金属との溶接法による接合は困難なことが多く，これまで摩擦圧接法など固相接合法の適用が多く検討されてきた<sup>(1)-(3)</sup>。またマグネシウム合金と異種金属材料の接合については，アルミニウム合金との摩擦攪拌接合などが報告されているが，マグネシウム合金とチタン合金との溶接法による接合については報告が少なく，不明な点が多いのが現状である<sup>(4),(5)</sup>。そこで本研究では，熔融状態で二相分離となり溶接が困難とされているチタンとマグネシウムとを，インサート材を用いて抵抗溶接法により接合し，チタンとマグネシウムの抵抗溶接部の接合強さに及ぼすインサート材の影響について検討を行った。

## 2. 実験方法

図1に本研究で用いた試験片の形状を示す。供試材には純チタン（以下Tiと表記）および純マグネシウム（以下Mgと表記）の圧延材を使用した。供試材はSiC紙による研磨を行

って酸化皮膜を除去した後，アセトン脱脂を行い実験に用いた。インサート材にはTiのろう付に用いられるAlおよびTi-Zr基ろうとして用いられるZrを用いた<sup>(6)</sup>。いずれも厚さは0.1mmとし，表裏ともアセトン脱脂を行ってから実験に用いた。抵抗溶接用電極にはクロム銅製のR型電極（12mm）

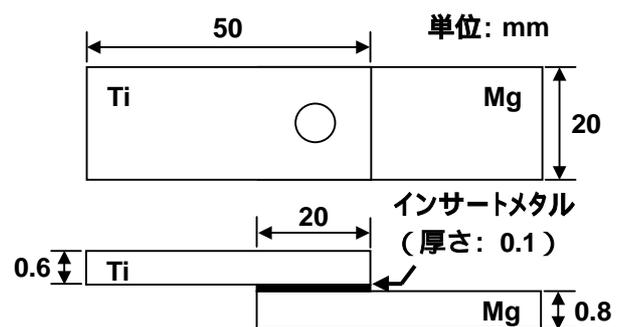


図1. 抵抗溶接試験片の形状

表1. 抵抗溶接条件

溶接電流	8.0 kA
通電時間	0.2~0.8s (50Hz)
電極加圧力	2.2kN
使用電極	12 クロム銅 R型

\* 先端加工グループ

を用いた。

表1に溶接条件を示す。溶接機は単相交流式抵抗溶接機(最大10kA)を用いた。溶接条件は溶接電流8.0kA,電極加圧力2.2kNとし,通電時間を0.2s,0.4s,0.6sおよび0.8s(50Hz)とした。MgおよびAlは電気伝導度と熱伝導度が大きいため,抵抗溶接条件は一般に大電流・短時間が適するとされている<sup>7)</sup>。しかし,予備検討において9.0kA以上の電流値にてTiとMgとの直接接合を行ったところ,Mgの中散りが発生しやすく,接合部の作製が困難であった。そのため本研究では,中散りが発生しない最大溶接電流であった8.0kAに溶接電流を固定し,長通電時間を適用して接合部を作製した。

試料作製後,接合部断面の光学顕微鏡観察および走査型電子顕微鏡(SEM)による観察を行い,エネルギー分散型X線分光分析器(EDS)を用いて,接合状態について検討を行った。また,引張せん断試験およびピール試験により,直接接合部とインサート材を用いた接合部の静的強度について比較検討を行った。

### 3. 結果および考察

#### 3.1 接合界面の形成に及ぼすインサート材の影響

図2に接合後のMg板厚と通電時間の関係を示す。全ての接合部において通電時間の増加によりMgの板厚は減少し,特にインサート材を用いた場合には,直接接合部(以下,Ti/Mg接合部と表記)と比較して,板厚の減少が顕著となった。これはインサート材を用いることで電気抵抗が増加し,発生するジュール熱量が増加するためにMgが軟化しやすくなり,加圧力による変形量が増加したためと考えられる。また,Zrをインサート材とした接合部(以下,Ti/Zr/Mg接合部と表記)では,同じ通電時間でTi/Mg接合部と比較して,Mg側のナゲット径が増加しているのが,断面組織観察により認められた。このことから,Ti/Zr/Mg接合部では,コロナボンドを含む継手全体の接合面積が,Ti/Mg接合部と比較して増加しているものと考えられる。

図3に通電時間0.4sでのTi/Mg接合部およびAlインサート材を用いた接合部(以下,Ti/Al/Mg接合部と表記)断面のSEM像および元素線分析結果を示す。Ti/Mg接合部ではTiとMgが分かれた直線的な接合界面となり,SEM観察およびEDSによる元素線分析からは,TiとMgの間中層は認められなかった。Ti/Al/Mg接合部では,MgとAlとの接合界面において中間層が認められ,元素線分析を行った結果,この層からはAlとMgのみが検出された。また,この中間層とTiとの界面では割れを生じているのが認められた。TiとAlとの抵抗溶接においてTi-Al系金属間化合物が生成したとの報告があるが,本研究ではAl-Mg系の金属間化合物を含むと考えられる

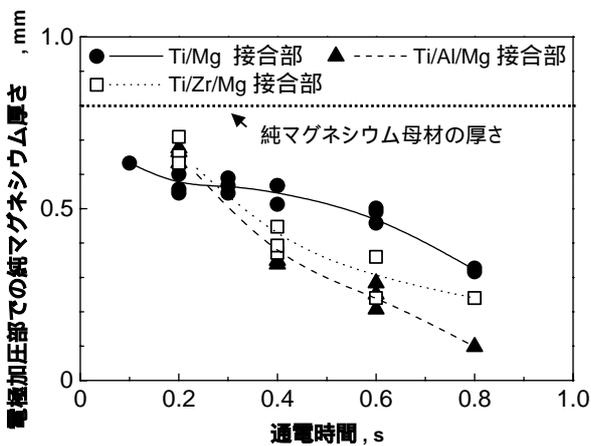


図2. 電極加圧部のマグネシウム板厚と通電時間との関係(溶接電流8.0kA)

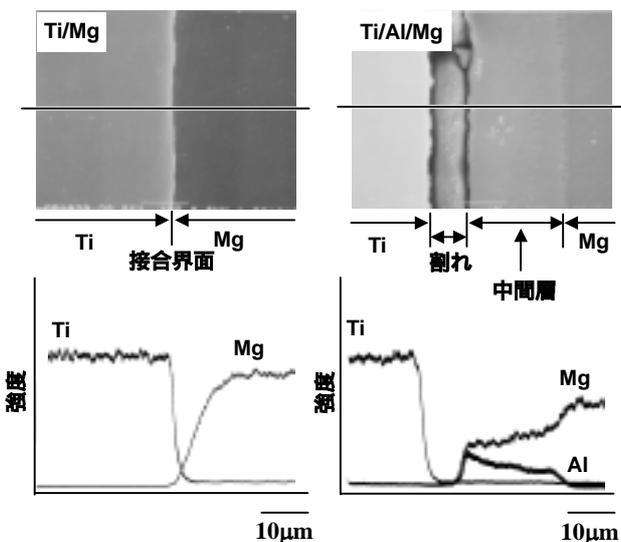


図3. 接合部断面のSEM像およびEDSによる元素線分析結果(Ti/Mg接合部およびTi/Al/Mg接合部)

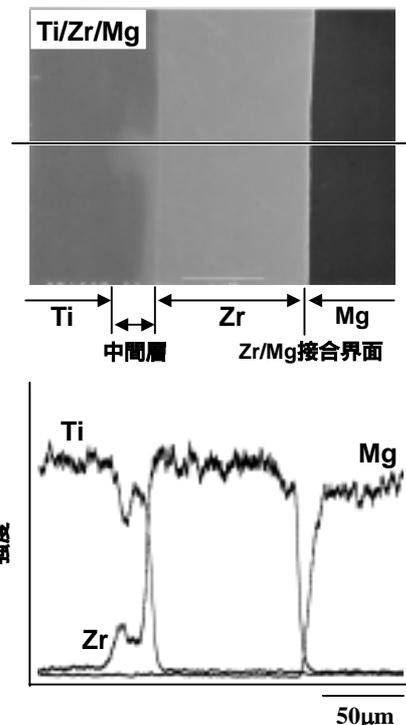


図4. 接合部断面のSEM像およびEDSによる元素線分析結果(Ti/Zr/Mg接合部)

中間層のみが認められ、この中間層からはTiが検出されなかった<sup>(8)</sup>。これはMgとAlが溶融する温度に上昇しても、融点が高いTiとの反応が十分に生じずに、AlとMgが優先的に反応したためと考えられ、通電時間を0.8sまで増加した接合部でも、Tiを含む中間層はSEMによる断面観察からは認められなかった。これらのことから、Ti/Al/Mg接合部ではTi-Al系金属間化合物よりも、Tiを含まないAl<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub>あるいはAl<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>などのAl-Mg系金属間化合物が生成しやすく、溶接時の冷却過程において割れを生じやすいと考えられる。

図4にTi/Zr/Mg接合部の断面のSEM像および元素線分析結果を示す。Zrをインサート材とした場合では、TiとZrとの接合界面全体で中間層が認められ、その厚さは最大で約20μmとなった。二元系平衡状態図より、高温状態においてTiとZrは固溶体を生成するとされており、この中間層はTiとZrとの固溶体と推測され、脆弱な金属間化合物が生成していないために接合状態は良好であると考えられる<sup>(9)</sup>。一方、ZrとMgとの接合界面においては、明確な中間層は認められなかった。

図5に通電時間0.4～0.8sにおけるTi/Zr/Mg接合部断面のSEM像を示す。通電時間を0.4s以上としたTi/Zr/Mg接合部において、Zrインサート材の割れによる間隙が生じており、その間隙にはMgが進入して凝固しているのが確認された。そのため接合界面は直線的ではない噛合界面となっており、この現象は通電時間の増加とともに顕著となった。また、Zrインサート材に生じた割れの幅はMg側で広く、これらの割れの形状から、割れの起点はMg側と推測される。以上の特徴から、Mgの熱膨張や電極での加圧による板面方向への変形にZr/Mgの接合界面が引きずられることにより、Zrインサート材に板面方向の応力を生じて、いわゆるモードの破壊を生じたと推測される。溶接通電時には、ZrとMgとの界面に存在するMgが溶融あるいは半溶融状態となっており、これらのMgがZrインサート材の割れに進入して、通電終了後に凝固するものと考えられる。そのため、溶接終了後には噛合界面を形成し、直線的な接合界面となったTi/Mg

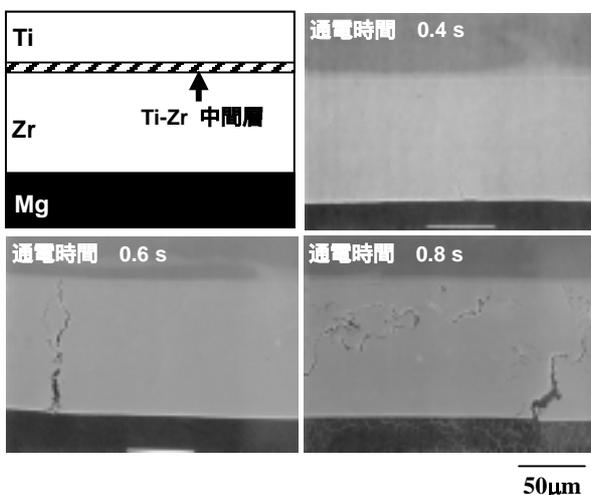


図5. 各通電時間におけるZrインサート材を用いた接合部断面のSEM像

接合部と比較して、接合面積は増加すると考えられる。これらのことからTi/Zr/Mg接合部では、Zrインサート材の挿入による発生熱量の増加によって、Ti/Mg接合部と比較して接合面積が増加するとともに、Zrインサート材の割れにMgが進入して凝固することで噛合界面を形成し、更に接合面積が増加すると考えられる。

### 3.2 接合部の静的強度に及ぼすインサート材の影響

表2に、接合部の引張せん断試験における破断位置を示す。破断位置は各接合界面で剥離したものを界面破断とし、ナゲット周辺で破壊しているものをプラグ破断として分類した。ここで示すプラグ破断とは全てMgでの破断である。Ti/Mg接合部は通電時間0.2sで界面破断となったが、0.4s以上ではプラグ破断となった。またTi/Al/Mg接合部は、通電時間0.2s～0.6sでは、金属間化合物と考えられるMgとAlとの中間層あるいは中間層とTiとの接合界面で破断したが、通電時間を0.8sと増加した場合にはプラグ破断となった。通電時間を0.8sとした場合には、Alインサート材と中間層は、加圧によって接合界面から排出されており、接合界面はTi/Mgとの直接接合部と同様にTiとMgが直接接触する直線的な界面となった。一方、Ti/Zr/Mg接合部は、通電時間0.2sで界面破断、0.4s以上ではプラグ破断となり、破断位置はTi/Mg接合部と同様であった。

図6に接合部1点あたりの引張せん断強さと通電時間との関係を示す。Ti/MgおよびTi/Zr/Mg接合部の引張せん断強さは通電時間0.4sで最大となった。Ti/Al/Mg接合部では、インサート材と中間層が排出された通電時間0.8sの接合部で、最大引張せん断強さ877Nを示したが、中間層が残留している接合部の引張せん断強さは800N以下の低い値を示した。Ti/Zr/Mg接合部の引張せん断強さは、全ての条件でTi/Mg接合部と比較して高い値となったが、通電時間を0.6s以上とすることにより、Mgの板厚の減少による引張せん断強さの低下が認められた。界面破断となった通電時間0.2sの接合部においても、Ti/Zr/Mg接合部の引張せん断強さはTi/Mg接合部よりも高いことから、溶融したMgがZrに対して凝着しやすいことなどが強度の増加要因と考えられるが、これらについては詳細な検討が必要である。以上のことから、入熱量が過剰となることでMgの板厚が減少して継手としての強度が低下するものの、Zrインサート材の適用が接合部の引張せん断強さの増加に効果的であることが判

表2. 引張せん断試験による接合部の破断位置

	通電時間, s			
	0.2	0.4	0.6	0.8
Ti/Mg 接合部	界面破断 (Ti/Mg)	プラグ破断 (Mg)	プラグ破断 (Mg)	プラグ破断 (Mg)
Ti/Al/Mg 接合部	界面破断 (Ti/Al)	界面破断 (Ti/Al)	界面破断 (Ti/Al)	プラグ破断 (Mg)
Ti/Zr/Mg 接合部	界面破断 (Zr/Mg)	プラグ破断 (Mg)	プラグ破断 (Mg)	プラグ破断 (Mg)

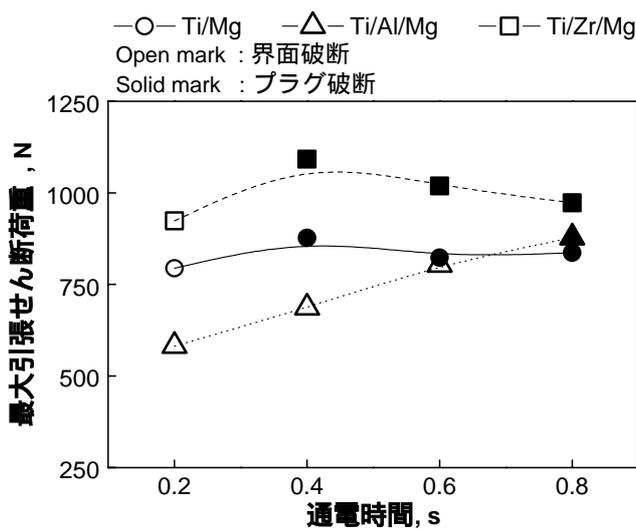


図6. 接合部1点あたりの引張せん断荷重と通电時間との関係

表3 ピール試験による接合部の破断位置

	通电時間, s			
	0.2	0.4	0.6	0.8
<b>Ti/Mg 接合部</b>	界面破断 (Ti / Mg)	界面破断 (Ti / Mg)	界面破断 (Ti / Mg)	界面破断 (Ti / Mg)
<b>Ti/Al/Mg 接合部</b>	界面破断 (Ti / Al)	界面破断 (Ti / Al)	界面破断 (Ti / Al)	プラグ破断 (Mg)
<b>Ti/Zr/Mg 接合部</b>	界面破断 (Zr / Mg)	プラグ破断 (Mg)	プラグ破断 (Mg)	プラグ破断 (Mg)

明した。

表3に各接合部のピール試験での破断位置を示す。Ti/Mg接合部は、引張せん断試験では、通电時間0.4s以上で全てプラグ破断となったが、ピール試験においては、全て接合界面での破断となり、引張せん断強さは高いものの、ピール強さは低いことが判明した。Ti/Al/Mg接合部は、Alインサート材および中間層が加圧力により排出された通电時間0.8sの条件でのみプラグ破断となったが、その他の条件では接合界面での破断となり、引張せん断強さだけでなく、ピール強さも低いことが判明した。一方、Ti/Zr/Mg接合部のピール試験による破断位置は、引張せん断試験での破断位置と同様であり、通电時間0.4s以上でプラグ破断となった。これは接合界面でのZrによる凝着の向上、Zrインサート材の割れにMgが進入して凝固することによる接合面積増加および噛合界面によるアンカー効果によって、剥離方向への強度が増加したためと考えられる。また、Zrインサート材の割れによる接合部強さの低下が懸念されたが、母材であるMgの強度が低いため、インサート材の割れが接合部の静的強度に与える影響よりも、ZrによるMgとの接合強さの増加の影響が大きく、Zrインサート材の割れによる接合強さの低下は認められなかったと推測される。以上のことから、Ti/Zr/Mg

接合部では、ZrによるMgの凝着促進、熱量の増加および噛合界面による接合面積増加とアンカー効果により、直接接合部と比較して静的強度が増加していると考えられ、Zrインサート材を用いて接合することで、引張せん断強さ、ピール強さともに優れた接合部を得られることが明らかとなった。

#### 4. 結言

純Tiと純MgとをAlおよびZrインサート材を用いて抵抗溶接し、接合部へ及ぼすインサート材の影響について検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) インサート材にAlを用いた場合、低融点のAlとMgとが脆弱な金属間化合物層を接合界面で生成して割れを生じ、直接接合部と比較して接合強さは低下する。
- (2) 高融点のZrをインサート材とした場合、Tiとの接合界面ではTiとZrとの中間層が生成する。ZrとMgとの接合界面では、加圧力によってZrインサート材に生じた割れにMgが進入し、噛合界面を形成する。
- (3) Zrをインサート材として用いることで、ZrとMgとの接合界面では、Mgの凝着向上とともに、接合面積の増加と噛合界面によるアンカー効果が得られる。その結果、直接接合部と比較して、引張せん断強さとピール強さが増加した接合部を得られる。

(平成19年6月21日受付、平成19年8月9日再受付)

#### 文 献

- (1) 金裕哲, 富士明良, T.H.North: 「チタン/AISI 304L ステンレス鋼の摩擦圧接で生じる残留応力・ひずみ分布の特徴とそれらの生成機構」, 溶接学会論文集, Vol.12, No.2, pp.243-248 (1994)
- (2) 加藤 数良, 時末 光: 「5052 アルミニウム合金/純チタン摩擦圧接継手の機械的性質に及ぼすインサートメタルの影響」, 軽金属, Vol.54, No.10, pp.430-435 (2004)
- (3) 諸住正太郎, 武田裕正, 菊地迪夫: 「摩擦圧接および爆発圧接したアルミニウムとチタンの接合界面」, 軽金属, Vol.39, No.7, pp.501-506 (1989)
- (4) 平野聡, 岡本和孝, 土井昌之, 岡村久宣, 稲垣正寿, 青野泰久: 「摩擦攪拌接合によるマグネシウムとアルミニウム異材接合界面のミクロ組織」, 溶接学会論文集, Vol.21, No.4, pp.539-545 (2003)
- (5) FRANK W.McBEE, Jr., JIMMY HENSON and L.R.BENSON: "PROBLEMS INVOLVED IN SPOT WELDING TITANIUM TO OTHER METALS", Welding Journal, Vol.35, No.10, pp.480-s-487-s (1956)
- (6) N.A.Dececco and John M.Parks: "The Brazing of Titanium", Welding Journal, Vol.32, No.11, pp.1071-1081 (1953)
- (7) W.F.Hess, T.B.Cameron, D.J.Ashcraft and F.J.Winsor: "Optimum Welding Conditions and General Characteristics of Spot Welds in Magnesium Alloy Sheet", Welding Journal, Vol.26, No.5, pp.268-s-282-s (1947)
- (8) 市川理衛, 大橋照男: 「工業用純チタンと二,三のアルミニウム合金との異種金属抵抗溶接」, 溶接学会論文集, Vol.48, No.10, pp.763-769 (1979)
- (9) Max Hansen: Constitution of binary alloys, McGraw-Hill Book Company, Inc (1958).

## 論文

## イオンビームスパッタリング法により作製した Mg-Ni 薄膜の構造

三尾 淳\* 森河 和雄\* 内田 聡\* 川口 雅弘\*

## Structural investigation for Mg-Ni alloy film deposited by ion beam sputtering

Atsushi Mitsuo\*, Kazuo Morikawa\*, Satoshi Uchida\*, Masahiro Kawaguchi\*

An ion beam sputtering system was utilized to synthesize magnesium-nickel alloy films having various concentration ratios of Mg and Ni. This technique has a significant advantage against the conventional coating methods, being free from ion collisions, thermal effects or radiation damage from the generated plasma. Incident argon ions to the target were generated by an electron cyclotron resonance (ECR) source, and extracted to a deposition chamber which is kept at  $2 \times 10^{-2}$  Pa of pressure. In order to control the concentration ratio of Ni to Mg in the film, the target area ratio was changed with the combination of pure metal target plates having a sector shape. Deposited Mg-Ni alloy films were characterized by EDX, XRD, XPS and TEM.

Various concentrations of Mg-Ni alloy films were obtained although the film composition was not proportional to the target area ratio. Through XRD analysis, an amorphous-like thin film can be fabricated. Cross-sectional TEM observation showed that the Mg-Ni film deposited on silicon wafer substrates had a multi layer structure consisted with two different Ni concentration layers. It was confirmed that the composition of magnesium alloy films could be controlled by the target area ratio of Ni to Mg.

キーワード：イオンビーム，スパッタリング，マグネシウム合金，ニッケル，薄膜，構造

Keywords：Ion beam, Sputtering, Magnesium alloy, Nickel, Thin film, Structure

## 1. はじめに

石油依存からの脱却やエネルギー使用の効率化の観点から，水素エネルギー利用技術の実用化開発が活発化している。開発の主眼は水素の製造と貯蔵に関する技術，燃料電池の効率化技術，自動車への応用に関する技術である。これらにおいて金属材料は，触媒や水素吸蔵，電極材料として重要な役割を果たしている。現状ではバルク材料や微細粒子として利用されているが，これを微細結晶化することで他の要素技術への応用が期待されている。

マグネシウム系の水素吸蔵合金の作成は，鑄造法<sup>(1)</sup>，粉末冶金法<sup>(2)-(4)</sup>，液体急冷法<sup>(5)</sup>などで行われている。これらの手法では，水素吸蔵量 3.6mass%とされる  $Mg_2Ni$  組成の合金が研究され，特性改善のためには第三元素の添加や微細結晶化が有効とされている。微細結晶化の方法には前述の手法のほかに，薄膜作成による手法が考えられる。しかしながら表 1 に示すように，Mg は真空中における蒸気圧が他の金属と比較して著しく高い金属の一つで，熔融・気化する真空

蒸着法では蒸発速度の制御が困難であり，目的の組成の合金薄膜を得ることはさらに困難となることが予想される。そのため，Mg には固体から直接金属粒子を叩き出すことができる，スパッタリング法が有効と考えられる。

本研究では，水素化物形成合金の微細結晶化を目的としてイオンビームスパッタリング法による Mg-Ni 薄膜の作成を試み<sup>(6)</sup>，その構造を調査した。

## 2. 実験方法

イオンビームスパッタリング装置の模式図を図 1 に示す。真空チャンバーは油拡散ポンプと油回転ポンプにより  $2 \times 10^{-2}$  Pa 程度に保ち 2.45GHz のマイクロ波を使用した電子サ

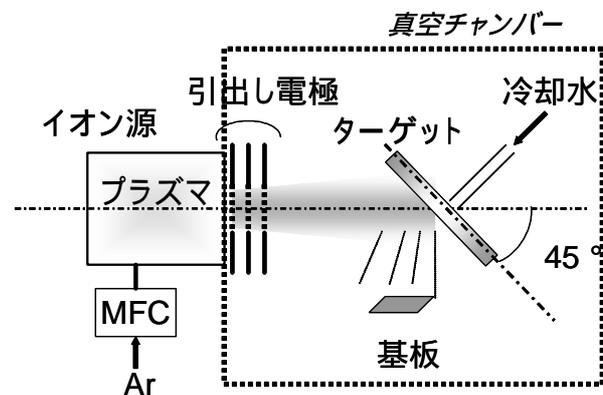


図 1 イオンビームスパッタリング装置

表 1 Mg および Ni の熱的性質 (K)

元素	融点	沸点	蒸気圧 (1Pa)	蒸気圧 ( $10^{-2}$ Pa)
Mg	923	1380	700	600
Ni	1726	3000	1800	1540

\* 先端加工グループ

イクロトン共鳴(ECR)イオン源に導入したアルゴンガスをイオン化し、引出し電極によりイオンビームを取り出した。この Ar イオンビームを、純 Mg および純 Ni の分割ターゲットに照射し、スパッタされた粒子を単結晶シリコン基板上に堆積させた。ターゲット面積比は、種々の中心角を持つ扇型に加工した Mg および Ni 板の組み合わせにより変化させた。その一例を模式的に図 2 に示す。薄膜の組成を均一化することを意図し、ターゲットはできる限り分割して対象に配置した。成膜中はターゲットを水冷し、また、0.67rpm で回転させた。イオンビームの加速電圧は 1.5 もしくは 2kV、イオン電流は約 9mA 一定とし、1 時間成膜を行った。

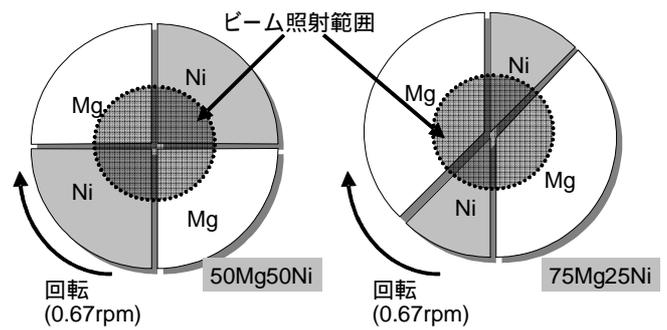


図 2 ターゲット面積比の調整方法

成膜後の薄膜は、走査型電子顕微鏡 (SEM) 及びエネルギー分散型 X 線分光分析 (EDX) により Mg と Ni の組成比を調べた。結晶構造は、Cu k 線の入射角度を  $1^\circ$  に固定した X 線回折法により評価した。一部の薄膜については、2keV の Ar イオンスパッタリングを併用した X 線光電子分光分析 (XPS) により深さ方向の元素分布を測定した。このときの X 線源には、Al k を用いた。また、収束イオンビーム (FIB) により断面加工した試料について、透過型電子顕微鏡 (TEM) による断面観察を試みた。

### 3. 結果および考察

**3.1 Mg 合金薄膜の作成** ターゲットにおける Mg および Ni の面積比を変えることにより、種々の組成を持つ Mg-Ni 薄膜を得ることができた。図 3 に、ターゲット面積比と膜組成の関係を示す。膜中の Mg 量はターゲットの Mg 面積が大きくなるにつれて増大するが、Ar イオンによるスパッタリング速度の違いにより比例関係にはなかった。すなわち、密度が低い (1.7) Mg は密度の高い (8.9) Ni よりもスパッタリングされ難いことが明らかである。Kanaya らが求めた実験式に基づく計算でも、Ar イオンによる Ni のスパッタ収率は Mg のそれより約 2 倍大きい<sup>(7)</sup>。このため、Mg : Ni = 2 : 1 の組成 (66.7 mol%Mg) を得るためには、膜組成の変化が急峻となる面積比の領域 ( $Mg/(Mg+Ni)=0.7 \sim 0.9$ ) を用いる必要があることがわかった。しかしながら、イオンビームスパッタリング法により蒸気圧の高い Mg を制御性良く薄膜化できることが確認された。

これらの薄膜の X 線回折結果を図 4 に示す。単一元素に近い組成の薄膜においては、主である金属の回折ピークが認められた。純 Ni の薄膜においても、回折ピークが若干低角度側にシフトしていたため、パッキング密度が小さいか、Ar や残留酸素などを固溶していることが示唆された。Ni 含有量が 50% 前後の薄膜においては、Mg と Ni の金属間化合物付近 ( $MgNi_2$ ,  $Mg_2Ni$ ) に回折ピークが現れたが、微結晶もしくは非晶質と推測されるブロードなものとなっている。

**3.2 微細構造観察** 透過型電子顕微鏡を用い、加速電圧 300kV にて FIB 加工した試料断面の観察を行った。Mg-Ni

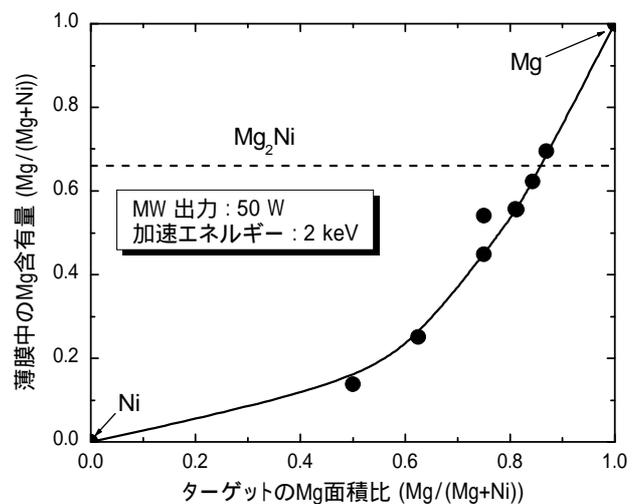


図 3 ターゲット面積比と膜組成の関係

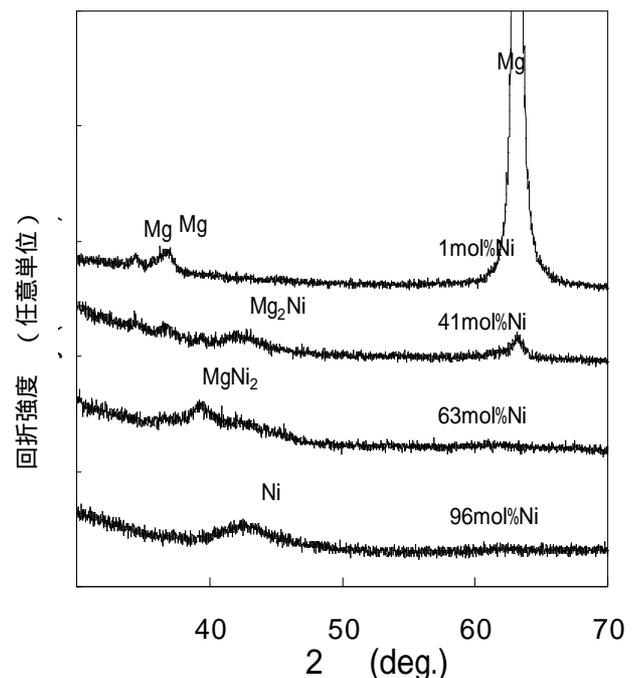


図 4 組成の異なる Mg-Ni 薄膜の X 線回折図形

合金薄膜と Si 基板との界面には, ボイド等の欠陥は観察されず, 良好な接合状態であった。薄膜表面付近の拡大観察結果を図5に示す。薄膜の断面構造には, 約 20nm の周期的な濃度コントラストが深さ方向に観察される。画像の暗い部分は Ni が多く, 明るい部分は Mg が多いものと予測される。膜厚との関係から, この濃度コントラストは分割ターゲットを回転させながら成膜を行った結果が反映されたものである。このことから, 薄膜の深さ方向に均一な組成を得るためには, ターゲットの分割を細かくすること, 回転速度を大きくすることが必要となることが明らかとなった。

濃度コントラストについては, 元素分析の結果, 暗い部分では Mg : Ni = 3 : 7, 明るい部分では Mg : Ni = 7 : 3 に近い組成となっていることがわかった。したがって, 暗い部分では  $MgNi_2$ , 明るい部分では  $Mg_2Ni$  の金属間化合物の微細結晶となっていることが推察された。

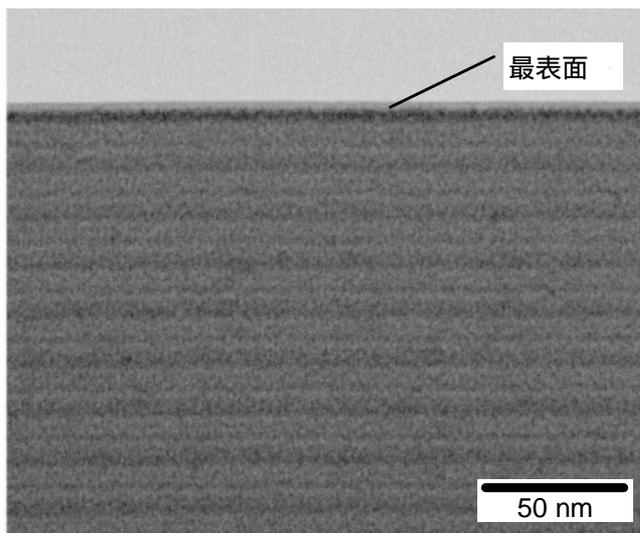


図5 TEMによる断面観察結果

3.3 薄膜中の含有酸素 図5に示した Mg-Ni 合金薄膜の深さ方向分析結果を図6に示す。薄膜の最表面で酸素濃度が高いことを除くと, 表面から Si 基板に至るまで, 薄膜中の Mg, Ni, O の濃度はほぼ一様に推移している。最表面における酸素は, 大気中において生じる表面酸化および吸着によるものと考えられる。Mg と Ni はほぼ 1 : 1 の組成比であるが, 図5の断面観察で見られた濃度コントラストを反映するように, 組成比は若干不均一となっていることがわかる。最も注目しなければならない点は, 20mol% の酸素が検出されていることである。

酸素濃度に着目して EDX による組成分析を行った結果を図7に示す。いずれの組成の Mg-Ni 薄膜においても, 10mol% 程度の酸素が検出された。また, 原因は明らかではないが, 酸素濃度は薄膜中の Mg の組成比が大きくなるにつれて減少する傾向を示している。

EDX 分析においては, その分析深さは膜厚を超えるため, 図7の酸素濃度は膜内の平均値を示している。XPS の結果との相違は, 成膜後に分析を行うまでの時間に酸化が起きているためと考えられる。

XPS 測定により得られた Mg のスペクトル解析では明確にはならなかったが, 薄膜中の酸素は容易に Mg や Ni と結合して水素の吸蔵に悪影響を及ぼすことが予想されることから, 酸素の混入は極力避けなければならない。この酸素の混入は, 成膜から分析までのハンドリング時間の影響も受けやすいものと考え, 成膜直後に速やかに, 酸素の侵入を抑制しながら水素分子を原子状に分解する触媒効果を有するパラジウムのオーバーコートを検討した。Huibertsらは, イットリウム薄膜およびランタン薄膜に Pd オーバーコートを施し, 水素化 脱水素化に伴う光学特性について報告している<sup>(8)</sup>。

図8は, Mg : Ni = 6 : 4 の薄膜において, 成膜後に別のスパッタリング装置を用いた Pd のオーバーコート前後の EDX スペクトルを比較した結果である。オーバーコートに

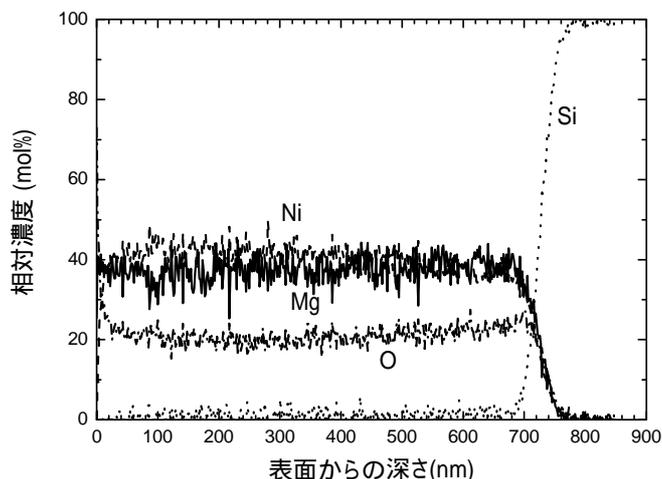


図6 XPSによる深さ方向分析結果

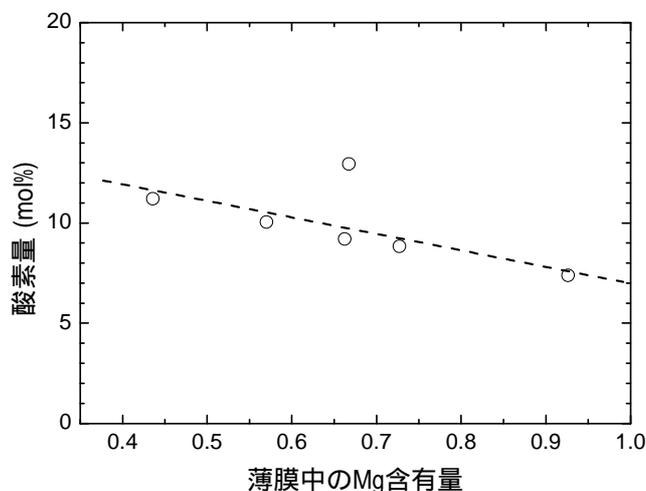


図7 Mg-Ni 薄膜中の酸素含有量

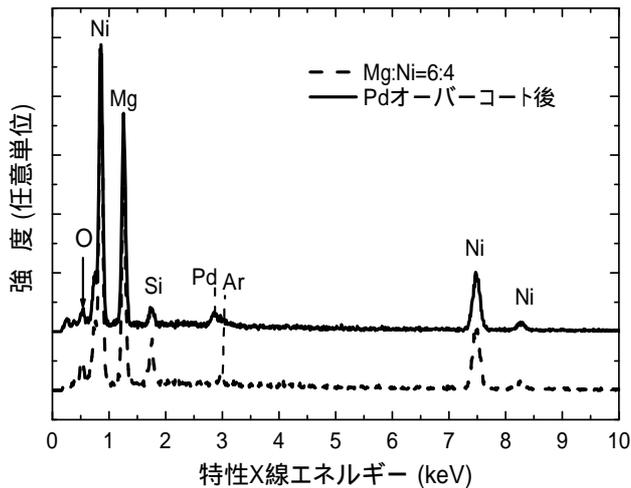


図8 Mg-Ni 薄膜中の酸素含有量

よりスペクトルには Pd のピークが認められる。なお、どちらのスペクトルにも Mg および Ni のほかに、薄膜中存在すると思われる O および Ar、基板の Si が検出されている。この時の酸素含有量は約 5mol% であった。この測定は成膜直後に行っていることから、この酸素は成膜中に取り込まれたものと考えられる。したがって、図 6 および図 7 に見られる高い酸素含有量は、成膜後から測定までの間に生じる酸化によるものと思われる。

また図 9 は、成膜後の経過時間と酸素含有量の関係について、Pd オーバーコートの有無による違いを調べた結果である。Pd オーバーコート無の薄膜では、大気中暴露の時間の経過とともに酸素含有量が増加する傾向を示し、ばらつきは大きいものの放物線則に従っているようである。このような濃度変化は、拡散をともなう酸化現象と類似している。これに対して、Pd オーバーコート有の薄膜では酸素の増加が抑制される傾向があることがわかり、Pd が酸化保護膜として働くことが期待される。なお、Pd による効果は、酸素含有量が多い 50mol%Mg 薄膜において、より明確となっている。

#### 4. まとめ

イオンビームスパッタリング法により、種々の組成の Mg-Ni 薄膜の作成を試み、以下の結果を得た。

- (1) ターゲット面積比を調節することで、任意の組成比の Mg-Ni 薄膜を作成することが可能であった。
- (2) Mg:Ni = 1:1 付近の組成比の薄膜の X 線回折結果では、 $MgNi_2$  および  $Mg_2Ni$  と思われる回折ピークが現れたが、微結晶もしくは非晶質と推測されるブロードなものであった。
- (3) 断面の TEM 観察から、得られた薄膜は微結晶で構成されていること、約 20nm の周期的な元素濃度変化を示すことがわかった。

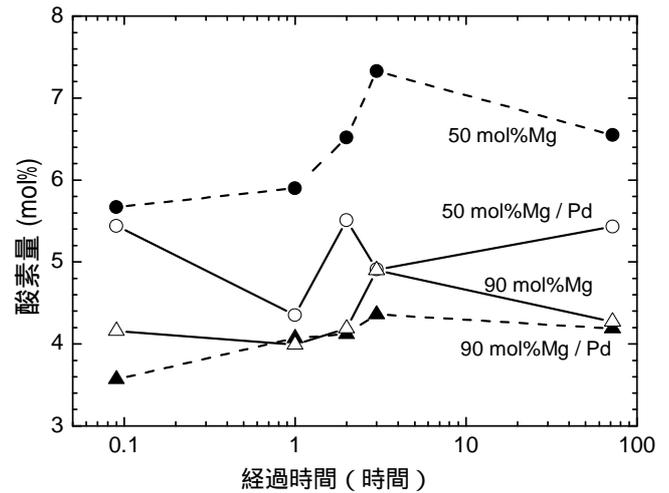


図9 酸素含有量の時間経緯

- (4) 薄膜中には最大 20mol% 程度の酸素が混入した。成膜直後の酸素濃度は約 5mol% であったことから、成膜後に起こる酸化によりさらに酸素が増加したものと考えられた。
  - (5) 薄膜の酸化は、成膜直後に Pd をオーバーコートすることで抑制できることが確認された。
- (平成 19 年 6 月 29 日受付, 平成 19 年 8 月 11 日再受付)

#### 文 献

- (1) N. Terashita, K. Kobayashi, T. Sasaki, E. Akiba : "Structural and hydriding properties of  $(Mg_{1-x}Ca_x)Ni_2$  Laves phase alloys", J. Alloys Comp., Vol.327, pp.275-280 (2001)
- (2) H. Imamura, N. Sakasai : "Hydriding characteristics of Mg-based composites prepared using a ball mill", J. Alloys Comp., Vol.231, pp.810-814 (1995)
- (3) S. Nohara, H. Inoue, Y. Fukumoto, C. Iwakura : "Compositional and structural characteristics of MgNi alloy prepared by mechanical alloying for use as negative electrodes in nickel-metal hydride batteries" J. Alloys Comp., Vol.259, pp.183-185 (1997)
- (4) S. Orimo, H. Fujii, K. Ikeda : "Notable hydriding properties of a nanostructured composite material of the  $Mg_2Ni-H$  system synthesized by reactive mechanical grinding", Acta mater., Vol.45, pp.331-341 (1997)
- (5) F.-J. Liu, S. Suda : "F-treatment effect on the initial activation characteristics of Mg-La-Ni amorphous alloys", J. Alloys Comp., Vol.231, pp.696-701 (1995)
- (6) A. Mitsuo, T. Aizawa : "Cold coating of magnesium base alloy films by ion beam sputtering", Mater. Sci. Forum, Vol.419-422, pp.927-930, (2003)
- (7) K. Kanaya, K. Hojou, K. Koga, K. Toki : "Consistent theory of sputtering of solid targets by ion bombardment using power potential law", Jpn. J. Appl. Phys., Vol.12, pp.1297-1306 (1973)
- (8) J. N. Huiberts, R. Griessen, J. H. Rector, R. J. Wijngaarden, J. P. Dekker, D. G. de Groot, N. J. Koeman : "Yttrium and lanthanum hydride films with switchable optical properties", Nature, Vol.380, pp.231-234 (1996)

## DLC 膜表面上の PFPE 化学吸着に及ぼす加熱処理の影響

川口 雅弘\* 青木 才子\* 三尾 淳\*

## Effect of heat treatment on chemisorption behavior of PFPE on DLC film surface

Masahiro Kawaguchi\* Saiko Aoki\* Atsushi Mitsuo\*

Diamond-Like Carbon (DLC) film, which is a new coating technique, has been applied to various material surfaces such as metals, plastics, glasses and rubbers. For example in industries, scrubbed parts surface of automobiles, cutting tools, disk surface of hard disk drives and so on are coated with DLC film. DLC film has been extensively investigated by both experimental and theoretical methods in order to clarify its friction and wear properties. In sliding tests under lubricated conditions, chemisorptions of lubricant molecules on DLC surface are very important because chemisorptions are one of the factors which dominate the tribological behaviors at a sliding interface. However, chemisorptions of lubricant molecules on DLC surface are not well known because the reaction mechanism is dependent on many factors such as procedure of DLC deposition, kinds of lubricant and test conditions. On the other hand, it is reported that the amount of chemisorptions of perfluoropolyether (PFPE) lubricated on DLC surface increases with the increase in the heat treatment time. This experimental result is very interesting, however, the details of this reaction are not well known. In this study, we focus on the reaction mechanism between PFPE molecules and DLC surface. PFPE molecules are applied to DLC surface by dip-coating method and vacuum vapor deposition method. The amount of PFPE chemisorptions is evaluated by XPS measurements. In addition, a simple reaction model based on the chemical kinetics is developed and the expression is derived. The experimental and calculated results are compared with each other. As a result, we conclude firstly that the reaction will be roughly dominated by the formation of covalent bonds and hydrogen bonding between DLC surface and PFPE molecules. Secondary the incorporation of nitrogen atoms into DLC film is effective for the increase in the amount of PFPE chemisorptions due to the hydrogen bonding between the end group of PFPE and the amine on DLC surface. Finally the reaction model we have proposed can express the experimental results well.

キーワード：DLC 膜，PFPE，化学吸着，アレニウスの式

Keywords：Diamond-Like Carbon (DLC) film, Perfluoropolyether (PFPE), Chemisorptions, Arrhenius equation

## 1. はじめに

これまで、基材表面に種々の機能を付与することを目的として、めっき技術や蒸着法、溶射、イオン注入などの様々な表面改質技術に基づいた金属膜、セラミック膜などが用いられてきている。その中でも、非晶質ダイヤモンド膜 (Diamond-Like Carbon; DLC) は、低摩擦、高ヤング率、成膜の簡便性などの観点から、切削工具やハードディスク、ペットボトルの内壁など、様々な基材表面に形成されている。最近では自動車部品などにも実装されているが、DLC 膜を油中にて摺動する場合、摺動界面における DLC 表面と潤滑油との相互作用が重要となってくる<sup>(1)~(2)</sup>。特に DLC 表面上に形成する潤滑油の化学吸着層は、その吸着量が多いほど (理論的に最大吸着膜は単分子層)、指数関数的に摩擦特性が向上することが報告されていることから<sup>(3)</sup>、いかにして表面に化学吸着層を多く被覆するかが重要となる。しかしなが

ら化学吸着層は、DLC 膜および潤滑油の構造や結合種、膜厚、温湿度、摺動環境など、多くの因子によって支配されるため、実験的アプローチに基づいた試行錯誤をせざるを得ないのが現状である。ゆえに、求める系や環境を構築するまでに、多くの時間や労力を費やす必要があることが、大きな問題点のひとつとして挙げられる。

一方、ハードディスクの DLC 表面に塗布されるフッ素系潤滑油のパーフロロポリエーテル (Perfluoropolyether; PFPE) は、浸漬法を用いて塗布した後、加熱処理を施すことで化学吸着層の被覆性が向上することがわかっている<sup>(4)</sup>。しかし、浸漬法の場合、成膜した DLC 膜を一度大気中に暴露する必要があるため、大気中の水分子などが DLC 膜表面に付着し、化学吸着層の形成に影響を与えるという問題がある。

このような背景のもと、本研究では DLC 膜表面上の化学吸着層に焦点を絞って、従来の塗布法である浸漬法 (Dip-coating method) と、DLC / PFPE の連続形成による真空蒸着法 (Vacuum vapor deposition method) との比較を行った。真空蒸着法の場合、DLC 膜を大気中に暴露することなく PFPE

\* 先端加工グループ

を塗布できるため, 大気中の不純物の影響を受けないことが最大の利点である。また, DLC 表面上の PFPE 化学吸着に及ぼす試料の加熱時間の影響を定量化した。さらに, 反応速度論(アレニウスの式)に基づいた PFPE 化学吸着モデルを導出し, 実験結果と比較・検討した。

## 2. 実験概要

試料基板は 1cm 四方にカットした Si ウェハを使用した。本研究で用いたプラズマ化学蒸着(PCVD)装置の概略を図1に示す。はじめに基板を前室(図1左)に設置し, それから成膜室(図1中央)にて基板の上に DLC 膜を成膜した。この際, CH<sub>4</sub>とN<sub>2</sub>を4:1の割合で混合したガスを原料とした。DLC を成膜後, 必要に応じて真空蒸着法により PFPE を塗布した(図1右)<sup>(5)-(7)</sup>。真空蒸着のタイムチャートを図2に示す。真空中に引いたチャンパー内(~10<sup>-4</sup>Pa)に設置された PFPE を, はじめに 30 分かけて 150 まで加熱する。それから 150 を 60 分間保持し, 最後に 30 分かけて常温まで冷却する。一方, DLC を成膜後, 必要に応じて浸漬法により PFPE を塗布し, さらに 150 の炉の中で任意時間加熱した。本研究で用いた PFPE の化学式は以下の通りである。



主鎖はテフロン構造であり, 両末端に官能基として水酸基が存在する。平均分子量は 4000 である。

化学吸着層を正確に定量化するために, PFPE 塗布後, 物理吸着層は溶剤(ハイドロフルオロエーテル)により洗い流した。作成した試料の XPS 測定を行い, 化学吸着層の定量化を行った。

## 3. 実験と解析

3.1 実験結果 PFPE を塗布した試料の典型的な XPS 測定結果を図3に示す。図より, 285eV 近傍に現れるピークは DLC, 294eV 近傍に現れるピークは PFPE に由来するピークである。PFPE 塗布前後で PFPE 由来のピークが明らかに異なることから, 真空蒸着法, 浸漬法により PFPE の化学吸着層が形成できていることがわかる。化学吸着層の平均膜厚  $h$  は DLC, PFPE それぞれのピークの面積強度比  $I_{\text{PFPE}}/I_{\text{DLC}}$  を用いて計算することができる<sup>(8)</sup>。

$$h = h_{\text{mf}} \times \ln \left( C_M \times \frac{I_{\text{PFPE}}}{I_{\text{DLC}}} + 1 \right) \dots\dots\dots(1)$$

ここで,  $h_{\text{mf}}$  は炭素原子の平均自由行程(=25 Å),  $C_M$  は機械定数(=1.7)である。(1)を用いて算出した平均膜厚  $h$  と加熱温度との関係を図4に示す。図中, 白抜きで示したものは真空蒸着法により形成した化学吸着層を意味する。加熱処理を施すことで, 浸漬法で塗布した PFPE 化学吸着層は厚くなることわかる。一方, 真空蒸着法により最も厚い化学吸着層が達成できることから, 化学吸着層を厚くするためには真空蒸着法は効果的であることがわかる。

3.2 反応速度論に基づく化学吸着の解析 DLC 表面上に PFPE 分子が化学吸着するメカニズムは化学結合反応で

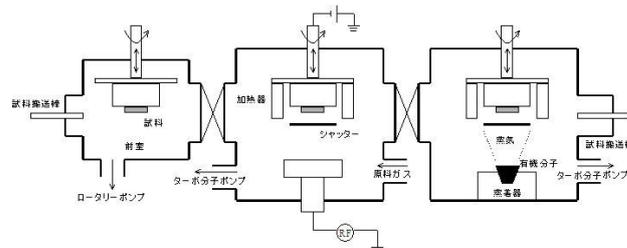


図1 PCVD 装置の概略

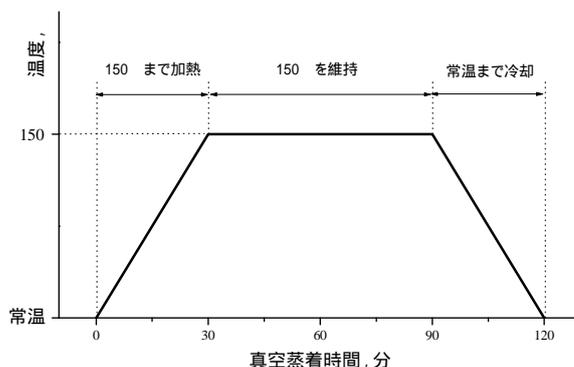


図2 真空蒸着のタイムチャート

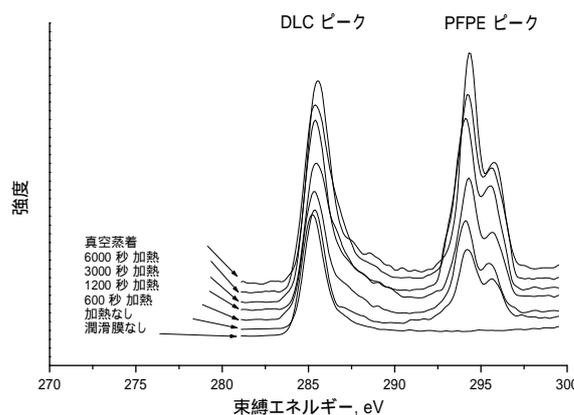


図3 DLC / PFPE 試料の典型的な XPS 測定結果

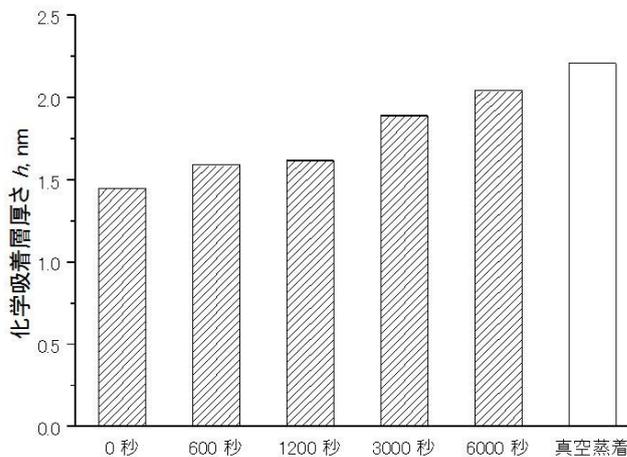


図4 PFPE 化学吸着層に及ぼす加熱処理の影響

あると予測されることから、反応速度論に基づいた数式で表すことができると考えられる。そこで本報では、以下の仮定に基づいて加熱時間  $t$  と化学吸着量  $h$  との関係について検討した。

仮定 1：DLC 表面上には十分な結合サイトが存在する。

仮定 2：DLC 表面上に結合した PFPE 分子は分解しない。

上記仮定より、PFPE の化学吸着層の被覆速度はアレニウスの反応速度論を用いて以下のように表すことができる。

$$\frac{dh}{dt} = \left(1 - \frac{h}{h_{\max}}\right) A e^{-(E_a/RT)} \quad \dots\dots\dots(2)$$

ここで、 $h_{\max}$  は単分子膜厚、 $E_a$  は DLC と PFPE の結合エネルギー、 $R$  は気体定数 ( $= 8.314[\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}]$ )、 $T$  は温度[K]、 $A$  は定数である。温度に時間依存性がないと仮定すると、(2) 式は容易に解くことができる。

$$h_{\max} - h = e^{-(A't+C)} \quad \dots\dots\dots(3)$$

ここで、 $C$  は積分定数、 $A'$  は

$$A' = \frac{A}{h_{\max}} e^{-(E_a/RT)} \quad \dots\dots\dots(3)'$$

である。初期条件として、 $t=0$  の時に  $h = h_{t=0}$  を(3)式に代入すると、

$$h = h_{\max} (1 - e^{-A't}) + h_{t=0} e^{-A't} \quad \dots\dots\dots(4)$$

(4)式は加熱時間と PFPE 化学吸着量との関係を表す。

化学結合時の一般的な結合エネルギー  $E_a = 10[\text{kJ/mol}]$ 、加熱温度  $T = 423[\text{K}]$ 、加熱処理無し時の化学吸着量  $h_{t=0} = 1.45[\text{nm}]$ 、真空蒸着時の化学吸着量  $h_{\max} = 2.21[\text{nm}]$  を(4)式に代入し、実験結果に最小二乗法で外挿した結果を図 5 に示す。図 5 より、(4)式の曲線は最小値( $h_{t=0}$ )および最大値( $h_{\max}$ )に漸近することがわかる。理論曲線は実験結果の傾向をよく表していることから、化学吸着層の被覆に及ぼす加熱処理時間の影響はアレニウスの反応速度論が適用できると考えられる。

#### 4. 考察

4.1 PFPE の化学吸着 本研究では、DLC 膜表面に PFPE 膜を塗布した後、その物理吸着層を洗い流していることから、ファンデルワールス結合に起因する PFPE 分子の吸着は生じていない。一方、DLC 膜の表面には不対電子(dangling bond)が存在することから、DLC 膜表面上の不対電子と PFPE 分子末端の水酸基が図 6(a)のような共有結合を結ぶことが報告されている<sup>(9)</sup>。浸漬法、真空蒸着法共に DLC 表面と PFPE 分子末端はある程度共有結合していると考えられる。

一方、水酸基は水素原子を有する結合種であるため、極性相互作用(polar interaction)による水素結合を結び得る<sup>(1)-(2)</sup>。また、溶剤による PFPE 分子の分散エネルギーよりも水素結合エネルギーのほうが高い<sup>(10)</sup>。そのため DLC 膜表面上に酸素や水酸基が存在するとき、図 6(b)のように PFPE 分子末端は DLC 表面上で OH-OH 水素結合を結ぶと考えられる。

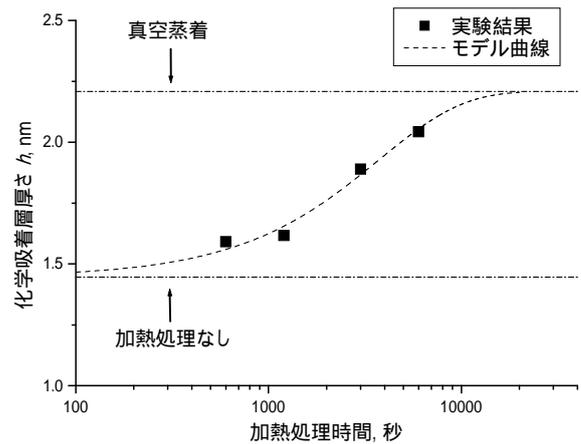


図 5 実験結果と理論曲線の比較

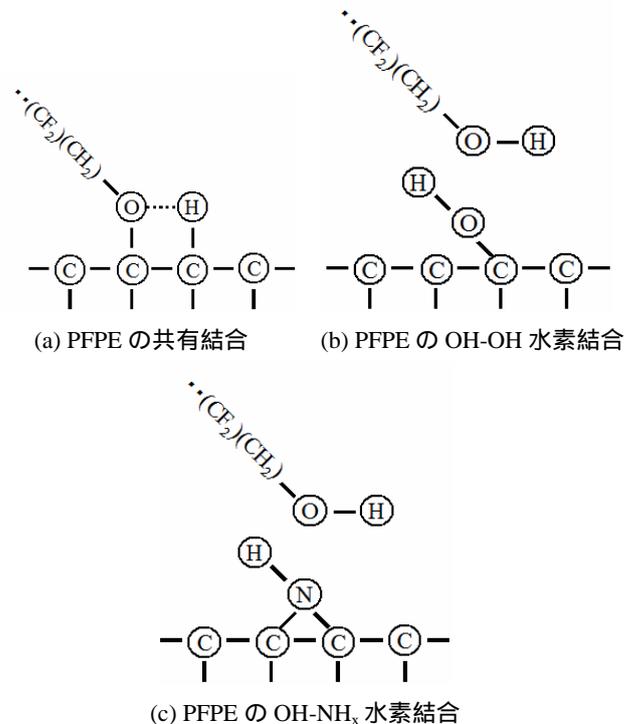


図 6 想定される結合状態の模式図

浸漬法による塗布の場合、DLC 膜を一度大気中に暴露するため、大気中の酸素や水が膜表面に吸着し、水酸基などを形成することから、図 6(b)のような水素結合が起きていると考えられる。一方、真空蒸着法による塗布の場合、DLC 膜を大気中に暴露することなく PFPE を塗布することから、大気に起因する水酸基や酸素が DLC 膜表面に吸着することはない。また、真空蒸着時の加熱温度 150 に対して、PFPE 分子の分解温度が約 250 であるため、PFPE 分子の分解に起因する水酸基および酸素が DLC 膜表面に吸着することは考えにくい。従って、真空蒸着法では図 6(b)のような OH-OH 水素結合は起こらないと考えられる。

本研究では DLC 膜に窒素添加を行っており、膜表面にア

ミン基(NH<sub>x</sub>)が存在することを FT-IR 測定により確認済みである。アミン基と水酸基は水素結合を結ぶことから<sup>(11)</sup>, PFPE 分子は図 6(c)のように OH-NH<sub>x</sub> 水素結合が起こっていると考えられる。浸漬法による塗布の場合, 塗布する前に DLC 膜表面のアミン基に大気中の水分子や不純物が吸着するため, PFPE 分子は OH-NH<sub>x</sub> 水素結合しにくい。一方, 真空蒸着法による塗布の場合, 大気中の水分子や不純物の影響はないため, DLC 膜表面上のアミン基と PFPE 分子が積極的に OH-NH<sub>x</sub> 水素結合を結ぶと考えられる。そのため, 被覆率の高い PFPE 化学吸着層を達成できる。

4.2 PFPE の化学吸着に及ぼす加熱処理の影響 浸漬法による塗布の場合, 加熱処理を行うことで化学吸着層が厚くなる(図 4, 図 5 参照)。これは, 水分子を中心とした DLC 表面上に吸着した分子が加熱処理により PFPE 分子と置換するためだと考えられる。DLC 表面上に吸着した分子の水素結合エネルギーよりも, PFPE 分子の OH-NH<sub>x</sub> 水素結合エネルギーの方が高い場合, 加熱処理を施すことで分子の置換が起こりやすい。水分子の OH-NH<sub>x</sub> 水素結合エネルギーよりも PFPE 分子の結合エネルギーの方が高いため<sup>(12)</sup>, 加熱処理により水分子と PFPE 分子は容易に置換すると考えられる。PFPE 分子よりも結合エネルギーの低い不純物も同様に, 容易に置換すると考えられる。一方, PFPE 分子よりも結合エネルギーの高い不純物は置換しにくいいため, 加熱処理による効果は期待できない。そのため浸漬法では, 大気暴露による不純物の影響を受けるものと考えられる。

一方, DLC 膜が構造変化に至る温度が 400 以上であること, および共有結合エネルギーが水素結合エネルギーの約 10 倍であることから, 本研究の加熱処理温度(150 )では, DLC 膜表面の対電子の新生成から PFPE 分子の共有結合までの一連の反応が起こる可能性が低いと予測できる。ゆえに, PFPE 分子の共有結合に及ぼす加熱処理の影響は, 水素結合と比較して非常に小さいと考えられる。

4.3 反応速度論の解釈 浸漬法において, 加熱処理時間に伴う化学吸着層の被覆率上昇は, PFPE 分子の置換による水素結合反応が支配的であると仮定すると, PFPE 分子の置換は水素結合の反応確率に依存するため, 試料の加熱時間および温度がパラメータとなると考えられる。ゆえに, 化学吸着層の厚化に及ぼす加熱処理時間の影響はアレニウスの反応速度論により表すことができ, 図 5 の結果は容易に解釈できる。PFPE 分子の共有結合に関しても同様の解釈が適用できるが, 加熱処理温度の観点から, その被覆率上昇効果は小さいと考えられる。

浸漬法による塗布は水素結合が支配的であると考えられるが, 真空蒸着法による塗布は現状, 共有結合, 水素結合のどちらが支配的であるかは言及できない。化学吸着層の表面性状は共有結合, 水素結合の割合により変化することから, 各成分を定量化することは大変重要であり, 本研究における今後の課題である。一方, 浸漬法による塗布の場合, 真空蒸着法と同程度の被覆率を達成するためには多くの加熱時間を必要とする。よって真空蒸着法による塗布は,

より単分子層に近い化学吸着層を形成するための簡便かつ有効な手法であるといえる。

## 5. まとめ

本研究では, 浸漬法および真空蒸着法を用いて, DLC 膜表面上に PFPE 分子を塗布し, その化学吸着層を形成した。また, 化学吸着層の膜厚を XPS により定量化した。さらにアレニウスの反応速度論に基づく化学吸着モデル式を構築し, 実験結果と比較した。結論は以下の通りである。

- (1) 真空蒸着法は厚い PFPE 化学吸着膜を達成する。
- (2) 浸漬法では加熱処理により PFPE 化学吸着膜厚が増加する。これは, DLC 膜表面上の水分子などと PFPE 分子が置換し, 化学吸着層の被覆率が向上するためだと考えられる。
- (3) 反応速度論に基づく化学吸着モデル式は, 実験結果の傾向をよく表す。ゆえに, 熱処理による PFPE 分子の膜厚増大の変化は, 化学反応速度論の理論によって説明できると考えられる。

(平成 19 年 06 月 29 日受付, 平成 19 年 08 月 14 日再受付)

## 文 献

- (1) 森広行・高橋直子・太刀川英男・大森俊英:「無添加鉱油における DLC-Si 膜の摩擦特性」, トライボロジー会議 2005 秋予稿集, 493 (2005)
- (2) 奥田紗知子・佐川琢円・久保朋生・七尾英孝・南一郎・森誠之:「摩擦調整剤と DLC コーティングの組み合わせによる低摩擦化とその機構 第 2 報 DLC 表面に対する摩擦調整剤の吸着と反応」, トライボロジー会議 2006 春予稿集, 201 (2006)
- (3) T. Kato, M. Kawaguchi, M. M. Sajjad and J. Choi "Friction and Durability Characteristics of Ultrathin Perfluoropolyether Lubricant Film Composed of Bonded and Mobile Molecular Layers on Diamond-Like Carbon Surfaces", *Wear*, 257, 909 (2004)
- (4) M. Kawaguchi, J. Choi, K. Tanaka and T. Kato "Friction of PFPE Lubricant Film with Bonded and Mobile Layers", *J. J. Tribology*, 48, 2, 2003
- (5) M. Kawaguchi, J. Choi and T. Kato "Vapor Deposition of Perfluoropolyether Lubricant on Fluorinated Diamondlike Carbon Surface", *J. Appl. Phys.*, 99, 08N108 (2006)
- (6) M. Kawaguchi, J. Choi, T. Kato "Vacuum Vapor Deposition of PFPE Molecules on CH<sub>x</sub>N<sub>y</sub> and CH<sub>x</sub>F<sub>y</sub> Amorphous Carbon Surfaces", *Microsystems Technology*, in press
- (7) 川口雅弘・崔俊豪・加藤孝久・三尾淳:「水酸基の吸着に及ぼす DLC 添加元素の影響」, トライボロジー会議 2007 春予稿集, 157 (2007)
- (8) M. F. Toney, C. M. Mate, K. A. Leach, D. Pocker "Thickness Measurements of Thin Perfluoropolyether Polymer Films on Silicon Amorphous-Hydrogenated with X-Ray Reflectivity, ESCA and Optical Ellipsometry", *J. Co. Int. Sci.*, 225, 219 (2000)
- (9) P. H. Kasai "Carbon Overcoat: Structure and Bonding of Z-Dol", *Tribology Letters*, 13, 3, 155 (2002)
- (10) R. Z. Lei and A. J. Gellman "Humidity Effects on PFPE Lubricant Bonding to a-CH<sub>x</sub> Overcoats", *Langmuir*, 16, 6628 (2000)
- (11) for example, B. Luisi, M. Orozco, J. Sponer, F. J. Luque and Z. Shakked "On the Potential Role of the Amine Nitrogen Atom as a Hydrogen Bond Acceptor in Macromolecules", *J. Molecular Biology*, 279, 5, 1123 (1998)
- (12) K. Paserba, N. Shukla, A. J. Gellman, J. Gui and B. Marchon "Bonding of Ether and Alcohols to a-CN<sub>x</sub> Film", *Langmuir*, 15, 1709 (1999)

## Al - Mg - B 系高ホウ化物結晶の作製

田中 実<sup>\*1)</sup> 東 以和美<sup>\*2)</sup>

## Crystal growth of Boron-rich compounds in the Al-Mg-B system

Minoru Tanaka<sup>\*1)</sup>, Iwami Higashi<sup>\*2)</sup>

The crystal growth of boron-rich compounds of the Al-Mg-B system from high temperature Al solutions was studied. The purities of starting materials were as follows: Al, 4N; Mg, 4N; B, 99.5%. Each of the mixtures with an excess quantity of Al was placed in an alumina crucible, and heated by an electric furnace in an argon atmosphere. The crystals were grown by cooling high temperature aluminum melts, which had been soaked for 2 or 3 h at 1500 °C. The grown crystals were separated by dissolving an excess of aluminum metal with hydrochloric acid. The boron-rich crystals thus obtained were examined by Video microscope, SEM, EDX, XRD and chemical analysis, etc. The crystals were  $\text{AlMgB}_{14}$ ,  $\text{Al}_{-1.4}\text{Mg}_{-0.4}\text{B}_{22}$  ( $\beta\text{-AlB}_{12}$  type) and  $\alpha\text{-AlB}_{12}$ .

キーワード：高ホウ化物，アルミニウム-マグネシウム-ホウ素

Keywords: Boron-rich compounds, Aluminum-Magnesium-Boron

## 1. はじめに

ダイヤモンドや *c*-BN 等の高硬度材料は、砥粒や加工部材として切削研磨加工など幅広い分野において利用されている。これら材料の製造は、高温高压などの特殊な条件下での製造が一般的である。高ホウ化物もまたダイヤモンドや *c*-BN 等に匹敵する高硬度特性をもち、これらの代替材料として期待される<sup>(1)</sup>。

高ホウ化物材料は、その結晶が図1の様なホウ素原子12個からなる正20面体ユニットが3次元的に配列した構造を持つために、耐熱性、高硬度などの優れた特性をもち<sup>(1)</sup>。

本研究では、高融点かつ高硬度、化学的耐久性の高い材料として汎用性のある高ホウ化物、アルミニウム（マグネシウム）ボライドに注目した。さらに中でも高硬度特性が優れていると言われている  $\text{AlMgB}_{14}$  が主結晶相となるように原料調合を検討し、高温高压などの特殊な条件を使わない雰囲気炉を用いたアルミニウムフラックス法で作製を試みたので報告する<sup>(2)-(5)</sup>。

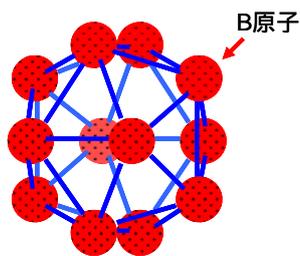


図1 高ホウ化物結晶中  $\text{B}_{12}$  正20面体構造ユニット

## 2. 実験方法

## 2.1 高ホウ化物結晶の作製

アルゴンガス雰囲気炉 (Ar (99.9%以上) 中) にて、高純度金属原料を高純度アルミナルツボ (99%) に入れて、アルミニウムフラックス法 (図2) で高ホウ化物であるアルミニウム (マグネシウム) ボライドを作製した。開始原料は、Al (99.99%), Mg (99.99%), B (99.5%) で総量 50 ~ 100g であった。過剰量のアルミニウムと、マグネシウムおよびホウ素のそれぞれの原料を調合し、1500 °C で溶融、2 ~ 3 時間保持した後、 $-7.5 \sim -15 \text{K/min}$  の降温条件により目的高ホウ化物結晶を析出成長させた。冷却後、析出結晶とアルミニウムの混合物を塩酸処理により、アルミニウムを溶解し、結晶を分離・回収した (図3)。

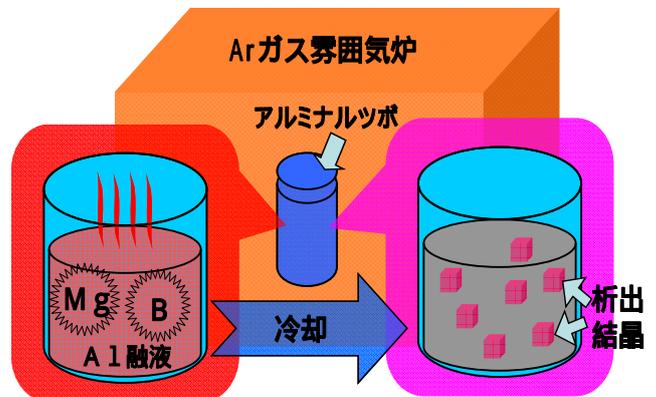


図2 アルミニウムフラックス法

\*1) 材料グループ

\*2) 千葉工業大学

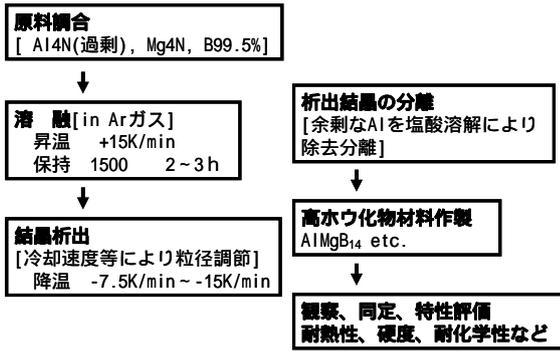


図3 実験手順

2.2 高ホウ化物結晶の同定，特性評価

得られた高ホウ化物結晶は，ビデオマイクロスコープ（VMS），SEM，EDX や X 線回折（XRD）などにより結晶形状観察，化学分析や結晶同定をおこなった。また硬度，耐熱性，耐薬品性など特性評価をおこなった。

3. 結果と考察

3.1 高ホウ化物結晶混合相

図4，5 にアルミナルツボ中の析出結晶と塩酸処理後の結晶の VMS 写真を示す。冷却後のアルミ中に高ホウ化物が析出している状況などがわかる。



図4 アルミナルツボ中の析出結晶

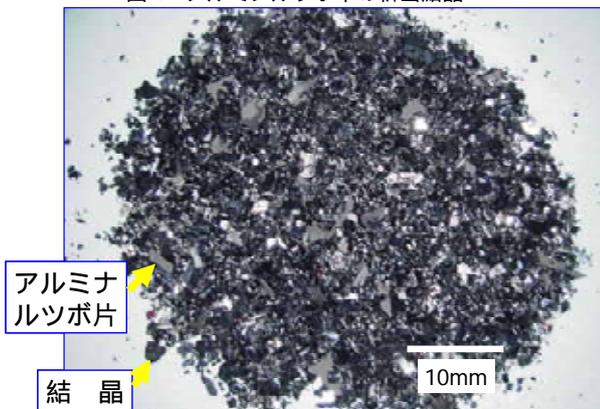


図5 塩酸処理後の結晶

表1 に調合割合，総量，溶融・冷却の作製条件を示す。次に得られた高ホウ化物結晶相の割合および結晶サイズを表2 に示す。この結果から，析出結晶は主に  $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$  や  $AlMgB_{14}$  であった。 $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$  の結晶は，比較的少量の

マグネシウムを含むアルミニウム融液から得られた。一方， $AlMgB_{14}$  の結晶はより多量のマグネシウムを含むアルミニウム融液から得られた。マグネシウムの添加量により  $AlMgB_{14}$  90%程度割合の結晶相を作製し，冷却速度の制御により 0.5～2.0mm サイズの結晶を作製した。結晶サイズは1500 での保持時間が長く，冷却速度が遅いほど大きくなる傾向があった。

表3 に示すように， $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$  結晶は， $-AlB_{12}$  構造であり，純粋な Al-B の二成分系に少量のマグネシウムを導入することで， $-AlB_{12}$  構造の単結晶相に近いものを得ることができた。一方， $AlMgB_{14}$  結晶を主成分として作製することは， $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$  に比べ困難であった。マグネシウムは高温で蒸気圧が高く非常に揮発しやすい，その一方で  $AlMgB_{14}$  は  $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$  に比べ Al-Mg-B 融液中により高濃度のマグネシウムが取り込まれるようにする必要がある。

表1 合成条件

試料名	Al Mg B (mol ratio)	総量 (g)	1500 保持時間(h)	降温速度 (K/min)
12-3-H	504:12:88	109	3	-15
14-3-H	518:14:88	104	3	-15
20-2-H	509:20:88	55	2	-15
20-2-L	509:20:88	62	2	-7.5
20-3-H	509:20:88	112	3	-15
30-2-L	509:30:88	63	2	-7.5
40-2-L	564:30:88	63	2	-7.5
50-2-L	550:30:88	63	2	-7.5

表2 結晶相比率および結晶サイズ

試料名	結晶相比率	大きさ(mm)
12-3-H	$Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{12} \gg AlMgB_{14}$	1.0～2.0
14-3-H	$Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{12} > AlMgB_{14}$	1.0～2.0
20-2-H	$AlMgB_{14}, Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{12}$	0.5～1.0
20-2-L	$AlMgB_{14}, Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{12}$	0.5～2.0
20-3-H	$AlMgB_{14}, Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{12}$	1.0～2.0
30-2-L	$AlMgB_{14}, Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{12}$	0.5～2.0
40-2-L	$AlMgB_{14}, Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{12}$	0.5～2.0
50-2-L	$AlMgB_{14}, Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{12}$	0.5～2.0

(ルツボ浸食)

表3 Al-Mg-B 高ホウ化物結晶

Al-Mg-B
少量 Mg $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}, (-AlB_{12}) [ -AlB_{12}]$
- $AlB_{12}$ : 斜方晶，銀赤鉄鉱色
- $AlB_{12}$ : 正方晶，銀赤鉄鉱色
多量 Mg $AlMgB_{14}$
$AlMgB_{14}$ : 斜方晶，銀黒色

3. 2  $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$  結晶

マグネシウムが少量添加（表1, 2のMgモル比が12, 14）の条件で析出する結晶のVMS写真を図6に, SEM写真と結晶モデルを図7(1), (2)に示す。斜方晶系の銀赤鉄鉱色で, 成長した結晶の形は平面に平行に  $B_{12}$  正 20 面体ユニットが配列した構造をしている。図7では結晶の平面と(100)面が平行になっている。Al や Mg の原子は  $B_{12}$  正 20 面体ユニット間の 11 種類のサイトに統計的に分布している<sup>(2), (4)</sup>。  $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$  ( $-AlB_{12}$  タイプ) 結晶,  $-AlB_{12}$  結晶の微小部 XRD 結果を図8に示す。

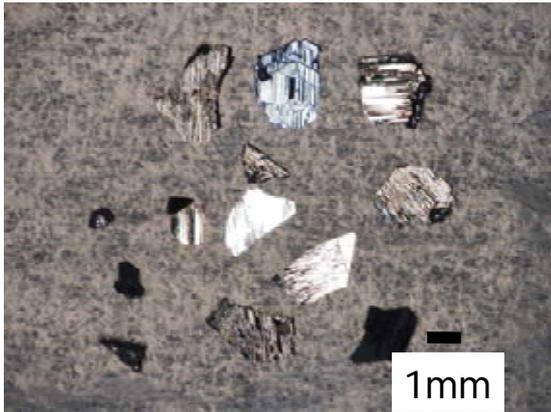
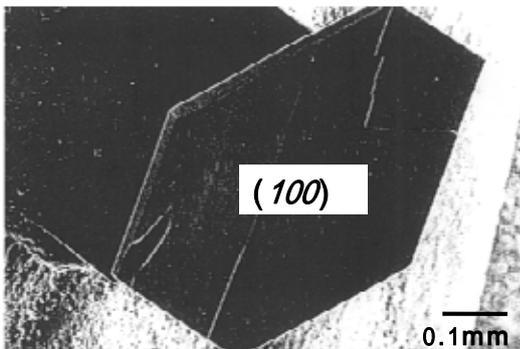


図6  $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$  結晶

(1)



(2)

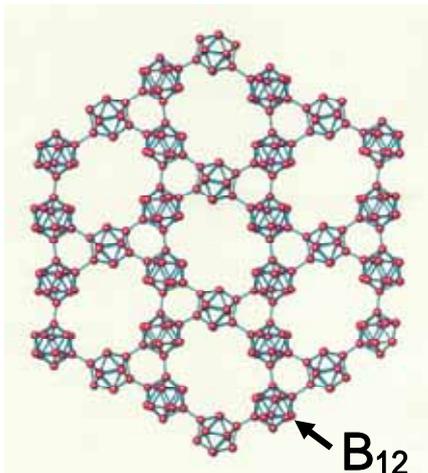


図7  $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$  結晶

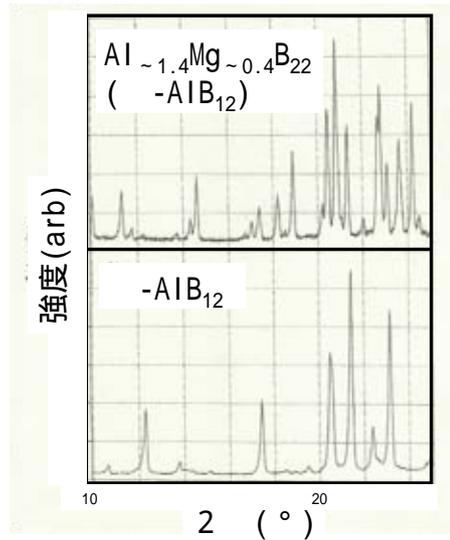


図8  $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$ ,  $-AlB_{12}$  結晶の微小部 XRD (12-3-Hよりピックアップ)

3. 3  $AlMgB_{14}$  結晶

マグネシウムが多量添加（表1, 2のMgモル比が20~50）の条件で析出する結晶のVMS写真を図9に, SEM写真と結晶モデルを図10(1)~(3)に示す。斜方晶系の銀黒色で,  $Al_{-1.4}Mg_{-0.4}B_{22}$ と同様に, 結晶の形は平面に平行に  $B_{12}$  正 20 面体ユニットが配列した構造をしている<sup>(3), (4)</sup>。図10(1), (2)では結晶の平面と(001)面が平行になっている。Al や Mg の原子は図10(3)に示した  $B_{12}$  正 20 面体ユニット間のサイトに配置している。 $AlMgB_{14}$  結晶の XRD 結果を図11に示す。

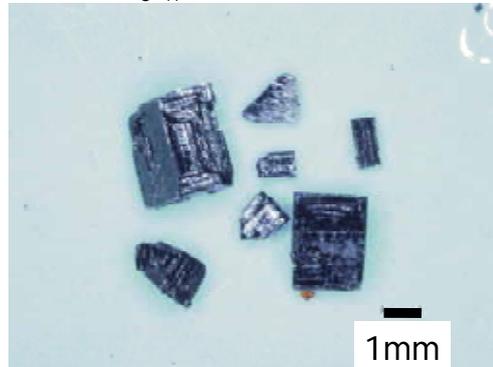


図9  $AlMgB_{14}$  結晶

(1)

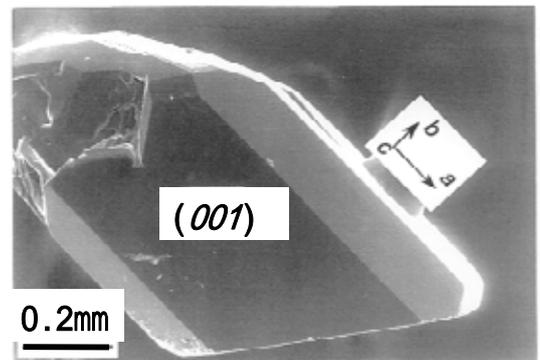
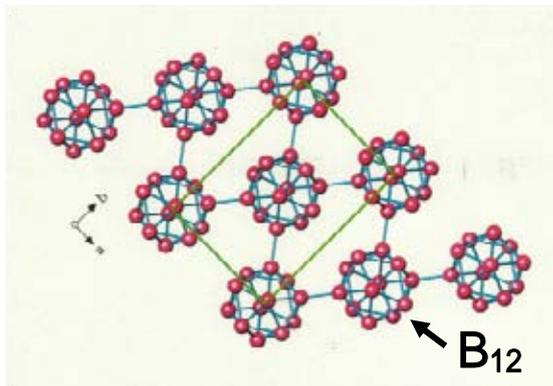


図10  $AlMgB_{14}$  結晶

(2)



(3)

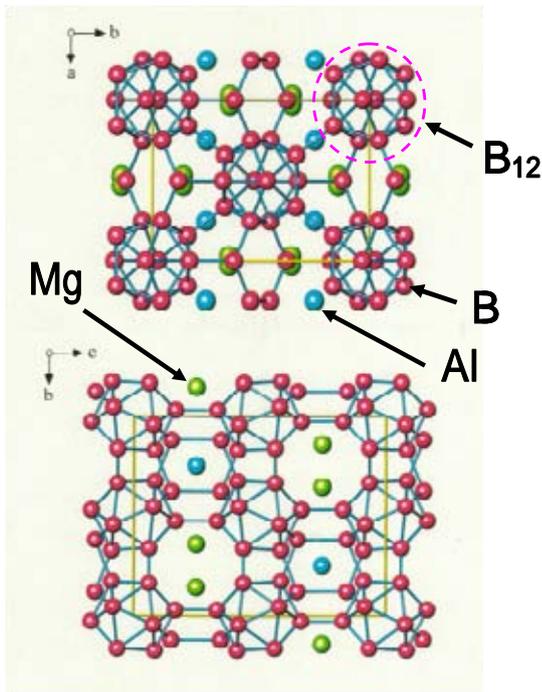


図 10 AlMgB<sub>14</sub> 結晶

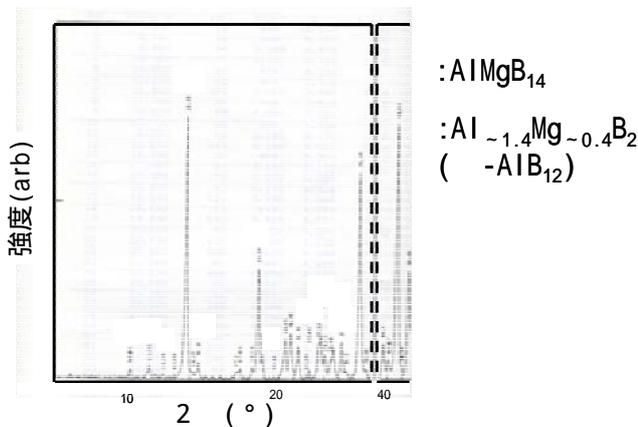


図 11 AlMgB<sub>14</sub> 結晶の XRD (20-3-H より)

### 3.4 AlMgB<sub>14</sub> 結晶の特性

AlMgB<sub>14</sub> 結晶の諸特性を調べた結果を表 4 に示した。耐熱性に関しては、大気中では 1000 以上で分解を始めるが、アルゴン雰囲気では耐熱性が高くおよそ 2030 付近で分解した。硬度は、約 20 GPa であり、ダイヤモンド等に準ずる程度の値であった。しかし、若干脆さに課題があった。耐化学性(耐水性、耐酸性)は良く、特に変化がなかった。

表 4 AlMgB<sub>14</sub> 結晶特性

<b>耐熱性</b>	2000 -2100	アルゴン雰囲気中保持分解
<b>硬 度</b>	20(最大24)GPa	(脆さにやや問題)
<b>耐化学性</b>	耐水性：純水 80 保持	
	耐酸性：濃塩酸・濃硫酸	室温保持
	24時間変化無し	

### 4. まとめ

高純度金属を開始原料とした Al-B 系に Mg を加えた Al-Mg-B 系において、高融点かつ高硬度、化学的耐久性の高い材料として汎用性のある高ホウ化物、アルミニウム(マグネシウム)ボライドの作製を試みた。作製は常圧で、アルゴンガス雰囲気中の電気炉を用いた簡易手法であるアルミニウムフラックス法で行うことができた。AlMgB<sub>14</sub> が主結晶相となるように原料調合・作製条件を調べ、AlMgB<sub>14</sub> 90%程度の割合で、0.5~2.0mm サイズの結晶を作製した。

今後こうした高ホウ化物材料の利用用途として、加工部材や砥粒として使用する場合、副結晶の影響、粒径の均一化、材料の持つ諸特性(硬さ・脆さ・耐熱温度)を考慮した検討をしなければならない。

(平成 19 年 6 月 29 日受付, 平成 19 年 7 月 23 日再受付)

### 文 献

- (1) 東以和美:「ホウ化物の化学」,セラミックス 37 No.4 pp.251-254 (2002).
- (2) I.Higashi, T.Ishii, T.Narukawa, Y.Imura, M.Tanaka, T.Sugawara and T.Shishido: "Crystal Growth of -AlB<sub>12</sub> and -AlB<sub>12</sub> from High-Temperature Al Solutions", ICCG-13/ICVGE-11, p.180 (2001).
- (3) I.Higashi, T.Ishii, Y.Imura, M.Tanaka, T.Sugawara and T.Shishido: "Growth of B<sub>12</sub> Icosahedral Crystals of Al-Mg-B System", ICCG-13/ICVGE-11, p.181 (2001).
- (4) I.Higashi, T.Shishido, T.Ishii, Y.Imura, M.Tanaka and T.Sugawara: "Study of Crystal Growth of Boron-Rich Compounds in the Al-Mg-B system", ISBB'02, p.53 (2002).
- (5) 田中実, 東以和美:「Al-Mg-B 系高ホウ素化合物の作製」, 日本セラミックス協会第 19 回秋季シンポジウム講演予稿集, p.104 (2006).

## 論文

## 廃ガラスを使った放射性廃棄物の減容・固化

小山 秀美<sup>\*1)</sup> 小林 政行<sup>\*2)</sup>

## Volume reduction and solidification of radioactive waste incineration ash with waste glass

Hidemi Koyama<sup>\*1)</sup>, Masayuki Kobayashi<sup>\*2)</sup>

The low-level radioactive waste generated from research institutions and hospitals etc. is packed into a container and is kept. The volume reduced state or the unprocessed state by incineration or compression processing are used because neither landfill sites nor disposal methods have been fixed. Especially, because the bulk density is low, and it is easy to disperse, the low-level radioactive waste incineration ash incinerated for the volume reduction is a big issue for security, safety and stability in the inventory location. A safe and appropriate disposal processing method is desired. When the low temperature sintering method in the use of the glass bottle cullet was examined, volume reduction and stabilization of low-level radioactive waste incineration ash were verified. The proposed method is useful for the easy treatment of low-level radioactive waste incineration ash.

キーワード：放射性廃棄物，焼却灰，減容化，固化，廃ガラス

Keywords：Radioactive waste, Incineration ash, Volume reduction, Solidification, Waste glass

## 1. はじめに

日本国内では、原子力分野のみならず多くの分野で放射性同位元素（R I）が利用されている。例えば、研究開発分野ではトレーサーとして、医療分野では種々の診断、治療に、実用的な分野としては滅菌処理や非破壊検査等にも利用されている。現在、R Iを利用している事業所数は約4,600事業所ある<sup>1)</sup>。これらの事業所でのR Iの利用に伴って、注射器、試験管、作業着、廃液、実験動物等が放射性廃棄物として大量に発生している。

研究機関や病院などから発生する低レベル放射性廃棄物は、処分方法が確定していないため、焼却や圧縮処理により減容化された状態または未処理の状態ドラム缶に詰めて保管されている。特に、減容化のために焼却された低レベル放射性廃棄物焼却灰は、比重が軽く、飛散しやすく、容量がかさむので保管場所の確保、安全性、安定性、取り扱いなどの面で問題がある。焼却灰のドラム缶による保管では、火災や爆発などの事故が起きたときに放射性物質が飛散する危険性がある。より安全で、安定した処理方法が求められている。

本報では、低レベル放射性廃棄物焼却灰に対し、廃ガラス（カレット）を用いた低温焼結法を検討したところ、放射性廃棄物焼却灰の減容化、安定固化に画期的な効果が得られることが分かったので報告する<sup>2)</sup>。

## 2. 実験方法

<sup>\*1)</sup> 資源環境グループ

<sup>\*2)</sup> 東京都下水道局（前資源環境グループ）

2. 1 焼却灰とカレット試料 実験に用いた焼却灰は、放射性廃棄物の焼却処理を実施している事業所から提供されたもので、R Iを含有していない点を除けば、放射性廃棄物と同一廃棄物から作製したものである。焼却灰は、乾燥後均一化のためにアルミナ製スタンプミルで粉碎し、1 mmの篩を通過したものを使用した。カレットは、ガラスびんリサイクル事業で廃棄されたものを粉碎後、篩でカレット45（-45 μm）、カレット90（+45-90 μm）、カレット250（+90-250 μm）の3種類に粒度分けしたものを使用した。

2. 2 焼却灰と使用したカレットの特性試験 蛍光X線分析装置（リガク製；RIX-3000）を用いて、焼却灰とカレットの化学組成を酸化物として求めた。焼却灰の炭素については、炭素分析装置（ヤナコ製；CHNコーダーMT-5）を用いて分析した。示差熱天秤装置（マックスサイエンス製；TG-DTA2000）を用いて、焼却灰の重量変化（TG）と温度差（DTA）の測定を行った。測定条件は、10 μm以下に粉碎した焼却灰粉末約20mgを、昇温速度10 /min、1200 まで測定した。カレットの熱膨張係数の測定を、熱機械分析装置（マックスサイエンス製；TD-5010）を用いて行った。粒度分けしたカレット45、90、250の粒度分布を、粒度分布測定装置（日立ハイテック製；LA-920）を用いて測定した。

2. 3 焼却灰固化体の作製 焼却灰固化体は、カレットと焼却灰を焼却灰混合率0～100%の範囲で調合して作製した。調合したものをアルミナ製乳鉢で混合攪拌後、水を10%加えて均一化し、成型用のダイスを用いて成型圧100 MPaで60秒間加圧しペレット状に成型した。成型したものを電気炉で焼成し焼却灰固化体を作製した。焼成温度は、700、750、800、850、900の5条件とした。焼成のためのプログラムは、

室温から昇温速度 10 /min, 各焼成温度に 2 時間保持, 降温速度 10 /min, 600 で 1 時間徐冷して固化体を作製した。

2.4 作製した焼却灰固化体の評価試験 日本工業規格 (JIS R 2205-1992:耐火レンガの見掛気孔率・吸水率・比重の測定方法) により, 焼却灰固化体の見掛気孔率, 吸水率, かさ比重を測定した。電子顕微鏡 (日立製; S-2400) を用いて焼却灰固化体の焼結状況を調べるために, 固化体の表面および破断面を観察した。日本工業規格 (JIS K 7211-1976: 硬質プラスチックの落錘衝撃試験方法通則) に記載されている試験装置を用いて焼却灰固化体の衝撃による破壊の状況を調べた。試験条件は, 落とすおもりの質量 500g, 落下高さ 30 cm とした。X線回折装置 (リガク製; RINT 2000) を用いて焼却灰固化体の結晶化状況を測定した。測定試料は焼却灰固化体を 10 $\mu$ m 以下に粉砕し, CuK $\alpha$  線により 40kV-30mA で測定した。日本工業規格 (JIS K 0058-1-2005: スラグ類の化学物質試験方法 - 第 1 部: 溶出量試験方法) の利用有姿による試験方法により, 焼却灰は粉体で, 焼却灰固化体は焼結後の形状で溶出試験を行った。固化体からの溶出量は, 蛍光 X 線分析装置を用いて点滴法により X 線強度を測定して求めた。焼却灰の減容化率 (%) は, 焼却灰と焼却灰固化体の体積から式 (1) で求まる値とした。

$$\text{減容化率} = (A - B) / A \times 100 \quad (1)$$

A: 焼却灰の体積

(焼却灰固化体を作製する前の焼却灰のみの体積)

B: 焼却灰固化体の体積

### 3. 結果及び考察

3.1 焼却灰とカレットの特性試験結果 蛍光 X 線分析と炭素分析から求めた焼却灰とカレットの化学組成分析結果を表 1 に示す。焼却灰の主成分は SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, TiO<sub>2</sub> などであり, 一般のごみ焼却灰や下水汚泥焼却灰と比べると TiO<sub>2</sub> の割合が高いことが特徴である。カレットは, 主成分が SiO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O, CaO のソーダ石灰ガラスの化学組成であり, ガラスの化学組成以外の不純物の混入はほとんどなかった。焼却灰を示差熱天秤で測定した結果を図 1 に示す。TG 変化では, 800 までで 14% の減量がある。焼却灰に炭素が 7.5% 存在することから, 未燃炭素の燃焼による減量と低温における水分の気化による減量が主なものと考えられる。さらに 1000 までで 9% の減量がある。この減量は廃棄物の焼却過程では分解や揮発しなかった成分が分解, 揮発するために生じたと考えられる。DTA の結果で, 500 付近の発熱反応は, 未燃炭素の燃焼によるものと考えられる。1100 以上で灰の一部が溶融するためと考えられる吸熱反応が生じることが分かった。低レベル放射性廃棄物の焼却処理を現在行っている事業所では, 800 で焼却処理を実施している。800 以下で焼成すれば, 新たな RI 成分の揮散を抑えながら焼結できると考えられる。焼却灰中に重金属

が塩化物の状態で存在すると低い温度で揮散するとの報告もあることから<sup>3)</sup>, RI 成分や重金属を大気中に揮散させないで, 安定固化, 減容化するためには, できるだけ低温で焼結させることが重要である。カレットの熱膨張特性は, 熱膨張係数 ( ) 92.0  $\times 10^{-7}$ , ガラス転移点 (T<sub>g</sub>) 563.2, 屈伏点 (T<sub>d</sub>) 614.2 であった。化学組成分析の結果と同様に, カレットがソーダ石灰ガラスの特性を示した。

表 1. 焼却灰とカレットの化学組成 (mass%)

化学組成	RI 焼却灰	カレット
SiO <sub>2</sub>	27.4	71.2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17.9	2.3
CaO	16.1	11.2
TiO <sub>2</sub>	10.0	0.1
C	7.5	0.0
Na <sub>2</sub> O	5.1	12.2
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	4.7	0.0
MgO	4.3	0.8
Cl	3.0	0.0
K <sub>2</sub> O	2.0	1.1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.9	0.2
SO <sub>3</sub>	0.6	0.2
Others	0.5	0.7

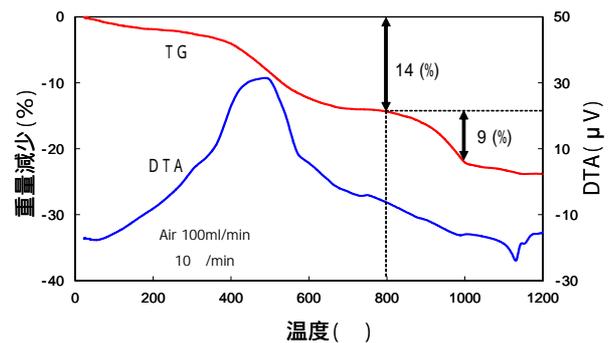


図 1. 焼却灰の TG - DTA 特性

RI 廃棄物焼却灰を 800 以下で低温焼結させるためには, 軟化点の低いソーダ石灰ガラスなどを利用する必要がある。使用したカレットは化学組成分析や熱膨張測定の結果から, ソーダ石灰ガラス原料として利用できることが確認された。粒度分けしたカレット 45, 90, 250 の 3 種類の粒度分布測定を行った結果, 粒度分けが, 正確にできていると判断した。

3.2 作製した焼却灰固化体の評価試験結果 焼成温度 800 での焼却灰混合率と固化体気孔率の関係を図 2 に示す。気孔率は, 焼却灰混合率の増加に伴って増加する。しかし, カレット粒径が小さく (45, 90) 焼却灰混合率が低い 30% 以下では, 発泡するため, 気孔率が急激に高くなる現象が生じた。これは, カレット粒径が小さいと低温で焼結が開始し, カレットの割合が高いと焼却灰から発生するガスを逃がしづらくなるため, 発泡が生じたと考えられる。

焼却灰混合率と吸水率, 気孔率の測定結果において, 高い相関関係が認められたので, 気孔は独立気孔が少なく, 連続気孔の割合が高いと考えられる<sup>2)</sup>。

焼成温度 800 での焼却灰混合率と固化体かさ比重の関係を図 3 に示す。かさ比重は、焼却灰混合率の増加に伴って下がる傾向を示すが、カレット粒径が小さく、焼却灰混合率が低い 30%以下では、固化体が発泡し、気孔率が増加するためにかさ比重の低下が生じた。発泡現象は粒径が小さいカレット 45 で顕著であった。しかし、焼却灰混合率が 30%以上になるとカレット粒径の差はほとんどなくなった。焼成温度を変化させた場合のカレット 45 固化体の焼却灰混合率とかさ比重の関係を図 4 に示す。焼却灰混合率が 30%までは、発泡の影響でかさ比重の違いが生じたが、40%以上では温度の違いによる差は少なくなった。これは、焼成温度が高い方が固化体の緻密化が進行するが、焼却灰が多くなると焼結が部分的にしか進まないため温度の効果が小さくなるものと考えられる。焼成温度 750 でも、焼却灰混合率が 30%までは発泡によるかさ比重の低下があることから、固化体の焼結が 750 より低い温度で開始すると考えられる。また、焼成温度 700 では、強度が低く固化体の発泡が生じないことから、カレット（ソーダ石灰ガラス）の軟化点 730 前後から焼結が開始すると考えられる。以上の結果から、焼却灰固化体は軟化点付近から焼結し、カレット粒径が小さく焼成温度が高いと焼結がより進む。焼却灰混合率が 40%以上に高くなると焼結が部分的になるため、粒径や温度による違いは少なくなった。

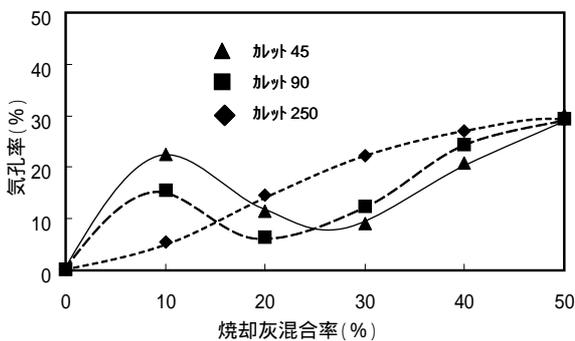


図 2. 焼却灰混合率と気孔率 (800 )

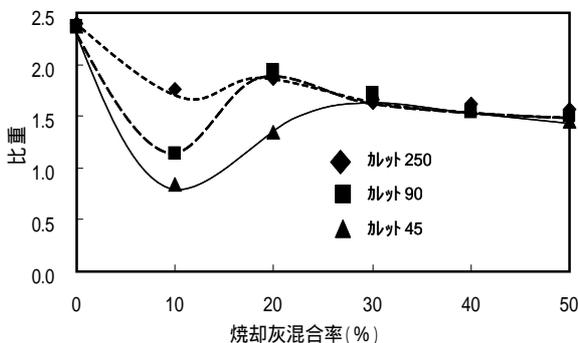


図 3. 焼却灰混合率と比重 (800 )

焼却灰固化体の焼結条件と焼結状態の違いを電子顕微鏡写真として図 5 に示す。カレット 45 焼却灰混合率 40% 固化体は、焼成温度を 800 ( a ) から 900 ( b ) に高くすると、カレットの粘度が下がり焼結が進行するため、表面が

平滑になる。カレット粒径をカレット 45 ( a ) からカレット 250 ( c ) に大きくすると焼結開始が遅れる。粒径を小さくすることにより低温で焼結が起こる粒径効果<sup>4)</sup>がこの焼却灰固化体においても認められた。焼却灰混合率が 10%と低い場合 ( d ) は、固化体に気孔が生じる事が確認された。この現象は、カレットの割合が高いと焼結が急激に進行し、焼却灰から発生するガスが、固化体内から揮散できなくなるためと考えられる。この結果は、見掛気孔率、吸水率、かさ比重の測定から得られた結果とも一致している。

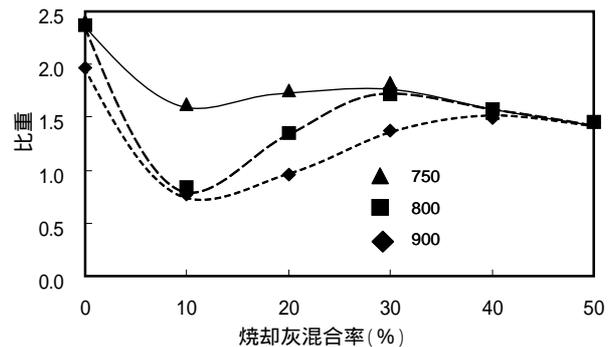


図 4. 焼却灰混合率と比重 (カレット 45)

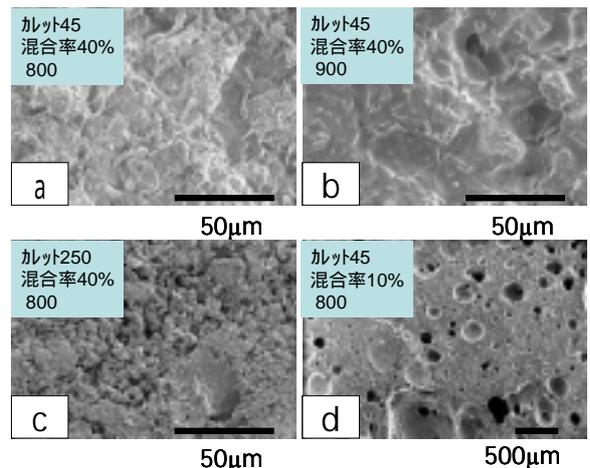


図 5. 焼結条件と表面の状態 (SEM写真)

800 で焼成した固化体の衝撃試験結果から、カレット 45 焼却灰混合率 40%の固化体は、割れても粉々にならなかった。しかし、焼却灰 100%の固化体は粉々になり微粉状態になった。焼却灰混合率が低い場合、固化体はガラス容器や窓ガラスが割れた状態に近く、焼却灰を固定化できる。焼却灰 100%で焼結することが減容化のためには最も有利であるが、焼却灰単独や低温では焼結が進まないため、耐衝撃性のある固化体ができない。焼却灰を低温焼結するためにはカレットの添加が不可欠である。

焼成温度 800 における焼却灰単独試料とカレット 45 焼却灰混合率 40%試料の粉末 X線回折結果を図 6 に示す。この結果から、焼却灰にカレットを添加するとカレットが単なるバインダーとしてではなく、焼却灰とカレットの間で新たな反応が

進行し、焼却灰単独の結晶化と違いがあることが確認された。また、カレットを添加した際に析出してくるソーダライト型結晶 ( $\text{Na}_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{Cl}_2$ ) は、R I の溶出抑制効果が期待される化合物と考えられている<sup>5)</sup>ことから、カレットを使った低温焼結効果として R I 成分を取り込んだ鉱物化の可能性も期待される。

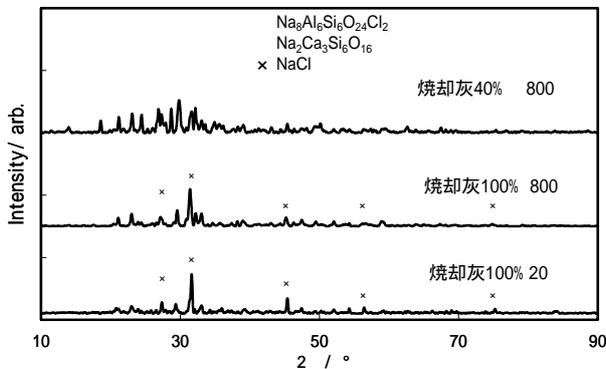


図6 焼却灰と焼結体のX線回折

焼却灰に比べ千倍以上溶出抑制効果が高かった焼却灰固化体の焼却灰混合率と溶出濃度の関係は、焼却灰混合率が高くなると、どの元素も溶出量が増加した<sup>2)</sup>。これは、焼結が部分的になるため、溶出しやすくなると考えられる。

焼却灰混合率 30%、焼成温度 800 での、焼却灰固化体のカレット粒径を変えたときの溶出液中の Cl, S, P, Ca の溶出濃度の関係を図 7 に示す。どの元素もカレット粒径 45 は溶出量が少なく、粒径が大きくなる (90, 250) と溶出量が増加している。カレット粒径が小さいと、焼却灰混合率が同じでも溶出抑制効果が高いことが分かった。これは、電子顕微鏡観察や気孔率、吸水率の測定結果から、焼却灰混合率 30% の場合カレット粒径が小さい方が、焼結がより進行するため、気孔率、吸水率が少なくなり溶出抑制効果が高くなるためと考えられる。

放射性廃棄物の焼却処理を実施している事業所の焼却灰には、<sup>33</sup>P, <sup>35</sup>S, <sup>45</sup>Ca などの R I が含まれている。R I は、放射性を持たない非 R I とほとんど同じ化学的特性を示すため、今回の焼却灰固化体の P, S, Ca などの溶出特性結果から、R I の溶出特性についても同じような特性を示すと考えられる。

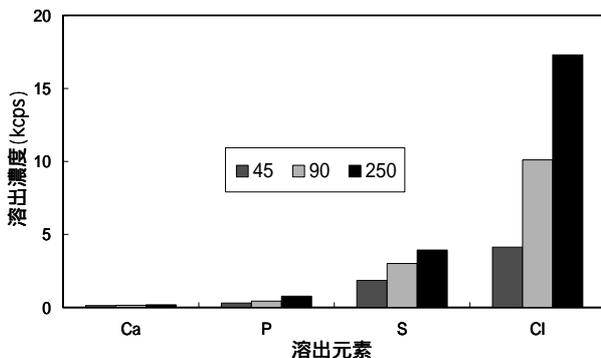


図7 カレット粒度と溶出濃度

焼却灰の焼結による減容化の様子を図 8 に示す。( a ) は焼却灰単独の写真。( b ) は、( a ) の焼却灰にカレットを重量比で 1.5 倍加えた写真。( c ) は、( b ) を成型後 800 で焼成した焼却灰固化体の写真である。焼却灰固化体にすることにより、焼却灰が約 40% 減容化されている。焼却灰混合率 30% を超えると、焼結前の焼却灰と比べて焼結後の焼却灰固化体の体積が小さくなり、減容化される。焼却灰混合率が高くなると、強度は小さくなるが焼却灰混合率が 50% 以上であれば、どの温度条件においても、焼却灰の体積と比較すると焼結後の焼却灰固化体の減容化率は 50% 以上が達成できた。また、温度の違いによる減容化率の差がほとんど生じなかったのは、焼却灰混合率が 30% 以上になると焼結による体積の収縮効果が少なくなるためと考えられる。



図8 RI 焼却灰の減容

#### 4. 結論

低レベル放射性廃棄物焼却灰に対し、廃ガラスのカレットを用いた低温焼結法を検討した結果、以下の点が明らかになった。

- 1) 焼却灰固化体は耐衝撃性もあり、焼却灰のように粉々にならないため、広域飛散等の危険性が大幅に減少する。
- 2) 焼却灰固化体は低温焼結により新たな結晶が析出し、R I の固定化が期待されるソーダライト型結晶の析出も確認された。
- 3) 焼却灰に比べ、焼却灰固化体は溶出抑制効果が大幅に向上し、R I の溶出抑制効果も期待できる。
- 4) カレットによる低温焼結は 800 以下で焼結が可能で、焼却灰混合率 50% 以上の条件では、減容化率 50% 以上が達成できた。

(平成 19 年 6 月 29 日受付、平成 19 年 8 月 17 日再受付)

#### 文 献

- (1) 日本アイソトープ協会：「放射線利用統計 2005」, pp. 1-5 (2006)
- (2) 小山秀美, 小林政行, 堀尾正勲：「廃棄物焼却灰の減容化・安定化方法の開発」, 環境資源工学, Vol.53, pp.171-177, (2006)
- (3) 中山勝也 他：「飛灰に含有される重金属のハロゲン化反応による乾式分離特性」, 廃棄物学会論文誌, Vol.13, No.5 pp.271-278 (2002)
- (4) 神保元二：「粉体 その機能と応用」, 日本規格協会, pp.231-234 (1991)
- (5) 西村友広, 坂村義治：「廃棄物固化技術」, 電中研レビュー, No.37, pp.60-64 (2000)

## 論文

## バックグラウンド計測を必要としない電解濃縮トリチウム水測定法

齋藤 正明<sup>\*1)</sup> 今泉 洋<sup>\*2)</sup> 加藤 徳雄<sup>\*3)</sup>石井 吉之<sup>\*4)</sup> 高橋 優太<sup>\*2)</sup> 齋藤 圭一<sup>\*5)</sup>Tritium measurement without background counting  
for water sample treated by electrolysis enrichmentMasaaki Saito<sup>\*1)</sup>, Hiroshi Imaizumi<sup>\*2)</sup>, Norio Kato<sup>\*3)</sup>,  
Yoshiyuki Ishii<sup>\*4)</sup>, Yuta Takahashi<sup>\*2)</sup>, Keiichi Saito<sup>\*5)</sup>

The difference of count rate between an enriched tritium sample and the non-enriched sample is the product of the net count rate and (enrichment factor - 1). This relationship gives a net count rate without background deduction. This method was applied to tritium water treated by electrolysis enrichment and the result was verified. The reliability and error of the measurement were comparable with the conventional measurement. This measurement was found to be useful for tritium enrichment analysis.

キーワード：バックグラウンド計数，濃縮倍率，トリチウム水，測定，電解濃縮

Keywords: background count, enrichment factor, tritium water, measurement, electrolysis enrichment

## 1. はじめに

放射能測定で正味の計数率を得るために，一般にバックグラウンド計測値の減算が必要である。液体シンチレーションカウンタによる天然水トリチウム水測定では，とりわけ，無トリチウム水の実測がバックグラウンド計測として不可欠であった。対象とする試料水のトリチウム濃度が極めて低く，濃縮操作を経ても，測定器の検出限界に近い地下水や深層海水試料が少なくない。トリチウムの線最大エネルギーが18.6 keVと低く，低エネルギー領域での計測は種々の妨害を受けやすい<sup>(1)(2)</sup>。このような理由から，沸騰を極力避け蒸留するなどして精製にも気を遣い，試料水，標準水，及び無トリチウム水の三者を可能な限り同一の条件で計測するよう努めなければならない。

環境トリチウム測定を開始するにあたって，最初に必要となるのが無トリチウム水の入手である。著者の知る範囲では無トリチウム水は販売されていない。一般には大気循環しにくいと期待される大深度地下水をねらって無トリチウム水を探す例が多いようである。また，無トリチウム水を得るために，天然ガスなど化石燃料の燃焼，水電解ガスの再結合など<sup>(3)-(6)</sup>の努力がなされてきた。

著者は東京近郊の数十カ所の地下水調査の上で，150倍濃

縮してもトリチウムが検出できなかった地下水を選定し，無トリチウム水として採用してきた。数百リットル分をタンクに保管，使用してきたが，残量も少なくなってきた。同一の井戸から再度採取，補充する際にもトリチウムが検出できないことを再確認しなければならない。自然環境水は流動しているため，何年か後の採取の際に濃度が変わっていないという保証はない。また，採取時に他の地層の地下水が混入するおそれもある。さらに，水源の管理者，所有者に許可を得る手続きにしても，放射能という説明が入るだけになにかと面倒である。以上のように無トリチウム水の確保は一般に容易でない。

さらに，無トリチウム水を使用した同一パイアルの計測でさえ万全とは言えず，1回目，2回目，3回目の計測値で理論的な計数誤差を超える変動も出現する<sup>(2)</sup>。近年，環境水濃度の低レベル化に伴い，分析精度に及ぼすバックグラウンドの寄与はますます増大しているにもかかわらず，化学発光，静電気，空気中ラドンなど影響要因の除去も極限レベルにおいては限界がある。

以上述べてきたように，無トリチウム水の利用は入手，保存，調製及び汚染に気を遣うだけでなく，無トリチウム水計測自体が理想的なバックグラウンド計測として必ずしも完全ではない，というのが実情である。本報告も，各地の降水トリチウムの同時観測を行うクロスチェックの過程で，バックグラウンド信頼性の確認を行ったことがこの研究の契機であった。

本報の手法は測定者間でバックグラウンド計数をチェックするための方法であったが，異常計数値の判定としても

<sup>\*1)</sup>ライフサイエンスグループ

<sup>\*2)</sup>新潟大学自然科学系(工学部)

<sup>\*3)</sup>愛媛県立医療技術大学保健科学部

<sup>\*4)</sup>北海道大学低温科学研究所

<sup>\*5)</sup>北海道大学薬学部

役立つものである。また、前述したように多くの研究者が無トリチウム水の入手と管理に苦労してきたが、バックグラウンド計測自体を不要とする測定法としても有用であるので報告する。

濃縮試料の計数率から未濃縮試料の計数率を差し引いたものは、正味の計数率に(濃縮倍率 - 1)を乗じたものである。この関係を利用すれば、バックグラウンド計数率を使用せずに正味の計数率を得ることができることになる。トリチウムの電解濃縮測定法に適用し、トリチウム測定及び誤差について、バックグラウンド計数を使用する従来の手法と比較検証した。

本報ではバックグラウンドを使用しない方法をBG-lessと表し、特に区別するとき従来法をBG-useと表示した。

## 2. 理論

本報告の理論を箱に入った玉の質量測定に例えてみる。バックグラウンド計数率を空箱だけの質量、試料水の正味の計数率を1個の玉の質量、濃縮倍率を玉の個数と考える。10個の玉の入った箱の質量から1個の玉の入った箱の質量を差し引いたものは9個分の玉の質量ということになる。従って10個の玉の入った箱及び1個の玉の入った箱をそれぞれ計量すれば、空箱の計量なしに玉1個の質量を算出することができる。

以上の仕組みをトリチウム水電解濃縮測定に記述し直すと、試料水正味計数を正味計数、バックグラウンド計数をBGと表示して、濃縮水の計数は

$$(\text{正味計数} \times \text{濃縮倍率} + \text{BG})$$

未濃縮水計数は

$$(\text{正味計数} + \text{BG})$$

濃縮水計数から試料水計数を差し引くと、BGが除去され、

正味計数

$$= (\text{濃縮水計数} - \text{未濃縮水計数}) / (\text{濃縮倍率} - 1)$$

となる。

濃縮水と未濃縮水の両者の計数を実測すれば、バックグラウンドを測定することなく、試料水の正味計数を算出することが可能となる。

本手法の測定で生じる計数誤差について述べる。計数誤差は総計数の平方根、独立変数の誤差の加減演算は2乗和の平方根、乗除演算は相対誤差の2乗和の平方根と数値乗除値との積、という一般に知られた誤差式を以下に記述する濃縮倍率算出式(1)、従来法トリチウム壊変数算出式(3)および、BG-less トリチウム壊変数算出式(5)に適用し、それぞれ理論的な誤差式(2)、(4)および(6)を誘導した。

濃縮倍率  $Z$  及び相対誤差  $_{Z}/Z$  .

$$Z = [N_1/t - N_b/t]/E_1 / [(N_0/t - N_b/t)/E_0] \quad \dots (1)$$

$$\begin{aligned} (_{Z}/Z)^2 &= (N_1/t^2 + N_b/t^2) / (N_1/t - N_b/t)^2 \\ &+ (N_0/t^2 + N_b/t^2) / (N_0/t - N_b/t)^2 \\ &+ (E_1/E_1)^2 + (E_0/E_0)^2 \quad \dots (2) \end{aligned}$$

この濃縮倍率は電解濃縮装置固有の装置定数であって、確認のために年一回程度測定されるもので、未知試料の測定の都度決定されるものではない。濃縮倍率の決定に際しては、(1)式のようにバックグラウンド測定が必要となる。ここで使用されるトリチウム標準水は未濃縮でも十分計測可能な高濃度であるので、使用される  $N_b$  は厳密な無トリチウム水のものでなくても決定値に大きな影響は与えない。

従来法による試料の壊変数  $A$  及び相対誤差  $_{A}/A$  .

$$A = (N_1/t - N_b/t) / E_1 / Z \quad \dots (3)$$

$$\begin{aligned} (_{A}/A)^2 &= (N_1/t^2 + N_b/t^2) / (N_1/t - N_b/t)^2 \\ &+ (E_1/E_1)^2 + (Z/Z)^2 \quad \dots (4) \end{aligned}$$

本法(BG-less)による試料の壊変数  $A$  及び相対誤差  $_{A}/A$  .

$$A = (N_1/t - N_0/t) / (ZE_1 - E_0) \quad \dots (5)$$

$$\begin{aligned} (_{A}/A)^2 &= (N_1/t^2 + N_0/t^2) / (N_1/t - N_0/t)^2 \\ &+ (E_1/E_1)^2 + (E_0/E_0)^2 + (Z/Z)^2 \quad \dots (6) \end{aligned}$$

ただし、

$N$	: 計数
$E$	: 計数効率
$t$	: 計数時間
$Z$	: 電解濃縮倍率
$l$	: 濃縮水
$0$	: 未濃縮水
$b$	: 無トリチウム水

## 3. 実験

試料水を蒸留し 1200.0 g を固体高分子電解質型自動トリチウム濃縮装置(ペルメレック電極社)で電解濃縮した。濃縮水を再度蒸留し、液体シンチレーションカウンタで計測した<sup>(7)-(12)</sup>。

計測条件は次の通りである。

計測水量: 40.00 g

計数バイアル: POLYVIALS 145 SLD; (ZINSSER ANALYTIC 社)

シンチレータ: ULTIMA GOLD LLT (Perkin Elmer 社) 60 ml,

静電気除去バイアル表面被覆剤: SB-8 (尚和化工社)

トリチウム標準試料: JRI9911, 130 Bq g<sup>-1</sup> ± 1%

液体シンチレーションカウンタ: LB-5 (Aloka社), 外部標準線源自動効率校正。バイアルコンペア庫内にラドン除去用活性炭を配置。計数時間: 100分間 × 11回 (この内初回計数を無条件破棄), 検出限界値: 40 mBq kg<sup>-1</sup> (BGの3 から算出<sup>(7)</sup>)

バイアル試料を調製し、約一週間暗所放置後、BG - 濃縮水 - 未濃縮水 - BGのバイアル順で計測を繰り返した。

バックグラウンド計数値を(3)式に適用し、未濃縮計数値を(5)式に適用して各々トリチウム濃度を算出し、比較した。

使用した各試料水は当所の測定業務に関わる降水など天然試料が主であったが，濃度  $0.3 \text{ Bq kg}^{-1}$  以下の試料水はトリチウム標準試料を無トリチウム水で希釈して調製した。

#### 4. 結果

標準トリチウム水(未濃縮)の実測値  $N_0/t = 37$  (cpm)，及び濃縮水  $N_1/t = 400$  (cpm) から濃縮倍率  $Z = 12.8$ ，計数誤差から相対誤差  $\sigma_z = 0.007$  (0.7%) が算出された。実測値の統計的な標準偏差から算出して，計数効率の相対誤差は  $\sigma_e = 0.003$  (0.3%) であった。

当方の典型的な測定例，濃縮倍率12.8，計数効率 0.22，計測試料水量 40.00 g について，上記の誤差をほぼ一定とみなし，計数値を式(4)及び式(6)に適用した。X軸のトリチウム濃度に対して，Y軸に計数誤差から生じる相対誤差  $1 - A/A$  を描いたものが図1である。

図中で，実線はバックグラウンド計数を使用しないBG-less法による計数誤差(6)式の算出結果を，破線がバックグラウンド計数を使用した従来法による計数誤差(4)式の算出結果を示している。

従来法との比較において，誤差の違いの主要部は，濃縮水計数値との2乗和を取る相手がバックグラウンド計数値であるか，あるいは未濃縮試料計数値であるか，という違いであるから，試料水濃度が低ければバックグラウンドに近いことになり，両者の違いが小さくなっていく。また，試料水濃度が高ければ，両者共に相対誤差が低下し，誤差自体が問題とならなくなる。

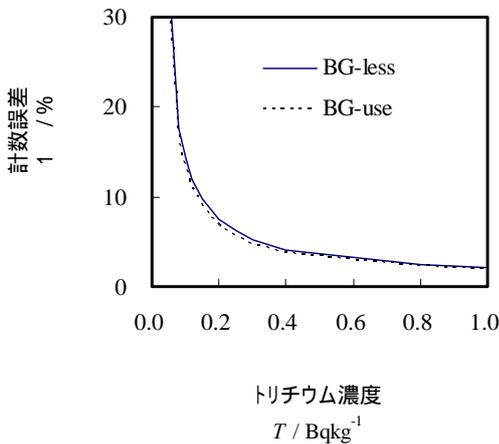


図1. 電解濃縮における計数誤差から生じる

トリチウム濃度相対誤差の比較

BG-less : バックグラウンド計数を使用しない新測定法

BG-use : 従来法

相対計数誤差1 の数値を例示すれば，降水の最低レベル  $0.1 \text{ Bq kg}^{-1}$  試料では従来法 13% に対して BG-less法 14%，また降水の最高レベル  $1.0 \text{ Bq kg}^{-1}$  試料では従来法 2% に対して BG-less法 2%，と数値的にはほとんど違いがなかった。

BG-less法は従来法より計数誤差が大きくなることは式からも明らかであるが，算出された誤差量の違いは従来法と区別できなかった。

従来法の(3)式によるトリチウム濃度算出値をX軸に，BG-less法の(5)式から得られたトリチウム濃度算出値をY軸にプロットし，図2 に示した。図中の直線は  $Y = X$  である。この結果における相関係数は0.999であった。

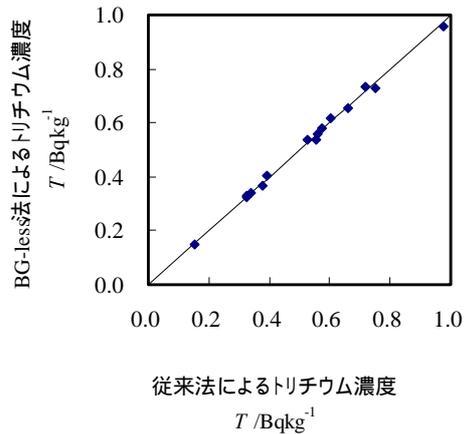


図2. 従来法による濃度算出値  $T_{BG-use}$  とBG-less法による濃度算出値  $T_{BG-less}$  の関係  
相関係数  $R=0.999$ .

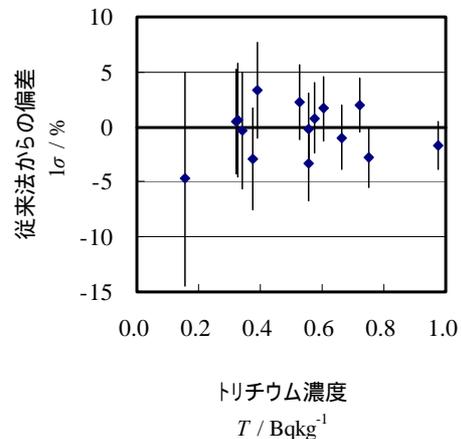


図3. BG-less法による濃度算出値の従来法からの

相対偏差

エラーバーは計数誤差  $\pm 1$

この図2 に示した関係を詳細に示すために，BG-less法による濃度  $T_{BG-less}$  を従来法による濃度  $T_{BG-use}$  からの相対偏差，

$$Y = 100 \times (T_{BG-less} - T_{BG-use}) / (T_{BG-use})$$

として，図3にプロットした。図中のエラーバーは各濃度における計数誤差を示している。以上からBG-less法と従来法のトリチウム測定結果について，次のことが言える。

- (1) トリチウム濃度  $0.1 - 1.0 \text{ Bq kg}^{-1}$  の環境水レベルの範囲において、傾向的な偏りは認められない。
- (2) 計数誤差が 2 - 10 % であったのに対し、相対標準偏差(変動係数)は 2 % と算出された。従来値との違いは計数誤差の範囲であり、実測上の違いは認められない。

BG-less法はこれまで述べてきたように、無トリチウム水を必要としないことが、最大のメリットである。さらに、BG-less法では濃縮水バイアルと未濃縮バイアルとを続けて計測することが可能で、計数時刻や溶液状態などを類似の状態に近づけやすい。また、一つのバックグラウンド計数値が全てのバイアルの測定値に影響してしまう、という従来法でのリスクを分散できるメリットも期待できる。

前述の、理論的な計数誤差を超える計測値の変動<sup>(2)</sup>に対して、バックグラウンド計測及び未濃縮水計測の両者とも行って結果を比較することで、繰り返し計測を待たずに異常計数値を検知することができ、測定信頼性が高まる。

## 5. まとめ

外部放射線の影響を避けたい低レベル放射能測定では、これまでバックグラウンド計測が不可欠であった。本報において、バックグラウンド計測を必要としないBG-less法を報告した。このBG-less法による測定誤差を見積もり、トリチウム濃度算出値を従来法の算出値と比較した。

その結果、環境試料濃度範囲において、測定値及び測定誤差の違いは認められず、本方法は有効であることが確認できた。

環境トリチウム測定にBG-less法を採用すれば、無トリチウム水に関わる労力を節減できる。あるいは、無トリチウム水及び未濃縮水の両方とも計測しておけば、再実験が困難な環境測定値に疑問が生じた際に、測定データの検証に役立てることができ、信頼性の向上が期待できよう。

(平成 19 年 7 月 9 日受付, 平成 19 年 8 月 9 日再受付)

## 文 献

- (1) 井上義和, 岩倉哲男, *Radioisotopes*, **33**, 431-436(1984)
- (2) 佐藤兼章, 小野容子, 新田済, 前山健司, 磯貝啓介, 樋口英雄: *Radioisotopes*, **46**, 135-143(1997)
- (3) 森嶋彌重, 古賀妙子, 丹羽健夫, 河合廣, *Radioisotopes*, **36**, 126-128(1987)
- (4) 水口義則, 池辺幸正, 佐久間洋一, 天野忍, 大林治夫: 保健物理, **24**, 31-37(1989)
- (5) 木村捷二郎, 宮村知宇, 松並忠男, 保健物理, **26**, 355-360(1991)
- (6) 佐久間洋一, 山西弘城, 小平純一, 大林治夫, 金田英彦, 手塚真知子: 保健物理, **30**, 127-132 (1995)
- (7) 「放射能測定法シリ - ズ 9 トリチウム分析法」 文部科学省, p.68, 日本分析センター (2002年7月)
- (8) 斎藤正明, 今泉 洋, 高篠静香: 地下水技術, **43**, 1-6(2001)
- (9) 斎藤正明, 高田茂, 島宗孝之, 錦 善則, 清水秀人, 林 貴信: *Radioisotopes*, **45**, 285-292 (1996)
- (10) 斎藤正明, 高田茂: *Radioisotopes*, **45**, 483-490 (1996)
- (11) 斎藤正明, 磯貝啓介, 佐藤兼章, 今泉 洋: *Radioisotopes*, **49**, 333-338(2000)
- (12) 今泉 洋, 高篠静香, 斎藤正明, 山口 貢, 福井 聡, 佐藤孝雄: *Radioisotopes*, **51**, 101-108(2002)
- (13) 斎藤正明, 今泉 洋, 加藤徳雄, 石井吉之, 高橋優太, 斎藤圭一: *Radioisotopes*, **56**, 1-6(2007)

## 論文

## 光ルミネッセンス法による照射食品の迅速測定とその特性

関口 正之<sup>\*1)</sup> 山崎 正夫<sup>\*1)</sup> 水野 弘明<sup>\*2)</sup> 後藤 典子<sup>\*3)</sup>  
 穂原 昌司<sup>\*4)</sup> 等々力 節子<sup>\*4)</sup> 本田 克徳<sup>\*5)</sup>

## The characteristics of rapid detection of irradiated foods by photostimulated luminescence (PSL)

Masayuki Sekiguchi<sup>\*1)</sup>, Masao Yamazaki<sup>\*1)</sup>, Mizuno Hiroaki<sup>\*2)</sup>, Michiko Goto<sup>\*3)</sup>, Shoji Hagiwara<sup>\*4)</sup>,  
 Setsuko Todoriki<sup>\*4)</sup>, Katsunori Honda<sup>\*5)</sup>

The Photostimulated luminescence (PSL) method offered a rapid, convenient and sensitive way for detecting irradiated food. We developed a new PSL system with the tree classification modes for identifying irradiated foods. The present study reports the changes of the signal intensities and the typical decay curves of PSL for irradiated the powdered leaf products and several kinds of silicate minerals under dark storage. Any of powdered leaf products under dark storage at 4-50 showed the typical decay curves of PSL even after 5 months, and irradiated paprika and yellow ochre could be still identify after heat-treatment at 120. PSL intensities of silicate minerals increased with the increase of radiation dose and show a linear relationship up to a about 1kGy, but varied among silicate minerals.

キーワード：光ルミネッセンス (PSL)，照射食品，検知法，迅速測定，鉱物質

Keywords: Photostimulated luminescence(PSL), Irradiated foods, Detection method, Rapid measurement, Silicate minerals

## 1. はじめに

光ルミネッセンスは、正確には光刺激ルミネッセンス (Photostimulated Luminescence : PSL と略す) と呼ぶ。

照射食品検知の分野では、1990年代に英国スコットランド大学原子力研究センター (SURRC) が PSL 測定装置の開発を行い<sup>(1)(2)</sup>、その後欧州における実証研究<sup>(3)</sup>を経て2002年に欧州連合 (EU) の欧州標準規格 (公定法: EN13751:2002) に採用された<sup>(4)</sup>。PSL 法は、食品に付着又は混入したケイ酸塩からなる鉱物質や骨を構成するハイドロキシアパタイト、貝殻などのカルシウム化合物が対象となる。

鉱物質等が放射線照射されると励起と電離が起こり、飛び出した電子が結晶の格子欠陥や不純物に捕獲され準安定な状態で留まる (捕獲電子)。これを光で刺激すると、蓄積されたエネルギーは蛍光 (光ルミネッセンス) として放出される。PSL 法ではこの蛍光を測定し照射の有無を判定する。PSL 法は、前処理を必要とせず短時間測定が可能のため現場対応可能な新しい検知技術として期待されている。

本稿では、当センターと (独) 農研機構 食品総合研究所、日本放射線エンジニアリング (株) の三者の共同開発研究 (H16 年度) をもとに開発した PSL 装置の概要と鉱物及び

乾燥食品を対象に PSL 法の特性を検討した結果を報告する。

## 2. 方法

2.1 PSL 測定装置の開発 装置の開発では、(1) 励起光源の適正化、パルス間隔、波長特性、(2) 最大光量を得る光源配置、(3) 試料室の遮光対策、(4) 蛍光用バンドパスフィルタ及びフォトマルの選択、(5) データサンプリング間隔、(6) データ処理と判別方法などの点の改良を重ねた。その過程では試作機を用いた PSL の研究も実施し、装置の基



図1. 照射食品検知用 PSL 測定装置

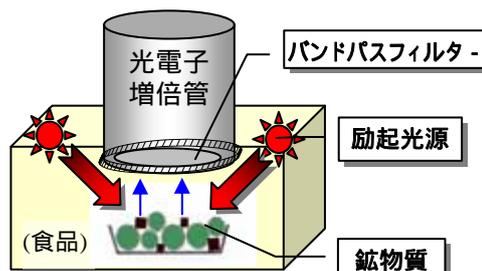


図2. PSL 測定装置構造 (概念図)

\*1) ライフサイエンスグループ、  
 \*2) 東京都下水道局 (元産技研)  
 \*3) 東京都福祉保健局 (元産技研)  
 \*4) (独) 農研機構 食品総合研究所  
 \*5) 日本放射線エンジニアリング株式会社

本特性も調べた<sup>(5)</sup>。なお、パブリカの加熱処理実験(3.5)を除き本研究では試作機を使用した。

2.2 鉱物付加ペーパーディスク試料の調製 PSL装置の感度を管理するための指標の作製と鉱物質の照射線量と照射後のPSL発光量の変化を定量的に評価することを目的として、鉱物質を付加したペーパーディスク(鉱物付加ディスクと略す)を作製した。

鉱物試料には、地球化学的岩石標準試料(花崗閃緑岩 JG-1, 長石 JF-1, 黄土 CJ-1, 黄砂 CJ-2: ゼネラルサイエンス(株)製), 及び特製黄土(E-55: ヤマニファーストセラミックス製)を用いた。鉱物試料は、ナイロンメッシュの篩(50 $\mu$ m)をかけた後、それぞれアニール処理(400 $^{\circ}$ C 2hr 加熱)を行った。

次に鉱物粉末の一定量を、予め高圧蒸気滅菌したポリビニルアルコール3%水溶液(重合度 2000: 和光純薬製)20mlに懸濁し、スターラーで攪拌しながらマイクロピペットで50 $\mu$ lを滅菌ペーパーディスク(径8mm, 厚さ1.5mm: アドバンテック製)に滴下させ、クリーンベンチ内で1昼夜以上乾燥させた。なお、ペーパーディスクへの各鉱物の付加量は、黄土 CJ-1, 黄砂 CJ-2 は0.25mg, 特製黄土 E-55 は0.4mg, 花崗閃緑岩 JG-1 は0.05mg, 長石 JF-1 は0.005mg となるようにした。作製した鉱物付加ディスクは、アルミキャップ(径10mm)の底にいれプチルゴム栓で遮光し照射用の素子とした。ガンマ線に対するPSL発光量の線量応答は、0.1kGyから2kGyの線量範囲で調べた。また、1kGy照射した試料の経時変化(常温保存)を調べた。

2.3 食品試料 市販の粉末の葉菜類を使用し、熱ルミネッセンス(TL)法によって放射線照射されていないことを確認した。この試料にガンマ線を照射した(0.5kGy, 5kGy, 10kGy)後、試料を保存した。室温下(約25 $^{\circ}$ C)で直射日光の当たらない室内光下で保存したものを“明所保存試料”とし、また約8, 25, 50日に保持した恒温器内で遮光保存したものを“暗所保存試料”とした。保存開始から、“明所保存試料”は、15分から4時間後まで、また、“暗所保存試料”は、1日から5ヶ月後までPSL測定を実施した。

同一試料に対して複数回測定を行った場合、及び高温処理(120 $^{\circ}$ C 乾熱処理)した場合の発光量の減少についても評価を行った。

2.4 PSL測定と発光量の評価 PSL測定には専用のステンレスシャーレ(径50mm, 深さ15mm)を使用した。鉱物付加ディスクは中央にディスク固定用の穴を開けた円板(径50mm)に固定し、食品試料はシャーレ底部の全面を覆うよう均一に入れ測定した。

PSLの積算発光量は、励起光照射後90秒間の積算カウント数からダークカウントに相当するバックグラウンドの積算値を減じて求めた。また、PSL発光曲線は、0.1秒毎のカウント数を1秒当りに換算したカウント数で表示した。

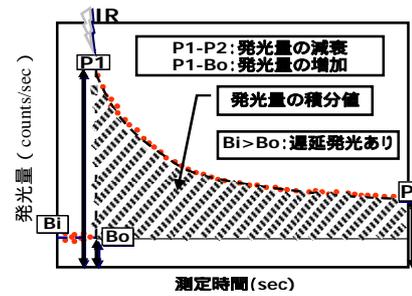


図3 . PSL 発光曲線と照射判定方式

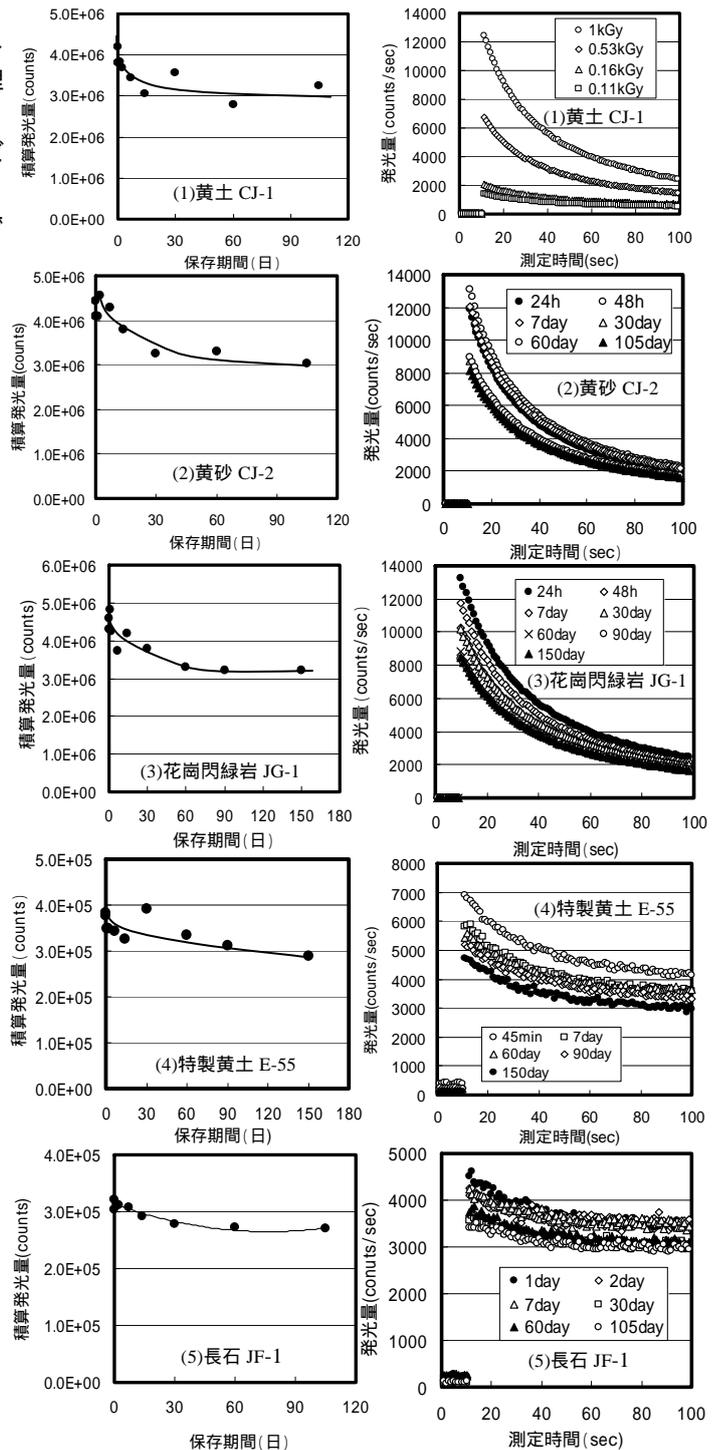


図4 . 鉱物付加ディスクの積算発光量と発光曲線の変化

### 3. 結果及び考察

3.1 PSL 測定装置の開発 完成型の試作機は，平成18年の初めに完成した。同年9月には日本放射線エンジニアリング(株)がコンパクトな市販型 PSL 測定装置の販売を開始した(図1)<sup>(6)</sup>。

装置の検出部にはシングルフォトンカウンティングシステムを使用した。さらに励起光源の出力を大きくするとともに，フォトマルに入る励起光のカットと励起された蛍光の特定波長範囲の光を選択的に取り込むためのフィルターセットを適正化して，バックグラウンドの低減化と感度の向上を実現した(図2)。

照射判定は，図1右のモニターで発光量の減衰を目視確認し行う。しかし，判定が困難な場合は機械判定を使用する。機械判定では，励起光照射後発光が時間と共に減衰する特性(発光量の減衰)，励起光を照射した場合の発光量の増加，発光量の積分値と閾値によるものの3つの判定方式の利用を可能とした(図3)。

選んだ判定方式に応じてモニター画面に判定結果が表示される。また，ダークカウント測定(10秒間測定)により，外光を受けた試料そのものが測定時に発光(遅延発光)していることを確認することも可能となっている。

3.2 各鉱物付加ディスクの積算発光量及び発光曲線と保存期間の関係(常温保存) 5種類の鉱物を付加したペーパーディスクに1kGy照射して暗所常温で保存した場合のPSL積算発光量の変化を図4の左側の図に示す。多少のばらつきはあるものの30~60日までに発光の減少は小さくなりほぼ一定の値に近づくことが明らかになった。3ヶ月以上経過した試料についても，PSL発光曲線は照射に特有な発光の増加に続く減衰のパターンを示し，目視確認が十分可能であった(図4右)。

また，TL法による検知で微量でも顕著な発光を示す石英閃緑岩や長石は，PSL法においても強い発光を示し，鉱物の種類によって発光量に大きな違いのあることがわかった。

3.3 鉱物付加ディスクの積算発光量の線量依存性 黄土及び黄砂の鉱物付加ディスクに線照射した場合の積算発光量の変化を調べた結果(図5)，1kGy以下ではほぼ直線的に発光量は増加する傾向にあった。

しかし，それ以上の線量では次第に発光量は飽和又は減少する現象が認められた。発光量の大きい長石では，1kGyまでの照射線量と発光量は直線的な関係を示し(図6左)，0.1kGyを照射した試料の発光曲線(図6右)においても発光の増加に続く減衰のパターンが認められた。

3.4 暗所保存した葉菜類の積算発光量の経時変化 暗所保存した葉菜類では，5ヶ月経過してもすべての試料で検知が可能であった。発光量は照射後しばらくは大きく減少するが，1~2ヶ月後以降は発光量の減少は緩やかとなった。また，保存温度が高いものほど発光量が小さくなる傾向が認められた(図7)。

0.5kGyを照射した葉菜類を4及び50で保存した場合

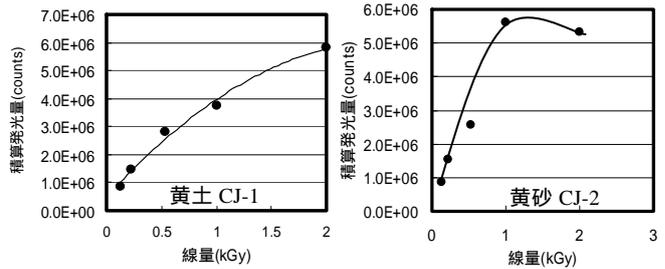


図5. 黄土及び黄砂の積算発光量の線量応答

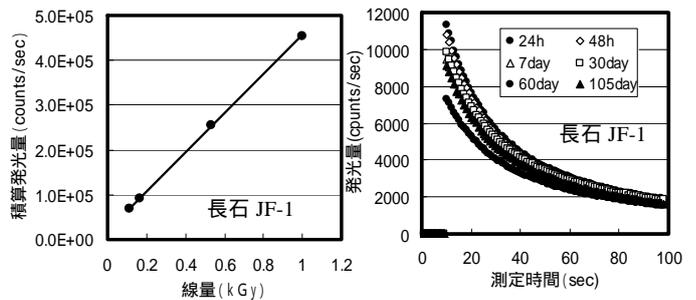


図6. 長石 JF-1 の積算発光量の線量応答と発光曲線の変化

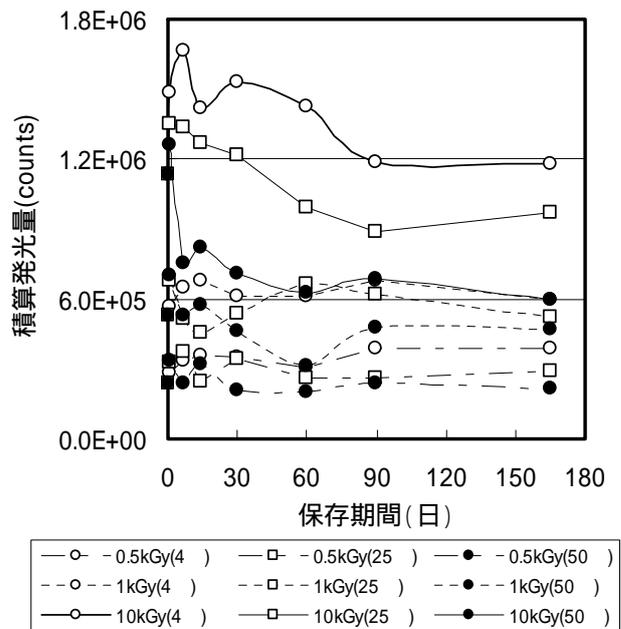


図7. 葉菜類のPSL積算発光量の経時変化 (4, 25, 50で暗所保存)

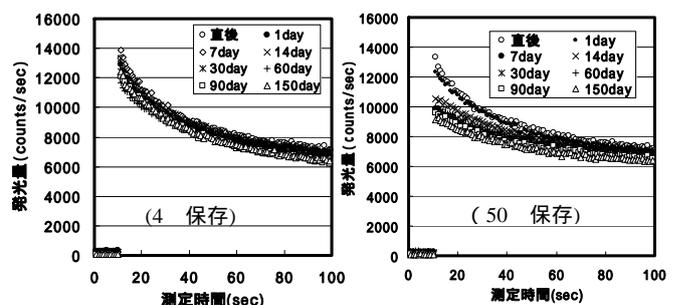


図8. 葉菜類(0.5kGy照射)の保存温度と発光曲線の変化 (暗所保存)

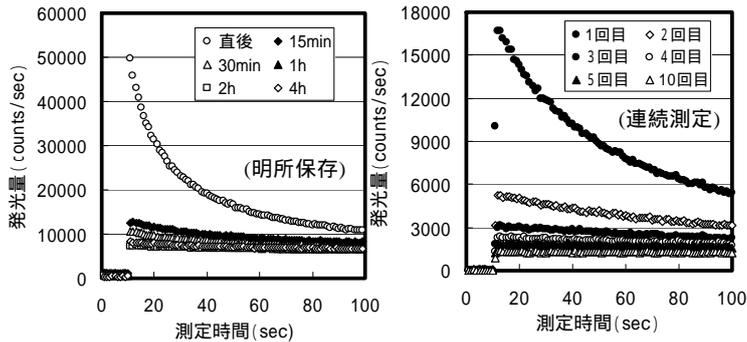


図9．明所保存（10kGy照射葉菜類粉末）と同一試料（5kGy照射）を連続測定した場合の発光曲線の変化

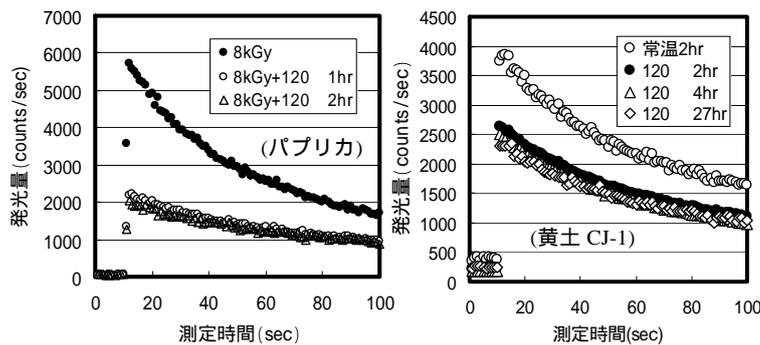


図10．パプリカ及び黄土CJ-1付加ディスクの加熱処理による発光曲線の変化

の発光曲線の変化を図8に示す。照射に特有な発光の増加に続く減衰のパターンは5ヶ月経過後であっても保存温度に関係なく確認できた。

暗所保存であれば東南アジアからの船舶による輸送（50 で2週間）後でも照射の確認は可能と考えられる。

### 3.5 明所保存した葉菜類の積算発光量の経時変化

葉菜類において、明所保存で照射の有無が検知可能な保存時間は、10kGyで4時間であった（図9左）。また、線量が5kGy, 1kGy, 0.5kGyと少なくなるに従ってその時間も1時間, 30分, 15分と短くなった。また、葉菜類の場合、同一試料を連続測定した場合、発光量は次第に減少するが発光曲線のパターンからも照射判定は可能であった（図9右）。

自然光等に曝露された場合、急速に発光は減少するが、粉体等では光の当たらない内部からの試料を測定に用いることにより照射判定は可能と考えられる。

3.6 加熱処理による発光曲線の変化 照射した食品を加熱処理した場合、PSLで照射判定が可能かどうかを検討するため、パプリカ（8kGy照射）と黄土付加ディスク試料（1kGy）に120 で加熱処理を行い発光曲線の変化を調べた（図10）。

120 の加熱により急速に発光量は減少した。しかし、パプリカでは1時間と2時間の処理、黄土付加ディスクでは2時間から27時間の処理の間で発光量に大きな違いがなく、いずれの場合も照射に特有な発光曲線のパターンが目視でも確認できた。このことから光ルミネッセンスは熱に対して、安定性が高いと推測できる。

## 4. 結論

（独）農研機構 食品総合研究所及び日本放射線エンジニアリング（株）との協力によりH18年度に実用性能を持つPSL測定装置のプロトタイプを完成させた。続いて、市販器に搭載する3つの照射食品の判定方式の参考データを得るため、各種食品及び鉱物付加ディスク試料について多様な条件でPSL測定を行った。

本研究では、以下に示すことが明らかとなった。

- (1) 鉱物試料場合、種類によりPSL発光量に大きな違いが認められた。長石の発光量は大きく0.1kGyの線量でも照射検知が可能であった。
- (2) 積算発光量は照射1～2ヶ月後までの減衰は大きかったが、3ヶ月後でも照射に特有な発光曲線のパターンが観測された。
- (3) 1kGyまでは線量の増加に対して積算発光量はほぼ直線的に増加し、それ以上の線量では飽和又は減少する傾向を示した。
- (4) 暗所保存の葉菜類の場合、高線量照射又高温保存されたものほど発光量の減少は大きくなった。しかし、0.5kGy照射、50 で5ヶ月保存の条件でも照射検知が可能であった。
- (5) 120 の加熱処理は発光量を減衰させるが、暗所保存の場合検知は可能であった。しかし、明所保存は発光の減少が大きく検知が困難となった。

（平成19年7月2日受付，平成19年7月24日再受付）

## 文 献

- (1) Sanderson D. C. W., Carmichael L. A., Naylor J. D., (1996) : Recent advances in thermoluminescence and photostimulated luminescence detection methods for irradiated foods, in Detection Methods for Irradiated Foods, ed McMurray et al, Royal Society of Chemistry, Cambridge, 124-138
- (2) Sanderson D. C. W., Carmichael L.A., S. Fisk. (1996) : Establishing Luminescence methods to detect irradiated food, Food Sci. Technol. Today, 12(2), 97-102(1998)
- (3) Sanderson D. C. W., Carmichael L.A., S. Fisk.: Photostimulated Luminescence Detection of Irradiated Herbs, Spices, and Seasonings: International Interlaboratory Trial: J. AOAC International, Vol.86, No.5, 990-997(2003)
- (4) EN 13751: Foodstuffs – Detection of irradiated food using photostimulated luminescence(2002)
- (5) 後藤典子, 菰原昌司, 等々力節子, 本田克徳, 山崎正夫, 関口正之, 水野弘明: 「照射粉末食品の光ルミネッセンス法による検知」, 食品照射, Vol.40, No.1-2, pp.11-14(2005)
- (6) 関口正之: 展望「光ルミネッセンス法を利用した照射食品検知装置の開発と実用化」, Isotope News, No.637, pp.2-6, May(2007)

# 三次元測定機による幾何偏差量測定の不確かさ評価

中西 正一\* 中村 弘史\*

## Evaluating uncertainty of geometric deviation measurement by CMM

Shoichi Nakanishi\*, Hiroshi Nakamura\*

キーワード：三次元測定機，不確かさ

Keywords : Coordinate Measuring Machine, Uncertainty

### 1. はじめに

当センターでは、従来から三次元測定機を使用して、機械部品等の三次元形状、寸法、位置等を測定する依頼試験を実施しており、トレーサブルな三次元測定機による測定を実現するために、産業技術連携推進会議、知的基盤部会、計測分科会が主催した ISO 15330 ドラフト規格検証実験<sup>(1)</sup>に参加した。ここでは、当センターが所有する三次元測定機による幾何偏差量測定における不確かさを評価した結果について報告する。

### 2. 実験概要

2.1 測定条件 実験に使用した三次元測定機及びスタイラス等の情報を以下に示す。

- (1) 測定機：ミットヨ社製 LEGEX707
- (2) プロープ：MPP-5H
- (3) スタイラス長さ：65 mm
- (4) チップ径：4 mm

なお、今回の実験では、「異なる測定機による同一ゲージの校正結果、不確かさ評価を実験的に比較する」ことを目的とし、測定時の温度測定については義務づけられていない。不確かさにおいても温度変動等の評価を含めていないが、測定室の環境条件は、温度  $20 \pm 1$ ，湿度  $55 \% \pm 3$  % に制御されている。

2.2 実験試料 今回の実験では、マルチスタイラスによる測定を前提とし、

- (1) JIS B 7440-5 に類似したマルチスタイラス評価
- (2) 複数姿勢での円筒型マスターゲージ測定

の測定を行う。この測定に使用した試料は、セラミック製マスターボールとアルミニウム製円筒である。

2.3 マルチスタイラス評価 マルチスタイラスの構成を図1に示す。5本すべてのスタイラスで、三次元測定機に取り付けたマスターボールを JIS B 7440-5 に準拠した方法

で測定し、マルチスタイラスにおける位置誤差、サイズ誤差、形状誤差を算出する。なお、マスターボールは、独立行政法人産業技術総合研究所より提供され、国家標準にトレーサブルに校正されている。

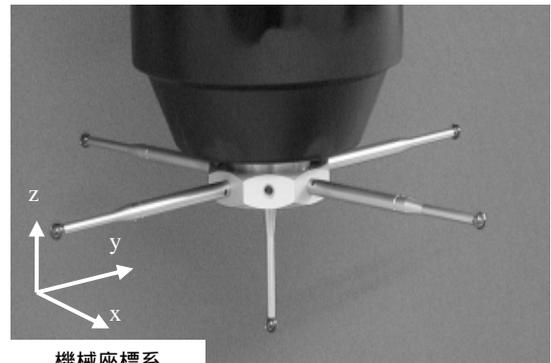


図1. マルチスタイラス構成プロープ

2.4 マスターゲージ測定 円筒型マスターゲージの模式図を図2に示す。マスターゲージ測定では、5種類の測定姿勢において、1本のスタイラスで測定するシングルスタイラス測定及び対向する2本のスタイラスで測定するマルチスタイラス測定により、平面度(面A)、真円度(円A、円B)、円筒度(円A-円B)、直角度(面Aと円A-円Bの円筒軸)の測定及びその不確かさを算出した。各測定姿勢毎に使用したスタイラスを表1に示す。

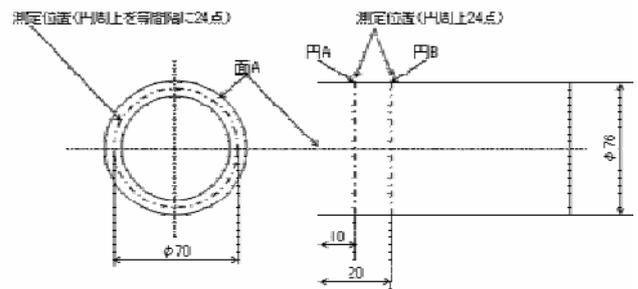


図2. 円筒型マスターゲージ模式図

\* 製品化支援室

表1. 各測定姿勢毎に使用したスタイラス

プローブ	ポジション X1	ポジション X2	ポジション Y1	ポジション Y2	ポジション Z
シングル					
マルチ					

### 3. 結果

マルチスタイラス評価のために測定したマスターボールの測定結果を表2に示す。マスターボールの直径校正値は、19.9923 mmである。また、マスターゲージの測定結果を表3に示す。表3に示すマスターゲージの測定結果は、測定点配置を変えた5回の測定の平均値である。

マスターボールの測定から得られた位置誤差、サイズ誤差、形状誤差は、マルチスタイラスによるマスターゲージの測定における不確かさ要因となる。

表2. マスターボール測定結果

スタイラスNo.	マスターボール中心座標			直径 [mm]	真球度 [mm]
	X [mm]	Y [mm]	Z [mm]		
	0.0001	0.0000	0.0000	19.9923	0.0004
	0.0000	0.0002	0.0000	19.9924	0.0004
	0.0002	0.0002	0.0003	19.9924	0.0006
	-0.0001	0.0002	0.0004	19.9924	0.0006
	0.0000	0.0000	-0.0002	19.9923	0.0006
合計	0.0001	0.0001	0.0001	19.9923	0.0011
位置誤差	0.590 $\mu\text{m}$			サイズ誤差	0.010 $\mu\text{m}$
				形状誤差	0.001 $\mu\text{m}$

位置誤差：測定により得られた各スタイラスにおけるマスターボール中心座標の分布する範囲

サイズ誤差：測定により得られた直径とマスターボールの直径校正値との差の絶対値

形状誤差：測定により得られたマスターボールの真球度

表3. マスターゲージ測定結果（幾何偏差）

単位：mm

	スタイラス	ポジション X1	ポジション X2	ポジション Y1	ポジション Y2	ポジション Z
平面度	シングル	0.0010	0.0009	0.0010	0.0011	0.0009
	マルチ	0.0010	0.0010	0.0011	0.0012	0.0014
真円度 (円A)	シングル	0.0679	0.0674	0.0662	0.0666	0.0669
	マルチ	0.0685	0.0672	0.0656	0.0666	0.0670
真円度 (円B)	シングル	0.0604	0.0602	0.0578	0.0581	0.0594
	マルチ	0.0610	0.0596	0.0575	0.0582	0.0590
円筒度	シングル	0.0958	0.0958	0.0943	0.0947	0.0949
	マルチ	0.0965	0.0956	0.0936	0.0946	0.0950
直角度	シングル	0.0165	0.0165	0.0166	0.0167	0.0166
	マルチ	0.0166	0.0165	0.0166	0.0166	0.0166

### 4. 測定の不確かさ

今回の実験において、当センターの三次元測定機での測定の不確かさを評価した結果を表4に示す。

前節で記述したようにマルチスタイラスによる測定の不確かさは、表2に示す位置誤差、サイズ誤差、形状誤差が含まれている。

また、シングルスタイラスによる測定の不確かさにおいて、円A、Bの測定で得られる真円度及び円筒度は各スタイラスの形状誤差に影響を受けるため、表2のマスターボールの測定結果から得られた真球度の平均値及び標準偏差を不確かさとして盛り込んでいる。

表4. 測定の不確かさ評価結果（幾何偏差）

単位：mm

	記号	シングルスタイラス	マルチスタイラス
平面度	$u_{rep}$	0.0001	0.0001
	$u_{geo}$	0.0000	0.0001
	$U_F$	0.0001	0.0007
真円度 (円A)	$u_{rep}$	0.0011	0.0011
	$u_{geo}$	0.0002	0.0004
	$U_R$	0.0018	0.0024
真円度 (円B)	$u_{rep}$	0.0010	0.0010
	$u_{geo}$	0.0005	0.0006
	$U_R$	0.0018	0.0024
円筒度	$u_{rep}$	0.0010	0.0010
	$u_{geo}$	0.0002	0.0004
	$U_{Cyl}$	0.0017	0.0023
直角度	$u_{rep}$	0.0001	0.0002
	$u_{geo}$	0.0000	0.0000
	$U_{Sq}$	0.0001	0.0008

$u_{rep}$ ：各姿勢での測定における測定点配置の違いによる不確かさ

$u_{geo}$ ：測定姿勢の違いによる不確かさ

$U_*$ ：各幾何偏差量校正における拡張不確かさ  
( $k=2$ )

### 5. まとめ

産業技術連携推進会議、知的基盤部会、計測分科会が主催したISO 15330ドラフト規格検証実験に参加した。

そして、当センターの三次元測定機の幾何偏差量校正における不確かさを評価し、トレーサブルな測定に向けて前進した。この結果を基礎として三次元測定機の測定の高信頼性に努めていく。

(平成19年6月29日受付、平成19年8月1日再受付)

### 文 献

- (1) 独立行政法人産業技術総合研究所計量標準総合センター 知的基盤部会 計測分科会 形状測定研究会「ISO 15330 ドラフト規格検証実験プロトコル Draft B-3」

# 熱電対測定データ取得の自動化

沼尻 治彦\*

## Automation of voltage measurement with thermocouples

Haruhiko Numajiri\*

キーワード：熱電対，LabVIEW，仮想計測器

Keywords：thermocouple，LabVIEW，Virtual Instrument

### 1. はじめに

当センターの熱電対の校正は，校正を受ける熱電対と標準温度計とを同じ温度に曝すことによって行う比較校正である。依頼温度が 200 以上の依頼試験においては電気炉を用い，炉の制御から結果の算出までを行う専用ソフトウェアによる測定を行っている。

しかし，依頼温度が 200 以下では電気炉の安定性の問題から恒温油槽を用いており，自動化されていなかった。また標準温度計には白金抵抗温度計を用いているため，白金抵抗温度計の温度表示と依頼品である試験熱電対の熱起電力を，測定者自身がそれぞれ個別に読み取り記録しなくてはならず，読み取り間違いや記入間違い等の可能性がありデータの信頼性に疑問が残っていた。

そこで今回，標準温度計の温度値および試験熱電対の熱起電力および室温をそれぞれの計器から読み取り，これらの値の記録を行うプログラムを作成し，測定データの信頼性向上を図った。

### 2. プログラム

プログラム作成に当たっては，測定データをリアルタイムで表示でき，測定データの傾向を容易に把握できるようグラフ化を条件とした。また抵抗温度計をつなぐデジタル温度計は RS-232C シリアルインタフェース，熱電対の熱起電力を測定するデジタルマルチメータは IEEE 488 GPIB(General Purpose Interface Bus)インタフェースであり，規格がそれぞれ異なるため，その両者に対応可能である NATIONAL INSTRUMENTS 社製のプログラム作成ソフトウェア LabVIEW (Laboratory Virtual Instruments Engineering Workbench) ver.7 を用いた。

#### 2.1 LabVIEW<sup>(1)(2)(3)</sup>

NATIONAL INSTRUMENTS 社製の計測解析用アプリケーション開発環境である「LabVIEW」は，アイコン表示のコマンドを使用してアプリケーションを作成するグラフィカルプログラミングである。プログラムの実行をテキストで

行うプログラム言語とは異なり，データの流によってプログラムを実行するデータフロープログラミングとなっている。

#### 2.2 Virtual Instrument(仮想計測器) VI

LabVIEW で作成するプログラムは実際の計測器の外観や動作を模していることから Virtual Instrument(以下 VI)と呼び，フロントパネルとブロックダイアグラムとから構成される。ユーザインタフェースとなるフロントパネルはツールやオブジェクトを使用して作成される。一方，ブロックダイアグラムはフロントパネルのオブジェクトを制御するためにグラフィカルに表現された関数が使用され，プログラムの実行要素を表すアイコンをワイヤでつなぎ，フローチャートに似た形を取っている。

#### 2.3 熱電対比較校正用 VI

依頼温度 200 以下の依頼試験に使用する機器は，恒温油槽が HART SCIENTIFIC 社(現 Fluke Company) HOT BATH Model 6022，標準となる抵抗温度計の測定値を表示するデジタル温度計は HART SCIENTIFIC 社 TWEENER Model 1502A，依頼品の熱起電力を測定する電圧計は datron WAVETEK 1271 selfcal digital multimeter である。また室温の測定にはこれまで自記式記録計を用いていたが，PC による自動測定とするため TWEENER Model 1502A をさらに 1 台用意し，抵抗温度計を接続した。

これらの計測器のインタフェースはデジタル温度計が RS-232C，電圧計が GPIB である。このためプログラムの複雑化を防ぐために RS-232C 用の VI と GPIB 用の VI を個別に作成し，それぞれサブ VI として階層化を図り，メイン VI である熱電対比較校正用 VI によりサブ VI からデータを集め，PC に記録を行うプログラムとした。

(1) デジタル温度計用 SubVI(RS-232C) ポート番号の入力端子と測定データの出力端子を持ち，指定したポートに接続されたデジタル温度計からのデータ取得を行うプログラムである。あらかじめ転送速度，データ長等をデジタル温度計のパラメータ<sup>(4)</sup>と一致させ，シリアルポートを初期化した上で測定データ取得を行うようにした。

\* 製品化支援室

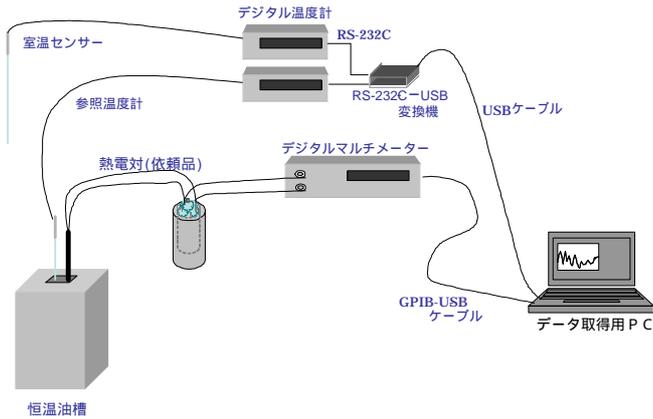


図1. 測定システムの概要

(2) 電圧計用 SubVI(GPIB) GPIB アドレスの入力端子と測定データの出力端子を持ち, 指定した GPIB アドレスを持つ電圧計からのデータ取得を行うプログラムである。電圧測定に際しては機種固有のコマンド<sup>(5)</sup>により, あらかじめ直流電圧測定, 測定レンジ, 測定桁数等の設定をすることで電圧測定を行うようにした。

(3) 熱電対比較校正用 VI (1)(2)の各 SubVI を実行させ, 取得データを数字およびチャートとして表示すると共に, 電子データとして保存するプログラムである。

フロントパネル上で取得データを保存するファイル名と保存先(図2)および測定タイトル(図2)を入力する。さらに測定間隔(図2), デジタル温度計の接続ポート番号(図2), 電圧計の GPIB アドレス(図2)の指定を行い, 測定を開始する。また, 標準温度計(図2)や試験熱電対(図2)の状態や番号等をコメントとして保存できるようにした。

測定が開始されると, 室温( ), 標準温度計により測定された油槽温度( )および試験熱電対の熱起電力(mV)の最新データがそれぞれ数字として表示される(図2)。さらに得られたデータをチャート図(図2)として表示することで, 測定状況の把握や異常値の早期発見を可能とした。

保存されるデータは始めに入力された測定タイトル, その後, 日付および時刻, 油槽温度, 標準器に対するコメント, 測定電圧, 試験熱電対に対するコメント, 室温となっており, 最新版が画面上に表示されるようにした(図2)。これらが指定した測定間隔ごとに自動追記されていく。

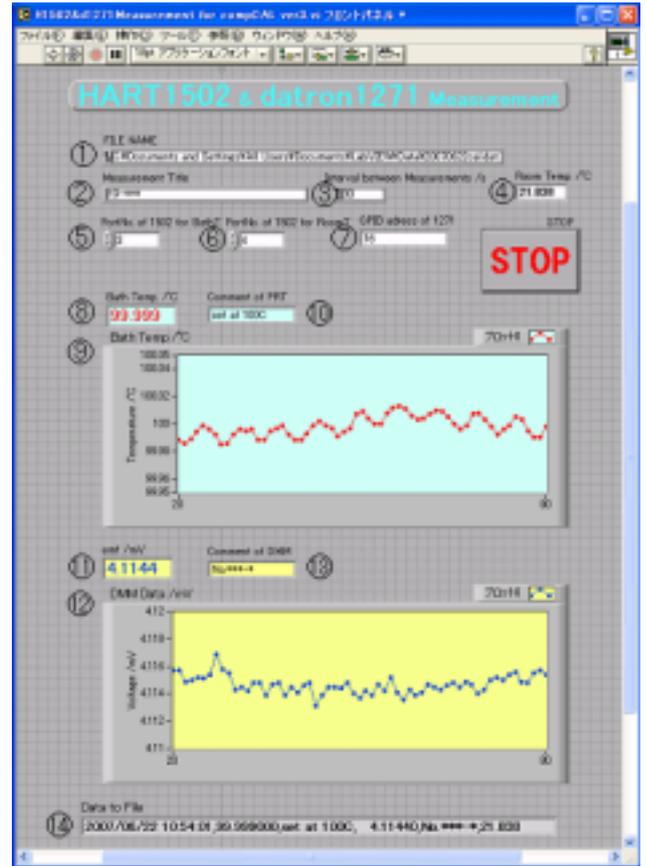


図2. 熱電対比較校正用 VI フロントパネル

### 3. まとめ

今回, 標準温度計の示す温度, 試験熱電対の示す熱起電力および室温を PC により自動取得するプログラムを作成した。熱電対の依頼試験のうち自動化されていなかった依頼温度 200 以下の試験においてデータ取得の自動化が図れた。また取得データを PC に保存する機能を持たせることで, 測定者による読み取りミス, 記入間違い等の人為的ミスを排除することができた。

これにより今後は, 信頼性のより高い測定値をもとに最終結果の算出が可能となった。

(平成 19 年 6 月 29 日受付, 平成 19 年 8 月 10 日再受付)

### 文 献

- (1) NATIONAL INSTRUMENTS(株): 「LabVIEW 7 Express ユーザマニュアル」
- (2) 井上泰典: 「LabVIEW グラフィカルプログラミング」, 森北出版株式会社 (1998)
- (3) Robert H. Bishop: 「LabVIEW プログラミングガイド - グラフィカル言語による PC ベース計測とデータ解析 - 」, ASCII (2005)
- (4) Hart Scientific: 「1502 THERMOMETER OPERATING MANUAL」
- (5) datron WAVETEK: 「1271 selfcal digital multimeter USER'S HANDBOOK」

## 一般住宅用分電盤に用いられる避雷器の適用方法

滝田 和宣\* 山田 隆博\*

## The application method of the surge arrester used for the distribution board for general residences

Kazunori Takita\*, Takahiro Yamada\*

キーワード：分電盤，避雷器，雷サージ

Keywords：distribution board，surge arrester，lightning surge

## 1. はじめに

パソコンを始めとした情報機器は機能が格段に向上しているが、これらの機器に使用されているICやLSI等の半導体素子の動作電圧は低電圧化されていく傾向にあり、電源ラインや通信ラインから侵入する雷サージなどの異常電圧に対し脆弱なものとなっている。特に安定的な稼働が必要な情報機器にとっては危険要因の一つとなっている。情報機器等の電子機器の雷害対策には一般的に避雷器が用いられる。また、一般家庭の分電盤にも避雷器を内蔵した製品が販売されるようになってきたが、特性が十分把握されていないので、その特性と適用方法について検討を行った。

## 2. 実験方法

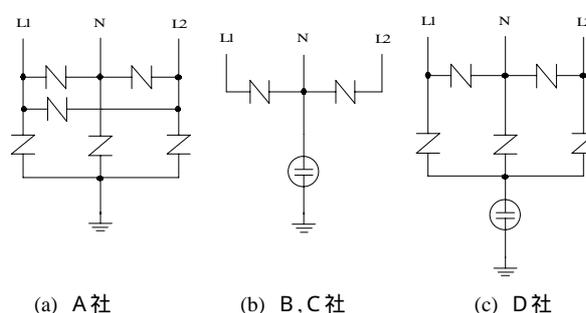
住宅用分電盤に市販の分電盤用避雷器を取り付け、線間及び線と大地間にそれぞれ雷サージ電圧(1～10kV程度)及び電流(500～5kA程度)を加え、放電耐量、制限電圧、負荷側への移行電圧を測定し、避雷器の接地方法、抑制効果等について検討した。分電盤の出力側には平均的な負荷容量(500W程度)に相当する負荷抵抗を接続した。

図1は避雷器の内部回路である。(a)は線間，大地間を酸化亜鉛バリスタのみで構成されており，(b)，(c)は線間に酸化亜鉛バリスタ，大地間にギャップ式避雷器を用いた構成となっている。

## 3. 実験結果

図2は雷サージ電圧の標準波形である。この電圧を分電盤に印加したときの制限電圧及び移行電圧の例を図3に示す。図4は雷サージ電流を通电したときの制限電圧及び移行電圧の例である。左の図の上側が電流波形である。

表1，表2は雷サージ電圧及び電流による制限電圧，移行電圧の測定結果である。雷サージ電圧を印加したときの制限電圧は350～1400V，移行電圧は300～950Vであった。

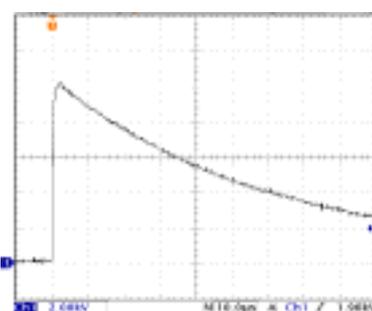


(a) A社

(b) B,C社

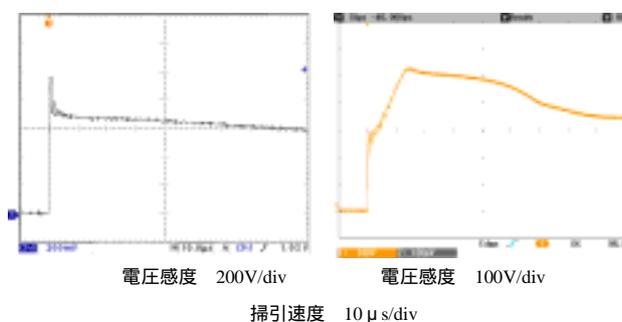
(c) D社

図1 避雷器の内部回路



電圧感度 2kV/div 掃引速度 10 μs/div

図2 雷サージ電圧波形



電圧感度 200V/div

電圧感度 100V/div

掃引速度 10 μs/div

図3 雷サージ電圧印加時の制限電圧(左)，移行電圧(右)波形例

\* 製品化支援室

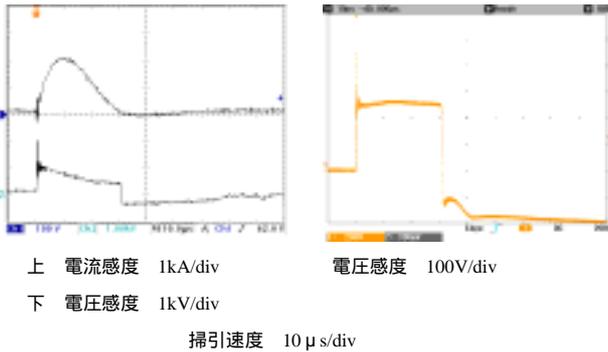


図4 雷サージ電流通電時の制限電圧(左), 移行電圧(右)波形例

表1 雷サージ電圧による制限電圧, 移行電圧

印加電圧 (kV波高値)		2	4	6	8	10
A社	ノーマル制限(V波高値)	350	600	800	900	1000
	ノーマル移行(V波高値)	300	600	600	650	650
	コモン制限(V波高値)	900	950	1100	1200	1400
	コモン移行(V波高値)	850	900	900	900	950
B社	ノーマル制限(V波高値)	350	500	650	900	900
	ノーマル移行(V波高値)	300	500	550	600	600
	コモン制限(V波高値)	400	450	700	700	800
	コモン移行(V波高値)	400	450	500	500	450
C社	ノーマル制限(V波高値)	350	500	600	700	800
	ノーマル移行(V波高値)	300	350	400	400	450
	コモン制限(V波高値)	350	500	650	800	800
	コモン移行(V波高値)	300	400	450	450	500
D社	ノーマル制限(V波高値)	350	450	550	600	750
	ノーマル移行(V波高値)	350	350	400	400	400
	コモン制限(V波高値)	350	500	600	700	700
	コモン移行(V波高値)	350	400	400	450	450

表2 雷サージ電流による制限電圧, 移行電圧

通電電流 (kA波高値)		1	2	3	4	5
A社	ノーマル制限(V波高値)	910	1060	1200	1350	1460
	ノーマル移行(V波高値)	830	950	1030	1120	1190
	コモン制限(V波高値)	1170	1300	1470	1620	1770
	コモン移行(V波高値)	210	290	350	400	450
B社	ノーマル制限(V波高値)	780	940	1120	1280	1400
	ノーマル移行(V波高値)	700	840	900	990	1070
	コモン制限(V波高値)	680	830	1000	1160	1280
	コモン移行(V波高値)	160	230	280	330	370
C社	ノーマル制限(V波高値)	540	690	810	910	1010
	ノーマル移行(V波高値)	500	580	650	700	750
	コモン制限(V波高値)	570	730	850	1000	1120
	コモン移行(V波高値)	500	540	590	620	660
D社	ノーマル制限(V波高値)	500	610	720	830	920
	ノーマル移行(V波高値)	470	520	560	590	620
	コモン制限(V波高値)	550	650	760	870	960
	コモン移行(V波高値)	470	510	530	560	590

A社の制限電圧が高いのは内部に使用されている素子の制限電圧が高いためと思われる。

雷サージ電流を通電したときの制限電圧は900~1800V, 移行電圧は500~1200Vであった。A社は電圧印加時と同じように制限電圧が高い。B社, C社も制限電圧が高くなっているが, 大地間にギャップ式避雷器を使用しているためと思われる。これは, 大地間に制限電圧の低い素子を用いると, 分電盤の絶縁抵抗試験ができないためである。

移行電圧が最大で1000~1200Vもあると, 機器によっては影響を受ける場合が考えられるため, 機器側でも雷サージ対策を行い, 耐性を向上させることが大切である。そこで, これらの避雷器を参考に素子の組み合わせを考慮して避

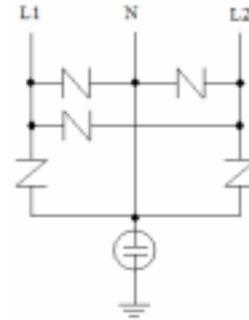


図5 試作避雷器の回路例

雷器を試作したところ良好な結果が得られた。図5は試作避雷器の回路の一例である。

雷サージ電流に対する耐量は, 実験で5kAまで通電しても異状がなく, 配電線に現れる雷サージ電流が2kA程度のことを考えると, 充分と思われる。

避雷器内蔵の分電盤では, 接続される機器の接地線を分電盤の接地端子に接続しなければならないが, 既存の住宅では接地線を配線している場合が少ない。このような住宅では機器の接地はそれぞれで行わなくてはならないが, 接地抵抗を出来るだけ小さくし, 分電盤と機器との接地間電位差を小さくする必要がある。

また, 情報機器等の雷サージ対策は, 電源線, 通信線の接地が別々に行われているため, それぞれにバリスタを取り付け, 共通接地またはバイパスアスタ方式にする。

#### 4. まとめ

市販の分電盤用避雷器の性能を検討したが, 負荷側に移行する電圧が大きく, 機器に影響を与える場合があることが判った。そのため, 機器側でも雷サージ対策を行い, 耐性を向上させると共に, 機器の接地抵抗を出来るだけ小さくし, 電源線と通信線がある場合には共通接地にするか, バイパスアスタ方式にする必要がある。

このような対策を行うことにより住宅用家電機器の雷サージ保護が可能である。

(平成19年6月29日受付, 平成19年8月2日再受付)

# 金属組織および表面の改質による DLC 膜の密着性向上

吉川光英<sup>\*1)</sup> 基昭夫<sup>\*1)</sup> 春名靖志<sup>\*2)</sup> 清水敬介<sup>\*2)</sup> 野村博朗<sup>\*3)</sup>

## Adhesion improvement of DLC film by optimization of a material structure and surface condition

Mitsuhide Yoshikawa<sup>\*1)</sup>, Akio Motoi<sup>\*1)</sup>, Yasushi Haruna<sup>\*2)</sup>, Keisuke Shimizu<sup>\*2)</sup>, Hirorou Nomura<sup>\*3)</sup>

キーワード：ダイヤモンドライクカーボン，密着性，摩擦

Keywords : Diamond-like carbon, Adhesion, Tribology

### 1. はじめに

環境負荷低減にむけての施策は，京都議定書等を通じた世界に対する約束であり，それへ向けて多くの中小製造業においてもグリーン調達並びに環境対応製造技術の確立は大きな課題となっている。特に機器部品の製造を担うプレス成形加工では，使用されている潤滑油および加工後の洗浄のための溶剤や廃液の削減が課題となっており，塩素系洗浄剤の全廃等脱洗浄技術による環境負荷低減の洗浄レス潤滑技術の開発が急務となっている。DLC(ダイヤモンドライクカーボン)膜は潤滑油に代わる固体潤滑膜として優れており，これまでに DLC 膜を用いたドライ加工技術の開発がなされ一定の成果が得られているが，なお密着性向上の課題が残っている<sup>(1)</sup>。本研究では，DLC 膜の密着性向上を目的として基材組織の改善および浸炭・焼入れによる表面の改質を行なった結果を報告する。

### 2. 実験

#### 2.1 基材の開発

炭化物が粗大化している現行金型材 SKD11 では，DLC 膜は高面圧条件下で基材表面から容易に剥離してしまう問題がある。そのため，クロム量を減じて炭化物を微細化した組織の基材開発を行った。この改良により高面圧を均一に分散して受け，DLC 膜の剥離を抑制することを試みた。

#### 2.2 基材表面改質技術の開発

金型は焼入れして耐久性を高めているが，焼入れ金型にコーティングした DLC 膜は硬い超硬にコーティングした DLC 膜より耐久性が劣る。これは，金型材の摺動面が高荷重を受け塑性変形し，DLC 膜が剥離するためと考えられる。そこで，従来行われている焼入れに加え，浸炭を行い基材表面の硬度を高くした。摺動面に浸炭・焼入れ処理を行うことにより表面硬度を上げ，高荷重に耐性を持ち，膜の密着性を向上させることを試みた。

#### 2.3 DLC 膜の密着性評価試験

2.1, 2.2 で開発した基材に中間層 A (活性金属)，中間層 B (高融点金属) を作成し，これに DLC をコーティングした試料 (図 1) を用いて，ボールオンディスク型摩擦試験装置により摩擦試験を行い，密着性を評価した。試験条件は，表 1 に示す。



図 1. 試料の断面模式図

表 1. 密着性評価試験条件

基材(ディスク)	寸法	36 × t 6
ボール	材質	SUJ2
	直径	1/4 inch
	個数	3 個
摩擦径		30 mm
摩擦速度		31 mm/s
垂直荷重		100, 200, 400, 600, 800, 1000N
摩擦距離		各荷重で 10m
雰囲気		大気中(24 °C・湿度 70% rh)
潤滑条件		無潤滑

### 3. 結果と考察

#### 3.1 基材の開発

化学成分を調整し，炭化物を微細化した開発基材の金属組織と既存金型鋼 SKD11 の金属組織を図 2 に示す。図 2 (a) に示すように，既存の金型鋼 SKD11 は，その成分により製造の際の凝固時に粗大化した一次炭化物が析出し，

<sup>\*1)</sup> 城東支所

<sup>\*2)</sup> 山陽特殊製鋼株式会社

<sup>\*3)</sup> 松山技研株式会社



図2 基材の金属組織

その炭化物の硬さは高いが、その間のマトリクスは相対的に硬さが低い。そのため、マイクロ組織において硬さ分布に大きな不均一を生じ、加工時の荷重を均等に受けることができない。開発鋼は(b)に示すように炭化物が微細に析出しているために、硬さ分布にほとんど差がなく、加工時の荷重を均等に受けることができる。加工面圧によって基材が塑性変形すると変形能の小さいDLC膜との界面において亀裂が生じ、剥離の原因となる。このことから、開発鋼は、DLC膜の密着性向上に有効であると考えられる。

### 3.2 基材表面改質技術の開発

図3に焼入れを行なった試料と浸炭・焼入れを行った試料の断面硬さ分布を示す。従来行われている焼入れに加え、浸炭を行うことによって基材の硬度が100HV程度高くなっている。このことによって、加工時の高荷重に耐えコーティング膜の密着性向上には有効であると考えられる。

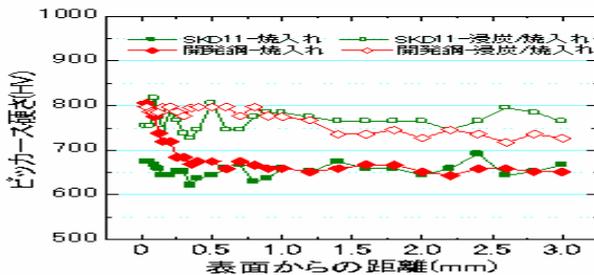
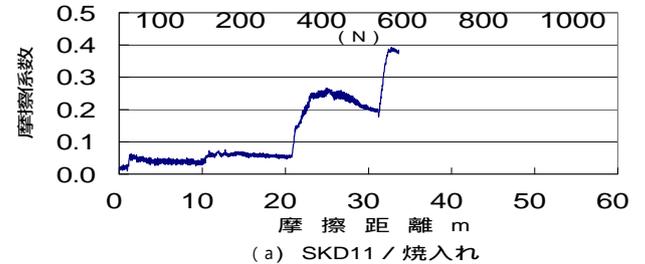


図3 試料断面の硬さ分布

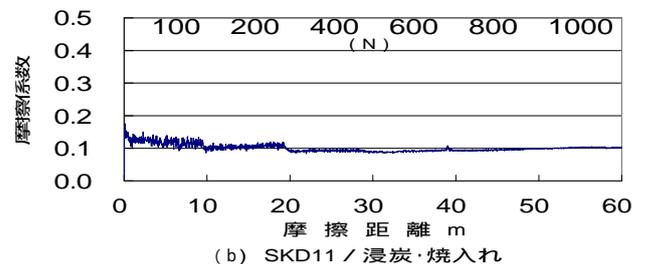
### 3.3 DLC膜の密着性評価試験

ポールオンディスク型摩擦試験機を用いて行ったDLC膜の密着性評価試験結果を図4に示す。実験は摩擦距離10mごとに荷重を増加させており、SKD11焼入れ材の場合は(a)に示すように20mを超えたあたりからDLC膜が剥離して摩擦係数が高くなっている。浸炭・焼入れしたものは(b)に示すように摩擦初期にやや高い摩擦係数を示すが、摩擦距離と負荷荷重の増加とともに摩擦係数の低下が認められ、1000Nの荷重まで充分耐えることができた。開発鋼の焼入れ材の場合は(c)に示すように摩擦距離20mあたりから摩擦係数の増加が認められるが、1000N荷重まで耐えることができ、浸炭・焼入れしたものは(d)に示すように摩擦初期にやや高い摩擦係数を示すが、摩擦距離と負荷荷重の増加とともに摩擦係数はやや低下し、1000Nの荷重まで充分耐えることができた。このことから、焼入れ材の場合、炭化物が粗大化した組織となるSKD11は高面圧には充分耐えられず、コーティングされたDLC膜の剥離

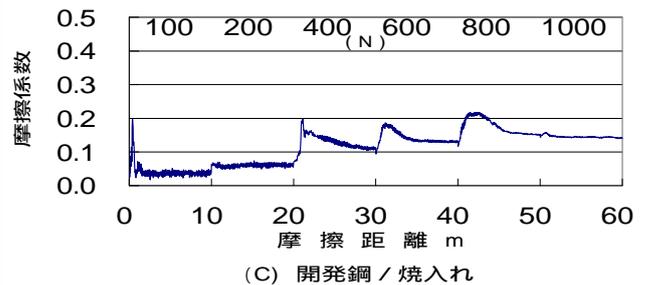
が生じると考えられる。一方、開発鋼は剥離には至らないと考えられ、基材炭化物の微細化はDLC膜の密着性向上に有効であることが示唆される。また、浸炭・焼入れによる表面改質を行なうことによって、SKD11と開発鋼のいずれも高面圧に十分耐えることができ、DLC膜の密着性向上に有効であることが認められた。



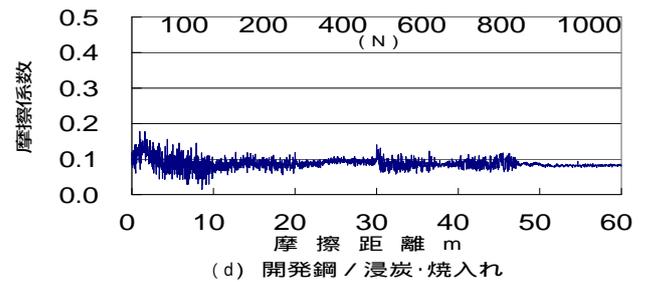
(a) SKD11 / 焼入れ



(b) SKD11 / 浸炭・焼入れ



(c) 開発鋼 / 焼入れ



(d) 開発鋼 / 浸炭・焼入れ

図4 DLC膜の摩擦試験結果

## 4. まとめ

金型鋼基材組織の炭化物の微細化、浸炭・焼入れによる表面硬化処理を行なうことによって、DLC膜の密着性向上に効果が認められた。

(平成19年7月2日受付, 平成19年9月19日再受付)

## 文献

- (1) 片岡征二, 森河和雄, 基昭夫, 村川正夫, 野口裕之, 神雅彦: ドライ加工を目的としたDLC膜の密着性向上, 第53回塑性加工連合講演会講演論文集, 295 (2002)

ノート

# プレス部品の洗浄レスタップ加工の実用化

吉川光英<sup>\*1)</sup> 基昭夫<sup>\*1)</sup> 増田成孝<sup>\*2)</sup> 鈴木英機<sup>\*2)</sup> 野村博朗<sup>\*3)</sup> 春名靖志<sup>\*4)</sup> 清水敬介<sup>\*4)</sup>

## Practical use of non washing tapping for press parts

Mitsuhide Yoshikawa<sup>\*1)</sup>, Akio Motoi<sup>\*1)</sup>, Hidetaka Masuda<sup>\*2)</sup>, Hideki Suzuki<sup>\*2)</sup>, Hirorou Nomura<sup>\*3)</sup>,  
Yasushi Haruna<sup>\*4)</sup>, Keisuke Shimizu<sup>\*4)</sup>

キーワード：タップ加工，四三酸化鉄処理皮膜，ダイヤモンドライクカーボン

Keywords：Tapping, Black oxide coating, Diamond-like carbon

### 1. はじめに

地球環境問題への意識の高まりに伴い，プレス加工部品においても潤滑油および加工後の洗浄に伴う溶剤や廃液の低減が強く求められている。加工油の低減はコストの削減，納期の短縮，労働衛生向上にも資することからドライあるいはセミドライ加工といった洗浄レス加工技術の開発が活発に行なわれている<sup>(1)(2)(3)</sup>。しかし，DVD-ROMドライブ装置等各種情報機器駆動部の筐体部品は小径ねじを多数有する構造になっており，プレス加工後の2次工程において高粘度の加工油を使用したタップ加工が施され，これがドライプレス化に対する障害となっている。本研究では，加工油の代わりにFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>処理皮膜（通称：ホモ処理）やDLC（ダイヤモンドライクカーボン）をコートした溝無しタップによる洗浄レスタップ加工技術の実用化を目指し，その有効性について検討した。

### 2. 実験

#### 2.1 タッピング装置

図1に示すように，自動タッピングユニットに空気圧シリンダとラチェット機構を利用した被加工材送り装置を設置し，25個の連続タップ加工を行なった。

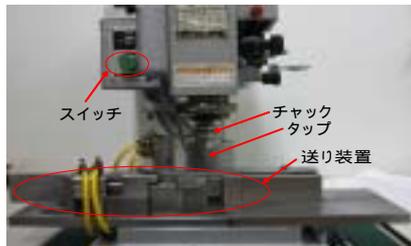


図1. タッピング実験装置

#### 2.2 被加工材

被加工材の形状を図2に示す。幅20mm，長さ220mmの電気亜鉛めっき鋼板に，バーリング穴を25個開けた。

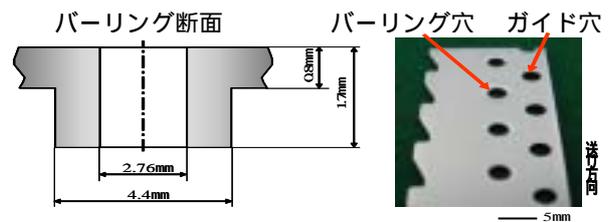


図2. 被加工材の形状

#### 2.3 タップ加工条件と評価

タップ加工条件を表1に示す。加工後の評価は，一般に製品検査で行われている方法でM3のねじゲージを用いて行った。合格品は加工したねじ穴について，ねじゲージが止まることなくしっかり通るもの，不合格品はねじゲージが入らないか，もしくは途中で止まりそれ以降通らないものとした。

表1. タップ加工条件

主軸回転数	毎分 1670 回転
下穴径	2.76mm
タップ種類 / 材質	溝なしタップ / ハイス鋼
タップサイズ	M3 × 0.5
タップ表面処理	DLC 膜 Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 処理皮膜 (ホモ処理) 無処理
被加工材	亜鉛メッキ鋼板 t 0.8
潤滑条件	ドライ セミドライ (日本工作油製揮発性油 G-6221FA を 25 ショット 毎に 0.5 g 以下をタップに塗布) 水 (純水)
実験雰囲気	23 , 55% rh

<sup>\*1)</sup> 城東支所  
<sup>\*2)</sup> 株式会社エムケーディー  
<sup>\*3)</sup> 松山技研株式会社  
<sup>\*4)</sup> 山陽特殊製鋼株式会社

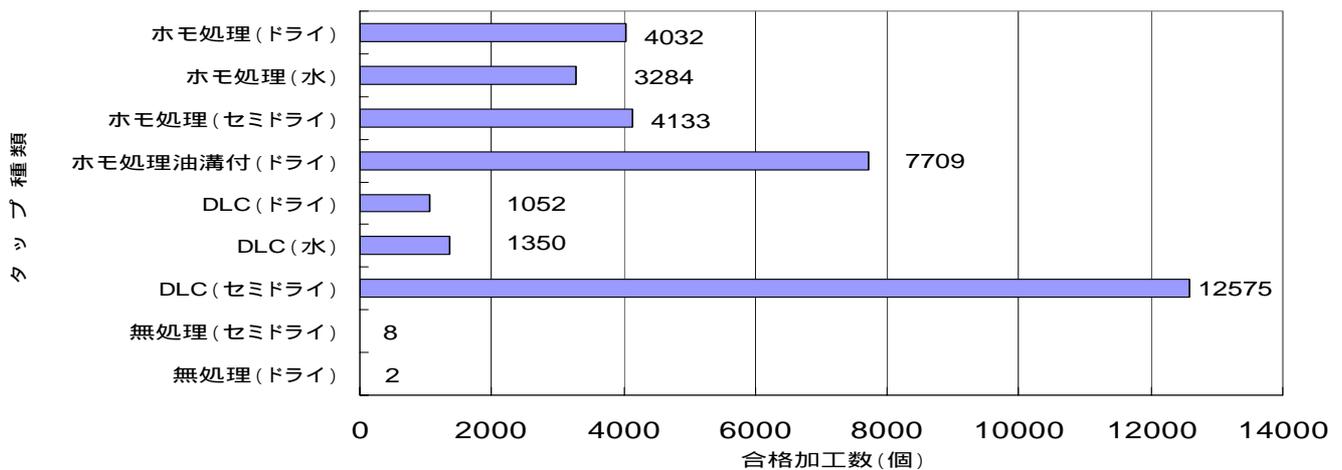


図3. タップ加工実験結果

### 3. 結果と考察

実験はタップの表面処理膜の性能を比較するために、溝なし転造タップを用いて行ったが、ホモ処理についてはこれ以外に、一般に市販されている油溝付転造タップを用いて、溝付の効果についても実験を行った。それぞれのタップに対し連続タッピング実験を行い、ねじゲージ検査法によるタップ加工合格数を調べた結果を図3に示す。またタップ加工終了後のタップ表面の溶着部を走査電子顕微鏡で観察した結果(以下 SEM 像と呼ぶ)を図4に示す。

図3に示すように、無処理タップの場合、ドライでは加工数2個以降、セミドライ(揮発性油塗布)でも加工数8個以降で、タップ溝内に被加工材の溶着物が発生し(図4)、タップ加工が不可能になった。

ホモ処理タップでは、ドライでも4000個を超えたが、水潤滑を行うと逆に加工合格数が低下した。また、セミドライとドライとの差は僅かであった。ホモ処理タップの表面は、多孔質構造ゆえ保油性に優れ、セミドライ条件においては優れた特性が期待されたが、結果はわずか4133個であった。酸化皮膜の耐摩耗性が低いためと考えられる。油溝付タップではドライで7700個まで加工が可能であったが、これは加工時に発生するバリや転造粉が油溝を経由してスムーズに加工面から排出され、膜の損傷を防ぐためではないかと考えられる。DLCの場合、ドライでは1052個にとどまり、ホモ処理タップでの加工合格数の約1/4であった。タップ加工においてDLCタップによるドライ加工は不可能と考えられる。また、DLC膜は摩擦試験において水中できわめて良好な摩擦係数と耐久性が得られているが<sup>(4)</sup>、図3で明らかなように水潤滑の効果はほとんど認められなかった。しかし、揮発性油をタップ加工25個毎に、わずかに塗布するだけのセミドライ条件では約12,000個とドライ条件と比較して12倍の耐久性を得ることができた。加工条件にもよるが、現状では高粘度の加工油を使用する無処理

タップで約25000個加工まで可能であることから、DLCタップを用いたセミドライ加工の実用化の可能性が示唆される。

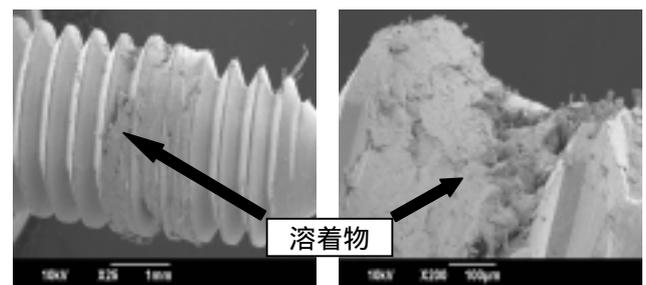


図4. セミドライ8個タップ加工後の無処理タップ SEM 像

### 4. まとめ

グリーン調達に対応できる洗浄レスタップ加工技術の実用化を目的として、 $Fe_3O_4$ 処理皮膜タップおよび潤滑性に優れドライ加工に一定の成果が認められるDLCタップによる亜鉛めっき鋼板の洗浄レスタップ加工の有効性について検証した。その結果、DLCタップを用いた小ロット対応の洗浄レスタップ加工の実用化の可能性が確認できた。

(平成19年7月2日受付,平成19年9月19日再受付)

### 文 献

- (1) 片岡征二,基昭夫,玉置賢次,村川正夫,野口裕之,木原諄二:「DLC膜の密着性向上とドライ絞り加工への適用」,塑性と加工,46,532(2005)
- (2) 村川正夫:塑性と加工,46,528(2005),48-51.
- (3) 増田ほか:平成18年度 塑性加工春季講演会講演論文集,77(2006)
- (4) 若月幸彦,三宅正二郎,橋爪剛,梅沢翔,小宮光貴:表面改質ダイヤモンド膜およびDLC膜の境界潤滑特性,トライボロジー会議予稿集,505(2005)

## ノート

## ワーキングマザーのための機能的マタニティウェアの製品開発

藤田 薫子<sup>\*1)</sup> 平山 明浩<sup>\*1)</sup> 大泉 幸乃<sup>\*2)</sup>

## Product development of a functional maternity dress for working women

Kaoruko Fujita, Akihiro Hirayama, Yukino Ooizumi

キーワード：マタニティ，ワーキングマザー，

Keywords：maternity，working mother

## 1. はじめに

ワーキングマザーの就労人口は年々増加傾向にある。なかでも自身のキャリアや社会に対する貢献など各々、就労意義を求め生き生きと働く女性の姿が多く見られる。しかし、勤務中のワーキングマザーを支える職場環境や衣生活環境の整備はまだ充分ではないのが現状である。そこで更なる女性の社会進出を支援するため、体型変化の大きい妊娠期間における衣服について、ユニバーサルデザインの視点<sup>1)</sup>から取り組み、職場で働き易く快適に過ごせる機能的マタニティウェアの開発を試みた。

## 2. 内容及び結果

## 2.1 アンケート調査

マタニティウェアに対する意向、嗜好、ビジネス用マタニティに求められる機能について調査する目的で、表1のアンケート調査を実施した。

表1 アンケート調査

調査方法	インターネット調査
対象条件	現在妊娠中でありフルタイムで就業 1年以内に出産経験がありフルタイムで就業。
調査人数	全国在住20歳代女性100名 全国在住30歳代女性100名

## 調査結果

- (1)調節機能としてサイズ調節，体温調節，着脱への配慮，等の要望があった。
- (2)授乳口，ポケット，腰痛サポート等，便利機能の付加について要望があった。

## 2.2 既製品についての調査

現在，既製品として販売されているマタニティウェアの着用状況について表2のとおり面接調査した。

## 調査結果

- (1)体型をすっきりみせるストレートなシルエットのパンツが好まれた。(2)着脱しやすいお腹周りのニット素材と連動する，アジャスター仕様について改良の要望があった。

(3)ワンピースのパターンではセパレートの工夫が有効。

表2 既製品調査

調査項目	既製品10点(ボスミス：4点，トップス6点)の着用。 着心地，動きやすさ，機能性等。
調査人数	ワーキングマザー 6名
分析方法	製品を解きパターンを確認。 サイズ，デザイン，機能等を分析。

## 2.3 体型計測

サイズ調整機能を工夫するため，体型変化の大きい5ヶ月～10ヶ月まで隔週の体型を表3のとおり計測した。

表3 体型計測の内容

計測方法	メジャーによる計測
被験者数	ワーキングマザー 6名
計測力所	バスト，アンダーバスト，ウエスト，ミドルウエスト，ヒップ，ミドルヒップ，肩幅，着丈，背丈，身長

## 計測結果

- (1)6ヶ月以降からウエストが4cmピッチで増加。
- (2)バスト～ウエストまでの差異が少ない。

## 2.4 モデルボディの選定



図1. 製品開発用ボディ

計測結果をもとに，マタニティボディ(M9ヵ月：バスト94cm，ウエスト94cm，ヒップ97cm)を選定した(図1)。

## 2.5 試作品のための素材選定とデザイン作成

身体を動かしやすく，ビジネスウェアとして耐久性もあり，ストレッチ性が高く伸張回復性もある素材(ポリエステル

\*1) 墨田支所

\*2) 経営企画室

70%,ウール 26%,ポリウレタン 4%)をパンツ,スカートに使用した。デザインはアンケート結果を基に,サイズ調整,便利機能,快適性などに配慮した(表4)。

表4 デザインの特徴

アイテム	特徴
パンツ	ウエストサイズ調整,着脱容易性に配慮
スカート	上下のコーディネートバランスを考慮
ワンピース	ボックスシルエット,前身頃セパレート
カットソー	産後の使用も考慮し,授乳口を組み込む

### 2.6 立体裁断によるパターン作成

マタニティボディは,凹凸がはっきりしているため,シーチングによる立体裁断を繰り返し,原型を抽出した。この原型を基に平面によるパターン作成を行った。

試作品ではアンケート,既製品調査から産後の着用も考慮し授乳口を付加,ウエストのサイズ調節機能について5~7cmまでの伸縮性を組み込むこと,ウエストの広がりを強調させないことに注意した。また,腰にかかる負担を軽減させるパネルを組み込むことも試みた(図2)。



授乳口      サイズ調整ベルト      腰パネル

図2. 試作品の機能

### 2.7 モニターによる試作品の試着試験

表4のデザイン ~ 4点について,試作品を作成し,モニター6名の勤務中の着用試験を行った(図3)。



図3. オフィスでの試着試験

アンケート項目については,着脱,動き易さ,ゆとり,バランス,デザイン,生地風合い等8項目について,5段階評価を行った。その他,改良点,問題点をインタビューで抽出し,着用時の写真撮影を行った。

### 2.8 試作品と既製品の比較

試作品パンツの試着試験では,既製品パンツと比較して,下記の違いが認められた。

- (1)ウエストのサイズ調整がスムーズで,身体の動きを妨げず着脱しやすい,着心地よい等,高評価だった(図4)。
- (2)シルエットがボックスラインのため,横幅を感じさせず,すっきりと見えることが評価された。

既製品と比較/A試作品パンツ B既製品パンツ

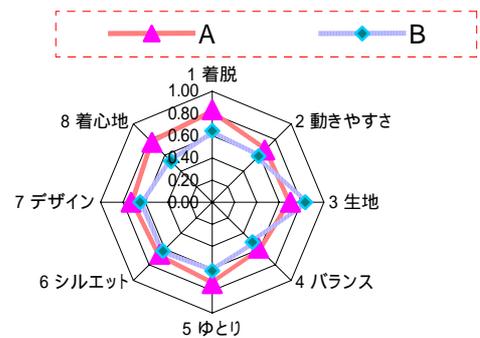


図4. 試着試験の結果(パンツ)

### 3.まとめ

アンケート,既製品調査,体型計測の結果からビジネス用マタニティウェア開発ポイントは以下とおりである。

アンケートの意向,嗜好調査により,ビジネス用マタニティの不可欠な機能が明確となった。

モニター体型計測で隔週毎の体型変化によるウエストサイズピッチ,勤務中の姿勢,身体の負担を感じる部位についてなど,リアルデータを抽出できた。

身体の負担を軽減させる,また仕事をする上で便利なポケットなどの機能,体型変化に対応するサイズ調整機能に配置したデザイン提案ができた。

数値データによる適合ボディを選定し,立体裁断による原型を作成し,体型特徴を出来るだけカバーするパターンを作成できた。

妊娠中のワーキングマザーから,機能性のあるマタニティウェアを切望する声が多く聞かれ,勤務中いかに快適に過ごすことを考え,工夫をしているか実態調査で浮き彫りになった。日々の業務を行う上で,快適で機能的なビジネス用マタニティウェアの重要性は,必要不可欠と考える。この研究成果を基に試作品に改良を加え,より製品としての完成度を高めたい。この結果を持って,「共同研究」による商品化,アパレル企業に向けた技術支援に活用し,市場活性化の一助としたい。

(平成19年6月28受付,平成19年8月28日受付)

### 文 献

- (1) ユニバーサルファッション協会:ユニバーサルファッション宣言 P.10~11 中央公論新社(2002)

## 超高分子量ポリエチレン素材の表面処理

榎本 一郎<sup>\*1)</sup> 添田 心<sup>\*1)</sup> 藤代 敏<sup>\*1)</sup> 関口 正之<sup>\*2)</sup>

## Surface treatment of the ultra high molecular weight polyethylene materials

Ichiro Enomoto<sup>\*1)</sup>, Shin Soeda<sup>\*1)</sup>, Satoshi Fujishiro<sup>\*1)</sup>, Masayuki Sekiguchi<sup>\*2)</sup>

キーワード：超高分子量ポリエチレン，表面処理，グラフト重合

Keywords：UHMWPE, Surface treatment, Graft polymerization

## 1. はじめに

超高分子量ポリエチレン(UHMWPE)は軽量で強度があり伸びにくく、耐薬品性や耐摩耗性に優れている。このため、UHMWPEの不織布はリチウムイオン電池等の電解質膜に、繊維は釣り糸やロープ等に、成型品は整形外科用の人工関節材等に使用されている。

リチウムイオン電池等の二次電池では、近年の大型化・高効率化の要求により、UHMWPEへの性能、特に濡れ性が強く求められている。釣り糸では染色性や加工性、人工関節材<sup>(1)</sup>では、骨や生体組織との適合性が要求されている。

元来 UHMWPE 表面は疎水性であるため、有機及び無機材料等各種素材との接着性及び適合性が乏しい。これらを改善するためには表面改質をする必要がある。UHMWPE のような耐薬品性に優れた素材に対する表面改質方法としては、放電によるプラズマ処理法や放射線を利用したグラフト重合法<sup>(2)-(4)</sup>が効果的である。今回これらの処理方法について検討した。

## 2. 実験方法

2.1 プラズマ表面処理 ドライエッチング装置(アネルバ(株)製 DEM-451T)を用いて、プラズマによる UHMWPE への表面処理を行った。表面処理は、反応ガスに酸素を使用し、放電出力 25W, 50W, 75W, 100W, 圧力 13Pa, 処理時間 5 分間の条件で行った。プラズマ処理には厚さ 50  $\mu\text{m}$  の UHMWPE 不織布を使用した。

表面処理の効果は、試料に水滴を滴下して、その浸透具合を目視で判定した。

試料の引張強度測定は、テンシロン RTM500 (株)オリエンテック製)を用いて、試験片の幅 3cm, つかみ間隔 10cm, 引張速度 5cm/min で行った。

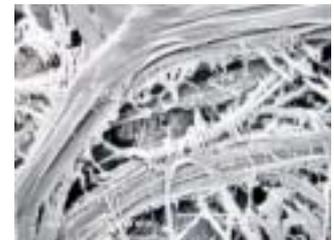
引張強度試験用の放射線処理は、加速電圧 150kV, 窒素雰囲気中で線量が 200kGy になるように電子線を照射した。

2.2 放射線グラフト重合 厚さ 1.0mm の医療用 UHMWPE を超音波洗浄した後、大気中で Co-60 線を照射してグラフト重合用の試料とした。照射した試料をガラス管に入れ、メタクリル酸メチル(MMA), メタノール, モール塩( $2.5 \times 10^{-3} \text{mol/l}$ ), 硫酸(0.1mol/l)を 10ml になるように調整して加えた後、窒素置換をしてからガラス管を封管して 70°C の湯浴でグラフト重合を行った。重合後、未反応モノマーと MMA ホモポリマーを取り除くため、アセトンで 24 時間ソックスレー抽出し、60°C で減圧乾燥した後、秤量して重量の増加分からグラフト率を求めた。

## 3. 結果

プラズマ処理前と処理後の電子顕微鏡写真を示した(図1)。処理後の写真から、処理前に見られた太い繊維の周辺の細かい繊維状の部分がプラズマ処理によって除去されているのが観察できた。また、太い繊維状の部分に細かな亀裂が多数生じていた。この傾向はプラズマ処理の出力が 25W, 50W, 75W, 100W と高くなるほど顕著であった。

これらについて水滴接触角の測定を行ったが、未処理試料を除いて濡れ性が非常に良いため測定不能であった。このため試料に水滴を滴下して、その浸透具合を目視で判定した(表1)。出力 25W



未処理布



プラズマ処理(25W)



プラズマ処理(75W)

図1. プラズマ処理前後の電子顕微鏡写真  
5000倍で撮影

\*1) 墨田支所

\*2) ライフサイエンスグループ

の処理で濡れ性は改善された。更に、出力 50W 以上の処理で瞬時に水滴が試料に浸透し、大幅に濡れ性が改善された。

表 1. プラズマ処理布の濡れ性試験

出力条件(W)	25W	50W	75W	100W
濡れ性				
備考	照射面	両面	両面	変形

: 良, : 優良

出力 25W のプラズマ処理では、処理面（照射面）のみで効果を示し、反対面では濡れ性があまり改善されていなかった。出力 50W 以上で処理した場合、両面とも濡れ性が改善された。反対面まで処理できたことにより、水滴が瞬時に浸透したと考えられる。しかし出力を 100W まで上げると、試料の形状に変形が見られた。この試料の場合、50W ~ 75W 程度の出力が表面処理に適していると考えられる。

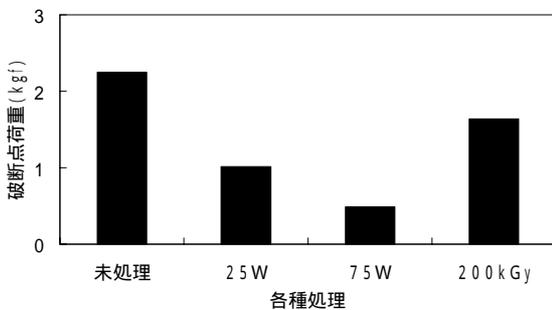


図 2. 各種表面処理後の引張強度

プラズマ処理: 25W, 75W 放射線処理: 200kGy

高分子素材へのプラズマ処理では、強度が低下することが指摘されている。このため、引張強度試験により表面処理後の強度低下の程度を調べた（図 2）。表面処理によっていずれも強度が低下した。出力 25W のプラズマ処理では、未処理の約 1/2 に、出力 75W では同 1/4 に低下した。比較のため、放射線処理 200kGy では、約 4/5 となり、他の処理と比べて強度の低下は少なかった。

放射線グラフト重合では、重合に伴う試料の変形を防ぐため、厚さ 1mm の試料を用いた。UHMWPE へ MMA をグラフト重合させた結果である（図 3）。UHMWPE は非結晶領域が少ないためグラフト重合させ難い素材であるが、大気中での照射によって生成する酸化物を利用することにより高いグラフト率を得ることができた。これは、試料中の酸化物が熱によって分解し、過酸化ラジカルが徐々に生成することで、グラフト鎖が十分に成長できたためと考えられる。

図の横軸は、照射後の保存日数を示す。試料は室温で大気中に保存した。横軸のゼロ日（0日）は、照射直後にグラフト重合を行ったことを意味する。いずれの反応時間でも照射直後より数日保管した試料でグラフト率が高くなった。反応時間 2 時間では、2 日保管後の試料でグラフト率が最大となった。同 4 時間では 7 日後、同 6 時間では 14 日後にグラフト率が最大となった。

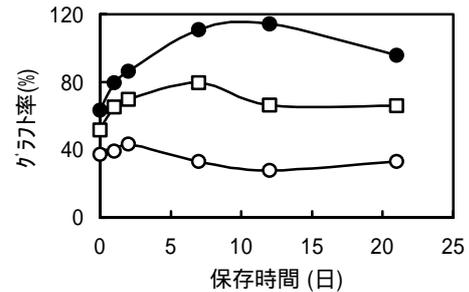


図 3. MMA のグラフト重合

線量: 25kGy 反応時間: 6 時間 4 時間 2 時間

表面処理を目的とした場合、適正なグラフト率は値の良さだけが基準ではなく、接着性や濡れ性、染色性など目的とする機能によって異なる。従って、それらの評価と併せて保存期間や反応時間等を調整し、最適なグラフト重合条件を見いだす必要がある。

プラズマ処理では、照射しただけで表面が改質される利点があるが、基本的に照射面だけの改質であり、経時変化によって改質効果が弱まってくる。放射線グラフト重合による処理では改質効果は持続するが、機能を発揮する反応性樹脂が必要であり、二段階の処理が必要になる。処理作業の簡便性や改質効果の持続性を考慮した上で、処理方法を検討することが望ましい。

#### 4. まとめ

プラズマによる表面処理で疎水性の UHMWPE 表面が濡れやすい表面に変えられることがわかった。しかし、処理の出力が増すと素材を劣化させる。

放射線グラフト重合では、大気中での照射によって生成する酸化物を利用することにより MMA の高いグラフト率を得ることができた。この結果から、親水性や接着性に優れたモノマー(反応性樹脂)を用いることにより、UHMWPE 表面に特徴のある機能を付与することが可能となった。照射後、室温で大気中に保管できることから産業界で広く利用できるようになる。

(平成 19 年 6 月 28 受付, 平成 19 年 8 月 20 日再受付)

#### 文 献

- (1) Steven M. Kurtz, Orhun K. Muratoglu, Mark Evans, and Avram A. Edidin: "Advances in the processing, sterilization, and crosslinking of ultra-high molecular weight polyethylene for total joint arthroplasty", *Biomaterials*, Vol.20, p1659-1688 (1999)
- (2) O. H. KWON, Y. C. NHO, J. H. JIN, M. J. LEE, and Y.M.LEE: "Graft Polymerization of Metyl Methacrylate onto Radiation-peroxidized Ultrahigh Molecular Weight Polyethylene in the Presence of Metallic Salt and Acid", *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol. 72, p659-666 (1999)
- (3) K. KAJI, Y.ABE, M.MURAI, N. NISHIOKA, and K. KOSAI: "Radiation-Grafting of Acrylic Acid onto Ultrahigh Molecular, High-Strength Polyethylene Fibers" *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol. 47, p1427-1438 (1993)
- (4) 近藤幸江・宮崎孝司・桜井謙資:「超高分子量ポリエチレン繊維の電子線照射による表面改質とゴムとの接着性」, *加工技術*, Vol.39, No.12 pp.742-747 (2004 年)

# 凹凸編地の開発

飯田 健一\* 池上 夏樹\*

## Development of Uneven Knit

Kenichi Iida\*, Natsuki Ikegami\*

キーワード：凹凸編地，カバリング糸

Keywords：Uneven knit, Covered yarn.

### 1. はじめに

介護福祉分野等での体圧分散用クッション材には、最近では合成樹脂の中空や発泡ビーズ等を用いて厚みとクッション性を出したものがあり、またサポーターでも痛みの軽減のため小さな空気パッドを部分的に縫付けてクッション性を持たせるといった工夫を施したものが見られる。

そこで、本研究では、編地厚さが大きい編地や凹凸を持つ編地からなるクッション材を編機で製造することを目的として、独自の編組織構造を考案した。さらに、凹凸に関しては、糸の組み合わせおよび編成方法の違いについて最適条件の考察を行い、試作品を作成した。試作品は、圧縮特性について市販品との比較評価実験を行った。

### 2. 実験方法および結果

#### 2.1 編組織構造の検討

##### 2.1.1 編組織構造による編地厚さの向上

4枚の表面部と3層の接結部で構成されている構造の編組織を考案した(図1)。この編組織構造は、まず、前後の針床で編んだ2枚の編地を接結し、これを同時に2枚編む。この2枚をさらに接結して1枚とすることで実現した。

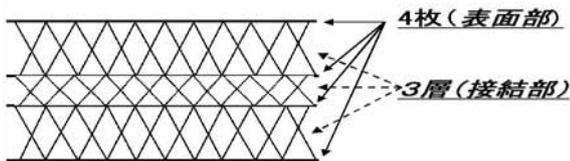


図1．考案した編組織構造の断面

さらに表面系には伸縮糸を使用し、それらの収縮力によって、表面系と接結糸が構成する編目(接結点)を互いに引き寄せることによって編地厚さを増加させた(図2)。

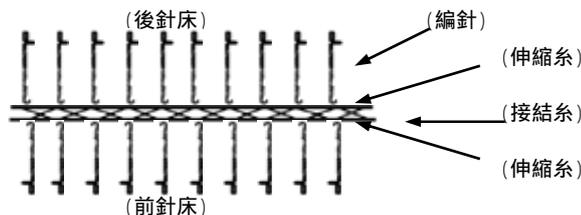


図2．編機上方から見た編成イメージ

##### 2.1.2 表面系と接結糸の組み合わせ効果

今回は編地利用の対象製品として市販介護用クッションや保護用ひじパッドを想定した。それらに使用されている充填材にはポリスチレンビーズ等の疎水性素材が多い。そこで接結糸にはゴワゴワ感のある編地厚さ性と高いクッション性を併せ持たせるため高弾性率の合成繊維マルチフィラメントを用いた。また、疎水性や耐久性を考慮して、表面系にもポリウレタンを芯糸としたウーリーポリエステルカバリング糸等伸縮糸の使用を考えた。

伸縮糸の編地厚さ付与効果を見るため、表面系および接結糸の組み合わせを、表1の とした。

表1．編成糸の組合せ

組合せ	表面系	接結糸
	ポリエステルマルチフィラメント糸 [760デニール96フィラメント] × 2本	ポリエステルマルチフィラメント糸 [760デニール96フィラメント] × 2本
	ポリウレタン(280デニール),ウーリーポリエステル(70デニール)ダブルカバリング糸 × 2本	同上

##### 2.1.3 接結点間隔と編地厚さ

編地の厚さを制御するために、編成時に使用する針の間隔を変更して接結点間距離を長くし、厚さ付与効果を調べた。

編地編成には、編幅 180cm，編針密度 7 ゲージ(7本/2.54cm)の自動制御横編機を使用した。

表2の結果から、表1の編成糸の組み合わせでは、厚さに変化は見られなかった。針間隔を大きくするに従い、編目が大きくなり魚網状の編地表面となるのみであった。

それに対して、表1では、針間隔を大きくすることにより、厚みを増加させる良好な結果が得られた。よって編地厚さ付与編地には表1の組み合わせを採用した。

表2．使用針間隔別の編地厚さ

組合せ	針間隔		
	1本	3本	5本
	11mm	12mm	11mm
	12mm	22mm	30mm

\* 墨田支所

## 2.2 クッション用編地の試作

編地厚さを付与した編地は、そのままでは接結点間で接結系の飛び出しが生じた。そのため、接結点間にある未使用針を用いて表面糸を編成することにより、飛び出し防止対策をはかることとした(図3)。このようにして作成した編地をクッション用編地とした(図4, 5)。

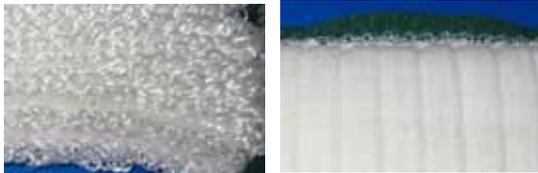


図3．接結系の飛び出し



図4．飛び出し防止対策後



図5．クッション用編地の外観(水平方向)

## 2.3 ひじパッド用編地の試作

凸部は引き返し編みにより、編成コース数を増やし、片袋状に編成することにより発生させた。しかし、針間隔を大きくした編地に凸部を編み込んだ場合には、凹凸の歪んだ編地となる問題が発生した。(図6)。そこで、接結系を見直し、接結系と表面糸を同じ伸縮糸として編成したところ、凹凸の整った編地表面を有する編地となった。(図7)。

さらに、引き返し編みを部分的に行うことで、凸部を求める位置に付与した編地を編成した(図8)。この方法を利用することにより、市販介護用ひじパッドと同形状のひじパッド用編地を試作した(図9)。



図6．凹凸の歪んだ編地



図7．凹凸の整った編地



図8．凹凸編地



図9．試作編地

## 2.4 KES 圧縮特性試験による性能比較

試作したクッション用編地とひじパッド用編地および市販介護用品について、圧縮特性試験機(KES-FB3)により物性値の測定を行った。

表1の組み合わせで針間隔を5本にしたクッション用編地の圧縮回復性は、中空ビーズの市販品と同等の値を示した(図10)。

またひじパッド用編地については、市販品のひじパッド

が荷重 625gf/cm<sup>2</sup> 時に厚さが初期の 1/10 につぶれるのに対し、針間隔 1 本で編地両面に引き返し編目数 28 目の条件で試作したひじパッド用編地では、初期の 1/2 以上の厚さを保持できることが分かった(図11)。

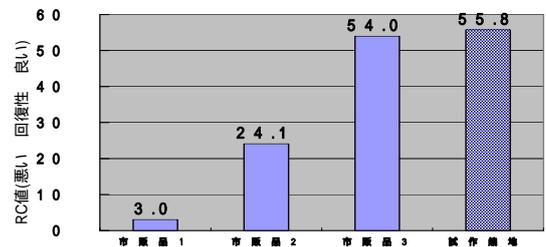


図10．クッション用編地の圧縮特性試験結果(RC値)

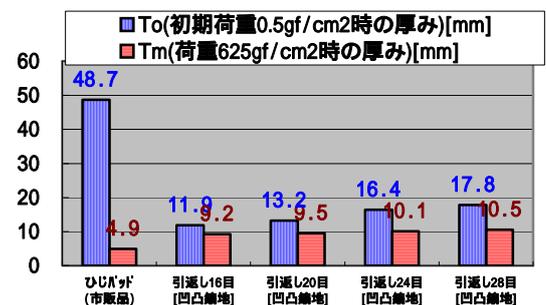


図11．ひじパッド用編地の目数ごとの厚さ変化

## 3. まとめ

従来型横編機による編成工程のみで製造することができる凹凸編地の製造方法を開発した。開発した方法で試作した凹凸編地は、クッション材等の厚みと圧縮回復性を必要とする製品やサポーター等の部分的にクッション性が要求される製品等の部材としての利用が期待できる性能を有することを確認した。今後は特許化と併せ、共同研究での製品化に向けて具体化を図りたい。

(平成19年6月29日受付,平成19年8月27日再受付)

ノート

# プリーツ性試験方法と装置の開発

田中 みどり\* 岩崎 謙次\* 松澤 咲佳\* 池上 夏樹\* 栗田 征彦\*

## Development of testing method and apparatus for pleating

Midori Tanaka\*, Kenji Iwasaki\*, Emika Matsuzawa\*, Natsuki Ikegami\*, Yukihiro Kurita\*

キーワード：プリーツ，画像センサ，伸長法

Keywords：Pleating，Image sensor，Elasticity method

### 1. はじめに

最近の女性特に中高年に人気のある細かく複雑な新型プリーツ加工製品は，布地のフラットな表情に陰影を与えることからファッション性の高い衣服として，また軽い伸縮性繊維素材として高級品の地位を確立している。

一方，高い技術が必要とされるため，国内で行われる高付加価値加工としての期待が大きい。

JIS L1060-2006の織物及び編物のプリーツ性試験方法にある開角度法は平行広幅プリーツ，外観判定法はズボン折り目などの評価に，伸長法は新型プリーツに用いられている。この伸長法は吊るされた試験片上の約20cmの2点間距離を非接触で測定しなければならず，直定規を使用した目視測定では容易には測ることができず，詳細に測定するには困難を伴うため，正確で簡易な方法が望まれている。そこで，最新の画像センサを活用した試験装置を開発したので，その基本部分について報告する。

### 2. 測定装置の構成

本装置開発では吊るされた試験片の画像を CCD カメラにより取り込み，試験片上の2点間距離を自動測定するもので，

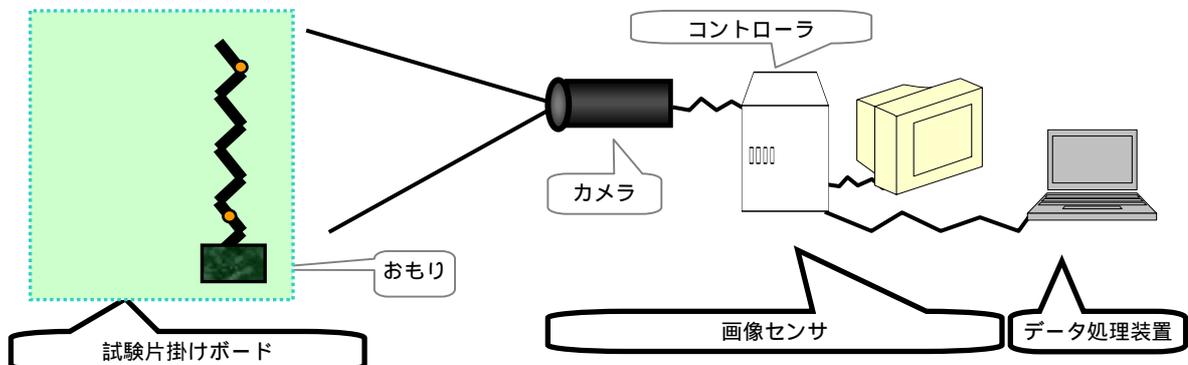


図1. 装置の構成

試験片の2点間距離は当初に測定後，水系洗濯やドライクリーニング処理を行い，再度測定し，プリーツ保持率を求める。

開発の要件として次の4項目が求められる。

コンパクトであること。

試験片(7cm×30cm)上の20cm間隔の2点を撮影する為に要する距離が70cm以内とすること。さらに，試験片の3本を同時に測定可能であること。

カラー画像を処理可能であること。

プリーツ加工される服地は，様々な色彩が施されていることが多い。色による点の識別ができること。

20cm間隔を0.5mmまで正確に測定できること。

しわ加工のような種類の浅いプリーツは伸長率が小さく，少なくとも0.5mmまで細かく測定する必要がある。

パソコンにリアルタイムデータ通信ができること。

試験中10分間の状況を確認し，目的の点を検出ししないなどの異常事態に一定時間内に対応する必要がある。

装置は図1に示すように，試験片掛けボード表面にある試験片を画像センサのカメラで映し，点を検出し，その位置データを受信するデータ処理装置で構成した。

2.1 画像センサ 前記のとおり，正確で使いやすい装置を構成するために組み入れた画像センサの機能は次の通りである。

(1) カメラから65cm離れて直立するボードの撮影範囲は40cm×45cm。

\* 墨田支所

(2) 点の検出条件には計測領域，色，面積，円形度などの設定が可能である。

(3) 20cm 間を 0.1mm まで測定可能である。

(4) パソコンへ時刻，検出した図形の重心位置のXY座標値，計算値などがリアルタイムに送信可能である。

**2.2 試験片掛けボード** 試験片上の2点を正しく検出し，正確な距離を測定するため，次のことを行った。

(1) 試験片へ描画する点は水系洗濯とドライクリーニングに耐久性のあるアクリル絵具を用い，直径約 2mm の大きさとした。黄色と赤色を適宜使い分けることとした。1 試料について，3 本の試験片を作成し，それぞれ荷重をかけた時におよそ 20cm 間隔になるよう予め 2 箇所を点を描画した。

(2) 試験片の両端を把持する山型クリップは光の反射を防止するため，白色シールでカバーし，荷重用クリップには一定荷重を得られるよう錘をつけた。ボードへの取付けにはマグネット付フックを用いた。

(3) 照明が変わることでカメラが捉える色情報が変わり，点の検出が不安定になることを避けるため，スタンドライトを固定した。また，撮影用レフ布で周囲を覆った。外からの光の侵入を防ぐと共に前面からだけでなく，上下左右から試験片に光を当てるのが目的である。

(4) カメラと試験片の位置関係が変わること，また非点収差により中心部と外周部で被写体の大きさが変化することが考えられる。これらを校正するため，グラフ用紙に点を 6cm 間隔で縦方向に 4 個，これを 11cm 間隔で 4 列配置し( 図 2 )，事前に最上位の点からの距離を実測した。これをボードに貼った。画像センサが検出した点の座標から距離を求めた 2 点間距離の値と実測した値の相関を求めた。この点は試験片の測定する際に同時に検出し，それぞれの位置に下げた試験片の 2 点間距離を求める校正に用いた。

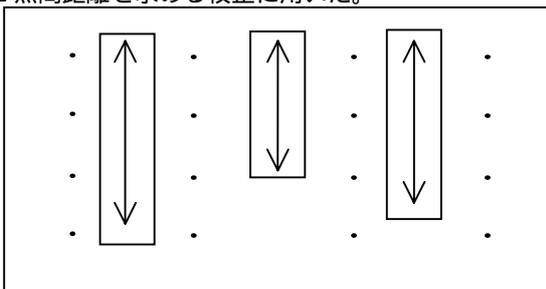


図 2 . 校正用グラフ用紙と 3 本の試験片点間に吊るされた試験片上 2 点間距離の校正を行う。

**2.3 データ処理装置** 画像センサからのデータは指定したファイル名・セル番地から順番に入力される。これによりリアルタイムに 3 本の試験片上の 2 点間距離がグラフ( 図 3 )で確認できるようシートを作成した。

1 試料ごとに，処理前後についてそれぞれ，測定時刻，試験片上の点と校正用点の座標，校正後の 2 点間距離，リアルタイム表示のグラフを配置し，更に計算式を挿入した表を作り，時刻の入力によってブリーツ保持率が自動計算されるよう留意した( 表 1 参照)。また，点の誤検出を XY 座標からチェッ

クし，除外した。

JIS によるブリーツ保持率の算出方法は次のとおり

$$\{L_0 (L'_0 - L_2) / L'_0 (L_0 - L_1)\} \times 100$$

$L_0$  : 当初の試験片に荷重を加えたときの長さ

$L'_0$  : 処理後の試験片に荷重 5 分後の長さ

$L_1$  : 当初の試験片に荷重後，除重 5 分後の長さ

$L_2$  : 処理後の試験片に荷重 5 分，除重 5 分後の長さ

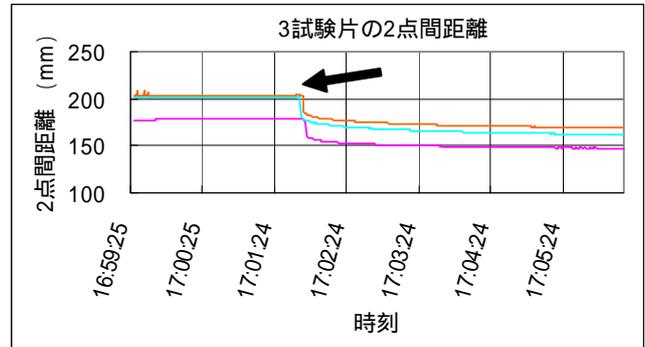


図 3 . 2 点間距離のリアルタイム確認グラフ  
矢印の時刻に荷重を除いたため，以後距離が短くなっている。

表 1.ブリーツ保持率計算表

当初の時刻と 2 点間距離(mm)						
	試験片 1		試験片 2		試験片 3	
荷重時	14:13:09	210.7	14:13:09	213.9	14:13:09	212.5
5 分後	14:18:09	130.9	14:18:09	137.6	14:18:09	138.1

処理後の時刻と 2 点間距離(mm)						
	試験片 1		試験片 2		試験片 3	
荷重時	14:39:30	214.5	14:39:30	213.9	14:39:30	212.1
5 分後	14:44:30	145.5	14:44:30	144.5	14:44:30	145.0
保持率 (%)	84.9		90.9		90.4	
	平均				89	

### 3. 結果および考察

購入したブリーツ生地を用いて本試作装置によりブリーツ保持率を求めた。水玉模様の生地の場合でも，色を認識し，赤色の点を検出した。また，データの記録は後で確認する際に活用した。

### 4. まとめ

試験片上の 2 点間距離を画像センサにより測定し，ブリーツ保持率を算出する装置を試作した。本装置により従来の測定に比較し，簡易でありながら測定精度の向上が図れた。さらに，本装置の自動化を含めた改良とこれを用いて，洗濯処理以外に着用や保管によるブリーツ形態変化など，より実用に近い方法を検討していきたい。

(平成 19 年 6 月 29 日受付，平成 19 年 8 月 10 日再受付)

## 塩ビ系壁紙の再資源化技術の開発

樋口 明久<sup>\*1)</sup> 窪寺 健吾<sup>\*1)</sup> 網本 吉之助<sup>\*2)</sup> 西下 孝夫<sup>\*2)</sup> 赤星 裕<sup>\*2)</sup>  
 室井 野州夫<sup>\*3)</sup> 荒井 峰夫<sup>\*3)</sup> 平川 祥博<sup>\*3)</sup>

## Development of recycling technique of waste PVC wallpaper

Akihisa Higuchi<sup>\*1)</sup>, Kengo Kubotera<sup>\*1)</sup>, Kichinosuke Amimoto<sup>\*2)</sup>, Takao Nishishita<sup>\*2)</sup>, Yutaka Akahoshi<sup>\*2)</sup>,  
 Yasuo Muroi<sup>\*3)</sup>, Mineo Arai<sup>\*3)</sup>, Yoshihiro Hirakawa<sup>\*3)</sup>

キーワード：壁紙，ポリ塩化ビニル，パルプ繊維，再利用

Keywords: Wallpaper, PVC, Pulp fibers, Recycle

## 1. はじめに

ポリ塩化ビニル（以下、「塩ビ」と略す）系壁紙の年間生産量は、壁紙全体の9割で約20万トンと推定され、施工や解体時に順次建設廃材として年間10万トンが排出されている。リサイクル率は1%未満と予測され、その取り組みとして塩ビ樹脂部分とパルプ繊維部分に分離して、塩ビ樹脂部分は再生樹脂原料として製造販売されているが、パルプ繊維はその殆どが焼却や埋め立て処分されている現状にある。年間排出量約2万トンのパルプ繊維が再利用できれば、塩ビ樹脂の採算性向上に直結するだけでなく、パルプ繊維も有価物として販売可能となる。

そこで、塩ビ樹脂を除去した後の樹脂含有量が少ないパルプ繊維回収技術の確立を目指すとともに、回収された繊維を紙状に加工して再生品化を試みた。

## 2. 試験方法

## 2.1 分離技術の検討

## (1) 壁紙の分離処理

施工時に排出された壁紙を10cm角程度に細かくして、以下のような装置にて分離処理を施した。

## 一次分離処理装置

壁紙を粉碎装置の容器内に投入して、特殊工具を高速回転させた。壁紙は回転する工具と容器の内壁の間で、衝突と打撃、摩擦が生じて塩ビ樹脂を微粉体化する。また、遠心力と回転気流により軽質のパルプ繊維と重質の塩ビ樹脂粉体が分離した。

## 二次分離処理装置

一次分離されたパルプ繊維を、塩ビ樹脂粉体の粒径より

大きく濾過層の役割を果たすガラス製の媒体粒子が入った容器に投入して、粒子とともに容器内で攪拌や振動を与えて円運動などにより処理物の流動化を図り分離した。

## 三次分離処理装置

二次分離された繊維を、貯水槽で攪拌して固まりを細かくし、見掛け比重差を利用してその攪拌液を上澄み液とダスト水に分離した。この工程を3回以上繰り返した後、脱水してパルプ繊維を回収した。

## (2) 塩ビ樹脂粉体化試験

塩ビ樹脂の粉体化の評価は、装置の回転速度を変化させ、90gの壁紙を40秒間の処理を施した。粉体化された塩ビ樹脂粉体は、粒度ごとに分類し重量にて含有率を算出した。

## (3) 塩ビ樹脂含有率試験

良質のパルプ繊維を回収するため、各分離処理工程における処理物を用いて、70%硫酸にて各処理物のパルプ繊維や炭酸カルシウムなどを溶解し、残留した塩ビ樹脂量から含有率を算出して分離処理工程の評価を行った。

## (4) パルプ繊維の寸法試験

回収されたパルプ繊維で紙を試作するため、光学顕微鏡を用いてパルプ繊維の繊維長や繊維径を数十本測定した。

## 2.2 製紙化技術の検討

## (1) 紙の製造

紙の製造は、回収されたパルプ繊維に接着剤や湿潤強化剤などを添加せず、水と共に攪拌し溜め漉き法によりメッシュの異なる紗で漉して紙に加工した。なおメッシュ数は2.54cm間における織物のたて糸及びよこ糸本数を表す。

## (2) 塩ビ樹脂含有率試験

紗の大きさを選定するため、試作した紙を顕微鏡観察するとともに、各紙のパルプ繊維などを溶解して残留した塩

\*1) 八王子支所

\*2) アールインバーサテック株式会社

\*3) 三喜産業株式会社

ビ樹脂量から含有率を算出した。

(3) 強伸度試験

選定した紗で試作した紙は、引張強さと伸び率を JIS P 8113 に準じて測定した。

3. 結果と考察

3.1 分離処理技術

(1) 塩ビ樹脂の粉体化

粉碎装置の回転速度と塩ビ樹脂の粒度分布の関係を図1に示す。周速 50m/sec では粉体化が殆ど進行せず、粒径が 500 μm 以上と粒が大きくパルプ繊維との分離も十分でなかった。また 90g の壁紙に対するパルプ繊維の回収量は 5g と僅かであった。これに対して、周速 150m/sec と臨界速度に達すると急速に粉体化や分離が進み、粒径は 500 μm 以下に幅広く分布し、パルプ繊維の回収量も 29g に向上した。

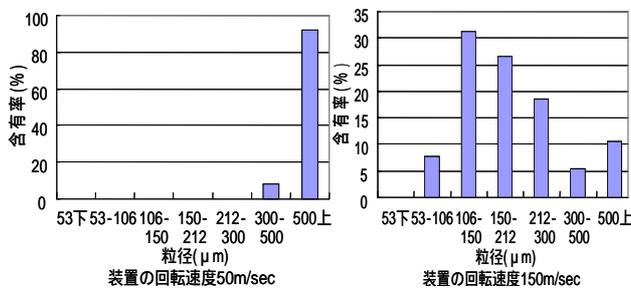


図1. 粉碎装置の回転速度と塩ビ樹脂の粒度分布の関係

(2) 分離工程と塩ビ樹脂粉体含有率

分離工程と塩ビ樹脂含有率の関係は、図2に示すように分離工程の進行にともない塩ビ樹脂含有率が低減する傾向を示し、比重分離3回目には5%以下に含有率を低減できた。

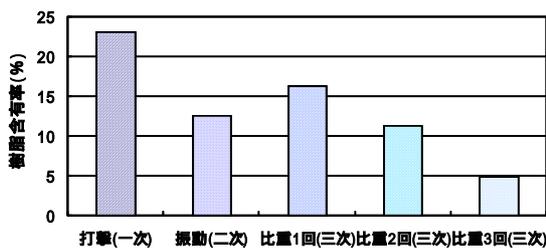


図2. 分離工程と塩ビ樹脂粉体含有率の関係

(3) パルプ繊維の寸法

回収パルプ繊維の繊維長は2種類に大別されており、全体の約68%が2.1mm前後の長い繊維であった。残りは短い繊維で0.5mm前後の長さであった。これは、粉碎処理により分繊化された長い繊維と、塩ビ樹脂に固着した繊維が切断され短い繊維に分別されたためと考えられる。

さらに、紙の主原料である広葉樹のパルプは1.5mm、針葉樹では3.0mm前後である<sup>(1)</sup>ことから、回収パルプ繊維

でも紙が製紙可能と考える。

3.2 製紙化技術

(1) 紗のメッシュの選定

回収したパルプ繊維を用いて、溜め漉き法で紙の試作を行った。その結果、80メッシュのように細かい紗を用いると、図3に示すとおり粒径500 μm程度の塩ビ樹脂粉体が大量に残留することがわかった。逆に20メッシュや40メッシュの紗を用いると、粒径の大きい粉体や短い繊維が脱落して良質の紙が作製できた。塩ビ樹脂粉体含有率を確認すると図4に示すように80メッシュの紗による紙では塩ビ樹脂粉体が9%含有したのに対して、20メッシュや40メッシュでは1.5%以下に含有率を抑制できた。



図3. 回収パルプ繊維による試作紙

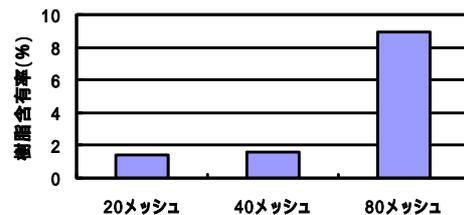


図4. メッシュの違いと塩ビ樹脂粉体含有率の関係

(2) 紙の強伸度

40メッシュの紗で試作した塩ビ樹脂粉体1.5%含有のパルプ繊維による紙とパルプ繊維100%による紙の強伸度を比較した。その結果、試作紙は塩ビ樹脂粉体の残留により、繊維間に滑りが生じ伸び率は4.8%と比較紙の約3倍になったが、引張強さは0.007 kN/mと三分の一以下に低下した。

再生品化には、不織布を貼り合わせることや接着剤の添加などの補強が必要であると考えられる。

4. まとめ

塩ビ系壁紙の再資源化として、塩ビ樹脂粉体とパルプ繊維に分離する装置の開発や紙漉き法の活用により、塩ビ樹脂粉体含有率が少ない紙の試作に成功した。

本技術により、壁紙やシート材などへの再生品化が可能となるとともに、壁紙以外の製品の再資源化も期待できる。(平成19年6月29日受付,平成19年7月26日再受付)

文 献

(1) 森本正和：環境の21世紀に生きる非木材資源。ユニ出版有限公司、p.164 (1999)

## 衣類の濡れに伴う変色

吉田 弥生\* 池田 善光\*

## Color change caused by the wetting of clothing

Yayoi Yoshida, Yoshimitsu Ikeda

キーワード：濡れ効果，スレ，白化

Keywords：wetting effect, friction mark, whitening

## 1. はじめに

ドライクリーニングは，製品に加工されている各種の加工剤を脱落させやすいために，処理後に光の表面反射量が増し，あたかも色が淡色化したように見える事故が起こる。これとは反対に，油分や水分が付着するために起こる濃色化<sup>(1)</sup>の変色事故も繰り返し発生している。

当センターに寄せられた相談や依頼試験を調査した結果，油剤(加工剤)脱落による淡色化(白化) 油剤の付着による濃色化(濡れ効果) スレによる白化の3種の原因に分類できた。これらの原因は単独の場合も複合している場合もあり，また，製品によって目立ちやすいものと，そうでないものがあることがわかった。

そこで，どのような色や素材の製品にこの種の事故が起こりやすいのかについて検討を行った。

## 2. 試験方法

濡れ効果測定用の試料は，直接染料(3原色+黒)4色で濃度を3水準(濃，中，淡)で染色した綿ニット布と，分散染料で染色したポリエステルニット布及びポリエステル50/綿50ニット布を使用した。スレ効果の確認試料は，酸性染料(黒)を用いて染色堅ろう度試験用添付白布の絹(2-2号)を常法により染色した。付着させる物質として，水，シリコンオイル，パラフィンオイルの3種を使用した。濃色化程度の評価にはL\*値(グレッタグマクス社製マクベス・カラー・アイ7000で測色)を用いた。

## 3. 試験結果

## 3.1 製品の色，素材による濡れ効果の差

図1は含水させた綿染色布(赤色)の場合で，水付着率が25%付近からL\*値が減少傾向で濃色化が目立つようになる。他の色についても同様の傾向が認められた。素材間で比較すると，ポリエステル布では低い水付着率から濃色化が認められるが，水付着率が増えても濃色化の程度は綿布にくらべて少なく，水付着率100%以上では濃色化は進まな

かった。これは，ポリエステルに吸湿性がないため，僅かの量の水でも繊維表面が覆われやすくなるためと考えられる。ポリエステル/綿は，綿の吸水性のため水分量の増加に伴い，濃度は低下していく(図2)。

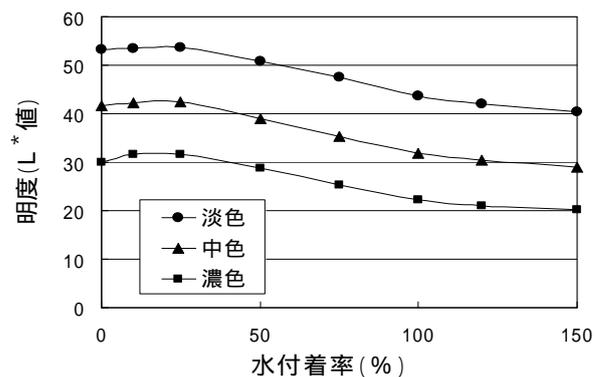


図1．水付着量と明るさの変化(赤・綿布)

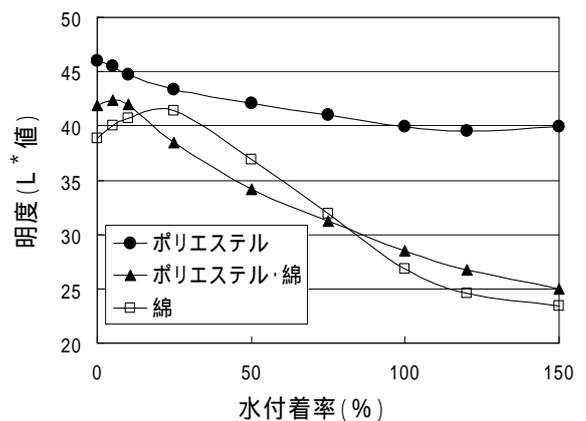


図2．繊維素材と濡れ効果(黒)

## 3.2 染色濃度，色相と濡れ効果

図3は，水を含まないときと150%の水を含んだときのL\*値の差を表した。染色濃度では，黄色を除いて濃色より淡色の方が濡れ効果は大きい傾向にある。色相では，黒，青で濃色化が目立ちやすい。

\* 八王子支所

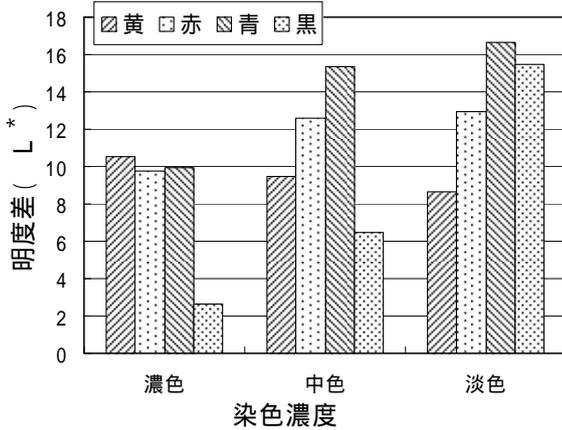


図3. 染色濃度・色相と濡れ効果(綿布)

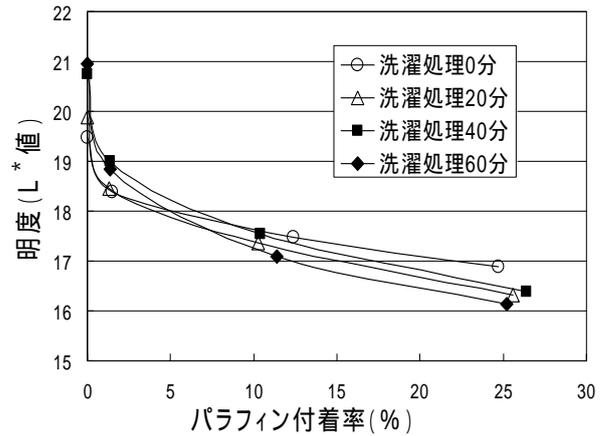


図5. 繊維のスレと濡れ効果

### 3.3 液体の種類と濡れ効果

水, シリコン油, パラフィン油の3種類の液体による濡れ効果を比較した。図4は綿染色布(赤色)に加工した場合で, 液体の種類によって異なるが, いずれも付着量が増すに従って濃色化が進む。他の色についても同様の傾向が認められた。水については付着量が少ない領域で明度の低下が認められないのは, 繊維内部に吸水され, 繊維表面を覆うまでに至っていないためと考えられる。

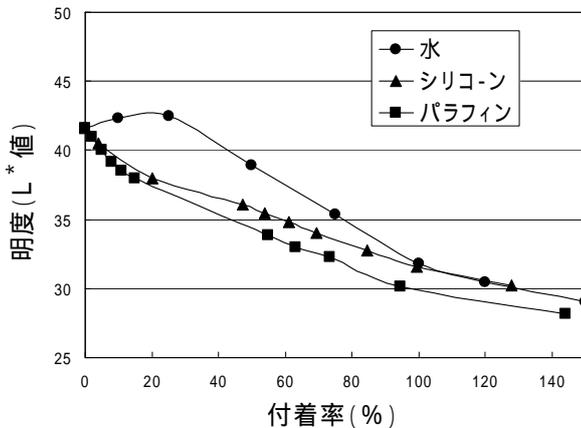


図4: 液体の種類と濡れ効果(赤・綿布)

### 3.3 繊維のスレと濡れ効果

図5は, 黒色の絹布を洗濯機で攪拌し繊維表面をフィブリル化させたものの濡れ効果を見たものである<sup>(2)</sup>。フィブリル化に伴って光の反射量が増えるため, 洗濯時間が長くなるにつれて明度は増大する。これに油分を付着させると, 明度は逆転しフィブリル化の大きいものほど濃くなってしまふ傾向が見られた。つまり, 繊維表面がフィブリル化しているピーチスキン調の絹や新合繊などでは, 油分が繊維表面に保持されることになり, 油分の脱着による濃度変化が大きくなると考えられる。これは実際のクレーム発生傾向と一致している。

### 3.5 市販スレ修正剤の分析

クリーニング店などでは, 絹などがスレて色が薄く変色した場合には, 市販のスレ修正剤を使用することも多い<sup>(3)</sup>。よく使用されている市販のスレ修正剤の成分は, シリコン油をイソヘキサンに溶解したものであった。この修正剤には, 淡色用と濃色用とがあり, 薬剤中の油分量を変えて, 生地に供給される油分量の調整を行ったものであった。

### 4. まとめ

ドライクリーニング等で発生する繊維製品の油分の付着スレによる外観変化に伴う変色について検討した結果, 次の知見が得られた。

- (1) 濡れの目立ちやすさは, 色相では黒>青>赤>黄色の順であり, 濃度では淡色>濃色であった。特にピーチスキン調のもので目立ちやすい傾向がある。
- (2) 付着する液体と素材の関係では, シリコン, パラフィンでは付着量に比例して濃色化するが, 水の場合には繊維内部への吸水性も関与している。
- (3) 色や表面形状, 素材によって油分の付着量による濃色化に差があることから, スレ修正剤の使用に関しては, 一時に多量の修正剤を付着させるのではなく, 効果を確認しながら薄い修正剤を塗り重ねていく等の使用方法が望ましい。

(平成19年6月29日受付, 平成19年8月10日再受付)

### 文 献

- (1) 加藤弘:「深色加工」, 絹繊維の加工技術とその応用, Vol.巻数, No.号数 pp.162-164 (1990)
- (2) 池田善光・朝倉守:「観察機器を応用した繊維のスレ現象の解明」, 東京都立繊維工業試験場研究報告, 第41号 pp.14-17 (1994)
- (3) 全国クリーニング生活衛生同業組合連合会:「スレ修正剤による白色化衣類の修正方法」, 技術情報, Vol.31, No.5, pp.11-12 (2001)

## モータ回転軸への温度測定用試薬の固定方法

長谷川 孝\* 山口 勇\*

An adhesion method of chemical reagents for measuring temperature on the rotating motor shaft

Takashi Hasegawa\*, Isamu Yamaguchi\*

キーワード：温度，試薬，モータ回転軸，固定，銅テープ

Keywords : Temperature, Chemical reagents, Rotating motor shaft, Adhesion, Copper tape

## 1. はじめに

1.1 背景 近年のモータは，高速化・高出力化・省電力化の増加が進んでおり，それに伴ってモータの発熱を抑えることが重要な課題となってきた。そのためにはモータの温度を知ることが重要である。モータの発熱部は回転子巻線であるが，回転子はケーシングで覆われており，温度計測は一般的に抵抗法（例えば JIS C4203）などの間接的算出法によって行われ，直接測ることは困難である。また，回転子に直結しているモータ回転軸（以下，軸と称す）の温度計測も，回転しているため，困難である。そこでケーシングの温度を測り，モータの発熱温度を推定することもあるが，ケーシングは回転子と接触していないため，ケーシング温度と回転子の巻線温度とでは差が大きすぎる。回転子と直結している軸の温度は，巻線との温度差が小さいので，近似的ではあるが，回転子の巻線温度をより正確に知ることが可能と考えられる。そこで，先に提案した融点異なる試薬を用いた温度計測法<sup>(1)(2)</sup>を，軸の温度の直接的計測に適用する方法を検討した。

1.2 目的 融点異なる試薬を用いた温度計測法とは，既知の融点を持つ試薬を多種用意し，高温の融点を有する試薬から順次，測温物に接触させ，融解した試薬と，その直前に接触させて融解しなかった試薬を確認することで，温度を測定する手法である<sup>(2)</sup>。モータ回転軸の温度計測に適用する場合，丸棒金属である軸に試薬を固定し，試薬が固体状態のときは，軸の回転による遠心力によって，軸から剥がれないようにしなければならない。さらに軸の温度が試薬の融点に達したとき，試薬は速やかに軸から分離し飛散する必要がある。本報では，粘着剤等を使うことなくこれらの要求を満足できる，軸への試薬固定方法を開発する。

## 2. 実験方法および結果

## 2.1 試薬固定方法の検討 試薬が軸に直接接触した状

態で固定する方法として，銅テープに穴を明け，テープを測温する箇所に貼付し，溶けた試薬を穴に流し込ませ，固着させる手法を検討した。

## 2.2 実験

2.2.1 実験用モータ 本研究では 12 mm の軸径を有する定格 90 W の 3 相誘導電動機を，商用電源 200 V を用いて約 1500 rpm で回転させた。

2.2.2 適用試薬 試薬はイソフタルアルデヒド（CAS 626-19-7）と 1-メチル-2-フェニルインドール（CAS 3558-24-5）の 2 種を用いた。DSC（Differential Scanning Calorimetry）で試薬の融点を測定し，結果をカタログ値と比較した。イソフタルアルデヒドの測定結果を図 1 に示す。また両試薬の測定結果を表 1 に示す。

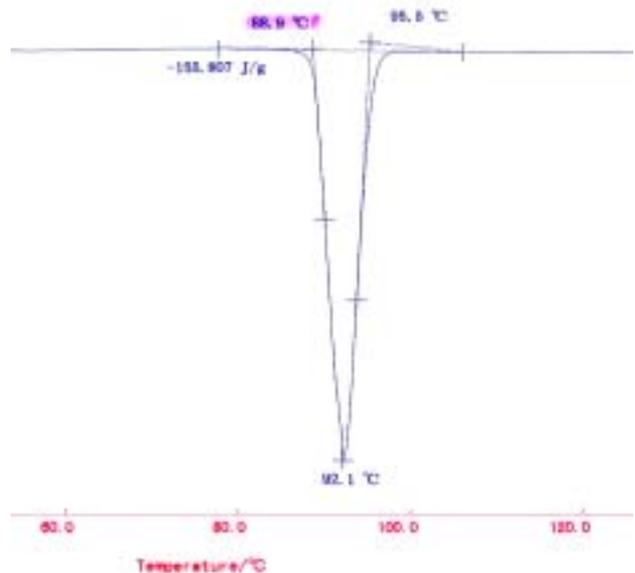


図 1. イソフタルアルデヒドの DSC 測定

表 1. DSC による試薬融点測定結果

試薬名	融点(カタログ値)[ °C ]	融点(実測値)[ °C ]
イソフタルアルデヒド	88-90	88.9
1-メチル-2-フェニルインドール	98-100	99.2

\* エレクトロニクスグループ

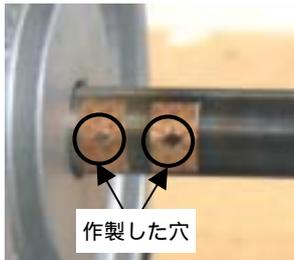


図2. モータ回転軸へ貼付した銅テープ



図3. 融解した試薬

(左) イソフタルアルデヒド (右) 1-メチル-2-フェニルインドール

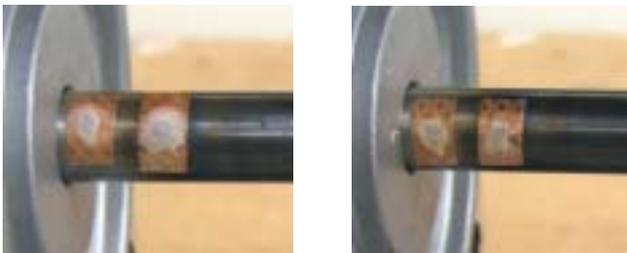


図4. 軸上へ塗布後に固化した試薬

(左) イソフタルアルデヒド (右) 1-メチル-2-フェニルインドール

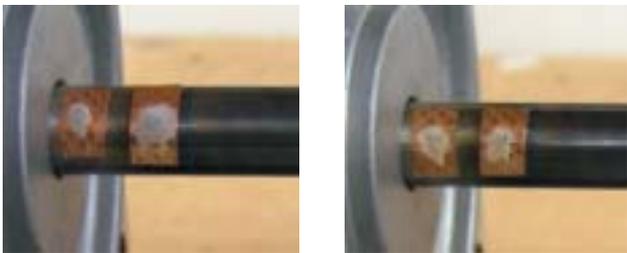


図5. 軸の3時間回転後の試薬

(左) イソフタルアルデヒド (右) 1-メチル-2-フェニルインドール

2.2.3 試薬固定手順 試薬を固定するための詳細手順を以下に示す。

(1) 長さ 15 mm, 幅 6 mm, 厚さ 0.1 mm 程度の銅テープを用い, テープ中央部に一辺 3 mm 程度の正方形の角穴をあけ, 軸上の温度測定部に貼付する(図2)。

(2) ホットプレート等を用いて試薬を融点以上の温度で加熱し, 試薬を溶かす(図3)。

(3) 溶かした試薬を穴に流し込む。塗布後, 液状の試薬を冷まし, 固化させる(図4)。

2.2.4 実験結果 常温, 200 V, 無負荷で軸を3時間回転させた後の状態を図5に示す。図4の回転前と比較して試薬の形状に変化がなく, 遠心力が加わっても, 試薬が軸から剥がれずに残っていることがわかる。この結果より, 試薬が固体状態のとき, 軸に対して十分な密着力を有していることが確認できた。

2.3 試薬融解時の確認 試薬が融点に達したとき, 融解した液状の試薬は速やかに軸から分離し飛散する必要がある。そこでモータの発熱のみならず, 負荷側の温度上昇をも考慮して, 回転中の軸の先端をガスバーナーで加熱し, 試薬を融解させ, 停止後に試薬が残っているかどうかを確認した。図6にガスバーナーを用いて軸を加熱している状態を示す。試薬はモータ軸受部近傍の軸上に固定しており, 加熱部の軸先端からは十分に離れた。



図6. ガスバーナーを用いた軸加熱時の様子

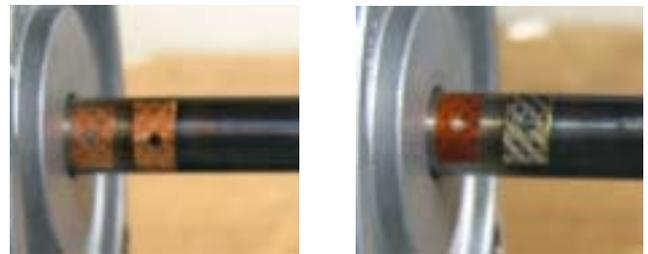


図7. ガスバーナー加熱後に融解して無くなった試薬

(左) イソフタルアルデヒド (右) 1-メチル-2-フェニルインドール

図7に加熱後の試薬の状態を示す。両試薬とも, 軸上に残っていなかった。これは試薬が融解した後に遠心力で飛散したためである。この結果より, 軸の温度上昇で融解した液状の試薬は軸から分離し飛散することが確認できた。

なお, 別な試薬を用いて 10 mm の軸径を有する定格 40 W の 3 相誘導電動機にトルクを負荷し, 回転数を変化させたときにも, 同様な結果が得られている。

### 3. まとめ

本研究ではモータ回転軸への温度測定用試薬の固定方法を開発した。本手法を用いて得られるモータ回転軸の温度は, ケーシング温度と共に, モータの発熱対策をする上で重要なデータとすることができる。

今後は開発した固定方法を基盤として, 光センサーを導入することも検討し, いつ測定した温度に達したかという, 時間的なデータも残る温度計測技術の開発を目指す。

(平成 19 年 6 月 29 日受付, 平成 19 年 7 月 13 日再受付)

### 文 献

- (1) T. Hasegawa, M. Saka and Y. Watanabe: "Direct Measurement of Local Surface Temperature of Eutectic Solder for Determining Electromigration Pattern", J. Electron. Mater., Vol. 35, No. 5, pp. 1074-1081 (2006).
- (2) T. Hasegawa, T. Kohara and M. Saka: "A Simple and Direct Method for Local Temperature Measurement and Its Applications to Materials Evaluations", Key Eng. Mat., Vols. 345-346, pp. 1279-1282 (2007).

## 電気メステスタの実態調査と評価

岡野 宏<sup>\*1)</sup> 大原 衛<sup>\*1)</sup> 西澤 裕輔<sup>\*1)</sup> 富樫 昌之<sup>\*2)</sup> 高柳 政晴<sup>\*2)</sup>  
 日向 一郎<sup>\*2)</sup> 青木 紀二<sup>\*3)</sup> 山口 十貴哉<sup>\*3)</sup> 小島 正美<sup>\*4)</sup>  
 山崎 正喜<sup>\*5)</sup> 海老塚 稔<sup>\*5)</sup> 岡嶋 浩二<sup>\*6)</sup> 岩田 稔<sup>\*7)</sup>  
 加藤 直也<sup>\*7)</sup> 酒井 輝幸<sup>\*8)</sup> 野沢 浩之<sup>\*8)</sup>

### Investigation and evaluation of actual conditions of electrosurgical tester

Hiroshi Okano<sup>\*1)</sup>, Mamoru Ohara<sup>\*1)</sup>, Yusuke Nishizawa<sup>\*1)</sup>, Togashi Masayuki<sup>\*2)</sup>, Masaharu Takayanagi<sup>\*2)</sup>,  
 Ichiro Hyuga<sup>\*2)</sup>, Toshiji Aoki<sup>\*3)</sup>, Tokiya Yamaguchi<sup>\*3)</sup>, Masami Kojima<sup>\*4)</sup>,  
 Masaki Yamazaki<sup>\*5)</sup>, Minoru Ebizuka<sup>\*5)</sup>, Koji Okajima<sup>\*6)</sup>, Minoru Iwata<sup>\*7)</sup>,  
 Naoya Kato<sup>\*7)</sup>, Teruyuki Sakai<sup>\*8)</sup>, Hiroyuki Nozawa<sup>\*8)</sup>

キーワード：電気メステスタ

Keywords : Electrosurgical Tester

#### 1. はじめに

病院内で電気メスの定期的な保守点検を行うことにより，出力測定の不具合の発見や高周波漏れ電流による患者の火傷防止等の安全確保が達成できる。現在，市販の電気メステスタがこれらの目的のために普及しつつある。その一方で，測定値にバラツキ等の問題があると指摘されている。そこで我々は電気メスメーカー及びテスタメーカーの協力を得てその実態調査を行った。

#### 2. 調査方法

電気手術器（電気メス）JIS T 1453 : 1998 に準じて切開と凝固の各モードで出力と高周波電流を測定した。横河電機（JISの方法）は外部負荷抵抗を使用した。他社製品は電気メステスタの内部負荷抵抗を使用して測定した（図1参照）。使用した電気メスはエルベ社，コンメド社，バリーラブ社，泉工医科工業社 計4社の製品であり，評価に使用した電気メステスタは，パイオテック社，ダイナテック社，メトロン社，エクセル社，横河電機の計5社である（図2参照）。これら国内外を代表する電気メスと電気メステスタを，都立産業技術研究センターの医療機器実験室に参集させ同一環境条件下で測定した。電気メステスタの性能を示す仕様一覧を表1に示す。

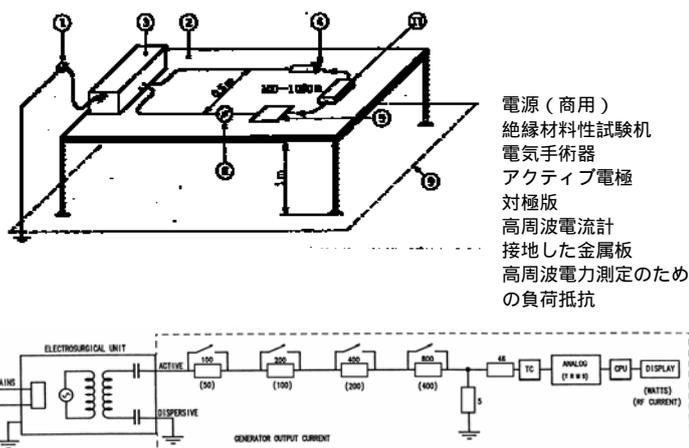


図1. 高周波出力測定回路  
 (上) JIS T 1453 : 1998 の方法  
 (下) 電気メステスタ 測定のプロック図 (453A)



図2. 使用した電気メス及び電気メステスタの一部  
 (上左から) 波形観察用ロスコープ，453A, RF-303, QA-ES  
 (下左から) 電気メス (MS-BM1)，453A, 454A, 熱電形電流計，MST-1453

\*1) 東京都立産業技術研究センター  
 \*2) エクセル株式会社  
 \*3) 株式会社セムコ  
 \*4) 浜医科工業株式会社

\*5) 株式会社アムコ  
 \*6) 小林メディカルカンパニー  
 \*7) 大正医科器械株式会社  
 \*8) 泉工医科工業株式会社

表 1. 電気メステスタ仕様

会社名	ダイナテック	ダイナテック	トロン	エクセル	バイオテック
電気メステスタ	453A	454A	QA-ES	MST-1453	RF-303
RMS周波数帯域幅	DC ~ 7MHz(-1dB)	30Hz ~ 7MHz(-3dB)	本器: 30Hz ~ 10MHz(-3dB) 負荷: 30Hz ~ 2.5MHz(-3dB)	RMS/DC ~ 1MHz	20kHz ~ 10MHz (-3dB, 負荷抵抗300 )
電流	50 ~ 2000mA(出力計測) 50 ~ 280mA(漏れ電流計測) 50 ~ 99mA ± 10% 100 ~ 2000mA ± 2.5%	100 ~ 2000mA ± 5.0% 30 ~ 100mA ± 5.0%(クレストファクタ16以下時)	20 ~ 2200mA ± 2%	20 ~ 1200mA 切開モード ± 7%/rdg 凝固モード ± 10%/rdg	30 ~ 2500mA ± 2.5% もしくは ± 15mA(大きい方)
電力	1500W(負荷抵抗1500 ) 700W(負荷抵抗500 ) 5 ~ 1500W ± 5%	フルレンジの ± 10%(W)		1 ~ 720W	1 ~ 400W ± 5% もしくは ± 3W(大きい方)
負荷抵抗	100 ~ 1500 ± 3% 50 ~ 750 ± 3%(50 ステップ)	50 ~ 1550 (50 ステップ) 負荷抵抗値の ± 3.0%	10 ~ 2500 (DC)(25 ステップ) 2600 ~ 5200 (DC)(100 ステップ)	50/100/200/300/500 固定切り替え式	50 ~ 750 (50 ステップ) (CQMテスト)
追加固定負荷			200 , 400W		
クレストファクタ	± 5%	読みの ± 10%	計算に、2つのピーク計測値の高い方を使用		
計測範囲	0 ~ 15.9(Vp/Vrms)	1.4 ~ 15.9(Vp/Vrms)	1.4 ~ 16(Vp/Vrms)		
p-p電圧	0 ~ 10kV ± 10%(閉塞負荷のみ)	0 ~ 10kV ± 10%(閉塞負荷のみ)	0 ~ 10kV ± 10%(閉塞負荷のみ)		

### 3. 結果と考察

今般測定した電気メスは国内で広く普及しており概ね同等の機能を有している機器であるが、その測定結果に差がある。各電気メステスタによる測定値をJISの方法による測定値で除した値を相対誤差として求めた。この一例を図3, 図4に示す。これらから誤差に差が出ていることがわかる。

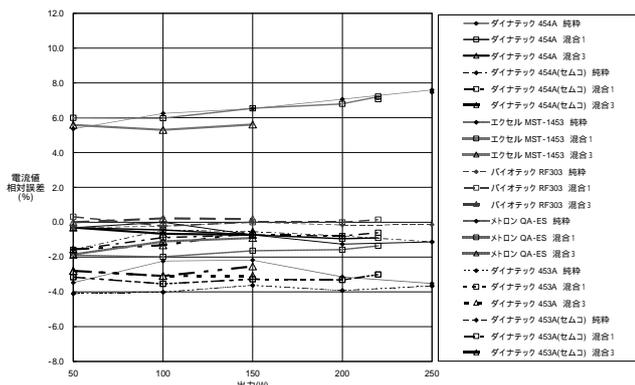


図 3. 泉工医科工業社 (MS-BM1)

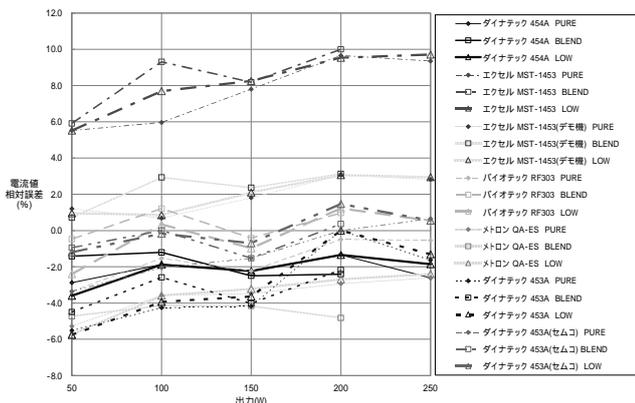


図 4. パワーラプ社 (FORCE EX)

これらの実験結果を以下に記す。

JISの方法に対する相対誤差は電気メスにより、グラフ上で相違する形状と分布(形状分布)を示す。

電気メスの種類により、形状分布に狭いものと広いもの

がある。

電気メステスタの特性はJISの方法に比較的近いものと多少の偏差を持ったものがある。

しかし比較的近いものでも、電気メスの出力モード(切開, 凝固等)により分布にバラツキが生じる。

電気メステスタの精度は、出力モードにより仕様を満たさないこともある。

電気メステスタの仕様精度の高低は、必ずしもJISの方法を基準とした相対誤差の高低とは一致しない。

これらの結果から得られた考察を以下に記す。

・相対誤差は電流より電力の方が大きい。

これは電気メステスタが  $W = I^2 R$  の演算方式を取っているからであり、計算上電流の測定精度が ± 2.5% だと、電力は ± 5% になる。実測でもほぼ一致している。

・会社が同じで型式が一致した電気メステスタの測定結果はよく一致する。これは測定原理と測定回路が一致しているからである。

・相対誤差の測定結果は微妙に異なっている。この理由として、テスタ間の特性の相違や電気メスの出力波形が関係している。電気メスの出力波形は高電圧, 高周波, パルス性非正弦波, 非対称波, 高クレストファクタを含む複雑波形であり、これらが誤差原因となっている。

・電気メスの種類により一部の出力モードでテスタに測定不能や誤差の大きな特異点が生じた。これはメスの測定リードの誘導や、大地インピーダンスの静電容量とテスタ回路にマッチング不適合が生じたものと考えられる。

### 4. まとめ

実験結果及び考察から、以下に調査のまとめを記す。

・電気メスの出力特性を知ることは、医療現場での保守管理には不可欠である。

・テスタの特性を熟知し、最適のテスタで測定すれば、安全確保のための保守点検作業の省力化, 迅速化が実現できる。

・今後さらに評価結果を数値的に解析し、電気メステスタの信頼性と使用勝手向上に役立てていく。

(平成 19 年 6 月 28 日受付, 平成 19 年 7 月 23 日再受付)

ノート

# IC 内蔵型フルカラーLED を利用したパネルの設計・試作

五十嵐 美穂子<sup>\*1)</sup> 小林 丈士<sup>\*1)</sup> 宮島 良一<sup>\*2)</sup> 吉田 正雄<sup>\*3)</sup>

## A design and trial production of a panel using IC-equipped full color LED

Mihoko Igarashi<sup>\*1)</sup>, Takeshi Kobayashi<sup>\*1)</sup>, Ryouichi Miyajima<sup>\*2)</sup>, Masao Yoshida<sup>\*3)</sup>

キーワード：フルカラーLED,

Keywords : full color LED,

### 1. はじめに

以前より各種 LED の応用について，研究開発を行ってきた。現在発売されているフルカラーLED について調査を行い，製品化する上での問題点等を検討した。フルカラーLED には，制御回路を内蔵しないRGB 独立型，制御回路を内蔵し，7色を色順に点灯を繰り返すように構成されたIC 内蔵型などがある。このタイプは，4端子以上の構造であり，配線パターンが複雑になる。また，RGB の調光をそれぞれ個々に制御するために，外部に制御回路が必要となる。このタイプは，2端子構造のため配線パターンが簡単となるが，同じ定格であっても，素子のばらつき，発熱，温度によって点灯周期にばらつきがあり，単独で使用する場合には問題ないが，複数個を同時に点灯させようとした場合，点灯周期の不一致により色ムラが生ずる。そこで，点灯周期ごとに選別する方法，そして，点灯周期に合わせた駆動回路を提案し，解決することで，このタイプのフルカラーLED を用い，LED の配線パターンを簡素化することとした。

### 2. フルカラーLED 選別装置及び駆動回路

2.1 フルカラーLED 選別装置 フルカラーLED を点灯周期ごとに選別する装置の試作を行った。

回路構成を図1に示す。フルカラーLED の光を，赤色フィルタを透して受光素子であるフォトダイオードで受け，電気信号へ変換する。赤色フィルタは，赤色成分のみを受光させ，判定対象となる色を絞り込むことによって識別を容易にするために設けた。そしてコンパレータで構成された判定部へ送られ，赤色の成分を持った信号は High，それ以外は Low の信号と判定される。判定部からの出力信号波形の一例を図2に示す。赤，黄，紫，白の4色が赤色成分を含む5VのHigh，それ以外は0VのLowとして出力されている。判定部からの信号を，通信制御装置を介しコンピュータに入力し，電圧変化の回数をカウント，それに要し

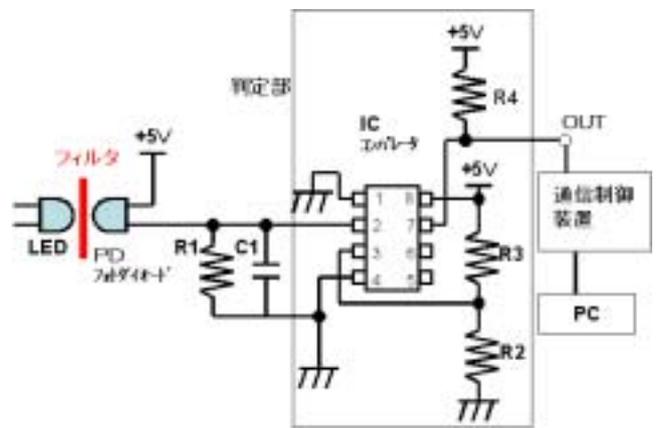


図1. フルカラーLED 選別装置 回路構成

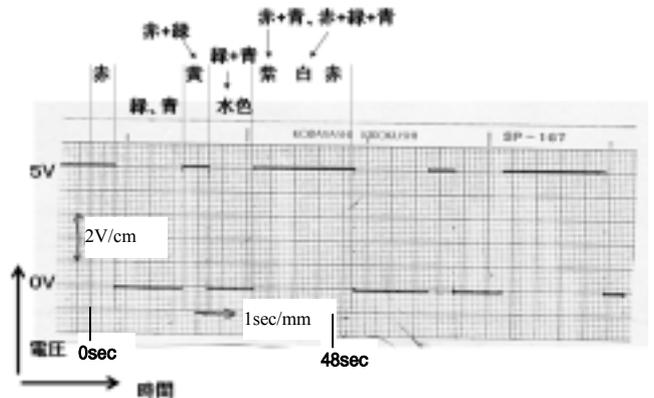


図2. 図1の判定部からの出力信号波形

た時間を計測することで点灯周期を判定した。具体的には3周期分の秒数を計測，1秒間隔での選別を行い，約30種類に選別した。

図3に選別装置の写真を示す。フルカラーLED16個を同時に判定が可能となっている。

実際の測定時は，フルカラーLED に電源を供給してから，LED の自己発熱による温度が安定するまで一定時間放置し，周囲温度による影響をなくすため，恒温室の中で測定を行った。

<sup>\*1)</sup> エレクトロニクスグループ  
<sup>\*2)</sup> 製品化支援室  
<sup>\*3)</sup> 株式会社アートレーザ技研

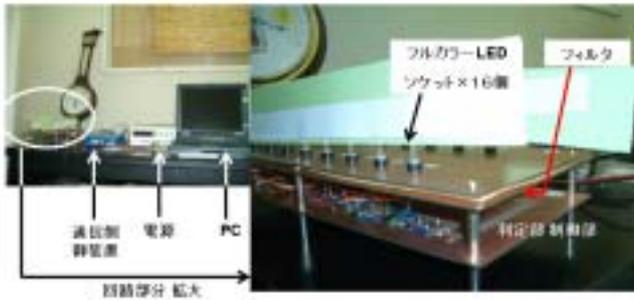


図3. フルカラーLED 選別装置写真

2.2 フルカラーLED 駆動回路 点灯周期を選別して使用することで、ある程度色のばらつきを抑えることができるが、長時間の点灯では、ばらつきが累積され、再び色ムラが生じる。そこで、判定した点灯周期に合わせた駆動回路を試作した。

このフルカラーLED は、電源をリセットすることで、赤色から点灯開始する特長を持っており、この点を利用することとした。具体的には、フルカラーLED 複数個を同時に電源供給、赤色から点灯開始し、1周期の点灯時間が経過したところで再び赤色に戻る。ここで電源のリセットを行い、赤色から再スタートを行うことで、長時間の点灯による色のばらつきが解消でき、均一な点灯色を得られるようにした。電源のリセット時間は、人間の目で気付かない程度の時間かつ駆動回路が安定動作する時間を考慮し、20ms とした。

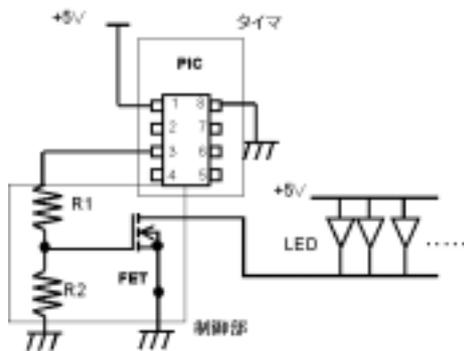


図4. フルカラーLED 駆動回路

駆動回路を図4に示す。選別装置で判定された点灯周期1周期分の時間をカウントするため、タイマを内蔵するマイコン、フルカラーLEDの電源をリセットする制御部等の部品で実現している。

### 3. 試作したフルカラーLED パネル

以上の結果を元に試作したフルカラーLED と駆動回路を図5に示す。また、使用したLEDの主な仕様を表1に示す<sup>(1)</sup>。フルカラーLED の個数はパネルの大きさによるが、本試作では20個とし、並列接続している。

上記、フルカラーLED をアクリル導光板の底面から照射

するように配置、アクリル導光板のレーザ加工面より発光するパネルを試作した。駆動回路は、パネルの下部分へ内蔵する構造とした。電気的特性は、電源電圧5Vで最小電流0.7A、最大電流1.9Aであった。この結果から駆動回路の消費電力が少ないことが分かる。図6にフルカラーLED パネルの構成及び写真を示す。

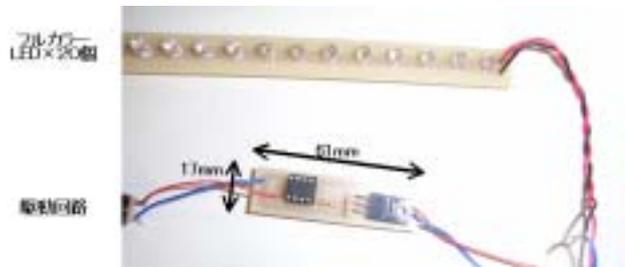


図5. 選別したフルカラーLED 及び駆動回路

表1.IC内蔵型フルカラーLED(TX5RBG13IC-2)の仕様

Size	[mm]	φ5
Power Dissipation	[mW]	200
Peak Forward Current	[mA]	100
Luminous Intensity [mcd] (max)		250/Red 1800/Blue 1400/Green

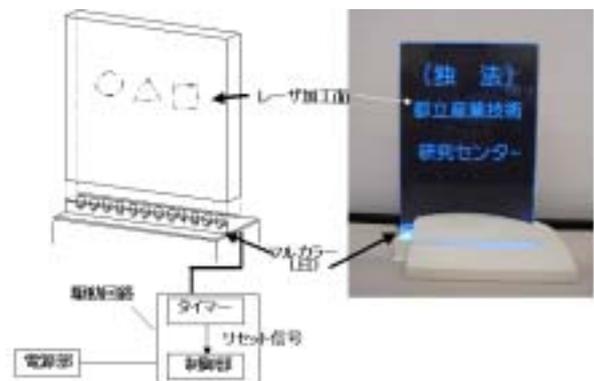


図6. フルカラーLED パネルの構成及び写真

### 4. まとめ

本開発により複雑な制御回路を必要とせず、シンプルな回路構成で駆動回路の小型化を実現、安価で均一に点灯させることが可能となった。本開発の技術を用いることで、多くのLED製品についても応用が可能となる。考案内容については現在「特願 2006-354819」に特許出願中である。

(平成19年6月28日受付,平成19年8月17日再受付)

### 文 献

(1) 遠光電子 LED MODEL(TX5RBG13IC-2)仕様書

## ノート

## 超音波ねじり振動を援用した砥粒レス超音波研磨法の試み

横澤 毅<sup>\*1)</sup> 高野 茂人<sup>\*2)</sup> 寺西 義一<sup>\*1)</sup>

## Attempt on “Non abrasive ultrasonic vibration polishing” with ultrasonic torsional vibration

Tsuyoshi Yokosawa<sup>\*1)</sup>, Shigeto Takano<sup>\*2)</sup>, Yoshikazu Teranishi<sup>\*1)</sup>

キーワード：CVD，ダイヤモンド，超音波，ねじり振動，研磨

Keywords：CVD, Diamond film, Ultrasonic, Torsional vibration, Polishing

## 1. はじめに

これまで CVD ダイアモンド膜の研磨方法としては、ダイヤモンド砥粒や砥石を用いた機械的研磨方法がもっとも一般的であるが、非常に時間を要するという短所がある。このような短所を克服する方法として、高温下においてダイヤモンドと鉄系金属とが反応して激しくダイヤモンドが摩耗するという特性を利用した研磨方法が提案されている<sup>1)2)</sup>。また簡便な装置で高効率に研磨できるという点で注目すべき方法として、高速摺動研磨法による熱化学加工法が提案されている<sup>3)4)</sup>。

しかし、いずれの方法も曲面にコーティングされた CVD ダイアモンド膜を研磨する方法としては不都合が多い。

そこで、曲面にコーティングされた CVD ダイアモンド膜の研磨に対応する方法として、超音波ねじり振動を援用した砥粒レス研磨法<sup>5)6)</sup>を提案する。

従って本研究では、曲面にコーティングされた CVD ダイアモンド膜を研磨することを目的に超音ねじり振動を援用した砥粒レス研磨法の可能性について検討する。

## 2. 実験方法

2.1 装置 超音波ねじり振動とは図1に示すように研磨工具の円周方向に振動する超音波のことである。この超音波振動する研磨工具を CVD ダイアモンド膜に押し当てたときに発生する摩擦熱と超音波振動による機械的な破壊を利用して CVD ダイアモンド膜を研磨する。

研磨装置を図2に示す。キスラーの動力計を NC フライス盤のテーブル上に固定し、その上に超音波振動系を固定する。動力計は研磨荷重を測定するためのものである。ここで研磨荷重とは、研磨工具を被研磨物に押し当てたときに研磨工具にかかる荷重のことである。

研磨工具は研磨工具と被研磨物を点接触させるために、接触部分は半径3mmのアールがついている。工具材種は純チタンである。工具長さは、発振周波数を振動系の共振周波数に同調させるため

に工具長さを とすると  $l/2$  の長さが必要となる。このとき工具長さは計算上 75mm 必要となる。研磨工具は研磨に際して回転させない。

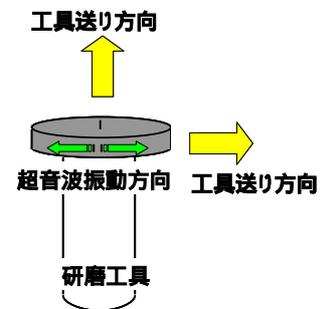


図1．研磨工具への超音波印加方法

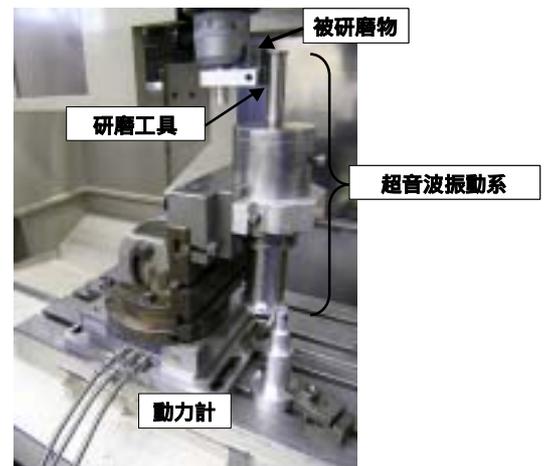


図2．実験装置

発振周波数は 27.8 kHz である。

被研磨物は主軸に治具を介して固定をする。被研磨物の形状は 20×20×50 mm の直方体であり、先端 20 mm の部分に CVD 法によって膜厚 15 μm のダイヤモンド膜がコーティングされている。なお、曲面を研磨することが最終的な目的であるが、被研磨物に直方体を使用するのは、本研究では CVD ダイアモンド膜を研磨するための基礎データを取ることを目的としているためであ

\*1) 先端加工グループ

\*2) 株式会社不二越

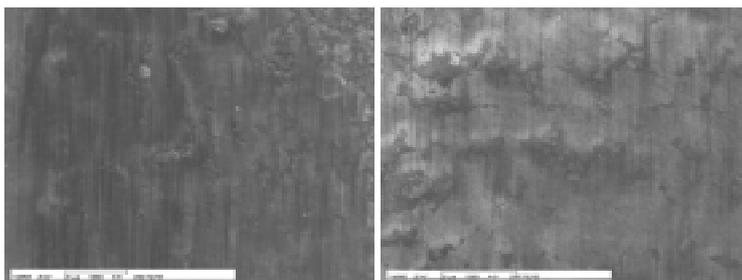
る。

2.2 研磨方法 工具送り方向と振動方向の関係によって2通りの研磨方法を提案する。即ち、工具送り方向と振動方向が一致する研磨法を「平行研磨法」、工具送り方向と振動方向が直交する研磨法を「直交研磨法」とよぶことにする。

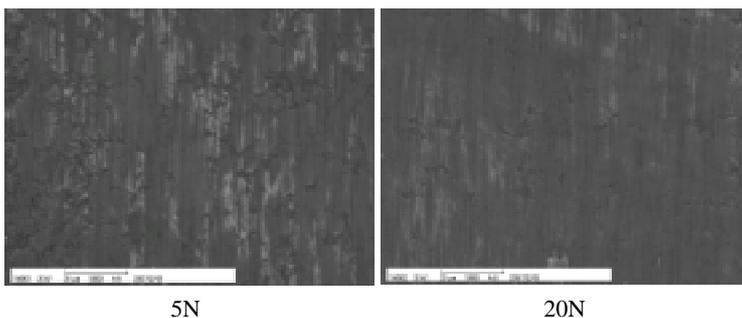
なお、研磨面に研磨工具の凝着を防止する目的で植物油を塗布する<sup>5)6)</sup>。

### 3. 結果及び考察

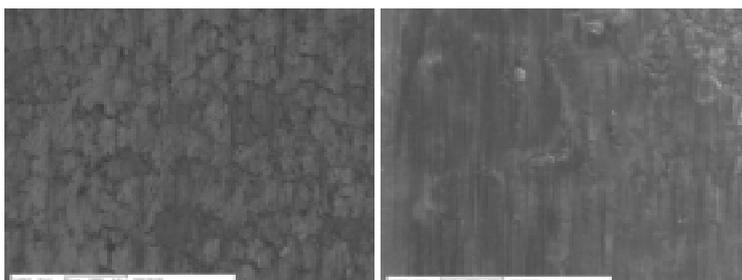
最初に、平行研磨法と直交研磨法で研磨をしたときの研磨面性状の違いを検討するために、それぞれの研磨法で研磨を行い、表面性状をSEM観察した。結果を図3に示す。平行研磨法、直交研磨法いずれの方法で研磨した場合にも線条痕が認められる。また、平行研磨法に比較して、直交研磨法で研磨した面の方がわずかに凹凸が認められる。従って、平行研磨法は直交研磨法に比較して研磨の進行が早いと考えられる。なお、このときの研磨条件は、研磨荷重：20N、振動振幅：40 $\mu\text{m}_{p-p}$ 、工具送り速度：5mm/minである。



平行研磨法 直交研磨法  
図3. 研磨法の違いによる表面性状の比較



5N 20N  
図4. 振動振幅の違いによる表面性状の比較



20 $\mu\text{m}$  40 $\mu\text{m}$   
図5. 振動振幅の違いによる表面性状の比較

次に、研磨条件の違いによる研磨面性状の違いについて検討した。図4は研磨荷重を変化させた時の研磨面性状の比較である。研磨条件は振動振幅：20 $\mu\text{m}_{p-p}$ 、工具送り速度：5mm/minである。なお、研磨荷重は5N、20Nと変化させ、平行研磨法で研磨を行った。このとき、いずれの研磨荷重で研磨した場合にも、線条痕は認められるが、研磨荷重を大きくしたほうが研磨面は滑らかである。

図5は振動振幅を変化させた時の研磨面性状の比較である。研磨条件は研磨荷重：20N、工具送り速度：5mm/minである。なお、振動振幅は20 $\mu\text{m}_{p-p}$ 、40 $\mu\text{m}_{p-p}$ と変化させ、平行研磨法で研磨を行った。このとき、いずれの振動振幅で研磨した場合にも線条痕は認められるが、振動振幅を大きくしたほうが研磨面は滑らかである。

ここで、超音波のエネルギーをE、相対運動する面の摩擦係数を $\mu$ 、周波数をf、荷重をP、超音波最大振動振幅を、研磨時間をtとすると

$$E = \mu (2 f ) P dt \quad (1)$$

の関係がある。

従って、振動振幅や、研磨荷重が増加すると、それにともなって超音波エネルギーも増加し、CVDダイヤモンド膜と研磨工具との接触面の温度が増加すると推測される。このことから、振動振幅、研磨荷重の増加にともなって、研磨が進行し易くなるために、良好な研磨面性状が得られるものと考えられる。

### 4. まとめ

超音波ねじり振動を援用した砥粒レス超音波研磨法によって、平面にコーティングされたCVDダイヤモンド膜の研磨が可能であることを確認した。

さらに、振動振幅、研磨荷重の増加に伴って、研磨が進みやすくなることを確認した。

(平成19年6月28日受付、平成19年7月25日再受付)

### 文 献

- (1) 楊政峰, 吉川昌範, : 熱化学反応によるダイヤモンド膜の研磨 最適研磨条件の選定, 精密工学会誌, **57**, 1 (1991) 184.
- (2) 楊政峰, 吉川昌範, : 熱化学反応によるダイヤモンド膜の研磨 研磨メカニズムについて, 精密工学会誌, **57**, 3 (1991) 504.
- (3) 鈴木清, 関洋子, 木村昌博, 安永暢男, 三宅正二郎, 阿部勝幸, 植松哲太郎: ダイヤモンドの高速摺動研磨 (第2報) 高効率砥粒レス研磨の条件, 1996年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (1996)929.
- (4) 岩井学, 鈴木清, 植松哲太郎, 安永暢男, 三宅正二郎: ダイヤモンドの高速摺動研磨法の研究 (第1報) 単結晶ダイヤモンド研磨への適用, 砥粒加工学会誌, **46**, 2 (2002) 82.
- (5) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二, 田中信一: CVDダイヤモンド膜の研磨に関する研究 (第1報) 超音波振動の援用による砥粒レス超音波研磨法の検討, 精密工学会誌, **71**, 9 (2005) 1131.
- (6) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二: CVDダイヤモンド膜の研磨に関する研究 (第2報) 砥粒レス超音波研磨法による連続研磨の検討, 精密工学会誌, **71**, 12 (2005).

# 光触媒とマイクロ化学チップを利用した 揮発性有機化合物ガス分解処理デバイスの可能性

渡邊 禎之\*

Reaction device for oxidation of volatile organic compounds  
using photocatalysts and micro-reactors

Sadayuki Watanabe\*

キーワード：光触媒，可視光，マイクロ化学チップ，揮発性有機化合物

Keywords：Photocatalyst, Visible-light, Micro-reactor, Volatile organic compound

## 1. はじめに

揮発性有機化合物（VOC: Volatile Organic Compound）は溶剤，接着剤，インク等に広く使用されており，大気中に大量に排出されている。これらのVOCの多くは臭気の原因物質であり，また，光化学オキシダントや浮遊性粒子を生成する原因となる。近年，VOCの排出規制が法令化され，VOC処理装置の開発が求められている<sup>(1)</sup>。

現在普及しているVOC処理装置の主な方法は，吸着法，酸化分解法（燃烧法），および冷却法である。これらの手法は，高濃度のVOC処理を対象にしているため低濃度では性能が落ちる，装置の設置コスト・ランニングコストが高い，NO<sub>x</sub>やSO<sub>x</sub>等の副生成物が発生するなどの短所がある。

これらの短所を解決する方法として，近年，光触媒の有する環境浄化作用の利用が考えられている。酸化チタン（TiO<sub>2</sub>）を代表とする金属酸化物半導体が，バンドギャップに相当する光エネルギーを吸収することにより，電子と正孔が生成する。これらが周辺の物質と反応することが光触媒反応の原理である<sup>(2)</sup>。このとき，光触媒に吸着したVOCが直接的に分解される，あるいは吸着酸素や吸着水が活性化され，近傍のVOCが間接的に分解される。VOC分解効率を高めるためには，電子・正孔を多く生成させることや，光触媒表面付近にVOCを多く接触させることが必要となる。

光照射によって，電子・正孔を多く生成するためには光触媒が光エネルギーを出来るだけ多く吸収する必要がある。TiO<sub>2</sub>のバンドギャップは3.2 eVであるため，380 nm以下の紫外光を吸収しないと機能を発現せず，自然光の約3%のエネルギーしか利用できない。近年，光エネルギーを有効に利用するために，TiO<sub>2</sub>に特殊な処理をしたものや，他の金属酸化物・窒化物など，可視光照射下でも機能を発現する光触媒が開発されている<sup>(3)</sup>。

光触媒表面にVOCを多く接触させる方法として，マイクロ化学チップを応用することができる。マイクロ化学チップはμmオーダーの幅と深さからなるチャンネルを持ち，微小空間の特性を生かした反応場として近年注目を集めている<sup>(4)</sup>。その代表的な特徴として，比表面積（単位体積あたりの各相間の接触面積）が大きいことがあり，接触確率と表面積の大きさが反応効率に影響する光触媒反応に有効であると考えられる。

本研究では，可視光応答型光触媒とマイクロ化学チップを組み合わせたVOC分解処理デバイスを試作し，平板状の光触媒薄膜を用いた参照反応系の場合と分解反応効率を比較して，新規デバイスの可能性を検討する。

## 2. 実験方法

用いた可視光応答型光触媒（住友チタニウム製）は約550 nmまでの可視光領域に吸収を有している。（図1）

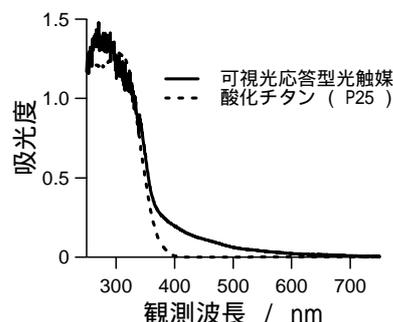


図1. 可視光応答型光触媒（直線）とTiO<sub>2</sub>（P25：点線）の吸収スペクトル。

光触媒をポリエチレングリコール中に分散させ，ガラス基板に塗布した。その後，適当な温度で焼付け，ポリエチレングリコールを除去し，ガラス基板上に薄膜状に光触媒を担持した。これを参照反応系用の光触媒薄膜とする。

マイクロ化学チップ（マイクロ化学技研製：ICC-DI05）は，溝幅100 μm，溝深さ40 μm，長さ60 mmの溝を2本有

\* 材料グループ

するものを用いた。カバーガラスに光触媒薄膜を担持し、チップホルダー（マイクロ化学技研製：ICH-05）でマイクロ化学チップとカバーガラスを固定し、流路内で光触媒と流路を流れる VOC が接触するようにした。これをマイクロ化学チップ系デバイスとする。

VOC はアセトアルデヒド（ $\text{CH}_3\text{CHO}$ ，特級：関東化学製）を対象試料とし、測定の初期濃度は約 1000 ppm である。照射光はキセノンランプを光源とし、光学フィルター（L-39：シグマ光機製）と熱フィルター（シグマ光機製）を用いて、紫外光と赤外光をカットした可視光のみの光である。

図 2 のような閉鎖循環型の装置を作製し、反応系内の VOC 濃度と分解生成物の二酸化炭素（ $\text{CO}_2$ ）生成量を、赤外線分光分析装置（FT-IR）を用いて測定した。

### 3. 結果と考察

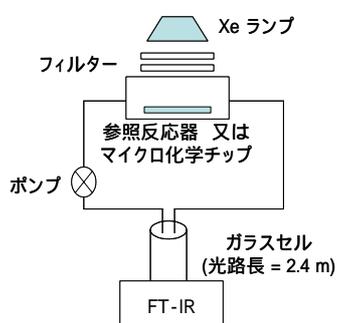
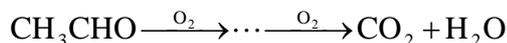


図 2 . 閉鎖循環型反応評価装置図 .

測定結果を図 3 に示す。光照射することで初めて  $\text{CO}_2$  の発生が見られることから、光触媒反応によって  $\text{CH}_3\text{CHO}$  が酸化されていることがわかる。（下式参照）



$\text{CH}_3\text{CHO}$  は光照射の有無にかかわらず減少している。これは光触媒や反応装置内への吸着による減少と考えられる。そのため、分解反応効率の評価は  $\text{CO}_2$  の発生量を比較することで行う。

参照反応系、マイクロ化学チップ系のいずれも、時間の経過とともに反応効率が低下し、 $\text{CO}_2$  濃度が一定になる。VOC の光触媒による分解反応は、光照射によって光触媒表面に生成する活性種と VOC が接触することによって起こる。時間の経過につれて、この接触が阻害されるために反応効率の低下が起こっていると考えられる。阻害要因としては、分解反応によって生成する水（ $\text{H}_2\text{O}$ ）の吸着や、VOC が未反応のまま吸着し、飽和してしまうことが推定される。

参照反応系とマイクロ化学チップ系での反応効率の比較のために、反応効率の低下の影響が小さい、観測初期（0～5 min）に注目する。この時間領域では、 $\text{CO}_2$  の生成量は時間に比例するので、最小二乗法によって直線で近似する。この直線の傾きはそれぞれの系の分解反応効率に相当する。参照反応系において光触媒薄膜の光照射されている面積（25 mm x 50 mm）と、マイクロ化学チップ系での光照射

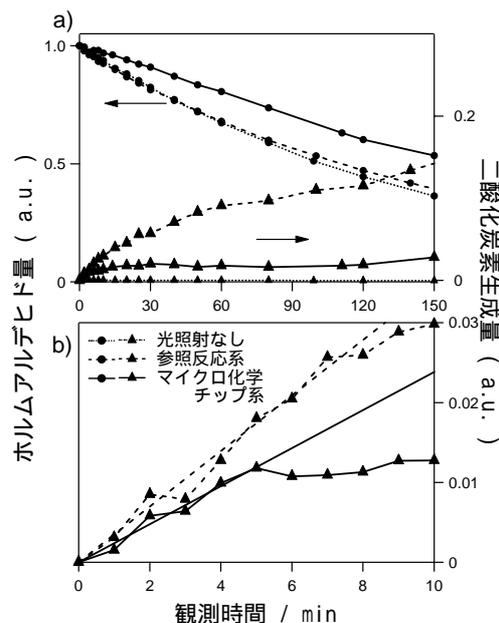


図 3 . (a) 照射なし（点線），参照反応系（破線），マイクロ化学チップ系（直線）における  $\text{CH}_3\text{CHO}$ （○）と  $\text{CO}_2$ （●）の濃度変化 . (b) 測定開始後 10 分までの拡大図 . 直線の傾きは初期分解反応効率に相当する .

されている流路の面積（ $100 \mu\text{m} \times 50 \text{mm} \times 2$  本）を考慮し、単位光照射面積当たりの分解反応効率を求めると、マイクロ化学チップ系の反応効率は参照反応系の約 100 倍となった。

### 4. まとめ

本研究の結果から、光触媒とマイクロ化学チップを利用した VOC 分解デバイスには大きな可能性があるといえる。しかし、実用化のために、時間経過にともなう反応効率の低下対策、反応効率の最適化のための光触媒薄膜作成条件やマイクロ化学チップの流路サイズの検討、大量処理のためのナンバリングアップの検討等、数多くの課題がある。

### 謝辞

本研究を遂行するにあたり、可視光応答型光触媒を提供していただいた、住友チタニウム株式会社に深く御礼申し上げます。

本研究は、(独) 科学技術振興機構・地域結集型研究開発プログラム「都市の安全・安心を支える環境浄化技術開発」にて行った。

(平成 19 年 7 月 11 日受付, 平成 19 年 8 月 10 日再受付)

### 文 献

- (1) 長谷川敬洋:「VOC 排出抑制対策の動向」, におい・かおり環境学会誌, Vol.35, No.3 pp.126-128 (2004).
- (2) 橋本和仁・大谷文章・工藤昭彦:「光触媒 基礎・材料開発・応用」, エヌティーエス(2005).
- (3) 多賀康訓:「可視光応答型光触媒-材料設計から実用化までのすべて」, シーエムシー出版(2005).
- (4) 北森和彦・庄司習一・馬場嘉信・藤田博之:「マイクロ化学チップの技術と応用」, 丸善(2004).

ノート

# クエン酸ニッケルめっき液中の鉄不純物の簡易分析法

土井 正<sup>\*1)</sup> 吉本 圭子<sup>\*2)</sup> 上原さとみ<sup>\*3)</sup> 梶山 哲人<sup>\*1)</sup> 水元 和成<sup>\*1)</sup>

Simple analysis method of iron impurity in nickel citrate electroplating bath

Tadashi Doi<sup>\*1)</sup>, Keiko Yoshimoto<sup>\*2)</sup>, Satomi Uehara<sup>\*3)</sup>, Tetsuto Kajiyama<sup>\*1)</sup>, Kazunari Mizumoto<sup>\*1)</sup>

キーワード：電気ニッケルめっき, クエン酸, クエン酸ニッケルめっき, ワット浴, 鉄不純物

Keywords：Nickel electroplating, Citric acid, Nickel citrate plating, Watts bath, Iron impurity

## 1. はじめに

ホウ素の排水規制に対応して開発したワット浴中のホウ酸の代わりにクエン酸を用いるクエン酸ニッケルめっき浴（クエン酸浴）は、ワット浴と同様の設備・条件で同等のめっきが可能である<sup>1), 2)</sup>。更に、クエン酸浴はワット浴に無い新しい機能を持つ実用的なめっき法である<sup>3)</sup>。生産現場におけるニッケルめっき浴には、各種の不純物が混入し、様々な影響を及ぼす。このうち、ワット浴における鉄不純物は、光沢不良、つきまわり不良、硬くもろいめっきや内部応力の増大を引き起こすとされている。しかし、ワット浴においては、めっき中の空気攪拌により、鉄イオンの多くは第一鉄イオンから第二鉄イオンに酸化され、通常の作業においては水酸化第二鉄として別除去される。一方、アノードバックやめっき槽の側面や熱交換器に水酸化鉄が付着するなどの弊害もある。本報では、クエン酸浴に混入した鉄不純物の状況をワット浴と比較し、浴中の鉄不純物濃度を簡易に分析管理する手法について検討を行った。

## 2. 実験方法

分析用、および鉄不純物の挙動の検討に供したクエン酸浴とワット浴の標準浴組成を表1に示す。鉄不純物には、硫酸第一鉄・七水塩を用いた。分析方法は、塩化亜鉛めっき液中の鉄不純物の定量法<sup>4)</sup>を参考に検討を試みた。分析操

表1 めっき浴組成とめっき条件

成分	クエン酸浴	ワット浴
硫酸ニッケル	280g/L	
塩化ニッケル	45g/L	
クエン酸三ナトリウム	30g/L	
ホウ酸		40g/L
光沢剤	サッカリン+ブチジオール, リポル*	
pH	4.0~5.0	
温度	50	

\*金属化工技術研究所製クエン酸浴用光沢剤

表2 塩化亜鉛めっき液中の鉄不純物の定量法

1.めっき液1mLをビーカーに採取し、純水20mLと塩酸(1+1)2滴を加え煮沸する。
2.100mLメスフラスコに入れ純水にて定容にする。
3.試験液10mLを50mLメスフラスコに採取し塩酸(1+1)を1滴加える。
4.塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10%)を5mL加える。
5.1,10-フェナントロリン溶液(0.2%)を15mL加え、純水で50mLに定容にする。
6.試料をセルに移し、城東式簡易分析器(No.3フィルター, 500nm)を用いて吸光度を測定し、検量線から鉄イオン濃度を求める。

作手順を表2に示す。

## 3. 結果

### 3.1 めっき浴中の鉄不純物の経時変化

表1のめっき液に、鉄不純物を第一鉄イオンとして50mg/Lとなるように添加し、空気攪拌下で1.5AH/Lめっきを行い、一週間経過後にめっき液を吸引ろ過したろ紙の外観写真を図1に示す。ワット浴では、茶色の水酸化鉄の沈殿が別される。一方、クエン酸浴は、水酸化鉄の沈殿が全く認められず、ワット浴と大きく異なった。クエン酸浴中の鉄イオンはクエン酸と錯体を形成し溶解していると推測される。ここで、鉄イオンは、クエン酸とクエン酸第一鉄(FeC<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>7</sub>・H<sub>2</sub>O;無色結晶,水に僅かに可溶)や、クエン酸第二鉄(FeC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>)の多核金属錯塩を形成し、感光性が強く、太陽光や紫外線によって分解反応が進み(FeC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>・3H<sub>2</sub>O;赤褐色葉状晶,水に可溶)に変化するとされている<sup>5)</sup>。



クエン酸浴                      ワット浴

図1 吸引ろ過したろ紙の外観写真

\*1) 資源環境グループ

\*2) 下水道局

\*3) 東京都健康安全研究センター

クエン酸浴中の鉄不純物濃度が 300mg/L 以上の浴の色が明らかに暗い緑色を呈することから、クエン酸第二鉄の形態で溶解しているものと考えられる。

### 3.2 前処理方法の検討

塩化亜鉛めっき浴中の鉄不純物は、第一鉄イオンと第二鉄イオン、および水酸化第二鉄として共存する。1, 10 - フェナントロリンと反応し赤く呈色するのは第一鉄イオンである。従って、まず塩酸酸性として煮沸し、試験液中に懸濁している水酸化第二鉄を溶解する必要がある。一方、クエン酸浴中の鉄イオンは、クエン酸鉄として溶解しているため塩酸を添加し、煮沸する前処理は必要無く省略した。

### 3.3 試料採取量の検討

近年、極少量の溶液を精度良く採取できるマイクロピペットが市販されている。クエン酸浴中の鉄不純物濃度を想定し、めっき液 0.1mL をマイクロピペットで城東式簡易分析器専用のセルに直接採取する方法とし、分析操作を簡略にした。

### 3.4 塩酸ヒドロキシルアミンを還元剤に用いる方法

1, 10 - フェナントロリンは、第一鉄イオンと反応して赤く呈色し、第二鉄イオンとは反応しない。このため、試験液中に共存する第二鉄イオンを第一鉄イオンに還元する必要がある。塩化亜鉛めっき液中の鉄不純物の定量と同様に塩酸ヒドロキシルアミンを還元剤に用いて検討を行った。

鉄不純物濃度の異なるめっき液を作成し、めっき液を城東式簡易分析器専用のセルにマイクロピペットで 0.1mL 採取し、塩酸(1+1)を一滴加える。次に、塩酸ヒドロキシルアミン(10%)を 5mL 加え振り混ぜたのちに 1, 10 - フェナントロリン溶液(0.2%)を 15mL 加え、吸光度を測定した。その結果、吸光度が安定せず、また、時間により吸光度が変化した。塩化亜鉛めっき浴の構成成分には鉄イオンと安定な錯体を形成する薬剤が含まれていない。一方、クエン酸浴中の鉄イオンはクエン酸と安定な錯体を形成している。このために、塩酸ヒドロキシルアミンの還元力では、クエン酸鉄錯体を形成している第二鉄イオンから第一鉄イオンへの還元反応が十分に行われないうために吸光度が安定しなかったと考えられた。そこで、塩酸ヒドロキシルアミンより還元力の強いアスコルビン酸を還元剤として用いる方法を検討した。



図2 城東式簡易分析器

### 3.5 アスコルビン酸を還元剤に用いる方法

アスコルビン酸は強酸性を示すため、塩酸(1+1)を添加する必要がないことから省略し、他は同様に行った。鉄不純物を含まないめっき液0.1mLをセルに採取し、アスコルビン酸溶液(2%)を1mL添加し、次に1, 10 - フェナントロリン溶液(0.2%)を15mL加えると、試験液は無色透明となり、純水をブランクに吸光度を測定した結果、透過率は97%を示し、吸光度への影響は無視できると判断した。そこで、鉄不純物

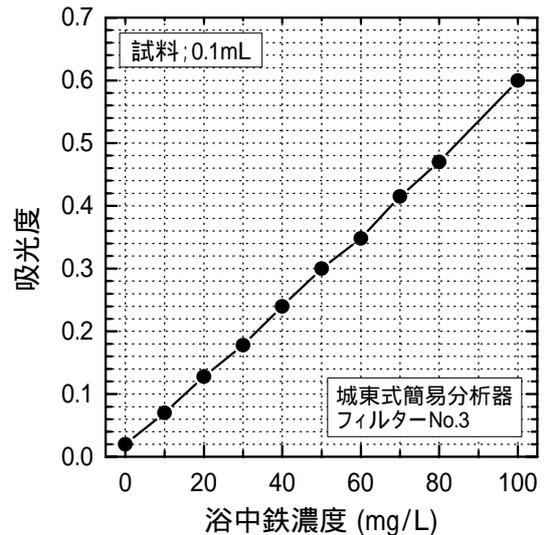


図3 鉄不純物濃度と吸光度との関係

濃度の異なるめっき液を作製し同様に分析を行った結果、試験液は赤く呈色して吸光度が安定し、浴中铁イオン濃度0 ~ 100mg/Lの範囲において良好な検量線が得られた(図3)。表3に分析手順を示した。なお、100mg/L以上の鉄不純物を含む場合には、原液を希釈することにより同様に分析が可能である。

表3 クエン酸ニッケルめっき液中の鉄不純物の定量法

1.めっき液0.1mLを、マイクロピペットを用いて城東式簡易分析器用セルに採取する。
2.L-アスコルビン酸溶液(2%)を1mLを加える。
3.1,10-フェナントロリン溶液(0.2%)を15mLを加える。
4.城東式簡易分析器(No.3フィルター, 500nm)を用いて、純水をブランクとして吸光度を測定し、検量線から鉄イオン濃度を求める。

## 4. まとめ

クエン酸浴中の鉄不純物は、ワット浴中での挙動と大きく異なり、クエン酸鉄錯体を形成するために水酸化鉄の沈殿を生じないことを確認した。分析試薬に環境規制物質を使用しないで、めっき工場に普及している城東式簡易分析器を用いて、生産現場においても簡易迅速にクエン酸浴中の鉄不純物を分析できる手法を確立した。

(平成 19 年 6 月 27 日受付, 平成 19 年 8 月 10 日再受付)

## 文 献

- (1) 土井 正, 水元和成ほか: 表面技術, 52, 462 (2001)
- (2) T.Do, K.Mizumoto, S.Tanaka, T.Yamashita; Metal Finishing., vol.102, No.4, 26 (2004)
- (3) 土井 正, 水元和成ほか: 表面技術, 53, 335 (2002)
- (4) 土井 正ほか: 東京都立工業技術センター研究報告, 11, 174 (1982)
- (5) 化学大辞典編集委員会編: 化学大辞典 3, p.25 (共立出版, 1977)

# 海洋性発光バクテリアを用いた簡易毒性試験方法

荒川 豊\* 野々村 誠\* 栗田 恵子\* 杉森 博和\*

Simple toxicity testing method using oceanic luminescence bacteria

Yutaka Arakawa\*, Makoto Nonomura\*, Keiko Kurita\*, Hirokazu Sugimori\*

キーワード：海洋性発光バクテリア，簡易毒性試験

Keywords：Oceanic luminescence bacteria，Simple toxicity test

## 1. はじめに

昭和63年の入間川へのシアン流出，平成4年の才川へのシアン流出のような，いわゆる水質事故は，年々増加の一途をたどっており，平成17年度の発生件数は，関東1都7県の1級水系で322件を数え，平成18年度も9月の段階ですでに198件に達している<sup>(1)</sup>。このような水質事故の中には，都市用水の取水停止となる重大なものも含まれており，緊急時の毒性試験方法は重要な課題となっている。現在，欧米諸国においては，この毒性試験方法として，魚類，ミジンコ，藻類，そして発光バクテリアを用いる方法が採用されているが，我国においては，発光バクテリアを用いる方法はまだ採用されていない。一方，発光バクテリアを用いる方法は，簡便性，迅速性，低コストの面で他の方法よりも優れているものと考えられる。本報では，簡易毒性試験方法として，海洋性発光バクテリアを用いる方法の適用性について検討を行い，得られた知見について報告する。

## 2. 発光バクテリアと測定原理

発光微生物には，ISO11348<sup>(2)</sup>で規格化されている，海洋性発光バクテリア（*Vibrio fischeri* NRRL B-11177）を用いた。このバクテリアは，活性が維持されていれば，490 nm付近に極大を示す青緑色の光を発する性質があり，重金属等の有害物質と一定時間接触することによってその活性が失われ，同時に発光強度が減衰する。この発光阻害率を測定し，毒性を評価するというのが本方法の原理である。なお，試料はpH6～8.5に調整されたものを使用する。同様な試験方法（装置）としてマイクロトックス<sup>®</sup>があり，紙パルプ工場排水の毒性評価に応用した例などがある<sup>(3)</sup>。本法はISO11348に準拠した方法であり，またバクテリアを培養し増殖できることからより経済性の高い方法である。

図1に培養され発光しているバクテリアを示す。



図1 培養された発光バクテリア

## 3. 装置および試薬

### 3.1 装置

本法で使用する装置は，ルミノメーター，冷却ユニット，恒温振とう培養器，試験管ミキサー，冷凍機能つき冷蔵庫，遠心分離器，オートクレーブである。

これらの中で，およびは，図2に示すSKALAR社製Tox Tracer<sup>®</sup>を用い，他は実験用汎用機器を用いた。



図2 ルミノメータ（左）と冷却ユニット（右）

### 3.2 試薬

試薬には，液体発光培地，フレッシュ液，2% NaCl，22% NaCl，再生液を用いた<sup>(3)</sup>。いずれもISO11348に準拠している。

\* 資源環境グループ

#### 4. 毒性試験手順

試料の数だけキュベットを  $15 \pm 1$  に維持された冷却ユニットに並べ、次いで試料用キュベットに試料 1mL、濃縮液 0.1mL 加え、混合し 0.5mL を廃棄した。別にブランク用キュベットには 0.5mL の希釈液を入れ、20 秒間隔でブランク用キュベット、試料用キュベットの順に発光バクテリア液を 0.5mL づつ加えた。一定時間(5 分, 15 分または 30 分)バクテリアと試料を接触させ、ブランクを対照として試料による発光阻害率を測定した<sup>(4)</sup>。

#### 5. 種々の毒物に対する応答

以下にいくつかの物質に対する毒性試験の結果を示す。シアン化合物イオンは、シアン化カリウムを用いて調製した。クロムイオン (Cr<sup>6+</sup>) 及び銅イオン (Cu<sup>2+</sup>) 水溶液は、市販の原子吸光分析用標準液を適宜希釈して用いた。いずれも測定前に pH7 に調整された水溶液を用いた。

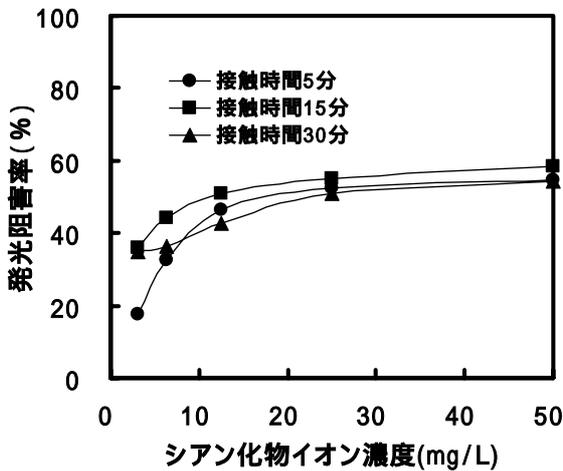


図3 シアン化物イオンに対する応答

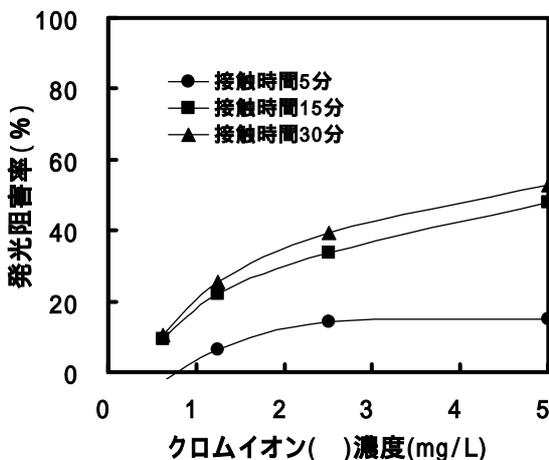


図4 クロムイオンに対する応答

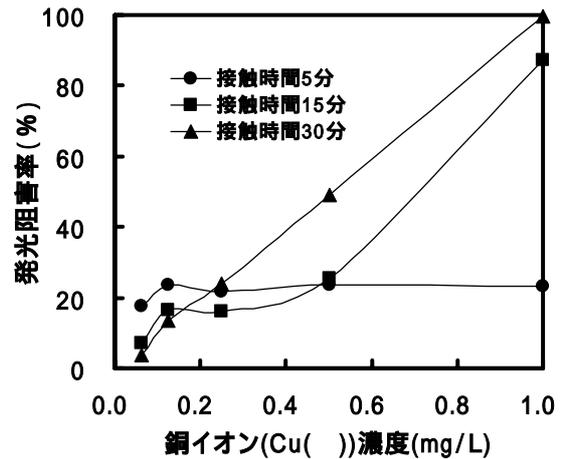


図5 銅イオンに対する応答

図3~5はいずれも縦軸に発光阻害率(毒性)、横軸にそれぞれの物質の濃度を取り、5分間、15分間及び30分間、発光バクテリアと接触させた際の応答曲線を示している。接触時間に着目した場合、シアン化物イオンにおいては5分間以上ならば阻害率に接触時間の影響を受けないこと、クロムイオンにおいては、15分間以上ならば接触時間の影響を受けないこと、銅イオンならば30分間の接触時間が必要であることが分かった。また、おのおの横軸(濃度)が示すように、銅イオンに対しては、1mg/L以下の感度を有し、クロムイオンにおいては、数mg/Lレベル、シアン化物イオンにおいては、10mg/Lレベルの感度を有することが分かった。本来の目的からすれば、総括的毒性評価方法なので、それぞれの物質に対する応答に特異性があることは好ましいことではない。しかし毒性のプライマリースクリーニング方法という観点にたてば、十分に実用可能な方法であると考えられる。

#### 6. おわりに

本法は工場排水や土壌溶出液のように、さまざまな物質を含む試料に対し、「毒性」というコンセプトを総括的に評価する簡便な方法である。しかし現在、我国においてはあまり活用されていないようである。今後は種々の汚染物質に対して実測例や検証例を積み重ねることにより、JISをはじめとする公定法として広く活用されることが望まれる。  
(平成19年6月27日受付,平成19年7月24日再受付)

#### 文献

- (1)第19回 関東地方水質汚濁対策連絡協議会記者発表資料,国土交通省(2006).
- (2)ISO 11348: Water quality - Determination of the inhibitory effect of water samples on the light emission of *vibrio fischeri*(Luminescent bacteria test) - (1998).
- (3)鎌迫典久:紙パ技協誌, No.55, (8), 52-61 (2001).
- (4)荒川豊, 阪口慶:工業用水, No.578, (11), 15-20 (2006).

## イオン注入によるダイヤモンドのカラー化技術

谷口 昌平<sup>\*1)</sup> 渡邊 宝<sup>\*2)</sup> 斉藤 幸典<sup>\*3)</sup>

## Coloring of gem diamonds by ion implantation

Shohei Taniguchi<sup>\*1)</sup>, Takara Watanabe<sup>\*2)</sup>, Yukinori Saito<sup>\*3)</sup>

キーワード：イオン注入，ダイヤモンド，カラー化，描画技術

Keywords：Ion implantation, Diamond, Coloring, drawing technology

## 1. はじめに

天然のカラーダイヤモンドは希少価値が高く，非常に高価である。そのため，人工的にカラー化したダイヤモンド<sup>(1)-(5)</sup>が，多くのジュエリーに使用されている。ここでは，高エネルギー（数 MeV オーダー）イオンを注入することにより，無色透明のダイヤモンドをカラー化する技術，および様々な形に穴を開けた金属板（マスク）を通し，イオン注入することにより，ダイヤモンド表面に文字やマークを描画する技術について報告する。

## 2. 実験方法

試料は，1/15 カラット以下のブリリアント・カットしたダイヤモンドを用いた。テーブル面から，水素 (H)，硼素 (B)，炭素 (C)，窒素 (N)，珪素 (Si)，銅 (Cu)，金 (Au)イオンを注入した。エネルギーは水素イオンの場合は 1.5 MeV，その他は 3 MeV とし，注入量は， $1 \times 10^{13} \sim 1 \times 10^{16}$  ions/cm<sup>2</sup> の範囲で行った。また，試料前面に様々な穴あけ加工した金属板を設置した後，イオン注入を行い，穴の形にカラー化させ，ダイヤモンドに文字やマークなどの描画が可能であるかを検討した。

イオン注入したダイヤモンドのカラー化原因を調べるために，ラマン分光分析を行った。

## 3. 結果

図 1 にイオン注入したダイヤモンドの写真を示す。イオン注入によりダイヤモンドのカラー化が可能であることが明らかになった。カラーはイオンの種類により異なり，低い原子番号ではグリーンになり，原子番号が高くなるに従い，黄緑からブラウンと変化した。また，注入量を増やすとカラーの濃度が濃くなることが明らかになった。

図 2 にマスクを通してイオン注入したダイヤモンドの写真を示す。(a)円形（200 μm，ピッチ 250 μm）および(b)

線（2000 × 100 μm，ピッチ 250 μm）の形に穴が開いている透過型電子顕微鏡用グリッドメッシュを用いてカラー模様をダイヤモンド表面に描画した。マスク穴の形状どおりにイオンが注入され，その部分のみがカラー化した。また，レーザー加工により，30 μm のドットで「TIRI」と穴を開けたマスクを用いた描画結果を(c)に示す。この結果から，任意の文字やマークなどの形にダイヤモンドをカラー化し描画できることが明らかになった。次に(a)～(c)とは逆に，文字以外の部分をカラー化することにより，描画した結果を(d)に示す。20 μm の線により文字やマークを形成している TEM 用グリッドメッシュを用いてイオン注入した結果，線の部分はカラー化せず描画できた。これらの結果から，マスクを作製することにより，様々な描画が可能であることが明らかになった。

図 3 に(a)未注入試料および(b)Au イオン注入し黒色化したダイヤモンドのラマンスペクトルをそれぞれ示す。未注入のダイヤモンドは 1333 cm<sup>-1</sup> にピークが現れたが，Au イオン注入試料では DLC と同様のスペクトル形状を示した。この結果から，黒色化したのは，イオン注入によりダイヤモンドの結晶構造が変化したことに起因すると考えられた。

## 4. まとめ

ダイヤモンドにイオン注入することにより，カラー化が可能であり，さらにマスクを通してイオン注入することにより，ダイヤモンドに文字やマークなどの描画が可能であることが明らかになった。得られた結果を以下にまとめる。(1)イオン種，注入量を制御することにより，色，濃度を制御できることが分かった。このことから多品種製造に適していると考えられた。

(2)マスク越しにイオン注入するとマスクの形に着色するので，模様や文字がダイヤモンドに描けることが分かった。

(3)Au イオン注入による黒色化は，イオンのエネルギーにより，ダイヤモンドの結晶構造が変化することに起因すると示唆された。

\*1) ライフサイエンスグループ

\*2) 有限会社 ゼロポイント

\*3) 山梨大学大学院医学工学総合研究部

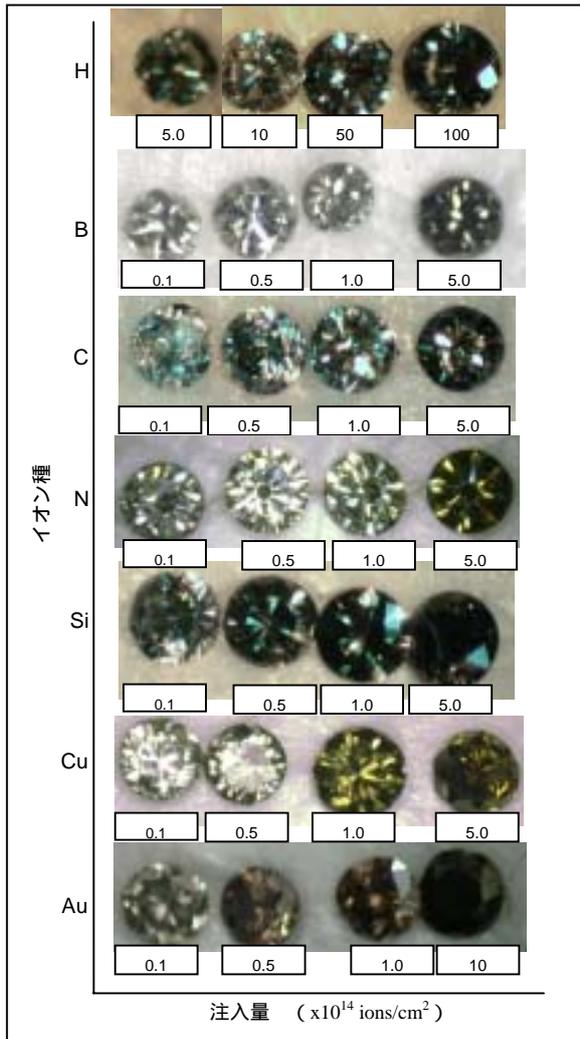


図1. イオン注入したダイヤモンド  
イオン種・注入量とカラーの関係

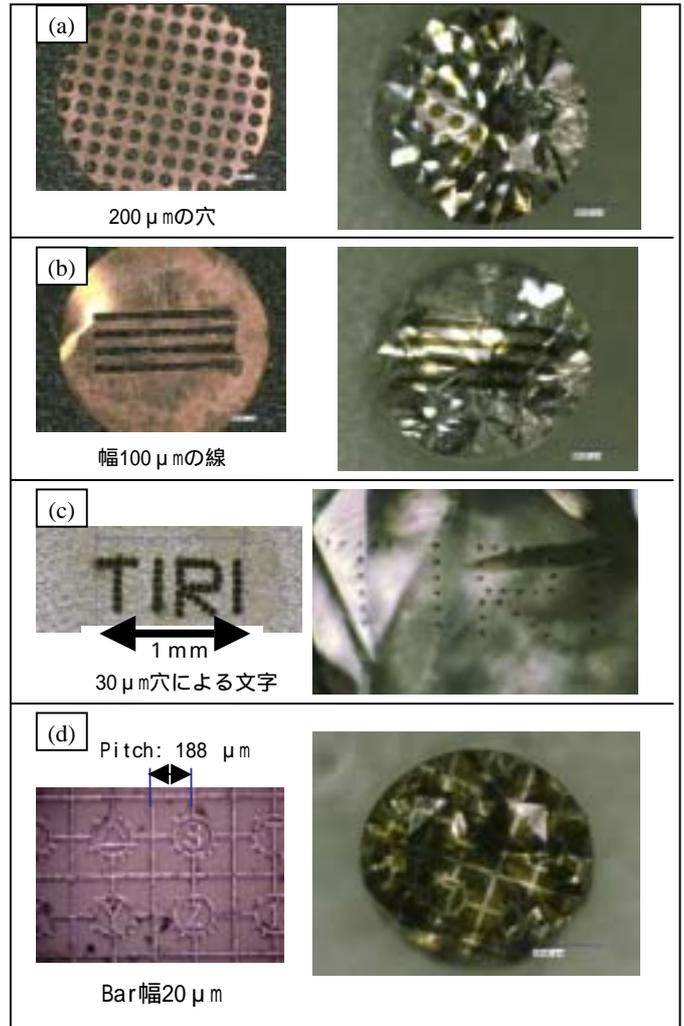


図2. マスクイオン注入したダイヤモンド  
マスク(左), 描画したダイヤモンド(右)  
イオン種: Si, 注入量  $5 \times 10^{14}$  ions/cm<sup>2</sup>

(平成19年6月26日受付, 平成19年8月13日再受付)

文 献

- (1) 梅田巖, 飯田孝一:「ダイヤモンドの放射線着色」, 放射線と産業, Vol.63, p.36-40 (1994)
- (2) 梅田巖:「陽子線照射によるダイヤモンドの着色試験」, 放射線と産業, Vol.67, pp.56-57 (1995)
- (3) 依田六郎:「宝石としてのダイヤモンド」, 材料科学, Vol.22, No.1 pp.35-38 (1985)
- (4) F. H. Pough, A. A. Schulke:「The Recognition of Surface Irradiated Diamonds」, GEMS & GEMOLOGY, Vol.VII, No.1 pp.3-11 (1951)
- (5) A. T. Collins:「The detection of colour-enhanced and synthetic gem diamonds by optical spectroscopy」, Diamond and related materials, Vol.12, No.10/11 pp.1976-1983 (2003)

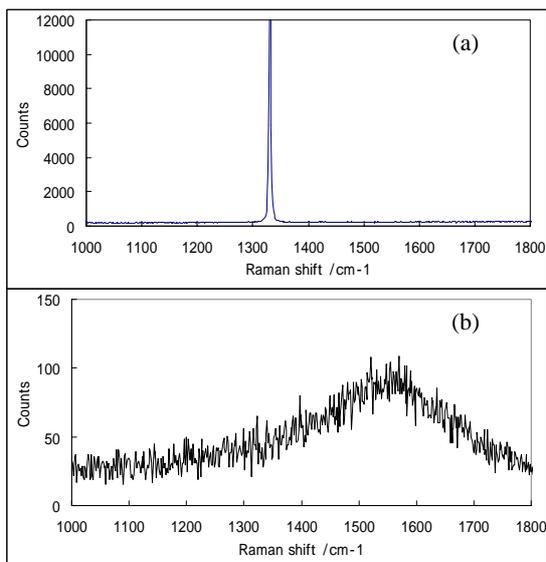


図3. レーザラマン分光分析  
(a)未注入試料, (b)Au イオン注入試料:  $5 \times 10^{14}$  ions/cm<sup>2</sup>

## 製品デザインにおけるコンプライアンス支援に関する研究

中村 優<sup>\*1)</sup> 小山 元子<sup>\*2)</sup> 山田 一徳<sup>\*2)</sup> 伊瀬 洋昭<sup>\*3)</sup>

## The research of the compliance support in product designing

Masaru Nakamura<sup>\*1)</sup>, Motoko Koyama<sup>\*2)</sup>, Kazunori Yamada<sup>\*2)</sup>, Hiroaki Ise<sup>\*3)</sup>

キーワード：コンプライアンス，ニセ科学，景品表示法，禁止

Keywords : Compliance, Pseudoscience, Misleading Representations, Prohibition,

## 1. はじめに

近年，企業不祥事が起こるたびに，コンプライアンスという言葉が報道されるようになってきた。一般にコンプライアンスは「法令遵守」と訳されているが，この訳語では正確に語感を伝えておらず，その意味は「組織が社会的要請に対応すること」がより正確であるとされている<sup>1,2)</sup>。中小企業において新製品を開発するにあたり，科学的な正しさ，法的な正しさと言うコンプライアンス面での組織的支援は不十分であった。企業のリスク回避を製品開発の早期段階で可能とするような技術的支援方法を案出し，関係各局担当部署と連携して実施することを目的とした。

## 2. 方法

科学的な正しさにより，企業の製品開発のリスクを低減できるかどうか，科学とニセ科学との比較検討を行うことにより検討することにした。

一方，法令はコンプライアンスを考え，社会的要請に応えるための道しるべとされている。そこで，関連する法令について調査した<sup>3-5)</sup>(表1)。製品デザインに限定してコンプライアンスを考えると，知的財産関連法，消費者関連法，

地球環境関連法などへの対応が求められる。産技研では従前より各法律に関して技術セミナーなどをとおして，中小企業への支援を行っている。しかし，これらのうち，産技研内での対応が不十分と思われる消費者関連法について検討を行った。

## 3. 結果

3.1 科学的な正しさ 科学的な正しさに関しては，従来特段の法的規制がなされているわけではなかった。科学的な正しさについては，最近学会などでの取り組みも目立ってきている<sup>6)</sup>。「ニセ科学」に関しては，教育の立場から科学教育の不備が科学的常識の欠如をまねいているとの議論がある<sup>7-15)</sup>。すなわち消費者自身が科学的な判断を自ら行い，ニセ科学による被害を防ぐべきであるとする考え方である。この考え方は一般的な消費者に対しては有効であるとしても，事業リスクの回避の手段としては十分とはいえない。

また，哲学者の K.R.ポパーは，科学と非科学を分けるために次のような方法を提案している<sup>16)</sup>。反証(間違っていることを証明すること)が可能な理論は科学的であり，反証が不可能な説は非科学的だと考える。すなわち非科学的な説は，検証も反証もできないので，それを受け入れるためには，無条件に信じるしかない。この説にしたがえば，科学は「反証できること」が前提なので，研究者個人が「科学的な正しさ」(白黒をはっきりさせる)を判断することはかなり困難であることが分かった。

3.2 景品表示法による不実証広告規制 科学的な正しさによりリスク回避が困難であるとすると，社会的な要請を満たすためには法令による何らかの制限が必要となる。近年，健康，痩身，環境などに関する消費者の関心が高まる中，商品やサービスの有する「性能」やその結果消費者が期待できる「効果」に関する優良性を強調した表示が多く見られるようになってきた。これらの表示を規制し，社会的要請を実現しようとするのが，不当景品類及び不当表示防止法(景品表示法<sup>17)</sup>)である。この法律では過大な景

表1. コンプライアンス関連法令

基本法令		民法，会社法
ビジネス	公正な取引	独占禁止法，景品表示法
	知的財産	著作権法，特許法など
	証券取引	証券取引法など
	個人情報	個人情報保護法など
	情報セキュリティ	電子商取引法など
消費者	消費者保護	消費者基本法など
労働		雇用保障法，雇用関係法
環境		環境基本法など
その他		いわゆる業法など

<sup>\*1)</sup>ライフサイエンスグループ<sup>\*2)</sup>情報システム課<sup>\*3)</sup>経営企画室

品付販売や消費者に誤認されるおそれのある誇大・虚偽表示等を禁止している。これまで、商品・サービスの効果・性能に関する表示について、公正取引委員会が景品表示法に基づき、不当表示として規制するためには、専門機関を利用して調査・鑑定を行い、表示通りの効果、性能がないことを公正取引委員会が立証する必要があった。そのため、事業者が当該表示の裏付けとなる合理的な根拠を全く有していない場合でも、行政処分を行うまでに多大な時間を要した。その間に不当表示の疑いのある商品・サービスが販売されつづけ、その結果として消費者被害が拡大するおそれがあった<sup>18-20)</sup>。

そこで、平成15年の法改正で、効果・効能に関する表示を行う場合には、事業者自身が科学的根拠を示さなければならなくなった(いわゆる不実証広告規制)。公正取引委員会が景品表示法第4条第1項第1号の不当表示に該当するか否かを判断するために必要があると認めるときに、事業者に対し、期間を定めて当該表示の裏付けとなる合理的な根拠を示す資料の提出を求め、当該資料が提出されない場合には、当該表示を不当表示と見なす規定が導入された。

このことは製品デザインを検討する上で、ごく初期段階に検討しておくべきことである。また、産技研に曖昧な科学的根拠による技術相談など持ち込まれた場合には、景品表示法による義務を周知することにより、企業のリスクを低減することができることが分かった。

#### 4. まとめ

製品デザインにおけるコンプライアンス支援に関して、これまで対応が不十分と思われる消費者関連法について検討を行った。景品表示法の不実証広告規制は事業者自身に科学的な根拠を要求するものである。これを周知することによって、曖昧な科学的根拠による製品開発を未然に防ぎ、企業リスクを回避できる可能性があることがわかった。

また、生活文化局取引指導課、福祉保健局薬事監視課と連携を図り、その成果を中小企業へ提供することができた。今後、技術セミナーなどを通じて、知識の普及をはかるとともに、産技研内職員に対しても職場研修などを通じて知識の普及をはかる予定である。

#### 謝辞

本研究を推進するにあたり、桐蔭横浜大学法科大学院教授、同大学コンプライアンス研究センター長郷原信郎氏に的確な助言をいただきました。また、東京都生活文化局(現生活文化スポーツ局)消費生活部取引指導課各務豊氏、東京都生活文化局(現生活文化スポーツ局)消費生活部生活安全課大島純一氏、福祉保健局健康安全室薬事監視課町田美紀氏をはじめとする関係部局の皆様には、研究実施のご協力を頂いたばかりでなく、不慣れな法令についてご指導をいただきました。併せて感謝の意を表します。

(平成19年6月28日受付,平成19年7月30日再受付)

## 文 献

- (1) 郷原信郎:「法令遵守が日本を滅ぼす」新潮社(2007)
- (2) 桐蔭横浜大学コンプライアンス研究センター編:「企業法コンプライアンススクール CD-ROM」株式会社コンプライアンス研究センター(2006)
- (3) コンプライアンス教育推進協議会:「ビジネスコンプライアンス」東洋経済新聞社(2006)
- (4) 郷原信郎編:「企業法とコンプライアンス」東洋経済新聞社(2006)
- (5) 浜辺陽一郎:「コンプライアンス経営」東洋経済新聞社(2003)
- (6) 池内了:「ニセ科学の社会的要因」日本物理学会講演概要集第61巻第1号第2分冊 pp.416(2006)
- (7) ロバート・L・パーク:「わたしたちはなぜ科学にだまされるのか」主婦の友社(2001)
- (8) 安西育朗:「科学と非科学の間」かもがわ出版(1995)
- (9) マイケル・シャーマー:「なぜ人はニセ科学を信じるのか」早川書房(2003)
- (10) マイケル・シャーマー:「なぜ人はニセ科学を信じるのか」早川書房(2003)
- (11) マーティン・ガードナー:「奇妙な論理」早川書房(2003)
- (12) マーティン・ガードナー:「奇妙な論理」早川書房(2003)
- (13) 菊池誠:「疑似科学の現在」科学 Vol.76 No.9 pp902(2006)
- (14) 伊勢田哲治:「疑似科学と科学の哲学」名古屋大学出版会(2003))
- (15) マーティン・ガードナー:「インチキ科学の解読法」光文社(2004)
- (16) 酒井邦嘉:「科学者という仕事」中央公論新社(2006)
- (17) 不当景品類及び不当表示防止法(昭和三十七年五月十五日法律第三十四号)
- (18) 南部利之:「改正景品表示法と運用指針」商事法務(2004)
- (19) 菅久修一:「景品表示法」商事法務(2005)
- (20) 河合克俊 地頭所五男「改訂版 Q&A 景品表示法」青林書院(2004) 003)

## ノート

## 二酸化ケイ素及びガラス標準試料中のウラン，トリウム分析

山崎 正夫\*

Analysis of Uranium and Thorium in certified reference materials of silicon dioxide and glass

Masao Yamazaki\*

キーワード：ウラン，トリウム，二酸化ケイ素，ICP-MS

Keywords : uranium, thorium, silicon dioxide, ICP-MS

## 1. まえがき

ウラン(U)，トリウム(Th)などの線放出核種は，電子機器類の誤動作の原因となることが知られている。電子機器の安定な動作を確保するためには，極微量のU，Th等の分析技術が必須である。しかし，高感度な元素分析装置である誘導結合プラズマ-質量分析装置(ICP-MS)で固体試料を分析するには，予め何らかの方法で溶液化する必要がある。

本研究では，ICなどのシリコン製電子機器部品に含まれるU，Thの分析条件を探るため，U，Thの濃度が既知の二酸化ケイ素標準試料及びガラス標準試料を用い，前処理方法や回収率などを検討した。

## 2. 実験

## 2.1 標準試料

## (1) 二酸化ケイ素標準試料

日本分析化学会製 LSI 用二酸化ケイ素標準物質(JAC-0011, -0012, -0013)を用いた。この標準物質にはU及びThが3水準(10, 1, 及び0.1ng/g)含まれる。

## (2) ガラス標準試料

NIST製のガラス標準試料SRM 612を用いた。この標準物質にはU及びThが37.38及び37.89 μg/g含まれる。

## 2.2 試薬類及び水

硝酸及びフッ化水素酸：関東化学製超高純度品

炭酸ナトリウム：関東化学製ウラン定量用

ホウ酸：関東化学製特級品

水：水道水をイオン交換したものを原水とし，藤原製作所製石英二段蒸留装置で精製したもの

## (3) 標準溶液

Accu Standard Inc.製 ICP-MS Quality Control Sample  $\alpha$  U,Thを10 μg/mL(含有)を適宜希釈して使用した。

## 2.3 分析装置

横河アナリティカルシステムズ社製 HP4500型 ICP-MSを用いた。

## 3. 結果と考察

## 3.1 装置の検出下限と定量下限

ICP-MS装置を用い，市販の多元素混合標準液を適宜希釈した溶液を測定し，U及びThの濃度とそれぞれ測定されたイオンカウントの関係，すなわち検量線を得た。図1及び図2に結果を示す。

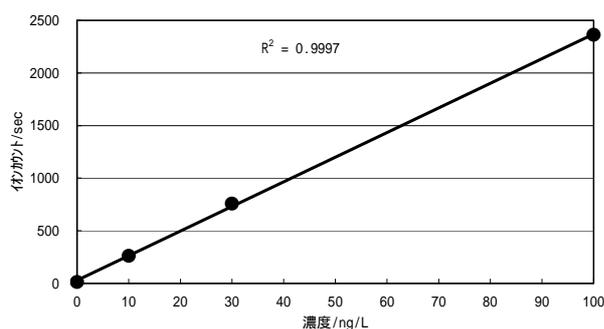


図1 Uの検量線

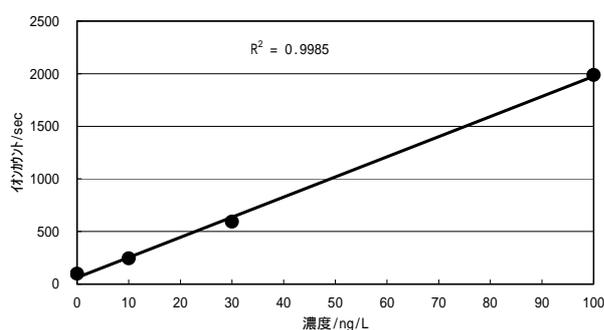


図2 Thの検量線

検量線用溶液のうち，U，Th濃度が最低(10ng/L)のものを5回測定した際に得られた測定値の標準偏差の3倍を検出下限値，及び10倍を定量下限値に当る濃度として算出した(表1)。検出下限値及び定量下限値の算出方法は，ダイオキシン類の測定に関する日本工業規格における「装置の検出下限、定量下限」の定義<sup>(1)</sup>と同様である。

\* ライフサイエンスグループ

表1 ICP-MS装置におけるU及びTh溶液試料の検出下限値と定量下限値

	U ng/L	Th ng/L
検出下限値	13	6
定量下限値	42	21

\*測定回数：5

実際に取り扱う試料は固体であることを想定しているで、例えば固体試料 5g を使用し、溶解処理後 25mL の溶液に調製すると仮定した場合の固体試料中濃度で表した検出下限値及び定量下限値を求めると表 2 の値が得られた。

表2 固体試料中濃度に換算したU及びThの検出下限値及び定量下限値

	U ng/g	Th ng/g
検出下限値	0.06	0.03
定量下限値	0.21	0.10

### 3. 2 フッ化水素酸 - 硝酸処理による二酸化ケイ素標準試料中の U, Th 分析

二酸化ケイ素やガラスなどのケイ素を主体とする物質は、フッ化水素酸との反応によりケイ素が四フッ化ケイ素として揮散し、溶液化した試料に残留しないというメリットがある<sup>(1)</sup>。そこで U 及び Th の既知量(約 1ng/g)を含む二酸化ケイ素 1g をテフロンピーカーに正確に秤量し、フッ化水素酸 5mL 及び硝酸 2mL を加え 30 分間静置した。その後ホットプレート上で加熱溶解し、最終的に乾固させた。ここに(1+4)硝酸 2.5mL を加えてピーカー内の残渣を溶解し、25mL のメスフラスコに移し水で定容とした。この操作を 5 回行って得られた分析結果を表 3 に示す。

表3 フッ化水素酸処理による二酸化ケイ素標準試料中のU及びThの分析結果<sup>\*)</sup>

	元素	U	Th
濃度の保証値	ng/g	1.00	0.85
変動係数	%	10	16
測定値(平均値)	ng/g	0.99	0.83
変動係数	%	2	13
回収率	%	99	97
分析回数	回	5	5

\*)試料1gに対しフッ化水素酸 - 硝酸処理を適用して溶液化し、最終液量を25mLとした。

約 1ng/g というごく低濃度の試料であったが、高い回収率を得ることができた。変動係数も試料に付されている数値以内に納まっていることから、二酸化ケイ素試料に対するフッ化水素酸 - 硝酸処理の有効性が明らかにされた。

### 3. 3 アルカリ溶融法によるガラス標準試料中の U, Th 分析

フッ化水素酸を用いた溶解処理は、ケイ素を主体とする固体試料の溶液化には極めて有効であるが、鉍物などでは完全溶解できないケースも多い。アルカリ溶融法は、試料

量の 2~10 倍もの溶融剤を必要とし、これらはケイ素がフッ化物となって揮散する前項の処理と異なり、分析対象成分と最後まで共存することから分解液の塩濃度が高くなり、測定時の妨害になるという欠点を持っているが、フッ化水素酸では対処不可能な鉍物試料などの難溶性物質の溶解法としても有力な手法である<sup>(2)</sup>ことから検討に加えた。溶融剤の影響に関しては、前項の二酸化ケイ素標準試料よりも U, Th 濃度が 1 万倍程度高い(約 38 µg/g)ガラス標準試料を用いたため大幅な希釈を行っても測定可能であり、この希釈操作により溶融剤の濃度が低減され、その影響を受けることなく分析作業を実行することが可能であった。

ガラス標準試料は直径 1cm ほどの円盤として供給されている。これをメノウ乳鉢で粉碎し、45mg 前後を正確に秤量し分析試料とした。溶融剤としては炭酸ナトリウム(500mg)及びホウ酸(150mg)を用い<sup>(3)</sup>、ガラス粉末試料と十分に混合し白金ルツボに移した。ルツボをマッフルで覆い、ガスバーナーで徐々に加熱していき、最終的にルツボ全体が赤橙色を呈するまで強熱して溶融した。冷却後、溶融物を(1+2)硝酸 2.5mL で溶解し、水で希釈して測定試料とした。測定用の標準液には、試料と同じ濃度になるよう硝酸、炭酸ナトリウム及びホウ酸を添加した。測定結果を表 4 に示す。

表4 アルカリ溶融法によるガラス標準試料中のU及びThの分析結果

	元素	U	Th
保証値	µg/g	37.38	37.79
変動係数	%	0.21	0.21
測定値	µg/g	35.9	36.1
変動係数	%	7.3	6.5
回収率	%	96.1	95.5
分析回数	回	4	4

U 及び Th の回収率はともに 95% 以上と高く、変動係数も 7% 程度であったことから、炭酸ナトリウムとホウ酸を用いたアルカリ溶融法もフッ化水素酸 - 硝酸法と同様にケイ素を主体とする固体試料中の U 及び Th 分析の前処理法として極めて有効であることが示された。

今後、二酸化ケイ素やガラス以外の固体試料について、U 及び Th 以外の元素も含めてフッ化水素酸処理やアルカリ溶融処理法の適用を試み、またアルカリ溶融処理後のキレート樹脂処理<sup>(4)</sup>による塩類除去の適用などについても検討していきたい。

(平成 19 年 7 月 3 日受付, 平成 19 年 8 月 14 日再受付)

## 文 献

- (1) 日本規格協会：“工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法”，JIS K0312 (2005)
- (2) 松本健：“難溶性物質の分解法”，ぶんせき, No.2 pp.60-66 (2002)
- (3) 今井登：“誘導結合プラズマ発光分析法による河川たい積物の分析”，BUNSEKI KAGAKU, Vol.36, pp.T41-T45 (1987)
- (4) 山崎正夫, 他：“微量有害元素分析における妨害成分除去処理へのキレート樹脂の利用”，東京都立産業技術研究所研究報告, No.8 号, p.11-14 (2006)

## ノート

## 二酸化ケイ素及びガラス標準試料中のウラン，トリウム分析

山崎 正夫\*

Analysis of Uranium and Thorium in certified reference materials of silicon dioxide and glass

Masao Yamazaki\*

キーワード：ウラン，トリウム，二酸化ケイ素，ICP-MS

Keywords：uranium, thorium, silicon dioxide, ICP-MS

## 1. まえがき

ウラン(U)，トリウム(Th)などの線放出核種は，電子機器類の誤動作の原因となることが知られている。電子機器の安定な動作を確保するためには，極微量のU，Th等の分析技術が必須である。しかし，高感度な元素分析装置である誘導結合プラズマ-質量分析装置(ICP-MS)で固体試料を分析するには，予め何らかの方法で溶液化する必要がある。

本研究では，ICなどのシリコン製電子機器部品に含まれるU，Thの分析条件を探るため，U，Thの濃度が既知の二酸化ケイ素標準試料及びガラス標準試料を用い，前処理方法や回収率などを検討した。

## 2. 実験

## 2.1 標準試料

## (1) 二酸化ケイ素標準試料

日本分析化学会製 LSI 用二酸化ケイ素標準物質(JAC-0011, -0012, -0013)を用いた。この標準物質にはU及びThが3水準(10, 1, 及び0.1ng/g)含まれる。

## (2) ガラス標準試料

NIST製のガラス標準試料SRM 612を用いた。この標準物質にはU及びThが37.38及び37.89 μg/g含まれる。

## 2.2 試薬類及び水

硝酸及びフッ化水素酸：関東化学製超高純度品

炭酸ナトリウム：関東化学製ウラン定量用

ホウ酸：関東化学製特級品

水：水道水をイオン交換したものを原水とし，藤原製作所製石英二段蒸留装置で精製したもの

## (3) 標準溶液

Accu Standard Inc.製 ICP-MS Quality Control Sample  $\alpha$  U,Thを10 μg/mL(含有)を適宜希釈して使用した。

## 2.3 分析装置

横河アナリティカルシステムズ社製 HP4500型 ICP-MSを用いた。

## 3. 結果と考察

## 3.1 装置の検出下限と定量下限

ICP-MS装置を用い，市販の多元素混合標準液を適宜希釈した溶液を測定し，U及びThの濃度とそれぞれ測定されたイオンカウントの関係，すなわち検量線を得た。図1及び図2に結果を示す。

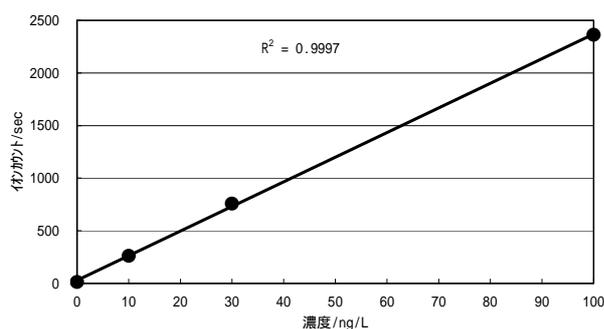


図1 Uの検量線

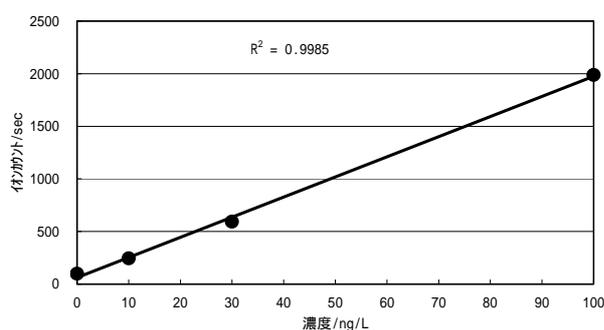


図2 Thの検量線

検量線用溶液のうち，U，Th濃度が最低(10ng/L)のものを5回測定した際に得られた測定値の標準偏差の3倍を検出下限値，及び10倍を定量下限値に当る濃度として算出した(表1)。検出下限値及び定量下限値の算出方法は，ダイオキシン類の測定に関する日本工業規格における「装置の検出下限、定量下限」の定義<sup>(1)</sup>と同様である。

\* ライフサイエンスグループ

表1 ICP-MS装置におけるU及びTh溶液試料の検出下限値と定量下限値

	U ng/L	Th ng/L
検出下限値	13	6
定量下限値	42	21

\*測定回数：5

実際に取り扱う試料は固体であることを想定しているで、例えば固体試料 5g を使用し、溶解処理後 25mL の溶液に調製すると仮定した場合の固体試料中濃度で表した検出下限値及び定量下限値を求めると表 2 の値が得られた。

表2 固体試料中濃度に換算したU及びThの検出下限値及び定量下限値

	U ng/g	Th ng/g
検出下限値	0.06	0.03
定量下限値	0.21	0.10

### 3. 2 フッ化水素酸 - 硝酸処理による二酸化ケイ素標準試料中の U, Th 分析

二酸化ケイ素やガラスなどのケイ素を主体とする物質は、フッ化水素酸との反応によりケイ素が四フッ化ケイ素として揮散し、溶液化した試料に残留しないというメリットがある<sup>(1)</sup>。そこで U 及び Th の既知量(約 1ng/g)を含む二酸化ケイ素 1g をテフロンピーカーに正確に秤量し、フッ化水素酸 5mL 及び硝酸 2mL を加え 30 分間静置した。その後ホットプレート上で加熱溶解し、最終的に乾固させた。ここに(1+4)硝酸 2.5mL を加えてピーカー内の残渣を溶解し、25mL のメスフラスコに移し水で定容とした。この操作を 5 回行って得られた分析結果を表 3 に示す。

表3 フッ化水素酸処理による二酸化ケイ素標準試料中のU及びThの分析結果<sup>\*)</sup>

	元素	U	Th
濃度の保証値	ng/g	1.00	0.85
変動係数	%	10	16
測定値(平均値)	ng/g	0.99	0.83
変動係数	%	2	13
回収率	%	99	97
分析回数	回	5	5

\*)試料1gに対しフッ化水素酸 - 硝酸処理を適用して溶液化し、最終液量を25mLとした。

約 1ng/g というごく低濃度の試料であったが、高い回収率を得ることができた。変動係数も試料に付されている数値以内に納まっていることから、二酸化ケイ素試料に対するフッ化水素酸 - 硝酸処理の有効性が明らかにされた。

### 3. 3 アルカリ溶融法によるガラス標準試料中の U, Th 分析

フッ化水素酸を用いた溶解処理は、ケイ素を主体とする固体試料の溶液化には極めて有効であるが、鉱物などでは完全溶解できないケースも多い。アルカリ溶融法は、試料

量の 2~10 倍もの溶融剤を必要とし、これらはケイ素がフッ化物となって揮散する前項の処理と異なり、分析対象成分と最後まで共存することから分解液の塩濃度が高くなり、測定時の妨害になるという欠点を持っているが、フッ化水素酸では対処不可能な鉱物試料などの難溶性物質の溶解法としても有力な手法である<sup>(2)</sup>ことから検討に加えた。溶融剤の影響に関しては、前項の二酸化ケイ素標準試料よりも U, Th 濃度が 1 万倍程度高い(約 38 µg/g)ガラス標準試料を用いたため大幅な希釈を行っても測定可能であり、この希釈操作により溶融剤の濃度が低減され、その影響を受けることなく分析作業を実行することが可能であった。

ガラス標準試料は直径 1cm ほどの円盤として供給されている。これをメノウ乳鉢で粉碎し、45mg 前後を正確に秤量し分析試料とした。溶融剤としては炭酸ナトリウム(500mg)及びホウ酸(150mg)を用い<sup>(3)</sup>、ガラス粉末試料と十分に混合し白金ルツボに移した。ルツボをマッフルで覆い、ガスバーナーで徐々に加熱していき、最終的にルツボ全体が赤橙色を呈するまで強熱して溶融した。冷却後、溶融物を(1+2)硝酸 2.5mL で溶解し、水で希釈して測定試料とした。測定用の標準液には、試料と同じ濃度になるよう硝酸、炭酸ナトリウム及びホウ酸を添加した。測定結果を表 4 に示す。

表4 アルカリ溶融法によるガラス標準試料中のU及びThの分析結果

	元素	U	Th
保証値	µg/g	37.38	37.79
変動係数	%	0.21	0.21
測定値	µg/g	35.9	36.1
変動係数	%	7.3	6.5
回収率	%	96.1	95.5
分析回数	回	4	4

U 及び Th の回収率はともに 95% 以上と高く、変動係数も 7% 程度であったことから、炭酸ナトリウムとホウ酸を用いたアルカリ溶融法もフッ化水素酸 - 硝酸法と同様にケイ素を主体とする固体試料中の U 及び Th 分析の前処理法として極めて有効であることが示された。

今後、二酸化ケイ素やガラス以外の固体試料について、U 及び Th 以外の元素も含めてフッ化水素酸処理やアルカリ溶融処理法の適用を試み、またアルカリ溶融処理後のキレート樹脂処理<sup>(4)</sup>による塩類除去の適用などについても検討していきたい。

(平成 19 年 7 月 3 日受付, 平成 19 年 8 月 14 日再受付)

## 文 献

- (1) 日本規格協会：“工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法”，JIS K0312 (2005)
- (2) 松本健：“難溶性物質の分解法”，ぶんせき, No.2 pp.60-66 (2002)
- (3) 今井登：“誘導結合プラズマ発光分析法による河川たい積物の分析”，BUNSEKI KAGAKU, Vol.36, pp.T41-T45 (1987)
- (4) 山崎正夫, 他：“微量有害元素分析における妨害成分除去処理へのキレート樹脂の利用”，東京都立産業技術研究所研究報告, No.8 号, p.11-14 (2006)

# 小核法を用いたマウス胚性幹細胞染色体の安定性評価

金城 康人\* 宮崎 則幸\*

Evaluation of chromosomal stability in murine embryonic stem cells by using the cytokinesis-block micronucleus technique

Yasuhito Kinjo\*, Noriyuki Miyazaki\*

キーワード：マウス ES 細胞，染色体安定性，線照射，小核法

Keywords：murine ES cells, chromosomal stability, gamma irradiation, micronucleus technique

## 1. はじめに

胚性幹細胞 (Embryonic Stem Cell；以下 ES 細胞) とは，胚盤胞 (受精後マウスで4日，ヒトで6日程度の初期胚) の内部細胞塊から体外培養により樹立された細胞である。すでに分化した組織細胞の初代培養の場合とは異なり，この細胞は培養系で半永久的な増殖が可能であり，さらに条件次第では，ほぼどのような組織の細胞にも分化するという特性 分化多能性 を有することから，事故や病気で機能が失われた臓器・組織を再生する細胞資源の切り札として期待されてきた<sup>(1)</sup>。しかしながら，ES 細胞を採取するためには，本来一個の個体に発生しうる胚 (生命の萌芽) を破壊してこれを犠牲にするという倫理的な問題に加え，癌化のリスクをはじめとする安全性についても，実用化にあたってクリアすべき問題点として指摘されている<sup>(2)</sup>。

ところで細胞の癌化には，染色体の数や構造の変化，すなわち不安定化が深く関わるのが近年の研究で明らかにされている。本研究では，染色体の不安定化の結果，分裂間期の細胞質内に出現する小核に着目し，マウス ES 細胞に，染色体不安定化をもたらすストレス要因の一つとして 線照射を照射した後その出現頻度を調べたので，その結果について報告する。

## 2. 材料と方法

**2.1 細胞培養** ES 細胞は樹立・市販されているマウス 129SV を用いた。また対照として用いた細胞はマウスの胎児皮膚繊維芽細胞由来の m5S (京都大学，立花 章博士より分与) である。m5S 細胞は株細胞としては珍しく，染色体構成が安定的に維持され，また動物に移植しても造腫瘍性を示さないことが報告されている<sup>(3)</sup>。129SV 細胞は，完全合成培地である Carticell (大日本住友製薬) に  $10^3$  単位/ml の分化阻害因子である LIF (Leukemia Inhibitory Factor) を添加した培地で，また m5S 細胞は，10%ウシ胎児血清，2.2g/l-NaHCO<sub>3</sub> および 100U/ml-ペニシリン G カリウム / 100 μg/ml 硫酸ストレプトマイシン添加 MEM- 培地で，共に

5%炭酸ガス - 95%空気中，37 °C の条件で培養した。図1に活発な増殖を示す両細胞の顕微鏡写真を示す。共に生育状態のきわめて良好な，典型的な所見である。

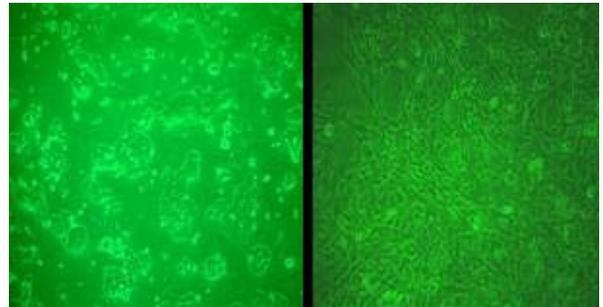


図1. 増殖中の 129SV 細胞 (左) および m5S 細胞 (右)

**2.2 コロニー形成法による放射線感受性テスト** ES (129SV) 細胞と対照 (m5S) 細胞との間の，放射線に対する致死感受性の差異に関し，平均致死線量 ( $D_0$ : 照射した細胞に平均 1 個の致死的損傷をもたらす線量) の比較による検討を行った (m5S 細胞の  $D_0$  については文献値<sup>(3)</sup>を採用)。放射線による小核の誘発に際し，両細胞間で同一の線量域での比較が可能か否かを確認するためである。129SV 細胞を 0.25%トリプシン - EDTA で 37 °C，2 分間処理して培養フラスコの器壁から剥がし，ピペティングにより分散させてクライオチューブに分注した後，<sup>60</sup>Co 線源 (129TBq) の 線を室温下 0.33 ~ 2.03Gy/分の線量率で 1 ~ 6.7Gy 照射した。照射後，線量区ごとにフラスコあたり 258 ~ 66800 個の細胞を蒔いて培養 2 週間後，生じたコロニーを 10%ホルマリン固定，3%ギムザ染色後，目視計数した。

**2.3 小核テスト<sup>(4)-(7)</sup>** 放射線感受性テストで決定した線量域の 線を照射した細胞に，2 核細胞 (細胞分裂はできずに核分裂のみした細胞) を誘導するためのサイトカラシン B を 3 μg/ml の濃度で添加した。15 時間培養後，0.075M-KCl で 37 °C，5 分低張処理，メタノール - 酢酸 (3:1) 混液で固定したものをスライドガラス上に滴下し，ギムザ染色を施してプレパラートを作製した。光学顕微鏡下，線

\* ライフサイエンスグループ

量区ごとに 1000 個の 2 核細胞を計数し、その細胞質中に小核を内包するものの頻度を求めた。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 線照射後の 129SV 細胞と m5S 細胞の生残率

図 2 は 線照射後の 129SV 細胞の線量 - 生残率曲線である。横軸は線量、縦軸は生残率（コロニー数 / 播種細胞数）を片対数で示してある。

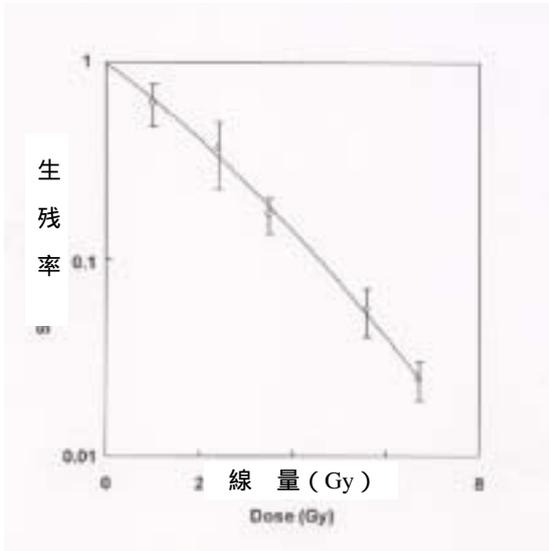


図 2 . 129SV 細胞の 線に対する線量 生残率曲線

この曲線から細胞の一般的な放射線感受性の指標である平均致死線量 ( $D_0$ ) を求めたところ、約 1.6Gy と推定された。一方 m5S 細胞の  $D_0$  については、文献値<sup>(3)</sup>では 2Gy としている。従って 129SV 細胞の方が致死感受性はやや高い傾向とみられるが大差ではなく、小核テストは同一の線量域で行えると判断した。

3.2 線照射後の小核テスト 図 3 に、線照射後にサイトカラシン B で処理した細胞の顕微鏡観察例を示す。この例では、分裂を経由していないか、またはサイトカラシン B の影響を受けなかった単核細胞、小核を含まない 2 核細胞、小核を含む 2 核細胞のそれぞれが見えている。

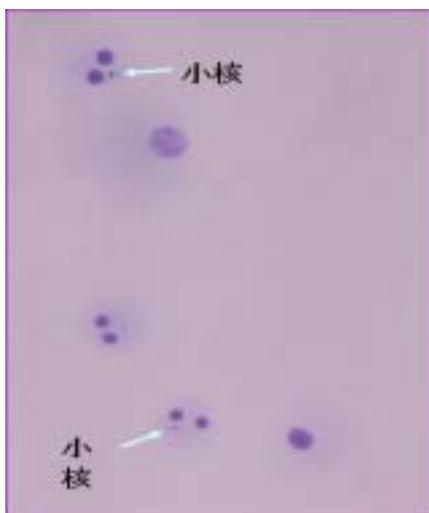


図 3 . 線照射後サイトカラシン B で処理した細胞

このような像から、2 核細胞のうち、小核を含むものの頻度を定量した。厚生労働省のガイドラインでは食品添加物や環境汚染物質など、化学物質の影響を小核テストで評価する場合には、被検物質が細胞増殖の 50% 以上を抑制する用量を最高用量として用いることを推奨している<sup>(7)</sup>が、本実験では図 2 の 50% 生残率を与える線量 (1.6Gy、また m5S は 2Gy でいずれも偶然  $D_0$  にほぼ一致) を挟む線量域を非照射区以外に 3 点選び、各線量区で、1000 個の 2 核細胞中、小核を含むものを計数した。その結果を表 1 に示す。

表 1 . 各線量区、1000 個の 2 核細胞中の小核含有細胞数

細胞 線量(Gy)	129SV	m5S
0	7	9
1	25	28
2.4	56	55
3.5	122	103

この表から、 $D_0$  (129SV で 1.6Gy、m5S で 2Gy) を少し越える 2.4Gy までには小核出現数にほとんど差がなく、 $D_0$  の約 2 倍前後の線量である 3.5Gy で 129SV 細胞にその頻度がやや高くなる傾向が読み取れる。さらに高い線量域での差の拡大の有無については今後の検討課題である。さらに、この系では検出されない微細な遺伝子レベルでの変動の差異、あるいはエピジェネティック (後成的) な変動の差異が存在する可能性もあり、それらは細胞の癌化には複合的に影響すると考えられる。当面、インビトロの系で細胞の癌化の第一歩と考えられる形質転換能の有無を調べると共に、その背後のメカニズム、さらに放射線以外のストレス源に対する ES 細胞特異的な反応の有無などについても検討を加えてゆきたいと考えている。

(平成 19 年 7 月 3 日受付, 平成 19 年 7 月 26 日再受付)

## 文 献

- (1) 中辻憲夫「ヒト ES 細胞 なぜ万能か」岩波科学ライブラリー 88, 岩波書店, (2002)
- (2) 山中伸弥「幹細胞生物学の現状と展望」細胞工学 26(5), 482-484 (2007)
- (3) M. S. Sasaki and Y. Kodama : 「Establishment and some mutational characteristics of 3T3-like near diploid mouse cell line」J. Cell Physiol. 131,114-122 (1987)
- (4) A. Wakata and M. S. Sasaki : 「Measurement of micronuclei by cytokinesis-block method in cultured Chinese hamster cells: comparison with types and rates of chromosome aberrations」Mutat. Res. 190, 51-57 (1987)
- (5) M. Fenech : 「The cytokinesis-block micronucleus technique: A detailed description of the method and its application to genotoxicity studies in human populations」Mutat. Res. 285, 35-44 (1993)
- (6) S. Ban et al. : 「Radiosensitivity of peripheral blood lymphocytes obtained from patients with cancers of the breast, head and neck or cervix as determined with a micronucleus assay」J. Radiat. Res. 45, 535-541 (2004)
- (7) 日本製薬工業協会編「医薬品のための遺伝毒性試験 Q&A」サイエンステスト社, pp117 (2000)

# ハイサポート製品の圧迫圧測定方法の確立

(ストレッチ製品のダミー及び人体での圧迫圧の関係)

大泉 幸乃<sup>\*1)</sup> 松澤 咲佳<sup>\*2)</sup> 飯田 健一<sup>\*2)</sup>

Establishment of evaluation methods of clothing pressure of high supported clothes  
(The relation between clothing pressure of stretch clothes measured on a dummy and the human body)

Yukino Ooizumi<sup>\*1)</sup>, Emika Matsuzawa<sup>\*2)</sup>, Kenichi Iida<sup>\*2)</sup>

キーワード：圧迫圧 ハイサポート製品 ダミー ストッキング エアパックセンサー

Keywords : Clothing Pressure high supported clothes Stockings Air pack sensor

## 1. はじめに

足のむくみ防止や下肢静脈瘤の症状軽減を目的とした強い締め付け力のストッキングやハイソックス等の製品が販売されている。これらは圧迫圧の測定法が統一されておらず、製品パッケージの圧力表記と着用時の圧迫圧との関連性が不明確である。そこで、ハイサポート製品の圧迫圧測定法を検討し、新たに統一的な測定法の確立を図る必要がある。これにより、消費者のハイサポート製品への信頼性が高まり、需要の増加や新たな製品開発が見込まれる。本研究の1年次は、圧迫圧測定の現状を調査、ダミー、人体での圧迫圧測定及び測定値の特徴の検討を行い、今後の測定方法確立のための基礎データとすることを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2.1 ダミーでの圧迫圧測定

表1 代表的な圧迫圧測定方法

測定器	A	B	C
メーカー名	ハトラー (イギリス)	ザルツマン (スイス)	エイエムアイ (日本)
国内導入数	30台	12台	200台以上
用途	パンツ	ハイソックス	水着・パンツ
	品質管理	品質管理	研究開発
測定原理	張力	空気圧	空気圧
測定用型	金属製平面枠	木製真円脚	ダミー・人体

\*1) 経営企画室

\*2) 墨田支所

表1はストッキング類の代表的な圧迫圧測定機器の一覧である。Aは金属製平面枠に試料を装着し、張力から圧迫圧を換算するため、実際の着用状態とは試料の変形が異なる。Bは真円脚形に測定位置が固定されている帯状のセンサーを取り付け、これに試料を装着し圧迫圧を測定する。Cはポイントタイプのアパックセンサーでダミー、人体等取り付ける対象が広く、アイテムにより最適な位置で測定できる。そこで、今回の測定はCのエアパックセンサー(株)エイエムアイ・テクノ製AMI3037-10)を使用し、20歳女子標準体型データに基づいた下半身ダミー(MPS-20(株)七彩製)に貼り付けその上に試料を装着し、圧迫圧を測定した。図1に測定ポイントを示す。

センサー	測定部位(右足)	
	腹囲	前面 外側
3	大腿1/2囲	外側
		後側
8	下腿最大囲	前面
		外側
		後側
9	下腿最小囲	前面
		外側 後側

はダミー・人体共通 3, 8, 9は人体のみ

図1 圧迫圧測定ポイント

ダミーへのセンサーの貼り付け方法を検討するために、標準的な外付け型とダミーに穴を開ける内蔵型の2種類の方法で測定した。試料ストッキングは伸びにくい強圧タイプ、伸びやすい弱圧タイプを用いた。予め試料に後中心線を記入しダミー装着時のゆがみやたるみの発生を抑えた。試料装着1分後の圧迫圧を測定した。測定回数は5回とした。

## 2.2 人体での圧迫圧測定

ダミーでの圧迫圧と人体での圧迫圧を比較するためにダミーと近いMサイズの体型の20代女子被験者30名について、下半身の身体的特徴と各試料装着時の圧迫圧を測定した。測定条件はエアパックセンサー外付け型、直径20mm、空気量1mmとした。試料に後中心線を記入し、装着時のゆがみたるみの発生を抑えた。測定回数は1回とした。

## 3. 結果及び考察

### 3.1 センサー取り付け方法の検討

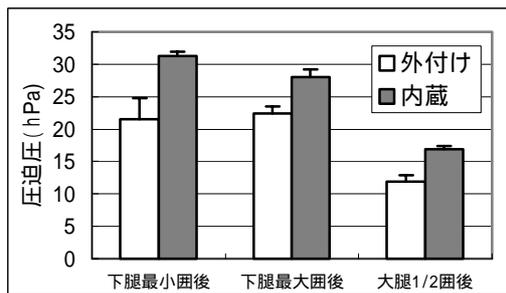


図2 センサー貼り付け方法の違い

図2はエアパックセンサー外付け型と内蔵型をダミーに貼り付けた場合の強圧ストッキングの圧迫圧を比較したグラフである。外付け型に比べ、内蔵型の圧迫圧が高めになるが、ばらつきは小さく、各部位の圧迫圧の傾向は両タイプとも同じであった。内蔵型にすることにより、チューブがダミーの内部に収まるため試料脱着が容易になり、センサーへの負荷も低減される。従って、ダミー測定の測定条件はエアパックセンサー内蔵型、直径20mm、空気量0.5mmとした。

### 3.2 ダミー及び人体での圧迫圧測定

#### (1) 部位別圧迫圧

図3は強圧ストッキング、図4は弱圧ストッキングの人体及びダミーでの圧迫圧のグラフである。両試料とも人体及びダミーにおける圧迫圧は腹部や大腿より、下腿最大囲、下腿最小囲が高くなる。特に強圧ストッキングではこの傾向が顕著である。これはサンプルの特性として下腿最小囲から大腿囲にかけて圧迫圧を減らすように設計されているためと思われる。また、同じ周径上でも、下腿最大囲の前面や下腿最小囲の後面で圧迫圧が高くなり、曲率や形状の影響を受けやすいことがわかった。

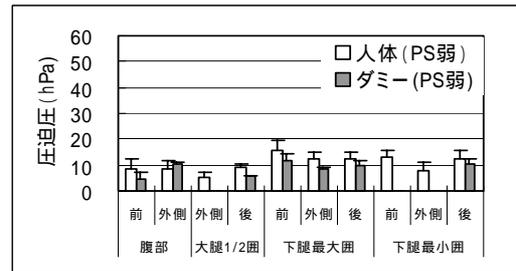
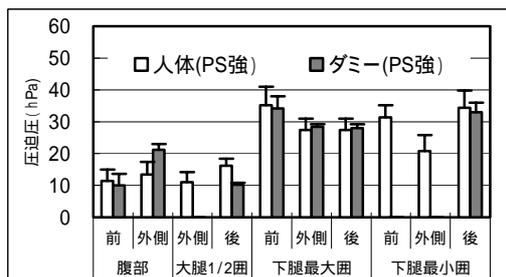


図4 各部位ごとの圧迫圧(弱圧ストッキング)

人体とダミーでの測定値の比較では、下腿最大囲、下腿最小囲ではほぼ同様の傾向を示したが、腹部や大腿囲では差が大きくなった。

#### (2) 人体測定値とダミー測定値の相関

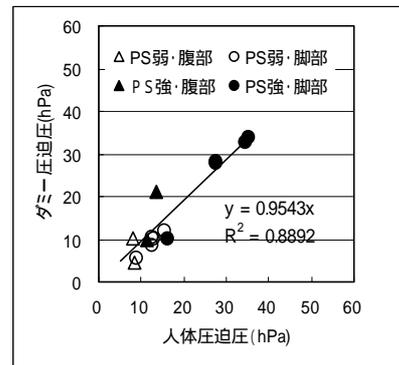


図5 ダミー及び人体での圧迫圧の関係

図5はたて軸にダミー、横軸に人体での圧迫圧を示した散布図である。寄与率が0.88とかなり高い相関があることがわかった。これらのサンプルでは下腿部分の測定が多く、人体とダミーの硬さが近い部分なので、ダミーとの相関が高くなった。また、人体よりダミー値が低い傾向にあることも同様の影響と思われる。ただし、腹部(△, ○)は近似線からはずれる傾向にあり、人体の柔らかさや形状の違いが影響している。

## 4. まとめ

- ・ダミーでの圧迫圧測定は20代女子標準下半身ダミーに内蔵型のエアパックセンサーを貼り付けることにより、操作性に優ればらつきの少ない測定が可能になった。
- ・人体及びダミーでの圧迫圧は下腿最大囲前面、下腿最小囲後面等硬い部位や曲率が大の部位で大きく、2つの測定値の関係には直線性があることがわかった。
- ・ダミー測定値から人体での圧迫圧を予測するためには、ダミーの素材を人体の柔軟度に近いものにしたり、ダミー測定値から人体値への変換式を部位別に設定する等の検討が必要である。

本研究の人体での圧迫圧測定は(社)人間生活工学研究センター、文化女子大、衣服研究会との共同で行った。

(平成19年6月29日受付,平成19年7月25日再受付)

## 外部発表一覧 / 論文

精確さ、精度、真度 ~ 分析値の信頼性に関わる用語について ~

上本道久 (都産技研)

ぶんせき, No.1, 15-20 (2006).

分析値の信頼性に関わる用語は日常的に使用されている。しかし国際的な関連用語の整理と一元化の流れの中で、我が国では、それらの対訳語は化学、物理、統計、電子工業など分野によって相互に異なっているのが現状である。化学計測における信頼性の用語とその概念を解説し、他の分野で規定される用語との相違点をJIS規格より抽出・一覧化した。

Development and Optimization of a Lab-on-a-Chip Device for the Measurement of Trace Nitrogen Dioxide Gas in the Atmosphere

Yoshimasa Takabayashi (都立大院理), Michihisa Uemoto (都産技研), Kenjiro Aoki (徳島大工), Tamao Odake (徳島大工), and Takashi Korenaga (都立大院理)

Analyst, **131**, 573-578 (2006).

大気汚染物質の迅速モニタリングを目指して、大気中の二酸化窒素をオンサイトで定量出来る携帯型装置を開発した。ガス吸収部、反応部および検出部を設けた50x26mmのチップを作成し、標準液による信号の直線性や、ガスを用いた応答特性等を検討した結果、本デバイスは十分な感度を有し、現場モニタリングに適していることがわかった。

水質分析用機器はどこまで進化したか (その15)

ICP 発光分光分析法

上本道久 (都産技研)

工業用水, No.570, 56-63 (2006).

ICP発光分析法は、水中の金属成分の分析方法として今や中心的な地位を築いている。JISにおいてもK0102 (工場排水試験方法)とISO翻訳規格(K400-52-30)が制定されている。目覚ましい進化を続けるICP発光分析装置のハードウェアを構成パーツ毎に整理して、最新の知見と装置の特徴、使用の際の留意点などを抽出した。

水質分析用機器はどこまで進化したか (その16)

ICP 質量分析法

上本道久 (都産技研)

工業用水, No.572, 26-38 (2006).

ICP 質量分析法は、ICP 発光分析法で測定できない極微量レベルの金属元素定量や同位対比測定など、水中の

金属成分の分析方法、起源同定方法として必要不可欠な分析機器である。JISにおいてもK0133 (プラズマ質量分析通則)の改訂が進行中である。本講座稿では、目覚ましい進化を続けるICP質量分析装置のハードウェアを構成パーツ毎に整理して、最新の知見と装置の特徴、使用の際の留意点などを解説した。

無機成分分析用河川水標準物質の開発

川瀬晃(エスアイアイ・ナノテクノロジー),大橋和夫(パークインエルマージャパン),赤羽勤子(多摩化学工業),黒岩貴芳(産総研),村山真理子(製品評価基盤技術機構),芳村一(シノテスト),吉永淳(東大院新領域),上本道久(都産技研),小野昭紘(日本分析化学会),柿田和俊(日本分析化学会),坂田衛(日本分析化学会),分析化学, **55**, 875-882 (2006).

日本分析化学会では、以前開発した河川水標準物質に代わる新しい標準物質を開発した。河川水とそれに類似したマトリックスを持つ水の中の無機成分の分析における機器の校正及び分析方法の検討に使用を目的として、道志川水系から採水した無添加の河川水および微量元素を添加した河川水の2種を調製した。共同分析試験を実施して、18および20元素の認証値を決定した。

DMPO-OH Radical Formation from 5,5-Dimethyl-1-pyrroline N-Oxide(DMPO) in Hot Water

Tomoko Shoji, Linxiang Li, Yoshihiro Abe, Yoshihisa

Ishimoto, Ryoko Gonda, Tadahiko Mashino, Masataka

Mochizuki(共立薬大), Masahiro Ogata(青森大), Michihisa Uemoto(都産技研), and Naoki Miyata(名古屋市立大), Analytical Sciences, **23**, 219-221 (2007).

DPMO(5,5ジメチル1-ピロリンN-オキシド)の水酸化物の生成をESR(電子線スピン共鳴法)で観測した。DPMO-OHラジカルの生成はアルゴン雰囲気では抑制された。溶媒をHR-ICP-MS用の高純度水に置換したところ、DPMO-OHの信号は通常の高純度水と比較して1/20に激減した。他の検証実験より、DPMOは溶存酸素と反応してDPMO-OHになると考えられた。

CVD ダイヤモンドに対して真空中と大気中で低摩擦特性を持つ金属材料

基 昭夫(都産技研), 後藤賢一(都都市整備局),

神田一隆, 高野茂人(榊不越)

トライボロジスト:52,2,67 (2007)

真空中及び大気中、水中でCVDダイヤモンドに対する各種金属とセラミックスの摩擦試験を行った結果。ニッケルを5~90%含む、

SUS304,SCS11,Inciloy825,Inconel625,50Cr50Ni20Ni-Fe,

Ni-P めっき膜を相手材とした場合大気中,真空中,および水中のいずれの環境下でも摩擦係数 0.1 以下を発現することを見出した。

#### 高温化対応ごみ焼却プラント用耐熱鋳鋼の高温腐食特性

基 昭夫(都産技研), 吉葉正行(首都大学東京大学院)  
清掃技報告:7,98 (2007)

ごみ焼却炉用耐熱鋳鋼の高温腐食特性について実炉灰を用いて高温腐食試験を行い腐食減量や腐食形態に及ぼす Ni 量の影響を検討の結果。塩化主体の腐食環境では、腐食量・侵食深さとも Ni 量の増加に伴い減少する。硫化の影響する雰囲気では 70%Ni はかえって腐食減量が増加し、酸化雰囲気では Ni 量による違いは認められなかった。

#### Analytical Model on Hybrid State Saving with a Limited Number of Checkpoints and Bound Rollbacks

Mamoru Ohara(都産技研), Ryo Suzuki(都立大), Masayuki Arai, Satoshi Fukumoto, Kazuhiko Iwasaki(首都大)  
IEICE Transactions on Fundamentals of Electronics, Communications and Computer Sciences, E89-A, 9, 2386-2395, (2006)

ハイブリッドステートセービング(HSS)は、非連携チェックポイントリングにロギングを組み合わせて、通常時とリカバリ時オーバヘッドのトレードオフ向上を図る高信頼化手法である。従来のHSSに関する解析モデルでは、本論文では、HSSに関して、現実のシステムが持ついくつかの制約を盛り込んだ新しい解析モデルを提案し、シミュレーションによってその有効性を示す。

#### 点字解読時の接触力測定方法の確立とその応用 接触力と点字解読速度の関係

渡辺 哲也, 大内 進, 金子 健, 山口 俊光(特総研), 島田 茂伸(都産技研), 下条 誠(電通大)  
電子情報通信学会, Vol. J90 - D, No. 3, pp. 693 - 705, (2007)

視覚障害者が点字を指で触って読む際、熟達した読者は紙面への接触力が軽く安定しており、未熟者は力が強く不安定であると主張されてきた。しかし従来の接触力測定方法には信頼性が欠けていることから、被験者 23 人による実証実験を実施した。その結果、未熟者の接触力は軽く不安定であること、熟達者は接触力の違いが顕著であること等、従来の主張を覆す知見を得た。

#### A F M (原子間力顕微鏡)による漆塗膜表面構造の観察

片岡 厚, 木口 実(森林総研), 鈴木雅洋, 木下稔夫(都産技研)

木材保存 Vol.32 No.6, 251-258(2006)

原子間力顕微鏡(AFM)を用い、漆液中の水相成分の分散状態および加熱処理が、硬化後の漆塗膜の表面構造に及ぼす影響を検討した。生漆、透素黒目漆、高分散処理された透素黒目漆を常温で硬化させた塗膜の表面は、水相成分の分散の程度が高いほど平滑な表面であった。加熱処理した漆塗膜表面には、凹部がクレーターのよう

#### DLC コーテッド工具による無潤滑絞り加工技術の実用化に関する研究

玉置賢次, 片岡征二, 基 昭夫, 後藤賢一(都産技研)  
材料試験技術, 51, 2, 60-64, (2006)

DLC コーテッド工具を用いた無潤滑加工が有効であることは、これまでの研究により明らかであるが、実機による試験が不足しており、普及が進んでいない。そこで、実際の絞り金型に DLC 膜をコーティングし、5 万回の連続無潤滑絞り加工を実施し、DLC 膜の耐久性および成形品の表面性状が良好であることを確認した。よって、これまで以上に実用化の可能性が示唆されたと言える。

#### ZDC2 薄肉亜鉛合金ダイカストの充填性支配要因 西直美(ダイカスト協会), 佐藤健二(都産技研), 早野 勇(プログレス)

鑄造工学, 78, No.8 396-402, (2006)

ZDC2 亜鉛合金ダイカストの薄肉化には射出速度の影響が最も大きく、また、金型温度、溶湯温度の上昇は若干湯流れを改善する。キャビティへの離型剤の原液塗布は 0.2 mm 厚試験片の完全充填を可能とした。この離型剤の効果はタブレット状試験片のミクロ組織の DAS の実測値を基にした熱伝達シミュレーション結果から、熱伝達係数を低下させることを認めた。

#### CVD ダイヤモンド膜の研磨に関する研究(第3報)

- 砥粒レス超音波研磨法による平面研磨の試み -  
横澤毅(都産技研), 高木純一郎(横国大), 片岡征二(湘工大), 田中信一((株)ナカニシ)

精密工学会誌, 72, 8, 1018 - 1024, (2006)

これまでの研究で CVD ダイヤモンド膜の研磨方法として砥粒レス超音波研磨法を提案し、研磨痕が創生されることをすでに確認している。そこで、本研磨法を実用化することを目的に平面研磨を試みた。その結果、研磨面を最大高さ粗さで、 $0.4 \mu\text{mRz} \sim 0.5 \mu\text{mRz}$  にまで仕上

げることができた。この表面状態は、例えば無潤滑プレス用の金型に十分適用できる仕上がりである。

#### 摩擦攪拌接合法による純チタンと AZ31 マグネシウム合金との接合性

青沼昌幸(都産技研), 津村卓也, 中田一博(大阪大)  
軽金属, 第 57 巻, 第 3 号, 112-118, (2007)

摩擦攪拌接合法(FSW)を用いて, 純チタン薄板と AZ31B マグネシウム合金薄板とを接合し, 摩擦攪拌接合性と接合界面反応について検討を行った。その結果, 接合界面では, チタン側新生面の露出および温度上昇により, AZ31B マグネシウム合金に含まれるアルミニウムがチタンへと拡散し, 接合がなされることが明らかとなった。

#### Vapor deposition of perfluoropolyether lubricant on fluorinated diamondlike carbon surface

Masahiro Kawaguchi (TIRI), Junho Choi (AIST), Takahisa Kato (The University of Tokyo)  
J. Appl. Phys., 99, 08N108 (2006)

DLC 膜にフッ素元素を添加したものを PCVD 法により成膜し, 続いて PFPE を真空蒸着法により塗布した試料の摩擦摩耗試験を行った。その結果, 真空蒸着法で PFPE を塗布することで, 塗布前の試料より摩擦摩耗特性が向上した。また, 従来の浸漬法で塗布した試料よりも, 真空蒸着法で塗布した試料の方が, 摩耗特性は向上した。

#### Deposition of perfluoropolyether lubricant films on Si-incorporated diamondlike carbon surface

Junho Choi (AIST), Masahiro Kawaguchi (TIRI), Takahisa Kato (The University of Tokyo), Masami Ikeyama (AIST)  
J. Appl. Phys., 99, 08N109 (2006)

DLC 膜にシリコン元素を添加し, さらに PFPE を真空蒸着した時の吸着量を定量化した。その結果, Si 元素を添加すればするほど, PFPE 吸着量が増加することがわかった。また, 浸漬法よりも真空蒸着法の方が吸着量は増加することがわかった。

#### Deposition of ultrathin organic films on various carbon surfaces using vacuum vapor deposition

Junho Choi (AIST), Takahisa Kato (The University of Tokyo), Setsuo Nakao (AIST), Masami Ikeyama (AIST), Masahiro Kawaguchi (TIRI)  
Surf. Int. Anal., 38, 887 (2006)

DLC 膜に窒素元素およびシリコン元素を添加し, PFPE を真空蒸着した時の吸着特性の相違点について検討した。

その結果, 窒素, シリコン共に添加した方が PFPE の吸着量は多くなることがわかった。また, 真空蒸着時に加熱した方が PFPE の吸着量は多くなることがわかった。

#### せん断溶融混練が気相成長炭素繊維/ポリカーボネート複合体の電気伝導性に与える影響 II

安田 健(都産技研), 高橋 辰宏, 米竹 孝一郎, 小山 清人, 高橋 幸司(山形大)  
成形加工, 18 巻, 11 号, 813-818 (2006)

混練条件を変えて, 気相成長炭素繊維/ポリカーボネート複合体を作製し, 電気伝導特性を測定した。複合体の電気伝導性は, 混練条件により, 大きく変化するため, 複合体の作製には, 注意が必要である。

#### 灰溶融過程でのガラスびんカレットの有効利用

小山秀美, 小林政行, 野々村 誠, 白子定治(都産技研), 堀尾正勲(東京農工大)  
廃棄物学会誌, Vol. 17, No.2, p. 162-171(2006)

東京23区内では, ごみ焼却灰を全量溶融処理により, スラグ化することが進められている。溶融過程で, 耐火物の侵食抑制の目的から, 塩基度(CaO/SiO<sub>2</sub>)調整剤として砂を添加している。本研究は, 砂の代わりにガラスびんカレットを利用することを検討した。その結果, 省エネルギー効果や, 溶融炉耐火物の侵食抑制効果があることがわかった。

#### 放射性廃棄物焼却灰の減容化・安定化方法の開発

小山秀美, 小林政行(都産技研), 堀尾正勲(東京農工大)  
環境資源工学, Vol. 53, No4, p.171-177(2006)

RI(放射性元素)廃棄物焼却灰の減容化及び安定化について, ガラスびんカレットを用いた低温焼結によるガラス固化を検討した。その結果, 800 以下で放射性廃棄物焼却灰の焼結固化が可能で, 減容化率50%以上が達成できた。RIの固定化が期待されるソーダライト型結晶の析出が確認された。焼却灰に比べ焼却灰固化体は, 溶出抑制効果が大幅に向上した。

#### 非照射香辛料に混合した照射香辛料の熱ルミネセンス法による検知

後藤典子(都産技研), 山崎正夫, 関口正之(都産技研), 等々力節子(食品総合研), 宮原 誠(国立医薬品食品衛生研)  
RADIOISOTOPES, 56, 103-113 (2007)

黒胡椒とパプリカについて約 5kGy 照射したものと非照射のものを用意し, 0~100%まで照射品が混合した試料を作った。各種混合割合のものについて熱ルミネセンス

法により検知試験を行い，黒胡椒では20%以上，パプリカでは5%以上照射品が混合している場合確実に判定可能であることを明らかにした。また，発光曲線の積算温度範囲のTL比への影響や紫外線照射の影響を報告した。

#### バックグラウンド計測を必要としない電解濃縮トリチウム水測定法

斎藤正明(都産技研)，今泉 洋(新潟大)，加藤徳雄(愛媛医技大)，石井吉之(北大)，高橋優太(新潟大)，斎藤圭一(北大)

Radioisotopes, 56巻，1号，1-6ページ，(2007)

濃縮試料の値から未濃縮試料の値を差し引いたものは，正味の値に(濃縮倍率 - 1)を乗じたものである。この関係を利用して，バックグラウンド計測自体を不要とする測定法を開発しトリチウムの電解濃縮測定法に適用し，その結果を検証した。

#### 降水降下物放射能測定のための自動蒸発濃縮器の開発

斎藤正明(都産技研)，加藤徳雄(愛媛医技大)

Radioisotopes, 55巻，4号，189-194ページ，(2006)

公定マニュアルによる降水降下物測定では，降水の蒸発濃縮に大型ビーカーと赤熱ニクロム線ヒーター使用のため，操作が煩雑，火災，長時間要すなどが問題。水位センサ，ロータリーエバポレータ及びチューブポンプを使用し，連続的に試料水を供給する自動制御システムを開発。蒸発水分は実験室内に排出せずに60 昼夜無人連続運転により省労力で処理能力20L/日を達成できた。

#### 日キレート基付き高分子による溶融飛灰抽出液からの重金属回収 - 溶融飛灰抽出液濃度と回収重金属種 -

白子定治，谷口昌平，宮崎則幸(都産技研)

清掃技法，第7号，112-115，(2007)

一般廃棄物を溶融して生成する溶融飛灰から，重金属を回収する技術を検討した。溶融飛灰抽出液へ開発したキレート基付加高分子フィルムを入れ，重金属濃度をICP-MSによりもとめた。その結果，抽出液から重金属を回収することが可能であることが示唆された。

## 外部発表一覧 / 口頭

### 同位体希釈法—高分解能ICP質量分析法による二元系貴金属合金の高精確組成分析

上本 道久 (都産技研),

第67回分析化学討論会講演会講演要旨集, 56 (2006).

二元系貴金属合金(銀-銅合金および2種の銀-パラジウム合金)の同位体希釈法による高精確組成分析を行った。硝酸で溶解後質量法にて希釈して調製した5種の溶液を、二重収束型高分解能ICP-MSで測定した。その結果、比較のために行った重量法での値と同程度の精確さを得ることが出来た。パラジウムについては重量法との間に若干の低値を見た。しかし、有効数字4桁程度の繰り返し精度を有する定量が初めて可能となった。

### ICP発光分析法による含スズ銀ろう材の組成分析に向けた試料処理法の検討

上本 道久 (都産技研), 小林 剛 (物材機構), 佐々木 康文 (石福金属), 島田 健吾 (石福金属), 伊澤 和祥 (田中貴金属), 長谷川 信一 (物材機構), 小林 純一 (造幣局東京), 桜井 二三男 (千住金属)

日本分析化学会第55年会講演要旨集, 64 (2006).

ICP発光分析による含スズ銀ろう材の組成分析法の標準化を目指して、試料処理法の検討を行った。スズまたは銀の難溶性塩の沈殿生成を回避すべく、それぞれフッ酸、酒石酸、硫酸を含む3種類の溶解プロセスについて組成分析値の精確さを比較検討した。硝酸単独での溶解後のろ液の定量と比較すると、3系統とも良好な結果を与えたが、なかでも硫酸-硝酸の混酸による溶解が最も高い真度を得た。

### 分析値の提出と分析値の意味

上本 道久 (都産技研)

第12回分析化学基礎セミナーテキスト, p.101-109 (2006).

分析技術の基礎知識習得を目的として日本分析化学会信頼性委員会によって開催された標記セミナーにおいて、分析値の信頼性とその取扱に関して、有効数字・検出限界・定量下限・感度・不確かさについてその定義から算出法、実際の使用法まで解説した。機器分析全盛の昨今、分析者自身が数値を評価する重要性について説き、実例を挙げて分析値提出技法を教示した。

### ICP発光分析法およびICP質量分析法の測定原理と最近の動向

上本 道久 (都産技研),

日本分析化学会関東支部第47回機器分析講習会第1コーステキスト, p.1-22(2006).

金属元素の微量成分分析法の中心を占めている、ICP発光分析法およびICP質量分析法について、両分析法の測定原理および現有市販機器のハードウェアの変遷と機種毎の特徴について、装置のハードウェア構成部毎に概観して解説した。関連JIS規格であるK 0116「発光分光分析通則」やK 0133「高周波プラズマ質量分析通則」についてもその動向を解説した。

### 分析値の提出と分析値の意味

上本 道久 (都産技研)

第13回分析化学基礎セミナーテキスト, p.103-111 (2006).

分析値の信頼性とその取扱に関して、有効数字・検出限界・定量下限・感度・不確かさについてその定義から算出法、実際の使用法まで解説した。分析値の信頼性に関わる用語に関して、ISOでは共通であるもののJISには4-6系統の規格が共存し、それぞれの分野ごとに該当用語が異なる現状についても解説した。

### 環境水中の分析法(重金属類)

上本 道久 (都産技研)

平成18年度水質分析研修, 環境省環境調査研修所 (2006).

河川水や湖沼水から生活排水まで、主成分元素の少ない環境水中の微量金属元素の定量には、原子スペクトル分析および原子質量分析法が最適である。両分析法の測定原理および現有市販機器のハードウェアの変遷と機種毎の特徴について概観し、水質分析の際の留意点について解説した。

### 貴金属ろうの分析技術～銀ろうを中心とした組成分析および微量成分分析技術の実際～

上本 道久 (都産技研)

日本溶接協会貴金属ろう部会, 現場に役立つろう付技術講習会テキスト, p.73-104(2006).

基幹的接合材料であるろう材とはんだ材について、その材料規格について、JIS規格やそれ以外も含めて詳細に解説した。更に分析方法の現規格や、ICP発光分析法による新しい組成分析法の開発とその標準化の研究事例について紹介した。

### 分析値の提出と分析値の意味

上本 道久 (都産技研)

第14回分析化学基礎セミナーテキスト, p.93-115 (2006).

分析値の信頼性とその取扱に関して，有効数字・検出限界・定量下限・感度・不確かさについてその定義から算出法，実際の使用法まで解説した。分析値の信頼性に関わる用語に関して，ISOでは共通であるもののJISには4-6系統の規格が共存し，それぞれの分野ごとに該当用語が異なる現状についても解説した。

## ICP発光分析およびICP質量分析の概要と最新の動向

上本 道久（都産技研）

日本分析化学会中国四国支部 第11回徳島地区分析技術セミナー ～分析技術の最新の動向～テキスト，  
p.5-25(2007).

ICP 発光分析法および ICP 質量分析法について，両分析法の測定原理および現有市販機器のハードウェアの変遷と機種毎の特徴について，装置のハードウェア構成部毎に概観して解説した。先端機器として用途拡大の傾向がある，二重収束型高分解能 ICP 質量分析装置については特に詳しく解説し，産業界とリンクしたいいくつかの研究事例と成果を示して，その装置性能を説明した。

## 超極細温度センサの特性と応用

尾出 順（都産技研）

計測標準フォーラム第4回合同講演会予稿集，P223～233  
(2006.11)

シース外径 0.15mm の超極細温度センサにより，従来測定が困難であった細線ヒータや小型電子デバイス等の応用について，治具及び接着方法を含めた温度計測方法について報告した。

## DLC コーテッド溝なしタップによるドライタッピング加工

基昭夫（都産技研），増田成孝（㈱エムケーディ），  
神雅彦，村川正夫（日本工大）

平成 18 年度 塑性加工春季講演会，77 (2006,5)

DLC コーティング溝なしタップを用いてドライタッピングし，加工特性を検討の結果，マイクロショットピーニングを下地処理として，DLC をコーティングする方法により最も良好な結果が得られた。

## プレス部品へのドライ溝なしタッピングに関する研究

神雅彦（日本工大），基昭夫（都産技研），

増田成孝（㈱エムケーディ），村川正夫（日本工大）  
第 251 塑性加工シンポジウム，(2006,10)

ホモ処理溝なしタップを用いてドライタッピングと潤滑剤を用いたタッピングを行い，加工特性を検討の結果，

ドライで 7000 ショットの加工ができ少量生産の場合は十分にドライ加工への適用ができ，潤滑剤を用いると加工可能数は低下する結果が得られた。

## ごみ焼却プラント用耐熱鋳鋼の高温腐食特性

基昭夫（都産技研），吉葉正行（首都大学東京大学院）

平成 18 年度東京二十三区清掃一部事務組合職員技術発表会(第七回)，(2007)

高温耐食性に優れたごみ焼却炉用構造部材の開発を目的として，耐熱鋳鋼の高温腐食試験を行った結果，塩化・硫化腐食の複合する雰囲気において，45%程度までの Ni 量の増加は耐食性の低減に効果があることがわかった。

## 高齢女子の衣服着用における圧迫感と衣服圧の関係 - ブレザー着用実験を中心に -

岩崎謙次，大泉幸乃，藤田薫子（都産技研），廣川妙子（文化女大）

日本感性工学会大会予稿集，第 8 回，p194(2006)

近年，体形変化により不快な衣生活を送る高齢女子も年々増加している。そこで，高齢女子の体形を基本として，圧迫感を感じる肩及び背中の中ゆとり量を変化したブレザーを作製した。また，静立，上肢上挙，前拳腕組みの 3 姿勢による圧迫感計測等を行い快適な肩部の衣服圧が明確になった。

## 高齢女子用衣服設計のための高齢女子の体格・体形特徴

岩崎謙次（都産技研），廣川妙子，斎藤嘉代（文化女大），  
三吉満智子（文化女大名誉教授）

国際ユニヴァーサルデザイン会議 in 京都，第 2 回，  
CD-ROM，O-167J(2006)

高齢女子の衣服設計に寄与するために，人体計測データ（マルチン計測，シルエット計測）による高齢女子の体格・体形特徴を若年女子と比較した結果，次の 3 点が明確になった。

- ① 胴囲及び下腹部が大きい。
- ② 殿部突出量が少なく，扁平な形状である。
- ③ 頸部～背中が丸みが著しい。

## 身体に優しいポロシャツ

藤田薫子（都産技研），照田収三（テルタ株式会社），  
替地あや子（有限会社ステュディオ・エス）

国際UD会議 2006 in 京都要旨集 O-043

高齢者や障害のある方の衣服は，デザイン性と共に，機能性に配慮することが求められる。そこでサイズ対応の柔軟性，オンオフ両用であること，男女兼用，イーザーケア性，肌に負担をかけない素材の適用，着脱が容易

なこと、ファッション性、等に配慮した「身体に優しいポロシャツ」を企画開発した。

(2007年株式会社デサントにて発売)

### 医療用ドリルの性能評価に関する検討

西岡孝夫(都産技研), 山上健寿, 栗原朝幸(デンテック), 大森健一, 生駒元博, 結城健(小林メディカル)

2006年度精密工学会秋季大会要旨集,J37, (2006)

本研究は、実際のインプラント施術における時間の短縮、および効率的な器具開発などに重要と考えられる切削性能評価について検討した。結果は、模擬骨のスラスト荷重の平均値によって、一応の判断ができる。また、施術時の感覚として、豚骨の切削性は、加工に要した時間によって判断するのが妥当である。

### 2-プロパノール中ヒドロキシマレイミドの放射線照射におけるLET効果の検討

中川清子(都産技研), 田口光正(原子力機構), 小嶋拓治(原子力機構)

第49回放射線化学討論会(2006)

ヒドロキシマレイミドを含んだ2-プロパノールに、T I A R A 照射施設でCイオン(220MeV)およびH e イオン(100MeV)を照射した。イオン照射におけるヒドロキシマレイミドの分解効率、 $\gamma$ 線照射より減少し、見かけの分解G値は、イオンの初期エネルギーの減少に伴って減少した。また、 $\gamma$ 線照射で主生成物であったヒドロキシスクシンイミドの生成が抑えられた。

### 粉碎処理によるセルロース材料の機能性付与

佐藤清康, 岡山隆之(農工大) 島田勝広(都産技研)

繊維学会大会予稿集 2006 61 巻, 第1号 p101(2006)

古紙リサイクルの新たな提案として、微細化し成型材料としての利用を検討した。遊星型ボールミルで破碎したセルロースは熱圧による成型板への可能であった。また、加水分解セルロースでは成型板の透明性が向上した。

### 古紙活性炭によるビスフェノールAの吸着

松下清文, 岡山隆之(農工大) 島田勝広(都産技研)

第15回日本エネルギー学会大会講演要旨集

p381-382(2006)

古紙より活性炭を試作し、ビスフェノールAに対する吸着性能を検討した。ビスフェノールAの定量は酵素免疫定量法を用いた。クラフト古紙活性炭と市販水処理用活性炭は、低濃度領域においても高い吸着性能を示した。

### Preparation of Activated Carbon from Wastepaper and Adsorption of Endocrine Disrupting Chemicals

岡山隆之, 松下清文(農工大) 島田勝広(都産技研)

2006 Pan Pacific Conference p279-284(2006)

新聞古紙およびクラフト古紙より活性炭を試作し、細孔構造を評価した。その結果、クラフト古紙活性炭は高い比表面積を示した。また、古紙活性炭と市販活性炭のビスフェノールAに対する吸着性能を評価した結果、クラフト古紙活性炭は、ビスフェノールAに高い吸着性能を示した。

### 伝導ノイズ対策用磁界プローブの作製

上野武司(都産技研)

平成19年電気学会全国大会 Vol.1,p200 (2007)

電子機器のEMC試験の一つに伝導ノイズを測定する雑音端子測定があり、規格により限度値が定まっている。ここで限度値を超えたノイズが発生した場合、対策を施す必要がある。

そこで、ノイズ測定に併用する磁界プローブを作製した。このプローブにより電子回路のどの部分からノイズが発生しているかを特定可能か検証した。

### Effectivity Validation of Stochastic Analyses for Hybrid State Saving

Mamoru Ohara(都産技研),

Masayuki Arai, Satoshi Fukumoto(首都大)

Proc. 2007 Int'l Workshop on Recent Advances in Stochastic Operations Research, 200-207, (2007)

近年、分散チェックポイントリングを障害発生時の状態回復だけでなく、分散システムの通常時の性能向上に用いる手法が現れている。本研究では、このような手法における分散システムの最適なチェックポイント間隔を求める解析モデルの構築を行い、実際のアプリケーションの実行時間の計測等を通して、提案する解析モデルの有効性を示す。

### ユーザーの要望に応え機能を向上させた漏れ電流測定器の開発

岡野宏, 大原衛, 河村洋(都産技研), 富樫昌之, 田中清一, 高柳正晴(エクセル㈱)

医科器械学, vol.76, No.10, 64-65, (2006)

①ユーザーの要望に応え、多数装着部を短時間で全自動測定できる装着部用スキャナーと専用ソフトを開発し、PCで動作させる漏れ電流測定器を開発した。②漏れ電流のすべてのモード表示をソフト的に可能とし、試験所比較試験における漏れ電流測定回路を明確化した。③測定マニュアルで測定順序を通電モードと電源断線モードに区分けし、測定中の被試験器の電源管理を不要にした。

## 高齢者・障害者にやさしいソフトトレーニングマシンの開発と評価

岡野宏，大原衛，河村洋（都産技研），藤崎巖，澤野高史，勢能一男，田中健一，河田浩治（セノー株），大友良治，後藤民男，鳥野大（伊藤超短波株），小林寛道（東大），藤枝賢晴（東学芸大），中澤公孝（国立リハセンター）産業技術連携推進会議 第8回福祉技術シンポジウム資料，13~16，(2006)

高齢者・障害者・生活習慣病の患者および予備軍を対象にし，運動習慣の無い人でも安全に，飽きずに楽しく使える筋力トレーニング機器の開発と評価を行った。①運動療法の理論に基づいて，関節可動域訓練，筋力増強訓練，協調性改善訓練，持久力訓練を行う構造とした。②運動効果について，高齢者・障害者を実際にモニターし，有効性・実用性の評価を行った。

## 高齢者・障害者にやさしいソフトトレーニングマシンの開発

岡野宏，大原衛，河村洋（都産技研），藤崎巖，澤野高史，勢能一男，田中健一，河田浩治（セノー株），大友良治，後藤民男，鳥野大（伊藤超短波株），小林寛道（東大），藤枝賢晴（東学芸大），中澤公孝（国立リハセンター）医科器械学，vol.76，No.10，100~101，(2006)

高齢者・障害者を対象にし，運動習慣の無い人でも安全に，飽きずに楽しく使える筋力トレーニング機器の開発を行った。①運動療法の理論に基づいて，関節可動域訓練，筋力増強訓練，協調性改善訓練，持久力訓練を行う構造とした。②負荷ユニットは，ウェイトを使用せず筋肉にダメージを与えない渦電流ブレーキ効果を利用した，マイコン制御の電磁ブレーキ方式を新開発した。

## 小規模工業塗装工場における VOC 排出実態調査研究

木下 稔夫，上野 博志，山口 美佐子（都産技研），上野 広行（都環境研）

日本塗装技術協会第22回塗料・塗装研究発表会講演予稿集，28-32(2007)

大気汚染防止法が改正され，揮発性有機化合物（VOC）排出抑制制度により，塗装施設及び塗装後の乾燥・焼付施設が規制対象に指定された。しかし，工業塗装工場における VOC 排出実態に関する調査・研究はほとんど行われていない。そこで，金属塗装工程における VOC 排出実態を，大気汚染防止法に準拠した方法および VOC 連続濃度変化測定法により測定し，解析を行った。

## 木質建材製造工場における VOC 排出量調査（ ）化粧合板，フローリング製造における塗装工程

木下 稔夫，上野 博志，山口 美佐子，島田 勝広（都産技研），大越 誠，片岡 厚（森林総研）

第56回日本木材学会秋田大会研究発表会講演要旨集，129(2006)

大気汚染防止法の改正により，揮発性有機化合物（VOC）排出抑制制度が制定された。しかし，木質建材製造工場における塗装施設の VOC 排出実態に関する調査・研究はほとんど行われていないことから，木質建材製造工場の塗装工程における VOC 排出実態を，大気汚染防止法に準拠した方法および VOC 連続濃度変化測定法により測定し，解析を行った。

## 触覚 GUI を可能とする視覚障害者用入出力装置の開発-第三試作機の開発-

島田 茂伸（都産技研），長澤 俊（電通大），篠原 正美（産総研），清水 豊，下条 誠（電通大）

日本機械学会 ロボティクス・メカトロニクス講演会 2006（ROBOMEC2006），（2006）

第一試作機から得られた知見と問題点を踏まえ第三試作機を開発した。第三試作機では触知面を大画面化することで提示情報を増大し，力覚センサを設計開発することで指先位置の推定精度を向上させた。また，システムの制御部と外部機器とのインタフェースを見直し可搬性を向上させた。

## 触覚 GUI を可能とする視覚障害者用入出力装置の開発-第三試作機の概要・実験-

島田 茂伸（都産技研），長澤 俊（電通大），篠原 正美（産総研），清水 豊，下条 誠（電通大）

日本 IFToMM 会議（International Federation for the Promotion of Mechanism and Machine Science）2006 年度第12回日本 IFToMM 会議シンポジウム，(2006)

第一試作機から得られた知見と問題点を踏まえ第三試作機を開発した。本稿ではシステムの全体構成の概要について述べ，基礎的な実験の実施とその結果についても述べる。

## An Approach for Direct Manipulation by Tactile Modality for Blind Computer Users:Development of the Second Trial Production

島田 茂伸（都産技研），篠原 正美（産総研），清水 豊，下条 誠（電通大）

International Conference on computers Helping People with Special Needs 10<sup>th</sup> International Conference Computers Helping People with Special Needs (ICCHP2006)，(2006)

第一試作機から得られた知見と問題点を踏まえ第二試作機を開発した。本装置の基本機能である指先位置検出機

能の高精度化のために、計測する力範囲を限定した六軸力覚センサを選定し、触覚ディスプレイの剛性を高めることで推定計算の誤差要因を排除した。試作した触覚入出力装置第二号機を用い水平方向分力荷重実験の結果から推定精度の向上を示した。

## 6 軸力センサを用いた点字読み時の触圧測定の試み

渡辺 哲也, 大内 進, 金子 健, 山口 俊光 (特総研), 島田 茂伸 (都産技研), 下条 誠 (電通大)

電子情報通信学会 ヒューマンコミュニケーショングループ 第30回福祉情報工学研究会 (WIT2006), (2006)

点字読者が点字用紙に触れるときの接触力測定の試みを続けてきているが、微小変位センサと面圧力分布測定センサの両者とも測定の精度と安定性に問題を有していた。そこで本研究では6軸力覚センサを用いてシステム構築し、安定かつ高精度である測定を可能とした。本報ではキャリブレーション手法を詳説し、実測とその評価について示す。

## 点字触読時の接触力 読みが速いと軽く、遅いと強いのか？

渡辺 哲也, 大内 進, 金子 健, 山口 俊光 (特総研), 島田 茂伸 (都産技研), 下条 誠 (電通大)

特定非営利活動法人ヒューマンインターフェイス学会 ヒューマンインターフェイスシンポジウム 2006, (2006)

点字読みの初期段階の研究では、熟練者は読み時の触圧が低く一定であるが、逆に未熟者は触圧が高く変動するとした知見がある。本研究では6軸力覚センサと強固に結合した触読台を用いて点字ユーザ29人分の点字読みの触圧を定量的に求めた。得られた知見から、熟練者の触圧は必ず低いとは言えないことを指摘した。

## 触覚入出力装置二号機の開発

島田 茂伸 (都産技研), 篠原 正美 (産総研), 清水 豊, 下条 誠 (電通大)

計測自動制御学会 (SICE) 第7回 計測自動制御学会システムインテグレーション部門講演会 (SI2006), (2006)

触覚ディスプレイと六軸力覚センサによって構成した、触覚入出力装置第一号機の知見と問題点から、高精度、高可搬性の改善を図った第二号機の開発を行った。基本機能であるクリック、スクロール機能の精度向上に加えて新たにドラッグ機能を付加し、それら機能群の働きと使用例について説明を行った。

## Hands-On Demo of Direct Manipulation by Tactile Modality for Blind Computer Users

島田 茂伸 (都産技研), 篠原 正美 (産総研), 清水 豊, 下条 誠 (電通大)

Eurohaptics Conference and IEEE Symposium on Haptic Interfaces for Virtual Environment and Teleoperator World Haptics Conference 2007, (2007)

本発表では視覚障害者用触覚入出力装置試作一号機から試作四号機までの知見と問題点を総合して、現在までの本装置の到達点を述べる。これらを踏まえて今後の展望について議論を行った。本発表は”Hands On Demo”の形式で行い、会議参加者には実際の装置を体験していただいた。

## マイクロ空間を用いたニトロ化合物の生成 反応機構の時間分解手段としてのマイクロリアクタ

小倉 俊幸, 内條 幹浩, 太田 俊彦 (日本油脂株式会社), 西部 保貴, 石内 宏樹, 高橋 裕 (三重大学大学院), 竹林 良浩 (産総研), 伊東 洋一 (都産技研)

社団法人火薬学会 2006年度 秋季大会

11月16日(木)～17日(金)

光透過性を有するガラス製のマイクロリアクタを使用して、硫酸と硝酸の混合によるニトロニウムイオン ( $\text{NO}^{2+}$ ) の生成反応とベンゼンのニトロ化反応を FTIR により観測した。3300 $\text{cm}^{-1}$ の吸収ピークの時間変化から硫酸と硝酸の混合後200ms以内の短時間でニトロニウムイオンの生成反応が終了すること、3000 $\text{cm}^{-1}$ の吸収ピークからニトロ化酸とベンゼンの混合から40ms以内でニトロ化反応が終了することが示唆された。

## ガラス製マイクロリアクタの周辺装置について

石内 弘樹, 上林 雅巳, 高橋 裕 (三重大学大学院), 内條 幹浩, 太田 俊彦 (日本油脂株式会社), 伊東 洋一 (都産技研)

マイクロ化学プロセス技術研究組合 第5回マイクロ化学プラント国際ワークショップ

2007年1月29日(月)～30日(日)

スクリーン印刷技術により作製したガラス製マイクロリアクタ用のコネクタを試作し、その実用性を検証するため、フラーレン (C60) に代表されるポリニトロ化されやすい基質へのマイクロ空間を用いた段階的反応制御を最大25MPaまで加圧して実施した。

その結果、耐圧性能だけでなくIRによる反応性生成物の分析結果から、ガラスマイクロリアクタ用のコネクタの実用性が示唆された。

## 都産技研における LED 光度・配光・全光束測定システムの開発

岩永 敏秀, 山本 哲雄 (都産技研)

平成 18 年度 (第 39 回) 照明学会全国大会講演論文集, 223(2006)

一般的な砲弾型・COB 型 LED に対応した光度・配光・全光束測定システムを開発した。当システムは, CIE 平均化 LED 光度の測定方法に準拠している。測定の不確かさ評価と球形光束計による全光束値との比較を行った結果, 実用上十分な精度を持ったシステムの構築ができた。

## PFPE 潤滑膜の真空蒸着についての研究

川口 雅弘 (都産技研), 関口 暢, 加藤 孝久 (東大), 崔俊豪 (産総研)

トライボロジー会議予稿集東京 2006-5, 183(2006)

シリコン基板上に PCVD 法により DLC 膜を成膜し, 真空を破らずに PFPE 潤滑膜を真空蒸着法により塗布した。DLC 膜に窒素元素を添加することで, 表面エネルギーが大きくなり, PFPE がよく吸着することがわかった。その結果, 摩擦特性が大きく向上した。

## DLC 膜表面上への高分子潤滑膜の真空蒸着

崔俊豪 (産総研), 川口 雅弘 (都産技研), 加藤 孝久 (東大), 池山 雅美 (産総研)

トライボロジー会議予稿集東京 2006-5, 161(2006)

DLC 膜内にシリコン元素を添加し, Si 含有量を XPS で, 硬度を超微小硬さ計により測定した。更に DLC 膜表面上に PFPE を真空蒸着し, 吸着性について評価した。その結果, Si 含有量に伴って PFPE の吸着量は増加することがわかった。

## dewetting による粒子の形成と時間経過に伴う潤滑膜表面積の変化

大野 修平, 加藤 孝久 (東大), 川口 雅弘 (都産技研)

トライボロジー学会予稿集東京 2006-5, 147(2006)

ハードディスク表面に PFPE 潤滑膜を浸漬法により塗布し, その dewetting 現象(凝集現象)の時間変化を観察した。その結果, 時間経過と共に凝集滴の数は減少し, 凝集滴は大きくなることがわかった。潤滑膜の表面積を算出すると, 時間と共に減少することから, 表面エネルギーの低下が原因であることがわかった。

## Vacuum vapor deposition of PFPE molecules on DLC surface

Masahiro Kawaguchi (TIRI), Junho Choi (AIST), Takahisa Kato, Toru Sekiguchi (The University of Tokyo)

2006 ASME/JSME joint Conference on MIPE, S03\_03

(2006)

DLC 膜に窒素を添加し, 真空蒸着法にて PFPE を塗布した時の, 摩擦摩擦特性を AFM およびボールオンディスク試験機による評価した。その結果, 窒素添加を行うことで, 摩擦特性, 摩擦特性共に向上することがわかった。これは窒素添加を行うことで PFPE がより多く吸着するためであることがわかった。

## Reduction in surface area by the formation of microdroplets on hard disk surface

Takahisa Kato, Syuhei Ohno (The University of Tokyo),

Masahiro Kawaguchi (TIRI)

2006 ASME/JSME joint Conference on MIPE, S16\_03

(2006)

ハードディスク表面に異なる膜厚で PFPE 潤滑膜を浸漬法により塗布した。その結果, 膜厚に依存して dewetting 現象(凝集現象)が現れることがわかった。dewetting 現象の時間変化を測定した結果, 表面エネルギーの減少による安定化が進むことがわかった。さらに, 膜厚により安定領域, 不安定領域があることを確認した。

## An effect of PFPE lubricant film on acoustic emission signals from HDI

Hiroo Taura, Hiroshi Koga, Satoru Kaneko (Nagaoka

University of Technology), Masahiro Kawaguchi (TIRI),

Takahisa Kato (The University of Tokyo)

2006 ASME/JSME joint Conference on MIPE, S17\_02

(2006)

ハードディスク上にナノメートルオーダーで塗布された PFPE 潤滑膜の摩擦現象を, AE センサーにより評価した。その結果, 摩擦過程において, PFPE 潤滑膜の物理吸着層, 化学吸着層が枯渇する時点を特定することができた。また, PFPE 潤滑膜は不均一に摩擦することがわかった。

## Possibility of Si-incorporated diamond-like carbon film as a protective coating for magnetic media

Junho Choi (AIST), Masahiro Kawaguchi (TIRI), Takahisa

Kato (The University of Tokyo), Masami Ikeyama (AIST)

2006 ASME/JSME joint Conference on MIPE, S03\_04

(2006)

シリコン元素を添加量が異なる DLC 膜を PBII 法により成膜し, その材料特性, 摩擦特性などを評価した。その結果, 硬さは Si 添加量に依存しないが, 膜内部応力は Si 添加量に伴い減少することがわかった。また, Si 添加量に伴い摩擦係数は低下することがわかった。さらに, Si 添加量に伴い耐食性が向上することがわかった。

**純チタンと Mg-Al-Zn 合金との摩擦攪拌接合**

青沼昌幸 (都産技研), 津村卓也, 中田一博 (大阪大)  
軽金属学会第 111 回秋季大会講演概要, 73-74, (2006)

板材の固相接合が可能である摩擦攪拌接合法 (FSW) を用いて, 高比強度材である工業用純チタン薄板と Mg-Al-Zn 合金薄板とを接合し, 摩擦攪拌接合性について検討を行った。その結果, 適正接合条件において接合部の作製が可能であり, また Mg-Al-Zn 合金に含まれるアルミニウムが接合部の引張強さに影響を及ぼすことが明らかとなった。

**純チタンとマグネシウム合金との摩擦圧接(第 1 報)**

青沼昌幸 (都産技研), 中村満 (岩手大)

溶接学会全国大会講演概要, 第 79 集, 352-353, (2006)

丸棒の異種金属接合に有効な摩擦圧接法 (FW) を用いて, チタン (TB340) と AZ31B および ZK60A マグネシウム合金の丸棒を接合し, 摩擦圧接性について検討した。その結果, 摩擦時間, 摩擦圧力およびアプセット圧力を増加することによって継手の引張強さは増加するが, 入熱量を必要条件以上に増加しても継手の引張強さは変化しないことが判明した。

**チタン合金とマグネシウム合金の摩擦圧接性に及ぼす界面反応相の影響(第 2 報)**

佐伯雄一 (岩手大大学院), 中村満 (岩手大), 青沼昌幸 (都産技研)

溶接学会全国大会講演概要, 第 79 集, 354-355, (2006)

摩擦圧接法により, Ti-6Al-4V チタン合金と ZK60A マグネシウム合金とを接合し, 摩擦圧接性について検討した。その結果, 接合界面では純チタンと ZK60A との接合同じ現象が認められ, Ti-6Al-4V 合金の合金元素が接合界面反応に影響を及ぼさないことが判明した。また, 接合条件の最適化により引張強さは増加し, 接合時の変形を抑制することも可能であった。

**砥粒レス超音波研磨法による CVD ダイヤモンド膜の研磨**

横澤毅 (都産技研)

第 4 回 SAITEC 技術フェア予稿集, (2006)

本研究では, 砥粒レス超音波研磨法による平面研磨を試みた。その方法として線状の研磨痕を重ね合わせることで平面的な研磨面を創生することを提案し, 更に滑らかな研磨面に仕上げるための研磨条件について検討を行った。

**砥粒レス超音波研磨法による CVD ダイヤモンド膜の研磨に関する研究 - 平面研磨の試み -**

横澤毅 (都産技研), 高木純一郎 (横国大), 片岡征二 (湘工大), 高野茂人 (榊不二越)

平成 18 年度塑性加工春季講演会講演論文集, 87-88, (2006)

これまで, CVD ダイヤモンド膜の研磨方法として, 超音波による摩擦熱を利用した砥粒レス超音波研磨法を提案し, その効果について検討してきた。本研究では, 砥粒レス超音波研磨法を広い平面の研磨に適用した場合に, 効率的な研磨を実現することを目的に, 超音波振動振幅, 研磨荷重, 工具送りピッチ等を変化させたときの研磨面の状態を調べ, 最適な研磨条件について検討した。

**福島県大船迫 A 遺跡製鉄炉の復元炉における鉄づくり**

佐藤健二 (都産技研), 吉田秀享 (福島文化財セまほろん)

日本鑄造工学会第 148 回全国講演大会概要集, 72, (2006)

相馬地域での大規模な製鉄, 鑄造遺跡の発掘調査結果を基に, 大船迫 A 遺跡・15 号製鉄炉を復元し, 木炭による砂鉄還元鉄づくりを行った。操業は人手による踏みふいごで行い, 炉内温度, 送風量など炉の操業条件のデータを採った。操業時間は 15 時間 40 分, 投入した砂鉄量は 132.3kg, 炭は 279.1kg, 得られた鉄は 34.0kg であった。この復元炉での操業状況について報告した。

**上代鑄鉄梵鐘の復元実験における組成の影響**

瀬谷直樹 (早大院), 佐藤健二 (都産技研), 中江秀雄 (早大)

日本鑄造工学会第 148 回全国講演大会概要集, 73, (2006)

平安初期の福島県向山 A 遺跡から出土した鑄鉄梵鐘の鑄型を基に鑄鉄梵鐘の復元実験を行った。この実験の知見を基に, 東北地方産の砂鉄原料に含まれる Ti に着目し, そのカーボンボイルの抑制効果について熱力学的な考察を行った。さらに C, Si, Ti 量を変えた試料の打鐘音とマイクロ組織の関係について検討した。

**ニッケルめっきした SUS304 と AC4CH との鑄造接合における接合強度**

佐藤健二 (都産技研), 村上和也 (千葉工大・現・日本伸管), 岡野良武 (千葉工大)

日本鑄造工学会第 148 回全国講演大会概要集, 29, (2006)

鑄鉄製金型を用いて  $\phi 7$  mm の Ni めっき SUS304 を AC4CH によって大気中で鑄造接合を行った。得られた接合体の界面反応の面積率 ( $R_j$ ) を求め, 押し出し試験によって接合強度を評価した。 $R_j$  の増加に伴い強度は上昇するが, 光沢 Ni めっきは無電解 Ni めっきよりも反応

性が低く、接合強度も低下する。これらの影響要因について組織的な考察を行った。

### 溶融金属の湯流れ性に及ぼす鋳型の濡れ野影響

中江秀雄（早大）、佐藤健二（都産技研）、内田雄太（早大院）

日本鋳造工学会第148回全国講演大会概要集, 40, (2006)

水モデルで型壁面との濡れが流動性に与える影響を調べた。純水との濡れ性の異なる材質を選定し、層流における流速を加圧系で測定した。加圧系は減圧系よりも初期の流速が低下し、その後、定常状態を示す。濡れる系が濡れない系よりも流速が大きく、減圧系と同様に液体／気体の界面エネルギーに依存するキャピラリーの浸入圧力のエネルギーバランスで説明できる。

### ZDC2 亜鉛合金ダイカストの機械的特性に及ぼす肉厚の影響

西直美（ダイカスト協会）、佐藤健二（都産技研）、早野勇（プロGRESS）

日本鋳造工学会第148回全国講演大会概要集, 128, (2006)

70×100 mm の矩形試験片で、肉厚を 1.5～0.2 mm に変化した試験片形状をホットチャンバマシンで鋳造した。試験片の機械的特性は引張試験で評価し、鋳造条件の影響について検討した。1.5 と 0.4 mm 厚の強度特性はほぼ同程度であるが、0.2 mm 厚では、引張強さ、伸びが著しく向上する。また、これらの試験片の曲げ、ねじり特性を評価した。

### 超薄肉亜鉛合金ダイカストにおける充填性とその諸特性

佐藤健二（都産技研）、西直美（ダイカスト協会）、早野勇（プロGRESS）

2006 日本ダイカスト会議論文集, JD06-25, 161-166, (2006)

肉厚が 0.5 mm 以下の薄肉 ZDC2 ダイカストの充填性に及ぼす鋳造条件の影響を調べた。試験片は 100×70 mm の矩形で肉厚を 0.2～0.4 mm とした。0.4mm は容易に完全充填できたが、0.2 mm は原液離型剤を塗布し、高速射出の場合のみ完全充填が可能である。試料の欠陥分布、湯流れによる不均一なマイクロ組織形成及びこれらの組織形態の DAS II とマイクロ硬さの関係を検討した。

### DLC コーテッド工具による無潤滑絞り加工技術の実用化に関する研究

玉置賢次、片岡征二、基昭夫、後藤賢一（都産技研）

材料試験技術, 51, 2,60-64, (2006)

DLC コーテッド工具を用いた無潤滑加工が有効であ

ることは、これまでの研究により明らかであるが、実機による試験が不足しており、普及が進んでいない。そこで、実際の絞り金型に DLC 膜をコーティングし、5 万回の連続無潤滑絞り加工を実施し、DLC 膜の耐久性および成形品の表面性状が良好であることを確認した。よって、これまで以上に実用化の可能性が示唆されたと言える。

### 導電性セラミックス工具を用いた無潤滑絞り加工（第2報 角筒絞り加工への応用）

玉置賢次、片岡征二、後藤賢一（都産技研）、皆本鋼輝（日本タングステン）

平成 18 年度塑性加工春季講演会講演論文集, 83-84, (2006)

前報において、導電性セラミックスを用いることにより、セラミックスの加工性を改善することが可能となり、かつ、トライボロジー特性に関しても従来のセラミックスに劣るものではないことが確認された。そこで、更なる実用化のために、より複雑形状である異形状（角筒）での 1 万回の連続無潤滑絞り加工を試みた。結果、良好な絞り性を示し、更なる実用化の可能性が示唆された。

### ダイヤモンドコーデッド工具によるドライ絞り加工

後藤賢一、玉置賢次、片岡征二、基昭夫（都産技研）、神田一隆、高野茂人（不二越）

平成 18 年度塑性加工春季講演会講演論文集, 85-86, (2006)

DLC 膜よりも潤滑特性、耐久性に優れたダイヤモンド膜を塑性加工用工具に適用し、高い絞り性および耐久性を確認した。また、ダイヤモンド膜は研磨に多大な時間とコストがかかるために、普及が進んでいなかった。そこで、本研究では、表面仕上げ状態と摩擦特性の関係を明らかにし、実機試験による 1 万回の連続ドライ絞り試験を行った。その結果、良好な結果を得た。

### 炭素または窒素イオン注入した鉄鋼表面の特性

三尾 淳（都産技研）

日本機械学会関東支部・精密工学会, 平成 18 年度茨城講演会, 199, (2006)

炭素または窒素をイオン注入した鉄鋼材料について、表面硬さや摩擦摩耗特性などの機械的性質を調べた。表面特性の変化について、イオン注入層の分析結果から考察を行った。イオン注入により硬さの上昇や摩擦摩耗特性の改善が認められた。改善の効果は、イオン注入条件や鋼種によって左右されたが、その原因は主として表面温度の上昇と考えられた。

### Effect of deposition parameter on hardness of amorphous carbon film prepared by plasma immersion ion implantation using C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>

三尾 淳, 内田 聡, 森河和雄, 川口雅弘 (都産技研), 塩谷健郎 (芝浦工大), 鈴木秀人 (茨城大)

Abstracts for 15th International Conference on Ion Beam Modification of Materials (IBMM2006), 400, (2006)

プラズマイオン注入法を用いて, 種々の加速電圧, アセチレンガス濃度, 処理時間で炭素膜の生成を行った。得られた炭素膜の硬さは 10~24GPa の範囲であった。この硬さは, 加速電圧, アセチレンガス濃度, 処理時間の増加に伴い, 低下する傾向を示した。しかしながら, 処理中の基板の最終到達温度は反対に上昇した。炭素膜の硬さは主として基板の温度に依存することわかった。

### 炭化水素系ガスを用いてプラズマイオン注入処理した鋼の摩擦特性

三尾 淳 (都産技研, 茨城大), 森河和雄, 川口雅弘 (都産技研), 鈴木秀人 (茨城大)

表面技術協会第 115 回講演大会講演要旨集, 219, (2007)

炭化水素系ガスを用いたプラズマイオン注入処理を施した鋼の摩擦特性を把握することを目的とした。メタンガスまたはアセチレンガスを高周波プラズマにより分解し, パルス高電圧により焼入れ焼戻した鋼にイオン注入した。試料の深さ方向分析の結果, メタンガスを用いた場合には炭素イオン注入が起こったが, アセチレンガスを用いた場合にはアモルファスカーボンが成膜された。

### 円管ダイスウェルの測定と粘弾性シミュレーション -円管長さとの影響-

安田 健 (都産技研), 田上 秀一 (福井大), 家元 良幸 (福井大)

成形加工シンポジウム'06, 267-268 (2006)

ダイスウェル現象を, キャピラリーレオメータを用いて, 実験条件の違いによるスウェルを測定した。その結果と有限要素法を用いて行った粘弾性シミュレーションとの結果を比較し, スウェル現象に及ぼすキャピラリーダイ長さとの影響を検討した。その結果, スウェル現象は, すべての要素に起因するが, スウェルの大きさに与える影響は, 条件により異なることがわかった。

### ガラス・セラミックス研究室紹介と成果事例

上部 隆男 (都産技研),

第 47 回ガラスおよびフォトンクス材料討論会講演要旨集, 72(2006).

独立法人化した当センターの業務 (相談, 試験, 研究, 研修, 講習会など) の紹介のほか, 当研究室でおこなっ

た①三宅ガラス, 三宅ガラスジュエリー, ②無鉛低融点ガラス, ③耐アルカリ性ガラスなどの開発に至るまでの経緯, 成果, 最近の状況について発表した。

### Al-Mg-B 系高ホウ素化合物の作製

田中 実 (都産技研), 東 以和美 (千葉工業大学)

日本セラミックス協会第 19 回秋季シンポジウム, 104 (2006)

高ホウ化物はダイヤモンドや cBN 等に匹敵する高硬度特性をもつ材料である。本研究では, 高融点かつ高硬度, 化学的耐久性の高い材料として汎用性のある高ホウ化物, アルミニウム (マグネシウム) ボライドを, アルゴンガス雰囲気炉を用いたアルミニウムフラックス法 (簡易手法) で作製した。

### 白色不透明無鉛ホウ珪酸塩ガラスコーティング膜の作製

田中 実, 上部隆男 (都産技研)

小島大介, 小野順三郎, 小川泰弘 (日本珪瑯釉薬)

日本セラミックス協会 2007 年会, 259 (2007)

電子ディスプレイ機器等に用いられる低融点ガラスフリットやコーティング膜には, 環境負荷低減として酸化鉛の代替対策が望まれる。耐化学性, 汎用性や安定性があり, 実用性の高いホウ珪酸塩系ガラスで無鉛化を試みた。プラズマディスプレイ等の背面基板に形成された銀電極の上に, 白色不透明で黄味化し難い絶縁コーティング層を焼成形成するためのフリット及びペーストを開発した。

### 有機ハロゲン及び硫黄一括分析における検量線作成用物質の開発

上野 博志, 山本 真 (都産技研)

石田直洋 (都水道局), 長嶋 潜 ((株) ナックテクノサービス)

日本分析化学会第 73 回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会, 71 (2006)

有機ハロゲン及び硫黄一括分析において分析時間を短縮できる, ハロゲン 4 元素 (F, Cl, Br, I) 及び硫黄元素を 1 分子内に含んだ検量線作成用物質を合成し, その構造解析及び検量線の直線性について検討した。

### 有機ハロゲン及び硫黄自動分析装置の開発 (その 12) 有機ヨウ素のトレース分析

長嶋 潜 ((株) ナックテクノサービス)

上野 博志, 山本 真 (都産技研)

出羽 好 ((株) ヤナコ機器開発研究所)

日本分析化学会第 73 回日本分析化学会有機微量分析研

究懇談会, 5 (2006)

有機ハロゲン及び硫黄自動分析装置において, ヨウ化物イオンはイオン交換樹脂カラムへの親和性が強いいため保持時間が長く, ブロードなピークをしめし, 高精密分析に十分対応できない場合がある。逆相イオン対クロマトグラフィーを用いて有機ヨウ素のトレース分析を行った。

### 固体高分子型燃料電池 (PEFC) のドット触媒層形成技術に関する研究

阿南 悠太, 奥村 典男, 杉田 勝, 山邊 時雄 (長崎総合科学大) 上野 博志, 伊東 洋一 (都産技研)

日本電気化学会第 47 回電池討論会, 38(2006)

固体高分子型燃料電池の水素側触媒層にスクリーン印刷技法を用いて, ドット状の触媒層を形成した。ドット状触媒層は全面触媒層に比べ, V-i 特性が向上し, 使用触媒量を減少させることができた。この原因は電解質膜に十分な水分を供給されるためであると考えられる。

### 白金およびパラジウム規則性マクロ多孔体の合成

峯英一 (都産技研), 白井誠之 (産総研)

平成 18 年度日本表面科学会東北・北海道支部講演会講演予稿集, (2007)

シリカコロイド結晶中に金属を担持し, コロイド結晶を除去することで規則性マクロ孔を持つ金属多孔体の合成を行った。合成行程の熱処理でもシリカ粒子が収縮しないため, シリカ粒子径によって多孔体の空孔サイズと表面積が制御できた。

### 発光バクテリアを用いたバイオアッセイによる水中の有害物質のスクリーニング

荒川 豊, 野々村 誠, 阪口 慶 (都産技研)

日本工業用水協会第 42 回研究発表会講演要旨, 100-103, (2007)

海洋性発光バクテリアである *Vibrio Fischeri* (ビブリオフィッシュリ) を用いた有害物質のバイオアッセイについて, その測定原理, 使用する装置や試薬, スクリーニング手順を概説した。実測例として身近にあるさまざまな水についてのスクリーニング結果を紹介し, とりわけ工場排水においては, その有害性を簡便・迅速に知ることができ, 実用性の高い方法であることを述べた。

### 紙テープを活用したアルミナ長繊維編成物の開発 Development of three dimensional fabric using metallic yarns

樋口 明久 (都立産技研), 提坂 道明, 桑田 和弘 (株式会社 ニチビ)

平成 18 年度繊維学会年次大会講演予稿集, 61 巻 1 号, P187, (2006)

アルミナ長繊維は, 耐熱性や電気絶縁性に優れ, 炉内材などの用途に活用されている。しかしこの繊維は摩擦や曲げ応力が加わると切断する欠点があるため, 厚さや圧縮回復性, 伸縮性が必要な強化ガラス加工用耐熱緩衝材など新分野への利用が困難であった。アルミナ長繊維に紙テープをカバリングする技術を応用することで, 欠点を改善した糸や編成物による新製品開発が可能となった。

### 外国産エクステリア材の抗菌性成分の抽出と利用技術の開発

飯田 孝彦, 瓦田 研介, 故茨田 正孝 (都産技研), 福田 清春 (東京農工大)

日本防菌防黴学会 第 33 回年次大会要旨集, 112 (2006)

外国産エクステリア材の抽出成分について, 防腐及び防かび効果を検討した。イペ, チーク及びウリンの 3 樹種の抽出成分について, 木材保存剤の性能試験方法等により, 防腐効果を調べた。その結果, 各抽出成分に防腐効果が見られたが, イペ材の抽出成分が最も高い防腐効果を示した。さらに, イペ材の抽出成分について, かび抵抗性試験を行ったところ, 高いかび抵抗性を示した。

### イペ材から抽出した抗菌性成分を利用した木材保存剤の開発

飯田 孝彦, 瓦田 研介, 故茨田 正孝 (都産技研), 福田 清春 (東京農工大)

日本木材保存協会 第 22 回年次大会研究発表論文集, 30-34 (2006)

エクステリア材として輸入されているイペ材の抗菌成分を抽出し, 防腐及び防かび効果を検討した。初めに, イペ材の耐朽性と抽出分量を調べたところ, 高い耐朽性を示し抽出分量は約 10% であった。得られた抽出成分について, 木材保存剤の性能試験方法等により防腐効果を調べたところ, 高い防腐効果を示した。さらに, かび抵抗性試験を行ったところ, 高いかび抵抗性を示した。

### How Japan overcame air pollution of sulfur oxides

野々村誠 (都産技研), 保母敏行 (首都大学東京), 金子幹宏 (日本工学院), 田森行男 (財 日本品質保証協会), 岡崎成美 (日本環境測定分析協会)

2006 China-Japan-Korea Joint Symposium on Environmental Analytical Chemistry, p.59

シンシンポジウムが開催された中国の重慶市は, 大気汚染の被害が大きい場所として知られているため, 日本での硫黄酸化物による公害の歴史とその防止対策を紹介

した。また、排ガスの環境汚染物質である、硫黄酸化物、窒素酸化物、塩化水素をイオンクロマトグラフィーで同時測定する方法について報告した。

### 排ガス中のハロゲン化合物分析用前処理キットの開発

野々村誠(都産技研), 栗田恵子(都産技研)

Separation Sciences 2006 (SS2006), p.71

排ガス中のハロゲン化合物は0.1 M NaOH 溶液に捕集した後、陽イオン交換樹脂を加えて Na+ を吸着除去し、さらに空気で炭酸イオンを除去することにより簡便に IC で測定するキットを開発し、廃棄物焼却場の排ガス中のハロゲン化合物を測定した結果を報告した。

### Environmental analysis by simple ion chromatography using chemical reaction

野々村誠 (都産技研)

The 2nd China-Japan-Korea Joint Symposium on Ion Chromatography

化学反応を利用して、電気伝導度検出器で測定できるイオン種に代えて簡単に測定する方法を開発し、報告した。シアン化合物は、次亜塩素ナトリウム又はクロラミン T 溶液でシアン酸イオンに代えて測定する。排ガス中のハロゲン化合物は 0.1M NaOH 溶液に捕集した後、陽イオン交換樹脂を加えて Na+ を吸着除去して IC で測定する方法を報告した。

### Flow analysis of trace amount of cyanide in environmental samples

三上一行, 三浦恭之 (東海大学), 野々村誠 (都産技研)

The 2nd China-Japan-Korea Joint Symposium on Ion Chromatography, p.40

排水中の低濃度のシアン化物イオン及びシアン化合物を硫黄と反応させてチオシアン酸イオンに代え、フローインジェクション (FIA) 分析装置の紫外吸光度検出器で測定する方法を検討した。この方法は、シアン化物イオン、銅、ニッケルシアノ錯イオンは定量的にチオシアン酸イオンに代わったが、鉄、金のシアン錯イオンからのチオシアン酸イオンの生成は不十分であった。

### 放射性廃棄物の減容・固化における廃ガラスの利用

小山秀美, 小林政行 (都産技研), 堀尾正靱 (東京農工大)  
日本セラミックス協会第 19 回秋季シンポジウム講演予稿集, p.366 (2006).

廃ガラス (カレット) の低温焼結による放射性廃棄物焼却灰の固化及び安定化方法を検討した。その結果、カレット粒度の小さい方が気孔率や吸水率が低くなり、焼

結も低い温度で開始する粒径効果があり、溶出抑制効果も高かった。カレットを使って 800℃以下で低温焼結することは、R I の揮散を抑制するためにも、非常に有効な減容化・安定化方法であることが確認された。

### 溶融 (スラグ) 処理と廃ガラスの有効利用

小山秀美, 小林政行 (都産技研), 堀尾正靱 (東京農工大)  
第 28 回全国都市清掃研究・事例発表会講演論文集, p.128-130 (2007).

都内のある清掃工場では、ごみ焼却灰の溶融処理の際に、耐火物の浸食抑制の目的から塩基度 (CaO/SiO<sub>2</sub>) 調整剤として砂を年間約 5,000 トン添加している。砂の代わりに廃ガラス (カレット) を利用することを検討した。砂の代わりにカレットを利用すれば、主に溶融温度低下により省エネルギー効果やスラグによる耐火物の浸食を抑制することが分かった。

### 反応性充填剤を添加した木材用接着剤の検討

瓦田研介, 飯田孝彦 (都産技研), 鈴木吉助, 斉藤吉之 (東京ボード工業株), 山内秀文, 田村靖夫 (秋田県立大木高研)

日本木材加工技術協会第 24 回年次大会 (東京) 講演要旨集, 25-26, (2006)

パーティクルボードに使用している接着剤の使用量を低減し、かつ強度などの品質を維持することを目的に接着剤への反応性充填剤の添加を試みた。本研究では反応性充填剤として天然物由来の高温脱脂大豆粉、コーングルテンおよびカルバミン酸デンプンを使用した。その結果、ボードの品質を維持しつつ接着剤の使用量を減少させ、製造コストや環境負荷を低減できることが示された。

### 木質建材製造工場における VOC 排出量調査 ( ) 化粧合板, フローリング製造における接着工程

瓦田研介, 飯田孝彦, 大塚健治, 阪口慶 (都産技研), 宮本康太, 塔村真一郎, 井上明生 (森林総研)  
第 56 回日本木材学会大会研究発表要旨集, 129, (2006)

木材用接着剤を使用する木質建材製造工場における VOC 排出実態に関する調査研究はほとんど行われていない。そこで、化粧合板及びフローリング製造工場の接着工程における VOC 排出実態を調査した。その結果、本研究で対象とした各工場では水性接着剤を主に使用していたこともあり、接着工程の VOC 排出量は非常に少ないことが判明した。

### 合板の熱圧縮工程における揮発性有機化合物 (VOC) 放散量の測定

宮本 康太, 塔村 真一郎, 井上 明生 (森林総研),

瓦田 研介, (都産技研), 藤井 一郎, 松本 重幸,  
田中 博史 (㈱オーシカ)

第56回日本木材学会大会研究発表要旨集,57, (2006)

木質材料の製造工程の中でも特に VOC 放散量が多いと考えられる熱圧縮工程に着目し, 熱圧中の放散量を把握するとともに製造因子の影響について検討した。接着剤 (4種類), 単板樹種 (3樹種) が異なる合板についてその熱圧縮工程で放散される TVOC (炭素換算) を測定した。その結果, 同じ接着剤でも単板樹種によって TVOC 量が大きく異なることなどが明らかとなった。

### 降水降下物放射能測定のための自動蒸発濃縮器の開発

斎藤 正明 (都産技研), 加藤 徳雄 (愛媛医技大)

第43回アイソトープ放射線研究発表会要旨集, 1p-03, p.159,(2006.7)

公定マニュアルによる降水降下物測定では, 降水の蒸発濃縮に大型ビーカーと赤熱ニクロム線ヒーター使用のため, 操作が煩雑, 火災, 長時間要すなどが問題。水位センサー, ロータリーエバポレータ及びチューブポンプを使用し, 連続的に試料水を供給する自動制御システムを開発。蒸発水分は実験室内に排出せずに 60℃昼夜無人連続運転により省労力で処理能力 20L/日を達成できた。

### 降水中のトリチウムを追跡因子とした気団動態の解析

小林 華奈子, 高橋 優太, 今泉 洋 (新潟大), 斎藤 正明 (都産技研), 加藤 徳雄 (愛媛医技大)

第43回アイソトープ放射線研究発表会要旨集, 1p-III-09, p.38,(2006.7)

日本海側 (新潟) と太平洋側 (東京) で降水中のトリチウムを観測し, 季節的, 地域的な違いを調査し, 日本近辺における降水起源気団の移動について検討した。降水中のトリチウム観測値を黄砂成分である非海塩起源のカルシウムイオン観測値を比較対照とすると, 両者の挙動が類似していることが明らかとなった。

### SPE 電解濃縮法で得られたトリチウム分離係数に及ぼす強磁場の影響

今泉 洋, 伊藤 大輔, 遠藤 賢, 小林 裕 (新潟大), 斎藤 正明 (都産技研), 山口 貢, 福井 聡 (新潟大)

第74回低温工学・超電導学会 講演概要集, 1B-a04 p.52,(2006.5)

固体高分子電解質方式トリチウム濃縮装置を 5 T 超強力磁場にて試験し, トリチウムの分離係数の変化を調べた。電解電流 2.7 A では, 磁場強度 1 T にトリチウム分離係数の極大値がみられた。電解電流 1.8 A では磁場強

度 3 T にトリチウム分離係数の極大値がみられた。磁場と電流の向きによってトリチウム分離係数に違いが認められた。

### 超高分子量ポリエチレンへのガンマ線, 電子線, イオンビーム照射効果

谷口 昌平, 金城 康人, 関口 正之, 宮崎 則幸 (都産技研)

第43回アイソトープ・放射線研究発表会要旨集, 178 (2006)

超高分子量ポリエチレンへガンマ線, 電子線, イオンビームを照射し, 摩擦摩耗特性を調べた。その結果, ガンマ線や電子線の場合, 酸化による表面劣化のため, 耐摩耗性の低下が観られた。しかし, イオンビームの場合は表面が DLC 化するために耐摩耗性が改善することが明らかになった。

### 鉄注入アルミナグラニューラー層への金イオン照射による磁気異方性を持つ鉄粒子の形成

加藤 拓, 若林 英彦, 鳥山 保 (武蔵工業大), 谷口 昌平 (都産技研), 林 伸行 (久留米工業大学院), 坂本 勲 (産総研)

第43回アイソトープ・放射線研究発表会要旨集, 9 (2006)

Fe イオン注入したアルミナグラニューラー層の MR 比を改善するために, 高エネルギー Au イオン注入を試みた。その結果, Au イオン注入により, グラニューラー層中の強 Fe 磁性微粒子がイオン注入方向に形成されることが明らかになった。

### 鉄注入アルミナグラニューラー層への金イオン照射による磁気異方性を持つ鉄粒子の形成

加藤 拓, 若林 英彦, 鳥山 保 (武蔵工業大), 谷口 昌平 (都産技研), 林 伸行 (久留米工業大学院), 坂本 勲 (産総研)

第19回タンデム加速器およびその周辺技術の研究会, 2-9, (2006)

Fe イオン注入したアルミナグラニューラー層の MR 比を改善するために, 高エネルギー Au イオン注入を試みた。その結果, Au イオン注入により, グラニューラー層中の強 Fe 磁性微粒子がイオン注入方向に形成されることが明らかになった。

### 電解研磨表面の評価方法の確立及び規格化

津高 文幸, 青木 哲也, 高谷 茂 (マルイ鍍金工業㈱), 谷口 昌平, 金城 康人 (都産技研), 村松 宏 (東京工科大)

表面技術協会第114回講演大会, 14E-18, (2006)

医薬品製造に使用される SUS316L の電解研磨条件に

ついて検討した。その結果、電流密度や電解時間に表面構造からみて最適な条件が有ることが明らかになった。この結果から、電解研磨した表面構造を検査する技術について検討を行った。

### Observation of voids formed by annealing in LiNbO<sub>3</sub> implanted with Cu ions

K.Ijima, N.Mitsui, A.Ho, J.Yamanaka, S.Taniguchi, and Y.Saito IBMM 2006, M56, (2006)

ニオブ酸リチウムへ Cu イオンを注入し、光吸収特性を調べた。断面 TEM により注入層の構造を調べ、微細構造の変化と吸収特性変化の関係を考察した。

### Ag, Cu イオンを注入した LiNbO<sub>3</sub> の熱処理による断面微細構造の変化

三井 直人, 居島 薫(山梨大院), 谷口 昌平(都産技研), 齊藤 幸典(山梨大院)

第54回応用物理学関係連合講演会雑誌名等, 28p-ZV-11 / II, (2007)

ニオブ酸リチウムへ Cu, Ag イオンを注入し、光吸収特性を調べた。断面 TEM により注入層の構造を調べ、吸収特性変化について原因を検討した。

### ダイヤモンドへのイオン注入

三井 直人, 居島 薫(山梨大院), 谷口 昌平(都産技研), 齊藤 幸典(山梨大院)

第54回応用物理学関係連合講演会雑誌名等, 28p-ZV-12 / II, (2007)

宝石用ダイヤモンドにイオン注入し、カラー化する技術を開発した。イオンの種類や注入量を変化させることにより、カラーが変化することを明らかにした。

### 微弱発光計測による放射線照射食品の判別

萩原昌司, 等々力節子, 鍋谷浩志, 大谷敏郎(食総研), 関口正之, 山崎正夫(都産技研), 後藤典子(都皮革研), 水野弘明(都下水道局), 本田克徳(JREC)

日本食品工学会第7回年次大会講演要旨集, 2P1C11 (2006)

独自開発した自発極微弱発光測定装置及び光ルミネッセンス測定装置(試作機)のハード面の特徴と市販の香辛料(パプリカ, パセリ, バジル等)にγ線照射したものを試料として、検知の可能性を検討した結果を報告した。

### 光ルミネッセンス法による照射食品検知の検討

#### - 保存状態による発光量の変化 -

水野弘明(都下水道局), 等々力節子, 萩原昌司((独)

食品総合研究所), 本田克徳(日本放射線エンジニアリング(株)), 後藤典子(都皮革研), 関口正之(都産技研) 第43回アイソトープ・放射線研究発表会要旨集 II p-08, 197(2006)

市販の粉末乾燥野菜を対象として、0.5~10kGyの線量を照射後、約8°C, 25°C, 50°Cで暗所にて1日から5ヶ月後まで保存した場合のPSL発光量の変化を調べた。高温保存ほど発光量の減少は大きかったが5ヶ月後でも検知が可能であることを示した。また、比較のため明所保存(室内光のあたる条件)では、数時間でPSLの発光が減少し照射食品の検知が困難となることがわかった。

### 照射食品検知用熱ルミネッセンス装置の特性評価と判定基準について

関口 正之(都産技研), 後藤 典子(都皮革研), 水野 弘明(都下水道局), 新井 卓(MEASURE WORKS(株)), 空増 昇(ナノグレイ(株))

第43回アイソトープ・放射線研究発表会要旨集 II p-03, 174(2006)

国内で開発した照射食品検知用熱ルミネッセンス(TL)装置と海外で実績のある装置をTLD-100(LiF)とDolomite, 照射ジャガイモ及び環境標準試料(池底質:POND2)から重液分離した鉱物試料を使用しTL発光曲線の諸特性を比較した。TLD-100とDolomiteの発光ピーク温度の比較から両者のリニア昇温が確認でき発光量にも高い相関が認められた。

### アモルファス性を有するフェノキサジン系カラーフォーマーの合成と線照射

高澤 淳, 太刀川 達也, 時田 澄男(埼玉大院理工), 関口 正之(都産技研)

日本化学会第87春季年会予稿集, 3G7-30(2007)

フェノキサジン系カラーフォーマーの保護基部位にアモルファス性を有する置換基を導入したカラーフォーマーを合成し、アモルファス性とγ線照射に対する発色挙動を調べた。また、合成した新規カラーフォーマーについてアモルファスフィルムを作製し1kGy照射後の青色発色の目視確認と吸収スペクトルの特徴等を報告した。

### ロイコフェノキサジン系カラーフォーマーの合成と線照射の効果

埼玉大工, 都立産技研

太刀川 達也, 伊藤 聡, 稲垣 翔, 松尾 和宗, 時田 澄男(埼玉大工学部), 関口 正之(都産技研)

日本化学会第87春季年会予稿集, 3G7-31(2007)

目視によりγ線を検知するためのカラーフォーマーの開発の一環として、発色能の高いN-アルキル置換カルバ

モイル基で保護されたカラーフォーマーについて発色に対する溶媒や濃度の効果を検討した。誘電率の高い溶媒やアルコール、クロロホルム、アセトンなどとγ線照射で生じるラジカルが起こす反応と発色への影響を報告した。

### 光ルミネッセンス装置の改良による香辛料の照射検知精度の向上

菰原 昌司, 等々力 節子, 鍋谷 浩志 ((独)食品総合研究所), 本田 克徳 (日本放射線エンジニアリング (株)), 関口 正之, 山崎 正夫 (都産技研), 後藤典子 (都皮革研) 第42回日本食品照射研究協議会 講演要旨集, 3(2006)

独自にPSL装置を開発し, 積算発光量と基準発光量(閾値)による照射判定以外の判定法も同時に開発した。本報告では, 開発したPSL装置の判別精度の向上と, 食品毎の照射履歴判別の可能性を明らかにするため, 数十種類の照射した食品についてEN13751が推奨するSURRC製PPSL装置と同時に測定し比較検討を行った。

### 照射食品検知用熱ルミネッセンス装置の特性評価と判定基準について

関口 正之, 山崎 正夫 (都産技研), 新井 卓 (MEASURE WORKS (株)), 空増 昇 (ナノグレイ (株))

第42回日本食品照射研究協議会 講演要旨集, 4(2006)

国内で開発した照射食品検知用熱ルミネッセンス(TL)装置と海外で実績のある装置を用い, TLD-100 (LiF: Disk 及び Tip) でEN1788が推奨するTL発光曲線の積分温度範囲を設定した。装置間で素子の違い及び昇温速度(6°C又は10°C)が発光ピーク温度に与える影響又MDL(最小検出積分発光量)の10倍相当の照射をTLD-100とDolomiteに行いバックグラウンドの影響を評価した。

### TL法, PSL法による照射食品検知の相関と一考察

関口 正之, 山崎 正夫 (都産技研)

第42回日本食品照射研究協議会 講演要旨集, 6(2006)

海外で購入した12種類のスパイスを試料として熱ルミネッセンス法及び光ルミネッセンス法で照射食品の検知を行った。TL法ではTL比を算出するための発光曲線の積分をTLD-100等で設定した4つの積分温度範囲で求め, 得られるTL比の違いについて考察した。PSL法については独自開発した装置を用い照射履歴の判定を行い, TL法とPSL法で得られた結果を比較検証した。

### 線スペクトロメトリーによる鉛中のPb-210濃度分析

野口 正安, 鈴木 孝宏 (キャンベラジャパン(株)), 鈴木 隆司 (都産技研)

第43回アイソトープ・放射線研究発表会要旨集, p48, (2006)

放射線検出器の遮へい体に使用される鉛にはPb-210が含まれているので, あらかじめその濃度を測定する必要がある。しかし, これまで適当な標準線源がなく定量できなかった。そこで, モンテカルロ計算により検出効率を求め, 簡便にまた精度よくPb-210の放射能濃度を求める方法について考察した。また, 最適計測条件で市販のいくつかの鉛試料についてその放射能濃度を求めた。

### ガラス成形によるバイオチップ製造

楊 振, 佐々木 智憲, 前野 智和 (都産技研), 高橋 正春, 前田 龍太郎 (産総研), 西原 啓三, 高島 康文 (東成エレクトロビーム(株)), 上柿 順一 ((株)エリオニクス), 田中 敏彦 (東京都水道局)

マイクロチップを用いた電気泳動分析では基材としてガラスや樹脂などが広く利用されている。多くは半導体のフォトリソグラフィ等を用いて作製され, 既に実用化されている。特に, 高感度な蛍光分析場合には紫外線吸収が少ない基板(石英など)が必要とされている。そこで, 本研究ではDNA, RNAやタンパク質などの電気泳動を行うためのマイクロチップ作製を目的に, 低コスト化が期待されているインプリント法により, 低蛍光ガラス基板にマイクロ溝加工を行った結果について報告した。

### アンモニアを用いたシリコンの高速鏡面異方性エッチング法

楊 振, 佐々木 智憲, 石東 真典 (都産技研),

Christophe D. Mihalcea (Seagate Technology),

Sommawan Khumpuang (立命館大学),

前田 龍太郎 (産総研)

平成18年度神奈川県産学公交流研究発表会 p114

シリコンの異方性エッチングは優れた面内均一性と量産性から微細加工技術として広く使用されている。KOH, TMAH, EDP溶液などがエッチング液として使用されているが, 金属イオンの問題や溶液の毒性・安定性, 特にAl膜付ウエハへ応用するには問題がある。一方, アンモニア水溶液はAlをエッチングしないが, エッチング速度が遅くエッチング面の面粗さに劣っている。本研究では, アンモニア水溶液によるシリコンの異方性エッチング特性に対する砒素塩(III)の影響について報告した。

## 外部発表一覧 / 総説

### 同位体希釈法—ICP 質量分析法による主成分・少量成分の高精度定量

上本 道久 (都産技研)

続入門鉄鋼分析技術, 53-56 (2007)

二重収束型高分解能 ICP 質量分析装置による高精度同位体比計測を駆使した同位体希釈分析法を, 金属材料中主要成分・少量成分の定量に応用することを試みた。真空用貴金属ろうの一種の銀-銅合金中の銀および銅について定量を行ったところ, 大過剰希釈のデメリットにもかかわらず, 有効数字 4 桁の精度と重量法との差が 0.1% 以下の真度を持つ, 初めての試みとしては満足いく結果を得た。

(ふえらむ(2002)より転載)

### 塗装工程における臭気対策の現状と対策および技術課題

木下 稔夫 (都産技研)

塗装技術 Vol.45.No.9, 58-62(2006)

2004 年 5 月に改正された大気汚染防止法に対応して, VOC の固定発生源となる工業塗装施設のうち, その多くを占める中小事業所の臭気すなわち VOC 対策の現状と処理対策に求める課題について述べた。また, 工業塗装組合傘下企業を対象に行ったアンケート結果や塗装工場における臭気 (VOC) 調査の結果など具体的なデータなどによりその実態を解説した。

### 工業塗装のこれからを見つめて～都市型小規模塗装工場の課題と取り組み～

木下 稔夫 (都産技研)

工業塗装 No200, 67-70(2006)

東京都などの都市型産業である工業塗装の定義と専門企業の状況を述べた。また 2004 年 5 月に改正された大気汚染防止法に代表される環境問題に対応して, 工業塗装専門企業がこれから取り組むべき方向性, 塗装工場の VOC 排出実態調査の結果から都市型小規模塗装工場の VOC 排出の実態と削減のための技術的内容を述べた。

### CVD ダイヤモンド膜の研磨技術

横澤 毅 (都産技研), 高木 純一郎 (横国大), 片岡 征二 (湘工大), 田中 信一 (株ナカニシ)

超音波テクノ, 13, 3, 42 - 47 (2006)

CVD ダイヤモンド膜の研磨方法として, 砥粒レス超音波研磨法を提案し, その可能性について検討した。なお, 砥粒レス超音波研磨法とは, ダイヤモンド反応し易い材

料に超音波を印加し, これを CVD ダイヤモンド膜に押し当てるときに発生する摩擦熱および, 超音波による機械的な衝撃を利用した研磨方法である。

### 砥粒レス超音波研磨法による CVD ダイヤモンド膜の研磨技術の開発

横澤 毅 (都産技研), 高木 純一郎 (横国大), 片岡 征二 (湘工大)

型技術, 21, 7, 55 - 58 (2006)

CVD ダイヤモンド膜の研磨方法として, 砥粒レス超音波研磨法を提案し, その可能性について検討した。本研究の最終目的は平面にコーティングされた CVD ダイヤモンド膜を研磨することであることから, そのための最適条件について検討を行った。

### まほろん 2 号炉 (相馬市大船迫 A 遺跡跡 15 号炉の復元炉) における操業条件

佐藤 健二 (都産技研)

福島県文化財センター白河館, 研究紀要 2006, 81-90, (2007)

南相馬市大船迫 A 遺跡で発掘調査された 15 号炉を基に同規模の製鉄炉を復元した。地元の砂鉄原料と木炭を使い, この復元炉による鉄づくりの実験を 2005 年 1 月に白河市の「まほろん」で行った。操業時の炉内温度の測定, 及び得られた鉄塊のミクロ組織を調べた結果を報告した。

### 水中の残留塩素の分析

野々村 誠 (資源環境グループ)

生物試料分析, 30(2)97-104(2007).

世界及び日本で発生したコレラ, 長チフスと最近の 0-157 やレジオネラ菌による水系伝染病について紹介し, これらの伝染病を防ぐための塩素系消毒剤の特性と水中の残留塩素の基準について述べた。

また, 上水試験方法, 衛生試験法などで定められている水中の残留塩素の分析方法と現場で使用されている簡易分析方法について紹介した。

### 排ガス測定に関する JIS 規格と ISO 規格の整合化のために

野々村 誠 (資源環境グループ), 金子 幹宏 (日本工学院), 田森 行男 (工学院大学), 小暮 信之 (産総研), 岩崎 好陽 (においかおり環境協会)

環境管理, 42(10)968-980(2006)

大気汚染防止法で定められている大気汚染物質 (ダスト, 硫酸酸化物, 窒素酸化物, フッ素化合物) 及び試料ガス採取方法について JIS と ISO の内容を紹介し, その

相違点について比較検討を行った結果を報告した。

#### イオンクロマトグラフィーによる過塩素酸イオンの測定法

栗田 恵子（都産技研）

日本分析化学会誌「ぶんせき」トピックス,2007年3号,p.155,(2007)

甲状腺ホルモンは神経発達や脳の活性化を促すため、特に幼児の発育に重要である。しかしこのホルモンの生成に関与しているヨウ素は過塩素酸により体内への取り込みが阻害される。米国において飲料水中に過塩素酸が検出されたことからこの物質に関心が集まっており、EPAでも過塩素酸の測定法が規定された。ここではイオンクロマトグラフィーによる測定方法を紹介した。

#### 発光バクテリアを用いた有害物質のスクリーニング手法

荒川 豊，阪口 慶（都産技研）

工業用水, No.578, (11), 15-20, (2006)

有害物質のスクリーニング手法として、近年 ISO で規格化され欧米諸国では既に公定法となっている、発光バクテリアを用いたバイオアッセイであるが、我国ではあまり知られていない。この発光バクテリアを用いる有害物質のスクリーニング手法について、測定原理、装置および試薬、具体的な測定手順、および特筆すべく経済的特長などについて解説した。

#### CAE

安田 健（都産技研），田上 秀一（福井大）

成形加工, 18 巻, 7 号, 468-471, (2006)

2005 年に発表されたプラスチック成形加工関連の文献、特に CAE に関する論文の中から、流動解析事例を中心として、CAE 研究の現状や新たな取り組みについて紹介した。

#### マイクロ流体デバイスの接続端子の形成、チップの封止および共通基板への実装

楊 振（都産技研）

MEMS / NEMS の最先端技術と応用展開

フロンティア出版 (2006-05-30 出版, ISBN:4902410087)

前田 龍太郎・澤田 廉士・青柳 桂一【編】

マイクロ流体システムの研究開発と実用化の成否は、設計、加工、実装、評価といったキーテクノロジーにおける技術革新に依存している。現在の微細加工技術は高い生産性を達成している一方で、マイクロ流体デバイスの実装技術は進歩が遅れ、試作及び評価の効率化の妨げとなっている。マイクロ流体デバイスと外界を接続する

知識を共有すれば、特にコンセプトの実証段階にあるマイクロ流体デバイスの開発は大幅に加速すると期待される。この部分では、マイクロ流体デバイスの接続端子の形成、チップの封止および共通基板への実装に焦点を当てた。扱いの容易さ、柔軟性、可視性及び再利用性の観点から、個別の要素技術やデバイス単体、モジュール、試験用及びシステムレベルのいくつかの事例を紹介した。更に、これらの実装関連研究開発の課題と今後進むべき方向についても述べた。

地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター

研究報告 編集委員会

委員長 上野和義

委員 坂巻佳壽美 久慈俊夫 佐藤健二 小坂幸夫 吉野 学

事務局 小山元子 高野哲壽 塚本利夫 長井克年 柳沢正樹

表紙デザイン 藤田 茂

登録番号(西)6

地方独立行政法人  
東京都立産業技術研究センター  
研究報告 第2号

平成19年11月15日発行

発行 地方独立行政法人  
東京都立産業技術研究センター  
〒115-8586 東京都北区西が丘3-13-10  
TEL (03)3909-2151(代表)  
FAX (03)3909-2590  
URL <http://www.iri-tokyo.jp/>

印刷会社 株式会社 和幸印刷  
〒162-0812 東京都新宿区西五軒町7-10  
TEL (03)3235-1031(代表)  
FAX (03)3235-2388

本研究報告から転載する場合には、前もって都産技研に連絡の上、  
了承を得てください。本研究報告の内容は、ホームページからも  
PDF ファイルとして提供しております。

研究報告 第2号  
平成19年



R70

古紙配合率70%  
白色度70%再生紙を使用しています

石油系溶剤を含まないインキを使用しています。