

研究報告

第 5 号 (2010)

Bulletin of Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute No.5



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5号
平成22年

目次

論文

X線の屈折と透過を利用した凹面レンズによる集光と高解像度イメージング	河原 大吾 高田 茂	2
ハンドルハブの耐久試験用万能ジグの開発	小西 毅 島田 茂伸 市川 泰章	6
高信頼なインライン計測システムのためのストレージアーキテクチャ	金田 泰昌 入月 康晴 佐野 宏靖	10
食品異物検査装置のユーザビリティ向上のためのアルゴリズム開発	大平 倫宏 山口 隆志 大原 衛 清水 英明 上村 久仁男 斉木 秀夫	14
高速フーリエ変換による雑音端子電圧測定の評価法	原本 欽朗 西野 義典 小林 丈士	18
EMI測定電波暗室の伝搬特性評価手法	小林 丈士 五十嵐 美穂子 上野 武司 原本 欽朗 黒川 悟 飴谷 充隆 廣瀬 雅信	22
植物マイクロコイル含有電磁シールド材	上野 武司 竹村 昌太 小林 丈士 島田 勝廣 菅本 憲明 山野辺 康徳 山田 厚	26
超音波を利用したネズミ防除装置の開発	神田 浩一 大原 衛 金田 泰昌 仲村 将司 坂巻 佳壽美 加藤 光吉 谷川 力 謝 林 佐藤 正彦 春成 常仁	30

分光放射輝度の実用校正技術の開発

岩永 敏秀 中村 広隆 海老澤 瑞枝 山本 哲雄 34

バグフィルタ型 VOC 処理装置の開発

平野 康之 萩原 利哉 小島 正行 伊瀬 洋昭 38

廃棄物系木質バイオマスを原料とした活性炭の試作実験

萩原 利哉 瓦田 研介 井上 潤 杉森 博和
白石 稔 渡辺 昭 44

安価な金属酸化物触媒を用いた VOC の処理

染川 正一 堂免 一成 48

塗装シミュレータによる塗装工程ごとの VOC 成分の調査

水越 厚史 木下 稔夫 野口 美由貴 齋藤 京子 柳沢 幸雄 52

無電解ニッケルめっきによる導電紙の作製

竹村 昌太 上野 武司 高松 聡裕 五十嵐 美穂子
棚木 敏幸 島田 勝廣 岡山 隆之 56

PTT により改質した PET 繊維の常圧染色適合性の解明

許 琛 (シュイ チェン) 池田 善光 吉田 弥生 60

綿布の快適性に関わる熱・水分特性の抽出 — スキンモデルを用いたシミュレーション実験 —

山田 巧 岩崎 謙次 64

ノート

ガソリン中のバイオエタノール濃度を簡易測定する装置の開発

柚木 俊二 斎藤 正明 鈴木 隆司 70

歯周組織再生療法のための閉鎖系細胞培養用デバイスの開発

石井 恭子 柚木 俊二 西岡 秀展 紋川 亮
金城 康人 本田 雅規 72

医療用電動ファン付き呼吸用保護具の騒音問題の調査	服部 遊 神田 浩一 西沢 啓子 大久保 富彦 石堂 均 阿保 友二郎	74
落錘式衝撃特性評価試験機の試作	櫻庭 健一郎	76
金属材料の耐力評価法における問題点の定量的把握	松原 独歩 櫻庭 健一郎 西川 康博	78
金属材料引張試験における不確かさの検討	樋口 英一 櫻庭 健一郎 中西 正一	80
標準抵抗器用エアバスの不確かさ評価	佐々木 正史	82
PSoC を用いた太陽電池の簡易評価システム	西澤 裕輔 重松 宏志 時田 幸一	84
地中無線通信システムのための誤り訂正符号の評価	大原 衛 山口 隆志 大平 倫宏 佐藤 研 遠藤 真一 遠目塚 良一 多田 篤毅 木村 象二郎	86
デジタル記録方式による超音波可聴器の設計・試作	仲村 将司 大原 衛 坂巻 佳壽美 神田 浩一 加藤 光吉 谷川 力 謝 林 春成 常仁 佐藤 正彦	88
通信機器用避雷器の伝送特性に与える雷サージ電流の影響	黒澤 大樹 瀧田 和宣	90
1 GHz 超における EMC 対策部品の効果に関する研究	藤原 康平 近藤 崇 高橋 文緒	92
石英ガラスのエッチングを利用した微細パターンの作製	若林 正毅	94

アナログ・デジタル混在のプログラマブルデバイスの調査と評価	佐野 宏靖	96
RP 造形品への CAE 解析の適用	横山 幸雄 阿保 友二郎 大久保 富彦	98
X 線 CT 装置と CAD, CAE による上流技術支援強化	谷口 昌平 紋川 亮 阿保 友二郎 横山 幸雄 櫻井 昇	100
べっ甲端材粉末による意匠性をもったべっ甲基材の開発	村井 まどか 木下 稔夫 神谷 嘉美 東京鼈甲組合連合会	102
感性価値を意識した、住宅向けテンキー式玄関錠の商品開発	薬師寺 千尋 森田 健二 小泉 真弓	104
Ti/Mg-Al 系合金継手の接合界面組織と生成機構の検討	青沼 昌幸 岩岡 拓	106
CVD ダイヤモンドコーテッド金型の仕上げ研磨技術の開発	藤巻 研吾 横澤 毅	108
CVD ダイヤモンド膜コーテッド工具の効率的研磨方法の検討	横澤 毅 藤巻 研吾 片岡 征二 佐藤 隆	110
DLC 膜中含有水素の測定と DLC 膜特性の評価	藤巻 康人 中尾 節男 上田 志津代 寺山 暢之 笹倉 大督 基 昭夫	112
高温におけるポリカーボネートの破壊挙動	清水 研一 安田 健 飛澤 泰樹	114

アリルイソチオシアネートを抗菌成分とした徐放型製剤の開発	飯田 孝彦 岩崎 正良 原 猛男 小沼 ルミ 宮崎 巖 濱野 智子 瓦田 研介	116
電鍍法によるナノインプリント対応微細金型の形成工程の確立とその実用化	水元 和成 石束 真典 梶山 哲人 浦崎 香織里 小林 道雄 井坂 悟志 吉野 智江	118
表面分析による過熱蒸気処理効果の解析	中村 勲	120
炭素繊維強化プラスチックに対する熱弾性応力解析の検討	西川 康博 櫻庭 健一郎 松原 独歩 安田 健	122
金属繊維の撚糸試作とセンサーへの応用	窪寺 健吾 樋口 英一 樋口 明久 山本 悦子 上野 武司	124
新型インフルエンザ防護服の脱衣の安全な迅速化	加藤 貴司 岩崎 謙次 平山 明浩 藤田 薫子	126
綿布への昇華転写プリント	添田 心 榎本 一郎 桜井 昇	128
東京スカイツリー観光グッズの開発	平山 明浩 加藤 貴司 堀江 暁 ギニス(姓) ミハイル(名) 青山 裕子	130
からだに優しい授乳用ブラジャーの商品開発	藤田 薫子 光畑 由佳 筋野 真知子	132
プラズマ処理によるポリエチレン不織布の表面改質	榎本 一郎 添田 心 桜井 昇 三島 和也 小林 貴司 飯山 圭 金村 博之	134

ストレッチ繊維製品の衣服圧測定方法の確立

菅谷 紘子 岩崎 謙次 山田 巧 136

外部発表一覧

論文	139
口頭発表	143
総説	157

BULLETIN OF TOKYO METROPOLITAN
INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE

NO.5 2010

Papers

Study of high-resolution radiography by x-ray with refractive lenses	2
Daigo Kawahara, Shigeru Takada	
Development of an all-purpose jig for the fatigue testing of steering-wheel hubs	6
Takeshi Konishi, Shigenobu Shimada, Yasuaki Ichikawa	
Storage Architecture for a Dependable In-line Measurement System	10
Yasuaki Kaneda, Yasuharu Irizuki, Hiroyasu Sano	
Usability improvement of X-ray food inspection equipment	14
Norihiro Ohira, Takashi Yamaguchi, Mamoru Ohara, Hideaki Shimizu, Kunio Kamimura, Hideo Saiki	
Evaluation method of measuring conducted emission by fast fourier transform	18
Yoshiaki Haramoto, Yoshinori Nishino, Takeshi Kobayashi	
Semi-anechoic chamber evaluation for Radiated emission measurement below 1GHz	22
Takeshi Kobayashi, Mihoko Igarashi, Takeshi Ueno, Yoshiaki Haramoto, Satoru Kurokawa, Michitaka Ameya, Masanobu Hirose	
Electromagnetic shielding material containing plant micro-coils	26
Takeshi Ueno, Shota Takemura, Takeshi Kobayashi, Masahiro Shimada, Noriaki Sugamoto, Yasunori Yamanobe, Atsushi Yamada	
Development of rat control System with ultrasonic sounds	30
Koichi Kanda, Mamoru Ohara, Yasuaki Kaneda, Masashi Nakamura, Kazumi Sakamaki, Kokichi Kato, Tsutomu Tanikawa, Xie Lin, Masahiko Sato, Tsunehito Harunari	
Development of calibration system for spectral radiance measurement	34
Toshihide Iwanaga, Hirotaka Nakamura, Mizue Ebisawa, Tetsuo Yamamoto	
A Disposal Equipment for Exhaust Gas from Paint Factories Using Bag-Filters Coated with Activated Carbon Powder	38
Yasuyuki Hirano, Toshiya Hagiwara, Masayuki Kojima, Hiroaki Ise	

Manufacturing of activated carbon made from waste woody biomass Toshiya Hagiwara, Kensuke Kawarada, Jun Inoue, Hirokazu Sugimori, Minoru Shiraishi, Akira Watanabe	44
Catalytic emission control of VOC using cheap metal oxides Shouichi Somekawa, Kazunari Domen	48
Investigation of the VOC components of each paint operation by paint booth simulator Atsushi Mizukoshi, Toshio Kinoshita, Miyuki Noguchi, Kyoko Saito, Yukio Yanagisawa	52
Conductive Paper prepared by Electroless Nickel Plating Shohta Takemura, Takeshi Ueno, Toshihiro Takamatsu, Mihoko Igarashi, Toshiyuki Tanaki, Masahiro Shimada, Takayuki Okayama	56
Study on Normal Pressure Dyeability of Poly (ethylene terephthalate) Modified by Poly (trimethylene terephthalate) Chen Xu, Yoshimitsu Ikeda, Yayoi Yoshida	60
Selecting Heat / Water Vapor Property Test Related to Clothing Comfort for Cotton Fabric by Skin Model Takumi Yamada, Kenji Iwasaki	64
Notes	
Development of a simple apparatus for determining bioethanol content in gasoline Shunji Yunoki, Masaaki Saito, Takashi Suzuki	70
Development of closed cell culture devices for periodontal tissue regeneration Kyoko Ishii, Shunji Yunoki, Hidenori Nishioka, Akira Monkawa, Yasuhito Kinjo, Masaki J. Honda	72
Investigation on noise problems of medical PAPR Asobu Hattori, Koichi Kanda, Keiko Nishizawa, Tomihiko Ookubo, Hitoshi Ishido, Yujiro Abo	74
Development of a drop hammer-type impact testing machine Kenichiro Sakuraba	76
Quantitative grasp of problems in the proof stress evaluation method of metallic materials Doppo Matsubara, Kenichiro Sakuraba, Yasuhiro Nishikawa	78

Study on uncertainty of tensile test for metallic materials	Eiichi Higuchi, Kenichiro Sakuraba, Shoichi Nakanishi	80
Uncertainty evaluation of a variable temperature air bath for standard resistors	Masashi Sasaki	82
A simplified solar battery evaluation system using a PSoC microcomputer	Yusuke Nishizawa, Hiroshi Shigematsu, Koichi Tokita	84
Evaluation of error correction codes for an underground wireless communication system	Mamoru Ohara, Takashi Yamaguchi, Norihiro Ohira, Ken Sato, Shinichi Endo, Ryoichi Tohmetsuka, Atsuki Tada, Shojiro Kimura	86
The design and trial production of an ultrasonic detector using a digital recording method	Masashi Nakamura, Mamoru Ohara, Kazumi Sakamaki, Koichi Kanda, Kokichi Kato, Tsutomu Tanikawa, Xie Lin, Tsunehito Harunari, Masahiko Sato	88
Influence of lightning surge current on the transmission characteristics of a surge arrester for communication instruments	Taiju Kurosawa, Kazunori Takita	90
Study of the effect of EMC components beyond 1 GHz	Kohei Fujiwara, Takashi Kondo, Fumio Takahashi	92
Micro-fabrication of fused silica glass by wet etching	Masaki Wakabayashi	94
Survey and evaluation of a programmable mixed-analog-digital device	Hiroyasu Sano	96
Application of CAE Analysis to a Rapid Prototyping Structure	Yukio Yokoyama, Yujiro Abo, Tomihiko Ookubo	98
Development of a Technical Assistance System by CAD, CAE and X-ray Computed Tomography	Shohei Taniguchi, Akira Monkawa, Yujiro Abo, Yukio Yokoyama, Noboru Sakurai	100
Development of Tortoiseshell Powder Moldings for Quality Design Products	Madoka Murai, Toshio Kinoshita, Yoshimi Kamiya, Tokyo Bekko(Tortoiseshell) Cooperative Association	102

Development of Residential Cipher-Lock Products with “Kansei” Value	Chihiro Yakushiji, Kenji Morita, Mayumi Koizumi	104
Investigation of the Interfacial Microstructure of Dissimilar Ti/Mg-Al Alloy Metal Joints	Masayuki Aonuma, Taku Iwaoka	106
Study on finish polishing for CVD diamond coated tools	Kengo Fujimaki, Tsuyoshi Yokosawa	108
Examination of the efficient polishing of CVD diamond film coated tools	Tsuyoshi Yokosawa, Kengo Fujimaki, Seiji Kataoka, Takashi Sato	110
Measurement of the hydrogen content in DLC coating and evaluation of the film property	Yasuto Fujimaki, Setsuo Nakao, Sizuyo Ueda, Nobuyuki Terayama, Daisuke Sasakura, Akio Motoi	112
Fracture behavior of a Polycarbonate at high temperature	Kenichi Shimizu, Takeshi Yasuda, Taiki Tobusawa	114
Development of a sustained release preparation made with allyl isothiocyanate as a fungicide	Takahiko Iida, Masayoshi Iwasaki, Takeo Hara, Rumi Konuma, Iwao Miyazaki, Tomoko Hamano, Kensuke Kawarada	116
Establishment and practical use of a formation process for a microfabricated mold for nanoimprinting by electroforming	Kazunari Mizumoto, Masanori Ishiduka, Tetsuto Kajiyama, Kaori Urasaki, Mitio Kobayashi, Satoshi Isaka, Tomoe Yoshino	118
Investigation of superheated steam treatment effects by a surface analysis method	Isao Nakamura	120
Thermo-elastic stress analysis for carbon fiber reinforced plastics	Yasuhiro Nishikawa, Kenichiro Sakuraba, Doppo Matsubara, Takeshi Yasuda	122
Application of composite yarn combining metallic fiber and polyester filaments to a sensor	Kengo Kubotera, Eiichi Higuchi, Akihisa Higuchi, Etsuko Yamamoto, Takeshi Ueno	124
Faster undressing of new influenza protective wear	Takashi Kato, Kenji Iwasaki, Akihiro Hirayama, Kaoruko Fujita	126

Transfer Printing of Cotton fabrics	Shin Soeda, Ichiro Enomoto, Noboru Sakurai	128
Product development of Tokyo sky tree sightseeing goods	Akihiro Hirayama, Takashi Kato, Akira Horie, Michail Gkinis, Yuko Aoyama	130
Product development of a nursing brassiere with consideration of the body	Kaoruko Fujita, Yuka Mitsuhata, Machiko Sujino	132
Surface modification of polyethylene nonwoven fabric by plasma treatment	Ichiro Enomoto, Shin Soeda, Noboru Sakurai, Kazuya Mishima, Takashi Kobayashi, Kei Iiyama, Hiroyuki Kanemura	134
Establishment of a Clothing Pressure Measuring Method for Stretch Textiles	Hiroko Sugatani, Kenji Iwasaki, Takumi Yamada	136
Abstracts other published papers and presented at society meeting		
Papers	139
Presentations	143
Review	157

論文

論文

X線の屈折と透過を利用した凹面レンズによる集光と 高解像度イメージング

河原 大吾*¹⁾ 高田 茂*¹⁾

Study of high-resolution radiography by x-ray with refractive lens

Daigo Kawahara*¹⁾, Shigeru Takada*¹⁾

The x-ray compound refractive lens (CRL) are lens with array of concave wall, and suited for high resolution imaging with hard x-ray. However, there are problems to apply CRLs to nondestructive test with hard x-ray; cause of low refractive index of hard x-ray, and radiating x-ray to out of focus. In this study, we produced CRLs experimentally with polystyrene or aluminum round bars, have array of holes. We measure dose rate of hard x-ray passing through CRL, and take images by their x-ray with imaging-plate (IP) at some distances from end of CRLs. As a result, transit dose rate of hard x-ray passing through CRLs was lower than dose rate used general radiographic testing. Then, aspect ratio of images taken with hard x-ray passing through CRLs were increasing with distance from edge of CRL.

We confirmed that hard prototype of CRLs refracted hard x-ray with 400kV of tube voltage. However we must develop the CRL to advanced stage, with design of lens parameters; curvature factor, gap of concave faces, and optimal rate between lens materials to shorten focal distance and to decrease radiating x-ray.

キーワード：非破壊検査，X線，屈折レンズ，高解像度イメージング

Keywords：Nondestructive test, X-ray, Compound refractive lens, High resolution imaging, Radiography

1. 緒言

透過 X 線像を用いた非破壊検査は視覚的に理解しやすいためよく利用されている。近年，商品の小型化が進むにつれ，加工品中の微小なキズを検査する需要は高まっている。そのため，透過 X 線像を拡大する方法が開発されてきた。

拡大された透過 X 線像を得る方法として，X 線発生源の径を小さくする（微小焦点）方法が利用されているが，ターゲットの冷却や厚さの問題があり，高エネルギー X 線の発生は困難とされている。別の方法として全反射や屈折を利用した X 線レンズ法があり，開発が進められてきた¹⁾。例えば，屈折を利用した X 線レンズはシンクロトロン等の大規模な加速器から発生する放射光に実際に適用されている。しかし，適用されている X 線は方向の揃った 20～50 keV の低エネルギー X 線であり，一般的な X 線管からの X 線や高エネルギー X 線への適用例はない。⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾

以上の状況から，屈折を利用した X 線レンズを試作して，一般的な工業用 X 線管球からの高エネルギー X 線に適用し，拡大された透過 X 線像の撮影を試みた。レンズ試作のためにはいくつかの解決すべき課題があった。

まず，X 線の屈折率の低さがある。X 線の屈折率は可視光とは異なり，1 より僅かに小さいだけなので，屈折される角度は非常に小さい。そのため，本研究では，曲率の強い凹レンズを多段にして使うことで X 線の集光を試みた。図 1 の上段に凹面レンズを多段に並べたときの概念を示した。レンズ材質中に球状の空間が薄い壁を隔てて直線状に並んだような形状になる。

2 番目の課題として，X 線管から放射される X 線の向きが揃っていないという問題がある。一般にレンズで集光される

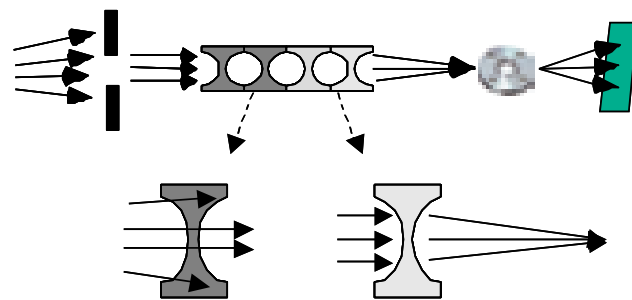


図 1. 多段凹面レンズによる X 線の集光

(凹面レンズを多段に組み合わせることにより集光度が向上する。また，レンズ材を段階的に変更して集光に向かない X 線を低減する段階・X 線をなるべく低減させずに集光する段階という役割分担が可能である。)

*¹⁾ 技術経営支援室

のは平行な光線か1点から放射状に出ている光線である。X線管のX線発生源（通常、焦点と呼ばれるが、ここではレンズの焦点と混同しないため発生源と呼ぶ）は通常数mmの寸法を持つため、放射されるX線の方向は平行でも放射状でもないものになる。また、レンズ内では方向がまちまちな散乱線も発生する。そのため、屈折で絞るだけではX線は1点に集光されない可能性がある。この課題は、多段凹面レンズの特性により改善できると考えられた。つまり、凹面レンズは周辺が厚いため、周辺部を通過するX線は吸収を受けやすく、多くのレンズを通過する間に、レンズの中心軸付近を平行に進むX線だけが選択的に残される。さらにX線の透過率が異なる材料のレンズを組み合わせることで、一層X線の平行度が良くなると予想された（図1の下の方参照）。

3番目の課題はレンズの精度と寸法である。多段球面凹面レンズの焦点距離 (f) は、凹面曲率 (R)、レンズ重ね数 (N)、屈折率 (n) との間で次式の関係にある。

$$f = \frac{R}{2N(1-n)} \dots\dots\dots(1)$$

X線の $(1-n)$ は 10^{-5} 程度であるから、 f をmのオーダーにするためには、 R をmm、 N を100のオーダーにする必要がある。材料内に直径数mmの球形空間100個を、薄い壁を隔てて直線状にずれなく並べたレンズを製作することは非常に高度な技術が必要である。そこで、本研究では球面の代わりに側面に円筒状の孔をあけた多重レンズ（以下、多段孔式凹面レンズ）を作製することにした。このレンズは、球面レンズより製作しやすいが、X線は孔の軸に直角な方向にしか集光されないため、拡大されたX線透過像を得ることはできない。しかし、X線の屈折の効果を確かめることができ、将来の球面凹面レンズ作製のための情報を得ることができる。

2. 実験

2.1 多段孔式凹面レンズの製作 レンズ材料は、比較的X線を通しやすいポリスチレン、およびアルミニウムを選んだ。レンズは、上記材料の長さ500mm、直径50mmの丸棒の側面に、NCフライス盤を用いて直径5mmの孔を長軸方向に沿って1mmの隔壁を残しながら加工することで製作した。孔はレンズの強度を保つため貫通させず深さ45mmまでとした。製作したレンズの孔の個数は82本になった。図2の上段の上はアルミニウム製、下はポリスチレン製の多段孔式凹面レンズ、下段はアルミニウム製レンズの孔の部分拡大した写真である。

2.2 X線発生装置の選択とレンズ取り付け 本研究の目的の一つは高エネルギーX線の集光である。そのためには高い管電圧が掛けられるX線発生装置が望ましい。それで、今回はエクスロン・インターナショナル製MG452型（最大管電圧450kV、管電流10mA）を選んだ。

製作した多段孔式凹面レンズは長さが500mmあるので、

レンズの軸とX線管から出てくるX線の方向を合わせないと、レンズを通過するX線量が大きく減少してしまう。そのため、レンズ後方に撮像体を置き、レンズの位置と向きを少しずつ変えながらレンズを透過したX線像の形状と濃度を調べ、レンズの最適な位置と向きを決めた。X線像の撮像は富士フィルム製のイメージングプレートST-VIとIP画像読取装置AC-7を用いた。レンズとX線発生装置の照射窓接合部の隙間やレンズの側面からX線が漏れるのを防ぐため、接

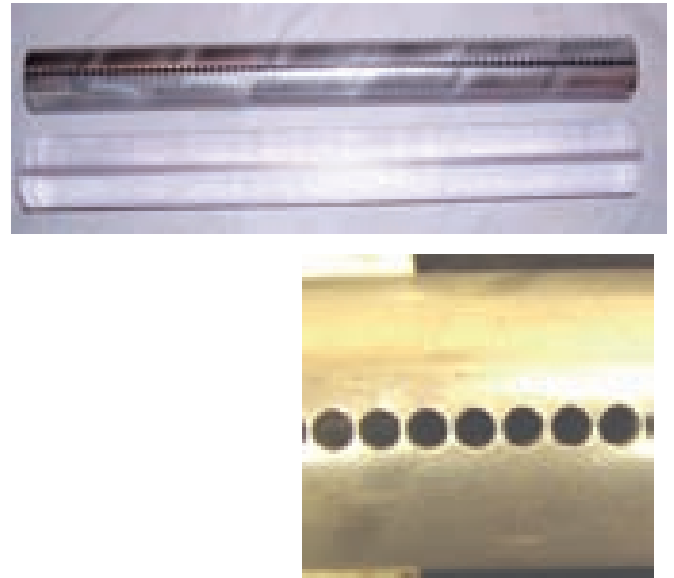


図2. 試作多段凹面レンズ
(レンズ長500mm中に82個の凹面を配列。凹面曲率は5mm、凹面間隔は1mm)

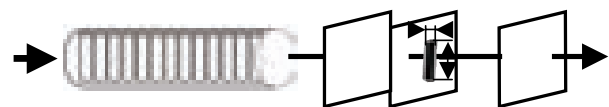


図3. 試験装置
(X線装置に装着された多段凹面レンズ。その後方に線量計を配置して透過線量率の測定を行う。また、イメージングプレートを配置して透過X線の撮像を行う。透過X線像のアスペクト比(縦横比)より集光度を評価する)

合部を含めレンズ側面全体を厚さ2mmの鉛板で覆った。

2.3 多段孔式凹面レンズのX線透過率の測定 試作した多段孔式凹面レンズは透過写真撮影に使う目的があるので、レンズを透過してくるX線の量は多い方が望ましい。そこで、試作レンズのX線透過率を次のように測定した。X線発生装置に多段孔式凹面レンズを図3のように接続し、レンズの後方300mmの位置で電離箱型線量計（本体：東洋メディック製RAMTEC1000D，電離箱プローブ：エクストラディン製model A4）を用いて透過X線の線量率を測定した。レンズを置かないときの線量率と比較してレンズの透過率を算出した。レンズはポリスチレン製とアルミニウム製のもののほか、ポリスチレン製を2本及びアルミニウム製1本とポリスチレン製1本を直列に繋いだ場合も試した。また、4mmの銅板の透過率も比較のために測定した。X線装置の管電圧は50～400kV，管電流10mAとした。

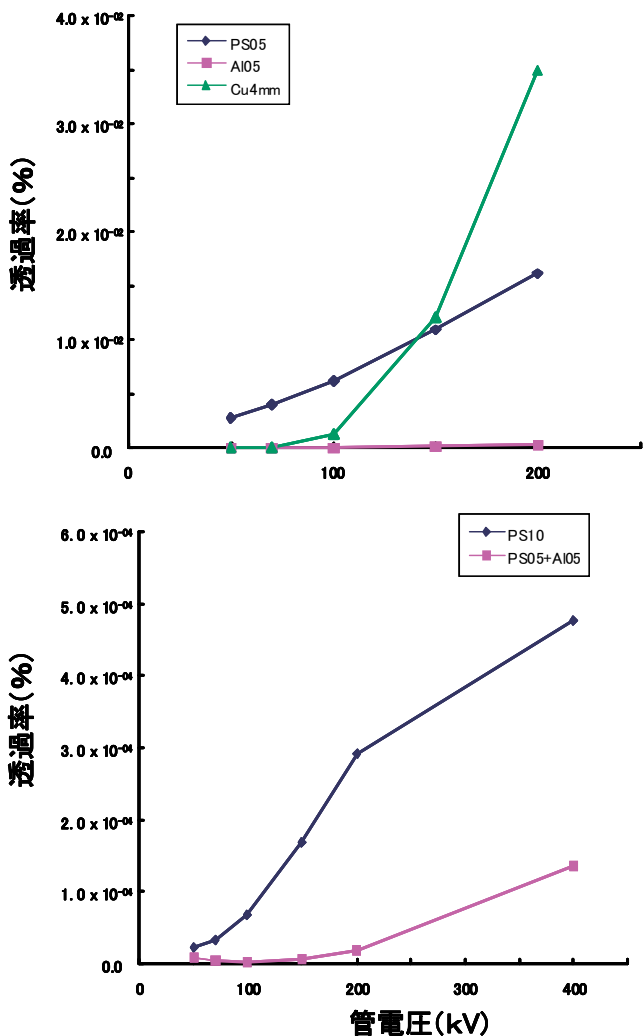


図4. 多段凹面レンズに対するX線透過率

(PS05：ポリスチレンレンズ500mm，PS10：ポリスチレンレンズ1000mm，Al05：アルミニウムレンズ500mm，Cu4mm：銅板4mm)

2.4 X線の屈折の確認 試作した多段孔式凹面レンズにより高エネルギーX線が屈折されていることを確認するため、次の実験をした。

試作レンズを透過線量の測定時と同様にX線管に装着し、レンズの前後に幅5mmの鉛製スリットを設けた。両スリットを通過したX線の像をレンズ後方に2.2で用いたのと同じイメージングプレートを設置して撮影した。レンズとイメージングプレートの距離を変え、感光部の形状の変化を面積及びアスペクト比（感光部の縦横比）で調べた。この形状の変化と距離の関係から屈折が起きているかどうかを確認した。レンズ後面とイメージングプレートの距離は1.5, 21.5, 118.5cmとした。レンズは、ポリスチレン製レンズを2本つなげたものとポリスチレン製1本とアルミニウム製レンズをつなげたもの（アルミニウム製をX線源側）を用いた。後者はX線をアルミニウム製レンズでレンズ中心軸付近を通る細い平行ビームに絞り、ポリスチレン製レンズでさらに屈折させることを考慮したものである。X線装置の管電圧は400kV，管電流は10mAとした。

3. 結果と考察

図4にX線のエネルギーと試作した多段孔式凹面レンズに対するX線の透過率を示す。

管電圧200kVまでのX線の場合の透過率を図4の上段に示した。アルミニウム製レンズでは透過X線を検出できなかった。ポリスチレン製レンズでは1/10,000程度の透過率であり、150kV以上では4mm銅板より小さかった。通常のX線

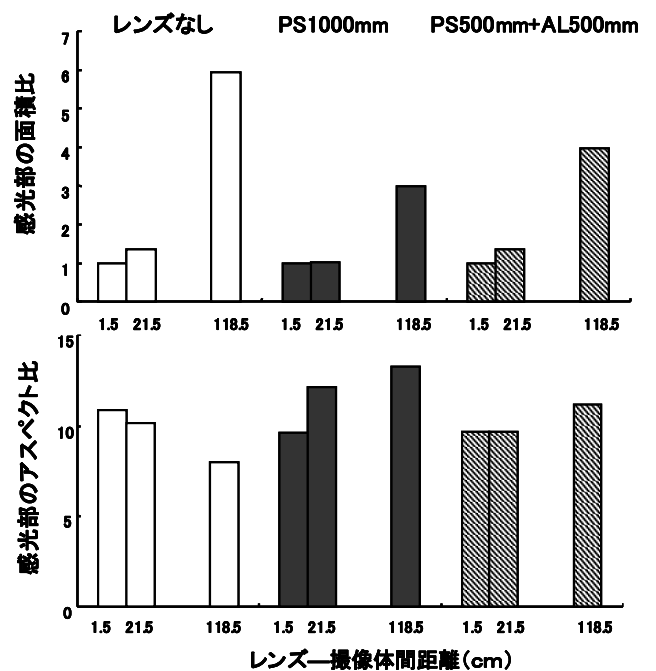


図5. 多段凹面レンズによるX線の屈折

(PS：ポリスチレンレンズ，Al：アルミニウムレンズ。面積比：レンズ-撮像体間距離1.5cmを基準とした感光部面積の比。アスペクト比：感光部長さ×感光部幅)

透過写真撮影ではX線を硬くする目的で銅板をろ過板として使用することがあり、管電圧200kVのX線に対しては2mmの銅板が使われる。2mmより厚い銅板は透過X線の量が少なくなり過ぎるので使われない。今回、4mm銅板より透過X線量が少ないことは、レンズのX線透過率が透過写真撮影用としては小さすぎることを意味している。

200kVから400kVまででは、図4の下段に示すように、ポリスチレン2本のレンズもアルミニウムとポリスチレンをつないだレンズも1/1,000,000のオーダーの透過率であった。これは200kVのときのポリスチレン製レンズ1本に対する透過率のさらに1/100であり、レンズには、透過するX線量に大きな問題があることが分かった。

この原因の一つは孔と孔の間にある壁による吸収である。壁の厚さは最も薄いところでは1mmしかないが、80箇所以上あるため、全体としての透過率は大きく低下していると思われる。壁厚を小さくすることが直接的な解決策であるが、加工精度の問題やレンズ強度の問題があり、今後の課題である。イメージプレートなどの高感度撮像装置を使うことである程度のX線量不足はカバーできるが、今回の試作レンズのX線量不足はカバーできる範囲を超えていた。

図5にイメージプレート感光部の距離による面積変化とアスペクト比をレンズ無しの場合と共に示した。感光部面積は、もしX線がレンズで集光されていれば距離と共に減少するはずである。しかし、図5の上段に示すように実際には増加しており、少なくとも今回の試作レンズではX線が焦点に向かって集光されてはいないことが分かった。

感光部のアスペクト比については、多段孔式凹面レンズの場合、孔の軸に直角方向にのみ集光されるので、集光効果があれば感光部のアスペクト比は大きくなる、すなわち、感光部の形状が距離と共に集光された方向に相対的に狭くなっていくと考えられる。図5の下段から判るように、レンズ有りの場合、アスペクト比は距離と共に大きくなっている。レンズ無しの場合にアスペクト比は距離と共に減少していることと較べると、試作レンズにおいてもX線の屈折による集光効果は起きていると判断できた。

以上の結果から、試作レンズは高エネルギーのX線を屈折させて曲げていることが判った。しかし、実際に焦点に集光させるだけの屈折能力はなかった。X線をより強く屈折させ集光するには、孔の曲率半径を小さくする、孔の数を増やす、ことが考えられる。しかし、丸棒に加工する深孔の半径を小さくすることは、高精度の加工技術を必要とすることに加えて、X線の透過率の面では不利な方法であり、今後の課題である。凹面の加工の改善策として、丸棒への深孔加工ではなく、溝加工を施した板材を重ね合わせるといったアプローチ等が考えられる。材質の面では、ポリスチレンが透過率でもアスペクト比でも良い特性を示した。アルミニウムは透過率の面で大幅な改善が必要であった。レンズ材の組み合わせの配分について、最適な条件を模索する必要がある。

4. 結言

高エネルギーX線の屈折を確認するために、丸棒に連続孔をあけた多段孔式凹面レンズを試作した。レンズを通過したX線像のアスペクト比の変化から、管電圧400kVの高エネルギーX線が屈折されているのを確認できた。

試作した多段孔式凹面レンズを実用に向けて設計するにあたって、透過率の向上、焦点距離の短縮、連続球面の作製に取り組む必要である。

本研究のレンズ加工にあたって、産技研城東支所の皆様に指導いただいたことに謝意を表する。

(平成22年7月5日受付, 平成22年9月3日再受付)

文 献

- (1) I. Snigireva, A. Snigirev: "High energy X-ray micro-optics", C. R. Physique, 9, pp. 507-516(2008).
- (2) I. Snigireva et al., High resolution imaging and lithography with hard x rays using parabolic compound refractive lenses, Rev. Sci. Instrum., 73(3), pp. 1640-1642(2002).
- (3) I. Snigireva, J. Tummler, et. al., A microscope for hard x rays based on parabolic compound refractive lenses, appl. Phys. Lett., 26(28), pp. 3924-3926(1999).
- (4) R. Tatchyn, R.H. Pantell, et. al., Cylindrical compound refractive x-ray lenses using plastic substrates, Rev. Sci. Instrum., 70(9), pp. 3545-3548(1999).

論文

ハンドルハブの耐久試験用万能ジグの開発

小西 毅*¹⁾ 島田 茂伸*²⁾ 市川 泰章*³⁾

Development of an all-purpose jig for the fatigue testing of steering-wheel hubs

Takeshi Konishi*¹⁾, Shigenobu Shimada*²⁾, Yasuaki Ichikawa*³⁾

The steering wheel hub (called hub, hereafter) is a product that connects the steering wheel and the steering wheel shaft in a car. It has the important function of directing the car in the intended direction. There are two fatigue test standards by which to test the hubs; one is JASO C713 for genuine products, and the other is the ASEA standard of NAPAC for aftermarket products.

Since the hubs may have different shapes, some jigs are needed to fit into between the hubs and the testing machine when testing.

The authors have developed a new jig system for the fatigue test for the hubs. The new jig has a specific feature enabling it to be applied to any hub. Moreover, it has a self alignment mechanism so that the defined testing force is applied to the hub directly and properly.

キーワード：自動車，ハンドルハブ，JASO C713，安全設計，耐久性

Keywords：Car, Steering wheel hub, JASO C713, Complete safety design, Durability

1. はじめに

ハンドルハブは，自動車用ハンドルとハンドルシャフトとを連結させる製品である。機能と特徴は，自動車を意図する方向へ走行させるための重要な機能用品であると同時に，ファッション用品としての役割ももっているがドライバーの安全に係わる大事な部品である。ハンドルハブに関しての団体規格としては，1983年に自動車メーカーのライン装着の試験規格として社団法人自動車技術会が出版した自動車部品—ステアリングホイールの試験方法（JASO C713）¹⁾が制定されている。この試験規格の項目に耐久試験がある。一方でアフターマーケット製品用に考案された試験規格としてNAPAC（日本自動車用品・部品アフターマーケット振興会）²⁾のASEA基準がある。ASEA基準はJASO C713の耐久試験に準拠し，試験力・負荷回数などのパラメータをより明確に記載されている。

規格に則って試験を行うためには，試験機（図1）とハンドルハブに対応したジグが必要となる。

ジグの準備に関して，現状では次の問題点があった。

- (1) 試験機に装着するために製品ごとに異なるジグを作る必要がある。
- (2) 個別に作ったジグは規格どおりの力が加わらない構造であった。

JASOC713では，ジグの要件として「試験負荷以外が加わ

らない構造とする」が求められている。

本開発では，任意のハブに取り付け可能な万能ジグで，規格どおりの力をかけられるジグの開発を目指した。

試験対象は，自動車部品アフターマーケット部品であるハンドルハブ（国内全種類）の耐久試験とした。この規格では性能評価は静的強度試験・耐久強度試験及び耐環境試験が規格化されている。

本開発では静的曲げ試験・静的ねじり試験・曲げ耐久試験・ねじり耐久試験（図2～図5）を実施できる万能ジグを開発したので報告する。



図1. 往復動耐久試験機

2. 開発ジグの概要

図2～図5の負荷は，静的曲げ試験・静的ねじり試験の場合1098Nであり，曲げ耐久試験・ねじり耐久試験の場合は±221Nである。

図2～図5に示す試験を実施するには，図1の試験機を利

*1) 電子・機械グループ

*2) デザイングループ

*3) 株式会社ワークスベル

用する。この試験機は圧縮・引張が可能である。試験ジグを使えばハンドルハブに試験力を与えることが可能である。

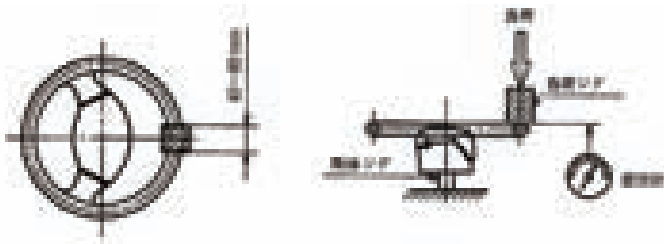


図 2. 静的曲げ試験

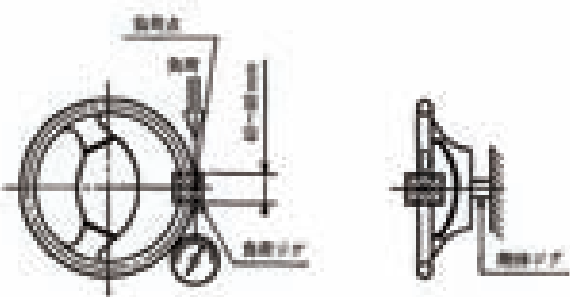


図 3. 静的ねじり試験

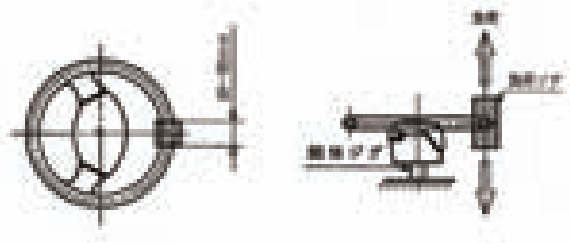


図 4. 曲げ耐久試験

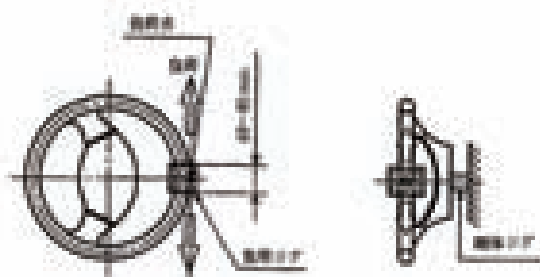


図 5. ねじり耐久試験

JASOC713にある「試験荷以外が加わらない構造」を検討するにあたり、試験実施の際に想定される荷重を考える。試験機は直線方向のみに試験品に荷重をあたえる。したがって、荷重を与えられた試験品にはひずみが生じ、直線方向の荷重は徐々に分力となる。図 6 は試験品に対する系と荷重である。

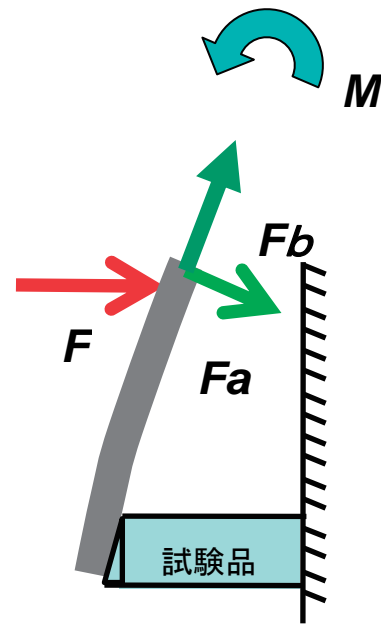


図 6. 従来の試験モデルと力・モーメントの関係

周期的な力 F を与えることにより、モーメント M と張力 Fb 、ジグに対して垂直力 Fa が発生する。これらの力は以下の式で示される⁽³⁾。

$$F = A \sin \omega t \quad \text{より} \quad (1)$$

$$Fa = A \sin \omega t \cos \left(\frac{l^2 A \sin \omega t}{2EI} \right) \quad (2)$$

$$Fb = A \sin \omega t \sin \left(\frac{l^2 A \sin \omega t}{2EI} \right) \quad (3)$$

$$M = l A \sin \omega t \quad (4)$$

A : 最大試験力

ω : 角周波数

E : ヤング率

I : 断面 2 次モーメント

l : 支点から作用点までの距離

T : 時間

これらの力の中で試験品への加重として Fa のみが必要であり、それ以外の力は余剰力となる。 Fa を所定の加重とするためには、ハリに対し力を加えても常に垂直に力が加わる構造を実現しなければならない。また、動作変位において荷重側に動く機構を考える必要がある。

本開発で考案したジグは以下の部品から構成される。

【クロスローラーリング】

図 7 はクロスローラーリング (THK 株式会社製 RU178(G)) である。クロスローラーリングは試験機の動作部であるシリンダー部を旋回させるための部品である。このクロスローラーリングはシリンダーの荷重に耐えつつ旋回を低トルクで行わなければならない。そのため、このクロスローラーリングの起動トルクは $1N \cdot m$ 、アキシャル耐荷重は $100Kgf$ のものを選択した。図 8 は、クロスローラーリングと旋回

テーブルを締結するための旋回テーブル用板金ジグである。



図7. クロスローラーリング

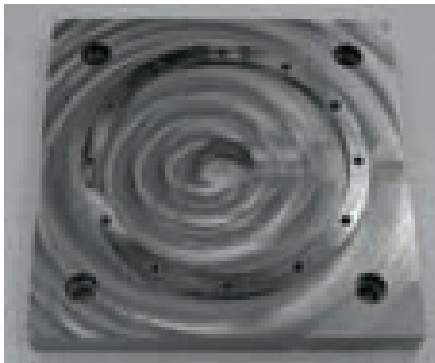


図8. 旋回テーブル用板金ジグ

【アーム】

図9はアームである。アームはハンドルハブと試験機の駆動部分とを接続する部品である。特徴として国産のハンドルハブを接続できるようにするために12箇所の接続穴をφ70mmとφ74mmの円周に等間隔にあけている。またボールジョイントを接続することができるネジ穴を上面と側面に設けている。

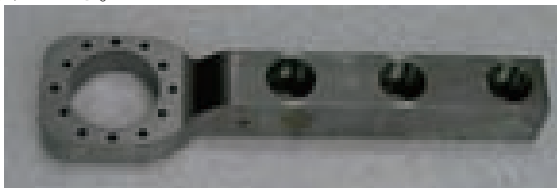


図9. アーム

【ボールジョイント】

図10はボールジョイントである。ボールジョイントはアームに締結することができ、締結箇所を変更することが可能である。



図10. ボールジョイント

【XY テーブル】

図11はXY テーブルである。XY テーブルはハンドルハブに適確な試験力を与えるために位置合わせをするために用いる部品である。使い方は試験機のスタンドに固定し、ハンドルハブの中心位置を試験機駆動部と同じ高さなるよ

うつまみで調整を行う。

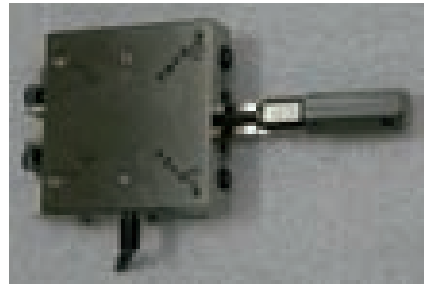


図11. XY テーブル



図12. 試験機に取り付けた様子

全ての部品を試験機に取り付けると図12のようになる。

試験ジグ全体の特徴としては、試験機のシリンダーの動きに追従し、旋回テーブルが旋回する。旋回する向きは、アームに対し法線方向に負荷を与える向きに旋回する。

試験ジグを使用し、試験品に負荷をかけたときの図を図13に示す。旋回テーブルとボールジョイントを装着しているため、ジグに対し常に垂直方向に負荷を加えることが可能となった。

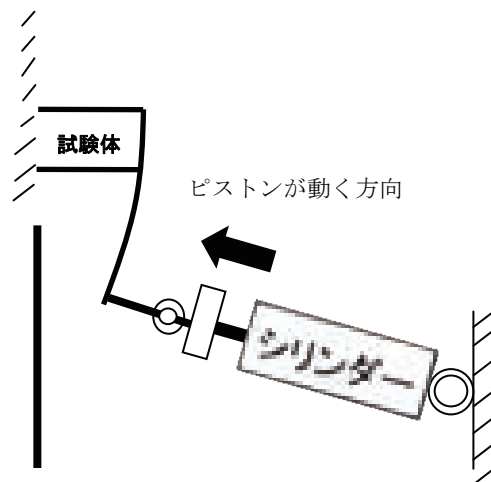


図13. 開発ジグの使用時におけるモデル

3. 開発ジグによる耐久性評価

開発したジグを往復動耐久試験機に装備し、ハンドルハブの耐久性評価を行った。試験条件はJASO C 713に規程される曲げ耐久試験及びねじり耐久試験を行った。試験条件

は以下の通りである。

- ・ 周波数：1Hz
- ・ 最大負荷：±221N
- ・ 制御方式：力制御
- ・ 動作パターン：正弦波
- ・ 目標回数：10万回

当試験でロードセルから得られたデータは、図 14 及び図 15 である。図 14 は曲げ耐久試験の初期サイクルにおけるロードセルからの応答の図である。応答は正弦波である必要があるため正弦波との相関を求めた。相関は 0.9 であった。図 15 はねじり試験の初期サイクルにおけるロードセルからの応答の図である。応答は正弦波である必要があるため正弦波との相関を求めた。相関は 0.9 であった。

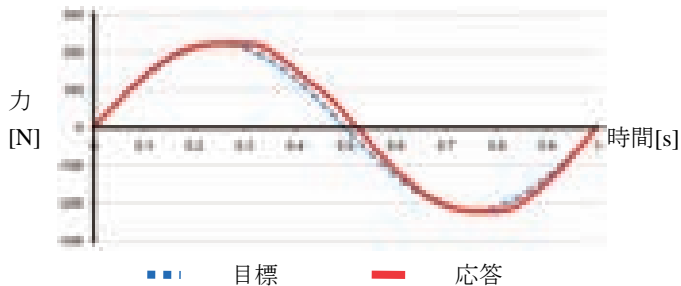


図 14. 曲げ耐久試験の目標と応答との比較

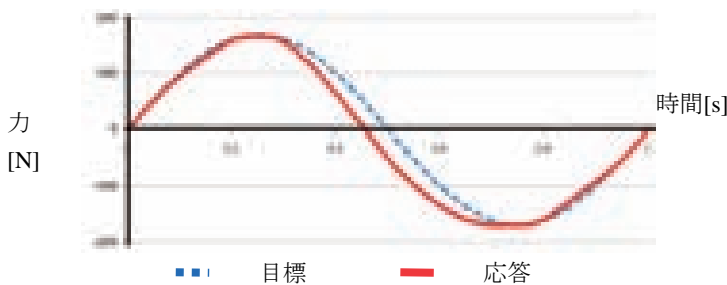


図 15. ねじり試験の目標と応答との比較

結果として曲げ耐久試験(図 16)及びねじり耐久試験(図 17)については、試験前後の制御用ロードセルからは異なる値が示された。

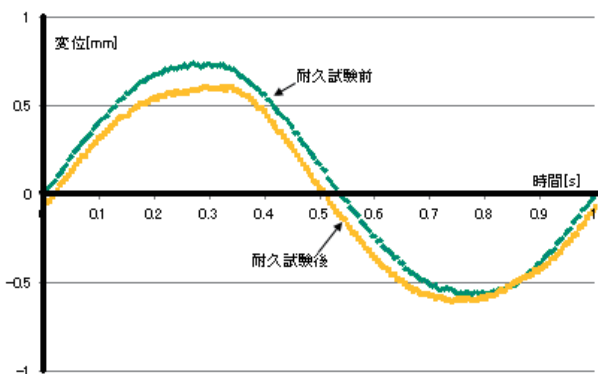


図 16. 曲げ耐久試験の試験前と試験後の変位の違い

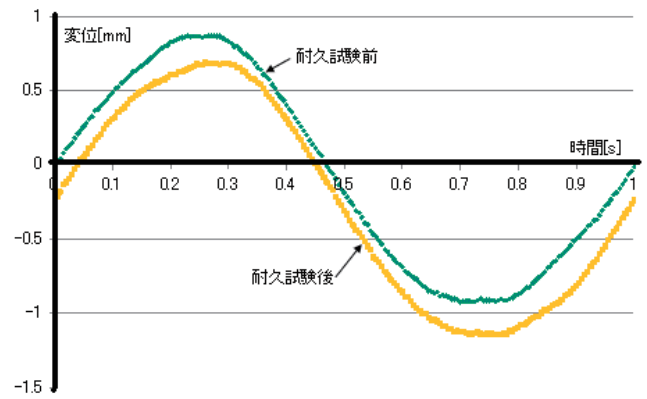


図 17. ねじり耐久試験の試験前と試験後の変位の違い

試験前・試験後の値を比較するため、相関を計算すると 0.7~0.9 以内であった。ハンドルハブに対して主な破損や亀裂などはないと判断できる。

4. まとめ

ハンドルハブの試験に必要な万能ジグを開発した。考案した試験機のジグは、JASO の試験力以外に余分な力が加わらない構造とするという規定を解決した。また、ハンドルハブの耐久試験も行い、ハンドルハブに異常がないことを確認した。

本開発で作製したジグの仕様及び性能を平成 22 年 3 月 24 日に NAPAC の技術委員会へ報告し、NAPAC から当センターが ASEA 基準認定のための指定試験機関として認定された。

(平成 22 年 7 月 1 日受付, 平成 22 年 10 月 15 日再受付)

文 献

- (1) 社団法人自動車技術会 規格会議審議:「JASO C 713(2008),社団法人自動車技術会 pp.4~12
- (2) NAPAC : <http://www.napac.jp/>
- (3) 宮本 博,菊池正紀:「材料力学」,裳華房,pp.72~83

論文

高信頼なインライン計測システムのためのストレージアーキテクチャ

金田 泰昌*¹⁾ 入月 康晴*¹⁾ 佐野 宏靖*²⁾

Storage Architecture for a Dependable In-line Measurement System

Yasuaki Kaneda*¹⁾, Yasuharu Irizuki*¹⁾, Hiroyasu Sano*²⁾

Recently, information technologies are often used in field instruments. The reason is that efficient production and In-line measurements for which both production and measurement are performed in the same line will become possible. However, there is a problem that digital data obtained in a field can be tampered with very easily. A major solution to this problem is connecting the data management system to field instruments via a network. But in some cases, it may not be possible to connect field instruments to a network because of security. Accordingly we aim to develop a stand-alone embedded instrument that can obtain and manage data in the field, and have studied the necessary architecture. As a result, we achieved a mirroring system using FPGA and flash memory that can write data at the rate of about 26KByte/s and improve the availability of instruments. By using a watchdog timer, a new mechanism is proposed such that the data receiving process can restart as soon as possible in the event it stops. In the experiment, it is demonstrated that the constructed system can receive and manage data sent at 64Byte each 100 millisecond without fault.

キーワード：インライン計測, 信頼性, ストレージ

Keywords : In-line measurement, dependability, storage

1. はじめに

近年, 生産設備のIT化が進められている。その背景として, 生産情報の電子化により生産の効率化が行えることが挙げられる。また, センサの高速化・高精度化・低価格化により同一ライン上で生産と計測を行う「インライン計測」が可能となってきており, その結果として効率的に製品のトレーサビリティを確保することが可能となってきていることも背景として挙げられる。

このように電子データを用いることで様々なメリットが得られる反面, 電子化された情報を改ざんし, 商品の品質を偽装する問題が多発している。たとえ電子データを生産ラインの中で計測・記録できたとしても, そのデータの信頼性が保証されなければトレーサビリティの保証にはならない。このような問題から, 様々な業界で電子データの信頼性確保について感心を寄せており, 各業界で電子データの取り扱いについての規約を定める活動が始まっている。例えば製薬業界では, FDA (Food and Drug Administration: アメリカ食品医薬品局) が電子データに対する取り決めとして 21 CFR Part11⁽¹⁾を定義しており, また日本では厚生労働省が平成17年4月1日に FDA 21 CFR Part11 をベースとした「医薬品等の承認又は許可等に係る申請等における電磁的記録及び電子署名の利用について」という通達(薬食

発第0401022号)⁽²⁾を出している。

電子データの信頼性確保に関する技術的な解決方法としては, 物理的に1回しか書込めない(WORM: Write Once Read Many)メディアをマスタデータの保存に用いることで, マスタデータの改ざんを防止するものがある⁽³⁾。しかし, 大容量のWORMメディアは高価であり, 大量の生産情報を保存するメディアとしては不適切である。また生産設備とストレージサーバとをネットワークで接続し, データ管理システムを構築する方法がある。しかし, 例えば屋外でデータを取得する場合等, データの取得現場の状況によってはネットワークに接続出来ないケースがある。またセキュリティ等の理由で機器をネットワークに接続したくないケースも存在する。さらに, ストレージサーバを導入することで, サーバ設置に伴うコストやサーバメンテナンスにかかるコストが非常に高くなる問題もある。

一方, ネットワークに接続出来ない飛行機や車の事故原因等を追跡する目的で, フライトレコーダーやドライブレコーダーと呼ばれる, 運転履歴データ等を記録・管理する装置が存在する。これらと同様に, 生産現場にも専用のデータロガーが存在すれば, ネットワークを介すことなく生産情報を保存・管理することが可能となる。

そこで本研究ではネットワークに接続出来ない生産設備において, そこで得られた電子データの品質を保証するために, スタンドアロンで生産情報を高信頼に保存・管理することが出来るストレージ機器を開発することを目指す。

*1) 情報技術グループ

*2) 電子・機械グループ

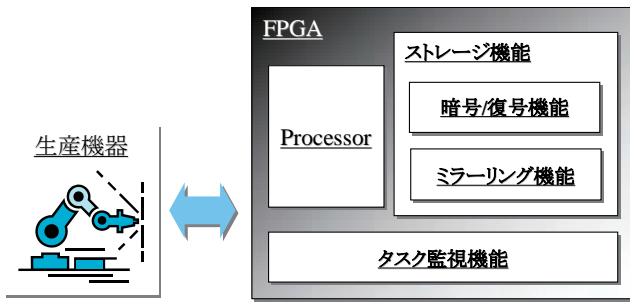


図 1. システムの概略

2. システムの要件と方針

スタンドアロンで生産情報を高信頼に保存・管理する組み込み機器に求められる要求事項を整理すると以下の 3 つの項目になる。

(1) 不正操作等によるデータ改ざん防止機能の実現

データの品質を保証するために、記録された生産情報が改ざん出来ないことが必要条件となる。そこで、ストレージ部分の機能を他機能から分離し、外部からはストレージのアドレスを直接参照できない構成を採用する。これにより、不正なアクセスやプログラムの暴走によるデータの改ざんを防ぐことが出来る。

(2) 大容量データの長時間安定記憶の表現 生産設備は 24 時間稼動することもあるため、長時間にわたり安定的に、かつ取りこぼし無くデータを記録する必要がある。そこでミラーリングを用いて、システムの可用性を向上させる。さらに、処理の動作状態を監視することで、万が一処理が停止したとしても素早く復帰できる手法を検討する。

(3) 盗難時のデータ読出し防止機能の実現 スタンドアロンでの使用を前提としているため、万が一の盗難等によるデータの読出しを防ぎ、データの流出を防止する必要がある。そこで、データの暗号化を採り入れる。ここでは、

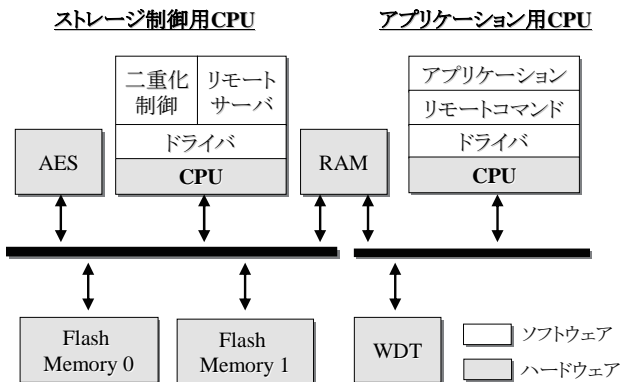


図 2. システムの全体構成

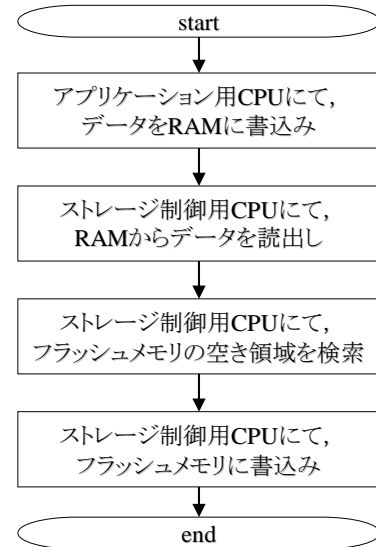


図 3. 書き込みフロー

生産性を妨げることなく暗号化を実行する手法について検討する。

以上の 3 項目を採り入れたシステムの概略を図 1 に示す。なお本研究では FPGA を用いて実装・評価を行う。

3. 実現手法

3.1 全体構成 システムを構成する主要なパーツを図 2 に示す。次節からは、2 章で挙げた 3 つの項目について主要パーツと対応させながら説明する。

3.2 データ改ざん防止機能の実現手法 図 2 に示すように、ストレージ制御用 CPU とアプリケーション用 CPU との間に RAM を介して接続しており、二つの機能を物理的に分離している。そして各 CPU 間の通信はリモートサーバおよびリモートコマンドを用いて行う。これによりアプリケーション側からフラッシュメモリのアドレスを直接参照出来ない仕組みとすることが出来る。

アプリケーション用 CPU からデータを書き込むためには、アプリケーションから書き込みたいデータを RAM に書き込むと、ストレージ制御用 CPU は RAM にあるデータを取得した後、フラッシュメモリの空き領域を検索し、空き領域にデータを書き込む。このように、一度書き込まれたデータ領域を上書きしないことで、データの改ざんを防いでいる。以上の書き込みのフローを図 3 に示す。また、アプリケーション用 CPU からデータを読み出す際は、読み出したいデータのインデックスを RAM に書き込むことで、それに対応したデータをストレージ制御用 CPU が検索し、アプリケーションに返す。なおデータを書き込む際に、フラッシュメモリにデータのインデックステーブルも同時に構築しておくことで、読出し時の検索効率を向上させることも可能である。

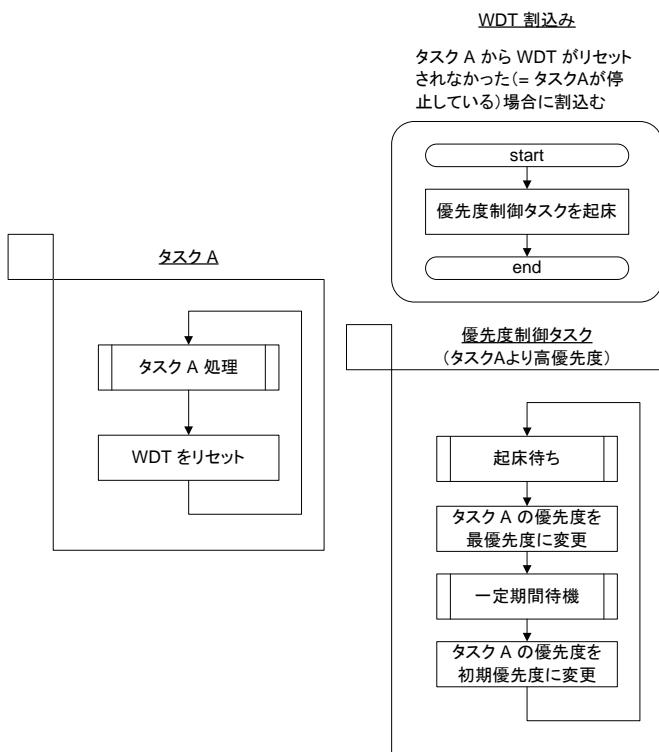


図 4. タスク停止を検出・復帰するための機構

3.3 大容量長期間記憶の実現手法 図4に示すような本ミラーリング方式では、ソフトウェア的にメモリの二重化制御を行っている。また二重化制御では、①データ書き込み制御、②データ読み出し制御、③ホットスワップ、④自動リカバリ、の4つの機能をサポートしている。さらに、耐久性に優れ、近年大容量化・低コスト化が進んでいるフラッシュメモリを採用することで、ハードウェア的にも長時間の安定稼働を実現している。

本研究で構築したシステムはマルチタスクシステムであり、様々なタスクが切り替わりながら動作している。そのため、一つの処理が長時間実行されていると、他の処理が実行できなくなってしまう(停止してしまう)。例えば、受信タスクと書き込みタスクの二つのタスクが存在した場合、書き込みに処理時間がかかるとデータ受信タスクが実行することが出来ず、最悪の場合データを取りこぼしてしまう恐れがある。

そのためストレージ制御部での処理の停止を検出・復帰するための機構を、タスクAを例として、図4に示す。タスクAでは処理を行う度にWDT(ウォッチドッグタイマ)のリセットを行うようにしておく。これにより、タスクAが何らかの理由で処理が停止してしまうとWDTがリセットされずWDTの割込みがかかる。WDT割込みが発生するとタスクAが停止していると判断し、強制的にタスクAの優先度を変更するための処理(優先度制御タスク)を起動する。ただし、優先度制御タスクは全タスクの中で一

offset	register name	31	2	1	0
+0	Control		data set mode	mode	start
+1	Data0	Data [31..0]			
+2	Data1	Data [63..32]			
+3	Data2	Data [95..64]			
+4	Data3	Data [127..96]			

図 5. 暗号化ハードウェアのレジスタマップ

表 1. コントロールレジスタの詳細

Bit	Specifications
start (R/W)	(書き込み時) 1: Start (読み込み時) 1: Execute 0: Stop
mode (R/W)	1: 復号化 0: 暗号化
data set mode (R/W)	1: データレジスタは鍵 0: データレジスタは明文

番優先度が高いとする。そして、優先度先行タスクからタスクAの優先度を一時的に高くすることで処理の停止を防ぐ仕組みにしている。

3.4 データ読み出し防止機能の実現手法 本システムでは、信頼性の観点から、世界的に標準でありかつ実績のある暗号方式であるAESを採用することを考えた。ただし、組み込み機器の場合処理能力がPCよりも劣るため暗号処理の負荷が高くなり、最悪の場合書き込み性能に影響を及ぼす。そのため生産性を落とすことなく暗号処理を実行するために、暗号化処理をハードウェア化する。

図5にハードウェア実装したAESコアのレジスタマップを示す。レジスタはコントロールレジスタと、4つのデータレジスタで構成されている。1つのレジスタは32ビット幅であり、ゆえにAESは128ビット版となる。表1にコントロールレジスタの詳細を示す。まず初期化時に、コントロールレジスタのdata set modeビットを1にした状態でデータレジスタに鍵データをセットする。その後、data set modeビットを0にしてデータレジスタに暗号/復号したいデータをセットする。暗号/復号に応じてmodeビットをセットし、startビットに1を書込むことで処理が開始する。処理結果を取出す時は、startビットを見ることで処理の状況が確認出来る。処理が終了したら、データレジスタに処理結果が格納される。

4. 機能検証

4.1 暗号化性能評価 表2に暗号・復号処理の実行環境を、表3に1KByteのデータに対する暗号・復号化処理のソフトウェア実装とハードウェア実装の実行時間の比較を示す。ソフトウェア実装の場合、1KByteのデータを暗号化処理するために約673.7msかかっていたのに対し、

表 2. 暗合・復号化処理の実行環境

デバイス	Cyclone II
CPU	Nios II/f
周波数	100MHz
AES 鍵	128bit
処理の文字長	1KByte

表 3. 暗合・復号化処理の実行時間の比較

	暗号化	復号化
ソフトウェア実装	67372036 ticks (約 673.7 ms)	19273398 ticks (約 192.7ms)
ハードウェア実装	211773 ticks (約 2.1 ms)	69863 ticks (約 0.7 ms)

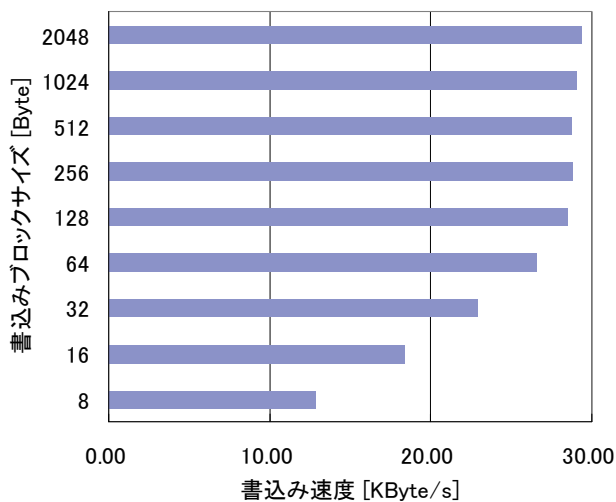


図 6. 各種ブロックサイズの書き込み速度結果

ハードウェア実装をすることで約 2.1ms まで高速化することが出来た。この結果、例えば、64Byte の生産情報を暗号化する場合を例に考えると、従来までのソフトウェア実装のときに必要な実行時間は 42ms となり、これ以上の生産性を得ることは不可能である。一方、ハードウェア実装した場合、64Byte のデータを暗号化するのに必要な時間は約 0.13ms となり、非常に高い生産性の生産設備にも対応することが出来ることが分かった。

4. 2 書き込み速度評価 書き込み性能の評価を行うために、各種ブロックサイズ (8, 16, 32, 64, 128, 256, 512, 1024, 2048Byte) のデータを 800 回書き込み、そのときの平均書き込み速度を求めた。図 6 に書き込み速度の結果を示す。グラフよりブロックサイズが大きくなるにつれ速度が速くなり、128Byte 以上のブロックサイズデータになると約 29KByte/s の性能が出ていることが分かる。これにより、例えば 64Byte のブロックデータを書き込む最大速度は約 26KByte/s であり、1 ブロック書き込むために必要な時間は約 2.35ms となる。これが本システムを用いたときの生産性の上限となる。

5. まとめ

本研究では、フィールド機器用ストレージユニットの開発を目指し、そのために必要となる項目について検討を行った。具体的には、①不正操作等によるデータ改ざん防止機能の実現手法、②大容量データの長期間安定記憶の実現手法、③盗難時のデータ読出し防止機能の実現手法、の 3 つについて検討を行った。①に関しては、データ保存媒体とユーザ空間を、RAM を用いて物理的に切り分けることで、物理的にアプリケーション側から書き込みアドレスの直接参照をさせない仕組みを構築した。その結果、アプリケーション側からデータ保存媒体への不正アクセスを制限することが可能となった。②に関しては、フラッシュメモリの二重化によりハード的な信頼性を高めるとともに、WDT を用いてタスクの停止を検出・制御する機構を実現することでソフト的にも信頼性を向上させた。③に関しては、AES をハードウェア化することで実行速度を向上させ、書き込み性能を妨げることなく暗号化を施すことが出来るようになった。

今後は実用化に向けて、具体的な対象にターゲットを当てた研究を行っていく予定である。

(平成 22 年 6 月 24 日受付, 平成 22 年 8 月 26 日再受付)

文 献

- (1) 21 CFR Part11, Electronic Records; Electronic Signatures— Scope and Application”, FDA, <http://www.fda.gov/RegulatoryInformation/Guidances/ucm125067.htm> (2003)
- (2) 「薬食発第 0401022 号」, 厚生労働省 医療機器の承認申請等に係る関連通知, <http://www.pmda.go.jp/operations/notice/2005/file/0401022.pdf> (2005)
- (3) ヒューレット・パッカード・カンパニー: 「カートリッジ・メモリ・システムを備えた WORM 磁気テープシステム」, 特開 2003-123342(2003)

論文

食品異物検査装置のユーザビリティ向上のためのアルゴリズム開発

大平 倫宏*¹⁾ 山口 隆志*¹⁾ 大原 衛*¹⁾清水 英明*²⁾ 上村 久仁男*²⁾ 斉木 秀夫*²⁾

Usability improvement of X-ray food inspection equipment

Norihiro Ohira*¹⁾, Takashi Yamaguchi*¹⁾, Mamoru Ohara*¹⁾,
Hideaki Shimizu*²⁾, Kunio Kamimura*²⁾, Hideo Saiki*²⁾

To properly set up X-ray inspection equipment of foreign bodies in foods properly has become more and more complicated and time-consuming, because digital image processing used in it has more parameters for more precise inspecting. In this paper, it is reported some methods to lighten the work load of workers who set up the parameters. Using Statistical methods, we construct an auto setting lookup table for adjusting contrast and parameters of inspection algorithm. With the former we confirmed an expansion of a range of grey levels that include domain of foreign bodies in sample data. Furthermore, with we constructed in our former research, we can set automatically limit of parameters that judge input product's image to be not including foreign bodies. It is suitable for food inspection system, since users prefer severely inspecting of foreign products.

キーワード：異物検査，画像処理，ルックアップテーブル，パラメータ，自動設定

Keywords：inspecting foreign bodies, image processing, look-up table, parameters, auto setting

1. まえがき

食品工場で生産される食品パック中にガラス，樹脂，金属など異物が混入し重大事故になる場合があり，画像処理を用いた食品異物検査装置が導入されている。しかし，従来では，検査開始前に食品の種類ごとに複雑な設定を行うことが必要で，生産性を損ねていた。本研究では，前年度までに行った異物判定の画像処理アルゴリズムの研究に引き続き，異物検査装置に事前に1度だけ製品のデータを取らせ自動的に検査の設定を行う機能についての研究を行った。

2. 構成方法

2.1 食品異物検査装置 本研究では，図1のような食品中の異物検査機について研究を行った。検査機では，ベルトコンベアを用いて検査対象食品を流し，X線を照射してその像をラインセンサカメラで撮像する。取得した濃淡画像を画像処理ユニットへ送信して異物の有無の判断を行い，異物が存在した場合には選別アームでベルトコンベア上から除去する。画像処理部ユニットでは，濃淡画像を対象として，ルックアップテーブル（以下，LUTとする）を参照して濃度値の変換を行い，異物判定処理を行う。

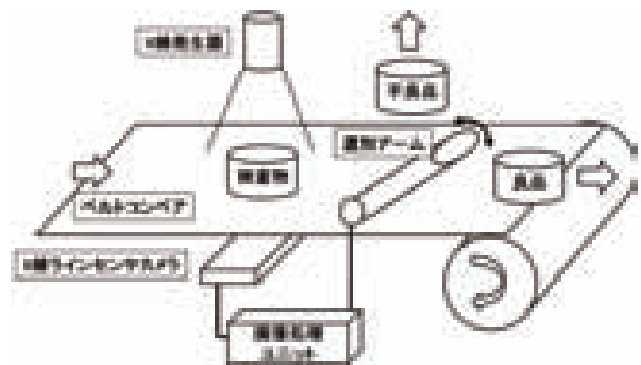


図1. 異物検査機の外観

2.2 画像処理アルゴリズム 画像処理の流れとしては，以下ようになる。最初に取得した良品の画像をもとに，自動でLUTの設定値を決める（L1-L6）とともに，異物判定アルゴリズム用のパラメータの設定値を自動で設定をする（A1-A5）。一旦，設定値が決定された後は，検査対象製品に対して，LUTを用いた後に異物判定アルゴリズム（I1-I6）を適用することで実際の異物検査を行う。それぞれのアルゴリズムの詳細は以下ようになる。

(1) 自動LUT設定機能 濃淡画像における異物検出の画像処理では，異物が含まれる可能性のある濃度値の範囲が拡大されるほど，その後の異物判定精度が向上すると考え

*¹⁾ 情報技術グループ
*²⁾ ニッカ電測株式会社

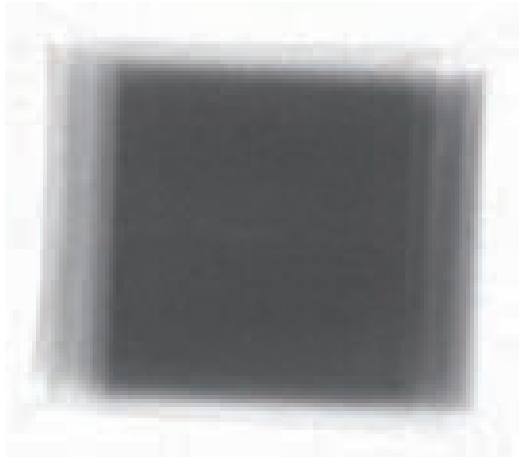


図 2. 良品画像

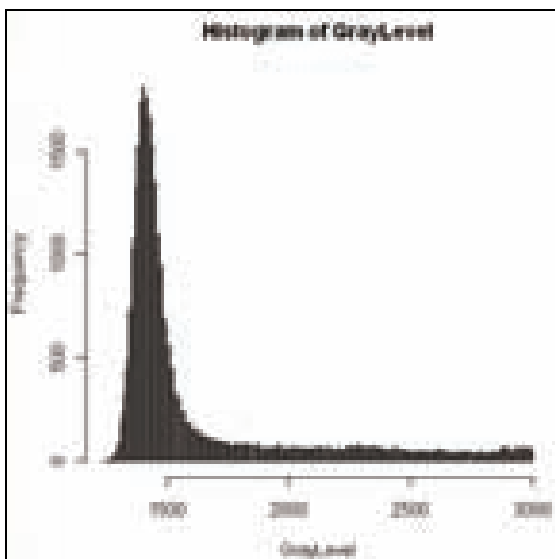


図 3. 図 2 の良品画像のヒストグラム

られる。従来の検査機では被検査製品ごとに手動で 2 点を指定する折れ線型 LUT によるコントラスト設定を行っていた。しかし、手動で行う方法では手間がかかることなどが問題視されていた。そこで、統計データを用いて自動で LUT 設定計算を行う機能についての研究を行った。方法としては良品の統計データから、確率・統計的な手法を用いて折れ線型 LUT の設定を行った。

例としてチーズ製品の良品の 12bit 濃淡画像を図 2 に示す。図 3 は、図 2 の画素値の濃度ヒストグラムであり、横軸が濃度値、縦軸が出現頻度である。ヒストグラムでは、濃度値 1428 付近に大きな山があり、この周辺の濃度が製品画像濃度と考えられる。濃度値 1500 以上の領域は、製品は存在しないがラインセンサの設定により最大値 4095 ではない濃度値が振られた部分であると考えられる。

ここでは、12bit の濃度値から 10bit の濃度値へ、2 点を指定して (0, 0) から (x_1, y_1) , (x_2, y_2) , (1023, 4095) までを結ぶ折れ線型の直線に変換する LUT (図 4) を取り上げる。このような折れ線型の LUT に対し、LUT の自動設定のアルゴリズム

(2590, 873)

(910, 873)

図 4. 2 点指定折れ線型 LUT

点線：変換をかけず、2 ビット分縮小した際の濃度値

実線： $x_1=910$, $y_1=453$, $x_2=2590$, $y_2=873$ とした濃度値

を作成した。このアルゴリズムは、

1. 製品部分の濃度値の平均値と標準偏差を求める。
2. モードを中心に、製品の濃度値の 95.4% を占める 2 シグマの範囲を 2 ビット分縮小する。
3. 2 より高い濃度値の部分を 2 ビット分以上縮小する。

という操作により、異物が含まれる可能性の高い 2 シグマより低い濃度値の範囲を拡大するものである。

LUT 自動設定アルゴリズム：

- (L1) 製品部分以外の濃度値を除くために、最大濃度値付近の画素及び濃度値が一定値以上となる点を除外する。
- (L2) ヒストグラムの山の頂点の濃度値 (モード) を探索する。
- (L3) モードを中心とする上下 2 つの濃度値で、全面積の 70% を超えて、最もモードからの差の少ない濃度値を探索する。
- (L4) (L3) の範囲に含まれる画素の集合に対して、濃度値の平均値 M を求める。
- (L5) (L4) で求めた平均値から、(L3) の画素の集合中で濃度値がモード以下の値となる部分集合に対する標準偏差 S を求める。
- (L6) 2 点の折れ線 LUT に用いる点をそれぞれ、 $x_1 = M - 2S$, $x_2 = M + 2S$, $y_2 = 1023 - (4095 - x_2)/10$, $y_1 = y_2 - (x_2 - x_1)/4$ とする。

(2) 異物判定アルゴリズムのパラメータの自動設定
異物の判定精度は、判定アルゴリズムのパラメータの設定に大きく左右される。前年度までに作成したアルゴリズム⁽¹⁾では、パラメータが 10 種類ほどと多く、一見しただけでは

分かり難いパラメータも存在した。そのため、パラメータの設定に非常に手間がかかる場合が存在する。異物が存在する場合には、濃度ヒストグラムが異物と製品の2つの山を持つことになる。この双峰性に注目して、2つの山の間の谷の部分を閾値として設定するアルゴリズムとなっている。

異物判定アルゴリズム：

- (I1) 製品部分の画像を取り出す。
- (I2) 縦横 25 分割～縦横 81 分割の分割方法より、複数の分割方法を選択して、選択した方法により画像を分割する。
- (I3) エッジ領域(端に位置する領域)に濃度値に対しては、一定値以下となる点を操作の対象とする。それ以外の領域は、各分割方法に対して長方形領域に分割し、各領域に対してヒストグラムの双峰性から閾値を決定する。
- (I4) 定められた閾値が真に製品と異物を分割する値となっているかの真偽を判断するため後処理を行う。後処理として、(I4a) 分割領域の周上の点の濃度値が一定の割合以上で閾値より低かった場合は偽とする処理、(I4b) 閾値が一定値以上である場合に偽とする処理を行う。
- (I5) (I4) の後処理で真と判断された点が製品と異物を分割する点である場合、閾値以下の濃度値を持つ点を異物候補点とする。
- (I6) 各分割方法に対する異物候補点を集計し、集計した値が一定数以上となった点の平均値を求めて、その値が一定の閾値以下である場合について異物とする。

このアルゴリズムに対して、以下のような良品画像からパラメータ自動設定を行うアルゴリズムを作成した。

異物判定アルゴリズム用パラメータ自動設定アルゴリズム：

- (A1) あらかじめ固定するパラメータとして、分割方法としては縦横 25 分割，36 分割，49 分割，64 分割，81 分割の 5 つの分割方法全てを使用する。また、後処理 (I4a) のパラメータはエッジ部分については 25%，それ以外の部分については 50%とする。孤立点除去フィルタについては周辺に 3 点以上の点があった場合にその点を残すようなフィルタとする。
- (A2) (1) の LUT 自動設定アルゴリズムと同様に平均 M 、標準偏差 S を計算する。
- (A3) エッジに対する閾値を $M - S$ とする。
- (A4) 後処理 (I4b) で参照する閾値を $M - 2S$ とする。
- (A5) (I6) の閾値について、異物が出ないような最大の値を探索してその値を設定する。

このアルゴリズムでは、(A5) の処理により、良品画像に対して、異物を誤検出しないようになっている。いくつかのパラメータを固定した後、順次に統計量を用いてパラメータを設定して行き、(A5) の処理により、良品画像に対して、異物を誤検出しない最大の閾値を設定するようになっている。

3. 適用結果

3.1 画像処理結果 以下の適用結果で入力画像として用いている画像(図 2, 図 5, 図 7)は、作成した異物検査装置の試作機から実際に取得した X 線による濃淡画像である。

(1) 自動 LUT 設定機能 図 2 の良品画像を用いて 2.2 (1) のアルゴリズムで自動設定した LUT を、図 5 (前年度までに取得したデータである⁽¹⁾) の異物を含んだ製品画像に適用した結果の画像が図 6 である。製品部分の濃度が薄くなり、それに比較して異物部分が強調されているのがわかる。また、表 1 は単純に 12bit から 10bit へと画像を変換した場合と LUT を使用した場合との異物が含まれる濃度範囲の数値の比較である。LUT を使用した場合の方が、異物が含まれる濃度範囲が拡大していることがわかる。

(2) 異物判定アルゴリズムのパラメータの自動設定 図 2 の良品画像を用いて、2.2 (2) の方法で異物判定パラメータの自動設定を行い、図 7 の画像に対して異物判定アルゴリズムで異物判定処理を行った結果が図 8 である。また、図 9 は、図 7 に対して異物判定アルゴリズムを適用する際に、他のパラメータは自動設定の値で固定し、(I6)の最終的な異物判定閾値の値だけを変化させた場合の異物判定数の変化である。横軸がパラメータの値、縦軸が異物と判定された点の数となっている。自動設定ではパラメータとして 1138 が選択される。その結果 269 個の異物点を検出している。

表 1. LUT による濃度値範囲の拡大例

	LUT 未使用時(図 5)	LUT 使用時(図 6)
異物濃度値の範囲	0~69	0~164

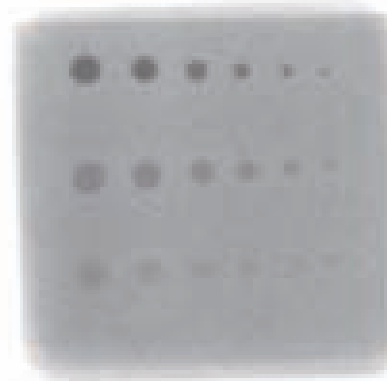


図 5. 異物を含んだ製品画像

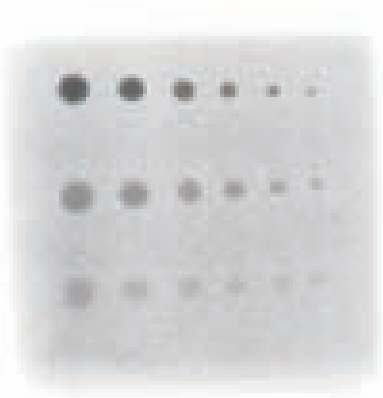


図 6. 図 5 の LUT 通過後の画像

対象としたデータでは，異物点数は約 280 個であり，例えばパラメータの値を 1170 に設定すると異物点数は 306 であり，誤検出が発生する。

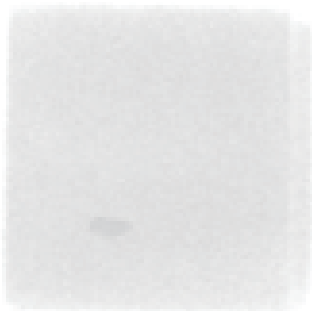


図 7. 異物を含んだ製品画像

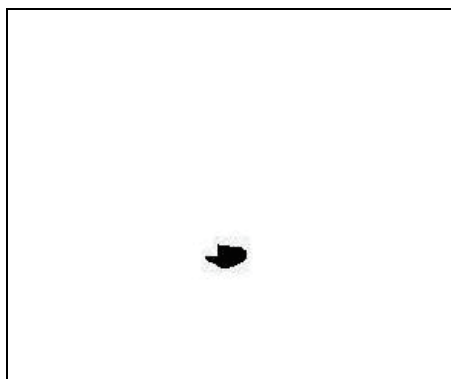


図 8. 異物判定処理後の二値化画像

4. 考察

LUT の使用による画像処理についてはよく知られてお

り，良好な画像処理結果が得られる例は多い。今回開発した自動 LUT 設定においても，表 1 のように手動と同様，異物が含まれる濃度の範囲は拡大した。自動 LUT 設定の有効性が確認できた。

異物判定アルゴリズムのパラメータの自動設定では，良品画像に対して異物が誤検出されないようになっている。図 7 から図 9 に示すように，異物を誤検出しない最大の値が設定されるため，異物の検出もれが少なくなることが想定される。実際の異物検査においては，安全性を高くするため，異物の誤検出が多少あったとしても検出もれがない状態が望まれることが多い。この点で今回開発した自動設定機能は優れていると言える。

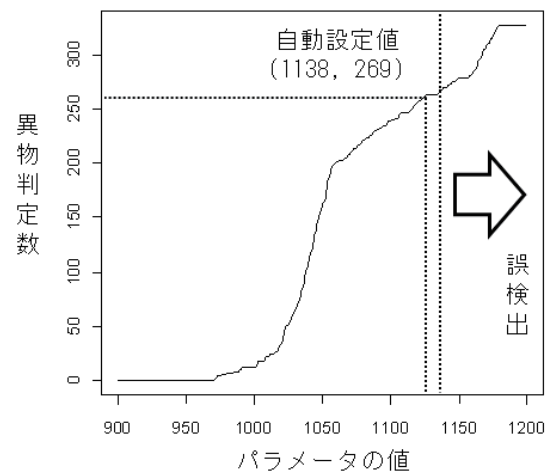


図 9. 図 7 における異物判定数の変化

5. まとめ

前年度に異物判定アルゴリズムについて研究開発を行った X 線異物検査機において，実用化へ向けたユーザビリティ向上のための研究開発を行った。実際に使用する際に検査員の手間を省く機能として，自動 LUT 設定機能と異物判定アルゴリズムのパラメータの自動設定機能を開発し，良好な実験結果を得た。検査員の手間は従来よりも大幅に軽減されることが期待できる。本開発によるアルゴリズムを実装した付加価値の高い異物検査機を開発する予定である。

(平成 22 年 6 月 30 日受付，平成 22 年 8 月 20 日再受付)

文 献

- (1) 大平倫宏，周 洪鈞，坂巻 佳壽美，上村 久仁男，清水 英明，齊木 秀夫：「X 線を用いた食品中の異物混入検査」，東京都立産業技術研究センター研究報告，No. 3, pp. 18-21 (2008)

論文

高速フーリエ変換による雑音端子電圧測定の評価法

原本 欽朗*¹⁾ 西野 義典*¹⁾ 小林 丈士*²⁾Evaluation method of measuring conducted emission
by fast fourier transformYoshiaki Haramoto*¹⁾, Yoshinori Nishino*¹⁾, Takeshi Kobayashi*²⁾

The measurement of conducted emissions in the EMC regulation is to evaluate generated conduction noise from an electrical equipment. In the final measurement, it takes generally a lot of time due to use of a quasi peak detection receiver consisted of a charge and discharge circuit. In this article, it is reported that a faster measurement method for the conduction noise is realized by a real time spectrum analyzer and FFT digitizing process for the sampled data.

キーワード: 伝導エミッション, 伝導ノイズ, 準尖頭値検波, 高速フーリエ変換

Keywords: conducted emissions, conduction noise, quasi peak detection, FFT

1. はじめに

雑音端子電圧測定は、情報機器、電動機械工具、及び照明機器等の伝導性ノイズの評価法である。日本では電気用品安全法や VCCI の自主規制、そして欧州では EN 規格等が適用されており、雑音端子電圧測定は、製品を販売するための必須項目となっている。

雑音端子電圧測定では、CISPR16 で規定されている準尖頭値測定用受信機を使用する。準尖頭値測定用受信機は、検波器入力の前段に充電・放電回路が付随しているため、スペクトラムアナライザのように周波数掃引方式で検波することはできない。従って、現在の測定方法では、予備測定としてスペクトラムアナライザを使用し、レベルの高い周波数を調べ、最終測定に準尖頭値測定用受信器を使用している。

本研究では、EMC 測定で用いられている準尖頭値測定用受信器の代わりに、ノイズ信号を直接サンプリングできる測定器を使用し、高速フーリエ変換をはじめとするデジタル信号処理を行い、測定した全ての周波数において準尖頭値検波の充電・放電を模擬した計算処理を行う。これにより、準尖頭値の算出ができ、従来よりも高速な準尖頭値の測定が可能となる。測定周波数は、VCCI の伝導妨害波測定に用いられている 0.15MHz~30MHz の範囲で行い、従来の準尖頭値測定用受信器と本研究手法で算出した準尖頭値との比較を行った。

2. 測定方法

2.1 測定器 本研究では、RF 信号のサンプリングにテクトロニクス社製のリアルタイムスペクトラムアナライザ RSA3408B (以下 RSA) を用いた。測定原理を図 1 に示す。RSA は内部に IQ 変調回路と AD 変換器を装備しており、サンプリングデータをそのままファイルに保存することができる。なお、RSA の AD 変換器の垂直分解能は 14bit である。

本研究では、0.15MHz~30MHz の周波数の解析を行うため、RSA のサンプリング周波数を 50MHz に設定して測定を行った。準尖頭値の計算は、サンプリングデータを直接ファイルから読み込み、適当な長さのフレームに区切り、フレーム毎に高速フーリエ変換 (以下 FFT) を行い、フレーム間のスペクトラムを時間解析した。

2.2 計算方法 FFT には、ハミング窓関数を使用して行った。CISPR16 の準尖頭値測定用受信機の-6dB 点における帯域幅は 9kHz である。ハミング窓関数を使用した場合に 9kHz の帯域幅を得るには、約 0.2msec のサンプリングデータが必要となる。そのため、0.2msec のサンプリングデータを 1 フレームとし、FFT を行うこととした。50MHz でサンプリングしているため、1 フレームのデータは約 10,000 ポイントとなる。

次に FFT を行ったフレームのスペクトラムについて前後のデータを参照することにより時間解析を行った。これにより準尖頭値測定用受信機の検波器全段の充放電を計算した。観測スペクトラムのすべての周波数ポイントについて時間解析を行うことにより準尖頭値の計算を 0.15M~30MHz の周波数範囲で行うことができる。CISPR16 の充電

*¹⁾ 電子・機械グループ*²⁾ エレクトロニクスグループ

時定数は1msec, 放電時定数は160msecと規定されているので, 1フレームを単純にFFTすると時間分解能は0.2msecとなり, 充電時定数に対して時間分解能が十分とはいえない。スペクトラム間の補完法として矩形補完, 線形補完, FFTのオーバーラップによる補完の3種を設定し, 本研究では3種の相違を検討することにより, 適切な充放電の計算について考察を行う。

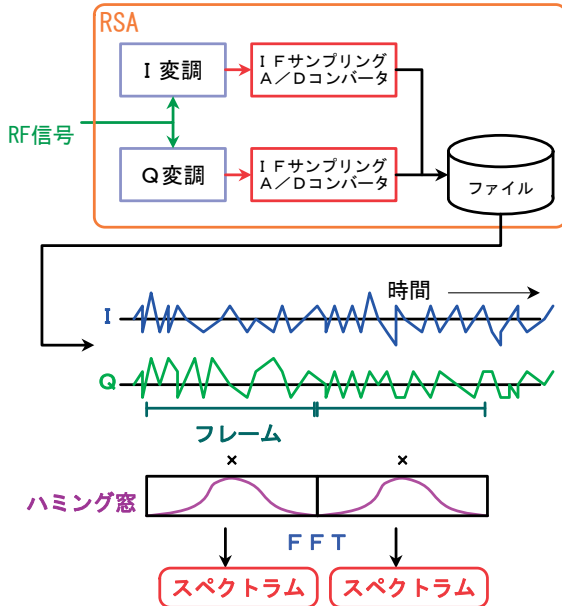


図1. 測定原理

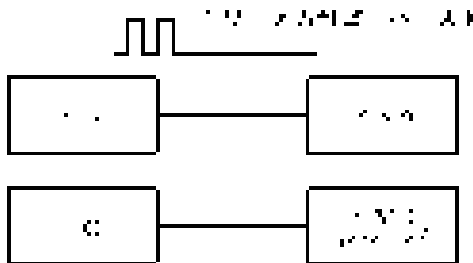


図2. 比較実験の方法

3. 準尖頭値測定用受信機との比較実験

3.1 実験方法 準尖頭値測定用受信機として, Rohde&Schwarz社製のESCI(以下EMIレシーバ)を使用した。

伝導妨害波を模擬するため, 任意波形ジェネレータによる1MHz, 50mVp-pの方形波のバースト信号を疑似信号として使用し, RSA, EMIレシーバにそれぞれ直接入力し比較を行った。バースト信号は, 10msecのインターバルに対して, 1, 10, 100, 1000パルスとパルス数を変えて比較を行った(図2)。なお, RSAの計測時間は1秒間とし, 1秒のサンプリングデータを元に計算した。

EMIレシーバとRSAの計算値について1MHzを基本波とし, 3次, 5次および7次高調波で比較を行った。

3.2 実験結果 1MHz方形波のバースト信号(10msecインターバル10パルス)について, サンプリングデータをFFTした結果を図3に示す。1秒間のデータについて0.2msecのフレームに区切りFFTを行うため, 周波数軸と時間軸があり, 信号レベルは2次元データとなっている。このデータを元に各周波数で充放電を計算することにより, 準尖頭値検波を模擬することができる。

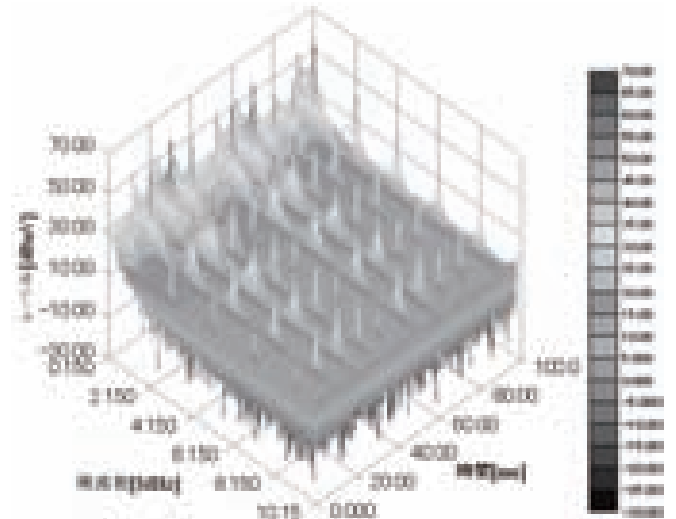


図3. FFTの結果

図3のデータを矩形補完により時間解析した計算結果を図4に示す。RSAの測定値を本手法により計算することにより, 0.15M~30MHzまでの周波数について尖頭値と準尖頭値を一度に計算することが可能となる。従来の準尖頭値測定用受信機は周波数をスポット的にしか測定することができないのに対し, 本手法では, 全周波数の準尖頭値計測が可能なため, EMC計測において高速化が図れる。なお, 測定時間1秒のサンプリングデータを計算した場合, Intel Core2 T5500(1.66GHz)のCPUを用いて約15秒程度で計算することができた。

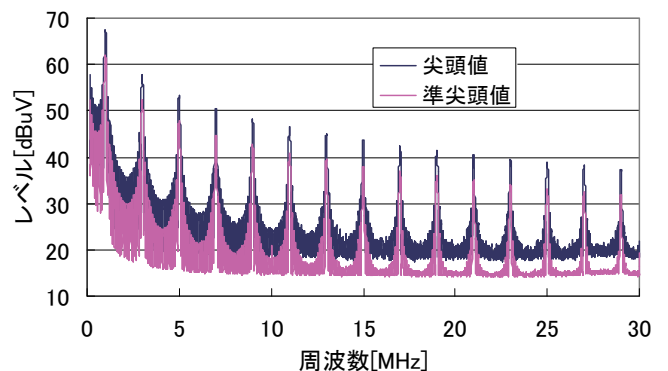


図4. 尖頭値と準尖頭値の計算結果

EMI レシーバとの測定値を比較したものを図5に示す。図5の測定値は、測定周波数1MHzにおける測定値である。EMI レシーバの測定結果と本手法による計算値がおおむね一致していることがわかる。

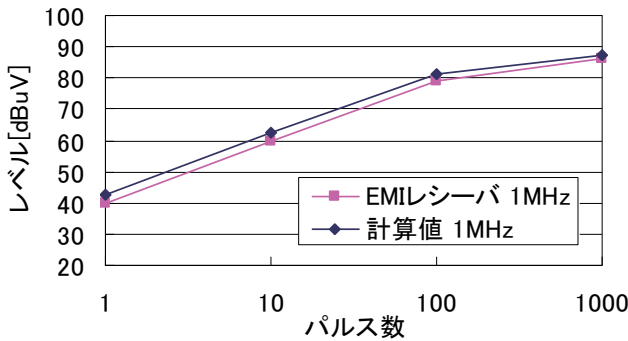


図5. EMI レシーバと本手法による測定値比較

次に、本手法による計算について、時間解析時の補完方法による計算誤差の違い等の検討を行った。その結果を表1に示す。計算誤差は計算結果とEMI レシーバの測定値の差の絶対値により求めた。表1の測定誤差は、1次、3次、5次、7次までの測定誤差を平均したものである。計算誤差の表からは、矩形補完、FFTのオーバーラップ処理、線形補完の順に小さくなっていくことがわかる。なお、FFTのオーバーラップは10フレームが重なるように処理を行った。それ以上のオーバーラップを行っても、計算精度は上がらなかった。

図6~8は、各補完方法についての、周波数別の測定誤差をグラフにしたものである。矩形補完及びオーバーラップ処理ともに、パルス数が少ないときに計算誤差が大きくなる傾向がある。これは、FFT処理の時間分解能に対して、パルスが印加される時間が極端に短いためと考えられる。こうした現象は、インパルスノイズ等が発生する試験品を測定した場合に起こる可能性が高い。

それに対して、スペクトラム間を線形補完し時間解析を行うと、他の方法に比べ計算精度が高くなる傾向があり、パルス数が少ない時でも精度良く算出が可能であることがわかる。また、線形補完はオーバーラップ処理に比べてFFT処理をする回数が少ないため計算速度が速く、非常に有効である。そのため本研究では線形補完による時間解析を行い順尖頭値の計算を行う。

表1. 時間軸解析の補完方法による計算誤差の違い

パルス数	矩形補完	オーバーラップ	線形補完
1	2.86dB	2.20dB	0.75dB
10	2.39dB	1.84dB	0.13dB
100	1.58dB	1.07dB	0.76dB
1000	0.48dB	0.47dB	0.47dB

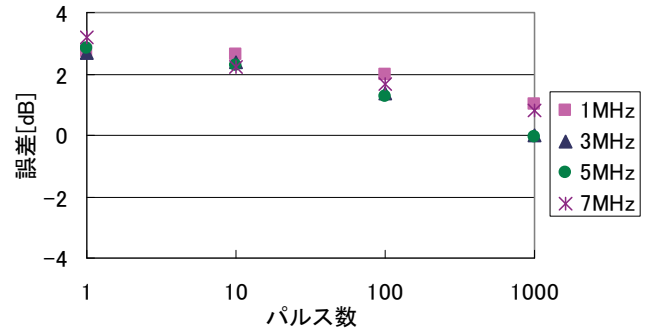


図6. 矩形補完による計算値

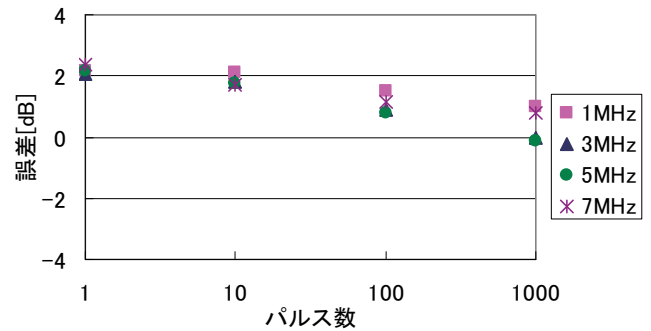


図7. オーバーラップによる計算比較値

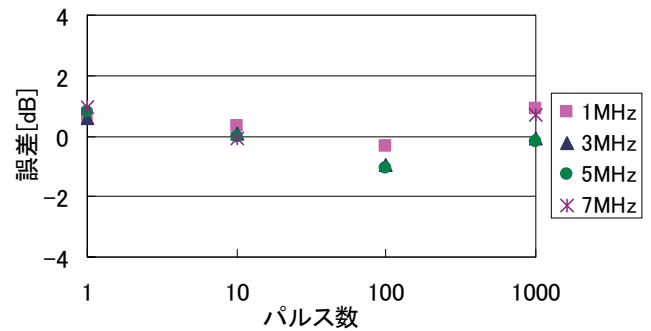


図8. 線形補完による計算比較値

4. 雑音端子電圧の実測例

本手法を用い、調光器とスイッチング電源について雑音端子電圧の測定を行った。位相制御による調光器の測定結果を図9に示す。位相制御を行う調光器は、電源電圧の位相により電源の入り切りを繰り返すため、インパルス性の広帯域ノイズが発生する。測定結果では、EMI レシーバを用いた測定値(実測QP)と、本手法による計算結果(計算QP)が一致していることがわかる。

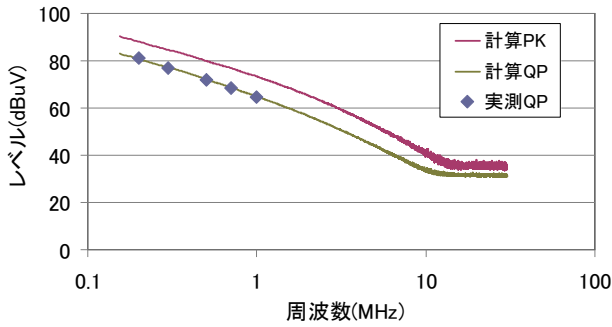


図9. 調光器の雑音端子電圧測定結果例

次に、スイッチング電源の雑音端子電圧測定を行った。実験ではスイッチング電源のノイズフィルタを外して測定を行った。図10の測定結果では、スイッチングノイズが観測されている。ノイズレベルの高い周波数についてEMIレーシーバにより準尖頭値の測定を行った。本手法により計算した準尖頭値（計算QP）と実測値（実測QP）が非常に近い値になっていることがわかる。スイッチング電源は、周辺温度の変化等により発振周波数が変わってしまうことがある。従来の方法ではスペクトラムアナライザによりノイズレベルの高い周波数を探し、その後準尖頭値検波を行うが、ノイズの周波数が増えている場合は正しく測定ができない場合があった。本手法による方法では簡易的に尖頭値と準尖頭値を同時に測定することができるため、その点についても改善ができる。

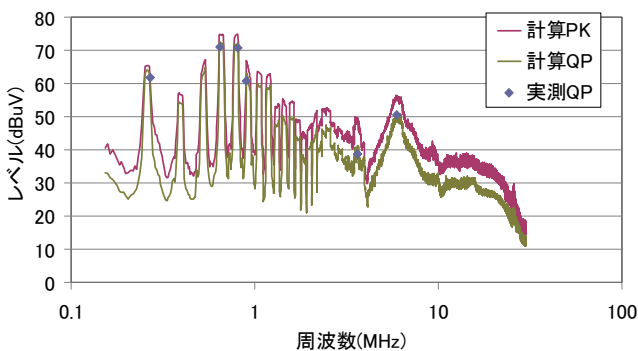


図10. スwitchング電源の雑音端子電圧測定結果例

5. まとめ

本研究では、EMC計測にリアルタイムスペクトラムアナライザを使用し、高速サンプリングしたデータをデジタル処理することにより、0.15M~30MHzの全周波数について準尖頭値計算を行う手法を提案した。準尖頭値測定用受信器では、周波数をスポット的にしか測定することができなかったのに対し、本手法では簡易的に測定周波数すべてについて準尖頭値の計算を行うことができるため、高速なEMC計測が可能になる。

また、準尖頭値測定用受信器の測定値と本手法による計算値の比較を行い、時間解析の計算時に線形補完を用いる

ことで計算誤差をより小さくできることについても検討を行った。さらに、実際に雑音端子電圧測定を行い、従来の準尖頭値測定用受信器の測定結果に近い計算を行うことができることを示した。

(平成22年7月1日受付, 平成22年9月14日再受付)

文 献

- (1) CISPR, “無線妨害およびイミュニティ測定装置並びに測定方法の仕様書-第1-1部:無線妨害及びイミュニティ測定装置-測定装置”, CISPR 16-1-1 Ed.2.0:2006
- (2) 電磁環境協議会, “諮問第3号「国際無線障害特別委員会(CISPR)の諸規格について」のうち「無線妨害波およびイミュニティ測定装置の技術的条件」”, 電磁環境協議会 HP
- (3) VCCI協会, “VCCI規定集付則1技術基準”, VCCI協会 HP, 2008.
- (4) 今井 聖, “デジタル信号処理”, 産報出版株式会社, 1980.

論文

EMI 測定電波暗室の伝搬特性評価手法

小林 丈士*¹⁾ 五十嵐 美穂子*²⁾ 上野 武司*³⁾ 原本 欽朗*³⁾
 黒川 悟*⁴⁾ 飴谷 充隆*⁴⁾ 廣瀬 雅信*⁴⁾

Semi-anechoic chamber evaluation for Radiated emission measurement below 1GHz

Takeshi Kobayashi*¹⁾, Mihoko Igarashi*²⁾, Takeshi Ueno*³⁾, Yoshiaki Haramoto*³⁾,
 Satoru Kurokawa*⁴⁾, Michitaka Ameya*⁴⁾, Masanobu Hirose*⁴⁾

This report describes the result of a radiation emission measurement in an anechoic chamber of 12 public test research laboratories and National Institute of Advanced Industrial Science and Technology in year of 2008 and 2009. The purpose is to improve the measurement techniques and the requested inspection.

The measurement was done to compare the measurement result caused by the structure of the anechoic chamber and the material of the absorber by the stuff of Tokyo Metropolitan Industrial Research Institute and other institute.

キーワード：電波暗室，電磁妨害，伝搬特性

Keywords : A semi-anechoic room, EMI, Propagation

1. はじめに

この報告では，平成 20 及び 21 年度に，(独)産業技術総合研究所（以下，産総研），公設試験研究機関 12 カ所（以下，公設試）及び大学とともに，各公設試所有の電波暗室における放射エミッション測定に関する調査・研究を行った結果について述べる。調査内容は，比較測定を行い，電波暗室の構造や吸収体の違いによって測定にどれぐらいの差が生じるかを測定し，各暗室における伝搬特性を評価したものである。この調査・研究では，産総研が中心となり行ったもので，測定等については当センター職員及び他の公設試の職員とともに実施した。これら相互比較測定を行うことで，公設試による依頼試験の高度化，および測定技術の向上を目指した。

2. 研究内容

2.1 EMI 測定電波暗室内の伝播特性測定手法の確立

産総研電磁界標準研究室と関東甲信越静岡の公設試との共同事業として実施した。20 年度については，30MHz～1GHz での電波暗室の伝播特性測定手法を主として行い，21 年度は，1GHz 超の周波数帯域での電波伝搬特性測定手法として，測定に影響する不要散乱を防止する光ファイバ技術を応用した電波測定法，電磁波のデジタル信号解析法を用いた評価手法，マイクロ波計測機器の精度管理法を確立する

*1) エレクトロニクスグループ

*2) 産業交流室

*3) 電子・機械グループ

*4) 独立行政法人 産業技術総合研究所計測標準研究部門

とともに標準アンテナを製作し，公設研による依頼試験の高度化や測定技術の向上を図るため，以下内容について実施した。

(1) 各公設研究機関の EMI 測定設備とマニュアル整備状況調査 産総研の地域イノベーションコーディネータによる調査票の作成と，作成調査票を基にした，地域イノベーションコーディネータ，公設試験研究機関担当者，産総研担当者の共同による現状確認と調査を実施した。表 1 に主な調査項目を，表 2 に全体の調査結果の概要を，表 3 に東京都の調査結果の概要を示す。これらの結果から，12 の公設試験研究機関すべての現状と今後の EMI 規格への対応の考え方を知ることができた。

表 1. 主なアンケート調査項目

No	項目
1	EMC 測定設備の状況
2	各公設試における運用方法
3	公設試間，企業，産総研等との連携
4	トレーサビリティに関する状況

表 2. 全体の調査結果の概要

No	項目
1	EMC 関連の担当者は多くても数名
2	3m 電波暗室とハイログアンテナが多い
3	依頼試験と機器利用
4	トレーサビリティは，メーカーに依頼が多い。
5	EMC 関連の講習会は多く行われている。
6	公設試間の連携の事例はいくつかある。
7	EMC 関連の規格の複雑さが問題との意見

表 3. 東京都の調査結果の概要

No	項目
1	3m 法電波暗室 (5 面)
2	マニュアル及び各種規格の概要が整備されている。
3	産総研を含む公設試間の連携有り
4	講習会は年 1 回実施

(2) 各公設研究機関管内の関連企業の EMI 規制対応状況とトレーサビリティ整備状況調査 地域イノベーションコーディネータによる企業に関する調査票の作成, 調査票を基にした, 地域イノベーションコーディネータ, 公設試験研究機関担当者, 産総研担当者の共同による現状確認と調査を実施した。表 4 に主な調査項目を挙げる。

表 4. 主な調査項目

No	項目
1	会社の概要
2	EMC 規制への対応状況と今後の考え方
3	EMC 関連のトレーサビリティとその対応状況
4	EMC 関連対応マニュアルなどの整備状況
5	公設試験研究機関の利用状況
6	現在困っていること等

調査結果については, ここでは割愛させていただくが, 「輸出の際に費用がかかりすぎる」との意見をいただいた。また, 最終的に, 12 の公設試験研究機関の所管する都県内の企業 10 社の現状と EMI 規格への対応の考え方をまとめることができた。

(3) 参加公設研究機関と産総研の共同による EMI 測定用広帯域アンテナの校正実験 この実験では, 産総研のオープンサイトで産総研の職員を中心に各公設試の職員が参加して行った。測定では, EMI 測定, 特にサイトアッテネーション測定に用いる広帯域アンテナである, バイコンカルアンテナとログペリオディックアンテナについて, 自由空間アンテナ係数の測定実験を実施した。図 1⁽¹⁾に測定状況の概要を示す。

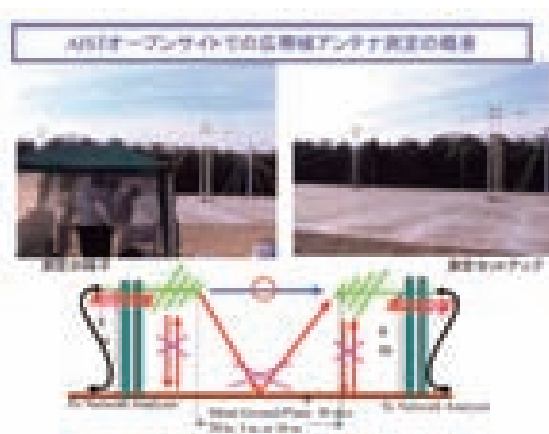


図 1. 測定状況の概要

ログペリオディックアンテナの一部については, 産総研の内部校正として実施し, 国家標準トレーサブルな校正を実施した。さらに, バイコンカルアンテナについては, 国家標準の整備と共に校正を実施したことにより, 実質的に国家標準トレーサブルな校正を実施することができた。なお, 公設研へのトレーサビリティ確立測定手法については, 産総研が開発した時間領域処理とパルス圧縮処理を組み合わせた 3 アンテナ法により, 地域イノベーションコーディネータ, 公設試験研究機関担当者, 産総研担当者の共同により実施した。

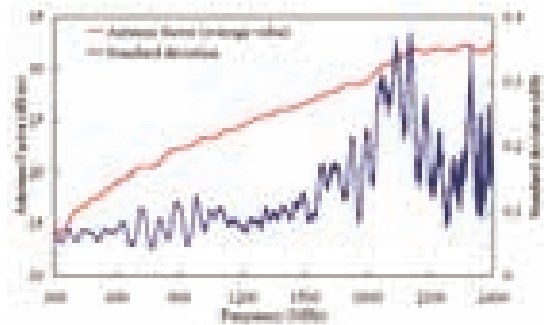


図 2. ログペリオディックアンテナの校正結果

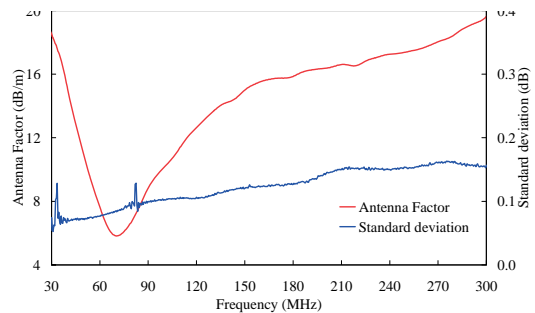


図 3. バイコンカルアンテナの校正結果

図 2⁽¹⁾, 図 3 にログペリオディックアンテナ, バイコンカルアンテナの校正結果をそれぞれ示す。今回のアンテナ係数の測定標準偏差は, ログペリオディックアンテナで 300 MHz ~ 1000 MHz で 0.15 dB 以下, バイコンカルアンテナで 30 MHz ~ 300 MHz で 0.16 dB 以下であった。なお, 産総研が所有する標準アンテナとしてのログペリオディックアンテナ, バイコンカルアンテナの校正不確かさはそれぞれ 0.5 dB (k=2), 0.3 dB ~ 0.6 dB (k=2)である⁽⁵⁾⁽⁶⁾。

(4) 各公設研究機関+産総研の EMI 測定電波暗室のサイトアッテネーション共同測定 (30MHz~1GHz) とマニュアル作成 EMI 測定に用いる電波半無響室, オープンサイト等については, その特性の許容範囲を国際規格である CISPR16 において, サイトアッテネーション測定値として規定している。このため, 参加各公設研究機関でのサイトアッテネーション測定マニュアルを作成した。図 4 に測定時の概要について示す。

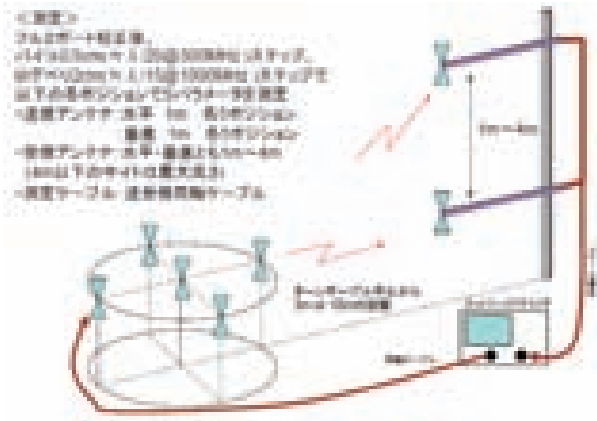


図4. 測定時の概要

さらに, 作成したマニュアルに従ったサイトアッテネーション測定ラウンドロビン試験を産総研+12 公設研にて実施した。図5にログペリオディックアンテナを水平にしたときの産技研での測定した結果を示す。

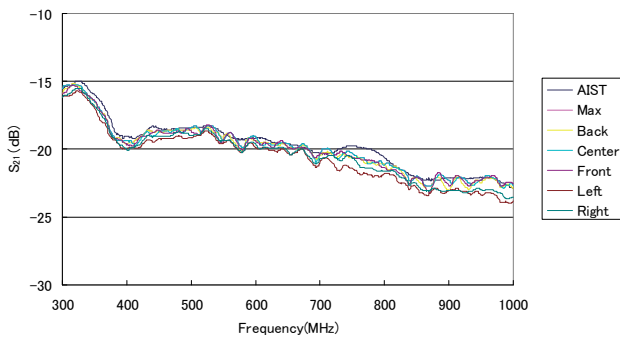


図5. 当センターでの測定した結果

(5) 1GHz 超 EMI 測定用の電波暗室評価測定法 (SVSWR 法) による各公設研究機関の EMI 測定電波暗室でのラウンドロビン測定プロトコルの検討 EMI 測定電波暗室は, これまで有効であった 1GHz 以下の EMI 規格用に整備されている。2010 年 10 月以降に新しく規格が有効となる 1GHz 超の EMI 規格については, 各公設研究機関の電波暗室の特性評価を実施していない。また, 1GHz 超の EMI 規格では, 電波暗室の評価手法として SVSWR 測定法による評価を実施することが国際規格で求められている。そこで, SVSWR 測定マニュアルを検討し, 産総研, 栃木県, 長野県, 千葉県で SVSWR 測定を実施した。

(6) 各公設研究機関 EMI 測定電波暗室でのコムジェネレータによる EMI 測定とラウンドロビンプロトコルの検討

EMI 測定電波暗室は, 各機関でその大きさや用いている吸収体等が同一でなく, 測定結果に差が生じることが考えられる。各機関の電波暗室での測定結果を比較する方法として, 同一の疑似被試験器 EUT を用いて EMI 測定を実施し, その結果を比較する方法が考えられる。そこで, 小型バイコニカルアンテナとパルス発信機 (コムジェネレータ) を疑似 EUT として用いて, 各公設試験研究機関で EMI 測定を

実施することにより, 各機関の電波暗室の特性を比較する「コムジェネレータによる EMI 測定とラウンドロビン試験」プロトコル作成と測定を実施した。図6に産技研におけるプロトコルを示す。また, 図7に産技研で測定した結果の例を示す。

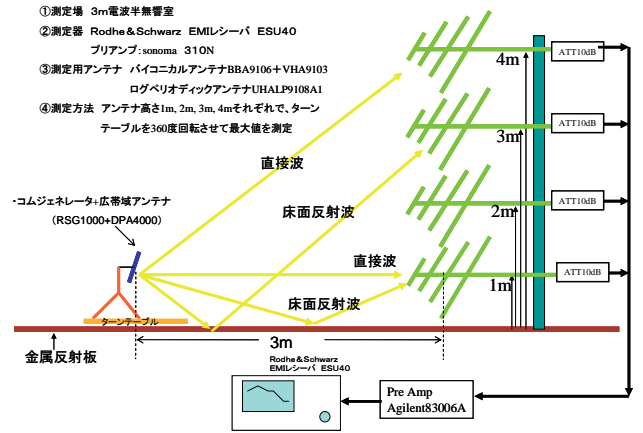


図6. 産技研におけるプロトコル

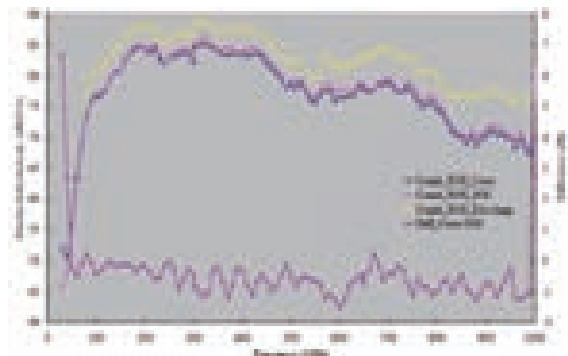


図7. 産技研で測定した結果

コムジェネ水平 - 受信アンテナ水平

図7は, コムジェネのアンテナ及び受信アンテナを水平にし, Coax は同軸ケーブル, SOC は光ファイバ, EA+Amp は光デバイスを用いて測定した結果である。同軸ケーブルと光ファイバを用いた結果の差は, 2dB 程度であった。ただし, 光デバイスを用いた場合は補正係数の関係で差が大きく見えている。図8に各公設試で測定した結果を示す。

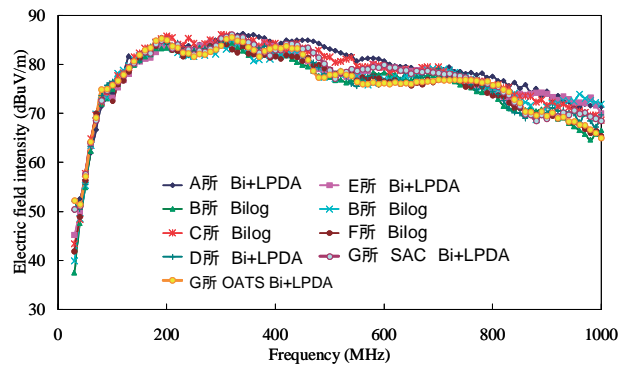


図8. 各公設試で測定した結果

コムジェネ水平-受信アンテナ水平

図8のAはオープンサイト、BからFは3m法電波暗室における測定結果である。試験結果から各公設研究機関での測定結果のみの比較となり、差の原因を特定することは困難であった。

(7) 光デバイスを用いた擬似 EUT とネットワークアナライザを用いた EMI 測定電波暗室評価手法の検討 (7)

コムジェネレータを模擬した発信機として、光デバイスを内蔵した擬似コムジェネレータとネットワークアナライザを用いた測定手法を開発した。この測定手法では、ネットワークアナライザによる位相を含めた測定結果を得ることが可能となり、タイムドメインでの評価が可能となった。図9に概要を、図10に産総研で測定した結果の例を示す。

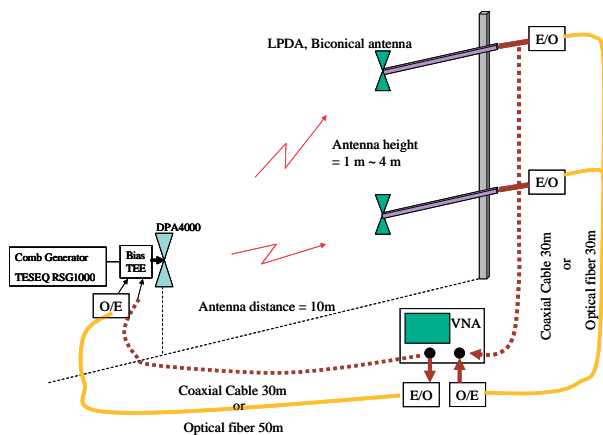


図9. VNAでのコムジェネシステム放射測定概念図

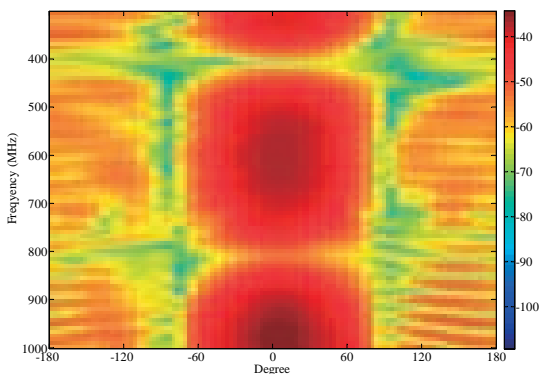


図10. 測定結果例 ($S_{21}(\omega)$ 放射パターン測定結果(水平偏波 4m))

このことにより、各公設研究機関間での測定結果の差の原因をタイムドメインによる反射波の伝播遅延と受信レベルの評価が可能となった。なお、これらの測定手順を測定マニュアルとして作成した。さらに、この内容については、産総研が検討し実験を行ったものであるが、今後、各公設試での実験を検討しているため、概要のみを示した。

3. 考察とまとめ

コムジェネレータを用いたラウンドロビン試験を12の公設機関で実施した。

測定結果から、10m暗室の結果はおおむね±5dB以下で、3m暗室では、簡易サイトでの測定結果が壁からの反射波の影響と想定され、各機関の測定値の差が大きくなる傾向であった。

謝辞

この研究を通じて大変お世話になった公設試験研究機関の皆様方に、この場を借りて厚く御礼申し上げます。産総研をはじめ公設試験研究機関の暗室で、ともに測定を行うことで、広域関東圏の関係機関とのネットワークが構築できた。

参加機関 (公設試のみ)

- ①茨城県工業技術センター
- ②栃木県産業技術センター
- ③群馬県産業技術センター
- ④埼玉県産業技術総合センター
- ⑤千葉県産業支援技術研究所
- ⑥東葛テクノプラザ
- ⑦東京都立産業技術研究センター
- ⑧神奈川県産業技術センター
- ⑨新潟県工業技術総合研究所
- ⑩長野県工業技術総合センター
- ⑪山梨県工業技術センター
- ⑫静岡県工業技術研究所

(平成22年6月30日受付, 平成22年8月20日再受付)

文 献

- (1) H21 アンテナ校正マニュアル, H21EMI 測定電波暗室 SA 共同測定マニュアル, H20 コムジェネEMI 測定マニュアル, H21SVSWR 自動測定用ポジショニング装置を用いた SVSWR 測定マニュアル, H21 アンテナ校正マニュアル, H21 光コムジェネEMI 測定マニュアル, サイト伝搬解析装置利用マニュアル: 産業技術総合研究所 計測標準研究部門 電磁波計測科電磁界標準研究部門
- (2) 各公設研究機関の EMI 測定設備とマニュアル整備状況調査の概要: 地域イノベーション創出共同体形成事業 計量・計測分科会電磁環境評価研究会 コーディネータ 岩崎 俊
- (3) 参加公設研究機関と産総研による EMI 測定用広帯域アンテナの校正実験, EMI 測定電波暗室のサイトアッテネーション共同測定とラウンドロビン試験プロトコル作成, 各公設研究機関の EMI 測定電波暗室でもコムジェネレータによる EMI 測定とラウンドロビンプロトコルの検討: 地域イノベーション創出共同体形成事業 計量・計測分科会 電磁環境評価研究会
- (4) コムジェネレータの EMI 測定ラウンドロビン試験実施結果, 公設研究機関調査会等, : 都立産業技術研究センター 小林、五十嵐、原本
- (5) S. Kurokawa, M. Hirose, K. Komiyama, "Measurement and Uncertainty Analysis of Free-Space Antenna Factors of a Log-Periodic Antenna Using Time-Domain Techniques," IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 58, no. 4, pp. 1120–1125, April 2009.
- (6) S. Kurokawa, M. Ameya, M. Hirose, "Time-domain Three Antenna Method for Biconical Antenna," in Proc. CP2010, 2010.
- (7) 黒川 悟, 飴谷 充隆, 廣瀬 雅信, "EMI 測定結果の光デバイスとネットワークアナライザによるタイムドメイン評価," 電子情報通信学会技術研究報告 ACT2009-9, Sept., 2009.
- (8) 黒川 悟, 飴谷 充隆, 廣瀬 雅信, "無バイアス光デバイスを用いた EMI 測定サイト評価," 電気学会計測研究会研究報告 IM-10-005, LAV-10-010, Feb., 2010.

論文

植物マイクロコイル含有電磁シールド材

上野 武司*¹⁾ 竹村 昌太*¹⁾ 小林 丈士*²⁾ 島田 勝廣*³⁾菅本 憲明*⁴⁾ 山野辺 康徳*⁴⁾ 山田 厚*⁴⁾

Electromagnetic shielding material containing plant micro-coils

Takeshi Ueno*¹⁾, Shota Takemura*¹⁾, Takeshi Kobayashi*²⁾, Masahiro Shimada*³⁾Noriaki Sugamoto*⁴⁾, Yasunori Yamanobe*⁴⁾, Atsushi Yamada*⁴⁾

Micro-coils can be produced from a spiral organ of plant origin (Spirulina, a type of vascular and algae) by electroless plating. The electromagnetic properties of silicone sheets containing copper-plated micro-coils have been investigated to evaluate their possibility as an electromagnetic absorption material. Permeability measurements indicated a substantial increase in the specific permeability in contrast to sheets without the micro-coils. 3mm-thick sheets indicated an electromagnetic absorption of 20dB at the maximum in the measured frequency range of 1 to 40GHz.

キーワード: マイクロコイル

Keywords: Micro Coil, Spirulina, EMC

1. 緒言

藻類の一種であるスピルリナは、藍藻綱ユレモ目の幅約 5-8 μm , 長さ約 300-500 μm ほどの「らせん形」をした濃緑色の単細胞微細藻類であり、熱帯地方の湖に自生する。スピルリナの表面は有機物で構成されているため導電性が殆どない。しかしながらスピルリナの表面に無電解めっきを行って金属皮膜を形成し導電性を付与することで、マイクロコイルを形成することができる⁽¹⁾。この方法は等方的にめっきが可能であるため、有機物の表面を覆うように金属材料の皮膜を形成することができる。

本研究では、スピルリナ表面に銅、ニッケルあるいは銅・ニッケル合金の皮膜を形成することを試みている。無電解めっきは、試料の表面に触媒を吸着して、めっき液に浸すことにより還元反応で金属材料を形成することができる。処理後のスピルリナ表面に対し走査型電子顕微鏡による観察と EDX による元素分析を行った。

作製したマイクロコイルを電磁シールド材に利用可能か評価するためマイクロコイルを含有させた樹脂シートを作製した。近年、ミリ波の応用が検討されており⁽²⁾、この周波数領域での電磁シールドの要求が高まりつつある。スピルリナを母材とするマイクロコイルは、その寸法及び形状の均一性からミリ波領域で最適な電磁波シールド材となる可能性がある。そこで作製したシートマイクロストリップ

ライン法により 1~40GHz の吸収性能を評価した。

2. 実験方法

培養したスピルリナを準備し、無電解めっきを行った。無電解めっきは、表面に触媒を吸着させて、還元反応によりめっきを行うものである。めっきにより形成される材料は、銅、ニッケル、銅・ニッケル合金である。作製したマイクロコイルは、走査型電子顕微鏡で表面を観察した。また皮膜の元素分析は EDX を用いて実施した。またマイクロコイルの集合体の電気抵抗も測定した。

作製したマイクロコイルは、2液混合によるシリコーンゴムに含有させてシート化した。シリコーンゴムのみのシートを基準として、吸収性能を評価した。吸収性能は、マイクロストリップライン法を用いて評価した。

2.1 めっき材料の電気抵抗の測定

めっき材料としては、銅、ニッケル、銅・ニッケル合金の3種類について検討した。銅及びニッケルの合金の比率を変化させることにより、電気抵抗を制御することを試みた。これは、電磁波吸収を行う際に、吸収材内に電磁波が吸収材表面で反射しないように電気抵抗値を制御することが求められているためである。銅、ニッケル及び銅ニッケル合金の抵抗率の関係を図1に示す。

*1) 多摩テクノプラザ

*2) エレクトロニクスグループ

*3) 技術経営支援室

*4) 住友金属鉱山株式会社

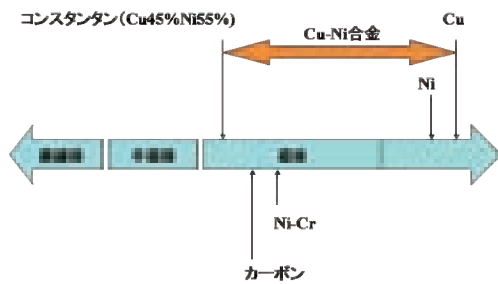


図1. 銅、ニッケル及び銅ニッケル合金の抵抗率

ニッケルを 55%含有するコンスタンタン組成で抵抗率が最大となり、その前後の組成では良導体から抵抗体までの広い範囲で、電気抵抗が変化する。

試作した銅ニッケル合金マイクロコイルについては、EDX により、元素分析を行った。また、試作マイクロコイルについてシート抵抗を測定した。液状シリコン樹脂中で分散させたマイクロコイルを電極上に滴下し、抵抗値を測定した。

2.2 同軸管法によるマイクロコイルの評価 マイクロコイルを同軸管法の治具に接続し、電磁波吸収特性を測定した。同軸管法の治具は、ネットワークアナライザに接続し、そのときの信号の減衰を測定することにより評価した。減衰が見られる周波数及び吸収量の評価を行った。

2.3 マイクロコイル含有シートの作製と電気的特性測定 銅マイクロコイルのシートを以下の方法で作製した。銅の素材自体は比透磁率が 1 であり、磁界には影響しないので、マイクロコイルの形状の影響を受けているかがインピーダンス測定で確認が可能である。

マイクロコイルを埋め込む樹脂としてシリコンゴムを用いた。シリコンゴムとしては、速硬性型取り用パテ（アクサジャパン製ブルーミックス）を用いた。これは基材と触媒の 2 種類の素材を練り合わせて使用するものであり、マイクロコイルを均一に分布させることが可能であることから、この樹脂を選択した。練り合わせる時間は約 4 分、硬化時間は約 2 時間である。このときのコイルの方向については、等方的であると予想する。このゴムにマイクロコイルを混ぜて厚さ 1.6mm のシートを作製した。シートの大きさは、50×60×1.6mm とした。このときの基材と触媒の重量はそれぞれ 5g とし、シート全体の重さは 10g である。また、マイクロコイルを含有させたシートのコイルの含有量は、0.1g である。

シート内のマイクロコイルの有無による電気的特性の違いを、インピーダンスアナライザ（アジレント製 E4991A）を用いて比誘電率及び比透磁率の測定を行った。

2.4 電磁波級数性能の評価 電磁波吸収性能をマイクロストリップライン法により評価した。この方法は、マイクロストリップラインをネットワークアナライザに接続して信号を伝送させ、吸収体を配置したときの伝送信号の変化から評価する方法である。この方法は IEC62333 -1,-2 で規格化されており、近傍界の電磁波吸収性能を評価する方法である。その測定系の概要を図 2 に示す。

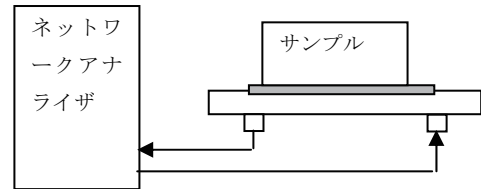


図2. マイクロストリップライン法

この方法を用いて、電磁波吸収性能に対するマイクロコイルの影響を、周波数特性として測定し評価した。

3. 結果および考察

3.1 作製したマイクロコイル 試作した銅ニッケル合金マイクロコイルの走査型電子顕微鏡像を図 3 に示す。



図3. 作製したマイクロコイル

図 3 より、内部のスピルリナ組織はめっき浴にほぼ溶解してしまい、無電解めっきによる表面導電層が残存した中空コイルが形成されている。そしてスピルリナのらせんの向きは左ネジになっている。

図 4 に試作銅ニッケル合金マイクロコイルの元素分析を行った結果を示す。銅及びニッケルのピークが見られる。形成しためっき皮膜はりんとの合金であるため、りんも検出されている。またスピルリナの残存有機物、若しくは試料固定用カーボンテープに由来する炭素も検出されている。

図中に挿入の表は簡易組成分析の結果で、ニッケルの比率が 70%を超えている。過剰にニッケルが含有される傾向は、めっき浴中でのニッケルの分解析出が銅に比べて著しく速いことに起因しており、この傾向を抑制して組成制御をすることは困難であった。

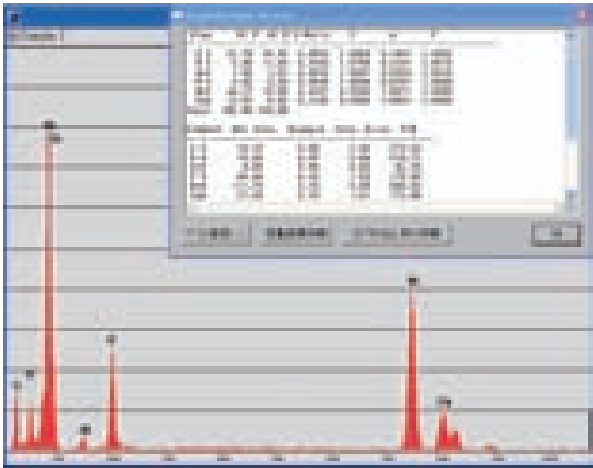


図4. 元素分析結果

銅ニッケル合金系では組成制御されたマイクロコイル試料を準備するに至らなかったが、対照データの取得を意図して銅めっきのみによるマイクロコイルの電気抵抗を測定したところ、新規の知見を得た。図5に示した電極パターンの治具を用い、銅マイクロコイルのシート抵抗値を測定した結果を図6に示す。液状シリコン樹脂中に分散させたマイクロコイルを電極に滴下したところ、マイクロコイルの沈殿進行に伴いシート抵抗が変化し、最終的に約330Ωと予想外に高い抵抗値が測定された。マイクロコイル間に形成される微小接点が比較的高い接触抵抗を持つことが原因と推定される。測定された約330Ωのシート抵抗値は、真空の特性インピーダンスに極めて近く、到来電波の整合吸収に適した値となっている。

このように、組成制御により個々のコイルの抵抗体化を特に図らなくとも、マイクロコイルの集合物が接触抵抗による集団的な抵抗を持つことが判ったので、これを到来電波とのインピーダンス整合や電波吸収の損失源として利用することにした。



図5. シート抵抗を測定した治具

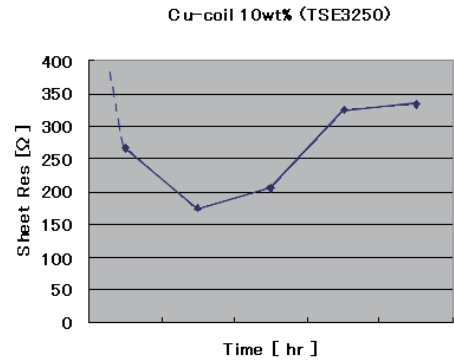


図6. 測定したシート抵抗値

3.2 同軸管法によるマイクロコイルの評価 同軸管法によるマイクロコイルの電磁波吸収性能の測定結果を図7に示す。測定周波数は10GHz~50GHzまで測定した。その結果、10GHz以上において、吸収性能がみられる。ただし、マイクロコイルの導電性の影響もあると思われることから、形状由来で吸収が見られるのか今後の検討課題である。

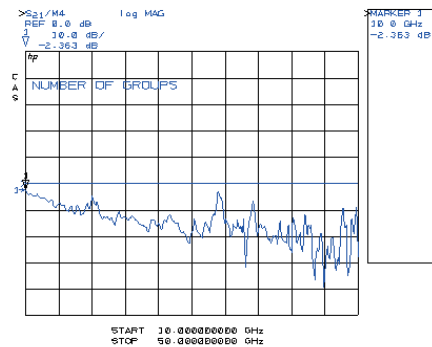


図7. 同軸管法によるマイクロコイルの吸収性能

3.3 シートの電気的特性 作製したシートの比誘電率、比透磁率をインピーダンスアナライザ（アジレント製E4991A）で測定し評価した。比誘電率は、1.6mm厚の試料を用いて測定した。また比透磁率は、内径6mm、外形20mmで1.6mm厚のドーナツ型の試料を用いて測定した。周波数10MHz~1GHzの比誘電率と比透磁率の測定結果を以下に示す。

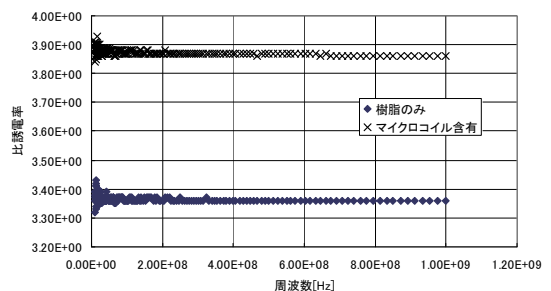


図8. 比誘電率の測定結果

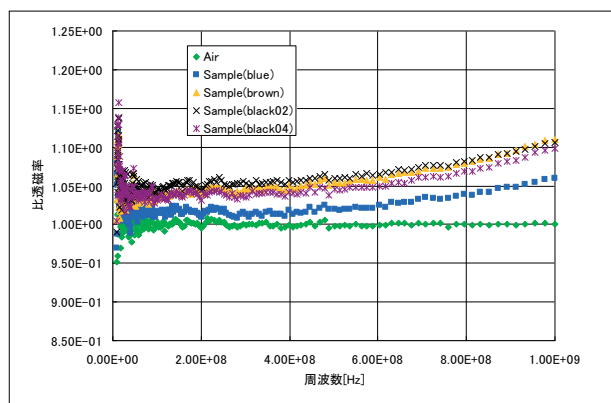


図9. 比透磁率の測定結果

比誘電率は、周波数に対して一定であり、樹脂のみの試料は3.37であり、マイクロコイル含有のものは3.86であった。そして静電容量 C は、電荷 Q 、印加電圧 V 、誘電率 ϵ 、試料の面積 S 、厚みを d としたとき

$$C=QV=\epsilon S/d$$

となる。 V が一定で、樹脂に蓄積される電荷 Q も一定としたとき、試料厚み d が小さくなると誘電率 ϵ が大きくなる。マイクロコイルは導電性を持つため、試料の見かけ上の厚さが薄くなるのが予想されることから、比誘電率が上昇することが予想される。

また比透磁率は、マイクロコイルを含有させると0.05増加している。銅自体には、比透磁率が1であり、材料の寄与ではなく、コイルの形状に由来するものと考えられる。

ただし、マイクロコイルの有無による比透磁率の変化が小さいことから、この周波数において電磁シールド効果はあまり期待できるものではない。

さらに、シートの体積抵抗率もハイレジスタンスメータ（アジレント製4339B）で測定したところ、試料どちらも $1 \times 10^{14} \Omega \text{cm}$ 以上であり、導電性はほとんどない。

これらの比誘電率、比透磁率の測定結果をもとに、従来の電磁波吸収体と同様に理論的に解析を実施する予定である。

マイクロコイルの特徴としては、コイル長、コイル径、ピッチ等が短いことから、その長さと波長が一致させることにより電磁波シールド効果が期待することが可能と考える。

3.4 電磁波吸収性能 マイクロストリップライン法による測定により、周波数18~40GHzにおける電磁波吸収性能を測定した。その結果を図10に示す。

横軸がマイクロストリップラインを伝送する信号の周波数 (GHz)、縦軸はその信号の減衰を表している。マイクロコイル含有の試料は伝送周波数38GHzにおいて、高いロスが見られた。マイクロコイルを樹脂に含有することにより、伝送線路に影響を及ぼすことが確認できた。

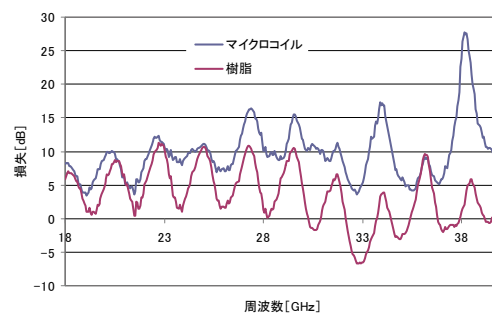


図10. 電磁波吸収効果

これは、マイクロコイルとマイクロストリップラインが相互インダクタンスで影響を及ぼしていることが想定される。(マイクロコイルのめっき材料が銅であり、比透磁率が1のため材料固有の特性から磁界に影響されないため、マイクロコイルの形状が影響されているものと考えられる。)

結果から、銅のマイクロコイルを含有させたシートは、マイクロストリップライン法による電磁波吸収性能を評価したところ、GHz超の周波数において吸収が見られた。これは、マイクロコイルの形状由来の吸収によるものと考えられる。

4. 結言

本研究では、以下の項目を明確にすることができた。

植物マイクロコイルを含有させた樹脂シートの試作を実施した。インピーダンスアナライザを用いた誘電率及び透磁率の測定で磁界に影響を受けることから、マイクロストリップライン法による評価を実施し電磁波吸収性能を確認した。

また、Cu-Ni 両元素を含むめっき膜の生成を簡易分析で確認した。さらに純Cuめっきであってもコイル集合体としてのシート抵抗を測定したところ100~200Ωと比較的高い値を示した。

謝辞

スピルリナの育成/めっきに関する住友金属鉱山株式会社、伊佐淳一氏の技術的補助に謝意を表します。

(平成22年7月1日受付, 平成22年10月8日再受付)

文 献

- (1) 大塚雅之, 鎌田香織, 中川勝, 彌田智一:「らせん紋を鋳型とする導電性マイクロコイルの作製と物性」日本化学会第85春季年会, (2005)
- (2) 橋本修:「電波吸収体の技術と応用」(2008)

論文

超音波を利用したネズミ防除装置の開発

神田 浩一*¹⁾ 大原 衛*²⁾ 金田 泰昌*²⁾ 仲村 将司*²⁾ 坂巻 佳壽美*²⁾
 加藤 光吉*³⁾ 谷川 力*⁴⁾ 謝 林*⁴⁾ 佐藤 正彦*⁴⁾ 春成 常仁*⁴⁾

Development of rat control System with ultrasonic sounds

Koichi Kanda*¹⁾, Mamoru Ohara*²⁾, Yasuaki Kaneda*²⁾, Masashi Nakamura*²⁾, Kazumi Sakamaki*²⁾,
 Kokichi Kato*³⁾, Tsutomu Tanikawa*⁴⁾, Len HSIE*⁴⁾, Masahiko Sato*⁴⁾, Tsunehito Harunari*⁴⁾

We recorded the ultrasonic vocalization that an infant rat separated from a mother rat emitted, and regenerated this ultrasonic vocalization, and performed the inducement experiment to an adult rat. Set in adult rat in the cage which connected two pipes, and connected a sound source to one pipe and sounded ultrasonic vocalization, and measured the next matter.

(1) Time before coming in each pipe first, (2) The sojourn time in the pipe, (3) The approach number of times to a pipe
 As a result, a clear inducement effect was accepted for a female rat.

キーワード：超音波, ネズミ防除, ディストレス コール

Keywords : Ultrasonic, Rat control System, Distress call

1. まえがき

東京におけるネズミの被害に関する相談は年間 1 万件を超えて寄せられている。特に 1990 年代後半から 2000 年代初頭にかけて相談件数が倍増し、その後漸減してきているが、被害は都心部から周辺の住宅地へと広がってきている。その理由として、ビルの厨芥などを餌にしてきたクマネズミが、再開発により壊された建物から逃げ出して、周辺住宅地へと拡散したと考えられている⁽¹⁾⁽²⁾。ネズミの被害は感染症の媒介のほか、経済的被害、電気・通信設備の被害、火災の原因、精神的被害など多方面にわたり、安全な都市生活を脅かしている。ネズミ被害への対策として、殺鼠剤やトラップによる捕獲等があるが、現在東京などの都市部に生息するクマネズミへの対策としては有効でない。

ネズミが超音波を発し、これによりネズミ同士のコミュニケーションを行っている事が知られている⁽³⁾⁽⁴⁾。また、再生したマウスの超音波による誘引効果が報告されている⁽⁵⁾。

我々は、収録したネズミの発する超音波を再生し、ネズミを誘引、あるいは忌避できる装置を開発することを目的に、ラット及びクマネズミの誘引実験を行った。

2. 実験方法

2.1 超音波の収録 ラット及びクマネズミの発する超音波の収録は、都立産技研の無響室で行った。収録システムを図 1 に、収録の条件を表 1 に示す。

無響室内のケージに雌雄、親子などの組み合わせ、また単独で收容し、ビデオカメラで行動を観察しながら収録した。1 回の収録を 10 分程度で個体を替えて複数回の収録を行った。

収録に使用した実験動物は実験用ラット及びイカリ消毒技術研究所で累代飼育した小笠原系クマネズミである。

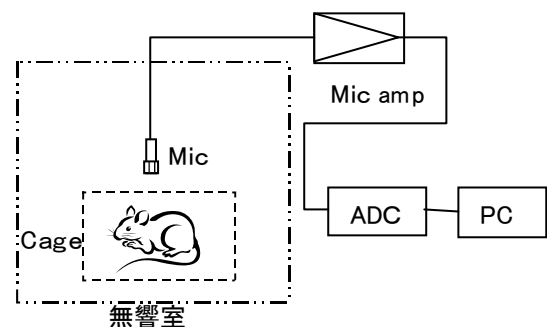


図 1. ネズミの超音波収録方法

*1) 光音グループ

*2) 情報技術グループ

*3) エンジニアリングアドバイザー

*4) イカリ消毒株式会社

表1. 超音波収録装置及び収録条件

名称	機器	規格、設定値
1/4 インチコンデンサマイク クロホン	B&K 社製 Type4135, 4939	周波数特性 ~100kHz
マイクアンプ	B&K 社製 Type2610	Input Gain -30~50dB Output Gain 0~50dB
AD コンバータ	EDIROL, FA-101	サンプリング周波数: 192kHz (帯域 96kHz) 量子化ビット数: 16bit
パーソナルコンピュータ	Sony VAIO	インテル CoreDuo 1.66GHz

ネズミの発する超音波では、幼ネズミが親ネズミから引き離された時に発する Distress call や、雌雄のネズミ間の求愛コールである Courtship call が知られている。本収録で、1 週齢子ラット及び子クマネズミの発する Distress call, 及びアダルトオスラットが発したとみられる Courtship call が観察された。図 2 に 1 週齢の子ラット発した超音波のスペクトログラムの一例を示す。どちらも子ラットを母ラットから引き離し、ケージ内に收容し、その時子ラットの発した超音波を収録したものである。

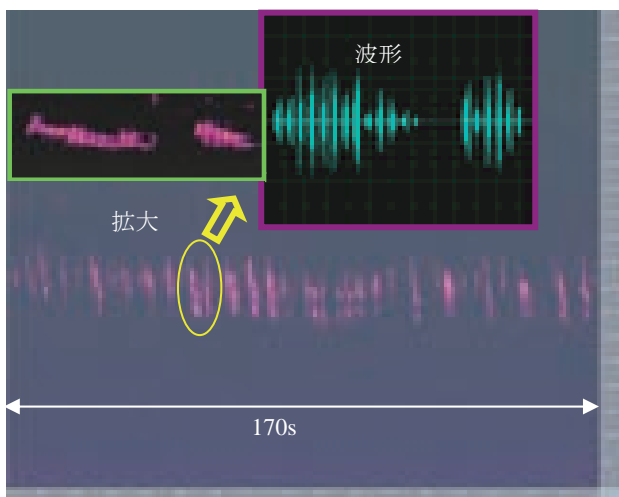


図2. 子ラットの発した超音波の一例
上部は部分拡大のスペクトログラム及び波形

1 週齢の子ラット及び子クマネズミの発する超音波を分析したところ、下記のような特徴が見られた。

発せられた超音波は純音性が高く、その基本周波数は 30kHz~47kHz 程度の範囲で分布し、その高調波も観察された。0.05~0.3 秒程度の時間長の音節が 0.05~0.2 秒程度の間隔を持って複数連なって 1 ブロックを形成し、そのブロックが 1 秒程度以上の間隔で連続して発せられていた。1 音節内で周波数が変化しており、1 ブロック内では各音節の周波数が漸次低下していく傾向が特徴付けられる。

2.2 ラットの誘引実験 収録した 1 週齢の子ラットの発した超音波によるアダルトラットの誘引実験を行った。

(1) 実験はイカリ消毒技術研究所の実験棟で行った。実験の方法を図 3 に、実験風景を図 4 に示す。

音源は 1 週齢の子ラットの再生音、および 1 週齢の子ラット(生音)を用いた。再生音は収録した 192kHz サンプリング、16 ビット量子化の.WAV ファイルを PC で再生し、DAC (Roland 製 UA-101) を介し、パワーアンプ (YAMAHA 製 PA1001) 及びリボンツイータ (Pioneer 製 PT-R4) により再生した。再生音圧レベルの最大値がケージ中心で 63~66dB になるように設定した。

実験動物は出産経験のある(以下、経産)及び出産経験のない(以下、未経産)のアダルトメスラット、及びアダルトオスラット、各 10 頭を用いた。実験動物を 1 回に 1 頭ケージ内に入れ、慣らし時間 15 分の後、左管と右管に順次音源を配置し、5 分間観察し、次の事項をカウントした。

- 実験開始より各管へ最初に進入するまでの時間
- 管内での総滞在時間
- 進入回数

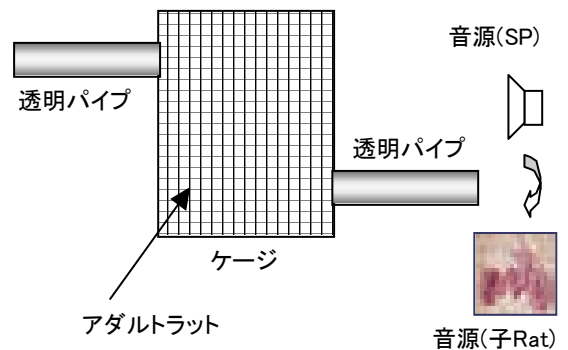


図3. ラットの誘引実験方法

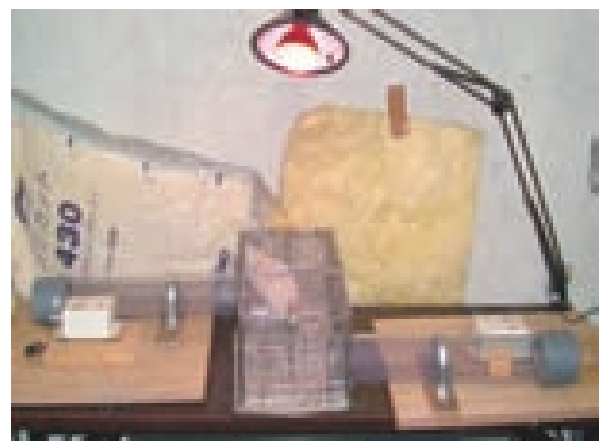
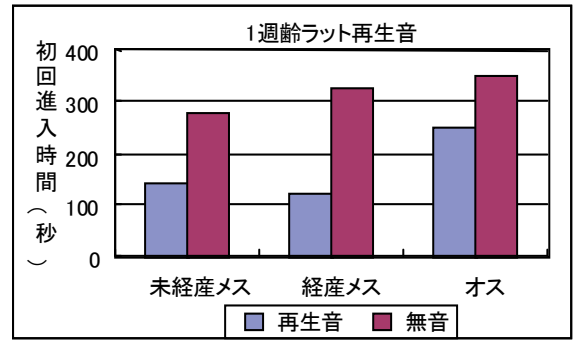
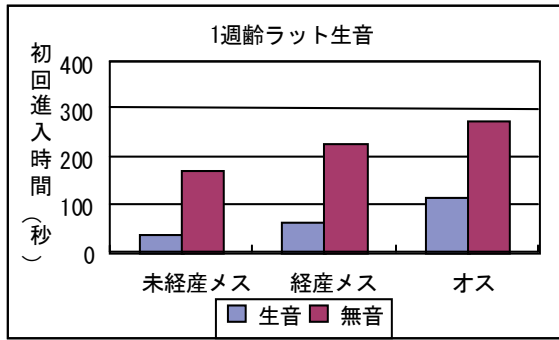
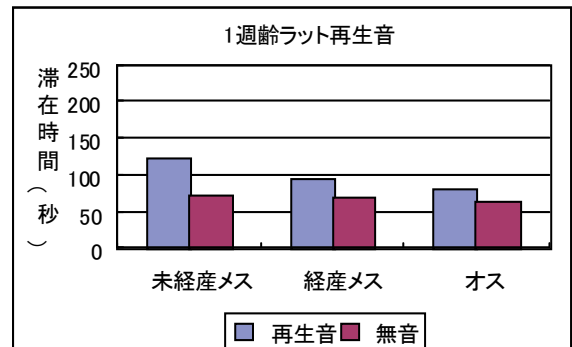
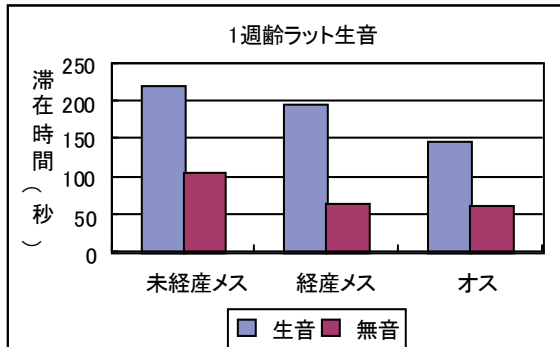


図4. ラットの誘引実験の状況

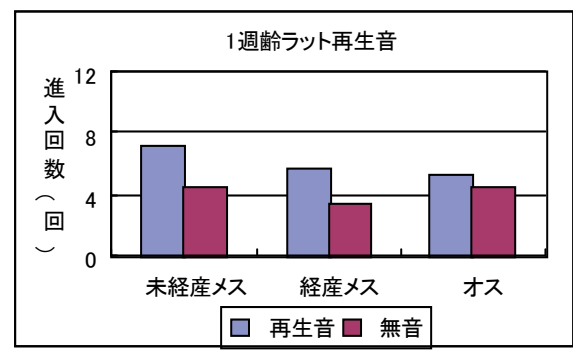
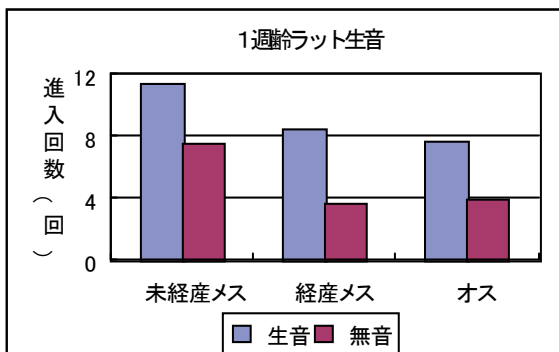
(2) 実験結果 実験結果を図 5 に示す。初回進入時間、滞在時間、及び進入回数は各 10 頭の実験結果から 1 頭分の平均値を求めたものである。初回進入時間が短く、進入回数、滞在時間がそれぞれ大きいと誘引効果が高いと考えられる。



(a) 初回進入時間



(b) 滞在時間



(c) 進入回数

図5. ラットの誘引実験結果

ラットの誘引実験の結果から対応のある t 検定により、誘引効果の判定をした。その結果、再生音では経産メスラット、未経産メスラットの順に有意な誘引効果が認められた。オスラットに対する再生音の誘引効果は認められなかった。再生音に比べて生音の誘引効果が大きく、オスラット

に対する誘引効果が認められたが、その理由として、子ラットの発するにおいて誘引された可能性が考えられる。

表2. 再生音と生音の t 検定による誘引効果の比較

	初回進入時間(秒)		滞在時間(秒)		進入回数(回)	
	再生音	生音	再生音	生音	再生音	生音
未経産メスラットへの誘引効果	○	◎	○	◎	○	○
経産メスラットへの誘引効果	◎	◎	○	◎	◎	◎
オスラットへの誘引効果	×	◎	×	◎	×	◎

* 「◎」・・・ $p < 0.01$ 「○」・・・ $p < 0.05$ 「×」・・・ $p > 0.1$

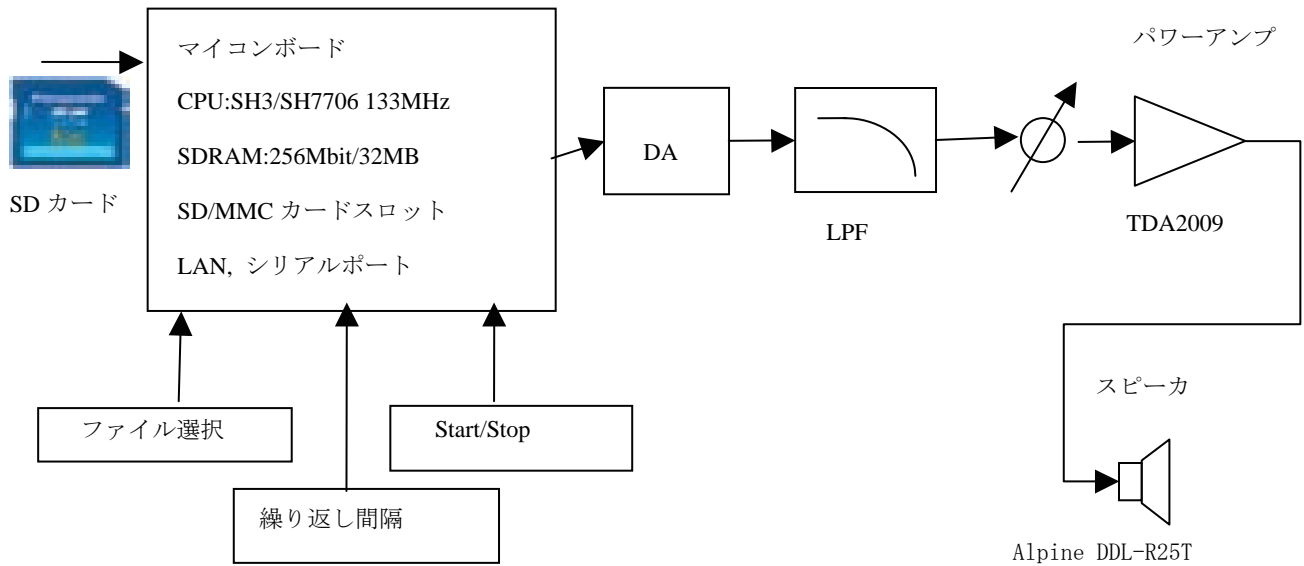


図 6. 試作した超音波発生装置の構成

3. まとめ

ネズミの発する超音波を再生して、ネズミを忌避、誘引する装置を開発するため、超音波の収録とラットの誘引実験をおこなった。その結果、1週齢子ラットによるアダルトメスラットの誘引効果が確認された。

誘引効果が示されたことで、子ラットの超音波を利用してメスラットを誘引、捕獲する可能性が示された。メスラットを捕獲することにより繁殖を抑制し、個体数の減少に寄与できると考えている。

また本研究では、ネズミの発した超音波を記録し、これを再生してネズミを誘引、あるいは忌避できる装置の試作を行った。

試作した超音波発生装置の構成を図 6 に示す。音源データは 192kHz サンプリングで量子化ビット数は装置のリソースを考慮して、8 ビットとした。スピーカには Alpine 社製スーパーツイータ,DDL-R25T を採用した。再生周波数特性は 20~50kHz までで±5dB 程度である。

この装置による実験でラットの誘引、捕獲の可能性が示唆された。引き続きフィールド実験により実用化を目指していく。

(平成 22 年 7 月 9 日受付, 平成 22 年 8 月 20 日再受付)

文 献

- (1) 東京都福祉保険局健康安全室環境衛生課：「都民のためのねずみ防除読本」, pp. 3-4 (2008)
- (2) <http://www.fukushihoken.metro.tokyo.jp/kankyo/eisei/nezukon/>
- (3) 加藤光吉, 渡辺洋介, “ネズミの超音波を探る,” 音響学会誌, Vol.58, No.6, pp. 355-359 (2002)
- (4) Timothy E.Holy,Zhongsheng Guo : 「Ultrasonic Songs of male Mice」, PloS BIOLOGY,Vol3, pp. 2177-2186 (2005)
- (5) Akira Uematsua, Takefumi Kikusua, , Takashi Kiharab, Toshihiro Haradab, Masahiro Katoc, Kiyoshi Nakanod, Osamu Murakamid, Nobuyoshi Koshidae, Yukari Takeuchia and Yuji Mori : 「Maternal approaches to pup ultrasonic vocalizations produced by a

nanocrystalline silicon thermo-acoustic emitter」 Brain Research, Vol.1163, pp. 91-99 (2007)

論文

分光放射輝度の実用校正技術の開発

岩永 敏秀*¹⁾ 中村 広隆*¹⁾ 海老澤 瑞枝*¹⁾ 山本 哲雄*¹⁾

Development of calibration system for spectral radiance measurement

Toshihide Iwanaga*¹⁾, Hiroataka Nakamura*¹⁾, Mizue Ebisawa*¹⁾, Tetsuo Yamamoto*¹⁾

We investigated a calibration system in which a spectral irradiance halogen lamp and a diffuser were used for measuring spectral radiance for the photobiological safety of lamps and lamp systems. We measured the spectral reflectance of a diffuser (PTFE and BaSO₄) with a changing angle of detection. Deviation from Lambert's cosine law of spectral reflectance is the smallest in the vicinity of 40 degrees. This result shows that the angle is suitable for the detection angle. We measured the spatial nonuniformity of radiation from a spectral irradiance standard lamp, which is about 0.8% less. The influence of the nonuniformity upon spectral radiance measurement was found to be small. As a result, we showed this calibration technique was an effective method for spectral radiance calibration.

キーワード：分光放射輝度, ランプの光生物学的安全性, 拡散反射板, 分光放射照度, ランベルトの余弦則

Keywords: Spectral radiance, Photobiological safety of lamps, Diffuser, Spectral irradiance, Lambert's cosine law

1. まえがき

高輝度 LED や HID ランプ (高輝度放電ランプ) などの普及と高輝度化に伴い, 放射光の生体 (人間の眼や皮膚) に対する安全性への懸念が強くなっている。それを受けて, ランプの安全性評価に関する規格が CIE (国際照明委員会) と IEC のダブルロゴ規格 CIE S009:2002/IEC62471:2006 とし, 近年制定された⁽¹⁾。国内でも JIS 化の動きがあり, 今後, 同規格に沿った安全性評価のニーズが増大してくると考えられる⁽²⁾⁽³⁾。

上記の安全性評価には, 分光放射照度と分光放射輝度の測定が必要とされる。このうち, 分光放射照度測定は, 参照標準となる分光放射照度標準電球のトレーサビリティ (JCSS) が確保されていて, 測定方法も確立されている。一方, 分光放射輝度測定は, 上記生体安全性評価のうち, 眼の網膜へのリスクを評価するために, 紫外域から近赤外域 (300nm~1400nm) の波長範囲について必要となる。赤外域 (2μm~) では黒体炉を参照標準とした測定が一般的に行われているものの, 紫外域から近赤外域については国内の参照標準が存在しない。国外では, 積分球光源やリボンフィラメント電球による校正が行われている例もあるが, 高価な設備と頻繁な校正を必要とするため, 利用しにくい⁽⁴⁾⁽⁵⁾。

本研究では, ハロゲン電球と拡散反射板を使った校正技術の開発を行うことで実用的な生体安全性評価方法の確立を目指す。本校正技術は, 輝度計や分光放射計の校正技術として既に使われており, 分光放射照度や光度についての

標準電球と拡散反射板の分光放射輝度率 (ラジアン平方メートル) から, 分光放射輝度の校正を行うものである。ここで, 分光放射輝度率とは, 測定の立体角を十分に小さくした場合の分光立体角反射率と理想的な完全拡散面の分光立体角反射率の比をいい, 国外の標準機関などでその校正が行われている⁽⁶⁾。しかし, 上記 CIE S009:2002 規格に基づいた生体安全性評価のための測定には, 拡散反射板の分光立体角反射率の角度特性や光源の分光放射照度むらなどを測定波長域にわたって詳細に検討する必要がある。

本研究では, ハロゲン電球と拡散反射板の特性を調査・検討し, 安定性, 再現性の高い校正技術の開発を目的とした。今回, ハロゲン電球の放射光の空間的照度むら, 拡散反射板の分光立体角反射率の角度特性および, それらを踏まえた不確かさの算出などの検討を行った。本校正技術の開発によって, 分光放射輝度測定による光源の生体安全性評価を可能とし, 照明や光源関連中小企業の生体安全性を確保した製品開発を支援する。

2. 校正の理論

光源 (分光放射照度の値がついたもの) と拡散反射板を図 1 のように配置したとき, 拡散反射板の反射面で反射した全分光放射束 $\Phi_e(\lambda)$ は, 反射面の光源からの放射光による分光放射照度 $E(\lambda)$, 反射面の分光反射率 $\rho(\lambda)$ および反射面の面積 (十分小さく, 面内で分光放射照度と分光反射率が一樣であると仮定する) dS を使って, 次式で表せる。

$$\Phi_e(\lambda) = \rho(\lambda)E(\lambda)dS \dots\dots\dots(1)$$

*¹⁾ 光音グループ

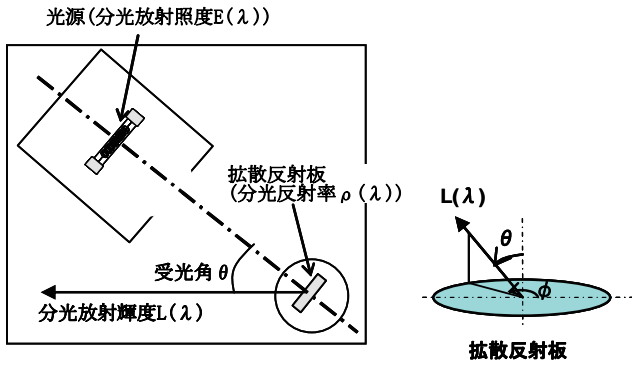


図1. 分光放射照度標準電球と拡散反射板を使った
分光放射輝度の校正

一方、反射面で反射した放射束の配光分布 (θ, ϕ 方向の放射強度) を $I_\lambda(\theta, \phi)$ で表すと

$$\Phi_e(\lambda) = \iint I_\lambda(\theta, \phi) \sin \theta d\theta d\phi \dots\dots\dots(2)$$

の関係がある。今、反射面が均等拡散面 (ランベルトの余弦則に従う面=観測方向により輝度に変化しない面) であるとき、反射面の法線方向 ($\theta=0^\circ$) の放射強度を $I_\lambda(0)$ 、分光放射輝度を $L(\lambda)$ とすると次式が成立する。

$$I_\lambda(\theta, \phi) = I_\lambda(0) \cos \theta = L(\lambda) \cos \theta dS \dots\dots\dots(3)$$

(3)式を(2)式に代入して計算すると

$$\begin{aligned} \Phi_e(\lambda) &= \iint I_\lambda(0) \cos \theta \sin \theta d\theta d\phi \\ &= 2\pi I_\lambda(0) \int_0^{\pi/2} \frac{\sin 2\theta}{2} d\theta = \pi I_\lambda(0) = \pi L(\lambda) dS \end{aligned} \dots\dots\dots(4)$$

(1)式と(4)式により次式が成立する。

$$L(\lambda) = \frac{\rho(\lambda)}{\pi} E(\lambda) \dots\dots\dots(5)$$

(5) 式から、反射面の分光反射率と分光放射照度が既知であれば、分光放射輝度を決定することができる。(5) 式は、反射面が均等拡散面 (ランベルトの余弦則に従う面) であり、 $E(\lambda)$ と $\rho(\lambda)$ が面内で一様である場合のみ成立する。積分球内壁や反射率標準に用いられている拡散反射板は、均等拡散面に近い反射面として知られているが、本研究では改めて余弦則への一致度や反射面の照度むらの程度を測定により検討し、校正技術への適否を考察した。

3. 各種反射板の分光立体角反射率の角度依存性

3.1 実験方法 拡散性が良く、分光反射率の高いと思われる各種拡散反射板について、分光立体角反射率の角度依存性の測定を行い、ランベルトの余弦則からの外れについて考察を行った。測定に用いた反射材料は、PTFE (焼結品)、BaSO₄、セラミクス (つや有り)、セラミクス (つやなし)、オパールガラスの5種類とした。BaSO₄ および PTFE

(焼結品) は、拡散反射率の標準や積分球内壁の材料として良く用いられている。セラミクスも反射率の標準として用いられる。オパールガラスは、拡散性の高い透過材料として、積分球の窓材などに用いられる。分光立体角反射率の角度依存性は、分光光度計 (島津製作所製 SolidSpec3700DUV) に変角測定装置 (ゴニオメーター) を組み合わせた装置を用い、照射光の入射角と受光角を変化させて測定した。

3.2 結果と考察 分光立体角反射率の角度依存性測定結果の一例 (入射角 10°) を図2に示す。セラミクス (つや有り) とオパールガラスについて、各波長の結果とも受光角 10° 、すなわち正反射方向で反射率が突出して高くなっている。両材料とも光沢を持つため、強い正反射を生じていることが分かる。紫外域から近赤外域 (300nm~1400nm) にかけて、余弦配光 (すなわちランベルトの余弦則) への一致度が最も高いのは、PTFE (焼結品) および BaSO₄ であった。この結果から、PTFE (焼結品) または BaSO₄ が校正の標準板として適当であると考えられる。さらに校正の幾何学的条件を検討するため、上記2種類の材料について、光の照射角と受光角に関する角度依存特性を測定した。照射角を変化させたときの角度依存特性の影響は顕著には見られなかった。一方、受光角を変化させたときのランベルトの余弦則からの外れは、図3のように得られた。PTFE (焼結品) および BaSO₄ ともに図に示されているように各波長とも受光角 40° 付近でランベルトの余弦則からの外れが最小となる。よって、受光角 40° の配置で分光放射輝度の校正を行うことが適当である。

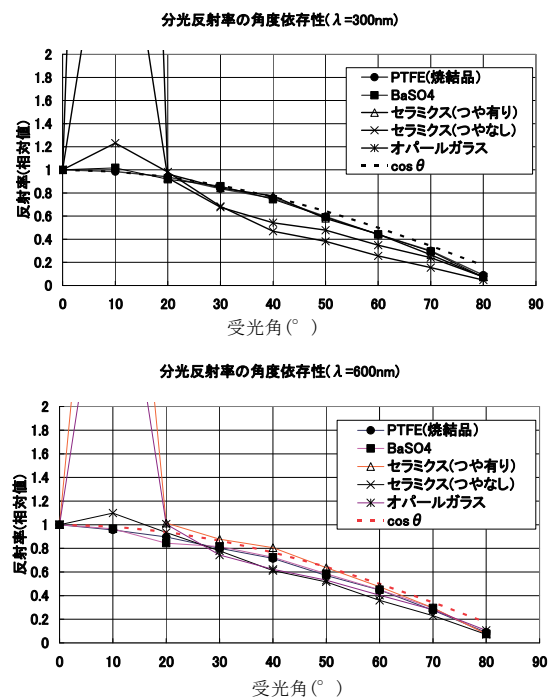


図2. 分光反射率(分光放射輝度率)の角度依存性
(上) $\lambda=300\text{nm}$ (下) $\lambda=600\text{nm}$

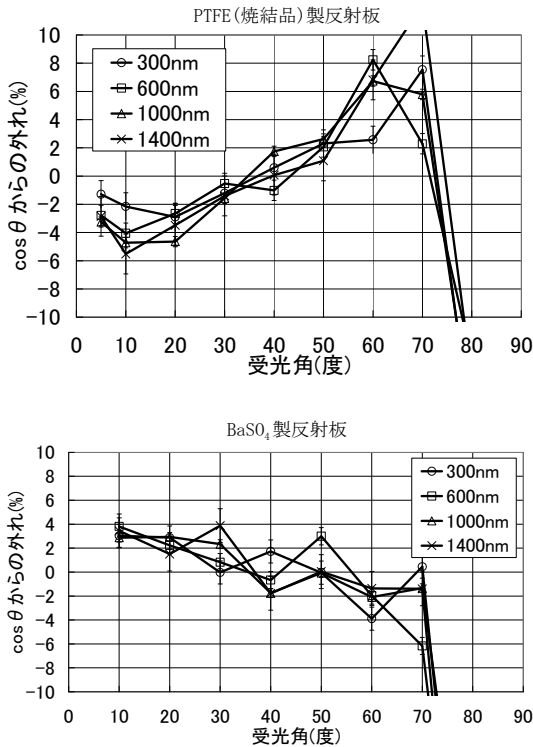


図3. 分光反射率(分光放射輝度率)の余弦則からの外れ
(上)PTFE(焼結品)製反射板 (下)BaSO₄製反射板

4. ハロゲン電球の照度むら

4.1 実験方法 本校正技術に適した光源としては、紫外域から近赤外域(300nm~1400nm)の波長範囲にかけて、切れ目のない連続的なスペクトルを有する高出力のハロゲン電球が有利である。本研究では、500W および 1000W のハロゲン電球 3 種類を選択し、特性の測定を行い、校正技術への適否を検討した。このうち、500W ハロゲン電球(JPD100V-500WCS)は、日本国内で、分光放射照度標準電球として利用されている。その他の2種類の1000W ハロゲン電球は、光学機器用(JPD100V-1000WC)と特殊照明用(JCS100V-1000WC)を使用した。1000W 品は、500W 品に比べ放射照度が大きく、特に紫外域での測定に有利である。上記ハロゲン電球について、空間的照度むらの測定を行った。空間的照度むらは、V(λ)受光器の受光位置を変えたときの空間的照度変化を測定した。空間的照度むらは本来、校正波長域(300nm~1400nm)の各波長毎に評価する必要があるが、相対分光分布の空間的変化が照射範囲内で十分小さいと考えられるので、評価を照度測定により行った。

4.2 結果と考察 空間的照度むらの測定結果を図4に示す。照度むらが最も小さかったのは、JPD100V-500WCS(最大照度差0.8%)、最も大きかったのは、JCS100V-1000WC(最大照度差4.5%)であった。この照度むらによりどの程度の校正不確かさが生じるのかを見積もるため、以下の検討を行った。図5に示すような分光放射輝度の校正光学系を仮定したとき、分光器に入射する放射束は、以下の式に示すように拡散反射板上を微小区間に分割したときの各区間の分光放射照度を使って次式で表すことができる。

$$\Phi_e(\vec{p}, \lambda) = \int \frac{\rho(\lambda)E(\vec{p}, \lambda) \cos \theta}{\pi r^2} dS \dots\dots (6)$$

$$E(\vec{p}, \lambda) = \varepsilon(\vec{p})E(\vec{o}, \lambda) \dots\dots\dots (7)$$

ここで、 \vec{p} は、拡散反射板上の任意の微小区間の位置ベクトル、 $\Phi_e(\vec{p}, \lambda)$ は、分光器へ入射する放射束、 $\rho(\lambda)$ は拡散反射板の分光反射率、 $E(\vec{p}, \lambda)$ は拡散反射板上の分光放射照度、 r は点 \vec{p} と受光位置との距離、 $\varepsilon(\vec{p})$ は拡散反射板上の照度むらである。上記の Φ_e について図4で得られた照度むらがある場合と照度むらがない理想的な場合を計算し、その差を不確かさとした。不確かさの算出の結果、JPD100V-500WCSとJPD100V-1000WCSで0.11%、JCS100V-1000WCSで0.21%であった。不確かさの大きさは小さく、拡散反射板上の照度むらによる測定不確かさへの影響は小さいことを示している。

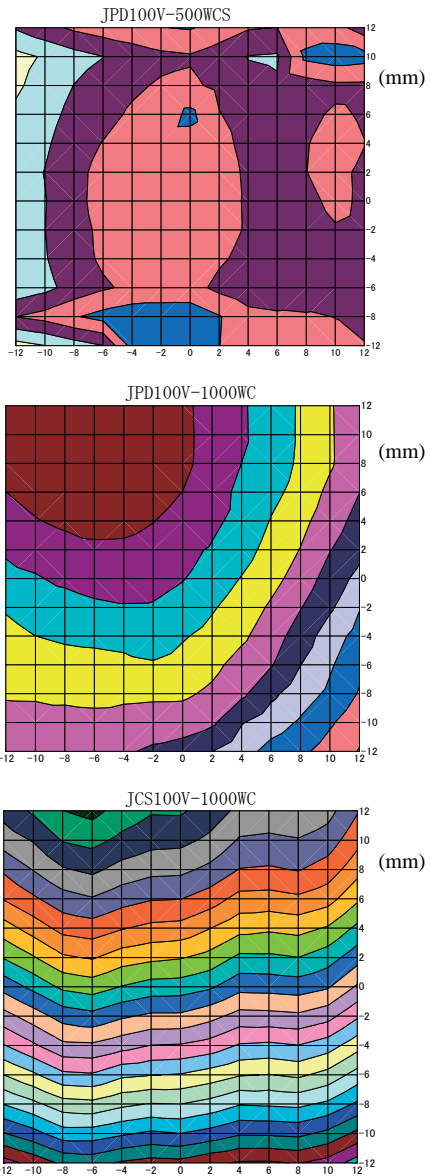


図4. 拡散反射板上の照度むら
(上)JPD100V-500WCS (中)JPD100V-1000WC (下)JCS100V-1000WC
等高線は、0.2%の照度変化を示す。

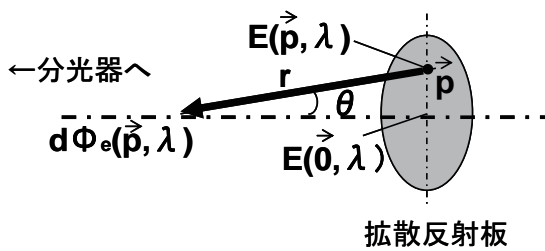


図5. 分光放射輝度の照度むらによる不確かさの検討

5. 不確かさの検討

5.1 不確かさ要因と算出方法 今回の分光放射輝度校正技術の不確かさ要因として、3および4で述べた拡散反射板の反射特性、光源の照度むらなどのほか、分光放射照度標準電球の校正值、分光反射率の校正值およびその経時変化などの要因が考えられる。分光放射照度標準電球の校正不確かさは、一次標準電球（JCSS トレーサブル）の校正不確かさのほか、常用標準電球への値付け時の測定繰り返し性、電圧設定、波長正確さ、受光器の直線性などを考慮する必要がある。今回は、一次標準電球と同種のハロゲン電球の値付けを行うことから、一次標準電球の校正不確かさ（校正証明書の値を利用）が支配的であると考え、この値のみを考慮した。分光反射率の校正值は、値付き（NIST トレーサブル）の PTFE 製拡散反射板を使用することを想定し、拡散反射板添付の校正証明書の値を利用した。分光反射率の経時変化は、PTFE 製および BaSO₄ 製拡散反射板の経年変化から推定した。

5.2 結果と考察 不確かさ算出結果を表1に示す。校正波長域によって、分光放射照度校正值、分光反射率の経時変化が異なる（紫外域での不確かさが大きい）。不確かさへの寄与が大きいのは、分光放射照度標準電球の校正值（一次標準電球の校正值）および分光反射率の経時変化である。分光反射率は短波長域ほど経時変化が大きい。紫外域（300nm~400nm）について PTFE 製は、平均 2.6%/年、BaSO₄ 製は、平均 4.4%/年の経時変化が生じている。校正周期を1年とすると経時変化による不確かさは最大 1.52%と計上され、大きな不確かさ要因となる。他の要因は、全体の不確かさにはほとんど寄与しない。分光反射率の経時変化について、十分に管理することが不確かさを抑える上で重要であると思われる。

表1. 校正の不確かさ

不確かさ要因	標準不確かさ u(xi)	感度係数 ci	ui(y)= ci u(xi)
分光放射照度校正值	1.6~3.2	1	1.6~3.2
照度変動	0.032~0.070	1	0.032~0.070
照度むら	0.064~0.12	1	0.064~0.12
分光反射率の校正值	0.50	1	0.50
分光反射率の経時変化	0.012~1.52	1	0.012~ 1.52
余弦則からの外れ	1.0	1	1.0
電圧計の確度	0.0050	4	0.020
合成標準不確かさ			2.0~3.7
拡張不確かさ(k=2)			3.9~7.4

6. まとめ

分光放射輝度の実用的校正技術の開発を行った。ハロゲン電球と拡散反射板の特性を検討し、不確かさを算出した。σ=3.9~7.4% (k=2) の値が得られ、実用上十分な校正技術であることを示した。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 8 月 20 日再受付)

文 献

- (1) CIE S009/IEC62471: "Photobiological safety of lamps and lamp systems"(2006)
- (2) TS C0038: "ランプ及びランプシステムの光生物学的安全性"(2004)
- (3) K.Kohmoto, Y.Nakazawa, K.Suzuki, H.Kondo: "Risk evaluation of LEDs with CIE photobiological lamp safety standard", CIE Compte Rendu, 25th Session, D6-22-25(2003)
- (4) G.P.Eppeldauer, S.W.Brown, T.C.Larason, M.Racz, K.R.Lykke: "Realization of a spectral radiance responsivity scale with a laser-based source and Si radiance metres", Metrologia, 37, 531-534(2000)
- (5) S.W.Brown, G.P.Eppeldauer, K.R.Lykke: "Facility for spectral irradiance and radiance responsivity calibrations using uniform sources, Applied Optics, 45(32), 8218-8236(2006)
- (6) C.J.Chunnillal, A.J.Deadman, L.Crane and E.Usadi: "NPL scales for radiance factor and total diffuse reflectance", Metrologia, 40, 192-195(2003)

論文

バグフィルタ型 VOC 処理装置の開発

平野 康之^{*1)} 萩原 利哉^{*1)} 小島 正行^{*1)} 伊瀬 洋昭^{*1)}

A Disposal Equipment for Exhaust Gas from Paint Factories Using Bag-Filters Coated with Activated Carbon Powder

Yasuyuki Hirano^{*1)}, Toshiya Hagiwara^{*1)}, Masayuki Kojima^{*1)}, Hiroaki Ise^{*1)}

We developed a novel type of disposal equipment for exhaust gas from paint factories. Organic solvents are consumed in various small and medium-sized enterprises (SMEs). Severely polluted air is caused by photochemical oxidant of volatile organic compounds (VOCs) in urban areas. Although exhaust gas from paint factories needs to be purified, disposal equipments are unfamiliar in SMEs. Emissions from paint factories are large in volume and low concentration of VOCs and paint particles. Granular activated carbon is commonly used as adsorbent for VOCs. In this study, the equipment consists of bag-filters which are coated with activated carbon powder (ACP). ACP was used to remove VOCs and paint particles simultaneously. Pressure drop and disposal efficiency were influenced by particle diameter of ACP. The decrease of particle diameter increases the resistance of gas, with the increment of absorption efficiency. Experimental results revealed that our equipment is applicable to paint factories.

キーワード：VOC，活性炭，塗装工場，中小企業，環境，処理装置

Keywords：volatile organic compounds, activated carbon, paint factories, small and medium-sized enterprises, environment, disposal equipment

1. まえがき

光化学オキシダントの抑制を図るため，揮発性有機化合物（VOC）の排出を規制する改正大気汚染防止法が平成18年から施行されている⁽¹⁾。自主的取組の対象となっている中小規模の吹付け塗装工場では⁽²⁾，塗装ブース内において捕集されなかった微粒子化した塗装ミストと低濃度VOCが発生する。中小企業の多くは排ガス処理装置を設置しておらず，小型且つ維持費が安価な処理装置の開発が望まれている⁽³⁾、⁽⁴⁾。

本研究では，装置価格が低い吸着方式⁽⁵⁾において，従来装備されていた塗装ミストフィルタを省き，吸着材維持費を低コスト化するため安価な粉末活性炭（ACP）を使用し，VOCと塗装ミスト処理を同時にACPで行うバグフィルタ型VOC処理装置の開発に取組んできた。処理装置の縮小モデル機を試作して，ACPの処理性能を調査し，塗装工場への適用について検討した。

2. 排ガス処理装置試作機

2.1 中小塗装工場からの排ガス 開発する処理装置は塗装ブースから排出されるガスを対象とした。労働安全衛生法にのっとり，塗装ブースにおける吹付け作業場所の風速は 0.5 m s^{-1} 以上であり⁽⁶⁾，また塗装ブースの開口部面積は $2 \sim 6 \text{ m}^2$ であることが多いことから⁽⁴⁾，中小塗装工場での換

気量を $10\,000 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ と仮定した。その他標準とした操業条件を表1に示す。塗装ブースの種類は，湿式ブースに比べ設備費の低い乾式ブース⁽⁷⁾を対象とした。乾式ブースの塗装ミスト除去効率については，湿式ブースに比べ塗装ミスト除去効率の低い⁽⁷⁾乾式ブース（アネスト岩田製，BBC-20D）を使用してアミノアルキド樹脂塗料（ロックペイント製，エミラック 050-1205）を吹付け，ブースから排出される塗装ミストをフッ素樹脂処理ガラス繊維フィルタ（Pallflex Products 製，T60A20）により捕集することにより求めた（吹付け量 2 g s^{-1} ，風量 $10\,000 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ ）。また塗料固形分比率は，シンナーで希釈した（塗料：シンナー=100：34.2）アミノアルキド樹脂塗料について，JIS K 5601-1-2 に準じて加熱乾燥後の重量変化から設定した。

表1. 塗装工場の操業条件モデル

換気風量	$10\,000 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$
操業時間	6 h d^{-1}
塗料種	アミノアルキド樹脂塗料
塗料消費量（シンナーを含む）	15.8 kg d^{-1}
塗着効率	40 wt%
塗装ブースの種類	乾式ブース
乾式ブースの塗装ミスト除去効率	94.2 wt%
塗料固形分比率	50 wt%，（白色）

微粒子化した塗装ミストは乾式ブースに装備されている排気フィルタを通過するため，1日に排出される塗装ミスト

*1) 地域結集事業推進部

の固形分量は、表 1 の塗料消費量、塗着効率、乾式ブースの塗装ミスト除去効率、塗料固形分比率から 275 g d^{-1} と推定できる。また、乾式ブースの排気フィルタは VOC を除去しないため、1 日の VOC 排出量は表 1 から同様に、 7.90 kg d^{-1} と計算される。VOC をトルエンとすると、排ガスの平均 VOC 濃度は 32.0 ppm となる。

2.2 縮小モデル機 従来、主に除塵のためにバグフィルタは使用されてきたが、ACP を保持するためにバグフィルタを用い、保持された ACP に塗装ミストと VOC を除去させることを考えた。ACP のバグフィルタへの保持は、バグフィルタでの除塵と同様にバグフィルタ後段を負圧にすることでガスの粉体保持面に対して垂直な力が ACP に作用し、保持される。

1 日の VOC 除去に必要な量の ACP をバグフィルタに保持させた後、塗装作業を開始し、作業終了後に VOC を吸着した ACP を払い落とす。縮小モデル機での払い落としは、実験後にガス処理方向とは逆向きに圧縮空気を瞬間的に流すパルスジェット方式を用いた。

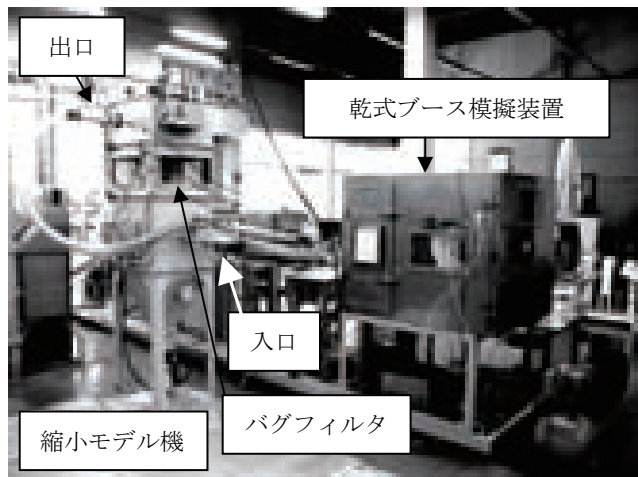


図 1. 縮小モデル機

ポリエステル不織布バグフィルタ（ホーコス製，TE5ME2）を内蔵した 1 / 100 規模の縮小モデル機（図 1）を試作し、スプレーガン（ランズバーグ・インダストリー製，T-AGPV-868-805MT-G）と乾式排気フィルタ（パーカーエンジニアリング製，アレスターパッド）を装備した乾式ブース模擬装置（新菱工業製）に接続した。縮小モデル機の仕様を表 2 に、実験装置の概略図を図 2 に示す。

表 2. 縮小モデル機仕様

処理風量	$36 \sim 200 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$
粉体保持面積	0.5 m^2
バグフィルタ外径	0.155 m
バグフィルタ長さ	0.257 m
バグフィルタ本数	4 本
バグフィルタ設置面積	0.233 m^2 , ($0.44 \times 0.53 \text{ m}$)
塗料吹付け量	0.2 g s^{-1}

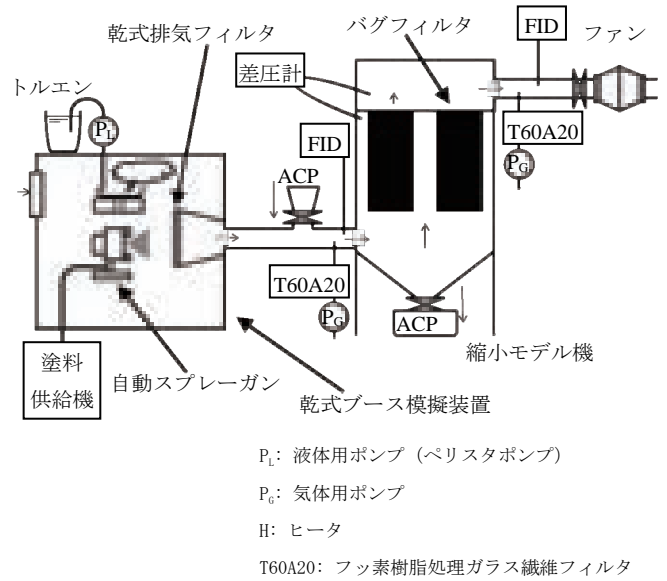


図 2. 実験装置概略図

3. 実験

3.1 粉末活性炭による圧力損失 ACP の導入量を調整してバグフィルタの ACP の保持量を変化させ、ガスが ACP を通過する線速度 (LV) を 0.02 及び 0.04 m s^{-1} として、ACP の圧力損失を測定した。使用した ACP は木質系活性炭であり、粒度の異なる 3 種類を用いた。ACP のメジアン径を表 3 に示す。

表 3. 使用した粉末活性炭 (ACP) のメジアン径

型番	μm
PG-1PD	19
PG-1PD(B)	37
PG-1PD(C)	67

ACP: ダイネン製

3.2 塗装ミスト付着の影響

(1) ミスト導入量 専用シンナーで希釈したアミノアルキド樹脂塗料を吹付け、縮小モデル機へ導入されるミストをフッ素樹脂処理ガラス繊維フィルタを用いて捕集した。実験条件を表 4 に示す。

表 4. ミスト導入量調査実験条件

塗料希釈重量比 (塗料:シンナー)	100 : 34.2
自動スプレーガン使用圧力	霧化エア : 1.20 MPa パターンエア : 0.07 MPa
希釈塗料吹付け量	0.2 g s^{-1}
線速度 (風量)	0.02 m s^{-1} ($36 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$), 0.04 m s^{-1} ($72 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$)
吹付け時間	1200 s

また, 乾式排気フィルタを通過し, 縮小モデル機へ導入される直前での排気ダクト内のミストの粒度分布を, 実際の乾式ブース通過直後の粒度分布と比較した(エアサンプラー: 柴田科学製, AN-200 アンダーセンタイプ)。なお, 実機乾式ブースでの計測は, アミノアルキド樹脂塗料を 2 g s^{-1} で吹付けた(ハンドスプレーガン: アネスト岩田製, W-101, 吹付け圧力 0.24 MPa)。

(2) ミスト除去 バグフィルタの ACP 保持量を変化させ, 表 4 の条件でミストを導入し, ACP で除去できないミストはフッ素樹脂処理ガラス繊維フィルタを用いて捕集した。

(3) 圧力損失 前項 (2) のミスト除去実験時に, ACP へのミスト付着による圧力損失の上昇を計測した。バグフィルタ後段のフッ素樹脂処理ガラス繊維フィルタで捕集されるミストがないことを確認し, 導入したミストが全て ACP で付着した場合の圧力損失の変化を求めた。

3.3 粉末活性炭のトルエン吸着性能 メーカーが提供する塗料及びシンナーの MSDS^{(8), (9)}を参考にし, 前述 3.2 における希釈塗料の揮発成分比を表 5 に作成した。その結果, トルエンが VOC 排出の 50% 以上を占め, 最も寄与することが示されたことから, 縮小モデル機の VOC 処理性能はトルエンを用いて評価することとした。

表 5. 希釈塗料中の揮発成分

物質名	重量比, wt%
トルエン	53.5
キシレン	16.3
n-ブタノール*	22.2
エチルベンゼン	7.1
ホルムアルデヒド*	0.8

*最小値と最大値が記載されている物質は中間値を用いた。

一定濃度のトルエンガスを ACP へ送風し, ACP のトルエン吸着率を調査した。一定濃度のトルエンガスを発生させるためにペリスタポンプ(ATTO製, AC-2120)を用い乾式ブース模擬装置内にトルエンを導入し, $115 \text{ }^\circ\text{C}$ で加熱気化(トルエンの沸点: $110.6 \text{ }^\circ\text{C}$)させた。導入されるトルエンガス濃度が約 100 ppm になるようにペリスタポンプの送液速度を調整し, また導入濃度は FID 式 VOC 濃度計(東亜 DKK 製, GHT-200)を縮小モデル機の入口に接続し監視した。ACP 通過後のトルエンガス濃度も FID で監視し, ACP 通過後のトルエンガス濃度が上昇し, 15 ppm に到達するまでトルエンガスを導入した。トルエン導入量を吸着量とし, トルエンを吸着した ACP 保持量から吸着率を求め, ACP 保持量と粒度の違いによる吸着率の変化を調査した。

4. 実験結果と考察

4.1 縮小モデル機の圧力損失特性 ACP 圧力損失と ACP 保持量の関係を図 3 に示す。圧力損失は, 保持量, ガスの ACP を通過する LV 及び粒度に依存し, 粒度を大きくすることによって圧力損失を著しく低下させることが可能であった。

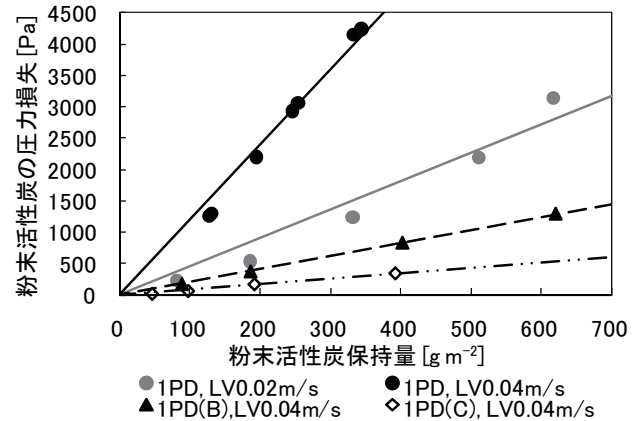


図 3. 粒度ごとの粉末活性炭保持量と圧力損失の関係

4.2 塗装ミスト付着の影響

(1) ミスト導入量 1200 s の吹付け時間での縮小モデル機へ導入される塗装ミスト量を表 6 に示す。

実機における 1 日のミスト導入量 $M [\text{g d}^{-1}]$ は, 塗料消費量を $C [\text{g d}^{-1}]$, 塗着効率を $\eta_T [\text{wt}\%]$, 乾式ブースフィルタの除去効率を $\eta_R [\text{wt}\%]$, 塗料固形分比率を $\eta_S [\text{wt}\%]$ とすると,

(1) 式のように表され, 表 1 の値から 1 日のミスト導入量は 275 g と計算される。

$$\begin{aligned}
 M &= C \left(1 - \frac{\eta_T}{100}\right) \left(1 - \frac{\eta_R}{100}\right) \frac{\eta_S}{100} \\
 &= 15.8 \times 10^3 \times \left(1 - \frac{40}{100}\right) \times \left(1 - \frac{94.2}{100}\right) \times \frac{50}{100} \\
 &\dots\dots(1)
 \end{aligned}$$

縮小モデル機内において, 粉体保持面積は 0.5 m^2 で一定あり, ガスの ACP を通過する LV が 0.04 m s^{-1} のとき, 風量は $72 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ である。実機の ACP を通過する LV を 0.04 m s^{-1} と設計した場合, 縮小モデル機の風量から, 実機の約 $1/140$ スケールである。すなわち, 約 $1/140$ スケールの縮小モデル実験において, 1 日分のミスト導入量は 1.98 g に相当する。

表 6 の実験結果は, 塗装ブース模擬装置での 1200 s の吹付けによって, 実機の約 $1/140$ スケールにおける 1 日分のミスト導入量を縮小モデル機へ供給していることを示す。

表 6. 縮小モデル機の 1200s での塗装ミスト導入量

線速度 (風量)	塗装ミスト導入量 g	
	0.02 m s ⁻¹ (36 m ³ h ⁻¹)	0.04 m s ⁻¹ (72 m ³ h ⁻¹)
1 回目	2.12	2.49
2 回目	2.15	2.36
3 回目	2.03	1.72
平均	2.10	2.19

次に縮小モデル機へ導入したミストと実機乾式ブース通過後のミストの粒度分布の比較を図 4 に示す。実機乾式ブースから排出されるミスト粒径とほぼ等しく、そのミストの粒径は数 μm オーダであることが明らかとなった。

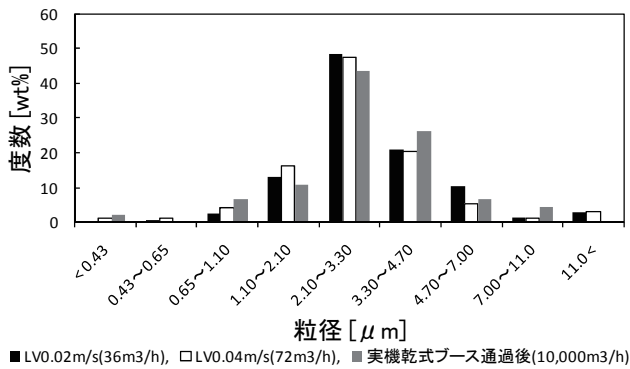


図 4. 縮小モデル機への導入ミストと実機乾式ブース通過後のミストの粒度分布の比較

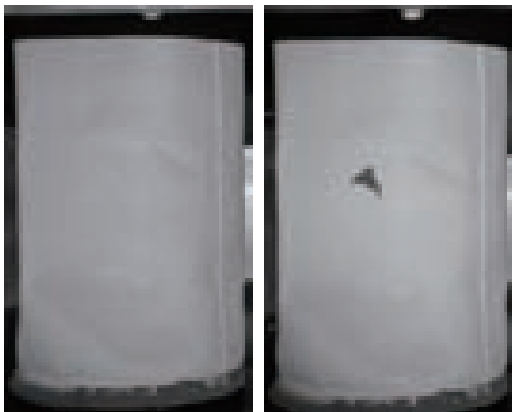


図 5a. 塗装ミスト付着後の全体写真
 図 5b. 塗装ミスト付着後の全体写真 (粘着テープではがした部分 ACP のみが観察された)



図 5c. 粘着テープで剥した部分の拡大写真
 図 5. 粉末活性炭 (PG-1PD(C)) による塗装ミスト除去

(2) ミスト除去 全てのミスト除去実験において、ACP を通過するミストを捕集するためのフッ素樹脂処理ガラス繊維フィルタは重量変化が検知されず、ACP によるミスト除去率は 100 %であった。従って本方式によって 0.4 μm 程度までの微粒子が除去可能であることが明らかとなった。

目視ではミストは ACP 表面に付着し、バグフィルタ表面まで到達している様子は確認できなかった (図 5)。なお、ミスト付着後の ACP は通常の払い落しで容易に回収可能であった。

(3) 圧力損失 塗装ミスト付着後の圧力損失の変化は小さく、処理装置全体の圧力損失への塗装ミストの寄与は ACP の粒度に比べ小さいことが明らかとなった (図 6)。また ACP へのミスト付着量は一定であるにもかかわらず、ミストが付着すると、保持されている ACP 量に依存して圧力損失が上昇した。このことにより、ガス通過面積と ACP 粒子周りの風速が変化していることが示唆される。

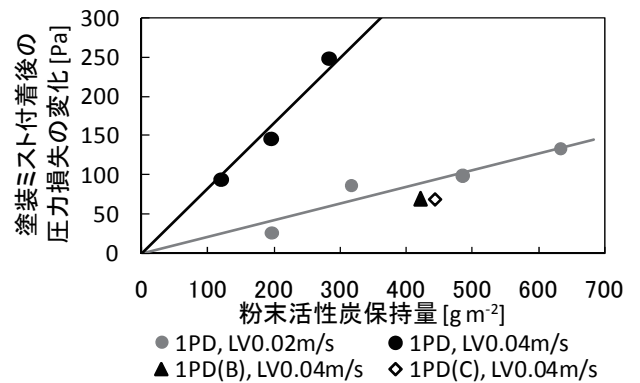


図 6. ミスト付着による粉末活性炭の圧力損失の上昇

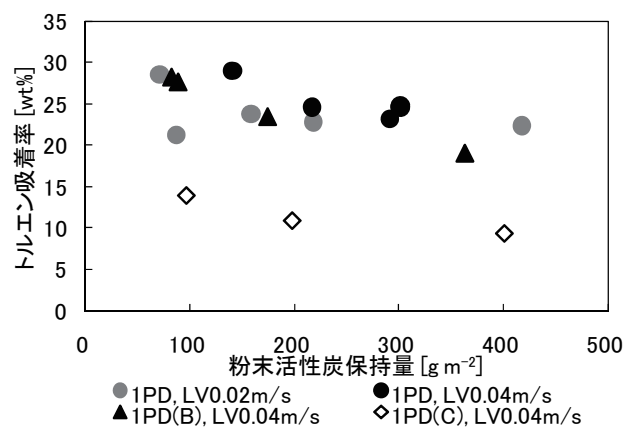


図 7. 粉末活性炭保持量とトルエン吸着率の関係

4.3 縮小モデル機のトルエン吸着性能 ACPのトルエン吸着率を図7に示す。PG-1PD(C)は吸着率が著しく低下した。これはACPの粒子が大きいため、活性炭粒子間の空隙が大きくガスが流れ易く、粒子中心部分のマイクロ孔まで到達するトルエンガスが少ないことが考えられる。この実験結果から使用するACPのメジアン径は37μm以下が適する。また保持量によっても吸着率は低下する。保持量の増加と共に、粉末層が不均一な厚さとなっていることが目視で確認され、流れの偏りによって吸着率が低下すると考えられる。

4.4 実機的设计 実機の粉体保持面積S[m²]は、縮小モデルの粉体保持面積が0.5[m²]で一定であるため、縮小率をR[%]とすると(2)式のように表される。

$$S = 0.5 \times \frac{100}{R} \dots\dots\dots (2)$$

縮小モデル実験において、ガスのACPを通過するLVが0.04 m s⁻¹のとき、Rは0.72%であるから実機の保持面積は69.4 m²と設計される。同様に、LV 0.02 m s⁻¹のときはRが0.36%であるから、実機保持面積は139 m²である。実機保持面積を決定するLVは装置の小型化のために大きいことが望まれる。

実機のLVを0.04 m s⁻¹と設定し、実機の設置面積を需要が大きい3.3 m²以下⁽⁴⁾とした場合、例えば実験で使用した外径0.155 m、長さ2.55 mのバグフィルタを使用すると、表2のように4本でのバグフィルタ設置面積0.233 m²であるから、56本を3.26 m² (1.76 x 1.86 m)に装備する設計となる。

LV 0.04 m s⁻¹の吸着率の設計値を、PG-1PDは図7においておよそ30~25 wt%の範囲であったので最小の25 wt%を用い、同様にPG-1PD(B)は20 wt%、PG-1PD(C)は10 wt%とそれぞれ設定し、1日のACP必要量を次に求める。1日のVOC処理量は7.9 kgであるから、PG-1PDを使用する場合は31.6 kg、PG-1PD(B)は39.5 kg、PG-1PD(C)は79 kg必要になる。保持面積は69.4 m²であるから粉末活性炭保持量はそれぞれ表7に示す値となる。粉末活性炭保持量から圧力損失はそれぞれ図3及び6から推定され、表7の値となる。

表7. 吸着率の設定による必要保持量と圧力損失

型番	吸着率 wt%	粉末活性炭 保持量 g m ⁻²	粉末活性炭 圧力損失 kPa	塗装ミスト 付着後の 圧力損失 kPa
PG-1PD	25	455	5	0.4
PG-1PD(B)	20	569	1.3	0.1
PG-1PD(C)	10	1138	1	0.15

PG-1PDは高い吸着率で使用できるためACPランニングコストをさらに低くすることが可能であるが、装置の圧力損失が5 kPaを超えるためイニシャルコストと電力コストが高くなる。PG-1PD(C)は活性炭必要量が大きく、また送風機はPG-1PD(B)使用時と同程度の送風機が必要である。従って使用するACPはPG-1PD(B)が適し、実機の圧力損失は1.3 kPaと設計される。

5. まとめ

粉末活性炭をバグフィルタに保持させて塗装排ガスを処理する装置を試作し、塗装排ガス処理性能を評価した。バグフィルタ型VOC処理装置の圧力損失は、メジアン径37μmの粒度の粉末活性炭を使用する場合、1.3 kPa程度に制御することができ、高静圧型のブロワを必要としない。また、処理装置は需要が大きい3.3 m²に設置可能であることを示した。表8にバグフィルタ型VOC処理装置仕様をまとめる。

バグフィルタの外径やバグフィルタ間の距離等の最適化によって処理装置のさらなる小型化が期待される。

表8. バグフィルタ型VOC処理装置仕様

風量	10 000 m ³ h ⁻¹
装置設置面積	3.26 m ²
バグフィルタ長さ	2.55 m
バグフィルタ外径	0.155 m
バグフィルタ本数	56 本
粉体保持面積	69.4 m ²
ACP 必要量 (トルエン 7.9 kg d ⁻¹)	39.5 kg d ⁻¹
使用 ACP メジアン径	37 μm
線速度	0.04 m s ⁻¹
VOC 吸着率	20 wt%
装置圧力損失	1.3 kPa

本研究はJST, 東京都地域結集型研究開発プログラムにおいて実施されたものである。

(平成22年6月30日受付, 平成22年10月8日再受付)

文 献

- (1) 環境省:「大気汚染防止法の一部を改正する法律案」の閣議決定について」(2004-03-08)
<http://www.env.go.jp/press/press.php?serial=4763> (参照 2009-08-20)
- (2) 環境省:「揮発性有機化合物(VOC)の排出規制制度の概要」(2006-02-22) <http://www.env.go.jp/air/osen/voc/seido/001.pdf> (参照 2010-06-22)
- (3) 中央環境審議会専門委員会:「揮発性有機化合物の排出抑制に係る自主的取組のあり方について」(2006-08-14)
<http://www.env.go.jp/press/press.php?serial=7055> (参照 2010-06-22)
- (4) 東京都環境局:「中小企業者向けVOC脱臭処理装置のニーズに関するアンケート調査結果」(2006-01-16)
<http://www2.kankyo.metro.tokyo.jp/chem/voc/voc2/paint.pdf> (参照 2010-06-22)
- (5) 石黒辰吉:「臭気対策の基礎と実際」, オーム社出版局, p.133 (1997)

- (6) 総務省法令データ提供システム：「有機溶剤中毒予防規則」
(2006-01-05)
<http://law.e-gov.go.jp/htmldata/S47/S47F04101000036.html>
(参照 2010-08-03)
- (7) 奥山岑長：「塗装ブースの種類と管理ポイント」, 塗装技術,
Vol.48, No.6 pp.57-64 (2009)
- (8) ロックペイント (株)：「016-1134」(参照 2010-06-25)
http://www2.rockpaint.co.jp/home_j/gijutu/msds/pdf/016-1134.pdf
- (9) ロックペイント (株)：「050-1205」(参照 2010-06-25)
http://www2.rockpaint.co.jp/home_j/gijutu/msds/pdf/050-1205.pdf

論文

廃棄物系木質バイオマス为原料とした活性炭の試作実験

萩原 利哉^{*1)} 瓦田 研介^{*2)} 井上 潤^{*1)} 杉森 博和^{*2)} 白石 稔^{*3)} 渡辺 昭^{*3)}

Manufacturing of activated carbon made from waste woody biomass

Toshiya Hagiwara^{*1)}, Kensuke Kawarada^{*2)}, Jun Inoue^{*1)}, Hirokazu Sugimori^{*2)}, Minoru Shiraishi^{*3)}, Akira Watanabe^{*3)}

Waste woody biomass such as bark has been incurred in Tokyo. In this study, we aimed to develop economical and high quality adsorbents made from waste woody biomass, and we enlarged the amount of activated carbon production in several kg with the aid of manufacturers for practical use. In lab-scale, we achieved high quality activated carbon from the pellets whose mixing ratio of wood chip and waste bark was 3:1. In this experiment, we made activated carbons in two compositions, that is, “A composition (wood powder and waste bark is 3:1)” and “B composition (wood powder only)”. As a result, we succeeded in activated carbons manufacturing of several kg, but there were some issues in each process. In the granulation process, strength of “A composition” pellets was fragile. In the carbonization process, a part of each composition char became a powder. In the activating process, the yield of “A composition” activated carbon was low. To get better performance, it is necessary to sort out some issues in each process, such as pellets strength and selection of machine type etc.

キーワード：活性炭，廃樹皮，廃棄物系木質バイオマス

Keywords : activated carbon, bark, waste woody biomass

1. まえがき

東京都では，廃樹皮などの廃棄物系木質バイオマスが発生しているが，その多くが十分に有効利用されていないことが課題となっている。一方，平成16年に大気汚染防止法が改正され⁽¹⁾，塗装工場などから排出されるVOC（揮発性有機化合物）の排出基準について，大規模事業所は法規制（例：排気風量100,000m³/h以上の吹付塗装施設はVOC排出基準700ppmC），中小規模事業所は自主的取組とするベストミックスの手法が導入された。規制対象外である中小企業においてもVOC処理装置の導入を促進するためには，装置のコンパクト化・低価格化と共に，安価で高性能なVOC吸着材の開発が望まれる。代表的な気相用のVOC吸着材として活性炭が挙げられるが，その原料としては，ヤシガラ，石炭などが用いられ，原料や製造方法によって細孔構造や比表面積が異なることが知られている⁽²⁾。

筆者らは⁽³⁾，都内で発生する未利用・廃棄物系木質バイオマスを原料とした安価で高性能な環境浄化用吸着材の開発を目的として，製造量約50gのラボスケール実験において，製材や建材に不向きな低質材の木部チップおよび廃樹皮の混合比率が重量比3：1の割合で混合したペレットを800℃で炭化，1000℃で水蒸気賦活処理を行って活性炭を製造した。その結果，高い比表面積を持ち，VOC吸着特性に優れ

た活性炭が得られた。活性炭製造量を数kgにスケールアップした試作実験を行い，製造した活性炭の性能および得られた知見について報告する。

2. 実験

2.1 原料と製造条件 活性炭の原料は，東京都多摩地域産材の木粉（有限会社島田小割製材所）を木部，廃樹皮（多摩木材センター）を樹皮として用いた。原料の配合は，ラボスケール実験で高い比表面積とVOC吸着性能が得られた木部と樹皮の混合比率が重量比3：1の条件（以下A配合とする）および木粉のみの条件（以下B配合とする）の2条件とした。

2.2 活性炭製造工程 本研究での活性炭製造工程は，原料をペレット化する造粒工程，ペレットを炭化物にする炭化工程，炭化物を活性炭にする賦活工程の3工程とした（図1）。ここで，それら3工程をダイネン株式会社およびメーカー3社と協力して，活性炭を製造した。

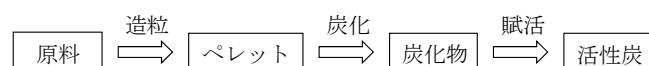


図1. 活性炭製造工程

*1) 地域結集事業推進部

*2) 資源環境グループ

*3) NPO法人日本炭化研究協会

(1)造粒工程 造粒工程は、株式会社テクノパウダルトン（福島県いわき市）と協力して行った。前処理として、パルペライザー（不二パウダル㈱製 FXB-3 型）を用いて樹皮を粉碎し、ハイスピードミキサー（深江工業㈱製 FS-200 型）を用いて木部と粉碎した樹皮を 3:1 の混合比で 1 分間混合したものを A 配合の原料とした。B 配合の原料は木部のみのため、そのまま使用した。ディスクペレッター（不二パウダル㈱製 F-40 型、図 2）を用いて A 配合および B 配合の原料を $\phi 5\text{mm}$ 、長さ約 10mm の形状に造粒成形した後、振動篩（㈱ダルトン製 702 型）を用いて分級した。篩上に残ったペレットを炭化物の原料に使い、篩下の粉化原料については再度造粒した。製造したペレットについて、かさ密度測定およびサンプル約 5g 当たりの含水率測定を行った。かさ密度は 1L ステンレス容器にサンプルを投入し、0.1mg まで計量し算出した。含水率測定には赤外線式水分計（Kett 製 FD-600）を使用した。



図 2. ディスクペレッター（造粒工程）

(2)炭化工程 炭化工程は、明和工業株式会社（石川県金沢市）と協力して行った。連続式炭化炉（明和工業㈱製 MES20CP 型、図 3）を用いて A 配合および B 配合のペレットを 800°C 、滞留時間を 1 時間および 2 時間で炭化処理を行った後、目開き $\phi 2\text{mm}$ の篩を用いて分級し、篩上に残ったペレット状炭化物を賦活工程の原料とした。製造した炭化物について、かさ密度測定およびサンプル約 10g 当たりの含水率測定を行った。かさ密度は 10L バケツにサンプルを投入し、0.1kg まで計量し算出した。含水率測定には赤外線式水分計（Kett 製 FD-600）を使用した。固定炭素量測定は JIS M 8812 に準拠して行った。



図 3. 連続式炭化炉（炭化工程）

(3)賦活工程 賦活工程は、中外炉工業株式会社（大阪府堺市）と協力して行った。電熱式ロータリーキルンテスト炉（中外炉工業㈱製、図 4）を用いて A 配合および B 配合の炭化物を 850°C 、滞留時間を 2 時間、3 時間および 4 時間、水蒸気量 12kg/h で賦活処理を行い、活性炭を製造した。製造した活性炭について、かさ密度測定を行った。かさ密度は 500ml ステンレス容器にサンプルを投入し、0.1mg まで計量し算出した。



図 4. 電熱式ロータリーキルンテスト炉（賦活工程）

2.3 活性炭性能評価 製造した A 配合および B 配合の活性炭について、自動ガス蒸気吸着量測定装置（日本ベル㈱製 BELSORP 18Plus-T）を用いて液体窒素温度における窒素吸着量を測定し、吸着等温線を作成した。作成した吸着等温線から比表面積および細孔容積を算出した。なお、比表面積は BET 法により算出し、細孔の中でも細孔径 2nm 以下のミクロ孔容積は MP 法、細孔径 2~50nm のメソ孔容積は BJH 法により算出した。

3. 結果および考察

3.1 各工程結果

(1) 造粒工程 表1に造粒工程結果を示す。ここでの収率はウェットベースにおける原料処理量に対するペレット収量の割合である。A配合ペレットはB配合ペレットと比較すると、かさ密度が小さく、含水率が高かった。造粒工程において、A配合ペレットは二種類の原料を使用しており、B配合ペレットと同じ製造条件では造粒できなかった。そこで、軸回転速度を下げた結果、A配合ペレットでも造粒可能になったが、造粒速度はB配合ペレット製造時の二倍となった。その結果、A配合ペレットはディスクペレッター内部での滞留時間が短くなり、圧縮不足で強度が脆く、かさ密度が小さくなったと考えられる。また、圧縮による発熱が少なく、水分の蒸発が少なかったために、含水率が高くなってしまったと考えられる。

硬度のあるペレットを製造するためには、原料によって軸回転速度や含水率の調整など、最適な造粒条件を検討する必要がある。

表1. 造粒工程結果

配合	処理量 (kg)	収量 (kg)	収率 (%)	かさ密度	含水率 (%)
A (木部：樹皮=3：1)	612	540	88.2	0.53	13.9
B (木部のみ)	740	510	68.9	0.64	3.9

(2) 炭化工程 表2に炭化工程結果を示す。表中、炭化物添え字の数字は炭化時の滞留時間を示す。ここでの収率はドライベースにおけるペレット処理量に対するペレット状炭化物収量の割合である。炭化物についてもペレット同様、A配合炭化物はB配合炭化物よりかさ密度が小さかった。固定炭素量は一般的に炭化が進むに従って増加するが、本実験においては滞留時間を1時間、2時間と変化させても、A配合、B配合共に大きな差は見られなかった。このことから炭化時の滞留時間は1時間で十分であることがわかった。

炭化物全収量中の粉化した割合は、A配合炭化物が約50%、B配合炭化物が約27%であり、A配合炭化物の方が粉化した割合は多かった。本実験で使用した炭化炉は、炭化物を取り出し口へと送るために、炉内にスクリー型の羽根が付いているが、羽の回転によって炭化物を送り出す際に物理的に壊れてしまったと考えられる。特にA配合ペレットはかさ密度が小さかったため、粉化しやすく、粉化した量が多くなってしまったと考えられる。ペレット状炭化物の収率を増やすためには、使用するペレットの硬度や炭化炉内部の形状に注意する必要がある。

表2. 炭化工程結果

炭化物*	滞留時間 (h)	処理量 (kg)	収量 (kg)	収率 (%)	含水率 (%)	かさ密度	固定炭素 (%)
A _I	1	264.3	33.9	12.8	3.1	0.31	92.3
A _{II}	2	52.1	6.1	11.7	4.3	0.30	94.4
B _I	1	278.0	54.4	19.6	2.9	0.43	94.3
B _{II}	2	68.5	14.4	21.0	3.6	0.45	94.6

※炭化物添え字の数字は炭化時の滞留時間を示す

(3) 賦活工程 表3に賦活工程結果を示す。表中、活性炭添え字の数字は炭化時および賦活時の滞留時間を示す。ここでの収率はドライベースにおけるペレット状炭化物処理量に対する活性炭収量の割合である。A配合活性炭の収率はB配合活性炭よりも全体的に低かった。かさ密度の小さいA配合炭化物は炉の回転によって粉化しやすいため、賦活反応による炭素質の消費が進みやすくなった結果、A配合活性炭の収率が低くなってしまったと考えられる。

滞留時間と収率において、B配合活性炭は賦活時の滞留時間の増加により収率は低下した。A配合活性炭においても3時間から4時間と滞留時間の増加により収率が低下した。しかし、A配合活性炭の2時間における収率は、3時間における収率46.1%よりも高くなると予想されたが、実際は43.6%と低くなってしまった。これは、賦活工程において、一番初めにA配合炭化物を2時間滞留させて賦活を行ったが、その際の賦活炉内の雰囲気安定しておらず、炉内中の酸素を十分に置換できなかったことや、水蒸気が過剰になったことなどが原因と考えられる。収率向上のためには、活性炭製造前に炉内の空気を完全に置換するなど、炉内雰囲気を十分に安定させる必要がある。

表3. 賦活工程結果

活性炭*	滞留時間 (h)	処理量 (kg)	収量 (kg)	収率 (%)	かさ密度
A _I -2	2	5.98	2.60	43.6	0.18
A _I -3	3	5.98	2.75	46.1	0.20
A _I -4	4	5.98	2.56	42.8	0.19
B _I -2	2	5.94	4.24	71.4	0.36
B _I -3	3	5.94	3.56	59.9	0.34
B _I -4	4	5.94	3.07	51.7	0.33

※活性炭添え字の数字は、炭化時および賦活時の滞留時間を示す

3.2 活性炭性能評価 図5に活性炭の収率と BET 比表面積の関係を示す。ここでの収率は原料ペレットに対する活性炭収量の割合である。図 5 より、収率は異なるが、A 配合および B 配合活性炭の BET 比表面積は同程度で、高い比表面積は得られなかった。本実験で使用したロータリーキルンの最高使用温度は 850°C だったが、より高温での賦活が可能なロータリーキルンを使用すれば、BET 比表面積の向上が期待される。

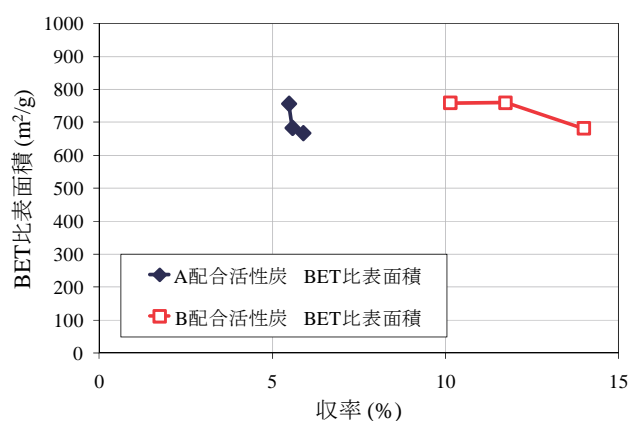


図 5. 収率と BET 比表面積の関係

次に、滞留時間 4 時間で製造したそれぞれの配合の活性炭の細孔容積と BET 比表面積の関係を図 6 に示す。図 6 より、A 配合活性炭および B 配合活性炭を比較すると、BET 比表面積およびマイクロ孔容積に大きな違いは見られなかったが、メソ孔容積は A 配合活性炭の方が大きかった。また、気相用の VOC 吸着材としてよく用いられる市販ヤシガラ活性炭の実測値およびおが粉を原料とした木質系活性炭の文献値⁽⁴⁾を A 配合活性炭とを比較すると、マイクロ孔容積および BET 比表面積は市販ヤシガラ活性炭が最も大きく、A 配合活性炭は木質系活性炭よりも小さかったが、メソ孔容積は市販ヤシガラ活性炭が最も小さく、A 配合活性炭は木質系活性炭よりも大きかった。樹皮活性炭はマイクロ孔が発達し、メソ孔が少ないという報告もあるが⁽⁵⁾、前報で得られた樹皮活性炭はメソ孔容積が大きかった。賦活ガスや賦活温度等活性炭の製造条件の違いによると考えられる。また、メソ孔は吸着速度を支配するため⁽⁶⁾、メソ孔が発達しているという細孔構造の特徴は、吸着速度に対し有利と期待される。

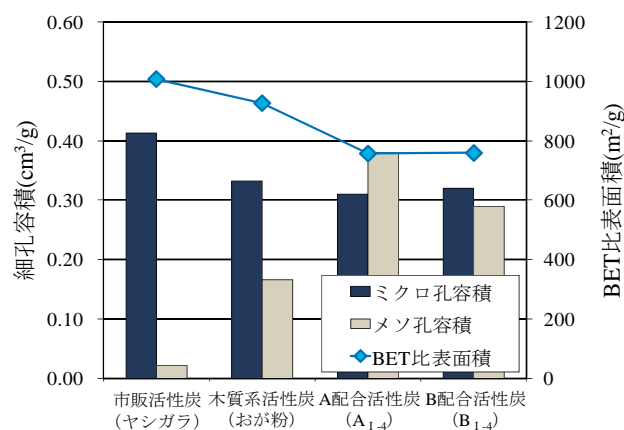


図 6. 細孔容積と BET 比表面積の関係

4. まとめ

活性炭製造の実用化に向けて、木部と樹皮の混合比率が重量比 3 : 1 の条件 (A 配合) および木部のみの条件 (B 配合) の 2 条件で、活性炭製造量が数 kg にスケールで試作実験をメーカー協力のもとで行った。

造粒工程では A 配合ペレットの造粒条件の検討が不十分であったため、かさ密度が小さく、含水率が高くなってしまった。さらに、炭化工程では炭化炉の構造により、炭化物の一部が崩れて粉末状になってしまったことや、賦活工程では賦活炉内雰囲気安定せず、A 配合活性炭の収率が低くなってしまったことなどの問題点が見つかった。また、本実験で製造した活性炭は、賦活温度が低かったことなどが原因で、BET 比表面積や細孔容積が小さくなってしまったと考えられる。これらの問題点を改善するためには、ペレット強度の向上や、構造や設定可能温度などの機械の性能を十分に考慮して製造を行う必要がある。

謝辞

本研究は、(独) 科学技術振興機構 (JST) 東京都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」のもとで実施されました。感謝をもってここに記します。

(平成 22 年 7 月 7 日受付, 平成 22 年 10 月 20 日再受付)

文 献

- (1) 環境省：「大気汚染防止法の一部を改正する法律案」の閣議決定について (2004-3-8)
<http://www.env.go.jp/press/press.php?serial=4763>
- (2) 真田雄三, 鈴木基之, 藤元薫：「新版活性炭 基礎と応用」, 講談社, pp.55 (1992)
- (3) 東京都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」成果集, pp.7-8 (2010)
- (4) 井原真也, 高阪務：JP 特開 2003-342014(2003)
- (5) 進藤隆世志, 工藤宏隆, 北林茂明, 小沢泉太郎：「CO₂ 賦活スギ樹皮活性炭の特性評価」, 素材物性学雑誌, Vol.16, No.1, pp.27-34 (1993)
- (6) 荻野圭三：「炭素系吸着剤の表面改質と吸着特性」, 表面, Vol.29, No.6, pp.448-459 (1991)

安価な金属酸化物触媒を用いた VOC の処理

染川 正一*¹⁾堂免 一成*²⁾

Catalytic emission control of VOC using cheap metal oxides

Shouichi Somekawa*¹⁾, Kazunari Domen*²⁾

Catalytic oxidation is one of the most developed techniques for elimination of VOC (volatile organic compounds), as it requires lower temperature (250-350 °C) than thermal oxidation (700-800 °C). The most active catalysts for VOC degradation are based on platinum, which are dispersed on high surface area supports. However, their wide application remains difficult due to the high material cost. Therefore, it is important to develop low-cost catalysts, i.e., noble metal-free catalysts. In this study, we took notice of cheap metal oxides, ex. Ce, Co, Cu oxides, which could decompose toluene and ethyl acetate totally at lower reaction temperature than Pt catalyst. Moreover, these metal oxides catalysts were highly stable and could keep its activity in the presence of water vapor. While, the addition of water vapor significantly inhibited the activity of the Pt catalyst. Finally the CuO-Co₃O₄-CeO₂ molded catalysts containing 10 wt% kaolin (clay) were prepared by a transfer molding method for practical application.

キーワード：揮発性有機化合物, 完全分解, 金属酸化物

Keywords: Volatile organic compounds, total decomposition, metal oxides

1. まえがき

VOC (Volatile Organic Compounds, 揮発性有機化合物) は塗装工場や印刷工場など, 溶剤を使用する工程で多く発生しており, 大気汚染及び健康被害の原因となるために適切な処理が求められている。VOC を処理する方法としては吸着法, 薬液吸収法, 燃焼法などがある。燃焼法とは VOC を燃やして水と炭酸ガスにして無臭無害化するものであり, その場ですぐ処理が可能で, 処理材の更なる処理は必要ないという特徴がある。700-800 °C の高温が必要な直接燃焼法と比べて, 触媒燃焼法は 250-350 °C の低温でも VOC を完全酸化することが可能なので注目されてきた⁽¹⁻⁴⁾。VOC 分解活性の高い触媒としては白金が知られており, 高表面積の担体に担持されている^(5,6)。しかしながら貴金属であるために材料コストが高いことが課題であった。今回は VOC 成分の一つであるトルエンを主に用い, 低温で VOC を完全酸化できる安価な金属酸化物触媒の開発を行った。

2. 実験方法

今回報告する金属酸化物のうち Cr₂O₃, V₂O₅, TiO₂, WO₃ は市販品を使用した。CeO₂, Co₃O₄, CuO はそれら金属の炭酸塩を 300-650 °C, 5 h 空气中で焼成するという方法で合成した。Co₃O₄-CeO₂ 触媒は Co および Ce の炭酸塩を目的の元素比になるように混合し, 物理的にそれらの粉末を混合し

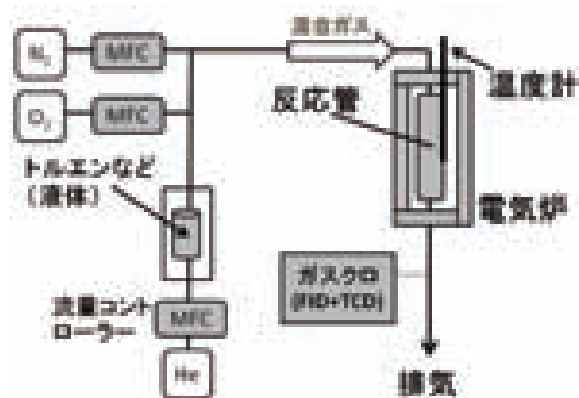


図 1. 動的触媒評価装置の概略図

た後に空气中で 300 °C, 5 h 焼成して作製した。

反応管の閉塞を防ぐ目的で調製した粉末は加圧後に約 0.5 mm に整粒して用いた。反応は流通式触媒反応装置で行った。装置の概略を図 1 に示す。触媒 1 g を詰めた反応管にトルエン 280 ppm が含まれた混合ガスを 304 ml/min 流した (He: 67%, N₂: 20%, O₂: 13%)。触媒の結晶構造は X 線回折分析装置 (Rigaku diffractometer RINT-2100) で解析した。触媒粉末の比表面積・細孔分布は脱水前処理後に比表面積細孔分布測定装置 (BET 式, BELSORP-mini II) で解析した。反応後に生成した CO と CO₂ 量及びガス中 VOC の定性・定量分析はそれぞれ TCD 及び FID 式のガスクロマトグラフを用いて行った。

*¹⁾ 地域結集事業推進部

*²⁾ 東京大学

3. 結果と考察

種々の金属酸化物を用いてトルエン分解活性を調べた結果を図2に示す。活性は反応温度に対するCO₂への転化率(完全分解率)で比較してある。触媒活性は一般に結晶性と表面積に依存する。表面積が大きくなるほど活性点が増えるので活性は高くなる傾向にある。また触媒活性などの金属酸化物の性質が発現するためには物質固有の結晶構造を有している必要がある。X線回折分析装置にて図2で用いたすべての金属酸化物は結晶構造を有していることを確認した。物質によってはそれら結晶の形成過程でシンタリング(結晶成長)を起こして表面積が小さくなってしまいうものもある。表面積が活性に及ぼす影響は酸化セリウムを

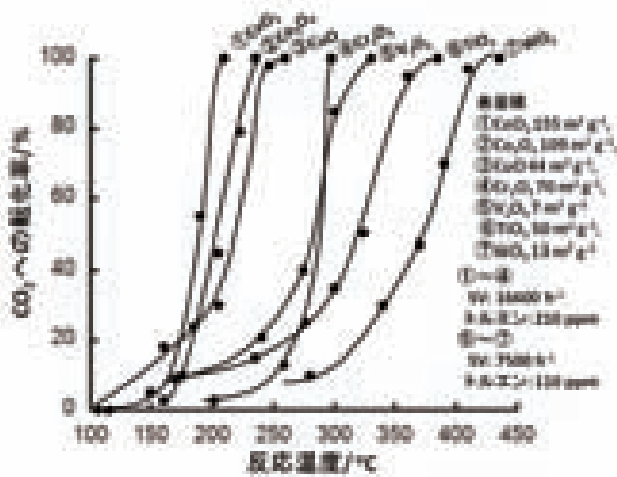


図2. 各種金属酸化物触媒のトルエン分解活性

[触媒 1 g, トルエン 280 ppm, ガス流量 304 ml/min (He: 67%, N₂:20%, O₂:13%)]

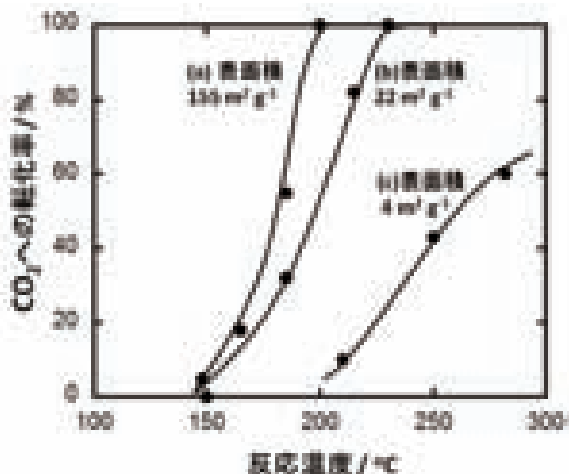


図3. トルエン分解活性に及ぼす表面積の影響 (CeO₂使用)

[触媒 1 g, トルエン 280 ppm, ガス流量 304 ml/min (He: 67%, N₂:20%, O₂:13%), (a), (b) は炭酸セリウムをそれぞれ 300, 650 °C で空气中 5 h 焼成したものであり, (c) は市販品である]

例にとって図3に示してある。表面積が大きくなるにつれてVOC分解に必要な温度は低くなったが、結晶性も同時に悪くなるためにその温度の低下には限界がある。SV(空間速度)は触媒量に対する処理ガス量の比率を表しており、この値が大きいほど少ない触媒で大量のガスを処理する必要がある。図2中のデーターの表面積や反応温度を考慮すると、Ce, Co, Cuの酸化物が比較的低温でトルエンの完全分解を達成し、触媒活性が高いことが分かる。まずはCo, Ceの酸化物に注目し、それらの酸化物を複合した。元素の割合や合成手法を変えながら触媒開発を進めた結果、我々はCo:Ceの元素比1:1を持つ高表面積のCo₃O₄-CeO₂触媒が白金触媒に匹敵する高いトルエン完全分解活性を持つことを見出し、2週間の連続耐久性試験後もその分解活性を保持していることを確認した⁽⁷⁾。今回は高活性を示したCo:Ceの元素比1:1を有するCo₃O₄-CeO₂触媒について図4に示すようにトルエンの完全分解活性に対する白金触媒との比較

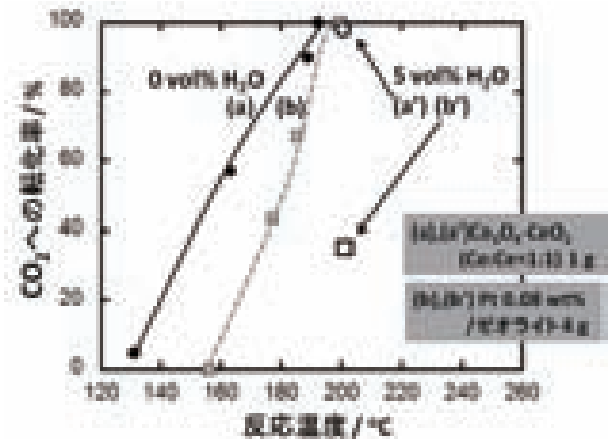


図4. Co₃O₄-CeO₂とPt触媒のトルエン完全分解特性の比較と水蒸気の影響 [トルエン 280 ppm, ガス流量 304 ml/min (He: 67%, N₂:20%, O₂:13%)]

データ(a,b)に5 vol%水蒸気存在下での触媒活性の影響を付け加えた。水蒸気は動的触媒評価装置の経路の途中に加熱した水を置いて、そこにガスをバブリングさせることで導入した。実験の結果、200°C水蒸気存在下での反応において、白金触媒(b')ではCO₂までの転化率が半分以下に低下したのに対し、Co:Ceの元素比が1:1のCo₃O₄-CeO₂触媒(a')では転化率はほとんど低下しなかった。このことから、Co₃O₄-CeO₂ (Co/Ce=1)触媒が白金触媒と比べて水蒸気被毒に強いことが明らかになった。

次にCuOに注目した。予備実験でCuOは活性は高いがシンタリングを起こし易いことが分かっていたので、Co-Ce(1:1mol)酸化物上にCuOを適量分散させてシンタリングを防ぐとともに、その活性を向上させることを考えた。研究の結果、Cu元素比が約10 wt%になるように複合することで、白金触媒よりも低い反応温度でトルエンを分解できることを見出した⁽⁸⁾。図5はCo₃O₄-CeO₂触媒にCuOを複合

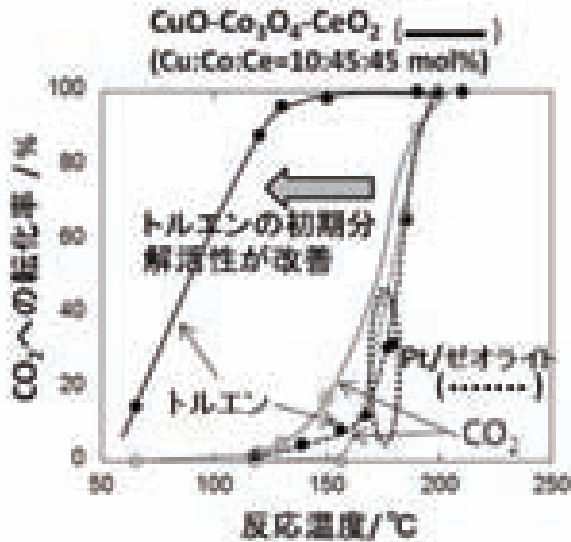
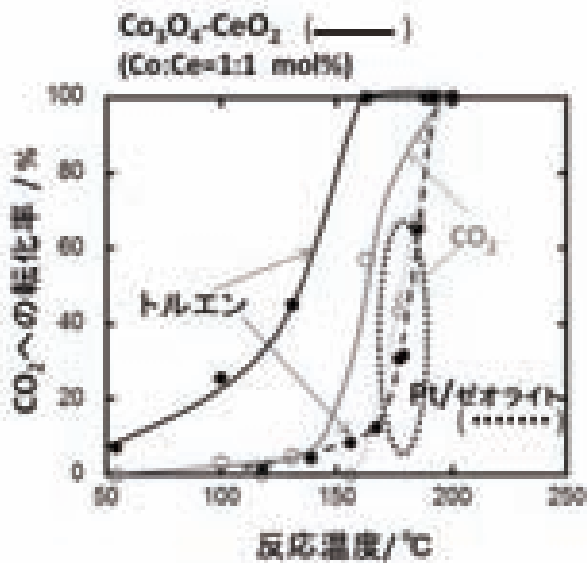


図5. トルエン分解活性に及ぼすCuO複合効果
[触媒 1g, トルエン 280 ppm, ガス流量 304 ml/min (He: 67%, N₂:20%, O₂:13%)]

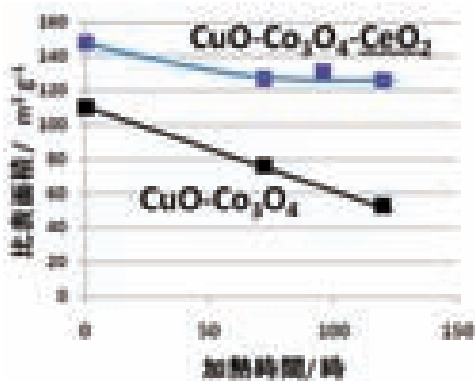


図6. 長時間加熱後の表面積の変化
[空气中 300°C]

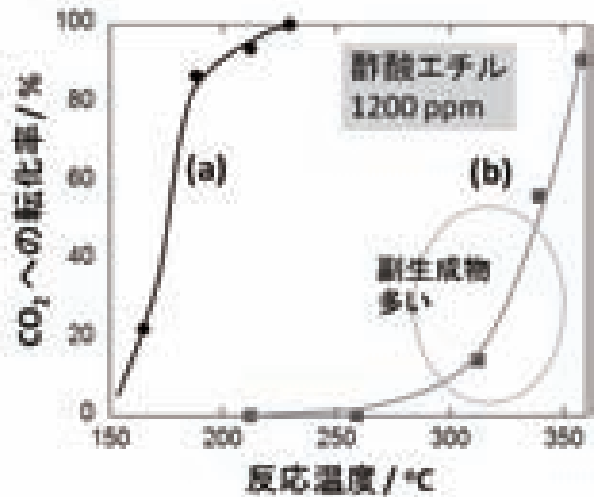


図7. 酢酸エチルの分解活性

[(a) CuO-Co₃O₄-CeO₂ (Cu:Co:Ce = 10:45:45) 触媒 1g, (b) Pt (0.08wt%)/ゼオライト触媒 4g, ガス流量 304 ml/min (He: 67%, N₂:20%, O₂:13%)]

した際の効果を示している。図5上図はCuO複合前の、図5下図はCuO複合後のトルエン分解特性を示している。上下図ともに●はトルエンの初期分解率、○はCO₂までの転化率、実線は今回合成した触媒 (CuO-Co₃O₄-CeO₂ 又は Co₃O₄-CeO₂)、点線は用いた触媒がPt触媒であることを示している。作製したCuO-Co₃O₄-CeO₂ (Cu:Co:Ce = 10:45:45) 触媒 1g (図5下図実線) はPt (0.08wt%)/ゼオライト触媒 4g (図5下図点線) と比較してトルエンの初期分解温度を大幅に低下させた (●)。またCO₂への完全転化もおおよそ同等の低温で達成された (○)。さらにシンタリングの影響を調べるために、想定される最高運転温度の300°Cで長期間空气中で加熱を行った (図6)。加熱後もCuO-Co₃O₄-CeO₂触媒の表面積はほとんど減少していないことを確認した。CeO₂がないときには加熱とともにシンタリングが起り、その表面積は著しく低下した。CeO₂がシンタリングを防ぐ上で重要な役割を果たしていると考えられる。

さらに我々はトルエン以外のVOC、今回は酢酸エチルの分解を試した (図7)。実験の結果、開発したCuO-Co₃O₄-CeO₂触媒は白金触媒の性能を大幅に上回り、100°C以上も低温で完全分解を達成できた。白金触媒ではエタノールや酢酸などの副生成物ができやすいことが明らかとなった。詳細は現在研究中である。

最後に、装置に導入する際には粉末による反応管の閉塞を防ぐために成形する必要があるため、触媒の成形に関する研究を行った。バインダーに粘土粉末、成形可塑性にメチルセルロースを用いる方法が強度や活性を維持する上で有効であり、Co₃O₄が成形の際に強度を保持する上で重要な役割を果たしていることが明らかになった。これらの知見をもとに、図8に示すような安価な押出成形法を用いて多孔質なCuO-Co₃O₄-CeO₂成形触媒を作製した。

謝辞

本研究は(独)科学技術振興機構(JST)・東京都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」の成果によるものである。

(平成22年6月30日受付, 平成22年8月26日再受付)

文 献

- (1) 触媒学会編:「触媒便覧」, pp. 788-791 (2008)
- (2) B. Bretschneider and J. Kurfürst (Eds): “Air Pollution Control Technology”, Elsevier Science Publishing, Inc., New York, pp. 165-173 (1987)
- (3) J.J. Spivey: “Complete Catalytic Oxidation of Volatile Organics”, *Ind. Eng. Chem. Res.*, Vol. 26, pp. 2165-2180 (1987)
- (4) K. Everaert and J. Baeyens: “Catalytic combustion of volatile organic compounds”, *J. Hazard. Mater.*, Vol. 109, pp. 113-139 (2004)
- (5) B. Grbic, N. Radic and A. Terlecki-Baricevic: “Kinetics of deep oxidation of n-hexane and toluene over Pt/Al₂O₃ catalysts”, *Appl. Catal., B*, Vol. 50, pp. 161-166 (2004)
- (6) K. Okumura, T. Kobayashi, H. Tanaka and M. Niwa: “Toluene combustion over palladium supported on various metal oxide supports”, *Appl. Catal., B*, Vol. 44, pp. 325-331 (2003).
- (7) S. Somekawa, L. Yuliati, A. Ishikawa, K. Takanabe and K. Domen: “Simple, Low-cost Preparation of High Surface Area Co₃O₄-CeO₂ Catalysts for Total Decomposition of Toluene”, *Chem. Lett.* Vol.39, pp. 2627-2628 (2010)
- (8) 特願 2010-084160



図8. 押し出し成形の様子と成形触媒 (CuO-Co₃O₄-CeO₂ (Cu:Co:Ce = 10:45:45)+ 10 wt% カオリン) の写真

4. まとめ

白金触媒に代わる安価な触媒として CuO-Co₃O₄-CeO₂ (Cu:Co:Ce = 10:45:45) を開発した。トルエンの完全分解に必要な温度は白金触媒と同等であった。さらに酢酸エチルの完全分解においては特に高い活性を示し、白金触媒よりも 100 °C 以上も低い温度で完全分解が達成できた。また水蒸気存在下の反応でも白金触媒のような顕著な活性劣化は見られなかった。長期間加熱してシンタリングの影響も調べた。CuO-Co₃O₄ がシンタリングによって時間経過とともに表面積が低下したのに対し、CuO-Co₃O₄-CeO₂ はほとんど表面積の低下が見られず、CeO₂ がシンタリングの抑制に貢献していることが明らかになった。装置に導入するための触媒成形においては、Co₃O₄ が強度保持に貢献していることを突き止め、少ないバインダー量でも CuO-Co₃O₄-CeO₂ 成形体の作製が可能であった。

5. 今後の展開

現在、実機への導入・実証試験に向けて研究を進めている。開発した金属酸化物触媒は白金触媒に代わる安価な触媒として、塗装業界、印刷業界、食品業界などで問題になる悪臭処理に応用することが可能であり、白金触媒とは異なる利点を有しているため新たな市場開拓につながると期待できる。住宅と工場が密接している東京都では中小企業でも導入しやすい安価な脱臭装置の開発が重要な課題の一つとなっている。

論文

塗装シミュレータによる塗装工程ごとの VOC 成分の調査

水越 厚史*¹⁾ 木下 稔夫*²⁾ 野口 美由貴*³⁾ 齋藤 京子*³⁾ 柳沢 幸雄*³⁾

Investigation of the VOC components of each paint operation by paint booth simulator

Atsushi Mizukoshi*¹⁾, Toshio Kinoshita*²⁾, Miyuki Noguchi*³⁾, Kyoko Saito*³⁾, Yukio Yanagisawa*³⁾

The composition of VOCs exhausted during each paint operation were investigated by paint simulator. The paint simulator consisted of a paint booth and drying oven, and could simulate the actual paint operation under a controlled condition. While painting and drying flat plates in the paint simulator, the time course of total VOCs and the VOC compositions were investigated. The time course of TVOC concentrations at each duct were measured by FID. The VOC compositions during painting in the paint booth, setting in the drying oven, increasing oven temperature and after reaching a set temperature were measured at each duct by GC/MS and HPLC. In the paint booth the TVOC concentration repeatedly increased and decreased with the painting of the flat plate and similar compositions of volatile compounds of paint were observed. In the drying oven the TVOC concentration increased and decreased rapidly and formaldehyde and other aldehydes were generated during the drying operation. Formaldehyde, which is carcinogen, exceeded the control standard concentration of 0.1ppm during setting, suggesting proper protection of workers should be conducted to prevent exposure. Ozone and SPM formation potentials and odor concentrations were calculated from VOC component concentrations for each operation and it was suggested that reduction of paint components during painting operations is important to decrease ozone and SPM whereas removal of aldehydes generated during drying operation is necessary to prevent a bad odor.

キーワード : VOCs, アルデヒド類, ホルムアルデヒド, 悪臭

Keywords : VOCs, Aldehydes, Formaldehyde, Odor

1. まえがき

揮発性有機化合物 (VOC) は, 大気中で光化学オキシダントや浮遊粒子状物質 (SPM) 生成の原因となるため, 排出量を低減することが必要である。2004 年に改正された大気汚染防止法では VOC 排出量を 2010 年度までに 2000 年度の 30% 削減することが目標となっている⁽¹⁾。VOC 排出源としては, 塗装の割合が最も多く⁽²⁾, そのうち大部分は中小規模事業所である。そのため VOC 対策は, 中小規模の塗装工場での排出削減が最も効果的であると考えられる。また VOC は臭気によって近隣苦情の原因となるため⁽³⁾, 中小規模の塗装工場における VOC 対策は重要な課題といえる。

中小規模の塗装工場での VOC 削減への取り組みとして, 「塗料における対策」や「塗装装置における対策」はある程度行われているが, 「VOC 処理装置による対策」を行っている工場は少ない⁽⁴⁾。これは VOC 処理装置に求める要件 (処理風量, コスト, 設置面積など) に適応する装置がないことが一因と考えられている⁽⁵⁾。したがって, これらの要件に合った, 中小規模の塗装工場が導入可能な VOC 処理装置の開発が急務である。

処理装置の開発においては, 処理対象となる VOC 成分を明らかにすることが必要である。著者らはこれまで塗装工場にて VOC 排出の実態調査を行った⁽⁶⁾。その結果, 塗料の揮発成分に存在しない物質が塗装ブースや乾燥炉のダクトで検出され, 塗装や乾燥工程において新たな VOC が生成している可能性が考えられた。このような塗装の各工程で排出される VOC 成分の情報は, 装置開発において有用な知見となると考えられる。しかし, 実際の塗装工場では様々な塗料や洗浄剤等が使用され, 多くの作業が行われているため VOC 成分は複雑で, 対象となる VOC 成分を明らかにすることは困難であった。そこで本研究では, 塗装や乾燥条件を調節可能な塗装シミュレータを用いて塗装工程を再現し, 各工程で排出される VOC 成分を調査した。また, VOC 成分濃度からオゾン生成能, SPM 生成能, 臭気濃度を求め, 各工程で排出される VOC による環境影響を評価した。

2. 実験方法

2.1 使用した塗料 実験には, 3 つの代表的な塗料 (メラミン樹脂塗料, 熱硬化性アクリル樹脂塗料, エポキシ樹脂塗料) を用いた。使用した塗料とシンナーの MSDS を参照して混合した塗料の揮発成分の組成比を求めると表 1 のようになった。

* 1) 地域結集事業推進部

* 2) デザイングループ

* 3) 東京大学

表 1. 使用した塗料の揮発成分の組成比 (%) *

	メラミン樹脂塗料	熱硬化性アクリル樹脂塗料	エポキシ樹脂塗料
トルエン	-	23.0	-
キシレン	54.2	14.6	33.4
エチルベンゼン	21.6	6.3	16.6
石油系炭化水素	-	16.8	-
メチルブチルケトン	-	2.7	-
メチルアルコール	-	6.8	3.3
n-ブチルアルコール	23.3	9.5	19.2
ブチルカルビトール	-	6.8	-
エチルセロソルブ	-	5.5	-
エチレングリコールモノブチルエーテル	-	-	11.2
低沸点芳香族ナフサ	-	-	15.2
1,3,5-トリメチルベンゼン	-	6.8	1.1
ホルムアルデヒド	0.9	1.2	-

*含有量が範囲がある場合は最大値と最小値の平均値により算出

2.2 実験方法 塗装シミュレータは、塗装ブースと乾燥炉から成る。塗装ブースは吸排気エアバランス方式の乾式塗装ブースで、間口は2000×2000 mmである。乾燥炉は金庫形電気式の熱風乾燥炉で、炉内有効寸法は1300×1890×1480 mm (容量4.5 m³)、設定温度は常温+50℃～200℃である。排気ダクト風量は調節可能で、各ダクトからテフロンチューブを介して排ガスを採取できる。実験では塗装ブースで塗料をアルミ平板にスプレーガンで塗布し、順次、乾燥炉へと運んでセッティングした。全部で14枚の板を塗装してセッティングした後、乾燥炉の扉を閉めて加熱乾燥した。塗装および乾燥条件を表2に示す。この間の各ダクトの排ガス中 Total VOC (TVOC) 濃度をFID (東亜ディーケーケー製) で連続測定した。なお、このTVOC濃度はFIDで測定されたVOCの総濃度であり、厚生労働省が暫定目標値を定めているTVOC濃度とは異なる。同時に、各工程時にダクトから排ガス中のVOCをサンプリングし、VOC成分を分析した。

表 2. 塗装および乾燥条件

塗装条件	
被塗物	アルミ平板(40×50 cm)14枚
スプレーガン	W-101(アネスト岩田製)
スプレー条件	設定塗出量:2 g/sec
スプレー回数	2/パス
スプレー時間	約60秒塗装、90秒停止
排気ダクト風量	160 m ³ /min
乾燥条件	
設定温度	
メラミン樹脂塗料	130℃
熱硬化性アクリル樹脂塗料	160℃
エポキシ樹脂塗料	150℃
排気ダクト風量	5 m ³ /min

2.3 VOCのサンプリングおよび分析方法 VOCのサンプリングは、①塗装時、②被塗物セッティング時、③乾燥開始時、④設定温度時に行った(①は塗装ブースダクト、②、③、④は乾燥炉ダクトから)。また、各塗料の塗装作業

前に、塗装ブースおよび乾燥炉の各ダクトからサンプリングを行った。これは、作業前に十分にVOC成分濃度が低いことを確認するためである。サンプリングおよび分析方法を図1に示す。ポンプ(pocket pump, SKC製)を用いてCharcoalチューブ(SIBATA製)とDNPHカートリッジ(Waters製)にVOCとアルデヒド類をそれぞれサンプリングした。Charcoalチューブは二硫化炭素2 mlで抽出し、GC/MSにより分析した。DNPHカートリッジはアセトニトリル10 mlで溶出し、HPLCにより分析した。また、使用した塗料はバイアルに入れ、上部のガス5 μlをガスタイトシリンジにて直接GC/MSに導入し、揮発した塗料のVOC成分を分析した。分析条件を表3に示す。

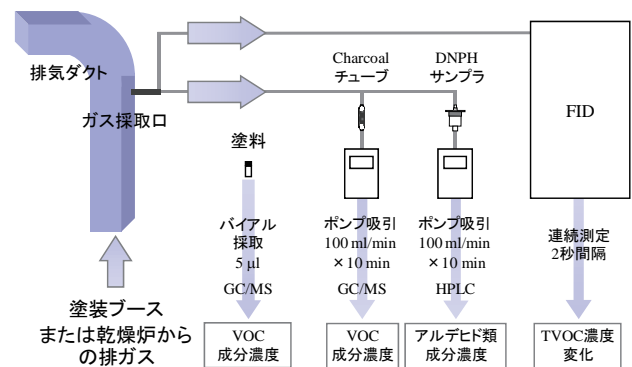


図 1. サンプリングおよび分析方法

表 3. 分析条件

Charcoalチューブ・塗料	
GC/MS	HP6890/HP5973N (HewlettPackard)
Column	HP-5MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)
Carrier gas	He (1 ml/min)
Column temperature	40℃ (4 min) → 7℃/min → 280℃ (4 min)
DNPHカートリッジ	
HPLC	HP1100 (HewlettPackard)
Column	Supelco Discovery® RP Amide C16 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm)
Mobile phase	CH ₃ CN: H ₂ O=65%: 35%
Flow rate	1.0 ml/min
Injection volume	20 μl
Column temperature	35℃
Detector	Diode Array Dector (360 nm)

3. 結果と考察

3.1 TVOC濃度経時変化 図2に各塗料塗装時のFIDによるTVOC濃度の連続測定値を示す。また、太線で各工程時(①～④)におけるGC/MSとHPLCによる成分濃度の合計値を示した。FIDとGC/MSおよびHPLCによる測定値に同様の濃度変化が見られた。

TVOC濃度は、塗装ブースでは、スプレー作業により平板を1枚塗装するごとに上昇と減少を繰り返した。一方乾燥炉では、被塗物をセッティングしている間に徐々に上昇し、扉を閉めると炉内が密閉されて急上昇した。その後、ダクトからの排気により速やかに減衰し、設定温度付近で再び上昇した。表4に各塗装工程のTVOC濃度の平均値と

最大値を示す。なお、乾燥炉の棚は全部で50段あり本実験では被塗物の設置にまだ余裕があった。したがって、実際の乾燥炉では表4よりも高い濃度になる可能性がある。

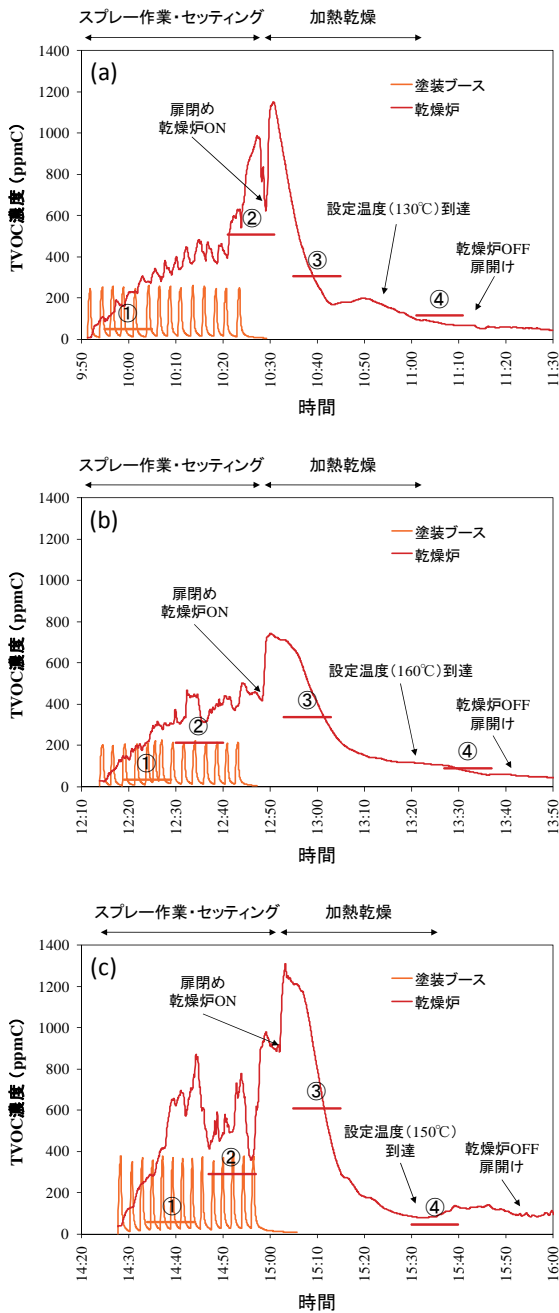


図2. 各塗料塗装時のTVOC濃度変化
(a)メラミン, (b)アクリル, (c)エポキシ

表4. 各塗料使用時のTVOC濃度 (ppmC)

	メラミン樹脂塗料		熱硬化性アクリル樹脂塗料		エポキシ樹脂塗料	
	塗装工程	乾燥工程	塗装工程	乾燥工程	塗装工程	乾燥工程
平均値	74	323	70	260	106	393
最大値	260	1150	226	743	389	1310

3.2 VOC成分濃度 作業前の各ダクトのVOC成分濃度の合計値は0.1~3.3ppmであり、その後の工程のVOC濃度に比べて十分に低いことが確認された。図3に各塗料の各塗装工程におけるVOC成分濃度と組成比を示す。ここで、その他のアルデヒド類はHPLCで定量された物質のうち、プロピオンアルデヒド、クロトンアルデヒド、ブチルアルデヒド、ベンズアルデヒド、パレルアルデヒド、トルアルデヒド、ヘキサアルデヒドである。なお、塗料成分のアルデヒド類の分析は行っていない。どの塗料においてもVOC成分は、塗装時(①)には塗料成分と同様の傾向を示しているが、乾燥時(②, ③, ④)にホルムアルデヒドの割合が増加した。ホルムアルデヒドは使用した塗料の揮発成分にはごく微量(表1)しかないため、乾燥工程で生成したと考えられる。

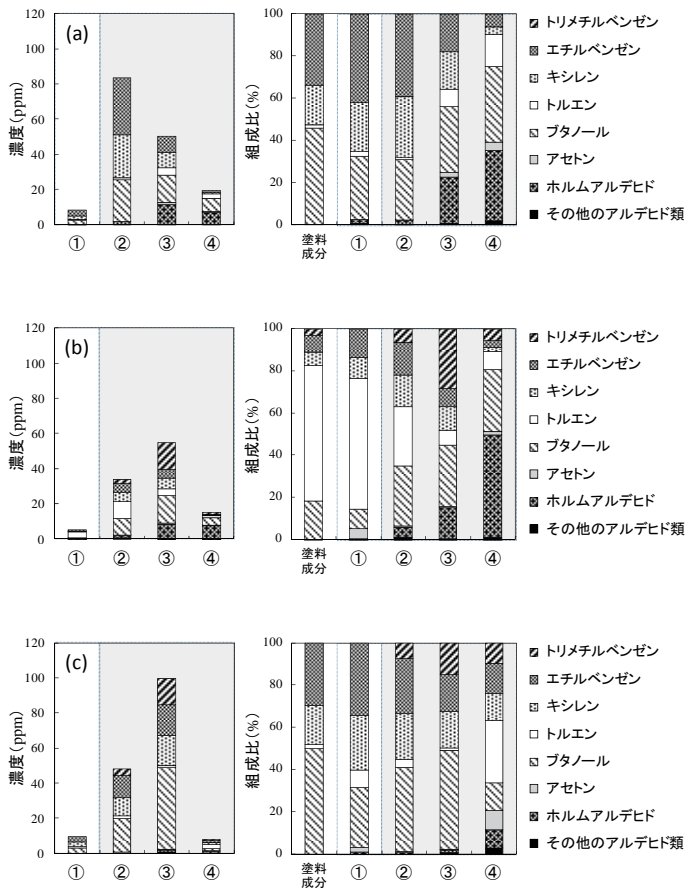


図3. 各塗料の塗装工程ごとのVOC成分濃度と組成比
(a)メラミン, (b)アクリル, (c)エポキシ

乾燥工程でホルムアルデヒドが生成する要因として、メラミン樹脂には製造工程でホルムアルデヒドが残留するので、加熱によって放散した可能性が考えられる。また、今回使用した熱硬化性アクリル樹脂塗料、エポキシ樹脂塗料には、それぞれメチルアルコールが含まれており(表1)、熱によりメチルアルコールが酸化して生成した可能性がある。ホルムアルデヒドは、国際癌研究機関(IARC)により”

ヒトに発がん性がある”に分類され⁽⁷⁾、労働安全衛生法による作業場の管理濃度基準は0.1ppmである⁽⁸⁾。セッティング時(②)の乾燥炉のホルムアルデヒド濃度は、各塗料それぞれ1.78, 1.59, 0.28ppmであり、管理濃度を超過した。このことから乾燥炉付近では、作業者はホルムアルデヒドに曝露しないよう適切な防護をする必要があるといえる。

乾燥工程ではその他のアルデヒド類の濃度も増加した。なかでもブチルアルデヒドは、セッティング時(②)には検出されずに乾燥時(③, ④)のみ検出された。各塗料にはブタノールが含まれているため、ブタノールの酸化による生成が考えられる。また、ベンズアルデヒド、トルアルデヒドなどの芳香族アルデヒドも検出され、これらは塗料中に含まれる芳香族化合物が酸化したものと考えられる。

3.3 VOC成分の環境影響評価 VOC成分の環境影響をオゾン生成能、SPM生成能、臭気濃度によって評価した。オゾン生成能として最大増加反応性(MIR)を、SPM生成能としてエアロゾル生成係数(FAC)を用い⁽⁹⁾、臭気濃度は濃度を嗅覚閾値⁽¹⁰⁾で除して求めた。その結果、オゾン生成能やSPM生成能は塗装工程(①)で高く、塗料成分の寄与が大きくなった(図4, 5)。したがって大気中でのオゾンやSPMの生成を抑えるためには、塗装工程で発生する塗料成分の低減が重要といえる。

一方臭気濃度をみると、乾燥時(③, ④)に生成したその他のアルデヒド類の割合が大きくなった(図6)。これらのアルデヒド類は嗅覚閾値が低く(ブチルアルデヒドは0.67ppb)⁽¹⁰⁾、低濃度でも悪臭の原因となるためである。ゆえに、悪臭対策のためには乾燥工程における低濃度のアルデヒド類の除去が必要といえる。なお、乾燥時のブチルアルデヒドの臭気指数を求めると、各塗料それぞれ21.5, 22.8, 23.2となった。これは、排出口が高さ6.7m以上15m未満で中径の場合の2号基準の臭気指数の範囲(23~31, においシミュレーター(環境省)による)に近い値であった。

4. まとめ

塗装シミュレータによって塗装工程ごとに排出されるVOC成分を調査した。その結果、塗装ブースでは塗料の揮発成分と類似したVOC成分が検出された。また、乾燥炉ではホルムアルデヒドが発生し、乾燥炉付近でホルムアルデヒド曝露防止のための対策が必要であることが示唆された。VOC成分の環境影響を評価したところ、オゾンやSPMの低減のためには、塗装工程の塗料成分の低減が必要であるが、悪臭防止のためには乾燥工程のアルデヒド類の除去が必要であることがわかった。乾燥炉では、低濃度のアルデヒド類も完全に分解でき、中小規模塗装工場が導入可能な処理装置の開発が望まれる。

謝辞

本研究は、(独)科学技術振興機構(JST)東京都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」のもとで実施された。深く感謝申し上げます。

(平成22年6月30日受付, 平成22年8月26日再受付)

文 献

- (1) 環境省：「大気汚染防止法の一部を改正する法律案」の閣議決定について(2004-03-08)
- (2) 環境省：「VOC排出インベントリ」(2008)
- (3) 重岡久美子：「塗装工程における臭気対策の現状今後の課題」塗装技術, No.7 pp.75-76 (2008)
- (4) 東京工業塗装協会組合「VOC規制に関するアンケート調査結果」(2005)
- (5) 木下稔夫：「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」塗装技術, No.9 pp.58-62 (2006)
- (6) 水越厚史, 野口美由貴, 倪悦勇, 柳沢幸雄：「小規模印刷工場および塗装工場におけるVOC排出の実態調査」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, 第4号 pp.8-11 (2009)
- (7) WHO IARC：“IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans, Vol. 88, Formaldehyde, 2-Butoxyethanol and 1-tert-Butoxypropan-2-ol”, pp39-325 (2006)
- (8) 厚生労働省：「平成19年12月の特定化学物質障害予防規則等の改正(ホルムアルデヒド, 1,3-ブタジエン, 硫酸ジエチル)」(2008)
- (9) 中央環境審議会大気環境部会揮発性有機化合物測定方法専門委員会(第4回)資料「光化学反応性の文献調査結果」(2005)
- (10) 永田好男, 竹内教文：「三点比較式臭袋法による臭気物質の閾値測定結果」, 日本環境衛生センター所報, No.17 pp.77-89 (1990)

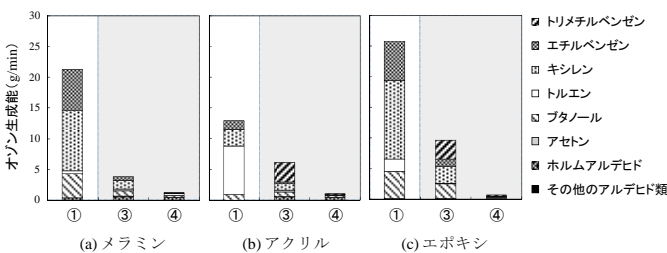


図4. 各塗料の塗装工程ごとのオゾン生成能

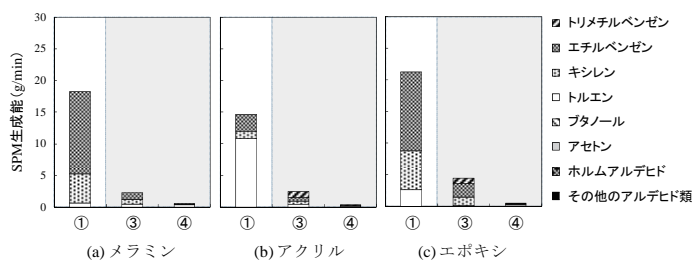


図5. 各塗料の塗装工程ごとのSPM生成能

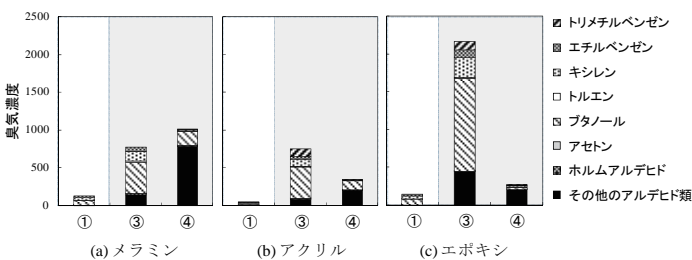


図6. 各塗料の塗装工程ごとの臭気濃度

論文

無電解ニッケルめっきによる導電紙の作製

竹村 昌太*¹⁾ 上野 武司*²⁾ 高松 聡裕*²⁾ 五十嵐 美穂子*³⁾
 棚木 敏幸*¹⁾ 島田 勝廣*⁴⁾ 岡山 隆之*⁵⁾

Conductive Paper prepared by Electroless Nickel Plating

Shohta Takemura*¹⁾, Takeshi Ueno*²⁾, Toshihiro Takamatsu*²⁾, Mihoko Igarashi*³⁾,
 Toshiyuki Tanaki*¹⁾, Masahiro Shimada*⁴⁾, Takayuki Okayama*⁵⁾

Conductive paper is prepared by coating a paper's surface using an electroless nickel plating technique. In this study, we established a process for preparing conductive paper and derived the optimum process conditions. Experimental results confirmed the relationships between paper thickness, coating structure, and electrical characteristics. The prepared conductive paper effectively shields circuitry from electromagnetic waves. The electromagnetic shielding effectiveness of samples was evaluated by the KEC method, and an electric field shielding effectiveness of 60 dB was confirmed, showing that the proposed conductive paper can be used to achieve electromagnetic compatibility.

キーワード：EMC, 無電解ニッケルめっき, 紙厚, 導電紙, 電磁波シールド

Keywords: Electromagnetic compatibility, Electroless nickel plating, Paper thickness, Conductive paper, Electromagnetic shielding

1. 緒言

デジタル機器の進展に伴いノイズ障害の脅威は高まっている。とくに不要な電磁波は、医療機器や情報機器を誤動作させることがあり、データ損失などのトラブルを招くことがある⁽¹⁾。そこで電子機器は、機器から不要な電磁気的なノイズを外部に放出しないこと（エミッション）、外部からの電磁気的なノイズに対して誤動作しないこと（イミュニティ）が求められている⁽²⁾。これらを EMC (Electromagnetic Compatibility) と呼び、国際規格により EMC の試験方法が定められている。この試験に合格しない場合、電子部品の追加、回路変更、電磁波シールド材の使用など対策を講ずる必要がある。

電磁波シールド材とは、高い導電性の材料をシート化したものであり、電磁波の電界や磁界成分を遮蔽することができる。例えば、樹脂にめっきを施したもの、ステンレス繊維を樹脂と混抄したもの、炭素繊維とパルプとを抄紙したもの等、さまざまな電磁波シールド材が提案されている⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。また、ろ紙にめっきを施した導電紙も提案されている⁽⁶⁾⁻⁽⁸⁾。一般的に高い電磁波シールド効果を持たせるためには、銅やアルミニウムが有利と考えられるが耐食性の面ではニッケルが優れていると言われている⁽⁹⁾。

本研究では紙の新たな利用方法として無電解ニッケルめっきにより導電紙を作製し、EMC 対策においてシールド性能が高い導電紙としての提供を目的とし、針葉樹パルプあるいは広葉樹パルプによる紙に無電解ニッケルめっきで導電性を付与することを試みた。さらに、導電紙としての基本特性を評価した。

2. 実験方法

2.1 試料およびめっき条件の探索 紙へのめっきにおいて、めっき浴の温度とめっき時間を導き出すために、セルロース由来で表面が平滑なセロハンテープ（ニチバン社製 CT-18）表面にめっきを行った。めっき後の試料はエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置（堀場製作所製 XGT-5000WR）、導電率計（ダイアインストルメンツ製 MCP-T600, MCP-HT450）によりそのめっき皮膜の膜厚と体積抵抗率を評価し、適正なめっき条件を導いた。

めっき温度 45°C, 60°C, 75°C に調整しためっき浴に、2分、5分、10分間めっきしたセロハンテープを評価に用いた。

2.2 実験試料 試料は針葉樹および広葉樹の漂白パルプを JIS P 8222⁽¹⁰⁾ に準拠し抄紙したものおよびろ紙 (5C) を用いた。

2.3 紙へのニッケルめっき 紙へのめっき工程を図 1 に示す。無電解ニッケルめっきは、一般的な方法であるカニゼン法⁽¹¹⁾ を用いた。ニッケルめっき液は、ニッケルりん合金で構成される中リンタイプのものを用いた⁽¹²⁾。試料

*1) 繊維・化学グループ *4) 技術経営支援室
 *2) 電子・機械グループ *5) 東京農工大
 *3) 産業交流室

にめっき触媒のパラジウムが物理吸着し易いように表面を処理するセンタイザー処理，パラジウムを吸着させるアクチベータ処理，さらには無電解ニッケルめっき浴(200g/L)に浸してニッケルを成膜した。試料(12×10cm)を表面活性化処理液(100g/L)に浸漬，水洗後に乾燥処理を施すことで，試料内部に残存する水分の影響による触媒付着不良を防いだ。また，試料内部に残存する水分により発生するニッケルの析出不良を防ぐため，触媒付着処理(200g/L)後においても再度，乾燥処理を施した。触媒付着処理工程では紙表面への触媒付着のむらをなくすために超音波による撈拌を行った。

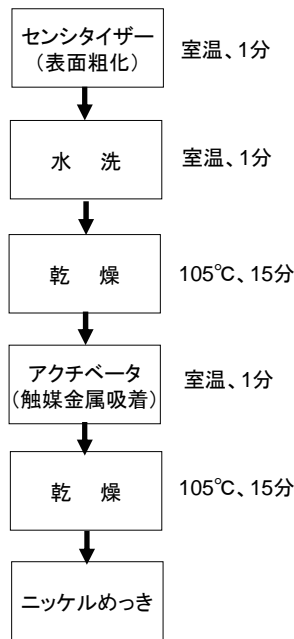


図1. めっき工程

2.4 導電紙断面のめっき皮膜構造評価 めっき処理した試料は，走査型電子顕微鏡(日本電子社製 JSM-6460LV)および付属のEDX(エダックス製 Falcon CDU)により，断面の観察とニッケルの断面構造の確認を行った。

2.5 導電紙の体積抵抗率の測定 試料の体積抵抗率は，4探針法による測定が行える導電率計で評価した。JIS K 7194⁽¹³⁾に基づき，試料表面中央の1点にプローブを当て，体積抵抗率を測定した。このときのプローブは，各端子間が1.5mmのPSP型のもを使用した。膜厚については，紙全体の厚さをマイクロメーター(ミツトヨ製 156-101)により測定した。

2.6 電磁波シールド効果の測定 電磁波シールド効果は，電子回路の周囲の電磁波シールドを想定するため，近傍界のシールド効果の評価が必要となる。そこで，本実験では電磁波シールド効果測定方法の一つであるKEC法を用いた。KEC法の測定システムを図2に示す。導電紙の比較試料は市販のシールドシート(森本化成社製 EMI-Shield)およびろ紙とした。装置の測定限界周波数帯10~1000MHzで

測定を行った。なお，電磁波シールド効果の評価は，EMC試験規格 IEC61000-4-3 放射無線周波電磁界イミュニティ試験の周波数帯80MHz~1000MHzで評価した。表1にシールド効果の基準を示す。この基準に基づいて導電紙のシールド性能の評価を行った。測定試料を試験機本体にセットしないときの電界強度(E₀)および測定試料をセットしたときの電界強度(E_x)から電界成分のシールド測定結果(SE)を次式から求めた。

$$SE = 20 \log_{10} E_0 / E_x \text{ (dB)}$$

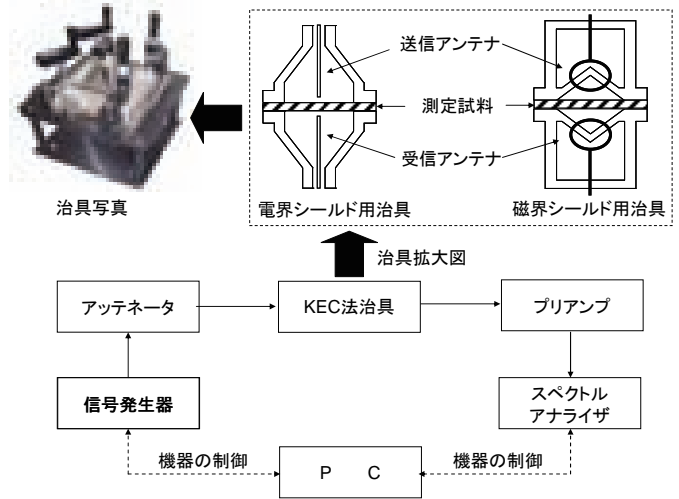


図2. KEC法の測定システム

表1. シールド効果の基準⁽¹⁴⁾

測定結果	シールド効果
10dB以下	ほとんど効果なし
10~30dB	最小限度のシールド効果あり
30~60dB	平均的效果
60~90dB	平均以上の効果
90dB以上	最高技術によるシールド

3. 実験結果および考察

3.1 めっき条件の決定 紙へのめっき条件を導き出すためにセロハンテープ表面にめっきを行った。その結果，めっき皮膜の膜厚はめっき時間と温度の上昇に伴い増加した(図3)。また，温度75°C，時間10分の条件でめっき皮膜の膜厚が他の条件と比較して厚く(3.46μm)，体積抵抗率も7.50×10⁻⁵Ω・cmと低くなる傾向を示した(図4)。この条件を基に導電紙を試作した。

3.2 乾燥処理の必要性 めっきの前処理において，乾燥処理の有無に及ぼす試料表面のニッケル析出状況を図5に示す。乾燥処理有無における導電紙の導電性を確認するために図中に示した試料の任意の測定箇所(同一番号の×印間)をテスターで結び，試料表面の抵抗値を測定した。その結果，乾燥処理を施した試料表面(図5(b))の抵抗値は，乾燥処理しない試料(図5(a))と比較して低く，めっきの前処理において乾燥処理が必要であることがわかった(表2)。

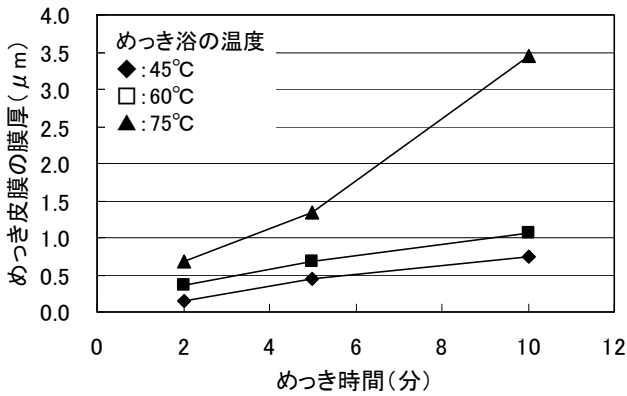


図3. めっき時間とめっき皮膜の膜厚との関係

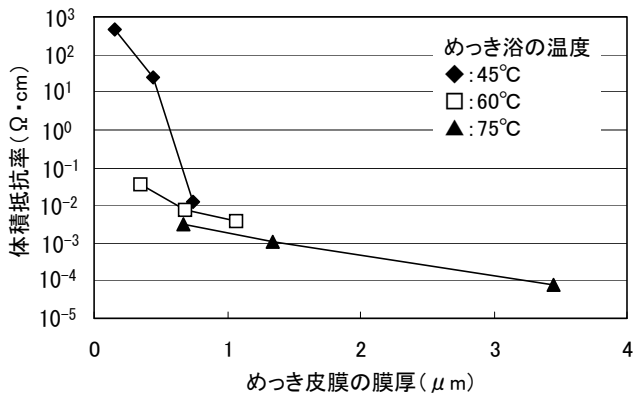
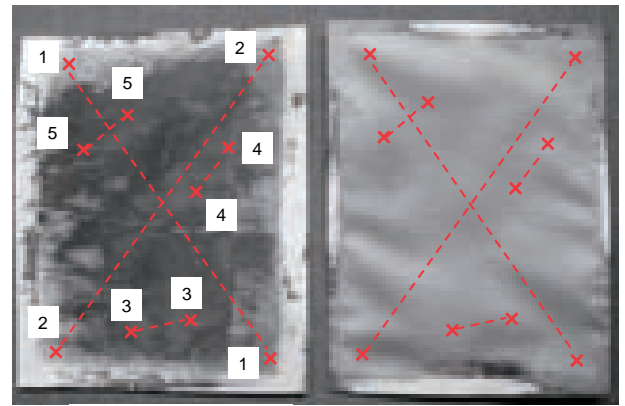


図4. めっき皮膜の膜厚と体積抵抗率との関係

3.3 乾燥条件の探索 めっきの前処理における表面活性化処理後の水洗および触媒附着処理後の試料に浸透した水分，触媒溶液を十分に脱水するために要する時間を探索するために，針葉樹および広葉樹パルプ抄紙をそれぞれ1分間浸水させた後，温度105℃に設定した熱風循環式恒温乾燥機にて水分の減少割合を調べた。その結果を図6に示す。各パルプ抄紙の厚みの違いにより，乾燥速度も異なるが一番厚いものでも約15分でほぼ乾燥した状態となり，この値を乾燥時間とした。

3.4 導電紙断面のめっき皮膜構造 導電紙の断面構造を図7に示す。試料の厚みが約0.3mm，0.4mmの試料断面のニッケル分布はサンドイッチ構造を持つことが確認された。一方，試料厚みの薄いもの（紙の厚み約0.1mm）は試料表面の上面と下面とがニッケルでつながった箇所が確認された。各試料共，前処理段階で試料にプレスを施さなかった。試料の厚みが約0.3mm，約0.4mmの試料断面のニッケル分布がサンドイッチ構造になった原因として，プレスを施さないことで試料内部までめっき液が十分に浸透しなかったものと考えられる。

3.5 導電紙の体積抵抗率 試作した導電紙の体積抵抗率を表3に示す。導電紙の体積抵抗率は，広葉樹パルプが針葉樹パルプと比較して低くなる傾向を示した。また，紙の厚みが薄くなるにつれて体積抵抗率が低くなることが確認された。広葉樹パルプの繊維長，繊維幅は針葉樹パルプのそれと比較して短く，このことが紙の密度を高め，また，



(a) 乾燥処理なし (b) 乾燥処理有

図5. めっき工程改善前後の導電紙

表2. 導電紙の表面抵抗

測定箇所	乾燥処理なし(Ω)	乾燥処理有(Ω)
1—1	導電性なし	0.1未満
2—2	導電性なし	4.6
3—3	275k	4.0
4—4	1000k	2.0
5—5	750k	2.0

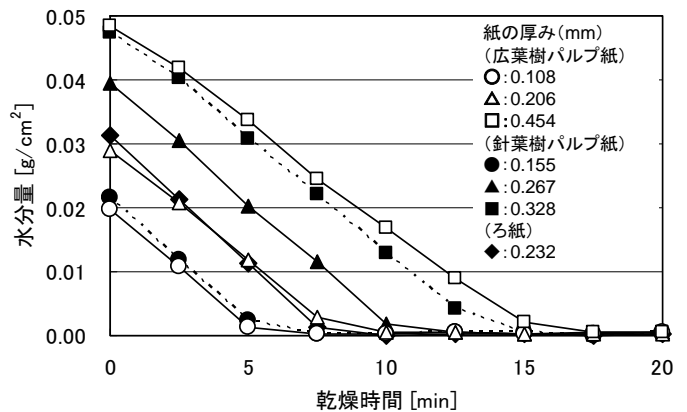


図6. 試料の水分減少割合

表面状態を緻密にし，体積抵抗率を低めたものと考えられる。したがって，電磁波シールド測定では広葉樹パルプ抄紙にめっきしたものを用いた。

3.6 導電紙の電磁波シールド効果 試作した導電紙の電磁波シールド効果の電界成分の測定結果を図8に示す。80～1000MHzの周波数帯においては厚みが約0.3mmおよび約0.4mmの導電紙は40～90dBのシールド効果が得られ，平均またはそれ以上のシールド効果が得られた。また，1000MHzでは厚みが約0.3mmの導電紙は60dBのシールド効果が得られ，市販に近いシールド性能が得られた。これは，導電紙の試料断面のニッケル分布がサンドイッチ構造をとり，プラスチックへの両面めっきに見られる電磁波の多重反射効果（電磁波のプラスチック表面での反射と内部への透過を繰り返しながら電磁波が徐々に減衰する現象）⁽⁴⁾に

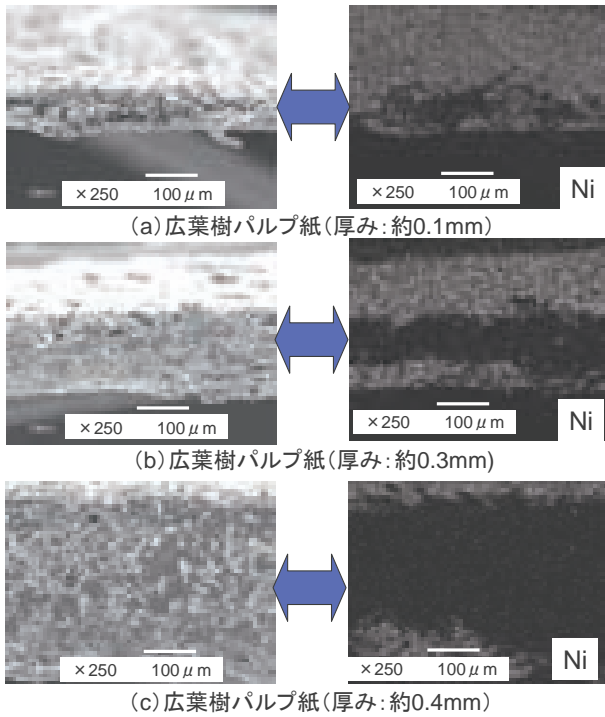


図 7. 試料断面のニッケル分布

表 3. 導電紙の体積抵抗率

試料	紙の厚み (mm)	体積抵抗率 ($\Omega \cdot \text{cm}$)
広葉樹パルプ	0.10	6.3×10^{-3}
	0.29	2.9×10^{-2}
	0.38	3.0×10^{-2}
針葉樹パルプ	0.13	1.1×10^{-2}
	0.23	6.1×10^{-2}
	0.38	2.0×10^{-1}
ろ紙	0.26	2.2×10^{-2}
市販品*	0.11	3.4×10^{-3}

*ナイロンめっき布

よりシールド効果が高まるものと考えられる。厚みが約 0.4mm の導電紙は 1000MHz において厚みが約 0.3mm のものと比較してシールド効果は劣る傾向を示した。紙表面のめっき皮膜部から深部までの距離が厚み約 0.3mm のものと比較して離れており、電磁波の多重反射効果が十分得られなかったものと考えられる。

一方、厚みが約 0.1mm の導電紙については導電紙の試料断面のニッケル分布のサンドイッチ構造が見られず、これにより多重反射効果が起こらずシールド効果が得られなかったものと考えられる。

4. まとめ

紙の新たな利用方法として無電解ニッケルめっきにより導電紙を作製し、EMC 対策においてシールド性能が高い導電紙としての提供を目的とし、広葉樹パルプ抄紙への無電解ニッケルめっきを行った。その結果、めっきの前処理に

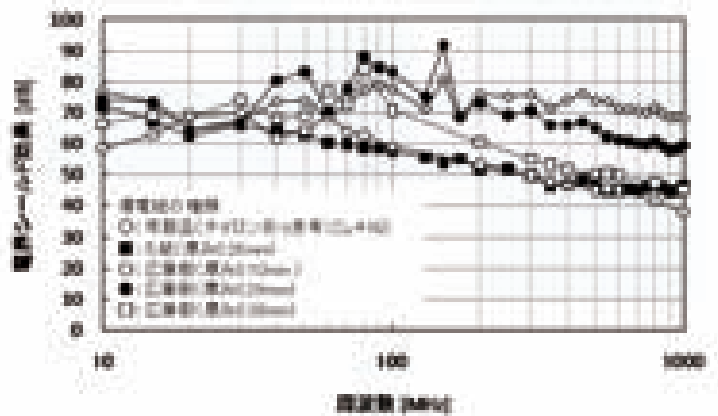


図 8. 電磁波シールド効果 (電界成分)

おける乾燥処理の導入およびめっき皮膜を制御することでシールド効果の高い導電紙の作製が可能であることがわかった。また、試作したシールド紙の体積抵抗率 ($\Omega \cdot \text{cm}$) は 10^{-3} オーダーと低く、1000MHz において 60dB の電界シールド効果が確認され標準的なシールド性能が得られ、市販品と同等の性能を持つシールド材としての利用が期待できる。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 8 月 20 日再受付)

文 献

- (1) 小林敏幸:「電磁シールド・電波吸収体材料の市場」, 工業材料, Vol. 57, No. 3, pp. 6-9, (2009).
- (2) Clayton, R. P.: "Electromagnetic Compatibility", Wiley, pp.1-983, (2005).
- (3) 紙の博物館編:「紙のなんでも小事典」, 講談社, p. 1-238, (2007)
- (4) 品川俊一:「導電紙の電磁波シールド特性」, 紙パ技協誌, Vol. 42, No. 2, pp. 131-137, (1988).
- (5) Shinagawa, S., Kumagai, Y. and Urabe, K.: "Conductive Papers Containing Metallized Polyester Fibers for Electromagnetic Interference Shielding", J. of Porous Materials, Vol. 6, pp.185-190, (1999).
- (6) 竹村昌太, 上野武司, 島田勝彦:「セルロース材料へのニッケルめっきの試み」, 第 58 回日本木材学会大会研究発表要旨集, CD-ROM, PQ021, (2008).
- (7) 斉藤哲男, 入江晃士, 佐藤栄一, 戸室康二, 桑名朗久:「めっき法による高性能電磁波シールド紙の作製」, 表面技術, Vol. 44, No. 3, pp. 53-57, (1993).
- (8) 中尾幸道:「無電解めっき紙」, 繊維と工業, Vol. 42, No. 12, pp. 510-514, (1986).
- (9) 電気鍍金研究会編:「めっき教本」, 日刊工業新聞社, p. 1-292, (1986).
- (10) 日本規格協会:「紙・パルプ」, JIS ハンドブック, 32, p. 1-885, (2007).
- (11) 日本カニゼン株式会社: <http://www.kanigen.co.jp/>, (2010).
- (12) 岡 博幸:「無電解ニッケルめっき-機能分類と応用」, 表面技術, Vol. 53, No. 1, pp. 7-14, (2002).
- (13) 日本規格協会:「導電性プラスチックの 4 探針法による抵抗率試験方法」, JIS K 7194, p. 1-20, (1994).
- (14) 関 康雄:「電磁シールド技術と材料」, シーエムシー出版, p. 1-192, (1998).

論文

PTTにより改質したPET繊維の常圧染色適合性の解明

許 琛 (シュイ チェン) *¹⁾ 池田 善光*¹⁾ 吉田 弥生*¹⁾

Study on Normal Pressure Dyeability of Poly (ethylene terephthalate) Modified by Poly (trimethylene terephthalate)

Chen Xu*¹⁾, Yoshimitsu Ikeda*¹⁾, Yayoi Yoshida*¹⁾

The dyeing process of poly(ethylene terephthalate) (PET) fiber is generally performed at high temperature around 130 °C and under high pressure. It consequently consumes a huge amount of energy, and makes it difficult for PET fiber to be dyed with those natural fibers that are high-temperature unendurable. Meanwhile, poly(trimethylene terephthalate) (PTT) has been drawing more and more attention to its good dyeability under atmospheric pressure. In the present study, the fibers manufactured by blending PTT pellets to PET pellets in the melt spinning process at ratio by weight of PET/PTT=100/0, 85/15, 50/50, 0/100 were dyed at 100 °C under atmospheric pressure. The pure fibers and modified fibers were investigated by applying a spectrophotometer, a differential scanning calorimeter (DSC), and a wide-angle X-ray diffractometer (WAXD), etc. It was found that the K/S value, which can be considered as an indication of dye concentration, of modified fibers was not only higher than that of PET fiber, but also higher than that of PTT fiber, suggesting improved dyeability of the modified PET fibers.

キーワード：ポリエチレンテレフタレート, PET, ポリトリメチレンテレフタレート, PTT, 常圧染色, K/S, 結晶化度, 非結晶領域

Keywords : PET, PTT, normal pressure dyeing, K/S, crystallinity, amorphous region

1. 緒言

昨今, 石油資源問題やエネルギー問題等社会情勢が深刻化しつつある中, 最も汎用的な合成繊維であるポリエチレンテレフタレート (PET) (分子鎖は表1に示す) の染色は, 通常高温 (120~130 °C) 高圧で行うため, エネルギーの消費量が膨大で, 高温に耐えない天然素材との同時染色も困難であることから, その低温常圧染色の実現が喫緊の課題となり, 様々なアプローチが試みられた。⁽¹⁾

一方, PET と同様に芳香族ポリエステルに属しているポリトリメチレンテレフタレート (PTT) (分子鎖は表1に示す) 繊維は, 原料のプロパンジオール (PDO) が植物から製造できるだけではなく, 優れた伸張回復性や低温染色性等から注目を集めている。⁽²⁾ これまで, PET と PTT の特長を両方生かすために, 交織, 交捻, 混紡による繊維製品や, side-by-side 型の複合繊維等が多岐に渡り開発されたが, これらの物理的な混合手法では, PET 成分と PTT 成分の染色濃度差の課題が残っている。^{(3) (4)}

それに対して, 熔融状態でのブレンドにより, PET と PTT はお互いの分子鎖の一部を交換する, エステル交換反応が起こり, 表1に示す分子鎖を持つコポリマーが生成し, PET と PTT の相溶性が促進されることが報告されている。⁽²⁾ この

ような分子レベルでのブレンドにより, PET/PTT 繊維の染色均一性の向上が期待される。

表1. PET, PTT, 及びPET/PTT コポリマーの分子鎖

PET	$\text{-O-CH}_2\text{CH}_2\text{-OOC-}$  $\text{-COO-CH}_2\text{CH}_2\text{-O-}$
PTT	$\text{-O-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-OOC-}$  $\text{-COO-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-O-}$
コポリマー	$\text{-O-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-OOC-}$  $\text{-COO-CH}_2\text{CH}_2\text{-O-}$

そこで本研究では, この熔融ブレンドの手法で PTT を導入した改質 PET 繊維に対し, その染色性が常圧染色でも十分な染色濃度が得られるほど改善されたかについて調べることを通し, 改質 PET 繊維の常圧染色性に影響する要因を, 熔融ブレンドによる繊維構造変化の視点から検討した。

2. 実験

2.1 繊維試料 高速熔融紡糸装置を用いて吐出量 5 g/min, 紡糸速度 5 km/min, ブレンド比 (重量比) PET/PTT = 100/0, 85/15, 50/50, 0/100 でそれぞれ作製した直径 32 μm の繊維試料は, 東京工業大学から提供されたものを使用した。熔融ブレンドによる PET と PTT の間のエステル交換反

*¹⁾ 繊維・化学グループ

応の程度及びコポリマーの存在を確認するために、前報に記載した炭素 13 核磁気共鳴分光測定 ($^{13}\text{C-NMR}$) を行った。

(5) また、PET と PTT の相溶性の調べるために、示差走査熱量計 (DSC) を用いて昇温速度を $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ で測定した。(5)

2.2 染色条件 常圧染色実験は、高速熔融紡糸で作製した 4 種類の繊維試料 (PET/PTT=100/0, 85/15, 50/50, 0/100) に対し、ミニカラー染色機 (MINI-COLOUR 12 (株) テクサム技研製) にて、汎用分散染料の三原色 (住化ケムテックス (株) 製) を併用し、表 2 に示す染色条件に基づき行った。染色温度プログラムは図 1 に示す。常圧染色後の還元洗浄は通常の方法で行った。

表 2. 常圧染色条件

分散染料及び濃度	Sk.Yellow SE-RPD (0.33% o.w.f) Sk.Red SE-RPD (0.33% o.w.f) Sk.Blue SE-RPD(B) (0.33% o.w.f)
合計染色濃度	$0.33 \times 3 = 0.99\%$ o.w.f
浴比	1 : 100
染色温度	$100\text{ }^\circ\text{C}$ (常圧)
染色時間	60 min

o.w.f : on weight of fiber

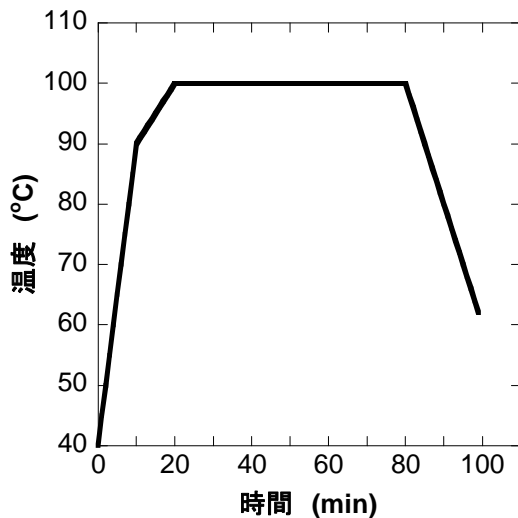


図 1. 常圧染色温度プログラム

2.3 測色 染色後の PET, PTT 及び熔融ブレンド繊維の表面染色濃度 (K/S) を調べるために、分光光度計 (Color-Eye 7000A, x-rite 社製) を用いて D_{65} 光源, 10 度視野の条件で繊維表面の反射率を測定し、式 (1) より求めた。

$$K/S = (R-1)^2 / 2R \quad (1)$$

R : 繊維表面反射率

2.4 染色堅ろう度評価 JIS に規定されている試験方法に基づき、常圧染色後の PET, PTT 及び熔融ブレンド繊維の染色堅ろう度評価を行った。紫外線カーボンアーク灯試験は JIS L 0842:2004 (U48AU スガ試験機(株)製) ; 洗濯試験は JIS L 0844:2005 A-2 号 (L-TYPE LAUNDRY NETER (株) 大栄科学精器製作所製) ; 水試験は JIS L 0846:2004 ; 汗試験は JIS L 0848:2004 ; 昇華試験は JIS L 0854:2001 ($120\text{ }^\circ\text{C}$, 80 min) ; 摩擦試験は JIS L 0849:2004 (摩擦試験機 II 形) ; ホットプレッシング試験は JIS L 0850:1994 A-1 号 (乾熱試験機 FIXOTEST DH-1 スガ試験機(株)製) により試験した。

2.5 繊維強度測定 常圧染色後の PET, PTT 及び熔融ブレンド繊維の強度調べるために、それぞれの単繊維を用いて引張試験機 (Tensilon UTM-4L 東洋測器(株)製) にて引張実験を行った。つかみ間隔は 20mm, 引張速度は $20\text{ mm}/\text{min}$ に制御した。

2.6 広角 X 線回折 染色過程における繊維構造の変化を調べるために、染色前及び染色後の PET, PTT 及び熔融ブレンド繊維に対し、 $\text{CuK}\alpha$ 線 (ニッケルフィルター使用) 広角 X 線回折装置 (WAXD) (4036A2 (株) 理学電機製) を用いて解析した。

2.7 密度測定 繊維の結晶化度を調べるために、染色前及び染色後の PET, PTT 及び熔融ブレンド繊維試料をマルチフィラメントの状態で四塩化炭素と n-ヘプタンから作製した密度勾配管を用いて $25\text{ }^\circ\text{C}$ で測定した。得られた繊維試料の密度, また, PET 繊維と PTT 繊維それぞれの結晶密度, 非結晶密度の文献値を用いて式 (2) に基づき体積分率結晶化度を算出した。(6) (7)

$$\chi_c = \rho - \rho_a / \rho_c - \rho_a \quad (2)$$

χ_c : 体積分率結晶化度

ρ : 繊維試料の密度

ρ_a : 非結晶密度

$$\rho_{aPET} = 1.335 \times 10^3 \text{ kg}/\text{m}^3,$$

$$\rho_{aPTT} = 1.314 \times 10^3 \text{ kg}/\text{m}^3$$

ρ_c : 結晶密度

$$\rho_{cPET} = 1.455 \times 10^3 \text{ kg}/\text{m}^3,$$

$$\rho_{cPTT} = 1.431 \times 10^3 \text{ kg}/\text{m}^3$$

3. 結果及び考察

3.1 エステル交換及びコポリマーの生成 本研究で用いた PET/PTT 熔融ブレンド繊維の $^{13}\text{C-NMR}$ スペクトルを図 2 に示す。PET 及び PTT 分子鎖の特徴ピークの両側に、コポリマーの存在を示唆する特徴ピークが、ブレンド比 PET/PTT=85/15, 50/50 両方において観測され、熔融ブレンド繊維の中に、表 1 で示す PET, PTT, PET と PTT のコポリマー, この 3 種類の分子鎖が共存していることが確認された。一般に、コポリマーの結晶化は困難で、また、PET と

PTTの結晶化を抑制するため、コポリマーの存在が非結晶領域の構造形成を促進し、繊維の染色性の向上につながると推察できる。(1)(2)

PET/PTT=85/15

PET/PTT=50/50

図2. PET/PTT=85/15, 50/50 溶融ブレンド繊維の¹³C-NMR スペクトル

3.2 ガラス転移温度及び繊維の非結晶領域 一般に、ポリエステル繊維の染色に用いる汎用分散染料は、染液の温度の上昇とともに繊維内部の分子鎖が動き始めてから、繊維内部の非結晶の部分に拡散して染着する。PET 繊維は構造が緻密のため、120~130 °C 以上での高温高压染色技術が確立している。(1) 非結晶領域の分子鎖が流動性を得たことは、DSC による昇温過程におけるガラス転移現象として現れる。(2)

本研究で用いた繊維試料に対する DSC 分析の結果、PET/PTT 溶融ブレンド繊維は、1つのガラス転移温度(T_g)を示し、PET と PTT は繊維内部の非結晶領域で相溶していることがわかった。(2)(5) PET/PTT=100/0, 85/15, 50/50, 0/100の順に、T_gはそれぞれ80°C, 72°C, 60°C, 44°Cにて観測された。これは PTT を PET に導入することにより、ガラス転移温度が低下し、より低温から分散染料の繊維内部への拡散が可能になることを示唆している。

3.3 染色性・染色堅ろう度評価及び繊維強度評価 分光光度計による分析の結果、図3で示すように、PTT 繊維は PET 繊維より高い K/S 値を示し、染色濃度が高いことがわかった。一方、PET/PTT=85/15 溶融ブレンド繊維は、PET 繊維だけではなく、PTT 繊維よりも高い K/S 値を示した。しかし、PET/PTT=50/50 溶融ブレンド繊維に関して、繊維束の表面部分と中心部分の染色濃度差が見られ、測色が不可能なため、ここでは記載しない。

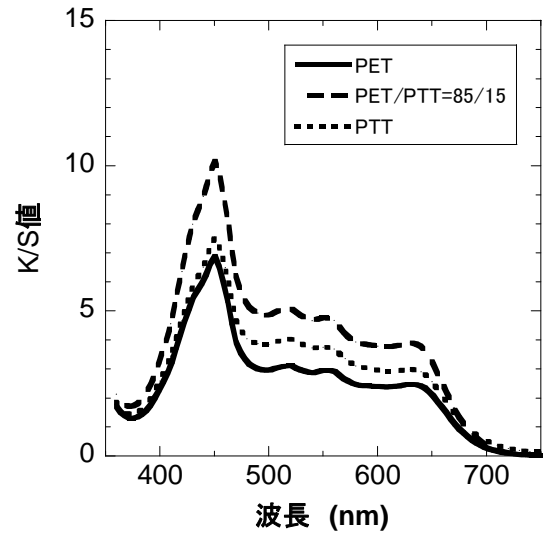


図3. 繊維表面染色濃度

染色堅ろう度評価について、PET/PTT=85/15 溶融ブレンド繊維は PET 繊維及び PTT 繊維と同様、耐光試験4級以上；摩擦（乾燥、湿潤）試験それぞれ4級；水、ホットプレッシング試験に関して、変退色・汚染（綿、ポリエステル）ともに5級；汗（酸性）試験に関して、変退色・汚染（ポリエステル）ともに5級で汚染（綿）は4-5級；昇華試験は変退色・汚染（綿、ポリエステル）ともに4-5級の結果が得られた。また、引張試験の結果、PET 繊維 380 Mpa, PET/PTT=85/15 溶融ブレンド繊維 350 Mpa であり、繊維強度の低下は少なく、実用レベルの繊維強度が得られた。

3.4 繊維構造 図4で示す染色前の PET/PTT 溶融ブレンド繊維の密度は、PET 繊維と PTT 繊維それぞれの密度及びブレンド比から推測できる範囲よりも低く、また、染色後の密度の上昇が大きいことから、結晶構造が発達していないことがわかった。(5) これは、コポリマーの結晶化が困難で、また、紡糸過程において、コポリマーの存在が PET と PTT の結晶化を抑制したことに加え、PET と PTT がお互いの構造形成に影響したことによるものと考えられる。

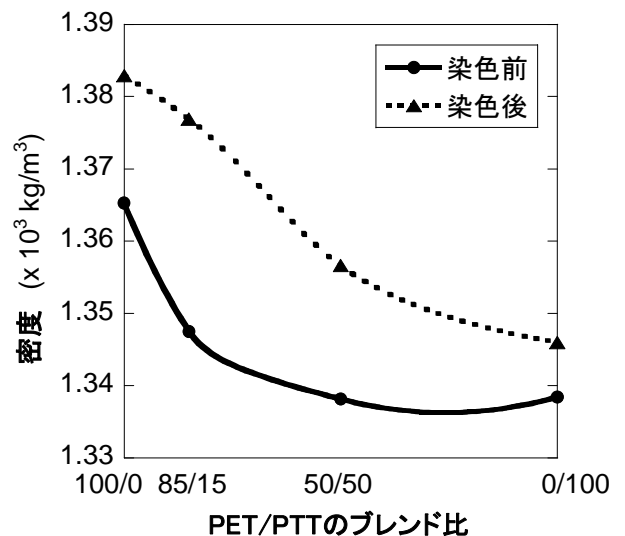


図4. 常圧染色前後の繊維密度の変化

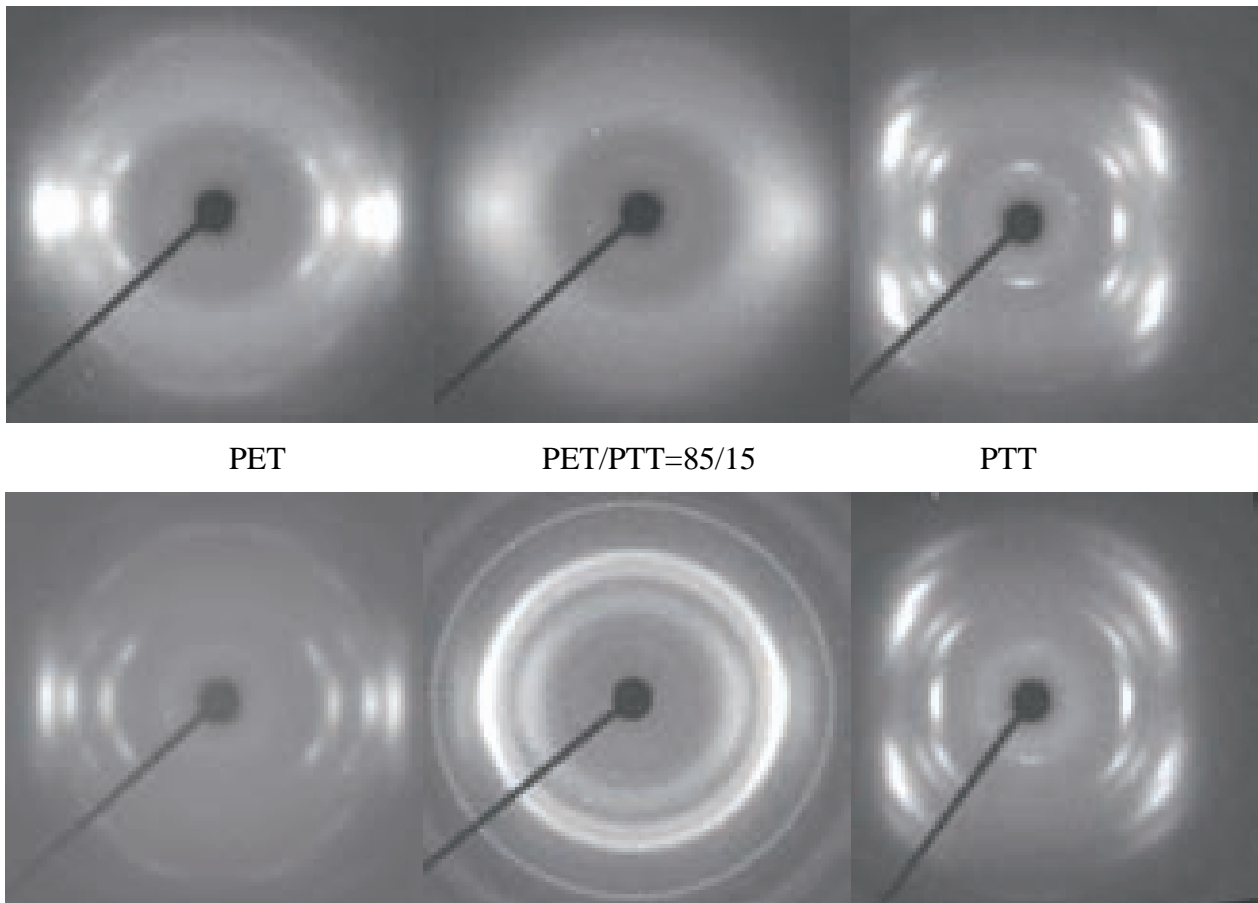


図 5. 常圧染色前後の WAXD 像 (上段：染色前, 下段：染色後)

また、繊維密度から計算した体積分率結晶化度に関して、染色前の PET 繊維と PTT 繊維の結晶化度が 20% 以上に対し、PET/PTT=85/15 溶融ブレンド繊維の結晶化度が 15% に過ぎない。非結晶領域の割合が多いという特徴は、溶融ブレンド繊維の、PET 繊維だけではなく PTT 繊維よりも優れた染色性に大きく寄与したと考えられる。

更に、図 5 で示す WAXD 像も、結晶化度の結果と同じ傾向を示した。PET/PTT=85/15 溶融ブレンド繊維において、PTT の明確な結晶ピークが観測されず、PTT の分子鎖は殆ど繊維内部の非結晶領域に存在することがわかった。この繊維構造上の特徴も染色性の改善には有利であると考えられる。

4. 結言

溶融ブレンドの手法で改質した PET 繊維は、純粋な PET 繊維及び PTT 繊維両方を超えた高い染色性を有することを見出した。これは、PTT を PET に導入することにより、ガラス転移温度が低下し、より低温から分散染料の繊維内部への拡散が始まることに起因し、また、改質 PET 繊維の結晶化度が低いことも染色性の改善に寄与したと考えられる。更に、PET/PTT のブレンド比 (重量比) が 85/15 でも十分な染色濃度が得られることが分かった。また、PET/PTT=85/15 溶融ブレンド繊維において、PET 繊維及び PTT 繊維と同程度の高い染色堅ろう度と、実用レベルの繊維強度も有している。

PTT の導入は、PET 繊維に、汎用分散染料による常圧染色の可能性をもたらし、省エネルギーにつながると同時に、原料の一部が植物由来に代替できることから、石油資源の節約も期待できる。通常高温 (130 °C) 高压の染色条件でしか十分な染色濃度が得られない PET 繊維を、100 °C、常圧の染色条件でも十分染まるまで改質するには、特殊な触媒や装置の改造を必要としない、溶融ブレンドという手法でも可能であることが明らかになった。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 10 月 8 日再受付)

文 献

- (1) 高岸 徹：「染色のこれまでとこれから Dyeing : Its Past and Future」, 繊維と工業, Vol.60, No.11, pp.513-518 (2004)
- (2) Tae Won Son, Kwang Ii Kim, Nam Hun Kim, Min Gi Jeong and Young Hun Kim : "Thermal properties of Poly(trimethylene terephthalate)/Poly(ethylene terephthalate) melt blends", Fibers and Polymers, Vol.4, No.1, pp.20-26 (2003)
- (3) Yiqi Yang, Shiqi Li, Houston Brown, Paul Casey : "Dyeing of PTT/PET blends", AATCC Review, pp.54-59 (2002)
- (4) 東レ株式会社
- (5) Chen Xu : "Fiber structure development in high-speed melt spinning of modified poly(ethylene terephthalate)" Doctoral Thesis (2005)
- (6) G Farrow, J. Bagley, "Text. Res. J.", No.32, pp.587 (1962)
- (7) 渋谷文雄, 伊藤浩志, 鞠谷雄士 : 「高速溶融紡糸ポリトリメチレンテレフタレート繊維の構造と応力下の変形挙動」, 平成 16 年度プラスチック成形加工学会年次大会(2004)

綿布の快適性に関わる熱・水分特性の抽出 — スキンモデルを用いたシミュレーション実験 —

山田 巧*¹⁾ 岩崎 謙次*¹⁾

Selecting Heat / Water Vapor Property Test Related to Clothing Comfort for Cotton Fabric by Skin Model

Takumi Yamada*¹⁾, Kenji Iwasaki*¹⁾

In order to determine the heat and water vapor transfer properties of various fabrics seemed relating clothing comfort, 14 kinds of fabrics made by cotton were evaluated using a skin model which simulating the human skin. The physical characteristics of each sample were measured by JIS. And the changes of a micro-climate, of a temperature and humidity, between the test fabric and the surface of the skin model were measured during experiment, which consisted of dry, sweating, dry again conditions. The data obtained by skin model which considered to relate to clothing comfort and the characteristics of fabric were analysis by correlation analysis. As the results, the dampness showed high correlation coefficient with weight, thickness, air porosity, water vapor permeability, air permeability of fabrics. From these results, a high correlation between the index measured by the skin model and the physical properties value by JIS standard were found. And the prediction of clothing comfort from the physical properties of fabrics would be possible in this study.

キーワード：衣服の快適性，衣服内環境，スキンモデル，非定常状態，布の熱・水分移動特性

Keywords：Clothing comfort, Clothing environment, Skin model, Transitional micro-climate, Heat/Water vapor transfer of fabric

1. まえがき

人体から発する体熱・汗は絶えず衣服を介して環境へと拡散される。このため，身体—環境の系に介在する衣服の熱・水分移動特性はヒトの快適感を左右する重要な因子である。熱・水分移動特性に関わる布側の因子として厚みや重量といった諸元，または JIS や ISO によって規定される保温性，通気性，透湿性などがある。しかし，制御された条件下でのシンプルな評価であり，あくまで個別の相対評価のための手法に留まっている。一方，衣服の快適性における実践的な評価手法として，ヒト型サーマルマネキンや熱・水分共存系平板型装置スキンモデルなどを用いたシミュレーション実験が有効とされる。しかし，これらシミュレーション実験から得られた衣服内気候変動データと個別の布特性との関係性は十分明らかになっていない現状にある。そのため現状では，快適な衣服を設計しようとする際，どの特性が着用時の衣服内気候に大きく関与するか，あるいはどの特性評価が重要かといった明確な指針はない。本研究はスキンモデルを用いた着用シミュレーション実験より，得られた温湿度変動と JIS 規格における布諸元及び快適性に関わる諸特性との相関関係について検討し，快適な衣服設計に必要な特性を抽出することを目的とした。

*¹⁾ 墨田支所

2. 測定方法

- 2.1 試料 試料は平織りを中心とする綿 100%の織物 14 種とした。試料 1 より厚みが高くなる布を選定した。
- 2.2 諸元及び物性 表 1 に試料の諸元並びに快適性に関わる物理的特性を示す。測定条件はいずれも JIS L に準拠して行った。通気性はフラジール形 (L 1096 : 1999 A 法)，吸湿性は公定水分率 (L 0105 : 2006)，透湿性はウォータ法 (L 1099 : 2006 A-2 法)，吸水性はラローズ法 (L 1907 : 2004 表面吸水法)，保温性は恒温法 (L 1096 : 1999 A 法) を用いた。含気率はみかけの比重と綿の比重 1.54 より求めた⁽¹⁾。

表 1. 試料の諸元及び物理特性

試料	糸密度(たて/よこ)		厚さ (mm)	重量 (g・m ⁻²)	見かけの比重 (-)	含気率 (%)	通気性 (m ³ ・m ⁻² ・s ⁻¹)	吸湿性 (%)	透湿性 (g・m ⁻² ・h)	吸水性 (ml・min ⁻¹)	保温性 (%)
	(本/cm)	(本/cm)									
1	57	28	0.43	126	0.30	80	13.8	6.9	183.1	0.34	24.0
2	30	27	0.52	98	0.19	87	89.0	6.9	181.5	0.44	23.2
3	46	15	0.65	188	0.29	81	10.6	7.4	180.8	0.09	23.9
4	42	28	0.67	117	0.17	88	29.1	6.7	183.8	0.02	25.7
5	45	23	0.70	199	0.28	81	14.3	7.6	168.2	0.06	24.1
6	48	21	0.72	274	0.38	75	8.0	7.3	175.4	0.35	23.6
7	25	23	0.72	148	0.20	86	41.2	7.6	167.7	0.24	25.9
8	88	44	0.79	263	0.34	78	46.4	7.0	180.5	0.01	23.0
9	47	21	0.81	274	0.34	77	12.5	6.5	161.5	0.03	26.0
10	37	33	1.00	112	0.11	93	53.8	7.4	188.6	0.14	28.8
11	40	24	1.06	275	0.26	83	7.3	7.6	161.6	0.08	23.6
12	27	16	1.19	346	0.29	81	3.8	7.1	153.8	0.03	27.8
13	25	7	1.47	394	0.27	82	6.1	7.0	166.9	0.05	26.7
14	66	40	1.56	735	0.47	69	1.3	6.8	128.2	0.01	27.5

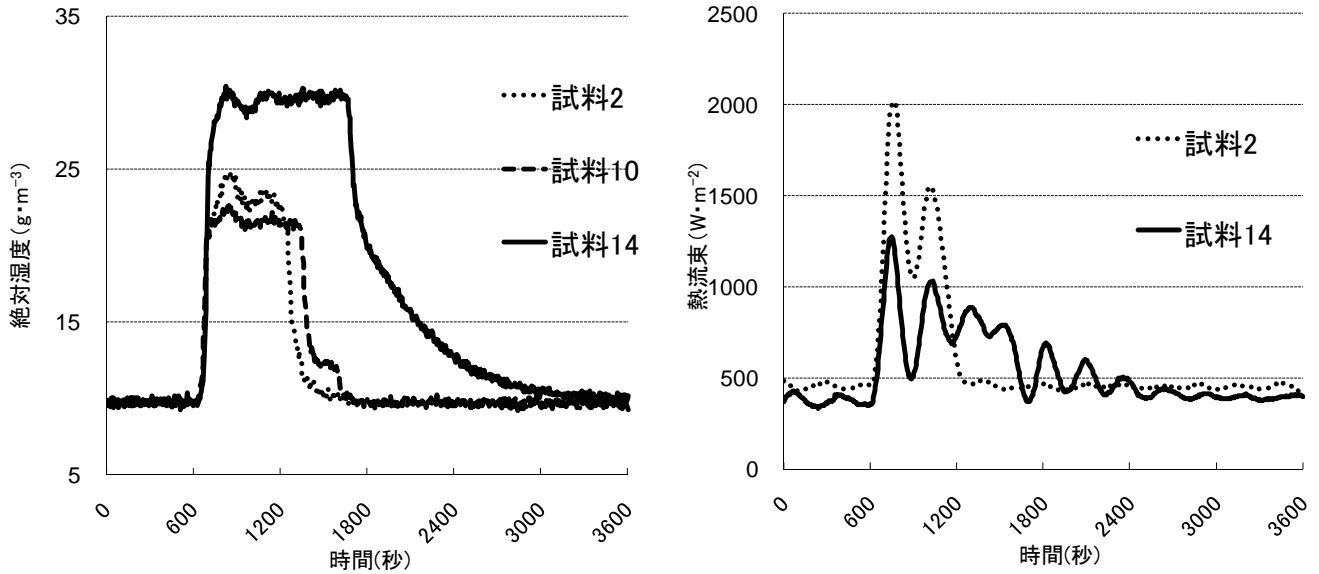


図1. 吐水に伴う湿度 (左) 及び熱流束変化 (右)

2. 3 スキンモデルの測定条件 本研究における着用シミュレーション実験には文化女子大学田村らが開発した熱・水分共存系装置スキンモデルを用いた。測定は 20℃ 65%R.H.に制御された恒温恒湿室で行った。34℃定温度に制御され熱板中央に温湿度センサーを配し、試料布で覆った状態で熱板—布間に介在する空気層の温湿度 (℃, g·m⁻³), 熱板の熱流束 (W·m⁻²) を計測した。測定条件は 10 分間乾燥状態で安定させ、その後熱板全面が湿潤するまでチューブポンプによる吐水を 2 分間行い、再び乾燥状態を保った状態へと変化させ、1 試料の測定時間は 1 時間とした。

3. 結果及び考察

3. 1 湿度並びに熱流束変化 図1に試料14種のうち、最も特徴的な挙動であった試料の結果を示す。全体的な挙動をみると、測定開始10分経過時の吐水開始より急に上昇し、一定時間飽和状態を保った後、再び収束する傾向がみられた。湿度変化が小さかったのは試料10 (22.8 g·m⁻³) であり、最も大きい変化を示したのは試料14 (30.2 g·m⁻³) であった。湿度の下降時間は試料2 (1245 sec) が最も速く、試料14 (1665 sec) が最も遅かった。その他試料は試料10から14のデータ範囲に位置し、いずれも近似した挙動を示した。熱流束は湿度に連動して変化する傾向であった。吐水後最も極大値が高かったのは試料2 (1562.8 W·m⁻²) であり、最も低い値を示したのは試料14 (898.2 W·m⁻²) であった。極大値を示した後の挙動をみると、いずれもオーバーフローを繰り返した後、収束する傾向を示した。これは湿度の変化時間と比較すると、熱流束値が安定するより前に湿度が完全に外気へと放散されたためであると推察される。したがって、極大値以降の挙動においては、試料間による違いを検討することが困難であった。

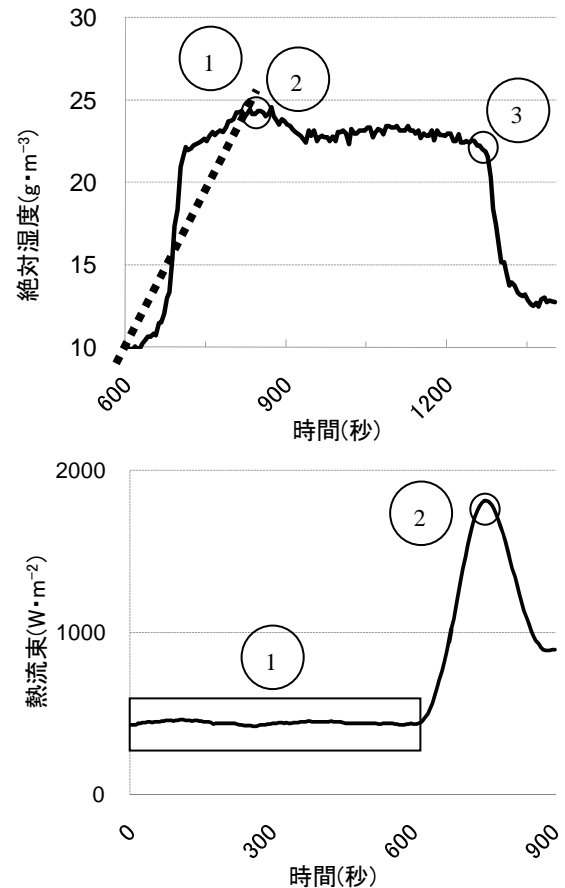


図2. 区間データ抽出ポイント

(上: 湿度データ①傾き②極大値③下降時間、
下: 熱流束データ①安定時平均②極大値)

これらの結果から、吐水後の湿度の挙動、吐水前の熱流束から極大値までは類似した傾向を示すものの、そのレベルや変化時間は試料毎に異なり、布の特性が複合的に関与していることが示唆された。

表2. 各試料の区間データ

試料	水分特性			熱特性	
	① 傾き (-)	② 最大値 (g・m ⁻³)	③ 下降時間 (sec)	① 安定時 (W・m ⁻²)	② 最大値 (W・m ⁻²)
1	0.054	24.6	1275	442.8	1369.2
2	0.062	24.8	1245	454.7	1562.8
3	0.060	25.3	1305	444.9	1367.1
4	0.064	23.4	1365	444.9	1346.1
5	0.067	23.9	1380	424.2	1284.6
6	0.073	26.8	1350	441.3	1171.6
7	0.060	24.0	1290	421.6	1487.8
8	0.061	24.4	1310	449.2	1345.1
9	0.064	25.2	1360	451.4	1266.4
10	0.053	22.8	1335	402.3	1289.5
11	0.075	26.4	1365	442.8	1290.5
12	0.074	26.6	1470	416.6	1144.0
13	0.078	27.3	1495	401.0	1058.4
14	0.084	30.2	1665	377.4	898.2

表3. 諸元・物性の相関表

項目		組成				物性				
		糸密度 たて糸 よこ糸	厚さ	重量	含気率	通気性	水分率	透湿性	吸水性	保温性
組成	糸密度 たて糸	-								
	糸密度 よこ糸	0.74	-							
	厚さ	-0.08	-0.07	-						
	重量	0.28	0.13	0.83	-					
物性	含気率	-0.57	-0.14	-0.33	-0.77	-				
	通気性	-0.09	0.38	-0.43	-0.55	0.61	-			
	水分率	-0.27	-0.18	-0.07	-0.24	0.26	-0.02	-		
	透湿性	-0.05	-0.03	-0.73	-0.89	0.67	0.54	0.14	-	
	吸水性	-0.24	-0.05	-0.57	-0.46	0.21	0.48	0.13	0.41	-
	保温性	-0.34	-0.07	0.65	0.36	0.14	-0.17	-0.15	-0.38	-0.40

3.2 区間データの抽出 スキンモデルによって得られた湿度及び熱流束変化に及ぼす布の特性値(表1)の影響を探るため、これら連続したデータから特定の指標を求める必要がある。したがって、図1の湿度及び熱流束より区間データを抽出し、全ての試料について値をサンプリングした。求めた指標はそれぞれ湿度:①吐水開始から極大値までの傾き(-)②吐水後の極大値(g・m⁻³)③湿度の平衡状態からの下降時間(sec)、熱流束①吐水前安定時の平均値(W・m⁻²)②吐水後の極大値(W・m⁻²)とした。区間ポイントを図3、抽出された値を表2に示す。

3.3 諸元と区間データの相関 表1に示した布の諸元並びに物性と図2で抽出した区間データとの関係を求めるため、全データについて相関分析を行った。

表3に諸元並びに物性間の相関係数を示す。それぞれ糸密度・厚さ・重量・含気率を布の諸元、通気性・水分率・透湿性・吸水性・保温性を物性と2つに分類して示した。諸元のうち、厚さ—重量(相関係数r=0.83)の相関が、重量—含気率(-0.77)の間で高い逆相関を示した。物性では透湿性が厚さ(-0.73)、重量(-0.89)、含気率(0.67)と最も多くの布諸元と相関が高い特性であることが示された。また、通気性は重量(-0.55)、含気率(0.61)、吸水性は厚さ(-0.57)、保温性は厚さ(0.65)とやや高い相関係数を示した。

これら表1の諸元並びに物性と表2のスキンモデルからの区間データとの間の相関を求めた(表4参照)。湿度から

表4. 諸元・物性と区間データとの相関

	水分特性			熱特性	
	①	②	③	①	②
布組成	重量 ^(0.84)	重量 ^(0.96)	重量 ^(0.92)	厚さ ^(-0.81)	重量 ^(-0.88)
	厚さ ^(0.76)	含気率 ^(-0.80)	厚さ ^(0.89)	重量 ^(-0.66)	厚さ ^(-0.84)
	含気率 ^(-0.60)	厚さ ^(0.74)	含気率 ^(-0.56)		含気率 ^(0.64)
布特性	透湿性 ^(-0.81)	透湿性 ^(-0.86)	透湿性 ^(-0.84)	保温性 ^(-0.77)	透湿性 ^(0.72)
	通気性 ^(-0.57)	通気性 ^(-0.58)	保温性 ^(0.58)	透湿性 ^(0.59)	通気性 ^(0.70)
			通気性 ^(-0.58)		
			吸水性 ^(-0.57)		

(相関係数): 1%, 5%

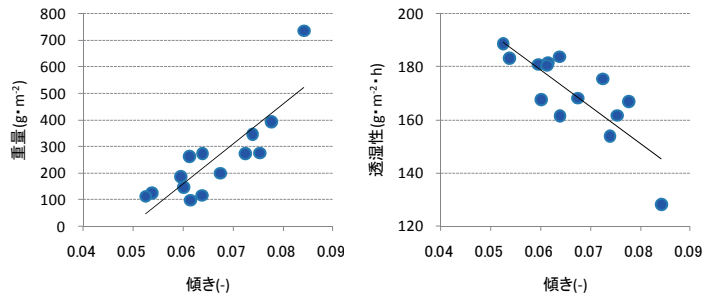


図3. 水分特性①傾きと布重量(左)及び透湿性(右)との関係

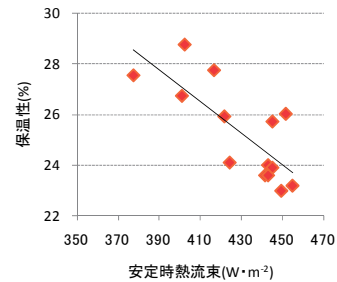


図4. 熱特性①安定時の平均熱流束と保温性との関係

抽出した指標を水分特性①傾き、②極大値、③下降時間、そして熱流束から抽出した指標を熱特性①安定時の平均値②極大値に分けて示す。

水分特性①②③に対する布諸元をみると、糸密度を除く厚さ、重量、含気率との間に高い相関が得られ、重量はいずれの項目でも高い相関係数を示した。一方、布特性では、透湿性が①②③いずれの指標とも相関が高く、次いで通気性との相関が高かった。③では他に保温性、吸水性が相関の高い因子として明らかとなった。図3に湿度の傾きと重量及び透湿性との関係を示す。最も厚い試料14が他の分布と離れてプロットし、相関係数の高さに影響していると考えられるが、試料14の値を除去しても高い相関傾向は変わらなかった。また、表3の相関表をみると、透湿性は厚さ、重量、含気率いずれの諸元とも相関が高いため、他の特性よりも高い相関が得られたものと考えられる。

熱特性についてみると、高い相関係数が得られた項目と

して①安定状態における熱流束の平均値では厚さ・保温性、②極大値では重量・厚さ・含気率・透湿性・通気性であった。吐水前の水分が関与しない状態では布の保温特性に影響するといわれる厚さと重量が、そして保温性の値そのものが関与していることが示された。一方、吐水後の②極大値で得られた項目は、水分特性の①傾きと近似した結果であった。このことから、湿潤状態における熱流束の挙動は、布の熱特性よりも水分特性の寄与が大であることが考えられる。

着衣シミュレーション実験から抽出された結果を着心地の指標として用い、快適性を考慮した布設計についての考察を加えた。過去の衣服の快適性に関する研究事例から、表4の相関関係を検討することによって、各区間データの指標を以下のように捉えることができる。

(1) 水分特性 ヒトは急な湿度変化によって、強いむれ感が引き起されること⁽²⁾⁽³⁾⁽⁴⁾が明らかにされている。このことから、①吐水後の傾きはむれ感の強さに関する因子とすることができる。表4の相関関係より、むれ感を抑える布に必要な特性は、軽くて薄く、透湿性あるいは通気性に優れたものである。また、②の極大値をヒトの発汗時の湿潤感の強さとすると、この感覚を軽減するには軽く、薄くて含気率の低い布であり、透湿性と通気性に富んだ布が必要である。③の下降時間を湿潤状態からの回復性とすると、衣服層に残留する水分を素早く外気へ拡散させるには、他と同様軽くて薄く、透湿性、通気性、吸水性に優れた布が必要であると考えられる。

(2) 熱特性 熱特性についてみると、①安定状態における熱流束の平均値は布を介しての放熱量、すなわち布の保温性に置き換えることができる。図4から①の相関項目をみると、保温性に関係するとされる厚さ、重量ともに高い相関が得られ、JISによる保温性とも-0.77と高い相関係数を示している。

以上の結果より、着用状態を想定したスキンモデルによる指標とJIS規格による物性値との相関関係が明らかとなり、各物性による発汗から湿度の収束にいたる衣服内気候予測への可能性が示された。また、布諸元と物性と組み合わせにより、快適な布設計への物性要因が明らかとなり、快適性に対する効率的な評価項目の提示が可能となった。

衣服の快適性評価においては、ヒトと同様の曲率部位、皮膚温分布を有するサーマルマネキンが有効であるとされている。しかし、全身の汗を再現することが困難であり、諸元の違いや素材の違いなど、客観的かつ精密な水分特性を評価することは困難な現状にある。したがって、快適性評価において重要な因子である布の水分特性を対象として、実際の衣服内気候の過渡的応答を観測し、評価を行うには本研究のような平板型スキンモデルを用いたシミュレーション評価を行うことが有効であると考えられる。

4. まとめ

本研究は文化女子大学の田村らが開発した着衣シミュレーション装置スキンモデルを用い、衣服内気候と布諸元及び物性との相関関係から、快適な衣服設計への指標となる特性を抽出することを目的とした。綿100%の織物14種を対象とし、布の諸元及び物理的特性を計測した。スキンモデルによる測定では布-熱板に介在する空気層の温湿度並びに熱板からの熱流束を測定した。各試料について汗を模擬した吐水後の温湿度の挙動を観察した。得られた温湿度データより、着心地に関連すると考えられる区間データを抽出し、布の緒言及び物理的特性値との相関分析を行った。結果、水分特性において湿度の傾きや最大値をむれ感、湿潤感の指標とすると、これ関与する布の諸元として重量、厚さ、含気率が、物性項目として透湿性、通気性が抽出された。吐水後の熱特性については、布の熱に関わる特性よりも水分特性の関与が大であることが示唆された。

本研究によるスキンモデルを用いたシミュレーション実験によって、衣服内気候の変化は布特性の複合的に関与によって起きていることが明らかとなった。また、スキンモデルによる指標とJIS規格による物性値との相関が明らかとなり、各物性値による衣服内気候の予測が可能であることが示された。また、快適な着心地に必要な物性要因が明らかとなり、重要となる評価項目の提示が可能となった。

しかし、本実験で用いた試料は綿の同一素材に限定したため、疎水性繊維との混用率による違い、またニット素材の検討には至らなかった。今後、混用率の異なる布、またはニット地の測定など、より多くの布データを蓄積することが今後の課題である。また、本研究で試みた平板型シミュレーション装置を用いた評価・予測から、サーマルマネキンを用いた衣服のデータ、着用実験との整合性を検討し、より精度の高い衣服の快適性評価へとつなげてゆきたい。

謝辞

本研究を行うにあたり、ご協力いただきました文化女子大学大学院田村照子教授に、厚く御礼申し上げます。

(平成22年6月30日受付、平成22年8月20日再受付)

文 献

- (1) 田村照子：「基礎被衛生学」, pp. 82-83 (2001)
- (2) 諸岡晴美, 丹羽雅子：「被服材料の水分移動特性と着用感-1-着用感に關係する生理的因子および衣服の物理的性質」, 家政学雑誌, Vol. 30, No. 4 pp. 320-327 (1979)
- (3) 諸岡晴美, 丹羽雅子：「被服材料の水分移動特性と着用感-2-着用感に影響を及ぼす水分移動特性」, 家政学雑誌, Vol. 30, No. 4 pp. 328-335 (1979)
- (4) 内藤 道子, 中島 利誠, 松川 哲哉：「布地の透湿性に関する研究-5-ポリエステル布の通気性と透湿性」, 家政学雑誌, Vol. 27, No. 6 pp. 441-445 (1976)

技術ノート

ノート

ガソリン中のバイオエタノール濃度を簡易測定する装置の開発

柚木 俊二*¹⁾ 齋藤 正明*¹⁾ 鈴木 隆司*²⁾

Development of a simple apparatus for determining bioethanol content in gasoline

Shunji Yunoki*¹⁾, Masaaki Saito*¹⁾, Takashi Suzuki*²⁾

キーワード: バイオエタノール, ガソリン, C-14, 放射性炭素, 液体シンチレーションカウンタ

Keywords: Bioethanol, Gasoline, C-14, Radiocarbon, Liquid scintillation counter

1. 緒言

ガソリンなどの化石燃料を使用すると二酸化炭素 (CO₂) が排出される。CO₂ は重量比で全温室効果ガスの 72% を占めると言われ (2000 年度), 大気中濃度は増加の一途をたどっている。科学的な信頼性はともかくとして, CO₂ 排出量を削減するための政治的な取り決めや産業活動が世界的規模で進められている。

CO₂ 排出量を減らすための即効性のある方法として, 化石燃料をバイオマス由来の燃料 (バイオ燃料) で置き換える方法がある。バイオ燃料からも当然 CO₂ が排出されるが, バイオ燃料は大気中の CO₂ が固定化された再生可能資源であるため排出とみなされない。

ガソリンにはバイオエタノールが添加される (バイオエタノールガソリン)。バイオエタノールの価格は化石燃料よりも割高になるため⁽¹⁾, 税制上の優遇措置により普及が促進される。バイオエタノールガソリンを普及させるためには, バイオエタノールの由来判別技術が不可欠になる。エタノールは化石燃料からも安価に合成されるが, バイオマス由来のものと化学的には同一である。放射性同位元素である C-14 (半減期 5730 年) の有無が唯一の判別基準となる。

著者らはバイオエタノールガソリンのバイオエタノール濃度を定量し, 同時にバイオマス由来であることを判別する方法を開発した (TIRI 法)^{(2), (3)}。C-14 の β 線を計測する液体シンチレーションカウンタ (LSC) を用いる。TIRI 法は, バイオエタノールガソリンに水を添加し, バイオエタノールを抽出する操作を 2 回繰り返す, それぞれの水相を回収し, LSC で測定する。バイオエタノール 3% 混合ガソリン (E3 ガソリン) のバイオエタノール濃度を定量できることを明らかにした。

そこで本研究では, バイオエタノールガソリンの普及にそなえ, バイオエタノール判別のために機能特化した, LSC 装置を内蔵したバイオ燃料評価装置を開発した。

*1) ライフサイエンスグループ

*2) 産業交流室

2. 実験方法

2.1 バイオ燃料評価装置の開発 ①簡易型バイオ燃料評価装置および②試料前処理装置の 2 つから構成されたバイオ燃料評価装置を開発した。装置の構成と性能を表 1 に示す。装置の作製は応用光研工業株式会社 (東京都福生市) で行った。

表 1. バイオ燃料評価装置の構成と主な性能

構成	性能	
簡易型バイオ燃料評価装置	サンプルチェンジャー	普及型 LSC 用バイアル (20 mL) を 4 本設置できる
	検出部	・光電子増倍管 2 本を試料に対して 180 度に対面して配置し, 光電子増倍管のノイズを同時計数法により低減し, 低バックグラウンド化する ・鉛遮蔽により低バックグラウンド化
	計数部	・標準エタノール試料の C-14 β 線の計数効率が 80% 以上 ・γ 線源を用いた外部標準法によるクエンチング補正は設けない
	データ解析部	・データ処理用および計測操作用ノートパソコンが測定装置本体と USB で接続されている ・試料を規定位置にセットした後, 実験開始を選択するだけでバイオエタノール濃度の算出まで自動的に実行
試料前処理装置	攪拌装置	バイオエタノールガソリンと水を入れた容量 175mL のポリプロピレン遠心容器を, 容器の中心線を軸として高速回転させ, 中の試料液を攪拌する
	遠心機	卓上遠心機 himac CT6E (HITACHI 製) 相当の遠心機

2.2 計測用試料の調製

(1) E3 ガソリンからの計測用試料の調製 既存の調製方法^{(2), (3)}を自動化した。ポリプロピレン製の 175 mL コニカル遠心管 (BD falcon, BD bioscience) に E3 ガソリン 100g および蒸留水 3g を入れた。試料前処理装置の攪拌装置を用いて混合した後, 遠心機を用いて 5,000 rpm で 3 min 遠心した。

遠心管底部の水相をマイクロピペットで全量吸い上げ、容量 20 mL の LSC 用サンプルバイアルに入れた。シンチレーター (Clear-sol II, ナカライテスク) を加え、計測用試料とした。水抽出を再度行い、計 2 つの計測用試料を得た。

(2) 標準試料およびバックグラウンド試料の調製 バイオエタノール 2 g と水 2 g にシンチレーターを加え、標準試料とした。標準試料のバイオエタノールを化石燃料由来エタノールに置き換え、バックグラウンド試料とした。

2.3 簡易型バイオ燃料評価装置による計測 上記の通り調製した 4 種類の試料をサンプルチェンジャーに設置し、サンプル当たりの計数時間 100 min, 250 min, および 500 min で計測を行った。得られた計数率 (counts/min) と式[1]からバイオエタノール濃度を計算した。

$$C = A1 \cdot A1 / (A1 - A2) \quad [1]$$

ここで、C はバイオエタノール濃度、A1 は抽出一回目の水相の計数率、A2 は抽出二回目の水相の計数率を示す。

3. 結果と考察

図 1 に開発した簡易型バイオ燃料評価装置の全体像を示す。ノート PC の画面に各試料の計数と計数率がリアルタイムで表示され、全計測終了後にバイオエタノール濃度が自動計算されて表示される。計数時間、標準試料のバイオエタノール量 (g/vial), および抽出に用いた E3 ガソリンの量の変数となる。装置の背後には、同じプラットフォーム上に試料前処理装置が設置されている。本装置を用いてバイオエタノールガソリンの抽出操作から計測までの一連の作業を全て実施することができる。

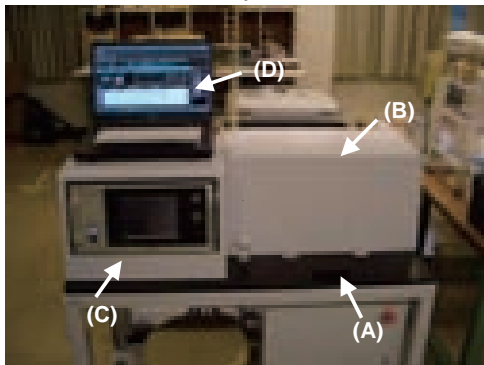


図 1. 簡易型バイオ燃料評価装置の全体写真
(A) サンプルチェンジャー、(B) 検出部、(C) 計数部、および (D) データ解析部から成る。

簡易型バイオ燃料評価装置を用いて測定した E3 ガソリンのバイオエタノール濃度および濃度測定値の誤差を図 2 に示す。計測は同一の試料に対して 3 回行った。今回実施した計数時間の範囲では、バイオエタノール濃度の測定値は 2.24 – 3.12 % の範囲に収まった (図 2a)。簡易装置の定量精度としては実用的に十分であると考えられた。

計数時間を増やすと計数誤差は理論的に低下し (図 2b)、バイオエタノール計測値は一定値に収斂するはずである。しかし、計数時間を増やしても 3 回の計測値のばらつきに

減少傾向は見られなかった。バックグラウンドの変動が原因と推定された。バックグラウンドの計数値は主に宇宙線によるものであり、時間とともに変動する。従って、計測時間が長くなると変動の影響を受けやすくなる。また、本装置は低バックグラウンド化を図っているが、計数値の小さい水相 A2 の場合、計数値の約 90% がバックグラウンドの寄与である。バックグラウンドの変動がバイオエタノール計測値に影響を与えやすいと言える。

本実験では、計数時間を 100 min から 250 min に増加することによりバイオエタノール濃度の測定誤差が 0.86% から 0.46% に低下した (図 2b)。計数時間を 250 min から 500 min に増加しても、測定誤差の減少効果は小さかった。バックグラウンドの影響の最小化および測定誤差の最小化という観点から、サンプル当たりの計数時間としては 100 min から 250 min の間が適切と考えられた。

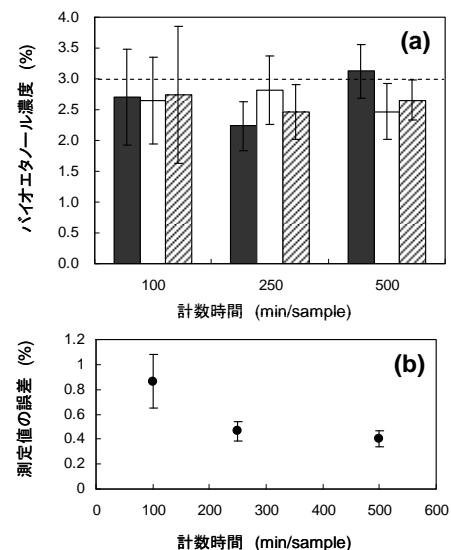


図 2. 簡易型バイオ燃料評価装置を用いた E3 ガソリンのバイオエタノール濃度測定結果

- (a) 計数時間を変えた測定結果。同一試料の 3 回の測定結果を個別に示した ($\pm 1\sigma$)。
(b) 計数時間の増加による計数誤差の減少 (平均値 \pm SD; n=3)。

謝辞

本研究は東京都「カーボンマイナス東京 10 年プロジェクト」の助成を受けて実施した。

(平成 22 年 7 月 2 日受付, 平成 22 年 9 月 3 日再受付)

文 献

- (1) Demirbas A: "Producing and using bioethanol as an automotive fuel", Energy Sources B Vol.2, No.4, p 391 (2007)
- (2) Saito M, Nakamura M: "Easy C-14 measurement of bio-gasoline E3 by double-extraction with water", Radioisotope Vol.56, No.9, p529 (2007)
- (3) Yunoki S, Saito M: "A simple method to determine bioethanol content in gasoline using two-step extraction and liquid scintillation counting", Bioresource Technology Vol.100, No.23, p6125 (2009)

ノート

歯周組織再生療法のための閉鎖系細胞培養用デバイスの開発

石井 恭子*¹⁾ 柚木 俊二*²⁾ 西岡 秀展*¹⁾ 紋川 亮*²⁾
 金城 康人*²⁾ 本田 雅規*³⁾

Development of closed cell culture devices for periodontal tissue regeneration

Kyoko Ishii*¹⁾, Shunji Yunoki*²⁾, Hidenori Nishioka*¹⁾, Akira Monkawa*²⁾,
 Yasuhito Kinjo*²⁾, Masaki J. Honda*³⁾

キーワード: 歯周病, 歯周組織再生, 再生医療, 細胞培養, 閉鎖系

Keywords: Periodontal disease, Periodontal tissue regeneration, Regenerative medicine, Cell culture, Closed system

1. 緒言

幹細胞を用いて組織・器官を再生させる「再生医療」の実現に期待が寄せられている。細胞治療に想定される幹細胞としては胚性幹細胞 (ES 細胞) や人工多能性幹細胞 (iPS 細胞) などの多能性幹細胞, あるいは成体に存在する成体幹細胞や前駆細胞がある。後者の場合, 細胞は患者から採取され, 適切に増殖・分化して再び患者に戻される。

治療の安全性を確保するため, 細胞の採取と取り扱いは無菌的環境で実施されるのでセルプロセッシングセンター (CPC) の開発が進められている。しかし, CPC は一般に高額のため (数千万~数億円/機以上), 初期投資と維持管理にコストがかかり一部の総合病院のみの運用が想定される。

CPC の小型化・低価格化も検討されているが, 個人病院への普及は難しいと考えられている。

CPC を用いずに個人病院での細胞の採取と保存が可能になれば, 将来的な再生医療の普及に貢献できると考えられる。

臨床応用が期待される再生医療の一つとして, 歯小囊細胞を用いた「歯周組織再生療法」に着目した。歯小囊とは歯の発生時期においてエナメル器と歯乳頭を取り囲む結合組織であり, 前駆細胞や幹細胞からなる細胞集団 (歯小囊細胞) を含み⁽¹⁾, 最終的には歯周組織を形成する。したがって, 歯小囊細胞が歯周組織再生療法の有効な細胞源となることが期待されている。

本研究では, CPC や細胞培養設備を保有しない歯科医院での歯小囊細胞の採取と培養を可能にする培養デバイスを開発した。

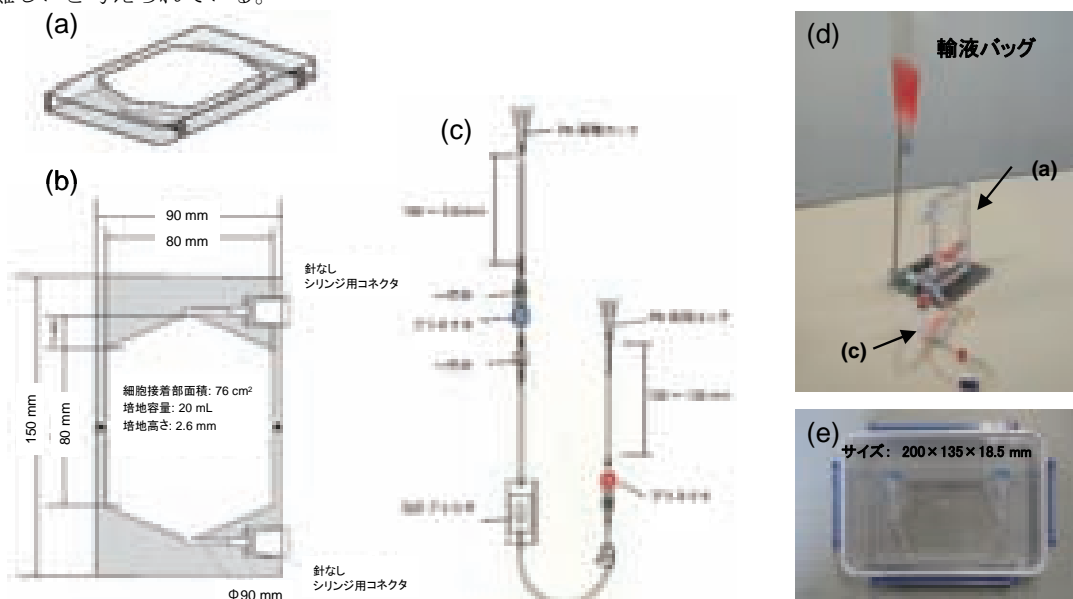


図1. 閉鎖系細胞培養デバイス

(a) 培養容器の全体図, (b) 培養容器の上面図, (c) 培地・細胞交換ライン, (d) 培地交換時の閉鎖系培養デバイスの全体像 (密閉容器を除く), (e) 培養容器 (a) を入れた密閉容器像。細胞培養時, 培養容器は密閉容器内に閉じこめる。CO₂ 発生剤により, 容器内の CO₂ 濃度が一定に保たれる。

* 1) コアフロント株式会社
 * 2) ライフサイエンスグループ
 * 3) 日本大学歯学部

2. 実験の材料と方法

2.1 閉鎖系細胞培養デバイスの作製 ①培養容器, ②密閉容器, ③培地・細胞交換ライン, ④CO₂ 発生剤, の4要素から構成される培養デバイスを作製した。デバイスの模式図を図1に示す(密閉容器を除く)。各構成要素に要求される性質と採用した素材を表1に示す。

表1. 閉鎖系細胞培養デバイスに求められる性質

構成要素	求められる性質	採用した素材
①培養容器	細胞接着性、透明性、CO ₂ 透過性	ポリスチレン
②密閉容器	気密性、透明性	アクリル樹脂
③培地・細胞交換ライン	柔軟性、滅菌フィルター	シリコンゴム(送液) ナイロン66フィルター
④CO ₂ 発生剤	即効性、CO ₂ 濃度の持続性	重炭酸ナトリウムその他

2.2 CO₂ 発生剤による密閉容器内のCO₂濃度制御 CO₂ 発生剤として、重炭酸ナトリウムと酒石酸の顆粒状複合体を用いた。密閉容器内の区画に所定量の水を入れ、そこにCO₂ 発生剤を加えて速やかに蓋をした。容器内のCO₂ 濃度をCO₂ センサー(㈱スカイネット)により測定した。

2.3 培養デバイスを用いた歯小囊細胞の培養

(1) ブタ下顎骨からの歯小囊細胞の単離 公知の方法に従い⁽²⁾, ブタ下顎骨の歯冠形成期歯胚から歯小囊細胞を単離後、シングルセルクローニング法によりクローン化した歯小囊細胞を得た。

(2) 歯小囊細胞の培養 CO₂ 濃度を維持した密閉容器内で歯小囊細胞を培養した。比較として、培養容器を密閉容器から取り外してCO₂ インキュベーター内で培養を行った。容器内の細胞数はトリプシンで細胞を回収した後、血球計算盤を用いて測定した。

3. 結果と考察

図2に完成した培養デバイスの外観を示す。デバイス開発のポイントは以下の4点である; 1) 外環境に対して閉鎖系で細胞培養できること, 2) CO₂ インキュベーター無しでCO₂ 濃度管理ができること, 3) 歯小囊細胞が接着・増殖すること, 4) 歯小囊細胞の分化を制御できること。このうち, 4) については現在, 共著者らが細胞接着基質の分化への影響について研究を進めている。本研究では, 1) ~3) を設計指針として閉鎖系培養デバイスを作製した。

要求項目1) については, "ポジダイ"ナイロン66膜をもつ輸液フィルター(ELDフィルター)を利用することで目的を達成した(図1(c)参照)。このフィルターは微細な孔(孔径0.2 μm)により菌体を除去するとともに, エンドトキシンの静電吸着除去効果を持つ。培地バッグをラインの一方に取り付けると, ELDフィルターを通過した培地が培養容器(図1(a), (b)参照)に流入する。

培地交換はプラネクタからシリンジで吸引して行う。ラインは培地交換ごとに新品に交換する。

細胞懸濁液の培養容器への注入にはフィルターを用いることが出来ない。そこで, 滅菌した後にシリンジ用コネクタ(図1(b)参照)から注入する方法を用いて, 細胞培養時のコンタミネーションを回避することが可能となった。

要求項目2) については, 密閉容器(容積500cm³)内に設置した培養容器とCO₂ 発生剤を共存させた。CO₂ 濃度は発生剤を溶解する水の量に影響される。30mLの水に溶解した時にCO₂ 濃度が細胞培養に適した5%となり, 5%への到達時間は僅か10分であった。また, CO₂ 濃度は4-5%の範囲が約7日間持続した。

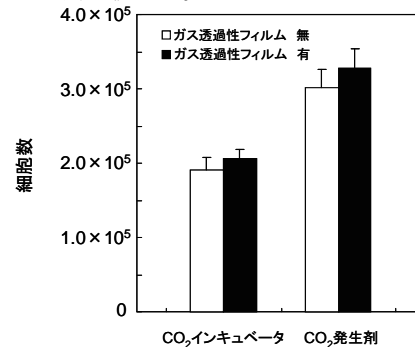


図2. 培養容器内での歯小囊細胞の増殖
CO₂ 濃度制御はCO₂ インキュベーターおよびCO₂ 発生剤で行った。

要求項目3) については, コロナ放電処理によりポリスチレン(PS)への細胞接着性を改善させ, 容器上面をガス透過性PSフィルムにすることでCO₂の交換を可能にした。図2は培養7日目の細胞数を示す。歯小囊細胞が増殖することを確認できたことで, ガス透過性フィルムがCO₂の交換を阻害していないことがわかった。

CO₂ 発生剤を用いた場合, 細胞増殖能はCO₂ インキュベーターよりも高かった。培地のpHは前者で8.0, 後者で7.4だったことから, 歯小囊細胞の増殖がpH8で促進されたと推定された。

今後は歯小囊細胞の分化維持を評価する。分化維持が確認されれば, 本デバイスにより, 歯周組織再生療法に必要な細胞源を小病院, 歯科医院から供給でき, 再生療法の普及促進が可能になる。

謝辞

本研究は科学技術振興機構の地域イノベーション創出総合支援事業, 平成20年度「地域ニーズ即応型」の研究費補助金を受けた。

(平成22年7月2日受付, 平成22年9月3日再受付)

文 献

- Morsczeck C, Gotz W, Schierholz J, Kuhn U, Mohl C, Sippel C, Hoffmann KH: "Isolation of precursor cells (PCs) from human dental follicle of wisdom teeth" Matrix Biology, Vol.24, No.2, p.155 (2005)
- Tsuchiya S, Honda MJ, Shinohara Y, Saito M, Ueda M: "Collagen type I matrix affects molecular and cellular behavior of purified porcine dental follicle cells", Cell and Tissue Research, Vol.331, No.2, p.447 (2008)

医療用電動ファン付き呼吸用保護具の騒音問題の調査

服部 遊^{*1)} 神田 浩一^{*1)} 西沢 啓子^{*1)}大久保 富彦^{*2)} 石堂 均^{*3)} 阿保 友二郎^{*4)}

Investigation on noise problems of medical PAPR

Asobu Hattori^{*1)}, Koichi Kanda^{*1)}, Keiko Nishizawa^{*1)},
Tomihiko Ookubo^{*2)}, Hitoshi Ishido^{*3)}, Yujiro Abo^{*4)}

キーワード：電動ファン付き呼吸用保護具，PAPR，騒音分析，語音弁別能

Keywords：Powered air-purifying respirator,PAPR,Noise analysis,Speech discrimination score

1. はじめに

2009年に新型インフルエンザ(H1N1)が流行し、感染防止の対策方法が問題となった。特に医療従事者は感染リスクが高い現場で活動するため、安全かつ快適な保護具の開発が急務となっている。医療従事者を守る防護性の高い保護具として、電動ファン付き呼吸用保護具(Powered Air Purifying Respirator:以下PAPR)(図1)があり、強毒性や毒性が未知のインフルエンザ感染者と接触する際に使用されている。PAPRは環境からの飛沫などの粒子状物質を電動ファンとフィルタによって除去した安全な空気を着用者に送風する。防護性が高いだけでなく呼吸もしやすいため長時間の着用も可能である。しかし、フードにより音声は阻害されることに加えて電動ファンからの騒音が大きいため、着用者相互の会話や患者との会話が阻害されてしまう。また騒音により聴診器による聴診が困難であり、医療活動に支障をきたしている。そこで本研究では、低騒音かつ快適なコミュニケーションを可能とするPAPRの開発に取り組んでいる。騒音対策には様々な手法が存在するが、効果的な対策を行うために、既存の医療用PAPRの問題点を明確にする必要がある。本報告では騒音分析及び音声認識に関する調査を行った結果を報告する。

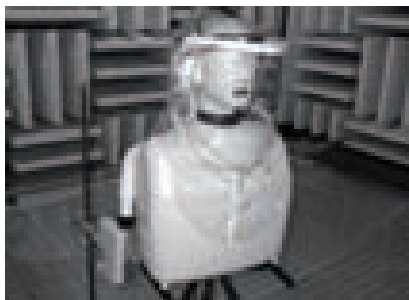


図1. 医療現場で使用されているPAPRと無響室での騒音及び音声測定の様子

2. 騒音及び音声認識に関する調査方法

既存のPAPRはファンユニットが大きな騒音を発していることと、フードにより音声は阻害されていることが主な問題となっている。それらの問題点を定量的に評価するために、以下の測定を行った。

2.1 騒音の測定 PAPRの騒音源はファンユニットであり、大きな騒音を発している。そのため、騒音源の対策が騒音低減に大きな効果が得られると考えられる。そこで、既存PAPRのファンユニットから発生する騒音の等価騒音レベルとFFTによる周波数分析を行った。測定点は次の2点である。

- ・ファンユニット単体の突出口より10cmの点
- ・PAPRを装着したダミーヘッドの外耳道入口の点

2.2 音声認識率の測定 騒音分析だけでは会話の聞き取りの程度は分からないため、被験者による日本語単音節の聞き取りを検査する語音弁別能検査を行った。語音弁別能(音声認識率)は次式により算出される。

$$(\text{正答語音数} \div \text{検査語数}) \times 100 [\%] \dots\dots\dots (1)$$

語音弁別能が70%以上であれば日常会話が可能であると評価できる。試験音源として日本聴覚医学会の語音聴力検査用CDから67-S語表の音源を使用した。被験者は健聴者の6名である。

2.3 フード透過音の測定 会話を阻害してしまう要因は騒音だけではなく、フードによる挿入損失の影響もあると考えた。そこで純音によるフード装着時の挿入損失の測定とフードを透過した音声の波形分析を行った。測定はPAPRを装着したダミーヘッドの外耳道入口に設置したマイクロホンで測定した。

全ての測定はファンユニットの電池が満充電の状態が無響室内にて行った。

*1) 光音グループ
*2) 技術経営支援室
*3) デザイングループ
*4) 電子・機械グループ

3. 測定結果と考察

3.1 騒音の測定結果 等価騒音レベル測定結果を表1に、フード内騒音の周波数分析結果を図2に示す。等価騒音レベルは70dB以上と大きく、その周波数成分は音声帯域内で大きい。ファンユニット突出口部の周波数分析結果も同様であった。そのため、音声がマスクングされてしまい、語音が聞き取り難くなっていることが分かった。また、2.5kHz 辺りに鋭いピークがあり、モーター回転数に伴う“キーン”という煩わしい音を発生していることがわかった。

表1. 等価騒音レベル測定結果

ファンユニット突出口部	73 dB
PAPR フード内 外耳道入口	70 dB

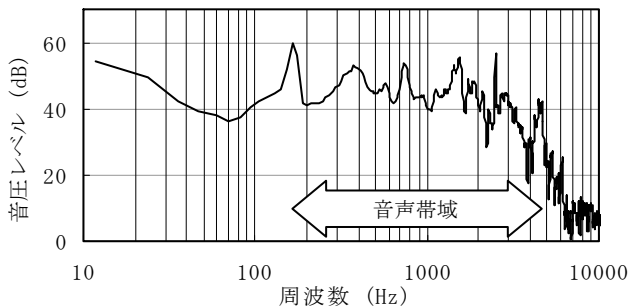


図2. フード内騒音の周波数分析結果

3.2 音声認識率の測定結果 音声認識率の測定結果は32%であり、日常会話が不可能であることがわかった。また、語音ごとの認識率を調べてみると、比較的聞き取り易い母音や「バ」、「ジ」などの有声子音でさえ認識率が低く、「ス」、「ハ」などの無声子音の認識率は10%以下であった。また、試験の中で耳元に風が当たり、風切り音が発生していることを確認した。

3.3 フード透過音の測定結果 図3にフードによる挿入損失を測定した結果を示す。2kHz以上の帯域で損失が大きいことが確認できる。この帯域は無声子音を認識するために重要な帯域である。図4に無声子音を持つ語音「ス」の音源のソナグラフを示す。図中の色が濃いほど音圧が高いことを意味している。前半が子音部分[s]であり、2500Hz以上の周波数成分が主成分であることが分かる。図5に「ス」の音源を収録した音声波形を示す。(a)はフード未装着時の音声波形であり、母音[u]に比べ、子音[s]の振幅は小さいことがわかる。(b)はフード装着時の音声波形であり、特に子音部分の振幅が減衰し、聞き取り難くなっていることがわかる。これは図3に示したように、フードにより無声子音の主成分である2kHz以上の音が減衰されるため、母音は聞き取れるが、子音が聞き取り難くなったと考えられる。そのため、フードを装着した状態で「ス」を試聴すると「ウ」や「ク」と誤聴してしまうことがわかった。

4. 既存 PAPR の問題点と対策方法の検討

騒音対策を行う場合、騒音源の対策、伝播経路の対策、受音部の対策の3つが基本となる。既存 PAPR の調査結果から、騒音源であるファンユニットの低騒音化を行うことが最も効果的であり、特に音声帯域の周波数成分を低減する必要がある。対策方法としてはファンの径が大きく回転数の低

い静音ファンの採用が考えられる。ただし、感染源となる飛沫がフード内に入らないように、フード内を陽圧にする空気流量が必要であるため、騒音源と伝播経路の対策には限界がある。そこで、次に受音部のフードの対策を行う必要がある。フード内は耳元での風切り音が発生していることとフードによる音の減衰が問題である。前者に対しては耳元に風が当たらない内部構造にすること、後者に対しては挿入損失が小さい生地を採用や、拡声器などの音声補助装置を使用する対策方法が考えられる。

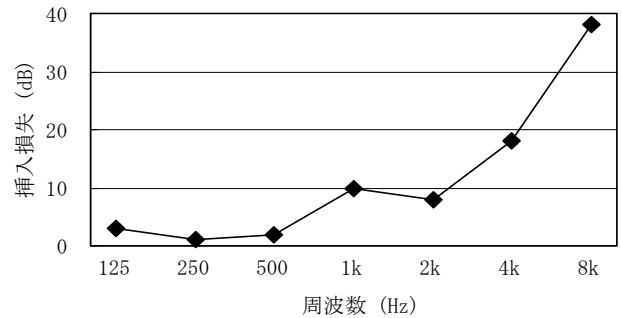


図3. フードによる挿入損失測定結果

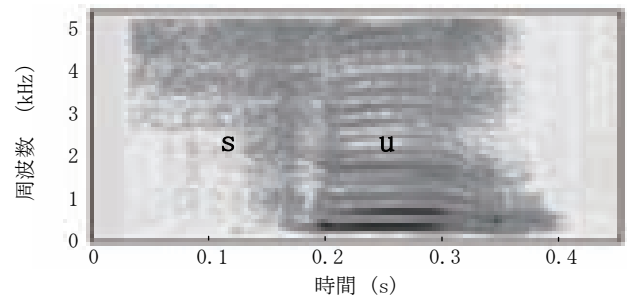


図4. 語音ス[su]のソナグラフ

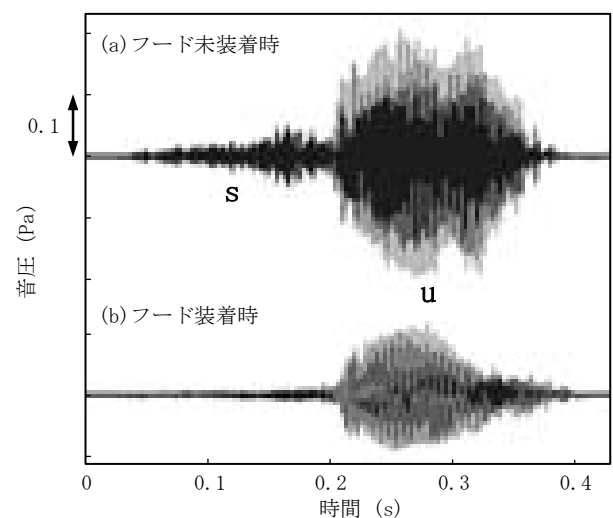


図5. 語音ス[su]の音声波形

5. まとめ

既存 PAPR の問題点を調査し、その問題点に対する対策方法の検討を行った。今後は検討した対策方法を適用した試作品を作製し、低騒音かつ快適なコミュニケーションを可能とする PAPR の実現を目指す。

(平成22年6月30日受付, 平成22年9月14日再受付)

ノート

落錘式衝撃特性評価試験機の試作

櫻庭 健一郎*1)

Development of a drop hammer-type impact testing machine

Kenichiro Sakuraba*1)

キーワード： 衝撃荷重， 衝撃特性， 落錘式， エネルギー吸収特性

Keywords： Impact load, Impact property, Drop hammer-type, Energy absorption characteristic

1. はじめに

製品の製造・販売を行う企業において，製品の安全性確保は重要な課題の一つである。近年ではPL法に加え，消費生活用製品安全法が施行されたことにより，安全性の評価に対する意識は非常に高まっている。このような中，製品の破損は重大事故を引き起こす要因となるため，製品の破壊強度評価に関する技術相談が増加している。破壊強度試験の代表的なものに，静的荷重試験，動的荷重試験，衝撃荷重試験が挙げられる。特に，衝撃荷重試験については，実製品の破壊には衝撃荷重が伴うことが多いため，企業の関心は高い。しかし，従来の衝撃荷重試験では，高速度カメラによる破壊現象の解析や加速度を受けた際の破壊の有無を目視するなど，定性的な評価にとどまることが多い。

製品の衝撃特性を適切に評価し，製品の設計および開発にフィードバックするためには，定量的データの取得が必要不可欠である⁽¹⁾⁽²⁾。そこで本研究は，衝撃荷重負荷時における被測定物の衝撃特性に関する定量的データ（変形量，衝撃荷重，加速度変化等の時系列データ）を取得するため，落錘式衝撃特性評価用試験機を設計・製作する。

2. 試験機概要

図1に試験機の概要を示す。試験機は，被測定物に重錘を落下させる落錘式衝撃試験機である。最大重錘重量は200N，最大落下高さは1.5mであり，最大負荷エネルギーは300J，最大落下速度は5.4m/sとなっている。落下重錘および被測定物の下部にはロードセルが設けられており，衝撃荷重の時系列変化が取得できる。また，落下重錘には加速度センサを取り付け，加速度の時系列データ取得も行う。得られた加速度より，次式にて変形量（変位）を求めることができる。

$$v(t) = v_0 + \int a(t)dt \dots \dots \dots (1)$$

$$x(t) = \int v(t)dt \dots \dots \dots (2)$$

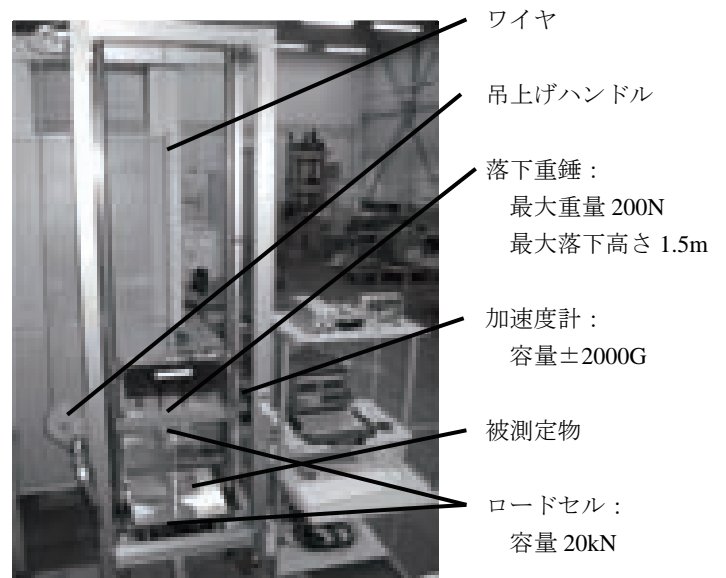


図1. 試験機概要

(v：速度，t：時刻，v₀：被試験体接触時速度，a：加速度，x：変位)

3. 結果および考察

本試験機を用いて，重錘重量100N，落下高さ0.5m（負荷エネルギー38J）および重錘重量150N，落下高さ0.5m（負荷エネルギー57J）の2種類の条件下で既製のアルミ缶に対する衝撃試験を行った。

図2に，重錘重量100Nの試験で得られた衝撃荷重および加速度の生データを示す。衝突開始から約60msecの間に，荷重，加速度に大きな変動が確認でき，アルミ缶の衝撃破壊における挙動が計測出来ていることがわかる。

図3は，重錘重量100Nおよび重錘重量150Nにおける加速度データから得られた速度，変位の時系列変化を示している。ここで，落下重錘が被測定物に接触する際の衝撃速度v₀は約2.7m/sであり，次式から算出した。

$$v_0 = \sqrt{2g(h_1 - h_2)} \dots \dots \dots (3)$$

*1) 技術経営支援室

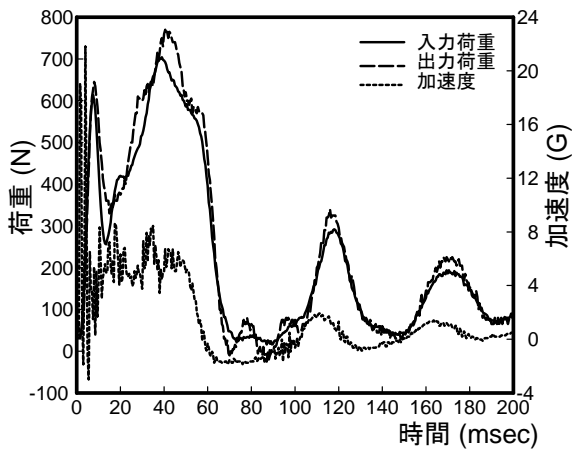


図2. 荷重・加速度生データ

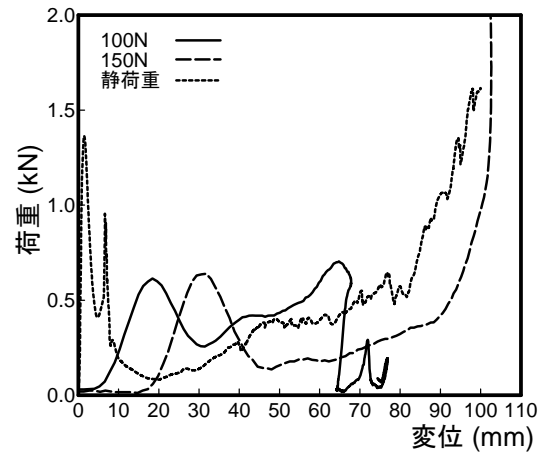


図4. 荷重-変位線図

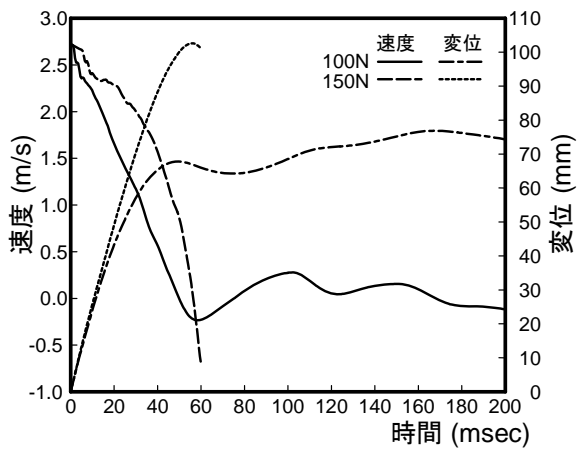


図3. 速度・変位比較

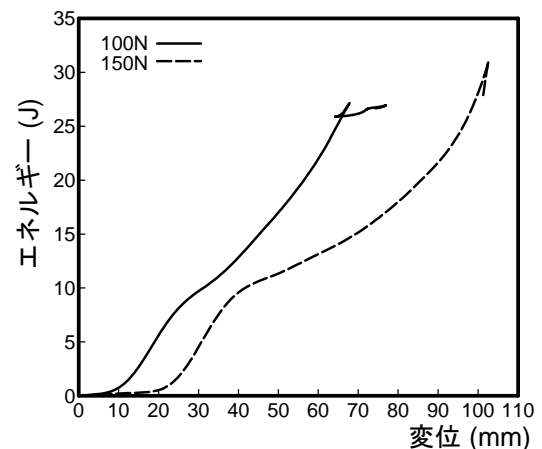


図5. エネルギー変位線図

(g : 重力加速度, h_1 : 重錘落下高さ, h_2 : 被測定物高さ)
 衝突開始から約 60msec の間において、速度は、重錘重量 100N, 150N とともに急速に減衰する様子が見られる。このことから、重錘が被測定物に接触してから破壊が終了するまでに 60msec 程度の時間を要していることが観察できる。また、変位については、60msec の時に重錘重量 100N では約 70mm, 重錘重量 150N では約 100mm となっており、被測定物の衝撃荷重による変形量が確認できる。

図4に、重錘重量 100N, 重錘重量 150N および静的荷重を加えたときの荷重-変位線図(エネルギー吸収特性)を示す。重錘重量 100N の場合、アルミ缶が約 20mm 変形した位置において、0.6kN 程度の荷重が負荷されている。その後荷重は減少し、約 65mm 変形した位置において再び 0.7kN 程度のピーク値が表れ、エネルギー吸収が終了する。一方、重錘重量 150N の場合では、アルミ缶が約 30mm 変形した位置において、0.6kN 程度のピークを示した後減少し、100mm 変形した位置において 2.0kN を超える非常に大きな荷重値を示している。これは、アルミ缶の変形が底付いてしまい、落下重錘の衝撃エネルギーが吸収しきれないことを示している。これに対し、静的な荷重を負荷した場合は、0mm 付近で 1.4kN 程度の大きな荷重を示し、20mm 変形するまでに荷重が著しく減少する。その後、100mm まで荷重は徐々に増加する挙動を示しており、衝撃荷重を負荷した場合と

は異なる破壊現象が起きていることが示唆される。

図5に、重錘重量 100N, 重錘重量 150N の場合における、変位に対するエネルギー吸収量の変化を示す。重錘重量 100N では、変位 60mm において約 26J, 重錘重量 150N では、変位 100mm において 31J 程度のエネルギー吸収がされていることが確認できる。このことから、本研究で使用したアルミ缶が吸収できる衝撃エネルギー量を定量的に把握できることが確認できた。

4. まとめ

本研究で、最大重錘重量 200N, 最大落下高さ 1.5m, 最大負荷エネルギー 300J, 最大落下速度 5.4m/s の落錘式衝撃特性評価試験機を試作した。この試験機により、衝撃荷重および加速度の時系列データを取得し、被測定物の衝撃エネルギー吸収特性を定量的に評価できることが確認できた。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 9 月 14 日再受付)

文 献

- (1) 土木学会:「衝撃実験・解析の基礎と応用」, 丸善, (2004)
- (2) 石川信隆, 大野友則, 藤掛一典, 別府万寿博:「基礎からの衝撃工学」, 森北出版, (2008)

ノート

金属材料の耐力評価法における問題点の定量的把握

松原 独歩^{*1)} 櫻庭 健一郎^{*1)} 西川 康博^{*2)}

Quantitative grasp of problems in the proof stress evaluation method of metallic materials

Doppo Matsubara^{*1)}, Kenichiro Sakuraba^{*1)}, Yasuhiro Nishikawa^{*2)}

キーワード：金属材料，耐力，弾性率

Keywords：Metallic materials, Proof stress, Elastic modulus

1. はじめに

金属材料の機械的特性において0.2%耐力，弾性率を適切に評価する事は，構造物などを設計する際に重要である。これらの値のうち，0.2%耐力を算出する耐力評価法は，JISZ2241⁽¹⁾によって規定されている。

0.2%耐力の算出方法は図1のように，①応力-ひずみ関係における弾性であると判断される任意の点の傾き（弾性率）を決定し直線を引く，②①で決定した直線を0.2%ひずみまでオフセットする，③オフセットした直線と応力-ひずみ関係の交点を0.2%耐力，としている。

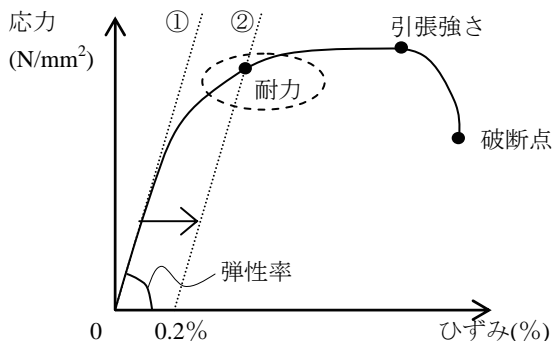


図1. 耐力の算出方法

ここで，図の①のように，弾性率の評価には，設定基準が明確に定義されていない。従って，様々な金属材料において，材料個々に評価者が弾性率の設定方法を任意に決定する事となり，評価者によって0.2%耐力，弾性率が変動する事が考えられる。そのため例えば，ひずみAとひずみBを結び弾性率を設定し耐力を算出する，といった任意でなく統一的で明確な評価法が必要であるとする。

そこで，本研究では，この耐力評価法の問題点を明確にする事を目的とし，金属材料引張試験において，この耐力評価法でどのくらい0.2%耐力および弾性率の値がばらつくのかを定量的に検討することを目的とする。

2. 実験方法

本研究では，金属材料3種類について，JISZ2241に準ずる試験法にて引張試験を実施した。試験片は，主に機械・建設などの産業において多く流通している，アルミニウム合金（A5052），ステンレス（SUS304），銅合金（C5191）の計3種類で，アルミニウム合金およびステンレスをそれぞれ15体，銅合金を10体とした。試験片形状はJISZ2201の5号試験片を用い，ひずみおよび荷重のサンプリング周波数を20Hzとした。また，ひずみ値は，ひずみゲージを試験片片側中央部に貼り付け， $1 \times 10^4 \mu\epsilon$ までの計測とした。図2に試験方法を示す。

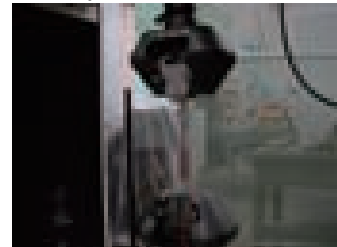


図2. 試験方法

3. 結果及び考察

3.1 応力-ひずみ関係 図3に応力-ひずみ関係の一例を示す。アルミニウム合金については約 $2500 \mu\epsilon$ （0.25%），銅合金は約 $3000 \mu\epsilon$ （0.3%），ステンレスは約 $1000 \mu\epsilon$ （0.1%）まで安定的な直線勾配をそれぞれ示している。

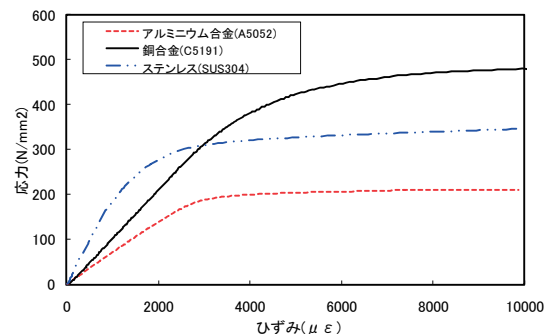


図3. 応力-ひずみ関係

*1) 技術経営支援室

*2) 電子・機械グループ

3.2 ひずみと弾性率の関係 図4にひずみと弾性率の関係の一例を示す。ここで、弾性率は、データノイズを取り除き、サンプリングデータ 5 個分のデータ平均値より算出した。

アルミニウム合金については、ひずみ値約 200 $\mu\epsilon$ (0.02%) まで弾性率は不安定な挙動を示しており、約 200 $\mu\epsilon$ (0.02%) から約 600 $\mu\epsilon$ (0.06%) においてはほぼ一定であった。銅合金は約 800 $\mu\epsilon$ (0.08%) まで不安定な挙動であり、約 800 $\mu\epsilon$ (0.08%) から 1500 $\mu\epsilon$ (0.15%) までほぼ一定であった。ステンレスは、約 600 $\mu\epsilon$ (0.06%) まで不安定な挙動であり、約 600 $\mu\epsilon$ (0.06%) から約 1100 $\mu\epsilon$ (0.11%) までほぼ一定であった。

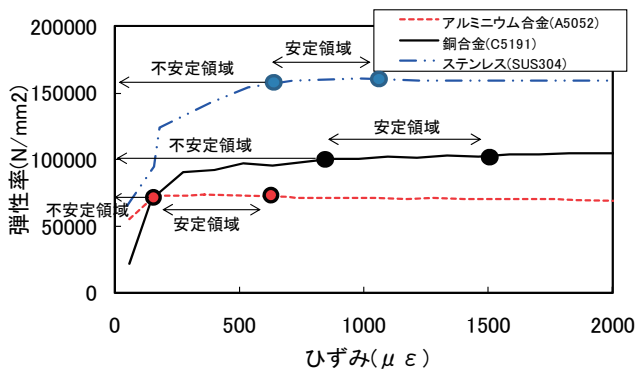


図 4. ひずみと弾性率の関係

3.3 ひずみと 0.2%耐力の関係 図5にひずみと 0.2%耐力の関係の一例を示す。ここで、0.2%耐力は、弾性率同様、データノイズを取り除き、サンプリングデータ 5 個分のデータ平均値より算出した。

アルミニウム合金およびステンレスについては、ひずみ値約 200 $\mu\epsilon$ (0.02%) まで 0.2%耐力は不安定な挙動を示しており、約 200 $\mu\epsilon$ (0.02%) から約 2000 $\mu\epsilon$ (0.2%) までほぼ一定であった。約 200 $\mu\epsilon$ (0.02%) までおよびそれ以降の 0.2%耐力の変動は 1~4N/mm² であったが、この変動は、設計においては安全率を考慮することから大きな影響はないと考えられる。一方、銅合金は約 500 $\mu\epsilon$ (0.08%) まで不安定な挙動であり、約 500 $\mu\epsilon$ (0.08%) から約 2000 $\mu\epsilon$ (0.15%) までほぼ一定であった。

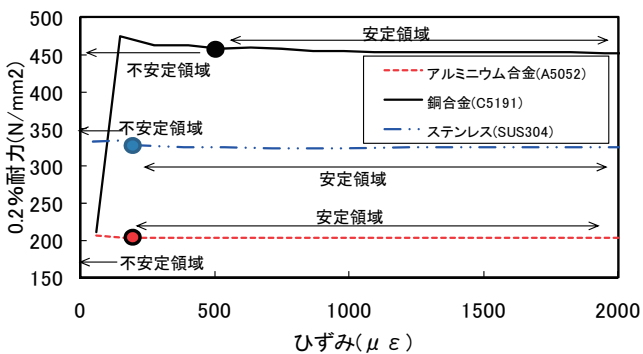


図 5. ひずみと 0.2%耐力の関係

3.4 材料別耐力評価法 前述の 3.2, 3.3 節から、0.2%耐力および弾性率が安定的に得られる領域が、材料毎に異なる事が解った。そこで、材料毎の耐力評価法を本研究で得られた結果から以下のように定義する。図 6 に概略図を示す。

1) アルミニウム合金 (A5052)

200 $\mu\epsilon$ (0.02%) と 600 $\mu\epsilon$ (0.06%) の間の任意の 2 点より直線勾配を作成し、0.2%耐力および弾性率を算出。

2) 銅合金 (C5191)

800 $\mu\epsilon$ (0.08%) と 1500 $\mu\epsilon$ (0.15%) の間の任意の 2 点より直線勾配を作成し、0.2%耐力および弾性率を算出。

3) ステンレス (SUS304)

600 $\mu\epsilon$ (0.06%) と 1100 $\mu\epsilon$ (0.11%) の間の任意の 2 点より直線勾配を作成し、0.2%耐力および弾性率を算出。

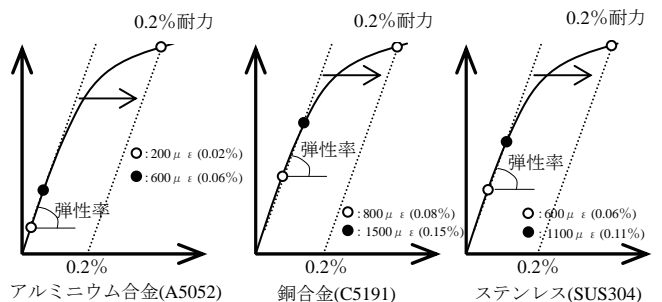


図 6. 材料別耐力評価法概略図

4. まとめ

以上、本研究では、主に機械・建設などの産業において多く流通している、3 種類の金属材料の引張試験を行い、JISZ2241 に規定される耐力評価法により、0.2%耐力および弾性率の値がどのくらいばらつくのかを調べ、材料毎に 0.2%耐力および弾性率が安定的に得られる耐力評価法を定義した。

ただし、今後の課題として、本研究にて行った 3 種類の金属材料以外で、例えば鋳物などは、明確な弾性域が存在しない事が知られており、本研究の方法あるいは従来のオフセット法において耐力を算出する事が妥当なのか、検討を進める必要がある。また、初期ひずみ時における 0.2%耐力および弾性率のばらつきの要因についても、ひずみゲージの貼り付け精度、試験器具の影響、試験室温度条件、力の加わる方向(曲げの影響など)など何点か考えられ、詳細に検討していく必要がある。

今後は、本研究で得られた基礎データを、年々増加傾向にある金属材料および製品の強度に関する依頼試験業務および技術相談業務に前述の課題解決を試み、活かしていきたい。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 10 月 12 日再受付)

文 献

(1) JISZ2241,金属材料引張試験方法(2008)

金属材料引張試験における不確かさの検討

樋口 英一*¹⁾ 櫻庭 健一郎*²⁾ 中西 正一*²⁾

Study on uncertainty of tensile test for metallic materials

Eiichi Higuchi*¹⁾, Kenichiro Sakuraba*²⁾, Shoichi Nakanishi*²⁾

キーワード：引張試験，不確かさ

Keywords：tensile test, uncertainty

1. はじめに

試験事業者には，ISO 9000 ファミリーの普及やものづくりのグローバル化などにより信頼性の高い試験が要求されている。また，企業はものづくりの質をアピールする方法として，JIS 法に基づく試験事業者登録制度（JNLA）における日本工業規格（JIS）の試験や計量法校正事業者登録制度（JCSS）における計測機器の校正があり，日本でも広く普及している。これらの登録制度に関する国際規格はISO/IEC 17025（JIS Q 17025）⁽¹⁾であり，この規格の要求事項に適合するためには計測機器のトレーサビリティを確保すると同時に不確かさ評価を行い，試験・校正の信頼性や適合性を評価する必要がある。本研究では，お客様の利用度が高い金属材料の引張試験における「引張強さ」の不確かさの要因を調査し，技術相談や試験研究業務の信頼性向上を図ると共に不確かさを含む試験評価方法を検討する。

2. 調査対象

2.1 規格 金属材料の引張試験における適用範囲規格は，JIS Z 2201⁽²⁾，JIS Z 2241⁽³⁾に規定されている試験とする。

2.2 試験片 今回の不確かさ要因を調査する試験片は，JIS Z 2201に規定されている図1に示す試験片とした。

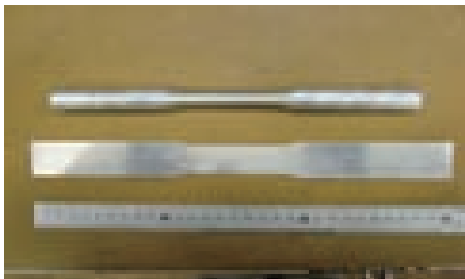


図1. 評価対象試験片

3. 不確かさ要因

金属材料引張試験で行われる引張強さの不確かさは応力の不確かさと仮定する。不確かさ要因は，主に試験機の示す力の不確かさ及び試験片の断面積の不確かさとなる。

3.1 試験機の示す力の不確かさ 試験機の示す力の不確かさの算出方法は2つの方法がある(4)。1つは，JIS B 7721(5)に示された許容差項目を全て不確かさ成分とする方法である。もう1つは，ISOに準拠した考え方で繰返し誤差と分解能を不確かさ成分として取り上げるものである。今回は，前者の方法を拠って不確かさを算出する。試験機は，JIS B 7721に準じて1年毎のJCSS校正を実施している。従って，JCSS校正証明書に記載されている不確かさをそのまま引用することもできるが，校正の都度不確かさを見直す必要が生じる。そこで，JIS B 7721による等級1級の試験機を使用する試験と仮定し，JIS B 7721による許容差の項目1級の最大許容値を不確かさとする。そうすることで過大評価の恐れもあるが，毎年不確かさを見直す必要がない。試験機の示す力の不確かさは，JIS B 7721に示された許容差の項目である最大指示誤差，相対繰返し誤差，相対往復誤差，零点誤差及び相対分解能をすべて不確かさ成分とする。不確かさ評価結果を表1に示す。

表1. 試験機の示す力の不確かさ

項目	最大 指示誤差	相対 繰返し誤差	相対 往復誤差	零点 誤差	相対 分解能	試験機の 不確かさ
最大許容値	±1.0	1	±1.5	±0.1	0.5	1.09
矩形分布の幅	2	1	3	0.2	0.5	
各誤差の 標準偏差	0.58	0.29	0.87	0.06	0.14	

3.2 試験片の断面積の不確かさ 試験片の断面積の不確かさは，以下のように評価した。

(1) ノギス，マイクロメータの不確かさ 測長に用いるノギス又はマイクロメータの持つ不確かさは，JCSS校正証明書に記載されている不確かさを引用する。表2にノギス及びマ

*1) 城南支所

*2) 技術経営支援室

イクロメータの不確かさの例を示す。

表 2. ノギス及びマイクロメータの不確かさ

種類	校正範囲	不確かさ (k=2)	種類	校正範囲	不確かさ (k=2)
マイクロメータ	25mm 以下	0.3 μm	ノギス	150mm 以下	0.02mm

(2) 試験片の断面積の不均一性による不確かさ JIS Z 2241 には試験片平行部の最低 3 箇所での測定が定められている。実際の数箇所での測定から最大値と最小値の差の矩形分布を仮定して算出することができる。また、JIS Z 2201 には最大値と最小値の差について許容値が定められている。円形断面（棒状試験片）の最大値と最小値の許容差が表 3 のように規定されている。上記のように実際の測定から算出することもできるが、実際の測定では表 3 の許容差内に入っていることだけを確認し、その不確かさは表 3 からそれぞれの径 r の試験片の許容差 a の矩形分布を仮定して算出する法もある。

表 3. 円形断面（棒状試験片）の許容差 (JIS Z 2201)

単位：mm

径 r	許容差 a
$3 < r \leq 6$	0.03
$6 < r \leq 18$	0.04
$18 < r$	0.05

4. 試験環境

試験温度範囲は、JIS Z 2241 に 10～35 °C と規定されている。試験環境による不確かさは、断面積の測定におけるノギス、マイクロメータ及び試験片の熱膨張が考えられる。しかし、10～35 °C で試験を行えばほとんど無視できると仮定できるが、実際に城南支所の試験室ではどのような環境で試験を行っているかを確認した。環境測定は、平成 21 年 7 月～21 年 12 月まで行い、まとめた結果を表 4、図 2 に温度変化推移及び図 3 に湿度変化推移を示す。

表 4. 試験室の環境測定結果

試験室温度：°C			
最大値	最小値	平均値	不確かさ
23.1	22.8	23.0	±0.2
試験室湿度：% r h			
最大値	最小値	平均値	不確かさ
50.1	49.9	50.0	±0.8

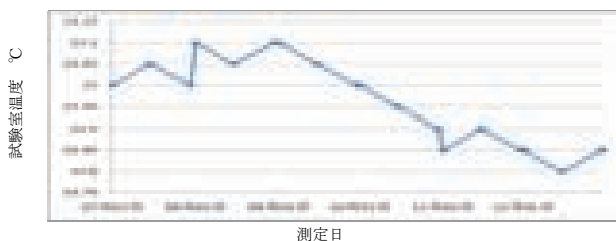


図 2. 温度変化推移



図 3. 湿度変化推移

5. まとめ

金属材料の引張試験における「引張強さ」の不確かさの要因を調査した。城南支所の試験室においては JIS Z 2241 に定められた温度範囲 10～35°C 内で試験を行っていることが確認できた。

不確かさ要因としては、試験機の示す力の不確かさを JIS B 7721 による等級 1 級の試験機の最大許容値を不確かさとして評価したが、常に 1 級の許容値に入っていることを確認しなら試験を行うことで、この不確かさ評価が有効なものとなる。試験機の維持管理体制を効率的に整える課題が残ると同時に試験機の校正周期内の経年変化による要因も評価する必要がある。

試験片の断面積の不確かさについては、ノギス、マイクロメータの不確かさと試験片の断面積の不均一性を評価した。今回は検討していないが、ノギスで試験片の径を測定する場合の測定者によるばらつき（人的要因）についても評価する必要がある。

今後、金属材料の引張試験に関して標準供給体制を整備するため、国際的共通評価手法である試験の不確かさ評価を行い、JIS 法に基づく試験事業者登録制度 (JNLA) の登録を目指す。そして、技術相談、依頼試験の信頼性向上を図ると共に不確かさ評価を含む試験方法のノウハウを還元し、試験証明書発行によって都内中小企への普及を目標としている。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 10 月 20 日再受付)

文 献

- (1) JIS Q 17025 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項
- (2) JIS Z 2201 金属材料引張試験片
- (3) JIS Z 2241 金属材料引張試験
- (4) 財団法人日本適合性認定協会, JAB NOTE2
- (5) JIS B 7721 引張試験・圧縮試験機一力計測系の校正・検証方法

ノート

標準抵抗器用エアバスの不確かさ評価

佐々木 正史^{*1)}

Uncertainty evaluation of a variable temperature air bath for standard resistors

Masashi Sasaki^{*1)}

キーワード：標準抵抗器，不確かさ，エアバス

Keywords：Standard resistor, Uncertainty, Variable temperature air bath

1. はじめに

高い精度を持つ標準抵抗器は、回路設計における回路の高精度化や温度測定における抵抗温度計などへ幅広く利用されている。近年、ISO9000s、薬事法、官公庁の入札工事など計測のトレーサビリティ確保のための校正試験への需要が拡がっており、そのニーズに対応するために都産技研ではJCSSを始めとして校正事業を行っている⁽¹⁾。そこで標準抵抗器校正における信頼性向上のために気中型標準抵抗器に用いる恒温装置としてのエアバスの不確かさ評価を行ったため、その成果を報告する。

2. 標準抵抗器

標準抵抗器は温度依存性があり、また測定時の自己加熱も存在するために安定した環境下での使用が求められる。以前より用いられてきた油浸型標準抵抗器は $\pm 2.5\sim 20$ ppm/°C程度の精度のものが流通しており、温度の安定したオイルバスに浸し、周囲環境の影響を極力抑えて利用する形が一般的だった。一方、ここ近年で普及が進んでいる気中型標準抵抗器は $\pm 0.1\sim 1$ ppm/°C程度と温度依存性が低い室温環境で使用でき非常に利便性が高い。都産技研においても標準抵抗器の校正試験の依頼品の半数は気中型標準抵抗器になってきている。

3. エアバス

油浸型標準抵抗器の試験を行う場合は、 $25\text{ °C}\pm 0.05\text{ °C}$ のオイルバスにて試験を行っており、非常に高精度であるが、溶媒として絶縁油（都産技研の場合は流動パラフィン）を用いているために取り扱いに難がある。

一方、気中型標準抵抗器の試験を行う場合には、室温環境の試験となるため取り回しも良く扱い易い。都産技研では、室温 $23\text{ °C}\pm 0.5\text{ °C}$ 、湿度 $50\% \pm 5\%$ の恒温恒湿室にて試験を行っている。しかし、オイルバスでの試験に比べ、室温環境で試験を行うと被校正器の温度差やノイズ等の影響を受けやすくなるため測定のばらつきが大きくなる。そこ

で標準抵抗器試験において安定した周囲環境とシールド機能を有しているエアバスを利用する事で不確かさの低減が図れる。導入したエアバスを図1に示す。



図1. エアバス概観

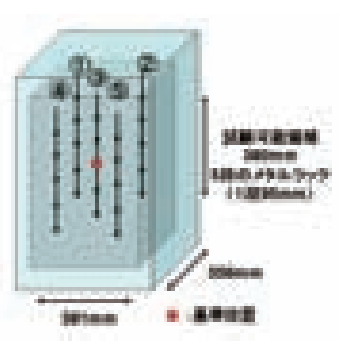


図2. センサー取付け位置

4. 不確かさ評価

エアバスのデータシート⁽²⁾上にスペックは記載されているため、それを用いてBタイプの不確かさとして見積もる事は可能であるが、記載されている温度分布における範囲や安定性における時間など実際使用する際の条件と異なるために都産技研での使用条件に合わせた評価を行った。

不確かさ要因として考えられるものとして安定性、再現性及び温度分布（高さ方向及び水平方向）が挙げられるためこれらについて評価を行うこととした。測定には指示計器付き抵抗温度計を用いた。安定性および再現性の評価については図2の基準位置で評価を行った。

4.1 安定性の不確かさ 一週間の連測試験（休日を除くと24時間×5日=120時間）を想定し、この間における安定性を測定した。結果を図3に示す。 $\pm 25\text{ mK}$ の安定性が得られ、120時間連続測定した時の不確かさとして標準偏差を用いて求めた。

その結果、安定性の不確かさとして 7.5 mK の結果を得た。

*1) 技術経営支援室

4. 2 再現性の不確かさ 装置の電源を切り、扉を開けて恒温室内の温度に馴染ませた状態からエアバスを運転し、内部温度を測定した。エアバス内の温度が安定状態になった時より 1 時間分の平均値を求めた。これを 5 回測定し、その結果を式 (1) を用い標準偏差を求めると、再現性の不確かさとして 2.6 mK の結果を得た。

4. 3 温度分布の不確かさ 温度分布としては、標準抵抗器を置くことが出来る全ての範囲において評価する事とした。図 2 に示すように装置正面から見て水平方向に 5 箇所とし、①,②,④,⑤はそれぞれの壁面より 50 mm の位置、③については、槽内の中心の位置とした。更に装置内部はメタルラックになっているため各段にセンサーを固定し高さ方向に 5 箇所、計 25 箇所について安定後の温度 1 時間分の平均値を求めた。

高さ方向についての結果を図 5 に水平方向の結果を図 6 に示す。以上の結果を用いて、最大値と最小値の差の半値を $\sqrt{3}$ で除した値を、温度分布 (高さ方向) の不確かさとして 32 mK、温度分布 (水平方向) の不確かさとして 140 mK を結果として得た。

5. 不確かさの合成

各要因の不確かさ評価の結果について二乗和の平方根をとり合成した。

その結果、合成標準不確かさは 0.15 K となった。また JCSS を始めとする計量法トレーサビリティ制度では信頼性の水準が 95 % となるように包含係数を 2 として拡張不確かさとすることとしている。そのため本評価の結果についても拡張不確かさを求めた結果、0.30 K となった。

6. まとめ

以上、標準抵抗器用エアバスの不確かさ評価を行った結果、拡張不確かさは 0.30 K であることがわかった。その結果より気中型標準抵抗器校正に本装置を利用する事で更なる信頼性向上を実現できることが確認された。今後、本装置を活用し、校正事業を行っていく。また本評価の結果をもとにお客様のニーズに応える標準抵抗器の JCSS 校正の実現を目指す⁽³⁾。

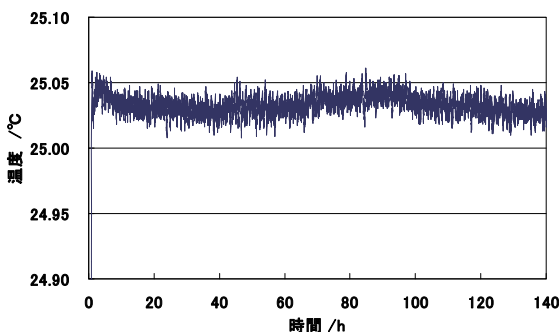


図 3. 安定性

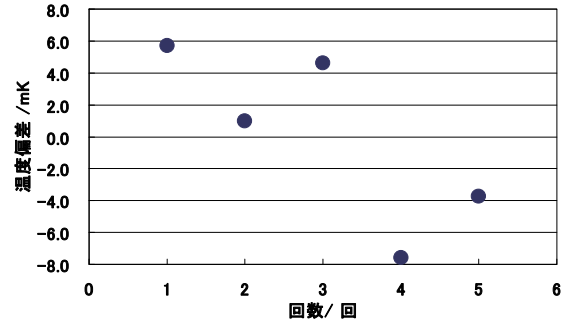


図 4. 再現性

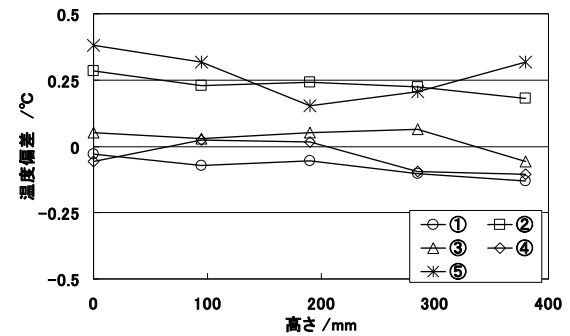


図 5. 温度分布 (高さ方向)

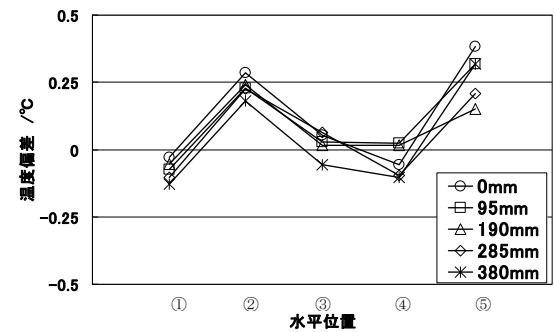


図 6. 温度分布 (水平方向)

表 1. 不確かさバジェット

不確かさ要因	標準不確かさ/mK
安定性	7.5
再現性	2.6
温度分布 (高さ方向)	32
温度分布 (水平方向)	140
合成標準不確かさ	0.15 K
拡張不確かさ	0.30 K

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 8 月 20 日再受付)

文 献

- (1) 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」,計測標準と計測管理,Vol.57,No1, pp.56-57 (2007)
- (2) Guildline 5032 データシート
- (3) 水野裕正 他:「デジタル抵抗測定装置による校正の不確かさ評価」, 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 4 号, pp.62-63 (2009)

ノート

PSoC を用いた太陽電池の簡易評価システム

西澤 裕輔*¹⁾ 重松 宏志*¹⁾ 時田 幸一*¹⁾

A simplified solar battery evaluation system using a PSoC microcomputer

Yusuke Nishizawa*¹⁾, Hiroshi Shigematsu*¹⁾, Koichi Tokita*¹⁾

キーワード：PSoC，太陽電池

Keywords：PSoC, Solar battery

1. はじめに

世界的に進められている新エネルギー開発は年々その規模を拡大している。予定されている日本版フィードインタリフ導入によって、太陽電池の需要は大幅に増大することが予想されている。また、近年サイプレスセミコンダクタ社が開発した Programmable System on Chip（以下 PSoC）という素子は従来の IC と比べ、汎用のアナログ・デジタル機能（ブロック）を持ち、素子単体で様々な周辺機能を構築できるという特徴を持つ。これは必要部品点数を削減でき、中小企業にとって開発しやすい素子であり、簡易計測・制御器等の開発用途に適している。

本研究では、PSoC を用いた太陽電池の特性評価のための簡易な評価システムを試作し検討を行った。

2. PSoC による簡易評価システム

2.1 システム構成 PSoC を用いて簡易評価システムを構成した（図1参照）。システムは PC と PSoC を用いた測定器からなり、PC からの測定開始命令を受け、PSoC を用いた測定器は太陽電池の出力電流を制御すると共に、太陽電池の出力電圧と出力電流を測定し、逐次結果を PC へ転送する。

2.2 PSoC を用いた測定器 PSoC 内部のモジュールは

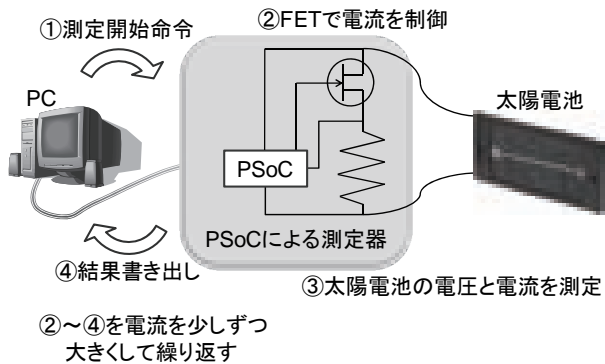
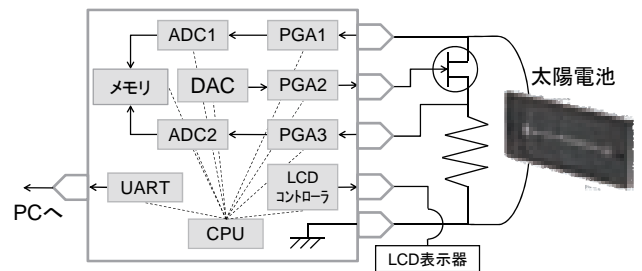


図1. 簡易評価システムの構成



PGA: プログラマブルゲインアンプ(可変増幅器)
ADC: ADコンバータ, DAC: DAコンバータ
LCD: LCD表示モジュール, UART: 調歩同期シリアル送受信モジュール

図2. PSoC 内部のブロック図

2つの13ビットA/Dコンバータ、1つの9ビットD/Aコンバータ、3つのProgrammable Gain Amplifier (PGA)、LCD Controller, UART を使用し、PSoC の外部素子として、FET、シャント抵抗、LCD を用いた（図2参照）。D/AコンバータによってFETを制御しシャント抵抗に流れる電流を増減し、またA/Dコンバータによって太陽電圧の出力電圧と出力電流（シャント抵抗の両端の電圧）を測定する。一方、UARTによってPCと接続し、LCDに現在行っている処理を表示するようにした。なおPGAは信号の増幅に用いた。測定器の電源はPCからのUSB接続によって供給した。

実際に作成した測定器を図3に示す。PSoCを用いることで、D/Aコンバータ、オペアンプ、反転増幅回路用の抵抗は、PSoCの内部モジュールを使用できるため、外部部品点数の削減に繋がることを確認した。

2.3 PSoC 内部の各モジュールの評価 PSoC 内部のA/Dコンバータ、D/Aコンバータ及びPGAについて、太陽電池を測定する前に安定化電源を用いて評価を行った（図4参照）。

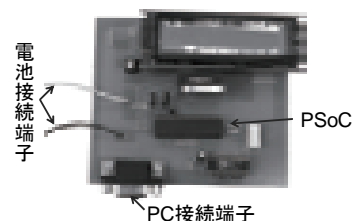
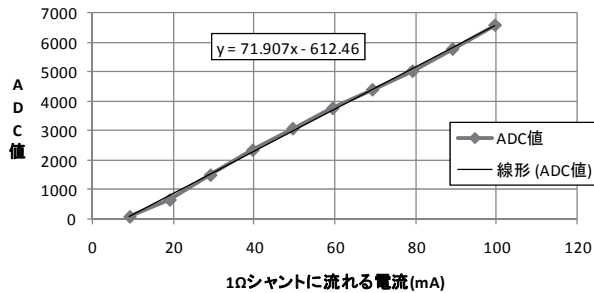
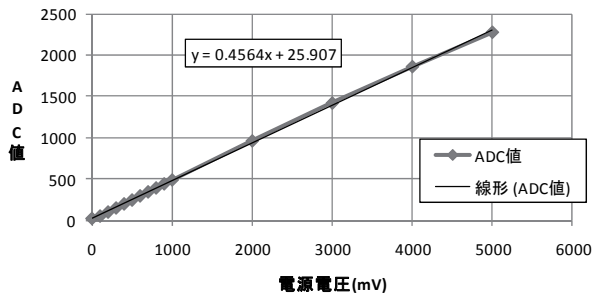


図3. 作成した PSoC による測定器

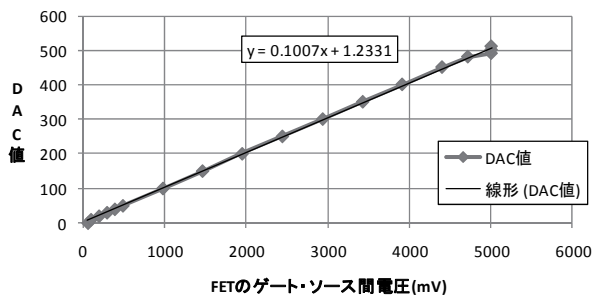
*1) エレクトロニクスグループ



(a)出力電流と ADC 値



(b)出力電圧と ADC 値



(c)FET の G-S 間電圧と DAC 値

図 4. PSoC 内部の各モジュールの評価

この結果、各モジュールの値は線形的であり、A/D コンバータの値から、出力電流及び出力電圧が測定可能であることを確認した。

2.4 測定動作 PSoC による測定器の制御は、PC からの開始命令を受信すると、PSoC 内部の各モジュールの初期動作設定を行った後、太陽電池からの出力電流を、FET を制御して 0 から徐々に増加させながら、逐次 A/D コンバータによって出力電流と出力電圧を取得し、PC に転送した。なお、出力電流と出力電圧は、それぞれ 10 回のサンプリング値の平均値をその時の A/D コンバータの値として取得した。



図 5. 太陽電池の I-V 特性測定

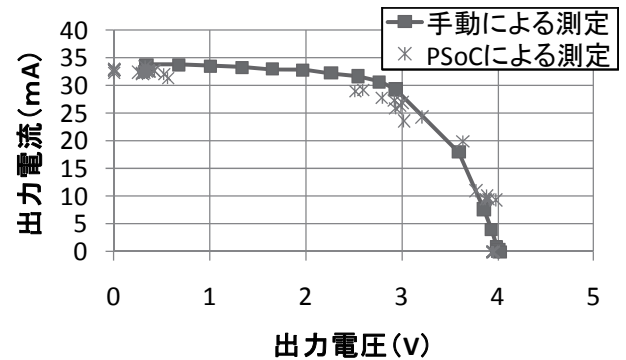


図 6. 測定結果

3. 太陽電池の特性測定

試作した簡易評価システムによって、太陽電池の I-V 特性の測定を行った (図 5 参照)。測定は、定格 3.3V、135mA の多結晶型太陽電池モジュールについて、ハロゲンランプを光源として、照度およそ 10800Lux、室温 25°C 環境下で行った。その測定結果を図 6 に示す。図 6 中の手動による測定は、ダイヤル可変抵抗器を負荷とし、負荷の両端の電圧と負荷抵抗から出力電流を、太陽電池の端子電圧を出力電圧として、デジタル電圧計によって測定した。

試作した簡易評価システムによって測定を行った結果、短絡電流付近、最大電力の前後、開放電圧付近の太陽電池の I-V 特性については、手動による特性測定結果とその形状がおおむね一致した。しかし、出力電圧が 0.6V~2.5V 前後の I-V 特性は測定できなかった。これは、D/A コンバータの分解能が足りず、微小な電流の制御が行えなかったためであると考えられる。また、サンプリングのタイミングや、サンプリング周波数、サンプリング回数などのアルゴリズムを改良することで、より正確な測定が可能であると考えられる。今後、試作した測定器の外部部品の最適化や、D/A コンバータと PGA の設定を最適になるように随時変更を行い、改善を図る。

4. まとめ

PSoC を用いた太陽電池の簡易評価システムを開発し、太陽電池の I-V 特性を測定した。PSoC を用いることで、部品点数が削減できることを確認した。測定結果は手動による特性測定結果とその形状がおおむね一致した。PSoC を用いることで、システムの部分的モジュール化が可能であり、中小企業における開発に適していると考えられる。

今後は PSoC を用いた講習会等を開催し、中小企業の製品開発の支援を行ってきたい。

(平成 22 年 6 月 29 日受付, 平成 22 年 8 月 20 日再受付)

地中無線通信システムのための誤り訂正符号の評価

大原 衛^{*1)} 山口 隆志^{*1)} 大平 倫宏^{*1)} 佐藤 研^{*2)}

遠藤 真一^{*3)} 遠目塚 良一^{*3)} 多田 篤毅^{*3)} 木村 象二郎^{*3)}

Evaluation of error correction codes for an underground wireless communication system

Mamoru Ohara^{*1)}, Takashi Yamaguchi^{*1)}, Norihiro Ohira^{*1)}, Ken Sato^{*2)},
Shinichi Endo^{*3)}, Ryoichi Tohmetsuka^{*3)}, Atsuki Tada^{*3)}, Shojiro Kimura^{*3)}

キーワード：誤り訂正符号, Reed-Solomon 符号, 畳込み符号, Viterbi 復号

Keywords: Error correction codes, Reed-Solomon code, Convolutional code, Viterbi decoding

1. まえがき

土砂災害による被害を最小限に抑えたり, ダムの決壊や空港の地盤沈下による事故を未然に防いだりするためには, 周囲の地中や水中の環境変化を常に計測し監視することが重要である。これらの環境に計測機器を設置する際には, 多くの場合, 無線による通信が必要である。しかし, 高周波領域の電磁波は, 地中や水中を進むにつれてすぐに減衰してしまう。このため, 坂田電機株式会社では, 低周波境界を利用することによって, 地中にある計測機器との無線通信を可能としている⁽¹⁾。この地中無線通信システムには, 通信可能距離の延伸に関する強い顧客要望がある。本研究では, この地中通信システムの通信可能距離の延伸を目指し, いくつかの誤り訂正符号の評価を行った。

2. 地中無線通信システムの通信特性

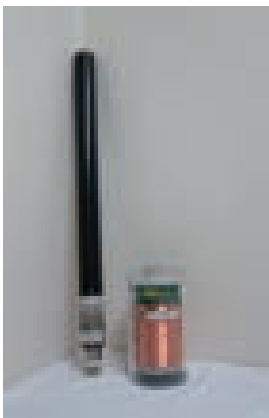


図1. 地中無線通信システムの送信機

現行の地中無線通信システムの送信機を図1に示す。これらは, 圧力計などのセンサを搭載し, 土中または水中に埋設されて定期的に計測と通信を行う。一度埋設されると, バッテリー交換などのメンテナンスを行うのは困難であるため, 計測と通信は必要最低限の頻度で行わなければならない。これらは, あらかじめ決められた時刻に行われる。また, ソフトウェアの暴走などによるバッテリー

の浪費を防ぐため, 通信開始後一定時間が経過すると, 強制的に通信を中断するタイマ機能が内蔵されている。

本システム的应用では, 数十バイト程度の比較的小さな計測データを, 1日あるいは1週間などの単位でまとめて送信することが多い。また, 応用によって送信機に搭載されるセンサ数などが異なり, 一度に送信するデータ数も異なる。このため, 比較的少量のデータを単位として誤り訂正を行う方が, 多くの応用に対して適用しやすい。

3. 誤り訂正符号の評価

線形誤り訂正符号は, アプリケーションが送出する k ビットの情報に対して, r ビットの検査ビットを付加する。これらの和 $n = k + r$ を符号長と呼ぶ。また, $R = k/n$ を符号化率と呼ぶ。一般に符号化率が低いほど多くの通信路誤りを訂正できるが⁽¹⁾, 実効的な通信速度が低下する。前述したように, 地中無線通信システムではバッテリーの浪費を防ぐためのタイマが存在するため, 通信を一定時間内に完了する必要がある。本研究では, これまでの地中無線通信システムの運用経験から1回あたりの最大通信量を見積もり, これを符号化したものが所定の時間内に送信できるよう仕様を検討した。この結果, 符号化率 R が $2/3$ 以上となるような誤り訂正符号について評価を行った。

3.1 Reed-Solomon 符号と畳込み符号の比較 本研究では, 代表的なブロック符号のひとつで CD の誤り訂正などに用いられている Reed-Solomon 符号⁽²⁾⁻⁽⁵⁾と, 衛星通信などで利用される Viterbi 復号アルゴリズムを用いた畳込み符号⁽⁶⁾について, 誤り訂正能力の評価を行った。数値解析ソフト MATLAB を用いたモンテカルロ・シミュレーションによって, 各符号を用いた際の復号後受信率 (Post Re-construction Receiving Rate: PRRR) を見積もった。

*1) 情報技術グループ
*2) 電子・機械グループ
*3) 坂田電機株式会社

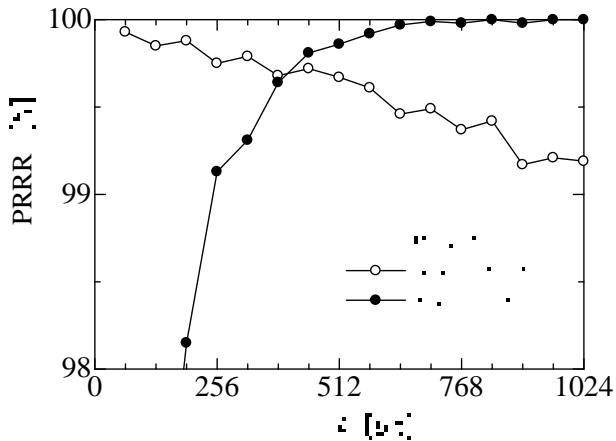


図2. Reed-Solomon 符号と畳込み符号の比較
RSC: Reed-Solomon 符号, Viterbi: 畳込み符号
ビットあたり誤り発生率 p , 符号化率 R

図2は符号化率を $R=2/3$ と固定し、情報ビット数を変化させた時の各符号の PRRR を比較したものである。ビットあたり誤り発生率は、 $p=0.01$ とした。また、畳込み符号化では、 $R=1/2$ の符号を生成した後に、半分の検査ビットを送信せずに廃棄するパンクチャと呼ばれる手法を用いて $R=2/3$ の符号を得た。図から、Reed-Solomon 符号では符号長が長いほど誤り訂正能力が高く、反対に畳込み符号は符号長が短いほど訂正能力が高いことが分かる。これは、Reed-Solomon 符号が代数的な手法で復号されるのに対して、Viterbi アルゴリズムは受信した系列にもっとも近い符号語を推定する最尤復号手法であり、符号長が長いほど受信系列の推定を誤る可能性が大きくなるためと思われる。

上述のように、地中無線通信システムで送受信される計測データの系列は、応用によってその量が大きく異なる。一般に、誤り訂正符号は符号長や拘束長が長いほど訂正能力が高くなりうるが⁽⁸⁾、送信すべきデータが少量である場合には非効率である。このため本研究では、数十バイト程度の比較的短い符号長を採用することとした。図2に示したように、この符号長では畳込み符号の方が訂正能力が高い。以下では、畳込み符号についてさらに検討する。

3.2 軟判定の評価 次に、軟判定を行った際の誤り訂正能力について評価を行った。通常、デジタル通信の受信部では、アナログの受信信号を0または1からなるデジタル系列に変換し、この系列に対して復号処理を行う⁽⁹⁾。このような手法を硬判定という。これに対して、受信系列のデジタル変換と復号処理を同時に行なう手法を軟判定と呼ぶ⁽³⁾。符号化されたデータの受信では、受信系列は何らかの符号語であるはずである。この知識をデジタル変換の際にも用いることで、誤り訂正能力を向上できる。

図3は、誤り訂正を行わない場合、畳込み符号を硬判定した場合 (Hard)、軟判定した場合 (Soft) の誤り訂正能力の比較が示されている。軟判定は硬判定よりも高い誤り訂正を示し、誤り訂正を行わない場合に比べて約 8dB 程度の

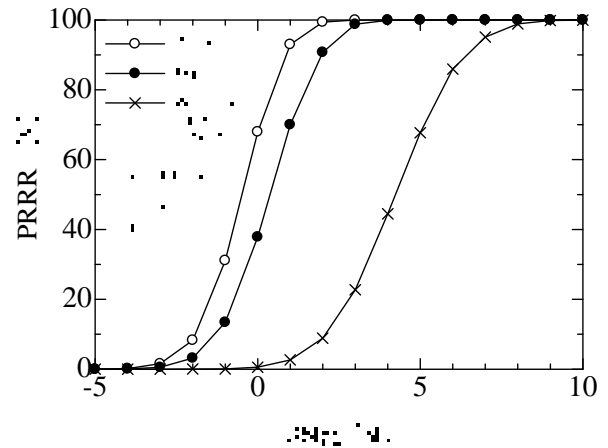


図3. 硬判定と軟判定の比較
Soft: 軟判定, Hard: 硬判定
ビットあたり誤り発生率 p , 符号化率 R , 拘束長 K

符号化利得が得られている。

4. まとめ

本研究では、地中無線通信システムの通信可能距離の延伸を目的として誤り訂正符号の評価を行った。Reed-Solomon 符号と畳込み符号 (Viterbi 復号) について MATLAB を用いてモンテカルロ・シミュレーションを行い、各符号の PRRR を見積もった。この結果、地中無線通信システムに適した符号方式として、畳込み符号を選択した。また、軟判定を用いることで畳込み符号の誤り訂正能力を向上できることも確認した。

本研究で作成した符号のシミュレーションプログラムは、坂田電機が開発した通信路シミュレータと統合され、次期の地中無線通信システムの製品開発に応用される。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 8 月 26 日再受付)

文 献

- (1) 遠目塚他: 「無線による地中無線通信システムの開発」, 最近の地盤計測技術に関するシンポジウム, pp. 21-26
- (2) G. C. Clark, Jr., and J. B. Cain: Error-Correction Coding for Digital Communications, Plenum Press (1981)
- (3) 島村徹也: デジタル通信システムのための MATLAB プログラム事例解説, トリケップス (2000)
- (4) 神谷幸宏: MATLAB によるデジタル無線通信技術, コロナ社 (2008)
- (5) 江藤良純, 金子敏信: 誤り訂正符号とその応用, オーム社 (1996)
- (6) R. Johannesson and K. Sh. Zigangirov: Fundamentals of Convolutional Coding, IEEE Press (1999)
- (7) 八嶋幸幸: 畳込み符号と Viterbi 復号, トリケップス (2008)
- (8) 宮川洋, 岩垂好裕, 今井秀樹: 符号理論, pp. 386-387, 電子情報通信学会 (2001)
- (9) 大友功, 小園茂, 熊澤弘之: ワイヤレス通信工学, コロナ社 (2002)

ノート

デジタル記録方式による超音波可聴器の設計・試作

仲村 将司*¹⁾ 大原 衛*¹⁾ 坂巻 佳壽美*¹⁾ 神田 浩一*²⁾ 加藤 光吉*³⁾
 谷川 力*⁴⁾ 謝 林*⁴⁾ 春成 常仁*⁴⁾ 佐藤 正彦*⁴⁾

The design and trial production of an ultrasonic detector using a digital recording method

Masashi Nakamura*¹⁾, Mamoru Ohara*¹⁾, Kazumi Sakamaki*¹⁾, Koichi Kanda*²⁾, Kokichi Kato*³⁾
 Tsutomu Tanikawa*⁴⁾, Xie Lin*⁴⁾, Tsunehito Harunari*⁴⁾, Masahiko Sato*⁴⁾

キーワード：デジタル記録方式，超音波，バンドパスフィルタ

Keywords：Digital recording system, Ultrasonic, Band-pass filter

1. はじめに

「超音波を利用したネズミ防除装置の開発」というテーマの共同研究の一環として本器の設計・試作を行った。この共同研究は、ネズミ同士がコミュニケーションを行う際に超音波を発していることを利用し、収録・録音したネズミの超音波を超音波発生装置より発生させ、ネズミを誘引し捕獲、または忌避させることで、ネズミの防除に寄与する装置を開発することを目的として、三年の期間で研究開発が行われた。

本器は人間の耳で確認できない超音波を可聴化し、超音波発生装置より超音波が発生されているかの確認やネズミの存在を確認することで、フィールド等で効率的に実験を行うために共同研究の二年度から三年度にかけて設計・試作を行った。

2. デジタル記録方式の原理

デジタル記録方式の原理は、超音波信号を A/D 変換し、そのデータを RAM に書き込む。読み出し時は、書き込んだデータの一部を取り出し、結合することで可聴音信号に変換する。ネズミの発する超音波が 30kHz~60kHz であるため、人間の耳で聞こえるようにするには、1/50 の周波数に落とし 600Hz~1.2kHz の周波数に変換する必要がある。それを実現するために A/D 変換器のサンプリング周波数を 200kHz、D/A 変換器のサンプリング周波数を 4kHz に設定した回路を構築した (図 1)。

取り出し、結合する有効データ数は 100 としたが、時間マスキング (ある音が鳴り止んだ直後に別の音を鳴らした場合、後の音が前の音に掻き消されて聞こえなくなる現象) 及び可聴化した音声の質を考慮し、事前に有効データ 20・40・60・80・100 のデータを結合した場合の音声をシミュレ

ートし決定した。また、有効データ以外のデータは省いて使用しないためオリジナルとは異なった音声として可聴化されるが、開発目的を達成できるだけの質は確保することができた。実際の A/D 変換、D/A 変換タイミング及び有効データ結合イメージを図 2 に示す。

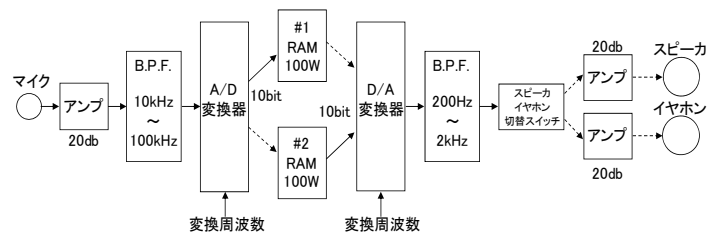


図 1. 超音波可聴器の回路図ブロック

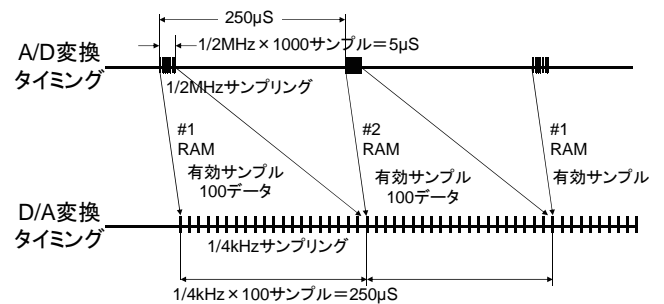


図 2. データの読み書きタイミング

3. ハードウェアの構成

今回設計・試作した超音波可聴器は図 1 のようなハードウェア構成となっている。

マイクには高帯域の超音波センサを使用し、A/D 変換器及びサンプリングデータ読み書き用 RAM は、回路の変更が柔軟に行えるように FPGA 評価ボードに搭載されたものを

*1) 情報技術グループ
 *2) 光音グループ
 *3) エンジニアリングアドバイザー
 *4) イカリ消毒株式会社

利用した。バンドパスフィルタは、コストを安く抑え、かつ容易に製作するために3次のCRフィルタをA/D変換前とD/A変換後に構成した。バンドパスフィルタの抵抗及びコンデンサの値は、基板実装前に回路シミュレータによりシミュレートし、その結果を基に設計した(図3)。これにより、直接基板上に実装し抵抗・コンデンサの値を決めるよりも効率的かつ効果的に設計することができた。

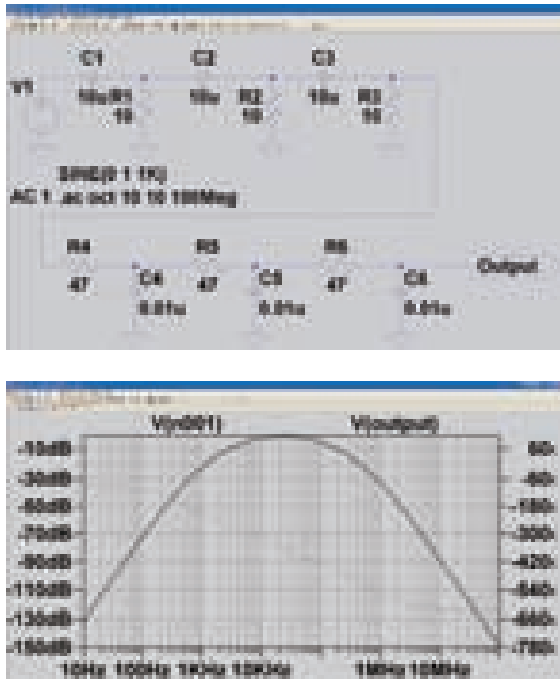


図3. シミュレーション回路及び結果

4. FPGA 評価ボード

今回は、Actel社製のFusion M1AFSというFPGA評価ボードを使用した。このボードは、低消費電力で5Vのバッテリー電源でも駆動できること、FPGAには珍しくFPGAのチップ自体に最大12ビット分解能、サンプル・レートが最大600kspsのA/Dコンバータを搭載しているという特徴があり、本器を柔軟に設計・試作が行えると考えたためこのボードを採用した(図4)。



図4. FPGA 評価ボード

5. 試作器の評価

試作器の評価は、ファンクションジェネレータより任意の周波数信号を入力し、出力信号の周波数が希望通りに落ちるかをオシロスコープにより確認した。また、実際に収録・録音したネズミの超音波を入力し音声がか聞こえるか確認を行った。

ファンクションジェネレータから10kHzの信号を入力したところ入力信号の1/50の周波数である200Hzの信号が出力されることが確認できた(図5)。

また、ネズミの超音波を入力したところ抑揚のあるネズミの声に近い音声がか聞こえることも確認できた。

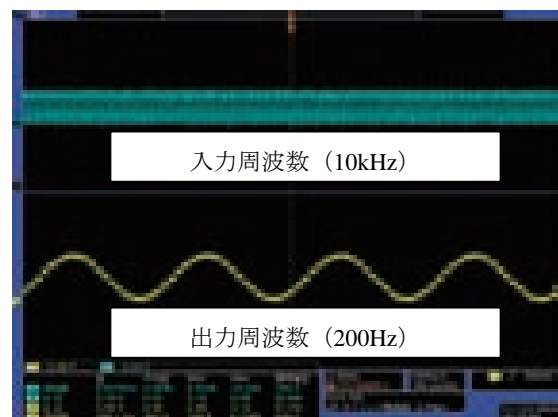


図5. 入力信号に対しての出力結果



図6. 試作した超音波可聴器

6. まとめ

図6のような超音波可聴器を試作した。デジタル記録方式を採用したことにより、チューニングする必要がなく、ネズミの超音波を抑揚のある音声に可聴音化することができた。また、今回設計を行う上で事前にシミュレーションを行ったことで効率的に設計が行えた。これにより、当初の目的通り、超音波が発生されていることが簡易的に確認できた。これにより、ネズミの存在を明らかにすることができる有効的な装置を開発することができた。

(平成22年6月30日受付, 平成22年9月9日再受付)

通信機器用避雷器の伝送特性に与える雷サージ電流の影響

黒澤 大樹*¹⁾ 瀧田 和宣*¹⁾

Influence of lightning surge current on the transmission characteristics of a surge arrester for communication instruments

Taiju Kurosawa*¹⁾, Kazunori Takita*¹⁾

キーワード：雷サージ電流，避雷器，同軸避雷器，伝送特性，直流放電開始電圧

Keywords：Lightning surge current, Surge arrester, Coaxial surge arrester, Transmission characteristic, DC sparkover voltage

1. はじめに

パソコンをはじめとした情報通信機器は機能が格段に向上したが、電源線や通信線から侵入する雷サージなどの異常電圧や電流に対し脆弱なものとなっている。これらの雷対策の一つとして同軸避雷器などが用いられる。同軸避雷器はアンテナや電子機器を継ぐ同軸ケーブルの中間に挿入し、高周波信号は電子機器へ、アンテナから侵入してくる誘導雷によるサージ電流は大地へと流す役割をする。ただし、過大な雷サージ電流が頻発する箇所に設置されると避雷器が劣化し、性能が維持できなくなることが考えられる。

そこで本研究では、雷サージ電流による避雷器劣化時の伝送特性への影響について検討したので報告する。

2. 実験方法

2.1 電流波形 本研究では、図1に示すような8/20 μ sの標準インパルス電流⁽¹⁾を用いて実験を行った。

gnd !

縦軸：電流感度 5kA/div 横軸：掃引時間 10 μ s/div

図1. 電流波形

2.2 同軸避雷器による実験 表1に試料として使用した製品の仕様と通電回数を示す。実験はギャップ式避雷素子を内蔵した3種類の同軸避雷器それぞれ2個ずつに対し、電流耐量に相当する雷サージ電流を連続的に30回まで通電した。5回通電するごとに、直流放電開始電圧、伝送特性、制限電圧を測定した。30回以降は、雷サージ電流値を更に10kA増加させ、続けて実験を行った。

表1. 試料の仕様と通電回数

		試料 A	試料 B	試料 C
仕様	電流耐量	20kA	10kA	10kA
	周波数帯域	DC~2.5GHz	DC~10GHz	DC~2GHz
通電回数		30回まで 20kA	30回 10kA	30回まで 10kA
		31~55回 30kA	30kA100回	31~50回 20kA

2.3 ギャップ式避雷素子による実験 通信線の雷サージ対策などに使用され、同軸避雷器に内蔵される素子と同様の構造のギャップ式避雷素子を4種類用意し、通電回数による直流放電開始電圧と静電容量の変化を測定した。

3. 結果

3.1 同軸避雷器による実験結果

(1) 30回までの通電 試料A (A-1, A-2), 試料B (B-1, B-2), 試料C (C-1, C-2)それぞれについて、電流耐量の電流を30回通電した。この通電では、直流放電開始電圧に多少の変化がみられたが、伝送特性に変化は認められなかった。試料Bを分解して製品内部を目視により観察したところ、2個とも試料内部にあるオスコンタクトとメスコンタクトの接触面において部分的な溶着を確認した。

さらに接触面の明らかな変化を確認するため、新品の試料Bに対して30kA100回を通電し、同様に観察した。このときは、コンタクトの接触面は溶けて短絡した状態になっていた。

(2) 30回以降の通電 試料A, Cについては、30回以降は電流耐量の電流より10kA増加させ実験を続けた。A-1については図2, 図4に示すように、45回通電後に伝送特性、50回通電後に直流放電開始電圧が急激に変化した。資料Aのコネクタを目視により観察すると、通電したオスコンタクトの接触面全体が接触抵抗による放電により、黒くなっているのが確認できた。C-1については図3, 図4に示すように、45回通電後に伝送特性に少し変化が見られたが、50回通電した時点では伝送特性に変化はなく、直流放電開始電圧のみが変化した。

*¹⁾ 技術経営支援室

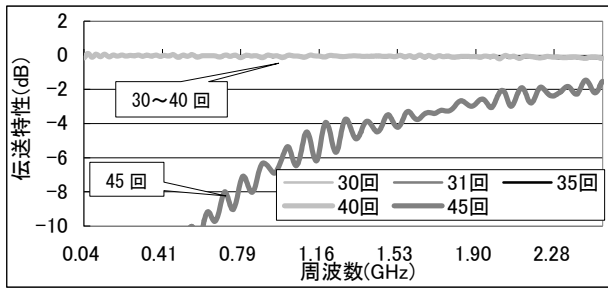


図2. 試料 A-1 伝送特性(30kA 通電)

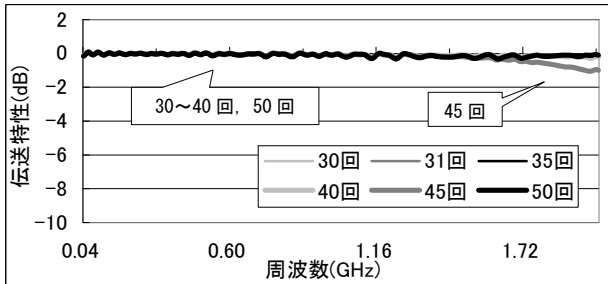


図3. 試料 C-1 伝送特性(20kA 通電)

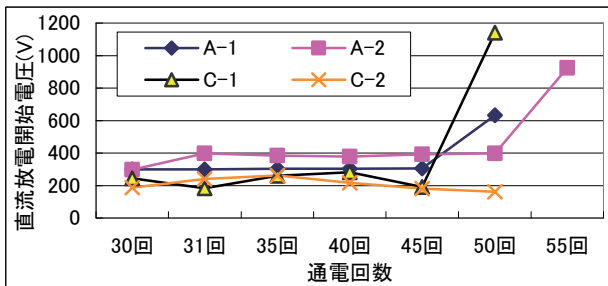


図4. 試料 A, C 直流放電開始電圧

(3) コネクタコンタクト部の接触抵抗 伝送特性に変化の認められた試料 A について、新品コネクタを接続しオスコンタクトとメスコンタクト接触面の接触抵抗をミリオームメータにより測定した。1 回ごとに外し、10 回測定して平均値と標準偏差を求めた。

試料の条件と測定結果を表 2 に示す。結果から、特性の変化した同軸避雷器は新品の同軸避雷器に比べ平均値も大きく、標準偏差も大きくばらついていた。この測定後、A-2 にサージ電流を通電したところ、伝送特性および放電開始電圧が急激に変化し、接触抵抗は無限大となった。

表 2. 接触抵抗の測定結果

	A-1 劣化時 (通電 45 回)	A-2 劣化直前 (通電 50 回)	A 新品
平均	792.6mΩ	12.2mΩ	1.0mΩ
偏差	2325.1mΩ	11.2mΩ	0.04mΩ

3.2 ギャップ式避雷素子による実験結果 電流耐量 20 kA, 直流放電開始電圧 90, 150, 230, 350V のギャップ式避雷素子を用いて実験を行った。雷サージ電流を 1, 5, 10, 20 回通電した素子をそれぞれ 2 個ずつ用意し、通電前後の直流放電開始電圧と静電容量を測定し比較した。

図 5 に通電前後の変化率を示す。同軸避雷器の実験と同様に、直流放電開始電圧に変化がみられた。静電容量については、一部大きな変化が見られたが、通電前はそれぞれ平均 1pF 以下の値であり、今回用いた同軸避雷器の周波数

帯域に対して大きな影響を与える変化ではなかった。

次に素子を分解し、顕微鏡を用いて放電電極表面を観察した。図 6 に撮影した画像を示す。図のように、通電した放電電極表面に変化が認められた。

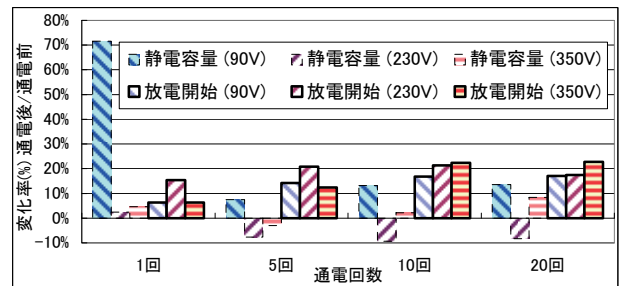
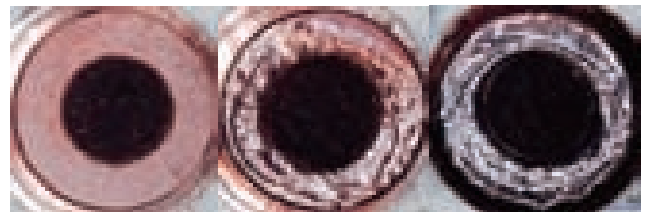


図5. 放電開始電圧と静電容量の変化率



(左から新品, 20kA 1 回通電後, 20kA 10 回通電後)

図6. 避雷素子の放電電極表面

4. まとめ

通信機器用避雷器の伝送特性に与える雷サージ電流の影響について検討した。30 回までの通電の結果から、製品仕様の範囲内かつ 20kA 以下の通電では、直流放電開始電圧は変化するが伝送特性に殆ど影響がないことがわかった。ただし、雷サージ電流によりコネクタコンタクトの接触面が溶着する可能性がある。

30 回以降の通電及びコネクタコンタクト部の接触抵抗の結果から、通電回数により伝送特性が徐々に変化する様な前兆は一切なく、限界が来たときに一気に劣化または破損状態と進むと考えられる。これは、コネクタコンタクトの接触面において放電を繰り返すことにより、コネクタコンタクト部の接触抵抗に不具合を起し、伝送特性や直流放電開始電圧に大きな影響を与えていると考えられる。

ギャップ式避雷素子による実験の結果から、静電容量に大きな変化はなかった。同様に同軸避雷器の素子も変化しないと仮定すると、伝送特性に劣化の前兆がなかったのは、素子の静電容量が大きく変化しないためと考えられる。

実験を通して、直流放電開始電圧は通電するごとに変化していた。この一因としては、通電による避雷素子内部の放電電極表面の変化が影響していると考えられる。

今回の実験結果から、繰り返しの雷サージ電流から伝送特性を維持するためには、コネクタコンタクトの接触面において、同軸避雷器の電流耐量と同程度以上の協調を取ることが重要であると考えられる。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 10 月 8 日再受付)

文 献

- (1) 電気学会電気規格調査会標準規格:「JEC-0202-1994 インパルス電圧電流試験一般」, 電気書院(1995)

ノート

1 GHz 超における EMC 対策部品の効果に関する研究

藤原 康平*¹⁾ 近藤 崇*²⁾ 高橋 文緒*²⁾

Study of the effect of EMC components beyond 1 GHz

Kohei Fujiwara*¹⁾, Takashi Kondo*²⁾, Fumio Takahashi*²⁾

キーワード：EMC 対策部品，チップビーズ，電磁環境適合性

Keywords：EMC components, Chip beads, Electromagnetic environment

1. はじめに

近年，依頼試験品のノイズ対策に関する技術相談が増加傾向にある。更に，将来的には電子機器のクロック周波数の上昇に伴い，1 GHz 超を見据えた対策が要求される。

また，平成 22 年 4 月からは，多摩テクノプラザの電波暗室が稼動を開始し，新しい VCCI の規格に準拠した 6 GHz までの計測評価が可能となった為，GHz 帯における対策部品の効果等の定量的評価が必要である。

本研究では，EMC 対策部品の高周波諸特性の測定，電磁界シミュレータを用いた検証，電波暗室における放射雑音測定を行い，EMC 対策部品の諸特性およびシミュレーション結果と，EMC 対策部品の放射ノイズに対する効果との関連を検証する事を目的とする。

2. 周波数帯における電波雑音の種類とその対策方法

周波数帯と EMC 対策方法の関係を表 1 に示す。1 GHz 以下の周波数帯では，伝導性と放射性の電波雑音が存在する。それに対し，1 GHz を超える周波数帯では，放射性の電波雑音，すなわち筐体内から放射される電磁波が支配的である。

表 1. 周波数と EMC 対策方法

	現状の対策	車載電磁波 EMC 規格の対策
周波数範囲	≦1GHz	伝導放射ノイズ
妨害の種類	伝導性 放射性	放射電磁波
対策部品の種類	コンデンサ コモンモードチョーク クランプフィルタ	フェラライトビーズ 電磁遮蔽フィルム コモンモードフィルタ
対策効果の例	f<100MHzにおいて約-15dB 程度の効果	同周波数帯における対策効果は 確認する。

ある周波数帯の放射性の電波雑音を低減させるには，その雑音の周波数帯を減衰させる EMC 対策部品を機器へ組み込む手法があり，その EMC 対策部品としてチップビーズ，

*1) エレクトロニクスグループ

*2) 電子機械グループ

信号線用フィルタ等が各社から販売されている。

3. EMC 対策部品の諸特性の計測

EMC 対策部品であるチップビーズを選択し，インピーダンスと散乱パラメータ (S パラメータ) を測定し，実測値とメーカ公表値を比較し実力値を把握する。

測定にはインピーダンスアナライザ (Agilent E4991A) を使い，チップビーズのインピーダンスと順方向反射係数 (S11) と順方向伝達係数 (S21) を測定した。図 1 に 300 kHz から 3 GHz におけるインピーダンスの測定結果を示す。

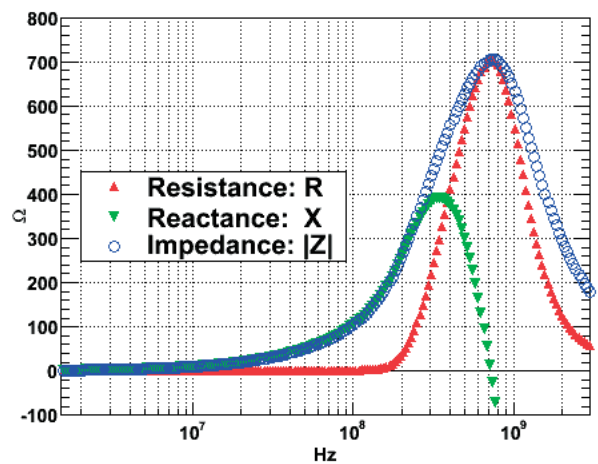


図 1. 測定したチップビーズのインピーダンス

実測したインピーダンスは 100 MHz において 108 Ωであった。メーカ公表のインピーダンスは 100 MHz において 120 Ω±25%である。本測定により，実測したインピーダンスが公表値の範囲内にある事が確認できた。

測定に用いたインピーダンスアナライザは，測定したインピーダンスを S パラメータへ変換する機能を持つ。図 2 に同周波数帯における S パラメータの測定結果を示す。メーカ公表値を▲，測定値を○でプロットした。その結果，著者らの測定方法の正しさが確認された。

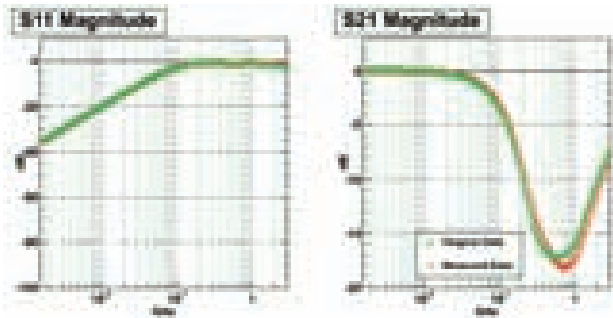


図2. チップビーズの S11 と S21 パラメータ

4. 電磁界シミュレータを用いた検証

チップビーズと伝送線路が組み合わされた特性を検証する為に、チップビーズを搭載した評価基板を作成し、電磁界シミュレータと実測で差異を検証した。

シミュレーションでは、自由空間中に存在する特性インピーダンス 50Ω のマイクロストリップ基板上にチップビーズが搭載されているモデルを作成した。

本評価基板はガラスエポキシ基板で作成するので、基板母材の比誘電率を 4.3、金属面は完全導体とした。チップビーズのモデルは、インピーダンスアナライザで測定した S パラメータをモデル中に内挿させた。図 3 に試作を行った評価基板の写真を示す。検証の結果、評価基板の実測値とシミュレーション値が一致する事を確認した。



図3. 評価基板

5. 放射雑音測定

マイクロストリップライン法 (IEC62333-2) に準ずる方法で評価基板から放射される信号レベルを 3 m 法電波暗室内で測定し、チップビーズ単体の S21 パラメータと信号レベルの相関を比較し効果を検証した。図 4 に電波暗室におけるセットアップの様子を示す。

スペクトラムアナライザ (ADVANTEST U3751) のトラッキングジェネレータを評価基板側に、受信ポートを受信アンテナ (BBHA9120E) と接続して、周波数を 100 kHz から 3 GHz まで掃引し、評価基板から放射される信号レベルを測定した。

図 5 に電磁界シミュレーションで計算した評価基板の S21

パラメータ (▲), 試作した評価基板とチップビーズを含めて測定した S21 パラメータ (▼), 電波暗室内で測定した信号レベル (○), およびメーカー公表の S21 パラメータ (□) の相関関係を示す。

この結果から、500 MHz から 1.5 GHz においてチップビーズのノイズ低減効果と S21 パラメータの間に相関関係が存在する事を確認した。以上を踏まえ、今後はシグナルインテグリティと S パラメータの関係性を調査して行きたい。

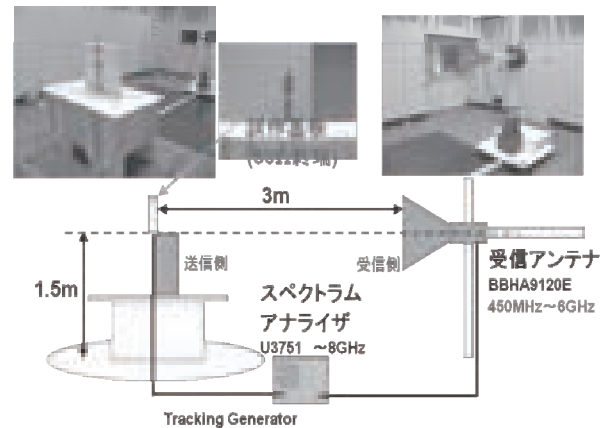


図4. 電波暗室における実験セットアップ

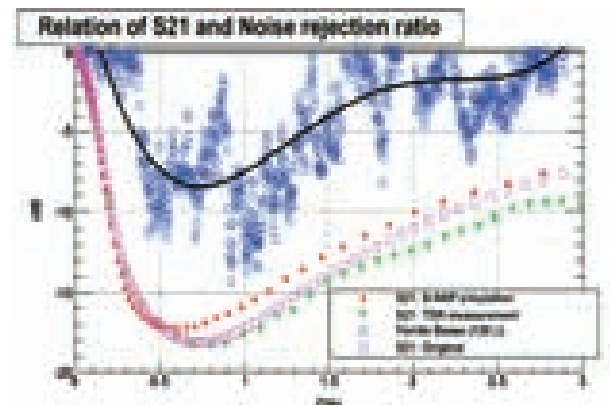


図5. 電磁界シミュレーションで計算した評価基板の S21 パラメータ (▲), 試作した評価基板とチップビーズを含めて測定した S21 パラメータ (▼), 電波暗室内で測定した信号レベル (○), およびメーカー公表の S21 パラメータ (□) の相関関係

6. まとめ

周波数帯域 500 MHz から 1.5 GHz において、電波暗室内で測定した信号レベル、メーカー公表の S21 パラメータ、および電磁界シミュレータで計算した結果共に相関が確認できた。この事から、放射ノイズ低減効果が S21 パラメータの間に存在する事を確認した。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 8 月 16 日再受付)

石英ガラスのエッチングを利用した微細パターンの作製

若林 正毅*¹⁾

Micro-fabrication of fused silica glass by wet etching

Masaki Wakabayashi*¹⁾

キーワード：微細加工, フォトリソグラフィ, ウェットエッチング, 石英ガラス, μ -TAS

Keywords : Micro-fabrication, Photolithography, Wet etching, Fused silica glass, μ -TAS

1. はじめに

近年, Bio-MEMS 分野や環境・医療分野などにおいてマイクロ化学チップの研究開発が盛んに行われている。マイクロ化学チップは幅 100~200 μ m, 深さ 25~100 μ m 程度の微細な流路内で化学分析を行うデバイスであり, 試薬が微量で済むことや反応の高速化が可能であるというメリットがある。現在, マイクロ化学チップはガラス製や樹脂製であり, フォトリソグラフィ技術や金型を用いて作製されている⁽¹⁾⁽²⁾。マイクロ化学チップの高感度・高機能化を実現するには, 一般的なガラス基板や樹脂よりも可視光・紫外光の透過性に優れる石英ガラスが有効である。一方, 石英ガラスは硬脆材料であり, チッピングや工具摩耗の観点から機械加工ではマイクロメートルオーダーの微細流路作製が難しい。

本研究では, 石英ガラスの微細加工に有効なフォトリソグラフィ関連装置を利用したフォトマスク, エッチマスク作製技術の習得を目的に, 石英ガラス表面にマイクロ化学チップ用の微細流路の試作を行った。

2. フォトマスクの作製

2.1 フォトマスク作製手順 フォトリソグラフィによる加工ではフォトマスクと呼ばれる紫外線透過率を制御する基板を用いてレジストにパターンの露光を行う。図 1 にフォトマスク作製手順を示す。まず, フォトマスクとなるガラス基板全面に紫外線を遮るためのクロム膜を成膜する。その後電子線レジストを塗布・ベークし, 電子線描画装置により露光・現像を行いクロム膜上の電子線レジストにパターンニングを行う。最後に, クロム膜をエッチングで溶かし, 紫外線の透過する穴をあけ, フォトマスクが完成する。

2.2 フォトマスク用クロム膜の作製 ECR イオンシャワー装置にて, フォトマスクに使用するクロム膜の成膜を

行った。主な加工条件を表 1 に示す。図 2 に示すように, スパッタ時間を 10min, 30min, 60min としたとき, クロムの膜厚はそれぞれ約 40nm, 約 90nm, 約 180nm となり, 成膜レートは約 2.9nm/min であった。分光光度計(日本分光社製, V-670A)により透過率の評価を行った結果を図 3 に示す。同図より, クロム膜を 90nm 以上成膜することで紫外線領域(250~400nm)における透過率をほぼ 0%とすることができた。従って, フォトマスクに最適なクロム膜厚は 90nm 以上であることが分かった。

2.3 描画装置によるパターンニング 電子線描画装置(エリオニクス社製, EIS-3700)を用いて表 2 に示す条件で, 2液混合型のマイクロ流路形状の描画を行った。実験では, 電子線レジストの感度が低下していたため通常の 5 倍程度のドーズ量を与えて描画を行った。描画後に現像し, 完成したフォトマスクの写真を図 4 に示す。同図の白い箇所がクロム膜が除去され, 紫外線が透過可能な部分である。

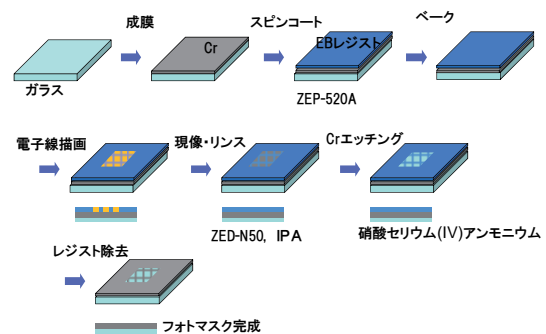


図 1. フォトマスク作製手順

表 1. クロム成膜条件

加速電圧 V	1800
真空度 Pa	1×10^{-3}
Ar流量 sccm	0.7
MAGNET	6.7
成膜時間 min	10, 30, 60
ワーク	ソーダ石灰ガラス

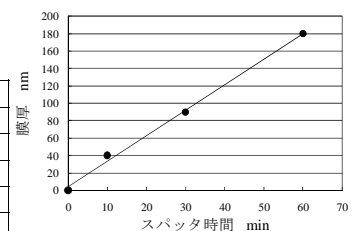


図 2. クロム膜厚とスパッタ時間の関係

*¹⁾ エレクトロニクスグループ

3. 微細パターンの作製

エッチマスクの作製から微細パターンの作製まで、全体の流れを図5に示す。

3.1 エッチマスクの作製手順 2.3 で作製したフォトマスクを用いて、エッチマスクを石英ガラス基板上に形成した。なお、レジストの密着性を上げるため、石英ガラス基板にはあらかじめクロム膜を約90nm成膜した。紫外線レジストにはOFPR-8600を使用し、プリバーク110°C5min、露光時間5s、現像・リンス時間は各1min、ポストバーク5minの条件で成膜と露光・現像を行った。

3.2 エッチング実験 エッチマスクを施した6枚の石英ガラス基板をBHF（バッファードフッ酸）20%にて1~6時間までそれぞれエッチングした。なお、エッチングレートを均一にするため、ホットスターラーにより300rpmでの攪拌と、40°Cでの加熱を行った。主な条件を表3に示す。

3.3 実験結果 エッチング時間ごとのそれぞれの試料の光学顕微鏡観察結果を図6に示す。エッチング時間が増加するにつれて60μmの流路幅が増大していることが分かる。図7に流路形状とエッチング時間の関係を示す。同図より、3時間エッチング後に目標とする流路形状（幅100μm以上、深さ25μm以上）が得られた。また、サイドエッチング量と深さ方向のエッチング量が約8~9μm/hとほぼ等しく、等方性エッチングの特性が得られた。図8に試作した流路形状の外観を示すが、フォトマスクと同様の微細パターンが石英ガラス表面に形成されているのが分かる。

4. まとめ

本研究では、フォトリソグラフィ技術の習得を行い、最終的には石英ガラス基板上に目標とする幅100~200μm、深さ25~50μmのマイクロ化学チップ用微細流路を試作した。今後はさらなる加工法の検討を行うとともに、ガラス基板上に流路と光学素子を作製し、マイクロ化学チップの高感度・高機能化を目指す。

（平成22年6月25日受付，平成22年9月2日再受付）

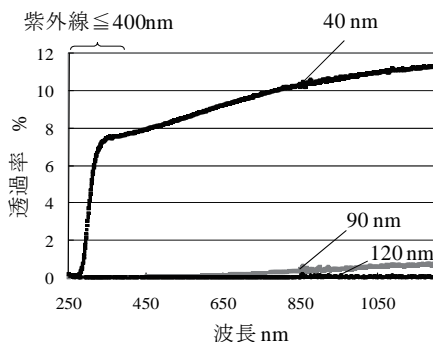


図3. クロム膜厚と紫外線透過率の関係

表2. 電子線描画条件

ワーク	石英ガラス t=1.5mm
電子線レジスト	ZEP-520A(ポジ)
加速電圧 kV	30
DoseTime μs	4
プローブ電流 nA	0.6
露光時間 h	12
現像液	ZED-N50

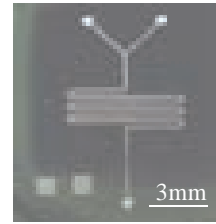


図4. 作製したフォトマスク

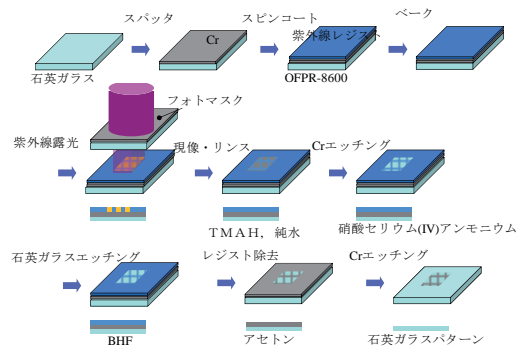


図5. 石英ガラス表面の微細パターン作製方法

表3. 石英ガラスエッチング条件

ワーク	石英ガラスt=1.5mm
エッチャント	BHF
濃度 %	20
温度 °C	40
回転数 rpm	300
エッチング時間 h	1-6

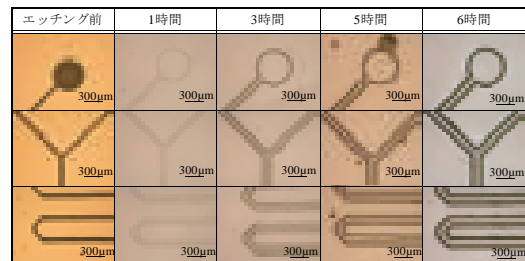


図6. 作製したマイクロ流路観察結果

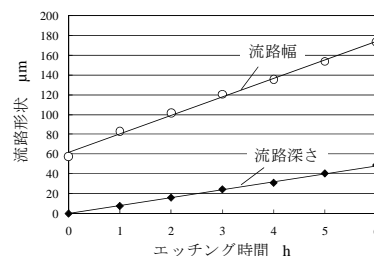


図7. 流路形状変化

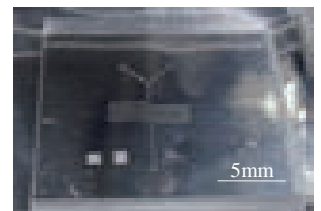


図8. 試作した流路形状

文 献

- (1) 藤田博之：マイクロ・ナノマシン技術入門，工業調査会，pp.113-116(2003)
- (2) 庄子習一他：ポリマーMEMSとマイクロTASへの応用，日本機械学会 2005 年度年次大会講演資料集(8)，No.5-1，pp.389-390 (2005)

ノート

アナログ・デジタル混在のプログラマブルデバイスの調査と評価

佐野 宏靖*¹⁾

Survey and evaluation of a programmable mixed-analog-digital device

Hiroyasu Sano*¹⁾

キーワード：FPGA, FPAA, PSOC, プログラマブルデバイス, アナログ・デジタル混在

Keywords：FPGA, FPAA, PSOC, Programmable device, Mixed -analog-digital

1. はじめに

製品サイクルが短くなっている現在では、要求仕様を満たす製品を短期間で開発することが重要である。開発期間を短くする手法の一つとして、回路をプログラムで修正でき、変更後すぐに検証できるプログラマブルデバイスを使うことがある。これらデバイスはより多くのアプリケーションに適用するため、デジタル回路だけでなくアナログ回路も盛り込んだデバイスが販売され始めている。

そこで、本研究ではアナログ・デジタル混在のプログラマブルデバイスの普及に備え、デバイスの特徴について把握する。プログラマブルデバイスとしては現在以下の3種類の製品があり、今回これらを調査対象とした。

— FPGA (Field Programmable Gate Array)

デジタル回路をプログラムで書き換え可能とした製品。A/D回路やモーター駆動回路を搭載している製品もある。

— FPAA (Field Programmable Analog Array)

アナログ回路をプログラムで書き換え可能とした製品。

— PSOC (Programmable System-on-Chip)

デジタル回路及びアナログ回路を搭載し、何れもプログラムで書き換え可能とした製品。マイコンを内蔵している。

2. 調査の結果および考察

図1に示すように、チップの特徴からFPGA, FPAA, PSOCはターゲットとしている市場が異なっている。これは主として搭載しているアナログ回路規模とデジタル回路規模に依存している。

「アナログ回路搭載のFPGA」は個別ICかASICで組んだ構成と比較してコストが高いため、FPGA業界全体でみると広くは普及していない。だが、A/D回路や電源回路などのアナログ回路を搭載した中～小規模のFPGAは、ASICと比較してコストが抑えられるアプリケーション（電源制御など）があるため普及しつつある。

「FPAA」は規模の大きいアナログ回路が組めるが、デバイス単価が高い。例えば8bit SAR 200KSPsの2ch ADCと2

つのアクティブLPFを組む場合でFPAAと個別ICを比較すると、FPAAの方が7～8倍高くなる。そのため、基板面積の削減又はダイナミックにフィルタ及びゲインの変更を必要とする等のアプリケーションがないと普及は難しい。

「PSOC」は汎用IP Core (USBコントローラなど) やアナログ回路をGUI (Graphical User Interface) で取捨選択してデバイス内部の構成を決めることができ、比較的導入が容易である。簡単なコントローラとアナログ周辺回路が必要な場合はPSOCが有利なため、静電容量式タッチセンサのコントローラとして携帯機器などで普及している。



図1. プログラマブルデバイスの特徴とターゲット

PSOCとFPGAの設計思想は異なる。PSOCは「汎用IP Coreをつなぎ合わせる」、これに対してFPGAは「IP Coreを作りつなぎ合わせる」という思想である。PSOCは搭載できるデジタル回路規模が小さく、組める回路の制約も多いので、回路規模の大きいIP Core (暗号化回路など) をハードウェアとしては搭載できずソフト処理とせざるを得ないが、FPGAでは大きな回路規模が搭載できるので、暗号化回路をソフト処理でもハードウェア処理でも実現できる。それぞれ、機能、性能面ではデジタル、アナログ回路の適用できる範囲ですみわけができており、設計思想の違いがあるため、どちらかが淘汰されるほど競合することは今後しばらくはないと思われる。

3. プログラマブルデバイスを用いた試作

3.1 目的 上記調査よりプログラマブルICの応用範囲について把握したので、次にこれらICを使用した応用例を考える。今回はノイズを気にする音声通信のセンサ周辺

*¹⁾ 電子・機械グループ

回路で使用した場合を想定し検証する。評価項目は音声通信の「周波数帯域」、「ゲイン」、「S/N」とし、要求仕様は300Hz～4kHzの周波数帯域、ゲインは15～20dB、S/Nは60dB以上とした。以下に要求仕様に対するIC機能の比較を示す。

表 1. 要求仕様に対する IC 機能の比較

要求仕様項目	アナログ回路 搭載の FPGA	FPAA	PSOC
周波数帯域	○	○	○
ゲイン	×	○	○
S/N	未確認	○	○

上記比較表では FPAA と PSOC どちらを使用しても良いこととなるが、今回は参考書籍及び応用事例が少ない FPAA を使用し、応用事例を提示することとした。

3.2 機能 センサに応じた回路結線、周波数フィルタ、アンプゲインをプログラムで変更する機能を持つ。これにより、ひとつの回路でマイクロホンセンサやひずみゲージ、サーミスタなどの各種センサに対応できる。センサと同じ数だけのフィルタやゲインを用意する必要がないので、部品点数の削減につながると思われる。

3.3 内容 回路ブロックを図 2 に、詳細を以下に示す。

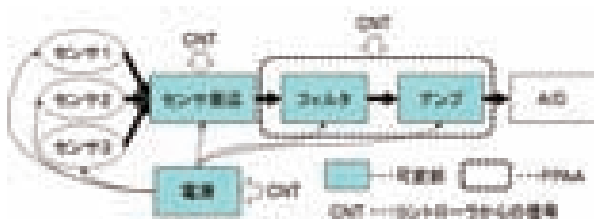


図 2. 回路ブロック

(1) 電源部 センサに供給する電圧を作る回路である。降圧型 DCDC コンバータのフィードバック抵抗を CNT 信号で制御するデジタル可変抵抗にしているため、降圧電圧を変更することができる。可変範囲は 5V～1.5V。

(2) センサ周辺部 センサに応じた回路結線および抵抗定数にする回路である。センサ周辺回路の結線方法を図 3 に示す。CNT 信号でアナログスイッチ (ON 抵抗 1Ω typ) を制御し結線方法を切り替え、デジタル可変抵抗 (R1～R4) の抵抗値を変更し、センサに応じた定数にする。結線方法は「(a) 抵抗分圧接続」「(b)ブリッジ接続」「(c) 直接接続」の 3 つである。このセンサ周辺部はセンサバイアス用の可変抵抗が FPAA に取り込めなかったため追加した。

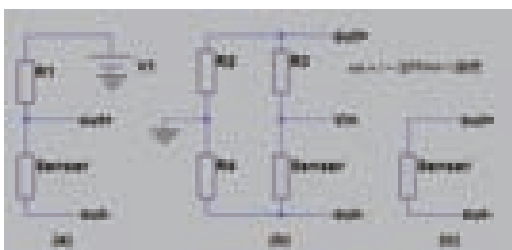


図 3. センサ周辺部回路

(3) プログラマブル IC 部 センサに対応したフィルタ周波数とアンプゲインに変更する回路である。CNT 信号経由で FPAA にデータをダウンロードする。

3.4 試作の結果および考察 試作基板を図 4 に示す。

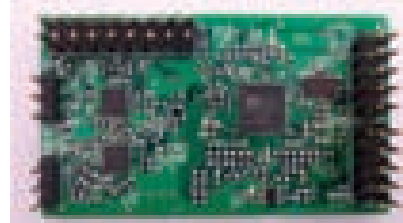


図 4. 試作基板

スペクトラム・アナライザ (Agilent 4395A) を用いて、FPAA の通過特性を測定した。測定結果を図 5 に示す。

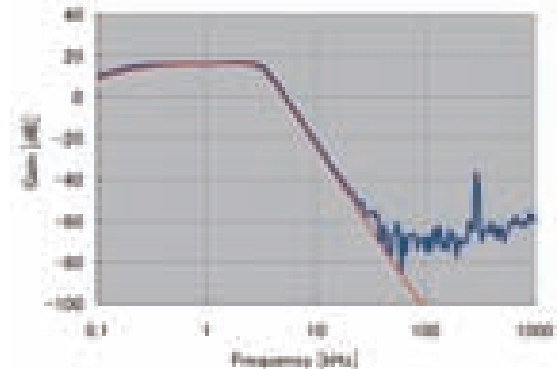


図 5. アンプ出力後の周波数特性実測値

図に示すデータの低域カットオフは 300Hz、広域カットオフは 4kHz、ゲインは 18dB である。電話などに使われるマイクロホンセンサの音声帯域アンプを想定した。S/N 比を 1kHz で測定すると 78dB となった。

要求仕様を満たしており音声通信の実用上では問題ないレベルと判断できる。これら結果より、ノイズを気にする部分でも音声帯域において FPAA を使用できることが検証できた。

4. まとめ

3 種類とも機能的にはアナログ回路規模性能、デジタル回路規模、マイコンの有無で、適用できる領域が住み分けされており、試作ないしは、小～中規模な量産には適用可能なレベルであることが確認できた。

FPAA はダイナミックにフィルタ及びゲイン変更を必要とする等の適当なアプリケーションが見つければ、普及が見込まれると思われる。

FPAA の音声帯域での適用実験を行い、所望の性能、機能が実現できることを確認した。

今後も引き続きアナログ・デジタル混在のプログラマブルデバイスの調査を進め、中小企業の支援に役立てる。

(平成 22 年 7 月 1 日受付, 平成 22 年 10 月 20 日再受付)

文 献

- (1) 相田泰志:「アナログ・プログラマブル・デバイスを活用しよう」,Design Wave Magazine,2005 December,pp.70-82 (2005)

RP造形品へのCAE解析の適用

横山 幸雄*¹⁾ 阿保 友二郎*²⁾ 大久保 富彦*¹⁾

Application of CAE Analysis to a Rapid Prototyping Structure

Yukio Yokoyama*¹⁾, Yujiro Abo*²⁾, Tomihiko Ookubo*¹⁾

キーワード：高速造形，数値解析，材料定数，CAE

Keywords：Rapid prototyping, Numerical analysis, Material constant, CAE

1. はじめに

3次元デジタルエンジニアリングの急速な技術開発と低コスト化に伴い、「ものづくり」の手法も多岐に亘って大幅な技術開発がなされてきた。その中の一つにラピッドプロトタイピング (Rapid Prototyping, RP) がある。このRPは、製品試作の現場において広く活用されているが、近年では実用製品に迫る強度や精度を有する品物を作製し得るにまで発達し、製品製造の一手段としての更なる発展が期待されている。

図1に都産技研に設置されているナイロン粉末焼結型RP装置を示す。本報では、この粉末焼結型RP装置による積層造形品について、その材料定数を測定し、この定数をCAE解析に適用することにより、RP造形品の機能設計を行ったことについて報告する。



図1. ナイロン粉末焼結型RP装置 (EOSINT P385)

2. RP造形品の材料定数の測定

積層造形法によるRP造形品は、その独特な工法に由来する正方晶と同様の異方性を有している。式(1)にRP造形品の弾

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_{11} & E_{12} & E_{13} & 0 & 0 & 0 \\ E_{12} & E_{11} & E_{13} & 0 & 0 & 0 \\ E_{13} & E_{13} & E_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & E_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & E_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & E_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} \\ \varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (1)$$

性領域での弾性定数が正方晶と同様であるとした場合の弾性スティフネス定数 E を介した応力 σ と歪み ε との関係を示す。

図2に万能試験機によるRP造形品の引張り試験の様子を示す。RP造形品の設計にCAEによる構造解析を適用するには、異方性を考慮したx-y-z方向 (縦-横-積層方向) 毎のヤング率、ポアソン比、横弾性係数を得る必要がある。本報ではJIS K7161, K7162, K7079を参考としてRP造形品の材料定数を計測し、弾性領域における弾性スティフネス定数を得た。表1に弾性スティフネス定数 E と密度 ρ の測定結果を表す。

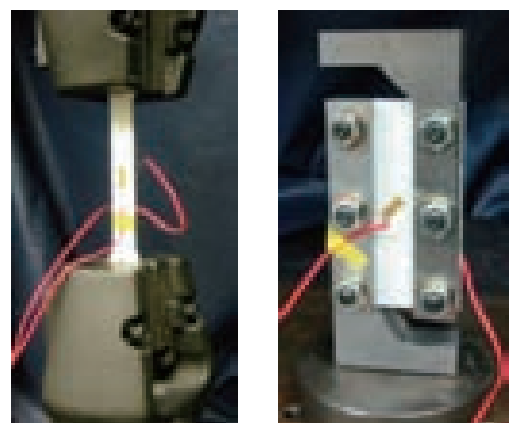


図2. 万能試験機によるRP造形品の引張り試験の様子

表1. 弾性スティフネス定数と密度の測定結果

E_{11}	E_{12}	E_{13}	E_{33}	E_{44}	E_{66}	ρ
[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[g/cm ³]
2.66	1.39	1.30	2.43	0.527	0.635	0.898

*¹⁾デザイングループ

*²⁾電子・機械グループ (前デザイングループ)

3. 傾斜角度を考慮した場合のCAE解析の適用

図3に造形方向を考慮したRP造形品の作製例を示す。RP造形品を作製する際に、機能性を考慮して意図的に傾斜を与えて作製する場合がある。図3に示す例図はxy平面に平行・垂直に造形品(試験片)を配置する例に加えて、意図的にx軸を中心として傾斜角 ϕ を与えて作製することを示している。この配置による造形プロセスの結果で得られる3本の試験片は、形状が同じでも異なる機械的特性を示す。機能向上や改善を意図してこのような傾斜造形を行うことは、実際のRP造形品の作製では十分にあり得る。これを踏まえてRP造形品の設計にCAE解析を適用する際に前述の弾性スティフネス定数をテンソル変換してCAEに使用可能とすることは、傾斜角度を設計パラメータとする場合には都合がよい⁽¹⁾。本研究では、CAEソフトウェアANSYSに適用しうる弾性スティフネス定数のテンソル変換プログラムを作成し、傾斜造形(x軸-y軸回転)を考慮した場合にも簡便に弾性スティフネス定数を設定できるツールを開発した。図4に開発したツールを使用した場合のANSYSによるCAE解析例を示す。

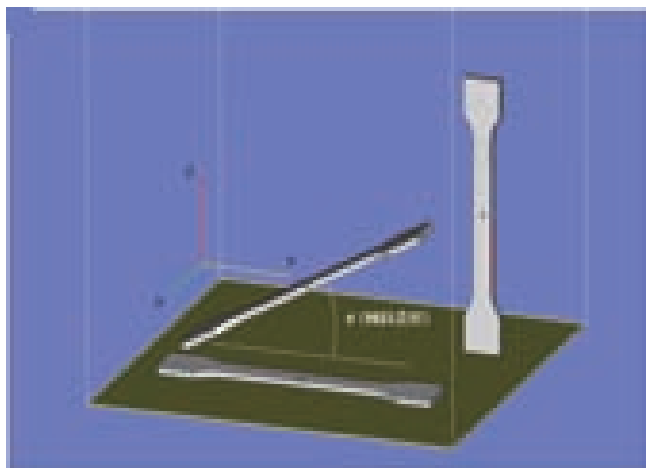


図3. 造形方向を考慮したRP造形品の作製例

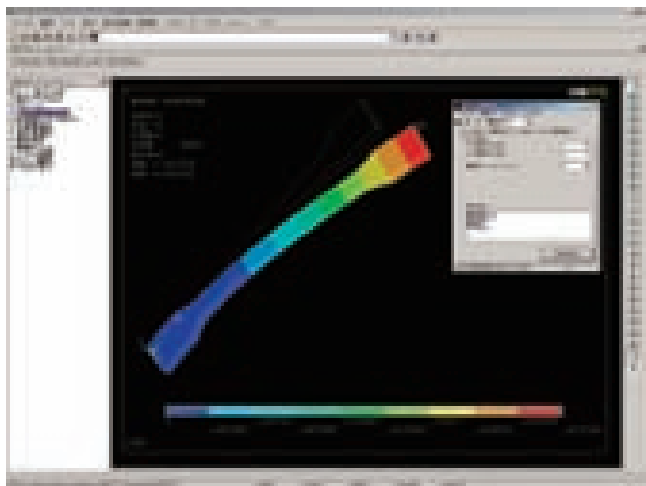


図4. ANSYSによる解析例

4. CAE解析を適用したRP造形品の設計・製造

図5にCAE解析の適用によるRP造形品の設計・製造の概念図を示す。本研究の結果、3D-CAD等によるモデリングとCAE解析を反復使用することにより、機能性を考慮したRP造形品を設計し得る環境を整備することができた。

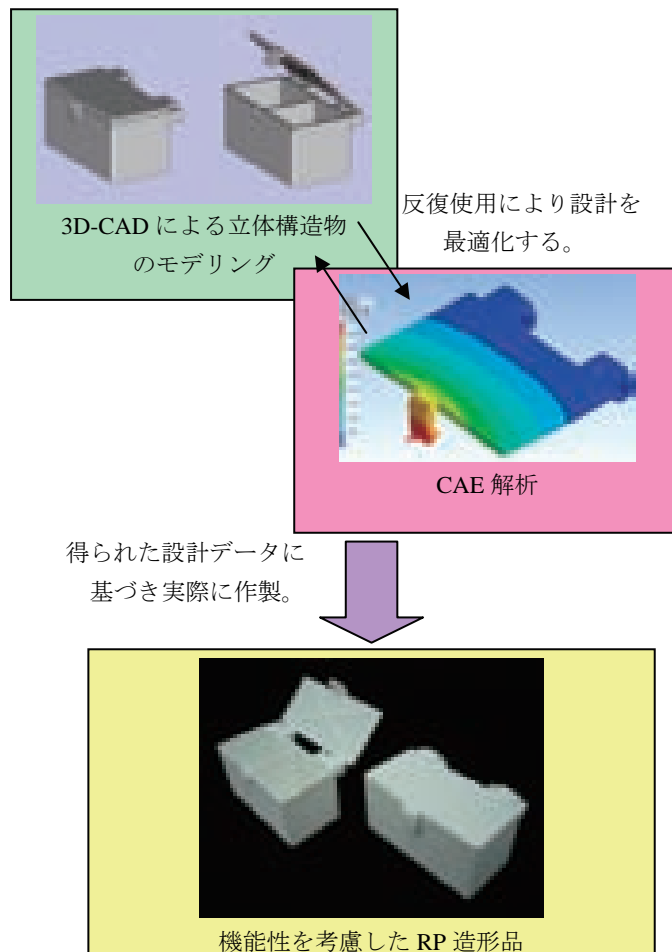


図5. CAE解析の適用によるRP造形品の設計・製造の概念図

5. まとめ

現状において、RPは試作用途に多用されているが、その工法に由来する形状自由度の高さや汎用性から、例えば特定個人向けの特注品や少数ロット製品などを迅速に作製し得るツールに発展する可能性がある。これにCAE解析を適用することにより、機能性や安全性を考慮した製品を効率的に製造することが可能になると予測する。換言すると、本研究の成果は、来るべきRPによるプロトタイプング(試作)からマニュファクチャリング(製造)への変革に対する礎になると考えられる。今後もこれらの3次元デジタルエンジニアリングの連携的有効活用に関連する研究を続行していく。

(平成22年6月30日受付, 平成22年8月20日再受付)

文 献

(1) 特開 2010-058986

X線CT装置とCAD, CAEによる上流技術支援強化

谷口 昌平^{*1)} 紋川 亮^{*2)} 阿保 友二郎^{*3)} 横山 幸雄^{*4)} 櫻井 昇^{*5)}

Development of a Technical Assistance System by CAD, CAE and X-ray Computed Tomography

Shohei Taniguchi^{*1)}, Akira Monkawa^{*2)}, Yujiro Abo^{*3)}, Yukio Yokoyama^{*4)}, Noboru Sakurai^{*5)}

キーワード：X線CT，画像処理，デジタルエンジニアリング，3次元造形装置

Keywords：X-ray computed tomography, Image processing, Digital engineering, Rapid prototyping

1. はじめに

X線CT装置は、従来からある非破壊検査装置としての使い方以外に「3次元計測機器」として用いられることが期待されている。X線CT撮影データをCAD/CAEなどで用いるデータ形式に変換することで、試作品と設計の寸法精度や内部欠陥などの検討、現物の数値解析などを効率よく行うことが可能となる。このシステムはリバースエンジニアリングあるいはデジタルエンジニアリングと呼ばれており、製品開発やクレーム解析、または考古学分野など広い分野で試みられている。ここではX線CTスキャン技術やCAD, CAE, 3次元造形装置(RP)等を利用し、技術支援システムを都産技研において構築し、中小企業の製品開発および生産管理の支援体制を強化することを目的に、CTデータをRP/CAD/CAEで使用できるようデータに変換する方法について検討した。

2. 実験方法

2.1 X線CT装置の精度および撮影条件との関係 X線の管電圧、電流と画質の関係を明らかにするために、厚さ0.3mmのアルミ板と塩化ビニル板を交互に積層した試料を用いて、濃度分解能を検討した。

2.2 X線CT測定データのRP, CAD/CAEへの応用 CTデータをSTL形式に変換し、RP装置に導入するまでの変換方法を検討するため、様々な試料をCT測定し、データを2値化、ノイズやエッジ部分の修正法を経て、実際にレプリカを作成した。またデータ修正後、CADデータに変換しソリッドワークスで表示、操作できるように変換方法、およびCAEによるシミュレーションが可能かどうか検討した。

3. 結果および考察

図1にアルミ板の積層試料について管電圧・管電流を変化させCT撮影した結果を示す。電流・電圧が小さい時は、アルミと塩ビの濃度値が同等となり、管電圧が高くなるとアルミ、塩ビ共に空気の濃度値と同等となった。電圧、電流ともに最適値があることが示唆された。

図2にアルミ板積層試料の中心付近の画像濃度プロファイルを示す。この図からも管電圧・管電流の最適値があることが明らかになった。管電圧・管電流がともに高いと空気とアルミ、塩ビの区別がつかなくなった。

図3にX線管条件と積層試料を撮影した画像の空気部分について、濃度分布を計測しその半値幅をもとめた結果を示す。半値幅は管電圧、管電流が上がるにしたが小さくなることが分かった。

以上の結果から、画像濃度値のばらつきを抑えるためには管電圧、管電流を上げる必要があり、試料の濃度を判別する場合は、最適値があることが分かったので、判別できる管電圧・電流範囲で出来るだけ高い値をとることが、望ましいと考えられた。

図4にLED懐中電灯をCTスキャンしSTLデータに変換後、RP造形した例を示す。CTスキャンデータは座標データと濃度値があるのに対し、STLデータは座標データのみであるので、2値化処理が前処理として必要である。1回目は2値化後にノイズが多く残っており、RP造形品も粗さが目立った。2回目は、STLデータに変換後、ノイズを処理した後造形したものである。この結果から、ノイズ除去を適切に行うことがRP作製に重要であることが明らかになった。

図5に懐中電灯の電極およびガラス製の蓋をCTスキャンしRP造形した例を示す。レーザーを用いたデジタルは内部構造や透明試料を測定できないが、CTの場合可能であることが明らかになった。

図6に木製の積み木をCTスキャンし、3D-CAD化した例を示す。CAD化後に部品を追加することも可能であること

*1) 新拠点準備室 (前ライフサイエンスグループ)

*2) ライフサイエンスグループ

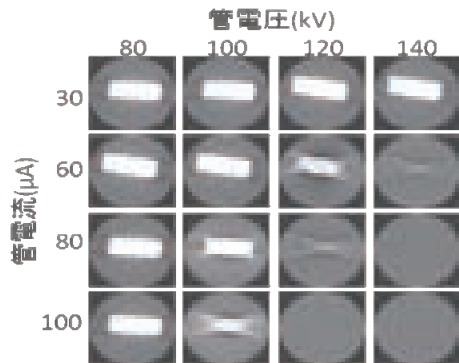
*3) 電子・機械グループ (前デザイングループ)

*4) デザイングループ

*5) 駒沢支所

が明らかになった。CAD化する際に、ノイズの除去や平滑化処理などが必要であり、課題として残った。

図7に変位量解析の例を示す。CTデータをCAEデータに変換し、図中矢印部に荷重をかけた場合の変位量を解析した。このように、現物をシミュレートすることが可能となった。



ビュー数:600、積算数:3、スライス厚さ0.2mm、ピッチ0.035mm、102枚中50枚目表示、1024x1024ドット
アルミ10mm,0.3mm、塩ビ10mm,0.3mm積層試料

図1. 画像とX線管電圧・管電流の関係

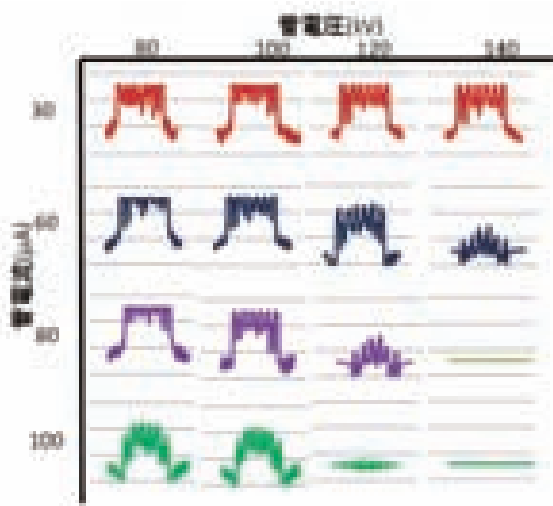


図2. 濃度分解能とX線管電圧・管電流の関係

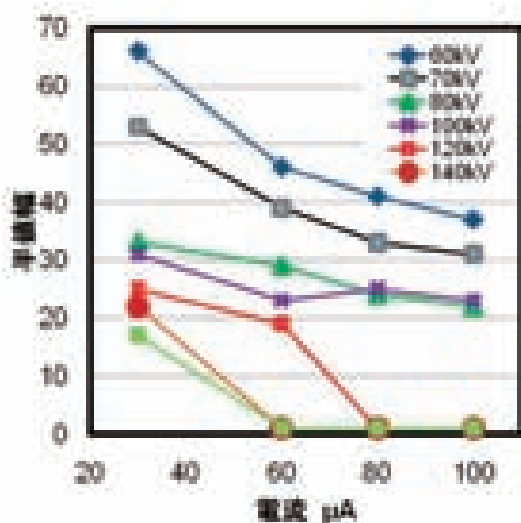


図3. 画像のぼらつきとX線管電圧・管電流の関係

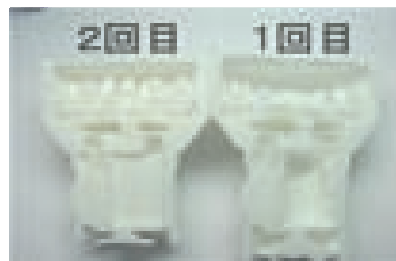
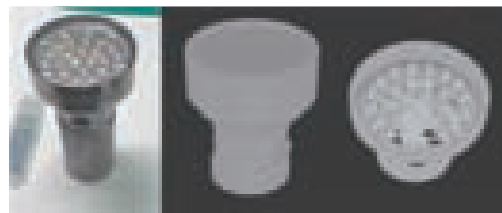
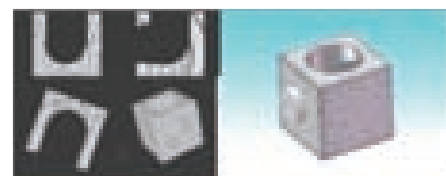


図4. 懐中電灯のCT像とRP造形品



図5. 部品のCT像とRP造形品



CT撮影

3D-CAD



図6. CT像の3D-CAD化とCAEへの応用例

4. まとめ

以上の結果から、試料をCT測定し3D画像を得た後、ノイズやボケの修正、2値化、STL形式変換などを経て、CADデータ化、CAEやRPへの適用が可能となった。このことにより、現物の製図化やシミュレーションが可能となり、製品開発や生産工程における不具合の解析などの効率化に寄与できると考えられる。

(平成22年6月7日受付,平成22年8月20日再受付)

ノート

べっ甲端材粉末による意匠性をもったべっ甲基材の開発

村井 まどか*¹⁾ 木下 稔夫*¹⁾ 神谷 嘉美*¹⁾ 東京鼈甲組合連合会

Development of Tortoiseshell Powder Moldings for Quality Design Products

Madoka Murai*¹⁾, Toshio Kinoshita*¹⁾, Yoshimi Kamiya*¹⁾, Tokyo Bekko(Tortoiseshell) Cooperative Association

キーワード: べっ甲, 圧縮成形, 再利用

Keywords: Tortoiseshell, Compression molding, Recycle

1. はじめに

東京都の伝統工芸品に指定されている「べっ甲細工」の原材料であるタイマイは、ワシントン条約により1992年末をもって輸入が禁止されている。原材料を確保するため、低級品や製品の加工の際に生じる端材の利用を検討しなければならない。都産技研ではこれまでの取り組みにより、粉末化した端材と水のみからべっ甲基材を再生する技術を確立した⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾。本研究では、この再生べっ甲の製品への利用を拡大するため、意匠性を高めることを目的に、再生べっ甲の着色や模様つき再生べっ甲の作製方法を検討した。また、再生べっ甲とべっ甲板材の張り合わせによって、意匠性のあるべっ甲基材の作製を試みた。

2. 実験方法

2.1 着色した再生べっ甲の作製 図1に再生べっ甲の作製の流れを示す。べっ甲粉末（粒径：100 μm 以下）に対し重量比で3%のレーキ顔料（日華化成有限会社）を加え、ハイブリットミキサー（HM-500, 株式会社キーエンス）で混合した。べっ甲粉末の重量とほぼ同量の水に浸し、一晚以上冷暗所で保管し、水を含ませた。このべっ甲粉末を $\phi 65\text{mm}$ の円筒形金型に充填した後、金型に15 MPaの荷重をかけ、圧縮・締結し、オートクレーブで110 $^{\circ}\text{C}$ 、20分間加熱した。流水で冷却し、粉末を固化させ、着色した再生べっ甲を得た。

2.2 模様つき再生べっ甲の作製 マーブル模様または縞模様になるように、2.1と同様の方法で着色したべっ甲粉末を数種類の色で用意し、これを円筒形金型に順に充填した。その後、2.1と同様の方法で金型の圧縮・締結、加熱、冷却を行い、模様つき再生べっ甲を得た。

2.3 再生べっ甲とべっ甲板材の張り合わせ 2.1の方法で作製した再生べっ甲同士、あるいは再生べっ甲とべっ甲板材を張り合わせることによって、縞模様のべっ甲基材を作製した。べっ甲板材はそりがあるため、あらかじめ熱

押し平らにしたものを用いた。

水に約16時間浸漬したべっ甲板材を鉄板に挟み、10 MPaの荷重をかけ、圧縮・締結した。これをオートクレーブに入れ、110 $^{\circ}\text{C}$ 、30分間加熱した。その後、23 $^{\circ}\text{C}$ 、50%RHの恒温恒湿室で一昼夜放置し、平らなべっ甲板材を得た。

熱圧したべっ甲板材と再生べっ甲の表面を炭化けい素質研磨紙P180で研磨し、その後アセトンで脱脂した。これらの板を円筒形金型の中に重ね入れ、板が浸るまで水を加えた。その後、2.1と同様の方法で金型の圧縮・締結、加熱、冷却を行った。

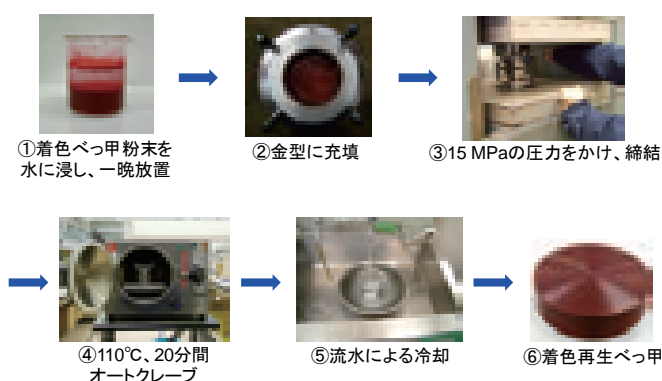


図1. 着色した再生べっ甲の作製の流れ

3. 結果・考察

3.1 着色した再生べっ甲 着色した再生べっ甲を作製する際の金型の圧縮・締結、加熱、冷却の条件は従来の再生べっ甲と同様の条件で行った。レーキ顔料を混合し、着色したべっ甲粉末を用いた場合であっても、従来と同様の条件で再生べっ甲を作製できることが分かった。また、従来の再生べっ甲は黒色であるが、顔料の混合によってべっ甲粉末を着色することで、様々な色の再生べっ甲の作製が可能であることが分かった。

3.2 模様つき再生べっ甲の作製 異なる色に着色したべっ甲粉末を金型内に適度に攪拌しながら充填することによって、マーブル模様の再生べっ甲を作製した。図2に試

*1) デザイングループ

作品の例を示す。色の組み合わせやべっ甲粉末の配置によって様々な大理石模様の再生べっ甲を作製できる可能性があることが分かった。

縞模様の再生べっ甲の場合は、べっ甲粉末に流動性があるため、金型内に粉末の層を均一に充填することが困難であり、縞模様にゆがみが生じやすかった(図3)。

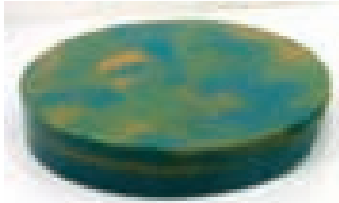


図2. マーブル模様の再生べっ甲

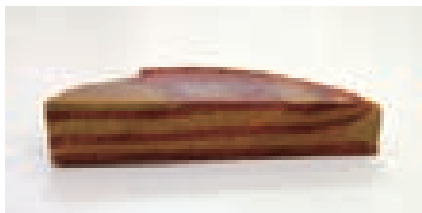


図3. ゆがみが生じた縞模様の再生べっ甲

3.3 再生べっ甲とべっ甲板材の張り合わせ 図1 再生べっ甲同士または再生べっ甲とべっ甲板材を張り合わせることで、縞模様のべっ甲基材を作製した。板を張り合わせる方法は、異なる色に着色したべっ甲粉末を金型内で積層する方法と比較し、より均一な層の縞模様のべっ甲基材を作製できることが分かった(図4)。また、それぞれの板の界面に亀裂が生じることがなかったため、板どうしがしっかりと接着していると推測された。

伝統的なべっ甲細工の張り合わせの技法では、水分、熱、圧力を加えながらべっ甲板材の接着を行うが、再生べっ甲同士または再生べっ甲とべっ甲板材の張り合わせの場合も水分、熱、圧力を加えることによって接着が可能であることが分かった。

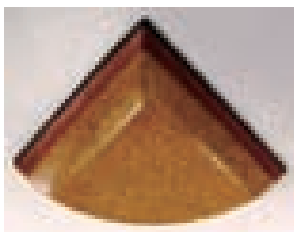


図4. 再生べっ甲とべっ甲板材の張り合わせ

3.4 再生べっ甲製品の可能性 本研究で作製した新しい意匠性をもった再生べっ甲の製品化に向けて、再生べっ甲から玉の作製を試みた。再生べっ甲の角棒を旋盤で切削することにより、通常のべっ甲板材と同様に玉形状に加工することが可能であることが分かった(図5)。模様つきの再生べっ甲、特に大理石模様の再生べっ甲の玉を加工し

た場合、玉一つひとつの模様が異なり、多くの意匠を得ることができた。玉一つひとつの模様を調整することは困難であるが、加工の際の偶然から今までにない模様を生み出す可能性があることが分かった。ただし、色によっては玉の表面に凹凸がでやすいものがあることが分かった。これは顔料の種類によってはべっ甲粉末に混合すると、再生べっ甲がもろくなりやすいためだと考えられた。このことから、顔料の種類によっては、べっ甲粉末に混合する重量比などを検討する必要があると考えられる。

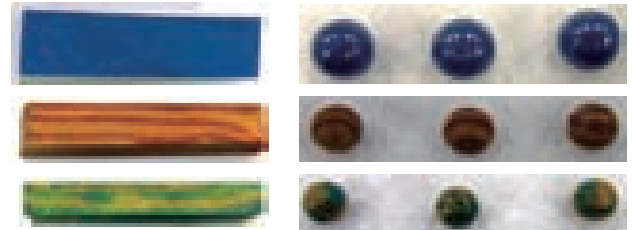


図5. 再生べっ甲から作製した玉

上段は無地、中段は縞模様、下段は大理石模様の再生べっ甲

図6にはべっ甲板材および従来の黒色の再生べっ甲、赤色に着色した再生べっ甲を組み合わせ加工したべっ甲製品の試作例を示す。このように、本研究で開発したべっ甲基材を用いることで、今までのべっ甲細工にはなかった新しい意匠性をもったべっ甲製品の開発へつながる可能性があると考えられる。

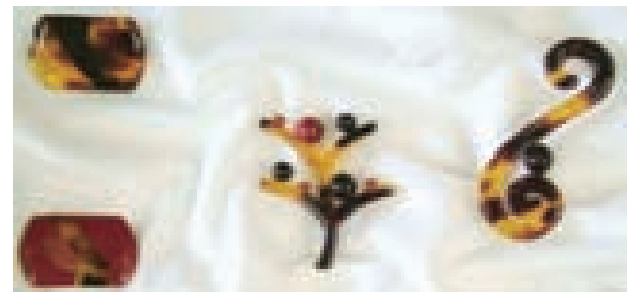


図6. 再生べっ甲とべっ甲板材の加工例

4. まとめ

粉末化したべっ甲端材から縞模様や大理石模様などの新しい意匠性をもったべっ甲基材を作製した。これらのべっ甲基材を用いることは、端材の有効利用につながるだけでなく、べっ甲板材との組み合わせにより、べっ甲製品のデザインの幅が広がる可能性がある。

(平成22年7月1日受付, 平成22年8月31日再受付)

文 献

- (1) 廣瀬徳豊, 浅見淳一, 今津良昭, 金谷公彦, 横澤佑治: 「べっ甲端材の再生および製品化」, 東京都立産業技術研究所研究報告, No. 2, pp. 134-137 (1999)
- (2) 浅見淳一: 「伝統工芸品としてのべっ甲基材(べっ甲端材の再生技術の開発)」, Material Technology, Vol.19, No.2, pp.59-64 (2001)
- (3) 特許第3062813号

ノート

感性価値を意識した，住宅向けテンキー式玄関錠の商品開発

薬師寺 千尋*¹⁾ 森田 健二*²⁾ 小泉 真弓*²⁾

Development of Residential Cipher-Lock Products with “Kansei” Value

Chihiro Yakushiji *¹⁾, Kenji Morita *²⁾, Mayumi Koizumi *²⁾

キーワード：感性価値，商品開発，暗号錠，住宅玄関錠

Keywords： Kansei value, Product development, Cipher-Locks, Residential locks

1. はじめに

共同研究企業は産業用（施設用）テンキー錠を長年開発してきたが，住宅向けテンキー式玄関錠の商品開発に於いては日が浅いメーカーであるため，シーズ発想で商品開発がなされる，という問題を抱えている。

以上の問題解決のために，本研究では，ニーズ発想や住宅用マーケットに向けてのユーザー感性の探索方法と，そこから抽出した感性価値をコンセプトとした『テンキー式玄関錠』のデザイン開発を行なう。

感性価値とは，大量消費時代の購買基準が「機能」と「価格」であったが，近年では「楽しさ」「安心感」「使いやすさ」，またそれを通して得られる作り手への「共感」「愛着」といった価値のことを言う。

2. 内容

2.1 アンケート調査 (1) 図1の仮説に基づく調査として，展示会場（リフォーム展，東京ビッグサイト）にて，一般使用者の本音を拾うためにイメージマップを用いたアンケート調査を行った。

住宅用の錠として知的に見せたいことから想定した「インテリジェンス」というキーワードを設定し，さらにイメージ画像をマッピングしたものを，被験者の潜在意識や深層心理を探索する実験を行った。

人間の心理には無意識マップという，図1のように対象イメージを無意識に分類する行為が存在するため，モチーフは身近な生物（イメージする事が容易なペット）とし，「ペットと一緒に住んでいる」ということを前提に調査を行った。

その結果，soft-warm のカテゴリー（かわいい，優しい，小さい）を選択した被験者が圧倒的に多く，

2 番手 hard-warm カテゴリー（強い，頑健，頑丈）。

3 番手 soft-cool カテゴリー（気品，さわやか）。

4 番手 cool-hard カテゴリー（洗練，素早い）。

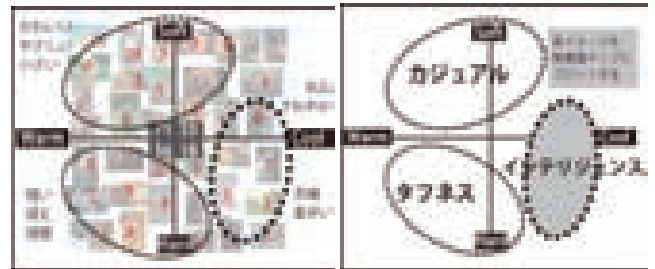


図1. 無意識マップ

図2. ポジショニングマップ

となり，「かわいい」「やさしい」というリラックスや癒し系の人気が高いという結果は，図2のポジショニングマップに置き換えると，住宅向け玄関錠は使用者にとって，必ずしも他人の目を気にした『インテリジェンス』なイメージを持ちたいという意識はないという事が判明した。このことから『インテリジェンス』はシーズ発想ではないか，という結論になったため，さらに年齢差や生活環境などを含めたアンケート調査を行う事にした。

2.2 専門学校生に対する感性調査

(1) ライフスタイル別組み分け 玄関錠や扉に関して一番身近である建築の専門学校生を被験者に選定し，65名の学生を一人暮らし，家族と同居，アウトドア派，インドア派のように，あらかじめおかれている環境を重視し，各々をライフスタイル別に分けてグループを作り調査を行った。

(2) クリッカー使用による回答の秘密保守 図3に示すコミュニケーションツール（RwoerFeedback note）を使用して調査を行った。隣同士がどのような回答をしたのかお互いに分からなくするためである。このような手段をとる事によって，他人の意見に引きずられる事なく，自分自身の回答を出せる確立が高くなるからである。

*1) デザイングループ

*2) 株式会社社長沢製作所



図 3. Rwoer Feedback note

動物をプロットしたマップについては図 4 のようにさらにグループ化して見せた。「癒し系」「気品系」「獐猛系」「知的系」の文字は記していない。

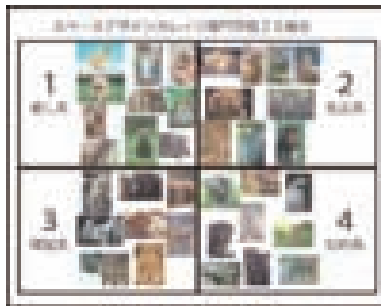


図 4. 動物マップ

(3) 調査プロセス 絵コンテ風のストーリーを作り錠や鍵、雨の日の面倒臭さ、モノに対しての気遣い、人に対しての気遣い、動物に対しての感情、出迎えてくれるパーソナティーについて質問を行った。最大 5 人同時に質問を開始したが、クリッカーを押す事により、他人の影響はまったく受けなかった。

(4) 調査結果 好きな動物と出迎えて欲しい動物の好みはほぼ一致して「癒し系」が好まれている。また、出迎えて欲しいパーソナティーも癒し系が好まれた。

2.3 アンケート調査(2) ロックセキュリティ協同組合展示会において、合計 50 名の(男性 39 名、女性 11 名)業界人の意見を年齢別に収集した。専門学校生と同様な、図 5 にあるように絵コンテ風のストーリーを作成 Rwoer Feedback note によりクリッカーで回答を得た。

前回との相違点は被験者の年齢に合わせて錠や鍵、雨の日の面倒臭さ、モノに対しての気遣い、人に対しての気遣い、動物に対しての感情、出迎えてくれるパーソナティーの他に、操作・教育の容易さの項目を入れた。

3. 考察

(1) 知的印象から優しさへ コラージュ法での調査を、展示会来場者及び学生を対象とした幅広い年齢層に対して多人数に実施した結果から、ユーザーの玄関錠に対しての感情は、年齢の区別なく、潜在的に知的な印象 (hard-cool) や、頑丈さ (hard-warm) よりもやさしさ (soft-warm) を求めている傾向にある。

(2) 言葉に置き換える 選択数の多かった「動物画像」のイメージを形容詞に置換え、それをさらにイメージを伝

え易い擬態語・擬音語マップに置き換えたものが図 5 に示すマップになる。

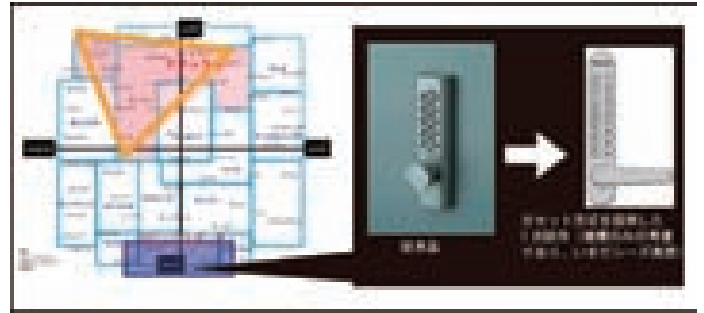


図 5. 擬音語・擬態語マップ

従来の商品を擬態語や擬音語のマップにあてはめると、『ごつごつ』『どっしり』『がっしり』という「hard」に代表される言葉に置き換えられた。

擬態語・擬音語マップにおいて、好みの集中したエリアに示される言葉は、「おっとり」「ゆったり」「しっとり」「うっとり」「ほんわか」「すべすべ」「うきうき」であり、研究開始時構想の一般住宅玄関錠の『インテリジェンス』というコンセプトは当てはまらない事が確認でき、従来品を基本にした新機構(カートリッジ化)の研究開発により、今後の新機種にも採用→低コスト化という流れも、シーズ発想から来る従来品の形状を踏襲し、知的な印象を与えるというコンセプトはまったく覆されたことになる。

(3) 従来品から「ナチュラル」への展開 個客の求める価値づくりを「顧客要望」「顧客インサイト」「外的環境」の面から考察すると、

- ・顧客要望：思想感性価値設計・技術感性価値設計の必要、特に操作形式は裏面テンキー方式であること。
- ・顧客インサイト：感覚感性価値調査からクラシック&ダンディ→ナチュラルへの変更が必至である。
- ・外的環境：ハウスメーカー、ドアメーカー等への新規参入のための必須条件として、遠隔操作やホームオートメーションなどに対応する必要がある。創造感性価値の設計の必要が増した。

4. まとめ

- ・「顧客要望」「顧客インサイト」「外的環境」から従来品を大きくイメージシフトさせることが必至である。
 - ・技術的には機械式オンリーであるものに、電気式を取入れる事によって遠隔操作やホームオートメーションに対応していくことが重要である。
 - ・形状を薄くする事により、扉メーカーとコラボレーションが図られ、OEMの販路拡大が見込める。
 - ・現在の製品形状を「ナチュラル」というイメージを持った形状に変更する事が必須条件である。
- (平成 22 年 7 月 6 日受付、平成 22 年 9 月 16 日再受付)

ノート

Ti/Mg-Al 系合金継手の接合界面組織と生成機構の検討

青沼 昌幸*¹⁾ 岩岡 拓*¹⁾

Investigation of the Interfacial Microstructure of Dissimilar Ti/Mg-Al Alloy Metal Joints

Masayuki Aonuma*¹⁾, Taku Iwaoka*¹⁾

キーワード：Mg-Al 合金，チタン，異種金属接合，界面組織，TIG 溶接

Keywords：Mg-Al alloy, Titanium, Dissimilar metal joining, Interfacial microstructure, TIG welding

1. はじめに

チタンおよびマグネシウム合金は、高比強度材料として各種構造材に用いられている。これらの合金が溶接可能であれば、軽量で高強度な特性を持つ製品の製作が可能となる。しかし、一般的に異種金属の溶接は困難で、溶接後に剥離や破断を生じる場合が多く、中でもチタンとマグネシウムの組み合わせの場合は、純チタンと純マグネシウムが二相分離して一体化せず、接合がなされない問題がある。本研究では、純チタンと、合金元素としてアルミニウムを含む Mg-Al 系合金とを、TIG アーク溶接法によりスポット溶接し、主成分が二相分離する合金の溶接における合金元素の影響を中心に、接合部組織の生成機構について検討を行った。

2. 実験方法

供試材には、工業用純チタン（以下 Ti）と、AM60 および AMCa602 合金を用いた。表 1 に本研究で用いた供試材の化学組成を示す。AMCa602 は合金元素として Al の他に Ca を含んでおり、高温でのクリープ変形抑制効果を得るとともに、耐燃焼性を持つ耐熱マグネシウム合金として輸送機器などに使用されている合金で、最近溶接についても検討されている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。本研究では、AZ 系および AM 系合金に含まれる Al と、AMCa602 に含まれる Ca が接合部組織に及ぼす影響について検討を行った。供試材の厚さはそれぞれ 2mm とし、下側に Ti，上側にマグネシウム合金を配置した後バイスにより固定し、φ2.4mm の 2%ThO₂ 入タングステ

ン電極を用いて、TIG アークスポット溶接により重ね継手を作製した。溶接は直流逆極性にて行い、溶接条件を、溶接電流 100A，アークタイム 10s，アルゴンガス流量 10ℓ/min とした。溶接後、スポット溶接部の中央断面について、光学式顕微鏡観察，走査型電子顕微鏡（SEM）観察およびエネルギー分散型 X 線分光分析器（EDS）による元素分析を行った。

3. 実験結果および考察

マグネシウム合金母材およびマグネシウム合金側溶融部の光学顕微鏡像を図 1 (a) ~ (d) に示す。金属間化合物の分布状態を明らかにするために、鏡面研磨後は浅いエッチングを施したのみで観察を行った。図 1 (a) に示した AM60 合金母材では、微細な相の分散が認められた。この相について SEM-EDS による定性分析を行った結果、Al および Mn のピークが強く検出され、この相が AlMn 系化合物であることが確認された。図 1 (b) に示す AM60 合金の溶融部では、マトリックスである α-Mg と、Mg₁₇Al₁₂ 金属間化合物（β相）が認められた。このβ相は、AlMn と母材マトリックス中の Al が、TIG アークでの溶融により Mg 中に過飽和に固溶し、その後、凝固過程において生成したものと考えられる。

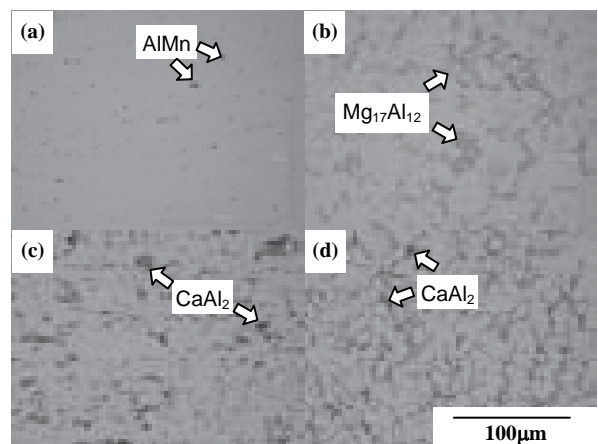


図 1. マグネシウム合金母材および溶融部の光学顕微鏡像；(a) AM60 母材，(b) AM60 溶融部，(c) AMCa602 母材，(d) AMCa602 溶融部

表 1. 供試材の化学組成 (%)

	C	H	O	N	Fe	Ti	
Titanium	0.08	0.013	0.200	0.030	0.250	Bal.	
	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Ca	Mg
AM60	5.9	0.20	0.27	0.006	0.01	-	Bal.
AMCa602	5.9	0.04	0.28	0.003	0.04	2.03	Bal.

*¹⁾ 先端加工グループ

本研究で用いた AM60 母材に含まれる Al 量は 5.9%であった。しかし、溶融部では一部の Al が $Mg_{17}Al_{12}$ として存在するため、 α -Mg に含まれる Al 量は 5.9% よりも少ないと推測される。AMCa602 母材では、図 1 (c) に示すように $CaAl_2$ が分布していた。また、図 1 (d) に示すように、溶融部では $CaAl_2$ が一旦溶融して粒界に再分布しており、AM60 の溶融部で見られた $Mg_{17}Al_{12}$ は見られなかった。

図 2 に SEM-EDS によるマグネシウム合金母材と溶融部の α -Mg に含まれる Al の半定量分析結果を示す。本研究で用いた AM60 母材は、ほぼ α -Mg 単相の組織であり、 α -Mg 中の Al 量は 5.9% であった。しかし、溶融部では $Mg_{17}Al_{12}$ が存在することより、 α -Mg に含まれる Al 量が 2.3% と減少しているのが確認された。また、AMCa602 母材の α -Mg に含まれる Al 量は 3.2% で、AM60 母材の α -Mg と比較して少なかった。これは、Ca と Al が $CaAl_2$ を生成しているためと考えられる。AMCa602 溶融部での α -Mg に含まれる Al 量は 1.9% で、母材の α -Mg に含まれる Al 量と比較して減少しているのが確認された。

AM60 と AMCa602 では溶融部の組織が異なり、 α -Mg に含まれる Al 量および生成する金属間化合物も異なるため、このことが接合界面組織に及ぼす影響について検討を行った。図 3 に AM60 と Ti との接合界面の SEM 像および特性 X 線像を示す。接合界面の AM60 側には Al の濃化層が見られ、その層の Ti 側には Ti と Al との反応層が確認された。この接合界面について線分析を行ったところ、Al 濃化層の厚さは一定ではなく、ばらつきが見られた。Al 濃化層の厚さは、観察を行った界面の最も厚い位置で約 $5\mu m$ 、薄い位置で約 $1\mu m$ であった。これらの厚さは、Ti に接触している相が $Mg_{17}Al_{12}$ か、あるいは α -Mg かによって変化していると推測される。図 4 に AMCa602 と Ti との接合界面の SEM 像および特性 X 線像を示す。AMCa602 と Ti との接合界面では、Ca を含む Al 濃化層が部分的に検出され、また、この層の Ti 側には Ti と Al との反応層が認められた。AM60 と Ti との接合界面では、 α -Mg 中の Al と Ti、および $Mg_{17}Al_{12}$ と Ti が接合界面で反応層を生成した。しかし、AMCa602 と Ti との接合界面では、 α -Mg 中の Al と Ti との反応層、ならびに Ca と Al との化合物と Ti との反応層が生成していた。こ

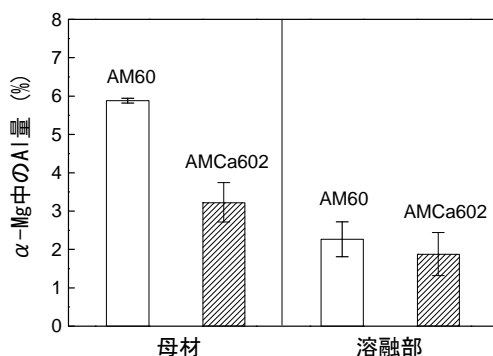


図 2. マグネシウム合金母材と溶融部の α -Mg に含まれる Al 量

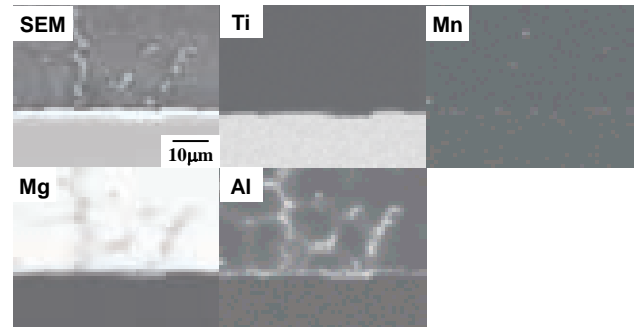


図 3. TIG アークスポット溶接による Ti/AM60 接合界面の SEM 像と特性 X 線像

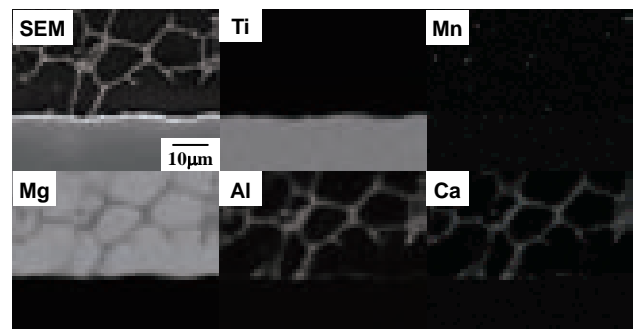


図 4. TIG アークスポット溶接による Ti/AMCa602 接合界面の SEM 像と特性 X 線像

のことから、AMCa602 と Ti との接合界面では、複雑な接合界面組織の生成機構を示すと考えられ、これらの接合界面組織の生成状態が、接合部の機械的性質に影響を及ぼすと推測される。

4. まとめ

同量の Al を含む AM60 および AMCa602 合金と Ti とを TIG アークスポット溶接し、接合界面組織について検討した。AM60 と Ti との接合部では、溶融によって生成した $Mg_{17}Al_{12}$ 相が接合界面での反応層の生成に影響を及ぼすことが判明した。また、AMCa602 と Ti との接合部では、AMCa602 母材に含まれる Ca と Al が溶融し、これらの元素が Ti との反応層を生成することが判明した。

(平成 22 年 7 月 1 日受付, 平成 22 年 8 月 20 日再受付)

文 献

- (1) 坂本満, 秋山茂, 萩尾剛, 大城桂作: 「マグネシウムへのカルシウム添加による酸化被膜特性の変化と溶湯の難燃化」, 铸造工学, Vol.69, No.3, pp. 227-233 (1997)
- (2) Yuji Sakai, Kazuhiro Nakata, Takuya Tsumura, Mitsuji Ueda and Tomoyuki Ueyama, Katsuya Akamatsu: "Fiber Laser Welding of Noncombustible Magnesium Alloy", Materials Science Forum, Vol. 580-582, pp. 479-482 (2008)
- (3) Naotsugu Yamamoto, Jinsun Liao and Kazuhiro Nakata: "Friction Stir Spot Welding and Resistance Spot Welding of Noncombustible Magnesium Alloy", J. Japan Inst. Metals, Vol. 74, No. 5, pp. 307-313 (2010)

ノート

CVD ダイヤモンドコーテッド金型の仕上げ研磨技術の開発

藤巻 研吾*¹⁾ 横澤 毅*¹⁾

Study on finish polishing for CVD diamond coated tools

Kengo Fujimaki*¹⁾, Tsuyoshi Yokosawa*¹⁾

キーワード：仕上げ研磨，凝着，CVD ダイヤモンド

Keywords：Finish polishing, Adhesion, CVD diamond

1. はじめに

これまで，ドライプレス加工用の CVD ダイヤモンドコーテッド金型向けに超音波研磨法の開発を行ってきた^{(1)~(3)}。しかし，実用化の段階に進むにあたり，この方法では図 1 に示すように，研磨された金型の表面に研磨用工具の金属が凝着物（白色痕）として残ることが問題となっている。凝着物が残った状態で金型をプレス加工に使用した場合，プレス成形品に傷が生じる，もしくは凝着発生部分の摩擦の大きさにより CVD ダイヤモンド膜が剥離するなど，金型寿命の低下に繋がる可能性がある。また，現在，CVD ダイヤモンドコーテッド金型は，研磨工程に非常に長い時間を要することも問題となっている。それは超音波研磨そのものの加工速度の低さに加え，その過程で生じる凝着物を完全になくすことはできないまでも，極力最小限に止めるため，超音波研磨法を用いて凝着発生部分を再研磨する作業を行っているためである。超音波研磨の後処理工程によって凝着物の除去が可能になれば，超音波研磨法による再研磨の工程を省略することができるため，研磨時間の短縮に繋がると期待される。

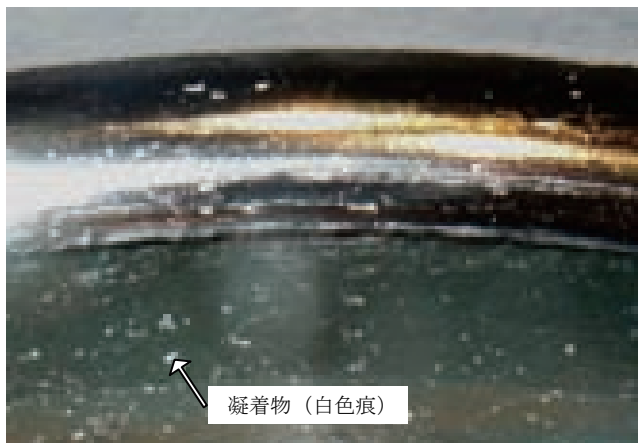


図 1. 超音波研磨後の CVD ダイヤモンドコーテッド金型の表面

本研究では，CVD ダイヤモンドコーテッド金型に対する超音波研磨工程で生じた凝着物を除去するための仕上げ研磨の検討を行ったので，ここに報告する。

2. 仕上げ研磨による凝着物の除去方法

図 2 に示すように，超音波研磨によって生じた凝着物を砥石などによる機械的な研磨で除去することを試みた。ただし，CVD ダイヤモンド膜は薄くて脆く，さらに超音波研磨の工程でクラックが生じるなどして脆弱になっている可能性もある。また，CVD ダイヤモンド膜は母材である超硬合金との密着性（耐剥離性）の点でも幾分問題があるとされているため，仕上げ研磨工具は柔軟性・緩衝性の高いものが望ましいと考えられる。本研究では，ゴム砥石（ダイヤモンド砥粒，粒度#3000，外径 4mm）を仕上げ研磨工具として使用し，それを駆動するスピンドルの回転数を 10,000 rpm とした。

図 3 (a) は超音波研磨後の CVD ダイヤモンド膜表面の様子であり，光沢のある研磨面上に超音波研磨工具の金属（タンタル）が凝着物として付着していることがわかる。この表面を上記の条件で仕上げ研磨した後の CVD ダイヤモンド膜表面の様子が図 3 (b) であり，付着していた凝着物がきれいに除去されていることがわかる。

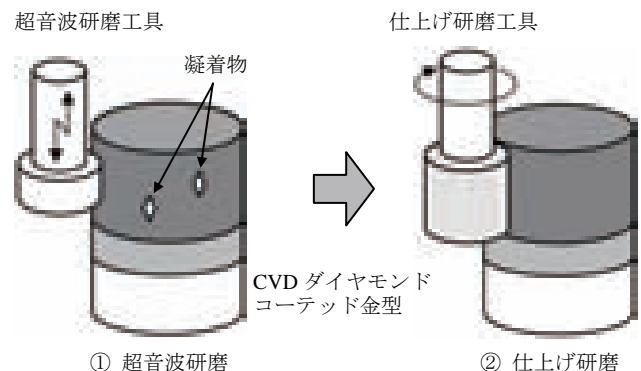
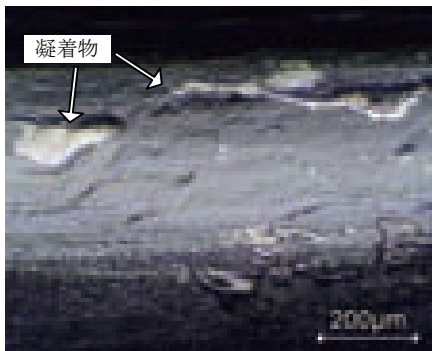
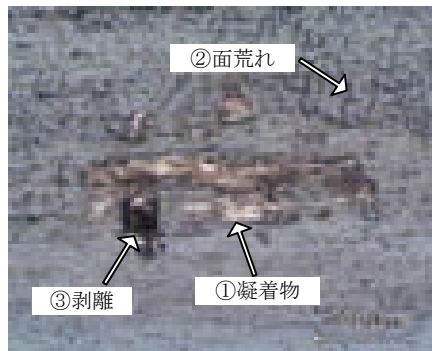


図 2. 研磨工程

*¹⁾ 先端加工グループ



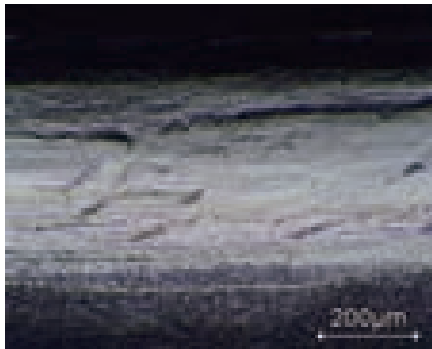
(a) 仕上げ研磨前



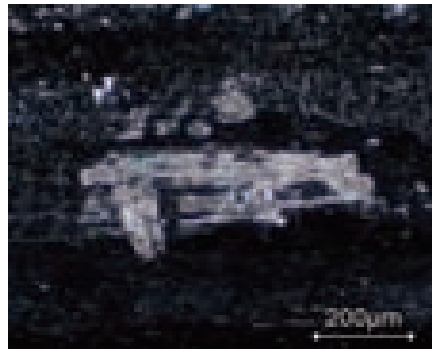
(a) 仕上げ研磨前 (明視野)



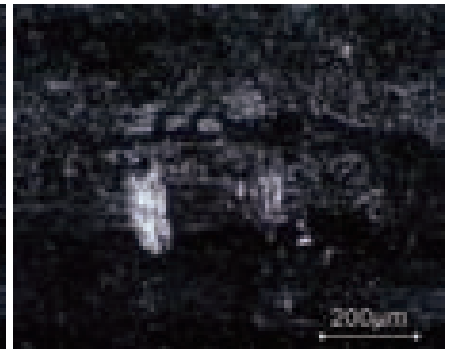
(b) 仕上げ研磨後 (明視野)



(b) 仕上げ研磨後



(c) 仕上げ研磨前 (暗視野)



(d) 仕上げ研磨後 (暗視野)

図 3. 仕上げ研磨による凝着物除去

図 4. 超音波研磨不良面における仕上げ研磨

3. 超音波研磨不良面における仕上げ研磨

現状では、金型の研磨部の形状（パンチ外周面、ダイス内周面など）によって、超音波研磨の工具の接触状態が変化し、超音波研磨の仕上がりに違いが生じている。特に、ダイスの内周面のような負の曲率を持つ部分において、工具の接触状態が不安定になり、図 1 のような白色痕の発生が著しい。ここでは、そのような超音波研磨の不良面における仕上げ研磨について検討を行った。

図 4 (a), (b) は、光学顕微鏡を用いて明視野で観察した仕上げ研磨前後の CVD ダイヤモンド膜の超音波研磨不良面の様子である。凝着物はわずかに残っているものの、仕上げ研磨によってほとんど除去されている。しかし、仕上げ研磨によって、新たに膜のチップングが発生していることがわかる。これは、脆性材料である CVD ダイヤモンド膜表面に面荒れ（超音波研磨の条件不良により膜表面が荒れている部分）が存在したことにより、仕上げ研磨において面荒れの谷部から亀裂が進展したことが原因と考えられる。

一方、図 4 (c), (d) は図 4 (a), (b) と同じ部分を暗視野で観察した様子であり、①凝着物、②面荒れ、③剥離（CVD ダイヤモンド膜の剥離により母材の超硬合金が露出している部分）が共に白色になっていることがわかる。凝着物を観察するには明視野の方が優れているが、肉眼などで観察する場合の見え方は暗視野に近いので、図 1 にある白色痕の中には凝着物以外にも面荒れ・剥離が混在していると考えられる。剥離については、仕上げ研磨で改善することが不可能であり、CVD による膜品質、膜と母材との密着性、

超音波研磨の条件等を適切に見直すことで改善する必要がある。面荒れについては、原理的にはダイヤモンド砥粒を使った工具による仕上げ研磨で除去することが可能である。そのためには、CVD ダイヤモンド膜にチップングを生じることなく良好な面性状が得られる研磨条件（工具形態、粒度、回転数、押付荷重等）を見出す必要がある。

4. まとめ

CVD ダイヤモンドコーテッド金型の超音波研磨工程で生じた凝着物を除去するため、仕上げ研磨の検討を行った。粒度#3000 程度のゴム砥石を用いることで、凝着物の除去が可能であることがわかった。また、凝着物以外にも、超音波研磨で生じた膜の面荒れ・剥離が白色痕として観察されることがわかった。現在は、仕上げ研磨において CVD ダイヤモンド膜にチップングを生じることなく、膜の面荒れを除去することを目指し、鋭意研究を進めている。

（平成 22 年 6 月 28 日受付，平成 22 年 8 月 20 日再受付）

文 献

- (1) 横澤毅，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 3 報）－砥粒レス超音波研磨法による平面研磨の試み」，精密工学会誌，Vol. 72，No. 8，pp. 1018-1023 (2006)
- (2) 横澤毅，寺西義一：「CVD ダイヤモンド膜研磨における研磨工具の検討」，東京都立産業技術研究センター研究報告，No.3，pp. 100-101 (2008)
- (3) 横澤毅，片岡征二，佐藤隆，藤巻吾吾：「CVD ダイヤモンド膜コーテッド工具の効率的研磨方法の検討－工具形状の影響」，平成 22 年度塑性加工春季講演会講演論文集，pp. 279-280 (2010)

ノート

CVD ダイヤモンド膜コーテッド工具の効率的研磨方法の検討

横澤 毅^{*1)} 藤巻 研吾^{*1)} 片岡 征二^{*2)} 佐藤 隆^{*3)}

Examination of the efficient polishing of CVD diamond film coated tools

Tsuyoshi Yokosawa^{*1)}, Kengo Fujimaki^{*1)}, Seiji Kataoka^{*2)}, Takashi Sato^{*3)}

キーワード : CVD ダイヤモンド膜, ドライ加工, 研磨

Keywords : CVD diamond film, Dry press, Polishing

1. はじめに

ドライプレス加工用工具としてダイヤモンド膜コーテッド工具が期待されている。しかし、曲面にコーティングされたダイヤモンド膜の研磨方法がこれまでなく、実用化を遅らせていた。そこで、曲面にコーティングされたダイヤモンド膜の研磨を可能とする砥粒レス超音波研磨法を開発し、絞りダイスの肩部や内面、抜きパンチの内面にコーティングされたダイヤモンド膜の研磨を可能にした。ところが、その研磨時間は、例えば、直径 36mm 高さ 50mm のパンチの上部 5mm 部分にコーティングされたダイヤモンド膜表面を研磨するのに約 10 時間を要している。そこで本研究では、研磨時間をこれまで以上に短縮させる目的で、研磨工具と被研磨物との接触面積が研磨効率に及ぼす影響について検討する。

2. 研磨工具形状の検討

これまで開発してきた、曲面にコーティングされたダイヤモンド膜の研磨方法である砥粒レス超音波研磨法とは、ダイヤモンド膜にカーボンと反応しやすい超音波振動する研磨工具を点接触させ、そのときに発生する摩擦熱と機械的な破壊力を利用した研磨方法である。本方法では、図 1 に示すように超音波振動する研磨工具に送りをかけ、生じた線状の研磨痕を、わずかずつオーバーラップさせることで研磨を行う。

従って、研磨効率を上げる方法の一つとして、研磨工具の研磨面への接触幅を広くすることで研磨痕の幅を広くし、ピックフィードピッチを大きくする方法が考えられる。そこで、これまでの研磨工具の研磨面との接触部の形状は、点接触させるために図 1(a)に示すように凸曲面にしたが、研磨工具の研磨面への接触幅を広くするために、図 1(b)に示すように接触部の形状を矩形にした。

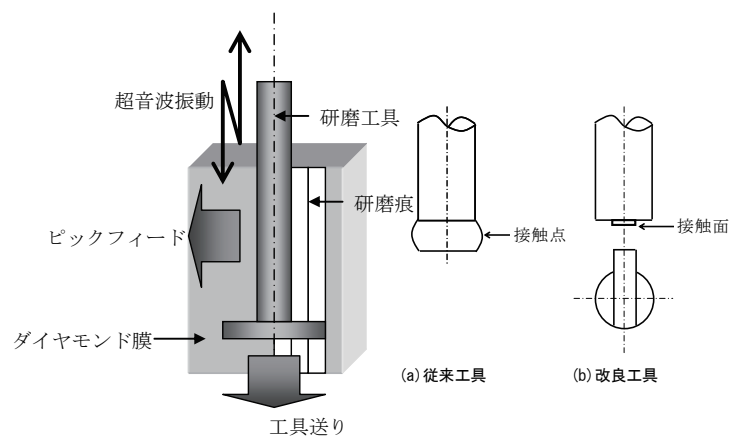


図 1. 研磨方法及び工具形状

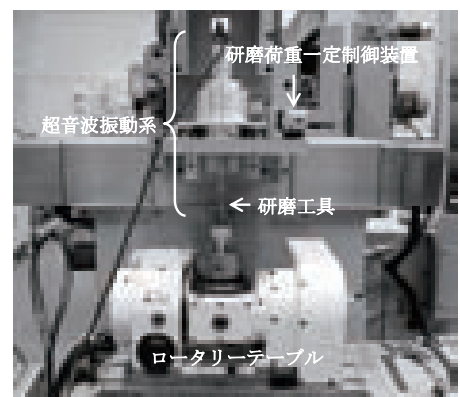


図 2. 実験装置

3. 実験装置及び方法

3.1 実験装置 図 2 に実験装置を示す。本装置は既存の NC フライス盤に Z 軸を中心とした回転、及び被研磨物を固定するテーブルの傾斜が可能な回転テーブル、超音波振動系、研磨荷重を常に一定に保つことができる一定荷重制御装置を取り付けた装置であり、曲面にコーティングされたダイヤモンド膜を研磨するために開発された装置である。

*1) 先端加工グループ
*2) 湘南工科大学
*3) 有限会社ノンク

被研磨物は、角柱の超硬基材にダイヤモンド膜のコーティングを施したものを使用する。なお、研磨範囲は一研磨条件につき $5\text{mm} \times 5\text{mm}$ である。研磨面は SEM 観察及び表面粗さ測定によって評価した。表面粗さは研磨面の任意の 5 点を測定し、最大高さ粗 (Rz) で評価を行った。

3.2 研磨方法及び条件 研磨方法は図 1 に示すように、超音波振動する研磨工具を振動方向に送り、創生される線状の研磨痕を重ね合わせる方法である。

研磨工具の材質はタンタル、工具長さは 62.3mm 、研磨工具の研磨面との接触部の寸法は縦 2mm 、横が 1mm 、 2mm 、 3mm の 3 種類である。

超音波振動の周波数は 27kHz 、振幅は $10\mu\text{m}_{\text{p-p}}$ 、工具送り速度は $10\text{mm}/\text{min}$ である。また、研磨荷重は一定とした。

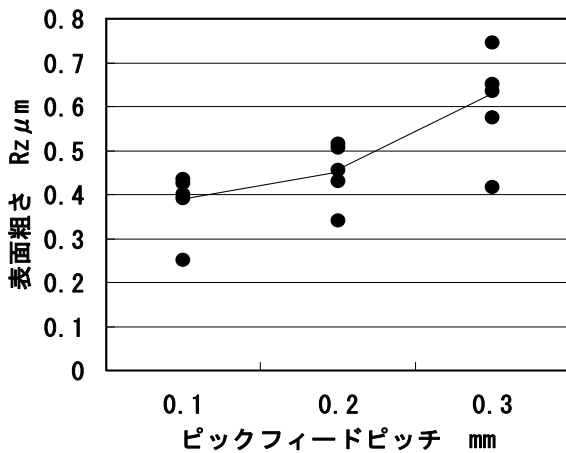


図 3. ピックフィードピッチと表面粗さの関係

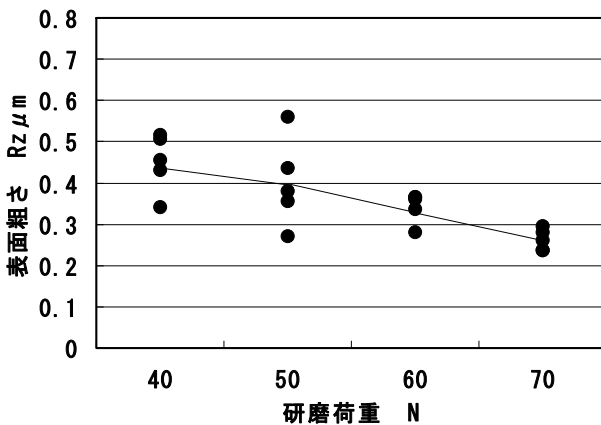
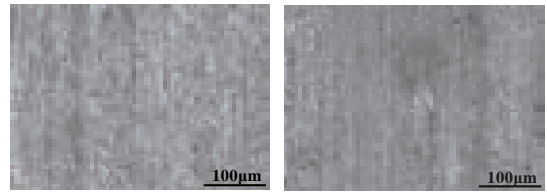


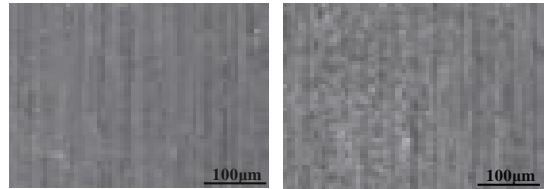
図 4. 研磨荷重と表面粗さの関係

4. 研磨面の比較

研磨面との接触部の寸法が $2\text{mm} \times 1\text{mm}$ の研磨工具で、研磨荷重を 40N とし、ピックフィードピッチを 0.1mm 、 0.2mm 、 0.3mm とした時の表面粗さの変化を図 3 に示す。ピックフィードピッチを大きくすると、表面粗さは大きくなる傾向にある。これはピックフィードピッチを大きくすると均一に研磨できずに、ダイヤモンド膜の凹凸が比較的大きな状態で残っ



(a) 荷重 70N (a) 荷重 80N
図 5. ピッチ 0.3mm の研磨面状態 ($2\text{mm} \times 2\text{mm}$)



(a) ピッチ 0.3mm (b) ピッチ 0.4mm

図 6. 研磨荷重 80N の研磨面状態 ($2\text{mm} \times 3\text{mm}$)

ていることが原因であると考えられる。

図 4 にピックフィードピッチを 0.2mm とし、研磨荷重を 40N から 70N まで変化させたときの表面粗さの変化を示す。研磨荷重を大きくすると、表面粗さは小さくなる。これは、荷重を大きくすることで均一に研磨が行われ、ダイヤモンド膜の凹凸が小さくなるためであると考えられる。

研磨面との接触部の寸法が $2\text{mm} \times 2\text{mm}$ の研磨工具で、研磨荷重を 70N 、 80N とし、ピックフィードピッチを 0.3mm としたときの研磨面の状態を図 5 に示す。荷重 70N で研磨した研磨面はダイヤモンド膜の凹凸が大きな状態で残っているが、荷重 80N で研磨した研磨面は凹凸が小さくなり、滑らかに仕上げられている。

研磨面との接触部の寸法が $2\text{mm} \times 3\text{mm}$ の研磨工具で、研磨荷重を 80N とし、ピックフィードピッチを 0.3mm 、 0.4mm にしたときの研磨面の状態を図 6 に示す。 0.3mm のピックフィードピッチで研磨した場合には、ダイヤモンド膜の凹凸が小さくなり、滑らかな研磨面に仕上げられているが、 0.4mm の場合には、大きな凹凸が残っているのが認められる。

以上の結果から、研磨工具の研磨面との接触幅を広くすると共に高負荷の研磨荷重で研磨を行えば、大きなピックフィードピッチで研磨できることが確認された。即ち、研磨工具の研磨面への接触幅が広がるように成形された研磨工具で研磨を行えば、研磨効率の向上を図ることができる。

5. まとめ

研磨効率の向上を目的に、研磨工具の研磨面との接触部の形状を検討した結果、次のことが明らかとなった。

- (1) 研磨工具の研磨面への接触幅が、広がるように成形された研磨工具で研磨を行えば、研磨効率を向上させることができる。
- (2) 研磨工具の研磨面への接触幅を広くして研磨を行う場合には、研磨荷重を大きくする必要がある。

(平成 22 年 6 月 17 日受付、平成 22 年 8 月 20 日再受付)

DLC 膜中含有水素の測定と DLC 膜特性の評価

藤巻 康人*¹⁾ 中尾 節男*²⁾ 上田 志津代*³⁾ 寺山 暢之*⁴⁾ 笹倉 大督*⁵⁾ 基 昭夫*⁶⁾

Measurement of the hydrogen content in DLC coating and evaluation of the film property

Yasuto Fujimaki*¹⁾, Setsuo Nakao*²⁾, Sizuyo Ueda*³⁾, Nobuyuki Terayama*⁴⁾, Daisuke Sasakura*⁵⁾, Akio Motoi*⁶⁾

キーワード: DLC, 含有水素量, 膜特性, 弾性反跳検出法, フーリエ変換型赤外分光分析, ボール研磨法膜厚測定

Keywords: DLC, Hydrogen content, Film property, ERDA, FT-IR, Calotest

1. はじめに

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) は, 低摩擦・低摩擦といった特性から, 摺動部品や工具, 金型等に用いられているが, 含有水素量によって硬度や内部応力等膜の特性が変わることが知られている。従来から水素量測定に用いられている弾性反跳検出 (ERDA) 法は高価であるため, 通常は膜の硬さ測定によって間接的に大まかな水素量の推定を行っているが, 製品用途に応じた適切なコーティング条件を設定するために, DLC 膜を迅速・非破壊に評価できる手法が求められている。一方, フーリエ変換型赤外分光分析 (FT-IR) 法は結合水素量しか観測できないが, 容易に非破壊で測定できることから, 含有水素量の簡易評価法としての適用が期待できる。そこで PVD 法, PBII 法および CVD 法を用いて含有水素量の異なる DLC 膜を作製し, ERDA 法と FT-IR 法における測定結果の相関性を調べた。また, 含有水素量と DLC 膜特性の関係について, 摩擦試験による耐剥離性を比較検討した。

2. 供試材および試験方法

2.1 供試材 供試材の一覧を表 1 に示す。含有水素量測定試料は Si 基盤に 100nm 厚で DLC を直接コーティングし, 膜厚および耐久性測定試料は超硬鏡面ディスク上に中間層と DLC を約 1 μ m 厚でコーティングした。

表 1. 供試材の成膜方法

成膜手法	試料番号	成膜ガス	基板バイアス (V)
PVD	1	Ar+C ₂ H ₂	-100
	2	Ar+C ₂ H ₂ +H ₂	-100
	3	Ar+CH ₄	-100
	4	Ar(水素フリー)	-100
PBII	5	C ₆ H ₅ CH ₃	-15,000
	6	C ₆ H ₅ CH ₃	-10,000
	7	C ₆ H ₅ CH ₃	-5,000
CVD	8	Ar+C ₂ H ₂	-600
	11	Ar+C ₂ H ₂	-500
	9	Ar+C ₂ H ₂	-400
	10	Ar+C ₂ H ₂	-300

2.2 試験方法および評価法 含有水素量の測定には ERDA 法を用い, 結合水素量の測定には FT-IR 法を用いた。FT-IR 法は, 高真空下で透過法により測定した。コーティング皮膜の膜厚はカロテスト法, 硬度はナノインデントを用いて測定した。摩擦試験はボールオンディスク型摩擦消耗試験機を用い, Φ 6mm SUJ2 ボール 3 個を大気中 (28 $^{\circ}$ C, 62%RH)・無潤滑・摩擦速度 31mm/s で摺動させた。負荷荷重は摩擦距離 10m ごとに 100N から 1000N まで段階的に増加させ, 摩擦係数が急激に上昇した荷重を耐久荷重とした。また, 摺動面は金属顕微鏡による表面観察を行った。

3. 結果と考察

3.1 ERDA 法と FT-IR 法の相関性 表 2 に ERDA 法による含有水素量の測定結果を示す。ERDA 法によって得られた含有水素量を真値, FT-IR 法によって得られた C-H 基吸収帯の相対ピーク面積値を結合水素量として比較したとき, 両者の間に $R^2=0.83$ の高い相関性が認められた (図 1)。これは, DLC 膜中含有水素量の定量に FT-IR 法が適用可能であることを示唆している。

表 2. 含有水素量の測定結果

成膜手法	成膜番号	含有水素量(at%)	
		ERDA	FT-IR
PVD	1	24.8	23.9
	2	25.4	27.6
	3	33.3	31.3
	4	4.8	—
PBII	5	19.0	—
	6	19.7	—
	7	21.3	—
CVD	8	24.0	24.1
	11	24.8	—
	9	32.7	33.6
	10	34.4	34.3

3.2 含有水素量と硬度の相関性 含有水素量と硬度の関係を図 2 に示す。PVD-DLC, CVD-DLC ともに, 水素量が少ない皮膜ほど硬度が高くなっており, 最大硬度は PVD-DLC で 41GPa, CVD-DLC で 26GPa であった。また, 同じ水素量であっても CVD-DLC よりも PVD-DLC の方が約

*1) 城東支所

*2) 独立行政法人 産業技術総合研究所

*3) 株式会社 不二越

*4) 神港精機 株式会社

*5) ブルカー・オブティクス株式会社

*6) パナテック

15GPaほど硬度が高かった。

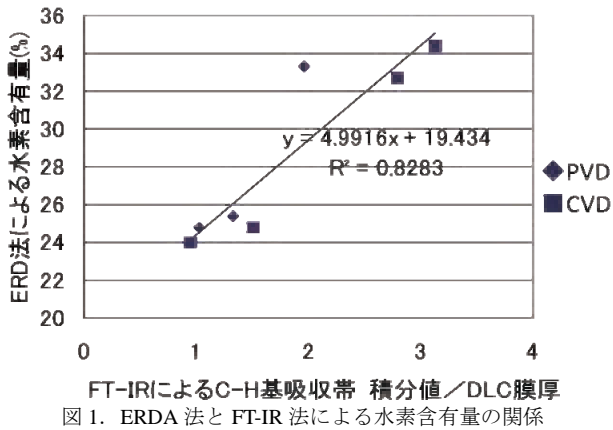


図1. ERDA法とFT-IR法による水素含有量の関係

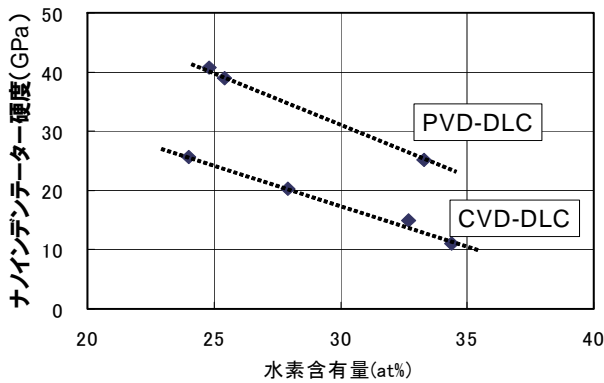


図2. 含有水素量と硬度の関係

3.3 膜厚測定結果 カロテスト法による膜厚測定を行った結果を図3に示す。DLCの膜厚はPVD法で0.8~1.1μm, CVD法で1.3~1.7μmだった。試験後の膜表面に膜厚による明確な差異は見られず、本実験で用いた膜厚のばらつき(〜20%)程度では機械的性質や耐久性に大きな影響は与えないと推察された。

3.4 含有水素量とDLC皮膜の耐久性 各DLCのボールオンディスク試験結果を図4に示す。

PVD-DLCにおいては、含有水素量が24.8at%, 25.4at%および水素フリーDLCの耐久荷重は400~600N, 摩擦係数は0.14~0.2である一方、水素量が33.3at%のDLCの耐久荷重は1000N以上と高く、摩擦係数も0.06と低かった。高耐久皮膜を形成するには、中間層の最適化に加えて、皮膜の含有水素量をおおよそ30at%以上に制御することが望ましいと考えられる。

CVD-DLCにおいては、水素量24.8at%のDLCは耐久荷重が600N, 水素量33.6at%, 34.3at%のDLCでは1000N以上の耐久荷重を示した。摩擦係数も約0.1と低い値で安定しており、含有水素量が多いほど硬度が低く、耐久荷重が高くなる傾向があることがわかった。これは軟らかい皮膜ほど内部応力が小さく、高い耐久力を有しているためと考えられる。またCVD-DLCよりもPVD-DLCの方が、硬い皮膜であっても耐久荷重が高くなる傾向も認められた。

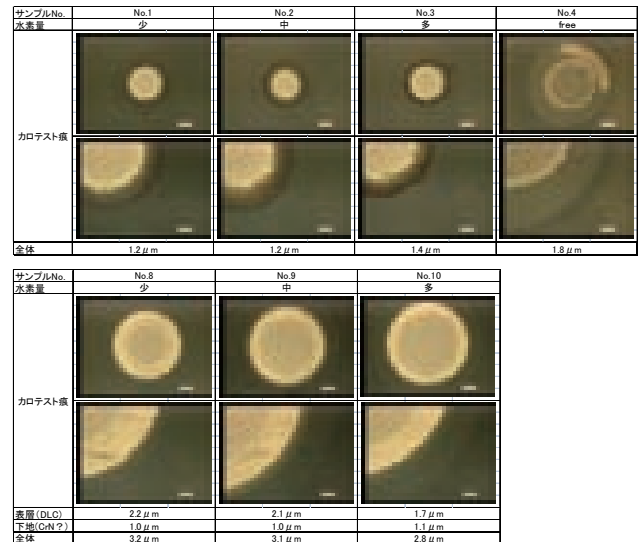


図3. カロテスト法による膜厚測定後のDLC膜表面

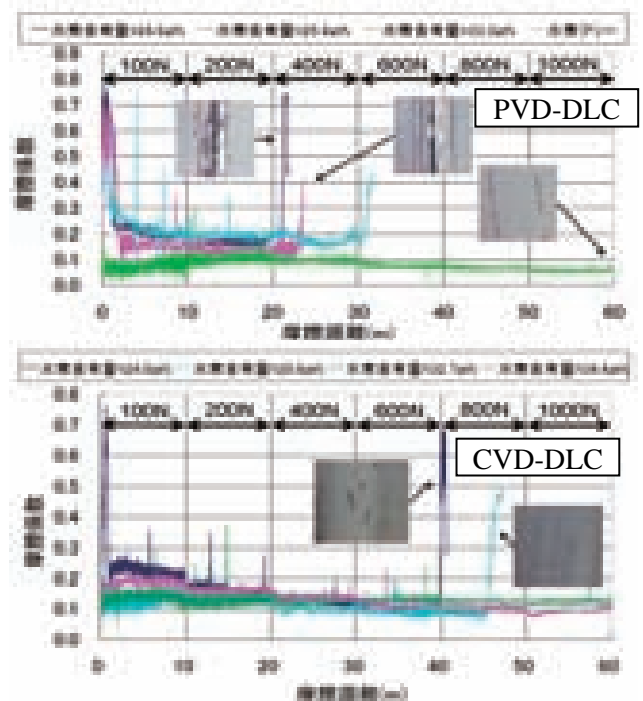


図4. ボールオンディスク試験結果

4. まとめ

- ①ERDA法による含有水素量とFT-IR法による結合水素量の間、 $R^2=0.83$ の高い相関性が認められた。
- ②DLC膜中含有水素量の増加に伴い、硬度と摩擦係数の低下および耐久性の向上が認められた。
- ③本研究での摩擦試験において高耐久皮膜を形成するには、含有水素量をおおよそ30at%以上に制御することが望ましいと考えられる。

(平成22年7月20日受付,平成22年10月20日再受付)

文 献

- (1) 斉藤秀俊 ほか: DLC膜ハンドブック, NTS, p.80-91(2006)
- (2) 基 昭夫 ほか: トライボロジー会議予稿集, p.405-406(2009)
- (3) 池永 勝: 高機能化のためのDLC成膜技術, p.126-138(2007)

ノート

高温におけるポリカーボネートの破壊挙動

清水 研一*¹⁾ 安田 健*²⁾ 飛澤 泰樹*¹⁾

Fracture behavior of a Polycarbonate at high temperature

Kenichi Shimizu*¹⁾, Takeshi Yasuda*²⁾, Taiki Tobusawa*¹⁾

キーワード：ポリカーボネート，脆性破壊，応力緩和，亀裂

Keywords：Polycarbonate, Brittle Fracture, Stress Relaxation, Crack

1. はじめに

ポリカーボネート射出成形品には、筐体の裏側のコーナ一やボス・リップの根元、インサートした金属部品周り、部品同士のはめ込みに用いられる所謂ツメなどの部位に切り欠き状の構造が存在することが多く、継続的なひずみもしくは荷重が負荷されて使用されている。このように使用されているポリカーボネート射出成形品が、製品を組み立てた時点では何ら異常が無いにも関わらず、数日から1年後に切り欠き状構造から破壊することがある。このときの破面は図1のように巨視的に脆性的であり、周期の短い同心円状の凹凸が存在する特徴がある。原因の類推あるいは対策の効果を検討するにあたり、図1のような破面を再現することが重要である。しかしながら、ポリカーボネートのように平滑材の一軸伸張変形では延性的な材料でも、切り欠きを有する場合には脆性的に破壊することがあるが、試験速度が1~500mm/minの引張試験や曲げ試験、ハンマースピードが3.5mm/sのシャルピー衝撃試験によって図1の破面を再現することはできない。



図1. 脆性的な破面の例

そこで、既知の使用状況であるポリカーボネートの切り欠き状構造に継続的なひずみがかかる状況を図1のような

脆性破壊の生成要因と仮定し、切り欠きを有する試験片の応力緩和試験による破面の再現を試みた。この状況では、破壊に長時間を要すると予想されるため促進評価方法も課題となる。高温での負荷は、以下の理由により破壊の促進方法に成り得ると考え、この効果についても検討した。

破壊の様相が延性的であっても脆性的であっても、高分子材料の破壊は分子間結合もしくは分子内結合の切断の過程のいずれかの過程を経ることは明らかであろう。いずれの過程を経るにせよ、高分子鎖は熱エネルギーを獲得して元の状態から次の状態に遷移することになる。こうした考え方から、高分子材料の破壊過程を速度論的に扱った理論は(1)式のようなアレニウス型の式を予測している⁽¹⁾。この式は応力大きいほど、また、高温ほどより早く破壊が起こることを意味している。

$$t = t_0 \exp\left(\frac{(\Delta F - \alpha\sigma)}{kT}\right) \dots \dots \dots (1)$$

ここで、 t は破壊までに要する時間、 t_0 は定数、 ΔF は活性化エネルギー、 α は活性化体積、 σ は応力、 k はボルツマン定数、 T は絶対温度である。

2. 実験方法

試料には市販の厚さ5mmのポリカーボネート押出成形板を用いた。試料を長さ80mm、高さ10mmに切断した後、等角プライスを用いて長さ方向の中央部に深さ2mm、先端半径0.02mmのV字の切り欠きを加工して試験片とした。切り欠き部を引張側とし、オートグラフAG-10TD(株式会社島津製作所)を用いて支持台間距離を64mmとした定ひずみ速度の曲げ試験および応力緩和試験を行った。定ひずみ速度の曲げ試験は試験速度5mm/minで行った。応力緩和試験は23℃もしくは70℃の下で、50mm/minの試験速度で所定のひずみ量まで変形させ、その後30分間一定のひずみ量に保持して行った。試料の観察にはデジタルマイクロスコープVH-8000(株式会社キーエンス)を用いた。

3. 結果と考察

図2は23℃における定ひずみ速度の曲げ試験時の応力一

*¹⁾ 材料グループ*²⁾ 繊維・化学グループ

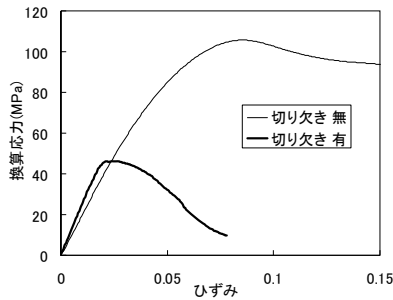


図2. 応力-ひずみ曲線

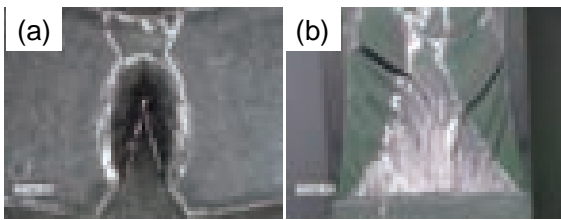
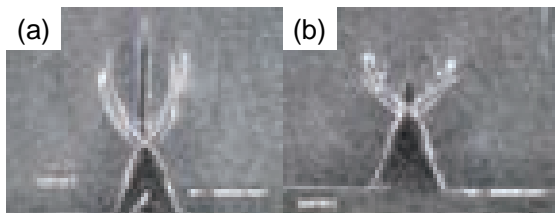


図3. 定ひずみ速度曲げ試験後の試験片の概観(a)と破面(b)

ひずみ曲線である。応力-ひずみ曲線は切り欠きの有無によらずひずみの小さい領域では弾性的である。切り欠きの無い試験片の最大応力は約 105MPa であるのに対し、切り欠きのある試験片の最大応力は約 45MPa と小さく、この時のひずみ量は約 0.02 であった。最大応力を示すひずみ以上では、切り欠きの無い場合に比べて応力は急激に低下した。試験後の試験片の概観(図3(a))は、塑性変形領域に亀裂が進行しており、切り欠き先端付近では亀裂の進行に先んじて塑性変形が進んでいたと考えられる。このため、破面は延性的であった(図3(b))。

図4. ひずみ量 0.03 での応力緩和試験後の試験片の概観
(a) : 23°C, (b) 70°C

最大応力を示すひずみより大きいひずみ量 0.03 に設定した応力緩和試験後の試験片の切り欠き先端付近の概観を図4に示す。試験温度が 23°C の場合(図4(a))も 70°C の場合(図4(b))も切り欠き先端から深さ方向と平行な方向に進行した一本の亀裂の他に、切り欠き先端から斜め方向に生じた塑性変形が観測され、いずれの場合も破壊の様相は脆性破壊とは異なった。亀裂の長さは 23°C では塑性変形領域より長く、約 3mm に成長したが、70°C では塑性変形領域より短く、約 1.5mm であった。すなわち、高温において亀裂の進行が遅延された。この結果は、切り欠き先端から斜めに生じた塑性変形がひずみを与える過程で起こり、高温ほ

ど容易に塑性変形が起こるため、亀裂進行に必要なひずみエネルギーを低下させるためと考えられる。

そこで、塑性変形が起こらないと期待できるひずみ量 0.01 に設定した応力緩和試験を行った。試験後の試験片の切り欠き先端付近の概観を図5に示す。試験温度が 23°C の場合(図5(a))も 70°C の場合(図5(b))も切り欠き先端付近の塑性変形は認められず、切り欠き先端から深さ方向と平行な方向に一本の亀裂が生じており、破壊の様相は脆性的であった。亀裂の長さは 23°C でも 70°C でも約 0.1mm であり、高温において亀裂の進行は促進も遅延もされなかった。

これらの試験片にさらに荷重を負荷して破壊させた破面(図6)を観察すると亀裂発生部の破面は延性的であった。切り欠きのあるポリカーボネートの引張試験では、応力-ひずみ曲線の弾性域で、切り欠き先端にその半径程度の領域にすべり線が交差した塑性変形域が観察され、その先端に亀裂が生じている⁽²⁾。本研究では、切り欠き先端半径が 0.02mm と小さいため図5にこれに相当する塑性変形域は認めにくくだけであり、切り欠きのあるポリカーボネートに継続的なひずみを加えたときの破壊の様相は定ひずみ速度試験の場合と本質的な差はないのかも知れない。

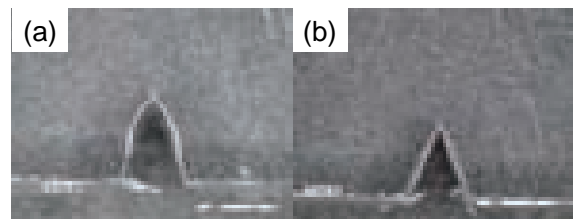
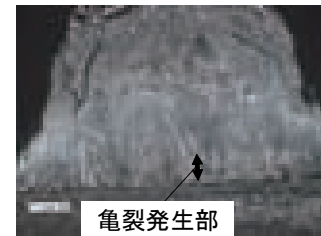
図5. ひずみ量 0.01 での応力緩和試験後の試験片の概観
(a) : 23°C, (b) 70°C

図6. ひずみ量 0.01 での応力緩和試験後の試験片の破面

4. まとめ

ポリカーボネートの切り欠き状構造に継続的なひずみが加わる状況は、脆性破壊の十分条件ではないことが分かった。また、高温での荷重負荷が破壊を促進することも確認できなかった。分子量の大小やエージングの有無による材料そのものの靱性の差を興味した検討が必要である。

(平成 22 年 7 月 2 日受付, 平成 22 年 8 月 20 日再受付)

文 献

- (1) 成沢郁夫. 高分子材料強度学. オーム社, 1982, 353p., ISBN978-4-274-11955-2
- (2) 西谷弘信, 百武秀: 「切欠きをもつ PC 平板の延性・脆性を支配する力学的因子」, 日本機械学会論文集 (A 集), Vol.49, No.445 pp.1071-1075 (1983)

ノート

アリルイソチオシアネートを抗菌成分とした徐放型製剤の開発

飯田 孝彦*¹⁾ 岩崎 正良*²⁾ 原 猛男*²⁾ 小沼 ルミ*¹⁾宮崎 巖*¹⁾ 濱野 智子*¹⁾ 瓦田 研介*¹⁾

Development of a sustained release preparation made with allyl isothiocyanate as a fungicide

Takahiko Iida*¹⁾, Masayoshi Iwasaki*²⁾, Takeo Hara*²⁾, Rumi Konuma*¹⁾, Iwao Miyazaki*¹⁾, Tomoko Hamano*¹⁾, Kensuke Kawarada*¹⁾

キーワード：アリルイソチオシアネート, 徐放型製剤

Keywords: Allyl isothiocyanate, Sustained release preparation

1. はじめに

真菌の一種であるかびによる微生物汚染は、工業製品から生活用品まで広範囲に発生し、製品の品質や機能低下を引き起こす。そのためさまざまな対策が取られているが、製品の保管や輸送用コンテナ内では、空中に浮遊している胞子に起因するかび汚染が発生し、深刻な問題となっている。しかし、空中浮遊菌に有効な徐放型防かび剤の開発は進んでいない。

一方、近年抗菌剤原料として安全性の高い天然由来物質が注目され、例えば、わさびやからしに含まれるアリルイソチオシアネート(AITC)が、病原性細菌、かび、酵母などに対し抗菌性効果があることが報告されている⁽¹⁾。しかし、AITCは揮発性が高く制御が難しいため⁽²⁾、ガス透過性膜で被覆した製剤が食品保存用に利用されているに過ぎない⁽³⁾。

そこで、AITCを原料とした新規徐放型防かび剤の開発を目的に、最初にAITCの気相接触での防かび性能を検討した。次にAITCの揮発速度を制御するため、AITCをゲル化剤のエチルシリケート加水分解液と混合後、触媒を用いた硬化反応により固体状の製剤を調製した。さらに得られた製剤の使用時のAITC気相濃度や持続性を検討した。

2. 実験方法

2.1 AITCの防かび性能 JIS Z 2911⁻²⁰⁰⁶ かび抵抗性試験方法(一般工業製品の試験)で指定される5菌種に対する気相における防かび性能を、AITCと市販合成系防かび剤パラクロロメタキシレノール(PCMX)で比較した。

供試液は、AITC及びPCMX10w/w%のエタノール溶液を用いた。図1に示すように、ポリスチレン製滅菌シャーレ(内径90mm、高さ20mm)内の空間容積が100mlとなるように、ポテトデキストロース寒天(PDA)培地25mlを固化させ、各供試菌の単一胞子懸濁液を培地上に接種した。次に、シ

ャーレ上蓋内面のろ紙に供試液を滴下し、直ちに蓋をして密封した。滴下量は、供試液が全量気化した場合の理論濃度が0.0005~0.010%となるようにした。これを26±2℃、相対湿度90%以上で7日間培養し、かびの生育状況を観察した。結果判定は、JIS Z 2911⁻²⁰⁰⁶に準じて行った。

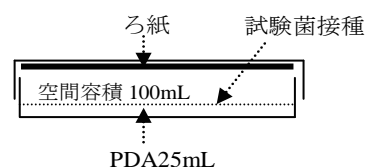


図1. 気相用防かび性能試験培地

2.2 AITC徐放型製剤の調製 AITCの含有量が、6、12%となるようにAITCとエチルシリケート加水分解液を混合し、硬化触媒として炭酸アンモニウム3%溶液を数滴添加し、硬化させゲル状の製剤を調製し供試製剤とした。

2.3 AITC気相濃度測定 AITCの気相濃度は、温度25℃に設定したアクリルデシケーター(内容積40 l)及び大型恒温器(内容積300 l)に、AITC含有率6%の供試製剤1g及び3gをガラス製試料管に入れ静置し、気中のAITC濃度変化をGC-FID(株島津製作所, GC-12A)により測定した。

2.4 製品の試作と持続性測定 AITC含有量が12%の製剤約80gをポリプロピレン製樹脂製容器(内容積約100ml)に充填、パッケージ加工した。製剤の揮発性を制御するため、キャップ上部には、直径約2mmの穴5ヶ所を開けた。これを室温で静置し、1週間毎に質量残量率を測定し試作品の持続性を検討した。

3. 実験結果と考察

3.1 AITCの気相接触での防かび性能 AITCとPCMXについて、供試菌5菌種の気相における防かび性能を比べた結果を表1に示す。Aspergillus nigerでは、PCMXがAITCより低濃度でかびの生育を抑制したが、それ以外の4菌種では、AITCがPCMXより低濃度で菌糸の生育を抑制

*¹⁾ 資源環境グループ*²⁾ 大晴産業株式会社

表 1. AITC 及び PCMX の気相におけるかび生長抑制試験結果(7 日目)

供試菌	Blank	AITC					PCMX					かび抵抗性判定基準(JIS Z 2911)
		0.0005%	0.001%	0.0025%	0.005%	0.010%	0.0005%	0.001%	0.0025%	0.005%	0.010%	
<i>Aspergillus niger</i>	2	2	2	痕跡	0	0	2	1	0	0	0	シェーレ表面のかび発生状況 0 : かび発生が認められない 痕跡 : 僅かなかびの発生が有り 1 : かび発育面積が、全面積の1/3未満 2 : かび発育面積が、全面積の1/3以上
<i>Penicillium citrinum</i>	2	2	痕跡	0	0	0	2	2	痕跡	0	0	
<i>Rhizopus oryzae</i>	2	2	2	2	0	0	2	2	2	2	2	
<i>Cladosporium cladosporioides</i>	2	痕跡	0	0	0	0	2	2	痕跡	0	0	
<i>Chaetomium globosum</i>	2	2	0	0	0	0	2	2	0	0	0	

した。特に、PCMX は *Rhizopus oryzae* に対して最高濃度 0.010% においても抑制できなかったが、AITC は気相濃度 0.005% 以上でかびの発生を完全に抑制できた。AITC, PCMX とともにすべての菌種でかびの発生抑制が認められたが、全体的に PCMX よりも AITC が低濃度でかびの発生を抑制していた。

かびの発生を促進する目的で、PDA 培地を使用し高濃度の孢子懸濁液を接種、26±2℃、相対湿度 90% 以上の条件で培養していることを考えると、AITC には気相接触において強い防かび作用を有することが明らかになり、市販防かび剤と同等以上の防かび性能を示した。また、試験に用いたかび 5 菌種のなかでも、かびの生長には差が見られ、AITC のかびに対する抗菌性の強さは菌種により異なることも明らかになった。

3.2 AITC 気相濃度 アクリルデシケーター及び大型恒温器内で供試製剤を徐放させて AITC の気相濃度を測定した結果を図 2 に示す。AITC の気相濃度は、徐放開始後の数時間で急激に増加し、概ね 24 時間後に平衡となり、アクリルデシケーター内で約 45ppm、大型恒温器内で約 6ppm に達していた。空中浮遊菌として知られてる *Cladosporium cladosporioides*, *Penicillium citrinum* などのかびに対して、AITC は気相濃度 10ppm 程度で生育を阻止できることが知られており³⁾、開発した徐放型製剤は、かびの生育抑制に必要な AITC の気相濃度にほぼ到達できたことを示した。

3.3 試作品と徐放持続性 パッケージ加工処理した試作品を図 3 に示す。また、試作品を室内に静置し、質量残量率を測定した結果を図 4 に示す。AITC はパッケージ加工を行わずゲル状製剤のままでも揮発性がかなり制御できたが、AITC の担持体であるゲル状物質が乾燥収縮し、概ね 10 日間程度で質量減少が見られなくなり徐放が終了した。一方、パッケージ加工処理を行った場合は、製剤の揮発性がさらに制御され 2 ヶ月以上徐放が続くことが明らかになった。

4. まとめ

わさび、からしに含まれる抗菌成分 AITC を原料に、保管庫や輸送コンテナに利用できる新規徐放型防かび剤を開発し、市販合成系防かび剤と同等以上の防かび性能を示した。(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 10 月 15 日再受付)

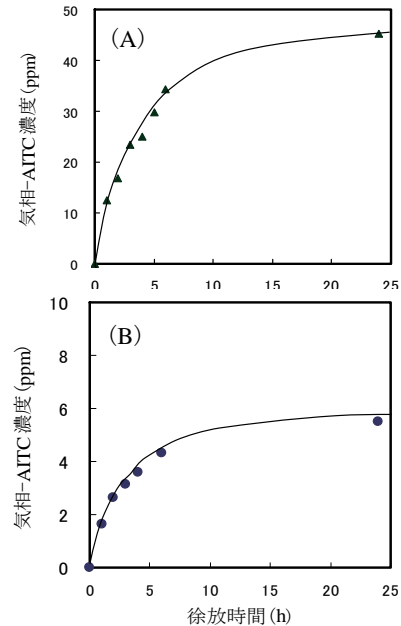


図 2. 徐放時間と気相 AITC 濃度の関係 (25℃)
 (A) : アクリルデシケーター (40 L)
 (B) : 大型恒温槽 (300 L)



図 3. 試作パッケージ品

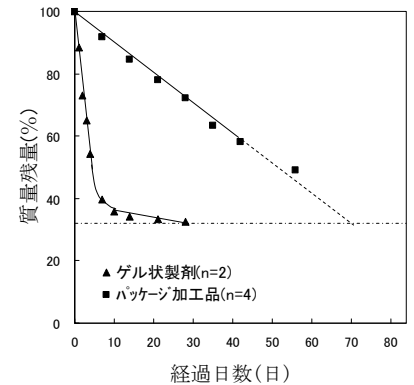


図 4. 容器の形態と質量残量 (%)

文 献

(1) 木苗直秀, 増田修一: 「沢わさびの機能性」, 日本食品素材研究会誌, Vol.11, pp.64-74(2008)
 (2) Yasushi Sekiyama, Yuichi Mizukami, Asami Takeda, Shoko Murata : “Vapor Pressure and Stability of Allyl Isothiocyanate”, J.Food Hyg. Soc. Japan, Vol.35, pp.365-370(1994)
 (3) 城戸浩胤, 井伊重雄, 土屋敦子: 「日持ち向上剤による保存技術 ②ワサビ・カラシ抽出物」, 防菌防黴, Vol.37, 893-901(2009)

ノート

電鍍法によるナノインプリント対応微細金型の 形成工程の確立とその実用化

水元 和成^{*1)} 石東 真典^{*2)} 梶山 哲人^{*1)} 浦崎 香織里^{*1)}
 小林 道雄^{*3)} 井坂 悟志^{*3)} 吉野 智江^{*3)}

Establishment and practical use of a formation process for a microfabricated mold for nanoimprinting by electroforming

Kazunari Mizumoto^{*1)}, Masanori Ishiduka^{*2)}, Tetsuto Kajiyama^{*1)}, Kaori Urasaki^{*1)}
 Mitio Kobayashi^{*3)}, Satoshi Isaka^{*3)}, Tomoe Yoshino^{*3)}

キーワード：電鍍, ナノインプリント, 微細金型

Keywords: Electroforming, Nanoimprint, Microfabricated mold

1. はじめに

モールドを用いた転写によりナノメートルスケールの構造を形成する技術としてナノインプリント法⁽¹⁾があり,さまざまな応用を目指して技術開発が行われている。この技術ではモールドを転写することから,モールド形成の精度が重要な要素となる。また,モールドには材料としてシリコンやガラス,金属,炭素等が用いられるためこれらの部分的除去に,リソグラフィの後に高価な装置によるドライエッチングを組み合わせを行っているのが現状である。本研究では,ドライエッチング工程を省略し,リソグラフィのみによるパターン形状を元に電鍍を行う方法により,簡便な型の製作技術開発を目指し,ナノインプリント用の金型を形成する工程について検討した。

2. 実験内容

2.1 電子線描画 ガラス板にクロム層をコートした基板にポリメチルメタアクリレート系の電子線レジストを塗布した。1 μm 幅のラインアンドスペース(L/S)を電子線描画装置(EB)により描画した後,現像及びリンス工程を経てレジストパターンを作製した。さらに最小線幅100nmのL/Sや最小径40nmでアスペクト比1:10のドットパターンを作製し転写電鍍することを試みた。

2.2 電鍍 レジスト表面ははっ水性のため,ウェットプロセスでの電鍍は困難である。そのため,大気圧酸素ブ

ラズマ処理とUVオゾン処理による親水化を行った後,コバルト-ニッケル合金の無電解めっきにより導電性を付与した。無電解めっき膜をシード層として,ニッケル電鍍を行って金型を形成した。金型はメカニカルリフトオフを用いてレジスト基板から剥離し,レジスト残渣はアセトンやメチルアルコール等の有機溶媒により除去した。

2.3 インプリント 形成した金型を使用してアクリル樹脂に対してインプリントを試みた。

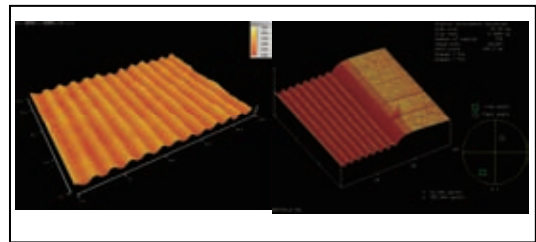


図1. EBによるパターン AFM 像

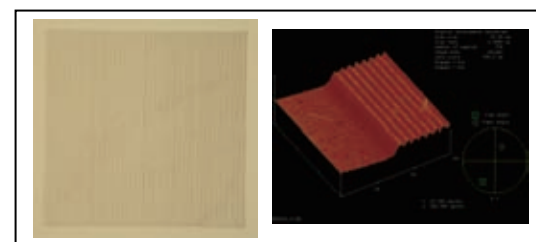


図2. 電鍍により形成した金型
光学像(左)とパターン部分 AFM 像(右)

*1) 資源環境グループ

*2) 東京大学生産技術研究所

*3) 株式会社ヒキフネ

3. 結果

クロムコートガラス基板上的レジスト(膜厚 ~500nm)に描画し $1\mu\text{m}\sim 300\text{nm}$ のL/Sや $500\text{nm}\sim 100\text{nm}$ のドットパターンを形成した(図1, 図2)。また, 文字等の描画も試みた。形成したパターンの最大範囲は $18\text{mm}\times 27\text{mm}$ である。パターンの形状評価は走査型電子顕微鏡(SEM)、原子間力顕微鏡(AFM)にて行った。レジストパターン表面の親水化処理として大気圧酸素プラズマ処理及びUVオゾン処理を検討した。両処理それぞれで親水化できる条件を得た(図3)。特にUVオゾン処理はレジストに対するエッチング量も少なく, めっきが直接できるためナノパターンへの適合性は高い。このことからレジストによるナノパターンからめっき工程により直接金型を形成しうることを示した。

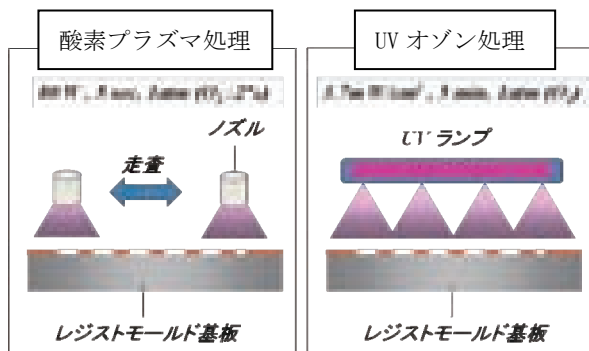


図3. 親水化処理の種類と最適条件

さらに最小線幅 100nm のL/Sや最小径 40nm でアスペクト比 $1:10$ のドットパターンを作製し電鍍を行った(図4)。その結果, L/Sで先端部のみ, 倍ぐらいの線幅での異常析出を起こしたり, ドットパターンが倒壊したり, パターンどうしが引き合っ傾斜してしまう現象が観察された。

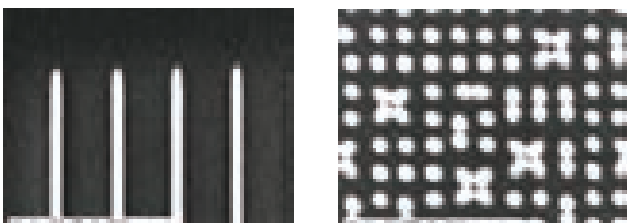


図4. 極微細化EB描画パターンSEM像

4. 考察

電鍍の転写精度において従来の結果では, 転写寸法で 500nm , アスペクト比 0.3 , 鏡面部表面粗さで数十 nm が限界であった⁽¹⁾。これらは従来の方法が電子線描画後にレジストをエッチングしパターンを形成し転写させ, さらにこ

れをもう一度転写させるという工程をとるために精度の限界があったと考えられる。

今回の研究ではUVオゾンエッチング法の適用により, 従来に比べ工程の短縮を図るとともに(図5), より微細化に対応することが可能となり, 鏡面部での平均表面粗さが転写前の母型の平均表面粗さと同じ数 nm の精度を得ることが出来た。

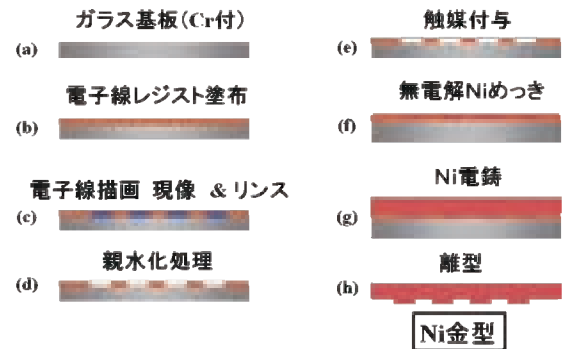


図5. 金型作製工程

また転写精度でも高低差約 65nm の凹凸についての転写が行えていることを確認した。これらの結果からエッチング工程でレジスト表面のダメージを極力少なくし, めっき可能な条件を探っていくことが重要であることが確認された。

最小線幅 100nm のL/Sの先端部の異常析出や, 最小径 40nm でアスペクト比 $1:10$ のドットパターンにおいて, パターンが傾斜している箇所が観察された。これは合金めっき皮膜が磁性皮膜であるため, 磁性によりパターン間に引力が作用し, 中心に向かって傾斜した結果であると考えられた。従って無電解めっき浴の種類を検討することで傾斜が改善される可能性が示唆された。

5. まとめ

電子線描画によるレジストパターンを鋳型とし, 導電性処理および電鍍によりナノインプリント用の金型を製作する工程を検討した。さらに, 作製した金型を使用し樹脂への極微細形状の転写を行い, パターン転写が可能であることを確認した。また複数のレジスト材料について検証を行った結果, 形状転写の対応可能な領域を広げることが可能となった。今後は, 高アスペクトパターン, 超微細パターン, 大面積パターン等への応用において電鍍の強度(信頼性)を高める必要がある。

(平成22年6月30日受付, 平成22年10月15日再受付)

文 献

- (1) 平井義彦:「ナノインプリントの発展と今後の展望」表面技術, Vol.59, No.10, pp.642-647(2008)

表面分析による過熱蒸気処理効果の解析

中村 勲^{*1)}

Investigation of superheated steam treatment effects by a surface analysis method

Isao Nakamura^{*1)}

キーワード：過熱蒸気処理，アルミニウム，水酸化アルミニウム，エックス線光電子分光分析

Keywords：Superheated steam treatment, Aluminum, Aluminum hydroxide, X-ray photoelectron spectroscopy

1. まえがき

過熱蒸気とは沸点より高い温度に加熱した水蒸気であり，大気圧では100℃以上の水蒸気のことを指す⁽¹⁾。過熱蒸気には，低温の物質に触れると凝縮し熱を与えて物質の温度を上げる水蒸気の性質と，過熱空気のように物質を加熱する性質がある。過熱蒸気処理は，このような性質を利用して，乾燥，洗浄，殺菌，食品加工および炭化・減容（廃棄物処理）など幅広い分野で用いられている処理方法である⁽²⁾⁻⁽⁵⁾。

過熱蒸気処理を表面処理手法として応用する場合には，表面で生じる作用を把握することは重要である。そこで本研究では，過熱蒸気が表面を洗浄する効果に着目し，アルミニウム板表面のコンタミ由来の炭素濃度変化を中心に，過熱蒸気曝露により生じる効果を表面分析および表面観察により検討した。

2. 実験方法

2.1 過熱蒸気処理 試料基板は工業用純アルミニウム（純度99.5%，A1050）とし，アセトン中で超音波洗浄を施した試料（以下，未処理Alという）と，表面にナノメートルオーダーの凹凸を持つ水酸化皮膜を付与する目的で沸騰純水中で5分間煮沸した試料（以下，熱水処理Alという）⁽⁶⁾の2種類を用意した。

図1(a)に過熱蒸気処理装置の外観を示す。ボイラー加



(a)外観 (b)炉体内部

図1. 過熱蒸気処理装置

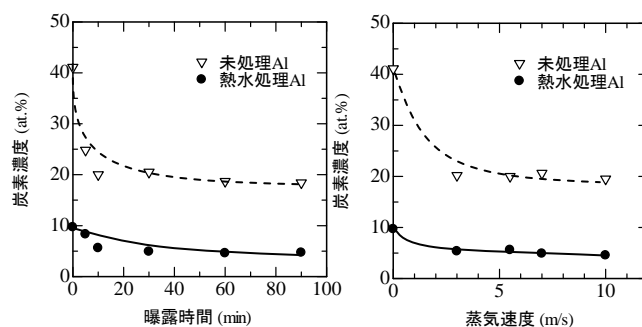
熱により水道水を100℃に加熱し，次に過熱蒸気発生装置にて2次加熱を行い100℃以上の過熱蒸気を得た。図1(b)の炉体内部に示すように，パイプ内に設置された試料に過熱蒸気が曝露される。蒸気噴出し口での過熱蒸気温度を270℃に設定した（図1(b)白丸部）。曝露時間は0,3,5,10,30,60および90min，蒸気速度を3.0,5.5,7.0および10.0m/sと変化させた。

2.2 評価方法 表面の組成および化学結合状態をエックス線光電子分光法（XPS）により測定した。Arイオンエッチングを併用した深さ方向元素分析を行った。Arイオンの加速電圧は1kV，エッチング速度はSiO₂換算で約2nm/sであった。高分解能走査型電子顕微鏡（FE-SEM）を用いて表面観察を行い，原子力間顕微鏡（AFM）により平均表面粗さRaを求めた。

3. 実験結果

3.1 表面炭素濃度変化 過熱蒸気曝露により，最表面のコンタミ由来の炭素濃度の変化をXPSにより測定した。蒸気速度を5.5m/sとして，曝露時間に対する最表面の炭素濃度変化を図2(a)に示す。曝露時間0minでは未処理Alおよび熱水処理Alの炭素濃度は，それぞれ9.7および41.1at.%であった。過熱蒸気に曝露することで炭素濃度は低減するが，曝露時間10min以降でそれぞれ20.0および5.6at.%と，ほぼ一定となった。

曝露時間を10minとしたときの，蒸気速度に対する炭素



(a)曝露時間変化 (b)蒸気速度変化
図2. XPSで測定した最表面の炭素濃

*1) 城南支所

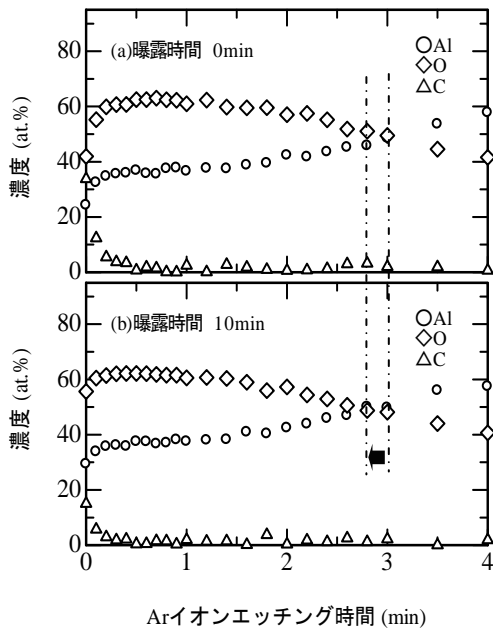


図3. XPSで測定した未処理Alの深さ方向分析

濃度変化を調べた(図2(b)).蒸気速度3.0m/sで未処理Alおよび熱水処理熱水処理Alの炭素濃度は低減するが、蒸気速度を上げても、炭素濃度の更なる低減は見られなかった。

3.2 深さ方向元素分析 次に未処理Alの過熱蒸気曝露前後の深さ方向元素分析を行った結果を図3に示す。横軸はArイオンエッチング時間(min)、縦軸は濃度(at.%)である。曝露時間0minではArイオンエッチング時間3minでアルミニウム(Al)と酸素(O)が交差し、清浄なアルミニウム面が現れる。それに対して、曝露時間10minではArイオンエッチング時間2.8minで清浄面が現れ、炭素(C)の分布層は曝露時間0minと比較して若干薄くなっている。

3.3 表面観察 過熱蒸気曝露による熱水処理Alの表面形態の変化を調べるために、FE-SEMにより表面観察を行った結果を図4に示す。曝露時間0minでは水酸化皮膜特有の形状が観察された(図4(a))のに対して、曝露時間10minでは角の取れた形状であった(図4(b))。表1にAFMにより熱水処理Alの平均表面粗さRaを求めた結果を示す。曝露時間0minのRaは30nmであり、曝露時間の経過と共にRaは減少し、90minでは21nmであった。

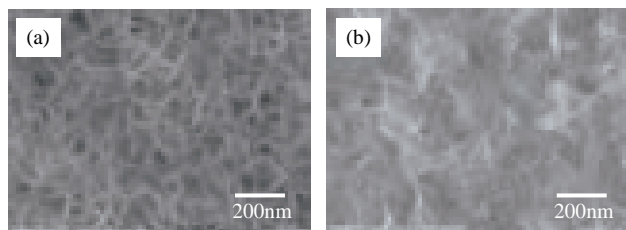


図4. FE-SEMで観察した熱水処理Alの表面写真

(a)曝露時間0min, (b)曝露時間10min

表1. AFMで測定した熱水処理Alの平均表面粗さRa

曝露時間 (min)	0	10	90
平均表面粗さ Ra (nm)	30	27	21

4. 考察

未処理Alおよび熱水処理Alに過熱蒸気処理をすることにより、表面のコンタミ由来の炭素濃度が低減し、表面粗さはナノメートルオーダーで減少した。これらの変化について、過熱蒸気が表面に及ぼす影響を熱の伝達と共に考察する。

伊與田ら⁽⁷⁾によると、過熱蒸気乾燥に用いられる150~350°Cの範囲では、対流熱、放射熱および凝縮熱が表面に与えられるとある。

はじめに室温の試料表面に吸着した過熱蒸気は凝集により水となる。次に本研究での過熱蒸気温度は270°Cであることから、上記の3つの熱が与えられ、凝集した水は再び過熱蒸気中に蒸発すると考えられる。この凝集から蒸発へ移行する際に、表面の炭素濃度の低減や表面形状の変化の効果が生じていると推察される。

5. まとめ

本研究では未処理Alおよび熱水処理Alに対して過熱蒸気処理が表面に及ぼす影響を検討し、以下の結論を得た。

- (1) XPS測定から未処理Alおよび熱水処理Alの表面炭素濃度が低減することが確認できた。その効果は曝露時間10minで一定となった。
- (2) XPS深さ方向分析から、過熱蒸気を曝露することにより未処理Alの炭素分布層が薄くなることを確認した。
- (3) FE-SEM観察およびAFM測定から、表面形態が変化し、平均粗さが減少することが確認できた。
- (4) 過熱蒸気処理を実際に適用する際には、試料ごとに最適条件を検討する必要がある。

謝辞

過熱蒸気処理に関して多大なご協力とご助言を頂きました株式会社三愛商会環境部奈良春夫様および水島信男博士に感謝いたします。

(平成22年6月30日受付, 平成22年8月20日再受付)

文 献

- (1) 鈴木寛一他:「過熱水蒸気技術集成」, NTS, p.3(2005)
- (2) 野田清治, 中井隆文, 片岡辰雄, 美濃秀志:「過熱水蒸気を用いたガラス基板端面洗浄技術」, 島田理化技法, No.20, pp.37-42(2008)
- (3) 青山康司, 重田有仁, 渡部緑, 渡邊弥生, 岡崎尚:「過熱水蒸気による食材・食品の殺菌」, 広島食工技研報, No.25, pp.29-32(2009)
- (4) 上原剛, 市田雪子, 岩井健:「過熱蒸気を用いた野菜蒸煮処理」, 宮崎県工業技術センター・宮崎県食品開発センター研究報告, No.46, pp.139-141(2001)
- (5) 牧田隆, 荒井和浩:「有機系放射性廃棄物の減容・安定化処理技術の開発」, 石川島播磨技法, Vol.43, No.4, pp.134-137(2003)
- (6) 軽金属製品協会編:「アルミニウム表面処理ハンドブック」, 軽金属出版, p380(1974)
- (7) 伊與田浩志, 西村伸也, 野邑奉弘:「過熱水蒸気乾燥における凝縮から蒸発への反転過程」, 日本機械学会論文集B, Vol.66, No.650, pp.169-176(2000)

ノート

炭素繊維強化プラスチックに対する熱弾性応力解析の検討

西川 康博*¹⁾ 櫻庭 健一郎*²⁾ 松原 独歩*²⁾ 安田 健*³⁾

Thermo-elastic stress analysis for carbon fiber reinforced plastics

Yasuhiro Nishikawa*¹⁾, Kenichiro Sakuraba*²⁾, Doppo Matsubara*²⁾, Takeshi Yasuda*³⁾

キーワード: 炭素繊維強化プラスチック, 熱弾性応力解析

Keywords: Carbon fiber reinforced plastic, Thermo-elastic stress analysis

1. はじめに

軽量化が要求される航空宇宙分野に用いられてきた炭素繊維強化プラスチックは, 自動車への適用をはじめ, 一般産業分野においても幅広く用いられている。特に近年では環境問題を考慮し, リサイクル可能な熱可塑性樹脂を母材とした炭素繊維強化熱可塑性プラスチックが注目されている。このような観点において, 実使用時におけるこれら材料あるいはその構造物の信頼性・安全性評価を行うことが重要な課題となっている。

信頼性・安全性評価手法の一つとして, 赤外線温度計測をベースとした熱弾性応力解析⁽¹⁾が知られている。熱弾性応力解析は材料や構造物を低レベルの負荷で加振することにより測定対象物に熱弾性効果(温度変化)を発現させ, 外力に同期した温度変化のみを赤外線検出器を用いて精度良く測定し, 応力情報を得る非破壊検査手法である。このため, 金属やプラスチックを素材とした製品の信頼性・安全性評価の有力な手法となっている。しかし, 炭素繊維強化熱可塑性プラスチックおよびその製品に対しては, 上述の解析法が適用された例はまだ少ない。

そこで本研究では, あらゆる材料・製品に対して適応できる信頼性・安全性評価手法の確立を目指して, 炭素繊維強化熱可塑性プラスチックに対して熱弾性応力解析を行い, 評価手法・計測条件等について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 熱弾性効果 気体と同様に固体においても圧縮・引張の荷重を急激に加えると, 変形が断熱的に行われ, 発熱・吸熱が生じる。この現象は熱弾性効果と呼ばれる。等方性材料であれば, 弾性限界内では温度振幅 ΔT と主応力 σ の変化(応力振幅) $\Delta\sigma$ の間に比例関係が成立し,

$$\Delta T = -T \alpha \Delta\sigma / \rho C_\sigma = -T K \Delta\sigma \quad K = \alpha / \rho C_\sigma \quad (1)$$

で表される。ここで, T は測定環境温度(絶対温度), α は

線膨張係数, ρ は密度, C_σ は応力一定のもとでの比熱, K は熱弾性定数と呼ばれる材料固有の値である。

2.2 材料 本研究では, 材料に繊維長 3mm の炭素繊維(GRANOC: 日本グラファイトファイバー)と熱可塑性樹脂のポリプロピレン(MA1B: 日本ポリプロ製)を用いた。これらの材料からなるペレットを原料として, 射出成形機(住友ネスタール: 住友重機械工業製)を用いて多目的試験片(JIS K7139)を作製した。

試験片の炭素繊維重量含有率は 10% (以後, 10%-CFRP) および 30% (以後, 30%-CFRP) とした。比較のために同形状・同寸法のアルミニウム(材質: A1100)試験片を用いた。各試験片の表面には黒体塗料を薄く塗布し, 熱弾性信号に重畳するノイズをできるだけ押さえた。

2.3 計測条件 疲労試験機(サーボパルサー: 島津製作所製)を用いて最大応力が 7.6MPa, 応力比が 0.1 (応力振幅 $\Delta\sigma = 6.8$ MPa), 波形がサイン波, 周波数が 5~15Hz とした負荷条件で試験片を加振した。赤外線応力画像装置(JTG-8010: 日本電子製)を用いて熱弾性効果による温度変化を計測した。

3. 結果および考察

図 1 に加振周波数を 10Hz とした場合における温度振幅の分布(熱弾性イメージ)を示す。図に示すように, 30%-CFRP, 10%-CFRP および A1100 とともにマイナスの温度振幅が計測された。本試験では試験片に引張荷重を加振($\Delta\sigma > 0$)したため, 熱弾性効果によりマイナスの温度振幅($\Delta T < 0$)が生じるためである。図 2 に温度振幅のヒストグラムを示す。ヒストグラムの横軸は温度振幅の範囲, 縦軸は全ピクセル数に対する温度振幅の範囲に対応したピクセル数の割合である。図より各試験片ともに温度振幅の分布幅が狭いことから, 熱弾性効果の発現がほぼ同様であることがわかる。短繊維を用いた射出成形品の場合, 材料内において繊維が均一に分散するために, 均質材料であるアルミニウム試験片と同様に, 均一な熱弾性効果が発現したと考えられる。

図 3 に加振周波数を変化させた場合における 30%-CFRP の熱弾性イメージを示す。図に示すように, 加振周波数に

*¹⁾ 電子・機械グループ*²⁾ 技術経営支援室*³⁾ 繊維・化学グループ

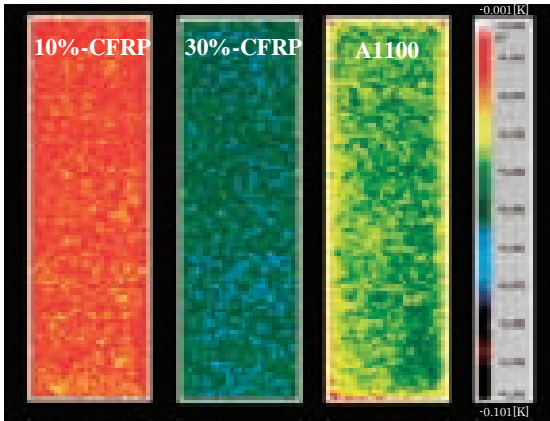


図 1. 温度振幅の分布 (熱弾性イメージ)

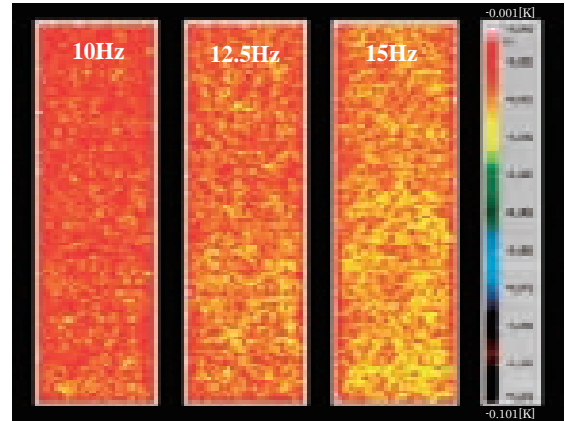


図 3. 加振周波数を変化させた 30%-CFRP の熱弾性イメージ

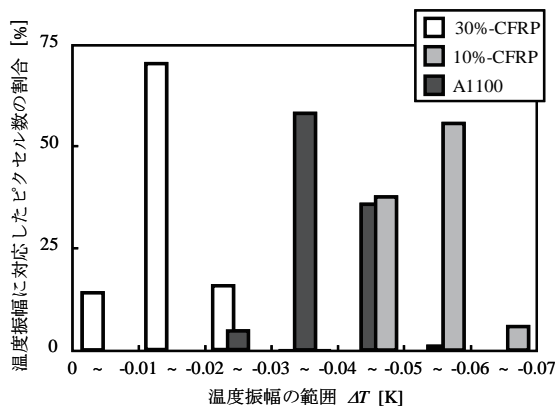


図 2. 温度振幅のヒストグラム

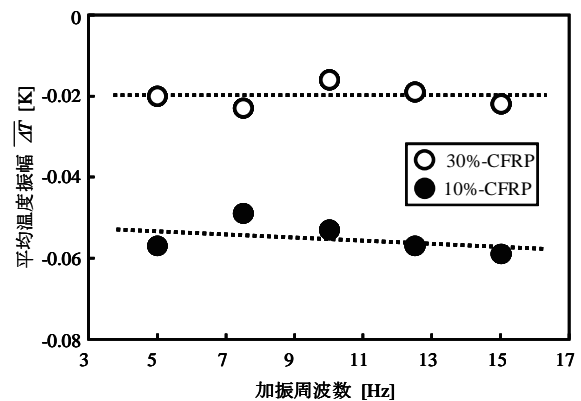


図 4. 平均温度振幅と加振周波数の関係

よらず全体的に均一な熱弾性イメージが表れる。10%-CFRP についても同様の傾向がみられた。図 4 に平均温度振幅 $\overline{\Delta T}$ と加振周波数の関係を示す。図に示すように、炭素繊維重量含有率によらず 5Hz 以上の加振周波数では平均温度振幅はほぼ一定となった。安定した熱弾性効果を得るためには、ある一定以上の周波数で材料あるいは構造物を加振する必要がある。本研究で用いた炭素繊維強化熱可塑性プラスチックでは、比較的低い加振周波数 (5Hz) においても、安定した熱弾性効果が発現することが見出された。

図 5 に 10%-CFRP の平均温度振幅 $\overline{\Delta T}_{10\%-CFRP}$ を、同じ加振周波数条件で得られた 30%-CFRP の平均温度振幅 $\overline{\Delta T}_{30\%-CFRP}$ で除して得られた無次元量である標準化平均温度振幅 ($\overline{\Delta T}_{10\%-CFRP} / \overline{\Delta T}_{30\%-CFRP}$) と加振周波数の関係を示す。図に示すように、加振周波数に依存せず 10%-CFRP の熱弾性効果は 30%-CFRP のその約 3 倍となる。これは、炭素繊維重量含有率の違いに伴う熱弾性定数の違いに対応するためと考えられる。

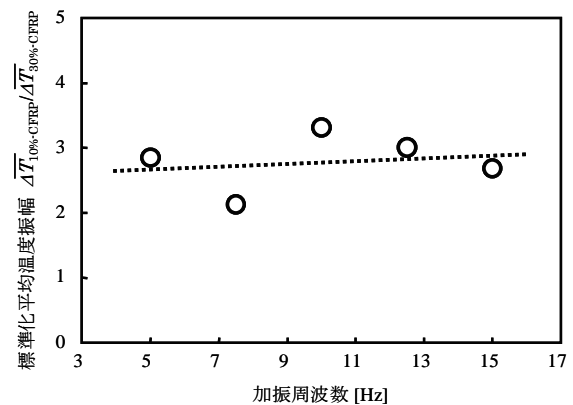


図 5. 標準化平均温度振幅と加振周波数の関係

った。以上から、熱弾性応力解析は炭素繊維強化熱可塑性プラスチックの検査に有効であることが示された。今後、さらに詳しい評価手法・計測条件等について検討し、本手法を実際の信頼性・安全性評価に活用する予定である。

(平成 22 年 7 月 1 日受付, 平成 22 年 8 月 16 日再受付)

4. まとめ

短繊維を用いた炭素繊維強化熱可塑性プラスチックでは、ほぼ均一な熱弾性効果が発現した。また、比較的低い周波数 (5Hz) においても、安定した熱弾性効果が発現した。熱弾性効果は炭素繊維の重量含有率に依存することがわか

文 献

- (1) 上野谷敏之, 水谷義弘: 「実用化期の複合材料技術と課題: 3. 損傷・破壊モニタリングと評価」, 材料, Vol. 55, No. 3, pp. 341-347 (2006)

金属繊維の撚糸試作とセンサーへの応用

窪寺 健吾*¹⁾ 樋口 英一*²⁾ 樋口 明久*¹⁾ 山本 悦子*¹⁾ 上野 武司*³⁾

Application of composite yarn combining metallic fiber and polyester filaments to a sensor

Kengo Kubotera*¹⁾, Eiichi Higuchi*²⁾, Akihisa Higuchi*¹⁾, Etsuko Yamamoto*¹⁾, Takeshi Ueno*³⁾

キーワード：金属繊維, 撚糸, センサー

Keywords : Metallic fiber, Twist yarn, Sensor

1. はじめに

近年金属繊維はその導電性や耐熱性等の特性により、織物等の面形状に加工され、産業資材として広く活用されている。しかし製織時またはその準備工程で強い張力が負荷されるため、線径が細いものは、ひずみや応力を検出するセンサーへの活用は難しい。そこで金属繊維とポリエステル糸を合撚し、強度や柔軟性に優れた複合糸の開発を行った。本研究ではこの撚糸試作のため、ワインディング、撚糸技術の検討を図るとともに、撚糸加工を施すことによる機械的特性への影響を検討する。

2. 試験方法

2.1 複合糸の撚糸構造 金属繊維と芯鞘複合ポリエステル糸を合撚し、その後熱セットすることで、繊維どうしの交点を接着する。



図1. 構造体の概要

2.2 撚糸技術の検討 ワインディング、撚糸装置の開発
金属繊維を小割りする際や撚糸時に、ボビンの解じょ方法を引き出し方式にて行くと、糸に解じょ撚りが1回/2πR (2πR:ボビン周)加わる。金属繊維は、ポリエステル糸と比較し曲げ回復性が悪いため、解じょ撚りで発生したねじれはキंकの発生原因となる。またこのキंकを防止するため、解じょ方法を転がし方式にて行くと、金属繊維に強い張力が負荷されるため、変形や切断が発生する可能性がある。

そこで繊維に負荷される張力を制御する機構を検討し、転がし方式による解じょ時のテンションを低減させる。

2.3 複合糸の試作 金属繊維とポリエステル糸を原料糸とし、作製した装置にて試作を行った。試作条件を表1に示す。

表1. 原料糸と加工条件

使用原料	金属繊維	ステンレス鋼線	線径:16, 19, 30, 60 μm
		銅ニッケル合金線	線径:30, 60 μm
	芯鞘複合マルチフィラメント	ポリエステル糸	繊度:2.8tex 融点:芯 260°C 鞘 150°C
撚糸方向	S方向(右撚り)		
撚り数	100回/m, 300回/m, 500回/m		

2.4 試作糸の物理的特性の評価 試作糸を評価するため、JIS L 1013 引張り強さを測定した。また柔軟性を測定するため純曲げ試験機(KES-FB2:カトーテック(株)製)を用いて曲げ剛性を測定した。

2.5 試作糸のセンサー特性の評価 試作糸のゲージ率、ひずみ限界を測定し、加工による感度への影響を確認した。ゲージ率は試験機にて引張りひずみを与えた際に発生する図2のL方向への伸び(ΔL)を変位量とし、測定した。またひずみ限界は抵抗変化率の比が初期段階より±10%変化した点のひずみをひずみ限界とし、測定した。

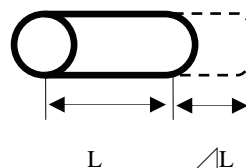


図2. 金属繊維の引張りによる変形

*¹⁾繊維・化学グループ

*²⁾城南支所

*³⁾電子・機械グループ

3. 結果と考察

3.1 撚糸技術の検討, 試作 ワインディング装置 (図3) の作製や合撚糸機の改良により, 図4に示す様な, 撚糸加工による複合糸を形成することができた。

ワインディング装置は, ボビンから糸を送り出す積極送り出し機構を装備した。セットしたボビンを電動により回転させ, 糸を積極的に送り出す。またボビンの回転速度を制御することで, 送り出し量を調整し, 糸巻き時の張力を制御するとともに, 巻きムラや糸の食い込みを防止した。

撚糸装置は, 合撚糸機のボビンセット部に軸受けを備えた電磁クラッチを設置し, 軸棒の回転トルクを制御することで, 糸に負荷される張力の低減や給糸量の制御を可能とした。

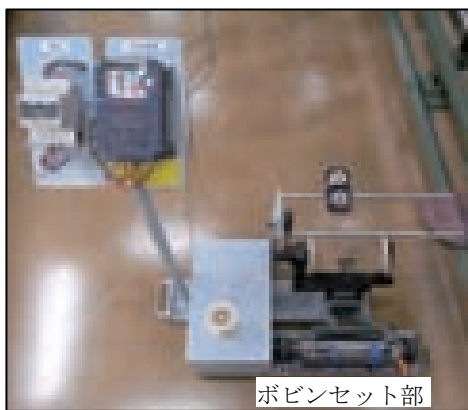


図3. ワインディング装置

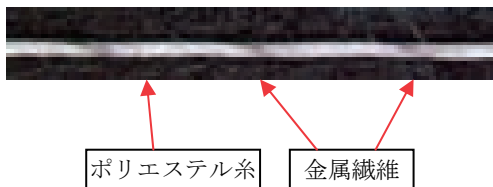


図4. 線状構造体 7.5倍拡大
(金属繊維: ステンレス鋼線 撚り数: 300回/m)

3.2 試作品の物理特性 引張り強さ試験の結果, 試作糸は金属繊維単糸と比較し, 引張り強さが増加する傾向を示した。撚り数による著しい強度への影響は見られなかった。

曲げ剛性試験の結果を図5に示す。曲げ剛性が低い程, 柔軟性が高いことを示している。試作糸は金属繊維単糸と比較し, 線径が30 μ m以下のものは, 著しく曲げ剛性が減少することが確認できる。しかしながら線径60 μ mは加工による, 著しい影響は示さず, 金属繊維の線径に応じた, ポリエステル糸の織度選定が必要であると考え。

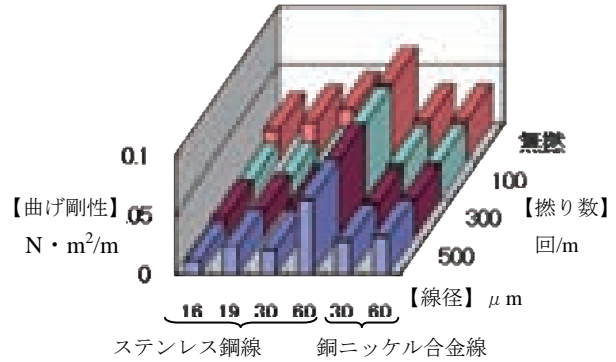


図5. 試作品の曲げ剛性試験結果
(測定数: 各条件につき5点)

3.3 センサー特性 試作糸のゲージ率の測定結果を図6に示す。撚り数が増すにつれ, わずかにゲージ率が減少する傾向を示したものの, 撚糸加工を施すことによる著しい影響は見られなかった。ひずみ限界を測定した結果, 金属繊維単糸と比較し, 試作糸は増加した結果を示した。また撚り数, 線径が増すにつれ, ひずみ限界は増加する傾向を示した。これはポリエステル糸と複合したことにより, ひずみに対する単位長さあたりの金属繊維の変位量が低減されたため, ひずみ限界は増加したと推測される。

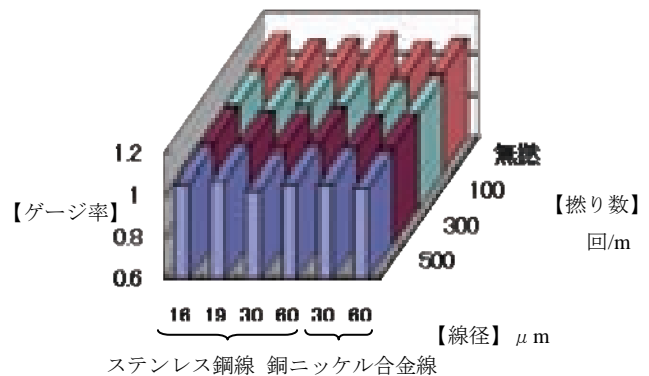


図6. 試作品のゲージ率測定結果
(測定数: 各条件につき3点)

4. まとめ

撚糸技術の検討により, 連続的に金属繊維とポリエステル糸との撚糸加工による複合糸を形成することができた。また本加工を施すことで, 引張り強さや柔軟性の向上が見られ, 製織性の向上が期待できる。ゲージ率は試作糸と金属繊維単糸と比較し, 加工による著しい影響が見られず, センサーへの活用が期待できる。ひずみ限界は, 金属繊維の線径や撚り数に依存した結果を示した。用途に合わせた線径, 加工条件の選定が必要であると考え。

(平成22年6月30日受付, 平成22年10月8日再受付)

文 献

- (1) 高橋 賞, 河合 正安: 「ひずみ測定入門」大成社, p.41-48(2009)

新型インフルエンザ防護服の脱衣の安全な迅速化

加藤 貴司*¹⁾ 岩崎 謙次*¹⁾ 平山 明浩*¹⁾ 藤田 薫子*¹⁾

Faster undressing of new influenza protective wear

Takashi Kato*¹⁾, Kenji Iwasaki*¹⁾, Akihiro Hirayama*¹⁾, Kaoruko Fujita*¹⁾

キーワード：防護服，脱衣，迅速化，新型インフルエンザ

Keywords：Protective wear, Undressing, Speed-up, New influenza

1. はじめに

東京都の2009年度重点事業では「10年後の東京への実行プログラム」の中で、「都民の生命と生活を守る新型インフルエンザ対策」を施策24⁽¹⁾として掲げている。

防護服やゴーグル，マスクなどの備蓄や，情報周知の徹底により感染症の拡大防止にあたる。パンデミックの有事では多数の感染者が想定され，医療の迅速化が望まれる。使い捨て防護服の衣服形状はいずれも前開きの肩を身幅方向から着脱するタイプで，安全性は高いが，脱衣に時間を有する傾向にあった。そこで防護服の安全性に留意し，迅速に脱衣可能な防護服の設計試作を行った。

2. 内容

2.1 実験方法

(1) 動作計測 既製品防護服の問題点を把握および迅速化を評価するため，既製品と開発品に対して，被験者5名の脱衣時間を計測し，統計値を算出した。また，脱衣動作⁽²⁾を観察した。なお，着衣に関しては作業前，つまり衣服が汚染されていない状態である。着衣動作は平時と同じ作業が可能のため，本研究では着衣時の迅速化は無視することとした。

(2) 衣服形状 既製品の開口寸法などの衣服形状を測定した。

2.2 開発品の設計，試作 既製品の動作計測，評価をもとに迅速に脱衣可能な2案の衣服形状を設計，試作した。

3. 結果と考察

3.1 既製品の評価 既製品には，任意で2社の使い捨て防護服を選定した。衣服形状はフード付きツナギ型で，開口部は前中心に位置し，ネックポイントから股下にかけてファスナが配置されている既製品を使用した（図1）。

脱衣時間を計測した結果，平均秒数は45秒であり，脱衣秒数のバラツキ（S:10.0）が大きくなる傾向を示した。また既製品防護服の開口部が人体の最大の周長をもつ肩周りに対して，狭いことから肩周りが脱衣を妨げることが観察できた（図2）。既製品Lサイズの開口寸法は約79cmである。



図1. 既製品防護服

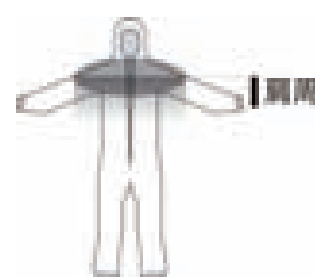


図2. 人体の最大の周長である肩周り

ツナギ型の脱衣は先行技術として肩を脱ぎ易くする技術は存在する。（特願2005-88097号など）しかしこれらの技術はフードがある場合には効果が発揮できず，防護服に適應できない為，フードと肩を容易に脱衣できる衣服形状が有効である。

3.2 開発品の評価

(1) 脇ファスナ型の衣服形状 試作品では前開き部分をなくし，（図3）フードと肩が同時に脱げる衣服形状を開発した。左右どちらか一方の袖口から脇，腰近傍にかけてファスナを設置し，（図4）縫合部に沿って既製品より1.9倍広い150cmの開口を設けた。脱衣の平均秒数は28秒という結果が得られた。



図3. 前開きがない試作品の開口部

*¹⁾ 墨田支所

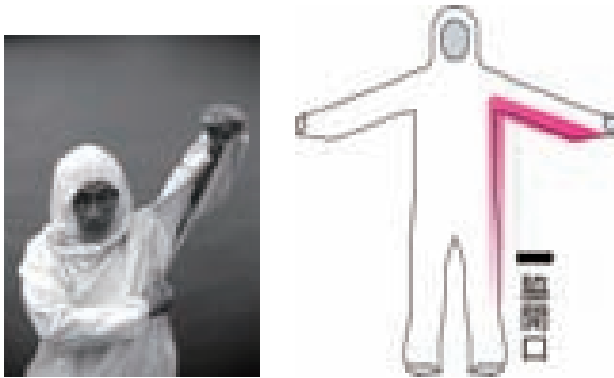


図4. 脇ファスナ型 開口部分

防護服の場合は、バリア機能のある特殊な生地を用いるが、縫製することでバリア機能が低下するため、防護布によるカバーリングやテープで保護している。既製品よりも縫合部を少なくすることでバリア機能低下が抑制される衣服形状になっている。

(2) 背中心ファスナ型の衣服形状 フード先端部から背中心にかけて左右の張力で開く特殊ファスナを用い(図5)、フードと肩が同時に脱げる衣服形状を開発した(図6, 7)。試作品の背中心ファスナ型では前開きの開口に加えて、背面の背中心の開口により約195cmの開口を作り、既製品より2.5倍広い開口を作成した。脱衣の平均秒数は24秒という結果が得られた。

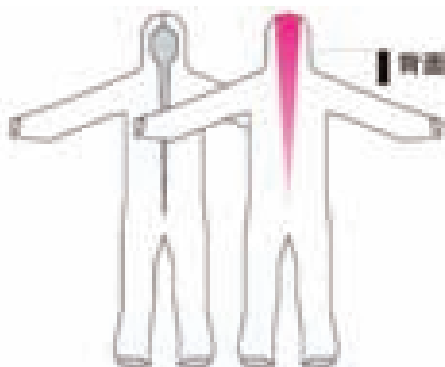


図5. 背中心ファスナ型 開口部

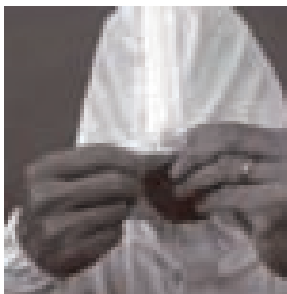


図6. 脱衣例：フード部留め具を外す



図7. 脱衣例：左右に引っ張る

通常のファスナはスライダーと呼ばれるつまみ部分を上下することで、開閉を行っている。背中心ファスナは背面の開閉が困難なため、フード付きツナギ型の防護服には背面のファスナの仕様はなかった。しかし、左右の張力で開く特殊ファスナ(図8)を用いることで、背面に手を回すことなく、フード部から背中心ウエスト位置までの広い開口

を得ることが出来た。試作品2種類はともに既製品と比較し1.9倍以上の開口部により、脱衣しやすい衣服形状になった。



図8. 左右の張力で開くファスナ

(右：マジックテープ型, 左：トップオープンファスナ)

(3) 脇ファスナ型の脱衣動作 脱衣の平均は28秒で既製品の45秒に対し約38%の秒数短縮に成功した。既製品は脱衣秒数のバラツキ(S:10.0)に対し、脇ファスナ型は(S:8.1)でバラツキが少なくなっている。(図9)

(4) 背中心ファスナ型の脱衣動作 脱衣の平均は24秒で既製品の45秒に対し約46%の秒数短縮に成功した。背中心ファスナ型も(S:5.8)で、既製品に対しバラツキが少なくなっている。(図9)

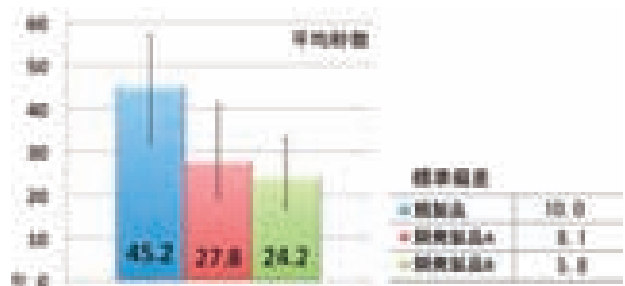


図9. 既製品, 開発品の平均秒数と標準偏差(バラツキ)

4. まとめ

既製品の防護服の問題点に対しフードと肩を同時に脱衣できる衣服形状を設計、試作し、比較を行った。試作品の着用試験、計測により既製品と比較し、脱衣秒数、標準偏差で良好な結果が得られた。研究成果をもとに企業と共同研究を行い、製品化を目指す。特許出願中(特願2010-047994号)「防護服」、(特願2010-047997号)「防護服」、(特願2010-047999号)「防護服」

(平成22年6月23日受付, 平成22年10月18日再受付)

文 献

- (1) 東京都『『10年後の東京』への実行プログラム 2009』 施策24 都民の生命と生活を守る新型インフルエンザ対策 pp.24 (2008)
- (2) 国立感染症研究所感染症情報センター「鳥(H5N1)・新型インフルエンザ(フェーズ3~5)対策における患者との接触に関するPPE(個人防護具)について Ver1.4」 pp.9-35,(2007), idsc.nih.go.jp/disease/influenza/05pandemic/PPE070322ver1.4.pdf (2009年6月3日)

綿布への昇華転写プリント

添田 心*¹⁾ 榎本 一郎*²⁾ 櫻井 昇*³⁾

Transfer Printing of Cotton fabrics

Shin Soeda*¹⁾, Ichiro Enomoto*²⁾, Noboru Sakurai*³⁾

キーワード：綿，分散染料，昇華転写プリント

Keywords：Cotton, Transfer printing

1. はじめに

昇華転写プリントは、転写紙上に描画された図案を、熱プレスなどの手法により転写紙から布地に、昇華移行させ、プリントする手法である。これにより、他の染色技法に比べ、省力化、短納期化、環境への負荷が小さいなどの利点があげられる。昇華転写プリントでは、昇華性染料が使用される。染料はいくつかの染料部属に分類されるが、なかでも分散染料は一般に高い昇華性を有するため、昇華転写プリントでは分散染料が利用される。一方で、各染料部族と適応可能な繊維素材は、ほぼ限定されている。分散染料は主としてポリエステル素材の染色に用いる染料であるため、昇華転写プリントの対象がポリエステル素材となっているが、利点が多いプリント法であることから、対象素材を広げる検討がなされている⁽¹⁾⁽²⁾。そこで、本研究では、代表的なセルロース系繊維である綿素材に加工を施し、分散染料に対し可染化することで、昇華転写プリントが可能となる方法を検討する。

2. 実験

2.1 分散染料への可染化処理

(1) 加工方法 綿ブロードを、水溶性アクリル樹脂 (EBECRYL2002 (ダイセルサイテック (株)), AQ-17 (荒川化学工業 (株))) を用いて加工を行った。試験布は樹脂加工液に浸漬し、パディング処理後、マングルで約100%湿潤状態に絞り、その後乾燥して作成した。本研究では、環境負荷への低減の観点から、繊維加工分野へも利用が広がりつつある放射線 (γ 線) を使用した。 γ 線照射は酸素吸収剤を使用し、酸素を除去した状態でを行った。樹脂加工液の濃度は5,10,15,20%とし、 γ 線照射については線量率1.6kGy/h、照射線量25kGyの条件とした。

(2) 加工効果の検証 加工効果の検証のために、走査型電子顕微鏡 (JSM-5600LV, 日本電子 (株)) による観察、赤外線吸収スペクトル測定 (FT/IR-4200, 日本分光 (株)) を行った。

昇華転写プリントへの適用の可否を検討するために、浸染により、分散染料に対する染色性の評価を行った。染色条件は染料 Kayalon Polyester Red BL-E, 染料濃度2%o.w.f, 浴比1:30, 130°C, 染色試験機 (アヒバニューアンス, サルビス社製) で行った。浸染後の試験布について、表面染着濃度 (K/S 値) 測定 (マクベスカラーアイ CE-7000, サカタインクス (株)), 及び染色堅ろう度試験 (JIS L 0844 A-2 号) を行い、染色状態についての評価を行った。

2.2 昇華転写プリント 加工を行った試験布について、昇華転写プリントを行った。プリント処方は、小型転写捺染システム ((株) サンリユウ) により、試験用転写紙を試作し、熱プレス機 (FD-54 型, 奥野電機産業 (株)) で熱プレス処理 (190°C, 30 秒) を行った。熱プレス時の試験布に与える影響を考慮し、熱分析測定 (DSC8230, (株) リガク) による評価を行った。プリント後の試験布について、表面染着濃度 (K/S 値) 測定、及び染色堅ろう度試験 (JIS L 0844 A-2 号) を行い、昇華転写プリントについての評価を行った。

3. 結果

3.1 綿繊維への加工 パディング時の樹脂加工液濃度と加工綿布における定着樹脂量の関係を図1に示す。定着樹脂量は加工樹脂濃度とともに増加した。

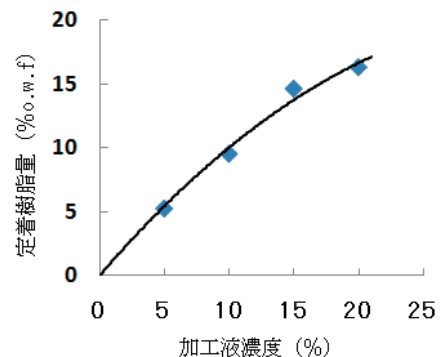


図1. 加工液濃度と定着樹脂量

*1) 開発企画室



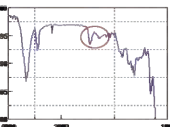
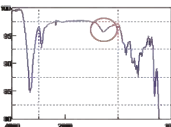
*2) 墨田支所

*3) 駒沢支所

一般に樹脂加工時は、目的とする樹脂とともに、触媒をはじめとする助剤を配合する。そのため、加工時に、それらの配合条件や付随する諸条件を考慮する必要がある。本研究では、 γ 線照射による加工のため、助剤等を使用していない。そのため、煩雑な条件設定を行わずに、安定的に加工を行う事が可能であると考えられる。また、定着樹脂量の増加とともに、硬くなる事が確認された。

得られた試験布について、走査型電子顕微鏡による観察、赤外線吸収スペクトル測定（ATR法）を行った（表1）。電子顕微鏡観察より、加工綿布は、僅かに繊維径が大きくなっているように思われる。一方、赤外線吸収スペクトル測定により、 1700cm^{-1} 付近に加工樹脂由来ピークが確認されており、繊維径にあらわれた変化は加工樹脂によるものと推測される。しかし、各々の繊維が互いに結合しあうことなく、未加工に近い状態であり、良好な加工状態であった。

表1. 加工状態の確認

	加工綿布	未加工綿布
電子顕微鏡による観察		
赤外線吸収スペクトル測定 (ATR法)		

昇華転写プリントへの適用の可否を検討するために、浸染により、分散染料に対する染色性の評価を行った（表2）。未加工綿布は汚染程度にとどまったが、加工綿布は染着が確認できた。

表2. 加工効果の検証

	加工綿布	未加工綿布
表面染着濃度比 (K/S比)	1	0.03

加工綿布について、洗濯に対する染色堅ろう度試験においても、良好な結果を得られた（表3）。

表3. 染色堅ろう度試験結果（浸染）

洗濯試験	変退色	4 - 5級	
	汚染	綿	4 - 5級
		絹	3 - 4級

3.2 昇華転写プリント試験と染色評価 昇華転写プリントにむけて、DSC 測定を行った。昇華転写時の温度である 200°C 近傍での吸熱、発熱を伴う変化を生じることはなかった。昇華転写時における、加工樹脂の耐熱性が確保されていることが分かった。そこで、加工綿布について昇華転写プリントを試みた。定着樹脂量の増加とともに表面染着濃度 (K/S 値) が高くなる事が確認できた (図2)。また、イエロー、シアン、ブラック系統のプリントが可能であり、同様の結果が得られた。色により異なるが、最大の表面染

着濃度は、4.5 から9であった。一方、綿素材は、洗濯に対する耐性が求められるが、洗濯に対する染色堅ろう度試験（表4）により、改善が必要な結果となった。特に、変退色については浸染物よりも低い結果となった。

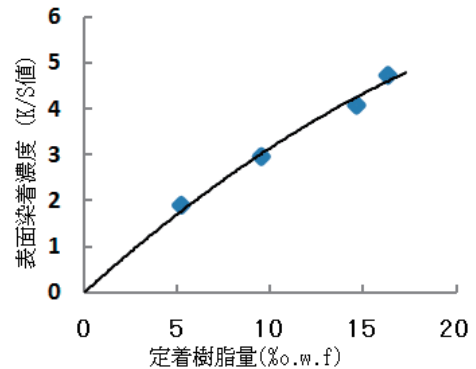


図2. 定着樹脂量と表面染着濃度

表4. 染色堅ろう度試験結果（昇華転写プリント）

洗濯試験	変退色	3級	
	汚染	綿	4級
		絹	4級

そこで、洗濯試験後の加工綿布について赤外線吸収スペクトル測定を行い、試験前と比較したところ、試験前後での大きな変化は現れておらず、加工樹脂由来のピークが確認できた。このことより、加工綿布における加工効果は維持されていることが示唆された。

このため、浸染物との堅ろう性の違いは、昇華転写と浸染における分散染料の染着機構にあると推測されるが、さらなる検討が必要であると考えられる。

4. まとめ

綿にアクリル系樹脂を加工することにより、浸染および昇華転写プリントで、分散染料に対し染着可能となることが確認できた。洗濯による変退色が大きいことや加工綿布の硬さに課題はあるものの、昇華転写プリントにおいて染着が確認できたため、昇華転写プリント技法の用途展開の間口をひろげることに繋がった。

（平成22年6月30日受付，平成22年10月20日再受付）

文 献

- (1) 藤代 敏, 中島 茂:「繊維製品の転写プリント加工」, 東京都立繊維工業試験場研究報告書. 第44号, pp.11-14 (1996)
- (2) 齋藤 秀夫, 丹羽 隆治, 佐藤 嘉洋:「綿の転写捺染」, 愛知県産業技術研究所研究報告, 第1号, pp.230-233(2002)

東京スカイツリー観光グッズの開発

平山 明浩*¹⁾ 加藤 貴司*¹⁾ 堀江 暁*¹⁾ ギニス(姓)ミハイル(名)*²⁾ 青山 裕子*²⁾

Product development of Tokyo sky tree sightseeing goods

Akihiro Hirayama*¹⁾, Takashi Kato*¹⁾, Akira Horie*¹⁾, Michail Gkinis*²⁾, Yuko Aoyama*²⁾

キーワード：スカイツリー，観光グッズ

Keywords：Tokyo sky tree, sightseeing goods

1. はじめに

2012年春，墨田区に世界最大級の電波塔「東京スカイツリー」が誕生する。墨田区では，地域活性化のために，スカイツリーを中心とする墨田区の特徴を生かした付加価値のある商品を具体的に開発できる中小企業を求めている。

そこで，スカイツリーと墨田区をコンセプトに新ブランドを立ち上げ，地域の魅力を発信できる新たなデザイン開発を行うために都内中小企業と共同研究し，具体的な観光グッズの製品開発を行った。

2. 内容

2.1 開発コンセプト 墨田区のイメージ(人, 場所, 建物, 伝統)を明確にし，子供にも解りやすく親しまれるような(温かく, 楽しくなる)デザイン開発。

2.2 ブランド名の開発

(1) ピッキーズドゥ(商標登録出願)の説明 ピッキーズはピックアップ, こだわりの意味。ドゥは2のことでピース(平和)を意味している。

(2) ロゴデザイン(図1)



図1. ロゴデザイン(ピッキーズドゥ)

2.3 製品のプロト設計とプロト開発 本研究のプロト設計では，スカイツリーをイメージしたイラスト画，デザイン画や観光グッズのサンプルなどから工場生産用のパターンメイキング(型紙作成・パターン作成)を行った。

パターン・型紙には，縫い代線や縫い合わせ位置，サイズ，裁断方向などを明記して縫製工場に提出して，そのままの状態縫製できる工業用パターンを作成⁽¹⁾した。

また，プロト開発では，プロト設計を行った型紙・パターンを使用して，開発商品の本生産を行う前の試作・サンプル作製(本生産使用生地，資材，縫い方，設備などを検討)を行った。すべての新商品につき量産工場に縫製仕様書を作成して製品化を行った。

*¹⁾ 墨田支所*²⁾ 株式会社ミハイル

2.4 開発製品群

(1) インクジェットプリントバック 墨田区の特徴的な建物・風景・人物等をモチーフに，ニードルパンチ技法(ベース生地の表層と，毛糸・フェルト等の下層材料をフェルト針の上下運動により絡ませ柄を作る技法)でデザイン表現し，さらに，インクジェットプリント⁽²⁾用にデザイン加工をし，生地にプリントして製品化を行った(図2)。

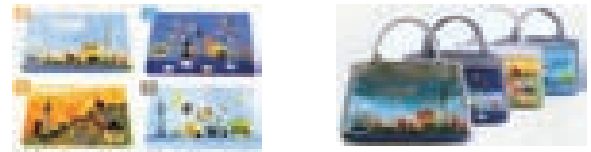


図2. インクジェットプリントバック(墨田区の四季を表現)

(2) すみだキャラクター鍋つかみ 墨田川・桜・花火・アサヒビール本社・相撲・国技館・江戸博物館・向島の芸者・スカイツリー・七福神等をモチーフにニードルパンチ・刺繍技術でピッキーズドゥのデザインコンセプト(子供にも解りやすく親しまれる)に合ったデザインを創作し，指1本毎に創作したキャラクターデザインを配置することによってグローブ全体では墨田区の特徴が解かる様に設計している(図3)。

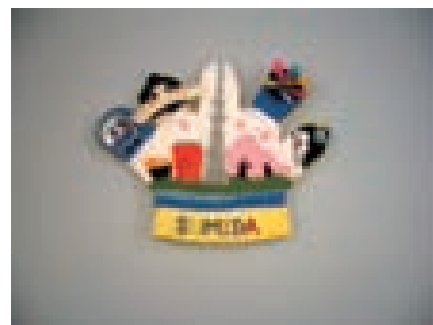


図3. すみだキャラクター鍋つかみ

(3) すみだキャラクターキーホルダー 東武鉄道・桜・花火・アサヒビール本社・相撲・国技館・江戸博物館・向

島の芸者・スカイツリー・七福神等墨田区の特徴をハンドタッチ(ニードルパンチ, 刺繍技術)で表現し, 子供にも親しみ, 温もりが感じられるキーホルダーの開発を行った(図4)。



図4. すみだキャラクターキーホルダー

(4) 子供服用ニットパンツ ニット素材+トレンド素材の組み合わせによる衣服設計。中心サイズは身長 120cm, 人体に直接布をあて立体裁断によるシルエットを抽出した(図5, 図6)。

製品化工程はデザイン→生地選定→型紙作成→生地裁断→印付け→仮縫い→試着補正→縫製→仕上げ→製品化を行った。



図5. 前パンツ



図6. 後パンツ

(5) 子供用ニットタイ スカイツリーを柄としたニットタイの開発を行った。本研究では, 引き返しの技術で剣先を形成している。

サイズは, 身長 120cm の子供に合うように長さを設計し, 小剣・中つき・大剣のバランスは結ぶ時にノットが小さくなる様になっているのがデザインの特徴である(図7)。

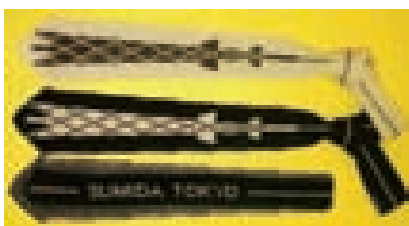


図7. ニットタイ

(6) 子供用ニットベスト スカイツリーを模様化したベストの開発を行った。サイズは, 身長 120cm, 4本糸ウール100%のジャガード編み⁽³⁾。リンク縫製で製品化(図8)。



図8. スカイツリー柄ニットセーター

3. まとめ

本研究は, 都内中小企業より共同研究の申請を受け製品化を事業方針とし, デザイナーの意図するイメージを具現化するために, デザインの意見交換, 設計(型紙作成)・試作から商品化までのプロセスで発生する問題解決なども含め, トータル的な技術支援を行い, 以下に示すような観光グッズの製品開発を行った。

- (1) 新ブランド商標登録出願
 - (2) 21年度共同研究東京スカイツリー観光グッズの開発(6点)すべて製品化を行った。
 - (3) 墨田区主催の「すみだモダン」認定事業に出品
 - (4) 22年度共同研究を継続(新ブランドの充実)
 - (5) 2012年春, 東京スカイツリー完成と同時に観光グッズとして, 販売される予定。
- (平成22年6月30日受付, 平成22年10月18日再受付)

文 献

- (1) 繊維流通研究会:新アパレル工学事典 388-391(1987)
- (2) 都立産業技術研究センター:繊維ハンドブック染色技術編 45-46(2005)
- (3) 都立産業技術研究センター:繊維ハンドブックニット技術編 10-20(2006)

からだに優しい授乳用ブラジャーの商品開発

藤田 薫子*¹⁾ 光畑 由佳*²⁾ 筋野 真知子*²⁾

Product development of a nursing brassiere with consideration of the body

Kaoruko Fujita*¹⁾, Yuka Mitsuhata*²⁾, Machiko Sujino*²⁾

キーワード：授乳期，ブラジャー

Keywords：Nursing, Brassiere

1. はじめに

女性を取り巻く社会環境が変化している。特に少子化に向けて、企業や行政も具体的な支援体制を整えつつある。しかし、メンタルと連動する衣生活整備では、まだ遅れがみられる。妊娠出産、子育て、と女性としての過渡期を送るにあたり、生理的、心理的变化から、からだへの負担も多くみられる。外出での授乳をためらい、精神的ストレスによる「ひきこもり」など、日常生活のデメリットも報告されている。そこで、授乳期にも負担なく外出できること、からだのマイナートラブルに配慮することなどに留意し、快適で機能的な授乳用ブラジャーの研究開発を行い商品化した。ユーザーの嗜好を確実に反映し、日常生活の快適化を実現した。

2. 内容及び結果

2.1 ターゲットモニターへのアンケート調査 モーハウス有限会社の全国ユーザーに向けて授乳用ブラジャーに対する意向、嗜好を調査するため、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・アンケート調査 (機能, デザイン, 色, 等 10 項目)
調査対象	①現在、授乳中の母親 ②モーハウス既存製品（授乳用ブラジャー）の購入経験のある方
調査人数	70名

調査結果

- ①着脱、授乳時の動きやすさと安定したサポート感を両立させるための調節機能への要望。(62.8%)
- ②清涼感、即乾性、優しい肌触り、素材機能への要望(40%)
素材選定は多汗や敏感肌等、トラブルに対する配慮が必要。
- ③漏乳用パッドの落下を防ぐ、アンダーベルトの幅を広く肩への負担を軽減するなど構造への要望。(54.3%)
身体ケアや利便性を意識したパターン設計が必要。
- ④肌を綺麗に見せるサーモンピンク、ブルーの嗜好色(図1)への支持。(68.6%)



図1. インターネット・アンケート調査（嗜好色の例）

2.2 ターゲットモニター・インタビュー デザイン機能を具体的に抽出するため、授乳負担を軽減する工夫、マイナートラブル、アフターケアなどインタビュー(表2, 図2)による実態調査を行った。

表2. インタビュー調査

調査方法	対面聞き取り調査
時期	春夏(7月) 秋冬(10月)
調査対象	モーハウスヘビーユーザー(購入歴5年以上)
調査人数	6名
調査内容	①授乳用ブラジャーのマイナートラブル ②製品の素材、縫製上の問題点、要望 ③既製品のデザイン改良点 ④日常の授乳動作について ⑤アフターケアについて



図2. ユーザー・インタビュー

*1) 墨田支所 *2) モーハウス有限会社

調査結果

アンケートとインタビュー調査によるデザイン企画のポイントは下記の結果となった。

- ①クロスタイプのデザインが支持された。(80%)
- ②ストラップを下す際、2~3 cmの伸縮性が不可欠(64.4%)
- ③上衣とブラジャー開口が連動する設計が有効。(56.9%)
- ④肌ストレスの少ない素材、縫製仕様を支持。(84.2%)
- ⑤バストの張り、重さがかかるため、肩の負担を軽減する工夫が必要。(71%)

2.3 製品のデザイン機能 上記結果から、便利機能、快適性に配慮し、図3のデザイン特徴を考慮しパターン設計した。

- (1) カップは身頃と連動伸縮性不織布を内蔵する。
- (2) アンダーベルトは食い込みを軽減するため、内蔵ゴム型にせず、素材の伸縮性を生かして、4 cm幅ベルト仕様とした。
- (3) 肩部分は2層構造で、間に伸縮性不織布を挟むことで、強度確保と、力の分散をはかった。(A)
- (4) 肩、脇、前クロス部分は、皮膚トラブルを軽減させるため、縫い目を表に出す縫製仕様とした。(D)

2.4 素材の選定とパターン設計 アンケート結果から、軽量で通気性、伸長回復性の高い、メープルベア天竺(Cupra45%, Nylon44%, Polyurethan11%)を選定した。

モーハウス・ブラジャーの既存サイズ「M スリム：アンダー68 cm, トップ79~87 cm」をマスターサイズとして試作を行った。パターンの特徴は、素材の伸長性を考え、ネックポイントから14 cm下にクロス位置を設けた。(B) 便利機能である乳漏れパッド内蔵用ポケットは、カップ布と連動し、既製パッドも収納できるよう広く開口を設けた。(C)

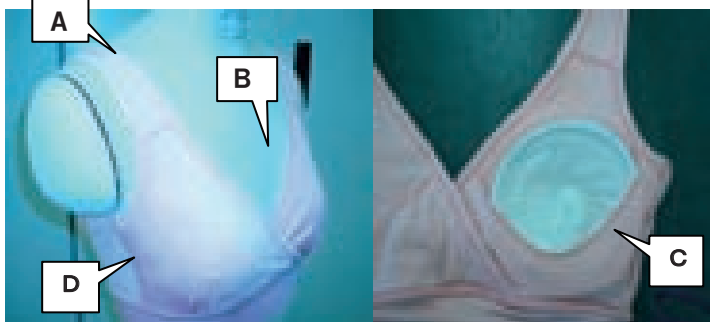


図3. デザイン特徴 (A~D)

2.5 モニターによる試着試験 図3のデザイン特徴を生かした試作品を作製し、モニター、6名の試着試験とアンケート(30名)を行った。



図4. 試着試験

試着試験結果

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、評価を行った結果は以下のとおりである。

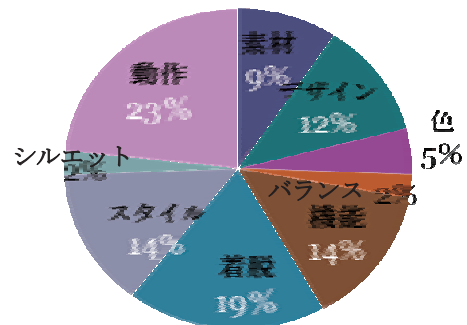


図5. 試着試験の評価

- ①動作：ストラップは、肩から外しやすく授乳が容易である。
- ②着脱：脱ぎやすい。下から穿くように身につけると良い。
- ③スタイル：授乳中、また卒乳ブラジャーとしても有効。
- ④機能：バストの張り、重さ、肩の負担など配慮されている。
- ⑤デザイン：開口が大きく脇腺も平なため、すっきり見える。

3. まとめ

試着試験の結果から、からだに優しい授乳用ブラジャーの商品開発ポイントは、以下のとおりである。

- ①意向、嗜好調査(アンケート、インタビュー)により、授乳に不可欠な機能を明確にすること。
- ②マイナートラブルに対応するため、縫い目を外側に出す縫製など仕様の工夫が重要。
- ③授乳動作に有効な機能性副資材の適用が有効。
- ④身頃と連動する収納ポケットのパターン設計が重要。

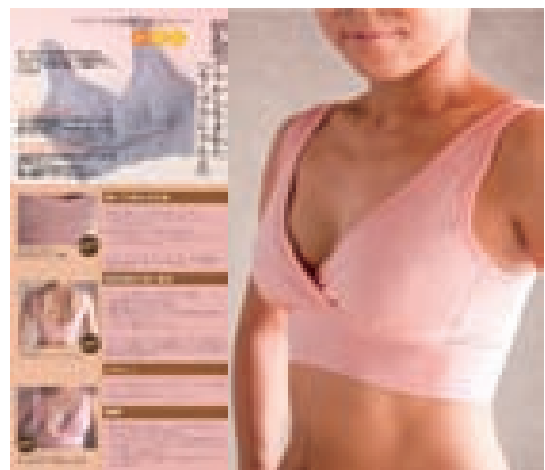


図6. 授乳用ブラジャー「モーブラしゃんと」

平成22年2月より、商品「モーブラしゃんと」が発売開始され、6月現在640枚売り上げ、好評を得ている。(図6)

今後も引き続き、共同研究事業に取り組み、アパレル企業の技術支援を行ってきたい。

(平成22年6月30日受付、平成22年9月13日再受付)

プラズマ処理によるポリエチレン不織布の表面改質

榎本 一郎^{*1)} 添田 心^{*2)} 櫻井 昇^{*3)}

三島 和也^{*4)} 小林 貴司^{*4)} 飯山 圭^{*4)} 金村 博之^{*4)}

Surface modification of polyethylene nonwoven fabric by plasma treatment

Ichiro Enomoto^{*1)}, Shin Soeda^{*2)}, Noboru Sakurai^{*3)}

Kazuya Mishima^{*4)}, Takashi Kobayashi^{*4)}, Kei Iiyama^{*4)}, Hiroyuki Kanemura^{*4)}

キーワード：プラズマ処理, 超高分子量ポリエチレン, 表面改質

Keywords: Plasma treatment, Ultra high molecular weight polyethylene, Surface modification

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、耐薬品性や耐摩耗性等に優れている。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使用されている。しかし、UHMWPEは疎水性であるため、ぬれ性や着色性に劣る。従ってこれらを改善するためには、表面改質が必要となる。

ポリオレフィンのような疎水性高分子材料に対する表面改質方法としては、プラズマ処理⁽¹⁾や放射線を利用したグラフト重合法⁽²⁾が効果的であることは知られている。特に近年は、有害廃棄物がほとんど排出されないことや、一般的な湿式処理と比べて乾燥工程や廃液等の処理が不要なことから、環境面や省エネにも優れた技術として、プラズマによる表面処理が見直されている。

プラズマ処理で変化を受ける層は、表面から数十Åの範囲で、素材そのものの性質を損なうことなく、しかも非常に短時間で容易に親水化が可能である。その表面処理効果の評価に水滴接触角の測定が行われるが、不織布は被表面積が大きいと、ぬれ性が良いと水滴が一面に広がり、接触角を測定することが困難になる。

本研究では、プラズマ処理によるUHMWPEの表面改質を目的とし、その効果を確認する簡易的な方法として染色による評価法を検討した。

2. 実験方法

2.1 材料及びプラズマ処理 試験サンプルには、厚さ50 μmのUHMWPE不織布を使用した。

プラズマ処理は、March社製の装置を用い、各種ガス雰囲気

中で行った。処理条件は、試料に応じて出力を調整し、圧力53Pa, 処理時間15-60秒の範囲で行った。

2.2 赤外分光光度 (FT-IR) 及び X 線光電子分光 (XPS) 測定

プラズマ処理後の UHMWPE 不織布の化学構造変化を調べるため、日本分光製の FT-IR を使用した。FT-IR の測定は、不織布 8 枚を積層した透過法及び全反射測定法 (ATR 法) で行った。更に最表面の化学構造変化を調べるため、XPS 測定を行った。装置はアルバック・ファイ製 ESCA5600Ci (Mg-Kα 線, 1253.6eV) を用い、取り込み角度 45°, ビーム径 800 μm, 真空度 10⁻⁹-10⁻⁸ torr, 分析時間 5 min で測定した。

2.3 染色性試験 染色にはカチオン染料 (Kayacryl Red GRL-ED), 酸性染料 (Kayanol Milling Red BW), 反応染料 (Remazol Red RU-N) をそれぞれ使用した。各染料の溶液濃度を 0.01, 0.04, 0.16% に調整した。

2.4 走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察 プラズマ処理による形状変化を調べるため、日本電子製の走査型電子顕微鏡 (SEM) JSM-5600LV で加速電圧を 3.0 kV とし、金蒸着を行って観察した。

3. 結果と考察

3.1 FT-IR 及び XPS 測定結果 酸素ガス雰囲気中でのプラズマ処理で、試料表面の化学構造に変化が見られた。1750 cm⁻¹ 付近にピークが見られることから、本来ポリエチレンには存在しない酸化物由来の生成物であると考えられる。

一方フッ素系ガスを混合したプラズマ処理において、表面改質の効果が報告⁽³⁾されていることから、CF₄ ガスを使用して改質を行った。FT-IR 測定の結果、1750 cm⁻¹ 付近のピークに加え、1650 cm⁻¹ 及び 3350 cm⁻¹ 付近にもスペクトルピークが現れた。これらのピークはそれぞれ -OH 基及び -COOH 基と思われるが、FT-IR 測定の結果だけでは生成物の特定に

*1) 墨田支所

*2) 開発企画室

*3) 駒沢支所

*4) 株式会社日放電子

は至らないので、XPS 測定を行った。その結果、286.4 eV 付近及び288.6 eV 付近に結合エネルギーのピークが見られ、これらのピークはFT-IR の結果と合わせて、それぞれ-C-OH 結合及び-C-OOH 結合と考えられる。

3.2 SEM による表面観察 SEM によりプラズマ処理前後の不織布の表面状態の観察を行った。酸素ガス雰囲気中でのプラズマ処理では、融着によって不織布間の隙間がなくなっている様子が観察された。試料の熔融温度が130°C 付近であることを考慮すると、プラズマ処理時にこの温度以上に達したものと考えられる。一方フッ素ガス混合雰囲気中でのプラズマ処理では、処理時間が短い(15秒)と融着のような状態は見られないが、処理時間が長く(30秒)になると極細の繊維がエッチングにより除去され、隙間が多くなっている様子が観察された。更に処理時間を長く(60秒)すると著しく収縮が生じた。酸素ガス雰囲気中での処理同様、処理時間が長くなると試料の熔融温度以上に雰囲気中の温度が上昇すると考えられる。

3.3 染色性試験 図1のa), b), c) に各種染料で染色した結果を示す。ここで処理布とは、フッ素ガス混合雰囲気中で15秒間プラズマ処理した試料である。図の縦軸は、Kubelka-Munk式から求めた表面染着濃度(K/S値)を示す。K/S値は(1)式から計算した。

$$K/S=(1-R)^2/(2R) \quad (1)$$

ここで、K:光の吸収係数、S:光の散乱係数、R:反射率である。K/Sは試料の反射率から求めた値であり、数値が高くなるほど染色濃度が高くなることを示す。

カチオン染料による染色では、低染料濃度のとき、プラズマ処理によって不織布の表面に生成したカルボキシル基(-COOH)と染料とのイオン反応により染色されたと考えられる。酸性染料による染色において、溶液の染料濃度の増加に伴って不織布への染色濃度が増加した。しかしカチオン染料同様、染料濃度が高くなると未処理布へも着色傾向がある。反応染料による染色では、処理布と未処理布とで僅かではあるが差が生じた。これはプラズマ処理によって生成した水酸基(-OH)との反応と思われる。しかし、前者と比較して、十分な染着濃度は得られていない。

4. まとめ

疎水性高分子素材へのプラズマ処理における表面改質において、従来はぬれ性あるいは親水性を付与することを目的としていたが、これだけでは染色性は得られないことがわかった。本研究において、染料染色によってプラズマ処理の効果を評価する方法が有効であることがわかった。しかし、プラズマ処理によって生成する官能基と染料の種類及び濃度との関係をより明らかにする必要がある。また、染料との着色のメカニズムが十分に解明されているわけではないので、更なる検討が必要である。

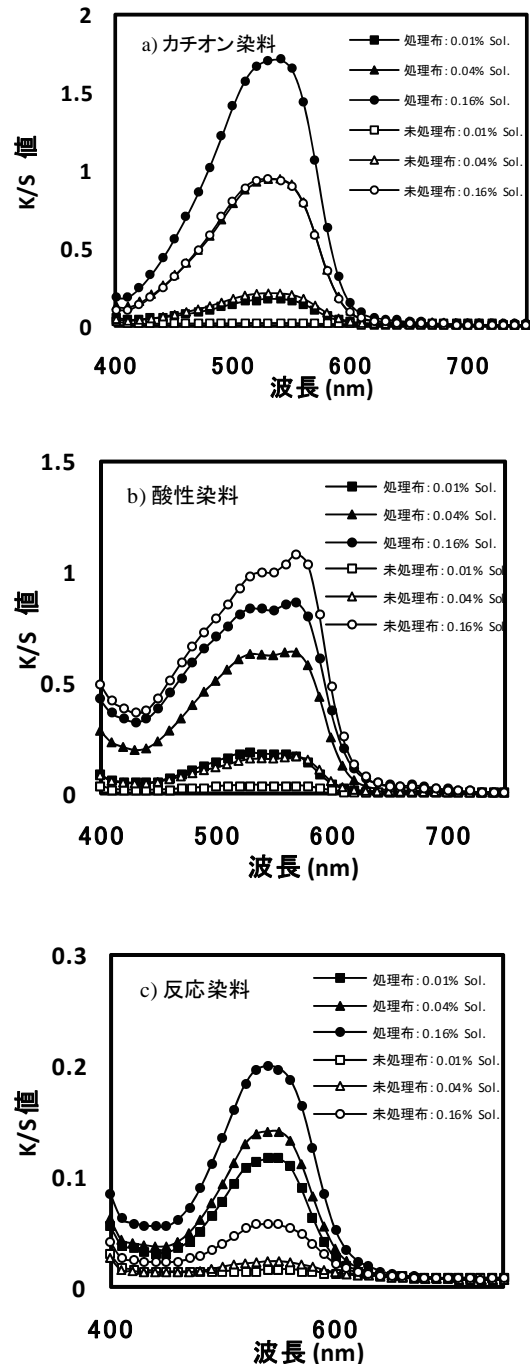


図1. 各種染料による染色性試験

(平成22年6月30日受付, 平成22年10月18日再受付)

文献

- (1) Yang JM, Huang PY, Yang MC and Wang W.: "The grafting of methyl methacrylate onto ultrahigh molecular weight polyethylene fiber by plasma and UV treatment", J. Appl. Polym. Sci., Vol.65, pp.365-371(1997)
- (2) Kaji K, Abe Y, Murai M, Nishioka N and Kosai K.: "Radiation-grafting of acrylic acid onto ultrahigh molecular, high-strength polyethylene fibers". J. Appl. Polym. Sci., Vol.47, pp.1427-1438(1993)
- (3) Iriyama Y and Yasuda H.: "Fundamental aspect and behavior of saturated fluorocarbons in glow discharge in absence of potential source of hydrogen", J. Polym. Sci. Part A. Vol.30, pp.1731-1739(1992)

ノート

ストレッチ繊維製品の衣服圧測定方法の確立

菅谷 紘子*¹⁾ 岩崎 謙次*¹⁾ 山田 巧*¹⁾

Establishment of a Clothing Pressure Measuring Method for Stretch Textiles

Hiroko Sugatani*¹⁾, Kenji Iwasaki*¹⁾, Takumi Yamada*¹⁾

キーワード：衣服圧，不確かさ，エアバックセンサ

Keywords： Clothing pressure, Uncertainty, Air pack sensor

1. はじめに

現在，健康や快適を謳ったストレッチ繊維製品や体形補正下着等が多数出回っている。それらの製品のパッケージには，「〇〇hPa」といった衣服圧の表記がなされているものもあるが，衣服圧に関する業界基準は未だない。

都産技研では衣服圧測定方法の一つである，エアバック法衣服圧測定システムの開発を行ってきたが，システムの不確かさは未確認であった。

本研究では①都産技研の衣服圧測定システムの不確かさを明らかにすることと，②精度の高い衣服圧測定方法の検討を行った。

2. 実験方法

2.1 衣服圧測定システムの不確かさの概要 衣服圧測定に関わる要因を図1の衣服圧測定システムとして捉え，各要因の不確かさを求めた。不確かさについては，Aタイプ評価（式1）及び合成標準偏差を求める式（式2）を用いた。以下に式を示す。⁽¹⁾

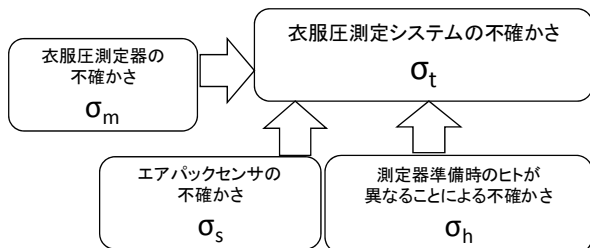


図1. 衣服圧測定システム

標準不確かさ $\mu = s / \sqrt{n}$ (式1)

標準合成不確かさ $\sigma_t = \sqrt{(\sigma_m^2 + \sigma_s^2 + \sigma_h^2)}$ (式2)

s：実験標準偏差 n：データ数

2.2 使用機器及び試料 実験に用いた機器，試料は以下の通りである。

圧力センサ内蔵モデル：MPS-20（七彩製）

衣服圧測定器：AMI3037-10（以下エイエムアイテクノ製）

測定センサ：エアバックセンサ（直径20mm）

測定器校正セット：メスシリンダー，校正用チューブ

測定試料：ストッキング（市販品：測定点の印無，印有）

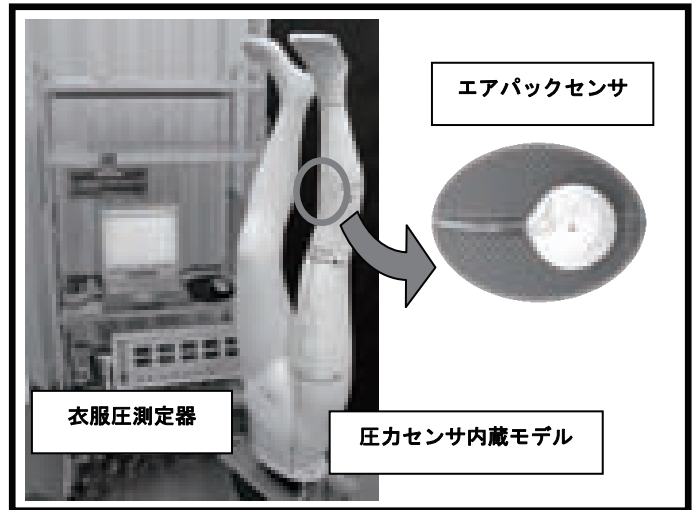


図2. 機器概観



図3. 測定器校正セット



図4. (左) ストッキング印無 (右) ストッキング印有

*1) 墨田支所

2. 3 不確かさを求める実験

(1) 衣服圧測定器の不確かさ (σ_m) 衣服圧測定器 (図 2) は電子回路であり、長時間放置すると一定のばらつきが確認できる (σ_{m1})。また、この測定器は 10 ユニットの電子回路の集合体であり、各ユニット間のばらつきが存在する (σ_{m2})。これらのばらつきを調査した。

(2) エアパックセンサの不確かさ (σ_s) 測定に用いる各エアパックセンサのもつばらつきについて、水深に伴い水圧が働く原理に基づき、測定器校正セット (図 3) を用いて調査した。

(3) 測定器準備時のヒトが異なることによる不確かさ (σ_h) 衣服圧測定の前準備として、センサ内へエアを注入し、センサを測定器へ取り付けるといった手順を踏む。この測定器準備時のヒトのちがいによるばらつきについて調査した。

2. 4 精度の高い測定方法の検討 実際の測定では、測定者が圧力センサ内蔵モデル (図 2) 等へ測定試料を、布目の曲がりやツレなどのない状態に着衣させる。このときの着衣方法による、再現性が問題となる。そこで、市販のストッキング (図 4) を測定試料とし、印付けしない試料 (以下印無) と、測定部位 5 箇所 (下腿最小囲後、下腿最大囲前後、大腿最大囲前後) 及び前後中心線に印付けした試料 (以下印有) を準備した。測定者は 9 名で、繰り返し 3 回の測定を行った。

3. 結果と考察

3. 1 衣服圧測定システムの不確かさの測定結果 上述の実験結果より、衣服圧測定システムの不確かさを求めたところ、以下の結果を得た。(単位: hPa)

$$\sigma_{m1}=0.40, \sigma_{m2}=1.27, \sigma_s=0.30, \sigma_h=0.18$$

不確かさとは、測定値からどの程度のばらつきの範囲に真の値があるのかを示す指標である。都産技研衣服圧測定システムの標準不確かさは信頼水準 68% で約 ± 1 (hPa) であることがわかった。本システムによる衣服圧値を扱う際には上述の衣服圧測定システムの不確かさを踏まえた上で扱う必要がある。

3. 2 精度の高い測定方法について ストッキングへの印有と印無の場合における測定者間の標準偏差のばらつきを図 5 に示す。図 5 より測定者が異なっても、印有の試料では測定値のばらつきが抑えられることがわかる。さらに各試料の 5 箇所の部位の測定結果について F 検定を行うと、曲率の大きい下腿最小囲後等の部位で有意差がみられた。このことから、特に曲率の大きい部位を測定する際は、試料に印をつけるなど測定精度を高める工夫が必要であると考えられる。

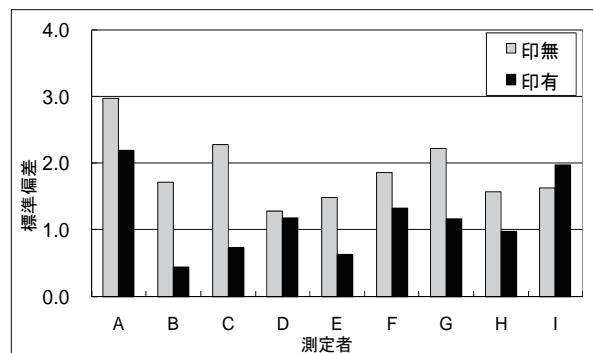


図 5. 測定者間の標準偏差のばらつき

4. まとめ

衣服圧測定では、様々な要因で測定結果にばらつきが生じることがわかった。精度の高い測定を行うには、各手順をマニュアル化し、ばらつきを小さくすることが望ましい。都産技研が行っている衣服圧測定手順を以下に示す。

【都産技研 衣服圧測定手順】

- ①測定ポイントの決定
- ②圧力センサ内蔵モデル等へサンプルを着衣させ、測定点の印つけ
- ③測定ポイントへセンサの取り付け
 - ・エアパックへ空気を注入する (約 0.30ml)
 - ・測定面へカバーテープの貼付, エアパックのチューブを固定
- ④規定量のエアの注入 (センサ直径 20mm の場合)
 - ・硬い面: 約 0.30ml, 柔らかい面: 約 0.15ml
- ⑤測定器へセンサの取り付け
 - ・エア漏れの確認 (手の腹などで押して確認する)
- ⑥着衣前 (ブランク) の値を記録
- ⑦試料を着衣させる
 - ・②で付与した印の位置とセンサ位置を合わせる
- ⑧着衣時の値を記録
 - ・着衣させ終わってから約 1 分後の値
- ⑨試料を脱衣させる
 - ・約 10 分後に繰り返しを行う
- ⑩⑥～⑨を繰り返す (5 回)
- ⑪データは 5 回の測定値の最大値と最小値を除いた 3 回の平均値で示す (hPa)

衣服圧値の測定では測定システムの不確かさを明らかにし、測定作業はマニュアル化した手順で行う必要があることを明らかにした。今後、今回の成果をストレッチ繊維製品の製品評価に役立てたい。

(平成 22 年 6 月 30 日受付, 平成 22 年 10 月 18 日再受付)

文 献

- (1) 榎原研正: 「不確かさ評価入門」, 産業技術総合研究所, pp.8-13 (2007)
- (2) 株式会社エイエムアイテクノ: 「エアパック式接触圧計カタログ」 (2009)

外部発表一覧／論文

Adsorption Properties of Bisphenol A on Activated Carbon Prepared from Wastepaper

島田勝広 (都産技研), 松下清文, 岡山隆之 (農工大)
繊維学会誌, Vol.65, No. 11, pp. 287-291, (2009)

試作した古紙活性炭の環境ホルモン (ビスフェノール A) に対する吸着性能を評価した結果, 高い吸着性能を示した。

A Novel Color Former Organogel for Radiation Detection Systems

糸井裕亮, 関根義之, 関口正之 (都産技研) 太刀川達也 (埼玉大)
Chemistry Letters, Vol. 38, No. 10, pp. 1002-1003, (2009)

保護基に L-フェニルアラニンを持つロイコフェノキサジンカラーフォーマーを放射線検知素子として調製した。本化合物は有機溶媒中で自己凝集によりゲル化しオルガノゲルを生成した。このゲルはガンマ線に対して高い感度を持ち, 重粒子線治療のイメージングや三次元放射線検出素子に利用可能である。

A NADH-dependent fiber-optic biosensor for ethanol determination with a UV-LED excitation system

月精智子 (都産技研), 工藤寛之, 王昕, 宮島久美子, 斉藤浩一, 三林浩二 (医歯大), 沢井政之 (東海大), 越田智之 (東工大)
Sensors and Actuators B: Chemical Volume 141, Issue 1, Pages 20-25, (2009)

UV-LED 励起システムを用いたエタノール検出のための NADH 依存型光ファイバ型バイオセンサに関する論文。

A simple method to determine bioethanol content in gasoline using two-step extraction and liquid scintillation counting

柚木俊二, 斎藤正明 (都産技研)
Bioresource Technology, Vol. 100, pp. 6125-6128, (2009)

ガソリンに含まれるエタノールの濃度とバイオ・非バイオを同時に検知する技術を開発した。水を用いてガソリンからエタノールを抽出し, 液体シンチレーションカウンターを用いて ^{14}C を定量した。エタノール濃度を精度良く測定できた。

Control of Turbulent Channel Flow over a Backward-Facing Step by Suction

櫻庭健一郎 (都産技研), 佐野正利, 鈴木一平 (千葉工大)
Journal of Fluid Science and Technology, Vol. 4, No. 1, pp. 188-199, (2009)

ステップ下端から吸込みを行うことによる後向きステップを有するチャンネル乱流の制御について検討し, 強い吸込みを行うと周期的な流体運動が発生し, この運動の存在によりステップ直後の乱れは急激に増加する事が主に判明した。

Comparison of sliding friction and wear characteristics

among ASTM D2 tool steel implanted with different elements by plasma immersion ion implantation

川口雅弘, 寺西義一, 三尾淳 (都産技研), 青木才子, 益子正文 (東工大)

Journal of The Japan Society for Heat Treatment, vol. 49 Special Issue 2009, vol. 1, pp. 153-156, (2009)

工具鋼表面に種々の元素イオンを注入し, 潤滑油環境下にて摩擦摩耗試験を行った。加えて, その摩擦摩耗特性について検討した。

Depth Profiles of Low Energy Electron Beams in PEMultilayer Films-Comparison of Simulations and ESR Measurements

榎本一郎 (都産技研), 勝村庸介, 工藤久明 (東大・院)
J. Photopol. Sci. Technol, 22, pp. 301-304, (2009)

ポリエチレン多層膜への低エネルギー電子線の深度分布をモンテカルロシミュレーションにより求めた。シミュレーションと ESR の実測値との比較を行ったところ, 両者の電子線深度分布はよく一致した。

Electroconductive ceramic tooling for dry deep drawing

玉置賢次 (都産技研), 真鍋健一 (首都大), 片岡征二 (湘南工大), 相澤龍彦 (芝工大)

Journal of Materials Processing Technology, Volume 210, Issue 1, pp. 48-53, (2010)

セラミックス工具を用いた無潤滑絞り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, セラミックス自体が加工困難であることから, 普及が進んでいない。そこで, 本研究では型材料に導電性セラミックスを用いることにより, 型成形を簡便に行うことができ, 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を確認した。

Effective Utilization of Chicken Bone: An Innovative Approach towards By-product Synergy

柳捷凡 (都産技研)
Proceedings of the Sixth International Symposium on Environmentally Conscious Design No. 09-212, pp. 489-492, (2009)

毎日, 大量の鶏骨残渣が廃棄物として不適当に処分され, 様々な環境問題を生じさせると同時に, 貴重なリン資源の無駄にもなる。これらの課題を解決することを目的として, 本研究は食肉加工場から出された鶏骨残渣 (鶏骨からエキスを抽出後の副産物) の有効利用に関する研究を行ってきた。鶏骨残渣に含まれる有機分 (たんぱく質など) と無機分 (アパタイト) を分離させ, それぞれを食料品と天然アパタイトの原料に加工する方法を提案した。また, 湿式媒体攪拌粉砕法により, 天然アパタイトをナノサイズまで粉砕加工することができた。本論文は, 食肉加工場の副生成物である鶏骨を別の高付加価値製品の原料として有効。

Effect of Alloying Elements on Interface Microstructure of Mg-Al-Zn Magnesium Alloys and Titanium Joint by Friction

Stir Welding

青沼昌幸 (都産技研), 中田一博 (阪大接合研)

Materials Science & Engineering B 161, pp. 46-49, (2009)

Al 量の異なる AZ 系 Mg 合金と, 純 Ti とを摩擦攪拌接合し, 接合界面組織に及ぼす Al 量の影響について検討した。その結果, β -Mg₁₇Al₁₂に含まれる Al は動的再結晶した攪拌部で α -Mg 中に再固溶し, 同じく動的再結晶した α -Ti と優先的に反応することが確認され, 母材中の Al 量が反応層の厚さおよび接合強さに影響を及ぼすことが判明した。

Effect of flash temperature on change in DLC film structure during sliding

川口雅弘, 三尾淳, 森河和雄, 内田聡 (都産技研), 青木才子 (東工大), 崔峻豪, 加藤孝久 (東大)

Journal of The Japan Society for Heat Treatment, vol. 49 Special Issue 2009, vol. 1, pp. 217-220, (2009)

摺動時の DLC 膜の構造変化について, ラマン分光法などを用いた解析を行い, 摩擦熱の観点より議論した。摺動時の周速度, および負荷荷重が大きな影響を及ぼすことを見出した。

Efficiency of Radical Yield in Alkylthymine and Alkyluracil by high-LET Irradiation

中川清子 (都産技研), 太田信昭 (広島大), 村上健 (放医研)

Radiation Physics and Chemistry, 79, pp. 637-642, (2010)

生体関連物質であるチミンおよびウラシルのアルキル基誘導体を放射線照射した。チミン部位から生成する 5-チミルラジカル以外に, 2 級アルキルラジカルが生成し, アルキル基の鎖が長くなるほど全ラジカル量が増加した。また, γ 線とイオンビーム照射におけるラジカル生成量も比較した。

Film-forming properties and traction of non-functionalized polyalkylmethacrylate solutions under transition from elastohydrodynamic lubrication to thin-film lubrication

中村健太 (都産技研), 村木正芳 (湘南工大)

Part J: Journal of Engineering Tribology, Vol. 224, No. 1, pp. 55-63, (2010)

自動車に用いられる潤滑油には, 粘度指数の向上と油膜形成能の向上のために, ポリマーが配合されている。最も配合されているのは, ポリアルキルメタクリレート (PAMA) で, 化学構造によって性質が異なる。本論文では, PAMA のアルキル基の構造と, 油膜形成能またはトラクションの関係を調べた結果, 極薄膜下でアルキル基の構造の影響が顕著に現れることを述べている。

Friction and wear properties of carbon coated tool steel with pre-implantation by PIII

三尾淳, 森河和夫, 川口雅弘 (都産技研), 青木才子 (東工大), 鈴木秀人 (茨城大)

Surface & Coatings Technology vol. 203, pp. 2584-2586, (2009)

プラズマイオン注入法を用いて, 種々の加速電圧, ガス濃度, 処理時間で炭素膜の生成を行った。炭素膜の成膜に先立ち, 窒素イオ

ン注入処理を行い, 摩擦摩耗特性に及ぼす影響を調べた。炭素成膜時に炭素イオン注入が起こる条件, 及び窒素イオン注入処理により, 摩擦試験時に炭素膜の剥離を減少させることが可能であった。

Interlaboratory Testing for the Determination of Trace Amounts of Tin and Lead in Magnesium and Magnesium Alloys by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

上本道久 (都産技研), 永岡信 (三井金属), 藤沼弘 (東洋大)

Analytical Sciences, 25 (5), pp. 717-721, (2009)

高周波誘導結合プラズマ発光分析法 (ICP-AES) を用いた, マグネシウムおよびマグネシウム合金中の微量スズおよび鉛の定量に関する共同分析試験を行った。単純な酸溶解と試料噴霧による測定でマトリックスマッチングによる検量線法が適当であった。本法に基づき, 2 つの新しい JIS 規格が制定された。

In vivo biological response and bioresorption of tilapia scale collagen as a potential biomaterial

柚木俊二 (都産技研), 杉浦弘明, 近藤英司, 安田和則 (北大), 生駒俊之 (物材機構), 田中順三 (東工大)

Journal of biomaterials science, vol. 20, pp. 1353-1368, (2009)

魚鱗コラーゲンの安全性と生体吸収性を, ウサギ背筋への埋植試験により評価した。魚鱗コラーゲンの異物反応は厚生労働省の定める陰性対象, および市販の豚コラーゲンと同レベルに低かった。また, 架橋法により生体吸収性を制御できることが明らかになった。

Nitrogen Distribution of Austenitic Stainless Steel Nitrided by Plasma Immersion Ion Implantation Below 673K

三尾淳, 川口雅弘, 森河和雄 (都産技研), 青木才子 (東工大)

Journal of The Japan Society of Heat Treatment, Vol. 49, Special Issue 1, pp. 408-411, (2009)

プラズマイオン注入法を用いて, 種々の加速電圧, ガス圧, 処理時間でステンレス鋼に窒素イオン注入を行った。処理時の温度を 400°C 以下に保つ工夫をし, 一般の窒化処理よりも低い温度での処理特性, 試験片の深さ方向元素分布, 表面硬さ, について検討した。イオン注入条件を選択することで, 窒素の深さ方向分布及び表面硬さを制御できることがわかった。

Orientation Relaxation of Triblock Copolymer with Cylindrical Microdomain by In-Situ Stress-Birefringence Measurements

清水研一 (都産技研), 斎藤拓 (農工大)

Polymer Journal, Vol. 41, No. 7, pp. 562-567, (2009)

ブロック共重合体のセグメントと棒状マイクロドメインの配向緩和挙動を明らかにするため, EP セグメントのマトリックスに PS 棒状ドメインを形成する SEPS の一軸伸張後の応力緩和過程での応力と複屈折の同時測定を行った。その結果, 短い緩和時間ではゴム状セグメントの配向緩和が起こり, 長時間側では PS 棒状マイクロドメインの配向緩和は起こらないが, ミクロドメイン内の PS セグメントの配向緩和に関与した側鎖のフェニル基のコンフォメーション

変化が起こることが分かった。

Perpendicular Orientation of Cylindrical Microdomains in Extruded Triblock Copolymer

清水研一, 安田健 (都産技研), 斎藤拓 (農工大)

Macromolecules 43 巻, pp. 2088-2091, (2010)

トリブロック共重合体を矩形管から押し出し、棒状マイクロドメインの配向挙動のせん断速度依存性を小角 X 線散乱により観察した。その結果、配向挙動には顕著なせん断速度依存性があり、高せん断速度で押し出すと、棒状マイクロドメインが規則正しく配列し、せん断面に垂直に配向することを発見した。

Reaction mechanism of hydroxymaleimide induced by γ -irradiation in alcohol solvents

中川清子 (都産技研)

Radiation Physics and Chemistry, 79, pp. 705-709, (2010)

メタノール及び 2-プロパノール中でヒドロキシマレイミドを放射線照射したところ、溶媒のラジカルが付加した化合物が生成した。ラジカル付加体の生成において、溶媒ラジカルが再生成するため、連鎖反応が起きており、線量率の減少とともに、ヒドロキシマレイミドの減衰効率は増加した。

Simple, Low-cost Preparation of High Surface Area $\text{Co}_3\text{O}_4\text{-CeO}_2$ Catalysts for Total Decomposition of Toluene

染川正一 (都産技研), 石川麻子 (元都産技研), Leny Yuliaty, 高鍋和弘, 堂免一成 (東大)

Chemistry Letters Vol. 39, No. 1, pp. 26-27, (2010)

本論文は、シンプルかつ低コストの製造法で作製した高表面積を持つ $\text{Co}_3\text{O}_4\text{-CeO}_2$ 触媒によるトルエンの完全分解に関する内容である。なお、本論文は JST プロジェクトの研究成果である。

SPE 電解法におけるトリチウム分離係数への磁場と温度の影響

高橋洋輔, 関谷喜史, 今泉洋 (新潟大), 斎藤正明 (都産技研), 福井聡, 狩野直樹 (新潟大)

RADIOIS OT OPES, 第 58 巻 7 号, pp. 469-475, (2009)

強磁場下 (0-4 T) で SPE 電解濃縮を行った。電流と磁場が直交条件のとき、トリチウム分離係数は磁場の強さの増加に伴い増加した。分離係数に関わる温度変化については、HTO の解離反応の温度依存性が予想された。

XML 溶接加工事例の比較による溶接加工支援

小島俊雄 (都産技研), 大谷成子, 小林秀雄, 川嶋巖 (産総研), 綿貫啓一 (埼大・院)

社団法人日本設計工学会誌, 45, pp. 94-99, (2010)

WWW サイトに分散公開されている加工事例情報を利用して、作業設計やトラブル解決を行う手法の確立を目指す研究である。本論文では、XML 表現のアーク溶接加工の事例データから、主要な属性 3 個までを指定して、グラフ形式で表示する手法を提案し、シェフラー線図や 3 次元表示による有効性を評価している。

糸状菌の流動パラフィン重層法による長期保存後の生存性

小沼ルミ, 瓦田研介 (都産技研) 工藤由起子, 渡辺麻衣子 (医薬品食品衛生研), 高鳥浩介 (カビ相談センター)

日本防菌防黴学誌, Vol. 38, No. 2, pp. 75-80, (2010)

流動パラフィン重層法を用いて 20 年以上保存されていた糸状菌 12 属 64 種 222 株について菌株を継代培養し、生存性を評価した。その結果、属によって保存性に差があることが明らかになった。また、同じ属であっても菌種によって生存率は異なることが認められた。そのため、流動パラフィン重層法は簡便であるが、長期保存には他の方法も併せて用いることが必要と考えられる。

液体シンチレーションカウンタによるバイオディーゼル燃料の放射性炭素測定

斎藤正明 (都産技研)

RADIOIS OT OPES, 第 58 巻 7 号, pp. 455-460, (2009)

バイオディーゼル燃料 (BDF) をカラムクロマトグラフで精製し、液体シンチレーション計測 (LSC) によって燃料中の C-14 放射能を測定することができた。BDF 試料を 10%ヘキサン溶液に調製して、活性白土カラムで脱色精製し、蒸発分離物を計測試料とした。LSC 計測結果を加速器質量分析法 (AMS) でクロスチェックしたところ、両者のバイオマス比は一致した。

吸着ストリッピングボルタンメトリーを利用する環境水中亜硝酸性及び硝酸性窒素のフロー分析システム

林英男 (都産技研), 奈部川英則 (ティ・エヌケミスト・理科大), 矢野傑, 土肥強, 田中龍彦 (理科大)

環境と測定技術, vol. 36, No. 12, pp. 12-17, (2009)

環境水中に含まれる亜硝酸性窒素及び硝酸性窒素を簡便に分析するための分析システムを構築し、その分析能力を評価した。さらに、工場排水などの実試料分析に適用し、その有用性を評価した。

故繊維を用いた球状繊維集合体の圧縮特性と枕用充填材としての適合性

樋口明久 (都産技研), 近藤幹也, 清水義雄, 高寺政行 (信州大)

Journal of Textile Engineering, Vol. 56, No. 1, pp. 21-28, (2010)

故繊維による球状繊維集合体の構造と圧縮特性の関係を検討した。その結果、芯鞘型複合繊維の混合割合、球状繊維集合体の密度、繊維組成により圧縮特性を制御できることがわかった。これにより、球状繊維集合体を充填材として、沈み率および体圧値を制御した枕を作製でき、枕用充填材として十分な圧縮特性を有することが確認できた。

固体高分子電解における陰極側と陽極側のトリチウム濃縮比較

斎藤正明 (都産技研), 今泉洋 (新潟大), 加藤徳雄 (愛媛医療技術大), 石井吉之 (北大), 関谷喜史 (新潟大)

Electrochemistry, 第 77 巻, 5 号, pp. 370-372, (2009)

固体高分子電解トリチウム濃縮において、陽極側でトリチウム濃縮は起こらず、試料水量、濃縮水量及び電解時間に関係なく、一定

濃縮倍率の濃縮水が陰極側で得られることがわかった。本方法を利用することによって、これまでにない多段階型の電解装置開発の可能性が示された。

酸素プラズマ処理によるシリコン添加 DLC 膜の低摩擦化

川口雅弘 (都産技研)，崔竣豪，角田篤，熊谷知久，加藤孝久 (東大)

トライボロジスト, 第54巻, 第11号, pp. 783-791, (2009)

イオン化蒸着法により成膜した Si-DLC 膜に酸素プラズマ処理を行い、処理条件に関する摩擦特性の変化について調べた。その結果、酸素プラズマ処理により膜の硬さは維持したまま、0.02 まで摩擦係数を下げることが成功した。

ベリロン III とホウ素 (III) との錯形成を利用した吸着ストリッピングボルタンメトリーを環境水中微量ホウ素の定量に適用した。本分析法は、煩雑な前濃縮操作を必要とせず、環境試料中の微量ホウ素の定量が可能となった。

スギ間伐材炭化物の紙への添加と吸着特性—未利用木質バイオマスの有効利用—

福井浩，竹村彰夫 (東大)，辰巳和久 (山陽製紙)，瓦田研介 (都産技研)

紙パ技協誌, Vol. 64, No. 7, pp. 833-839, (2010)

スギ間伐材から製造した炭化物を手すき紙に添加することで、吸着性能などの機能性を付与することを試みた。ホルムアルデヒドおよびエチレンの吸着性能を調べたところ、炭化物を添加することで吸着性能が向上することが判明した。

ダイヤモンドコーテッド工具によるステンレス鋼板のドライ絞り加工技術に関する研究

玉置賢次，寺西義一 (都産技研)，片岡征二 (湘南工大)，神田一隆 (福井工大)，高野茂人 (不二越)

材料試験技術, Vol. 54, No. 4, pp. 227-231, (2009)

CVD ダイヤモンド膜のドライ絞り加工工具への適用について検討した。CVD ダイヤモンドコーテッド工具を用いたステンレス鋼板の連続 1 万回のドライ絞り加工を実施し、達成することができた。前報のアルミニウム板だけでなく、ステンレス鋼板でも連続 1 万回のドライ絞り加工を達成したことで、CVD ダイヤモンドコーテッド工具の適用可能範囲が格段に広がったと言える。

超薄肉 ZDC2 亜鉛合金ダイカストの機械的性質

佐藤健二 (都産技研)，岡野良武 (千葉工大・院)，西直美 (日本ダイカスト協会)，早野勇 (プログレス)

鑄造工学, Vol. 81, pp. 163-169, (2009)

0.2mm 厚で、70×100mm の超薄肉亜鉛合金ダイカストの矩形試験片の鑄造に成功した。試験片の機械的特性を引張試験によって評価した。α 晶の DAS II はゲート側からオーバフロー側へ向かって低下する。ポロシティ量は中央部で最も低く、オーバフロー側で著しく増大する。マイクロ組織とポロシティ分布の強度特性への影響を考察した。

ベリロン III を用いた吸着ストリッピングボルタンメトリーによる環境水中微量ホウ素の定量

林英男 (都産技研)，奈部川英則，佐藤匡紀，田中龍彦 (理科大)

分析化学, Vol. 58, No. 9, pp. 815-819, (2009)

外部発表一覧／口頭発表

Active Vibration Control for Improving Sound Transmission Loss using Window Pane

福田良司(都産技研), 貝塚勉, 中野公彦(東大), 田中信雄(首都大)
Asia-Pacific Vibration Conference 2009, University of Canterbury (2009)

首記の研究に関して, 実稼動モード解析によるサッシの振動モード形状, 提案した振動制御手法による騒音低減効果, 振動場と音場の練成により生じる問題点などについて発表した。

Comparison of friction characteristics of phosphorous ion implanted steels with different phosphorous distribution profiles

川口雅弘(都産技研), 崔竣豪, 角田篤, 熊谷知久, 加藤孝久(東大)

World Tribology Congress 2009 Kyoto(2009)

P イオンを鋼材表面に注入した場合の, 摩擦特性の評価とその低摩擦発現メカニズムについて, P イオンの注入断面深さの観点より検討した。

Change in structure of DLC film under sliding condition

川口雅弘(都産技研)

The 1st International Conference on Surface and Interface Fabrication Technologies (ICSIF) (2009)

DLC 膜の現状と展望を紹介しながら, 摺動環境下における DLC 膜の構造変化とそのメカニズムに関する, および DLC 膜表面の PFPE 吸着特性とそのメカニズムに関する基調講演を行なった。

Conductive Paper prepared by Electroless Nickel Plating

竹村昌太, 上野武司, 高松聡裕, 五十嵐美穂子, 棚木敏幸, 島田勝広(都産技研), 岡山隆之(農工大)

Proc. of the 6th Int. Conf. on Mater. for Resour (2009)

古紙リサイクルを通じたバイオマスの有効利用として紙へのめっきによる導電紙を試作した。その結果, 紙への無電解ニッケルめっきによる作製工程を確立することができた。また, 広葉樹パルプ抄紙へのめっきでは 60dB の電界シールド効果が確認され標準的なシールド性能が得られた。

Development for an Interactive Communication Display for Blind Computer Users

島田茂伸(都産技研), 篠原正美, 下条誠, 清水豊(電通大)

18th IEEE International Symposium on Robot and Human Interactive Communication(2009)

機器を持ち込みデモ展示とデモに関する口頭発表を行った。ロボティクス分野の視点から本研究を評価されることに新鮮な発見があり, 今後の研究テーマ推進に重要な示唆を得た。また, 本研究はロボティクス分野の研究者たちにも好評であり, ベストペーパー級の賞を受賞した。ロボティクス分野の技術動向調査も行えた事から

申請者にとって非常に有意義な国際会議となった。

Development of static and dynamic measurement of organic acids emitted from wood and adhesives for wood

瓦田研介, 栗田恵子(都産技研), 近江正陽(農工大)

International Conference on Wood Adhesives 2009(2009)

文化財や金属製品を腐食させる恐れのある有機酸について, 木材および木材接着剤が放散する酢酸, ギ酸の静的・動的な放散量測定方法を開発した。静的方法はホルムアルデヒド測定で用いるデシケーター法を改良した。動的方法は VOC 測定用小形チャンバー法を用いた。

Development of Si-DLC coatings with ultra-low friction and high hardness

川口雅弘(都産技研), 崔竣豪, 角田篤, 熊谷知久, 加藤孝久(東大)

World Tribology Congress 2009 Kyoto(2009)

Si-DLC 膜の低摩擦, 高硬度を達成するための成膜条件の検討およびその発現メカニズムについて検討した。

Deposition of SiBCN films by Ion Beam Sputtering Using Gas Mixture of Ar and CH4

川口雅弘(都産技研), 崔竣豪, 多久田のりたか, 熊谷知久, 加藤孝久(東大), 中尾節夫, 池山雅美(産総研)

SMMIB2009 お台場(2009)

Si 基板の上に ECR スパッターリング装置を用いて SiBCN を成膜した。成膜時のイオンビームとして, Ar/CH₄ 混合ガスを用いた。その結果, 作製した SiBCN 膜は約 800°C までの耐熱性を保つことを確認した。

Decreasing method of VOCs emission from building materials using ozonolysis

水越厚史(都産技研), 野口美由貴, 柳沢幸雄(東大)

Healthy building 2009 (2009)

オゾンによって環境(室内)中の VOC を処理した実験・分析結果の発表。

Effective Utilization of Chicken Bone: An Innovative Approach towards By-product Synergy

柳捷凡(都産技研)

EcoDesign 2009(Sixth International Symposium on Environmentally Conscious Design 以下略 (2009)

食肉加工場の副生成物である鶏骨残渣に含まれる有機分(たんぱく質など)と無機分(アパタイト)を分離させ, それぞれを食料品と天然アパタイトに加工し再利用する方法を提案した。また, 湿式媒体攪拌粉碎法を適用して天然アパタイトをナノサイズまでに粉碎加工することができた。

Effect of Intermetallic Compound on Interfacial Microstructure of Calcium Added Magnesium Alloy and

Titanium Joint by Friction Stir Welding

青沼昌幸 (都産技研), 中田一博(阪大接合研)

3rd International Conference on Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC3) Abstracts 186 (2009)

Ca を添加した Mg 合金と純 Ti とを摩擦攪拌接合し, Ca-Al 系金属間化合物および α -Mg に固溶した Al が接合部組織に及ぼす影響について検討を行った。その結果, 安定な CaAl_2 は攪拌部に破碎分布して Al はマトリックスに再固溶せず, 主に母材の α -Mg に固溶している Al が Ti と反応することで結合し, 接合界面を形成することが判明した。

Energy deposition by low energy electron beams in polymer materials

榎本一郎 (都産技研), 勝村庸介 (東大・院・原子力機構先端基礎研), 工藤久明 (東大・院)

The 26th Miller Conference on Radiation Chemistry(2009)

低エネルギー電子線加速器から発生する, 電子線の挙動をモンテカルロシミュレーションを使って評価した。エネルギーの低い電子線は, 試料に達する前に加速器の構造体である厚さ 10 マイクロメートルの金属箔と酸化を防止するための窒素ガス層に大部分が吸収され, 試料には 20%程度しか達しないことがわかった。

EGS simulation of depth profile of low-energy electron beams

榎本一郎 (都産技研), 勝村庸介 (東大・院・原子力機構先端基礎研), 工藤久明 (東大・院)

11th Pacific Polymer Conference 2009(2009)

モンテカルロシミュレーションを利用して, 低エネルギー電子線の薄膜内のエネルギー分布を調べた。100keV 以下のエネルギーのとき, 装置を構成する金属箔と窒素ガス層で多くのエネルギーが消費され, 試料に届く電子線が極めて少ないことがわかった。60keV 以下では薄膜内にエネルギー分布が生じ, 均一に照射されないことがわかった。

Formation of carbon mixing layer on silicon surface by PBII&D

川口雅弘, 清水綾, 中西正一, 紋川亮 (都産技研), 崔竣豪, 加藤孝久 (東大)

SMMIB2009 お台場(2009)

Si 基板上に PBII&D 法を用いて DLC の成膜を行い, Si/DLC 界面における炭素イオンの注入効果について検証した。その結果, Si 最表面は炭素イオン注入層が形成しており, DLC 膜の密着性向上に寄与していることを確認した。

Fluorometric Biochemical Gas-sensor with UV-LED Based Excitation Technique for Monitoring Gaseous Formaldehyde

月精智子 (都産技研), 工藤寛之, 鈴木祐貴, 高橋大志, 荒川貴博, 三林浩二 (医歯大)

EURO ANALYSIS (2009)

ホルムアルデヒドガスモニタリングのための UV-LED 励起システムを用いた光学的な生化学式ガスセンサに関するポスター発表。

Graft polymerization using radiation-induced peroxides and application to textile dyeing

榎本一郎, 添田心 (都産技研), 勝村庸介 (東大・院・原子力機構先端基礎研), 工藤久明 (東大・院)

11th Pacific Polymer Conference 2009(2009)

放射線グラフト重合法により超高分子量ポリエチレン繊維に官能基を導入して, 染色性を付与した。カチオン染料, 酸性染料で染色し, 各種官能基とそれぞれの染料との反応機構を調べた。

Gas Flow Analysis by Fluorometric Fiber with UV-LED Excitation Device for Formaldehyde Vapor

月精智子 (都産技研), 鈴木祐貴, 荒川貴博, 高橋大志, 工藤寛之, 三林浩二 (医歯大)

FLOW ANALYSIS XI (2009)

ホルムアルデヒドガスのための UV-LED 励起システムを用いた光ファイバ型ガスフロー分析に関する発表。

High sensitive fluorometric bio-sniffer with UV-LED based excitation technique for monitoring formaldehyde vapour

月精智子 (都産技研), 工藤寛之, 鈴木祐貴, 高橋大志, 荒川貴博, 三林浩二 (医歯大)

First Bio-Sensing Technology Conference(2009)

UV-LED の励起光源を用いた, ホルムアルデヒドガスモニタリング用の高感度な光学式バイオスニファについて発表。

Measurement of organic acid emitted from wood and wood-based material

瓦田研介, 栗田恵子 (都産技研), 近江正陽 (農工大)

The Third Asian Conference on Adhesion(2009)

木質材料のホルムアルデヒド放散量の測定法であるデシケータ法を改良して, 有機酸 (ギ酸, 酢酸) の放散量を簡易・安価に測定できる方法を見出した。

Mechanical and morphological property of the ion implanted hydroxyapatite ceramics after soaking in simulated body fluid

寺西義一 (都産技研), 小林訓史, 村松武宗(首都大)

16th International Conference on Surface Modification of Materials by Ion Beams(SMMIB09) (2009)

医療分野において, 注目されているのが生体活性セラミックスの自家骨との結合力の強化などの生体活性機能性の付与である。今回, イオン照射による表面改質の方法を用いた人工骨への照射前後の変化と人工体液中の変化の観察と分析について考察した。

Morphological changes of ion implanted polyimide films surfaces after heat treatment

寺西義一, 中村勲, 植松卓彦, 清水研一, 安田健, 三尾淳 (都産技研), 小林知洋(理研), 中村和正 (中央大)

16th International Conference on Surface Modification of Materials by Ion Beams (SMMIB09) (2009)

微細金型への応用を目指して, イオン照射による表面改質の方法を用いたポリイミドフィルムへの照射前後の変化と熱処理について考察した。結果表面形状の観察と分析の発表を行った。その形態の理由について多くの指摘を頂き, 現象について議論を深めることが出来た。

Potential of technical collaboration by Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute

藤原康平 (都産技研)

RIBF 実験における測定器についての検討会

独立行政法人 理化学研究所(2009)

エレクトロニクスグループ電波電子研究室における業務内容の紹介。及び, 高周波・電子回路関連の測定技術の課題とその応用例を発表した。

Protection ability of DLC films in NaCl solution

川口雅弘, 清水綾, 梶山哲人, 渡邊禎之, 森河和雄, 湯川泰之 (都産技研)

SMMIB2009 お台場(2009)

PBII&D 法により成膜した DLC 膜の防食特性について, 5%塩水中における摩擦摩耗試験, および塩水噴霧試験を行い, 検討した。その結果, 成膜条件などをパラメータとして, 防食特性の最適化制御が可能であることを見出した。

Residual stress of DLC films and its evaluation by Raman spectroscopy

川口雅弘 (都産技研), 北川貴稔, 村田清, 村上雅人 (芝工大)

SMMIB2009 お台場(2009)

PBII&D 法により DLC を成膜し, その内部残留応力とラマン分光分析結果の関係について検討した。その結果, 内部残留応力の緩和に伴い, ラマンスペクトルの G ピーク, D ピークの中心位置, 半値幅は一定値に収束することがわかった。

Surface Modification of PTFE Irradiated by Various Ion Beams

中村勲(都産技研), 松浦美紀, 鷹野一郎(工学院大)

17th IBMM (2010)

PTFE シートに H⁺, He⁺, Ne⁺ や Ar⁺ イオンなどのイオンビームを照射し, 表面分析および水に対する濡れ性を評価した。イオン種により PTFE の接触角を制御でき, 撥水性を示す照射条件では, 針状の表面構造を持つことを報告した。

STUDY OF CHAGNGE IN STRUCTURE OF A-C:H FILMS USING LASER RAMAN SPECTROSCOPY

川口雅弘, 三尾淳 (都産技研), 青木才子(東工大), 崔竣豪, 加藤孝久(東大)

ECOTRIB2009 (2009)

摺動による DLC 膜の構造変化について, ラマン分光分析による評価検討を行った。その結果, 膜の構造変化の主要因の一つとして摩擦熱があげられること, 摺動時の周速度, 負荷荷重が特に影響を及ぼすこと等を明らかにした。

Sliding Friction Characteristic of Steel Modified by Carbon Tetrafluoride Plasma Based Ion Implantation

川口雅弘, 三尾淳 (都産技研), 青木才子, 鈴木章仁, 益子正文(東工大)

ECOTRIB2009 (2009)

PBII&D 法により, ASTM D2 工具鋼上に CF₄ イオンを注入し, トライボロジー特性評価を行った。その結果, 摩擦係数の低減に成功した。フッ素イオン注入による工具鋼の表面エネルギー低下が主要因の一つと考えられる。

Structural transformation of diamond-like carbon films under various sliding conditions

川口雅弘, 三尾淳 (都産技研), 青木才子 (東工大), 崔竣豪, 加藤孝久 (東大)

World Tribology Congress 2009 Kyoto(2009)

摺動による DLC 膜の構造変化について, 種々の摺動条件において実験を行い, 理論モデルの妥当性について検討した。その結果, 特に周速度, 負荷荷重の影響が大きいことを明らかにした。

Tuned Cradle Damped Mass Damper

福田良司 (都産技研), 島崎洋治(東海大), 森尻渉(コスモテックス)

PRECIOUS WOOD – URBAN WOOD(2009)

JST 地域ニーズ即応型で実施している, ペンシルビルに適用する制振装置に関する研究紹介。筆頭は東海大の島崎教授。

The Determination of Trace Amounts of Tin and Lead in Magnesium and Magnesium Alloys by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

上本道久 (都産技研)

ISO TC79/SC5 Tokyo Meeting (2009)

マグネシウム及びマグネシウム合金中の鉛およびすずの分析方法について, 2008 年に制定した JIS の基礎となった研究成果を紹介し, 国際標準規格として ISO に提案すべくその概要を説明した。

Tribological properties of steel modified by sulfur ion implantation

川口雅弘, 寺西義一, 三尾淳 (都産技研), 青木才子 (東工大)

SMMIB2009 お台場(2009)

軸受鋼に対して Sulfur イオンを注入し, そのトライボロジー特性について評価を行った。その結果, Sulfur イオン注入より低摩擦化, 高耐摩耗化を図ることができた。特に摩擦係数は, Sulfur イオンの注入量に伴い, 低下傾向を示した。

Au ナノドットアレイを用いた LSPR センサの開発

加沢エリト, 紋川亮, 月精智子 (都産技研), 三林浩二, 工藤寛之 (医歯大)

第70回応用物理学学会学術講演会(2009)

直径数百 nm の Au ナノドットアレイに生じる局在表面プラズモン共鳴 (LSPR) 現象を用いた化学センサについて検討した。EBL 法を用いたドットアレイ形成において, 工程上必要となる数 nm 厚さの金属層の存在がセンサ性能を低下させてしまう一方で, 大気中での熱処理により性能改善できることを見出した。(JST, 東京都地域結集型研究開発プログラム)

AMC602 マグネシウム合金とチタンとの摩擦攪拌接合

青沼昌幸 (都産技研), 津村卓也, 中田一博 (阪大接合研)

溶接学会平成 21 年度春季全国大会講演概要 84 集, pp. 58-59 (2009)

同量の Al を含む AMC602 合金および AM60 合金と純 Ti とを摩擦攪拌接合し, 接合条件と母材組織が接合部組織と引張強さに及ぼす影響について比較検討を行った。その結果, 接合パラメータと母材マトリックスの α -Mg に含まれる Al の固溶量が, 接合界面の $TiAl_3$ 層の生成状態と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。

Co₃O₄-CeO₂ 触媒を用いた VOC 分解の研究

染川正一 (都産技研), 石川 麻子(元都産技研), Leny Yuliati, 高鍋 和弘, 堂免 一成(東大)

第 105 回触媒討論会(2010)

VOC(揮発性有機化合物)は塗装・クリーニング業界などから排出され, 大気中に放出されると健康被害を引き起こし, 環境にも悪影響を及ぼすため, 特に大都市で問題になっている。本発表では, シンプルかつ安価な製造法で作製した Co₃O₄-CeO₂ 触媒が従来からよく用いられている白金触媒よりも活性が高く, さらにその触媒は高い安定性を持つということを示したものである。このことは装置へ実用化するうえで有用である。

DLC のトライボロジー研究動向

川口雅弘 (都産技研)

トライボロジー会議 2009 春東京(2009)

DLC 膜のトライボロジー特性に関する研究動向と, 各種評価手法に関する基調講演を行った。

FPD (液晶・プラズマテレビ) 用ガラスの再資源化

小山秀美, 中澤亮二 (都産技研), 阪口員一, 増本優, 荻原明, 須永竹英, 越智健一, 都竹進 (電子情報技術産業協会)

環境資源工学会第 122 回例会(2009)

薄型テレビ (FPD) は, 需要が急拡大しているため, 廃棄量が急増することが予測されている。こうした中 2009 年 4 月から家電リサイクル法で薄型テレビが対象品目に追加された。今後, リサイクル率をさらに引き上げるためには, ガラスの再資源化が鍵になる。そこで, 家電業界と共同で FPD ガラスの再資源化システムについて

検討している状況について発表した。

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 50 回記念機器分析講習会 第 1 コース: ICP 発光分析および ICP 質量分析の基礎と実際(2009)

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 (ICP-AES) および ICP 質量分析法 (ICP-MS) 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を解説した。近年新しく開発されたユニットについては, 特に特長や使用法を具体的に図示して解説した。

JTAG を用いたオンライン自己監視手法

入月康晴 (都産技研)

第 12 回 6 都市 FPGA カンファレンス 2009(2009)

組込みシステムの製品開発においては, 安心・安全の確保やネットワークを介した外部からの攻撃に対する防護手段などが必要不可欠となっている。今回は, FPGA に内蔵されている JTAG 機構を用いて, 製品を通常動作させながら外部から誤りの発生を監視する手法を紹介する。

L-システインを用いた空気中からのアセトアルデヒド除去

水越厚史 (都産技研), 山下喬子, 野口美由貴, 柳沢幸雄 (東大)

第 46 回環境工学研究フォーラム(2009)

①アセトアルデヒドを含む空気を L-システイン水溶液にバブリングする, ②アセトアルデヒドを含む空気中に, L-システイン水溶液を含む吸水性樹脂を設置するといった方法により, 空気中からアセトアルデヒドを除去できるという知見・データを発表した。

PBII&D 法による Al 合金上への DLC 膜の作製

清水綾, 川口雅弘 (都産技研), 北川貴稔, 遊馬なつみ, 村田清, 村上雅人 (芝工大)

社団法人 軽金属学会 関東支部 第一回 若手研究者ポスター講演会 (2010)

アルミニウムダイカスト (ADC12) 上に PBII&D 法を用いて DLC を成膜し, 膜の密着性やトライボロジー特性を評価した。

PBII&D 法による Al 合金の表面改質

清水綾, 川口雅弘 (都産技研), 北川貴稔, 遊馬なつみ, 村田清, 村上雅人 (芝工大)

社団法人表面技術協会 第 121 回講演大会 (2010)

各種アルミ合金表面 (ADC12, A6061, A2017) 上に PBII&D 法を用いて DLC を成膜し, 膜の密着性やトライボロジー特性を評価した。アルミ合金種の違いにより, DLC 膜のトライボロジー特性に相違が生じることを確認した。

PBII&D 法による DLC 膜の海洋中への適用 第 1 報: トライボロジー特性

清水綾, 川口雅弘 (都産技研), 崔 竣豪, 加藤孝久 (東大・院)
 社団法人表面技術協会 第 121 回講演大会 (2010)

海洋用鋼材への利用を目的として, PBII&D 法で成膜した SUS304
 基板上の DLC 膜について, 塩水中でのトライボロジー特性評価を行
 った。

PBII&D 法による DLC 膜の海洋中への適用 第 2 報 : 防食 特性

川口雅弘, 清水綾 (都産技研), 崔 竣豪, 加藤孝久 (東大)
 表面技術協会 第 121 回講演大会 (2010)

PBII&D 法により成膜した DLC 膜の海洋中への適用を目指して,
 防食特性に関する各種試験を行った。その結果, 成膜時間等をパラ
 メータとすることで, 防食特性の制御が可能であることを見出した。

PRPC 法適用による Al 合金ダイカストの機械的性質に与え る錆低減の効果

高橋俊也, 半谷禎彦 (群大), 北原総一郎 (ガンダイ), 桑水流理 (福
 井大), 佐藤健二 (都産技研), 吉川暢宏 (東大), 宇都宮登雄 (芝
 工大)

日本鑄造工学会第 155 回全国講演大会 (2009)

巣の多い Al 合金ダイカストに PRPC 法を適用し, 加工率が引張強
 度特性に及ぼす影響を調べた。X 線 CT による巣の形態変化と定量
 化によって加工率の増大は強度特性の向上に繋がることを明らか
 にした。

Rh₂-yCryO₃ を担持した (Ga_{1-x}Zn_x)(N_{1-x}O_x) の水の完全分 解反応における安定性の検討

白ろ (都産技研), 久富隆史, 前田和彦, 久保田純, 堂免 一成 (東
 大)

日本化学会第 90 回春季年会 (2010)

Rh₂-yCryO₃ を担持した (Ga_{1-x}Zn_x)(N_{1-x}O_x) を用い, 長時間の水
 の完全分解反応を行い, 活性の変化や反応前と後における触媒物性
 を比較検討し, 安定性などの検討を行なった。

VOC 吸脱着能を有する高分子材料の開発

中川朋恵, 紋川亮, 渡辺洋人, 秋山恭子 (都産技研)

日本化学会第 90 回春季年会 (2010)

高分子吸収材の多孔質化により, 吸着能力と脱着能力が共に優れ
 た高分子吸着材を開発した。多孔質化は, ポリスチレンなどの高分
 子吸収材を Friedel-Crafts アルキル化反応で架橋することで達成
 した。また, 架橋剤の種類を変化させ, 孔径の異なる誘導体も併せ
 て合成した。得られた材料について, 動的・静的条件下で揮発性有
 機化合物 (VOC) の吸脱着試験を行い, 性能を評価した。

亜鉛めっき上へのクロム代替化成皮膜の基礎的検討 一遷 移元素の検討一

梶山哲人, 水元和成, 浦崎香織里, 土井正 (都産技研)
 第 121 回講演大会 (2010)

クロムを使用しない化成処理法の開発を目的として各種遷移金
 属化合物を用いたクロムフリー化成皮膜に関して検討した。鉄板に

亜鉛めっきを行い, 化成処理液にて薄膜形成させた。その後, 耐食
 性評価と表面分析を行い, 体系的に化成皮膜と耐食性の関係を考察
 した。

亜鉛めっきのクロムフリー耐食性化成皮膜形成における錯 化剤の影響

浦崎香織里, 水元和成, 梶山哲人 (都産技研)

日本化学会第 90 回春季年会 (2010)

亜鉛めっきのクロムフリー化成処理技術として, バナジウム系化
 成処理による皮膜形成および耐食性を見いだしている。本研究では,
 さらなる耐食性向上を目的とし, 化成処理における錯化剤の効果に
 ついて表面解析および耐食性評価により検討を行った。

亜鉛合金ダイカストー薄肉から超薄肉化へー

佐藤健二 (都産技研)

日本鑄造工学会第 154 回全国講演大会 (2009)

亜鉛合金ダイカストは鑄造性や強度特性に優れるため, 高精度,
 高靱性部品に適用される。しかし, 軽合金ダイカストに比べ, 密度
 が高いことが不利であった。これを解消するため, 超薄肉化に取り
 組み, 0.2mm 厚を成功させた。亜鉛ダイカストの薄肉化の変遷,
 薄肉化の要因, 超薄肉化への鑄造条件の影響及びこの技術を利用し
 た製品事例を紹介した。

アルミニウム合金ダイカストの機械的性質に与える圧縮処 理の影響

高橋俊也, 半谷禎彦 (群大), 北原総一郎 (ガンダイ), 桑水流理 (福井大),
 佐藤健二 (都産技研), 宇都宮登雄 (芝工大), 吉川暢宏 (東大)

日本鑄造工学会第 154 回全国講演大会 (2009)

アルミニウム合金ダイカストの巣の減少を目的に高温で圧縮加
 工し, 巣の分布と機械的特性を評価した。圧縮加工の効果が認めら
 れるが, 方向によって特性の違いが生じる。巣の量と引張試験, 衝
 撃試験との関係について考察した。

編物・織物 (設計を行うための基礎として)

岩崎謙次 (都産技研)

繊維基礎講座 (2009)

編物・織物製造のためには, 設計を行う。このために必要な知識
 は, 種々あり, 繊維～糸～布帛～染色～縫製～製品の流れを確認し
 ながら, 布帛周辺の基礎情報を学習する。編物・織物ともに, 製造
 のための準備工程, 製造工程, 組織論, 編機や織機の種類, 動作,
 特徴についてのまとめを行う。

インタラクティブ型触覚グラフィックディスプレイの開発 ースクロールバー機能の導入による操作性の向上ー

島田茂伸 (都産技研), 村瀬 悠, 下条誠 (電通大)

第 14 回日本バーチャルリアリティ学会大会 (2009)

触覚ディスプレイの表示位置の変化に追従してスクロールバー
 の様に動作する装置を製作し, この装置を触覚ディスプレイ画面の
 縦横に搭載することで, パソコン画面上における触覚ディスプレイ
 の表示位置を触覚で提示するシステムを開発した。このシステムを

触覚ディスプレイに実装し，その有用性を検証する実験について報告した。

イベント系列の並べ替えによる並列プログラムテストング

阿部真也（都産技研）

情報処理学会創立50周年記念（第72回）全国大会(2010)

並列プログラムのテストは，実行の非決定性により逐次プログラムと比較して難しいことが知られている。実行の非決定性とは，各々のプロセスあるいはスレッドが非同期に動作し，実行ごとに異なるイベント系列が発生することをいう。本稿では，実行の非決定性によるバグを検出するためのテスト法を提案する。

イオンビーム照射を用いた PTFE の表面改質加工

中村勲（都産技研），松浦美紀，鷹野一朗（工学院大）

第51回真空に関する連合講演会(2010)

PTFE にイオンビーム照射すると，イオン種，加速電圧や照射電柱密度などを制御することにより，表面の構造を球状や針状へと加工することが出来る。このような構造変化に対して，表面の化学結合状態，濡れ性や機械的特性を検討した。

衣服圧の測定と活用事例

岩崎謙次（都産技研）

衣服人間工学会例会(2009)

衣服着用時に発生する圧迫圧を測定するための測定器の種類及び測定原理を解説し，最近，研究で取り上げたテーマ2件を中心に圧迫圧（衣服圧）測定事例と応用についての講演を行った。1件目は，衣服の上半身に適用した事例，2件目はストッキングの圧迫圧の測定最適化のためのモデルの提案と測定事例を講演した。

イオン照射によるダイヤモンドのカラー化

谷口昌平（都産技研），渡邊宝（ゼロポイント），齊藤幸典（山梨大）

第46回アイソトープ・放射線研究発表会(2009)

イオン照射によりダイヤモンドをカラー化した。カラーと照射条件の関係を明らかにし，カラー化原因をラマン分光分析により検討した。また，熱処理によるカラーの変化や描画技術について報告した。

漆の保存・修復を科学する

神谷嘉美（都産技研）

明治大学リバティアカデミー大学公開講座「漆アカデミー」－「漆に好奇心～知るを親しむ～」－漆を科学する アドバンスコース(2009)

生涯教育を目的とした公開講座の一コマを担当し，漆塗膜の劣化現象のメカニズムや日本固有の修理技術の意義について講義した。講義だけでなく，変色した漆器や，海外調査で収集した国外で修理された漆資料に直接触れる機会を提供した。

漆の劣化と保存・修復の科学

神谷嘉美（都産技研）

岩手県二戸市うるし振興室，明治大学理工学部応用化学科，漆サミット 主催シンポジウム～過去から未来へ～ときをつなぐ漆(2010)

あらゆる種類の漆液の原料となる生漆塗膜の紫外線劣化に関する研究成果を発表。さらに日本固有の修理技術となる「劣化塗膜の強化方法」について，科学的な分析手法を用いて検証した結果を紹介し，自然に消滅する天然材料の利点について報告した。シンポジウムと展示会は3日間行われ，合計2080人の参加者となった。

液体シンチレーションカウンタによるバイオディーゼル燃料の放射性炭素測定

斎藤正明（都産技研）

第46回アイソトープ放射線研究発表会(2009)

バイオディーゼル燃料は種々の物質による混合物のため，そのまま測定すると適正な値が得られない。活性白土で脱色することによりバイオ度が判別出来ることがわかった。

温間成形法による純 Mg 粉末の諸性質に及ぼす成形温度の影響

岩岡拓（都産技研），中村満（岩大）

粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会(2009)

Mg 粉末は，他の活性な金属と同様に，その粉末表面に酸化皮膜が形成されることで，焼結性が低下する問題がある。そこで，従来法に比べて容易かつ効率よく高密度・高強度を得ることができる温間成形法に注目した。成形温度が373Kにおいて，気孔率および抜出力は著しく減少し，純Mg 焼結体の圧縮強さは40MPa 程度増加した。このことは，成形温度が373Kにおいて，Mg 粉末の塑性変形が起り，圧縮性および成形性が向上し，その結果，粉末間の良好な密着性が得られたため，圧縮強さが増加したと考えられる。したがって，温間成形法は純Mg 粉末に対して有効である。

快適な新型インフルエンザ用保護具の開発

服部遊，神田浩一，中田修，阿保友二郎，大久保富彦，石堂均（都産技研）

日本福祉工科学会第13回学術講演会講演(2009)

新型インフルエンザから医療従事者を保護する，防護性の高い保護具として電動ファン付呼吸用保護具(PAPR)がある。既存のPAPRは工場作業用を一部改良したものであり，ファンからの送風音やフードにより音声の聞き取り及び聴診が困難である。本研究では快適なコミュニケーションを実現するPAPRの開発を目標とし，騒音の低減と音声聴取補助装置の開発を行っている。本発表では主に音声聴取補助装置の信号処理方法とその効果について発表した。

「加熱による木材中の有機酸の生成について」

瓦田研介，栗田恵子，浜野智子（都産技研），大橋亜沙美，近江正陽（農工大）

第60回日本木材学会大会(2010)

木材が放散する有機酸の由来を調べるため，加熱処理した木材の

化学構造変化と有機酸放散量の関係を検討した。その結果、ホロセルロースが減少すると酢酸の放散量が増加することが判明し、この両者に何らかの関係があることが示唆された。

官能基導入型ポリアルキルメタクリレート添加油のEHL油膜厚さ

中村健太 (都産技研), 村木正芳 (湘南工大), 山科隆典 (湘南工大・院)

トライボロジー会議 2009 春東京 (2009)

自動車用潤滑油に粘度指数向上剤として添加されている, ポリアルキルメタクリレート (PAMA) の化学構造と油膜形成能の関係を調べた結果, PAMA のアルキル基の鎖長が長いと油膜形成能が低いことがわかった。本研究では, 官能基と長鎖長のアルキル基を組合せて, 官能基の効果を調べた。その結果, 構造内の官能基濃度が高い PAMA ほど油膜形成能に優れていた。

強磁場下での SPE 電解濃縮法におけるトリチウム分離係数への電流の影響

高橋洋輔, 今泉洋, 狩野直樹, 福井聡 (新潟大), 斎藤正明 (都産技研)

第 46 回アイソトープ放射線研究発表会 (2009)

電解電流を変えて強磁場下での SPE 電解濃縮を行い, 電解濃縮効果を報告した。

企業でシニア技術者活用にあたっての課題・効用

久慈俊夫 (都産技研)

専門知識を社会に還流する基盤作りフォーラム (2009)

- ・東京都の産業施策, 中小製造業の現状
- ・都産技研のミッション, 事業紹介
- ・エンジニアリングアドバイザー事業の人材と技術支援の概要

球形光束計感度むらによる測光誤差の考察

岩永敏秀 (都産技研)

平成 21 年度 (第 42 回) 照明学会全国大会 (2009)

LED 光源には, 指向性の強いものも多いため, それによる誤差が懸念される。そこで今回, 球形光束計 ($\phi 150$, $\phi 60$ 及び $\phi 25$) の感度むらを測定することにより, 様々な指向性をもつ光源の測光誤差について考察した。その結果, 今回測定した球形光束計に共通して, 指向性が強くなるほど, 測光誤差が大きくなる傾向がある。特に指向性が強い光源の場合, 球形光束計の感度変化の大きい箇所への照射を避ける必要があることが判明した。球形光束計の内径を大きくすることにより測光誤差を抑えることができると考えられる。

局在プラズモン共鳴法によるインフルエンザウイルスの検出

紋川亮, 加沢エリト (都産技研)

日本化学会第 90 回春季年会 (2009)

新型インフルエンザの迅速検出チップとして, 局在プラズモン共鳴法を用いた。チップ表面に, ウイルスと特異的に結合するシアル酸含有複合糖鎖を有した機能性感応膜を作製し, 高感度かつ正確に

インフルエンザウイルスを検出するセンサーの開発に成功した。

局在プラズモン共鳴スペクトルによる VOC の検出

紋川亮, 加沢エリト, 秋山恭子, 杉森博和, 渡辺洋人 (都産技研)
第 70 回応用物理学会学術講演会 (2009)

揮発性有機物 (VOC) 除去装置には, 工場から排出される VOC 総量をモニタリングすることができる VOC センサーが必要である。本発表では, 透過型の局在表面プラズモン共鳴センサーに, 高い VOC 吸着能力及び光透過性能力を持つメソポーラスシリカをコーティングすることで, 100ppm 程度の低濃度 VOC を検出することに成功した。

クエン酸ニッケルめっきの実用化に伴う諸因子の検証

浦崎香織里, 土井正, 梶山哲人, 水元和成 (都産技研) 谷口健太, 山下嗣人 (関東学院大)

表面技術協会第 121 回講演大会 (2010)

クエン酸ニッケルめっきに影響を及ぼす可能性があるめっき浴への金属不純物の混入を想定し, クエン酸浴に及ぼす鉄不純物の影響を調べた結果, 鉄の電析機構から従来のワット浴よりも鉄不純物による影響が少ないことが明らかになった。

グラフト化超高分子量ポリエチレンの染色メカニズム

榎本一郎, 添田心 (都産技研), 勝村庸介 (東大・院・原子力機構先端基礎研), 工藤久明 (東大・院)

平成 21 年度繊維学会年次大会 (2009)

放射線照射により超高分子量ポリエチレン (UHMWPE) にアクリル酸, メタクリ酸メチル, スチレン (後スルホン化) をグラフトし, 各種染料で染色性を調べた。特に, アクリル酸グラフト化 UHMWPE とスルホン化 UHMWPE への酸性染料の挙動について考察した。

減圧吸引ピグによる排水管更正における下地処理法改良と塗膜性能評価

小野澤明良, 木下稔夫, 山口美佐子 (都産技研), 林信夫, 安藤雅志 (有信)

第 121 回講演大会 (2010)

排水管更生工法 (UPL-s 工法) は, 老朽化したビル・マンション等の住宅配管や, 工場・化学プラント等の曲がり管や分岐管, 埋設管の内壁に塗装を施し, 更生を図る工法である。本研究では, 下地処理状態が異なる管を作成し, ライニング後の塗膜性能評価を行うことで, この工法に適する下地処理状態を標準化した。

鶏骨の有効利用技術の開発

柳捷凡 (都産技研)

平成 21 年度廃棄物資源循環学会研究討論会 (2009)

鶏骨を貴重な天然資源として, その利用価値を高めるとともに環境保全にも貢献できるリサイクル方法に関する検討を行った。

「酵母によるアルコール発酵作用に関する学生実験」

加藤徳雄 (愛媛医療技術大), 斎藤正明 (都産技研)

2009 年日本化学会西日本大会 (2009)

高価な市販バイオリクターやアルコール製造プラントを使用せずに、比較的安価な汎用品を用いて手作りで学生実験用バイオリクターシステムを試作した。酵母を固定化したアルギン酸ボールは使用の都度調製充てんする層型（循環型）が適していることを明らかにした。

降水中のトリチウム濃度とカルシウムイオン濃度とによる季節別気団動態の解明

石田さゆり, Jiao Yurong, 高橋優太, 今泉 洋, 狩野直樹（新潟大）, 斎藤正明（都産技研）, 加藤徳雄（愛媛医療技術大）, 石井吉之, 斎藤圭一（北大）

第46回アイソトープ放射線研究発表会(2009)

降水トリチウムとカルシウムの観測を行い、気団との関連性について報告した。

公設試への相談から見る人材育成の必要性

渡部友太郎（都産技研）

社団法人日本鋳造工学会 第155回全国講演大会(2009)

近年、理系離れや、生産現場の海外移転による企業における技術者不足が語られるようになってきている。公設試験機関に持ち込まれる相談内容の中から、いくつかの例を紹介し、技術者育成の必要性について述べた。

子ラットの発する超音波によるアダルトラットの誘引効果

神田浩一, 加藤光吉, 坂巻佳壽美, 大原衛, 金田泰昌（都産技研）, 谷川力, 謝林, 佐藤正彦, 春成常仁（イカリ消毒）

2009年秋季研究発表会(2009)

1週齢の子ラットから発する超音波、及びその再生音によりアダルトラットの誘引実験を行った。その結果経産メスラット、未経産メスラットの順に有意な誘引効果が認められた。オスラットには、誘引効果が認められなかった。

高周波プレスを用いて製造したパーティクルボードのVOC放散—マット含水率とホルムアルデヒド放散性—

浜野智子, 瓦田研介（都産技研）, 長田剛和, 角田惇（エスウッド）, 高麗秀昭（森林総研）

第60回日本木材学会大会（宮崎）(2010)

本研究では高周波プレスを用いることにより、乾燥工程を省略した省エネルギー型の木質ボードを作製した。またボードの製造条件および作製したボードのVOC放散特性について検討した結果、高周波プレスを用いることで、高含水率のマットも効率的に加熱させることができ、ホルムアルデヒドに代表されるVOCの放散量が少ないボードが作製できることが明らかになった。

硬質被膜の応用の現状

川口雅弘（都産技研）

ものづくり大学主催 次世代ものづくり技術交流会 トライボロジー技術の現状(2010)

硬質被膜の現状について、トライボロジーの観点より基調講演を

行った。

コンクリート廃棄物を利用した代替フロンの固定

水越厚史（都産技研）, 石崎浩明, 飯塚淳, 野口美由貴, 山崎章弘, 柳沢幸雄（東大）

化学工学会第75年会(2010)

本研究ではコンクリート廃棄物中にセメント水和物として含まれているCa分（ $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $(\text{CaO})_x \cdot (\text{SiO}_2)_y \cdot (\text{H}_2\text{O})_z$ ）の反応性に着目し、代替フロン（HFC-134a）の固定性能について検討した。

交流駆動型光イオン化検出器の開発

平野康之, 加沢エリト, 原本欽朗, 吉田裕道（都産技研）

第70回応用物理学学会学術講演会(2009)

光イオン化検出器（PID）は、測定ガスに短波長の紫外線（UV）を照射し、被測定ガスをイオン化して導電率の変化を捉える。従来のPIDは、直流が印加された金属電極で測定するため、電極上の薄い酸化膜や僅かな汚れによって感度が大きく変化した。従って、電極の酸化等による影響が小さい交流駆動型PIDについて検討した。電流の増加量とVOC濃度が比例関係であることが得られ絶縁膜を塗布した被覆電極においても感度を有することが確認された。本研究によって、交流印加方式による新しいPIDが開発された。

魚及び魚エキスをを用いた調味料の放射線履歴の検知—TL分析と適用上の配慮事項—

関口正之, 中川清子, 柚木俊二（都産技研）

第45回日本食品照射研究協議会(2009)

魚及び魚エキス由来の日本の伝統的調味料について、放射線照射履歴を熱ルミネッセンス法（欧州規格 EN1788）により検討した。その結果、未照射品が陽性（照射品）判定を受ける可能性を示した。TL発光ピーク温度の厳密な調査と酸還元処理に重液分離処理を併用した前処理を行うことで、誤判定が避けられることを明らかにした。

サーモグラフィによる測定事例

中島敏晴（都産技研）

第5回赤外線サーモグラフィによる非破壊評価シンポジウム(2009)

サーモグラフィを用いた測定事例について解説した。事例として、①暖房機器による人体表面の温度変化 ②シリコンウェハ用加熱板の温度分布 ③ガラス工場での製造工程における製品の温度状況 ④赤外分光放射測定時におけるサーモグラフィの利用 ⑤その他

材料からのイオン種成分の溶出方法とイオンクロマトグラフィーによる定量

栗田恵子, 杉森博和, 田熊保彦（都産技研）

Separation Sciences 2009(2009)

電子部品材料等の腐食事故の原因究明のため材料のイオン成分の溶出試験が行われているが、この溶出試験方法は、統一された方

法が無い場合、データの整合性が無く、異なる機関で実施された結果を比較し、その数値を評価することができない。このような状況を解決するためには、溶出方法を一般化する必要があるため、今回、材料の溶出に関して基本的な検討を行ったので、報告した。

小規模塗装工場の VOC 排出と対策

木下稔夫 (都産技研)

大気環境学会第 50 回年会・発生源対策分科会講演会(2009)

塗装施設は、VOC や浮遊粒子状物質 (SPM) の排出を抑えるため改正された大気汚染防止法において規制対象施設に指定され、法規制と自主取組みによるベストミックスの考え方により、規制対象とならない中小事業所へもその取組みを求めている。本講演では、工業塗装施設のうち、その多くを占める小規模事業所の VOC 排出を調査した結果と工程改善を主体とした対策について述べた。

触覚ディスプレイと情報アクセシビリティ

島田茂伸 (都産技研), 下条誠, 清水豊 (電通大)

バイオエンジニアリング講演会(2010)

感覚ディスプレイに関するオーガナイズドセッションに呼ばれた。当該分野の先進の研究者が集められており、情報収集に大いに収穫があった。また、医学系や福祉の現場におられる先生方も多く参加されており、彼らとの議論を通して報告者の研究開発に有益な示唆が得られた。

室内環境評価のための高感度ホルムアルデヒド用バイオスニファ

月精 智子 (都産技研), 板橋 玄, 鈴木 祐貴, 高橋大志, 荒川貴博, 工藤寛之, 三林浩二 (医歯大)

第 57 回応用物理学関係連合講演会(2010)

本研究では、分子認識素子としてホルムアルデヒド脱水素酵素 (formaldehyde dehydrogenase : FALDH) を用い、その反応生成物である NADH (還元型 nicotinamide adenine dinucleotide) を蛍光検出する、生化学式ガスセンサ (バイオスニファ) の開発を行った。また本センサの室内環境改善への有効性を検討するために、植物による環境中のホルムアルデヒド浄化過程の連続モニタリングに適用し、その効果を評価した結果について、発表した。

新築住宅における TVOC 濃度の短期的および長期的変化

水越厚史 (都産技研), 野口美由貴, 柳田秀隆, 柳沢幸雄 (東大)

2009 年度室内環境学会総会(2009)

新築物件における TVOC 濃度について、短期的と長期的それぞれにおいて、計測分析した結果を発表した。

人体部位別濡れ率と暑熱感覚との関係に関する実験的研究—衣服の気候適応域評価への応用—

山田巧 (都産技研), 田村照子 (文化女子大・院)

第 28 回被服衛生学部夏季セミナー(2009)

成人男性 10 名の発汗分布、及び濡れ率を求めた。暑熱感を感じ始める濡れ率の値として 0.24 が得られた。暑熱感と局所の濡れ率との関係をみると、勾配、相関ともに体幹部より四肢部が高い傾向

がみられた。また、被験者ごとにみると、暑熱感を知覚する部位は被験者によって異なることが示された。

水性塗料濁水の循環再利用システムの開発

荒川豊, 田熊保彦, 小山秀美 (都産技研), 簗輪高一郎 (再生舎), 有富正憲 (東工大)

日本化学会第 3 回関東支部大会(2009)

VOC の削減計画に伴い、これまでの溶剤系塗料に代わり、水溶性塗料が主流となりつつある。水性が故の濁水の発生という新たな環境問題も発生している。本研究は、以上のような背景に基づき、移動可能で簡便な水性塗料濁水の循環再利用システムを開発することを目的とした。3 次試作機は、2 次試作機での良好な水質を維持しつつ、1 次試作機以上の処理能力を実現できたことを報告した。

スギ材の二酸化窒素の除去におけるアルカリ処理の影響

瓦田研介 (都産技研), 古賀祐子, 近江正陽 (農工大)

第 60 回日本木材学会大会(2010)

スギ材による二酸化窒素の除去能力を向上させるため、スギ材に対してアルカリ処理を行った。その結果、アルカリ処理によって二酸化窒素除去能力が改善されることが判明した。

赤外線サーモグラフィを用いた電子電気製品の故障診断法

豊島克久, 三上和正 (都産技研)

第 5 回赤外線サーモグラフィによる非破壊評価シンポジウム, 日本非破壊検査協会(2010)

赤外線顕微鏡を用いて電子部品および回路基板の故障・劣化診断を行った。具体的には、電解コンデンサの過負荷試験、プリント基板用リレーの動作試験のほか、回路基板上に実装された部品について実験データを収集した。本実験で得られたデータは、近年増加している電子機器や電子部品の不具合相談において有益となる。

遷移金属類を用いた亜鉛めっき上へのクロメート代替化成皮膜の検討

梶山哲人, 水元和成, 浦崎香織里, 土井正 (都産技研)

日本化学会第 90 春季年会(2010)

ノンクロム化成処理法の開発が産業界から強く要請されている。本研究では各種遷移金属化合物を用いたクロムフリー化成皮膜に関して検討した。GD-OES を用いて化成皮膜の分析を行い、添加する遷移金属の違いにより異なる皮膜を形成していることがわかった。そして、高耐食性の皮膜ほど均一な皮膜が生成されていることが示唆された。

測容器具の精確性に及ぼす加熱の影響

林英男, 上部隆男 (都産技研)

日本分析化学会 第 58 年会(2009)

3 つのメーカーから 50 mL 全量フラスコを購入し、新品の状態から一定温度まで加熱した後、室温まで冷却して体積変化に与える影響を検討した。その結果、250℃まで加熱しても、全量フラスコの体積変化は観察されず、250℃まで加熱しても全量フラスコの精確性は失われないことが判明した。

測容器具の精確性に及ぼす加熱の影響

林英男（都産技研）

平成21年度日本鉄鋼協会 生産技術部門若手技術者と学術部門分析技術者との交流会「鉄鋼分析技術の活性化と若手技術者の育成」(2010)

ガラス製の全量フラスコを加熱し、加熱前・後の体積変化を測定した。その結果、250℃まで加熱しても加熱前後で全量フラスコの体積は変化せず、精確性が失われないことを紹介した。

測定値の取扱い

上本道久（都産技研）

日本分析化学会関東支部第14回環境分析基礎講座化学分析実習コース(2009)

環境分析に関する基礎技術の習得を目的とする分析経験の浅い初級者に向けて、測定した分析データから分析値を算出する道筋について解説した。本実習で各受講生が測定したキレート滴定のデータについて、統計処理を行って多角的に数値の信頼性を説明した。

測定値から分析値へ

上本道久（都産技研）

日本分析学会東京カンファレンス2009 分析初級者のための講習会「分析化学イロハのイ」(2009)

測定した分析データから分析値を算出する道筋について解説した。有効数字の丸め方の技法についてJISを基礎とした解説を行い、次に検出限界・定量下限・感度についてその定義と使い分けを示した。更に信頼性に関わる用語について本邦の現状を述べ、最後に不確かさについての基本的考え方を例示して解説した。

ダイカスト用亜鉛合金の溶湯酸化

佐藤健二（都産技研），小川洋（ジンクエクセル）

日本鑄造工学会第155回全国講演大会(2009)

ダイカスト用亜鉛合金，Zn₂Cu，Zn₂Cu+MM（ミッシュメタル），3種類のZn-Al-Cu系合金の純空気中での溶湯酸化形態と酸化機構について検討した。溶湯温度の上昇に伴い，Zn₂CuはZnOの成長により，質量が増加するが，MM添加合金はCe，Laの優先酸化により，酸化抑制効果がある。Zn-Al-Cu系合金は，Alの高濃度化とCu添加により，安定な酸化皮膜層を形成することにより，溶湯酸化が抑制される。

ダイヤモンドコーテッド工具によるステンレス鋼板のドライ絞り加工技術に関する研究

玉置賢次，寺西義一（都産技研），片岡征二（湘南工大），神田一隆（福井工大），高野茂人（不二越）

第241回材料試験技術シンポジウム(2009)

CVDダイヤモンド膜のドライ絞り加工工具への適用について検討した。CVDダイヤモンドコーテッド工具を用いたステンレス鋼板の連続1万回のドライ絞り加工を実施し，達成することができた。前報のアルミニウム板だけでなく，ステンレス鋼板でも連続1万回のドライ絞り加工を達成したことで，CVDダイヤモンドコーテッド

工具の適用可能範囲が格段に広がったと言える。

ダイヤモンドカーボン膜上の自己組織化単分子膜形成および熱安定性

川口雅弘（都産技研），崔竣豪，桜井健一，加藤孝久（東大）
トライボロジー会議2009春東京(2009)

DLC膜表面上に自己組織化単分子膜(SAM)を形成し，その熱安定性について検討した。その結果，DLC膜への添加元素量をコントロールすることで，SAMの熱安定性が変化することを確認した。SAMの熱安定性の最適制御の可能性を見出した。

ダンボールからの照射食品検知の可能性—TL法による判定—

関口正之，中川清子，山崎正夫，柚木俊二（都産技研）
第46回アイソトープ放射線研究発表会(2009)

食品を梱包するダンボールは，再生紙由来の鉍物質（カオリンやタルク等）を含んでいる。そのため，鉍物質が少なく熱ルミネッセンス測定が困難な食品についても，それを梱包するダンボールを分析することにより照射の有無を予備的にスクリーニングすることが可能であることを示した。

ダンボールからの照射食品検知の可能性—PSL法によるスクリーニング—

柚木俊二，関口正之，中川清子，山崎忠夫（都産技研）
第46回アイソトープ・放射線研究発表会(2009)

食品中の鉍物質が少ないために熱ルミネッセンス(TL)法による照射判定が困難な食品に対するスクリーニングとして，ダンボールの光刺激ルミネッセンス(PSL)分析を検討した。ダンボールの芯部はガンマ線照射の履歴が良く保存され，PSL法による照射食品のスクリーニングが可能であることが示された。

ダンボールを検体とした照射食品検知の可能性

柚木俊二，中川清子，関口正之（都産技研）
第45回日本食品照射研究協議会(2009)

照射食品検知に用いられる熱ルミネッセンス(TL)法および光刺激ルミネッセンス(PSL)法の検体として，食品梱包用ダンボールの利用可能性を検討した。ダンボールはガンマ線照射によりPSL発光を示し，ダンボールに含まれる鉍物もTL発光を示した。いずれも照射食品の検知に十分な発光量を示した。

チタンとAMCa602合金との摩擦攪拌接合部における接合界面組織の検討

青沼昌幸（都産技研），津村卓也，中田一博（阪大接合研）
軽金属学会第117回秋期大会講演概要，pp.47-48(2009)

AMCa602合金と純Tiとの摩擦攪拌接合部について，高強度が得られた接合界面をSEM-EDS，XRDおよびTEM-EDSを用いて解析し，合金元素が界面組織に及ぼす影響について詳細に検討した。接合界面には厚さ約20nmのIMCを含むAl-rich層と，そのTi側に約50nmのAl拡散層が確認され，高強度界面の接合状態が明らかと

なった。

天然放射性炭素 C-14 を用いたバイオ燃料の由来判別技術 斎藤正明 (都産技研)

第1回表示・起源分析技術研究懇談会(2009)

少量の水を利用してエタノール成分を抽出すること、操作条件によって変動する抽出率を2段階抽出によって不要とする当所開発のユニークな技術を中核に、バイオエタノールガソリン由来判別技術について基礎理論概要、最近の社会状況について講演した。

テルペナーアルデヒド共存下におけるオゾン酸化反応の分析 水越厚史 (都産技研), 石塚祐輔, 野口美由貴, 柳沢幸雄 (東大)

2009年度室内環境学会総会(2009)

アルデヒド類は、テルペン類がオゾンによる酸化分解反応に寄与しないことと、その一方で、酸化反応生成物との反応により生成物が高質量化して粒子形成を促進する可能性について発表した。

低エネルギー電子線照射時のエネルギー付与分布の EGS シミュレーション 榎本一郎 (都産技研), 勝村庸介 (東大・院・原子力機構先端基礎研), 工藤久明 (東大・院)

第13回放射線プロセスシンポジウム(2009)

エネルギーの低い電子線を照射すると、基材内部に電子線のエネルギー分布が生じる。加速電圧が100 keV 以下では電子線量を正確に評価することが難しい。そこでモンテカルロ法を利用したシミュレーションによって、10 μm の厚さの白色塗膜、黒色塗膜、透明塗膜内のエネルギー付与の分布を明らかにした。

低エネルギー電子線照射 PE 多層膜中の深度線量分布—シミュレーションと ESR 測定との比較— 榎本一郎 (都産技研), 勝村庸介 (東大・院・原子力機構先端基礎研), 工藤久明 (東大・院)

第26回国際フォトポリマーコンファレンス(2009)

低エネルギー電子線をPE多層膜に照射したときの深度線量分布を調べた。モンテカルロ法を用いて電子線の深度分布をシミュレーションしたところ、ESR測定による実験結果とよく一致した。100keV 以下のエネルギーの電子線の深度分布は実測が難しいことから、シミュレーションによる評価が有効である。

導電性セラミックス工具を用いたドライ小径せん断加工 玉置賢次 (都産技研), 真鍋健一 (首都大), 片岡征二 (湘南工大), 久野拓律 (アイダエンジニア)

平成21年度塑性加工春季講演会(2009)

セラミックス工具を用いたドライ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。しかし、セラミックス工具を用いたドライ小径せん断加工の実用化レベルでのデータは存在しない。そこで、本研究では導電性セラミックス工具を用いてドライ小径せん断加工で連続10万回の実機試験を実施した。結果、ドライ加工可能な条件があることを明らかとした。

鋼の境界摩擦特性に及ぼすリンイオン注入の影響 川口雅弘, 三尾淳, 寺西義一 (都産技研), 青木才子, 鈴木章仁, 益子正文 (東工大)

トライボロジー会議 2009 春東京(2009)

鋼材表面にリンイオンを注入し、潤滑環境下における摩擦摩耗試験を行った。その結果、摩擦係数の低減を確認した。鋼材表面のリンイオン注入効果により、摺動界面における潤滑油添加剤の吸着特性が向上したためと考えられる。

鋼材表面にリンイオンを注入し、潤滑環境下における摩擦摩耗試験を行った。その結果、摩擦係数の低減を確認した。鋼材表面のリンイオン注入効果により、摺動界面における潤滑油添加剤の吸着特性が向上したためと考えられる。

日常生活環境下における ETS 個人曝露量の測定・評価 —カルボニル化合物— 水越厚史 (都産技研), 野口美由貴, 八巻高子, 柳沢幸雄 (東大)

2009年度室内環境学会総会(2009)

ホルムアルデヒドとアセトアルデヒドとの気中濃度及びこれらの濃度比を用いて、環境タバコ煙(ETS)濃度を定量的に評価した結果について発表した。

熱硬化を応用した漆の利用「漆のさまざまな利用と技術」 木下稔夫 (都産技研)

第3回漆の学際的シンポジウム(2009)

塗料としての漆は、木、紙、金属、皮革、陶磁などいろいろな素材に対して塗装されてきた。それらのほとんどが酵素ラッカーゼの働きによる常温硬化により、漆膜を形成させている。今回、その漆の硬化過程に着目し、あまり知られていない漆の熱硬化とその硬化技術を応用した漆の利用の可能性について述べた。

ハンドヘルド型 XRF を用いた有害元素の分析のための自動補正プログラム 上本道久 (都産技研), Joachim Heckel, Dirk Wissman, 宮城琢磨 (アメックススペクトロ)

日本分析化学会第58年会(2009)

ハンドヘルド型蛍光 X 線分析装置について、ファンダメンタルパラメーター法をベースとして試料の主成分の種類および厚みを自動補正する、最適化された補正プログラムを開発した。プラスチック中の鉛の定量により、有害元素分析における本プログラムの適用性を確認した。

バナナ繊維を用いた脂肪族ポリエステル改質 梶山哲人, 安田健 (都産技研), 三本修司, 小谷野芳旭, 村田清 (芝工大)

日本化学会第90春季年会(2010)

生分解性ポリマーを改質し、物性面およびコスト面から改良していくための基礎検討を行った。生分解性ポリマーとセルロースエステル類の混合薄膜を作製したところ、融点の降下が認められ、生分解性ポリマーとセルロースエステル類の相溶性を確認した。

バナナ廃材を再活用した紡績、織物、ニット、不織布への新素材システムの構築 樋口明久 (都産技研)

2009年度尾州産地セミナー(2009)

バナナは世界129カ国で栽培され、その茎部は年間約10億トン廃棄されている。これを原料として糸や織物に再利用することができれば、熱帯地方の途上国の森林資源保全と環境、経済、教育改善の支援が可能となる。そこで、バナナ繊維の抽出・開繊・カード・粗紡など紡績技術の検討を行い、生産性が高く、柔らかい粗紡糸を開発した。

ヒト細胞を用いた発熱性物質試験法とエンドトキシン試験法の比較検討

細瀬和成（都産技研），長谷川千恵，藪島由二（医薬品食品衛生研）
第36回日本防菌防黴学会年次大会（2009）

ヒト細胞を用いた試験法は、感度よく発熱性物質を検出できること、また金属製である注射針の発熱性評価に利用できることを明らかにした。

ピエゾアクチュエータとその応用 —視覚障害者用情報端末 TAGUI—

島田茂伸，福田良司（都産技研）

ヒューマンインタフェースシンポジウム2009（2009）

ピエゾアクチュエータの基礎から、応用事例、実際の製品への適用事例等について50分間の講義を行い、加えて30分間で科研費採択テーマであるピンディスプレイ（島田）、同科研費採択テーマである圧電セラミックスによる防振制御（福田）のデモンストレーションを行った。

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（4）

中川清子（都産技研），田口光正，広田耕一（原子力機構），村上健（放医研）

第52回放射線化学討論会（2009）

ヒドロキシマレイミドを窒素飽和状態の2-プロパノール中で、初期エネルギーを変化させてTIARAで重イオン照射した。空気飽和の系と異なり、同じLET領域においてより重いイオンの照射ほど微分G値が減少した。また、CイオンおよびNeイオン照射による微分G値の外挿値は、HIMACでの高エネルギーイオン照射により直接測定されたG値と一致した。

プログラミング初学者向け単体テストフレームワーク

阿部真也（都産技研）

東北支部連合大会（2009）

単体テストの実行では、通常単体テストフレームワークが利用される。ところが、既存のフレームワークは記述が複雑でプログラミング初学者やシステムテスト初心者にとって弊害となる。そこで本稿では、テストの記述が容易なプログラミング初学者向けの単体テストフレームワークを開発する。

分析イロハのイとロ

上本道久（都産技研）

環境計量士等研修会，愛知県環境測定分析協会・日本環境分析測定

協会（2009）

標記セミナーにおいて、分析者が最低限考慮すべき事項をイロハのイとロと称して、有効数字・検出限界・定量下限・感度・不確かさについて解説した。特に有効数字については演習を、不確かさについては見積もり実例を取り入れ、測定値から分析値を提出する考え方を解説した。

分析値の提示と分析値の意味

上本道久（都産技研）

日本分析化学会第21回分析化学基礎セミナー，現場技術者の分析技術の基礎修得へ向けて（2009）

同第22回（2009），同第23回（2010）

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、信頼性に関わる用語の使用法と共に不確かさの見積もり実例を挙げて分析値提出技法を解説した。

放射線検出のための水溶性フェノキサジン系カラーフォーマー

下山真典，太刀川達也（埼玉大・院），関口正之（都産技研）

日本化学会第90回春季年会（2010）

放射線の目視確認用に合成したカラーフォーマーの多くは有機溶媒中で高感度に発色した。そこで、有害な有機溶媒を使用しない水溶性カラーフォーマー（2種類）を新たに合成し、 γ 線に対する発色の高感度化を検討した。10Gy程度から目視確認が可能で発色は無色から青色に変化した。室温暗所保存時の安定性も調べた。

放射線検出のためのカラーフォーマーオルガノゲル（2）

関根義之，太刀川達也（埼玉大・院），関口正之（都産技研）

日本化学会第90回春季年会（2010）

放射線検出のためのオルガノゲルの創製を目的として、オルガノゲル化剤部位と色素骨格を結合化させ、オルガノゲル化能を有したカラーフォーマーを合成し、照射による発色（青色）の変化及び機能評価を行った。

ポリスチレンビーズからの化学物質放散速度測定

水越厚史（都産技研），飯塚淳，齊藤京子，八巻高子，野口美由貴，柳沢幸雄（東大）

2009年度室内環境学会総会（2009）

ポリスチレンビーズ及びポリスチレンビーズを用いた各製品からの、健康影響を引き起こす可能性のあるスチレンモノマー放散量を測定した結果を発表した。

窓の能動遮音制御：クラスタ制御の適用

福田良司（都産技研），田中信雄（首都大），貝塚勉，中野公彦（東大）

Dynamics and Design Conference 2009（2009）

窓ガラスに振動制御を適用し、遮音性能の向上を実現した。本発表では、開空間と閉空間において、ガラスを音響加振した際に、振

動モードが大きく異なることを実験により明らかにしたことを報告した。さらにこの特性を踏まえ振動制御を講じた際の遮音性能向上についても述べた。

マレイミドの放射線重合における LET 効果

中川清子, 関口正之, 柚木俊二 (都産技研), 田口光正, 広田耕一 (原子力機構)

日本化学会第 90 回春季年会(2010)

2-プロパノール中に溶解したマレイミドに、 γ 線および高エネルギーイオンビームを照射し、放射線重合させた時の LET 効果について検討した。LET の増加に伴い、高分子の生成効率は減少するが、高分子量の生成割合が増加した。また、線量率が減少すると、生成量および高分子量の生成割合が増加した。

無電解ニッケルめっきによる導電紙の電磁波シールド効果

竹村昌太, 上野武司, 高松聡裕, 五十嵐美穂子, 棚木敏幸, 島田勝広 (都産技研), 岡山隆之(農工大・院)

第 60 回日本木材学会大会研究発表要旨集, CD-ROM, Q18-1015, (2010)

紙の高機能化を目的として、針葉樹及び広葉樹パルプの抄紙への無電解ニッケルめっきにより導電紙を試作した。厚みを調整し抄紙したもの (0.1mm, 0.3mm, 0.4mm) にめっきした結果、厚みが 0.3mm の広葉樹パルプ抄紙において 60dB の電界シールド効果が確認され、標準的な性能が得られた。

メソポーラスシリカ薄膜を利用した局在表面プラズモン共鳴(LSPR)による揮発性有機化合物(VOC)応答特性

秋山恭子, 紋川亮, 加沢エリト (都産技研)

平成 22 年電気学会全国大会(2010)

塗装工場や土壌汚染対策に適用できる大風量対応揮発性有機物 (VOC) 処理装置の開発に必要な VOC センサについて検討した。局在表面プラズモン共鳴 (LSPR) とメソポーラスシリカを複合させることで、大風量に対応した長寿命の VOC センサが構成可能であることを見出した。

(JST, 東京都地域結集型研究開発プログラム)

ラマン分光法による DLC 膜の残留応力解析

川口雅弘 (都産技研), 北川貴稔, 村田清(芝工大)

トライボロジー会議 2009 春東京(2009)

PBII&D 法により DLC を成膜し、内部残留応力とラマンスペクトルの関係について検討した。その結果、内部残留応力の緩和とラマンスペクトルに明らかな相関性を見出した。

リアルタイムアナライザによる雑音端子電圧評価

原本欽朗 (都産技研)

次世代無線設備試験認証技術研究会 (ACT) 電子情報通信学会 (2010)

リアルタイムスペクトラムアナライザを使用した雑音端子電圧測定の高速評価手法に関する発表。

流動パラフィン流動法による糸状菌の長期保存に関する検討

小沼ルミ, 瓦田研介 (都産技研), 工藤由起子, 渡辺麻衣子 (医薬品食品衛生研), 高鳥浩介 (カビ相談センター)

日本防菌防黴学会第 36 回年次大会(2009)

流動パラフィン重層法を用いて 20 年以上保存されていた糸状菌 12 属 64 種 222 株について菌株を継代培養し、生存性を評価した。その結果、属によって保存性に差があることが明らかになった。また、同じ属であっても菌種によって生存率は異なることが認められた。そのため、流動パラフィン重層法は簡便であるが、長期保存には他の方法も併せて用いることが必要と考えられる。

研究発表一覧／総説

Development and production status of a fine-pitch and low-material-budget readout bus for the PHENIX pixel detector

藤原康平, A. Taketani, Y. Haki, K. Hasegawa, H. Hasebe, et al.
(都産技研)

RIKEN Accel. Prog. Rep, 42, pp. 205-206, (2009)

BNL PHENIX 実験におけるシリコンピクセル型放射線検出器用の高信号密度フレキシブルプリント基板の開発と品質向上, 品質検査結果等に関する内容を記述した。

FRP の強度試験の現場から

西川康博 (都産技研)

強化プラスチック, Vol. 56, No. 3, pp. 94, (2009)

繊維強化プラスチック (FRP) の製品・材料強度試験の現状, および, 試験結果の評価の仕方について解説した。また, 関連する JIS の紹介を行った。

VOC 対策・臭気対策の現状と課題

木下稔夫 (都産技研)

産業と環境, VOL. 38, No. 12, pp. 43-46, (2009)

浮遊粒子状物質 (SPM) や揮発性有機化合物 (VOC) 排出を抑制するため, 改正大気汚染防止法が施行され, ベストミックスにより VOC 排出量を, 平成12年度比で3割程度抑制することが平成22年度までの目標とされている。今回, 平成21年度時点でのVOC排出の状況, また産業界, 国, 自治体の取り組みの現状と課題について解説した。

亜鉛合金ダイカストの超薄肉化による新たな用途

佐藤健二 (都産技研)

素材, Vol. 50, No. 9, pp. 16-22, (2009)

世界で初めて 0.2mm 厚の超薄肉亜鉛合金ダイカストの casting に成功した。本技術を利用する新製品開発のため, 超薄肉ダイカストの特性, casting 上や設計上のポイントと製品事例を紹介した。

色がとりもつガラスとセラミックスの関係！？

大久保一宏 (都産技研)

今日からモノ知りシリーズ「トコトンやさしいセラミックスの本」
日刊工業新聞社 B&T ブックス, pp. 158, (2009)

着色ガラスの原理とセラミックスとの関係について, わかりやすい技術解説の執筆を行った。

液体シンチレーション法によるバイオエタノールガソリン由来判別技術の最先端

斎藤正明 (都産技研)

ペトロテック, 第 32 巻, pp. 680-684, (2009)

少量の水を利用してエタノール成分を抽出すること, 操作条件によって変動する抽出率を 2 段階抽出によって不要とする当所開発のユニークな技術を中核に, バイオエタノールガソリン由来判別技

術について基礎理論概要, 最近の社会状況について解説した。

管内法音響透過損失測定規格の翻訳方法について

高田省一 (都産技研)

制振工学研究会会報 Vol. 22, No. 1, pp. 3-18, (2010)

最近日本国内でも注目されつつある ASTM E2611 規格の機械翻訳を試み, 訳語の選択方法等につき考察した。

硝子をめぐる冒険「カモメが飛んだ！ガラスの破面は破壊の履歴書」

上部隆男 (都産技研)

NTR NEWS, Vol. 40, pp. 1, (2009)

ガラス関連企業の一般読者向けにガラスの破面解析について解説した。米国では, ASTM 規格で破面の呼び名の統一がなされているが, 日本ではまだその気運にない。Gull Wing (カモメの翼) という ASTM 規格の破面の呼び名について紹介した。

コラーゲンの特性を活かした新たな人工骨設計

柚木俊二 (都産技研)

マテリアルインテグレーション, 第 23 巻, No. 2, pp. 32-38, (2010)

低密度による力学強度の低さが課題であったコラーゲン/アパタイト人工骨の強度向上のため, コラーゲン線維の高密度化技術を開発した。高密度コラーゲンをマトリックスとしたコラーゲン/アパタイト人工骨は優れた力学強度と生体吸収性をあわせもつことを実証した。

第一章 安全性向上に関する事例調査：1.2 制御システムの安全

入月康晴 (都産技研)

平成 21 年度組込みシステムにおける情報セキュリティ対策および機能安全に関する調査研究, pp. 92-104, (2010)

組込みシステム技術協会主催の製品安全ワーキンググループで, 機能安全に関する調査研究を実施している。平成 21 年度は, 「電子機器」, 「自動車」, 「鉄道」といった分野毎の安全設計事例を調査し, 組込みシステム構築の参考となる事例を収集・抽出することで年度報告書としてまとめた。

ダイヤモンドコーティングの塑性加工への適用

玉置賢次 (都産技研), 高野茂人 (不二越), 神田一隆 (福井工大), 片岡征二 (湘南工大)

Nachi Technical Report Machining, Vol. 20-A2, pp. 1-7, (2010)

トライボロジー特性に優れる CVD ダイヤモンド膜の塑性加工工具への適用について検討した。CVD ダイヤモンド膜の研磨レベルを明らかとし, CVD ダイヤモンドコーテッド工具を用いたアルミニウム板およびステンレス鋼板の連続 1 万回の無潤滑絞り加工を実施し, 達成することができた。よって, CVD ダイヤモンドコーテッド工具を用いた無潤滑塑性加工の可能性が示唆されたと言える。

地域材の利活用や木質系廃棄物のリサイクルを目的とした製品開発について

瓦田研介 (都産技研)

Journal of Timber Engineering, 第22巻, No.3, pp. 129-132, (2009)

過去5年間に取った受託研究, 共同研究, 外部資金研究のなかから, 多摩産材などの地域材の利活用に関するものを取り上げて, 研究成果を紹介した。

(地独) 東京都立産業技術研究センター 先端加工グループ 表面改質研究室

川口雅弘, 森河和雄, 寺西義一 (都産技研)

トライボロジスト, 第55巻, pp. 181, (2010)

都産技研におけるトライボロジーにかかわる研究室の一つとして, 表面改質研究室を紹介する記事である。

超薄肉亜鉛合金ダイカストの強度特性と塑性加工性の評価

佐藤健二 (都産技研), 岡野良武 (千葉工大・現・日本軽金属), 西直美 (日本ダイカスト協会), 早野勇 (プロGRESS)

ダイカスト, No. 130, pp. 72-78, (2009)

ホットチャンダイカストマンで鋳造した70×100×0.2mmの矩形形状の超薄肉ZDC2亜鉛合金ダイカストの強度評価と塑性加工性の評価を行った。試験片は湯流れによって組織への影響が異なるゲート側中央部, オーバーフロー側の3位置から採取した。強度特性と組織形態と欠陥分布に依存することをDASIIとポロシティ数を定量化し, 考察した。健全な領域の伸びは約20%と高く, エリクセン試験による評価と強い相関性が得られたことから, 十分な塑性加工性を有することが認められた。

塗膜の歴史を見る—下層塗膜を測色して昔の色を再現する—

木下稔夫 (都産技研)

マテリアルライフ学会誌, Vol. 21, No. 1, pp. 8-13, (2009)

歴史的建造物の修復や移築の際の復原工事において, 創建時の色を再現したいという要求から, 過去に塗り重ねられて表面からは見えなくなった下層塗膜の色を調査・解析した。今回, 微小部の測色が可能な機器を応用し, 下層塗膜の断面を測色して数値・記号表現することにより, 創建時の色を再現した内容を紹介した。

導電性セラミックス工具のドライ絞り加工への展開

玉置賢次 (都産技研), 片岡征二 (湘南工大)

塑性と加工, Vol. 50, No. 586, pp. 992-997, (2009)

導電性セラミックス工具のドライ絞り加工への適用の可能性について紹介した。特に, これまでの研究で明らかとなった導電性セラミックスの放電加工性, 円筒絞り加工および角筒絞り加工の実用化の可能性について紹介した。

熱硬化を応用した漆の研究

木下稔夫 (都産技研)

塗装技術, Vol. 49, No. 4, pp. 110-115, (2010)

地球にも人体にも優しい塗料の必要性から漆など天然系の塗料が見直され始めている。その一方で漆産業は, 国内漆消費量の減少,

消費者の漆器離れに伴う低迷が続いており, 環境にも人にも優しい特徴を活かした新商品の開発が望まれている。ここでは, 漆の硬化過程に着目し, あまり知られていない漆の熱硬化とその硬化技術を応用した工業材料としての漆の利用の可能性について述べた。

熱ルミネッセンス (TL) 法の原理と測定の実際

山崎正夫, 関口正之, 中川清子, 柚木俊二 (都産技研)

食品照射, 第44巻, No. 1, 2, pp. 24-27, (2009)

照射食品検知法に使用される TL 法の原理と測定対象, 測定方法の特徴を図を入れながら解説を行った。また, 欧州規格 EN1788 と現行厚生労働省の通知法との違いと問題点を項目別にリストアップした。

薄肉亜鉛合金ダイカストのマイクロ組織と欠陥事例

佐藤健二 (都産技研)

鉛と亜鉛, No. 254, pp. 20-25, (2009)

薄肉亜鉛合金ダイカストの湯流れと凝固, 欠陥形態の特徴, ZDC2 と Zn-Al-Cu 系合金のマイクロ組織, ダイカストの精度に及ぼす要因, 異常組織と欠陥事例等について解説した。

微生物の働きで汚染土壌を浄化するバイオレメディエーション

秋山恭子 (都産技研)

生活環境の文化誌 洗濯の科学, 第54巻, 第2号, pp. 32-40, (2009)

本報は, 汚染土壌の浄化技術の一つである, 微生物を利用した「バイオレメディエーション」について, その技術などの紹介をした。

プラズマイオン注入法による表面改質技術

川口雅弘 (都産技研)

日本塑加工学会誌, Vol. 50, No. 582, pp. 639-642, (2009)

PBII&D 法に関して, 基礎的な理論と各種システムの概説, 現状と今後の展望について述べている。

ポリリンゴ酸との幸運な出会い, そして光の射す方へ

梶山哲人 (都産技研)

工学院大学応化会会報, 第45巻, pp. 29-30, (2009)

有機・高分子合成を専門とする筆者のこれまでの研究経歴について, 博士課程時の研究および博士研究員時の研究に関する技術解説を中心に紹介した。

メカ屋のためのエレクトロニクス入門: 1.制御システムのしくみ

坂巻佳壽美 (都産技研)

機械技術, 8月号, pp. 58-61, (2009)

機械技術者を読者対象として, コンピュータ制御システムおよびその周辺にまつわる電気・電子の知識を解説した。

メカ屋のためのエレクトロニクス入門: 2.センサ

坂巻佳壽美 (都産技研)

機械技術, 9月号, pp. 78-83, (2009)

フィードバック制御の検出部などに使用されている各種センサについて、種類と動作原理について解説した。

メカ屋のためのエレクトロニクス入門：3.アクチュエータ

坂巻佳壽美（都産技研）

機械技術, 11月号, pp. 76-81, (2009)

フィードバック制御において、操作量の調整や制御対象となるアクチュエータについて、種類と動作原理について解説した。

メカ屋のためのエレクトロニクス入門：4.制御システムの特徴

坂巻佳壽美（都産技研）

機械技術, 1月号, pp. 54-58, (2010)

コンピュータによる各種制御方式について解説した。

メカ屋のためのエレクトロニクス入門：5.コンピュータを活用した制御

坂巻佳壽美（都産技研）

機械技術, 2月号, pp. 63-68, (2010)

コンピュータを活用した新しい制御法について解説した。

メカ屋のためのエレクトロニクス入門：6.通信の基礎知識

坂巻佳壽美（都産技研）

機械技術, 3月号, pp. 77-83, (2010)

制御システムに必須な存在である通信機能について紹介した。

木質建材製造工場の接着工程で排出される揮発性物質の実態

瓦田研介（都産技研）

におい・かおり環境学会誌, 第40巻, 6号, pp. 392-399, (2009)

合板および単板積層材 (LVL) などの木質建材製造工場が排出する揮発性有機化合物 (VOC) 量を改正大気汚染防止法に準拠して測定・調査した結果を報告した。

有害化学物質や VOC への取り組みの進展

水越厚史（都産技研）、野口美由貴、柳沢幸雄（東大）

大気環境学会誌, Vol. 44, No. 6, pp. 319-322, (2009)

本報では、これまでの VOC への取り組みの進展を大気環境と室内環境に大別して整理し、我々が直面した事例を紹介しながら、今後の在り方についての考察結果を発表した。

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（都産技研）

消費科学会誌, 第50巻, 第3号, pp. 40, (2009)

ターゲットモニターの体型計測、意向嗜好調査などリアルデータを基に快適性のある機能を付加したマタニティウェアのプロトタイプを作成。これに改良を加え商品化につなげた。

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 朝倉 守

副委員 長 三尾 淳

委員 小林 丈士 横沢 毅 瓦田 研介 小山 元子

事務局 榎本 博司 竹内由美子

表紙 デザイン 藤田 茂

登録番号 22 (西) 18

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5号

ISSN 1881-8676

CODEN : KHCDBB

平成 22 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/>

印刷所 株式会社和幸印刷

〒162-0812 東京都新宿区西五軒町 7-10 城石ビル

TEL 03-3235-1031

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。

ホームページ : <http://www.iri-tokyo.jp/>



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。

研究報告 第5号
平成22年

