

6月21日(金)

研修室241

**バイオ応用
復興支援技術**

スピントラッピング ESR 法によるポリフェノール類と OH ラジカルの反応速度比の検討

○中川 清子^{*1)}、関口 正之^{*1)}

1. はじめに

生体内では、代謝の過程や紫外線の暴露などにより、OH ラジカルなどの活性酸素種が生成し、発ガンを引き起こすことが知られている。このため、活性酸素種を除去する機能を持つ抗酸化物質を含んだ食品が付加価値の高い食品として注目され、抗酸化作用の評価に関する需要が高まっている。DMPO (5,5-ジメチル-1-ピロリン-N-オキシド) などのスピントラップ剤で活性酸素種をトラップし、抗酸化物質の添加によるラジカル量の減少を ESR で測定する手法は、特定の活性酸素種を生成させて測定できること、実際の生体内での反応系に近いことなどの理由により、正確な評価法と期待されている。ESR による抗酸化能評価では一般的に、過酸化水素水を水銀ランプなどの紫外線で光分解して OH ラジカルを生成させる。しかし、ポリフェノール類などの抗酸化物質が 300 nm 以下の紫外線を吸収すると正確な評価ができない。そこで、300 ~ 400 nm の紫外線を選択的に照射した系を用いて、過酸化水素水および DMPO 濃度の最適条件を検討した。

2. 実験方法

DMPO と過酸化水素を含んだ水溶液と、抗酸化物質を溶解した水溶液を試料混合装置 (JEOL ES-SM2) で混合し、ESR キャビティにセットしたフラットセルに導入した。キセノンランプ (JEOL ES-UXL500, 25A) からの光を B-370 フィルタでフィルタリングし、300 ~ 400 nm の紫外線を選択的に照射した。10 分間照射した後、ESR スペクトロメータ (JEOL FA-200) で測定した。生成した DMPO-OH ラジカルの定量には、あらかじめ定量した Mn を用いた。

3. 結果・考察

過酸化水素濃度 1 mM、DMPO 濃度 200 ~ 500 μ M で、DMPO 濃度に関わらず 80 nM 程度の DMPO-OH ラジカルが生成し、ポリフェノール類の添加量の増加に伴って DMPO-OH の生成量が減少した。DMPO と OH ラジカルの反応速度を k_1 、抗酸化物質と OH ラジカルの反応速度を k_2 、抗酸化物質無添加および濃度 $[S]$ で添加した時の DMPO-OH の生成濃度をそれぞれ $[DMPO-OH]_0$ 、 $[DMPO-OH]_t$ とすると、

$$[DMPO-OH]_0/[DMPO-OH]_t = 1 + k_2[S]/k_1[DMPO]$$

と表される。図 1 に、 $[DMPO-OH]_0/[DMPO-OH]_t$ を抗酸化物質と DMPO の濃度比に対してプロットした。図 1 の傾きから抗酸化物質の OH ラジカルとの反応速度比が得られ、パルスラジオリシス法で得られた反応速度定数の比とほぼ同様の傾向が認められた。

4. まとめ

過酸化水素の分解に 300 ~ 400 nm の紫外線を用いたスピントラッピング ESR 法において、パルスラジオリシス法と同等な精度で OH ラジカル消去能の評価が可能であることが分かった。

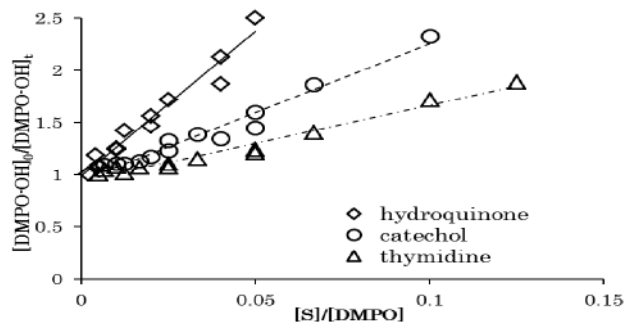


図 1. 抗酸化物質添加による DMPO-OH 生成の競争反応プロット

*1) バイオ応用技術グループ

H24.4~H25.3 【基盤研究】 ESR を利用した OH ラジカル消去能評価システムの開発

ポリエチレンペレットのバイオマス由来を判別する試験方法の開発

○永川 栄泰^{*1)}、柚木 俊二^{*1)}、斎藤 正明^{*1)}

1. はじめに

ポリエチレン (PE)、ポリプロピレン等のポリオレフィンがバイオマスから合成され、生産量は今後とも増加が見込まれる。これらの利用推進にあたり税制優遇措置などが設けられており、適切な普及・利用に際しては、バイオ/化石の由来判別技術が必須となる。由来判別技術の唯一の手段は、放射性炭素 (^{14}C) の有無である。 ^{14}C の検知技術として加速器質量分析法および液体シンチレーション分析法 (LSC 法) があるが、我々は取り扱いおよび技術普及が容易な LSC を用いた。一般に PE のような溶媒に不溶な試料は LSC 測定に向かないが、我々は溶媒が PE の非晶領域に浸透する現象に着目した。PE ペレット内部で損失してしまう β 線エネルギーを、非晶領域に浸透した溶媒に移行させることにより、判別に足る計数を稼げると仮定した。本研究では PE ペレットのバイオマス由来が判別可能か検証した。

2. 実験方法

溶媒の浸透を促進させるため、バイオ由来の PE ペレットをキシレンで 60°C にて加熱 (0h、0.5h、2h) したものを調製した。バックグラウンド試料としてナフサ由来の PE ペレットを用いた。次に、非晶領域の影響を評価するため、結晶化度を変え (52%、73%) 円柱状に成形したバイオ由来の PE を調製した。LSC (Perkin-Elmer、Tri-Carb-3180TR/SL) で約 80 時間計測し、計数率 (CPM) の時間変化を解析した。約 80 時間経過した後に計測した $\text{CPM} \pm 2\sigma$ をバイオ/化石の判別指標とした。

3. 結果・考察

溶媒の浸透による CPM の時間変化および $\text{CPM} \pm 2\sigma$ の測定結果を図 1 に示す。バイオ PE の CPM が上昇したことから、溶媒の浸透が示唆された。化石 PE (BG) は 3.3 ± 0.5 CPM、バイオ PE では 35.2 ± 1.7 CPM であった。これらの結果から、PE ペレットのバイオマス由来が LSC で判別可能であることが示された。溶媒で加熱処理を行ったものはさらに高い CPM が得られた (図 2)。結晶化度を変えた試料では、結晶化度が 52% の試料は 1.2 ± 0.02 CPM/g、結晶化度が 73% の試料は 1.0 ± 0.01 CPM/g であった。これらの結果から、溶媒がポリマーの非晶領域に浸透していることが示唆された。

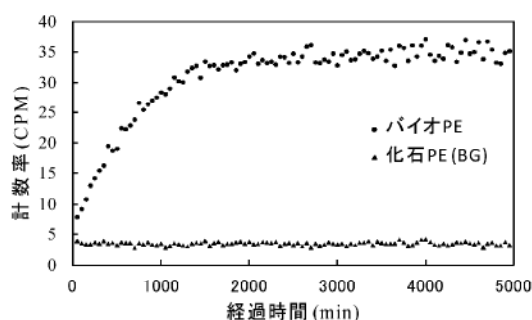


図 1. LSC に放置した PE の CPM の時間変化

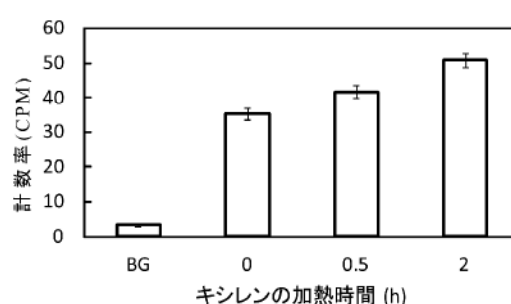


図 2. バイオ PE の加熱時間ごとの CPM ($\pm 2\sigma$)

4. まとめ

PE ペレットのバイオマス由来は、LSC 計測により判別可能であることが示された。本手法は簡便な実験のみで実施可能であり、広範な普及に向けた技術である (特願 2012-266048)。

*1) バイオ応用技術グループ

H24.4~H25.3 【基盤研究】ポリオレフィンのバイオマス由来を簡易判定する試験方法の開発

Caを含む食品添加物の放射線照射履歴検知における課題と対策

○関口 正之^{*1)}、中川 清子^{*1)}、柚木 俊二^{*1)}、大藪 淑美^{*1)}

1. はじめに

食品の保存性や食味改善、ミネラル補給の目的から、炭酸カルシウムや有機酸カルシウム塩が添加物として使用される。炭酸カルシウムは有機酸カルシウムを合成する最初の原料であり、天然の石灰石由来の原料の中には歴史年代の古いものがある。この中に含まれる珪酸系鋳物質が長期間自然放射線を受けると、放射線殺菌処理がされていないにもかかわらず TL 法や PSL 法で照射品と判定され、また有機酸カルシウムの製造時に当該鋳物質が混入すると同様な判定を受ける。誤判定による商取引の中止や行政によるペナルティは、事業者には負担を強い国際流通の中で大きな課題である。TL 法、PSL 法で誤判定を与える試料について検討するとともに、製品そのものに生じたラジカルを ESR 法で測定し適正な評価ができるかどうかを検討した。

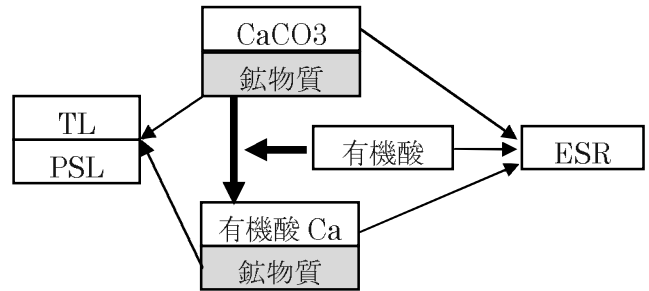


図1. カルシウム系食品添加物の製造と鋳物質の混入

2. 実験方法

PSL は、スクリーニング PSL (S-PSL) および ¹³⁷Cs-γ 線照射装置で 1kGy 照射後、校正 PSL (Cal-PSL) 測定を行い、PSL 発光比 (S-PSL/Cal-PSL) を求めた。TL 法は 50-400°C で測定し、150-250°C の積算発光量から TL 発光比 (Glow1/Glow2) を求めた。ESR は JEOL FA-200 を用い、X-band セルに入れた試料を出力 1mW、変調磁場 0.4mT で測定した。

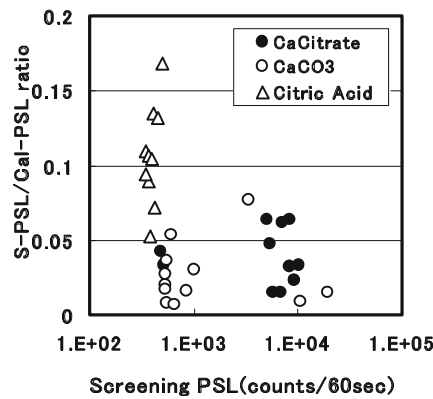


図2. PSL 発光比と S-PSL の関係

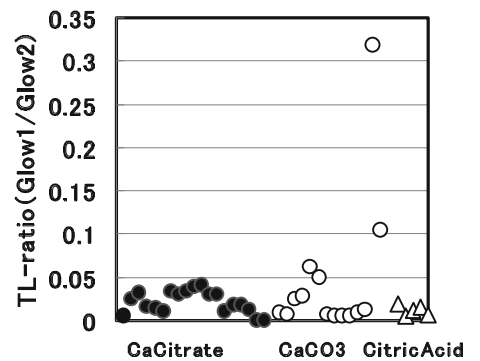


図3. TL 比と原料/各製品の関係

3. 結果・考察

PSL 測定で、クエン酸カルシウムの S-PSL は intermediate 或いは positive (>5000counts) の結果を示し、原料のクエン酸は Negative (<700counts)、炭酸カルシウムの中には高い S-PSL を示すものがあった (図2)。クエン酸カルシウムとその原料の TL 発光比は、大半は 0.1 以下で特級試薬のみ 0.3 を示した (図3)。クエン酸カルシウム (図4) および炭酸カルシウム、酒石酸、酒石酸カルシウム、クエン酸、アスコルビン酸、アスコルビン酸カルシウムは、照射後製品に残存するラジカルから照射履歴の判定が可能であった。

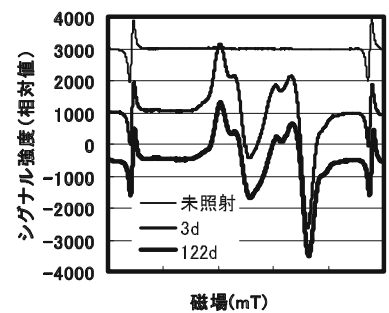


図4. クエン酸カルシウムの ESR

4. まとめ

カルシウムを含む食品添加物に対して、鋳物質を測定対象とする TL および PSL 法の他に ESR 法を適用することにより、誤判定原因と製造工程における問題点を検証できた。

*1) バイオ応用技術グループ

抗菌性創傷被覆材の開発に向けた PVA/PVP ハイドロゲルからの 抗菌剤の溶出性制御

○ 柚木 俊二^{*1)}、光田 益士^{*2)}、大藪 淑美^{*1)}、
久保 貴史^{*2)}、関口 正之^{*1)}、岩寄 徹治^{*2)}

1. はじめに

創傷部の感染を防ぎ、湿潤環境を与えて治癒を促す「抗菌性創傷被覆材」が臨床応用されているが、抗菌剤の溶出性制御が課題となっている。有機系抗菌剤はゲルからバーストするという常識に反し、我々はガンマ線照射によるポリマーのゲル化工程において、抗菌剤セチルピリジニウムクロリド(CPC)がゲルに担持されることを見出したので報告する。

2. 実験方法

ポリビニルアルコール/ポリビニルピロリドン (PVA/PVP) 混合水溶液に所定量の抗菌剤を溶解した。抗菌剤には CPC および対照となるポリヘキサメチレンピグアニド (PHMB) を用いた。水溶液に 50 kGy のガンマ線を照射してポリマー鎖間に架橋を導入し、シート状の抗菌剤含有ゲルを得た。ゲルの硬さを動的粘弾性測定により評価した。ゲルを浸漬した生理食塩水を分光光度計で定量し、抗菌剤の溶出性を評価した。緑濃菌のコロニーが形成された寒天培地上にゲルを載せ、阻止帯および接触面における菌数 (CFU; colony forming unit) を定量し、抗菌性を評価した。

3. 結果・考察

CPC と PHMB は異なる溶出特性を示した。PHMB はわずか 6 時間で約半量が溶出した。このような短時間の溶出は、ゲル内でフリーな状態の化合物に典型的であることが報告されている。一方、CPC は濃度によらずゲルからほとんど溶出しなかった。CPC は 50 kGy を超えるガンマ線によってほとんど分解せず、ゲルは CPC の特徴的な光吸収を示した。ゲル作製時のガンマ線により、CPC がポリマー鎖に結合したことが明らかになった。

寒天培地上の阻止帯はこの対照的な溶出挙動を反映していた。すなわち、阻止帯は PHMB 含有ゲルにおいてのみ観察された。抗菌剤の短期的溶出は、抗菌性創傷被覆材としては好ましくない。抗菌剤の局所濃度が上がり組織障害を惹起し、抗菌性が短時間で喪失するからである。

CPC 含有ゲルの抗菌性は、ゲル表面で発揮されていた (図 1)。ゲル接触部位の菌数が CPC 濃度依存的に減少し、CPC 濃度が 0.2% に達すると、PHMB 含有ゲルと同様に菌がほぼ死滅した。ゲルに担持された CPC がゲル表面で十分な抗菌性を発揮したことを示している。

4. まとめ

抗菌剤のバーストが起こらず長期的に抗菌性を発揮する創傷被覆材として、CPC 含有ゲルは臨床応用が期待できる。

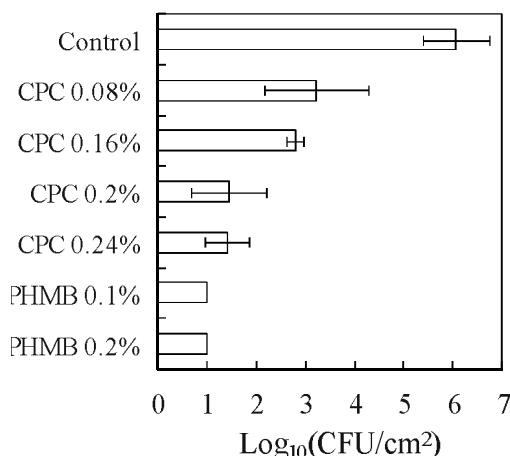


図 1. 抗菌剤 (CPC、PHMB) 含有ゲルとの接触面における緑濃菌数

*1) バイオ応用技術グループ、*2) アルケア株式会社

T-RFLP 法による豚の腸内フローラ解析

○堀中 洸太^{*1)}、宮崎 浩子^{*1)}、岡 千寿^{*1)}

1. はじめに

養豚場では出生後しばらくは子豚に母乳が与えられるが、離乳期を境に固形飼料に切り替えられる。その変化に腸管が適応しにくいため、病原性菌が付着し下痢等の疾病が発生しやすいことが知られている。対策として抗菌剤が給与されているが、薬剤耐性菌発生への懸念からその使用が控えられる傾向にある。このような背景を受けて、生菌剤などの資材による生体への保健効果が注目されている。本研究では、これらの資材を評価することを目標に、T-RFLP (Terminal Restriction Fragment Length Polymorphism) 法による腸内フローラの解析を行った。

2. 実験方法

離乳期を挟む生後2~4週目の期間、子豚に生菌剤を含む飼料を給与し、給与前・離乳直前・離乳直後・終了時に糞便を回収した。糞便から細菌叢のトータルDNAを抽出後、蛍光修飾したプライマーを用いて16S rRNA遺伝子の前半部分(約0.5kbp)をPCR増幅した(表1)。増幅産物を制限酵素 (*AluI*、*HaeIII*、*HhaI*または*MspI*)で切断後、CEQ8000 (BECMAN COULTER製)を用いてキャピラリー電気泳動を行い、末端断片(T-RF)の蛍光を検出した。T-RFをDNA塩基配列データベースと照合して主要な細菌の推定を行った。

3. 結果・考察

解析結果の一例を図1、2に示す。ユニバーサルプライマーを用いて解析した結果、離乳直前・離乳直後・終了時に *Bacteroides*、*Prevotella* と推定される T-RF が主要なピークとして検出された。終了時には *Eubacterium*、*Ruminococcus*、*Lactobacillus* と推定される T-RF が検出された(図1)。

乳酸菌特異的プライマーを用いて解析した結果、給与前・離乳直前・離乳直後に *Lb. reuteri*、*Lb. mucosae*、*Lb. acidophilus*、終了時に *Lb. gasseri* と推定される T-RF が主要なピークとして検出された(図2)。

4. まとめ

ユニバーサルプライマーによる解析では、腸内フローラの多様な構成菌を反映して複雑な T-RF パターンが得られた。一方、乳酸菌特異的プライマーによる解析では、菌属を限定することで比較的単純な T-RF パターンが得られた。プライマーの選択により、巨視的に腸内フローラの変遷を把握したり、微視的に特定の菌属の変遷を評価できることを示した。

表1. 解析に用いたプライマー

名称	塩基配列	備考
27F	5'-AGAGTTTGATCMTGGCTCAG-3'	ユニバーサル
519R	5'-GWATTACCGCGGCKGCTG-3'	ユニバーサル
Lab677R	5'-CACCGCTACACATGGAG-3'	乳酸菌特異的

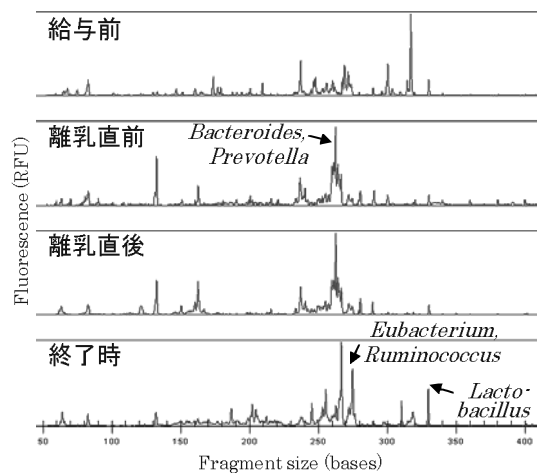


図1. ユニバーサルプライマーによる解析

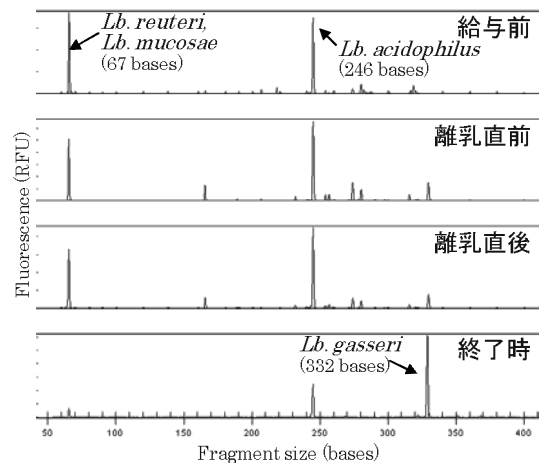


図2. 乳酸菌特異的プライマーによる解析

*1)千葉県産業支援技術研究所

蛍光検出方式の開発とその装置応用

○村井 弘道*1)

1. はじめに

臨床検査における細菌や細胞の検査手法の一つに蛍光染色法がある。これは、目標細菌と特異的に結合する蛍光染色試薬で染色を行い、蛍光顕微鏡を用いて観察・計数を行うものである。この検査では目視観察が基本となっているため、検体数の増加と検査の迅速化要求に対して限界が生じてきており、検査の機械化要求は高まっている。しかし、このような鏡検に対し、画像処理技術に適用すると、画像の取得では被写界深度制約による焦点調整、スライドガラス面では10億画素相当の画像処理が必要となり、秒単位での迅速化という点では困難な問題に直面する。そこで、本研究では細菌の局所かつ離散的な分布に着目し、膨大な計算量を必要とする画像情報として扱わず、一次元情報として処理を行う蛍光検出方式の開発を行い、試作装置として評価を行ったので報告する。

2. 実験方法

蛍光染色試薬としてオーラミン・ローダミンを使用し、励起光源として450nm、20mWのレーザ光源を固定ラインビーム方式とポリゴンスキャナによる一軸走査方式とした。検出系はPMTを使用した。評価試験では、擬似検体をスライドガラスに塗抹し、リニアステージで観察系下を一方向にスキャンする方式とした(図1)。また、検出系にはマスキング領域を設け、相関計算処理を行うことによってランダムノイズの低減を図り、SN比を向上させた。

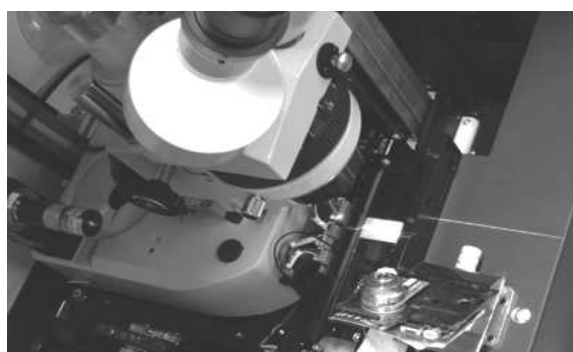


図1. 検出部

3. 結果・考察

擬似検体による比較評価例を図2、3に示す。x軸が検出されたサイズ、y軸が単位面積あたりの蛍光量である。図2では多数の蛍光染色された菌の分布と残渣物が示されており、図3では菌の分布が確認されていない。この結果を得るために要した時間は、スキャン時間を含め4秒であった。

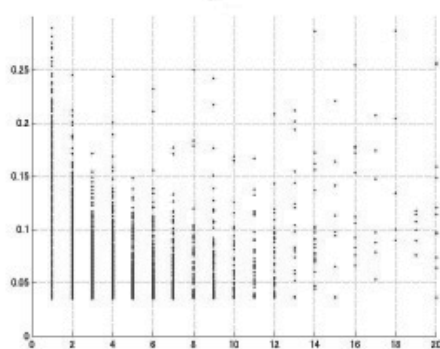


図2. 陽性

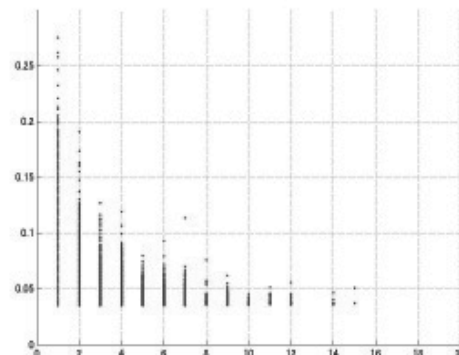


図3. 陰性

4. まとめ

蛍光染色法による鏡検では、細菌の存在しない検体、あるいは領域が多数を占めており、画像情報として扱うことの非効率さ容易に想像される。最終的な人による検査において、その精度の向上と効率化には機械的なスクリーニング工程と目視検査のアシストが有効であると考えられ、今後、装置の統合と効果的な運用方式について開発を進めたい。

*1)株式会社ティ・エフ・ディ

面発光パネル照明に対応した小型配光測定装置の開発

○横田 浩之^{*1)}、岩永 敏秀^{*2)}、澁谷 孝幸^{*1)}

1. はじめに

近年、LEDに続く次世代照明として有機ELなどの面発光タイプの照明装置が注目されつつある。このように光源が面発光体になり、大型化が予想される中、従来の配光測定は、光源を点光源とみなせるまで測定距離を取る必要があった。そのため、測定装置は大型かつ高価で、その普及は一部の公設試験研究機関、および大手メーカーにとどまっていた（図1）。本研究ではこの配光測定装置を小型化すべく、中心部に開口部を設けた遮光板を設け、光源を細分化するという方式を提案した。面発光体は自動ステージにより順次移動され、各地点の配光分布が測定できるようになっている。最後に細分化された各地点の配光分布を全領域にわたって積算することで、従来の配光測定装置と同様に、光源全体の配光分布が測定できる（図2）。

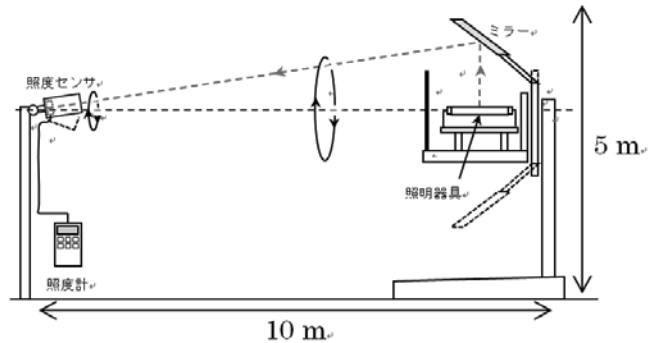


図1. の従来の大型配光測定装置の一例

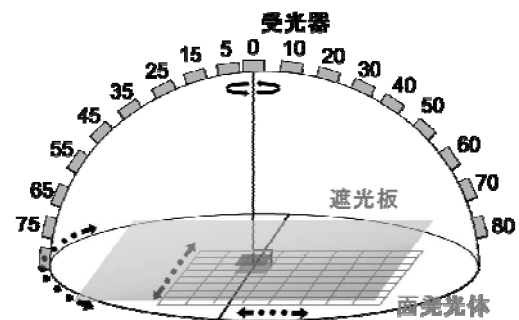


図2. 小型配光測定装置の概略図

2. 実験方法

面発光タイプの市販のLED照明器具（LEDT-48007W-LD9、（株）東芝製）を、従来の大型配光測定装置と今回開発した小型配光測定装置を使って比較測定した。その結果を図3に示す。

3. 結果・考察

今回開発した小型配光測定装置は、測定範囲が0～50°においては、大型配光測定装置との差異が±1%以内で測定できることが確認できた。しかし50°より広角の範囲においては、10%前後の差異が生じることが確認された。全光束値（出射光の総量に相当）では、小型配光測定装置で4717（lm）、大型配光測定装置で4641（lm）と、1.6%の差異で測定できることが確認された。

広角の範囲で差異が大きくなる傾向があり、その原因として、もともと光度が小さい領域であることや、器具の設置の再現性、開口部における迷光の影響などが考えられる。

4. まとめ

都産技研所有の大型の配光測定装置は10（L）×4（W）×5m（H）であるが、今回開発した配光測定装置は、新しい方式により1.6（L）×1.6（W）×1.6m（H）のサイズにまで小型化することができた。測定値に関しては、広角の領域ではまだ大型配光測定装置との間に差異はあるものの、0～50度の領域では±1%以内の差異で測定ができ、全光束値においても±2%以内の差異で測定できることが確認された。

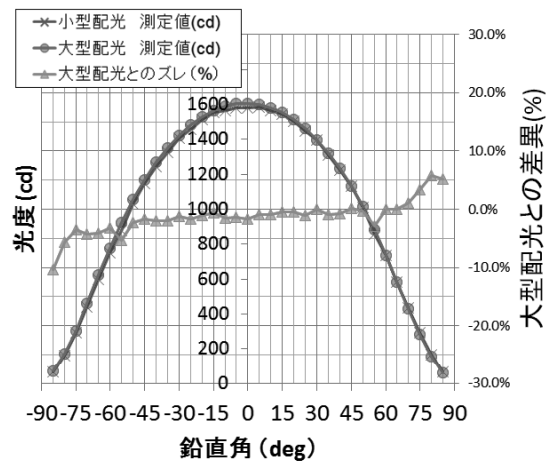


図3. 大型・小型配光測定装置の配光測定結果

*1)光音技術グループ、*2)経営企画室

被災地で発生した廃木材中塩素の高精度分析

○安藤 恵理^{*1)}、田熊 保彦^{*2)}、杉森 博和^{*1)}、荒川 豊^{*1)}、瓦田 研介^{*1)}

1. はじめに

東日本大震災で生じた廃木材は、震災初期では海水浸漬に伴う高い塩素濃度が懸念され、再利用が進まない状況にあったが、震災から2年が経過した今では除塩処理が施され、その一部は再利用が進められている。この再利用に用いる廃木材は、あらかじめ塩素濃度を把握するため、除塩（水洗）処理現場で分析が行われている。この分析法の一つとして、全国木材資源リサイクル協会連合会が推奨する燃焼-イオンクロマトグラフ（IC）法^{*}（燃焼温度 800℃）が用いられるが、操作が煩雑で時間を要する上、塩素の回収率に課題がある。そこで、本研究では燃焼-IC法において燃焼温度および助燃剤について検討し、既存法よりも容易かつ高精度な廃木材中の塩素分析法の開発を行った。さらに、開発した分析法を用いて被災地で採取した実際の廃木材に含まれる塩素濃度を分析した。

^{*}燃焼-IC法：試料を高温燃焼させ、発生したハロゲン等のガスを吸収液に捕集する。得られた捕集液はICを用い定量分析することで、試料に含まれるハロゲン等の定量が可能。

2. 実験方法

まず、塩素量が既知の塩化ナトリウムを用いて、燃焼-IC分析の諸条件の最適化を行うことで、新規塩素分析法を開発した。次に、人工的に塩素を付着させた模擬廃木材を調製し、その中に含まれる塩素濃度を既存法（800℃で燃焼後、残留塩素を熱水抽出）および開発法を用いてそれぞれ分析し、塩素回収率（%）の比較を行うことで開発法の有用性を評価した（表1）。最後に、開発法を用いて、岩手県大船渡市災害廃棄物2次選別所にて採取した廃木材中の塩素濃度を分析した。

3. 結果・考察

燃焼-IC分析の諸条件の最適化を行った結果、燃焼温度を1000℃に上昇させ、助燃剤として酸化タングステン（VI）を添加することで、既存法よりも良好な塩素回収率を達成することができた。

開発法の有用性評価として、模擬廃木材を用いて、既存法との塩素回収率の比較を行った結果（図1）、既存法では90%であったのに対し、開発法では100%と良好な塩素回収率が得られた。さらに、既存法では熱水抽出の手間や時間を要するのに対し、開発法では煩雑な操作も不要であることから、有用な手法であると言える。

開発法を用いて廃木材の塩素含有量を分析した結果、平成23年10月に採取した除塩処理前の廃木材の塩素含有量は0.2%、平成25年3月に採取した除塩処理後の廃木材の塩素含有量は0.05%となり、降雨や除塩処理による塩素濃度の低下を確認することができた。

4. まとめ

本研究により、既存法よりも良好な塩素回収率が得られ、かつ簡易で迅速な塩素分析法を開発した。本開発法により、廃木材再利用の推進が期待される。

謝辞

本研究は、経産省「震災復興技術イノベーション創出実証研究事業」の支援により実施されました。

表1. 分析条件

燃焼温度	既存法:400~800℃ 開発法:400~1000℃
燃焼時間	30分間
助燃剤	開発法: 酸化タングステン(VI)
試料量	20 mg
吸収液	240 ppm 過酸化水素水
検出方法	イオンクロマトグラフ 電気伝導度検出器

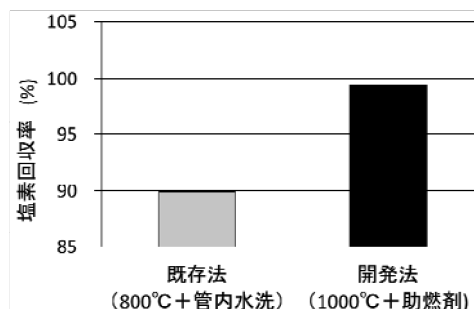


図1. 既存法および開発法の塩素回収率の比較

*1)環境技術グループ、*2)経営企画室

H24.3~H25.3 【基盤研究】震災で発生した廃木材・土壌等に含まれる塩分の簡易自動測定器の開発

超音波法適用による木材－ボルト接合部の耐力評価

○松原 独歩^{*1)}、島田 勝廣^{*2)}

1. はじめに

木材の接合において一般的な接合法はボルト接合であり、その簡便さから工業製品や建造物などに多く用いられている。ボルト接合において地震などの外力を受けた場合、あるいは木材の乾燥収縮や応力緩和によって接合部に弛みが生じることが知られている。外力に対する安全性を向上させるには、このような状況の場合、適切なボルトの締め直しが必要となる。そこで本研究では、弛みとせん断耐力の関係を把握するために、実用面で主として締め付け軸力管理に用いられる超音波ボルト軸力計を用いて、木材のボルト接合における締め付け軸力とせん断耐力の関係を調べた。

2. 実験方法

試験体は図1のような形状とした。材料は主材および側材ともに合板であり、ボルトはM6ボルト（強度区分4.8）とした。座金は40mm角の角座金とし、厚みは4.5mmとした。ボルトの両端形状は $Ra=0.2\sim0.4$ に仕上げた。超音波ボルト軸力計（以下、超音波計、BOLT-MAX II、ダコタ・ジャパン（株））のトランスデューサをボルト頭に取り付け、トルクレンチにてゆっくり締め付け軸力を与えた。この時、締め付け軸力は5.5kN、8.1kNとし、超音波計にてこの軸力を計測した。また、比較のために、0.0kNについても行った。各条件とも試験体数は5体とした。各締め付け軸力に達した後、即座に万能試験機（AG-100kNIS、（株）島津製作所製）にてせん断加力を行い、荷重とすべり量の関係を調べた。

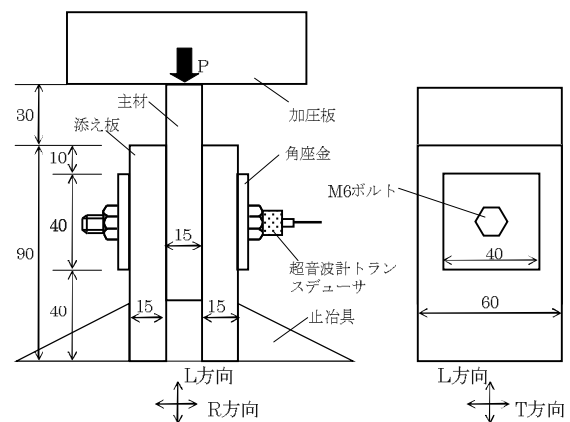


図1. 試験体形状と実験方法

3. 結果・考察

図2に得られた荷重とすべり量の関係の例を示す。締め付け軸力0.0kNの試験体は、初期の荷重上昇後、変位量の増加に対し荷重は上昇し続けた。一方、締め付け軸力を加えた試験体は、締め付け軸力0.0kNの試験体に比べて、急激な荷重増加を示し、降伏せん断耐力は、締め付け軸力5.5kNで約2.6倍、8.1kNで約3倍の値を示した。これは、材料間の摩擦力による影響と考えられた。ここで降伏せん断耐力とは、すべり量が初期点(ゼロ点)に戻らなくなる時の荷重を言う。降伏以降は、すべり量の増加に対し大きな荷重上昇は認められず、ほぼ一定の荷重値を示した。これは、ボルトに軸力を加えたことによって、ボルトの曲げ変形を抑制したものと考えられた。

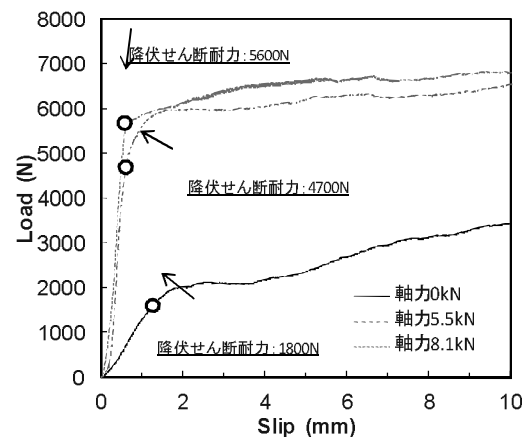


図2. 荷重－すべり量関係

4. まとめ

木材のボルト接合を対象に、超音波計を用いて締め付け軸力とせん断耐力の関係を調べた。締め付け軸力と降伏せん断耐力は比例関係にあり、締め付け軸力から降伏せん断耐力が予測可能であることが分かった。

*1)城東支所、*2)交流連携室

亜臨界水熱爆砕法による放射性セシウム除去・減容化技術の開発

○中村 聡^{*1)}、神保 安広^{*1)}

1. はじめに

東京電力福島第一原子力発電所事故で広域拡散した放射性核種により、放射性物質に汚染された災害廃棄物が大量発生する事態となっている。特措法によれば、災害廃棄物は処分場に埋立処理するとされているが、その量が膨大であるために、安全確保を大前提として中間処理を行い、埋立処分量をできるだけ減少させることが望ましいとされている。

当社は、災害廃棄物からの放射性セシウム除去および減容化には水熱爆砕処理が適していると考え、平成23年6月より管理区域による実験を開始し、平成24年1～2月には汚染廃棄物対策地域内においてパイロットプラントによる実証事業を行った。これらの検討には、放射性セシウムに汚染された土壌、汚泥および植物などの実際の災害廃棄物をサンプルとして使用した。また、サンプル中の¹³⁷Cs濃度はγ線スペクトロメトリーにより決定した。しかし、その濃度は最大でも10⁵ Bq/kg以下、すなわち、約0.03 ppb以下と物質質量としては微量であり、処理による放射性セシウム濃度の変化や廃棄物マトリックスの変化は評価できたが、セシウムの土壌への吸着様式など、処理効果の詳細な検討は技術的に困難であった。

平成24年2月には公称処理量5 t/dayの実規模プラントを構築した。このプラント試験には50 kg/batch程度の大量のサンプルが必要であることと、水熱爆砕法によるセシウムの除去機構の詳細な検討を行う必要があったことから、安定同位体¹³³Csの塩を使用したセシウム汚染模擬土壌を自家調製し、これによりプラント試験を行ったので報告する^[1]。

2. 実験方法

模擬土壌は、塩化セシウム試薬(WAKO)と、粘土鉱物としてバーミキュライトを含む市販の園芸用黒土にイオン交換水を加え、攪拌混合することによって調製した。セシウムの仕込み濃度は最大で約1,000 ppmとした。

水熱処理は、圧力容器を熱媒体により260℃、4.5MPaまで昇温させることによって行った。各試料のセシウムの濃度は、固体試料については都産技研所有のエネルギー分散型蛍光X線分析装置を使用し、検量線法によって、液体試料については東京工業大学原子炉工学研究所のICP-MS装置を使用し、決定した。土壌中の粘土鉱物とセシウムイオンの相互作用は粉末X線回折(XRD)法により検討した。

3. 結果・考察

模擬土壌を水洗したところ、平均で17%のセシウムが遊離した。同種の災害廃棄物土壌の場合、水洗では10～20%のセシウムが遊離するとされている。したがって、今回調製した模擬土壌は、水に対する分配係数については災害廃棄物と同等であるとみなせた。

今回の模擬土壌によるプラント試験では、表1に示すように高いセシウム除去率と減容化率が得られた。また、XRD法を用いて水熱爆砕処理を行うことで粘土層間からセシウムが脱離したと示唆される結果が得られた。

表1. 模擬土壌による試験結果

セシウム除去率	80～95%
処理後放射性物質	5%以下
処理対象放射性廃棄物	
浄化物	約80%
処理対象放射性廃棄物	

4. まとめ

セシウム汚染模擬土壌を使用して、亜臨界水熱爆砕処理実規模プラントを評価した。本プラントは、災害廃棄物の中間処理施設として十分な性能をもつことが明らかになった。

参考文献

[1] Normile D. Cooling a Hot Zone, Science, 339, pp.1023-1029 (2013)

*1)株式会社 CDM コンサルティング

ホタテ貝殻を用いた里山からの支流の除染

○大谷 浩樹^{*1)}、高木 優奈^{*1)}、白取 則明^{*2)}

1. はじめに

福島第一原子力発電所の事故に伴う放射性セシウムによる環境汚染は深刻である。本研究は、里山からの支流においてホタテ貝殻を用いて放射性セシウムを捕集し、用水の浄化を目的とした。また、この研究は都内などでも有用であり、多摩地域の里山や自然公園からの砂流を浄化することにも適用可能である。

2. 実験方法

福島県内のため池に流入する農業用水の浄化を行った。数 cm に粉砕したホタテ貝殻 20 kg をネットに入れて (図 1)、ため池直前および支流に設置した。約一ヶ月後、採取した貝殻には砂や泥が多く付着した状態であり (図 2)、泥が付いた状態のホタテ貝殻の放射能濃度を NaI シンチレーション検出器にて測定した (図 3)。その後、ホタテ貝殻を洗浄し泥を落として同様の放射能測定を行った。



図1. 粉砕したホタテ貝殻



図2. 一ヶ月設置後の貝殻ネット



図3. 泥付着状態での放射能測定

3. 結果・考察

採取した試料の放射能濃度で最も高線量を示したのは、ため池直前の砂であり 11,500 Bq/kg を示した。この場所は支流が集まる小さな堀の状態のため、放射線セシウムが集積しやすいと考えられる。水の放射能濃度は 100 Bq/kg 以下と低放射能濃度であるが、水に運ばれる小さな砂によって若干の放射能検出があったと考える。ホタテ貝殻を一ヶ月後に回収し測定した結果 (表 1)、上流の支流から下流の支流、そしてため池直前に移動するに従い、捕集した放射能濃度は上昇した。ため池直前において回収したホタテ貝殻にて 369.7 Bq/kg を捕集したことは評価できるものである。この貝殻には砂が多く付着しており、その放射能濃度が高いものであり、洗浄後の貝殻の放射能濃度から貝殻中に残存した放射性セシウムの残存率を求めた。その結果、放射能濃度が高くなるほど、残存率は低下した。

表1. 回収したホタテ貝殻の放射能濃度

		¹³⁷ Cs (Bq/kg)	¹³⁴ Cs+ ¹³⁷ Cs (Bq/kg)	Csの貝殻中 残存率
ため池直前の貝殻	回収後	169.7	369.7	38.8%
	洗浄後	143.3	143.3	
支流①の貝殻	回収後	155.7	155.7	77.3%
	洗浄後	120.3	120.3	
支流②の貝殻	回収後	115	115	84.3%
	洗浄後	97	97	

4. まとめ

ホタテ貝殻を里山からの支流に設置して農業用水を浄化することを目的とし、一ヶ月間の設置期間で泥と共に放射性セシウムが捕集できた。このホタテ貝殻の設置により支流を除染することが可能であり、泥を落とした貝殻からの放射能濃度検出により、多孔質性による放射線セシウムの捕集効果が示唆された。今回、ホタテ貝殻をネットに入れて設置したが、破損などに対応するために専用の金属製籠を試作している。この籠により、支流にて流されることもなく池の底にも設置できるため、浄化作業の多用性とともにも都内においても用途の拡大が期待できる。

*1)首都大学東京、*2)株式会社アークネットワークサービス

6月21日(金)

研修室242

**品質強化
ナノテクノロジー**

光をプローブとした微細構造評価における光学モデルの検討

○海老澤 瑞枝^{*1)}、中村 広隆^{*1)}、岩永 敏秀^{*2)}、
中島 敏晴^{*1)}、山本 哲雄^{*1)}、梶本 博司^{*3)}

1. はじめに

光を、波長と同程度かそれよりも小さな構造をもつ表面や材料に入射すると、構造に応じて振幅・位相成分が敏感に変化する。そのため、光は構造評価のための高感度なプローブとして広く用いられている。しかし、光による評価法は直接的な観察・測定手法ではないため、実際の構造をモデル化し、シミュレーションや解析を介して構造と光の変化を対応付けることが不可欠となる。この際に、適切なモデルの設定と解析手法の選択が重要であり、本稿では、いくつかの光学モデルと解析法の有用性、および適用範囲について述べる。

2. 一次元構造をもつ異方性表面のモデルおよび解析法の比較

光学モデルの検討の一例として、断面が三角形の一次元構造をもつ異方性表面について示す。0次の透過光強度と異方性構造によって生じる光の位相差（構造周期に対して平行に振動する光と垂直に振動する光の位相差）を、異なるモデルと解析方法で比較した。モデルと解析方法の組み合わせを表1に示す。

RCWA（厳密結合波解析）は、構造を有限な数の層に分割して、入射面から順に各層における電磁波を解析する。一方、構造型複屈折理論は、構造と媒質の体積比で屈折率を平均化し、構造の形状や大きさには依存しない解析手法である。今回、構造の屈折率は1.5、媒質の屈折率は1とした。また、多層膜構造の幅はここでは周期幅の半分とし、各層の屈折率はマルチステップ構造の各層の平均屈折率と等しくなるよう、有効媒質近似を用いて決定した。マルチステップ構造および多層構造はいずれも10層とした。

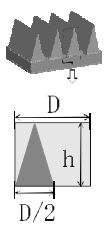
3. 解析結果と考察

異方性構造の1周期の幅Dを入射光波長λで規格化した周期幅D/λに対する透過光強度と、位相差の解析結果を図1に示す。透過光強度のみに注目すると、D/λ<0.7程度までマルチステップ構造と多層膜構造の結果は一致した。一方、位相差に注目すると、両者が一致するのはD/λ<0.3程度の範囲であった。このことから、光強度（振幅成分）に比べて位相成分の方が微小な構造に対して高感度であると言える。また、D/λ<0.3程度の範囲においては、RCWAと構造型複屈折の理論から求めた位相差の計算値は5%以内で一致した。これより、この範囲の構造については、計算の簡便な構造型複屈折理論が充分有効であると言える。

4. まとめ

同一形状の構造について、異なる光学モデル、解析手法で光の強度と位相差を比較した。それぞれのモデルの有効範囲は構造サイズによって異なり、シミュレーションや計算によって光学特性を検討する際には、構造に応じたモデルと解析法の選択が重要である。

表1. モデルと解析方法

		モデル	解析方法
	①	マルチステップ構造	RCWA
	②	多層膜構造	
	③	媒質：構造 3:1	構造型複屈折

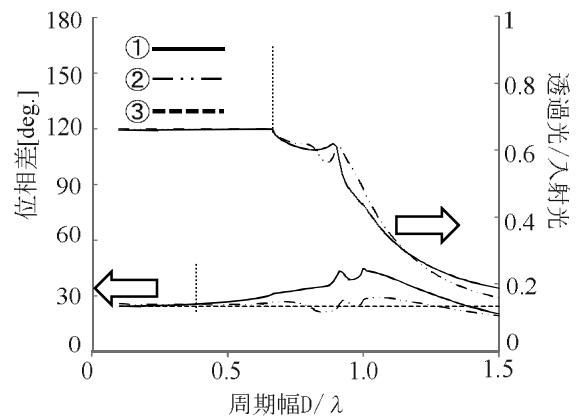


図1. 位相差と透過光強度の解析結果

*1)光音技術グループ、*2)経営企画室、*3)広報室

有機ハロゲン・硫黄分析検量線作成用物質の開発

○菊池 有加^{*1)}、上野 博志^{*2)}、峯 英一^{*3)}、長島 潜^{*4)}

1. はじめに

環境問題や RoHS 規制などを背景に、有害物質として有機ハロゲン化合物の使用が制限されており、製品中の有機ハロゲン量を測定する迅速で精度の良い分析法が求められている。有機ハロゲン・硫黄自動分析装置を用いた定量分析では、各ハロゲン・硫黄について含有量が既知の試料による検量線作成が必要となる。我々は、1分子にハロゲン (F、Cl、Br、I)・硫黄 (S) の5元素を含む検量線作成物質を提案してきた。この化合物を用いることで、一度に5元素の検量線が作成できるため、検量線作成時間は約1/4程度に短縮される。しかし、これまで提案してきた化合物は、長時間の反応やカラムクロマトグラフィによる煩雑な精製過程を要し、収率が低かった。本研究では、合成・精製方法の簡略化および高収率化を目的とし、提案してきた化合物の新規構造異性体の合成法を検討した。また、この新規化合物についてハロゲン硫黄自動分析装置による評価をした。

2. 実験方法

図1に合成スキームを示す。ハロゲン化アニリン (a) 3 mmol をピリジン 3 ml に溶解させた溶液に、ハロゲン化ベンゼンスルホニルクロリド (b) 3 mmol をピリジン 4 ml に溶解させた溶液を 25°C で滴下した。24 時間攪拌後、反応液を 1 mol/l の HCl 水溶液 40 ml に加え 2~3 時間攪拌し、反応を停止させ、析出物を得た。析出物をろ別し、水で洗浄した。析出物を真空乾燥し、粗結晶を得た。粗結晶をトルエンおよびヘキサンで再結晶し精製した。得られた化合物について、HPLC により純度を、FT-IR、NMR により構造確認を行った。

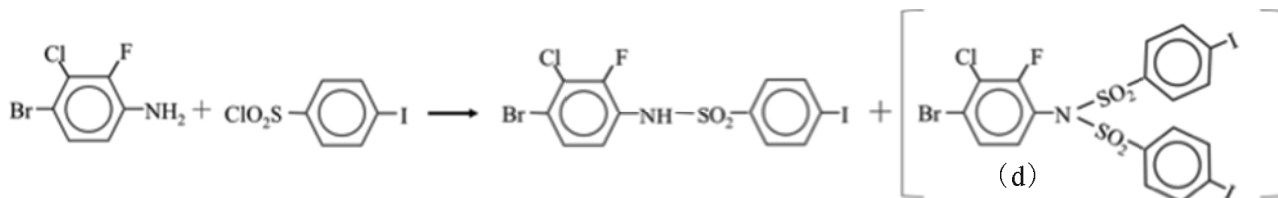


図1. 5元素同時検量線作成物質の合成スキーム

3. 結果・考察

各種スルホンアミドの粗結晶の HPLC の結果より、目的化合物 (c) に加え、副生成物を確認した。FT-IR および NMR 測定結果より、副生成物は、アニリン化合物 1 分子にスルホニルクロリド化合物が 2 分子結合した構造 (d) であることが示唆された。副生成物の生成が少なく、再結晶法により高純度化可能な化合物を選出した。この化合物の収率は、従来の化合物の約 1.5 倍だった。また、反応時間も従来の 72 時間から 24 時間へ大幅に短縮した。ハロゲン硫黄自動分析装置により、目的化合物 (c) を元素分析した結果、各元素で理論値と良好に一致した。

4. まとめ

合成法が簡便で収率の良い、新規ハロゲン (F、Cl、Br、I)・硫黄 (S) の5元素を含む検量線作成物質を提案し、検量線作成物質として利用可能であることを示した。

*1)材料技術グループ、*2)高度分析開発セクター、*3)表面技術グループ、*4)株式会社ナックテクノサービス

H20.10~H22.10 【共同研究】有機ハロゲン・硫黄分析における検量線作成用物質の合成法と分析方法の確立

中・遠赤外領域における絶対反射率測定の見直し

○中島 敏晴*1)、中村 広隆*1)、海老澤 瑞枝*1)

1. はじめに

都産技研では、赤外分光反射率測定の見直し試験として、2.0～20.0 μm の波長域において正反射率と全反射率測定の見直し方法で対応している。見直し品は光学機器に組み込まれるミラーをはじめとして、家電製品に使われる反射板や住宅建材用反射フィルムなどがある。測定では、リファレンスに市販品の金ミラーを使用し、この金ミラーの反射率を100%としたときの、サンプルの相対反射率で見直ししている。しかし、正確な反射率測定においては、標準反射板の見直しが不可欠であるが、2.0 μm より長波長域での標準反射板が国内では見直しされていない。そこで、見直し試験で見直し使用する見直しされた標準反射板の見直しを進めるために、市販品の金ミラーの絶対正反射率の見直しを行ったので、その結果について報告する。

2. 実験方法

絶対反射率測定用アクセサリ（以下、STAR GEM[®]、(株)システムズエンジニアリング製）を、都産技研所有のFT-IRと組み合わせて、市販の金ミラーやアルミミラーについて見直しを行った。測定データの信頼性を検証する方法として、理科年表掲載の金属の反射率データおよび文献(Palik)掲載の金やアルミなど金属材料の屈折率 n や消衰係数 k を計算式に代入して算出した反射率と見直しした。いずれも入射角0度における反射率のため、(1)式を用いて入射角10度における反射率との見直しを行った(図1)。なお、この測定では入射角が小さく、s偏光反射率 = p偏光反射率と見なせるので、ここではs偏光反射率を見直し対象とした。

$$R_s = \frac{\left| \cos\theta - \sqrt{\hat{N}^2 - \sin^2\theta} \right|^2}{\left| \cos\theta + \sqrt{\hat{N}^2 - \sin^2\theta} \right|^2} \quad (1)$$

(R_s : s偏光反射率、 θ : 入射角、 N : 複素屈折率($n+ik$))

3. 結果・考察

(1)式で求めた、入射角0度と10度の反射率の比較結果から、偏差は0.03%以下と小さく、入射角の違いによる反射率への影響は、実用上無視できる。

市販金ミラーのSTAR GEM[®]による特性評価(図2)の結果、再現性は約2.0～20.0 μm の波長域で $\pm 0.5\%$ 以内であった。また、理科年表掲載値(波長域2.0～10.0 μm)との差は $\pm 0.5\%$ 以内、計算値(波長域2.0～9.9 μm)との差は $\pm 0.6\%$ 以内であった。

4. まとめ

本研究では、STAR GEM[®]による中・遠赤外領域における絶対反射率測定手法が、約2.0～20.0 μm において、 $\pm 0.5\%$ 以内の再現性の良い測定が可能であることが分かった。

今後は、さらに測定データの信頼性向上を図ることで、見直しした標準反射板を見直し、分光反射率測定の見直し業務に活用していく。

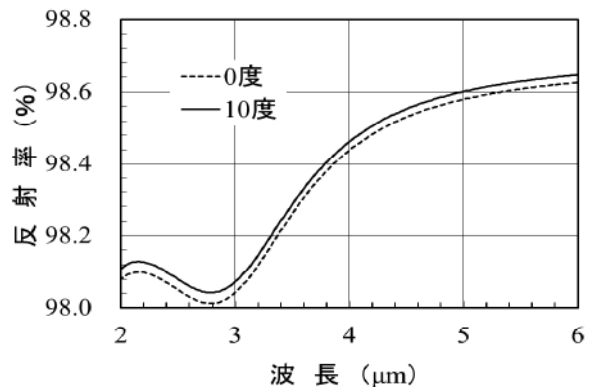


図1. 入射角0度と10度の反射率比較

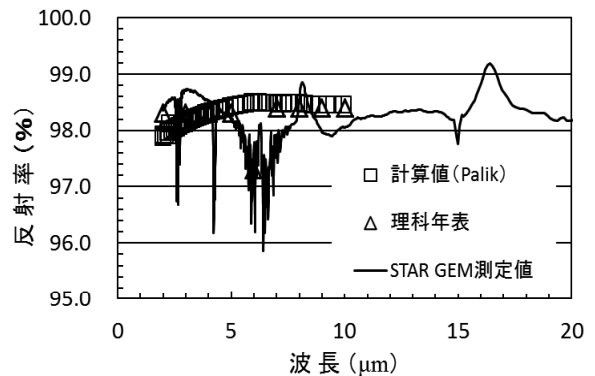


図2. 市販金ミラーの絶対反射率

*1)光音技術グループ

車載用リチウム二次電池の多重インピーダンス計測 および安全診断への応用

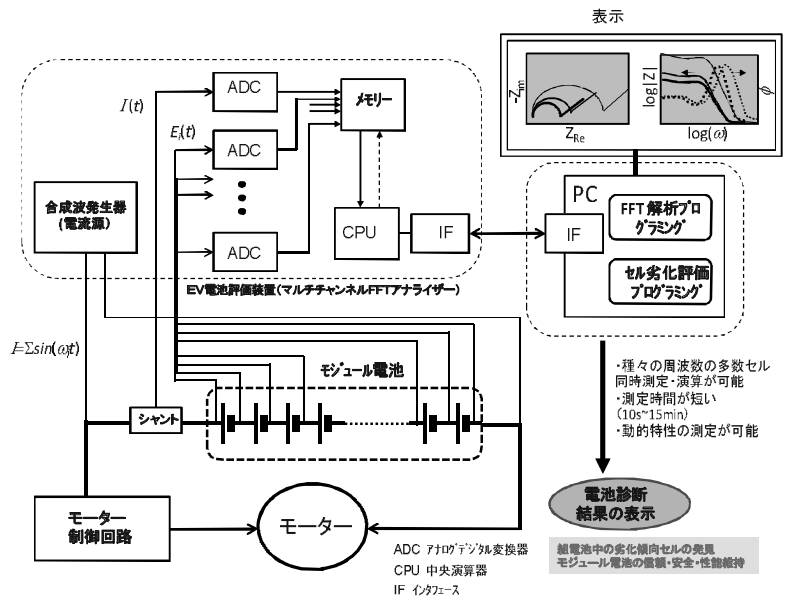
○小山 昇^{*1)}、山口 秀一郎^{*1)}、古館 林^{*1)}、望月 康正^{*1)}

1. はじめに

リチウムイオン電池 (LIB) の急速な利用拡大を受け、これらを高い利用効率で安全に使うために、品質管理、容量劣化診断、およびリサイクル利用可否診断などの健康診断の重要性が認識されている。本研究では、車載用や定置型蓄電用 LIB の基本性能把握、特に容量劣化度合いや安全性を簡易かつ正確に評価するための交流インピーダンス法の開発、さらにその情報を高速で短時間に識別できる方法の開発を目的としている。ここでは、従来の直流法に代わり、高速フーリエ変換 (FFT) インピーダンス測定^[1]により、短時間・同時に多数個セルの特性を評価システムおよび3D解析法を開発したので紹介する。

2. 実験方法

インピーダンス測定には、FFT手法を用いたインピーダンス計測システムを構築した。入力部はマルチチャンネル化し、最大13個のセルのインピーダンスを同時測定を可能とした。測定には、EV用の18650型リチウム二次電池(定格容量2.1Ah、ボジスターなし)を用いた。充電状態(SOC)、および温度を-25から60℃で変え、それらの組電池のインピーダンスを測定し、その結果を3Dでナイキスト図表示を行い、また疑似等価回路による各種パラメータの解析を行った。



3. 結果・考察

新規のインピーダンス測定として、FFT計測システムを開発して、測定時間を短縮し、かつ多数個の電池を同時測定ができることを具現化した。このことにより、電池ユニット換算で、~100倍の高効率化を実現した。

電池保存温度を18点変え、インピーダンス測定を行った。-20℃で得られたインピーダンススペクトルの二次元(2D)および三次元(3D)のナイキストプロットの例をそれぞれ図1(A)および(B)に示す。図(B)のようにナイキストプロットを3D化することにより、SOC変化に対するスペクトルの変化をはっきり認識できることが分かる。さらに、図1(C)に示す疑似等価回路に基づき、各要素のパラメータをカーブフィッティングから計算し最適値を求めた。得られた各要素パラメータ値と温度、SOCとを三軸とするプロットの3D表現、および時定数と温度、SOCとを三軸とするプロットの3D表現を行った。こうして、各パラメータ値の温度およびSOCに対する依存性を求めた。容量が劣化した電池についても、上記と同様にインピーダンス特性を計測し、温度制御下で、SOH、SOL、および劣化と各種パラメータ値との間の相関性を明らかにした。

4. まとめ

本開発計測法の結果から、LIB容量劣化診断を"in-situ"で、迅速、かつ定量的に行えることが分かった。今後は、関連開発事項について事業化を進めていく。

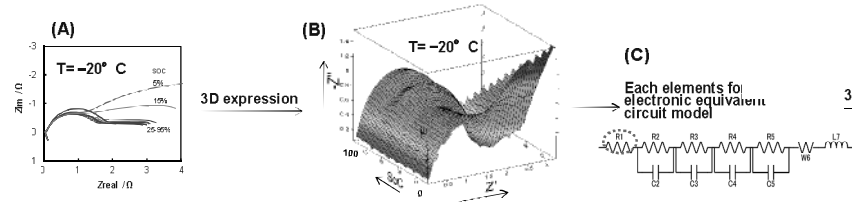


図1. Typical Nyquist plots ((A); 2D graph and (B); 3D expression) for the 12 SOC's, and equivalent circuit model ((C))

謝辞

本研究は、NEDOの委託事業「新エネルギーベンチャー技術革新事業/新エネルギーベンチャー技術革新事業(燃料電池・蓄電池)」の支援を受けて実施された。関係者に感謝する。

参考文献

[1] 山口秀一郎, 望月康正, 古館 林, 小山 昇, 電池討論会, 2H-18 (2012)

*1)エンネット株式会社

信号ノイズ対策および信号遅延対策向け手法

○三浦 幸也*1)

1. はじめに

通常のエッジトリガフリップフロップ (FF) は、単一のクロックエッジに同期してデータ信号を取り込むため、エッジ近傍にノイズが発生すると、FFは不正な値を取り込み、同期式回路の誤動作の原因となる。本研究では、ノイズ対策を施したデュアルエッジトリガフリップフロップ (DET-FF) を開発し、またそれを信号遅延の検知・訂正に応用した。

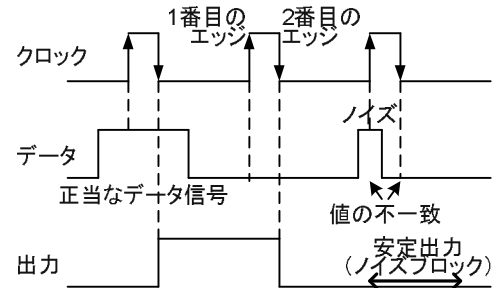


図 1. DET-FF の動作概要

2. DET-FF の概要

一般的にノイズは、データ信号線上に偶発的に発生する過渡的な電圧パルスである。回路レベルでノイズによる影響を防止することが、信号ノイズに対する合理的な対策であると考え、1 周期内のクロック信号の立ち上がり立ち下りの二つのエッジを活用して、データ・ノイズの区別をできる DET-FF を開発した。図 1 に示すように、DET-FF では二つのエッジで取り込んだ値が等しい場合に正当なデータ信号 (十分な幅を持つ信号) と判断する。一方、二つのエッジで取り込んだ値が異なる場合は、DET-FF はノイズパルスが到達したと判断し、以前の値を保持し続ける。ブロックできるノイズ幅はクロックパルス幅で調整可能である。また、ノイズパルスと判断された場合は警告信号を出力する。表 1 に DET-FF の機能を示し、図 2 (破線内) に DET-FF のブロック図を示す。付加信号がないため、既存の回路と互換性・整合性を取ることができる。

表 1. 機能表

入力信号種類	1番目のエッジ		2番目のエッジ		出力 Q	警告 W	訂正出力 Qc
	C	D	C	D			
データ	↑	1	↓	1	1	0	Q
	↑	0	↓	0	0	0	Q
ノイズ, 信号遅延	↑	1	↓	0	Q	1	QB
	↑	0	↓	1	Q	1	QB

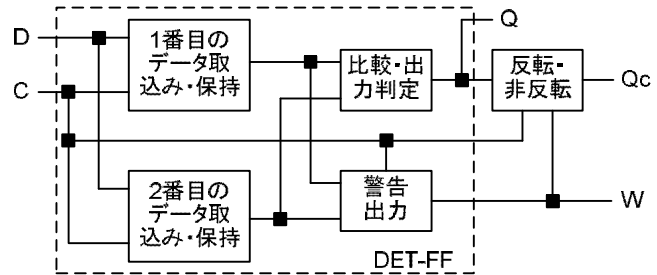


図 2. 回路ブロック図

3. 信号遅延検知・訂正への応用

データ信号の遅延時間が増加 (もしくは減少) し、両エッジの間で信号変化が発生する場合も、DET-FF は警告信号 $W=1$ を出力するので、信号遅延を検知することができる。このとき DET-FF の出力 Q は直前の値を保持する。この出力値を反転させる機能を追加することで、信号遅延による誤り訂正を行うことができる (表 1: 訂正出力)。これは図 2 に示すように、DET-FF に警告信号を利用して出力を反転させる機能を追加することで実現できる。

4. まとめ

1 周期内の 2 個のクロックエッジを活用してノイズをブロックできる DET-FF の開発と、その機能を拡張した信号遅延の検知と訂正方法を開発した。また、同様の考え方をレベルセンシティブ FF (マスタースレーブ FF) に拡張した成果も得ている。

謝辞

本研究の一部は、JSPS 科研費基盤研究 (C) (課題番号: 21500059) によるものである。

*1) 首都大学東京

SMA 拮抗駆動系におけるヤコビ行列を用いた位置と剛性制御

○石橋 良太*1)

1. はじめに

人体に代表される骨格筋の拮抗腱駆動系では、腱の幾何学的な配置関係により系の剛性帯域が定まることが知られている。人体における腱の配置関係は、関節の伸展等の運動により変化するものの、等尺性収縮のような手先変位を伴わない運動の場合にはほぼ一定と考えられる。他方、もしも腱の幾何学的関係を動的に調整できれば、腱駆動ロボットや身体と協調して動作する機器等において系の剛性帯域を幾何学的に可変できることを意味する。

2. SMA アクチュエータ系

SMA アクチュエータは、小型軽量で出力重量比が高く静粛であることから、さまざまな用途への展開が期待されている。他方、SMA アクチュエータは温度などに依存した強い非線形性とヒステリシスを有する時間遅れ系であり、補償のための機構や制御系を要する。また、小型化等に際しては、発生力、変位、抵抗値や温度の計測の簡便化が必要である。本研究では、SMA アクチュエータを拮抗構造となるよう配置した機構を構成する。手先の位置制御は、手先と SMA 原点との間のヤコビ行列のみを用い、目標位置での内力項をフィードフォワード的に与え、センサレスに達成する。SMA アクチュエータは、手先位置で V 字に折り返す構造に配置し (図 1)、折り返し角調整によりヤコビ行列を可変し、系の剛性帯域を幾何学的に調整する。角度調整は、平行リンクを用いた機構により単一アクチュエータで高精度に達成する。したがって、マルテンサイト変態/逆変態は位置制御のみへ用いることができる。

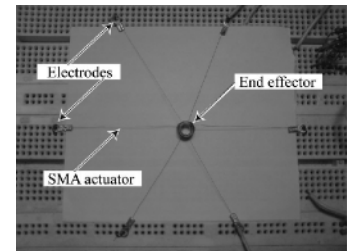


図 1. V 字 3 本 SMA システム

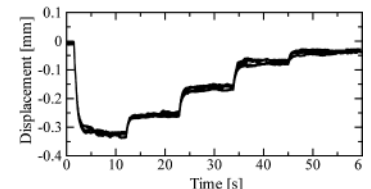


図 2. 位置制御結果 (RSJ2011)

3. 実験方法と結果

図 2 は目標位置をステップ状に可変した際の位置制御結果 (5 試行) であり、目標位置でのヤコビ行列のみで位置制御可能であることを示す。図 3 は手先を静止した状態でそれぞれの V 字角の二等分線方向へ手先変位を与えた際の反力であり、V 字角はそれぞれ 30、60、120[deg]である。このとき、呈示場は異方的に可変であることが分かる。図 4 は本原理に基づく可変剛性機構であり、図のように機構を可変し剛性調節できる (図 5a→b→c)。

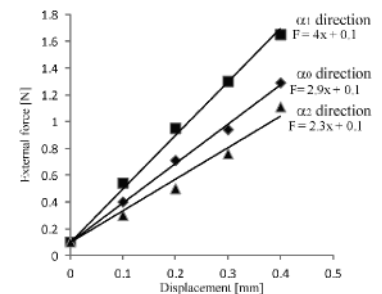


図 3. 剛性制御結果 (SICE2012, 55th 自動制御連合講演会)

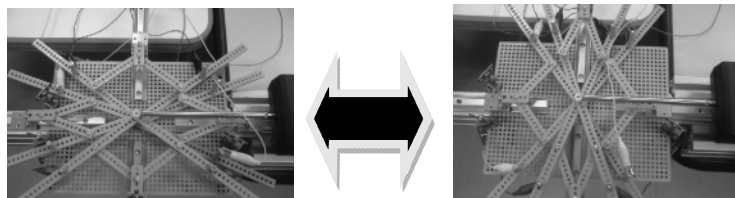


図 4. V 字 SMA による可変剛性機構 (RSJ2012, SI2012)

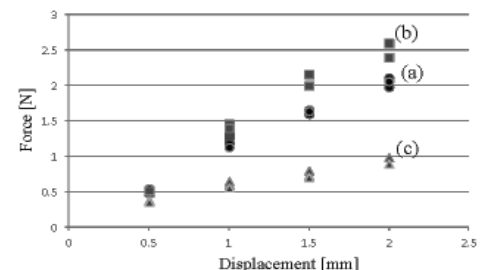


図 5. 可変剛性機構による剛性制御結果

4. まとめ

本研究では、SMA を用いた拮抗腱駆動系の位置と剛性制御法を述べた。位置制御はヤコビ行列のみを用い、剛性調節は機構的に達成する。したがって、通電加熱による諸作用は全て位置制御のみへ用いることができるため、簡便で精度良い制御が達成できる可能性を持つ。

*1)首都大学東京

スーパーマイクロポーラスシリカを鋳型に用いた サブナノ量子ドットの開発

○渡辺 洋人^{*1)}、藤方 健次^{*2)}、緒明 裕哉^{*2)}、今井 宏明^{*2)}

1. はじめに

半導体量子ドット材料は、高い機能性を有することから、近年最も注目を集めている。その特異的な性質は、量子サイズ効果によるバンドギャップエネルギー (E_g) 制御によるため、粒子径の微細な制御が高度な材料設計のために必須である。多くの遷移金属酸化物の量子サイズ効果が 1 nm 以下の領域で顕著になるが、サイズ選択的なサブナノ量子ドットの合成はいまだ困難を極める。一方、多孔質材料の細孔空間を量子ドット合成の鋳型とする手法には、高いサイズ選択性、基質一般性、生産性の高さなどから、他の合成手法に無い多くの利点がある。この手法には、メソポーラスシリカ (MPS) がよく用いられる。しかし、一般的な MPS では、制御可能な細孔径下限界は 1.5 nm 程度であるため、サブナノ量子ドットの合成は不可能であった。サブナノ領域における細孔径制御が達成されれば、多種多様なサブナノ量子ドットの合成が可能になり、ナノテクノロジーや材料化学分野の飛躍的な発展が見込まれる。そこで本研究では、0.7~1.5 nm のスーパーマイクロポーラスシリカ (SMPS) の合成に挑戦し、生成したシリカの細孔を鋳型として、サブナノ量子ドットの合成を行った。(PCT/JP2012/71699)

2. 実験方法

- (1) 無溶媒合成法を用いて SMPS を合成した。
- (2) SMPS の細孔内で酸化タングステン (WO_3) 量子ドットを合成した。
- (3) WO_3 量子ドットの光触媒活性について、光照射下での酸素の還元反応の進行を ESR スピントラップ法により検証した。

3. 結果・考察

本研究では、MPS 合成系において界面活性剤とシリケートイオンの相互作用がミセル形成を増強しうる点に着目し、無溶媒合成法を用いた SMPS の合成を行った。この手法を用いることで、汎用的な界面活性剤を用いながら、0.7~3.0 nm のメソからスーパーマイクロ孔領域において 0.1nm オーダーの微細な細孔径制御が可能になった。この SMPS の細孔空間は種々の遷移金属酸化物量子ドットの鋳型として良好に機能し、サブナノ領域における精密な粒径制御を達成できる。本研究ではモデル化合物として、 WO_3 のサブナノ量子ドットを作成し (図 1)、1 nm 以下の領域で E_g が急激に上昇することを実験的に明らかにした (図 2)。また、顕著な量子サイズ効果による伝導帯準位の大幅な上昇に伴い、バルクやナノ粒子では不可能な分子状酸素の光一電子還元が可能になった (図 3)。

4. まとめ

本研究では、サブナノ領域における粒子サイズ制御法を確立するとともに、この領域でのサイズ制御が遷移金属酸化物の機能性制御戦略として有効であることを示した。

謝辞

本研究の一部は、科研費 (23350102) の助成を受けたものである。

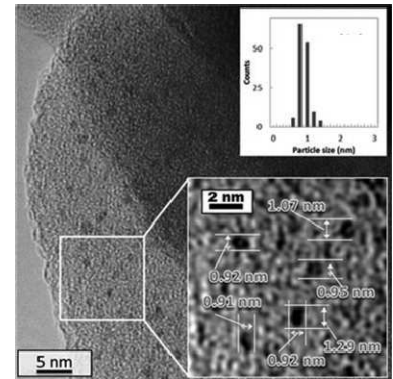


図 1. WO_3 量子ドット

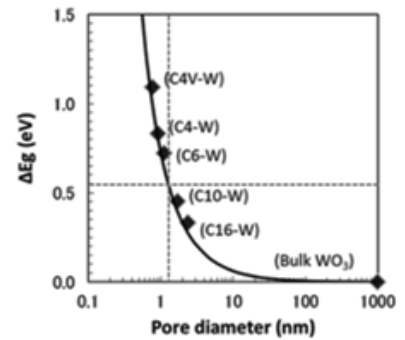


図 2. 細孔径と E_g の関係

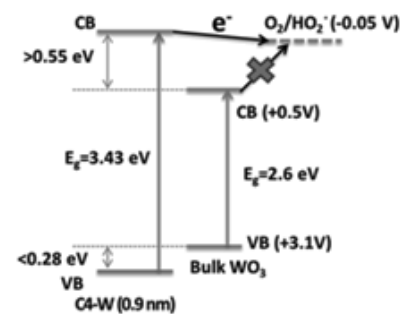


図 3. 酸素還元反応

*1)材料技術グループ、*2)慶應義塾大学

高規則性ポーラスアルミナの作製と応用

○柳下 崇*1)

1. はじめに

さまざまなナノデバイスを構築するための手法として、自己組織化的に形成される規則構造の利用が検討されている。我々のグループでは、これまでに、代表的な規則性ナノホールアレー材料の一つである高規則性ポーラスアルミナの作製と機能化について検討を進めてきた。高規則性ポーラスアルミナは、サイズの均一な細孔が蜂の巣状に規則配列した構造を有しており、作製条件を変化させることにより、細孔径や細孔周期、細孔深さを任意に制御することが可能であることに加え、大面積化にも対応できるといった特徴を有することから、さまざまなナノ構造材料を作製する際の基盤材料として検討されている。本発表では、高規則性ポーラスアルミナの作製と、その応用について検討を行った結果を紹介する。

2. 高規則性ポーラスアルミナの作製

陽極酸化ポーラスアルミナは、Alを酸性電解液中で陽極酸化することにより得られる多孔質の酸化皮膜であり、適切な条件下で陽極酸化を行うと細孔が自己組織的に規則配列した構造を形成することができる[1-4]。図1には、高規則性ポーラスアルミナのSEM像を示すが、サイズの揃った細孔が規則配列している様子が観察できる。得られるポーラスアルミナの構造は作製条件に大きく依存するため、陽極酸化の電圧や時間を変化することによって、表面幾何学構造をナノスケールで制御することが可能である。

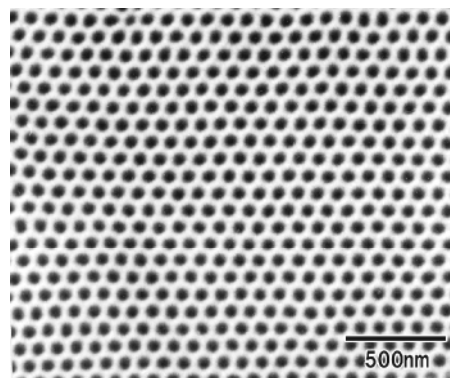


図1. 高規則性ポーラスアルミナ SEM像

3. ナノインプリントプロセスによる規則表面の高スループトット形成

図2に、高規則性ポーラスアルミナを用いたナノインプリントプロセスの概要図を示す。ポーラスアルミナをモールドとしてナノインプリントを行えば、その表面構造に対応した規則構造を基板表面に高スループトットに形成することが可能である。図3には、本プロセスにより得られたポリマーピラーアレーのSEM像を示すが、ポーラスアルミナの表面構造に対応した規則的なピラーアレー構造体が形成されている様子が観察できる。このようにして得られたナノ規則表面は、反射防止表面や撥水表面などさまざまな機能性表面として利用することができる。

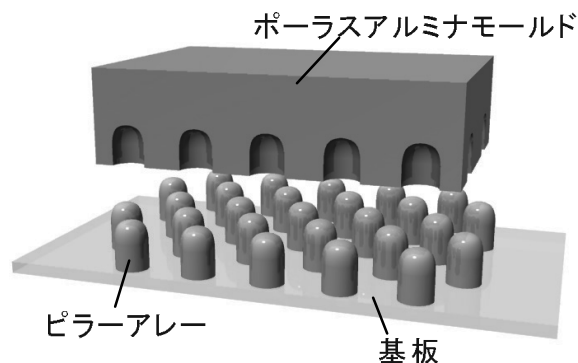


図2. ナノインプリント概要図

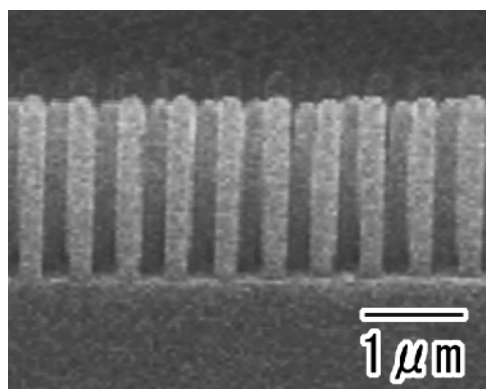


図3. ポリマーピラーアレーSEM像

参考文献

- [1] 益田, 柳下, 西尾, 機能材料, Vol.27, No.7, p.6 (2007)
- [2] 益田, まてりあ, Vol.45, No.3, p.172 (2006)
- [3] 益田, 柳下, 近藤, 西尾, 触媒, Vol.52, No.3, pp.190-194 (2010)
- [4] H. Masuda and K. Fukuda, *Science*, Vol.268, No.5216, p.1466 (1995)

*1)首都大学東京

分子包接を利用した生理活性物質の非解離レーザーイオン化法

○藤野 竜也^{*1)}、鈴木 純也^{*1)}、山本 陵^{*1)}、浅野 貴史^{*2)}、橋本 健朗^{*1)}

1. はじめに

元素レベルでの分析を行う場合、イオン化の際に試料分子を壊さず分子量によって解析が行える質量分析法が有効であり、その際、化学イオン化法 (CI)、エレクトロスプレーイオン化法 (ESI 法)、マトリクス支援レーザー脱離イオン化法 (MALDI 法) といったソフトイオン化の手法が広く用いられている。特に MALDI 法は他のソフトイオン化の手法と比べて操作・試料調整が圧倒的に簡易であるため、飛行時間型質量分析装置と組み合わせ、さまざまな分野における解析法として利用されている。しかしながら①イオン化効率が低い②低分子量試料への適用が困難③測定できない分子がある、などといった問題点も同時に持っている。本研究ではこのような問題点を解消するため、典型的な有機マトリクス分子と構造を持つ分子との複合体の作成を行い、そのイオン化メカニズムを解明すること、また、従来 MALDI 法の分子科学的な解明を目指している^[1]。本研究では我々が開発した分子包接の技術を利用した MALDI 法について紹介し、分子量の小さな生理活性物質の検出に応用した結果について報告する。

2. 実験方法

2,4,6 トリヒドロキシアセトフェノン (THAP)、2,5 ジヒドロキシ安息香酸 (DHBA) 等の有機マトリクス分子を、シクロデキストリン細孔中に包接、およびナノサイズの構造を持つ酸化物質 (ゼオライト) 表面上に吸着させた新規マトリクスを作成した。測定試料としては各種の生理活性物質を用い、市販の質量分析装置 (micro MX, Waters Corp., 337nm) による測定と、研究室作成の飛行時間型質量分析装置を用いて、紫外光 (266nm) による質量分析を行った (図 1)。

3. 結果・考察

我々はこれまでに、シクロデキストリン (CD) に有機マトリクス (主にヒドロキシアセトフェノン類) を包接させることにより、マススペクトルの低分子量領域 (<500Da) が単純化され、アルカリ金属およびその付着ピークが消失すること^[2]、強い包接を作る組み合わせにおいては、マトリクス分子によるピーク ($[m+H]^+$) をほぼ消すことができることを見出し、報告した^[3]。さらに CD と同様に分子内にナノサイズの細孔を持ち、表面には活性の強いブレンステッド酸性水酸基が存在するゼオライトを有機マトリクス分子のホスト分子として利用したところ、CD と同様に低分子量領域が単純化されることと、ブレンステッド酸性水酸基による効果的なプロトン供与が行われるため、プロトン化した試料のピークが従来 MALDI 法に比べて 20 倍以上増強する結果を得た^[4]。さらにはゼオライト表面上のブレンステッド酸性水酸基のプロトン Li^+ , Na^+ , K^+ といったアルカリ金属イオンに置換し、これを有機マトリクス分子のホスト分子として利用し、質量分析測定を行った場合、従来 MALDI 法では観測できなかった多くの低分子量生理活性物質の検出が可能であることが分かった。

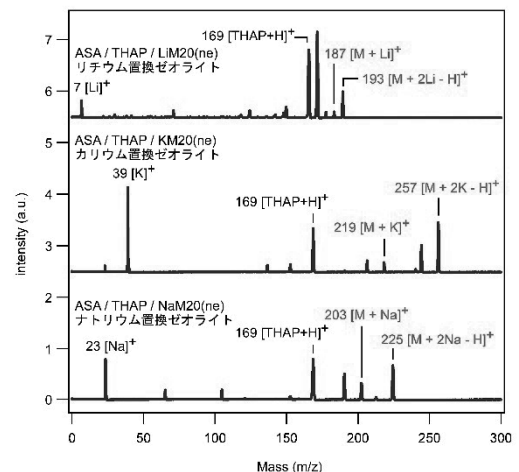


図 1. ゼオライトマトリクスを利用して測定したアセチルサリチル酸のマススペクトル

参考文献

- [1] Y. Minegishi et al., J. Phys. Chem. C 116, pp.3059-3064 (2012)
- [2] S. Yamaguchi et al., Anal. Sci. 24, pp.1497-1500 (2008)
- [3] T. Fujita et al., Anal. Sci. 26, pp.743-748 (2010)
- [4] Y. Komori et al., J. Phys. Chem. C 114, pp.1593-1600 (2010)

*1)首都大学東京、*2)警視庁科学捜査研究所

H19.10~H24.3 科学研究費補助金特定領域研究 (477)

時間分解分光法を用いた非解離イオン化質量分析機構の研究

過酷分離系のための無機逆浸透膜の開発

○野村 幹弘^{*1)}、池田 歩^{*1)}、棚橋 僚^{*1)}、島崎 恭多^{*1)}、小松崎 真^{*1)}、
佐々木 美沙^{*1)}、松山 絵美^{*1)}

1. はじめに

逆浸透膜を利用したプロセスはエネルギー効率がよく、海水淡水化などで広く利用されている。ここでは、酢酸や硫酸の脱水など過酷な分離系への応用を考える。そこで、対向拡散 CVD 法を用いたシリカ膜に注目した。図 1 に対向拡散 CVD 法のイメージ図を示す。蒸着と同時にシリカ上のフェニル基など有機物の一部を焼失させることにより、細孔径の制御ができる。本研究では、対向拡散 CVD 法によるシリカ蒸着時の表面官能基を制御し、シリカをベースとした無機逆浸透膜の開発を目的とする。

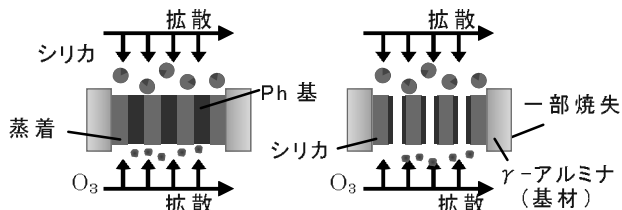


図 1. 対向拡散 CVD 法のイメージ

2. 実験方法

多孔質 γ -アルミナ基材 (L 60 もしくは 350 mm、 ϕ 4 nm) に、シリカ源として Phenyltrimethoxysilane (PhTMOS) を 75 °C の N_2 バブリングで導入した。基材内側には O_3 を 0.2 L min^{-1} (76.5 g m^{-3}) にて供給した。蒸着は 90 min、270 - 360 °C にて行った。単成分ガス透過特性は、270 °C にて N_2 を用いて評価した。逆浸透試験は、NaCl 水溶液 (100 mg L^{-1} Na) を 10 mL min^{-1} で供給し、透水圧力は 3.0 もしくは 4.0 MPa とした。シリカ上の有機物やシラノール基の熱分解挙動を、シリカ粉末の熱重量測定および赤外吸収を用いて行った。

3. 結果・考察

図 2 に N_2 透過率と Na イオン阻止率に対する全透過流束の関係を示す。まず、基材長さの検討を行った。6 cm 基材では、35 cm 基材と比較して、Na イオン阻止率が高い膜が得られた。これは、基材が長い場合に、流れ方向に O_3 が失活し、有効な O_3 濃度が低下したためと考えられる。その結果、6 cm 基材、PhTMOS 300 °C 蒸着膜において、 N_2 透過率 $9.5 \times 10^{-8} \text{ mol m}^{-2} \text{ s}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$ 、全透過流束 $1.7 \text{ kg m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ のとき、Na イオン阻止率 94.2 % と最大値が得られた。この値は、これまで報告されている無機逆浸透膜として、世界最高値である。

この原因をシリカ表面上のフェニル基の分解挙動を調べることで考察した。シリカ粉末を 300 °C、 O_3 雰囲気中で 90 min 処理を行った。フェニル基の残存量は、FTIR 測定にて 1460 cm^{-1} の吸収を処理前後で比較した。その結果、吸収比が 0.68 とフェニル基が多く残存していた。一方、シラノール基 (3692 cm^{-1}) の吸収は、6 cm 基材相当の方が 35 cm 相当と比較して 30 % 程度低くなった。このように膜の疎水性が向上し、Na イオン阻止率が高くなったと考えられる。

4. まとめ

対向拡散 CVD 法を用い、製膜条件を検討することで、世界最高性能を示す無機逆浸透膜の開発に成功した。

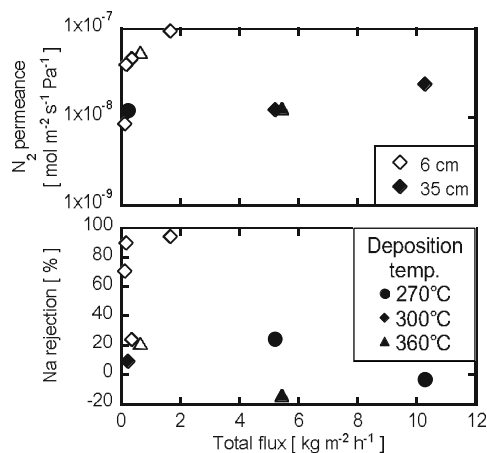


図 2. 全透過流束に対する N_2 透過率と Na イオン阻止率の関係 (3.0、4.0 MPa)

*1) 芝浦工業大学

移植医療・再生医療のための臓器灌流蘇生システムの開発

○小原 弘道^{*1)}、松野 直徒^{*1)} ^{*2)}、平野 俊彦^{*3)}、絵野沢 伸^{*2)}、水沼 博^{*1)}

1. はじめに

臓器移植とは、臓器機能を失った患者に提供者（ドナー）臓器を移植し、機能回復を期待する医療である。移植後の QOL（Quality of Life）の大幅な改善が期待され、確立された医療として臓器移植は認識されている。しかしながら、移植待機患者の数と提供される臓器数との差は大きく、移植のための臓器不足は国内のみならず世界的にも深刻な課題である。この課題を解決するために、移植可否の判断の難しい臓器の機能を診断する評価技術、臓器機能を維持し、さらに機能改善をはかる技術など、新しい医療技術開発が求められている。こうした背景の中、血管内に臓器保存液を灌流する機械灌流保存が注目されている。

本研究では、心臓停止後に機能喪失の著しい肝臓に着目し、臓器機能を評価、判定し、積極的な流動・温度・液性管理により、臓器機能の保存・改善から蘇生を視野に入れた機械灌流システムを開発し、コンピュータを用いた流動解析、ブタを用いた実験によりその特性を評価した。当該システムは移植医療の高度化のみならず、細胞から組織・臓器を目指す再生医療の基盤技術としても期待される。

2. 臓器灌流蘇生システム

本システムは、臓器内に保存液を灌流し、機能を評価し、保存・回復をはかるための灌流条件積極制御可能な装置（図1）と、保存液、これらの制御則よりなる。本稿では装置を中心に紹介する。装置は、保存液管理用の流路系、低温から常温まで管理可能な温度管理系、データ記録・制御コンピュータにより構成されている。肝臓の特徴である二重血行支配に対して、それぞれ独立して門脈・肝動脈の2系統に同時灌流可能であり、それぞれポンプ、流量計、圧力計ならびにエアトラップ等が配置され、保存液に酸素を供給可能である。実験はブタを用い、心臓の停止時間に相当する温阻血時間（WIT、Warm ischemic time）を経て摘出した。特に、本稿では低温（4-10℃）から室温までの復温灌流に着目し評価した。

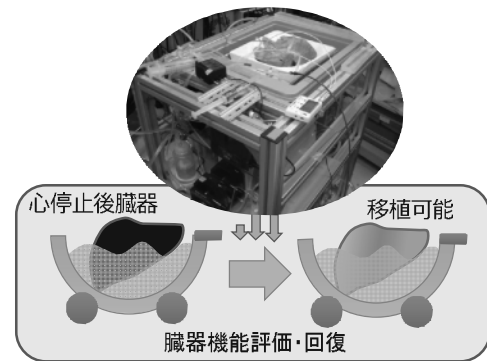


図1. 臓器灌流蘇生システム

3. 結果・考察

結果の一例として、本稿の復温灌流（RMP）と低温灌流保存（HMP）の保存終了時における、臓器劣化の指標となる逸脱酵素（ここではLDH）の灌流前後での変化量を示す（図2）。同じ心停止条件（WIT60）において、RMPはHMPに比較して大幅に逸脱酵素量を低減させており、臓器の劣化を低減させ、その機能を維持可能である。本研究では、これらの逸脱酵素による評価をはじめ、保存した臓器を移植する移植実験を行い、最適な条件に関して検討を進めている。

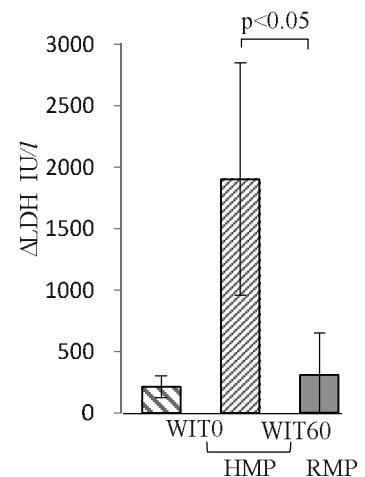


図2. 灌流後逸脱酵素量変化

4. まとめ

移植医療の高度化、再生医療の基盤技術として期待される臓器灌流システムによる臓器機能判定、機能維持可能であることを示し、蘇生に向けた可能性について示した。

*1)首都大学東京、*2)独立行政法人国立成育医療研究センター臨床研究センター、*3)東京薬科大学

6月21日(金)

研修室243

環境・省エネルギー

微小目合いを有する農業用防虫編地の開発

○唐木 由佑^{*1)}、堀江 暁^{*2)}

1. はじめに

近年、農業生産資材分野では、減農薬、無農薬有機栽培などの需要に対して、さまざまな防虫ネットが利用されている。一般的な防虫ネットはPE等化学繊維製で、目合い（ネットの一つの目の大きさ）が1mm前後であるが、コナジラミ類に代表される微小害虫の防除には、0.4mm以下の目合いが求められている。このように、目合いが細かい製品は防虫効果が向上するものの、通気性や光透過性が低下する。そこで、目合いが小さく、かつ通気性、光透過性に優れた防虫ネットを開発するために、繊維径が細く、強度が優れている金属繊維の利用を検討した。一般に、金属繊維はその硬さから織物に利用されることが多いが、本研究では、ビニールハウス被覆時の作業性も考慮して、一定の伸縮性を付与するために金属繊維製編地の開発を行った。

2. 実験方法

- ①編成試験：既存品の防虫ネットは織物であり、編地とは組織が異なるため、目合い0.4mmを正確に編成することは難しい。そこで、既存品の空隙率（生地における空間の割合）も指標の一つとし、金属繊維素材の選定、編組織の検討を行い、試作品を編成した。
- ②試作品の性能評価：試作品、既存品の性能評価を実施した。



図1. 試作品と既存品の外観

3. 結果・考察

材料に、繊維径 0.05mm～0.1mmのステンレス糸(SUS304)を用いて、4種の防虫編地を製作した。ゲージは16G～20G、編組織は編成効率を考慮して、天竺編、またはゴム編とした。目合い、空隙率の評価の結果、試作品④は0.4mm相当の目合いと、優れた空隙率を有していた（図1、表1）。また、既存品AおよびBと、各種性能について比較を行ったところ、試作品は既存品を上回る性能を有していた（図2）。

表1. 試作品と既存品の空隙率評価

	試料	繊維径 (mm)	組織 (ゲージ)	目合い (幅×高さ, mm)	面積 (mm ²)	空隙率 (%)
試作品	①	0.10	天竺 16G	0.88×0.64	0.65	80.1
	②	0.05	ゴム 16G	0.68×0.94	0.56	86.1
	③	0.05	天竺 16G	0.77×1.01	0.28	78.3
	④	0.05	天竺 20G	0.37×0.86	0.21	88.8
既存品	A	0.11	平織	0.47×0.48	0.23	62.8
	B	0.15	平織	0.26×0.40	0.10	47.0

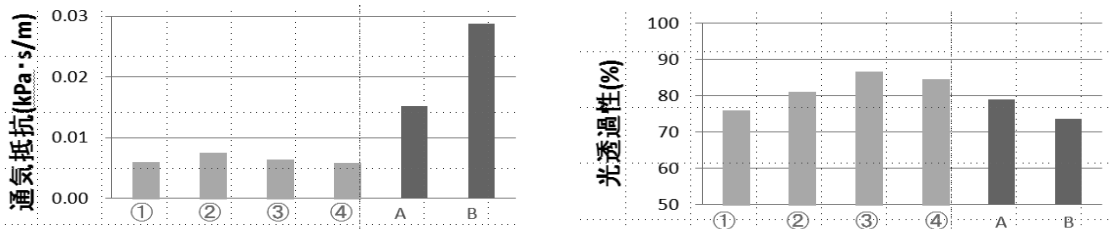


図2. 通気抵抗と光透過性

4. まとめ

繊維径の細いステンレス糸で編地を編成することにより、通気性、光透過性、耐久性を損なわずに防虫性に優れた目合いを有するネットの開発が可能となった。この試作品は、ステンレスの優れた耐侯性によって、長期的な繰り返しの使用ができ、さらに、編地の伸縮性によって、既存化学繊維製防虫ネットと同様に、ビニールハウスの曲面や可動部への被覆も可能となった。

*1)生活技術開発セクター、*2)技術経営支援室

新たな腐朽診断技術開発に向けた揮発性メタボライトの検討

○小沼 ルミ^{*1)}、水越 厚史^{*1)}、飯田 孝彦^{*1)}、浜野 智子^{*1)}、瓦田 研介^{*1)}

1. はじめに

地震で倒壊した木造住宅の多くが微生物による腐朽被害を受けていた事実から、将来発生が懸念される大規模地震に備えて、住宅の腐朽診断を含む耐震対策を講じることは急務である。木材の腐朽とは、腐朽菌（主に担子菌）が木材の構成成分を分解するために起きる現象で、木材の著しい強度低下を引き起こす。腐朽は、通常人目につかない建物の構造躯体で進行するため、気がつかないうちに被害が拡大する。現在の腐朽診断法は、視診・触診・打診など感覚的手法を中心にさまざまなものがあるが、いずれも腐朽している箇所を露出させて行う必要があり、隠れた腐朽を見逃す危険性が高い。そこで、本研究では床下や壁の内部など構造躯体で進行する木材腐朽を非破壊で検知する技術開発を最終的な目標とし、腐朽診断のトレーサーとして腐朽菌が産生するメタボライト（代謝産物）、特に揮発性有機化合物（MVOC）利用の可能性について検討した。

2. 実験方法

①腐朽菌の産生する MVOC の同定と成長に伴う経時変化を明らかにするため、供試菌（*Fomitopsis palustris*、和名：オオウズラタケ）をポテトデキストロース寒天（PDA）培地に生育させ、ここから放散される MVOC を吸着剤 Tenax TA で捕集し、ガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）およびプロトン移動反応質量分析計（PTR-MS）で測定を行った。

②木材腐朽に伴う MVOC を特定するため、木材を唯一の栄養源として腐朽菌の培養を行った際の MVOC の同定を行った。また、MVOC の測定と並行して、腐朽による木材の質量減少率を求めた。供試菌には *F. palustris* および *Trametes versicolor*（和名：カワラタケ）を用いた。

3. 結果・考察

MVOC のサンプリング装置を工夫し、清浄空気を充填したテドラーバッグ内で腐朽菌を生育させ、バッグ内の空気を捕集・分析することで、MVOC 成分の測定を行うことができた。*F. palustris* の培養 9 日目と 39 日目にバッグ内の空気を捕集し、GC/MS で測定した結果、腐朽菌では生育期間によって異なる MVOC が生成されることが分かった（図 1）。また、腐朽の進行段階によって MVOC 成分が変化することを明らかにした。これにより、MVOC の組成から腐朽菌の生育または腐朽段階を把握できると推察された。さらに、菌種によって MVOC 成分が異なることが分かり、MVOC による菌種同定の可能性が示唆された。

4. まとめ

腐朽菌に由来する MVOC は腐朽診断および腐朽原因菌種の同定に利用できる可能性が示唆された。

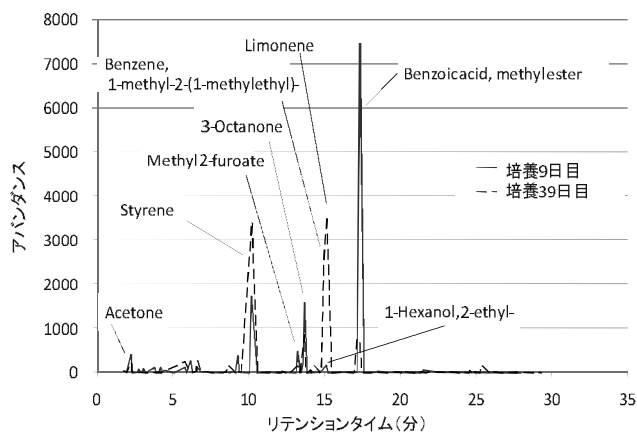


図 1. PDA 培地で培養した *F. palustris* からの VOC クロマトグラム

*1)環境技術グループ

プラスチック製品に含まれる 臭素系難燃剤（PBB・PBDE）の精密分析手法の最適化

○佐々木 直里^{*1)}、中澤 亮二^{*2)}、田中 真美^{*2)}、水越 厚史^{*2)}

1. はじめに

近年、欧州では RoHS 指令により電気・電子機器に含まれる特定有害物質の使用が規制されている。現在は鉛、カドミウム、水銀、六価クロム、および臭素系難燃剤であるポリ臭化ジフェニル（PBB）・ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）の6物質が規制対象物質とされており、これらの分析手法の一つとして蛍光エックス線分析装置によるスクリーニング分析が提案されている。しかし、臭素系難燃剤は、本装置で臭素元素の有無は確認できるものの、難燃剤の種類までを特定することはできないため、規制物質の使用の有無を確認するためには、精密分析が必要とされる。国際規格である IEC 62321 には、臭素系難燃剤の精密分析手法について記載されているが、再現性が懸念されていることから、参考法（Annex）扱いとなっている。そこで、本研究では IEC 62321 に記載されている分析条件の効率化を目指すとともに、再現性が得られる分析条件の確立を目的として、分析対象物質の前処理方法の検討を行ったので報告する。

2. 実験方法

ガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）に導入するまでの前処理方法を検討するため、マイクロ波前処理装置を使った抽出方法の検討を行った。まず、ポリスチレン（PS）製樹脂に含有するデカ臭化ジフェニルエーテル（Deca-BDE）標準試料を対象物質とし、抽出溶媒にヘキサン、トルエン、テトラヒドロフラン（THF）をそれぞれ使用し、抽出時間を35分として抽出を行った。その後、塩化ビニル（PVC）、ポリエチレン（PE）、ポリプロピレン（PP）製の標準試料を用いて、同様の抽出条件が分析結果へ及ぼす影響について検討を行った。

3. 結果・考察

マイクロ波前処理装置による抽出方法を用いた Deca-BDE の回収率を図1に示す。結果より、PS 製樹脂中の Deca-BDE の回収率は抽出溶媒にヘキサン、もしくはトルエンを使用することで高収率に得られることを見出した。しかし、樹脂種によって同様の条件下でも回収率にばらつきが見られ、使用する抽出溶媒によっても回収率が大きく変動することが確認できた。これは、樹脂種によって抽出溶媒への溶解度に違いがあることから、使用した抽出溶媒によって目的物質が樹脂中に取り込まれた状態となり、完全に溶出されなかった点が推測される。また、使用する抽出溶媒によって Deca-BDE の低臭素化が起こりやすい条件下となりうる可能性が懸念され、これも回収率低下の一因となったことが示唆される。

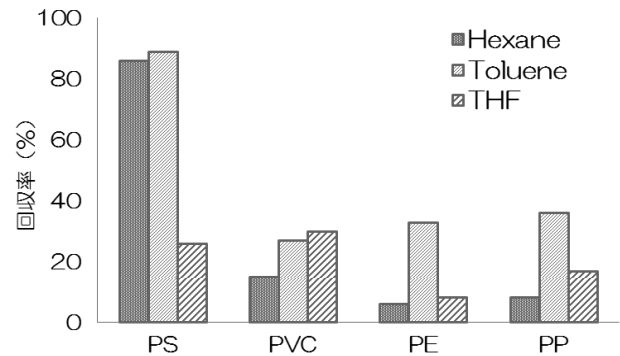


図1. Deca-BDE の回収率

4. まとめ

マイクロ波抽出法は、ポリスチレン製標準物質を対象物質とした際に、IEC 62321 に記載のソックスレー抽出法と同等の結果が得られたとともに、より短時間で、かつ少ない溶媒量で抽出可能な方法であることを見出した。しかし、樹脂種によって目的物質の回収率が変動することも確認したため、さらなる抽出方法の最適化が必要であることが示唆された。

*1)生活技術開発セクター、*2)環境技術グループ

H24.4～H25.3 【基盤研究】プラスチック製品に含まれる臭素系難燃剤（PBB・PBDE）の精密分析手法の最適化

Co,Ce系酸化物触媒の製品化に向けた取り組み

○染川 正一^{*1)}、井上 潤^{*1)}、萩原 利哉^{*2)}、藤井 恭子^{*3)}、水越 厚史^{*4)}、
小島 正行^{*5)}、篠田 勉^{*5)}

1. はじめに

VOC（揮発性有機化合物）は大気汚染、健康被害および悪臭苦情の原因となるために処理が求められている。触媒を用いると250-350℃の比較的低温でもVOCを処理することができる。これまで広く使用されている白金等の高価な貴金属を用いない金属酸化物に注目し、Co,Ce系酸化物を用いた実機に搭載可能なハニカム型の環境浄化用触媒（図1）の開発を行ってきた。開発した触媒は、酢酸エチルなどの脂肪酸エステルやヤニ類を市販の白金触媒より100℃程度低温で分解可能であった。また、実験室において実機同様の風速と処理温度の負荷をかけた酢酸エチルを用いた長時間処理試験を行っており、現在、約800hまではその性能劣化がみられないことが確認できている。触媒を製品化するにあたり、次のステップとして実環境での試験を行うことは必須である。今回、触媒量産のための基礎実験、試作した処理装置付き塗装乾燥炉（図2）を用いた省エネ効果の確認試験、各種工場に可搬型触媒処理試験装置を持ち込む形での排ガス処理実証試験（図3）を行った。

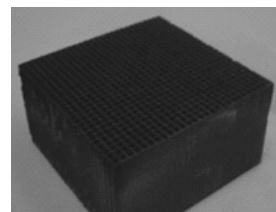


図1. 開発したCo,Ce系触媒の外観（150×150mm×高さ50mm）

2. 実験方法

触媒はCo,Ce成分が添加された浸漬液にハニカム型のセラミック担体を浸漬、乾燥、焼成して作製した。処理前後の排ガス分析は3点比較式臭袋法、各種ガスクロマトグラフを用いて行った。

3. 結果

量産の検討においては、浸漬時間や液切り方法について基礎データを集めた。処理装置付き塗装乾燥炉を用いた省エネの検証では、乾燥中の風量を制御することで使用電気を約52%削減することが可能であった。ラミネート工場における実証試験では、排ガス（酢酸エチル主成分）を約300℃で処理可能ことが確認された。メラミン系塗料やエポキシ系紛体塗料などを扱う塗装工場や、排ガスにインク成分の鉱油やシリコン系触媒毒が含まれるオフセット印刷工場での実証試験では、白金触媒と同等程度十分に臭気を処理できることが確認された。

4. 今後の展開

触媒に関しては、企業へ技術移転進行中であり、製造設備を整えてサンプル出荷を行うと同時に、稼働中の実工場処理設備に触媒を導入して、長期耐久試験を年単位で実施する。省エネ型処理装置付き塗装乾燥炉（乾燥容量：5m³、10m³の2種）は販売を始めた企業がある。

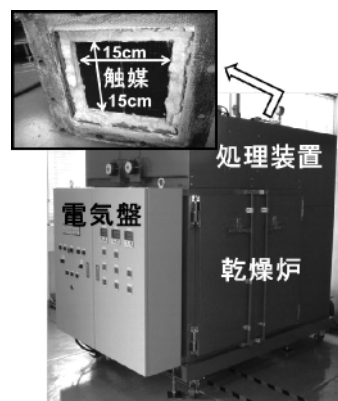


図2. 処理装置付き塗装乾燥炉と充填した触媒の様子



図3. 実証試験の様子

*1)材料技術グループ、*2)城南支所、*3)バイオ応用技術グループ、*4)環境技術グループ、*5)地域結集事業推進室

電子線照射によるスチレン・マレイミド共重合反応の溶媒効果

○中川 清子^{*1)}、関口 正之^{*1)}、柚木 俊二^{*1)}

1. はじめに

マレイミドとオレフィンの重合体は耐熱性樹脂として知られており、特にマレイミド・スチレン系共重合体はパソコン・携帯電話など、電子機器の基板や液晶ディスプレイのフィルム等への利用が期待されている。電子線照射装置を利用して、共重合体の合成ができれば、環境に優しいシステムの構築が可能となる。昨年度までの研究において、マレイミドとスチレンを2-プロパノール中で250keVの電子線照射により共重合体が合成できること、コンベア速度を速くして一回あたりの線量を減らすことで、高分子量ポリマーの割合が増加することなどが分かった^[1]。今回は、溶媒をエタノールにすることで生成するポリマーの分子量分布が変化するかについて検討した。

2. 実験方法

マレイミドとスチレンをエタノールおよび2-プロパノールに溶解(0.5M)し、窒素置換した試料に、低エネルギー電子線照射装置LB2005(岩崎電気製)を用いて250keV, 1.0mAの電子線を照射した。コンベア速度は、40m/min(一回照射で0.5kGy相当)で10~30kGy照射した。照射後、溶媒を蒸発乾固させたものをテトラヒドロフラン(THF)に溶解し、ゲルパーミエーションクロマトグラフ(GPC)で分子量分布を測定した。

3. 結果・考察

エタノール中で電子線照射した時のポリマーの分子量分布を図1に示す。線量の増加に伴って、分子量2000程度の生成物が増加することが分かる。ただし、高分子量ポリマーはほとんど生成していない。一方、2-プロパノール中で20kGy照射した場合(図2)は、エタノール中での照射と比べて全体的により高分子量のポリマーが生成していることが分かる。これは、重合開始反応である溶媒ラジカルの付加反応が2-プロパノールで効率よく起きるため^[2]と考えられる。

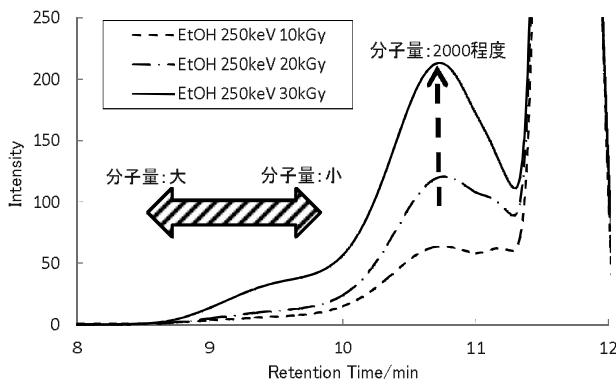


図1. エタノール中での電子線照射により生成したポリマーの分子量分布

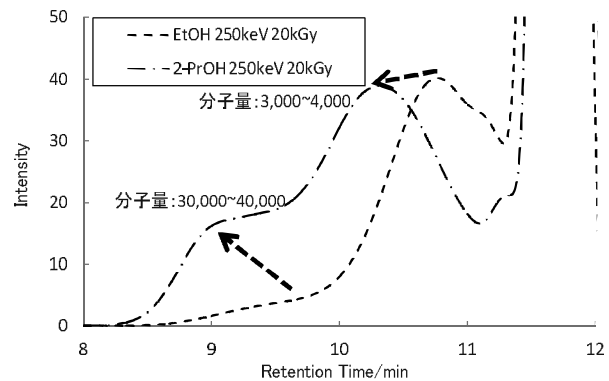


図2. 2-プロパノールおよびエタノール中で電子線照射により生成したポリマーの分子量の違い

4. まとめ

250keV, 1.0mAの電子線照射で溶液重合をするには、2-プロパノール中でより高分子量のポリマーが生成し、ラジカル付加反応の速度が重要であると考えられる。

参考文献

- [1] 中川清子, 関口正之, 柚木俊二, 平成24年度研究成果発表会要旨集, p.53 (2012)
 [2] S. Nakagawa, Radiat. Phys. Chem., 79, pp.705-709 (2010)

*1) バイオ応用技術グループ

H24.4~H25.3 【基盤研究】低エネルギー電子線照射によるスチレン・マレイミド系共重合体の高分子量化

低コストで迅速な COD 測定法の開発

○荒川 豊^{*1)}、杉森 博和^{*1)}、安藤 恵理^{*1)}、田熊 保彦^{*2)}

1. はじめに

COD（化学的酸素消費量）の測定法には、酸化剤として過マンガン酸カリウムを用いる方法や二クロム酸カリウムを用いる方法など各種存在する。これらの中で、下水道分野で用いられている『アルカリ性、100℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量（COD-アルカリ性）』は、測定に銀試薬を用いないという点で、他の測定法に比べ低コストである。そこで、COD-アルカリ性法を土台とし、①試薬使用量等分析スケールを1/10としてさらなる低コスト化を図り、②加熱操作においては、一般家庭で使用されている電子レンジを用いて迅速化を図った、新しいCOD測定法について報告する。

2. 実験方法

反応容器（図1-a）に試料を取り蒸留水で10 mLとし、攪拌子を反応容器に1個ずつ加えた。この攪拌子は、加熱時の突沸防止対策として、また、微量滴定操作にて引き続き使用できる。次いで200 g/Lの水酸化ナトリウム0.1 mL、5 mM 過マンガン酸カリウム1 mLを加え、市販の電子レンジ（図1-b）を用い、所定の加熱出力および加熱時間で加熱した。加熱後、電子レンジから反応容器を取り出し、すべての反応容器に反応停止液を加え、酸化分解反応を停止させ、ホットプレートに移動した。市販されている電動ピペッターを用い、5 mM 過マンガン酸カリウムで滴定し、COD値を求めた。

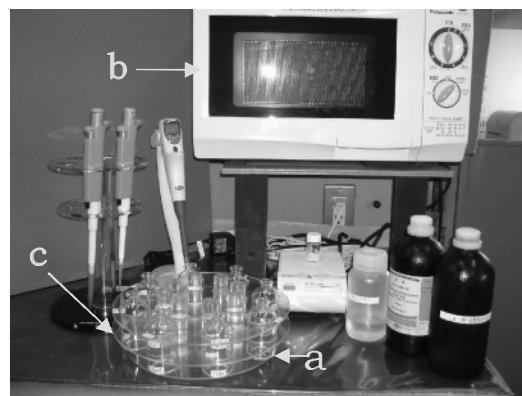


図1. 測定装置
a:反応容器 b:電子レンジ
c:バイアルラック

3. 結果・考察

精度よくCODを測定するため、電子レンジの持つ加熱むらを調査するとともに、加熱むらを防止する手段として、専用のバイアルラック（図1-c）を考案した。JIS K0102（2008）の解説書で紹介されている、L-グルタミン酸-ラクトース-水和物混合標準液（G-L標準液）に対し、本法とJIS法（COD_{Mn}）の間には、回帰係数として、0.99以上の相関が得られた（図2）。

4. まとめ

本法は、JIS法（COD_{Mn}）に比べ、試薬コストは約1/20、廃液処理コストは約1/10、8検体の測定所要時間は、約1/5と迅速であり、簡便である。日常的なCODの水質管理のみならず、環境教育の教材としてなど、多方面での活用が期待される。

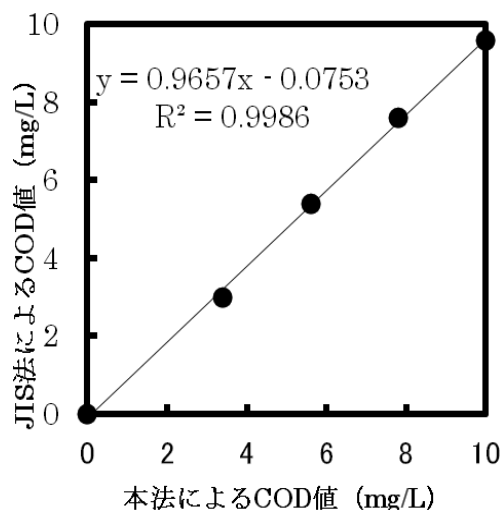


図2. G-L標準液に対する
本法とJIS法との相関

*1)環境技術グループ、*2)経営企画室

新旧音響試験室における音響透過損失の比較

○渡辺 茂幸^{*1)}、服部 遊^{*1)}、西沢 啓子^{*1)}、神田 浩一^{*1)}

1. はじめに

都産技研では、依頼試験業務として防音壁や建材などの遮音性能試験（音響透過損失測定）を数多く行っている。これまでは、不整形7面体を基本とした「タイプⅠ試験室」で試験を行っていたが、本部移転に伴い、国内では希少な矩形を基本とした「タイプⅡ試験室」を建設して試験業務を行っている（図1）。本稿では、移転に伴う試験室のタイプの変更による測定結果の差異について報告する。

2. 実験概要

音響透過損失は、二室間（音源室・受音室）の壁にある試験開口に試料を施工して測定を行った。測定対象とした試料は9.5mmの石膏ボードを使用した一重壁で、その面積は両試験室で共通にするために4.86m²（幅2.7m×高さ1.8m）とした。また、一重壁の施工状況を極力揃えるため、試験開口と試料との隙間および石膏ボードの目地は油粘土で埋めた。

3. 結果・考察

両試験室にて測定した音響透過損失の測定結果を図2に示す。両結果を比較すると、全体的な傾向はよく一致しており、500Hzから3150Hzにおいてほぼ等しい結果が得られたが、100Hzから400Hzでは最大で3.5dB、4000Hz・5000Hzでは1.8dBの差が見られた。低周波数帯域では試料に対する試験音の入射条件の違いが、高周波数帯域では試料の施工状況の違いと試験室の構造的差異が影響していると考えられる。本結果の差は、ヨーロッパ（10か国、24試験機関）で実施されたラウンドロビン試験の測定結果の範囲に比べて小さいことから、タイプⅡ試験室においてもタイプⅠ試験室と同様の測定結果が得られることが確認できた。

4. まとめ

タイプⅠ試験室およびタイプⅡ試験室の音響透過損失測定結果の差異について確認した。今後は、拡散体・吸音体をさらに追加設置して室内の音場調整を行い、測定精度の向上を図っていく予定である。

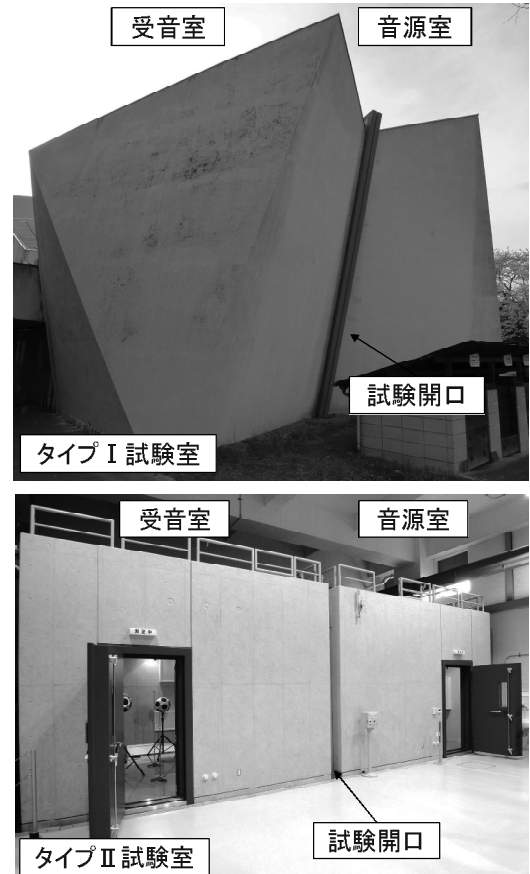


図1. 音響試験室

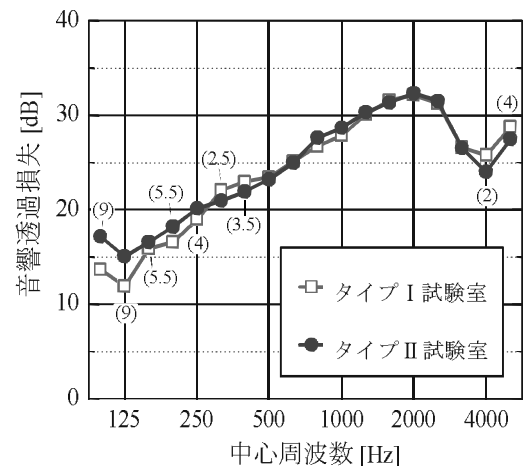


図2. 音響透過損失の結果比較
*()内の数値はラウンドロビン試験の測定結果の範囲（文献からの読取値）

*1)光音技術グループ

H23.4~H24.3 【基盤研究】 試料面積の違いが音響透過損失に及ぼす影響

環境対応型化成皮膜の開発

○梶山 哲人^{*1)}、浦崎 香織里^{*2)}、水元 和成^{*3)}

1. はじめに

亜鉛めっきの保護や防錆、装飾性を付与する目的の化成処理として、クロメート処理が行われる。この処理には、六価クロムが使用されていたが、現在 RoHS 指令や ELV 指令といった一連の有害物質規制の対象となっている。三価クロムを利用した処理法が代替技術として実用化されているが、三価クロムが皮膜内、または溶出時に有害な六価クロムへと酸化されてしまう危険性が懸念されている^[1]。このため、クロメート処理と同様の防錆能を有し、六価クロム・三価クロムも使用しない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^{[2][3]}。本研究では、数種類の代替化合物をクロム代替元素として用いて作製した化成皮膜の耐食性および皮膜構造について検討を行ったので報告する。

2. 実験方法

はじめに、ジンケート浴を用いて、冷間圧延鋼板（SPCC 100×25×1mm）に化成処理実験用亜鉛めっき下地（膜厚 10 μ m）を調製した。次に、化成処理液（各種化合物を溶解させて pH 調整した水溶液）を用い、pH および各種イオン添加効果など皮膜形成の最適条件を検討した。耐食性に関しては、中性塩水噴霧試験（JIS H 8502 の 7.1 準拠）を行った。化成皮膜の分析は、グロー放電発光分光分析（GD-OES）で行った。

3. 結果・考察

イオン化傾向を考慮して選定した各化成処理液を用いて、化成皮膜を作製した。いずれの溶液からも皮膜が形成されていることを目視により確認した。

次に、8 時間の中性塩水噴霧試験を行った結果、化成処理液 D を用いた皮膜に耐食性が認められた。さらに、化成処理液 D の反応時間を検討したところ、反応時間と共に耐食性が向上することが明らかとなった（図 1）。

次に、GD-OES を用いて化成皮膜の分析を行った結果、添加する化合物の違いにより、異なる皮膜を形成していることが分かった（図 2）。また、この結果から、耐食性を向上させるには、形成される皮膜中の亜鉛含有量制御が重要であることが示唆される。

4. まとめ

同一条件で各種化成皮膜を作製し、耐食性評価を行った結果、化成処理液 D 系に耐食性皮膜の可能性を見出した。また、各種化成処理液から作製した化成皮膜の構造を、GD-OES を用いた解析から明らかにした。

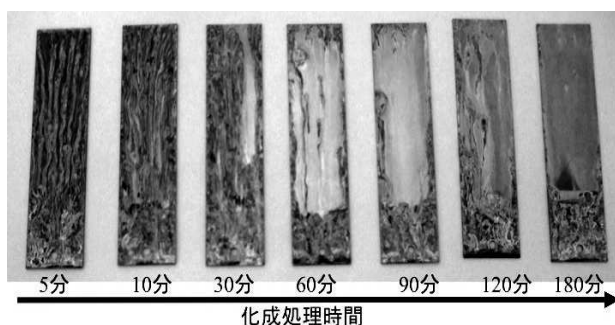


図 1. 中性塩水噴霧試験

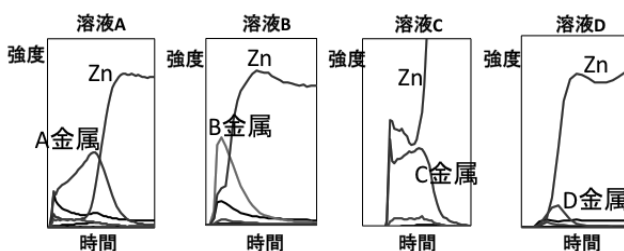


図 2. GD-OES チャート

参考文献

- [1] 青江徹博, 表面技術, Vol.49, No.3, pp.221-229 (1998)
- [2] 植松崇, 渡部修, 表面技術, Vol.58, No.12, pp.858-859 (2007)
- [3] 川舟功朗, 吉川修一, 表面技術, Vol.59, No.2, pp.126-132 (2008)

*1)材料技術グループ、*2)表面技術グループ、*3)繊維・化学グループ

直管形LEDランプの自然光を利用した照度調整による省エネシステム

○佐藤 研^{*1)}、佐野 宏泰^{*1)}、白井 志朗^{*2)}、隅 徳至^{*2)}1. はじめに

都産技研と三福株式会社は、緯度・経度の情報と内蔵カレンダー時計から最適な照度を算出し、調光することによって省エネを実現した LED 照明システム（図 1）を共同で開発した。明るさを犠牲にせずに省エネを達成するにはどうすればよいかという課題に対し、調光アルゴリズムと配光特性の両面から解決を行った。

2. 開発過程

本照明システムの開発のポイントは、蛍光灯と同等以上の明るさを維持しつつ、安価な組込みマイコンでも動作する調光アルゴリズムと、既存の電力線を使って照度制御命令を送ることである。調光アルゴリズムとコントローラーの組込みソフト開発を都産技研が、システム構成ハードウェアと LED 照明側の組込みソフト開発を企業側が担当した。

3. 結果・考察

照明システムが設置された場所の緯度・経度の情報とコントローラーに内蔵されているカレンダー時計の情報から、その場所、当日の日出・日没時間を算出し、時間帯に応じて自然光の照度を予測、その結果に応じた最適カーブに沿って LED 照明の照度を制御するアルゴリズムを開発した。日出・日没時間の算出には三角関数を多用するが、これを安価な組込みマイコンでもストレスなく動作するまで近似化したところがこのアルゴリズムの特徴である。企業が独自に開発した電力線通信を使って、コントローラーから LED 照明に照度制御命令を送るので、既存の電力線が活用でき、さらに専用の制御線を必要としない。また、LED 照明の取り付けソケット（図 2）に角度変更機能を持たせ、蛍光灯より横に広がる配光特性（図 3）を実現した。

4. まとめ

独自の照度制御アルゴリズムと横方向に広がりのある配光特性をもつ LED 照明システムが完成した。省エネ効果は従来の蛍光灯と比較して約 38%削減、配光特性により明るさを損なうことなく蛍光灯の間引き運用も可能となる性能を達成することができた。さらに、置き換え工事の際にも、既存設備を活かして廃棄物の低減に寄与する。



図 1. 完成した照明システム

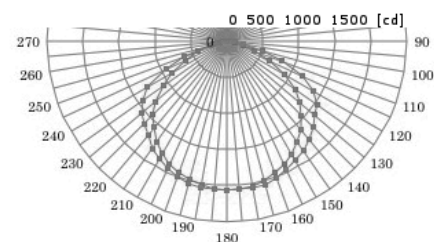
図 2. 角度可変取付ソケット
(斜め位置)

図 3. 配光特性測定結果

*1)電子・機械グループ、*2)三福株式会社

H24.6～H25.3 【共同研究】照明システム施行支援ツールのユーザインタフェースの開発

構造設計に基づく電池の高性能化

○棟方 裕一^{*1)}、井上 茂紀^{*1)}、金村 聖志^{*1)}

1. はじめに

リチウムイオン二次電池の用途は年々拡大しており、それに伴って要望も多様化している。特に電気自動車に代表される移動体用途からの要望は厳しく、高容量と高出力を両立した電池が求められている。しかし、現在の電池において容量と出力はトレードオフの関係にあり、両立は困難である。これは電池の構造上の制約である。したがって、今後のさまざまな用途に対応するためには、新しい電池構造を確立しなければならない。図1に三次元電池と呼ばれる新しい電池の構造モデルを示す。円柱状の正極と負極が交互に配置された構造である。この構造の特徴は、正極と負極の間の距離を一定に保ちながら、電極活物質の量を増やせる点にある。つまり、背の高い円柱を形成して電池の容量を大きくしても、正極と負極の間隔が一定であるため、電池の出力を維持することが可能となる。本研究では、三次元電池のための構造化技術の開発、および三次元電池の試作（図2）と評価を行った。

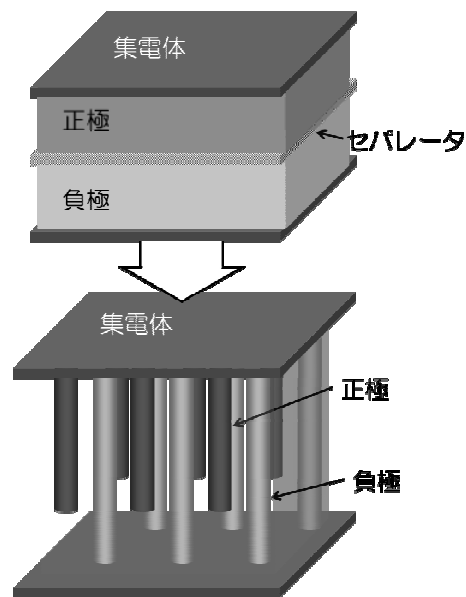


図1. 電池構造の三次元化

2. 実験方法

一例として、リソグラフ技術を用いた三次元電池の形成を検討した。基板上へ集電体のパターンを形成し、集電体パターン部以外にはフォトリソ膜を残した。このフォトリソ膜をガイドとして用いて集電体上へ電極スラリーを流し込み、乾燥後にフォトリソ膜を除去して三次元構造化された正極/負極対を形成した。この電極間へ電解質を導入して電池を作製した。

3. 結果・考察

フォトリソ膜をガイドとして用いて作製した電極対の走査型電子顕微鏡像を図2に示す。20 μm幅で正極と負極を交互に形成することに成功した。本構造は鋳型として用いたフォトリソ膜の構造パターンを正確に反映している。電極間へ電解質を充填して試作した電池は、従来の平板電極からなる電池に比べて良好な出力特性を示した。これは構造化による物質輸送の円滑化に加え、従来の電池で必要であった電極間のセパレータが不要となったことに起因している。通常の電池作製は、電極と集電体の密着性を向上させるためのプレス工程を含む。しかし、このような形状の電極の場合は、プレスを行うことができない。そのため、電極の密着性を高めるための電極スラリーの最適化が重要と言える。

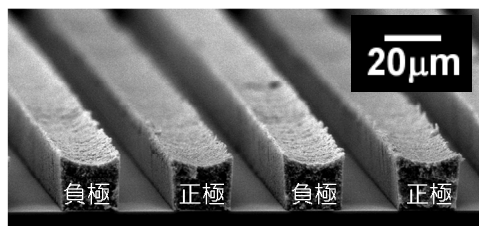


図2. 試作した三次元電極対

4. まとめ

高容量と高出力の両立を可能とする三次元構造化は、今後の電池開発を支える重要な技術である。電極だけでなく、電解質の構造化によっても三次元電池をつくることができる。用いる材料の特性をよく考え、適切な構造化プロセスを確立することが求められる。

謝辞

フォトリソ基板は東京応化工業株式会社より提供していただいたものであり、関係各位に深く感謝いたします。

*1)首都大学東京

植物を利用した環境浄化および有用メタルの回収

○保倉 明子^{*1)}、本田 真央^{*2)}1. はじめに

近年、植物や藻類、バクテリアを用いたレアメタルの回収に関する研究が盛んに行われるようになった。ある種の微細藻類は塩化金酸溶液中に含まれている金を取り込み、取り込まれた金は金ナノ粒子として存在する(図1)。微細藻類は高等植物に比べて増殖速度が速く、従来の化学的手法よりも低コストで環境に優しい材料という利点をもち合わせている。藻類を用いて廃水中に含まれるレアメタルを回収することができれば、貴重な資源の漏出を防ぐことができ、同時にレアメタルによる環境汚染も防ぐことができる。そこで本研究では、レアメタルの一種のパラジウム(Pd)と銀(Ag)に着目し、単細胞藻類を用いてPdおよびAgを回収することを目的とした。さらに、単細胞藻類におけるPdとAgの蓄積機構の解明を目指した。

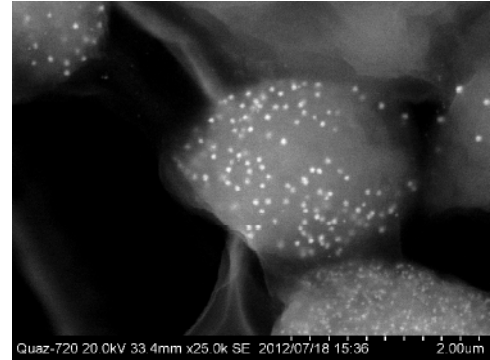


図1. 塩化金(III)溶液添加後の単細胞藻類のSEM像約5 μmの細胞内に多くの金ナノ粒子が蓄積されている

2. 実験方法

培養液と単細胞藻類が入った扁平フラスコに空気を送り、浮遊させるかたちで藻類を培養した。培養した藻類30 mLをチューブに採取して遠心分離し、不要な培養液を取り除き藻類のみをサンプリングした。得られた単細胞藻類に100 ppmのPd水溶液あるいはAg水溶液を30 mL加え、振とうを行った。Pd水溶液およびAg水溶液は、PdCl₂とAgNO₃を用いてそれぞれ調製し、pH 3.1-3.5程度とした。一定時間経過後に遠心分離を行い、単細胞藻類のみを取り出して凍結乾燥させた。その後、メノウ乳鉢で粉末化し、加圧成型機で錠剤成型し、蛍光X線分析装置を用いて成分分析を行った。また、藻類内に蓄積されたPdとAgの化学形態を明らかにするために、放射光施設PF-AR NW10AにてPd K吸収端およびAg K吸収端のXAFSスペクトル解析を行った。

3. 結果・考察

PdまたはAg試薬とセルロースを混合した試料を用いて検量線を作成し、単細胞藻類に蓄積されたPdおよびAgの定量を行った。Pdを添加して1時間後にはすでに15,000 ppm DWという高濃度で蓄積されており、Pdは添加直後、迅速に単細胞藻類へと蓄積されていた。添加24時間後には24,000 ppmものPdが蓄積され、その後は蓄積量に変化が見られなかった。単細胞藻類に取り込まれたPdは1週間もの間、安定に保持されていたといえる。藻類におけるPdのK吸収端XANESスペクトル測定の結果、添加1分~168時間後の試料のスペクトルの形状は、添加した化学形態PdCl₂ではなく、参照物質Pd(NH₃)₄Cl₂のスペクトルとほぼ同様であった。よって蓄積されたPdはアンミン錯体に似た化学種として存在していると推定される。Ag添加の場合にも単細胞藻類に著しい蓄積が認められ、またその化学形態も添加後には変化していた。化学形態の詳細について、現在検討している。

4. まとめ

単細胞藻類がパラジウムや銀の高蓄積能を持つことは示されたが、金と異なりナノ粒子の形成は認められなかった。これらの蓄積機構の違いについて、今後検討していきたい。

*1)東京電機大学、*2)東京電機大学大学院工学研究科物質工学専攻

6月21日(金)

研修室244

品質強化

物理強化ガラスの破損に及ぼす板厚の影響

○増田 優子^{*1)}、上部 隆男^{*2)}

1. はじめに

建材や家具、照明器具などで用いられる物理強化ガラスには、強化の度合いが異なる「3倍強化ガラス (JIS R 3206)」と「倍強度ガラス (JIS R 3222)」がある。これらは表面圧縮応力値が異なるためその破損状況も異なり、表面圧縮応力が小さいほど破片数は減少し破片は大きくなる。特に高層ビル等の窓ガラスでは、倍強度ガラスが用いられている。これは、大きく数個に割れる倍強度ガラスの特性を生かし、万が一ガラスが破損しても、周囲のサッシに支えられ破片の落下防止を期待できるためである。

しかし実際には、窓ガラスとして取り付けられた倍強度ガラスが破損し、その破片が予想以上に小さくなり落下する事故が起きている。これは、同じ表面圧縮応力値でも、ガラスの板厚により破損の仕方が異なるためではないかと懸念される。

そこで本研究では、安全に強化ガラスを使用するために、物理強化ガラスの板厚による破損状況の相違を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

板厚の異なる3倍強化ガラス ($\phi=210\text{mm}$, $t=4, 8, 10, 12, 15\text{mm}$) を電気マuffle炉で熱処理し、表面圧縮応力値の異なるガラス、計25種類を作製した。各ガラスの表面圧縮応力および内部引張応力の値を測定し、その相関について調べた。また、各ガラスの表面をポンチで突いて破壊させ、破損状況の違いを調べた。

3. 結果・考察

破壊試験を行った後の $t=10, 12, 15\text{mm}$ のガラスの破損状況を図1に示す。

同じ板厚で比較をすると、応力値が下がると破片数が減少することを確認できた。また、 $t=12\text{mm}$ 以上になると、応力値がほぼ同じ数値を示しても、顕著に破片数が多くなった。これは、 $t=10\text{mm}$ 以下の比較的薄いガラスでは見られない現象であり、板厚が厚いガラス特有の現象であることが分かった。強化ガラスの応力分布における、内部引張応力エネルギーの積分値の差が、破損状況の相違につながるためと考えられる。

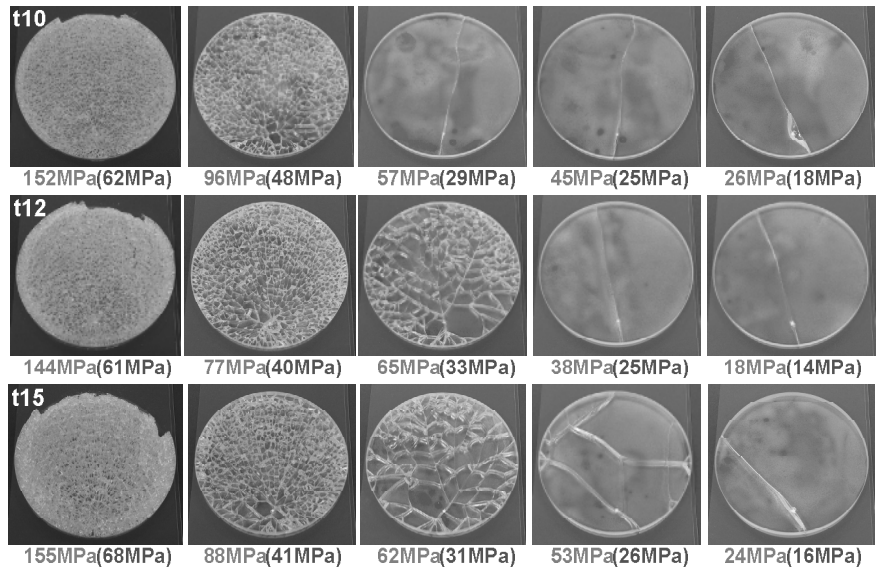


図1. 破壊試験後の破損状況
写真下の数字は、表面圧縮応力値と内部引張応力値 (カッコ内)

4. まとめ

表面圧縮応力および板厚の異なる物理強化ガラスの破損状況を系統的に調べた。物理強化ガラスを取り扱う際、 $t=12\text{mm}$ 以上の厚いガラスにおいては、応力値の管理だけでなく、破損状況にも十分注意する必要があることが分かった。

*1)材料技術グループ、*2)交流連携室

高エネルギーX線を集光する多段屈折レンズ製作と実証

○河原 大吾^{*1)}

1. はじめに

非破壊検査における高エネルギー化・高識別化の要求が高まっている。しかし、従来のX線技術では、高エネルギーX線発生時にはX線発生部位のサイズ制限から分解能が低下する。X線はごくわずかに1より小さな屈折率を持つため、理論上凹面レンズで集光して高分解能観察できることが報告されている^[1]。過去に我々は丸棒へ連続孔加工を施して多段凹面レンズ試作を行ったが、加工用工具の剛性の問題から凹面間距離の短縮が困難であり、透過X線量が不足していた。本研究では、集光する透過X線量の増加を目的として多段凹面レンズの加工法に改良を行い、性能評価を行った。

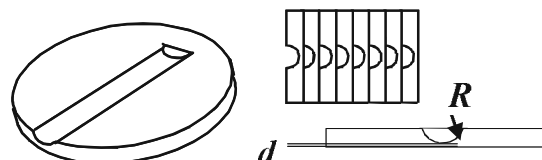


図1. 丸溝加工を施した板レンズ

2. 実験方法

丸溝加工を施した板材の組み合わせとして、多段凹面レンズを設計した。レンズ材料にはアルミニウムを用いた。厚さ3.1、5.1mm、直径45mmの丸板に3.0、5.0mmの丸溝を施した(図1)。丸溝底における残り板厚(d)は0.1mmとなる。これらを組み合わせて、多段凹面レンズとして用いた。

多段凹面レンズを用いて透過X線量の測定を行い、透過率を銅版および過去に試作したレンズの透過率と比較した。曲率(R) 3.0、5.0mmアルミニウムレンズをそれぞれ30、24枚重ねて透過X線量を測定した。

次に、アルミニウムレンズによる集光効果のレンズ数および曲率依存性を調べた。管電圧100kVで発生させたX線を用い、多段凹面レンズを通過させ、レンズ端から1800mmの距離でイメージングプレートにより撮影を行った。撮像の感光幅を計測した。

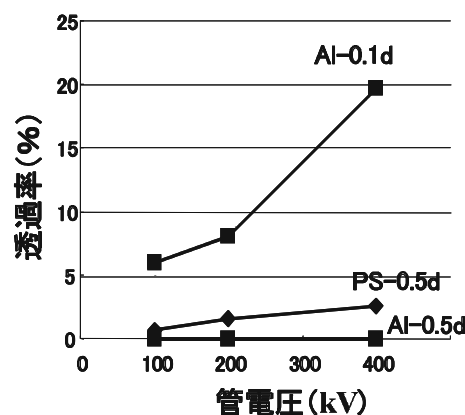


図2. 多段凹面レンズの透過X線量

3. 結果・考察

試作した多段凹面レンズについて、これまでの加工法で試作した多段凹面レンズの10~100倍の透過X線量が得られた(図2)。

アルミニウムレンズの集光効果について、管電圧100kVのX線に対して距離1800mmで約4割の集光が得られた。レンズ数が多いほど、またレンズ曲率が小さいほど集光度が高いことが確かめられた(図3)。

4. まとめ

レンズ加工法の改善により透過撮影に必要な量の透過X線量が得られた。また、多段凹面レンズによる集光が確認された。残された課題として、①集光しないX線の低減、②焦点距離の短縮がある。これらに基づいて、実用化に向けた集光度の向上を行いたい。

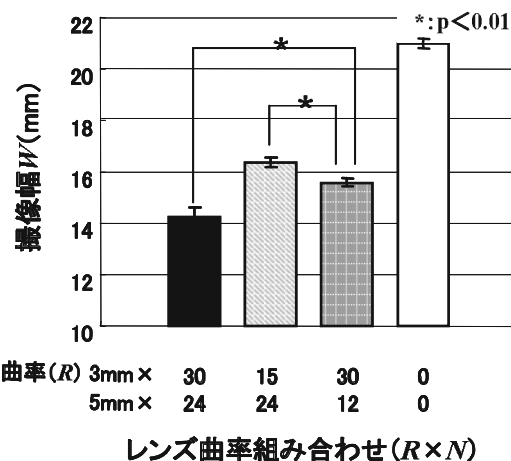


図3. 多段凹面レンズによる集光度評価

参考文献

[1] I.Snigireva, Appl.Phys.Let, vol.74, p.3924 (1999)

*1) バイオ応用技術グループ

フェムト秒 LA-ICPTOFMS による微小試料の分析

○林 英男^{*1)}、清水 綾^{*2)}

1. はじめに

工業製品や食品等に混入した微小異物の分析は、異物の発生・混入の経路特定による再発防止に活用されている。微小異物の元素組成の分析には一般的に、エネルギー分散型蛍光エックス線分析装置 (XRF-EDX) や分析機能を有する走査電子顕微鏡 (SEM-EDX) などが用いられるが、検出感度が十分でないこと、リチウムやベリリウムなどの軽元素の検出が困難であることが問題になっている。そこで本研究では、フェムト秒レーザーアブレーション (LA) 装置を試料導入に用いた飛行時間型誘導結合プラズマ質量分析装置 (ICPTOFMS) を微小試料の分析に適用し、微小なガラス試料や金属試料に含まれる元素の高感度検出を試みた。

2. 実験方法

フェムト秒 LA 装置 (NWR-FEMTO、ESI 製) の試料セルに微小固体試料を入れ、試料表面にレーザー光 (波長 263 nm、パルス幅 約 180 fs、パルス周期 250 Hz) を照射した。レーザー光照射によって生じた試料微粒子は、ヘリウムガスにより ICPTOFMS 装置 (GBC OptiMass 9500、Scientific 製) に搬送し、質量スペクトルを測定した。

3. 結果・考察

6 種類のガラス標準物質 (NIST SRM 610, 612, 614, 620, 621, 1411) を用いて、本装置によるガラス組成分析能を評価した。その結果、ガラスに含まれる ppm レベルのリチウムやホウ素、鉛などの検出が可能であることが判明した。そこで、微小ガラス試料 (数百 μm 角) の分析に本分析法を応用した (図 1)。図 1 の上段に示したグラフより、試料 A と試料 B は共にナトリウムとケイ素を主成分としたソーダ石灰ガラスであることが判明した。なお、アルゴンのピークはイオン化源である ICP に起因する。さらに、質量電荷比 5~

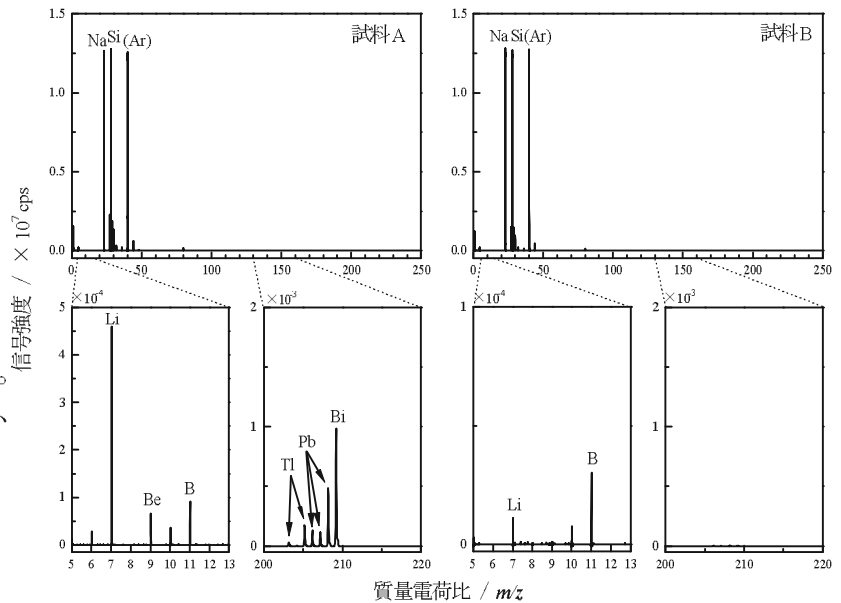


図 1. 2 種の微小ガラス試料の測定結果

13 および 200~220 を拡大したグラフを図 1 の下段に示す。リチウム、ベリリウム、鉛などの不純物元素の信号強度は、試料 B に比べて試料 A の方が明らかに大きく、試料 A に含まれる不純物量が多いことを示している。以上の結果より、試料 A と試料 B は共にソーダ石灰ガラスであるが、不純物の濃度が一致しないため、異なるガラスに由来する破片であると推測できた。また、金属試料として微小な鉄鋼試料を測定し、低合金鋼やステンレス鋼の分析が可能であった。

本分析法は、微小異物に含まれる微量元素の分析が可能であるため、XRF-EDX や SEM-EDX に代わる新たな異物分析方法として活用可能であることが示された。

*1)高度分析開発セクター、*2)材料技術グループ

R 熱電対の高温曝露による熱起電力変化

○沼尻 治彦^{*1)}、佐々木 正史^{*1)}、水野 裕正^{*1)}

1. はじめに

多くの工業プロセスにおいて、温度は重要な計測項目の一つとなっており、生産効率の改善や品質の向上、あるいは省エネルギーなどを目的として、より精密な温度計測が必要とされてきている。特に鉄鋼、石油、ガラス、窯業、半導体や発電などでは、高温での精密な温度計測の需要が高い。

従来から、熱電対は取り扱いが容易であることを理由に、温度計測の主要な温度計として用いられてきており、高温域においては貴金属を用いた熱電対である R 熱電対（白金ロジウム合金と白金）が安定性を理由に多く用いられている。しかし高温での使用では、曝露時間とともに熱起電力が変化（ドリフト）してしまい、規準の熱起電力または校正値から離れるために、正確な温度計測の妨げになっている。

そこで今回、高温域でも熱起電力変化が起こらない温度計の開発に繋げるため、熱電対作製時の熱処理に注目し、熱処理温度および熱処理時間とドリフト量について調べた。



図1. 銅の凝固点実現装置

2. 実験方法

JIS C 1602「熱電対」記載の作製方法を基準に、熱処理温度および時間を変化させて R 熱電対を作製し、銅の凝固点温度（1084.62 °C）において連続曝露し、その間のそれぞれの熱電対の熱起電力を測定した（図1）。

3. 結果・考察

熱処理温度を変化させて得られた結果を図2に示す。横軸が熱電対作製時の熱処理温度、縦軸が銅の凝固点において測定した熱電対の熱起電力変化を温度換算した値を示す。熱処理温度は高くなるほど熱起電力変化が減少する傾向であることが分かる。特に 800°C 以上では初期ドリフト（6h 後）が著しく減少しているため、少なくとも 800°C 以上の熱処理を行うことが重要であることが分かる。

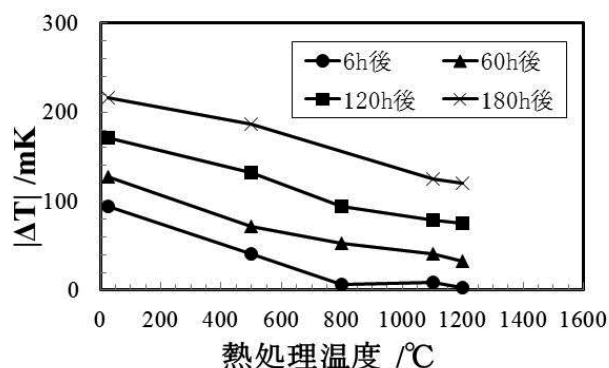


図2. 熱処理温度と熱起電力変化(温度換算)

4. まとめ

今回の結果から、R 熱電対作製時の熱処理温度に関しては、800°C 以上の熱処理を行うことが重要であることが分かったが、さらに高温での効果も期待できる結果であった。しかし今回は銅の凝固点での曝露であり、より高温での挙動の把握や、熱処理のみでなく熱電対素線へのコーティング等によりドリフトを抑制する作製方法の開発も検討する必要があると考える。

*1)実証試験セクター

ボンベガスを用いた窒素酸化物促進試験

○岡田 明子^{*1)}、小柴 多佳子^{*1)}

1. はじめに

窒素酸化物による汚染は、染色物の変退色への影響が著しく、衣料品の損傷の観点から問題となっている。染色布が窒素酸化物により変退色する際には、暴露濃度、暴露時間などの状況が多岐にわたるため、JIS 規格の方法ではクレーム品の変退色の再現が困難である。本研究では、窒素酸化物の供給にボンベからのガスを用いて、広範囲の濃度・時間の条件で窒素酸化物促進試験を実施し、窒素酸化物による変退色挙動について検討した。

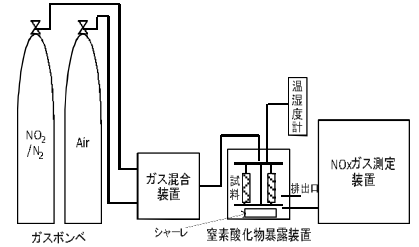


図1. 試作ガス促進試験装置

2. 実験方法

暴露試料には、アセテート平織を分散染料(C.I.Disperse Blue56、C.I.Disperse Violet1(染色濃度 1%owf))で染めた染色布を用いた。ガスの供給については、図1に示す試作ガス促進試験装置を用いて、ボンベからのガス(二酸化窒素)を常時一定流量流し続ける方法で供給ガス濃度を約 50ppm、170ppm、300ppm とし、暴露試験を実施した(供給流量 1 l/min)。試料の変退色については、分光光度計により反射率測定を行い、総暴露量(暴露濃度(ppm)×暴露時間(hr))との関係性について検討した。

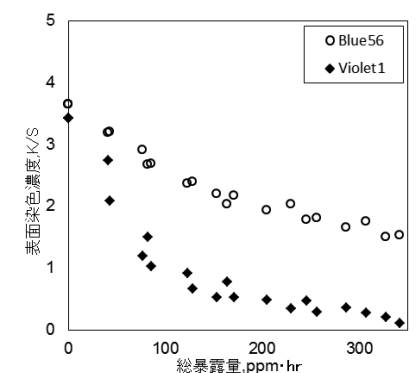


図2. 最大吸収波長におけるK/S値の変化(波長: Blue56 630nm、Violet1 550nm)

3. 結果・考察

(1) 暴露試験による試料の表面染色濃度(K/S値)の変化を図2に示す。いずれの試料においても、総暴露量が大きくなるとともに、最大吸収波長のK/S値が低下する結果となり、窒素酸化物の暴露により試料の色濃度が低くなることが分かった。また、暴露濃度および暴露時間が異なる条件でも、各試料ごとの総暴露量におけるK/S値の低下はほぼ同じ曲線上に位置することが分かった。

(2) 図3には暴露による色相の変化を示した。青系の染料であるBlue56は総暴露量が大きくなるとともに+b*方向へ色相が変化し、赤系の染料であるViolet1については+b*方向および-a*方向へ色相の変化が見られた。暴露濃度や暴露時間が異なっても色相の変化はほぼ同じ曲線上に位置することから、総暴露量と色相の変化には関係性が認められた。

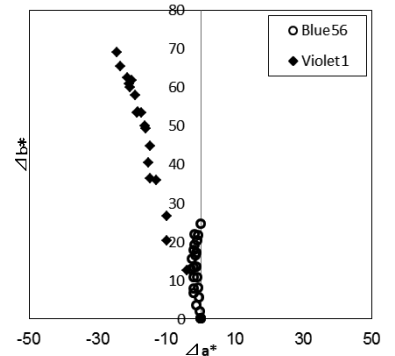


図3. 暴露による色相の変化

4. まとめ

本研究では、窒素酸化物の供給にボンベガスを用いて窒素酸化物促進試験を実施し、染色布の変退色挙動について検討した。総暴露量による変退色挙動の影響について、暴露濃度および暴露時間が異なる条件でも、K/S値および色相の変退色挙動はほぼ同じ曲線上に位置することが分かった。本研究の濃度範囲内では、高い濃度で短時間の暴露試験でも、低い濃度で長時間の暴露試験でも、同様の変退色挙動が得られ、ボンベガスを用いた窒素酸化物促進試験が、染色布の暴露試験に有用であることが分かった。また、これらの結果は、ここに示したアセテート・分散染料以外の組み合わせにおいても同様であった。

*1)繊維・化学グループ

三次元座標測定機簡易チェックゲージ持回り測定

○中西 正一^{*1)}、西村 信司^{*2)}、中村 弘史^{*3)}、樋口 英一^{*4)}、
小西 毅^{*5)}、小船 諭史^{*6)}

1. はじめに

三次元座標測定機（以下、CMM）は、機械部品などの三次元形状、寸法や幾何偏差などを測定するために広い分野で利用され、ものづくりにおいて品質評価を行う際に重要な役割を担う測定機である。測定機器は、日々の状態を検査しながら使用することで精度を常に保ち、測定信頼性が確保できる。CMMにおいても、CMMの日々の状態を短時間で検査するためのゲージ類はすでいくつかの企業等で開発され販売されているものもある。これらのゲージ類は、さまざまな誤差要因を排除するため1本のスタイラスまたは1姿勢での寸法検査のみに重点がおかれているが、CMMの測定において、測定対象物に合わせてマルチスタイラスまたは複数姿勢による測定を行う場面も多い。そこで、昨年度、CMMの寸法検査と同時にプロービングシステムの検査を簡易的に短時間で行うことができる、日常点検として使用可能な簡易チェックゲージ（以下、ゲージ）を開発し報告した。本年度は、ゲージを改良し、都産技研が所有するすべてのCMMをゲージで検査した結果を報告する。

2. 開発・改良した簡易チェックゲージの概要

開発したゲージを図1、仕様を表1に示す。半球状の本体で、シャフトに9個の窒化けい素球を取り付けた構造になっている。半球状の本体材質を超低熱膨張ファインセラミックス、シャフトの材質をステンレスと負の熱膨張係数である炭素繊維強化プラスチック（CFRP）を組み合わせることで熱膨張を相殺するように配慮したことで、測定環境による結果の補正の必要がない。固定式および回転式プロービングシステムに対応するため、ゲージのNo.1-No.4球を大きくする改良をした。

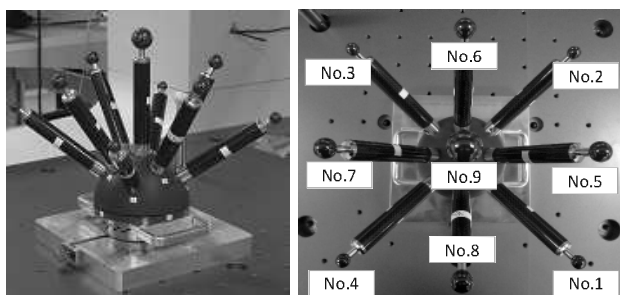


図1. 簡易チェックゲージ

表1. 簡易チェックゲージ仕様

サイズ(W×D×H)	250 mm×250 mm×280 mm
本体材質	ネクセラ(超低熱膨張ファインセラミックス)
本体熱膨張係数	$0 \pm 0.02 \times 10^{-6} / K$
シャフト長さ	130 mm
シャフト材質	炭素繊維強化プラスチック【CFRP】
球材質	窒化けい素
球直径	25.40 mm(中央), 19.05 mm(中央以外)
総重量	約6 kg

3. 結果・考察

本部のCMMをゲージで検査した結果を図2に示す。ゲージの9個の球の中心座標値を5本（5方向）のスタイラスで測定し、国家標準である産業技術総合研究所の校正結果を参照値として、その他5本のスタイラスの測定結果と比較している。すべてのスタイラスの中心座標値の偏差が1 μm以下であり、それぞれの固定式マルチプロービングシステムの信頼性、スタイラスの相関が確認できる。

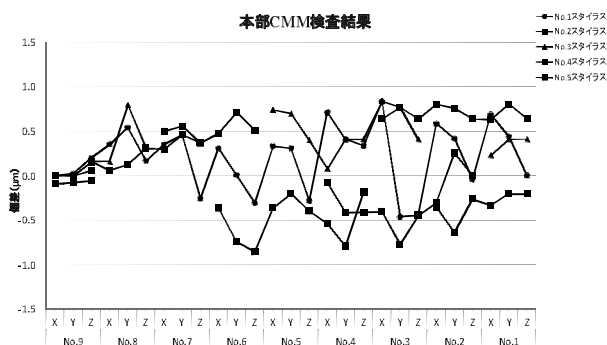


図2. 測定結果

4. まとめ

今後は、ゲージの経年変化の有無を確認し、都産技研のCMM精度管理体制を構築する。

*1)高度分析開発セクター、*2)機械技術グループ、*3)城東支所、*4)城南支所、*5)電子・機械グループ、*6)実証試験セクター

現場環境における三次元測定機の高度化に関する研究 — 温度ドリフトの評価および補正 —

○大西 徹^{*1)}、中西 正一^{*2)}、高増 潔^{*3)}

1. はじめに

現場環境に置かれた三次元測定機（以下、CMM）について、温度ドリフトの影響のモデル化を行い、現場環境において温度ドリフトの影響を推定し、実験的に評価した。さらに、モデルと温度測定を利用して温度ドリフトを補正する手法を提案し、その効果を実験により確認した。

2. 現場環境の CMM における温度ドリフト

CMM の温度ドリフトを調べるため、X コラムの基準点から 770 mm の測定定盤上に設置した直径 25.4 mm の参照球の中心座標値 (x, y, z) を 30 分ごとに 2 日間にわたって測定した。2 日間の温度変化と参照球の中心座標の変化を図 1 に示す。室温の変化によって球の中心座標値が変動していることが分かる。 x 座標の変動は、 y 座標および z 座標の変動に比べて大きく、1 日で 20 μm 以上であることが確認できる。さらに、この変動は、測定翌日には 0 μm 近辺まで戻ってきている。

x 座標の温度ドリフトを図 2 によってモデル化する。ここで、このモデルの温度ドリフト $l_{\text{drift-CMM}}$ は、式 (1) のようになる。

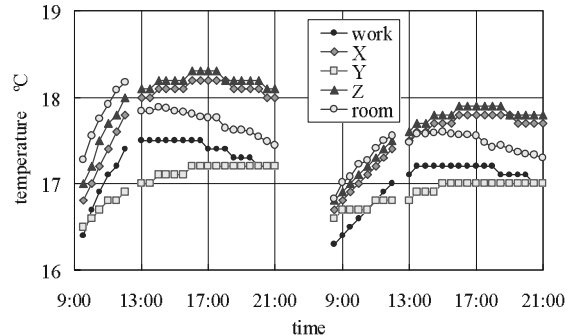
$$l_{\text{drift-CMM}} = l_{cx} \alpha_{cx} dt_{cx} - l_{sx} \alpha_{sx} dt_{sx} - l_{by} \alpha_{by} dt_{by} \quad (1)$$

以下の計算では、球の位置に関連する l_{cx} および l_{by} は 770 mm、 l_{sx} は 260 mm とし、各要素の熱膨張係数を X コラム（アルミ） $\alpha_{cx} = 23.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 、X スケール（鉄） $\alpha_{sx} = 10.4 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 、定盤（石） $\alpha_{by} = 5.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 、コラムや定盤の温度としては各軸スケールの温度計の値を使用した。

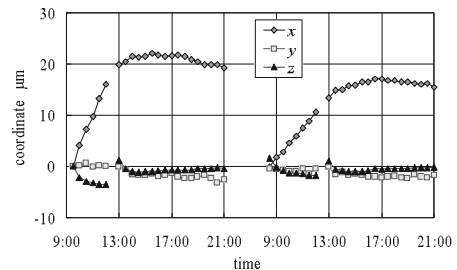
図 3 に実際の温度ドリフトと式 (1) でシミュレーションした結果を示す。この図から、実際の温度ドリフトとシミュレーションによって得られた値とは、2 μm 以内で一致した。このことから、温度ドリフトモデルの妥当性と、温度ドリフトの補正が温度測定から可能であることが分かった。

3. まとめ

現場環境における CMM の高度化における問題点として、温度ドリフトについて考察した。また、温度ドリフトのモデルをつくり、これを CMM に適用し、その有効性を確認した。



(a) 温度変化



(b) 球の座標値変化

図 1. 温度変化と球の座標値の時系列変化

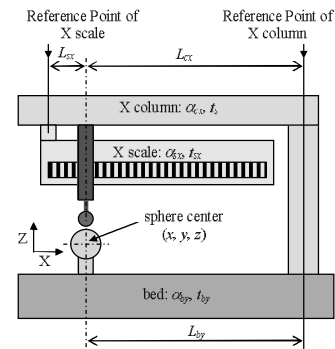


図 2. CMM の温度ドリフトのモデル

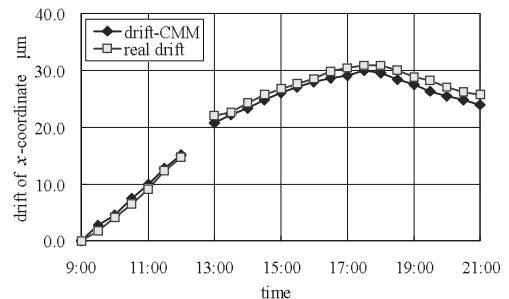


図 3. 球の温度ドリフトのシミュレーション

*1)一般財団法人機械振興協会、*2)高度分析開発セクター、*3)東京大学

キセノンフラッシュアナライザーによる熱拡散率測定の新規性

○沼尻 治彦^{*1)}、佐々木 正史^{*1)}、飛澤 泰樹^{*2)}、林 孝星^{*3)}、
 山中 寿行^{*3)}、吉野 徹^{*3)}、大久保 一宏^{*1)}

1. はじめに

ものづくりにおいて、材料の熱の伝わり方を知ることは非常に重要である。熱伝導率や熱拡散率などの熱物性における主要なファクターは、近年では省エネルギーなどの熱利用から回路の小型集積化による熱対策に至るまで、あらゆる場面で注目されている。都産技研においても、熱拡散率測定としてキセノンフラッシュアナライザーを導入し、ライセンス制機器利用を開始した(図1)。そこで、測定の信頼性を確保するため、平成25年度に産業技術連携推進会議 知的基盤部会 計測分科会 温度熱研究会において、熱拡散率測定のラウンドロビンテスト(パイロットラボは独立行政法人産業技術総合研究所(以下、産総研))に参加した。本報告は、参加したラウンドロビンテストでの都産技研の結果をもとに、測定者による違いや材料の厚み依存性などを評価した報告である。



図1. キセノンフラッシュアナライザー

2. 実験および結果

測定にはキセノンフラッシュアナライザー(LFA477-T Nanoflash、NETZSCH製)を使用した。試料は、ラウンドロビンテストで配布された10mm角の黒色セラミックス(厚さ1.0, 2.0, 3.0mm)、SUS 304(厚さ1.0, 2.0, 3.0, 4.0mm)、工業用セラミックスおよびアクリル樹脂(厚さ0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0mm)の4種類である。測定温度を25℃として、測定者7人が各々順不同で測定を行った。また、黒色セラミックスは配布時のまま、その他はカーボンプレーを塗布し、表面に黒化処理を施した。黒化処理に関しては、測定者が変わる度に洗浄して塗膜を落とし、再塗布した。

図2に熱拡散率として得られた値の測定者の平均の標準偏差を求め、結果に対するパーセンテージとして測定のばらつきを表した(図2)。アクリル樹脂以外は3%以内に収まり、黒色セラミックスにおいては1%以内に収まる結果となった。

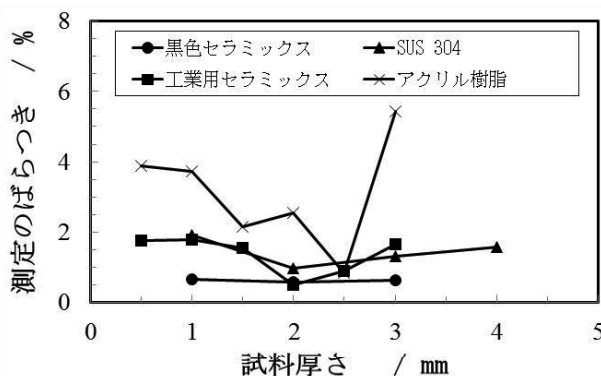


図2. 結果のばらつき

3. まとめ

今回熱拡散率測定のラウンドロビンテストに参加するとともに都産技研内での信頼性の確保を試みた。4試料中唯一表面処理を行わなかった黒色セラミックスは、測定値に対して1%以内のばらつきとなる結果を得た。一方、他は2%前後、アクリル樹脂に関してはばらつきが大きく5%前後とみるのが妥当と考える。これは、黒色セラミックスが他の試料と違い黒化処理に対する人の違いが出ないため、単純に測定の繰り返し性としてのばらつきのみが反映されたものと考えられる。

これらの結果は都産技研内部で行った自己評価であり、対外的な同等性については産総研の報告が待たれるところである。

*1)実証試験セクター、*2)繊維・化学グループ、*3)材料技術グループ

超音速フリージェット PVD による Fe 基磁性膜の開発

○湯本 敦史^{*1)}、中村 勲^{*2)}

1. はじめに

現在、構造材料・機能材料を問わず、コーティング技術が材料の特性の向上・高機能化において重要な材料技術の一つであるとの位置付けが認知されつつある。近年、種々の優れた成膜法が開発され、さまざまな分野で実用化が進んでいる。しかし、数十 μm 以上の膜厚を有する良好な皮膜特性を持つ皮膜を高い成膜速度で成膜するプロセスに関しては、未だ確立された技術がなく、新規成膜法の開発が模索されている。

本研究では、高い成膜速度で緻密な皮膜形成を達成する新しいコーティング技術として、超音速フリージェット PVD を提案・開発している。本法は、不活性ガス雰囲気中で皮膜となる原料を加熱蒸発させることにより生成される nm サイズの粒子（ナノ粒子）を、超音速のガス流により加速させ、基板上にナノ粒子を堆積させることにより皮膜形成させる新しい原理による技術である。磁気特性は微細構造に敏感に変化し、優れた磁気特性を有する材料を開発するためには、微細構造の制御を可能とする製造法の開発が必要とされている。本発表では、超音速フリージェット PVD によりナノ結晶 Fe 基軟磁性膜および NdFeB 系硬磁性膜を成膜し、成膜条件が及ぼす磁気特性への影響を評価検討した結果を報告する。

2. 実験方法 超音速フリージェット PVD (Supersonic Free-Jet PVD; SFJ-PVD)

SFJ-PVD 装置の概略図を図 1 に示す。本装置は、ナノ粒子生成室と膜形成室、および真空排気系で構成されている。生成室と膜形成室は搬送管により連結されており、搬送管の先端には超音速ノズルが取り付けられている。真空排気系により両チャンバを減圧し、生成室側から不活性ガスを導入すると、両チャンバ間の差圧により生成室側から膜形成室側へのガス流が発生する。不活性ガス雰囲気としたナノ粒子生成室で、膜材料を加熱蒸発させ、蒸発した材料原子が不活性ガス原子との衝突により冷却・凝集し、ナノ粒子となる。生成させたナノ粒子は、ガス流により搬送管を通して膜形成室に搬送され、搬送管先端の超音速ガス流によりナノ粒子が高速に加速され、基板に衝突・堆積して膜を形成する。

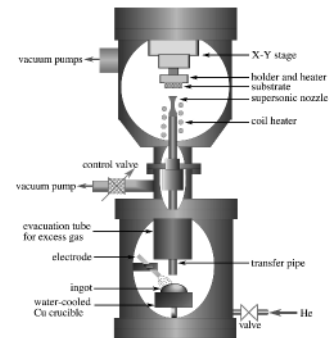


図 1. SFJ-PVD 装置概略図

3. 結果・考察

膜断面の SEM 写真を図 2 に示す。図 2 により、Fe 膜、NdFeB 膜ともに、膜中および基板界面にき裂などの欠陥は観察されず、緻密な皮膜が形成されていることが確認された。また、TEM 観察および X 線回折結果から、Fe 膜の結晶粒径が $\sim 20\text{nm}$ 程度の等軸 α 相で構成されていること、配向性の無い多結晶膜であることが確認された。

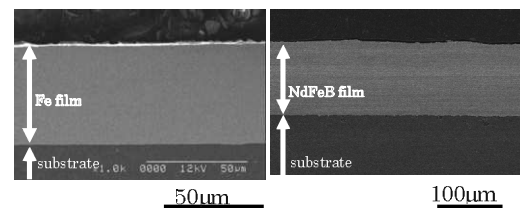


図 2. 膜断面 SEM 写真

(a) Fe 膜、(b) NdFeB 膜

4. まとめ

本研究は、超音速フリージェット PVD により Fe 基軟磁性膜および NdFeB 硬磁性膜の形成を試み、膜性状および磁気特性を評価検討した。形成させた Fe 膜および NdFeB 膜はともに緻密であり、Fe 膜は成膜条件により H_c が $72\text{A/m} \sim 875\text{A/m}$ と大きく変化すること、本研究で用いた実験条件では、NdFeB 膜の磁気特性は保磁力 1453.6A/m 、残留磁化 24.6T であることが明らかとなった。

*1)芝浦工業大学、*2)機械技術グループ

6月21日(金)

会議室531

ものづくり基盤技術

感染症対策用ファン付き保護具の開発 — 音声聴取改善を目的とした騒音対策 —

○服部 遊^{*1)}、神田 浩一^{*1)}、西沢 啓子^{*1)}、大久保 富彦^{*2)}、熊谷 慎介^{*3)}

1. はじめに

医療関係者を感染症から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) が使用されている。しかし、従来の製品は電動ファンの動作音がうるさいため、会話や聴診ができず、医療行為に支障をきたしていた。そこで本研究では、静音かつ会話がしやすい PAPR の開発を行った。

2. 実験方法

既存 PAPR の音響分析を行った結果、以下の問題点が判明した。

- ① ファンユニットから発生する騒音が大きい。
- ② フードにより外部からの音声が減衰して聞き取りにくい。
- ③ ファンから伝わる騒音がフード内にこもる。

問題点①の対策として、静音ファンの採用と風切音の発生しにくい構造のファンユニットを開発した。

問題点②、③の対策として、次の点を特徴とするフードを開発した。

- ・音声透過性の良さと防護性能を両立した生地を調査・採用した。
- ・フード内部に防音膜を形成し、耳元の騒音を低減する構造を開発した (特願 2011-276326)。



図 1. 開発した PAPR

3. 結果・考察

改善前後のファンユニット単体の騒音分析結果を図 2 に示す。騒音レベルは 13dB 低減し、特に音声を邪魔する帯域の騒音を低減することができた。次に、ダミーヘッドにフードを装着し、人間が聴取する音を忠実に分析した結果を表 1 に示す。A と B はファンユニットが同じであり、フードによる改善効果を示している。開発フードでは、騒音は従来品に比べて騒音レベルが 12dB 低減し、人間が感じる音の大きさ (ラウドネス) を約 1/3 に低減させることに成功した。また、語音弁別能試験により声の聞こえやすさ評価した音声明瞭度は、日常会話が可能な指標である 70% を超える結果が得られた。

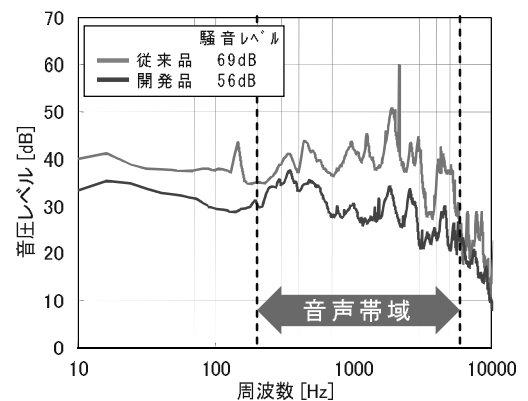


図 2. ファンユニット単体の騒音分析結果

開発した C のファンユニットとフードの組み合わせでは、従来品に比べて騒音レベルは 15dB 低減、ラウドネスは 1/5、音声明瞭度は 90% 以上となり、開発品は静音かつ快適に会話が可能であることを確認した。

表 1. PAPR の騒音分析結果

ファンユニット	フード	騒音レベル	ラウドネス	音声明瞭度
A 従来品	従来品	77 dB	39 sone	7 %
B 従来品	開発品	60 dB	13 sone	75 %
C 開発品	開発品	52 dB	8 sone	93 %

4. まとめ

音声聴取改善を目標とした騒音対策を行うことにより、低騒音かつ快適に会話が可能な製品に仕上げることができた。フードについては製品化し、医療従事者の試着評価でも「声が聞き取りやすい」、「軽い」、「圧迫感が無い」などの好評価をいただいている。

*1)光音技術グループ、*2)実証試験セクター、*3)アゼアス株式会社

H21.4~H23.3 【基盤研究】 新型インフルエンザ用保護具の改良
H22.10~H23.9 【共同研究】 医療用電動ファン付き呼吸用保護具の改良

オゾン濃度測定装置の開発

○中村 広隆^{*1)}、武田 有志^{*2)}、菅野 裕靖^{*3)}、
阿彦 由美^{*3)}、武内 道一^{*4)}、青柳 克信^{*4)}

1. はじめに

現在、オゾン濃度の計測は水銀ランプを用いて行われているが、水銀ランプは有害な水銀の使用、小型化が不向き等の課題がある。そこで本研究では、水銀ランプに代わる新たな光源として、深紫外半導体発光素子 (DUV-LED) を用いたオゾン濃度測定装置の開発を行った (図 1)。

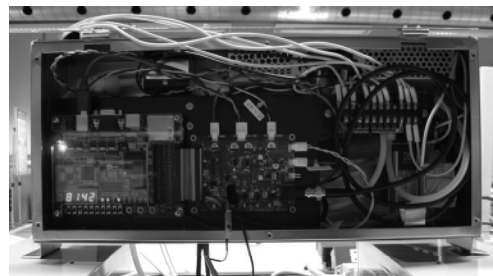


図 1. 開発したオゾン濃度測定装置

2. 内容および実験方法

装置の開発として、DUV-LED 光源のスペクトル評価、オゾン濃度測定装置の製作と性能評価を行った。開発した装置は、30cm の直管型測定セル、LED 発光量を調整する 12 ビット D/A、PD (光検出器) からの I/V 増幅ならびに 12 ビット A/D 変換回路、ロックインアンプ等の各種演算を行う FPGA で構成されている。FPGA にはソフトコア CPU (Nios II) と組み込み OS (TOPPERS/ASP) が備わり、通信処理などの各種並列タスクが実行できる仕組みとなっている。ロックインアンプは、高周波成分をカットする 256 タップを持ったハードウェア FIR (Finite Impulse Response) フィルタとロックインの位相調整機能を備えている。測定アルゴリズムには、ゼロガスとオゾンガスを交互に測定セル内に投入し、PD での受光減衰量によりガス濃度を判定するランベルト・ベールの法則を使用している。

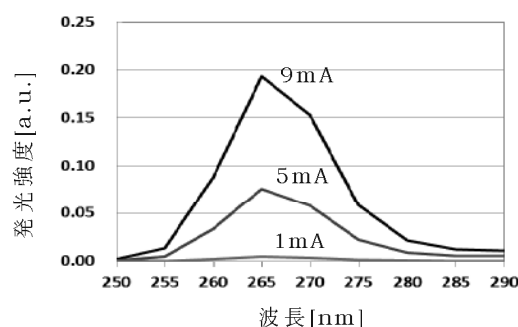


図 2. DUV-LED 光源の分光分布

3. 結果・考察

DUV-LED のスペクトル評価 (測定波長間隔: 5nm) では、発光中心波長は約 265nm であり、電流を変化させても発光中心波長は変わらないことを確認した (図 2)。また、オゾン発生装置を用いて、測定セルに各濃度 (0.1ppm~1.0ppm) のオゾンを通し、オゾン濃度測定による装置の性能評価を行った (図 3)。その結果、ガス濃度に対する減衰率の近似曲線は $R^2=0.991$ と、相関関係が極めて強いことが示された。オゾン発生装置の性能は、5ppm フルスケールで $\pm 1\%$ ($\pm 0.050\text{ppm}$) の誤差まで許容するが、ガス発生器の近似曲線と本装置の最大誤差は 0.058ppm という良好な結果が得られた。また、工業利用の指標として $\pm 5\%$ の許容誤差と仮定したとしても、0.2ppm 程度まで測定可能であることが確認できた。

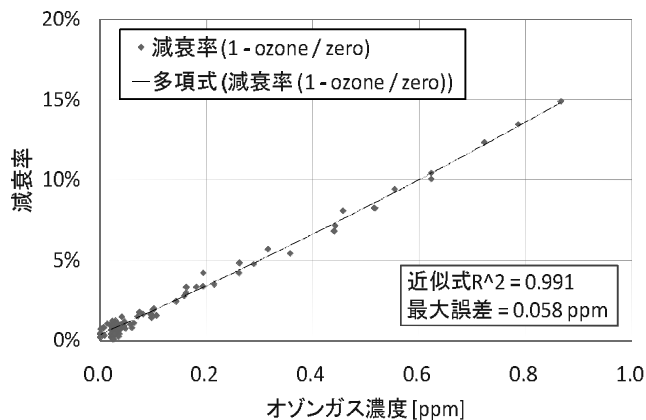


図 3. 濃度に対する受光処理後の減衰量

4. まとめ

本研究により、有害な水銀ランプを使用しない DUV-LED を用いたオゾン濃度測定装置が開発できた。今後の課題は、オゾン環境作業基準である 0.05~0.1ppm 以下での精度を向上するため、安定した低濃度のオゾンガス発生方法と測定アルゴリズムの改良である。

*1)光音技術グループ、*2)生活技術開発セクター、*3)有限会社光電鍍工業所、
*4)立命館大学

鉱物系フィラー充填によるポリオレフィン材料の力学特性の向上

○山中 寿行^{*1)}、西谷 要介^{*2)}、清水 翼^{*3)}、高橋 英一^{*3)}、
氏家 明彦^{*3)}、安田 健^{*1)}、梶山 哲人^{*1)}、清水 研一^{*1)}

1. はじめに

プラスチック製品は、比強度や比弾性率などの特性に優れ、かつ安価に生産することができるため大量生産されるが、その廃棄量も多い。地球上に限りある資源を有効利用するためには、マテリアルリサイクル技術の構築は必要不可欠である。プラスチック製品の多くは、ポリオレフィン（ポリエチレン、ポリプロピレン）材料であり、廃棄プラスチックもポリオレフィン材料が半数を超える量である。この廃棄されるポリオレフィン材料は、擬木やパレットなどの厚肉製品にしか適用されていない。付加価値の高い薄肉製品への適用を図るには、弾性率を向上させることで剛性を高め、たわみにくい材料に改質する必要がある。そこで本研究では、ポリオレフィン材料であるポリエチレンとポリプロピレンのブレンド材料に、剛性付与のための鉱物系フィラーを充填したときの力学特性に与える影響を検証した。

2. 実験方法

材料は、高密度ポリエチレン（PE、MFR = 1.0 g/10min）とポリプロピレン（PP、MFR = 0.5 g/10min）の押出グレードであり、重量比 50/50 で用いた。剛性付与のため、化学組成がほとんど同じで、粒子径およびアスペクト比などの形状が異なる鉱物系フィラーを 4 種類（A、B、C、D）用いた。これらのフィラーをそれぞれ充填量 10、20、30 wt.% で材料とドライブレンドし、熱可塑性エラストマーを少量添加して二軸押出機で熔融混練した。混練した材料を射出成形して試験片を作製し、曲げ試験などの力学特性試験に供した。

3. 結果・考察

図 1 に、各種鉱物系フィラー充填がポリオレフィン材料の曲げ弾性率 E_b に与える影響を示した。 E_b は、充填量の増加に伴い向上した。また、その傾向はフィラーの種類により大きく異なり、 E_b の差は充填量が増加するほどに顕著になった。各種フィラーは全て板状であり、それぞれ化学組成に大きな違いはないが、粒子径やアスペクト比が異なる。このため、フィラーの物理的形狀がポリオレフィン材料の E_b に大きな影響を与えることが分かった。具体的には、アスペクト比が大きくなるほどに E_b は増加し、今回の系では、フィラー充填量 W_f が 30 wt.% の時、 E_b が最大で約 2.5 倍向上した。

4. まとめ

ポリオレフィン材料に高剛性を付与する配合設計を検討した結果、板状の鉱物系フィラーを充填することで、曲げ弾性率は大きく向上することが分かった。このモデルを廃棄プラスチックに応用し、薄肉製品に適用した結果も併せて報告する。

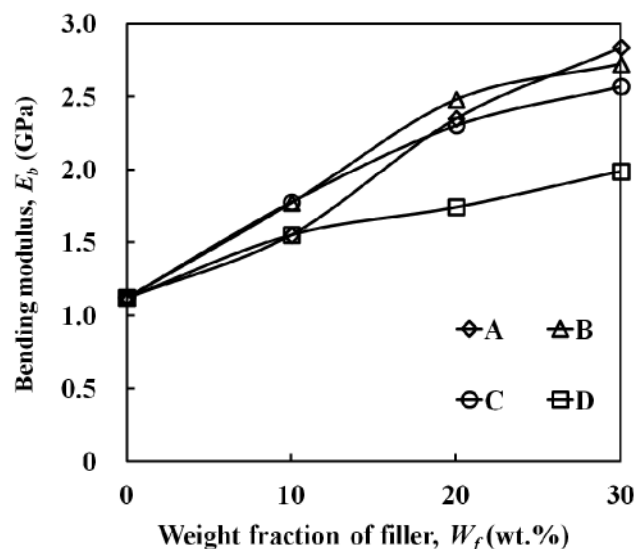


図 1. ポリオレフィン材料の曲げ弾性率に及ぼす各種鉱物系フィラー充填量の影響

*1)材料技術グループ、*2)工学院大学、*3)株式会社未来樹脂

熱可塑性炭素繊維複合材料の力学特性向上

○小熊 広之^{*1)}、熊谷 知哉^{*1)}、佐野 勝^{*1)}、関根 正裕^{*1)}

1. はじめに

使用樹脂にポリプロピレン (PP) 等の熱可塑性樹脂を用いた炭素繊維強化樹脂 (CFRP) は、リサイクル性、補修性、成形時間の短縮化の可能性、耐衝撃性等に優れるという特徴があることから、次世代の新材料としてその利用の拡大が期待されている。しかし、PPと炭素繊維 (CF) は界面での親和性が低く、従来の熱硬化性樹脂を使用した場合と比較して強度がでない等の問題がある。そこで、PPとCFにオゾン酸化処理等の表面改質を行い、曲げ強さ、層間せん断強さ向上に対する効果を検証した。

2. 実験方法

図1に示す装置により、CF織物とPPシートのオゾン酸化処理を行った。これらを積層して加温加圧することによりCFRPを作製し、曲げ強さ、層間せん断強さを測定して、オゾン酸化処理が強度に及ぼす効果を検証した。

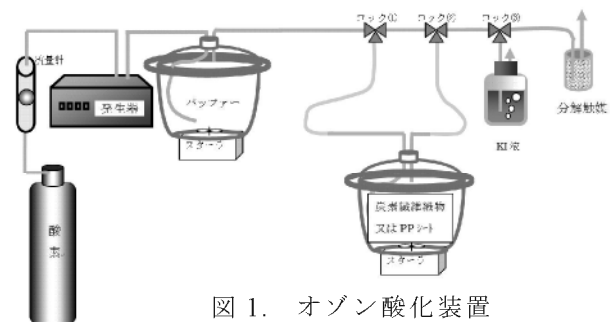


図1. オゾン酸化装置

3. 結果・考察

(1) CF織物のオゾン酸化処理結果

CF織物をオゾン酸化処理し、表面をX線光電子分光分析装置で測定したところ、酸素含有官能基 (C-O、C=O、O-C=O) が多く生成したことが分かった。

(2) PPシートのオゾン酸化処理結果

PPシートをオゾン酸化処理し、蒸留水に対する接触角を測定したところ、106.5° から 62.6° となり、親水性が向上した。これは、図2に示す赤外分光分析装置 (IR) の結果から、オゾン酸化処理の効果によりPPシート表面上にカルボニル基、ヒドロキシ基が生成されたためと考えられる。

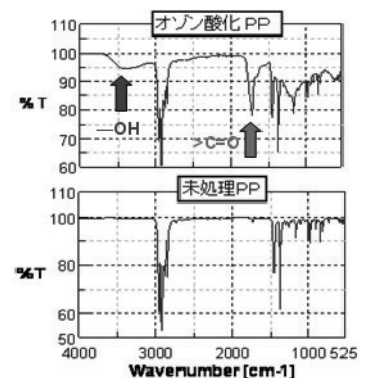


図2. PPシートのIR測定結果

(3) 強度結果

上記の表面改質効果を検証するため、曲げ強さ (JIS-K7074) と層間せん断強さ (JIS-K7092) を測定し、それぞれの結果を図3、図4に示した。いずれの場合もオゾン酸化処理したCFとオゾン酸化処理したPPとの組み合わせが最も高強度となり、未処理のものと比較して、曲げ強さが99%、層間せん断強さが68%向上した。これは、オゾン酸化処理をすることで、CF織物表面に生成した酸素含有官能基、PPシート上に生成したカルボニル基の効果、ヒドロキシ基の効果により、界面接着性が向上したため、強度が向上したと考えられる。

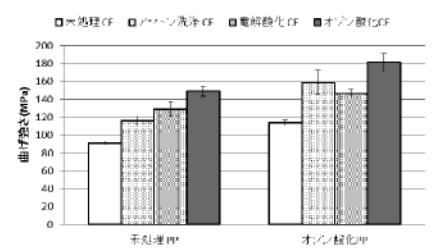


図3. 曲げ強さ結果

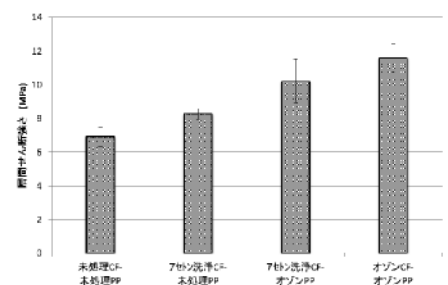


図4. 層間せん断強さ試験結果

*1)埼玉県産業技術総合センター

共焦点顕微鏡を用いた黒鉛複合電極の *in-situ* 観察

○青木 陽介^{*1)}、米澤 良^{*2)}、西村 良浩^{*2)}、平川 琢己^{*2)}、森下 誠治^{*2)}、
前川 裕之^{*2)}、山岡 久紘^{*2)}

1. はじめに

リチウムイオン電池 (LIB) 内部の *in-situ* 顕微鏡観察の報告例は少なく、それが可能となれば高性能で高安全な LIB に向けた研究開発の有効なツールとなると考えられる。神奈川県産業技術センターでは、レーザーテック株式会社と協力し、リアルカラー共焦点顕微鏡の LIB 分野への適用を検討した。まず、充放電しながら顕微鏡で観察するための観察用電気化学セルの開発を行った (図1)。このセルを用いて、黒鉛電極の *in-situ* 観察を行った。

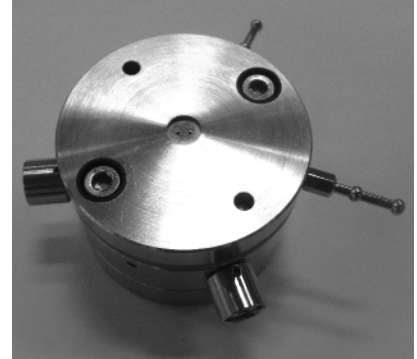


図1. 観察用セル

2. 実験方法

市販の黒鉛電極 ($1.6\text{mAh}/\text{cm}^2$)、対極にはリチウム金属、ポリオレフィンセパレータ、 1.0M LiPF_6 / EC:DEC=1:1 (vol.) 電解液をアルゴン雰囲気グローブボックス中で観察用セルに組み込んだ。初期充放電を 0.2C で行い、それ以降はセルを顕微鏡下に置き、任意の電流値で充放電を行いながら電極の観察を行った。

3. 結果・考察

開発したセルを使って 0.3C での充放電試験を行い、得られた充放電曲線を図2に示す。図3は各充電状態における黒鉛電極の断面を観察した画像であり、各粒子は電極の黒鉛である。一般的に、黒鉛は充電深度 (SOC) によってステージ構造をとることが知られている^[1]。本研究で得られた結果から各電位での色の変化に着目すると、未充電に近いステージ4から満充電のステージ1にかけて、青→赤→金と変化することを確認した。またライン解析から、レートを下げるほど充電・放電の色変化の対称性が上がることから、可逆性の指標となり得ることも示唆された。

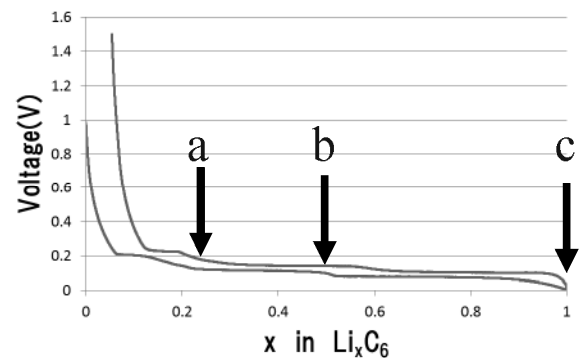
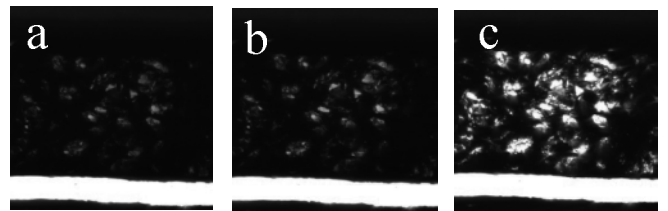
図2. 観察用セルを用いた黒鉛電極の 0.3C での充放電曲線 (a, b, c はそれぞれ図3に対応)

図3. 各状態における黒鉛電極の顕微鏡写真 (各状態における SOC は、a:25%, b:50%, c:100%)

4. まとめ

開発した観察用セルを使用し、リアルカラー共焦点顕微鏡を応用した「電気化学反応可視化コンフォーカルシステム」による LIB 黒鉛電極の *in-situ* 観察に成功した。また、黒鉛活物質のステージ構造と色変化の相関を得ることができた。本システムは電極の膨張収縮や反応分布なども観察でき、高性能な LIB を開発する上で重要な評価となると考えている。

参考文献

[1] J. R. Dahn, *Phys. Rev. B*44, pp.9170-9177 (1991)

*1)神奈川県産業技術センター、*2)レーザーテック株式会社

CVD 多結晶ダイヤモンド被覆メカニカルシール製品の開発

○森 穰^{*1)}、長坂 浩志^{*2)}、渡部 友太郎^{*2)}、寺西 義一^{*2)}、中村 勲^{*3)}、鶴見 裕貴^{*1)}

1. はじめに

株式会社タンケンシールセーコウは、焼結カーボンを自社で生産している世界唯一のメカニカルシール (Mechanical Seal : MS) メーカーである。MS とは、ポンプや攪拌機などの回転機器に用いられる回転部分の漏れ止め装置の一つである。図 1 に示すように、回転するリングと固定されているリングの 2 つの摺動材料が圧接摺動することにより、内部流体の流出を最小限に抑える。従来のメカニカルシールは、腐食性環境またはドライ環境 (天然ガス等) のニーズに対して、短期間に異常摩耗し、耐久性が課題となっている。

本発表は、ユーザの要望である長寿命化、高信頼性に対応することを目的に、多結晶ダイヤモンド (Poly Crystalline Diamond : PCD) 膜の耐摩耗性と低摩擦性に着目し、シール部材に適した PCD 被覆 MS の開発を行ったので、その概要を紹介する。

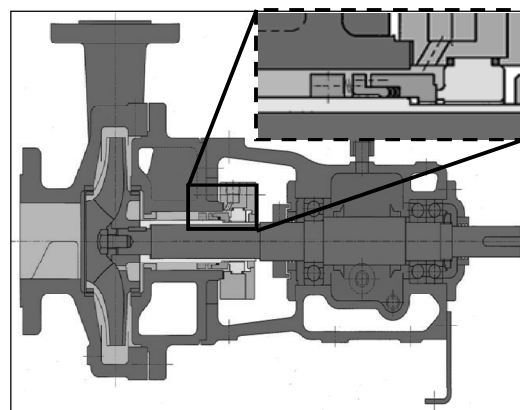


図 1. ポンプのメカニカルシール取付け部

2. 実験方法

都産技研の独自開発により、従来の 3 倍以上の成膜速度を実現した熱フィラメント化学蒸着装置を用いて、炭化ケイ素 (SiC) リング (外径 44mm、内径 37mm、厚み 6mm) に PCD 成膜を行った。

また、図 2 に示すように、実用上十分なシール性能を発揮するために独自に開発した研磨技術を適用した。

実機を模した回転試験機を用いて、周速 (V) 13m/sec を一定として密封圧力 (P) を段階的に上昇させることで、開発材料 (PCD 被覆材 vs. PCD 被覆材) の負荷容量について、従来材 (SiC vs. SiC) との比較評価を行った。

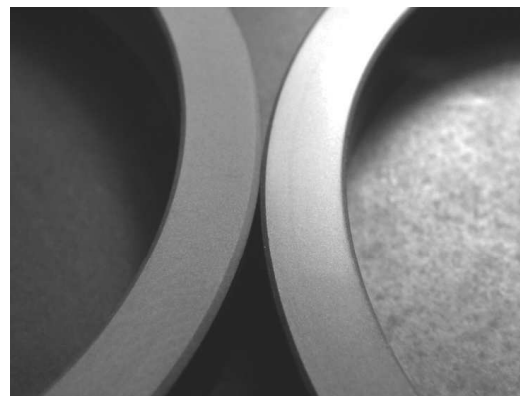


図 2. PCD 被覆リング
研磨前(左)と研磨後(右)

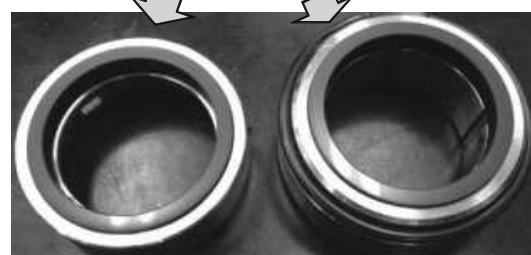
3. 結果

開発小径 MS の外観を図 3 に示す。開発材料は、回転試験装置の耐圧限界以上の十分な負荷容量 (従来材料の約 2 倍以上) を有することが分かった。また、シール性能 (漏れ量) は、実用上十分な特性を発揮することも分かった。

4. まとめ、今後の予定

小口径 MS (直径 44mm) は、客先での実証試験 (来年度実施予定) 後、製品化予定である。

すべり面に多結晶ダイヤモンド被覆



静止リング (基材: SiC) 回転リング (基材: SiC)

図 3. 共同開発小径 MS (直径 44mm)

謝辞

本研究の一部は、平成 24 年度、経済産業省「戦略的基盤技術高度化支援事業 (サポイン)」の支援により実施されている。

*1)株式会社タンケンシールセーコウ、*2)表面技術グループ、*3)機械技術グループ

H23.6~H24.3 【共同研究】省エネ・節電に寄与する CVD 多結晶ダイヤモンド被覆メカニカルシール部材の製品開発

医療用マグネシウム合金細管のダイレスフォーミング

○古島 剛^{*1)}

1. はじめに

マグネシウム合金極細管は、構造材料としての用途だけではなく、その優れた生体適合性にも近年大きく注目されており、ステントや骨固定材などの医療用材料としての期待が益々高まっている。しかしながら、マグネシウム合金は、常温でのすべり系の数が少なく、冷間加工性の低さから、広範囲な用途への適用がなされていないのが現状である。特にマグネシウム合金の極細管の製造に至っては、冷間での引抜きでは、加工性が低いことから多数のダイスを通さなければならないが、温間においても大きな断面減少率を与えることができないのが現状である。そこで本研究では、図1に示すような、加熱と冷却および引張変形のみによって金型を用いずに縮管化を図るダイレスフォーミングの一種であるダイレス引抜きに着目した。ダイレス引抜きをマグネシウム合金管に適用し、その細管化およびさらなるマイクロ化を志向して、それらへの可能性を検討する。具体的には、ダイレス引抜きにおける限界の断面減少率を調査し、本プロセスの有効性について検討した。

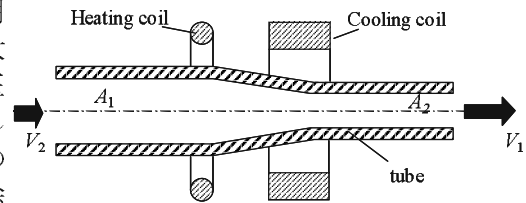


図1. ダイレス引抜きの概略図

2. 実験方法

ダイレス引抜きにおけるチューブに与える引抜き速度と供給速度をサーボモータ駆動のアクチュエータを利用し、独立に制御することが可能になっている。引抜き後のチューブの断面減少率 r は、体積一定則から引抜き速度 V_1 と供給速度 V_2 を用いて次式で表すことができる。

$$r = 1 - V_2/V_1 \quad (1)$$

試験片の加熱源として、出力 2kW、周波数 2.2MHz のトランジスタ式高周波誘導加熱装置を使用し、加熱コイルは出力トランスに固定した。加熱源の出力は、放射温度計を用いて試験片の温度を測定し、調節した。

3. 結果・考察

AZ31 マグネシウム合金管のダイレス引抜きにおける限界断面減少率を明らかにするため、供給速度 V_2 を 0.1mm/s に固定し、引抜き速度 V_1 を変化させ、加熱温度の温度を $T_h = 400^\circ\text{C}$ に設定し、実験を行った。図2は引抜き後の管の外観を示したものである。引抜き速度 V_1 の増加に伴い、縮管され、管径が減少しているのが分かる。今回の実験の条件下における 1 パスでの限界断面減少率は 60%であった。ダイレス引抜きで得られる断面減少率は 15%程度のダイス引抜きに比べて極めて大きく、ダイレス引抜きのメリットが最大限活かされていることが分かる。

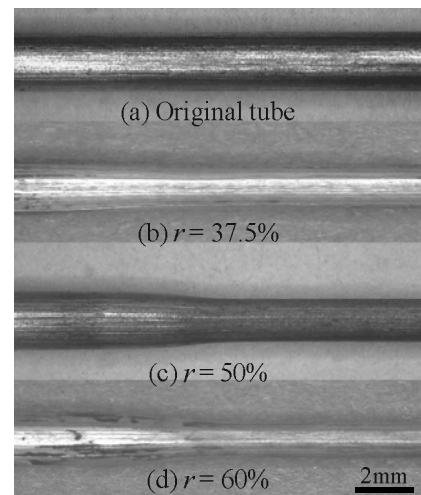


図2. 創製したマグネシウム合金採管

4. まとめ

本研究では、ダイレス引抜きを AZ31 マグネシウム合金管に適用し、その縮管化とマイクロ化への可能性を検討した。引抜き温度 400°C の条件下で断面減少率 60%の引抜きに成功し、外径 1.16mm の AZ31 微細管を創製した。

*1)首都大学東京

熱援用マイクロ金属成形システムの開発とその有効性検証

○清水 徹英^{*1)}、楊 明^{*1)}

1. はじめに

近年、マイクロ成形性に対する加熱の効果に関する報告がなされ、難加工材の成形性改善の目的だけでなく、結晶粒の均質化による材料流動の均一性、ばらつきの低減という観点から、高精度化に対するアプローチとして注目されてきている。プロセス的観点からも、寸法の微小化に伴って、熱容量が代表寸法の三乗に比例して減少するため、より速く、より小さい熱量（エネルギー）で高い温度を実現することができる。そのため、従来のマクロ寸法領域における加熱効率、温度制御性および加熱の不均一性などの課題を解決する点で大きなメリットと言える。

本研究では、難加工材のマイクロプレス成形におけるさらなる高精度化を大きな目標に、金属箔材を対象としたマイクロ加工プロセスに加熱システムを新たに導入し、成形性および成形精度に対するその効果を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

通電加熱方式を採用した熱援用マイクロ塑性加工システム（図1）の開発およびそのシステムの評価を行った。

同システムを実成形に応用するため、本研究では、金属箔材の二次成形技術としてマイクロ浅絞り加工を行い、プロセスの有効性を検証した。金型寸法としてダイ穴径 1mm、パンチ直径 0.96mm の極小金型を用いた。絞り速度は 10mm/s、無潤滑条件のもとで、600℃の加熱成形と冷間加工時の絞り性の比較を行った。

3. 結果・考察

図2に、マイクロ浅絞り試験を行った結果を示す。600℃に加熱することにより、室温で成形ができなかった純チタン箔の浅絞り成形に成功した。以上より、本研究で開発した通電加熱方式の熱援用マイクロ塑性加工システムの、マイクロ箔材成形に対する有用性を示した。

4. まとめ

熱援用システムにより直径 1mm のマイクロ浅絞り成形を行い、加熱による成形性の向上を示した。これにより、本システムの金属箔材成形に対する有用性を示した。

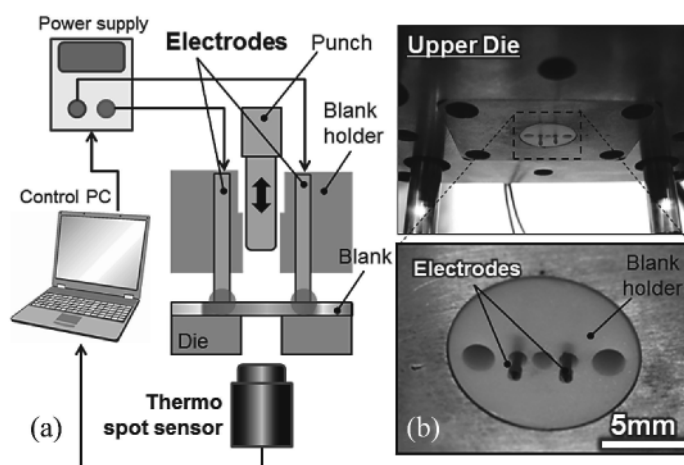


図1. 本研究で開発した熱援用マイクロ加工システム概略図(a)システムの構成(b)上型の外観図および、しお抑え板に挿入された通電加熱用電極棒

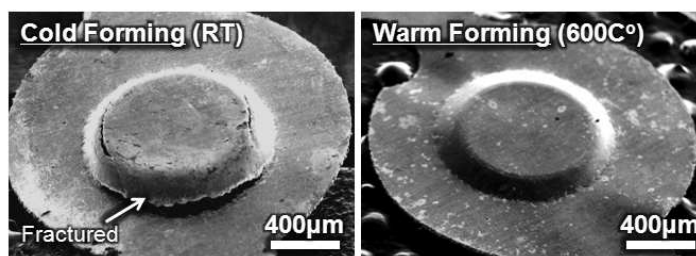


図2. 冷間加工後および温間加工(600℃)後のマイクロ浅絞り試験片のSEM画像

*1)首都大学東京

6月21日(金)

デザイン支援室

**メカトロニクス
システムデザイン**

協調作業時における会話の形態素特徴 —機械と人間の協調を目指して—

○小林 春美^{*1)}、安田 哲也^{*2)}、鈴木 聡^{*1)}、五十嵐 洋^{*1)}、原島 文雄^{*3)}

1. はじめに

作業時に人間を支援するロボットをより人間に適応させるためには、人間と適切にコミュニケーションができるようにする必要がある。言語により作業に関する情報をやりとりできると考えられるが、そもそも人間は、グループで作業を行う際にどのような言語コミュニケーションを行い、作業が熟達するにつれてそれが変化するかについてはあまり調べられていない。本研究ではコンピュータ上の仮想空間で、グループで共同作業を行うときの人間の会話を書き起こし、出現する語彙を調べ、動詞オントロジー情報とその頻度を調べた。

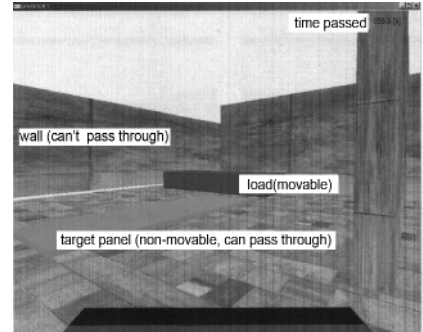


図 1. 協調作業タスク

2. 実験方法

3組の参加者からなる4グループを対象に、仮想空間内での協調箱運搬作業タスクを行わせた(図1)。タスクは仮想空間内で各々が車両を操作し、それぞれ赤・青・緑に色分けされた箱を所定の位置へ運搬することでタスク終了とし、同一の条件で1グループあたり10試行を行った。各グループにおいて各試行におけるタスク遂行時間を記録した。タスク中になされた全発話を日本語発話コーパス用フォーマット(CHILDES JCHAT)で書き起こした。比較的使用頻度の高かった動詞群の使用傾向の変化について調査するため、動詞の語幹と形態素情報を抽出、オントロジーを作成し、また、各動詞における頻度を求めた。

3. 結果・考察

図2、3に、グループAの1、10試行目における使用動詞のオントロジーを示す。初期試行と最終試行のオントロジー情報を比較したところ、使用される動詞の種類は減少し、使われる形態素が限定されることが示唆された。「回転(Turn)」を示す動詞が消滅したことが注目される。

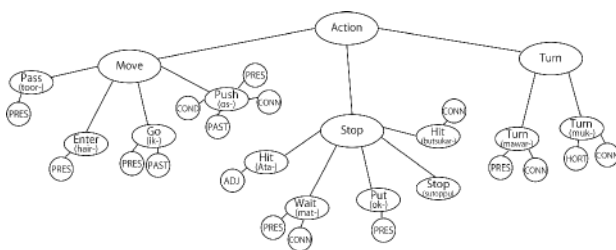


図 2. 初期試行のオントロジー情報

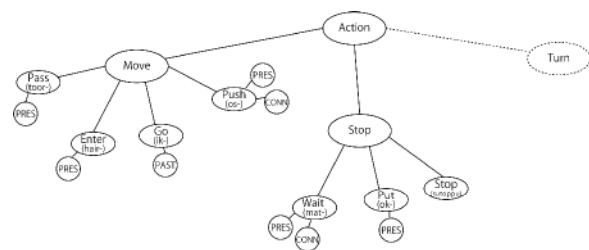


図 3. 最終試行のオントロジー情報

4. まとめ

本研究では、協調作業支援ロボット開発の基礎的研究として、人間が協調作業時にどのような発話を行うか、文法カテゴリをベースとした分析を行った。オントロジー情報において、使わなくなる形態素や語が出現した一方、作業会話において重要な形態素と語彙があることが分かった。この結果は、熟達に伴い参加者間の共有基盤 (common grounds) の確立が起こっている可能性を示唆している。今後、言語の時系列的分析を進めることによって共有基盤が明らかになることが期待される。

*1)東京電機大学、*2)埼玉県立大学、*3)首都大学東京

ロコモティブシンドローム予防機器の開発

○香椎 正治^{*1)}、倉賀野 哲造^{*1)}、横倉 三郎^{*2)}

1. はじめに

ロコモティブシンドローム (locomotive syndrome)とは、「運動器の障害」により「要介護になる」リスクの高い状態になることである。高齢者が自宅で快適な生活を送るために重要なことは、自分の脚力で日常生活の移動が自由に行えることである。本機器の開発は、日常の使用により脚力の維持向上効果を目指したものである。また、寝たきりになる原因の一つとして、室内での転倒骨折によるものが多い。そこで、座位姿勢による移動用椅子として開発した。

2. 機器の構成

移動に関しては脚力を使う。これまでの車椅子は、足（脚力）による移動ではなく、手動によるものであった。これまでの車椅子は、移動方向が自由ではなく、斜め方向の移動はできなかった。これらに対する対策として①脚力による移動のため足の運動範囲を最大限に確保し、②キャスター使用による回転、方向転換の自由度を確保した。

3. サイズ

一般的家庭で支障なく使える大きさとするため、ベッドからの移乗、トイレ洗面所への移動、廊下での方向転回、食卓テーブル着席の容易さなどを考慮し、肘掛高さ 550mm、回転直径 708mm とした。(図 1、図 2、図 3)

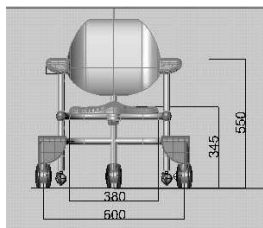


図 1.

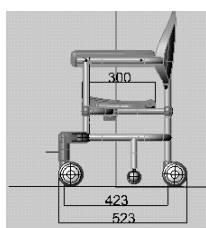


図 2.

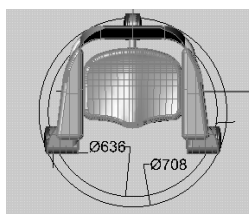


図 3.

4. 安全対策・センサー

使用者の状態を設定し、転倒に繋がる動きを防止する対策を施す(図 4)。肘掛部分と座面にセンサーを設け、使用者の状態に応じて自動的にキャスターを制動する回路を付けた(図 5)。

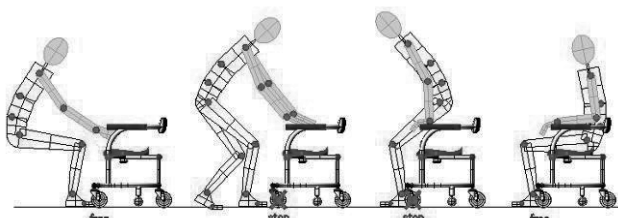


図 4. 動作と機器の状態 移乗時ロック 着座時解除

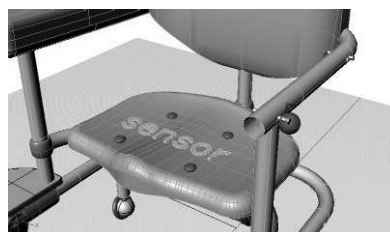


図 5. 座面センサーとアームセンサー

5. 安全対策・キャスター

転倒や、不意の移動を防止するため、キャスターの方向軸と車輪の回転軸にブレーキを設け、センサーからの信号によりアクチュエーターを介してギア式ブレーキが作動する。

6. 結果・考察

看護師などの聞き取りから(梅田病院足立区)

背面背もたれは大型が望ましい、片麻痺のために足置きが必要である、使用者に合わせて座面高さの調整が望ましい、などの指摘があった。

使用時の動作からインナーマッスルの運動効果が見込まれる、通常歩行で使わない筋肉の運動が促される、などの意見も寄せられた。

7. まとめ

今後指摘のあった部分を改良し、筋力向上効果について検証を行いたい。



*1)明星大学 情報学部情報学科、*2)明星大学 人文学部福祉実践学科

スマートフォンを活用した組込みシステム

○久保田 直行*1)

1. はじめに

近年、多種多様なスマートフォンやタブレット PC が開発され、低価格化も進んでいる。さらに、近年の組込み技術は、これらのデバイスのさらなる小型化を実現し、高性能化、耐故障性の向上を実現している。その結果、カメラや GPS、加速度センサなどの計測システム、無線 LAN や Bluetooth など複数の通信システムの他、複数のコアを持つ CPU や高性能な GPU を低価格で利用できるようになった。さらに、券売機やインフォメーションセンサーでタッチインタフェースが普及してきたため、キーボードやマウスを用いた PC を使えない高齢者などが、タブレット PC に馴染み始めている。このような背景のもと、本研究では、スマートフォンやタブレット PC など、ロボットの一部分として用いることにより、低価格、かつ簡素な構成のロボットシステムを開発してきた (図 1)。本稿では、一例として、ロボットパートナーの基本的な機能やスマートフォンの活用方法などを紹介する。

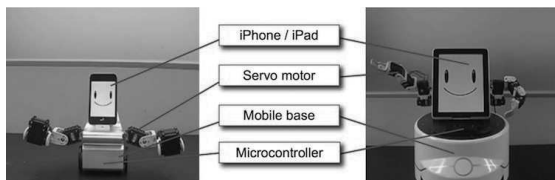


図 1. スマートフォンなどを活用したロボットパートナー

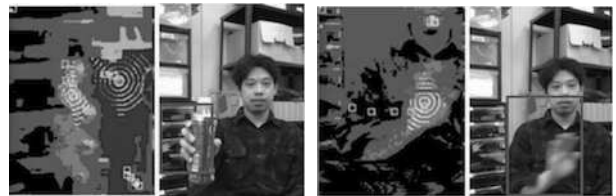


図 2. 内蔵カメラによる画像処理

2. ロボットシステムの構成

スマートフォンやタブレット PC に内蔵されたセンサにより計測されたデータを用いて、情動モデルに基づく顔の表出や手振りを伴いながら発話を行う。スマートフォンがロボットに装着されているときは、内蔵カメラを用いて、人間検出、人間追従、物体認識、ジェスチャ認識などを行う (図 2)。また、独居高齢者への情報支援を目的として、タッチインタフェースを用いて、ロボットの「目」をタッチした場合、近隣の公園の画像を表示したり、インターネットからダウンロードしたニュースなどを発話し、「口」をタッチすれば、近隣のレストラン、スーパーマーケットのお買い得情報や口コミ情報などを発話することにより、直感的なコミュニケーションを実現する。また、外出時は、ポケットにスマートフォンを入れておくと、GPS や加速度センサの計測情報から、移動手段や行動範囲を推定したり、ライフログを取得することにより、日々の生活パターンの抽出や見守りを行うための情報収集を行うことができる (図 3)。さらに、Kinect センサなどの低価格な 3 次元測域センサを併用することにより、低価格な見守りシステムを実現できる。



図 3. スマートフォンの内蔵センサを用いた行動範囲の推定

3. まとめ

スマートフォンやタブレット PC を活用することにより、各種情報の計測や情報処理の他、タッチインタフェースなどを実装することができ、本稿では、組込み機器の一部として構成する一例を示した。また、スマートフォンやタブレット PC に接続することを前提として、スマートフォンやタブレット PC に内蔵されていないセンサを開発することにより、低価格な計測システムを実現することを期待する。

*1) 首都大学東京

中小製造業の事業企画～商品開発～販売促進企画支援

○薬師寺 千尋*1)

1. はじめに

事業化支援本部システムデザインセクターは、商品デザインだけでなく、商品開発から販売までを支援している。その中で、本指導事例は、商品企画基礎講座を受講された製造企業のものづくりだけでなく、市場開拓、販売促進までを2年間にわたり指導支援した事例である。

2. 内容

本指導事例における流れを以下に示す。①クライアントに選ばれる事業企画書作成②デザイナー紹介と商品デザイン③販売促進企画・計画設計

(1) クライアントに選ばれる事業企画書作成

キャラクタービジネスを行っている会社から金物メーカー数社にオファーがあり、当該企業も自社商品としたかったため、プレゼン時にクライアントから選ばれる企画書を作成したいという希望から、プレゼンを通すための企画書の指導を行った(図1)。

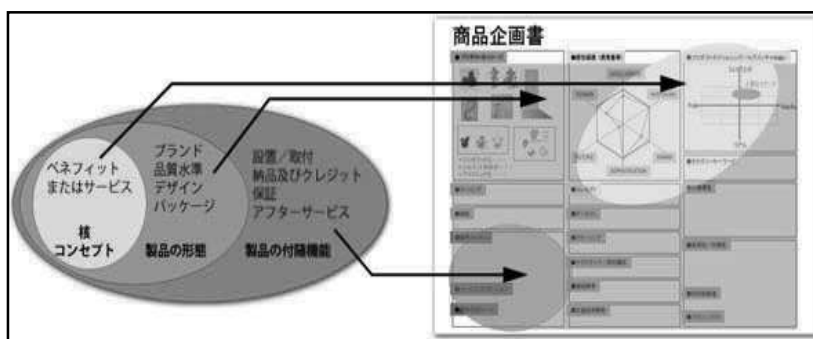


図1. 企画書

(2) デザイナー紹介と商品デザイン

契約後、当該企業に商品企画基礎講座の講師(エンジニアリングアドバイザー)を本事業の開発デザイナーとして契約してもらい、基本デザインから3Dデータづくりまでを依頼する。その間のイメージモデル等のモックアップを都産技研で指導した。

(3) 販売促進企画・行動計画設計

既存顧客に初回納入後、売上が落ち込んだため、新規顧客(ターゲット)を決定し、ターゲットへ向けての提案営業を進めていくための行動計画を組み立て、心理段階ごとの進め方を指導して、顧客先への営業を支援した(図2)。

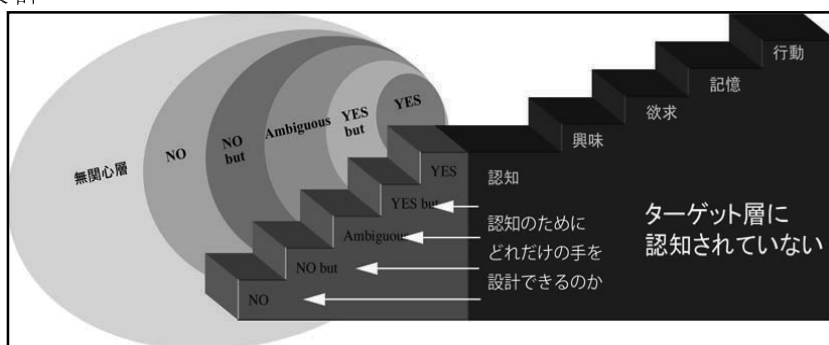


図2. 行動計画設計

3. 結果

事業構想とそれを進めるための企画書ツールとしてプレゼンすることで、クライアントとの契約締結ができた。デザイナー紹介を含めた都産技研の支援で自社商品開発ができた。同じく販売促進支援により、販売促進企画を作成し行動計画に沿って実行したところ、首都圏を中心にショールームを持つ地域密着型の中小ハウスメーカー17社と新たに取引が発生し、初回売り上げと同様の粗利回復を成功させた。

*1)システムデザインセクター

べっ甲業界へのデザイン支援

○上野 明也*1)

1. はじめに

東京都指定伝統工芸の「江戸鼈甲（べっ甲）」を作る東京都鼈甲組合連合（以下、組合）より新たなべっ甲製品の開発依頼があり、都産技研と共同で商品企画開発を行った。従来のべっ甲製品（図1）は眼鏡やアクセサリ関係が中心で、比較的高齢の方がべっ甲製品を利用しているが、より多くの方にべっ甲を知ってもらい、そして新しい販路を開拓するために、今までに無い新しいべっ甲商品を共同で開発することになった。



図1. 従来のべっ甲製品

2. 実験方法

まず、商品企画セミナーを開催し、組合が商品企画の手法を学んで商品企画書を作成する。その企画書を基にアイデアスケッチを行い、その中から3、4点程度の試作品を作成することとした。試作品は三次元CADを利用して設計後、べっ甲部分は設計データに基づき組合が作成し、その他の部分の制作は都産技研がナイロン粉末造形機（図2）を使用して造形し、仕上げ塗装を行うことを考慮に入れた。すべての試作品は、実際に使用できるレベルにすることにより、展示会等に出展しアンケートやモニターリサーチ等を行えることを目標とした。

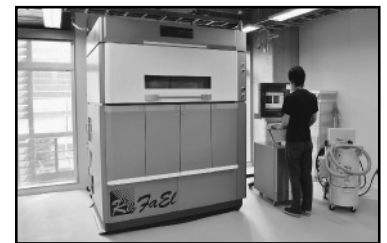


図2. ナイロン粉末造形機

3. 結果・考察

組合が作成した企画書からアイデアスケッチを20点程度作成し、その中からランプシェード、箸、ネームプレート、カチューシャを試作した。開発製品の特徴として、ランプシェードは従来の電球では発熱の問題があり熱に弱いべっ甲では実現できなかったが、低発熱のLEDライトを使用することにより解決した。そして、べっ甲のシンボルマークである六角形をモチーフにして形状をまとめた。べっ甲から通された暖かい光が美しく部屋を灯すことができた（図3）。試作品完成後、東京都伝統工芸品展、雑貨EXPO等の展示会に出展し、多くの反響を得ることができた。また、べっ甲ランプシェードが第7回東京の伝統工芸品チャレンジ大賞にて優秀賞を受賞した。展示会等で得られたさまざまな意見や反響を基に、商品化へとつなげていく予定である（意匠登録 第1433084号、第1439104号、実用新案登録 第3170441号）。

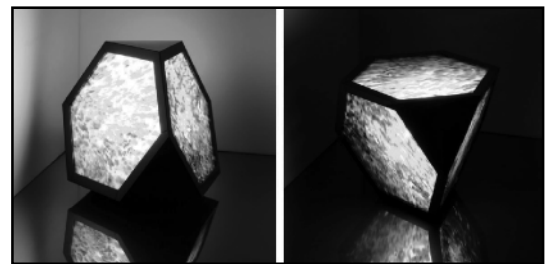


図3. べっ甲ランプシェード

4. まとめ

伝統産業である「江戸鼈甲」に新しい技術やデザイン要素を加えることにより、今までにない新しい商品を開発することができた。これにより新しい市場が開拓され、べっ甲業界が活性化されることを期待したい。今後は、貴重な材料であるべっ甲を有効に利用するために、さまざまな技術やデザインを活用することによって、さらに新しいべっ甲製品を開発する予定である。

*1)システムデザインセクター