

ISSN1881-8676  
CODEN:KHCDBB

# 研究報告

第10号 (2015)

Bulletin of Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute No.10



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10号  
平成27年

目次

論文

低消費電力・低コスト・高耐久性のマイクロヒータの開発	山岡 英彦	2
テラヘルツ連続波を用いた誘電体・半導体の電気特性評価	時田 幸一, 太田 優一	6
AD12合金鋳物の衝撃特性に及ぼすポロシティの影響	西村 信司, 佐藤 健二	10
色見えを改善したLED照明器具の開発その2	岩永 敏秀, 中村 広隆, 白井 志朗, 市原 茂, 石原 正規	14
クエン酸ニッケルめっきの皮膜特性に及ぼすクエン酸の作用機構	土井 正	18
電子部品用ホウ素フリーニッケルめっきの開発	浦崎 香織里, 竹村 昌太, 桑原 聡士, 土井 正	22
ESR・放射線照射法によるスーパーオキシドアニオンおよびOHラジカル消去能の評価	中川 清子, 関口 正之	26
タンパク質透過性のコラーゲンゲル膜を用いたiPS細胞／フィーダー細胞の隔離培養システム	大藪 淑美, 柚木 俊二	30
MSE加工を用いた水素含有DLC膜の表面性状制御による摺動特性向上の可能性	徳田 祐樹, 川口 雅弘, 林 英男, 渡邊 禎之, 佐々木 信也	34
不完全な評価セットに対する検索エンジンの性能評価指標の開発	大平 倫宏, 富山 真一	38

段差乗り越えキャストの開発	西川 康博, 鈴木 悠矢	42
伝導妨害波対策部品のノイズ抑制量算出手法の検討	大橋 弘幸, 渡部 雄太, 大森 学	46
動吸振器の3Dプリンタを用いた設計	岩田 雄介, 西川 康博, 阿保 友二郎	50
電波吸収体を敷設しないGHz帯EMI測定手法の提案	佐々木 秀勝, 高橋 文緒	54
ノート		
高出力インパルスマグネトロンスパッタリング (HiPIMS) 法 —成膜技術の特徴とその適用—	渡部 友太郎, 清水 徹英, 寺西 義一, 長坂 浩志	62
宙返り可能なバルーンロボットの研究開発	小林 祐介, 佐々木 智典, 益田 俊樹, 森田 裕介, 坂下 和広, 横山 幸雄	64
熱伝達を向上させたヒートシンクの開発	富山 真一, 大平 倫宏	66
複製防止を目的とした高精度遅延検出器の開発	岡部 忠, 志水 匠, 武田 有志, 藤原 康平, 小林 丈士	68
ワイドギャップ半導体窒化ホウ素における不純物添加効果	太田 優一, 時田 幸一, 渡辺 洋人	70
高放射材の赤外分光放射率の角度依存性評価	中島 敏晴, 磯田 和貴	72
音響粒子速度プローブによる音響インテンシティ計測の評価	西沢 啓子, 神田 浩一	74
金型への応用を想定したHIPIMS膜の機械的特性評価	寺西 義一, 近藤 ゆりこ, 長坂 浩志, 渡部 友太郎, 森河 和雄, 清水 徹英	76

スーパーマイクロポラスシリカを鋳型として作製したCr酸化物の環境浄化技術への応用	染川 正一, 渡辺 洋人, 緒明 祐哉, 今井 宏明	78
水中グラフェン粒子の分散調製と特性評価	柳 捷凡, 植松 卓彦	80
マイカ充填ポリオレフィン系複合材料の機械的性質	山中 寿行, 西谷 要介, 清水 翼, 安田 健, 氏家 明彦 高橋 英一, 梶山 哲人, 清水 研一	82
溶融混練したシリカ/ポリスチレンコンポジットの光透過性	安田 健, 山中 寿行	84
湿式分級法によるガラスカレット汚泥の減量	田中 真美, 中澤 亮二, 佐々木 直里, 小林 宏輝	86
ほうろうの強制爪とび試験方法の改良	吉野 徹, 大久保 一宏, 佐々木 正史, 渡辺 茂幸, 清水 綾, 佐藤 健二	88
ブラウン管パネルガラス粉末および貝殻粉末を原料とした造粒焼結体の密度向上による通水強度の改良	中澤 亮二, 佐々木 直里, 田中 真美, 坂本 浩介, 松浦 里江 金牧 彩, 南 晴文, 阪口 員一, 高橋 知己, 山崎 文男	90
液中プラズマを用いた粒子分散技術	川口 雅弘, 林 英男, 渡邊 禎之	92
熱拡散率測定における黒化処理の影響	沼尻 治彦, 佐々木 正史, 倉持 幸佑, 大久保 一宏	94
衝撃特性評価試験における試験機剛性の影響に関する実験	櫻庭 健一郎, 松原 独歩, 鈴木 悠矢	96
ボルト先穴径が木材のめり込み強度に及ぼす影響	松原 独歩, 中野 貴啓, 島田 勝廣	98
1 mmの変位量を有する静電アクチュエータの開発	長谷川 孝, 殿谷 保雄	100



背負い圧測定方法の検討	菅谷 紘子, 岩崎 謙次, 武田 有志	102
ウェアラブルなLinuxサーバを用いたスマートフォン連携型デバイスの開発	後濱 龍太	104
塗装工場からの排出VOCの捕集・回収技術の開発	島田 茂伸, 浦田 昭雄, 小野澤 明良, 木下 稔夫, 佐々木 智典	106
シッフ塩基を導入した修飾バナナ繊維の遷移金属イオン捕集特性	梶山 哲人, 井上 潤	108
光干渉断層計の開発	仲村 将司, 佐野 宏靖, 佐藤 研, 岡根谷 晴朗	110
シリカを用いた冷却基材の開発	飛澤 泰樹, 清水 研一, 小沼 ルミ, 平山 明浩, 菅谷 紘子, 本田 壽男, 渡辺 真佐美	112
促進耐候性試験と発光計測による劣化評価	杉森 博和	114
<b>外部発表一覧</b>		
論文		119
口頭発表		125
ポスター発表		135
総説		142

**BULLETIN OF TOKYO METROPOLITAN  
INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE**

**NO.10 2015**

**Papers**

- Development of low power consumption, low cost, and high durability micro heater  
Hidehiko Yamaoka 2
- Evaluation of electrical properties of dielectric and semiconductor materials using continuous-wave terahertz radiation  
Kouichi Tokita, Yuichi Ota 6
- Effects of porosity on impact properties of AD12 alloy castings  
Shinji Nishimura, Kenji Sato 10
- Development of new LED luminaire improved color appearance No.2  
Toshihide Iwanaga, Hiroataka Nakamura, Shirou Shirai, Shigeru Ichihara, Masami Ishihara 14
- Acting mechanisms of citric acid on the properties of nickel citrate electroplated film  
Tadashi Doi 18
- Development of boron free nickel electroplating for electronic components  
Kaori Urasaki, Shota Takemura, Satoshi Kuwahara, Tadashi Doi 22
- Evaluation of counter-activity to eliminate superoxide anion and OH radical using ESR combined with radiolysis  
Seiko Nakagawa, Masayuki Sekiguchi 26
- Development of separated culture system for iPS cells and feeder cells using a protein-permeable collagen gel membrane  
Yoshimi Ohyabu, Shunji Yunoki 30
- Potential for improved tribological property by surface texturing control of hydrogenated DLC film using MSE processing  
Yuuki Tokuta, Masahiro Kawaguchi, Hideo Hayashi, Sadayuki Watanabe, Shinya Sasaki 34

Development of metrics for quality evaluation of information retrieval systems for incomplete evaluation data set	Norihiro Ohira, Shinichi Tomiyama	38
Development of level difference clearing caster	Yasuhiro Nishikawa, Yuya Suzuki	42
Verification of noise suppressing performance calculation technique for conduction interference suppression parts	Hiroyuki Ohashi, Yuta Watanabe, Manabu Omori	46
Design of dynamic vibration absorbers using a 3D printer	Yusuke Iwata, Yasuhiro Nishikawa, Yujiro Abo	50
Proposal of GHz band EMI measurement without electromagnetic wave absorber	Hidekatsu Sasaki, Fumio Takahashi	54
<b>Notes</b>		
High Power Impulse Magnetron Sputtering (HiPIMS) method — Its properties and applications of coating technology —	Tomotaro Watanabe, Tetsuhide Shimizu, Yoshikazu Teranishi, Hiroshi Nagasaka	62
Research and development of somersaulting balloon robot	Yusuke Kobayashi, Akinori Sasaki, Toshiki Masuda, Yusuke Morita, Kazuhiro Sakashita, Yukio Yokoyama	64
Development of the heatsink geometry improving heat transfer	Shinichi Tomiyama, Norihiro Ohira	66
Development of high-precision delay detector for anti-counterfeit	Tadashi Okabe, Takumi Shimizu, Yuji Takeda, Kohei Fujiwara, Takeshi Kobayashi	68
Impurity doping effect on wide band gap semiconductor boron nitride	Yuichi Ota, Koichi Tokita, Hiroto Watanabe	70
Angle dependence evaluation of infrared spectral emissivity for high-emissivity materials	Toshiharu Nakajima, Kazutaka Isoda	72

Evaluation of sound intensity measurement with particle velocity sensor probe	Keiko Nishizawa, Koichi Kanda	74
Evaluation of mechanical property of HIPIMS deposition assuming metal die application	Yoshikazu Teranishi, Kondou Yuriko, Hiroshi Nagasaka, Tomotaro Watanabe Kazuo Morikawa, Tetsuhide Shimizu	76
Application of chromium oxides prepared in super-micro porous silica matrix for environmental control technologies	Shoichi Somekawa, Hiroto Watanabe, Yuya Oaki, Hiroaki Imai	78
Dispersion and characterization of graphene particles in water	Shohan Yanagi, Takahiko Uematsu	80
Mechanical properties of mica filled polyolefin composites	Toshiyuki Yamanaka, Yosuke Nishitani, Tsubasa Shimizu, Takeshi Yasuda, Akihiko Ujiie, Eiichi Takahashi, Tetsuto Kajiyama, Kenichi Shimizu	82
Optical transparency of silica / polystyrene composite made by melt mixing	Takeshi Yasuda, Toshiyuki Yamanaka	84
Reduction of sludge generated from the manufacturing process of glass cullet by wet classification	Mami Tanaka, Ryoji Nakazawa, Naori Sasaki, Hiroki Kobayashi	86
Improvement of forced fish scale test method for vitreous enamel	Toru Yoshino, Kazuhiro Ookubo, Masashi Sasaki, Shigeyuki Watanabe, Aya Shimizu, Kenji Sato	88
Improvement of water-flow strength of granulated and sintered body made from CRT panel glass and shell powders with increased density	Ryoji Nakazawa, Naori Sasaki, Mami Tanaka, Kosuke Sakamoto, Rie Matsu-ura, Aya Kanemaki, Harufumi Minami, Kazu-ichi Sakaguchi, Tomomi Takahashi, Fumio Yamazaki	90
Nanoparticle dispersion technology using in-liquid plasma	Masahiro Kawaguchi, Hideo Hayashi, Sadayuki Watanabe	92



Influence of the carbon coating on thermal diffusivity measurement using xenon flash analyzer Haruhiko Numajiri, Masashi Sasaki, Kousuke Kuramochi, Kazuhiro Ookubo	94
Experiments on the influence of machine rigidity on impact property evaluation test Kenichiro Sakuraba, Doppo Matsubara, Yuya Suzuki	96
Effect of bolt pilot hole diameter on embedment strength of wood Doppo Matsubara, Takahiro Nakano, Masahiro Shimada	98
Development of electrostatic actuator having a displacement of 1mm Takashi Hasegawa, Yasuo Tonoya	100
A study on measuring method for shouldering pressure Hiroko Sugatani, Kenji Iwasaki, Yuji Takeda	102
Development of smartphone-linked devices using wearable Linux server Ryuta Atohama	104
Development of collecting/recovering technology for waste VOC from coating factories Shigenobu Shimada, Akio Urata, Akiyoshi Onozawa, Toshio Kinoshita, Akinori Sasaki	106
Adsorption properties of modified banana fiber with schiff bases to transition metal ions Tetsuto Kajiyama, Jun Inoue	108
Development of optical coherence tomography Masashi Nakamura, Hiroyasu Sano, Ken Satoh, Seirou Okaneya	110
Development of coolant base material using silica Taiki Tobusawa, Kenichi Shimizu, Rumi Konuma, Akihiro Hirayama, Hiroko Sugatani, Toshio Honda, Masami Watanabe	112
Evaluation of detecting material degradation by accelerated weathering test and luminescence measurement Hirokazu Sugimori	114

Abstracts other published papers and presented at society meeting	
Papers	119
Presentations	125
Poster	135
Review	142



# 論文



## 論文

## 低消費電力・低コスト・高耐久性のマイクロヒータの開発

山岡 英彦<sup>\*1)</sup>

## Development of low power consumption, low cost, and high durability micro heater

Hidehiko Yamaoka<sup>\*1)</sup>

In general, the micro-heater is adopted for sensors such as gas sensor, humidity sensor, flow sensor and thermal acceleration sensor. The downsizing, low power consumption and high speed response are required for these sensors. In order to respond to these requirements, a miniature type heater is being developed and manufactured applying the Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) technology.<sup>(1)-(3)</sup>

However the MEMS technology is a high barrier for small-sized and medium enterprises (SMEs) to develop a product using a MEMS micro-heater and enter into a market because of the complicated structure of micro-heater, and the costly semiconductor manufacturing process required for the production process. Further, low power consumption for a long term operation with a battery and decreased thermal stress for damage prevention of element are strongly required.<sup>(4)-(8)</sup>

In this study, an improvement on the manufacturing process has been engineered for the new entry of an SME by cutting down the initial investment cost and reducing the number of processes with high cost of running. The new structure has been successfully developed with low power consumption based on reduced thermal capacity, and enhanced durability based on relieved thermal stress.

キーワード：マイクロヒータ，中空，白金電極，アンカー

Keywords : Micro heater, Cavity, Platinum electrode, Anchor

## 1. はじめに

一般的に，ガスセンサ，湿度センサ，フローセンサ，熱式加速度センサなどのセンサには，マイクロヒータが用いられている。これらのセンサでは，小型化，低消費電力化，高速応答性が求められている。これらの課題を解決するために，Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) 技術を用いた微細なヒータが開発され，製品化されている<sup>(1)-(3)</sup>。しかし，MEMS 技術を用いたマイクロヒータの構造は複雑であり，その作製プロセスは高価な半導体製造工程を基本としていることから，中小企業がMEMSマイクロヒータを用いた製品を開発し，市場に参入するには高い障壁がある。また，電池での長時間駆動を目指したさらなる低消費電力化や素子破壊防止のための熱応力低減が求められている<sup>(4)-(8)</sup>。

本研究では，初期投資とランニングコストの高い工程数を低減することで，中小企業の新規参入しやすいプロセスを設計した。また，開発した構造は，熱容量の低減による低消費電力化，熱応力の緩和による高耐久性化に成功したので，ここに報告する。

## 2. 研究目標

本研究では，ガスセンサへの応用を目指して，表1に示す目標を設定した。

表1. 研究目標

項目	目標値
低消費電力	・ 400℃で基本消費電力10 mW以下。 ・ 間欠駆動が可能な熱応答性を有する。
低コスト	・ フォトリソグラフィ，スパッタ，ドライエッチング等の高コスト工程を6工程以内。
高耐久性	・ 熱衝撃525万回で断線もしくは短絡無し。 (低温：約25℃，高温：約400℃)

これらの目標値の一部は，独立行政法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の開発プログラムである次世代高信頼性ガスセンサー技術開発の目標値を参考にした<sup>(1)</sup>。

## 3. 構造設計・試作

ヒータ部の熱容量を小さくすること，少ないプロセス数で素子を作製できること，熱衝撃による応力を低減することを考慮し，構造設計を行った。

3.1 熱容量・断熱性 一般的なMEMSマイクロヒータは，図1に示すような中空構造をしている<sup>(9)-(13)</sup>。この

事業名 平成25年度 基盤研究  
\*1) 電子半導体技術グループ

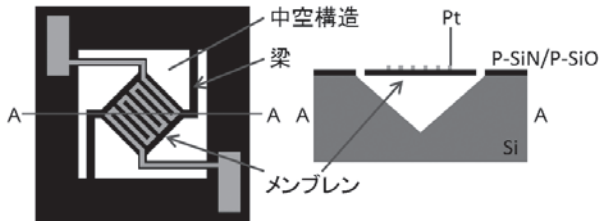


図1. 従来のマイクロヒータ構造

マイクロヒータは、梁で支えられた宙空メンブレンの上にヒータ配線が形成されており、加熱部位を中空構造とすることで熱容量が小さくなり、さらに、梁で支える構造とすることで周囲との断熱性を確保している。この結果、少ない電力で加熱でき、熱応答速度が速くなる利点がある。

一方、メンブレン自体の熱容量はヒータ配線の熱容量と同程度以上であるので、メンブレンを省略し、ヒータのみを宙空状態にできればマイクロヒータの熱容量を半分に低減できるものと考えた。図2に本研究で開発したマイクロヒータ構造を示す。

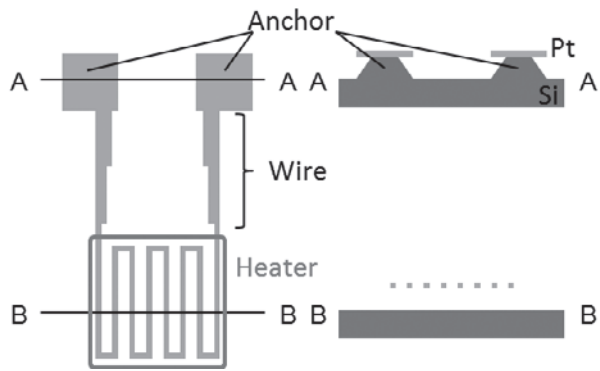


図2. 本研究のマイクロヒータ構造

熱容量を低減しつつ、ヒータの断熱性を確保するため、以下に示す新しい構造を提案する。

- ・アンカー部からの熱逃げを抑制するため、配線部を設ける。
- ・配線部自体が発熱しないようにアンカー部付近の線幅を太くする。
- ・ヒータ部からの熱伝導を抑制するため、ヒータ付近の配線部を細くする。

**3. 2 コスト** 従来のMEMSマイクロヒータ構造では、メンブレン構造が用いられており、配線の取り回しや感ガス材などの搭載の設計自由度が大きいという利点がある。しかし、メンブレン構造を形成するためには、成膜、パターンニング、およびエッチングの3工程が必要であり、パターンニングのためのマスク代と高額な工程費用が発生する。一般的にメンブレン構造には、シリコン酸化膜やシリコン窒化膜の単層、積層、またはこれらの混合層が用いられるケースが多く、これらの成膜には化学的気相堆積法[Chemical Vapor Deposition : CVD法]や、スパッタ法とい

た高額な装置を必要とする成膜方法が用いられるので、工程費用が高額になる。さらには、作製プロセス数が増えると製品歩留りの低下を招くため、トータルコストが上昇するという課題がある。本研究で提案しているマイクロヒータ構造はメンブレンを省いているので、工程が簡略化される結果、製造コストを低減できる。

**3. 3 熱応力** マイクロヒータに求められる性能の一つとして、高速熱応答性があり、例えばガスセンサの場合、30秒ごとにガス濃度を検知する必要がある。ガス濃度を検知している時間は約400℃の加熱を行い、検知していない時間は省電力化のため室温に冷却する。この時、メンブレンやヒータ配線部が熱膨張と冷却収縮を繰り返すとともに、梁部の根元に応力が集中する結果、梁部が破断する故障が知られている。このため梁部分に応力緩和構造を採用する必要がある<sup>(8)</sup>。従来のMEMSヒータは、加熱部であるメンブレンが両持ち梁で支持されている結果、上記の応力集中が発生したが、本研究では、ヒータを片持ち梁構造とすることで、熱応力を解放できる。

**3. 4 試作** 図3に製造プロセスの概略図を示す。絶縁層である熱酸化SiO<sub>2</sub>膜付きのシリコン基板上に薄膜抵抗体として白金を用いたヒータパターンを形成した。ヒータパターンをエッチングマスクに用いて、SiO<sub>2</sub>およびシリコンを等方性ドライエッチングし、マイクロヒータを作製した。

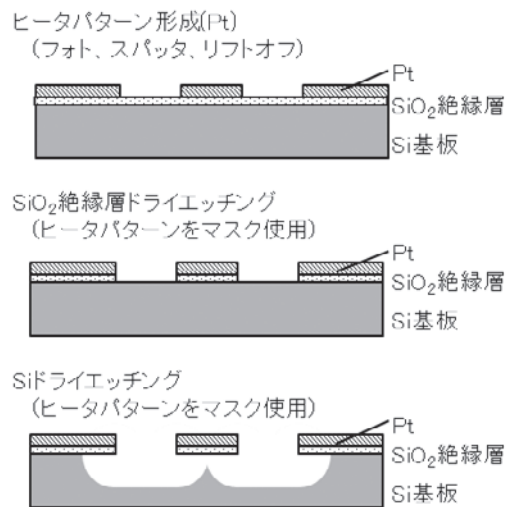


図3. プロセス概略図

## 4. 特性測定

マイクロヒータの性能を評価するために、基本消費電力測定、熱応答性測定、および熱衝撃耐久試験を行った。

**4. 1 基本消費電力測定** 基本消費電力とは、ヒータを一定温度で保持する時に消費する電力のことである。したがって、基本消費電力を知るためにはヒータ温度を知る必要がある。本研究では、簡便にしかも高精度にヒータ温度を知る手法として電気抵抗率の温度係数から算出する方法を採用した。本研究で用いている薄膜抵抗体はアニール処

理（加熱処理）によって温度係数が変化することが知られているので、アニール温度と電気抵抗率の温度係数の関係を測定した。測定結果を図4に示す。本研究で用いた薄膜抵抗体では、600℃から1000℃の範囲において、アニール温度と温度係数は比例関係にある。

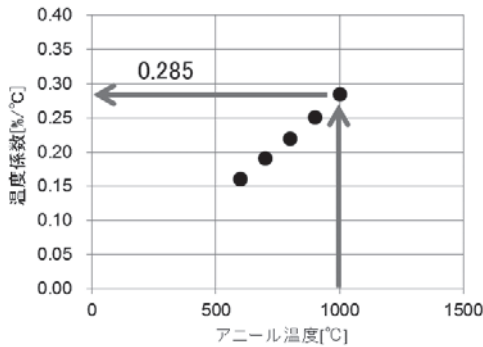


図4. 薄膜抵抗体のアニール温度と温度係数

マイクロヒータを用いた各種センサの計測精度を向上させるためには、温度係数を大きくする必要がある。そこで、実験に使用した加熱装置の最大加熱温度である1000℃でアニールを実施した。このとき、マイクロヒータの電気抵抗率の温度係数は0.285%/℃となる。

アニール温度1000℃の場合には、マイクロヒータ素子が反り上がることを確認した。図5にアニール前後のSEM写真を示す。ヒータが反り上がることによって基板との離隔が大きくなり、この結果、ヒータの断熱性が高くなるので、この反りを断熱性改善に利用することにした。反り量の許容値については今後の検証課題である。

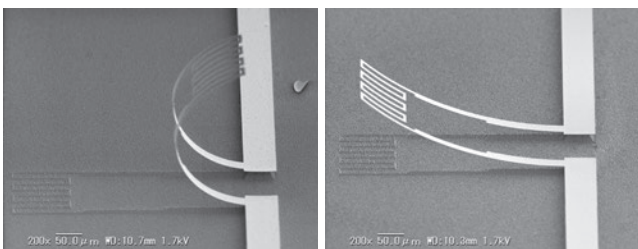


図5. マイクロヒータSEM画像（左：アニール前，右：アニール後）

ヒータを定電流で駆動することで温度を一定に保ち、この時の電流とヒータの両端にかかる電圧から電力を算出することで基本消費電力を求めた。図6に消費電力とヒータ温度のグラフを示す。

ヒータを400℃に加熱するのに必要な基本消費電力は約10 mWであり、目標を達成できた。

また、配線部とアンカーからの熱逃げ抑制の効果を確認するために、配線の長さやアンカー数をパラメータとした検証実験を行った。結果を表2に示す。

配線長による消費電力低減効果は②と③の結果から13%、アンカー数による消費電力低減効果は②と④の結果から

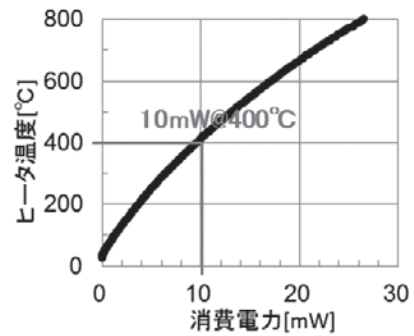


図6. 消費電力とヒータ温度

表2. 配線長とアンカー数の消費電力に及ぼす影響調査

	①	②	③	④
配線長[μm]	120	220	120	220
アンカー数[個]	3	2	2	3
消費電力[mW]	12.6	10.0	11.5	10.8

7.4%、配線長とアンカー数の効果の合計は①と②の結果から20.6%であり、配線部の設計の重要性を立証する結果となった。

4.2 熱応答性測定 熱応答性は、マイクロヒータに通電後、一定温度に達するまでの時間を測定して行った。図8に回路概略図を示す。

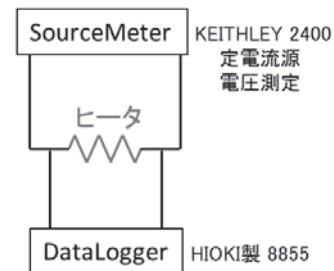


図8. 熱応答性測定回路概略図

ソースメータを用いて、マイクロヒータを定電流駆動し、その時の電圧値を5 μ秒ごとにモニタして、熱応答性を評価した。電圧値の高速モニタには、データロガー（HIOKI社製 8855 MEMORY HiCORDER）を用いた。測定した結果を図9に示す。

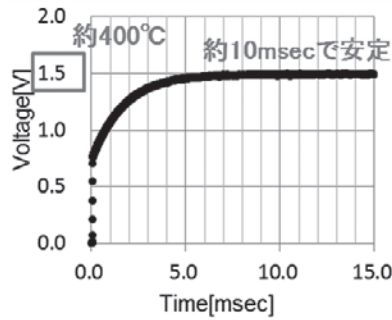


図9. 熱応答性測定結果

約10 m秒で400°Cまで加熱できることを確認できた。ガスセンサに求められる測定間隔は1分間に2回検知であり<sup>(1)</sup>、10 m秒での熱応答性があれば、間欠駆動が可能である。フローセンサ、加速度センサなどの高速応答性を求められるデバイスへの応用も十分に期待できる。

**4.3 熱衝撃耐久性試験** 図8の測定回路で、ソースメータから矩形波を出力し、通電と遮断を繰り返すことで、マイクロヒータに常温と高温の熱衝撃を印加した。設定値を表3に示す。

表3. 熱衝撃試験の設定値

温度	電圧値	時間
25°C (室温)	0.0 V	100 m秒
400°C	1.5 V	100 m秒

熱衝撃耐久性試験投入前後の電気抵抗値の変動率を評価した。250万回の熱衝撃後、中間取出しを行い、合計525万回の熱衝撃を加えた後の電気抵抗値の変動率を求めた。図10に525万回の熱衝撃耐久性試験後の電気抵抗値の変動率のヒストグラムを示す。

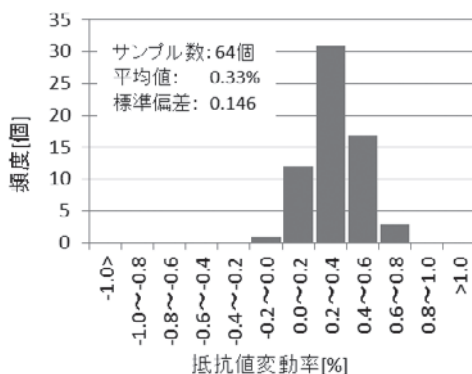


図10. 熱衝撃耐久性試験結果

この試験による断線もしくは短絡発生率は0%で、電気抵抗値の変動率は、平均で0.33%、標準偏差は0.146であった。この電気抵抗変動率は、温度に換算すると約1.14°Cとなり、400°Cに対して十分に小さい変動率であると判断した。

## 5. まとめ

マイクロヒータの開発にあたり、低消費電力化、低コスト化、高耐久性を目的として、ヒータ構造の設計とその作製プロセス設計を行った。

メンブレンの省略、アンカー構造の採用、熱逃げ抑制用の配線構造により、プロセスコストの削減とともに熱容量を低減することで、低消費電力化を実現できた。また、ヒータの片側を自由端とする構造とし、熱応力を逃がす設計にした。これにより、525万回の熱サイクルにおいても断線率、短絡率がともに0%の高耐久性を達成した。今後、本開発で得た知見を活かした製品開発へ応用していく。

本研究では、一般的かつ安価な設備を用いて製造可能で、しかも従来工法よりも少ないプロセス数での製造を目指した。本研究で開発したマイクロヒータ構造を用いることで、中小企業のMEMS技術への新規参入が期待できる。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月11日再受付)

## 文 献

- (1) NEDO : 「次世代高信頼性ガスセンサー技術開発」, [http://www.nedo.go.jp/activities/EF\\_00213.html](http://www.nedo.go.jp/activities/EF_00213.html)
- (2) 鈴木卓弥, 相馬伸一, 長瀬徳美 : 「コードレス都市ガス警報器用メタンセンサ」, 富士時報, Vol.84, No.4 (2011)
- (3) 和戸弘幸, 山本敏雅, 竹内幸裕, 大塚義則, 秋田成行 : 「ブリッジ型マイクロヒータの放熱分析」, デンソーテクニカルレビュー, Vol.5, No.1, pp.51-55 (2000)
- (4) 特開2009-58389 : 「ガス検知素子」, 新コスモス電機株式会社
- (5) 特開2012-107999 : 「ガス検知素子」, 新コスモス電機株式会社
- (6) 特開2011-80809 : 「ガスセンサ素子及びその製造方法」, 北陸電気工業株式会社
- (7) 特開2007-64865 : 「ガスセンサ及びガスセンサの製造方法」
- (8) 高田義, 堂上長則, 中田谷昌徳 : 「MEMS技術を用いたマイクロメタンセンサの開発 - 熱耐久性の改善 -」, 信学技報 IEICE Technical Report ED2009-113, pp.57-61
- (9) 木村光照 : 「熱型マイクロセンサの技術動向」, Savemation Rev, pp.4-12 (2001)
- (10) 中小企業庁 : 研究開発成果報告書「MEMS型水素センサー素子及び実装技術の開発」, <http://www.chusho.meti.go.jp/keiei/sapoin/portal/seika/2007/19-63-3-6.pdf>
- (11) 申ウソク, 西堀麻衣子, 松原一郎 : 「5. 熱電式マイクロガスセンサ」, J.Plazma Fusion Res, Vol.87, No.12, pp.835-839 (2011)
- (12) Daisuke Yamazaki, and Toshitsugu Ueda : 「Differential Platinum Thin Film Hydrogen Gas Sensor」, IEEJ Tras.SM, Vol.130, No.3 (2010)
- (13) 国立研究開発法人産業技術総合研究所 : 「レプリカ成形技術を用いた低コストMEMS製造技術」, [https://www.aist.go.jp/aist\\_j/press\\_release/pr2012/pr20120710\\_2/pr20120710\\_2.html](https://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2012/pr20120710_2/pr20120710_2.html)



## 論文

## テラヘルツ連続波を用いた誘電体・半導体の電気特性評価

時田 幸一<sup>\*1)</sup> 太田 優一<sup>\*1)</sup>

## Evaluation of electrical properties of dielectric and semiconductor materials using continuous-wave terahertz radiation

Kouchi Tokita<sup>\*1)</sup>, Yuichi Ota<sup>\*1)</sup>

Terahertz (THz) radiation has the penetration properties of radio wave and straight running properties of light together. It is known that THz wave penetrates ceramics, plastics and papers. In general, evaluation of electrical properties of materials is essential to product development. It is expected that the THz spectroscopy will be a powerful tool for non-contact measuring of electrical properties, because THz wave penetrates dielectric and semiconductor materials used for electric devices and integrated circuits (IC).

In this study, the electrical properties of dielectric and semiconductor materials were evaluated using the continuous-wave THz radiation.

キーワード：テラヘルツ, 連続波, 電気特性

Keywords : Terahertz, Continuous wave, Electrical properties

## 1. はじめに

テラヘルツ帯は周波数0.1 THz~10 THz (波長3 mm~0.03 mm) の領域であり, 光と電波の境界領域に位置する。この帯域は電磁波の発生や検出が困難であったことから, 長い間「未開拓の領域」とも言われていたが, 近年技術革新が進み, 高速情報通信や医療, 非破壊検査, 材料の物性特性評価等, 様々な分野で産業応用が期待されている<sup>(1)~(3)</sup>。その中で, 今回我々が注目したのはテラヘルツ波を用いた材料の電気特性評価である。

一般に電気製品をはじめ様々な製品開発において, 使用する材料の電気特性評価は不可欠である。材料を電気抵抗によって分類すると, 電気抵抗が小さい「導電体」, 電気抵抗が大きい「誘電体 (絶縁体)」, それらの中間の抵抗値を持つ「半導体」の3つに大別することができる。この中で誘電体と半導体はテラヘルツ波をほぼ透過し, 金属に代表される導電体はテラヘルツ波を反射することが知られている。今回はテラヘルツ波が透過する誘電体と半導体について取り上げる。

一般に誘電体では, 式 (1) で示す複素誘電率が電気特性の指標となる。

$$\tilde{\epsilon} = \epsilon_1 + i\epsilon_2 \dots \dots \dots (1)$$

なお通常は真空の誘電率  $\epsilon_0$  との比をとった比誘電率が用いられることが多く, 以下では誘電率と表記した場合も比誘電率を示すものとする。近年スーパーハイビジョンや各

種ミリ波帯無線, 車載用衝突防止レーダーなどの電子機器の高周波化が進むとともにマイクロ波帯やミリ波帯での測定ニーズが高まっている<sup>(4)(5)</sup>。その流れを受け, 今後はテラヘルツ帯での誘電特性評価も必要となる可能性が高いと考えられる。

一方半導体では, 体積抵抗率が電気的特性のひとつとして用いられる。体積抵抗率は単位体積当たりの抵抗値であり, 半導体材料に対しては四探針法という測定方法がJIS (日本工業規格) に記載されている<sup>(6)</sup>。この方法は, 電流および電圧端子から成る計4本のピンがついたプローブを用いて比較的簡単に測定できるが, プローブを直接試料に押し当てて測定する接触法であり, 場合によっては試料を傷つける可能性がある。またプローブの押し当て方で数値がばらつきやすく, 体積抵抗率を算出するためには長方形や円板という決まった形状の試料が必要となる。

今回我々は, テラヘルツ波が誘電体・半導体を透過する性質に注目し, 透過法により非接触で誘電体・半導体材料の電気特性評価を行った。

## 2. テラヘルツ連続波を用いた透過法の概要

2.1 CW-テラヘルツ分光システム 本研究で使用する装置はCW-テラヘルツ分光システム (ドイツTOPTICA社製, 型式SYST1-SPK-EXTD-850) である<sup>(7)</sup>。この装置はテラヘルツの連続波 (Continuous Wave) を発生させるシステムであり, テラヘルツ波の発生・検出部および光学系から構成されている。システムの概要を図1に示す。本システムでは, 波長の異なる2つのダイオードレーザーを重ね合

事業名 平成25年度 基盤研究  
\*1) 電子半導体技術グループ

わせてテラヘルツ連続波を発生させるフォトミキシングと呼ばれる手法を用いている<sup>(7)</sup>。この方式では、2つのレーザーの波長を温度で制御することにより、テラヘルツ波の周波数を連続的に変化させることができる。本システムの公称周波数範囲は0から1.8 THzである。しかし実際の測定では、光学系内で発生する定在波によるノイズの影響や、空気中の水蒸気の吸収を考慮したうえで、目的に応じて測定周波数範囲を決定する。

図1のTXおよびRXはフォトミキサと呼ばれる光伝導アンテナであり、それぞれテラヘルツ波の送信部、受信部である。RXでは受信したテラヘルツ波の振幅 $E_{THz}$ に対して、式(2)の $I_{ph}$ で示す光電流 (photocurrent) が計測される。

$$I_{ph} \propto E_{THz} \cos\left(\frac{2\pi Lv}{c}\right) \dots \dots \dots (2)$$

ここで $v$ は周波数、 $c$ は光速であり、 $L$ は「送信側フォトミキサまでのレーザーの伝搬距離 $L_S$ 」と「受信側フォトミキサまでのレーザーの伝搬距離 $L_D$ 」、「テラヘルツ波の光路長 $L_{THz}$ 」を用いて式(3)で得られる光路差である<sup>(7)</sup>。

$$L = (L_S + L_{THz}) - L_D \dots \dots \dots (3)$$

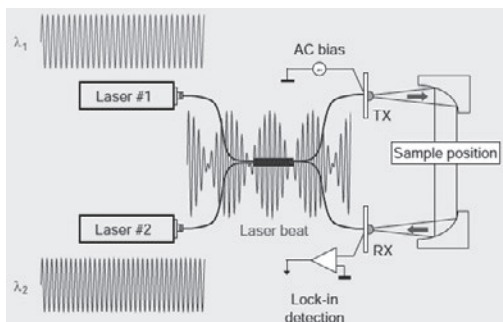


図1. CW-テラヘルツ分光システムの概要  
TOPTICA Photonics AG HPより

**2. 2 透過法での材料測定** 本研究では透過法での測定を行うため、図1の“Sample Position”の位置に測定試料を配置する。一般に測定試料に対して電磁波を照射すると、試料を透過した電磁波には振幅や位相の変化が生じる。これは試料がある屈折率を持つと同時に、試料と空気の境界面における反射、さらには試料内での電磁波の吸収によるものである。したがって試料なしの時と試料ありの時のデータを比較することで、振幅や位相の変化が得られる。それをもとに複素屈折率を求め、最終的に複素誘電率や体積抵抗率といった電気特性を計算する。

テラヘルツ帯での材料評価については、既に複数の論文での報告や特許が存在するが、主に使用されているのは「テラヘルツ時間領域分光 (THz-TDS)」と呼ばれる方法である<sup>(8)</sup>。この方法は、フェムト秒レーザーを用いてパルス状のテラヘルツ波を発生させ、試料を透過したパルス波の時間波形を取得し、フーリエ変換によって周波数スペクトルを得ている。これに対し連続波を用いた本研究は、実周波数での測定、および周波数掃引によってスペクトルを得ることから、周波数ドメイン (周波数領域) と言える。本研究の手法

は周波数帯域の広さではTHz-TDSにやや劣るが、実周波数での測定が可能であり、THz-TDSよりも高い周波数分解能が実現できる。

**3. 誘電体の測定および結果**

今回はテフロン (試料厚さ5 mm) と66-ナイロン (試料厚さ2 mm) に対してテラヘルツ帯での誘電特性を測定した。まず試料なしの状態 (reference) と試料ありの状態 (sample) で透過スペクトルを取得する。図2にreferenceとして空気、sampleとしてテフロンと66-ナイロンのスペクトルを示す。図3は図2に示したスペクトルから求めた、テフロンと66-ナイロンにおけるテラヘルツ波の透過率である。

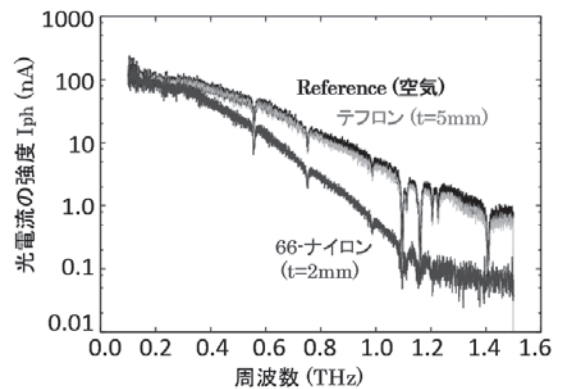


図2. referenceおよびsampleのテラヘルツスペクトル

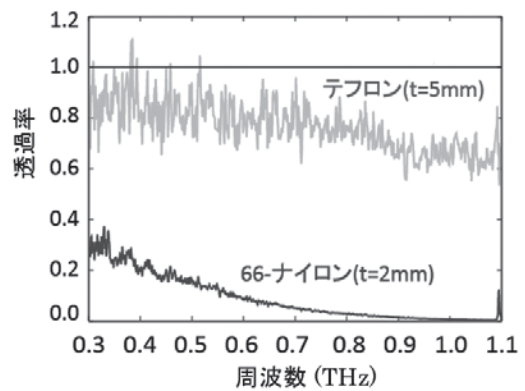


図3. テフロンと66-ナイロンの透過率

テフロンと66-ナイロンの透過率を比較すると、テフロンは広帯域で透過率が高いのに対し、66-ナイロンは周波数が高くなると透過率が大きく減少することがわかる。透過率が減少する要因としては、試料表面での反射や試料内での吸収があるが、今回のような樹脂の場合は主に試料内の吸収による効果が大いと考えられる。

次に試料を透過したことによる位相の変化から、試料の屈折率を求める。一般に屈折率 $n$ の物質中では、電磁波の波長は真空中に比べて $1/n$ になる。これは光路長が $n$ 倍になったとみなすことができる。今空気の屈折率はほぼ真空の屈折率に等しいとすると、屈折率 $n$ 、厚さ $d$ の試料を透過した場合、テラヘルツ波の光路長変化 $\Delta L$ は式(4)で書くことができる。

$$\Delta L = (n - n_{air})d = (n - 1)d \dots\dots\dots (4)$$

透過率と同様, 試料なしの状態 (reference) と試料ありの状態 (sample) での測定から, テフロンと66-ナイロンの屈折率を求めた結果を図4に示す。図4には隣接平均によるスムージング処理を行った結果も合わせて示す。今回測定した周波数帯域において, テフロンは約1.4, 66-ナイロンは約1.8ではば一定の値を示すことがわかる。

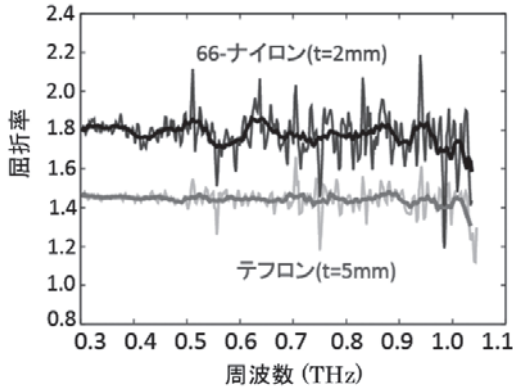


図4. テフロンと66-ナイロンの屈折率

誘電特性は今までに得られた試料の透過率および屈折率を用いて計算した。図5および図6にテラヘルツ帯でのテフロンと66-ナイロンの誘電特性をそれぞれ示す。

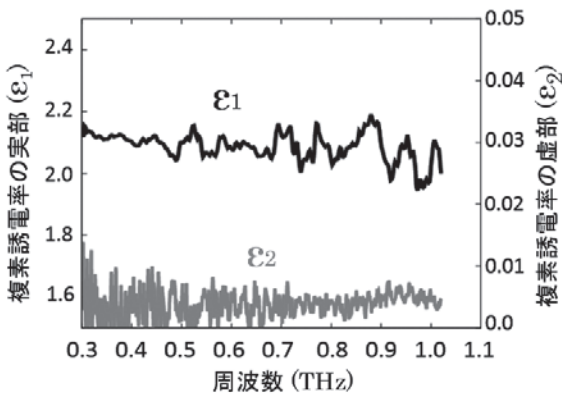


図5. テフロンの誘電特性

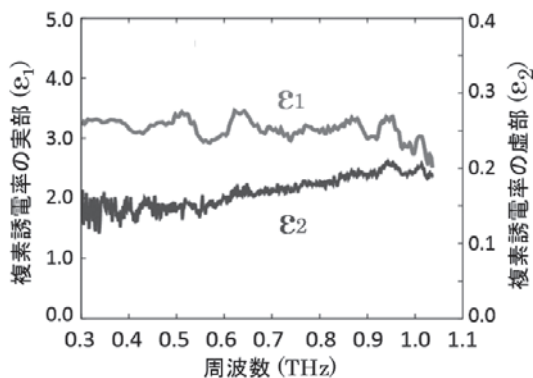


図6. 66-ナイロンの誘電特性

複素誘電率の実部  $\epsilon_1$  はテフロンが約2.0~2.2, 66-ナイロンが約3という値が得られた。誘電率の虚部  $\epsilon_2$  については,

テフロンは0.01以下の小さい値を示し, 66-ナイロンは周波数とともに0.1から0.2まで緩やかに上昇する結果が得られた。この結果はマイクロ波帯からミリ波帯で知られている傾向と近いものであった。また66-ナイロンについてはTHz-TDSで測定された結果<sup>(9)</sup>と比較しても, 近い結果が得られた。

#### 4. 半導体の測定および結果

半導体試料としては4種類のシリコンウェーハを用意し, テラヘルツ波を用いた体積抵抗率測定を行った。測定試料の一覧を表1に示す。今回の試料はいずれもN型であり, 片面のみ鏡面研磨が施されている。テラヘルツ波を用いて測定した体積抵抗率と比較するため, 四探針法での測定を行った結果も表1に示す。

半導体試料の電気特性評価では, まず試料なしの状態 (reference) と試料ありの状態 (sample) のテラヘルツスペクトルを透過法により取得し, 試料の透過率及び屈折率を求める。そして透過率と屈折率を用いて誘電特性 (複素誘電率) を計算する。今回半導体の電気特性として最終的に求めたいのは体積抵抗率なので, テラヘルツ測定で得られた誘電特性とドルーデモデルの理論式を用いて体積抵抗率を計算する。ドルーデモデルは, 金属中の自由電子や半導体中のフリーキャリアによる電磁波の吸収, 及びそれに基づく誘電特性をモデル化したものである。ドルーデモデルの理論式では, 複素誘電率は式 (5) で与えられる<sup>(10)</sup>。

$$\tilde{\epsilon}(\omega) = \epsilon_{\infty} - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + (i\omega/\tau)} \dots\dots\dots (5)$$

ここで  $\omega_p$  はプラズマ周波数,  $\tau$  は緩和時間である。  $\epsilon_{\infty}$  は高周波誘電率で, ここではシリコンの値として知られている11.7を用いた<sup>(11)</sup>。式 (5) とテラヘルツ測定により得られた誘電特性を比較し, 測定結果を再現するようにプラズマ周波数と緩和時間を決定する。これらが求まると, 半導体中のキャリア濃度  $N$ , キャリアの移動度  $\mu$ , そして体積抵抗率  $\rho_v$  が式 (6) から (8) をもとに計算できる<sup>(10)</sup>。

$$\omega_p^2 = \frac{Ne^2}{\epsilon_0 m^*} \dots\dots\dots (6)$$

$$\tau = \frac{m^* \mu}{e} \dots\dots\dots (7)$$

$$\rho_v = \frac{1}{Ne\mu} \dots\dots\dots (8)$$

式 (6) から (8) において  $e$  はキャリアの電荷量,  $m^*$  はキャリアの有効質量である。N型半導体の場合キャリアは電子と考えられるため,  $e$  は素電荷,  $m^*$  は電子質量の0.26倍の値を用いて体積抵抗率を計算した<sup>(11)</sup>。図7はサンプルBのシリコンウェーハにおいて, テラヘルツ測定で得られた誘電特性にドルーデモデルをフィッティングした結果である。同様に, 他の試料に対してもドルーデモデルのフィッ



表1. 測定したシリコンウェーハ一覧

Sample	型	サイズ	厚さ ( $\mu\text{m}$ )	体積抵抗率 $\rho_v$ ( $\Omega\text{ cm}$ )		
				公称値	四探針法測定	テラヘルツ測定
A	N	$\phi$ 3 inch	500	1~10	1.6	1.6
B	N	50 $\times$ 50 mm	780	1~2	1.7	1.4
C	N	$\phi$ 6 inch	675	2~4	3.8	3.8
D	N	$\phi$ 4 inch	525	8~12	10.3	23.4

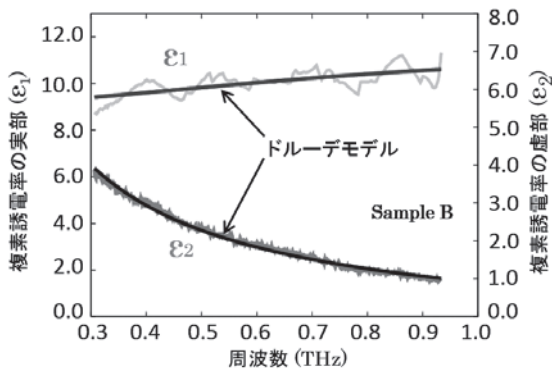


図7. テラヘルツ測定で得られた誘電特性に対するドルーデモデルのフィッティング

フィッティングを行い、求めた体積抵抗率をテラヘルツ測定の結果として表1に示す。四探針法測定の結果と比較すると、サンプルDについてはやや違いが大きいものの、A, B, Cについてはほぼ一致した結果が得られた。サンプルDの体積抵抗率が四探針法測定とテラヘルツ測定でずれた原因としては、試料内での多重反射の影響が考えられる。テラヘルツ波を透過する試料においても、一部は試料と空気との間で反射が生じる。そのため、試料内で多重反射が起こる場合は、試料をそのまま透過した電磁波と試料内を複数回反射した透過光とが干渉し、透過率において顕著なフリンジパターンを形成する(図8参照)。シリコンウェーハでは抵抗率が高くなるほど、試料内のフリーキャリアによる吸収が減少し、多重反射の影響が無視できなくなる。その結果、テラヘルツ測定で求めた誘電特性にもその影響が残る、ドルーデモデルでのフィッティングに誤差を生じたものと考えられる。

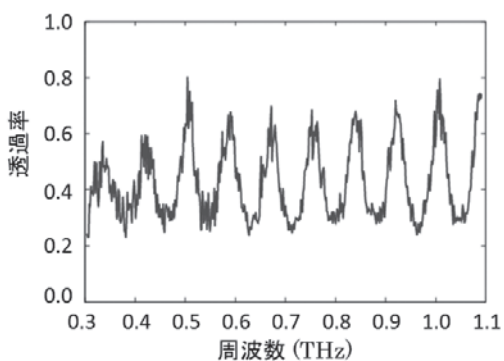


図8. サンプルDの透過率に見られる試料内多重反射の影響

## 5. まとめ

本研究ではテラヘルツ連続波を用いて、透過法で誘電体・半導体の電気特性評価を行った。誘電体に対しては、テフロン、66-ナイロンの誘電特性を求めることに成功し、マイクロ波帯やミリ波帯での誘電特性、およびTHz-TDSで測定された値と定性的には近い結果が得られた。半導体に対しては、4種類のシリコンウェーハの体積抵抗率をテラヘルツ測定から求めることができ、四探針法で測定した値とも近い結果が得られた。しかしながら一部の試料では、四探針法測定とテラヘルツ測定で得た値のずれが大きかった。これは試料内の多重反射の影響によるものと考えられる。

今後の課題としては、S/N (Signal to Noise ratio) 改善方法の検討、電気特性の定量的検証、試料内の多重反射が大きい試料の評価方法検討が挙げられる。現段階では定性的な議論に留まっているため、測定精度の評価など定量的な議論を行うには、S/Nの改善が必要である。また連続波を用いた測定の信頼性評価のためにも、THz-TDSの結果と定量的な比較を今後行う必要がある。そしてより多くの試料に今回の測定方法を適用できるよう、多重反射を考慮したモデルの構築も含め、試料内の多重反射が大きい試料に対する評価方法の検討が必要である。

(平成27年7月13日受付, 平成27年7月30日再受付)

## 文 献

- (1) 斗内政吉 (監修) テラヘルツテクノロジー動向調査委員会 (編): 「テラヘルツ技術」(2006)
- (2) 西澤潤一: 「テラヘルツ波の基礎と応用」(2005)
- (3) 大森豊明 (監修): 「テラヘルツテクノロジー」(2005)
- (4) 橋本修: 「高周波領域における材料定数測定法」(2003)
- (5) ミリ波技術のグローバルシステム応用とその展開調査専門委員会 (編): 「ミリ波技術の基礎」(2009)
- (6) 日本工業規格 JIS H 0602: 「シリコン単結晶及びシリコンウェーハの4探針法による抵抗率測定方法」
- (7) A. Roggenbuck et al.: "Coherent broadband continuous-wave terahertz spectroscopy on solid-state samples", *New Journal of Physics* 12, 043017 (2010)
- (8) 萩行正憲他: 「フェムト秒レーザーを用いたテラヘルツ波の発生と応用」, *The Japan Society of Plasma Science and Nuclear Fusion Research*, Vol.84, No.11, pp.731-739 (2008)
- (9) 永井直人: 「テラヘルツ波分光による工業材料分析」, *レーザー研究*, Vol.33, No.12, pp.848-854 (2005)
- (10) 巨陽, 久保田穂高: 「テラヘルツ電磁波による半導体ウェーハの電気特性の計測・評価」, *日本機械学会論文集 (A編)*, 76巻, 763号, pp.339-343 (2010)
- (11) S. Nashima et al.: "Measurement of optical properties of highly doped silicon by terahertz time domain reflection spectroscopy", *Applied Physics Letters*, Vol.79, No. 24, pp.3923-3925 (2001)



## 論文

## AD12合金鋳物の衝撃特性に及ぼすポロシティの影響

西村 信司<sup>\*1)</sup> 佐藤 健二<sup>\*1)</sup>

## Effects of porosity on impact properties of AD12 alloy castings

Shinji Nishimura<sup>\*1)</sup>, Kenji Sato<sup>\*1)</sup>

The effects of porosity volume, size and distribution in JIS AD12 aluminum alloy castings on impact properties were investigated. Three different porosity volumes were prepared by controlling gas content of the melt. Volume fraction, sizes and distribution were evaluated by density, cross-sectional observation of microstructure using an optical microscope and radiographic examination. The toughness was evaluated using an instrumented Charpy impact tester. The impact fracture surfaces observed using an SEM were grouped into two categories, the fracture surfaces with gas porosity and those without. The impact values of specimen group without gas porosity proportionally increased with the logarithm of the solidification rate. The porosity reduced the crack initiation energy, while giving only limited effect on the crack propagation energy. The impact value excluding the influence of solidification rate proportionally decreased with increased volume fraction of porosities. The tendency of impact values excluding the influence of solidification rate was influenced by the size and the distribution of porosities. The crack propagation showed less steep gradient with the increased volume fraction of porosity.

キーワード : アルミニウム, 靱性, シャルピー衝撃試験, ポロシティ

Keywords : Aluminum, Toughness, Charpy impact test, Porosity

## 1. はじめに

アルミニウム合金鋳物・ダイカストは自動車部品に広く用いられ, 近年では軽量化・薄肉化を目標として高強度・高靱性の部品が要求されている。鋳造・ダイカスト品では高速・高圧で射出する際のガスの巻き込みや凝固時の収縮, 溶湯中のガス量などが原因で鑄巣欠陥(ポロシティ)が発生する。鑄巣欠陥は機械的性質を劣化させる要因になっている。高靱性部品に要求される品質を満たすためには鑄巣欠陥をより少なくすることが重要である。現場では鋳造条件や方案の最適化, 溶湯品質の管理などを行い鑄巣欠陥の低減に努めている。このため, 鑄巣欠陥が機械的性質に及ぼす影響を把握し, 要求品質に対して許容できる鑄巣の量を知ることが重要となる。

鑄巣などの欠陥と機械的性質の関係は引張試験<sup>(1)</sup>, 引裂き靱性<sup>(2)</sup>および疲労試験<sup>(3)</sup>で多く調査されている。衝撃試験では, 計装化シャルピー衝撃試験機を用いた靱性評価法の開発<sup>(4)</sup>や, 凝固速度および組織形態の影響の評価<sup>(5)</sup>を主としており, 欠陥と衝撃値の関係を調査した例は少ない<sup>(6)</sup>。通常の衝撃試験は材料破壊時の全体の吸収エネルギーを計測するものであるが, 計装化シャルピー衝撃試験は亀裂の発生から伝播までを連続的に計測できる。このため, 破壊時の欠陥の影響を詳細に調べることが可能となる。

そこで, 本研究ではAD12合金鋳物の衝撃特性を計装化シャルピー衝撃試験機で評価し, 凝固速度・鑄巣欠陥と衝撃特性の関係を調査した。また, ポロシティの量・大きさおよび分布が衝撃特性に及ぼす影響を検討した。

## 2. 実験方法

2.1 試料および鋳造条件 実験に用いた試料の化学組成を表1に示す。溶湯1000℃に昇温することで溶湯の水素ガス量を増加させた。その後, アルゴンガスで脱ガス処理時間を変えることで溶湯中のガス量を変化させ, 3水準のガス量レベルとした。溶湯のガス量はランズレー銅金型に鑄込んだ試料を真空溶解抽出パラジウム管透過法(ランズレー法)で分析した。溶湯は図1に示す鑄鉄製の舟金型に鑄込んだ。試料の鑄込み条件とガス量の分析値, 介在物数を表2に示す。No. I, II, IIIの順でガス量が多い。

試料の介在物数は破断面観察法で評価した。得られた舟形試料の底面から5 mmの位置で切断し, 10倍のルーペで介在物数を計数した(図1)。

2.2 衝撃試験 衝撃試験は5 Jの計装化シャルピー衝撃試験機で行い, 試験片はノッチなしの5×5×55 mmの寸法である。計装化衝撃試験より得られた衝撃力-変位(図2)

表1. 試料の化学成分 (mass%)

Si	Cu	Fe	Mg	Zn	Mn	Al
10.5	1.74	0.82	0.24	0.67	0.27	bal.

表2. 鋳造条件と試料のガス量と介在物数

試料No.	鋳込み温度 (°C)	鋳型温度 (°C)	ガス量 (ml / 100 gAl)	介在物数 (/ cm <sup>3</sup> )
I	630	170	0.51	0
II	650	180	0.38	0
III	630	160	0.12	0.5

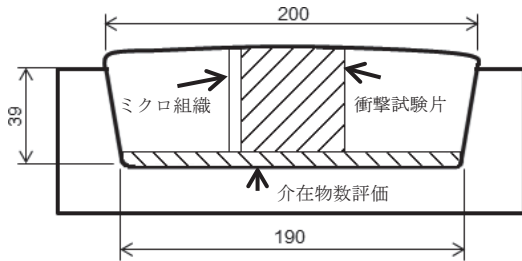


図1. 鋳鉄製舟金型の形状 (JIS H 5202)

から、亀裂発生エネルギー $E_i$ および亀裂伝播エネルギー $E_p$ を求め、曲げ応力 $\sigma$ ・曲げひずみ $\epsilon$ を式(1)および式(2)で算出した。ここで、 $F$ : 衝撃力、 $s$ : 変位、 $L$ : 支点間距離、 $b$ : 試験片幅、 $h$ : 試験片高さである。下り傾き $S$ は応力-ひずみ線図より、最大応力後の $\Delta\sigma/\Delta\epsilon$ の最大傾きから求めた。

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\epsilon = \frac{6sh}{L^2} \dots\dots\dots (2)$$

岡安らは、ADC10ダイカストの引張試験で、破断チルなどの粗大な二次元的な界面を有する欠陥は鋳巣欠陥より強い影響を引張強度に及ぼすと報告した<sup>(1)</sup>。試料No. IIIは介在物数が多い。酸化皮膜などの介在物が衝撃値に強く影響した。本報告ではポロシティの影響のみを対象とするため、破断面を走査電子顕微鏡 (SEM) 観察し、ガスおよび引け巣ポロシティ以外の欠陥が存在した試験片は事前に実験結果から除外した。

**2. 3 ミクロ組織および内部欠陥の評価** ミクロ組織およびポロシティの大きさや分布を調べるため、光学顕微鏡で観察した。試料は1  $\mu\text{m}$  ダイヤモンドペーストで研磨し、0.5%ふっ化水素酸水溶液で腐食した。衝撃試験片はポロシティの大きさや量の違いを調べるため、密度測定およびX線透過試験を行った。試験片密度はイオン交換水を標準液体とした液中秤量法で測定した。試験片の空隙体積率をポロシティ量とし、密度から式(3)で求めた。 $P$ : ポロシティ量、 $\rho_s$ : 試料の基準密度、 $\rho_p$ : 試験片の密度である。 $\rho_s$ はランズレー銅金型で採取した試料密度より $2.736 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ とした。

$$P = \frac{\rho_s - \rho_p}{\rho_s} \times 100(\%) \dots\dots\dots (3)$$

ポロシティの大きさと分布はミクロ組織の画像解析により調べた。ポロシティの平均直径 $D$ は式(4)より求めた。ここで、 $A_i$ は画像解析によるポロシティの断面積、 $N$ は測定したポロシティの数である。ポロシティの分布はポロシティ中心間の無次元距離 $\delta$ で表し、式(5)により求めた。

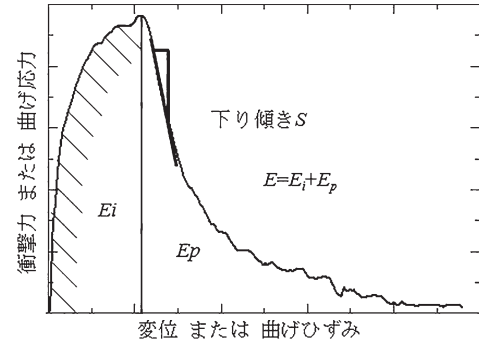


図2. 吸収エネルギーと変形特性

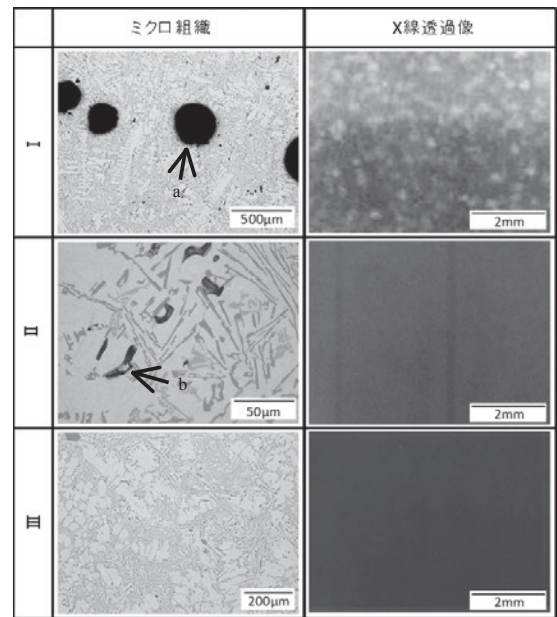


図3. ミクロ組織とX線透過像

$$D = \frac{\sum_{i=1}^N \sqrt{\frac{4A_i}{\pi}}}{N} \dots\dots\dots (4)$$

$$\delta = \left( \frac{1}{6} \pi D^3 / \frac{P}{100} \right)^{1/3} \dots\dots\dots (5)$$

**3. 実験結果および考察**

**3. 1 ポロシティの観察** 図3にミクロ組織の光学顕微鏡写真とX線透過試験写真を示す。試料No. Iの矢印aはガスポロシティで、X線透過写真では白い斑点として表れている。ガスポロシティはX線透過試験で試料Iに多く、IIでは数個、IIIではほとんど観察されない。矢印bはaよりも微細な空孔であり、形態上はミクロ引け巣であるが、試料のガス量およびNo. Iでの分布からガス欠陥と合わさったものとする。X線透過試験で引け巣は検出できなかった。ミクロ組織写真では、試料I・IIに多く、IIIは少ない。

**3. 2 吸収エネルギーとポロシティの関係** シャルピー衝撃値とDAS II (デンドライト二次アーム間隔) の関係を図4に示す。また、図5に破断面で観察されたポロシティのSEM写真を示す。(a)の表面は比較的平滑であるが、(b)ではデンドライトの突起が観察される。

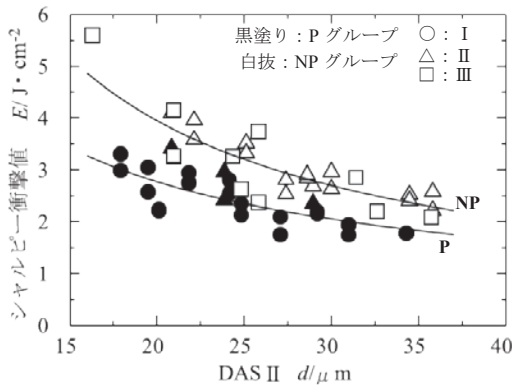
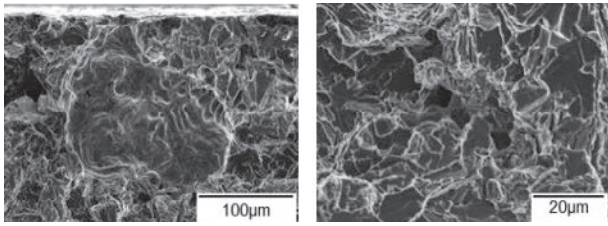


図4. シヤルピー衝撃値とDAS IIの関係



(a) ガスポロシティ (b) 引け巣  
図5. SEM観察による破断面のポロシティ

図4は破断面に10倍ルーペ観察で判別できる100 μm程度以上のポロシティが観察される試料を黒塗り(以後Pグループ), 判別できない試料を白抜き(以後NPグループ)で表している。Pグループ, NPグループ共にDAS IIの拡大に伴い衝撃値は低下する。Pグループの衝撃値はNPグループよりも小さい。

図6に亀裂発生エネルギー $E_i$ ・亀裂伝播エネルギー $E_p$ とDAS IIの関係を示す。NP, Pグループ共に $E_i$ はDAS IIの拡大に伴い低下するが,  $E_p$ はDAS IIに依存せず, ほぼ一定値の $0.5 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$ である。ポロシティ量がかなり低いNPグループからは, 衝撃値はDAS IIの小さな凝固速度が高い場合には,  $E_i$ が支配的になることを表す。

そこで, 衝撃特性に及ぼすポロシティの影響を検討するため, 基準となるNPグループのDAS IIとシヤルピー衝撃値の関係を最小二乗法で近似し, 式(6)を求めた。ここで $E$ : 衝撃値,  $d$ : DAS IIの測定値である。

$$E = 65.3 d^{-0.94} \dots\dots\dots (6)$$

試料の衝撃値と式(6)によるDAS IIでの補正值との比を相対衝撃値 $E_N$ と定義した。図7に $E_N$ とポロシティ量の関係を示す。ポロシティ量の増加に伴い相対衝撃値は小さくなる。ポロシティ量0.5%以下の試験片の相対衝撃値の平均は1.0であり, 標準偏差は0.1であった。

アルミニウム合金では, 凝固速度が高いほど, 衝撃値に及ぼす欠陥の影響が強いことが知られている<sup>(6)</sup>ため, 凝固速度の影響を調べた。本実験試料のDAS IIの範囲は16~36 μmであり, 350°C予熱の舟金型試験片の引張試験片採取位置では, DAS IIが30 μm以上であることから, これを基準に2グループに区分した。

図7に $E_N$ のポロシティ量の依存性を示す。DAS IIが広い

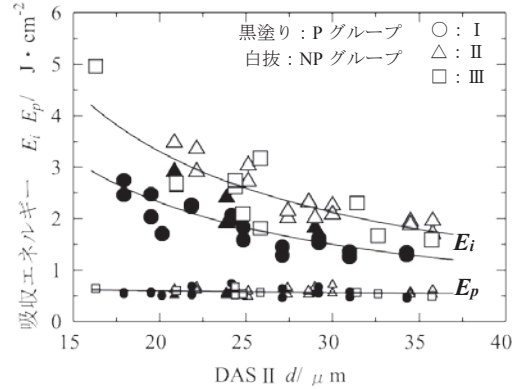


図6. 吸収エネルギーとDAS IIの関係

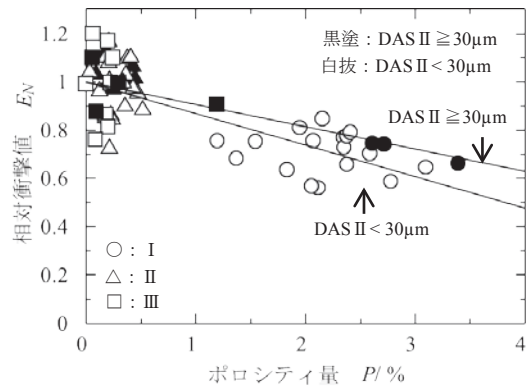


図7. 相対衝撃値とポロシティ量の関係

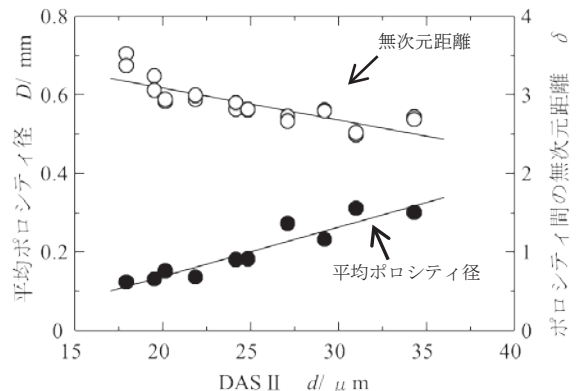


図8. ポロシティの径および無次元距離とDAS IIの関係

ほど,  $E_N$ の傾きが小さいことから, ポロシティの影響が小さいことを示している。

(1) ガスポロシティの大きさの影響

図8にNo. IのDAS IIに対するφ100 μm以上のガスポロシティの平均径 $D$ およびポロシティ中心間の無次元距離 $\delta$ との関係を示す。DAS IIが狭いほど $D$ は小さくなり,  $\delta$ は広がる。シヤルピー衝撃試験時に破壊の起点側では, ポロシティの曲率半径から, ポロシティが小さいほどその周囲のひずみは大きくなる。ポロシティ間の相互作用を考えなければ, ポロシティが小さいほど応力集中が大きくなり, 亀裂が発生しやすいことになる。

(2) ガスポロシティ分布の影響

無次元距離 $\delta$ はDAS IIが広がるにつれ小さくなり,  $D$ も



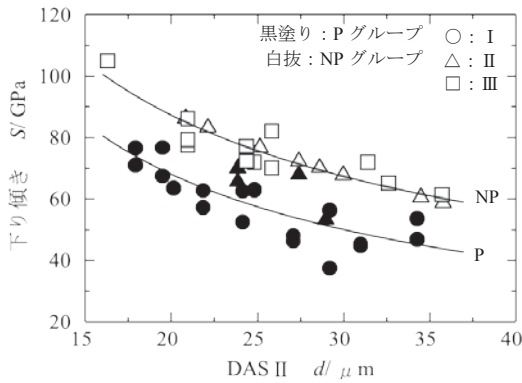


図9. 下り傾きとDAS IIの関係

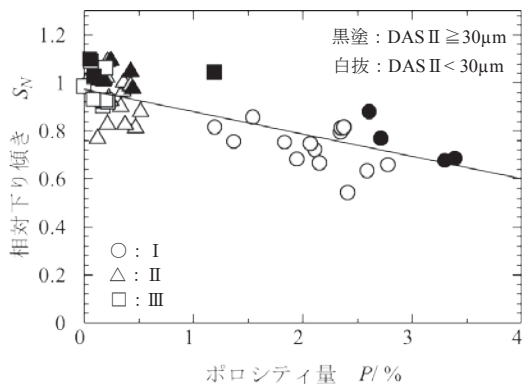


図10. 相対下り傾きとポロシティ量の関係

大きくなることで、 $\delta$ が近いほど相互作用でポロシティ間に相対的に強い応力集中が発生する。したがって、DAS IIが広がるほどポロシティ径との $\delta$ から、亀裂が発生しやすくなると考える。

ポロシティの影響は図7に示すようにDAS IIが狭いほどポロシティ量の増加により相対衝撃値が低下する。しかし、ポロシティ分布では、DAS IIが広いほどDの拡大と $\delta$ の縮小により靱性低下に作用する。本実験では、ポロシティ径とポロシティ間距離の影響が強く表れている。

**3.3 亀裂伝播特性とポロシティの関係** 破壊開始後の衝撃特性は下り傾き $S$ を採用した。下り傾きが緩やかであるほど、亀裂伝播抵抗が強いことを表す。

図9に下り傾きとDAS IIの関係を示す。下り傾きはDAS IIが広がるほど緩やかになる。凝固速度が低いほど3次元的に平板状の共晶Siは粗大になる。

破面観察では、DAS IIが広いほど破面の凹凸が大きくなり、破断面積が広がる幾何学的な要因が挙げられる。また、亀裂が伝播する際、平板状の共晶Siに沿って亀裂が伝播しやすいくことを考えるとDAS IIが広いほど $S$ は低下しやすいくと考える。図6からは、 $E_p$ はDAS IIに依存せず、ほぼ一定であり、初期亀裂を生じさせる $E_i$ はDAS IIが狭いほど、高くなる。このことから、組織的な影響よりも亀裂発生時に亀裂先端にかかる曲げ応力がDAS IIの広い方で低くなるため、見掛け上、亀裂伝播速度が低下したと考える。

NPグループの下り傾きの近似式から得られた計算値と下り傾き $S$ との比を相対下り傾き $S_v$ とした。図10に相対下り

傾きとポロシティ量との関係を示す。相対下り傾きはポロシティ量の増加により亀裂伝播抵抗は強くなる。この要因として以下の二つが挙げられる。

(1) ガスポロシティによる亀裂のピン止め効果

亀裂がガスポロシティに到達すると、亀裂の開口端が一時的に球形となり、亀裂の進展が停滞する。亀裂はポロシティを回り込むように進展するため、亀裂進展が遅れると考える。このため、下り傾きが緩やかになる。

(2) ガスポロシティ間の亀裂伝播

ガスポロシティがあることでポロシティ周囲に応力集中が起きる。ポロシティ中心間の無次元距離に近いほどポロシティ間の応力集中係数が高くなり、最近傍のポロシティへ向かって亀裂が発生または進展しやすくなると考えられる。応力集中の方向に沿って亀裂が進展することで破壊面積が増加し、下り傾きが小さくなる。

この二つは共に下り傾きを緩やかにする。これら要因のどちらかまたは両方が作用すること、亀裂先端に掛かる応力レベルが異なることで、亀裂伝播エネルギー $E_p$ に対してポロシティ量の影響が小さく表れたと考える。

#### 4. まとめ

溶湯ガス量の異なるAD12合金鋳物の衝撃特性を調査し、衝撃特性に及ぼす鋳巣欠陥の影響について検討した結果、以下のことが明らかになった。

(1) 衝撃値はガスポロシティによって低下した。衝撃値の低下は亀裂発生エネルギーが支配的である。亀裂伝播エネルギーはポロシティの影響をあまり受けない。

(2) 凝固速度の影響を除いた衝撃値はポロシティ量の増加により小さくなる。これはポロシティによって衝撃力の支持面積が減少するためである。衝撃値に及ぼすポロシティ量の影響はポロシティ径とポロシティ間距離の影響を強く受ける。

(3) 凝固速度の影響を除いた下り傾きはポロシティ量の増加によって緩やかになる。ガスポロシティのピン止め効果による亀裂進展の遅れや、ガスポロシティ間を亀裂が伝播することによる破壊面積の増大が要因であると推察する。

(平成27年8月24日受付, 平成27年8月24日再受付)

#### 文 献

- (1)岡安光博, 金沢憲一, 西直美:「ADC10アルミニウム合金ダイカストの引張特性に及ぼす内部欠陥の影響」, 鋳造工学, Vol.70, No.11, pp.779-785 (1998)
- (2)村上敬宣, 遠藤正浩:「疲労強度に及ぼす微小欠陥の影響の評価法」, 日本機械学会論文集(A編), Vol.49, No.438, pp.127-136 (1983)
- (3)熊井真次, 向山陽:「アルミニウム合金鋳物・ダイカストの新しい引裂き靱性表示法」, 鋳造工学, Vol.79, No.11, pp.671-675 (2007)
- (4)小林俊郎, 山本勇, 上村正樹:「計装化シャルピー試験法による動的弾塑性靱性値の有効性」, 鉄と鋼, Vol.74, No.5, pp.903-909 (1988)
- (5)加藤鋭次, 小林俊郎:「Al-Si系合金鋳物の破壊靱性に及ぼす凝固組織の影響」, 軽金属, Vol.30, pp.140-146 (1980)
- (6)アルミニウム合金鋳物のガス含有量と機械的性質に関する研究部会:「研究報告41 アルミニウム合金鋳物のガス含有量と機械的性質」, 日本鋳物協会 (1986)

## 論文

## 色見えを改善したLED照明器具の開発その2

岩永 敏秀<sup>\*1)</sup> 中村 広隆<sup>\*2)</sup> 白井 志朗<sup>\*3)</sup> 市原 茂<sup>\*4)</sup> 石原 正規<sup>\*4)</sup>

## Development of new LED luminaire improved color appearance No.2

Toshihide Iwanaga<sup>\*1)</sup>, Hiroataka Nakamura<sup>\*2)</sup>, Shirou Shirai<sup>\*3)</sup>, Shigeru Ichihara<sup>\*4)</sup>, Masami Ishihara<sup>\*4)</sup>

It is important to consider the color appearance of objects to which the LED luminaire lights up in the spectral distribution design. However, it has been known that maximizing the effect of color appearance caused to decrease the luminous efficacy. In this study, we report both a spectral distribution design method to realize higher luminous efficacy without losing color appearance effect, and a trial LED lamp developed based on the method. With respect to the spectral distribution by this method, the luminous efficacy improvement of approximately 16% and 25% has been achieved for (1) daylight approximation and for (2) increasing the chroma of the color red respectively compared to the lamp without efficacy consideration.

キーワード: LED, 色見え, CIECAM02, 分光分布設計, 光源効率

Keywords: LED, Color appearance, CIECAM02, Spectral distribution design, Luminous efficacy

## 1. はじめに

LED照明器具は、高効率および長寿命の光源として急速に普及しているが、その一方で、照明した物体の色見えに課題があると指摘されている。例えば、赤色の見え方が良くない、色見えの評価方法として広く普及している演色評価数がLED照明の実際の見え方を正しく再現していない、といった課題がある<sup>(1)</sup>。これらの課題に対して、平成22年度～24年度に実施した首都大学東京との共同研究<sup>\*</sup>により、色見えの改善に適したLEDの分光分布を導出し、その効果を確認した<sup>(2)~(5)</sup>。

一方、色見えの改善を最大化するように分光分布を設計すると、光源効率が低下するという課題がある。そこで本研究では、色見えの効果を損なうことなく、光源効率を確保する分光分布設計方法の開発と本設計方法によるLEDランプの試作を行ったので報告する。

## 2. 実験方法

2.1 色見えを考慮した分光分布設計方法の概要 首都大学東京との共同研究では、LED照明器具の色見えに関する視感評価実験、主成分分析および色見えモデル(CIECAM02<sup>(6)</sup>およびCIECAM02-UCS<sup>(7)</sup>)を利用した実験結果の解析を行い、分光分布設計に応用した。分光分布は、次のような手順で算出する。

青色LEDと青緑色、緑色、赤色の各蛍光体を用い、加法

混色して目的に適した白色光を合成する。このとき、次式で目的とする白色光の分光分布 $P(\lambda)$ を表すことができる。

$$P(\lambda) = k_1 \cdot P_b(\lambda) + k_2 \cdot P_{bg}(\lambda) + k_3 \cdot P_g(\lambda) + k_4 \cdot P_{r1}(\lambda) + k_5 \cdot P_{r2}(\lambda) \quad \dots\dots\dots (1)$$

上式において、 $P(\lambda)$ :求めたい白色光の分光分布、 $P_b(\lambda)$ :青色LEDの分光分布、 $P_{bg}(\lambda)$ :青緑色蛍光体の分光分布、 $P_g(\lambda)$ :緑色蛍光体の分光分布、 $P_{r1}(\lambda)$ :赤色蛍光体1の分光分布、 $P_{r2}(\lambda)$ :赤色蛍光体2の分光分布、 $\lambda$ :波長380 nm～780 nm、 $k_1 \sim k_5$ :青色LEDおよび各蛍光体の混色比である。(1)式の分光分布のうち、相関色温度を一定値(今回は、5000 K)かつ色相差 $\Delta h$ を一定値以下にする制約条件の下、①CIECAM02-UCSにより算出する昼光との色差 $\Delta E'$ を最小にする、または②色票番号9(高彩度の赤)の $\Delta Q_9$ および $\Delta M_9$ について、 $a_1 \Delta Q_9 + a_2 \Delta M_9$ を最大にするように係数 $k_1 \sim k_5$ の最適化計算を行った。ここで、 $\Delta Q_9$ は高彩度の赤についての昼光とのブライトネス差であり、昼光との明るさの差を表す。また、 $\Delta M_9$ は昼光とのカラフルネス差であり、昼光との鮮やかさの差を表す。最適化計算の方法としては、GRG(一般化簡約勾配法)を用いた。本設計方法により、それぞれ、①昼光との色差が小さく抑えられる(昼光の色見えに近い)効果、または②赤色の明るさ、鮮やかさを高める効果がある分光分布を実現することができる。

一方、上記の色見えの効果を最大化すべく設計すると、光源効率が低下するという課題がある。すなわち、青色LED励起の白色LEDでは、色見えの効果を改善するために赤色成分を増加させる必要があるが、眼の視感効率という点では、赤色成分の効率は低く、本成分を多く含む白色LEDの光源効率も低くなる。LEDを照明器具に使用するた

\*事業名 都市課題解決のための技術戦略プログラム(東京都)

\*1) 光音技術グループ

\*2) 交流連携室

\*3) 株式会社テラシア

\*4) 首都大学東京

めには、色見えと光源効率のバランスも重要であり、色見え効果を損なうことなく、光源効率を確保する設計が必要である。

2. 2 色見えと光源効率のバランスのとれた設計方法の開発

色見えだけではなく、光源効率も考慮した分光分布設計を実施するため、次の検討を行った。色見えの効果を確保するために、首都大学との共同研究で実施した視感評価実験結果を利用し、昼光近似または赤色の鮮やかさを増す色見えの効果を確保できる $\Delta E'$  (色差) と $\Delta QM_n$  (赤色の明るさ・鮮やかさ) の閾値を、それぞれ次の通り導出した。

(1) 昼光近似の分光分布

視感評価実験は、試料光源と基準光源との一対比較により行った。評価用ブース2個を一組とし、左側に試料光源を、右側に基準光源を設置した。基準光源として、D50 蛍光ランプ (相関色温度5000 Kの昼光に近似した蛍光ランプ) などを用いた。図1に実験ブースの外観を示す。一組のブース底面中央部に同じ色票



図1. 実験ブースの外観

(演色評価数R1~R15を評価するための色票, 4 cm×4 cm) を一つずつ配置し、実験参加者には、その色票の見えを比較して評価することを求めた。色見えの評価に用いた色票の説明を表1に示す。相対的な見えの印象の程度を形容詞(「違って見える」, 「鮮やか」, 「明るい」など)に関して、「全くそう思わない (1)」 ~ 「非常にそう思う (7)」の7段階で答えさせた。(質問例: 右側の色に比べて、左側の色の方が、明るいですか?)。

表1. 色見え効果の評価に用いた色票

色票番号	色票の説明
1~8	中彩度・中明度の紫~赤
9	高彩度の赤
10	高彩度の黄
11	高彩度の緑
12	高彩度の青
13	西洋人の肌色
14	木の葉の色
15	日本人の肌色

本実験において、基準光源および試料光源ともにD50 蛍光ランプを設置したときの「違って見える」評定値の結果を図2に示す。被験者は、大学生10名とした。その結果、「違って見える」評定値の平均値は、約4点(どちらともいえない)であった。上記の実験は、ほぼ同一の相対分光分布下で比較しているため、光源の分光分布に起因する色見えの違いは生じないことが明らかである。この結果から、

光源による色見えの違いがないときの閾値として、4点を採用する。一方、試料光源として市販LEDランプ、蛍光ランプおよび白熱電球を用いた別実験で求めた「違って見える」評定値(実験値)と基準光源との色差 $\Delta E'$  (計算値)の相関関係を図3に示す。色差 $\Delta E'$ の対数値と「違って見える」評定値は正の相関関係にあり、評定値が4点のときの色差を外挿すると $\Delta E' \approx 2.2$ である。これより、基準光源との色見えの違いがないときの閾値を $\Delta E' < 2.2$ とする。

(2) 赤色の鮮やかさを増す分光分布

試料光源として市販LEDおよび蛍光ランプを設定した際の「明るい」評定値と「鮮やか」評定値が(基準光源に対して)ともに6点(「そう思う」)以上するとき、鮮やかさおよび明るさが明らかに増加しているとする。さらに本実験で求めた「明るい」評定値および「鮮やか」評定値(実験値)とCIECAM02-UCSの $\Delta QM_n = a_1 \Delta Q_n + a_2 \Delta M_n$  (計算値,  $\Delta Q_n$ は基準光源とのブライトネス差,  $\Delta M_n$ はカラフルネス差,  $a_1, a_2$ は実験から求める定数,  $n$ は色票番号)の相関関係を図4, 5に示す。ややばらつきは大きいだが、 $\Delta QM_n$ と「明るい」評定値または「鮮やか」評定値はそれぞれ正の相関関係にあるといえる。「明るい」評定値または「鮮やか」評定値が6点のときの $\Delta QM_n$ を外挿すると、「明るい」評定値では $\Delta QM_n \approx 2.2$ , 「鮮やか」評定値では $\Delta QM_n \approx 1.8$ であった。これより、昼光に比べて明らかに明るくかつ鮮やかに感じるときの閾値を $\Delta QM_n > 2.2$ とする。

次に(1)または(2)の閾値以内で最も効率の良い分光分布をGRG法を使用した最適化計算により、それぞれ算出した。最適化計算の制約条件としては、以下にまとめることができる。

- (a) 相関色温度を5000 K (昼白色) とする。
- (b) 色の変化(色相差 $\Delta h$ )を設定値以下とする。
- (c) 昼光近似の分光分布の場合、閾値 $\Delta E' < 2.2$ とする。
- (d) 赤色の鮮やかさを増す分光分布の場合、 $\Delta QM_n > 2.2$ とする。

上記制約条件で、目的変数として光源効率を最大化するように最適化計算を行う。ここで、光源効率は、次のように算出する。

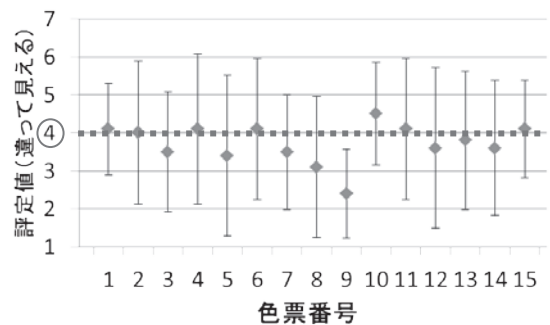


図2. D50 蛍光ランプ同士を比較したときの「違って見える」評定値

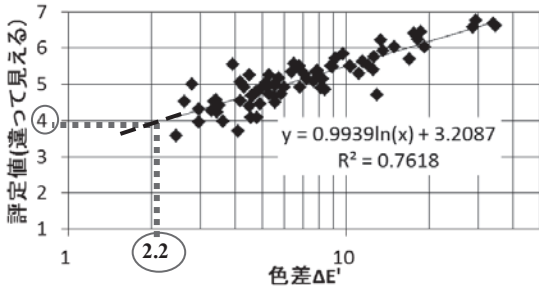


図3. 昼光との色差 $\Delta E'$ と評定値の相関

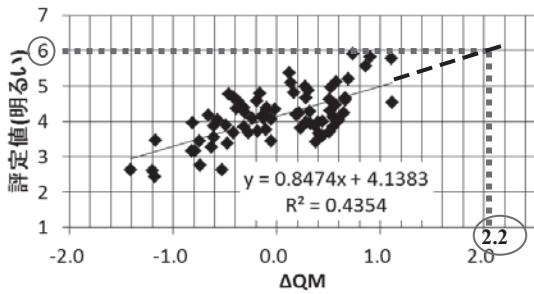


図4. 指標 $\Delta QM$ と「明るい」評定値の相関

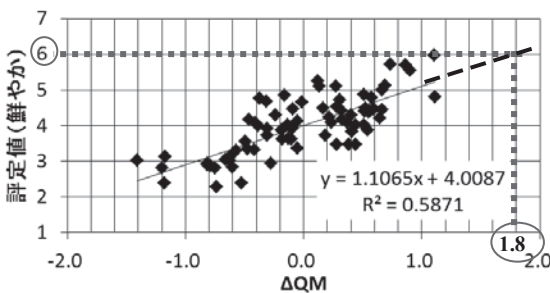


図5. 指標 $\Delta QM$ と「鮮やか」評定値の相関

設計する白色LEDの分光分布は式(1)で決まる。各分光分布が分光放射束(W/nm)の単位を持つとき、設計した白色LEDの全光束 $\Phi$ (lm)は、

$$\Phi = K_m \int_{380}^{780} P(\lambda)V(\lambda)d\lambda \approx K_m \sum_{380}^{780} P(\lambda)V(\lambda)\Delta\lambda \dots (2)$$

と表すことができる。ここで、 $K_m$ は最大視感効果度(lm/W)、 $V(\lambda)$ は標準分光視感効率である。励起源である青色LEDへの投入電力を $p$ (W)とすると、設計した白色LEDの光源効率 $\eta$ は、次式で表すことができる。

$$\eta = \Phi / p \dots \dots \dots (3)$$

以上の設計方法により算出した分光分布例を図6に示す。表2には、バランスを考慮した分光分布の効率改善例を示す。効率考慮前に比べて、①“昼光近似”分光分布について16%、②“赤色鮮やか”分光分布について25%の光源効率向上を実現している。

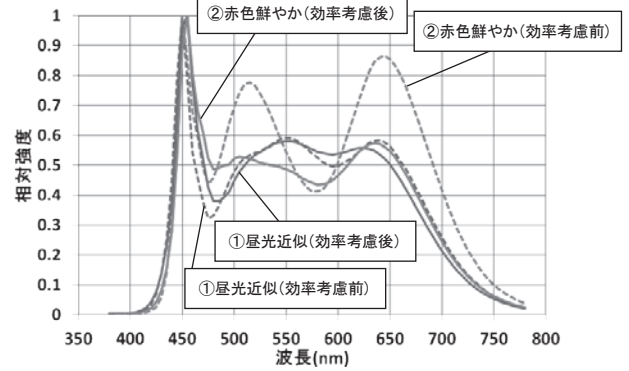


図6. 色見えと効率を考慮した分光分布の例

表2. 色見えと効率を考慮した分光分布設計による効率改善例

種類	効率考慮前 (lm/W)	効率考慮後 (lm/W)	色見えの閾値
①昼光近似	56	65	$\Delta E' < 2$ (青色を除く)
②赤色鮮やか	36	45	$\Delta QM_0 = 2.5$

2.3 本分光分布設計によるLEDランプの試作 図7に、本分光分布設計方法により製作したLEDチップを組み込んだLEDランプ(直管形)を示す。



図7. 試作した照明器具(直管形LEDランプ)の外観

### 3. 結果および考察

3.1 照明器具の評価(光学特性, 色見え) 試作した照明器具について、光学特性測定および色見えの効果について評価を行った。表3にランプ光束, 器具効率, 色見えの効果などを示す。配光特性では、1/2ビーム角が0-180°方向(ランプの長軸方向)で約100°, 90-270°方向(ランプの短軸方向)で約160°であった。JIS C 8159-2では直管LEDランプの下方, 頂角120°の円すい形の範囲内に70%を超えて光束を集中させてはならないと規定されている。この数値を配光特性から計算すると59%となり、規格を満たす拡散性が確保できている。

表3. 試作したLEDランプ(直管形)の効率・色見えの効果

	チップ効率 (lm/W)	ランプ光束 (lm)	器具効率 (lm/W)	色見えの効果
試作① (昼光近似)	96	3310	72	$\Delta E' < 2.2$ (色票12以外)
試作② (赤色鮮やか)	73	1640	61	$\Delta QM_0 > 2.2$



試作したLEDランプで照明したときの色見えの効果をそれぞれ図8および図9に示す。色見えの効果は、2.2で使用した色票を照明したときの $\Delta E'$ （基準光源との色差）および $\Delta QM_n$ （ $=a_1\Delta Q_n + a_2\Delta M_n$ 、基準光源とのブライトネス差とカラフルネス差を表す）で評価を行った。また、市販直管形LEDおよび市販蛍光ランプの評価結果も合わせて示す。試作①（昼光近似）について、色票12（高彩度の青色）を除いて、色見え効果の閾値（ $\Delta E' < 2.2$ ）を満足している。市販LEDランプおよび蛍光ランプに比べて、色差 $\Delta E'$ が小さく、基準光源（昼光）に、より近似したランプということができる。試作②（赤色鮮やか）について、色票9（高彩度の赤色）について、色見え効果の閾値（ $\Delta QM_9 > 2.2$ ）を満足している。また、市販LEDランプおよび蛍光ランプに比べて、 $\Delta QM_9$ の値が大きく、赤色が鮮やかに見える効果が期待できる。

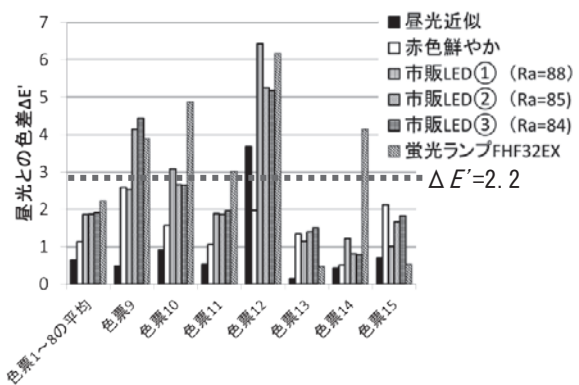


図8. 色みえの効果（昼光との色差）

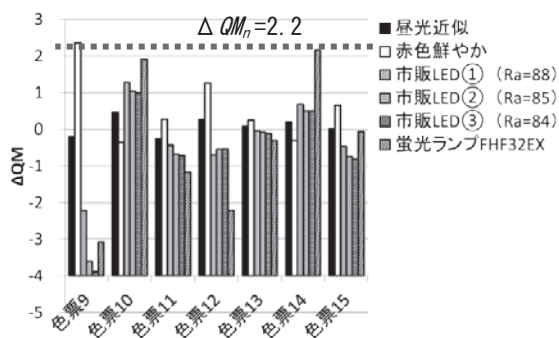


図9. 色みえの効果（鮮やかさの指標）

### 3. 2 照明器具を室内に設置したときの省エネ効果の試算

試作①（昼光近似）と蛍光ランプ（ラピッドスタート型（以下、RS型とする））、蛍光ランプ（高周波点灯型（以下、Hf型とする））を設置したときの消費電力の試算を行った。計算条件として、間口10 m、奥行き10 m、高さ2.8 mの室内天井に作業面照度（高さ0.8 m）が750 lxを確保するようにトラフ型照明器具を設置した。計算は、DIAL社の照明計算ソフトウェア dialuxを使用した。図10に試作①の計算結果を、表4に省エネ効果の試算結果を示す。蛍光ランプ（Hf型）に対しては電力削減にはつながらないが、蛍光ランプ（RS型）に比べると、約12%の電力削減効果が見込める。省エネルギーという観点からは、蛍光ランプ（RS型）を置き換えることによる電力削減が期待できる。

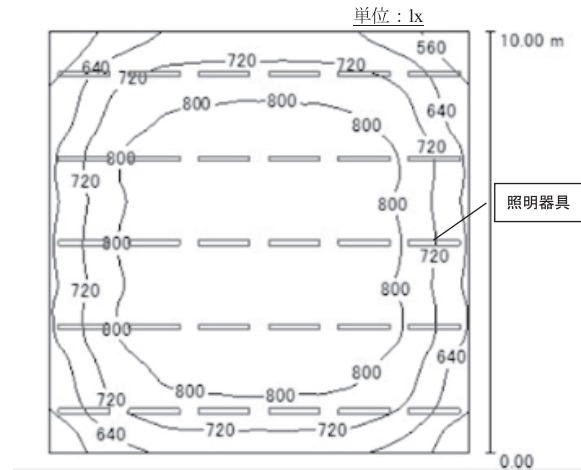


図10. 試作①の計算結果（照度分布）

表4. 省エネ効果の試算

	消費電力 (W)	必要灯数 (台)	総消費電力 (W)
試作① (昼光近似)	46	30	1380
蛍光ランプ (RS型)	45	35	1575
蛍光ランプ (Hf型)	45	24	1080

## 4. まとめ

色見えと光源効率のバランスに配慮した分光分布設計方法を開発し、本設計方法を活用したLEDチップおよび照明器具（直管形LEDランプ）の試作を行った。試作した照明器具は、色見えの効果を保ったまま、光源効率向上を実現できた。試作①（昼光近似）ランプについての省エネルギー効果を試算したところ、蛍光ランプ（RS型）に対しては約12%の電力削減効果が期待できる結果を得た。

（平成27年7月13日受付，平成27年8月12日再受付）

## 文 献

- (1) Colour rendering of white LED light sources, CIE Publication 177 (2007)
- (2) 岩永敏秀, 中村広隆, 市原茂, 山下利之, 石原正規: 「光源の色見えの違いに関する視感評価実験」, 照明学会全国大会講演論文集, No.44, p.177 (2011)
- (3) 岩永敏秀, 中村広隆, 市原茂, 山下利之, 石原正規: 「色見えを改善したLED照明器具の試作」, 照明学会全国大会講演論文集, pp.9-18(2012)
- (4) 市原茂ほか: 「LED照明下での色彩評価」, 日本官能評価学会誌, Vol.15, No.1, p.49 (2011)
- (5) 岩永敏秀, 中村広隆, 市原茂, 山下利之, 下川昭夫, 石原正規: 「色見えを改善したLED照明器具の開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.8, pp.26-29 (2013)
- (6) A Colour Appearance Model for Colour Management Systems : CIECAM02, CIE Publication 159 (2004)
- (7) M.R.Luo, G.Cui and C.Li: "Uniform Colour Spaces Based on CIECAM02 Colour Appearance Model", Color Res.Appl.31-4, pp.320-330 (2006)



## 論文

## クエン酸ニッケルめっきの皮膜特性に及ぼすクエン酸の作用機構

土井 正<sup>\*1)</sup>

## Acting mechanisms of citric acid on the properties of nickel citrate electroplated film

Tadashi Doi<sup>\*1)</sup>

For coping with the strict effluent regulations on boron discharge established for environmental protection in Japan, the authors have developed a new nickel electroplating bath (hereinafter simply referred to as a "Citrate bath") using citric acid instead of boric acid in a Watts bath. The citrate bath offers an excellent, practical, and more environmentally friendly plating method for bright nickel decoration and protection. The hard deposit obtained from the citrate bath has the crystal structure of fine and random orientation not achievable with the conventional methods. In order for clarifying the coating mechanism the citrate bath, an investigation was made on the relation between the properties of the film and the presence status of chemical species of the complexes with nickel ion using the citric acid and acetic acid and succinic acid. Based on the results, it assumed that abundant free nickel ions are present in a citrate bath and the nickel is electrodeposited from the chelate of nickel citrate complexes. I concluded that the finely-grained hard deposit of randomly-oriented structure is produced through the electrodeposition of nickel from the specific structure of the nickel citrate complexes forming the chelate of the nickel ion with two carboxyl groups of citrates among three.

キーワード：クエン酸, 電気ニッケルめっき, クエン酸ニッケルめっき浴, 皮膜特性, カルボキシル基, キレート

Keywords : Citric acid, Electroplating, Nickel citrate electroplating bath, Properties of the film, Carboxyl groups, Chelate

## 1. はじめに

電気ニッケルめっきは、主に各種めっきの下地めっきとして、装飾や防食を目的としたものから機械、電子部品などへの工業的用途まで、最も幅広く利用されている。電気ニッケルめっき浴のうち、一般的に広く使用されているワット浴は1916年にWatts氏により開発され、硫酸ニッケル、塩化ニッケル、およびホウ酸で構成されている。その浴の構成成分の役割は、硫酸ニッケルはニッケルイオンの供給源、塩化ニッケルはニッケル陽極の溶解促進とめっき液の電導性の向上、ホウ酸は焦げの発生を防止して使用電流密度の範囲を広げ、浴のpH変動を制御して、皮膜の内部応力や延性などの物性を改善するとされている。しかしながら、ホウ素が、水質汚濁防止法により排水基準値が設けられたため、著者らは、ホウ酸の代わりにクエン酸を用いたクエン酸ニッケル電気めっき浴（以下、クエン酸浴と略記する）を開発した<sup>(1)~(6)</sup>。クエン酸浴は、ワット浴中のホウ酸をクエン酸に置き換えただけのめっき浴で、ワット浴と同様の設備、作業条件で同等の特性を有し、装飾・防食用途の電気ニッケルめっき法としてすでに実用化されている。

一方、クエン酸浴の優れた特性として、ホウ酸を使用し

たニッケルめっき浴では得られない平滑で微細、かつ硬い皮膜が得られることを見出したものの、理論的考察はなされていない。そこで、クエン酸浴から得られる皮膜形態にクエン酸がどのように関与するのかを明らかにするために、クエン酸と同類のカルボン酸類である酢酸、コハク酸を用いて、ニッケルめっき液中でのMono-, Di-, Tri-カルボン酸の存在状態と得られた皮膜特性との関係を調べた。

## 2. 実験方法

2.1 実験に供しためっき浴 実験に供した4種のめっき浴は、硫酸ニッケル; 1.07 M (ただし、Mはmol/dm<sup>3</sup>である) と塩化ニッケル; 0.19 Mとの混合液を無添加浴とし、この浴にクエン酸; 0.1 Mを添加した浴をクエン酸浴、酢酸; 0.1 Mを添加した浴を酢酸浴、コハク酸; 0.1 Mを添加した浴をコハク酸浴とし、希硫酸、および塩基性炭酸ニッケルを用いて所定のpHに調整した。

2.2 化学種の計算 各カルボン酸の化学種の形態を調べるために、表1に示す酸解離定数 (pKa値<sup>(6)</sup>)、および表2に示すニッケルとの錯体の安定度定数<sup>(7)</sup>を用いて、カルボン酸; 0.1 M, ニッケルイオン; 1 Mとして、各浴pHにおけるカルボン酸の化学種濃度を計算により求めた。

2.3 皮膜試験用試料の作製、および皮膜試験方法 めっき皮膜の硬さ、X線回折に供した試料は、既報<sup>(8)</sup>と同様に作製したものをを用いた。めっき皮膜の硬さは、マイク

事業名 平成20~22年度 (財)東京都中小企業振興公社  
基盤技術産業グループ支援事業

\*1) 表面技術グループ

表1. 実験に使用したカルボン酸の酸解離定数

カルボン酸	化学平衡式	酸解離定数
酢酸	$HL \rightarrow L^- + H^+$	$pK_1 = 4.56$
コハク酸	$H_2L \rightarrow HL^- + H^+$	$pK_1 = 4.00$
	$HL^- \rightarrow L^{2-} + H^+$	$pK_2 = 5.24$
クエン酸	$H_3L \rightarrow H_2L^- + H^+$	$pK_1 = 2.87$
	$H_2L^- \rightarrow HL^{2-} + H^+$	$pK_2 = 4.35$
	$HL^{2-} \rightarrow L^{3-} + H^+$	$pK_3 = 5.69$

L: カルボキシル基に水素が配位していない化学種を示す

表2. 実験に使用したカルボン酸とニッケルとの安定度定数

カルボン酸	化学平衡式	安定度定数
酢酸	$Ni^{2+} + L^- \rightleftharpoons NiL^+$	$\log K_1 = 0.70$
	$Ni^{2+} + 2L^- \rightleftharpoons NiL_2$	$\log K_2 = 1.25$
コハク酸	$Ni^{2+} + L^{2-} \rightleftharpoons NiL$	$\log K_1 = 1.60$
クエン酸	$Ni^{2+} + HL^{2-} \rightleftharpoons NiHL$	$\log K_1 = 3.89$
	$Ni^{2+} + L^{3-} \rightleftharpoons NiL^-$	$\log K_2 = 5.11$

L: カルボキシル基に水素が配位していない化学種を示す

ロビッカース硬度計 (試験荷重49 mN) により表面硬さを測定した。めっき皮膜の結晶構造は、X線回折装置 (Cu-K $\alpha$ 線) を用いて調べた。

2.4 陰極分極曲線の測定 陰極分極曲線の測定は、対極に電解ニッケル板、照合電極には銀/塩化銀電極を用い、めっき実験と同様の条件下で、自動分極装置を用いて電位走査法 (走査速度; 20 mV/min) により、自然電位から銅板を陰極分極して行った。

### 3. 結果と考察

3.1 各カルボン酸の化学種の形態 各カルボン酸の化学種と浴pHとの関係を計算により求めた結果を図1に示す。

いずれのカルボン酸もpHが高くなるにしたがって、カルボキシル基から水素が解離するとともに、ニッケルイオンとの錯体を形成している形態の濃度割合が多くなる傾向を示した。

既報<sup>(1)</sup>における各浴のpH滴定曲線の測定結果から、滴定曲線がpH緩衝性を示すpH領域においては、添加されたOH<sup>-</sup>に対してH<sup>+</sup>を供給することのできる水素が配位したカ

ルボキシル基を持つカルボン酸が存在することを表している。pH 4以上の領域では、いずれのカルボン酸浴も浴のpH緩衝性が低下し滴定曲線は立ち上がる。特に、クエン酸浴は極端に変化した。この領域においては、カルボキシル基から水素がほぼ全て解離したカルボン酸が主に存在することを示す。化学種計算の結果から、この領域でのカルボン酸は、水素が解離したカルボキシル基にニッケルイオンが配位した錯体が形成されていると考えられる。

これらの化学種計算結果とpH滴定曲線から、pH 2~6の範囲において、主に存在する化学種の形態と化学種平衡の

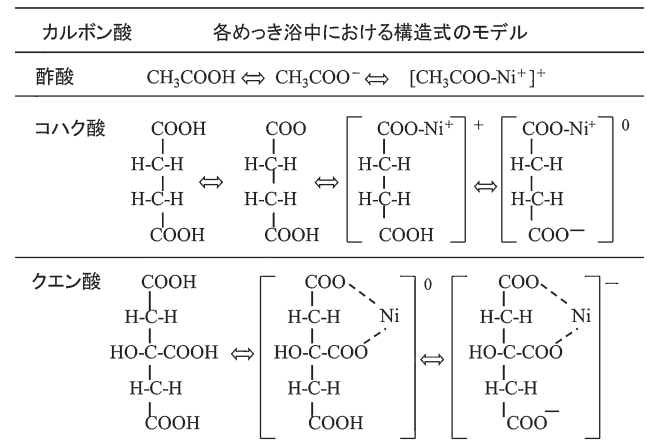


図2. 化学種の簡易平面構造式モデル

簡易構造式モデルを図2に示した。

酢酸 (HL) は、pH 2~6の範囲において、酢酸、酢酸イオン ([HL]<sup>-</sup>)、酢酸ニッケル錯体 ([NiL]<sup>+</sup>) との化学平衡を形成する。pHが4を超えるとニッケルイオンが単座配位した酢酸ニッケル錯体の濃度割合が多くなると考えられる。

コハク酸 (H<sub>2</sub>L) は、pH 2~4の範囲においてコハク酸として存在する割合が多く、pH 4~5の範囲においては、主に、2つのカルボキシル基のうちの1つから水素が解離したコハク酸イオン ([HL]<sup>-</sup>) とコハク酸とが化学平衡を形成する。

pH 5~6の範囲においては、コハク酸イオンとコハク酸ニッケル錯体 ([NiL]) が化学平衡を形成し存在すると考えられる。

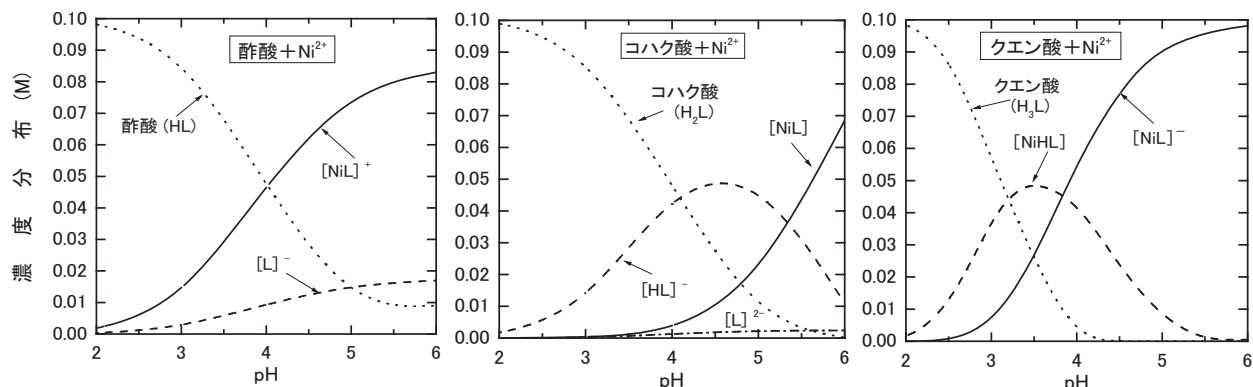


図1. 各カルボン酸の化学種と浴pHとの関係

クエン酸 ( $H_3L$ ) は, pH 2~3の範囲においては主にクエン酸と一部カルボキシル基から水素が解離したクエン酸イオンとして存在する。pH 3.5近傍において, 3つのカルボキシル基のうちの2つとニッケルイオンがキレートを形成し, 他に水素が配位したカルボキシル基を持つ酸性クエン酸ニッケル錯体 ( $[Ni(HL)]$ ) が主に存在する。pH 4.0以上においては, クエン酸のカルボキシル基から水素が全て解離したクエン酸とニッケルイオンとのクエン酸ニッケル錯体 ( $[NiL]$ ) となり, 3つのカルボキシル基のいずれか2つとニッケルイオンが等価にキレートを形成し, 他のカルボキシル基はマイナスの電荷を帯びる。ニッケルイオンとのキレートは, クエン酸のみにおいて容易に形成されると考えられる。

一方, 酢酸は, 酢酸にニッケルイオンが単座配位するのみで, 酢酸単分子においてニッケルイオンとのキレートは形成しない。また, コハク酸ニッケル錯体の形態は, コハク酸は二座配位子であるが, 2つのカルボキシル基の距離間が大きく, その障害によって2つのカルボキシル基とニッケルイオンとのキレートは形成されにくいと考えられる。

なお, 無添加浴中, およびカルボン酸添加浴においてカルボン酸と錯体または化合物を形成していない他のニッケルイオンは, 水和ニッケルイオン ( $[Ni(OH_2)_6]^{2+}$ ) として存在すると考えられる。

### 3. 2 めっき皮膜の硬さとカルボン酸の形態との関係

めっき浴中の化学種の形態と皮膜特性との関係を探るために, 浴pHを変化させて各浴から得られた皮膜の硬さを調べた結果を図3に示す。

カルボン酸を含まない無添加浴からの皮膜硬さは, 浴pH 2~5の範囲において変化は極少なく, ほぼ同等の硬さ値 (HV 220前後) を示す。

カルボン酸浴からの皮膜硬さは, いずれの浴においても浴pHが高くなるにしたがって明らかに高くなる傾向を示した。皮膜硬さは酢酸浴<コハク酸浴<クエン酸浴の順に高くなる傾向を示した。特にクエン酸浴のみにおいては, 浴pH 4近傍以上において, ほぼ一定の高い硬さ値 (HV 450) を示し, クエン酸ニッケル錯体 ( $[NiL]$ ) 濃度の浴pH分布曲

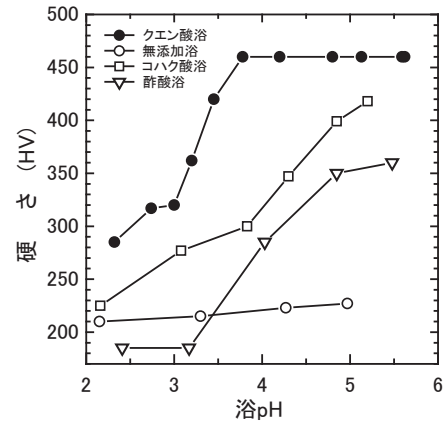


図3. 皮膜硬さと浴pHとの関係

線と近似する傾向となった。これらの結果から, 皮膜の硬さは, めっき浴中のカルボン酸とニッケルとの錯体の形態が関与しているものと推察される。

### 3. 3 めっき皮膜の結晶構造とカルボン酸の形態との関係

浴pHを変化させて各浴から得られた皮膜のX線回折測定を行い, その結果から Willsonら<sup>(9)</sup>の方法により, 配向指数を求めて皮膜の配向性を調べた結果を図4に示す。

既報<sup>(9)</sup>においてカルボン酸を含まない無添加浴からの皮膜の配向性は, 広いpH領域において (100) 面優先配向を示し, 結晶構造は浴pHの影響を受けないことを報告した。

カルボン酸を含む酢酸浴, およびコハク酸浴からの皮膜の配向性は, 浴pHが高くなるにしたがって変化が認められ, (100) から (110) 面優先配向へと変化する皮膜構造となり, カルボン酸の化学種の変化に類似する傾向を示した。

一方, クエン酸浴のみにおいて得られた皮膜の配向性は, 浴pH 4以上において (110), (111), (100) 面の配向指数が1に近く, 無配向組織に近い結晶構造を示し, 微細な皮膜であることを示している。浴pH 4以下においては, pHが低くなるにしたがって, (100) 面の配向指数が高くなり, 浴pH 3以下では (100) 面優先配向へと大きく変化した。皮膜硬さの傾向と同様に, めっき皮膜の結晶構造も浴中のクエン酸ニッケル錯体濃度の浴pH分布曲線と近似した傾向

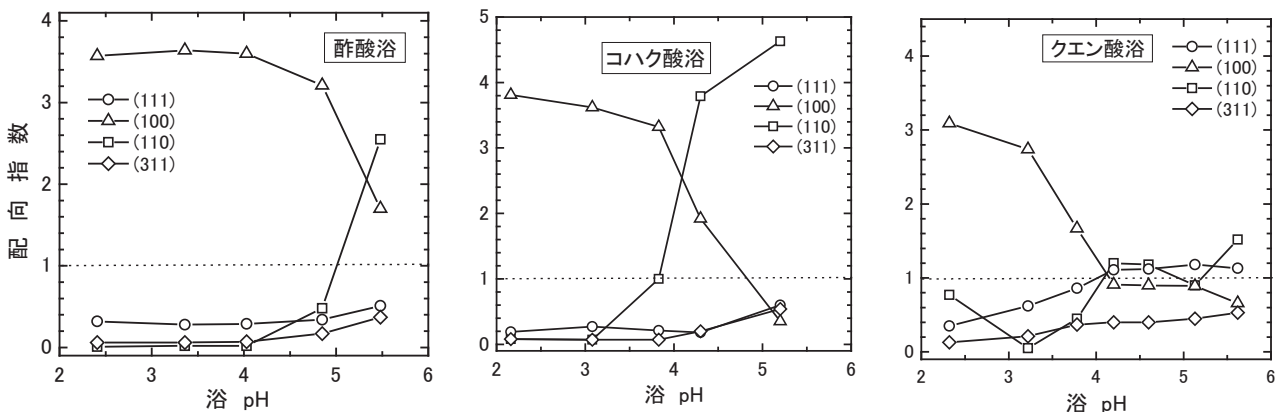


図4. 皮膜の配向性と浴pHとの関係

となった。

**3. 4 陰極分極曲線とカルボン酸の形態との関係** 各浴のpH4における陰極分極曲線を測定した結果を図5に示す。

3 A/dm<sup>2</sup>における各浴の析出過電圧は、無添加浴<コハク酸浴<酢酸浴<クエン酸浴の順に高くなり、最も高いクエン酸浴の析出過電圧は無添加浴に対して約100 mV卑へ移行した。一般に、析出過電圧が高くなるほど、得られた電析皮膜の結晶は微細化し、硬くなる<sup>(10)</sup>。クエン酸浴の析出過電圧は他浴に比べて最も高く、配向性のない微細で硬い皮膜が得られる結果と一致する。また、析出過電圧が高いことは、ニッケルイオンが単に配位した錯体からの電析でなく、錯体の安定度(表2)が高いクエン酸ニッケル錯体のキレート環からの電析であることを示唆している。

**3. 5 クエン酸の作用機構** クエン酸と同類の酢酸、コハク酸を用いて、浴中での存在状態とめっき特性との関係を調べ、比較した結果から、クエン酸浴からのニッケル電析機構を考察する。

いずれの浴も浴pHが高くなるにしたがってカルボン酸とニッケルとの錯体化合物が形成され、それに伴って得られた皮膜の構造が変化する結果を得た。したがって、皮膜の形態は、明らかに浴中のカルボン酸の構造に依存する。このうち、最も硬く配向性のないランダムな構造の特異的な皮膜が得られるのはTri-カルボン酸であるクエン酸を含む浴のみである。クエン酸浴中のクエン酸の形態は、pH4以上において、水素が解離した3つのカルボキシル基のうち、いずれか2つのカルボキシル基とニッケルイオンとが等価にキレートを形成することができるクエン酸ニッケル錯体を形成する。この錯体はニッケルイオンが配位していないカルボキシル基のCの電子密度が小さくなる<sup>(11)</sup>ため、マイナスの電荷が増してニッケルイオン濃度が高いバルクからニッケルイオンが容易に供給され配位し、クエン酸ニッケル錯体は見掛け上プラスの電荷に変化する。プラスに電荷した錯体は、陰極表面に吸着しやすくなり、それと同時に錯体の3つのカルボキシル基のいずれか2つとニッケルイオンとのキレートから交互に電析が行われる。このため、結晶核の発生が促進されて、ランダムなニッケル電析となり、得られた皮膜は、微細化し、硬く、無配向に近い結晶構造となると考えられる。

一方、低pH領域で酸性クエン酸ニッケル錯体が主に存在する浴の場合には、水素が配位したカルボキシル基へのニッケルイオンの配位が困難となる。このため、一つのキレートからの一方向からのニッケル電析となるため、Mono-, Di-カルボン酸である酢酸やコハク酸と同様に、結晶構造は方向性を持つ構造となり、皮膜の硬さが低下すると考えられる。

さらに、低pH領域におけるニッケルとの錯体を形成していないクエン酸が主に存在する浴の場合には、ニッケル錯体からの電析でないため、皮膜の構造はカルボン酸を添加しない浴からの皮膜と同様になると考えられる。

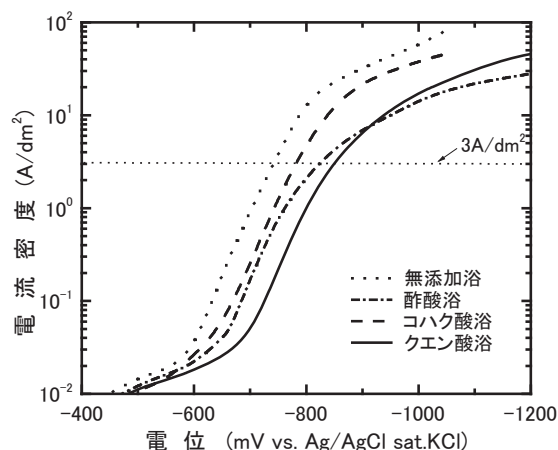


図5. 陰極分極曲線

#### 4. まとめ

クエン酸ニッケルめっきは、めっき浴中に水和ニッケルイオンを十分に存在させ、1/10 Mほどのクエン酸ニッケル錯体を介してニッケル電析が行われる。クエン酸浴から配向性のない微細で硬い皮膜が得られる要因は、Tri-カルボン酸であるクエン酸とニッケルとの錯体の構造に起因する。クエン酸ニッケル錯体は、ニッケルイオンと3つのカルボキシル基のうちのいずれか2つとニッケルイオンとのキレートを単分子のみで等価に形成することができる構造であり、そのキレートを介してニッケルが見掛け上交互に電析することにより、クエン酸浴でしか得られない特性を持つ皮膜が得られると考えられる。このことにより、電気ニッケルめっき浴の構成成分としてのニッケルイオンとの錯化剤を選択することにより、また新たな皮膜特性を持つ電気ニッケルめっき浴の創製が期待できる。

(平成27年7月14日受付, 平成27年8月12日再受付)

#### 文 献

- (1)土井正, 水元和成, 茅島正資, 田中慎一: 表面技術, Vol.51, p.718 (2000)
- (2)土井正, 水元和成, 茅島正資, 田中慎一: 表面技術, Vol.52, p.462 (2001)
- (3)土井正, 水元和成, 青沼昌幸, 田中慎一: 表面技術, Vol.53, p.335 (2002)
- (4)T.Do, K.Mizumoto, S.Tanaka, T.Yamashita: "Bright Nickel Plating from Nickel Citrate Electroplating Baths", Metal Finishing, Vol.102, No.4, p.26 (2004)
- (5)T.Do, K.Mizumoto, S.Tanaka, T.Yamashita: "Effect of Bath pH on Nickel Citrate Electroplating Bath", Metal Finishing, Vol.102, No.6, p.104 (2004)
- (6)電気化学協会編: 電気化学便覧, 丸善, p.88 (1985)
- (7)Anders Ringbom: 錯形成反応, 産業図書, p.302 など(1965)
- (8)土井正, 吉本圭子, 上原さとみ, 山本良雄, 高橋延夫: 東京都立産業技術研究所研究報告, 第8号, p.19 (2005)
- (9)K.S.Willson and J.A.Rogers: Tech.Proc.Amer.Electroplaters Soc, 51, p.92 (1964)
- (10)春山志郎: 表面技術者のための電気化学, p.69 (2001)
- (11)井上 稔: 有機電子論解説(上) 有機化学の基礎, 東京化学同人, p.55 (1980)



## 論文

## 電子部品用ホウ素フリーニッケルめっきの開発

浦崎 香織里<sup>\*1)</sup> 竹村 昌太<sup>\*1)</sup> 桑原 聡士<sup>\*1)</sup> 土井 正<sup>\*1)</sup>

## Development of boron free nickel electroplating for electronic components

Kaori Urasaki<sup>\*1)</sup>, Shota Takemura<sup>\*1)</sup>, Satoshi Kuwahara<sup>\*1)</sup>, Tadashi Doi<sup>\*1)</sup>

In general, the plating for electronic components is a duplex plating process consisting of nickel plating as under-coat and gold plating as top-coat. The nickel plating bath called "nickel sulfamate plating bath" is used for under-coat plating but the sulfamate bath contains boric acid. In recent years, boron free nickel plating bath is required in Japan, because boron became subject to the effluent regulation. On the other hand, for decorative plating, boron free nickel plating bath called "citric acid bath" was developed. This bath uses citric acid as an alternative to boric acid. The citric acid bath has already been launched for some plating industries in Japan. Aiming at an expansion of industrial application of the citric acid bath, we proposed to apply the nickel electroplating using the citric acid bath as an under-coat for gold plating of electronic components. Generally the high speed electroplating method (hoop plating) is conducted under higher cathode current density than that of decorative plating. In this study, surface properties and corrosion resistances of gold plating undercoated by the citric acid bath and the sulfamate bath were examined. As a result, it was found that the nickel plating by citric acid bath gave better corrosion resistance for gold plating than that of the sulfamate bath. That might be due to the difference in under-coat nickel surface properties between both.

キーワード：電気ニッケルめっき, 環境低負荷型, ホウ素フリー, 電子部品用めっき

Keywords : Nickel electroplating, Low environmental road, Boron free, Plating for electronic components

## 1. はじめに

めっき技術はエレクトロニクスおよび自動車産業などの発展を支える要素技術のひとつであり, これまでに数多くの優れためっき関連技術が実用化されてきた。近年においては, 電子部品の微細化および製造における環境対策の必要性から, 環境低負荷で薄膜かつ高機能なめっき技術が求められている。電子部品用めっきのうち, 接点部品に使用するめっきは, リールtoリール方式のフープめっきとよばれる高速連続めっき法が主流であり, 加工速度は0.5 m/minの低速から15 m/minの高速まで設備条件や要求品質などにより様々ではあるものの<sup>(1)</sup>, 生産性向上のためのさらなる高速化が求められている。

電子部品へのめっきには, 金などの素材が最上層のめっき皮膜に素材金属の拡散を防止するための下地めっきとしてニッケルめっきが用いられている。高速用ニッケルめっきには, 高電流密度で使用可能なスルファミン酸浴が主流である。スルファミン酸浴は, 電着応力が低く柔軟性に優れためっき皮膜を形成するといった特徴を有するものの, 皮膜表面上に水素ガスが停留することによって生じる電着不良(通常, 「ピット」とよばれる)外観不良を引き起こす。そのため, 工業的にはピット防止剤を添加する<sup>(2)</sup>。ピット

防止剤は, 皮膜の表面張力を低下させて水素の吸着を抑制することでピットの発生を防止するものであるが, これに含まれる硫黄成分などがニッケル皮膜中に共析することにより, 皮膜の耐食性が低下する<sup>(3)</sup>。

一方, めっき浴中でニッケルを安定的に電析するには, 浴のpHを一定に保つことが重要であり, pH緩衝剤としてホウ酸が用いられている。しかしながら, 2001年に水質汚濁防止法施行令の一部が改正され, ホウ素が排水規制対象物に指定されたことにより, ホウ素フリー化が求められるようになった。これに対応するため, 都産技研で世界初のホウ素フリーニッケルめっき浴(クエン酸ニッケルめっき浴)を開発し<sup>(4)</sup>, 表面粗さや硬さなどの皮膜物性が従来浴(ワット浴)よりも優れていることを見いだした<sup>(5)</sup>。また, 電気めっき業における暫定排水規制値が, 2013年度の改正により50 mg/lから40 mg/l<sup>(6)</sup>(暫定期間: 2013年7月1日~2016年7月1日)に強化され, 今後もホウ素フリーめっき浴の重要性が高くなることが予想される。

本研究では, クエン酸ニッケルめっきの工業的用途拡大を図り, その優れた皮膜物性を活かし, 添加剤なしで電子部品用下地めっきに適用することを目的とし, 組成および皮膜物性などについて検討した。

事業名 平成24年度 基盤研究

\*1) 表面技術グループ

## 2. 実験方法

2.1 回転型めっき法による試料作製 本研究では、高速めっき法のモデル法として、回転型めっき装置（株）山本鍍金試験器製）を用いた（図1）。回転型めっきは、一定の電流密度において円形陰極板（被めっき板）を一定速度で回転させながらめっきを行う方法であり、円形陰極板の回転速度を移動速度とみなすことができる。また、一定の電流密度でめっきを行うため、均一な厚さのめっき皮膜が得られる。一般的なフープめっきの移動速度は0.5~15.0 m/min<sup>(1)</sup>であることから、本研究では、移動速度を4.6~23.4 m/minの範囲とみなせる回転数：150 rpmにて実験を行った。銅製の円形陰極板（64 mmφ）を用いて、アルカリ電解脱脂および希硫酸による酸活性を行った後、回転型めっき法によりニッケルめっきおよび金めっき（下地：ニッケルめっき、

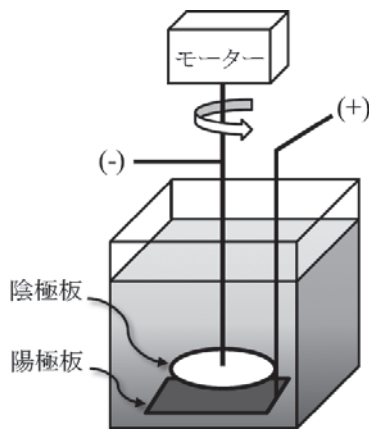


図1. 回転型めっき装置<sup>(7)</sup>

表1. めっき組成および条件<sup>(7)</sup>

(a) ニッケルめっき		
	高速用クエン酸浴 <sup>(8)</sup>	従来浴
NiSO <sub>4</sub> · 6H <sub>2</sub> O	1.24 mol/l	-
(H <sub>2</sub> NSO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> Ni · 4H <sub>2</sub> O	-	1.24 mol/l
NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	0.02 mol/l	0.02 mol/l
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	-	0.46 mol/l
Na <sub>3</sub> (C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> O(COO) <sub>3</sub> )	0.46 mol/l	-
pH	4.0	4.0
浴温度	50°C	50°C
電流密度	20 A/dm <sup>2</sup>	20 A/dm <sup>2</sup>
陽極	Ni plate	Ni plate
めっき厚さ	3 μm	3 μm
(b) 金めっき		
K[Au(CN) <sub>2</sub> ]	0.047 mol/l	
Citric acid hydrate	0.35 mol/l	
CoSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O	1.0 × 10 <sup>-3</sup> mol/l	
pH	4.0	
浴温度	50°C	
電流密度	2 A/dm <sup>2</sup>	
陽極	Pt/Ti plate	
めっき厚さ	0.05-0.5 μm	

上層：金めっき）を行った。実験に使用しためっき浴の組成を表1に示す。ニッケルめっきはスルファミン酸浴（以下、「従来浴」とする）および高速用クエン酸浴を用いた。高速用クエン酸浴は、従来浴のスルファミン酸ニッケルを硫酸ニッケルに、ホウ酸をクエン酸に置き換えて作製したものである。ピット防止剤等の添加剤は加えず、無添加浴のめっき浴にて実験を行った。また、金めっきは、電流密度が比較的高い範囲で使用可能な弱酸性浴で、一般的な装飾用金めっき浴よりも金の濃度を高めた浴とした。

2.2 電流効率の算出方法 実験で用いたニッケルおよび金めっきの電流効率を、以下の式から算出した。

$$D_k (\text{A/dm}^2) = \frac{\text{膜厚} (\mu\text{m})}{\frac{S (\mu\text{m/min}) \times \text{めっき時間} (\text{sec})}{60} \times \frac{\text{電流効率} (\%)}{100}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{電流効率} (\%) = \frac{\text{膜厚} (\mu\text{m}) \times 60}{D_k (\text{A/dm}^2) \times S (\mu\text{m/min}) \times \text{めっき時間} (\text{sec})} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$D_k$  : 陰極電流密度

$S$  : 陰極電流密度100%において1 dm<sup>2</sup>あたり1 Aの電気を流した場合の金属の析出速度  
 $(S_{\text{Ni}} = 0.206^{(3)}, S_{\text{Au}} = 0.634^{(3)})$

2.3 めっき皮膜の耐食性評価 コネクタ用めっきの特性として耐食性は重要な項目の一つである。めっき皮膜の耐食性を調べるため、中性塩水噴霧試験による腐食促進試験を行った。装置は塩水噴霧試験機（STP-110、スガ試験機（株）製）を用い、JIS H8502：1999に準じて、連続24時間噴霧にて試験を行った。なお、一般的な接点部品の金めっき厚さは0.05~0.5 μm<sup>(9)</sup>であることから、ニッケルめっき厚さ3 μmに金めっき厚さ0.05 μm（薄膜）および0.5 μm（厚膜）施した試料を用いた。

2.4 めっき皮膜の物性評価 ニッケルめっきの表面形態を調べるため、走査型電子顕微鏡：SEM（JSM-6610LA、日本電子（株）製）により、加速電圧15 kVにて直接ニッケルめっき皮膜の観察を行った。ニッケルめっきおよび金めっきの表面粗さは、共焦点レーザー顕微鏡（LEXT OLS4000、オリンパス（株）製）を用いて、線粗さ測定により求めた。なお線粗さは、JIS B 0651：2001のパラメーターを用い、カットオフ比： $\lambda_c / \lambda_s = 250 \mu\text{m} / 2.5 \mu\text{m} = 100$ （ $\lambda_c$ ：高域カットオフ値、 $\lambda_s$ ：低域カットオフ値）、測定長さは1.25 mmとして算出した。また、ニッケルめっき皮膜の配向性を薄膜材料結晶性解析X線回折装置：XRD（X'Pert PRO、PANalytical社製）を用いて調べた。測定条件は、管電圧40 kV、管電流30 mA、40-80°の範囲をスキャン速度5°/minとした。

## 3. 結果と考察

3.1 めっき外観 高速クエン酸浴および従来浴を用いて作製したニッケルめっき下地に0.05 μmの金めっきを施した試料の外観写真を図2に示す。図2（b）の従来浴の皮膜にピットが認められたのに対し、図2（a）クエン酸浴ではピッ

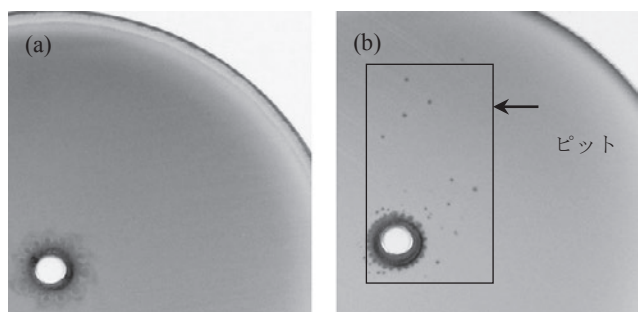


図2. 金めっき皮膜の外観<sup>(7)</sup>  
下地ニッケルめっき: (a) 高速用クエン酸浴, (b) 従来浴

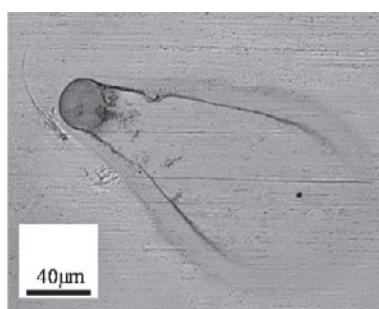


図3. 従来浴で発生したピット<sup>(7)</sup>

トのない良好な外観が得られた。図3に示したピットの拡大写真から、ピットは水素の吸着によりめっき反応が抑制されたことによる外観不良であることがわかる。また、ピットの発生は、円型陰極板の中心付近の回転による移動速度が遅い部分ほど多く認められた。従来浴は、金属塩としてのニッケル濃度が高濃度に設計されているため、粘性が高く、ピットを生じやすい。そのため、工業的には、界面活性剤などを添加し、ピットの発生を抑制している<sup>(2)</sup>。この結果から、高速用クエン酸浴では無添加浴でもピットが発生しない優れた特性を有することが認められた。

**3. 2 めっきの電流効率** ニッケルめっきの電流効率を2.2の式(2)から算出した結果、高速用クエン酸浴は80%であり、従来浴は84%であった。ホウ酸を用いたニッケルめっきは水和ニッケルイオン ( $[\text{Ni}(\text{OH})_2]^{2+}$ ) からの電析反応といわれている。一方、クエン酸を用いたニッケルめっきはそれとは異なる電析反応と考えられる。クエン酸は金属イオンと錯形成することが知られている。クエン酸-ニッケル錯体は、その構造については明らかではないものの、クエン酸-ニッケル錯塩水溶液の分析などの報告<sup>(10)</sup>から、pH 4でニッケル-クエン酸=1:1で配位すると考えられている<sup>(11)</sup>。よって、クエン酸浴中で、クエン酸ニッケル錯体が形成されると推察できる。しかしながら、クエン酸浴中のニッケルイオン濃度はクエン酸濃度に比べて過剰であるため、大部分は水和ニッケルイオンから電析するものの、一部がクエン酸ニッケル錯体から電析するため、ニッケルの析出電位は卑に移行する(電析しにくくなる)。そのため、クエン酸浴の電流効率が低下したものと推察される。

**3. 3 金めっき皮膜の耐食性** 高速用クエン酸浴および

従来浴を用いた下地ニッケルめっきに施した金めっきの中性塩水噴霧試験後の外観写真を図4に示す。薄膜(0.05 μm)では、高速用クエン酸浴の腐食の程度(図4(a))が従来浴(図4(c))よりも明らかに小さいことから耐食性が良好であるといえる。この結果から、下地ニッケルめっきに高速用クエン酸浴を用いて作製した金めっきは、薄膜でも耐食性に優れた皮膜を形成することが示された。

**3. 4 めっき皮膜の特性** 高速用クエン酸浴および従来浴を用いて作製したニッケルめっき皮膜のSEM写真を図5に示す。観察箇所は、移動速度14 m/minとなる部位を対象とした。SEM写真から、高速用クエン酸浴はニッケルの結晶粒子が従来浴よりも小さく、微細な皮膜を形成することが確認された。次に、レーザー顕微鏡によるめっき皮膜の線粗さ測定結果を図6に示す。測定試料は、(a)下地ニッケルめっきのみ3 μm、(b)金めっき0.05 μm、(c)金めっき0.5 μmの3種類を用い、それぞれの平均粗さ: Raを算出した。図6(a)のニッケルめっきにおいて、高速用クエン酸浴の表面粗さは従来浴よりも小さく、上述したSEMによる表面形態観察結果と同様の結果であった。また、図6(b)および図6(c)の金めっき皮膜においても、下地めっきに高速用クエン酸浴を用いた金めっき皮膜の表面粗さは従来浴によるものよりも小さくなることを確認された。

**3. 5 ニッケルめっき皮膜の配向性** クエン酸浴および従来浴のニッケルめっき皮膜のXRD測定結果を図7に示す。クエン酸浴によるめっき皮膜は、 $2\theta=45^\circ$ にNiの結晶に起因する(111)面、 $2\theta=52^\circ$ に(200)面、 $2\theta=76^\circ$ (220)面に回折ピークが確認され、結晶質であった。一方、従来浴では、 $2\theta=45^\circ$ に(111)面、 $2\theta=52^\circ$ に(200)面に回折ピークが確

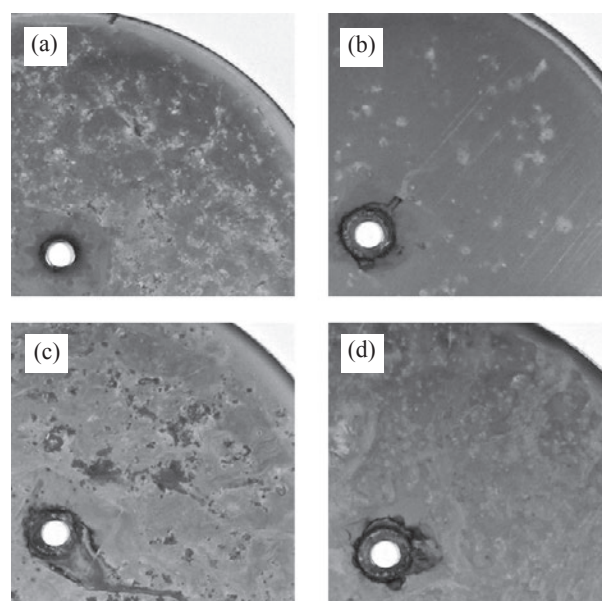


図4. 塩水噴霧試験結果<sup>(7)</sup>

- (a) Auめっき0.05 μm, 下地Niめっき: 高速用クエン酸浴3 μm
- (b) Auめっき0.5 μm, 下地Niめっき: 高速用クエン酸浴3 μm
- (c) Auめっき0.05 μm, 下地Niめっき: 従来浴3 μm
- (d) Auめっき0.5 μm, 下地Niめっき: 従来浴3 μm



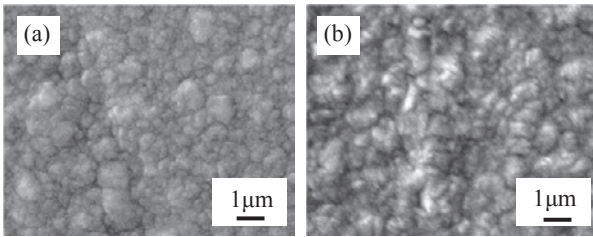


図5. ニッケルめっき皮膜のSEM写真<sup>(7)</sup>  
(a) 高速用クエン酸浴 (b) 従来浴

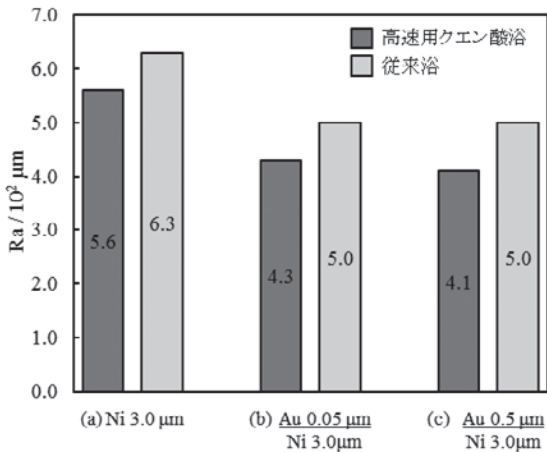


図6. レーザー顕微鏡による粗さ測定結果<sup>(7)</sup>

認められ、 $2\theta=76^\circ$ には回折ピークは認められなかった。この結果から、両浴のニッケルめっきにおいて、ニッケルの配向性が異なることが示された。

**3.6 皮膜特性の違い** クエン酸浴によるニッケルめっきは従来浴に比べて表面粗さが小さい微細な皮膜であり、耐食性が良好であった。また、XRDの結果から、高速用クエン酸浴によるニッケルめっきは従来浴に比べてランダム

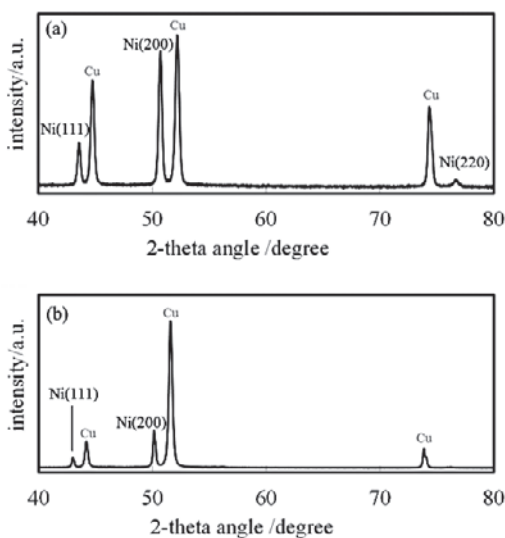


図7. ニッケルめっき皮膜のXRD測定結果<sup>(7)</sup>  
(a) 高速用クエン酸浴 (b) 従来浴

に結晶成長していることが示された。高速用クエン酸浴では、クエン酸がニッケルイオンと錯体形成するため、浴中のニッケル金属イオン濃度が低下することにより、電析しにくくなる。よって、3.2に述べたように電流効率低下するものの、ニッケルはランダムな配向性となり、表面粗さの小さい微細な皮膜を形成したと考えられる。このことから、下地ニッケルめっきに高速用クエン酸浴を用いた系は、従来法よりも耐食性の高い金めっき皮膜を形成したと考えられる。

#### 4. まとめ

クエン酸浴の電子部品めっきへの適用について検討を行った結果、以下のことがわかった。

- (1) 回転型めっき法により、添加剤なしの高速用クエン酸浴および従来浴によるニッケルめっきを下地とした金めっき皮膜を作製したところ、従来浴によるめっき皮膜にピットが発生したが、高速用クエン酸浴ではピットの発生がない外観良好な皮膜を形成できた。
- (2) 下地めっきに高速用クエン酸浴を用いた薄膜金めっきの耐食性は、従来浴によるものと比較して優れており、よって、金めっき皮膜の薄膜化が期待される。
- (3) 両浴の耐食性の違いは、ニッケルめっきの表面粗さおよびニッケル配向性に起因すると推察した。

(平成27年7月14日受付, 平成27年8月12日再受付)

#### 文 献

- (1)「<工程・種類・用途別>めっき最新技術～メカニズムの考察と品質向上～」, 情報機構, pp.590-591 (2006)
- (2)「現代めっき教本」, 電気鍍金研究会, pp.206-209 (2011)
- (3)「二級技能士コースめっき科(選択・電気めっき作業法)」, 職業能力開発総合大学校能力開発研究センター編, (財)職業訓練教材研究会, pp.165-167 (2000)
- (4)土井正, 水元和成, 茅島正資, 田中慎一:「電気ニッケルめっき浴」, 特許3261676号 (2001)
- (5)K. Urasaki, T. Kajiyama, K. Mizumoto, T. Doi, T. Yamashita: "Influence of metal impurities on the nickel electrodeposition in citric acid bath", *Advances in Applied Surface Engineering*, p.90 (2011)
- (6)ほう素, ふっ素及び硝酸性窒素等に係る暫定排水基準, 環境省, <http://www.env.go.jp/> (2015.03.01)
- (7)浦崎香織里, 土井正:「環境低負荷型クエン酸ニッケルめっきの電子部品用下地めっきへの適用」, *材料の科学と工学*, Vol.52, No.3, pp.94-98 (2015)
- (8)浦崎香織里, 土井正:「ニッケルめっき液, めっき液の製造方法および電気めっき方法」, 特開2015-004094号公報 (2015)
- (9)高萩泰:「接触電子部品の性能評価と高度化技術(第3報)」, 茨城県工業技術センター研究報告, 第19号, pp.38-42 (1990)
- (10)M. Bobtelsky and J. Jordan: "The metallic complexes of tartrates and citrates, their structure and behavior in dilute solutions. I. the cupric and nickelous complexes", *J. Am. Chem. Soc.*, Vol.67, No.10, pp.1824-1831 (1945)
- (11)石川正巳:「ニッケル-クエン酸めっき浴におけるニッケル-クエン酸の錯平衡」, *表面技術*, Vol.40, No.11, pp.1266-1271 (1989)



## 論文

ESR・放射線照射法によるスーパーオキシドアニオンおよび  
OHラジカル消去能の評価中川 清子\*<sup>1)</sup> 関口 正之\*<sup>1)</sup>Evaluation of counter-activity to eliminate superoxide anion and OH radical  
using ESR combined with radiolysisSeiko Nakagawa\*<sup>1)</sup>, Masayuki Sekiguchi\*<sup>1)</sup>

An aqueous solution containing 5,5-dimethyl-1-pyrroline-N-oxide (DMPO) was set to the flowing system using a pump and irradiated with X-ray (voltage: 450 kV, current: 10 mA) in N<sub>2</sub>O bubbling to produce OH radicals. OH radicals were trapped by DMPO and detected with ESR as the DMPO-OH adduct. The yield of DMPO-OH decreased along with the increase in quantity of anti-oxidants (p-coumaric acid, mannitol, and thymidine). The obtained relative reaction rates with the OH radical reasonably agreed with those previously obtained by pulse radiolysis. An aqueous solution containing sodium formate and 5-(2,2-dimethyl-1,3-propoxy cyclophosphoryl)-5-methyl-1-pyrroline-N-oxide (CYPMPO) was irradiated with low-energy electron beam (voltage:250 kV, current:1 mA, velocity of the conver:60 m/min) to produce superoxide anion (O<sub>2</sub><sup>-</sup>). O<sub>2</sub><sup>-</sup> were trapped by CYPMPO and detected with ESR as the CYPMPO-HO<sub>2</sub> adduct. The yield of CYPMPO-HO<sub>2</sub> decreased along with the increase in quantity of added polyphenols (hydroquinone, catechol and caffeic acid).

キーワード：スピントラップESR, 放射線照射, OHラジカル, スーパーオキシドアニオン, 抗酸化物質

Keywords : Spin- trapping ESR, Radiolysis, OH radical, Superoxide anion, Anti-oxidants

## 1. はじめに

生体内では、代謝の過程や紫外線の暴露などにより、OHラジカル、一重項酸素、スーパーオキシドアニオン(O<sub>2</sub><sup>-</sup>)などの活性酸素種が生成することが知られている。これらの活性酸素種は、酸化ストレスとなり発ガンや疾病の原因になる。このため、抗酸化物質を含んだ食品が付加価値の高い食品として注目され、抗酸化作用の評価に関する需要が高まっている。活性酸素消去能の測定法としては、DPPH(2,2-ジフェニル-1-ピクリルヒドラジル・ラジカル)の消去能を分光測定する方法、フルオレセインなどの蛍光物質の酸化度を測定する方法(ORAC法)、活性酸素由来のラジカルを電子スピン共鳴(ESR)で測定する方法などがある。

ESR法は、活性酸素種の発生源とラジカルを捕獲するスピントラップ剤を含んだ水溶液に試料を添加し、光照射などで生成した活性酸素種のESRスペクトルを測定する。試料の添加により、生成する活性酸素種由来のラジカル量が減少すれば、抗酸化性があると評価される。このように、ESR法は特定の活性酸素種を生成させて測定できる、実際の生体内での反応系に近いなどの理由により正確な評価法として期待されている。

ESR法において、ほとんどの研究例では、水銀ランプの紫外線を過酸化水素水に直接照射してOHラジカルを生成している。しかし、抗酸化物質の一種であるフェノール類は、水銀ランプの紫外線を吸収し、電子を放出することがわかっている<sup>(1)</sup>。放出された電子は、過酸化水素と反応し、さらにOHラジカルを生成するため、正確な評価ができない可能性がある。我々は、過酸化水素:1~1.25 mM(ただし、Mはmol/dm<sup>3</sup>である)、DMPO(5,5-ジメチル-1-ピロリン-N-オキシド、スピントラップ剤):200~500 μMの系に300~400 nmの紫外線を選択的に照射することで、この波長域に吸収を持たないポリフェノール類(カテコール、レスルシノール、ヒドロキノン、ピロガロール)のOHラジカル消去能が評価可能であることを確認した<sup>(2)(3)</sup>。しかし、食品に含まれるカテキン類やアントシアニン類などの多くのポリフェノール類は300~400 nmの波長域にも吸収があり、食品からの抽出液のOHラジカル消去能を過酸化水素水の紫外線分解を利用して正確に評価することは難しい。

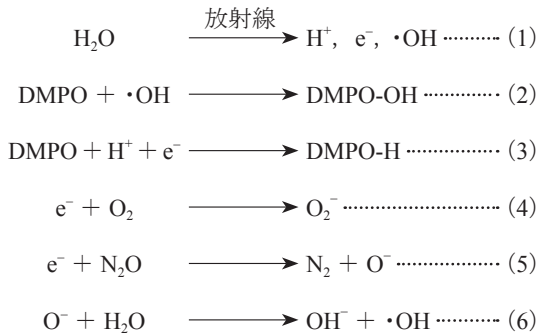
一方、放射線防護の観点から、水の放射線分解で生成するOHラジカルやO<sub>2</sub><sup>-</sup>と化学物質の反応速度について多くの研究が行われてきた<sup>(4)~(6)</sup>。そこで、水の放射線分解とESR法を組み合わせた抗酸化能評価法について検討することとした。

事業名 平成26年度 基盤研究

\*<sup>1)</sup> バイオ応用技術グループ

## 2. OHラジカル消去能の評価

2.1 実験方法 水に放射線照射すると、OHラジカル以外の活性種として、溶媒和電子やプロトンが生成する(反応1)。溶媒和電子およびプロトンが存在すると、スピントラップ剤と反応する(反応3)。ここで電子捕獲能力の高い亜酸化窒素を添加すると、溶媒和電子をOHラジカルに変換することができ(反応5-6)、OHラジカルのみをスピントラップすることが可能となる<sup>(6)</sup>。



DMPO水溶液と抗酸化物質を溶解した水溶液をそれぞれpH:6.8で調整し亜酸化窒素でバブリングした後、液体クロマトグラフ用のポンプを利用して混合してフローさせ、コリメーターにより直径1cmの照射野でX線を照射した(図1参照)。X線は450kV, 10mAとし、照射時間と線量は送液の速度で制御した。照射後、扁平セルに導入された試料をそのままESRで測定し、生成したDMPO-OHラジカルを定量した。

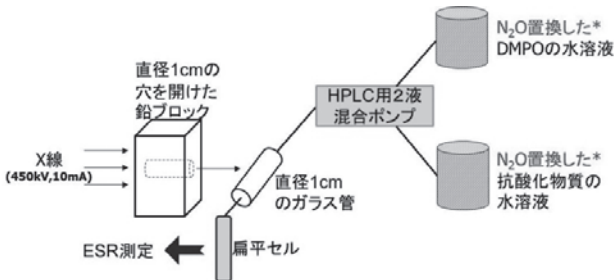


図1. OHラジカル消去能評価用装置概要

2.2 結果および考察 生成したDMPO-OHがOHラジカルとの反応で減少しない送液速度を検討するため、平均照射時間から単位時間あたりのDMPO-OHの生成量を求めた(図2)。送液速度に対するDMPO-OHの生成量は、2~4 ml/min程度で飽和し、OHラジカルとの反応が無視できると考えられる。送液速度を4 ml/minとしDMPOの濃度を変化させたところ、DMPO-OHの生成量は、20 μM以上ではほぼ一定であった(図3)。

送液速度: 4 ml/min (照射線量: 0.5 Gy程度), DMPO濃度: 50 μMで、チミジンを添加した時のESRスペクトルの変化を図4に示す。チミジンの添加によって、生成するDMPO-OHラジカルが減少した。

DMPOとOHラジカルとの反応速度を $k_1$ 、抗酸化物質とOH

ラジカルとの反応速度を $k_2$ 、抗酸化物質無添加および濃度[S]で添加した時のDMPO-OHの生成濃度をそれぞれ $[\text{DMPO-OH}]_0$ 、 $[\text{DMPO-OH}]_t$ とすると、

$$[\text{DMPO-OH}]_0 / [\text{DMPO-OH}]_t = 1 + k_2[S] / k_1[\text{DMPO}]$$

と表すことができる。

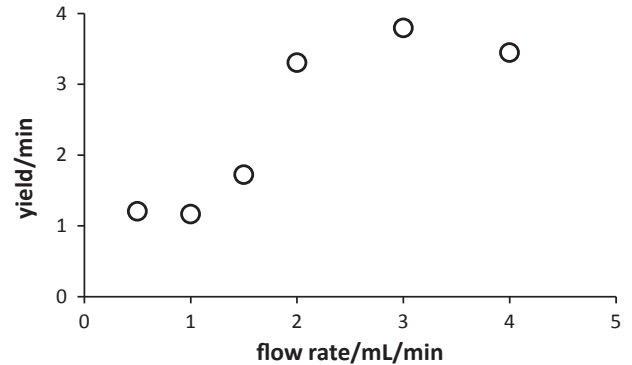


図2. 流速とDMPO-OH生成割合の関係

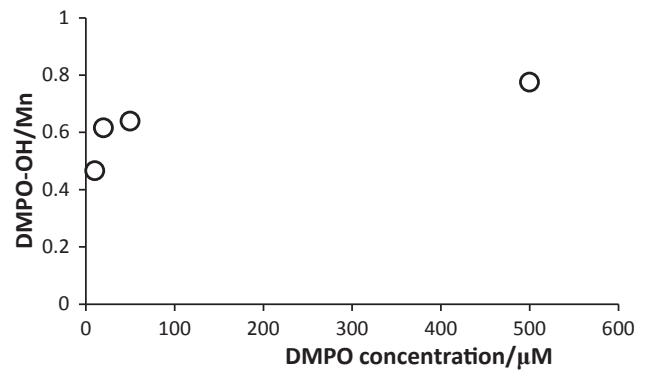


図3. DMPO濃度とDMPO-OH生成量の関係

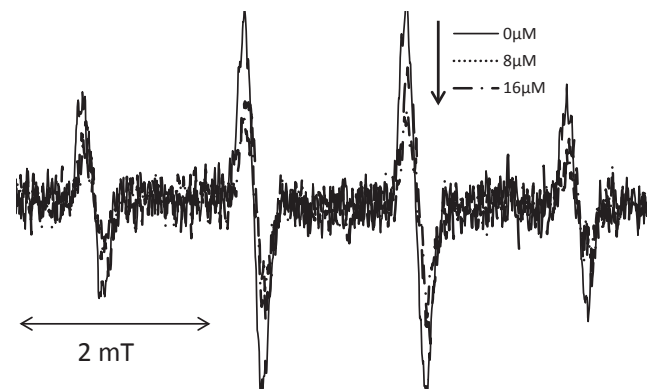


図4. チミジン添加によるDMPO-OH生成量の減少

図5は、 $[\text{DMPO-OH}]_0 / [\text{DMPO-OH}]_t$ を抗酸化物質とDMPOの濃度比に対してプロットしたものである。図5の傾きはDMPOに対する抗酸化物質のOHラジカルとの反応速度の比( $k_2/k_1$ )であり、傾きが大きいほど反応速度が大きい(表1・第2カラム)。p-クマリン酸のOHラジカルとの反応速度を1.0とした時の相対比(第3カラム)は、パルス電子線を照射して活性種の吸光度の時間分解測定から得られた反応速度定数の相対比(第5カラム)とよく一致した。

p-クマリン酸は300 nm付近に吸収があり, 過酸化水素水の紫外線分解ではOHラジカル消去能の正確な評価が難しい。表1の結果から, 水の放射線分解を利用することで, 精度の高いOHラジカル消去能の評価ができることがわかった。

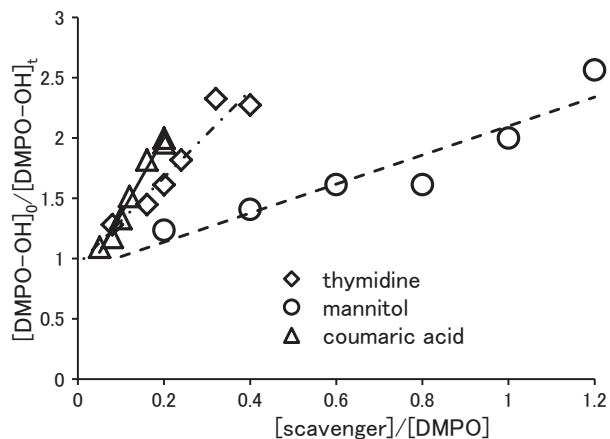


図5. OHラジカルに対するp-クマリン酸, チミジン, マンニトールとDMPOの反応速度の比較

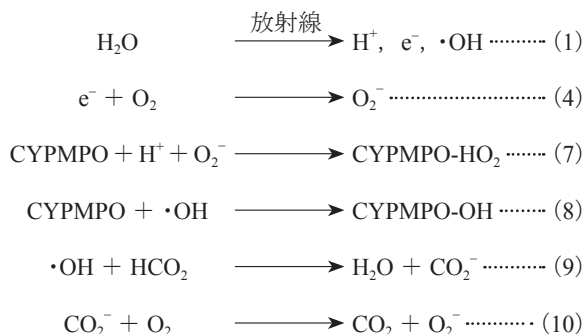
表1. OHラジカル消去能の比

	図5の傾き <sup>a)</sup>	相対比 <sup>b)</sup>	速度定数 <sup>c)</sup> /10 <sup>9</sup> M <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup>	相対比 <sup>d)</sup>
p-クマリン酸	6.3	1.00	8.7	1.00
チミジン	3.6	0.57	4.8	0.55
マンニトール	1.2	0.19	1.5	0.17

- a) 本測定で得られたDMPOに対するOHラジカルとの反応速度比
- b) aのp-クマリン酸を1とした場合の相対比
- c) パルスラジオリシス法により得られた反応速度定数<sup>(4)</sup>
- d) cのp-クマリン酸を1とした場合の相対比

### 3. スーパーオキシドアニオン消去能の評価

**3.1 実験方法** 水の放射線分解で生成した溶媒和電子は, 酸素存在下で酸素と反応してO<sub>2</sub><sup>-</sup>が生成する(反応4)。しかし, O<sub>2</sub><sup>-</sup>のスピントラップ剤との反応は遅いため, OHラジカルが存在するとOHラジカルをトラップしたラジカルが生成してしまう(反応8)。そこで, ギ酸ナトリウムを溶解し, OHラジカルをO<sub>2</sub><sup>-</sup>に変換する(反応9-10)<sup>(6)</sup>。また, DMPO-HO<sub>2</sub>の寿命は数分と短いため, スピントラップ剤はCYPMPO (5-(2,2-ジメチル-1,3-プロポキシシクロフォスピロル)-5-メチル-1-ピロリン-N-オキシド)を使用した。



CYPMPO濃度: 1~2 mM, ギ酸ナトリウム1 Mとポリフェノール類(ヒドロキノン, カテコール, コーヒー酸)を溶解した水溶液(pH: 6.8) 50 μLを直径5 mm, 高さ2 mmのステンレス製容器に入れ, 両面テープで照射用トレイに, 固定した。容器にアルミ箔をかぶせ, 低エネルギー電子線照射(電圧: 250 kV, 電流: 1 mA, コンベア速度: 60 m/min, 平均照射線量: 約500 Gy)した(図6参照)。照射した試料は, 毛細管にサンプリングしてESRスペクトルを測定し, 生成したCYPMPO-HO<sub>2</sub>ラジカルを定量した。

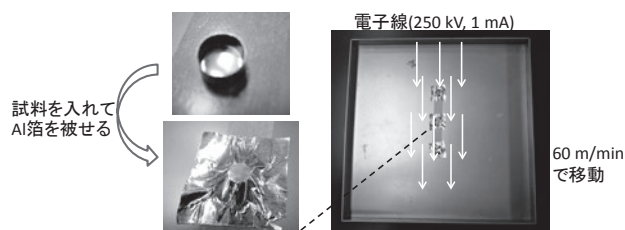


図6. O<sub>2</sub><sup>-</sup>消去能評価のための低エネルギー電子線照射における試料のセットアップ

**3.2 結果および考察** CYPMPO-HO<sub>2</sub>ラジカルのESRスペクトルを図7に示す。O<sub>2</sub><sup>-</sup>消去能の評価には, ○で囲った低磁場領域で信号を測定した。コーヒーに含まれるポリフェノールの一種であるコーヒー酸を添加した際のCYPMPO-HO<sub>2</sub>ラジカルの変化を図8に示す。コーヒー酸の添加量が

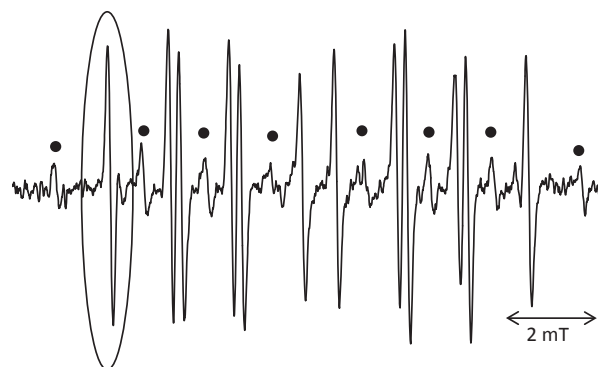


図7. CYPMPO-HO<sub>2</sub>のESRスペクトル  
●は, CYPMPO-H

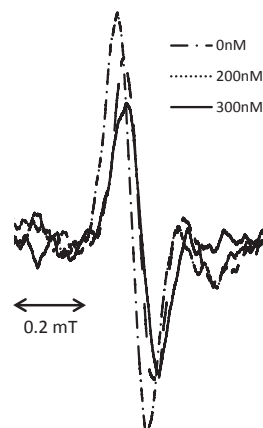


図8. コーヒー酸添加によるCYPMPO-HO<sub>2</sub>の減少

増加するにしたがって、CYPMPO-HO<sub>2</sub>ラジカルの生成量が減少した。

[CYPMPO-HO<sub>2</sub>]<sub>0</sub>/[CYPMPO-HO<sub>2</sub>]<sub>t</sub>をポリフェノール類(ヒドロキノン, カテコール, コーヒー酸)とCYPMPOの濃度比に対してプロットすると一次に比例した(図9参照)。三種のポリフェノール間で減衰の効率はほとんど変わらないことがわかった。ヒドロキノンおよびカテコールとO<sub>2</sub><sup>-</sup>の反応は、OH基におけるプロトンと対になった電子の移動を伴う反応機構で説明できる<sup>(7)</sup>。カテコールにプロペン酸が結合した構造を持つコーヒー酸においても、カテコールと同じ反応機構により同等のO<sub>2</sub><sup>-</sup>消去能を示すことは妥当であると考えられる。以上より、低エネルギー電子線照射を利用してO<sub>2</sub><sup>-</sup>消去能を評価できることが確認できた。

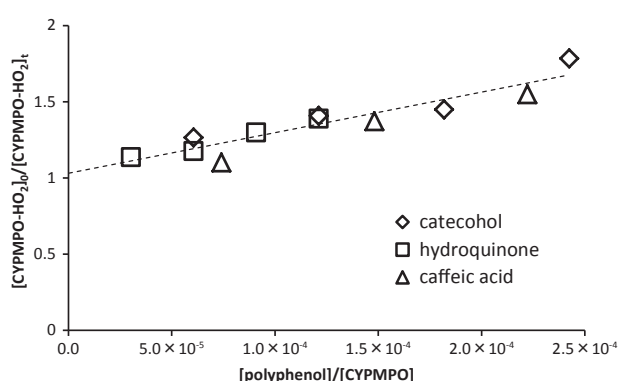


図9. O<sub>2</sub><sup>-</sup>に対するポリフェノールとCYPMPOの反応速度の比較

#### 4. まとめ

水の放射線分解とスピントラップESR法を組み合わせることで、OHラジカルおよびスーパーオキシドアニオンの消去能評価が可能であることがわかった。今後、食品抽出液の測定が可能であることを確認し、食品の抗酸化能評価や化粧品紫外線除去能評価の試験に繋げていく。また、O<sub>2</sub><sup>-</sup>消去能評価の精度の向上に向けて、電子線照射用フローセルの開発を進めていく。

(平成27年7月22日受付, 平成27年8月11日再受付)

#### 文 献

- (1) K. Ohara, A. Shimizu, Y. Wada, and S. Nagaoka: "Photochemical formation and decay of tocopheroxyl radical in vitamin E emulsion: A laser-photolysis study", *Photochem Photobiol A*, Vol.210, pp.173-176 (2010)
- (2) 中川清子, 関口正之: 「ESRを利用したOHラジカル消去能測定システムの検討」, 東京都立産業技術研究所研究報告, No.7, pp.122-123 (2012)
- (3) S. Nakagawa: "Estimation of Relative Reaction Rate of Hydroxy Radical with Poly-hydroxy Benzenes: ESR Spin Trapping Combined with UV-A Photolysis", *Anal. Sci.*, Vol.29, pp.377-380 (2013)
- (4) G. V. Buxton, C. L. Greenstock, W. P. Helman, and A. B. Ross: *J. Phys. Chem. Ref. Data*, Vol.17, p.513 (1988)
- (5) W. Bors, C. Langebartels, C. Michel, and H. Sandertmann Jr.: "Polyamines as radical scavengers and protectants against ozone damage", *Phytochemistry*, Vol.28, pp.1589-1595 (1989)

## 論文

タンパク質透過性のコラーゲンゲル膜を用いた  
iPS細胞/フィーダー細胞の隔離培養システム大藪 淑美\*<sup>1)</sup> 柚木 俊二\*<sup>1)</sup>Development of separated culture system for iPS cells and feeder cells  
using a protein-permeable collagen gel membraneYoshimi Ohyabu\*<sup>1)</sup>, Shunji Yunoki\*<sup>1)</sup>

Induced pluripotent stem cells (iPS cells) are co-cultured with feeder cells to maintain their pluripotency, but isolation of iPS cells are problematic because of contamination by feeder cells. We have developed a cell-adhesive gel membrane with permeability for high molecular weight proteins in order to separately culture iPS cells and feeder cells. Membranes of collagen fibrillar gel (1-5 mm thick) were prepared at various collagen concentration, crosslinked with a commercial water-soluble carbodiimide. The gel membranes were mechanically supported by a plastic mesh. The decreases in membrane thickness and collagen concentration increased permeability of bovine serum albumin (molecular weight of 70 kDa), while the networks of collagen fibrils in the membrane were dense enough to prevent cell penetration into the membranes. Mouse embryonic fibroblasts (MEFs) were cultured on biological dishes, and the membranes were set over the dishes. Mouse iPS cells maintained their pluripotency for at least 5 days while they were cultured on the membrane (collagen concentration 0.5%; 3mm thick). These results suggested that the separate culture system allowed the soluble factors from MEFs to permeate the membrane and affected iPS cells. The protein-permeable gel membrane has a potential for being used for cultivation of iPS cells for regenerative medicine.

キーワード：タンパク質透過性, 隔離培養システム, コラーゲン, iPS細胞

Keywords : Protein-permeable, Separated culture system, Collagen, iPS cells

## 1. はじめに

iPS (Induced pluripotent stem) 細胞は, 成人の細胞から作製され, すべての細胞に成長する分化多能性 (pluripotency) を保ちつつ, ほぼ無限に増殖させることができるため, 再生医療・創薬支援など様々な分野での利用が期待されている。iPS細胞はフィーダー細胞とよばれる栄養供給細胞との共培養<sup>(1)</sup>が必要とされ, その単離作業に高額な装置や手間を要することが問題となっていた。そこで, フィーダーレス培養<sup>(2)-(4)</sup>が開発された。しかし, 個体差が大きいiPS細胞全てに同様の効果をもたらす培養液は, フィーダー細胞が産生する特定の液性因子を添加しただけではできなかった。これらの問題は培養中のフィーダー細胞を分離して, 液性因子のみをiPS細胞に作用できれば, 手間もコストもかけずに解決される。

そこで我々は, 細胞が浸潤せずに液性因子を透過する膜を隔てて2種類の細胞を培養すれば, 本質的にフィーダー細胞との共培養と同じ培養環境をiPS細胞に付与できると

考えた。培養環境を分断してiPS細胞とフィーダー細胞を隔離して培養できる膜を, 細胞接着性を有するコラーゲン線維ゲルとし, 図1に示す隔離培養システムを開発した。この隔離培養システムを用いてiPS細胞とフィーダー細胞を隔離培養したのち, iPS細胞が分化多能性を保ちつつ, 増殖培養できることを実証した。

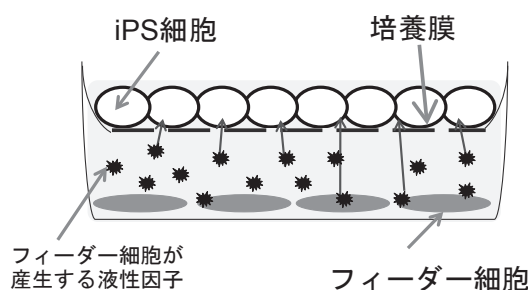


図1. 隔離培養システムの概念図

## 2. 実験方法

2.1 材料 プタ皮膚由来ペプシン可溶性コラーゲン (PSC) 水溶液 (日本ハム株式会社製, pH 3 希塩酸溶媒, 濃

事業名 平成23年度 (一財) 向科学技術振興財団研究助成  
\*<sup>1)</sup> バイオ応用技術グループ



度1.0%), 1-エチル-3-(3-ジメチルアミノプロピル)-カルボジイミド水溶液(和光純薬工業株式会社製, EDC), リン酸緩衝生理食塩水(PBS)調製用タブレット(Sigma-Aldrich Co.製), パラホルムアルデヒド-りん酸緩衝液(和光純薬工業株式会社製, PBS溶媒, 濃度4%), グルタルアルデヒド溶液(和光純薬工業株式会社製, 濃度25%), 組織脱水溶液(和光純薬工業株式会社製, エタノール濃度100%), t-ブチルアルコール(和光純薬工業株式会社製)ウシ血清アルブミン(和光純薬工業株式会社製, BSA, 分子量30~70 kDa)カップ状培養容器(Corning Inc.製, Falcon®セルカルチャーインサート), 6wellプレート(Corning Inc.製, 接着細胞用)を用いた。細胞はMEFs(オリエンタル酵母工業株式会社製, Murine Embryonic Fibroblasts)およびマウスiPS細胞(理化学研究所バイオリソースセンター提供, APS-00002)を用いた。培養試薬は, ウシ胎児血清(Corning Inc.製, FBS), Dulbecco's Modified Eagle Medium(Sigma-Aldrich Co.製, DMEM), および細胞分散液(Life Technology Co.製, 0.25%トリプシン/EDTA溶液)を用いた。ALP染色はAP Staining Kit(System Biosciences Inc.製, Red Color Kit)およびTris-HCl(Sigma-Aldrich Co.製, pH 9.0)を用いた。

**2.2 ゲル膜を有するカップ状培養容器の作製** 架橋したPSC線維ゲル膜を底面としたカップ状培養容器を, 以下の手順で作製した。PSC水溶液にPBSを混合して, メッシュ支持体を備えたカップ状培養容器に注ぎ, 37°Cで24時間静置し, コラーゲンを線維化させた。PSCの最終濃度は0.05, 0.1, 0.5%とした。カップ状培養容器に加えるPSC水溶液の量により, 最終的なゲル膜の膜厚を1~4 mmの範囲に調節した。架橋剤としてEDC(40 mM(ただし, Mはmol/dm<sup>3</sup>である))をゲル膜に加え, 24時間静置してコラーゲンを架橋した。ゲル容量の5倍量の超純水で洗浄して未反応の架橋剤を除去した。

### 2.3 ゲル膜の性能評価

(1) 強度試験 培養液の重さに対するゲル膜の機械的耐性を評価するために, カップ状培養容器の内側に培養に必要な2 mlの水を加えて破損の有無を観察した。

(2) 水透過性試験 培養に必要な5 mlの水を加えたプレートにカップ状培養容器を沈めて, 水圧によりゲル膜を通過した速度から水透過性を評価した。膜厚が1, 2, 3, 4 mmで, コラーゲン濃度を0.05, 0.1, 0.5%と変化させたゲル膜を備えたカップ状培養容器を, 水を加えた6wellプレートに設置した。ゲル膜を通過し, カップ状培養容器にたまった水の体積を45分後に計測して水透過性を比較した。

(3) タンパク質透過実験 カップ状培養容器に加えたBSA水溶液が自重によりゲル膜を通過する際のBSA濃度変化から, ゲル膜のタンパク質透過性を評価した。膜厚が一定で, コラーゲン濃度を0.05, 0.1, 0.5%と変化させたゲル膜を備えたカップ状培養容器を6wellプレートに設置して, 0.2% BSA水溶液をカップ状培養容器に加えた。6wellプレートへと通過した水溶液を回収・濃縮し, 電気泳動法により分子量と濃度を測定した。

(4) 細胞の接着性試験と透過試験 細胞がゲル膜に接着して培養できることを示し, 細胞およびゲル膜の空隙の大きさを以下の手順で観察した。MEFsを培養液に懸濁して, カップ状培養容器の内側に $1.0 \times 10^4$  cells/cm<sup>2</sup>になるように播種し, 37°C, 5% CO<sub>2</sub>培養した。10% FBS含有DMEMをMEFs用培養液として用いた。培養後, ゲル膜をPBSで洗浄したのち, パラホルムアルデヒド, グルタルアルデヒドの順に固定し, 組織脱水溶液で脱水し, t-ブチルアルコールに置換して凍結乾燥した。卓上走査型電子顕微鏡(SEM)(Miniscope® TM3000, 日立製作所株式会社製)を用いて, ゲル膜のコラーゲン線維と接着細胞の形態を観察した。

### 2.4 隔離培養の有効性試験

(1) iPS細胞の分化多能性評価 iPS細胞とMEFsを, それぞれカップ状培養容器の内側および外側で隔離培養し, iPS細胞の形態を観察した。iPS細胞の分化多能性は, アルカリフォスファターゼ(ALP)染色による染色性で評価した。  
〈iPS細胞の準備〉 iPS細胞を従来法で増殖させ準備した。以下に手順を示す。MEFsが接着した培養皿に, iPS細胞を $3.6 \times 10^4$  cells/cm<sup>2</sup>になるように播種して培養した。15% FBS, 0.1 mM 非必須アミノ酸, 0.1 mM 2-メルカプトエタノール, および1000 U LIFを添加したDMEMをiPS細胞用培養液として用いた。細胞分散液を添加し, すぐにMEFsを除去して静置したのち, iPS細胞を回収し, 培養液に分散した。

〈iPS細胞とMEFsの隔離培養〉 iPS細胞を隔離培養して, iPS細胞の形態を観察した。以下に手順を示す。カップ状培養容器を, MEFsを播種した6wellプレート内に設置した。カップ状培養容器の内側に $1.8 \times 10^4$  cells/cm<sup>2</sup>になるようにiPS細胞を播種して培養した。光学顕微鏡(オリンパス株式会社製, IX53)を用いて隔離培養および従来法の細胞の形態を比較した。

〈ALP染色〉 iPS細胞を固定し, Tris-HCl(100 mM)で洗浄し, 染色は添付のプロトコルに従った。光学顕微鏡を用いて隔離培養および従来法のALP染色性を比較した。

(2) iPS細胞の神経細胞への分化誘導 iPS細胞を神経細胞に分化誘導することにより, iPS細胞の分化多能性を評価した。詳細を以下に示す。

〈神経細胞への分化誘導培養〉 まず, iPS細胞を培養したカップ状培養容器を新しい6wellプレート内に配置して, 胚葉体形成用培養液(LIF不含iPS細胞用培養液)を加えて培養し, 胚葉体形成した。次に, 2 μM all-trans-retinoic acid(RA)を加えた胚葉体形成用培養液に交換して培養した。最後に, 神経細胞分化誘導用培養液(1% N2-supplement, 20 ng/ml basic FGFを添加したDMEM/F12)に交換して培養した。

従来法では, 2.4(1)〈iPS細胞の準備〉で示した方法でiPS細胞を単離・分散したのち, 胚葉体を形成させた。その後, 隔離培養と同一の培養を実施して分化誘導した。

〈神経細胞への分化誘導培養〉 2.3(4)と同様に細胞の形態をSEMで観察し, その形態からiPS細胞の神経細胞への分化を評価した。



### 3. 結果

**3.1 ゲル膜の性能評価** 濃度 (0.05, 0.1, 0.5%) と膜厚 (1~4 mm) を変化させたゲル膜を備えたカップ状培養容器を作製し, 膜の機械的強度および水透過性を評価した結果を表1に示す。コラーゲン濃度と膜厚が減少すると強度が弱くなり, メッシュ支持体があってもゲルが崩壊した。一方, コラーゲン濃度と膜厚が増加すると強度は高くなるが, カップ状培養容器の液面が低く, 水透過性が低下した。

BSA 溶液および各種ゲル膜を透過した BSA 溶液の電気泳動結果を図2に示す。原液と透過液はいずれも同様の位置にバンドが確認され, 分子量30~70 kDaのタンパク質がゲル膜を透過したことがわかった。しかし, コラーゲン濃度が高いゲル膜ではバンドの染色性が低下し, 透過液のタンパク質が減少していた。

タンパク質透過性があり, 強度があるゲル膜 (コラーゲン濃度0.5%で膜厚3 mm) 上で培養された細胞をSEMで観察した結果を図3に示す。不織布状コラーゲン線維ネットワークに細胞が接着・伸展している様子が観察された。細胞のサイズは50 μmを超えていたのに対し, ゲル膜のコラーゲン線維の空隙は1 μmに満たなかった。

**3.2 隔離培養されたiPS細胞の分化多能性** 強度およびタンパク質透過性をあわせ持つゲル膜 (コラーゲン濃度0.5%で膜厚3 mm) を備えたカップ状培養容器を用いてiPS細胞とMEFsの隔離培養を実施した。隔離培養および従来法で培養したiPS細胞の5日後の位相差顕微鏡観察像を図4 (A, B) に, ALP染色観察像を図4 (C, D) に示す。隔離培養されたiPS細胞のほぼ全てのコロニーは明瞭な輪郭を示し, ALP染色ではコロニーが全体的に赤く染色されたことにより, 分化多能性を有することが示された。一方, 従来法で培養されたiPS細胞は輪郭が不明瞭なコロニーが多く, 隔離培養に比べて, 染色される細胞は少なく, 辺縁のみが染色されるコロニーが多かった。染色結果を定量化するため, 培養容器ごとの全体的に染色されたコロニー数の割合を図5に示す。隔離培養では95.6%で, 従来法では19.7%であった。

隔離培養によって5日間の分化誘導培養を行った神経細胞のSEM観察像を, 従来法と比較して図6に示す。いずれも神経細胞に特有の樹状突起が確認されたが, 樹状突起を伸展する神経細胞の数は隔離培養の方が多かった。樹状突起の径や全長も明らかに隔離培養の方が大きかった。

### 4. 考察

本隔離培養システムを用いて, フィーダー細胞と接触させずにiPS細胞の増殖を行うことができた。隔離培養システムがフィーダー細胞との共培養に類似した培養環境をiPS細胞に与えたと考えられた。フィーダーレス培養システムの開発も進められているが, iPS細胞の分化多能性を保つためには共培養がまだまだ最も有効な手段である。医療に用いられるiPS細胞は, MEFsのような異種細胞の混入 (コン

タミネーション) により安全性を著しく損なう<sup>(5)</sup>。本隔離培養システムは, フィーダー細胞との共培養の有効性および単離作業不要なフィーダーレス培養の安全性を兼ね備えた新規の培養システムである。

表1. 異なるコラーゲン濃度と膜厚で作製された培養膜の強度と液体透過性

コラーゲン濃度 (%)	膜厚 (mm)	強度	液体透過性
0.5	4	○	△
0.5	3	○	○
0.5	2	○	○
0.5	1	×	—
0.1	5	○	△
0.1	4	○	○
0.1	3	○	○
0.1	2	○	○
0.1	1	×	—
0.05	3	○	○
0.05	2	△	—

(強度) ○: 破損しなかった, △: 一部破損した, ×: 破損して崩れた  
(透過度) ○: 外側と内側の液面が同じ, △: 外側の液面より内側の方が低かった

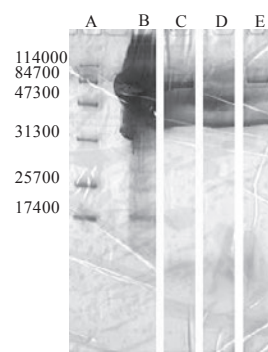


図2. コラーゲン濃度による分離膜透過前後のアルブミン水溶液の電気泳動結果

A: 分子量マーカー, B: 0.2%BSA水溶液, C: 0.05%分離膜透過後の水溶液, D: 0.1%分離膜透過後の水溶液, E: 0.5%分離膜透過後の水溶液

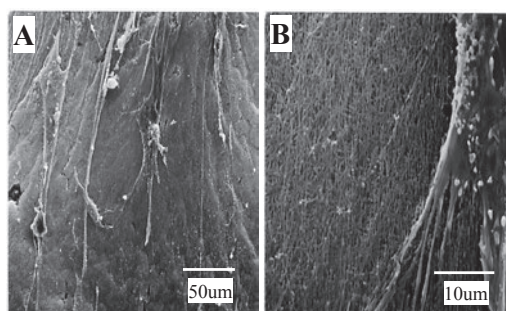


図3. 線維のMEFsのSEM観察像 低倍率 (A) と高倍率 (B)

本隔離培養システムの鍵となるのはタンパク質透過性のゲル膜である。iPS細胞の分化多能性維持に影響を与えているものは, フィーダー細胞が産生する液性因子のうち, タ

ンパク質と考えられている<sup>(6)</sup>。MEFs細胞と接触しなくてもiPS細胞の分化多能性が本隔離培養システムによって維持された結果は、BSA透過性を有したゲル膜を、MEFs細胞が産生したタンパク質も透過したためと推察された。BSAは生体内タンパク質の中でも比較的高分子量であり、BSA透過性は生体内タンパク質に対する透過性の指標として有用である。タンパク質透過性と強度を兼ね備えたゲル膜の作製にはラーゲン濃度と膜厚に適切な範囲がある。

また、ゲル膜をコラーゲン線維としたことは、細胞接着性を有するだけではない。iPS細胞がコラーゲン線維へ接着することで分化多能性を維持するという報告<sup>(7)</sup>がある。ゲル膜がコラーゲンであったことも分化多能性維持に貢献したと考えられる。

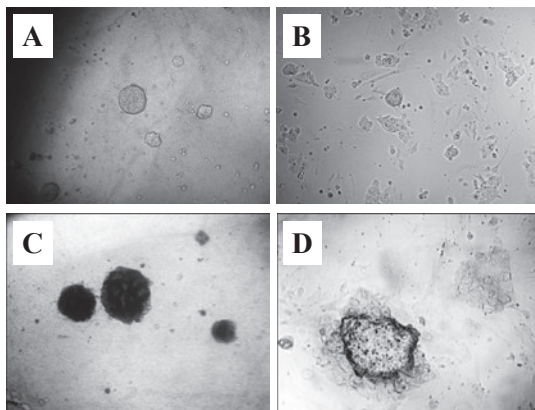


図4. 隔離培養(A, C)と従来培養(B, D)でのiPS細胞の観察像  
位相差顕微鏡による位相差顕微鏡観察像(A, B)  
光学顕微鏡によるALP染色後の観察像(C, D)

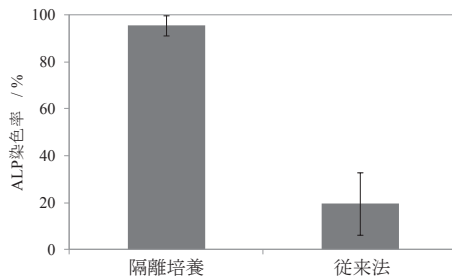


図5. 隔離培養および従来法のiPS細胞の分化多能性

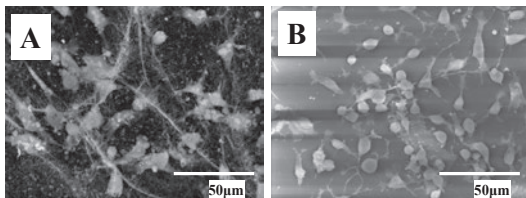


図6. 神経細胞に分化誘導したiPS細胞の走査電子顕微鏡観察像  
隔離培養(A)と従来培養(B)

コンタミネーションが生じないことだけが隔離培養の利点ではない。カップ状培養容器を持ち上げるだけでiPS細胞を別の培養系へと移せるため、iPS細胞の分散作業が実質的に不要になるという利点もある。従来法では、iPS細胞は分

化誘導するときに、酵素反応とピペッティングで細胞を単一に分散する必要がある。しかし、iPS細胞はこの細胞分散作業での化学的・物理的刺激に敏感である。したがって、iPS細胞へのダメージを最小限にし、効率よくiPS細胞を増殖・分化させる本培養システムはiPS細胞に最適な培養システムである。また、この隔離培養システムは、複数の細胞や組織で構築される3次元生体モデルにも利用できると期待される。

本隔離培養システムには二つの課題が残されている。一つ目は、ゲル膜がカップ状培養容器から剥離しやすいことである。コラーゲンゲルと樹脂を化学架橋することはできないため、容器の形状で、ゲル膜を剥離しにくくする設計をする必要がある。二つ目は、メッシュ支持体で容器全体の細胞の観察を妨げていることである。EDCによる架橋では、ゲル膜に柔軟性がなく、物理的刺激に弱いため、ゲル膜に柔軟性を付加する架橋剤を選択する必要がある。以上を改良すれば、さらに価値が高い培養システムとなる。

## 5. まとめ

我々は、高分子量のタンパク質の透過性を有する細胞接着性のゲル膜を用いて、iPS細胞およびフィーダー細胞を隔離して培養するシステムを開発した。iPS細胞が多能性を維持しながら増殖し、その後の細胞分散作業も不要になった。このゲル膜を備えた培養容器はiPS細胞を簡便に行うための研究用資材として短期的な商品化が期待されるとともに、細胞治療のためのiPS細胞培養系としても有用と考えられる。

## 謝 辞

本研究は、一般社団法人向科学技術振興財団研究助成(登録番号101004)の支援を受けて実施された。

(平成27年7月22日受付, 平成27年8月12日再受付)

## 文 献

- (1) Thomson JA et al.: "Embryonic stem cell lines derived from human blastocysts", *Science*, Vol.6, No.282 (5391), pp.1145-7 (1998)
- (2) Wang L et al.: "Self-renewal of human embryonic stem cells requires insulin-like growth factor-1 receptor and ERBB2 receptor signaling", *Blood*, Vol.1, No.110(12), pp.4111-9 (2007)
- (3) Amit M et al.: "Feeder-free culture of human embryonic stem cells", *Methods Enzymol.*, Vol.420, pp.37-49 (2006)
- (4) Baharvand H et al.: "An efficient and easy-to-use cryopreservation protocol for human ES and iPS cells", *Nat Protoc.*, Vol.5, No.3, pp. 588-94 (2010)
- (5) Ning Suna et al.: "Feeder-free derivation of induced pluripotent stem cells from adult human adipose stem cells", *PNAS*, Vol.106, No.37, pp.15720-5 (2009)
- (6) Takamichi M. et al.: "Laminin E8 fragments support efficient adhesion and expansion of dissociated human pluripotent stem cells", *Nat Commun*. DOI: 10.1038
- (7) Richards M et al.: "Human feeders support prolonged undifferentiated growth of human inner cell masses and embryonic stem cells", *Nat Biotechnol.*, Vol.20, No.9, pp.933-6 (2002)

## 論文

MSE加工を用いた水素含有DLC膜の  
表面性状制御による摺動特性向上の可能性徳田 祐樹\*<sup>1)</sup> 川口 雅弘\*<sup>2)</sup> 林 英男\*<sup>2)</sup> 渡邊 禎之\*<sup>2)</sup> 佐々木 信也\*<sup>3)</sup>Potential for improved tribological property by surface texturing control  
of hydrogenated DLC film using MSE processingYuuki Tokuta\*<sup>1)</sup>, Masahiro Kawaguchi\*<sup>2)</sup>, Hideo Hayashi\*<sup>2)</sup>, Sadayuki Watanabe\*<sup>2)</sup>, Shinya Sasaki\*<sup>3)</sup>

Diamond-like carbon (DLC) films exhibit excellent tribological properties such as high mechanical hardness, high wear resistance and low friction. DLC films have amorphous structures that are generally composed of  $sp^2$  and  $sp^3$  hybridized orbital carbons as main component that bring about the extraordinary tribological properties. Depending on the deposition method and process conditions, DLC films can take various structures. There are many studies about optimized film structures to reduce friction coefficient. On the other hand the discussion about the relationship between surface topography (roughness and waviness) and tribological properties of DLC films is not enough. In this research, we focus on the effect of surface topography to achieve lower friction coefficient of hydrogenated DLC films, and discuss the roles of surface topography on the tribological properties.

キーワード：トライボロジー, MSE, DLC膜, 表面性状, 摩擦

Keywords: Tribology, MSE, DLC film, Surface topography, Friction

## 1. はじめに

近年, 地球環境負荷の低減を目標として, 潤滑油を必要としない低摩擦摺動部品の開発が求められている。水素含有ダイヤモンドライクカーボン (Diamond-like carbon ; DLC) 膜は高硬度, 高耐摩耗性, 低摩擦係数などの優れた摺動特性を示すことで知られており, 無潤滑環境下における次世代硬質薄膜としての活躍が期待されている<sup>(1)~(4)</sup>。水素含有DLC膜は炭素と水素を主成分とし,  $sp^2$ 結合と $sp^3$ 結合の炭素により構成された非晶質構造を持つ硬質炭素薄膜であり, シンプルな元素構成ながら複雑な化学結合状態を有している。この特異な構造こそが優れた摺動特性をもたらす要因であり, 学術的な関心を集めるのみならず, 切削工具や金型, 各種機械要素部品など産業界への実用化が広く進んでいる<sup>(5)~(8)</sup>。

現在, 水素含有DLC膜の成膜では物理蒸着法 (Physical Vapor Deposition ; PVD) や化学蒸着法 (Chemical Vapor Deposition ; CVD) などの様々な手法が採用されており, それぞれの成膜法や成膜条件の選択により多様な膜構造を形成することが可能である<sup>(9)~(12)</sup>。Grillらは, DLC膜は膜構造次第で異なる特性を示すため, 水素含有量や $sp^3$ 結合お

び $sp^2$ 結合の比率の違いによりDLC膜をAmorphous carbon (a-C) やHydrogenated amorphous carbon (a-C:H), Tetrahedral amorphous carbon (ta-C), Hydrogenated tetrahedral amorphous carbon (ta-C:H)などに分類する三元図を提案している<sup>(13)</sup>。Erdemirらは, 水素含有DLC膜は水素含有量により大きく特性が変化すると述べており, 膜表面の終端水素が摩擦界面において重要な役割を担うと報告している<sup>(14)</sup>。このようなDLC膜の多様性を理由に, 現在では使用者の目的に沿った機能を発揮するための最適な膜構造, およびその成膜方法に関する研究が活発に行われている。しかし, 膜構造の最適化のみにより達成される低摩擦化には限界があるため, 昨今では膜構造以外の要因を利用した, 新規のアプローチによりさらなる低摩擦化の実現が求められている。

Liuらは, 水素含有DLC膜の優れた摺動特性を引き出す因子の一つとして, 摩擦により生じる摩耗粒子の存在が重要であると報告している<sup>(15)(16)</sup>。これらの報告では, 生成される摩耗粉は5 nm以下の粒子状となっており, この摩耗粒子が摺動によりグラファイト構造に変化 (グラファイト化) するとともに, 摺動界面に介在することで摩擦係数が低減すると述べている。この報告より, 水素含有DLC膜の摺動過程で発生するグラファイト化した摩耗粉こそが低摩擦化を促進するキーマカニズムであると推察される一方で, この摩耗粉を積極的に活用するための手法は未だ考案されていない。

本研究では, グラファイト化した摩耗粉を活用するため

事業名 平成26年度 基盤研究

\*<sup>1)</sup> 城東支所

\*<sup>2)</sup> 高度分析開発セクター

\*<sup>3)</sup> 東京理科大学 工学部 機械工学科



表1. MSE加工における加工条件

サンプル名称	加工条件		表面性状パラメーター $Pa$ [ $\mu\text{m}$ ]	
	走査ピッチ $t$ [mm]	加工繰り返し回数 $n$		
鏡面研磨DLC膜	-	-	0.006	
MSE加工DLC膜	#1	0.1	1	0.036
	#2	0.2	1	0.045
	#3	0.2	2	0.065
	#4	0.5	1	0.070
	#5	0.5	2	0.128
	#6	0.6	3	0.193

の新規的手法として、水素含有DLC膜の表面性状の制御に着目した。図1に示すように、水素含有DLC膜の表面に自発的に凹凸形状を形成することにより、凸部の摩擦を誘起することで高効率な摩擦粉の生成が可能となり、かつ表面の凹部に摩擦粉をトラップさせる機構を設けることで、摩擦粉の摺動界面への介在を促進することが可能と推察される。摩擦により生成される摩擦粉はナノメートルオーダーの微小な粒子であると予想されるため、一般的な機械加工で生成されるサブミクロンオーダーの表面凹凸形状では摩擦粉のトラップが困難であると同時に、突起によるアブレシブ摩擦を誘発してしまう可能性が推察される。

そこで本研究では、マイクロスラリージェットエロージョン (Micro Slurry jet Erosion ; MSE) 加工に着目し、表面に数十nm程度の微細な凹凸形状を有する水素含有DLC膜被膜サンプルにおける摩擦粉トラップによる低摩擦化を図ると共に、摺動特性に及ぼす影響について検討する。これにより、水素含有DLC膜の新規的なアプローチによる低摩擦化の可能性について考察する。

## 2. 実験

**2.1 水素含有DLC膜の表面性状制御** 水素含有DLC膜の成膜母材には直径24 mmの高炭素クロム軸受鋼 (JIS-SUJ2) を使用した。成膜母材に対してダイヤモンドパウダーを用いた金属板研磨により鏡面研磨を施し、研磨後の表面に対してMSE加工装置による表面微細加工を行った。MSE加工装置にはMSE-N401 (パルメツ社製) を使用し、図2の概略図に示すように、母材に対して平均粒径1  $\mu\text{m}$  のアルミナ粒子を走査するように投射することで周期構造を作製した。加工後の表面に対してアンバランスドマグネトロンスパッタリング (Unbalanced Magnetron Sputtering ; UBMS) により水素含有DLC膜を成膜することで、表面性状を制御した水素含有DLC膜を作製した。UBMS法は、水素含有DLC膜の成膜に使用される代表的なPVD法の一つである<sup>(17)</sup>。

鏡面研磨面に水素含有DLC膜を成膜したサンプル (鏡面研磨DLC膜とする) および、MSE加工面に水素含有DLC膜を成膜したサンプル (MSE加工DLC膜とする) のそれぞれの摺動特性を比較することで、表面性状の制御による水素含有DLC膜の低摩擦化の可能性について検討した。なお、MSE加工では、アルミナ粒子の走査ピッチ $t$ と加工繰

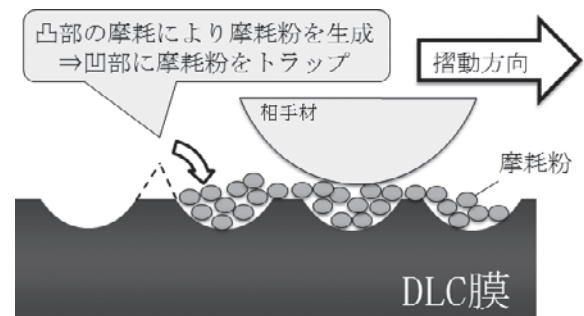


図1. 摩擦粉トラップの概略図

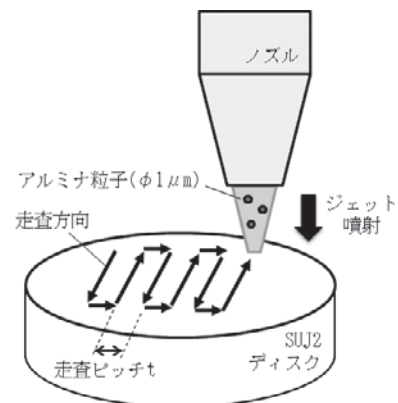


図2. MSE加工の概略図

り返し回数 $n$ の組み合わせにより様々な加工を行うことで、断面曲線の算術平均高さである表面性状パラメーター $Pa$  (JIS-B0601に準拠) の異なる6種のサンプル (MSE-#1~#6) を作製した。各サンプルの加工条件および表面性状パラメーター $Pa$ を表1に示す。

**2.2 摩擦試験による摺動特性評価** 鏡面研磨DLC膜およびMSE加工DLC膜の摺動特性を評価するため、摩擦試験にはバウデンレーベン型往復動摩擦試験機を使用した。なお、相手材には直径8 mmのアルミナ球を使用し、荷重を10 N、摺動速度を5 mm/s、摺動距離を5 mm、総サイクル数を100回の条件で無潤滑環境にて試験を行い、摩擦係数を測定した。

**2.3 ラマン分光分析による膜構造の解析** 摩擦・摩擦に及ぼす表面性状の影響について考察するため、摩擦試験後の水素含有DLC膜の表面に対してマイクロレーザーラマ

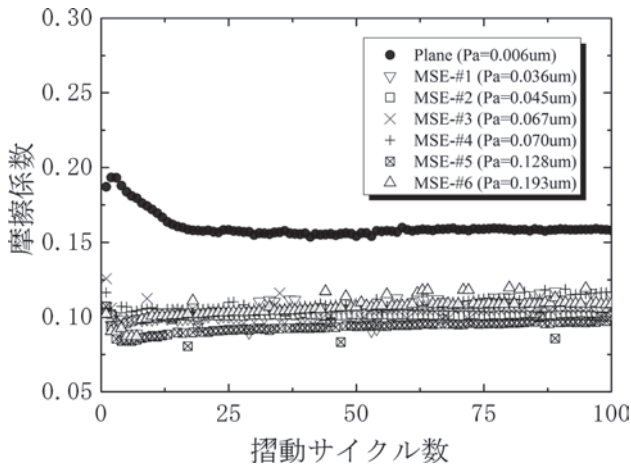


図3. 摩擦試験結果

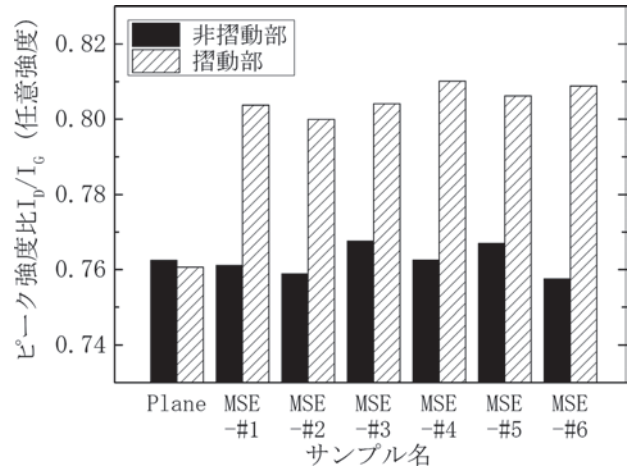


図4. ラマン分光分析結果

ン分光分析 (Micro-Laser Raman Spectroscopy) による膜構造の解析を行った。

### 3. 結果および考察

3.1 MSE加工DLC膜の摺動特性評価 鏡面研磨DLC膜およびMSE加工DLC膜の各サンプルにおける摩擦試験の結果として、摺動サイクル数に対する摩擦係数の挙動を図3に示す。鏡面研磨DLC膜では摩擦試験開始直後から20サイクルまでの間に、初期なじみ期間と見られる摩擦係数の上昇が見られたが、20サイクル以降は安定した挙動を示し、最終的に0.16という摩擦係数を示した。初期なじみ期間とは、相対すべり運動の生じる二物体の界面において、お互いの塑性変形を通じて摩擦面が平滑化することで、摩擦によるせん断抵抗が低下あるいは安定化するまでの期間である<sup>(18)</sup>。

一方で、MSE加工DLC膜では初期なじみ期間が短縮し、5サイクル以降で摩擦挙動が安定化することが確認されたことから、鏡面研磨DLC膜とMSE加工DLC膜では摩擦・摩耗プロセスに相違が生じていると推察される。また、最終的な摩擦係数についても、鏡面研磨DLC膜よりも低い0.09~0.12という数値を示した。一方で、MSE加工DLC膜の表面性状パラメータPaの変化による摩擦係数への影響は小さく、各サンプルにおける最終的な摩擦係数において大きな差異は見受けられない結果となった。

以上の結果より、MSE加工を用いて水素含有DLC膜の表面性状を制御した結果、初期なじみ期間が短縮すると共に、摩擦係数が低下することが確認された。

3.2 ラマン分光分析による膜構造解析 水素含有DLC膜の摩擦された摺動部と、摩擦されていない非摺動部に対してラマン分光分析を行うことで、摺動痕上における摩擦による膜構造の変化について検討した。一般的な水素含有DLC膜より得られるラマンスペクトルは、1380 cm<sup>-1</sup>付近に存在する無秩序構造由来のDピークと、1550 cm<sup>-1</sup>付近に存在するグラファイト構造由来のGピークの2種類のピークにより構成されており、各ピークの強度比やピーク位置などから膜構造を解析することができる<sup>(19)</sup>。摩擦試験後の鏡面

研磨DLC膜およびMSE加工DLC膜におけるDピークとGピークの強度比I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub>の比較として、摺動部および非摺動部での分析結果を図4に示す。図より、鏡面研磨DLC膜においては、摺動部と非摺動部でピーク強度比I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub>に大きな差が確認されないことから、膜構造に相違が生じていないことが確認された。一方で、MSE加工DLC膜ではMSE-#1~#6のすべてのサンプルにおいて、非摺動部と比較して摺動部でピーク強度比I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub>が高い値を示しており、膜構造に変化が生じている可能性を示唆する結果が得られた。一般的に、ピーク強度比I<sub>D</sub>/I<sub>G</sub>の値が高いほど膜構造にグラファイト構造の割合が増加している (sp<sup>3</sup>/sp<sup>2</sup>比が低下している) 可能性が高いとされている<sup>(20)</sup>。

この結果より、MSE加工DLC膜の摺動部では、摩擦による膜構造のグラファイト化が生じている可能性が示唆され、摺動特性に影響を与えていたと推察される。

3.3 MSE加工DLC膜の摺動による構造変化 ラマン分光分析の結果より、摩擦試験後の摩耗痕において膜構造のグラファイト化を示唆する結果が得られた。水素含有DLC膜と相手材との摩擦により生じる膜構造変化の要因の一つとして、摺動界面で発生する摩擦熱が挙げられる。一般的に、二物体間での摩擦熱において生じる温度上昇ΔTは下記の式(1)より算出される<sup>(21)</sup>。

$$\Delta T = \frac{fPv}{4J(K_1 + K_2)a} \dots\dots\dots (1)$$

式(1)において、fは摩擦係数、Pは負荷加重、vは摺動速度、Jは熱の仕事当量、K<sub>1</sub>およびK<sub>2</sub>は2物体の熱伝導率、aは真実接触面積である。本研究の試験条件において負荷加重P、摺動速度v、熱の仕事当量J、熱伝導率K<sub>1</sub>およびK<sub>2</sub>を定数とし、摩擦係数fおよび真実接触面積aのみが変数項であると仮定すると、鏡面研磨DLC膜と比較してMSE加工DLC膜では膜表面が粗面化しているため、相手材との真実接触面積aが小さい環境であったものと推察される。このことから、鏡面研磨DLC膜よりも高い摩擦熱が生じたため、摺動界面における膜構造のグラファイト化が促進したもの

と推察される。

### 3. 4 MSE加工DLC膜の摺動特性向上のメカニズム 鏡

面研磨DLC膜と比較して、MSE加工DLC膜ではいずれのサンプルにおいても低い摩擦係数を示すとともに初期なじみ期間の短縮が確認され、かつ摺動部における膜構造のグラファイト化を示唆する結果が得られた。一般的に、グラファイトの構造は $sp^2$ 結合炭素により構成された六員環が層状構造に連なっており、層と層の間はファン・デル・ワールス力による微弱な結合力が働いている<sup>(22)(23)</sup>。このため、相手材との摩擦発生時に、グラファイト構造の箇所では層間滑りが発生し、界面での低せん断抵抗化を誘起したと推察される。この層間滑りの効果により、初期なじみ期間における摩擦抵抗の増大を抑制すると共に、定常的な低摩擦化を実現したものと推察される。

## 4. まとめ

本研究では、水素含有DLC膜の低摩擦化を実現する手法として、MSE加工を用いた表面性状制御の手法を考案した。成膜母材へのMSE加工により、微細な凹凸形状を有する水素含有DLC膜に対し、摩擦試験による摺動特性の評価や、ラマン分光分析による膜構造解析を行った。

その結果、水素含有DLC膜の表面性状を制御することで、初期なじみ期間の短縮化および、摩擦係数の低減を実現する可能性を見出した。また、MSE加工DLC膜の摺動痕では膜構造のグラファイト化が確認されたことから、摺動により引き起こされる構造変化が、優れた摺動特性を引き出す要因となったと推察される。一方で、本研究における低摩擦化実現のコンセプトである、摩耗粉のトラップの有無およびその効果に及ぼす $Pa$ の影響については確認が得られていないため、摩耗粉の挙動解析が今後の重要な研究課題であると推察される。また、ラマン分光分析結果より得られた摺動痕上における膜構造のグラファイト化は、①表面凹凸の凹部にトラップされた摩耗粉の構造変化であるか、②膜表面のバルク的な構造変化であるか、という点について解明する必要がある。これらの構造変化の詳細および、摺動に及ぼす役割について検討を行うと同時に、摩擦・摩耗プロセスの解明を目指す。これにより、さらなる低摩擦化を実現する新規技術の確立を目標として研究を推進する。

(平成27年7月6日受付, 平成27年8月6日再受付)

## 文 献

- (1) S. Aisenberg & R. Chabot : "Ion-beam deposition of thin films of diamondlike carbon", *J. Appl. Phys.*, 42, pp.2953-2958 (1971)
- (2) A. Erdemir : "Genesis of superlow friction and wear in diamondlike carbon films", *Tribology international*, 37, pp.1005-1012 (2004)
- (3) B. Vengudusamy, R.A. Mufti, G.D. Lamb, J.H. Green, H.A. Spikes : "Friction properties of DLC/DLC contacts in base oil", *Tribology international*, 44, pp.922-932 (2011)
- (4) A. Grill : "Review of the tribology of diamond-like carbon", *Wear*, 168, pp.143-153 (1993)
- (5) A. Dai, K. Zhou, Z. Yuan, Q. Ding, Z. Fu : "The cutting performance of diamond and DLC-coated cutting tools", *Diamond and related materials*, 9, pp.1753-1757 (2000)
- (6) A. Vanhulsel, F. Velasco, R. Jacobs, L. Eersels, D. Havermans, E. W. Roberts, I. Sherrington, M. J. Anderson, L. Gaillard : "DLC solid lubricant coatings on ball bearings for space applications", *Tribology international*, 40, pp.1186-1194 (2007)
- (7) M. Kano : "Super low friction of DLC applied to engine cam follower lubricated with ester-containing oil", *Tribology International*, 39, pp.1682-1685 (2006)
- (8) C. T. Guo, P. C. Chen : "Amorphous hydrogenated carbon coatings on IC packaging mold by ECR-CVD system", *Applied surface science*, 253, pp.9191-9197 (2007)
- (9) T. Nakahigashi, Y. Tanaka, K. Miyake, H. Oohara : "Properties of flexible DLC film deposited by amplitude-modulated RF P-CVD", *Tribology international*, 37, pp.907-912 (2004)
- (10) F. Huang, C. Y. Chan, C. H. Lee, J. Gong, K. H. Lai, C. S. Lee, K. Y. Li, L. S. Wen, C. Sun : "Wear-resistant multilayered diamond-like carbon coating prepared by pulse biased arc ion plating", *Diamond and related materials*, 10, pp.1850-1854 (2001)
- (11) Y. Taki, T. Kitagawa, O. Takai : "Preparation of diamond-like carbon thin films by arc ion plating", *Materials science letters*, 16, pp.553-556 (1997)
- (12) R. D. Arnell, P. J. Kelly : "Recent advances in magnetron sputtering", *Surface and coatings technology*, 112, pp.170-176. (1999)
- (13) A. Grill : "Diamond-like carbon - state of the art", *Diamond and related materials*, 8, pp.428-434 (1999)
- (14) A. Erdemir : "The role of hydrogen in tribological properties of diamond-like carbon films", *Surface and coatings technology*, 146-147, pp.292-297 (2001)
- (15) Y. Liu, A. Erdemir, E. I. Meletis : "A study of the wear mechanism of diamond-like carbon films", *Surface and coating technology*, 82, pp.48-56 (1996)
- (16) Y. Liu, E. I. Meletis : "Evidence of graphitization of diamond-like carbon films during sliding wear", *Journal of materials science*, 32, pp.3491-3495 (1997)
- (17) 赤理孝一郎 : 「AIP/UBMS法によるトライボロジ皮膜の自動車部品への適用」, 神戸製鋼技報, Vol.54, No.3 (2004)
- (18) 菊池 賢靖, 神谷 修, 齋藤 省律, 熊谷 和雄 : 「繰り返し摩擦におけるなじみ機構について」, 素材物性学雑誌, 第11巻, 第2号, pp.12-20 (1998)
- (19) M. Nakamizo, R. Kammerck, P. L. Walker : "Laser Raman studies on carbons", *Carbon*, 12, pp.259-267 (1974)
- (20) A. C. Ferrari, J. Robertson : "Raman spectroscopy of amorphous, nanostructured, diamond-like carbon, and nanodiamond", *The Royal Society*, 362, pp.2477-2512 (2004)
- (21) Y. G. Kravchenko, B. I. Peleshenko, A. I. Burya, O. Y. Kuznetsova : "Calculation of the contact temperature of a friction couple with a high speed heat source", *Scientific problems of machine operation and maintenance*, 4, 160, pp.51-60 (2009)
- (22) Y. Kaburagi, Y. Hishiyama : "Highly crystallized graphite films prepared by high-temperature heat treatment from carbonized aromatic polyimide films", *Carbon*, 32, 6, pp.773-777 (1995)
- (23) H. Li, T. Xu, C. Wang, J. Chen, H. Zhou, H. Liu : "Annealing effect on the structure, mechanical and tribological properties of hydrogenated diamond-like carbon films", *Thin solid films*, 515, pp.2153-2160 (2006)



## 論文

## 不完全な評価セットに対する検索エンジンの性能評価指標の開発

大平 倫宏<sup>\*1)</sup> 富山 真一<sup>\*2)</sup>Development of metrics for quality evaluation of information retrieval systems  
for incomplete evaluation data setNorihiro Ohira<sup>\*1)</sup>, Shinichi Tomiyama<sup>\*2)</sup>

Until now, numerous information retrieval (IR) systems have been developed and utilized. Nevertheless, it is uncommon that they are objectively compared with other systems. In academic studies, the qualities of IR systems are numerically measured based on a complete evaluation set that gives relations between search results and query keywords. However, these methods have never been popular in general, because they cost too much to evaluate the relevance of all the relations by hand.

In this study, we developed two methods to evaluate IR systems using an incomplete evaluation set. The first method uses machine learning. We have obtained favorable results in experiments using only 50 manually-evaluated relations. The second is a new metric for the quality of IR systems. It differs from conventional inf-nDCG in the point that it can handle the query intent. In experiments, it was more robust against the incomplete evaluation of relationships than inf-nDCG.

キーワード：検索エンジン, 情報検索, ビッグデータ, 評価指標, ランキング

Keywords : Search engine, Information retrieval, Big data, Metric, Ranking

## 1. はじめに

高度情報化社会の進展に伴い、数多くの情報検索方法が提案されている。中小企業に関しても、ベンチャー企業などで情報検索システムの開発・提供を主要な業務とする企業が増えつつある。しかし、市場に供されている検索システムが、他のシステムなどと比較して、優れている点を客観的に主張していることは稀である。その性能の評価は、開発・提供者、利用者らの主体的な判断に委ねられている場合が多い。

一方、情報検索システムの性能を客観的に評価するために学術研究で主に利用されている方法として、検索結果と検索キーワードとの関連性をあらかじめ人手を用いて定める方法がある。しかし、人手を用いて多くの関連性を定めることはコストがかかり、中小企業等には負担が大きい。このことが、検索システムの客観的な評価が行われない大きな理由となっている。

検索結果ランキングの代表的な評価指標として、nDCG<sup>(1)</sup>があり、広く利用されている。それに対して、近年は検索システムを利用する者の検索意図 (query intent) をランキングに反映する指標が着目されている。例えば、検索キーワード「書籍」で検索した場合に、その時の人気の書籍1冊だけが上位にランキングされた検索結果を返すシステムがあっ

事業名 平成26年度 基盤研究「完全な評価セットに対する検索エンジンの性能評価指標の開発」

\*1) 生活技術開発セクター

\*2) 情報技術グループ

た場合、これはnDCGでは高く評価される。しかし、実際の利用者は、同じ書籍の情報ばかりを得たいと思うことは稀であり、nDCGでの評価が必ずしもそぐわない。この問題を踏まえ、Clarkeらは、 $\alpha$ -nDCGを提案した<sup>(2)</sup>。しかし、評価セットとして多段階評価したものを利用できないことや、実用上では正規化（ここでは、評価値の値を0から1の範囲に収めることとする）できないことが問題として挙げられている<sup>(3)</sup>。さらに、SakaiらによってD-measures<sup>(3)</sup>が提案されており、検索意図の考慮が検索結果評価指標の重要な特性の一つとなっている。

一方、実際には、人手を用いるにはコストがかかるため、全ての検索結果に対してではなく、一定数の検索結果と検索キーワードとの関連性だけについてあらかじめ人手を用いて決めておき（以下、このように決めた関連性評価を不完全な評価セットとする。逆に完全な評価セットは、全ての検索対象に対して、評価を定めているものとする）、それに基づき検索結果ランキングを評価する方法も提案されている。Buckleyらはbprefを提案したが<sup>(4)</sup>、ロバスト性がないという評価を受けている<sup>(5)(6)</sup>。Sakaiらは、bprefに代わる評価指標として、関連性の定められていない検索対象を除外することによって圧縮したランキング結果を利用するCondensed-list metricsを提唱した<sup>(5)(6)</sup>。また、Aslamらは無作為抽出法によって、評価値を推定する方法を提唱したが<sup>(7)</sup>、その複雑さのため広く利用されてはいない<sup>(8)</sup>。それを踏まえEmine, Aslamらは、より簡単な手順によって評価値を求めることが可能な指標であるinfAPを提案した<sup>(8)</sup>。さらに、実

際の利用における状況を考慮して無作為抽出だけによらないように改良した評価指標である xinfAP と、それと同様の特徴を備えた nDCG の拡張版である infNDCG を提案した<sup>(9)</sup>。

上述のように、検索エンジンに対する評価指標は多く提案されているが、検索意図を考慮し、かつ、不完全な評価セットに対応した指標は存在しない。本研究の目的の一つは、そのような特徴を備える評価指標を新たに開発することである。

また、機械学習などの統計的手法を用いて、関連性が既知の既存の評価セットから、評価が未知である検索対象に対する関連性評価を推定する方法についても開発を行った。こちらの方法については、検索意図の考慮は行わないが、既知の評価データセットが小さい場合でも活用可能であることを目的としている。

これらの研究を行うことで、中小企業などでも大きな負担をかけずに、検索システムの客観的性能評価ができるようになることを目指した。

本稿では、2.1 節で機械学習を用いた未知文書の評価方法について説明する。また、2.2 節では、検索意図を考慮し、かつ、不完全な評価セットに対応した評価指標を新たに開発したので、それについて説明する。

## 2. 研究内容

**2.1 機械学習を用いた方法** 以下のような手順で機械学習によって未評価の文書の関連性評価を推定した。本研究では、基本的に文書を対象として、検索ランキングを作成すると仮定している。文書以外を検索対象とする場合は関連性評価の方法を変更する必要があるが、同様に適用可能である。

- (i) 全文書に対して、各文書に現れる各単語の数を集計する。
- (ii) 各文書の各単語に対する TF-IDF 特徴量 (単語の出現頻度・単語の重要度) を計算する。
- (iii) 評価済み文書の TF-IDF 特徴量を訓練データとして、教師付き機械学習を行う。
- (iv) 未評価の文書について、学習結果を元に関連性の判定を行う。

ここで TF-IDF<sup>(11)</sup> は、

$$TF-IDF(t, d, D) = TF(t, d) \cdot IDF(t, D) \dots\dots\dots (1)$$

$$TF(t, d) = \frac{n_{t,d}}{\sum_k n_{k,j}} \dots\dots\dots (2)$$

$$IDF(t, d) = \frac{\log|D|}{|\{d \in D; t \in d\}|} \dots\dots\dots (3)$$

の式によって計算する。 $D$  は全文書の集合、 $|D|$  は総文書数、 $n_{t,d}$  は単語  $t$  の文書  $d$  における出現数、 $|\{d \in D; t \in d\}|$  は単語  $t$  を含む文書の総数を表す。TF (Term Frequency) は単語の出現頻度、IDF (Inverse Document Frequency) は単語の特殊性を表している。

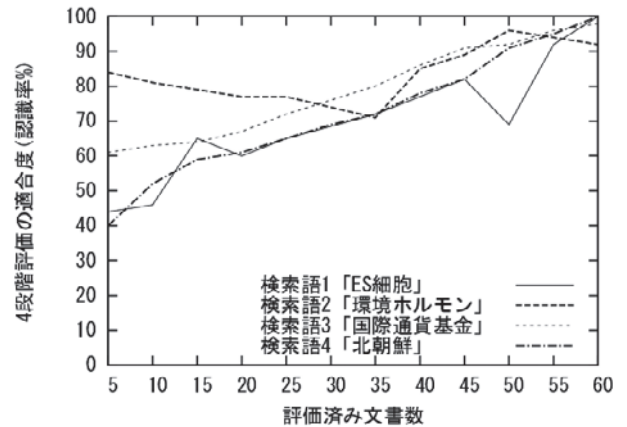


図1. 機械学習に利用する評価済み文書数と4段階の関連性評価の適合度

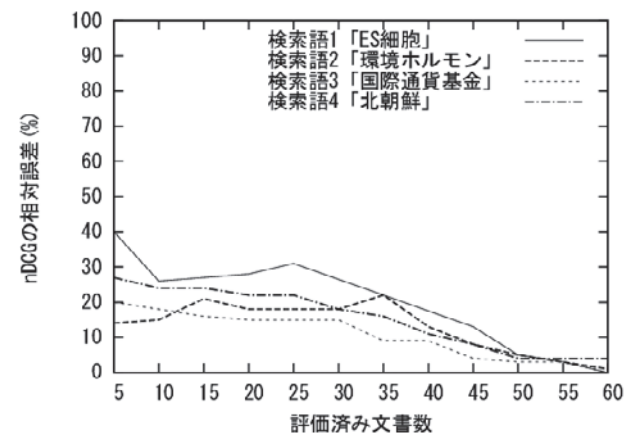


図2. 機械学習に利用する評価済み文書数とnDCGの相対誤差の関係

本手法の有効性を確認するために以下のような状況で実験を行った。利用するデータとして、NTCIR (NII Testbeds and Community for Information access Research)<sup>(11)</sup> の NTCIR-6 CLIR における評価データセットを用いた。評価データセットでは、読売新聞データベース2000年99,207文書、毎日新聞データベース2000年306,709文書について、検索語に対しての関連性を「関連性が高い」、「関連性がある」、「関連性が低い」、「関連性が無い」の4段階で評価している。全文書中の重複を除いた単語の総数は228,297語であり、そのそれぞれについて TF-IDF 特徴量を算出した。機械学習には、オープンソースの機械学習ライブラリである LIBSVM<sup>(12)</sup> のサポートベクターマシンを利用した。各文書の特徴量としては、各単語の TF-IDF 特徴量を並べた 228,297次元のベクトルを用いた。

開発した手法において、機械学習に利用する関連性評価済み文書数と推定される評価の適合率の関係を表した図が、図1である。それぞれの検索語に対して、 $K=10$  として、 $K$ -分割交差検定を行い10回の試行の平均を算出している。また、適合率の算定では、4段階で推定した関連性評価値が、あらかじめ定められた真の関連性評価値と一致したときを適合と判定している。図1では基本的に機械学習に利用する

文書数が増加するにつれ, 推定値の適合度が向上している。

さらに, 得られた推定結果から, 従来から使用されている検索ランキングの評価指標であるnDCG<sup>(1)</sup>を用いて, 完全な評価セットに対する評価値(真値)と不完全な評価セットを用いた評価値(推定値)との相対誤差を求めたのが, 図2である。ここでnDCGは,

$$nDCG = \frac{DCG}{IDCG} \dots\dots\dots (4)$$

$$DCG = \sum_{r=1}^Z \frac{2^{rel_r}}{\log_2(r+1)} \dots\dots\dots (5)$$

の式によって計算した。 $r$ はランキング順位を表しており,  $rel_r$ はランキング $r$ の文書の関連性を,  $Z$ はnDCGの評価に利用する順位の最大値を表している。また, IDCGは, 理想的なランキング(全対象を関連性の高い順に並べた場合)に対してのnDCGの値である。

図1, 2では, 基本的に評価済み文書数が多いほど相対誤差が小さくなっており, 利用する評価済み文書数が50文書以上であれば, 真値との相対誤差が5%以下となっている。50対象の評価程度であれば, 中小企業などのコスト余力のないグループにとっても十分に用意可能である。また, 図1の4段階評価の適合度に比べると, 図2のnDCGの相対誤差はより良いように見える。このことは, 図1では, 関連性評価が1つでも違えば間違っていると判定しているため, 厳しく評価されているが, 実際には推定値は真値と近いいため, 実際のnDCGでは精度が良くなる結果となっていると考えられる。

## 2.2 不完全な評価セットに対する評価指標の開発

inf-nDCG<sup>(9)</sup>では, ランキング対象全体を, 共通部分を持たない複数の層に分けることを考慮する。層ごとに標本(検索対象)の抽出確率を変化させて, 検索対象のグループを作成する。そのグループに対してランキングを作成して, 評価することを考える。この考えは, 例えば, TREC (Text REtrieval Conference)<sup>(13)</sup>の Terabyte 2006などでの効果的な利用を想定している。Terabyte 2006においては, 対象とする文書数が非常に多いため, 評価セットを3層に分けており, ある層では多くの文章に対して高い関連性が定められており, 別の層では関連性の評価付けが不完全であるという状況にある。これに対して, inf-nDCGでは, 例えば, 高い関連性を持つ文書を多く持つ層からの抽出確率を高めることで, 関連性の高い文書を多く抽出し, 確率的な方法によりながらも, 高いロバスト性を実現することが可能である。

それを踏まえ, 従来の指標であるD-measures<sup>(3)</sup>を基に, inf-Dmeasuresと呼ぶべき指標を考えることとする。D-measuresは, システムの利用者は, 様々な検索意図に基づいて検索すると仮定しており, 一つの検索語に対して複数の検索意図が該当する状況に対応している。例えば, 「水」を検索語とすると, 「飲料水」や「雨水」, 「ミネラルウォーター」などの検索意図が考えられる。実際の指標値の計算は,

$$D\text{-measure} = \sum_{r=1}^Z \frac{GG(r)}{\log_2(r+1)} \dots\dots\dots (6)$$

$$GG(r) = \sum_i \Pr(i|q)g_i(r) \dots\dots\dots (7)$$

によって行う。ここで,  $\Pr(i|q)$ は, 検索語 $q$ に対する検索意図 $i$ の該当確率,  $g_i(r)$ は順位が $r$ である文書の検索意図 $i$ との関連性とする。

本研究では, inf-nDmeasuresとして, 以下のような指標値を提案する。まず, 各文書 $d$ について,

$$GGD(d) = \sum_i \Pr(i|q)g_i(d) \dots\dots\dots (8)$$

のように定める。

次に, inf-IDmeasuresを,

$$RD(\xi) = \frac{r_s(\xi | \xi \leq GGD(d) < \xi + \Delta)}{n_s} N_s \dots\dots\dots (9)$$

$$\hat{RD}(\xi) = \sum_{vs} \hat{RD}_s(\xi) \dots\dots\dots (10)$$

の式を利用して計算する。各層 $s$ に対して,  $r_s(\xi | \xi \leq GGD(d) < \xi + \Delta)$ は抽出した文書の中で $\xi \leq GGD(d) < \xi + \Delta$ の条件を満たす文書の数を表しており,  $\Delta$ は事前に定める評価値の分割に利用する値である。 $N_s$ は各層で抽出した総文書数を,  $n_s$ は各層の総文書数を表している。式(9), (10)から, 文書全体での $\xi \leq GGD(d) < \xi + \Delta$ の条件を満たす文書の数の推定値は $\hat{RD}(\xi)$ で求められる。これらを用いて, 理想的なランキングにおけるD-measuresの推定値を求め, その値をinf-IDmeasuresとする。

次に, inf-Dmeasuresについては,

$$\text{inf-nDmeasures} = \sum_{vs} \frac{Z_s}{Z} \cdot E[x_r | \text{document at rank } r \in s] \dots\dots\dots (11)$$

$$E[x_r | \text{document at rank } r \in s] = \frac{1}{n_s} \sum_{v \in \text{sampled}_s} Z \cdot \frac{GG(r)}{\log_2(r+1)} \dots\dots\dots (12)$$

の式によって求める。 $Z_s$ は検索システムがランキング出力した文書で層 $s$ に含まれるものの総数を表し,  $Z_s/Z$ の確率で層 $s$ から文書を無作為抽出とする。また,  $\text{sampled}_s$ は層 $s$ から抽出された文書の集合とする。

最後に,

$$\text{inf-nDmeasures} = \frac{\text{inf-Dmeasures}}{\text{inf-IDmeasures}} \dots\dots\dots (13)$$

を用いて, inf-nDmeasuresを計算する。

inf-nDmeasuresと他の指標値との比較を行った。評価にはNTCIR-9 INTENT (INTENT-1) 日本語ドキュメントランキングテストコレクション<sup>(11)</sup>における関連性評価データを利用した。そこでは, 6,700万件の日本語ウェブページに対して, 100組の検索語とそれらの検索意図の該当確率 $\Pr(i|q)$ と各文書の各検索意図に対する関連性を5段階で評価している。

文書と検索語自体との関連性は定められておらず, inf-nDCGとrandom sampling nDCGはそのままでは計算できないため, 文書と検索語自体との関連性は, 検索意図の関

表1. 従来の指標との比較

	nDCG	inf-nDCG	D-measures	inf-nDmeasures
検索意図への対応	×	×	○	○
計算量	○	○	○	○
不完全な評価セットへの対応	×	○	×	○
不完全な評価セットでのロバスト性	×	△	×	○

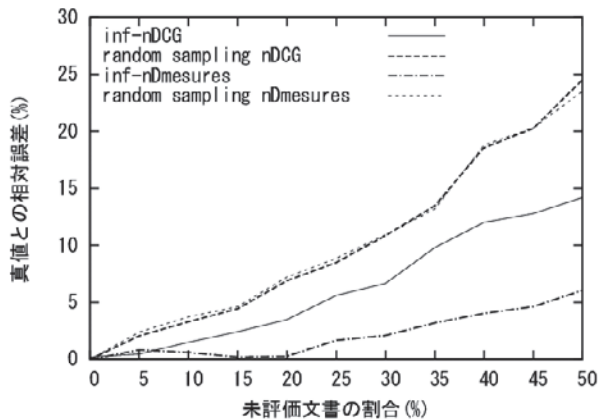


図3. 指標値ごとの未評価文書数の増加に対する真値からの乖離の様子

連性の中で最大のものを用いた。random sampling nDCG と random sampling nDmeasures は無作為抽出を利用して、評価されていない文書は関連性がないとして計算した。

inf-nDCG と inf-nDmeasures については、層を2つに分け、一つ目の層には関連性評価データから関連性の高い文書を順におき、二つ目の層には評価されていない文書を含むそれ以外の文書を配置し、一つ目の層の選択確率を90%とした。また、inf-nDmeasures については、評価値が100段階評価となるように式(14)の $\Delta$ を選択した。このようにして、未評価文書がない場合にランキングが理想的に並べられていると仮定して、その真値との相対誤差を、100組の検索語に対して平均をとったものが、図3である。

提案する指標値 inf-nDmeasures では、図3から、従来の指標値 inf-nDCG よりも相対誤差が低いことがわかる。これは、inf-nDmeasures では関連性評価の値を100段階としているため、inf-nDCG の5段階評価より粒度が小さく、より正確に推定可能であるためと考えられる。また、表1は提案指標と従来の指標との比較を表しており、従来指標と比べて優れていることがわかる。

### 3. まとめ

本研究では、検索システムの性能評価に関して、大きな負担を行うことが難しい中小企業等の組織においても、有効である性能評価方法を提案した。これらの方法によって、検索システム開発全体の活性化が行われることを期待する。

また、今回の実験では、実際の検索エンジンを使用しての比較は行わなかった。実用上の問題を調査する意味でも、

そのような比較を行うことが今後の課題である。

(平成27年7月13日受付, 平成27年7月28日再受付)

### 文 献

- (1) Kalervo Jarvelin and Jaana Kekalainen, "Cumulated Gain-Based Evaluation of IR Techniques", ACM Transactions on Information Systems, Vol.20, No.4, p.422-446 (2002)
- (2) Charles L.A. Clarke, Maheedhar Kolla, Gordon V. Cormack, Olga Vechtomova, Azin Ashkan, Stefan Büttcher and Ian MacKinnon, "Novelty and Diversity in Information Retrieval Evaluation", Proceedings of the 31st Annual International ACM SIGIR Conference on Research and Development in Information Retrieval, Singapore, pp.659-666, 20-24, July, 2008
- (3) Tetsuya Sakai and Ruihua Song, "Evaluating Diversified Search Results Using Per-Intent Graded Relevance", Proceedings of the 34th International ACM SIGIR Conference on Research and Development in Information Retrieval, Beijing, China, pp.1043-1052, 24-28, July, 2011
- (4) Chris Buckley and Ellen M. Voorhees, "Retrieval Evaluation with Incomplete Information", Proceedings of the 27th Annual International ACM SIGIR Conference on Research and Development in Information Retrieval, Sheffield, United Kingdom, pp.25-32, 25-29, July, 2004
- (5) Tetsuya Sakai, "Alternatives to Bpref", Proceedings of the 30th Annual International ACM SIGIR Conference on Research and Development in Information Retrieval, Amsterdam, The Netherlands, pp.71-78, 23-27, July, 2007
- (6) Tetsuya Sakai and Noriko Kando, "On Information Retrieval Metrics Designed for Evaluation with Incomplete Relevance Assessments", Information Retrieval, Vol.11, No.5, pp.447-470 (2008)
- (7) Javed A. Aslam, Virgil Pavlu and Emine Yilmaz, "A Statistical Method for System Evaluation Using Incomplete Judgments", Proceedings of the 29th Annual International ACM SIGIR Conference on Research and Development in Information Retrieval, Seattle, Washington, USA, pp.541-548, 06-11, August, 2006
- (8) Emine Yilmaz and Javed A. Aslam, "Estimating Average Precision with Incomplete and Imperfect Judgments", Proceedings of the 15th ACM International Conference on Information and Knowledge Management, Arlington, Virginia, USA, pp.102-111, 06-11, November, 2006
- (9) Emine Yilmaz, Evangelos Kanoulas and Javed A. Aslam, "A Simple and Efficient Sampling Method for Estimating AP and NDCG", Proceedings of the 31st Annual International ACM SIGIR Conference on Research and Development in Information Retrieval, Singapore, Singapore, pp.603-610, 20-24, July, 2008
- (10) Anand Rajaraman and Jeffrey David Ullman, "Mining of Massive Datasets", Cambridge University Press, New York (2011)
- (11) NTCIR, <http://research.nii.ac.jp/ntcir/index-ja.html>
- (12) LIVSVM, <http://www.csie.ntu.edu.tw/~cjlin/libsvm>
- (13) TREC, <http://trec.nist.gov/>



## 論 文

## 段差乗り越えキャスターの開発

西川 康博<sup>\*1)</sup> 鈴木 悠矢<sup>\*1)</sup>

## Development of level difference clearing caster

Yasuhiro Nishikawa<sup>\*1)</sup>, Yuya Suzuki<sup>\*1)</sup>

A level difference clearing and shock absorbing caster was developed with a simple and compact structure reducing the required force for clearing the level difference. The new caster has two features; one is the eccentric axle position frontward and upward from the rotation center of the wheel, the other is the implemented spring device in the wheel for shock absorption and attitude restoration. The experiment with a level difference of 40mm proved the reduction of maximum level-difference-clearing force by approximately 20% compared to the conventional casters.

キーワード：キャスター, 段差, 衝撃吸収, 偏心, ばね機構

Keywords : Caster, Level difference, Shock absorption, Eccentricity, Spring device

## 1. はじめに

近年, 屋内外において段差解消のためにスロープが設けられるなど, バリアフリー化が進められている。しかし, 段差が全て解消されたわけではない。車椅子やベビーカー, 台車などの車両に取り付けられている車輪では, たかだか高さ数センチ程度の段差を乗り越えるにも, 大きな力が必要となり, 困難を伴うことが多い。また, 車輪が段差に到達(衝突)した際に, 水平移動から垂直移動の瞬間的な変化から衝撃力が発生し, この衝撃力が利用者に不快感を与え, 最悪の場合, 車両が転倒するなどのおそれがある。このため, 車輪が段差などの障害物を容易に乗り越えることができる機構の開発が重要な課題となっている。

これまでに, 段差の乗り越えを容易にするための機構が数多く提案されている。例えば, 補助輪等を使用して段差の乗り越えを容易にするもの<sup>(1)</sup>, アーム等を使用して一時的に車輪の直径を大きくすることで段差乗り越えを容易にするもの<sup>(2)</sup>, 車輪支持部や車輪内部などに溝を設け, その溝に沿って車軸が移動することにより段差乗り越えを容易にするもの<sup>(3)</sup>, 車輪前方に設けた摺動片が車輪支持部内の案内面に沿って移動し, 車軸を押し上げることにより段差乗り越えを容易にするもの<sup>(4)</sup>などがある。ところが, 従来の機構では, 補助輪やアームなどが必要となるため重量増加を招くことや, 構造が複雑となること, また, 衝撃力に対する備えがないといった問題点がある。

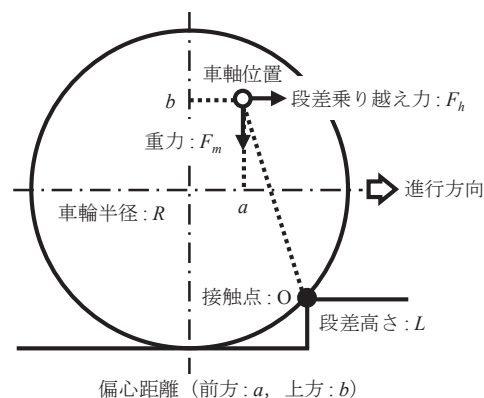
そこで本研究では, 簡易でコンパクトな構造でありながら, 段差衝突時の衝撃力を吸収し, 段差乗り越えに労する力を低減できるキャスターについて検討する。具体的には,

外輪, 内輪および車輪支持部材で構成され, 車軸位置が車輪の回転中心から進行方向前方・上方に偏心することを特徴とした段差乗り越えキャスターを開発する。

## 2. 段差乗り越え理論(偏心機構の有効性)

車輪が段差を乗り越える際に, 車軸の位置に働く力, および, 各部の寸法を図1に示す。ここで,  $F_h$ は段差を乗り越えるために必要な水平方向の力(以後, 段差乗り越え力),  $F_m$ は車両重量および外部からの負荷(積載重量など)の和である重力,  $R$ は車輪半径,  $L$ は段差高さを表す。また, 車軸位置は車輪の回転中心から進行方向前方に $a$ , 上方に $b$ だけ偏心している。

図のような状態にある場合, 車輪が段差を乗り越えるための条件は, 車輪と段差の接触点 $O$ を中心とした車軸位置での回転モーメントにより定めることができる。具体的には, 段差乗り越え力により生じる車軸位置での回転モーメント $M_h$ (図上, 時計回り)が, 重力により生じる回転モー



偏心距離(前方:  $a$ , 上方:  $b$ )

図1. 車軸位置に働く力および各部寸法



メント  $M_m$  (図上, 反時計回り) を上回れば, 車輪は段差を乗り越えることができる。各モーメントを式で表すと,

$$M_h = F_h (R - L + b) \dots\dots\dots (1)$$

$$M_m = F_m (\sqrt{L(2R - L)} - a) \dots\dots\dots (2)$$

となる。段差乗り越え条件は,

$$M_h > M_m \dots\dots\dots (3)$$

であるから, 式 (3) に式 (1), (2) を代入して整理すると,

$$F_h > F_m (\sqrt{L(2R - L)} - a) / (R - L + b) \dots\dots (4)$$

と表すことができる。

式 (4) より, 車軸位置の偏心距離  $a$  および  $b$  を大きくすると, 右辺の値が小さくなることから, 段差乗り越え力  $F_h$  を小さくできる。このように偏心機構の有効性を理論的に示すことができる。

### 3. キャスターの製作

#### 3. 1 姿勢復元および衝撃吸収機構 3Dプリンター

(Objet Connex500 ; Stratasys 社製, 使用樹脂 : ABS ライク) で造形した車輪モデルが段差を乗り越える際の様子を図2に示す。図に示すように, 偏心機構を有効にするには, 車輪を傾斜しなければならない。このため, 車軸位置を偏心させたキャスターを製作する際には, 傾斜した車輪を復元するための機構が必要となる。

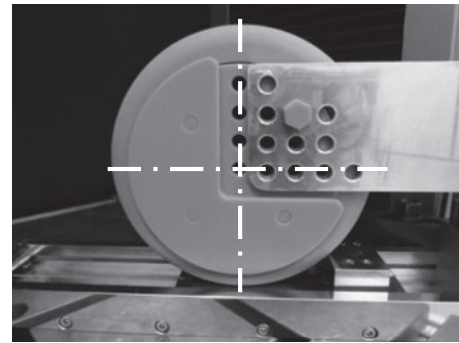
姿勢復元および衝撃吸収機構の一例として, 薄板ばねとヒンジから構成される機構 (以後, ばね機構とよぶ) について検討した。薄板ばねの製作には炭素繊維とエポキシ樹脂からなるCFRP-UDプリプレグシート (PYROFIL TR380G250 : 三菱レイヨン株式会社製) を用いた。プリプレグシートを金型に張り付け, 事前検証で最適成形条件と考えられた  $80^{\circ}\text{C} \times 1.5$  時間さらに  $135^{\circ}\text{C} \times 2.5$  時間, 電気炉内で加熱し, CFRP製薄板ばねを成形した。

成形したCFRP製薄板ばねを鉄鋼製のヒンジに組み込んだ。図3に製作したばね機構を示す。また, 図4にばね機構のトルクと回転角度の関係を示す。ここでトルクは, ねじりコイルばねと同様の考え方で, ばね機構の先端に垂直方向に加えられた荷重と, ヒンジの回転中心から先端までの距離から求めた。図に示すように, トルクと回転角度の関係は線形であった。トルクと変形角度の関係よりばね機構の特性, いわゆるばね定数は  $87.1 \text{ Nmm}/^{\circ}$  となった。

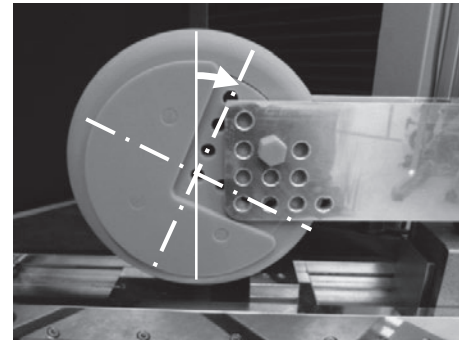
#### 3. 2 キャスターの組立工程 図5にキャスターの組立工程を示す。

車輪は外輪と内輪で構成される。図5(a)に示すように, 外輪 (材質 : PA66) の外径は  $150 \text{ mm}$ , 内径は  $110 \text{ mm}$ , 幅は  $30 \text{ mm}$  であった。図5(b)に示すように, 内輪 (材質 : PA6) は2分割されており, 外輪の両側から嵌め込み, ボルトおよびナットで固定した。内輪には, その中心 (外輪の回転中心と一致) から進行方向前方に  $30 \text{ mm}$ , 上方に  $30 \text{ mm}$  の位置に車軸を通すための孔 (直径  $8 \text{ mm}$ ) を設けた。また, ばね機構を取り付けるための切欠きを設けた。さらに, 内輪の側面には, 車輪支持部材を取り付ける部分以外に, 外輪を脱落させないための突起 (ガイド) を設けた。

図5(c)に示すように, ばね機構をボルトおよびナットを



(a) 乗り越え前



(b) 乗り越え中

図2. 車輪モデルの段差乗り越え時の様子

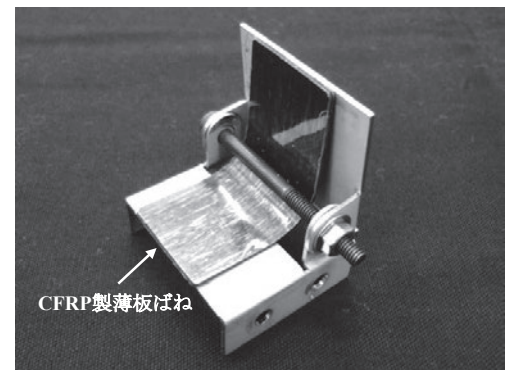


図3. ばね機構

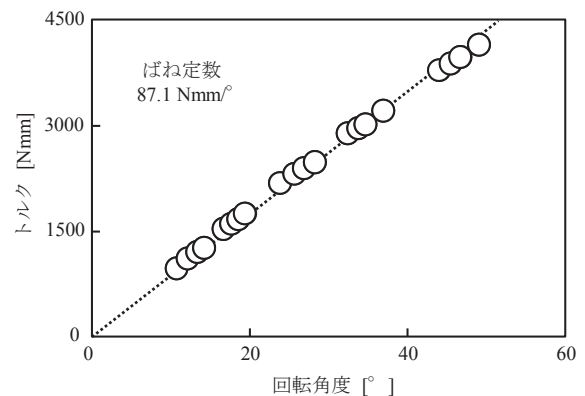
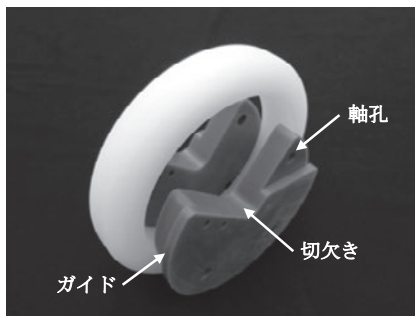


図4. ばね機構のトルクと回転角度の関係

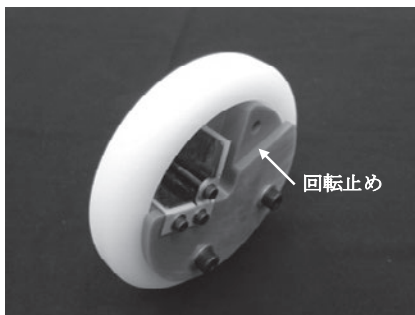
用いて内輪の切欠き部に固定した。このように車輪内にばね機構を設けることで、キャスターの構造をコンパクトにできる。図5(d)に示すように、二股状の車輪支持部材の内側に車輪を設置し、車輪支持部材の下部に設けた孔と内輪に設けた孔に車軸を通すことによって両者を固定した。また、内輪が当初の位置から車軸を中心として進行方向前方へ回転移動できないように、車輪支持部材の端部の一部と内輪の側面に設けた平坦部(回転止め)に接地させた。



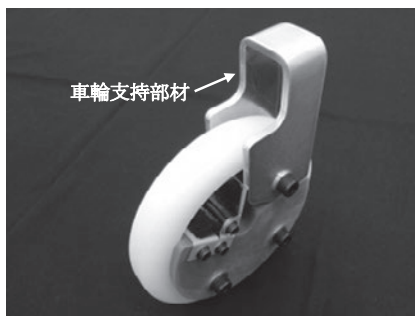
(a) 外輪



(b) 内輪取り付け



(c) ばね機構取り付け



(d) 車輪支持部材取り付け

図5. キャスターの組立工程

## 4. 検証実験

**4.1 段差乗り越え工程** 図6にキャスターの段差乗り越え工程を示す。平地を走行中は、外輪が内輪を軸として回転することによりキャスターが前進する。図6(a)に示すように、キャスターが段差に到達すると、内輪に取り付けたばね機構によって衝撃力を吸収する。乗り越え開始時は、図6(b)に示すように、段差からの水平反力により、内輪が車軸を中心として進行方向後方に回転移動する。このとき、内輪にあるばね機構が閉じるように変形する。

ある程度、乗り越えが行われると、図6(c)に示すように、内輪の後方回転移動が停止し、その姿勢を保持したままで段差乗り越えを行う。その後は、図6(d)に示すように、ばね機構の復元力によって内輪が進行方向前方に回転移動し、最終的に当初の位置まで戻される。段差乗り越え後は、再度、外輪が内輪を軸として回転することによりキャスターが前進する。なお、本キャスターが段差を下る際には、偏心機構が働かず、従来型のキャスターと同様の機能となる。

**4.2 段差乗り越え力** 図7に検証実験の様子を示す。図に示すように、車輪を車輪支持部材の代わりとなるアルミ製の治具(0.68 kg)に固定し、さらに、アルミ製治具の上に錘(1.3 kg)を積載した。万能試験機(AG-100kNX)を用いて、段差ブロック(高さ: 10 mm, 20 mm, 30 mm, 40 mm)を1000 mm/minの速度で移動させ、段差ブロックに加わる抵抗力(=車輪の段差乗り越え力)を計測した。また、比較のために外輪(外径: 150 mm, 内径: 110 mm, 幅: 30 mm)と内輪から構成され、車軸位置が車輪の回転中心にある従来型のキャスターについても同様の試験を行った。

図8に検証実験で得られた段差乗り越え力の時間変化(段差高さ40 mmの場合)を示す。図に示すように、従来品では段差到達直後、瞬間的に乗り越え力が最大値まで上昇することがわかる。一方、開発品では、偏心機構およびばね機構の働きにより、最大値に達するまで徐々に乗り越え力が上昇することがわかる。

図9に最大段差乗り越え力と段差高さの関係を示す。図より、従来品と比較して開発品では、高さ20 mmおよび40 mmの段差において、最大乗り越え力をそれぞれ約10%および20%低減できることがわかる。以上より、本研究で開発したキャスターは従来のキャスターよりも段差を乗り越えやすいということが明らかとなった。

## 5. まとめ

本研究では、簡易でコンパクトな構造でありながら、段差衝突時の衝撃力を吸収し、段差乗り越えに労する力を低減できるキャスターについて検討した。以下に、得られた結果を示す。

- (1) 理論的に車軸位置を進行方向前方・上方に大きく偏心させればさせるほど、段差乗り越え力の低減に有効となる。
- (2) 車軸位置を偏心させたキャスターを製作する際には、

傾斜した車輪を復元するための機構が必要となる。

- (3) 従来品と比較して開発品では、高さ40 mmの段差において、最大乗り越え力を約20%低減できる。

本研究で開発した段差乗り越えキャスターは特許出願中(特願2015-132390, 名称:車輪構造体)である。今後は、本キャスターの性能を活かすことのできる福祉・介護産業(車いす, シルバーカーなど), 子育て支援産業(ベビーカーなど), ロボット産業(レスキューロボットなど)への応用展開を目指す予定である。

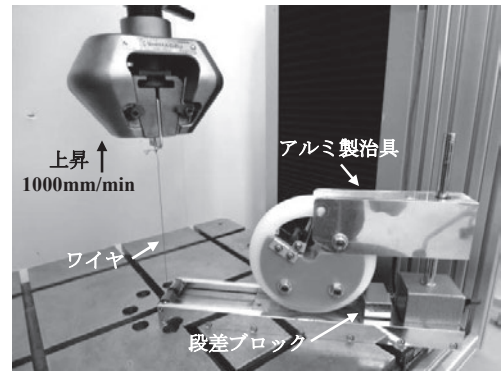
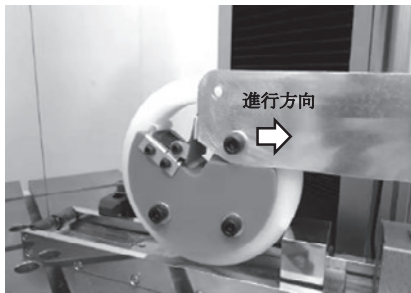
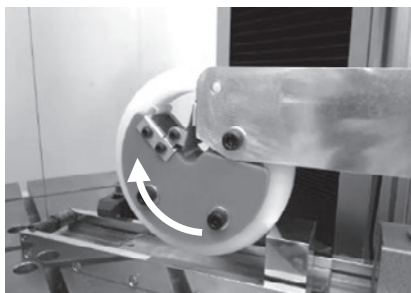


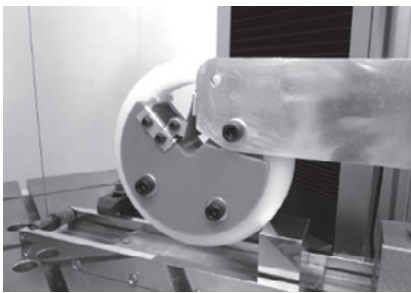
図7. 検証実験の様子



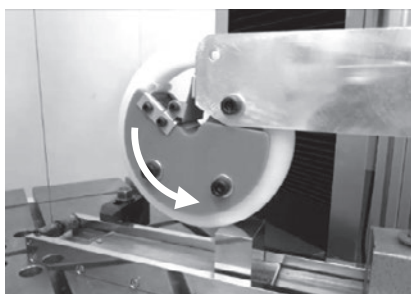
(a) 段差到達 (ばね機構による衝撃吸収)



(b) 乗り越え開始 (車輪の後方回転移動)



(c) 乗り越え中 (姿勢保持)



(d) 乗り越え後 (車輪の前方回転移動)

図6. キャスターの段差乗り越え工程

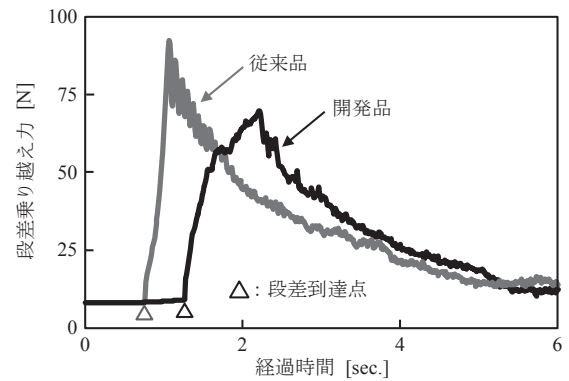


図8. 段差乗り越え力の時間変化

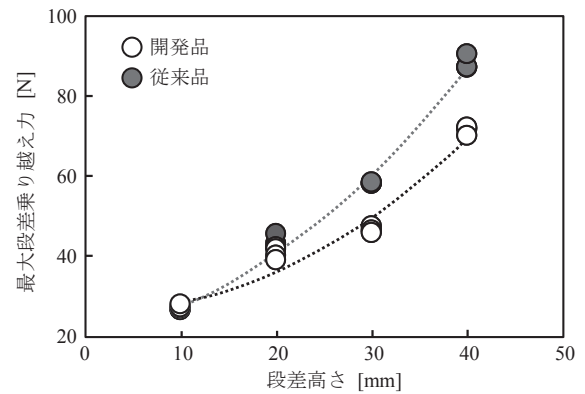


図9. 最大段差乗り越え力と段差高さの関係

(平成27年7月13日受付, 平成27年7月28日再受付)

### 文 献

- (1)特開平10-234783:「車椅子に適する段差走行型車輪装置およびその車輪装置を装備した車両」
- (2)特開平10-297206:「車椅子前輪に装着する振り子式自動段差解消器」
- (3)特開2001-334804:「キャスター」
- (4)特開2006-131203:「車輪構造体及び車輪構造体を有する車輛」



## 論文

## 伝導妨害波対策部品のノイズ抑制量算出手法の検討

大橋 弘幸<sup>\*1)</sup> 渡部 雄太<sup>\*1)</sup> 大森 学<sup>\*1)</sup>

## Verification of noise suppressing performance calculation technique for conduction interference suppression parts

Hiroyuki Ohashi<sup>\*1)</sup>, Yuta Watanabe<sup>\*1)</sup>, Manabu Omori<sup>\*1)</sup>

This study proposes an equivalent circuit for an Equipment Under Test (EUT) for conduction interference noise suppression. This report shows the procedure for derivation of equivalent circuit impedance and noise source voltage from the measured impedance between the power supply terminals and conduction interference waves. Applying this procedure, the comparison of calculation and measurement is shown on the conduction interference waves of an EUT implemented with noise suppression parts.

キーワード：EMI, 伝導妨害波, ノイズ対策

Keywords：EMI, Conduction interference, Noise suppression

## 1. はじめに

EMC 試験では、不要輻射測定の一つとして、製品の電源端子から漏れる 150 kHz から 30 MHz の伝導妨害波（以下、ノイズ）の測定を行い、規制値以下であることを確認する試験項目がある<sup>(1)</sup>。この測定方法は、基準金属面上にEUT(供試装置)を配置し、LISN(疑似電源回路網)と呼ばれるインピーダンス整合回路を介してEUTにAC電源を供給し、EUTから発生するノイズをEMIレシーバで測定する。図1に伝導妨害波の測定方法を示す。

ノイズの大きさが規定値を超えた場合は、ノイズ対策部品を追加して、ノイズの低減を図るが、その際に対策を難しくさせるいくつかの問題がある。例えば、電気製品のノイズの発生源となっているスイッチング電源は大抵の場合、電源メーカーから購入したものを使用しており、回路構成などの設計情報がない。加えて、ノイズ対策部品の周波数特性は定量的なデータとして提供されていないため、ノイズ対策部品の追加によるノイズ対策の効果をシミュレートすることが難しく、効率的なノイズ対策につながっていない。また、ノイズにはノーマルモードノイズとコモンモードノイズの二種類の伝搬モードが存在し、個々のノイズ対策部品はそれぞれの伝搬モードにのみ対応して設計されている。しかしながら、国際規格(CISPR11, CISPR22等)に基づいた測定では、各伝搬モードのノイズの合成波の測定であるため、ノイズ対策部品の選定が測定結果に反映されないのが実情である。

以上のような問題のために伝導妨害波の対策手順は未だ

確立されていない。ただし、設計段階でのノイズ対策技術は、回路設計ルール化などが行われており、回路基板情報を分析してノイズの原因や有効な対策法を示すDEMITASなどの支援ツールが存在する。一方、試作段階あるいは製品化後に施す後追い対策手法に関する技術報告は少ないが、電波暗室などのEMC試験現場では後追い対策が主流で、その回数低減や効率化が課題となっている<sup>(2)</sup>。

本研究では回路構成がわからないEUTの効率的な後追い対策方法として、EUTにノイズ対策部品を取り付けた場合のノイズの変化を計算するために、製品を汎用的な回路モデルに置き換える新たな手法を検討した。その有効性についてスイッチング電源を例に報告する。

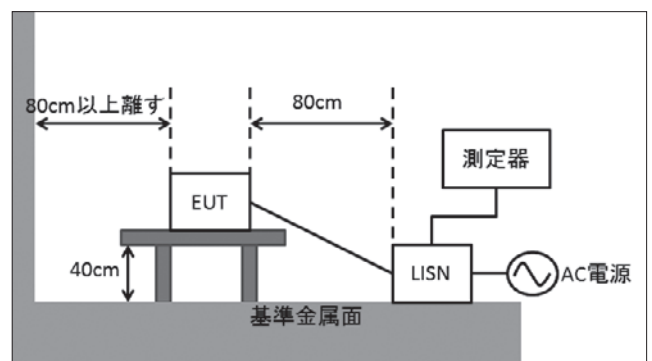


図1. 伝導妨害波測定方法

## 2. 汎用的な回路モデルとパラメータ決定法

2.1 回路モデルの作成 EUTの電源端子がL(Live)相、N(Neutral)相、PE(Protective Earth)の三端子である場合の回路モデルについて示す。電源端子から見た測定可能なパラメータは、端子間インピーダンスおよびノイズ電圧であ

製品内部における伝導妨害波の伝搬モード変換モデルの検証  
平成25年度 基盤研究  
<sup>\*1)</sup> 電子・機械グループ



る。端子間インピーダンスとは、電源端子L相、N相、PEの各端子間から見たEUTのインピーダンスのことであり、それぞれ $Z_{ln}$ 、 $Z_{lpe}$ 、 $Z_{npe}$ とする。またノイズ電圧とは電源端子L相-PE間、N相-PE間に発生するEUTからのノイズ電圧のことであり、それぞれ $V_l$ 、 $V_n$ とする。以上の測定可能なパラメータから回路モデルの構成は三つのインピーダンスパラメータと二つの電圧パラメータを含むものであればその値を算出できる。

また、回路モデルにはL相-N相間を伝搬するノーマルモードとL相およびN相とPEの間で伝搬するコモンモードの二種類のノイズの伝搬路が確保されている必要がある。加えて、ノイズは回路上に部品を追加することで伝搬モードが変換することがある。例えば部品の追加によってコモンモードノイズの一部の伝搬路が変わり、ノーマルモードノイズとして伝搬することがある。そのため、伝搬モードの変換を考慮した回路モデルの必要がある。

上述した条件に基づいて作成した回路モデルが図2で、 $\Delta$ 結線型回路モデル(図2(a))とY結線型回路モデル(図2(b))であり、それぞれは対策手法により使い分ける。 $\Delta$ 結線型回路モデルは電源端子間に対策部品を挿入の場合、Y結線型回路モデルは電源端子に直列に対策部品を挿入する場合に、パラメータ計算が容易になる。そしてどちらの回路モデルにも三つの内部インピーダンス $Z_a$ 、 $Z_b$ 、 $Z_c$ 、および二つのノイズ源 $V_{0a}$ 、 $V_{0b}$ が含まれる。

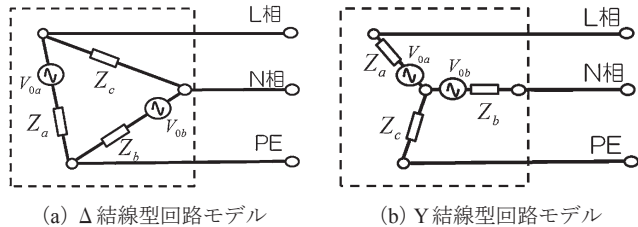


図2. 汎用的な回路モデル

**2.2 回路パラメータの算出方法** まず、 $\Delta$ 結線型回路モデルのパラメータ算出方法を示す。 $\Delta$ 結線型回路モデルの内部インピーダンス $Z_a$ 、 $Z_b$ 、 $Z_c$ は、電源端子間のインピーダンス $Z_{ln}$ 、 $Z_{lpe}$ 、 $Z_{npe}$ の値から、

$$Z_a = \frac{Z_{ln}^2 + Z_{lpe}^2 + Z_{npe}^2 - 2(Z_{ln}Z_{lpe} + Z_{ln}Z_{npe} + Z_{lpe}Z_{npe})}{2(Z_{ln} - Z_{lpe} - Z_{npe})} \dots (1)$$

$$Z_b = \frac{Z_{ln}^2 + Z_{lpe}^2 + Z_{npe}^2 - 2(Z_{ln}Z_{lpe} + Z_{ln}Z_{npe} + Z_{lpe}Z_{npe})}{2(-Z_{ln} + Z_{lpe} - Z_{npe})} \dots (2)$$

$$Z_c = \frac{Z_{ln}^2 + Z_{lpe}^2 + Z_{npe}^2 - 2(Z_{ln}Z_{lpe} + Z_{ln}Z_{npe} + Z_{lpe}Z_{npe})}{2(-Z_{ln} - Z_{lpe} + Z_{npe})} \dots (3)$$

として求める。また、ノイズ測定の結果より、EUTの電源端子のL相-PE間ノイズ電圧 $V_l$ 、N相-PE間ノイズ電圧 $V_n$ がわかっているので、 $\Delta$ 結線型の回路モデルのノイズ源 $V_{0a}$ 、 $V_{0b}$ の値は、

$$\begin{bmatrix} V_{0a} \\ V_{0b} \\ V_{0b} - V_{0a} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{Z_a + Z_{mesa}}{Z_{mesa}} & -\frac{Z_a}{Z_c} & 0 \\ 0 & \frac{Z_b}{Z_c} & \frac{Z_b + Z_{mesb}}{Z_{mesb}} \\ -\frac{Z_a}{Z_{mesa}} & \frac{Z_a + Z_b + Z_c}{Z_c} & \frac{Z_b}{Z_{mesb}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} V_l \\ V_n - V_l \\ V_n \end{bmatrix} \dots (4)$$

式(4)から求まる。ここで $Z_{mesa}$ 、 $Z_{mesb}$ は測定器の入力インピーダンス $50 \Omega$ である。

次にY結線型回路モデルのパラメータ算出方法を示す。Y結線型回路モデルのインピーダンス $Z_a$ 、 $Z_b$ 、 $Z_c$ は電源端子間のインピーダンス $Z_{ln}$ 、 $Z_{lpe}$ 、 $Z_{npe}$ の値から、

$$Z_a = \frac{Z_{ln} + Z_{lpe} - Z_{npe}}{2} \dots (5)$$

$$Z_b = \frac{Z_{ln} - Z_{lpe} + Z_{npe}}{2} \dots (6)$$

$$Z_c = \frac{-Z_{ln} + Z_{lpe} + Z_{npe}}{2} \dots (7)$$

として求める。また回路モデルのノイズ源 $V_{0a}$ 、 $V_{0b}$ の値は、

$$\begin{bmatrix} V_{0a} \\ V_{0b} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{Z_a + Z_c + Z_{mesa}}{Z_{mesa}} & \frac{Z_c}{Z_{mesb}} \\ \frac{Z_c}{Z_{mesa}} & \frac{Z_b + Z_c + Z_{mesb}}{Z_{mesb}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} V_l \\ V_n \end{bmatrix} \dots (8)$$

式(8)から求まる。

### 3. ノイズ対策による伝導妨害波の変化値の計算

作成した回路モデルの電源端子にノイズ対策部品を取り付けた後にEMIレシーバの入力インピーダンスに発生するノイズ電圧を $V_l'$ 、 $V_n'$ とし、ノイズの変化値の計算方法について、XコンデンサおよびYコンデンサを取り付けた場合を例に述べる。

まずXコンデンサによる対策を施した場合のノイズの計算方法について述べる。XコンデンサとはコンデンサをL相-N相間に取り付ける対策手法であり、ノーマルモードノイズに対して抑制効果がある。Xコンデンサのインピーダンスを $Z_{XC}$ とし、 $\Delta$ 結線型回路モデルに取り付けると $Z_c$ に対して並列に $Z_{XC}$ を取り付けることになるため、式4における $Z_c$ を $Z_c // Z_{XC}$ と表すことができる。そしてXコンデンサ取り付け後に発生するノイズ電圧 $V_l'$ 、 $V_n'$ は式(4)のインピーダンス行列の逆行列を用いて、

$$\begin{bmatrix} V_l' \\ V_n' - V_l' \\ V_n' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{Z_a + Z_{mesa}}{Z_{mesa}} & -\frac{Z_a}{Z_c // Z_{XC}} & 0 \\ 0 & \frac{Z_b}{Z_c // Z_{XC}} & \frac{Z_b + Z_{mesb}}{Z_{mesb}} \\ -\frac{Z_a}{Z_{mesa}} & \frac{Z_a + Z_b + Z_c}{Z_c // Z_{XC}} & \frac{Z_b}{Z_{mesb}} \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} V_{0a} \\ V_{0b} \\ V_{0b} - V_{0a} \end{bmatrix} \dots (9)$$

式(9)から求まる。

次にYコンデンサによる対策を施した場合のノイズの計算方法を示す。YとはコンデンサをL相-PE間およびN相-PE間に取り付ける対策手法であり、コモンモードノイズに対して抑制効果がある。Yコンデンサのインピーダンス

を $Z_{YC}$ とし,  $\Delta$ 結線型回路モデルに取り付けると $Z_a$ および $Z_b$ に対して並列に $Z_{YC}$ を取り付けることになるため, 式(4)における $Z_a$ を $Z_a // Z_{YC}$ ,  $Z_b$ を $Z_b // Z_{YC}$ と表すことができる。そしてYコンデンサ取り付け後に発生するノイズ電圧 $V_i'$ ,  $V_n'$ は式(4)のインピーダンス行列の逆行列を用いて,

$$\begin{bmatrix} V_i' \\ V_n' - V_i' \\ V_n' \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{Z_a + Z_{mesa} // Z_{YC}}{Z_{mesa} // Z_{YC}} & -\frac{Z_a}{Z_c} & 0 \\ 0 & \frac{Z_b}{Z_c} & \frac{Z_b + Z_{mesb} // Z_{YC}}{Z_{mesb} // Z_{YC}} \\ -\frac{Z_a}{Z_{mesa} // Z_{YC}} & \frac{Z_a + Z_b + Z_c}{Z_c} & \frac{Z_b}{Z_{mesb} // Z_{YC}} \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} V_{0a} \\ V_{0b} \\ V_{0b} - V_{0a} \end{bmatrix} \dots (10)$$

式(10)から求まる。

#### 4. スイッチング電源による実験例

**4.1 コンデンサによる対策** 回路構成の不明なスイッチング電源をEUTとし, 内部回路を作成した回路モデル(電源端子間にコンデンサを取り付けるため $\Delta$ 結線型回路モデル)に置き換え, ノイズ対策後のノイズの変化を計算した。回路モデルのパラメータ算出に必要な端子間インピーダンスはEUTを非動作状態にしてネットワークアナライザにより150 kHz~30 MHzの周波数特性を測定により得た。またノイズ対策部品のインピーダンスについてもインピーダンスアナライザにより周波数特性を測定し, 計算に用いた。以下に計算結果と実測結果を示す。

Xコンデンサによる対策をEUTに施したときのノイズのグラフの計算結果と実測結果を図3に示す。計算結果を示す図3(a)において, 未対策(凡例none)のノイズのレベルと比較して, Xコンデンサによるノイズ対策を施したときのノイズのレベルはほとんど変化していないことがわかった。またXコンデンサの容量を変化させてもノイズを抑制する効果がほとんどなかった。実測結果(図3(b))につい

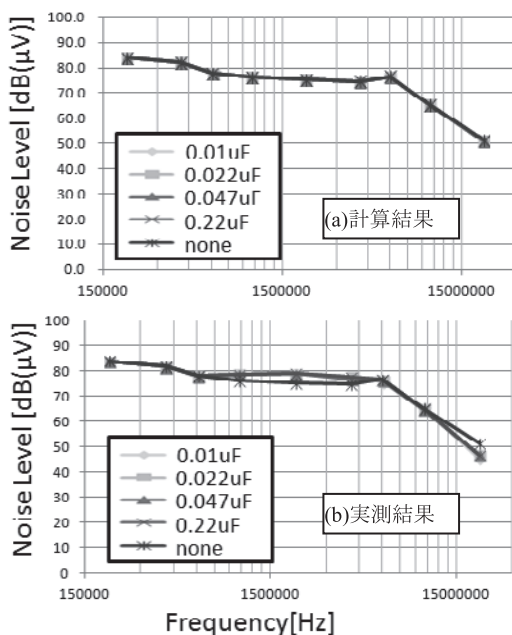


図3. Xコンデンサによる対策結果

ても計算結果と同じ傾向を示しており, 計算結果, 実測結果ともにこのEUTに対してXコンデンサではノイズ抑制効果がないことを示した。

次にYコンデンサによる対策を施したときのノイズのグラフの計算結果と実測結果を図4に示す。計算結果を示す図4(a)において, 未対策(凡例none)のノイズのレベルと比較して, Yコンデンサによるノイズ対策を施したときのノイズのレベルが抑制されていることがわかった。またYコンデンサの容量を変化に伴ってノイズのレベルが変化していることもわかった。実測結果(図4(b))についても計算結果と同じ傾向を示しており, 計算結果, 実測結果ともにこのEUTに対してはYコンデンサが有効な対策であることを示した。

Xコンデンサはノーマルモードノイズに対してのみ有効な対策手法であるが, EUTのノイズの支配的な成分がコモンモードノイズである場合にはこのノイズ対策は効果的ではない。Yコンデンサはコモンモードノイズに対して有効な対策手法であるので, Xコンデンサの対策結果と合わせて考えるとこのEUTの支配的なノイズ成分はコモンモードノイズであることが計算結果のみで判断できる。従来手法で有効なノイズ対策を判断するためにはEUTに実際にノイズ対策部品を取り付けた後の実測結果でしか得られなかったが, 提案手法により計算上で有効なノイズ対策かどうかの判断ができた。

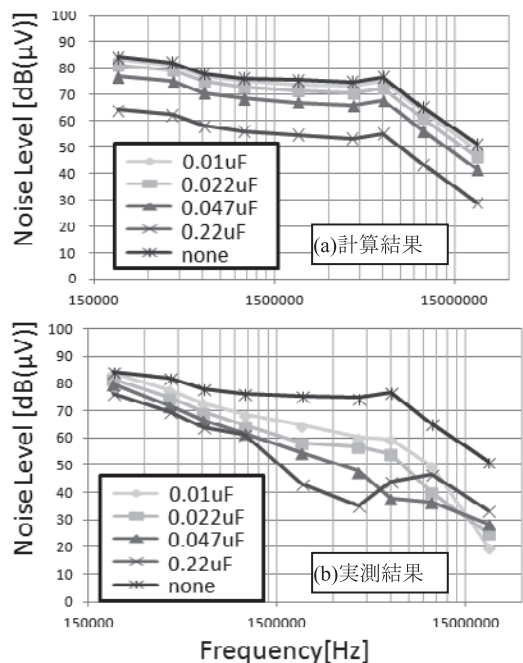


図4. Yコンデンサによる対策結果

**4.2 伝搬モードの変換現象の確認** XコンデンサやYコンデンサによる対策ではノーマルモードノイズかコモンモードノイズのいずれかに対して抑制効果があるが, 不適切なノイズ対策によって一方の伝搬モードのノイズが増加してしまうことがある。これは伝搬モードが変換するため

である。例えば電源端子のL相-PE間にもみコンデンサを取り付けるとコモンモードノイズの一部の伝搬モードが変換することによって、ノーマルモードノイズが増加する。作成した回路モデルはこの伝搬モードの変換現象を再現できるかスイッチング電源をEUTとし、EUTの電源端子のL相-PE間にもみコンデンサを取り付けてノイズの変化値を計算した。以下に計算結果と実測結果を示す。

図5に部品追加前後を比較したノーマルモードノイズのグラフを示す。計算結果を示す図5(a)において、追加部品なし(凡例none)のノイズのレベルと比較して、コンデンサ追加後のノーマルモードノイズのレベルは増加した。実測結果(図5(b))についても計算結果と同じ傾向を示した。

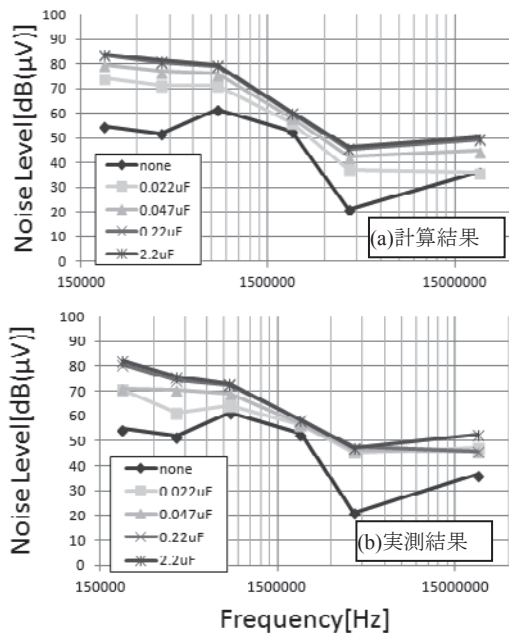


図5. ノーマルモードノイズ

図6に部品追加前後を比較したコモンモードノイズのグラフを示す。計算結果を示す図6(a)において、追加部品なし(凡例none)のノイズのレベルと比較して、コンデンサ追加後のコモンモードノイズのレベルは若干減少していた。実測結果(図6(b))についても計算結果と同じ傾向を示した。

これらの結果から不適切な部品追加によるコモンモードノイズからノーマルモードノイズへの伝搬モードの変換を計算によって確かめることができた。これにより、例えば自作のノイズフィルタ回路をEUTに取り付けしたときに不適切な設計の回路だったとしても計算上で伝搬モードの変換によるノイズ増加を確認し、適切なフィルタ回路への修正がノイズの実測をせずに可能となる。

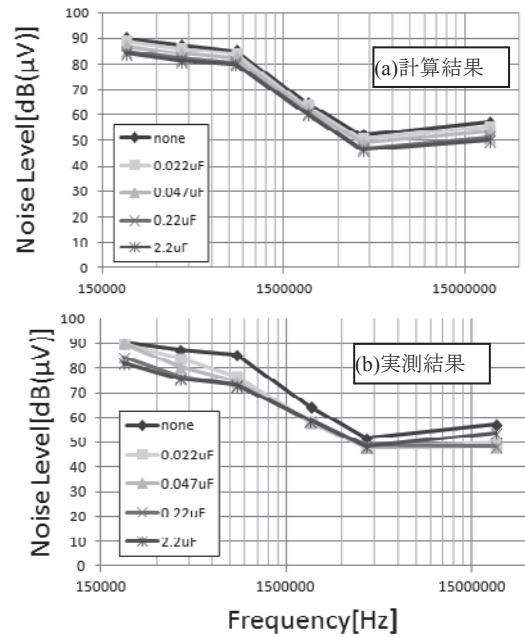


図6. コモンモードノイズ

## 5. まとめ

回路構成がわからないEUTに対してノイズ対策部品を取り付けた場合のノイズの変化を計算するために、製品を汎用的な回路モデルに置き換える手法について、検討した結果をスイッチング電源を例に報告した。有効なノイズ対策手法の判別や不適切なフィルタ回路の判別など、従来手法ではノイズ対策の有効性を見極めるために部品追加後のEUTのノイズの実測結果からしか判断できなかったが、提案手法は計算によって有効性の判断ができるため、効率的な後追いのノイズ対策が期待できる。

(平成27年7月14日受付, 平成27年8月10日再受付)

## 文 献

- (1) TDK株式会社:「TDK EMC TECHNOLOGY EMC設計ガイドブック」, pp.110-111(2010)
- (2) 長田 久:「ノイズ対策の基礎 第4回」, 『THE HOTLINE』, Vol.30, p.31(1999)

## 論文

## 動吸振器の3Dプリンタを用いた設計

岩田 雄介<sup>\*1)</sup> 西川 康博<sup>\*1)</sup> 阿保 友二郎<sup>\*1)</sup>

## Design of dynamic vibration absorbers using a 3D printer

Yusuke Iwata<sup>\*1)</sup>, Yasuhiro Nishikawa<sup>\*1)</sup>, Yujiro Abo<sup>\*1)</sup>

The modeling was conducted on the shape of dynamic vibration absorber (DVA) readily designable with simulation. Utilizing this model, the DVAs were designed based on numerical calculation and manufactured with a 3D printer. The calculated natural frequencies were basically consistent with the resonance frequencies obtained by the vibration test on manufactured DVAs. And several DVAs for cantilevers and vibratory tools were designed and manufactured using this model. These attached DVAs were capable of reducing the targeted vibration.

キーワード：動吸振器, アディティブマニュファクチャリング, 3Dプリンタ, 振動低減

Keywords : Dynamic vibration absorber, Additive manufacturing, 3D printer, Vibration reduction

## 1. はじめに

近年, 様々な分野で省エネルギー化, 低コスト化が求められる, 製品を構成する材料を薄くしたり, 安価な材料に変更したりすることが多い。しかし, それに伴い製品の剛性が低下し, 振動が発生しやすくなっている。その対策として, 製品の材料として高減衰性材料や制振材を使用したり, ばねを用いて弾性支持することにより, 共振現象を緩和したり, 振動を伝わりにくくしたりする。しかし, 材料の置き換えや構造の変更はコストや剛性など設計上の理由から困難な場合も多い。その点, 付加系が振動することで対象の振動を抑える動吸振器であれば後付けが可能で, 製品の設計自体を変更する必要はない。しかしながら, 動吸振器は製品の振動特性に合わせた設計, 製作が必須となり, それらは手間を要する。

本研究では上述した課題を解決するため, 物体の形状が変化すると振動特性(固有振動数等)が変化することに注目し, 3Dプリンタを用いて振動特性が予測しやすい(モデル化しやすい)形状による簡便な動吸振器の設計手法を開発した。このことにより, 中小企業の振動を課題とする製品開発の支援に役立てることを目的とした。

## 2. 動吸振器の形状検討およびモデル化

2.1 形状検討 数値計算による設計を容易にするために, 動吸振器の形状は次に挙げる条件を満たすことが必要だと考える。

- ①少ないパラメータ数で形状が一意に決まること
- ②簡単にモデル化が可能であること

## ③主要な振動モードが1つであること

さらに, 3Dプリンタで製作することを活かし, 後述する振動工具への適用も考慮した形状として, 図1の形状を提案する。

図1はひし形に配置された「腕」と「おもり」で構成され, ひし形の各辺を弾性要素の腕とし, 各頂点に質量要素のおもりを有する。ただし, 弾性要素と質量要素がひし形に配置されていることが重要であり, 必ずしも図1のように腕が円柱, おもりが球(または半球)である必要はない。上下のおもりのうち, 一方のおもりを対象への固定点とする。動吸振器の振動特性に影響を与える形状パラメータとして, おもりの体積, 腕の長さ, 角度, 断面寸法が挙げられる。

2.2 モデル化 動吸振器を用いて振動を低減するためには, 振動低減対象の振動特性に合わせて, 動吸振器側の振動特性を設計する必要がある。本研究では, 特に動吸振器の固有振動数の設計を容易にすることを目標とし, 固有振動数への影響が少ないと考えられる減衰は考慮しないものとする。また, 加振力は上下方向とし, そのとき最も支配的と考えられる図1の変形を伴った低次の振動モードに注目してモデル化を行う。

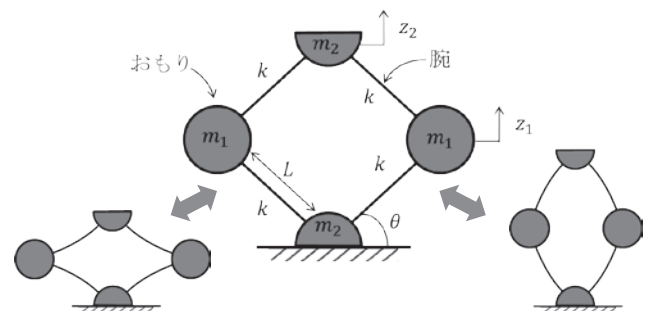


図1. 動吸振器の概形と低次の振動モード形状



パラメータとして、おもりの質量を  $m_1, m_2$ 、中間のおもりの数を  $N$ 、腕のばね定数、長さ、角度をそれぞれ  $k, L, \theta$ 、おもりの上下方向の変位を  $z_1, z_2$  とおく。腕の質量はおもりの質量に比べて小さいため無視できるものとする。図1の変形を考慮し、 $z_1 = 2z_2$  と仮定すると、ラグランジュの方程式<sup>(1)</sup>より以下の運動方程式を得る。

$$\left\{ \frac{N}{4}(1 + \tan^2 \theta) m_1 + m_2 \right\} \ddot{z}_2 + \frac{N}{2} k z_2 = 0 \dots\dots\dots (1)$$

式(1)は一自由度系の運動方程式になっていることから、 $z_2$ の係数を等価質量  $m_{eq}$ 、 $z_2$ の係数を等価ばね定数  $k_{eq}$  とおくと、固有振動数  $f_n$  は次式で求めることができる。

$$f_n = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_{eq}}{m_{eq}}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{2Nk}{N(1 + \tan^2 \theta) m_1 + 4m_2}} \dots\dots (2)$$

**2.3 数値解析結果および考察** 前述したように、腕とおもり自体の形状は自由なため、本研究ではモデル図をそのまま形にした図2を使用する。腕は円柱、おもりは球と半球である。腕はオイラー・ベルヌーイ梁として解析を行う。腕のばね定数  $k$  は次式で表すことができる<sup>(2)</sup>。

$$k = \frac{12EI}{L^3 \cos^2 \theta} \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $E$ は材料の弾性率、 $I$ は腕の断面二次モーメントである。式(2)、(3)より、中間のおもりの数  $N$  を4とすると、固有振動数  $f_n$  は次式より求めることができる。

$$f_n = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{24EI}{\{(1 + \tan^2 \theta) m_1 + m_2\} L^3 \cos^2 \theta}} \dots\dots\dots (4)$$

本研究では腕の直径を3 mm、球の直径を20 mmで固定とする。材料はStratasys社製の硬質樹脂 Vero Blue Full Cure 840を使用するとき、式(4)を用いて計算した固有振動数  $f_n$  と腕の長さ  $L$ 、角度  $\theta$  の関係は図3に示すようになる。図より、固有振動数は腕の長さに大きく依存し、腕の角度に少し依存していることがわかる。ここから、腕の長さ、角度を変化させることで、所望の固有振動数を持つ動吸振器を式(4)から簡単に設計できる可能性があることが示された。

**3. 動吸振器設計手法(モデル)の評価**

**3.1 CAE解析**

次に、有限要素法を用いた数値解析を行った。数値解析にはSolidWorksを使用し、図2のようなCADデータに対して、有限要素法による固有値解析を行うことで、固有振動数を求めた。固有振動数は複数存在すると予想されるが、図1で示した変形と同様の振動モード形状のときの振動数を比較に用いた。材料や各パラメータは2.3項と同様とし、腕の長さ10, 15, 20, 30, 40 mmと腕の角度35, 45, 55° の計15種類に対して解析を行った。振動モード形状を図4に示す。

**3.2 加振実験**

次に、モデルをもとに設計した動吸振器を3Dプリンタで製作し、実際に加振実験を行うことで共振振動数を測定した。モデルによる固有振動数の計算値と加振実験による共振振動数の実測値の比較によってモデル

の有効性を検証した。

3DプリンタはStratasys社製のConnex500を使用し、材料は硬質樹脂 Vero Blue Full Cure 840を使用した。積層ピッチは30  $\mu$ mで、材料や各パラメータは2.3項と同様とし、腕の長さ10, 15, 20, 30, 40 mmと腕の角度35, 45, 55° の計15種類を製作した。例として、腕の長さ30 mm、角度45° で製作した動吸振器と実験の様子を図5に示す。

加振にはIMV社製の動電型振動試験装置EM2301を使用し、動吸振器の底面を加振台に接着剤で強固に固定することで鉛直方向に加振した。動吸振器の上部には圧電型加速度ピックアップを取り付けて加速度の測定を行った。加振信号として正弦波掃引振動を用い、加速度5 m/s<sup>2</sup>、掃引速度1 octave/minで加振した。共振振動数は複数現れる可能性があるため、最も低次のピーク振動数に注目した。

**3.3 比較**

モデルによる計算値とCAE解析結果の固有振動数、加振実験による共振振動数の実測値を比較したグラフを図6に示す。グラフより、各値とも腕の長い領域では近い値となっていることがわかる。一方、腕の短い領域では、差が大きくなっていることがわかる。これは、オイラー・ベルヌーイ梁を用いているためだと考えられる。オイラー・ベルヌーイ梁は、長さに比べて断面寸法が小さいとき、曲げによる変形だけを考慮して、せん断による変形や回転慣性の影響を無視する<sup>(3)(4)</sup>。よって、腕が短くなるにつれて、腕の長さに対する直径の割合が大きくなり、せん断による変形などが無視できなくなったために、差が出たものと考えられる。

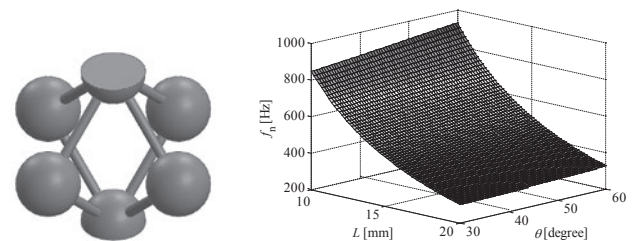


図2. 動吸振器の具体的形状 図3. モデルを用いた数値解析結果

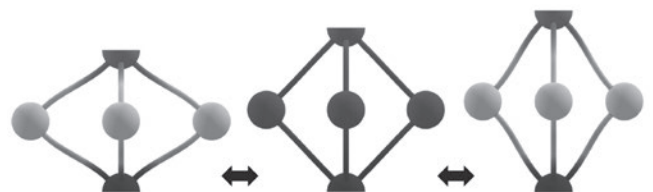


図4. CAE解析による振動モード形状



図5. 製作した動吸振器と加振実験の様子

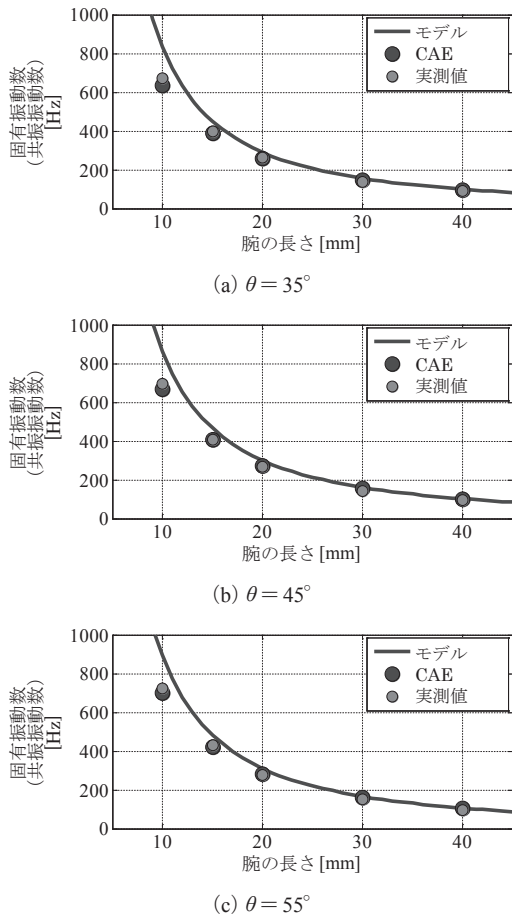


図6. 加振実験による共振振動数とモデルおよびCAEによる固有振動数

以上のことから、腕の短い領域以外では、モデルを用いることで所望の固有振動数を持つ動吸振器を数式から設計でき、制振対象に合わせた動吸振器の製作が容易に行えることが示された。

#### 4. 動吸振器の性能評価

4.1 梁の加振実験 次に、制振対象に合わせた動吸振器をモデルを用いて設計し、3Dプリンタで製作した。それを制振対象に搭載して加振実験を行うことで動吸振器の性能を検証した。

制振対象は図7(a)に示すような梁を用いた。材料はアルミで、質量は1.10 kg/mである。これを後述する方法で単体加振すると、160 Hz付近に明瞭なピークを持つことがわかる。そこで、今回はこの振動数を低減対象とした。

モデルを用いて、160 Hzより少し低い固有振動数を持つ動吸振器を設計した。具体的には定点理論<sup>(5)</sup>を参考に、梁と動吸振器の質量比を考慮し、10 Hzほど低くなるように設計した。これは、動吸振器自体の質量により、制振対象の共振振動数が小さくなるためである。式(4)より設計した各パラメータを表1に示す。

実験の様子を図7(b)に示す。加振にはIMV社製の動電型振動試験装置EM2301を使用し、梁の片端をステップクランプによって加振台に固定することで鉛直方向に加振し

た。加振台から飛び出た部分の長さは約375 mmである。梁の先端に動吸振器の底面を接着剤で強固に固定し、側面に圧電型加速度ピックアップを取り付けて鉛直方向の加速度の測定を行った。加振信号は正弦波掃引振動を用い、加速度5 m/s<sup>2</sup>、掃引速度1 octave/minで加振した。

梁の加振加速度に対する応答加速度の周波数応答関数(FRF)を図8に、これを積分することで求められるグラフ下側の面積(50~250 Hz)を比較したものを図9に示す。グラフより、DVAを搭載することで160 Hz付近の最大ピーク高さが約63.2%減少し、積分値が約18.4%減少したことがわかる。

以上、モデルを用いて対象に合わせた動吸振器を設計、製作でき、それを搭載することで対象の振動を低減できることが実証できた。このように、モデルによる計算と3Dプリンタによる製作を組み合わせることで、動吸振器による振動対策をより容易に短時間で行うことができると考えられる。

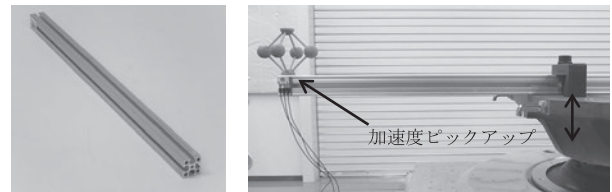


図7. 梁の加振実験

表1. 対象に合わせて設計、製作した動吸振器

腕の長さ [mm]	腕の角度 [°]	質量 [g]	対象振動数 [Hz]	固有振動数 実測値 [Hz]
29	45	27	160	150

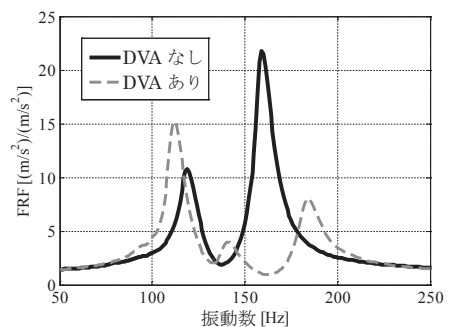


図8. 加振実験による梁の周波数応答関数

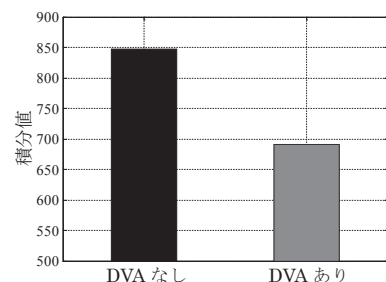


図9. 図8の積分値(50~250 Hz)

4.2 グラインダの振動測定 次に、実際の製品を制振対象とし、これに合わせた動吸振器をモデルを用いて設計した。これを3Dプリンタで製作し、制振対象に搭載することで動吸振器の性能を検証した。

制振対象はグラインダを用いた。全長約145 mm、質量約200 gである。これを駆動させると先端の砥石が回転し、それに伴い振動が発生する。本研究で用いたグラインダの振動は175 Hz付近に明瞭なピークを持つ。そこで、今回はこの振動数を低減対象とした。

モデルを用いて、175 Hzに近い固有振動数を持つ動吸振器を設計した。今回は対象が手持ちの振動工具であることから、動吸振器を付けていても作業が行えるように設置方法を工夫する必要がある。

そこで、本研究で提案した動吸振器の形状は、中の空間も利用可能であることから、対象を中を通して動吸振器の内側に設置できるようにアタッチメントを付けた図10に示すような動吸振器を提案する。式(4)より設計した各パラメータを表2に、動吸振器を設置した様子を図11に示す。

実験の様子を図12に示す。自らが振動を発生するものの振動を正確に測定するには、宙に浮いた状態にする必要があるが物理的に不可能である。そこで、ばね定数の極めて小さい輪ゴムで吊り下げることにより、宙に浮いた状態を再現した<sup>(6)</sup>。

振動測定には小野測器社製のFFTアナライザDS3000を使用した。グラインダの片端に動吸振器のアタッチメント部を接着剤で強固に固定し、その付近に圧電型加速度ピックアップを取り付けて直交3軸方向の加速度の測定を1分間行った。

測定点における165~185 Hzの三軸合成値を図13に示す。なお、三軸合成値 $a_{xyz}$ は式(5)のように求める。

$$a_{xyz} = \sqrt{a_x^2 + a_y^2 + a_z^2} \dots\dots\dots (5)$$

ここで、 $a_x$ ,  $a_y$ ,  $a_z$ はそれぞれx, y, z軸の加速度実効値である。グラフより、DVAを搭載することで三軸合成値が約46.1%減少したことがわかる。

以上、既存の動吸振器を取り付けるのが難しい実際の製品に対しても取り付けられる形状を実現し、それを搭載することで対象の振動を低減できることが実証できた。このように、取り付け場所の形状に合わせたアタッチメントや通常では製作しにくい形状も、モデルと3Dプリンタを組み合わせることで簡単に製作することができ、より柔軟な動吸振器設計を行うことができると考えられる。

5. まとめ

モデルを用いることで制振対象に合わせた所望の固有振動数を持つ動吸振器が設計でき、これと3Dプリンタによる製作を組み合わせることで、既存の動吸振器を取り付けるのが難しい実際の製品に対しても取り付けられる形状を実現し、対象とする振動を低減できることが示された。

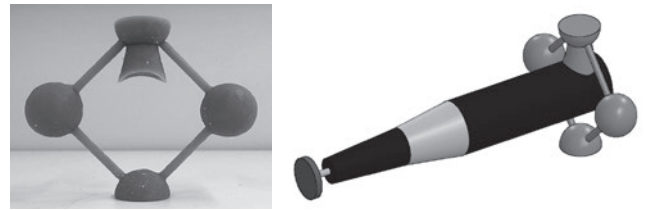


図10. 製作した動吸振器 図11. 動吸振器を設置したグラインダ

表2. 図10の動吸振器の設計パラメータ

腕の長さ [mm]	腕の角度 [°]	中間おもり数 [個]	質量 [g]	対象振動数 [Hz]	固有振動数実測値 [Hz]
25	45	2	18	175	164

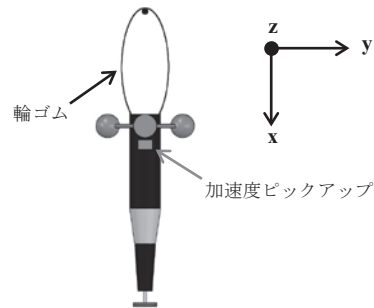


図12. グラインダの振動測定

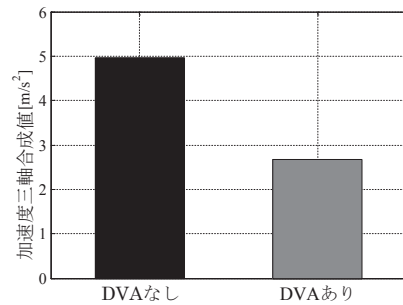


図13. グラインダ駆動時の加速度三軸合成値 (165~185 Hz)

6. 今後の課題

本研究によれば、対象の振動数に合わせた動吸振器の設計は可能だが、その結果が対象の形状にそぐわない可能性もある(大きすぎて適用できないなど)。また、本研究で使用した樹脂は熱に弱く、変形してしまう可能性がある。そこで、他の材料や積層方法、別の動吸振器の形状についても本研究成果が適用できるかを検討し、より柔軟な動吸振器設計ができるよう目指していく。

(平成27年7月14日受付, 平成27年7月30日再受付)

文 献

(1)藤田勝久:「振動工学」, 森北出版, pp.117-121 (2005)  
 (2)湯浅龜一:「材料力学公式集」, コロナ社, pp.74-99 (1968)  
 (3)藤田勝久:「振動工学」, 森北出版, pp.154-155 (2005)  
 (4)鯉淵興二, 小久保邦雄:「製品開発のための材料力学と強度設計ノウハウ」, 日刊工業新聞社, pp.16-17 (2012)  
 (5)藤田勝久:「振動工学」, 森北出版, p.109 (2005)  
 (6)長松昭男:「モード解析入門」, コロナ社, pp.231-237 (2009)



## 論文

## 電波吸収体を敷設しないGHz帯EMI測定手法の提案

佐々木 秀勝<sup>\*1)</sup> 高橋 文緒<sup>\*1)</sup>

## Proposal of GHz band EMI measurement without electromagnetic wave absorber

Hidekatsu Sasaki<sup>\*1)</sup>, Fumio Takahashi<sup>\*1)</sup>

First, a validation was conducted on the use of a narrow beam antenna and the elevation control method for EMI measurement. And an elevation control program based on beam width and measuring distance was developed. Applying all of these, a proposal was made on the measuring method for GHz band. The evaluation was made on the applied SVSWR method in our procedure, and a comparison was made with current methods. The results of proposed method were not location dependent. As a result, the correlation of the measurements between the measured sites was obtained.

キーワード：GHz帯，EMI測定，仰角制御，サイトVSWR法

Keywords：GHz band, EMI measurement, Antenna tilt, Site VSWR method

## 1. はじめに

初期のEMI測定は、これまでMHz帯（周波数範囲：30～1,000 MHz）の放射電磁界を測定してきた。測定場所には壁面および天井の5面に電波吸収体を取り付けた5面電波暗室を用いてきた。EMI測定は屋外の測定サイトがその起源であり、大地での電波反射を考慮に入れる必要がある。そのため、床面には金属を有することで大地を模擬しており、製品からの直接波と床面からの反射波との合成波を測定している。一方、追加されたGHz帯EMI測定では、床面からの電波の反射がない空間（自由空間）を想定している。これは、1GHzを超える周波数では波長が短いために、床からの反射波を考慮して測定を行うと、試験設備や製品の配置のずれによる測定結果の変動が大きく、再現性が確保できないためである。そのため、GHz帯EMI測定では、5面電波暗室を用いる場合は、図1に示すように受信アンテナと試験品との間の床面に一定サイズの電波吸収体を敷設することが必要になる<sup>(1)</sup>。これにより、反射波を低減し、製品からの直接波のみを受信することが可能となった。

また、GHz帯EMI測定サイト評価法として、国際規格であるCISPR16-1-4に規定されるサイトVSWR（以下、SVSWR）法が用いられている<sup>(2)</sup>。これは、床面からの反射波による値への影響を評価する方法である。

しかし、SVSWR法により有効性を確認した測定サイトにおいても、床面に電波吸収体を常時敷設することは困難であるため、電波吸収体を測定の都度敷設と片付けを繰り返す必要がある。そのため、床面に敷設する電波吸収体の位置がずれる可能性がある。

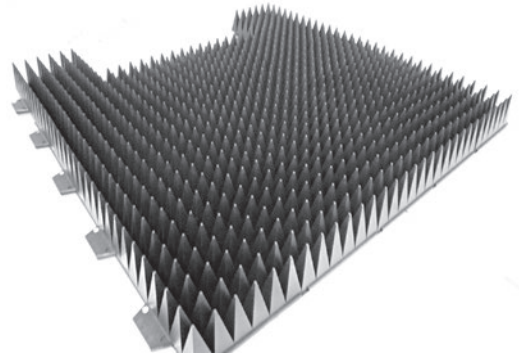


図1. 床面に敷設する電波吸収体の例

電波吸収体の配置ずれは、放射源である製品からの電波吸収体への距離および入射角を変えてしまい、電波吸収体による反射波および回折波の変動が起きる。これにより測定空間に発生する定在波が変わることが明らかになっている<sup>(3)</sup>。

電波吸収体の吸収特性および形状は、国際規格で規定されていないため、各製造業者で異なる特性を有している。また、敷設領域についても規定がないため、各サイトによって特性を満たす条件を決定している。そのため、SVSWR法で有効性を確認したサイト同士であっても、電波吸収体の種類や敷設方法によって測定結果のサイト間誤差が発生し、測定結果に影響を及ぼす。

そこで、本研究では図2に示すようなビーム幅の狭いアンテナ（以下、狭ビームアンテナ）や仰角制御機構の適切な制御を用いることにより、サイト間の測定結果の差異を生じる原因である電波吸収体を床面に追加で敷設することなく、試験の再現性を向上させる測定手法を検討した。

事業名 平成25年度 基盤研究

\*1) 電子・機械グループ



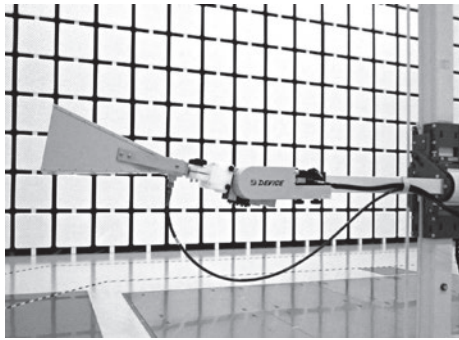


図2. 狭ビームアンテナおよび仰角制御機構

## 2. 狭ビームアンテナの定義

2.1 ビーム幅 アンテナのビーム幅は3 dB ビーム幅が用いられている。3 dB ビーム幅とは、主ローブの最大感度から3 dB 落ちた点の間の角度（電力半値幅とよばれる）のことである。アンテナの放射パターンを一例を図3に示す。この例のように、放射パターンを見ると3 dB ビーム幅は狭いビームを有していると判断できても、さらに感度が低下した所でサイドローブによって感度が高くなっているものもある。

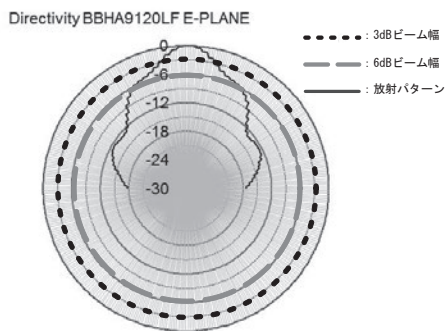


図3. 放射パターン（3 dB と6 dB の違い）

そこで、狭ビームアンテナの条件について3 dB ビーム幅で判断することができず、放射パターンを考慮したものを指標とする必要がある。ビーム幅の一例として今回評価に使用したアンテナのビーム幅について図4に示す。

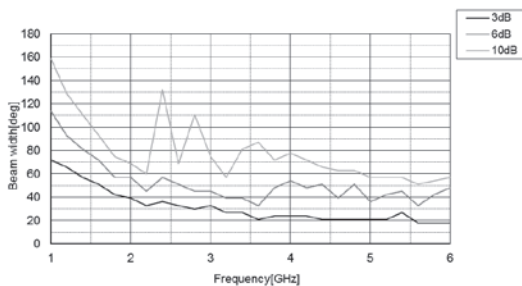


図4. BBHA9120LFのビーム幅

ビーム幅の種類として3 dB, 6 dB および10 dB を示す。図3のような放射パターンを考慮すると、3 dB ビーム幅でビームが狭くても、サイドローブの影響により反射波を受信してしまうものがある。

前述のSVSWR法の要求としてSVSWRが6 dB以内とある。これは、測定空間内の定在波が6 dB以内であることを要求している。そこで、ビーム幅においても6 dB ビーム幅を指標として用いることとした。

2.2 狭ビーム条件 使用するアンテナが、狭ビームアンテナであることを判断する指標が必要である。そのため、狭ビーム条件を定義した。

図5に示す通り、放射源として送信アンテナ（以下、Tx）と受信アンテナ（以下、Rx）の距離を  $d$  m とする。また、Tx と Rx の高さは等しいとする。

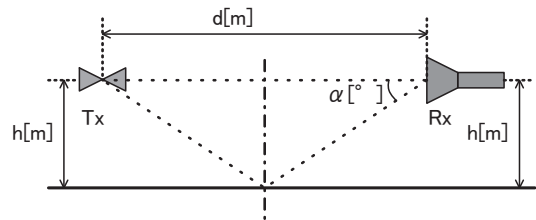


図5. 狭ビーム条件

狭ビーム条件を満たす床面方向のビーム幅は、式(1)で求められる。

$$\alpha = 2 \times \tan^{-1} \left( \frac{2h}{d} \right) \dots \dots \dots (1)$$

Rx のビーム幅は上方向にもあるため、 $\alpha$  の2倍が Rx のビーム幅となる。

狭ビーム条件は、反射波の影響を最小化するための条件である。Rx の高さが、1 m の時が最も床面に近く反射波の影響を受けるため、式(2)で求められる角度を満たすことを狭ビーム条件として定義し、狭ビーム条件を満たしたアンテナを狭ビームアンテナとした。

$$\theta = 2 \times \tan^{-1} \left( \frac{2}{d} \right) \dots \dots \dots (2)$$

## 3. 仰角制御方法の検討

3.1 仰角制御の有効性確認方法 狭ビームアンテナを使用した際、ビーム幅が狭いことによって、測定の取りこぼしが発生する恐れがある。そこで、Rx の仰角制御を行い、安定した受信感度を確保する方法について検討を行った。

Tx にはスモールバイコンカルアンテナ（型式：SBA9112 / Schwarzbeck 社製）を用いた。Rx には、狭ビームアンテナとしてダブルリッジドウェーブガイドホーンアンテナ（型式：BBHA9120LF / Schwarzbeck 社製）を用いた。周波数範囲は、Rx において狭ビーム条件を満たしている範囲である3~6 GHz とした。仰角制御ユニットは、ポジショナ（型式：DM3404AV1/0-1.5 / DEVICE 社製）およびポジションコントローラ（型式：DT3138AV1/0 / DEVICE 社製）を用いた。測定距離は3 m とする。距離の基準として、Tx はエレメントの中心、Rx はホーンの開口面とした。Tx 高は1 m 固定、Rx 高は1 m~4 m の昇降とし、構成図を図6に示す。

Rx の高さを1 m~4 m まで1 m 間隔で受信レベルを評価した。

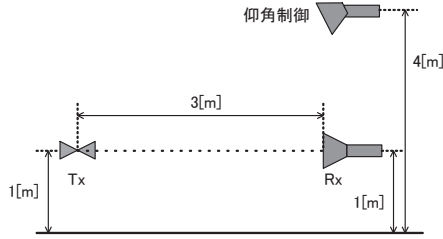


図6. 仰角制御構成図

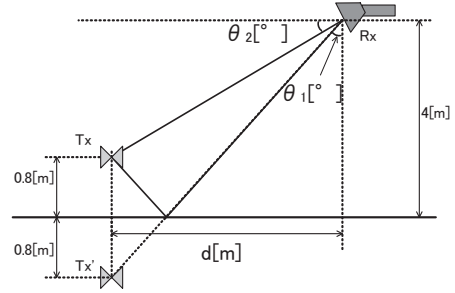


図9. 仰角制御時の角度の関係性

3. 2 仰角制御の評価結果 従来手法の結果を図7に，図6の条件による提案手法の結果を図8に示す。

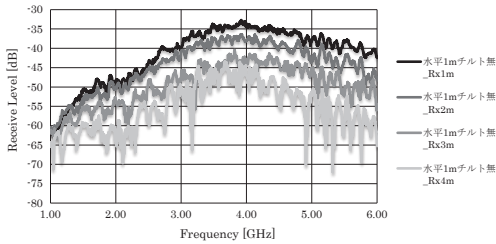


図7. 従来手法の測定結果

従来手法の場合，Rxの高さを上げるに連れて，受信強度が大幅に下がっていることがわかる。

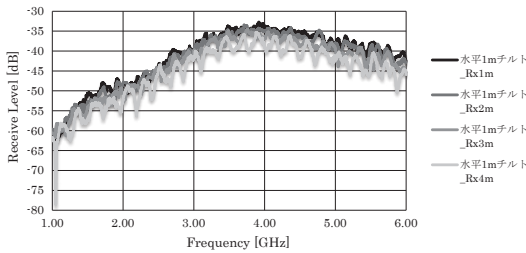


図8. 図6の条件による提案手法の測定結果

図6の条件による提案手法の場合，Rxの高さを上げて受信強度の低下は少ない。しかし，4m時には定在波が生じている。これは，4m時に直接波のみではなく，反射波も受信していることを示している。

3. 3 仰角制御方法の決定 測定結果よりTxが3m以上になると，床面からの反射波を受信するため，直接波のみ受信できる仰角制御方法を検討した。

仰角制御の方法として直接波のみ受信するため，Rxのビーム幅と測定距離との関係を使用した制御とした。

通常測定テーブルは高さ0.8mのため，条件としてTxの高さを0.8mとする。また，Rxの高さは，4mが最も反射波を受信するように制御されるため，Rxの高さは4mとした。床面が反射するため，鏡像として見える仮想のTx'と4mにあるRxとを結んだ線と，床面からの垂線の間の角度を $\theta_1$ および $\theta_2$ は，それぞれ式(3)，(4)として求められる。

$$\theta_1 = \tan^{-1} \frac{d}{4.8} \dots\dots\dots (3)$$

$$\theta_2 = \tan^{-1} \frac{3.2}{d} \dots\dots\dots (4)$$

また，Rxのビーム幅を考慮し，RxがTxを向いたときにビーム幅を含めて直接波のみ受信するように制御する必要がある。そのため，Rxのビーム幅を考慮すると，基準の高さの決定に必要な角度が式(5)で求められる。

$$\theta_3 = \theta_1 + \theta_2 + \frac{\theta_{6dB}}{2} - 90 \dots\dots\dots (5)$$

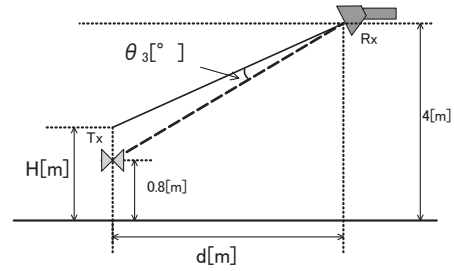


図10. 仰角制御基準高

図10に示すとおり，この $\theta_3$ の角度を考慮して仰角制御することで，直接波のみ受信する仰角制御が行うことができる。また，仰角制御時の高さHを式(6)で示す。

$$H = 0.8 + (d \times \tan \theta_3) \dots\dots\dots (6)$$

この高さHを仰角制御基準高とした。

4. 提案手法の有効性の検証

4. 1 SVSWR法の実施 GHz帯の測定場所の評価として，国際規格CISPR16-1-4で規定されるSVSWR法を用いて，本提案手法の有効性を評価した。

SVSWR法とは，図11のように試験空間を定義し，空間のFront (F1 to F6)，Left (L1 to L6)，Right (R1 to R6)，Center (C1 to C6)の4ヶ所で評価する。1ヶ所ごとに6点(基準を3.00mとすると，3.02m，3.10m，3.18m，3.30m，3.40m)のデータを取り，その中で最大と最小の比を取ることで定在波比を得る評価方法である。

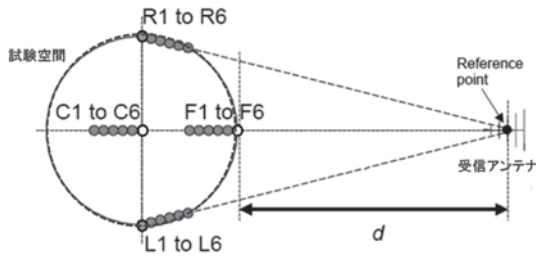


図11. SVSWR法の説明図

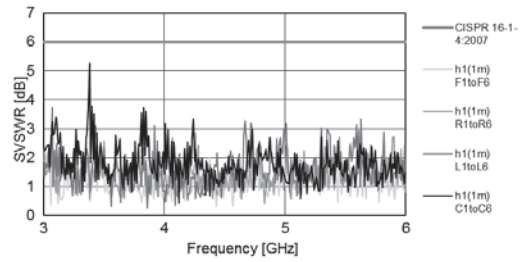


図13. 従来手法による評価結果

評価は従来手法と提案手法の両方で行い、結果を比較した。共通の評価条件として、周波数範囲は狭ビームアンテナとして使用する狭ビーム条件を満たす範囲である3-6 GHzとした。また、周波数ステップはCISPR16-1-4では50 MHzを要求しているが、本研究ではより細かい変動を評価するため10 MHz<sup>(4)</sup>とした。Txには、スモールバイユニカルアンテナ（型式：SBA9112 / Schwarzbeck 社製）を用いた。床面からの反射波を評価するため水平偏波のみの評価とした。

従来手法の条件として、Rxにはダブルリッジドウェーブガイドホーンアンテナ（型式：3117 / ETS-Lindgren 社製）を用いた。また、Rxの仰角制御は行わない。床面に電波吸収体（型式：PFP-30 / リケン環境製）を22個敷設した。範囲は図12に示す。

これにより反射波が発生していると考えられる。

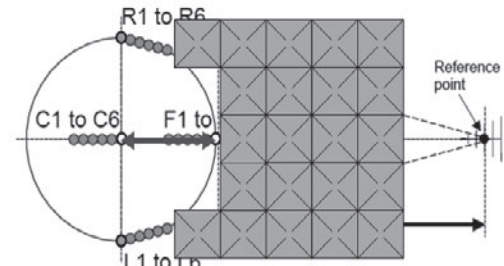


図14. 電波吸収体の敷設範囲

提案手法による結果を図15に示す。試験空間による差異は発生していない。また、最悪値はRightで3.64 dBとなり、提案手法と比較して特性が改善していることがわかる。

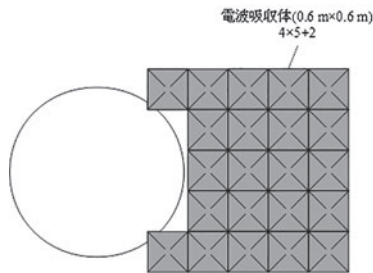


図12. 電波吸収体の敷設方法

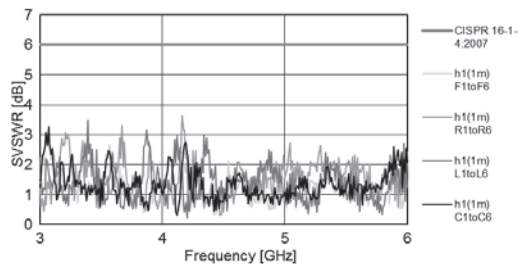


図15. 提案手法による評価結果

提案手法の条件として、Rxにはダブルリッジドウェーブガイドホーンアンテナ（型式：BBHA9120LF / Schwarzbeck 社製）を用いた。仰角制御を行うため、仰角制御ポジションナ（型式：DM3404AV1/0-1.5 / DEVICE 社製）およびコントローラ（型式：DT3138AV1/0 / DEVICE 社製）を使用した。床面の電波吸収体は敷設しない。仰角制御基準高は3.3項で定めたとおり、ビーム幅および測定距離によって設定した。受信アンテナのビーム幅は図4に示す通りである。

4.2 SVSWRの結果と考察 従来手法による結果を図13に示す。試験空間による結果の影響が大きく出ており、最悪値はCenterで5.28 dBとなっている。この理由として、電波吸収体を追加で部分的に敷設することによって発生する、サイトの不連続性による影響と考えられる。

図14に示す通り、Centerは受信アンテナまでの距離が最も長く、電波吸収体が敷設していないエリアも最も広い。

## 5. まとめ

狭ビームアンテナを用いたGHz帯EMI測定手法を提案した。狭ビーム条件を定義することおよび仰角制御方法を開発することにより、直接波のみを測定することが可能となった。提案手法の有効性確認を行った結果、電波吸収体の影響を抑えることによるSVSWRの改善の効果を得た。

(平成27年7月2日受付, 平成27年8月4日再受付)

## 文 献

- (1)竹山弘章他:「電波暗室のサイトVSWRに関する基礎検討」, EMCJ2012-92, pp.43-47 (2012)
- (2)CISPR: “CISPR16-1-4 Ed.3.0” (2010)
- (3)青柳貴洋他:「ピラミッド型電波吸収体から発生する回折波によるサイトVSWRへの影響のシミュレーション計算による検討」, EMCJ2011-10, pp.9-12 (2011)
- (4)渡辺哲他:「サイトVSWR法における測定の不確かさについて周波数ステップの与える影響の評価」, EMCJ2009-1, pp.1-6 (2009)





ノート

## ノート

# 高出力インパルスマグネトロンスパッタリング (HiPIMS) 法

## — 成膜技術の特徴とその適用 —

渡部 友太郎<sup>\*1)</sup> 清水 徹英<sup>\*2)</sup> 寺西 義一<sup>\*3)</sup> 長坂 浩志<sup>\*3)</sup>

### High Power Impulse Magnetron Sputtering (HiPIMS) method — Its properties and applications of coating technology —

Tomotaro Watanabe<sup>\*1)</sup>, Tetsuhide Shimizu<sup>\*2)</sup>, Yoshikazu Teranishi<sup>\*3)</sup>, Hiroshi Nagasaka<sup>\*3)</sup>

キーワード : スパッタリング, インパルス, HiPIMS

Keywords : Sputtering, Impulse, HiPIMS

#### 1. はじめに

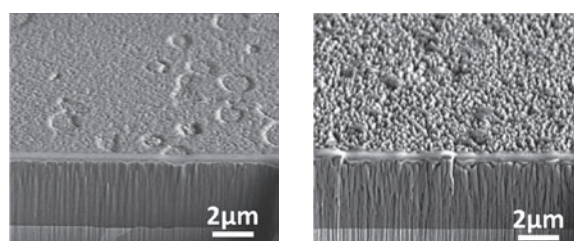
精密金型は、表面の摩耗を防ぎ、寿命を延ばすために金型表面に硬質皮膜を成膜する場合がある。近年、精密金型成形品の製品精度に対する要求が高くなるにつれ、従来の成膜法と比較して、金型そのものの寸法が成膜中に狂いにくい低温成膜法が求められている。

これらの要求に対して、スパッタリング法の中でもコンデンサーによって充電した電力を瞬間的に投入し、大出力とすることで、成膜材料(ターゲット材)を効率よくイオン化することが可能な高出力インパルスマグネトロンスパッタリング法 (High Power Impulse Magnetron Sputtering : 以下 HiPIMS 法) が提案され、近年欧州を中心に盛んに研究開発が行われている<sup>(1)</sup>。本稿では、従来法より平滑で付き回りが良く、低温成膜の可能性がある HiPIMS 法について、検討対象皮膜をアルミ合金ダイカスト金型や SUS プレス金型などへの皮膜として使用されている TiAlN として、その成膜パラメーターの皮膜へ及ぼす影響を検証し<sup>(2)</sup>、精密金型への応用の可能性について検討した。

#### 2. HiPIMS法の原理

HiPIMS 法はスパッタリング法の低温成膜が可能な特長を維持しつつ、高密度プラズマによりイオン化率を向上し、高い密着性や付き回りを實現する成膜法である。一般的なスパッタリング法である直流マグネトロンスパッタリング (DCMS) 法で、単純に大電力を加える方法ではターゲットが熱負荷に耐えられない、製品温度が上昇するなどの弊害が生じる。そこで、HiPIMS 法では直流電源装置によりコンデンサーに充電を行い、溜めた電荷を一気に電極となるターゲット材に流し、瞬間的に「大電力」をかけるこ

とで、高密度のプラズマを形成し、ターゲット材のイオン化率を向上させている。ターゲット材粒子は高密度プラズマによりイオン化し、反応性が高くなり、緻密で密着性の高い、平滑で付き回りの良い成膜が期待される。図1は、同じ成膜装置で、平均ターゲット電力など成膜法以外の成膜パラメーターを同一として、HiPIMS 法と DCMS 法による TiAlN 皮膜を比較したものである。DCMS 法では断面部に大きな柱状の構造が観察され、皮膜表面も柱状構造の頭部が並んだような構造となっているのに対し、HiPIMS 法ではイオン化率の高い成膜が繰り返されるため、それぞれの構造が小さく緻密になっていることが確認できた。超微小押し込み硬さ試験の結果も、DCMS 法における 3,766 MPa に対して HiPIMS 法では 32,900 MPa と大きな差を示し、パルス電流による成膜効果を確認できた。



HiPIMS 法 DCMS 法  
図1. 成膜法による皮膜の構造の違い

ここで、コンデンサーの容量は一定であり、充電された電子が全て放出される場合、回路が形成される時間が短ければ短い程、瞬間的に大電流が投入されることになる。

例えば、図2において、白色部の ON-OFF パターンでは ON 時間は灰色部の半分であり、コンデンサーに蓄えられた電荷を半分の時間で放出するため、理論的にはピーク電流値は灰色部の2倍となる。この ON-OFF 比を Duty 比とよぶ。一方、この ON-OFF を1サイクルとしたサイクル数をパルス周波数とよぶ。OFF の時間はコンデンサーを充電している時間である。HiPIMS 法では、これらの Duty 比、パ

事業名 平成25年度 基盤研究

\*1) 広報室

\*2) 首都大学東京

\*3) 表面技術グループ

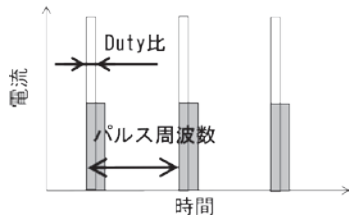


図2. HiPIMS法の成膜パラメーター

ルス周波数を中心に成膜パラメーターを制御し、プラズマ状態、ターゲット材のイオン化率を適切に制御することで、精密金型表面皮膜に適した、優れた機械的特性、高い密着性、付き回り性に加え、成膜中の温度上昇を抑えた低温成膜の可能性が期待されている。

### 3. HiPIMS法の特徴と低温成膜の可能性

本稿では、検討対象皮膜であるTiAlN成膜法として大きなシェアを占めるカソードアーク (CA) 法と比較してHiPIMS法の特性を検証した。また、成膜パラメーターと成膜温度との関連性を検証し、低温成膜の可能性について検討した。

**3.1 緻密性と平滑性** 皮膜の平滑性に与える成膜パラメーター (Duty比, パルス周波数など) の影響について、原子間力顕微鏡 (AFM) により検証した。その結果、Duty比への依存性が高く、Duty比が小さいほど平滑性が向上することが判明した。この結果は、理論通りON時間が短くなることにより、ピーク電流値が高くなり、ターゲット材のイオン化率が高く反応性が高くなることに加え、短時間のON時間内で一気に成膜が進むために、成膜方向がランダムになることで、緻密な皮膜構造となり、平滑性が向上したと考える。この結果をもとに、Duty比5%としてHiPIMS法による皮膜とCA法による皮膜表面の比較を行った。両者の走査電子顕微鏡像を図3に示す。CA法では、ドロップレットと呼ばれる溶融粒状粒子による凹凸が目立つが、HiPIMS法ではほとんど見られない。さらに、HiPIMS法では大部分の表面が鏡面状平面となり、優れた平滑性を示した。また、超微小押込み硬さ試験機で測定した皮膜硬さは、HiPIMS法が54 GPa, CA法が56 GPaでほぼ同等であった。このことから、HiPIMS法では、CA法と比較して平滑性に優れ、硬さは同等の皮膜を成膜できることが確認できた。

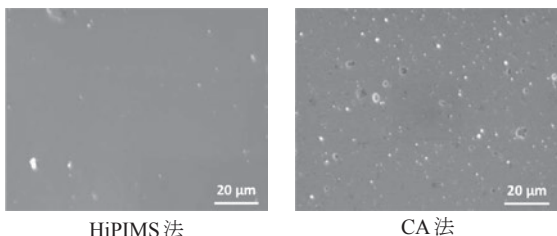
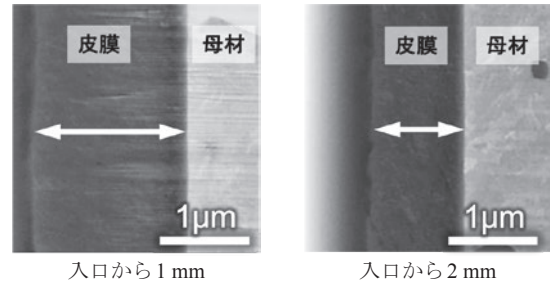


図3. HiPIMS法と従来法 (CA) による皮膜の平滑性の違い

**3.2 付き回り性** HiPIMS法はターゲット材のイオン化率が高いため、製品にかかるバイアス電圧によって細孔内部まで引き込まれるイオン化したターゲット粒子が多く、付き回り性が良いとされている。Ta膜について幅10 mm, 深さ20 mmのトレンチ溝で、壁面、底面ともに均

一に成膜されることなどが報告されている<sup>(3)</sup>。本研究は、精密金型を対象として、付き回り性評価は1 mm角の細孔を用いて行った。細孔壁面の断面を図4に示す。入口から1 mmの距離の皮膜厚さは約1.6 μm, 2 mmの距離では約1.0 μmとなり、漸減するが、1 mm角の細孔径の2倍深さでも、十分な厚さで平滑な皮膜が形成され、精密金型を対象とした場合に、HiPIMS法は十分な付き回り性があると考えられる。

図4. HiPIMS法による付き回り性<sup>(4)</sup>

**3.3 低温成膜** 低温成膜について検討するため、試料表面に熱電対を貼付し、各成膜パラメーターでの成膜中の温度変化を測定した。測定結果は、Duty比が小さく、パルス周波数が低くなるほど試料の温度上昇が抑制される傾向を示していた。これは、ターゲット電流がOFFの状態では熱放射により下降するためと考える。この成膜実験で成膜パラメーターを制御し、成膜中温度を130℃前後 (125℃~134℃) で成膜可能であることを実証できた<sup>(5)</sup>。

### 4. まとめ

HiPIMS法は、成膜パラメーターであるDuty比を小さくするほど、特徴である大電力によるターゲット材の高イオン化率での成膜が可能であること、従来法 (CA法) と比較して、同等の硬さ、優れた平滑性を持ち、付き回り性の良い成膜が可能であることを確認した。さらに、パルス周波数を低くし、成膜パラメーターを適切に設定することで、130℃以下という低温成膜も行えることを確認した。これらの結果は、HiPIMS法が製品精度を向上することができる精密金型などに適した成膜技術となる可能性を示している。

(平成27年7月29日受付, 平成27年7月31日再受付)

### 文 献

- (1)清水徹英:「HiPIMS技術とドライコーティングへの適用」, 月刊トライボロジー, No.308, pp.42-44 (2013)
- (2)渡部友太郎ら:「大電流パルスマグネトロンスパッタリング法による成膜技術の開発」, 平成26年度東京都立産業技術研究センター研究成果発表会要旨集, p.38 (2014)
- (3)J.Alami et al.: “Ion-assisted physical vapor deposition for enhanced film properties on nonflat surfaces”, Journal of Vacuum Science & Technology, A23(2), pp.278-280 (2005)
- (4)T.Shimizu et al.: “HIPIMS deposition of TiAlN films on inner wall of micro-dies and its applicability in micro-sheet metal”, formingSurface & Coatings Technology, 250, pp.44-51 (2014)
- (5)T.Shimizu et al.: “Impact of pulse duration in high power impulse magnetron sputtering on the low-temperature growth of wurtzite phase (Ti,Al)N films with high hardness”, Thin Solid Films, 581, pp.39-47 (2015)

## 宙返り可能なバルーンロボットの研究開発

小林 祐介\*<sup>1)</sup> 佐々木 智典\*<sup>1)</sup> 益田 俊樹\*<sup>1)</sup> 森田 裕介\*<sup>1)</sup>坂下 和広\*<sup>1)</sup> 横山 幸雄\*<sup>2,3)</sup>

Research and development of somersaulting balloon robot  
 Yusuke Kobayashi\*<sup>1)</sup>, Akinori Sasaki\*<sup>1)</sup>, Toshiki Masuda\*<sup>1)</sup>, Yusuke Morita\*<sup>2)</sup>  
 Kazuhiro Sakashita\*<sup>3)</sup>, Yukio Yokoyama\*<sup>3)</sup>

キーワード：飛行案内ロボット, 宙返り, 重心移動機構, 姿勢制御

Keywords: Flying guide robot, Somersault, Balancing mechanism, Attitude control

## 1. はじめに

本研究では、「案内」、「見守り」、「警備」などのサービスで用いることが可能なロボットの開発を目指している。人との距離が近い、あるいは接触が必然となるため、移動ロボットには高い安全性が求められている。従来、アクチュエータの力やトルクは設計上のトレードオフの関係から移動ロボットは質量が大きくなってしまい、衝突した際の安全性に問題がある。そこで、軽い材料で飛行ロボットを作ることによって、より安全性を高められると考えられ、人と接触しても怪我が少ない気嚢を用いて内部に気体を充填する飛行船型（以下バルーンとする）に着目した。しかし、バルーンは、運動性能が低いため鈍重であり、障害物などへの回避能力が低く運用に限界があるため、「案内」や「見守り」などでの用途に課題がある<sup>(1)</sup>。そこで、バルーンの利点である軽量性を損なわずに、エネルギー消費が限りなく少なくその場で旋回できる機構の設計および試作を行い、ロボットに搭載した際の動作検証を行ったので報告する。

## 2. 重心移動機構

運動性能を向上させたバルーンロボットを実現するには、従来方法とは違う簡単な運動で姿勢を変えられる機構が必要になる<sup>(2)</sup>。そこで、浮心と重心の関係より、機体の重心側に着目した。重心を移動させたときに発生する力のモデルを図1に示す。シンプルにするため、球形状で計算した。初期状態では、浮心と重心は中心で同じ位置にある。風船の外周に重量  $M$  kg の錘を取り付けたとき、重心位置は  $G_1$  に移動する。 $G_1$  から下向きに  $Mg$  N の力が働き、 $B$  から上向きに浮力  $F$  N が働き、重心は浮心に対して鉛直下方に移動しようとする力が働く。この力を式 (1) で表す。

$$(ZG_1) \times Mg = (BG_1) \sin \theta \times Mg \quad (1)$$

ただし  $g$   $m/s^2$  は重力加速度、 $ZG_1$ 、 $BG_1$  は距離とする。

式 (1) より浮心位置を動かさず、重心位置を移動させることで、運動性能が向上できないかと考えた。重心位置が自由に移動可能になれば、姿勢制御が可能となり運動性能が向上すると考え、ピッチ方向とロール方向の重心を移動させ姿勢制御するために図2の機構を試作した。

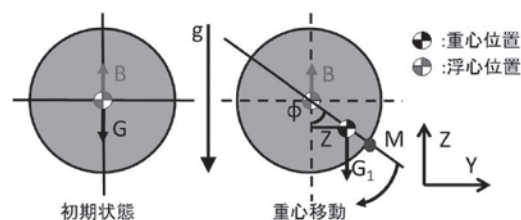


図1. 重心移動により発生する力モデル

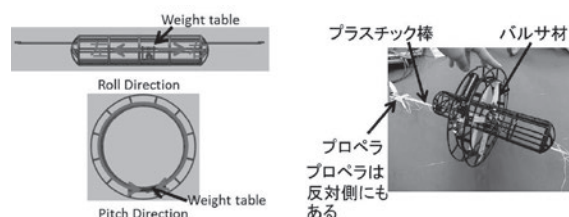


図2. 試作した重心移動機構

本機構は、それぞれの方向に姿勢制御に用いる錘台を搭載しており、矢印の方向に動くことで重心が移動する。錘台を  $360^\circ$  回転させることでピッチ方向の重心を移動でき、錘台を左右方向に移動させることでロール方向の重心の移動ができる。

## 3. バルーンロボットの実装

上記の機構を二つ組み合わせた機構を3次元造形装置で試作した。本機構は、推進用プロペラを2つ搭載している。姿勢・駆動制御基板は、Arduino Pro Mini (ATMEGA324搭載)。

事業名 平成26年度 基盤研究

\*<sup>1)</sup> ロボット開発セクター\*<sup>2)</sup> 機械技術グループ\*<sup>3)</sup> システムデザインセクター



Bluetoothモジュール, デュアルモータドライバ (推進用プロペラ制御用), モータドライバ (重心移動制御用), 9軸センサモジュール (3軸加速度, 3軸角加速度, 3軸地磁気) で構成されている。制作した基板を図3 (1) に示す。9軸センサの値から, 機体の上下, 左右, 前後方向とピッチ, ヨー, ロール方向の推定を行うことができる。姿勢推定の例を図3 (2) に示す。

気嚢材料は, アルミ蒸着フィルム 560 mm × 1,000 mm を用いた。アルミ蒸着フィルムは, ガスバリア性が高く, ヘリウムが抜けにくいのが利点である。フィルムをカットし, 溶着にて気嚢を製作した。その結果, 浮力が約75 gとなった。この気嚢を組み合わせてバルーン本体を製作した。浮力は300 g以上である。今後, 案内に使う機材やバッテリーの高容量化などで重量が増す可能性があるため, 浮力は余裕を持たせた。重心移動機構を搭載し試作したロボットを図4に示す。

#### 4. 評価

従来方法は, バルーンの気嚢内にバロネットといわれる空気嚢を設け, 膨張・収縮させることでヘリウムの体積を変化させ, 浮心を移動させることで船体のピッチ方向を調節している。そのため, 流出入する装置が必要になり, 機体が重く, エネルギー消費も多い。本研究では, 式 (1) を基にした重心移動機構としているため, 図5に示す通りに錘台を移動させるだけで, ピッチ方向を制御できる。約3秒で宙返り可能であり, 理論通りの動きを得ることができている。また機構を軽量化させ旋回に用いるモータが1つで済むため, エネルギー消費が少なく, 1回の充電で約2時間の飛行ができる。その結果, 案内ロボットとして使用可能であると考えられる。

#### 5. まとめ

本研究では, 軽量の移動ロボットの開発に向けて, ロボットを軽量化できる飛行船 (バルーン) 型の重心移動機構, 制御システムの開発を行った。独自の重心移動機構の設計・試作により, その場での宙返りなどのアクロバットな動きが可能となった。また, 制御システムの開発では, 制御基板を新規に製作し, 姿勢と推進機構の制御を行うことを可能とした。今後は, 案内用のセンサを搭載するために機構の軽量化, 案内用のシステム開発を行う。

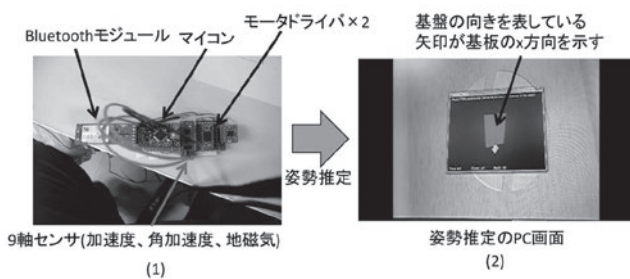


図3. 制御基板

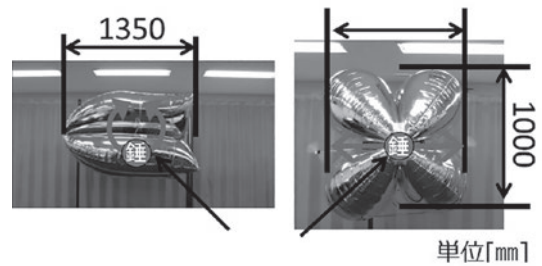


図4. バルーンロボット

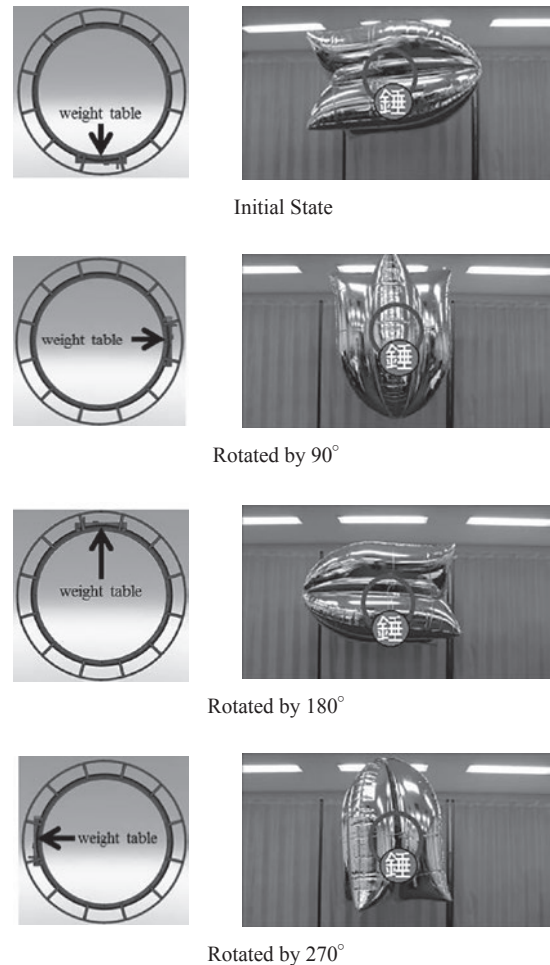


図5. ロボットの動作

(平成27年7月24日受付, 平成27年8月14日再受付)

#### 文 献

- (1) 小林, 益田, 坂下: 「空中における三次元移動型ロボットの開発」, 一般社団法人日本機械学会ロボティクスメカトロニクス部門, 2A1-B04 (2014)
- (2) 益田, 森田ほか: 「飛行装置及び駆動装置」, 特願2013-159010

ノート

# 熱伝達を向上させたヒートシンクの開発

富山 真一<sup>\*1)</sup> 大平 倫宏<sup>\*2)</sup>

## Development of the heatsink geometry improving heat transfer

Shinichi Tomiyama<sup>\*1)</sup>, Norihiro Ohira<sup>\*2)</sup>

キーワード：ヒートシンク，強制空冷，放熱促進，熱流シミュレーション

Keywords：Heatsink, Forced air cooling, Radiation performance, Thermal-flow simulation

### 1. はじめに

電子機器の冷却技術は，機器の性能，安全性，寿命を確保する上で重要である。基板上に実装されている発熱部品にヒートシンクを設置し，ファンから排気される風を活用する強制空冷が広く用いられている。一般的なヒートシンクの形状は，フィン厚とフィン間隔が一定で，ベース面が平面である（以下，従来形状，図1参照）。しかし，従来形状の底面部や発熱部品周辺は，風速が遅いため，熱がこもりやすくなり，発熱部品の放熱不足が解決できない可能性がある。

本研究では，風速が遅い箇所の風速を速めるヒートシンクの形状を開発したので報告する。開発は，伝熱や風の流れをシミュレーションで確認しながら行った。

### 2. 開発したヒートシンクの形状

2.1 従来形状の伝熱経路 基板上に実装された発熱部品にヒートシンクが設置されている状態の伝熱経路を熱等価回路<sup>(1)</sup>で表したものを図2に示す。発熱部品から生じた熱は，発熱部品表面から外気へ伝熱する経路と，基板やヒートシンクを経由し外気に伝熱する経路がある。伝熱は物体中を伝熱する熱伝導と，固体と流体の間を伝熱する熱伝達によって行われる。

熱伝導の熱コンダクタンスは，次式で与えられる。

$$C_{th\_C} = \lambda \times S / L, \dots\dots\dots(1)$$

$C_{th\_C}$ ：熱伝導の熱コンダクタンス (W/K)  
 $\lambda$ ：熱伝導率 (W/(m・K))  $S$ ：伝熱面積 (m<sup>2</sup>)  
 $L$ ：伝熱する長さ (m)

熱コンダクタンスは熱の流れやすさを，熱伝導率は，熱伝導の起こりやすさを表す。式(1)から，熱伝導率の高い

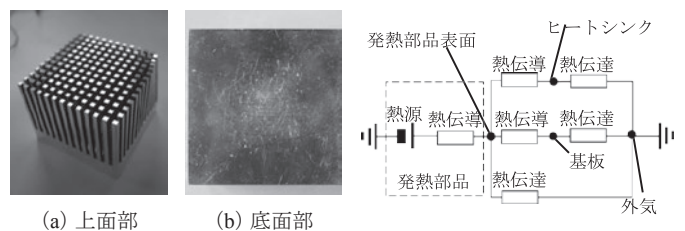


図1. 従来形状

図2. 伝熱経路

材料を用いることで熱コンダクタンスを大きくできる。しかし，そのような材料を用いた場合，材料費や加工費が高価である。

熱伝達の熱コンダクタンスは次式で与えられる。

$$C_{th\_A} = S \times h, \dots\dots\dots(2)$$

$C_{th\_A}$ ：熱伝達の熱コンダクタンス (W/K)  
 $h$ ：熱伝達率 (W/(m<sup>2</sup>・K))

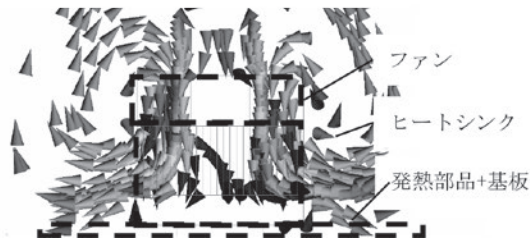
熱伝達率は，熱伝達による熱の伝わりやすさを表す指標であり，風速を速めることで，大きくすることができる<sup>(2)</sup>。

2.2 設計方針 基板上に実装された発熱部品に，従来形状のヒートシンクとファンが設置されている状態で，風の流れをシミュレーションした結果を図3に示す。図中の三角錐の数は，風速の速さを示している。これから，ヒートシンク中央部と底面の風速が遅いことが確認できる。本研究では，これらの部分の風速を速める設計方針で開発を行った。

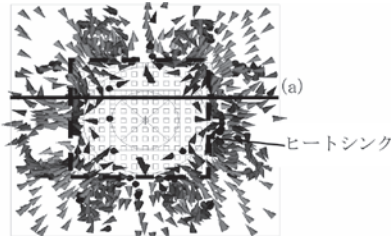
ヒートシンク中央部の風速が遅い理由は，フィン間隔が狭いため，風が流れにくいことが考えられる。フィン間隔を大きくした場合，風速は速められるが，伝熱面積が小さくなるため，熱伝達の熱コンダクタンスが低下する問題が生じる。本研究では，風速が遅いヒートシンク中央部だけフィン間隔を大きくすることで熱伝導による熱コンダクタンスの低下を抑える。

ヒートシンク底面の風速が遅い場合，発熱部品周辺で熱

事業名 平成25年度 基盤研究  
<sup>\*1)</sup> 情報技術グループ  
<sup>\*2)</sup> 生活技術開発セクター

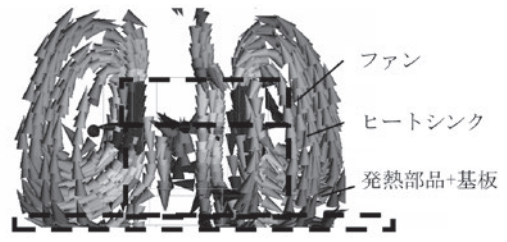


(a) ヒートシンク (縦断面)

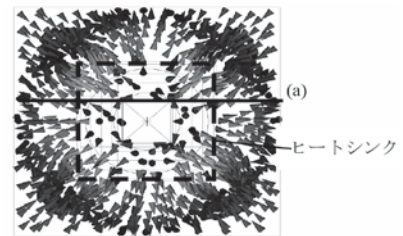


(b) 発熱部品中心 (横断面)

図3. 従来形状のシミュレーション結果



(a) ヒートシンク (縦断面)



(b) 発熱部品中心 (横断面)

図5. 提案形状のシミュレーション結果

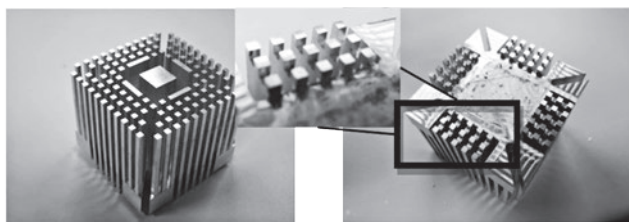
がこもる可能性がある。本研究では、ヒートシンク底面に通風口を設ける形状を提案する。この形状によって、ファンから排気される風が発熱部品周辺に流れるため、熱のこもりを抑える。

また、ファンから排気される風は、ヒートシンク底面の中央部分から外側へ流れた後、ファンへ吸気されることがシミュレーションで確認できる(図3(a))。本研究では、ヒートシンク底面に凹凸を設ける形状を提案する。この形状によって、ファン下部の排気からファン上部への吸気までに接するヒートシンクの表面積が増加するため、熱伝達の熱コンダクタンスの増加が期待できる。

本研究では、上述の設計方針に基づき、シミュレーションを繰り返してヒートシンクの開発を行った。開発したヒートシンクを図4に示す(以下、提案形状)。また、図5に、図3と同条件で提案形状をシミュレーションした結果を示す。提案形状は従来形状よりもヒートシンク中央と底面発熱部品周辺の風速が速くなることを確認した。

### 3. 温度測定による評価と考察

提案形状の評価を発熱部品の温度測定によって実施した。その結果を表1に示す。温度測定は、温度が時間経過により変化しなくなる状態になるまで、発熱部品の発熱量を一定にした後、発熱部品に内蔵されているK型熱電対を



(a) 上面部

(b) 底面部

図4. 開発したヒートシンクの形状

表1. 温度測定結果

発熱量 [W]	従来形状		提案形状	
	温度 [K]	熱コンダクタンス [W/K]	温度 [K]	熱コンダクタンス [W/K]
11.86	346.8	0.2439	343.0	0.2642
24.25	387.8	0.2683	384.8	0.2779

用いて行った。提案形状は従来形状に比べて、発熱部品の温度上昇を3~8%抑制することが可能となった。発熱部品の発熱量が大きい場合、提案形状は従来形状とほぼ同じ温度になる課題が明らかになった。この理由は、外気への熱伝達が不足し、各場所で熱のこもりが生じていることが考えられる。

### 4. まとめ

ヒートシンク中央と発熱部品周辺の熱伝達を向上させたヒートシンクの形状を開発した。温度測定による評価を行った結果、従来形状より発熱部品の温度上昇を抑制していることを確認した。発熱部品の発熱量が大きい場合、提案形状は従来形状とほぼ同じ温度になるため、今後はこの改善を行う。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月12日再受付)

### 文 献

- (1)相原利雄:「電子機器における伝熱について」, 日本機械学会誌, Vol.70, No.583, pp.1197-1204 (1967)
- (2)国峰尚樹:「最新熱設計手法と放熱対策技術」, シーエムシー出版 (2011)



## ノート

## 複製防止を目的とした高精度遅延検出器の開発

岡部 忠<sup>\*1)</sup> 志水 匠<sup>\*2)</sup> 武田 有志<sup>\*3)</sup> 藤原 康平<sup>\*2)</sup> 小林 丈士<sup>\*2)</sup>

## Development of high-precision delay detector for anti-counterfeit

Tadashi Okabe<sup>\*1)</sup>, Takumi Shimizu<sup>\*2)</sup>, Yuji Takeda<sup>\*3)</sup>, Kohei Fujiwara<sup>\*2)</sup>, Takeshi Kobayashi<sup>\*2)</sup>

キーワード：複製防止，遅延検出器，FPGA

Keywords：Anti-counterfeit, Delay detector, FPGA

## 1. はじめに

近年では電子製品の偽造件数が増え続けており，偽造に対する十分なセキュリティ対策が講じられていないといえる。偽造への対策として，PUF (Physically Unclonable Function) とよばれる技術が現在盛んに研究されている。PUFは，個々の半導体デバイスが有している製造時の特性ばらつきを利用して個体識別を行う技術である。PUFを活用することで，回路パターンやデジタルデータがコピーされても真贋判定が可能のため，半導体の偽造対策として有望視されている。しかし，PUFは外的な環境変動の影響を受けやすく，PUF自体の標準化もなされていないため，実際の製品に組み込まれた例は少ない。

本研究では，PUFとして回路素子の微小な遅延量を用いる複製防止技術を想定し，FPGA (Field Programmable Gate Array) 向けに独自の遅延検出器の開発を行った。複数の既存手法の中から中小企業が活用するのに最も適した手法を選択し，回路規模が小さく，かつ高精度な遅延量が検出可能な遅延検出器を提案する。このことによって，製品の違法複製を防止したシステムの構築が可能となる。

今後，都産技研が中小企業の国際化対応を支援していく上では，製品の国際化対応が重要である。偽造に対する高いセキュリティ技術を製品に付加することで，諸外国での製品競争力を損ねない，真の国際化対応が図られるといえる。

## 2. 遅延検出器の開発

2. 1 従来法の遅延検出器 ASIC (Application Specific Integrated Circuit) やFPGAといったLSI (Large Scale Integrated circuit) を使った製品では，遅延量の取得を必要とする適用範囲が存在する。そのような適用範囲として，位相同期回路 (PLL: Phase Locked Loop) の遅延量検出回路，センサや

アナログデジタルコンバータの入力部などがある。これらの用途において遅延量を測定する手法として，時間デジタルイザ (TDC: Time to Digital Converter) とよばれる測定方法および回路が提案され，現在広く利用されている。

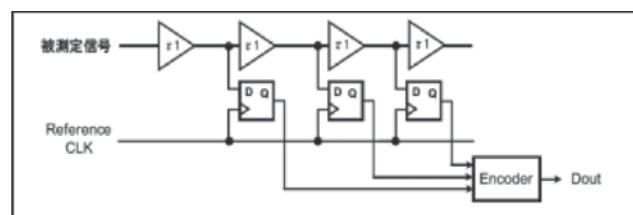


図1. 従来法の遅延検出回路のブロック図

TDCのブロック図を図1に示す。従来法の遅延検出器では，図1の回路を多数用意し遅延検出を行う。従来法では，クロック供給用の特殊配線部と符号化回路部の回路規模が大きい点，クロック供給部における消費電力が大きい点が課題として挙げられるが，次節で提案する遅延検出器によってこれらの課題を解決することが可能である。

2. 2 非同期式设计を使った遅延検出器 従来法の遅延検出器で課題となっている主な要因は，クロック信号の生成と伝播によるものといえる。そこで本研究では，クロック信号を使わない非同期式设计を使った遅延検出器の開発を行った。

非同期式设计手法はデジタル回路の黎明期から研究されているが，かつては非同期式设计を使うと局所的なクロックラインにグリッチが発生し，正しく動作しない場合があることから敬遠されていた。しかしながら，近年では非同期式设计も様々な手法が提案されている。本稿では回路のタイミング制御が比較的容易な設計方式として，局所的なクロック信号を順次伝播する方式を採用した。この手法を用いることで，同期式设计の回路アーキテクチャを大幅に変更することなく設計でき，非同期式设计に特有な遅延の見積もりの煩雑さや，回路のタイミング収束の問題を比較的容易に解決できる。この方式は同期式设计された回路の

事業名 平成24, 25年度基盤研究

\*1) 情報技術グループ

\*2) 電子半導体技術グループ

\*3) 生活技術開発セクター



クロックラインを非同期式向け遅延素子に置換するだけであり、容易に設計や実装が可能である。

本研究で開発した遅延検出器のブロック図を図2に示す。従来法との差異としては、同位相で供給されるクロック信号を必要としない点、符号化回路部を省略し代替としてFPGAの回路資源を有効に活用できるカウンタとした点、そして従来法では直線状のトポロジーであった回路アーキテクチャを環状のトポロジーとした点である。提案法の遅延検出器の回路動作は、まず遅延量を検出するための入射パルス *Pulse\_In* が入力され、環状の遅延ラインを伝搬し、各カウンタで周回数が計数される。遅延差取得のための *STOP* 信号が入力されると伝搬しているパルス信号の周回は終了し、そのときの各カウンタの値が遅延差として出力される。

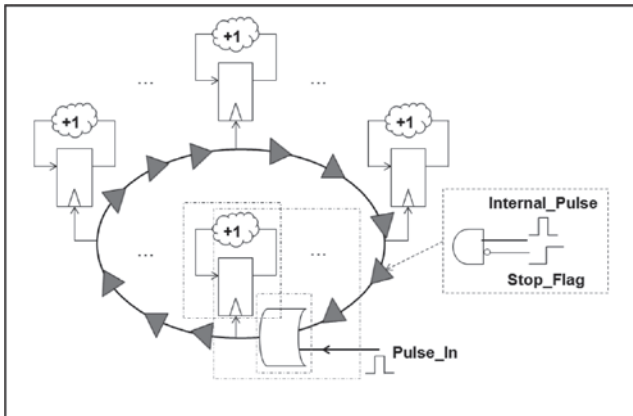


図2. 非同期式設計を使った遅延検出器のブロック図

### 3. 結果と考察

従来法の遅延検出器の検出精度は概ね1ナノ秒である<sup>(1)</sup>。本研究で開発した遅延検出器は、1ナノ秒未満の遅延検出が可能である。提案法の遅延検出器を実配置配線し、シミュレーションを行って得た波形図を図3に示す。図のマークが示しているように、1ナノ秒までの遅延量を判別可能である<sup>(2)</sup>。また、本研究で開発した遅延検出器はリファレンスクロックを使用していないため、クロック供給に要する消費電力と回路リソースを共に大幅に低減させている。

従来法と本研究の遅延検出器の定性的な性能比較を表1に示す。表1の表記で○は△よりも優位であることを表している。提案法は遅延検出器としての性能面においては優位であるものの、実装の容易さの点では従来法に劣る。その理由は、提案法では配置配線をEDA (Electric Design Automation) ツールに頼らず、基本ブロックの配置と配線を設計者自身で行っているためである。FPGAの回路資源を有効に使って遅延検出性能を引き出し、同時に回路の小規模化と低消費電力化を達成するため、配置配線のノウハウに依拠している。

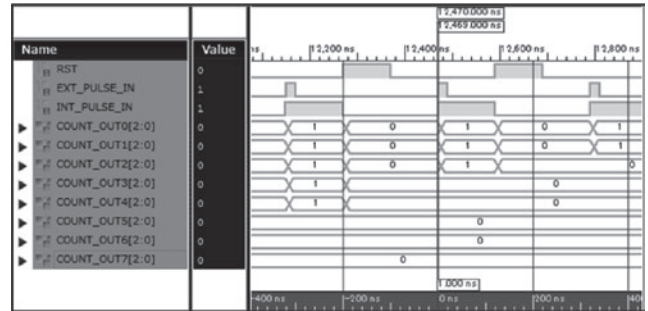


図3. 実配置配線シミュレーションの波形図

表1. 性能の定性的な比較結果

	検出精度	回路規模	消費電力	実装容易性
提案法の遅延検出器	○	○	○	△
従来法の遅延検出器	△	△	△	○

### 4. まとめ

本稿では、遅延量の検出精度を保ったまま小規模かつ低消費電力な実装を実現する遅延検出器の開発について述べた。今後、本研究で開発した遅延検出器の詳細な評価と機能向上に向けた改良を行い、より微小な遅延検出をFPGAで行えるように開発を継続する予定である。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月11日再受付)

### 文 献

- (1) 田内一弥: 「FPGA上にTDCを実装する技術」, 熊本大学学術リポジトリ (2011)
- (2) 岡部忠, 武田有志: 「FPGAを活用した研究開発事例紹介」, 第17回東京FPGAカンファレンス2015共催者講演 (2015)

## ワイドギャップ半導体窒化ホウ素における不純物添加効果

太田 優一<sup>\*1)</sup> 時田 幸一<sup>\*1)</sup> 渡辺 洋人<sup>\*2)</sup>

## Impurity doping effect on wide band gap semiconductor boron nitride

Yuichi Ota<sup>\*1)</sup>, Koichi Tokita<sup>\*1)</sup>, Hiroto Watanabe<sup>\*2)</sup>

キーワード: 第一原理計算, 不純物ドーピング, ワイドギャップ半導体, 窒化ホウ素

Keywords: First principles calculation, Impurity doping, Wide band gap semiconductor, Boron nitride

## 1. はじめに

III族窒化物半導体は広い禁止帯幅を持つワイドギャップ半導体として知られている。現在では窒化ガリウム (GaN) を中心にパワーデバイスや光学デバイスへの応用が進んでいる。しかし、同じIII族窒化物の中でも窒化ホウ素 (BN) は半導体ではなくセラミクスとして実用化されてきた。最近、高圧合成法により単結晶のBNが約6 eVという広い禁止帯幅を有していることが報告され<sup>(1)</sup>、半導体としての研究が行われるようになってきた。しかしながら、現在でもBNの研究報告は他のIII族窒化物に比べて少なく、基礎的な物性も明らかになっていない。この原因としてBNは結晶合成が極端に難しいこと、合成に伴い立方晶や六方晶といった異なる結晶構造が混在することが挙げられる。BNをデバイス化するためには不純物を添加する必要があるが、現状では結晶性の問題などから、不純物添加の効果を検証するのは難しい。

このような物性値が不明確な材料に対し、有効な解析手法として第一原理計算がある。第一原理計算では何ら実験によらず、その物質の電子状態を明らかにすることができることから、BN本来の物性を探ることが可能である。また、不純物の導入の効果を定性的に見積もることもできるので、デバイス応用に向いている結晶構造や添加元素などの選定が可能である。最近、GaNに対し遷移金属のドーピングが行われ、中間バンドの形成が報告された<sup>(2)</sup>。BNもGaNと同様に遷移金属添加によって中間バンド形成が見込まれる。そこで本研究ではBNに対し遷移金属を添加した効果を第一原理計算によって検証し、可視光領域に準位(またはバンド)を形成する元素を決定することを目的とした。

## 2. 計算方法

2.1 第一原理計算 本研究ではBNの電子状態計算を密度汎関数理論に基づく第一原理計算によって行っ

た。使用した計算ソフトはQuantum Espresso (QE)<sup>(3)</sup>とWien2k<sup>(4)</sup>である。QEでは平面波展開と擬ポテンシャル法を用いWien2kは線形化拡張平面波法 (Augmented Plane-wave method) に局在軌道 (Local orbital) を加えた (L) APW+lo法を採用している。なお擬ポテンシャルはPAW (Projector Augmented Wave method)<sup>(5)</sup>型のものを使用し、交換相関汎関数はいずれの計算でも一般化された密度勾配近似 (Generalized gradient approximation; GGA) を指定した。

QEでは結晶構造の最適化を実施し、その後状態密度 (Density of States; DOS) を描画した。このDOSによってバンドギャップに不純物準位形成の可否を判断し、添加元素とBNの結晶構造のスクリーニングをした。最終的により正確な不純物の準位の位置関係を決定するために、Wien2kでDOSの計算を実施した。なお、バンドギャップの補正はF.Tranらによって提案された手法 (TB-mBJ)<sup>(6)</sup>で行った。

2.2 計算モデル BNは結晶構造として常圧安定相の六方晶 (h-BN) と、高圧安定相の立方晶 (c-BN) がある。この他に準安定相であるウルツ鉱構造 (w-BN) が報告されている。ここでは、これら3つの結晶構造に対しての不純物添加を想定する。不純物を添加した状態を模擬するために図1に示すようなスーパーセルを構築した。c-BNのスーパーセルは原子数が窒素 (N) 32個とホウ素 (B) 32個の合計64個である。これは、c-BNのユニットセル (8個) を3次元的に2×2×2に拡張して構成したものである。同様にh-BNとw-BNのユニットセル (4個) を3×3×2に拡張し、72原子のスーパーセルとした。図1にc-BNのスーパーセルモデルを示す。このモデルではホウ素 (B) のサイトに不純物としてXを置換している。このXは遷移金属で、Xを元素番号21~30の範囲で替えて合計10種類計算した。なお、不純物をBサイトに置換した理由は後述する形成エネルギーによって判断した。また、h-BNはグラファイト状の構造を有しており、不純物添加による構造最適化では著しい格子の歪みを伴う。したがって本計算では全ての構造でファンデルワールス力を考慮せず、h-BNのみz軸方向に原子が変位しないように設定して構造最適化を実施した。

事業名 平成25年度 基盤研究

\*1) 電子半導体技術グループ

\*2) 材料技術グループ

表1. c-BN 禁止帯中に可視光応答可能な準位形成の可否

	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn
c-BN	×	×	○	○	○	○	○	○	○	×

表中○は禁止帯中に1つ以上の不純物準位形成, ×は準位を形成しないものを示す。

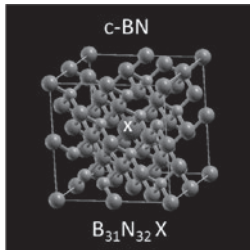


図1. c-BNのスーパーセルモデル

### 3. 結果と考察

各結晶構造における不純物添加による準位形成の有無をQEによる計算によってスクリーニングした。その結果, 3種類全ての結晶構造に対してV, Cr, Mn, Fe, Co, Niが禁止帯中に不純物準位を形成することを見出した。しかしw-BNは準安定の結晶構造であり, 全体的にエネルギーが高く他の構造よりも合成が困難であると示唆される。またh-BNは原子変位方向を限定した状態の計算でないと遷移金属添加に対して結晶構造を保てないことが判明した。このような計算による予測から, デバイス応用にはドーピングに対して安定で, 実験的に合成し得るc-BNが最も適していると考えられる。そこで, 最終的にバンドギャップの補正をかけて準位を決定するものはc-BNのみとした。表1に禁止帯中の可視光応答可能な準位形成の可否を示す。表1よりc-BNで可視光領域に相当する準位を形成する元素はV, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cuの合計7種類あることがわかった。なおここでいう可視光領域に相当する準位とは価電子帯から約1.9~3.1 eVの位置にあるものとした。

次にこれら7種類の元素のうち, 最もc-BNに導入しやすいものを形成エネルギーによって決定した。形成エネルギーの計算は式(1)によって行った。

$$E^{form} = E_{total}(defect) - E_{total}(perfect) + \sum_i n_i \mu_i \dots (1)$$

ここで,  $E^{form}$ が形成エネルギー,  $E_{total}(defect)$ が不純物モデルの全エネルギー,  $E_{total}(perfect)$ が不純物を添加しない状態の全エネルギー,  $n_i$ が欠陥として取り除かれた原子の数で,  $\mu_i$ が化学ポテンシャルを意味する。なお, 絶対零度における化学ポテンシャルはフェルミエネルギーを意味するので,  $\mu_i$ はフェルミエネルギーと同等である。形成エネルギーが最も低いものが導入しやすいということを意味する。なお, ここでは導入した不純物の帯電状態は考慮せずに中性としている。計算の結果, 形成エネルギーの低い順番はNi, Fe, Mn, V, Co, Cr, Cuとなった。したがって, 上記7種類の遷移金属の中ではc-BNにはNiの添加が最も容易であるという結果が得られた。

最後にNiを添加したc-BNのDOSを図2に示す。図中

CBM (Conduction Band Minimum) は伝導帯最下端を示し, VBM (Valence Band Maximum) は価電子帯最上端を示している。不純物準位はアップスピン (up spin) とダウンスピン (down spin) の両方にできており, VBMからそれぞれ約1.7 eVと約2.8 eVに位置している。したがって可視光領域に相当する準位としてはダウンスピンのDOSが該当する。また各電子軌道ごとのDOSを見ることが出来る射影状態密度 (Projected Density of States) の結果より, 遷移金属のd電子が主に中間バンドを形成していることも明らかとなった。

### 4. まとめ

本研究では不純物として10種類の遷移金属を選択し, BNの結晶構造と共に中間バンド形成する組み合わせを第一原理計算によってスクリーニングした。その結果, Niを添加したc-BNが最も実験的に合成しやすく, かつ可視光領域に相当する準位を形成することを見出した。この組み合わせによって, BNをベースとしたマルチバンド型の太陽電池などへの応用が期待される。

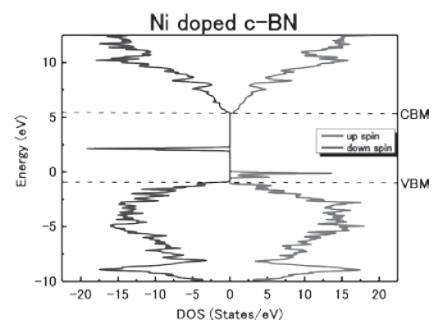


図2. Ni添加c-BNの状態密度図 (DOS)

(平成27年7月6日受付, 平成27年8月12日再受付)

### 文 献

- (1) Kenji Watanabe, Takashi Taniguchi & Hisao Kanda: "Direct-bandgap properties and evidence for ultraviolet lasing of hexagonal boron nitride single crystal", Nature Materials, 3, 404-409 (2004)
- (2) S. Sonoda: "Partially filled intermediate band of Cr-doped GaN films", Appl. Phys. Lett. 100, 202101-202101-4 (2012)
- (3) P. Giannozzi et al.: "QUANTUM ESPRESSO: a modular and open-source software project for quantum simulations of materials", J. Phys.: Condens. Matter 21, 395502-395502-19 (2009)
- (4) P. Blaha, K. Schwarz, G. K. H. Madsen, D. Kvasnicka, and J. Luitz: "WIEN2K, an augmented plane wave+local orbitals program for calculating crystal properties", Vienna University of Technology, Vienna, ISBN3-9501031-1-2 (2001)
- (5) P. E. Blöchl: "Projector augmented-wave method", Phys. Rev. B 50, 17953-17979 (1994)
- (6) Fabien Tran and Peter Blaha: "Accurate Band Gaps of Semiconductors and Insulators with a Semilocal Exchange-Correlation Potential", Phys. Rev. Lett. 102, 226401-226401-4 (2009)

## 高放射材の赤外分光放射率の角度依存性評価

中島 敏晴<sup>\*1)</sup> 磯田 和貴<sup>\*1)</sup>

## Angle dependence evaluation of infrared spectral emissivity for high-emissivity materials

Toshiharu Nakajima<sup>\*1)</sup>, Kazutaka Isoda<sup>\*1)</sup>

キーワード: 高放射材, 分光放射率, 角度依存性, 放射温度計

Keywords: High-emissivity material, Spectral emissivity, Angle dependence, Radiation thermometer

## 1. はじめに

赤外分光放射率測定は, 暖房機器をはじめとして各種発熱体や放射材などの性能評価において, 重要な計測手法の一つである。また, 赤外分光放射率データから求める任意波長域における積分放射率(全放射率)は, 放射温度計による温度測定での重要な設定パラメータとして利用されている<sup>(1)</sup>。放射温度計を用いた測定では, 正面付近からの測定が最適であるが, 斜め方向からの測定にならざるを得ない状況も多く, このような条件での正確な温度測定には測定角度における分光放射率データが必要となる。しかし, これまでの角度ごとの放射率特性評価事例は特定の波長域のみであり, 様々な波長域を対象とした角度ごとの分光放射率を評価した事例はない。

本研究では, 加熱された高放射材の表面温度を正確に測定するために, 分光放射率の角度依存性について評価を行い, この結果から角度毎の放射率データを求め, 表面温度測定への補正に活用したので, その結果について報告する。

## 2. 実験内容

## 2.1 サンプルおよび評価のための計測システムの構築

サンプルは, 黒色塗料塗布板2種(A社, O社), 発熱体2種である。黒色塗料塗布板は, アルミ板をベースに塗膜厚は約20~40 μmとした。評価前にマッフル炉を用いて, 昇温速度100°C/1時間の条件で500°Cまで昇温させ, さらに500°C雰囲気中に2時間曝して焼鈍した。発熱体は, アルミナを基板とする小型ヒータおよびセラミックファイバーを母材とするブロック型ヒータである。

計測システムは, 既存の赤外分光放射率測定システムと新たに製作した試料加熱装置および発熱体用評価治具を組み合わせて構築した。

2.2 測定方法および全放射率の算出方法 測定は, 黒色塗料塗布板を試料加熱装置で100, 200, 300, 400, 500°Cに加熱し, 発熱体の小型ヒータとブロック型ヒータ

は, 定格電圧を印加したときの表面温度を測定し, これを試験温度とした。測定角度範囲は, 黒色塗料塗布板0~70度, 発熱体0~85度とした。分光放射率測定の波長域はいずれも2~20 μmである。

任意の波長域( $\lambda_1, \lambda_2$ )と温度 $T$ における全放射率 $\epsilon_a(\lambda_1, \lambda_2, T)$ は, 次式から求めることができる。

$$\epsilon_a(\lambda_1, \lambda_2, T) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \{L_s(\lambda, T) - L_e(\lambda, Tr)\} d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \{L_b(\lambda, T) - L_e(\lambda, Tr)\} d\lambda} \quad \dots(1)$$

ここで,  $L_b(\lambda, T)$  及び  $L_s(\lambda, T)$  は, それぞれ温度 $T$ における黒体及びサンプルの分光放射輝度スペクトルで,  $L_e(\lambda, Tr)$  は室温 $Tr$ における背景放射の分光放射輝度スペクトルである。各サンプルの分光放射率の角度特性結果から, 角度ごとの分光放射輝度を計算し, (1)式を用いて波長域8~14 μmの全放射率を求めた。これを補正值として放射温度計に設定し, 100~500°Cに加熱させた黒色塗料塗布板を, 角度0~70度の範囲で10度間隔の角度ごとにおける表面温度を測定した。角度0度での放射率を用いた補正前と, 角度ごとに求めた放射率を測定角度ごとに設定し, 補正後の温度測定結果を比較した。

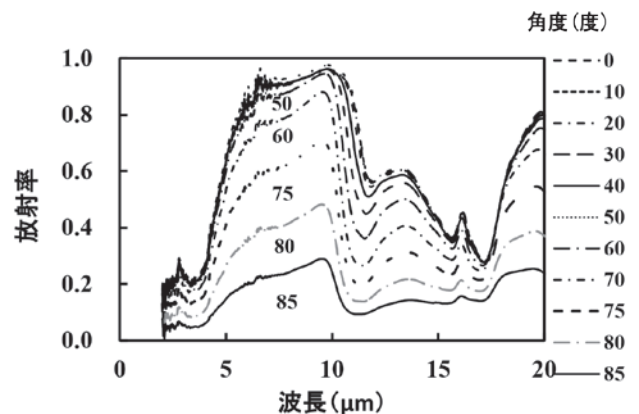


図1. 小型ヒータ 分光放射率角度特性  
印加電圧 AC40V 表面温度 415°C 角度範囲 0~85度



### 3. 結果と考察

3.1 角度依存性評価結果 小型ヒータの分光放射率角度特性を図1に示す。角度が大きくなると放射率が低下する、角度-放射率の一般的な特性が現れていた。角度0~40度では、放射率変動が2.0%以内と小さく、角度変化による影響はなかった。また、ブロックヒータは小型ヒータと同様の特性を示していた。

黒色塗料塗布板2種のうち、A社塗料は小型ヒータと同様の特性を示していた。なお、測定の実現性は±3.0%以内であった。0度の放射率を基準とした、角度毎の放射率変動の結果を図2に示す。100℃では60度以上、300℃以上では50度以上の角度で放射率補正が必要であることがわかった。O社塗料の分光放射率の角度特性結果を図3に示す。波長8.3 μmを境界として、長波長域ではA社塗料と同様の特性を示すが、短波長域では角度が大きくなると放射率が高くなる反転現象が見られた。

3.2 表面温度測定結果 分光放射率の角度依存性評価結果を用いて、(1)式から求めたA社塗料とO社塗料の波長域8~14 μmにおける角度-放射率特性を図4に示す。また、角度-温度特性については、O社塗料の表面温度500℃の結果を例として図5に示す。0~40度の範囲では、補正前後での差異はなく補正の必要はないと思われるが、50度では4.0℃の誤差となった。また、70度では18.0℃と誤差はさらに増加した。これらの結果から、角度ごとに放射率を設定して測定することは、測定の正確さ向上に有効な方法であることがわかった。なお、測定精度は温度上限を500℃として、温度値の±0.5%以内であった。

### 4. まとめ

本研究では、高放射材を対象とした波長域2~20 μmでの分光放射率の角度特性評価を行い、各サンプルの角度依存性が確認できた。また、その結果から求めた波長域8~14 μmの全放射率をパラメータとして、任意温度に加熱した黒色塗料塗布板の表面温度を検出波長8~14 μmの放射温度計を用いて測定した。結果は、温度上限500℃、角度範囲0~70度の条件で、±0.5%以内の精度での測定が可能であることがわかった。

今後は、他波長域に検出感度を持つ放射温度計で同様の評価を行い、高放射材の表面温度測定のための精度向上を図る。また、各種放射材や機能性材料などの特性評価に活用することで、新たな製品開発に寄与していく。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月12日再受付)

### 文 献

- (1)石井順太郎他:「黒色表面の分光放射率測定」, 第22回日本熱物性シンポジウム予稿集, pp.97-99 (2001)

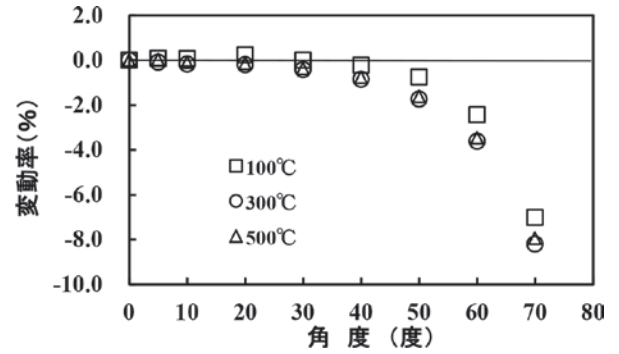


図2. A社塗料 0度の放射率を基準とした角度毎の放射率変動  
表面温度100, 300, 500℃

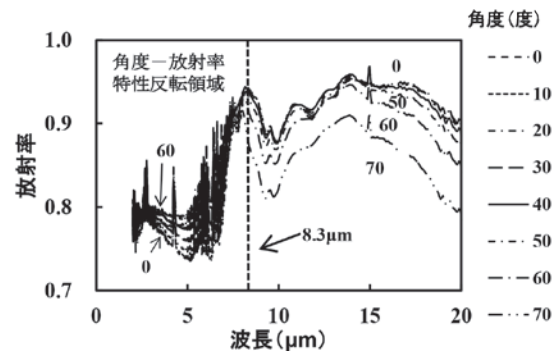


図3. O社塗料 分光放射率角度特性  
表面温度500℃ 角度範囲0~70度

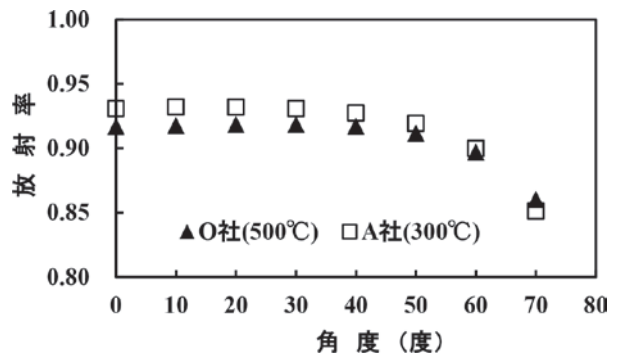


図4. A社塗料およびO社塗料 角度-放射率特性  
波長域8~14 μm

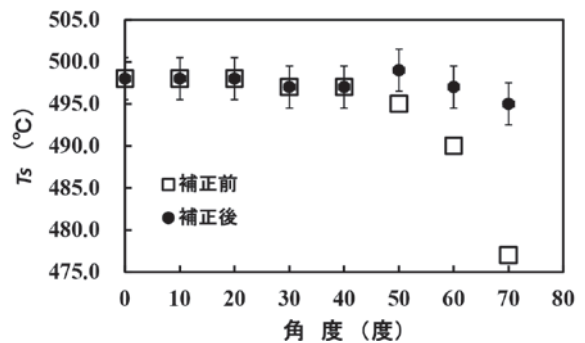


図5. O社塗料 角度-温度特性  
波長域8~14 μm 表面温度500℃

ノート

# 音響粒子速度プローブによる音響インテンシティ計測の評価

西沢 啓子<sup>\*1)</sup> 神田 浩一<sup>\*1)</sup>

## Evaluation of sound intensity measurement with particle velocity sensor probe

Keiko Nishizawa<sup>\*1)</sup>, Koichi Kanda<sup>\*1)</sup>

キーワード: 音響インテンシティ, 粒子速度プローブ, 音圧, 粒子速度

Keywords: Sound intensity, Particle velocity sensor probe, Sound pressure, Particle velocity

### 1. はじめに

防音材, 機器騒音の評価では, 音の強さを表す「音響インテンシティ」(音の伝搬方向に対して垂直な単位面積 (1 m<sup>2</sup>) を単位時間 (1 s) に通過する音のエネルギー: 単位 W/m<sup>2</sup>) が多く用いられる。材料の音響透過損失や機器騒音の音響パワーレベル計測は, JIS A 1441<sup>(1)</sup>, JIS Z 8736<sup>(2)</sup> など音響インテンシティ法によるものが JIS に規定されている。音響インテンシティを精度良く計測することが, 防音材や機器の性能評価には重要である。

計測用のインテンシティプローブは2マイクロホン方式 (以下, P-Pプローブ) が従来から用いられてきたが, 音響粒子速度を直接計測できる音響粒子速度プローブ (以下, P-Uプローブ) が開発され, P-Pプローブと同等の実用性が期待されている。P-UプローブをP-Pプローブと同一環境で使用する際の比較・検証法は研究者の測定対象<sup>(3)(4)</sup>により異なり, 基礎的条件下で比較した例は見当たらない。本研究では, 無響室で音響インテンシティを測定し, P-Pプローブとの比較からP-Uプローブの測定精度を検証した。

### 2. 音響インテンシティ

2.1 音響インテンシティとは 音響インテンシティについての概念を以下に述べる。図1に示す仮想面を考える。その面に音圧  $p(t)$  が作用した結果, 仮想面が速度 (粒子速度)  $u(t)$  で運動したと考えると, 時間  $dt$  の間に音圧がなす仕事 (エネルギー) は式 (1) で表される。音響インテンシティ  $I$  は, その時間平均をとって式 (2) で表される<sup>(5)</sup>。

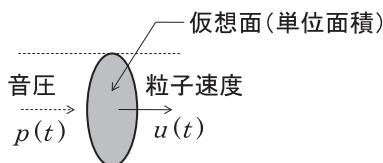


図1. 音のエネルギーの伝搬

$$dE = p(t)u(t)dt \quad (1)$$

$$I = \frac{1}{T} \int_0^T p(t)u(t)dt = \overline{p(t)u(t)} \quad (2)$$

2.2 音響粒子速度の算出 音響インテンシティは, 音圧と音響粒子速度から求める (式 (2))。従来のP-Pプローブでは, 図2および式 (3) の通り, 音響粒子速度  $u_r(t)$  をペアマイクロホンから得た2点の音圧  $p_1(t)$  と  $p_2(t)$  の差 (有限差分) から近似的に求める<sup>(6)</sup>。これに対してP-Uプローブは図3に示す音響粒子速度センサから, 音響粒子速度を直接計測する。

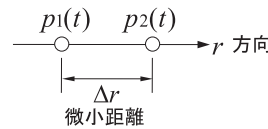


図2. 近接2点の音圧

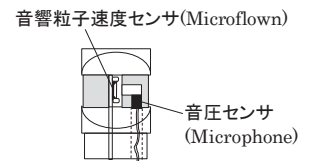


図3. P-Uプローブのセンサ

$$u_r(t) \approx -\frac{1}{\rho\Delta r} \int_{-\infty}^t [p_2(\tau) - p_1(\tau)] d\tau \quad (3)$$

$\rho$ : 空気密度

### 3. 音響インテンシティ計測の評価

3.1 計測方法 基礎的条件下で検証する観点から, 音波の進行方向が把握しやすい無響室 (都産技研) で計測した。P-Pプローブ (ブリュエル・ケアー社製 Type 2683, 4197), P-Uプローブ (マイクロフロン社製 PU-regular) それぞれについて, 音波がインテンシティプローブを通過する際の音響インテンシティレベル  $LI$  (dB) を計測した。無響室での設置状態を図4に, 測定システムを図5に示す。音源および受音位置は床から1.1 m, 音源-受音位置間の距離は3 mとした。音源は1 kHz純音およびランダムノイズを用いた。純音についてはプローブマイクロホンで計測される音圧レベル (dB) も確認した。

事業名 平成23年度 基盤研究  
\*1) 光音技術グループ

3. 2 音響インテンシティの算出  $LI$ は音響インテンシティ $I$ の基準の音響インテンシティ $I_0$ に対する比から得られる(式(4))。音響インテンシティ $I$ は、P-Pプローブでは計測された2点の音圧のクロススペクトル密度関数の虚部から求められ<sup>(5)</sup>、P-Uプローブにおいては音響粒子速度と音圧のクロススペクトル密度関数の実部から求める<sup>(5)</sup>。

$$LI = 10 \log_{10} \frac{I}{I_0} \quad (4)$$

$I_0$ : 基準の音響インテンシティ ( $10^{-12}$  W/m<sup>2</sup>)

3. 3 計測結果 表1および図6に結果を示す。P-Pプローブはペアマイクロホンそれぞれにおける音圧レベルを示す。1 kHz純音の場合、音圧レベルと音響インテンシティレベルのいずれもP-PプローブとP-Uプローブの差は1 dB以内となった。

表1. プローブによる音圧レベルおよび音響インテンシティレベルの比較 (1 kHz純音)

	音圧レベル (dB)	音響インテンシティレベル (dB)
P-Uプローブ	86.8	85.9
P-Pプローブ	84.9/85.9	85.6

ランダムノイズについては、全ての周波数でP-UプローブとP-Pプローブの差は2 dB以内となった(図6)。160 Hzから3150 Hzにおいては、P-UプローブとP-Pプローブの音響インテンシティレベルは一致した。P-Pプローブのペアマイクロホンの仕様は周波数応答の変動幅を±2 dB<sup>(6)</sup>としており、P-UプローブはP-Pプローブと同等の実用性を持つことが示された。

3. 4 今後の課題 音響粒子速度センサの感度と位相は周波数応答が平坦ではないため、今回はプローブ付属のシグナルコンディショナの補正機能<sup>(7)</sup>を使用した。一方、P-Uプローブで精密な測定を行う場合、コンディショナによる補正よりも厳密な校正の必要性<sup>(3)(4)</sup>が指摘されており、校正方法については今後の課題である。

#### 4. まとめ

本報告では、無響室におけるP-PプローブとP-Uプローブの音響インテンシティレベルを比較し、P-UプローブがP-Pプローブと同等の実用性を持つことが示された。校正方法の確立は今後の課題である。P-Uプローブは音響粒子速度を直接計測できることから、背景騒音の影響が少ない。また、プローブが小型であり試験体に近接した計測で音の透過や放射を詳細に把握できる。現場での実測や製品の改良に有効な装置であり、防音材の性能向上や機器騒音低減などの技術支援に役立つものと考えている。

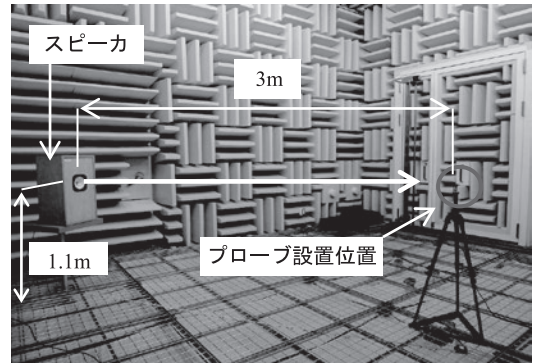


図4. 無響室における測定位置

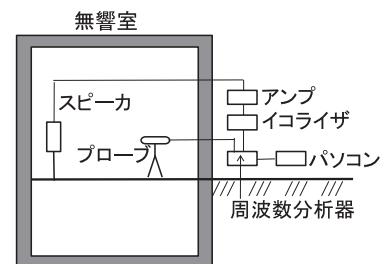


図5. 測定システム概要

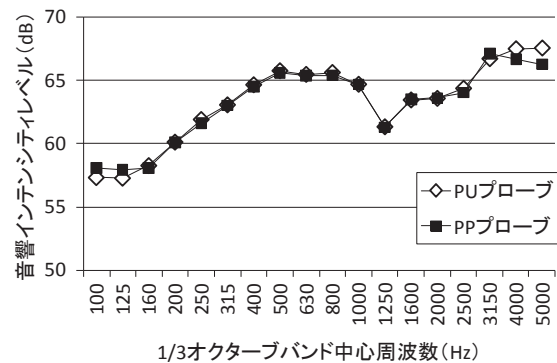


図6. プローブによる音響インテンシティレベルの比較 (ランダムノイズ)

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月12日再受付)

#### 文 献

- (1) JIS A 1441: 「音響インテンシティ法による建築物及び建築部材の空気音遮断性能の測定方法」(2007)
- (2) JIS Z 8736: 「音響インテンシティによる騒音源の音響パワーレベルの測定方法」(1999)
- (3) 大鶴 徹: 「粒子速度センサと使用事例」, 騒音制御, Vol.34, No.3, pp.205-210 (2010)
- (4) 安達光平・安田洋介・佐久間哲哉: 「PUプローブを用いた窓ガラスの音響透過損失測定」, 日本建築学会大会学術講演梗概集, D-1, 環境工学 I, pp.209-210 (2010)
- (5) 橘 秀樹・矢野博夫: 「環境騒音・建築音響の測定」, p.4, pp.21-22, pp.161-162, コロナ社 (2004)
- (6) Product Data: “Sound Intensity Microphone Pair-Type4197-”, p.7, B&K
- (7) Data Sheet: “2 Channels signal conditioner”, pp.9-10, Microflown

## ノート

## 金型への応用を想定したHIPIMS膜の機械的特性評価

寺西 義一<sup>\*1)</sup> 近藤 ゆりこ<sup>\*1)</sup> 長坂 浩志<sup>\*1)</sup> 渡部 友太郎<sup>\*2)</sup>  
 森河 和雄<sup>\*3)</sup> 清水 徹英<sup>\*4)</sup>

## Evaluation of mechanical property of HIPIMS deposition assuming metal die application

Yoshikazu Teranishi<sup>\*1)</sup>, Kondou Yuriko<sup>\*1)</sup>, Hiroshi Nagasaka<sup>\*1)</sup>, Tomotaro Watanabe<sup>\*2)</sup>  
 Kazuo Morikawa<sup>\*3)</sup>, Tetsuhide Shimizu<sup>\*4)</sup>

キーワード：HIPIMS膜，機械特性 密着摩耗試験

Keywords：HIPIMS deposition, Mechanical property, Adhesion and wear test

## 1. はじめに

一般に金型は，寿命を延ばすために，金型表面に硬質膜を成膜する場合が多い。金型表面の皮膜に要求される特性は，密着性が良く，緻密で硬質，平滑であること，付き回り性がよいことなどである。さらに近年，精密金型などは製品精度に対する要求が高く，従来の成膜法と比較して，より平滑で，基材の熱変形が小さい低温成膜法が求められている。従来からの優れた硬質皮膜形成技術としてアークイオンプレーティングなどが，切削工具や各種工業製品に応用されている。しかし膜形成時に熱がかかることや，マイクロパーティクル（ドロップレット）などが発生することが多いため，より優れた特性を有する薄膜の形成技術に対する要求も高まっている。

これに対し，従来技術に次ぐ新しいスパッタリング技術として，高出力インパルスマグネトロンスパッタリング（High Power Impulse Magnetron Sputtering，以下HIPIMS）が注目されている<sup>(1)~(3)</sup>。HIPIMSプロセスでは，従来のDC電源に変わり，パルス電源により，数10~数100 μsec程度のパルス幅で1 kHz以下の比較的低い周波数のパルス電力を付与することで，通常の直流マグネトロンスパッタリング（以下，DCMS）の1000倍にも達する，数kW/cm<sup>2</sup>の大電力を投入する<sup>(4)(5)</sup>。これによりプラズマ電子密度を高め，スパッタリングガスおよびターゲット材料のイオン化率を著しく向上させる。この高いイオン化率を有するプラズマによって薄膜を形成することにより，①膜の高密度化と平滑化，②高い密着性，③三次元形状への付き回り性，④低温成膜，などが優れていると期待されている。

そこで本稿では，HIPIMS成膜法により形成したTiAlN膜

について，前述よりマイクロレベルの精密金型への応用を想定して，実機を模してスクラッチによる密着性試験，摩擦摩耗試験による測定などを行い，従来のDCMS成膜法と比較して，その特性を検証した。

## 2. 実験方法

2.1 HIPIMS法によるTiAlN膜の成膜方法 HIPIMS成膜装置として，HIPIMS用パルス電源システムSIPP2000（Melec社製）を装備したPVDコーティングシステムDominoMini（Sulzer Metaplas社製）を用いた。HIPIMSプロセスの比較対象として，同HIPIMS用電源をDCMSモードに切り替え，同じ成膜チャンバー内でDCMSによりTiAlN膜を成膜した。ターゲット材料には，高Al含有のTi33Al67at%合金を用いた。基板-カソード間距離を70 mmとして，アルゴン（Ar）ガスおよび窒素（N<sub>2</sub>）ガスを導入する事により，TiAlN膜を形成した。ターゲットへの時間平均出力は，両プロセスともに7.5 kWとした。基板材料として，SKH51や15 mm角のSi（001）ウェハなどを用いた。表1に成膜条件を示す。

表1. 実験条件

コーティングシステム	DominoMini (Sulzer Metaplas社製)	
成膜モード	HIPIMS	DCMS
基板材料	SKH51	
ターゲット材料 (寸法)	TiAl 33/67at% (45x7.5[cm <sup>2</sup> ])	
プロセス圧力	0.5[Pa]	
基板加熱	450[°C]	
バイアス電圧	-50[V]	
平均出力	7.5[kW]	
ガス流量(Ar/N <sub>2</sub> )	100/30[sccm]	70/70[sccm]
パルス条件	Ton:50[μs] f=1[kHz]	-

事業名 平成24年度 基盤研究

\*1) 表面技術グループ

\*2) 広報室

\*3) 高度分析セクター

\*4) 首都大学東京



2.2 TiAlN膜の各種特性評価 TiAlN膜の機械的特性評価として、マイクロビッカース等による硬さ、スクラッチによる膜密着性、摩擦摩耗試験機による膜耐久性の評価を行った。スクラッチの測定条件はダイヤモンド圧子球状先端半径200  $\mu\text{m}$ 、試験距離は5 mm、試験速度は5 mm/min、負荷荷重増分は100 N/minで行った。またボールオンディスク摩擦摩耗試験の条件は、ボールはSUS304( $\phi$ 6 mm)、摺動速度は50 mm/s、摺動回転数は2000回転、負荷荷重:0.5 N (300 MPa)で行った。また成膜後の膜の表面形態および表面粗さを評価するため、原子間力顕微鏡(以下、AFM)(Veeco社製 Dimension Icon®)による観察・評価を行った。

### 3. 結果と考察

図1にスクラッチ試験による膜密着性の評価結果を示す。DCMS膜は、約40 N強ほどから剥離が生じているが、HIPIMS膜は約60 N弱まで剥離しない。よってHIPIMS膜はDCMS膜よりも密着性に優れることがわかった。

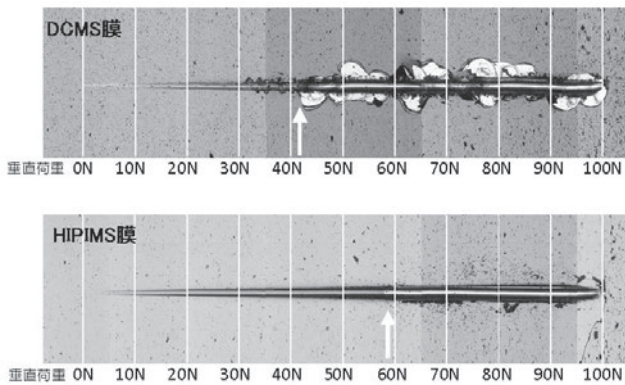


図1. スクラッチ試験結果

図2にボールオンディスク摩擦摩耗試験による膜耐久性の評価結果を示す。DCMS膜は摩耗痕深さが深く、摩耗粉が多く発生している。それと比較してHIPIMS膜は摩耗痕深さが浅い。よってHIPIMS膜はDCMS膜よりも耐摩耗性に優れることがわかった。

図3にAFMによる縦横5  $\mu\text{m}$ の範囲の表面観察結果を示す。HIPIMS膜はDCMS膜と比較して結晶粒の形態が細かいことが観察される。また粗さ測定の結果、HIPIMS膜はDCMS

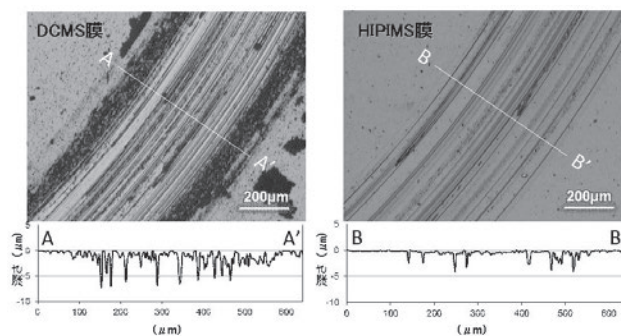


図2. 摩擦摩耗試験結果

膜と比較して、二乗平均平方根粗さは、約1割(約18 nm→約15 nm)、最大高さ粗さでは約2割(161 nm→約126 nm)小さくなっており、平滑性が向上していることがわかった。

また硬度についても測定したところHIPIMS膜はDCMS膜の約1.4倍(約1570 Hv→約2290 Hv)に向上していることがわかった。

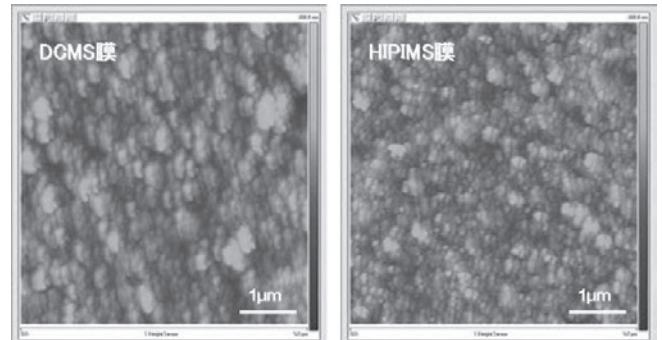


図3. AFMによる観察像

### 4. まとめ

従来のDCMS膜に対して、HIPIMS膜は密着性、耐久性も高いことがわかった。また二乗平均平方根粗さでは約1割、最大高さ粗さでは約2割平滑性が向上し、硬度は約1.4倍に向上することが可能となった。

これらの結果を踏まえて、将来HIPIMS膜の微細金型への応用や、機能性膜の開発などへつなげて検討していく予定である。

(平成27年7月14日受付, 平成27年8月12日再受付)

### 文 献

- (1) Sarakinos, K., Alami, J., Konstantinidis, S.: "High power pulsed magnetron sputtering: A review on scientific and engineering state of the art", Surface and Coatings Technology, Vol.204, pp.1661-1684 (2010)
- (2) 清水徹英:「HiPIMS技術とドライコーティングへの適用」, 月刊トライポロジーNo.308, pp.1-4 (2013)
- (3) 渡部友太郎:「高出力インパルスマグネトロンスパッタリング法」, プラスチックス, 第65巻, 第12号, pp.17-21 (2014)
- (4) Alami, J., Bolz, S., Sarakinos, K.: "High power pulsed magnetron sputtering: Fundamentals and applications", Journal of Alloys and Compounds, Vol.483, pp.530-534 (2009)
- (5) Lattemann, M., Helmersson, U., Greene, J.E.: "Fully dense, non-faceted 111-textured high power impulse magnetron sputtering TiN films grown in the absence of substrate heating and bias", Thin Solid Films, Vol.518, pp.5978-5980 (2010)

ノート

# スーパーマイクロポーラスシリカを鋳型として作製したCr酸化物の環境浄化技術への応用

染川 正一<sup>\*1)</sup> 渡辺 洋人<sup>\*1)</sup> 緒明 祐哉<sup>\*2)</sup> 今井 宏明<sup>\*2)</sup>

## Application of chromium oxides prepared in super-micro porous silica matrix for environmental control technologies

Shoichi Somekawa<sup>\*1)</sup>, Hiroto Watanabe<sup>\*1)</sup>, Yuya Oaki<sup>\*2)</sup>, Hiroaki Imai<sup>\*2)</sup>

キーワード: ナノ材料, VOC処理, Cr酸化物, 酸化剤/燃焼触媒

Keywords: Nano materials, VOC control, Cr oxides, Oxidizer/Combustion catalyst

### 1. はじめに

ナノ物質は機能性を有する新規材料開発に利用されており, 微細な細孔を有する鋳型を用いることで比較的容易に作製することができる。我々は未知の細孔径領域であった1 nm付近の細孔サイズを有するスーパーマイクロポーラスシリカの開発に成功した<sup>(1)</sup>。本研究では開発したポーラスシリカを鋳型にしてクロム (Cr) 種を導入し, 環境浄化技術へ応用した。

一般に, 六価のCr (Cr<sup>6+</sup>) 種は酸化剤として機能するため, 有機物の部分酸化反応等に応用可能であるが, 通常加熱条件下では不安定なため, 分解して安定な三価のクロム酸化物になりやすい。三価のクロム酸化物はVOC燃焼触媒として利用可能な特性を有している。

本研究において, 約1~2 nmのシリカ細孔内に導入したCr種は加熱条件下でも六価が安定に存在することがわかった。その特性を活かし, 室温から高温領域まで連続的なVOC処理が可能な技術に応用した。

### 2. 実験

**2.1 試料調製** Cr種は浸漬法を用いてポーラスシリカ鋳型内に導入した。真空密閉容器内に鋳型であるポーラスシリカを5時間放置して細孔内の吸着ガスを十分に追い出した後, 2 mol/lの硝酸クロム水溶液をシリンジでその密閉容器内に直接注入してポーラスシリカを溶液で浸し, 1時間放置した。前駆体溶液として2 mol/lの濃い硝酸クロム水溶液を用いた理由は, 1回の浸漬で効率よく多くの触媒成分を担持し, 活性を向上させるためである。1時間後取り出し, 細孔外に付着した残留Cr種を除去するためにトルエンさらにエタノールにて数回ろ紙上で吸引る過洗浄し, 最終的に

空気中にて600°Cで3時間焼成した。

**2.2 物性および活性評価** Cr種の価数はX線光電子分光分析法 (XPS), 平均細孔径見積りはN<sub>2</sub>吸脱着法, コーキング物質は赤外分光法を用いて解析した。触媒活性は流通条件下で昇温反応法を用いて評価した。

### 3. 結果と考察

1~2 nm領域の細孔を有するポーラスシリカの鋳型にCr種を導入すると, Cr<sup>6+</sup>種が優先的に生成することがXPSの測定によりわかった。一般に, Cr<sup>6+</sup>種は酸化剤として機能するが, 加熱条件下では不安定である。にもかかわらず, 本研究で作製したCr<sup>6+</sup>種は熱安定性を有していた。その特徴を活かし, 室温から中温域では酸化剤として, 高温域では触媒として機能させると同時に高温条件下で六価への再酸化が促進されることを利用して, 室温から200°Cまでの中温域, そして400°C程度の高温領域まで連続的にVOC分解が可能な環境浄化技術に応用した (図1)。得られたサンプルを室温でエタノール混合空気さらした際のサンプルの様子を図1に示す。時間の経過につれ, Cr<sup>6+</sup>種の存在による赤色は黒色に変化した。赤外分光分析による解析により, これはCr<sup>6+</sup>種の酸化作用でエタノールが分解されてコーキング

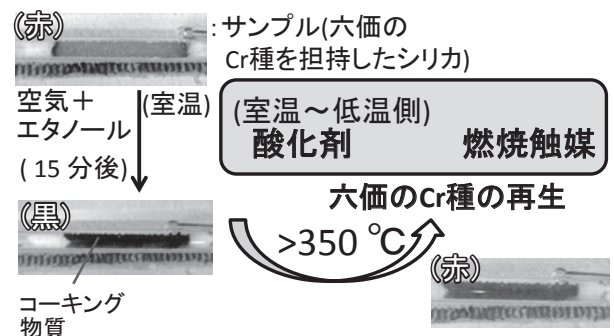


図1. シリカ内のCr<sup>6+</sup>種によるエタノール処理の流れおよびCr<sup>6+</sup>種再生の様子

事業名 平成26年度 共同研究

\*1) 材料技術グループ

\*2) 慶應義塾大学理工学部

物質として細孔内に堆積した物質であると推測された。これを350℃以上に再加熱すると再び赤色になった。

平均細孔径1.2 nmのポーラスシリカを鋳型として合成したCr<sup>6+</sup>種を用いた際のVOC分解昇温反応法による活性評価の結果を図2に示す。縦軸はサンプル通過後のエタノールまたは二酸化炭素(CO<sub>2</sub>)の濃度を示す。横軸は反応槽の温度を示す。VOCのモデル物質としてエタノールを用いた。エタノールが完全に燃焼するとCO<sub>2</sub>と水が生成する。30℃から430℃まで5℃/minの速度で昇温させ、出口のエタノールおよびCO<sub>2</sub>濃度をモニタリングした。比較のために、孔径1.2 nmのポーラスシリカ鋳型のみおよびバルクの三価のクロム酸化物(Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)粉末も同様の昇温反応条件で測定した。図2aに示すように、ポーラスシリカ内に固定したCr<sup>6+</sup>種を用いてエタノールの処理を試みた結果、室温から高温領域まで昇温過程でほとんどエタノールは検出されなかった。これは室温から中温領域では酸化剤として機能し、高温域では通常の燃焼触媒として機能したためである。

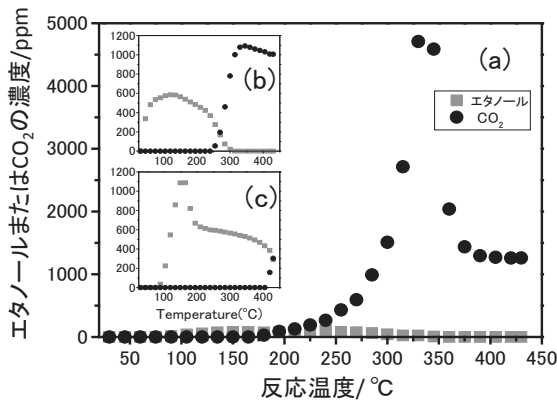


図2. 昇温反応法を用いた分解反応  
(昇温速度: 5℃/min, 触媒量: 0.25 g,  
流通キャリアガス: エア-100 ml/min,  
エタノール濃度: 約600 ppm)

図2bには比較のためのCr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末を用いた際の昇温反応の結果を示した。サンプルは粉末状であったため、反応管中のガス閉塞を防ぐために細孔のないシリカ砂と重量比で3:7の割合で混合して測定を行った。Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>は室温から低温付近では触媒として働かないために、出口よりエタノールが検出された。しかしながら、高温になるにつれて触媒としての特性が表れ、エタノールが燃焼することによりエタノール濃度が減少してCO<sub>2</sub>が発生した。さらに図2cには比較のために平均細孔径1.2 nmのポーラスシリカのみを用いた時の昇温反応の結果を示している。ポーラスシリカは多孔質材料であるために室温付近では吸着材として働き、エタノールは検出されていないが、100℃付近から細孔中に吸着したエタノールの脱着が見られた。また低温から高温領域までCO<sub>2</sub>は発生せず、触媒としては機能していないことを確認した。さらに、1-ブタノール約90 ppm, 酢酸エチル430 ppm, メチルエチルケトン390 ppm, ヘキサン約400

ppm, トルエン約300 ppmについても昇温反応法を用いた活性試験を行ったが、いずれもエタノールと同様の傾向が見られた。

図3に繰り返し反応させた前後の昇温反応法のデータを示す。CO<sub>2</sub>のみをプロットしたものであるが、5回加熱を繰り返した後も、1回目とほぼ同様のピークになり、劣化

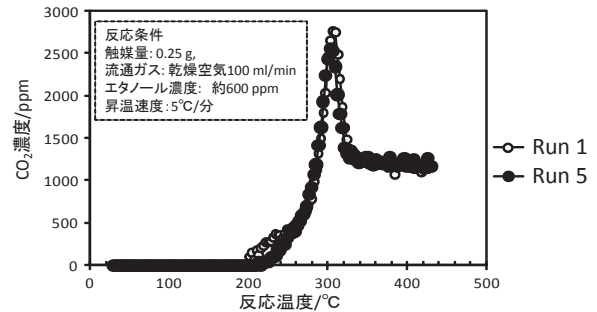


図3. 繰り返し反応後のエタノール分解反応の挙動

の兆候は見られなかった。

六価のクロムの有毒性に関しては、クロムの酸化物を合成するための前駆体のクロムの価数は三価であり、酸化剤として反応した後は三価等の低価数側にシフトし、350℃以上の細孔空間内においてのみ六価が安定に存在できるという特色がある。それらを踏まえ、安全に使用できるようなシステムを検討している。

本材料の応用としては、例えば、VOCガスが不定期に流れてくる小型の処理装置への応用や、吸着材では性能が発揮しにくい特殊な環境下での利用、再生可能な有機合成用酸化剤への適応が期待される。

#### 4. まとめ

1~2 nm前後の細孔構造を有するポーラスシリカを鋳型に用いると、Cr<sup>6+</sup>種が優先的に生成し、高温安定性を有することがわかった。Cr<sup>6+</sup>種の酸化力と再生機能を利用し、室温から高温領域まで連続的にVOC排ガス処理が可能な再生可能酸化剤兼燃焼触媒材料に応用した。

謝辞

本件は科研費基盤C (24550181) 研究の一環として実施されたものである。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月12日再受付)

#### 文 献

- (1) 渡辺洋人, 緒明佑哉, 今井宏明: 「スーパーマイクロポーラスシリカの細孔径制御とその細孔を利用した酸化タングステンサブナノ量子ドットの開発」, 東京都立産業技術研究所研究報告, No.9, pp.88-89 (2014)



## 水中グラフェン粒子の分散調製と特性評価

柳 捷凡<sup>\*1)</sup> 植松 卓彦<sup>\*2)</sup>

## Dispersion and characterization of graphene particles in water

Shohan Yanagi<sup>\*1)</sup>, Takahiko Uematsu<sup>\*2)</sup>

キーワード: グラフェン, 分散, 粒度分布

Keywords: Graphene, Dispersion, Particle sizes distribution

## 1. はじめに

近年, 粉末状グラフェン製品が数多く市販され, 導電性インク, 帯電防止塗料や複合材料等幅広い分野への応用が期待される。しかし, グラフェン粉末は分散し難く, 原料粉末とその分散液の品質に関しては確かな評価法がまだ確立されておらず, 特に粒度分布の評価に関する知見が乏しいのが現状である。これまで報告されたグラフェンの粒度分布の測定事例は個別の手法により行われたもので, 異なる測定方法による測定結果の比較検討は報告されていない<sup>(1)-(3)</sup>。グラフェン粉末の粒度分布を適切に評価するための知見を得るために, 本研究ではグラフェン粉末を水中に分散させ, 異なる測定方法による粒度分布の測定結果を比較検討したので, その結果を報告する。

## 2. 実験方法

水中グラフェンの分散調製は超音波ホモジナイザー (VCX-750, Sonics&materials社製) を用いて行った。粉末状グラフェン試料 (QUATTROグレード, NanoIntegris社提供) を出発試料として用いた。まずは純水に少量のグラフェン粉末を投入し攪拌および超音波照射を行い, 純水中に分散できないことを確認した。次にイオン性界面活性剤水溶液 100 ml にグラフェン試料 5 mg を投入し, 温度 50°C を超えないように途中で冷却時間を置きながら累積 1 時間の超音波照射によりグラフェンを分散させた。次に, 孔径 0.22  $\mu\text{m}$  の PTFE シリンジフィルターを用いて液中の大きい粒子を除去しグラフェン分散液を調製した。

電気泳動光散乱法 (ELS) (SZ-100, 堀場製作所社製) を用いて分散液のゼータ電位を測定した。分散液をシリコン基板上に滴下および乾燥した後, AFM (NanoScopeIV, 米国 Digital Instruments 社製) にて観察した。次に, 画像解析法 (Mac-View, マウンテック社製) により AFM 画像を解析し, 粒度分布を作成した。また, 動的光散乱法 (DLS) (SZ-100,

堀場製作所社製) およびレーザ回折散乱法 (LD) (LA-950V2, 堀場製作所社製) を用いて分散液の粒度分布の測定を行った。

## 3. 結果と考察

調製した分散液のゼータ電位の測定結果を図1に示す。粒度分布の測定中に粒子の凝集が起こることを避けるために, 安定した分散液を調製することが重要である。ゼータ電位は分散液の安定性を評価する指標であり, ゼータ電位が高ければ, 粒子同士の電気的な反発が強くなり凝集が起こりにくい。一般には, ゼータ電位の絶対値は 30 mV 以上であれば粒子の凝集が起こりにくい<sup>(2)(3)</sup>。図1から本研究で調製した分散液中でのグラフェン粒子のゼータ電位の絶対値は 115 mV であり, 高い分散安定性を有することがわかった。

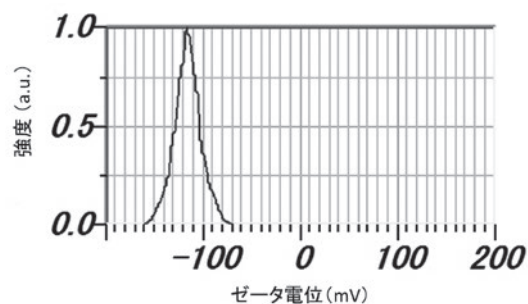


図1. グラフェン分散液のゼータ電位測定結果

AFM 観察により, グラフェン粒子は形状不規則の薄片状で, 厚みは 0.3~10 nm 範囲にあることがわかった (図2)。単層グラフェンの厚みは 0.35 nm であるため, 試料には単層グラフェンと多層グラフェンが含まれていることがわかった。AFM 画像を基に画像解析法により作成したグラフェンの粒度分布を図3に示す。また, LD 法と DLS 法により測定した粒度分布をそれぞれ図4と図5に示す。各測定法の粒子径の意味およびメジアン径の測定結果をまとめて表1に示す。LD 法で得られたメジアン径は画像解析法の結果に近く, DLS 法の結果との差異が大きいことがわかった。測定方法により得られた粒子径の意味が異なるため, 粒度分布の測

事業名 平成24年度 基盤研究

\*1) 材料技術グループ

\*2) 機械技術グループ



定結果は測定方法に依存するが、LD法とDLS法の測定結果に大きな差異を生じた原因はグラフェン粒子の高い形状異方性に起因すると思われる。

粒度分布測定データはナノ粒子であるかどうかを判断するための重要な指標である。AFM法は、二次元の大きさを直接に測れるとともに、厚みの情報も得られるためグラフェンを評価する重要な手法である。しかし、形状不規則なグラフェン粒子を大量に解析して粒度分布を作成するには時間がかかる。これに対して、LD法またはDLS法は測定時間が短いため、グラフェンの粒度分布の迅速な測定法として期待される。グラフェン粒子の特性解析や品質管理にLD法またはDLS法を活用するために、種々のグラフェンの凝集と分散特性を把握し、データを多く蓄積することが不可欠である。

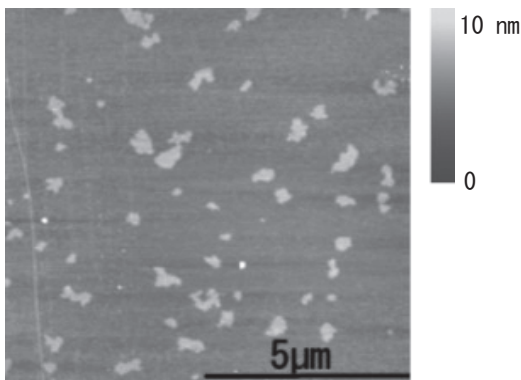


図2. グラフェン粒子のAFM像

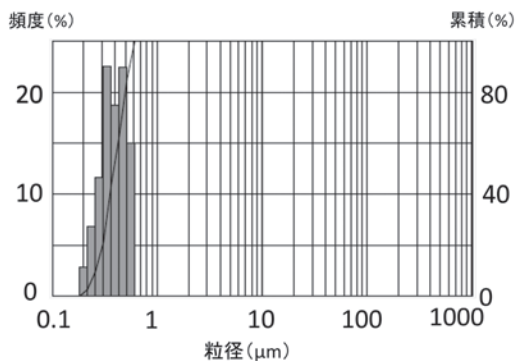


図3. AFM像の画像解析法により作成した粒度分布図

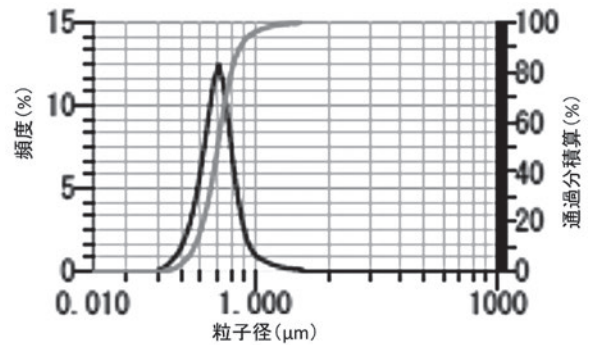


図4. LD法による粒度分布の測定結果

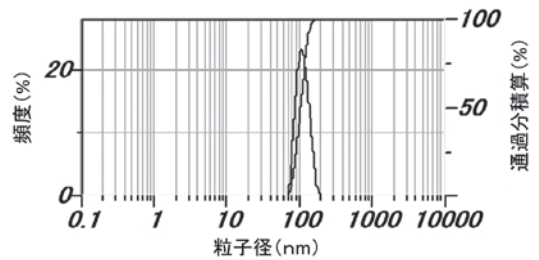


図5. DLS法による粒度分布の測定結果

表1. 粒子径の意味とメジアン径の測定結果

測定方法	粒子径の意味	メジアン径 (nm)
画像解析法	幾何学径	388
LD法	ミー散乱相当径	352
DLS法	拡散係数相当径	104

#### 4. まとめ

超音波照射により分散安定性の高いグラフェン水系分散液を作製した。画像解析法、LD法およびDLS法により同一試料の粒度分布を測定し、測定方法による結果の差異を確認した。LD法またはDLS法はグラフェンの物性評価と品質管理への利用が期待されるが、両者の測定結果に大きな差異が存在することに注意する必要がある。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月12日再受付)

#### 文 献

- (1) U.Khan, A.ONell, H.Porwal, P.May, K.Nawaz, J.N.Coleman: "Size Selection of Dispersed, Exfoliated Graphene Flakes by Controlled Centrifugation", Carbon, Vol.50, pp.470-475 (2012)
- (2) X.Wang, H.Bai, G.Shi: "Size Fractionation of Graphene Oxide Sheets by pH-Assisted Selective Sedimentation", J. Am. Chem. Soc., Vol.133, pp.6338-6342 (2011)
- (3) D.Li, M.B.Muller, S.Gilje, R.B.Kaner, G. G.Wallace: "Processable Aqueous Dispersions of Graphene Nanosheets". Nat. Nanotechnol., Vol.3, pp.101-105 (2008)

## ノート

## マイカ充填ポリオレフィン系複合材料の機械的性質

山中 寿行<sup>\*1)</sup> 西谷 要介<sup>\*2)</sup> 清水 翼<sup>\*3)</sup> 安田 健<sup>\*1)</sup> 氏家 明彦<sup>\*3)</sup>  
 高橋 英一<sup>\*3)</sup> 梶山 哲人<sup>\*4)</sup> 清水 研一<sup>\*1)</sup>

## Mechanical properties of mica filled polyolefin composites

Toshiyuki Yamanaka<sup>\*1)</sup>, Yosuke Nishitani<sup>\*2)</sup>, Tsubasa Shimizu<sup>\*3)</sup>, Takeshi Yasuda<sup>\*1)</sup>, Akihiko Ujiie<sup>\*3)</sup>  
 Eiichi Takahashi<sup>\*3)</sup>, Tetsuto Kajiyama<sup>\*4)</sup>, Kenichi Shimizu<sup>\*1)</sup>

キーワード: マイカ, ポリエチレン, ポリプロピレン, 曲げ特性

Keywords: Mica, Polyethylene, Polypropylene, Bending properties

## 1. はじめに

プラスチック製品はフィルム, シート, 容器など日常生活に欠かせないものであり, 大量に生産されている。一方, 2012年には国内で929万トンもの廃プラスチックが排出<sup>(1)</sup>されており, これを有効利用して再資源化することが, 循環型社会の形成に重要と考える。2000年に容器包装廃棄物を資源として有効利用することを目的とした, 通称「容器包装リサイクル法」が完全施行された。この法律の枠組みに沿って収集され, 再商品化事業者によって再生処理された材料は容リ材(図1)とよばれている。容リ材は再生プラスチック製品としての利用が期待されるが, ポリオレフィンと総称されるポリエチレンとポリプロピレンの非相溶系の混合物であり, 剛性が低く品質が不安定である。現状, 増量材として, 擬木やパレットなどに限定的に利用されているに過ぎない。本研究では, 薄肉の射出成形品としても利用できるよう, 板状フィラーの充填によって容リ材の欠点である剛性の低さ(たわみややすさ)の改善を目指した。本報では, ヴァージン材を用いた容リ材のモデル配合での検討結果を報告する。



図1. 容リ材

## 2. 実験方法

- 2.1 材料 ヴァージン材として, 高密度ポリエチレン(日本ポリエチレン(株)製ノバテックHY540, 以下, PE), ポリプロピレン(住友化学(株)製住友ノーブレンD101, 以下PP)を使用した。PE/PPの相容化剤として, スチレン系熱可塑性エラストマー(以下, TPE)を用いた。板状フィラーとして, 粒子径の異なるマイカ(Mica)を用いた(表1, 図2)。
- 2.2 試験片の作製 材料をドライブレンドし, 二軸押出機(TEX-30, (株)日本製鋼所製)で熔融混練した後, 射出成形機(NS20-2A, 日精樹脂(株)製)で試験片を作製した(表2)。
- 2.3 機械的性質の測定 曲げ試験はJIS K 7171, アイゾット衝撃試験はJIS K 7110に準じて行った。

表1. マイカの粒子径および化学組成

種類	粒子径*( $\mu\text{m}$ )	化学組成
白雲母	23	$\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3)\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
絹雲母	10	

\* レーザ回折/散乱式粒子径分布測定装置により測定したメジアン径

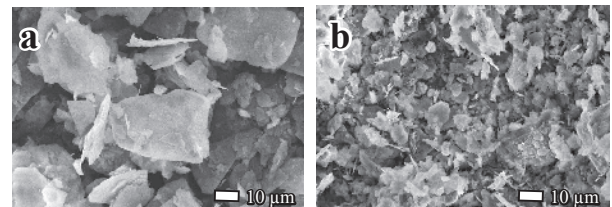


図2. マイカの走査型電子顕微鏡写真(a: 白雲母, b: 絹雲母)

表2. 配合表(wt.%)

PE	PP	TPE	Mica
50	50	0	0
49	49	2	0
44	44	2	10
39	39	2	20
34	34	2	30

事業名 平成22年度, 23年度 共同研究

\*1) 材料技術グループ

\*2) 工学院大学

\*3) 株式会社未来樹脂

\*4) 城南支所

### 3. 結果と考察

図3に、四成分系複合材料 (PE/PP/TPE/Mica) の曲げ強さ  $\sigma_b$  に及ぼすマイカ充填量  $W_f$  の影響を示す。 $W_f$  の増加に伴い、 $\sigma_b$  は徐々に増大した。 $W_f$  が 10wt.% ではマイカの種類によらず  $\sigma_b$  は同程度であったが、20wt.% 以上では増大の程度が異なり、粒子径が大きいマイカを充填したほうが  $\sigma_b$  は上昇した。マイカによる複合材料の補強効果に、粒子径が影響したと推測される。

図4に、四成分系複合材料の曲げ弾性率  $E_b$  に及ぼす  $W_f$  の影響を示す。 $W_f$  の増加に伴い、 $E_b$  は顕著に増大した。 $\sigma_b$  の傾向と同様で、粒子径が大きいマイカを用いたとき効果が高く、 $E_b$  は最大で2.5倍まで向上した。板状フィラーを分散相とする高分子複合材料では、フィラーの形状、アスペクト比 (= 粒子径 / 板厚) およびその分布、フィラーの配向、フィラーとマトリックスの界面接着が弾性率に影響を及ぼし、特にアスペクト比が大きな影響を与える<sup>(2)</sup>。マイカの積層面は射出成形時の流れ方向に平行に配向すると予測され、充填量が増加するにつれて配向するマイカの量が増え、 $E_b$  の増大に影響を与えたと考えられる。マイカの厚さを正確に測ることは容易ではないが、粒子径が大きいマイカは平均的にアスペクト比も大きいと予想され、粒子径の大小がアスペクト比の差として  $E_b$  の増大の程度に顕著な影響を及ぼし、結果として  $E_b$  をより増大させたと推察される。

図5に、四成分系複合材料のアイゾット衝撃強さ  $a_{iN}$  に及ぼす  $W_f$  の影響を示す。試験片はノッチ付き試験片である。PE/PP/TPE/Mica の  $a_{iN}$  は PE/PP/TPE ブレンドと比べて半分以下にまで低下した。TPE を添加しない PE/PP ブレンドと比べると、TPE 添加により PE/PP/TPE ブレンドの  $a_{iN}$  は約2倍上昇する。これは TPE によって非相溶である PE/PP 界面の接着性が向上されたと判断できる。しかし、マイカを充填すると、数十  $\mu\text{m}$  程度の大きな分散相となるマイカとマトリックスとの界面での破壊となり、PE/PP/TPE/Mica の  $a_{iN}$  は著しく低下したと考えられる。

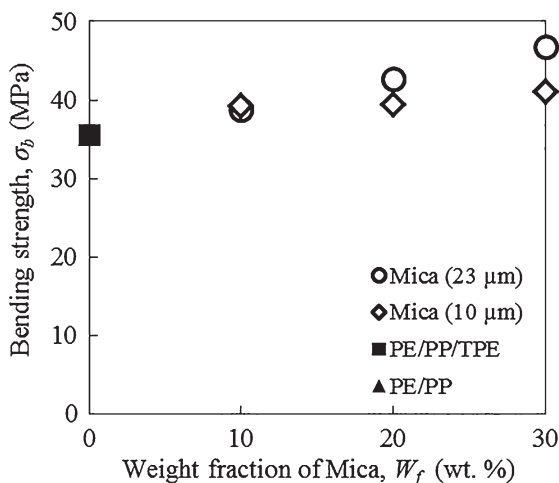


図3. 四成分系複合材料 (PE/PP/TPE/Mica) の曲げ強さに及ぼすマイカ充填量の影響

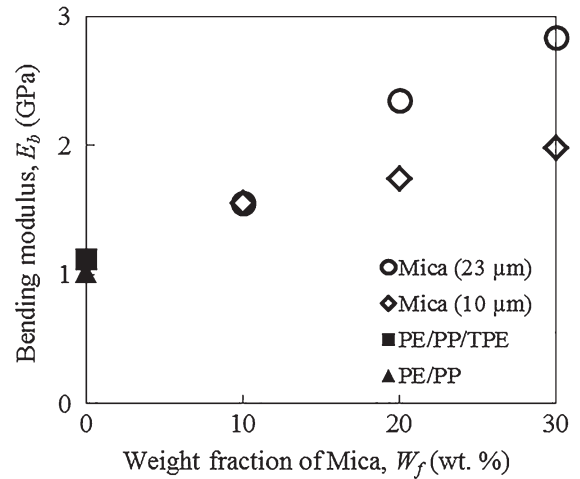


図4. 四成分系複合材料 (PE/PP/TPE/Mica) の曲げ弾性率に及ぼすマイカ充填量の影響

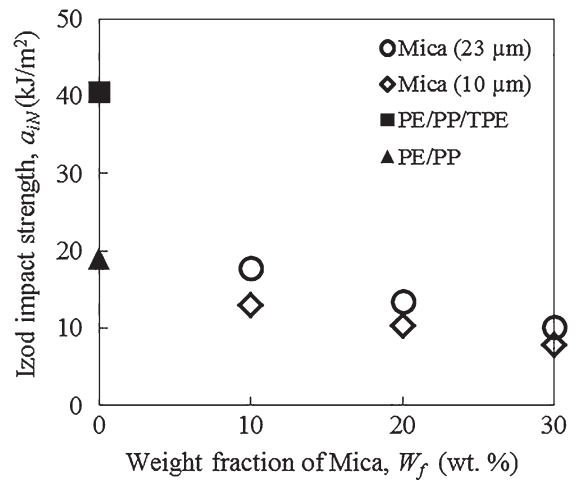


図5. 四成分系複合材料 (PE/PP/TPE/Mica) のアイゾット衝撃強さに及ぼすマイカ充填量の影響

### 4. まとめ

容器材の剛性を向上させる材料設計に資するモデル配合として、ヴァージン材のPE/PPにTPEとMicaを配合して機械的性質の向上を図った。マイカ充填により複合材料の曲げ特性は向上した。マイカの粒子径が大きいとき、曲げ特性はより改善された。我々は今回検討した材料設計を基に、容器材へ適用し、金属部品の輸送時に使用できるたわみにくいトレイを開発した<sup>(3)</sup>。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月12日再受付)

### 文 献

- (1) 一般社団法人プラスチック循環利用協会:「プラスチックリサイクルの基礎知識」(2014)
- (2) 奥野健次:「フレーク状強化材を用いたプラスチックの弾性率」, 高分子論文集, Vol.37, No.12, pp.789-796 (1980)
- (3) 平成25年度 東京都立産業技術研究センター製品化事例集, p.34 (2013)

## ノート

## 溶融混練したシリカ/ポリスチレンコンポジットの光透過性

安田 健<sup>\*1)</sup> 山中 寿行<sup>\*1)</sup>

## Optical transparency of silica / polystyrene composite made by melt mixing

Takeshi Yasuda<sup>\*1)</sup>, Toshiyuki Yamanaka<sup>\*1)</sup>

キーワード：光透過率, 複合体, シリカ, ポリスチレン

Keywords : Optical transparency, Composite, Silica, Polystyrene

## 1. はじめに

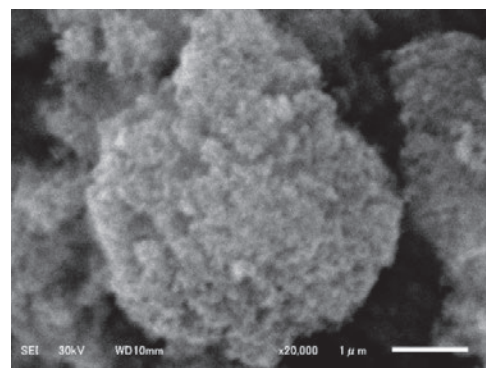
プラスチックの改質手法として, 少量のナノフィラー添加で力学特性, 熱的特性, ガス透過性, 電気特性, 光学特性などの改質を図れるポリマーナノコンポジットが注目されている。ナノコンポジットではナノフィラーを孤立分散させることが物性向上の大きなポイントであるが, フィラーの強い凝集力のため, 汎用の二軸押出機を用いるプロセスでこの分散を実現させることは困難である。ナノフィラーをポリマー中に孤立分散させる手法として, 表面を化学的に修飾したフィラーを溶媒中に分散させ, ポリマーを溶解した後, 溶媒を揮発させる方法がある。しかしながら, 溶媒への溶解性が低いポリマーではこの手法は採用できない。また, フィラーがナノサイズであるがゆえに化学的表面修飾が物性に与える影響は無視できず, 特に屈折率が重要な設計因子となる光学材料では複雑な材料設計を強いられる, といった問題がある。化学的手法によらず, 力学的にナノフィラーをポリマー中に孤立分散できればこうした問題を解決できる。

ポリマーへのフィラーの混練工程に工業的に利用される二軸混練機構を備えた押出機は, ディスクの回転によって熔融状態のポリマーにせん断を与える原理であり, 系に大きなせん断力を与えるほど良好なフィラーの分散が得られるとされる<sup>(1)</sup>。せん断力はディスクの回転速度に依存するせん断速度と温度に依存する熔融プラスチックの粘度によって制御できるが, あくまでポリマーが熔融した状態での使用を前提としており, 高い粘度を有するガラス転位温度 ( $T_g$ ) 近傍での使用は不可能である。

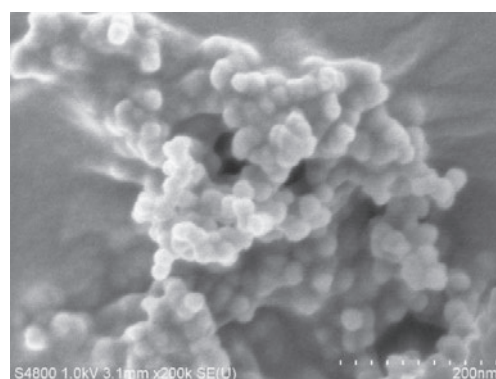
本研究では,  $T_g$  近傍の高い粘度に起因する大きなせん断力を利用して, 力学的手法のみでナノフィラーをポリマー中に孤立分散させることを目的とし, ドライブレンドしたポリマーペレットとシリカ粒子を混練機外であらかじめ熱プレスしてせん断力を付加する方法の有効性を検討した。

## 2. 実験

2.1 材料 ポリマーとして, ポリスチレン (HF77, PS ジャパン社製以下, PSと略す) を使用した。フィラーとしてシリカ (NIPGEL AZ-204, 東ソーシリカ社製, 平均粒径 1.7  $\mu\text{m}$ ) を用いた。このシリカは, 珪酸ソーダと硫酸を酸性領域で反応させて得られる超微粉末含水非晶質二酸化珪素で一次粒子の大きさ, 結合性およびその構造性を厳しくコントロールされているものである<sup>(2)</sup>。図1に使用したシリカの走査電子顕微鏡写真を示す。



(a) シリカの二次凝集状態



(b) シリカの一次粒子

図1. シリカの走査電子顕微鏡写真



2. 2 試料の作製方法 バッチ式かみ合い型二軸混練機 (ラボプラストミル, 東洋精機製作所製) を 180°C, 300 rpm の条件で用い, PS とシリカを 3 分間混練した。このバッチ式二軸混練機は, シリンダとスクリュの間のクリアランスが 0.3 mm で, 比較的大きなせん断応力をかけることができる。このバッチ式二軸混練機を用いて, 次に述べる二つの混練方法により体積比で PS : シリカ = 99 : 1 のコンポジットを作製した。

混練方法 1

- 1) 180°C に設定した二軸混練機内に, PS を少しずつ投入
- 2) 同様に Si を少しずつ投入
- 3) PS, シリカをすべて投入
- 4) 指定回転数で指定時間混練

混練方法 2

- 1) PS, シリカを 60°C, 30 MPa でホットプレス
  - 2) 粉碎した複合体をバッチ式二軸混練機に投入
  - 3) 指定回転数で指定時間混練
- 混練後のコンポジットを 180°C でホットプレスし, 直径 25 mm, 厚さ 1 mm の円板状のサンプルを作製した。

2. 3 正透過率測定 分光光度計 (Solid Spec-3700 DUV, 島津製作所製) を用いて, 正透過率の測定を行った。

3. 結果と考察

図 1 (b) より, 本研究で用いたシリカの一次粒径 (直径) は 20 から 30 nm であることがわかる。光の波長より十分小さな粒子からなる粒子分散系の透過率は Rayleigh の近似による次の式 (1) から (4) で表される。

$$\frac{I(t)}{I_0} = -e^{\rho a t} \dots\dots\dots (1)$$

$$\sigma = \frac{8\pi}{3} \left(\frac{2\pi n_{mat}}{\lambda}\right)^4 a^6 \left(\frac{m^2-1}{m^2+2}\right) \dots\dots\dots (2)$$

$$m = \frac{n_{fil}}{n_{mat}} \dots\dots\dots (3)$$

$$\rho = \frac{3\phi}{4\pi a^3} \dots\dots\dots (4)$$

ここで  $I(t)$  は複合体の透過光強度,  $t$  はサンプルの厚み,  $I_0$  は入射光強度,  $\rho$  は粒子の数密度,  $\sigma$  は散乱断面積,  $n_{mat}$  はマトリックスの屈折率,  $n_{fil}$  はフィラーの屈折率,  $\lambda$  は入射光の波長,  $a$  は粒子の半径,  $\phi$  はフィラーの体積分率を示す。これらの式は, 粒径約 30 nm の粒子分散系においても実験値とよく一致する結果が示されている<sup>(3)</sup>。図 2 は式 (1) から (4) を用いた厚さ 1 mm, シリカの体積分率 1vol% の PS/シリカコンポジットの正透過率の予測であり, 分散状態の評価の基準とした。粒径 20 から 30 nm のシリカ一次粒子の孤立分散が実現した場合には, 波長 400 nm の光では 90 % 以上, 800 nm の光では 99% 以上の透過率が得られることを示している。なお,  $n_{mat}=1.59$ ,  $n_{fil}=1.46$  とし, この波長域での屈折率の波長依存性は小さいものとして無視した。

図 3 に PS, 混練と同等の負荷をかけた PS, 混練方法 1 に

よるサンプルおよび混練方法 2 によるサンプルの波長 400 nm と 800 nm の光の透過率の測定結果を示す。混練方法 1 より混練方法 2 で混練したサンプルの方が高い透過率を示した。既述のように, Rayleigh の近似は光の波長より十分小さな粒子からなる粒子分散系にのみ適用可能なため定量的な判断はできないが,  $T_g$  近傍の熱プレスにより, シリカに大きなせん断力を負荷することができたため分散が向上したと考えられる。しかし, シリカを複合したことにより, 光の透過率は大きく低下したことから, 孤立分散が実現できていないことがわかった。

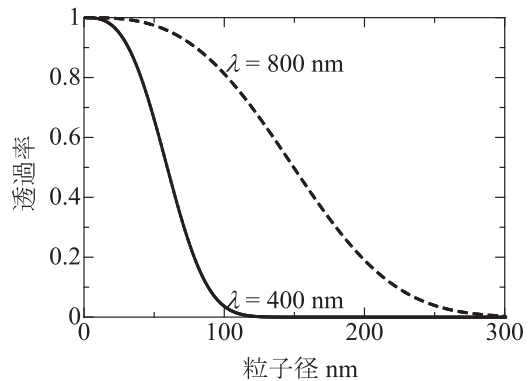


図 2. 透過率と粒子径の関係 (理論値)

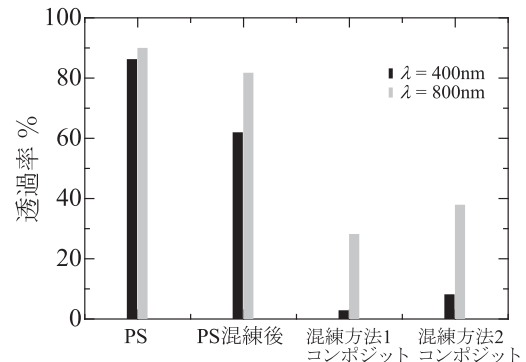


図 3. 作製したコンポジットの透過率

4. まとめ

ポリマーとナノフィラーの混練において, 熔融混練前にポリマーとフィラーを熱プレスすることにより, フィラーの凝集を破壊し, 分散を向上できる可能性を示した。しかし, ナノフィラーの孤立分散は実現できなかった。

(平成 27 年 7 月 13 日受付, 平成 27 年 8 月 12 日再受付)

文 献

- (1)「二軸押出機による樹脂混練—トラブル発生要因とその対策—」, pp.33-34 (2011)
- (2)赤崎忠行, 福永登志一:「ゲル法シリカの特徴と応用」, TOSOH Research & Technology Review, Vol.45, No.8, pp.1-4 (2001)
- (3)A. J. Cox, A. J. DeWeerd and J. Linden: “An experiment to measure Mie and Rayleigh total scattering cross sections”, American J. Physics, Vol.70, No.6, pp.620-625 (2002)

## ノート

## 湿式分級法によるガラスカレット汚泥の減量

田中 真美<sup>\*1)</sup> 中澤 亮二<sup>\*1)</sup> 佐々木 直里<sup>\*2)</sup> 小林 宏輝<sup>\*1)</sup>Reduction of sludge generated from the manufacturing process of glass cullet  
by wet classificationMami Tanaka<sup>\*1)</sup>, Ryoji Nakazawa<sup>\*1)</sup>, Naori Sasaki<sup>\*2)</sup>, Hiroki Kobayashi<sup>\*1)</sup>

キーワード：ガラスビン，ガラスリサイクル，カレット，汚泥，湿式分級

Keywords : Glass bottle, Glass recycling, Cullet, Sludge, Wet classification

## 1. はじめに

廃ガラスビンはカレットと呼ばれるガラス粒に加工された上でガラス製品の原料としてリサイクルされている<sup>(1)</sup>。カレットはビンを粉砕することで製造されているが、ビンに貼られていたラベルを由来とする繊維質とガラス粒で構成された汚泥が発生する。この汚泥は産業廃棄物として排出するため、その処理コストがカレット製造者にとって問題となっている。そこで著者らは、ガラスカレット汚泥の減量技術を開発することを目指した。本研究では、まず汚泥の性状調査を行った。さらに汚泥に含まれるガラスを湿式分級法によって回収しリサイクルすることで、排出汚泥を減量できないか検討した。

## 2. 実験方法

2.1 汚泥の性状調査 都内のカレット製造者1社にご協力いただき、汚泥の性状調査を行った。カレット製造および汚泥発生工程を図1に示す。すべての汚泥は1つにまとめて廃棄されているが、発生工程によって外観が顕著に異なっていたために、本研究では発生工程ごとに汚泥を分別して調査した。調査は計5回行った。なお汚泥②については沈殿槽中で分層が発生し、上層と下層(図2)で外観に明らかな差が見られたため、2回の採取ではそれらを分別した。採取した汚泥の含水率および強熱減量を測定した。含水率は、汚泥を110℃で24時間以上乾燥させ前後の重量変化から算出した。強熱減量は、乾燥汚泥を650℃で1時間、電気炉を用いて焼成し、前後の重量変化から算出した。

2.2 湿式分級法によるガラス回収実験 湿式分級は次の方法で実施した。水に乾燥汚泥を入れてかくはんするとガラス粒を主とする沈殿物と、比較的軽い繊維質を主とする上澄みとに分離できる。その上澄みを除去し、沈殿物に対して同様の操作を繰り返すことで得られた最終沈殿物を

ガラス画分とした(図3)。ガラス画分の乾燥重量を測定し、回収率(ガラス画分量/分級前の汚泥量×100)を算出した。さらにガラス画分の品質を評価するため、粒径分布をふるいで測定し、強熱減量を2.1と同様の方法で測定した。

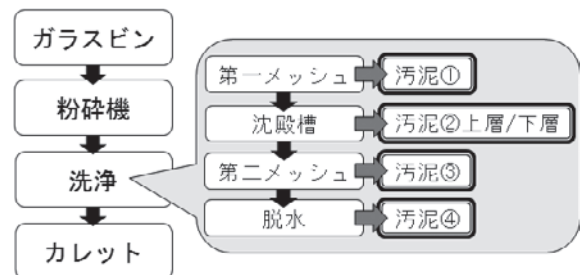


図1. カレット製造における汚泥発生工程  
ラベル紙などカレット以外の不純物と、微細なガラス粒が洗浄水で洗い流され、集積して汚泥となる。

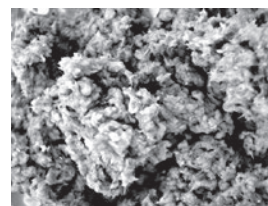


図2. 汚泥②下層の外観  
繊維質とガラス粒が混在

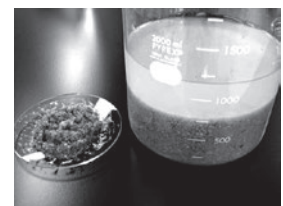


図3. 湿式分級後の汚泥  
ガラス画分(左)と上澄み(右)

## 3. 結果と考察

3.1 汚泥の性状 汚泥の含水率を表1に示す。どの汚泥も含水率が約46~91%と高く、汚泥の減量には脱水が効果的であることが示唆された。汚泥の含水は、ビンに付着している不純物の除去、粉砕時の粉塵発生防止およびカレット洗浄の観点から、カレット製造が湿式で行われていることに起因し、さらに汚泥中の繊維質が吸水しやすいためと考えられた。次に、乾燥汚泥の強熱減量を表2に示す。強熱減量を、ラベルを由来とする有機物量として考えると、汚泥③の大部分はラベルからなることが示唆された。一方、

事業名 平成25年度 基盤研究

\*1) 環境技術グループ

\*2) 生活技術開発セクター

表1. 汚泥の含水率 [%] ( $n \geq 3$ , 平均値±標準誤差)

調査回数	汚泥①	汚泥②	汚泥②上層	汚泥②下層	汚泥③	汚泥④
1回目	80.4 ± 1.9	52.0 ± 0.1	—	—	91.5 ± 0.2	49.9 ± 0.1
2回目	81.9 ± 0.6	50.0 ± 1.2	—	—	91.0 ± 0.0	48.6 ± 0.4
3回目	84.5 ± 1.3	56.6 ± 0.4	—	—	91.4 ± 0.8	52.2 ± 0.2
4回目	74.8 ± 0.8	—	80.5 ± 1.0	62.5 ± 2.6	90.8 ± 0.3	48.2 ± 0.3
5回目	79.4 ± 0.3	—	87.0 ± 0.3	55.4 ± 1.1	90.8 ± 0.1	46.4 ± 0.0

表2. 乾燥汚泥の強熱減量(有機物量) [%] ( $n \geq 3$ , 平均値±標準誤差)

調査回数	汚泥①	汚泥②	汚泥②上層	汚泥②下層	汚泥③	汚泥④
1回目	39.3 ± 3.7	12.6 ± 0.6	—	—	84.6 ± 0.8	22.9 ± 0.3
2回目	40.0 ± 0.7	9.9 ± 1.0	—	—	80.0 ± 0.3	21.8 ± 0.3
3回目	54.2 ± 0.0	14.4 ± 2.5	—	—	87.3 ± 0.3	20.3 ± 0.0
4回目	30.3 ± 0.4	—	15.0 ± 0.3	6.0 ± 0.1	77.4 ± 0.9	18.8 ± 0.1
5回目	35.6 ± 1.7	—	20.3 ± 0.4	4.7 ± 0.1	79.5 ± 0.3	20.6 ± 0.0

表3. 湿式分級法によるガラスの回収率 [%], 強熱減量 [%] および粒径 ( $n \geq 2$ , 平均値±標準誤差)

調査回数	汚泥①	汚泥②	汚泥②上層	汚泥②下層	汚泥③	汚泥④
1回目	32.6 ± 2.8 0.5 ± 0.1 (2-4.75 mm)	10.1 ± 0.9 0.1 ± 0.0 (1-2mm)	—	—	回収なし	回収なし
2回目	30.0 ± 2.8 0.7 ± 0.3 (2-4.75 mm)	11.2 ± 1.9 0.8 ± 0.4 (212 μm 未満)	—	—	0.8 ± 0.2 nd (nd)	回収なし
3回目	1.2 ± 0.5 nd (nd)	3.3 ± 0.7 0.2 ± 0.0 (500 μm 未満)	—	—	0.4 ± 0.1 nd (nd)	回収なし
4回目	23.4 ± 1.3 0.2 ± 0.0 (1-2 mm)	—	2.8 ± 0.6 nd (nd)	21.2 ± 3.6 0.3 ± 0.0 (212 μm 未満)	0.3 ± 0.3 nd (nd)	回収なし
5回目	16.9 ± 1.3 0.4 ± 0.0 (1-2 mm)	—	1.7 ± 0.3 nd (nd)	40.4 ± 1.0 0.2 ± 0.0 (***)	0.2 ± 0.2 nd (nd)	回収なし

太字は強熱減量, ( )内は粒径(最頻値)を示す。ndはサンプル量の不足ため測定不可であった。—は測定せず。

\*\*\*: 212-500 μm と 500 μm under がほぼ同じ割合でそれぞれ約39%ずつであった。

強熱で減量しない部分は無機物でありそれはガラス粒に由来するものと考え、汚泥①, ②および④からは汚泥③と比べて多くのガラスが回収できると考えられた。

**3.2 ガラス回収とその課題** 湿式分級法によって汚泥から回収したガラスの回収率, 強熱減量および粒径(最頻値)を表3に示す。3.1にてガラスの回収が期待された汚泥④についてはガラス質の沈殿物が得られなかった。汚泥④は脱水時(図1参照)に添加する凝集剤によって分離が困難になっているものと考えられた。また, 汚泥②上層および③のガラス回収率は低かった。一方, 汚泥①からは約1.2~32.6%のガラスが回収でき, その粒径はmmオーダーであった。汚泥②下層からは約21~40%のガラスが回収でき, その粒径はμmオーダーであった。粒径と有機物量から, 回収したガラスを土壌改良剤などへリサイクルし, その量だけ排出汚泥を減量できると考えられた。

以上のように汚泥①および②下層からガラスを回収することができたが, 回収しきれないガラスがあることも明らかになった。例えば汚泥②下層を分級後, その上澄みを観察するとガラス粒の残存が見られた。ラベルを由来とする繊維状の有機物とガラス粒が複雑に絡まって分離不良

を起こしていると考えられた。また, ガラス回収率の低い汚泥②上層および③はガラス回収による減量がほとんどできないため, これらの汚泥については, 有機物をターゲットとした別の処理方法が必要と考えられた。

#### 4. まとめ

ガラスカレット汚泥の減量を目的として, 汚泥の性状調査と汚泥からのガラス回収を試みた。その結果, 湿式分級法によって汚泥からガラスを一部回収することができた。回収ガラスをリサイクルすることで, 排出汚泥を減量できると考えられた。一方で, 今回実施した湿式分級法ではガラス回収率が低いこと, さらに汚泥中の有機物を減量することはできないといった課題が見いだされた。このような有機物に関する課題に対応した処理方法を考案し, この後もカレット汚泥処理技術の開発を進めていく。

(平成27年7月15日受付, 平成27年8月12日再受付)

#### 文 献

- (1) 藤本直行: 「ガラス容器再資源化の動向」, 包装技術, Vol.51, No.9, pp.741-746 (2013)

ノート

ほうろうの強制爪とび試験方法の改良

吉野 徹\*<sup>1)</sup> 大久保 一宏\*<sup>2)</sup> 佐々木 正史\*<sup>2)</sup> 渡辺 茂幸\*<sup>3)</sup> 清水 綾\*<sup>4)</sup>  
 佐藤 健二\*<sup>5)</sup>

Improvement of forced fish scale test method for vitreous enamel

Toru Yoshino\*<sup>1)</sup>, Kazuhiro Ookubo\*<sup>2)</sup>, Masashi Sasaki\*<sup>2)</sup>, Shigeyuki Watanabe\*<sup>3)</sup>, Aya Shimizu\*<sup>4)</sup>  
 Kenji Sato\*<sup>5)</sup>

キーワード: ほうろう, 爪とび

Keywords: Vitreous enamel, Fish scale

1. はじめに

ほうろうの不具合に爪(つま)とびと呼ばれる現象が知られている(図1)。これは、釉薬焼き付け時に発生して鋼板に溶解した水素が冷却後に放出され、鋼板と釉薬との界面に集積して生じた圧力で釉薬層がはじけ飛ぶことで生じるものと考えられている。現在のほうろう製品には、脱炭や添加物により耐爪とび性能を向上させたほうろう用鋼板が使用されている。

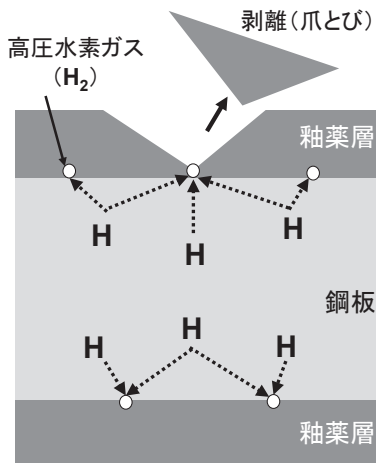


図1. 爪とび発生メカニズムの模式図

しかし、ほうろう用鋼板の供給量は少なく、将来的には供給の不安定化や価格高騰が懸念されている。そのため、ほうろう業界では、より一般的な鋼板への代替を可能とする耐爪とび性能の高い釉薬の開発が求められている。一方、

爪とびは生じるまでにほうろう製造後数日から数か月程度の時間を要し、釉薬を開発する上で耐爪とび性の評価方法が課題といえる。

欧州のほうろう用鋼板の規格に、鋼板の水素透過能の評価方法がある<sup>(1)</sup>。鋼板を電極に用いて、水の電気分解により鋼板表面に高濃度の水素を発生させ、鋼板の反対側まで水素が透過するまでの時間を計測することで鋼板の水素透過能を評価する方法である。これを応用したもので、片面を釉薬で覆った試験片を用い、金属側で水素を発生させることで反対側の釉薬層で爪とびを強制的に生じさせ、爪とびが生じるまでの時間を基に耐爪とび性能の指標(TFS: Time for first Fish Scale, 式(1))を求める耐爪とび性能の評価方法が提案されている<sup>(2)</sup>。

$$TFS = \frac{15t}{d^2} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 $t$ は1個目の爪とびが発生するまでの時間、 $d$ は試験片の鋼板部分の厚みである。

爪とびが発生するまでの時間は釉薬層がはじけ飛ぶ瞬間までとするのがその現象からも妥当だといえる。現状、爪とびの発生は、はじけ飛ぶ破片や釉薬表面の見た目の変化から判断している。しかし、はじけ飛ぶのは一瞬の現象であるため、肉眼で破片を観察することは困難である。ビデオカメラなどで動画を撮影して、スロー再生したとしても、はじけ飛ぶ方向によっては視認が困難な場合がある。また、表面の見た目の変化は、釉薬層の一部にき裂が生じた場合などに釉薬層がはじけ飛ぶ前段階から見た目の変化が確認されることがある。このように、爪とびが発生するまでの時間を客観的に判断することは難しい。

本研究では強制爪とび試験における課題である爪とび発生を検出方法の改善および装置全体の簡便化を図ることで、同試験方法の普及、ひいては耐爪とび性能を有する釉薬開発の活発化へつなげることを目的とした。

事業名 平成26年度 基盤研究  
 \*<sup>1)</sup> 環境技術グループ  
 \*<sup>2)</sup> 実証試験セクター  
 \*<sup>3)</sup> 光音技術グループ  
 \*<sup>4)</sup> 経営企画室  
 \*<sup>5)</sup> 機械技術グループ



## 2. 実験

**2.1 装置** 強制爪とび試験用のセルとして、市販の電極評価用セルに試験片の釉薬面を観察するための窓を付け加えたものを用いた(図2)。セルの容積は約20 mlで、セル全体の大きさとしては手のひらにのる程度である。観察用窓に45度のテーパ加工を施し、観察の妨げになる試験片表面での影の発生を回避した(図2の矢印部)。また、アクリル等の透明のパイプでビデオカメラと接続することで装置全体をコンパクト化すると同時に、カメラ長の再現性向上と採光性の向上を図り、屋内照明のみの明るさで試験片表面の観察を可能とした。

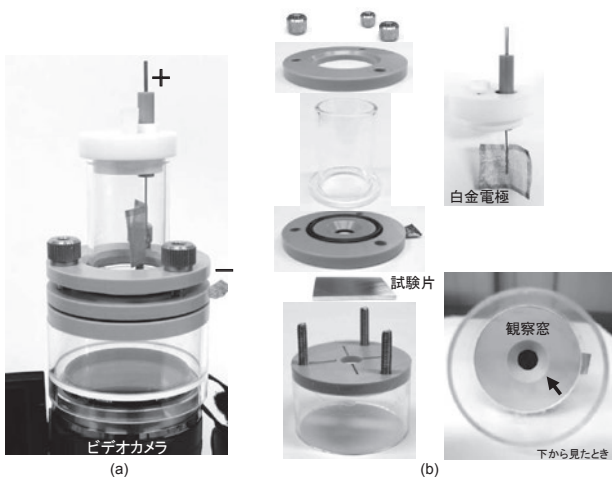


図2. 強制爪とび試験の装置外観  
(a) 全体図 (b) 電解セルの分解図

**2.2 試験片および電解液** 250 mm角の鋼板にほうろう掛け(1回掛け)したものを用意した。このほうろうサンプルから大きさ20×30 mm程度の大きさに切り出し、片面を研磨紙で研磨することで釉薬層を除去した。最終的にはP1200で表面を研磨し、その後、純水およびエタノールでよく洗浄したものを試験片とした。TFS値を算出する場合は、試験片の断面を顕微鏡で観察することで厚みを計測した。

電解液はEN10209やDuchampと Lipsが用いた方法と同様、硫酸(6vol%)、 $\text{HgCl}_2$ (0.25 g/l)、 $\text{As}_2\text{O}_3$ (0.5 g/l)の組成のものを用意した<sup>(1)(2)</sup>。測定時は室温下に放置したストック溶液から20 mlを分注し用いた。

**2.3 爪とびの検出方法** 爪とびの検出にはビデオカメラを用いた。また、爪とび発生時の音に着目し、マイクによる検出を試みた。

## 3. 結果および考察

図3に爪とび発生前後の試験片表面の写真と爪とび発生時間を示す。写真中の黒丸で示した部分が爪とび発生部である。図3の爪とび発生の前後の写真を見比べるとわかるように、爪とび発生による見た目の変化は小さく、その変化を確認するためには録画した動画を何度か見返す必要が

あった。また、前述のように、釉薬層のき裂と爪とび発生との判別に窮するケースが見受けられた。

ビデオカメラでは動画だけでなく音も収録されているが、収録された音を注意深く聞いてみると、爪とび発生時に耳で十分に聞き取れるほどの破裂音が生じていることがわかった。見た目に加え、音を判断の助けとすることで、爪とびが発生するまでの時間を容易に決定できた。

図3の画像と同時に取得した音圧レベルの経時変化を図4に示す。データは、ブリュエルケアー社製のType 4955を用いて、ビデオカメラに付属のマイクとは別に収録したものである。図4からパルス状の信号が複数記録されていることがわかる。ビデオカメラでの動画データと突き合わせた結果、パルス状の信号の発生時間は図3で示した爪とび発生経過時間と一致していた(図中の数字がそれぞれ対応)ことから、爪とび発生時の破裂音に起因することがわかった。これらの結果は、マイクで記録した音圧レベルにある一定の閾値を設けることで、マイクだけでも爪とびの検出ができることを示しており、適切に電子回路を組むことで、測定を自動化できる可能性を示している。

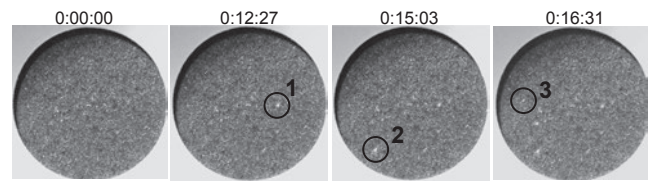


図3. 爪とび発生前後の試験片表面  
図上の数値は爪とび試験開始からの経過時間

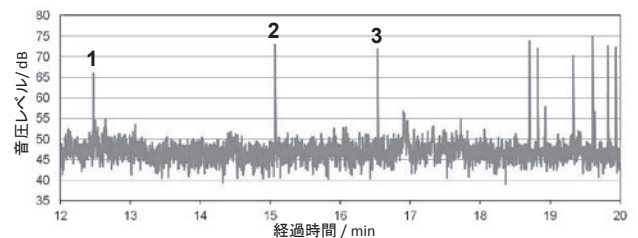


図4. 録音結果

## 4. まとめ

ほうろうの強制爪とび試験において、評価装置を簡便化するとともに、見た目だけでは検出が困難な爪とびも、音を用いることで容易に検出できることを明らかにした。これにより、容易にほうろうの耐爪とび性能を評価することが可能となり、今後の業界全体での活発な釉薬開発へとつながるものと期待される。

(平成27年7月15日受付, 平成27年8月12日再受付)

## 文 献

- (1) EN 10209:2013
- (2) V. Duchamp, K. Lips: "XXI International Enamellers Congress", pp.207-221 (2008)

## ノート

# ブラウン管パネルガラス粉末および貝殻粉末を原料とした 造粒焼結体の密度向上による通水強度の改良

中澤 亮二<sup>\*1)</sup> 佐々木 直里<sup>\*2)</sup> 田中 真美<sup>\*1)</sup> 坂本 浩介<sup>\*3)</sup> 松浦 里江<sup>\*3)</sup>  
金牧 彩<sup>\*3)</sup> 南 晴文<sup>\*3)</sup> 阪口 員一<sup>\*4)</sup> 高橋 知己<sup>\*4)</sup> 山崎 文男<sup>\*4)</sup>

## Improvement of water-flow strength of granulated and sintered body made from CRT panel glass and shell powders with increased density

Ryoji Nakazawa<sup>\*1)</sup>, Naori Sasaki<sup>\*2)</sup>, Mami Tanaka<sup>\*1)</sup>, Kosuke Sakamoto<sup>\*3)</sup>, Rie Matsu-ura<sup>\*3)</sup>, Aya Kanemaki<sup>\*3)</sup>  
Harufumi Minami<sup>\*3)</sup>, Kazu-ichi Sakaguchi<sup>\*4)</sup>, Tomomi Takahashi<sup>\*4)</sup>, Fumio Yamazaki<sup>\*4)</sup>

キーワード：焼結体, 造粒, 畜産排水, 通水強度, ブラウン管ガラス

Keywords: Sintered body, Molding of particles, Livestock waste-water, Strength against water-flow, CRT panel glass

### 1. はじめに

わが国では特定家庭用機器再商品化法(家電リサイクル法)によってブラウン管テレビの再商品化が義務づけられている。ブラウン管テレビは構成素材の約60wt%をガラスが占めているため, その再資源化が鍵となる。そこで本研究ではリン酸吸着材への再資源化を試みた。前報<sup>(1)</sup>では, 原料としてブラウン管ガラス粉末と貝殻粉末を混合し, 造粒方法としてロール方式を用いることで, 高いリン酸吸着能を有する焼結体を作製した。処理対象を畜産排水処理水とした試験でリン酸吸着能が確認された。さらに, リン酸吸着処理後の焼結体から回収されたリン酸カルシウムには, 市販リン酸肥料と同等の肥料効果があることが確認された<sup>(1)</sup>。しかしながら, 畜産排水処理試験の際, 少なからず重量減少が認められ<sup>(1)</sup>, 通水強度について改善の余地が示された。そこで本稿では, 造粒方法に押出成型方式<sup>(2)</sup>を採用することでブラウン管パネルガラス粉末と貝殻粉末からなる焼結体の通水強度向上を試みたので報告する。

### 2. 材料と方法

**2.1 焼結体の作製** ブラウン管パネルガラス粉末および貝殻粉末の化学組成と粒度分布は前報<sup>(1)</sup>と同様のものを用いた。ブラウン管パネルガラス粉末70wt%と貝殻粉末30wt%を混合後, 造粒した。造粒はロール方式<sup>(1)</sup>および押出成型方式<sup>(2)</sup>で行い, 粒径は5 mmとした。さらに造粒顆粒を焼成し, 焼結体を作製した。焼成条件は, 最高焼成温

度650℃, 焼成時間20分間で, 昇温速度10℃/分, 降温速度10℃/分とした。

**2.2 畜産排水処理試験** 試験は, 東京都農林総合研究センター青梅庁舎内畜産排水処理施設の一画で, 2012年3月8日~2012年8月9日の期間に実施した。この施設ではまず, 厩舎から畜産汚水を導き, 曝気槽で活性汚泥処理後, 沈澱槽で汚泥を除去する。さらに凝集剤で処理し下水へ放流している。本試験では1 mmメッシュの遮光ネットに焼結体を充填し, それらを網かごに入れて沈澱槽に沈めることでリン酸吸着処理を行った。一定期間ごとに網かごを引き上げ, 焼結体の一部を採取し, 分析に供試した。試験開始後, 1~2週間おきに焼結体を採取し, 100℃にて48時間乾燥後, 100粒重量(乾物重)を測定した。乾燥物を粉碎後, リン酸態リン含有率(以下, リン含有率とする)を中澤らの方法<sup>(1)</sup>にて測定した。粉碎物1 gを100 mlの0.2 mol/l硫酸水溶液にて2時間以上抽出し, その抽出液のリン濃度をモリブデン青法にて測定した。なお, 沈澱槽内のリン濃度は3~30 mg PO<sub>4</sub>-P/l, pHは6~8であった。

### 3. 結果と考察

ロール方式および押出成型方式によって造粒した焼結体を図1に示す。100粒重の測定結果は, ロール方式で造粒した焼結体が10.9 g/100粒で, 押出成型方式のそれが18.7 g/100粒と, 押出成型方式はロール方式の約1.7倍であり, かつ粒径がφ5 mmの粒状と体積に大きな差異はないものと推定されることから, 仮比重は押出成型方式で造粒した焼結体のほうがロール方式のそれより大きいと考えられた。立花<sup>(3)</sup>は, ガラスやセラミックスの強度は高密度なほど大きくなることを報告していることから, 押出成型方式で造粒した焼結体はロール方式のそれより高通水強度であることが期

事業名 平成23年度 共同研究

\*1) 環境技術グループ

\*2) 生活技術開発セクター

\*3) 東京都農林総合研究センター

\*4) パナソニック株式会社アプライアンス社

待された。実際に、畜産排水処理水に浸漬し、重量減少率を両焼結体について比較したところ、処理期間20週間においてロール方式で造粒した焼結体では約10~20%の重量減少が認められたのに対し、押出成型方式で造粒した焼結体では重量減少が認められなかった。試験を行った施設の処理水量は1日あたり5~30 tの流量であり、少なくとも静水条件ではなく水流による焼結体同士の摩擦が発生していると考えられるが、押出成型方式で造粒した焼結体はその摩擦に対して十分な通水強度を有していることが確認された。

リン含有率については、ロール方式で造粒した焼結体は処理期間依存的に増加、処理18週目で最大値0.66wt%-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>をとり、その後上げ止まった(図3)。押出成型方式で造粒した焼結体についても同様に処理期間依存的に増加、処理18週目で最大値0.58wt%-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>をとり、その後上げ止まった(図3)。畜産排水処理試験完了後のリン含有率を比較すると、押出成型方式で造粒した焼結体はロール方式で造粒した焼結体の約89%とリン酸吸着能が低かった。これは、押出成型方式の焼結体は構造が緻密で空隙が小さく排水中浮遊物質(SS)分で閉塞してしまい、焼結体内部のリン吸着基が有効に機能しない可能性が考えられた。この改善には、焼結体の粒径を小さくするか、排水中SS分を除去する前処理が有効と推察された。前報<sup>(1)</sup>では実際に、同様の試験において不織布を使ってSS分を除去することでリン酸吸着速度を約4.5倍に増加させることができることから、適切な前処理工程を付加することで造粒方式の相違によるリン吸着能の差は縮められる可能性がある。



図1. リン吸着用ブラウン管パネルガラス焼結体の概観  
(左) 押出成型方式で造粒した焼結体  
(右) ロール方式で造粒した焼結体

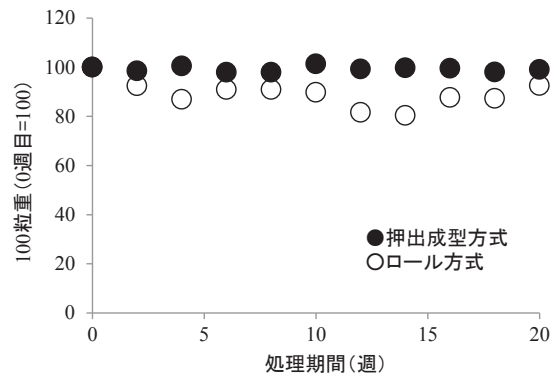


図2. 畜産排水処理試験中における焼結体の重量変化

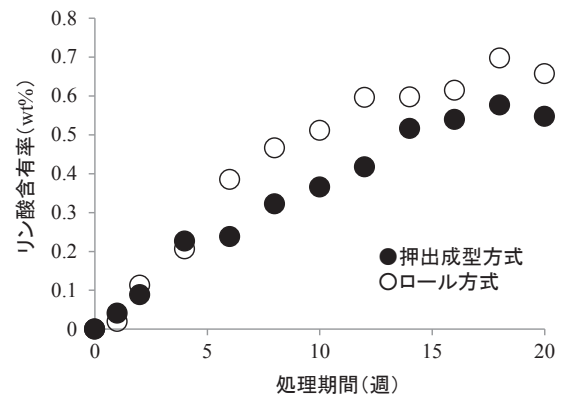


図3. 畜産排水処理試験中における焼結体中のリン含有率の推移

#### 4. まとめ

本稿では、造粒方式を押出成型方式にし密度を高めることで、畜産排水処理工程における通水強度を十分に得られることが明らかになった。一方で、リン酸吸着能の低下が認められたが、その低下の程度は11%程度にとどまるものであった。加えて、押出成型方式の焼結体のほうが同じ吸着量を得るのに要する体積がロール方式の66%程度ですむ計算となり(1÷仮比重1.7÷吸着能比0.89)、省スペースといった点がメリットであるものと考えられた。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月11日再受付)

#### 文 献

- (1) 中澤亮二, 佐々木直里, 田中真美, 小山秀美, 平井和彦, 坂本浩介, 松浦里江, 金牧彩, 南晴文, 阪口員一, 高橋知己, 山崎文男:「ブラウン管パネルガラス粉末および貝殻粉末を原料とした造粒焼結体を用いたリン再循環利用システム」, 人間と環境, Vol.41, No.2, pp.17-27 (2015)
- (2) 宇治電化工業株式会社:「成型法:押し出し成型」,「技術情報:成型技術」  
<http://www.ujiden-net.co.jp/technical/technicwordb9.html>  
平成25年4月14日閲覧
- (3) 立花秀夫:「軽量盛土工の歴史と分類」, 長谷川昌弘編, 環境土構造工学[2. 施工技術編], 電気書院, pp.202-203 (2005)

## ノート

## 液中プラズマを用いた粒子分散技術

川口 雅弘<sup>\*1)</sup> 林 英男<sup>\*1)</sup> 渡邊 禎之<sup>\*1)</sup>

## Nanoparticle dispersion technology using in-liquid plasma

Masahiro Kawaguchi<sup>\*1)</sup>, Hideo Hayashi<sup>\*1)</sup>, Sadayuki Watanabe<sup>\*1)</sup>

キーワード：ナノ粒子，分散，液中プラズマ

Keywords：Nanoparticles, Dispersion, In-liquid plasma

## 1. はじめに

現在，日本のナノ粒子市場は著しい成長を遂げており，経済産業省の事業報告書によると，2020年には1,000億円，2030年には3,000億円の市場規模に成長すると予測されている<sup>(1)</sup>。この著しい成長は，化学成長法やゾルゲル法による品質制御（粒径，形状など）技術，量産技術の劇的な進歩によるところが大きい。しかし企業視点に立つてみると，ナノ粒子の製造技術は有しているが，素材（特に合金）や分散技術の観点で用途開発に至らず，事業化できていないケースが少なくない。この一因として，ナノ粒子を化学成長法やゾルゲル法で製造する場合は複数の合成工程を経ることになるため，結果として品質や生産性の低下を招き，産業ニーズに応え難くなることが挙げられる。一方，固体素材を物理的に粉砕する細分化法の場合，複雑な工程を経ることなく，合金を含むあらゆる固体を粒子化することが原理的に可能であるが，粒径100 nm以下の粒子を得ることは難しい。また，粒子が凝集するため，その分散技術が大きな課題となっている。本研究では細分化法によるナノ粒子製造技術について検討し，粒径100 nm以下を達成するナノ粒子製造・分散技術を開発した。本稿では，液中プラズマを用いた当該分散技術について述べる。

## 2. 実験

2.1 細分化処理による粒子の製造 本研究では10×10×1 mmの炭素基板（灰分20 ppm以下）試料に対して，平均粒径2～3 μmのアルミナ（Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）粒子をイオン交換水に混ぜたスラリーを投射する方法（Micro Slurry Jet Erosion；MSE）を用いて，試料基板の細分化処理を行った（図1）。処理後のスラリー液を遠心分離し，試料基板粒子を含む懸濁液を抽出した。なお，界面活性剤は使用していない。

2.2 液中プラズマ法による粒子の分散 抽出した懸濁液を用いて，液中プラズマ法による粒子の分散処理を試みた。液中プラズマ発生装置としてMPP-HV04（株）栗田製作

所製）を用いた。電極にφ1 mmのアルミ棒を用いて，電極間のパルス印加電圧を6～8 kV，パルス周波数を3 kHz，パルス幅を1 μsとして液中プラズマ処理を行った。

## 3. 結果と考察

細分化処理後の懸濁液をSiウェハー上に滴下し，乾燥した試料の走査電子顕微鏡観察像を図2に示す。細分化処理後の粒子は概ね凝集して2次粒子を形成しており，その大きさは数100 nm～数 μmであることがわかる。液中プラズマ処理後の粒子液中プラズマ処理後の懸濁液をSiウェハー上に滴下し，乾燥した試料の走査電子顕微鏡観察像を図3に示す。一部凝集している部分が見られるが，図2と比較して粒子径が明らかに小さくなり，粒子が分散していることがわかる。また，粒径100 nm以下の粒子も散見される。したがって，適切な液中プラズマ処理は，細分化法で製造した炭素粒子の分散に効果的であるといえる。

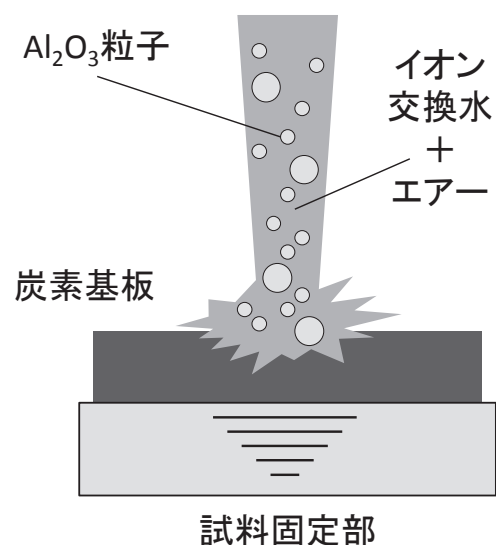


図1. 本研究で行った細分化法の概略



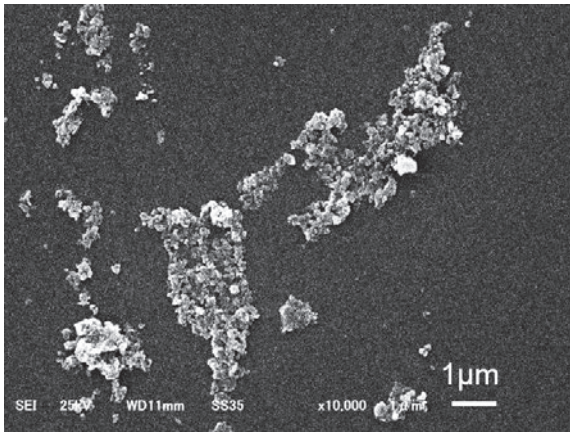


図2. 細分化処理後の炭素粒子の走査電子顕微鏡観察像

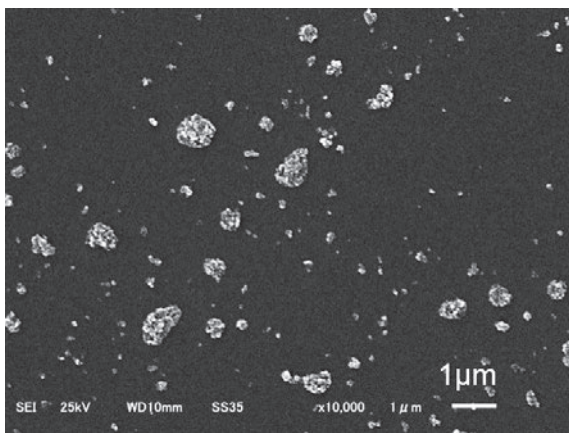


図3. 液中プラズマ処理後の炭素粒子の走査電子顕微鏡観察像

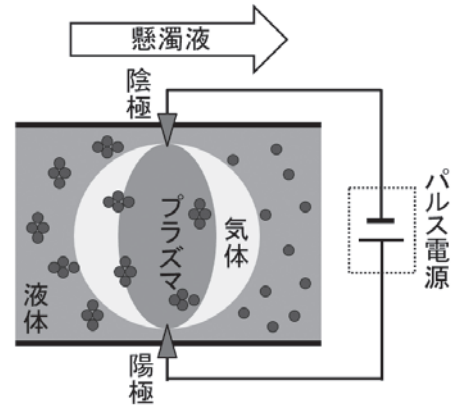


図4. 液中プラズマによる粒子分散の概略

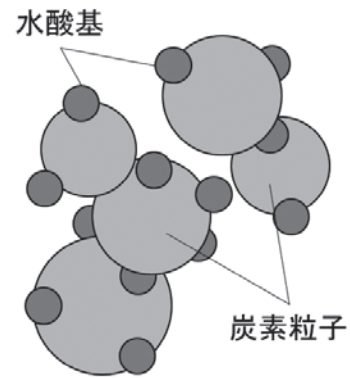


図5. 分散粒子の接触モデルの概略

一般に、固体粒子を液体に分散させるためには、①粒子表面の濡れ性向上、②粒子の細分化、③粒子の再凝集の防止、について検討する必要がある<sup>(2)</sup>。液中プラズマ処理の概略を図4に示す。電極間にパルス状に電圧を印加すると、電極間の液体（この場合はイオン交換水）が局所的に気化し、水分子を主媒体としたプラズマを形成する。一方、細分化処理時に凝集した2次粒子は、このプラズマ領域内を通過することで分解し、体積当たりの比表面積の増加に伴って水酸基による表面の終端化が進行すると考えられる。液中プラズマ処理直後の懸濁液は、均一な淡黒色であるが、数十時間程度で緩やかに粒子が沈殿することを確認した。また、粒子が沈殿した状態で攪拌すると、再び均一な淡黒色となり緩やかに沈殿することを確認した。したがって、液中プラズマ処理後の粒子は、液中において図5のように粒子同士は凝集していないが、接触している状態であり、Van der Waals 引力で凝集しているわけではないと推測される<sup>(2)(3)</sup>。粒子の表面は水酸基が終端化していると考えられることから、弱い水素結合に起因した粒子同士の接触が支配的であることが示唆される。以上より、液中プラズマ処理により上述の①、②および③がそれぞれ改善された結果、液中の炭素粒子の分散性が向上し、図3のような粒子の分散を確認できたと考えられる。

#### 4. まとめ

アルミナ粒子を混入したスラリーを投射して炭素基板を細分化し、抽出した懸濁液に液中プラズマ処理を行い、以下のことを確認した。

- ・細分化処理後の炭素粒子は2次粒子を形成しており、その大きさは数100 nm～数μmである。
- ・適切な液中プラズマ処理を行うことで、液中における炭素粒子の分散性は向上する。

(平成27年7月8日受付, 平成27年8月12日再受付)

#### 文 献

- (1)株式会社富士経済：「経済産業省委託事業 平成17年度超微細技術開発産業発掘戦略調査 ナノテク関連市場規模動向調査報告書」, p.167 (2007)
- (2)技術情報教会編：「ナノ粒子の凝集と対策」, pp.3-39 (2011)
- (3)技術情報教会編：「ナノ粒子分散における再凝集対策」, pp.1-52 (2012)

## ノート

## 熱拡散率測定における黒化処理の影響

沼尻 治彦<sup>\*1)</sup> 佐々木 正史<sup>\*1)</sup> 倉持 幸佑<sup>\*1)</sup> 大久保 一宏<sup>\*1)</sup>

## Influence of carbon coating on thermal diffusivity measurement using xenon flash analyzer

Haruhiko Numajiri<sup>\*1)</sup>, Masashi Sasaki<sup>\*1)</sup>, Kousuke Kuramochi<sup>\*1)</sup>, Kazuhiro Ookubo<sup>\*1)</sup>

キーワード：熱拡散率，黒化処理，キセノンフラッシュアナライザー

Keywords：Thermal diffusivity, Carbon coating, Xenon flash analyzer

## 1. はじめに

近年，省エネルギーのための熱利用から回路の小型集積化による熱対策に至るまで，さまざまな場面で材料の熱物性が注目されている。材料・素材開発において，特に熱拡散や熱伝導の向上を目指した製品開発が活発に進められている。開発段階では，多数のサンプルを測定する必要があるため，比較的短時間で測定可能なフラッシュ法<sup>(1)~(3)</sup>が多く用いられている。そのため都産技研ではキセノンフラッシュアナライザー（図1）を機器利用ライセンス制度で活用して支援を行っているが，フラッシュ法は測定が簡便な一方，試料の状態や前処理の仕方によって測定結果が大きく異なってしまう欠点がある。本研究では，測定結果に大きな影響を与えると考えられる試料の黒化処理に注目し，その影響を評価して測定精度を明確にすることによる，測定の信頼性向上を目的とした。

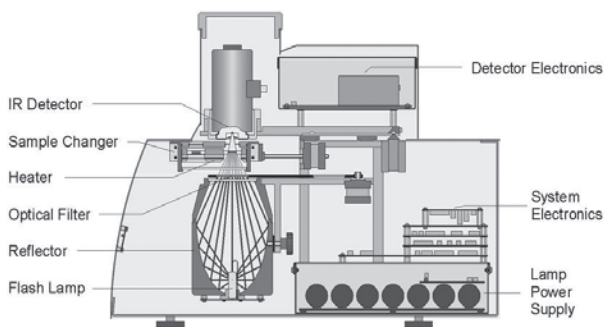


図1. キセノンフラッシュアナライザー  
NETZSCH社製LFA447 Nanoflash

## 2. ラウンドロビテスト

これまで熱拡散率をはじめとする熱物性値の標準整備<sup>(4)</sup>が進められている一方で，測定機関ごとに得られた結果が異なるなど信頼性においては検討の余地があった。そのた

め産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会温度・熱研究会において固体材料における熱拡散率測定のラウンドロビテスト（パイロットラボは国立研究開発法人産業技術総合研究所）が実施され，各機関での同等性が確認された<sup>(4)</sup>。都産技研においても良好な結果が得られ，さらに独自の評価を行った結果，次のようなことがわかった。

なお，ラウンドロビテストにおいて配布された試料は黒色セラミックス，ステンレス（SUS 304），工業用セラミックスおよびアクリル樹脂であった。

2.1 測定の再現性 それぞれの試料について熱拡散率を5回測定し，測定の再現性を調べた。5回測定の標準偏差を測定値に対するパーセンテージで表したものを図2に示す。再現性のばらつきは2%以内であった。

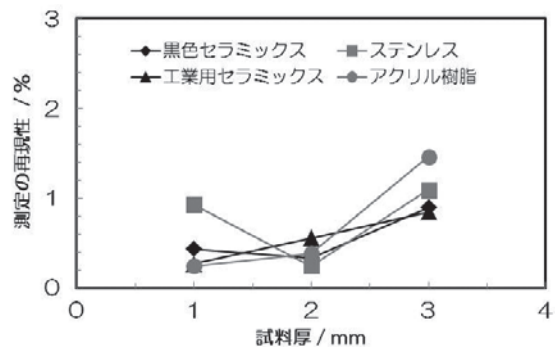


図2. 5回測定の再現性

2.2 測定者の違いによるばらつき ラウンドロビ参加に際しては7人で測定を行い，その平均値を報告した。測定者7人の平均値の標準偏差を求め，測定値に対するパーセンテージで表したものを図3に示す。測定者の違いによるばらつきは6%以内であった。

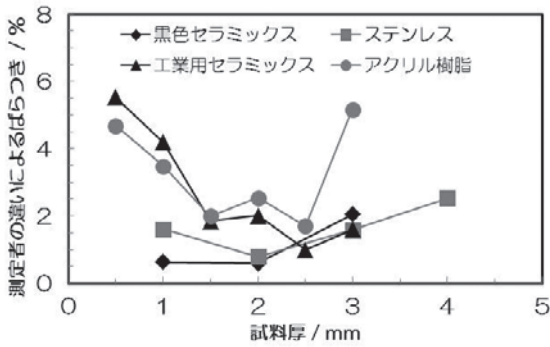


図3. 測定者の違いによるばらつき

2.3 ばらつきの差 2.1および2.2の結果を比較すると、黒色セラミックスを除く各試料のいずれも測定者の違いによるばらつきが著しく大きいことがわかる。これは黒色セラミックス以外では、測定者ごとに黒化処理を施しているため、黒化処理の個人差が大きな要因と考えられる。

### 3. 実験方法

フラッシュ法による熱拡散率測定では、試料の片面から光を当て、反対面から放出される熱を測定することで結果を得ている。光の効率的な吸収のため、試料に対して黒鉛スプレーを用いて黒化処理を施す必要がある。今回、黒化処理の必要のない黒色セラミックスを用いて黒化処理による影響の評価を行った。その手法として黒色セラミックスに黒鉛スプレーで黒化処理し、厚さを測り、熱拡散率を測定することを繰り返した(図4)。

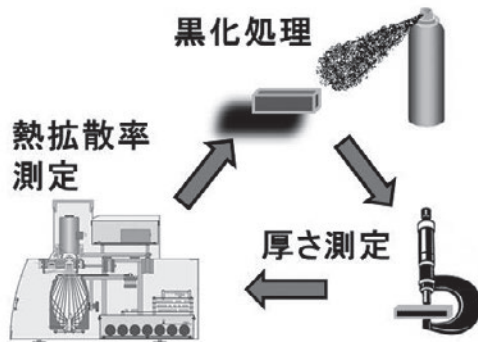


図4. 黒化処理の影響評価(イメージ)

### 4. 結果

横軸に試料厚に対する黒化処理膜厚の割合(%)を、縦軸に熱拡散率をプロットしたものを図5に示す。図中0%上の白抜きのプロットは黒化処理を施さずに直接測定した熱拡散率である。図5から黒化処理膜厚と測定結果に相関があることがわかる。横軸の差が黒化処理の個人差に相当し、結果が測定者の違いとして反映されていると考えられる。ここで得られたプロットから直線近似式を求めた。式の切片は膜厚0%に相当する熱拡散率となる。表1に黒化処理を施さずに測定した値と近似式の切片の値を示す。それぞれ

の値の差は1%未満で一致しており、近似式の切片を求めることで1%未満の高精度での測定が可能となることを見いだした。

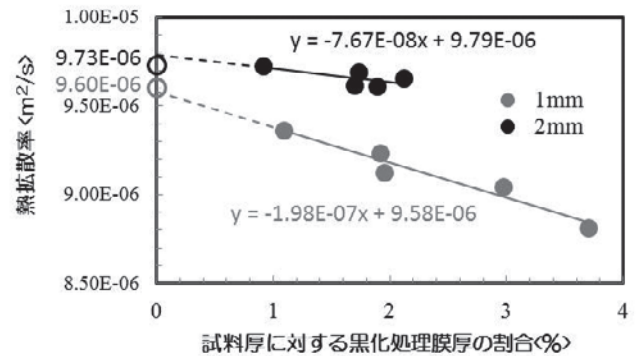


図5. 黒化処理の影響

表1. 実測値と近似式の切片

試料厚	実測値 ( $\times 10^{-6}$ m <sup>2</sup> /s)	近似式の切片 ( $\times 10^{-6}$ m <sup>2</sup> /s)	差 (%)
1 mm	9.60	9.58	0.2
2 mm	9.73	9.79	0.6

### 5. まとめ

熱拡散率測定の結果に影響を与える大きな要因である黒化処理に注目し、その影響を評価し測定精度を明確にすることを目的とした。その結果、黒化処理が不要の黒色セラミックスを用いて黒化処理と測定を繰り返し、近似式の切片を求めることで、未処理の実測値と1%未満の高精度での測定が可能となることがわかった。

今後、これらの情報を機器利用者に提供することで、信頼性を向上させ、より一層の製品開発支援、および上流技術支援の強化につなげることとする。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月12日再受付)

### 文 献

- (1) M. Akoshima, H. Abe, M. Neda and T. Baba: "DEVELOPMENT OF STANDARDS FOR THERMAL DIFFUSIVITY AND THERMAL CONDUCTIVITY MEASUREMENTS OF SOLID", Proceedings of The 31th Japan Symposium on Thermophysical Properties, B207 (2010)
- (2) W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Bulter, G.L. Abott: "Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity", J. Appl. Phys., 32, pp.1679-1684(1961)
- (3) JIS R 1611: 「ファインセラミックスのフラッシュ法による熱拡散率・比熱容量・熱伝導率の測定方法」, 日本規格協会 (2010)
- (4) M. Akoshima, Y. Agari, F. Takahashi, T. Yoshioka, H. Numajiri, C. Murasawa, T. Matsuki, N. Sasaki, R. Naito and A. Sano: "ROUNDROBIN TEST ON THERMAL DIFFUSIVITY MEASUREMENT USING THE FLASH METHOD IN LOCAL PUBLIC RESEARCH INSTITUTES AND AIST", Proceedings of The 35th Japan Symposium on Thermophysical Properties, B308 (2014)



ノート

# 衝撃特性評価試験における試験機剛性の影響に関する実験

櫻庭 健一郎<sup>\*1)</sup> 松原 独歩<sup>\*2)</sup> 鈴木 悠矢<sup>\*3)</sup>

## Experiments on the influence of machine rigidity on impact property evaluation test

Kenichiro Sakuraba<sup>\*1)</sup>, Doppo Matsubara<sup>\*2)</sup>, Yuya Suzuki<sup>\*3)</sup>

キーワード：衝撃特性評価試験機，剛性，理論値，実測値

Keywords：Impact property evaluation testing machine, Rigidity, Theoretical value, Measured value

### 1. はじめに

著者らは既報<sup>(1)(2)</sup>において，試作した落錘式衝撃特性評価試験機によって得られる衝撃特性定量データの妥当性を明らかにした。しかしながら，運動量保存則から算出される衝撃圧縮応力理論値<sup>(3)</sup>と試験機実測値の間には，大きな差異が認められた。理論値は，試験条件の決定等に必要なパラメータの一つであるため，理論値と実測値の差異の原因を明確にする必要がある。

本研究では，差異の原因の一つであると考えられる試験機剛性の影響について実験的に検討した。試験は，SUS製および石定盤製テーブルについて，柱形のモデル試験体（ゴム製）に対し衝撃試験を行った。得られた結果から，試験テーブル剛性の違いが，試験結果に及ぼす影響を調査した。

### 2. 衝撃試験装置の概要と実験方法

本研究で用いた落錘式衝撃特性評価試験機の概略を図1に示す。試験機は，被測定物に重錘を落下させる落錘式衝撃試験機である。最大重錘重量は200 N，最大落下高さは1.5 m，最大負荷エネルギーは300 J，最大落下速度は5.4 m/sとなっている。落下重錘および試験テーブル下部にはロードセルが設けられており，衝撃荷重の時系列変化が取得できる。落下重錘には加速度センサを取り付け，加速度データの取得も可能となっている。試験テーブルは，SUS304製（33.30 kg）と石定盤製（50.66 kg）（図2）の2種類を用意し，試験テーブルを交換することによって剛性を変化させた。被試験体は，直径φ50 mm，高さ100 mmの円柱形とし，試験時の接触時間を長くすることで波形の再現性を高めるため，縦弾性係数の低い天然ゴム製（縦弾性係数：70 MPa）とした。試験体の中央部にはひずみゲージが貼付されており，衝撃試験時のひずみ量から，次式にて衝撃応力 $\sigma_c$ が算出できる。

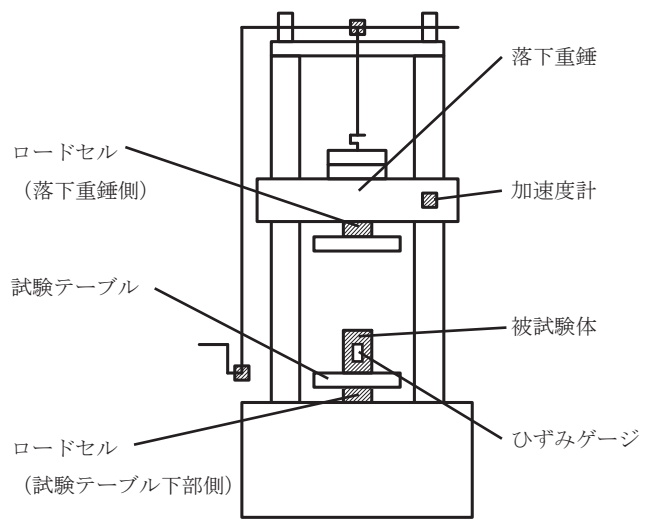
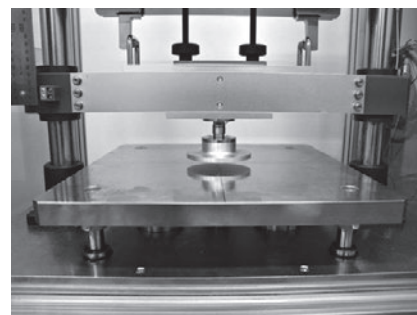
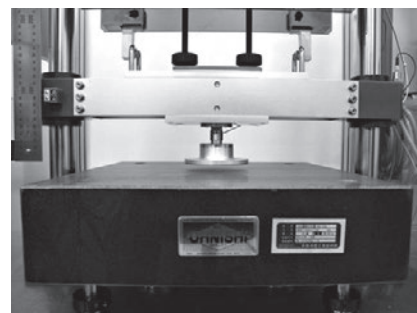


図1. 試験機概要



SUS304製  
(33.30 kg)



石定盤製  
(50.66 kg)

図2. 試験テーブル部

事業名 平成23年度 基盤研究

\*1) 実証試験セクター

\*2) 城東支所

\*3) 多摩テクノプラザ



$$\sigma_e = E \cdot \varepsilon \text{ ..... (1)}$$

( $E$ : 縦弾性係数,  $\varepsilon$ : ひずみ)

SUS製および石定盤製テーブルにおいて、重錘重量50 N、落下高さ10 mmの条件で衝撃試験を行い、落下重錘側ロードセルから得られる荷重値(入力)および試験テーブル下部側ロードセルから得られる荷重値(出力)を計測した。

### 3. 実験結果と考察

図3は、試験テーブルを取り外し下部側ロードセルに直接落下重錘を落とした場合(図中:直)、落下重錘を直接SUS製テーブル(図中:SUS)に落下させた場合および石定盤製テーブル(図中:石)に落下させた場合の入力荷重および出力荷重の時間変化を示す。下側ロードセルに直接落下重錘を落とした場合、出力荷重にリングングが生じているが入力、出力ともに0.5 msec付近に約3.4 kNの極大値を示す分布形状が観察できる。一方、SUS製テーブルおよび石定盤製テーブルの入力荷重においては、いずれの場合においても0.5 msec付近に約3.0 kNの極大値を示している。これは、直の場合に比較して約12%の荷重低下となっており、テーブルを介することで衝撃荷重が緩和されていると考えられる。しかしながら、SUS製と石定盤製の違いによる影響は少ない。出力荷重については、SUS製では0.5 msec付近に約1.8 kNの極大値を示しており、入力荷重に比較して約40%の荷重低下となっている。石定盤テーブルの場合では、1 msec付近に1.6 kNの極大値を示し、入力荷重に対し約50%の荷重低下となる。出力荷重の低下については、入力されたエネルギーの一部がテーブルを運動させるエネルギーに消費されることが原因と考えられる。また、石定盤の応答時間の遅れは、SUS製テーブルの質量が33.30 kgであるのに対し、石定盤テーブルの質量は50.66 kgであるため、質量増加により衝撃エネルギーの伝播が遅くなっていることが原因と考えられる。

図4に、被試験体に対して衝撃試験を行った結果を示す。入力値、出力値、ひずみ値いずれにおいても、最大値は10 msec付近に現れており、その差は最大で約11%となっている。しかしながら、使用したロードセルの容量は20 kNであるため、ロードセル容量を基準とすると誤差は約0.2%と考えられる。また、SUS製テーブルと石定盤テーブルでは最大約14%の荷重差が観察されるが、同様にロードセル容量を基準とすると誤差は約0.2%となる。よって、本試験で使用した縦弾性係数の低いゴム材試験体においては、テーブル部の剛性は影響を及ぼさないことが確認できる。

### 4. まとめ

本研究では、試験機テーブル剛性の相違が、衝撃試験結果に及ぼす影響を調査した。その結果、テーブル部の質量の違いにより、テーブル下部側ロードセルへの荷重伝播時間に変化が見られた。また、被試験体が低い縦弾性係数を有する材料(本研究ではゴム材)では、テーブル部剛性は影響を及ぼさないことが確認できた。今後は、構造解析ソフ

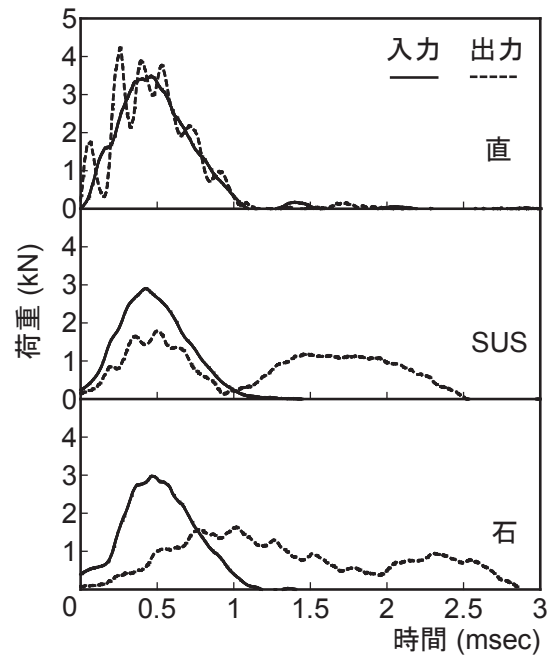


図3. 衝撃特性評価試験(空打ち)

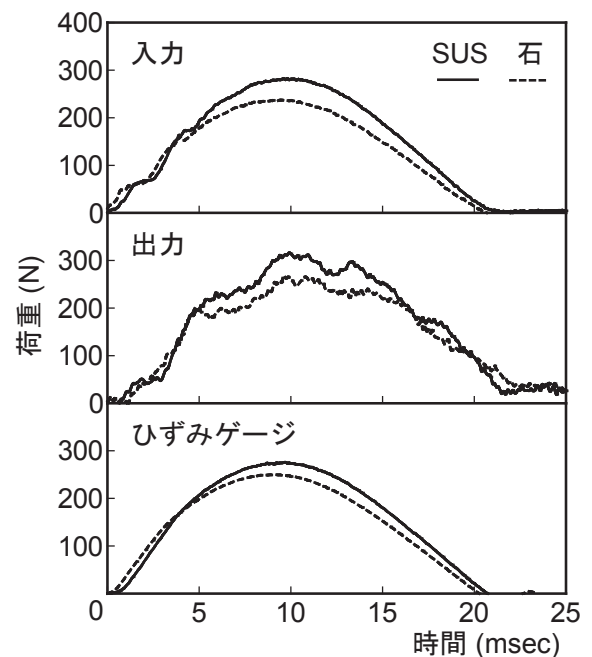


図4. 衝撃特性評価試験(落錘重量50 N, 落下高さ10 mm)

トによるシミュレーション解析を導入し、理論値の算出方法について検討する必要がある。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月11日再受付)

### 文 献

- (1) 櫻庭健一郎:「落錘式衝撃特性評価試験機の試作」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.5, pp.76-77 (2010)
- (2) 櫻庭健一郎, 松原独歩:「製品における衝撃特性評価手法の確立」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.6, pp.118-119 (2011)
- (3) 土木学会:「衝撃実験・解析の基礎と応用」, 丸善 (2004)

ノート

# ボルト先穴径が木材のめり込み強度に及ぼす影響

松原 独歩<sup>\*1)</sup> 中野 貴啓<sup>\*2)</sup> 島田 勝廣<sup>\*3)</sup>

## Effect of bolt pilot hole diameter on embedment strength of wood

Doppo Matsubara<sup>\*1)</sup>, Takahiro Nakano<sup>\*2)</sup>, Masahiro Shimada<sup>\*3)</sup>

キーワード：木材，ボルト接合，めり込み，座金

Keywords：Wood, Bolted joint, Embedment, Metallic washer

### 1. はじめに

木材のボルト接合は多くの製品や構造物に応用されている。例えば，木造在来軸組工法住宅においては，土台と基礎の緊結（アンカーボルト接合），耐力壁の柱・梁接合部（ホールダウン金物などで緊結），梁と梁の緊結（羽子板ボルトなど）などである<sup>(1)</sup>。木質構造物において外力が加わる場合における弱点は接合部であることがよく知られている。したがって，接合部の適切な性能評価を行い設計に反映することが非常に重要となる。

ボルト接合は，抵抗メカニズム上，ボルトに引張力が作用する場合と，せん断力が作用する場合の2つに分けることができる<sup>(2)</sup>。ボルトに引張力が作用する場合，座金のめり込み抵抗でボルト接合全体の性能が決定されることが多い。またせん断力が作用する場合，ボルトの曲げにより座金が木材にめり込み，ボルトの軸力が発揮され，ボルトの曲げ降伏が生じ難くなる。その結果，いわゆるロープ効果が生じてせん断耐力が上昇する<sup>(3)</sup>。このように，ボルト接合の引張やせん断性能を評価する上で，座金のめり込み挙動が重要な要素の一つとなる。ここで，ボルト接合は様々なボルト径で設計されるが，図1に示すように，座金長さに対してボルト先穴径がほとんど同じ場合，受圧面積が非常に小さくなる。そのため，座金端部直下の木材に応力集中し，本来のめり込み強度が発揮されず，めり込み強度が低下する可能性がある。

そこで，ボルト先穴径が木材のめり込み強度にどのような影響を及ぼすのか把握することを目的として，ボルト先穴径を変化させて木材のめり込み実験を行い，ボルト先穴径がめり込み降伏応力および剛性に及ぼす影響について検討を加えた。

### 2. 実験

木材はヒバ (*Thujopsis dolabrata*) を用いた。繊維方向 (L方向) 600 mm，接線方向 (T方向) 90 mm，半径方向 (R方向) 30 mm の板材を 20℃ 恒温室にて数か月間放置した後，L，T方向 90 mm，R方向 30 mm の供試体を切り出した。平均密度は 485 kg/m<sup>3</sup> であった。供試体中央には，R方向にボルト先穴φ8，13，18，23，27，32 mm の6種類の先穴を空け，図2に示すように，万能試験機 ((株)島津製作所製，AG-100kNIS) を用いて 40 mm 角加圧板を単調鉛直載荷した。試験速度は 2 mm/min とした。各条件 6 体とし，先穴を空けないコントロールも含め合計 42 体実験に供した。

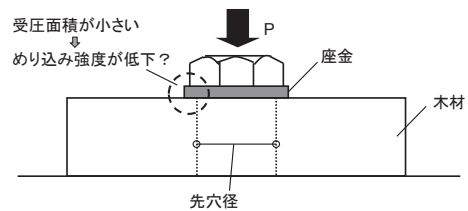


図1. ボルト先穴径が大きい場合

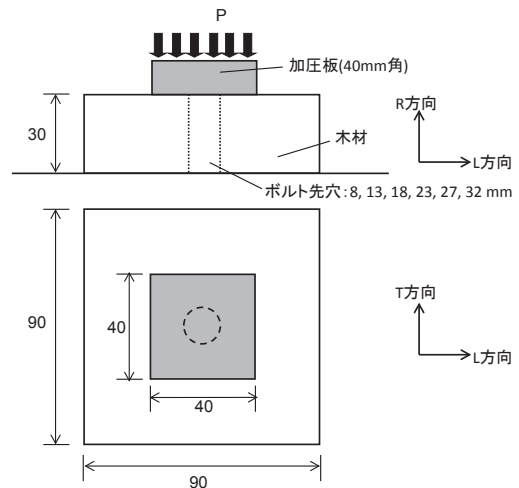


図2. 実験方法

事業名 平成26年度 基盤研究

\*1) 城東支所

\*2) 実証試験セクター

\*3) 交流連携室

### 3. 実験結果と考察

図3に得られた代表的な応力-みかけの歪線図を示す。全ての供試体において、ひずみの増加に伴い応力が直線的に増加し降伏を経た後、再び応力が上昇する明確なバイリニア型の挙動を示した。コントロールであるボルト先孔径0 mmの供試体とボルト先孔径を空けた供試体を比較してみると、1次勾配である初期剛性、降伏点に明確な差異は認められなかった。ボルト先孔径23, 27, 32 mmについて降伏以降の挙動にやや差異が見られるが、その他の供試体との明確な差異は認められなかった。ここで、この応力-みかけの歪線図より、1次勾配と2次勾配の直線域をそれぞれ取り出し、勾配を最少2乗法によって得、2直線間の交点を降伏応力として算出した。図4に加圧板長さ $L$  (40 mm) に対するボルト径 $D$  ( $D/L$ ) と降伏応力の関係を示す。これによれば、 $D/L$ が大きくなる、すなわちボルト先孔径が大きくなったとしても、降伏応力に明確な差異は認められなかった。すなわち、ボルト先孔径を加圧板長さに対して80%の径に設定したとしてもめり込み強度の低下は認められず、座金のめり込み強度の評価にあたっては、ボルト先孔径による影響を無視できると推察される。また、図5に $L/D$ と剛性の関係を示す。ここで剛性は、図3に示した応力-みかけの歪線図より、実務において設計で用いる弾性1次勾配とした。これによれば、ややばらつきが大きく、明確な差異は認められなかった。

従って、本実験の範囲内では、ボルト先孔径の大きさはめり込み強度および剛性には影響を及ぼさないものと言える。ただし本実験で用いた木材は、ヒバ (*Thujopsis dolabrata*) であり、スギ (*Cryptomeria japonica*) のようにヒバに比して低強度の場合にも当てはまるのか別途検証が必要であると思われる。

### 4. まとめ

木材のボルト接合について、ボルト先孔径が木材のめり込み強度に及ぼす影響について実験的検討を行った。

結果、本実験の範囲内では、ボルト先孔径がめり込み強度および剛性に与える大きな影響は認められなかった。従って、木材のボルト接合における座金のめり込み強度を評価するに当たっては、ボルト先孔径の影響を無視できることが可能で、ボルト先孔径によるめり込み強度低減は考慮する必要がないことがわかった。

謝辞：本研究は東京農工大学 服部順昭名誉教授にご助言を頂きました。ここに記して感謝申し上げます。

(平成27年7月13日受付, 平成27年7月28日再受付)

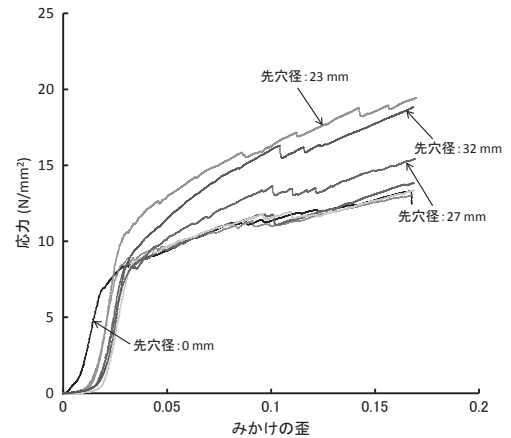


図3. 応力-みかけの歪曲線

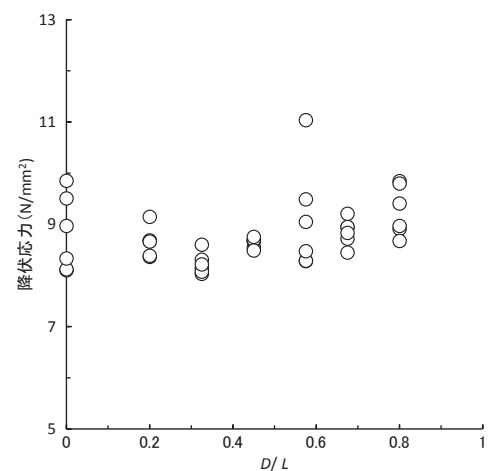


図4.  $D/L$ と降伏応力の関係

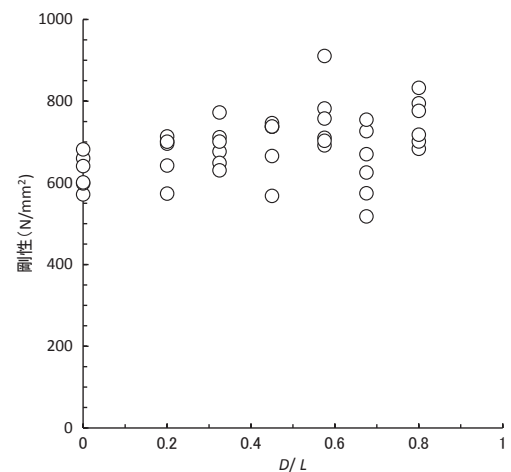


図5.  $D/L$ と剛性の関係

### 文 献

- (1) 松原独歩, 中野貴啓, 島田勝廣: 「木材-ボルト接合時における破損防止を考慮した締付け条件」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, Vol.9, p.96 (2014)
- (2) 澤田圭: 「木質構造ボルト接合のせん断性能に関与する因子」, 木材工業, Vol.70, No.1, p.2 (2015)
- (3) 西山誕生, 安藤直人: 「ロープ効果を考慮したボルト接合部の2面せん断特性の予測 幾何学的非線形解析の適用」, 木材学会誌, Vol.49, No.5, p.356 (2003)

## ノート

## 1 mmの変位量を有する静電アクチュエータの開発

長谷川 孝<sup>\*1)</sup> 殿谷 保雄<sup>\*1)</sup>

## Development of electrostatic actuator having a displacement of 1mm

Takashi Hasegawa<sup>\*1)</sup>, Yasuo Tonoya<sup>\*1)</sup>

キーワード: 静電アクチュエータ, 気中放電, 絶縁体

Keywords: Electrostatic actuator, Air discharge, Electrical insulator

## 1. はじめに

静電アクチュエータは構造が単純であるため, 小型・軽量化が容易である。また電圧駆動であり, 電流変換を伴わないので信号追従性(応答性)に優れている。しかしながら活用範囲はMEMS産業が主であった。MEMS以外の産業, 例えばメカトロニクス産業において, 変位量1 mm以上のリレー用スイッチでの活用を考えた場合, 従来のMEMS産業用静電アクチュエータでは変位量が1 mm未満と小さく, 製品化が困難である。1 mm以上の変位量を確保するには, 印加電圧の増加と, 電圧の増加によって生じる電極間放電の回避が必要である。本研究では, 静電アクチュエータをリレー用スイッチとして活用できるようにするため, 製品化への基盤技術に繋がる, 1 mmの変位量を有する静電アクチュエータを開発し, 実験した<sup>(1)</sup>。

## 2. 静電アクチュエータの試作と構造

2.1 試作機の材料と試作 電極間に絶縁体を介在させると, 電極間放電は回避できるが, 電極間が空気のみで満たされた場合と比べて, 静電気力が低下するとともに, 帯電により, アクチュエータの往復運動を妨げる問題が生じる。そこで, 静電気力の低下を抑制するため, 板厚が0.6 mmと薄く, 比誘電率が約10と高い, ポリフェニレンエーテル樹脂(PPE樹脂)ベースの絶縁体を選択した。なお, 空気の絶縁破壊電圧は3 kV/mmであるが, 0.6 mm厚の絶縁体の絶縁破壊電圧は, 37.8 kV(メーカー公称値)である。

また, 静電気吸着力を抑制するため, 静電気吸着力の低減効果がある凹凸表面を有し, 帯電抑制効果が期待できる拡散性領域の表面抵抗率を有した研磨用紙を絶縁体表面に貼付した。

アクチュエータ駆動部電極については, 軽量で強度を有する電極とするため, ABS樹脂製の直径50 mm, 板厚0.2 mmの円板を電極の土台に用い, その円板に直径50 mm, 板厚0.1 mmのアルミ板を貼付して作製した。駆動部のロッドに

は, 支持部との摩擦を低減するため, 直径3 mmの円柱プラスチック材を用いた。そのロッドを円板電極のアルミ板反対面の中心部に固定した。また駆動部の電極(ロッド固定面)と支持部の間にばね定数0.0069 N/mm(メーカーカタログ値)のばねを設置した。

2.2 試作機の構造(機構) 試作機の構造図を図1に示す<sup>(2)</sup>。試作機は, ファンクションジェネレータとDC-DCコンバータを組み合わせて使用し, 対向配置したアクチュエータの駆動部電極と固定部電極に極性の異なる直流高電圧パルス(0~15 kV可変)を同時印加して, 電極間に静電気吸力を発生させ, その後, 印加電圧を0 Vとして繰り返した。これにより, 駆動部と固定部の電極間に働く静電気吸引力と, 駆動部に取り付けたばねの復元力とによって, アクチュエータが往復運動する機構とした。ここで $d$ は, アクチュエータの変位量を示す。

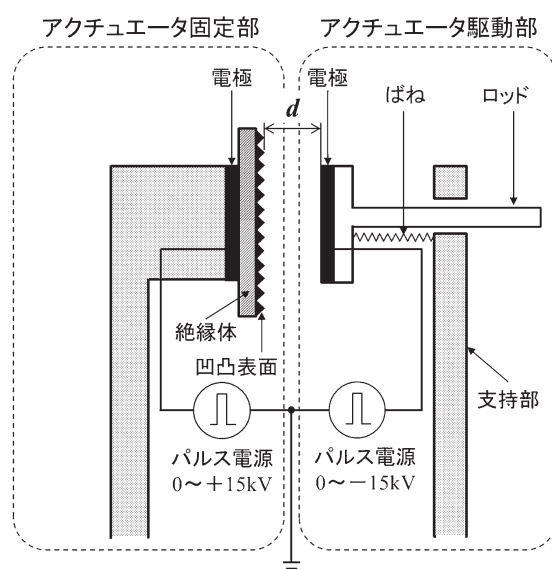


図1. 試作機の構造図



### 3. 実験

3.1 印加電圧と駆動部ロッドの変位量の測定 試作機において、印加電圧と駆動部ロッドの変位量の関係を検討した。駆動部ロッドの変位量はレーザ式変位センサ（キーエンス製IL-030）で測定し、無負荷状態で変位センサの値を0（図1のdの値は任意）として、電圧を0Vから上昇させてdの値が0mmになるときの印加電圧を測定し、駆動部ロッドの変位量との相関を求めた。

3.2 パルス波印加時の駆動電圧の確認 試作機のアクチュエータとしての応答性を確認するため、無負荷状態で図1のdの値が1mmになるよう電極を対向配置し、パルス波印加時の駆動部ロッドの変位量が1mmに達するとき（d=0mm）の駆動電圧を求めた。

### 4. 実験結果と考察

図2に示すように、アクチュエータの両電極間における気中放電発生の回避策として、電極間へ絶縁体を挿入し、アクチュエータ駆動部を軽量化したことで、印加電圧を増加しても電極間で放電が発生せず、アクチュエータ動作が可能となった。

駆動部ロッドの変位量の測定結果を図3に示すように、印加電圧を大きくすることで駆動部ロッドの変位量が増加した。これにより、アクチュエータの駆動力も増加したと考える。ただし、ばらつきが大きいので、再現性については今後検討が必要である。

パルス波印加時の試作機の駆動電圧を表1に示すように、絶縁体の挿入によって、変位量1mmにおいて表1に示す電圧が印加できた。また絶縁体表面に研磨用紙を貼付し、アクチュエータ駆動部との接触表面を凹凸形状にしたことで、周波数5Hz以下で変位量1mmの往復運動を可能とした。しかし時間の経過にともない、変位量1mmが減少する傾向を示した。これは絶縁体がアクチュエータの連続駆動にともなって充電されたためであり、表面の凹凸化だけでは静電気吸着力の低減効果が持続できないことがわかった。

なお参考として、駆動部電極側を接地した場合の、駆動電圧より計算した各入力パルス周波数での静電気発生力（推定値）を表1に付記した<sup>(3)</sup>。

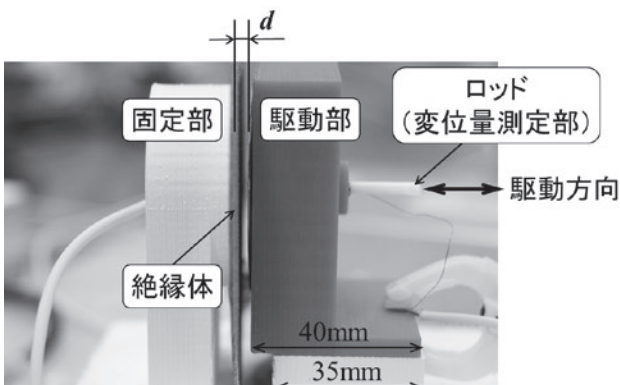


図2. 試作機の写真

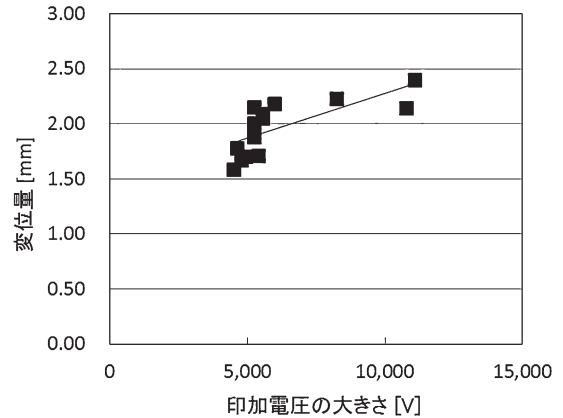


図3. 印加電圧と駆動部ロッドの変位量の関係

表1. パルス波印加時の試作機の駆動電圧

入力パルス周波数 [Hz]	駆動電圧 (設定値) [kV]	変位量 [mm]	静電気発生力 (計算による推定値) [N/m <sup>2</sup> ]
2	10.5	1	434
3	12.0		567
4	13.5		718
5	15.0		887

### 5. まとめ

1mmの変位量を有する静電アクチュエータを考案し、その変位量と駆動電圧との関係を検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) アクチュエータの両電極間における気中放電発生の回避策として、電極間への絶縁体の挿入を提案した。絶縁体に薄板で比誘電率が高い材料を選択し、アクチュエータ駆動部を軽量化したことで、電極間で放電が発生せず、アクチュエータ動作が可能となった。
- (2) 印加電圧の増加にともなって駆動部ロッドの変位量が増加した。アクチュエータの駆動力も増加したと考える。
- (3) 試作機において、周波数5Hz以下で変位量1mmの往復運動を確認した。
- (4) 変位量1mmは、アクチュエータの連続駆動にともなう絶縁体への充電によって減少傾向を示した。

(平成27年7月13日受付, 平成27年7月30日再受付)

### 文献

- (1) 山本晃生:「静電アクチュエータとその応用〜ヒトとの親和性をめざす薄く透明なアクチュエータ〜」, 日本バーチャルリアリティ学会誌, Vol.13, No.2, pp.8-12 (2008)
- (2) 西嶋隆, 山本晃生, 樋口俊郎, 稲葉昭夫:「積層用両面駆動型静電フィルムアクチュエータを用いた薄型直動テーブルと小型駆動装置の開発」, 岐阜県生産情報技術研究所研究報告, No.5, pp.7-12 (2003)
- (3) 鈴木隆介, 実吉敬二:「積層型微細静電アクチュエータの動作評価」, 第30回日本ロボット学会学術講演会, RSJ2012AC2I2-4 (2012)

## 背負い圧測定方法の検討

菅谷 紘子<sup>\*1)</sup> 岩崎 謙次<sup>\*1)</sup> 武田 有志<sup>\*2)</sup>

### A study on measuring method for shouldering pressure

Hiroko Sugatani<sup>\*1)</sup>, Kenji Iwasaki<sup>\*1)</sup>, Yuji Takeda<sup>\*1)</sup>

キーワード：接触圧, エアパック方式, 背負う

Keywords : Contact pressure, Air-pack method, Shouldering

#### 1. はじめに

都産技研では、快適性評価の一環として、ストレッチ繊維製品着用による人体への圧迫力(衣服圧)測定に関する研究開発, 技術相談等を実施してきた<sup>(1)~(3)</sup>。

このような技術支援を行っている中で最近、「ものを背負った時の人体への負荷」, 「背負い心地を数値化したい」などの問い合わせが増加している。しかし, 衣服圧測定における標準的な方法(センササイズφ20mmを用いる方法)では, 連続した点の測定が難しい。

そこで本研究では, 背負う製品により人体へかかる圧力(以下, 背負い圧とする)の測定方法を検討した。

#### 2. 背負い圧測定における条件の抽出

**2.1 試料と背負い圧測定部位の検討** 様々な背負う製品があるが, 本研究では種類や用途が豊富なリュックサックを試料とした。これは, 袋部とストラップ部からなる。ストラップ部は, 背負う部分である「ショルダーストラップ」, 支える部分である「ウエストベルト」, ズレを防ぐ「チェストストラップ」からなる。

代表的なリュックサックを調査した結果, ショルダーストラップの幅は60~80mm, ウエストベルトは幅13~38mm, チェストベルトは幅28~38mmで構成されていた。

また, 立位姿勢のダミーにリュックサックを装着させ, 人体と接する範囲を測定したところ, ショルダーストラップ部による肩部への背負い圧が大きく, 立位姿勢を保つ場合は, 背部や人体前面にはほとんど負荷がかからないことがわかった。このことから, ストラップ部分の圧力分布を測定できれば, 人体へ大きく負荷のかかる部位の背負い圧を把握できると考えた。

#### 3. 背負い圧測定方法の検討

**3.1 センサ開発と精度の確認** 試料を取り付けた際にショルダーストラップ部が当たる部分を測定したところ, 幅約60~80mm, 長さ方向は150mm程度であった。センサはこの面積を連続して測定できることを条件とし, 25mm角の角丸型とした。さらにセンサ取り付け時の簡便さを実現するために, 連続した25mm角の二連と三連のエアパックセンサを試作した(以下, 開発センサとする)(図1)。なお, 開発センサの測定範囲は0~35hPaである。

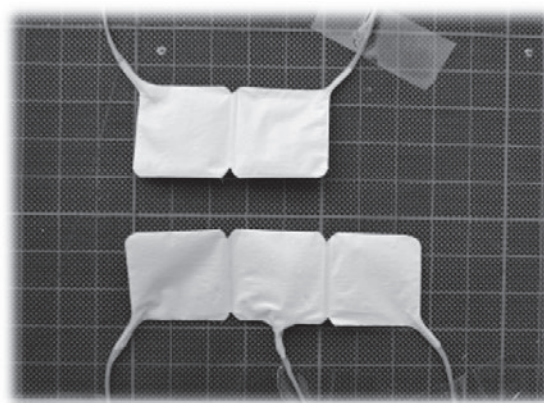


図1. 開発センサ  
(上) 25mm角二連センサ, (下) 25mm角三連センサ

センサ精度の確認は, 水圧校正方法を用いた。標準サイズのφ20mmセンサと, 25mm角丸二連, 三連のそれぞれの精度を確認した。

水圧校正の結果, 微小圧力下では開発センサの精度が標準サイズに比べ, 精度が高いことがわかった。25l容量のリュックサックでは3kg~5kg程度の荷重に相当することから, 圧力は30hPa以下と推測される。このことから, 開発センサで測定可能な範囲と考えられる。

**3.2 異なる背負い方による背負い圧測定の検討** 開発したセンサを用い, リュックサックの背負い方の違いによる背負い圧の測定が可能かを検討した。

事業名 平成26年度 基盤研究

\*1) 生活技術開発セクター

\*2) ロボット開発セクター

試料には、市販のリュックサック（25 l）を用い、背負う方法は背部へ背負い、すべてのストラップとベルト部を閉じる方法と、ショルダーストラップのみの2通りとした。測定には、衣服圧測定装置（AMI-3037-10-SW、株式会社エイムアイ・テクノ製）を用い、測定部位は、図2に示す10か所とした。試料の内部へは3 kgのおもりを底面に取り付けた。試料の取り付けは、20代女性平均寸法ダミー（WD-20、株式会社七彩製）を用いた。

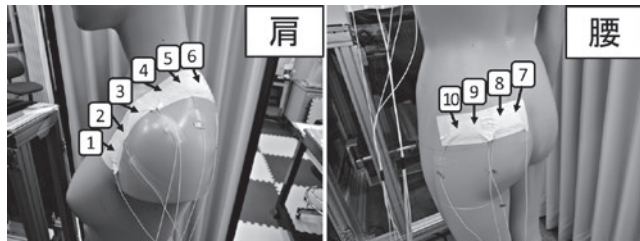


図2. 背負い圧測定部位と測定結果

測定結果を図3示す。人体形状に沿う形状のセンサであり、測定部位②、④ではどちらの背負い方でも、背負い圧が低い傾向にあった。これは、測定部位が人体の窪んだ部位に相当し、ストラップ部分が測定部から浮いている状態で、圧力がかからなかったためと考えられる。

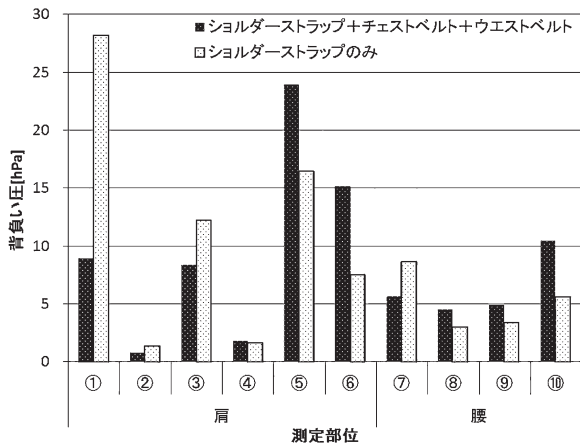


図3. 背負い圧測定部位と測定結果

背負い圧測定の結果を図示したものを図4に示す。すべてのストラップとベルト部を閉じる方法では、肩部において上方～背部方向に、腰部において側面から大きくかかることがわかった。一方、2か所のストラップを外し、ショルダーベルトのみで背負う方法では、袋部内部のおもりに引っ張られ、肩部において前面に大きくかかり、腰部において、後部に大きく背負い圧がかかることがわかった。

以上のように、背負い方の違いによる背負い圧の測定が可能であることが確認できた。また、姿勢やストラップ、ベルト部の締め方が変化することで背負い圧は大きく異なることが予想されることから、他の条件での検討も今後の課題として残った。

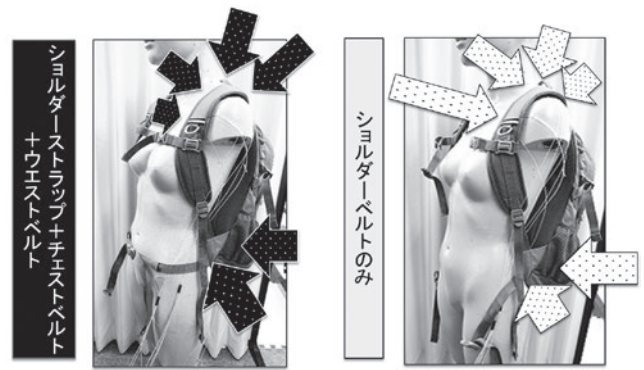


図4. 背負い方の違いによる背負い圧の大きさ

#### 4. まとめ

開発センサを利用することで、これまで測定できなかった部位を含み、より背負う製品に沿った測定が可能であることを確認した。

本研究では、ストラップ部の肩部へかかる背負い圧測定が目的であったため、加圧部位を連続測定できる角丸型が有効と考えた。測定の目的や測定部位に応じて、センサ形状を変更することが重要である。また、背負い圧は、試料取り付けに伴うばらつきが非常に大きい。様々な製品の背負い圧測定の場合、以下の手順で測定を進めることを提案する。

- (1) 製品のあたる人体部位の把握
- (2) 背負い圧測定に適したセンサの選択
- (3) 試料装着手順の確立
  - ① 荷重部と試料の固定
  - ② 試料の可動部の固定
  - ③ 人体のあたる部位への印付け

以上を踏まえ、他の背負う製品への応用や、背負った際の感覚値などとの相関について、今後検討していきたい。

(平成27年7月13日受付, 平成27年7月21日再受付)

#### 文 献

- (1) 菅谷紘子, 岩崎謙次:「衣服圧評価用の歩行動作ダミーの開発 第1報 柔らかダミーの開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, Vol.7, pp.58-61 (2012)
- (2) 菅谷紘子, 岩崎謙次:「衣服圧評価用の歩行動作ダミーの開発 第2報 歩行動作装置の開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, Vol.7, pp.62-65 (2012)
- (3) 菅谷紘子, 岩崎謙次, 山田巧:「ストレッチ繊維製品の衣服圧測定方法の確立」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, Vol.5, pp.136-137 (2010)
- (4) 諸岡晴美, 河上朋子, 諸岡英雄:「肩ストラップの接触圧分布を指標にしたランドセルの身体負荷軽減のための検討」, 繊維学会誌, Vol.65, No.12, pp.325-331 (2009)
- (5) 木岡悦子, 森由紀, 大村知子:「中高年にみるリュックサックの有有用性について」, 日本家政学会誌, Vol.50, No.1, pp.37-49 (1999)
- (6) 森由紀, 大村知子, 大森敏江, 木岡悦子:「小学生の学習用具の携行方法と負荷について」, 日本家政学会誌, Vol.50, No.9, pp.949-958 (1999)
- (7) 木岡悦子, 森由紀, 大森敏江, 大村知子:「中学生の通学用靴による人体への負荷について」, 日本家政学会誌, Vol.52, No.7, pp.647-656 (2001)



## ノート

ウェアラブルなLinuxサーバを用いた  
スマートフォン連携型デバイスの開発後濱 龍太\*<sup>1)</sup>

## Development of smartphone-linked devices using wearable Linux server

Ryuta Atohama\*<sup>1)</sup>

キーワード: モノのインターネット, ウェアラブル機器, HTML5 Web ソケット通信, Intel Edison ボード, Linux OS

Keywords: IoT (Internet of Things), Wearable devices, HTML5 Web sockets, Intel Edison, Linux OS

## 1. はじめに

2020年には250億台の機器がインターネットに接続されサービスを提供すると予測されており, IoT (Internet of Things) 市場の成長が注目されている<sup>(1)</sup>。すでにブレスレットのように装着でき, 心拍数や活動量の計測機能, スマートフォンとの通信機能を備えた製品が販売されている。

こうした製品を支える要素技術にはWi-FiやBluetoothといった無線通信, 加速度センサや心拍センサなどセンサモジュールの制御, 計測したセンサ信号の処理がある。

これらを扱う上で汎用OSのLinuxは都合が良い。2013年頃からのトレンドは, (i) 寸法が比較的小型で, Linux OSが動作し, 最初から無線モジュールを内蔵し, かつ1万円前後という調達しやすい価格のCPUボードが安定的に流通していること, (ii) 製品の一部あるいは全部が自由に利用できるオープンソースとして公開されていること, (iii) 製品ベンダがフォーラムサイトを設けてコミュニティベースの開発を促進する仕組みを整備する点が特徴である。例えばオープンソースなマイコンボードのArduinoシリーズからは, Wi-FiモジュールやGPIO (汎用入出力端子; General Purpose Input/Output), Linux OSを搭載したArduino Yúnが登場し<sup>(2)</sup>, Intelも無線モジュールやGPIOを実装しつつSDカードとほぼ同じサイズのLinuxボードEdisonを販売している<sup>(3)</sup>。

しかし, Linuxには利用可能なツールが膨大に存在するため, どのツールを組み合わせれば所望の機能を実現可能か検討する作業が必要となる。すなわちLinuxを用いた開発では, 要求機能の定義と実装方法の擦り合わせが肝要である。

本稿ではウェアラブル製品の基盤として, 無線接続したスマートフォンからEdisonボードのハードウェアを操作するシステムの構成を検討したので報告する。

## 2. 開発環境

2.1 Edisonボード ボードはウェアラブル用途に適しているEdisonを選択した<sup>(4)</sup>。主な特長は次の6点である。(i) 基板寸法がSDカードとほぼ同じで組込みに適している, (ii) 電池駆動に適した電源電圧 (3.3~4.5 V), (iii) Wi-FiおよびBluetoothモジュールを搭載し, かつ技適取得済みなので, 日本国内で利用できる, (iv) オプションのArduino Breakout BoardによりArduinoシリーズ向けの機能拡張ボードも利用できるなど, 試作開発を加速する工夫を備える。(v) Linux資産 (シェルスクリプト, システム管理デーモン他) を利用可能, (vi) GPIO制御ライブラリLibmraa<sup>(5)</sup>により, 後述するNode.js<sup>(6)</sup>アプリケーションからハードウェアを制御可能。

本稿ではターゲット基板としてEdisonにArduino Breakout Boardを装着したものをを用いる (図1)。

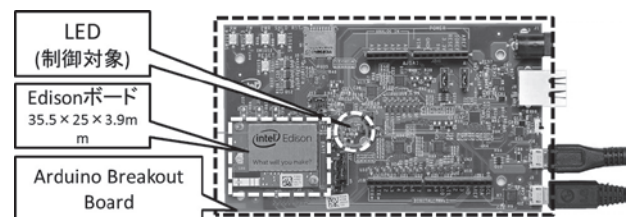


図1. Edisonボード (Arduino Breakout Boardを装着) LED (中央丸棒) の点灯/消灯を制御する

2.2 Node.js Node.jsはJavaScript言語を用いてサーバアプリケーションを構築するためのプラットフォームの1つである<sup>(7)</sup>。JavaScriptの特長であるイベント駆動型でサーバアプリケーションを設計できるので, コードがシンプルになる。また構築するサービスの要件に応じて必要なモジュールを読み込むことができる柔軟性と, モジュールの依存関係を管理するツールを備えている。以上のことから, ウェアラブル製品向けに開発に適している。

2.2 Socket.IO Socket.IO<sup>(8)</sup>はNode.jsでWebソケット

事業名 平成26年度 共同研究

\*<sup>1)</sup> 生活技術開発セクター



通信（サーバ・クライアント間の双方向通信<sup>(8)</sup>）を行うモジュールである。Webソケット通信は、低レイテンシや軽量のデータ通信を特長としており、これを使うとメッセージをサーバ・クライアント間で双方向・リアルタイムに通信できる。この実行結果はWebブラウザから確認でき、クライアントのOSに依らず同じ結果を表示できる。

### 3. システムの実装

3.1 構成 2.で述べたツールを組み合わせると、JavaScript言語のみで、クライアントのOSに依らずに同じユーザインタフェース（GUI）を提供しつつハードウェアの制御を実現できる。本稿では、(1) ユーザのスマートフォンに表示されたボタンGUIへの操作を検出して、(2) 無線接続されたEdison基板上のLEDを点灯/消灯するシステムを実装した。機能構成を図2に示す。

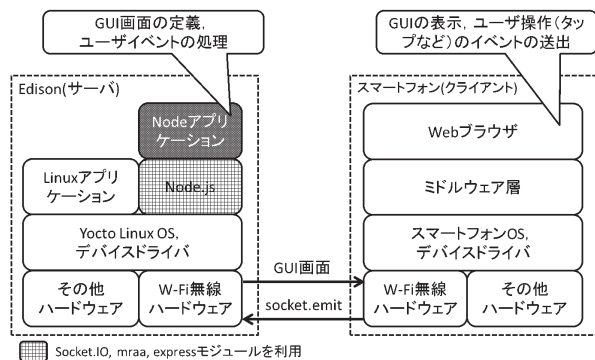


図2. システム構成図

3.2 GUIの実装 ユーザに提示するGUIをHTMLで実装した（図3）。以下では実装したシステムの主要なコードを示す。JavaScript言語の特長であるイベント駆動を用いたので「このボタンが押されたとき実行する関数の定義」といったシンプルな記述ができた。

```

1 <form>
2   <button id="led-on">LEDをONする</button>
3   <button id="led-off">LEDをOFFする</button>
4 </form>
5 <script type="text/javascript" src="js/socket.io-1.2.0.js">
6 </script>
7 <script type="text/javascript" src="js/jquery-1.11.1.min.js">
8 </script>
9 <script>
10  var socket = io();
11  $('#led-on').click(function(){
12    socket.emit('led-is-on?', 1);
13    return false;});
14  $('#led-off').click(function(){
15    socket.emit('led-is-on?', 0);
16    return false;});
17 </script>

```

図3. GUIとして提示するHTML（抜粋）

(2, 3行目) ボタンの定義。(11~16行目) ユーザのボタン押しイベントled-is-on?を送信する関数の定義。「LEDをONする」ボタンのときイベントに値1をセットし、「LEDをOFFする」のときイベントに値0をセットする。

3.3 サーバでの処理 Socket.IOにより取得したボタンイベントの内容に応じて、LEDを点灯/消灯するNode.jsアプリケーションを実装した（図4）。GPIOを制御するライブラリLibmraaはJavaScript言語で利用できるため、Node.jsアプリケーションにそのまま統合できた。

```

1  var express = require('express');
2  var app = express();
3  var http = require('http').Server(app);
4  var io = require('socket.io')(http);
5  var mraa = require('mraa');
6  ledpin= new mraa.Gpio(13);
7  io.on('connection', function(socket){
8    socket.on('led-is-on?', function(state){
9      led-pin.write(state);});
10 })

```

図4. サーバのNode.jsアプリケーション（抜粋）

(1~6行目) 変数の初期化処理を定義する。(8行目) クライアントが送信したイベントled-is-on?を検出したときは、(9行目) Libmraaを用い、LEDが接続されている端子の電圧を制御。変数stateの値が1であればLEDを点灯し、0であれば消灯する。

### 4. まとめ

本稿では小型なLinuxボードEdisonを取り上げ、スマートフォンへのGUIの表示やユーザの操作の検出、ハードウェア制御まで、一つの言語で実装できることを示した。

Linux資産を活用すると、ソフトウェア動作のスケジューリングや動作ログの取得など応用範囲が広がる。今後は小型なLinuxサーバを活用した、ウェアラブルデバイスの高度化と試作開発の迅速化手法について検討する。

(平成27年7月16日受付, 平成27年8月4日再受付)

### 文 献

- (1) Gartner, Press Release, <http://www.gartner.com/newsroom/id/2905717>.
- (2) Arduino Yún, <https://www.arduino.cc/en/Main/ArduinoBoardYun>.
- (3) Intel Enables Makers and Wearable Creators, <http://newsroom.intel.com/docs/DOC-5413>.
- (4) Product Brief – Intel® Edison, <http://www.intel.com/support/edison/sb/CS-035277.htm>.
- (5) mraa 0.7.2, <http://iotdk.intel.com/docs/master/mraa/>.
- (6) About Node.js®, <https://nodejs.org/about/>.
- (7) Node.js, <https://nodejs.org/>.
- (8) Web Sockets, <https://www.websocket.org/>.
- (9) Socket.IO, <http://socket.io/>.

## ノート

## 塗装工場からの排出VOCの捕集・回収技術の開発

島田 茂伸\*<sup>1)</sup> 浦田 昭雄\*<sup>2)</sup> 小野澤 明良\*<sup>3)</sup> 木下 稔夫\*<sup>3)</sup> 佐々木 智典\*<sup>4)</sup>

## Development of collecting/recovering technology for waste VOC from coating factories

Shigenobu Shimada \*<sup>1)</sup>, Akio Urata \*<sup>2)</sup>, Akiyoshi Onozawa \*<sup>3)</sup>, Toshio Kinoshita \*<sup>3)</sup>, Akinori Sasaki \*<sup>4)</sup>

キーワード：塗装工場，揮発性有機化合物 (VOC)，レーザポインタ，捕集，後付け

Keywords : Coating factory, Volatile Organic Compounds (VOC), Laser pointer, Collecting, After-fitted

## 1. はじめに

従前，塗装工場などから排出されるVOC (Volatile Organic Compounds) に関する取り扱いは，労働安全衛生法における作業者の健康管理に主眼がおかれ，塗装ブースからは低濃度VOCの大型排風機による大気への大量排出が続けられている。近年，産業界の生産活動が拡大するとともにVOCが大量に発生・放出され，SPM (Suspended Particulate Matter：浮遊粒子状物質)，光化学オキシダント源となる大気汚染物質の原因になっていると指摘されている。こうした状況を受けて，平成18年4月に大気汚染防止法が改正され，VOCの排出規制が実施されたものの，固定発生源からのVOC排出量が最も多い塗装分野，特に中小工場・事業所においては塗装に起因するVOC排出削減目標の30%削減に対して工程改善による取組に留まっている現状にある。理由の一つとして低濃度VOCは後処理が難しく，費用対効果が釣り合わないことがあげられる。では高濃度VOCを捕集・回収する手法を採用すればよいのであるが，現在のところそうした手法は見当たらない。したがって，廉価・後付け式の大容量排出の減容化と高濃度VOCの捕集・回収が実現するのであれば，上記の法規制も既に発布されていることから本件の普及は容易と考えられる。

本研究では作業者が操るスプレーガンに取り付けられたレーザポインタの光点を，塗装ブース背後のカメラ撮像によって位置推定を行い，それに追従するような2自由度を有するパラボラ型余剰塗料捕集機，およびそれを制御する後付け式システムの構築を目的とする。位置推定から捕集機動作までの時間が十分に短ければ，高濃度の余剰塗料が捕集・回収されると予想できる。

## 2. システム

2.1 基礎機能確認実験 試作システムを図1に示す。作業者のスプレーガンには噴射口延長線と平行になるように調整されたレーザポインタが取り付けられており，塗布物に噴射口を向けるとレーザポインタの光点が塗布物に投影される(図2)。図1中の工業用カメラは作業者の背後に設置され，ブース全体の撮像を工業用パソコンに送る。この際，レーザポインタの光点を検出するために，画面のR成分 (Red：赤色成分) だけを検出するプログラムを作成している。検出点は実世界のXY座標へと変換され2軸捕集機の特性を考慮したモータの目標値となり，PLC (Programmable Logic Controller, シーケンサとも呼ばれる) の決まったメモリに書き込まれる。PLCの指令値に従いモータは追従制御される。

2.2 作業者への追従性能の確認実験 図1のシステムを用いて，ヒトの作業に追従するかを確認するための実験を行った(図3)。吹付液体は水である。結果は作業者の動きにはほぼ追従する。しかしながら熟練者の作業速度には

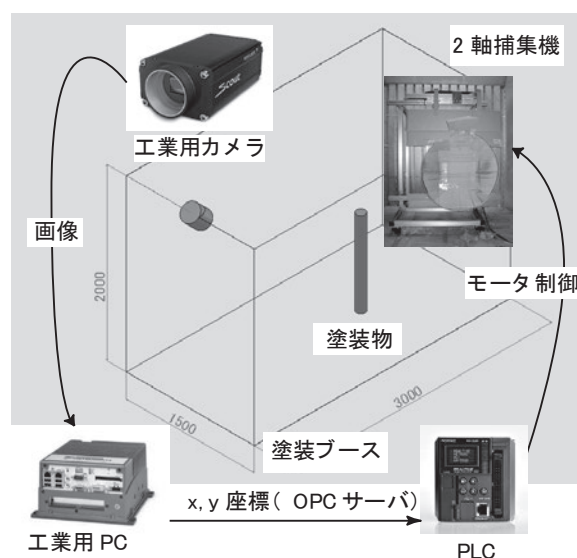


図1. 実験システム

事業名 平成24年度 基盤研究

\*<sup>1)</sup> 生活技術開発セクター\*<sup>2)</sup> 株式会社有我工業所\*<sup>3)</sup> 表面技術グループ\*<sup>4)</sup> ロボット開発セクター

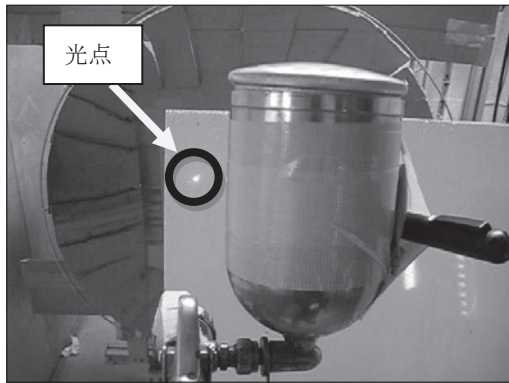


図2. 基礎機能確認実験

図心の赤い光点がレーザーポインタを指し示す点。スプレーガンの噴射口延長線とレーザーポインタの光軸は平行に取り付けた。背後からカメラによる撮像を行い、画面上の光点を検出計算し、2軸捕集機への位置指令としている。

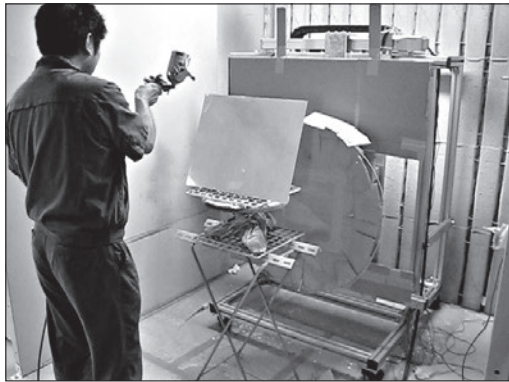


図3. 作業者への追従性能の確認実験

スプレーガン姿勢のセンシング動作検証実験全景（吹付液体：水）。2軸捕集機は吸引していない。作業差の動きに追従するかを確認した。

追従できないことがわかった。より深刻な問題として、レーザーポインタの光点抽出手法と処理系に起因するシステムの不安定動作が観察された。これらについて以下で考察する。

### 3. 考察

**3.1 熟練者への追従動作について** 開発当初、熟練者の作業速度は不明であったが、一方で捕集機の先端に取り付けるパラボラ型捕集機は20 kgと設計しており、要求トルクと購入コストとの関係から、定格出力毎秒350 mmのモータが選定された。後に文献から熟練者の作業速度は毎秒500 mm<sup>(1)(2)</sup>に達することが判明し、また実験でも熟練者の作業には追従できないことが確認されたことから、選定モータの出力不足が指摘できる。本試作機のストロークと負荷を考慮しても毎秒500 mmで動作するモータは市販されており通常販路で入手できるため、適合するモータの選定によって解決可能である。

\*「ほぼ」とは曖昧な表現であるが、ヒトの作業に対する捕集機の追従性を評価するには、ヒトの動きを何らかの計測器によって数値化する必要がある。試作機構築とその基礎機能の確認を目的とした本研究の次段階課題であり、本稿では評価しない。

**3.2 レーザポインタの光点抽出について** 本システムにおいて、レーザーポインタの光点抽出の不具合はモータへの位置指令に直接作用し、捕集機動作を不安定化させる。実験から以下の三つが不安定化要素として観察された。

(1) ヒトに遮られること。

作業者がカメラの存在を忘れ、不意に画角に映りこみ遮ってしまうことがあった。カメラ設置を複数台とし、一台が遮られても他のカメラが撮影可能なシステム構成にすることで解決できる。

(2) スプレーガンの噴霧塗料によりレーザー光が拡散し、光点輝度がしきい値を下回る。

解決策はクラス1レーザーポインタ(0.39 mW)をクラス2(1 mW)へ変更し、高出力化することが有効と考えられる。クラス2は、まばたきを含む反応応答で目への保護が達せられる<sup>(3)</sup>ため安全性に問題はない。

(3) レーザ光を塗装物に照射すると反射が起こる。その反射光がスプレーガンや塗装環境内の光沢物にさらに反射し、画像上に複数点の光点を存在させることがあった。スプレーガンと無関係な位置を誤検出し、捕集機動作を不安定化させた。また、撮影画像上では最大径の光点をレーザーポインタ位置と処理しているが同径の光点が複数個ある場合、いずれにも適合しなくなり光点なしと処理される。したがって、動作指令なしとなり捕集機は動作しない。

レーザー光はまず金属光沢の塗布物により反射が起こり、次いでその反射光がスプレーガンの塗装カップに反射し、再度塗布物に投影されていると考えられる。したがって塗料カップを布テープでマスキングすることで解決可能であると予想できる。

本節を確認するための実証実験は現在のところ未実施であり、それぞれの発生頻度も明らかになっていない。本稿では次段階で解決すべき項目として指摘するに留める。

### 4. まとめ

作業者の動きに追従する2軸余剰塗料捕集機を得た。今後、排風機を装備した実用に近いシステムで、従前の塗装ブースとの性能評価が必要である。本稿の内容を踏まえ、塗装業者である共同研究者の製造現場にて製品化に向けた取り組みが続けられている。

(平成27年7月13日受付, 平成27年8月12日再受付)

### 文 献

- (1)雇用促進事業団 職業能力開発大学校 基盤整備センター編/労働省認定教材：「塗装実技教科書」, p.35 (1999)
- (2)雇用・能力開発機構 職業能力開発大学校 能力開発研究センター編/労働省認定教材：「金属塗装法」, p.63 (2000)
- (3)JIS C 6802:2014 (IEC 60825-1:2014)：「レーザー製品の安全基準 附属書C クラス及び付随する潜在的危険性に関する説明」, 日本工業規格, p.76 (2000)

## ノート

## Schiff塩基を導入した修飾バナナ繊維の遷移金属イオン捕集特性

梶山 哲人<sup>\*1)</sup> 井上 潤<sup>\*2)</sup>

## Adsorption properties of modified banana fiber with schiff bases to transition metal ions

Tetsuto Kajiyama<sup>\*1)</sup>, Jun Inoue<sup>\*2)</sup>

キーワード：バナナ繊維，遷移金属イオン，捕集材

Keywords：Banana fiber, Transition metal ion, Adsorbent

## 1. はじめに

赤道近辺の国で廃棄されている植物の茎や葉などの廃棄物は年間十億トンをはるかに超えると言われており、バイオマス資源として有効活用が検討されている。また、重金属イオンなどの分離回収においては、イオン交換法などの研究が行われ、実用化されている。しかしながら、実用化されているイオン交換樹脂は石油由来製品であり、より人間環境に優しい材料の実用化が望まれる。

本研究では収穫物の十倍以上が廃棄されているバナナ葉部に着目し、バナナ繊維表面に Schiff塩基を導入した新規バイオマス系金属イオン捕集材（以下、捕集材）を合成し、吸着能について検討したので報告する。

## 2. 実験

2.1 バナナ繊維のアルカリ処理 図1に示すバナナ繊維（BF）を20質量%の水酸化ナトリウム水溶液に室温で2時間浸漬し、流水で洗浄した。水酸化ナトリウム水溶液の量はBF100gに対して3000mlとした。また、洗浄はBFに付着した水のpHがアルカリ性を示さなくなるまで行った。その後、70℃で一晩乾燥し、5mm程度に裁断して使用した<sup>(1)</sup>。

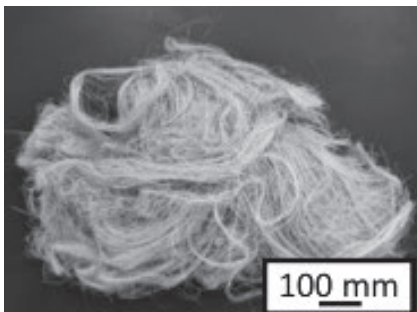


図1. 使用したフィリピン産バナナ繊維

2.2 捕集材の合成 メタクリル酸グリシジル（GMA）をグラフト重合したBF-g-GMAは文献<sup>(2)</sup>にしたがって合成した。導入した Schiff塩基はサリチルアルデヒドまたはその誘導体とジエチレントリアミンをエタノール中で反応させて合成した。カラムに充填したBF-g-GMAと Schiff塩基の水溶液を24時間室温で反応させ、その後、エタノール、アセトンで洗浄し、図2に示す捕集材を得た。

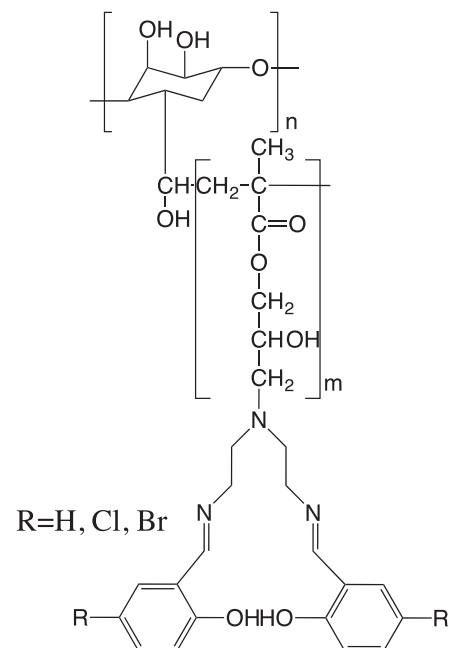


図2. 捕集材

2.3 捕集能の評価 水相は金属イオン（ $\text{Co}^{2+}$ ， $\text{Ni}^{2+}$ ， $\text{Cu}^{2+}$ ， $\text{Zn}^{2+}$ ） $1.0 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$ と過塩素酸ナトリウム $1.0 \times 10^{-1} \text{ mol dm}^{-3}$ を混合し、緩衝剤として2-モルホリノエタンスルホン酸、一水合物（MES）または酢酸緩衝剤を加えて調製した。遠心沈殿管に水相 $30 \text{ cm}^3$ と捕集材 $0.3 \text{ g}$ を加え、5日間、室温で振とうした。捕集材をろ過し、水相のpHを測定後、誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP-AES）を用いて金属イオン濃度を測定し、水相の初濃度との差から吸着量を求めた。



### 3. 結果と考察

今回の検討で使用した捕集材は、置換基が-HをBF-GMA (C<sub>1</sub>)、-ClをBF-GMA (C<sub>2</sub>)、-BrをBF-GMA (C<sub>3</sub>)と呼称する。BF-GMA (C<sub>1</sub>)を用いた場合の遷移金属の捕集率を図3に示す。BF-GMA (C<sub>1</sub>)を用いた場合、Cu<sup>2+</sup>はpH 4.1のときに、Ni<sup>2+</sup>およびZn<sup>2+</sup>ではpH 5.9のときに約40%、Co<sup>2+</sup>はpH 5.9のときに35%の最大捕集率を示した。

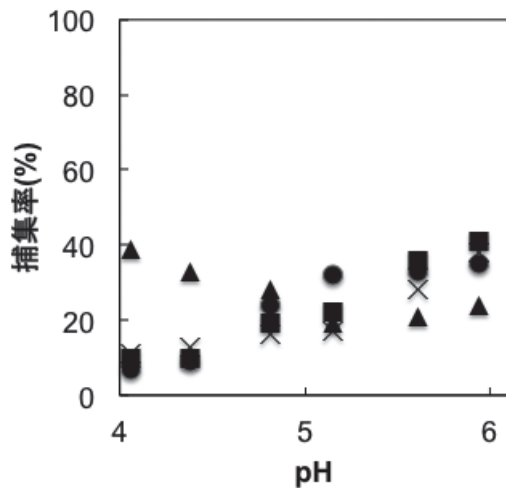


図3. BF-GMA (C<sub>1</sub>) の金属イオン捕集特性<sup>(3)</sup>  
Cu: ▲, Ni: ■, Co: ●, Zn: ×

BF-GMA (C<sub>2</sub>)を用いた場合の遷移金属の捕集率を図4に示す。Co<sup>2+</sup>はpH 6.0のときに70%、Cu<sup>2+</sup>はpH 4.4のときに30%、Zn<sup>2+</sup>はpH 5.9のときに59%、Ni<sup>2+</sup>はpH 6.0のときに50%の最大捕集率を示した。

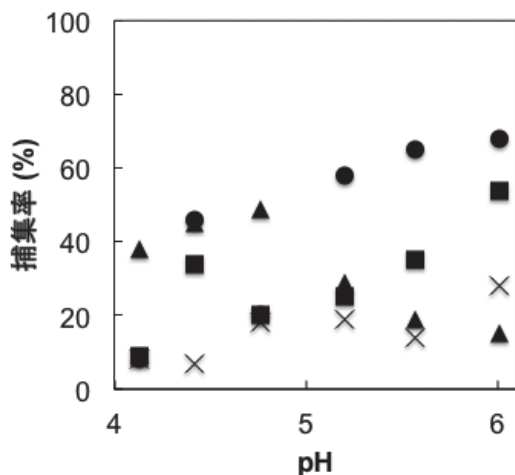


図4. BF-GMA (C<sub>2</sub>) の金属イオン捕集特性<sup>(3)</sup>  
Cu: ▲, Ni: ■, Co: ●, Zn: ×

BF-GMA (C<sub>3</sub>)を用いた場合の遷移金属の捕集率を図5に示す。Co<sup>2+</sup>はpH 4.1-6.0のときに85%の最大捕集率を示した。Cu<sup>2+</sup>はpH 4.1-4.4のときに45%、Ni<sup>2+</sup>はpH 6.0のときに60%、Zn<sup>2+</sup>はpH 6.0のときに60%の最大捕集率を示した。

そして、他の金属イオンに比べて、Co<sup>2+</sup>の捕集率が特に高かった。この結果からBF-GMA (C<sub>3</sub>)はBF-GMA (C<sub>1</sub>)より錯生成しやすいことが示唆された。しかし、他の金属イオンの捕集特性の要因は他にも挙げられるので、それらに関しては、今後検討していく。

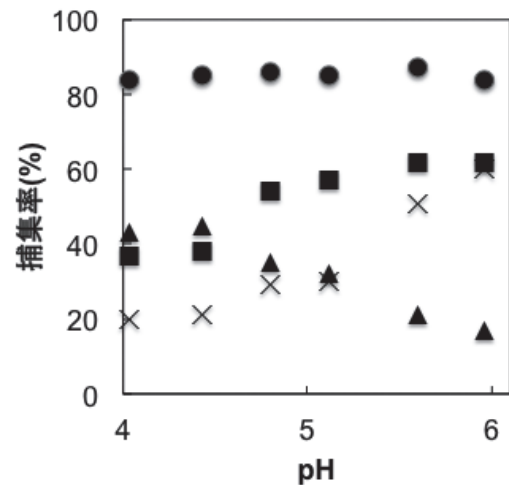


図5. BF-GMA (C<sub>3</sub>) の金属イオン捕集特性<sup>(3)</sup>  
Cu: ▲, Ni: ■, Co: ●, Zn: ×

### 4. まとめ

バナナ繊維を用いた新規金属イオン捕集材を3種類合成した。

BF-GMA (C<sub>3</sub>)は、BF-GMA (C<sub>1</sub>)およびBF-GMA (C<sub>2</sub>)と比べて、遷移金属イオン捕集能が高かった。

(平成27年7月14日受付, 平成27年7月21日再受付)

### 文 献

- (1) T. Kajiyama, T. Yasuda, S. Mimoto, K. Shimizu, T. Yamanaka and M. Murakami: "Effect of hexamethylene diisocyanate as compatibilizer on the mechanical properties of banana fiber/poly(butylene succinate) composites", *Int. Polym. Process.*, pp.58-63 (2013)
- (2) C. Tyagi, L-K. Tomar and H. Singh: "Surface modification of cellulose filter paper by glycidyl methacrylate grafting for biomolecule immobilization: Influence of grafting parameters and urease immobilization", *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol.111, No.3, pp. 1381-1390 (2009)
- (3) T. Kajiyama, S. Sakai, J. Inoue and H. Kokusen: "Adsorption properties of modified banana fiber to transition metal ions", *J. Ion Exch.*, Vol.25, No.4, pp.155-159 (2014)

ノート

# 光干渉断層計の開発

仲村 将司<sup>\*1)</sup> 佐野 宏靖<sup>\*1)</sup> 佐藤 研<sup>\*2)</sup> 岡根谷 晴朗<sup>\*3)</sup>

## Development of optical coherence tomography

Masashi Nakamura<sup>\*1)</sup>, Hiroyasu Sano<sup>\*1)</sup>, Ken Satoh<sup>\*2)</sup>, Seirou Okaneya<sup>\*3)</sup>

キーワード：光干渉断層計，アナログフィルタ，Android，Bluetooth

Keywords：OCT, Analog filter, Android, Bluetooth

### 1. はじめに

近年，OCT (Optical Coherence Tomography：光干渉断層計) が医療現場で活用されている。OCTとは，赤外線の干渉を用いて断層画像を取得する技術のことで，高分解能 (数 $\mu\text{m}$ ) で断層計測することができ，低侵襲・非接触・リアルタイムな断層画像を計測することができる。しかし，既存の装置は，多くが大型，据置型かつオシロスコープやPCを別に必要とするもので，可搬性が低く，用途も限定されているものがほとんどである。

そこで本研究では，(株)フェニックスudentが以前開発した光干渉断層計 (図1) の改良 (小型化，高機能化，性能向上) を実現し，医療のみならず産業現場において利用できる計測器を新たに開発することを目指した。これにより，産業現場における製品の検査や性能評価を高精度に行うことが可能となり，製品品質向上に貢献できると考える。

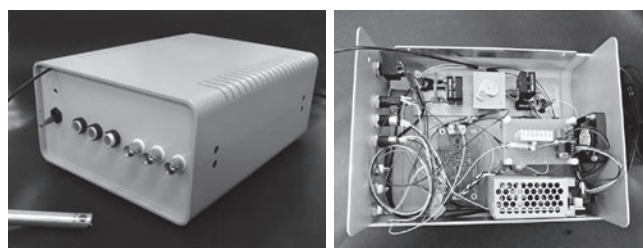


図1. 既製試作器

### 2. 開発内容

**2.1 光干渉断層計機構部の小型化** 光干渉断層計機構部とフィルタ回路の改良およびモーターコントローラーのマイコン化により，本体サイズが以前の“W180 mm×H240 mm×D100 mm”から“W150 mm×H200 mm×D80 mm”と小型化に成功した (図2)。

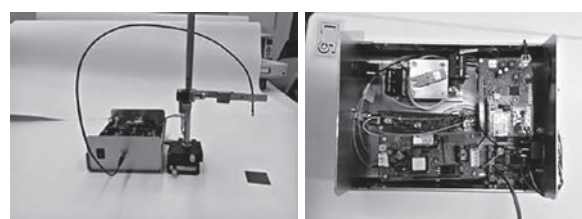
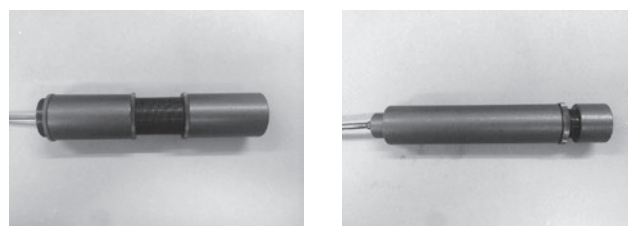
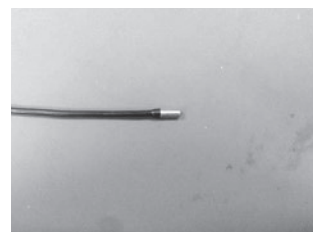


図2. 定全体および本体内部の様子

**2.2 測定プローブの設計・試作** 計測プローブとして，レンズ集光なしとレンズ集光ありの組み合わせの異なる2種類のプローブを設計・試作した (図3)。表面の凹凸の度合いによりプローブを使い分ける。例えば，歯やコンタクトレンズ等の凹凸が大きいものはレンズ有り，ガラスやプラスチック等の凹凸が小さいものはレンズが無いものを利用し，厚みや形状を計測する。



高散乱体用プローブ (レンズ有) 中散乱体用プローブ (レンズ有)



低散乱体用プローブ (レンズ無)

図3. 開発プローブ

**2.3 アナログフィルタ回路の改良** 既存基板に使用している部品のSPICEモデルを用いてシミュレーションを行い，ネットワークアナライザおよびオシロスコープで測定

事業名 平成26年度 共同研究

\*1) 電子・機械グループ

\*2) ロボット開発セクター

\*3) 株式会社フェニックスudent

した周波数特性と時間波形の実測値と計算値を比較し、トランスインピーダンスアンプ回路、バンドパスフィルタ回路、絶対値回路のモデルの妥当性を確認した。次に、メーカーが提供しているSPICEモデルを用いて、ノイズに一番影響がある前段回路のトランスインピーダンスアンプ回路についてフロアノイズをシミュレーションし、既存部品よりもノイズの少ない部品を選定した。また、改善基板が既存基板よりもノイズフロアが下がっていることをスペクトラムアナライザおよびオシロスコープで確認した(図4)。

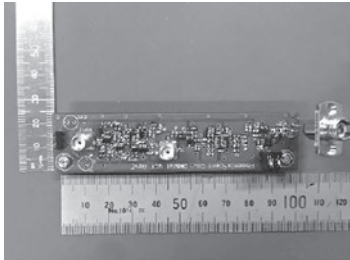


図4. 設計・試作した回路基板

**2. 4 モーターコントロール基板とステージ機構の設計・試作** 計測ステージの走査を行うためのモーターをコントロールするコントロール基板の設計・試作を行った(図5)。

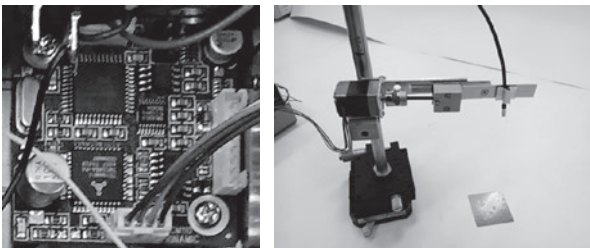


図5. コントロール基板および計測ステージ

**2. 5 データ処理基板の設計・試作** 光干渉断層計機構部で計測した信号をA/D変換し、Bluetooth無線モジュールでタブレット端末に送信するデータ処理部の設計・試作を行った。できる限り小さくすることを意識して設計を行い、79 mm×53 mmと小サイズの基板を実現した。また、コストを下げるために2層基板で設計を行った(図6)。

計測した信号を処理するマイコンには、Microchip社製のPIC24FJ64GC006を使用した。高速・高分解能のアナログモジュールを搭載しており、12ビット10M Spsの高速A/Dコンバータ、オペアンプ、DMA機能、D/Aコンバータを内蔵している。必要な機能がワンチップに内蔵されており、外部回路の実装が最小限で済むため小型化を実現するには最適なマイコンである。ソフトウェアの開発はデバイスに依存しないC言語で開発を行った。

Bluetooth無線モジュールには、Microchip社製のRN-42を搭載した無線モジュール評価キットを使用した。メイン基板にUSBシリアルインターフェースが実装されており、PCにUSBケーブルを接続するだけで設定パラメータの変更を

行える。

A/D変換で得たデータは、12ビットのデータで、4000バイト計測した段階でBluetooth無線通信によりタブレット端末に送信している。

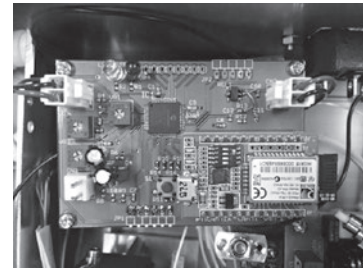


図6. データ処理マイコン基板

**2. 6 タブレット端末ソフトウェアの開発** データ処理部より無線送信された計測データを受信して、タブレットのモニター上に計測波形を表示するソフトウェアを実装した(図7)。また、計測したデータは端末に搭載されたSDカードスロットにCSV形式で保存できるようにした。タブレット端末のOSには普及率の高いAndroid OSを使用し、開発言語はJAVA言語でプログラミングを行った。

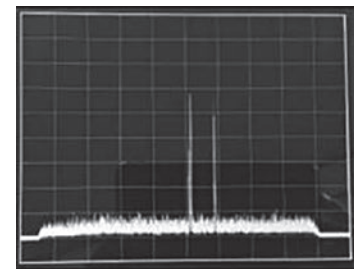


図7. タブレット上の波形表示

### 3. まとめ

従来製品に比べて小型で高機能な光干渉断層計を試作した。さらに、Android OSを搭載しているデバイスがあれば波形観測とデータロギングが無線で可能であるため利便性も高い。光干渉断層計本体にモニターやスイッチ類を必要としないためシンプルかつ低価格な装置となった。今後は、2次元波形表示機能、タブレットによるモーターコントロール機能、計測精度向上のための手法考案、スキャンスピードの高速化手法の考案を実現し、更なる機能の向上を図る。

(平成27年7月14日受付, 平成27年7月30日再受付)

### 文 献

- (1)後閑哲也:「PICで楽しむBluetooth・Wi-Fi」, 技術評論社, pp.180-223 (2013)
- (2)後閑哲也:「C言語ではじめるPIC24F活用ガイドブック」, 技術評論社 (2007)

## ノート

## シリカを用いた冷却基材の開発

飛澤 泰樹\*<sup>1)</sup> 清水 研一\*<sup>2)</sup> 小沼 ルミ\*<sup>3)</sup> 平山 明浩\*<sup>4)</sup> 菅谷 紘子\*<sup>4)</sup>  
 本田 壽男\*<sup>5)</sup> 渡辺 真佐美\*<sup>6)</sup>

## Development of coolant base material using silica

Taiki Tobusawa\*<sup>1)</sup>, Kenichi Shimizu\*<sup>2)</sup>, Rumi Konuma\*<sup>3)</sup>, Akihiro Hirayama\*<sup>4)</sup>, Hiroko Sugatani\*<sup>4)</sup>  
 Toshio Honda\*<sup>5)</sup>, Masami Watanabe\*<sup>6)</sup>

キーワード：ゴム，シリカ，冷却基材

Keywords：Rubber, Silica, Coolant base material

## 1. はじめに

近年，夏場は猛暑日が連続し，熱中症患者も増加している<sup>(1)</sup>。それに伴い冷却製品市場も拡大しており，冷却用素材としては，例えば吸水性ポリマーが用いられている。しかし，吸水性ポリマーは吸水性には優れているが，価格が比較的高い。また，吸水膨潤による体積変化が大きく形状保持性が低いため，応用範囲は限られている。

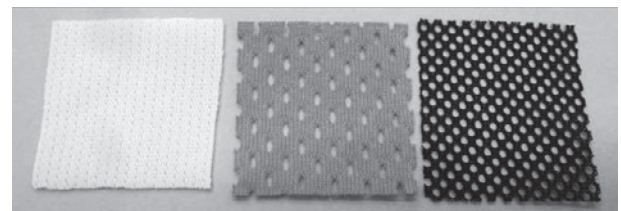
そこで，本研究では，吸水性ポリマーよりも吸水性は劣るが，低価格で吸水膨潤性も低いシリカを用いて，新規冷却基材を開発することを目的とした。なお，本冷却基材の冷却機構は，気化熱冷却（水が蒸発する際に接触物から熱を奪う作用）である。

## 2. 実験

2.1 材料 ベースゴムにはエチレンプロピレンゴム（EP-57C，JSR株式会社製，以下EPDM），吸水性材料にはシリカ（Nipsil VN3，東ソー・シリカ株式会社製）を用いた。両材料にプロセスオイルを加えて混練し，冷却基材を作製した。冷却基材は軟質かつ多少の付着性を有するため，単独では試験サンプルの作製等が難しい。そこで，冷却基材の片面に吸水性を有するレーヨン製生地を圧着することで，取扱いを容易にした（冷却シートA）。

冷却シートAだけでは外観や強度に不安があるため，実使用を想定してレーヨン製生地の反対側にニット生地またはメッシュ生地を圧着した（冷却シートB）。ニット生地には，ポリエステル100%で厚さ約0.86 mmの生地（ドットクール，東レ株式会社製）を用い，メッシュ生地には組織と厚

さの異なるポリエステル100%の生地を2種類用いた。ニット生地およびメッシュ生地の外観を図1に示す。本報では，厚さ約0.75 mmのメッシュ生地をメッシュ生地Iとし，厚さ約0.33 mmのメッシュ生地をメッシュ生地IIとした。



ニット生地      メッシュ生地 I      メッシュ生地 II

図1. ニット生地およびメッシュ生地の外観

冷却シートBは蒸散性を有しているが，単独では保水性に不安がある。そのため，実使用を想定して2枚の冷却シートBの間にレーヨン製不織布を配し，冷却シートCを作製した（図2）。

冷却シートAからCの素材構成を図3に示す。

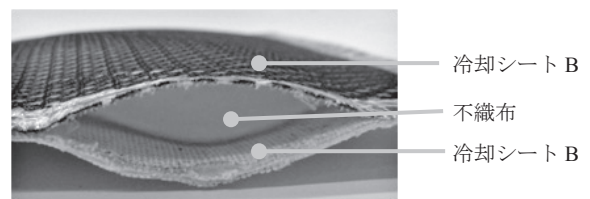


図2. 冷却シートCの外観

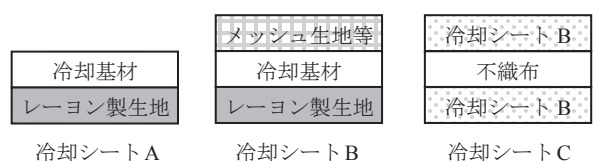


図3. 冷却シートの素材構成

事業名 平成23年度～平成25年度 共同研究

\*<sup>1)</sup> 繊維・化学グループ

\*<sup>2)</sup> 材料技術グループ

\*<sup>3)</sup> 環境技術グループ

\*<sup>4)</sup> 生活技術開発セクター

\*<sup>5)</sup> 本田技術士事務所（平成23年度から平成24年度）

\*<sup>6)</sup> 株式会社三敬商会（平成25年度）



2. 2 材料の混練および成形 材料の混練は、ミキシングロールを用いて行い、配合比はEPDM/シリカ/プロセスオイル=70質量部/70質量部/100質量部とした。混練材料はカレンダー成形機で厚さ0.5 mm×幅300 mm×長さ3,000 mmのシートに成形した。

2. 3 蒸散性試験1 冷却シートAに圧着するニット生地およびメッシュ生地から直径90 mmの試験片を切り出し、ポークン規格BQE A 028に従い蒸散性試験を行った。

まず、直径90 mmの試験片とシャーレの質量 ( $W$ ) を測定した。次に、シャーレに水0.1 mlを滴下し、その上に試験片を載せ、質量 ( $W_0$ ) を測定した。最後に、その状態で20°C・65%RH下に放置し、20分後の質量 ( $W$ ) を測定した。各質量の値を用いて、下記式 (1) から蒸散率を算出した。

$$\text{蒸散率 (\%)} = \{(W_0 - W) / (W_0 - W)\} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

2. 4 蒸散性試験2 冷却シートBから直径70 mmの試験片を切り出し、JIS L 1099 A-2 (ウォータ法) を参考に蒸散性試験を行った。

まず、カップに水を入れ、試験片の裏側 (レーヨン製生地側) を水に向けて載せた。次に、ドーナツ状の蓋を試験片の上に載せ、その蓋をカップにネジで固定した (有効試験範囲: 直径60 mm)。そのカップを逆さにした状態で40°C・50%RHの恒温恒湿槽内に置き、1時間後の質量 ( $W$ ) を測定した。 $W_1$ と試験前質量 ( $W_0$ ) を用いて、下記式 (2) から蒸散度を算出した。

$$\text{蒸散度 (g/m}^2 \cdot \text{h)} = (W_0 - W) / \{(3.14 \times 0.03 \times 0.03) \times 1\} \dots\dots\dots (2)$$

2. 5 冷却性試験 冷却シートCに水を吸収させた後、それをポリエステル83%/ポリウレタン17%のニット生地で包みこみ、男性型サーマルマネキン (P.T.Teknik社製) に取り付けた (図4)。男性型サーマルマネキンの表面温度は32°Cに設定し、テープ型温度センサを用いて肩甲骨部の表面温度変化を測定した。試験は30°C・50%RHの室内で行った。



図4. 冷却性試験

2. 6 かび抵抗性試験 本冷却基材は水を吸収させて使用するため、かびの発生が懸念される。そこで、JIS Z 2911 (2010) に従い、冷却基材のかび抵抗性試験を行った。試験環境は26°C・95%RH以上とし、4週間経過後に顕微鏡および目視で菌糸の発育状態を確認した。かび抵抗性試験結果の表示基準を、以下に示す。

- 0: 試料又は試験片の接種した部分に菌糸の発育が認められない。
- 1: 試料又は試験片の接種した部分に認められる菌糸の発育部分の面積は、全面積の1/3を超えない。
- 2: 試料又は試験片の接種した部分に認められる菌糸の発育部分の面積は、全面積の1/3を超える。

### 3. 結果

3. 1 蒸散性 ニット生地およびメッシュ生地の蒸散率並びに、冷却シートBの蒸散度を表1に示す。

表1より、メッシュ生地IIを圧着した冷却シートBが、最も蒸散性に優れていた。気化熱冷却は、蒸散性に優れている方が高い効果を期待できる。そのため、冷却シートCの作製にはメッシュ生地IIを採用した。

表1. 各生地の蒸散率および冷却シートBの蒸散度

生地の種類	蒸散率 (%)	蒸散度 (g/m <sup>2</sup> ・h)
ニット生地	23.0	384
メッシュ生地I	24.8	459
メッシュ生地II	32.7	527

3. 2 冷却性 メッシュ生地IIを採用した冷却シートCの冷却性試験結果を図5に示す。

図5より、冷却シートCを用いることで、男性型サーマルマネキンの表面温度を最大で32°Cから27°Cまで下げることができた。また、2時間経過後、表面温度は27.5°Cを保つことができた。

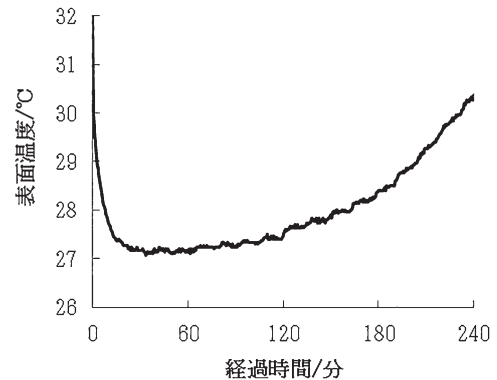


図5. 男性型サーマルマネキンの表面温度変化

3. 3 かび抵抗性 冷却基材を用いてかび抵抗性試験を行った結果、顕微鏡観察では全面積の3分の1を超えない範囲で菌糸の発育が確認されたが、発育量はわずかであった (結果表示: 1 (弱))。また、目視観察では、かびの発生は認められなかった (結果表示: 0)。

### 4. まとめ

- (1) 本冷却基材 (シリカを用いた冷却基材) は、気化熱冷却製品に応用できる可能性が認められた。
  - (2) 本冷却基材はシート成形が可能であるため、従来の素材よりも多用途に応用できる可能性が示唆された。
  - (3) 本冷却基材は、比較的に優れたかび抵抗性を有していた。
- (平成27年7月14日受付, 平成27年7月21日再受付)

### 文 献

(1) 環境省熱中症予防情報サイト, 熱中症環境保健マニュアル

# 促進耐候性試験と発光計測による劣化評価

杉森 博和\*<sup>1)</sup>

## Evaluation of detecting material degradation by accelerated weathering test and luminescence measurement

Hirokazu Sugimori\*<sup>1)</sup>

キーワード：促進耐候性試験, レーザー誘起発光計測

Keywords : Accelerated weathering test, Laser-induced luminescence measurement

### 1. はじめに

屋外で使用する工業材料, 工業製品のライフサイクルを見積もる上で, 耐候性の評価は欠かせないものとなっている。光や熱などで劣化するプラスチックやゴムなどの耐候性は, 屋外暴露試験や促進耐候性試験と, 各種劣化解析を組み合わせることで評価されている。劣化解析手法としては, 強度試験, 色彩測定などが実施されているが, これらはある程度劣化が進んだ試料に適用できる手法であり, 劣化初期の変化を検出することが課題となっている。

この初期劣化を検出することを目的に, 近年試料からの発光現象を利用した研究が進められている。発光を誘起する手段としては加熱によるもの<sup>(1)(2)</sup>が主流であるが, ArF エキシマレーザーを利用した研究<sup>(3)</sup>も実施されている。熱誘起の手法については発光の原理が詳しく検討されているが, 測定時間が光誘起の手法より長い傾向にある。一方, 光による誘起は測定時間は短いものの装置が高価である。また発光のメカニズムが複雑であり, 不明な点が多い。

本研究では, 安価な装置を使用し, 短時間の測定で高分子材料の初期劣化を検出することを目的に, 半導体レーザーの紫外光を高分子材料の表面に照射したときに誘起される発光の量とスペクトルを測定し, 材料による違いと耐候性評価への適用性を検討した。

### 2. 実験方法

**2.1 試料** 促進耐候性試験用の試料として, ペレット状のポリプロピレン (PP) 2種 (PP-A, PP-B) を選定した。2種の違いは, 劣化防止剤などの添加剤をほとんど含まないもの (PP-A) と添加剤が含まれているもの (PP-B) である。

**2.2 促進耐候性試験** 光源としてブラックライト (東芝ライテック株式会社製, FL15BLB) を使用して, 促進耐候 (光) 性試験を実施した。ブラックライトのピーク波長は 352 nm で, 300 nm 付近までの紫外線を照射可能である。試

験は, ステンレスシャーレに入れた試料に時間を変えて光を照射し, 劣化進行度の異なる測定試料を作製した。

**2.3 紫外線レーザー光誘起による発光計測** 発光計測には化学発光スペクトル測定装置 (東北電子産業株式会社製, CLA-FS3L) を使用した (図1)。発光の励起源である半導体レーザー光は, 中心波長が 375 nm で, 2枚のバンドパスフィルターを通して試料室に照射される。照射したレーザー光の反射光, 散乱光が検出器に入らないようにするために, 紫外線カットフィルターを試料室上部に挿入した。光検出量の測定は, 促進耐候性試験前後の試料を試料室に入れ, 空気流通下で実施した。光電子増倍管による光検出開始5秒後に紫外線レーザー光の照射を開始し, 測定終了まで照射を継続した。測定時間は180秒とした。また, 紫外線レーザー光を試料に照射した状態で, 試料室と検出器の間に設置された複数のハイパスフィルターを切り替えることにより, 光スペクトルを測定した。

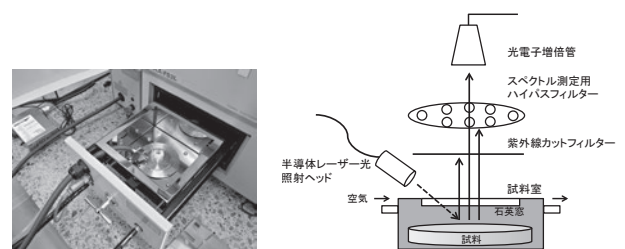


図1. 化学発光スペクトル測定装置

### 3. 結果と考察

**3.1 光誘起によるポリプロピレンの発光** 光未照射のPPに紫外線レーザー光を照射したときの光検出量の時間変化と光スペクトルを図2および図3に示す。Blankは, 試料を入れずに紫外線レーザー光を照射したときの結果である。検出された光には, フィルターでカットしきれなかった紫外線レーザー光の反射光や散乱光が含まれていると考えられるが, 得られたスペクトルが照射光のものとは異なること, 高分子材料の光吸収によるスペクトル変化では説明で

きないことから、紫外線レーザー照射時に試料表面で発光現象が起きていると考えられる。

PP-A, PP-Bとも、測定中光検出量が徐々に減少しているが、この現象は試料表面に存在する発光種の、紫外線レーザー光による化学変化が原因であると考えられる。発光種は特定できていないが、純粋なPPは375 nmの光を吸収しないので、PP表面に存在する共役二重結合などの異種構造が発光している可能性が考えられる。2種のPPの結果を比較すると、光検出量および光スペクトルの形状に差が見られた。PP-Aの400 nm - 600 nmのブロードな発光は、上述した異種構造に起因している可能性が考えられる。PP-Bの500 nm - 600 nm付近の発光はPP-Aでは確認されないため、添加剤が発光種になっていると考えられる。

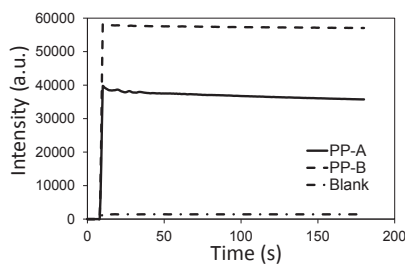


図2. ポリプロピレンに紫外線レーザー光を照射したときの光検出量

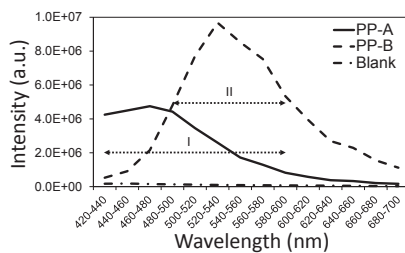


図3. ポリプロピレンに紫外線レーザー光を照射したときの光スペクトル  
(I) 異種構造, (II) 添加剤による発光と考えられる領域

**3. 2 促進耐候性試験後の発光挙動** 時間を変えてブラックライトの光を照射したPPの光検出量および光スペクトルの変化を図4および図5に示す。図4の縦軸は、ブラックライトを照射していない試料の結果を1としたときの比で示した。ブラックライト光の照射時間が長くなるに従い、どちらのPPも光検出量の減少が見られた。これは、ブラックライトの光を照射したことにより、試料表面に存在していた異種構造や添加剤などの発光種の量が減少したことを反映していると考えられる。また、図5に示したPP-Bのスペクトルにおいて500 nm - 600 nmの光検出量が減少しているのは、添加剤が化学変化をしていることに起因していると考えられる。一方、PP-Bでは400 nm - 500 nmの光検出量がブラックライトの照射で増加しており、新たな発光種が生成していることが示唆された。

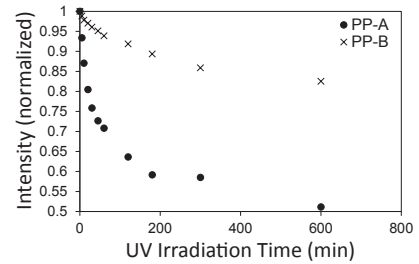


図4. ブラックライト光を照射したポリプロピレンに紫外線レーザー光を照射したときの光検出量

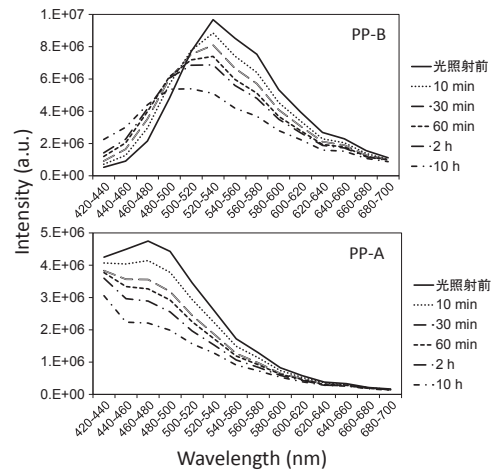


図5. ブラックライト光を照射したポリプロピレンに紫外線レーザー光を照射したときの光スペクトル

#### 4. まとめ

PPに紫外線レーザー光を照射すると、試料からの発光と考えられる光が可視光領域に検出された。この光の検出量やスペクトルは、試料に含まれる添加剤の有無やブラックライトの照射時間で違いが見られた。本法は、ブラックライト照射前のPP材料が有する異種構造などの発光種や、ブラックライト照射による発光種の減少、生成を検出可能であると考えられる。今後は、本法で得られる結果と材料の劣化進行度との関連性を、他の分析法と比較しながら議論していく予定である。

#### 謝辞

本研究の一部は、公益財団法人スガウエザリング技術振興財団の研究助成により実施した。

(平成27年7月14日受付, 平成27年8月12日再受付)

#### 文 献

- (1)大澤善次郎:「化学発光法の原理と高分子劣化への応用」, マテリアルライフ, Vol.3, No.1, pp.32-39 (1991)
- (2)中谷久之:「化学発光によるポリプロピレン劣化の評価」, マテリアルライフ学会誌, Vol.19, No.4, pp.163-166 (2007)
- (3)T. Ito, N. Fuse, Y. Ohki: "Effects of Additives, Photodegradation, and Water-tree Degradation on the Photoluminescence in Polyethylene and Polypropylene", IEEE Transactions on Fundamentals and Materials, Vol.124, No.7, pp.624-630 (2004)





## 外部発表一覧／論文

### Development of a Diehard GEM using PTFE insulator substrate

若林正毅 (理研), 小宮一毅 (都産技研), 玉川徹・竹内陽子・青木一也・竹谷敦 (理研), 浜垣秀樹 (東大)

Journal of Instrumentation Vol.JINST 9, pp.C03043 (2014)

IOP Publishing Ltd and Sissa Medialab srl

通常 GEM フォイルは絶縁層にはポリイミド/LCP (Liquid Crystal polymer) フィルムが用いられ, 電極の成形, 加工の難しさ, コスト等の問題で他のフィルムを用いて試作された例はほとんどない。我々は炭化の原因がトラッキング現象であると考え, 従来より耐アーク放電特性のよい PTFE フィルムを絶縁層とした GEM を考案, 作製した。開発した GEM フォイルの作製過程と結果について発表した。

### パーソナルファブリケーションを利用した知育デザインツール“UNI + FORM”の開発

上野明也 (都産技研), 田子學 ((株) エムテド)

デザイン学研究作品集 Vol.19, No.19, pp.36 - 39 (2014)

日本デザイン学会

近年, レーザーカッターや 3D プリンター等のデジタル工作機器を有する施設が増えてきている。そこでは一般の人々がデジタル工作機器を利用しモノづくり活動を行う“パーソナルファブリケーション”が盛んに行われている。本作品は, そのパーソナルファブリケーションの作品として実験的に制作した, ジュラルミンのユニットとネオジム磁石のユニットで構成された知育デザインツールである。

### Basic characteristics of tissue-equivalent phantom thermoluminescence slab dosimeter using new TL phosphor Li3B7O12:Cu

眞正浄光 (首都大), 古場裕介 (放医研), 若林源一郎 (近畿大), 玉津早駿 (千葉大), 福田茂一 (放医研), 森本良・丸山大樹・齋藤秀敏 (首都大), 櫻井昇 (都産技研)

Radiation Measurements Vol.62, pp.15-21 (2014)

Elsevier

ホウ酸リチウム系熱蛍光体と合成樹脂による組織等価ファントム熱ルミネッセンススラブ線量計 (TEP-TLSD/SR1) の基礎的特性の検証を行った。広い線量域で応答の直線性が得られ, SN 比も良好で, 従来の水ファントムと電離箱型検出器による測定の結果とよく一致した。原型の TEP-TLD にくらべ成形や取扱が容易で, 組織等価性の向上により, 組織等価ファントムと線量計が一体となった三次元線量計が可能となった。

### 平成 24 年度「日本薬局方の試験法等に関する研究」研究報告 高速・高感度分散形近赤外分光器を用いた錠剤中主薬成分の定量と工程内導入への適用性

坂本知昭 (国立衛研), 村山広大 (横河電機 (株)), 藤巻康人 (都産技研), 北川雅博 (エーザイ (株)), 小金井誠司 (都産技研), 小宮山誠 (横河電機 (株)), 檜山行雄・香取典子・奥田晴宏 (国立衛研) 医薬品医療機器レギュラトリーサイエンス Vol.45, No.4, pp.361-367 (2014)

日本公定書協会

高感度透過測定が可能な分散形 NIR 分光器を用いた錠剤中の主薬成分の迅速定量への応用を検討し, 日本薬局方 (日局) ならびに ICH - Q2 で提唱されている分析能パラメータに基づく評価を行った結果, 1 錠当たり約 1 秒で十分な SN 比とスペクトルの再現性が得られる透過測定を達成した。

### Synergistic effects of Fenton's reaction and the sonochemical reaction on the decomposition of trichloroethylene in water

田熊保彦 (都産技研), 小島紀徳 (成蹊大)

Journal of Chemical Engineering of Japan Vol.47, No.4, pp.309-313 (2014)

(公社) 化学工学会

超音波照射有りおよび無しの場合でのフェントン反応によるトリクロロエチレン (TCE) の分解について反応速度を検討した。分解反応速度は過酸化水素および鉄イオン濃度に比例して高くなった。また, 超音波照射と組み合わせた場合の分解反応速度はフェントン反応およびソノケミカルリアクションのそれぞれの分解反応速度を足したものよりも大きくなり, この組み合わせで相乗効果が生じていることが示された。

### Development of an Immunity Test System for Safety of Personal Care Robots

村上真之 (都産技研), 池田博康 ((独) 労働安全衛生総合研究所)

IEICE Transactions on Communications Vol.E97-B, No.5, pp.1030-1043 (2014)

(一社) 電子情報通信学会

生活支援ロボットの安全性に関する基準および試験法の策定が国際的に進んでいる。電磁妨害はロボットの重要な危険源であるため, 機能安全の観点から電磁妨害に対する生活支援ロボットの安全性検証手法の考案と試験システムの構築を行った。ロボットの安全機能を作動させる治具やロボットの安全状態を検知する試験治具を作製し, 実際のロボットを活用して, 様々な試験治具から構成されるイミュニティ試験システムの実用性を検証した。

#### **Radiocesium accumulation in *Egeria densa*, a submerged plant - possible mechanism of cesium absorption**

木幡光 (東北大学), 永川栄泰・櫻井昇 (都産技研), 保倉明子 (東京電機大学), 寺田靖子 (JASRI/SPring8), 長谷川博・原田英美子 (滋賀県立大)

Journal of Analytical Atomic Spectrometry Vol.29, No.5, pp.868-874 (2014)

Royal Society of Chemistry

福島原発事故により放射性セシウムが大気中に放出され, 広範に環境汚染が生じた。本研究では水生植物オオカナダモの放射性Csの吸着に関する研究を行った。福島県内4箇所植物体, 水, 底泥を採取し分析を行った。分析の結果, オオカナダモ中に放射性Csが取り込まれていることがわかった。葉・根を介してCsを蓄積し, 転流も見られた。またCsは細胞壁もしくはアポプラスト領域に分布していることが明らかとなった。

#### **Amperometric biosensor based on enzyme immobilization with post process for medical and multiple applications**

月精智子 (都産技研, 東京医科歯科大学), 荒川貴博・工藤寛之 (東京医科歯科大学), 齊藤浩一 (国立東京工業高等専門学校), 三林浩二 (東京医科歯科大学)

Analytical Letters Vol.47, No.8, pp.1361-1374 (2014)

Taylor & Francis

4ステップの塗布工程のみで作製でき, 酵素を変えるだけで多様な物質に応用可能な電極式バイオセンサを作製した。本論文では, アルデヒド脱水素酵素, ホルムアルデヒド脱水素酵素, グルコース酸化酵素を固定化して各種計測を行った結果, アセトアルデヒド溶液は2.00~200  $\mu\text{mol/l}$ , ホルムアルデヒドガスは2.0~12 ppm, グルコース溶液は0.100~10.0 mmol/lの範囲で計測可能であった。

#### **Conductive pulp fiber sheet-prepared waste newspaper pulp fibers treated by electroless nickel plating and its electric field shielding effect**

上野武司・竹村昌太・島田勝廣・西野義典・樋口明久・鈴木雅洋 (都産技研), 岡山隆之 (東京農工大学)

Journal of Material Cycles and Waste Management Vol.17, pp.490-495 (2014)

(一社) 廃棄物資源循環学会

紙パルプ繊維に無電解ニッケルめっきを施したものをパルプと混抄することで導電紙を形成した。紙パルプ繊維として, 新聞古紙等の古紙を用いた。形成した導電紙は電磁波シールド材としての機能がある。周波数100-1000 MHzの電磁波の電界成分において30 dB以上のシールド性能があり, 一般的な電磁波シールド材としての機能を持つ。

#### **With high sensitivity and with wide-dynamic-range Localized surface-plasmon resonance sensor for volatile organic compounds**

紋川亮・中川朋恵・杉森博和・加沢エリト (都産技研), 芝本幸平・武井孝・春田正毅 (首都大)

Sensor and actuators B Vol.196, pp.1-9 (2014)

Elsevier

揮発性有機化合物 (VOC) は, 工場等からの排出量の削減が求められている。VOC排出量の減少には, VOCセンサーを用いて発生箇所を特定し, 必要な対策を講じることが有効である。本研究は, 局在プラズモン (LSPR) 現象を利用した高感度光センシングシステムとして, 金ナノパターンに多孔質シリカをコーティングしたLSPRチップを開発し, VOCの検出能力を評価した。

#### **Biosynthesis of poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxy-4-methylvalerate) by recombinant *Escherichia coli* expressing leucine metabolism-related enzymes derived from *Clostridium difficile***

雑賀あずさ (東工大), 渡辺世利子 (東工大, 都産技研), スーディッシュ (Universiti Sains Malaysia), 柘植丈治 (東工大)

Journal of Bioscience and Bioengineering Vol.117, No.6, pp.670-675 (2014)

The Society for Biotechnology, Japan.

PHA合成酵素を発現させた遺伝子組換え細菌のロイシン添加培地での培養の他, 組換え細菌とロイシン合成細菌のロイシン無添加培地での培養, ロイシン合成細菌の遺伝子組換え体のロイシン無添加培地での培養において, ロイシンを基質とした3-ヒドロキシ-4-メチル吉草酸を含むポリヒドロキシアルカン酸共重合体の合成を初めて示した。

#### **Tribochemical Reactions of Ionic Liquids Under Vacuum Conditions**

川田将平・渡部誠也 (東京理科大), 近藤ゆりこ (都産技研), 坪井涼 (大同大学), 佐々木信也 (東京理科大)

Tribology Letters Vol.54, No.3, pp.309-315 (2014)

Springer

本研究では, イオン液体を用いた真空中潤滑状態において, 四重極形分析計 (Q-mass) による摺動時アウトガスのその場観察, および飛行時間型二次イオン質量分析法 (TOF-SIMS) による摺動後表面の化学分析を行うことで, 潤滑システムにおけるイオン液体の反応, 分解メカニズムを調査した。その結果, アウトガスの主成分はカチオン由来であること, 摺動後表面に存在するイオン種はアニオン由来であることが確認された。

#### **Fe-Cu合金粉を用いたFe-2%Cu-0.8%C焼結鋼の組織と強度**

岩岡拓 (都産技研), 藤本章 (芝浦工大)

粉体および粉末冶金 Vol.61, No.6, pp.290-297 (2014)

(一社) 粉体粉末冶金協会

Fe-Cu合金粉を用いた粉末冶金法により, 高濃度の銅が含有されるスクラップを再利用する方法を検討した。Fe-2%Cu-0.8%C焼

結体のマイクロ組織と強度は、Fe/Fe-Cu粉末重量比にかなり影響を及ぼされた。酸化皮膜があるFe-Cu合金粉を使用する場合、例えば、700 MPa以上の抗折力をもつ焼結体を得るためには、Fe/Fe-Cu粉末重量比は3以上であることが望ましい。

#### Evaluation of Gelatin Hydrogel as a Potential Carrier for Cell Transportation

大藪淑美・畑山博哉・柚木俊二(都産技研)

Journal of Bioscience and Bioengineering Vol.118, No.1, pp.112-115 (2014)

Elsevier

再生医療において、細胞加工機関と医療機関との細胞輸送に適したハイドロゲルは存在しない。我々は $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$ 鎖が分解されていない非分解型ゼラチン(UCG)を作製し、細胞をそのゲルに温度低下で包埋したのち、温度上昇で分散させた。その温度範囲は23~37°Cであった。包埋された細胞の生存率が23°C、7日間において96%であることを実証した。このUCGは再生医療において細胞輸送への利用に期待できる。

#### HIPIMS deposition of TiAlN films on inner wall of micro-dies and its applicability in micro-sheet metal forming

清水徹英(首都大)、小宮英俊・渡部友太郎・寺西義一・長坂浩志・森河和雄(都産技研)、楊明(首都大)

Surface and Coatings Technology Vol.250, pp.44-51 (2014)

Elsevier

非常に小さな穴(穴径約1 mm)側面へ、通常のスパッタとパルススパッタ(HiPIMS)による成膜を行い、成膜可能な深度、深度による膜の硬度、表面粗さや膜断面の変化を検証した。この結果を用いて、マイクロプレス金型の表面と内壁へのHiPIMSによる成膜を行い、マイクロプレス加工がより効果的に行えることを見出した。

#### 難燃性マグネシウム合金溶接部の応力腐食割れに対するショットピーニング処理の影響

藤巻康人・小金井誠司(都産技研)、小林祐次・辻俊哉(新東工業(株))、神雅彦・基昭夫(日本工業大学)

材料と環境 Vol.63, No.8, pp.463-467 (2014)

(公社)腐食防食学会

難燃性マグネシウム合金(AZX602)溶接部の引張り応力の緩和対策として、鉄鋼材料等で普段多く用いられているショットピーニング処理の適用を検討した。ショットピーニング処理の有効性と各種処理条件の適格性評価には、新開発した純水による腐食試験法を用いた。結果として、基材のみでは応力腐食割れが起きなかったものの、溶接部に対して行ったショットピーニング処理によって応力腐食割れを抑制する効果が認められた。

#### LET and Dose Rate Effect on Radiation-induced Copolymerization in Physical Gel

中川清子(都産技研)、田口光正・木村敦・長澤尚胤・廣木章博((独)日本原子力研究開発機構)

Nuclear Instrument and Methods in Physics Research B Vol.334, pp.64-68 (2014)

Elsevier

マレイミドおよびスチレンを溶解した2-プロパノールにヒドロキシピロピルセルロースを添加して、ゲル状にした試料にプロトン・ヘリウムイオン・炭素イオンを照射し、LET効果および線量率効果を検討した。溶液と比較して、低線量率で重合反応の効率が增加する線量率効果がより顕著に現れた。また、LETの大きい炭素イオン照射のみならず、プロトン照射においても線量率効果が大きくなった。

#### Size-Dependent Thermochromism through enhanced Electron-Phonon Coupling in 1 nm Quantum Dots

玉置晴菜(慶大)、渡辺洋人(都産技研)、神山幸子・緒明佑哉・今井宏明(慶大)

Angewandte Chemie International Edition Vol.53, No.40, pp.10706-10709 (2014)

WILEY

サブナノ細孔を有する多孔質シリカを鋳型に、CuO量子ドットのサイズ選択的合成に成功し、バンドギャップ(Eg)の粒子サイズ低下による増大を確認した。CuO量子ドットはEgの温度依存性が強く、温度の変化に伴い青から緑へのサーモクロミズムを示すことを発見した。Egの温度依存性を粒子サイズごとに解析した結果、サーモクロミズムの要因である電子-格子相互作用がサブナノ領域で大きく増加することが明らかになった。

#### Synthesis and characterization of carbon nanoparticle films prepared by plasma-based ion implantation

澤井周・中原優也・松本直浩・崔峻豪・加藤孝久(東大)、川口雅弘(都産技研)

Surface and Interface Analysis Vol.46, No.10-11, pp.961-965 (2014)

John Wiley & Sons

PBII&D法を用いて、カーボンナノ粒子(CNPs)膜の作製を行い、XPSやラマン分光分析による評価を行った。その結果、銀薄膜に対してカーボンイオンを注入した後、銀薄膜をうまく取り除くことで、CNPs膜を形成できることを確認した。

#### Solvent-free synthesis, coating and morphogenesis of conductive polymer materials through spontaneous generation of activated monomers

村松嶺・緒明佑哉・桑原健人(慶大)、林孝星(都産技研)、今井宏明(慶大)

Chemical Communications Vol.50, No.80, pp.11840-11843 (2014)

Royal Society of Chemistry

本研究では、常圧および低温下で発生した活性モノマーを使用して、導電性高分子を無溶媒で合成し、コーティングおよび形態

形成を行うための手段を開発した。この方法は、電気化学的特性の向上を目的とした、複雑な層形成や、導電性コーティングを容易にすることができる。また合成条件を調整することで、様々な導電性高分子や他の高分子材料の合成やコーティングに応用することができる。

#### Doping incompatible elements into calcite through amorphous calcium carbonate

松沼智史・鍵裕之・小松一生・丸山浩二(東大), 吉野徹(都産技研)  
Crystal Growth & Design Vol.14, No.11, pp.5344-5348 (2014)  
American Chemical Society

ストロンチウム含有非晶質炭酸カルシウムを圧力誘起結晶化させることで、本来カルサイト中へは入りにくい元素であるストロンチウムをカルサイト結晶中にドーブすることに成功した。今後の材料開発への応用が期待される。

#### Adsorption properties of modified banana fiber to transition metal ions

梶山哲人(都産技研), 酒井翔平(東京学芸大学), 井上潤(都産技研), 國仙久雄(東京学芸大学)  
Journal of Ion Exchange Vol.25, No.4, pp.155-159 (2014)  
日本イオン交換学会

バナナ繊維表面にシッフ塩基を導入した新規バイオマス系金属イオン捕集材を合成し、吸着能について検討した。配位子の置換基に -Br を用いた時に、コバルトイオンの高吸着性が観察された。この結果は、本捕集材を用いて遷移金属の混合溶液からコバルトを選択的に分離できることを示しており、有用性の高い材料である。

#### Chain reaction on de-halogenation of 1, 2-dibromotetrafluoroethane and 1, 1, 2-trichlorotrifluoroethane induced by irradiation in alcohols

中川清子(都産技研)  
Radiation Physics and Chemistry Vol.108, pp.29-32 (2015)  
Elsevier

ハロン2402およびフロン113を2-プロパノールおよびメタノール中で放射線照射により分解する反応について再検討した。脱酸素を十分行うことにより、線量率360 kGy/hのγ線照射で、ハロン2402分解のG値は2-プロパノール中で14,000、メタノール中で2,200、フロン113分解のG値は2-プロパノール中で3,200と得られ、連鎖反応が起きていると考えられる。反応機構について議論した。

#### 赤外分光スペクトルの主成分分析及び階層的クラスタ分析による亜麻と苧麻の鑑別

宇井剛(都産技研)  
繊維製品消費科学 Vol.55, No.11, pp.46-52 (2014)  
(一社)日本繊維製品消費科学会

天然材料の品質を保証するには、長年の習熟を要する鑑別が必要である。そこで赤外分光分析の結果を、ケモメトリックスの探索的データ解析、主成分分析及階層的クラスタ分析を用いて、習

熟が不要な鑑別方法を検討した。亜麻と苧麻を試料とし、赤外分光分析の測定方法、主成分解析条件、母集団データの正当性等を検討した。結果KBr錠剤法で測定、透過率を一次微分、解析波数範囲850~1050cm<sup>-1</sup>, 第3主成分まで解析して鑑別することができた。

#### One-year time variations of anthropogenic radionuclides in aerosols at Tokyo after the Fukushima Dai-ichi Nuclear Power Plant reactor failures

永川栄泰・外立貴宏・金城康人・鈴木隆司(都産技研)  
Journal of Nuclear Science and Technology Vol.52, No.6, pp.784-791 (2015)  
Taylor & Francis

福島第一原子力発電所事故により、我々は震災直後より放射能モニタリングを開始した。東京では2011年3月15日に大気中の浮遊粒子状物質の放射能濃度が最大となった。短半減期核種はほぼ4月には検出限界以下となり、I-131は6月前半まで検出された。長半減期核種(Cs-134, Cs-137)は1年間を通して観測された。これらのデータを基に被ばく線量についても評価した。

#### 公設試験研究機関向け技術検索エンジン

阿部真也・富山真一・大平倫宏(都産技研)  
情報アクセスシンポジウム2014, pp.1-8 (2014)  
(一社)情報処理学会

本稿では、公設試験研究機関向けの技術検索エンジンを開発した。本検索エンジンは、全文検索システムとWebクローラからなり、メタデータから内容を推論することで、正確性の高い検索が可能となった。

#### Study of Charged Frame ESD Immunity Testing Specified in ISO 7176-21

村上真之(都産技研), 池田博康((独)労働安全衛生総合研究所)  
IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility Vol.56, No.6, pp.1276-1286 (2014)  
IEEE

電動車いすの製品EMC規格(ISO 7176-21)では、人体モデルのESD試験とは異なる帯電フレームESD試験を独自に規定している。移動型の生活支援ロボットの安全性検証試験として、帯電フレームESD試験を導入したいが、ISO 7176-21の試験法には不備が多い。本論文では、帯電装置、ロボットの支持台、ロボットの搭乗者の有無による試験への影響を調査し、生活支援ロボットの帯電フレームESD試験を適切に実施するための情報を提供する。

#### 外れ値環境下におけるロバスト Self-Tuning Controller

金田泰昌(東工大, 都産技研), 入月康晴(都産技研), 山北昌毅(東工大)  
計測自動制御学会論文集 Vol.50, No.12, pp.836-844 (2014)  
(公社)計測自動制御学会

外れ値にロバストな self-tuning controller を提案した。従来のパラメータ更新則は推定誤差の最小化問題の解として与えられる。



そこで、この最小化問題にスパース正則化項を追加し、外れ値を推定、除去した。シミュレーションにより提案手法の有効性を示した。

#### Combination of X-ray transmission and eddy-current testing for the closed-loop recycling of aluminum alloys

竹澤勉・上本道久・伊藤清(都産技研)

Journal of Material Cycles and Waste Management Vol.17, No.1, pp.84-90 (2015)

Springer Japan

アルミニウム合金の展伸材は展伸材へとクローズドループリサイクルされておらず、不純物許容濃度の大きい鋳物材にリサイクルされている。展伸材の生産にはエネルギーが大量消費されるため、高品位の展伸材を展伸材としてリサイクルできれば省エネルギー・省資源の点から有用である。相互識別に向けX線透過および渦流探傷技術を組み合わせ検討したところ、7種類の合金を3つのグループに、2つの技術を組み合わせると6つのグループに識別できた。

#### In Vitro Parallel Evaluation of Antibacterial Activity and Cytotoxicity of Commercially Available Silver-Containing Wound Dressings

柚木俊二(都産技研), 光田益士(アルケア(株)), 大藪淑美(都産技研), 岩崎徹治(アルケア(株))

Chronic Wound Care Management and Research Vol.2, pp.1-9 (2015)

Dove Medical Press

銀含有創傷被覆材のリスク(細胞毒性)とベネフィット(適切な抗菌性)を評価した。Ionic Agを含む被覆材はAgイオン溶出量が多く、劇的な抗菌性を示す一方、強い細胞毒性を示した。スルファジジン銀を含むものはイオン溶出量が低く、細胞毒性も最も低かったが、著明な抗菌性を示した。フォーム材は強い細胞毒性を示したが抗菌性が著しく低かった。銀含有創傷被覆材によりリスクとベネフィットの関係は異なると結論した。

#### Highly sensitive and rapid gas biosensor for formaldehyde based on an enzymatic cycling system

紋川亮・月精智子・瀧本悠貴・城照彰(都産技研), 和田俊明・左成信之(柴田科学(株))

Sensor and Actuators B Vol.210, pp.241-247 (2015)

Elsevier

本研究では、酵素サイクリング法を用いてホルムアルデヒド溶液及びガス計測を試みた。その結果、10~1000 ppbの範囲でホルムアルデヒド溶液の検出が可能であった。また、10分で5 ppbのホルムアルデヒドガスの検出が可能であり、迅速かつ高感度なホルムアルデヒドガス計測が可能であった。

#### In Situ Observation of Pressure-Induced Crystallization from Amorphous Calcium Carbonate by Time-Resolved X-Ray Diffraction

丸山浩二・鍵裕之(東大), 井上徹・大藤弘明(愛媛大), 吉野徹(都産技研)

Chemistry Letters Vol.44, No.4, pp.434-436 (2015)

(公社)日本化学会

非晶質炭酸カルシウムの圧力誘起結晶化を放射光を用いてその場観察した。得られた成長速度の解析や組織の観察から非晶質炭酸カルシウムの圧力誘起結晶化は溶液からの結晶化とは異なるプロセスを経る可能性が示された。

#### Friction Fade-out at Polymer-Like Carbon Films Slid by ZrO<sub>2</sub> Pins under Hydrogen Environment

野坂正隆・御船聡(東大), 川口雅弘(都産技研), 椎葉崇・加藤孝久(東大)

Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology Vol.229, No.8, pp.1030-1038 (2015)

Institution of Mechanical Engineers

ポリマーライクカーボン膜に対して、ZrO<sub>2</sub>ピンを用いて水素環境下で摺動試験を行った。その結果、最小で0.0002という極超低摩擦現象を確認した。各種分析を行い、メカニズムについて検討した。

#### 木材-ボルト接合における締付け速度がトルク係数に及ぼす影響

松原独歩(都産技研, 農工大), 中野貴啓・島田勝廣(都産技研), 船田良(農工大)・服部順昭(元農工大)

木材学会誌 Vol.61, No.1, pp.33-39 (2015)

(一社)日本木材学会

ボルトで接合された木材接合における締付け速度がトルク係数に及ぼす影響を調べるために、締付け速度を5段階に設定して締付け試験を木造建築物に使われる針葉樹4種を用いて行った。締付け速度の増加に伴いトルク係数は減少傾向を示し、20 rpmで樹種間の差異は小さくなることが明らかとなった。この傾向は、コントロールである木材を挿入しない金物のみの結果と同様であった。

#### Robust Self-Tuning Controller under Outliers

金田泰昌(東工大, 都産技研), 入月康晴(都産技研), 山北昌毅(東工大)

The 53rd IEEE Conference on Decision and Control, pp.2020-2025 (2014)

IEEE Control Systems Society

外れ値環境下においてロバストな self-tuning controller を提案し、その性能を解析した。提案手法の性能は、外れ値が存在しない場合の性能と同程度になることを理論的に証明した。シミュレーションにて提案手法の有効性を示した。

## Hand Model with Soft Skin for Evaluation of Human Hand Motion

佐々木智典 (都産技研), 橋本洋志 (産技大)

40th Annual Conference of the IEEE Industrial Electronics Society, pp.4010-4015 (2014)

IEEE

本論文では, 柔軟な皮膚を有するハンドモデルについて述べた。このハンドモデルは人間の手動作データに基づき動力学シミュレーション空間内で動作する。本研究では, これを利用することで直接的には計測が困難な変形を伴う手動作の評価を行うことを目指し, プロトタイプシステムの開発を行った。

## 外部発表一覧／口頭発表

### 目視による $\gamma$ 線検出のための水溶性フェノキサジン系カラーフォーマー

小野沙織里・太刀川達也(埼玉大学), 関口正之(都産技研)  
日本化学会第94春季年会  
(公社)日本化学会

目視による放射線検出を目的としたカラーフォーマーの開発の一つとして、有機溶媒系で高い発色能を示すフェノキサジン系カラーフォーマーの側鎖にトリエチレングリコール鎖を導入し、水溶化したカラーフォーマーを作製した。水およびカラギーナンゲルでの $\gamma$ 線に対する発色挙動を報告した。

### Structure characterization of ion-vapor deposited a-C:H coating by solid state $^{13}\text{C}$ NMR

許俊(東大), 渡邊禎之・林英男・川口雅弘(都産技研), 加藤孝久(東大)

7th China International Symposium on Tribology  
China University of Mining and Technology など

DLC膜の水素原子含有量や炭素原子の $\text{sp}^2/\text{sp}^3$ 比はDLC膜の物性に相関があると言われており、これらのパラメータを定量的に評価することは重要である。これまでの研究においてDLC膜を粉末化させる手法を考案し、NMRによって $\text{sp}^2/\text{sp}^3$ 比を定量的に評価できた。本研究では、 $\text{sp}^2$ 炭素には水素と結合している原子としていない原子があることを見出し、水素の存在がDLC膜の物性に与える影響を考察した。

### Hydrogen Dependence and Tribochemical Mechanism of Superlubricity in Ion Vapor Deposited a-C:H:Si Films

陳新春(東大), 川口雅弘(都産技研), 崔峻豪・野坂正隆・加藤孝久(東大)

7th China International Symposium on Tribology  
China University of Mining and Technology 他

イオン化蒸着法で成膜したa-C:H:Si膜について、大気中、窒素雰囲気中、水素雰囲気中、それぞれにおける摩擦試験を行ったところ、摩擦係数0.01を下回る超低摩擦現象が発現した。そこで摩擦特性におよぼす膜中の水素含有量の影響について検討した。

### セメント水和物とCsの相互作用に関する検討(2) セメント水和物のC-A-S-Hの構造とCsの収着に関する検討

渡邊禎之(都産技研), 湊大輔((一財)電力中央研究所), 芳賀和子((株)太平洋コンサルタント), 山田一夫((独)国立環境研究所)  
第68回セメント技術大会  
(一社)セメント協会

放射性Csを含む廃棄物の処分において、セメント系材料が使用されることから、セメント系材料とCsの相互作用を評価することが必要である。本検討では普通ポルトランドセメント水和物とフライアッシュセメント水和物に関して、その構造とCsの収着特性を評価し、合成C-S-Hとの違いを明確にした。

### セメント水和物とCsの相互作用に関する検討(1) AIの固溶がC-S-HのCs収着特性に与える影響

原澤修一・長瀬孝宏((株)太平洋コンサルタント), 渡邊禎之(都産技研), 山田一夫((独)国立環境研究所)  
第68回セメント技術大会  
(一社)セメント協会

放射性Csを含む廃棄物の処分において、セメント系材料が使用されることから、セメント系材料とCsの相互作用を評価することが必要である。セメント水和物の主要な水和物はカルシウムシリケート水和物であり、特に混合セメントではカルシウムシリケートにAIが固溶すると考えられることから、AIが固溶したカルシウムシリケートに関する評価が重要である。本検討ではAIの固溶がCsの収着特性に与える影響を評価した。

### 低融点金属粉を添加した焼結マグネシウムの組織と強度

岩岡拓・青沼昌幸(都産技研), 中村満(岩手大)  
第126回春期大会  
(一社)軽金属学会

酸化皮膜で覆われた純マグネシウム粉末の焼結の検討を行った。低融点金属粉末量の変化に応じて焼結体の抗折力および曲げ歪は変化した。低融点かつ高共晶点となる金属粉を適量添加し、共晶融液による焼結を行った結果、高強度かつ高延性な焼結体が得られた。

### Structural characterization of ion-vapor deposited hydrogenated amorphous carbon coatings by solid state $^{13}\text{C}$ NMR

許俊(東大), 渡邊禎之・林英男・川口雅弘(都産技研), 加藤孝久(東大)

トライボロジー会議2014春 東京  
(一社)日本トライボロジー学会

DLC膜の水素原子含有量や炭素原子の $\text{sp}^2/\text{sp}^3$ 比はDLC膜の物性に相関があると言われており、これらのパラメータを定量的に評価することは重要である。これまでの研究においてDLC膜を粉末化させる手法を考案し、NMRによって $\text{sp}^2/\text{sp}^3$ 比を定量的に評価できた。本研究では、 $\text{sp}^2$ 炭素には水素と結合している原子としていない原子があることを見出し、水素の存在がDLC膜の物性に与える影響を考察した。

### a-C:H:Si膜の超潤滑における成長機構および動的な平滑化挙動

陳新春(東大), 川口雅弘(都産技研), 崔峻豪・野坂正隆・加藤孝久(東大)

トライボロジー会議2014春東京予稿集  
(一社)日本トライボロジー学会

イオン化蒸着法を用いてa-C:H:Siを成膜し、膜の表面粗さに及ぼす処理条件の影響について検討した。その結果、表面粗さを決定するパラメータとして、印加電圧が重要であることを見出した。

#### DLC成膜によるポリエチレンフィルムのガスバリア性向上

近藤敦仁・森外光・加藤孝久(東大), 清水綾・川口雅弘(都産技研)  
トライボロジー会議2014春東京  
(一社)日本トライボロジー学会

PBII&D法にて高密度ポリエチレン(HDPE)上にDLC成膜を行い, HDPEのガスバリア性の評価, およびDLC膜のマイクロ構造とガスバリア性の相関を確認することで, 高ガスバリア性を有するDLC膜の成膜処理条件について検討した。

#### 水素雰囲気下での各種摩擦材料に対するPLC膜の摩擦フリー特性

御船聡・野坂正隆・加藤孝久(東大), 川口雅弘(都産技研)  
トライボロジー会議2014春東京予稿集  
(一社)日本トライボロジー学会

イオン化蒸着法を用いて成膜したPLC膜について, 水素雰囲気下での摩擦試験を行った。その結果, 極超低摩擦現象が発現することを確認した。また, 摩擦フリーを発現したPLC膜の表面層は, 高い水素含有率とsp<sup>2</sup>構造が支配的であることを確認した。

#### 水素化摩擦触媒によるDLC複合膜の摩擦フリー性能の安定性

野坂正隆・石室賢人・加藤孝久(東大), 川口雅弘(都産技研)  
トライボロジー会議2014春東京予稿集  
(一社)日本トライボロジー学会

イオン化蒸着法を用いて成膜した複合PLC膜について, 水素雰囲気下での摩擦試験を行った。その結果, 1.5 kg以上の高荷重を負荷しても, 極超低摩擦現象が安定的に発現することを確認した。

#### 高位合成ツールを使った軽量ブロック暗号モジュールの開発

岡部忠・志水匠・武田有志・藤原康平・小林丈士(都産技研)  
JPCAShow2014 アカデミックプラザ  
(一社)エレクトロニクス実装学会

軽量ブロック暗号化方式に対して高位合成手法を適用した事例を報告する。高位合成手法を用いることで, 様々なアルゴリズムのハードウェア性能を容易に評価でき, 要求仕様に最適な回路アーキテクチャを短時間で評価できる。

#### 亜鉛めっきのバナジウム系耐食性化成皮膜形成条件の検討

浦崎香織里(都産技研), 山崎章弘(成蹊大)  
平成26年度学術講演大会  
(公社)日本材料科学会

亜鉛めっきのクロムフリー耐食性化成皮膜の開発を目的とし, クロム代替金属としてバナジウムを用いた化成皮膜の形成条件を検討したところ, 3価クロメート皮膜と同等程度の耐食性を有する化成皮膜形成条件を見出すことに成功した。

#### ハーモニック・ミキサを用いた60 GHz帯超広帯域無線通信用周波数変換器の開発

藤原康平・小林丈士(都産技研), 柴垣信彦・羽生広((株)日立製作所 情報・通信システム社)  
短距離無線研究会  
(一社)電子情報通信学会

IEEE802.11ad/15.3c規格に対応した60 GHz帯のダウンコンバータをハーモニック・ミキサを用いて開発した。これを, パワーセンサによる絶対電力校正とコムジェネレータによる位相校正を行ったベクトルネットワークアナライザで, ダウンコンバータの位相と振幅を取得した。これらのパラメータでダウンコンバータを補正したところ, 受信系単独のEVMが約5%まで改善することに成功した。

#### 動的衣服圧測定のための柔らかなダミーの開発

菅谷紘子・岩崎謙次(都産技研)  
2014年度年次大会  
(一社)日本繊維製品消費科学会

被験者実験に近い測定が可能な衣服圧評価システムの構築を目標に, 動的衣服圧測定のための柔らかなダミーを開発した。

#### 布の風合い評価における触荷重特性について

山田巧・小柴多佳子(都産技研)  
2014年度年次大会  
(一社)日本繊維製品消費科学会

成人20名を対象とし, 布の風合い評価時の撫ておよび押し動作の触荷重を触覚フォースプレートを用いて評価した。結果, 被験者20名の撫て動作の平均荷重は1.5 N, 押し動作で6.6 Nであった。撫て動作の触荷重において, 女性に比べて男性が有意に高い傾向が認められた。

#### ナイロン粉末焼結型積層造形品への塗装技術の開発

小野澤明良・村井まどか・神谷嘉美・木下稔夫・山内友貴(都産技研)  
日本デザイン学会第61回春季研究発表大会  
(一社)日本デザイン学会

ナイロン粉末焼結型積層造形品への塗装技術の開発を目的に, 前処理, 塗料, 塗装方法などの塗装仕様について体系的な検討を行った。立体造形品に対してプロトタイプモデルとして有効に活用できる外観塗装を得る手法について報告した。

#### フッ化臭化エタンの放射線照射による脱臭素反応における溶媒効果

中川清子(都産技研)  
第51回アイソトープ・放射線研究発表会  
(公社)日本アイソトープ協会

ハロン2402を2-プロパノールおよびメタノール中で放射線照射により分解する反応について再検討を行った。脱酸素を十分行うことにより, 2-プロパノール中では, 分解のG値が10,000を超えることがわかった。メタノール中では, 分解のG値は2,000程度であるものの, 連鎖反応が起きていると考えられる。また, メ



タノール中での照射では、四フッ化エチレンの生成が確認できた。分解の反応機構について考察した。

### 降水中のトリチウム濃度と各種イオン濃度を用いた気団動態の解析

渡辺南・山田龍太・王瑩・今泉洋・狩野直樹(新潟大学), 斎藤正明(都産技研)

第51回アイソトープ・放射線研究発表会

(公社)日本アイソトープ協会

降水中のトリチウム, 主要イオン成分を観測し, 気団動態や汚染物質の輸送の調査を行った。地下浸透水中のトリチウム濃度の年間挙動 2010-2012年を報告した。

### Evaluation of elastic modulus and strength of inorganic polymer adhesives

森きよみ・Shan Wu(拓殖大学), 大久保一宏・瓦田研介(都産技研)

16th International Conference on Experimental Mechanics

The British Society for Strain Measurement

本研究では, セラミックス/セラミックス化合物と金属/セラミック化合物が耐熱構造材として使用できるか試験した。また, アルミニウム粒子を混合した無機系の接着剤を開発し, 高温での弾性率も評価した。

### バイオポリエチレンの簡易判別方法: 前処理条件・測定精度の検討

永川栄泰・柚木俊二・斎藤正明(都産技研)

第51回アイソトープ・放射線研究発表会

(公社)日本アイソトープ協会

バイオポリエチレンの簡易判別方法に関わる前処理法・測定精度について検討した。試料形状について最適条件を検討し, C-14の計数効率を解析した。また, バイオマス度の異なるバイオポリエチレンを作製し, 同様に解析した。

### 短期降水中のトリチウムと各種イオンの動態解析

山田龍太・渡辺南・王瑩・今泉洋・狩野直樹(新潟大学), 斎藤正明(都産技研)

第51回アイソトープ・放射線研究発表会

(公社)日本アイソトープ協会

降水中のトリチウム, 主要イオン成分を観測し, 気団動態や汚染物質の輸送の調査を行った。一雨毎の降水を観測した結果, 台風時の降水ではトリチウム濃度が低く, 海水組成に類似していた。

### SPD分離器における雷インパルス耐電流性能の検証

黒澤大樹・小林丈士(都産技研)

第44回信頼性・保全性シンポジウム 特別企画セッション

(一財)日本科学技術連盟

電源回路の雷保護として, サージ防護デバイス (SPD) が接続される。故障時には電源系統から SPD を切り離すためのヒューズや配線用遮断器などの SPD 分離器の設置が JIS 規格で規定されているが, SPD 分離器の選定方法などについては具体的な規定がない。

そこで, 配線用遮断器の雷インパルス電流耐電流性能を検証した。

### めっきパルプ繊維による導電紙の試作

上野武司・佐々木秀勝・佐野宏靖・大森学・島田勝廣(都産技研)

平成26年電気学会 基礎・材料・共通 (A) 部門大会

(一社)電気学会 基礎・材料・共通部門

無電解ニッケルめっきを用いて, パルプ繊維表面に導電性を付与した。パルプ繊維は一本ずつに解繊してめっき処理を施し, その繊維をパルプ繊維と混合・抄紙することにより, 導電紙を作製した。パルプには, 針葉樹パルプ, 新聞古紙などを用いた。この導電紙は, 電磁波シールドが可能であり, その性能について KEC 法を用いて評価した。

### 放射線照射—ESR法によるOHラジカル消去能測定

中川清子・関口正之(都産技研)

第61回大会

(公社)日本食品科学工学会

水の放射線分解で生成するOHラジカルの消去能をスピントラッピング ESR 法で測定する手法を検討した。スピントラップ剤と抗酸化物質を溶解した水溶液を, フローして短時間 X 線照射し, ESR 測定した。p-クマリン酸・チミジン・マンニトールで得られた OH ラジカルの消去能が反応速度定数の比とよく一致した。

### Friction Fade-out at Polymer-Like Carbon Films Slid by ZrO<sub>2</sub> Pins under Hydrogen Environment

野坂正隆・御船聡(東大), 川口雅弘(都産技研), 加藤孝久(東大)

41st LEEDS-LYON SYMPOSIUM ON TRIBOLOGY

The University of Leeds

ポリマーライクカーボン膜に対して, ZrO<sub>2</sub> ピンを用いて水素環境下で摺動試験を行った。その結果, 最小で 0.0002 という極超低摩擦現象を確認した。各種分析を行い, メカニズムについて検討した。

### 公設試験研究機関向けポータルサイトの開発

阿部真也(都産技研)

平成26年度電気・電子・情報関係学会東海支部連合大会

(一社)電気学会東海支部, 他6団体

近年, 自治体の経営資源の制約や企業からの幅広い支援要求から, 公設試の連携が求められている。連携の一つの形として, 各公設試の情報を集約したポータルサイトを開発したので報告した。

### シリカマトリックス内で安定な六価のクロム酸化物量子ドットの挙動と新規触媒への応用

染川正一・渡辺洋人(都産技研), 緒明佑哉・今井宏明(慶大)

第27回秋季シンポジウム

(公社)日本セラミックス協会

シリカマトリックス内で固定した Cr 種は六価でも安定であることがわかった。空气中・加熱 (480°C) 条件下で反応物 (エタノール等) が存在するときは還元種になりやすく, 空気のみの方は Cr<sup>6+</sup> になりやすいことが示唆された。Cr<sup>6+</sup> は室温で強い酸化剤と

して働き、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ は加熱条件下で燃焼触媒として働く。これら性質を昇温室温時からVOC酸化処理が可能な新しい触媒式処理方法として利用できることを示した。

#### サブナノサイズの細孔内で合成した炭素ドット蛍光体の評価

林孝星・渡辺洋人(都産技研), 緒明佑哉・今井宏明(慶大)

第27回秋季シンポジウム

(公社)日本セラミックス協会

近年、シングルナノメートルサイズの炭素ドットが蛍光体として機能することが明らかになり、安心・安全な次世代の蛍光体として注目されている。我々が開発した多孔質シリカの細孔を鋳型に使用して炭素ドット蛍光体のサイズ選択的合成を行ったところ、細孔径が小さくなるにつれて、発光効率が向上することが示唆された。さらに、得られた炭素ドット蛍光体に飽和食塩水を添加すると、発光効率は飛躍的に向上した。

#### サブナノ細孔を有するポーラスシリカを鋳型とした遷移金属酸化物量子ドットの合成

渡辺洋人(都産技研), 太田省吾・緒明佑哉・今井宏明(慶大)

第27回秋季シンポジウム

(公社)日本セラミックス協会

サブナノ細孔を有する多孔質シリカを鋳型に、顕著な量子サイズ効果が発現する1nm前後の遷移金属酸化物量子ドットの作成に成功した。 $\text{WO}_3$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{CoO}$ を例に、量子サイズ効果の粒径依存性と1nm前後で発現する種々の特異的な特性について発表した。

#### 沈水植物オオカナダモ (*Egeria densa*) のセシウム吸収—野外調査とセシウムの固体内分布のイメージング—

原田英美子・木幡光・浅山拓馬(滋賀県大), 永川榮泰・櫻井昇(都産技研), 保倉明子(東京電機大学), 寺田靖子(JASRI/Spring-8), 長谷川博(滋賀県大)

第78回大会

(公社)日本植物学会

福島県(桑折町, 相馬市, 南相馬市)において、2012年と2013年夏にオオカナダモ, 水, 底泥のサンプリングを行い, Ge半導体検出器を用いてCs-134, Cs-137の濃度を測定した。植物および底泥は南相馬市のサンプルが最も高い値を示し, 水はいずれの地点も検出限界以下であった。放射光を利用した蛍光X線分析を行ったところ, 葉の細胞壁もしくはアポプラスト領域にCsが局在していることがわかった。

#### 非晶質炭酸カルシウムを経由したカルサイトへのストロンチウムイオンの取り込み

松沼智史・鍵裕之・小松一生・丸山浩司(東大), 吉野徹(都産技研)

2014年度年会

日本地球化学会

非晶質炭酸カルシウムの圧力誘起結晶化を応用することでカルサイト結晶中に不適合元素であるストロンチウムを導入することに成功した。また, 得られたストロンチウムをドーピングしたカルサイトの熱的安定性を評価した。

#### 非晶質炭酸カルシウムの圧力誘起結晶化その場観察

丸山浩司・鍵裕之(東大), 井上徹(愛媛大), 吉野徹(都産技研)

2014年年会・総会

日本鉱物科学会

非晶質炭酸カルシウムの圧力誘起結晶化について放射光を用いることで結晶化していく様子をその場観察することに成功した。得られた結晶成長速度の解析から非晶質炭酸カルシウムからの結晶成長様式が解明されつつある。

#### 高精度型光ファイバー温度計の開発

佐々木正史・沼尻治彦(都産技研), 高橋真・畦本雅宏((株)レーザック)

第26回計量計測展

(一社)日本計量機器工業連合会

光ファイバーを使用したFBG(Fiber Bragg Grating)温度計は, 長距離配線や多点計測, 電磁ノイズに強いといった熱電対や抵抗温度計にはない強みを持っている。本研究では, FBG部に金属コーティングすることで高感度化し, 高精度なFBG温度計を開発した。モジュール化後においても標準温度計との誤差が $0.2^\circ\text{C}$ 以内と高精度化につながる結果が得られた。

#### 粉末焼結法による積層造形品への着色

山内友貴・小野澤明良・村井まどか・神谷嘉美・木下稔夫(都産技研)

2014年度秋季大会

(公社)精密工学会

ナイロン粉末を焼結した粉末焼結法による積層造形品への簡易的な着色方法の開発を目的として, 染料や温度, 時間, 添加剤等の着色条件について着色状態との関係性を調査した。その結果, プロトタイプとして有効に活用できる簡易的な手法を用いた着色方法を開発した。

#### 医療用PAPRのフードによる騒音低減と音声明瞭度の改善

服部遊・神田浩一・西沢啓子・渡辺茂幸(都産技研), 熊谷慎介(アゼアス(株))

平成26年秋季研究発表会

(公社)日本騒音制御工学会

医療関係者を感染症から守る防護性の高い保護具として, 電動ファン付き呼吸用保護具(PAPR)が使用されている。しかし従来の製品は電動ファンの動作音がうるさいため, 会話や聴診ができず, 医療行為に支障をきたしていた。そこでPAPRのフード構造と生地を改善し, 静音かつ会話がしやすいPAPRの開発を行った。

#### 新しい絶縁材料を用いたGEMの評価

小宮一毅(都産技研), 若林正毅・玉川徹・武内陽子(理研), 浜垣秀樹(東大), 藤原康平・小林丈士(都産技研)

2014年秋季大会

(一社)日本物理学会

従来のGEM(ガス電子増幅器)は放電破壊が起きやすかった。しかし, 高電圧分野で用いられるPTFEを用いてを試作したところ, 耐放電性に優れることが確認されたので, 発表を行った。

**高速用クエン酸ニッケルめっきの水素および硫黄含有量の評価**

浦崎香織里・土井正(都産技研)

第130回講演大会

(一社)表面技術協会

めっき皮膜の耐食性に影響を及ぼす硫黄および電解時の水素発生によりめっき皮膜に入り込む水素について、昇温脱離分析法により定量評価した。その結果、クエン酸ニッケルめっきは従来法によるニッケルめっきよりも硫黄含有量が少なく、水素含有量が多いことがわかった。

**曲線座標系におけるビーム伝搬解析**

山口隆志(都産技研), 古川慎一(日大)

2014年ソサイエティ大会

(一社)電子情報通信学会

光導波路などの伝搬問題に有効なビーム伝搬法において、物体の境界に適合した格子を用いる方法について検討した。

**The role of ozone micro-bubbles in cotton bleaching**

榎本一郎・添田心(都産技研), 増子富美・美谷千鶴(日本女子大)

International Symposium on Fiber Science and Technology 2014

(一社)繊維学会

オゾン・マイクロバブルによる綿布の漂白を行った。浴を弱酸性、低温にして電解質を添加することにより、水浴へのオゾンの溶解性が高まると共にバブルの安定性が増し、従来法と同等の白さに綿布を漂白することができた。

**短鎖アルキルメタクリレート添加油を用いたステンレス材の絞り加工**

中村健太・奥出裕亮(都産技研), 村木正芳(湘南工科大学)

2014年度秋季研究発表講演会

(公社)日本設計工学会

プレス加工油の添加剤の性能は主に、潤滑膜による工具表面の保護と摩擦力の低減である。また、ポリアルキルメタクリレート(PAMA)はアルキル基によっては、強固な吸着膜が金属表面に形成されることが知られている。そこで、ステンレス材の絞り加工性能に与えるPAMAのアルキル基の影響を、実機絞り加工試験により検証した。併せて、境界潤滑下の摩擦摩耗特性を3ピンオンディスク試験機により評価した。

**都産技研におけるFPGAを活用した製品開発支援と研究事例紹介**

岡部忠(都産技研)

CEATEC2014 プログラマブルデバイスプラザオープンセミナー

CEATEC JAPAN 実施協議会

FPGAは試作・研究開発に最も適した電子デバイスであり、都産技研ではFPGAを活用した製品開発支援ならびに研究開発を行っている。本発表では、これまでに製品開発支援などで開発・評価したIPについて述べた。また、高位合成手法を使って開発した暗号化処理IPについて紹介した。

**強ひずみ加工によるアルミ合金切削屑の固相リサイクル**

小船論史(都産技研)

第65回塑性加工連合講演会

(一社)日本塑性加工学会

本研究では、純アルミ粉末や工業用純アルミニウムA1050板材の機械切削屑に大きなせん断ひずみを付与することで薄板形状への固化に成功した。特に切削屑の板状固化成形については、固相リサイクルへの適用の可能性が示唆された。

**二分割金型を用いた側圧測定による抜きし壁面摩擦**

岩岡拓(都産技研), 尾崎由紀子(JFEスチール(株)), 藤木章(芝浦工大)

平成26年度秋季大会

(一社)粉体粉末冶金協会

実際の圧粉成形において、粉末の圧縮性や粉末と金型壁面の間の摩擦は、圧密化や抜きしやすさに影響を及ぼす。したがって、壁面摩擦を予測することは圧粉成形の改良にとって重要である。そこで、圧粉および抜き時の壁面摩擦係数を算出するために、分割金型から測定した壁面圧力と成形圧力の関係式を導出した。壁面摩擦係数に及ぼす粉末特性の影響について検討したので報告した。

**SPSによって作製されたマグネシウム焼結材の力学特性および腐食特性に及ぼすSnの影響**

石橋陽亮・村田徳高・松井良剛(富山大), 岩岡拓(都産技研),

畠山賢彦・砂田聡(富山大)

平成26年度秋季大会

(一社)粉体粉末冶金協会

Mg合金は実用合金中では最軽量であるため、Al合金に代わる材料として研究が進められている。またSPSによって作製されたMg-Sn合金は、1vol.%のSnを添加することで添加していないものと比較すると約1.7倍延性に優れる。しかし、Mgは耐食性が劣るため、Mg-Sn合金の腐食挙動の調査は実用化の上で重要である。本研究ではSPSで作製されたMg-Sn合金の腐食特性を調査した。

**木材の衝撃部分圧縮現象における衝突速度と衝撃荷重の関係**

中野貴啓・松原独歩・島田勝廣(都産技研)

第32回年次大会

(公社)日本木材加工技術協会

落錘式衝撃試験機を用いて、木材の一部分に衝撃荷重を与える、衝撃部分圧縮現象の評価を行った。特に試験時の発生荷重に焦点を当て、衝突速度の違いによる衝撃荷重への影響と、衝撃部分圧縮現象に対する試験モデルを検討した。また、実験値と理論値の比較により、試験モデルの妥当性を検証した。結果、両者に同様の傾向が得られることがわかった。



## Hand Model with Soft Skin for Evaluation of Human Hand Motion

佐々木智典(都産技研), 橋本洋志(産業技術大学院大学)

40th Annual Conference of the IEEE Industrial Electronics Society

IEEE

本発表では柔軟な皮膚を有するハンドモデルについて述べた。このハンドモデルは人間の手動作データに基づき動力学シミュレーション空間内で動作する。本研究ではこれを利用することで直接的には計測が困難な変形を伴う手動作の評価を行うことを目指し、プロトタイプシステムの開発を行った。

## 水素化摩擦触媒によるDLC複合膜の摩擦フェイドアウトとトライボフィルムの形成

草場亮太・野坂正隆・崔俊豪・加藤孝久(東大), 川口雅弘(都産技研)

トライボロジー会議2014秋

(一社)日本トライボロジー学会

本研究では、摩擦フェイドアウト(FFO)が発現する荷重限界を見極めるため、荷重を58.8Nまで増加し、摩擦試験機の荷重限界でFFO発現を確認した。また、異なる水素雰囲気下で摩擦試験を行い、ZrO<sub>2</sub>ピン摩擦面のFFOを発現するトライボフィルムを観察評価した。

## 表面性状制御による水素含有DLC膜のしゅう動特性の最適化

徳田祐樹・川口雅弘(都産技研), 佐々木信也(東京理科大学)

トライボロジー会議2014秋

(一社)日本トライボロジー学会

近年、機械摺動部品の低摩擦化へのニーズを背景に、無潤滑化において優れた摺動特性を示す水素含有DLC膜が注目を集めている。この中で、従来では優れた摺動特性を発揮させるための成膜方法や膜構造に関する研究が活発に行われていたが、表面性状と摺動特性の関係に関する調査は十分に行われていない。そこで本研究では、水素含有DLC膜の摺動特性と表面性状の関係性について調査を行った。

## FFT解析に基づくトライボ表面用GPSパラメータによる摺動特性評価

長崎博志・田所千治(東京理科大学), 坪井涼(大同大), 徳田祐樹(都産技研), 佐々木信也(東京理科大学)

トライボロジー会議2014秋

(一社)日本トライボロジー学会

製品の幾何特性仕様を表す表面性状パラメータは、工業標準規格としてISOやJISに定められている。しかし、ここで定められたパラメータは二次元の輪郭曲線を対象とするものであるため、製品表面の様々な特性と関連付ける上では不十分な点も多かった。特に、実際の摺動表面の摩擦特性と三次元表面性状の関係については未だ十分な検討がなされていない。そこで表面の周期性に着目し、新たな三次元表面性状パラメータを提案した。

## バイオマスポリアミド1010のレオロジー的性質に及ぼす植物由来TPE添加の影響

西谷要介(工学院大)・向田準(工学院大院), 梶山哲人・山中寿行(都産技研), 北野武(Tomas Bata University in Zlin)

成形加工シンポジウム'14(新潟)

(一社)プラスチック成形加工学会

バイオマスポリアミド1010の熔融粘弾性に及ぼす植物由来の熱可塑性エラストマー(TPE)を添加した影響について、平行円板型レオメータを用いて検討した。TPE添加の影響は種類により異なること、特にポリアミド11エラストマー(PA11E)添加ではPA11E中のソフトセグメントを成すポリエーテル量の影響が大きいこと、また熱可塑性ポリウレタン添加系では特異な添加量依存性を示すことがわかった。

## バイオマス原料を用いた3成分系複合材料(麻繊維/PA1010/TPU)の機械的性質

向田準(工学院大院)・西谷要介(工学院大), 梶山哲人・山中寿行(都産技研), 北野武(Tomas Bata University in Zlin)

成形加工シンポジウム'14(新潟)

(一社)プラスチック成形加工学会

麻繊維/ポリアミド1010複合材料の機械的性質に及ぼす植物由来ポリウレタン(TPU)添加の影響を検討した。(1)TPU添加により複合材料の引張強さが低下すること、(2)TPU添加により複合材料の曲げ弾性率を低下させることなくアイゾット衝撃強さが改善すること、(3)TPU分散相の構造の差異が複合材料の機械的性質に複雑な影響を与えること、以上のことがわかった。

## 物理強化ガラスの自然破損(自爆)に関する考察について

上部隆男・増田優子(都産技研)

第13回フラクトグラフィシンポジウム

(公社)日本材料学会

熱強化ガラスは、破損しにくいことや破損した場合でも破片が細かく丸くなり、鋭利な破片にならないので安全ガラスともいわれる。このため、建材や家具、照明器具のほか、食器、電磁調理器具などに広く使われている。しかし、稀にはあるが、あるとき突然破損する特異な現象「自然破損(自爆)」については知られていない。最近の破損事故例にヒントを得て、強化度と破片の数について、破壊実験と考察を行ったので報告した。

## 射出成形金型のゲート幅が流動に及ぼす影響-第三報-

安田健・清水研一・福田良司(都産技研)

成形加工シンポジウム'14

(一社)プラスチック成形加工学会

異形状多数個取りのプラスチック射出成形では、キャビティ間の充填バランスを確保するため、各々のゲート断面積の調整がなされる。そこで、異なる断面積のゲートから流入した樹脂が形成するウェルドラインの位置により適切なゲートバランスを検討した。ウェルドラインの位置は、低密度ポリエチレンでは射出速度によらず一定であったが、ポリプロピレンでは、ゲート断面積が小さいときに射出速度に応じて変化した。



**亜鉛合金ダイカストの機械的性質と10年の自然時効後の特性変化**  
佐藤健二(都産技研), 西直美((一社)日本ダイカスト協会), 森浩一((株)エーケーダイカスト工業所)

2014日本ダイカスト会議  
(一社)日本ダイカスト協会

ZDC2等の亜鉛合金をASTM引張試験片で铸造し, 引張試験による強度特性を評価した。铸造直後と10年間の自然時効による強度特性を比較し, 材料中のCu量と $\beta'$ 相の共析変態が時効特性に大きな影響を与えることを見いだした。

### ポータルサイト向け情報検索エンジン

阿部真也(都産技研)  
第5回Webインテリジェンスとインタラクション研究会  
Webインテリジェンスとインタラクション研究会

本稿では, ポータルサイト向けの検索エンジンを開発した。本検索エンジンは, 全文検索システムとWebクローラからなり, 検索対象とする情報種別によらず, 自由度の高い検索が可能となった。

### 赤外領域における放射照度分布測定の検討

磯田和貴・中島敏晴・澁谷孝幸(都産技研)  
第24回研究発表会  
日本赤外線学会

赤外放射を利用した加熱・暖房装置の評価手法のひとつとして放射照度の空間分布測定を試みた。検出器の温度安定性を高めるための金属治具を試作し, 出力変動を改善した。斜入射光への応答性を, 窓材を粗面化することで改善した。試作した検出器を用い, 自動車用ハロゲンランプと家庭用小型暖房機を測定した。

### 微量試料を用いた縄文土器の化学分析

渡部晃大(明大), 神谷嘉美(都産技研), 本多貴之(明大)  
第45回秋季大会  
中部化学関係学協会支部連合協議会

縄文出土土器数点について, クロスセクション分析, ED-XRF, ATR-FT-IR, Py-GC/MSの各種分析を行った。特に劣化の著しい漆塗膜については, TMAHを用いたTHM-GC/MSが有効であるとわかった。

### マグネシウム焼結材の腐食特性に及ぼすSn添加量の影響

村田穂高・石橋陽亮(富山大), 岩岡拓(都産技研), 畠山賢彦・砂田聡(富山大)  
平成26年度連合講演会  
(一社)日本鉄鋼協会・(公社)日本金属学会 北陸信越支部

SPSによって作製されたMg-Sn合金は, 1.0vol.%のSnを添加することで添加していないものと比較すると約1.7倍延性に優れる。しかし, マグネシウムは耐食性が劣るため, Mg-Sn合金の腐食挙動の調査は実用化する上で重要である。本研究ではSPSによって作製されたMg-0.5vol.%Sn, Mg-1.0vol.%Sn, Mg-1.5vol.%Snを用い, それらの腐食特性を調査した。

### マグネシウム焼結材の腐食特性に及ぼす添加元素(Sn, Zn, Bi)の影響

松井良剛・石橋陽亮(富山大), 岩岡拓(都産技研), 畠山賢彦・砂田聡(富山大)  
平成26年度連合講演会

(一社)日本鉄鋼協会・(公社)日本金属学会 北陸信越支部  
マグネシウム合金は実用金属中では最軽量であること, 比強度が高いことから電子機器のボディや自動車などの輸送機器への利用, アルミニウム系合金などの代替材料として期待されている。最近では高強度な耐熱マグネシウム焼結合金が研究されている。本研究ではマグネシウムより融点が低く, 添加すると液相焼結が可能となるSn, ZnおよびBiを選び, 腐食特性に及ぼす添加元素(Sn, Zn, Bi)の影響を調査した。

### マイクロ波加熱を用いた炭素粉末材料の酸化処理とその評価

平井和彦・池田紗織・峯英一(都産技研)  
第41回年会  
炭素材料学会

炭素粉末材料の酸化処理手法として, マイクロ波加熱を用いたオートクレーブ中での液相酸化処理により反応の効率化を目指すとともに, 付与した官能基の評価手法について検討した。マイクロ波加熱装置を用いた高温・高圧下での液相酸化処理により, 通常の外部加熱による酸化処理よりも短時間で官能基を付与することができた。また簡便な表面官能基量の評価手法として, 金粒子をマーカーとした手法が有用であることが示唆された。

### 公設試験研究機関向け技術検索エンジン

阿部真也・富山真一・大平倫宏(都産技研)  
情報アクセスシンポジウム2014  
(一社)情報処理学会

本稿では, 公設試験研究機関向けの技術検索エンジンを開発した。本検索エンジンは, 全文検索システムとWebクローラからなり, メタデータから内容を推論することで, 正確性の高い検索が可能となった。

### Robust Self-Tuning Controller under Outliers

金田泰昌(東工大, 都産技研), 入月康晴(都産技研), 山北昌毅(東工大)  
The 53rd IEEE Conference on Decision and Control  
IEEE Control Systems Society

外れ値環境下においてロバストなself-tuning controllerを提案し, その性能を解析した。提案手法の性能は, 外れ値が存在しない場合の性能と同程度になることを理論的に証明した。シミュレーションにて提案手法の有効性を示した。

### 器用な操作を行う手モデルにおける接触の観測

佐々木智典(都産技研), 橋本洋志(産業技術大学院大学)  
第15回講演会  
(公社)計測自動制御学会システムインテグレーション部門

手は様々な器用な操作を行うことができ, その解析はロボット

ハンドや製品形状の設計に有益であると考えられる。操作の解析には操作に伴って変化する接点・力などの観測が求められるが、困難である。そこで手の運動データに基づき、動力学シミュレーション空間中でデジタルハンドを動作させることにより、操作の観測を試みている。本発表ではデジタルハンドに柔軟な構造を取り込み、観測を行った事例について述べた。

#### T型ロボットベースの開発

坂下和広・益田俊樹(都産技研), 矢崎徹(VECTOR(株)), 前田正明((株)システムクラフト)

第15回講演会

(公社)計測自動制御学会システムインテグレーション部門

中小企業がロボット産業に参入しやすくするため、T型ロボットベースを開発した。アプリケーションの開発環境としては、モジュラー化され、再利用がしやすいオープンRIMを採用している。この秋より、中小企業がこのロボットベースを用いてアプリケーション開発をするための施設を整備し運用を開始している。

#### Properties of stable chromium (VI) oxide quantum dots in silica matrix and application to a new type of catalyst

染川正一・渡辺洋人(都産技研), 緒明裕哉・今井宏明(慶大)

The 5th Asia-Oceania Conference on Green and Sustainable Chemistry  
The Energy and Resources Institute

VOC汚染に関する関心は年々高まっており、日本以外の国でも同様の環境問題が生じつつある。本研究の目的は高性能なVOC分解用触媒の開発である。シリカマトリックス内で固定したCr<sup>6+</sup>種は六価でも安定であることがわかった。この合成したCr種は空气中・加熱(480°C)条件下で酸化剤として働き、高温で再生可能であることが示された。これら性質を昇温室温時からVOC酸化処理が可能な新しい処理方法として利用できることを示した。

#### Development of a very low-cost down converter for the IEEE802.11ad wireless network appliance test

藤原康平(都産技研), 柴垣信彦(日立), 小林文士(都産技研), 羽生広(日立)

Radio & Wireless Week 2015

IEEE Microwave Theory and Techniques Society 他

IEEE802.11ad/15.3c規格に対応した60GHz帯のダウンコンバータをハーモニック・ミキサを用いて開発した。これを、パワーセンサによる絶対電力校正とコムジェネレータによる位相校正を行ったベクトルネットワークアナライザで、ダウンコンバータの位相と振幅を取得した。これらのパラメータでダウンコンバータを補正したところ、受信系単独のEVMが約5%まで改善することに成功した。

#### アクリル樹脂のショットブラスト加工面における表面性状が透過率と曇り度に及ぼす影響

古杉美幸(都産技研), 米原牧子(近畿大), 小柳津祐太・吉田瞬・秋山智美・杉林俊雄(拓殖大)

第53期総会・公演会

(一社)日本機械学会 中国四国支部

アクリル樹脂の表面性状(テクスチャ)について3次元表面性状パラメータを使用して、テクスチャに関する各々の因子(光沢度や透過率や表面色など)を関連付けて、実験的に評価した。

#### 専門家を探せ！一社内に眠る人材を活用しようー

大平倫宏(都産技研)

第2回データサイエンス・アドベンチャー杯

(独)科学技術振興機構

企業内や研究グループ内などの問題解決においては、特定の知識に精通した専門家を探ることが重要である。本発表では、上記のような問題点を解決するための専門家検索エンジンの作成を行い、JST科学技術用語シソーラスを用いることで検索精度の向上を図った。

#### レイヤ構造無線センサネットワークの効率的な伝送制御手法

中川善継・入月康晴(都産技研)

2015年総合大会

(一社)電子情報通信学会

農業等の屋外フィールドで、無線センサネットワークの利用が増えている。レイヤ構造により収集と転送を区分することで伝送を延伸し、かつ従来に比して伝送の信頼性を向上させる効率的な伝送制御手法を提案した。

#### 軽量ブロック暗号のFPGA実装と性能評価

岡部忠(都産技研)

2015年総合大会

(一社)電子情報通信学会

本研究では軽量ブロック暗号の一つであるSIMONを小規模なFPGAに実装し、すでに提案されている数種の軽量ブロック暗号との性能比較を行った。

#### 反射光検出型LSPRガスセンサの検討

加沢エリト・紋川亮(都産技研)

第62回春季学術講演会

(公社)応用物理学会

一般的な透過光スペクトル検出ではなく、反射光検出を用いてもLSPRガスセンサを構成可能であることを確かめた。

#### 統計量に基づくLASSOの正則化パラメータの設計手法

金田泰昌・入月康晴(都産技研)

2015年総合大会

(一社)電子情報通信学会

スパース正則化手法の一つであるLASSOに対して、正則化パラメータと観測ガウスノイズの共分散行列との関係性を数学的に

明らかにした。そして、観測ガウスノイズの共分散行列からシステマチックに正規化パラメータが設計できる手法を提案した。試行錯誤設計に比べ、提案手法を使うことで設計の物理的な妥当性が得られるようになった。数値シミュレーションにより提案設計手法の有効性を検証した。

#### 電波吸収体を敷設しないGHz帯EMI測定手法の提案

佐々木秀勝・高橋文緒(都産技研)

2015年総合大会

(一社)電子情報通信学会

床面に電波吸収体を敷設することなくGHz帯のEMI測定を実施するために、ビーム幅の狭いアンテナ(以下、狭ビームアンテナ)とアンテナチルト機構を用いた測定方法を提案した。狭ビームアンテナおよびアンテナチルト機構の有効性を確認し、ビーム幅や測定距離を考慮したアンテナチルト制御が可能な制御プログラムを開発した。現行の測定方法との比較をSVSWR法の結果により評価し、本測定方法の優位性を示した。

#### 窒素ドーパカーボン/La-Fe系ペロブスカイト型酸化物の酸素還元触媒への応用

立花直樹・池田沙織・川口雅弘・湯川泰之(都産技研)

第82回大会

(公社)電気化学会

金属空気電池および全固体型アルカリ燃料電池は次世代の電源と目されているが、使用する酸素還元触媒の活性が低く、実用化の妨げとなっている。本研究では、窒素ドーパカーボン/La-Fe系ペロブスカイト型酸化物を調製し、酸素還元触媒へ応用した。炭素、窒素、鉄を含む前駆体を900°C焼成することでC-N-Fe結合が生成し、窒素ドーパカーボンの活性がさらに向上することがわかった。

#### 振動に起因して発生する異音評価手法について

宮入徹・神田浩一・服部遊・福田良司(都産技研)

第21期総会・講演会

(一社)日本機械学会 関東支部

近年、身の周りの環境が静音化するに従い、新たな騒音問題が生じている。そのような騒音の代表としてラトルノイズがあげられる。ラトルノイズに関してはその評価方法について多くの課題が残されており、いまだ確立した手法が存在していない。そこで本報ではラトルノイズの傾向について調査し、その定量評価手法について検討した。

#### フラクタル構造を有するチップレスRFIDタグの解析

渡部雄太(都産技研), 五十嵐一(北海道大学)

平成27年全国大会

(一社)電気学会

チップレスRFID(Radio Frequency Identification)はICチップを用いずにタグを認識するため、安価・メンテナンスフリーなど多くの利点を持つ。本研究ではフラクタル構造を有するチップレスRFIDタグの提案を行い、FDTD(Finite Difference Time Domain)法

により特性解析を行った。FDTD法を用いた数値解析結果より、提案チップレスRFIDタグが従来のタグと比較して小型化、情報量の増加に対して有効であることを示した。

#### マイクロヒータの開発

山岡英彦(都産技研)

平成27年全国大会

(一社)電気学会

マイクロヒータは、ガスセンサ、湿度センサ、フローセンサ、湿度センサなどの様々なセンサに応用されている。同時に各種センサでは、小型化、低消費電力化、高速応答性が求められており、この課題を解決するために、MEMS技術を用いた微細なヒータが開発、製品化されてきた。しかし、その構造は複雑で、かつセンサ素子作製プロセスは、半導体工程を基本としているため、中小企業がMEMS技術に参入するには障壁が高い。本研究では、フォトリソ工程やスパッタ工程などの初期投資およびランニングコストの高い工程を極力少なくすることで、低コスト化を考慮しつつ、低消費電力、高耐久性のマイクロヒータデバイスを作製可能な構造およびプロセスの開発を行った。

#### 伝導妨害波対策部品のノイズ抑制量算出手法の検討

大橋弘幸・渡部雄太・大森学(都産技研)

平成27年全国大会

(一社)電気学会

本研究では伝導妨害波のノイズ対策における供試装置(EUT)の等価回路を提案した。EUTの電源端子間のインピーダンスの測定結果と伝導妨害波の測定結果を用いてEUTの等価回路のインピーダンスおよびノイズ源電圧を導出する手法について示した。またこの手法を用いてEUTに対策部品を挿入したときの伝導妨害波の計算結果と測定結果の比較をスイッチング電源を例にして示した。

#### 自己強制空冷システムの放熱促進

富山真一(都産技研)

平成27年全国大会

(一社)電気学会

自己強制空冷システムの放熱を促進するため、ヒートシンク中央と底面の風速を高めるヒートシンクの形状を開発した。開発したヒートシンクを自己強制空冷システムに実装し、発熱部品の温度測定を行った結果、従来手法よりも放熱を促進することが可能となった。

#### 酵素サイクル法を用いたホルムアルデヒド高感度センサーの開発

瀧本悠貴・月精智子・城照彰・紋川亮(都産技研), 和田俊明・左成信之(柴田科学(株))

第95春季年会

(公社)日本化学会

酵素サイクリング法を用いて、簡易かつ高感度、高選択性および迅速な応答性を持ったホルムアルデヒドセンサーの開発を行った。本手法では、ホルムアルデヒド脱水素酵素によってホルムア

ルデヒドを脱水素化し, さらにジアホラーゼによりテトラゾリウムをホルマザン色素へと還元した。その吸光度測定により, 3分間で10 ppbのホルムアルデヒド水溶液, 5分間で5 ppbのホルムアルデヒドガスの検出を達成した。

#### フェノチアジン系及びナフタルイミド系水溶性カラーフォーマーを用いた目視による放射線検出

岸利駿(埼玉大), 関口正之・中川清子(都産技研), 太刀川達也(埼玉大)

第95春季年会

(公社)日本化学会

目視による放射線検出を目的として, 過酸化水素により水酸化されるボロン酸エステルに着目し, 放射線を照射した水溶液中に生成する過酸化水素により発色するカラーフォーマーを合成し, 発色能を調べた。フェノチアジン系およびナフタルイミド系カラーフォーマーの水溶液に放射線を照射した場合, いずれも線量に応じた吸光度の増加を示し, 特に後者については40 Gyの照射で目視による色の変化を確認することができた。

#### 目視で放射線を検出するためのスピロピラン類を用いた化学センサー

花村亮(埼玉大), 関口正之・中川清子(都産技研), 太刀川達也(埼玉大)

第95春季年会

(公社)日本化学会

目視による放射線検出を目的として, ニトロ基を置換したスピロピラン系カラーフォーマーを合成し, クロロフォルム溶液中での発色能を調べた。ガンマ線照射線量の増加に伴い400 nmの発色極大波長の増加が認められ, 10 Gyの線量から目視による発色の確認ができた。また, アミノ基を置換したカラーフォーマーについても発色の変化を報告した。

#### 目視による放射線検出のためのカラーフォーマーオルガノゲル

太刀川達也・新井葉月(埼玉大), 関口正之(都産技研)

第95春季年会

(公社)日本化学会

目視による放射線検出を目的として, オレオイルクロリドをL-フェニルアラニンやL-バリン, L-イソロイシンに作用後, ドデシルアミンと縮合させ, さらに臭素置換オルガノゲル化剤を得た。このゲル化剤を用いフェノキサジン系カラーフォーマーを含む酢酸エチルゲルを作製し, 放射線照射による発色能を調べた。臭素置換のないゲル化剤に比べ臭素置換ゲル化剤を用いた場合, 650 nm付近の吸光度の変化が大きくなった。

#### 目視による放射線検出のための水溶性フェナジン系カラーフォーマー

上杉渉・小鍛治拓実(埼玉大), 関口正之・中川清子(都産技研), 太刀川達也(埼玉大)

第95春季年会

(公社)日本化学会

目視による放射線検出を目的として, フェナジン系カラーフォーマーに水溶性を付与するため, ピリジニウムからなる分子鎖をジフェニルアミン化合物に縮合し, 次にp-トルイジンを酸化縮合させ, フェナジン骨格からなるカラーフォーマーを順次作製した。作製した化合物の性質および放射線照射による発色能を報告した。

#### ハロン2402含有アルコール溶液の放射線照射による過渡吸収スペクトル変化と反応機構の検討

中川清子(都産技研), 山下真一・勝村庸介(東大)

第95春季年会

(公社)日本化学会

100 mMのハロン2402を溶解したメタノールおよび2-プロパノール溶液の過渡吸収スペクトルを測定したところ, 照射線量の増加に伴い360 nm付近に吸収を持つ過渡種が生成することがわかった。ハロン2402から解離したBr<sup>-</sup>からBr<sub>2</sub><sup>-</sup>が生成したと考えられる。反応機構と溶媒効果について議論した。



## 外部発表一覧／ポスター発表

### 第四級アンモニウム化合物を用いたニオブ酸リチウムのゾルゲル合成法

藤井恭子・紋川亮・中川朋恵(都産技研), 加藤勝弘((有)日下レアメタル研究所)

第94春季年会

(公社)日本化学会

ニオブ酸リチウムをはじめとする強誘電体材料は、圧電性、焦電性などの有用な電気的特性を有しており、不揮発メモリ、光導波路、といった様々な方面に応用されている。しかし、その合成方法は容易でなく、金属アルコキシド法やクエン酸とグリコールを用いる Pechini法が広く用いられている。本研究では、第四級アンモニウムである TMAH に注目し、ニオブを TMAH 水溶液のみで簡便に溶解することを見出した。

### Simultaneous analysis of resin and pigment for lacquerware using Py-GC/MS

神谷嘉美(都産技研), 本多貴之・宮腰哲雄(明治大)

20th International Symposium on Analytical and applied Pyrolysis

Pyro 2014

無機顔料は一般的にはX線を利用した分析によって検出される。本件は鎌倉彫丸盆やマンマー漆器を対象に、Py-GC/MSを用いて有機成分(樹脂成分)と無機成分(水銀、硫化ヒ素)を同時に検出した事例について報告した。

### 乳歯エナメル質を用いた胎児期有害元素曝露評価法の開発

松川岳久・横山和仁(順天堂大学), 平田岳史(京都大学), 林英男(都産技研), 篠原厚子(順天堂大学, 清泉女子大学), 千葉百子・大森由紀(順天堂大学)

第84回日本衛生学会学術総会

日本衛生学会

本研究では、胎児期の有害元素曝露を評価するための生体試料として乳歯の出生前エナメル質に着目した。出生前エナメル質中の微量元素をLA-ICP-MSを用いて測定することにより、疫学研究への応用性について検討した。

### 木材腐朽菌が放散する揮発性代謝産物の分析手法の検討

小沼ルミ・瓦田研介・水越厚史・飯田孝彦(都産技研), 吉田誠(農工大)

第30回年次大会

(公社)日本木材保存協会

床下や壁の内部など住宅の構造躯体で進行する木材腐朽を非破壊で検知するため、腐朽菌が産生する揮発性代謝産物(MVOC)を腐朽診断用トレーサーとして利用することを目的に腐朽菌由来MVOCの解析を行ったので報告した。

### 車輪型ロボットベースの研究開発

益田俊樹・坂下和広・薬師寺千尋(都産技研), 登地功((有)デルタテクノロジー), 萩原玄(リンクサーキット(株)), 矢崎徹・大熊栄一(バクトル(株))

ロボティクス・メカトロニクス講演会2014

(一社)日本機械学会 ロボティクス・メカトロニクス部門

近年、少子高齢化が進み、代替ロボットの需要が高まっているが、普及は進んでいない。普及を加速化させるために、企業や大学が開発しやすいロボットが必要である。本研究では、安価で扱いやすい車輪型ロボットベースの研究開発を行った。本発表では、その仕様や応用例を紹介した。

### 空中における三次元移動型ロボットの開発

益田俊樹・小林祐介・坂下和広(都産技研)

ロボティクス・メカトロニクス講演会2014

(一社)日本機械学会 ロボティクス・メカトロニクス部門

空中を飛ぶ形態のロボットが多く研究されている。飛行機やヘリコプターは、エネルギー消費が激しく、細かい旋回が苦手である。本研究では、空中を自由自在に動くことができる三次元移動型ロボットの研究開発を行った。本発表では、基本的な機構や姿勢制御法を述べた。

### 移動作業型ロボット開発における安全性試験方法の選定～コンセプトの明確化, リスクアセスメント, 試験方法選定の流れ～

森田裕介(都産技研), 中坊嘉宏(産総研)

ロボティクス・メカトロニクス講演会2014 in Toyama

(一社)日本機械学会 ロボティクス・メカトロニクス部門

自動販売サービスを想定した移動作業型ロボットの開発事例に取り組んだ。ロボットの仕様の決定、仕様に基づくリスクアセスメント、危害の分析を実施した。その結果から安全対策と検証試験を検討した。

### スクリーン印刷による固体高分子形燃料電池セパレータへの導電性被膜形成

峯英一・小野澤明良(都産技研), 佐藤元彦・清水建博((株)ケミックス)

第21回燃料電池シンポジウム

(一社)燃料電池開発情報センター

固体高分子形燃料電池のセパレータでは、低抵抗かつ高い耐食性という特性が求められる。本研究では、スクリーン印刷によって耐食性を有する炭素系導電性被膜をセパレータ上に形成し、発電特性に対する影響について検討し報告した。

### 粉末焼結型3Dプリンタにより造形されたポリアミドの力学的異方性に対する内部構造の影響

木暮尊志・横山幸雄・山内友貴・山中寿行・小金井誠司・小林隆一(都産技研)

プラスチック成形加工学会第25回年次大会

(一社)プラスチック成形加工学会

3Dプリンタでは造形品の強度と破断伸びに異方性を生じる。

この原因として造形品内に生じる空孔など内部構造が影響していると考えられる。そこで、本研究では、ポリアミドによる造形品の空孔分布などの内部構造を調べ、強度と破断伸びの異方性への影響を考察した。

#### 膠の塗布膜最表面を構成する化学成分—飛行時間型二次イオン質量分析による試み—

樋口智寛(都産技研), 二宮修治(東京学芸大学)

文化財保存修復学会第36回大会

(一社)文化財保存修復学会

文化財の修復等に用いられる膠について、その塗布膜の表面を構成する成分を飛行時間型二次イオン質量計により分析した。その結果、膠の塗布膜の最表面には、タンパク質以外の油脂系とみられる成分が偏析していることが示唆された。

#### ポリエチレンのバイオマス由来の簡易判定法—前処理法と測定精度の検討—

永川栄泰・柚木俊二・斎藤正明(都産技研)

第15回放射線プロセスシンポジウム

(一財)放射線利用振興協会

液体シンチレーションカウンタを用いたバイオポリエチレンの簡易判別方法に関して、前処理法について検討した。試料形状について最適条件を検討した。さらにバイオマス度を変えたポリエチレンペレットを作製し、測定精度についても評価した。

#### 2-プロパノール中におけるハロゲン化エタンの放射線分解

中川清子(都産技研)

第15回放射線プロセスシンポジウム

第15回放射線プロセスシンポジウム実行委員会

ハロン2402およびフロン113を2-プロパノール中で放射線照射により分解する反応について再検討を行った。脱酸素を十分行うことにより、線量率360 kGy/hの $\gamma$ 線照射で、ハロン2402の分解のG値は約20,000、フロン113の分解のG値は2,500であることがわかった。中性の2-プロパノール溶液中においても、連鎖反応が起きていていると考えられる。分解の反応機構について考察した。

#### Glass Mold Modified by carbon Ion Irradiation

寺西義一・石東真典(都産技研), 清水徹英(首都大), 小宮英俊・安田健・長坂浩志・近藤ゆりこ・三尾淳(都産技研), 小林知洋(理研)  
The Eighth International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC8)

東工大, (公社)日本セラミックス協会, (一社)日本MRS

ガラス製の微細金型表面にイオン注入を行い、ガラス金型への潤滑性の付与を検証した。さらに、これらの金型を用いて、線幅数百nm前後の転写の可能性を検討し、結果を報告した。

#### 陶磁器の上絵層における有機物分析の試み—焼成後における有機物材料残存の可能性について—

樋口智寛(都産技研), 二宮修治(東京学芸大学)

日本文化財科学会第31回大会

日本文化財科学会

陶磁器における有機物について飛行時間型二次イオン質量分析を試みた。ガラス板上に絵付けを行い、その断面の分析を行った。その結果、焼成後にも有機物が残存しており、絵付けに使われた有機物を見分けられる可能性もあると示唆された。

#### Characterization of volatile metabolites emitted by wood decay fungi

小沼ルミ(都産技研, 農工大)・瓦田研介・杉森博和・飯田孝彦(都産技研), 吉田誠(農工大)

Forest Products Society 68th International Convention

Forest Products Society

木材腐朽菌の代謝に伴って放散される Microbial Volatile Organic Compounds (MVOC) をトレーサーとした腐朽診断技術の開発に向けた、担子菌が放散する揮発性成分のサンプリング手法を検討するとともに、木材腐朽に伴うMVOCの解析を行った。その結果、木材腐朽菌の成長段階や腐朽の進行段階および菌種の違いにより放散されるMVOCに差異があることが明らかとなった。

#### Biosorption ability of the fruit body of basidiomycetes to remove nickel (II), cobalt (II), and cesium (I) ions from aqueous solution

小沼ルミ(都産技研, 農工大)・瓦田研介・杉森博和(都産技研), 吉田誠(農工大)

Forest Products Society 68th International Convention

Forest Products Society

排水中のレアメタル吸着剤として担子菌を利用するための基礎的知見を得るため、担子菌5菌種の子実体による金属吸着特性を菌種ごとに評価した。その結果、担子菌4菌種はいずれもニッケル、コバルト、セシウムを吸着することがわかった。担子菌粉体にアルカリ処理を施すことで、いずれの菌種でもニッケル吸着量が増加することを突き止めた。

#### Effect of fire retardant concentration on fire performance of Japanese cedar for glulam.

安藤恵介・服部順昭(東京農工大), 上川大輔・原田寿郎(森林総研), 西村光太・抱憲誓・宮本圭一(鹿島建設(株)), 中澤亮二・飯田孝彦(都産技研), 宮林正幸((有)ティー・イー・コンサルティング)

68th International Convention

Forest Products Society

スギ1時間耐火集成材の経済的な生産に向け、ドリルとCO<sub>2</sub>レーザによりインサイジング密度400, 800, 1200, 1600個/m<sup>2</sup>での、窒素リン酸系難燃薬剤の注入状況を、蛍光X線分析で測定した。両インサイジングとも、密度400個/m<sup>2</sup>でのみ節部等に注入むらが見られた。

### Mechanism on de-bromination of bromofluoroethane induced by irradiation in alcohols

中川清子 (都産技研)

5th Asia Pacific Symposium on Radiation Chemistry (APSRC2014)

日本放射線化学会

ハロン2402を2-プロパノールおよびメタノール中で放射線照射により分解する反応について検討した。脱酸素を十分行うことにより、線量率360kGy/hの $\gamma$ 線照射で、分解のG値は2-プロパノール中で14,000、メタノール中で2,200と得られ、連鎖反応が起きていると考えられる。また、パルス電子線照射により、ハロンの濃度と連鎖反応の効率を評価した。

### 二重収束型高分解能GD-MSによる高純度軽金属材料中の極微量成分の迅速高感度定量

山田健太郎・上本道久 (都産技研)

第63年会

(公社)日本分析化学会

次世代型GD-MSにおける相対感度係数(RSF)を、アルミニウム合金およびマグネシウム合金について実験的に求め、極微量成分の定量を行った。得られたRSF値の相対標準偏差およびマトリクス依存性を調べ、RSF値変動の機構を考察した。

### スクリーン印刷で形成したセパレータ上の導電性被膜の構造と特性

峯英一・小野澤明良・寺西義一 (都産技研)、佐藤元彦・清水建博 ((株)ケミックス)

第28回セミナー (FCVフォーラムII)

(一社)燃料電池開発情報センター

固体高分子形燃料電池の金属セパレータでは耐食性向上や接触抵抗低減を目的として様々な表面加工が行われている。都産技研と(株)ケミックスではスクリーン印刷により、MEAとの接触面に導電性カーボン層を形成したセパレータを共同開発し、教材用燃料電池キット部品として製品化した。その導電性皮膜の構造と特性について報告した。

### eテキスタイルの開発 燃料電池の応用展開事例

窪寺健吾 (都産技研)

第28回セミナー (FCVフォーラムII)

(一社)燃料電池開発情報センター

eテキスタイルとは電気的特性を有した織物・編物であり、そのフレキシブル性により、さまざまな産業で活用が期待されている。都産技研では金属繊維を用いたeテキスタイルの開発を実施し、燃料電池部材への活用を検討した。

### 屋外曝露された土木構造用GFRPの真菌汚染調査および生物汚染の簡易評価手法の検討

小沼ルミ (都産技研, 農工大), 吉田誠 (農工大), 飯田孝彦 (都産技研), 富山禎仁・西崎到 (土木研)

第41回年次大会

日本防菌防黴学会

土木構造用材料として使用されるGFRP(ガラス繊維強化高分子材料)では、屋外曝露後にカビ等微生物によると思われる表面汚染が顕在化してきた。そこで真菌汚染の実態を解明するとともに、簡易な生物汚染判別法としてATP測定法を検討したので報告した。

### 仮設住宅室内天井パネルにおけるカビ発育性の検討

山崎朗子 (国立衛研), 小沼ルミ (都産技研), 長谷川兼一・石山智 (秋田県大), 木村悟隆 (長岡科技大), 瓦田研介 (都産技研), 工藤由起子 (国立衛研), 鎌田洋一 (岩手大), 寺嶋淳・渡辺麻衣子 (国立衛研)

第41回年次大会

日本防菌防黴学会

仮設住宅天井パネルで生じる真菌発育に着目し、その原因を明らかにすることを目的として、①仮設住宅天井パネルの表面温度の計測および屋根裏断熱工事状況の観察、②天井パネルとカビとの親和性の実験的検証、以上の検討を行った。これらの結果から、天井パネルのカビに関して一考察を得た。

### 東日本大震災被災地の応急仮設住宅に居住するアレルギー性気管支肺真菌症患者宅の真菌叢の推移

渡辺麻衣子 (国立衛研), 釣木澤尚実・押方智也子・齋藤明美 (国立相模原病院), 小沼ルミ (都産技研), 石田雅嗣・小林誠一・矢内勝 (石巻赤十字病院), 鎌田洋一 (岩手大), 寺嶋淳 (国立衛研), 高鳥浩介 (NPO法人カビ相談センター), 秋山一男 (国立相模原病院), 長純一 (石巻市立病院)

第41回年次大会

日本防菌防黴学会

仮設住宅に居住後に再発した喘息患者に対して、真菌アレルギー検査を実施した。その結果、当該患者はアレルギー性気管支肺真菌症を発症しており、自宅室内での真菌曝露と発症の関係が強く示唆された。そこで、発症と曝露した真菌叢との関連性、および医師の介入による室内環境整備の効果を明らかにする目的で当該患者宅の経時的な室内真菌叢推移についての解析を行った。

### LA-ICP-MSによる鉄鋼リサイクル材料中の極微量金属の分析

安藤成美・氏家知美・葛原俊介 (仙台高専), 林英男 (都産技研), 醍醐市朗 (東大)

第168回秋季講演大会

(一社)日本鉄鋼協会

各種製品に使用されている貴金属が有効にリサイクルされず、鉄スクラップに混入した結果、電気炉鋼材や鋳物中に微量に含まれていることが考えられる。それらは、濃度としては小さいが、鉄スクラップの生産量が非常に多いため、絶対量としては大きい

可能性がある。本研究では、この仮定を実証するため、高感度局所分析法であるLA-ICP-MSによる鉄スクラップの測定を行い、鉄試料中に混入した微量金の存在を明らかにした。

#### ヤモリテープによるPy-GC/MSに有用な新規サンプル保持方法の検討

神谷嘉美(都産技研), 永井義隆・本多貴之(明大)

第19回高分子分析討論会

(公社)日本分析化学会 高分子分析研究懇談会

異物分析や微量分析に威力を発揮するPy-GC/MSでは、微小試料や粉末試料の取り扱いに細心の注意を必要とする場合がある。そこで、極微量試料のサンプリング採取法の煩雑さの解消を目的として、真空状態の試料固定テープとして開発された材料を熱分析分野で利用することを提案した。前処理方法・分析条件、再利用性などを検討した結果を報告した。

#### THM-GC/MSを用いた縄文土器に塗布された天然塗料の分析

渡部晃大(明治大), 神谷嘉美(都産技研), 本多貴之(明治大)

第19回高分子分析討論会

(公社)日本分析化学会 高分子分析研究懇談会

劣化の著しい天然有機物を高感度に検出するために、誘導体化試薬を用いたPy-GC/MS [THM-GC/MS]法がある。本発表は、塗膜劣化の著しい経年劣化した考古遺物のうち、縄文時代の塗料について分析した。その結果、高感度化に成功し、少量の塗膜から漆樹種を特定することができた。

#### 文化財科学のためのTOF-SIMS分析の試み—糊として用いられる膠について—

樋口智寛(都産技研), 二宮修治(東京学芸大学)

2014年度実用表面分析講演会

(一社)表面分析研究会

陶磁器の上絵付けに糊として用いられる膠に注目し、焼成後の陶磁器上絵層における残存有機物の分析を飛行時間型二次イオン質量分析計により行った。その結果、焼成後の上絵層においては炭化水素由来と見られるフラグメントイオンが確認された。膠の分解温度を考慮すると、膠と上絵具等との反応により、新たな化合物が生成しているとも考えられた。

#### Effect of contrast increasing method prior to iteration procedure on image correction for soft X-ray projection microscopy

Erdenetogtokh Jamsranjav・椎名達雄・久下謙一(千葉大), 金城康人(都産技研), 中村裕一(千葉大), 篠原邦夫(早稲田大), 伊藤敦(東海大)

12th International Conference on X-Ray Microscopy

Australian Synchrotron

投影型X線顕微鏡は広視野・ズーム機能、CTへの拡張性といった特徴から生物試料観察に向いているが、取得生画像には回折ボケが不可避で、生画像に回折—逆回折の繰り返し演算(イタレーション)を施してボケを除去し、像修正を図る。像修正の可否は、試料のコントラストに依存してきたが、今回、イタレー

ションに先立つ生画像のガンマ値補正など増コントラスト処理により、低コントラスト試料でも可能であることがわかった。

#### Synthesis and Application of Supermicroporous Silica for Fusion Materials.

渡辺洋人・染川正一・藤巻康人(都産技研), 太田省吾・鈴木貴文・緒明佑哉・今井宏明(慶大)

第2回国際シンポジウム

文部科学省科学研究費補助金 新学術領域研究「融合マテリアル」

サブナノ細孔を有する多孔質シリカを鋳型に、種々の量子ドットのサイズ選択的合成に成功した。光触媒特性の向上や特異なサーモクロミズムなどのサブナノ量子ドットならではの新規機能性や量子ドットの応用例を発表した。

#### The growth rate and the electrochemical properties of B-doped diamond films prepared by hot-filament chemical vapor deposition methods

長坂浩志(都産技研), 宮本武(首都大), 寺西義一・近藤 ゆりこ(都産技研), 清水徹英(首都大)

The 7th International Symposium on Surface Science

(公社)日本表面科学会

ダイヤモンド電極は、化学的安定性が高く、大きな酸素過電圧をもつことから、難分解性物質を含む有機物の分解に適用できることが報告されている。本研究では、熱フィラメントCVD法によりBDD(ボロンドープダイヤモンド)電極を作製し、BDD電極の電気抵抗、結晶性および電気化学的特性に及ぼすボロンドープ量の影響を調べ、最適なボロンドープ量を明らかにしたので、報告した。

#### Synthesis of metal ion absorbent using banana fiber and its adsorption properties of rare earth metal ions

梶山哲人(都産技研), 酒井翔平(東京学芸大学), 井上潤(都産技研), 國仙久雄(東京学芸大学)

International Conference of Ion Exchange 2014

日本イオン交換学会

バナナ繊維表面にシッフ塩基を導入した新規バイオマス系金属イオン捕集材を合成し、吸着能について検討した。配位子の置換基に-Brを用いた時に、希土類イオンへの高い吸着性が観察された。希土類の分離回収は課題となっており、当該分野での発展の可能性を持つ材料である。

#### Adsorption properties of modified banana fiber to transition metal ions

梶山哲人(都産技研), 酒井翔平(東京学芸大学), 井上潤(都産技研), 國仙久雄(東京学芸大学)

International Conference of Ion Exchange 2014

日本イオン交換学会

バナナ繊維表面にシッフ塩基を導入した新規バイオマス系金属イオン捕集材を合成し、吸着能について検討した。配位子の置換基に-Brを用いた時に、コバルトイオンの高吸着性が観察された。



この結果は、本捕集材を用いて遷移金属の混合溶液からコバルトを選択的に分離できることを示しており、有用性の高い材料である。

#### Estimation of relative reaction rate of hydroxy radical with anti-oxidants using ESR spin trapping combined with water radiolysis

中川清子・関口正之(都産技研)

第53回年会 合同国際会議 (APES-IES-SEST2014)

電子スピンスサイエンス学会

水の放射線分解で生成するOHラジカルの消去能をスピントラッピングESR法で測定する手法を検討した。スピントラップ剤と抗酸化物質を溶解した水溶液を、フローして短時間X線照射し、ESR測定を行った。得られたOHラジカルの消去能と反応速度定数の比を比較した。

#### 電動車椅子危険探知および回避システムの開発

佐藤研・小西毅・上野武司(都産技研), 福永力・小口俊樹・田中和人・福田開大・新田収(首都大)

第3回 南多摩福祉機器展

南多摩保健医療圏地域リハビリテーション支援センター

首都大学東京と共同で行った「電動車椅子危険探知および回避システムの開発」について、その成果発表と今後、製品化に向けて企業とどのような連携が必要かを説明した。展示ポスターの内容については製品化のイメージ、研究開発のポイント、具体的な開発内容・知的財産権、連携・協力を希望する企業の4点について記載した。

#### 燃料電池部材用eテキスタイルの開発

窪寺健吾・峯英一・小野澤明良・樋口明久・伊東洋一(都産技研), 首藤登志夫・志村涉(首都大)

第21回秋季セミナー 繊維技術交流

(一社)日本繊維機械学会

ステンレス材料で構成される織物は、導電性と耐食性を兼ね備える構造体である。これらの特性を要する応用分野として、酸性雰囲気での化学反応で発電を行う燃料電池部材が挙げられる。本研究では、種々の組織の織物の試織に関し、織物厚さの制御、それぞれの織物構造と電気特性の比較検討を行った。

#### 酸化ニオブ薄膜の発色の角度依存性についての研究

小松功・青木逸・松中航誠(東海大), 海老澤瑞枝(都産技研), 黒田章裕・黒田孝一(黒田総合技研(株)), 前田秀一(東海大)

第一回秋季合同大会

画像関連学会連合会

酸化ニオブ薄膜の薄膜干渉による発色現象と入射角度による色の変化について、その発現メカニズムの考察を行った。都産技研では、エリプソメトリによる膜厚および光学定数の解析とゴニオフォトメータによる反射率の測定を担当した。

#### Effect of zirconium addition on interfacial microstructure between commercial pure titanium and magnesium alloy joint by friction stir welding

青沼昌幸(都産技研), 中田一博(大阪大学接合科学研究所)

Visual-JW 2014

大阪大学接合科学研究所

工業用純チタンと市販マグネシウム合金との異材摩擦攪拌接合部の接合界面微細構造に対し、第3元素の添加が及ぼす組織改善効果について検討した。FSWでの接合部となる位置に対し、合金元素と親和性の高い第3元素を事前に添加することにより、FSWによる接合界面での金属間化合物層厚さは抑制され、微細構造を改善できる可能性が示された。

#### 光学活性医薬品を用いた第二倍音領域の振動分光解析

坂本知昭(国立衛研), 村山広大(横河電機(株)), 藤巻康人(都産技研), 北川雅博(エーザイ(株)), 小金井誠司(都産技研), 小宮山誠(横河電機(株)), 香取典子・合田幸広(国立衛研)

第30回近赤外フォーラム

(独)農研機構 食品総合研究所 非破壊評価ユニット気付 近赤外研究会

高感度透過測定が可能な分散形NIR分光器を用いて、錠剤中の主薬成分(キノロン系原薬)の迅速定量への応用を検討した。日本薬局方(日局)ならびにICH-Q2で提唱されている分析パラメータに基づく評価を行った結果、速やかに光分解される医薬品についても、第2倍音領域由来のシグナルを利用した定量分析が可能であることが示された。

#### 自分にあった体操をつくろう！運動誘引システム

後濱龍太(都産技研)

第17回総会・第18回学術講演

日本福祉工学会

基盤研究成果である運動誘引システム(参加者の運動の適切さをリアルタイム解析し、解析結果に応じて表示される指標を目安として、参加者が自ら適切な運動をつくれるシステム)の実演展示を行った。

#### スルファジアジン銀含有ドレッシング材の持続的抗菌性

柚木俊二(都産技研), 光田益士(アルケア(株)), 藤井恭子・大藪淑美(都産技研), 岩寄徹治(アルケア(株))

第44回日本創傷治癒学会

(一社)日本創傷治癒学会

スルファジアジン銀(AgSD)含有ドレッシングの持続的抗菌性を明らかにした。Ag徐放試験の結果、0~3h, 3~6h, 6~12h, および12~24hの各期間で銀イオンの徐放量に大きな違いはなかった。一方、24h連続で溶出させた場合、培地交換した場合の各溶出量よりも高かったが、その合計値よりも低かった。このAg徐放性を反映し、ドレッシング材は持続的な抗菌性を示した。

### Enhanced Fluorescence Quantum Yield on Sub-nanometer sized Carbogetic Quantum Dots

林孝星・渡辺洋人(都産技研), 緒明佑哉・今井宏明(慶大)

2014 MRS Fall Meeting & Exhibit

Materials Research Society

近年, シングルナノメートルサイズの炭素ドットが蛍光体として機能することが明らかになり, 安心・安全な次世代の蛍光体として注目されている。我々が開発した多孔質シリカの細孔を鋳型に使用して炭素ドット蛍光体のサイズ選択的合成を行ったところ, 細孔径が小さくなるにつれて, 発光効率が向上することが示唆された。さらに, 得られた炭素ドット蛍光体に飽和食塩水を添加すると, 発光効率は飛躍的に向上した。

### Synthesis and Application of Sub-nanometer sized Transition Metal oxide Quantum Dots

渡辺洋人(都産技研), 太田省吾・鈴木貴文・緒明佑哉・今井宏明(慶大)

2014 MRS Fall Meeting & Exhibit

Materials Research Society

サブナノ細孔を有する多孔質シリカを鋳型に, 種々の量子ドットのサイズ選択的合成に成功した。光触媒特性の向上や特異なサーモクロミズムなどのサブナノ量子ドットならではの新規機能性や量子ドットの応用例を発表した。

### スーパーマイクロポーラスシリカを用いたTiO<sub>2</sub>/WO<sub>3</sub>複合量子ドットの合成とその光触媒活性

太田省吾(慶大), 渡辺洋人・染川正一(都産技研), 緒明佑哉・今井宏明(慶大)

第21回シンポジウム「光触媒反応の最近の展開」

光機能材料研究会

効率よいエネルギー移動が期待できる量子ドットを応用した電子伝達系の確立を目的に, SMPS細孔中でTiO<sub>2</sub>/WO<sub>3</sub>複合量子ドットの合成した。TiO<sub>2</sub>量子ドットとWO<sub>3</sub>量子ドットと複合化させることで空間的電荷分離により光触媒活性がそれぞれの単独の量子ドットより大幅に増加し, 効率の良いエネルギー移動が達成された。

### 準安定相窒化ホウ素(w-BN)の電子状態計算

太田優一・時田幸一・渡辺洋人(都産技研)

第62回春季学術講演会

(公社) 応用物理学会

準安定相であるウルツ鉱構造の窒化ホウ素(w-BN)の電子状態を密度汎関数理論に基づく第一原理計算によって検証した。その結果, バンド構造は間接遷移型であり, バンドギャップは6.4~6.8 eV程度と推定された。さらにB原子欠損とN原子をO原子に置換した複合欠陥モデルにおける状態密度(DOS)を計算し, 欠陥準位の予測を行った。

### 深紫外LEDを用いたオゾン濃度測定装置の開発

中村広隆・武田有志(都産技研), 菅野裕靖・阿彦由美((有)光電鍍工業所), 青柳克信(立命館大)

第62回春季学術講演会

(公社) 応用物理学会

本研究では, 紫外線吸収方式のオゾン濃度の計測で使用される水銀ランプに代わる新たな光源として, 深紫外LED(DUV-LED)に着目し, この光源を用いたオゾン濃度測定装置の開発を行い, オゾン計測用光源として利用可能であることを確認することができた。

### Surface deterioration and microbial contamination of wood plastic composites under outdoor exposure

江部憲一(岩手大学, 山形県工技セ), 高橋善行(山形県工技セ),

小沼ルミ(都産技研), 関野登(岩手大学)

International Symposium on Wood Science and Technology 2015

(一社) 日本木材学会

近年, 木粉プラスチック複合材料(WPCs)が, 木材とプラスチックの両方の特性を兼ね備えた材料として注目されている。しかしながら, WPCs表面のチョーキング発生と生物汚染に関しては, あまり研究の関心が向いてこなかった。そこで本研究では, WPCs表面のチョーキングおよび生物汚染発生メカニズムを明らかにした。

### Synthesis of metal ion adsorbent using banana fiber and its adsorption properties to rare metal ions

梶山哲人(都産技研), 酒井翔平(学芸大), 荒井健介(日本薬科大), 國仙久雄(学芸大)

249th ACS National Meeting & Exposition

American Chemical Society

バナナ繊維表面にシッフ塩基を導入した新規バイオマス系金属イオン捕集材を合成し, 吸着能について検討した。配位子の置換基に-Brを用いた時に, レアアースの吸着能を示した。また, pH 1~2においてインジウムとガリウムを分離できる可能性が示唆された。この結果は, 本捕集材を用いてレアアースおよびレアメタルの回収・分離ができることを示しており, 有用性の高い材料となることが予測される。

### 目視による放射線検出のためのボロン酸ピナコールエステル部位をもつカラーフォーマー

山増僚(埼玉大), 関口正之・中川清子(都産技研), 太刀川達也(埼玉大)

第95春季年会

(公社) 日本化学会

目視による放射線検出を目的としたカラーフォーマーとして, アルカリ性で過酸化水素により酸化され発色が期待されるボロン酸ピコナールエステル部位を有するインドリウム化合物および数種の類縁体を合成した。当該品を蒸留水およびホウ酸緩衝液に溶解し, 照射試料とした。一部の合成品は, 蒸留水およびホウ酸緩衝液の両方で吸収スペクトルの変化が認められ, 蒸留水では2.5×

$10^{-5}$ Mの低濃度、40 Gyで透明から黄色へ発色した。

#### 目視による放射線検出のためのフェノキサジン系酸化還元カラー フォーマー

対尾直樹(埼玉大), 関口正之・中川清子(都産技研), 太刀川達也  
(埼玉大)

第95春季年会

(公社)日本化学会

目視による放射線検出を目的としたカラーフォーマーとして、  
2, 4-ジオードフェニル部位を持つフェノキサジン系カラー  
フォーマーが酸化還元反応により可逆的な色調変化(無色⇔青色)  
を示した。次に、水溶性のカラーフォーマーを得るために当該化  
合物の2, 4-ジオードフェニル部位をテトラエチレングリコール  
(TEG) 鎖に置換した化合物を合成し、酸化還元に対する可逆性、  
および放射線検出材料としての評価を行った。

#### Deposition of $^{13}\text{C}$ DLC films and its structural analysis

高橋淳・内田弘樹・国村伸祐(理科大), 川口雅弘(都産技研)

ISPlasma 2015

(公社)日本応用物理学会

$^{13}\text{C}$ メタンを原料としたDLCをPBII&D法で成膜し、その材料  
特性について評価を行った。その結果、通常メタン成膜品と比較  
して、 $^{13}\text{C}$ を要因として材料特性に違いがある可能性を見出した。

## 外部発表一覧／総説

### 高速NIR分光器を活用した錠剤含量分析法－PATの可能性を探る－

坂本知昭(国立衛研), 村山広大(横河電機(株)), 藤巻康人・小金井誠司(都産技研), 北川雅博(エーザイ(株)), 小宮山誠(横河電機(株)), 香取典子・合田幸広(国立衛研)

PHARM TECH JAPAN

(株)じほう

高速高感度透過測定が可能な分散形NIR分光器を用いた錠剤中の主薬成分の迅速定量への適用性を検討した。工程中に導入することを想定し、装置の導入適格性の評価に必要な項目ならびに定量分析の妥当性を客観的に評価するための分析バリデーションについて、日本薬局方ならびにICH Q2で提唱されている分析能パラメータに基づく評価を行った。

### ミャンマーで作られた馬毛胎漆器に関する科学分析

神谷嘉美(都産技研)

明治大学戦略的基盤形成推進事業「歴史的な漆工芸品を科学分析評価するシステムの構築」紀要

明治大学バイオ資源化学研究所

科研費の助成を受けて実施したミャンマーでの聞き取り調査の一部の報告と、漆工芸産地であるBaganで作られた馬毛胎漆器の分析結果をまとめた。顕微鏡観察, Py-GC/MS, SEM-EDSによる分析の結果, 赤色には水銀が用いられ, 黄色・緑色には硫化ヒ素が顔料として用いられていることがわかった。

### 視知覚研究とその応用

市原茂((株)メディア・アイ感性評価研究所, 首都大), 岩永敏秀・中村広隆(都産技研), 山下利之・下川昭夫・石原正規(首都大)

日本官能評価学会誌

日本官能評価学会

視知覚研究の現実場面への応用を考えた時に, 研究の方向は二つに分けることができると考えられる。研究の主眼が人間の視知覚のメカニズムに向いている場合と, 評価される対象に置かれている場合とである。ここでは, 主に前者のタイプの研究から, 興行知覚の絵画的要因に関する研究を, 後者のタイプの研究としてLED照明による色彩評価研究について紹介し, 視知覚研究の応用可能性について論じた。

### 漏れ電流測定値に対する環境の影響—試験現場からの報告—

岡野宏・長谷川孝・西澤裕輔(都産技研)

Clinical Engineering 5 2014 (臨床工学ジャーナル クリニカルエンジニアリング)

(株)学研メディカル秀潤社

医療機器の安全性に重要な要素は漏れ電流である。漏れ電流の温度湿度による影響は, 医療機器の等価回路の静電容量よりも絶縁抵抗に大きく現れる。絶縁抵抗が1 MΩ以下になった場合, 漏れ電流は増加する。また, 漏れ電流測定は, 建物内の他の電気設

備や接地の影響を受ける。本稿では, 漏れ電流が測定環境から受ける影響について, 既報である実験・検討結果を用いてわかりやすく報告した。

### コラーゲン改質技術による細胞培養基板の構築

柚木俊二・大藪淑美(都産技研)

《最新》動物細胞培養の手法と細胞死・増殖不良・細胞変異を防止する技術

(株)技術情報協会

細胞培養基板としてのコラーゲンに焦点を当て, 細胞培養の目的に応じたコラーゲン基板の構築について現状をレビューするとともに, 筆者らの最近の成果である“細胞培養基板を作製するための新しいコラーゲンの改質技術”について紹介した。

### ダイカストにおける鑄造欠陥とその対策

佐藤健二(都産技研)

第86回研究会

岩手非鉄金属加工技術研究会

ダイカストの欠陥解析事例と代表的な欠陥の対策について, うまくいった事例と失敗した事例, 欠陥原因判断の基本的な考え方や見方についての紹介を行った。事例として, 破断チル層, 引け巣, ガス欠陥, 湯じわを取り上げた。欠陥解析から判断される原因と金型方案との関係について述べ, 特に湯流れに影響する要因把握と湯流れに対するしっかりとした概念が重要であることを解説した。

### 漆を用いた100%バイオマス成形材料「サスティーモ」の開発とクールジャパンへの展開

木下稔夫(都産技研)

東京都技術会議ラボネット2014

東京都技術会議

漆, 木質繊維といった天然資源のみを原料として用いた, 持続可能で, 100%バイオマスの成形材料・成形体「サスティーモ」(特許第3779290号 商標登録5424369)を開発, 実用化した。この「サスティーモ」と日本を代表する工芸である漆工芸と連携した製品開発の内容を紹介することで, 2020年のオリンピック, パラリンピックへの「おもてなし」への活用とクールジャパン戦略への展開を考察した。

### 燃料電池セパレータ加工へのスクリーン印刷技術の応用

峯英一(都産技研)

塗装技術 2014年5月別冊号

(株)理工出版社

スクリーン印刷はその汎用性の高さにより, 幅広く時代を超えて応用のすそ野を広げ続けている。本稿では, このスクリーン印刷による導電性インキ塗布技術を応用した, 金属セパレータ加工技術について解説した。



**ドライプレス加工の変遷とその開発の最前線**

片岡征二 (元湘南工科大学), 玉置賢次・横澤毅・中村健太 (都産技研)

塑性と加工 (日本塑性加工学会誌)

(一社) 日本塑性加工学会

ドライプレス加工の変遷とその開発の最前線について, ドライプレスの必要性和実現するための手段 (セラミックス工具, DLCコーテッド工具, ダイヤモンドコーテッド工具) について解説した。また, 現時点での開発の最前線について紹介した。

**ダイヤモンドコーティングの塑性加工用工具への適用 ~ドライプレス加工の実現・実用化~**

玉置賢次 (都産技研)

第40回トライボロジーフォーラム研究会「塑性加工用工具材料と表面改質の最近の動向」

(一社) 日本鉄鋼協会 創形創質工学部会

ダイヤモンド膜の特徴および塑性加工用工具への適用について紹介した。ダイヤモンド膜の表面粗さと摩擦係数の関係, ダイヤモンド膜をドライ絞り加工用工具へ適用し, 純アルミニウム板およびステンレス鋼板の連続1万回ドライ絞り加工の達成について紹介した。

**公設試験研究機関と中小企業との連携による製品化事例 —震災で発生した廃木材の塩素濃度簡易自動測定装置の開発—**

瓦田研介 (都産技研), 大石正行 (大起理化工業 (株))

プラスチック成形加工学会 第25回年次大会

(一社) プラスチック成形加工学会

公設試験研究機関と中小企業との連携による製品化の事例として, 塩素濃度自動測定装置について, 開発プロセスと連携方法などについて講演した。

**照射食品検知法の実務と課題**

関口正之 (都産技研)

平成26年度第1回講演会

(公社) 体質研究会 放射線照射利用促進協議会

放射線利用, 応用を中心とした講演会において放射線照射食品の海外, 国内の現状, また照射食品検知法のEUおよび我が国の適用状況, 国内の検知試験実績, 主たる検知法の操作, 判定を含む実務の解説を行った。また, 都産技研で実施してきた研究事例についても紹介した。

**漆の伝統文化と漆芸を科学する**

神谷嘉美 (都産技研)

リバティアカデミーオープン講座「漆研究の最前線: 漆の文化と科学」

明治大学リバティアカデミー

漆の特徴 (長所・短所) がどのようにして「ものづくり技術」に生かされているのかについて一般市民向けに紹介した。特に, 材料特性と伝統的な漆芸の装飾技法との関係性について, 大学時代からの研究成果を交えながら解説し, 異なる視点から「ものづく

り」を見る大切さを訴えた。

**都産技研における3Dものづくり支援について**

山内友貴 (都産技研)

第250回関東支部月例講演会 (見学会)

(一社) 日本接着学会

都産技研で運用している積層造型機 (3Dプリンター) を中心に造形方式や原理, 特徴, 実用例について解説した。造形と関連する3Dデータについても, 作成手段等 (3Dデジタイザ) について簡単な紹介を行った。

**セラミック技術のせん断加工への展開**

玉置賢次 (都産技研)

第34回セミナー

(一社) 日本塑性加工学会 金型分科会

トライボロジー特性に優れるセラミックスをせん断加工用工具に適用し, 各種被加工材のドライせん断加工の可能性について評価した。セラミックスは衝撃荷重や引張荷重に弱いことからせん断加工に適用することは難しいと考えられていたが, セラミック材質と被加工材の組み合わせによっては連続10万回のドライせん断加工が可能な条件があることを明らかにした。

**漆塗膜の耐久性**

木下稔夫 (都産技研)

表面-界面物性研究会 2014年秋期講演会

マテリアルライフ学会

漆塗膜は縄文時代の遺跡から出土される事例が示すように, 優れた耐久性を有する。本講演では, 漆塗膜の原料である漆の木の樹液, 漆とはどういったものなのかに始まり, その耐久性を示す事例, またそのしくみについて解説を行った。

**セラミックスの金型への適用**

玉置賢次 (都産技研)

第92回金属プレス加工技術研究会

(一社) 日本金属プレス工業協会

セラミックスは, 他の金型材料に比べ, 耐熱性, 耐摩耗性, 耐食性などの優れた特性を有している。金型寿命向上を目的としたセラミックスの金型への適用について概説した。また, トライボロジー特性にも優れることから, 環境対応型のプレス加工, つまり, 潤滑油を使用しないドライプレス加工への適用について評価してきた。よって, セラミック型を用いたドライプレス加工の開発動向についても紹介した。

**漆工芸品 (漆器) における国産材利用の現状と課題**

木下稔夫 (都産技研)

第30回研究発表討論会

漆を科学する会

伝統的工芸品のうち, 木製品として最も業種の多い「漆器」に関して, 国産材利用の現状と課題について, 調査, 検討した結果について報告した。調査は文献や統計資料, 漆器の産地を抽出し

てアンケートおよび現地調査により行った。その結果，各漆器産地の国産材の素地利用の実態と課題，今後の取り組むべき方向が明らかにできた。

### 特別寄稿 1. 照射食品検知法の実務と課題

関口正之（都産技研）

JAPIニューズレター

（公財）体質研究会 放射線照射利用促進協議会

照射食品の検知法の実務と課題について，検知法の目的と意義，国内および海外における照射食品の事例と検査の現状，検査に適用された検知法とその手法と特性，また国内の公定試験法とされていない方法や現在も研究段階である検知法についてもその対象と特徴について紹介した。

### 震災で発生した廃木材の塩素濃度簡易自動測定装置の開発

大石正行（大起理化工業（株）），安藤恵理・杉森博和・荒川豊・田熊保彦・瓦田研介（都産技研）

第32回年次大会

（公社）日本木材加工技術協会

東日本大震災で発生した大量の廃木材の焼却処分やリサイクルでは，廃木材が海水に浸漬したために，燃焼炉などの腐食原因となる塩素の濃度を作業前に把握する必要がある，作業現場では多数のサンプルを自動測定できる装置が求められていた。そこで，チップ化された廃木材中の塩素濃度測定に特化し，粉碎・抽出・分析工程を自動化した「簡易型塩分自動測定装置」の開発を行った。

### 超高分子量ポリエチレン繊維の表面改質

榎本一郎（都産技研）

第58回UV/EB研究会

（一社）大阪ニュークリアサイエンス協会

超高分子量ポリエチレンは，分子量が極めて大きいため，汎用のポリエチレンと特性が大きく異なる。素材としては強度や耐衝撃性など優れた特性があるものの，疎水性のため他の素材との接着性や着色性に劣る。この素材の用途拡大を図るため，放射線グラフト重合およびプラズマ処理により表面改質を行った。視覚的な観点から，表面改質の効果を染色により評価した。FT-IRやXPSにより表面に固定化した成分を調べた。

### Application of the boron free nickel electroplating for electrical connectors

浦崎香織里・土井正（都産技研）

Korea-Japan International Symposium on Materials Science and Technology (JKMST2014)

日本材料科学会 他

環境対応型クエン酸ニッケルめっきの工業的用途拡大を目指し，コネクタ用めっきへの適用について検討した。クエン酸ニッケルめっき浴と従来浴によるめっき皮膜を作製し，外観評価および皮膜特性評価を行った結果，クエン酸ニッケルめっき浴による皮膜の耐食性は従来浴よりも優れていることを確認した。各種表面分析により，両浴のニッケルめっき皮膜の配向性の違いに関係

していることがわかった。

### 特別寄稿 照射食品検知法の実務と課題 2. 検知法の手順と判定法

関口正之（都産技研）

JAPIニューズレター

（公財）体質研究会 放射線照射利用促進協議会

照射食品の検知法の実務と課題について，照射食品の検知法として使用頻度の高い熱ルミネッセンス（TL）法，光刺激ルミネッセンス（PSL）法，電子スピン共鳴（ESR）法を取り上げ，検査対象と手順，特に前処理と判定時における注意点について解説した。また，TL法とESR法に関しては国内厚生労働省通知およびEN規格との差異についても記載した。

### 総説 照射食品検知法の現状と新たな展開

関口正之（都産技研）

食品照射

日本食品照射研究協議会

照射食品の検知法の海外および国内での状況，行政検査による違反品に対する行政措置の内容，照射食品検知法に関する主な規格とその実務と課題，公定試験法にはなっていないが過去から検討されてきた検知法の特徴と適用対象，近年新たに開発された検知法や分析法の改良事例などについて当センターでの経験を含め解説を行った。

### 呼吸・心拍の非接触モニタリングシステム用ドップラーレーダの開発

藤原康平・小林丈士（都産技研）

安全な省エネ社会の構築と中小企業支援

（一社）電気学会，都産技研

人体の呼吸・心拍の高感度検出化を目的に，フロントエンド部である24 GHz帯IQ復調レーダの開発を行った。IQ復調レーダモジュールの各構成回路の設計，試作および評価を実施した。設計開発では高周波回路シミュレータと電磁界シミュレータを用い，試作とシミュレーションを繰り返した。各回路の試作プリント基板を作製し特性評価を実施した。その結果，都産技研ではIQ復調レーダモジュールの各構成回路がほぼ所望の性能を満たすことを確認した。

### 特別寄稿 照射食品検知法の実務と課題 3. 当センターで実施した事例研究

関口正之（都産技研）

JAPIニューズレター

（公財）体質研究会 放射線照射利用促進協議会

照射食品の検知法の実務と課題について，信頼性や利便性から適用頻度の高い熱ルミネッセンス（TL）法，光刺激ルミネッセンス（PSL）法，電子スピン共鳴（ESR）法を対象に，当研究センターでの実施例（食品梱包用ダンボール，Ca系食品添加物，魚由来調味原料，貝類，健康食品錠剤，過熱水蒸気殺菌香料）を紹介するなかで，前処理や試料の特性が試験結果に与える影響を紹介し

課題を提示した。

#### 低熱膨張セラミックスの開発と精密測定での標準器への活用

菅原潤(黒崎播磨(株)), 松浦章彦((株)ミツトヨ), 佐藤理(産総研), 和合健(岩手県工技セ), 大西徹(都産技研)

精密工学会誌

(公社)精密工学会

従来の標準器が持つ、重い、錆びやすい、熱膨張する、温度慣らしが必要等の問題点を解決し、三次元測定機をはじめとする寸法測定機器の校正、および検査における精度向上のための標準器の不確かさ低減、および機能向上を目的として、低熱膨張セラミックスの開発、その材料を使用したブロックゲージや各種ゲージの製作、およびその性能検証と活用方法を提案した。

#### 超高分子量ポリエチレン素材の表面処理技術

榎本一郎(都産技研)

LiBの高容量・高耐久化のための電極-電解液(質)の界面制御技術と解析・評価法

(株)技術情報協会

リチウムイオン二次電池に用いられるセパレータ(ポリエチレン製微多孔膜)の素材の特徴および表面処理(プラズマ処理, 放射線グラフト重合), 表面解析(水滴接触角, FT-IR, XPS)に関して解説した。

#### 熱処理木材の耐候性に及ぼす塗装効果

村井まどか(都産技研)

塗装技術

(株)理工出版社

木材利用の動向および木材の耐久性を付与する技術である熱処理技術について紹介し、さらに熱処理木材の耐候性に及ぼす塗装効果について検討した研究成果を報告した。今回検討した通常の木材用の塗料では熱処理木材に対し、十分な耐候性が得られないことがわかり、今後は熱処理木材用の塗料の開発が重要である。熱処理木材用の塗料の開発により、国産材も含めた熱処理木材の木質建材の利用拡大が期待される。

#### 直線部を有するCFRP製環状ばね

西川康博(都産技研)

日本ばね学会会報

日本ばね学会

直線部を有するCFRP製環状ばねの製作工程と特徴について解説した。CFRPパイプを成形し、一定幅で切断するという、簡易で量産可能な製作方法について説明した。製作した環状ばねは、一般的な金属製コイルスプリングと比較して極めて軽量であり、十分実用的な特性を有していることを示した。

#### 有害物を含まない赤色ガラス

玉巻圭子・柴田憲章(東洋佐々木ガラス(株)), 大久保一宏・上部隆男(都産技研)

機関誌「NEW GLASS」

(一社)ニューガラスフォーラム

東洋佐々木ガラス株式会社(以下TSG)と都産技研は、着色剤にモリブデンとネオジムを用いたあざやかな赤色ガラスを共同開発した。酸化還元雰囲気制御技術を確認したことで、安定した着色が可能であり、特許(第5579644号)を取得済みである。カドミウムなどの有害物質を使用していないため、法規制の問題がなく、既存のガラス製造ラインで製造可能である。TSGではこのあざやかな赤色を活かした特徴ある商品を平成26年1月から製造・販売しており、今後も特長を活かした商品を展開していく予定である。

#### 導電性セラミックス工具によるドライプレス加工

玉置賢次(都産技研)

日韓国際金型シンポジウム

(一社)日本塑性加工学会 金型分科会, 韓国金型工業協同組合

セラミックスは、他の金型材料に比べ、耐熱性、耐摩耗性、耐食性などの優れた特性を有している。特に、導電性セラミックスは放電加工による型成形が可能であり、単純な円筒形状だけでなく角筒形状などの複雑な異形状にも対応可能である。さらに、潤滑油を使用しないドライプレス加工においても、導電性セラミックスが金型材料として優れた特性を有することを紹介した。

#### 低熱膨張セラミックスの開発と精密測定での標準器への活用

菅原潤(黒崎播磨(株)), 松浦章彦((株)ミツトヨ), 佐藤理(産総研), 和合健(岩手県工技セ), 大西徹(都産技研)

元気の出る新技術講演会-産学・産産連携への集い-

(公社)精密工学会

従来の標準器が持つ、重い、錆びやすい、熱膨張する、温度慣らしが必要などの問題点を解決し、三次元測定機をはじめとする寸法測定機器の校正、および検査における精度向上のための標準器の不確かさ低減、および機能向上を目的として、低熱膨張セラミックスの開発、その材料を使用したブロックゲージや各種ゲージの製作、およびその性能検証と活用方法を提案した。

#### 光励起-発光計測による耐候性評価法の検討

杉森博和(都産技研)

第8回ケミルミネッセンス研究会

マテリアルライフ学会 ケミルミネッセンス研究会

高分子材料の表面に紫外線レーザー光を照射したときに誘起される発光の量とスペクトルを解析することにより、高分子材料の劣化進行度を評価する手法の検討を行った。耐候性試験を実施した試料を本法で評価すると、試験時間に応じて発光の量やスペクトルが変化したことから、高分子材料の劣化に関わる発光種の変化を検出可能であると考えられる。

### 第三章 マイクロバブル（ファインバブル）応用のポイント／第 12

#### 節 その他応用／第 1 項 染色加工

榎本一郎（都産技研），他

マイクロバブル（ファインバブル）のメカニズム・特性制御と実  
際応用のポイント

（株）情報機構

マイクロバブル（ファインバブル）の応用として，染色加工に  
おける羊毛の防縮加工，綿布の漂白，染色廃液の処理について実  
験データを踏まえて解説した。



地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター

研究報告編集委員会

委員長 木下 稔夫

副委員長 田中 実

委員 三尾 淳, 岩永 敏秀, 櫻井 昇, 大久保 一宏

事務局 山口 美佐子, 平井 和彦, 長尾 梨紗

表紙デザイン 中田 恵子

※本研究報告から転載する場合には、都産技研から事前に承諾を得てください。

本研究報告の内容は、ホームページでも PDF ファイルをご覧ください。

ホームページ：<http://www.iri-tokyo.jp/>

登録番号 27 (本) 10

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 10 号 (2015)

平成 27 年 9 月 25 日発行

ISSN1881-8676

CODEN:KHCDBB

発行 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター

経営企画部 広報室

〒135-0064 東京都江東区青海 2-4-10

TEL. 03-5530-2521

FAX. 03-5530-2536

URL. <http://www.iri-tokyo.jp/>

印刷所 株式会社信英堂

〒160-0022 東京都新宿区新宿 5-14-11

TEL. 03-3357-6711

FAX. 03-3357-6890



古紙/パルプ配合率70%以上  
白色度70%再生紙を使用しています。

石油系溶剤を含まないインキを使用しています。

