

研究報告

第 3 号 (2008)

Bulletin of Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute No.3



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3号
平成20年

目次

論文

| | |
|--|----|
| 竹繊維の特性とその用途開発について 池田 善光 山本 清志 吉田 弥生 小柴 多佳子 宮本 香 | 2 |
| ゼロ・エミッション化に向けた減量加工糸の開発 山本 清志 藤田 茂 | 6 |
| 直接操作型ペンディスプレイを実現する力覚センサの開発 島田 茂伸 篠原 正美 清水 豊 下条 誠 | 10 |
| セキュアな組み込みシステムの構築法 入月 康晴 大原 衛 坂巻 佳壽美 | 14 |
| X線を用いた食品中の異物混入検査 大平 倫宏 周 洪鈞 坂巻 佳壽美 上村 久仁男 清水 英明 斉木 秀夫 | 18 |
| 分離型 VOC 吸着装置用センシングモジュールの開発 武田 有志 森川 潔 阪口 文雄 高野 善一 佐藤 俊彦 | 22 |
| 高エネルギーイオン照射とスパッタコーティングによる チタン基板上リン酸カルシウム膜の形成 谷口 昌平 関口 正之 金城 康人 宮崎 則幸 加沢 エリト | 26 |
| 紫外線効果用 LED 照射駆動装置の開発 原本 欽朗 小林 丈士 五十嵐 美穂子 石束 真典 | 30 |
| 遠赤外線分光放射照度測定方法の開発 中島 敏晴 山本 哲雄 岩永 敏秀 中村 広隆 | 34 |
| 相対分光応答度測定方法の開発 中村 広隆 岩永 敏秀 山本 哲雄 中島 敏晴 | 38 |
| 外国産エクステリア材から抽出した成分の防腐・防かび性 飯田 孝彦 瓦田 研介 小沼 ルミ 宮崎 巖 | 42 |

| | | |
|---------------------------------------|----------------------------------|----|
| 金・白金熱電対の特性改善 | 佐々木 正史 後藤 昌彦 | 46 |
| ノート | | |
| ECO を学ぶ木工(経木) ^{きょうぎ} 教材の商品開発 | 秋山 正 信田 喜代子 | 52 |
| ハイサポート製品の衣服圧測定用脚型ダミーの開発 | 岩崎 謙次 松澤 咲佳 飯田 健一 | 54 |
| 衣料用素材の濡れ感の評価 | 松澤 咲佳 岩崎 謙次 飯田 健一 大泉 幸乃 | 56 |
| プリーツ性試験方法と装置の開発(II) | 田中 みどり 岩崎 謙次 池上 夏樹 栗田 征彦 | 58 |
| 照射による超高分子量ポリエチレンの構造変化 | 榎本 一郎 添田 心 勝村 庸介 工藤 久明 | 60 |
| ナイロン RP による造形物の異方性について | 阿保 友二郎 横山 幸雄 | 62 |
| 排水管更生用塗料の工法への適合性の検討 | 山口 美佐子 林 信夫 安藤 雅志 原田 正和 | 64 |
| 塗料用希釈溶剤組成の検討によるVOC削減 | 木下 稔夫 上野 博志 山口 美佐子 | 66 |
| 自社シーズを市場展開するための手法の検証 | 薬師寺 千尋 阿保 友二郎 | 68 |
| イオンビームスパッタ法による Ge 薄膜の作製 | 中村 勲 | 70 |
| ZnO 導電性透明薄膜の ECR スパッタによる作製技術の開発 | 植松 卓彦 | 72 |
| ネットワーク対応の組込み型ラインモニタの開発 | 横田 裕史 金田 泰昌 日比野 克彦 千田 茂 永井 邦男 | 74 |
| 静電植毛用フロックの秤量による飛翔性試験方法 | 栗原 秀樹 重松 宏志 長谷川 孝 山口 勇 | 76 |

| | | |
|---|--------------------------|-----|
| 示差走査熱量計 (DSC) の高感度化に関する研究 | 浜野 智子 重松 宏志 | 78 |
| 電磁波吸収シート・シールド材の評価法 | 五十嵐 美穂子 原本 欽朗 高松 聡裕 大森 学 | 80 |
| 雑音端子電圧測定対策用プローブの提案 | 上野 武司 高松 聡裕 | 82 |
| 骨導音の聴覚感度特性の計測 | 石橋 睦美 神田 浩一 | 84 |
| フエントン反応による揮発性有機化合物の分解速度 | 田熊 保彦 加藤 茂 小島 紀徳 | 86 |
| 液体中における分散物の濃度分布 —DCアーク発光分光分析法による解析— | 樋口 智寛 | 88 |
| ヘリウムスパーク放電発光分光分析法を用いた マグネシウム合金分析法の開発 | 林 英男 上本 道久 | 90 |
| 現場計測器校正における校正値取得の自動化 | 佐々木 正史 | 92 |
| 金属 - 炭素共晶点実現装置の性能評価 | 沼尻 治彦 佐々木 正史 尾出 順 | 94 |
| 豚骨灰の結晶性に及ぼす焼雰囲気の影響 | 柳 捷凡 | 96 |
| 異種アルミニウム合金の鑄造による複合化の検討 | 渡部 友太郎 | 98 |
| CVD ダイヤモンド膜研磨における研磨工具の検討 | 横澤 毅 寺西 義一 | 100 |
| プラズマを用いた表面改質における鉄鋼試料の温度上昇 | 三尾 淳 森河 和雄 川口 雅弘 青木 才子 | 102 |
| 液相粒子合成法による酸化鉄担持活性炭の合成 | 峯 英一 上野 博志 | 104 |

外部発表一覧

| | |
|------|-----|
| 論文 | 105 |
| 口頭発表 | 109 |
| 総説 | 128 |
| 著書 | 131 |

BULLETIN OF TOKYO METROPOLITAN
INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE

NO. 3 2008

Papers

| | |
|---|----|
| Characteristics of Bamboo Fiber and Development of its Uses Yoshimitsu Ikeda, Kiyoshi Yamamoto, Yayoi Yoshida, Takako Koshiba, Kaori Miyamoto | 2 |
| Preparation of Bicomponent Fibers for Achieving Zero-emissions in Weight-reducing Treatments Kiyoshi Yamamoto, Shigeru Fujita | 6 |
| Development of Force Sensor Achieving Direct Manipulation Pin Display Shigenobu Shimada, Masami Shinohara, Yutaka Shimizu, Makoto Shimojo | 10 |
| An Approach for Improving Security of Embedded Systems Yasuharu Irizuki, Mamoru Ohara, Kazumi Sakamaki | 14 |
| X-ray Inspection of Foreign Bodies in Foods Norihiko Ohira, Zhou Hongjun, Kazumi Sakamaki, Kunio Kamimuura, Hideaki Shimizu, Hideo Saiki | 18 |
| Development of a VOC Sensing Module for Separated Adsorption Machines Yuji Takeda, Kiyoshi Morikawa, Fumio Sakaguchi, Yoshikazu Takano, Toshihiko Sato | 22 |
| Formation of Ca-P-O Coating on Titanium Substrate by High Energy Ion Irradiation and Sputter Deposition. Shohei Taniguchi, Masayuki Sekiguchi, Yasuhito Kinjo, Noriyuki Miyazaki, Elito Kazawa | 26 |
| Development of Irradiation Drive device for Ultraviolet Ray LED Yoshiaki Haramoto, Takeshi Kobayashi, Mihoko Igarashi, Ishiduka.masanori | 30 |
| Development of a Far-Infrared Spectral Irradiance Measurement Method Toshiharu Nakajima, Tetsuo Yamamoto, Toshihide Iwanaga, Hirotaka Nakamura | 34 |
| Development of a Relative Spectral Responsivity Measurement Method Hirotaka Nakamura, Toshihide Iwanaga, Tetsuo Yamamoto, Toshiharu Nakajima | 38 |
| Resistance Against Wood Rotting Fungi and Mold by the Extractives from Foreign-made Exterior Wood Takahiko Iida, Kensuke Kawarada, Rumi Konuma, Iwao Miyazaki | 42 |

| | |
|--|----|
| Improvement of the Characteristics of Au/Pt Thermocouples Masashi Sasaki, Masahiko Gotoh | 46 |
| ノート | |
| Development of Woodwork Teaching Materials for Environmental Protection Tadashi Akiyama, Kiyoko Shida | 52 |
| Development of leg type dummy for clothes pressure measurement of High Supported Clothes Kenji Iwasaki, Emika Matsuzawa, Kenichi Iida | 54 |
| Evaluation of Wet Feeling of Material for Clothes Emika Matsuzawa, Kenji Iwasaki, Kenichi Iida, Ooizumi Yukino | 56 |
| Development of Testing method and Apparatus for Pleating(II) Midori Tanaka, Kenji Iwasaki, Emika Matsuzawa, Natsuki Ikegami, Yukihiko Kurita | 58 |
| Change of the Micro Structure of Ultra High Molecular Weight Polyethylene by Irradiation Ichiro Enomoto, Shin Soeda, Yosuke Katsumura, Hisaaki Kudo | 60 |
| Rapid Prototyping System-made Products have Anisotropy Yujiro Abo, Yukio Yokoyama | 62 |
| Examination of Adaptability to Construction Method of Paints for Drainpipe Renewal Misako Yamaguchi, Nobuo Hayashi, Masashi Andou, Masakazu Harada | 64 |
| VOC Reduction by Examining the Composition of Diluted Solvent for paint Toshio Kinoshita, Hiroshi Ueno, Misako Yamaguchi | 66 |
| Verification of Product Development Method Chihiro Yakushiji, Yujiro Abo | 68 |
| Fabrication of Germanium Films Prepared by Ion Beam Sputtering Method Isao Nakamura | 70 |
| Technological Development of Transparent Conductive ZnO Film Fabrication by ECR Sputtering Takahiko Uematsu | 72 |
| Development of Embedded Line Monitor Network Communication Hiroshi Yokota, Yasuaki Kaneda, Katsuhiko Hibino, Shigeru Senda, Kunio Nagai | 74 |
| Testing Method of Flight Properties of Flock for Electrostatic Flocking by Weighing Hideki Kurihara, Hiroshi Shigematsu, Takashi Hasegawa, Isamu Yamaguchi | 76 |

| | | |
|---|---|-----|
| Improvement in Sensitivity and Stability of Differential Scanning Calorimetry (DSC) | Tomoko Hamano, Hiroshi Shigematsu | 78 |
| Measuring Methods of Noise Suppression Sheet and Shield Materials | Mihoko Igarashi, Yoshiaki Haramoto, Toshihiro Takamatsu, Manabu Omori | 80 |
| Noise Measurements of the Terminal Voltage Probe | Takeshi Ueno, Toshihiro Takamatsu | 82 |
| Measurement of Hearing Sensitivity of Bone Conducted Sound | Mutsumi Ishibashi, Kouichi Kanda | 84 |
| Reaction Rate in Decomposition of Volatile Organic Compounds Using Fenton's Reaction | Yasuhiko Takuma, Shigeru Kato, Toshinori Kojima | 86 |
| Concentration Distribution of Dispersed Powder in Liquid phase - Analysis by DC Arc Optical Emission Spectroscopy- | Tomohiro Higuchi | 88 |
| Analytical Method Development for Mg-Alloy Using Helium-spark-discharge Atomic Emission Spectrometry | Hideo Hayashi, Michihisa Uemoto | 90 |
| Reliability Improvement of Industrial Measurement by Automation of Calibration | Masashi Sasaki | 92 |
| Evaluation for Specification of Metal – Carbon Eutectic Point Furnace | Haruhiko Numajiri, Masashi Sasaki, Jun Ode | 94 |
| Effect of the Calcination Atmosphere on the Crystallinity of Pork Bone Ash | Shohan Yanagi | 96 |
| Joining between Different Aluminum Alloys by United pouring Method | Tomotaro Watanabe | 98 |
| Examination of Efficient Polishing method for CVD Diamond Film | Tsuyoshi Yokosawa, Yoshikazu Teranishi | 100 |
| Estimation of Steel Surface Temperature during Plasma Surface Modification | Atsushi Mitsuo, Kazuo Morikawa, Masahiro Kawaguchi, Saiko Aoki | 102 |
| Preparation of Activated Carbon-supported Iron Oxide by a Liquid-phase Process | Eiichi Mine, Hiroshi Ueno | 104 |

Abstracts other published papers and presented at society meeting

| | |
|-------------------------|-----|
| Papers · · · · · | 105 |
| Presentations · · · · · | 109 |
| Review · · · · · | 128 |
| Books · · · · · | 131 |

論文

論文

竹繊維の特性とその用途開発について

池田 善光^{*1)} 山本 清志^{*1)} 吉田 弥生^{*1)} 小柴 多佳子^{*1)} 宮本 香^{*2)}

Characteristics of Bamboo Fiber and Development of its Uses

Yoshimitsu Ikeda^{*1)}, Kiyoshi Yamamoto^{*1)}, Yayoi Yoshida^{*1)}, Takako Koshiba^{*1)}, Kaori Miyamoto^{*2)}

Bamboo is attracting attention as an ecological material. We succeeded in obtaining three kinds of material from bamboo: a fiber bunch, a filament, and a parenchyma cell. All three materials shows good compatibility in composition with some resins. Reduced fiber length occurs in composition with thermoplastic resin, but with unsaturated polyester resin, reduced fiber length does not occur. Therefore it is thought that performance of bamboo fiber is sufficiently demonstrated.

キーワード: 竹繊維, 柔細胞, FRP, 紫外線遮蔽効果, 不飽和ポリエステル樹脂, ポリ乳酸樹脂, アスペクト比

Keywords: Bamboo fiber, parenchyma cell, Fiber reinforced plastics, Ultraviolet rays shield effect, unsaturated polyester resin, Poly lactic acid resin, Aspect ratio

1. はじめに

一般の木材資源が再生までに数十年必要であるのに対して僅か2~3年で再生するという資源・環境面からの利点から竹素材が注目を集めている。物理的圧搾とアルカリ処理を組み合わせることで、竹稈より効率的にしかも損傷の少ない竹繊維を取り出せることは既に報告した⁽¹⁾。この竹繊維の繊維長は平均で約1.8mmと短く、衣料用素材には適さないが、その形状が直線状であり、繊維幅に対する繊維長の比であるアスペクト比も約120程度あることから、強化素材として使用できるのではないかと考え、繊維強化プラスチック(FRP)の繊維材料への適用を検討した。あわせて、竹繊維取り出し時に副産物として得られる柔細胞の利用方法についても検討した。

2. 試験方法

2.1 原料竹と竹繊維の取り出し 生育後3年を経た孟宗竹の成竹を原料として用いた。竹繊維の取り出しは、前報(1)と同様に行った。

2.2 樹脂材料 不飽和ポリエステル樹脂(UP)、ポリ乳酸樹脂(PLA)、ポリブチレンサクシネートアジペート樹脂(PBSA)、ポリプロピレン樹脂(PP)の4種の樹脂を用いた。

2.3 熱減量率測定 ヤマト科学製定温乾燥機DN610Hを用い、100℃~240℃まで20℃ずつ昇温し、各温度に1時間放置後の各試料の重量減少率を測定した。

2.4 複合素材の物性測定 ㈱オリエンテック製テンシロンRTM500を用い、引張強さは、試験片の幅1cm、つかみ

間隔5cm、引張速度5cm/minで測定した。曲げ応力は、試験片の長さ10cm、幅1.5cm、厚さ2mm、支点間距離8cm、試験速度10mm/minで3点曲げ試験を行った。

2.5 繊維長の計測 PLA樹脂およびUP樹脂について、複合化樹脂中の竹繊維長を測定した。PLA樹脂に関してはペレットを加熱下でプレスして薄膜とし、顕微鏡下で50本について長さ測定し、UP樹脂に関しては、厚さ1mmの薄板に成型し同様に測定した。

2.6 紫外線遮蔽性能 厚さ1mmの板状に成型した複合素材の分光透過率を、島津製作所(株)製積分球つき分光光度計UV2200Aを用いて測定した。

3. 結果と考察

3.1 竹繊維の純粋化 竹繊維には、中空俵型の柔細胞が混在しており、樹脂と複合化された際に竹繊維の性能発揮の妨げとなることが予想される。そこで、これを取り除き純粋な竹繊維を得る方法を検討した。柔細胞と竹繊維は両者共にセルロースからできているため、アルカリ剤や酵素といった薬品による分離は有効ではなかったが、水洗時に竹単繊維がフィルターとなって柔細胞を補足することを防止すれば、竹繊維と柔細胞を効率的に分離できることが分かった。この工程を表1に示す。

植物には、セルロース以外にもリグニン、ヘミセルロースといった成分が混在している⁽²⁾。フロログルシン塩酸溶液で竹稈を着色したところ、繊維束、特に導管周辺の細かい繊維細胞が多く集積した箇所が濃く着色することから、この部位にはリグニンが多く含まれていると考えられる。竹稈を表1の方法で処理して竹単繊維に分離したものでは、着色が認められなくなることから、単繊維化された竹繊維はほぼ純粋なセルロースとなっていると考えられる。

^{*1)}八王子支所

^{*2)}東京都産業労働局

表1. 竹繊維の取り出し工程

- ①節部を取り除いた生の原料竹を適当な大きさに割り、繊維を分離する際の妨げとなる内・外皮を取り除く。
- ②プレス機を用いて圧搾を行い、柔細胞組織を損傷させる。
- ③2%~3%の水酸化ナトリウム水溶液で2時間煮沸する。
- ④水洗後に再度プレス圧搾を行って、柔らかくなった柔細胞組織の破壊を進め、繊維束との分離を容易にする。
- ⑤水中で十分に水洗し、繊維束から柔細胞を沈降分離させる。このまま乾燥させれば繊維束が得られる。
- ⑥水と共にミキサーで2~3分攪拌すると、繊維束は単繊維に分離する。この処理で繊維は短く切断されることはない。繊維束はミキシングによってたやすく単繊維化するが、これを一旦乾燥させると単繊維に分離しにくくなることに注意が必要。
- ⑦粗い金網中で水洗し残っていた柔細胞を分離する。これを濾過することによって竹繊維が得られる。

3. 2 竹繊維の耐熱性 熱可塑性樹脂との複合化においては、竹繊維には樹脂の融点以上の耐熱性が求められる。

図1は①竹稈を圧搾したもの、②竹単繊維、③株バン製の爆砕竹、以上3者の加熱後の重量保持率を測定した図である。①と③では160℃を超えると減量が目立つ。これは熱分解温度の低いヘミセルロースによるものと考えられる。竹単繊維の分解温度は綿などのセルロースと同じく240℃付近と考えられ、PLA(融点180℃)、PP(融点165℃)、PBSA(融点95℃)などの熱可塑性樹脂との複合化には問題ないと考えられる。

3. 3 竹繊維と熱可塑性樹脂との複合化 竹繊維を重量比で10%添加したPLA樹脂を2軸押し出し機で混練して製造したペレット中の繊維形状を観察した。その結果、図2のように繊維は良好な分散状態にあるが、繊維長は短くなり、竹繊維の特徴である両端のテーパー状の部位が見られなくなっている。薄いフィルムに成型して顕微鏡下で50本の繊維長を計測した結果、平均で0.152mmと元の約1/10以下の1以下となっており、混練の際に繊維の切断が生じたと考えられる。同様に、PBSA(加工温度120℃)、PP(加工温度230℃)に竹繊維を10%添加したものについて調べた。その結果、いずれの樹脂についても繊維は良好な分散状態にあるが、PLA樹脂の場合と同様に繊維長が短くなっているのが確認された。

3. 4 竹繊維と不飽和ポリエステル樹脂(UP樹脂)との複合化 熱可塑性樹脂との複合においては、竹繊維は混練工程で短く切断される。そこで混練工程を要しないUP樹脂との複合化を試みた。複合化は、ワタ状の竹繊維と硬化剤を添加した液状のUP樹脂を常温で混ぜ合わせ、これを型に注入する方法と、不織布(紙)とした竹繊維を硬化剤添加のUP樹脂で含浸し、これを積層する方法で行った。前者では繊維の分散状態に若干の斑を生じたが、いずれの方法でも樹脂と繊維との相溶性は良く、樹脂中の竹繊維には

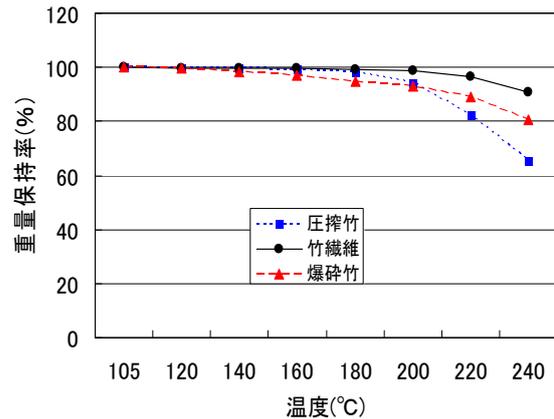


図1. 竹素材の耐熱性



図2. ポリ乳酸樹脂中の竹繊維

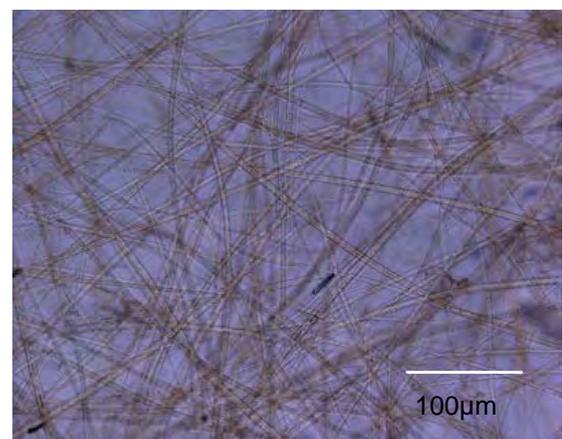


図3. 不飽和ポリエステル樹脂中の竹繊維

切断が見られない。また、アスペクト比が100以上でしかも直線形状に配置しているという、FRP用の繊維としては望ましい形状となっていた。

竹繊維とUP樹脂を積層法で複合化した素材の引張強さの測定結果を図4に示す。引張強さは、繊維の添加により増加が認められ、また、図5に示すように、曲げ応力も増すことが分かった。

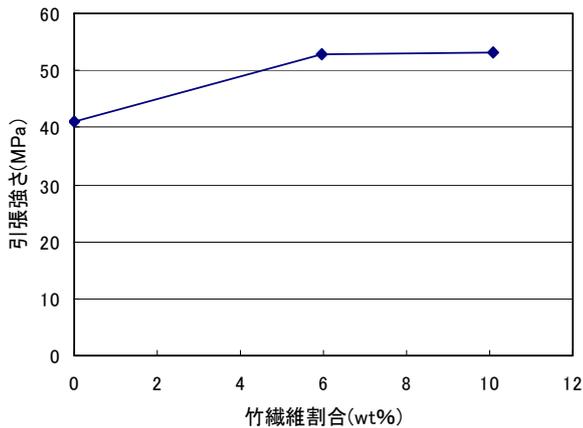


図4. 竹繊維と複合化したUP樹脂の引張強さ

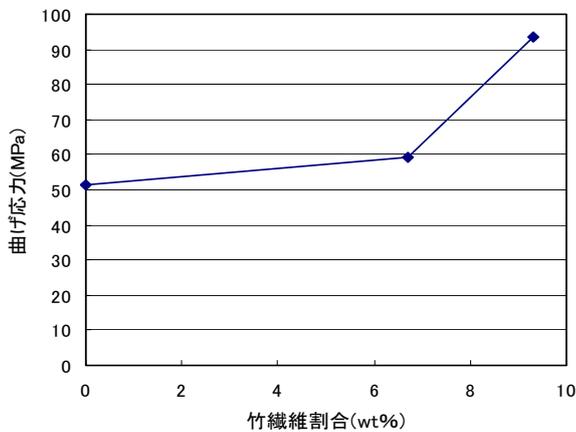


図5. 竹繊維と複合化したUP樹脂の曲げ応力

3.5 竹繊維束と不飽和ポリエステル樹脂との複合化

竹繊維束とUP樹脂との複合化を検討してみた。比較のため、タルク、柔細胞、ガラス不織布についても検討を行った。竹繊維束は、長さ方向に並べた後にUP樹脂を流し込み、厚さ2ミリの板状に成型した。タルクと柔細胞は樹脂中に混和し、ガラス不織布は樹脂を含浸させた後に試験片に成型した。図6に示すように、複合素材の曲げ応力は、いずれの添加物(添加量は重量比を示す)でも増大するが、竹繊維とガラス繊維で著しく、タルク、柔細胞では僅かであった。また、曲げ応力測定時に、無添加の樹脂と、タルク、柔細胞を添加した樹脂では試験片の破断が生じるのに対して、繊維束、ガラス繊維を添加した樹脂は破断を生じないことから、強靱さが増していると考えられる。

3.6 竹を用いたFRP素材の耐水性

竹を用いたFRPの耐水性について検討してみた。素材は、竹単繊維(混練、積層)、竹繊維束を用い、UP樹脂と組み合わせて複合素材とし、ノニオン界面活性剤を0.5%添加した60℃の水中に5時間放置後乾燥した。その結果、いずれも、ペレット表層部の繊維に白化が認められた。これは、ペレット表面に露出した繊維から水が内部に浸透し、繊維が膨潤することに

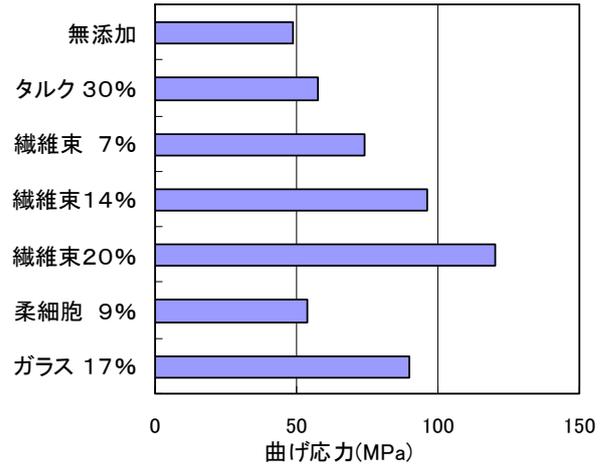


図6. 竹繊維束とUP樹脂の複合化の効果

よって繊維と樹脂との接着面に剥離を生じたもので、ケナフ、ヘンプ等の植物素材に共通した現象と考えられる。特に表面に柔細胞が残った繊維束では白化が著しく、水の浸透は柔細胞で大きいことが分かる。この結果から、吸水・吸湿性の高い竹繊維を用いたFRPは水に濡れる用途には不適と考えられるが、繊維が樹脂表面に露出しないように成型したものではこの現象は見られないことから、耐水性を要する用途には、この点に留意して使用する必要がある。

3.7 柔細胞のフィラーとしての利用

柔細胞をUP樹脂とPP樹脂に添加した複合素材を作成した。柔細胞は中央部に大きな空隙を持ち、見掛け比重は約0.24g/cm³と軽い素材であることから、細胞内部の空隙が樹脂内で維持されるなら、柔細胞添加によって複合樹脂の比重は軽くなると考えられる。PP樹脂と複合したものは顕微鏡観察によれば中空部が維持されており、不透明で軽い複合素材となっている。これに対して、33%の柔細胞を添加したUP樹脂の比重は1.2であり、これは無添加の樹脂と変わっていない。また、複合化樹脂には透明感があることなどからUP樹脂は柔細胞内部の空隙まで浸透していると考えられる。柔細胞を9%添加したUP樹脂は、図7に示すように、引張強さは低下し曲げ応力はやや増加する。

3.8 柔細胞のプリント剤として利用

柔細胞組織は直径が約50μmの粒子状であることから、これをプリント用の色剤に応用してみた。スクリーンプリントでは目詰まりの原因となるため、ステンシルと切り型を用いてプリントを行い、150℃で3分ベーキングを行った。使用したプリント糊の組成を表2に示す。柔細胞はセルロースからできているため、染色は容易である。図8は直接染料で染色ー湯洗ー水洗ーフィックス処理の条件で染色したものと、柔細胞そのままの色の2色を顔料としてプリントしたものである。柔細胞を用いたプリント品は、プリント層が厚く摩擦によって剥がれやすいため、適切なバインダーの選定や、摩擦を受けにくい用途への使用等が重要となる。

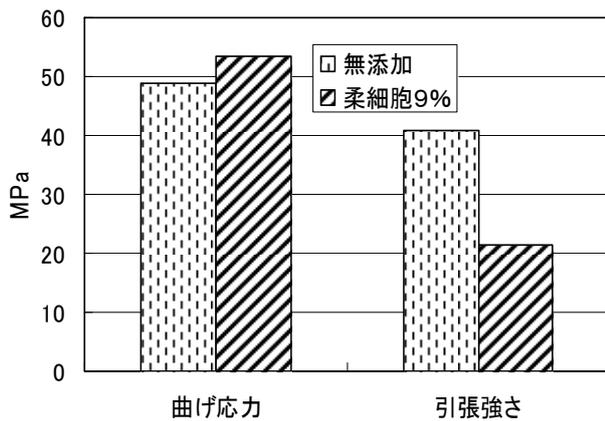


図7. 柔細胞を添加したUP樹脂の性能

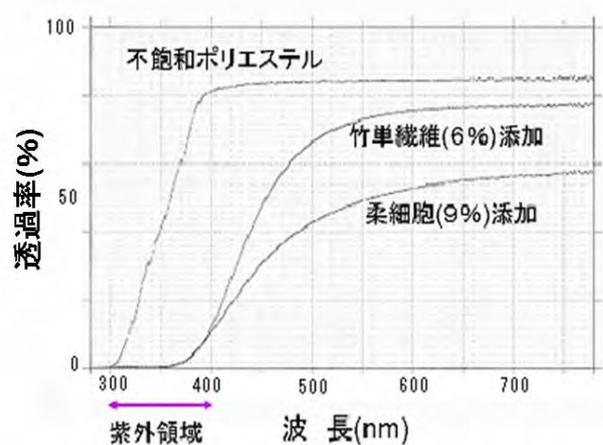


図9. 複合素材の紫外線遮蔽作用

表2. 捺染糊の処方

| | |
|--------|------|
| レジューサー | 74部 |
| バインダー | 10部 |
| 柔細胞 | 15部 |
| 架橋剤 | 1部 |
| 合計 | 100部 |



図8. 柔細胞の捺染用色剤としての利用

4. まとめ

竹からは、繊維束、単繊維、柔細胞の3種の素材が得られた。いずれも特徴があり、樹脂との複合化においては良好な相溶性を示す。熱可塑性樹脂との複合化においては混練による繊維長の低下が生じるが、不飽和ポリエステル樹脂との複合においては、繊維長の低下は認められず、竹繊維の性能が充分に発揮されると考えられる。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月5日再受付)

文 献

- (1) 池田善光, 小柴多佳子, 吉田弥生, 宮本 香, 富永真理子: 「竹繊維の鑑別と消費性能」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, 第1号 pp.10-13 (2006)
- (2) 森本正和: 「環境の21世紀に生きる非木材資源」 ユニ出版有限公司, pp207 (1999)

3.9 竹を用いた複合素材の紫外線遮蔽性能 竹単繊維および柔細胞を添加したUP樹脂の紫外線遮蔽性能を調べた。試料として、①UP樹脂 ②竹単繊維6%添加UP樹脂 ③柔細胞9%添加UP樹脂の3種の樹脂を厚さ約1mmの板状にして、280~780nm間の光の透過率を測定した。その結果、図9のように、竹単繊維、柔細胞を添加したUP樹脂は紫外領域での光の吸収が大きく、280~400nmの紫外線遮蔽率は、UP樹脂単体では65%であったものが、竹単繊維、柔細胞を添加したものでは98%と大きく向上していた。

論文

ゼロ・エミッション化に向けた減量加工系の開発

山本 清志* 藤田 茂*

Preparation of Bicomponent Fibers for Achieving Zero-emissions in Weight-reducing Treatments

Kiyoshi Yamamoto*, Shigeru Fujita*

Synthetic fibers consisting of polyester and block copolymer were prepared to achieve zero emissions in weight-reducing treatment of polyester fabrics. Since styrene-ethylene/propylene-styrene block copolymer is soluble in d-limonene, which is used for recycling of polystyrene foam, a high-flow type of the block copolymer was used as a removable component in the fibers. Melt spinning of polymer blend fibers consisting of polyester and the block copolymer was not viable at an appropriate volume ratio of the two polymers due to the lack of spinnability, while high-speed melt spinning of bicomponent fibers consisting of the same components was achievable. Birefringence and density of the polyester component in the bicomponent fibers increased with increasing take-up velocity, and shrinkage of the fibers drastically decreased at a take-up velocity of 5 km/min.

キーワード：減量加工、リモネン、ブロックポリマー、複合繊維、高速紡糸

Keywords : Weight-reducing treatment, Limonene, Block copolymer, Bicomponent fibers, High-speed melt spinning

1. はじめに

付加価値の高いポリエステル繊維製品、特に新合繊等の製造において、生地に対してアルカリ減量加工を施すことがあるが、この工程ではポリエステル繊維の分解廃液が発生するため、環境への負荷が懸念されている（図1参照）。

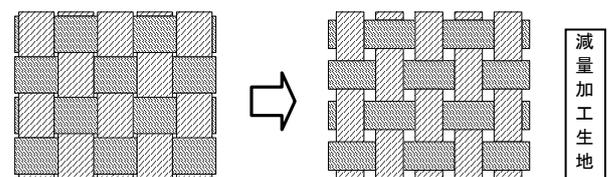
一方、別の減量加工方法として、予めポリエステルと他種ポリマーから成る繊維を製造し、生地にした後に特定の溶剤によって他種ポリマー成分のみを選択的に溶解除去する手法がある。代表的な繊維形態としては、ポリマーブレンド繊維や芯鞘型複合繊維等を挙げることができ、この時に除去したポリマーと溶剤を分離するプロセスを組み込むことによって、減量加工工程のゼロ・エミッション化が可能になる（図2参照）。

本研究では近年発泡スチロールで実用化された「リモネンリサイクル」⁽¹⁾の適用を視野に入れ、リモネンに溶解するポリマーとポリエステルの2成分からなる繊維の開発を進めることによって、減量加工工程のゼロ・エミッション化に向けた取り組みを行う。

2. 実験

2.1 原料 繊維用原料としてポリエチレンテレフタレート（PET）[ユニチカ（株）製 MA-2103（固有粘度：0.68）]、溶解除去用原料としてポリスチレン（PS）[PS ジャパン（株）製 HH203（高強度）、679（良流動）] およびスチレンー（エ

*八王子支所



(熱アルカリ水溶液での処理)



図1. ポリエステル繊維のアルカリ減量加工
(上図) 生地の減量化 (下図) フィラメントの減量化

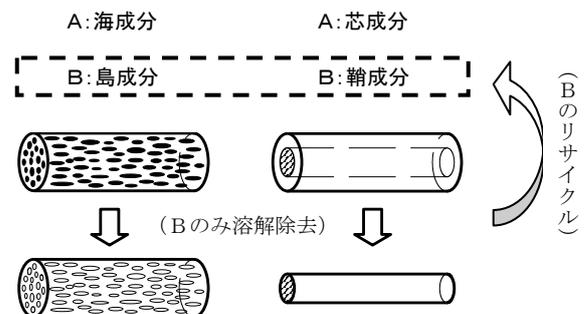


図2. 溶解除去方法によるゼロ・エミッション化
(左図) ポリマーブレンド繊維 (右図) 芯鞘複合繊維

チレン/プロピレン) スチレンブロック共重合体 (SEPS) [(株) クラレ製セプトン 2002] を用いた。PS はポリマーブレンドの曳糸性評価に高強度タイプの HH203 を用い、複合紡糸には良流動タイプの 679 を用いた。

PS は平均分子量に依らず曳糸性は良好であるが、SEPS は熱可塑性エラストマーとしての用途が一般的であり、市販されているグレードの多くは曳糸性が悪い。SEPS の曳糸性を良好にするには、スチレンブロックとエチレン/プロピレン共重合体ブロックそれぞれのドメインが消失し、無秩序状態となる温度まで上げる必要がある。実験で使用した SEPS は、予備実験にて約 290℃ で曳糸性が良好になることを確認した。

2. 2 曳糸性評価 ポリマーブレンドの試作と曳糸性のスクリーニングを行うため、スクリュー径 30 mm の 2 軸押出装置 [(株) 池貝 PCM-30] を使用した。熔融ブレンドした樹脂が自然落下する様子を観察し、曳糸性について○、×で判定した (図 3 参照)。

原料の配合比については、アルカリ減量加工での体積減量率が 30 % 程度になることを考慮し、PET が 70 % 程度の領域を中心に定めた。押出条件については、シリンダー温度を最高 295℃ に設定し、原料フィード量を適宜調整した。このときのスクリューは混練部を 2 箇所有する構成とし、回転数を 150 rpm とした。

2. 3 複合紡糸 熔融複合紡糸機と高速巻取機を組み合わせた試験装置 (東工大鞠谷研究室保有) を利用し、芯成分を PET、鞘成分を PS または SEPS とする同心円状の芯鞘複合繊維を試作した (PET/PS または PET/SEPS)。複合ノズルはシングルホールで断面が円形のものを用い、各成分の供給は芯鞘体積比 7/3 で総吐出量を 5 cc/min とした。また PET 単味に相当する繊維を試作するため、固有粘度が約 0.60 の PET 原料を用い、芯鞘同一原料 (体積比 5/5) での複合紡糸を行った (PET/PET)。熔融紡糸におけるシリンダー温度は、PET を処理する場合は最高 275℃、SEPS と PS を処理する場合は最高 240℃ に設定し、芯鞘複合ノズルの温度は 290℃ とした。

2. 4 繊維物性および溶解性評価 複合繊維の熱収縮特性を評価するため、試作したフィラメントを繊維長 120 mm に切断して 94℃ の沸騰水中に 2 分間浸漬し、その後室温にて繊維長 L を測定した。測定はサンプル毎に 5 本以上のフィラメントに対してそれぞれ行い、平均値 La を採用した。沸水収縮率は、式 $\{(120-L_a)/120\} \times 100$ (%) にて算出した。

鞘成分の溶解性を調べるため、試作した複合繊維を 40℃ に保温したリモネン [ヤスハラケミカル (株) D-リモネン] に浸漬し、鞘成分のみがリモネンに溶解すると仮定して、溶解前後の重量変化から複合繊維の体積減少率を算出した。このとき PET、PS、SEPS の密度をそれぞれ 1.38、1.05、0.91 g/cm³ とした。

鞘成分を除去した複合繊維と、PET/PET の屈折率を干涉顕微鏡 (東工大鞠谷研究室保有) で測定し、複屈折と密度

を算出した。繊維密度は、屈折率から求めたローレンツ密度に係数 4.049 g/cm³ を乗じて求めた⁽²⁾。

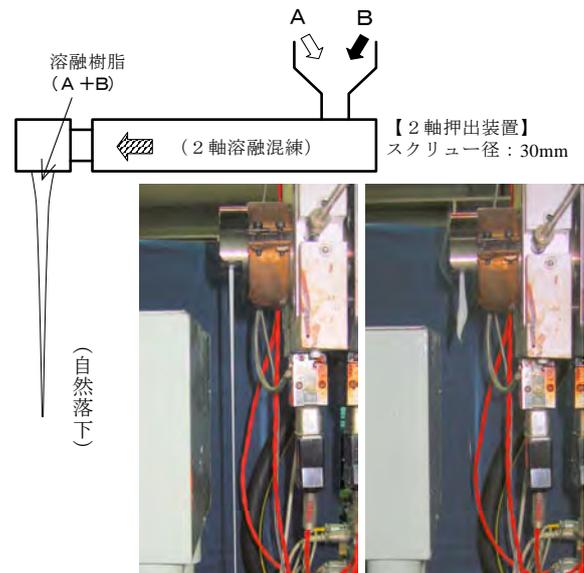


図 3. ポリマーブレンドの曳糸性評価
(写真左) 曳糸性良好 (○) (写真右) 曳糸性不良 (×)

3. 結果および考察

3. 1 ポリマーブレンドの曳糸性 繊維用原料の PET と、リモネンで溶解除去予定の原料である PS または SEPS を 2 軸押出機によって熔融ブレンドし、曳糸性評価を行った。各配合比での評価結果を表 1 に示す。PET と PS の 2 成分ブレンドでは、PET/PS 体積比が 88/12 である時のみ曳糸性良好であったが、これより PS の体積分率が増加すると極端に悪化する結果となった。

PET と SEPS の 2 成分の場合は、PET/SEPS 体積比が 86/14 と 51/49 で曳糸性良好であり、73/27 と 62/38 で悪化する結果が得られた。PET/PS と同様に PET 体積分率の増加によって曳糸性は悪化するものの、SEPS 体積分率が 50 % 近くで曳糸性が再び良好に転じる点に違いがみられる。

PET/PS/SEPS 体積比が 65/24/11 である 3 成分ブレンドは、SEPS を相容化剤として利用したものであるが、曳糸性の改善には至らない結果であった。

以上の結果により、海島タイプのポリマーブレンド繊維が製造可能となるのは、PET が体積分率で約 90 % 以上、つまり減量率では 10 % 未満の場合に限定される。溶解成分に SEPS を利用すれば PET 体積分率が 50 % 以上で繊維化できるが、この場合は PET 成分が島を形成し、SEPS 溶解後は PET 短繊維の集合体が残留すると予想され、多孔質の PET 繊維にはならない。減量加工原糸には 30 % 程度の体積減少率を要求されるため、PET/PS、PET/SEPS いずれの組み合わせにおいても所望の体積比で曳糸性が良好となるポリマーブレンドを作製するのは極めて難しいと考えられる。

表1. ポリマーブレンドの曳糸性評価結果

| PET vol% | PS vol% | SEPS vol% | 樹脂温度 °C | 曳糸性 |
|-------------|------------|--------------|------------|-----|
| 44 | 56 | - | 266 | × |
| 54 | 46 | - | 266 | × |
| 65 | 35 | - | 266 | × |
| 76 | 24 | - | 266 | × |
| 88 | 12 | - | 266 | ○ |
| 51 | - | 49 | 295 | ○ |
| 62 | - | 38 | 295 | × |
| 73 | - | 27 | 295 | × |
| 86 | - | 14 | 295 | ○ |
| 65 | 24 | 11 | 295 | × |

3. 2 芯鞘複合繊維化 ポリマーブレンドの場合とは異なり、芯鞘複合紡糸では各成分単独での曳糸性が良好であれば、芯鞘比率を問わず繊維化できるはずである。PET/SEPS、PET/PS それぞれの組合せにて PET を芯とする芯鞘複合紡糸を行った際の巻取速度に対する PET 成分の複屈折変化を図4に示す。比較としてPET/PETの結果も併せて示す。いずれの組み合わせの複合紡糸においても 7 km/min で巻き取ることができたが、同一巻取速度において PET/PS 中の PET は常に PET/PET よりも著しく低い複屈折となり、一方の PET/SEPS 中の PET は 7 km/min 未満で PET/PET よりも高い複屈折を示している。PET と他種のポリマーとの複合繊維を溶融紡糸する場合は、各成分間の固化温度の違いがそれぞれの繊維構造形成に大きな影響を及ぼすことが報告され、そのメカニズムも解明されている⁽³⁾。

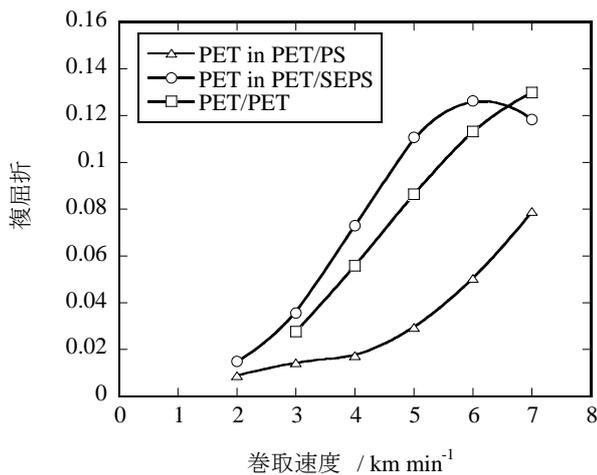


図4. 複合繊維中 PET 成分の複屈折変化

溶融紡糸におけるポリマー原料の固化温度は、ガラス転移温度 Tg と溶融粘度の活性化エネルギー（温度依存性）ΔE によって決定される。PS と PET に加え、ポリプロピレン（PP）とポリエチレン（PE）の Tg と ΔE の引用値を表2に示す。PS のような非晶性ポリマーの固化はガラス転移によ

って起きるが、結晶性ポリマーは結晶化によって固化するため、紡糸条件によって固化温度が変わる。そのため Tg だけではなく溶融粘度の温度依存性を示す ΔE にも注目する必要がある。表2に示した各ポリマーの固化温度についていえば、PS が最も高く、次に PET が続き、PP や PE はさらに低くなり、この順位は 7 km/min 以下の巻取速度で変わることはない⁽³⁾。

表2. 主要ポリマーの Tg と ΔE⁽³⁾

| | Tg (°C) | ΔE (kJ/mol) |
|-----|---------|-------------|
| PS | 100 | 79~100 |
| PET | 70 | 27~44 |
| PP | -20 | 14~27 |
| PE | -70 | 31 |

Tg: ガラス転移温度、ΔE: 溶融粘度の活性化エネルギー

PS は PET に対して相対的に固化温度が高いため、PET/PS の複合紡糸線においては、先に固化した PS 成分に応力が集中し、一方の PET 成分では配向緩和が生じて PET 単独紡糸の場合よりも複屈折が低下する。逆に PP や PE のようなオレフィン系ポリマーは PET よりも固化温度が低いため、先に固化した PET 成分に応力が集中し、その結果 PET 単独紡糸の場合よりも高い複屈折になる⁽³⁾。SEPS は、PET よりも固化温度が高いスチレンブロックと、固化温度の低いオレフィンブロックによって構成されているため、各ブロックの比率によっては固化温度が PET よりも低くなると考えられる。図4に示された、PET/SEPS 中の PET の複屈折が PET/PET よりも高くなる結果によれば、実験で用いた SEPS の固化温度が PET よりも低いと推定できる。

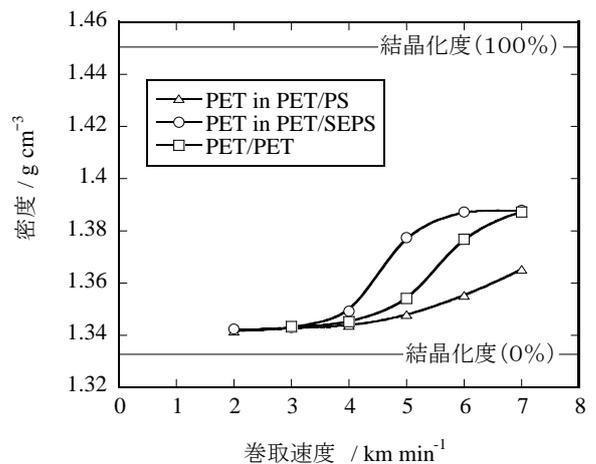


図5. 複合繊維中 PET 成分の密度変化

図5に複合繊維 PET 成分の巻取速度に対する密度変化を示す。密度から結晶化度を推定できるが、ここでも PET/PS 中の PET は、同一速度で巻き取った PET/PET よりも結晶化

度が低く、これに対して PET/SEPS 中の PET は PET/PET よりも高い結晶化度になっていることがわかる。

図 4 と図 5 の結果から、PET/SEPS 中の PET は、PET 単独の場合よりも低い巻取速度で配向結晶化して繊維構造を形成していることがわかるが、これは熔融複合紡糸における SEPS 成分の固化温度が PET 成分よりも低いため、PET 成分に応力が集中し、それによって繊維構造形成が促進したと考えられる。

減量加工においては繊維の寸法安定性が重要となる。図 1 のように繊維径が減少して生地適切な隙間が発生するが、後加工で繊維自体が収縮すると隙間が再び消失し、風合いの調整が効かなくなる。図 6 に巻取速度に対する各複合繊維の沸水収縮率変化を示す。PET/PS 複合繊維については、巻取速度を上げてても収縮率が数%未満になることは無く、リモネンで PS 成分を溶解除去しても、その後の後加工で生地の寸法が変化し、微妙な風合いを制御するのが難しくなることが予想される。一方、PET/SEPS 複合繊維は、巻取速度 5 km/min 以上で収縮率が急激に低下し、ほぼ縮まない繊維となるため、高速紡糸で製造することによって減量加工用として適切な原糸になり得る。

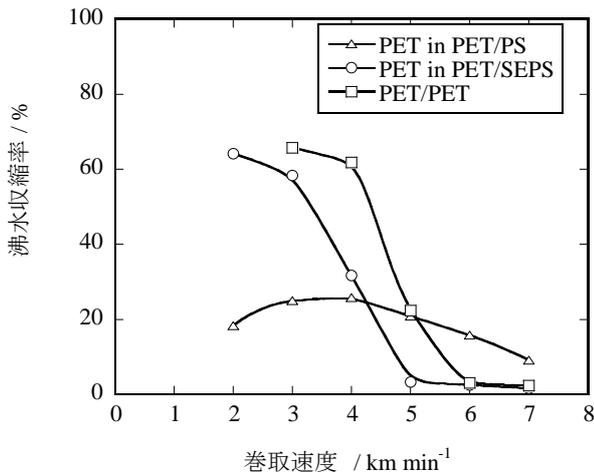


図 6. 複合繊維の沸水収縮率変化

巻取速度 6 km/min で試作した複合繊維 PET/PS と PET/SEPS を、40℃に保温したリモネンに浸漬した際の繊維体積減少率を図 7 に示す。複合化した PS 成分または SEPS 成分の繊維中体積分率は 30%であり、それぞれ 15 分浸漬することによってほぼ完全に除去できることがわかる。リモネンに対する溶解速度については、エチレン/プロピレン共重合体ブロックを有する分だけ SEPS の方が PS よりも遅くなることが予想されるが、PS との違いはほとんど見受けられない結果となった。

図 8 に巻取速度 6 km/min で試作した複合繊維 PET/SEPS を 40℃のリモネンに 15 分浸漬する前後の繊維側面写真を示す。浸漬前後の直径変化から、繊維が縮まずに体積減少していることを確認できる。

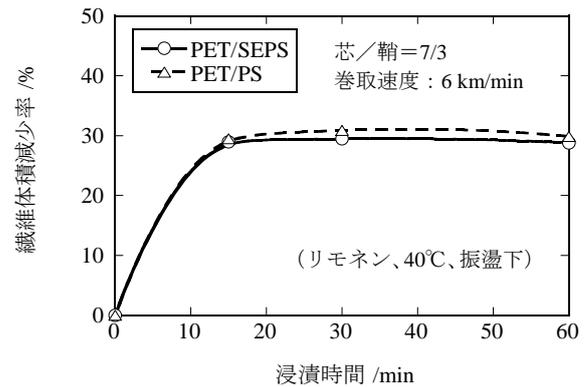


図 7. リモネンによる複合繊維軸成分の溶解性

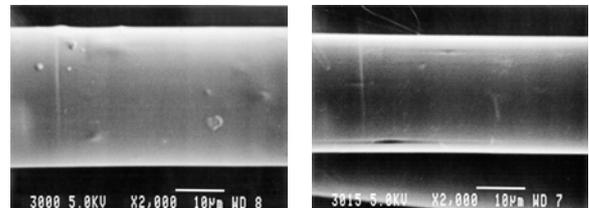


図 8. 溶解前後のフィラメント径変化
PET/SEPS (芯/鞘=7/3)、巻取速度：6 km/min
リモネン 40℃、15 min
(写真左) 溶解前直径：28.9 μm (写真右) 溶解後：24.5 μm

4. まとめ

ポリエステル繊維アルカリ減量加工の代替手段として、複合繊維の 1 成分をリモネンで溶解除去し、除去成分を同一用途にリサイクルする減量加工方法について検討した。PET/SEPS 芯鞘複合繊維を高速紡糸で製造することによって寸法安定性の高い繊維が得られ、減量加工工程におけるゼロ・エミッション化の実現可能性を見出した。

本研究は、東京工業大学有機高分子物質専攻鞆谷研究室と連携して行ったものである。

(平成 20 年 7 月 4 日受付, 平成 20 年 8 月 8 日再受付)

文 献

- (1) 渡辺春夫：「家電業界の環境負荷低減への取り組み」、資源と素材, Vol. 117, No. 9, pp. 697-701(2001)
- (2) J. Shimizu and T. Kikutani, "Polyester 50 years of Achievement, Ed. J. Hearle", p.166 (1993)
- (3) 鞆谷雄士, 有川禎昭, 高久 明, 奥居徳昌：「芯鞘型複合繊維の高速紡糸における繊維構造形成」、繊維学会誌, Vol. 51, No. 9, pp. 408-415 (1995)

論文

直接操作型ピンディスプレイを実現する力覚センサの開発

島田 茂伸^{*1)} 篠原 正美^{*2)} 清水 豊^{*3)} 下条 誠^{*3)}

Development of Force Sensor Achieving Direct Manipulation Pin Display

Shigenobu Shimada^{*1)}, Masami Shinohara^{*2)}, Yutaka Shimizu^{*3)}, Makoto Shimojo^{*3)}

A basic device combining a tactile display function and a touch position/force direction sensing function is proposed. The first trial device consists of two major components, a tactile graphic display and a 6-axis force/torque sensor. The proposed device is substituted for the mouse functions of clicking and scrolling, and it provides fundamental GUI operations. From the knowledge acquired from the first trial device, we developed new tactile input/output device which focused on enlargement of tactile presentation area, improvement in position detection accuracy, and improvement in ease of movement. In this paper, we explain the structure of the device, and development of a 3-axis force sensor. Since the new position detection principle accompanies the change of the device mechanism, we also illustrate the position detection method.

キーワード：ピンディスプレイ, 指位置推定, 力覚センサ, マン-マシンインタフェース

Keywords: Pin Display, Estimation of Finger locus, Force Sensor, Man-Machine Interface

1. はじめに

近年, 盛んに研究が行われている触覚ディスプレイには, 健常者に作業性向上や仮想現実感を提供するものや⁽¹⁾, 障害者の職業支援や生活支援を行う感覚代行装置がある⁽²⁾。特に後者の中で, 重度視覚障害者を支援する視覚代行装置は古くから研究開発がなされている。視覚代行装置として実用化された触覚ディスプレイとしては読書を目的とするオプタコン (OPTACON)⁽³⁾ が有名であるが, 近年のOCR (Optical Character Reader) 技術と音声合成技術の普及から, 現在は画面読み上げソフトウェアに代替されている。しかし触覚機器は重度視覚障害者にとって無用にはなっておらず, たとえば我々の生活や就業にとって当たり前の存在となったPC (パソコン) が備えるGUI (Graphical User Interface) は空間的情報の把握と操作をユーザに要求することがあり, こうした場合には画面読み上げソフトウェアでは対応しきれない。そのため, 空間情報を質的・量的により良く扱える手段として, また, より純粋に図形やグラフなどの非言語情報を獲得する手段として触覚機器は大きく期待されている。

触覚機器の先行研究として, Gardnerらは点図プリンタで打ち出した紙の点図をデジタイザ (タブレット) 上に設置してPCと連携させ, 触察する部位ごとに音声フィードバックを出力可能とするシステムを開発し実用化している⁽⁴⁾。しかしハードコピーの点図を利用する限り, 点図を印刷する時間とコストは削減できず, また拡大縮小を行う場合は

それらに対応した点図を都度打ち出す必要があるなど, 動的な利用が難しい問題がある。

そこで本研究では, 動的に書換え可能であるピンディスプレイと六軸力覚センサを組み合わせることで, 視覚障害者の非言語情報獲得や作成を支援する入出力装置を提案する。

ピンディスプレイとはアクチュエータによりピンの上下を制御され, 任意の形状を凹凸の二値形状に変換し触パターンを提示するピンアレイである。ユーザはこの触パターンを手で触ることによって触察し提示されている形状を認知する。ユーザの触察力はピンディスプレイを支持するように配置された六軸力覚センサによって検出されるので, 触察位置を推定計算することが可能である。

例えば, ピンディスプレイとPCを接続しアイコンを凹凸によって提示した場合, ユーザはアイコンを触察し触覚によって形状認知を行う。ピンディスプレイ側では触察位置がわかっていることからその座標をPCに通知すれば素手によるアイコンへの触手ポイントの特定が可能となる。

既に試作機が完成しておりしきい値以上の荷重をクリック, 水平方向分力をスクロールと対応付けることで簡単なGUI操作が可能となることを示した⁽⁵⁾。被験者実験を通して装置の機能や目的に良好な評価を得ているが⁽⁶⁾, 製品化を考慮すると製造コストが高価, 小型軽量化が困難, ピンディスプレイの配置や大画面化に対応できない, 指位置の推定精度が劣る等問題点を有する。本稿では製品化を念頭に本装置の安価, 小型軽量化, 高精度化を目的として六軸力覚センサにかわる新センシング方式を提案し, 目的に適合するセンサ形状の設計開発を行った。

^{*1)}デザイングループ

^{*2)}産業技術総合研究所

^{*3)}電気通信大学

2. センサ設計および開発 (1)

2.1 センサの機能選別 触覚入出力装置の試作により

以下の知見が得られた。

- (1) クリックやスクロール機能にはモーメント情報は直接的には必要ない。
- (2) ユーザの触察力は最大でも 4.90 N である。市販の六軸力覚センサは定格 490 N 以上のものがほとんどであり最適な定格を有するセンサが少ない。
- (3) センサのインタフェースは PCI ボードでありデスクトップ PC を使用することから装置の可搬性、小型化を阻害する。

したがって、三軸まわりのモーメントを計測せず三軸方向力だけを検出することで構造を簡便にし、センサ形状の設計開発により本装置を使用する上で最適な定格を設定し、センサアンプの設計開発によって装置への組込みを考慮した力覚センサの開発を行う。

2.2 接触位置検出原理 三軸方向力による接触位置検出原理を図 1 に示す。接触点 $P_c(x_c, y_c)$ に力 f が働くと各センサには (f_x, f_y, f_z) が作用する。接触提示面は回転しないので接触位置まわりのモーメントは零となり以下の (1) 式が成り立つ。

$$(x_c, y_c) = \left(\frac{\sum_{i=1}^n x_i \times f_{iz}}{\sum_{i=1}^n f_{iz}}, \frac{\sum_{i=1}^n y_i \times f_{iz}}{\sum_{i=1}^n f_{iz}} \right) \quad (1)$$

次にセンサの校正方法を以下のように定義する。

$$c_1 V_1 + c_2 V_2 + c_3 V_3 = W \quad (2)$$

ここで c_i ($i=1, 2, 3$) は最小二乗法から求めた校正係数、 V はセンサの出力電圧、 W は校正に使用する荷重である。(2) 式を用いて (1) 式を書き直し以下を得る。

$$x_c = \frac{c_1 V_1 x_1 + c_2 V_2 x_2 + c_3 V_3 x_3}{c_1 V_1 + c_2 V_2 + c_3 V_3} \quad (3)$$

$$y_c = \frac{c_1 V_1 y_1 + c_2 V_2 y_2 + c_3 V_3 y_3}{c_1 V_1 + c_2 V_2 + c_3 V_3} \quad (4)$$

各センサにおいて各水平方向分力を計測すれば (5) 式のようにその合力が水平方向分力となる。

$$f_x = \sum_{i=1}^n f_{ix}, f_y = \sum_{i=1}^n f_{iy} \quad (5)$$

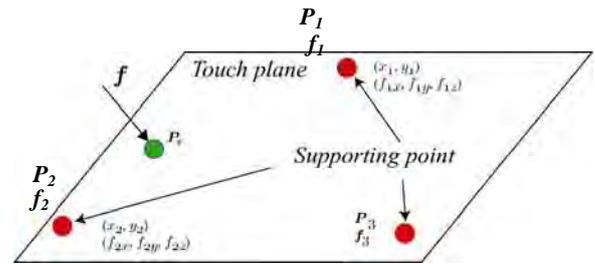


図 1. 接触位置検出原理

2.3 センサ設計 接触位置検出原理を必要十分とするためには、各センサが f_x, f_y, f_z 軸方向への力を検出する必要がある。ここではピンディスプレイを三点で支持し、各支持点を三軸センサ化することを考える。荷重を検出するセンサ形状は任意方向の力を各垂直軸成分に分離して検出できる平行平板構造を用いた。こうすることで各軸の出力値を非干渉にできる。また、ピンディスプレイとセンサをボルトで締結すると不静定な構造物となるため締結部にボールジョイントを使用し静定問題に帰着させている。

2.3.1 三軸梁型センサ 図 2 は三軸の荷重検出を梁型として設計を行った力覚センサの三次元モデルである。垂直方向分力 (f_z 軸) と水平方向分力の一軸 (f_y 軸) は梁の曲げ応力により力を検出する。水平方向分力の他の一軸 (f_x 軸) は梁の引張圧縮応力により力を検出する構造とした。CAE による解析結果を図 3 に示す。 f_z 軸では垂直方向を検出する部位だけが変化しており、水平方向荷重を検出する部位はほとんど変化しない。つまり、他軸に対して非干渉であることを表しており、良好な荷重検出が可能であると考えられる。一方、水平方向荷重の一軸 (f_x 軸) では梁全体が変形していることがわかる。このことは荷重時の軸間干渉を示しており、水平方向分力が荷重された場合には f_z 軸と f_y 軸が正しく検出できない。垂直方向分力の誤差は (1) 式の接触位置推定計算に直接影響し荷重点と推定点とのずれとなることから改良の必要がある。 f_x 軸一軸だけを引張圧縮応力検出としたことに起因していることから曲げ応力型に変更することで解消できると考えられる。なお、当該形状は試作を行い、おもりの用いた荷重実験を通して実証しており CAE の計算結果とほぼ同等の干渉状況が再現されている。また、図 1 のセンサ構造体を製作し (1) 式による位置推定計算により荷重点と推定位置にずれが生じることを確認している。



図 2. 三軸梁型センサ

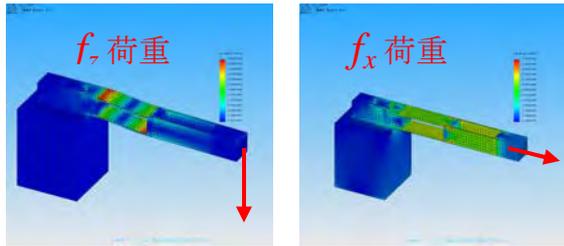


図3. CAEによる解析結果

2. 3. 2 三軸曲げ型センサ 三軸梁型センサの問題点から三軸方向の各方向荷重を曲げ応力によって検出するセンサ構造の設計を行った。三次元モデルを図4に示す。CAEによるセンサ特性シミュレーションでは多軸間に荷重を負荷させたときの軸間干渉を調査した。 f_z 軸方向に5.88 Nの一定荷重をかけながら, f_x 軸と f_y 軸をそれぞれ0.98~2.94 Nまで変化させたときの f_z 軸起歪部のひずみを計算した。結果を表1にまとめる。荷重条件が変化しても f_z が検出するひずみはほぼ一定である。数値的な差は最大で1.2 μ stであり(1)式を用いた位置推定計算では0.7 mm程度のずれとなり設計要求を満たす。

しかし、3DCAD上で図1に示すセンサ構造体を構築したところ荷重位置と推定位置とにずれを生じることがわかった。推定位置がずれる説明を図5に示す。センサの原点は図中の点線で描かれている。センサは三点あることからこの点線はある平面を規定し、この平面をセンサ平面とする。触覚提示部の荷重点 P から垂線を下ろし、センサ平面との交点を K とする。 P 点と K 点の距離を h とすると K 点まわりに Ph のモーメントが発生する。各センサでは K 点まわりのモーメントに対して反力が発生しその垂直方向成分がセンサ出力に重畳される。モーメントから発生する反力が三つのセンサ出力の割合を変化させ推定位置が水平荷重の方向にずれたと予想できる。

表1. シミュレーション条件および結果

| | f_z (N) | f_x (N) | f_y (N) | f_z のひずみ (μ st) |
|---|-----------|-----------|-----------|------------------------|
| 1 | 5.88 | 0.98 | 0.98 | 45.9 |
| 2 | 5.88 | 0.98 | 1.96 | 46.4 |
| 3 | 5.88 | 0.98 | 2.94 | 47.1 |
| 4 | 5.88 | 1.96 | 0.98 | 46.0 |
| 5 | 5.88 | 2.94 | 0.98 | 46.2 |

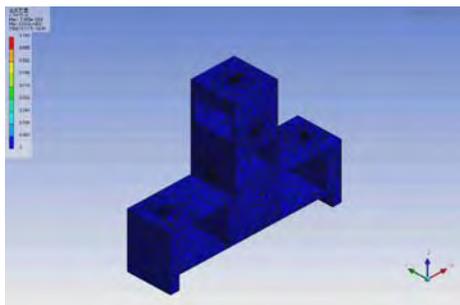


図4. 三軸曲げ型センサ

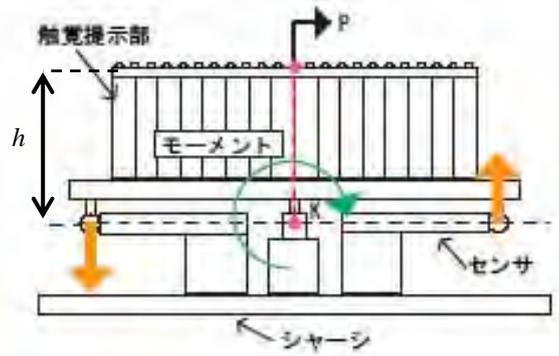


図5. 誤差要因

3. センサ設計および開発 (2)

前節までの考察によりセンサの原点と荷重点とが一致していないことによりモーメントアームが発生し水平方向分力によってモーメントの影響を受けることがわかった。そこで図6に示すようにセンサ原点をピンディスプレイ表面に設定することでモーメントアーム h を消去することを考えた。このときピンディスプレイはセンサによって吊り下げられる形となるため、図4に示すような三軸曲げ型形状を保持するとモーメントアームを生じてしまう軸が必ず存在するため図7に示すような垂直方向分力一軸のみを検出する平行平板型力覚センサを新たに設計した。(1)式に従えば垂直方向分力一軸を検出できれば指位置は推定可能であり本装置の基本機能を継承できる。一軸検出としたことで(5)式の水平方向分力は検出不可能になるが後に説明する新スクロール手法により解決する。

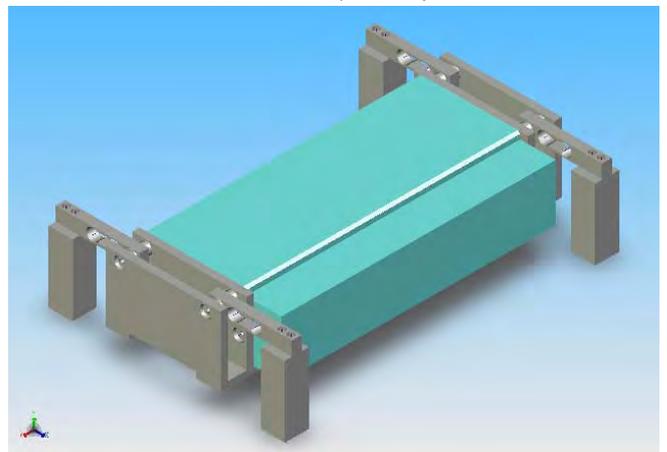


図6. ピンディスプレイ配置

3. 1 一軸力覚センサ

図7に一軸力覚センサの3DCADモデルを示す。センサ構造は起歪部の位置を比較的自由に配置できることから平行平板型とした。起歪部の形状は矩形から二つの円を長方形で結んだダンベル型に変更した。こうすることで起歪部の応力集中は円の曲率に分散して表れることになり、ひずみゲージの貼り付け精度向上が可能である。図8に荷重シミュレーションの結果を示す。図3の起歪部では矩形のエッジ近傍に応

力集中しているのに対して円の曲率に応じて分散するように応力が生じている。シミュレーション条件は荷重 4.90 N で材料は A7075 とした。図中の印をつけた部分がひずみゲージの添付箇所である。 f_z 荷重時には最大のひずみが発生する。一方、 f_x 荷重時にはひずみゲージ添付箇所はほとんど変形していないことがわかる。設計意図通りの結果が得られていると言える。

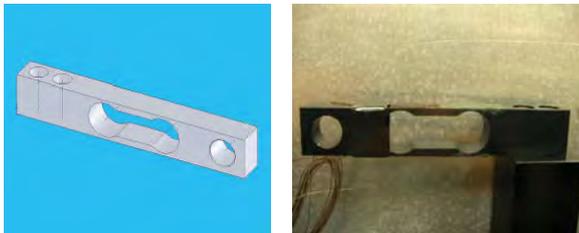


図7. 一軸力覚センサ

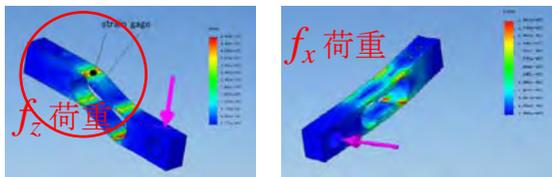


図8. CAE 解析結果

3. 2 新スクロール手法 従前の試作機ではスクロールの実装を水平方向分力に応じて画面を書き換えることで実現していた。設計変更により水平方向分力が検出できないため以下のようなスクロール方式を提案する (図9 参照)。

1. 触察しているオブジェクトを触る
2. スクロールボタンを押す
3. オブジェクトをスクロールさせたい場所まで指をスライドさせる
4. スクロールボタンを離す

スクロールボタンの押下という操作が増えることで両手を使わなければ操作できないことが欠点となるが、一面ではスクロールの開始と終了が明示的に認識できることになりユーザビリティの向上が期待できる。また、従前手法の事例としてスクロール操作を意図していないのに画面がスライドするような問題が存在した。ユーザが触察しているとき、水平力のみをディスプレイ面に与えるのは不可能であり必ず垂直力を伴う。このことはスクロール中に発生する水平力とクリックを目的として与えられた垂直力との弁別が難しいという問題にもつながっていた。本手法ではスクロールボタンの状態が触察を行う通常時のモードとスクロールのモードを明示的に分離するため従前手法の問題点を解決できると考えられる。

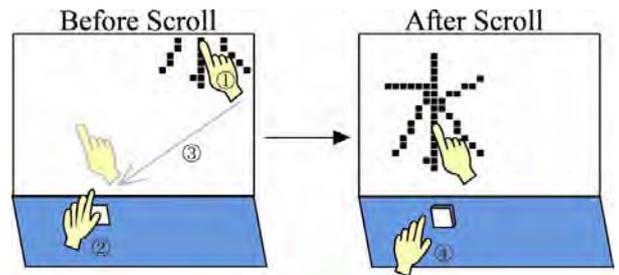


図9. スクロール方式

4. まとめ

触図ディスプレイの画面を手指の力によって直接制御するという新規性に基づいた触覚入出力装置における新たなセンサ構造ならびに当該センサの特長を活かした機能を構築し実現可能性を実験的に確かめた。三種類のセンサ形状を設計し検討を行うことで必要十分な精度と性能を有するセンサ形状が得られた。市販の六軸力覚センサと比較して人の接触力程度の微小な力を精度良く検出することが可能でありながら、80%のコストダウンを実現している。本研究が提案した、触覚入出力装置は医用診断やエンターテインメントデバイス等における触覚提示装置への応用にも役立つものと考えられる。

(平成 20 年 7 月 4 日受付, 平成 20 年 8 月 21 日再受付)

文 献

- (1) G. Burdea: Force and touch feedback for virtual reality; John Wiley and Sons, Chichester, UK, 1996.
- (2) M. Shinohara, Y. Shimizu: Research and Development of Assistive Technology for Persons with Sensory Disabilities in Japan; Technology and Disability, 2(2), pp.22-36, 1993.
- (3) J.C. Bliss, M.H. Katcher, C.H. Rogers, R.P. Shepard: Optical-to-tactile image conversion for the blind; IEEE Transactions on Man-Machine Systems, 11(1), pp.58-65, 1970.
- (4) J. Gardner, V. Bulatov: Scientific Diagrams Made Easy with IVEO; Computers Helping People with Special Needs (ICCHP), Springer, pp.1243-1250, 2006.
- (5) S. Shimada, M. Shinohara, Y. Shimizu, M. Shimojo : Regarding the Accuracy in Horizontal Force Component of Tactile GUI Device, Proceedings of the First International Conference on Sensing Technology (ICST2005), pp. 437-441, 2005.
- (6) 谷井通世, 篠原正美, 下条誠, 島田茂伸, 清水豊 : 重度視覚障害者用ダイレクトマニピュレーション型触覚ディスプレイの操作特性, ヒューマンインターフェースシンポジウム2005, pp.237-240, 2005.

論文

セキュアな組み込みシステムの構築法

入月 康晴* 大原 衛* 坂巻 佳壽美*

An Approach for Improving Security of Embedded Systems

Yasuharu Irizuki*, Mamoru Ohara*, Kazumi Sakamaki*

Embedded systems are indispensable existence for home electronics and all industrial equipment appliances. Recently, rapidly growing numbers of embedded systems are connected to the networks. Thus we must to consider the security of such networked embedded systems. We assume the embedded system is constructed with an FPGA (Field Programmable Gate Array), which is a rewritable integrated circuit chip. We propose effective techniques for the improvement of security and safety, based on study results of an embedded system that uses an existing FPGA. Based on existing study results for improved embedded system security, it was thought that two aspects were required: improved information privacy, and prevention of system malfunctioning. Techniques were examined for preventing system malfunction and improved information secrecy. We set four problems, and did development produced a demonstration machine for trial purposes.

キーワード: 組み込みシステム, セキュリティ, FPGA, JTAG, バウンダリスキャンテスト, マルチ CPU システム

Keywords: Embedded systems, Security, FPGA, JTAG, Boundary-Scan Test, Multi-CPU system

1. まえがき

組み込みシステムは家電製品をはじめ産業用機器等に欠かれない存在となっており, 近年ネットワークに接続される組み込み機器が急速に増加している。また, コンピュータソフトウェアメーカー同様, 組み込み機器メーカーもネットワークを介した攻撃による機器のトラブルにより, 製造物責任法(PL法)の観点から責任を問われる可能性も出てきている。そこで組み込みシステムの製品開発においては, 安心・安全性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。

本研究は, 書き換え可能な IC チップである FPGA (Field Programmable Gate Array)を用いた組み込みシステムを対象とするセキュアな組み込みシステムの構築法である。当センターにおけるこれまでの研究成果⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾を踏まえ, 「安心・安全性の確保」と「ネットワークを介した外部からの攻撃に対する防護」などに対する効果的な対策手法を提案・開発することで, セキュリティの向上を図った。組み込みシステムのセキュリティ向上のためには, システムの誤動作の防止と情報の機密性の向上の2つの観点が必要である。

本研究ではこれらの観点に基づき, 4つの具体的課題を提案し, セキュアな組み込みシステムの構築を行い, デモ機の試作を行った。

2. システム構築の方針

2.1 セキュリティ向上のための4手法の位置づけ システムの誤動作は, システム内部への不正アクセス等による要因で引き起こされるものと, プロセッサ外部への出力等の異常による要因で引き起こされるものとが考えられる。そこでシステムの誤動作防止の手法として, プロセッサの内部に施すものと外部に施すものとに分けることを考えた。プロセッサ内部での誤動作防止としては, 未使用アドレスへの不正アクセスの監視手法を提案する。また, プロセッサ外部での誤動作防止としては, JTAG (Joint Test Action Group)を用いて組み込みシステムの入出力に異常がないかを監視する手法を提案する。

情報の機密性の向上についても同様に, システム内部で用いられている知的財産の機密性(作成プログラム, チューニングパラメータ, 内部設定パラメータ)の向上とシステム外部でのネットワークにおける機密性の向上に分けて考える。組み込みシステム内部での機密性の向上手法としては, 暗号化通信のハードウェア化手法および, システム外部においては, リアルタイム OS の一部をハードウェア化することによる通信の自動暗号化, 復号化手法を適用することを提案する。

本研究で取り組んだセキュリティ向上の4手法の位置づけを図1に示す。

図1では, セキュリティ向上のための4手法を FPGA 上を実現することを示しており, ①「誤動作検知機能を持つ

*情報技術グループ

たマイコン」がプロセッサ内部の誤動作防止機能を、②「JTAG 手法による自己監視制御」がプロセッサ外部の誤動作防止機能を、③「リアルタイム OS によるセキュア化」が、システム内部での機密性向上機能を、④「セキュリティ対策」がインターネット等のシステム外部における機密性向上機能を果たしている。

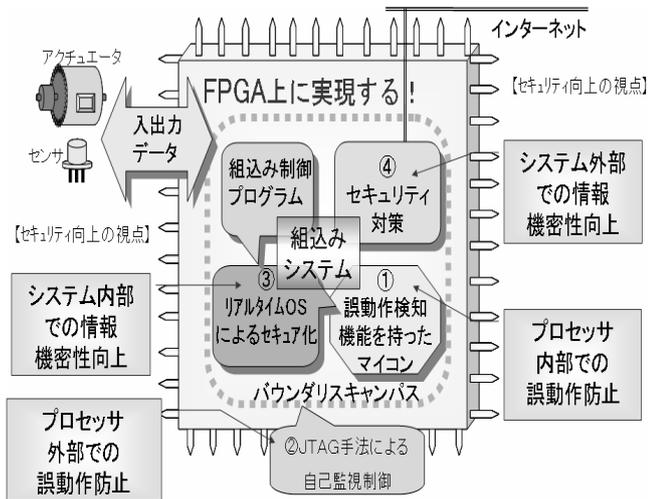


図 1. セキュリティ向上の 4 手法

2.2 JTAG の利用 JTAG (Joint Test Action Group)⁽⁶⁾ とは、IC チップの検査方式の一つであるバウンダリスキャンテストの標準方式を定めた団体のことであり、その規格の通称でもある。バウンダリスキャンテストは、JTAG を用いてプローブテストと同様の挙動確認を行なうことのできるテスト法である。図 2 に示すように、IC チップ内部にバウンダリスキャンセルがあらかじめ配置されている。これらのセルがテストプローブと同様の働きをしており、外部からこれらのセルにテストパターンを入力し、その入力に対して想定される出力に問題が無いかを確認するテスト法である。JTAG 方式のテストシステムは、FPGA のほとんどに内蔵されていて、IC チップ製造時の検査や基板実装後の検査などに利用されている。

スキャンセルは、IC のピンごとに設けられるため、FPGA は非常に多数のスキャンセルを備える。JTAG では、多数のセルを最低限のテスト用ピンで読み書きするために、すべてのスキャンセルは直列に接続され、シフトレジスタとして扱われる。このため、JTAG 方式を用いてすべてのピンの信号値を読み出すためには、セル数分のスキャンクロックをレジスタに入力する必要がある。

JTAG テストには、ノーマルモードとテストモードの二つの動作モードがある。ノーマルモード動作では、バウンダリスキャンセルの存在はデバイスに意識されないため、デバイスは通常動作をする。デバイスのピンを通過するデータを、デバイスの動作に影響を与えないで任意のタイミングで取り込むことができる。また、取り込んだデータは、JTAG コントローラで受け取って JTAG コントローラに接続

されているホストコンピュータで解析し、デバイスの動作状況を観測することができる。テストモード動作は、デバイス内部ロジックを外部と切り離すため、デバイス外部との入出力が本質的にできなくなる。したがってテスト信号だけがバウンダリスキャンセルから与えられることになる。IC チップ製造時の検査や基板実装後の検査などにはこのテストモード動作が主として使われている。

本研究では、CPU 稼働時に JTAG テストのノーマルモードを利用して、内部状態の監視を行うことを提案する。つまり、CPU 稼働時にも FPGA から入出力される信号を、JTAG のバウンダリスキャンセルを経由して読み書きができることを利用している。異常な動作を検知した場合には、バウンダリスキャンセルを活用して FPGA の入出力を停止させることで、システムの強制停止を行い、対応することにした。

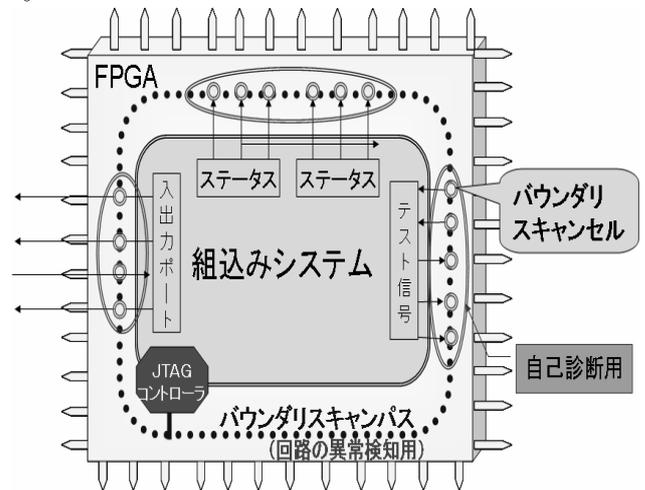


図 2. JTAG のバウンダリスキャンパス

3. 開発手法

① 誤動作検知機能を持ったマイコン

プロセッサ内部の誤動作を検知するために、図 3 に示すように CPU とメモリ、入出力装置等を接続する内部バス上にバス監視モジュールを追加して、内部信号の異常監視を行った。FPGA 上には、組込みシステムのアプリケーション用 CPU と監視用 CPU の 2 つの CPU を載せており、アプリケーション用 CPU 側が問題なく動作しているかを監視用 CPU 側のウォッチドックタイマでチェックしている。異常をバス監視モジュールで検知した場合は、バウンダリスキャンセル経由で監視用 CPU に異常を通知し、アプリケーション用 CPU を停止させる機能を付加した。

未使用アドレスへの不正アクセス検出のチェックとしては、正常動作時はある範囲内のアドレスしかアクセスしないので、未使用アドレスへのアクセスは不正アクセスとなる。未使用アドレスに関するバス監視モジュールを設定し、不正アクセスが検出されたら、バウンダリスキャンセル経由で監視用 CPU に知らせ、アプリケーション

ン用 CPU を停止させる機能を実現する。

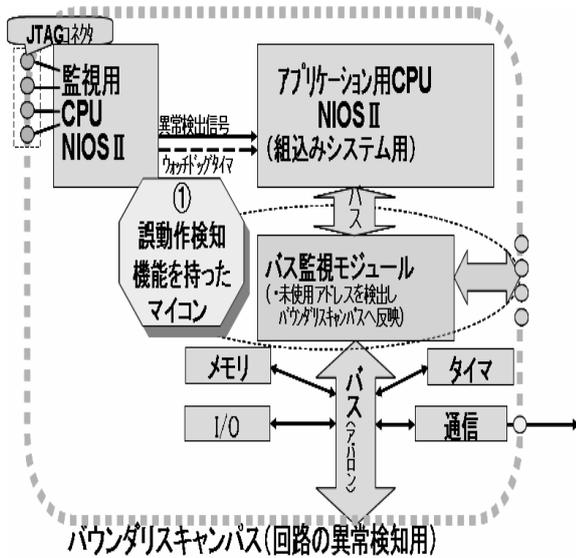


図3. 誤動作検知機能を持ったマイコン

②JTAG 手法による自己監視制御

JTAG 手法による自己監視制御としては、組込みシステムの動作状況の監視にあたり、FPGA 製品検査用の JTAG 手法を用いることを提案する。これは CPU 稼働時に JTAG テストのノーマルモードを利用して、内部状態のリアルタイム監視に用いるものである。CPU 稼働時にも FPGA から入出力される信号を、JTAG のバウンダリスキャンパスを経由して読み書きができることを利用する手法として提案するものである。

プロセッサ内部の誤動作検知機能としては、①のバス監視モジュールを用いて異常を検出し、その後、バウンダリスキャンパス経由で監視用 CPU にて異常を検知し、アプリケーション用 CPU を停止させる。このバウンダリスキャンパス経由で監視用 CPU にて異常を検知する部分に JTAG 手法による自己監視制御を用いている。

③リアルタイム OS のハードウェア化によるセキュア化、および④セキュリティ対策

リアルタイム OS のハードウェア化によるセキュア化としては、システム内部（特に知的財産部分）の機密性向上と、セキュリティ対策としては、インターネット等のシステム外部における機密性向上のための暗号化とハードウェア化について検討した。ネットワーク上の信号を暗号化するには、アメリカ政府の推奨している暗号化規格 AES (Advanced Encryption Standard) で暗号化するモジュールを作成した。また TCP/IP 通信用のシステムのハードウェア化を行った。

命令の流れは、図4で示すように、ユーザープログラムがリアルタイム OS の通信機能のシステムコールを発行し、新規ユーザ定義命令により、実装された暗号化モジュールを操作することで暗号化した信号を送信する。

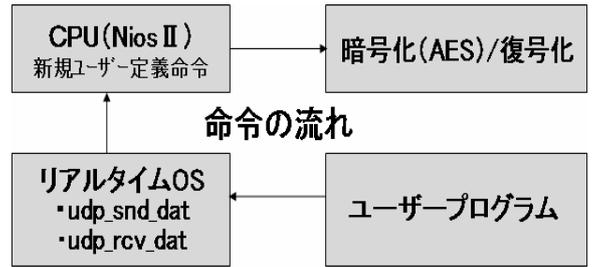


図4. ネットワーク通信命令の流れ

図5は各手法の全体構成を示したもので、バス監視モジュールや入力信号からの異常値を監視用 CPU で検出し、アプリケーション用 CPU をより安全側に停止させることを行っている。

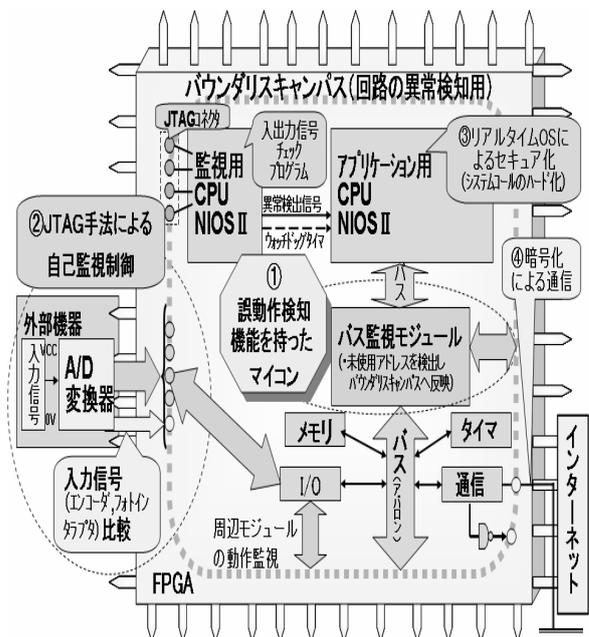


図5. 開発手法の全体構成

4. デモ機の実装

図6にデモ機の概要図を示す。入力装置はRFIDカードを用い、本体はFPGA、出力装置はモータで構成し、データ伝送の状況を、ラインモニターで表示し、暗号化/非暗号化信号を同時に表示する。RFIDカードから暗証番号を暗号化して送信しラインモニターで表示するようにしている。回転LED表示は、常時経過時間を表示するようになっており、RFID側エラースイッチを押すと入力異常が発生し、異常検出すると回転LEDを点灯した状態でモータが停止するようになっている。回転LEDはダイナミック点灯となっているため、モータが停止した際、LED点灯を継続するとLEDが焼き切れる問題がある。そこで、LEDが焼き切れないようにするため、監視用CPUでモータの停止を監視し、モータが停止した場合はLEDを消灯させるようにしている。

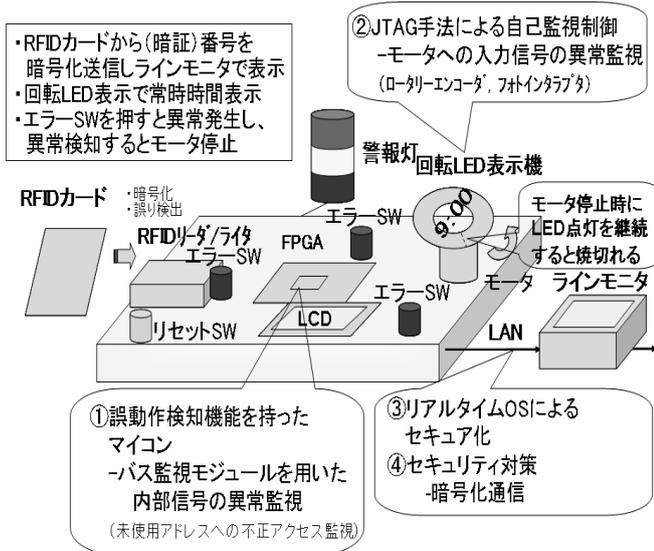


図6. デモ機の概要図

図6の①では、FPGA側エラースイッチを押すと、未使用アドレスへの不正アクセスが発生する。その異常をバス監視モジュールで検知し異常信号を出力する。監視用CPUはバウンダリスキャンパス経由で異常信号を検知し、アプリケーション用CPUを停止し復帰するようになっている。また、検知にかかる時間について実測した。スキャンクロックが0.1MHzでバウンダリスキャンセルが1500程度あるため、おおよそ1回の検知にかかる時間は、17msであった。②では、モータ側エラースイッチを押すと、モータからの入力信号であるロータリエンコーダ値が検出できなくなり、異常信号をバウンダリスキャンパスへ送信する。監視用CPUでバウンダリスキャンパス上の異常を検出することにより、アプリケーション用CPUを停止させるようになっている。また、③、④に関しては、前述のラインモニターで信号を表示し、暗号化/非暗号化信号を同時に表示するデモを行っている。

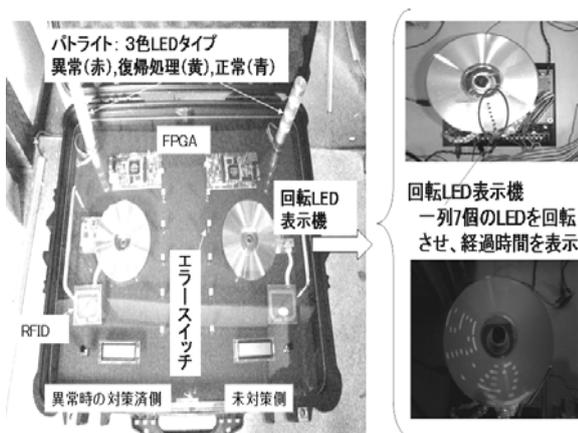


図7. デモ機本体

図7のデモ機本体は、図6の概要図に基づきRFIDリーダライタ、FPGA、モータ、パトライト等で構成し、表面はアクリル板で覆っている。同じシステムを2系統つくり、一方に今回開発した各種手法を施してある。両者の動作を比較することにより、それぞれの手法の有効性を容易に比較できるようになっている。パトライトは3色LEDで、異常時は赤、復帰処理中は黄、正常時は青と、それぞれの状態を色で示すことにより、現在どの状態にあるのかを効果的に示すことができる。回転LED表示機は、一列7個のLEDで構成し、これを回転させることで経過時間を表示するようにしている。

5. まとめ

本研究では、システムのセキュリティ向上の手法として、システムの誤動作の防止と情報の機密性の向上の2つの観点で検討した。その観点に基づき、各手法をデモ機に実装した結果、プロセッサ内部の誤動作検知のための手法とプロセッサ外部の誤動作検知機能としてのJTAGテスト手法を基にリアルタイムで自己監視する手法が確立できた。また、システム外部における情報通信の機密性の向上のため、通信を自動的に暗号化する手法と、システム内部での知的財産の機密性の向上のため、暗号化モジュールを操作するためのシステムコールをハードウェア化して通信する手法が確立できた。

組込みシステムの「安心・安全性の確保」の向上に寄与する手法を開発できた。FPGA製品検査用のJTAGをリアルタイムで自己監視できる手法として確立し、セキュリティの向上に繋がった。FPGA内で2つのCPUを用い、アプリケーション用CPUとは別に監視用CPUを設定することで、監視に対する信頼性の向上に繋がった。また、開発した成果をデモ機として集約し示すことができた。

今後、本手法をベースに「安心・安全性」を確保しながらFPGAを遠隔で再構成できる仕組み作りへの取り組みを行う。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月27日再受付)

文 献

- (1) 武田有志: 制御プログラムからのリアルタイムプロセッサ生成方式, 東京都立産業技術研究所 研究報告 No.8, pp.59-62 (2005)
- (2) 森久直: リアルタイム OS の FPGA による実現, FPGA コンソーシアム 第10回6都市FPGAカンファレンス2007, pp.79-103 (2007)
- (3) 坂巻佳壽美: パターンマッチング回路の高速化とフィルタリング装置への応用, 関東経済産業局平成16・17年度地域新生コンソーシアム研究開発事業性が報告書 (2006)
- (4) 東京都立工業技術センター: 技術ガイド「マイコン応用システムの高信頼化技術」(1996)
- (5) 大原衛: 組込み機器のためのソフトウェアによるスタック破壊攻撃検出法に関する一考察, 20回秋季信頼性シンポジウム, pp.115-2118 (2007)
- (6) 坂巻佳壽美, 「JTAGテストの基礎と応用」CQ出版社, (1998)

論文

X線を用いた食品中の異物混入検査

大平 倫宏^{*1)} 周 洪鈞^{*1)} 坂巻 佳壽美^{*1)}
 上村 久仁男^{*2)} 清水 英明^{*2)} 斉木 秀夫^{*2)}

X-ray Inspection of Foreign Bodies in Foods

Norihiro Ohira^{*1)}, Zhou Hongjun^{*1)}, Kazumi Sakamaki^{*1)}
 Kunio Kamimuura^{*2)}, Hideaki Shimizu^{*2)}, Hideo Saiki^{*2)}

X-ray inspection system of foreign bodies in foods has become necessary for our society in recent years, with the expectation that they could inspect not only metals but also other bodies like glass, rubber, nylon, etc. Calculation algorithms for X-ray inspection of foreign bodies in foods have been reported. In food inspection systems, it is important that inspection is high precision, with high speed that is as fast as conveyor belts.

Using Statistical methods, we construct a higher precision method than usual methods. We focused on Kittler's minimum error thresholding. In the usual Kittler's method, order n-squared calculations are required for distributed calculation, so it is not suitable for high speed food inspection. We find that using approximations of variances in Kittler's method is not too critical for practical use. Using it, we become able to inspect for foreign bodies that were not able to be inspected for so far.

キーワード：異物判定, 高精度, 統計的手法, しきい値選定

Keywords : Detecting foreign bodies, High precision, Statistical methods, Thresholding

1. はじめに

従来、X線センサによるベルトコンベア上の食品パック中の異物の検出において、金属の検出は比較的容易であったがガラス、ゴム、ナイロンなどの検出は困難な状況であった。ここで、「検出が困難であった」というのは、異物検出に計算時間をかければ検出可能な例も存在するが、実際に食品検査ラインで用いられるような毎分50m程度で移動するベルトコンベアの速度に遅れることなく検出可能な例が少ないことを指す。

本研究では、これらの従来では検出困難な微小かつX線透過率の小さな素材についても、検出を可能とするための研究を行った。特に異物判定処理を行うアルゴリズムを改良し、検出精度を向上させることを試みた。その結果、統計的な手法等を用い、さらに速度面での改良を進めることで、ガラス、ゴム、ナイロンなどの従来では検出し難かった異物の検出を行うことが可能なアルゴリズムを開発することができたので、以下に報告する。

2. 開発の背景

2.1 開発対象の概要 本研究で研究対象とするX線センサによるベルトコンベア上の食品パック中の異物検出装

置としては、図1のような装置を想定する。図では左から右に向かって、ベルトコンベアによって検査製品である食品が搬送されているとする。搬送途中で、上部のX線発生部より、X線を発生し、その透過X線画像をベルトコンベア下部のラインセンサカメラによって収集する。収集した画像はコンピュータに送り、検査対象に異物が混入されているか否かの判定計算を行い、異物があると判断された場合は選別アームに情報を送り、異物混入品の生産ラインからの除去を行う。

また、本研究においては、図2のように食品パックに業界標準の異物サンプルを取り付けたものを異物混入品として検査対象とする。良品としては異物サンプルを取り付けていないままの食品パックを検査対象とする。図2の異物サンプルは上から順番にナイロン、ゴム、ガラスであり、最小のサンプルは直径2mmの球となっている。図2の検査対象を図1のようなX線異物検査機に通して得られるX線透過画像は図3のようになる。

^{*1)}情報技術グループ
^{*2)}ニッカ電測株式会社

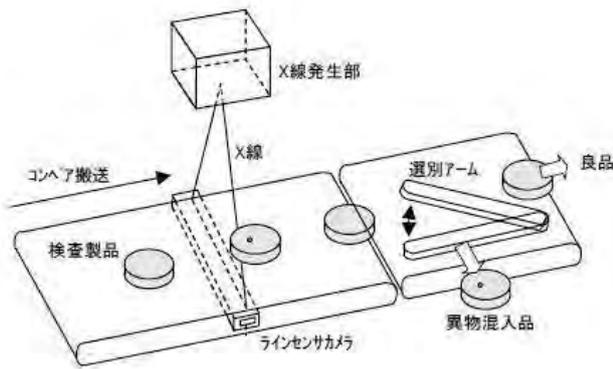


図1. X線による食品パック検査装置の概要



図2. 異物混入品の検査対象例(チーズ)

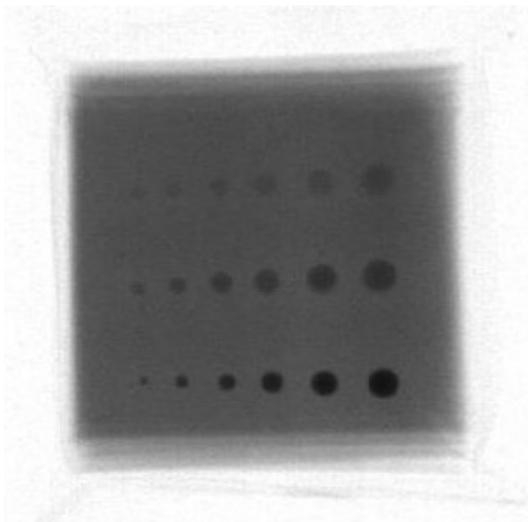


図3. 図2の検査対象例から得られるX線透過画像

2.2 従来法 従来、X線食品異物検査機業界では、検査方法として次のような方法等が用いられていた。

- (1) あらかじめ製品ごとにしきい値を定め、X線透過画像データにおけるしきい値以下の値を異物と判定する方法。
- (2) あらかじめ製品ごとにしきい値を定めておき、X線透過画像データに対して微分(差分)または二次微分(2次差分)を行いエッジの抽出をして、しきい値以上となった箇所を異物と判定する方法。

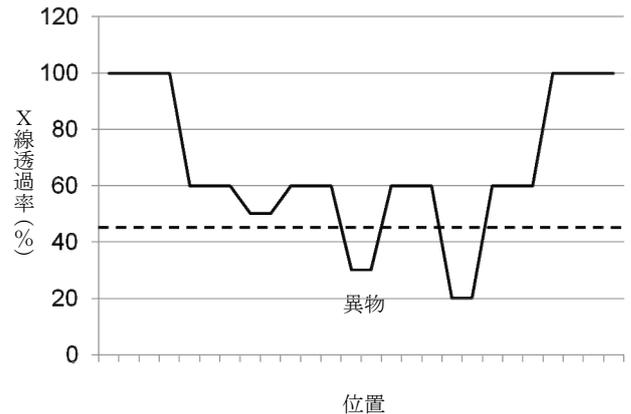


図4. 従来法の説明図(模式図)

これらの方法のうち、方法(1)を説明した図が図4である。また、実線はX線透過画での画素の位置とX線透過率の関係、破線はしきい値をそれぞれ表しており、しきい値より下の透過率を示す部分を異物と判定する。X線透過率が100の箇所は、X線がすべて通る、つまり検査対象が存在しないことを示しており、透過率60以下の3つの谷が種類の異なる3つの異物を表しているとする。このとき、破線のようなしきい値を設定した場合、右から2つの異物は異物として検出されるが、最も左に位置する異物は検出されない。もちろん、図4に対して、しきい値を製品の透過率である60に設定すれば完全に判定が可能である。しかし、この方法にはつぎのような問題点が存在する。

- (i) 検査対象ごとのばらつきとして、傾きや厚さの変化等が存在する。すなわち、模式図の図4では製品の透過率は60で一定であるが、検査対象が傾いていた場合には、左端の透過率は55で右端の透過率が65といったケースが存在する。しきい値を一律に60と決めてしまっていた場合、製品の左端部分が異物であると誤検出されてしまう。
- (ii) 上記(i)と関連して、製品の種類に応じて細かくしきい値を設定し直さなければならない。60などの極限の値に決めていた場合、微々たるノイズが載った場合でも誤って検出してしまう
- (iii) 異物の検出力が弱い。実際の問題として、図3に表わされるX線透過画像にこの判定法を適用した場合、左上に位置する直径2mmのナイロン球が異物として判

定できない。ここで「判定できない」というのは、判定できるようにしきい値を設定した場合、他の異物ではない部分が異物として誤検出されてしまうと言う意味である。特にこの問題は、人手を用いて人間が目を確認して図3を見た場合には、直径2mmのナイロン球が判定できるため、実用上でも問題となる。

ここでは詳しくは述べないが、方法(2)に対しても、同様の問題点が存在する。実際に、方法(1)を図3に適用した例が図5である。左上の直径2mmのナイロン球が検出されるよりも先に、製品部分の右の領域が異物として誤検出されてしまう。これは製品の傾きもしくは厚さのばらつきによるものだと考えられる

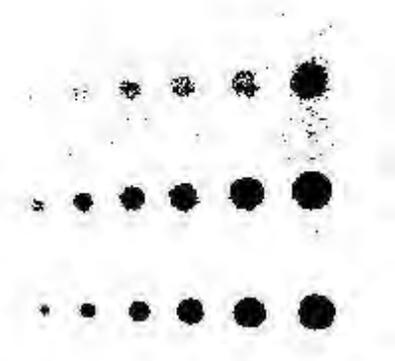


図5. 図3に対して従来法を適用した結果

3. 開発の内容

3.1 提案法 本研究では従来法の問題点を解決するために、X線透過画像を小領域に分割し、それぞれの領域に対して統計的手法を用いて自動的にしきい値を設定する方法を用いることにした。まずX線透過画像から、濃度ヒストグラムを作成する。図6は図3を縦横5×5分割を行って25個の領域に分けたもののうち、左上の直径2mmのナイロン球を含む領域に対する濃度ヒストグラムである。

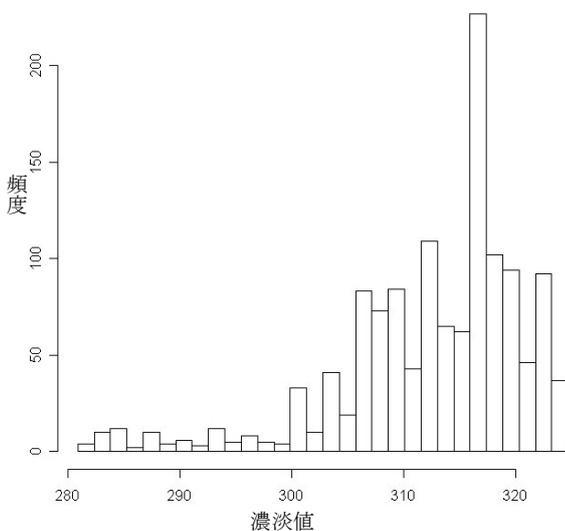


図6. 濃度ヒストグラム

ここで、横軸は各画素の濃淡値であり、今回扱っている10bitの画像データであった場合には0から1023の値を取ることとなる。縦軸は頻度で、対象とする画像領域全体で各濃淡値が出現する画素の累計数となっている。図6からだけでは異物の判定は難しそうだが、他の計測結果と照らし合わせるとおよそ295辺り以上の濃度値を示しているのが製品部分と考えられ、それ以下の部分が異物であると考えられる。つまり、選定されるしきい値が295の近辺であればその左側が異物と判定され、良いしきい値であると言うことが可能であろう。

しきい値を自動的に定めるために、微小な異物に対しても検出力がある程度確認されているKittler法⁽¹⁾を元にして速度面での改良を試みた方法を開発して、しきい値の選定を行った。Kittler法は、濃度ヒストグラムに異物と製品の2つの正規分布の「山」があると仮定し、それら「山」の間である確率が最も高いと思われる濃度値をしきい値として選定する方法である。具体的には平均誤識別率に基づく評価式を最小とするしきい値を確率統計的に求めている。しかし、Kittler法では計算途中に分散の計算が存在するために、画素の濃淡値の最大の値をLとすると全体の計算オーダーが L^2 となってしまう、ベルトコンベアの速度に対して判定速度が間に合わなくなってしまう。そこで本研究ではKittler法の改良方法として、分散の計算を近似式による計算に取り換え、全体の計算オーダーをLとした。

このように改良を施し、図6の濃度ヒストグラムに対して、しきい値の自動選定を行った場合、しきい値を297と選定し、概ね目的のしきい値が得られている。ちなみにKittler法をそのまま用いた場合、しきい値は323と選定され、すべての部分が異物と判定されてしまうため判定不能であった(Kittler法は与えられたデータに対して必ず値を返し、判定不能な場合は両端の値が選定されるかノイズ等の影響から両端に近い値が選定される)。現在までに得られている経験からは、このようなことが起こることは稀であるが、少なくともこの場合においては、改良法の方が良い結果を算定しているようである。

また、ただ単に画像を領域に分けてしきい値選定を行うのではなく、各種の前処理、後処理を施した。前処理としては、画像処理で画像の平滑化のために用いられるメディアンフィルタ、平均化フィルタなどを用いることとした。また、後処理としては、誤検出を減少させるために、検査領域の周の部分において一定数以上の異物の候補が存在するときにはその領域には異物がないと判定する方法や極端なしきい値(例えば、図6において右の「山」の右の方のすそ野にしきい値を選定した場合などを指す)を選定した場合にはその領域には異物がないと判断する方法を考案しそれらを用いた。

さらに、検査精度を向上させるために画像を領域に分割する方法も、3×3分割、4×4分割、5×5分割といったようにいくつか用意して異物検出処理を行い、それぞれの画素についての異物の候補の総和を取り、一定値を超えた場合

にその部分に異物があると判断するようにした。

4. 結果と考察

提案法を Visual Studio 2005 で実装し、実験を行った。環境は OS が Windows XP、CPU が Pentium 4 3.2GHz、メモリが 1.0GB である。提案法を図 3 に対して適用すると、図 7 のような結果が得られる。

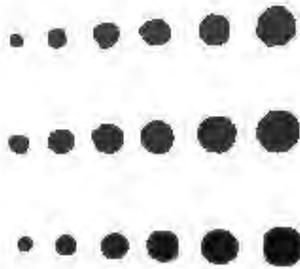


図 7. 図 3 に対して提案法を適用した結果

この結果が得られるのにかかった計算時間はおよそ 200m 秒であり、ベルトコンベアの速度とほぼ同じ速度である。従来法の図 5 と比べると、検出し難かった直径 2mm のナイロン球についても検出されている。また、従来法で述べた問題点についても、

- (i) 領域に分割し、それぞれの領域についてしきい値を決定しているため、全体的な傾きの影響は従来法に比べ少なくなっている。
- (ii) 従来法では図 3 の製品の右側の部分に出てきた誤検出が図 7 では確認されず、誤検出が少なくなっている。
- (iii) 従来法では検出できなかった直径 2mm のナイロン球についても検出されており、確かに検出能力が高くなっている。

のように、それぞれ改善がなされている。ここでは詳しくは紹介しないが、これらの傾向は他の検査対象例についても確認でき、良好な結果が得られたと言える。

また、提案法では Kittler 法を改良して用いていたが、そのまま用いた場合とも比べてみることにする。他の条件は同一で、Kittler 法だけを改良せずに用いると、図 8 のような結果が得られる。この結果が得られるのにかかった計算時間はおよそ 1740m 秒であり、高速化を工夫してもベルトコンベアの速度には追い付くのは困難である。また、図 7 と比べても結果はさほど変化していないのが見て取れる。このように、実用に即しては、現状では提案法を用いる方が良いと言える。

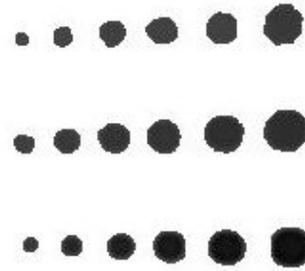


図 8. 図 3 に対して Kittler 法をそのまま適用した結果

5. まとめ

昨今、食の安全性への関心の高まりが社会で大きく取りざたされている。本研究ではそれらの社会的な要請に対応するため、従来よりも高精度な異物検出アルゴリズムの開発を行った。従来は用いられていなかった統計的な手法を用いて、アルゴリズムを設計し、実験段階としてはソフトウェアで実装して実験を行った。現状では、ベルトコンベアの速度とほぼ同じ速度で異物判定が可能であり、従来よりも高精度に判定が行える。製品化の際には安定性が求められる為、速度面でのさらなる改良が必要である。本研究で提案するアルゴリズムは、画像を領域に分割しそれぞれについて計算を行うという性質上、並列化に極めて向いている。今後は、並列化やハードウェア化などを行い、実用化へ向けての研究を行う予定である。

(平成 20 年 7 月 7 日受付, 平成 20 年 8 月 26 日再受付)

文 献

- (1) 大津展之, 栗田多喜夫, 関田巖:「パターン認識」, 朝倉書店

論文

分離型 VOC 吸着装置用センシングモジュールの開発

武田 有志^{*1)} 森川 潔^{*2)} 阪口 文雄^{*2)} 高野 善一^{*2)} 佐藤 俊彦^{*2)}

Development of a VOC Sensing Module for Separated Adsorption Machines

Yuji Takeda^{*1)}, Kiyoshi Morikawa^{*2)}, Fumio Sakaguchi^{*2)}, Yoshikazu Takano^{*2)}, Toshihiko Sato^{*2)}

A sensing module of Volatile Organic Compounds (VOC) for separated adsorption machines has been developed. Conventionally, VOC purifying machines are very expensive because the adsorption process and detaching process are unified. So, factories using low cost VOC cannot introduce these machines, and VOC gas is released which pollutes our environment. Thus, we have proposed a separated VOC recovery system. In this system, the two processes are separated, and the detaching process is performed by other equipment. This reduces costs of factories, because they have the option of installing only adsorption machines. However, the capture capabilities of the adsorption machines must be monitored in order to minimize exchange times of the captured materials. Thus, we developed a VOC sensing module for our proposed system. As a result, the sensing module can detect the capture capabilities in the adsorption machine, and the foundations of this recovery system have been constructed.

キーワード：センシングモジュール, 分離型吸着装置, 回収システム, 揮発性有機化合物

Keywords : Sensing module, Separated capture machine, Recovery system, Volatile Organic Compounds

1. はじめに

揮発性有機化合物 (VOC : Volatile Organic Compounds) は、塗装や印刷における溶剤, あるいは IT 関連機器における基板洗浄剤など, 我々の生活において不可欠である。しかし, 光化学オキシダントに関わる諸原因とされており, 我々の健康への被害や地球環境の悪化を引き起こす物質でもある。これに対し環境省は, 平成 22 年度までに平成 12 年度比で年間排出量の 3 割 (147 万トン) の削減目標を掲げている⁽¹⁾。日本の VOC 排出源の 9 割は, 工場等に起因するとされており, 環境省の示す目標を達成するためには, 排出源に対して VOC ガスを捕集するための処理装置等を設置し, 大気への放出を抑制することが必要である。

VOC ガス処理装置には, 回収型と直接燃焼型が存在する。前者は捕集した VOC を回収する装置, 後者は排出された VOC ガスをその場で燃焼させる装置である。回収型では, 工場からの VOC ガスを活性炭等の吸着材で捕集し, 吸着材が VOC をこれ以上吸着できない状態, いわゆる破過状態に至る前に吸着材をその場で加温して真空脱着する。脱着された VOC ガスは, 濃縮され, 液化して再利用することが可能であり, 直接燃焼型に比べて, 近年のエネルギー価格の高騰, ならびに, CO₂ 問題に対して有効な手段である。しかし, 回収型の処理装置は, 初期導入コストが 1,000~2,000 万円以上と高額になるだけでなく, 設置スペース, 脱着エ

ネルギーを要する。そのため, 回収に見合わない低コストの VOC を扱う工場では, 装置の導入が進まず, VOC ガスの大気への放出が続いている。

こうした問題を解決するため, 我々は, 図 1 に示す吸脱着を分離した新しい VOC 回収システムを提唱している。本システムの特徴は, 脱着装置を専用工場に設置し, 排出源に設置した複数の吸着装置から破過の起こった吸着材を回収して, 一度に再生する仕組みを採っている。これにより, 前述の装置導入に対する問題が改善される。しかし, 本システムを達成するには, 吸着材の回収をできるだけ減らす, すなわち, 吸着材の状況を遠隔で監視するための仕組みが不可欠である。そこで, 吸着材の破過を検出し, 吸着量を累積計量するための, ネットワーク対応型の VOC センシングモジュールを開発した。

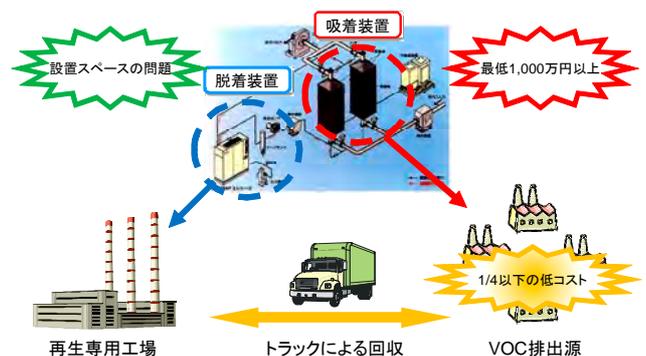


図 1. 分離型 VOC 回収システム

^{*1)}情報技術グループ

^{*2)}株式会社モリカワ

2. 分離型吸着装置とセンサの構成

分離型 VOC 回収システムにおける重要な要素の 1 つは、VOC ガス濃度を計測するためのセンサの選定である。システムにおけるセンサの主な役割は、吸着材が破過しているか否かを的確に監視し、そして、吸着材の破過がいつ生じるのかを予測するための VOC の連続計量することの 2 点である。センサの選定条件としては：

- 吸着材の破過を感知するために、低濃度 VOC ガスの検出に優れる。
- 吸着材への吸着量を計量するために、高濃度 VOC ガスを連続的に計測できる。
- センサの校正作業を容易とするために、1 種類のセンサで構成する。
- 使用実績があり長寿命であること。また、入手性が良く低コストである。

である。以上を満足するためには、普及されており、かつ、低濃度から高濃度まで、すなわち、0~2,000ppm の範囲等で計測できることが望ましい。

これに対し、VOC ガスセンサの 1 つである半導体式ガスセンサ（フィガロ技研 TGS823）に着目した。本センサは、400℃まで加熱された金属酸化物の半導体表面の酸素を VOC が奪うことにより抵抗値が低下するという特徴を持つ。本センサは、0~500ppm の範囲で感知可能であり、センサの抵抗値は、ガス濃度に対して対数で変化するため、吸着材の破過状態を示す低濃度の 50ppm 程度のガス濃度を敏感に検出できる。しかし、その一方で、高濃度に対しては不向きであることから、何らかの機構を設置する必要がある。半導体式ガスセンサは、感知する VOC に対する選択性が無いため、ガスクロのように VOC 種の判別目的に対しては不向きであるが、排出される VOC は排出源によって特定できること、また、連続的に濃度が変化する VOC ガスをとらえるには反応速度が重要であることから、本センサを

採用した。固体センサは、半導体式センサ以外にも接触燃焼式、熱伝導式などが存在するが、他のセンサは 500ppm 以上を対象とするため、前述の選定条件により対象から外した。

図 2 は、構築した分離型吸着装置を示しており、吸着槽をベースに、破過監視機構、累積計量機構で構成されている。VOC は、VOC ガス発生器により気化され、活性炭が充填された吸着槽においてブローの吸引力によって通り抜ける際に捕集される。円形は VOC ガスセンサの設置場所を示しており、吸着槽から排出されるガス濃度は、破過監視機構における電動バルブ MV102 および MV106 を開くことでセンサ 3A によって検知できる。また、MV103 および MV106 を開くことで活性炭を通った外気を標準ガスとして用いることが可能であり、双方を Rs, Ra として交互に計測することで確実に破過状態を検知できるようにしている。一方、累積計量機構は、活性炭を通った標準ガスによって、ある一定の割合で VOC ガスを希釈する。そのため、高濃度ガスに対しても同一の半導体式センサで計測可能である。累積計量では、前述の破過監視と異なり、連続的に計測できることが重要である。そこで、バルブによる切換えを無くし、2 つのセンサ 5A, 6A によって VOC ガスと標準ガスを常に計測する方法を採用している。

なお、VOC ガス発生器の前段にはセンサ 4A が設置されている。これは、VOC ガス発生器以外の VOC ガスが混入されていないかを確認するために設置している。

3. センシングモジュールのアーキテクチャ

センシングモジュールを開発するに当たり、次のコンセプトで設計を行った：

- センシングには電動バルブの制御と監視が伴い、また、可燃性ガスを扱うことから、リアルタイム性と高信頼化が必要である。
- 破過状態を、インターネットを通じて管理サーバに送信するため、イーサネットの非同期通信を扱うプロトコルスタックが必要である。
- 小規模であれば装置全体を制御できるように、装置のコントローラで用いられているプログラミング言語、LD（ラダー図）の移植が容易である。

以上を実現するに当たって FPGA/SoC を採用した。FPGA を用いることにより、制御と監視が並列化に動作するようハードウェアで構成でき、汎用プロセッサを組込むことで、既存のプロトコルスタックを利用でき、開発効率を向上できる。さらに、システムに特化したアーキテクチャとすることで、センサの校正パラメータや各種制御パラメータなど、改竄されにくくなるという利点を持つ。

図 3 は、試作したセンシングモジュールを示している。センシングモジュールは、FPGA ボード、デジタル I/O ボード、アナログ入力ボードの 3 枚の基板から構成されている。FPGA ボードには、Altera 社製 Cyclone EP1C6Q240C8 ならびに各種ペリフェラルが搭載されており、他の 2 枚の基板と

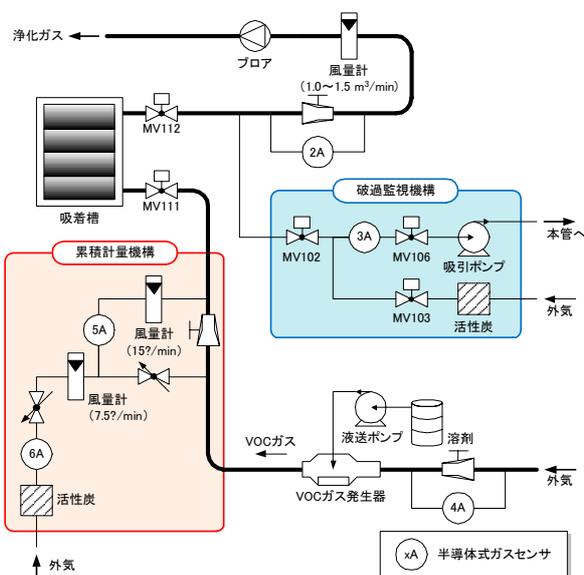


図 2. 分離型吸着装置とセンサの構成

ケーブルで接続される。一方，デジタル I/O ボードは，工業用として用いられている DC24V 系の入力 20 点，出力 20 点の信号を，光絶縁素子を介して制御できる。アナログ入力ボードは，18 ビット，12 チャンネルの A/D 変換チップを有しており，また，光絶縁素子により回路を保護している。3 枚の基板は重ねた状態で電源を含め，W240×H140×D340 (mm) のケースに収まる。基板が大きいのは，DIP 部品に起因するが，表面実装部品に置き換え，基板層数を増やすことで少なくとも 1/3 程度に小型化できる。

一方，図 4 は，FPGA ボードのアーキテクチャを示している。左から順に，プロセッサ，メモリおよび I/O インタフェース，そして，ペリフェラルを表している。汎用プロセッサには 32 ビット RISC である NiosII/s を，OS には μ ITRON を使用している。FPGA とペリフェラルと接続するデータバスは，SDRAM 専用の 32 ビットバスと，それ以外のペリフェラルに対する 8 ビット共有バスの 2 種類が存在する。FPGA では，すべてを専用バスとして引くことで，リアルタイム性を向上させることが可能であるが，今回の開発では低コスト化を重視するため，FPGA ボードを 4 層に抑えており，その結果，PQFP (Plastic Quad Flat Package) での最大 240 ピンという制約により，バスの共有化を図っている。

図中，最下段に位置する Error Detector は，電動バルブを制御するための I/O を常に監視し，異常を検知した場合にはプロセッサに対して割込みを発行するためのハードウェアモジュールである。Error Detector には，電動バルブ開閉における組合せ違反の検出回路，開閉状況の確認信号に対するウォッチドッグタイマ，そして，それらを有効にするか否か，異常箇所を知らせるためのレジスタで構成されている。例えば，図 2 において，ブローへの負荷を軽減するためには，電動バルブ MV111，MV112 の双方が開いていることが必要である。そのため，ブローが稼働し，かつ，MV111 と MV112 の双方が開いていない場合にはウォッチドッグタイマを ON にし，その設定時間を超えた場合には，プロセッサに対して割込みが発行される。プロセッサは，異常箇所を取得し，ブロー停止などの異常時処理を実行する。これらのリアルタイム監視によって，センシングモジュールの信頼性を向上している。

表 1 は，図 4 で示した FPGA の配置配線結果を示している。FPGA デバイスの 62% 程度の容量が必要であることが分かる。FPGA の容量は，今後の修正等を含めて 70~80% 程度が限度とされており，容量としては妥当なデバイスを選定していると言える。一方，表 2 は， μ ITRON で実装したソフトウェア規模を示しており，使用 FLASH メモリは，376KB / 8MB (4.7%)，使用 SDRAM は 507KB / 16MB (3.2%) と，十分なメモリ容量を確保している。

4. 実験結果と考察

分離型吸着装置における破過監視と累積計量を行うため，図 2 の構成に基づいた図 5 に示す実験装置を開発した。写真中央には制御盤が設置されており，上段にあるセンシ



図 3. センシングモジュールの基板構成

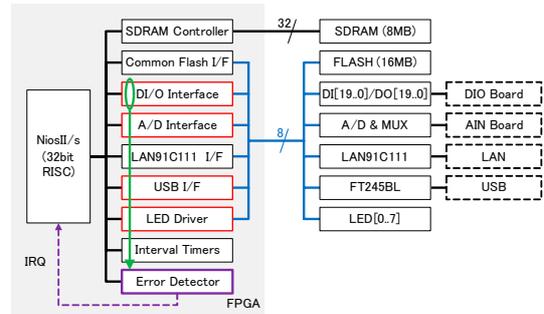


図 4. FPGA ボードのアーキテクチャ

表 1. 配置配線結果

| | |
|----------------------|--|
| Quartus II Version | 6.1 Build 201 11/27/2006 SJ Full Version |
| Family | Cyclone |
| Device | EP1C6Q240C8 |
| Total logic elements | 3,678 / 5,980 (62 %) |
| Total pins | 171 / 185 (92 %) |
| Total memory bits | 46,720 / 92,160 (51 %) |
| Total PLLs | 1 / 2 (50 %) |

表 2. ソフトウェア規模

| クラス | tsk | flg | mtx | cyc | alm | isr | 行数 | |
|--------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-------|
| | | | | | | | *.h | *.cpp |
| CtrlProc | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 45 | 137 |
| IOProc | 1 | 1 | 1 | 2 | 0 | 0 | 142 | 191 |
| ErrorProc | 3 | 1 | 0 | 0 | 2 | 0 | 89 | 169 |
| CtrlProc | 4 | 0 | 0 | 0 | 2 | 0 | 144 | 246 |
| AnalysisProc | 1 | 1 | 1 | 0 | 0 | 0 | 98 | 203 |
| TCPProc | 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 74 | 121 |
| USBProc | 2 | 1 | 0 | 0 | 0 | 1 | 82 | 151 |
| MonitorTask | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 109 | 317 |
| 合計 | 15 | 4 | 2 | 2 | 4 | 1 | 783 | 1,535 |

ングモジュールの DC24V の制御信号は，制御盤内部にあるリレーを経由することで AC200V に変換され，実際の電動バルブへと伝わる。センシングモジュールの破過監視および累積計量結果は，LAN と USB を経由して手前に設置してあるパソコンでモニタリングできる。双方に送られるデータは同一であるが，LAN は回収システムの管理サーバを想定しており，USB は現場でのメンテナンスを想定している。

制御盤の右奥には吸着槽が設置されており，内部には円筒形の筒が 25 本，千鳥状に縦に並んでいる。筒には粒状活性炭 14.2kg が充填されており，吸着能力としては，新炭で 50%，再生炭で 15% に当たる VOC 重量を吸着できる。VOC ガス発生器には，トリクロロエチレン，もしくは，トルエンの溶剤缶にある溶剤が液送ポンプを通して供給されている。溶剤缶には，気化重量を測定できるように，重量計が設置されている。

本装置による実験方法は，次の通りである：

- (1) トルエンのガス濃度とセンサ出力値の検量曲線を求



図5. 実験装置の外観

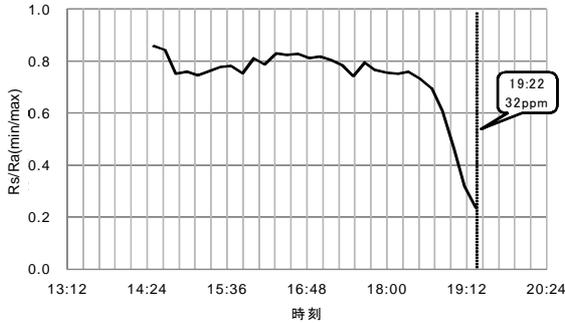


図6. 破過監視結果

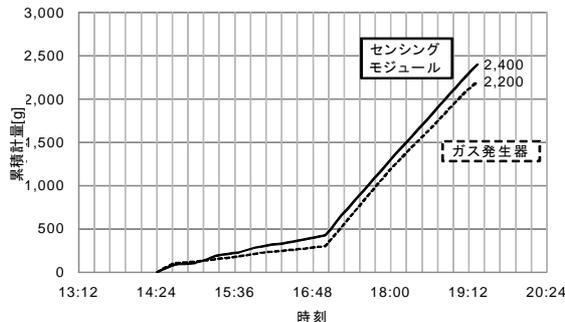


図7. 累積計量結果

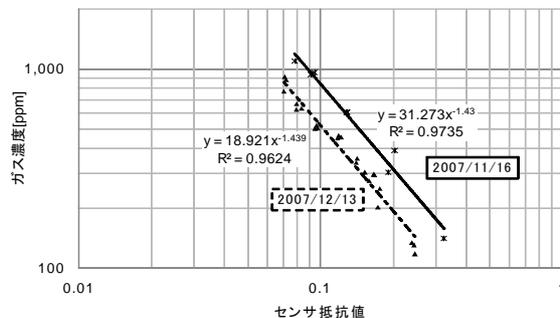


図8. 測定時期における検量曲線の違い

め、センシングモジュールに補正アルゴリズムを実装する。検量曲線を求めるに当たり、VOC発生量を100ppm単位で変化させながら、ガスクロとの同時計測で実施する。

- (2) ガス発生器により100~2,000ppmに調整したトルエンガスを装置入口に投入する。
- (3) 破過監視機構と累積計量機構のセンサ出力、排気側の風量計の出力をセンシングモジュールで処理し、それぞれの値をモニタリングする。
- (4) 気化させたトルエンの重量と、センシングモジュールによる計測結果を比較する。

ここでの重要なポイントは、(1)において、VOCガスが絶えず流れている動的環境下で補正するという点である。センサのデータシートには、濃度に対する出力値が示されているが、真空瓶等で生成した静的環境下で求めていることが多く、実環境での値と異なるためである。また、(3)において、活性炭の破過到達時の排気側濃度は、活性炭の材質や吸着槽への充填方法等に依存し、一意に決定することが困難であるため、厚生労働省が定める作業環境の管理濃度(トルエンでは50ppm)⁽²⁾に近づいた時を破過状態であると見なした。そして、累積計量値は、濃度と風量の積をセンシングモジュールで積算することにより求める。

図6は、破過監視結果を示しており、標準ガスに対するVOCガスでの抵抗値の比を時刻に対してプロットしている。この結果、32ppmになると抵抗値の比(Rs/Ra)が0.25となり、急激に低下している。このことから、破過監視機構を設置することにより、吸着材の破過状態を十分に監視できることが明らかとなった。また、図7は、累積計量結果を示しており、ガス発生器での気化重量とセンシングモジュールによる双方の値を時刻に対してプロットしている。この結果、気化重量と比べて10%の差となったが、その重量を連続的に変化させるガス濃度から求められることが分かった。しかし、図8は2つの測定時期におけるセンサ抵抗値に対するガスクロでのガス濃度をプロットした検量曲線を示しているが、1か月余りの差で平行移動している。この平行移動により、前述の10%の差が生じた11/16に比べ、12/13に取得した検量曲線では-25%の差を生じさせる。よって、確実な破過の時期を予測することは難しく、破過監視機構との併用によりVOCガスが大気へ放出されていないかを監視する必要がある。また、半導体センサは、温度および湿度等の環境に対する影響を受け易いと言われており、検量曲線の精度を向上するためには、別のセンサによって補正する必要がある。

5. おわりに

本論文では、分離型VOC回収システムを提示するとともに、吸着装置用センシングモジュールについて述べた。吸着材の破過監視が可能になったことで、吸着材の回収コストを抑制でき、また、精度が低いものの累積計量がリアルタイムに行えるため、破過到達時刻を予測できる。従来のVOCガス処理装置において、センシングを行っていない状況を鑑みると、本開発は、処理装置の効率化に対する大きな前進と言える。センシングモジュールの開発により、分離型VOC回収システムの基礎が完成した。

(平成20年7月7日受付、平成20年8月8日再受付)

文 献

- (1) 「揮発性有機化合物(VOC)の排出規制制度の概要」, 環境省 <http://www.env.go.jp/air/osen/voc/seido/001.pdf>
- (2) 管理濃度等検討会: 「作業環境測定対象物質の管理濃度・許容濃度等一覧」, 厚生労働省(2008) <http://www.mhlw.go.jp/shingi/2008/06/dl/s0610-8d.pdf>

論文

高エネルギーイオン照射とスパッタコーティングによる チタン基板上リン酸カルシウム膜の形成

谷口昌平^{*1)} 関口正之^{*1)} 金城康人^{*1)} 宮崎則幸^{*1)} 加沢エリト^{*2)}

Formation of Ca-P-O Coating on Titanium Substrate by High Energy Ion Irradiation and Sputter Deposition.

Shohei Taniguchi^{*1)}, Masayuki Sekiguchi^{*1)}, Yasuhito Kinjo^{*1)}, Noriyuki Miyazaki^{*1)}, Elito Kazawa^{*2)}

Ca-P-O coating was formed on pure Ti substrates by sputter deposition. After coating the substrates were irradiated with silicon ions using a high energy (3MeV) ion accelerator. The characterization of coated substrates was examined by a scratch tester, scanning electron microscopy (SEM), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and transmission electron microscopy (TEM). Compatibility of substrates with bone tissue was examined using the mouse osteoblast cell line MC3T3-E1. The results of the analyses (SEM, XPS and TEM) indicated that the microstructure of sputter deposition coating is amorphous of Ca, P, O and metals. On the other hand, nano-particles were formed in the ion-irradiated coating on Ti substrates. It was found that the scratch strength of coating was increased by ion irradiation. The results of MC3T3-E1 cell growth suggested that biocompatibility can be maintained after coating by sputter deposition and ion irradiation. One side of the substrate was treated with coating and ion irradiation, and this was implanted into rat tibia. Two and three weeks after implantation, larger new bone formation on the treated side was observed compared with that on the untreated side. The results indicated that treatment by high energy ion irradiation after Ca-P-O coating is superior for early bone formation on Ti substrate.

キーワード: イオン照射, リン酸カルシウムコーティング, 生体親和性
Keywords: Ion-irradiation, Ca-P-O coating, Biocompatibility

1. はじめに

チタン材料は、生体親和性が良好であることから、歯科インプラントや人工関節部材として広く使用されている¹⁾。骨の成分である Ca-P をチタンにコーティングし、骨との接合を向上させる試みが広く行われており、良好な結果が報告されている。当初、プラズマ溶射法による厚膜コーティングが使用されたが、残留応力の影響や祖造構造であることから、剥離が生じるという問題があった²⁾。そこで、マイクロメータオーダーの薄膜コーティングが試みられており、スパッタコーティングやイオンビームアシストスパッタコーティング³⁾、などの報告例がある。また、カルシウムイオン注入により、生体内におけるチタン基板上の骨形成を促進させると報告されている⁴⁾。

ここではスパッタリングによるリン酸カルシウムコーティングに対して、高エネルギーシリコン(Si)イオン照射による表面処理を行い、それによる薄膜強度強化と骨形成促進向上について検討した結果について報告する。

2. 方法

2.1 表面処理法 チタン基板は純度 99.9%の純チタン(フルウチ化学株式会社)をアセトン洗浄した後、ECR スパッタコーティング装置(株式会社エリオニクス)により、ターゲットを $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (フルウチ化学株式会社)とし、約 $1\mu\text{m}$ 成膜した。スパッタリングにはアルゴンイオンを用い、2kV の加速電圧でコーティングした。コーティングした基板にタンデム型イオン加速器(HVEE社)により、Si イオンを 3 MeV のエネルギーで照射した(図1)。照射に用いるイオン種を選択条件は、生体に毒性がないことが第一条件となる。

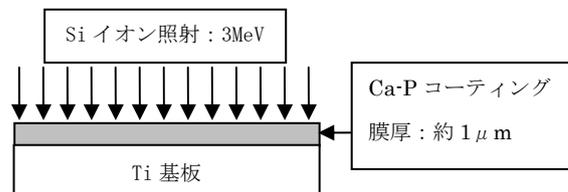


図1. 表面処理法

Si は、形成外科材料として使用されているシリコン樹脂や、生体活性性材料として知られている Bioglass® ($\text{SiO}_2 - \text{Na}_2\text{O} - \text{CaO} - \text{P}_2\text{O}_5$ 系), A-W 結晶化ガラス ($\text{SiO}_2 - \text{CaO} - \text{MgO}$

^{*1)}ライフサイエンスグループ, ^{*2)}城南支所

- P₂O₅系) などに含まれる元素であるため、少量含まれていても生体毒性は極めて低いと考えられることや、タンデム型イオン加速器で高密度束のビームを発生でき、照射時間の短縮に繋がるため選択した。

2. 2 処理基板の評価 基板のコーティング強度を頂角120° ロックウェル円錐形圧子を用いたマイクロスクラッチ試験機 (CSEM 社) により評価した。チタン基板前面にコーティングを施した後、マスク越しのイオンを照射し、同一基板に照射部と未照射部を形成し、その境界を3N 一定荷重、速度を10mm/min に設定し、スクラッチ試験を行った。スクラッチ時のアコースティックエミッション (AE) 信号と摩擦力を測定した。測定後、スクラッチ痕を走査型電子顕微鏡・X線分析 (SEM/EDX) により観察およびTi のマッピングを行った。

表面形状や成分分析、構造解析を走査型電子顕微鏡 (SEM)、X線光電子分光分析 (XPS)、透過型電子顕微鏡 (TEM) により評価した。

2. 3 骨芽細胞試験 イオン照射した基板の生体親和性については、マウス骨芽細胞由来 MC3T3-E1 を用い、基板上の形態観察、細胞接着性、細胞増殖度について評価した。細胞は、10% - Fetal Calf Serum (FCS) を含む Modified Eagle's Medium (MEM) 培地中、5%CO₂-95%空気、37°C で培養した。

コーティング後イオン照射した基板の上で、それぞれ7日間培養し、表面をSEMにより観察した。SEM観察用試料は、2.5% グルタルアルデヒド固定-臨界点乾燥後に白金-パラジウムを蒸着し作製した。

細胞接着性について調べるために、骨芽細胞を未処理のTi基板とコーティング後イオン照射した基板上でそれぞれ6時間培養後、オートピペッターで2回試料板を洗い、基板に残った細胞をカウントした。基板上に播種した細胞数と洗浄後そこに残った細胞数の比を接着率として算出した。

細胞増殖曲線により、表面処理した基板の細胞毒性を調べた。チタン基板は、サイズ: 20mm x 20mm x 1mm³ を使用した。骨芽細胞を6時間培養した後、培地を加え、そこから3日目、6日目、8日目、10日目、13日目に基板上の細胞数をカウントした。

2. 4 ラットによる基板骨形成実験 基板は、2mm×5mm×0.2mm³ のチタン基板 (99.9%) を用い、片面にリン酸カルシウムコーティング+Si イオン照射 (エネルギー: 3MeV, 照射量: 1.3x10¹⁶ions/cm²) を行い、ラットの頸骨に埋植した。ラットは9週齢の雄15匹を用い、両足頸骨の前面中央部を切開し、チタン基板を両足に1枚ずつ埋植した。それらを5匹ずつ3群に分け、1週目、2週目、3週目に埋植部を採取した。採取したブロックを箔片化しスライド標本を30枚 (15

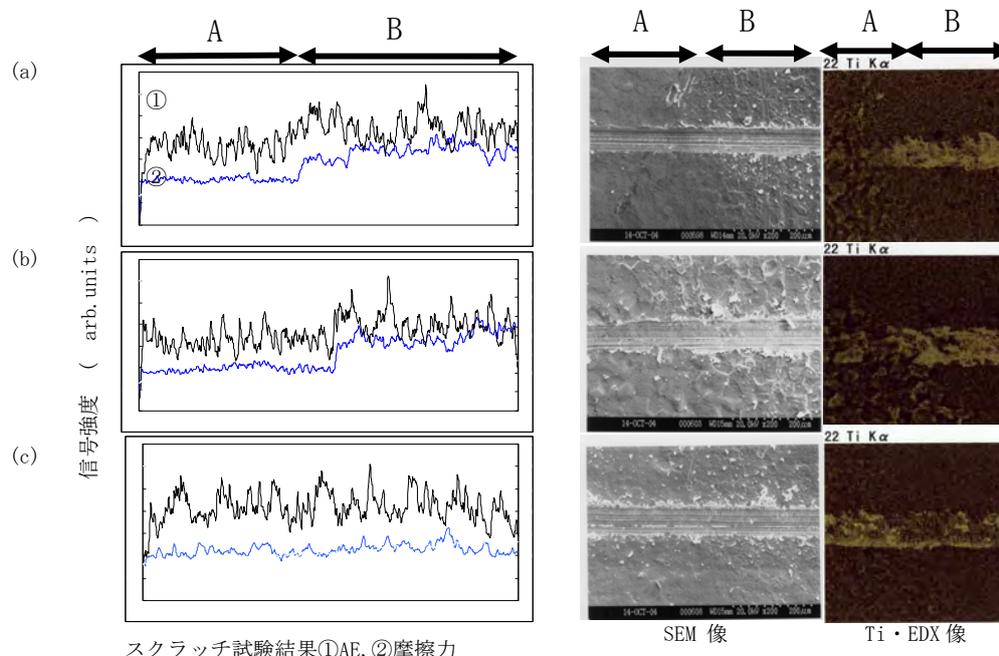


図2. スクラッチ試験結果とSEM/EDX像

エネルギー: 3MeV, 照射量: (a) 2x10¹⁶ions/cm², (b) 1x10¹⁶ions/cm², (c) 5x10¹⁵ions/cm², A:イオン照射部, B: 未照射部

チタン基板表面の細胞形態は、コーティングのみの基板、

匹×両足) 作製し、Villanueva Goldner 染色を施した。こ

の操作により, 石灰化骨は緑, 類骨や骨髄は赤に染色される。

3. 結果と考察

3.1 スクラッチ強度と構造 図2にコーティング後, Si イオン照射したチタン基板のスクラッチ試験結果を示す。マスキングにより, 同一基板に照射部Aと未照射部Bを作成し, 境界付近を試験した。基板(a), (b)は, 照射部と未照射部でA.E. 信号と摩擦力に有意差があり, 照射部では両者とも信号強度が下がった。(c)では有意差がなかった。SEM/EDX 像において(a)および(b)の照射部では顕著なコーティングの剥離がみられず, Ti も検出されなかったが, 未照射部ではコーティングの剥離がみられ, Ti が検出された。(c)ではSEM像とEDXによるTiのマッピング結果から, コーティングが剥がれていることが明らかになった。以上の結果から, イオン照射量が少ない基板(c)は照射部・未照射部共にコーティングが剥離し, 有意差はないが, 1×10^{16} ions/cm² 以上の照射量で, 照射部のコーティング強度が向上することが示唆された。

図3にXPSにより深さ方向分析した結果を示す。Tiが検出されない深さ(スパッタリング時間: 40~100分)におけるコーティング中元素の割合は, 平均するとO:59%, Ca:32%, P:9%, イオン照射(照射量: 2×10^{16} ions/cm²)を行ったものでは, O:59%, Ca:34%, P:7%であった。このことから, 元素比率はイオン照射により大きく変化しないことが明らかになった。

図4に(a)コーティング後と(b)イオン照射後(照射量: 2×10^{16} ions/cm²)の基板表面のSEM像を示す。コーティングはTi基板の表面形状に沿ってコートされているが, イオン照射を行うと表面形状が変化し, 粒子状の形成物がみられるようになった。この粒子はCa-Pの成分で構成されていることがEDXの結果から明らかになっている。

図5に断面TEM像を示す。コーティングの断面を観察すると, 結晶粒等は観察されず, 電子線回折パターンからアモルファス構造であることが明らかになった。イオン照射したコーティングでは, ナノメートルオーダーの微粒子が観察された。

3.2 骨芽細胞による生体親和性評価 図6にMC3T3-E1を基板上で1週間培養したときのSEM像を示す。(a)はコーティングのみ, (b)はコーティング後にSiイオン照射(照射量: 2×10^{16} ions/cm²)した基板である。

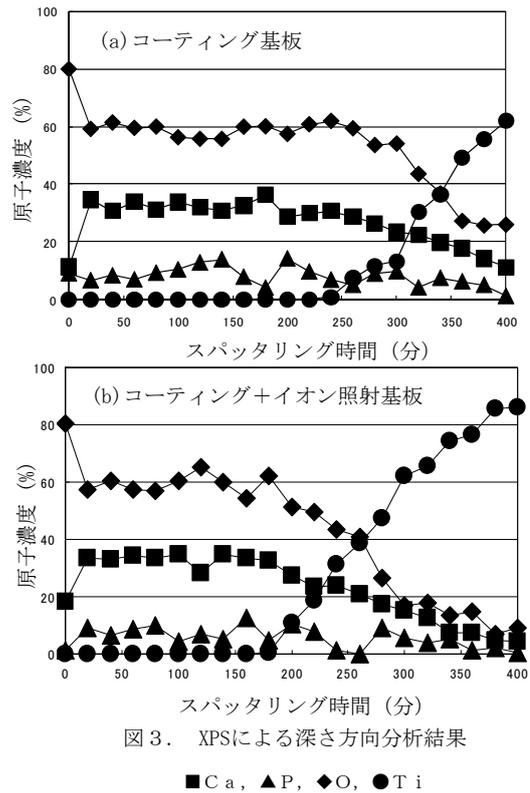


図3. XPSによる深さ方向分析結果

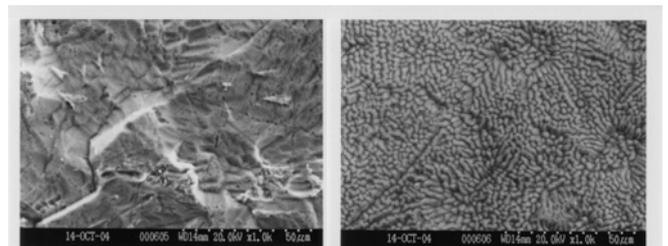


図4. 表面のSEM像

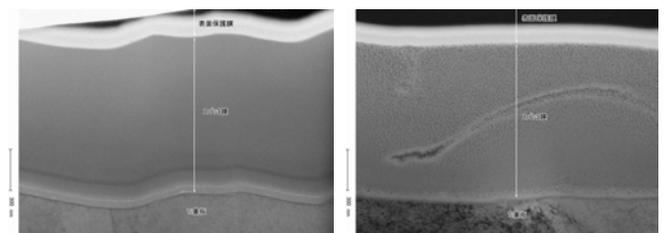


図5. 断面TEM像

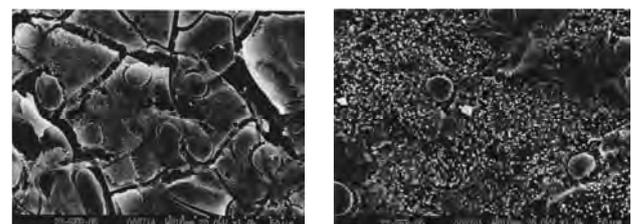


図6. 骨芽細胞増殖後の基板表面SEM像

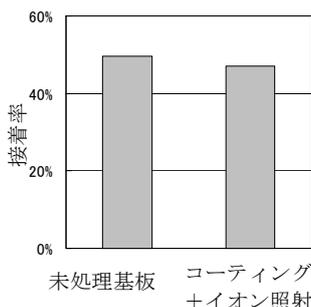


図7. 骨芽細胞の接着試験

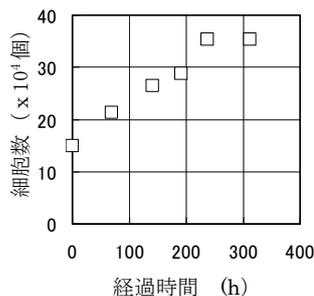


図8. 骨芽細胞増殖曲

(a)ではコーティングにクラックが発生し、細胞もコーティングと共に剥離が観察された。(b)のイオン照射した基板では、コーティングのクラックや剥離はみられず、安定して細胞が付着し増殖していた。コーティングのクラックは、培養や観察試料作製のプロセスの間に、膜の膨張や収縮が起り発生したと考えられる。実際に人工関節などの使用時には、体内に埋植した後は、乾燥や温度変化の影響は小さいので、コーティングにクラックが発生する可能性は少ないと考えられる。しかし、機械的圧力が長期に加わることから、コーティングの強度や密着性の向上が要求される。イオン照射した基板では、クラックの発生が観察されないことから、コーティングのみよりも高強度であると考えられる。そのため、骨芽細胞もコーティングと共に剥離せず安定して増殖すると思われる。

図7に骨芽細胞接着試験の結果を示す。未処理とコーティング後イオン照射した基板では、細胞接着性に有意な差はなかった。

図8に骨芽細胞増殖曲線を示す。細胞増殖試験の結果、コーティング後イオン照射した基板は細胞増殖が認められた。この結果からコーティングとイオン照射による表面処理法は細胞増殖を阻害しないことが示された。

3. 3 ラットによる基板上骨形成評価 図9にラット埋植試験のスライド標本写真の一部を示す。スライド標本は、全部で30枚ありそれぞれの標本について石灰化骨形成の有無を観察した結果を表1に示す。石灰化骨の形成は、1~3週を合計すると処理面に18検体、未処理面に11検体と未処理面よりもコーティング後イオン照射した面(処理面)に多く認められた。また、石灰化骨の形成が処理面のみの検体は10検体、未処理面にのみの検体は3検体であり、コーティングとイオン照射を併用した表面処理を行う方が未処理よりも早期に骨形成がみられた。

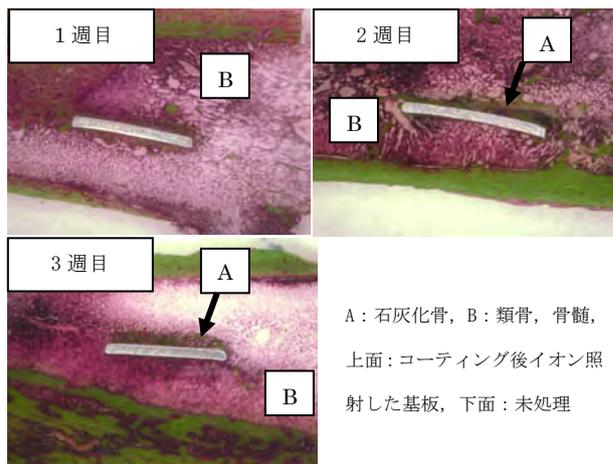


図9. ラット埋植試験結果

表1. ラット頸骨へのTi基板埋植試験結果
石灰化骨の形成 ○: 観察された。×: 観察されなかった。
グレー: 処理面のみに石灰化骨がみられる検体

| 埋植週 | ラット No. | 左足頸骨 | | 右足頸骨 | |
|------|---------|------|------|------|------|
| | | 処理面 | 未処理面 | 処理面 | 未処理面 |
| 1週 | 1 | × | × | × | × |
| | 2 | × | × | × | × |
| | 3 | ○ | × | × | × |
| | 4 | × | × | × | × |
| | 5 | ○ | ○ | ○ | ○ |
| ○の合計 | | 2 | 1 | 1 | 1 |
| 2週 | 6 | × | ○ | ○ | × |
| | 7 | ○ | × | ○ | × |
| | 8 | × | × | ○ | × |
| | 9 | ○ | × | × | ○ |
| | 10 | ○ | ○ | ○ | ○ |
| ○の合計 | | 3 | 2 | 4 | 2 |
| 3週 | 11 | ○ | × | × | × |
| | 12 | × | ○ | ○ | ○ |
| | 13 | ○ | ○ | ○ | ○ |
| | 14 | ○ | ○ | ○ | × |
| | 15 | ○ | × | ○ | × |
| ○の合計 | | 4 | 3 | 4 | 2 |

4. まとめ

チタン基板にCa-P-Oコーティングを行い、さらに高エネルギーSiイオン照射することにより、膜強度が向上し、骨芽細胞が安定して付着・増殖することが明らかになった。さらに石灰化骨が早期に形成されることが動物実験の結果、明らかになった。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月8日再受付)

文献

- (1) 塙隆夫, 米山隆之:「金属バイオマテリアル」, コロナ社
- (2) 吉成正雄, 井上孝:「人工歯根の表面改質」, 表面科学, Vol.20, No.9, pp.613-620(1999)
- (3) A.M.Ekessabi: "Surface modification of biomedical implants using ion-beam-assisted sputter deposition", Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Vol.127/128, pp.1008-1014(1997)
- (4) T.Hanawa, Y.Kamiura, S.Yamamoto, T.Kohgo, A.Amemiya, H.Ukai, K.Murakami, K.Asaoka: "Early bone formation around calcium-ion-implanted titanium inserted into rat tibia", Journal of Biomedical Materials Research, Vol.36, No.1, pp.131-136(1997)

論文

紫外線効果用 LED 照射駆動装置の開発

原本欽朗* 小林丈士* 五十嵐美穂子* 石束真典*

Development of Irradiation Drive device for Ultraviolet Ray LED

Yoshiaki Haramoto* Takeshi Kobayashi*, Mihoko Igarashi*, Ishiduka.masanori*

Ultraviolet ray LEDs of short wavelength have been developed, and recently also sold, though blue LEDs had been sold before. Therefore, their application to various industries such as a medical treatment, biotechnology, clean air, and resin stiffening is expected, and there are growing needs to make devices for trial purposes using ultraviolet rays LED and to evaluate their performance. Thus we aimed to examine the characteristics, longevity, drive system etc. for marketed ultraviolet ray LEDs, and to make a drive circuit for basic research and evaluation for trial purposes that aids commercialization. Then, we report on our research which benefits research and products which apply ultraviolet ray LEDs.

キーワード：紫外線LED，駆動方式、ナノインプリント

Keywords：Ultraviolet ray LED, Drive method, Nanoimprint

1. はじめに

以前から青色LEDが販売されていたが、最近さらに短波長の紫外線LEDも開発、販売されるようになってきている。そのため、医療、バイオ、空気清浄、樹脂硬化といった様々な産業への応用が期待され、紫外線LEDを用いた装置を開発したいとの要望が増えてきている。

そこで、本研究では、市販されている紫外線LEDの特性評価および駆動方式等を検討し、企業の製品化への手助けとなる基礎研究、評価用駆動回路の試作を行なうことを目的としている。

本報告では、紫外線LEDを応用した製品開発を支援するために、以下の項目について研究を行った。

1.1 応用へ向けた紫外線LEDの評価 紫外線LEDを光触媒及び樹脂硬化へ応用するためには、素子単体の電気的特性、光学的特性及びバラツキ等を評価する必要がある。そこで、紫外線LEDの選定及び各種特性測定を行った。

1.2 光触媒への応用 光触媒への応用を目指し、光触媒向け紫外線LEDパネルの設計・試作を行い、パネルの評価を行った。

1.3 専用装置の設計・試作 1.2の測定結果及び、シミュレーションを行い、樹脂硬化（ナノインプリント）用専用駆動回路の設計、試作及び評価を行なった。この装置を用いて実際にナノインプリントを行い評価した。

2. 実験と結果

2.1 紫外線LEDの選定、電気特性測定及び光学的特性測定

研究開始当初（H18年4月）、市販されていた紫外線LEDに

ついて調査を行い、仕様書を基に4種類のLEDの特性を比較した。その結果、ピーク発光波長が光触媒及び樹脂硬化に一番効率的（365nm）な砲弾型の紫外線LEDを選定した。

今回用いた紫外線LEDの光波長特性を測定したものを図1に示す。図1で横軸は、波長(nm)、縦軸が光量（相対値）である。この結果から、紫外線LEDのピーク発光波長が368nmであることが確認できる。

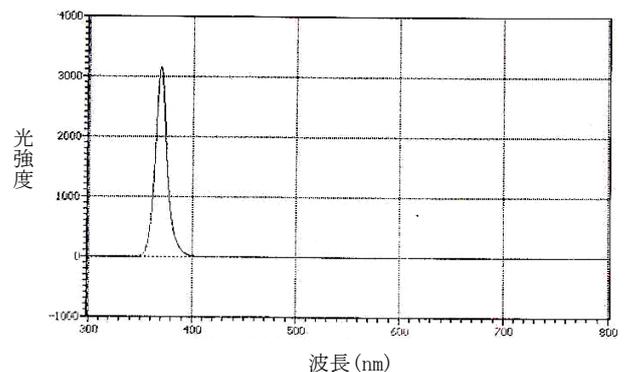


図1. 紫外線LEDの光波長特性

次に電氣的及び光学的特性測定として、順電流（If）－順電圧（Vf）特性及び順電流（If）－光出力（輝度）の測定を行った。測定結果を図2及び図3に示す。なお、この測定では温度による影響は検討せず、室温にて行なった。

*エレクトロニクスグループ

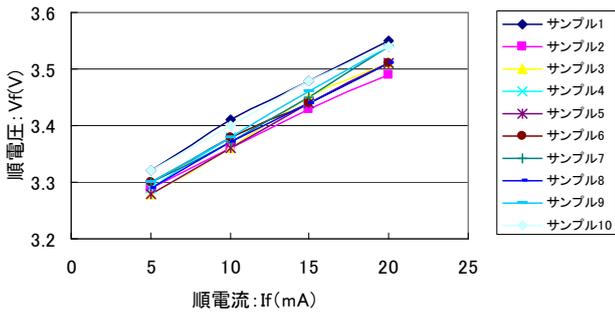


図2. 順電流－順電圧特性

図2の特性では、紫外線LED100個のうち、無作為に選んだ10個をサンプルとした。また、測定では定電流源を用いて5,10,15,20mAと可変し、紫外線LED両端の電圧をマルチメータで測定したものである。この結果から、LEDの使用範囲では順電流 (If) に順電圧 (Vf) がほぼ比例する。また、その変化量は0.2～0.3V程度であることがわかる。

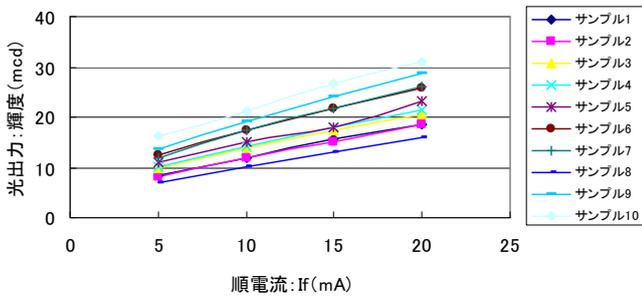


図3. 順電流－光出力特性

図3の特性では、図1と同一のサンプルで、定電流源を用いて5,10,15,20mAと可変し、紫外線LEDの光出力を輝度計で測定した。この結果から、LEDの使用範囲では順電流 (If) に輝度がほぼ比例する。ただし、素子によって輝度がばらついていることがわかった。

素子の光量 (輝度) のバラツキが大きい場合、LEDを多数用いるパネルや駆動回路を設計するときに、どの程度ばらつくかを知る必要がある。そこで、紫外線LED100個を一定電流 (20mA) で駆動したときの順電圧 (Vf) 及び光量 (輝度) の測定を行った。結果を図4に示す。なお、この測定においても温度による影響は検討せず、室温にて行なった。

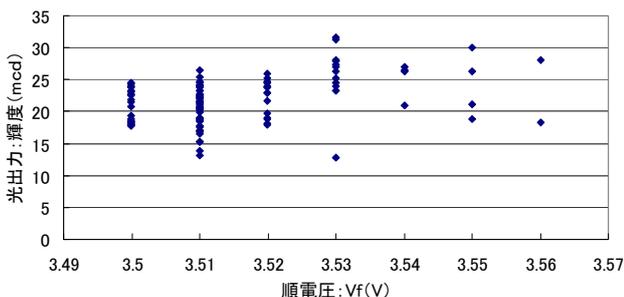


図4. 順電圧－光出力特性

図4の特性では、定電流源を用いて20mAとし、紫外線LED両端の電圧をマルチメータで、同時に紫外線LEDの光出力を輝度計で測定した。この結果から、LEDの光出力：輝度のバラツキが15～30mcdと非常に大きいことがわかった。なお、順電圧：Vfのバラツキは、0.1V以下であった。

2. 2 光触媒用紫外LEDパネルの試作と評価

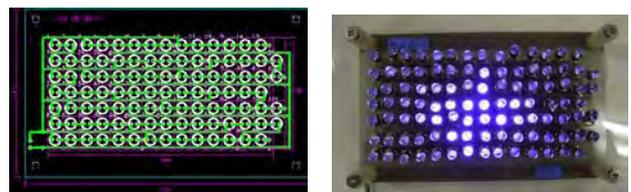
2. 2. 1 光触媒用紫外LEDパネルの設計・試作 光触媒の実験に必要と思われる仕様について、調査、検討を行った。その結果を以下に示す。

<パネルの仕様>

- ・照射面積：5cm×10cm
- ・光量：1000uW/cm2 (パネルから10cmはなれた場所)

この仕様、紫外線 LED 仕様及び上記実験の結果からパネルの設計を行った。

その結果、パネルに用いた紫外線 LED は 102 個、直列 6 個並列 17 個となるように配置し、駆動は 24V 電源を用いて点灯する方式とした。試作した光触媒用紫外線 LED パネルのレイアウト図と試作パネルを図5に示す。



(a) レイアウト図 (b) 試作パネル

図5. 光触媒用紫外LEDパネル

2. 2. 2 光触媒用紫外 LED パネルの評価

このパネルの試作では、紫外線 LED を選別せずに、抵抗を用いた定電圧駆動方式を用いた。これは、素子単体でのバラツキがパネルにしたときにどれくらい影響があるかも含め検討するためである。

まず、電気的特性を測定した結果を図6に示す。これはLED6個に1個直列に接続されている抵抗の両端電圧を測定し、抵抗値で除算し電流値を求めたものである。

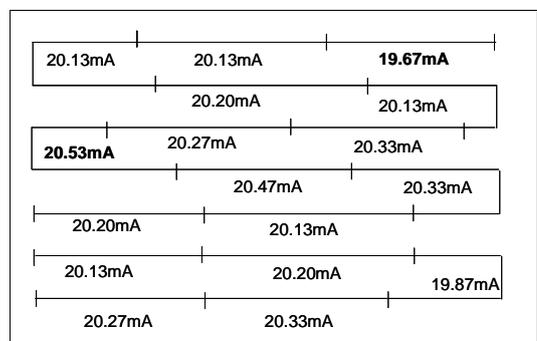


図6. 電気的特性 (電流値)

図6の結果から、最小値 19.67mA、最大値 20.53mA の電流が流れていることがわかった。このことから、順電流の

バラツキは最大で1割程度を推測される。

次に、光量はセンサを直近に置いた場合、センサを10cmはなした場合について、7箇所を測定した。結果を図7に示す。

| センサを直近 | | | センサを10cmはなした点 | | |
|----------------------------|------|------|------------------------|------|------|
| 5000 | 4920 | 4300 | 3500 | 2500 | 2000 |
| | 4400 | | | 3000 | |
| 4000 | 4250 | 4250 | 2600 | 3500 | 2500 |
| 平均値 4400uW/cm ² | | | 2800uW/cm ² | | |

図7. 光量の測定結果

図7の結果から、センサを直近に置き測定した場合、単位平方cmあたり、最小値4000μW、最大値5000μW、平均値4400μW、センサを10cmはなした場合、最小値2000μW、最大値3500μW、平均値2800μWであった。センサを直近に置き測定した場合のほうがバラツキが少ない。これは、今回使用した紫外線LEDには指向特性があり、放射角度が非常に狭いため、試作時のわずかな素子の傾きが、距離を離して測定した場合、影響を受けると推測される。

なお、仕様である光量：1000uW/cm²（パネルから10cmはなれた場所）を満たしていることが確認できた。

2.3 専用（ナノインプリント用）装置の設計・試作

2.3.1 専用（ナノインプリント用）装置の仕様 ナノインプリントの露光装置として必要と思われる仕様について、調査、検討を行った。その結果を以下に示す。

<ナノインプリント用露光装置の仕様>

- ・照射面積：5cm×5cm
- ・光量：1mW/cm²
- ・露光面との距離：10cm
- ・LEDの個数：49個
- ・LED駆動方式：20mA定電流、PWM制御
- ・紫外線センサ：9個

露光面の光量を均一にするため、露光部に紫外線センサを配置し、センサの出力を基に10回路のLED直列回路をPWM制御し、均一面を出すこととした。

2.3.2 シミュレーション 露光装置の試作の前に、仕様のおおりに設計したときの露光面の光量のバラツキを、事前にシミュレーションによって確認した。シミュレーションの条件は以下のとおりとした。

- ・指向特性：半値幅10°、その他は正規分布近似
- ・LED出力：1.2～1.7mW（ランダム）
- ・LEDの角度のバラツキ：±5°以内、±2°以内
- ・PWMの制御の有無

LEDの角度のバラツキは、個々の紫外線LEDが露光面に対して、どれだけランダムに傾いているかを示すパラメータである。

シミュレーション結果を表1と図8に示す。

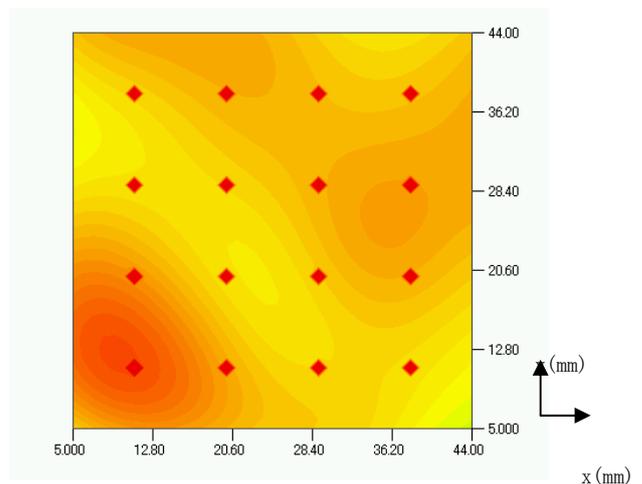
表1では、LEDの角度のバラツキとPWM制御の有無

を比較している。標準偏差は、露光面の光量のバラツキを示している。表からLEDの傾きが小さいほど露光面の光量が均一になることがわかる。さらに、PWM制御を行うことにより、露光面の平均光量は落ちるものの均一度が向上することがわかる。

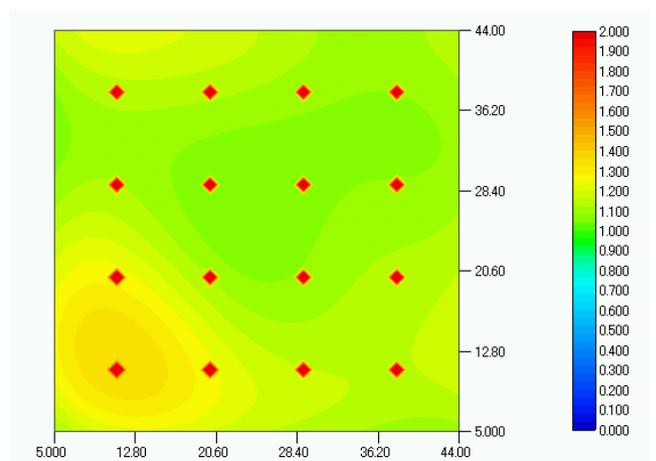
図8のシミュレーション結果は、露光面の光量の分布を表している。図中の点は、紫外線センサの位置を表している。(a)と(b)の図を比較しても、光量の分布の均一度が向上していることがわかる。

表1. 露光面の光量シミュレーション結果

| | PWM制御なし | | PWMあり |
|------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | $\theta \leq \pm 5^\circ$ | $\theta \leq \pm 2^\circ$ | $\theta \leq \pm 2^\circ$ |
| 最大光量 | 0.97mW/cm ² | 1.09mW/cm ² | 1.01mW/cm ² |
| 最小光量 | 1.95mW/cm ² | 1.88mW/cm ² | 1.30mW/cm ² |
| 平均光量 | 1.46mW/cm ² | 1.47mW/cm ² | 1.15mW/cm ² |
| 標準偏差 | 0.21 | 0.16 | 0.06 |



(a) $\theta \leq 5^\circ$ 、PWM制御なしのときの露光面分布



(b) $\theta \leq 2^\circ$ 、PWM制御ありのときの露光面分布W/cm²

図8. 露光面分布のシミュレーション結果

以上の結果から、配置するLEDは露光面にできるだけ垂直に向けなければならないこと、そしてPWM制御の効

果が期待できることがわかった。

2. 3. 3 専用（ナノインプリント用）装置の設計・試作

設計・試作したナノインプリント用の露光装置のブロック図と写真を図9、10に示す。以下試作した露光装置の各ブロックについて説明する。

・センサ回路

紫外線露光部分には、紫外線センサ9個を含むセンサ回路がある。この回路基板の設置場所を変えることで36ポイントの測定位置を可能にした。

・制御回路部

制御回路部は、H8マイコンを使用し、表示用LCDと入力用キーパッドを接続した。制御回路部では、センサ回路からの入力により、LEDドライブ回路に、どのLEDの出力を調整するか指令を出す。

・LEDドライブ回路

LEDドライブ回路は、PICマイコンにより10回路並列のPWM信号を発生し、その信号を定電流回路のON/OFFに用いることにより、紫外線LEDをPWM制御する。また、紫外線LEDは露光面に対して垂直になるようにガイドを設けた。

LEDの出力のフィードバックのアルゴリズムは以下の手順に従って行った。

- (1) 1列目のLEDを100%出力で点灯させ、残りの9列を消灯させる。このときのセンサの値を記憶する。
- (2) (1)をすべての列について行う。
- (3) マイコン内で、すべての列を点灯させたときの、センサの入力を仮想的に計算し、センサの入力のバラツキを計算する。
- (4) LED1列だけ出力を落としたときに、センサの入力のバラツキを再計算する。
- (5) (4)の計算をすべての列について行い、一番バラツキが小さくなる列の出力を下げる。
- (6) (3)~(5)の手順を全体の出力が80%になるまで繰り返す。出力を小さくすればバラツキが小さくなるが、露光時間が長くなるため、出力は80%とした。

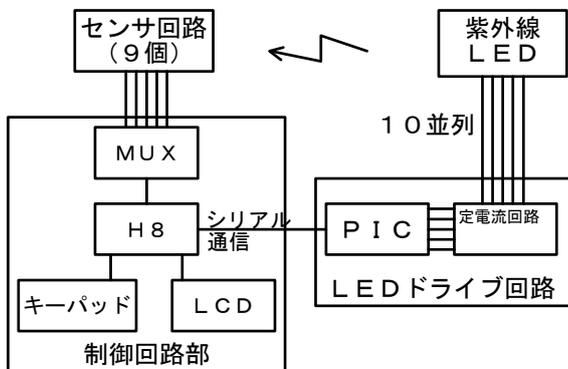


図9. 試作した露光装置のブロック図

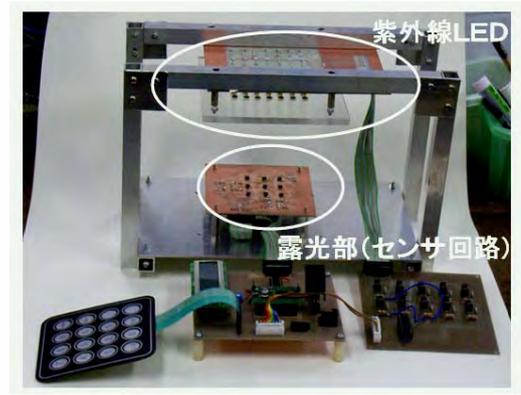
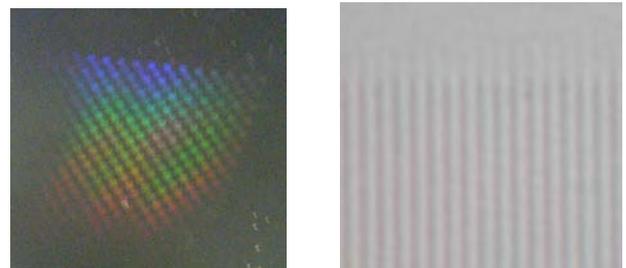


図10. 試作した露光装置の写真

2. 3. 4 専用（ナノインプリント用）装置の評価

試作した露光装置により、紫外線硬化樹脂のナノインプリントを行った。ナノインプリントの鑄型には、1 μ mのラインアンドスペースのものを使用した。なお、鑄型の素材には、ポリジメチルシロキサンを使用した。本装置により露光し、転写を行ったものを図11に示す。図11の(a)の写真では、転写物の干渉縞が確認できる。(b)は転写物の光学顕微鏡写真であり、ラインアンドスペースが転写されていることが確認できる。本装置による転写には約2分要した。



(a) 転写物 (b) 転写物の顕微鏡写真

図11. ナノインプリント露光結果

3. まとめ

本研究では、紫外線LEDの電気的特性および光特性を測定し、バラツキが大きい等がわかった。また、光触媒用紫外LEDパネルの試作と評価を行うことにより、紫外線LEDを多数用いたときの問題点を把握した。さらに、紫外線LEDを用いた紫外線露光装置を試作し、露光面の光均一度を得るための駆動方式(PWM制御)の検討および評価を行った。本研究で得た基礎データや技術を用いることで、紫外線LEDを用いた製品開発へ応用が可能となった。

(平成20年7月3日受付, 平成20年8月28日再受付)

文 献

- (1) 日亜科学工業株式会社: 「LED標準仕様書 紫外線LED NUHU590B」, Cat.No.040423
- (2) 工藤寛之, 加沢エリト, 渡邊耕士: 「微細モールドを用いたソフトリソグラフィ技術の開発」, 東京都立産業技術研究所研究報告, No7, pp. 85-86 (2004)

遠赤外線分光放射照度測定方法の開発

中島 敏晴* 山本 哲雄* 岩永 敏秀* 中村 広隆*

Development of a Far-Infrared Spectral Irradiance Measurement Method

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

We investigated development of a method measure far-infrared spectral irradiance. The experimental system combined and built a Fourier transform infrared spectrometer (FTIR) and integrating sphere coated with gold. We removed the influence of normal temperature radiation from the output (the blackbody furnace and far-infrared heater) of FTIR, and corrected it. Then we sought the spectral irradiance of the blackbody furnace, to correct the experimental system. We found the spectral irradiance (the actual measurement) of the far-infrared heater from the spectral irradiance of the blackbody furnace, and the output of corrected FTIR. We found the spectral irradiance (the theoretical value) of the far-infrared heater from the arithmetic expression of illumination by direct light. We did comparative examination of the actual measurement and the theoretical value. If the distance was within 10 to 25cm at 2 to 15 microns in the wavelength range using the experimental system, we found it possible to measure spectral irradiance for the far-infrared heater with comparatively small exothermic capacity.

キーワード：遠赤外, 分光放射照度, 分光放射率, 黒体, FTIR

Keywords : Far-infrared, Spectral infrared irradiance, Spectral emissivity, Blackbody, Fourier transform infrared spectrometer,

1. はじめに

産業界で赤外放射を利用した加熱や乾燥に利用される発熱体をはじめ, 家電製品の放射暖房機器に利用される各種発熱体などの赤外分光放射特性を評価する場合, 一般的に分光放射率や分光放射輝度測定によって評価している。

この方法は, 発熱体表面の一部からの放射量を測定しているが, 殆どの発熱体は表面温度分布が様ではなく, また, 実際に被加熱物に照射される赤外放射量を正しく評価しているとはいえない。そこで, 被加熱物が実際に受けている放射量, すなわち分光放射照度測定が求められている。

しかし, 分光放射照度測定の研究は古くから実施されているにもかかわらず, 測定技術は未だに確立されていない。

確立されていない理由として,

- ①トレーサビリティ制度において, $2.5\mu\text{m}$ 以上での波長領域における分光放射照度標準が未整備である。
- ②測定器から離れた位置にある放射体からのエネルギーを測定するため, 測定する放射エネルギーが微弱であり, 高感度の検出器が必要である。
- ③測定光路中の大気に含まれる水蒸気や CO_2 などによる吸収の影響を評価することが必要である。

などが挙げられる。

本研究では, 放射輝度標準である黒体炉からの分光放射輝度を計算処理によって分光放射照度を求めて値付けし, これをもとに測定器出力から分光放射照度を求める方法について検討したので報告する。

*光音グループ

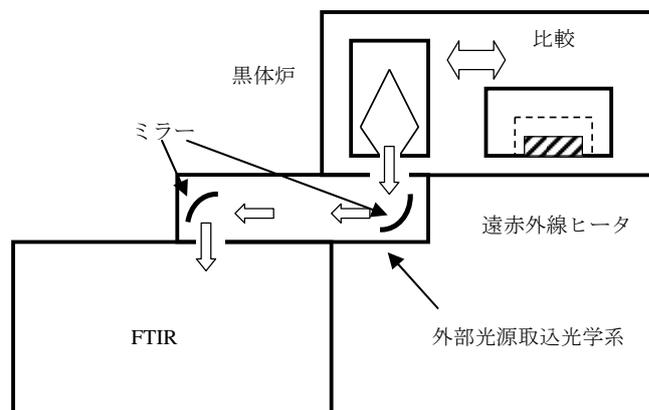


図1. 分光放射特性測定システム概要

2. 実験方法

2.1 遠赤外線ヒータの分光放射特性 既存のフーリエ変換赤外分光光度計 VARIAN FTS 6000 (FTIR) を用いて, 実験で使用する遠赤外線ヒータ (定格出力 300W, 直径 15mm, 発熱部長さ 200mm) に AC100V を印加し, 30 分経過後の分光放射特性 (分光放射率, 分光放射輝度) を測定した。FTIR の検出器はペルチェ冷却 DTGS を使用した。この測定システムを図 1 に示す。

2.2 実験システムの試作 FTIR に, 金コーティング積分球や X-Y-Z ステージ, 基準放射源や発熱体などを組み合わせて, 分光放射照度測定のための実験システムを試作し

た。これを図2に示す。

既存の分光放射特性測定システム(図1)は、外部光源取込光学系の開口部と黒体炉を向き合わせ、黒体炉からの赤外放射を直接FTIRに取込んでいる。これに対して試作した実験システムでは、外部光源取込光学系の開口部と黒体炉の間に積分球を設置し、黒体炉からの赤外放射は積分球を介してFTIRに取込む構造とした。

金コーティング積分球の開口部には、基準放射源や発熱体からの熱的影響をできるだけ小さくするために、アルミ板(150mm×150mm×1mm, 中心に直径25mmの穴)の遮熱板を取り付けた。

金コーティング積分球は、直径100mmで開口部径は直径25mmである。

測定は、まず黒体炉からの放射を黒体炉と積分球開口部との距離(P)を75mmの位置で測定した。次に、遠赤外線ヒータからの放射を、積分球と開口部との距離を30cmから10cmまで、5cm間隔で接近させながら各々の距離において測定した。

3. 実験結果

3.1 遠赤外線ヒータの特性 分光放射率特性を図3に、分光放射輝度特性を図4に示す。この遠赤外線ヒータは、表面がセラミックコーティングされた製品で、セラミックス材特有の放射特性である、4μmから5μmにかけて急に放射率が高くなる性質を持っていることが測定結果から分かった。

また、5~20μmの波長域における全放射率は $\epsilon = 0.91$ であった。

3.2 実験システムから求めたFTIR出力 黒体炉600°Cと遠赤外線ヒータの各距離における赤外放射を積分球に対して行いFTIR出力を得た。また、積分球の開口部を積分球内面コーティングと同様の金コーティング板(直径25mm)で塞ぎ、FTIR出力を求めた。この結果を図5に示す。

積分球の開口部を塞いで求めたFTIR出力は常温放射出力であり、黒体炉や遠赤外線ヒータの出力に必ず重畳する。

常温放射とは、FTIR内部に組み込まれている電子回路や可動部などの発熱により周囲温度よりも高くなるため、FTIR内部から外側に向かう放射である。

本来、常温放射出力は放射の方向からマイナスの値となるはずであるが、測定データの計算処理上プラスの値となって出力されていた。なお図5は、常温放射出力を分かりやすくするために、マイナスに反転したグラフで表示した。

正確なFTIR出力を得るためには、この常温放射の影響を除去することが必要であり、各出力値からこの常温放射出力値を除去した。除去した補正結果のうち、遠赤外線ヒータの距離10cmの出力グラフを図6に示す。

遠赤外線ヒータ出力は、積分球からFTIRに入射する放射エネルギーが微弱であり、短波長側では積分球から測定器

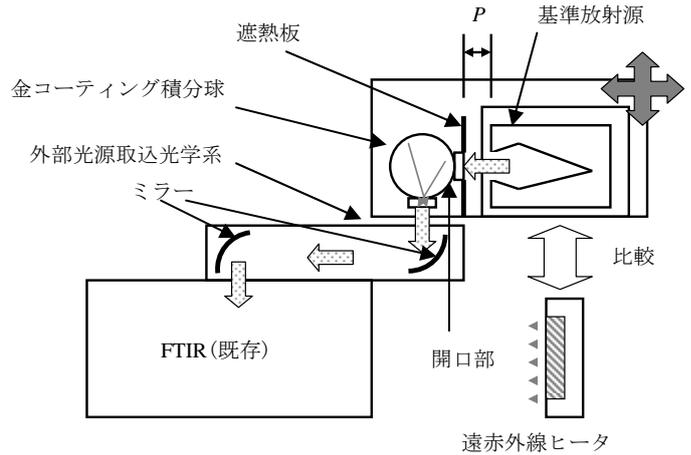


図2. 試作した実験システム概要

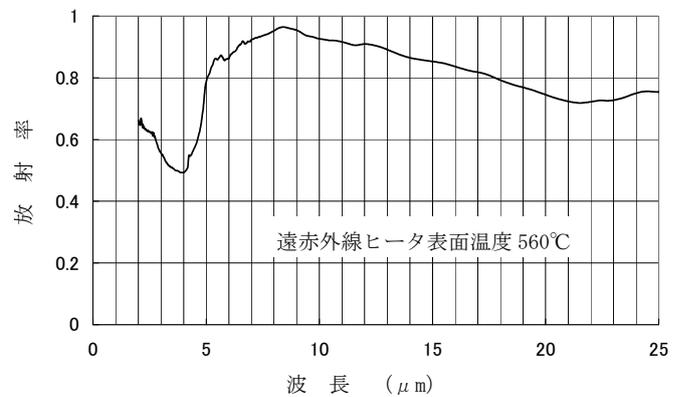


図3. 遠赤外線ヒータの分光放射率特性

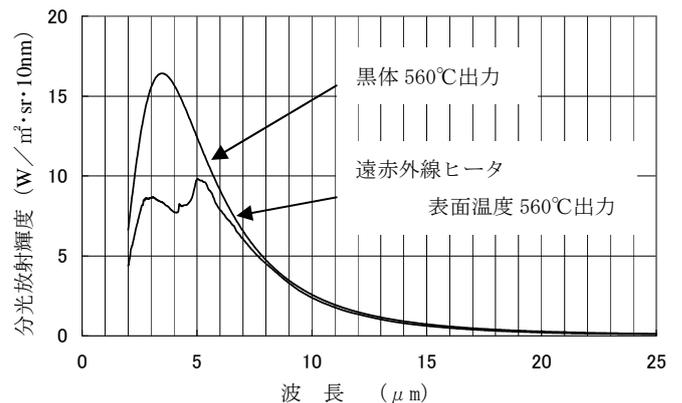


図4. 遠赤外線ヒータの分光放射輝度特性

に向かって放射されているが、長波長側では測定器から積分球に向かって放射されていることも予想され、正確な測定値を得るためには、さらにこの影響も評価する必要があると思われる。

3.3 黒体炉の値付け 実験システムを校正する方法として、基準放射源の黒体炉の出力である分光放射輝度から、

下記の(1)式により分光放射照度を求めた。

$$E(\lambda) = A L(\lambda, T) / P^2 \quad (1)$$

ここで $E(\lambda)$: 黒体炉の分光放射照度

A : 黒体炉開口部面積

$L(\lambda, T)$: 黒体炉分光放射輝度

P : 黒体炉開口部から積分球開口部までの距離

黒体炉からの分光放射照度を求めることによって, FTIR 出力への値付けが可能となり, これから求めた遠赤外線ヒータの分光放射照度を図7に示す。

4. 分光放射照度の実測値と理論値の比較

4.1 分光放射照度の理論値 実験システムで求めた分光放射照度の検証方法として, 直接照度の計算から求めた分光放射照度との比較を行った。これは, 今回の実験で使用した遠赤外線ヒータと同じ形状の光源である直線光源による照度計算式を用いた。

計算にあたっては, 次の条件を設定した。

①遠赤外線ヒータ(直線光源)の発熱部全域から, 同じ分光放射輝度の値が放射されている。

②遠赤外線ヒータから FTIR の間で, 吸収の影響はない

なお(2)式中の $L(\lambda, T)$ は, 図4で示す遠赤外線ヒータの分光放射輝度である。

$$E(\lambda) = \frac{L(\lambda, T) \cdot D(a + \sin a \cdot \cos a)}{P} \quad (2)$$

ここで $E(\lambda)$: 分光放射照度

$L(\lambda, T)$: 分光放射輝度

D : ヒータ直径

P : 距離

a : 発熱体中央部と端部のなす角度

この式から求めた分光放射照度(理論値)を図8に示す。

4.2 実測値と理論値の比較結果 実験システムで求めた分光放射照度(図7)と直接照度による照度計算式から求めた分光放射照度(図8)を比較する方法として, 実測値を理論値で除算し理論値とのズレを検証した。この結果を図9に示す。

波長 $2\mu\text{m}$ において距離 $10\sim 25\text{cm}$ のとき $\pm 15\%$ 以内, $15\mu\text{m}$ において距離 $10\sim 20\text{cm}$ のとき $\pm 20\%$ 以内であった。

距離 25cm 以上では, 波長 $10\mu\text{m}$ よりも長波長帯では 30% 以上のズレが見られた。特に距離 30cm の場合, 大きなズレが見られるが, これは 30cm の距離における積分球開口部の視野範囲よりも, 遠赤外線ヒータの発熱部長さが相当小さく「視野欠け」が生じ, 周囲からの迷光(赤外放射)を同時に拾う結果となる。また, 積分球へ入射する放射エネルギーが微弱で, 今回使用したペルチェ冷却 DTGS 検出器では検出感度が低く, 微弱な信号に追従できなかったことなどが原因と考えられる。

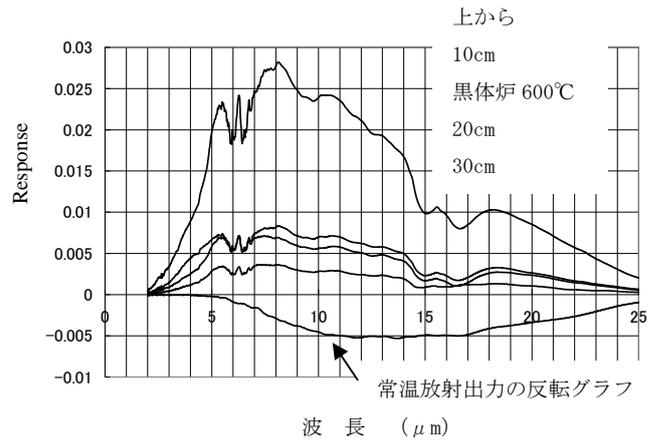


図5. 黒体炉 600°C及び距離別 FTIR 出力

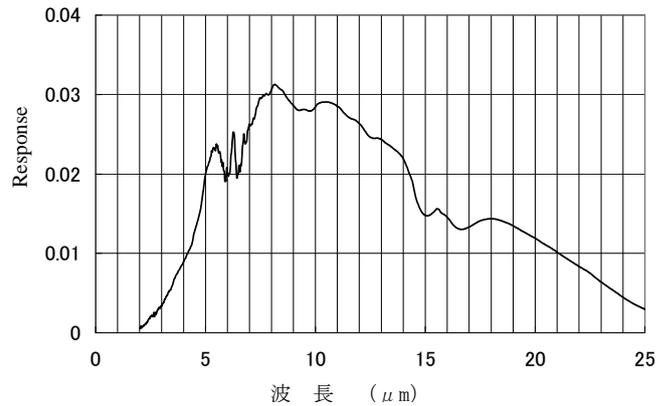


図6. 常温放射の影響を除去した後の距離 10cm の FTIR 出力

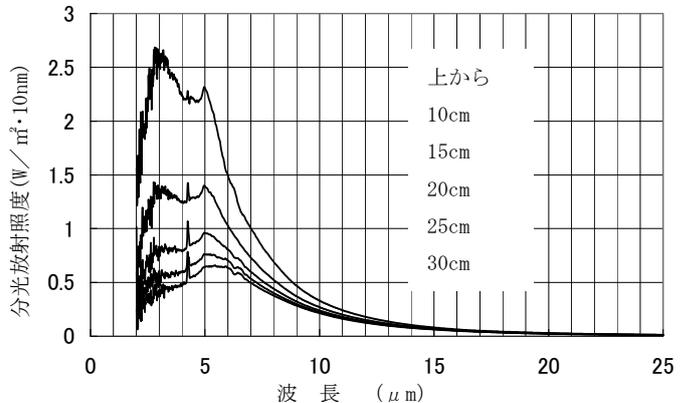


図7. 波長別分光放射照度(実測値)

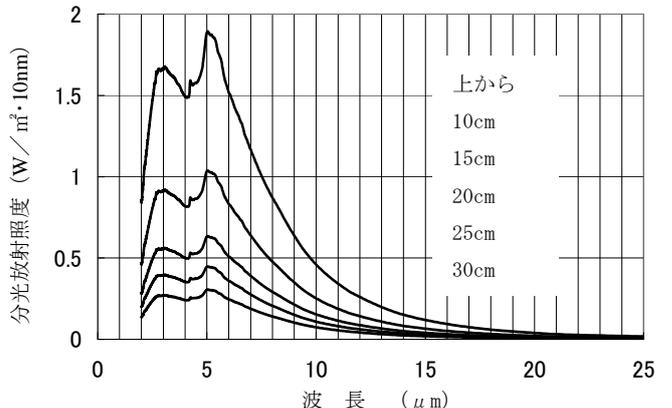


図8. 距離別分光放射照度(理論値)

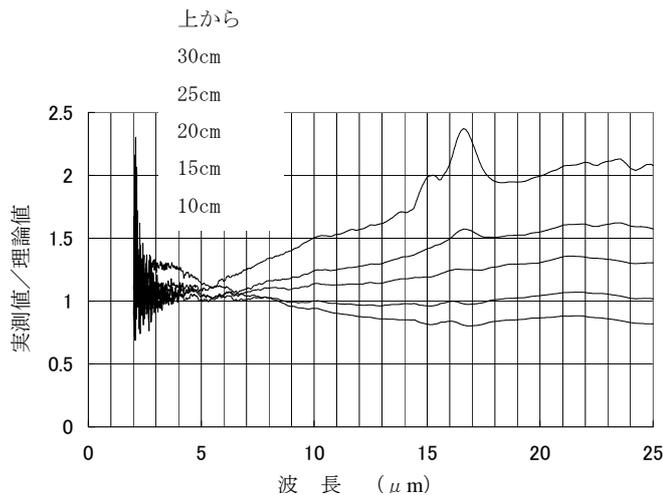


図9. 実測値/理論値

5. まとめ

金コーティング積分球を既存のFTIRと組み合わせて実験システムを構築し、波長領域2~25 μm における分光放射照度測定方法の検討を行った。

比較的熱容量の小さい遠赤外線ヒータを対象として、積分球とヒータとの距離を10~25cm以内、測定波長域を2~15 μm の条件において分光放射照度測定が求められることが分かった。しかし、積分球とヒータ間の距離が大きくなるほど、また、長波長域になるほど放射エネルギーは微弱になり、より高感度の検出器が必要となる。

今後は、22 μm 付近まで感度を持つ広帯域MCT検出器を用いて同様の実験を行い、特に15 μm 以上の長波長域での特性を詳細に評価することを検討している。

また、同容量で発熱面積の大きい平板状のヒータや、容量の異なるヒータについても評価しデータの蓄積に努め、最終的に測定方法を確立させることで、依頼試験として対応可能な体制を整備していく。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月5日再受付)

文 献

- (1) 大谷文雄, 中川靖夫, 谷治環, 児玉佳孝, 大久保和明:「遠赤外分光放射照度標準の開発」, 照明学会誌, 第79巻 第8号A, Pp377-383(1995)
- (2) 笹森宣文, 山本哲雄:「赤外分光放射照度測定システムの開発」, 東京都立工業技術センター研究報告 第26号, pp21-24(1997)
- (3) 笹森宣文, 角田朋尚:「赤外分光放射率測定の精度向上」, 東京都立工業技術センター研究報告, 第24号, pp41-44(1995)
- (4) 照明学会編:「ライティングハンドブック」, オーム社, pp223-224 (1987)
- (5) 照明学会編:「光の計測マニュアル」, 日本理工出版会, pp12-13 (1990)
- (6) 久野治義著:「赤外線工学」, 社団法人電子情報通信学会, pp53-56 (1998)

相対分光応答度測定方法の開発

中村 広隆* 岩永 敏秀* 山本 哲雄* 中島 敏晴*

Development of a Relative Spectral Responsivity Measurement Method

Hiroataka Nakamura*, Toshihide Iwanaga*, Tetsuo Yamamoto*, Toshiharu Nakajima*

The development and use of light emitting diodes (LEDs) in illumination have been increasing due to the recent development of solid state lighting, and consequently photometric characterization measurement requests — for example: illuminance, luminous intensity distribution, and total luminous flux — of LED lighting have also increased. For the photometric characterization measurement of light sources such as LEDs, fluorescent lamps, and incandescent lamps, it is important to precisely measure spectral responsivity and to maintain a spectral responsivity measurement system. The spectral responsivity of a photodetector (its sensitivity at each wavelength) is an important characteristic, essential in the accurate measurement of the emission spectrum of light sources. Spectral responsivity measurement techniques are equally useful in photodetector assessment and in the evaluation of newly fabricated photodetectors. We propose a relative spectral responsivity measurement method for the spectral range from 1150 nm to 2500 nm. In this study we report on the evaluation results of photodetectors, a correction method of the spectral responsivity by reflectance on the photodetector surface, and a relative spectral responsivity measurement using an optical power meter or radiometer.

キーワード：分光応答度, 受光器, 標準受光器

Keywords : Spectral responsivity, Photodetector, Standard detector

1. はじめに

近年、新固体光源の開発により LED 照明の開発と利用が活発化しており、それに伴い LED 光源の測光依頼試験も増加している⁽¹⁾。これら LED 光源をはじめ、蛍光灯、電球等の光源の放射特性を正確に測定するために、分光応答度測定システムの整備が課題となっている⁽²⁾。ここで、分光応答度とは受光器の波長毎の感度特性である。青色 LED 等の単色光源の測光において、 $V(\lambda)$ 受光器を用いた測定では大きな誤差が生じやすい。これは、受光器の分光応答度が $V(\lambda)$ には完全には一致していないためである。このような誤差の補正を行うために受光器の分光応答度の校正が重要である。また、紫外、可視、近赤外域での分光応答度測定技術^{(3)~(5)}を確立することで、様々な受光器の評価や新しい受光器製作などへの技術応用が期待できる。今回、1150~2500nm での相対分光応答度測定に使用する標準受光器として、焦電型センサー、サーモパイルの受光器評価、反射率測定による分光応答度補正方法を検討し、さらに 1150nm 以降の相対分光応答度測定方法の開発として放射計、光パワーメータを用いた相対分光応答度測定を行った結果を報告する。

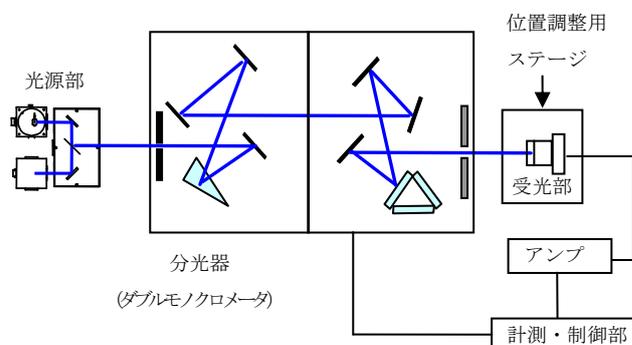


図1. 測定システムの構成

2. 測定システムの概要と測定方法

2.1 測定システムの概要 分光応答度測定システムは大きく分けて、光源部、分光器、受光部、計測・制御部で構成される(図1)。光源にはハロゲンランプ (150W) と重水素ランプ (30W) を使用している。分光器は迷光を非常に小さく抑えることができるダブルモノクロメータ方式を用いている。本測定システムの測定波長範囲は 250nm ~ 2500nm である。

*光音グループ

2. 2 相対分光応答度測定方法 標準受光器 (Si フォトダイオード) を用いた相対分光応答度測定は、まず値付けされた受光器をリファレンスとして測定を行い、次にサンプル受光器の測定を行う。この値付けされた受光器とサンプル受光器の比較測定から各受光器の相対分光応答度を次式により算出した。

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

ここで、 $S_{smp}(\lambda)$ はサンプル受光器の相対分光応答度、 $S_{ref}(\lambda)$ は標準受光器の分光応答度、 $D_{smp}(\lambda)$ はサンプル受光器の波長ごとの出力、 $D_{sref}(\lambda)$ は標準受光器の波長ごとの出力である。

3. 受光器の応答出力と相対分光応答度

3. 1 250-2500nm でのサーモパイル、焦電型センサーの応答出力 1150~2500nm での相対分光応答度測定に使用する標準受光器の評価として、標準受光器として着目している焦電型センサーとサーモパイルを用いて 250nm~2500nm での各波長におけるセンサーの応答出力の測定を行った。測定に使用したサーモパイル (Dexter 社製)、焦電型センサー (InfraTec 社製) の外観図を図 2 に示す。

3. 2 450-1150nm でのサーモパイル、焦電型センサーの相対分光応答度測定 本研究では、250nm~2500nm での相対分光応答度測定技術の開発として、250~1150nm での相対分光応答度測定では、250~1150nm において校正された Si フォトダイオードを標準受光器として使用する。校正された標準受光器の供給がなされていない 1150~2500nm では、フラットな分光応答度特性 (波長依存性がない) を利用した相対分光応答度の測定を考えている。現在、1150~2500nm での標準受光器として波長依存性が少ない焦電型センサーとサーモパイルに着目しているが、実際にセンサーの分光応答度を測定し、標準受光器としての適合性を評価してから選定する必要がある。そこで、この 2 種類の受光器に対して、校正された Si フォトダイオードの標準受光器を用いて 450-1150nm における相対分光応答度の測定を行った。また、各測定は、入射スリット幅:2mm, 出射スリット幅:1mm(可視域で約 6nm 相当の半値全幅)として測定を行った。

4. 分光応答度補正方法の検討

焦電型センサーの 450nm~1150nm での相対分光応答度はわずかな波長依存性がある (3.2 の測定結果)。これはセンサー表面の反射率などに波長依存性があるためと考えられる。この波長依存性を補正するために、センサー表面の分光反射率を測定した。今回の実験では、センサー表面は拡散性が強いと考えられ、拡散反射に対しての補正を行った。拡散反射率の測定では、45 度方向の拡散反射率と拡散受光の拡散反射率を求め、各々の結果からの分光応答度補正を行った。各反射率測定における入射光、測定した反射

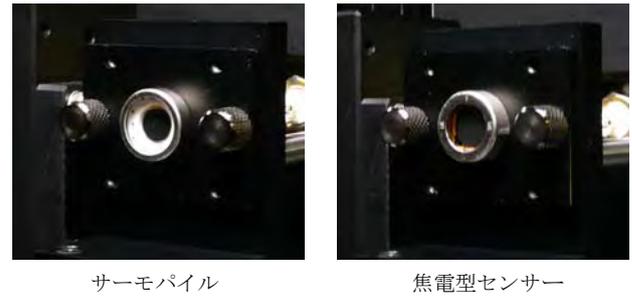
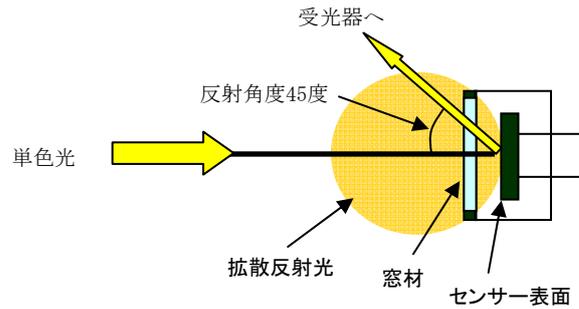
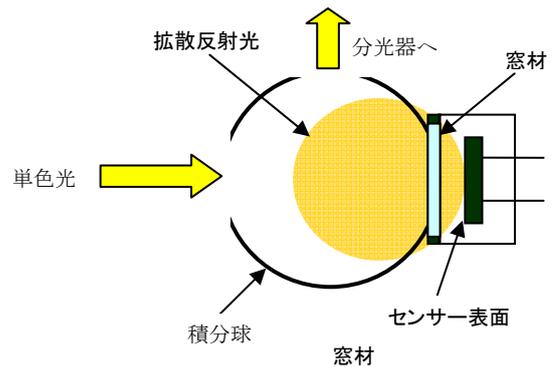


図 2. サーモパイルと焦電型センサー



(1) 拡散反射率 (45 度受光)



(2) 拡散反射率 (拡散受光)

図 3. 拡散反射率測定

光、センサーの配置などの幾何学的条件を図 3 に示す。そして、分光応答度の補正は次式により行った。

$$S_{corrected}(\lambda) = \frac{S_{smp}(\lambda)}{1 - R_{sensor}(\lambda)} \quad (2)$$

ここで、 $S_{corrected}(\lambda)$ は補正後の相対分光応答度、 $S_{smp}(\lambda)$ は補正前のサンプルの分光応答度、 $R_{sensor}(\lambda)$ は受光器表面の波長ごとの反射率である。

5. 1150nm 以上での相対分光応答度測定方法の検討

焦電型センサー、サーモパイルを標準受光器として使用する場合、各センサーが 1150nm 以降の波長において波長依存性がないことを実測定により確認する必要がある。そこで、1150nm 以降における相対分光応答度の実測定方法の検討として、光パワーメータと放射計を用いた相対分光応答度測定方法の検討を行った。測定方法としては、図 1 に示

す測定システムにおいて、受光部に光パワーメータまたは放射計を設置して、分光器から射出される各波長の光の放射照度を実測することで、焦電型センサーの相対分光応答度の測定を行った。

6. 結果および考察

6.1 サーマパイルおよび焦電型センサーの応答出力の測定結果

受光器評価として、各センサーの応答出力の測定結果を図4に示す。光源に重水素ランプとハロゲンランプを使用し、250~2500nm においての各波長の応答出力の測定を行った結果である。サーモパイルの応答出力は、DC (直流) 検出により測定した結果である。また、サーモパイルは窓材あり (サファイア)、焦電型センサーは窓材なしのものを使用した。本データは、光源の分光分布、分光器の回折格子、各センサーの分光応答度の波長特性が含まれており、大きな波長依存性がある。サーモパイルに使用している窓材の透過帯域は0.1~7 μm である。図4は2つのセンサーの分光応答度の波長特性がほぼ等しい特性であることを示している。熱形検出器は一般的に検出能力が低いですが、測定結果は、各センサー共に、1150~2500nm においての分光応答度測定に十分対応できる応答出力が得られることを示している。

6.2 サーマパイルおよび焦電型センサーの相対分光応答度の測定結果

サーモパイル (窓材: サファイア) および焦電型センサー (窓材: CaF_2) を用いて 450~1150nm での分光応答度測定を行った。焦電型センサーに使用している窓材の透過帯域は UV~7 μm である。図5に測定結果を示す。サーモパイルは波長依存性が大きいですが、この要因の一つとして、サーモパイルの周囲温度変化の影響が考えられる。また、サーモパイルの測定では、4Hz の周波数 (装置の可変最低周波数域) でチョッピングを行ったが、センサーの特性からより低い周波数の方が良いと考えられる。

6.3 焦電型センサーによる反射率補正方法の検討

拡散受光 (広域角) と 45 度受光の拡散反射率の測定結果を図6に示す。この結果から、拡散受光の拡散反射率は波長の増加と共に徐々に増加しているが、45 度方向の拡散反射率はある程度フラットな特性が見られる。図7は相対分光応答度補正結果を示しており、補正前と補正後を比較すると、拡散受光での拡散反射率からの補正後の方がよりフラットに補正されている。拡散受光での補正の方が実際の表面率に近い反射率を表しているためと考えられる。拡散反射率による補正後も、分光応答度はわずかな波長依存性がある。この波長依存性はセンサー表面の吸収率、正反射成分、窓材の影響などが考えられる。

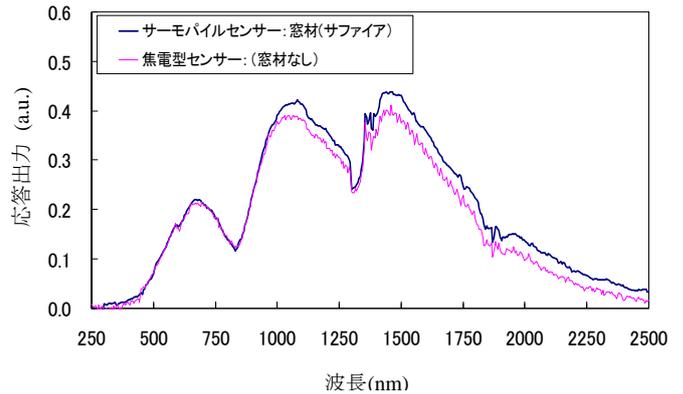


図4. 焦電型センサー、サーモパイルの出力

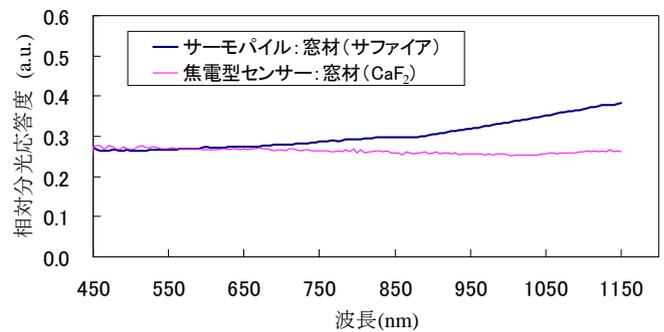


図5. サーマパイルと焦電型センサーの分光応答度

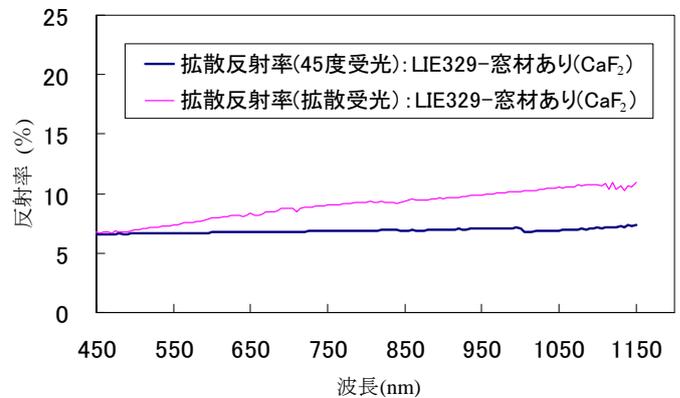


図6. 拡散反射率

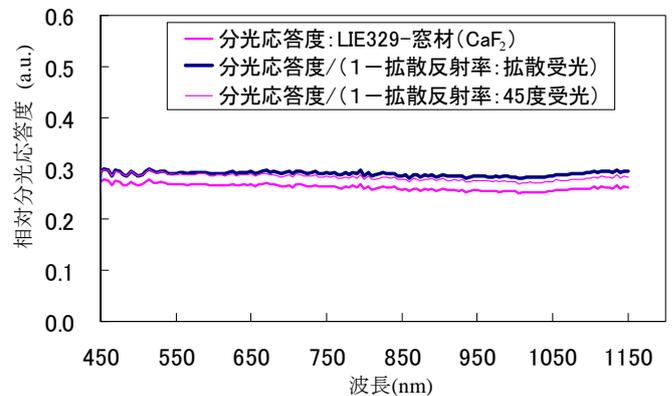


図7. 焦電型センサーの分光応答度

6. 4 1150nm 以上での相対分光応答度測定方法の検討

放射計および光パワーメータを用いて、1150nm 以降における焦電型センサーの相対分光応答の実測定を行った結果を図 8 に示す。この結果から、焦電型センサーにおいて 1150~2200nm での分光応答度のフラット性が確認できた。この方法により近赤外での相対分光応答度の実測定が可能であると確認できる。しかし、波長依存性が見られる。これは、測定誤差による要因が大きいと考えられ、温度変化などの外的影響による測定誤差などを抑制する方法の検討が必要である。

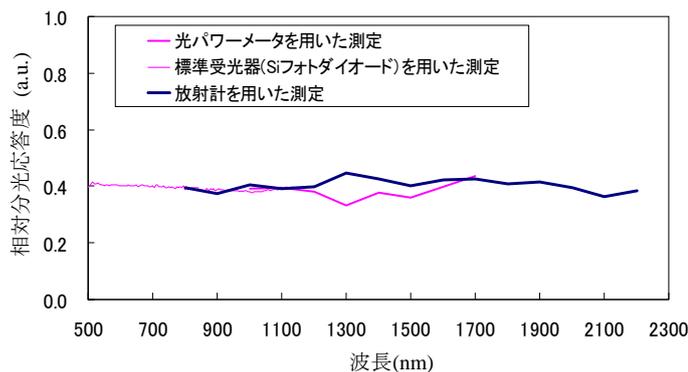


図 8. 放射計、光パワーメータによる相対分光応答度

7. まとめ

相対分光応答度測定方法の検討と受光器評価として焦電型センサーおよびサーモパイルの相対分光応答度と応答出力の測定を行った。

450~1150nm における相対分光応答度測定では、焦電型センサーはサーモパイルよりも波長依存性が少ないことを確認できた。また、応答出力の測定では、焦電型センサーとサーモパイルと共に 1150~2500nm での分光応答度測定に必要な応答出力が得られた。焦電型センサーの方がサーモパイル 1150~2500nm における標準受光器として期待できる。

相対分光応答度補正の検討では、拡散反射率測定による補正方法により、補正後の相対分光応答度は補正前よりもフラットな分光応答度になるという結果が得られた。

しかし、補正後も若干の波長依存性が残っている。今回、センサー表面の反射率測定はセンサーの外殻を取り付けた状態で行ったが、より正確な反射率測定を行うために、外殻を取り外し、センサー表面を露出した状態で行う必要がある。また、窓材の波長依存性についても測定を行い、補正精度を向上させる必要がある。

相対分光応答度測定方法の検討では、放射計と光パワーメータを用いて、相対分光応答度の測定が可能であることを確認した。しかし、Si フォトダイオードを用いた測定よりも波長依存性が高いという結果が得られた。これは、周囲温度変化などによる測定誤差が考えられる。

今後は、より測定誤差が低い新たな相対分光応答度測定

方法の検討を行い、1150nm 以降の汎用的な相対分光応答度測定方法の確立を行う。

(平成 20 年 7 月 4 日受付, 平成 20 年 8 月 4 日再受付)

文 献

- (1) 岩永敏秀、山本哲雄、中村広隆：「照明用 LED モジュールの光学特性測定システムの開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.2, pp.34-37 (2008)
- (2) 中村広隆、岩永敏秀、山本哲雄、中島敏晴：「分光応答度測定システムの開発(I)」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.2, pp.42-46 (2008)
- (3) 照明学会：受光器分光応答度測定方法に関する調査研究委員会報告書「光電素子の相対分光応答度測定方法」, JIES-007 (1997)
- (4) "Determination of the spectral responsivity of optical radiation detectors", CIE Pub., No.64 (1984)
- (5) 照明学会：短波長紫外線の測定法に関する研究調査委員会報告書, JIER-066 (2000)

論文

外国産エクステリア材から抽出した成分の防腐・防かび性

飯田 孝彦* 瓦田 研介* 小沼 ルミ* 宮崎 巖*

Resistance Against Wood Rotting Fungi and Mold by the Extractives from Foreign-made Exterior Wood

Takahiko Iida*, Kensuke Kawarada *, Rumi Konuma*, Iwao Miyazaki*

To increase the durability of solid wood, Sugi and Buna specimens were impregnated with secondary metabolite from Ipe which retains high durability. Wood specimens impregnated with extractives were examined by accelerated fungal tests using wood decaying fungi and mold. After exposure to fungal attack with wood decaying fungi such as *Fomitopsis palustris*, Sugi specimens exhibited less than 3% mass loss. Extractives retention after weathering treatment of Sugi and Buna specimens were 82.9% and 53.6% respectively. Moreover, both specimens demonstrated bulk coefficients which predicts the permeation of extractives into cell walls. These results indicated that the extractives of Ipe have high compatibility for wood cell walls, and durability against wood decaying fungi. Additionally, another accelerated fungal test using mold was employed to evaluate the surface contamination resistance of solid wood specimens impregnated with extractives. Observation of the specimen's surfaces by microscope proved that the specimens have high resistance performance against mold such as *Aspergillus niger*.

キーワード：イペ, 耐朽性, 抽出成分, かさ効果, 木材保存剤

Keywords : Ipe, Durability, Extractives, Bulk coefficient, Wood preservatives

1. 緒言

エクステリア材として防腐処理をほとんど施さずに使用されるイペ(*Tabebuia spp.*)材は、ブラジルなど南アメリカ大陸アマゾン川流域等に広く分布する、ノウゼンカズラ科の広葉樹木材である。しかし、イペ材は製材時の切削加工が難しいため、日本国産の針葉樹や広葉樹の製材歩止りが、概ね60%程度^{1),2)}であるのに対して、イペ材の製材歩止りは低く³⁾端材などの未利用廃棄物が多い。さらに、イペ材の端材は、高い気乾密度や硬度など物理的性質により、パーティクルボードへの再利用が難しく、未利用のまま一部は燃料として用いられているにすぎない。

一方、イペ材はその抽出成分が生物に対して抵抗性があることが知られている。木部抽出成分がラバコールや他のナフトキノ誘導体を含有し、海洋せん孔生物に対して抵抗性があること⁴⁾及び内樹皮抽出成分がヒトの腸内細菌 *Clostridium paraputrificum*, *Escherichia coli* 等に対して抗菌作用を有すること⁵⁾が既に報告されている。しかし木材腐朽菌類やカビに対する抗菌性について調べた報告はない。

そこで本研究では、イペ材の端材などの有効利用法として、イペ材から抽出した成分を耐朽性の低い木材に注入し、イペ材の抽出成分が被注入木材の耐朽性に及ぼす影響について調べた。さらに、抽出成分のカビ抵抗性について調べ、木材保存剤への利用の可能性を検討した。

2. 実験方法

2.1 耐朽性試験 イペ心材の耐朽性を、JIS Z2101-1994 : 木材の試験方法(耐朽性試験)を参考にして、供試菌としてオオウズラタケ(*Fomitopsis palustris* (Berk. et Curt.) Gilbn. & Ryv., FFPRI 0507)及びカワラタケ(*Trametes versicolor* (L.:Fr.) Pilat FFPRI 1030)を用いて評価した。

試験片は、20mm(T)×20mm(R)×10mm(L)の二方柁木取りとした。腐朽操作には、プラスチック製角型培養瓶(柴田科学機器㈱ 内容量約500mL)に、ポテトデキストロース寒天培地(PDA培地)100mlを入れ高圧蒸気滅菌したものをを用いた。なお、ブナ材についても同様に試験した。

2.2 抽出溶媒の検討と抽出物の抗菌性 抽出溶媒として、エタノール・ベンゼン混液(1:2 v/v)及びアセトンを用い、以下の方法で抽出物含有量を求めた⁶⁾。イペ心材木粉2gを用いて、エタノール・ベンゼン混液及びアセトンを抽出溶媒として、8時間ソックスレー抽出して得た抽出溶液をエバポレーターで乾固し、デシケーター中で減圧乾燥後、質量を測定し抽出物含有量を求めた。

また、抽出物の抗菌性を簡易に比較して抽出溶媒を検討するため、軟腐朽菌ケトミウム グロボスム(*Chaetomium globosum* Kunze ex Fries IAM 8059)を対象としたウェル法⁷⁾により、形成した生育阻止円の直径から阻止円面積を算出して抗菌性を評価した。培地はPDA培地を用いて、培養は、温度28℃で培養期間1週間とした。

*資源環境グループ

2. 3 抽出物の溶脱性の検討 エタノール・ベンゼン混液抽出成分及びアセトン抽出成分注入試験片からの溶脱性を検討するため、それぞれの試験片4個について、JIS K 1571-2004：木材保存剤の性能試験方法及び性能基準を参考にして、耐候操作を行った。耐候操作は、溶脱及び乾燥処理を10回繰り返した。

試験片は、ブナ(*Fagus crenata* Blume) 辺材(20mm(T)×20mm(R)×10mm(L)の二方桁木取り)とし、それぞれの抽出成分を、減圧下(6.4×10⁻²Pa)で、抽出成分濃度をアセトンで10g/100mLに調製した溶液を用いて注入し、減圧状態で1日静置した。その後、試験片を風乾してから減圧乾燥した。

2. 4 抽出成分を注入したスギ材及びブナ材の耐朽性とかさ効果 抽出成分が耐朽性に及ぼす影響は、JIS K 1571-2004「木材保存剤の性能試験方法及び性能基準」を参考にし、抽出成分注入試験片について、耐候操作後に供試菌としてオオウズラタケ、カワラタケ及びナミダタケ(*Serpula lacrymans* (Wulf.ex Fr.)Schroeter, FFPRI 0739)を用いて検討した。

試験片は、ブナ辺材及びスギ(*Cryptomeria japonica* D. Don) 辺材(20mm(T)×20mm(R)×10mm(L)の二方桁木取り)とし、それぞれイペ材抽出成分を前述と同様に注入処理した試験片、無処理試験片及び補正用試験片を用意した。

一部の試験片は、放射方向、接線方向及び繊維方向について、注入処理試験片の全乾後寸法 L_0 、無処理試験片の全乾後寸法 L_1 を測定し、かさ効果を式(1)により算出した⁸⁾。

$$\text{かさ効果(\%)} = \frac{L_0 - L_1}{L_1} \times 100 \quad (1)$$

2. 5 ブナ材への抽出成分浸漬とカビ抵抗性 抽出成分がカビ抵抗性に及ぼす影響は、JIS Z 2911-2006「カビ抵抗性試験方法(一般工業製品の試験(木竹製品))」を参考にして、抽出成分浸漬処理試験片及び無処理試験片について、5種類の単独孢子懸濁液を用いて各々のカビに対するカビ抵抗性試験を行い検討した。

試験片は、ブナ辺材(5mm(T)×20mm(R)×40mm(L)の二方桁木取り)とし、それぞれイペ材抽出成分浸漬処理試験片及び無処理試験片を用意した。浸漬処理試験片は、抽出成分濃度をアセトンで10g/100mLに調製した溶液中に30分浸漬した後、十分に風乾し質量を測定し、抽出成分の吸収量を求めた。無処理試験片はアセトンで同様に処理した。カビ発生の観察を50倍の実体顕微鏡を用いて1週間ごとに行った。なお、カビの発生を促進させる目的で孢子の懸濁に無機塩添加栄養液を使用した^{9),10)}。

3. 結果及び考察

3. 1 供試木材の耐朽性 イペ材抽出成分の防腐性能を調べるに当たり、最初にイペ材自体の耐朽性を調べた。供試木材の強制腐朽8週間後の質量減少率を表1に示す。供試木材は質量減少率が2%以下の結果を与え、イペ材がブナ材に比べ著しく高い耐朽性を持つことを示している。

この高い耐朽性は供試木材の高い密度や硬度など物理的性質に加えて、含有している抽出成分による木材腐朽菌の生長抑制作用によるものと考えられた。なお、抽出成分と耐朽性に関しては、ボンゴシ材を使用した木橋が腐朽した事例報告¹¹⁾もあり、抽出成分の木材腐朽菌に対する抗菌性の強さは、菌種により異なる可能性があり注意が必要であると思われる。

表1. 供試木材のJIS Z 2101による耐朽性

| 樹種 | 平均質量減少率(%) | | 気乾密度(g/cm ³) |
|----|------------|------------|--------------------------|
| | オオウズラタケ | カワラタケ | |
| イペ | 1.2 (0.2) | 2.0 (0.1) | 1.1 |
| ブナ | 69.6 (2.9) | 47.1 (3.8) | 0.7 |

()は、標準偏差

3. 2 溶媒の種類と抽出物量及び抽出物の抗菌性 イペ材からエタノール・ベンゼン混液及びアセトンを用いて抽出した場合の、得られた抽出物量を表2に、ウェル法によるケトミウム グロボスムに対する抗菌性を表2及び図1に示す。両者の抽出物量はほぼ同量であった。また、形成された阻止円面積もほぼ等しいことから、両抽出物のケトミウム グロボスムに対する抗菌性は同程度である⁷⁾と考えられた。

表2. 抽出物収量及びケトミウムグロボスム生育抑制効果に及ぼす溶媒の影響

| 抽出溶媒の種類 | 抽出物(%) | 阻止円面積(cm ²) |
|----------------------|--------|-------------------------|
| アセトン | 12.2 | 3.7 |
| エタノール・ベンゼン混液(1:2v/v) | 11.7 | 3.9 |



図1. 形成された阻止円(ウェル法)

3. 3 溶媒の種類と抽出物量の溶脱性 エタノール・ベンゼン混液及びアセトン抽出成分を、注入処理した試験片の耐候操作における溶脱処理回数ごとの抽出成分の残留率を図2に示す。各抽出成分ともに溶脱処理2回目以降の残留率の変化は少なかった。溶脱処理10回後の抽出成分の残留率は、エタノール・ベンゼン混液抽出成分注入材の方が約10%高かった。本研究では、耐候操作における溶脱性が若干低い、取り出せる抽出物の量やケトミウムグロボスムに対する抗菌性がほぼ同等であること及び溶媒の有害性や再利用のしやすさから、以降の実験においては抽出に用い

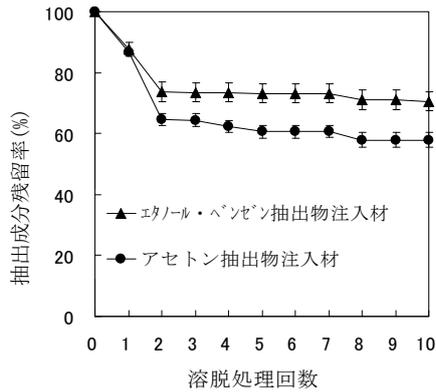


図2. 耐候操作と抽出成分残留

る溶媒はアセトンとすることにした。

3. 4 抽出成分注入とかさ効果 抽出成分注入によるかさ効果を調べた結果を図3に示す。スギ及びブナいずれの樹種においても、抽出成分を注入した試験片は、アセトンのみを注入した試験片と比較して、放射方向、接線方向及び繊維方向の寸法が増加したことから、含まれた抽出成分は道管及び仮道管細胞内腔に加えて細胞壁内にも存在していると考えられた。これは抽出成分が木材の代謝生産物であり、木材との親和性が高いためであると考えられる。

3. 5 抽出成分注入がスギ材やブナ材の耐朽性に及ぼす影響

イペ材抽出成分を注入した木材試験片の強制腐朽12週間後の質量減少率を表3に示す。スギ材では、無処理試験片は、オオウズラタケ、カワラタケ及びナミダタケいずれの菌種を用いた場合も質量減少率が50%前後であったのに対して、イペ材抽出成分注入試験片は、すべて質量減少率が3%以下となり供試した菌種に対して防腐性能が認められた。この結果は木材保存剤の性能基準で規定された注入処理用防腐剤としての性能基準を満たしており、既存の木材防腐剤の代替品としての利用の可能性が示唆された。

一方、ブナ材では全ての菌種に対して、無処理材試験片と比較してイペ材抽出成分注入試験片の質量減少率は低く、t検定を行った結果、危険率5%で、両者の質量減少率の平均値に有意差が見られたが、質量減少率が50%程度に達して腐朽がかなり進んでいた。これは、スギ材はブナ材と比較して、耐候操作による抽出成分の溶脱が少なく、注入した成分の残留率は80%以上で、スギ材はブナ材と比較して耐候操作後の抽出成分の含有量が多かったことや、樹

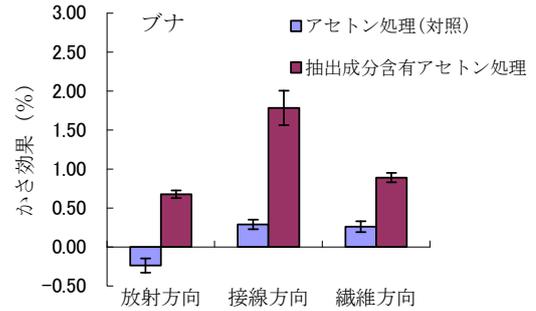
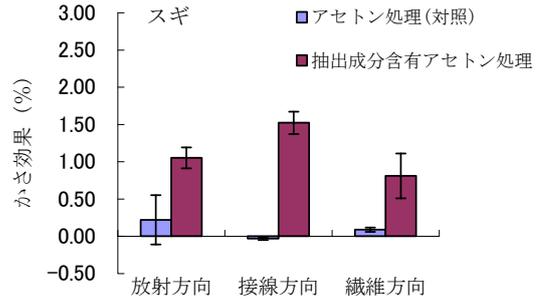


図3. 抽出成分注入によるかさ効果

種自体の耐朽性がスギ材の方が高かったことが要因であると考えられる。

3. 6 抽出成分浸漬がブナ材のカビ抵抗性に及ぼす影響

イペ材抽出成分を浸漬した試験片のカビの発生状況について、観察した結果を表4に示す。無処理試験片はカビに対する抵抗性が見られず、供試材表面にカビの生育が生じたのに対して、抽出成分を浸漬した試験片は、リゾープスオリゼ (*Rhizopus oryzae* Went et Prinsen-Geerligs) 等がわずかに観察されたが、全体的には、カビの発生がほとんど見られなかった。カビの発生を促進させる目的で胞子の懸濁に無機塩添加栄養液を使用していることを考えると、イペ抽出成分はカビに対する成長抑制作用を十分に有していると考えられ、木材防カビ剤としての利用の可能性が示唆された。また、試験に用いたカビ5菌種のなかでも、完全にカビの発生が抑制された菌種と一部カビの発生が見られた菌種があり、イペ抽出成分のカビ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。

表3. イペ材抽出物を注入したスギとブナ材の JIS K 1571 による耐朽性

| 試験片 | 抽出物吸収量 (kg/m ³) | | 抽出成分 残留率 (%) | 平均質量減少率 (%) | | |
|--------------|-----------------------------|-------|-----------------|-------------|------------|-------------|
| | 耐候操作前 | 耐候操作後 | | オオウズラタケ | カワラタケ | ナミダタケ |
| スギ (注入処理) | 67.4 | 55.9 | 82.9 | 0.0 (0.0) | 2.5 (0.6) | 0.0 (0.0) |
| スギ (無処理) | — | — | — | 55.8 (8.1) | 48.7 (2.1) | 46.1 (2.3) |
| ブナ (注入処理) | 50.8 | 31.1 | 53.6 | 47.5 (3.5) | 53.3 (2.5) | 44.2 (11.4) |
| ブナ (無処理) | — | — | — | 75.4 (1.8) | 68.0 (4.1) | 69.4 (1.9) |

()は、標準偏差

表4. イペ材抽出物に浸漬処理したブナ辺材の JIS Z2911-2006 によるカビ生育抵抗性

| 菌種 | 試験片 | 抽出物吸収量(g/m ²) | 1週間後 | 2週間後 | 3週間後 | 4週間後 | かび抵抗性判定基準 実体顕微鏡で観察(×50) |
|----------------------------------|------|---------------------------|------|------|------|------|----------------------------|
| アスペルス ニゲル NBRC6341 | 浸漬処理 | 29 | 0 | 0 | 0 | 0 | |
| | 無処理 | — | 2 | 2 | 2 | 2 | |
| ペニシリウム シトリナム NBRC6342 | 浸漬処理 | 26 | 痕跡 | 痕跡 | 痕跡 | 痕跡 | 痕跡 |
| | 無処理 | — | 2 | 2 | 2 | 2 | |
| リゾープス オリゼ NBRC31005 | 浸漬処理 | 32 | 痕跡 | 痕跡 | 1 | 1 | 1 |
| | 無処理 | — | 2 | 2 | 2 | 2 | |
| クラドスポリウム クラドスポリ オイデス NBRC6348 | 浸漬処理 | 37 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2 |
| | 無処理 | — | 2 | 2 | 2 | 2 | |
| ケトミウム グロボスム NBRC6347 | 浸漬処理 | 35 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2 |
| | 無処理 | — | 1 | 2 | 2 | 2 | |

| かび抵抗性表示 | 菌糸の発育面積 |
|---------|------------------------|
| 0 | 試料表面のかび発生認められず |
| 痕跡 | 試料表面に僅かなかびの発生が認められた |
| 1 | 試料表面のかび発育面積が、全面積の1/3未満 |
| 2 | 試料表面のかび発育面積が、全面積の1/3以上 |

4. まとめ

イペ材の二次代謝物の木材腐朽菌及びカビに対する抗菌性を検討するため、イペ材から抽出した成分を耐朽性の低い木材へ注入し、抽出成分が耐朽性及びカビ抵抗性に及ぼす影響について調べた。その結果、以下の知見が得られた。

- 1) イペ材抽出成分を注入したスギ試験片の強制腐朽12週間後の質量減少率は、3%以下となり、イペ材から抽出した成分を耐朽性の低い木材へ注入することで高い耐朽性が付与された。この結果は、木材保存剤の性能基準で規定された注入用防腐剤としての性能基準を満たしている。
- 2) イペ材抽出成分を注入したスギ材及びブナ材試験片について、放射方向、接線方向及び繊維方向の寸法が増加し、かさ効果が確認されたことから、抽出成分は道管及び仮道管細胞内腔に加えて、細胞壁内にも浸透している可能性が示唆された。これは木材の代謝生産物出である抽出成分と木材との親和性が高かったためと考えられる。
- 3) イペ材抽出成分を浸漬処理したブナ材試験片について、カビ抵抗性試験を行ったところ、培養4週間後における観察で、一部の試験片にカビの発生が見られたものの、全体的にはカビの発生は少なかったことから、イペ材抽出成分には供試したカビに対する成長抑制作用が認められた。

謝辞

イペ材原産国であるブラジル連邦共和国におけるイペ材関連の情報提供にご協力頂きました。独立行政法人 森林総合研究所 大村和香子氏、北三 株式会社 松下悦久氏に感謝申し上げます。

(平成20年7月4日受付、平成20年8月5日再受付)

文 献

- (1) 村田光司, 伊神裕司, 松村ゆかり: 「スギ大丸太並材の製材歩止り」, 第58回日本木材学会大会研究発表要旨集, p. 563 (2008)
- (2) 鎌田昭吉: 「北海道産広葉樹の製材木取り(I)」, 木材工業, Vol. 34, pp. 176-178 (1979)
- (3) 細田木材工業株式会社: <http://www.woody-art-hosoda.co.jp/reportback.htm> (2004年6月25日)

- (4) Manners G D, Jurd L: “New natural products from marine borer resistant woods”, *Agricultural Food Chemistry*, Vol. 25, pp. 726-730 (1977)
- (5) Byeoung-Soo Park, Jun-Ran Kim, Sung-Eun Lee, Kyoung Soon Kim, Gary R. Takeoka, Young-Joon Ahn, Jeong-Han Kim: “Selective Growth-Inhibiting Effects of Compounds Identified in *Tabebuia impetiginosa* Inner Bark on Human Intestinal Bacteria”, *J. Agriculture and Food Chemistry*, Vol. 53, pp. 1152-1157 (2005)
- (6) 日本木材学会編: 「木材科学実験書Ⅱ. 化学編」, pp. 148 - 150 (1985)
- (7) 高鳥浩介, 相原真紀, 花澤良, 小菅旬子, 李憲俊, 村松芳多子, 太田利子: 「カビ検査マニュアルカラー図譜」, ㈱テクノシステム, pp. 135 (2002)
- (8) 日本木材学会編: 「木材科学実験書Ⅱ. 化学編」, pp. 293 - 294 (1985)
- (9) 宮崎巖, 富田向日子: 「種々の環境における乾式法による塗料のカビ抵抗性試験方法」, 東京都立工業技術センター研究報告, Vol. 23, pp. 87-90 (1994)
- (10) ASTM Designation: G21-96: “Standard Practice for Determining Resistance of Synthetic Polymeric Materials to Fungi”, pp. 1-5 (2002)
- (11) 鈴木憲太郎, 軽部正彦, 宮武敦, 加藤英雄: 「ボンゴシ材を使った公園用木橋の落下について」, 木材工業, Vol. 55, pp. 78-81 (2000)

金・白金熱電対の特性改善

佐々木 正史^{*1)} 後藤 昌彦^{*2)}

Improvement of the Characteristics of Au/Pt Thermocouples

Masashi Sasaki^{*1)}, Masahiko Gotoh^{*2)}

Thermocouples are widely used in many industrial fields. Platinum rhodium alloy thermocouples have been used as standard thermocouples for many years. However these drift significantly, due to selective oxidation of the rhodium component in a high temperature environment. Among currently available thermocouples, although Au/Pt thermocouples are most accurate in terms of repeatability and stability, fragility of their stress relieving coil sometimes limits the fields in which they can be usefully applied. In this study, the improvement of ruggedness of Au/Pt thermocouple was attempted by eliminating the stress relieving coil. Stability of the improved Au/Pt thermocouple was achieved to within 20mK at silver fixed point after 600 hours exposure to high temperatures up to 960 °C. Its immersion profile is improved to within 12mK over 100mm measured in a silver fixed point cell. This profile is as good as that of a conventional Au/Pt thermocouple with stress relieving coil and is far better than that of a platinum rhodium alloy thermocouple.

キーワード : Au/Pt 熱電対, ループ構造, 安定性の改善

Keywords : Au/Pt thermocouple, Loop structure, Stability improvement

1. はじめに

温度標準の体系は 1990 年国際温度目盛(ITS-90)によって規定されている。その中で 17 の定義定点, さらに補間計器としては, 銀の定点(962°C)までは, 白金抵抗温度計(SPRT), それ以上の高温度域では放射温度計が定められている。一方, 産業界の現場で, 最も多く用いられている温度センサは熱電対であり, その中で標準用熱電対としては, R 及び S 熱電対が一般的である。しかしながら R 及び S 熱電対は, 高温下において素線に使用している白金ロジウム合金内のロジウム成分が選択酸化を起しそれが原因となり, 熱起電力のドリフトが生じている事が分かっている⁽¹⁾。過去の研究により R 熱電対において 960°C に 300 時間曝した結果, 約 200mK ドリフトすることが確認されている⁽²⁾。

そのため, 高温測定技術の需要も高まっている昨今では, 更にドリフトの小さい熱電対の開発を目指し, 研究が盛んに行われている。近年では, 貴金属である Pd, Pt, Au を用いた熱電対が開発され, また最近標準用として金・白金熱電対が国際規格 IEC-62460 に制定された。

そこで本研究では, 今後普及が見込まれる新しい標準用熱電対である金・白金熱電対について新たな構造提案による特性改善を試みたのでその結果を報告する。尚, 本研究は当初, 玉川大学で行った研究を当センターにおいて継続したものである。

2. 金・白金熱電対

金・白金熱電対は, 高純度の金と白金の素線で組み立てられた熱電対であり, 高温での変質も小さく, 長時間にわたり安定した測定が可能なことが特長である。

白金抵抗温度計に次ぐ良い特性を持っており, NRC(カナダ)の McLaren と Murdock や, NIST(米国)の Burns と Strouse らによって, 研究が重ねられてきた⁽¹⁾⁽³⁾⁽⁴⁾。また, 最近では校正の不確かさが 1000°C で 30mK 以内であるという製品も市場に出回っている。

3. 特性評価方法

本研究では, 特性評価として曝露特性試験及び不均質特性試験を行い, 金・白金熱電対を評価した。

曝露特性試験は, 曝露用電気炉を用いて約 960°C で連続 600 時間曝露を行い, この間約 200 時間毎に銀の定点温度を実現し熱起電力を測定し, その時のドリフトを観測した。

不均質特性試験は, 銀の定点温度を実現し, あらかじめ定点セルの底に設置しておいた熱電対を 10 分毎に一定間隔(30mm)ずつ引抜きと挿入を交互に行い, 熱起電力を観測し, セルの底位置を基準とした熱起電力の偏差を測定した。

^{*1)}製品化支援室

^{*2)}玉川大学 学術研究所

4. 特性改善のための課題

金・白金熱電対は、現在多く用いられている標準用の R 及び S 熱電対に比べ酸化等の影響を受けにくいと、長期間の使用においてもドリフトが小さく安定性に優れている。その一方で、金と白金の熱膨張係数の違いにより、高温時に+脚、-脚の素線間に応力が加わり、それが不均質の原因となり付加起電力の発生へと繋がる。この現象はディフレンシャルエクスパンションと呼ばれている。

そこで金・白金熱電対の特性改善のために解決すべき構造上の問題点が2つ挙げられる。

4.1 応力緩和コイルの脆弱性 以前より金・白金熱電対の特性を構造によって改善する方法はいくつも試みられてきた。実際、NISTを始め、海外で既に製品化されている金・白金熱電対に採用されているのが、测温接点に応力緩和コイルを取り付け、素線同士が与え合う応力の緩和を狙った構造のものである。しかしながら、応力緩和コイルを取り付けた場合、高温への多数回のヒートサイクルによって、先端のコイルが変形し、場合によっては断線してしまうこともある。960℃で166時間の曝露、その間に約30時間おきに計5回のヒートサイクルを加えた結果、コイルが絡むことが確認されている⁽⁵⁾。

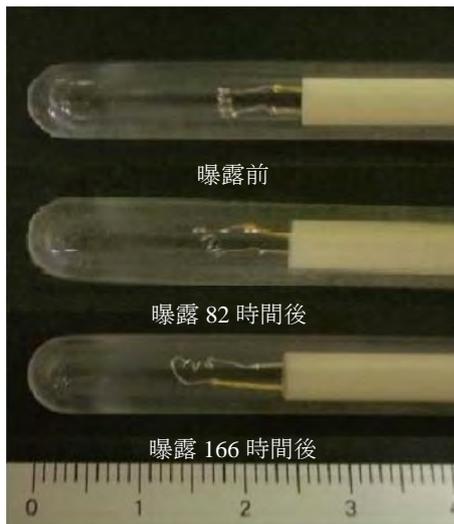


図1. コイルの経時変化

株式会社チノー及川氏撮影

4.2 素線固定での特性の低下 熱電対素線を温度勾配が大きい位置で固定してしまうと、特性が低下することは以前より知られていた⁽¹⁾。素線が高温に曝されると熱膨張により応力が加わるため、その際に素線を固定すると歪みが生じてしまい、付加起電力の発生原因になるというものである。

現在、一般的に純金属熱電対へ使用されているコイル付構造であれば温接点側で熱膨張への対策がなされているために、ハンドル部等で素線を固定しても特性への影響は少ないと考えられるが、4.1で述べたような問題があるために別の方法の提案が必要である。

そのため脆弱性のあるコイルを用いず、温接点側で熱膨

張への対策を行う方法として、特に熱膨張が大きい金線をスパイラル状にして、白金線との熱膨張の差に対応する方法や、先端にコイルではなくU字のブリッジを取付ける方法なども研究もされている⁽⁶⁾。

素線が固定されていないと、熱電対の使用上、必然的に起こるケーブルの引き回しが、付加起電力の発生へ繋がってしまう。特に温接点側の温度勾配が加わる部分への歪みは、熱起電力へ顕著に影響を及ぼすことになる。そのため素線を固定することによって機械的強度が増し、熱起電力への影響を避ける方法が望まれる。

5. ループ金・白金熱電対

金・白金熱電対の熱起電力の特性改善のためには、4で述べたような課題があるため、本研究で試作したループ型の金・白金熱電対は、金線と白金線を直接溶接して温接点を形成し耐久性を持たせた。そして、素線をハンドル内部でループさせることにより、付加起電力を軽減させる方法を提案した。これにより素線に自由度をもたせ、熱膨張によって温接点側からの力が加わっても素線が受ける歪みを軽減できる構造となっている。この構造で効果が得られれば素線をハンドル上部で固定する事ができるため使用時における機械的強度も増し、実用的な構造が実現できる。

図2は、試作したループ金・白金熱電対の構造図である。ハンドル内部では、素線の自由度を確保し、図3のようにテフロンセパレータで二層構造にし、素線同士の絶縁を施した。ハンドルの材料は絶縁、耐熱、強度の面からベークライトを使用した。

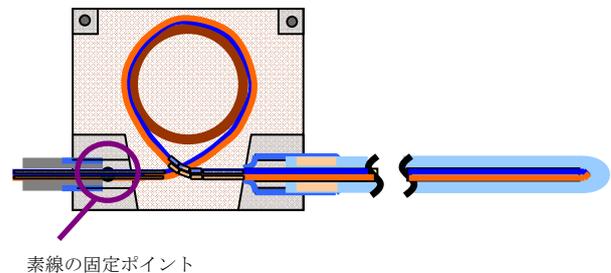


図2. ループ金・白金熱電対の構造

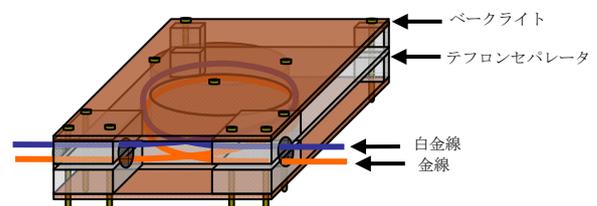


図3. ハンドルの内部構造

6. 熱電対の試作

試作した金・白金熱電対に使用した素線及び材料を、表1に示す。

表1. 金・白金熱電対の構成材料

| | 純度 | 熱処理(洗浄) | 熱処理時間 |
|----------------|---------|--------------------|-----------------------------|
| 金線 | 99.999% | 圧力制御型ヒートパイプによるアニール | 970°C,10h |
| 白金線 | 99.995% | 通電アニール | 1300°C,10h 空孔処理 450°C,5h |
| 絶縁管 (7ホリ) | 99.7 % | 空焼き | 970°Cで 5h |
| 保護管 (高純度石英) | 99.8 % | スチーミング 空焼き | 5h 970°C,5h |

素線のアニールは可能な限り均一な温度で行うことが望ましい。そのため今回、金線のアニールは、均熱性に優れている圧力制御型ヒートパイプを用いて、970°Cで10時間行った。使用したヒートパイプは均熱域が440mmの範囲で2°C以内の安定度であったため、使用した素線1600mmを長さ約420mm、外径2.3mm、内径1.5mmの高純度石英ガラス管4本に通し折りたたみ、その全体を外径9mm、内径7mmの石英保護管に通し均熱域に入るようにし、アニールを行った。白金線は、通電アニールを行い1300°Cで10時間、空孔処理を450°Cで5時間行った。

絶縁管は970°Cで5時間空焼きを行い、保護管はスチーミングによって表面及び内側を洗浄し、その後970°Cで5時間空焼きを行った。

また基準接点の導線には、表面の酸化の影響を受けにくい金メッキ線を用いた。導線は銅素線の組成のわずかな不一致によって引き起こされる熱起電力を最小にするために、1つのスプールから切り取られた物を使用した⁽⁶⁾。

7. 熱起電力測定システム

熱電対の評価に当たり図4のような装置を用いて熱起電力を測定した。電気炉にはヒートパイプ内蔵型であるHart9115を用いて銀の定点温度を実現した。基準接点槽としては、三重点セル保持槽のFluke7312を用いた。この基準接点槽の安定性・再現性の評価は2.7mk(k=1)である⁽⁷⁾。デジタルボルトメータにはDatron1271を用いて熱起電力を測定し、GPIBを介してPCで自動計測を行った。



電気炉 :Hart 9115
Control panel: Bob S619p



恒温槽:Fluke7312



DVM : datron1271

図4. 使用機器

8. ループタイプの測定結果と考察

特性評価試験に際して、本研究で試作したループタイプ (Loop Type) の他に構造の異なる①通常の熱電対と同様の構造を持っている熱電対(Normal), ②純金属熱電対の一般的な構造である温接点にコイルが取り付けられている熱電対(Coil Type)の2種類の熱電対を評価し、比較を行った。尚、Coil Typeの評価については、平成17~18年に玉川大学と株式会社チノーとの共同研究で得られたデータを使用した。

8.1 曝露特性試験 曝露特性試験結果を図5に示す。600時間の曝露を行った結果、Normalのドリフトが大きかった。Coil TypeとLoop TypeについてはどちらもNormalと比べ、ドリフトが大きく押さえられていることが分かる。特にLoop Typeのドリフトは小さく20mK以内であった。この結果より曝露特性試験において熱電対の構造による特性改善が見られる事が分かった。比較的曝露の初期にドリフトが見られるのは素線への機械的歪みを全く与えずに熱電対を作製することは出来ないため、組立て時に発生する素線への歪みが影響した結果であると考えられる。

8.2 不均質特性試験 不均質特性試験結果を図6に示す。曝露特性試験同様にNormalの不均質が大きい結果となった。これはディファレンシャルエキスパンションの影響を大きく受けている事が原因と考えられる。次にCoil Typeは、Normalと比較すると大きく不均質が抑えられていることが分かり、コイル構造が素線間の応力を軽減する効果がある事が確認できた。またLoop Typeも、Coil Type同様にディファレンシャルエキスパンションの影響が抑えられていることが分かる。特にLoop Typeは、100mmで12mK以内の不均質であり、Coil Typeと比べても長い距離において不均質が抑えられている事が分かった。また同じく図6において銀点セルから熱電対の引き抜き(W: Withdrawal), 挿入(I: Insertion)を行った結果より、熱電対の引き抜き, 挿入の特性を比較して見るとわずかなヒステリシスしか観測されなかったため、熱履歴等の影響を受けにくい事を確認できた。

8.3 銀点での再現性の評価 本研究で新たに試作したLoop Typeについて再現性を評価した。評価方法は、定点温度を連続で実現する方法を採用した⁽⁸⁾。プラトー実現後、15分後からの熱起電力を1回/minで測定し60分間の平均値を1点の値とし、これを5回繰返した。結果を図7に示す。

この時の再現性は次式

$$V = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \dots\dots\dots (1)$$

を用いて平均値の標準偏差を算出し、その結果は1.8mKであった。

9. まとめ

本研究において、試作したループ金・白金熱電対と構造の異なる他の2種類の金・白金熱電対と比較した結果、構造が特性に影響を与える事が検証でき、構造次第では特性改善に繋がる事が分かった。新たに試作したLoop Typeにおいて、曝露特性試験ではドリフトを小さく抑えることが出来た。また不均質特性試験でもCoil Typeより長い範囲において不均質の影響を抑えることが出来た。この結果より、脆弱性の無い構造での特性改善が実現できた。今後は更にドリフトの少ない特性を目指すための改良を行い、製品化等に向けた技術支援に繋げたい。

謝辞

本論文をまとめるにあたり、写真及び参考データを使用させて頂きました株式会社チノー及川氏に感謝いたします。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月8日再受付)

文 献

- (1) McLaren E.H., Murdock E. G. : "The Pt/Au Thermocouple" NRCC Report 27703, 1987.
- (2) Haruhiko NUMAJIRI, Hideaki OGURA, Masaya IZUCHI and Masaru ARAI : Emf Changes of the Pt/Pd Thermocouples at the Freezing Point of Silver SICE Annual Conference, pp-1166~1169 (2003).
- (3) Gotoh M., Hill K. D., Murdock E.G. "A Gold/platinum thermocouple reference table" Rev. Sci. Instrum, 1991, **62**, 2778-2791
- (4) Burns G. W., Strouse G. F., Liu B. M., Mangum B. W. : "Gold versus platinum thermocouples: performance data and an ITS-90 based reference function", In Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol. 6(Edited by J.F.Schooley), New York, American Institute of Physics, 1992, pp.531-563.
- (5) Gotoh M., Oikawa H. : In Proc. 18th IMEKOWorldCongress, DEVELOPMENT OF DURABLE GOLD PLATINIUM THERMOCOUPLES 2006.
- (6) Dean C. Ripple, George W. Burns : NIST Special Publication 260-134 Standard Reference Material 1749: Au/Pt Thermocouple Thermometer
- (7) 沼尻治彦, 佐々木正史, 尾出順 : 「熱電対基準接点用としての恒温槽の不確かさ評価」, 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター, 平成19年度研究報告, 第2号, p.2-5(2007).
- (8) H. Ogura, H. Numajiri, K. Yamazawa, J. Tamba, M. Izuchi, and M. Arai : 「Effects of Heat Treatment on the Inhomogeneity of the Pt/Pd Thermocouple at the Cu Freezing Point」, temperature : Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol.7, Edited by Ripple D.C., Chicago, pp485-489.2003.

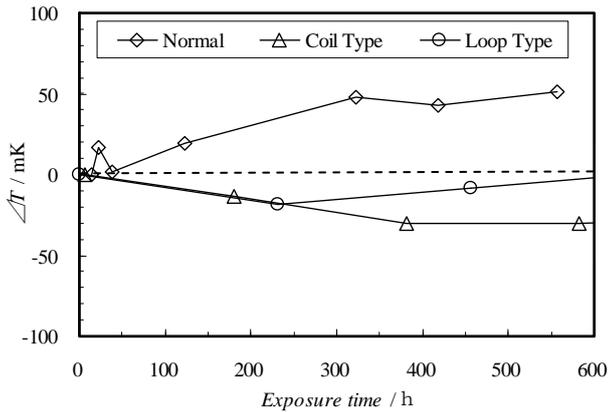


図5. 曝露特性試験

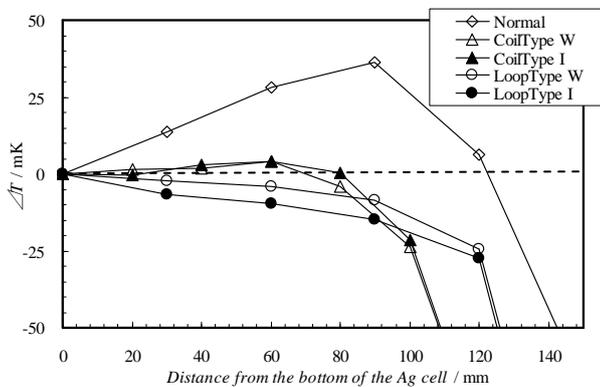


図6. 不均質特性試験

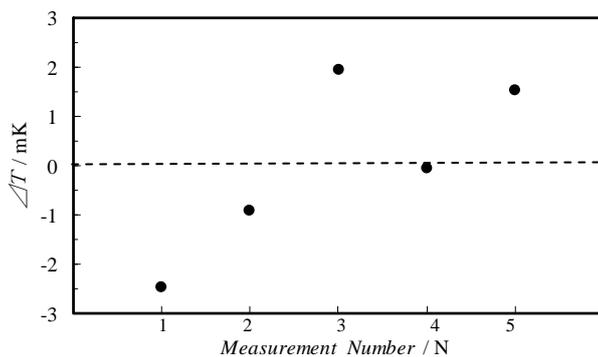


図7. ループタイプの銀点での再現性

技術ノート

ECO を学ぶ木工(経木)教材の商品開発

きょうぎ

秋山 正^{*1)} 信田 喜代子^{*2)}

Development of Woodwork Teaching Materials for Environmental Protection

Tadashi Akiyama^{*1)} , Kiyoko Shida^{*2)}

キーワード：エコ，経木，モバイル，木工教材，自然循環，環境保全，エコロジー

Keywords：ECO，Wood sheet，Mobile，Woodwork teaching material，Natural circulation，Environmental protection，Ecology

1. はじめに

江戸の昔から経木は食べ物の包装材料として、庶民の身近な生活道具として使われてきた。特に木具師のつくる折箱や曲げ物師のつくる曲げわっぱは食物容器としては海外にはなく日本独特の食文化を継承している容器と技術である。

経木には「薄経木」と呼ばれる厚さが 0.25 mm のおにぎりや和菓子などを包むための薄いものと、「厚経木」と呼ばれる厚さが 1 mm 程度の折箱やわっぱなどに使われるものがある。研究では、厚経木を材料とした木工教材開発を行い、木の持つ温もり、優しさ、素朴さ、香り、安らぎなどを体験しながら日本の「木の文化」と地球の環境保護を学ぶことのできる商品を目指して研究開発を試みた。

経木材はエゾ松の間伐材や建築材等に製材した時の端材、熟齡木等を使用した薄板材で、通気性や抗菌性に優れているため食品包装材に適している。また、使用後は堆肥化バイオマス利用もできるため、計画的に植林すれば、ペットボトルや紙のように再生利用することなく、完全自然循環型の材料と言える。

このため、開発商品は経木材の自然循環をアピールするため、きれいな海と澄んだ空をイメージした魚類・海獣類・鳥類をデザインアイテムとし、ECO(地球環境保護)を全体のテーマとした商品展開を図った。

2. 開発方法と試作

2.1 経木材の特性を活用した商品 経木材の特性は薄い・曲げやすい・軽いことである。この特性を活かして微風でも自然の動きのあるモバイルを商品にすることとした。

2.2 自然をアピールする試作アイテム 身近に自然環境の少なくなった現在、多くの子供達に自然の海や空を感じさせる商品にするため、水族館や動物園で良く知られていて、体形・体色に特徴があり、デザイン的にも特徴を表現しやすいアイテムを選定した。

海をテーマとした魚類と海獣類のアイテム選定と試作を行った。魚類のアイテムではインダイ、チョウチョウウオ、ツノダシ、ミノカサゴ、ハリセンボン、ヒラメ、シュモクザメ、バショウカジキ、ホウジロザメ、ジンベイザメ等を試作した。また、海獣類のアイテムではイルカ、シャチ、バルーガ、シロナガスクジラ、マッコウクジラ等を試作した。

また、空をテーマとした鳥類のアイテムではカモメ、アホウドリ、ペリカン、ツル、ツバメ、カモ等を試作した。

2.3 独自の動きをする切抜き加工(図1) 魚の形や大きさ・重さでモバイル内での動きは異なってくるが、各アイテムが独自の動きをするように魚の個性的な体色の特徴を切抜いて、風の通り抜ける方向による動きの変化を工夫した。

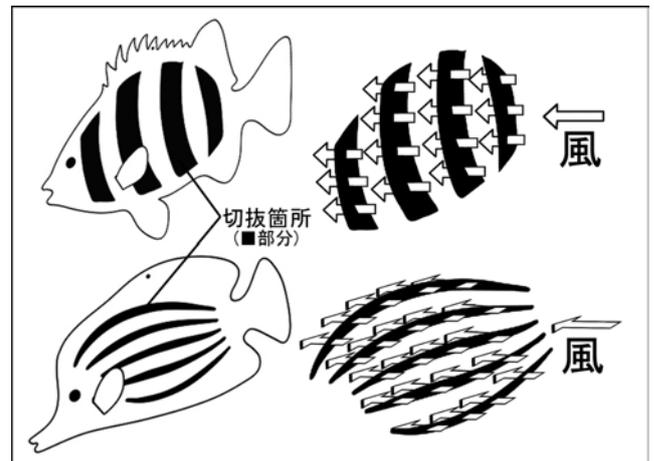


図1. 魚体の特徴に合わせた切抜き加工

2.4 スペーサーを挟みこんだ立体構造(図2) 経木の薄板の曲げやすさを活かし、二枚の切抜き型を併せて中央部にスペーサーを挟み込み曲面で包む立体的な形状にした。これによりアイテムにボリューム感がでて、風により常に動き回っても全方位で鑑賞が可能となった。

^{*1)} 城東支所 ^{*2)} 株式会社 木具定商店

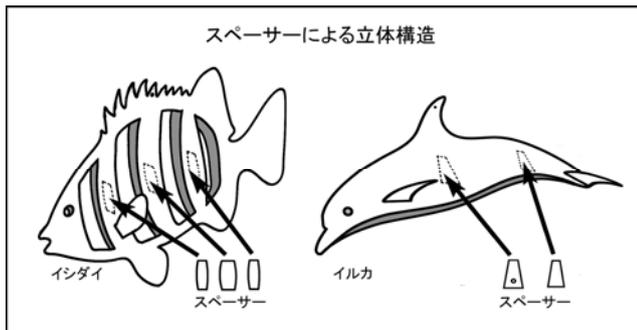


図2. 二枚合わせの間にスペーサーを入れて立体化

2. 5 二種類のモビール形状(図 3. 4) 掛具を使った吊下げ式のモビール(図 3)だけの試作を行っていたが、最終的な市場導入を考慮し、自在に置き、ディスプレイも楽なスタンド式のモビール(図 4)を追加試作した。

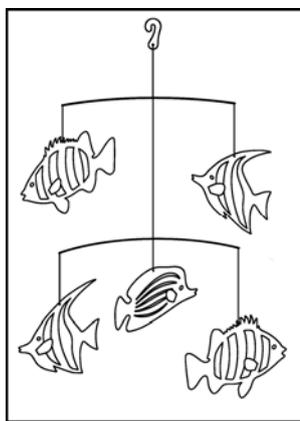


図3. 吊下げタイプ

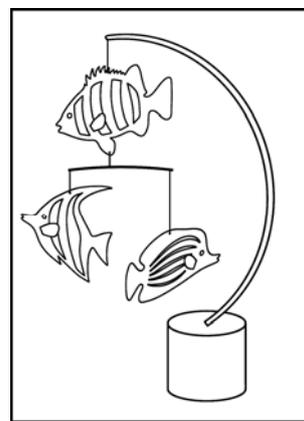


図4. スタンドタイプ

2. 6 教材キットのモニター調査 試作した教材キットは小学校高学年をターゲットとしているため対象学童による工作教室(図 5)を実施し、実際の加工技術の体験調査と製品評価を行った。



図5. 工作教室 (2007年8月実施 学童25名 父兄10名参加)

加工技術での課題としては、①カッターは使わず工作可能な経木キットとすること、②安全に使用できる接着剤を用意する等が商品化の重要なポイントとなった。

評価に関しては、参加した学童・父兄全員から高評価を得た。また、子供達からタツノオトシゴ、白イルカ等の新しいアイテム希望もあり今後の企画に参考になった。

以上の実践調査結果から最終の量産化に向け商品の試作を行った。

2. 7 教材キットの最終商品化技術とデザイン カッターを使用しない工作キットにする方法として、紙器の型抜の技術を利用した。また、商品構成も多くの試作アイテムか

ら最終的に魚シリーズ(イシダイ・チョウチョウウオ・ツノダシ)と海獣シリーズ(イルカ・シャチ・ベルーガ)の2シリーズで最終商品化して、型抜用デザインを作成した(図 6,7)。この抜型の方法によりカッターを使用せず子供でも簡単にアイテムの形が抜ける。

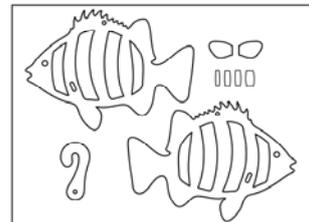


図6. イシダイ

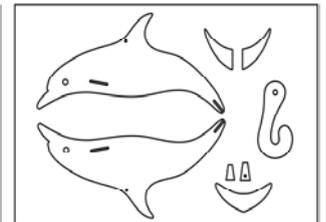


図7. イルカ型

また、上記抜型を原型にしたスタンドタイプのモビールを試作し商品化の基本モデルとした(写真 8,9)。



図8. 魚シリーズ試作品



図9. 海獣シリーズ試作品

3. まとめ

本研究の発端は江戸時代創業の経木折箱づくりの老舗からの依頼だった。経木材が森林破壊と誤解され年々プラスチックや紙容器に変わり、受注が漸減し、企業経営が難しい状況になり、従来の折箱製造とは異なる新製品を開発したいとの要望がこの商品開発に繋がった。

経木の包装容器は、長い歴史の中で日本の食文化の道具として使われてきたが、そのほとんどは消耗品として使われた。

本商品は従来の用途からは全く異なる視点で開発を行い、生活の中で生きる商品として、経木に新しくタイムリーなエコテーマの商品として開発を試みた。

多くの人が工作体験をすることにより、日本の木の文化に触れ自然環境の大切さを感じることができればと期待している。

(平成 20 年 7 月 15 日受付, 平成 20 年 9 月 3 日再受付)

ノート

ハイサポート製品の衣服圧測定用脚型ダミーの開発

岩崎 謙次^{*1)} 松澤 咲佳^{*2)} 飯田 健一^{*3)}

Development of leg type dummy for clothes pressure measurement of High Supported Clothes

Kenji Iwasaki^{*1)} , Emika Matsuzawa^{*2)} , Kenichi Iida^{*3)}

キーワード：ハイサポート製品，衣服圧，脚型ダミー

Keywords：High Supported Clothes, Clothes pressure, leg type dummy

1. はじめに

近年、締め付けの強い靴下類が普及している。この製品は、薬事法の指定製品になり、下肢静脈瘤の治療やエコノミー症候群の治療等に導入されている。また、健康ブームに乗り生産は増加傾向にある。これらの締め付けの強い製品にはパンティストッキング(以下HPS)、ストッキング、ハイソックスなどがあり、ハイサポート製品と呼ばれている。ハイサポート製品の衣服圧測定は各製造メーカー等で任意に行われており、評価方法などは統一が求められている。

平成17年度～平成18年度産学公連携として衣服圧研究会が組織され、下半身の下着製品を中心とした衣服圧について研究を行ってきた。衣服圧研究会では、①単位の統一(hPa)、②使用ダミーの指定(七彩製MPS-20)、③衣服圧装置の指定(AMI製エアパック型衣服圧測定装置)などを提言⁽¹⁾している。

そこで、本研究では、より人体に近い計測ができるよう、計測部分の素材を工夫し脚型ダミーを開発した。なお、本研究では、試料としてHPSに限定して評価を行った。

2. 脚型ダミーの開発

2.1 脚各部位の衣服圧の理論値 一般的に、脚の衣服圧は、Kirk式⁽²⁾によって求められる。理論値の算出式を(1)式に示す。

$$P = (T_1/r_1) + (T_2/r_2) \cdots (1)$$

ここで、P：衣服圧(gf/cm²)

T_1, T_2 ：たて及びよこ方向の布地張力(gf/cm)

r_1, r_2 ：たて及びよこ方向の人体曲率(cm)

1Pa = 1.019 × 10⁻² (gf/cm²)、1hPa = 0.1Pa

とする。脚型ダミーの各部位の曲率と試料の布地張力より、脚型ダミーの理論値を算出した(図4)。

2.2 従来の脚型ダミーの計測値 衣服圧研究会が指定する脚型ダミーを図1に示す。この脚型ダミーは、MPS-20

の計測ポイントにパラシュート型のエアパックセンサを取り付けている。HPSの計測値を図4に示す。

2.3 被験者と脚型ダミーのサイズ計測と衣服圧

人間の脚の衣服圧分布を得るために16人の被験者(以下人体)を測定し基準とした。脚の測定部位の名称を表1、図2に示す。また、脚型ダミーも同様に各部位の寸法を測定した。その結果、人体の大腿囲は若干細いが、膝囲、下腿囲の平均値は脚型ダミーと有意な差は無かった。人体と脚型ダミーの寸法を図3に示す。次に、人体および従来脚型ダミーにG社



図1. 従来脚型ダミー

| A | 大腿最大囲 | B | 膝 囲 |
|---|-------|---|-------|
| C | 下腿最大囲 | D | 下腿最小囲 |

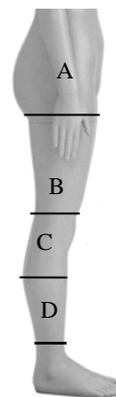


図2. 脚の測定場

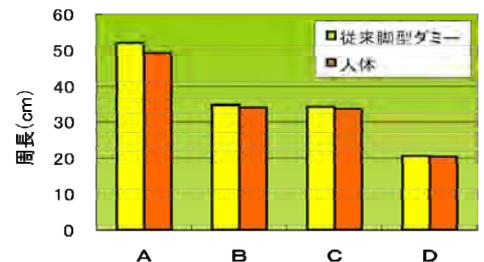


図3. 人体と従来脚型ダミーの寸法

製HPSを着用させて、脚各部位の衣服圧を測定した。測定結果及び理論値を図4に示す。従来脚型ダミーは理論値と類似の衣服圧を示した。図4より人体と従来脚型ダミーの衣服圧差は大きく、特に、下腿最大囲前後の衣服圧差は大きい。これは、骨や筋肉の付き方あるいは人体の形状が要因として挙げられる。

2.4 人体及び柔軟素材の圧縮特性 脚型ダミーの開発の要点は、脚の計測部位の骨や筋肉付き方から圧縮特性が

*1)墨田支所

*2)東京都立皮革技術センター

*3)交流連携室

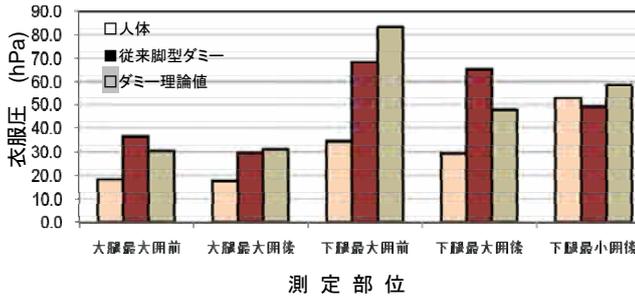


図4. 脚各部位の圧迫圧



図5. 圧縮装置(KES-G5) 図6. 脚圧縮特性評価装置

変化することである。そこで、人体測定部及び脚型ダミーに用いる柔軟素材の圧縮特性を測定した。このために微小力学特性が測れるKES風合いシステムの圧縮特性(WC:仕事量, RC:回復レジリエンス)を用いた。試料は、人体の脚及び柔軟素材である。図5に圧縮装置(KES-G5)を、図6に脚圧縮特性評価装置を示す。

脚圧縮特性評価装置は下半身の圧縮特性を測定できるように作製した評価装置で、測定部はKES-G5の測定ヘッドを移設して測定した。

柔軟素材は、人工皮膚(5種類)を用いた。測定結果の散布図を図7に示す。横軸は仕事量、縦軸は衣服圧を示す。図7の結果より人工皮膚は、圧縮仕事量が不足している。そこで、人工皮膚の厚さを増減したところ、圧縮特性を制御できることが分かった。厚い(1cm)人工皮膚は大腿部の圧縮特性を持ち、薄い(0.5cm)人工皮膚は下腿最小部後の圧縮

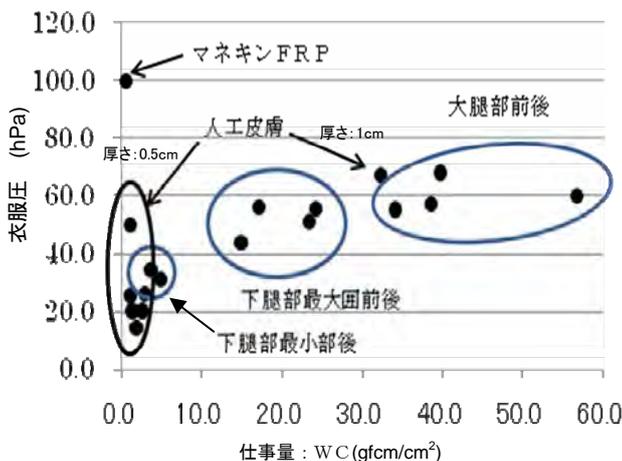


図7. 脚各部位と柔軟素材の圧縮特性

特性を得ることができた。

2.5 脚型ダミーの作製 脚型(MPS-20)を基準として、計測部位に5cm×5cmの人工皮膚を埋め込んだ。さらに、購入した脚型ダミーの皮膚表面が滑らかなので、表面摩擦を増加するために、アクリル樹脂で脚を塗装した。また、エアパックを機能するためのエアチューブは太いため測定の障害となる。このため、測定部分の近くにエアチューブ用の小さな穴を開け脚型ダミーの内側に通した。以上の改良により、従来の脚型ダミーに近い外観と脚の衣服圧分布を再現する脚型ダミーを完成した。開発脚型ダミーを図8に示す。



図8. 開発脚型ダミー

2.6 開発脚型ダミーの衣服圧 開発脚型ダミー、従来脚型ダミー及び人体の脚の違いを図9に示す。従来の脚型ダミーは人体の脚の衣服圧と比較して測定場所すべてで大きな衣服圧となり、開発脚型ダミーは、すべての測定場所で従来ダミーよりも人体の脚に近い衣服圧となった。しかし、人体の脚の衣服圧分布をシミュレーションするためには、下腿最大囲部において、約20hPa低く抑える必要がある。

そこで、エアパックの空気量を調節することで衣服圧の感度を調整できる⁽³⁾ことから、下腿最大囲前後のエアパックの空気量を通常の0.30cm³から0.15cm³に抑え、人体の下腿最大囲前後の衣服圧を実現した。

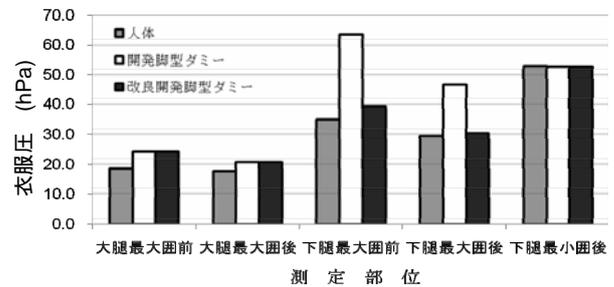


図9. 人体及び各脚型ダミーの脚各部位の衣服圧

3. まとめ

本研究において、従来脚型ダミーに人工皮膚を組み込み人体特性に近い衣服圧分布が再現できるよう改良を行った結果、人体衣服圧に近い衣服圧分布を計測できるようになった。しかし、人工皮膚の厚さと圧縮特性の関係や衣服圧に及ぼす影響など多くの課題も残った。今後、精度を含め信頼性の高いデータを得られるよう改良を進めたい。(平成20年7月4日受付, 平成20年8月15日再受付)

文献

- (1) 衣服圧研究会, ストレッチ素材を用いた衣料の衣服圧測定法と表示方法に関する提言,71(2007)
- (2) Wm.Kirk, S.M.Ibrahim : Text, Res.J., 36, pp37-47 (1966)
- (3) 衣服圧研究会, ストレッチ素材を用いた衣料の衣服圧測定法と表示方法に関する提言,pp.20-24(2007)

衣料用素材の濡れ感の評価

松澤 咲佳^{*1)} 岩崎 謙次^{*2)} 飯田 健一^{*3)} 大泉 幸乃^{*4)}

Evaluation of Wet Feeling of Material for Clothes

Emika Matsuzawa^{*1)}, Kenji Iwasaki^{*2)}, Kenichi Iida^{*3)}, Ooizumi Yukino^{*4)}

1. はじめに

近年、衣料品は使用感，着用感を追及した製品が開発されている。使用感に影響する要因として，肌と製品間の温度と水分が大きく関係していると言われている。特に，夏場など汗で濡れた製品が直接肌に触れた時の感覚は，使用感に与える影響が大きい。そこで，快適な製品を開発するために，肌着に注目し，「濡れている」と感じる「濡れ感」と生地の物理的な要因がどの程度影響しているのかを検討した。また，濡れ感に影響する物理特性値と人間の感覚との関係について調べた。

2. 実験方法

2.1 生地の基本物理特性 濡れ感に影響する生地の特徴をつかむため，生地の基本的な物理特性を測定し，どの項目が「濡れ感」に関連するかを検討した。

サンプルは，市販の肌着14点とかなきん(堅ろう度試験用添付白布)を含む15点を用いた。組成は表1に示す。

各測定前に，柔軟剤や仕上げ時ののり等の影響を取り除くために，JIS L0217(繊維製品の取扱に関する表示記号及びその表示方法)103法，中性洗剤，ネット使用で洗濯を1回行った。

表1. 使用したサンプル組成

| 素材：組成 | | | |
|--------|-------------------|------|---------------------|
| A(ニット) | キュプラ | 40% | G(ニット) 綿 100% |
| | ポリエステル | 30% | H(ニット) 綿 65% |
| | 指定外繊維 (アセテート系) | 30% | H(ニット) ポリエステル 35% |
| B(ニット) | キュプラ | 50% | I(ニット) 綿 100% |
| | ポリエステル | 50% | J(ニット) 綿 100% |
| C(ニット) | 綿 | 60% | K(織物) 綿 75% |
| | キュプラ | 40% | K(織物) 麻 25% |
| D(ニット) | ポリエステル | 65% | L(織物) 綿 100% |
| | 綿 | 35% | L(織物) 綿 65% |
| E(ニット) | 指定外繊維 (ソフィスタ) | 40% | M(ニット) ポリエステル 35% |
| | 綿 | 30% | N(ニット) 綿 65% |
| | ポリエステル | 30% | N(ニット) ポリエステル 35% |
| F(ニット) | 綿 | 100% | かなきん (織物) 綿 100% |

測定項目は，濡れ感に関連すると考えられる20項目について測定を行った。厚さ，目付け，吸水性，通気性など基本的な物理特性について，JIS L1018(ニット生地試験方法)および，JIS L1096(一般織物試験方法)に基づき測定した。また，濡れ感に関連すると考えられる項目について，KESの表面特性(FB-4)，圧縮特性(FB-3)，接触冷温感(qmax：生地に触れたときのひんやりした感覚)を測定した。測定環境は，20℃，65%rhである。測定した物理特性値から主成分分析を行い，物理特性の情報を集約し主成分の意味づけを行った。

2.2 濡れ感に関する官能検査 サンプルは，2.1で使用した肌着の中から，類似の肌着を除外し特徴が異なる生地6点(A, E, H, M, N, かなきん)を選択した。官能検査の試料サイズは，10cm×10cmとし，水分の付与率は，標準条件(20℃，65%rh)で調湿したものを0%とし，目付けに対して水分を付与してサンプルとした。水準は，0%，10%，20%，30%，40%と5水準で行った。サンプルの調整方法は，水分を付与したサンプルをビニール袋に入れて密閉し，28℃の恒温槽で水分をなじませてサンプルとした。実験場所は，28℃，50%rhの人工気候室で行った。被験者は，女子大学生12名で，入室後15分程度安静にし，サンプルを上腕内側に置き，15cm幅の綿丸編生地をその上にかぶせ，肌着の上一枚を着ているような状態を想定して行った。官能検査の回答は表2に示す3尺度を使用した。

表2. 官能検査の尺度

| 尺度 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|-----|-------|---------|---------|---------|-------|
| 濡れ感 | 乾いている | やや湿っている | 湿っている | やや濡れている | 濡れている |
| 快適感 | 快適 | やや快適 | どちらでもない | やや不快 | 不快 |
| 冷温感 | 暖かい | やや暖かい | どちらでもない | やや冷たい | 冷たい |

3. 実験結果および考察

3.1 生地の基本物理特性 15点の生地の物理特性値から主成分分析を行った結果，第1主成分は寄与率34.9%でバルキー性(かさ高性)，第2主成分は寄与率22.3%で水分特性，第3主成分は寄与率15.2%で圧縮特性であることがわかった。生地情報は，寄与率72.5%で3主成分に集約で

*1)皮革技術センター

*2)墨田支所

*3)交流連携室

*4)経営企画室

きることがわかった。なお、主成分の意味づけは、図1の主成分の要因散布図から行った。軸に近く-1あるいは1に近い位置に分布している項目が、主成分と関連が強い項目である。

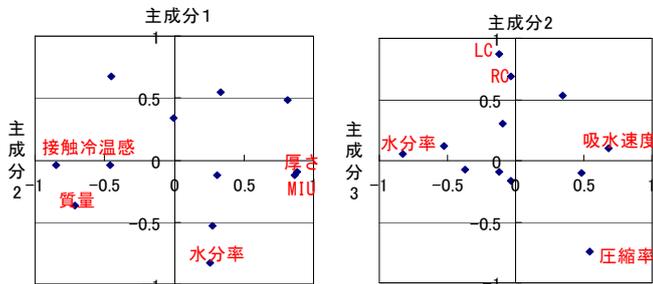


図1. 主成分の要因散布図

3.2 官能検査の結果

官能検査の3尺度のうち冷温感の「冷たい」と感じる感覚は、濡れ感、快適感より敏感に感じていることがわかった。官能検査の尺度の相関関係をみると、強い相関が確認できた(表3)。水分率の増加にもない、冷たさを感じ、濡れ感を感じ、不快と感じる人が増加する傾向であった。

表3. 尺度間の相関

| 尺度 | 相関係数 | 標準偏差 |
|---------|------|-------|
| 冷温感と濡れ感 | 0.92 | 0.057 |
| 濡れ感と快適感 | 0.94 | 0.104 |
| 快適感と冷温感 | 0.94 | 0.142 |

濡れていると回答した人が多いサンプルAと、少ないサンプルEについて比較を行った。図2は、官能検査で、冷たい、濡れている、不快と感じた人だけをプロットしている。サンプルAは、水分率が少ない段階でも濡れていると感じている人がいる。逆に、サンプルEは、水分の付与率が増加しても濡れていると感じる人は少ない。

第1主成分のバルキー性に注目して、サンプルを比較してみると、サンプルAは、表面状態がなめらかで薄い。Eのほうが表面に細かな凹凸があり、目付けが軽く厚みがあり、かさ高な素材である。つまり、かさ高な素材ほど濡れ感を感じにくいといえる。

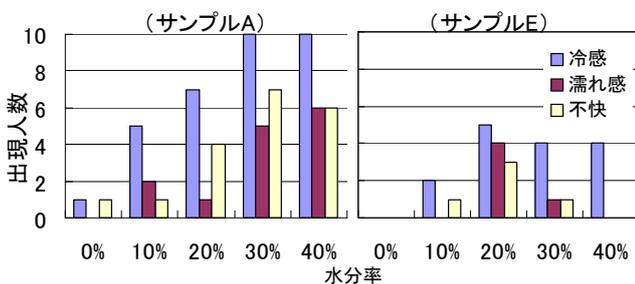


図2. 官能検査結果とサンプル断面

水分率と接触冷温感(qmax 値)の関係を図3に示す。接触冷温感、水分率の増加で値が大きくなっており、

官能検査の温冷感と同じ傾向を示している。官能検査で濡れていると判断した人が出現する値をみると、接触冷温感 qmax の値で 0.1 付近が濡れ感を感じる人が出現する境界線であると考えられる。

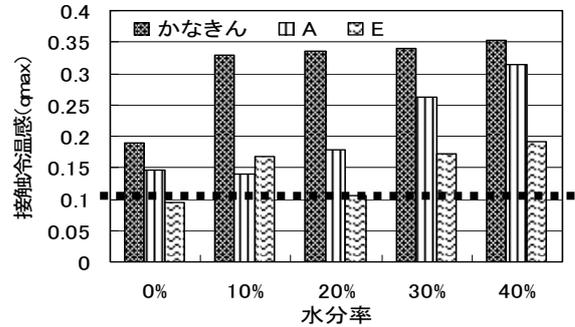


図3. 水分率と接触冷温感(qmax)の関係

第3主成分に関連する圧縮特性の回復率と水分率の関係を図4に示す。

水分率が増加するに従い、生地を圧縮したときの回復率が低下する傾向である。つまり、圧縮時の回復性の低下は、生地表面の凹凸が減り、肌と濡れた繊維との接触面積が増加することが考えられる。

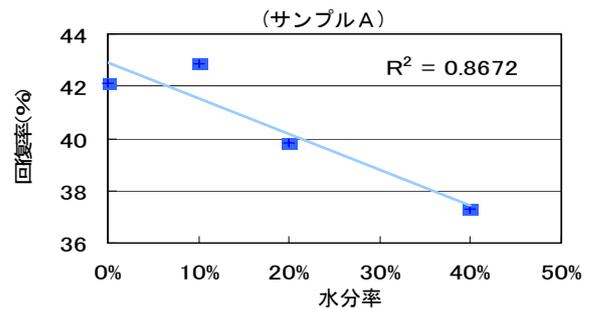


図4. 水分率と回復率の関係 KES=FB3で計測

4. まとめ

冷たさを感じると、濡れ感を感じ、それは不快感に関連していることがわかった。

濡れ感に影響する生地特性は、7割は次の3主成分で説明できることがわかった。

- ①バルキー性(かさ高性), ②水分特性, ③圧縮特性

濡れ感が出るのは、接触冷温感 qmax 値が 0.1 付近であることが確認できた。0.1 以上は、濡れ感を感じる人の出現数は多くなると考えられる。

水分を含むことで生地の表面状態が変化し、生地と肌の密着具合を変え、濡れ感に影響していることがわかった。

これらのことから、生地のバルキー性があり、水を含んでも生地の厚みの減少が少なく、濡れた繊維との接触面積を小さく抑えることで濡れ感を抑える肌着が開発できると考えられる。

(平成20年6月27日受付, 平成20年9月8日再受付)

プリーツ性試験方法と装置の開発(II)

田中 みどり* 岩崎 謙次* 池上 夏樹* 栗田 征彦*

Development of Testing method and Apparatus for Pleating(II)

Midori Tanaka*, Kenji Iwasaki*, Emika Matsuzawa*, Natsuki Ikegami*, Yukihiro Kurita*

キーワード：プリーツ，画像センサ，伸長法，計測，歪曲収差

Keywords：Pleating，Image sensor，Elasticity method，Measurements，Distortion

1. はじめに

前回の報告⁽¹⁾では細かく複雑なプリーツ加工製品のプリーツ性を評価する伸長法（JIS L1060-2006 織物及び編物のプリーツ性試験方法）が画像センサを使った方法で可能であることを確認した。今回は試作した試験装置で、より正確な計測への改善、パソコン上での計測値の校正方法、物差しによる目視計測との比較などについて報告する。

2. 校正用点板

2.1 点板の厚さ調整 前回の報告⁽¹⁾のように、画像センサより送信された点の重心座標からレンズの歪曲収差や撮影距離を反映させた実際の長さを求める方法として、試験片の両脇に等間隔に4点を配置し、その点の座標と実測した2点間距離値を利用した。しかし試料に凹凸があり、点は除重時に隠れないよう試験片の凸部に付けるため、カメラとの距離が変動する。特に荷重時と除重時でカメラ間距離の差が生じる。そこで、試験片上の点の高さに合わせて、点が前後できるように板の厚さを4種用意し、それぞれに点を付けて（点板）用いた（図1参照）。

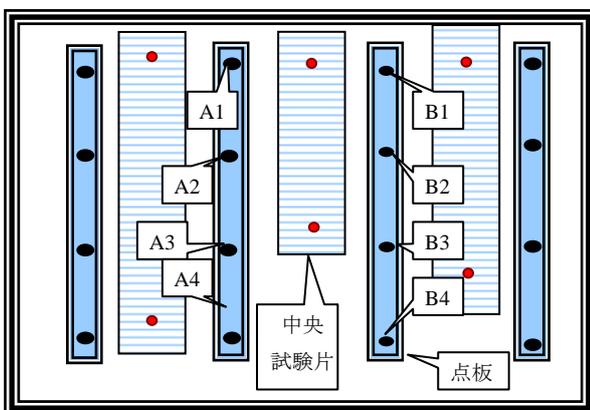


図1. 点板の配置

試験片上の点の高さに合わせて、点板の厚さを調整する

中央試験片では、A1A3とB1B3の距離を校正係数の算出に使用する

*墨田支所

2.2 計測値の校正 画像センサから、計測時刻、点板上の16点、試験片上の6点の重心座標を毎秒1回の割合でデータ処理機へ送信した。洗濯処理前と処理後のデータはExcelファイルのそれぞれ別々のシートへ入力することとした。その後、校正用計算式の挿入された「まとめシート」へ洗濯処理前後の2回分のデータをコピーし、最終的にプリーツ保持率を求めた。校正方法は以下の通りである。

(1) 点板上の点間距離 重心座標のデータから、最上位の点から2番目、3番目、4番目の点の距離をそれぞれ1枚の板に付き3ケ、合計12ケを1秒毎に算出する。

(2) 試験片上の2点間距離 3本の試験片上に検出した点の重心座標からそれぞれ1秒毎に算出する。

(3) 校正係数 (1)と実測値から次式によって、校正係数を求め、(2)の長さで試験片の位置に応じて係数を自動選択し、試験片上の2点間距離を求めた。算出結果はすべて、同一行に配置した。

$$X = L \times K$$

$$\text{ただし、} K = (M_1 + M_2) / (N_1 + N_2)$$

X：試験片上の2点間距離 (mm)

L：座標から求めた試験片上の2点間距離

K：校正係数

M₁：左隣点板上の実測した2点間距離 (mm)

M₂：右隣点板上の実測した2点間距離 (mm)

N₁：座標から求めた左隣点板上の2点間距離

N₂：座標から求めた右隣点板上の2点間距離

2.3 時刻挿入によるプリーツ保持率計算

「まとめシート」には1秒あたり1行で各試験片上の2点間距離 (mm) が求められている。そのシート内にプリーツ保持率計算表を配置し、ExcelのVLOOKUP（検索関数）機能を用いて、挿入した時刻に対応する試験片上の2点間距離を選び出すよう準備した。洗濯前と洗濯後の時刻を挿入することにより、プリーツ保持率の自動計算を可能にした。

3. 物差しによる目視計測との比較

3.1 計測所要時間 上から吊るされたプリーツ試験片（幅7cm長さ30cm）上の2点間距離を物差しによる非接触

の目視計測を行ったところ、1試験片の計測に最短で9秒、最長では20秒を要した。物差しを固定せずに縦方向の約20cmの距離を計測するには、正確に計測する為の0点確認を繰り返し行うことになり、時間がかかることが分かった。目視計測では規定の時間を守るのが難しい。

3.2 計測のばらつき 9枚の試験片（図2参照）を荷重を掛けて吊るし、2点間約20cmの距離を6人が続けて目視計測を行った値と画像センサで日を変えて試験片を掛けなおし、6回計測した値についてばらつきを比較した（図3参照）。なお、計測値の開きは目視では最大8mmあったが、画像センサでは2.6mmであった。荷重時の8mmの差は、ブリーツ保持率を算出すると、伸縮性のないブリーツ生地の場合で18%、一般的なブリーツ生地で5%もの誤差となる。

画像センサを用いて、厚さ4種類の板上の2点間距離（50mm, 100mm, 200mm）の計測を行ったところ、すべて1mm以内の誤差に収まった。

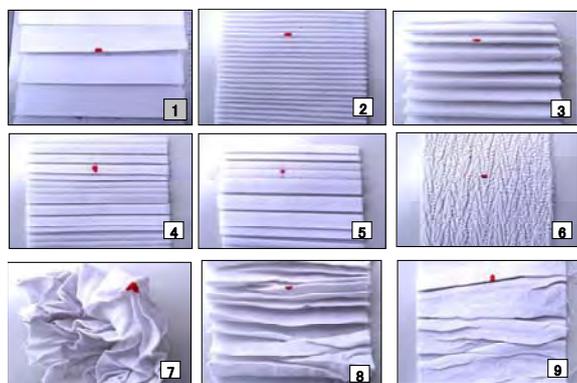


図2. ばらつきの比較に用いた試料

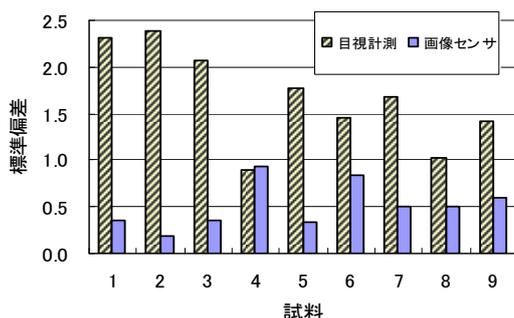


図3. 目視計測と画像センサ計測のばらつきの比較

4. 画像センサにおける検出条件

ブリーツ性試験では画像センサによる試験片上の点の検出が確実にされることが必須条件である。しかしブリーツ生地には色や柄、形が多岐多様にわたっている。安定した検出、計測時間の短縮、計測誤差の縮小のために設定条件を点の色（赤、黄、黒）、生地色の濃淡、点の円形度などを調整し複数作った。既存の設定をそのまま、または一部加

工して使用することにより、試験準備時間を短縮することができる。

図4にあるように、設定条件の選択が適当であれば、水玉模様の中の点であっても検出が可能であった。

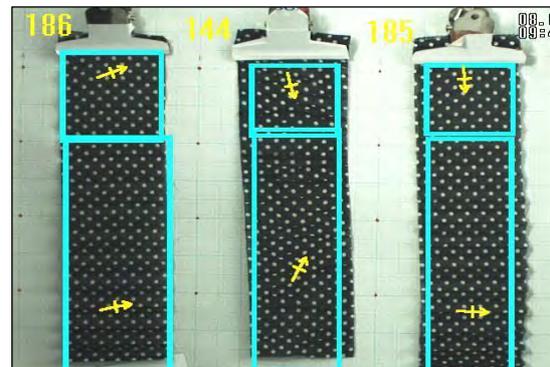


図4. 画像センサのモニター画面

黒地に白の水玉模様の試験片3枚に付けた赤い点を各検出領域から画像センサが一つずつ検出した様子（矢印で重心位置を表示）。

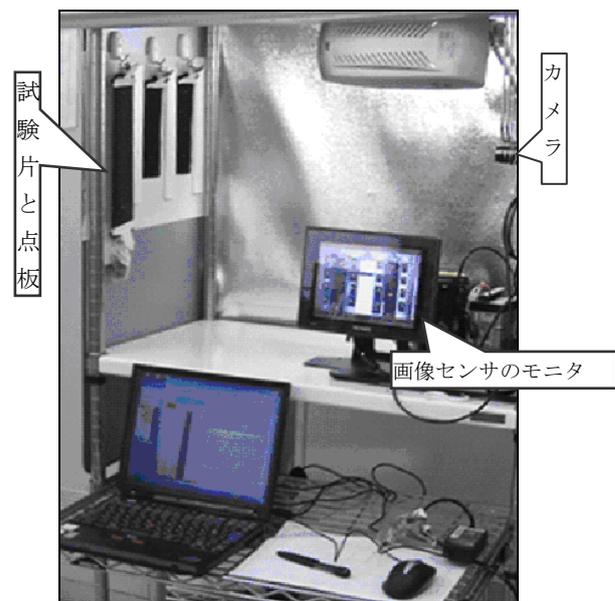


図5. 装置の全体像

5. まとめ

ブリーツ試験片上の2点間距離計測の自動化が開発した装置（図5参照）により可能となった。試験片への荷重の加除について現在、自動化の為の準備を行っている。これにより、簡易でありながら正確な試験が期待されている。

（平成20年7月4日受付，平成20年8月5日再受付）

文 献

(1) 田中みどり, 岩崎謙次, 松沢咲佳, 池上夏樹, 栗田征彦:「ブリーツ性試験方法と装置の開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.2, pp. 92-93 (2007)

照射による超高分子量ポリエチレンの構造変化

榎本 一郎^{*1)} 添田 心^{*1)} 勝村 庸介^{*2, 3)} 工藤 久明^{*2)}

Change of the Micro Structure of Ultra High Molecular Weight Polyethylene by Irradiation

Ichiro Enomoto^{*1)}, Shin Soeda^{*1)}, Yosuke Katsumura^{*2, 3)}, Hisaaki Kudo^{*2)}

キーワード: 超高分子量ポリエチレン, 照射

Keywords: Ultra high molecular weight polyethylene, Irradiation

1. はじめに

超高分子量ポリエチレン(UHMWPE)は耐摩耗性や自己潤滑性に優れることから、整形外科医療で大腿骨や膝の人工関節材等に使われている。医療材料として利用する場合、滅菌処理が行われる。ある程度の厚さを持った材料には、ガンマ線による滅菌処理が一般的である。このため、UHMWPEへの放射線照射の影響⁽¹⁾について研究が行われてきた。照射の影響は主にUHMWPEの非結晶領域で生じ、結晶領域での影響は少ないと考えられていたが、示差走査熱量計(DSC)やX線回折(XRD)等を利用した研究で、結晶構造にも照射影響⁽²⁾⁽³⁾のあることが報告されている。結晶構造の変化は物性への影響の他、表面改質として行われるグラフト重合にも影響を与える。グラフト重合は、モノマーが非結晶領域に取り込まれて、そこからグラフト鎖が成長する機構であるため、照射によって試料の結晶領域が増加すると、グラフト率が低くなると考えられる。本研究では、グラフト重合に影響を及ぼす表面領域(100 μm 程度)を対象として、照射によるUHMWPEの構造変化について検討した。

2. 実験方法

2.1 実験材料 厚さ130 μm 、平均分子量 5.5×10^6 のUHMWPEをアセトンで超音波洗浄してから使用した。

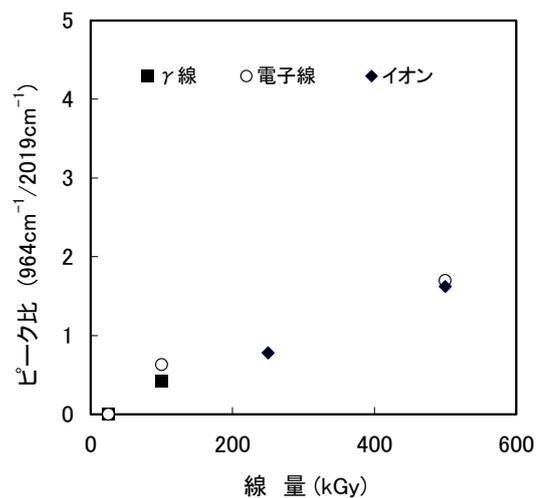
2.2 照射 Co-60 γ 線照射は大気中室温で行い、線量率を1.6 kGy/hとした。電子線照射は低エネルギー電子線加速器を用い、加速電圧200kV、電流3-5mA、窒素ガス雰囲気(酸素濃度300ppm以下)で行った。イオンビーム照射はバンデグラーフ型加速器を用いて、加速電圧2MV、電流100nA、真空下の条件で行った。イオン種としてプロトン(H⁺)を用いた。イオン照射の線量は、フルエンスから算出した試料表面の値である。照射した試料は、光を遮断した暗所に大気中室温で20日間保管し、ラジカルの影響を排除してから測定に使用した。

2.3 測定 フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)による測定は964 cm^{-1} に吸収ピークを持つ *trans*-vinylene と2019 cm^{-1} に吸収ピークを持つ *methylene* を対象とした。*methylene*のピーク強度を内部標準として、両者の強度比から照射の影響を評価した。1717 cm^{-1} にピークを持つ *carbonyl* も同様に評価を行った。

DSC測定は窒素気流中、10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の昇温速度で行った。融解ピーク温度及び融解熱から算出した結晶化度の変化量から照射の影響を評価した。

3. 結果と考察

試料に γ 線、電子線及びイオン(プロトン)を所定量照射し、FT-IRで*trans*-vinyleneの変化量を調べた結果を図1に示す。

図1. 照射試料の*trans*-vinylene変化量の測定

trans-vinyleneは二重結合を持った化学構造であり、この測定により構造の変化を知ることができる。結果から、*trans*-vinyleneのピーク強度は照射量の増大に伴って増加することわかった。この吸収ピークは、25kGyの γ 線及び電子線照射では見られず、100kGyの照射で観察できた。イオン照射については、250kGy以上の照射でこの吸収ピークを確

*1) 墨田支所

*2) 東京大学大学院工学系研究科

*3) 原子力開発機構・先端基礎研究センター

認した。使用したイオン加速器の線量率が高いため、250kGy以下の照射は行えなかった。

図2に *carbonyl* の変化量を測定した結果を示す。試料は、図1の測定試料と同一のものである。本来照射前の試料に *carbonyl* は含まれていないが、照射によって生成したラジカルが大気中の酸素と反応することによって *carbonyl* が生成する。*carbonyl* の変化量を調べることによって酸化の程度を知ることができる。 γ 線及び電子線照射では *carbonyl* のピーク強度は照射量の増大に伴って増加するが、イオン照射では変化が見られなかった。電子線照射において線量が高くなると、*carbonyl* の吸収ピークの増加割合は、低い線量領域に比べて低くなった。この吸収ピークも γ 線と電子線とで線源の種類に関係なく同程度の値を示した。これらの結果から、比較的低い線量では酸化が進行し、高い線量になると二重結合が進行することがわかる。

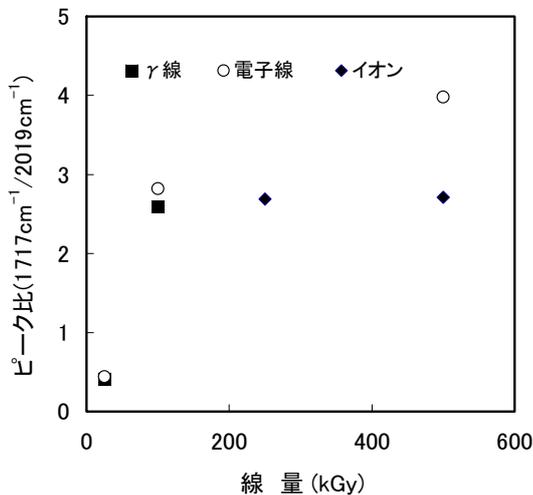


図2. 照射試料の *carbonyl* 変化量の測定

DSCにより求めた融解ピーク温度及び結晶化度の変化量の結果を図3に示す。試料への照射は、電子線で行った。結晶化度は(1)から算出した。

$$X_c = \Delta H / \Delta H^0 \quad (1)$$

ここで ΔH は試料の融解熱、 ΔH^0 は 288.84 J/g と与えられている100%結晶ポリエチレンの融解熱である。

線量の増加に伴い融解ピーク温度、結晶化度ともに250kGyまで増大し、それ以降減少する傾向を示した。融解ピーク温度の上昇と結晶化度の増加は、共に照射による試料の構造変化を示していると考えられる。熱分析において融解ピーク温度が上昇する要因として、架橋等により非結晶構造の流動性が抑制されることや結晶サイズが厚くなることが考えられる。

一般に高分子材料への放射線照射では、分子鎖の切断と架橋が生じることが知られている。両者の起こる割合は、材料の種類や線量、線量率、照射条件（真空中または大気中）等によって異なるが、分子鎖の切断と架橋の程度は線量の増大に伴って増加する。従って、架橋が材料の熱的影響を支配しているのであれば、線量の増大に伴って融解ピ

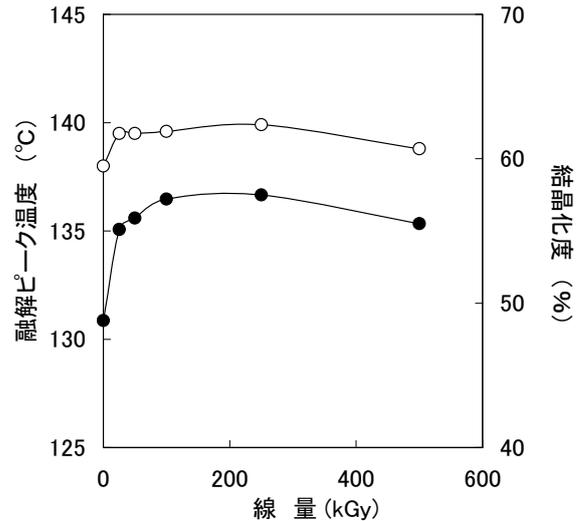


図3. DSC測定による融解ピーク温度・結晶化度の変化

ーク温度が上昇するはずである。しかし融解ピーク温度は25kGyまで上昇し、それ以降は変化量が少ないことから、架橋の影響は少ないと考えられる。ポリエチレンは架橋型の高分子に分類されているが、UHMWPEのように分子量が非常に大きな材料では架橋密度の測定が困難であり、詳しい評価は固体NMR等によって調べる必要がある。

放射線照射により結晶サイズや結晶化度が増加することは知られており、電子線照射で250kGyの線量るときUHMWPEの融解ピーク温度と結晶化度が最大となる傾向はこれまでの報告と一致している⁽⁴⁾。

4. まとめ

二重結合を持つ *trans-vinylene* の生成は、線源の種類より線量に影響し、100kGy以上の照射で生成が確認できた。*carbonyl* の増加、つまり酸化は比較的低い線量から生じることがわかった。結晶構造への影響も低い線量で生じており、100kGy以上照射してもそれ以降の変化は殆ど生じなかった。

今回の研究では、化学構造変化と結晶構造変化との関係が明確ではないので、今後100kGy以下の線量で詳細な検討を行う。

(平成20年7月2日受付, 平成20年8月21日再受付)

文 献

- (1) Kurtz SM, Muratoglu OK, Evans M, Edidin AA. *Biomaterials* 1999;20:1659-1688.
- (2) Stephens CP, Benson RS, Esther Martinez-Pardo M, Barker ED, Walker JB, Stephens TP. *Nucl Inst and Meth Phys Res B* 2005; 236:540-545.
- (3) Cook JTE, Klein PG, Ward IM, Brain AA, Farrar DF, Rose J. *Polymer* 2000; 41:8615-8623.
- (4) Lee SM, Choi SW, Nho YC, Song HH. *J Polym Sci Part B Polym Phys* 2005; 43: 3019-3029.

ノート

ナイロン RP による造形物の異方性について

阿保 友二郎* 横山 幸雄*

Rapid Prototyping System-made Products have Anisotropy

Yujiro Abo*, Yukio Yokoyama*

キーワード：ラピッドプロトタイピング、RP、SLS、異方性、デザインセンター

Keywords：Rapid Prototyping, RP, SLS, Anisotropy, Design Center

1. はじめに

都産技研デザインセンター設置のナイロン粉末焼結型ラピッドプロトタイピングシステム（以下 RP）は、ナイロン粉末を材料として積層造形法により造形物を作成する装置である（図 1 参照）。この RP は造形品の断面形状データ郡をシート状に展開した材料のナイロン粉層に選択的にレーザーを照射して焼結することによって造形物を作成する積層造形法を採用している。積層造形法による造形物は多層構造となるため、造形時の諸条件や造形方向により機械的な強度が異なるはずである。

そこで、この RP による造形物の異方性について確認を行った。



図 1. ナイロン粉末焼結型ラピッドプロトタイピングシステム

2. 実験方法

2.1 異方性材料の考え方 等方性材料を扱う場合は、弾性領域における応力 (σ) とひずみ (ϵ) の関係は式 (1) で示される。

$$\sigma = E\epsilon K \quad (1)$$

これに対して、異方性材料の場合は、x, y, z の各方向別

*デザイングループ

に応力とひずみの関係が異なるため、式 (2) で表されることとなる。

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_{11} & E_{12} & E_{13} & E_{14} & E_{15} & E_{16} \\ E_{21} & E_{22} & E_{23} & E_{24} & E_{25} & E_{26} \\ E_{31} & E_{32} & E_{33} & E_{34} & E_{35} & E_{36} \\ E_{41} & E_{42} & E_{43} & E_{44} & E_{45} & E_{46} \\ E_{51} & E_{52} & E_{53} & E_{54} & E_{55} & E_{56} \\ E_{61} & E_{62} & E_{63} & E_{64} & E_{65} & E_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} \\ \epsilon_{yy} \\ \epsilon_{zz} \\ \epsilon_{yz} \\ \epsilon_{zx} \\ \epsilon_{xy} \end{pmatrix} K \quad (2)$$

2.2 ヤング率の測定 積層構造を有する造形物の異方性の種類を特定することを目的に測定を行った。試験片は、xy 平面に垂直、水平、および水平に 45°等配に配置した造形用データを RP の同一バッチで造形した（図 2 参照）。

測定は、プラスチックの引張試験方法（JIS K 7113）を参考に恒温恒湿（23°C±2°C、RH50%±5%）で 48 時間以上放置して、同室内で行った。

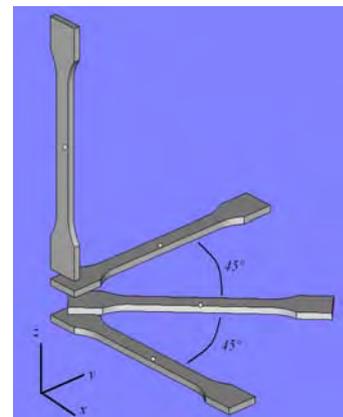


図 2. 同一バッチ内での造形時のレイアウト

2.3 横弾性定数等の測定 次に、xyz 方向別の横弾性定数・ヤング率・ポアソン比の材料定数を得るための測定を行った。測定は、炭素繊維強化プラスチックの面内せん

断試験方法 (JIS K 7079-1991) B 法を参考にして行った (図 3 参照)。

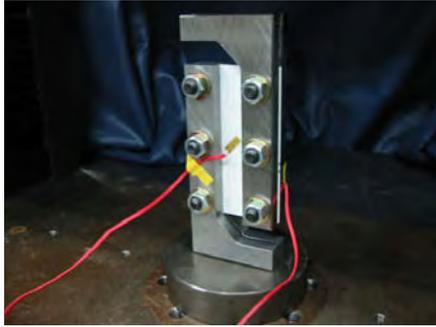


図 3. 横弾性定数の測定 (イメージ)

3. 結果・考察

最初の測定により、試験片の造形方向別のヤング率を得た。その結果、z 方向 (積層方向) に関する値の変化に対して、xy 面の平行方向に変化が見られなかったことから RP による造形物は、正方晶と等価の異方性材料の性質を有することを確認した (図 4 参照)。

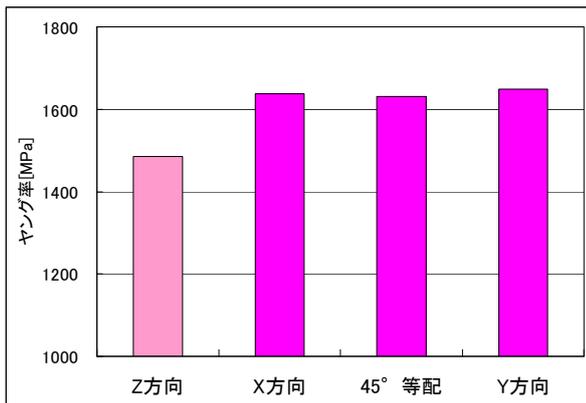


図 4. ヤング率の測定結果

このことより、式 (2) は、正方晶系の性質や要素の対称性等から以下の式 (3) に簡略化できる。

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_{11} & E_{12} & E_{13} & 0 & 0 & 0 \\ E_{12} & E_{11} & E_{13} & 0 & 0 & 0 \\ E_{13} & E_{13} & E_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & E_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & E_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & E_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} \\ \epsilon_{yy} \\ \epsilon_{zz} \\ \epsilon_{yz} \\ \epsilon_{zx} \\ \epsilon_{xy} \end{pmatrix} \mathbf{K} \quad (3)$$

次に行った測定の結果から、各方向別のヤング率、ポアソン比、横弾性定数を得た (表 1 参照)。これらの参考値となる係数を用いて、6 行 6 列で表される正方晶系の異方性材料特性のマトリクスに当てはめた値を算出した (表 2 参照)。

表 1. 算出に用いた係数の参考値

| | ヤング率[GPa] | ポアソン比 |
|----------|-----------|-------|
| X,Y 方向共通 | 1.72 | 0.355 |
| Z 方向 | 1.60 | 0.320 |

表 2. 弾性ステイフネス定数の算出

$$\begin{pmatrix} E_{11} & E_{12} & E_{13} & 0 & 0 & 0 \\ E_{12} & E_{11} & E_{13} & 0 & 0 & 0 \\ E_{13} & E_{13} & E_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & G_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & G_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & G_{66} \end{pmatrix}$$

| E_{11} | E_{12} | E_{13} | E_{33} | G_{44} | G_{66} |
|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 2.66 | 1.39 | 1.30 | 2.43 | 0.527 | 0.635 |

単位[GPa]

4. まとめ

RP によって作成される造形物は、正方晶と等価の異方性材料の性質を有することが判明した。

さらに、異方性材料の弾性領域における強度の一般的な提示方法である弾性ステイフネス定数の参考値を得ることができた。

RP による造形物の異方性材料の定数を得たことにより、CAE による解析が可能となり、造形前に静的荷重時の機械的な変形・応力などを確認できることとなる。このことは、設計-試作-製品化という開発プロセスにおける一貫性の高いデザイン支援を確立するための展開の礎に役立つと考える。

(平成 20 年 7 月 2 日受付, 平成 20 年 8 月 25 日再受付)

ノート

排水管更生用塗料の工法への適合性の検討

山口 美佐子^{*1)} 林 信夫^{*2)} 安藤 雅志^{*2)} 原田 正和^{*2)}

Examination of Adaptability to Construction Method of Paints for Drainpipe Renewal

Misako Yamaguchi^{*1)}, Nobuo Hayashi^{*2)}, Masashi Andou^{*2)}, Masakazu Harada^{*2)}

キーワード：塗料，排水管更生

Keywords：Paint, Drainpipe renewal

1. はじめに

排水管更正工法は、建物の老朽排水管を既設のまま、内壁のさび除去と塗装により更正する工法で、多くの工法が開発され施工されている⁽¹⁾。本研究の対象は、図1に示すように、管内を減圧吸引してライニング用ピグを走行させ、管内壁に塗膜を形成する工法（UPL-s工法）である。

UPL-s工法では、2液の無溶剤型エポキシ樹脂塗料を使用しているが、現状より塗装後のたれが少ない均一な膜厚を確保しつつ、塗料の可使時間を長くすることで塗装作業性を向上させたいという要求がある。

本研究では、塗装作業性向上のために開発した塗料のUPL-s工法への適合性を検討したので報告する。

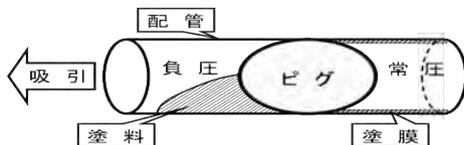


図1. 吸引ピグによる排水管更生工法(UPL-s工)

2. 実験方法

2.1 実験用塗料 実験には、表1に示す従来から本工法に使用している市販塗料と成分組成を変更した開発塗料を用いた。それぞれの塗料の混合比は、主剤：硬化剤=100:50である。

なお、本工法用の塗料には、次の条件が必要である。①乾燥時間が12時間以内（翌日作業開始までの時間）、②0.5mm以上の均一な膜厚、③作業温度5℃～35℃の範囲で①②の条件を満たすこと。

2.2 可使時間・乾燥時間測定 可使時間は、塗料の中心部の発熱温度が限界温度35℃に達するまでの時間とした⁽²⁾。実験は、φ95×100mm容器に主剤240g：硬化剤120gを混合して行った。温度測定には THERMO RECORDER RS-10・RTH-1040 センサ（エスペック製）を使用した。

表1. 塗料成分

| 塗料 | 成分 | 配合比率 |
|----------------------------------|-----|---|
| 市販塗料： アルブロン L-HR 〔日米レジン㈱製〕 | 主剤 | 主成分：液状エポキシ樹脂 58.7, 体質顔料：酸化チタン 7.3, だれ止剤：微粉シリカ 0.7 |
| | 硬化剤 | 主成分：変性脂肪族ポリアミン 25.0, 体質顔料 硫酸バリウムフタロシアニンブルー 7.7, だれ止剤：微粉シリカ 1.4 |
| 開発塗料： 〔日米レジン㈱へ委託〕 | 主剤 | 主成分：液状エポキシ樹脂 54.1, 体質顔料：酸化チタン, ケイ酸マグネシウム 11.2, だれ止剤：微粉シリカ 1.4 |
| | 硬化剤 | 主成分：変性脂肪族ポリアミン 23.3, 体質顔料：硫酸バリウム, フタロシアニンブルー, ケイ酸マグネシウム 9.1, だれ止剤：微粉シリカ 0.9 |

乾燥時間は、ガラス板に塗布した塗膜上に針を一定の速さで動かし、針跡がつかなくなる時間とした。測定には、RCI型乾燥時間測定機を使用した。

2.3 たれ性試験 塗料のたれ性は、サグテスターで塗料を塗布した試験板を垂直につるし、乾燥後に各すきまでの塗料のたれの状態を調べた⁽³⁾。試験板は200×150mmの脱脂したアルミ板（A1050P）を使用した。サグテスターは、すきま間隔0.05mm～2.50mmを使用した。

本工法の被塗物形状は円形の管内壁で、ピグを吸引する特有の塗装方法であることから、さらに表2に示す本工法の現場施工と同様の条件で、塗装実験を行い、たれ性の評価を行った。たれ性の評価は、塗装した鋼管を切断しマイクロスコープ（VHX-100 ㈱キーエンス製）で上部・左右側面・底部の膜厚測定を行い、たれにより膜厚むらが生じる程度を調べた。

可使時間・乾燥時間測定、たれ性試験は、試験室の室温を10℃、23℃（JIS 5600で規定された標準状態）、30℃の作業温度範囲内の3段階に設定し、湿度は50%RHとした。塗料液温は環境温度に調整して使用した。塗装実験は季節を変えて異なる気温5℃、20℃、35℃において行った。

3. 結果と考察

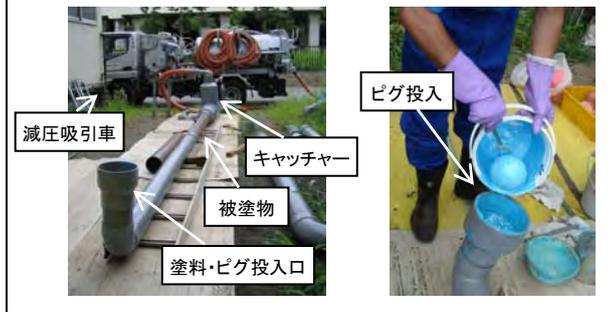
3.1 可使時間・乾燥時間 可使時間は温度23℃で、市販塗料は20分、開発塗料は30分と10分間長くなった。乾燥時間は温度23℃で、市販塗料は約8時間、開発塗料は約9時間であった。開発塗料は温度20℃では約10時間となり、

^{*1)}デザイングループ

^{*2)}有信株式会社

表 2. 塗装実験の条件

| | |
|----------|--|
| 被塗物 | 配管用炭素鋼管 SGP 白 100A ⁽⁴⁾ (内径φ105.3mm) 長さ 2m |
| 塗料 | 主剤 1.6kg : 硬化剤 0.8kg |
| ピグ | ウレタン(アスカー硬度 45~55)の表面にシリコンシーリング剤塗布したものの外径φ108.0mm |
| 減圧方法 | 減圧吸引車減圧値(ピグ走行時): 0.3Mpa |
| 前処理・塗装工程 | ①被塗物(鋼管)内面のワイヤー研磨②被塗物(鋼管)を塗料投入口キャッチャー吸引ホースと接続③塗料投入④減圧⑤ピグ投入⑥ピグ走行(吸引)により塗装 |



可使時間が長くなることにより市販塗料よりも余裕をもって塗装作業ができると考えられる。また、開発塗料は、可使時間が長くなることにより乾燥時間も長くなったが 1 日目作業終了から翌日作業開始までの時間(約 12 時間)の範囲であり、従来塗料と同一工程で施工できることが確認できた。温度 15℃以下ではいずれの塗料も乾燥時間は 12 時間

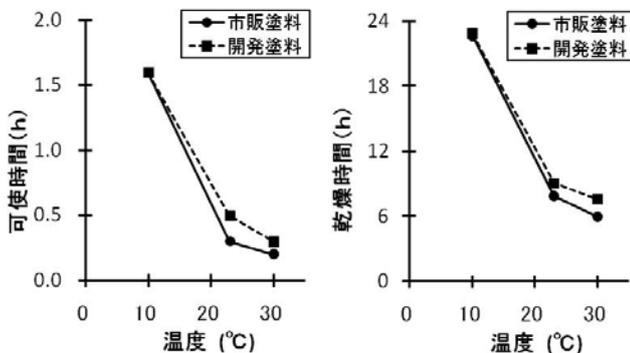


図 2. 可使時間(限界温度 35℃)・乾燥時間

を超えており、低気温時の施工では、工程の検討が必要であることが確認できた。

3.2 たれ性

たれ試験の結果を表 3 に示す。市販塗料は温度 10℃, 23℃で 0.75mm, 30℃では 0.30mm のすきま寸法でたれが生じた。すきま寸法 0.75mm 部分の膜厚(平置時)は、約 0.5mm となることから、本工法において市販塗料は、気温 30℃以上では 0.5mm 以上の塗膜が得られないと推測された。一方、開発塗料はたれが少なく、0.5mm 以上の塗膜が得られると推測された。

塗装実験の結果を図 3 に示す。市販塗料はすべての温度で鋼管内壁上部。側面の膜厚は薄く、底部は厚くなっていたことから、塗膜の乾燥段階でたれを生じたと考えられる。また、35℃の高温時には上部と側面部において 0.5mm 未満

となり、本工法の必要膜厚が得られないことが明らかとなった。開発塗料はたれが少なく、膜厚 0.5mm 以上の塗膜が得られた。開発塗料は市販塗料と比較し気温の影響が少なく、通年使用が可能な塗料であると考えられる。

また、実験室によるたれ性試験と現場施工条件による塗装実験では、塗装方法が異なっているが同様の結果を得ることができ、たれ性試験により、現場塗装のたれを推測することが可能であると考えられる。

表 3. たれを生じるサグテスターのすきま寸法

| 温度 | 市販塗料 | 開発塗料 |
|-----|--------|-----------|
| 10℃ | 0.75mm | 2.50mm 以上 |
| 23℃ | 0.75mm | 1.50mm |
| 30℃ | 0.30mm | 1.50mm |

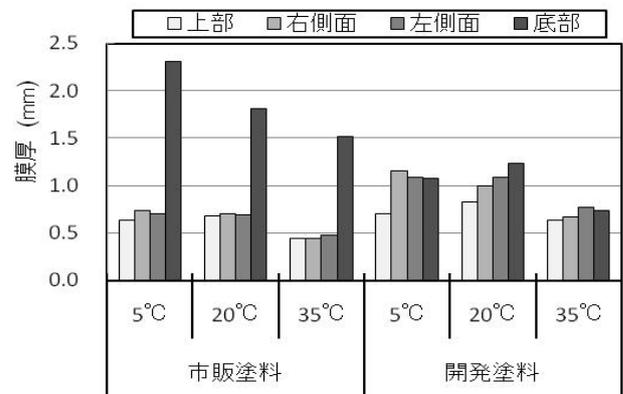


図 3. 塗装実験—気温による膜厚変化

4. まとめ

UPL-s 工法用に開発した塗料の適合性を検討した。その結果、開発塗料は、市販塗料と比較して、作業温度 5℃~35℃の範囲で、たれの少ない、0.5mm以上の膜厚が確保でき、可使時間が長くなることにより、塗装作業性を向上させることができる塗料であると考えられる。また、塗装実験における現場作業者の取扱状況からも、開発塗料が実用可能であるとの見通しを得ることができた。

今後、現場における施工を進め、データを蓄積し、市販塗料から開発塗料への切り替えを進める予定である。

(平成 20 年 7 月 4 日受付平成 20 年 9 月 11 日再受付)

文 献

- (1) 特定非営利活動法人 日本管更生工業会:「管更生工法の種類と特徴」 <http://www.kankousei.org/pipe.html>
- (2) JIS K 5600-2-6 塗料一般試験方法—第 2 部:塗料の性状・安定性—第 6 節:ポットライフ
- (3) JIS K 5400: 1990 塗料一般試験方法 6.4 たるみ性
- (4) JIS G3452: 2004 配管用炭素鋼管

塗料用希釈溶剤組成の検討によるVOC削減

木下 稔夫^{*1)} 上野 博志^{*2)} 山口 美佐子^{*1)}

VOC Reduction by Examining the Composition of Diluted Solvent for paint

Toshio Kinoshita^{*1)}, Hiroshi Ueno^{*2)}, Misako Yamaguchi^{*1)}

キーワード：揮発性有機化合物，VOC，塗料，溶剤

Keywords：Volatile organic compounds, Paint, Solvent

1. はじめに

2004年に改正された大気汚染防止法の揮発性有機化合物(VOC)抑制制度により、工場・事業所等の固定発生源のVOC削減が法制化された。このことにより、VOC発生主要因の一つとされる塗装工場からのVOC排出はその削減が急務となっている。しかし、都内塗装工場は敷地面積が狭く、小ロット・多品種の請負加工を行っていることから、大がかりな設備導入は難しい状況にあり、まず工程内対策(インプラント対策)のできる工夫を行い、VOC抑制に取り組む必要がある。

ここでは、工業塗装の分野で最も使用されているメラミン樹脂塗料に着目し、その希釈溶剤の組成と溶解性の関係から、スプレー塗装時のVOC排出量の削減を検討したので報告する。

2. 実験方法

2.1 メラミン樹脂塗料用希釈溶剤の調査 塗装専業事業所4社において、メラミン樹脂塗料に用いられている希釈溶剤のMSDSを入手し、その組成を調査した。また、調査した希釈溶剤に配合されているそれぞれの有機溶剤を、重量比で市販汎用メラミン樹脂塗料(エミーラックホワイト ロックペイント(株)製 塗料揮発分31.2%)80に対して20加え、その粘度をフローカップ法(岩田粘度カップNK-2使用)により測定した。

2.2 メラミン樹脂塗料用希釈溶剤の試作 メラミン樹脂塗料用希釈溶剤の組成の調査結果から、5種の組成の異なる希釈用溶剤を試作した。また、試作した希釈用溶剤を用いて、市販汎用メラミン樹脂塗料をフローカップ法による粘度で20秒(20℃)に調整したときの、希釈後塗料の揮発分(%)を測定した。

2.3 試作した希釈溶剤の検討 試作した5種の希釈溶剤のうち、メラミン樹脂塗料に対して溶解性の優れたものを選択し、市販汎用メラミン樹脂塗料の粘度をフローカップ法で20秒(20℃)に調整した。その後、次の塗装条件でス

プレー塗装したときに、塗装ブースダクトから排出される排ガスのVOC濃度の連続測定を行い、VOC量を算出した。

(1) 塗装条件

①スプレーガン(アネスト岩田(株)製 W-101)

塗料供給方式：重力式

塗料ノズル口径：φ1.3mm

吹付空気圧力：0.24MPa

②スプレー条件

被塗物：無し

塗料噴出量(g/min)：20~150の範囲で3段階に調節

スプレー時間：1分

スプレー箇所の風速：0.6m/sec

ブースの種類：乾式ブース(バッフル式)

ブースダクトの風量：160m³/min

(2) VOC濃度測定条件・VOC量算出式

測定機器：公定法に準拠したFID式VOC測定機

(東亜ディーケーケー(株)製 GHT-200)

測定箇所：φ60cmブースダクト内中心部

測定：連続測定(2秒間隔でデータを取り込む)

VOC量(炭素数1のVOCに換算した容量)算出式：

VOC量(cm³)=排出VOC平均濃度(ppmC)×VOC排出時の排ガス総量(m³)

3. 実験結果

3.1 メラミン樹脂塗料用希釈溶剤組成の解析 塗装事業所での調査結果から、メラミン樹脂塗料に用いられる希釈溶剤は、各塗料の専用溶剤だけでなく溶剤メーカーで市販されているメラミンシンナー、ラッカーシンナーを用いていることがわかった。入手したメラミンシンナー13種、ラッカーシンナー9種のMSDSの配合傾向からラッカーシンナーは真溶剤、助溶剤、希釈剤を混合するのに対してメラミンシンナーは助溶剤と希釈剤に種別される溶剤から構成される傾向にあることがわかった。また、それぞれの溶剤を単独でメラミン樹脂塗料に添加したときの粘度の値から溶解性の違いが把握できた。(表1参照)

^{*1)}デザイングループ^{*2)}材料グループ

表1. 希釈用溶剤の成分組成と配合傾向・溶解性

| 種別 ⁽¹⁾ | 成分名 | 沸点 ⁽²⁾ (°C) | 蒸発 速度 ⁽²⁾ | メラミン 樹脂塗料 の配合 傾向* | ラッカー 塗料 の配合 傾向* | 汎用メラミン樹 脂塗料80に対 し20添加した場 合の粘度(秒) (液温20°C) |
|-------------------|-------------|---------------------------|-------------------------|----------------------------|--------------------------|---|
| 真溶剤 | 酢酸エチル | 70.1 | 615 | - | △ | 13.7 |
| | 酢酸ブチル | 126.5 | 100 | - | × | 15.5 |
| | メチルエチルケトン | 79.6 | 572 | - | △ | 12.1 |
| 助溶剤 | メタノール | 64.7 | 250 | - | △ | 分離 |
| | イソプロピルアルコール | 82.3 | 150 | - | × | 17.3 |
| | イソブタノール | 107.9 | 70 | × | - | 20.7 |
| | n-ブチルアルコール | 117.7 | 50 | △ | × | 19.4 |
| | ブチルセロソルブ | 171.1 | 6 | △ | × | 23.0 |
| 希釈剤 | トルエン | 110.6 | 240 | ◎ | ◎ | 15.8 |
| | キシレン | 138.4 ~144.4 | 66 ~70 | ○ | - | 16.9 |

*) 配合された場合の重量比傾向
◎:50%以上, ○:1~60%, △:1~30%, ×:1~10%, -:未配合

3. 2 メラミン樹脂塗料用希釈溶剤の試作と VOC 削減効果
試作した希釈用溶剤の組成とそれらを用いて市販汎用メラミン樹脂塗料を20秒に調整したときの希釈後塗料揮発分(%)を表2に示した。専用シンナーに比べて真溶剤、助溶剤の配合を増やし、配合比を調整した試作希釈用溶剤は、溶解性が向上することで塗装時にVOCとなる希釈後の塗料揮発成分が減少することが示唆された。

表2. 試作した希釈溶剤とメラミン樹脂塗料希釈後の揮発

| 種別 ⁽¹⁾ | 成分名 | 1分子 中の炭 素数 | 組成比(重量%) | | | | | |
|-----------------------------------|-------------|------------------|------------------------------|------|------|------|------|------|
| | | | 汎用メラ ミン樹脂 塗料専用 シンナー | A | B | C | D | E |
| 真溶剤 | 酢酸エチル | 4 | - | - | 25 | 10 | 30 | - |
| | メチルエチルケトン | 4 | - | - | - | 15 | - | 15 |
| 助溶剤 | イソプロピルアルコール | 3 | - | - | - | 10 | - | 15 |
| | n-ブチルアルコール | 4 | 5 | 20 | - | - | - | - |
| | ブチルセロソルブ | 6 | - | - | - | 5 | - | - |
| 希釈剤 | トルエン | 7 | 95 | 80 | 75 | 30 | 30 | 30 |
| | キシレン | 8 | - | - | - | 30 | 40 | 40 |
| 市販汎用メラミン樹脂塗料の粘度を20秒に調整したときの揮発分(%) | | | 47.2 | 47.2 | 46.4 | 46.4 | 46.9 | 46.5 |

試作した希釈用溶剤のうち専用シンナーと比べて溶解性の優れた3種を選択し、メラミン樹脂塗料をスプレー塗装に適した粘度(20秒)に調整した後、塗装ブース中でスプレーしたときの塗料噴出量とダクトから排出されるVOC量の関係を図1に示した。塗料噴出量とブースダクトから排出されるVOC量は高い相関性を有し、試作した希釈用溶剤で希釈した塗料は、専用シンナーで希釈したものに比べて、VOC量が削減されていることが認められた。

また、噴出塗料中の塗膜成分量を50g/minと同一条件にした場合の塗料中の揮発分量と、そのときの塗料噴出量から回帰式により求めたブースダクトから排出されるVOC量を表3に示した。試作した希釈用溶剤は、専用シンナーに比べて噴出塗料中の揮発分量で3%、VOC量で試作希釈用溶剤Cは21%、B、Eは14%削減できた。これは、試作希釈用溶剤の溶解性が専用シンナーより向上し、少ない量で目

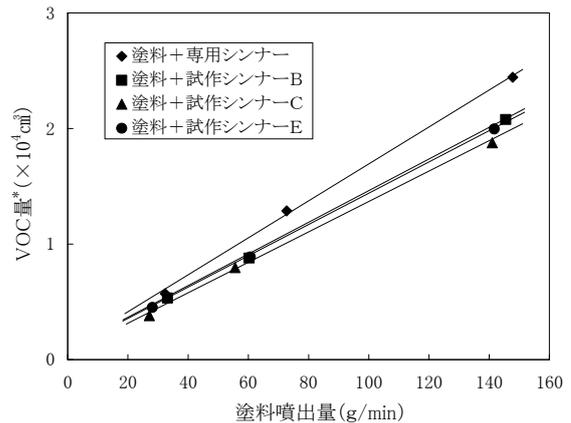


図1. 希釈済塗料の噴出量とVOC量の関係

* : 1分間スプレーしたときの排出量で、炭素数1のVOCに換算した容量

表3. 試作した溶剤で希釈したメラミン樹脂塗料のVOC分量とスプレー時にブースダクトから排出されるVOC量

| 試料 | 噴出塗料中 不揮発分量 (塗膜成分量) (g/min) | 噴出塗料中揮発分量 (VOC成分量) | | ブースダクトから 排出されたVOC量 ^(*) | |
|------------|--------------------------------------|-----------------------|-----|--------------------------------------|-----|
| | | (g/min) | (%) | ($\times 10^4 \text{cm}^3$) | (%) |
| 塗料+専用シンナー | 50 | 44.6 | 100 | 1.59 | 100 |
| 塗料+試作シンナーB | 50 | 43.4 | 97 | 1.37 | 86 |
| 塗料+試作シンナーC | 50 | 43.3 | 97 | 1.26 | 79 |
| 塗料+試作シンナーE | 50 | 43.5 | 97 | 1.37 | 86 |

* : 1分間スプレーしたときの排出量で、炭素数1のVOCに換算した容量

的の粘度に調節でき、希釈後の塗料中揮発分が減少したことによると考えられた。

また、試作希釈用溶剤を用いた場合、塗料中揮発分量の削減量より、ブースダクトから排出されるVOC量の削減効果が大きい値を示した。これは、算出に用いるVOC濃度測定値が炭素換算値であり、そのため炭素数の少ない溶剤を多く含む試作希釈用溶剤のVOC濃度値が、揮発分量の比率より、より低い値を示したためと考えられた。このことは大気汚染防止法の規制基準に用いられるVOC濃度の低減に有効であることが示唆された。

4. まとめ

塗料用希釈溶剤の組成を溶解性の良いものに検討することで、塗装時のVOC量が削減できることを実証できた。実際の導入時には、溶剤蒸発速度の違いによる塗装作業性や塗面の平滑性の確認が必要となる。しながら工程内対策は一つ一つの取り組みの積み重ねである。今回の結果がVOC削減の一助になることを望む。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月25日再受付)

文 献

- (1) 雇用促進事業団: 塗装材料, (社)雇用問題研究会, p47 (1987)
- (2) (社)日本塗料工業会: 工業塗装ラインにおける塗装・塗料管理ハンドブック, p.10-13 (2001)

ノート

自社シーズを市場展開するための手法の検証

薬師寺千尋*, 阿保友二郎*

Verification of Product Development Method

Chihiro Yakushiji*, Yujiro Abo*

キーワード：商品開発手法、商品企画、戦略的デザイン

Keywords : Product development.Product Planning.Strategic Design

1. はじめに

戦略的なデザイン活用によって多くの売れる商品を持つ企業がある一方で、商品展開がうまくできない製造企業も少なくない。そこで①他社とのポジショニングや自社シー

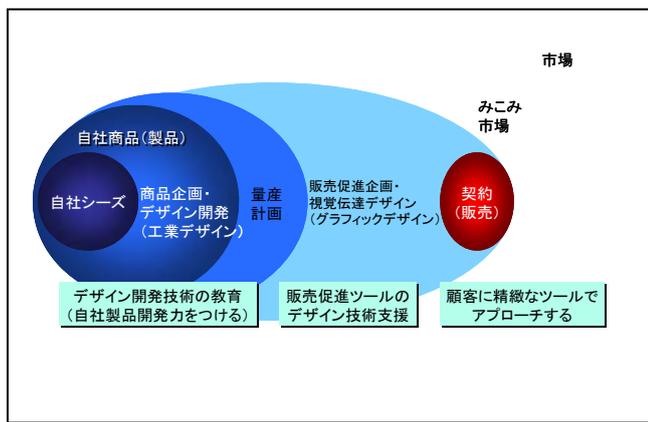


図1. デザイン技術を用いた市場展開モデル

ズの確認など、工業デザインプロセスを基にした製品開発の要素を取り入れる。②技術開発だけでなく、マーケティングやマネジメント、デザインの分野も含めて、企業自身で自社製品開発力をつけ、競争力のある製品開発の展開。③市場導入もデザインプロセスであることから、グラフィックデザイン技術である「顧客心理段階AIDMAセオリー」に基づき、販売、営業のプロセスとして設計していくことが必要である (図1)。

2. 内容

2.1 実験・検証方法①②の製品開発方法については、中小・零細製造業の教育支援の場である「東京都デザイン導入実践セミナー (商品デザイン基礎講座)」を実験・検証の場とし、自社シーズを開発製品に展開するための事業・経営戦略、マーケティング、商品企画、デザイン開発の流れ

*デザイングループ

でカリキュラムを組立て、この開発プロセスの実践を試みた。③の市場導入については、自社製品 (商品) の認知と市場確率を図りたい企業に協力依頼を依頼し検証した。

2.2 自社商品展開

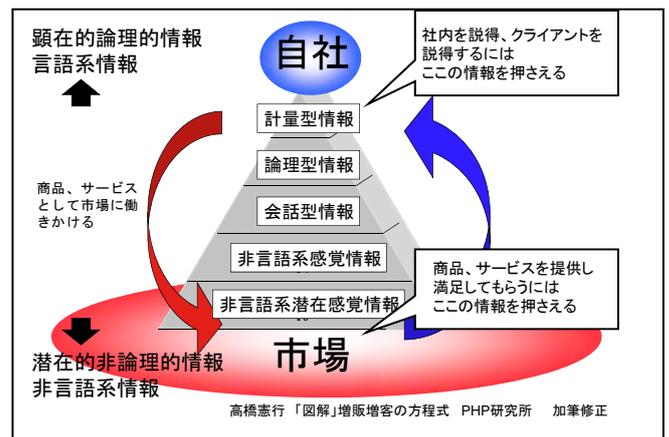


図2. 情報ピラミッド

(1) 仮説

自社シーズを商品に展開するために、市場と自社シーズをつなぐため『情報ピラミッド』を応用した。市場のエモーショナルな情報を、ロジカルに変換し、さらにエモーショナルな商品として自社シーズとデザイン技術を使い市場に返すという『情報を循環させる』方法である。これを『情報循環メソッド』としてモデルを構築します (図2)。

(2) 実施

『情報循環メソッド』からオリジナルの教育プログラムを構築し、「東京都デザイン導入実践セミナー (商品デザイン基礎講座)」で実施した。基本は製品コンセプトとターゲットユーザーの整合であり、『自社シーズを顧客の求めるウォンツに変換して提供する』ことが目的である。

2. 3 市場導入

(1) 現状把握1 この導入するモデル商品は「転倒骨折予防パンツ」である。物は良いがほとんど売れない。

- 衝撃吸収パッドは産技研との共同開発で作った。
- 商品の素材も厳選して高品質の商品である。
- しかし、モノはいいが現在ほとんど売れない。商品の販売を開始して1年経過した（売上枚数約200枚）
- 3月の展示会に出すので商品のカタログを作って欲しい。これで売れなければ販売をやめる。

以上、導入商品は高齢社会にマッチしたコンセプト（予防ニーズ）を持ち、購買者から見てもウォンツを感じさせる商品である。

(2) 現状把握2 PLC からの位置確認

モデル商品がプロダクトライフサイクル上のどこにあるのかが分かれば、どのような戦略、販売促進施策を施すべきかが分かる（図3）。

最初の購買者はイノベーターといわれる、あたりし物好き、新商品のサンプル収集の目的が多いためにリピートはない。

そんな初期市場から一般市場への移行が出来ないと、この商品はそのまま終わりにになってしまう。そのためにどんな方法を取れば良いのかが確認できる。このライフサイクル曲線から見れば、導入期前半は「認知度アップによる市

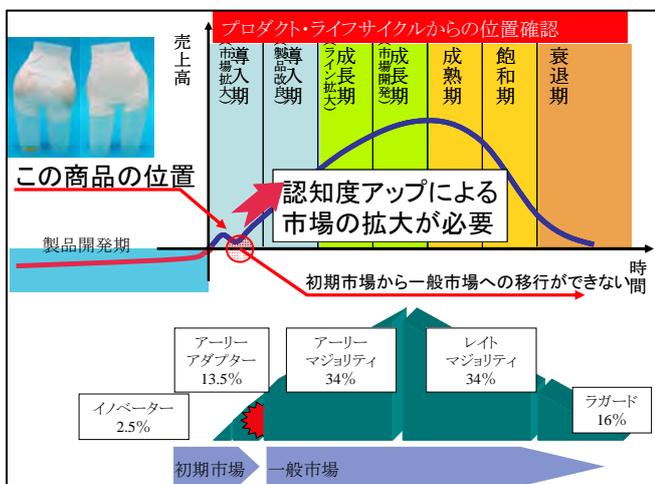


図3. プロダクトライフサイクル

場の拡大が必要」ということが明白である。

(4) 仮説

モデル商品の導入ロードマップ

「ウォンツを意識したパンフ類」「プレスリリース」「展示会出展」という大きな流れを主軸に、直接販売と間接販売を組み合わせた。現時点では直販が主流であるが、市場拡大のためには、個人の販売には限界があるため、通販を代表とする間接販売と現状の直接販売の相乗効果をねらうのが定石である。

- 直接販売：展示会にリピーターの同伴客としてきた購買

予定客を新規客にする。

- 間接販売：Web、展示会、振興公社の紹介（ビジネスナビゲーター制度）ルートを増やす。

2. 4 市場導入へ向けたデザイン支援

(1) 実施

カタログ（A3カラー両面刷り）、パッケージ、ラベル、個人客対策ツール（季節のはがき、DM、カード類）、企業対



図4. ウォンツを意識したパンフレット
協力企業 (有) とみ

策ツール（提案企画書）などの制作物に顧客ウォンツやイメージを可視化させるため、グラフィックデザインを導入したこと（図4）。展示会におけるブースのディスプレイデザインを支援した。

(2) 検証

個人顧客と法人顧客との相乗効果により、売上金額昨年対比500%を超えた成果により、デザイン手法導入によるモデル商品の市場拡大は成功した。

3. まとめと考察

さまざまな業種の企業が参加する「商品デザイン基礎講座」において、マーケティング分析技術を使用し、自社シーズを市場のターゲットにウォンツとして認識させる中小・零細製造企業が行うべき工業デザインプロセスは、業種を問わず成果が出ることが検証できた。また、自社商品の市場拡大や認知度アップについても、一般ユーザーに対する販売促進と販社に対する提案営業の相乗効果で、協力依頼をした企業の商品売上が昨年度対比500%を超えた。以上のことにより、プロモーションに応じた「導入プロセス」と「ツール」を組合せて設計する市場導入プロセスが重要であるということが検証できた。

（平成20年7月4日受付，平成20年9月1日再受付）

文 献

- Tiri news 2006 Vol.005 開発事例 薬師寺千尋
Tiri news 2008 Vol.025 研修レビュー 薬師寺千尋
図解増販増客の方程式 PHP 研究所 高橋憲行

イオンビームスパッタ法による Ge 薄膜の作製

中村 勲*

Fabrication of Germanium Films Prepared by Ion Beam Sputtering Method

Isao Nakamura*

キーワード: イオンビームスパッタリング, ゲルマニウム薄膜, 過熱蒸気処理

Keywords: Ion beam sputtering, Germanium film, Superheated steam treatment

1. まえがき

近年、ごみ処理場などの熱利用施設からの廃熱や太陽からの赤外光を有効利用する熱光発電システムが注目されている。熱光発電では熱源から放射された赤外光を吸収し、電気エネルギーに変換するための熱電変換素子が用いられている。このような素子には赤外光のような長波長領域の光を吸収できる材料が必要となるが、従来、研究されている InGaAs 薄膜や GaSb 薄膜などは材料自身が高価であり、MBE 法で作製されるため高コストプロセスとなり、量産性には優れていない。

そこで赤外領域に感度を持ち、比較的安価な Ge 薄膜に注目した。本研究ではイオンビームスパッタ法を用いてアモルファス Ge 薄膜を作製し、Ge 薄膜の微結晶化および高品質化を目的として、過熱蒸気処理の適用を検討した。

2. 実験条件

2.1 成膜条件 Ge 薄膜はイオンビームスパッタ法により、コーニング 7059 ホウケイ酸ガラス上に作製した。スパッタターゲットには Ge(5N)、スパッタガスとして Ar ガスを用いた。Ar のイオン化には ECR イオン源を用い、マイクロ波電力を 100W、Ar⁺イオンビームの加速電圧を 2.5kV とした。60 分のスパッタで約 500nm のアモルファス Ge 薄膜が得られた。

2.2 過熱蒸気処理 過熱蒸気に Ge 薄膜を曝露することにより処理を行った。過熱蒸気の噴出し口温度は約 230℃で、処理時間を 30 分、60 分および 90 分と変化した。

2.3 評価方法 Ge 薄膜の結晶性をラマン分光法、化学結合状態を X 線光電子分光法(XPS)により評価した。電気的特性として二端子法により暗導電率を測定した。光学的特性は、分光光度計を用いて測定した透過率および反射率から算出した吸収係数を評価した⁽¹⁾。

3. 実験結果

3.1 過熱蒸気処理が Ge 薄膜の構造に及ぼす影響 図 1

に過熱蒸気処理時間に対する Ge 薄膜のラマン分光測定結果を示す。未処理および処理時間 30 分では、270cm⁻¹付近を中心にブロードなピークを持つアモルファス状態である。一般的に微結晶 Ge のラマンスペクトルのピークは 285~300cm⁻¹を示すことから⁽²⁾、処理時間 60 分および 90 分で 290cm⁻¹付近に観測されるピークは、結晶性のピークであると考えられる。従って、アモルファス Ge 薄膜は過熱蒸気処理により、微結晶化することが明らかとなった。

XPS で測定した過熱蒸気処理時間に対する Ge2p スペクトルを図 2 に示す。Ar⁺イオンで 12 秒間エッチングを行ったスペクトルである。未処理および過熱蒸気処理した Ge2p スペクトルはいずれも 1217eV 付近にピークを示しており、Ge-Ge の結合状態である⁽³⁾。1220eV にピークを持つ GeO₂ の形成⁽³⁾が見られず、過熱蒸気処理は Ge 薄膜に対して酸化作用は無いと考えられる。

3.2 光学的特性 過熱蒸気処理時間に対する Ge 薄膜の吸収係数を図 3 に示す。比較として単結晶 Ge の吸収係数を示した⁽⁴⁾。過熱蒸気処理 30 分および 60 分の吸収係数は未処理の Ge 薄膜と比較して、1000nm 以上の長波長領域で小さくなった。一方、処理時間 90 分では単結晶 Ge の吸収係

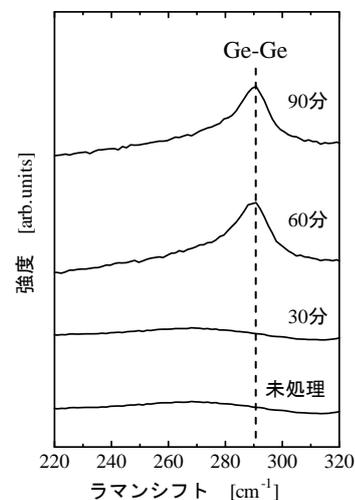


図 1. 過熱蒸気処理時間に対するラマンスペクトル

*城南支所

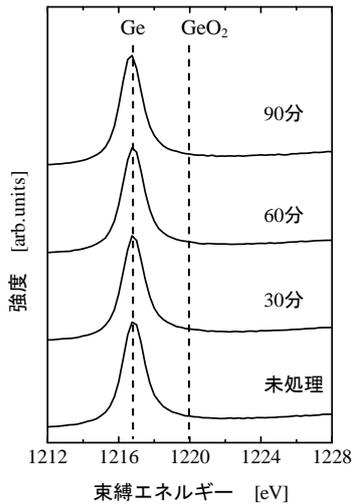


図2. 過熱蒸気処理時間に対する Ge2p スペクトル

数に近いことから、Ge 薄膜の微結晶化を反映しているものと思われる。

3. 3 電気的特性 図4に過熱蒸気時間を変化させたときの暗導電率の変化を示す。微結晶化の際の比較として、マグネトロンスパッタ法を用いて基板温度 400℃で作製した微結晶 Ge 薄膜の暗導電率を示す⁽⁵⁾。未処理の微結晶 Ge 薄膜の暗導電率は 6.37S/cm であり、過熱蒸気処理を施しても暗導電率に変化は見られなかった。一方、未処理のアモルファス Ge 薄膜の暗導電率は 3.79×10^{-3} S/cm でマグネトロンスパッタリング法による微結晶 Ge 薄膜より低い値を示した。さらに、過熱蒸気処理によって微結晶化を生じても暗導電率の上昇は認められなかった。

以上のことから、過熱蒸気処理は 10^{-3} S/cm 台の暗導電率を維持しながら、アモルファス Ge 薄膜を微結晶化することが明らかとなった。

しかしながら、熱光発電素子へ応用するためには更に低い暗導電率 ($10^{-5} \sim 10^{-7}$ S/cm) を有する Ge 薄膜が必要であり、今後、更なる膜質改善のための処理方法を検討する予定である。

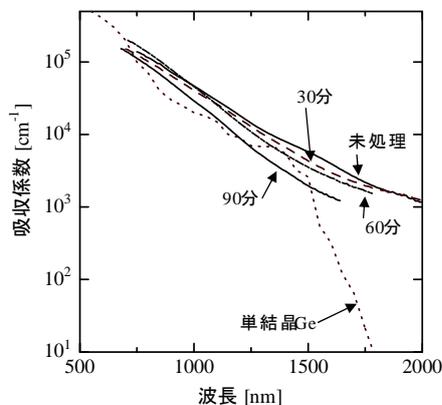


図3. 過熱蒸気処理時間に吸収係数の変化

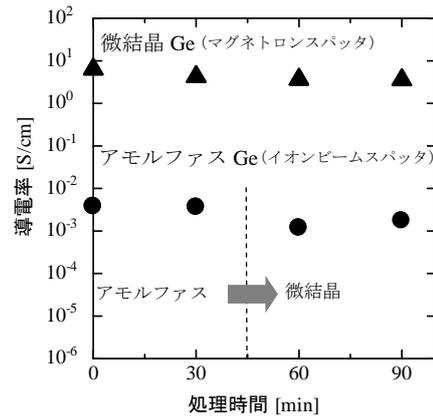


図4. 過熱蒸気処理時間に暗導電率の変化

4. まとめ

イオンビームスパッタ法によりアモルファス Ge 薄膜を作製し、Ge 薄膜の微結晶化および高品質化を目的として過熱蒸気処理の適用を検討し、以下の結論を得た。

- (1) 過熱蒸気処理によりアモルファス Ge 薄膜を微結晶化することに成功した。
- (2) Ge 薄膜のアモルファスから微結晶化への構造変化に伴い、波長 1500nm までの光吸収係数は単結晶 Ge に近いスペクトルを示した。
- (3) 過熱蒸気処理は 10^{-3} S/cm 台の暗導電率を維持しながら、アモルファス Ge 薄膜を微結晶化した。

謝辞：物性評価にご協力いただきました東海大学 工学部 電気電子工学科 磯村雅夫教授に感謝いたします。過熱蒸気処理に関してご協力およびご助言をいただきました株式会社三愛商会 水島信男博士ならびに奈良春夫様に感謝いたします。

(平成 20 年 7 月 4 日受付, 平成 20 年 9 月 20 日再受付)

文 献

- (1) Y. Hishikawa, N. Namura, S. Tsuda, S. Nakano, Y. Kishi and Y. Kuwano: "Interference-Free Determination of the Optical Absorption Coefficient and the Optical Gap of Amorphous Silicon Thin Films", Jpn. J. Appl. Phys., **30**, pp.1008-1014(1991)
- (2) 市川幸美, 佐々木敏明, 堤井信力: "プラズマ半導体プロセス工学—成膜とエッチング入門—", p.182, 内田老鶴圃(2003)
- (3) Jhon F. Moulder, William F. Stickle, Peter E. Sobol and Kenneth D. Bommen: "Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy", p.92, Physical Electronics, Inc., USA
- (4) C. K. Maiti and G. A. Armstrong: "APPLICATION OF SILICON-GERMANIUM HETEROSTRUCTURE DEVICE", Institute of Physical Publishing, p.321, Northern Ireland (2001)
- (5) 星 大輔, 中村 勲, 磯村雅夫: "RF スパッタ法及び固相成長で作製した多結晶 Ge 薄膜の検討", 第 65 回応用物理学学会学術講演会要旨集(2004)

ノート

ZnO 導電性透明薄膜の ECR スパッタによる作製技術の開発

植松 卓彦*

Technological Development of Transparent Conductive ZnO Film Fabrication by ECR Sputtering

Takahiko Uematsu*

キーワード：酸化亜鉛，導電性透明薄膜，ECR スパッタリング

Keywords : ZnO , Transparent conductive film , ECR sputtering .

1. はじめに

ITO に代表される導電性透明薄膜は希少金属を使用するため高価である。亜鉛を用い、安価で抵抗率の低い透明薄膜の作成技術は広い分野で応用が期待されている。今回 ECR (Electron Cyclotron Resonance) イオン銃を用い、純亜鉛ターゲットをスパッタリングすると共にミキシング用イオン銃で酸素を供給して酸化を促し、物性をコントロールした薄膜の形成を目指した。また、熱に弱い樹脂基板に成膜を試みた。

2. 実験方法と結果

2.1 装置 今回使用した ECR 成膜装置(エリオニクス社製 EIS-230)は複数の ECR イオン銃を持ち、うち 2 本はターゲット材料を指向するスパッタリング用、他の 1 本は試料ステージを指向するアシスト・ミキシング用である。ECR スパッタリングの特徴として、イオンビームを加速してターゲット板に照射するために絶縁材料等イオンエッチングが通常では困難な材料でもスパッタリングターゲットとして利用できることや、成膜基板が高温のイオンに直接曝されないため成膜温度の上昇が非常に小さいなどの特徴がある。また、酸素などの活性の高いイオンも利用できる。

2.2 成膜条件 スパッタリング条件は各試料共通として、2本のスパッタリング用イオン銃では 加速電圧 2KV、イオン化マイクロ波出力 100W、Ar ガス流量 0.90ccm にてビームを照射した (ビーム電流量 $1.5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$)。ターゲット材料には Zn (99.99%) を用いた。成膜基材にはスライドガラスを用いた。

2.3.1 結果 スパッタリングと同時にミキシング用イオン銃で酸素イオンビームを加速電圧 10~100V まで変化させ試料表面に照射し酸化薄膜の形成を目指したが、十分な電気導電性を得られなかった。このため、当初予定していた方法を変更してミキシングイオン銃は使用せず酸素

ガスをチャンバー内に導入し酸化させる方法とした。表 1 に酸素流量、体積抵抗率、成膜速度、目視状態を示す。

表 1. 酸素流量と体積抵抗率等の変化

| 酸素流量 (ccm) | 体積抵抗率 ($10^{-2}\Omega \cdot \text{cm}$) | 成膜速度 (nm/h) | 目視状態 |
|---------------|--|----------------|-------|
| 0.1 | 0.8 | 640 | 金属光沢 |
| 1.0 | 1.2 | 520 | 濃い半透明 |
| 2.0 | 1.1 | 200 | 濃い半透明 |
| 3.0 | 26 | 120 | 透明 |
| 4.0 | 9.8 | 160 | 透明 |
| 4.8 | 18 | 120 | 透明 |

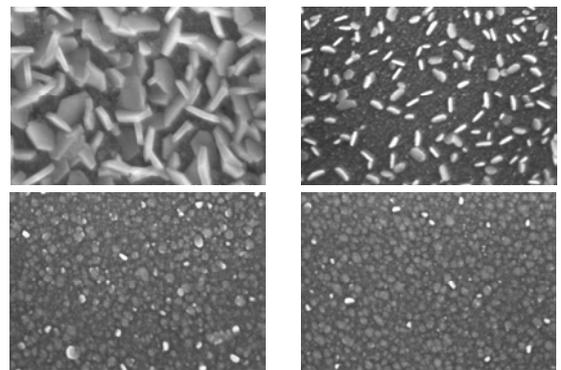


図 1. ECR 成膜による ZnO 薄膜の SEM 画像 100nm
 左上 酸素流量 0.1 ccm 右上 酸素流量 1.0 ccm
 左下 酸素流量 3.0 ccm 右下 酸素流量 4.8 ccm

酸素量を増やしていくと目視で膜が透明に変化していく。図 1 のように薄膜表面を SEM 観察したところ酸素が少ない場合にはウロコ状の結晶が見られるが、酸素流量の増加と共に減少し、3.0ccm を超えると微細な粒状となった。成膜速度も同様に 3.0ccm を境界に変化が小さくなる。体積抵抗率を見ると酸素流量が 4ccm の時点が透明膜での最小の値となった。

X 線回折装置による分析の結果、結晶化した亜鉛や酸化

*事業化支援部 城南支所

亜鉛では鋭いピークが見られるが酸素を加えたものは急激にピークが小さくなる。SEMにてウロコの結晶が見られなくなるとほとんどピークは現れなくなることから、非結晶の膜であることがわかる。

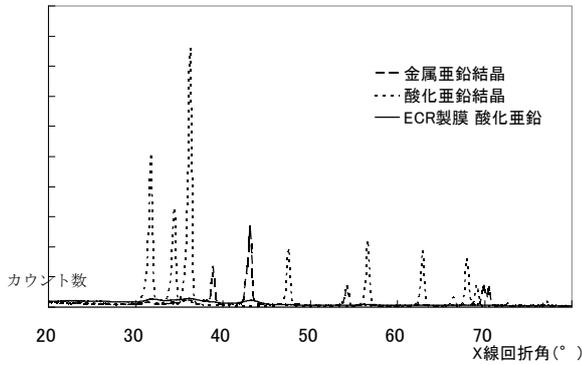


図2. X線回折による分析

X線光電子分光分析にて薄膜の亜鉛・酸素の組成比を求めた結果を図3に示す。ウロコ状結晶が見られる範囲では亜鉛濃度が大きく、十分に酸化が進んでいないが、非結晶状態になる3.0ccm以上ではほぼ1:1の濃度で推移していることがわかる。

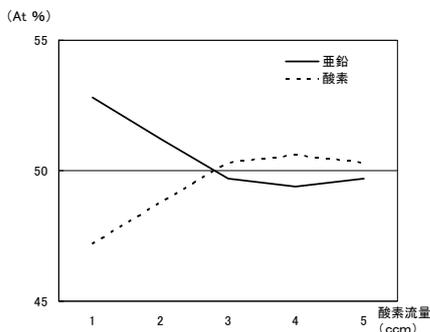


図3. XPSによる薄膜の成分分析

また、透過光量を測定したグラフが図4であるが、可視光域での光の透過率が90%を超えることが確認された。

酸素流量を制御することで亜鉛の酸化度を制御することが可能であると共に非結晶化した導電性透明薄膜を造ることができた。

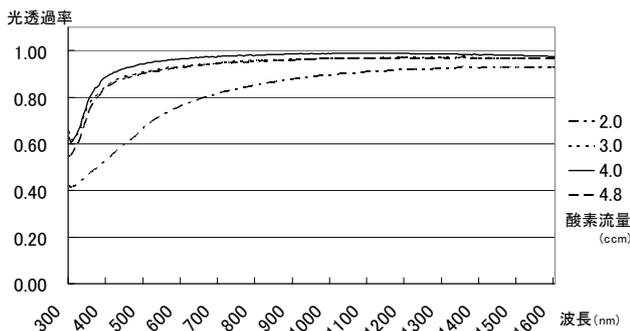


図4. 光の透過率測定

さらに電気伝導性を増すためにはAlやGa等III属の元素をドーブすることが有効である⁽¹⁾。このためZnターゲットの一部にアルミ材を乗せ、酸素流量4.0ccmで成膜を試みた。0.5%程度のAlをドーブした結果、体積抵抗率が $0.26 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ へ向上した。

2. 3. 2 樹脂基板への応用 ガラス基板に比べ熱に弱い樹脂基板にて、先にAlをドーブした条件と同様の成膜実験を行った。使用した基板はアクリル、PET、硬質塩化ビニルである。ECR成膜では熱ダメージが小さいため熱による基材のダメージはほとんど見られなかった。透過光率、電気伝導率もガラスに成膜したのと同様の結果が得られた。

表2. 基板の違いと体積抵抗率

| 基板材料 | 体積抵抗率 ($10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$) |
|---------|---|
| ガラス | 0.26 |
| ポリ塩化ビニル | 0.28 |
| アクリル | 0.28 |
| PET | 0.34 |

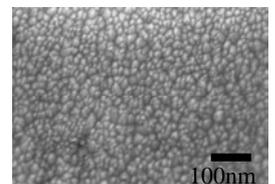


図5. アクリル基板上のZnO薄膜SEM像

3. まとめ

ECR成膜装置にて純亜鉛ターゲット板を用い酸素ガスを導入してスパッタリングを行うことで酸化亜鉛導電性透明薄膜を作成することができた。またAlをドーブすることで電気抵抗を更に減らせ、導電性透明薄膜として現在広く使われているITO膜に匹敵する膜を作ることができた。さらに、熱に弱い樹脂基板への成膜も行えることを確認した。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月1日再受付)

文 献

(1) 八百隆文監修 「ZnO系の最新技術と応用」シーエムシー出版(2007)

ノート

ネットワーク対応の組み込み型ラインモニタの開発

横田 裕史^{*1)} 金田 泰昌^{*2)} 日比野 克彦^{*3)} 千田 茂^{*3)} 永井 邦男^{*3)}

Development of Embedded Line Monitor Network Communication

Hiroshi Yokota^{*1)}, Yasuaki Kaneda^{*2)}, Katsuhiko Hibino^{*3)}, Shigeru Senda^{*3)}, Kunio Nagai^{*3)}

キーワード：ネットワーク, 加工機, ラインモニタ

Keywords : Network, Processing machine, Line monitor

1. はじめに

NC (Numerical Control) 加工機は、あらかじめプログラムをしたとおりに高精度の加工をすることができる。この NC 加工機の運転状況についてネットワーク経由で遠隔監視・制御がしたいというニーズがある。しかし、一部の最新の高額機種を除いて、ネットワーク対応の機種は少ない。そこで、レトロフィット (既納機械への取り付け) も含め、今回の開発品を取り付けることで、非ネットワーク対応の加工機をネットワーク対応にすることを可能とするラインモニタを、株式会社ポート電子と共同で開発した。

2. 開発内容

2.1 開発品の構造 加工機等が多数並んだ生産現場を想定し、開発を行った。

①作業現場は振動など劣悪な環境であるため、OS やプログラム等を記憶する媒体は内蔵フラッシュ ROM (数 10MByte) とし、ハードディスク等は搭載しない。

②短時間起動および 24 時間対応を実現するため、組み込み機器とする。

③主な構成

- CPU (SH7727) + 内蔵フラッシュ ROM 搭載
- LAN インターフェース
- RS232C インターフェース
- CF (コンパクトフラッシュ) インターフェース
- OS は μ ITRON

2.2 開発品の主な機能

①遠隔監視 (モニタリング)

• シリアル (RS232C) 端子を持つ加工機に接続し、LAN 経由で信号をモニタリング

• 通信のログデータを本体で CF メモリカードに保存

②遠隔制御 (コントロール)

• ネットワーク接続した遠隔端末からコマンドを送信することによる加工機制御および作業指示

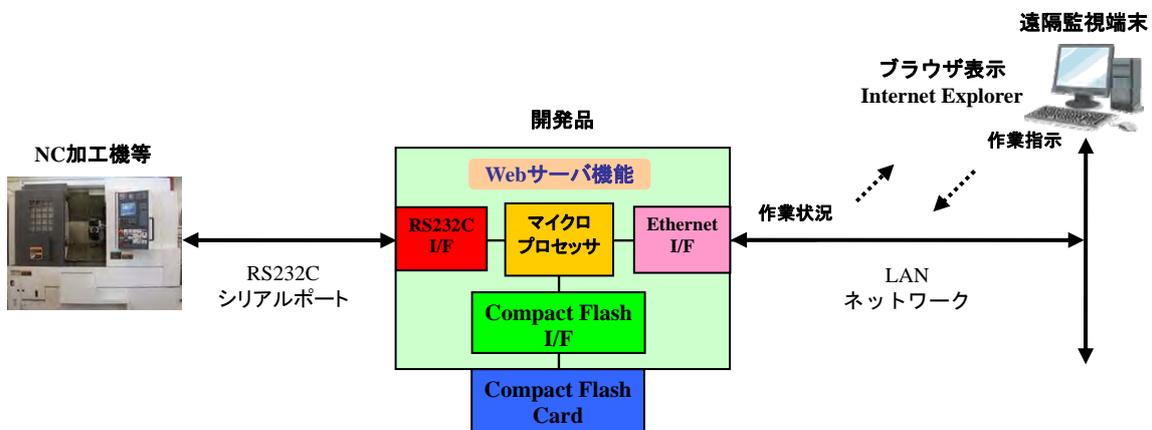
2.3 開発品の特徴

①安価で小型・軽量とする。

②加工機にシリアル (RS232C) 端子で接続するのみである。

③Web サーバ機能を搭載する。遠隔監視端末では Web ブラウザで監視が可能であり、事前に専用ソフトウェアのインストールが不要である。

図 1 に開発品を用いた構成例を示す。



*1)経営情報室 (前 IT グループ)

*2)情報技術グループ

*3)株式会社ポート電子

3. 開発結果

3. 1 ハードウェア開発

製品化を前提として、専用筐体（写真1）および専用基板（写真2）の試作を行った。ソフトウェアは、パソコンを用いた開発環境で作成し、シリアル接続して開発品のフラッシュ ROM に書き込む。液晶モニタ等は搭載せず、シンプルな構成で低コスト化を目指した。

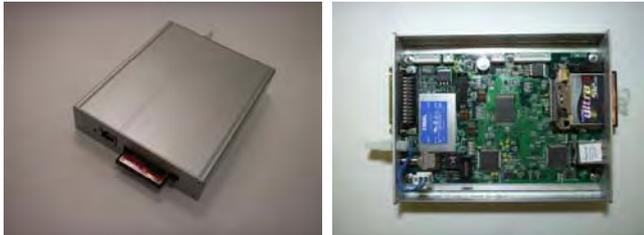


写真1. 専用筐体

写真2. 専用基板

3. 2 ソフトウェア開発

(1) ソフトウェア開発項目

OS は μ ITRON を用い、アプリケーションは C 言語で開発した。開発項目は以下の通りである。

- ① LAN ポートを用いた通信アプリケーションの開発。
- ② シリアルポート (RS232C) を用いた通信アプリケーションの開発。
- ③ CF メモリ用ファイルシステムの搭載およびログデータを MS-DOS 互換ファイルとして保存するアプリケーションの開発 (Windows 環境で読めるファイルを作成する機能)。
- ④ Web サーバ機能の搭載および HTML, CGI による Web アプリケーションの開発 (LAN 接続した遠隔監視端末の Web ブラウザからコマンドの入出力ができる機能)。

(2) 組込み型 Web サーバ

通常の Web プログラムでは、各 Web ページを構成する HTML ファイルは独立している。今回は、HTML を用いて開発した全 Web ページのコードを、テキストデータとして C 言語プログラム中に書き込むことで、アプリケーションを構成した。Web サーバ機能を開発品の内蔵フラッシュ ROM に、コンパイルした全プログラムを書き込んでいる。以下のように、メリットもあるがデメリットもある。また、内蔵フラッシュ ROM の容量は小さいため、HTML で記載した全テキストファイルを搭載することは困難である。これらを考慮すると

(メリット)

- コンパイル済であるため、
- ・プログラム容量が小さい
- ・高速で動作する

(デメリット)

Web アプリケーションを変更する場合

- ・ユーザ側に開発環境が必要となる
- ・C 言語等の知識が必要 (ソースコード変更等) となる

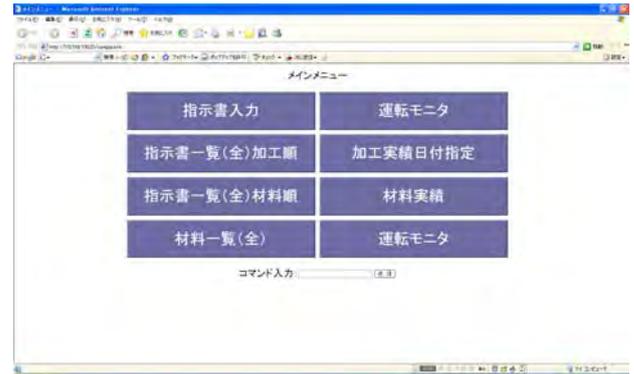


写真3. 遠隔監視端末のモニタ画面の表示例

3. 3 動作概要

開発品に、LAN 接続した遠隔監視端末からアクセスしてモニタ画面にブラウザで表示した結果が写真3である。

遠隔監視端末のモニタ画面の Internet Explorer のメインメニューのボタンをマウスクリックすることにより、別の画面が表示され、Web アプリケーションとして動作する。

4. まとめ

本開発品は、NC 加工機等に接続してネットワーク対応とすることができ、以下の特徴を持つ。

- ①安価 数千万円の NC 加工機に対して、10万円程度 (予定)
- ②小型・軽量 手のひらサイズ 1kg 以下
- ③簡単取付 既存の加工機のシリアル端子に接続
- ④高性能 Web サーバ機能を搭載

さらに、市販の無線 LAN を使えば、LAN ケーブルの引き回しが不要となる。なお、今回は加工機等をターゲットとしたが、計測機器等のレトロフィットへの応用も考えられる。

今後の課題として、HTML 記述を C 言語アプリケーションから独立させ、CF メモリ内に独立したファイルとして搭載すること等も検討し、ユーザ側で Web アプリケーションを容易に変更できるようにする等、使い勝手の向上を図っていく。

(平成 20 年 7 月 7 日受付, 平成 20 年 8 月 18 日再受付)

文 献

- (1) 大畑敏美, 北原枢, 土屋敏夫, 戸田知雄, 上野章, 糸永正敏:「口腔内検査用カメラの開発」, 東京都立産業技術研究所研究報告, No. 6, pp. 113-114 (2003)
- (2) 佐藤正利, 大畑敏美, 加世田光義:「個人宅設置型小型セキュリティ監視装置の開発」, 東京都立産業技術研究所研究報告, No. 7, pp. 81-82 (2004)
- (3) 横田裕史, 大畑敏美, 浅見樹生, 阿保友二郎, 大高忠, 日比野克彦:「モバイル用プレゼンテーションカメラの開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 1, pp. 30-33 (2006)
- (4) 横田裕史, 日比野克彦:「高性能拡大読書器の開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 2, pp. 18-21 (2007)

ノート

静電植毛用フロックの秤量による飛翔性試験方法

栗原 秀樹* 重松 宏志* 長谷川 孝* 山口 勇*

Testing Method of Flight Properties of Flock for Electrostatic Flocking by Weighing

Hideki Kurihara*, Hiroshi Shigematsu*, Takashi Hasegawa*, Isamu Yamaguchi*

キーワード：静電植毛，フロック，飛翔

Keywords：Electrostatic Flocking, Flock, Flight

1. まえがき

静電植毛は、静電気のクーロン力を利用してフロック（ナイロン等の短繊維）を被植毛物の表面に飛翔させて接着剤で固定する加工技術である。十分な植毛密度と植毛強度を持ち、植毛均一性が得られていることが良い製品の条件となっている。

条件の一つである十分な植毛密度を確保するうえで、フロックの飛翔性の管理は欠かせない。飛翔性を判定する試験器として、例えば一定の重さのフロックが、一定の試験電圧・電極間距離のもとで全量が飛翔し終わるまでの時間と、飛翔後のフロックの分布状態とをみて判断する方法がある。この方法は分布状態の判定に経験が必要で、だれもが扱える試験器ではない。また、フロックの抵抗値が経路上1～1000MΩ程度のときに飛翔性が良好であることから、これを利用する方法もあるが、飛翔性を示す間接的なデータであり、抵抗値の幅が大き過ぎて管理に適さない。

客観的に、しかも容易にフロックの飛翔性の評価ができれば、よりきめ細かい品質管理が期待できる。

2. 測定方法の検討

従来の試験方法に変わる新たな方法を検討するにあたって、客観的で、簡単に取扱い、短時間にでき、コストのかからない方法を目標とした。そして、飛翔の良否を直接判断できるように、実際に植毛してその結果から判定できる方法に絞ることとした。

現在、利用できる方法の一つに画像処理による方法がある。これを利用すれば単位面積当たりの本数を直接数えられる。しかし、現在の技術では操作性、測定時間、コスト等の事情から導入は容易ではない。また、光センサによる方法もあるが、フロックの色によって結果が異なるという大きな欠点がある。

その他にも各種方法を検討した結果、植毛されたフロッ

クの重量を測定する方法が、操作が容易、短時間にできる、色に左右されない、結果が重量で得られる、安価な設備で可能であるなどの多くの利点を有していることがわかり、この方法について検討し、次に示す測定方法とした。

3. 秤量による方法

3.1 植毛条件 測定にあたって、装置・用具の寸法、植毛電圧等の植毛条件は、実験等の結果、次のとおりとした。

- (1) 植毛装置の電極寸法 20cm×20cm
- (2) 電極間距離 10cm
- (3) 植毛電圧 20kV
- (4) 植毛時間 10秒
- (5) フロックの量 3g
直径9cmの枠内に均一に置く。
- (6) 植毛用プレート
アルミニウム板（13cm×6cm 厚さ0.5mm）
両面粘着テープ（8cm×6cm）貼付

3.2 設備・用具

- (1) 植毛装置（図1）
- (2) 天びん（図2）
- (3) 植毛用プレート（アルミニウム板及び両面粘着テープ）（図3）
- (4) フロックセット用に使う直径9cmの枠

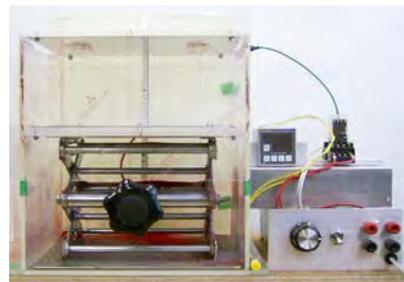


図1. 植毛装置
(左側:植毛ブース 右側:高圧電源)

図2. 天びん

*エレクトロニクスグループ

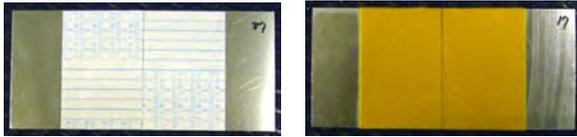


図3. 植毛用プレート (左:植毛前 右:植毛後)

3.3 測定の手順

- (1) アルミニウム板の中央に両面テープを貼り植毛用プレートを作り、その重量をたびんで量る。
- (2) 試験用の flock 3 g を採る。
- (3) 植毛装置の下部電極の中央に、セット用枠を用いて flock を均一に置く。
- (4) 植毛用プレートを植毛装置の上部電極の中央に取り付ける。
- (5) 電極間に試験電圧を印加して植毛する。
- (6) 植毛用プレートを外し、両端を交互に持ち2回づつはたき余分な flock を除去する。
- (7) 植毛用プレートの重量を量る。
- (8) 植毛前後のプレートの重量から、flock の重量(飛翔量)を求める。

3.4 測定結果の例 図4は測定値の再現性を確かめるために行った結果である。5色の flock について各5回測定し、最大値、最小値、平均値をグラフにした。最大値と最小値との差の平均値に対する割合を求めた結果、最大でも3.6%であり、再現性は良好であると思われる。図5は、植毛装置の電極間の距離を変えて測定した結果である。距離が増すと飛びにくくなるが、測定結果はそれを良く反映している。

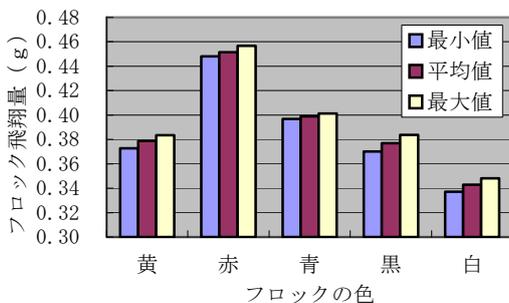


図4. 5色の flock の飛翔量測定結果

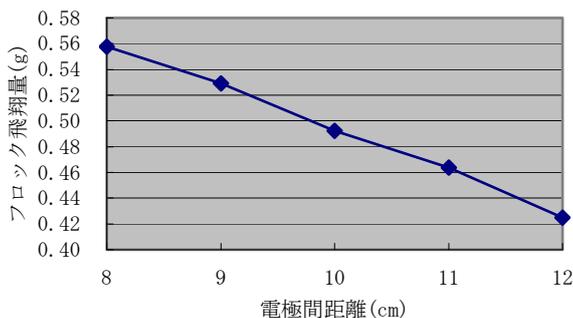


図5. 電極間距離と飛翔量

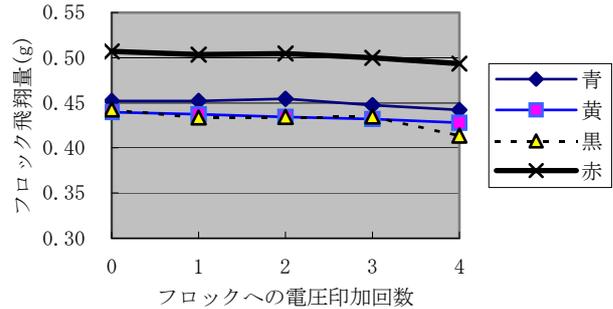


図6. 電圧印加回数と飛翔量

図6は、電圧印加回数を増やして行った場合の飛翔量の変化を測定した結果である。flock は使用する(電圧を印加する)たびに飛びにくくなることが知られているが、この結果も回数が増すごとに飛翔量が減る傾向を示しており、それを裏付けている。

図5及び図6の特性は従来から視感によって知られていたが、本方法によって客観的に確認できる。

なお、これらの実験には太さ3デニール、長さ1mmの6ナイロンを使用した。

3.5 本方法の特徴

(1) 植毛する場合、通常は接着剤を使うが、液状で流動性があるために、塗りむらが出やすく、均一に塗布するのが難しい。この点を両面粘着テープで解決した。試験用として一時的に使用するには十分である。また、乾燥時間も不要になるので、時間短縮の上でも大きな利点となる。

(2) 植毛用プレートをアルミニウム製にして帯電を防ぎ、たびんでの測定における静電気の影響を抑えた。

(3) 取り扱いが簡単で特に熟練を必要としない。また、専用の装置でなく比較的安価な機器等の組み合わせで評価できる。

2. まとめ

flock の飛翔量を測定した後、飛翔性の良否を判定する。例えば、図4の結果をみると、各色で飛翔量に差があることがわかる。これは飛翔性の違いを表しているが、これをもって白い flock が不適であるとはいえない。一定の品質を維持するための値が何gなのか、わからないからである。したがって、この方法で得られた結果は相対的なため、現状では比較用としてしか使えない。今後、植毛本数や視感と本方法の結果との相関を明らかにすることが必要である。そのときは、本方法によって得られた結果から直接飛翔性が判定できるようになるので、より手軽で便利な試験方法としていっそう役立つものになる。

(平成20年7月4日受付, 平成20年7月31日再受付)

ノート

示差走査熱量計 (DSC) の高感度化に関する研究

浜野 智子* 重松 宏志*

Improvement in Sensitivity and Stability of Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Tomoko Hamano*, Hiroshi Shigematsu*

キーワード : 示差走査熱量計、高感度

Keywords : DSC(Differential Scanning Calorimetry),high-Sensitivity

1. はじめに

一般に物質は温度によっていくつかの相をとり、それぞれの相により物性が異なることが多い。このため各種の物性測定を行う前には、対象物質の相関係をあらかじめ明らかにすることが必要である。物質の相関係を明らかにする簡便な分析方法として示差熱分析法がある⁽¹⁾。

示差走査熱量測定 (DSC:Differential Scanning Calorimetry) は物質からの熱の出入りに注目した熱分析手法である。相転移 (融解) などの反応には必ず熱の出入りを伴うため、原理的にはあらゆる現象を分析対象として含めることができる。“示差”の言葉が示すとおり、DSCでは2つの試料ホルダーの片方に性質が既知の物質 (参照物質) を、他方に性質未知の測定試料を用い、両者の示す挙動の差を測定することで、測定の感度を高めている⁽²⁾。

現在 DSC は様々な分野で用いられ、実験装置も市販化されている。DSC が幅広い分野で使われているのは、相変化や反応などの熱的な変化の検出を通して材料の性質を簡便に比較的精度よく測定できるためである。しかしながら DSC 装置は汎用の装置で十分満足されているわけではなく、より微小な相転移等の検出のために、装置の感度の向上が求められるようになってきている。

このようなニーズに応えるため、本研究ではマイクロワットオーダーの感度をもつ高感度 DSC 装置を試作し、その性能評価を行った。

2. 高感度 DSC 装置の試作

2.1 設計方針 DSCには熱補償型と熱流束型がある。本研究では構造が簡単で、制御の精度によって感度および安定度が限界づけられることのない熱流束型を選択した。熱流束型 DSC では測定試料と参照物質を炉の中に入れ、一定の昇温速度で加熱し、試料と参照物質の温度差を熱電対で測定する。定常状態において、測定試料 s と参照物質 r との間の熱流束 dQ/dt は温度差 $\Delta T (=T_s - T_r)$ に比例し、試料容器と

炉の間の熱抵抗 R に反比例する。ここで T_s および T_r はそれぞれ測定試料と参照物質の温度である。

$$dQ/dt = -(T_s - T_r)/R = -\Delta T/R \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、温度差 ΔT は、温度センサーの熱起電力を ΔE 、熱電能を S とすれば

$$\Delta T = \Delta E/S \quad \dots\dots\dots (2)$$

となる。(1)、(2)式より

$$\Delta E = -(R \cdot S) dQ/dt = -K dQ/dt \quad \dots\dots\dots (3)$$

(3)式は DSC の感度が装置定数 K に比例することを示している⁽²⁾。

高感度 DSC を開発するためには装置の感度 K を大きくすること、信号のベースラインの安定性をよくすることが必要である。

装置の感度 K を大きくするためには(3)式より、 R と S の値を大きくすることが必要となる。ここで R の値の大部分は温度センサーの熱抵抗が決まる。このため温度センサーの選択が非常に重要になってくる。本研究では半導体熱電温度センサーを用いた。その理由は半導体であるために熱電対などに比べて熱抵抗が大きく、熱電能が約 7.7mVK^{-1} と大きいためである。

また DSC 装置の高感度化のためには信号のベースラインの安定性をよくすることも必要である。ベースラインの安定性を阻害する要因には、温度制御の誤差から生じるものや、熱のリークの不均衡から生じるものなどが考えられる。そのため装置の試作にあたり、温度制御の誤差がサンプル部に直接影響しないように、また熱リークの不均衡を減らすために、サンプル部の断熱性の向上を考慮した装置設計を行った。

2.2 装置の試作 前述したように、DSC の測定感度の向上のためには温度センサーの選択およびベースラインを安定化させることが重要となる。製作した DSC 装置の概略を図 1 に示す。

試料および参照物質の間の温度差を測定する温度センサーにサーモモジュール (フェローテック製 9502/031/012) を用いた。また試料温度に関しては試料付近の銅ブロック上に配置した白金抵抗温度センサー TS1 (帝人エンジニアリ

*エレクトロニクスグループ

ング製 EL-700-U) の温度を試料温度とみなした。温度制御は、加熱炉の外側に巻きつけたヒーターで行っている。なおヒーターの出力は TS2 の温度を読み取り、その結果をフィードバックすることにより出力を調整している。また温度制御の誤差によるベースラインの乱れの影響を小さくするために、銅ブロック B1 と B2 の間に熱伝導性の低いセラミック板をはさんだ構造を採用した。このためヒーターでの温度制御の誤差がサンプル部への影響を緩和することができる。また試料付近の温度の安定性を保つために銅製のキャップ C1~C4 を配置した構造を採用した。さらに図 1 に示す装置全体をデューワー瓶の中に入れ、外界の温度変化を受けにくいように配慮した。

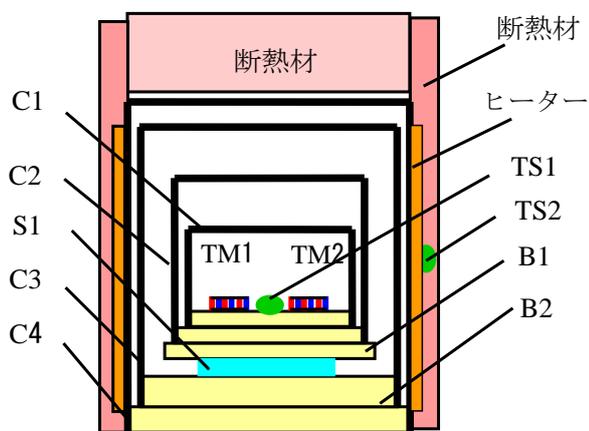


図 1. 高感度 DSC 概略図

TM1, TM2: サーモモジュール

TS1, TS2: 白金温度センサー

B1, B2: 銅製ブロック C1~C4: 銅製キャップ

S1: セラミック板

2. 3 性能評価 ベースラインの安定性を評価するために参照物質と測定試料に空のアルミ製の試料容器を用い、昇温速度 0.06°C/min にて熱流束の測定を行った。

また検出感度を評価するために μg オーダーの試料を測定することにより、試作した装置の感度の評価を行った。ここではパルミチン酸 (標準物質: 東京化成工業製) 18 μg を用いた。秤量したパルミチン酸を既知量のヘキサンに溶解させ、その一部をマイクロピペットにてアルミ製の試料容器に入れ、溶媒を蒸発させた後、試料容器を封入した。なお試料容器中の分量は、マイクロピペットで採取した量から計算により求めた。

3. 結果

試作した DSC 装置のベースラインの安定性の測定結果を図 2 に示す。この結果よりベースラインの安定性は $\pm 0.8\mu\text{W}$ 程度であった。このことは数 μW レベルのピークを検出できることを示唆している。

パルミチン酸 18 μg を 0.06°C/min の速度で昇温させ、そ

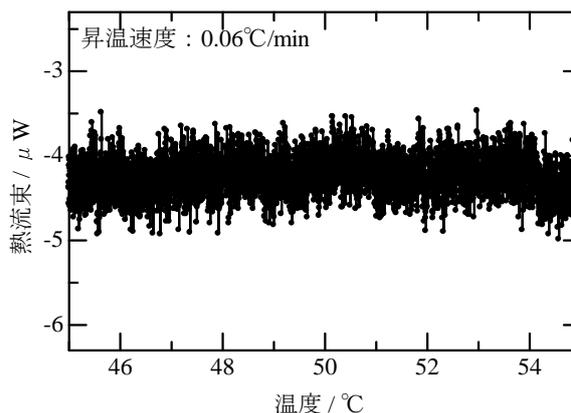


図 2. 高感度 DSC の熱流束安定性

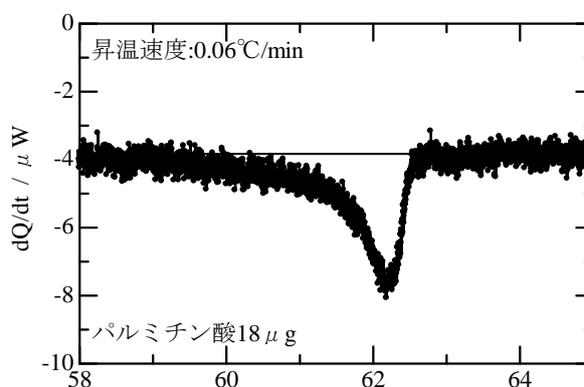


図 3. パルミチン酸 18 μg の DSC 測定結果

のときの DSC の測定結果を図 3 に示した。この結果、62°C 付近に μW レベルの融解による吸熱ピークを検出することができた。

以上の二つの結果から、本研究にて試作した DSC は数 μW レベルのピークを検出できることが明らかになった。

4. まとめ

温度制御の誤差や熱リークを少なくするように加熱炉の構造を工夫することにより、数 μW レベルのピークを検出できる DSC 装置を試作した。

温度センサーに小型のサーモモジュールを用い、装置係数を大きくすることにより、熱流束の検出感度の向上を図ることができた。

(平成 20 年 7 月 7 日受付, 平成 20 年 7 月 25 日再受付)

文 献

- (1) 古賀信吉, 山村泰久, 齊藤一弥, 西本右子, 田中春彦: 「大学における熱測定教育の意義と実験教材」 熱測定, Vol132(1), p26(2005)
- (2) 日本熱測定学会編: 「熱量測定・熱分析ハンドブック」 丸善株式会社 (1998)

ノート

電磁波吸収シート・シールド材の評価法

五十嵐 美穂子^{*1)} 原本 欽朗^{*1)} 高松 聡裕^{*2)} 大森 学^{*3)}

Measuring Methods of Noise Suppression Sheet and Shield Materials

Mihoko Igarashi^{*1)}, Yoshiaki Haramoto^{*1)}, Toshihiro Takamatsu^{*2)}, Manabu Omori^{*3)}

キーワード：電磁波吸収シート，電磁波シールド材，KEC法，同軸管法，伝送減衰率

Keywords：Noise suppression sheet, Shield materials, KEC method, Coaxial line method, Transmission attenuation power ratio

1. はじめに

近年、携帯電話等に代表される機器のデジタル化が急速に進む中、電磁波ノイズ問題が浮上している。電磁波ノイズは、電子回路に流れる不要な電気信号が源であり、電子機器の誤動作の原因となる他、生体に及ぼす影響も懸念され、その対策のため、電磁波吸収シートや電磁波シールド材の研究開発が、各方面において急速に進められている。

それに伴い、各種電磁波吸収シートや電磁波シールド材の評価法が提案されており、電磁波吸収シートの評価法として、2006年5月に国際規格(IEC62333-1,-2)が制定されている。これらの評価法について、各評価法の測定結果の相関性、測定技術の確立を目的に調査を行ったので報告する。

2. 各種評価法の測定結果

現在、比較的よく用いられる評価法を次に示す。

電磁波シールド材評価法

- ①MIL-STD-285
- ②アドバンテスト法
- ③KEC法
- ④同軸管法

電磁波吸収シート評価法

- ⑤同軸管法
- IEC62333規格(⑥内部減結合率、 ⑦相互減結合率
- ⑧伝送減衰率、 ⑨輻射抑制率)

このうち当センターで測定可能な評価は、③KEC法、④同軸管法、⑦伝送減衰率法である。これらの評価法について、同一の試料を用い、他公設試験研究機関(公設試)との比較測定を行った。

2.1 KEC法 電界用評価治具又は磁界用評価治具を用いる近傍界を対象とした電磁波シールド材の評価法で、周波数範囲は100kHz~1GHzである。測定構成図を図1に示す。

KEC法で公設試2機関との比較測定を行った結果の一例

^{*1)}エレクトロニクスグループ

^{*2)}多摩支所

^{*3)}城東支所

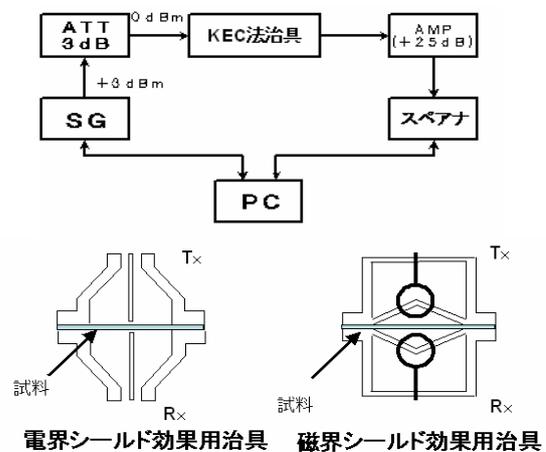


図1. KEC法測定構成図
図説明(上)測定構成図 (下)各評価用治具詳細図

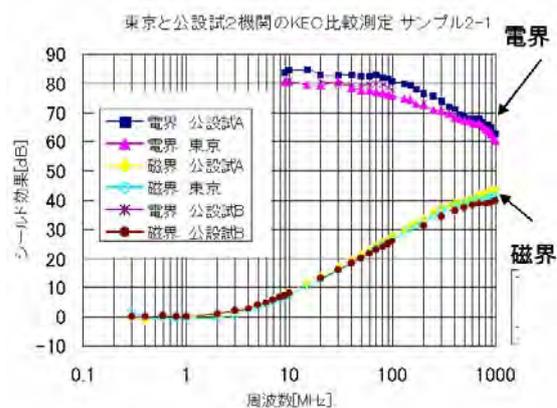


図2. KEC法 公設試2機関との比較

を図2に示す。使用した試料は、CuとNiめっきを施した糸で織ってある電磁波シールド布である。電界の結果において、10MHzまでは測定限界である。KEC法では、治具から電磁波が漏れないようスチールウールを使用すること、治具からの反射が大きいため信号発生器(SG)の後に減衰器(ATT)を入れるなど行ったところ、再現性が向上した。

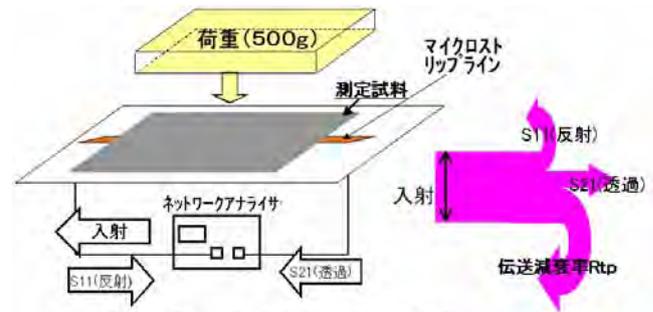
KEC法は測定システムの構成・測定試料の加工が簡単のため、比較的容易に測定できる。しかし、治具からの電磁

波漏れや、治具の締付強度など、再現性を得るための配慮が必要である。

2. 2 同軸管法 遠方界における電磁波吸収シート・シールド材に適した評価法で、測定構成図を図3に示す。吸収特性は反射減衰量(S11)の測定、シールド特性は透過減衰量(S21)の測定を行うことで評価できる。周波数範囲は50MHz～3GHzであるが、評価治具により18GHzまで可能である。

同軸管法(シールド特性)で、公設試1機関との比較測定を行った結果の一例を図4に示す。使用した試料は、市販のアルミニウム及び電磁波吸収シート(高透磁率ノイズ抑制シート)2種類である。

同軸管法は、試料の形状を評価治具に合わせドーナツ状に加工するが、その加工精度が直接測定結果に影響する。測定試料の作製に手間と時間がかかる。また、試料を同軸管に挿入する際の中心導体・外部導体との接触不良が測定値に大きく影響する。



$$\text{伝送減衰率} = \text{透過} / (\text{入射} - \text{反射})$$

$$R_{TP} = 10 \log \left\{ 10^{S_{21}/10} / (1 - 10^{S_{11}/10}) \right\}$$

図5. 伝送減衰率法測定構成図

伝送減衰率 Rtp 東京と公設試1機関との比較

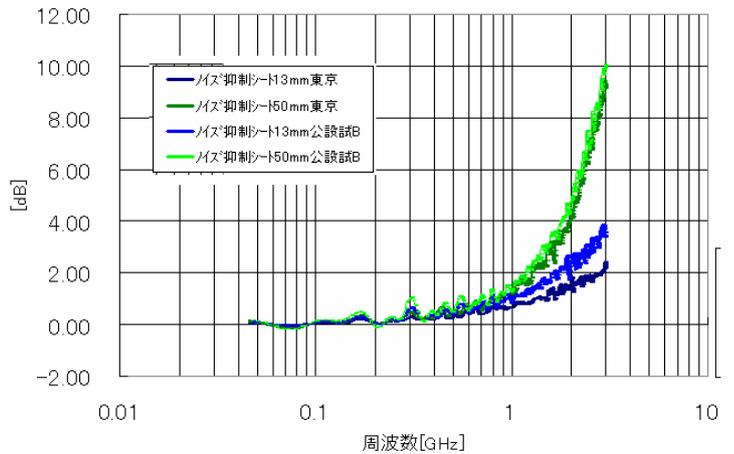


図6. 伝送減衰率法 公設試1機関との比較

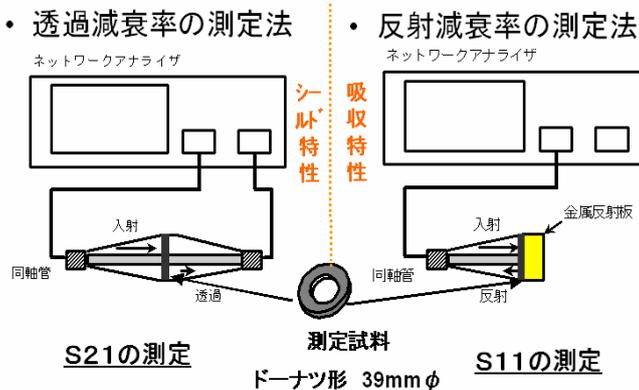


図3. 同軸管法測定構成図

図説明 (左) 電磁波シールド測定構成図 (右) 電磁波吸収シート測定構成図

同軸管法(透過減衰量S21) 東京と公設試1機関との比較

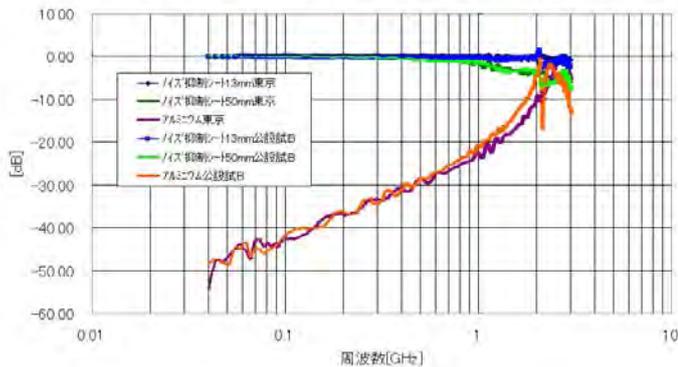


図4. 同軸管法 公設試1機関との比較

2. 3 伝送減衰率法 近傍界の電磁波吸収シートに適した評価法で、マイクロストリップライン伝送線路上の伝導ノイズが、シートを装着することでどれくらい減衰するかを測定する方法で、測定構成図を図5に示す。入射量と反射量・透過量の差で伝送減衰率 Rtp を求める。周波数範囲は0.1～3GHzであるが、治具により40GHzまで可能である。

伝送減衰率法で、公設試1機関との比較測定を行った結果の一例を図6に示す。使用した試料は、電磁波吸収シ

ト(高透磁率ノイズ抑制シート)2種類である。伝送減衰率法は、測定試料を長方形に加工するだけであるが、測定する際、試料の上に500gの荷重をかけ測定するため、その荷重のかけ方が測定結果に影響する。

3. まとめ

これらの評価法は、対象とする界(遠方・近傍・電界・磁界)や、評価治具に合わせ加工する試料の大きさ、形状などにより、測定モデルが各々異なり、異なる測定条件のもとで得られた値どうしを直接比較出来ない。そこで、試料の用途による適切な評価方法の選定が必要である。

今後、これらの評価法の測定結果と各種試料の誘電率・透磁率等の材料定数の相関、電磁界シミュレータによる評価法のモデル化、そしてそれらの効果を算出した際の検証等についても行っていく。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月28日再受付)

文 献

(1) 松下テクノトレーディング株式会社 Techno-Trading News EMC インフォメーション No.24 2003 「KEC 法による電磁波シールド特性の計測と評価」
 (2) International Standard IEC62333 Noise suppression sheet for digital devices and equipment Part1,Part2

雑音端子電圧測定対策用プローブの提案

上野 武司* 高松 聡裕*

Noise Measurements of the Terminal Voltage Probe

Takeshi Ueno*, Toshihiro Takamatusu*

キーワード：EMC、雑音端子電圧、プローブ

Keywords：EMC, Terminal voltage, Probe

1. はじめに

情報機器、電動工具、照明器具、医療機器等は、EMC (ElectroMagnetic Conpatibility) が求められており、そのため各種 EMC 規格が定められている。EMC とは、機器が外部からの電磁雑音に対して誤動作しないこと、また機器から外部へ電磁雑音が規制値以上放出されないことの両方である。この規格に合致しない場合、製造、販売、輸入、輸出を行うことができなくなる。そのため、製品に EMC 試験を実施し、規格に合致するように、フィルタを接続する等電子部品を取り付けたり、設計変更を行う必要がある。

EMC 試験の一つに、雑音端子電圧測定がある。この雑音端子電圧測定システムを図1に示す。

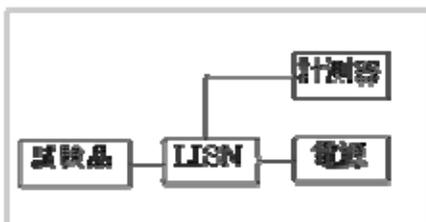


図1. 雑音端子電圧測定システム

この測定は、試験品から電源線を伝わり外部へ放出される雑音を、電圧値として測定するものである。電源からLISN（擬似電源回路網）を通して試験品に電力を投入する。この時、試験品から外部へ放出される雑音は、LISNを通過し計測器に送られる。通常の規格では、測定周波数は150kHzから30MHzである。

この測定方法では、電源線を通過する雑音を測定するのみであり、雑音の発生箇所を特定することが難しい。また、雑音が大きい場合、対策を施す必要があるが、対策用の部品をどの場所に、どの程度接続すれば良いか判断がつきにくい。そのため雑音端子電圧測定は、後付かつ試行錯誤による対策を行っているのが実情である。そこで、雑音端子

電圧測定の周波数で雑音の発生箇所を検出するためのプローブを試作し、対策方法の一部として使用することを提案する。試作したプローブは、配線の電圧を測定する接触プローブ、電流を検出する磁界プローブである。概略図を図2に示す。

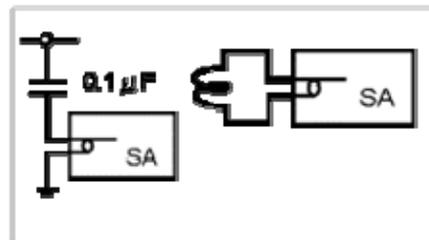


図2. プローブの概略図

左：接触プローブ、右：磁界プローブ

接触プローブは、コンデンサと抵抗で構成されるハイパスフィルタであり、コンデンサの一端を配線に接触させ、雑音をスペクトラムアナライザで測定するものである。磁界プローブは、コイルで構成されるプローブであり、試験品の基板配線付近に平行に近づけ、コイルに流れる電流を検出し配線の電流を推定するものである⁽¹⁾。これらのプローブは、電源線を流れる雑音を検出する仕様で設計し、試作した。ここでは、接触プローブを中心に述べる。なお、信号線の雑音を検出するプローブについては、現在検討中である。

2. 実験方法

試作した接触プローブは、図2に示す回路で構成されており、コンデンサと抵抗器で形成される。ハイパスフィルタの役割があり、プローブの接触部分を試験品の基板配線に直接接触させて使用する。雑音の測定周波数は150kHzから30MHzまであり、150kHz以上のハイパスフィルタを設計した。シミュレーションに用いた回路を図3に、解析結果を図4に示す。

*事業化支援部多摩支所

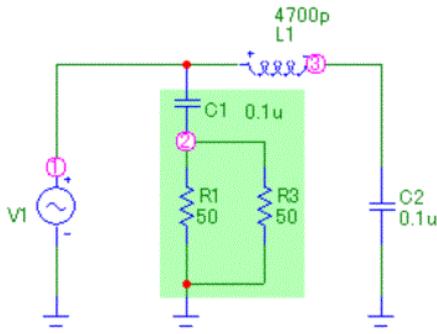


図 3. プローブの回路図

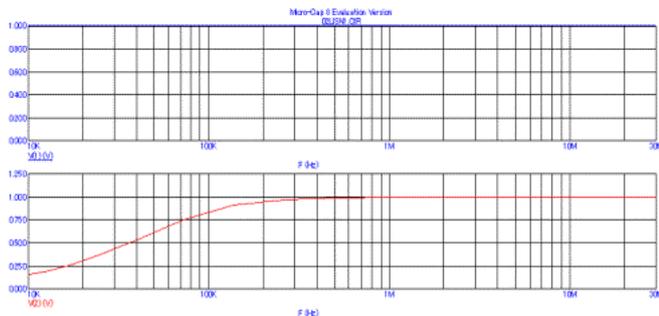


図 4. シミュレーションによる解析結果

プローブは、 $0.1\mu\text{F}$ のコンデンサと 50Ω の抵抗器で構成される。ここで用いたコンデンサは、周波数特性を考慮し、セラミックコンデンサを使用した。このときの解析結果から、 200kHz 以上を通過させるハイパスフィルタが形成できていることを示す。(その周波数特性は図 4 下のグラフである。)

試作した接触プローブを図 5 に示す。

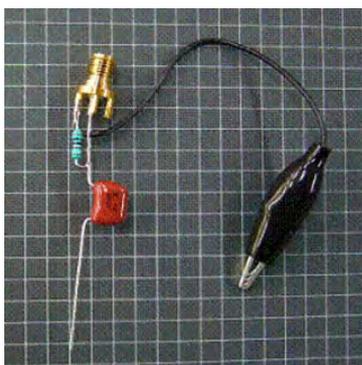
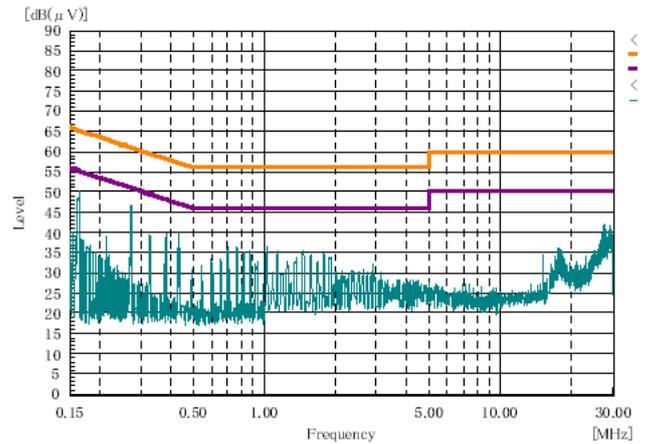


図 5. 試作した接触プローブ

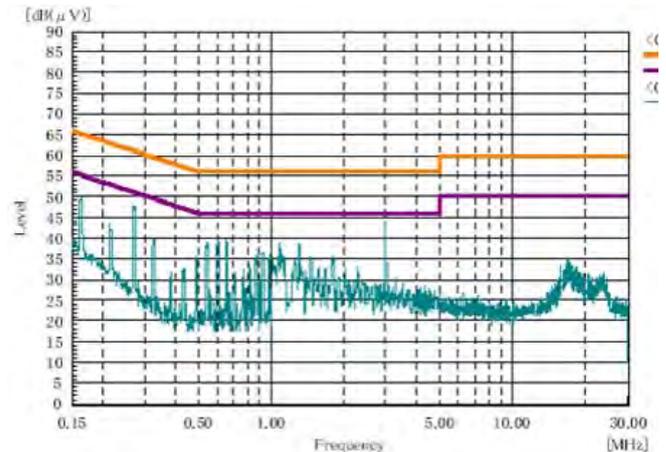
コンデンサの一端を配線に接触させるものである。SMA コネクタにケーブルを介してスペクトラムアナライザに接続する。

3. 結果及び考察

蛍光灯からの雑音を、通常の雑音端子電圧測定 (a) 及び接触プローブによる測定 (b) の結果を図 6 に示す。



(a) 雑音端子電圧測定結果



(b) 接触プローブによる測定結果

図 6. 蛍光灯による雑音測定

雑音端子電圧測定結果と同じ周波数で接触プローブにおいても雑音に対応するように測定できることが確認できた。

4. まとめ

接触プローブを設計及び試作し雑音を測定した。通常の雑音端子電圧測定結果と対応するように雑音を検出することができた。

今後、さらに信号線の雑音を測定できるようなプローブを試作し、実際の EMC 対策の現場で活用することが必要である。

(平成 20 年 7 月 4 日受付, 平成 20 年 7 月 14 日再受付)

文 献

- (1) 上野武司：電気学会 A 部門大会 (2008)

ノート

骨導音の聴覚感度特性の計測

石橋 睦美* 神田 浩一*

Measurement of Hearing Sensitivity of Bone Conducted Sound

Mutsumi Ishibashi*, Kouichi Kanda*

キーワード：骨導音, 最小可聴値

Keywords : Bone conducted sounds, Threshold of hearing

1. まえがき

骨の一部を振動させて骨導音を伝える技術（骨伝導技術）は、様々な製品に応用され、実用化されている。たとえば、作業現場などのうるさい環境でも会話をやり取りできるヘルメットや、耳鼻科診療時の会話を補助するヘッドレストカバー⁽¹⁾など幅広い分野で活用されている。このように製品の用途が多様であることに伴って、加振源となる骨伝導スピーカの種類や、振動を加える頭蓋骨の部位（加振部位）も多様化している。そこで本研究では、骨伝導技術に関連したより満足度の高い製品開発を行うために、(1) 各種骨伝導スピーカの音響物理特性、(2) 加振部位別の音の聞こえ方（聴覚感度特性）を把握することとした。

骨伝導スピーカの音響物理特性として、電磁式および超磁歪式の加振力特性を計測した。また、加振部位別の聴覚感度特性として、最小可聴値（人間が骨導音として知覚することのできる最も小さな加振力レベル）を主観評価実験により検討した（主観評価実験Ⅰ）。さらに、周囲の音環境（暗騒音）の影響を調べるため、暗騒音を付加した条件でも最小可聴値の測定を行った（主観評価実験Ⅱ）。

2. 骨伝導スピーカの音響物理特性の計測

今回、測定を行った骨伝導スピーカは、電磁式（RION Audiometer Type AA-77A 骨導受話器）、圧電式（NECトーキン(株)製 KDS-M-01⁽²⁾）および超磁歪式（フェレイ BCHS-FT00）である。各種スピーカの構造の概要を図1に示す。電磁式や超磁歪式は構造上、厚みが必要となる一方で、圧電式は薄い形状をしている。

これらの骨伝導スピーカに550gの荷重をかけて、入力電圧を一定に保持した状態で各周波数の加振力レベルを人工マストイド（B&K Artificial Mastoid Type 4930）により計測した。その結果を図2に示す。電磁式の加振力は低周波数で大きく、高周波数になるにつれて小さくなる傾向を示した。一方、圧電式の加振力は低周波領域では小さいが、高

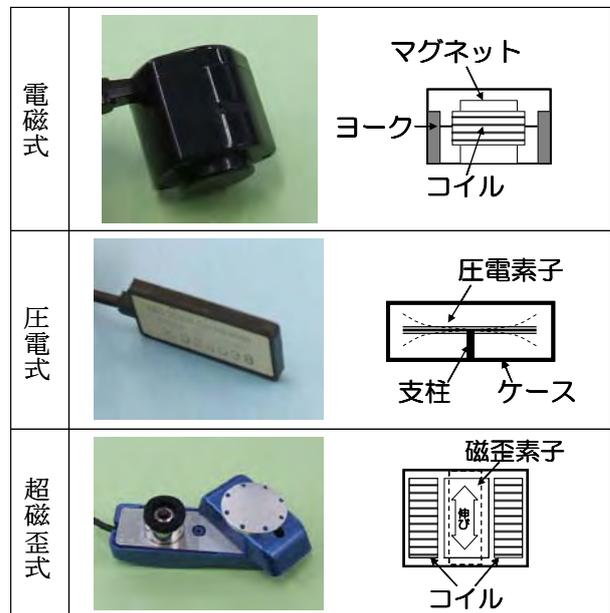


図1. 各種骨伝導スピーカ

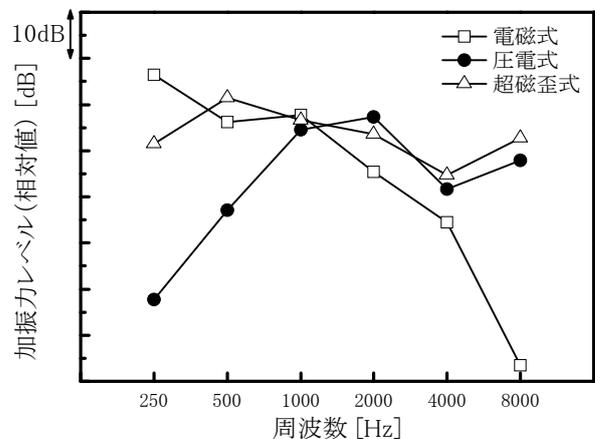


図2. 各種骨伝導スピーカの加振力特性

*光音グループ

周波領域で大きくなっている。超磁歪式は低周波数から高周波数にかけて、比較的平坦な特性を持つことが示された。

3. 最小可聴値の計測

3.1 実験システム 主観評価実験は半無響室と呼ばれる静かな部屋（騒音レベルが12dB未満）で行った。

実験にはオーディオメータ（RION Audiometer Type AA-77A）と呼ばれる聴力測定用の機器を用いた。これに付随する骨導受話器は電磁式である。

3.2 実験方法 上昇法⁽³⁾（音が聞こえないレベルから音量を順次5dBステップで大きくして、聞こえ始めたレベルを測定する方法）により、最小可聴値（加振力レベル）を測定した。

3.3 実験条件 加振位置は乳様突起部と後頭部である。主観評価実験Ⅰでは周囲が静かな状態で実験を行った。また主観評価実験Ⅱでは暗騒音による最小可聴値の変化をみるため、一般的な環境騒音を模擬した-6dB/oct.bandの定常雑音を、被験者の頭の位置で騒音レベルが45dBとなるように、被験者の前方のスピーカから再生し、最小可聴値を計測した。被験者は正常な聴力を有する10代から20代の男女16名（男9名、女7名）である。再現性を確認するため、主観評価実験ⅠおよびⅡのそれぞれについて、各被験者2回の実験を行った。

3.4 実験結果 実験ごとに、すべての被験者2回の結果を平均した値を、主観評価実験Ⅰについては図3(a)に、実験Ⅱについては図3(b)にそれぞれ示す。この結果をみると、暗騒音の有無に関わらず、後頭部を加振した場合は、乳様突起部を加振した場合に比べて、最小可聴値が10から20dB程度大きくなっている。このことから、後頭部では感度が鈍くなり、音を聞くためにより大きな加振力を必要とすることが示された。一方で、加振力レベルの周波数特性をみると、後頭部でも乳様突起部でも低周波数の方が高周波数に比べてレベルが大きくなるという類似の傾向を示している。

暗騒音による最小可聴値の変化量をみると（図4参照）、乳様突起部でも後頭部でも変化量は同じ程度であった。高周波数で変化量が小さくなっているのは、暗騒音の高周波数成分が小さいレベルであったためと考えられる。

4. まとめ

本研究の結果から、骨伝導スピーカの種類によって、加振力特性が異なるため、形状や使用目的を考慮して選定する必要があることが示唆された。さらに、加振部位によって最小可聴値は変化するものの、その周波数特性に大きな差異はみられなかった。このことから、健聴者の音の聞こえ方を考慮した製品を開発する場合、後頭部加振であっても、乳様突起部加振と同様の周波数特性補正フィルターを用いて支障はないと考えられる。

（平成20年7月4日受付，平成20年8月4日再受付）

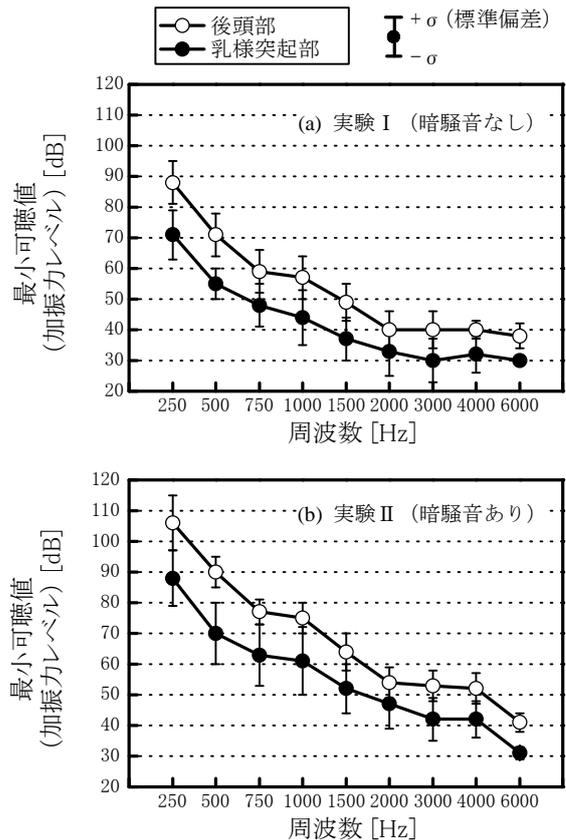


図3. 主観評価実験結果（加振部位別の聴覚感度特性）

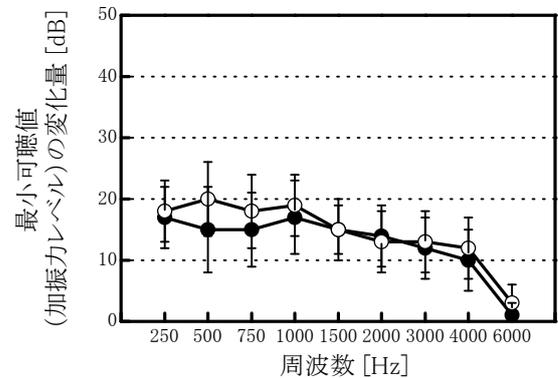


図4. 暗騒音による最小可聴値の変化量

謝辞

本研究の実験に快くご協力いただきました都立赤羽商業高等学校、東京都立中央・城北職業能力開発センター赤羽校の生徒の皆様にご心より感謝いたします。

文 献

- (1)石橋睦美, 神田浩一, 小林丈士, 三上和正, 宇田川好隆:「骨伝導技術を利用した耳鼻科診療椅子の開発」, 東京都立産業技術研究所研究報告, No. 2, pp. 38-41 (2007)
- (2)阿部善幸, 田村光男:「圧電式骨伝導スピーカの開発」, NEC TOKIN Technical Review, Vol.31, p.56-63 (2004)
- (3)ISO 8253-1:「Acoustics – Audiometric test method – Part 1: Basic pure tone air and bone conduction threshold audiometry」(1989)

フenton反応による揮発性有機化合物の分解速度

田熊 保彦^{*1)} 加藤 茂^{*2)} 小島 紀徳^{*2)}

Reaction Rate in Decomposition of Volatile Organic Compounds Using Fenton's Reaction

Yasuhiko Takuma^{*1)}, Shigeru Kato^{*2)}, Toshinori Kojima^{*2)}

キーワード: 土壌汚染, フenton反応

Key word : Soil pollution, Fenton's reaction

1. はじめに

トリクロロエチレン(TCE)やテトラクロロエチレンなどの揮発性有機化合物 (VOCs: Volatile Organic Compounds)は、不燃性の液体で脂質の溶解能が高いことから、IC 基盤や電子部品の洗浄、金属部品の前処理洗浄、ドライクリーニング等、様々な事業所や生産工程で用いられてきた。しかし、これらは不適切な取り扱い等により環境中に漏洩し、土壌・地下水の汚染の原因物質となっている。このような汚染は、人の健康に悪影響を及ぼす危険性があるのはもちろんのこと、土地の再開発等を妨げる要因にもなっている。

揮発性有機化合物による土壌・地下水汚染への対策としては、原位置抽出と掘削除去が主に用いられているが、これらの方法では抽出・掘削後の汚染物質の除去・無害化が必要になる。また、掘削除去については建築物の存在する場所では使用しにくいという問題もある。このようなことから、近年ではバイオレメディエーションや化学的酸化分解といった原位置分解法も徐々に使用されるようになってきている。

著者らはこれまで、化学的酸化分解のひとつであるフenton反応による TCE 汚染土壌・地下水の浄化についての研究を行ってきた^{(1),(2)}。これらの結果から、 Fe^{2+} によりフenton反応を生じさせた場合、TCE を高速度に分解することができ、また過酸化水素が存在すれば、 Fe^{2+} が消費された後も、表 1⁽³⁾の(6)及び(7)の反応が生じるため、反応速度は低下するものの、TCE の分解反応が継続して生じる可能性を示した。このことは、 Fe^{3+} を使用した場合でも、 Fe^{2+} を使用した場合と同様の反応が生じることを示す。ただし、 Fe^{3+} を用いた場合、 Fe^{2+} によるフenton反応とは異なる反応が生じているという報告⁽⁴⁾もある。このため、本報では Fe^{3+} を用いた場合の実験結果と、前報⁽²⁾の結果を比較することで、使用するイオンの違いによる反応の違いを検討した。

2. 実験方法

濃度の異なる過酸化水素水溶液(0.09, 0.18, 0.44, 0.88, 1.8mol/L) 5mL を試験管に入れ、そこに TCE(7.7mmol/L)を含有した硫酸第一鉄水溶液(1.0, 2.0, 4.0, 20, 40mmol/L)もしくは TCE を含有した硫酸第二鉄水溶液(1.0, 2.0, 4.0mmol/L) 5mL を混合した。この時間を反応開始時間とした。ここで、以上に示した濃度は試料調製時のものであり、反応中の濃度はこの半分となる。これらの溶液は実験に際して水浴中で反応温度である 25°C に保った。

指定時間後、ヘキサン 5mL で残留 TCE を抽出した。抽出した残留 TCE を、GC-FID(島津製作所 GC-12A)を用いて定量分析した。

3. 結果と考察

フenton反応による TCE 分解反応における、TCE 残留濃度比の経時変化を図 1 に示した。 Fe^{2+} を用いた場合の反応では、反応初期(反応時間 0 秒)で TCE 残留濃度が大きく減少しているが、 Fe^{3+} を使用した場合にはこのような減少は見られない。 Fe^{2+} を使用した場合に TCE 濃度が大きく減少する理由として、前報⁽²⁾では表 1 の反応 1 が比較的高速度の反応であり、また OH ラジカルによる TCE の分解反応(反応 3)

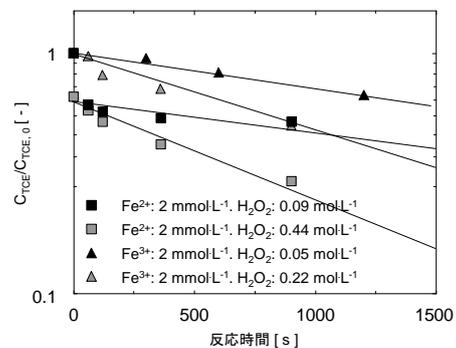


図1. フenton反応におけるトリクロロエチレンの経時変化

^{*1)}資源環境グループ^{*2)}成蹊大学理工学部物質生命理工学科

表1. フェントン反応⁽³⁾

| No. | Equation | Rate Constant ($l \cdot mol^{-1} \cdot s^{-1}$) |
|-----|--|---|
| (1) | $Fe^{2+} + H_2O_2 \rightarrow Fe^{3+} + HO^- + HO\cdot$ | 37 - 76 |
| (2) | $Fe^{2+} + HO\cdot \rightarrow Fe^{3+} + HO^-$ | 2.3 - 5×10^8 |
| (3) | $HO\cdot + TCE \rightarrow Products$ | 3.3 - 4.4×10^9 |
| (4) | $H_2O_2 + HO\cdot \rightarrow H_2O + HO_2\cdot$ | 1.2 - 4.5×10^7 |
| (5) | $Fe^{2+} + HO_2\cdot \rightarrow Fe^{3+} + HO_2^-$ | 0.72 - 1.2×10^6 |
| (6) | $Fe^{3+} + HO_2 \rightarrow Fe^{2+} + H^+ + O_2$ | 0.2 - 10×10^5 |
| (7) | $Fe^{3+} + H_2O_2 \rightarrow Fe^{2+} + HO_2\cdot + H^+$ | 10^{-3} - 10^{-2} |

も同様に高速度の反応であることから、 Fe^{2+} と過酸化水素水溶液との混合とほぼ同時に TCE が分解するためであると推定した。このことは、 Fe^{3+} を使用した場合に、そのような濃度減少が生じないことから支持される。

また、前報では TCE 残留濃度減少の傾きから擬 1 次反応速度定数を求めた(ただし、図 1 のように初期の減少分は除外し、直線的に減少している部分を使用した)が、ここでの反応は「1.はじめに」でも記したように、表 1 の(6)及び(7)により生じた Fe^{2+} により反応が進行しているものと推定した。この場合、鉄イオン(Fe^{2+} 又は Fe^{3+})の違いは、反応速度に影響を与えない(すなわち、同濃度の鉄イオンでは、 Fe^{2+} 又は Fe^{3+} のどちらを用いた場合でも、同等の反応速度が得られる)。このため、以下ではいくつかの鉄イオン濃度及び過酸化水素濃度での反応速度の比較を行なう。

図 2 に擬 1 次反応速度定数と過酸化水素濃度の関係を示す。反応速度定数は鉄イオンの種類によらず、過酸化水素濃度に対して同一直線上にプロットされる。

次に、 Fe^{2+} または Fe^{3+} 濃度と擬 1 次反応速度定数の関係を図 3 に示した。過酸化水素濃度が異なるため、反応速度の直接の比較はできないが、 Fe^{2+} と Fe^{3+} のどちらを用いた場合でも、鉄イオン濃度の上昇に対して、反応速度定数はほぼ同一の傾きとなった。

以上のように、 Fe^{2+} 及び Fe^{3+} のいずれでも、それぞれの反応種の濃度変化に対して、反応速度の変化は同様であることから、2つの反応は同様のものと考えられる。すなわち、 Fe^{2+} を用いた場合は、反応の開始段階で(1)及び(3)の反応により、TCE 濃度が急速に減少するという違いはあるものの、それ以外の部分では Fe^{2+} と Fe^{3+} のどちらでも同様の反応が生じているものいえる。

4. まとめ

反応(6)及び(7)により、 Fe^{3+} が Fe^{2+} になるためにフェントン反応が継続していることを確認した。短時間での土壌処理が必要とされる場合には、 Fe^{2+} を投入し続け、反応速度を維持する必要があるが、それが不要な場合には、反応(6)及び(7)を有効に利用し、環境中への鉄イオンの投入量を抑えるといった適用方法も考えられ、目的に応じた処理方法を提案できる可能性がある。同時に反応の管理を適切に行なうことで環境への負荷を低減できる可能性もある。

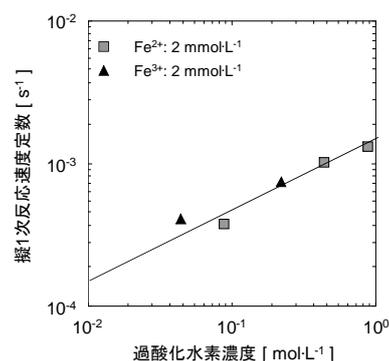
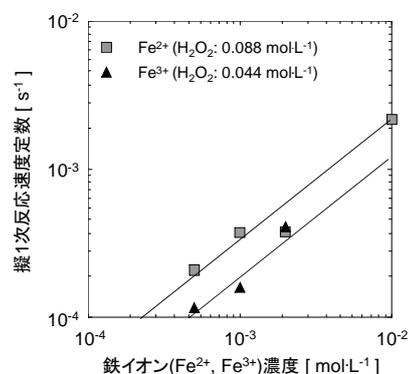


図2. 過酸化水素濃度と反応速度の関係

図3. 鉄イオン(Fe^{2+} 又は Fe^{3+})濃度と反応速度の関係

(平成 20 年 7 月 4 日受付, 平成 20 年 7 月 23 日再受付)

文 献

- (1)田熊保彦, 加藤茂, 小島紀徳:「フェントン反応によるトリクロロエチレン分解の反応速度式推定」, 環境技術, Vol.36, No.3, pp.198-205 (2007)
- (2)田熊保彦, 福田加代子, 川田幸平, 加藤茂, 里川重夫, 小島紀徳:「鉄粉を用いたフェントン反応によるトリクロロエチレンの分解反応速度」, 化学工学論文集, Vol.34, No.2, pp.309-312 (2008)
- (3)Weeks, Katherine R., Bruell, Clifford J. and Mohanty, Nihar R.: "Use of Fenton's reagent for the degradation of TCE in aqueous systems and soil slurries", Soil and Sediment Contamination, Vol.9, No.4, pp.331-345 (2000)
- (4)Teel, Amy L., and C. P. Huang: "Degradation of carbon tetrachloride by modified Fenton's reagent", Journal of Hazardous Materials, Vol.B94, pp.179-189

液体中における分散物の濃度分布

— DCアーク発光分光分析法による解析 —

樋口 智寛*¹⁾

Concentration Distribution of Dispersed Powder in Liquid phase - Analysis by DC Arc Optical Emission Spectroscopy -

Tomohiro Higuchi*

キーワード：濃度分布, DCアーク発光分光分析

Keywords : Concentration distribution, DC arc optical emission spectroscopy

1. はじめに

潤滑油中の摩耗粉, 切削油中の金属切削粉や冷却水中のスケール成分等, 液体に粒子や粉体が分散した固-液分散系を有する工業機器は幅広く存在している。これらの分散物は, 循環系内において移動するため, 潤滑油膜切れによる焼き付き等, 作動中の装置へ直接影響をおよぼす。メンテナンスを適正に行うには, 潤滑油の粘度や水質の調査と並び, 分散物の混入量や分散状態を管理することも必要である。

系内への分散物の混入量については, 遠心分離等により沈殿物として分採し, 測定することによって, 平均濃度として比較的容易に知ることができる。分散状態については, 一般的に顕微鏡等の像から得られる分散物の粒径等の情報により判断されている。また, 系内における流れを考慮した分散状態に関する知見を得るために, 液体中における粒子の流れに関するシミュレーションが精力的に行われている⁽¹⁾。実際の機器, 例えば種々の金属を切断する切削加工機の場合, 切削油へ異種金属粉が混入していき, 刻々と成分, 濃度や粒径等が変化していく極めて複雑な系となる。そのため, 作動中の装置において, 系内の局所ごとにおける分散物の成分や濃度も, 分散状態に関する情報として極めて重要な因子となる。

本研究では, 固-液分散系において, ある瞬間における局所濃度や濃度分布を測定することを目的とし, 分散液を凍結-粉碎することによる局所の情報を伴った試料作製, およびそれら粉碎破片1個ごとにDCアーク発光分光分析により濃度の測定を行った。また得られた濃度分布から, 系内の分散状態についての考察を試みた。

2. 実験

2.1 モデル試料 潤滑油 (松村石油研究所製, 鈹物油,

*材料グループ

動粘度 (313 K) : $4.46 \times 10^{-5} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$, 密度 (288 K) : 878 kgm^{-3}
50dm³に, ステンレス粉 (Alfa Aesar 製 SUS316L, 粒径 : 150 μm 未満) 0.5-0.05%(m/m)を, マグネチックスターラーによる攪拌 (攪拌速度 : 約 1.5 s^{-1}) によって分散させ, 作動中の潤滑油のモデルを作製した。

2.2 局所濃度測定試料の作製 モデル試料を液体窒素へ投入し, 凍結させることにより, 系内のある瞬間における分散状態の固定化を行った。それぞれのモデル試料について, 凍結した状態を保ったまま粉碎した。これにより, 破片1個ごとが系内の局所におけるステンレス粉の濃度, すなわち分散状態を表した試料を作製した。粉碎手法については, 粉碎破片の直径を2.3に示した濃度測定装置の関係から数 mm 程度とする必要があり, 粒径を制御しやすくするため, ハンマーによる破碎とした。それぞれの粉碎物から, 破片50個をサンプリングし, 破片1個ごとを局所濃度測定試料とした。

2.3 濃度測定 測定装置には, 有機物系の試料に対して酸分解等の前処理を行うこと無く, 含有する主に金属元素の定性分析のほか, そのおおよその濃度も測定可能なことから, DCアーク発光分光分析装置 (日本ジャーレリアッシュ製, AURORA) を選択した。対極および補助電極には, 炭素電極 (Carbon of America, Ultra carbon division 製) を使い, それぞれコーンおよびカップ型に成型し, 測定に使用した。

局所濃度測定試料は1破片ずつ補助電極へ投入し, 電極間隔 2 mm, 励起電流 12 A, 測定時間 50 s とし, 大気中においてステンレス粉の含有量をそれぞれ測定した。ステンレス粉の濃度の判定は, ステンレス粉の主成分である鉄に起因する 238-260 nm 付近の発光線の強度から行った。測定された濃度を6段階に分類し, 段階ごとに破片数を積算していき, 濃度分布を得た。

3. 結果および考察

潤滑油へステンレス粉を分散させたモデル試料について、粉碎破片1個ごとの濃度を測定した結果、破片ごとにステンレス粉の含有量に差異が確認された。これにより、本法による液体中における分散物の局所濃度測定が可能であり、濃度分布を求められることが示された。

潤滑油へのステンレス粉の分散量を変化させ、得られた濃度分布を図1に示した。(a)、(b)および(c)は、ステンレス粉の分散量をそれぞれ0.5、0.1および0.05%(m/m)としたものである。

各試料共に、広い濃度分布を得られた。ステンレス粉分散量が高い(a)は、分散量が少ない(c)と比較し、高濃度のステンレス粉を含有する破片が増加した。これらは、作動状態の潤滑油中において、局所的にステンレス粉が高濃度に存在し、さらにはステンレス粉の分散量上昇に伴い、その存在確率が增大することを示している。

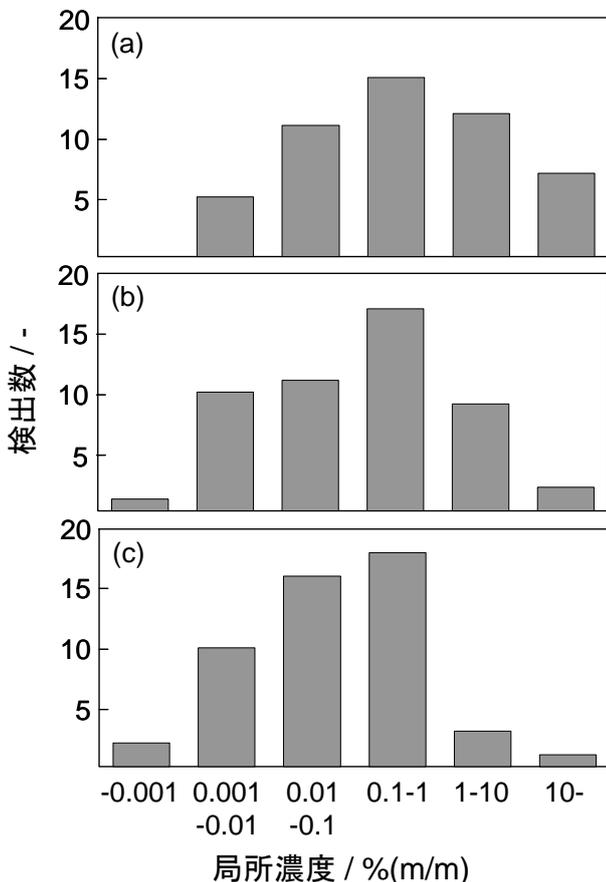


図1. 潤滑油へのステンレス粉分散量による濃度分布変化
(a) ステンレス分散量:0.5%(m/m), (b) 同:0.1%(m/m), (c) 同:0.05%(m/m)

そこで、得られた濃度分布から系内における分散状態を予測し、図2に示した。なお、系内に存在するステンレス粉は、均一に分散していないことが明らかとなったため、測定された局所濃度に匹敵する大きさに凝集していると仮定した。(a)、(b)および(c)は、図1と同様にステンレス粉の

分散量を、それぞれ0.5、0.1および0.05%(m/m)とした試料の系内における分散予測である。海島構造の海の領域は潤滑油、島となっている黒点はステンレス粉の凝集体を表している。凝集体の大きさは、測定された局所濃度に対応させて示した。

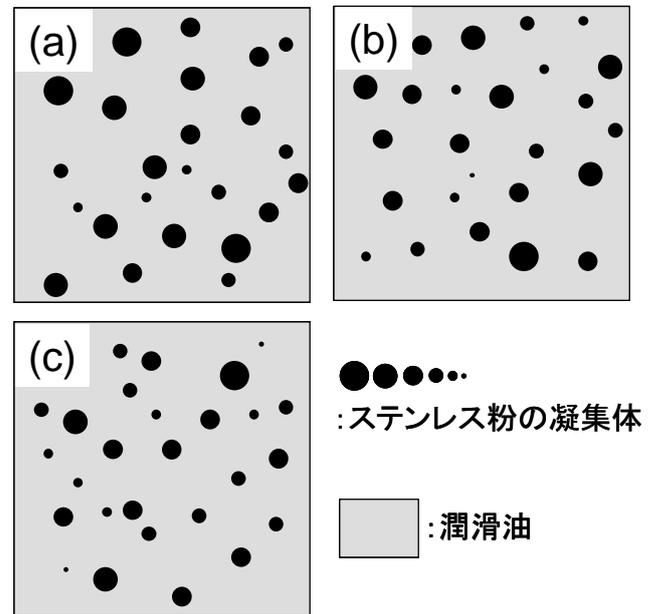


図2. 濃度分布から予想された分散状態

ステンレス粉が凝集していると仮定し、測定された局所濃度により大きさを変更した。

(a) ステンレス分散量:0.5%(m/m), (b) 同:0.1%(m/m), (c) 同:0.05%(m/m)

ステンレス粉の分散量が高い場合、より大きい凝集体が多数出現していると推測される。これら凝集体は、装置の焼き付き等のトラブルにつながる可能性もあり、装置の適切なメンテナンスを進めるには、系内における分散物の平均濃度のほかに、分散状態に関する情報を得ることが重要と考えられる。

4. まとめ

ある瞬間における液体中に存在する分散物の濃度分布を、試料を凍結-粉碎し、破片1個ごとにDCアーク発光分光分析法により濃度測定を行うことによって得られた。また、濃度分布から系内の分散状態を推察することが可能であった。

(平成20年7月4日受付, 平成20年7月31日再受付)

文 献

(1) Lian-Ping Wang, Martin R. Maxey, Journal of Fluid Mechanics, Vol. 256, 27 (1993)

ヘリウムスパーク放電発光分光分析法を用いた マグネシウム合金分析法の開発

林 英男^{*1)} 上本 道久^{*2)}

Analytical Method Development for Mg-Alloy Using Helium-spark-discharge Atomic Emission Spectrometry

Hideo Hayashi^{*1)}, Michihisa Uemoto^{*2)}

キーワード：定量分析, マグネシウム合金

Keywords : Quantitative analysis, Mg-alloy

1. はじめに

マグネシウム合金は、優れた機械的特性を有するため、携帯電話・ノート PC などの筐体に使われている。マグネシウム合金は、合金構成元素の種類と濃度によって機械的特性が変化するため、品質管理・規格判別のために成分分析が必要不可欠である。現在、マグネシウム合金のための成分分析法としては、試料を酸溶解して測定する分析法が一般的であり、測定結果を得るまでに時間と手間を要することが問題となっている。

一方、鉄鋼やアルミニウム合金の分析では、迅速・簡便な分析法として、スパーク放電発光分光分析法が用いられている。この分析法は、アルゴン雰囲気中で試料と対電極との間に放電を発生させ、生じた発光スペクトルを観測することで、金属試料中に含まれる合金構成元素や微量に含まれる不純物を同時に分析する方法である。一回の測定に要する時間は数十秒程度であり、多元素の同時定量ができることから、低コストで迅速な金属試料の分析法として品質管理などに活用されている。マグネシウム合金分析の迅速・簡便化を目的として、スパーク放電発光分析法を利用した分析が佐々木らによって検討されたが⁽¹⁾、合金構成元素によって最適な条件が大きく異なり、多元素同時分析が困難であることが問題となった。

そこで、本研究では放電ガスとしてヘリウムを用いたヘリウムスパーク放電発光分光分析法について検討し、マグネシウム合金分析の迅速・簡便化を試みた。

2. 実験方法

スパーク放電発光分光分析装置には、島津製作所製 GVM-1015S を用いた。マグネシウム合金標準物質には、

MBH Analytical 社製の円筒状試料 (45 mm φ×20 mm) を使用した。試料は使用の都度旋盤で切削し、平滑な新しい表面を測定面とした。この試料を放電台に取り付け、ヘリウムガスを流し (流速 6 L/min)、タングステン製対電極との間にスパーク放電 (電圧 300 V, 周波数 330 Hz) を発生させ、各元素の発光を測定した。なお、発光信号の測定にはパルス度数分布法を用い、マグネシウムの発光線を内標準線に用いた。表 1 に測定元素とその測光波長を示す。

表 1. 測定元素及び波長

| | |
|----------|----------|
| Al | 394.4 nm |
| Zn | 334.5 nm |
| Mn | 293.3 nm |
| Cu | 224.2 nm |
| Si | 251.6 nm |
| Mg (内標準) | 278.2 nm |

3. 結果及び考察

まず、通常アルゴンガスを放電ガスに用いて、マグネシウム合金標準試料を測定した。その結果、重要な合金構成成分である Zn の信号が非常に不安定であった。図 1a に Zn を 0.706% 含む試料を測定して得られた Zn の信号強度と頻度との関係を示す。放電によって得られた信号は、非常に幅広く分布し、発光強度が安定していないことを示している。Zn の第一イオン化エネルギーは 9.4 eV であり、他の元素 (Al: 6.0, Mn: 7.4, Mg: 7.6, Cu: 7.7, Si: 8.2 eV) に比べ高い値を有する。そのため、放電による励起が安定せず、発光信号強度が幅広い分布になったと考えられる。

一方、ヘリウムガスを放電ガスに用いて同じ試料を測定した場合、Zn の信号強度-頻度の分布は非常に狭く、鋭いピーク状の結果が得られた (図 1b)。ヘリウムの第一イオン化

^{*1)}材料グループ

^{*2)}経営企画室

表 2. 標準試料の定量結果

| | 定量値,%(mass) | | | | |
|---------------|-------------|-----------|-----------|-------------|------------|
| | Al | Zn | Mn | Cu | Si |
| 65NH A31-T-91 | 3.06±0.03 | 1.04±0.02 | 0.26±0.02 | 0.025±0.001 | 0.12±0.006 |
| 保証値 | 3.06 | 1.098 | 0.256 | 0.0355 | 0.151 |
| 65NH A91-T-00 | 8.77±0.26 | 0.76±0.01 | 0.20±0.00 | <0.01 | 0.01±0.00 |
| 保証値 | 9.06 | 0.76 | 0.203 | 0.0012 | 0.0095 |

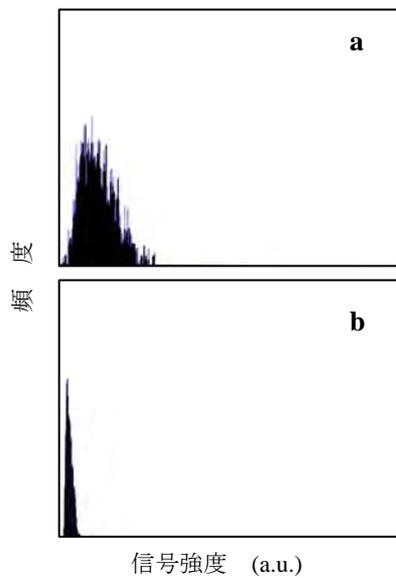


図 1. Zn の信号強度－頻度の関係
 a. アルゴンスパーク放電
 b. ヘリウムスパーク放電

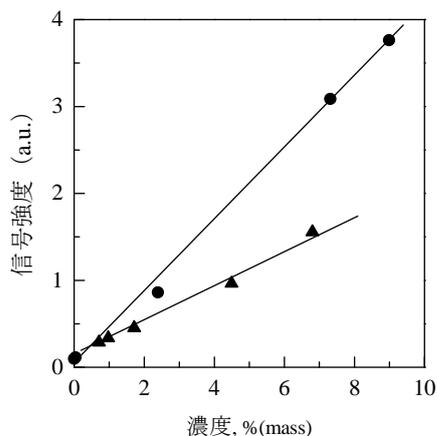


図 2. ヘリウムスパーク放電発光分光分析法による検量線 ●Al, ▲Zn

エネルギーは 24.5 eV であり、アルゴン (15.8 eV) に比べ非常に高い。またヘリウムは、熱伝導率もアルゴンに比べ一桁高く、熱を伝えやすい性質を持つ。そのため、ヘリウムを放電ガスとして使用することにより、高い励起能力を有する放電が生じたものと考えられる。なお、測定するマグネシウム合金中の Zn 濃度が高くなるにつれて、信号強度－頻度の分布は右に移動し、濃度と頻度が最大となる信号強度との間には直線関係があった。また、Zn 以外の元素についても同様の結果が得られ、マグネシウム合金中の元素分析が可能であった。本分析法によって得られた Zn と Al の検量線の一例を図 2 に示す。

ヘリウムスパーク放電発光分析法の精確性について評価するため、2 種類の標準試料を測定した。その結果を表 2 に示す。いずれの元素についても安定した信号が得られ、多元素の同時分析が可能となった。表 2 にマグネシウム合金標準物質の測定結果を示す。いずれの元素についても、測定値は保証値とよく一致した結果が得られ、本分析法の有用性が示された。

(平成 20 年 7 月 7 日受付, 平成 20 年 8 月 18 日再受付)

文 献

- (1) 佐々木幸夫, 石田直洋, 佐藤健二:「光電測光式発光分析法を利用したマグネシウム合金分析法の開発」, 東京都立産業技術研究所研究報告, No. 7, pp. 33-36 (2004)

現場計測器校正における校正値取得の自動化

佐々木 正史*

Reliability Improvement of Industrial Measurement by Automation of Calibration

Masashi Sasaki*

キーワード：現場計測器，信頼性向上，自動化システム

Keywords：Industrial measurement, Reliability improvement, Calibration automation

1. はじめに

近年，産業界において，国内競争力の向上や海外への輸出など製品の信頼性向上のため ISO9000s の取得と維持管理に力を入れている。その審査基準の一部に，製品を製造する際に使用する計測器が国家標準からトレーサブルなものを使用しているかが問われる。それ以外にも，工事等を請負う際に取引先より計測器のトレーサビリティの要求がある。そのため以前は校正を必要としなかった現場計測器への校正試験が増加している。

そこで産業界支援の一環として，いままで以上に信頼性があり，件数の増加に対応する効率的な校正事業を行うため，校正値取得の自動化システムの開発を行った。

2. 現場計測器校正システム

本研究においては，依頼試験の中で最も多い直流電圧計，直流電流計，交流電圧，交流電流計の校正値取得の自動化システムを開発した。

従来は，標準電圧電流発生器(Yokogawa 2558A)を用いて依頼品に電圧及び電流を与え，データを筆記によって記録し，後に校正値を算出する方法を取っていた。しかしながら，読取間違い，記入間違いまたは計算間違いの原因となってしまう。そのため本研究では，データの取得から校正値の算出および校正証明書の作成までを自動で行えるシステムを開発することで，信頼性向上及び効率化を目指した。また，システム構築の条件として，測定値のグラフ表示機能を設けた。この機能により，測定値の安定性，ばらつき等を随時確認しながら試験を行えるため，測定値の信頼性向上に繋がる。以上のような条件を満たすシステムを構築するために，本研究では National Instruments 社の Lab VIEW を用いてプログラムを開発した⁽¹⁾。

今回，構築した校正値取得の自動化システムの構成を図1に示す。標準電圧電流発生器(Fluke 5520A)を用い，電圧又は電流を被試験品に与える。同時に，上位機関より校正を受けたデジタルマルチメータ(HP 3458A)で発生器からの

*製品化支援室

電圧又は電流を測定する。その時のデジタルマルチメータの測定値が，被試験品の校正値の基データとなる。デジタルマルチメータの読みを IEEE488-GPIB を用いて PC に接続し，測定データを自動取得する。更に取得データを PC 上で平均化し，校正値の算出を行い，校正証明書の作成を行う。

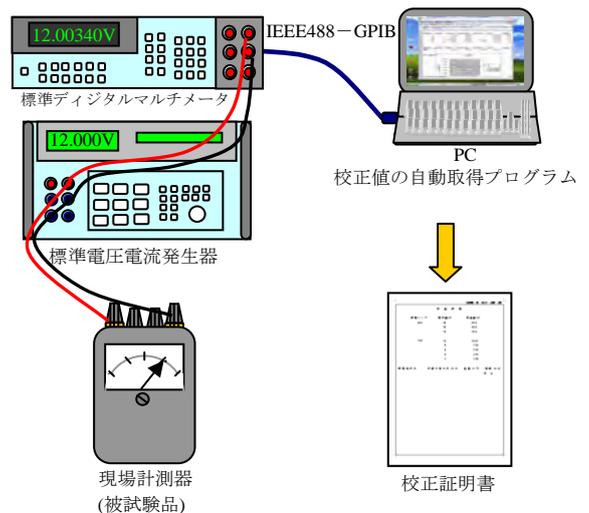


図1. 校正値取得の自動化システムの構成

3. 校正値の自動取得プログラム

開発した校正値の自動取得プログラムの動作フローを図2に示す。標準デジタルマルチメータからの測定データを，指定した一定時間毎に常に取得し続けるというのが基本動作である。

まず被試験品の指示値が試験値になるように，標準電圧電流発生器の電圧又は電流の発生値を調節する。標準デジタルマルチメータの測定値の安定をグラフによって確認したところで Lab VIEW のフロントパネル上にある「データ取得スイッチ」を押す事で，校正証明書へ用いるための校正値のデータ取得が開始され，校正値の算出を行う。同様に

試験を繰り返し指定の試験回数を繰り返すと、自動的に測定が終了するようプログラムした。

図3は、開発したプログラムの操作及び測定データを観測するためのフロントパネル表示画面である。

①は計測器の設定や取得データファイルを管理する部分である。②は測定したデータが随時表示されるディスプレイ。③は測定データを常に表示する観測データチャート。④は校正値として算出し、取得したデータを表示する取得データチャート。⑤はデータの取得回数を設定。⑥は校正値算出の平均化を行うデータ数を設定。⑦校正値データを取得するためのスイッチ。⑧が実際取得した校正値が数値で表示される表になっている。

4. 模擬校正試験による検証

今回は模擬校正として当センターで保有している交流電圧電流計(Yokogawa 2014)の 30V レンジにおいて 6,8,10,12, 14V の模擬校正を行った。試験結果を図4に示す。校正値はそれぞれ 5.98, 7.96, 9.95, 11.98, 13.93V となり、従来の校正方法と同様の結果が得られた。その他、電流についても複数台、評価を行い従来の方法と比較検討した結果、十分に校正システムとして使用可能である事が検証できた。

5. まとめ

本研究で自動校正システムを開発したことより、データシートへの記入等を無くした事で効率的となり、人の手の介入を減らす事で信頼性の高い校正を実現できるシステムを開発することが出来た。特に試験点数の多い依頼試験においては従来の方法の半分程度の時間に効率化することができた。

また、今回は現場計測器の校正用として開発したプログラムであるが、標準器に高精度のデジタルマルチメータを使用しているために、指示計器のみならず 0.1 級系の計測器の校正にも使用することが可能である。今後、本研究の手法を用いて電力計の自動校正システムの開発を行い、更に校正の信頼性を高めていきたい。



図3. フロントパネル

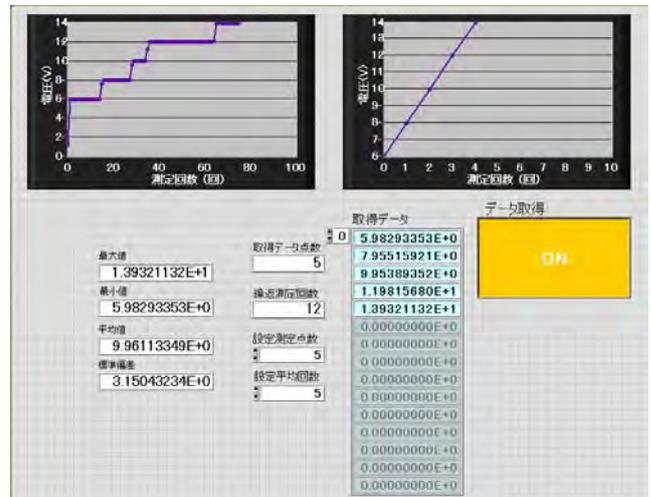


図4. 模擬校正試験

(平成 20 年 7 月 4 日受付, 平成 20 年 8 月 8 日再受付)

文 献

(1) Robert H. Bishop : 「Lab VIEW プログラミングガイド ーグラフィカル言語による PC ベース計測とデータ解析ー」, ASCII (2005)

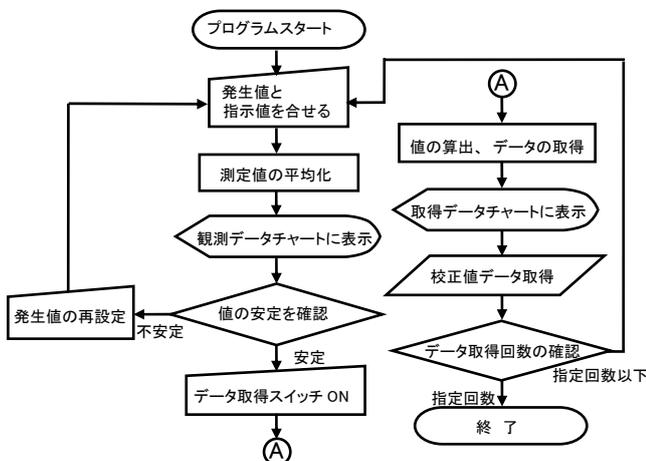


図2. 校正値の自動取得プログラムの動作フロー

金属 - 炭素共晶点実現装置の性能評価

沼尻 治彦* 佐々木 正史* 尾出 順*

Evaluation for Specification of Metal – Carbon Eutectic Point Furnace

Haruhiko Numajiri*, Masashi Sasaki*, Jun Ode*

キーワード：高温標準，金属 - 炭素共晶点，熱電対

Keywords：High temperature standard, Metal – carbon eutectic point, Thermocouple

1. はじめに

現在の温度分野における標準は 1990 年国際温度目盛 (ITS-90)⁽¹⁾ に基づいて設定されており，水の三重点(0.01 °C)を始め 17 の定義定点で目盛付けされ，銅の凝固点(1084.62 °C)が最高温度となっている(図 1 参照)。一方，鉄鋼，石油，ガラス，窯業，半導体や発電など産業界の多くでは 1000 °C を超える温度標準の需要が高まってきている。現在の国内の高温熱電対センサのトレーサビリティ体系は銅の凝固点と 2 次基準点となるパラジウムの融解点(1553.5 °C)において供給が行われている。しかしながら，銅の凝固点とパラジウムの融解点の 2 定点で校正された熱電対を中間の温度で使用する場合，計算による補間を行わなくてはならないが，2 定点間の温度差が約 450 °C と大きいため，補間による不確かさが大きくなっている。

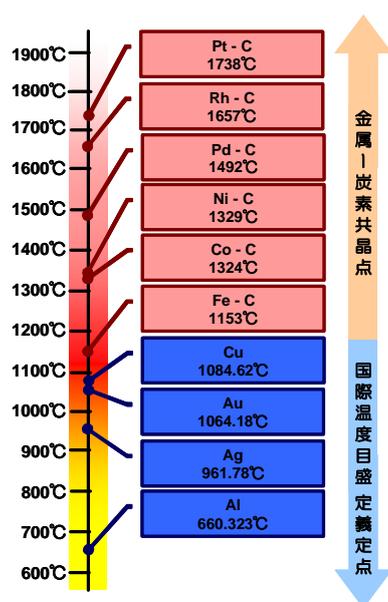


図 1. 国際温度目盛の高温側定義定点と金属-炭素共晶点

また高温領域における安定性に優れていることから標準熱電対として使用されている白金パラジウム熱電対ではあるが，素線にパラジウムを使用しているため，融解温度に達してしまいパラジウム点による校正が出来ない。そのためパラジウム点においては R 熱電対が使用されているのが現状で，この点も不確かさ増大の要因となっている。

この 1100 °C 以上の温度域における新たな温度定点として産業技術総合研究所に

より金属-炭素共晶点⁽²⁾⁽³⁾⁽⁴⁾技術が提案され実用化に向けた研究が進展し，放射温度計においては平成 20 年 4 月より 2500 °C までの温度範囲において 5 つの定点による標準供給が開始された。一方，熱電対においても研究⁽⁵⁾⁽⁶⁾が進展しており，金属-炭素共晶点による標準供給の期待が高まってきている。

そこで東京都立産業技術研究センターでは，金属-炭素共晶点を利用した熱電対校正技術を蓄積し，産業界に対しての技術指導力の向上を目指し，金属-炭素共晶点実現装置を導入した。本報告は金属-炭素共晶点実現装置の基本的性能を評価した結果である。

2. 装置概要

今回導入した金属-炭素共晶点実現装置を図 2 に示す。電気炉は 3 ゾーン制御となっており，発熱体にはカンタルスーパーを用い，適用温度範囲は 1100 °C から 1500 °C，室温から 1100 °C まで約 4 時間で昇温可能となっている。

今回の評価に際して用いた共晶点物質はコバルト-炭素 (Co-C) とした。その融解温度は 1324 °C，共晶点物質の純度はコバルト 99.999 %，炭素 99.9999 % である。共晶点物質を封入するルツボには高純度黒鉛を用い，さらにルツボを φ 50 mm × 600 mm のアルミナ管(セル)に組込んである。また装置組み込みのガス交換ユニットにより，セル内はアルゴン置換が行われ，金属の酸化を防いでいる。



図 2. 金属-炭素共晶点実現装置

*製品化支援室

また測定には現在、特定二次標準器としても用いられている白金パラジウム熱電対を使用した。

3. 性能評価

炉の性能を調べるために、Co-C 共晶点温度付近でセル内の試料が全て固体の状態での炉内温度の安定性と熱電対挿入方向の温度分布を調べた。

3.1 炉の安定性 電気炉の温度調節により試料の融解・凝固を実現させるためには、電気炉内の温度が時間的に安定してはならない。炉内温度が安定することで、融解・凝固時の保持温度を共晶点温度に近づけることが可能になり、プラトー持続時間を必要に応じて長く取ることが出来るからである。図3は炉設定温度をCo-C共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ として炉内温度を測定した結果である。横軸時間に対して炉内の温度変化を縦軸に示したものである。Co-C共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 付近で6時間にわたり $0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$ の範囲で安定であった。

3.2 炉の温度分布 熱電対挿入方向に温度分布があると、固-液境界が测温孔に沿って移動することになり、凝固プラトーが階段状になるなど一定温度が持続せず定点としての役割を果たせない。そのため電気炉内の温度分布を测温孔に沿って出来るだけ均熱に調整することが望ましい。図4は横軸に测温孔底を 0 mm とした熱電対测温接点の位置をとった空間的な炉内温度の変化を示したものである。縦軸は通常、熱電対が設置されている位置(测温孔 $+10\text{ mm}$)からの温度差である。図中[withdrawal]は测温孔底より熱電対を引き上げたときの結果、[insertion]は熱電対を挿入していったときの結果である。試料が入ったルツボ(180 mm)より広範囲において $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内の均熱が得られた。

3.3 測定例 測定例を図5に示す。実線はセル测温孔に挿入された熱電対により測定した熱起電力を規準関数により温度換算した値である。また破線は炉の設定温度を示す。今回は温度安定性が確認された共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ を保持温度としたため、融解・凝固が一方向に進み安定なプラトーが観測でき、その持続時間は融解・凝固共に約 50 分 であった。またルツボが测温孔に沿って均熱であるため、プラトーが階段状になるなどの現象も見られず、熱電対の校正に十分耐えうる事が確認できた。

4. まとめ

今回、コバルト-炭素を用いて共晶点実現炉の性能を評価した。炉の安定性、温度分布を確認し、Co-C共晶点を実現した結果、熱電対校正に十分なプラトーが観測できた。今後はパラジウム-炭素共晶点の実現、銅点を含めた $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ から $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 間の多点校正の不確かさ、さらには持回り試験への対応等を行い、高温測定における信頼性の向上に繋げていく計画である。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月19日再受付)

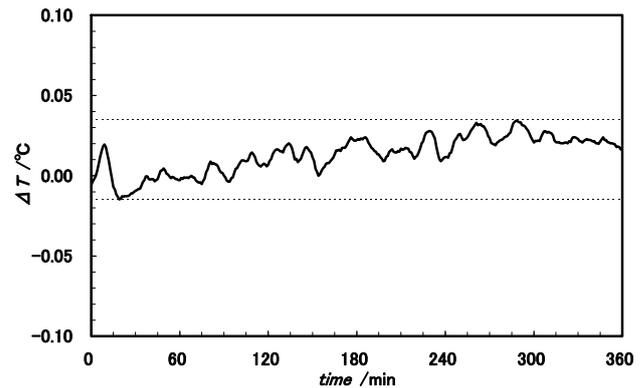


図3. 電気炉の安定性(Co-C共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$)

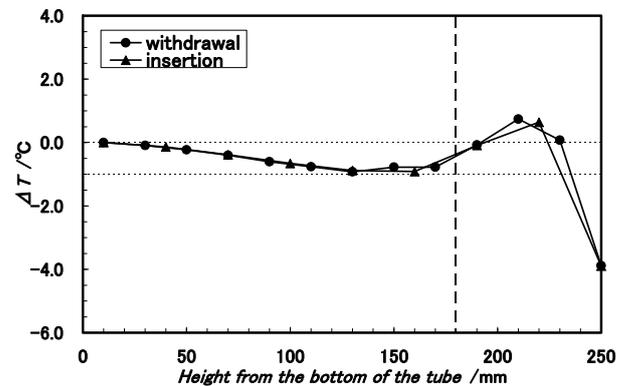


図4. 電気炉の温度分布(Co-C共晶点温度 $-7.5\text{ }^{\circ}\text{C}$)

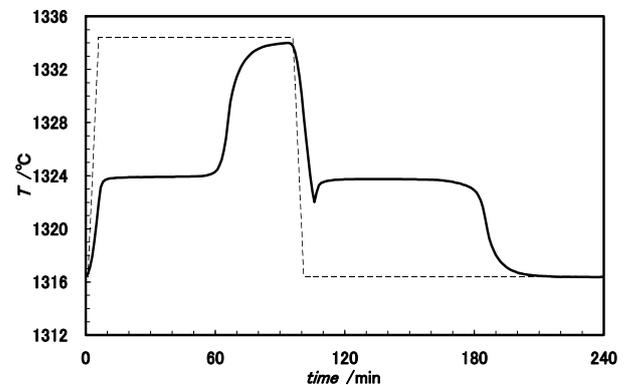


図5. Co-C共晶点の融解・凝固曲線

文 献

- (1) H. Preston-Thomas : "The International Temperature Scale of 1990", Metrologia, Vol.27, pp.3-10 (1990)
- (2) Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma and A. Ono: "High-temperature fixed points in the range $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $2500\text{ }^{\circ}\text{C}$ using metal-carbon eutectics", Metrologia, Vol.38, pp.213-219 (2001)
- (3) 山田善郎 : 「 $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$ を超える新しい超高温標準」, AIST Today, Vol.1-1, 2001.4-1, pp.5-8 (2001)
- (4) 山田善郎 : 「金属-炭素共晶を用いた高温標準の動向」, 計測と制御, Vol.42, pp.918-921(2003)
- (5) Y. Yamada, F. Sakuma and A. Ono: "Thermocouple observations of melting and freezing plateaus for metal-carbon eutectics between the copper and palladium points", Metrologia, Vol.37, pp.71-73 (2000)
- (6) H. Ogura, M. Izuchi and M. Arai: "Co-C Eutectic Point for Thermocouple Calibration", SICE 2005 Proceedings, pp.2456-2459 (2005)

ノート

豚骨灰の結晶性に及ぼすか焼雰囲気の影響

柳 捷凡*

Effect of the Calcination Atmosphere on the Crystallinity of Pork Bone Ash

Shohan Yanagi*

キーワード: 豚骨, か焼

Keywords: Pork bone, Calcination

1. はじめに

動物の骨を焼いた灰、即ち骨灰には磷(りん)及びカルシウムが含まれ、古くから肥料や飼料など産業分野に利用されてきた。また、牛骨を空气中で高温か焼した白い微粉灰は、高級陶磁器の素地原料として使われる。廃棄骨の再利用に当たっては、か焼処理は重要な工程であるため、利用目的に応じてか焼条件を最適化する必要がある。筆者は廃棄豚骨の有効利用をはかることを目的として、種々条件でか焼した豚骨灰の物性について比較検討を行っている。ここでは、空气中とアルゴン中でか焼した豚骨灰の物性についての比較検討結果を報告する。

2. 実験方法

豚骨(足の部分)を煮沸して表面の肉を除去した後乾燥したものを原料とした。図1には乾燥した豚骨原料の外観を示す。豚骨原料を連続ミル(MF10型、ハンマ式ヘッド、IKA ジャパン(株)製)を用いて2mm以下に粉碎して豚骨粉を得た。次に豚骨粉20gをこす鉢に入れ、蓋を掛けずに電気炉(F0510型、ヤマト科学(株)製)内に置き、付属の排気装置ユニットを稼働しながら昇温速度10K/分で所定の温度まで加熱し1時間保持して試料Aを得た。次に、排気装置ユニットを取り外して、炉内にアルゴンガスを流しながら同じ加熱条件で豚骨粉をか焼して試料Bを得た。得られた試料の結晶性と粒子表面形態を粉末X線回折法と走査型電子顕微鏡を用いて比較検討を行った。

3. 結果及び考察

豚骨粉を空气中500℃と800℃でか焼した後、それぞれ灰色と白色の粉灰が得られた。これに対し、アルゴン中の場合は、500℃と800℃でか焼した後いずれも黒い粉灰が得られた。豚骨灰の色は残存したカーボンに起因し、カーボンの含有量はか焼雰囲気中での酸素濃度に依存すると考えられる。アルゴン中の場合は豚骨粉に含まれた有機質分の炭化により生成したカーボンが焼失されず豚骨灰に残存して



図1. 乾燥した豚骨原料の外観

いるため、黒い豚骨灰が得られた。500℃でか焼した豚骨灰のXRDパターンを図2に示す。図2に示したように空气中とアルゴン中で得られた豚骨灰のXRDパターンは殆ど同じである。未か焼豚骨粉についてもXRD分析を行ったが、その回折ピークはブロードで図2に示したパターンと殆ど差がない。XRD回折ピークのブロードニングは骨を構成するアパタイト結晶粒子のサイズとその中に存在する欠陥によるものである⁽¹⁾。

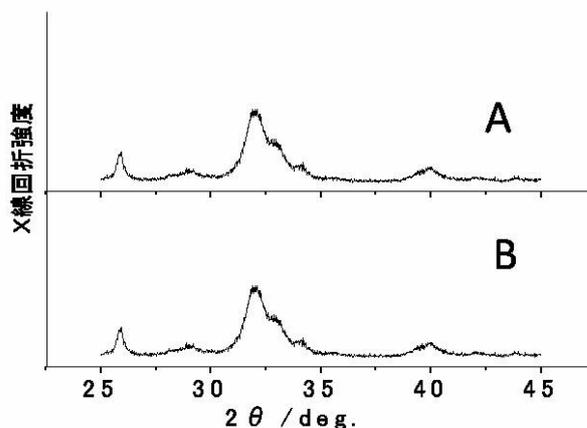


図2. 500℃で空气中(A)とアルゴン中(B)でか焼した豚骨粉のXRD図形

*先端加工グループ

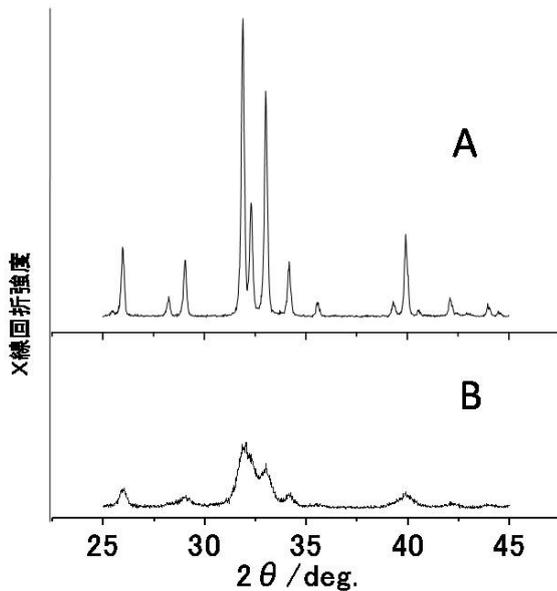


図3. 800°Cで空气中(A)とアルゴン中(B)でか焼した豚骨粉のXRD図形

図3には、空气中とアルゴン雰囲気中800°Cでか焼した豚骨灰のXRDパターンを示す。図2と比較すると、空气中でか焼した豚骨灰のXRDパターンが非常にシャープになった。これに対して、アルゴン中では顕著な変化が見られなかった。空气中800°Cでか焼した豚骨灰のXRD回折ピークがシャープになったことは豚骨中のアパタイト結晶が大きく成長したことを示唆する。一方、アルゴン雰囲気中か焼した豚骨灰のXRDパターンに顕著な変化が観察されなかったことの原因が残存したカーボンに関連すると考えられる。即ち、アパタイト微粒子の表面に残存したカーボンがアパタイト結晶の成長を抑えた。

本研究で観察された豚骨を空气中でのか焼による結晶性の変化は、これまで報告された牛骨の空气中での加熱変化と一致する⁽²⁾。一方、アルゴン中で牛骨の加熱変化については報告されたデータがないが、豚骨の場合と同様な結果が得られることと推定できる。

異なる雰囲気中なか焼した豚骨灰粒子の表面形態をSEMにより観察した。空气中で500°Cと800°Cでか焼した豚骨灰粒子の表面形態を比較した結果、800°Cでか焼した豚骨灰は結晶粒子が大きく成長したことが分かった。一方、アルゴン中では、500°Cと800°Cでか焼した豚骨灰の粒子径に顕著な変化がないことが確認できた。図4には異なる雰囲気中なか焼した豚骨灰粒子の外観を示す。SEMの観察結果からも豚骨をアルゴン雰囲気中なか焼させると結晶成長が抑えられることが分かった。

豚骨は牛骨と比べて密度が低くてカルシウム以外に鉄など元素も多く含まれるため、牛骨ほど有効に利用されていない。食肉加工業や外食産業から出された豚骨の多くは産廃物として処分される。しかし、豚骨も貴重な天然資源であり、その利用価値を高める方法が求められる。廃棄豚骨

に含まれるPとCa元素そのものだけに注目するとその利用範囲は肥料や飼料などに限定されがちである。豚骨は天然の無機有機ナノ複合材料であり、その天然に由来する複合構造と有機質分の分解から得られるカーボンを利用して新しい利用分野を開拓すべきであると思う。例えば、か焼条件の最適化により有機分の炭化過程や無機分の結晶成長を制御すれば、豚骨の天然構造を継承した多孔質な複合構造体を製造することが可能であり、それを環境浄化材として応用することも可能だろう。

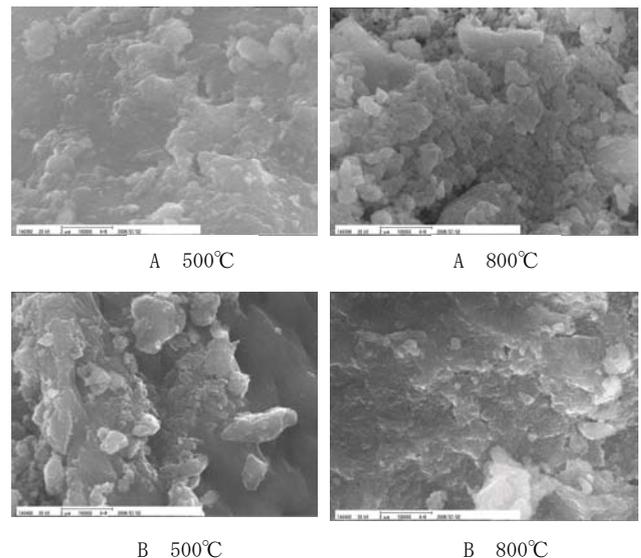


図4. 空气中(A)とアルゴン中(B)でか焼した豚骨灰粒子のSEM像

4. まとめ

豚骨を500°C以下でか焼する場合、か焼雰囲気が豚骨灰の結晶性や粒子の形態に与える影響が少ない。これに対し、800°Cでか焼した豚骨灰の物性がか焼雰囲気に大きく依存する。豚骨を空气中800°Cでか焼するとほとんどの炭素が焼失し、結晶性のよい水酸化アパタイトが得られることが確認できた。廃棄豚骨の利用価値を向上させるために、具体的な応用に対して雰囲気なか焼条件の選定が重要である。

本研究は東京都地域結集型研究開発事業の成果によるものである。

(平成20年7月4日受付, 平成20年7月28日再受付)

文 献

- (1) Hideki Aoki: "Medical Applications of Hydroxyapatite", Ishiyaku EuroAmerica, Inc. Tokyo, St. Louis, pp.281 (1994)
- (2) 赤澤敏之: 「牛骨に由来した人工アパタイトの製造技術」, 高温学会誌, Vol.29, No. 3, pp. 103-110 (2003)

異種アルミニウム合金の鋳造による複合化の検討

渡部 友太郎*

Joining between Different Aluminum Alloys
by United pouring Method

Tomotaro Watanabe*

キーワード: 合わせ湯, 複合化, アルミニウム合金, 金属間化合物, Mg_2Si Keywords: United pouring, joining, Aluminum alloy, Intermetallic compound, Mg_2Si

1. 緒言

アルミニウム合金は、軽量性、熱および電気伝導性、加工性などの優れた特性を持っているが、さらなる耐摩耗性、耐熱性、強度特性など様々な製品への要求に対して、必要な製品部位の鉄鋼材など他材料による部分的な複合化や、特性の異なるアルミニウム合金製品を組み合わせることなどによって応えている。

鋳造製品ではネジやリベットなどを使用しない複合化の方法として、従来より鋳ぐるみと呼ばれる固相状態の部品を液相である溶湯によって周囲を囲み、一体化する方法が用いられている。しかし、この方法は機械的なアンカー効果による接合を主としており、界面反応による接合の強度に対する寄与は小さく、十分な接合強度が得られない。

界面反応による接合強度に期待する方法として、アルミニウム合金製パイプなどの合金材をアルミニウム合金溶湯で鋳ぐるみ複合化するといったアルミニウム合金同士による鋳ぐるみも提案されている。しかし、この場合溶湯温度、注湯時間などを厳しく制御しなくては、鋳ぐるまれるアルミニウム合金材が溶損する危険がある⁽¹⁾。

上述の問題を解決し、鋳造工程で特定の部位を複合化できれば、製品の高性能化を一工程で図ることができる。したがって、本研究では一部に高靱性を付与した製品化の可能性を考慮し、JIS AC4CH 材と AC7A 材を複合化することを想定した。AC4CH は Al-Si 系アルミニウム合金に微量の Mg を添加することによって、靱性を向上させており、機械構造用部品などに広く使われている。一方、AC7A は Al-Mg 系アルミニウム合金であり、さらに高い靱性を特徴とする。一般に、AC7A において Si

は Mg と金属間化合物 Mg_2Si を生成し、伸びに悪影響を与えるため不純物として定義されており⁽²⁾、Si を含む合金との複合化は困難と考えられる。予備実験でも、鋳ぐるみのような固相+液相による複合化では、粒状の Mg_2Si の晶出相を界面に生成し、機械的強度は期待できなかった⁽³⁾。そこで、本報では両者の液相同士での複合化を試み、作製した試験片の境界における金属間化合物の晶出形態、および、晶出形態が強度に与える影響について検討した。

2. 実験方法

2.1 実験材料 材料となるアルミニウム合金の組成を表1に示す。分析には光電式発光分光分析装置を用いた。

2.2 実験方法 まず、AC4CH と AC7A を用いて、図1に示す鋳鉄製舟型に薄板による仕切りを設け、993K で注湯後静かに仕切りを上げ、液相同士の界面を作製し、液相中の拡散によって晶出する組織について検証した。つぎに、図2左図に

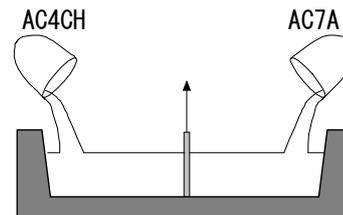
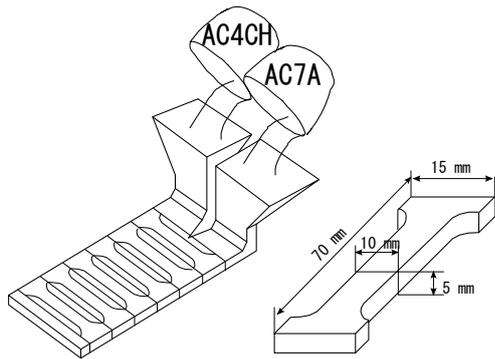


図1. 鋳鉄製舟形による合わせ湯試験片の作製法
示す黒鉛型を用いて、合わせ湯試験片(幅 70 mm 厚さ 5 mm)を作製した。2つのるつぼを設置する時間による溶湯、黒鉛型の冷却を考慮し、注湯温度は 1023K、型温は 523K とした。作製された試験片から図2右図に示す形状の引張試験片を切り出し、引張強度を測定したのち、界面近傍の組織観察を行った。

表1. アルミニウム合金組成 (重量%)

| | Cu | Si | Mg | Zn | Fe | Mn | Ni | Ti | Pb | Sn | Cr | Al |
|-------|------|------|------|-------|------|------|-------|------|-------|-------|-------|----|
| AC4CH | 0.02 | 6.8 | 0.33 | <0.01 | 0.10 | 0.03 | <0.01 | 0.25 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | 残部 |
| AC7A | 0.01 | 0.05 | 5.0 | 0.10 | 0.21 | 0.36 | 0.01 | 0.13 | <0.01 | <0.01 | 0.06 | 残部 |

*先端加工グループ



黒鉛型による合わせ湯試験片 引張試験片
図2. 合わせ湯試験片および引張試験片の作製法

3. 実験結果および考察

鑄鉄製舟型を用いて作製された界面のマイクロ組織を図3に示す。溶湯の境界から AC7A 側には粒界に黒色に見える Mg_2Si の晶出が観察される。一方, AC4CH 側では通常の Al-Si 共晶組織より細かな共晶組織となっており, 内部に微細な黒色粒に見える組織が観察される。エネルギー分散型分光器 (EDX) による分析によって, この共晶組織は Al-Si の共晶組織であった。Al-Si-Mg 3 元状態図によれば, 3 元化合物は存在しないとされていることから⁽²⁾⁽⁵⁾, 黒色に見える微細粒は Mg_2Si と想定され, 共晶組織の微細化に寄与していると考えられる。

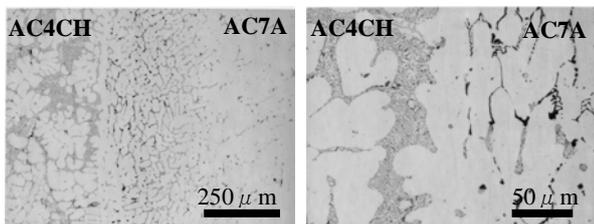


図3. 鑄鉄舟形による合わせ湯界面の晶出形態

つぎに, 図2の黒鉛型による合わせ湯試験片から切り出した引張試験片の引張試験結果の一例を図4に示す。合わせ湯界面は試験片のほぼ中央であり, 破断位置はすべて界面以外である。これは, 湯口側を中心に引けが発生しており, そこから破断していることが要因の1つである。しかし, 引けの発生していな

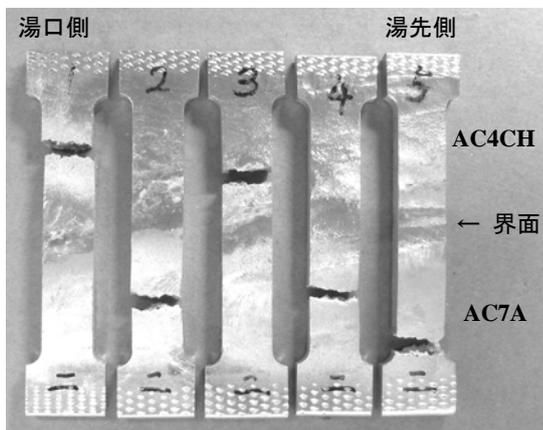
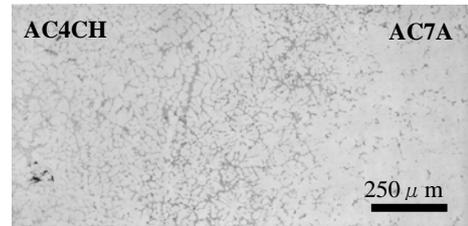


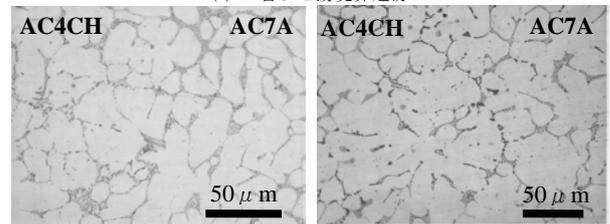
図4. 引張試験片の状態

い試験片の引張強度は, 断面積を 50 mm^2 とすると, 最大のもので 180 N/mm^2 となる。JIS ハンドブック⁽⁴⁾では, AC4CH 金型試験片の機械的性質が 160 N/mm^2 以上となっていることを考慮すると, 十分な強度を有していると考えられる。

最後に, 合わせ湯界面近傍の組織を図5(a)に示す。鑄鉄製舟形で作製した図3の界面と比較すると, 合わせ湯界面が AC4CH の組織から徐々に AC7A の組織へと変化しているため不明瞭となっている。また, 図5(b)に示すように AC4CH



(a) 合わせ湯境界近傍



(b) AC4CH 側 (c) AC7A 側
図5. 黒鉛型による合わせ湯界面の晶出形態

側では図3と同様に微細な Al-Si 共晶組織となっている。AC7A 側では図5(c)に示すように, 粒状に分散している Mg_2Si の晶出量が多く, 粒界に連続的に晶出しているものは少ない。これは流動中に両合金が拡散するため, 拡散範囲が広がり, 体積当たりの Mg_2Si の晶出量が減少したためと考える。

4. 結言および今後の方針

合わせ湯用黒鉛鑄型を用いて, AC4CH と AC7A の複合材料作製を試みた。作製された試験片の引張強度から, 異種アルミニウム合金の合わせ湯による製品化の可能性を確認することができた。今後は, 引張強度以外の機械的特性, 合わせ湯方法の違いによる影響についての検証, 他アルミニウム合金への本法適用の可能性の検証などを行う予定である。

(平成20年7月4日受付, 平成20年8月26日再受付)

文 献

- (1) 日本軽金属株式会社: 「アルミニウム製一体型キャリパボディ及びその製造方法」, 特許公報, 特許第3307356号 (2000公開)
- (2) 津村 善重: 「アルミニウム合金」, 金属通信社(1976)
- (3) 渡部 友太郎: 「AC4CH と AC7A の合わせ湯による複合材料の製作と組織」, 第152回全国講演大会講演概要集, 日本鑄造工学会, p.13 (2007)
- (4) 日本規格協会: 「JIS ハンドブック 非鉄」(2007)
- (5) L.F.Mondolfo: “Aluminum Alloys : Structure and Properties” , Butterworth (1976)

ノート

CVD ダイヤモンド膜研磨における研磨工具の検討

横澤 毅* 寺西 義一*

Examination of Efficient Polishing method for CVD Diamond Film

Tsuyoshi Yokosawa*, Yoshikazu Teranishi*

キーワード：CVD，ダイヤモンド，超音波，研磨

Keywords：CVD, Diamond, Ultrasonic, Polishing

1. はじめに

これまでCVDダイヤモンド膜の研磨方法として砥粒レス超音波研磨法を開発し、研磨を可能にした⁽¹⁾⁻⁽³⁾。しかし実用化に当たって、研磨効率の点で十分であるとはいえない。

そこで、本研究では効率的な鏡面仕上げを可能とすることを目的に、研磨工具の材質について検討を行った。即ち、これまで研磨工具に使用してきた工具材種はチタンであるが、ジルコニウム、タンタルを使用したときの研磨効率との比較を行った。

2. 実験装置および実験方法

2.1 実験装置 実験装置を図1に示す。研磨工具を軸方向に振動させる超音波振動系を、NCフライス盤の主軸部分に装着した装置である。被研磨物はテーブル上のキスラーの動力計に固定する。

2.2 研磨手順 被研磨物の研磨面に植物油を刷毛で塗布した後、研磨工具を一定荷重で被研磨物に押し当て、超音波振動をかける。次に所定の距離まで研磨工具に送りをかけ、線状の研磨痕を創生する。その後、研磨工具を被研磨物から離し、超音波振動を解除する。



図1. 実験装置

表1. 限界工具送り速度を求めるための研磨条件

| | |
|----------------------|---|
| 振幅 (μm_{p-p}) | 11.2 |
| 研磨荷重 (N) | 20 |
| 工具送り速度 (mm/min) | 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 |
| 研磨方法 | 平行 |
| 工具種 | Ti Ta Zr |

表2. 表面粗さを調べるための研磨条件

| | |
|----------------------|---------------|
| 振幅 (μm_{p-p}) | 7.2, 11.2, 15 |
| 研磨荷重 (N) | 10, 15, 20 |
| 工具送り速度 (mm/min) | 10 |
| 研磨方法 | 平行 |
| 工具種 | Ta |

2.4 研磨条件 効率的な研磨に適した研磨工具の材質を検討するために、各材種の研磨工具を用い送り速度を10mm/minから100mm/minピッチで100mm/minまで上げていき、研磨痕が創生され得る限界の工具送り速度を比較した。なお、比較する工具材種はチタン、ジルコニウム、タンタルである。研磨条件を表1に示す。

また、効率的な研磨が可能な研磨工具で研磨した場合の面性状を評価するために、表面粗さを調べる。このとき、振動振幅及び研磨荷重を変化させる。振動振幅を変化させるとき、送り速度は10mm/min、研磨荷重は20Nとする。研磨荷重を変化させるときは送り速度は10mm/min、研磨荷重は20Nとする。研磨荷重を変化させるときは送り速度は10mm/min、振動振幅は11.2 μm_{p-p} とする。なお、1条件で12本の線状痕を創生させる。研磨条件を表2に示す。

3. 結果及び考察

3.1 研磨工具の検討 表3に工具材種と研磨痕が創生され得る限界の工具送り速度の関係を示す。線状痕が創生された場合を○、創生されなかった場合を×とした。チタン工具は工具送り速度が30mm/minのとき、ジルコニウム工具は工具送り速度が80mm/minのときに研磨痕が観察されなくなった。一方、タンタル工具は工具送り速度が100mm/minのとき研磨痕が観察されなくなっている。

*先端加工グループ

表3. 工具材種と工具限界送り速度の関係

| 送り速度 (mm/min) | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 | 100 |
|---------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|-----|
| Zr | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| Ta | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| Ti | ○ | ○ | x | / | / | / | / | / | / | / |

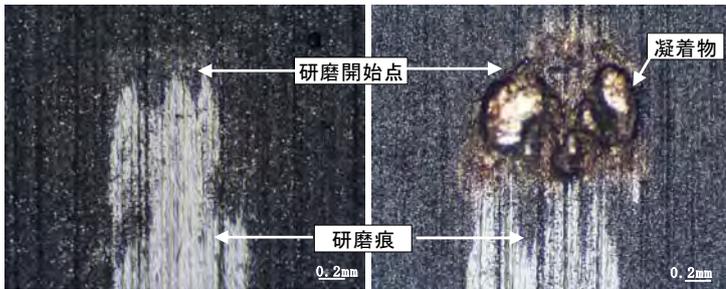


図2. 工具種の違いによる凝着物状態の違い

図2はタンタル工具とチタン工具で研磨痕を創生したときの研磨痕の始点の比較である。タンタル工具で研磨痕を創生した場合、始点に凝着物は発生しないが、チタン工具の場合、始点に凝着物が発生した。なお、ジルコニウム工具の場合にも始点に凝着物の発生が認められた。

以上の結果よりタンタル工具を用いれば、研磨痕の始点に凝着物を発生させることなく効率的に研磨痕を創生することができることを確認した。

したがって、タンタルが最も効率的な研磨に適している工具材種である。

3.2 研磨条件の検討 図3に振動振幅と表面粗さの関係を示す。振動振幅が $11.2\mu\text{m}_{p-p}$ のとき表面粗さは最小となる。しかし、振動振幅を $15\mu\text{m}_{p-p}$ に上げると表面粗さは大きくなる傾向を示した。これは、振動振幅がある値より小さい場合、ダイヤモンド膜を構成している炭素と研磨工具との炭化反応が進みにくく、一方、ある値より大きい場合、超音波振動による機械的な摩耗が進みやすくなり、表面粗さが大きくなるものと考えられる。

図4に研磨荷重と表面粗さの関係を示す。研磨荷重が 15N のとき表面粗さは最小となる。しかし、研磨荷重を 20N に上げると表面粗さは大きくなる傾向を示した。これは研磨荷重がある値より小さい場合、ダイヤモンド膜を構成する炭素と研磨工具との炭化反応が進みにくく、一方、ある値より大きい場合、機械的な摩耗が進みやすくなり、表面粗さが大きくなると考えられる。

4. まとめ

1)チタン工具, ジルコニウム工具, タンタル工具で研磨痕を創生した場合, 研磨痕の創生が可能な限界の工具送り速度を比較するとタンタル工具のそれが最大であった。

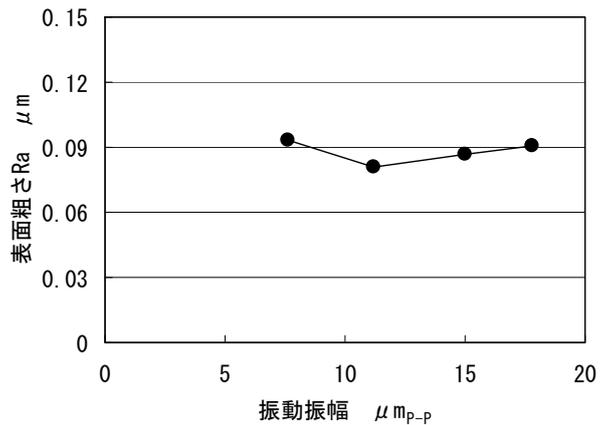


図3. 振動振幅と表面粗さの関係

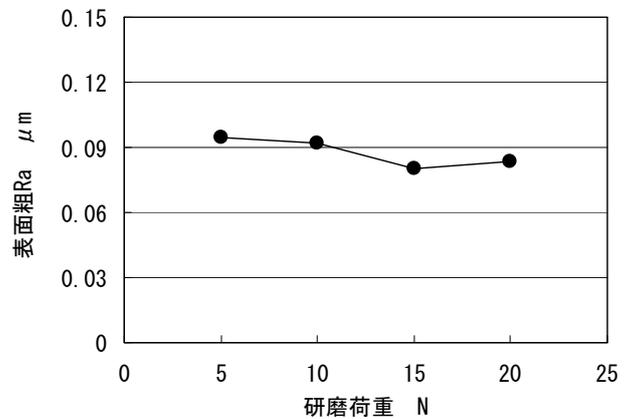


図4. 研磨荷重と表面粗さの関係

- 2)チタン工具, ジルコニウム工具で研磨痕を創生すると研磨痕の始点に凝着物が発生する。しかし, タンタル工具で創生された研磨痕の始点には凝着物は認められなかった。
- 3)振動振幅, 研磨荷重を上げていくと, 表面粗さは徐々に小さくなりある値で最小となる。しかし, その値を超えると表面粗さは徐々に増加する傾向を示した。

(平成20年7月3日受付, 平成20年7月25日再受付)

参考文献

- (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1報)超音波振動の援用による砥粒レス超音波研磨法の検討」, 精密工学会誌, Vol.71, No.9, pp.11311-1136 (2005)
- (2)横澤毅, 高木純一郎, 片岡征二:「CVDダイヤモンド膜の研磨に関する研究—(第2報)砥粒レス超音波研磨法による連続研磨の検討」, 精密工学会誌, Vol.71, No.12, pp.1541-1546 (2005)
- (3)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)

ノート

プラズマを用いた表面改質における鉄鋼試料の温度上昇

三尾 淳* 森河 和雄* 川口 雅弘* 青木 才子*

Estimation of Steel Surface Temperature during Plasma Surface Modification

Atsushi Mitsuo*, Kazuo Morikawa*, Masahiro Kawaguchi*, Saiko Aoki*

キーワード: プラズマ, 表面改質, 鉄鋼, 温度測定, 焼戻し軟化曲線

Keywords: Plasma, Surface modification, Steel, Temperature measurement, Tempering curve

1. はじめに

機械部品においてはその用途に応じて、靱性を維持しながら表面は耐摩耗性を必要とする場合、材料の特性のみでは疲労強度や潤滑性が不十分な場合がある。また、工具においては通常の熱処理では満足できる硬さが得られず、摩耗等により寿命が短くなることがある。これらを解決するために近年では、鉄鋼材料の耐摩耗性など機械的特性向上の観点から種々の表面改質が施されることが多い。表面改質には種々の方法があるが、今後産業的に適用分野の拡大が期待されるものの一つにプラズマを用いた方法がある。この代表的な例は、PVD(Physical Vapour Deposition)やプラズマCVD(Cheical Vapor Depositon)などのドライコーティング、プラズマ窒化やプラズマ浸炭などの表面熱処理である。

鉄鋼材料をこうした方法で表面改質する場合、処理温度は材料特性に大きく影響するが、プラズマ発生やバイアス電圧印加など装置上の制約から熱電対等による試料温度の直接測定が困難なことがある。本稿では、鉄鋼材料の性質を利用して、プラズマを用いた表面改質における試料温度上昇を推定した事例として、プラズマトーチを用いた浸炭の場合⁽¹⁾とプラズマイオン注入装置を用いた炭素イオン注入の場合⁽²⁾を紹介する。

2. プラズマトーチを用いた浸炭

2.1 実験方法 図1に、プラズマトーチ表面改質装置の模式図を示す。27.12MHzの高周波を印加したプラズマトーチにアルゴンガスとメタンガスの混合ガスを流すことにより、大気中でプラズマ炎を発生させた。プラズマ用ガスの混合比はアルゴン:メタン=10:1とし、総流量は毎秒11,000mm³である。このプラズマ炎の下に、プラズマトーチの先端から距離dを隔てて試料を置いて浸炭処理を行った。距離dは10もしくは20mmとした。試料には厚さ4mmの冷間圧延鋼板(JIS-SPCC)を用いた。

試料温度は、金属組織試験により浸炭深さXを求め、次式のFickの法則より拡散係数kを計算し、Harrisの実験結

果⁽³⁾を参照して推定した。

$$X = k\sqrt{t} \dots\dots\dots(1)$$

ここで、tは処理時間である。

2.2 実験結果 図2はd=10及び20mmで1,200秒間処理した後空冷した試料の断面金属組織を示したものである。各組織の下部の明るい部分はSPCCのフェライト組織である。(a)では試料表面から内部に向かって約300μmの濃く着色された部分が認められる。これは浸炭によって炭素濃

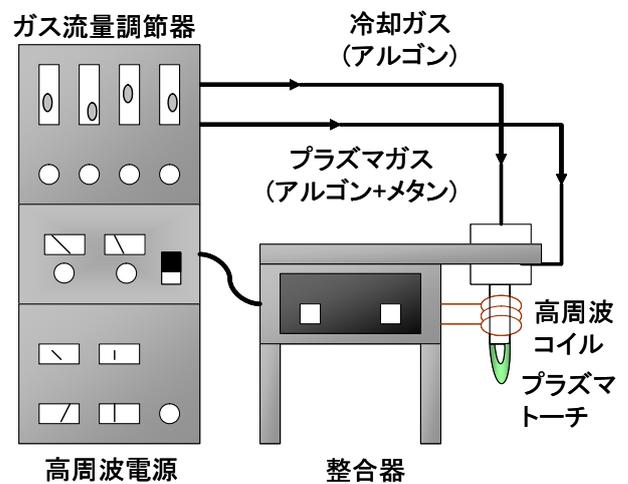
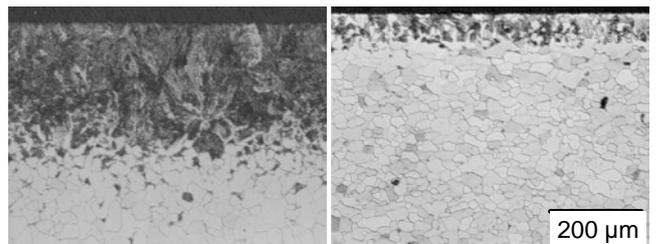


図1. プラズマトーチ表面改質装置



(a) d = 10 mm (b) d = 20 mm

図2. 1,200秒処理後の断面金属組織

*先端加工グループ

度が高くなり、冷却後に生じたパーライト組織である。一方、(b)では表面の浸炭層はおよそ 80 μm と薄く、また、組織はフェライトとパーライトとの混合になっている。

図 3 は、 $d=10\text{mm}$ の場合に、Harris の実験結果 (黒丸) から得られる回帰線に種々の処理時間における浸炭深さを求めてプロット (白丸) したものである。この図から、各拡散係数に対応する試料温度は 1,200~1,240K であることがわかった。

3. プラズマイオン注入装置を用いた炭素イオン注入

3.1 実験方法 プラズマイオン注入装置の模式図を図 4 に示す。この装置では、電極を兼ねた試料ホルダにプラズマ発生用の高周波とイオン注入用のバイアス電圧の両者を交互にパルス状に印加している。プラズマは圧力が 1 Pa となるよう真空チャンバ内にメタン (CH_4) ガスを導入し、周波数 13.56MHz、出力 500W の高周波を用いて発生させた。イオン注入のための加速電圧として -20kV を印加した。高周波及びバイアス電圧のパルス幅はそれぞれ 20s 及び 10s とし、繰返し周波数は 1kHz とした。

試料には炭素工具鋼 (JIS-SK105) を用いた。試料はあらかじめ焼入れ後 373K で焼戻しした。さらに、673K までの間で焼戻しを行い、その硬さを測定して焼戻し軟化曲線を作成した。

プラズマイオン注入処理は 0.25 から 3 時間まで行い、試料裏面の硬さを測定して上記の曲線から温度を推定した。

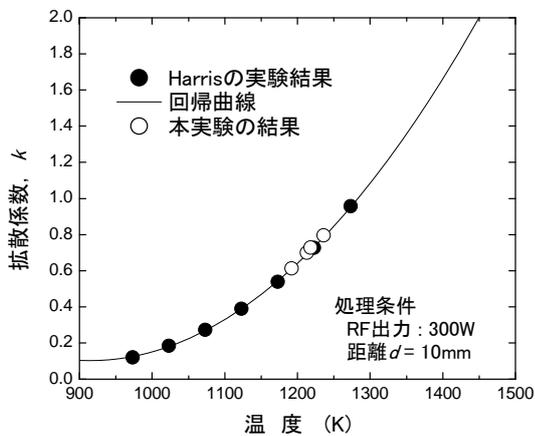


図 3. 試料温度と拡散係数との関係

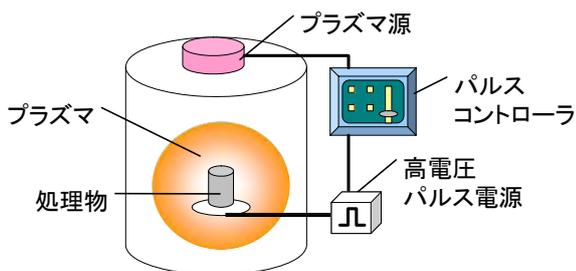


図 4. プラズマイオン注入の模式図

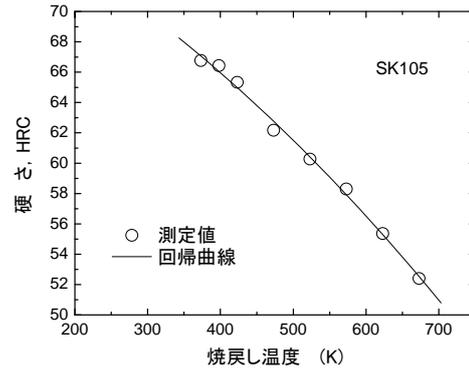


図 5. プラズマイオン注入の模式図

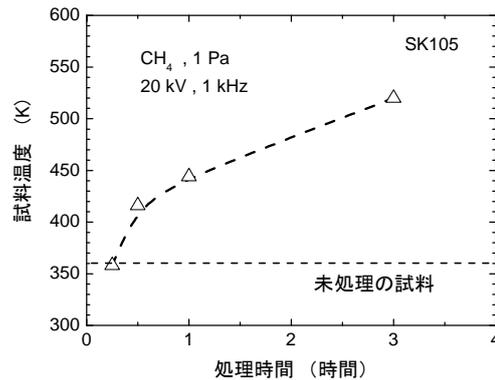


図 6. プラズマイオン注入の模式図

この方法は熱処理時の温度測定法として用いられている。

3.2 実験結果 SK105 の焼戻し軟化曲線を図 5 に示す。焼戻し温度の上昇とともに、ほぼ直線的に硬さが低下することがわかる。

種々の時間でプラズマイオン注入処理を行った試料の硬さを図 5 の曲線を用いて温度に換算した結果を図 6 に示す。処理時間の増加とともに次第に試料温度が上昇していく傾向が認められる。温度上昇は放物線則を示しており、実際の温度上昇の過程を反映しているものと考えられる。

4. まとめ

プラズマ中の試料温度の推定を行った。両者とも、定量性についてはより詳細な検討、他の方法による確認が今後必要であるが、実験を行う際の簡便な方法として利用可能と考えている。

(平成 20 年 7 月 7 日受付, 平成 20 年 7 月 31 日再受付)

文 献

- (1) A. Mitsuo, N. Nihira and T. Aizawa : "Carburising of Steels by RF Induction Plasma Flame in Argon and Methane Gas Mixture", Proc. 12th Intl. Federation of Heat Treatment and Surface Engineering Congress, Vol.3, pp. 207-210 (2000)
- (2) 三尾 淳, 川口雅弘, 青木才子, 森河和雄, 鈴木秀人 : 「メタンプラズマを用いてイオン注入した高速度工具鋼の表面特性」, 表面技術, 59, pp.185-189 (2008)
- (3) F. E. Harris : Metal Progress, 44, pp.265-272(1943)

液相粒子合成法による酸化鉄担持活性炭の合成

峯 英一*¹⁾ 上野 博志*¹⁾

Preparation of Activated Carbon-supported Iron Oxide by a Liquid-phase Process

Eiichi Mine*, Hiroshi Ueno*

キーワード: 粒子, 酸化鉄

Keywords: Particle, Iron oxide

1. はじめに

微粒子の液相合成法は, 均一溶液中で原料となる溶質の溶解度や縮重合を利用し分散粒子を析出させる方法である。この方法は溶質の組成と濃度の制御が容易で温和な条件においても反応が進行するという特徴をもつ。また, 液相粒子合成法は, あらかじめ反応系内に核となる物質を導入した場合, 反応を制御し核表面以外での粒子析出を防ぐと核の表面上に析出物を得ることができる。従って微粒子複合材料の合成に向けた手法といえる。

本研究では液相粒子合成法である均一沈澱法を用い, 磁性粒子である酸化鉄を活性炭に担持し磁性活性炭の合成を試みた。このような磁性複合体は汚濁物質の磁気分離に應用が期待できる⁽¹⁾。

2. 実験方法

蒸留水中に活性炭を添加した溶液を攪拌翼で攪拌しながら, 85°Cに加温した。この溶液に対し, 硫酸鉄(II)七水和物または塩化鉄(II)四水和物の水溶液および尿素の水溶液をそれぞれ加え, 攪拌を継続して反応を行った。生成物はろ過, 洗浄後乾燥し活性炭担持酸化鉄とした。酸化鉄担持量の調整は溶質濃度を一定とし, 活性炭重量を変化させて行った。酸化鉄組成はX線回折(XRD)により決定した。酸化鉄担持量は, 示差熱天秤による重量変化の測定結果から求めた。

3. 結果

硫酸鉄(II)七水和物と塩化鉄(II)四水和物により調製した酸化鉄担持活性炭に含まれる酸化鉄のXRD分析結果を図1に示す。硫酸鉄(II)七水和物からの生成物はゲタイトとマグネタイト由来のピークを示した。一方, 塩化鉄(II)四水和物からの生成物はほぼマグネタイト由来のピークを示した。水酸化鉄(II)の酸化でマグネタイトを合成する場合, 原料の影響で副生物であるゲタイトが生じることが知られている⁽²⁾。本合成では, マグネタイトを得るには塩化鉄(II)四水和物が適していることがわかった。

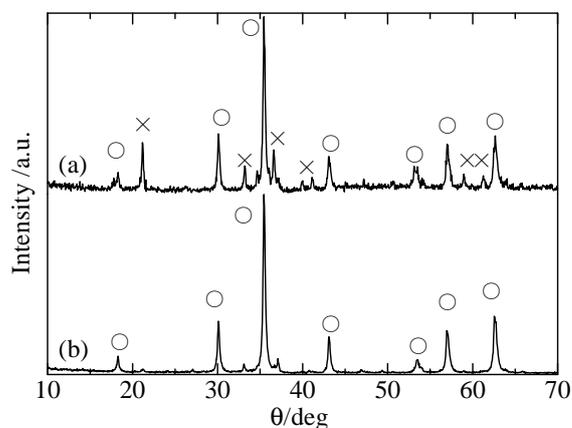


図1. 酸化鉄のXRDパターン

硫酸鉄(II)七水和物から調製(a), 塩化鉄(II)四水和物から調製(b), ○: マグネタイト, ×: ゲタイト

塩化鉄(II)四水和物から調整した酸化鉄担持活性炭の組成は, 担持量 50wt%ではマグネタイト, 酸化鉄担持量 25wt%ではマグネタイトとヘマタイトの混合物, 酸化鉄担持量 10wt%ではヘマタイトからなることがわかった。これは, 仕込みの活性炭量が多くなると原料イオンの Fe^{2+} の酸化が促進されることを示している。

塩化鉄(II)四水和物の仕込み量から計算される酸化鉄担持量と示差熱天秤によって求めた担持量実測値はおよそ一致し, 本合成法は生成する酸化鉄はマグネタイト, ヘマタイトによらずほとんど活性炭上に担持して生成することがわかった。

(平成 20 年 7 月 4 日受付, 平成 20 年 7 月 28 日再受付)

文 献

- (1) 半田宏, 阿部正紀, 野田純喜 監修: 磁性ビーズのバイオ・環境技術への応用展開, シーエムシー出版 (2006)
- (2) 木山雅雄: 「水酸化鉄(II) (III)の化学」, 粉体および粉末冶金, Vol.23, pp.77 (1976)

研究発表一覧／論文

非連携チェックポイントニングにおいて同時多重メディア障害を考慮したチェックポイント・ミラーリング法

大原衛（都産技研），上杉賢弘（首都大大学院），新井雅之，福本聡（首都大学東京）
情報処理学会論文誌，vol.49-16，pp.2081-2091，(2008)

従来のチェックポイントニング技術の多くは、ストレージメディアでの障害の発生を想定していないため、チェックポイントデータを保存するストレージに障害が発生した場合、障害回復を行えない。本論文では、非連携チェックポイントニングにおけるミラーリング手法を提案する。提案手法は、複製の配置方式の工夫によって、冗長性を増すことなく耐障害を向上できることを示す。

Sensor Planning for Mobile Robot Localization-A Hierarchical Approach Using Bayesian Network and Particle Filter-

周洪鈞（都産技研），坂根茂幸（中央大）
IEEE Robotics and Automation Society, VOL. 24, NO. 2, pp.481-487, APRIL 2008.

本研究では、移動ロボットが位置決めのために、移動コストと位置決めの信念度を両方考慮して、能動的にセンシング行動を行う方法を提案した。そのシステムは二階層があり、階層間の情報共有により、移動ロボットは効率的、勝つ、精密に位置決めができた。シミュレーションと実データの実験により、本システムの有効性を証明した。

直角斜方形穴を有する平板の直流電流下における角部近傍定常熱伝導問題

長谷川孝（都産技研），坂真澄（東北大）
日本機械学会論文集 A 編，73，729，651-658，(2007)

外部からの直流電流の負荷に対して対称な直角斜方形穴を有する平板における，角部近傍の定常熱伝導問題を扱った。角部近傍の電流密度分布と温度分布を理論的に解析し，外部からの温度差による熱流束が無視できる場合，角部近傍において領域全体が等温とみなせることを示した。

Q スイッチレーザー加工によるカーボン型を用いた低蛍光ガラスのマイクロ成形

高橋正春（産総研），佐々木智憲，楊振（都産技研），前田龍太郎（産総研）

塑性と加工，第 48 巻，第 557 号，pp100-104，(2007)
ナノカーボン型を用いたガラスの熱成形手法の開発を行い、その中で、成形したガラスを用いた電気泳動用のマイクロチップの開発の成果を紹介している。型の形状、ガラスに転写した形状、離型勾配およびガラスーガラスの熱溶着接合について実験を行い、電気泳動技術の応用へ新たな提案を報告した。

Comparison of sliding speed dependency of friction between steel surfaces lubricated with several ZnDTPs with different hydrocarbon moieties

青木才子（都産技研），益子正文，鈴木章仁（東工大）
Journal of Tribology, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J, 220, 343-351, (2006)

本論文は，マクロな摩擦特性の制御における潤滑剤分子の物理化学的挙動を解明することを目的として，ジアルキルジチオリン酸亜鉛（ZnDTP）に着目して，ZnDTP のアルキル分子鎖の耐荷重性能による摩擦低減作用について報告した。また，本誌の「The 2006 PE Publishing Award」という論文賞を本年度 6 月 4 日に受賞した。

摩擦攪拌接合法による純チタンと AZ31 マグネシウム合金との接合性

青沼昌幸（都産技研），津村卓也，中田一博（大阪大接合研）
軽金属，第 57 巻，第 3 号，112-118，(2007)

純チタンと AZ31 マグネシウム合金とを摩擦攪拌接合法を用いて突合せ接合し、接合性について検討を行った。その結果、融点の差が大きく、熔融状態で二相分離するために溶接が困難な金属であっても、摩擦攪拌接合法を用いて、接合界面での合金元素の反応を制御することにより、高強度の接合部作製が可能であることが示唆された。

Vacuum Vapor deposition of PFPE molecules on CHxNy and CHxFy amorphous carbon surfaces

川口雅弘（都産技研），崔竣豪（AIST（現東大）），加藤孝久（東大）
Springer Microsystem technologies, volume13, number 8-10, 1432-1437, (2007)

炭化水素ガスを原料とした DLC 膜に窒素およびフッ素を添加したサンプルの表面上に、真空蒸着法を用いて PFPE 潤滑膜を形成した。その結果、窒素およびフッ素の添加量に伴い、PFPE の吸着量が変化することがわかった。その吸着形態が共有結合および水素結合であるこ

とを確認し、水素結合時の結合構造について議論した。

Reduction in total surface area by the development of microdroplets during dewetting

加藤孝久, 大野修平 (東大), 川口雅弘 (都産技研)

Springer

Microsystem technologies, volume 13, number 8-10, 999-1003, (2007)

ハードディスク表面上に、両末端に水酸基を有する PFPE 潤滑分子を塗布し、その表面状態の時間変化について実験的・理論的に検討した。その結果、PFPE 分子の凝集は極性基の影響がファンデルワールス力の 10 倍以上であること、表面エネルギーの安定化により凝集が時間とともに進行することを明らかにした。

Deposition of Si-DLC Film and Its Microstructural, Tribological and Corrosion Properties

崔俊豪 (AIST (現東大)), 川口雅弘 (都産技研), 加藤孝久 (東大), 池山雅美 (AIST)

Springer

Microsystem technologies, volume 13, number 8-10, 1353-1358, (2007)

Si 添加 DLC 膜をバイポーラ型の PBII&D 法により成膜し、その構造、トライボロジー特性、および腐食特性について実験的評価を行った。その結果、Si 添加により DLC 膜表面上の不安定電子密度が増加すること、Si-C 結合の増加により熱安定性が向上することなどが明らかとなった。また、極性潤滑剤を用いることでトライボロジー特性が良くなること、腐食特性も優れていることがわかった。

鋳型の濡れが湯流れに及ぼす影響の水モデルによる検討

中江秀雄 (早大), 太田浩介 (早大大学院, JR 西日本), 佐藤健二 (都産技研),

「鋳造工学」, 79, No.6, 285-290, (2007)

水モデル実験において、細管には水と濡れ性の異なるソーダガラスとテフロンを用い、さらに水に界面活性剤を加え、気/液界面エネルギーを変化させた。湯流れ速度は、テフロンよりも濡れ性の良いガラスが高い。細管の流れに対して、濡れによる付着仕事の影響は小さく、接触角 θ と界面エネルギー γ によって流れの先端に生じる圧力 ΔP が支配的であることが認められた。

導電性セラミックス工具を用いた無潤滑円筒絞り加工

玉置賢次 (都産技研), 片岡征二 (湘南工科大), 皆本鋼

輝 (日本タングステン株式会社)

塑性と加工 (日本塑性加工学会誌), 第 48 巻, 第 561 号, 60-64, (2007)

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、セラミックスが加工困難であることから、普及が進んでいない。そこで、放電加工の行える導電性セラミックスを工具材質に適用した。これにより、簡便に加工を行うことが可能となった。また、絞り性に関しても従来の汎用セラミックスに劣るものではないことを明らかとした。

軸穴同時加工と加工法による微細工具の放電加工

山崎実 (東京都環境整備公社), 鈴木岳美, 森紀年, 寺西義一 (都産技研), 國枝正典 (東農工大)

材料試験技術, VOL.52, NO.2, 88-94, (2007)

軸穴同時マイクロ放電加工法と加工穴を利用したマイクロ放電加工を応用することにより微細工具を成形し、それを用いて切削、研削、超音波加工などを行った。その結果、針状化法、ヘラ状化法、軸穴同時法により効率的に 3 種類の切削工具が成形できた。またそれぞれ切削工具として利用できることがわかった。

加工穴を利用した微細放電加工法の高精度化

山崎実 (東京都環境整備公社), 鈴木岳美, 森紀年, 寺西義一 (都産技研), 國枝正典 (東京農工大)

精密工学学会誌, 74 巻, 3 号, 264-268 ページ, (2008)

これまで必要であった特別な位置合わせ装置を使わずに、効率的で簡便に精度良く成形できる、あけた穴を工具として使用する軸成形加工法を提案した。またこの方法において、軸にテーパが生じるメカニズムをシミュレーションした。さらに、ストレートな軸の成形が可能ならぬ幾つかの軸成形加工法を提案した。

メタンプラズマを用いてイオン注入した高速度工具鋼の表面特性

三尾 淳, 川口雅弘, 青木才子, 森河和雄 (都産技研), 鈴木秀人 (茨城大)

表面技術, 第 59 巻, 185-189, (2008)

高速度工具鋼にメタンプラズマイオン注入を施し、その表面特性を検証した。その結果、試験片表面では、炭素イオン注入と DLC 成膜が同時に進行し、DLC の膜厚が炭素イオンの飛程を超えてからは DLC の生成が主となること、SUJ2 に対する摩擦係数は、DLC 膜が最も低く、炭素イオン注入層、SKH51 基板の順に大きくなることが明らかとなった。

Effect of deposition parameter on hardness of

amorphous carbon film prepared by plasma immersion ion implantation using C₂H₂

三尾淳, 内田聡, 森河和雄, 川口雅弘 (都産技研), 塩谷健郎 (芝浦工大, 現: NTN 株式会社), 鈴木秀人 (茨城大)

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 257, 753-757, (2007)

アセチレンガスを原料としたプラズマイオン注入法を用いて炭素膜の生成を行った。得られた炭素膜は典型的な DLC 膜であり、硬さは 10~22GPa の範囲であった。硬さは、加速電圧、アセチレンガス濃度、処理時間の増加に伴い低下する傾向を示した。これらの条件は基板の温度に影響を及ぼすことから、炭素膜の硬さは主として基板の温度に依存することが明らかとなった。

小規模工業塗装工場における VOC 排出実態調査・研究

木下稔夫 (都産技研)

塗装工学, VOL.42, NO.7, p.208-213, (2007)

大気汚染防止法が改正され、塗装施設及び塗装後の乾燥・焼付施設が規制対象に指定された。しかし、工業塗装工場における塗装施設の VOC 排出実態に関する調査・研究はほとんど行われていない。そこで、本研究では金属塗装工程における VOC 排出実態を、大気汚染防止法に準拠した方法および VOC 連続濃度変化測定法により測定し、解析を行った結果を報告した。

ハイソリッド塗料を用いた環境適応型スプレー技術の検討

木下稔夫 (都産技研)

化学工学, VOL.72, NO.2, p.32-35, (2008)

大気汚染防止法の改正により、VOC (揮発性有機化合物) の排出規制が開始され、効果的な排出抑制が求められている。ここでは、低 VOC 塗料の一種であるハイソリッド塗料を、工場内塗装で最も一般的な塗装方法であるスプレー法により塗装した場合の、VOC 排出抑制効果について検討した内容を中心に述べた。

Enrichment reliability of Solid Polymer Electrolysis for Tritium Water Analysis

斎藤正明 (都産技研)

Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. Volume 275 ,No.2, (2008)

当所の開発した固体電解質式トリチウム電解濃縮装置の実用レベルでの信頼性について検証した。環境資料水濃度の標準資料を用いて実験し、十分な精度である 4% 以内の誤差でトリチウム濃度を測定できた。

「2 段階水抽出濃縮によるバイオガソリン E3 の C-14 簡易測定」

斎藤正明, 中村優 (都産技研)

RADIOISOTOPES, 第 56 巻, 9 号, pp.529-531, (2007)

一度抽出済みのバイオガソリンを再度水で抽出し、一段目及び二段目の抽出水の計数値からバイオエタノール含有率を算出する手法を開発した。実験の都度、回収率あるいは成分組成が変化しても、回収率未知のまま、バイオガソリン中のエタノール含有量を決定できる。バイオガソリン E3 レベルのバイオエタノール含有比 0%, 1%, 2%, 3% の判別が十分可能であった。

「水を使用した抽出濃縮法によるバイオガソリン E3 の C-14 簡易測定」

斎藤正明, 中村優 (都産技研)

RADIOISOTOPES, 第 56 巻, 7 号, pp.383-385, (2007)

水を使用してバイオガソリンからエタノール分を抽出することで、計測妨害物質の除去並びにエタノール分の濃縮を達成し、簡易な実用測定の途をつけたことを報告する。エタノールが水に可溶であり、ガソリン及び着色剤は水に不溶であるという物性の違いを利用したものである。

熱ルミネッセンス法による照射食品の検知

-TL 発光曲線の積分温度範囲と TL 比の関係-

関口正之, 山崎正夫 (都産技研), 等々力節子, 穂原昌司 (食総研), 後藤典子 (元都産技研)

食品照射 第 42 巻, 第 1, 2 号, P.14-23(2007)

海外で購入した 12 種類のスパイスを TL 法で照射歴を調べた結果、9 品目で照射の疑いが認められた。TL 比を算出する際に、TLD-100 及び Dolomite で規定した積算温度範囲と従来の 70~400℃ の温度範囲で発光曲線を積算した場合を比較した。その結果、TLD-100 で規定した積算温度範囲は、他の積算温度範囲に比べ TL 比が大きくなり明確に照射判定ができることがわかった。

高エネルギーシリコンイオン照射した超高分子量ポリエチレンの摩擦摩耗特性

谷口昌平, 関口正之, 金城康人, 宮崎則幸 (都産技研)

表面技術, 第 58 巻, 228-232, (2007)

人工関節に使用されている超高分子量ポリエチレンの低摩擦化及び耐摩耗性の向上を目的に、数 MeV の高エネルギーイオンを UHMWPE 基板に照射し、摩擦摩耗試験を行った。その結果、MeV オーダーのイオン照射によ

り, 低摩擦化し耐摩耗性が向上することが可能であることが明らかになった。

A biochemical sniffer-chip for convenient analysis of gaseous formaldehyde from timber materials

Elito Kazawa, Hiromichi Yoshida [都産技研]

Kohji Mitsubayashi, Takao Saito, Hiroyuki Kudo,

Kimio Otsuka, Hirokazu Saito [東医歯大]

Genki Nishio, Masayuki Sawai [東海大学]

“Microchimica Acta” Vol. 160, No. 4, Apr. 2008, p. 427-433(7)

本研究の生化学式ガスセンサ（スニファチップ）は、ホルムアルデヒド脱水素酵素（FALDH）を備えており、高いガス選択性による効率よいホルムアルデヒドガス分析が可能となった。このスニファチップは、親水性 PTFE 膜がコーティングされた Pt 電極に、FALDH が固定されている。このスニファチップは、居住空間におけるホルムアルデヒド測定に有効なアプローチ手法となる。

Radioactive Waste Incineration-Ash Pellets Sintered with Borosilicate Glass

小山秀美, 小林政行（都産技研）, 堀尾正靱（東京農工大大学院）

環境資工学会 RESOURCES PROCESSING, Vol.54, No.2, p63-70, (2007)

R I（放射性元素）廃棄物焼却灰の減容化及び安定化方法を検討した。放射性廃棄物焼却灰と廃ガラス（カレット）の低温焼結法による焼却灰固化体について検討したところ、放射性廃棄物焼却灰の減容化、安定化、固化化に対し画期的な成果が得られた。また、ホウケイ酸ガラスとソーダ石灰ガラスの焼結特性の違い、RI 試薬を用いた R I の揮散・溶出特性について明らかにした。

チタン系材料の高サイクル疲労特性に及ぼす表面処理条件の検討

増子知樹（都産技研）, 鄭成万, 岡田繁宣, 小久保邦雄（工学院大）, 青木秀希（埼玉工大）, 橋本裕紀（山八歯材工業株式会社）

材料試験技術, Vol.53, NO.1, 27-32, (2008)

医療用インプラントにはチタン系生体材料が汎用される。体内に埋め込んだインプラントには、動的でかつ多方向からの複雑な力が作用しており、破壊に至る事例もみられる。本研究では、チタン系生体材料の表面処理方法について検討した結果、酸化処理条件の適正化によって疲労強度が向上することを明らかにした。

外部発表一覧／口頭

基調講演「組み込みシステム技術の現状と指導事例ならびに将来展望」

坂巻佳壽美（都産技研）

長野県工業技術総合センター「組み込みシステム技術などを活用したものづくり高度化講演会」, (2008)

組込システム技術のとらえ方、組込システム技術の抱える問題点、これからの技術動向などをわかりやすくまとめて説明した。また、これまでに行った共同研究などの事例についても紹介した。

「組込システムのハードウェア設計」

坂巻佳壽美（都産技研）

石川県産業大学講座・技術セミナー, (2008)

組込システムのハードウェア構成、組込システムのハードウェアの問題点、これからの技術動向と対策などについてわかりやすく説明した。また、今後必要となるハードウェア設計の考え方、必須となる測定器類などについても紹介した。

「FPGAによるデジタル回路の設計方法」

坂巻佳壽美（都産技研）

財団法人福島県産業振興センター平成 19 年度電子技術者研修, (2007)

VHDL を用いた FPGA 設計法について、実習による具体的な回路設計をとおして、FPGA による回路設計、VHDL の書き方の基本、LED を点灯させる回路、スイッチ入力回路と論理演算回路、組み合わせ回路と順序回路、チャタリング除去とリセット回路、ステートマシンの考え方、階層設計とコンポーネント化、IP を利用した回路設計などの内容を紹介した。

「組み込み業界の現状」

坂巻佳壽美（都産技研）

社団法人組み込みシステム技術協会 組み込み技術指導者育成セミナー, (2007)

組み込み業界と今後の動向、企業において必要とされている関連技術、企業における人材育成の現状などについて説明した。

「電気制御の基礎」

坂巻佳壽美（所属）

社団法人長野県経営者協会長野県産業大学講座「簡易自動化技術」コース, (2007)

自動化のための技術の 1 つとして、電気制御技術を取

り上げ、それらの基礎的知識について網羅的に紹介した。また、シーケンス制御の設計法について、ラダー図による例を通して具体的に説明した。

「関数、I/O アクセスと制御 1」

坂巻佳壽美（都産技研）

産業大学院大学 Embedded System 講座（平成 19 年度第 1 回 C 言語編）, (2007)

組込システム特有の C 言語プログラミングについて、関数の定義と使い方、2 進数や 16 進数とビット演算、ポインタの概念と定義の仕方、I/O アクセスの概念と役割、I/O ポートを使った制御、スイッチや LED を使った制御などのテーマについて解説した。

分析データの取り扱い

上本道久（都産技研）

日本分析化学会関東支部第 10 回環境分析基礎講座化学分析実習コース (2007)

分析化学の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を行った。まず有効数字と数字の丸め方の技法について解説し、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 2007 分析初級者のための講習会「分析化学イロハのイ」, (2007)

分析値を評価せねばならない、分析化学の非専門家を対象として、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。まず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。

分析値の提示と分析値の意味

上本道久（都産技研）

社団法人日本分析化学会第 16 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, (2007) 同第 17 回, (2007), 同第 18 回, (2008)

分析技術の基礎知識修得を目的として日本分析学会信頼性委員会によって開催された標記セミナーにおいて、分析値の信頼性とその取扱に関して、有効数字・検出限界・定量下限・感度・不確かさについて解説した。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実例を挙げて分析値提出技法を教示した。

貴金属材料の高正確組成分析 ～先端材料を支える材料評価技術～

上本道久 (都産技研)

日本分析化学会第 68 回分析化学討論会, (2007)

高価で先端材料として有用な貴金属材料の正確な特性評価のために、同位体希釈分析による二元系貴金属合金の高精確組成分析法の開発を行った。銀ろう材である銀-銅および銀-パラジウム合金を試料とし、溶解後高分解能 ICP-MS で測定した。更に ICP 発光分析による 3 種の 4 元系貴金属ろうの共同分析を実施し、湿式化学分析との比較からその精確さについて評価を行った。

高精細化と標準化に向けた無機分析の手法開発と産業界への貢献

上本道久 (都産技研)

日本分析化学会第 56 年会, (2007)

2007 年度日本分析化学会技術功績賞受賞講演を行った。

①水溶液化学に立脚した金属イオンの溶存状態解析と無機分析化学への応用 ②金属材料の主要成分から微量成分までの高精確分析法の開発 ③分析手法の標準化や標準物質の評価 ④分析技術向上に向けた指導活動の取り組み ⑤応用系研究分野との共同研究や産学公連携

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)

社団法人日本分析化学会関東支部第 48 回機器分析講習会 第 1 コース: ICP 発光分析および ICP 質量分析の基礎と実際, (2007)

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について、装置のハードウェア構成部毎に概観して解説した。関連 JIS 規格である K 0116「発光分光分析通則」や K 0133「高周波プラズマ質量分析通則」についてもその動向を解説した。

「フリットガラスの無鉛化の開発状況と課題」

田中実 (都産技研)

電子硝子工業会第 27 回技術セミナー, (2007)

電子ディスプレイ機器等に用いる低融性ガラスフリットやその絶縁コーティング膜などの酸化鉛ガラスの代替として、耐化学性、汎用性や安定性があり、実用性の高

いホウ珪酸塩系ガラスについての紹介。プラズマディスプレイパネルや蛍光表示管などの FPD 並びに電気電子機器に使用される低融性ガラスの無鉛化の取り組みやガラス材料中の鉛の法規制や除去対策などの紹介。

シアン化合物の非意図的生成の事例と原因究明

野々村誠 (都産技研)

表面技術環境部会 第 39 回講演会, (2007)

シアン化合物は有毒物質であるが、重要な工業原料でもある。最近では、排水規制が厳しいことからシアン化合物を使用しない工場も増えてきている。しかし、シアン化合物を使用していない工場からシアンが検出される事例が数多く報告されており、今回は、表面処理工場を実例としてシアンが生成された事例とその原因究明、生成反応と分析方法の問題点について講演した。

「測定現場からの声」表面温度計測技術と微量水分測定の現場から

尾出順 (都産技研)

計測標準フォーラム第 5 回合同講演会, (2007)

独立行政法人産業技術総合研究所、日本 NCSLI

表面温度測定を実施している現場では、表面温度計の ISO17025 に準拠した校正証明書の要求が高い。メーカー側は基本的に不平衡状態であるため、現状では困難であるが製品の品質を担保するため標準熱版による試験で信頼性を確保している。これらの現状を踏まえ、表面温度センサの種類、試験方法と不確かさの要因、校正方法とトレーサビリティ体系の確立について報告した。

異種金属材料継手の作製における合金組成と接合方法の検討

青沼昌幸 (都産技研)

社団法人日本溶接協会 平成 19 年度第 3 回 (第 56 回)

表面改質技術研究委員会 (2008)

溶融接合法ならびに固相接合法を用いて異種金属接合を行った場合の、それぞれの接合界面での反応層生成状態と継手の特性について、化学組成の異なるマグネシウム合金、チタンおよびアルミニウム合金の異種金属継手を中心に解説を行った。

極薄 DLC 膜のトライボロジー特性

川口雅弘 (都産技研)

社団法人日本トライボロジー学会第 94 回シール研究会, (2007)

極薄 DLC 膜のトライボロジー特性というタイトルで、これまでに行ってきた DLC 膜関連の研究内容について紹介した。

ダイヤモンドコーテッド工具を用いたドライ絞り加工

玉置賢次（都産技研）

平成 19 年度 第 3 回塑性加工のトライボロジー研究会, (2007)

ダイヤモンド膜がトライボロジー特性に優れていることは良く知られたことであるが、ダイヤモンド膜の研磨等に問題があり実用化されていない。そこで、ダイヤモンド膜の摩擦特性の調査、およびダイヤモンドコーテッド工具を用いた純アルミニウム板および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た。結果、良好な結果が得られ、ドライ加工の実用化の可能性を示した。

イオン注入関連表面処理

三尾淳（都産技研）

社団法人日本トライボロジー学会第 94 回シール研究会, (2007)

イオン注入を用いた表面改質について、当センターにおける研究事例を紹介した。半導体用ビームライン型イオン注入装置による PVD 窒化チタン及び炭化チタンコーティングの改質とその高温酸化特性及び摩擦摩耗特性、プラズマイオン注入装置による炭素イオン注入と炭素コーティングの複合処理とその摩擦摩耗特性について解説した。

日本におけるナノダイヤモンド技術の最近動向

柳捷凡（都産技研）

超微細ダイヤモンド技術研討会－北戴河 2007, (2007)

ナノダイヤモンドは、カーボンナノチューブやフラーレンと同様に、最も注目されるナノ素材の一つである。今回はナノダイヤモンドの分散技術についてこれまでの研究成果を紹介すると共に、これからナノダイヤモンドを工業材料として展開するために直面する課題（標準化や生体安全性評価など）について述べる。

改正大気汚染防止法の概要および塗装工場の VOC 削減に向けた現状と対策について

木下稔夫（都産技研）

いわて塗装技術研究会第 2 回塗装技術研究会講演会, (2007)

改正された大気汚染防止法の VOC 排出抑制制度の概要を、特に塗装工場を対象として解説し、さらに塗装専門の中小事業所の実態、塗装の形態、それらの事業所からの VOC 発生要因と実態について述べた。これらの現状と塗装組合傘下企業へのアンケートで得られた結果を基に工業塗装業が行う VOC 対策、①インプラント対策

と②エンドオブパイプ対策について具体的に解説した。

工場内塗装における VOC 対応について

木下稔夫（都産技研）

社団法人日本防錆技術協会記念技術講演会, (2007)

2004 年に改正された大気汚染防止法について、塗装業特に工場内で塗装を専門で行う中小事業所からみた規制の概要と、それら事業所の実態、塗装の形態、事業所からの VOC の発生要因、現状での VOC 対策について解説した。

赤外線利用技術の最近の動向

中島敏晴（都産技研）

フジトク株式会社第 19 回フジトク技術交流会会議, (2007)

1. 都産技研及び光音グループと光波・赤外線担当の事業内容の紹介。
 2. 赤外線の基礎について解説した。
 3. 最近の赤外利用技術や動向及び都産技研で対応している赤外線測定技術について報告した。
- （出張（実地技術支援）にて対応）
出席者数：約 60 名

組込み機器のためのソフトウェアによるスタック破壊攻撃検出手法に関する一考察

大原衛, 坂巻佳壽美（都産技研）

日本信頼性学会第 20 回秋期信頼性シンポジウム, (2007)

近年、インターネットに接続される組込み機器が増加し、組み込み機器に適したセキュリティ技術が求められている。本稿では、組込み OS の動的リンクを変更し、脆弱性を持つプログラムを実行の直前に書き換える手法について検討する。提案手法による動的リンクを試験的に実装し、いくつかのバッファオーバーフロー脆弱性を持つプログラムを実行して提案手法の有効性を検討した。

Recoverability of Rotational Uncoordinated Checkpointing

大原衛（都産技研），上杉賢弘，新井雅之，福本聡（首都大）

IEEE 2007 International Conference on Dependable Systems and Networks, (2007)

分散チェックポイントニングでは、システムが正常に動作している時点でデータ等のバックアップを作成し、障害が発生した際の回復処理に利用する。これまでの研究では、バックアップを保存する HDD 等の故障が考慮されていない。本研究では、これを考慮して、複数のメ

ディアにバックアップを保存する手法について、シミュレーションを用いて検討した。

準動的環境に置ける移動ロボットの SLAM

周洪鈞 (都産技研), 坂根茂幸 (中央大)

日本ロボット学会第25回日本ロボット学会学術講演会, (2007)

本研究は、移動ロボットの環境として、準動的物体を含む環境での地図生成とその利用を目指している。そのために、RFID システムとレーザーレンジファインダを用いて地図生成を行うための初期システムを構成した。本方法では、SLAM を行うことによりロボットの最適なポーズを推定する。このポーズ情報に基づき、RFID システムとレーザーレンジファインダを用いて IC タグのポーズ推定とタグを貼付した準動的物体のポーズ推定を行う。この結果に基づいて環境地図を更新する。初期システムによる予備実験で、IC タグのポーズ推定、およびタグを貼付した準動的物体のポーズ推定の有効性を確認した。

carbon coated for nano imprinting mold as anti-sticking layre

Masanori.ISHIZUKA, Yoshikazu.TERANISHI (TIRI), Tomoyuki.KOBAYASHI (RIKEN), K.TAMAOKI, T.YOKOSAWA (TIRI)

The Ceramic Society of Japan STAC-JTMC in Japan, (2007)

ナノインプリントで用いられる型には、離型のための表面処理(離型処理)が行われている。われわれは、簡易な製膜による炭素層を離型処理方法として使用可能か検討した。200nm-800nm の溝を持つ型を形成しその表面へ炭素層を製膜した型を用いて、樹脂材料への転写を試み成功している。炭素層が離型処理として使用できる可能性を示した。

電気メスの保守点検における各種電気メステスタの実態調査

岡野宏, 大原衛, 西澤裕輔 (都産技研), 富樫昌之, 高柳政晴, 日向一郎 (エクセル株式会社), 青木紀二, 山口十貴哉 (株式会社セコム), 小島正美 (浜医科工業株式会社), 山崎正喜, 海老塚稔 (株式会社アコム), 岡嶋浩二 (小林メディカル), 岩田稔, 加藤直也 (大正医科器械株式会社), 酒井輝幸, 野沢浩之 (泉工医科工業株式会社) 医科器械学, Vol.77, No.10, 65~66, (2007)

病院等から測定値にバラツキ等の問題があると指摘されている電気メステスタについて、電気メスメーカー及びテスタメーカーの協力を得てその実態調査を行った。測定結果は微妙に異なっていた。その理由は、テスタ間

の特性の相違や電気メスの出力波形が関係していると考えられた。今後、評価結果を数値的に解析し電気メステスタの信頼性の向上を図っていく。

計測機器の校正について (医療機器を中心に)

岡野宏, 水野裕正, 佐々木正史, 西澤裕輔 (都産技研)

日本医科器械学会, 専門別研究会クリニカルエンジニアリング研究会第14回研究会, (2007年9月22日)

1.測定の不確かさと校正

2.測定の不確かさの表し方

事例; 20cm±1cm (信頼水準95%)

3.医療機器の電気安全性試験の校正

4.校正体系図と東京都立産業技術研究センター

5.医療機器の第三者認定制度ならびに試験所認定

これら実例と研究結果の内容を報告し質疑応答を行った。

Measurements of Distribution Profiles of Boron near Copper-Iron Interfaces in Steels Implanted with Copper Alloys by Laser Ablation Double Focusing Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (レーザーアブレーション-セクタ型 ICP 質量分析法による銅鉄界面近傍のホウ素の分布)

上本道久 (都産技研), 長崎千裕 (東工院大)

University Research Institute of Analytical Chemistry, 2008 Winter Conference on Plasma Spectorchemistry, (2008)

スクラップ鋼の熱間加工における銅起因表面赤熱脆性が微量元素添加により抑制される現象について、鋼の種類や添加元素の種類・添加量との関係を調べてきた。本研究では、空間分解能の優れた軽元素のサンプリング方法として、レーザーアブレーション法を用い、試料をセクタ型 ICP 質量分析装置に導入して銅鉄界面近傍のホウ素の分布を調べ、粒界浸潤性を評価することに成功した。

Accurate analysis of major components in precious metal alloy by isotope dilution double focusing ICPMS

(同位体希釈-に銃集束高分解能 ICP 質量分析法を用いた貴金属合金の高精確組成分析)

上本道久, 林英男 (都産技研)

11thInternational Symposium on Biological and Environmental Reference Materials (BERM11) (2007)

貴金属合金の組成分析には重量分析法と滴定分析法が JIS で規定されているが、煩雑な手順と数値の信頼性に

課題が残っている。また白金元素については適当な高精確定量法がない。本研究では同合金の材料評価のために、同位体希釈-HR-ICPMS を用いて二元系貴金属合金中主成分元素の高精確定量を行った。また銀-パラジウム合金中のパラジウムの高精確キレート滴定法も開発した。

ハイサポート製品の圧迫圧測定方法の確立

大泉幸乃（都産技研），田村照子，小柴朋子（文化女子大），嶋根歌子（和洋女子大），斉藤秀子（山梨県立大），薩本弥生（横浜大），井上真里（神戸大）

社団法人日本家政学会第 59 回大会，(2007)

足のむくみ防止や体型補正効果を狙った締め付け力の強いストッキングのストレッチ製品が多く出回っているが、測定方法が統一されていない。そこでこれらの衣服圧を正確に把握するために、下半身ダミーと 20 代女性被験者人体において、それぞれ衣服圧を計測し、その関係を調べた。その結果、サンプルにより違いはあるが、ダミーと人体との衣服圧に相関があることがわかった。

Al-Mg-B 系高ホウ素化合物の作製

田中実（都産技研），東以和美（千葉工大）

第 2 回日本フลักス成長研究会，(2007)

ダイヤモンドや cBN 等に匹敵する高硬度特性を持つ材料であり、高融点、化学的耐久性の高い材料である高ホウ素化合物のアルミニウム(マグネシウム)ボライド、中でも高硬度特性が優れていると言われている [AlMgB14, γ AlB12 (Al1.4Mg0.4B22)] が主結晶相となるように原料調合を検討し、アルゴン雰囲気炉を用いたアルミニウムフลักス法で作製したことを報告した。

無鉛低融ホウ珪酸塩ガラスフリットの開発

田中実，上部隆男（都産技研），小島大介，小野順三郎，小川泰弘（日本珪瑯釉薬株式会社）

日本セラミックス協会、ガラス産業連合会 第 48 回ガラスおよびフォトリソ材料討論会・第 3 回ガラス技術シンポジウム研究発表会，(2007)

電子ディスプレイ機器等に用いる低融性ガラスフリットやその絶縁コーティング膜などの酸化鉛ガラスの代替として、耐化学性、汎用性や安定性があり、実用性の高いホウ珪酸塩系ガラスで無鉛化を試みたこと。プラズマディスプレイパネルや蛍光表示管、チップ抵抗器部材として基材との熱膨張、濡れ性、熱的ダメージ、不透明性、電気絶縁性など用途に適した特性の材料開発について。

ヘリウムガスを用いたスパーク放電発光分光分析法によるマグネシウム合金の分析

林英男，上本道久（都産技研）

日本分析化学会第 68 回分析化学討論会，(2007)

従来のアルゴンガスを用いたスパーク放電発光分光分析法では、マグネシウム合金の分析する際、亜鉛の信号が不安定であり、正しい分析値を得られないことが問題となっていた。そこで、本研究ではヘリウムガスを放電ガスに用いることで、亜鉛を含む多くの元素の同時分析を可能とした。

ICP-MS のための微量試料導入装置の製作とその評価

栗原洋平，田中龍彦（東理大工），林英男（都産技研）

日本分析化学会第 68 回分析化学討論会，(2007)

μ L レベルの試料液量で測定が可能な、タングステン製のフィラメントを加熱源とした ETV 装置を試作した。蒸発チャンパーには大きさの異なる 3 種類のものを作製し、信号強度に及ぼす影響について検討した。その結果、信号の安定性は、チャンパー内体積が最も小さく、直線状の形状を持つ蒸発チャンパーを用いた際に最も優れた値を示し、高い再現性が得られた。

HPLC-ICP-MS による有機スズ化合物分析における分離カラムの検討

盛本さやか，田中龍彦（東理大工），林英男，上本道久（都産技研）

日本分析化学会第 68 回分析化学討論会，(2007)

これまでに、HPLC と ICP-MS とを組み合わせることで、4 種類の有機スズ化合物の化学形態別の分析を可能にした。しかし、検出限界 (ng/ml オーダー) が高く、測定時間 (1200 秒) も長いことが問題となっていた。そこで本研究では、分離カラムなど測定条件を検討することにより、検出限界を一桁向上させ、さらに測定の高速度化 (850 秒) も達成した。

微量元素分析に基づく、古墳等の遺構から出土した辰砂の産地推定の試み

高橋和也，木寺正憲，榎本秀一（理研），三堀陽平，田中龍彦（東理大），南武志（近畿大），今津節生（九州国立博物館），林英男（都産技研）

日本分析化学会第 68 回分析化学討論会，(2007)

天然辰砂においては、As、Se、Sr、Cd や Sb などにおいて、地域差が観察された。そこで、考古学的試料の朱に関する微量元素分析結果を天然辰砂のそれと比較し産地推定を試みた。吉野ヶ里遺跡出土朱に関しては、奈良県産もしくは徳島産、出雲西谷古墳に関しては、奈良県産もしくは中国産、大和天神山古墳に関しては奈良県産の天然辰砂との関連が示唆される結果となった。

有機ハロゲン・硫黄自動分析における検量線作成用標準試料の利用

長嶋潜 (㈱ナックテクノサービス), 山崎真樹子 (昭和通商㈱), 峯英一, 上野博志 (都産技研)

日本分析学会 Separation Sciences 2007, (2007)

環境規制の強化が高まる中、有機物に含まれるハロゲン及び硫黄の迅速で高精度な分析法が求められている。この分析法の一つに、燃焼分解とイオンクロマトグラフィーを組み合わせた自動燃焼分析システムがある。本邦用に開発した多元素含有検量線作成用試料を用いてさらなる分析時間の短縮や効率化を図り、廃棄物試料など実際の試料を用いて分析・検討した。

金属マクロ多孔体の調整とキャラクタリゼーション

白井誠之 (産業技術総合研究所), 峯英一 (都立産技研)
平成 19 年度日本表面科学会東北・北海道支部講演会, (2008)

サイズを制御したシリカ粒子を液相合成法で調製し、この粒子を規則配列させた鋳型を用いて金属多孔体を調製した。鋳型のシリカ粒子径による金属多孔体の空孔径の制御法、および金属多孔体の比表面積、構造、成分などのキャラクタリゼーションについて報告した。

MWCNT/高分子複合体の作製と導電性

祖父江省吾 (山形大), 高瀬博文 (タキロン), 安田健 (都産技研), 栗野宏, 高橋辰宏, 米竹孝一郎 (山形大)
プラスチック成形加工学会 2007 年度年次大会, (2007)

多層のカーボンナノチューブと高分子の複合体を作製した。カーボンナノチューブは、導電性に優れた材料で少量を高分子に複合することで絶縁体である高分子に導電性を付与することができる。作製方法を変えて複合体を作製し、導電性について評価を行った。

VGCF®/LCP 複合体の導電性と高次構造解析

荒井博樹, 海老名光秀 (山形大学院), 田口吉昭, 塩飽俊雄 (ポリプラスチック), 安田健 (都産技研), 栗野宏, 高橋辰宏, 米竹孝一郎 (山形大)

プラスチック成形加工学会 2007 年度年次大会, (2007)

液晶ポリマーと気相成長炭素繊維の複合体の混練方法、成形方法を変えて、導電性の測定を行った。混練中のせん断により気相成長炭素繊維が切断されることにより、導電性に変化がみられた。

無鉛低融ホウ珪酸塩ガラスフリット

田中実 (都産技研), 他 4 名

社団法人日本セラミックス協会第 20 回秋季シンポジウム 研究発表会, (2007)

電子ディスプレイ機器等に用いる低融性ガラスフリットやその絶縁コーティング膜などの酸化鉛ガラスの代替として、耐化学性、汎用性や安定性があり、実用性の高いホウ珪酸塩系ガラスについての紹介。プラズマディスプレイパネルや蛍光表示管などの FPD 並びに、チップ抵抗器部材に使用される低融性ガラスの無鉛化の取り組みやガラス材料中の鉛の法規制や除去対策などの紹介。

スギフレックチップ及びリサイクルチップを用いたパーティクルボード製造技術の検討

瓦田研介, 飯田孝彦 (都産技研), 鈴木吉助, 斉藤吉之 (東京ボード工業株式会社) 田村靖夫 (秋田県立大)

日本木材加工技術協会第 25 回年次大会 (旭川) 講演要旨集, 63-64, (2007)

スギ間伐材の軽量・軟質な特徴を生かした 3 層パーティクルボードの製造技術について検討した。その結果、従来品より目標密度が小さくてもスギフレックチップを用いたパーティクルボードは優れた強度性能を有することが判明した。また、接着剤の使用量を抑制し製造コストを下げるために表層含脂率を 10%程度まで低減させても強度特性は変化しないことが示された。

パークペレットから調製した活性炭の VOC 吸着特性

瓦田研介, 井上 潤 (都産技研)

第 58 回日本木材学会大会研究発表要旨集, 156, (2008)

樹皮廃棄物をプレスしてペレットに成型したパークペレットは熱量が低く発煙量が大きいため燃料としての利用が進んでいない。そこで、パークペレットを原料とした活性炭を調製し、新たな利用法の開発を行った。製造条件と細孔構造の関係を調べ、含有無機成分の分析を行った。また、VOC の吸着材としての利用できる可能性について、トルエン吸着などから考察した。

木質建材製造工場における VOC 排出量調査 (V) 合板製造における接着工程

瓦田研介, 木下稔夫 (都立産技研), 宮本康太, 塔村真一郎, 井上明生, 本田 (石川) 敦子 (森林総合研究所)

第 58 回日本木材学会大会研究発表要旨集, 53 (2008)

大気汚染防止法の改正により、揮発性有機化合物 (VOC) の工場施設からの排出規制が定められたが木質建材製造工場における VOC 排出実態に関する調査研究はほとんど行われていない。そこで本研究では、合板工場の接着工程における VOC 排出実態を調査した。その結果、合板工場から排出されるガスの VOC 濃度は、大

気汚染防止法の規制値を大幅に下回ることがわかった。

木質建材製造工場における VOC 排出量調査 (Ⅲ) LVL、パーティクルボード製造における接着工程

瓦田研介, 飯田孝彦 (都産技研), 宮本康太, 塔村真一郎,
井上明生, 本田敦子 (森林総研)

第 57 回日本木材学会大会研究発表要旨集, 164, (2007)

LVL (単板積層材) 及びパーティクルボード製造工場の接着工程における VOC (揮発性有機化合物) 排出実態について調査した。その結果, LVL 工場では, 接着剤塗布工程が最も VOC 濃度が高いことがわかった。一方, パーティクルボード工場では, チップ乾燥工程は他の工程にくらべて α -ピネン, β -ピネン等の濃度が高いことが示された。

ガスパックによる大気中 NO₂ の捕集とイオンクロマトグラフ分析

栗田恵子, 野々村誠, 荒川豊, 杉森博和, 小坂幸夫 (都産技研)

日本分析学会 Separation Science 2007, (2007)

大気汚染物質のパッシブサンプリング法は電源を必要とせず、多点での同時捕集に用いられる。ガスパックは大気中 NO₂ の捕集に用いられ、従来は比色法で定量されてきた。今回はイオンクロマトグラフ法で定量し、同時に TGS 法での測定値と比較した結果、イオンクロマトグラフ法もガスパックでの NO₂ 定量法として適用できることが分かった。

Passive Sampling Method and Ion Chromatographic Determination of NO₂

栗田恵子, 野々村誠, 荒川豊, 杉森博和, 小坂幸夫 (都産技研), 保母敏行 (首都大)

Korean Chemical Society The 9th Asian Conference on Analytical Science, (2007)

これまで大気中の NO₂ 採取用に用いられ、比色法で定量されてきたガスパックでの NO₂ 捕集を室内環境に適用し、イオンクロマトグラフでの定量を検討したところ、定量下限値 3ppb という室内環境濃度にも十分対応できる定量性が得られた。ISO でもパッシブサンプラーによる室内環境の測定法が検討されており、この結果を反映できる。

廃ガラスを使った放射線廃棄物の減容・固化

小山秀美 (都産技研), 小林政行 (都下水道局)

第 18 回廃棄物学会研究発表会, (2007)

放射性廃棄物焼却灰と廃ガラス (カレット) の低温焼結法による焼却灰の固化及び安定化方法を検討し、放射

性廃棄物焼却灰の重要課題である減容化, 安定化, 固定化に対し画期的な成果が得られた。さらに、耐化学性の高いホウケイ酸ガラス (B ガラス) を用いた場合、どのような特性の違いが出るかを明らかにした。

アルカリ固定による無電解ニッケルめっき排水からのシアン化物イオンの生成

野々村誠, 荒川豊, 栗田恵子, 杉森博和, 小坂幸夫 (都産技研)

社団法人日本工業用水協会第 43 回研究発表会, (2008)

通常、排水中のシアン化合物をすぐ分析できない場合は、水酸化ナトリウムを加えて pH12 にして保存する (アルカリ固定) ことが定められている。しかし、無電解ニッケルめっき工場排水に水酸化ナトリウム溶液を加えて、アルカリ固定すると、その排水からシアン化物イオンが検出された。そこで、この工場のめっき工程と排水処理工程を調査し、めっき液と排水を分析して、シアンが検出された原因を検討した。また、めっき用薬剤の反応によるシアン化物イオンの生成量を調べ、生成反応を推定した結果を報告した。

Hydrogen cyanide formation in effluent of printed circuit board plating shop by alkaline fixation

野々村誠, 栗田恵子, 荒川豊, 杉森博和, 小坂幸夫 (都産技研)

Korean Chemical Society The 9th Asian Conference on Analytical Science, (2007)

無電解ニッケルめっき排水に NaOH 溶液を加えてアルカリ固定すると、シアン化物イオン (CN⁻) が検出された。この原因を明らかにするために、工場のめっき工程、排水処理工程を調査し、その原因を検討した。CN⁻が検出された原因は、めっき工程で使用しているペルオキシ二硫酸塩、ニッケルイオン、アミノカルボン酸がアルカリ性にした時に反応して CN⁻を生成すると推定された。

光沢クエン酸ニッケルめっき浴の低 pH 特性

水元和成, 梶山哲人, 棚木敏幸, 土井正 (都産技研)

第 116 回社団法人表面技術協会講演大会, (2007)

クエン酸ニッケルめっき浴のクエン酸は、pH4 以上で主にクエン酸ニッケル錯体を形成し、pH3.5 近傍では酸性クエン酸ニッケル錯体として存在することと、これらの化学種の平衡の基、主となる錯体の形態がめっき反応に関与、電流効率や硬さ等の特性に影響することを明らかにした。本研究では、低 pH 条件における光沢クエン酸浴のめっき特性をワット浴、酢酸浴と比較し考察した。

Ion chromatographic determination of chlorine in

flue gas

野々村誠, 栗田恵子, 荒川豊, 杉森博和 (都産技研), 李卉 (日本ダイオネクス), 保母敏行 (首都大学東京), 金子幹宏 (日本工学院), 岡崎成美 (日環協)

Korean Chemical Society The 9th Asian Conference on Analytical Science, (2007)

排ガス中の塩素を p-トルエンスルホンアミド溶液で捕集し、クロラミンT溶液に変え、これに少量の KCN 溶液を加えて塩化シアンにする。これをアルカリ性下でシアン酸イオンに加水分解した後、イオンクロマトグラフィーで簡便に定量する方法を開発し、実排ガス中の塩素の分析に応用した結果を報告した。

プレス加工品へのドライタッピングに関する研究 (第4報)

—硬質膜コーテッド溝なしタップによる完全ドライタッピング—

基昭夫 (都産技研), 神雅彦, 穴沢憲吾, 大塚信一, 村川正夫 (日本工大), 増田成孝 (株式会社エムケーディ) 第58回塑性加工連合講演会, (2007)

各種コーティング膜を用いたドライ加工の可能性について検討を行った。3種類のコーティングタップと Fe₃O₄ 処理タップによる垂鉛めっき鋼板に対するドライタッピングの可能性に関して検討した結果、CrN コーティングにより最も良好な結果が得られた。

プレス加工品へのドライタッピングに関する研究 (第3報)

—硬質膜コーテッド溝なしタップと無洗浄油によるニアドライタッピング—

基昭夫 (都産技研), 神雅彦, 穴沢憲吾, 大塚信一, 村川正夫 (日本工大), 増田成孝 (株式会社エムケーディ) 第58回塑性加工連合講習会, (2007)

筐体部分に数多く適用されているタッピング工程のニアドライタッピングに関して検討した。TiCN、DLC および CrN の3種類のコーティングタップと Fe₃O₄ 処理タップによる垂鉛めっき鋼板のニアドライタッピングに関して実験した結果、CrN コーティングタップにおいて、20000 穴以上の加工が可能であるという良好な結果が得られニアドライ加工の実用の可能性が示された。

直流・交流電源を併用した高精度消磁

伊藤清 (都産技研)

社団法人日本非破壊検査協会表面探傷分科会セミオープン, (2007)

リング状試料の閉磁路の場合において、直流消磁では

消磁が可能であり、消磁過程での反転回数が少ない場合は最大透磁率は大きく、初透磁率は小さいことが分かった。交流消磁を行った後に直流消磁を行った結果、高精度の消磁が可能となった。また、開磁路である円筒状の場合においては、交流消磁後の直流消磁により高精度な消磁手法が得られた。

照射超高分子量ポリエチレンの熱的挙動及び結晶構造の変化

榎本一郎 (都産技研/東大院), 添田心 (都産技研), 勝村庸介 (東大院)

日本放射線化学会第50回放射線化学討論会, (2007)

超高分子量ポリエチレンに低エネルギー電子線を照射し、熱分析 (DSC) により結晶構造に与える影響を評価した。昇温速度 1.0°C/min で測定したとき、熔融温度が約 2°C 上昇し、結晶化度が増加した。測定結果から結晶サイズを算出した。

パーオキサイドによる ultra high molecular weight polyethylene への放射線グラフト重合

榎本一郎 (都産技研/東大院), 勝村庸介 (東大院), 関口正之 (都産技研)

繊維学会 年次大会, (2007)

放射線照射した ultra high molecular weight polyethylene の酸化挙動を調べ、酸化物を開始点としてグラフト重合を行った。グラフトに及ぼす照射線量の影響、酸化物生成の経時変化、グラフト鎖 (モノマー) の影響について考察した。

Oxidation of Ultra High Molecular Weight Polyethylene irradiated with Low Energy Electron Beams and Subsequent Graft Polymerization of MMA

榎本一郎 (都産技研/東大院), 添田心 (都産技研), 勝村庸介 (東大院)

RadTech Asia 11th International Conference on Radiation Curing, (2007)

素材に超高分子量ポリエチレンを用いて、低エネルギー電子線加速器の加速電圧の違いが素材に及ぼす影響を評価した。加速電圧が 250kV から 80kV に低くなるに従い、表面層 (約 30 マイクロメートル) に著しく影響を及ぼすことが ESR 等の測定結果から判明した。グラフト重合等の表面改質においてはより低い加速電圧で処理することが好ましい。

超高分子量ポリエチレンへの MMA グラフト重合におけるパーオキシラジカルの影響

榎本一郎 (都産技研/東大院工), 勝村庸介 (東大院工), 関口正之, 櫻井昇 (都産技研)

第 44 回アイソトープ・放射線研究発表会, (2007)

超高分子量ポリエチレンに放射線を照射し、FT-IR で酸化物量、ESR でラジカル量を調べた。経時変化により酸化物から生成するパーオキシラジカルが MMA (メチルメタクリレート) のグラフトに及ぼす影響について考察した。

Effects of Structural Factors on Dynamic Properties with Clavicle Reconciled Plate of Titanium Alloy

増子知樹 (都産技研), 小久保邦雄, 熊谷崇 (工学院大), 吉田仁, 国松利和, 古谷幸彦 (株式会社日本ユニテック) 社団法人日本機械学会 バイオエンジニアリング部門 Third Asian Conference on Biomechanics, (2007)

生体インプラントのうち、骨折固定用プレートは、体内埋設時において複雑多方向からの力が作用する。本研究では、プレートの動的特性を詳細に実験評価し、ひずみや応力集中を抑制できる適正形状を検討したので報告する。

肩鎖関節用骨プレートの形状因子が動的特性に及ぼす影響

増子知樹 (都産技研), 小久保邦雄, 熊谷崇 (工学院大), 国松利和, 吉田仁, 古屋幸彦 (株式会社ユニテック) 社団法人日本機械学会 2007 年度年次大会, (2007)

鎖骨骨折時に 1 年間程度体内に埋設固定される骨折固定用プレートは、人の日常的な動作でも複雑な力が作用する。本研究では、プレートの形状の因子がひずみ特性に及ぼす影響を三次元解析によって検討したので報告する。

チタン系材料の高サイクル疲労特性に及ぼす表面処理条件の検討

増子知樹 (都産技研), 小久保邦雄, 熊谷崇 (工学院大), 国松利和, 吉田仁, 古屋幸彦 (株式会社ユニテック) 社団法人日本機械学会 2007 年度年次大会, (2007)

生体インプラントにはチタン系材料が汎用される。特に、生体内環境は、腐食環境下でかつ複雑な力が作用する。本研究では、おもにチタン系材料の表面処理方法として大気酸化処理を取り上げ、723K、5Hour の適正処理条件によって疲労強度が向上することを明らかにした。

チタン系材料の高サイクル疲労特性に及ぼす表面

処理条件の検討

増子知樹 (都産技研), 鄭成万, 岡田繁宣, 小久保邦雄 (工学院大), 青木秀希 (埼玉工大先端科学研究所), 橋本裕紀 (山八歯材工業株式会社)

社団法人日本材料試験技術協会第 234 回 材料試験技術シンポジウム, (2008)

医療用インプラントにはチタン系生体材料が汎用される。体内に埋設されたインプラントには、動的かつ多方向からの力が作用し、破壊に至る事例がみられる。本研究では、チタン系生体材料の表面処理方法について検討し、特に、酸化処理条件の適正化によって静的及び疲労特性が向上することを明らかにした。

肩鎖関節骨プレートの動的特性における適正形状の検討

増子 知樹 (都産技研), 熊谷 崇, 岡田繁宣, 小久保邦雄 (工学院大), 吉田仁, 国松利和, 古谷幸彦 (株式会社日本ユニテック)

社団法人日本機械学会第 20 回 バイオエンジニアリング講演会, (2008)

本研究では、鎖骨骨折用プレートを体内に埋設固定したときの動的特性および疲労特性を実験的に評価検討し、応力ひずみ

培養液中におけるスパッタリングコーティング HA 膜表面の変化

増子 知樹 (都産技研), 橋本裕紀, 藤巻洋人 (山八歯材工業株式会社), 青木秀希 (埼玉工大先端科学研究所) 第 20 回 日本アパタイト研究会, (2007)

歯科用インプラントは、骨固定性を高めるための表面処理として、HA(ハイドロキシアパタイト)薄膜が施される。本研究では、表面の HA 薄膜の培養液中における溶解性と、表面性状の経時的変化を検討した結果、膜厚が 15 μ m 以上にまで増加すると同時に、HA 薄膜上には Ca 欠損の HA 沈着の存在が認められた。

超薄膜 HA コーティングインプラントの力学的特性

増子知樹 (都産技研), 青木秀希, 橋本裕紀 (山八歯材工業株式会社), 櫻庭健一郎, 柳敏汎 (都産技研), 鄭成万, 小久保邦雄 (工学院大)

第 20 回日本アパタイト研究会, (2007)

歯科用インプラントには、奥歯 600N、前歯 200N 程度の繰返し負荷が作用する。本研究では、各種形状のインプラントの疲労特性を実験的に把握した結果、0.2% 以上のひずみ集中部位から破壊することを明らかにした。また、繰返し回数が 500 万回を作用させた場合でも疲

劣破壊しないことから、実用上問題無いことを明らかにした。

各種表面処理したインプラント材料の疲労強度向上

増子 知樹 (都産技研), 基昭夫 (都産技研), 樋口英一 (都産技研), 橋本裕紀, 青木秀希 (山八歯材工業株式会社), 鄭成万, 岡田繁宣, 小久保 邦雄 (工学院大)
第20回日本アパタイト研究会, (2007)

医療用インプラントにはチタン系材料が汎用されている。本研究では、チタン系生体材料の表面処理方法について検討した結果、表面にブラスト処理を施すことで疲労強度は低下するが、酸化前処理により強度向上することを明らかにした。

各種リン系添加剤から形成されたトライボフィルムの膜厚と摩擦特性の比較評価

青木才子, 川口雅弘, 三尾淳 (都産技研), 鈴木章仁, 益子正文 (東工大)
日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2007 秋佐賀, (2007)

本研究は境界潤滑下の摩擦機構に及ぼすトライボフィルムの影響を明らかにすることを目的として、ジアルキルジチオリン酸亜鉛 (ZnDTP) やりん酸エステル等各種リン系添加剤をそれぞれ用いて、軸受け鋼と熱処理鋼におけるトライボフィルムの形成状態を比較検討し、形成したトライボフィルムの膜厚と摩擦摩耗特性との相関性に関して報告した。

Effects of Coexistent Additives on Friction Characteristics and Tribofilm formation of Zinc Dialkyldithiophosphate

青木才子 (都産技研), 益子正文, 鈴木章仁 (東工大)
日本自動車技術会 2007 JSAE/SAE International Fuels and Lubricants Meeting in Kyoto Japan, (2007)

本研究では、自動車エンジン油等で用いられる添加剤ジアルキルジチオリン酸亜鉛 (ZnDTP) と機能の異なる添加剤 (分散剤, 清浄剤, 摩擦低減剤, 油性剤) をそれぞれ共に用いて2成分添加剤共存下における摩擦試験を実施した。2成分添加剤共存下でのトライボフィルムの形成とその摩擦特性に及ぼす共存添加剤の影響に関して報告した。

ZnDTP トライボフィルムの形成に及ぼす共存添加剤の影響

青木才子 (都産技研), 益子正文, 鈴木章仁 (東工大大

学院)

日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2007 春東京 (代々木), (2007)

自動車エンジン油等で汎用の多機能添加剤であるジアルキルジチオリン酸亜鉛 (ZnDTP) から形成されたトライボフィルムが摩擦特性に及ぼす影響を明らかにすることを目的として、機能の異なる添加剤 (分散剤, 清浄剤, 摩擦低減剤, 油性剤) それぞれを ZnDTP と共に用いて2成分添加剤共存下における摩擦特性を研究した。発表要旨を7行以内 (タイトル, 発表者名, 雑誌名等含まず) で記入して下さい。

窒化処理鋼の摩擦特性に及ぼす潤滑油添加剤の影響

青木才子, 川口雅弘, 三尾淳 (都産技研), 益子正文 (東工大)

日本機械学会関東支部第14期総会講演会, (2008)

本研究では窒化処理鋼の摩擦特性を明らかにすることを目的として、プラズマイオン注入装置により窒素イオンを注入した鋼を作製して潤滑下において摩擦試験を実施し、窒素注入鋼の摩耗特性と潤滑油添加剤の挙動に及ぼす窒素注入の効果について検証した。

Dissimilar Metal Joining of AZ31B and AZ91D Magnesium Alloys to Titanium by Friction Stir Welding

Masayuki Aonuma (都産技研), Takuya Tsumura and Kazuhiro Nakata (大阪大接合研)

2nd Asian Symposium on Magnesium Alloys, Extended Abstracts 248-249(2007)

工業用純チタンと AZ31B 及び AZ91D マグネシウム合金とを摩擦攪拌接合法により接合し、母材に含まれるアルミニウム量と接合パラメータが接合界面反応や接合部の特性へ及ぼす影響について検討した。本発表は 2nd Asian Symposium on Magnesium Alloys において Poster Award を受賞した。

摩擦圧接法による純チタンとマグネシウム合金の強度に及ぼす界面反応相の影響

佐伯雄一 (岩手大大学院), 中村満 (岩手大), 青沼昌幸 (都産技研)

溶接学会全国大会講演概要, 第81集, 184-185(2007)

工業用純チタンと市販マグネシウム合金の AZ31、AZ91 および ZK60 とを摩擦圧接法によって接合し、接合界面反応について比較検討を行った。その結果、接合界面でのマグネシウム合金の合金元素とチタンとの反応と、アプセット圧力により接合部の金属組織が異なるこ

となどが要因となり、継手強度に差を生じることが明らかとなった。

純チタンと AZ91D マグネシウム合金の摩擦圧接性に及ぼすアルミニウムの影響

佐伯雄一（岩手大大学院），中村満（岩手大学），青沼昌幸（都産技研）

溶接学会全国大会講演概要，第 80 集，136-137 (2007)

工業用純チタン丸棒と AZ91D マグネシウム合金丸棒とを摩擦圧接法により接合し、接合部断面組織と元素挙動および接合部の引張強さに及ぼす接合パラメータの影響について検討を行った。その結果、AZ91D マグネシウム合金に含まれる β 相の挙動などが、接合界面での反応層生成と接合強さに影響を及ぼすことが判明した。

タフピッチ銅と 5052 アルミニウム合金との重ね摩擦攪拌接合

青沼昌幸（都産技研），津村卓也，中田一博（大阪大接合研）

軽金属学会第 113 回秋季大会講演概要，193-194 (2007)

タフピッチ銅と 5052 アルミニウム合金とを摩擦攪拌接合法により重ね接合し、接合パラメータと金属間化合物の生成が接合部の性質へ与える影響について検討した。その結果、接合界面では Al-Cu 系および Al-Cu-Mg 系金属間化合物が生成し、攪拌部における金属間化合物の種類と厚さが接合強さに影響を及ぼすことが明らかとなった。

ラマン分光測定による DLC 膜の摩耗評価

川口雅弘，青木才子，三尾淳，森河和雄，内田聡（都産技研）

日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2007 秋 佐賀，(2007)

PBII&D 法により、SKH51 上に成膜した DLC 膜について、SUJ2 のボールを圧子とした摩耗試験を行った。形成された摩耗痕をラマン分光測定により評価した。その結果、金属接触部において DLC 膜構造の変化が現れた。それらについて一定の成果が得られたので、上述学会にて口頭発表を行った。

Change in Film Thickness Profile of Perfluoropolyethers during Dewetting

大野修平，加藤孝久（東大），川口雅弘（都産技研）

STLE/ASME International Joint Tribology Conference (IJTC2007)，(2007)

DLC 膜表面上に PFPE を塗布し、その表面状態の時間変化を観察した。その結果、PFPE 潤滑膜はその極性成

分の影響で dewet することが確認できた。dewet の時間変化を画像処理的に解析し、理論的に表面エネルギーの変化を計算した結果、dewet は系の表面エネルギーを安定にする方向へ進行することが確認できた。

DLC 膜表面への有機分子吸着に及ぼす加熱処理の影響

川口雅弘，青木才子，三尾淳（都産技研），加藤孝久，崔峻豪（東大）

表面技術協会第 117 回講演会，(2008)

DLC 膜を Si 基板上に成膜し、その表面に有機分子を塗布して加熱処理を行ったところ、加熱温度、加熱時間に伴い有機分子吸着膜が厚くなることがわかった。得られた実験結果をアレニウスの定理に基づく反応速度論で解析した。実験と計算を比較すると、初期段階においては両者はよく一致するが、最終段階においては実験値は計算値まで到達しなかった。DLC 膜表面の大気汚染が主たる原因のひとつと考えられる。これらの内容について報告した。

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜の摩擦磨耗評価

川口雅弘，青木才子，三尾淳，森河和雄，内田聡（都産技研）

日本機械学会関東支部第 14 回総会講演会，(2008)

SKH51 表面上に PBII&D 法を用いて DLC 膜を成膜し、その摩擦摩耗特性評価をボールオンプレート試験機により行った。その結果、ある程度の摺動により DLC 膜は摩擦係数を下げながら摩耗をはじめることがわかった。そこで摩耗粉をラマン分光法により解析したところ、DLC 構造がグラファイト構造に近いものに変化することがわかった。これらの内容について報告した。

Comparison of vacuum vapor deposition and dip-coating method for PFPE on DLC surface

川口雅弘，青木才子，三尾淳（都産技研），崔峻豪，加藤孝久，熊谷知久（東大）

American Institute of Physics 52nd Magnetic Materials Conference，(2007)

真空蒸着法および浸漬法を用いて、DLC 膜状に PFPE 潤滑膜を塗布し、その吸着量の比較検討を行った。その結果、真空蒸着法によって限りなく単分子層に近い吸着量を達成できた。一方、浸漬法では十分な吸着量を達成できなかった。これは浸漬時に DLC 膜サンプルを大気中に曝露したためだと考えられる。

薄肉 Zn-Al-Cu 系合金ダイカストの強度特性

佐藤健二 (都産技研), 西直美 (日本ダイカスト協会), 早野勇 (株式会社プログレス), 岡野良武 (千葉工科大学院)

社団法人日本鑄造工学会第 151 回全国講演会, (2007)

薄肉ダイカストの高強度化を目的に、Zn-Al-Cu 系合金に強度特性に及ぼす組成と組織の影響を調べた。70×100×0.2mm の矩形形状試験片をホットチャンパダイカストマシンで鑄造した。強度は 3 元系平衡状態図の晶出組織に対応しており、高 Al-低 Cu 合金が優れた特性を示す。ZDC2 に比べ、先端部への鑄造性が改善され、いずれも 30-50%高い強度を示すが、伸びは大幅に減少する。

薄肉亜鉛合金ダイカストの塑性加工性

佐藤健二 (都産技研), 西直美 (日本ダイカスト協会), 早野勇 (株式会社プログレス), 岡野良武 (千葉工科大学院)

日本鑄造工学会第 151 回全国講演大会, (2007)

薄肉ダイカストの高付加価値化を目的に、0.2mm 厚の ZDC2 及び Zn-Al-Cu 系合金の塑性加工性をエリクセン試験で調べた。引張試験片による伸び値が大きい ZDC2 は最も高いエリクセン値を示し、Zn-Al-Cu 系合金もそれぞれの伸びに対応する値を示した。引張試験の伸びの偏差よりも本試験の偏差が少なく、薄肉ダイカストの塑性加工性の評価に有効である。

薄肉 ZDC2 ダイカストの機械的性質に及ぼす湯流れの影響

佐藤健二 (都立産技研), 岡野良武 (千葉工大), 西直美 (ダイカスト協会), 早野勇 (プログレス)

日本鑄造工学会, 第 151 回全国講演大会 (2007)

70×100×0.2 mmの矩形形状の超薄肉 ZDC2 亜鉛合金ダイカストをホットチャンパダイカストマシンで鑄造した。強度は 0.4 mm 厚の同じ形状の試験片よりも 10%程高い。また、強度特性はキャビティ内の溶湯の流れに従って形成されるマイクロ組織と欠陥の分布が強く影響する。この強度特性の違いをマイクロ組織と欠陥分布の解析から明らかとした。

アルミニウム合金ダイカストにおけるハードスポットの変遷

佐藤健二 (都立産技研)

日本鑄造工学会, 第 150 回全国講演大会 (2007)

アルミニウム合金ダイカストの歴史的な変遷について紹介した。1930~1950 年代のハードスポットは、金属間化合物型が多く、鉄ルツボによる低温溶解が原因であった。その後の急速な溶解環境の変化に伴うハードスポ

ットの生成条件などの変化と、その解析事例から発生要因による分類について紹介した。

ZDC2 薄肉亜鉛合金ダイカストの充填性支配要因

佐藤健二 (都産技研), 岡野良武 (千葉工大), 西直美 (日本ダイカスト協会), 早野勇 (プログレス)

日本鑄造工学会 第 151 回全国講演大会, (2007)

70×100×0.2 mmの矩形形状の超薄肉 ZDC2 亜鉛合金ダイカストをホットチャンパダイカストマシンで鑄造した。強度は 0.4 mm 厚の同形状の試験片よりも 10%程高い。また、強度特性は試験片の金型方案依存性があり、湯流れが強く影響する。この強度特性の違いをマイクロ組織と欠陥分布の解析から明らかとした。

ステンレスとの鑄造接合におけるアルミニウム合金溶湯の鉄濃度の影響

佐藤健二 (都産技研), 岡野良武 (千葉工大)

日本鑄造工学会第 150 回全国講演大会, (2007)

鉄濃度の異なるアルミニウム合金溶湯で SUS304 の丸棒を鑄込み、反応性と接合強度との関係について検討した。接合強度は平板接合体の押出試験によって評価した。鉄濃度の増加によって、反応面積率に対する接合強度の増加が認められ、主にマトリックスの強度増加に起因することを考察した。

無鉛低融ホウ珪酸塩ガラスフリット

田中実, 上部隆男 (都産技研), 小島大介, 小野順, 小川泰弘 (日本珪瑯釉薬株式会社)

日本セラミックス協会第 20 回秋季シンポジウム 研究発表会, (2007)

電子ディスプレイ機器等に用いる低融性ガラスフリットやその絶縁コーティング膜などの酸化鉛ガラスの代替として、耐化学性、汎用性や安定性があり、実用性の高いホウ珪酸塩系ガラスについての紹介。プラズマディスプレイパネルや蛍光表示管などの FPD 並びに、チップ抵抗器部材に使用される低融性ガラスの無鉛化の取り組みやガラス材料中の鉛の法規制や除去対策などの紹介。

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ドライ絞り加工

玉置賢次, 寺西義一 (都産技研), 片岡征二 (湘南工科大), 神田一隆, 高野茂人 (株式会社不二越)

第 58 回塑性加工連合講演会講演論文集, 513-514, (2007)

ダイヤモンド膜がトライボロジー特性に優れていることは、これまでの研究で明らかである。しかし、ダイヤモンド膜を塑性加工用工具へ適用した実績が乏しく、普

及していない。そこで、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た。その結果、ダイヤモンドコーテッド工具の有効性および成形品表面性状が良好であることを確認した。

合金工具鋼へのダイヤモンド膜コーティング

玉置賢次（都産技研）、片岡征二（湘南工科大）、神田一隆、高野茂人（株式会社不二越）
平成19年度塑性加工春季講演会講演論文集, 177-178, (2007)

ダイヤモンド膜がトライボロジー特性に優れていることは、これまでの研究で明らかである。しかし、ダイヤモンド膜を成膜できる基材は超硬合金に限られている。そこで、工具として一般に使われているSKD11を基材材質としたコーティング技術について検討した。結果、中間層の適用および中間層表面のセグメント化によりダイヤモンド膜のコーティングが可能となった。

Dry deep-drawing with use of electroconductive ceramic tools

玉置賢次（都産技研）、片岡征二（湘南工科大）、皆本鋼輝（日本タングステン株式会社）

Proceedings of the 3rd International Conference on Tribology in Manufacturing Processes, 175-180, (2007)

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、セラミックスが加工困難であることから、普及が進んでいない。そこで、工具材質に導電性セラミックスを適用し、その放電加工性および絞り性について検討した。その結果、十分な放電加工性と従来の汎用セラミックス以上に高い絞り性があることを明らかとした。

HOPG surface irradiated by metal cluster complex ions (クラスターイオン照射による HOPG 表面の観察)

寺西義一（都産技研）、近藤貢二、藤原幸夫、野中秀彦、小林洋平、久志野彰寛（産総研）、中村和正（中央大）、横沢毅（都産技研）

The Ceramic Society of Japan STAC-JTMC in Japan, (2007)

微細金型の開発の一環として、金型基材のひとつに炭素材料のHOPGを使用することを想定し、金型の剥離促進のための表面改質の方法として、基材表面にクラスター金属錯体の照射を行った。この表面改質を行うことで基材の表面がどのように変化するかを観察、分析して発表した。

SUS304 鋼への窒素プラズマイオン注入における水素添加の影響

三尾淳、青木才子、川口雅弘、森河和雄（都産技研）
社団法人表面技術協会第117回講演大会, (2008)

プラズマイオン注入法を用いて、ステンレス鋼の表面改質を行った。原料ガスは、純窒素、窒素-10%水素混合ガス、及び窒素-20%水素混合ガスの三種類を用いた。処理後の試験片の深さ方向元素分布測定から、水素混合ガスを用いた場合表面層の酸素濃度が若干増加する傾向が認められた。表面硬さは水素混合量の増加とともに低下することがわかった。

アセチレンガスを用いたプラズマイオン注入による DLC 膜の深さ分析

三尾淳、川口雅弘、森河和雄、青木才子（都産技研）、鈴木秀人（茨城大）

社団法人日本機械学会平成19年度茨城講演会, (2007)

プラズマイオン注入装置を用い、アセチレンガスを原料として DLC 膜を種々の処理時間で鉄鋼材料上に成膜して炭素の深さ方向分布を調べ、イオン注入効果と DLC 膜生成の関係について考察した。短時間の処理では DLC 成膜が認められず、イオン注入層のみが存在した。その後、表面での濃度がほぼ100%に達した後に DLC 成膜に移行することが明らかとなった。

Friction and wear properties of carbon coated steel with pre-implantation by PIII

三尾淳、森河和雄、川口雅弘、青木才子（都産技研）、鈴木秀人（茨城大）

15th International Conference on Surface Modification of Materials by Ion Beams (SMMIB-15), (2007)

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。生成された炭素膜は DLC であることを確認した。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。

遊星ボールミル処理したアパタイトのトルエン吸着特性

柳捷凡、瓦田研介（都産技研）、仙名保（慶応大）
第20回日本アパタイト研究会, (2007)

牛骨に有来した天然アパタイト粉体及び活性炭との混合粉体を、遊星ボールミルにより種々の条件で粉砕処理

した。粉碎に伴うアパタイト粉体の結晶構造や粒度分布の変化を調べると共に、トルエン吸着等温線を用いてこれらの粉碎アパタイトのトルエン吸着特性を比較検討した。

Hydroxyapatite Phantom for Precious Analysis of Panoramic Image

モハマド・モミン (医科歯科大), 柳捷凡 (都産技研), 渡辺裕, 尾林直人, 倉林亨 (医科歯科大), 青木秀希 (埼玉工大)

第20回日本アパタイト研究会, (2007)

合成ヒドロキシアパタイト粉体を成形、焼結することにより各種密度のヒドロキシアパタイト焼結体を製作し、これらのヒドロキシアパタイト焼結体をパノラマ線写真解析用ファントムとしての可能性を検討した。

Attempt of Polishing CVD Diamond Film by Non Abrasive Ultrasonic

横澤毅 (都産技研), 高木純一郎 (横浜大), 片岡征二 (湘南工科大), 田中信一 (株式会社ナカニシ)

The Ceramic Society of Japan STAC-JTMC in Japan, (2007)

CVDダイヤモンド膜の研磨方法として、砥粒レス超音波研磨法を開発した。本研磨法は超音波振動するカーボンと反応しやすい研磨工具とダイヤモンド膜との摩擦熱を利用した研磨法である。又、本研磨法で研磨したスローアウェイチップで純アルミを旋削し、研磨しないものとの切削動力及びチップの凝着状態を比較した。その結果、本研磨法の効果が確認された。

伝導妨害波対策用磁界プローブの感度の検討

上野武司 (都産技研)

平成19年電気学会基礎・材料・共通部門大会, (2007)

伝導妨害波測定のための磁界プローブの感度の向上と応用事例を紹介した。巻数を増加させたプローブを試作し、指向性や感度等を測定し評価した。

その結果、測定周波数150kHzから30MHzにおいて感度が向上し、電源線を伝導するノイズの測定が可能となった。また、伝導するノイズ源の特定に有効であることが見出された。

東京都内大気および自動車排出ガス中ナノ粒子における VOCs 成分の分析

吉野彩子 (都産技研), 木下輝昭, 上野広行, 酒井裕香, 岡村整, 横田久司 (都環研)

第48回大気環境学会年会, (2007)

自動車排出ガス由来のナノ粒子の挙動を明らかにする

ことを目的とし、環境大気中での VOCs とナノ粒子の挙動を把握するため大気中および自動車排出ガス中のナノ粒子における VOCs 成分の分析を行った。大気試料、自動車排出ガス試料を比較すると、ピーク形状や数においてほとんど一致しており、ナノ粒子における VOCs 成分は自動車排出ガスの影響が顕著であることが示された。

木質建材製造工場における VOC 排出量調査 (IV) 塗料中の揮発成分比及び塗装方法の違いが VOC 排出に及ぼす影響

木下稔夫, 上野博志, 山口美佐子, 島田勝広 (都産技研), 大越誠 (京都府立大), 片岡厚 (森林総研)

第57回日本森林学会広島大会, (2007)

木質建材製造工場の塗装木材製造ラインにおいての VOC 排出実態を、大気汚染防止法に準拠した方法および VOC 連続濃度変化測定法により測定し、解析を行った。その結果、ウレタン塗料、UV塗料を用いてフローコーター、ロールコーター、エアースプレーによる塗装が行われており、排気ダクトからの VOC 排出実態が明らかになった。

デザインの活用による中小企業の製品開発支援

久慈俊夫 (都産技研)

日本機械学会 講演会 No.07-97 技術と社会部門講演会, (2007)

わが国のデザイン施策の変遷、近年の国、都のデザインに関する報告・提言を基に、中小企業におけるデザイン活用の現状と課題、戦略的デザイン活用の必要性と効果について延べた。都産技研デザインセンターのコンセプトを紹介し、売れるものづくりには、商品企画、設計、試作、販売促進と一貫した戦略的デザインの活用が必要であることを提案した。

インタラクティブ型触覚グラフィックディスプレイのユーザーインターフェース構築

山本卓, 内田優典 (電通大) 島田茂伸 (都産技研), 篠原正美 (産総研), 下条誠, 清水豊 (電通大)

日本バーチャルリアリティ学会第12回大会, (2007)

視覚障害者用ピンディスプレイに入力機能を付加する開発を続けている。今回は、このピンディスプレイの機能であるスクロール、クリック、触図の拡大縮小等の問題点を再確認し、被験者実験による聞き取り調査を参考に問題を解決するものである。

音声連携による重度口障害者の触パターン認知の向上法に関する研究

内田優典, 山本卓 (電通大), 島田茂伸 (都産技研), 篠

原正美（産総研），下条誠，清水豊（電通大）

日本バーチャルリアリティ学会第 12 回大会，(2007)

開発中のペンディスプレイを用いた具体的なアプリケーションの提案を行った。本デバイスは触図を動的に書き換え可能である特徴を有しており、これに音声情報を加えることで、動的に変更され、かつ操作確認用の音声フィードバックを有する触地図ソフトウェアの提案をおこなった。

産技研における新素材への取組み

池田善光，榎本一郎，木村千明（都産技研）

繊維学会 2007 年年次大会，(2007)

繊維学会年次大会において企業・大学、公的機関の研究紹介の場として企画された「交流スペース」において、産技研事業化支援部の墨田、八王子支所に於いて取り組まれた繊維関連新素材に関する研究成果を、実際の製品の展示を行いながら紹介した。

塩ビ系壁面の再資源化技術の開発

樋口明久，窪寺健吾（都産技研），綱本吉之助，西下孝夫，赤星裕（アールインバーサテック株式会社），室井野州夫，荒井峰夫，平川祥博（三喜産業株式会社）

平成 19 年繊維学会年次大会，(2007)

建築系内装廃材の中で、塩ビ系壁紙は 5 割がゴミとして排出されている。廃棄物の再利用は、樹脂は再生樹脂原料として利用されているが、繊維はその殆どが焼却や埋立処分されており、有効な利用技術の開発が求められている。壁紙を分離処理した後の塩ビ樹脂含有量が少ない繊維回収技術を確認したことで、回収された繊維を紙状に加工して壁紙への再生品化が可能となった。

再生原料との複合化によるポリエステル繊維のオリゴマー溶出抑制

山本清志（都産技研），河原豊（群馬大院），伊藤浩志（山形大院），鞠谷雄士（東工大院）

繊維学会年次大会，(2007)

元来オリゴマー含有量の少ない回収 PET ボトル原料を芯鞘型複合繊維の一分成分として利用し、高速紡糸条件における繊維構造形成と環状 3 量体オリゴマーの溶出性との関係について報告した。特に芯鞘繊維からの 3 量体溶出性については、鞘成分の繊維構造を発達させることによって効果的に抑制できることを示した。

軸穴同時加工と加工法による微細工具の放電加工

山崎実（東京都環境整備公社），鈴木岳美，森紀年，寺西義一（都産技研），國枝正典（東農工大）

日本材料試験技術協会第 231 回材料試験技術シンポジ

ウム，(2007)

軸穴同時マイクロ放電加工法と加工穴を利用したマイクロ放電加工を応用することにより微細工具を成形し、これらを用いて切削、研削、超音波加工などを行い、その結果、針状化法、へら状化法、軸穴同時法加工により効率的に 3 種類の切削工具を成形し、それぞれ切削工具として利用できることの発表を行った。

油分の脱着に伴う衣類の変色事故

吉田弥生，池田善光（都産技研）

日本繊維製品消費科学会 2007 年次大会，(2007)

繊維製品には様々な油剤が付着しており、これらの脱着に伴う変色事故が繰り返し発生している。特にドライクリーニングにおいては、製品に加工されている加工剤が脱落し易いため事故の発生が多い。そこで、油剤の種類、付着量、繊維素材、色等と、油剤の脱着に伴う色変化との関わりを検討し、どのような衣類にこの種の事故が生じやすいのかの知見を得た。

竹繊維の取り出しとその精製

池田善光，山本清志，小柴多佳子，吉田弥生，小林研吾，宮本香（都立産技研）

日本繊維学会製品消費科学会，(2007)

衣料用新素材として竹繊維が話題となっていますが、鑑別技術が確立していないために表示の間違いが指摘される例が多く見られる。そこで実際に竹稈より竹繊維を取り出し竹繊維の鑑別手法を確立するとともに、不純物である柔細胞を効率的に取り除き純粋な竹繊維とする方法も合わせて確立した。

照明用 LED モジュール測光システムの開発

岩永敏秀，山本哲雄，中村広隆（都産技研）

第 19 回照明学会全国大会，(2007)

LED モジュールを照明用光源として用いるために重要な測光量（照度・光度・配光・全光束）を測定するシステムを開発した。測光不確かさを低減するために、LED モジュールを設置する際の角度ずれを小さくするための手法の提案、光度を求める際の距離の逆二乗則からの外れを実験で検証し、測定に最適な距離の算出を行った。

ネズミの超音波コールを探る

加藤光吉，神田浩一（都産技研），渡辺洋介（有限会社生物環境研究所），谷川力，謝林（イカリ消毒株式会社技術研究所）

電子情報通信学会（日本音響学会共催）超音波研究会，(2007)

都市部に多く生息するクマネズミを中心に、その超音波コールの分析を試みた。その結果、幼獣期では日令を経るに従い発生超音波は45kHz前後から25kHz前後にまで下がるとともに、発生時間が長く安定することが判明した。また、人工的に発した超音波に追従するように合唱するとともに、発生波形も人工的な超音波の波形に類似し、コミュニケーションの可能性が示唆された。

投影型軟X線顕微鏡での位相情報を考慮した回折ボケの修正

鈴木剛志(千葉大), 本田捷夫, 椎名達雄(千葉大), 伊藤敦(東海大), 金城康人(都産技研), 吉村英恭(明治大)

第21回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, (2008)

波長1.77nmの軟X線を用い、拡大投影型軟X線顕微鏡で撮影したヒトHeLa細胞や直径1-2 μ mのラテックス球の画像に含まれるフレネル回折ボケをイタレーション法により修正した。両試料ともボケ自体は除去されたが、ラテックス球については、球内部を透過するX線の減衰量を正しく復元できなかった。イタレーションにおける位相分布の収束の問題を中心に原因を検討する。

フレネル回折ボケ像の修正とその軟X線顕微鏡への応用

鈴木剛志(千葉大), 本田捷夫(千葉大), 椎名達雄(千葉大), 伊藤敦(東海大), 金城康人(都産技研), 吉村英恭(明治大)

光計測シンポジウム2007, (2007)

シンクロトロン放射光のビームラインに構築した拡大投影型軟X線顕微鏡で撮像した、ヒトHeLa細胞(直径10-15 μ m)の像に含まれるフレネル回折ボケの修正を、イタレーション法により試みた結果、ボケの除去に成功した。一方直径1-2 μ mのガラスキャピラリーでは同様の処理が不首尾に終わった。今後画像処理、撮像装置の両面からその原因を検討する。

「バイオ燃料の由来判別のための簡易C14測定技術」

斎藤正明, 中村優, 山崎正夫(都産技研), 日本アイソトープ研究会第44回アイソトープ・放射線研究発表会, (2007)

一度抽出済みのバイオガソリンを再度水で抽出し、一段目及び二段目の抽出水の計数値からバイオエタノール含有率を算出する手法を開発した。実験の都度、回収率あるいは成分組成が変化しても、回収率未知のまま、バイオガソリン中のエタノール含有量を決定できる。バイ

オガソリン E3 レベルのバイオエタノール含有比0%,1%,2%,3%の判別が十分可能であった。

「バックグラウンド計測を必要としない電解濃縮トリチウム水測定法」

斎藤正明(都産技研), 今泉洋(新潟大), 加藤徳雄(愛媛県立医技大), 石井吉之(北大低温研), 高橋優太(新潟大), 斎藤圭一(北大)

第44回アイソトープ・放射線研究発表会, (2007)

濃縮試料の計数率から未濃縮試料の計数率を差し引き(濃縮倍率-1)で除して試料計数率を算出する手法を開発した。バックグラウンド計数を差し引くことなく正味の計数率を得ることができ、バックグラウンド計測自体を不要とする測定法としても有用である。

「降水中におけるトリチウムと非海塩起源カルシウムとの間の濃度相関性」

高橋優太, 今泉洋(新潟大), 斎藤正明(都産技研), 加藤徳雄(愛知県立医技大), 石井吉之(北大低温研), 斎藤圭一(北大)

第44回アイソトープ・放射線研究発表会, (2007)

降水中トリチウム濃度と非海塩起源カリウムの割合を観測した。両者の相関性から、降水中トリチウム濃度は高濃度な大陸起源と低濃度な海洋起源の混合比によって決定されるものと考えられた。

PSL装置の性能評価及び保守に用いる標準試料作製の試み

関口正之, 山崎正夫(都産技研), 後藤典子(元都産技研) 第43回日本食品照射研究協議会 年次大会/関係機関共催シンポジウム, 講演要旨集 p21(2007)

モンモリロナイト、ベントナイト、ドロマイトなどの粘土鉱物、未照射時の発光性を調べた。次に照射し鉱物のPSL発光量を比較し標準試料に適した鉱物を選択しPSL用標準試料の作製方法を検討したが安定な素子の作成は困難であった。一方、一部のガラス繊維ろ紙及び粘土鉱物を含む光沢紙は照射に対して安定した発光を示し標準試料となりうる可能性があった。

TL法、PSL法による香辛料の放射線照射歴判定の相関について

関口正之, 山崎正夫(都産技研), 等々力節子, 穂原昌司(食総研)

第44回アイソトープ・放射線研究発表会, (2007)

海外で購入したスパイスについて、TL法及びPSL法で照射食品の検知試験を行った。TL測定の結果、9品目でGlow1において150~250℃の間に発光ピークが認

められた。そのうち 8 品目は TL 比が 1.0 以上、1 品目が 0.1 以上であり照射が疑われた。TL 法では未照射判定にもかかわらず、PSL 法では計数値の増加と積算計数は未照射判定の閾値を超えるケースが認められた

イオン注入によるダイヤモンド表面へのカラー文字描画法

谷口昌平 (都産技研), 渡邊宝 (有限会社ゼロポイント), 齊藤幸典 (山梨大)

社団法人表面技術協会第 116 回講演大会, (2007)

ジュエリー用ダイヤモンドにイオン照射することにより、照射部をカラー化することに成功し、イオン種、照射量とカラーの関係性を明らかにした。さらに、金属製のマスクを通し、照射することにより、文字やマークをダイヤモンド表面に描画する技術を考案した。

鉄注入アルミナグラニューラ層への金イオン照射による鉄ナノ粒子の形状変化の磁場印加 CEMS による研究

鳥山保, 加藤拓, 若林英彦 (武蔵工大), 谷口昌平 (都産技研), 林伸行 (久留米工大), 坂本勲 (法政大)

第 26 回法政大学イオンビーム工学研究所シンポジウム, (2007)

アルミナへ低エネルギー (100keV) Fe 注入するとアルミナ中に Fe 粒子が形成される。その後 Au イオンを 3 MeV で注入すると、微粒子の形状やサイズが変化することがわかった。この解析をメスガウアー分光により行い、Au イオン注入効果を検討した。

高エネルギーイオン照射とスパッタコーティングによるチタン基板上リン酸カルシウム膜の形成

谷口昌平, 関口正之, 金城康人, 宮崎則幸, 加沢エリト (都産技研)

第 20 回日本アパタイト研究会, (2007)

骨親和性向上を目的に、チタン基板上にリン酸カルシウムをスパッタコーティングし、さらに膜強度向上のため、高エネルギーシリコンイオン照射をおこなった。この基板について、XPS 分析、SEM 観察、断面 TEM などにより膜質を調べ、スクラッチ試験により強度向上を確認した。さらに骨芽細胞やラットによる実験により、処理した基板は骨が早期に形成されることが明らかになった。

JIS における医療機器のエンドトキシン試験法の問題点

細渕和成 (都産技研), 棚元憲一 (国立医薬品食品衛生研) 日本防菌防黴学会第 34 回年次大会, (2007)

平成 17 年に改正薬事法が施行され、多くの医療機器が認証基準として JIS 化された。この JIS 化に伴って、医療機器にエンドトキシン試験法が導入された。JIS における医療機器のエンドトキシン試験法の問題点を明らかにするとともに、その解決策を提示した。

AVF 金属針からのエンドトキシンの回収方法の確立

細渕和成 (都産技研), 棚元憲一 (国立医薬品食品衛生研) 日本防菌防黴学会第 34 回年次大会, (2007)

AVF 金属針からのエンドトキシンの回収方法を確立するために、添加回収試験を行い、この結果、次の方法により、AVF 金属針からエンドトキシンを効率よく回収することがわかった。すなわち、100mL 共栓付き三角フラスコに細切した AVF 金属針を入れ、ついで 36 μ mol EDTA-4Na 溶液 40 mL を加える。この三角フラスコを氷冷下 20 分間超音波処理 (28kHz) する。

ICP 発光分析法および ICP 質量分析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 48 回機器分析講習会第 1 コース : ICP 発光分析および ICP 質量分析の基礎と実際, (2007)

金属元素の微量成分分析法の中心となっている ICP 発光分析法および ICP 質量分析法について、両分析法の測定原理および市販機器の変遷を解説した。装置のハードウェア構成部毎の特徴を示し、分析目的に応じた装置選択の重要性について説明した。関連 JIS 規格である K 0116 「発光分光分析通則」や K 0133 「高周波プラズマ質量分析通則」についてもそれらの改正版の概要を解説した。

イオン化蒸着法によって成膜した DLC 膜の機械的特性

加藤孝久, 角田敦, 荻塚豪 (東大), 疋田康弘 (大豊工業), 川口雅弘 (都産技研)

日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2007 春 東京 (代々木), (2007)

DLC 膜をシリコン基板上にイオン化蒸着法により形成し、その膜の硬さやヤング率をナノインデンテーション法により評価した。さらに、ヘルツ理論に基づいて DLC 膜内部応力の計算を行い、スクラッチ試験により得られた臨界荷重との整合性について検討した。

水酸基の吸着に及ぼす DLC 添加元素の影響

川口雅弘 (都産技研), 荻塚豪, 加藤孝久 (東大), 三尾

淳 (都産技研)

日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2007 春
東京 (代々木), (2007)

DLC 膜をシリコン基板上に形成し、その上に PFPE 潤滑膜を真空蒸着法、浸漬法にて塗布した。DLC 表面上の PFPE の化学吸着層について、その吸着形態や DLC 成膜最適条件を模索し、吸着層がトライボロジー特性に及ぼす影響について明らかにした。

Dewetting の進行に伴う PFPE 潤滑膜プロファイルの変化

大野修平, 加藤孝久 (東大), 川口雅弘 (所属)

日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2007 東京, (2007)

ハードディスク表面上に塗布した PFPE 潤滑膜の dewetting 現象について、dewetting の時間変化と潤滑膜厚の断面プロファイルとの関係を定量化した。その結果、dewet した領域の膜厚は塗布直後は 2nm 以下であるが、時間経過と共に安定状態に向かい厚化することがわかった。

ナノ潤滑膜表面平滑性に及ぼす水滴の影響

加藤孝久, 桜井健一, 大野修平 (東大), 川口雅弘 (都産技研)

日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2007 春東京, (2007)

ハードディスク表面上に塗布した PFPE 潤滑膜に水滴を形成し、水滴直下の PFPE 潤滑膜の断面プロファイルを測定した。その結果、水による接触角測定を行う場合は、厳密には Young の式が適用できないことがわかった。

An NADH fluorometric biosensor using UV-LED excitation system for ethanol determination

Tomoko GESSEI, Elito KAZAWA [都産技研],

Hiroyuki KUDO, Hirokazu SAITO, Kohji MITSUBAYASHI [東医歯大]

Masayuki Sawai, Motoharu Takao [東海大学]

The 9th Asian Conference on Analytical Sciences & The 40th Convention of The Korean Society of Analytical Sciences, (2007)

本研究は、NAD⁺や NADP⁺を補酵素とする脱水素酵素 (アルコール脱水素酵素 (ADH)) を利用することで、NADH を測定して ADH の基質であるエタノールを高精度に検出することができるバイオセンサシステムに関するものである。本バイオセンサシステムは、10.0~250 μ mol/L (R=0.996) というように高精度に NADH を測定することができる。

Bioelectronic gas sensor (Bio-sniffer) with ALDH enzyme for aldehyde chemicals

Tomoko GESSEI, Elito KAZAWA [都産技研],

Hiroyuki KUDO, Hirokazu SAITO, Kohji MITSUBAYASHI [東医歯大学]

Hitoshi SATO [東海大学]

The 9th Asian Conference on Analytical Sciences & The 40th Convention of The Korean Society of Analytical Sciences, (2007)

アセトアルデヒドガスは特定悪臭物質の一つであり、その許容量は ACGIH により 25ppm とされている。本研究では、アセトアルデヒドガスの簡便な計測のため、酵素触媒反応を使用した生体電氣的ガスセンサ (バイオスニファ) を構築した。このスニファは、気相において 0.2~4.0ppm の定量範囲でアセトアルデヒド計測に使用でき、またホルムアルデヒドの評価にも応用できる。

ヒドロキシアパタイト-N, F ドープチタニアのメカノケミカル複合化に伴う色素吸着と光分解特性の変化

渡辺洋人 [都産技研],

田中大介, 仙名 保 [慶應義塾大学]

第 20 回日本アパタイト研究会, (2007)

本研究は、光触媒性能向上を目指した N,F ドープチタニア (NFT) の調製と、天然骨由来の焼成骨粉と NFT とのメカノケミカル複合化のプロセス開発を目的としている。各段階で得られた微粒子複合材料の特性としては、アリザリンレッド S (ARS) を指標物質とし、その吸着および光分解特性を評価した。

アリールアミノ基を有する新規フェナジン系色素の合成と γ 線検出材料への応用

川合貴史, 太刀川達也 (埼玉工学部), 関口正之 (都産技研)

日本化学会 第 88 回 春季年会(2008)

γ 線照射によるフェノキサジン系カラーフォーマーの発色はフェナジン系カラーフォーマーより発色の感度が劣っている。青色発色をするフェノキサジン系カラーフォーマーの発色感度を高めるため、ジエチルサフラニンにアリール置換基を導入した。合成した色素は、色素骨格内の共役が伸びるため、極大吸収が長波長側にシフトした。また目視による各溶液中の色の違いも確認できた。

インダミン色素の合成と γ 線検出材料への応用

山田裕樹, 太刀川達也 (埼玉工学部), 関口正之 (都産技研)

日本化学会 第 88 回 春季年会(2008)

γ 線の照射によるインダミン系カラーフォーマーについて、発色感度を高めるためにラジカル発生剤として共存する溶媒のアセトニトリルにクロロフォルムを添加して発色の変化を調べた。クロロフォルム添加量の増加に伴い 725nm の吸光度は増加したが、添加量が多くなるに従い増加割合は小さくなることがわかった。また、照射線量により発色の極大波長が変化することがわかった。

カルバモイル基を有するロイコフェノキサジン系カラーフォーマーの合成と γ 線検出材料としての機能評価

稲垣 翔(埼玉大院理工学研究科), 太刀川達也(埼玉大工学部), 関口正之(都産技研)

日本化学会 第 88 回 春季年会(2008)

カルバモイル基を保護基中に有する新規フェノキサジン系カラーフォーマーを合成し、カルバモイル基中の窒素に置換したプロトン数やアルキル基に置換した塩素のガンマ線に対する感度に与える影響を評価した。カルバモイル基中の N-H 結合が多いほうが γ 線に対して良く青色に発色し、いずれも吸収線量に比例して着色は大きくなった。

フェナジン色素の合成と γ 線検出材料としての応用

千葉 博資, 太刀川 達也(埼玉大工学部), 関口 正之(都産技研)

日本化学会 第 88 回 春季年会(2008)

フェノキサジン系カラーフォーマーよりもガンマ線検出感度の高いフェナジン系カラーフォーマーを合成し、これを元にカルバモイル基を保護基中に有する新規フェナジン系カラーフォーマーについても合成した。新規フェナジン系カラーフォーマーの γ 線照射による発色特性を調べた結果、合成したフェナジン系カラーフォーマーは優れた γ 線検出材料になる可能性があった。

ロイコフェノチアジン系カラーフォーマーの合成と γ 線検出材料としての機能評価

倉知由佳, 太刀川達也(埼玉大学工学部), 関口正之(都産技研)

日本化学会 第 88 回 春季年会(2008)

フェノチアジン系カラーフォーマーは、対応するフェノキサジン系カラーフォーマーよりも、より安定なことが知られている。今回保護基の異なる新規フェノチアジン系カラーフォーマー 1a-d (4種類) を合成し γ 線に対する発色感度、及び経時的な安定性、機能評価を行った。新規色素はフェノキサジン系カラーフォーマーはより安定

であったが、保護基の違いは発色感度に影響を与えた。

Anti-sticking property of nano-imprinting mold modified by carbon ion irradiation (炭素イオン照射による微細金型の離型性の特性)

寺西義一, 石束真典(都産技研), 小林知弘(理研), 横沢毅, 三尾淳(都産技研)

15th International Conference on Surface Modification of Materials by Ion Beams in INDIA, (2007)

微細金型の開発の一環として、金型基材のひとつにホウケイ酸ガラスを使用し、金型の剥離促進のための表面改質の方法として、基材表面に炭素イオン照射を行った。この表面改質を行うことで熱硬化性樹脂の転写に成功した。さらに基材の表面がどのように変化するかを観察、分析して発表した。

Change of ion implanted polyimide films surface after heat treatment (イオン照射によるポリイミドフィルムの熱処理後の変化)

寺西義一, 石束真典, 川口雅弘(都産技研), 中村和正(中大), 玉置賢次, 横沢毅, 三尾淳(都産技研)

第 18 回日本 MRS 学術シンポジウム, (2007)

微細金型の開発の一環として、金型基材のひとつにポリイミドフィルムを想定した。表面改質のためにイオン照射したポリイミドフィルムを熱処理する事により表面に皸が発現する事を見出した。このイオン照射したポリイミド基材の表面の観察、分析を行った内容を発表した。

鉄注入アルミナグラニューラ層への金イオン照射による鉄ナノ粒子の形状変化

橋本大, 加藤拓, 若林英彦, 鳥山保(武蔵工大), 谷口昌平(都産技研), 林伸行(久留米工大), 坂本勲(法政大)

第 44 回アイソトープ・放射線研究発表会 (2007)

アルミナへ低エネルギー (100keV) Fe 注入するとアルミナ中に Fe 粒子が形成される。その後 Au イオンを 3 MeV で注入すると、微粒子の形状やサイズが変化することがわかった。この解析をメスガウアー分光により行い、Au イオン注入効果を検討した。

研究発表一覧／総説

やさしい材料分析技術 第1回 各種用語の概念と分類

上本道久 (都産技研)

溶接技術, 55(5), 135-142, (2007)

材料分析技術について、分析技術という語自体の定義、定性分析と定量分析、バルク分析と局所分析、破壊分析と非破壊分析、および絶対分析と相対分析などの用語について解説し、定量分析法の種類について概観した。更に接合材料領域における材料分析の対象となる試料に関して、JISで規定されている全てのはんだおよびろうの種類と化学成分量を列挙して提示した。

やさしい材料分析技術 第2回 分析方法の分類と解説

一 湿式化学分析・蛍光X線分析など一

上本道久 (都産技研)

溶接技術, 55(6), 130-134 (2007)

材料分析技術について、重量分析と容量分析(滴定分析)に代表される湿式化学分析法について解説した。また蛍光X線分析装置について、検出部の機構によって波長分散型とエネルギー分散型とに大別されることを示した。その他電子プローブ(X線)マイクロアナリシス、アーク発光分析法、スパーク発光分析法についてもそれらの原理と特徴について解説した。

やさしい材料分析技術 第3回 分析方法の解説(2)

～原子スペクトル分析・原子質量分析～

上本道久 (都産技研)

溶接技術, 55(7), 137-142, (2007)

材料分析技術について、原子吸光分析法や誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-AES)などの原子スペクトル分析法の解説を行い、関連JIS規格についても説明した。プラズマ中で生成したイオンを質量分析部に導入して定性および定量を行う、誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)についても装置のハードウェアを中心に解説した。

やさしい材料分析技術 第4回 分析値の信頼性

上本道久 (都産技研)

溶接技術, 55(8), 127-132, (2007)

材料分析技術について、様々な手法で得た測定値を分析値として報告するために必要な事項について解説した。有効数字、検出限界、定量下限および感度について、そ

れぞれの用語の定義を詳しく説明した。また、不確かさを始めとする分析値の信頼性の概念とJISにおける現状について解説した。更に不確かさの見積りについて、その基本的なプロセスを提示した。

ろう材、原材料の規格と分析法

上本道久 (都産技研),

ぶんせき, (12), 560-561 (2007)

JISで規定されている11種のろうおよび8種の貴金属ろうの材料規格をそれぞれの化学成分と共に示し、代表的な銀ろうについてはJISと併せて米国(AWS)や欧州(EN)規格、更にISOでの取り組みについて解説した。ろう材の分析方法についても現在のJISを概観し、一部の材料で煩雑な化学分析法が規定されているのみで、ICP発光分析法を主とした標準化が必要なことを説明した。

低融性ガラスフリットの無鉛化の現状と動向

田中実 (都産技研)

電気ガラス, 38号, pp.18-24, (2007)

電子ディスプレイ機器等に用いる低融性ガラスフリットやその絶縁コーティング膜などの酸化鉛ガラスの代替として、耐化学性、汎用性や安定性があり、実用性の高いホウ珪酸塩系ガラスについての紹介。プラズマディスプレイパネルや蛍光表示管などのFPD並びに、チップ抵抗器部材に使用される低融性ガラスの無鉛化の取り組みやガラス材料中の鉛の法規制や除去対策などの紹介。

東京都産スギ材の用途拡大に向けた取り組み 一 木質ボード及び活性炭原料としての検討一

瓦田研介 (都産技研)

木材工業, 第63巻, 第2号, 93-95, (2008)

東京都産スギ材の用途拡大を目的とした研究事業の成果についてその概略を論述した。スギ間伐材から得られたチップを用いたパーティクルボードの製造技術開発では、スギの軽量・軟質という特徴を生かした軽量・高強度のボードが製造可能であることを確認した。また、スギ間伐材から水道用粉末活性炭を製造できることを示した。

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

水野裕正 (都産技研)

「計測標準と計量管理」, Vol.57, No.1, p 56~p 57, (2007)

当センターのマネジメントシステムの構築により平成18年12月に電気(直流・低周波)分野における「直流抵抗」で計量法校正事業者登録制度(JCSS)の登録認

定取得を紹介した。また、電気標準と温度標準のトレーサビリティと標準器管理の取り組みを紹介した。

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

水野裕正（都産技研）

「JEMIC 計測サークルニュース」, Vol.36, No.2, p6～p9, (2007)

当センターのマネジメントシステムの構築により平成18年12月に電気（直流・低周波）分野における「直流抵抗」で計量法校正事業者登録制度（JCSS）の登録認定取得を紹介した。また、電気標準と温度標準のトレーサビリティと標準器管理の紹介を行った。

擬静止状態からの広いすべり速度範囲における鋼の協会摩擦特性

青木才子（都産技研）、益子正文（東京工業大学）

トライボロジスト, 53巻, 3号, 156ページ, (2008)

自動車など摺動部品では、車両燃費向上のための不要な摩擦損失低減が重要な課題となっている。本技術解説では、摩擦の速度依存性（速度特性）という現象に焦点を当て、境界潤滑下の摩擦速度特性や潤滑皮膜の挙動に及ぼすすべり速度や表面粗さの影響について解説し、境界潤滑下の摩擦理論について論じる。

超薄肉亜鉛合金ダイカストにおける充填性とその諸性質

佐藤健二（都産技研）、西直美（日本ダイカスト協会）、

早野勇（株式会社プログレス）

日本鋳業協会 鉛と亜鉛, 第43巻, 第4号, 37.44, (2007)

これまで世界で目標としていた亜鉛ダイカストの薄肉限界（0.3mm）をはるかに超える0.2mmの casting に成功した。これを達成した casting 条件と組織、欠陥の関係について調べた結果について報告した。（2006年日本ダイカスト会議論文集 JD06-25（2006年11月）、日本ダイカスト協会からの著作物掲載許可）

まほろん2号炉（南相馬市大船追A遺跡15号炉の復元炉）における操業条件

（都産技研）佐藤健二

福島県文化財センター白河館, 研究紀要2006, P.81-90, (2007)

南相馬市大船追A遺跡で発掘調査された15号炉を基に同規模の製鉄炉を復元した。地元の砂鉄原料と木炭を使い、この復元炉による鉄づくりの実験を2005年11月に白河市の福島県文化財センター「まほろん」で行っ

た。操業時の炉内温度の測定、及び得られた鉄塊のマイクロ組織を調べた結果を報告した。

スプレーガンの基礎概念と最近の開発トレンド

木下稔夫（都産技研）

塗装技術, Vol.46, No.9, p57-64, (2007)

美観・保護や環境に配慮したスプレー塗装の視点から、スプレーガンを用いて行う、吹き付け塗装の基礎と考え方について解説を行った。また、スプレーガンの開発動向について、最近よく耳にするキーワードとスプレーガンを販売しているメーカーに対するアンケート結果から解析した。

重度視覚障害者のための”感じる”パソコン

島田茂伸（都産技研）

公衆衛生情報, Vol.37, No.11, pp.46-47, (2007)

本誌の読者である市町村や保健所の保健師や行政医など公衆衛生関係者を対象に、重度視覚障害者用ペンディスプレイの開発を紹介し、工学に疎遠である研究者や当該分野の専門家が理解できるように簡便に、かつ平易に論述した。

放射線の人体影響

金城康人（都産技研）

ユビキタスセンサ技術とセンサ産業創出, 第4章-2, pp.69-74, (2007)

放射線の人体影響を、高線量・低線量それぞれの場合に分けて解説した。まず原爆や事故の経験から、被ばくにより人体に現れる症状とその機構、またそれら影響の区分法について概説した。一方発癌との関連から、最近関心が持たれる低線量放射線の影響に関する近年の研究成果を例示し、放射線を「正しく怖がる」ことの重要性和、専門家・行政・メディアの責任について言及した。

放射線センシングと産業利用

鈴木隆司（都産技研）

ユビキタス・センサ技術とセンサ産業創出, 62-68, (2007)

放射線センシングの動向と原理について解説した。更に産技研がこれまで取り組んできた放射線を利用した機器の開発事例（貴金属品位評価装置、二成分濃度計、X線厚さ計、骨密度測定装置）について述べた。

照射食品検知用光ルミネッセンス装置の開発と実用化

関口正之（都産技研）

社団法人日本アイソトープ協会 ISOTOPE NEWS,

2007年5月号，p2～p6「展望」欄，(2007)

光ルミネセンス（PSL）法の原理と開発の歴史，欧州標準規格（EN13751）の内容と行政検査での使用実績をふまえ，対象となる照射食品における測定感度と照射判定の関係及び環境による影響について解説した。また，当センターで共同開発した光ルミネセンス装置の製品化の過程と英国 SURRC 製装置との比較，国内における今後の公定法化への課題についても述べた。

イオン注入によるダイヤモンドへのカラー描画技術

谷口昌平（都産技研）

Isotope News, 12, p11-13, (2007)

平成19年度から進めている共同研究において、イオン注入によりダイヤモンドをカラー化する技術、および文字などを描画する技術について研究している。この成果の中で、学会等で報告した部分を解説した。

七支刀復元・研究報告

鈴木勉（工芸文化研），河内國平（刀匠），佐藤健二（都産技研），濱田善玲（濱田工房），奥村公規（金工）

（財）由良大和古代文化研究協会 研究紀要，第12集，P.1-40, (2007)

4世紀に百済から伝えられたとする石上神宮所蔵の国宝「七支刀」の復元実験を行った。金石学的な検証、論文調査、現品の形態的な調査を行い、鍛造及び鑄造で七支刀の復元を試みた。これらの検証実験から、これまでの鍛造説とされた七支刀は鑄造によって可鍛鑄鉄で造られた可能性がある。七支刀の形態的な特徴が近似し、表面の銘文の彫刻・象箆も可能であった。

研究発表一覧／著書

分析値の提示と分析値の意味

上本道久（都産技研），
現場で役立つ化学分析の基礎、平井昭司監修、日本分析
化学会編、オーム社(2006)
化学分析の現場で求められている技術者の分析技術の取
得と向上に向けて、ピペットや電子天秤の使い方、標準
液の使用とトレーサビリティ、分析環境の選択、試薬の
使い方、試料の前処理、分析の信頼値の確保等、基本事
項を中心に解説した(ISBN4-274-20203-8)。

鑄造欠陥とその対策

佐藤健二（都産技研）他 13 名，共著
（社）日本鑄造工学会編
（社）日本鑄造工学会発刊（2007）
鉄系及び非鉄系合金鑄物，非鉄合金ダイカストの欠陥
を外観不良，内部欠陥，特性不良に分類し，その欠陥事
例とその対策について記載した図集。欠陥ごとの製造法，
材質，欠陥の状態，発生箇所，原因，対策について解説。
マグネシウム合金鑄物とダイカストの分野を執筆担当し
た。(ISBN4 -9902781 -6 -X -C3057)，A 4 版，259
頁

制振工学ハンドブック

高田省一（都産技研），
制振工学ハンドブック、制振工学ハンドブック編集委員
会編、コロナ社(2008)
制振関連分野を集大成した全 6 編からなるハンドブック
の第 6 編基礎資料のうち、第 2 章 研究の動き 2.3 文献
調査資料、第 3 章 基準、規格 3.1 用語、単位 3.2 材
料関係規格において、研究開発に有用な情報提供を目的
として、解説した(ISBN 978-4-339-04585-7)。

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 中島 茂
委員 三上和正 佐藤健二 上部隆男 澤近洋史
事務局 横田裕史 柳澤正樹 深澤正美 塚本利夫
表紙デザイン 藤田 茂

登録番号 20 (西) 14

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3号

平成20年11月14日発行

発行 地方独立行政法人
東京都立産業技術研究センター
〒115-8586 東京都北区西が丘 3-13-10
TEL (03)3909-2151 (代表)
FAX (03)3909-2590
URL <http://www.iri-tokyo.jp/>

印刷会社 株式会社 和幸印刷
〒162-0812 東京都新宿区西五軒町 7-10
TEL (03)3235-1031 (代表)
FAX (03)3235-2388

※ 本研究報告書から転載する場合には、前もって都産技研に連絡の上、了承を得て下さい。本研究報告の内容は、ホームページからもPDFファイルとして提供しております。

研究報告 第3号
平成20年