

# 研究報告

第 6 号 (2011)

Bulletin of Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute No.6



地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター  
研究報告 第6号  
平成23年

目次

論文

3Dモデルにおける電子透かし方法の開発

大平 倫宏 大原 衛 山口 隆志 2

バスヌーピング方式によるリアルタイムタスクトレーサIPの開発

武田 有志 岡部 忠 仲村 将司 佐藤 研 6

力率改善アダプタの開発

重松 宏志 長谷川 孝 金岡 威 三上 和正 小林 丈士 10

金属ナノドットアレイのLSPR特性

加沢 エリト 14

LED照明器具のEMC評価方法に関する一考察

栢 健一 小林 丈士 宮島 良一 三上 和正 18

LED照明器具の光学特性および電気特性に関する考察

岩永 敏秀 中村 広隆 小林 丈士 栢 健一 22

草本系リグニンから調製した活性炭の細孔構造と吸着性能

飯田 孝彦 中石 真名美 萩原 利哉 山野 宏司 瓦田 研介 26

下水処理水を対象とした薄型テレビガラス発泡体のリン酸吸着能の評価

中澤 亮二 小山 秀美 佐々木 直里  
萩原 明 都竹 進 西野 芳紀 越智 健一 須永 竹英 30

熱分解ガスクロマトグラフィー質量分析法の異物分析への応用に関する研究

木下 健司 34

インクジェット式三次元造形機を用いた二色成形による材料・製品設計

西川 康博 阿保 友二郎 38

高速デジタル回路基板における設計ルール（基板端距離と信号ガードパターン）に関する考察	佐野 宏靖 佐藤 研	42
電子回路基板の静電気対策	高松 聡裕 上野 武司 小林 丈士	46
EVコンバージョンを目的とした非線形形状部品のリバースエンジニアリング手法の構築	小西 毅 吉村 卓也 吉屋 英理 進藤 淳哉	50
窒素酸化物に対する染色堅ろう度試験方法の開発	岡田 明子 朝倉 守 小柴 多佳子	54
絹織物への膨潤剤を用いたブリーツ加工	武田 浩司 木村 千明 小林 研吾	58
温度応答性の収縮－膨張サイクルにより得られる高弾力性コラーゲンゲル	柚木 俊二	62
ノート		
超微小押し込み硬さ試験における試料の固定方法の検討	陸井 史子	70
無線ノードと非接触型センサを用いた電力監視システムの構築	武田 有志 大原 衛 金田 泰昌 阿部 真也	72
GPUによる倍精度浮動小数点データの高速圧縮	山口 隆志 大原 衛	74
高電圧プローブを用いた電圧測定に関する一考察	黒澤 大樹	76
高速デジタル伝送におけるチップビーズの効果の検証	小宮 一毅 藤原 康平 小林 丈士 栢 健一	78
ペンシルビルに適用する制振装置の試作と評価	福田 良司 島崎 洋治 森尻 渉 長谷部 寛樹	80
マンガンボロン鋼の焼入組織	内田 聡	82

ステンレス鋼板のドライ小径せん断加工技術	玉置 賢次 中村 健太	84
Mg-Al-Zn合金/Ti溶接部の界面反応層に及ぼす合金元素の影響	青沼 昌幸 岩岡 拓	86
プレス加工用金型への高耐久性DLC膜の成膜技術の開発	中村 健太 森河 和雄 玉置 賢次 西村 信司	88
数値シミュレーションによる不整形残響室の拡散性の評価	渡辺 茂幸 神田 浩一 服部 遊 西沢 啓子 横山 幸雄	90
同一材料における残響室法吸音率と垂直入射吸音率の比較	西沢 啓子 渡辺 茂幸 神田 浩一	92
遠赤外線領域における分光反射率の測定精度向上	中島 敏晴 中村 広隆 海老澤 瑞枝	94
100%バイオマス成形材料を利用した商品開発	木下 稔夫 神谷 嘉美 村井 まどか 山内 友貴 木暮 尊志 中山 哲哉 荒川 博史	96
未利用バナナ繊維を用いた脂肪族ポリエステル改質	梶山 哲人 安田 健 清水 研一	98
高周波誘導加熱炉燃焼-赤外線吸収法炭素硫黄分析装置によるセメントの分析	樋口 智寛	100
表面形態測定を利用したプラスチックの耐候性評価	清水 研一 飛澤 泰樹 渡邊 禎之 山中 寿行 中西 正一 榎本 一郎	102
微量分析のためのイオンクロマトグラフ用バイアルキャップの検討	安藤 恵理 栗田 恵子 荒川 豊 杉森 博和 田熊 保彦	104
VOC処理装置用ハニカム成形触媒の作製法とそのキャラクターゼーション	藤井 恭子 水元 和成 杉森 博和 松原 独歩 染川 正一	106

動的光散乱装置を用いたバイオセンシングシステムの開発	中川 朋恵 紋川 亮 神谷 奈津美 角森 史昭 鍵 裕之	108
照射食品の検知 —D-体アミノ酸による検知法の検討—	中川 清子 関口 正之 柚木 俊二 大藪 淑美	110
Co, Ce, Cu酸化物球状担持触媒の試作	井上 潤 染川 正一	112
乾燥炉における排気風量とVOC濃度の関係	水越 厚史 小島 正行 萩原 利哉 藤井 恭子 小野澤 明良 木下 稔夫 野口 美由貴 柳沢 幸雄	114
簡易チェックゲージによるマルチスタイラスプローブの評価	中西 正一 西村 信司 中村 弘史	116
製品における衝撃特性評価手法の確立	櫻庭 健一郎 松原 独歩	118
金属材料引張試験における耐力測定の不確かさ評価の検討	鈴木 悠矢 樋口 英一 櫻庭 健一郎 松原 独歩	120
FBG光ファイバー温度計の高感度化	沼尻 治彦 佐々木 正史 高橋 真 畦本 雅宏	122
直流電流の校正における不確かさ評価	水野 裕正 遠藤 忠 吉広 和夫	124
ショーケースパネル用LED点灯回路の検討	長谷川 孝 松浦 日出子 小金井 誠司	126
LEDパネルを用いたノックダウン式ショーケースの試作	松浦 日出子 長谷川 孝 秋山 正 大森 学	128
RP技術の電子材料への応用	小金井 誠司 大森 学 長谷川 孝 土井 正 浦崎 香織里	130

迅速に脱衣可能な防護服の開発	加藤 貴司 平山 明浩 藤田 薫子 山田 巧 松本 太郎 若松 将生	132
東京スカイツリー観光グッズの開発	平山 明浩 加藤 貴司 堀江 暁 ギニス ミハイル 青山 裕子	134
非衣料分野対応に向けた繊維製品評価技術の調査	山田 巧 唐木 由佑 岩崎 謙次	136
撚糸・織物加工を施した金属繊維の特性評価の検討	樋口 英一 窪寺 健吾	138
太陽光発電パワーコンディショナの雑音端子電圧測定の一手法について	上野 武司 西野 義典 原本 欽朗 清水 敏久	140
電源ケーブルに起因する放射ノイズの影響と評価：LED照明装置での実証実験	大橋 弘幸 原本 欽朗	142
インクジェット式三次元造形機を用いた製品製作とその精度評価	小船 諭史 西川 康博 阿保 友二郎	144
伝統的工芸品多摩織を用いた新規製品開発	原 めぐみ 藤田 茂 池田 善光 小林 研吾 吉水 壯吉	146
バナナ繊維/ポリブチレンサクシネート複合体の機械特性	安田 健 梶山 哲人 成瀬 雅公 村田 清 村上 雅人	148
プラスチック射出成形におけるゲートの影響	安田 健 長谷川 英暁 清水 研一 福田 良司 柴野 三朗	150
<b>外部発表一覧</b>		
論文		155
口頭発表		159
ポスター発表		171
総説		177

BULLETIN OF TOKYO METROPOLITAN  
INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE

NO.6

Papers

A Study of Digital Watermarking for 3D models	Norihiro Ohira, Mamoru Ohara, Takashi Yamaguchi	2
Development of a real-time task tracer IP based on bus snooping methods	Yuji Takeda, Tadashi Okabe, Masashi Nakamura, Ken Sato	6
Development of Power Factor Correction Adaptor	Hiroshi Shigematsu, Takashi Hasegawa, Takeshi Kanaoka Kazumasa Mikami, Takashi Kobayashi	10
LSPR Characterization of Patterned Metal Nanodot Arrays	Elito Kazawa	14
EMC evaluation and examination of LED lighting equipment	Kenichi Haji, Takeshi Kobayashi, Ryoichi Miyajima, Kazumasa Mikami	18
Estimation of photometric characteristic and EMC characteristic for LED lighting products	Toshihide Iwanaga, Hirotaka Nakamura, Takeshi Kobayashi, Kenichi Haji	22
Pore structure and adsorption properties of activated carbon prepared from herbaceous lignin	akahiko Iida, Manami Nakaisi, Toshiya Hagiwara, Kouji Yamano Kouji Yamano, Kensuke Kawarada	26
Evaluation of phosphate-adsorption capacity of porous glass materials manufactured from glass isolated from flat panel display TV-set with sewerage treatment water	Ryoji Nakazawa, Hidemi Koyama, Naori Sasaki, Akira Ogihara Susumu Tsuzuku, Yoshinori Nishino, Ken-ichi Ochi, Takehide Sunaga	30
Study on Pyrolysis-Gas Chromatography/Mass Spectrometry for Contamination Analysis	Kenji Kinoshita	34

Design and fabrication of materials and products by two-color molding with ink-jet type rapid prototyping	Yasuhiro Nishikawa, Yujiro Abo	38
Design rules check for designing high speed print boards by experiment	Hiroyasu Sano, Ken Sato	42
ESD protection of electronic circuit boards.	Toshihiro Takamatsu, Ueno Takeshi, Kobayashi Takeshi	46
Reverse engineering techniques of nonlinear configuration parts for EV conversion.	Takeshi Konishi, Takuya Yoshimura, Eri Yoshiya, Shiro Junya	50
Development of test methods for color fastness to nitrogen oxides	Akiko Okada, Mamoru Asakura, Takako koshiba	54
Pleat processing that uses swelling agents on silk fabrics	Koji Takeda, Chiaki Kimura, Kengo Kobayashi	58
Highly elastic collagen gels prepared from thermo-responsive shrinkage and swelling	Shunji Yunoki	62
<b>Notes</b>		
Study on a method of fixing the test piece in nanoindentation test	Fumiko Kugai	70
Power monitoring system by using the wireless nodes with contactless sensors	Yuji Takeda, Mamoru Ohara, Yasuaki Kaneda, Shinya Abe	72
Fast data compression of double-precision floating point numbers on GPU	Takashi Yamaguchi, Mamoru Ohara	74
A study on the voltage measurement with high voltage probe	Daiki Kurosawa	76
The effects of EMC parts in the high speed data transmission	Kazuki Komiya, Kohei Fujiwara, Takeshi Kobayashi, Kenichi Haji	78



Development of tuned cradle mass damper for medium height narrow building	Ryoji Fukuda, Yoji Shimazaki, Wataru Morijiri, Hiroki Hasebe	80
Microstructure of Quenched Manganese Boron Steel	Satoshi Uchida	82
Dry small hole shearing of stainless steel sheet using dies with shear angle	Kenji Tamaoki, Kenta Nakamura	84
Effect of Alloying Elements on Reaction Layer at Interface of Mg-Al-Zn Alloy and Titanium Dissimilar Welds	Masayuki Aonuma, Taku Iwaoka	86
Development of deposition technology of high-durability DLC film to the dry drawing tools	Kenta Nakamura, Kazuo Morikawa, Kenji Tamaoki, Shinji Nishimura	88
Estimation of diffuseness of an irregularly shaped reverberation room by numerical simulation.	Shigeyuki Watanabe, Koichi Kanda, Asobu Hattori, Keiko Nishizawa, Yukio Yokoyama	90
Comparison of sound absorption coefficient between reverberation room and impedance tube	Keiko Nishizawa, Koichi Kanda	92
The spectral reflectance measurement accuracy improvement in the far-infrared radiation area.	Toshiharu Nakajima, Hirotaka Nakamura, Mizue Ebisawa	94
Development of products made from 100% pure biomass molding compound	Toshio Kinoshita, Yoshimi Kamiya, Madoka Murai, Yuki Yamauchi Takashi Kigure, Tetsuya Nakayama, Hiroshi Arakawa	96
Development of aliphatic polyester composites using banana fiber from farming residue	Tetsuto Kajiyama, Takeshi Yasuda, Kenichi Shimizu	98
Analysis of cement by carbon/sulfur analyzer on infrared absorption method after combustion in an induction furnace	Tomohiro Higuchi	100
Weatherability evaluation assisted by measuring surface profiles of plastic	Kenichi Shimizu, Taiki Tobusawa, Sadayuki Watanabe Toshiyuki Yamanaka, Shoichi Nakanishi, Ichiro Enomoto	102

Investigation of vial cap for microanalysis by ion chromatography	Eri Ando, Keiko Kurita, Yutaka Arakawa, Hirokazu Sugimori, Yasuhiko Takuma	104
Preparation methods and characterization of honeycomb-type catalysts for use into practical VOC elimination system	Kyoko Fujii, Kazunari Mizumoto, Hirokazu Sugimori Doppo Matsubara, Shouichi Somekawa	106
Development of Biosensing System Using Dynamic Light Scattering	Tomoe Nakagawa, Akira Monkawa, Natsumi Kamiya, Fumiaki Tsunomori, Hiroyuki Kagi	108
Detection of irradiated food - using the measurement of D -amino acid -	Seiko Nakagawa, Masayuki Sekiguchi, Shunji Yunoki, Yoshimi Ohyabu	110
Development of spherical supported Co, Ce, Cu oxides catalysts	Jun Inoue, Shouichi Somekawa	112
Relationship between exhausted air volume and VOC concentration in drying oven	Atsushi Mizukoshi, Masayuki Kojima, Toshiya Hagiwara, Kyoko Fujii Akiyoshi Onozawa, Toshio Kinoshita, Miyuki Noguchi, Yukio Yanagisawa	114
Evaluation of multi stylus probe with simple check gauge	Shoichi Nakanishi, Shinji Nishimura, Hiroshi Nakamura	116
The Establishment of Evaluation Method of Impact Property in Products	Kenichiro Sakuraba, Doppo Matsubara	118
Study on uncertainty of proof stress in tensile test for metallic materials	Yuya Suzuki, Eiichi Higuchi, Kenichiro Sakuraba, Doppo Matsubara	120
Development of high-accuracy optical-fiber thermometer using fiber bragg grating	Haruhiko Numajiri, Masashi Sasaki, Shin Takahashi, Masahiro Azemoto	122
Evaluation of uncertainty for the calibration of direct current	Hiromasa Mizuno, Tadashi Endo, Kazuo Yoshihiro	124
Consideration of the circuit design for LED panels in a showcase	Takashi Hasegawa, Hideko Matuura, Seiji Koganei	126

Making of a prototype by the Knock-down showcase with LED panels		
	Hideko Matsuura, Takashi Hasegawa, Tadashi Akiyama, Manabu Ohomori	128
Application to electric material of Rapid Prototyping		
	Seiji Koganei, Manabu Oomori, Takashi Hasegawa, Tadashi Doi, Kaori Urasaki	130
Development of protective wear that can be promptly undressed		
	Takashi Kato, Akihiro Hirayama, Kaoruko Fujita, Takumi Yamada	
	Taro Matsumoto, Masaki Wakamatsu	132
Product development of Tokyo sky tree sightseeing goods		
	Akihiro Hirayama, Takashi Kato, Akira Horie, Gkinis Michail, Aoyama Yuko	134
Establishment of Evaluation Technique for Non-apparel field		
	Takumi Yamada, Yusuke Karaki, Kenji Iwasaki	136
Mechanical examination of a metallic thread and polyester mixture with twisted yarn		
	Eiichi Higuchi, Kengo Kubotera	138
Noise terminal voltage measurement for solar power conditione		
	Takeshi Ueno, Yoshinori Nishino, Yoshiaki Haramoto, Toshihisa Shimizu	140
Evaluation of radiated interference caused by power cable : Test with the LED lighting system.		
	Hiroyuki Ohashi, Akiyoshi Haramoto	142
Accuracy Evaluation of 3D Ink-Jet RP Manufactured Products		
	Satoshi Kobune, Yasuhiro Nishikawa, Yujiro Abo	144
New product development of Traditional craft TAMAORI		
	Megumi Hara, Shigeru Fujita, Yoshimitsu Ikeda	
	Kengo Kobayashi, Soukichi Yoshimizu	146
Mechanical properties of banana fiber/polybutylene succinate composites		
	Takeshi Yasuda, Tetsuto Kajiyama, Masahiro Naruse, Kiyoshi Murata, Masato Murakami	148
Effect of width of gate on polymer injection molding		
	Takeshi Yasuda, Hideaki Hasegawa, Kenichi Shimizu, Ryoji Fukuda, Saburo Shibano	150

**Abstracts other published papers and presented at society meeting**

<b>Papers</b>	155
<b>Presentations</b>	159
<b>Poster</b>	171
<b>Review</b>	177

## 論文

## 3Dモデルにおける電子透かし方法の開発

大平 倫宏\*<sup>1)</sup> 大原 衛\*<sup>2)</sup> 山口 隆志\*<sup>1)</sup>

## A Study of Digital Watermarking for 3D models

Norihiro Ohira\*<sup>1)</sup>, Mamoru Ohara\*<sup>2)</sup>, Takashi Yamaguchi\*<sup>1)</sup>

A numerically stable digital watermarking for 3D model authentication is reported here. In 3D watermarking for preventing forgery, some watermarking methods that slightly perturb the positions of a subset of vertices are proposed. However, these schemes have some numerical and security problems. For example, one using floating-point arithmetic was pointed out to be unable to authenticate some cases correctly for numerical reasons. The other that uses integer arithmetic can be easily altered and the amount of embedded watermark data is small. We focused our attention on developing a new watermark method for resolving such problems. In the developed method, we could embed sufficiently more watermarking data than previous methods which is also numerically stable and secure against falsification.

キーワード: 3Dモデル, 電子透かし, 改ざん防止

Keywords: 3D model, digital watermarking, protecting falsification

## 1. まえがき

現在, 様々な場面で電子データの受け渡しが盛んに行われている。その中でも, 認証機関等が電子データを発行・配布するケースにおいては, 配布した電子データが利用者によって改ざんされる問題があり得る。このような問題を解決するために, 従来から, 電子データに対する電子透かしの挿入・抽出技術が研究されてきたが, 未だ本格的には普及していない。特に, 3次元ポリゴンデータに対する電子透かしについては, 安全性の面などから実質的に使用可能な方法が存在していないのが現状である。このような現状を踏まえ, 3Dポリゴンデータに対して改ざんを防止する安全な電子透かし方法を開発したので報告する。

## 2. 開発方法

2.1 背景 ここで扱う3次元ポリゴンデータとは, 図1に示すように, 3角形を基本のポリゴンとして表された3次元のモデルデータとする。基本的には, ポリゴンデータは多角形によって構成されており, また, 多角形は3角形の集合で表すことが可能であるため, 3角形のみによって構成されたデータを対象とすることで十分である。また, 通常ポリゴンデータには, 色や多角形の方向ベクトル等の情報が付随している場合も存在するが, 今回はそのようなデータが存在しない場合でも可能な方法を対象としている。3次元ポリゴンデータに対する改ざん防止用の電子透かし

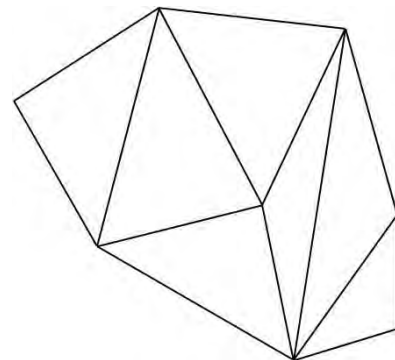


図1. 3角形により構成される3次元モデルデータの模式図

として, いくつかの報告がなされている。Boon-Lock Yeo と Minerva M. Yeung は, 3角形の頂点データに, その隣接頂点の情報から得られる値を利用して情報を埋め込むという基本的な方法を提唱した<sup>(1)</sup>。しかし, この方法はアルゴリズムの収束性等の問題を抱えており, 使用不可能な場合が多いとされている。Chang-Min Cho と Din-Chang Tseng は, Boon-Lock Yeo と Minerva M. Yeung の方法の欠点を踏まえ, アルゴリズムの収束性などを考慮した方法を提示した<sup>(2)</sup>が, 浮動小数点数を用いた計算であるため, 演算誤差の影響から認証不可能な場合が存在するという問題点が指摘されている。Wei-Bo らは, 整数演算を用いることで認証可能性については問題を解決した<sup>(3)</sup>が, 逆に, 電子透かしとしての安全性を損ない埋め込めるデータ量が少ない方法となっており, 検知されることなく改ざん可能な部分が存在するという問題が新たに生じた。これらを考慮して, 本研究では, 従来の方法の問題点を解消し, 安全かつ埋め込み可能

\*<sup>1)</sup> 情報技術グループ

\*<sup>2)</sup> 経営企画室

な情報量の多い方法を開発した。

**2.2 開発方法** 今回構築した埋め込みアルゴリズムの手順は、以下ようになる。ここでは、3Dデータの3角形を構成する頂点の座標を(x, y, z)としている。情報の埋め込み箇所は、各座標データを浮動小数点数として、その仮数部の下位ビットを入れ替える形で埋め込んでいる。このため、実際の埋め込み・抽出に必要とされる演算は全て整数演算となるため、浮動小数点数の演算に付随する演算誤差を回避することが可能となった。

(1) 電子透かし埋め込み方法 以下の手順で電子透かしの埋め込みを行う。図2はフローチャートの形式でまとめたものである。

(E1)3Dデータの各頂点データに対して、その隣接頂点全てを対応づけたデータ構造を作成する。

(E2)それぞれの頂点を以下の4つの頂点に分類する。

挿入頂点：調節頂点と一対一に対応する透かしを挿入する頂点。

調節頂点：挿入頂点と一対一に対応し、隣接頂点との関係から定まる重心の変化を防ぐ頂点。

孤立頂点：隣接頂点が全て調節頂点となる頂点。透かしを挿入する。

それ以外の頂点：上記3つ以外の頂点。

分類手順は、

- (i)全ての頂点を調節頂点の候補とする。
- (ii)頂点を特定の順番で順に全て調べていき、その頂点の隣接頂点が全て調節頂点である場合は孤立頂点とする。そうではない場合は、隣接頂点の中に孤立点候補が存在する時に、その中から調節頂点を1つ決めて、挿入頂点とする。その他の隣接頂点を調節頂点候補から外す。

とする。図3は図1に対して、この操作を行った場合の例であり、頂点の周辺にある数字は頂点の番号を、●は挿入頂点を、■は調節頂点を表しており、対応する挿入、調節頂点を矢印で結んである。

(E3)各頂点の種類に応じて、それを識別できるように、頂点のx座標に情報を埋め込む。

(E4)各挿入頂点に対して、隣接頂点との関係から定まる重心を求め、y座標に、重心と透かし情報の排他的論理和を埋め込む。z座標には、重心と隣接頂点の座標から定まるハッシュ値との排他的論理和を埋め込む。

(E5)各孤立頂点に対して、(E4)と同様に、y,z座標に情報を埋め込む。

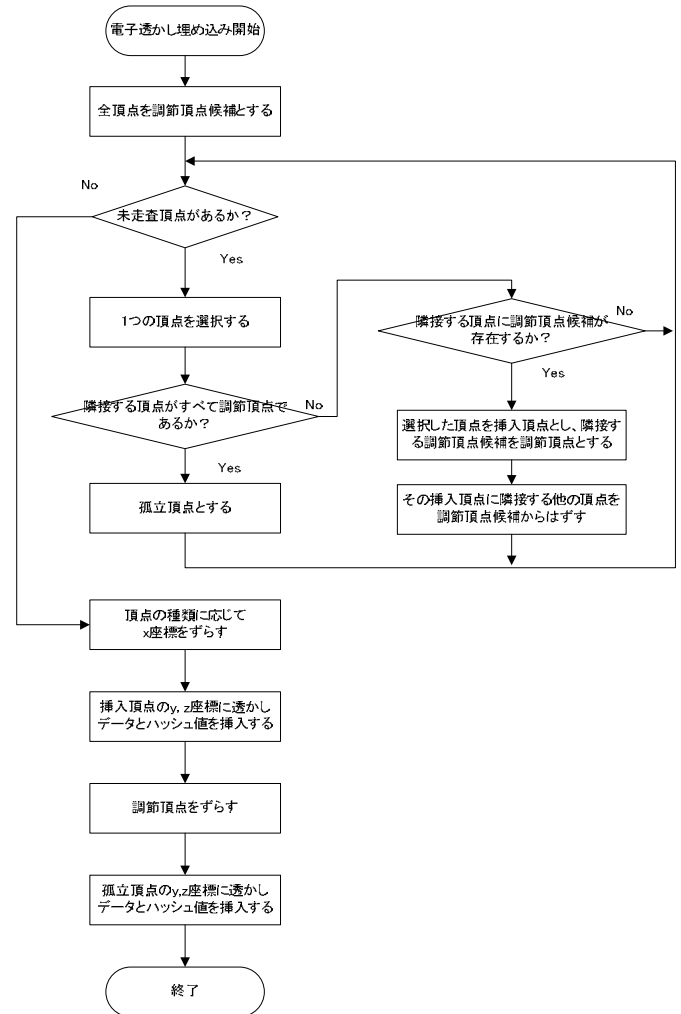


図2. 電子透かし埋め込みフローチャート

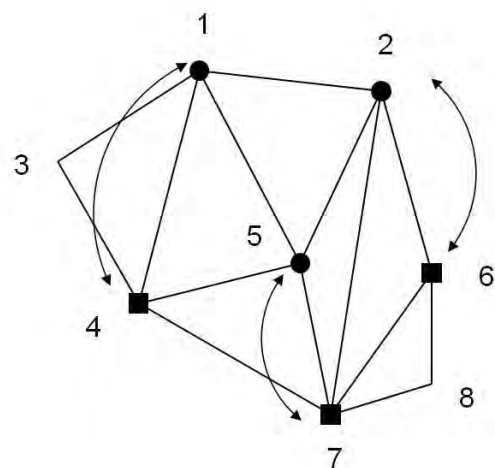


図3. 図1のデータに対して、挿入頂点(●)と調節頂点(■)を決定した例

(2) 電子透かし抽出方法 同様に以下の手順で電子透かしの抽出を行う。図4はフローチャートの形式でまとめたものである。

(A1)3D データの各頂点に対して，x 座標からその種類を求める。

(A2)各挿入頂点の重心を求めて，y 座標との排他的論理和を計算することで，透かし情報を取り出す。z 座標についても，同様にハッシュ値を取り出す。

(A3)各孤立頂点に対して，(A2)と同様に，透かし情報とハッシュ値を取り出す。

(A4)透かしデータの認証を行う。取り出した透かし情報をハッシュ関数にかけて得たハッシュ値と，取り出したハッシュ値を比較して，値が等しければ透かし情報が正しいとする。値が等しくなければ，改ざんがあったとする。

この方法では，x 座標への頂点の識別情報の埋め込み方法やハッシュ関数が秘密鍵として働くこととなる。また，認証の際に，透かし挿入前のデータが必要となることは無い。また，x, y, z 座標の役割をそれぞれ固定した方法を記述したが，その構成方法を見ても分かるように，例えば，x 座標と y 座標の役割を途中で交換したとしても，全体の方法としては支障がない。さらに，(E2)で頂点を分類した際に存在する「それ以外の頂点」に関しても，孤立頂点と同様にデータを埋め込む頂点とすることが可能である。

### 3. 評価

実際に図5のSTL形式の3Dモデルデータに，本研究の方法で頂点座標を表す浮動小数点数の仮数部の下位5bitに透かし情報を埋め込んだデータが図6である。注意として，ここでは，2つの図の色が違うが，本来STLデータには色の情報がないため，分かりやすさのために濃淡の変換を行っている。さらに，変化点を分かりやすくするために，2つを重ね合わせた図を図7に示す。透かし処理により元のデータより飛び出た部分が，斑点となってデータ上に現れているが，モデルの形状にはほぼ変化はないと見て取ることが出来る。埋め込み箇所を下位5bitではなく，さらに大きなビット数を選択することも可能であるが，その分モデルデータのゆがみは大きくなる。また，埋め込みビット数を減少させた場合には，モデルのゆがみ自体は小さくなる。

表1は従来の方法と今回開発した方法を比較した表である。ここで，透かし挿入頂点数は，全ての頂点の中で透かしを挿入可能な頂点の数を表しており，透かしとして埋め込めるデータ容量に比例している。従来法<sup>(2)</sup>では浮動小数点演算を用いるため，誤差のため認証不可能となるケースがあり，従来法<sup>(3)</sup>では埋め込み部分以外の改ざんを行っても検知することが出来ないなどの問題点がある。しかし，今回開発した方法では，そのような問題はなく安全な方法となっている。また，埋め込めるデータ容量について，従来法では，経験的に表のようなデータ容量となることが知られ

ている<sup>(2)(3)</sup>。提案法は，その構成方法より，従来法<sup>(2)</sup>と同様のデータ容量となり，従来法に比べて劣っていない。

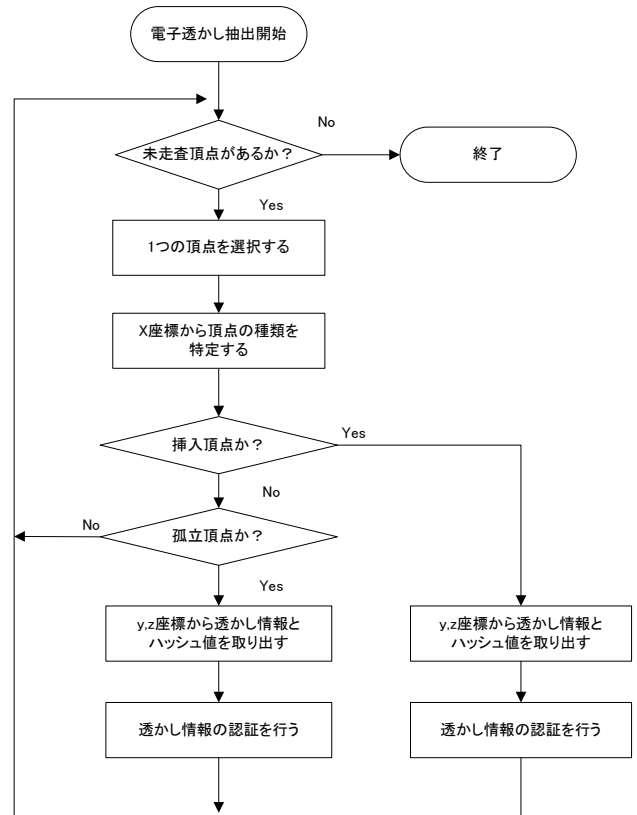


図4. 電子透かし抽出フローチャート

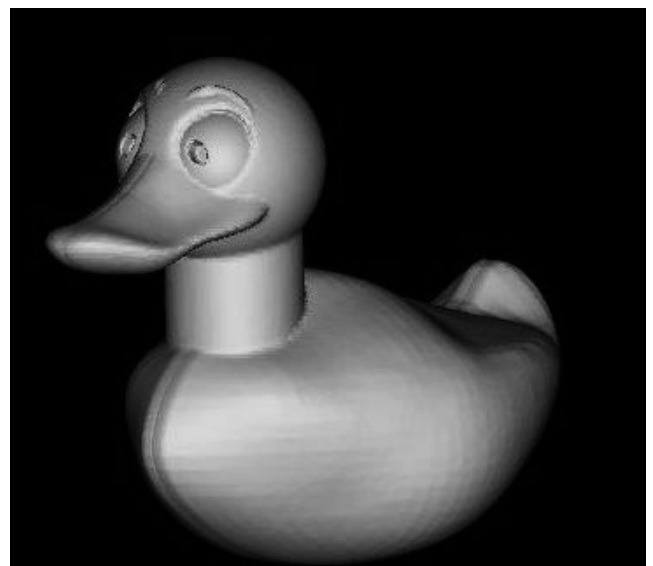


図5. 電子透かし挿入対象3次元モデル

表 1. 従来法との比較

評価項目	既存法 <sup>(2)</sup>	既存法 <sup>(3)</sup>	提案法
透かし挿入頂点数	総頂点の約 38-45%	総頂点の約 20-30%	総頂点の約 38-45%
演算誤差の影響	ある	ない	ない
透かしによる 3D モデルの変化	埋め込む透かしの情報量による	情報量・安全性とのトレードオフ	埋め込む透かし情報量による
安全性	認証不可能な場合が存在する	埋め込み部分以外の改ざんが可能	安全

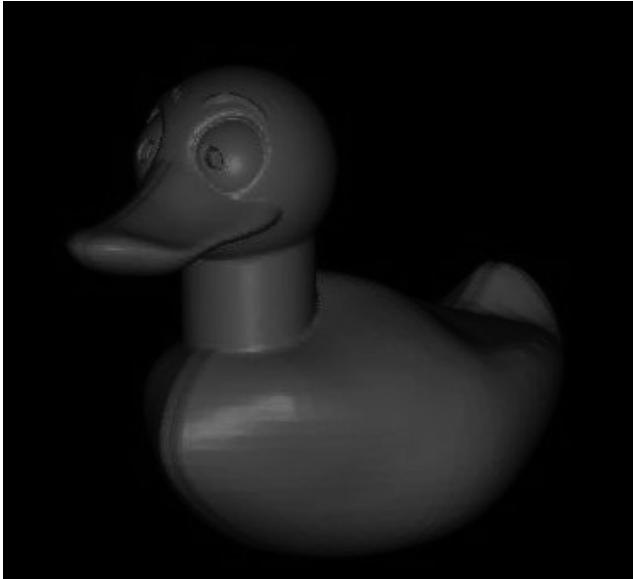


図 6. 電子透かし挿入後の 3次元モデル

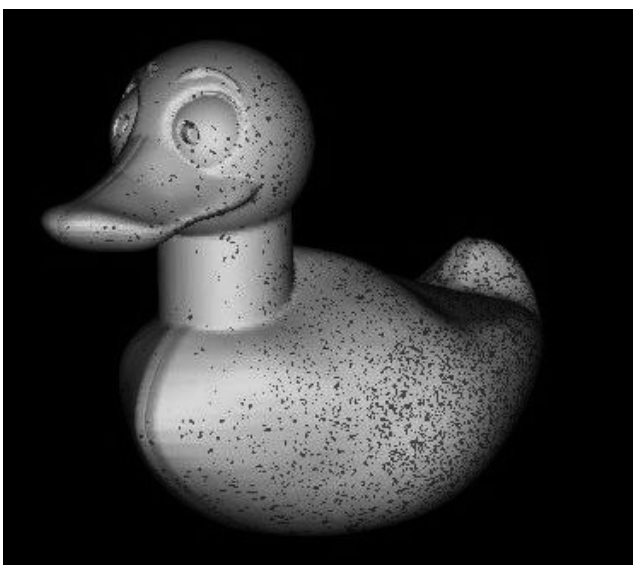


図 7. 図 4 と図 5 を重ね合わせたモデル

#### 4. まとめと今後の課題

既存の方法の問題点を解消した、3D モデルデータに対する新たな電子透かし方法の開発を行った。整数演算を用いて、演算誤差の影響の無い方法を構築することに成功し、従来の方法に比べて劣ることのない情報量を透かし情報として埋め込むことが確認できた。ここで開発した電子透かし方法は、特許出願（出願番号 2011-026993「情報処理装置、コンピュータプログラム、および情報処理方法」）を行った。

今後、3D モデルデータの移動、回転、縮小等のアフィン変換に対して、有効かつ演算誤差の影響のない方法を開発することが望まれる。

（平成 23 年 5 月 19 日受付，平成 23 年 8 月 2 日再受付）

#### 文 献

- (1) Boon-Lock Yeo and Minerva M. Yeung, "Watermarking 3D objects for verification," IEEE Computer Graphics and Applications, Vol. 19, No. 1, pp36-45, 1999.
- (2) Chang-Min Cho and Din-Chang Tseng, "A public fragile watermarking scheme for 3D model authentication," Computer-Aided Design, Vol. 38, No. 11, pp. 1154-1165, 2006.
- (3) Wei-Bo Wang, Guo-Qin Zheng, Jun-Hai Yong and He-Jin Gu, "Anumerically stable fragile watermarking scheme for authenticating 3D models," Computer-Aided Design, Vol. 40, No. 5, pp. 634-645, 2008.



## 論文

## バススヌーピング方式によるリアルタイムタスクトレーサ IP の開発

武田 有志\*<sup>1)</sup> 岡部 忠\*<sup>1)</sup> 仲村 将司\*<sup>1)</sup> 佐藤 研\*<sup>2)</sup>

## Development of a real-time task tracer IP based on bus snooping methods

Yuji Takeda\*<sup>1)</sup>, Tadashi Okabe\*<sup>1)</sup>, Masashi Nakamura\*<sup>1)</sup>, Ken Sato\*<sup>2)</sup>

Recently, the use of RTOS is advanced in a multi-core processor on FPGA/SoC, and to watch the task transitions is important when confirming dead-lock conditions and operations of real-time processing. However, the conventional methods which use software hook processes or processor specific hardware, i.e. the ICE, are not suitable for lengthy real-time monitoring without processor loading. Then, we have developed a task tracer IP to extract only task transitions by snooping a general-purpose bus of FPGA/SoC. This IP consists of several taps and a master, and the selectivity of communication I/F that transmits the trace data and the core scalability are improved. Moreover, it can compress the trace data through difference operations and variable length coding. A 46.3% reduction in traffic was confirmed as a result of actually tracing the TCB access by the TOPPERS kernel.

キーワード：FPGA/SoC, マルチコアプロセッサ, リアルタイム OS, タスクトレース, データ圧縮

Keywords：FPGA/SoC, multi-core processor, RTOS (Real-Time OS), task trace, data compression

## 1. まえがき

近年の組込みシステムでは、イーサネットや USB 等の様々な通信処理が必須であり、RTOS (Real-Time OS) を使ったアプリケーション開発が進められている。一方、FPGA/SoC では、任意数のプロセッサコアを搭載できるため、既に構築されたシステムへの機能の拡張として、マルチコア化するための開発基盤が整えられつつある。RTOS の挙動を把握する方法としては、タスクトレース<sup>(1)</sup>が有用であり、デッドロックやリアルタイム性の確認に不可欠である。また、トレース結果は、プロセッサ負荷の空き状況を解析することで、コアへのタスクの振り分け方や、実装チップを低コスト化するための指標に活用できる。

本研究では、FPGA/SoC の汎用バスを監視して、タスク遷移を抽出してリアルタイムに監視できるトレーサ IP を開発した。本 IP はタップとマスタで構成され、タップとマスタ間には FPGA/SoC の汎用バスで接続される。そのため、タップを追加することで任意のコア数に対応できる。また、トレース情報を送信する通信 I/F 用コントローラについてもマスタと汎用バスで接続されており、通信量の増大に柔軟に対応できる。さらに、本マスタでは、トレース情報の差分化と可変長化によるデータ圧縮を行っており、通信量を削減することが可能である。

## 2. 従来のトレース方法

従来のトレース方法は、ソフトウェアによるものと、専

用ハードウェアによるものの 2 つに分類できる。ソフトウェアによる方法では、OS のサービスクール<sup>(2)</sup>の呼出し前後に、トレース情報を書き出すための処理を挿入することで実現しており、トレース条件等を自由に設定できるという利点がある。しかし、この方法では、プロセッサに負荷が伴うことから、トレース処理の有無によって異なる動作を引き起こす。また、プロセッサ自体が何らかの要因によってトレース処理を実行できない状態に陥った場合には、ソフトウェア的な要因であるのかハードウェア的な要因であるのか、原因究明が困難である。

一方、専用ハードウェアによる方法では、プロセッサそのものを、トレース機能を持ったプロセッサに置き換えることで実現している。一般的には ICE (In Circuit Emulator) と呼ばれる。ソフトウェアによる方式と比べて前述の問題は発生しないが、プロセッサで実行されるすべての命令がトレースされることから、粒度が細かい反面、プロセッサの処理速度に追従できる高速なインタフェースとメモリが必要となるため、一般的には高コストである。また、メモリ量に制限があることから、製品出荷前などの連続的なテストには不向きである。

FPGA/SoC では、トレース機能に JTAG を利用した実現例が存在する<sup>(2)</sup>。しかし、JTAG は低速であり、FPGA の内部メモリに一度蓄積する方式が採られている。よって、前述の専用ハードウェアによるものと機本的には同じ原理である。

## 3. バススヌーピング方式によるトレーサ IP

我々が開発したトレーサ IP の設計指針は、次に示す通り

\*<sup>1)</sup> 情報技術グループ

\*<sup>2)</sup> 電子・機械グループ

である。

(1) コアへの負荷をゼロ ソフトウェアによるトレースでは、トレース情報を一度内部のリングバッファ (FIFO) に蓄積し、通信処理が行われる。この部分をハードウェア化、コアとは別に、並列動作させることで実現する。また、トレース情報の取得には、バスアクセスと同期して取り出すように実現する。

(2) スケーラビリティ確保 FPGA/SoC では、プロセッサを任意のコア数で構成できることが利点である。その利点を活かすには、コア数増加に対して柔軟に対応することが必要である。よって、FPGA/SoC の汎用バスを活用したアーキテクチャとする。

(3) 通信 I/F の選択性向上 選択性を向上することで、ローカル PC での監視だけでなくリモートでの利用が可能になる。そのためには、通信用コンポーネントとの接続性が重要であり、(2)と同様に汎用バスで構成する。通信の単位データ長は、RS-232C 等のレガシな通信 I/F で利用可能なように1バイト (8ビット) を基準とする。

(4) トレースデータ量増大への対応 マルチコア構成では、シングルコアに比べて単純に  $N$  倍のトレース情報が出力される。これに対応するには、後解析で再現可能なレベルにまでにデータ自体を削減し、また、リアルタイム圧縮を試みる。

図1は、以上の設計指針の元で構築したトレーサ IP のアーキテクチャを示している。トレーサ IP は、マスタとタップ、そして、通信 I/F 用コントローラで構成されている。タップは各コアに接続されており、バスアクセスからトレース情報を取得する機能を持つ。また、マスタは複数のタップを走査し、タップで取得したトレース情報を通信 I/F 用コントローラに受け渡す機能を持つ。

タップとマスタ間、および、マスタと通信 I/F 用コントローラ間は、汎用バスを通じて接続されており、コア数に対するスケーラビリティと通信 I/F の選択性が高められている。すなわち、コア数が増加した場合にはタップを追加することで対応し、トレース情報の転送量が増大した場合にはマスタと通信 I/F を追加することで対応可能となる。今回

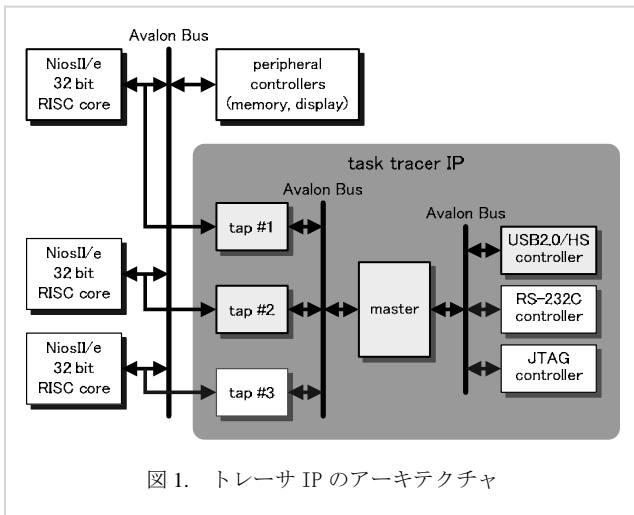


図1. トレーサ IP のアーキテクチャ

の開発では、汎用バスに大手 FPGA ベンダの 1 つである Altera 社の Avalon Bus<sup>(3)</sup>を選定しているが、Xilinx 社の FPGA/SoC においても PLB (Processor Local Bus)<sup>(4)</sup>を参照することで、同様の構成で実現可能である。

#### 4. 内部構成

4.1 タップ部 図2に示すように、タップ部は命令検出器とデータ検出器、そして、これらの検出結果を結合するバインダと前回値との差分を取るブロックで構成されている。命令検出器およびデータ検出器は、検出アドレス設定レジスタが示すメモリ領域がアクセスされた際に検出信号を出力する。バインダは、検出信号の発行順序によって、命令検出器およびデータ検出器で検出した際のアドレスとデータを保存する。また、命令検出器において検出された時刻は、マスタから供給されるタイムスタンプカウンタから取得され、バインダで得られた情報とともにトレース情報として記録される。トレース情報が記録されるとタップは割り込み信号を発行し、マスタから読み込み要求があるまで現在のトレース情報を保持する。

図3はトレース情報の構造を表しており、32ビットのアドレス/データバスを用いた場合を示している。valid はタップから割り込み信号が発行された後、次のトレース情報で更新される前にマスタによって読み取られたかどうかを表し、情報の受け渡しが間に合っているかどうかの判断に利用できる。tap ID は、トレース情報を取得したタップを識別するための値である。1トレースのデータ長は128ビットであるが、これは Avalon Bus において設定できるバス幅は最大1024ビットであり、1サイクルで十分に読み出せる。

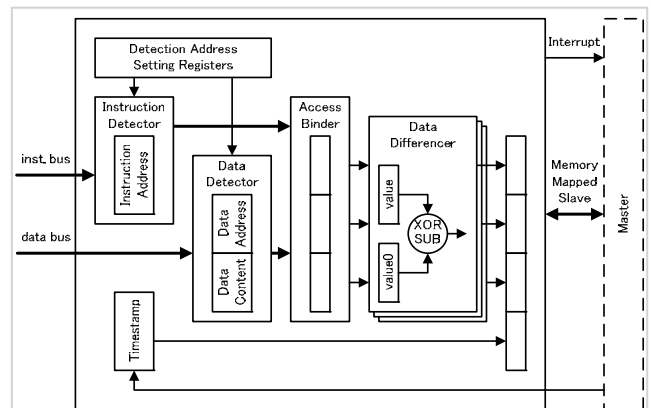


図2. タップ部のハードウェア構成

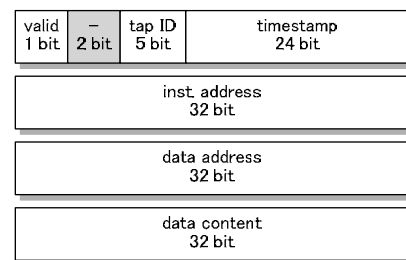


図3. トレース情報のデータ構成

アドレスおよびデータに記録される値は、前回送り出した値との差分である。命令アドレスは、命令キャッシュと同様にアクセスの局所性がある可能性が高く、また、データアドレスは、同一タスク内であれば同じTCBを参照する可能性が高い。したがって、差分としたのは、少ないビット数で表せる可能性が高いからである。一方、タイムスタンプでも同様のことが言えるが、タイムスタンプは、複数のタップから集められることに着目すると、マスタで差分を取った方が小さくなるため、差分処理はマスタで実施する。差分の演算方法としては、代表的な排他的論理もしくは減算によって行い<sup>(5)</sup>、実トレースから最適な方法を選択する。

**4.2 マスタ部** 図4に示すように、マスタ部はタップからトレース情報を一時蓄積するためのFIFO、タイムスタンプに対して差分を取るためのブロック、トレース情報を8ビット単位の可変長データに変換するブロック、そして、全タップに現在時刻を供給するタイムスタンプカウンタから構成されている。一方、図5は、可変長データに変換する際の流れを示している。送信時において7ビット単位で区切られた各データの先頭には、下位の値が存在するか否かを示す1ビット値が付加され、可変長データの終端が判別できる仕組みとなっている。

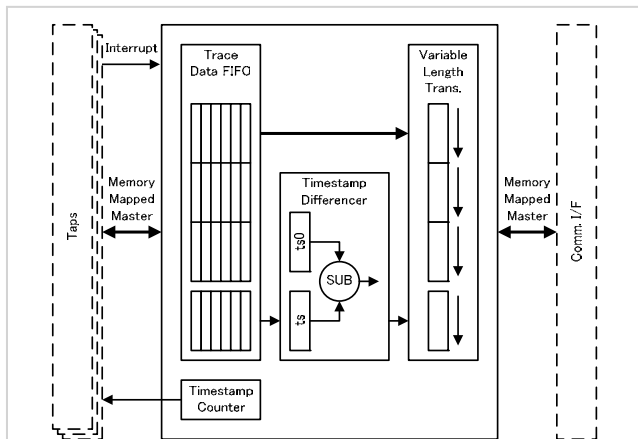


図4. タップ部のハードウェア構成

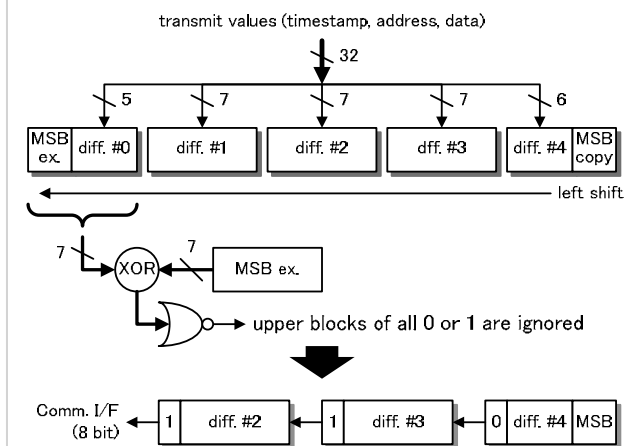


図5. トレース情報の圧縮

差分で表されたすべてのデータは、上位側のビット列に1または0が連続して現れることが期待される。そこで、図5の圧縮ではデータを上位から7ビット区切りで走査し、同じ値のビットが存在する限り当該バイトを送信しない流れとなっている。最後に送信する1バイトには、送信されなかった上位ビットを復元するために、MSBの1ビットが付加される。

## 5. 評価

開発したトレーサIPを用い、実際にTCB全領域を対象としたタスクトレースを行った。タスク遷移のみを取得する場合にはTCB全領域である必要性は無いが、オフセット演算が必要となりハードウェア量が増えるため、そのように設定している。

**5.1 実装したFPGA環境** 実装したFPGAボードは、terasic社DE1であり、Cyclone II EP2C20F484が搭載されている。プロセッサは、Altera社のNios II/e×1、メインメモリであるSDRAM、そして、いくつかのペリフェラルで構成され、Nios II/eとSDRAMのクロック周波数は、それぞれ100MHz、50MHzである。また、トレース情報を取り出す通信I/Fには、FTDI社のFT2232Hを用いた<sup>(6)</sup>。FT2232Hは、パソコンでの仮想シリアル通信が可能なUSB2.0 High Speedの汎用チップであり、最大の実効転送レートは220Mbpsである。

使用したRTOSは、μITRONとして有名なTOPPERS/JSPおよびTOPPERS/FMP<sup>(7)</sup>である。アプリケーションプログラムは、温度センサから得られた温度データをRS-232Cで送信するものであり、タスク構成は、LED、LCD等の表示、RS-232C等の通信、そして、A/D変換、の複数から成る。タスクの実行タイミングとしては、カーネルのディスパッチ単位時間1msec内に複数タスクが同時にディスパッチできる状況を設定した。

**5.2 対応可能コア数** 最大のデータ転送量を計測するため、タスク遷移間の最大トレース数を求めた。その結果、87.3トレース/msecであることが確認された。1トレ

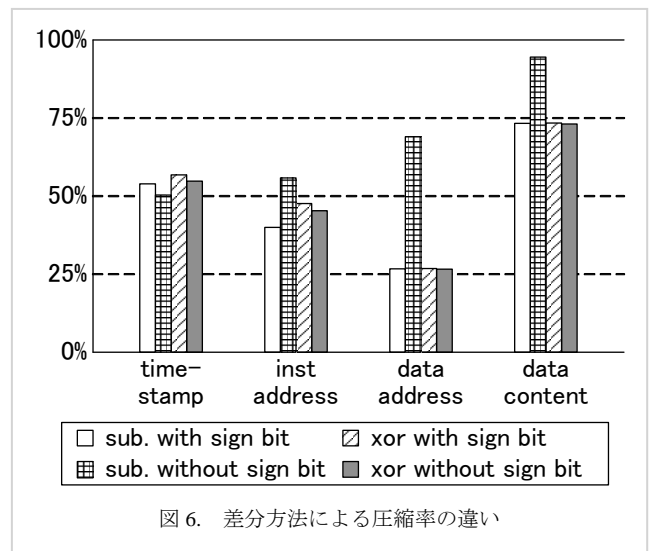


図6. 差分方法による圧縮率の違い

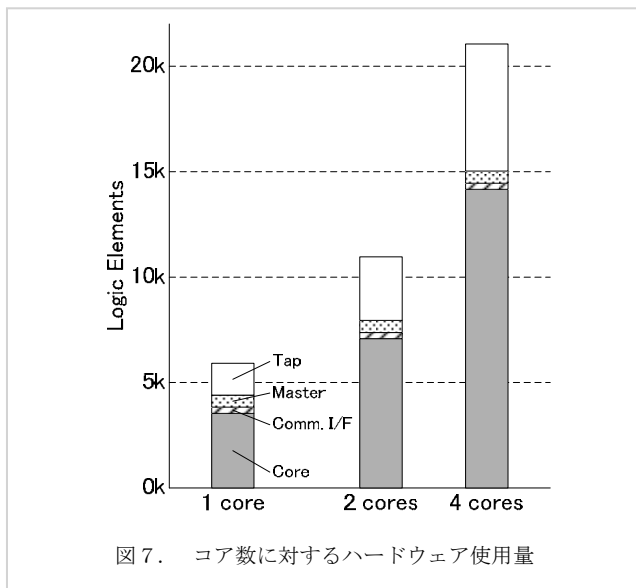


図7. コア数に対するハードウェア使用量

は、図3に示すように16バイトで構成されていることから、1コア当たりの通信速度は11.2Mbpsとなる。FT2232Hの最大転送速度は220Mbpsであることから、データ長が128ビット固定の場合には、19.6コアまで対応可能である。

一方、図6は、トレース情報の各値に対する差分化の方法として、減算(sub)、排他的論理和(xor)および符号ビット有無を選択することにより圧縮率に違いが現れるかを示している。この結果、タイムスタンプとアドレスに対してデータ圧縮が有効であることが分かる。

圧縮率が最大となる組合せでは46.3%の削減、ハードウェア量の抑制に全て符号ビット有ったとした圧縮率が最大となる組合せでは45.2%の削減が可能である。したがって、今回のFPGA環境においては、35.8コアまで対応できる。以上の結果から、高コストのICEを利用せずに、安価な汎用USB2.0チップでのマルチコアのタスクトレースが可能である。

**5.3 ハードウェア量** 図7は、コア数に対するハードウェア使用量を示している。論理合成には、Quartus II 10.0 Build 262を用いた。タップは、コアに対して46.6%のハードウェア量が必要であり、マスタと比べて3倍程度となっている。今回使用したEP2C20F484は、20k個のLogic Elementsを有しており、最大3コアまで構成することが可能である。EP2C20F484は比較的小規模のFPGAである。以上の結果から、開発したトレーサIPは、比較的小規模のFPGAにおいても十分に1チップ内に収めて実装できることが確認された。

## 6. おわりに

本論文では、次の特徴を有するRTOS向けトレーサIPを開発した結果について述べた。

- コアに対する負荷をゼロとするためバススヌーピング方式を採用。
- コア数増加に対するスケラビリティを確保し、通信I/Fの選択性を向上するためのFPGA/SoCの汎用バス

を活用したアーキテクチャ。

- トレースデータ量の増大に対応するためのトレース情報の圧縮。

さらなる通信量の削減としては、次の方法が考えられる。今回の実装ではTCB領域全体に対してトレースを行ったが、タスクがディスパッチされるのは、タスク制御ブロック(TCB)に対してスタックポインタとプログラムカウンタが(TCB\_sp)(TCB\_pc)からロード命令によって復元される時である。今回の実装におけるTCB領域の場合、JSPでは32バイトごとに、FMPでは80バイトごとに連続して並んでいる。そこで、さらに通信量を削減するには、TCB内のオフセットを計算し、そのオフセットが前述のロード命令のオフセットであるか否かを判断できるテーブルを用意することで実現できる。

また、ディスパッチされているタスクでは、TCBのアクセス順序に偏りがある。よって、生起確率が最も高い次のアクセスをテーブルで表現し、予測から外れたときだけデータを送ることで、データアドレスの転送を省略できる。また、データ値は、リード/ライトの両方がトレースされる仕組みとなっているため冗長性が高い。よって、データ値に対するキャッシュを用意し、同じ値が来たかどうかを判定して、データ転送を省くことができる。

今後の発展性としては、次のことが挙げられる。本IPではトレース情報を汎用バスで受け渡すことが可能である。よって、トレース情報をFPGA内部で参照することにより、タスクが正常なサイクルで動作しているか、自己監視に利用できる。また、近年のセキュリティ問題により、OSに対する更新が頻繁に起こっている今日、更新後のOSがタイミング的に許容範囲内に収まるかを検証する際に有効である。

(平成23年5月19日受付、平成23年7月1日再受付)

## 文 献

- (1) 後藤 隼式, 本田晋也, 長尾卓哉, 高田広章: “トレースログ可視化ツールの開発”, 情報処理学会組込みシステム研究会研究報告, Vol. 2009-EMB-012, No. 22, pp. 73-78 (2009)
- (2) 入月康晴, 大原衛, 坂巻佳壽美: “JTAGを用いた組込みシステムのオンライン自己監視手法”, 日本信頼性学会誌「信頼性」, Vol. 32, No. 3, pp. 185-190 (2010)
- (3) Altera: “Avalon Interface Specification” (May 2011), [http://www.altera.com/literature/manual/mnl\\_avalon\\_spec.pdf](http://www.altera.com/literature/manual/mnl_avalon_spec.pdf) (2011/05/19)
- (4) Xilinx: “LogiCORE IP Processor Local Bus v4.6” (Sep. 2010), [http://www.xilinx.com/support/documentation/ip\\_documentation/plb\\_v46.pdf](http://www.xilinx.com/support/documentation/ip_documentation/plb_v46.pdf) (2011/05/19)
- (5) Kentaro Sano, Kazuya Katahira and Satoru Yamamoto, “Segment-Parallel Predictor for FPGA-based Hardware Compressor and Decompressor of Floating-Point Data Streams to Enhance Memory I/O Bandwidth”, IEEE Data Compression Conference, pp. 416-425 (2010)
- (6) Future Technology Devices International: “FT2232H”, <http://www.ftdichip.com/Products/ICs/FT2232H.htm> (2011/05/19)
- (7) TOPPERS プロジェクト: “TOPPERS プロジェクト/FMP カーネル”, <http://www.toppers.jp/fmp-kernel.html> (2011/05/19)

## 論文

## 力率改善アダプタの開発

重松 宏志\*<sup>1)</sup> 長谷川 孝\*<sup>2)</sup> 金岡 威\*<sup>1)</sup> 三上 和正\*<sup>3)</sup> 小林 丈士\*<sup>1)</sup>

## Development of Power Factor Correction Adaptor

Hiroshi Shigematsu\*<sup>1)</sup>, Takashi Hasegawa\*<sup>2)</sup>, Takeshi Kanaoka\*<sup>1)</sup>, Kazumasa Mikami\*<sup>2)</sup>, Takashi Kobayashi\*<sup>3)</sup>

We developed a Power Factor Correction Adaptor for low power factor and low power consumption electronic devices. Normal electronic devices without Power Factor Correction function have a power factor of around 0.6. The developed adaptor results in a power factor of more than 0.9 and can be used for less than or equal to 50W devices. This means effective energy utilization and reduction of harmonics (electrical pollution).

キーワード：力率改善，力率，アダプタ，PSoC

Keywords：Power Factor Correction, Power Factor, Adaptor, PSoC

## 1. まえがき

国策としてクリーンなエネルギー活用が進展している今日でも，低消費電力の機器において，低力率（60%程度）の製品が出回っている。低力率の機器が増加すると，変電所等から供給される搬送電力の設備効率が低下するだけでなく，ひずみ電流が増加し他の機器への誤動作等の悪影響となる。

本研究では，OA 機器等の消費電力 50W 以下の電気機器を対象とした力率改善（90%以上）用のアダプタ装置を開発した。本開発品を活用することで，電力の効率化・クリーン化を図るとともに，電力線内のひずみ電流の減少や，周辺機器へのノイズ対策を図ることを目的とした。

## 2. 開発内容

**2.1 力率改善アダプタの概要** 力率改善アダプタは，力率改善回路，DC-DC コンバータ回路および DC-AC インバータ回路の三つの回路から構成される。各回路の動作を以下に説明する。

力率改善回路は商用電源（50Hz または 60Hz・単相・100V）を入力とし，直流 200V を出力する。DC-DC コンバータ回路は，力率改善回路の出力である直流 200V を入力とし，直流 125V を出力する。DC-AC インバータ回路は DC-DC コンバータ回路の出力である直流 125V を入力とし，擬似正弦波（55Hz・単相・100V）を出力する。

力率改善回路の制御用 IC としてオン・セミコンダクタ一社製 Power Factor Controller MC33260 を採用し，DC-DC

コンバータおよび DC-AC インバータ回路の制御用 IC としてサイプレス社の PSoC (Programmable System-on-Chip) を採用した。

なお，上記概要を表したブロック図を図 1 に示し，力率改善アダプタの外観図を図 2 に示す。

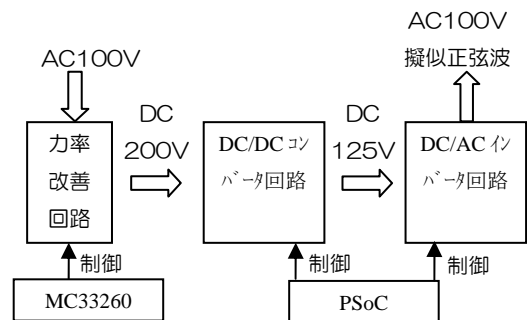


図 1. 力率改善アダプタの概要

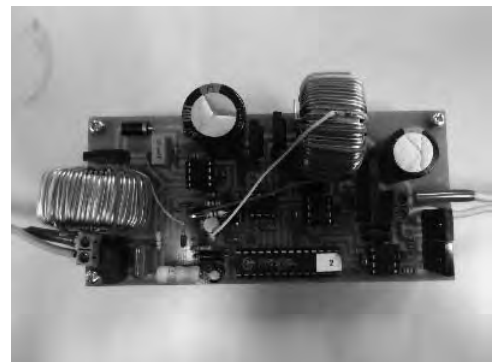


図 2. 力率改善アダプタの外観

\*<sup>1)</sup> 電子半導体技術グループ

\*<sup>2)</sup> 城東支所

\*<sup>3)</sup> 実証試験セクター

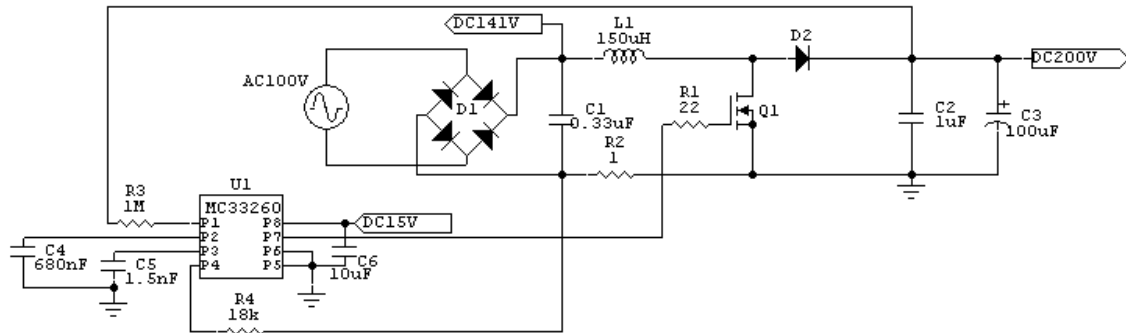


図 3. 力率改善回路の回路図

2. 2 力率改善回路 力率改善回路の回路図を図 3 に示す。L1, Q1, D2, C2 および C3 からなる主回路は、昇圧チョッパ回路を形成している。主回路は、AC100V を D1 で整流し C1 で平滑化した波形を入力として、力率を改善しつつ DC200V を出力する。

主回路の制御は U1 (2.1 項で述べた MC33260) が行っている。U1 は、R3 を介して 1 番ピンに流入する電流で出力電圧をセンシングする。同時に R2 に発生する電位差を 4 番ピンに取り込み、L1 に流れる電流が 0A になる瞬間を検出している。この 2 つの情報を元に、7 番ピンに 15V ないし 0V を出力することで、Q1 をオンオフし、力率改善しつつ DC200V を出力する。なお、C4 は U1 内部にある抵抗と組み合わせることで、ローパスフィルタを形成している。C5 は内部オシレータ用のコンデンサである。R4 は R2 との組み合わせで、過電流保護機能を働かせる電流値を決定している。<sup>(1)</sup>

C1, L1, R2, R3, R4, C4, および C5 の値は MC33260 のデータシートに基づき、入手性を勘案して決定した。アダプタの想定負荷消費電力 50W に対し、余裕を持たせ、力率改善回路の出力電力は 80W とした。また L1 に流れる電流の過電流保護機能が動作開始する電流値を 3.5A 程度とした。

2. 3 DC-DC コンバータ回路 DC-DC コンバータ回路の回路図を図 4 に示す。Q2, Q3, L2, C10 および C11 からなる主回路は、同期整流方式の降圧チョッパ回路を形成している。力率改善回路の出力である DC200V を入力とし、

DC125V を出力する。

主回路の制御は U2 (2.1 項で述べた PSoC) が行っている。U3 は、U2 からの制御信号に基づき、Q2 および Q3 のゲートを駆動している。D3 および C9 は、Q2 の駆動に必要なブートストラップ回路である。Q2 と Q3 で DC200V を周波数 50kHz でオンオフし、チョークコイル L2 およびセラミックコンデンサ C10 と電解コンデンサ C11 で平滑化し、DC125V を出力する。Q2 および Q3 に貫通電流が流れないように、デッドバンドを約 2 $\mu$ s 設けている。

2. 4 DC-AC インバータ回路 DC-AC インバータ回路の回路図を図 5 に示す。Q4, Q5, Q6 および Q7 からなる主回路は、フルブリッジ回路を形成している。DC-DC コンバータ回路の出力である DC125V を、AC100V の擬似正弦波に変換して出力する。

主回路の制御は、DC-DC コンバータ回路を制御している U2 が、同時に行っている。U4 は、U2 からの制御信号に基づき、Q4 および Q5 のゲートを駆動している。U5 は、U2 からの制御信号に基づき、Q6 および Q7 のゲートを駆動している。Q4 および Q7 が同時にオン動作をするとき、Q5 と Q6 はオフ状態にある。逆に Q5 および Q6 が同時にオン動作をするとき、Q4 と Q7 はオフ状態にある。この 2 つの状態を 55Hz の周波数で切り替える。切り替える際に Q4, Q5, Q6 および Q7 が同時にオン状態にならないよう、また電圧実効値が 100V になるよう、デッドバンドを約 2ms 設けている。

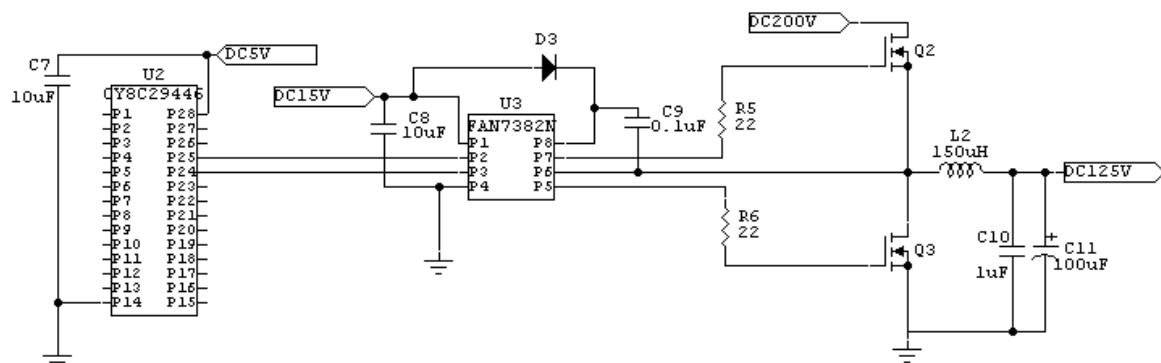


図 4. DC-DC コンバータ回路の回路図

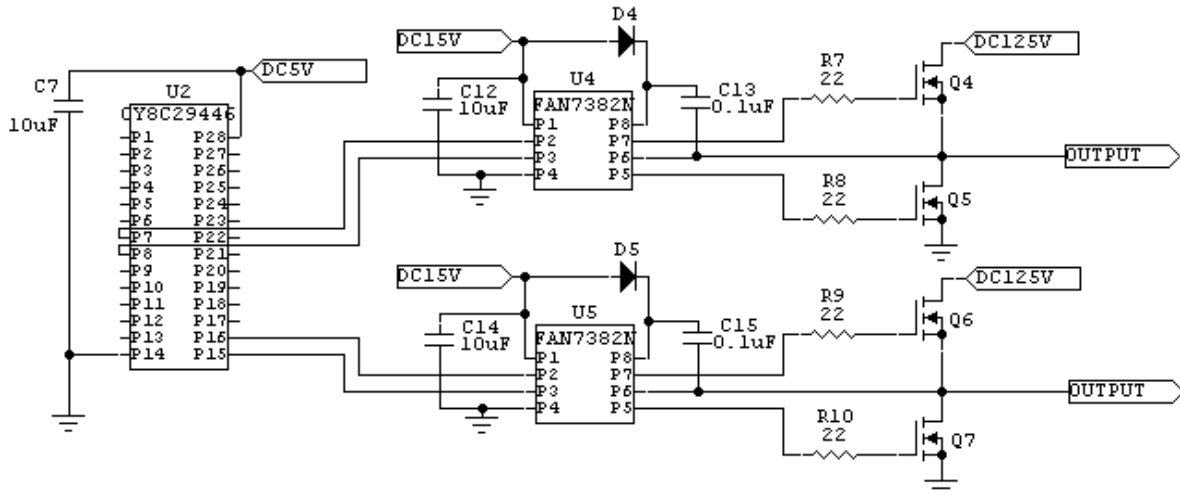


図5. DC-ACコンバータ回路の回路図

2.5 PSoCの内部構成 図4と図5で制御用ICとして示したU2 (PSoC) の内部構成を図6に示す。PSoCは、開発者がユーザーモジュールなる回路を指定し、配置配線することで、内部にアナログ・デジタル混在回路を形成できる。

24MHzのクロックを2分周した12MHzのクロックを、8ビットデッドバンドPWMなるユーザーモジュールに供給している。このユーザーモジュールは12MHzのクロックを240分周(50kHz)し、約71%のデューティ比の矩形波をPhase1に、その反転信号をPhase2に出力し、信号変化時にPhase1とPhase2がLowの状態を2μs作り出す。この部分がDC-DCコンバータ主回路を制御している。

32kHzのクロックを16ビットデッドバンドPWMなるユーザーモジュールに供給している。このユーザーモジュールは32kHzを582分周(約55Hz)し、約50%のデューティ比の矩形波をPhase1に、その反転信号をPhase2に出力し、信号変化時にPhase1とPhase2がLowの状態を約2ms作り出す。同時にデジタルバッファなるユーザーモジュールを介して各Phase信号を分岐している。この部分がDC-ACインバータ主回路を制御している。

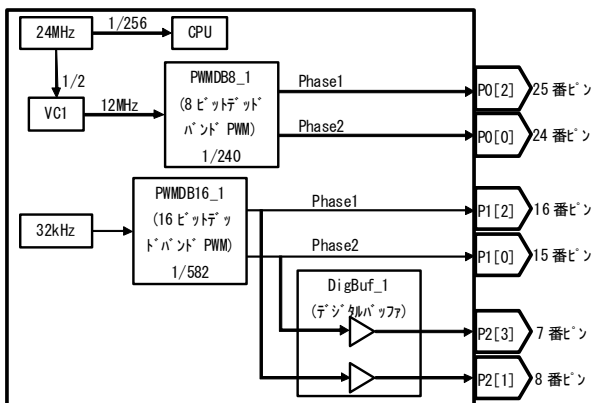


図6. PSoCの内部構成

2.6 制御用IC電源回路 制御用IC電源回路を図7に示す。L3およびL4は、図3のL1および図4のL2の外側に逆巻方向で11ターン巻き付けることによって形成されたコイルである。L3の5ターン目をD9およびR14を介してDC5Vに、11ターン目をD6およびR12を介してDC15Vに接続している。L4の5ターン目をD10およびR15を介してDC5Vに接続し、11ターン目をD7およびR13を介してDC15Vに接続している。

電源を投入すると、最初にDC141VからR11を介してDC15Vに電源供給され、U1が起動し力率改善回路が動き始める。これによりL3から電源供給が開始され、U2が起動しDC-DCコンバータ回路が動き始め、これを受けL4からも電源供給が開始され、以降U1およびU2に安定的な電源供給が継続的になされる。

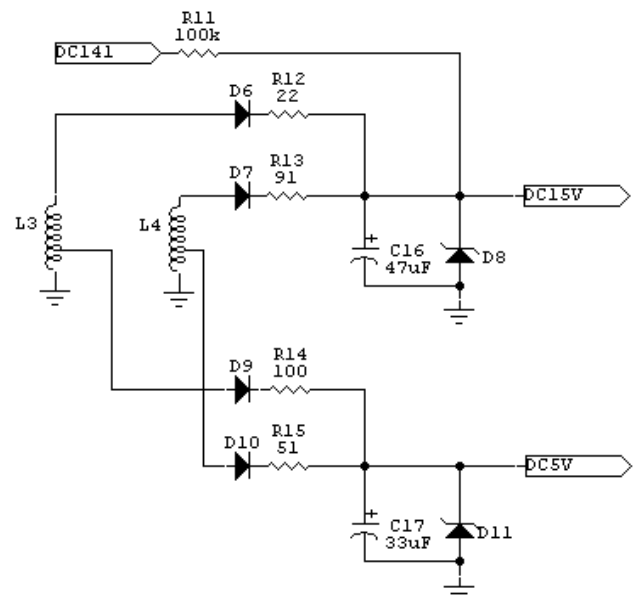


図7. 制御用IC電源回路の回路図

### 3. 結果

**3.1 効率測定** スライダックで電圧調整した商用電源 AC100V・50Hz を測定用電源とし、摺動抵抗器を負荷として用いて効率の測定を行った。力率改善アダプタの出力電力が、10W, 20W, 30W, 40W, および 50W になるよう摺動抵抗器を設定し、各出力状態で 5 分間放置した後、1 秒間隔で 1 分間効率測定を行った。得られた出力電力および効率の各 60 サンプル分を平均し、その値を元に描いたグラフを図 8 に示す。10W の時の効率は約 75%, 20W の時の効率は約 84%, 30W の時の効率は約 86%, 40W および 50W の時の効率は約 87% である。データ測定には横河電機株式会社製 WT1600 を用いた。

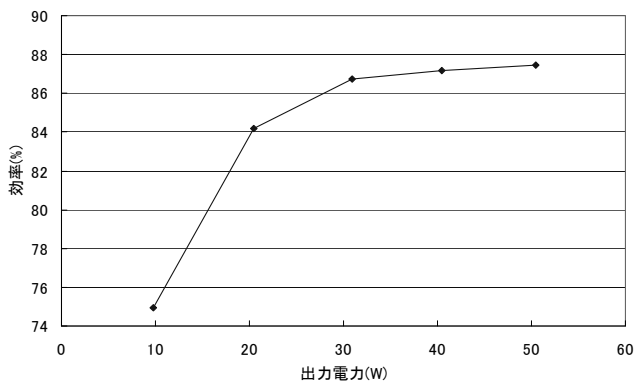


図 8. 出力電力と効率

**3.2 LED 電球による力率改善の確認** スライダックで電圧調整した商用電源 AC100V・50Hz を確認用電源とし、LED 電球 2 個 (15.4W) を並列接続したものを負荷として、力率改善アダプタの効果を確認した。図 9 に LED 電球のみ動作させた場合の電圧波形と電流波形を、図 10 に力率改善アダプタを介し LED 電球を動作させた場合の電圧波形と電流波形を示す。

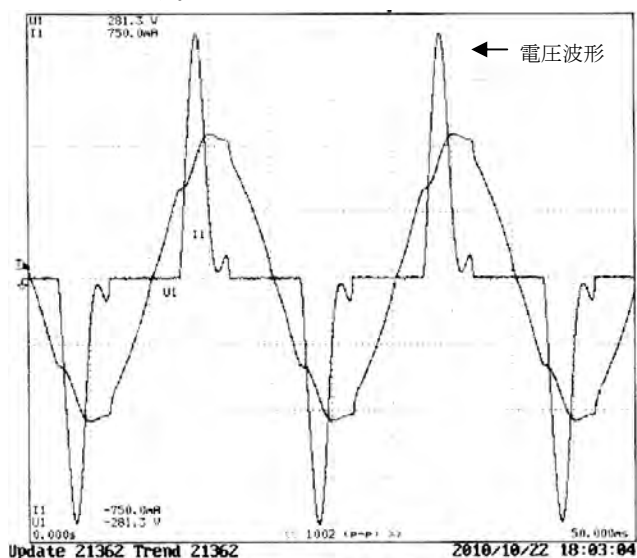


図 9. LED 電球のみ動作させた場合の電圧電流波形

図 9 の電流波形と図 10 の電流波形を比較すると、電流波形のひずみが改善されていることが確認できる。LED 電球のみ動作させた場合の力率は 0.6 であった。これに対し、力率改善アダプタを介し LED 電球を動作させた場合、力率改善アダプタの入力力率が 0.97 に改善された。なお、LED 電球のみ動作させた場合および力率改善アダプタを介し LED 電球を動作させた場合とも、5 分間放置した後、1 秒間隔で 1 分間測定を行った。得られた各 60 サンプル分を平均した値に基づいて力率を算出した。データ測定には横河電機株式会社製 WT1600 を用いた。

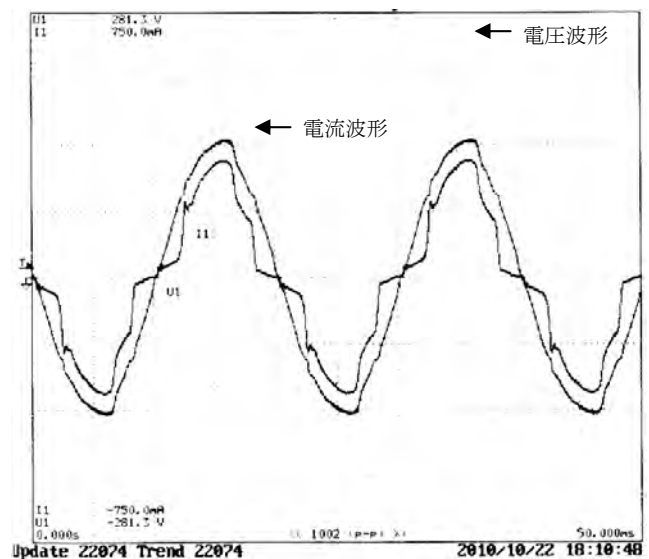


図 10. 力率改善アダプタを介し LED 電球を動作させた場合の電圧電流波形

### 4. まとめ

オン・セミコンダクター社製 Power Factor Controller MC33260 とサイプレス社の PSoC(CY8C29466-24PXI) をコントローラーとして、力率改善回路、DC-DC コンバータ回路および DC-AC インバータ回路の三つの回路から構成される力率改善アダプタを作成した。効率を測定すると、消費電力 10W のとき約 75%, 消費電力 50W のとき約 87% であった。また力率約 0.6 の LED 電球を負荷とすると力率約 0.97 と力率改善されることを確認した。我が国では、低消費電力の機器において、低力率の製品が出回っている。今後安全対策、小型化、低コスト化を進めれば、これら力率改善機能を有しない電気機器にこのアダプタを用いることで、手軽に力率改善機能を付加できるようになると考える。(平成 23 年 5 月 18 日受付, 平成 23 年 6 月 23 日再受付)

### 文 献

- (1) Semiconductor Components Industries LLC: MC33260 GreenLine Compact Power Factor Controller: Innovative Circuit for Cost Effective Solutions (2009)



# 金属ナノドットアレイの LSPR 特性

加沢 エリト\*<sup>1)</sup>

## LSPR Characterization of Patterned Metal Nanodot Arrays

Elito Kazawa\*<sup>1)</sup>

For chemical sensors such as bio-sensors and environment monitors, it is useful to introduce a localized surface plasmon resonance (LSPR) phenomenon. This is necessary in order to reduce manufacturing costs for commercialization of the chemical sensor using LSPR. Therefore, substitutions of low cost metals for gold (Au) have been studied. The fabrication processes for nano-patterned metals have been established. Silver (Ag), aluminum (Al), copper (Cu), nickel (Ni) and platinum (Pt) were used in the experiments. Ag arrays and Cu arrays were found to give better quality than Au arrays.

キーワード：局在表面プラズモン，化学センサ，金属ナノドットアレイ

Keywords : Localized Surface Plasmon Resonance, Chemical Sensor, Patterned Metal Nanodot Array

### 1. はじめに

医薬品開発においては，病気の原因となるタンパク質と医薬品候補である化学物質の相互作用を短時間に測定して，多数ある医薬品候補物質から治療効果が期待できる物質を選び出すスクリーニング作業が行われる。このスクリーニングを行う装置の測定原理のひとつとして表面プラズモン共鳴 (Surface Plasmon Resonance : SPR) を用いたものがある<sup>(1)~(3)</sup>。SPR を用いると，古典的なスクリーニング手法が用いる蛍光物質の付与 (ラベリング) が不要になるためスクリーニング時間が短縮されるとともに，蛍光物質との結合力が低い化学物質でも測定可能となる。

SPR は金属表面における自由電子の集団的振動である。SPR は金属薄膜に光を照射することで励起可能であるが，そのためには一定の条件を必要とする。一般には，光学ブリズムのひとつの面に厚さ 50nm 程度の金 (Au) を蒸着したセンサ素子が用いられている。

一方，金属ナノ粒子に光を照射することで SPR を励起できる。この場合には光学ブリズムが不要となるため，センサ構造を簡素化することができる。ナノ粒子に光照射することで励起した SPR はナノ粒子から離れて伝搬することはない，すなわち局在化しているのが局在表面プラズモン共鳴 (Localized Surface Plasmon Resonance : LSPR) と呼ばれている。LSPR 研究では，金コロイドを還元することで得られる Au 微粒子や同様の手法で得られる Ag 微粒子が多く用いられている<sup>(4)</sup>。

金属コロイド法以外にもリソグラフィ技術を用いて金属微粒子を作製する方法がある<sup>(5)</sup>。Kim らはリソグラフィ法を

用いて直径 400nm の円環状の Au パターンを配置し，近赤外光を照射することで LSPR を励起し，光透過率の変化を観測することでたんぱく質の吸着応答を計測可能であることを示している<sup>(6)</sup>。SPR や LSPR に関する研究では，波長 600nm 程度の光に限定されることが多いのに対して，Kim らの研究においては波長 1200~2500nm の赤外領域が用いられている。さらには，Au 微粒子の寸法を変えることで LSPR 波長を変えることができることを示している。共鳴波長が可変であるならば，センサに使用する光部品の最適波長に LSPR 波長を適合できることになる。

また，当所においても電子線リソグラフィで製作した Au ナノドットアレイの上にガス吸着膜としてメソポーラスシリカ (MPS) をコーティングすることで LSPR を用いて揮発性有機化合物 (Volatile Organic Compounds : VOC) が計測可能であることを確かめている<sup>(7)</sup>。

### 2. 金属ナノドットにおける LSPR

LSPR センサを実用化するためには材料および製造コストを安く抑える必要がある。そこで，センサの主要材料を金 (Au) から他の金属で代替できないか検討した。SPR が金属表面における自由電子の集団的振動状態であることから，自由電子の動きやすい金属，すなわち導電率の低い金属をターゲットとして考える。表 1 に代表的な低抵抗金属の導電率<sup>(8)</sup>およびグラム単価を掲げるとともに貴金属 (周期表第 11 族) に特有な，d バンドから sp バンドへの遷移の光吸収の臨界波長 (吸収端波長)<sup>(9)</sup>を掲げる。この臨界波長より短い波長では SPR が励起されにくくなる。

\*<sup>1)</sup> 電子半導体技術グループ

表 1. 代表的な低抵抗金属の導電率と概算単価

	Ag	Cu	Au	Al
導電率 <sup>(8)</sup> [10 <sup>7</sup> (Ωm) <sup>-1</sup> ]	6.21	5.88	4.55	3.65
バンド間遷移による 吸収端波長 [nm] <sup>(9)</sup>	320	600	500	---
単価 [¥/g] *	56	0.66	3600	0.22

\* 2010年8月の市価相場

媒質中の金属微小球をモデルとして考える。電子の振動のしやすさは分極率で表すことができる。半径  $r$  の球形金属微小粒子の分極率  $\alpha$  は

$$\alpha = 4\pi r^3 \frac{\epsilon_m - \epsilon_a}{\epsilon_m + 2\epsilon_a} \dots\dots\dots(1)$$

と表される<sup>(9)</sup>。 $\epsilon_m$  は金属微小粒子の誘電率,  $\epsilon_a$  は周辺媒質の誘電率である。そして、分母が最小の時にプラズモン共鳴を生じる。微小球の金属が理想金属すなわち Drude モデルで表現できると仮定し、プラズモン共鳴波長  $\lambda$  を求めると

$$\lambda = \frac{2\pi v \sqrt{1 + 2n_a^2 \epsilon_0}}{\omega_p} \dots\dots\dots(2)$$

となる。ここで、 $v$  は金属中の光速すなわち位相速度,  $n_a$  は周辺媒質の屈折率,  $\epsilon_0$  は真空中の誘電率,  $\omega_p$  は金属のプラズマ周波数で金属種固有の値である。Ag, Au, Cu のプラズマ周波数を表 2 に掲げる。

表 2. 第 11 族元素のプラズマ周波数  $\omega_p$  <sup>(9)</sup>

金属種	Ag	Au	Cu
$\omega_p$ [10 <sup>15</sup> s <sup>-1</sup> ]	14.0	13.8	13.4

式(2)において、バンド間遷移を無視できるならば、すなわち近赤外より長波長領域であれば金属の微小球の LSPR 波長は周囲の媒質の屈折率および金属のプラズマ周波数で規定されることがわかる。Ag, Au, Cu のプラズマ周波数はほとんど同じ値であるので、Au および Ag が LSPR を励起するのならば、Cu でも同様に LSPR を励起できるものと考えられる。

LSPR 研究の多くが、その金属種として Au または Ag を用いており、Cu の利用は試みられていない。また、共鳴波長を可視域の波長 600nm 前後で用いる例が多く、プラズモン共鳴波長を近赤外域にとる研究例は少ないが、共鳴波長が近赤外域にあっても実用的な感度が得られることは実証済みである。LSPR 研究において Cu が用いられない理由のひとつとして、Cu のバンド間遷移による可視光吸収のため LSPR の感度が取れないと仮定するならば、共鳴波長を近赤外域にとることで実用的な感度が取れるものと期待できる。LSPR センサで用いている Au の代替金属として Cu が利用可能であれば、金属材料費を価格比でおよそ 1/5500 の低コスト化できることになる。同様に、Al が適用できればさらに低コスト化が期待できる。そこで、各種金属ナノドットアレイを試作し、LSPR 特性を評価することで LSPR セ

ンサの材料コストを低減できるか確認した。

### 3. 実験方法

3.1 ナノドットアレイ試作工程 従前の Au ナノドットアレイ製作工程では選択性エッチング技術を用いている。この工程を適用して銀 (Ag), アルミニウム (Al), 銅 (Cu) のナノドットアレイの試作を試みたところ、いずれも金属が溶出しナノドットを形成できなかった。そこで、新しいナノドットアレイ形成工程を検討した。図 1a に従前のナノドット試作工程を示すとともに図 1b に新しく組み立てたナノドット試作工程を示す。

従前の工程では、①コーティング工程、②電子線リソグラフィ (Electron Beam Lithography : EBL) 工程、③ドライエッチング工程、④スパッタ成膜工程、⑤リフトオフ工程、および⑥エッチング工程の 6 工程であるのに対して、本研究では導電性樹脂を用いることで最後のエッチング工程を省いた 5 工程とした。

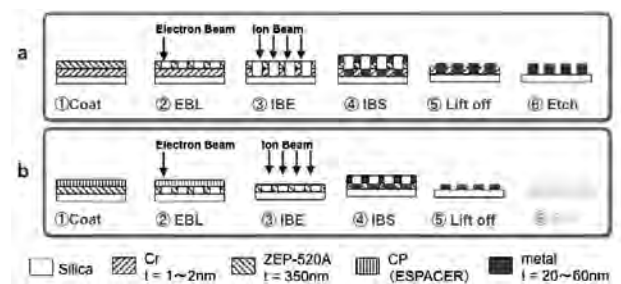


図 1. 金属ナノドット試作工程  
a. 工程改良前の Au ナノドット試作工程  
b. 工程改良後の金属ナノドット試作工程

①コーティング工程：合成石英基の上にスピコート法を用いて電子線レジストである ZEP-520A (日本ゼオン) を厚さ約 370nm をコーティングし、オープンで加熱乾燥した。一般的なホットプレート加熱を用いるとレジストに大きなクラックが生じ、さらにはレジストが剥離する不具合が生じるのに対して、オープン加熱を適用するとクラックが大幅に緩和される。次に電子線描画に必要な導電層として導電性樹脂 (Conductive Polymer : CP) である ESPACER (昭和電工) をスピコートした。

②電子線リソグラフィ (EBL) 工程：電子線描画装置 ELS-7500EX (エリオニクス社) を用いて、φ400nm の円形パターンが 800nm ピッチの格子状に配置されるように電子線を照射した。次に、純水で ESPACER を除去し、IPA でリンス処理した。次に専用現像液にディッピングすると電子線照射部分が溶出しパターンが形成される。現像処理の後は専用リンス液に浸してリンス処理を行なった。

③ドライエッチング工程：ドライエッチングには ECR イオンシャワー装置 EIS-220 (エリオニクス社) を用いたアルゴン (Ar) イオンビームエッチング (Ion Beam Etching : IBE) 法を適用した。この工程を省略すると、最後のリフト

オフ工程がきれいに仕上がらないことを確認している。

④スパッタ成膜：次にイオンビームスパッタ (Ion Beam Sputter: IBS) 法を用いて金 (Au), 銀 (Ag), アルミニウム (Al), 銅 (Cu), ニッケル (Ni), 白金 (Pt) を堆積した。Pt は高価な金属であり, コスト低減に寄与しないが, 特許文献<sup>(5)(10)</sup>に記述がみられるので試作評価することにした。IBS には ECR 成膜装置 EIS-230 (エリオニクス社) を用いた。

⑤リフトオフ：専用薄利液を用いて超音波加振しながら電子線レジストを除去した後, アセトンおよび 2-プロパノール (イソプロピルアルコール: IPA) をそれぞれ用いて超音波加振しながらリンス処理した。本工程により不要な金属膜が除去され, 金属ナノドットだけが基板に残る。

**3. 2 金属ナノドットアレイの評価** 原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscopy: AFM) を用いてナノドットの寸法を測定するとともに, 紫外-可視-赤外分光光度計 (UV-VIS-NIR) を用いて金属ナノドット基板の光透過率を求めた。測定波長範囲は 240nm~2800nm である。AFM にはナノサーチ顕微鏡 SFT-3500 (島津製作所) を使用し, 分光光度計には Solid Spec 3700 (島津製作所) を使用した。

試験用の媒質として, メタノール (MeOH), エタノール (EtOH), 2-プロパノール (IPA) を用いて, 各種媒質をナノドット基板に滴下した時の光透過率を測定した。

**4. 結果・考察**

試作した Au ナノドットアレイの AFM 像および各種媒質に対する LSPR 特性を図 2 に示す。周辺媒質が空気 (Air) の場合には共鳴波長が 1250nm であるのに対し, メタノール (MeOH) では 1348nm, エタノール (EtOH) では 1354nm, 2-プロパノール (IPA) では 1360nm となり, 周辺媒質によって共鳴波長が変化することが確かめられた。

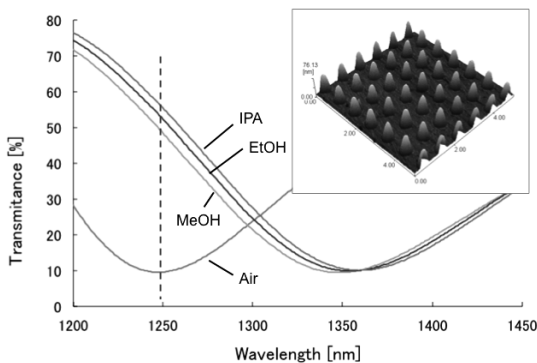


図 2. 試作した Au ナノドットアレイの LSPR 特性  
直径 400nm 高さ 60nm の Au ドットを 800nm ピッチで格子状に配置した時の LSPR 特性 (波長-透過率特性)。ナノドットアレイの AFM 像 (5 μm x 5 μm) を図中に示す。

さらに波長が一定の場合, 例えば波長 1250nm (図 2 の破線) の光透過率変化に着目すると, 周辺媒質が空気の場合

には光透過率が 9.6% であるのに対して, MeOH では 48.5%, EtOH では 52.4%, IPA では 55.5% となり, 周辺媒質に応じた光強度変化が得られる。このことから, Au ナノドットアレイの光強度変化を測定することで物質検知が可能なることがわかる。

図 3 に試作した金属ナノドットアレイの波長 240nm~800nm の光透過率特性を示す。この波長域においてはドットアレイ固有の共鳴は現れないが, 第 11 族元素ではピークが観察された。このピークは銀 (Ag) では波長 320nm, 金 (Au) は 506nm, 銅 (Cu) は 566nm に生じている。これらの波長は表 1 に示した第 11 族元素のバンド間遷移による光吸収の臨界波長にほぼ一致している。これに対して, アルミニウム (Al), ニッケル (Ni), 白金 (Pt) では明確なピークは観察されなかった。

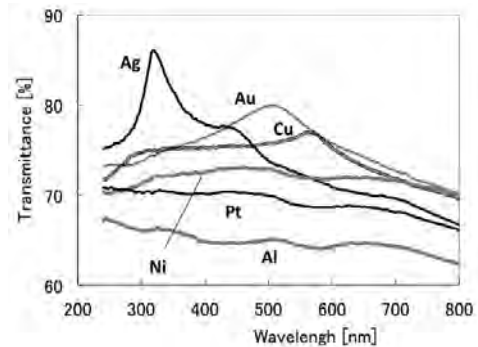


図 3. 各種金属ナノドットの光透過率特性  
φ 400nm, h=60nm のドットを 800nm 間隔で格子状に配置した時の光透過率特性

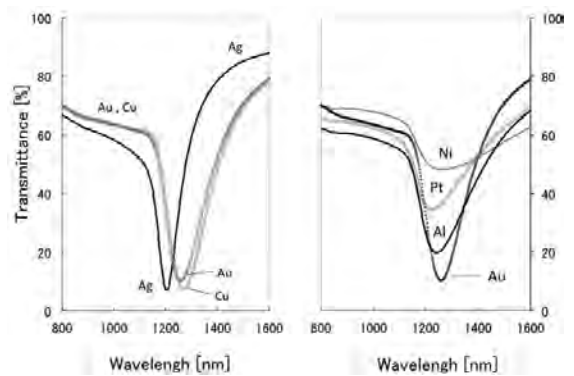


図 4. 各種金属ナノドットの LSPR 特性  
φ 400nm, h=60nm のナノドットを 800nm 間隔で格子状に配置した時の表面プラズモン共鳴波長付近の波長-光透過率特性 (左) Au, Ag, Cu (右) Au, Al, Pt, Ni

図 4 に共鳴波長を含む波長 800nm~1600nm の光透過率すなわち LSPR 特性を示す。Ag は他の金属種よりも共鳴波長が短く, 共鳴特性カーブもシャープである。また, Au と Cu はほぼ同等の共鳴特性を示している。これに対して, Al, Ni, Pt の共鳴特性はブロードであり, 特に Pt の共鳴は浅く, さらに Ni はほとんど共鳴を示していない。特許文献<sup>(5)(10)</sup>には Ni や Pt の記述が見られるものの, 少なくとも近赤外域でのセンサ応用には適さないことがわかった。一般に Ni や

Ptは抗体として用いられており、自由電子が動きにくい材料である。プラズモン共鳴は自由電子の集団的振動であるため、自由電子が動きにくい材料、すなわち抵抗値の大きい材料の利用は不向きであることが示唆された。

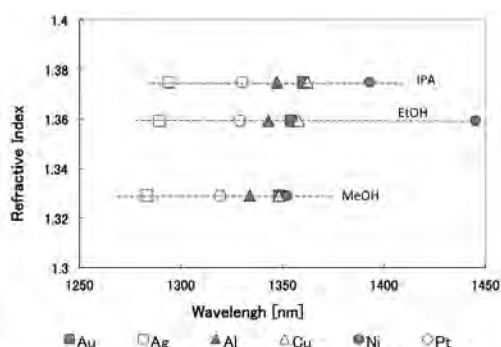


図5. 各種媒質に対する LSPR 波長

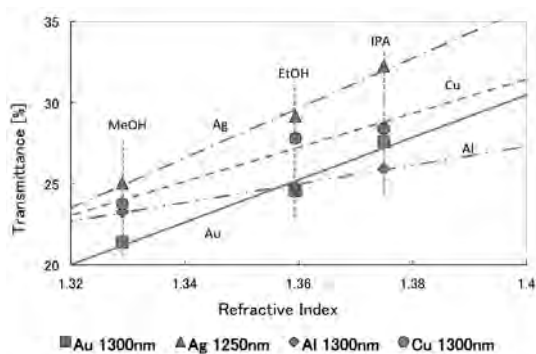


図6. 特定波長における光透過率変化

媒質が EtOH の時の共鳴波長に対して 50nm 短い波長を基準点とした時の各種媒質に対する光透過率変化をプロットした

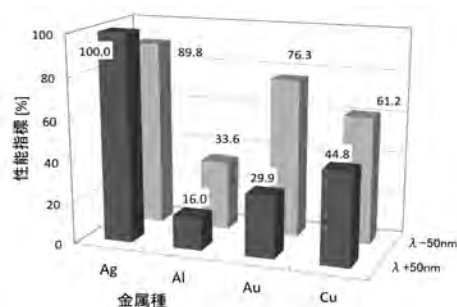


図7. 性能指標の比較

λは媒質が EtOH の時のプラズモン共鳴波長。Ag ナノドットの λ+50nm における信号強度変化を 100% とし、正規化した。グラフの背が高いほど大きな信号を得ることができる。

各種溶媒に対する共鳴波長位置を求めた結果を図5に示した。直線の傾きが小さいほど共鳴波長の変化が大きいのことを示す。Niの測定結果はばらつきが大きく、センサ応用には適さない結果となった。

次に、各種溶媒に対する特定波長での光透過率変化を求めた。周囲媒質が EtOH の場合の LSPR 波長に対して 50nm 短い波長における光透過率変化を図6に示す。直線の傾きが大きいほど光透過率変化が大きく、センサとして用いた場合には信号強度変化が大きく取れることを意味する。図

6からは、AgとAuが同程度の感度を持ち、Cu、Alの順で感度が小さくなることが判る。LSPR 波長に対して長い波長を基準とした光透過率変化を求めることもできる。この場合には右下がりの直線となる。煩雑さを避けるため、直線の傾きすなわち信号強度変化をセンサ性能の指標として定め、各種金属で比較した結果を図7にまとめた。Agはセンサとして性能が高く、AuとCuは同等である一方、Alはやや性能が劣る。これらの結果は金属種の導電率の傾向にほぼ一致している。CuがAgほどの性能を発揮しないのは、Cuは可視域にバンド間吸収があることやプラズマ周波数が少し低いことなどが影響しているものと思われる。

## 5. まとめ

LSPR センサの低コスト化を目的に、ナノドットアレイの材料を高価な Au から他の安価な金属材料に置き換えることを検討した。従前の Au ナノドットアレイ試作工程は他の金属材料には適さないので新たなメタルナノドット形成プロセスを確立した。Au 代替金属として、Ag, Al, Cu, Ni, Pt ナノドットを試作評価した結果、Ag, Cu が Au と同等またはそれ以上の LSPR 特性を示すことを確認した。保護膜を含めたセンサ設計を検討する必要があるが、LSPR センサの低コスト化に期待が持てる結果となった。

本研究の一部は(独)科学技術振興機構-東京都地域結集研究開発プログラムのもとで実施されたものである。

(平成23年5月19日受付, 平成23年7月12日再受付)

## 文 献

- (1) 西尾朋宣, 来馬浩二, 江副利秀, 小倉信彦, 山下清司, 林 克巳:「非標識創薬スクリーニングシステム AP-3000 の開発」, 富士フイルム株式会社 R&D 報告 No.53 pp27-33 (2008)
- (2) GE Healthcare Bio-Science: "Cancer research and proteomics" (Booklet), 2008
- (3) 高橋裕一, 大橋武:「表面プラズモン共鳴 (SPR) を利用した空中花粉アレルギーのリアルタイム測定」, アレルギー51(1), pp.24-29 (2002)
- (4) 特許第 3452837 号:「局在プラズモン共鳴センサー」 2003年7月18日
- (5) 特開 2007-218900:「標的物質検出用の素子」 2007年8月30日公開
- (6) Sarah Kim, Jin-Mi Jung, Dae-Geun Choi, Hee-Tae Jung, Seung-Man Yang: "Patterned Arrays of Au Rings for Localized surface Plasmon Resonance", Langmuir, 22, pp.7109-7112 (2006)
- (7) 秋山恭子, 紋川 亮, 加沢エリト:「メソポーラスシリカ薄膜を利用した局在表面プラズモン (LSPR) による揮発性有機化合物(VOC)応答特性」, 平成 22 年電気学会全国大会予稿集, p228 (2010)
- (8) 志賀正幸:「材料科学者のための個体電子論入門」, 内田老鶴圃 (2009)
- (9) 岡本隆之, 梶川浩太郎:「プラズモニクス」, 講談社 (2010)
- (10) 特開 2008-166697:「光エネルギー移動素子及び人工合成素子」 2008年7月17日公開

## 論文

## LED 照明器具の EMC 評価方法に関する一考察

梶 健一<sup>(1)</sup>，小林 丈士<sup>(1)</sup>，宮島 良一<sup>(2)</sup>，三上 和正<sup>(3)</sup>

## EMC evaluation and examination of LED lighting equipment

Kenichi Haji<sup>(1)</sup>， Takeshi Kobayashi<sup>(1)</sup>， Ryoichi Miyajima<sup>(2)</sup>， Kazumasa MIKAMI<sup>(3)</sup>

LED products such as LED bulbs and LED tubes are recently widely sold due to the increased awareness of energy conservation. However some LED applications are not subject to the “Electrical Appliances and Material Safety Act” of Japanese law and so on. Therefore we can see some products which are not adapted to EMC.

We have used the International standard and Japanese standard of EMC of general lighting and LED applications on the market and measured the conducted disturbances, radiated disturbances, harmonic current and supply current etc. In the paper, we would like to report the comparison and results.

キーワード：LED 応用製品，電磁環境両立性（EMC），放射エミッション，雑音端子電圧測定，高調波電流測定

Keywords：LED application products, Electro Magnetic Compatibility(EMC), Radiated disturbances, Conducted disturbances, Harmonic current,

## 1. はじめに

LED を活用した照明器具の需要が非常に高まっている。以前から，温室効果ガス（CO<sub>2</sub> 等）を削減する目標により，“省エネ”に対する意識が高まったことで LED 応用製品に関する関心が高まり市場の需要が増えている<sup>(1)</sup>。さらに，2011年3月11日に発生した東日本大地震により東京電力が実施した計画停電の影響から“節電”に対する意識も相まって，市場の需要が飛躍的に高まっている傾向にある。

LED 応用製品は従来の照明器具に比べ，省エネに寄与し，長寿命で交換やメンテナンスの回数を軽減できることから省資源化につながり，また，紫外線・赤外線が少ないので熱に弱い製品や食品への影響が抑えられるのに加えて虫を引き寄せにくい，さらに，気温の低い倉庫や寒冷地帯での低温特性がよい等の優れた特性<sup>(2) (3)</sup>がある。

しかし，照明器具としての LED 応用製品は電源を AC から DC に変換して使用するため，製品自体または取り替え時におけるコストが高くなるという問題点がある。また，一部の照明器具に関する規格等において LED 応用製品は適用外であるため<sup>(4)</sup>，市場には特性の悪い製品も見受けられる。そのため LED 応用製品に関する安全面や性能，電磁波妨害に関する研究<sup>(5) (6) (7)</sup>が行われている。以前，電磁環境工学会の研究報告<sup>(6)</sup>で，市販されている LED 直管型 4 種類を無作為に購入し，照明器具に関する EMC 規格を適用して測定し，LED 直管型のノイズ特性を比較検討したが，

本稿では，その 4 種類の中から特にノイズ特性の悪い製品 1 種類に注目し，電気特性に関する測定を加えて EMC 評価方法についての一考察を行ったので報告する。

## 2. 試験方法

試験品は市販されている LED 直管型（100V50Hz）を使用した。この試験品の仕様では従来の一般照明の 20W に相当する明るさを持つものとされている。試験品の配線方法を図 1 に示す。本稿では簡易的な性能比較を行った後，放射電磁妨害波（以下，放射エミッション），雑音端子電圧（以下，雑端），雑音電力（以下，電力），ラージループアンテナ（以下，LLA），突入電流，高調波電流（以下，高調波）のそれぞれを規定された試験方法<sup>(8) (9) (10) (11) (12) (13) (14)</sup>により測定した。以下に，各試験方法の概要を簡単に示す。尚，各周波数範囲での参照帯域（BW）等の設定については，CISPR16<sup>(12)</sup>に基づく。

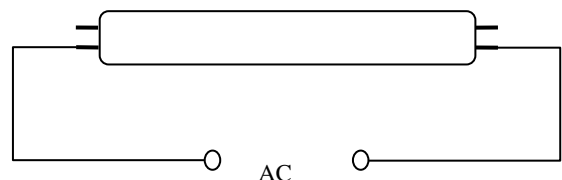


図 1. 試験品の電源配線図

## 2. 1 電圧変動に対する照度変化

電圧変動に関する電力供給事情を考慮に入れ，供給電圧 100V/50Hz を基準にして±10%（90V から 110V まで）変動

(1) 電子半導体技術グループ

(2) 技術経営支援室

(3) 実証試験セクター

させた時の照度を測定した。照度については簡易照度計を用い、電圧変動に対する照度の変化を簡易的に確認するため、次の方法で実施した。点灯状態で、簡易照度測定部分をLED直管型のレンズ部分に直に接触させ、左右に移動したときの最大照度値を基準にした。

## 2.2 放射エミッション

照明器具に関する放射エミッションの準尖頭値（以下、QP）の限度値は、CISPR15<sup>(8)(9)</sup>で30–300MHzまで規定されている。ただし、本稿では周波数範囲を1GHzまで拡張してノイズのピークを測定するためCISPR22<sup>(13)</sup>を参考にした。試験は当センターの電波暗室（3m法）にて行った。測定器はEMIレシーバ、アンテナは30MHz–300MHzの範囲をバイコンカルアンテナ、300MHz–1GHzの範囲をログペリオディックアンテナ、そしてプリアンプを用いた。

## 2.3 雑端

雑端の試験方法およびQPの限度値はCISPR15<sup>(8)(9)</sup>を参照し、周波数範囲9kHz–30MHzでノイズのピークを測定した。測定には、擬似電源回路網、EMIレシーバを用いた。

## 2.4 電力

電力の試験方法およびQPの限度値は電安法省令第1項第7章<sup>(10)(11)</sup>を参照した。当センターの電磁シールド室にて30MHz–300MHzまでの周波数範囲でノイズのピークを測定した。測定にはEMIレシーバ、EMIクランプを用いた。

## 2.5 LLA

LLAの試験方法およびQPの限度値はCISPR15<sup>(8)(9)</sup>を参照した。測定にはEMIレシーバ、ループアンテナ結合用電流プローブを用いた。9kHz–30MHzまでの周波数範囲でノイズのピークを測定した。今回使用したLED直管型の長さは1.6m以下なので、LLAの直径2mのものを使用した。当センターのLLAは手作り（自作）であり、校正が行われていない装置であるため、ここで得られる試験データはあくまで参考値として取り扱った。

## 2.6 高調波

100V/50Hzで点灯させて電圧電流波形、高調波電流値を測定し、日本工業規格JIS C610003-2のクラスC：照明機器<sup>(14)</sup>に適用して評価した。試験品は25W以下であった。

## 2.7 突入電流

スイッチを入れた瞬間に交流電圧の最大値が試験品に印加されるように、100V、50Hz、位相角90°に設定したAC電源を用いた。試験品1本または2本の場合での突入電流の値は点灯時間を20秒、消灯させて点灯させるまでの時間を5秒程度の間隔で5回ほど観測した。

## 3. 試験結果

### 3.1 電圧変動に対する照度変化

図3に電圧変動時の照度の変化を示す。90Vから110Vまでの電圧の増加に対して、照度はそれほど大きく変動することはなかった。

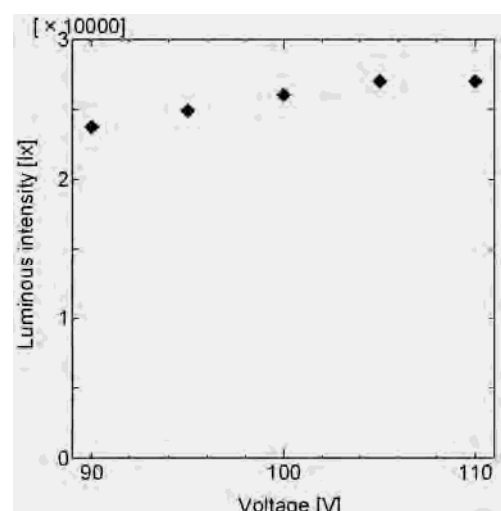


図3. 電圧変動時における照度の変化

### 3.2 放射エミッション

図4は放射エミッション測定による結果を示す。アンテナは、図4上が水平時、図4下が垂直時である。試験品の放射ノイズは周波数30MHzから300MHzまでの範囲で限度値を超えた。

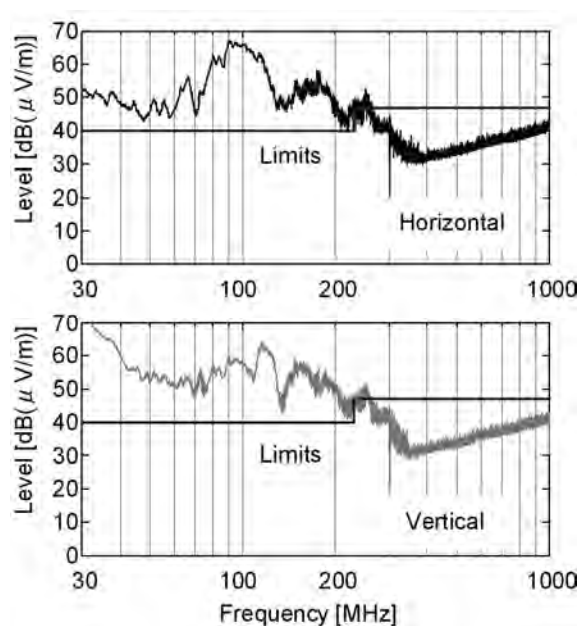


図4. 放射エミッション測定結果

### 3.3 雑端

図5に雑端測定による結果を示す。試験品は0.06MHzまでは限度値に非常に近い値で、周波数0.07MHzから30MHzまでの範囲で限度値を超えた。

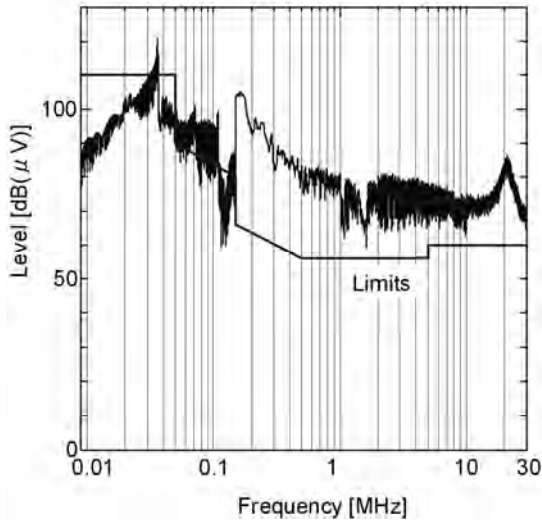


図5. 雑音測定結果

### 3.4 電力

図6に電力測定による結果を示す。試験品の放射電力妨害波は30MHzから限度値を超えており、150MHz付近で限度値を下回った。

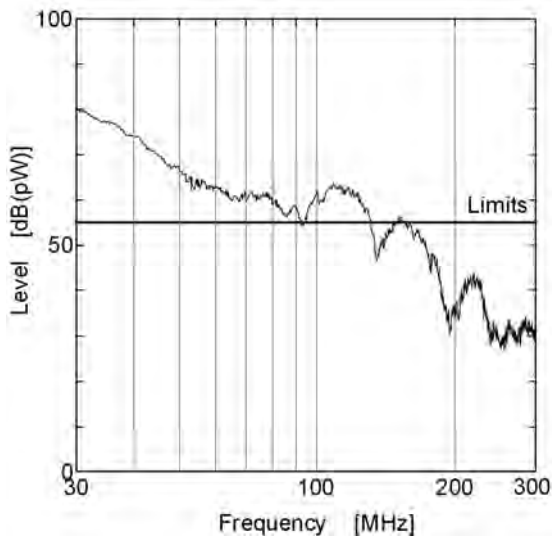


図6. 電力測定結果

### 3.5 LLA

図7にLLAを用いて測定した結果を示す。試験品は限度値以下であった。

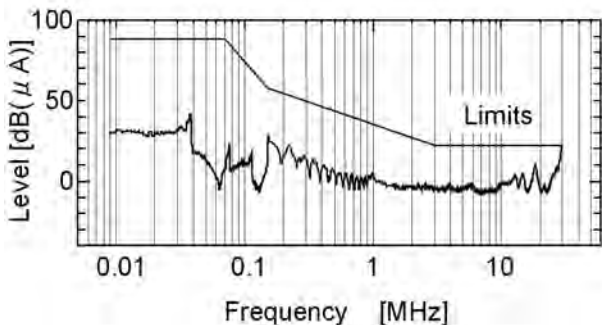


図7. LLA測定結果

### 3.6 電圧電流波形および高調波

図8は電圧電流波形を示す。電圧波形は定電圧電源を用いた供給電圧、電流波形は負荷電流である。試験品の消費電流波形は矩形波に近く、頭頂部が湾曲した波形となっている。

図9の縦軸は各次数の高調波電流値、横軸は1次から40次までの高調波電流の次数を示す。同図に曲線で限度値(Limits)を示しており、棒グラフは黒で各次数の電流値を、限度値を超えると棒グラフの色が灰色で示されFailとなる。日本工業規格 JIS C61003-2 のクラスC: 照明機器<sup>(14)</sup>で規定される限度値での判定結果ではFailとなった。しかし、25W以下の照明器具にはもう1つの判定方法として、「基本波入力電流に対する百分率で示される3次および5次高調波は、それぞれ86%及び61%を超えてはならない。さらに、入力電圧のゼロクロスをも0°として、入力電流の波形は、60°又はそれより前で立ち上がり、入力電流のピーク(半周期に幾つかのピークがある場合は最後のピーク)は、65°又はそれより前にあって、かつ、90°より後ろでゼロにならなければならない。」と規定され、図8の電流波形と図9の3次と5次の高調波を計算すると判定はPassとなった。

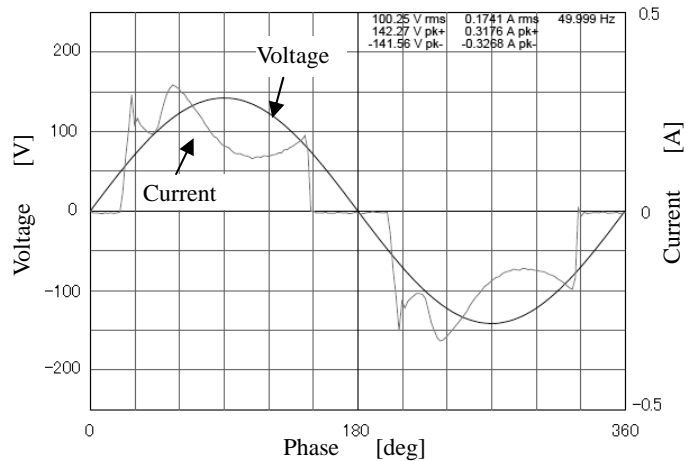


図8. 電圧電流波形

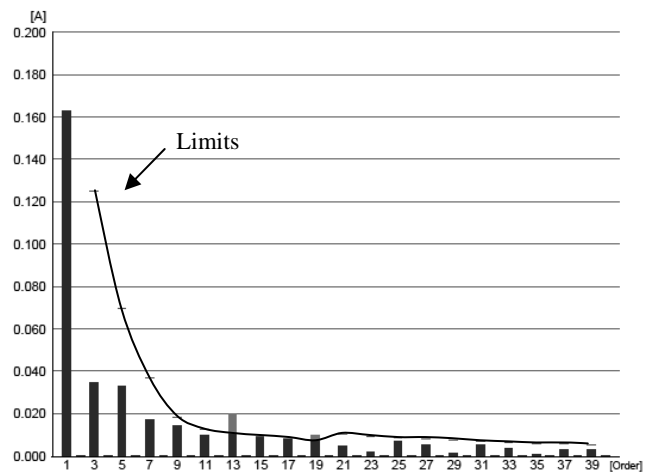


図9. 高調波電流測定結果

### 3.7 突入電流

表1に突入電流値[A]を示す。突入電流はスイッチのon/offを5回繰り返して測定した。試験品の突入電流値のばらつきは見られなかった。試験品を2本にした時の突入電流値は1本測定時の突入電流値のおよそ2倍になった。

表1. 突入電流測定値

突入電流[A]	1回	2回	3回	4回	5回
1本	7.4	7.2	7.3	7.3	7.4
2本	13.7	13.4	13.5	13.5	13.5

## 4. 考察

図3の照度は電圧増加に対して大きく変動していない。通常、照度の増加は電流に比例するため、このLED直管型の電源回路は定電流駆動方式ではないかと考えられる。定電流駆動型であれば電圧の変動に関わらず電流が一定となり、照度も一定となるからである。

図4下のアンテナ垂直時の放射エミッション測定と図6電力測定から30MHz~300MHzにおける試験品の測定波形を比較すると傾向が似ていることが分かる。よって、図4下と図6の相関からLED直管型では、ACケーブルからの放射が多いと推測される。

また、図5の雑端測定と図7のLLA測定はレベル差が約50dBあるが、試験品はほぼ同波形であることから、ノイズ特性に相関があると推測される。このことを踏まえるとLED直管型の測定において、ノイズレベル値が非常に小さく、雑端測定と相関のある波形が測定されるLLA測定は省略できると考えられる。

25W以下の製品は日本工業規格JIS C610003-2のクラスC：照明機器<sup>(14)</sup>に対して2つの判定基準が適用され、高調波電流の限度値ではFail判定であったが、図8の電流波形と図9の3次と5次の計算によってPassと判定できた。

## 5. おわりに

LED応用試験品を用いて電圧変動による照度、また100V/50Hz供給時の電圧電流波形、突入電流そして国際規格と日本の規格を用いて、放射エミッション、雑端、電力、LLA、高調波電流によるEMC評価試験を行った。

雑端測定とLLA測定の結果に相関があり、LLAで測定されるノイズレベルが非常に小さいことから、LLA評価試験を省略して雑端を主評価試験にできると考えられる。また、放射エミッションと電力に相関があることから、電力と雑端、もしくは放射エミッションと雑端のいずれかの組み合わせを実施することで、LED応用製品の實力値を容易に把握できることが分かった。

突入電流は本数に比例して倍増する。オフィスビルや劇場等で一般の蛍光灯からLED直管型に置き換える状況がある。その際、かなりの本数であったり、大型のLED照明器

具であったりする場合には、点灯時への配慮が必要である。

LED応用製品に対して、EMC規制の一部が適用外<sup>(4)</sup>であり、また比較的特性の悪い製品が市場に出回っているため、速やかなEMC規制の確立、およびLED直管型の電源回路には、海外での販売等を視野に入れるとさらに改善が必要であると考えられる。

(平成23年5月20日受付、平成23年7月12日再受付)

## 文 献

- (1) “電子回路工業会 LED市場の拡大推進へ”，電磁環境工学情報 EMC, No.262, pp.138-139, 2010.2.5.
- (2) 汲川雅一，“グリーン・エレクトロニクス 照明用LEDの基礎知識 放熱の必要性から寿命の長さまで”トランジスタ技術，pp.197-200, 2010年9月号.
- (3) 汲川雅一，“グリーン・エレクトロニクス 照明用LEDの発熱と寿命 放熱の必要性から故障率の考え方まで”トランジスタ技術，pp.197-200, 2010年10月号.
- (4) “EMCで差をつける”電磁環境工学情報 EMC, No.267, pp.135-136, 2010年7月
- (5) 菅野伸，秋山佳春，“電球形照明器具の妨害波発生機構とその特性について”社団法人 電子情報通信学会，pp.31-34, 信学技法, IEICE Technical Report EMCJ2010-15(2010年6月)
- (6) 栢健一，他「LED応用製品のEMC評価に関する一考察」，電子情報通信学会技術研究報告，環境電磁工学，EMCJ 2010-80, pp. 57-60, (2010-11-19)
- (7) 栢健一，他「LED応用製品の突入電流に関する一考察」，電気学会全国大会，3-006, p.8, (2011-3-17)
- (8) CISPR15，“電気照明及び類似機器の無線妨害特性の限度値及び測定方法”国際電気標準会議，第7版，2005年11月
- (9) CISPR15，“Limits and methods of measurement of radio disturbance characteristics of electrical lighting and similar equipment” International Electrotechnical commission, Amendment1 2006-10
- (10) “電気用品の雑音の強さの測定方法”電波雑音専門部会，H16年11月，第6章および第7章
- (11) “電気照明及び類似機器の無線妨害波特性の許容値及び測定法”J55015(H20)，別紙202の2
- (12) CISPR16-1-1，“無線妨害及びイミュニティ測定装置並びに測定方法の仕様書 第1-1部 無線妨害及びイミュニティ測定装置-測定装置”国際電気標準会議 第2版，2006年3月
- (13) CISPR22，“情報技術機器-無線妨害特性-限度値及び測定方法”国際規格，国際無線障害特別委員会，第6.0版，2008年09月
- (14) 日本規格協会，「JISハンドブック 70 電磁両立性(EMC) 2010」，C6100-3-2, pp.89-128



## 論文

## LED 照明器具の光学特性および電気特性に関する考察

岩永 敏秀\*<sup>1)</sup> 中村 広隆\*<sup>1)</sup> 小林 丈士\*<sup>2)</sup> 栢 健一\*<sup>2)</sup>

## Estimation of photometric characteristic and EMC characteristic for LED lighting products

Toshihide Iwanaga\*<sup>1)</sup>, Hiroataka Nakamura\*<sup>1)</sup>, Takeshi Kobayashi\*<sup>2)</sup>, Kenichi Haji\*<sup>2)</sup>

Photometric characteristics and EMC characteristics were evaluated for various commercial LED lighting products (incandescent type, spot light type and down-light type). In the results, (1) the luminous efficacies evaluated for LED products were almost all under the values for fluorescent lamps. However, the illuminance per Watt of the LED products were almost all above the values for the fluorescent lamps.(2) LED products including blue LED+RG phosphor or blue LED+Yellow phosphor types are suitable for general office lighting regarding matches with luminous efficacy and rendering index.(3) The value of electrical harmonics for the LED products did not meet the limit of JIS61000 .(4) The results for the photobiological safety evaluation for retinal blue light hazard from LED products put them in the Exempt group of CEI/IEC62471 except the down-light type products, which were in the Low risk group. It should be noted that higher luminance products may exceed the hazard exposure limit.

キーワード：光源効率，演色評価数，高調波，光生物学的安全性

Keywords：luminous efficacy, rendering index,harmonics,photobiological safety

## 1. はじめに

高効率，長寿命などの特長から LED を使った照明器具が注目を集めている。照明器具の目的は，物体を見るために必要な明るさを確保することであるが，省エネルギー，コスト削減という観点から，なるべく少ない投入エネルギーでそれを実現することが求められる。明るさに加えて，照明された空間の雰囲気，物体の色みえ(演色性)などの特性も重要である。これらの特性は，全光束，照度，配光特性，分光分布，相関色温度，演色評価数等の光学特性から，全てではないが判断することができる。また，製品の安全性の点から，電気特性についても十分に考慮する必要がある。さらに LED チップそのものは，非常に高輝度な光源であるため，眼に対する安全性の懸念がある。本研究では，市販されている各種 LED 照明器具の光学特性，電気特性および放射光の安全性評価を行い，LED 照明器具を照明空間に使用する上での適性について考察を行った。

## 2. 実験方法

## 2.1 光学特性の測定

評価を行った照明器具は，今回，主に局部照明用に限定し，LED 照明器具 14 製品（電球形，ダウンライト形，スポットライト形），蛍光灯 4 製品（電球形，直管形），白

熱電球 2 製品の計 20 製品とした（図 1）。評価項目は，全光束，照度，配光，分光分布，演色評価数とした。測定には，球形光束計および測光ベンチ<sup>(1)</sup>を用いた。



図 1. 光学特性を評価した照明器具

LED 照明器具は，局部照明用（電球形，ダウンライト形，スポットライト形）とした

2.2 電気特性の測定 本研究では，ノイズ特性を含めた電気特性の測定を行った。測定項目は，消費電力，力率，高調波，突入電流，雑音電力，雑音端子電圧，放射エミッションとした。各測定には，ハーモニックアナライザ，疑似電源回路網，EMI レシーバ，EMI クランプ，電波暗室(3m 法)<sup>(2)</sup>を用いた。

2.3 分光放射輝度測定システムの開発 照明用光源からの放射光の生体(特に眼)に対する安全性評価は，CEI/IEC62471<sup>(3)</sup>に基づいて行う必要がある。同規格では，生体に対する放射光のリスクとして，紫外放射，近紫外放射，青色光，熱によるリスクが挙げられている。白色LEDは，青

\*<sup>1)</sup> 光音技術グループ

\*<sup>2)</sup> 電子半導体技術グループ

色光による網膜障害の作用曲線のピーク付近に分光分布のピークを持ち、また、輝度も高いため、特にこのリスクが高いと考えられている。網膜障害のリスクを評価するためには、上記規格に適合した分光放射輝度測定システムにより行わなければならない。同システムは一般的に市販されていないため、今回、同システムの開発を行った。開発したシステムの概要を図2に示す。主に入射光学系、分光器、検出器で構成されている。入射光学系は、規格に適合した開き角および視野角を実現するための絞り、ミラー、測定部分を観察するためのCCDカメラ等で構成されている。分光器は、ダブルモノクロメータ方式を採用し、迷光（帯域外光）を非常に小さくしている。検出器は、光電子増倍管（PMT）、Siフォトダイオード、InGaAsフォトダイオードの切り替え式として、200nm～2500nmまでの広波長帯域での測定を可能としている。当システムは、別途、評価した校正用光源（分光放射照度標準電球+白色拡散板）を使用して分光放射輝度の校正を行っている<sup>(4)</sup>。白色拡散板と標準電球を図2のように配置した場合の白色拡散板上の分光放射輝度は次式で表すことができる。

$$L(\lambda) = \rho(\lambda) \cdot E(\lambda) / \pi \quad (1)$$

$L(\lambda)$ : 分光放射輝度(W/(m<sup>2</sup>・sr・nm)),  $\rho(\lambda)$ : 白色拡散板の分光反射率,  $E(\lambda)$ : 標準電球の分光放射照度(W/(m<sup>2</sup>・nm))

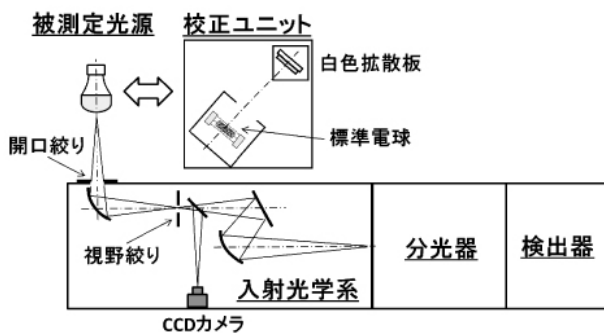


図2. 分光放射輝度測定システムの概要

### 3. 実験結果及び考察

3.1 光学特性の測定 光源効率(lm/W)と単位消費電力当たりの直下照度(lx/W)の関係を図3に示す。また、照明器具の配光特性の測定結果を図4に示す。図3に示すように、LED照明器具は、光源効率(lm/W)の点で、電球形蛍光ランプ(70 lm/W程度)に及ばないものが多いが、単位消費電力当たりの直下照度(lx/W)では、電球、蛍光ランプを上回っている。図4に示すように、ダウンライト形はもちろんであるが、電球形LEDについても電球や電球形蛍光ランプに比べて、指向性が強い。そのため、直下照度が大きくなっているといえる。このようにLED照明器具（電球形、ダウンライト形、スポットライト形）は、光源効率(lm/W)について蛍

光ランプに及ばないものが多いが、直下照度が高く、スポット照明的な用途に特に適していると考えられる。また、LEDチップおよびLED照明器具の効率向上が著しく、本論文の作成段階では、電球形LEDランプについて、カタログ値で電球形蛍光ランプの光源効率を超えているものが見られる。

照明器具の相対分光分布を図5に示す。また、光源効率(lm/W)と平均演色評価数の関係を図6に示す。図5に示すよ

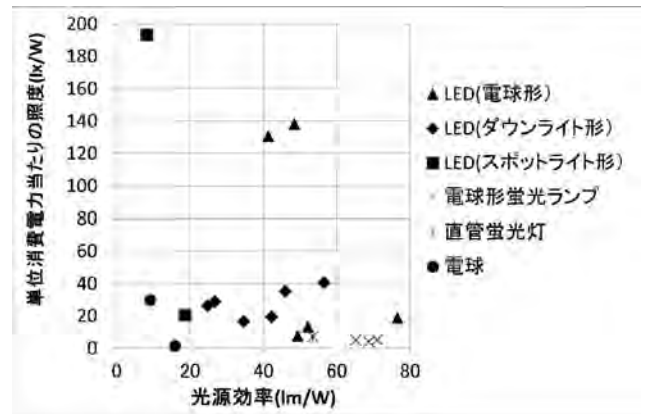


図3. 光源効率と照度の測定結果  
照度は、光源の1m直下の測定値を示す

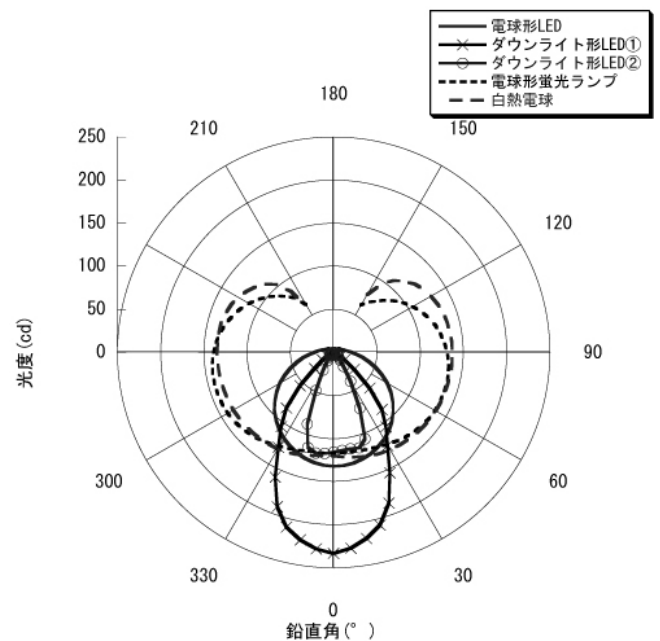


図4. 配光特性の測定結果

うに、市販されているLED照明器具は、主に3種類の発光方式に区分することができ、それぞれ異なる分光分布を有している。図6から、LEDの発光方式別に見ると、紫外LED+RGB蛍光体のタイプ(Ra=98)、青色LED+RG蛍光体のタイプ(Ra=79~94)、青色LED+黄色蛍光体のタイプ(Ra=65~85)の順で平均演色評価数が高い。また、平均演色評価数が高いものほど、光源効率が低くなる傾向を示している。このように演色評価数と光源効率は、概ねトレードオフの

関係となっている。JIS<sup>(5)</sup>では、照明される場所（作業）毎に演色評価数の推奨基準が決められていて、その場所に適した演色評価数の光源を用いることが求められる。例えば、一般のオフィス照明では、平均演色評価数を80以上とすることが推奨されている。その基準を満たし、かつ光源効率50(lm/W)以上に限定すると、青色LED+黄色蛍光体、青色LED+RG 蛍光体のタイプの発光方式が一般のオフィス照明用としては望ましい。

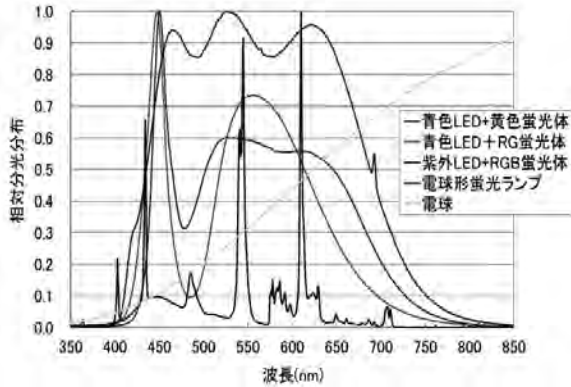


図5. 分光分布の測定結果

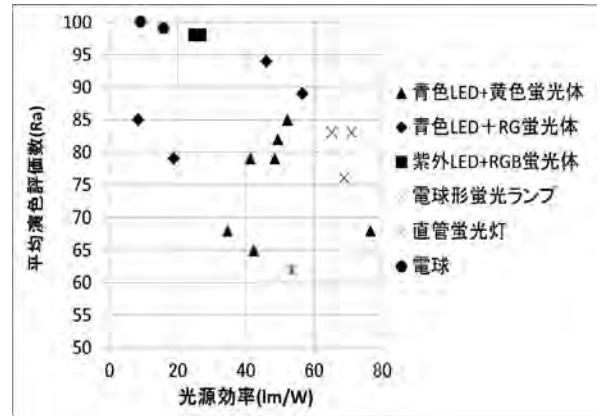


図6. 平均演色評価数の測定結果

3.2 電気特性の測定 電気特性の測定結果を表1に示す。表中の記号（○×等）については、規格等があるものはその規制値以内であるかどうかを示し、特にないものは一定の目安を示している。LED照明器具のうち、高調波の規制値を上回るものが14製品中12製品と多かった。これは、力率が低く、電圧波形に歪みがあるためと考えられ、力率

表1. 電気特性の測定結果

No.	種類	消費電力(W)	力率*1		高調波		突入電流*2		雑音電力*3		雑音端子電圧*4		放射*5	
					JIS C61000 <sup>(6)</sup>				電安法	電安法, CISPR15 <sup>(7)</sup>	CISPR15			
1	LED 照明器具	7.15	0.58	△	×	6.8	△							
2		7.06	0.58	△	×	6.7	△	◎	△	○				
3		8.47	0.87	◎	○	1.3	◎	◎	○	△				
4		16	0.5	△	×	3.3	○	◎	○	○				
5		16.36	0.51	△	×	3.3	○							
6		9	0.53	△	×	20.6	×	◎	◎	○				
7		8.74	0.52	△	×	20.4	×							
8		1.38	0.9	◎	○	0.6	◎	◎	◎	○				
9		5.53	0.52	△	×	5.3	○							
10		5.55	0.52	△	×	5.3	○	◎	◎	○				
11		4.47	0.42	×	×	5.5	○							
12		4.46	0.42	×	×	5.4	○	◎	◎	×				
13		4.06	0.68	○	×	1.3	◎							
14		3.9	0.68	○	×	1.3	◎	◎	×	○				
15	蛍光ランプ	21.91	0.62	○	○	19.3	×							
16		22.96	0.62	○	○	20.7	×	◎	△	○				
17	白熱	91.11	1	◎	○	15.3	×							
18	電球	73.71	1	◎	○	11.8	×	◎	◎	○				
		*1 力率		*2 突入電流		*3 雑音電力								
		85%以上	◎	2A以下	◎	最大値が規格値を超えない						◎		
		60%以上	○	6A以下	○	それ以外						×		
		50%以上	△	10A以下	△									
		50%未満	×	10A以上	×									
		*4 雑音端子電圧				*5 放射								
		最大値が規格値を超えない		◎		最大値が規格値を超えない						○		
		国内，国際規格OK		○		規格をクリア						△		
		国内規格のみOK		△		規格をクリアしない						×		
		規格をクリアしない		×										

改善など回路設計への配慮が必要である。また、突入電流、雑音端子電圧、放射ノイズについて、基準を超えてしまう、または大きな値を示す製品が見られた。これらの項目は、配電系統や周辺の電気電子機器への影響が大きいため、十分な設計段階での配慮が必要である。

**3. 3 眼に対する安全性評価** 青色光による網膜傷害のリスクについて、分光放射輝度測定システムによる測定結果及びCEI/IEC62471に基づくリスク評価結果を表2に示す。CEI/IEC62471によると、光源は、有効放射輝度により、表3に示すリスクグループに区分される。

表2. 照明器具からの放射光の眼に対する安全性評価結果

試料	有効放射輝度 (W/m <sup>2</sup> /sr)	リスクグループ
電球形LED	37.5	免除 (<100)
ダウンライト形LED①	181	低危険度(≥100)
ダウンライト形LED②	36.2	免除
電球形蛍光灯	37.8	免除
白熱電球	9.03	免除

表3. 生体に対する放射光のリスクグループの区分

リスクグループ	原則的な考え方
リスク免除	光生物学的リスク（生体に傷害を与える可能性）を引き起こさない
リスクグループ1 (低危険度)	通常の行動への制約が必要となるようなリスクを引き起こさない
リスクグループ2 (中危険度)	非常にまぶしい光源に対する嫌悪反応または熱的な不快感により、リスクを引き起こさない
リスクグループ3 (高危険度)	一時的又は短時間の露光によってもリスクを引き起こす

評価した光源では、ダウンライト形LED①が「低危険度」に区分された以外は、全て「リスク免除」のリスクグループであった。放射光の眼に対する安全性評価について、LED照明器具は、その分光分布の特徴から青色光網膜障害のリスクが他の光源より高くなる恐れがある。今回の評価結果では、一般照明用として問題となる製品は見られなかった。もっとも有効放射輝度が高かったダウンライト形LED①では、指向性が強く、発光面積が小さいため、放射輝度が大きくなった。今後、さらに輝度の高い照明器具が開発された場合、眼に対するリスクが増すと考えられるため、発光

効率や指向性を損なわずに発光面積を広げ、放射輝度を抑える設計が必要とされる。

#### 4. まとめ

様々なLED照明器具（局部照明用）の光学特性、電気特性、放射光の安全性の評価をおこない、次のことを明らかにした。

①光源効率(lm/W)の点では蛍光灯に及ばないものが多いが、単位消費電力当たりの直下照度(lx/W)では、電球、蛍光灯を大きく超えている。このため、LED照明器具はスポット照明的な用途に特に適している。また、電球や蛍光灯とは配光特性が大きく異なるため、設置に当たってはこのことに十分配慮する必要がある。

②演色評価数が高くなるほど、光源効率は低くなる。本研究で評価した紫外LED+RGB蛍光体による発光方式の製品について、演色評価数は非常に高いが光源効率が低い。演色評価数と光源効率のバランスから、青色LED+黄色蛍光体または、青色LED+RG蛍光体の製品が一般オフィスの照明用として適している。

③電気特性（ノイズ特性）では、高調波の規制値を超える製品が多かった。力率を改善し、高調波の抑制を考慮した回路設計が求められているといえる。

④眼に対する安全性評価の結果、評価した製品には、一般照明用として問題となるものはなかったが、ややリスクの高い製品も見られるため、より高出力の光源やレンズ等により指向性を高めた光源では放射輝度の軽減対策が必要になると考えられる。

(平成23年5月20日受付、平成23年8月3日再受付)

#### 文 献

- (1) 岩永敏秀, 山本哲雄, 中村広隆:「照明用LEDモジュールの光学特性測定システムの開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 2, pp. 34-37 (2007)
- (2) 柘健一, 小宮一毅, 小林丈士, 宮島良一, 三上和正:「LED応用製品のEMC評価に関する一考察」, 電子情報通信学会技術報告, pp.57-60(2010)
- (3) CEI/IEC62471, "Photobiological safety of lamps and lamp systems" (2006)
- (4) 岩永敏秀, 中村広隆, 海老澤瑞枝, 山本哲雄:「分光放射輝度実用校正技術の開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 5, pp. 34-37 (2010)
- (5) JIS Z9125, "屋内作業場の照明基準" (2007)
- (6) JIS C61000-3-2, "電磁両立性-第3-2部: 限度値-高調波電流発生限度値" (2011)
- (7) CISPR15, "電気照明及び類似機器の無線妨害特性の限度値及び測定方法" 国際電気標準会議, 第7版(2005)

## 論文

## 草本系リグニンから調製した活性炭の細孔構造と吸着性能

飯田 孝彦\*<sup>1)</sup> 中石 真名美\*<sup>3)</sup> 萩原 利哉\*<sup>2)</sup> 山野 宏司\*<sup>3)</sup> 瓦田 研介\*<sup>1)</sup>

## Pore structure and adsorption properties of activated carbon prepared from herbaceous lignin

Takahiko Iida\*<sup>1)</sup>, Manami Nakaisi\*<sup>3)</sup>, Toshiya Hagiwara\*<sup>2)</sup>, Kouji Yamano\*<sup>3)</sup>, Kouji Yamano\*<sup>3)</sup>, Kensuke Kwarada\*<sup>1)</sup>

In order to improve the recycling rate of herbaceous lignin byproducts produced in the straw pulp manufacturing process, activated carbon was prepared by the steam activation method from the lignin. In this study, we investigated the relation between the activated time and the pore structure or adsorption properties. The volume of micropore and mesopore increased in proportion to the activated time. As a result, the BET specific surface area and the adsorption properties increased with the growth of pore structure. The maximum value of BET specific surface area was 685m<sup>2</sup>/g and the amount of iodine adsorption was 730mg/g. Activated carbon prepared from herbaceous lignin contained ash. The ash's principal ingredients were silicon dioxide(93%) and iron (III) oxide(3%) and the ash came from wheat straw which adsorbed those compounds from soil.

キーワード：草本系リグニン, 活性炭, 吸着性能, 細孔構造

Keywords: Herbaceous lignin, Activated carbon, Adsorption property, Pore structure

## 1. はじめに

紙パルプ製造では、木材チップなどの原料からパルプの主成分であるセルロースを分離した際に、リグニンを含有する廃液が副産物として大量に発生する<sup>1)</sup>。リグニンを含有する廃液は黒液と呼ばれており、黒液からリグニンを回収してエタノール原料として再利用する研究などが行われている<sup>2)</sup>。

一方、東アジア地域では麦わらが農業系廃棄物として年間4億トン以上排出されており<sup>3)</sup>、その一部を原料にした草本系パルプの製造では、木材チップを用いた場合と同様にリグニンを含む黒液が副産物として排出されている。一般的なリグニンは植物体内で生合成されたフェニルプロパン構造を骨格とするフェノール性化合物であるが、麦わらから得られたリグニンの化学的特性について調べた研究は少なく再利用が進展していないのが現状である。そこで、本研究では麦わら由来の草本系リグニンを質的に変換して工業材料として再利用を進めることを目的に、水蒸気賦活法を用いた活性炭の調製方法について検討を行った。調製した活性炭の性能と特徴を把握するために、表面の微細な細孔の構造や色素の吸着性能を調べた。

## 2. 実験方法

2.1 供試材料 麦わらパルプ製造工程で排出された黒液を乾燥させ粉末化した乾燥リグニン(ハリマ化成株式会社

社製, リグニン含有率70%)を供試材料とした。

2.2 草本系リグニン活性炭の調製方法 供試材料約500gを、図1に示すローターリー式熱処理装置(㈱タナカテック製)内に投入した。試料投入容器(内径18cm,長さ16cm,内容積4.1L)に供試材料を入れ回転しながら窒素雰囲気下において昇温速度3°C/minで室温から800°Cまで加熱し、800°Cで30min保持して炭化を行った。炭化後放冷して炉内の温度が低下してから炭化物を取り出した。炭化は3回行い全量を混合し均一化した試料を賦活処理に用いた。

賦活処理は、同装置を用いて水蒸気賦活法により行った。炭化処理と同様に試料を入れ回転しながら窒素雰囲気下において900°Cまで昇温速度15°C/minで昇温し、賦活温度に

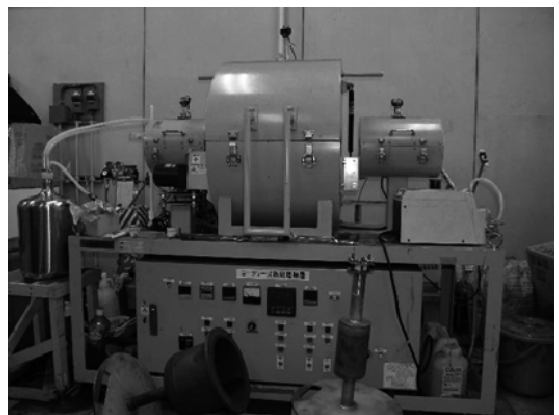


図1. ローターリー式加熱処理装置

\*1) 環境技術グループ

\*2) 材料技術グループ

\*3) ハリマ化成株式会社中央研究所

達したら直ちに水蒸気を供給して所定時間保持した。900℃での保持時間は45min, 60min, 75min及び90minの4条件とした。なお、賦活のため炉内に導入した水蒸気量は炭化物約50gに対して水を2.5ml/minを供給した。1条件あたりの炭化物投入量は約50gとした。放冷後製造した活性炭を取り出し、網ふるいを用いて45 $\mu$ m以下に調整し、恒温乾燥炉(105℃)内で十分乾燥した試料を以下の試験に用いた。収率は、草本系リグニン原料に対する炭化物及び活性炭の収率として求めた。

**2.3 細孔構造の解析** 細孔直径が2nm以下の細孔分布及び比表面積は、窒素吸着法により求めた。試料を300℃で3時間真空脱気した後、常温で15Pa以下となるまで減圧し前処理を行った。その後、吸着量測定装置(日本ベル製 Belsorp 18 plus)を用いて、77Kにおける窒素吸脱着量を測定し、その吸脱着量から吸脱着等温線を作成した。窒素吸脱着等温線からMP法により細孔直径2nm以下の細孔分布を、BET法により比表面積を求めた。

細孔直径が6nm～500 $\mu$ mの細孔分布は、水銀圧入式ポロシメーター(株式会社島津製作所製 オートポアIV9500)を用いて測定した。ただし、試料と水銀との接触角を130°と仮定して算出した。

**2.4 吸着性能測定** よう素吸着性能、メチレンブルー吸着性能及びカラメル脱色性能を、JIS K 1474<sup>2007</sup>活性炭試験方法に準拠して測定した。

**2.5 灰分測定** 活性炭の灰分含有量は、JIS K 1474<sup>2007</sup>活性炭試験方法 6.9 強熱残分に準拠して行った。活性炭を電気炉中で、900℃で60min灰化しデシケーター内で放冷し、灰化の前後の質量を測定し算出した。

**2.6 無機元素分析** 活性炭に含まれる灰分の無機成分分析を、エネルギー分散型蛍光X線分析装置(株式会社日本電子製 JSX-3100RII)を使用して測定した。なお、試料は賦活時間75minで調製した活性炭を900℃で60min灰化して得られた灰分を用いた。

### 3. 結果及び考察

**3.1 活性炭の収率と灰分量** 活性炭の賦活時間と収率(原料に対する得られた活性炭の質量比)及び活性炭中の灰分の関係を表1に示す。収率は、概ね30～20%で賦活時間

賦活時間 (min)	収率 (%)	灰分 (%)
45	32.2	32.5
60	26.8	37.4
75	23.4	43.0
90	18.8	50.9

の増加にともない減少した。一方、灰分は概ね30～50%で賦活時間の増加にともない増加した。市販試薬活性炭の灰分は2%程度であることから<sup>4)</sup>、調製した草本系リグニン活

性炭は灰分が極めて多いことがわかった。なお、原料に対する炭化物の収率は47.0%であった。

**3.2 活性炭の細孔構造** 草本系リグニン活性炭の窒素吸脱着等温線例を図2に示す。相対圧(P/P<sub>0</sub>)の低い部分での急な立ち上がりはマイクロ孔への吸着が起きていることを示している<sup>5)</sup>。また、相対圧の増加にともなう吸着量の増加と吸着等温線(図中のADS)と脱着等温線(図中のDES)が一致しないヒステリシスが見られることからメソ孔への吸着も起きていると考えられた<sup>6)</sup>。なお、他の賦活条件で調製した活性炭もほぼ同様の窒素吸脱着等温線を示した。

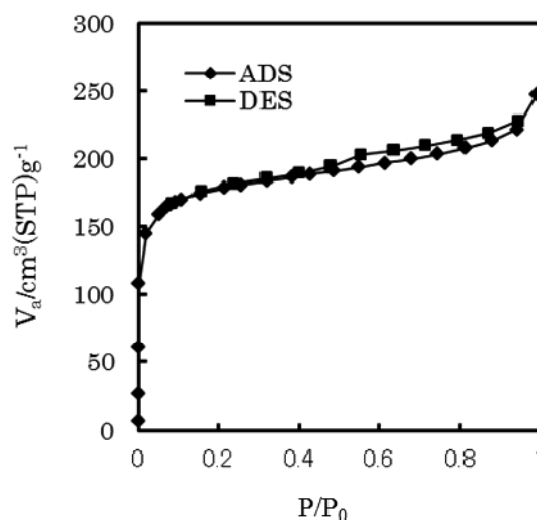


図2. 窒素吸着等温線 (77K)  
賦活時間 75min

賦活時間とBET比表面積の関係を表2に示す。草本系リグニン活性炭の比表面積は、賦活時間の増加とともに高くなり、賦活時間が90minで最大の685m<sup>2</sup>/gとなった。これは、賦活の進行にともない細孔が発達したためと考えられた。

賦活時間 (min)	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)
45	584
60	661
75	669
90	685

次に、吸脱着等温線図からMP法を用いて求めた草本系リグニン活性炭の細孔直径2nm以下の細孔分布例を図3に示す。草本系リグニン活性炭は、マイクロ孔の発達が見られ0.7～0.8nm付近にピークを持つ細孔分布を示した。なお、他の賦活条件で調製した活性炭も同様に0.7～0.8nm付近にピークを持っていた。また、賦活時間とMP法によるマイクロ孔領域での細孔容積の関係を図4に示す。賦活時間とともに細孔容積が増加し、賦活90minで最大となり289mm<sup>3</sup>/gであった。

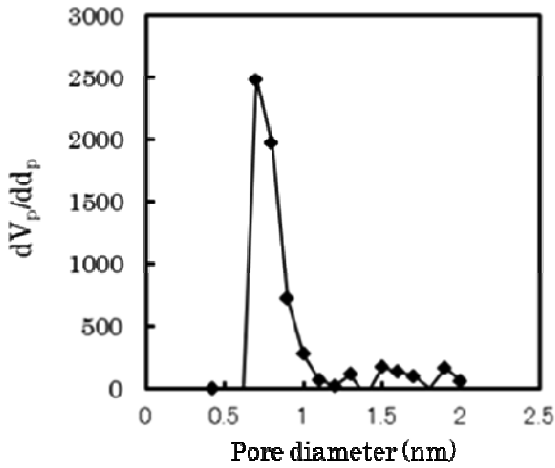


図3. 細孔容積 (MP法)  
賦活時間 75min

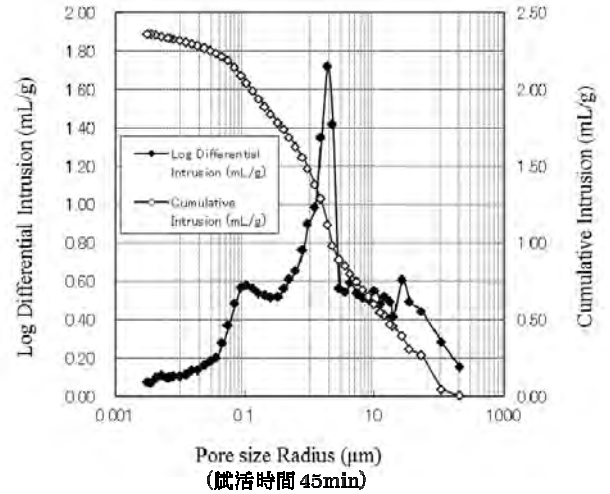


図5. 細孔分布 (水銀圧入法)

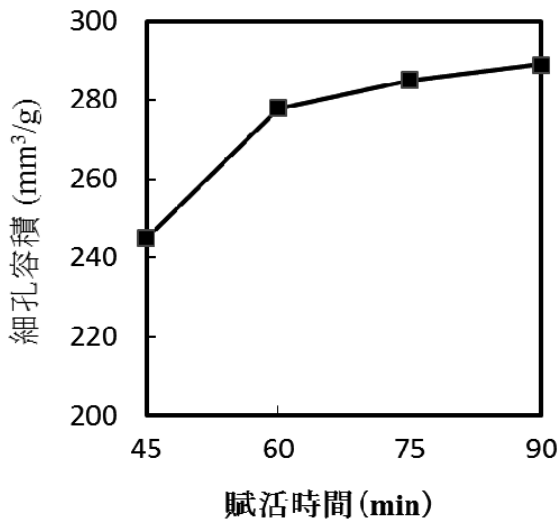


図4. 賦活時間と細孔容積 (MP法)

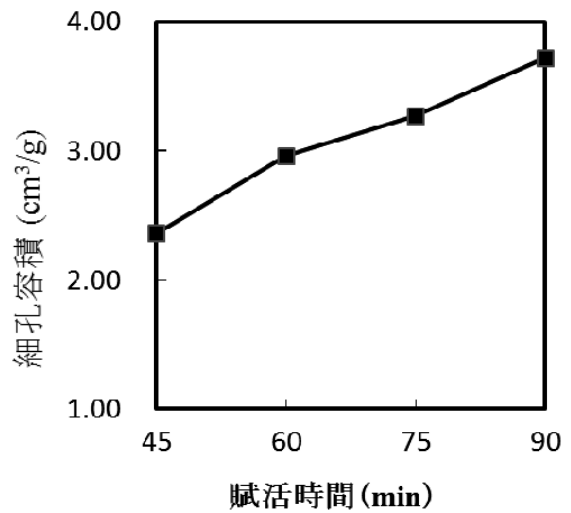


図6. 賦活時間と細孔容積 (水銀圧入法)

次に、水銀圧入法による細孔分布を図5に示す。草本系リグニン活性炭は、メソ孔及びマクロ孔領域にも広範囲な細孔分布を有し、1~2 $\mu$ m付近にピークを持つ細孔分布を示した。また、賦活時間と水銀圧入法によるメソ孔及びマクロ孔領域での細孔容積の関係を図6に示す。メソ孔及びマクロ孔領域においても賦活時間とともに細孔容積が増加し、賦活90minで最大となり3.72cm<sup>3</sup>/gであった。

草本系リグニン活性炭は、マイクロ孔、メソ孔及びマクロ孔まで広範囲に細孔分布を持ち、賦活時間の増加とともに賦活が進行し細孔が発達していることがわかった。

**3.3 活性炭の吸着性能** よう素吸着性能、メチレンブルー吸着性能及びカラメル脱色性能を表3に示す。草本系リグニン活性炭のよう素吸着性能、メチレンブルー吸着性能及びカラメル脱色性能の最大値はそれぞれ、730mg/g、120mL/g及び88.6%であった。メチレンブルー吸着性能及びカラメル脱色性能は、賦活時間とともに増大し賦活時間90min

では、45minの2倍以上になっていた。これは、賦活時間の増加によりメソ孔及びマクロ孔が発達し、分子径の大きい物質の吸着能力が高くなったことによると考えられた。

賦活時間 (min)	よう素吸着性能 (mg/g)	メチレンブルー吸着性能 (mL/g)	カラメル脱色性能 (%)
45	680	50	36.8
60	730	90	60.7
75	720	100	79.4
90	670	120	88.6

**3.4 無機元素** 活性炭灰分の蛍光X線分析結果から、主な無機成分は二酸化ケイ素(SiO<sub>2</sub>)が約93%、酸化鉄(III)(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)が約3%であり、灰分の大分は二酸化ケイ素であることがわかった。これは、イネ科植物が土壌から二酸化ケイ素を集積する能力を有しており<sup>7)</sup>、原料の麦わらに蓄積した

ものに由来すると考えられた。

表 4. 草本系リグニン活性炭灰分成分	
化合物名	含有量(%)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	93.4
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.7
K <sub>2</sub> O	1.1
備考) 含有成分 1%以上の化合物	

#### 4. まとめ

紙パルプ製造工程で副産物として発生する草本系リグニンの有効利用法として、水蒸気賦活法により活性炭の調製を行うことを検討した。調製した草本系リグニン活性炭の比表面積及び吸着性能は、市販試薬活性炭より低かったが、これは試薬活性炭に比べ灰分の含有量が多いことによると考えられた。また、草本系リグニン活性炭の細孔構造はマイクロ孔に加えて、メソ孔及びマクロ孔の発達も見られ、広範囲の細孔分布を有しており、液相での大型分子の吸着材としての利用の可能性が期待できると考えられた。

#### 謝 辞

本研究にあたり、貴重なご助言を頂いた特定非営利活動法人日本炭化研究協会バイオマス活性炭審査評価委員会代表評価委員白石 稔氏、同協会業務部末山 淳氏、蛍光 X 線分析にご協力頂いた東京都立産業技術研究センター中澤亮二副主任研究員及び佐々木直里研究員に感謝致します。

本研究は、ハリマ化成株式会社からの平成 22 年度受託研究事業において実施したものである。

(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 7 月 25 日再受付)

#### 文 献

- (1) 越島哲夫, 杉原彦一, 浜田良三, 福山萬治郎, 布施五郎: 「改訂 基礎木材工学」, 文教出版, pp401-414 (1983)
- (2) 徳安 健: 「草本系バイオマスからのエタノール生産技術」, CellulComm, Vol.15, No.1, pp14-19 (2008)
- (3) 財団法人化学技術戦略推進機構交流連携推進委員会バイオ化学産業分科会バイオマス小分科会: 「草本系未利用バイオマスを用いた機能性化学品生産」 (2006)
- (4) 飯田孝彦, 瓦田研介, 島田勝廣, 東邦彦他: 東京都立産業技術研究所研究報告, 第 3 号, 83-86 (2000)
- (5) 近藤精一, 石川達雄, 安部郁夫: 「吸着の科学 第 2 版」, 丸善, pp56-57 (2001)
- (6) 真田雄三, 鈴木基之, 藤本 薫: 「新版 活性炭 基礎と応用」, 講談社, pp55-66 (1992)
- (7) 松永俊朗: 「植物体内でのケイ素の化学形態」, 日本土壤肥科学雑誌, Vol.75, No.3, pp. 387-391 (2004)



## 論文

下水処理水を対象とした薄型テレビガラス発泡体の  
リン酸吸着能の評価

中澤 亮二<sup>\*1)</sup> 小山 秀美<sup>\*2)</sup> 佐々木 直里<sup>\*1)</sup>  
荻原 明<sup>\*3)</sup> 都竹 進<sup>\*3)</sup> 西野 芳紀<sup>\*3)</sup> 越智 健一<sup>\*3)</sup> 須永 竹英<sup>\*3)</sup>

## Evaluation of phosphate-adsorption capacity of porous glass materials manufactured from glass isolated from flat panel display TV-set with sewerage treatment water

Ryoji Nakazawa<sup>\*1)</sup>, Hidemi Koyama<sup>\*2)</sup>, Naori Sasaki<sup>\*1)</sup>,  
Akira Ogihara<sup>\*3)</sup>, Susumu Tsuzuku<sup>\*3)</sup>, Yoshinori Nishino<sup>\*3)</sup>, Ken-ichi Ochi<sup>\*3)</sup>, Takehide Sunaga<sup>\*3)</sup>

We have proposed the establishment of a phosphate recycling system for a soil-water/plant system. In this system, phosphate-adsorption materials are added to waste water, such as that produced by households, industry and livestock effluent. Following this, the phosphate-adsorbed materials are collected, and they are then used as phosphate fertilizer. In previous paper, porous glass material (PGM) is proposed as a possible candidate of the adsorbents which are applied to the recycling systems of phosphate. In the present paper, we examined the phosphate-adsorption capacity of PGM manufactured from glass isolated from a flat panel display TV-set with sewerage treatment water. From these results, we discussed the possibility of applying PGM the treatment of sewerage water.

キーワード：ガラス発泡体, 薄型テレビ, 下水処理水, リサイクル, リン酸

Keywords: flat-panel display TV-set, phosphate, porous glass materials, recycling, sewerage treatment water

## 1. まえがき

生活排水・産業排水・畜産排泄物等に由来するリン酸は、水質汚濁や水系の富栄養化を引き起こしている。この問題に対処するため、水質汚濁防止法や湖沼水質保全特別措置法などによって、リン酸の排出基準が定められている。しかしながら、湖沼などの閉鎖系水域における富栄養化の課題は解決したとは言い難い現状にある<sup>(1)(2)(3)</sup>。この対策として、嫌気・好気法、晶析脱リン酸法、凝集沈殿法、吸着法などによる排水中からのリン酸除去が行われている<sup>(4)</sup>。

一方、リン酸肥料の原料であるリン鉱石の産地は、アメリカ合衆国やモロッコ王国などに偏在しており、その生産量および経済的埋蔵量から約80年後には枯渇するものと推定されている<sup>(5)</sup>。

このようなリン酸資源の枯渇への対策のひとつとして、リン酸リサイクルシステムの構築を考えた。すなわち、富栄養化の原因物質の発生源である生活排水・産業排水・下水処理水等へ、リン酸吸着能を有する資材を投入してリン酸を吸着させた後、使用資材を回収することによって、水系に蓄積するリン酸量を低減させること、および回収した

リン酸吸着担体を土壤に施用するなどして、リン酸肥料として再利用することである。

また、ビンガラスは容器包装リサイクル法、テレビ画面ガラスは家電リサイクル法にもとづいて再資源化がはかられている。ビンガラスについては再資源化率が74%程度で頭打ちとなっており新たな用途開発が望まれている<sup>(5)</sup>。一方、2009年4月から家電リサイクル法の指定品目に薄型テレビが追加され、この画面ガラスの用途開発が不可避となっている。

著者らは前報<sup>(6)</sup>において、リン酸水溶液に廃ガラス発泡体（以下、発泡体）を浸漬すると、溶液のリン酸濃度が低下することを見出した。発泡体とは、ガラス瓶や板ガラスなどのガラス性廃棄物の粉末に、炭酸カルシウムや貝殻粉末などの発泡剤を混合・成型し、高温にて焼成したもので、発泡剤に由来する気泡を多く含む軽量・多孔質のリサイクルガラス資材である<sup>(7)(8)</sup>。また前報<sup>(6)</sup>では、上記の発泡体による溶液中のリン酸濃度低下現象が発泡体へのリン酸吸着によるものであること、およびその吸着には発泡剤として添加したカルシウムが関与していることを明らかにした。さらに著者らは、発泡体に吸着されたリン酸は植物可給態であり、かつリン酸質化学肥料に匹敵するリン酸供給能があることを明らかにした<sup>(4)</sup>。その後、中澤ら<sup>(9)(10)</sup>は、ガラ

\*1) 環境技術グループ \*2) 繊維・化学グループ \*3) 社団法人電子情報技術産業協会

ス発泡体のリン酸吸着能の向上には、10% (w/w) のドロマイトの発泡剤としての使用と薄型テレビガラスの原料としての一部使用が有効であることを報告した。

しかしながら、前報<sup>(4)(6)(9)(10)</sup>までに供試したガラス発泡体のリン酸吸着能は、リン酸二水素カリウム水溶液を評価対象としていたために、実際のリン酸含有排水を対象とした場合でも同様の吸着性能が発揮できるか否か不明であった。そこで本論文では、下水処理水を対象とした場合の薄型テレビガラス発泡体のリン酸吸着能および実用性を検討するため処理期間中のガラス発泡体の摩耗状況について評価した。

## 2. 材料および方法

### 2.1 ガラス発泡体の調製

市中から回収したビンガラス（ソーダ石灰ガラス）を粉碎したものを主原料とし、これにLCD（液晶パネル）ガラス（化学組成（以下重量% (w/w)）： $\text{SiO}_2$ : 58.1%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 17.8%,  $\text{B}_2\text{O}_3$ : 10.7%,  $\text{CaO}$ : 8.4%,  $\text{SrO}$ : 2.1%,  $\text{MgO}$ : 1.7%,  $\text{BaO}$ : 0.3%, その他: 0.9%）を10% (w/w)、あるいはPDP（プラズマパネル）ガラス（化学組成： $\text{SiO}_2$ : 50.1%,  $\text{BaO}$ : 9.3%,  $\text{SrO}$ : 9.2%,  $\text{K}_2\text{O}$ : 7.6%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 7.6%,  $\text{ZrO}_2$ : 4.7%,  $\text{Na}_2\text{O}$ : 4.1%,  $\text{CaO}$ : 2.5%,  $\text{MgO}$ : 2.0%, その他: 2.9%）を25% (w/w) になるように混合、さらに発泡剤としてドロマイト（火の国製苦土石灰、主成分  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ 、蛍光X線分析による化学組成： $\text{CaO}$ : 72.8%,  $\text{MgO}$ : 24.9%,  $\text{SiO}_2$ : 1.1%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 0.4%, その他: 0.8%, 粒径:  $90\mu\text{m}$ 未満に篩別）を10% (w/w) になるように混合した。発泡剤としてドロマイトを用いたのは前報<sup>(9)</sup>において、広く用いられている発泡剤である炭酸カルシウムより空隙率およびリン酸吸着能を増加させる作用があったためである。LCDガラスおよびPDPガラスを上記混合割合としたのは前報<sup>(10)</sup>において本割合が最もリン酸吸着能および吸水率を向上させたためである。この混合物をガラス発泡体メーカーの協力をうけ、量産用トンネル炉を使用し、最高温度 $850^\circ\text{C}$ を20分間保持する条件で焼成した。焼成物を室温まで空冷後、粉碎、分級し（図1）、1mmメッシュの遮光ネットに各約50g

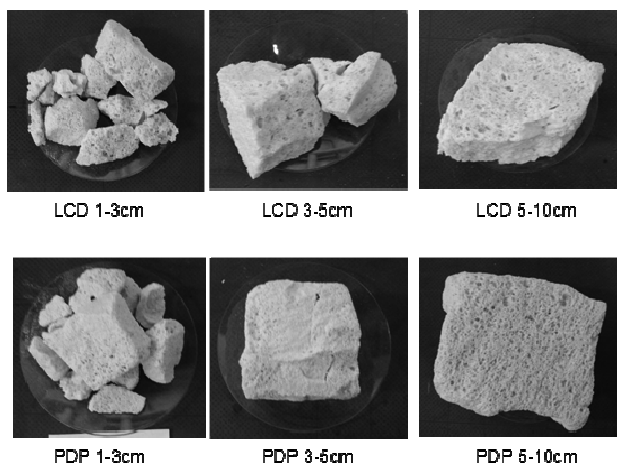


図1. LCDガラスおよびPDPガラスを含有するガラス発泡体

を封入し、以後の実験に使用した。なお、主原料として用いたビンガラス粉碎物はガラス発泡体メーカーからの供給を受けた。LCDガラスおよびPDPガラスは家電メーカーより供給を受けたものを供試し、これらを高速スタンプミル（日陶科学製ANS143）によって粉碎、粒径 $90\mu\text{m}$ 未満に篩別したものをを用いた

### 2.2 試験装置の製作

図2には試験装置の全体像を示す。装置は、上部の吸着槽と下部の沈殿槽に分かれている。上部の吸着槽は、背面下部より取水し発泡体試料を通過した後、下部の沈殿槽に流れ落ちる。下部沈殿槽は、左右の2層に分かれており、流れ落ちた処理水は、正面左の沈殿槽で浮遊物をろ過する。ろ過された処理水は、右側の整流層を通過して装置外部に流れ出る。

上記の試験装置を東京都下水道局新河岸水再生センター水質検査建屋脇に設置、同センターが水質検査用に連続的に採水している処理水を分流させ試験装置内に導入させた。

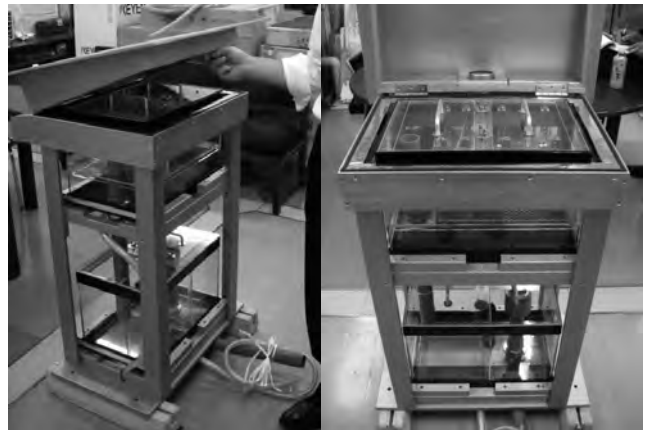


図2. 供試した水質浄化試験装置  
(左) 外観, (右) 正面

### 2.3 分析方法

上記のように設置した試験装置に下水処理水を導入し、試験を開始した。導入した処理水の流速は約 7L/分になるように調整した。導入した LCD 含有ガラス発泡体（粒径 1-3cm, 3-5cm, 5-10cm）（図1）、PDP 含有ガラス発泡体（粒径 1-3cm, 3-5cm, 5-10cm）（図1）を通水開始、4, 8, 12 週目に回収した。

回収したガラス発泡体を純水にて軽く洗浄後、乾燥炉にて  $100^\circ\text{C}$  で 10 時間乾燥させた。

各発泡体の乾燥重量を小数点以下 1 桁まで測定し、試験前の重量と比較することで重量減少率を求めた。

各発泡体について蛍光 X 線分析を行った。装置は日本電子株式会社製 JSX-3100RII を使用し、X 線照射径 7mm、フィルターなし、50kV で電流値は自動調整条件、真空条件にて測定した。FP 法（酸化物換算）にて CaO および全  $\text{P}_2\text{O}_5$  含有率(%)を算出した。

各発泡体の無機リン酸含有量は、発泡体 1g に対し 0.1mol/l 硫酸 200mL を添加、室温にて 2 時間抽出後、抽出液中のリン酸濃度をモリブデン青法<sup>(11)</sup>にて測定した。

### 3. 結果および考察

試験期間内におけるガラス発泡体の重量変化を図3に示す。その結果, 処理期間8週目において, LCDガラス発泡体およびPDPガラス発泡体ともに, 粒径1-3cmおよび3-5cmについて重量減少が認められた。粒径5-10cmにおいても処理11週目で重量減少が認められた。なお, 粒径4mm以下のものについても同様の試験を行ったが重量減少が大きいもので, 試験期間4週間で2割程度と大きかった(データ不掲載)。

試験期間におけるガラス発泡体の無機リン酸含有量の変化を図3に示す。その結果, LCDガラス発泡体およびPDPガラス発泡体ともに, 処理期間8週目までは処理期間依存的に吸着量は増加したが, 粒径1-3cmおよび5-10cmについては, 8週目以降頭打ちとなった。粒径3-5cmについては8週目以降も増加傾向にあった。

試験期間におけるガラス発泡体試験期間内のガラス発泡体中のCaO含有率, 全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率の変化を図4に示す。その結果, CaO含有率については, LCDガラス発泡体およびPDPガラス発泡体ともに, 粒径に関わりなく低下は確認されなかった。全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率については, 粒径に関わりなく処理期間依存的に増加する傾向が認められた。ただし, 全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率は概ね1-2%程度であるのに対し, 無機リン酸吸着量が10-25mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100gと大きな差異があった。これは, ガラス発泡体に下水処理水中の有機態リン酸が優先的に吸着しているためと推察した。

量および0.40%の全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率であり, その後の0.05N硫酸処理によって無機リン酸吸着量および全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率は検出下限未満にまで低下した。第2回目の水処理によって, 20.7 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100gの無機リン酸吸着量および0.83%の全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率にまで再度吸着した。PDPガラス発泡体では第1回目の水処理によって, 12.4 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100gの無機リン酸吸着量および1.15%の全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率であり, その後の0.05N硫酸処理によって無機リン酸吸着量および全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率は検出下限未満にまで低下した。第2回目の水処理によって, 8.5 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100gの無機リン酸吸着量および0.97%の全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率にまで再度吸着した。

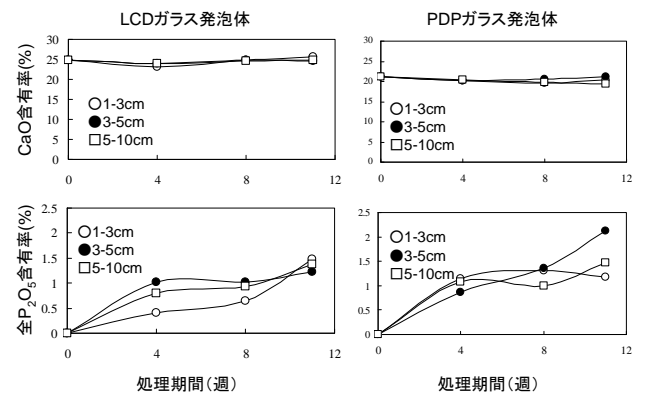


図4. 水質浄化試験期間におけるLCDガラス発泡体(左)およびPDPガラス発泡体(右)のCaO含有率(上)および全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率(下)の推移(各値はn=3の平均値)

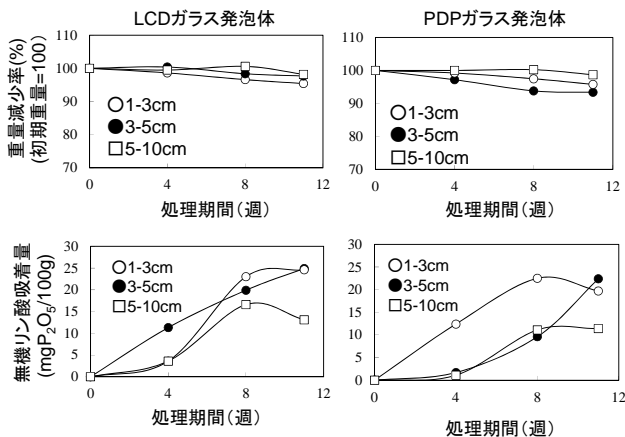


図3. 水質浄化試験期間におけるLCDガラス発泡体(左)およびPDPガラス発泡体(右)の重量減少率(上)および無機リン酸含有量(下)の推移(各値はn=3の平均値)

次に, ガラス発泡体の再生の可能性を検討した。すなわち, LCD・PDPの各ガラス発泡体(粒径1-3cm)を2010年1月12日から4週間水処理に供試した。さらにそのガラス発泡体1gに対し200mLの0.05N硫酸にて2時間溶出後, 水洗し, 乾燥させた。その脱リン酸させたガラス発泡体を2010年3月2日より再度4週間水処理に供試した。各段階の無機リン酸吸着量および全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率を測定した。その結果, LCDガラス発泡体では第1回目の水処理によって, 11.3 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100gの無機リン酸吸着

図3で示されたように, 粒径が大きいものほど試験期間中のガラス発泡体の重量減少率は小さかった。一方, 図4で示されたように試験期間中CaO含有率の低下が認められなかったことより, この重量減少は, ガラス発泡体中の構成成分(Ca等)の溶出によるものではなく, ガラス発泡体顆粒同士の磨耗によることが確認された。また, LCD・PDPの種別にかかわらず, 粒径5-10cmでは処理期間8週目までは重量減少が認められなかったため, 耐用期間は8週間ということになる。

図3で示されたように, 無機リン酸吸着量については, ある時点まで処理期間依存的に増加するもの, その後頭打ちになるケースが認められた。これは無機リン酸のガラス発泡体への吸着と, ガラス発泡体表面部分の磨耗による剥離(=リン酸の脱離)の両方の現象が起きており, 前者が優勢の場合はリン酸吸着量の増加が, 後者が優勢の場合はリン酸吸着量の低下が引き起こされる。すなわち, 両者のバランスが無機リン酸吸着量を規定しているものと推察した。粒径3-5cmにおいて無機リン酸吸着量が8週以降増加している点については, 図3で示された重量減少が8週—11週でわずかであり吸着無機リン酸の脱離が起きていないであろうという推測と矛盾していない。また, 無機リン酸吸着量はいずれの条件においても植物生育に必要な量10mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/100gを超えており, 使用済ガラス発泡体が植物栽培用資材として利用可能であることを確認した。

図4で示されたように全P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有率については, 粒径5-10cmではLCD・PDPの種別にかかわらず, 処理期間4週目までの

増加率が大きく、それ以降の変化率は小さかった。また、その含有率は1~2wt%とビーカーレベルでの結果と同程度であったことから、実排水を対象とした場合でも期待される効果が発揮されることが確認された。

以上の知見から、粒径5-10cmのLCD・PDPガラス発泡体を使用することが望ましく、1回の使用期間は全 $P_2O_5$ 含有率を指標とするならば4週間以下で、使用済発泡体は新たなものに交換するか再生して使用することが必要である。

ガラス発泡体の再生実験の結果、LCD・PDPの種別で傾向が異なるものの、また、再生前後では処理期間内の水温・気温等が異なるため単純な比較はできないが、再生後もある程度のリン酸吸着能を保持していた。重量減少の課題が克服できれば繰り返し使用ができる可能性が示された。参考値ではあるが、この再生実験の際の第1回吸着終了後の発泡体中のCaO含有率は、LCDガラス発泡体で23.2wt%およびPDPガラス発泡体で20.1wt%であったものが、リン酸脱離のための酸処理によって、それぞれ22.9および18.4wt%にまで低下したが、第2回吸着終了後にはそれぞれ23.4および19.4wt%にまで回復した。スケーリング等によって $CaCO_3$ 等が発泡体表面に沈着することで、リン酸吸着基であるCaの量が回復した可能性も否定はできない。再生処理後でリン酸吸着量の顕著な低下が認められなかったことと関係があるのかもしれない。

また、今回開発したガラス発泡体は吸水性を有する(例えば、PDPガラス発泡体5-10cmでは重量比で134%の水分を保持可能)ので、最終的には屋上緑化資材等に多段利用することが期待される。今後は、ガラス発泡体のリン酸吸着容量をさらに向上させることで、水処理効率、リン酸回収効率の向上をはかる必要がある。

#### 4. まとめ

本研究では、廃ガラス発泡体が下水処理水等に含まれるリン酸を吸着する能力について検証し、廃ガラス発泡体のリン酸吸着剤としての可能性を検討するため、廃ガラス発泡体と下水処理水の接触方法(粒径、処理期間等)によるリン吸着量及び廃ガラス発泡体と下水処理水の接触による磨耗状況を把握した。

その結果、LCD・PDPガラス発泡体ともに粒径5-10cmのものが処理期間中の重量減少率が最小であり、またその耐用期間は8週であること、および処理期間4週程度で全 $P_2O_5$ 含有率が頭打ちに近づくことを明らかにした。その際の全 $P_2O_5$ 含有率はビーカーレベルで明らかとなった吸着容量に相当するが、無機リン酸吸着量は15 mg  $P_2O_5$ /100g未満と全 $P_2O_5$ 含有率と比べ低かった。これは、ガラス発泡体に下水処理水中の有機態リン酸が優先的に吸着しているためと推察した。一方で無機リン酸吸着量は植物生育に十分な量を吸着していることも確認された。以上の結果から、1回の下水処理に供する期間は最大で4週間以内とし、使用済のガラス発泡体は希硫酸で処理し再生・リン酸を回収後、再度水処理に再使用するか、新たなものに交換することが望ましく、再使用した場合でも積算で8週間までにとどめることが望ましいことがわかった。使用済ガラス発泡体はその保水

性を生かし屋上緑化資材として多段利用できるものと期待される。

最後に、本研究を実施するにあたり東京都下水道局技術開発課のご協力を賜りましたので、ここに厚く御礼申し上げる次第です。

(平成23年5月20日受付、平成23年6月24日再受付)

#### 文 献

- (1) 越野正義：「リン酸肥料」、土壌・植物栄養・環境事典、松坂泰明・栗原淳監修、博友社、pp.256-257(1994)
- (2) 大村邦男：「家畜糞尿の活用と酪農地帯の環境保全」、北海道土壌肥料研究通信第42回シンポジウムと特集、物質循環からみた環境保全、北海道土壌肥料懇話会編、pp.17-24(1995)
- (3) 多賀光彦、那須淑子：「地球の化学と環境」、三共出版、pp.145(1994)
- (4) Nakazawa, R., Tomemori, H., Hirano, A., Mochizuki, H., An, P., Inanaga, S.: "Effects of application of porous glass materials treated with phosphate on the growth of tomato plants and phyto-available phosphate in soil." Soil Science and Plant Nutrition, Vol. 52, No.4, pp.540-544(2006)
- (5) ガラスびんリサイクル促進協議会：  
「カレット使用量、カレット使用率の推移」、  
[http://www.glass-recycle-as.gr.jp/data/pdf/data\\_01.pdf](http://www.glass-recycle-as.gr.jp/data/pdf/data_01.pdf)(2011)
- (6) 稲永忍、中澤亮二、留森寿士、平野亜津子、村上真由美、望月秀俊：「廃ガラス発泡体のリン酸吸着機構」、人間と環境、Vol.31, No.1, pp.11-16.(2005)
- (7) 原裕、鬼塚克忠、吉武茂樹、麻生夏雄、横尾磨美：「廃ガラス材を用いた斜面緑化工法の事例」、第33回地盤工学研究発表会、pp.2253-2524.(1998)
- (8) 鬼塚克忠、横尾磨美、原裕、吉武茂樹：「発泡ガラス材の工学的特性と有効利用の一例」、土と基礎、pp.19-22.(1999)
- (9) 中澤亮二、小山秀美：「廃ガラス発泡体のリン酸吸着能の改良とその特性」、東京都立産業技術研究センター研究報告、Vol.4, pp.1-6(2009)
- (10) 中澤亮二、小山秀美、荻原明、都竹進、西野芳紀、越智健一、須永竹英：「薄型テレビパネルガラスを原料としたガラス発泡体のリン酸吸着特性」、人間と環境、Vol.37, No.1, 11-16(2011)
- (11) 麻生末雄、後藤逸男、高木孝雄、武長宏、吉羽雅昭：「モリブデン青法」、無機化学実験書、東京農業大学農学部農芸化学科、pp.175-177(1985)

# 熱分解ガスクロマトグラフィー質量分析法の 異物分析への応用に関する研究

木下 健司\*<sup>1)</sup>

## Study on Pyrolysis-Gas Chromatography/Mass Spectrometry for Contamination Analysis Kenji Kinoshita\*<sup>1)</sup>

In order to construct a current system of contamination analysis, pyrolysis-gas chromatography/mass spectrometry (Py-GC/MS) was investigated and data collected. No databases are currently available for identifying the contaminants, because their targets are mainly synthetic polymers. Critical data on carbohydrates, natural resins, proteins, biological samples etc., were obtained in this study. Marker compounds for identification were also examined and were found to be effective for analyzing biological contaminants. The Py-GC/MS method is useful for contamination analysis, which will assist the identification with Fourier transform infrared spectrometry.

キーワード：熱分解ガスクロマトグラフィー質量分析法, 異物分析, データベース

Keywords : Pyrolysis-gas chromatography/mass spectrometry, Contamination analysis, Database

### 1. まえがき

現在, 異物分析に関する依頼試験ならびに相談は比較的多く, 週に数件の割合で新たな異物分析へ対応することが求められている。そのために, 短時間で信頼性の高い分析が要求される。異物となりうる対象は, 混入物や付着物等の外的異物のみならず, 不純物や析出物等の内的異物, そして物質欠落など多様であるため<sup>(1)</sup>, 測定対象について多角的に捉え, 総合的な判断を行うことが重要となる。即ち一つの異物に対して, 状態の確認には各種顕微鏡を用いた外観観察, 金属等の無機物成分の確認には元素分析, 樹脂片の特定等には有機物成分分析を行う必要がある。有機物系異物の分析には, 一般に主としてフーリエ変換赤外線分光分析法 (FT-IR) が使用されており, 迅速かつ微量での測定が可能であること, そして成分特定のためのデータベースが豊富であること等多くの利点を有する。その一方で, 試料が混合物など複雑な組成である場合には解析が困難であり, 異物特定に至らないだけでなく解析を誤る危険性も考えられる。それ故, 新たに異物分析の体制を改善することが必要であった。

新たな体制を検討するにあたり, 通常の FT-IR による分析に相補的な分析手法が必要と考えられ, 相補的な分析手法となるには実際の多くの試料に対応する迅速な測定能力を有し, FT-IR には得られない解析能力が求められた。有機物の解析に用いられる手法として, FT-IR の他にガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC/MS) や核磁気共鳴分光法 (NMR)

などが挙げられるが, 微量分析が可能であることや分離能力や同定能力に優れること, そして固体試料を煩雑な前処理を必要とせず分析が可能であることから熱分解装置を搭載した熱分解 GC/MS を選択した。熱分解 GC/MS は様々な研究分野で広く使われているものの, 異物分析に利用するには, 測定データについて比較するためのデータベースが十分ではないために, 測定から異物特定へ繋げることが困難であった。以上の背景から, 異物分析に対する体制を補強することを目的として, 熱分解 GC/MS を応用するための検討を行ったので報告する。

### 2. 方法

**2.1 測定試料** 多種多様な対象が異物となり得るために, ある特定の分野について対象を絞らずに広範囲にわたり市販品を含めて試料の収集を行った。合成高分子系試料を 113 種, 天然高分子系試料を 85 種, 生物系試料を 30 種, その他低分子系試料等を 78 種収集した。

**2.2 装置** 熱分解装置はフロンティアラボ製 PY-2020iD を用いた。ガスクロマトグラフ質量分析計はアジレントテクノロジー製 7890A/5975 C を用いた。発生ガス分析に用いるチューブには Restek 製 Rxi Guard Column (5 m×0.25 mm) を用いた。瞬時熱分解法に用いる分離用分析カラムは, アジレントテクノロジー製 DB-5MSUI (30 m×0.25 mm, 0.25 μm) を一般分析用に使い, 生物系試料については Phenomenex 製 ZB-MultiResidue-1 (30 m×0.25 mm, 0.25 μm) を用いて検討を行った。また, キャピラリー・フロー・テクノロジーモジュールであるスプリッターを搭載し, 分離

\*<sup>1)</sup> 城南支所

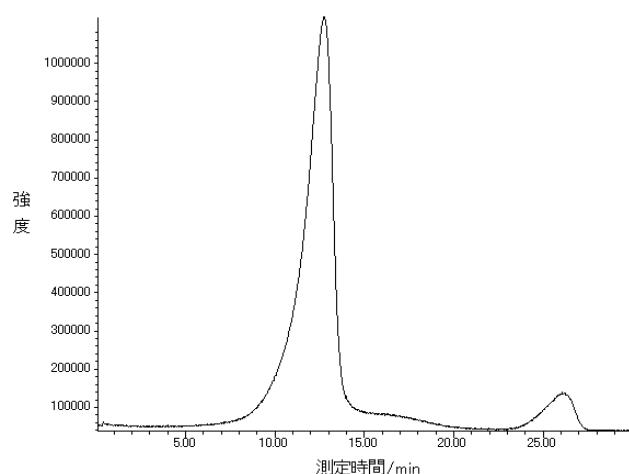


図1. サーマグラム例 (コピー用紙)

昇温速度を一定としているため、横軸は加熱温度として読み取ることも可能である。

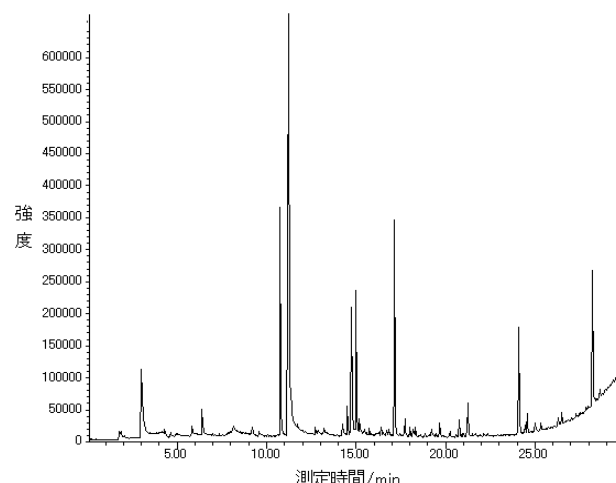


図2. パイログラム例 (ポリエチレンテレフタレート)

検出器である質量分析計で各ピークについて化合物の同定を行い、検出された化合物のパターンから元の試料を推定する。

分析において毎測定後にバックフラッシュを行うことにより、カラム内に残留する成分の除去を行った。

**2.3 分析手法** 通常の異物分析においては、測定対象を予め定めることができないために広い対象に対応できる分析条件が必要である。本研究に用いた熱分解装置には加熱方式が数種類あり、ある温度範囲について一定の速度で昇温させる「発生ガス分析法」ならびに数百度の高温で瞬時に試料を分解させる「瞬時熱分解法 (以下熱分解法)」がある。発生ガス分析法は試料を昇温加熱しながら試料に存在する低分子成分を揮発させたり、固体試料を熱分解させたりすることで気化し、発生したガス成分を直接検出器へ導入する手法であり、測定時間 (加熱温度) とガス発生の関係を示したサーモグラムが得られる。例を図1に示す。サーモグラムより、混合物か否かの確認、さらに熱分解法における最適加熱温度を求めることができる。そのために、発生ガス分析法は熱分解GC/MSによる異物分析の第一段階として使用した。

一方、熱分解法は試料を瞬時に分解させ気化した後に、GC/MSで分離検出を行う手法であり、分離した熱分解生成物を示したパイログラムが得られる。例を図2に示す。得られたパイログラムを基に、検出した個々の熱分解生成物を解析して元の対象成分の特定が期待されることから、異物分析の第二段階として使用した。

**2.4 データベース検索** 得られたサーモグラムおよびパイログラムについて、データベースとの比較を行う際に、ピーク成分を一つずつ解析していく方法の他に、パソコン上での自動検索を検討した。その為に検索用ソフトウェアとしてF-Search (フロンティアラボ製) を使用し、得られたデータを登録した。

**2.5 油系試料の識別** 異物分析においてはある程度成分の素性が判明しており、比較対象との比較を目的とすることがある。油系試料は鉱物油系、合成油系、植物油系などに分類されるが、その中で実際の異物分析の対象として

特に鉱物油を主成分とした試料が多くみられた。FT-IRによる測定では鉱物油系である事は判明するものの、混在する微量成分の特定や基油の識別などを明確に行うことは困難である。そのために、熱分解GC/MSの装置を用いた識別の方法を検討した。

**2.6 マーカー化合物の検討** 血液等の試料の場合、成分が生体由来であるかどうかを重要とされ、FT-IRでは十分な結果を導くことができないことがある。これらの点に対応するために、特定や比較の上で重要となるマーカー化合物の探索を行った。

### 3. 結果

**3.1 測定条件** 異物分析においては、通常測定試料の成分が未知であることが多いために、一般条件として全てのサンプルに対応する条件でなければならない。第1段階として選択した発生ガス分析においては、100℃を起点に昇温速度を20℃/minとして測定を行った。全測定サンプルのうち、一部のシリコーン系高分子化合物および二酸化炭素を発生する炭酸塩等を除き、最高温度が700℃で熱分解が終了したことから、試料情報を得るための未知試料測定条件の温度範囲を100℃から700℃までとした。

第二段階とした熱分解法については、一般条件のための条件として分離用カラムの最適な極性を検討した。無極性、微極性、極性の3種のカラムを検討した結果、微極性カラムによりバランスの良い分離が達成された。また、GCオープン温度は最低温度を40℃とし、最高温度を320℃として昇温速度を10℃/minとすることで比較的バランス良く分離が達成された。

**3.2 データベース検索** サンプル種によりパイログラム上の主成分が二酸化炭素となることがあるが、二酸化炭素は試料を特徴づけるものとはならない。パイログラムを登録する際には、主要ピークの質量スペクトルを積算した

表1. データベース自動検索結果

測定データ：血液		
検索順位	データベース化合物	一致率(%)
1	血液	95
2	かさぶた	92
3	皮膚(ささくれ)	88
4	クロレラ	86
5	魚粉	86

測定データ：藍藻(スピルリナ)		
検索順位	データベース化合物	一致率(%)
1	スピルリナ	98
2	クロレラ	91
3	クラミドモナス	90
4	フケ	89
5	イトミミズ	87

ものを情報として入れ込むために、該当するサンプルについて情報を登録すると、試料の性状の全く異なるものが検索結果の上位に現れる可能性が生じる。そのために、幾つかの対象サンプルについて二酸化炭素などを除いた情報を登録し、検索における信頼性の向上を試みた。

自動検索例として、データベースへ登録していない測定データについて、検索を行った。結果を表1に示す。現在市販されているデータは工業材料に関するものが多いものの、表1に見られるように、生物系の試料においても性状の近い物質や生物が検索結果の上位を占めた。上記の結果より、新たに作成したデータベースが異物解析へ活用できる可能性が期待された。

**3.3 油系試料の識別** 潤滑油など鉱物油にはパラフィン系やナフテン系の基油，ならびに酸化防止剤など様々な添加剤が含まれており，一部には合成油なども用いられている<sup>(2)</sup>。よって，上記の成分を分離することにより識別が可能となる。また，基油は高沸点の成分が多いために，3.1で示した一般条件のうち，最高温度の状態を15分間保持させることにより，基油成分を溶出した。図3に示すように，低級アルケン化合物等の低沸点成分，添加物や高級脂肪酸等，ピークの塊として検出される基油成分を確認することができた。

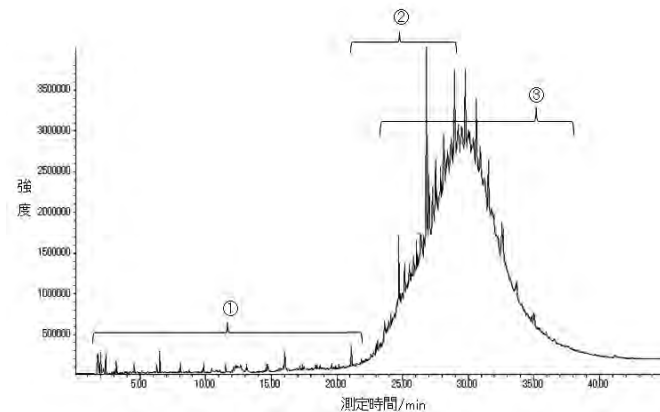


図3. 油系サンプルのピログラム例  
(潤滑油とオリーブオイルの混合物)

- ①低級アルケンなどの低沸点化合物
- ②添加剤や高級脂肪酸化合物などがピークとして検出される
- ③基油が個々に分離されずに溶出される。

また，基油自体についてもピークの塊の部分について比較する際に，質量電荷比( $m/z$ ) 57, 83, 97についてマスキロマトグラムを調べることで，図4に示すように，パラフィン系およびナフテン系化合物等の存在を目立たせることができ，基

油部分についてさらなる詳細な比較を行うことが可能であった。

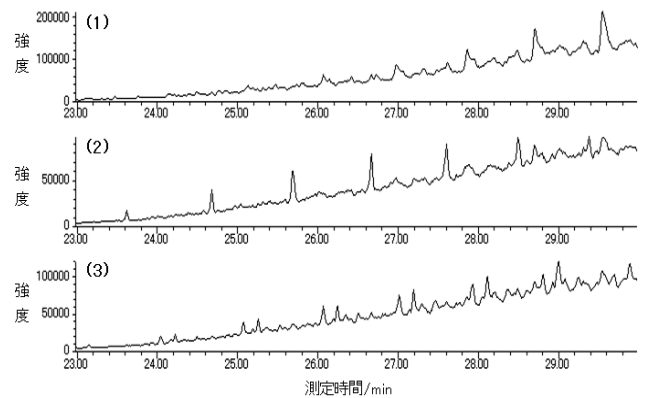


図4. 基油成分部分におけるマスキロマトグラム(拡大)

- (1)  $m/z$  57: パラフィン系炭化水素の確認を容易にする
- (2)  $m/z$  83: ナフテン系炭化水素の確認を容易にする。
- (3)  $m/z$  97: その他ナフテン系炭化水素などの確認を容易にする。

以上より，FT-IRで識別が困難であった鉱物油系試料について，明確な識別を可能とする条件を導くことができた。

### 3.4 生物系サンプルにおけるマーカー化合物

#### 3.4.1 植物組織

植物細胞は細胞を構成する一部である細胞壁を有しており，細胞壁の主成分はセルロースからなる。そのために，熱分解GC/MSで測定を行うとセルロースの主要熱分解化合物であるレボグルコサン(図5)が検出される<sup>(3)</sup>。セルロースを含むサンプルは様々であり，レボグルコサンはマーカー化合物の一つとなるもののそれ以外の成分が重要となる。得られたピログラムには特徴として多価フェノール誘導体(図5;例メトキシオイゲノール)が検出され，木材には顕著に確認された。

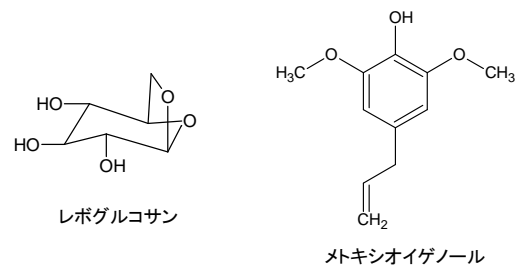


図5. 植物組織分析における特徴的な熱分解生成物の例

検出された芳香族化合物は，リグニンの熱分解生成物やその他の植物組織内で生合成された天然の芳香族化合物に由

来するものと考えられ、それらをマーカー化合物とすることにより植物組織の存在を示唆することが可能となった。

**3.4.2 動物組織** 動物組織をFT-IRで測定すると、主成分としてタンパクに関連するスペクトルが観察されるものの、それ以外に得られる情報は少ない。一方熱分解GC/MSで測定を行うと、主成分としてタンパク質に関連する数多くの比較的小さなピークや、高級脂肪酸化合物、脂肪酸エステル、脂肪酸アミドをはじめとする脂質由来のピークが検出された。脂質のパターンはヒト由来の組織であっても、皮膚(ささくれ)、血液、フケなどの試料の間に相違が確認された。動物組織から検出される化合物として、その他に数種のステロイドが検出された。例として、図6にヒト血液のパイログラムを示す。パイログラム上には測定時間30分以降に3種のステロイドが検出された。

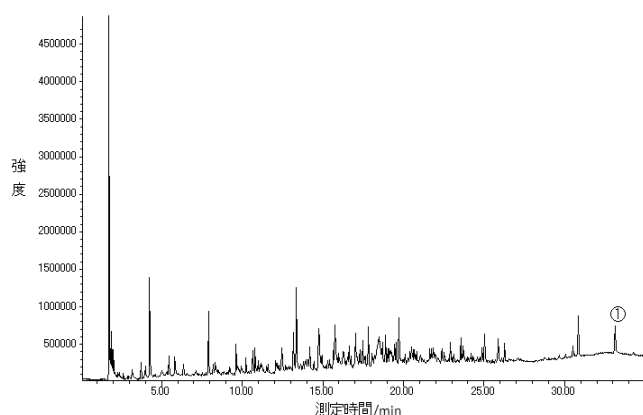


図6. ヒト血液のパイログラム

生物試料にはステロイドが検出されるが、ステロイドは生物種によって異なっており、微細藻類であるクラミドモナスからはヒト血液とは異なるステロイドが検出された。図7にパイログラムを示す。

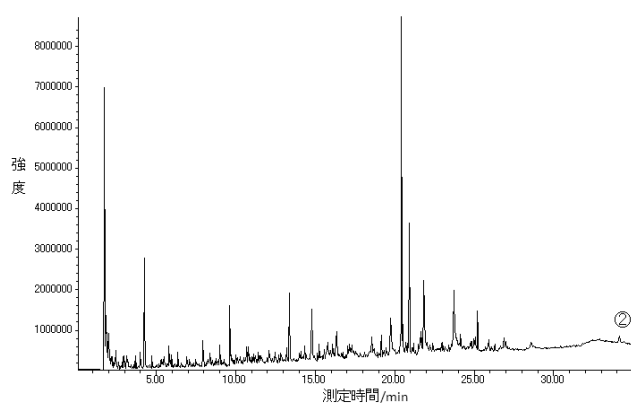
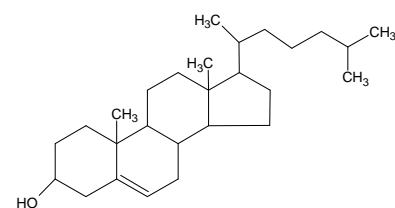


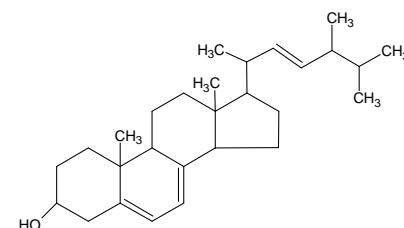
図7. クラミドモナスのパイログラム

パイログラム上に確認された代表的なステロイドを図8に示す。以上の結果より、タンパクや脂質以外の情報として、ステロイドのパターンを利用することにより、各動物組織の

存在を確実にすることが可能となった。



コレステロール(図6-①において検出)



エルゴステロール(図7-②において検出)

図8. 検出されたステロイド化合物の例

#### 4. まとめ

異物分析に関する技術改善のために、熱分解GC/MSを応用することを目的として、幅広い対象で約300種類の試料について測定データを集め、新たなデータベースの構築を図った。また、生物試料等では識別を特徴づけるマーカー化合物の探索を行った。本研究で得られた知見を基に熱分解GC/MSを応用することで、現在異物分析における第一選択となっているFT-IRを補完する手法として有用であり、本法による依頼試験における飛躍的な解析可能範囲の拡大が期待される。今後は特にFT-IR単独では解析が困難である生体由来の試料等をはじめとして、データ数を増加させることにより対象範囲の拡大を図り、利用価値を高めていく予定である。

(平成23年5月20日受付, 平成23年7月5日再受付)

#### 文 献

- (1) 異物の顕微赤外スペクトル集—相補改訂版—, p. 9-12 技術情報協会 (2008年)
- (2) 潤滑経済 臨時増刊号 No.513, p.22-28 および 177-198, 潤滑通信社 (2008年)
- (3) Serban C. Moldobeanu, *Analytical pyrolysis of natural organic polymers*, p.237-256, Elsevier, Amsterdam, 1998.



## 論文

## インクジェット式三次元造形機を用いた二色成形による材料・製品設計

西川 康博\*<sup>1)</sup> 阿保 友二郎\*<sup>1)</sup>Design and fabrication of materials and products by two-color molding  
with ink-jet type rapid prototypingYasuhiro Nishikawa\*<sup>1)</sup>, Yujiro Abo\*<sup>1)</sup>

The design and fabrication of materials and products with ink-jet type 3D rapid prototyping was discussed in this paper. At first, the tensile properties of two kinds of UV light-curing resins, which were used as a reinforcement and matrix of composite materials, were evaluated. Secondly, the unidirectional reinforcement composite materials were fabricated. The tensile modulus and tensile strength of the composite material with the 40% reinforcement volume fraction were about 67% and 62% higher than those of the matrix resin, respectively. Based on all experimental results, the nonlinear spring was fabricated using the two-color molding technique.

キーワード：インクジェット，造形機，引張特性，複合材料，製品設計

Keywords：ink-jet, rapid prototyping, tensile property, composite material, product design

## 1. まえがき

近年，三次元 CAD データを一定間隔でスライスした断面形状を作成し，その断面形状を積み上げるにより立体構造物を造形する三次元積層造形法あるいはラピッドプロトタイピングと呼ばれる方法によって試作品や工業製品の開発が行われている。この三次元積層造形法には，光造形法，粉末焼結法，インクジェット法など様々な手法がある。中でもインクジェット法では，ノズルから接着剤を滴下させて粉末同士を接合させる，あるいは光硬化樹脂を滴下させて，即座に紫外線光を照射させ硬化させるなどの方法により，高精度かつ高速に対象物を積層造形することができる。この手法を用いて，例えば人工骨の開発などへの応用が進みつつある<sup>[1]</sup>。

上述の造形法では試作品のみならず，多品種少量の製品あるいは部品であれば，直接，製造も可能であると考えられる。新しい機能を有する光硬化樹脂の開発，優れた造形能力を有する装置の開発が進む中，インクジェット式三次元造形機を製造・開発ツールとして活用し，それを用いて製品を設計・製作する事例が，今後ますます増加するといえる。

そこで本研究では，二色成形が可能なインクジェット式三次元造形機を用いて，(1) 原材料である 2 種類の光硬化樹脂の引張特性の評価，(2) 特徴的な成形手法である積層成形を活かした一方向強化複合材料の製作と評価，および，

(3) 非線形ばねの製作とそのばね特性の評価，を行い，造形機を用いた材料および製品の設計・製作に関する基礎技

術について検討した。

## 2. 試験方法

2.1 成形方法 試験片の成形にはインクジェット式三次元造形機 (CONNEX500 : Objet 製) を用いた。本装置の特徴は，同時に 2 種類の光硬化樹脂を使用することができる点である。本研究では，硬化後に柔軟な材料特性を示す樹脂 (FULLCURE 430 DURUSWHITE : Objet 製，以後，樹脂 M と呼ぶ) と，剛性のある樹脂 (FULLCURE 840 VEROBLUE : Objet 製，以後，樹脂 R と呼ぶ) の 2 種類の光硬化樹脂を用いた。

図 1 に成形中の様子を示す。ここで，プリンターヘッドの移動方向を X 軸，それと直角方向を Y 軸，また，積層方向 (高さ方向) を Z 軸とした。各方向における解像度は 600 × 600 × 800 dpi である。

2.2 試験片 試験片は JIS K 7139 (多目的試験片 A 形) に準拠した。成形方向の違いによる樹脂の引張特性の違いも評価するために，試験片の長手方向が X 軸，Y 軸，Z 軸および X 軸と Y 軸に対して 45° 方向 (XY<sub>45</sub> 軸)，Z 軸と X 軸に対して 45° 方向 (ZX<sub>45</sub> 軸) となるような樹脂 M および樹脂 R のみから成る試験片を成形した。以後，これらの試験片を M-X, M-Y, M-Z, M-XY<sub>45</sub>, M-ZX<sub>45</sub> 試験片および R-X, R-Y, R-Z, R-XY<sub>45</sub>, R-ZX<sub>45</sub> 試験片と呼ぶ。

図 2 に一方向強化複合材料試験片の模式図および各試験片の断面図を示す。ここで，樹脂 M を母材の原材料とし樹脂 R を強化材の原材料とした。図に示すように，強化材の形状および寸法は，幅 2mm，厚さ 0.4mm の梁形状とした。強化材は断面に対して均等に配置した。また，強化材の体

\*<sup>1)</sup> 電子・機械グループ

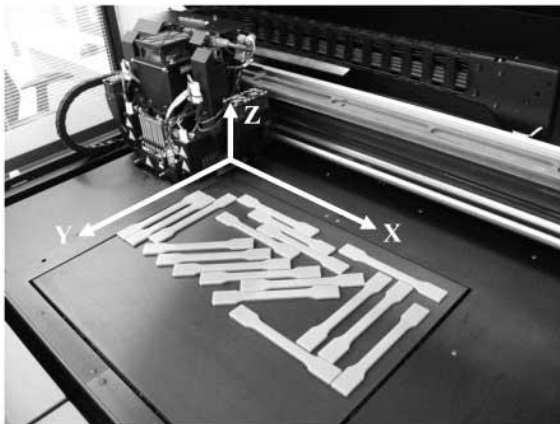


図1. 成形中の様子

積含有率を 10%, 20% および 40% と変化させた。成形方向は X 軸のみとした。以後、これらの試験片を COMP-10, COMP-20 および COMP-40 試験片と呼ぶ。

各試験片ともに試験室環境下（温度  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、湿度  $50 \pm 5\%$ ）において 48 時間以上放置した後、引張試験を実施した。

**2.3 非線形ばねの製作** 変形の途中でばね定数が変化する非線形ばねの設計・製作を行った。図 3 に製作した非線形ばねの様子を示す。比較のために樹脂 M および樹脂 R のみからなるばね（以後、M-Spring および R-Spring と呼ぶ）も製作した。全てのばねにおいて、外径を 35mm、線径を 5mm、ピッチ角を  $7.5^\circ$ 、また、有効巻き数を 6 とした。

各試験片ともに試験室環境下（温度  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、湿度  $50 \pm 5\%$ ）において 48 時間以上放置した後、圧縮試験を実施した。

**2.4 試験方法** 引張試験方法は JIS K 7161 に準拠した。試験には万能材料試験機（オートグラフ AG-100kNX：島津製作所製）を用いた。変位制御とし、変位速度を 1mm/min とした。全ての試験ともに試験室環境下（温度  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、湿度  $50 \pm 5\%$ ）で実施した。

非線形ばねの圧縮試験には万能材料試験機（マイクロオートグラフ MST-I type HR：島津製作所製）を用いた。変位制御とし、変位速度を 10mm/min とした。試験は温度  $18 \pm 2^\circ\text{C}$ 、湿度  $38 \pm 5\%$  の環境で実施した。

### 3. 試験結果および考察

**3.1 光硬化樹脂の引張特性** 表 1 に各試験片の引張弾性率および引張強度を示す。表より各樹脂において、成形方向が X 軸、Y 軸および  $XY_{45}$  軸である試験片は、引張弾性率および引張強度は、ほぼ同じであった。このことから、樹脂 M および樹脂 R の材料特性はともに XY 平面においては等方性を示すといえる。一方、成形方向が Z 軸および  $ZX_{45}$  軸である試験片は、他の試験片と比べ、引張弾性率が高く、一方、引張強さは低いという結果を示した。このことから、樹脂 M および樹脂 R における Z 軸方向の材料特性は、X 軸および Y 軸方向のそれとは異なることがわかった。

造形装置の解像度から、成形される材料は理想的に一边が数十  $\mu\text{m}$  の組織で構成される。この組織は、X 軸、Y 軸と

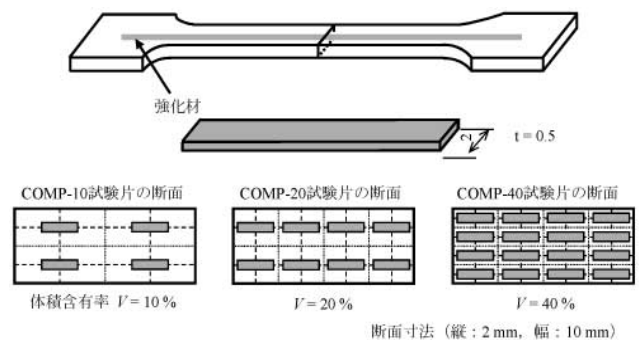


図2. 一方向強化複合材料試験片の模式図



図3. 非線形ばねの様子

比較して Z 軸に扁平であると考えられ、このような内部構造が方向によって異なる材料特性を生じさせた一因と考えられる。

**3.2 一方向強化複合材料の引張特性** 図 4 に COMP-10, COMP-20 および COMP-40 試験片の荷重-変位線図を示す。図より、各複合材料の荷重-変位線図は強化材の体積含有率が増加するに伴い、母材である M-X 試験片の荷重-変位線図から強化材である R-X 試験片のその傾向に近づくことがわかる。図 5 に強化材の体積含有率と引張弾性率の関係を示す。図には、複合則<sup>2)</sup>から求めた理論引張弾性率も示した。また、図 6 に強化材の体積含有率と引張強度の関係を示す。両図に示すように、強化材の体積含有率が増加するに伴い、引張弾性率および引張強さは向上する。Comp-40 試験片の引張弾性率および引張強さは、母材樹脂である M-X 試験片のそれらと比較すると、それぞれ約 67% および 62% 向上した。

図 5 で示したように、引張弾性率の実測値はその理論値と比べてわずかに高くなった。ここで図 7 に COMP-40 試験片の断面の観察写真を示す。図に示すように、強化材の断面は完全な矩形形状ではなかった。樹脂 M と樹脂 R の接合部では、両樹脂が交互に積層された構造をなす。このため、設計した強化材の体積含有率よりも実際の体積含有率は大きくなった結果、引張弾性率も高くなったといえる。

**3.3 非線形ばねのばね特性** 図 8 に M-Spring および

R-Spring の荷重-変位線図を示す。図より荷重と変位は線形関係を示すことがわかる。さらに、両ばねにおけるばね定数（線図の傾き）と、ばねの外径，線径，有効巻き数および材料の横弾性定数から求めた理論ばね定数<sup>[3]</sup>を表2に示す。表に示すように、ばね定数の実測値とその理論値には大きな差が生じた。この差は、樹脂の引張特性以外の要因、例えば自重による寸法の経時変化などもあり、原因の解明は今後の課題である。

図9に、非線形ばねの荷重-変位線図を示す。図より、変形途中でばね定数が変化することがわかる。図10に非線形ばねの変形の様子を示す。初期においては、主に樹脂Mで形成されたばね部分に変形する。その後、ばね同士が接地し、続いて樹脂Rで形成されたばね部分に変形する。このように、インクジェット式三次元造形装置を用いることで、非線形ばねのような特徴ある製品の製造が可能であることが示された。

表1. 各試験片の引張弾性率および引張強度

試験片名	引張弾性率 [GPa]	引張強度 [MPa]
M-X	0.995	15.4
M-Y	0.952	14.6
M-XY <sub>45</sub>	0.954	15.7
M-Z	1.09	11.8
M-ZX <sub>45</sub>	0.985	13.1
R-X	2.15	37.1
R-Y	2.13	37.3
R-XY <sub>45</sub>	2.22	37.3
R-Z	2.71	34.7
R-ZX <sub>45</sub>	2.68	36.8

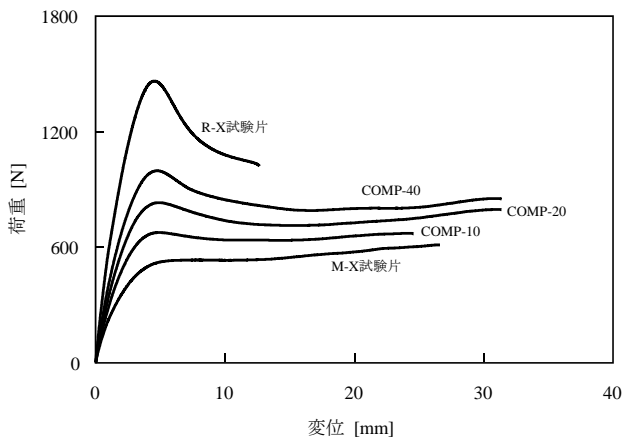


図4. 一方強化複合材料の荷重-変位線図

#### 4. まとめ

本研究では、造形機を用いた材料および製品の設計・製作に関する基礎技術について検討した。以下に得られた結果を示す。

(1) 原材料である2種類の光硬化性樹脂の引張弾性率および引張強さを取得した。また、各樹脂の材料特性は、プリンターヘッド移動方向軸とそれと直角方向軸から成る平面内においては等方性であるが、それと比べて積層方向軸では異なる特性を示した。

(2) 一方強化複合材料においては、強化材の体積含有率が増加するに伴い、引張弾性率および引張強さは向上した。強化材の体積含有率が40%である強化プラスチックの引張弾性率および引張強さは母材樹脂のそれらと比較すると、それぞれ約67%および62%向上した。

(3) 二色成形法により非線形ばねを製作した。このことから、インクジェット式三次元造形機を用いて特徴ある製品の製造を行うことができることが示された。

今後、製品の強度設計・製作における課題を克服しつつ、本成果を実際の製品開発に応用する予定である。

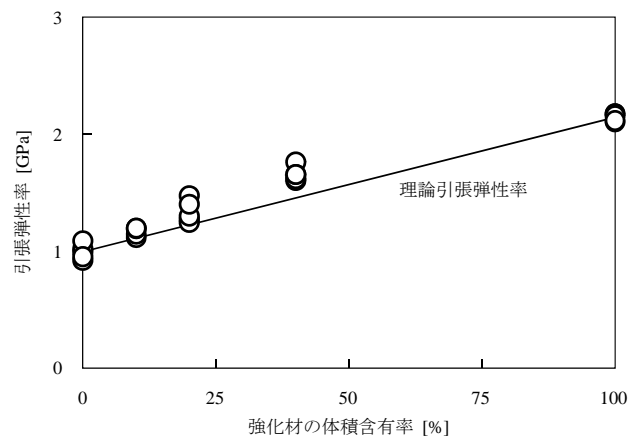


図5. 強化材の体積含有率と引張弾性率の関係

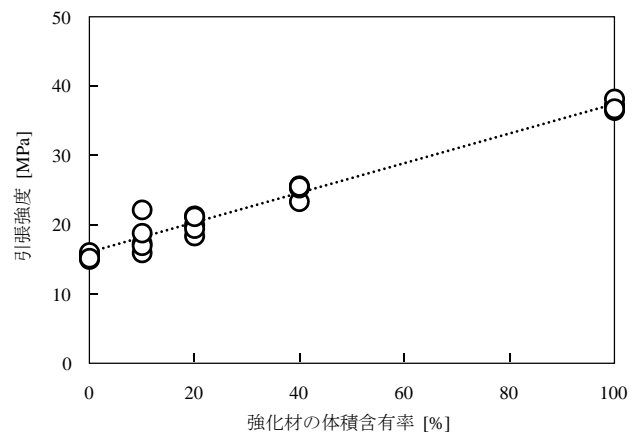


図6. 強化材の体積含有率と引張強度の関係

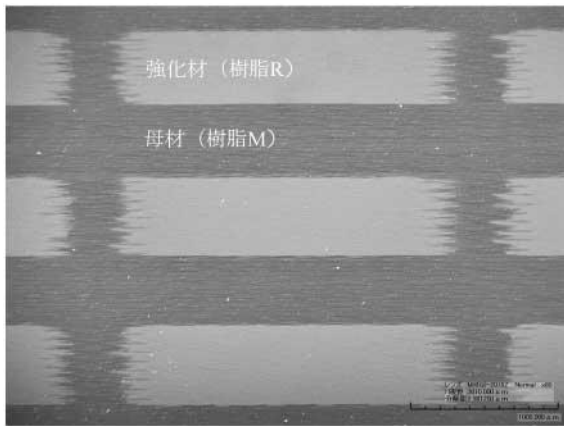


図7. COMP-40 試験片の断面の観察写真

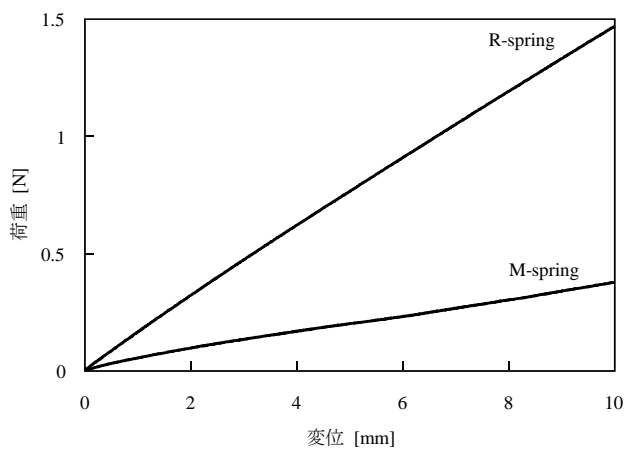


図8. M-Spring および R-Spring の荷重-変位線図

表2. ばね定数の実測値と理論値

試験片名	ばね定数 [N/mm]	理論ばね定数 [N/mm]
M-spring	0.036	0.11
R-spring	0.14	0.23

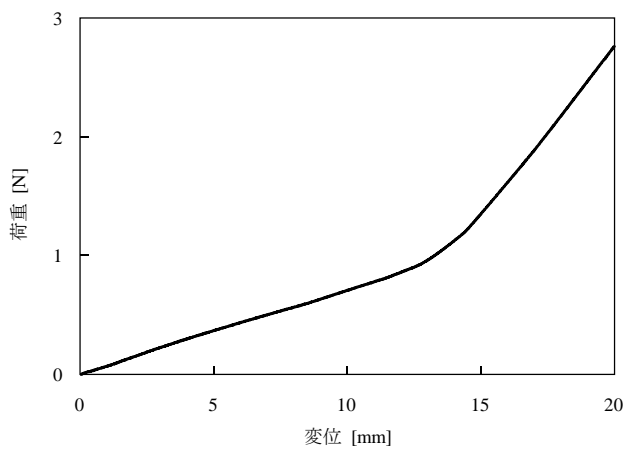


図9. 非線形ばねの荷重-変位線図

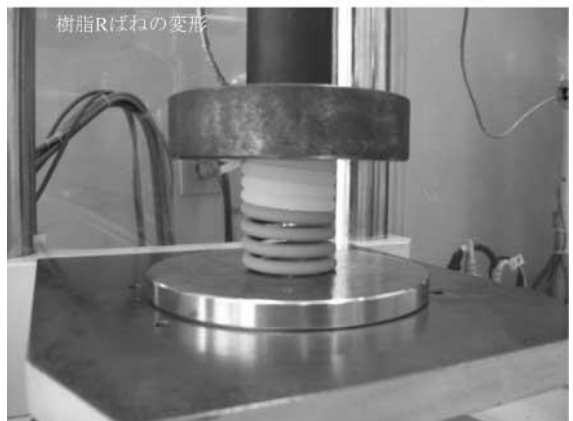
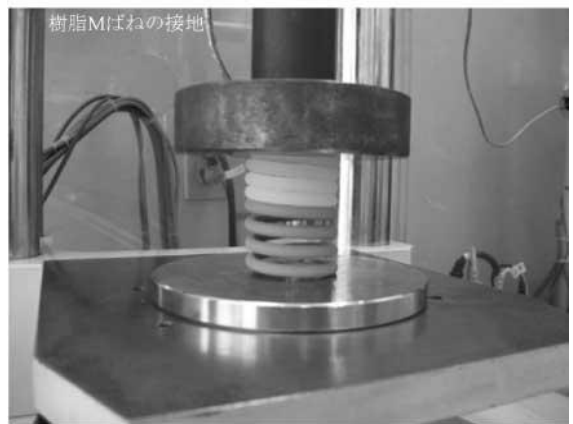
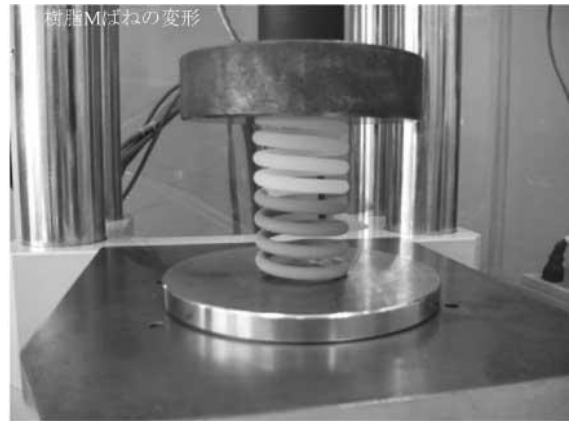


図10. 非線形ばねの変形の様子

(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 6 月 15 日再受付)

## 文 献

- (1) 社団法人 日本セラミックス協会, “環境調和型新材料シリーズ 生体材料”, pp.111-114 (2008)
- (2) 宮入裕夫, 池上皓三, 金原勲, “複合材料入門”, pp.51-53 (2003)
- (3) 社団法人 日本材料学会, “機械設計法”, p.244 (2001)

## 論文

# 高速デジタル回路基板における設計ルール (基板端距離と信号ガードパターン) に関する考察

佐野 宏靖\*<sup>1)</sup> 佐藤 研\*<sup>1)</sup>

## Design rules check for designing high speed print boards by experiment

Hiroyasu Sano\*<sup>1)</sup>, Ken Sato\*<sup>1)</sup>

Printed circuit board design rules for noise reduction are very important. The names of design rules themselves are well-known to those who design printed circuit boards, however, parameters for each rule are not well-known nor publicized.

The authors have chosen two well known rules: "pattern line distance from a board edge" and "gap and width of guarded GND pattern" to examine. Then, at first, we made several sample boards to get actual measurement data for those design rules. Secondary, we compared them with those generated by a simulator to assess the accuracy of the simulation. With the results, we modified simulation models to make them more accurate. As a result, we obtained accurate parameters for selected design rules and concluded that using the simulator was sufficiently effective to design printed circuit boards.

キーワード：SI, EMI, 3次元電磁界シミュレータ, 基板設計ルール, 電波暗室

Keywords：SI, EMI, 3D micro wave simulator, PCB design rule, anechoic chamber

### 1. まえがき

近年、電子機器の低電圧化、高速化に伴い、信号品質(SI)の確保や増大する電磁波放射ノイズ(EMI)対策が課題となっている。数百 MHz 以上の通信を行う製品では、基板製造後の段階では根本的なノイズ対策を行うことが難しく、設計変更により基板の再製造に至ることが多い。これら対策手法の一つとして EMI 対策を考慮した基板設計ルールを用いる手法がある。このルールは多数あるが、ルールの効果などが公表されていないことが多い。

本研究の目的は、EMI 対策基板設計ルールの対策前後のデータを蓄積し、平成 22 年度に導入した電磁界シミュレータ (CST 社 MW STUDIO) を用いて、モデリング手法やモデルの問題点を把握し、実基板とシミュレーションの差異を確認することである。さらに、実験より得た結果をドキュメントとしてまとめ、100MHz 帯のノイズ対策手法の情報共有化を行い、当センターにおける高速デジタル回路用基板設計の支援体制を強化する狙いがある。

はじめに EMI 対策基板設計ルールについて調査し、次に基板を製作評価し、ルールごとの対策効果を把握した。これらのデータを基にシミュレーション結果と比較した。

### 2. EMI 対策基板設計ルールの調査

平成 22 年度から導入した EMI 対策チェックソフト (NEC 情報システムズ DEMITASNX) に内蔵されている優先順位

を基に表 1 の順位と項目を作成した。

表 1. EMI 対策基板設計ルール

優先順位	EMI 対策ルール項目
1	リターンパスの不連続
1	GV プレーンまたぎ
2	信号ガードパターン
3	差動信号配線
3	基板端距離
3	配線長
4	SG パターンピッチ間隔
4	インピーダンス整合
5	クロストーク
5	ビア数
5	フィルタ挿入距離

優先順位の上位に「信号ガードパターン」と「基板端距離」のルールがあるが、公表されている実測データなどが少ない。そのため、このルールについて複数のパターンを作製し、検討、評価を行った。図 1 に各ルールのパラメータを示す。

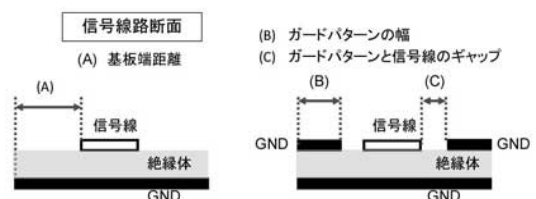


図 1. 基板端距離ルール (左) と信号ガードパターンルール (右)

\*<sup>1)</sup> 電子・機械グループ

### 3. 実験方法

3.1 製造基板種類 各ルールに対しパラメータを振り SI/EMI にどのような影響を及ぼすか確認した。

ルールによる切り分けをわかりやすくするため、回路構成は極力シンプルにした。図 2 に実験回路を示す。CN1 から単 4 乾電池を接続し、電圧を供給する。IC3 の降圧レギュレータ (TI: TPS71733DCKT) で 3.3V に落とし、X1 の水晶発振器 (京セラ: KC5032C100.000C30E00) で 100MHz を発生させ、IC2 の 1 ゲートロジックインバータ (東芝: TC7SZ04FU) に入力し、IC2 の 4pin からマイクロストリップライン経由で負荷 R1 をドライブする。

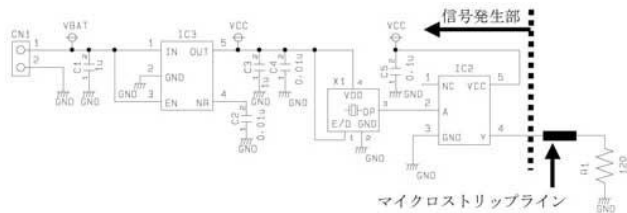


図 2. 実験回路

図 3 に測定基板を示す。基板端距離は 20H ルール<sup>(1)</sup>より決めた。20H ルールとは一般的に電源 GND 間のリターンプレーンを確保するためのものであるが、今回のパターンに適用できると考えたため、 $H=1.6\text{mm} \times 20$  より 32mm とし、基板縦幅を 65mm とした。発振器位置を固定したまま、パターンによる影響を見るため、様々な方向に曲げられるよう、マイクロストリップラインを 100mm に設定し、電池配置などを考慮して基板横幅を 150mm とした。

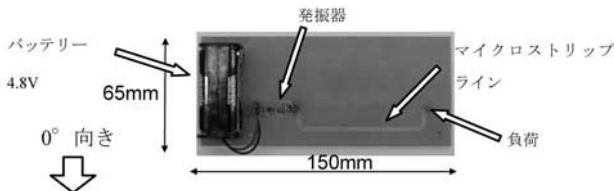


図 3. 測定基板

図 4、図 5 に実験基板を示す。



図 4. 基板端距離の種類

(左) 基板端距離 32mm (中) 基板端距離 10mm (右) 基板端距離 3mm

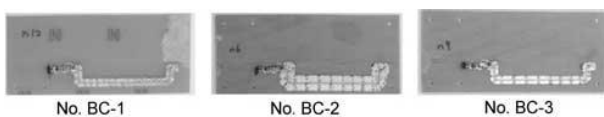


図 5. 信号ガードパターンの種類 (基板端距離 10mm)

(左) ガードパターン幅:3mm ギャップ:0.3mm  
(中) ガードパターン幅:6mm ギャップ:0.6mm  
(右) ガードパターン幅:3mm ギャップ:0.6mm

マイクロストリップラインの設計情報として、基板厚みは 1.6mm、パターン幅は 0.35mm、厚みは  $18\mu\text{m}$ 、基材は FR-4 とした。設計値としては特性インピーダンスが約  $120\Omega$  になるようにした。

使用した IC のパッケージタイプは SSOP の 0.65 ピッチである。抵抗とコンデンサはすべて 1005 サイズで回路を極力小さくするようにした。

通常、負荷にコンデンサを追加するとコンデンサに流れる高周波成分が増えるため、ノイズがさらに増える傾向になるが、今回はなるべくパラメータを少なくするため抵抗負荷のみにした。

3.2 波形観測 デジタルオシロスコープ (Tektronix DSA70604) で、各基板の波形の変化を確認した。使用するプローブは、GND リードのインダクタンスによる影響を極力小さくするため、差動アクティブプローブ (Tektronix P6248) とした。これを用いてシングルエンド測定を行う。プロービングの際にはデジタルオシロスコープの GND と基板の GND をつなぎフローティング電位を 0V にした。

また、マイクロストリップラインのインピーダンスを測定するため TDR 測定器 (Tektronix DSA8200, 80E04 型 20GHz) と専用プローブ (P8018 型) を使用した。

3.3 遠方界 基板からの放射ノイズを 3m 電波暗室で測定した。高さ 1m の発砲スチロールの上に測定基板を設置し、30MHz~1GHz の放射ノイズを  $0\sim 360^\circ$  回転させて測定したところ、100MHz ステップでしかレベルが観測されなかったため、測定点は 100MHz ステップごとのピンポイントとした。

パイログアンテナでの測定では給電点が 1GHz と 30MHz で大きく異なり誤差が多くなるので、ログペリアンテナとバイコナルアンテナを使用し、計測による測定誤差を極力小さくするようにした。

床面を吸収体にする予定であったが、ハイトパターンを取る際にアンテナ位置を 2~4m にした場合、反射経路が吸収体を通らない可能性があるため、反射による誤差が大きくなってしまった。そのため、床下は金属面にし、一定条件になるようにした。

今回の基板は水平偏波が多いので水平波のみの測定にした。測定方法は以下の通りに行い、基板から発生するノイズのピーク値を検出した。

- (1) ハイトパターンの測定
- (2) ピーク値を検出した高さでアジマス測定
- (3) ピーク値を検出した角度をアンテナ正面に向けて QP 測定

### 4. 測定結果と考察

4.1 波形観測 図 6 に No.A-2 と No.A-3 のデジタルオシロスコープでの測定結果を示す。図より基板端距離による波形の変化がほぼないことがわかる。

図 7 に No.BC-1 の測定結果を示す。図 7 左図と図 6 左図の立ち上がり比べてみると波形に差がでてい

ガードパターンを追加することで、容量成分が増えて伝送線路インピーダンスが下がっているためと考えられる。図のように終端抵抗を  $120\Omega$  から  $82\Omega$  に変更することで不整合を小さくし反射の影響を少なくできることがわかった。

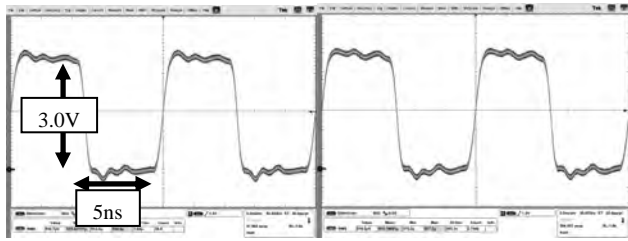


図6. 基板端距離の比較  
(左) 基板端距離 10mm (右) 基板端距離 3mm

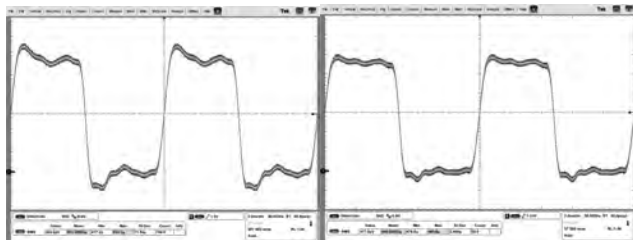


図7. 終端抵抗変更前後の比較  
(左) 終端抵抗:120Ω (右) 終端抵抗:82Ω

マイクロストリップラインのインピーダンス確認のため、TDR測定を行ったところ、No.A-1は約  $115\Omega$  であり、No.A-3はNo.A-1と比較して平均値でインピーダンスが約  $5\Omega$  多かった。これは伝送線路からみた基板 GND 面積が、No.A-1 に比べて少なく容量性が減ったように見えたためと考えられる。No.BC-1は約  $83\Omega$ 、No.BC-2とNo.BC-3は約  $100\Omega$  となりインピーダンスが下がった。これはガードの分容量性が増えたためと考えられる。

**4.2 遠方界** 図8に基板端距離と放射ノイズのデータを示す。ピークは  $700\text{MHz}$  であるが、これはマイクロストリップライン=  $100\text{mm}$ 、 $\epsilon_r=4.6$  の時、基板を  $\lambda/2$  で強く放射するアンテナ<sup>(2)</sup>として見た場合、1波長  $\lambda$  の周波数は  $1.4\text{GHz}$  となるためと考えた。また、基板全体がストレイキャパシタと共振してアンテナのように見た場合、基板横幅が  $150\text{mm}$  であるので、同様の計算で  $500\text{MHz}$  も強くノイズを放射すると考えられる。

$500\text{MHz}$  以上では基板端距離が大きくなるほど、約  $5\text{dB}$  ずつ放射ノイズが減っておりルールと減少量の関係を確認した。

図9にNo.BC-1、No.BC-2、No.BC-3の信号ガードパターンと放射ノイズの結果を示す。ガードパターン幅を  $3\text{mm}$  から  $6\text{mm}$  に増やしても放射ノイズレベルは  $1\sim 2\text{dB}$  しか変わらないが、ギャップを  $0.6\text{mm}$  から  $0.3\text{mm}$  に近づけた方が  $2\sim 3\text{dB}$  改善され効果大きい。ガードパターン幅を増やすよりもギャップ距離を縮めた方が良いことがわかる。

$400\text{MHz}$  以下では全体的にノイズ減少傾向にあるが減少量は  $400\text{MHz}$  と  $300\text{MHz}$  で異なっている。これはガードパターンによりループ面積が  $160\text{mm}^2$  から  $30\text{mm}^2$  へと減った

ため、放射ノイズレベルが大きく減少し、別要因のノイズが見えたためと考えられる。

ここでいう別要因のノイズとは、発振器や電池およびケーブルが考えられる。このノイズの影響を確認するため、IC出力回路直近で終端し、伝送線路パターンをカットして、伝送線路を抜いた状態での遠方界を再測定する必要がある、今後の課題である。

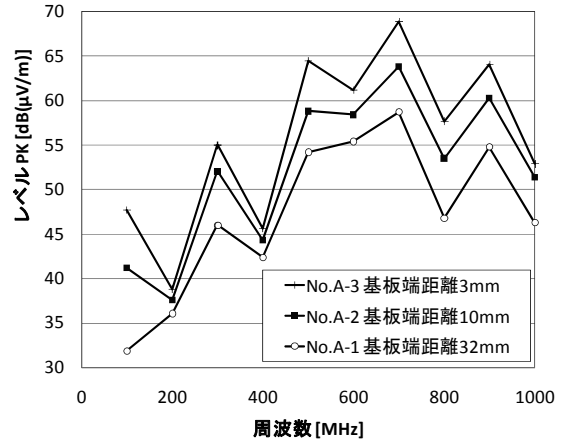


図8. 基板端距離と放射ノイズ

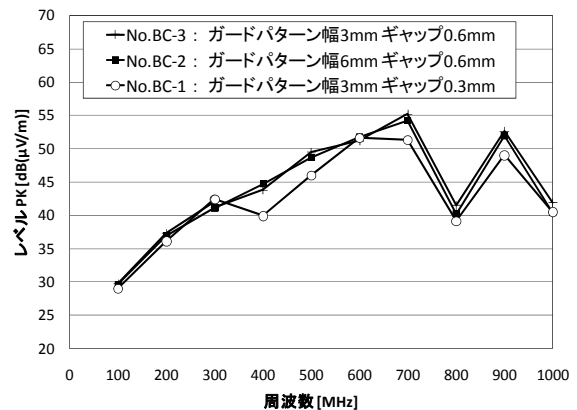


図9. 信号ガードパターンと放射ノイズ

## 5. シミュレータとの比較

**5.1 SIシミュレータの方法** TC7S204FUはTC74LCXシリーズの1ゲートロジックであるので、TC74VCX04FK.ibsを使用した。正確にはパッケージ内部の容量やインダクタが異なること、IBIS (I/O Buffer Information Specification) の立ち上がり測定時の負荷条件が異なることなどがあるため、今回の実験では参考値程度とする。シミュレータ (図研 CR-5000 Lightning) を使用して、Board Designerの基板データからトポロジを作成し、IBISをインポートした。

**5.2 EMIシミュレータの方法** EMIシミュレータとして電磁界シミュレータ (CST社 MW STUDIO) を使用した。シミュレーションの境界条件は6方向すべての面で自由空

間とし、基板と境界面に一定距離の空間を置く。周波数設定は 0~3GHz とし、時間領域ソルバの FDTD (Finite Difference Time Domain method) で六面体メッシュ (PBA : 完全境界近似) としている。遠方界を算出するため使用したマクロは Calculate Broadband EMC-norm である。信号源にはデジタルオシロスコープで取得した波形を ASCII データで MW STUDIO にインポートし、accuracy の設定は -40dB とした。

**5.3 結果と考察** 図 10 に No.A-1 の SI シミュレーション値と実測値の波形比較結果を示す。実線が実測値であり、点線がシミュレータ値である。反射などの起伏の傾向がおおよそ合っていることが確認できる。

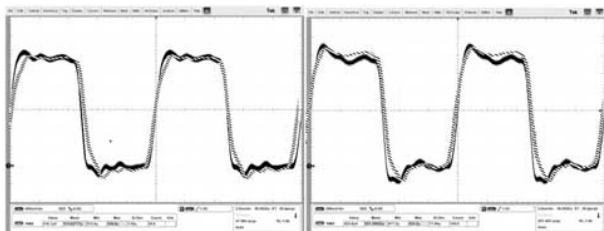


図 10. シミュレーション値と実測値の波形比較 (No. A-1)  
(左) 終端抵抗 : 120Ω (右) 終端抵抗 : 82Ω

図 11 に No.A-1 のアジマス方向の EMI シミュレーション値と実測値の比較結果を示す。おおよそ同じ指向性が得られていることがわかる。

図 12 に基板端距離と放射ノイズのシミュレーション結果の比較を示す。5~6dB シミュレーション値が実測より低くみえているが、傾向や減少量は 1~2dB のずれである。おおよそ傾向は同じと言える。200MHz と 400MHz のずれが大きいですが、これは発振器、電源あるいはケーブル等、モデル化されていない部分のノイズが見えているためである。

また、シミュレーションでは境界条件 6 方向すべてが自由空間であるが、実測では床面は導体であるので、反射の影響も考慮する必要がある。理論的には最大で 6dB の大きく見えることになるため、このデータを差し引けば 500MHz 以上のデータはシミュレーション値とおおよそ一致する。

図 13 にガードパターン幅とギャップ対ノイズ放射レベルを示す。ノイズとシミュレーション値が大きく異なるが、前述したように別要因のノイズが見えているためと思われる。ただし、ガードパターン幅とギャップを変更した時の減少量はほぼ合っている。

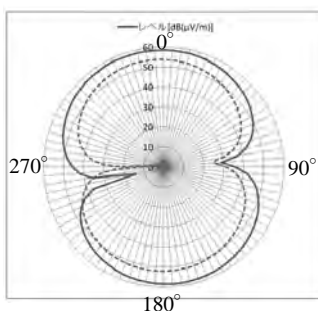


図 11. 700MHz のアジマスの比較 (基板 A-1, 3m)  
(実線) 実測 (点線) シミュレーション

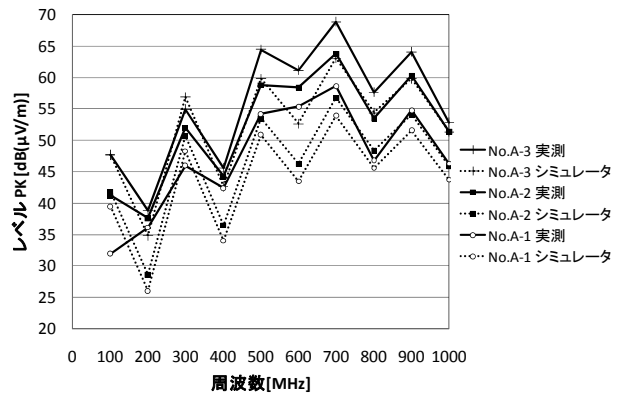


図 12. 基板端距離の実測値とシミュレーション値の比較

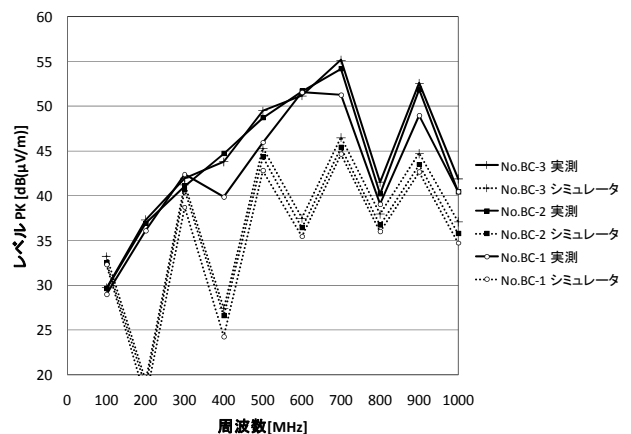


図 13. 信号ガードパターンの実測値とシミュレーション値の比較

## 6. まとめ

設計手順を確立するためのルールを割り出して検証を行い、基板設計ルールのデータの裏付けが取れた。得られた実測値とシミュレーション値とを比較し、ノイズ抑制量をシミュレーションで把握する目処がたった。つまり、相对比较でシミュレータ内のみでのルール検証が可能になった。このことにより他のルールを検証する際に作製する基板が大幅減ることになり、ルール項目を増やすことが比較的容易になる。ただし、遠方界において、信号ガードパターンの基板の放射ノイズレベルがシミュレーション値と異なっており、原因としては発振器、電池やケーブルをモデル化していないことが考えられ、これを明らかにしていくのが今後の課題である。

本研究により当センターの高速デジタル回路基板設計の支援体制の基礎ができた。今後より一層の強化を目指す。

(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 8 月 23 日再受付)

## 文 献

- (1) Mark I.Montrose 著, 出口博一 田上雅照 共訳, プリント回路の EMC 設計, オーム社, 1997, 247p.
- (2) 久保寺忠, 高速デジタル回路実装ノウハウ, CQ 出版, 2002, 287p.



## 論文

## 電子回路基板の静電気対策

高松 聡裕\*<sup>1)</sup> 上野 武司\*<sup>1)</sup> 小林 丈士\*<sup>2)</sup>

## ESD protection of electronic circuit boards.

Toshihiro Takamatsu\*<sup>1)</sup>, Ueno Takeshi\*<sup>1)</sup>, Kobayashi Takeshi\*<sup>2)</sup>

An EMC test is required for all Electrical equipment. Especially, those items to be exported to Europe must obtain CE certification under the EMC directive. An electrostatic discharge immunity test (IEC/EN/JISC61000-4-2) is one of the EMC tests.

Corrective measures must be taken if the product does not pass the EMC test. Failures caused by ESD may take a long time to repair making it necessary to understand the phenomenon of electrostatic discharge.

A method has been established to measure the waveform and transmit a static waveform in an electronic circuit board. In order to use this method in an electronic circuit design process, the ESD simulation model must be effective.

The authors found through experiment that the EDS wave frequency is between 250MHz to 300MHz. To suppress crosstalk caused by EDS, components such as capacitors, inductors, varistors and zener diodes are useful. We evaluated that those components were effective against EDS when an electronic circuit board was running under a 10MHz clock.

Of those components, only the zener diode can be used in a high speed circuit board in term of signal integrity.

キーワード：静電気波形、静電気イミュニティ、周波数特性、EMC 対策部品

Keywords : Electrostatic wave form、Electrostatic discharge immunity、Frequency response、EMC prevention component

## 1. はじめに

電子機器は静電気を受けて破壊されることがある。特に、電子機器を構成する電子部品は静電気に弱い。そのため、電子機器が静電気を受けて誤動作するかしないかの判定を行う試験に「静電気放電イミュニティ試験（静電気試験）」がある。この試験は、CE マーキングを取得する場合に必須である。試験を行い誤動作や故障が発生した場合は、製品に静電気対策を行う必要が生ずる。静電気対策には、筐体を金属で覆うこと、筐体と基板の距離を離すこと、電子回路基板のレイアウトを変更すること、電子回路に対策部品を挿入することなどがある。本研究では試作の指標となりうる対策として、電子回路基板に対策部品を挿入する方法を検証した。

これまでの研究では、直接放電の静電気波形が明らかになっている<sup>(1), (2)</sup>。しかし、対策部品の選択には結びついていない。静電気の波形は数百 MHz の高速パルスで成り立っている<sup>(3), (4)</sup>。また、この現象の対策部品として、コンデンサ、バリスタ、インダクタ、ツェナーダイオードがある<sup>(5), (6), (7)</sup>。しかし、これらの対策部品の配置および定量的な効果については見いだせていない。

そこで、本研究では 10MHz の信号で動作する基板を作製

し、その基板に静電気を誘起させ信号線の波形を観察した。また、その基板に静電気対策部品を実装し、対策効果を検証した。

## 2. 実験方法

2.1 静電気の波形の観察 まず、静電気の波形の電圧および立上りまたは立下りの時間を調べる方法を確立した。この方法は、高速でサンプリングをするオシロスコープで電圧波形を読取るものである。この観察手法を用いることにより印加した静電気波形を読取るだけでなく電子回路基板に誘導される波形も観察することが出来る。

40dB のアッティネーター芯線に直接静電気を印加し、芯線-グラウンド間の電圧をオシロスコープで観察した。静電気は規格 (IEC/EN/JIS C 61000-4-2) に準拠して、直接放電で±2kV を印加した。オシロスコープの内部インピーダンスは 50Ω とした。

2.2 静電気波形のシミュレーション 静電気を印加した時の対策部品の効果を明確にするために、静電気の現象をシミュレートした。文献<sup>(1)</sup>を参考にし、静電気ガンのモデルを作成した。このモデルでは、浮遊容量や浮遊インダクタンスを挿入し、規格に則った波形が再現できるようにしている。作成した回路図を図 1 に示す。

\*1) 電子・機械グループ

\*2) 電子半導体技術グループ

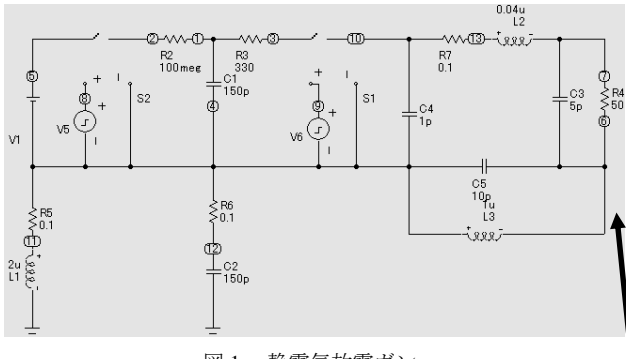


図 1. 静電気放電ガン

さらに、図 1 の静電気放電ガンの印加部に相当する図 1 の右端にある抵抗に対策部品を挿入した時の効果も確認した。

**2. 3 水平結合板の位置と静電気波形との関係** 接触放電で水平結合板に静電気を印加したときの電圧分布を確認した。これは、誘導する静電気波形が場所に依存するかを検証するために行った。

水平結合板を 10cm に区切り、接触プローブを配置した。そこに、+2kV の静電気を印加し、ピーク電圧を測定した。

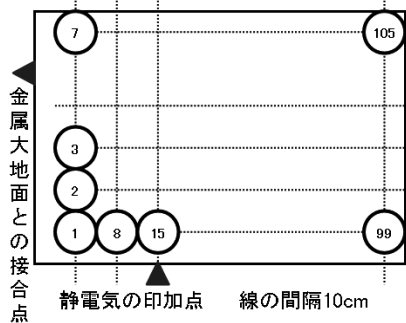


図 2. 水平結合板読取箇所

**2. 4 クロストークの確認** 金属筐体や直近に金属物に静電気電流が流れた時、電子回路に誘導される現象が発生する。これが静電気におけるクロストークである。このクロストークを模擬するための実験を行った。

そこで、静電気を印加する銅板に 0.2mm 厚のゴムシートを敷き、マイクロストリップラインを密着させた。その配置した配置図を図 3 に示す。

銅板に静電気を直接放電で ±2kV 印加し、その時のマイクロストリップラインに発生する電圧波形を観測した。

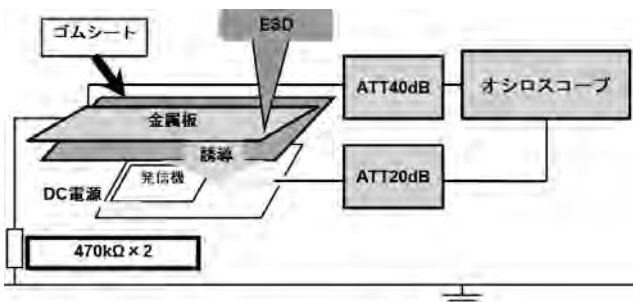


図 3. 誘起発生模擬ブロック図

**2. 5 対策部品の周波数特性** 静電気の周波数に合わせた特性を持つ対策部品を用いることが、有効な静電気対策

につながる。そこで、観察される静電気波形から周波数を推定した。また、文献 (3), (4) から静電気を構成する波形は数百 MHz といわれている。この周波数に合った対策部品を使用することが必須であり、その対策部品の特性はインピーダンスアナライザで測定できる。

本研究で調査した対策部品は文献 (5), (6), (7) から、コンデンサ、バリスタ、インダクタを選択した。インピーダンスアナライザで、インピーダンスと位相を測定した。

**2. 6 対策部品を実装した時の効果の検証** 実基板に対策部品を実装したときの対策効果を検証した。その基板を図 4 に示す。

300MHz で効果のある 1000pF のコンデンサ、定格電圧 9.0V のバリスタ、1μH のインダクタを用いた。実基板として 10MHz のクロックで動作する基板を使用した。

コンデンサは信号線—グランド間に挿入した。バリスタも同様に挿入した。インダクタは信号線に直列に挿入した。



図 4. 発信機と実験基板

**2. 7 信号品質を考慮に入れた対策** 対策部品によっては、信号波形が鈍る場合がある。そのため、対策を行う上で信号品質を考慮に入れる必要がある。

実験 2.6 で用いた対策部品とツェナーダイオードを用いて信号品質を評価した。ツェナーダイオードは信号線—グランド間に挿入した。

### 3. 結果および考察

**3. 1 静電気の波形** 静電気+2kV を直接放電で印加した時の波形を 10 回測定した。その結果を図 5 に示す。ピーク電圧の平均は 381V、標準偏差は 6.2V であった。試験規格では印加電流が 7.5A ± 10% と定義されており、ピーク電圧を電流に換算すると平均 7.62A となった。これは、試験規格と同等の結果が得られた。

また、-2kV を印加した場合を図 6 に示す。ピーク電圧の平均は -378V、標準偏差は 6V であった。同様に、電流値に換算したところ -7.56A となり、試験規格に合致している。この静電気波形の印加方法および測定方法を本研究で採用した。

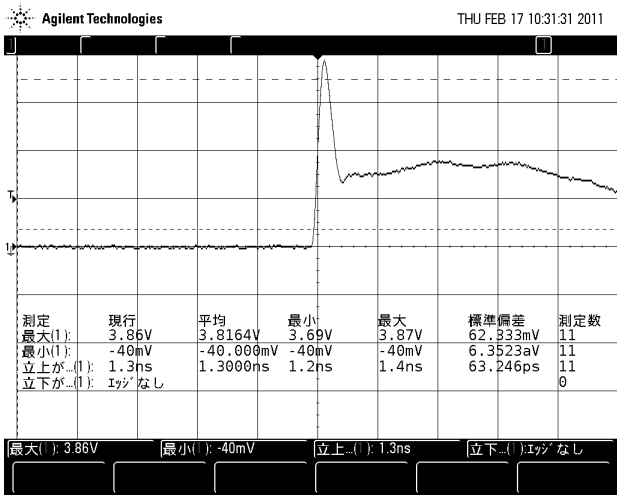


図5. +2kV 静電気波形

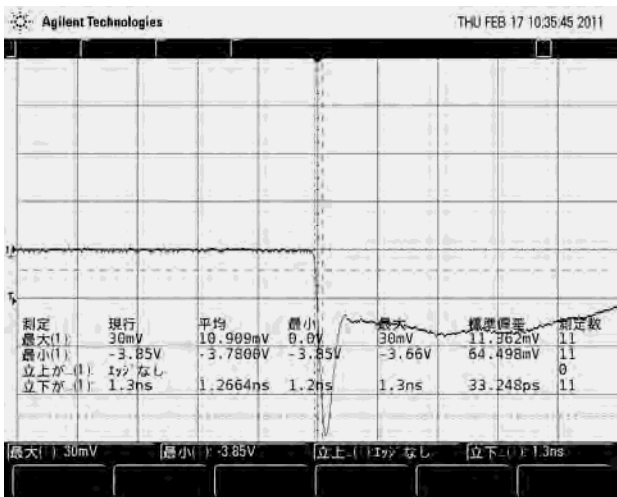


図6. -2kV 静電気波形

3.2 静電気波形のシミュレーション 印加した静電気波形のシミュレーションを Spiceで行った。このときの波形の立ち上がり時間，立下り時間等は，規格と一致するように図7のように再現した。

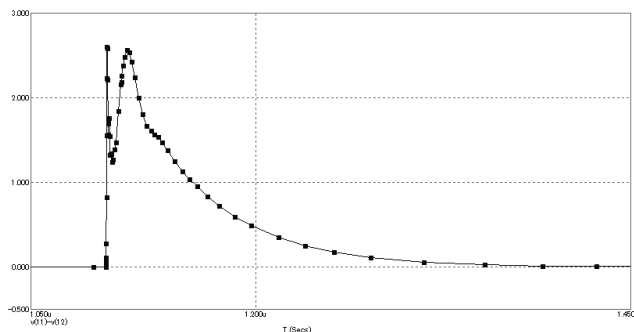


図7. +2kV シミュレーション波形

図1のシミュレーションを行った回路に対策部品を挿入して対策効果を検証した。コンデンサ，バリスタ，インダクタを挿入した時の効果が確認できた。

3.3 水平結合板の位置と静電気波形との関係 水平結合板の105点の各点において，ピーク電圧は平均1.13V，標準偏差0.02Vとなった。このピーク電圧のばらつきが少な

いことから水平結合板に静電気を印加した場合，水平結合板全面のどこでも試験が可能であることが確認できた。

3.4 クロストークの確認 銅板に接触放電で±2kVの静電気を印加した時に，周囲においたマイクロストリップラインに現れる誘導波形を，図8の下は静電気を銅板に印加した波形で，上は誘導が発生した波形を示す。印加時に約8Vの誘導電圧が発生していることが確認できた。

図8から誘導波形の時間軸を拡大したのが図9である。この誘導波形は3.3nsの幅を持っていた。このことから静電気由来の誘導波形は，300MHzの周波数と推測できる。

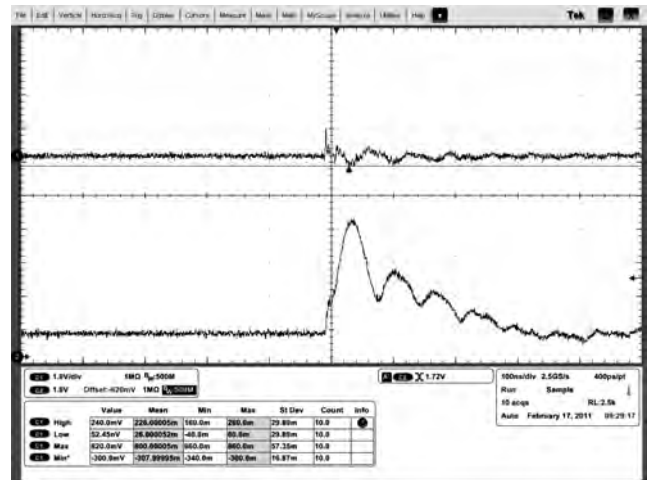


図8. 誘起波形と静電気印加波形

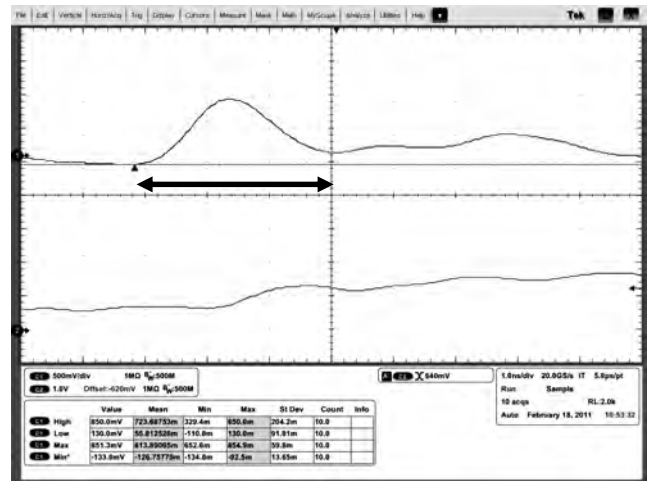


図9. 誘起波形立ち上り瞬間拡大

3.5 対策部品の周波数特性 対策部品として，コンデンサ，バリスタ，インダクタを採用した。3.4項の結果から，クロストークによる静電気波形は300MHzであり，その周波数に合致した定数の部品を選択する必要がある。選択するために，インピーダンスアナライザを持って部品の特性を測定した。特性としては，インピーダンス|Z|と位相θである。図10は1000pFのコンデンサの特性を示している。300MHzで共振が見られる対策部品を選定した。他にも，バリスタは降伏電圧5.0Vの場合でインダクタは1μHの場合に300MHzに対して効果が見られた。

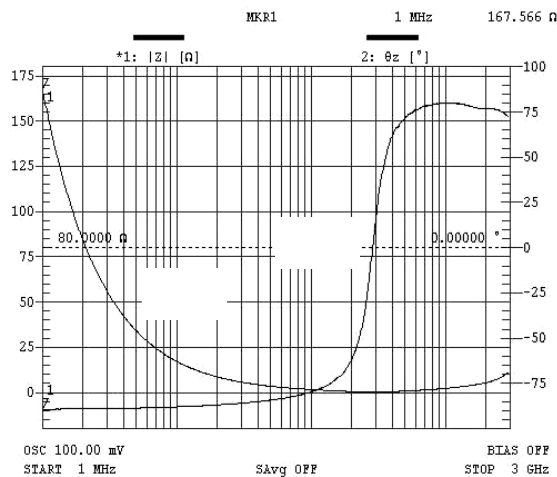


図 10. コンデンサ 1000pF の周波数特性

3. 6 対策部品を実装した時の効果の検証 10MHz のクロックで駆動する電子回路基板に、静電気を誘導させたときの結果を図 1 1 に示す。静電気印加時にクロックが停止することが確認した。

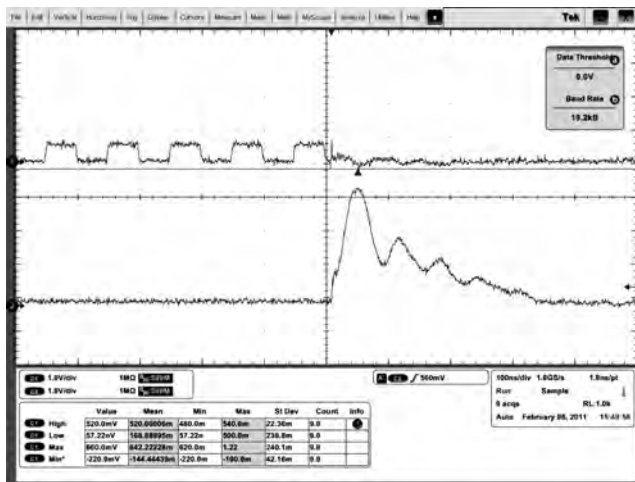


図 11. 対策部品無し

同じ基板にコンデンサを実装した時の信号波形を図 1 2 に示す。静電気印加時に発生した誘導パルスの発生を抑制

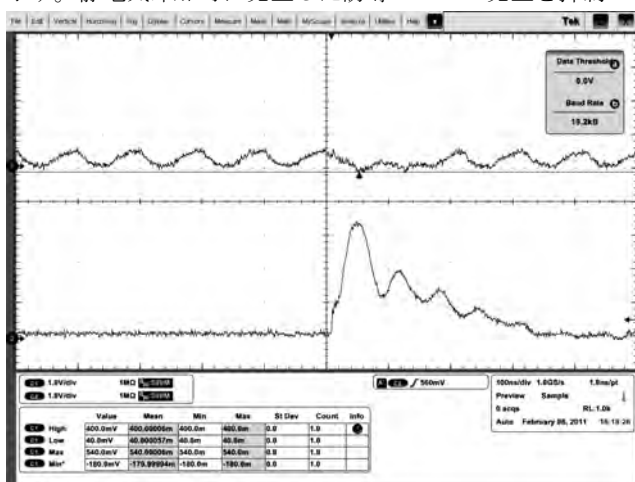


図 12. コンデンサ 1000pF で対策

することが確認できた。また、バリスタやインダクにおいても同様の効果が得られた。

ただし、静電気印加後に信号波形が鈍るのを確認した。

3. 7 信号品質を考慮に入れた対策 3.6 項で用いた基板にツェナーダイオードを実装した時の波形を図 1 3 に示す。この場合、信号波形の鈍りを抑制することが確認できた。対策を行う際、このような信号品質も考慮に入れる必要がある。

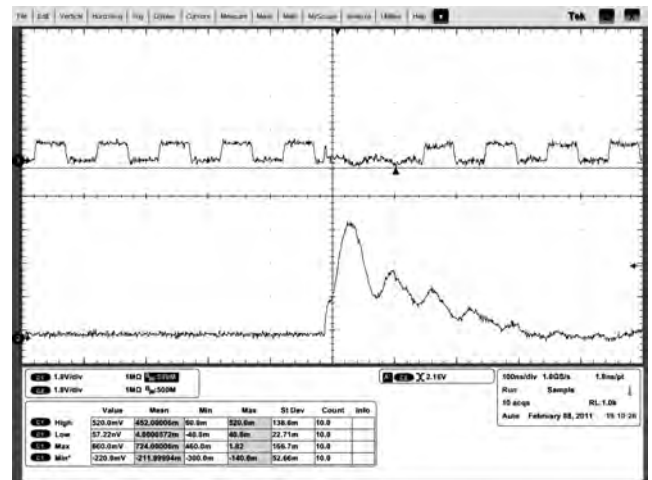


図 13. ツェナーダイオード 5.1V で対策

#### 4. 結論

10MHz で駆動する電子回路基板に静電気を誘導させたときの対策部品の効果を検証した。その結果、いずれの対策部品も効果があることを確認できた。ただし、信号品質も考慮に入れた場合、ツェナーダイオードが有効であった。

今後、用いている信号が 100MHz 以上の周波数の基板や、コンデンサ、バリスタ、インダクタ、ツェナーダイオード以外の対策部品を用いた場合についても研究を進める予定である。

(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 8 月 5 日再受付)

#### 文 献

- (1) 藤原 修, 静電気試験法による放電電流の FDTD シミュレーション, 電子情報通信学会論文誌, Vol.J86-B No.11, pp. 2390-2396, 2003/11
- (2) 中川 稔也, IEC61000-4-2 (静電気イミュニティ試験) Ed1.2 : 2001-04 解説, 月間 EMC, No. 162, pp.89-93, 2001/10/5
- (3) 馬杉 正男, 多重解像度解析を用いた静電気放電の EMI 評価, 電子情報通信学会論文誌, Vol.J84-B No.11, pp.2048-2058, 2001/11
- (4) 川又 憲, マイクロギャップ放電に伴う過渡電圧・電流立上り波形の 12GHz 帯域測定と電極間電界強度特性, 電子情報通信学会論文誌, Vol.J90-B No.11, pp.1143-1148, 2007/11
- (5) エレクトロニクス実装学会 電磁特性技術委員会, 2010 サマーセミナー 電子機器の最新イミュニティーとエミッション設計—設計から評価・解析まで—, pp.39, 2010/8/27
- (6) 吉田 宏, プリント基板における静電気放電経路とこれに対応する設計研究, EMCJ2001-44, pp.85-90, 2001/07
- (7) Clayton R.Paul, EMC 概論, pp.707-726, 1996/2/29

## 論文

EV コンバージョンを目的とした非線形形状部品の  
リバースエンジニアリング手法の構築小西 毅<sup>\*1)</sup> 吉村 卓也<sup>\*2)</sup> 吉屋 英理<sup>\*3)</sup> 進藤 淳哉<sup>\*4)</sup>

## Reverse engineering techniques of nonlinear configuration parts for EV conversion.

Takeshi Konishi<sup>\*1)</sup>, Takuya Yoshimura<sup>\*2)</sup>, Eri Yoshiya<sup>\*3)</sup>, Shiro Junya<sup>\*4)</sup>

In metropolitan cities such as Tokyo, the increase in air pollution caused by gasoline cars, strengthens the need for electric cars. Although vehicle companies make a lot of electric cars, the number is still dwarfed by that of gasoline cars. A convenient way to increase the number of electric cars is to convert existing gasoline cars.

The authors have studied a convenient way to create a 3D model for an engine room using a 3D-SCAN system. The open issues were (1) to obtain highly accurate three-dimensional measurement data of an engine room, (2) to keep a highly accurate conversion ratio from three-dimensional measurement data to three-dimensional design data, and (3) to reduce working hours and make it less of an expert dominated field.

This paper shows a convenient way to convert 3D point data to 3D CAD data for an EV conversion with a 3D digitizer and the ICP method to solve these issues.

キーワード：リバースエンジニアリング, 三次元設計データ, EV コンバージョン

Keywords : Reverse engineering techniques, 3D-CAD, EV conversion,

## 1. はじめに

近年の日本は自動車大国といわれるように、一家に一台以上自動車の所有が当たり前となり、移動手段として国民に定着している。それと同時に東京都などの都市部では渋滞による排気ガスの大気汚染や、二酸化炭素による地球温暖化問題が深刻になり、さらに石油などの燃料枯渇問題はガソリン価格の高騰を引き起こし、人々の生活にかなりの影響を及ぼしている。このような観点からも、近年ますます電気自動車の必要性が高まっている。各国の自動車メーカーはこれまでも電気自動車の研究を進め、低公害車やハイブリッド車を開発・生産してきた。しかし、電気自動車は駆動・制御部品が高価かつ大衆向けに販売生産が困難であり、国内普及台数は約8900台（平成20年）に留まっている。

一方で大学等の教育機関における電気自動車産業の教育は盛んに行われており、首都大学東京では、機械産業における基盤技術の技術革新に貢献しうる創造的技術者の育成を

目的に、文部科学省主催の専門職大学院等における高度専門職業人養成教育推進プログラムの一環である、「熟練技術者を活用したものづくり実践教育プロジェクト」(2008年～2009年)<sup>(1)</sup>の活動でEV開発を実施し、大きな成果を上げた。

著者らは、前述の後継プロジェクトとして、汎用的なEVコンバージョンの構築方法を提案した。EVコンバージョンを実施する際の課題として電気駆動部品をいかに効率よく搭載するかが挙げられる。そのためには従来の自動車部品が搭載されていた箇所の寸法を計測し、部品の配置を考慮するため、自動車の三次元データが必要である。これらを計測するには以下の技術的な課題がある。(1)高精度な三次元計測データの構築(2)三次元計測データから三次元設計データへ高精度な変換(3)一般的に利用可能でかつ作業時間を短縮させたEVコンバージョン手法である。著者らは、三次元デジタルライザーで自動車の内部の計測点群を取得し、精度の高い三次元設計データを生成する手法を構築した。これらの方法により上記の3つの課題が解決できる。

## 2. リバースエンジニアリング

2.1 EVコンバージョンの概要 EVコンバージョンは特定の車種に限って施されることが多く、汎用的に改造されることは少ない。このことから汎用的に使用できるEVコン

\*1) 電子機械グループ

\*2) 首都大学東京 大学院理工学研究科 機械工学専攻

\*3) 首都大学東京 都市教養学部 都市教養学科 理工学系  
機械コース

\*4) 首都大学東京 システムデザイン学部 システムデザイン学科  
ヒューマンメカトロニクスシステムコース

バージョン手法が望まれる。EV コンバージョンを実施するためには、エンジンなどの石油を動力源とする部品を撤去し、電力を動力源とする部品を搭載する必要がある。これらの部品を搭載するためには、部品寸法が車体寸法より短い必要がある。また、組み立てた際に部品の実合わせを実施する必要がある。この問題が汎用的な EV コンバージョンの足かせとなっている。理想として車体寸法を測定し、その後コンピュータ上で車体内部と電気部品を組み立てることが可能なシステム作りが必要である。

2.2 リバースエンジニアリングの従来作業 前節の課題を解決するためには、自動車の設計データが必要である。しかし、自動車の内部構造は、非線形形状が多く、従来手法では、設計データ化するには困難を極めた。図1にその作業工程を示す。

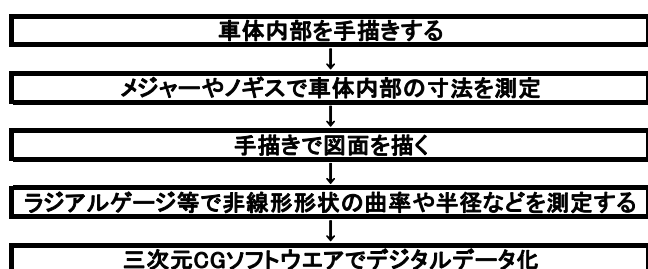


図1. 従来のリバースエンジニアリング手法

この手法の問題は①モデリングに手間がかかる。②精度が作業者の測定能力に依存する。③作業者に高い空間把握能力が必要である。が挙げられる。

### 2.3 新たなリバースエンジニアリングの提案

近年ではその手法に替わるべく、3次元スキャナによりモックアップから取得した表面の座標値を点群データとして取り込み、3次元モデルを再構成してデジタルデータ化するという手法が注目されている。以前からこの手法は提案されており、自動車業界では利用されていたが、機器が高価でその他の業界のデザイナーが気軽に利用することができず、広く普及することはなかった。しかし近年、3次元スキャナの小型化、低価格化により、自動車業界以外のデザイナーも利用することが容易になってきたため、他業界において新たなデザインプロセスの手法として注目されている。点群から3次元モデルを再構成すると、モデリング作業における手間を削減することができ、モデリングを行う際に必要となる高い空間把握能力やモデリングの素養や、高い習熟度を必要とせず3次元モデルを作成することができる。また、車体内部をスキャンするので1回で高精度な寸法の測定ができるため、モデルに対する修正も必要ない。このようにスキャンを用いた寸法の測定方法は、高精度な寸法測定の作業時間を短縮することができ、作業効率を大幅に向上することができる方法であるため、自動車業界以外のデザインプロセスにおいても注目されている技術である。

一般のエンジン式乗用車をEV コンバージョンする過程において、前節でのリバースエンジニアリング手法を用い

て実施することにする。その作業行程は以下の図2の通りである。

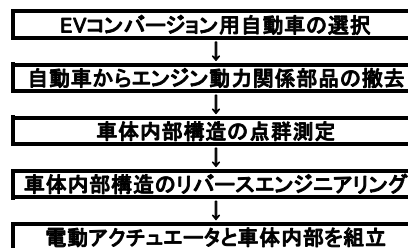


図2. 作業行程

## 3. 測定機器

車体内部構造の点群測定には、図3に示す東京都立産業技術研究センター西ヶ丘本部が所有する非接触3次元デジタルデザイナーVIVID9i(コニカミノルタセンシング株式会社製)でスキャンニングを実施した。非接触3次元デジタルデザイナーは、鋳鍛造品、プレス・プラスチック成型品、金型などを1スキャン2.5秒・測定精度 $\pm 50\mu\text{m}$ で3次元測定が可能で、リバースエンジニアリングやCAEに活用すれば、実物の形状を簡単に3次元デジタルデータ化することができる。測定原理はレーザービームによる光切断方式で3角測距の原理で被写体との距離情報を得て、三次元の点群データを得ることができる。



図3. 非接触3次元デジタルデザイナー

車体内部の点群データからリバースエンジニアリングを行うために、リバースエンジニアリングソフトウェアRapidform XOR(INUS Technology社 作製)を用いた。

## 4. 結果

車体内部のリバースエンジニアリングは、エンジンルームおよびトランクルームについて実施した。

4.1 点群測定 エンジンルームの点群測定を実施する条件を表1に記載する。

表1の測定条件で測定すると、1スキャンはX:300~1,200mm Y:250~1,000mmの範囲で計測を実施する。この1スキャンでスキャンされた点群をエレメントという。図4は、エンジンルームの代表的なエレメントを示す。

表1. エンジンルームの測定条件

レンズ	Wide
レーザー強度	※LD値=10
被写体距離	800~1000mm
スキャン回数	3回
色彩	白黒
データ間引き率	1/4
フィルター	高品質+ノイズフィルター
穴埋め	オフ

※ LD 値とはコニカミノルタセンシング株式会社が定めているレーザー強度の値であり, LD 値=10 は 1.1mW に相当する。



図4. エンジンルームの測定結果

これら図4の2つのデータで相重なる対応点で合成を実施する。重ね合わせた点群データは図5となる。



図5. 重ね合わせた試験内容

この重ね合わせは,ICP アルゴリズムを用いた。ICP アルゴリズムは 1992 年に Besl ら<sup>(2)</sup>により提案された方法で,複数のエレメント間で重複して計測された部分を利用して,繰り返し計算により誤差関数を最小化する解を求める方法である。すなわち  $N_t$  個の点からなる点群  $T = \{t_i \mid i \in N_t\}$  に対し,異なる座標系で計測された  $N_s$  個の点からなる点群  $S = \{s_i \mid i \in N_s\}$  の位置合わせを実施するには点群  $S$  の各点  $s_i$  において点群  $T$  との距離  $d$  を求める。

$$d(s_i, T) = \min_{j \in 1 \dots N_t} d(s_i, t_j) = d(s_i, m_i) \quad (4.1)$$

$s_i$  に対応する点を  $m_i \in T$  とすると,  $s_i$  の対応点集群  $M$  は

$$M = C(S, T) \quad (4.2)$$

と表される。ここで  $C$  は最近傍点を求める関数とする。さて,点群  $S$  に対応点群  $M$  が求まると位置合わせ座標変換パラメータ  $3 \times 3$  回転行列  $R$ , 移動ベクトル  $t$  は次式を最小化することで求まる。

$$E(R, t) = \sum_{i=1}^{N_s} \|m_i - R s_i - t\|^2 \quad (4.3)$$

これを誤差関数が十分小さくなるまで繰り返す。

ICP アルゴリズムを各測定エレメントで用いることにより図6を得ることができる。

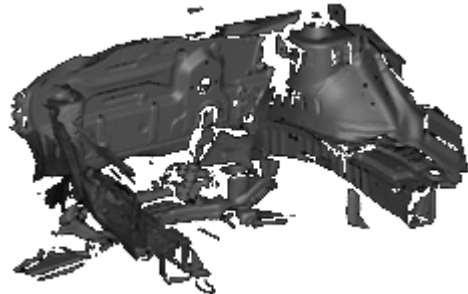


図6. エンジンルームの重ね合わせた点群データ

トランクルームもエンジンルームと同様にトランクルームを複数のエレメントで測定し,各エレメントを ICP アルゴリズムで重ね合わせた。重ね合わせた結果を図7に示す。



図7. トランクルームの重ね合わせた点群データ

#### 4.2 リバースエンジニアリング エンジンルームの重ね合わせた点群データから XOR を用い,設計データを構築する。

設計データの構築には,以下の手順で実施した。

- ① 初期メッシュからの特徴稜線抽出
- ② 特徴稜線を反映したメッシュ最適化
- ③ 特徴稜線を反映した曲面のフィッティング

初期メッシュから特徴稜線を抽出するやり方は,メッシュの中に連続的にある点群は,多くの不確定要素が残っている。その中で要素を幾何学形状又は非幾何学形状の要素を分ける必要がある。この分配は,手作業で実施する。初期メッシュからの特徴稜線抽出は,渡辺らの手法<sup>(3)</sup>を用いて実施した。

その後特徴稜線を反映したメッシュの最適化を実施し,特徴稜線を反映した曲面を作成した。その曲面を作成したのが図8になる。



図8. エンジンルームのリバースエンジニアリング

トランクルームもエンジンルームと同様の方法で曲面を作成した。作成した曲面は図9の通りである。



図9. トランクルームのリバースエンジニアリング

### 5. 考察

今回作成したエンジンルームとトランクルームの曲面で構成されるリバースエンジニアリングモデルの測定点群に対する差分とその偏差を求めた。エンジンルームの最大差分を±25mmとした。図10はエンジンルームの測定点群と曲面データとの差分である。この差分の偏差すなわちエンジンルームの測定点群と曲面データとの差分の全体偏差は、図11に示すとおりである。



図10. エンジンルームの測定点群と曲面の差分

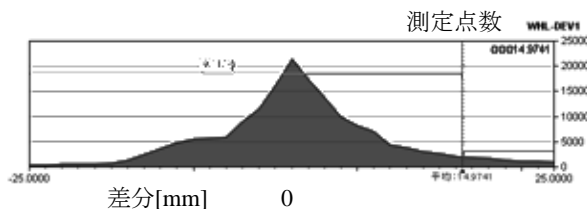


図11. エンジンルームの測定点群と曲面の差分の全体偏差

これにより差分が図11の示すように分布していることが理解できる。EVコンバージョンに用いる設計データとしては、利用可能な範囲であるといえる。

一方で、トランクルームの曲面で構成されるリバースエンジニアリングモデルの測定点群に対する差分とその偏差を求めた。エンジンルームと同様最大差分を±25mmとした。

図12はトランクルームの測定点群と曲面データとの差分である。この差分の偏差はエンジンルームの測定点群と曲面データとの差分の全体偏差で、図13に示すとおりである。

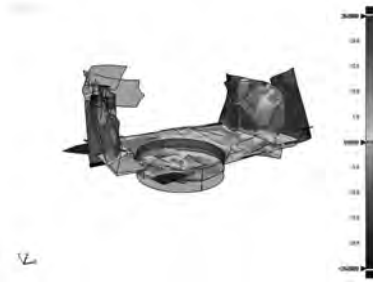


図12. トランクルームの測定点群と曲面との差分

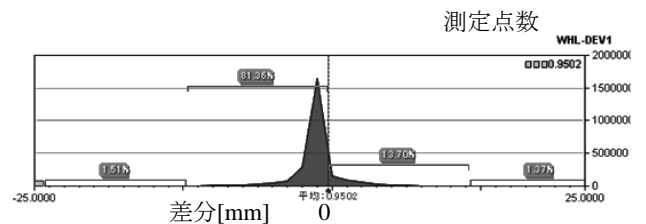


図13. トランクルームの測定点群と曲面の差分の全体偏差

この結果から、エンジンルームより高精度に作成することが可能であった。

### 6. まとめ

本研究の3つの課題についてまとめる。

- (1) 三次元デジタイザーを利用し、ICP法を利用することにより、車のエンジンルームおよびトランクルームの三次元点群データを高精度に取得することができた。
- (2) 三次元点群データから設計データに高精度に変換する手法を提案した。
- (3) 測定した三次元点群データと設計データの全体偏差を示し、EVコンバージョンを実施することのできるデータであることを示した。

また、この手法を使えばリバースエンジニアリング初心者でも3次元設計データを簡単に作成することができる。本研究においてデータ作成に費やした時間は約60時間であり、今後作業の時間短縮が課題である。

(平成23年5月20日受付, 平成23年7月27日再受付)

### 文 献

- (1) 首都大学東京 都市教養学部, 理工学系 機械工学コース横浜国立大学 工学部生産工学科: 「専門職大学院等における高度専門職業人養成教育推進プログラム」, pp. 56-73(2010)
- (2) P. J. Besl and N. D. McKay: "A Method for Registration of 3-D Shapes", IEEE Trans. Pattern Anal. Machine Intell, Vol. 14, No. 2, pp. 239-256, (1992)
- (3) 渡辺大地, 「任意三角形メッシュからの特徴稜線抽出」, "電子情報通信学会論文誌 D-II, Vol. J83-D-II, No. 5, pp. 1344-1352(2000)



## 論文

## 窒素酸化物に対する染色堅ろう度試験方法の開発

岡田 明子\*<sup>1)</sup> 朝倉 守\*<sup>2)</sup> 小柴 多佳子\*<sup>1)</sup>

## Development of test methods for color fastness to nitrogen oxides

Akiko Okada\*<sup>1)</sup>, Mamoru Asakura\*<sup>2)</sup>, Takako Koshiba\*<sup>1)</sup>

We examined a method for testing color fastness to nitrogen oxides. In the test methodology of Japanese Industrial Standards, sulfuric acid is dropped onto sodium nitrite which chemically generates the nitrogen oxide to be used. This method is hazardous to the examiners health due to the high concentration of nitrogen oxide which leaks into the lab. We examined two methods of supplying the nitrogen oxide via gas canister as substitute for the Japanese Industrial Standards. The first method involves continuously supplying nitrogen oxides into the exposure chamber from a canister. The second method stores high concentration nitric monoxide in the gas sample backing and injects it into the extraction exposure chamber using a syringe. As a result, the dispersion of concentration in the exposure chamber could be suppressed using the nitrogen oxides supplied from a cylinder to make a practicable, steady examination.

キーワード：窒素酸化物, 染色堅ろう度, 標準染色布, ボンベガス, JIS 規格

Keywords : nitrogen oxides, test method for color, test-control fabric, gas cylinder, Japanese Industrial Standards

## 1. まえがき

窒素酸化物による汚染は、染色物の変退色への影響が著しく、衣料品の損傷の観点から問題となっている。窒素酸化物による染色物の変退色を評価するための現行の JIS 規格 (JIS L 0855 : 2005 窒素酸化物に対する染色堅ろう度試験方法)<sup>(1)</sup>では、硫酸に亜硝酸ナトリウムを滴下し、窒素酸化物を発生させる。発生させた窒素酸化物は注射器で規定量を採取し試験に用いるが、濃度の把握は行っておらず、試験ごとに窒素酸化物の濃度が異なる等の問題点があげられる。試験後の廃液の処理については、硫酸廃液の処理や廃液処理時に窒素酸化物が発生する等の危険性が伴う。高濃度の窒素酸化物が試験室内に漏洩する可能性は否定できず、試験従事者の人体への影響についても懸念される。

本研究では、窒素酸化物の供給方法についてボンベからのガスを用いる試験方法を考案し、実験精度の向上を目指した。

## 2. 実験方法

2.1 窒素酸化物供給方法 窒素酸化物をボンベから供給する方法について、ボンベから常時一定流量のガスを流し続けるフロー法およびボンベからサンプルバッグに一旦封入し、そこから注射器で採取し供給に用いるバッチ法で試験を実施した。フロー法、バッチ法の窒素酸化物供給方法を下記に示す。JIS 法については JIS L 0855 (弱試験 (1

サイクル試験) ) に準拠しガスを供給した。

(1) フロー法：ボンベから任意の流量と濃度で安定したガスを供給するため、ガス混合装置を製作した (図 1)。ボンベガスは二酸化窒素 NO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> (以下, NO<sub>2</sub>) 濃度約 400ppm および空気 (以下, Air) を用いて混合し, NO<sub>2</sub> 濃度 200ppm, 供給流量は 1 l/min とした。ガス混合装置を通した供給ガスの経時的安定性は、ガス混合装置と光学発光法 NO-NO<sub>2</sub>-NO<sub>x</sub> 分析計 (日本サーモ社製 MODEL42C) を接続し、ガス混合装置出口の窒素酸化物濃度 (以下, NO<sub>x</sub> 濃度) を測定し確認した。ガス混合装置出口のガス濃度は、供給開始から約 5 分後には設定値に近い値となり、60 分間ガスを供給し続けたが NO<sub>x</sub> 濃度は安定していた。ガス混合装置を用いることによりガスボンベからのガスを連続的に安定した濃度で供給可能なことを確認した。

ガス混合装置仕様

制御方法：マスフローコントローラ (流量精度±1%F.S.)

流量範囲：NO<sub>2</sub> 0.002~5 l/min

Air 0.015~5 l/min

ガス混合装置を用いて、図 2 に示す試作実験装置を製作した。ガスボンベとガス混合装置およびガス混合装置と窒素酸化物試験装置 (以下, 試験装置) の接続はテフロンチューブで行った。試験装置の接続箇所は、窒素酸化物注入口とした。供給したガスは、試験装置の側面上部にある標

\*<sup>1)</sup> 繊維・化学グループ

\*<sup>2)</sup> 開発本部開発第二部



図1. ガス混合装置

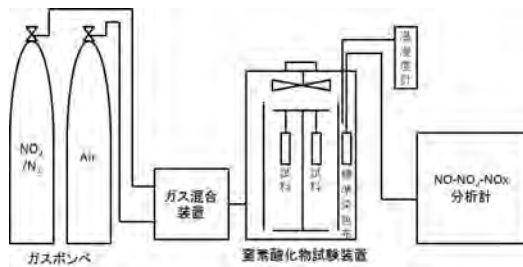


図2. 試作実験装置の概略図

準染色布ホルダ用の栓孔にシリコン栓をし、シリコン栓に直径 3.6mm の穴を開け試験装置の外へ排出した。

(2) バッチ法：一酸化窒素（以下、NO）99.0%のガスをボンベからポリフッ化ビニル製ガス採取サンプルバッグに一旦封入し、サンプルバッグから注射器で採取し供給に用いた。供給量については、装置内の NOx 濃度が JIS 法で 10 回測定した際の平均値と同程度になる 5.5ml とした。

**2.2 試験装置内 NOx 濃度の測定** 試験装置内の NOx 濃度は、NO-NO<sub>2</sub>-NOx 分析計を用いて測定した（サンプル流量：約 0.3 l/min）。接続方法は図 2 に示すように試験装置の側面上部にある標準染色布ホルダ用の栓孔にシリコン栓をし、シリコン栓にテフロンチューブを通し試験装置内の濃度を測定した。

**2.3 温湿度調整** 試験前に試験装置および試料を温度 20℃、相対湿度（以下、湿度）65%の恒温恒湿器に 12 時間以上放置し温湿度を調整した。湿度が染色布に与える影響については温度 20℃、湿度 50%、65%、70%、80%、100%の恒温恒湿器に 12 時間以上放置し温湿度を調整した。調湿方法の検討では、温度 20℃、湿度 65%の恒温恒湿器に試験装置および試料を 12 時間以上放置し温湿度を調整したのち、試験時は下記の方法で装置内を加湿した。

恒温恒湿器法：温度 20℃、湿度 100%に設定した恒温恒湿器の空気を 0.5 l/min の流量で試験装置に流入する方法。

シャーレ法：試験装置に水を張ったシャーレを置く方法（水量：40ml、水温：23℃）。

洗気瓶法 1：洗気瓶に水を入れ、NO<sub>2</sub> と Air を混合したガスを水に通さず試験装置内に流入する方法。

洗気瓶法 2：洗気瓶に水を入れ流量 0.5 l/min の Air をバブリングし、試験装置へ流入する方法（水量：300ml、水温：23℃）。

**2.4 湿度の測定** 装置内の湿度の測定については、温湿度測定器（VAISALA 社製 温湿度指示計 HMI41、プローブ HMP42）を用いて測定した。

試験装置内の湿度変化率は式（1）を用いて計算した。  
湿度変化率(%)=(試験開始時(%)−試験終了時(%))/試験開始時(%)×100 (1)

**2.5 暴露試料** 試料は JIS L 0855 に規定された標準染色布（アセテート平織物を C.I.ディスパースブルー56 で染色したもの）1 枚（暴露位置：標準染色布ホルダ）、補充布としてアセテートの未染布 12 枚（暴露位置：試料ホルダ）を用いた。

**2.6 試料の判定方法** 暴露試験後の試料は、JIS L 0855:2005 に準拠し変退色用グレースケールで判定を行った。ただし、試験装置から取り出した直後に判定を行った。

**2.7 試料の測色方法** 試料の測色は JIS Z 8722 : 2009<sup>(2)</sup> に準拠し、下記の条件で測色した。ただし、透過による測定誤差を避けるため、未試験の試験片を測色対象試験片の下に 2 枚重ねて測定した。また、暴露試験後の試料は、試験装置から取り出し直後に測定した。

〈測色条件〉

測定方法の種類：Sa

照明および受光の幾何学的条件：(8° : de)

計算方法および波長間隔：W10

光源：D65

視野：10°

使用機器：積分球分光光度計（X-Rite 社製 CE-7000A）

色差の計算は JIS Z 8730 : 2009 7.1.1 L\*a\*b\*表色系による色差<sup>(3)</sup>に準拠し、式（2）によって求めた。

$$\Delta E^*_{ab} = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (2)$$

ここに、 $\Delta E^*_{ab}$  : L\*a\*b\*表色系による色差

$\Delta L^*$ ,  $\Delta a^*$ ,  $\Delta b^*$  : JIS Z 8729 に規定する L\*a\*b\*表色系における二つの物体色の CIE 明度 L\* の差及び色座標 a\*b\* の差

### 3. 結果および考察

**3.1 試験装置内濃度** 表 1 に JIS 法、フロー法、バッチ法でガスを供給した際の装置内の最大 NOx 濃度の平均値、標準偏差を示す（各 10 回測定）。JIS 法でガスを供給した際には装置内の NOx 濃度のばらつきが大きいことがわかった。それに対してフロー法およびバッチ法については試験ごとの NOx 濃度のばらつきが小さい結果となった。

図 3 に、JIS 法、フロー法、バッチ法でガスを供給した際の装置内の NOx 濃度の経時変化を示す。フロー法では試験装置内の NOx 濃度は徐々に高くなり、JIS 法およびバッチ法については装置内の濃度は徐々に低くなることを確認した。NO-NO<sub>2</sub>-NOx 分析計のサンプリングや試料への吸着、ガラス壁面への吸着等による消費が JIS 法およびバッチ法の濃度が低くなった原因と考える。

**3.2 試験装置内湿度** 図 4 は JIS 法、フロー法、バッチ法でガスを供給した際の試験装置内の湿度を 30 分間測定

表 1. NOx 濃度の測定

供給方法	最大 NOx 濃度平均 (ppm)	標準偏差 (SD)
JIS 法	325	49.90
フロー法	128	2.67
バッチ法	327	6.88

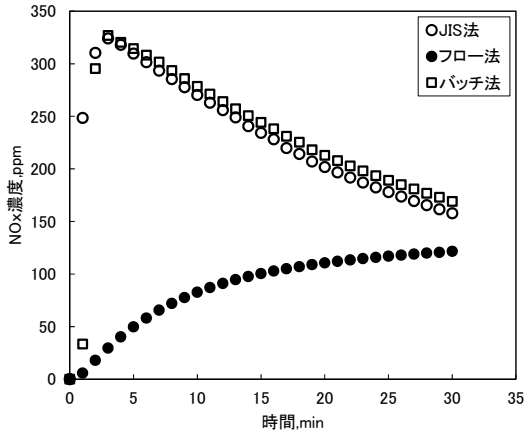


図 3. NOx 濃度経時変化

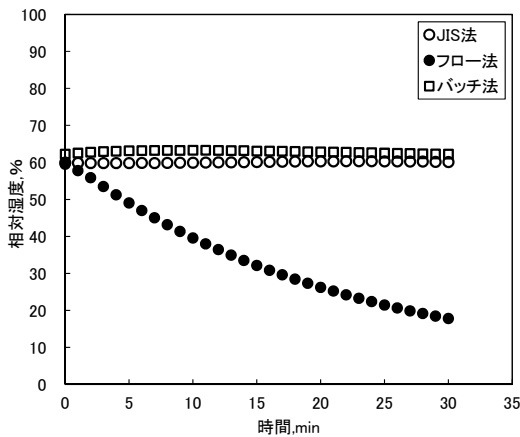
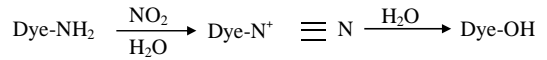


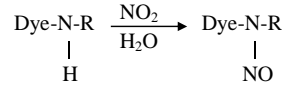
図 4. 試験装置内の湿度変化

した結果である。試験開始時と試験終了時(30分後)の試験装置内の湿度変化は、JIS法およびバッチ法ではほとんどなかったが、フロー法では約70%の湿度低下が認められた。浦畑ら<sup>(4)</sup>の報告では、窒素酸化物による着色物の変退色原因は主として染料構造中のアミノ基などがジアゾ化やニトロ化を受け、さらに水分などの存在下で分解し本来の染料構造と異なる形に変化するためとしている(図5)。また、朝倉ら<sup>(5)</sup>は窒素酸化物の変色は窒素酸化物のみで生じることはなく、水の存在が重要な因子となると報告している。これらの報告から、試験時の装置内の湿度変化は染色布の変退色に影響を与えると考える。

**3.3 湿度が染色布に与える影響** 窒素酸化物による変色は水分が重要な因子であるため、湿度が染色布に与える影響について検討した。窒素酸化物の供給は JIS L 0855:2005 に準拠し化学的に発生させた窒素酸化物を使用した。その際、窒素酸化物のガス濃度による変退色の誤差を防ぐため、装置内の窒素酸化物濃度が初期濃度(ガス注入から約3分



第1級アミノ基含有染料 ジアゾニウムイオン 変色染料



第2級アミノ基含有染料 ニトロソアミン

図 5. 窒素酸化物によるアミノ基含有染料の変色機構<sup>(4)</sup>

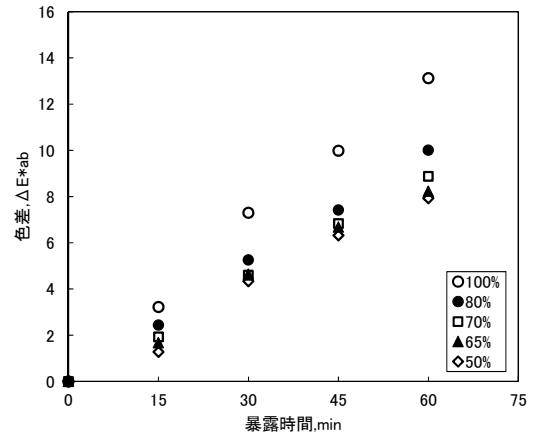


図 6. 変退色と湿度および暴露時間の関係

表 2. 湿度 65% 暴露時の標準染色布との色差

調整湿度 (%)	65%との色差 (ΔE*ab)	標準偏差 (SD)
100	3.1	1.19
80	1.0	0.47
70	0.3	0.25
50	0.3	0.04

表 3. 未暴露布とのグレースケール判定値

調整湿度 (%)	グレースケール判定値 (級)			
	暴露 15 分間	暴露 30 分間	暴露 45 分間	暴露 60 分間
100	4	3	2	2
80	4-5	3-4	3	2-3
70	4-5	4	3-4	3
65	4-5	4	3-4	3
50	4-5	4	3-4	3

間)で約300ppmになるようにガスの注入量を調整し暴露試験を行った。図6にJIS法での暴露時の変退色と湿度および暴露時間の関係を示す。窒素酸化物による変退色は、高湿度および暴露時間が長い程、変退色が大きくなることがわかった。表2にはJIS法に規定されている湿度65%で暴露した染色布と、湿度50%、70%、80%、100%の湿度で暴露した染色布との色差(暴露時間15分間、30分間、45分間、60分間の平均値)と標準偏差を示す(各3回測定)。湿度50%、70%で暴露試験した試料については65%で暴露試験した試料との色差が0.5以下と小さい値を示し、暴露時間による色差のばらつきも小さいことがわかった。

表3にそれぞれの未暴露布との変退色用グレースケールの判定値を示す。湿度50%、70%で調湿し暴露試験した試料

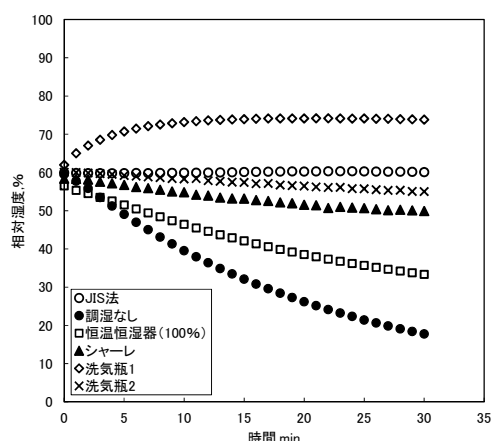


図7. 調湿方法による装置内湿度の変化

表4. 暴露試験時の装置内濃度（最大値）

調湿方法	NOx 濃度平均 (ppm)	標準偏差 (SD)
調湿なし	129	1.29
シャーレ	123	1.48
洗気瓶2	125	3.37

については、JIS法に規定されている65%と変退色用グレースケールの判定値が同様の結果となった。これに対して、湿度80%、100%で暴露した試料については、JIS法に規定されている65%と変退色用グレースケールの判定値が半級から1.5級異なることがわかった。調湿が暴露試験の結果に影響を与えることが確認された。

**3.4 調湿方法の検討** ボンベからのガスを一定流量流し続けるフロー法でガスを供給する際には試験装置内の湿度の低下が確認された(3.1 試験装置内湿度)。そこで暴露結果がグレースケール判定値でJIS法と同様の結果となった湿度50%~70%に装置内を保つ調湿方法について検討を行った。

図7には試験装置内の湿度変化を示した。試験開始時と試験終了時(30分後)の装置内の湿度変化率はJIS法が0.2%、フロー法の調湿なしが70%、恒温恒湿器法が41%、シャーレ法が14%、洗気瓶法1が19%、洗気瓶法2が8.4%であった。30分後に試験装置内の湿度が50%~70%の間であったのはシャーレ法、洗気瓶法2であった。フロー法でガスを供給する際に、装置内の湿度を50%~70%に保つ調湿方法として、シャーレ法、洗気瓶法2が有効なことがわかった。

**3.5 暴露試験の実施** 装置内の湿度を50%~70%に保つことができたシャーレ法、洗気瓶法2および調湿なしの3方法で標準染色布の暴露試験を実施した(各3回測定)。標準染色布が標準退色までに要する時間は、調湿なしが平均36分間、シャーレ法が平均30分間、洗気瓶法2が平均30分間であった。

表4に暴露試験時の装置内NOx濃度(最大値)の平均値および標準偏差を示した。3方法において装置内のNOx濃

度に大きな差はなく、それぞれの調湿方法でのNOx濃度のばらつきも小さい結果となった。フロー法でガスを供給する試験方法において、シャーレ、洗気瓶法2で調湿を実施することにより、安定した湿度および濃度で暴露試験が実施可能であることがわかった。

#### 4. まとめ

本研究では、窒素酸化物の供給にボンベガスを用いる試験方法について検討し、下記の結論を得た。

1. ボンベから試験装置へガスを流し続けるフロー法は試験時の試験装置内のNOx濃度のばらつきが小さいことがわかった。
2. ガスをボンベからガス採取サンプルバッグに一旦封入し、そこから注射器で採取し供給するバッチ法は試験時の試験装置内のNOx濃度のばらつきが小さいことがわかった。また、試験装置内の湿度変化も小さいことがわかった。装置内のNOx濃度をJIS法と同程度にすることで、現行のJIS法と整合性がとれた暴露試験が実施可能であることを明らかにした。
3. フロー法で試験を行う際の課題である装置内の湿度変化については、装置内に水を張ったシャーレを置く方法、洗気瓶に水を入れバブリングする方法で試験装置を調湿することにより装置内の湿度を保つことを可能とした。また、装置内のNOx濃度は調湿方法(シャーレ法、洗気瓶法2)による影響が小さいことを確認した。フロー法でガスを供給する試験方法において、シャーレ、洗気瓶法2で調湿を実施することにより、安定した湿度および濃度で暴露試験が実施可能であることを明らかにした。

今後、環境汚染が少なく、安定した濃度の窒素酸化物を供給することが可能なボンベガスを用いたバッチ法をJIS規格として採用されるよう関係機関に提案して行く。ボンベガスを用いたフロー法については、排気ガスの処理方法やJIS法およびバッチ法とのデータの整合性等について検討して行きたい。

(平成23年5月20日受付, 平成23年8月2日再受付)

#### 文 献

- (1) JIS L 0855:2005; 窒素酸化物に対する染色堅ろう度試験方法(2005)
- (2) JIS Z 8722:2009; 色の測定方法-反射及び透過物体色(2009)
- (3) JIS Z 8730:2009; 色の表示方法-物体色の色差(2009)
- (4) 浦畑俊博:「保管時の染色物の変退色」, 繊維製品消費科学会誌, vol.23, No.3, pp.97-100(1982)
- (5) 朝倉守, 小柴多佳子, 福島富子:「窒素酸化ガスによる綿-反応染料染色物の変色」, 東京都立繊維工業試験場研究報告書, vol.40, pp.25-30(1993)

## 論文

## 絹織物への膨潤剤を用いたプリーツ加工

武田 浩司\*<sup>1)</sup> 木村 千明\*<sup>1)</sup> 小林 研吾\*<sup>1)</sup>

## Pleat processing that uses swelling agents on silk fabrics

Koji Takeda\*<sup>1)</sup>, Chiaki Kimura\*<sup>1)</sup>, Kengo Kobayashi\*<sup>1)</sup>

In the present study, to successfully produce pleated silk fabrics that have the softness of silk while maintain the pleats, a pleating method was examined that uses swelling agents. The pleating method using swelling agents utilizes steam to set the pleats in silk fabric given swelling agents. Urea, ethylene glycol, and dimethyl sulfoxide are used in the agent. This paper discusses the results, the relation between pleat retention and swell, processing conditions, and practical performance. The results show that it is possible to achieve pleated silk fabrics that have the softness of silk while maintain the pleats. Especially, the process using urea gave excellent pleat retention in the silk fabrics. The relation between pleat retention and swell showed a trend for pleat retention to increase as more swelling agents remain in the material during setting. We examined processing conditions for pleating methods that used urea. The current investigation produced excellent results using values of 40% aqueous solution concentration, a pleat set temperature of 130°C and pleat set time of 30 min. Additionally, practicability is satisfactory. It was discovered that pleated silk fabrics can achieve the softness of silk while retaining pleats through the use of swelling agents.

キーワード：絹織物, プリーツ加工, 膨潤, 尿素

Keywords : silk fabric, pleat, swellheaded, urea

## 1. はじめに

プリーツ加工とは、編織物へヒダ（折り目・プリーツ）を付ける加工のことでスカート、ブラウス等の製品に多く行われている。繊維素材により適性は異なり、熱可塑性を有するポリエステル等の合繊織物やジスルフィド結合を有する毛織物は、その性質を利用し保持性の高いプリーツ加工が可能である。しかし、有効なプリーツ加工法が開発されていない繊維素材が多く、絹繊維もその一つである。絹織物は優れた風合いや光沢をもつため、有効なプリーツ加工を開発すれば、高付加価値製品の製造が期待できる。

従来の絹織物プリーツ加工には湿熱処理、樹脂加工<sup>(1)</sup>、はっ水加工<sup>(2)</sup>を利用してきた。湿熱処理を利用したプリーツ加工とは、プリーツを折り込んだ後、蒸気をあててプリーツを固定する加工法である。一時的にプリーツを付けることができるが、吸水、吸湿すると簡単に消失する。樹脂加工を利用したプリーツ加工とは、プリーツを折り込んだ後、繊維内部で架橋を生成しプリーツ性を向上させる加工法である。しかし、織物が硬くなり、絹織物の特徴の一つである柔らかさを失う。はっ水加工を利用したプリーツ加工とははっ水効果により、絹繊維の吸水を抑制し、プリーツ性を向上させる加工法である。しかし、はっ水効果の持続性に問題がある。はっ水効果が消失すれば、プリーツは簡単に消失する。つまり、絹織物本来の柔らかさと高いプリー

ツ性を両立したプリーツ加工法はない。

本研究では、膨潤剤を用いたプリーツ加工を検討した。膨潤剤を用いたプリーツ加工法について、効果の確認、膨潤とプリーツ性の関係、加工条件の検討、実用性能の実証を行ったので、結果について報告する。

## 2. 試験方法

2.1 試験布 JIS L 0803:2005 染色堅ろう度用添付白布絹(2-2)を用いた。

## 2.2 薬剤

(1) 膨潤剤 絹繊維の膨潤剤とは極性の大きい薬剤を指す。そのため種類は多岐に及び、全ての膨潤剤を検討するのは困難である。そこで、今回は繊維の加工に一般的に用いられている尿素とエチレングリコール(以下、EG)<sup>(3)</sup>、比較的膨潤作用が良く、絹繊維の研究で用いられることの多いジメチルスルホキシド(以下、DMSO)<sup>(4)</sup>を選定した。それぞれ試薬1級を使用した。なお、尿素は水溶液の状態で使用し、濃度は0°Cにおける飽和濃度である40%を最高に5~40%の範囲で5水準とした。

(2) 従来加工用薬剤 樹脂はグリオキザール系加工剤(DIC社製 ベッカミン NS-210L 有効成分40%)、触媒は複合金属塩タイプ(DIC社製 キャタリスト X-60 有効成分10%)を用いた。はっ水加工には、フッ素系はっ水剤(旭硝子社製 AG-E081 有効成分30%)を用いた。

(3) ソーピング剤 ノニオン系界面活性剤(第一工業製

\*1) 多摩テクノプラザ 繊維・化学グループ

薬社製 ノイゲン HC) を使用した。

2.3 加工方法

(1) 膨潤剤を用いたプリーツ加工法 絹織物を膨潤剤に 80℃, 5 分間浸漬した後, 遠心分離機を用いて 3000rpm, 5 分間脱液した。脱液した絹織物にプリーツを折り込んだ後, 乾熱プレス機を用いて 130℃, 30 秒の条件でプレスした。その後, ホフマンプレス機を用いて蒸気をあてながらプリーツセットした。最後に, ノニオン系界面活性剤を 1 g/l 溶かした 40℃の浴で洗浄した。プリーツセット温度は 130℃, 時間は 30 分間とした。尿素については, プリーツセット温度 130~150℃の範囲で 3 水準, 時間 5~40 分間の範囲で 5 水準により加工した。

(2) 湿熱処理 2.3(1)で膨潤剤を用いた部分の水にかえて加工した。

(3) 樹脂加工 絹織物を樹脂液(グリオキザール系加工剤 60%, 複合金属塩触媒溶液 18%, 水 22%)に浸漬し, マングルを用いて絞り率が 100%になるよう絞った。その後, 送風乾燥機を用いて 100℃, 1 分間乾燥した。乾燥した絹織物へプリーツを折り込み, 乾熱プレス機を用いて 150℃, 3 分間乾熱処理を行った。最後に, ノニオン系界面活性剤を 1 g/l 溶かした 40℃の浴で洗浄した。

(4) はっ水加工 絹織物をはっ水剤水溶液(フッ素系はっ水剤 5%)に浸漬し, マングルを用いて絞り率が 100%になるよう絞った。その後, 送風乾燥機を用いて 110℃, 1 分 30 秒間乾燥した。乾燥した絹織物へプリーツを折り込み, 乾熱プレス機を用いて 170℃, 1 分間熱処理した後ホフマンプレス機を用いて, 130℃, 30 分間蒸気をあてながらプリーツセットした。最後に, ノニオン系界面活性剤を 1 g/l 溶かした 40℃の浴で洗浄した。

2.4 試験方法

(1) プリーツ性試験 プリーツ性は JIS L1060 : 2006 7.3 C 法 (外観判定法) にしたがって実施した。洗濯方法は水洗いとドライクリーニングをそれぞれ行った。水洗いは JIS L 0217 : 1995 の付表 1 106 法で行い, 乾燥はろ紙を用いて吸水した後, スクリーンメッシュ上で平干した。ドライクリーニングはドライソープを添加した石油系溶剤で行い, 業務用ドライクリーニングにより洗浄 6 分, 脱液 5 分を行った。

(2) 剛軟性試験 絹織物の柔らかさは JIS L1096 : 2010 8.19.5 E 法 (ハンドルオメータ法) にしたがって実施した。

(3) 膨潤率測定試験 膨潤率は林ら<sup>(5)</sup>の報告を参考して行った。試料は, 2.3(1)における膨潤剤浸漬した後脱液した絹織物とした。流動パラフィン置換媒体としてピクノメーターを用いて 30℃で試験した。測定した値から, (1)式を用いて算出した。

$$V_s = V_o - (W_t - W_s) / \rho_l \dots \dots \dots (1)$$

$V_s$  : 試料の体積

$V_o$  : ピクノメーターの体積

$W_t$  :  $W_s$  に流動パラフィンを満たした質量

$W_s$  : 空のピクノメーターに試料を入れた時の重量

$\rho_l$  : 30℃における流動パラフィンの比重

(1)で算出した体積から(2)式により膨潤率を求めた。

$$S = V_s / (W_o / \rho_2) \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

$S$  : 膨潤率

$W_o$  : 膨潤剤浸漬後, 脱液した絹織物の質量

$\rho_2$  : 絹繊維の比重

(4) 膨潤剤付着率測定 2.3(1)におけるプリーツセット時の絹織物を試料とした。膨潤剤付着率は, 式(3)より算出した。

$$A = \{W_m / (W_m + W_f)\} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

$A$  : 膨潤剤付着率

$W_m$  : 試料の質量から  $W_f$  を減じた値

$W_f$  : プリーツセット時の絹織物質量

(5) 白色度指数測定 分光光度計 (エックスライト社製, Macbeth Ci5) を用いて,  $S_a$ ,  $D_n$ ,  $W_{10}$  の条件で JIS Z8715 : 1999 に規定される  $W_{10}$  (白色度指数) を測定した。一つの試料につき 3 箇所測定し, その平均値を算出した。

3. 結果および考察

3.1 膨潤剤を用いたプリーツ加工の効果 従来加工法及び膨潤剤を利用してプリーツ加工した絹織物について, プリーツ性試験と剛軟性試験を行った。プリーツ性試験における洗濯方法は水洗いで回数は 1 回である。表 1 に示すとおり, 従来加工法によるプリーツ加工品の内, 湿熱処理とはっ水加工によるプリーツ加工品は未加工品の剛軟性と同じ値を示したが, プリーツ性が低い結果となった。また, 樹脂加工によるプリーツ加工品は高いプリーツ性を示したが, 剛軟性が高くなり, 硬い織物であった。一方, 各種膨潤剤を用いたプリーツ加工によるプリーツ加工品は, 絹織物本来の剛軟性と高いプリーツ性を両立した性能が得られた。また, 使用した膨潤剤により加工された絹織物のプリーツ性に差が生じた。尿素を利用してプリーツ加工された絹織物が最も高い値を示し, 次いで EG, DMSO の順であった。

表 1. プリーツ加工した絹織物のプリーツ性と剛軟性

加工方法/ 試験項目	プリーツ性 試験 (級)	剛軟性試験 (N)
膨潤 剤	尿素	4.6
	EG	3.9
	DMSO	3.4
湿熱処理	1.1	0.2
樹脂加工	5	0.9
はっ水加工	2.1	0.2
未加工	—	0.2

3.2 膨潤とプリーツ性 各種膨潤剤を用いたプリーツ加工の各加工工程における絹繊維の膨潤率を測定した。図 1 に示すように, 膨潤剤を利用して加工した絹織物全てにおいて, 膨潤率はプリーツセット後に減少した。

また, 加工終了時の洗浄後は膨潤していないことが確認された。

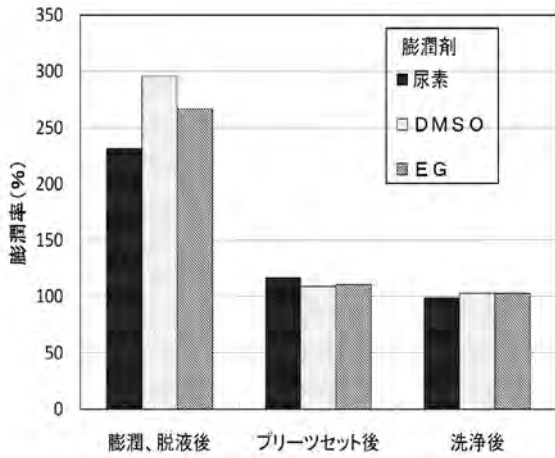


図1. 各加工工程における膨潤率

ブリーツセット中における膨潤剤付着率の変化を測定した。図2に示すように、ブリーツセット時間の経過にしたがい、どの膨潤剤も脱離した。膨潤率がブリーツセット後に減少したのは、ブリーツセット中において膨潤剤が加熱による揮発や織物外へ移動したことにより、脱離したためと考える。また、膨潤剤によりブリーツセット中の付着率に差異があることを確認した。そこでブリーツセット中の付着率を比較するため、各グラフの積分値を算出した。その結果、ブリーツ性と同じ尿素>EG>DMSOの順であった。この結果から、膨潤剤はブリーツセット中に膨潤剤付着率をより維持できるものを選定すると、より高いブリーツ性が得られると推測した。

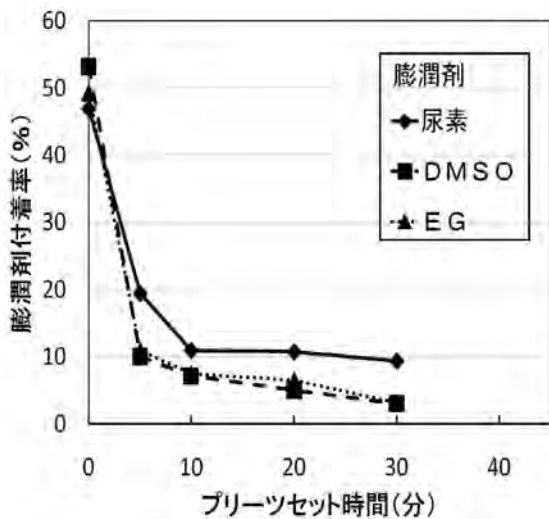


図2. ブリーツセット中における膨潤剤付着率の変化

3.3 加工条件の検討 3.1の結果より、尿素を利用したブリーツ加工品の性能が最も優れていた。そこで、尿素

を利用したブリーツ加工に関して、尿素水溶液濃度、ブリーツセット温度及び時間について検討した。

(1) 尿素水溶液の濃度 尿素水溶液濃度を5~40%の範囲内で5水準、ブリーツセット温度を130℃、ブリーツセット時間を30分間の条件でブリーツ加工した絹織物に対して、ブリーツ性試験を実施した。洗濯方法は水洗いで回数は1回である。図3に各観察者の平均をプロットし、その近似線を示した。尿素水溶液濃度の増加にしたがい、ブリーツ性が向上した。

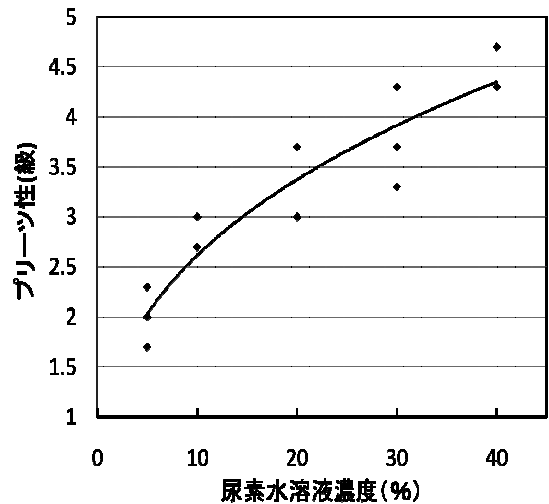


図3. 尿素水溶液濃度とブリーツ性の関係

(2) ブリーツセット時間、温度 前項で高いブリーツ性を示した尿素水溶液濃度40%の条件で、ブリーツセット温度を130℃~150℃の範囲で3水準、ブリーツセット時間を5~40分間の範囲において5水準でブリーツ加工した絹織物に対し、ブリーツ性試験を実施した。洗濯方法は水洗いで回数は1回である。結果、図4に示すようにブリーツセット温度130℃のブリーツセット時間30分と40分において高い値を示した。

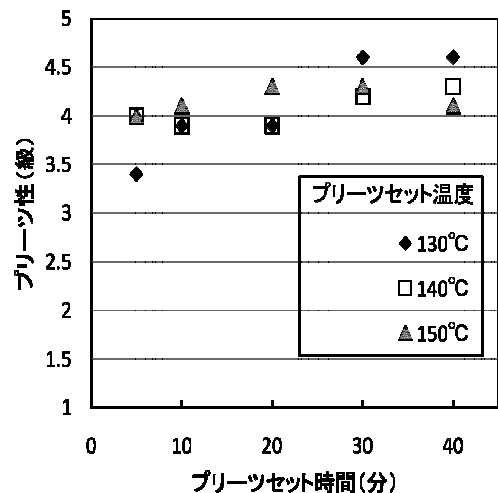


図4. ブリーツセット時間、温度とブリーツ性の関係

絹繊維は熱の影響により黄変しやすい性質を持つ。そこで、尿素水溶液濃度 40%，プリーツセット温度を 130℃～150℃の範囲で 3 水準，プリーツセット時間を 5～40 分間の範囲で 5 水準に振りプリーツ加工した絹織物の白色度指数を測定した。図 5 に示すように、どの温度もプリーツセット時間の経過にしたがい、白色度指数が低下した。また、プリーツセット温度が高いほど白色度指数が低下する傾向を示した。

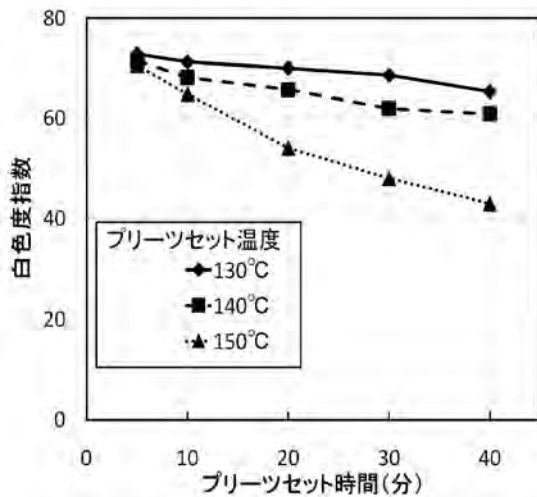


図 5. プリーツセット温度，時間と白色度指数の関係

**3.4 実用性能の実証** 3.3 より，実施した加工条件範囲の中では，尿素水溶液濃度 40%，プリーツセット温度 130℃，プリーツセット時間 30 分間が優れていた。この条件でプリーツ加工された絹織物のプリーツ性を評価した。洗濯方法は，水洗い 3 回，水洗い 10 回，ドライクリーニング 3 回それぞれ行った。表 2 に示すように，プリーツ性はいずれも高い値を示した。絹繊維製品の洗濯には，通常ドライクリーニングが利用される。ドライクリーニング 3 回後のプリーツ性は 5 級であるため，実用性能は十分と判断した。また，図 6 に洗濯前と水洗い 3 回後の加工布を示した。ほぼプリーツ形状が保持されている。水洗いにも耐えることのできる高いプリーツ性を持つことがわかる。

表 2. 洗濯方法とプリーツ性

洗濯方法/試験項目	プリーツ性試験 (級)
水洗い 3 回	4.2
水洗い 10 回	3.8
ドライクリーニング 3 回	5

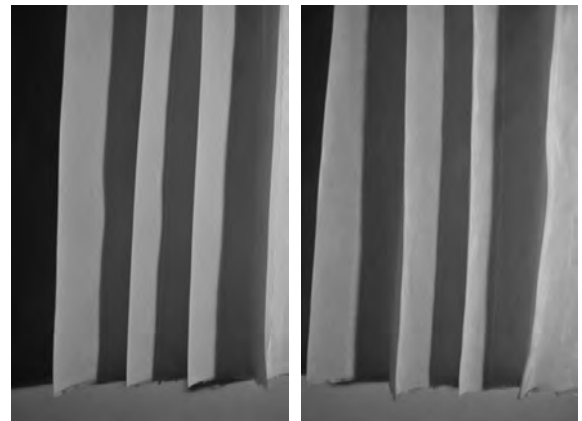


図 6. 尿素を利用したプリーツ加工品  
左：洗濯前 右：水洗濯 3 回後

#### 4. まとめ

絹織物本来の柔らかさとプリーツ性を両立させた絹織物プリーツ加工品を実現するため，膨潤剤を付与した絹織物に対して，湿熱処理によりプリーツセットするプリーツ加工法を開発した。膨潤剤は，尿素，エチレングリコール，ジメチルスルホキシドを使用した。膨潤剤を利用してプリーツ加工した絹織物のプリーツ性と剛軟性を評価した結果，高いプリーツ性と絹織物本来の剛軟性を両立させた加工品を得た。特に，尿素を利用したプリーツ加工品のプリーツ性が優れていた。また，実施した加工条件範囲の中では，尿素水溶液濃度 40%，プリーツセット温度 130℃，プリーツセット時間 30 分間が優れていた。

今回は白生地を用いたが，今後，用途を広げるために，染色布への適用を検討する予定である。

(平成 23 年 5 月 20 日受付，平成 23 年 7 月 5 日再受付)

#### 文 献

- (1) 特開 2003-49363
- (2) 特開 2002-371460
- (3) 武部猛:「捺染技術のすべて」 pp257-259(1972)
- (4) 林良之:「絹の防縮加工」染色工業,Vol.42, No. 4, pp4-5 (1994)
- (5) 林良之,清水富男,老田達生,樽井栄満,谷口由希子,岡川逸郎,浅井紀夫,笹倉忠雄:「有機溶媒による絹布の膨潤」繊維学会誌,Vol.48, No. 1, p38 (1992)



# 温度応答性の収縮 - 膨張サイクルにより得られる 高弾力性コラーゲングル

柚木 俊二\*<sup>1)</sup>

## Highly elastic collagen gels prepared from thermo-responsive shrinkage and swelling

Shunji Yunoki\*<sup>1)</sup>

Highly elastic collagen gels were prepared from cross-linked collagen fibrillar gels by the use of their thermo-responsive shrinkage and swelling. The collagen gels prepared by simultaneous processing of fibril formation and chemically-induced cross-linking dramatically shrunk in hot water (80°C). The shrunken gels had a rubber-like elasticity as reported previously. Interestingly, the shrunken gels gradually swelled in cold water (4°C), and partially recovered the appearance and mechanical properties of the cross-linked collagen fibrillar gels. The thermo-responsive shrinkage and swelling was reversible. The swelled gel showed highly elastic properties; its stress-strain behavior changed little through 10 repetitions of penetration to a strain of 0.5. The strain at the breaking point was above 0.8. The high elasticity of the swelled collagen gel is expected to be useful for tissue engineering applications in which elastic properties are required. The swelling of the collagen gel in cold water seemed to be due to the renaturation of denatured collagen. This speculation is supported by the similarity in thermo-responsibility between the gel swelling and renaturation of denatured collagen.

キーワード : コラーゲン, ゲル, 線維, 変性, らせん回復, 温度応答性

Keywords : collagen, gel, fibril, denaturation, renaturation, thermo-responsive

### 1. 緒言

幹細胞を用いて組織・器官を再生させる「再生医療」の実現に期待が寄せられている。幹細胞生物学は近年急速な進歩を示し、1998年にヒト胚性幹細胞 (ES 細胞) 株が樹立され<sup>(1)</sup>、2006年には体細胞から多能性幹細胞 (iPS 細胞) が作製された<sup>(2)</sup>。しかし、幹細胞があれば再生医療がすぐに実現するわけではない。再生医療の実現は多くの場合、ティッシュエンジニアリング (tissue engineering) との融合が必要とされる。ティッシュエンジニアリングは生体を持つ治療力を最大限に引き出すための環境作りであり、「細胞の足場材料 (scaffold)」に「細胞」と「薬剤」を組み合わせる生体組織の再生誘導を行うための学問である<sup>(3)</sup>。

Scaffold にはセラミックス, 合成高分子, および生体高分子など多種多様な材料が利用されているが, 生体高分子コラーゲンは最も広く利用されている材料の1つである<sup>(4)</sup>。コラーゲンは生体内でいわば細胞の住処として機能し, 体内に最も多量に存在するタンパク質として知られる。Scaffold としてのみならず, 止血剤, ドラッグデリバリーキャリア<sup>(4)</sup>, 人工皮膚<sup>(5)</sup>, 人工骨<sup>(6)</sup>などがコラーゲンから開発され, 既に多数が臨床応用されている。

ここで, scaffold を含めた医療用具へのコラーゲンの利用方法に対し1つの課題を指摘する。コラーゲン医療用具の開発はほとんどの場合, その生体適合性と生体吸収性にのみ着目して行われてきた。一方, コラーゲンの生体内での

主たる役割は力学的支持体である。骨の強さ, 腱・靭帯の強さと特異な伸縮性, あるいは皮膚 (真皮), 筋膜, および軟骨の弾性にはいずれもコラーゲン線維が重要な役割を果たしている。しかし, 既存のコラーゲン材料は特に湿潤状態で力学的に脆弱であり<sup>(7)</sup>, 伸縮性もほとんど無い<sup>(8)</sup>。すなわち, コラーゲンのもつポテンシャルは医療用具において未だ十分に発揮されていない。

筆者らは上記の課題を鑑み, 架橋技術と熱処理を組み合わせる伸縮性コラーゲンを開発した<sup>(9)</sup>。本研究では, 伸縮性コラーゲンに関する新たな知見として, 温度応答性の収縮 - 膨張サイクルを明らかにする。膨張によって生じる力学的な変化を解析するとともに, その構造変化について考察する。

### 2. 実験方法

**2.1 コラーゲン水溶液の調製** 鮭の皮から公知の方法<sup>(10)</sup>でコラーゲンを抽出, 精製した。以下に方法を簡単に述べる。鮭の皮をクロロホルム/メタノールで脱脂し, 酢酸水溶液に浸漬した。コラーゲンが溶出した外液から不溶残渣を除去し, 得られた粗コラーゲン溶液にペプシンを添加してアテロ化 (コラーゲンの非らせん領域の除去) した。その後, 食塩による塩析出を繰り返し, ペプシンその他の非コラーゲンたんぱく質を除去し, 蒸留水に対して透析して精製コラーゲンを得た。コラーゲンを凍結乾燥し, 所定の濃度に溶解して実験に供した。

**2.2 伸縮性コラーゲングルの作成** コラーゲンの線維

\*1) バイオ応用技術グループ

化と架橋を同時に生じさせる著者らの方法<sup>(11)</sup>に従い、コラーゲン水溶液とリン酸緩衝液を混合して架橋コラーゲン線維ゲルを得た。以下に方法を簡単に述べる。pH3 希塩酸を溶媒とした 0.3%コラーゲン水溶液と pH 7, 40 mM リン酸緩衝液 (70 mM 食塩および 100 mM EDC\*含有) を 10°C に保ち、等容積混合して内径 85 mm のシャーレに流し込んだ。10°C で一晩静置して十分にゲル化させ、実験に供した。

次に、架橋コラーゲン線維ゲルを 80°C の熱水に浸漬した。得られた収縮ゲルを S-ゲル (Shrunken-ゲル) と定義した。その後、4°C の冷水に浸漬した。膨張がほぼ頭打ちになった 168 h 後のゲルを SS-ゲルと定義した。この熱水浸漬 - 冷水浸漬による収縮 - 膨張サイクルを 2 回経て得られたゲルを SS2-ゲルと定義した。

\*EDC: 1-ethyl-3-(3-dimethylaminopropyl)-carbodiimide

**2. 3 ゲルの膨張率の算出** ゲルの直径を互い直行した 2 箇所計測し、その平均値を求めた。作製直後の架橋コラーゲン線維ゲル (図 1 a) の直径との比から、膨張率を直径の回復率 (%) として算出した。

**2. 4 コラーゲン線維の電子顕微鏡観察** 走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて、ゲル中のコラーゲン線維を観察した。コラーゲンゲルをグルタルアルデヒドで固定し、CO<sub>2</sub> 臨界点乾燥装置を用いて乾燥試料を作製した。乾燥コラーゲンを白金コーティングし、JSM-5600LV (日立製作所製) を用いて、加速電圧 10 kV で観察した。

**2. 5 伸縮性コラーゲンゲルの力学試験** 強度試験機 (TA XT.2 plus, Stable Microsystems) を用いて、ゲルの貫入試験を行った。ゲルに対し、直径 5 mm の SUS 製プローブを速度 0.5 mm/s で押し込み、応力 - ひずみ曲線を得た。プローブが 1g の応力を検知したときのゼロ点 (底面) からの距離をゲル厚みとして、プローブの移動距離からひずみを算出した。

**2. 6 コラーゲンらせんの回復** 野村らの方法<sup>(12)</sup>に従い、水溶液状態での熱変性コラーゲンのらせん回復を測定した。pH 7 のリン酸緩衝液を溶媒として 0.25% コラーゲン水溶液を調製し、60°C に加温して完全に変性させた。水溶液を石英セル (光路長 100 mm) に入れ、旋光度計 (SEPA-300, 堀場製作所) に設置した。セルホルダをあらかじめ 4°C に冷却し旋光度変化を追跡した。らせん回復率は、未変性コラーゲンの旋光度をらせん率 100%、完全変性コラーゲンの旋光度をらせん率 0% とし、得られた旋光度から算出した。

### 3. 結果

**3. 1 温度応答性の収縮 - 膨張サイクル** 架橋コラーゲン線維ゲルが熱水への浸漬により収縮し、冷水への浸漬により膨張する様子を図 1 に示す。架橋コラーゲン線維ゲル (図 1 a) を 80°C の熱水に浸漬すると、速やかに収縮を始めた (図 1 b および 1 c)。シャーレ底面側が凸になる湾曲した形状を示し、およそ 5 分後に収縮を停止した (図 1 d)。収縮の過程で、半透明だったゲルは白色に変化して透明性を失った (S-ゲル)。S-ゲルを 4°C の冷水に浸漬したところ、

ゆっくりと膨張を始めた。冷水に浸漬してから 12 h で明確な膨張が見られた (図 1 e)。24 h 以上では膨張がほぼ頭打ちになったので、168 h で浸漬を終了した (SS-ゲル) (図 1 f)。SS-ゲルをふたたび熱水に浸漬すると、図 1 d と同様の収縮ゲルが得られた。ふたたび冷水に浸漬すると、ほぼ同等の速度で図 1 f のゲルが得られた (SS2-ゲル)。

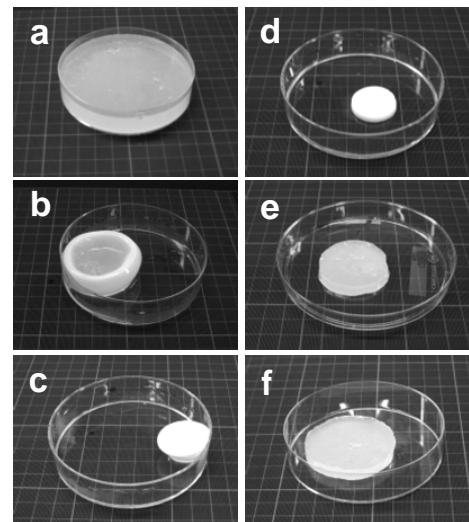


図 1. 熱水への浸漬により収縮し、冷水への浸漬により膨張する架橋コラーゲン線維ゲルの外観

(a) 作製後の架橋コラーゲン線維ゲル, (b) および (c) 熱水への浸漬により収縮する過程, (d) 完全に収縮した状態 (S-ゲル), (e) 冷水へ浸漬してから 12 h 後, (f) 冷水へ浸漬してから 168 h 後 (SS-ゲル)

図 2 にゲルの膨張の時間変化を示した。2 回目の膨張は 1 回目と同様の時間依存性を示した。冷水浸漬してから 168 h 後のゲルのサイズは 2 回目の方が大きかったが、熱水浸漬後のゲルに対する膨張率で表すと、1 回目 (1.53 倍) と 2 回目 (1.63 倍) の膨張率はほぼ同じであった。

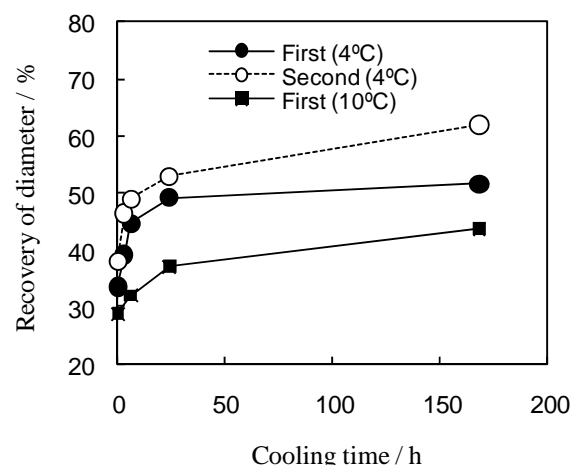


図 2. 熱水への浸漬により収縮した架橋コラーゲン線維ゲルの冷水中での膨張

図 1 a のゲルの内径を 100% として、ゲルの内径の増加により膨張を評価した。First, 1 回目の熱水冷水 - 冷水浸漬; Second, 2 回目の熱水冷水 - 冷水浸漬

冷水の温度を 4℃から 10℃に高めた場合の膨張も評価した。熱水による収縮後の冷水中の膨張は, 明らかに 10℃の方が小さかった (図2)。水の温度が 30℃に達すると, もはや膨張は起こらなかった。

**3.2 ゲルの力学試験** 図3にコラーゲンゲルの貫入試験から得られた典型的な応力 - ひずみ曲線を示す。架橋コラーゲン線維ゲルはひずみ 0.35~0.40 の間に降伏値を示した (n=5)。これに対し, S-ゲルはほぼ完全に圧縮され (ひずみ>0.9), 装置の計測限界値である 5 kgf の荷重がかかるまで降伏を示さなかった。SS-ゲルはひずみ 0.89~0.92 の間に降伏値を示し (n=5), 架橋コラーゲン線維ゲルと S-ゲルの中間の性質を示した。SS2-ゲルの応力 - ひずみ挙動は SS-ゲルとほぼ同じだった。S-ゲルに対してひずみ 0.5 までの繰り返し貫入試験を実施した。得られた応力 - ひずみ曲線を図4に示す。応力 - ひずみ曲線はヒステリシスを示した。1回目から2回目の貫入においてわずかな応力の減少が見られたが, 2回目以降 (~10回) はほぼ同じ曲線となった。

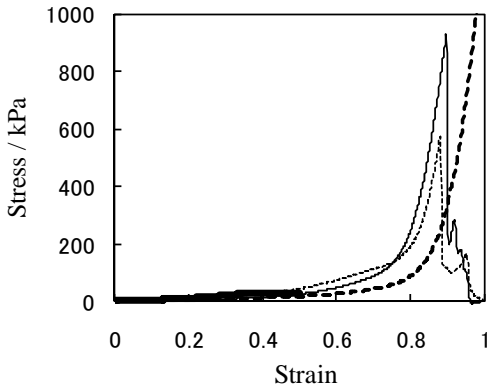


図3. コラーゲンゲルの貫入試験により得られた典型的な応力 - ひずみ曲線

太い実線、架橋コラーゲン線維ゲル； 太い破線、S-ゲル； 細い実線、SS-ゲル； 細い破線、SS2-ゲル

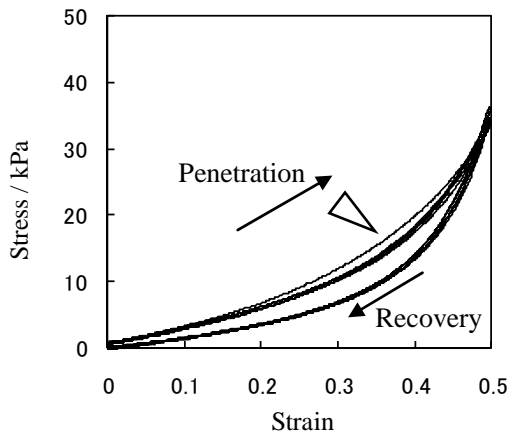


図4. SS-ゲルの繰り返し貫入試験から得られた応力 - ひずみ曲線

図中の白抜き矢印は1回目の圧縮により得られた曲線を示す。

**3.3 コラーゲンゲルのナノ線維構造** 架橋コラーゲン線維ゲルおよび SS-ゲルの SEM 観察を行った (図5)。架橋

コラーゲン線維ゲルは典型的な type I コラーゲンのナノ線維ネットワークを有していた。収縮 - 膨張を1回行ったゲルにおいてもナノ線維ネットワークは保持されていたが, 切断された線維が見られ, ネットワークが疎になっていた。

**3.4 コラーゲンのらせん回復** 水溶液状態での熱変性状態からのコラーゲンらせん回復を図6に示した。図6aは旋光度の実測値であり, 図6bは旋光度から求めたコラーゲンらせん率である。4℃において, 変性コラーゲンは3h後に32%のらせん回復率を示し, 24h後には60%に達した。一方, 冷水温度を10℃に高めると, コラーゲンらせん回復が抑制された。24h後らせん回復率は30%まで低下した。

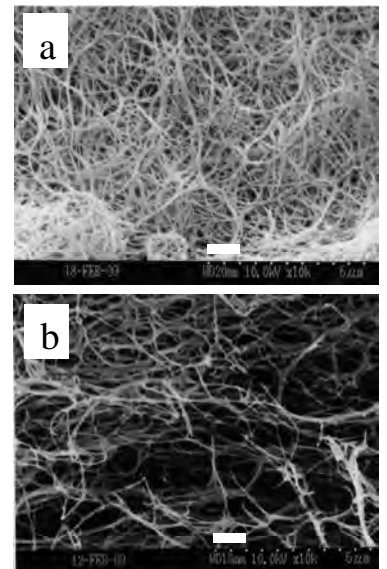


図5. コラーゲンゲルの SEM 像  
(a)架橋コラーゲン線維ゲル、(b)SS-ゲル  
図中のスケールバーは1μmを示す。

**4. 考察**

架橋コラーゲン線維ゲルを熱水処理すると著しく収縮した。原因はコラーゲンの3重らせんのランダムコイルへの変性である。コラーゲンの変性温度は水溶液状態で最も低く, 乾燥状態で最も高くなる。乾燥状態でのコラーゲンの変性温度は100℃を超えるが<sup>(13)</sup>, 乾燥コラーゲンに水を吸収させると70℃以下に低下する<sup>(14)</sup>。80℃の熱水中ではゲル中のコラーゲンが棒状の3重らせんから糸まり状の球状タンパク質に変性する。その結果, ゲルの著しい収縮が生じる。

伸縮性コラーゲンを冷水に浸漬すると徐々に膨張し, 外観 (図1) および力学特性 (図3) が熱処理前に近づくことを新たに発見した。サイズの小さかった SS-ゲルの方がむしろ架橋コラーゲン線維ゲルよりも線維ネットワークが疎だった (図5)。この事実は, ゲルの膨張と収縮は線維ネットワークの疎密に起因するのではなく, 分子レベルの構造変化が膨張の原因であることを示唆している。熱変性したコラーゲンを変性温度以下に冷却すると, コラーゲンらせんを徐々に回復する (renaturation) ことが知られている<sup>(15)</sup>。らせん回復は温度が低いほど活発であり, S-ゲルから SS-ゲルへの膨張と温度依存性が一致した (図6)。SS-ゲルの力学特性が架橋コラーゲン線維ゲルと S-ゲルの中間の性質を示した。以上の事実は, S-ゲルから SS-ゲルへの膨張が熱変性コラーゲンのらせん回復によることを示唆している。

コラーゲンのらせん回復は水溶液中のコラーゲンについてのみ研究されてきた。ゲルやスポンジ, シートなど成形体の中でコラーゲンらせん回復が起こったことを示した報

告は無い。コラーゲン成形体の中のらせん回復を直接測定する方法は、示差走査型熱量計 (DSC) 以外に無い。しかし、DSC による変性温度やエンタルピーの測定値はゲル中の水分含量により敏感に変化するため、ゲル試料間のらせん回復率を定量するには至っていない。

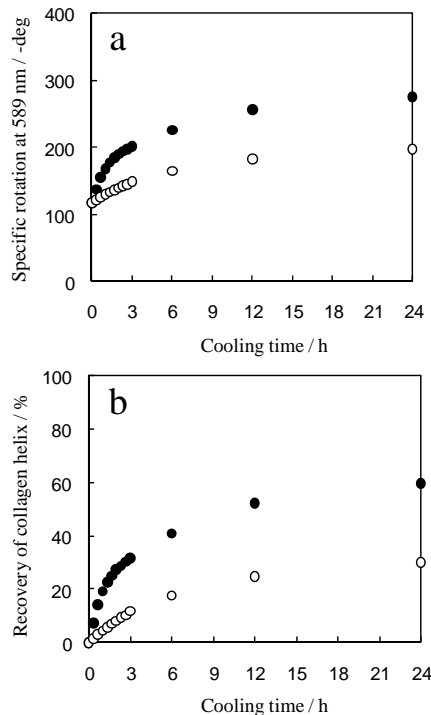


図6. 水溶液状態での熱変性コラーゲンのらせん回復  
(a) 比旋光度, (b) 比旋光度から求めたコラーゲンらせん回復率  
(●) 4°Cの冷水中, (○) 10°Cの冷水中

次に、SS-ゲルの弾力性について述べる。SS-ゲルはひずみ0.5を超える大変形に対し優れた復元力を持っていた(図4)。再生医療に用いられている公知のコラーゲン線維ゲルは中性でのコラーゲンの自己組織化を利用した物理ゲルであり<sup>(16)</sup>、圧縮するとゲルネットワークから漏水して明確な降伏を示さない<sup>(11)</sup>。このため、ティッシュエンジニアリングの足場材料としてはゲル状態で用いられることが少なく、多くはスポンジやフィルム・シートとして用いられている<sup>(4)</sup>。SS-ゲルは従来のコラーゲンゲルでは実現できなかった変形・荷重のかかるティッシュエンジニアリングに応用できると期待される。

通常のコラーゲン線維ゲルと異なるSS-ゲルの優れた弾力性については、筆者らが開発した架橋コラーゲン線維ゲルに特有の‘ダブルネットワーク’構造<sup>(11)</sup>に起因すると推定される。通常のコラーゲン線維ゲルの架橋点はコラーゲン線維の接点のみに存在し、架橋点が疎になっている。このため、圧縮などの変形に対し復元力に乏しい。一方、架橋コラーゲン線維ゲルは原子間力顕微鏡観察により実証した通り、コラーゲン線維間をオリゴメリックなコラーゲンが架橋した緻密な架橋点を持つ。熱処理によりコラーゲン線維とオリゴメリックなコラーゲンが変性、収縮して架橋

点が近づき、エントロピー弾性を発現するたわみが架橋点間に生じたと考えている。

本研究は、架橋コラーゲン線維ゲルを熱水処理により収縮させて得られる伸縮性コラーゲンゲルの新たな性質を明らかにした。コラーゲンを主体とする生体組織は、本来、皮膚や腱・靭帯のように優れた伸縮性を持つ。一方で、医療用具として研究開発されているコラーゲン材料には伸縮性がほとんど無く、コラーゲンの用途展開を制限する理由の1つとなっている。筆者が開発した高弾性コラーゲンゲルは弾性足場材料が求められる血管や軟骨のティッシュエンジニアリングに応用される可能性を秘める。

(平成23年5月24日受付, 平成23年6月17日再受付)

## 文 献

- Thomson JA, Itskovitz-Eldor J, Shapiro SS, Waknitz MA, Swiergiel JJ, Marshall VS, and Jones JM: "Embryonic stem cell lines derived from human blastocysts." *Science*, Vol.282, No.5391, p.1145 (1998)
- Takahashi K and Yamanaka S: "Induction of pluripotent stem cells from mouse embryonic and adult fibroblast cultures by defined factors." *Cell*, Vol.126, No.4, p.663 (2006)
- 田畑泰彦: 「再生医療を支えるバイオマテリアルと基盤技術, 再生医療のためのバイオマテリアル」, コロナ社, p.3 (2006)
- Lee CH, Singla A, and Lee Y: "Biomedical applications of collagen." *Int J Pharm*, Vol.221, No.1-2, p.1 (2001)
- Koide M, Osaki K, Konishi J, Oyamada K, Katakura T, Takahashi A, and Yoshizato K: "A new type of biomaterial for artificial skin: dehydrothermally cross-linked composites of fibrillar and denatured collagens." *J Biomed Mat Res*, Vol.27, No.1, p.79 (1993)
- Burg KJL, Porter S, and Kellam JF: "Biomaterial development for bone tissue engineering." *Biomaterials*, Vol.21, No.23, p.2347 (2000)
- Hiraoka Y, Kimura Y, Ueda H, Tabata Y: "Fabrication and biocompatibility of collagen sponge reinforced with poly (glycolic acid) fiber." *Tissue Eng*, Vol.9, No.6, p.1101 (2003)
- Koide T and Daito M: "Effects of various collagen crosslinking techniques on mechanical properties of collagen film." *Dent Mater J*, Vol.16, No.1, p.1 (1997)
- Yunoki S, Mori K, Suzuki T, Nagai N, and Munekata M: "Novel elastic material from collagen for tissue engineering." *J Mater Sci Mater Med*, Vol.18, No.7, p.1369 (2007)
- Yunoki S, Nagai N, and Suzuki T, Munekata M: "Novel biomaterial from reinforced salmon collagen gel prepared by fibril formation and cross-linking." *J Biosci Bioeng*, Vol.98, No.1, p.40 (2004)
- Yunoki S and Matsuda T: "Simultaneous processing of fibril formation and cross-linking improves mechanical properties of collagen." *Biomacromolecules*, Vol.9, No.3, p.879 (2008)
- Nomura Y, Yamano M, and Shirai K: "Renaturation of a1 chains from shark skin collagen type I." *J Food Sci*, Vol.60, No.6, p.1233 (1995)
- Sionkowska A and Kamińska A: "Thermal helix-coil transition in UV irradiated collagen from rat tail tendon." *Int J Biol Macromol*, Vol.24, No.4, p.337 (1999)
- Gorham SD, Light ND, Diamond AM, Willins MJ, Bailey AJ, Wess TJ, and Leslie NJ: "Effect of chemical modifications on the susceptibility of collagen to proteolysis. II. Dehydrothermal crosslinking." *Int J Biol Macromol*, Vol.14, No.3, p.129 (1992)
- Altgelt K, Hodge AJ and Schmitt FO: "Gamma tropocollagen: A reversibly denaturable collagen macromolecules." *Biochemistry*, Vol.47, p.1914 (1961)
- Willits RK and Skornia SL: "Effect of collagen gel stiffness on neurite extension." *J Biomater Sci Polym Ed*, Vol.15, No.12, p.1521 (2004)

## ノート

## 超微小押し込み硬さ試験における試料の固定方法の検討

陸井 史子\*<sup>1)</sup>

## Study on a method of fixing the test piece in nanoindentation test

Fumiko Kugai\*<sup>1)</sup>

キーワード：超微小押し込み硬さ試験，硬さ試験，押し込み硬さ

Keywords：Nanoindentation test, hardness test, indentation hardness

## 1. はじめに

超微小押し込み硬さ試験機は，他の押し込み硬さ試験機と比べて非常に小さい荷重がかけられ，nm単位で変位を計測して，荷重－変位曲線を得ることができる。このため，ビッカース硬度計などでは測定しにくかったガラスや超硬材料，薄膜などの硬さ測定が可能である。

一方で，精密な計測をするため，振動などの測定環境と使用した圧子の先端丸みや試料の固定方法などの測定条件によって変位量が影響を受ける。そのため，同時期に同一条件で測定した結果の比較は十分な信頼性を有するが，時期や条件が異なる測定との比較は簡単にはできない。

これらの影響のうち，環境からの影響は荷重－変位曲線で確認ができ，圧子の先端丸みは補正法を適用させて補正值での比較や，安定な参照試料を同時測定することで回避できる。しかし，固定方法による影響は，測定データからは読み取れない場合もある。

そこで，超微小押し込み硬さ試験でガラス材料の評価をするための前段階として，固定方法による結果への影響を検討した。

## 2. 実験方法

2.1 固定方法の選択について 超微小押し込み硬さ試験機を用いた試験の規格には，「ISO 14577 金属材料－計装化押し込み硬さ試験及び材料パラメータ」<sup>(1)</sup>と「JIS Z2255 超微小負荷硬さ試験方法」<sup>(2)</sup>の2つがある。このどちらにも，試料の固定に関する具体的な方法は示されていない。

超微小押し込み硬さ試験機の試料台や試料ホルダは，装置メーカーにより形状や材質が異なるものもあるが，試料の固定方法としては，アロンアルフア®等の瞬間接着剤やワックスで試料台に接着する方法を紹介されることが多い。

しかし，実際の測定では，試料の性質や形状，回収して別の試験に使用するなどの目的によって，これらの方法をとれない場合もある。そこで，試料の回収が容易な方法と，

紹介されている方法の内アロンアルフア®を用いた固定との比較を行うこととした。

2.2 試験方法 超微小押し込み硬さ試験は，(株)エリオニクス製超微小押し込み硬さ試験機 ENT-1100a を用いた。試料の固定は，スライドガラスを約 26×20mm に切断して縁を研磨したものを試料として，セロハンテープ (18mm 幅，コクヨ(株))，両面テープ (ナスタック紙両面テープ<強力タイプ>10mm 幅，ニチバン(株))，修正液 (XEZL1-W，ぺんてる(株))，瞬間接着剤 (アロンアルフア®201，東亜合成(株))を使い，表1および図1の方法で試料台へ固定した。

表1. 固定方法

固定方法の名称	試料台への固定方法
F	固定せず(試料を置くだけ)
C	セロハンテープで試料の上から両端を留める
D1	両面テープで試料の一端を留める
D2	両面テープで試料の両端を留める
D3	両面テープで試料の中央を留める
W	修正液を試料の周囲に塗る
A	瞬間接着剤が試料の中央で広がるように留める

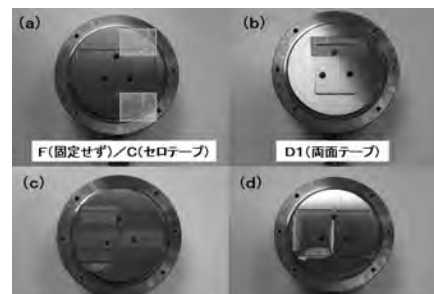


図1. 固定方法

(左上) 方法FおよびC，(右上) 方法F，(左下) 方法D2およびD3，(右下) 方法WおよびA

測定は，ダイヤモンド製三角すい圧子 (パーコピッチ圧子) を用い，荷重 0.196mN～49.0mN で，試料中央の 13 箇所にて，各箇所 2～5 点 (各点間の距離は 20 μm から 50 μm) の測定を行った (図2 参照)。また，方法 A については，接着剤の真上である試料中央と接着剤の広がりから外れた

\*<sup>1)</sup> 経営企画室

位置とで同様の測定を行った。



図2. 測定箇所

### 3. 結果と考察

3.1 変位量について 表2に、荷重19.6mN, 9.8mN, 4.9mN, 0.98mNの各荷重での、荷重保持後の変位量  $h_2$  の平均値と標準偏差の結果を示す。方法FのF-1とF-2は別の時に試験した結果である。F-2以外は、JIS Z2255の解説を参考に振動等による異常なデータを取り除いた。

表2. 固定方法の違いによる変位量  $h_2$  の相違

固定方法	19.61mN		9.8mN		4.9mN		0.98mN		測定点数 (各箇所)
	$h_2$ 平均値 /nm	標準偏差	$h_2$ 平均値 /nm	標準偏差	$h_2$ 平均値 /nm	標準偏差	$h_2$ 平均値 /nm	標準偏差	
F-1	496.8	12.947	328.6	6.850	216.7	3.642	80.44	0.708	N=2
F-2	730.4	176.253	477.5	161.870	311.5	104.492	90.13	9.469	N=5
C	527.8	49.500	341.1	26.399	222.8	11.997	80.61	2.183	N=5
D1	504.0	27.988	330.9	13.934	217.2	6.773	80.11	1.456	N=5
D2	443.3	3.329	305.7	3.014	210.8	2.590	86.12	1.250	N=3
D3	438.6	2.068	303.3	1.029	209.6	1.299	86.16	1.150	N=3
W	432.1	2.973	296.0	2.419	203.5	2.780	83.69	1.820	N=5
A	435.3	1.390	303.3	0.931	209.8	0.635	86.95	0.890	N=3

方法Aでは、どの荷重でも変位量  $h_2$  の標準偏差が小さく、安定な測定が可能であった。また、方法W, D3, D2は、標準偏差が小さく、かつAと平均値が同程度のため、簡便な方法として利用可能である。ただし、方法D3, D2では、Aと比較して高めの値になり、 $A < D3 < D2$  という傾向が見られた。その他は、標準偏差が大きく、平均値も高いことから、固定方法としては不適切であることがわかった。

また、方法Aにおける接着剤の真上と外れた位置にて、荷重20mN, 10mN, 5mN, 1mNで測定した結果を表3に示す。ここで、表3の真上と表2の方法Aの平均値が異なるのは、測定時期が異なり、圧子が別の個体のためである。表3において、外れた位置では、真上と比べて、標準偏差が大きく、平均値も高いことから、接着剤の届かない位置での測定は不適切であることがわかった。

表3. 測定位置による影響

測定位置	20mN		10mN		5mN		1mN		測定点数 (各箇所)
	$h_2$ 平均値	標準偏差	$h_2$ 平均値	標準偏差	$h_2$ 平均値	標準偏差	$h_2$ 平均値	標準偏差	
A 真上	425.1	0.814	290.5	0.772	196.4	0.660	73.13	0.634	N=5
A 外れた位置	435.0	6.759	294.6	3.581	198.0	1.786	73.05	0.668	N=5

3.2 荷重-変位曲線について 図3は、荷重-変位曲線の例である。方法Aでは、曲線が重なっており、高い再現性が得られた。標準偏差が小さい場合、同様の結果であ

った。また、標準偏差が大きい方法D1やF-2でも、1箇所ごとの5点の再現性は悪くなかった。特に、方法D1の測定箇所①から⑦までは、荷重-変位曲線が重なっており、19.61mNにおける標準偏差が1.418と再現性が良好であった。しかし、①から⑦までの平均値は501.1nmと大きく、荷重-変位曲線の形状や再現性だけでは測定の良否が判断できないことがわかった。

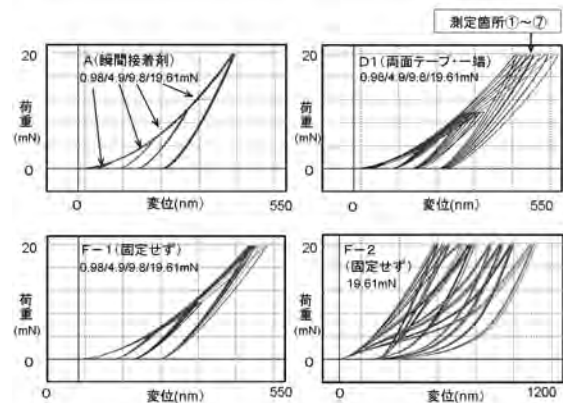


図3. 荷重-変位曲線

(左上) 方法A, (右上) 方法D1, (左下) 方法F・F-1, (右下) 方法F・F-2

3.3 変位量を受ける影響について 変位は、固定に使用した物質の変形と試料の移動も含まれて計測される。実験結果から、固定材料自体の変形に比べ、スライドガラスの湾曲や固定材料の厚みで生じる試料台と試料の隙間により、試料が上下に動く影響の方が大きいことがわかった。

### 4. まとめ

固定の影響を小さくするためには、以下が有効と考えた。

- (1) アロンアルファ®のような瞬間接着剤を使って固定し、その真上で測定すること
  - (2) 修正液や、両面テープで中央または両端の固定は代用可能であるが、比較する試料は同じ方法で固定すること
  - (3) 測定箇所は1mm以上離れた十字を描く5カ所以上とし、位置によりばらつく場合は原因を確認すること
- ガラスの様に変位量の差が小さい材料の比較には、まずは固定に注意することが重要である。さらに、超微小押し込み硬さ試験の信頼性を上げるには、ワックス固定や他機種との比較、試料の前処理等についても検討の必要がある。  
(平成23年6月30日受付, 平成23年7月27日再受付)

### 文 献

- (1) ISO 14577 part1 : 2002 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - part1 : test method (2002)
- (2) JIS Z2255 : 2003 超微小負荷硬さ試験方法(2003)

## ノート

## 無線ノードと非接触型センサを用いた電力監視システムの構築

武田 有志\*<sup>1)</sup> 大原 衛\*<sup>2)</sup> 金田 泰昌\*<sup>1)</sup> 阿部 真也\*<sup>3)</sup>

## Power monitoring system by using the wireless nodes with contactless sensors

Yuji Takeda\*<sup>1)</sup>, Mamoru Ohara\*<sup>2)</sup>, Yasuaki Kaneda\*<sup>1)</sup>, Shinya Abe\*<sup>3)</sup>

キーワード: 非接触測定, 無線センサノード, アドホックネットワーク, 電力使用量可視化

Keywords: Contactless Measuring, Wireless Sensor Node, Ad-hoc Network, Power Consumption Visualization

## 1. まえがき

近年, 省エネルギー化対策の一環として, 工場やオフィスでの電力監視システムが開発されている. このようなシステムの導入は, 電力の見える化による環境意識向上だけでなく, 機器の運転方法の見直しや低消費電力機器への置換を促し, 節電につなげることができる. しかし, 従来のシステムは, 測定対象の電源部分に対して測定プローブ等の接続や測定データを収集するためのネットワーク敷設等の工事が必要になり, 導入コストが課題として挙げられる.

そこで本ノートでは, これらの工事を不要にし, 非接触型センサを搭載した無線ノードによる新しい電力監視システムについて報告する.

## 2. 非接触型センサによる電力監視システム

図1は, 我々の構築した電力監視システムの構成を示している. 本システムは, 複数からなる ZigBee 無線ノード, 1 台の電力計, そして, 1 台のモバイル PC から構成されている. 測定対象に設置する無線ノードには, 温度センサ, 加速度センサ, 照度センサが搭載されており, エンドデバイスによって取得されたセンサデータは, ルータを経由してモバイル PC の接続されたコーディネータへと送られる. また, 無線ノードの 1 つには電力計が接続されており, 電力供給源の電力を測定する. モバイル PC では, 取得されたデータをデータベースに保存するとともに, 現在の電力使用量を別の PC からモニタリングできるウェブサーバを稼働させている.

ZigBee 無線ノードを活用した電力監視システムは多数存在するが, 本システムの特徴は, 電力計は大元の電力供給源 1 つに接続されているという点, そして, 無線ノードに搭載されているセンサは直接的に電力測定できない別の非接触型センサが搭載されているという点である.

センサから得られたデータを電力値に換算するためのア

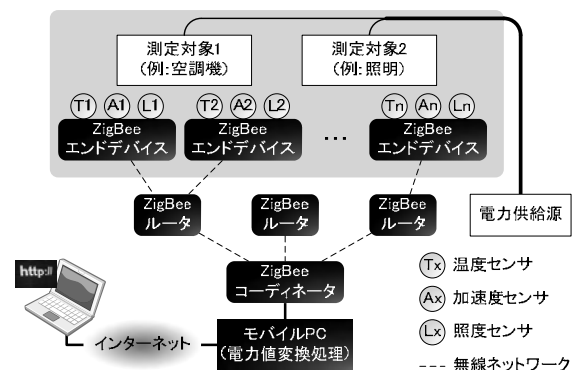


図1. 非接触型センサによる電力監視システムの構成

ルゴリズムとしては, 次の 2 つのステージによって求める手法を構築した.

(1) 機器稼働状況の検出 温度, 加速度, 照度等のアナログ値から機器が動作しているか否かの 2 値へと変換する.

(2) 個々の電力使用量の推定 電力計による電力の変化量と (1) で求めた 0/1 状態の差から, 測定対象の使用電力を推定する.

(1) において機器の電力使用量が単純な 2 値によって定まらない場合には測定精度に影響を及ぼすが, 初期段階の電力評価においては積算値からの使用割合で把握することが重要である. よって, (1) は瞬間的な測定誤差を無視してのアルゴリズムと言える. また, (2) において電力使用量と機器の稼働状況に変化が生じない場合は, 変化が生じるまで使用電力を推定することができないといったデメリットがあるが, このことは従来のシステムでも同様である.

## 3. 電力使用量推定アルゴリズム

3.1 機器稼働状況の検出 稼働状態を検出するための判断方法は, センサから得られる値に対して閾値を上回るか否かで行う. しかし, 無線ノードの設置環境によっては基準値が異なるため, 閾値を自動的に決定するためのアルゴリズムを検討した.

使用したアルゴリズムは大津法<sup>(2)</sup>である. 大津法は, サ

\*<sup>1)</sup> 情報技術グループ\*<sup>2)</sup> 経営企画室\*<sup>3)</sup> 経営情報室

ンプル値のヒストグラムを求めて2つの山が現れた場合に、その山を最適に2分割する閾値を求める手法である。具体的には、次式における平均二乗誤差が最小となる閾値を求める。

$$\varepsilon^2(k) = \sum_{i \in S_1} (i - \mu_1)^2 p_i + \sum_{i \in S_2} (i - \mu_2)^2 p_i \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 $\varepsilon^2(k)$ は閾値  $k$  における平均二乗誤差、 $S_1, S_2$ は閾値  $k$  で分割された各ヒストグラムに含まれる度数集合、 $\mu_1, \mu_2$ は閾値  $k$  で分割された各ヒストグラムの階級の平均値、 $p_i$ は階級  $i$  における度数を示している。

大津法は、まず、時系列で取得したサンプルデータを一定区間で走査し、その区間でのヒストグラムを求めて順次適用される。このとき、候補となる閾値は適用した数だけ得られるが、大きな変化のみを捉えるため、ヒストグラムの山の頂上間が最大になるものを選択する。

**3.2 個々の電力使用量の推定** 個々の電力使用量を推定する最も単純な方法は、過去の状態変化と新しく得られた状態変化で差分を取り、1センサのみが変化するときの電力変化をその機器の電力使用量とすれば良い。しかし、この方法では、すべての機器の電力使用量が判明するまでに時間を要するという問題がある。

いま、センサ  $i$  による 0/1 の判定結果を  $x_i$  とし、各機器の動作中の電力使用量を  $a_i$  と仮定すると電力使用量の合計  $P(t)$  は次式で表される。

$$\sum_{i=1}^n a_i x_i(t) = P(t) \dots\dots\dots (2)$$

この式を解くためには、 $x_i(t)$  の状態によって  $n$  本の連立一次方程式を用意するが、方程式が解ける範囲で順次  $a_i$  を推定する。ここで、 $P(t)$  は  $x_i(t)$  の系列が同じであっても、その時の測定誤差によって方程式に矛盾が生じる。この場合には、とりうる  $P(t)$  の平均値で  $a_i$  を推定する。

**4. 実装と評価**

前述のアルゴリズムを Visual C#にて実装し、ZigBee から得られたセンサデータに対して適用した。測定対象には、比較的電力使用量の多いエアコンプレッサを選定し、図2はZigBee無線ノードによる測定の様子を示している。

まず、3.1について、実際にエアコンプレッサが動作しているときに、どの程度正しく0/1に識別されたかを評価した。エアコンプレッサの動作時間(500Wを超えた時間)は229秒であり、Peak-to-Peakの中間値と3.1で示した方法とでは、それぞれ161秒、210秒であった。したがって、それぞれの識別率は70.3%、91.7%であることから、3.1による閾値は比較的識別率を向上させていると言える。

次に、3.2について、次の条件を与えてシミュレーションにより評価した。

- 測定対象の数 (=無線ノード数) : 10
- 各対象の電力使用量 : 20~200W, 10W 単位
- 電力使用量に加えるランダム誤差 : ±5.0%

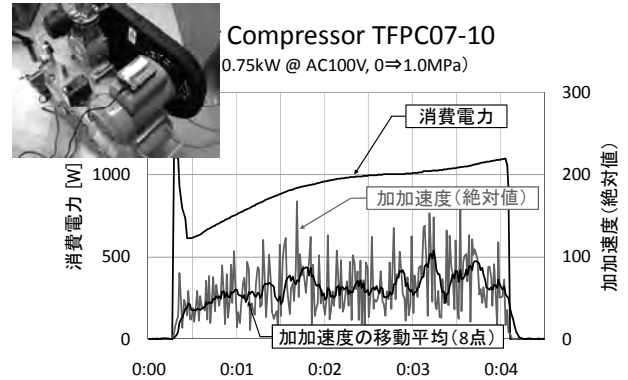


図2. ZigBee無線ノードによる測定の様子

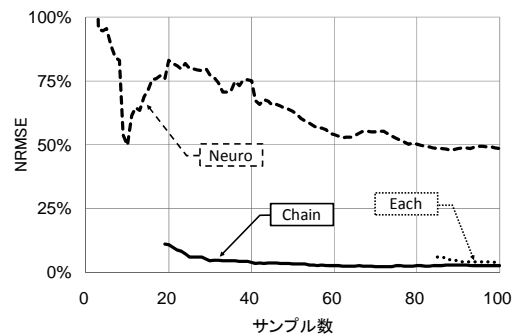


図3. 個々の電力使用量の推定と実際の誤差

- 動作状況 0/1 およびランダム誤差の変動間隔 : 60 秒
- 動作状況 0/1 の変化率 : 50%

評価には、個々の電力使用量の推定と実際の誤差で行い、Neuro (入力層、中間層、出力層の3層から成るニューラルネットワークによる学習)、Each (1動作状況が変化するときだけ推定)、Chain (3.2で述べたアルゴリズム) の3手法で行った。図3は、その結果である。

Each, Chain では、サンプル数の途中から NRMSE 値が表示されているが、その時点からすべての機器の推定が完了し、その後の変化は方程式の矛盾を回避するための平均値による推定である。Chain は最も早く収束しており、19分程度で推定が完了した。このことは、すべてのノードを任意に配置して、任意の機器の ON/OFF を1分間隔で切り替えることで、20分以内に設置作業が完了することを意味する。一方、Neuroの結果は、50%を超える NRMSE 値が示されているが、Chain で推定するまでの補完に活用できる。

**5. おわりに**

本ノートでは、設置が容易な非接触型センサによる電力監視システムについて報告した。今後は、実証実験とその評価を進めていく。

(平成23年6月14日受付、平成23年7月4日再受付)

**文 献**

(1) ZigBee SIG ジャパン, <http://www.zigbee.org/> (2011年5月18日)  
 (2) 大津, 栗田, 関田:「パターン認識—理論と応用—」, 朝倉書店, pp.65-71 (1996年)



ノート

# GPUによる倍精度浮動小数点データの高速圧縮

山口 隆志\*<sup>1)</sup> 大原 衛\*<sup>2)</sup>

## Fast data compression of double-precision floating point numbers on GPU

Takashi Yamaguchi\*<sup>1)</sup>, Mamoru Ohara\*<sup>2)</sup>

キーワード: GPGPU, 倍精度浮動小数点数, 可逆圧縮, 数値シミュレーション

Keywords: GPGPU, double-precision floating point number, lossless compression, numerical simulation

### 1. まえがき

描画処理に特化されたハードウェアである GPU (Graphics Processing Unit) は, 多数のプロセッサコアを内蔵しているため複数の処理を並列に実行することができる。そのため, 高い演算能力を必要とする電磁界や流体, 音響の数値シミュレーションや, リアルタイム性を要求される動画や画像の処理において GPU が用いられている。

GPU を搭載するビデオカード (以下デバイスと呼ぶ) は PCI Express バスを介してマザーボードと接続される。PCI Express の通信速度はデバイス内部の通信速度と比較して 1/10 程度と非常に遅い。したがって, デバイス上のメモリとマザーボード上のメモリ間や複数のデバイス間におけるデータ転送が GPU を用いた高速化における障害となる。特に, 倍精度浮動小数点数を扱うことが多い数値シミュレーションでは転送するデータ量が非常に多くなるためその影響を受け易い。そこで本研究では, デバイス外部のバスを介した通信負荷を下げることを目的として倍精度浮動小数点数の圧縮手法について検討した。

### 2. 圧縮手法

**2.1 倍精度浮動小数点数の形式** IEEE 754 規格に従った倍精度浮動小数点数は図1のような64ビットのデータで表される。図1において,  $s$  は符号ビットであり  $exp$  は指数部,  $fraction$  は仮数部である。本研究では, 符号ビット  $s$  を1ビット目として図1の右に向かって2ビット目, 3ビット目と数える。これらの表記を用いると任意の実数  $f$  は

$$f = (-1)^s \times 2^{(exp-1023)} \times (1.0 + fraction) \dots\dots\dots(1)$$

で与えられる。指数の符号ビットを省略するため, 実際の値に 1023 を足したものが  $exp$  に保存される。また, 仮数の整数部は常に 1 であるとして正規化されており  $fraction$  は小数部のみを表している。

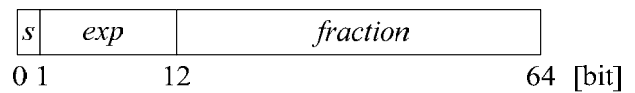


図1. IEEE 754 倍精度浮動小数点形式

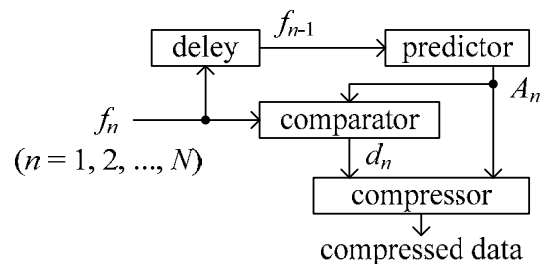


図2. FPCのブロック図

**2.2 従来手法** 倍精度浮動小数点数の圧縮手法として FPC が報告されている<sup>(1)</sup>。FPC のブロック図を図2に示す。FPC による圧縮では, 以前に入力された値から  $f_n$  に対する予測値  $A_n$  を算出し,  $A_n$  と  $f_n$  の排他的論理和  $d_n$  を導出する。予測の精度が高いほど  $d_n$  のビットパターンには多くの 0 が含まれる。 $f_n$  より少ない情報量で  $d_n$  を表現することができれば圧縮が可能となる。圧縮データを伸長する際には, 既に伸長されたデータから  $A_n$  を算出できるため,  $d_n$  の情報だけが得られればよい。

FPC の予測器は, 異なる 2 種類の予測アルゴリズム<sup>(2)(3)</sup> によって  $A_{n,1}$  と  $A_{n,2}$  を算出し, 精度が高い方を採用する方法を用いている。しかし, いずれの予測アルゴリズムも逐次型の計算を行うため GPU による高速化が不可能である。また, プロセッサ内部で利用される予測のために設計されたものであるため, 物理量を表す数値シミュレーションのデータに必ずしも適していないという問題がある。

$d_n$  は, 先頭ビットから 0 が連続するバイト数  $L$  を表1の3ビット符号に置き換えることにより圧縮される。ただし, 経験的に生起確率の低い  $L=4$  には符号を与えず  $L=0$  として扱う。 $L+1$  バイト目から 8 バイト目までは何も操作せず

\*1) 情報技術グループ  
\*2) 経営企画室

表 1. 連続する 0 の数を表す符号表

$L$	0	1	2	3	4	5	6	7	8
code	000	001	010	011	-	100	101	110	111

そのまま出力する。また、複数の予測器を用いる場合には、表 1 の符号に 1 ビットの選択ビットを付加したものを出力する。したがって、8 バイトの入力  $f_n$  が  $1/2 + (8 - L)$  バイトに圧縮されることになる。

**2.3 提案手法** GPU による数値シミュレーションにおいて有効な倍精度浮動小数点数の圧縮を行うために多項式補外を用いた予測器 (PEP) について検討する。本研究では、 $m + 1$  個の点  $(x_i, f(x_i)), (x_{i+1}, f(x_{i+1})), \dots, (x_{i+m}, f(x_{i+m}))$  を通る次の  $m$  次 Lagrange 補間多項式<sup>(4)</sup>を用いる。

$$P(x) = \sum_{j=i}^{i+m} \frac{\prod_{k=i, k \neq j}^{i+m} (x - x_k)}{\prod_{k=i}^{i+m} (x_j - x_k)} \cdot f(x_j) \dots \dots \dots (2)$$

ただし、 $\prod'$  は  $j = k$  の項を除いた積を表す。数値シミュレーションで扱う物理量は波のように変化する連続量である場合が多い。したがって、式 (2) による近似で精度よく予測できると考えられる。また、予測するために必要なデータ数が  $m + 1$  個に限られるため、複数の予測値を並列して計算することができる。

表 2 は、5 つのデータセットについて PEP を用いた場合における  $L$  を示したものである。表中の  $P_0 \& P_i (i = 1, 2, 3, 4)$  は、0 次 (直前値) と  $i$  次の PEP 出力のうち良好な方を採用するハイブリット方式の結果を表す。データセット brain と comet, control, plasma は文献 (1) で扱われている数値シミュレーションのデータであり、elemag は著者らが作成した finite-difference time-domain 法による電磁界シミュレータの出力データである。最長の  $L$  を得る予測器の組み合わせはデータセットによって異なることが表より分かる。

**3. 実装結果**

表 2 に示した予測器の組み合わせで圧縮処理を行った結果を表 3 に示す。各行の上段は圧縮後のデータサイズを表しており、下段は元データのサイズに対する比 (圧縮率) を表している。表 3 より、plasma を除くすべてのデータセットにおいて圧縮率は 1 以下であることが分かる。特に、電磁波の空間分布データである elemag では、予測器を  $P_0 \& P_3$  とすることで元のデータサイズの 3/4 に圧縮することが可能である。細かく振動している数値データである plasma の場合、式 (2) による予測精度が低いため圧縮率が 1 を超える結果になったと考えられる。

各データセットにおいて比較的良好な圧縮率となった  $P_0 \& P_2$  を使用した場合の圧縮に要する時間を表 4 に示す。GPU は、240 個のプロセッサコアを持つ Tesla C1060 を用いた。表 4 の 1 列目は、同時に実行したスレッド数 (並列数) を表している。並列数を上げることによって処理時間が短くなっていくことが表 4 より分かる。式 (2) による予測値は

表 2. 連続する 0 の数を表す符号表

Predictor	brain	comet	control	plasma	elemag
$P_0 \& P_1$	1.51	1.60	0.96	0.49	2.26
$P_0 \& P_2$	1.46	1.63	1.04	0.49	2.43
$P_0 \& P_3$	1.43	1.64	1.07	0.49	2.51
$P_0 \& P_4$	1.41	1.64	1.09	0.49	2.47

表 3. 圧縮後データサイズ [Mbyte]

Predictor	brain	comet	control	plasma	elemag
$P_0 \& P_1$	123.92 (0.874)	92.59 (0.862)	150.36 (0.943)	35.14 (1.001)	852.35 (0.781)
$P_0 \& P_2$	124.78 (0.880)	92.10 (0.858)	148.86 (0.933)	35.14 (1.001)	829.12 (0.760)
$P_0 \& P_3$	125.39 (0.884)	92.08 (0.858)	148.10 (0.928)	35.14 (1.001)	818.66 (0.750)
$P_0 \& P_4$	125.78 (0.887)	92.12 (0.858)	147.89 (0.927)	35.14 (1.001)	823.27 (0.755)

( ) 内の数値は圧縮率を表す。

表 4. 処理時間 ( $P_0 \& P_2$ )

Threads	Time [ms]				
	brain	comet	control	plasma	elemag
16	2207	1671	2481	547	16994
32	1202	911	1349	298	9287
64	731	552	819	181	5616
128	604	457	680	150	4645
256	314	239	354	79	2413
512	234	180	270	54	1788

並列数を上げて変わらないため、スレッドの数を増やしても圧縮率に影響はなく表 3 と同じ結果になる。

**4. まとめ**

GPU を用いた数値シミュレーションにおいて低速バスを介した通信負荷を下げるために倍精度浮動小数点データの圧縮について検討した。予測器に多項式補外を用いることで高速に圧縮処理できることが分かった。今後の課題として、予測器出力のデータフォーマットを改良することによる圧縮率の向上や、多項式補間以外の予測器とハイブリット化することによる振動データへの対応などがある。

(平成 23 年 5 月 17 日受付, 平成 23 年 7 月 1 日再受付)

**文 献**

- (1) M. Burtscher and P. Ratanaworabhan: "FPC: A High-Speed Compressor for Double-Precision Floating-Point Data", IEEE Trans. Comput., Vol. 58, No. 1, pp. 18-31 (2009)
- (2) Y. Sazeides and J. E. Smith: "The Predictability of Data Values", Proc. IEEE/ACM 30th Int'l Symp. Microarchitecture (MICRO'97), pp. 248-258 (1997)
- (3) B. Goeman, H. Vandierendonck, and K. Bosschere: "Differential FCM: Increasing Value Prediction Accuracy by Improving Table Usage Efficiency", Proc. 7th Int'l Symp. High Performance Computer Architecture (HPCA'01), pp. 207-216 (2001)
- (4) 戸川隼人: 「数値計算技法」, オーム社 (1972)

## ノート

## 高電圧プローブを用いた電圧測定に関する一考察

黒澤 大樹\*<sup>1)</sup>

## A study on the voltage measurement with high voltage probe

Taiju Kurosawa\*<sup>1)</sup>

キーワード：高電圧プローブ，測定

Keywords：High voltage probe, Measurement

## 1. はじめに

パソコンをはじめとした情報通信機器は機能が格段に向上しているが、電源線や通信線から侵入する雷サージなどの異常電圧や電流に対し脆弱なものとなっている。都産技研では、依頼試験として電力用機器や電子機器に対し、直流や交流、雷インパルスの耐電圧試験を行っており、試験の信頼性が求められている。

本研究では、高電圧プローブを用いた電圧測定に関する実験を行った。直流・交流電圧(商用周波電圧)についてはプローブの補正と測定値の確認をした。雷インパルス電圧については周波数帯域及び近接効果について検討した。

## 2. 実験

本研究で使用した機器を表1に示す。実験で使用した高電圧プローブは校正器を用いて1 kVの直流電圧と方形波により補正をした。

表1. 使用機器

高電圧プローブ	Tektronix P6015A	周波数帯域 75 MHz
オシロスコープ	Tektronix TDS3012B	周波数帯域 500 MHz
高電圧発生器	菊水電子工業 TOS5101	AC、DC 0~10 kV
プローブ校正器	岩通計測 KHT1000	出力 ±100/200/500/1000V
	岩通計測 KHT6000	出力 1000-6000 V

2.1 直流・交流電圧測定 高電圧発生器を用いて直流および交流電圧を発生させ、高電圧プローブを用いて測定した。1~10 kVの範囲で発生器の校正値と測定値を比較し、測定値がどの程度正確に測定できているか確認した。直流電圧については1、5、10 kV、交流電圧については1、3、5、7、10 kVの出力電圧について測定を行った。

## 2.2 雷インパルス電圧測定

実験には標準雷インパルス電圧<sup>(1)</sup>(1.2/50 μs)を用いた。

(1) 雷インパルス電圧とノイズの周波数成分 雷インパルス電圧とグラウンドノイズを測定し、オシロスコー

プのFFT機能を用いて波形の周波数成分を計算した。

(2) 周波数帯域と測定電圧および立ち上がり時間 オシロスコープの周波数帯域による測定電圧および波形の立ち上がり時間について測定を行った。同種類の高電圧プローブをオシロスコープのCH1、CH2に接続した。CH1、CH2の周波数帯域をそれぞれ500 MHz、20 MHzに設定し以下の①、②の波形をCH1、CH2の両方で測定し比較した。

①高電圧プローブ校正器の方形波の立ち上がり

②雷インパルス電圧

(3) 近接効果による影響 同種類の高電圧プローブをオシロスコープのCH1、CH2に接続した。CH1には、金属板を配置しない高電圧プローブを接続した。CH2には、高電圧プローブに対して水平に金属板を配置し雷インパルス電圧測定を行った。このとき金属板は接地した。金属板とプローブとの距離を3、5、10 cmと変化させ、2本のプローブを用いて10 kVの雷インパルス電圧を測定した。このようにして、プローブの周囲に金属板を配置した場合としていない場合の波形を比較した。

## 3. 結果・考察

3.1 直流・交流電圧測定結果 測定結果を図1に示す。1~10 kVの範囲内の直流、交流電圧の出力に対して1%以内で測定できていた。1 kVの電圧によるプローブ補正で10 kVまで十分正確に測定できることを確認した。

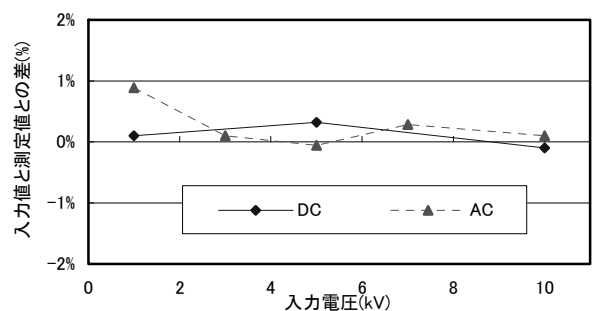


図1. 直流・交流電圧測定

\*<sup>1)</sup> 電子半導体技術グループ

### 3. 2 雷インパルス電圧測定結果

(1) 雷インパルス電圧とノイズの周波数成分 結果を図2に示す。結果から周波数が500 kHzあたりからノイズと同レベルになっている。このため、雷インパルス電圧の測定には、500 kHzあたりの周波数まで測定する必要がある。

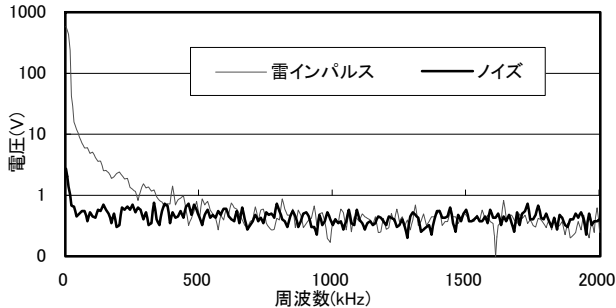


図2. 雷インパルス電圧波形の周波数成分

(2) 周波数帯域と測定電圧および立ち上がり時間  
①高電圧プローブ校正器の方形波の立ち上がり。

測定結果を図3に示す。図3に示す500 MHzと20 MHzの周波数帯域における比較では、20 MHzの周波数帯域において立ち上がり時間が約10 ns程度遅延することを確認した。ただし、標準雷インパルス電圧波形における波頭長の裕度<sup>(1)</sup>は±30%であるため、1.2 μsに対し1%以下であり、測定に大きな影響を与えるほどではないと考えられる。

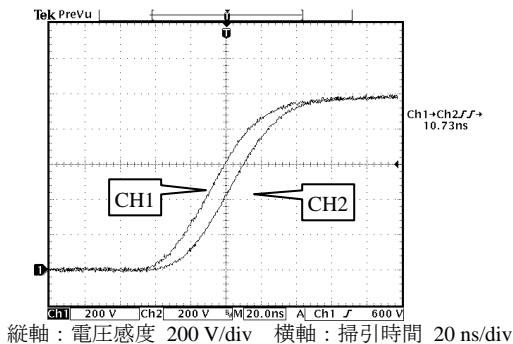


図3. 方形波の立ち上がり  
(CH1: 500 MHz CH2: 20 MHz)

②雷インパルス電圧

結果を図4に示す。左の図は波形全体、右の図は波形の立ち上がり部の波形である。図から、CH1、CH2ともほぼ一致した測定結果であった。

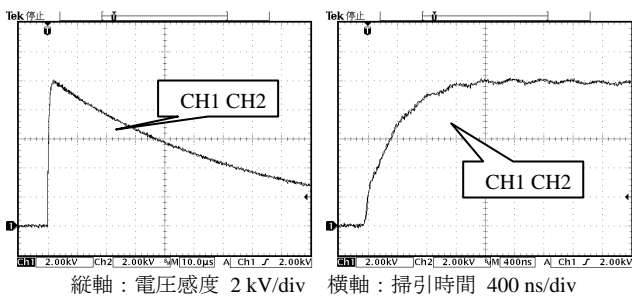


図4. 周波数帯域による10 kV雷インパルス電圧波形  
(CH1: 500 MHz CH2: 20 MHz)

結果から、雷インパルス電圧測定におけるオシロスコープの周波数帯域による大きな違いは認められなかった。

(3) 近接効果による影響 今回行った条件では、金属板なしのプローブと比較して、金属板との距離が3 cmのときには5%程度、5 cmのときには1%程度の違いが認められた。ただし、10 cmにするとほとんど影響は認められなかった。金属板との距離が3 cmのときの結果を図5に示す。このことから、プローブ近傍に金属物などがある場合には、プローブの入力容量等の影響により測定に影響を与える可能性がある。正確な測定を行うためには、これらを考慮し影響のない距離まで離しておく必要がある。結果から、今回使用した高電圧プローブについては、5 cm以上離しておく必要がある。直流、交流電圧についても同様の実験を行ったが、このときには特に変化は認められなかった。

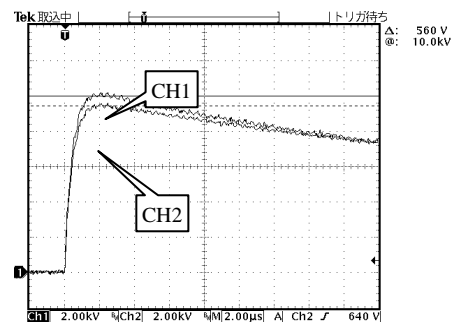


図5. 金属板を配置した10 kV雷インパルス電圧波形  
(CH1: 金属板なし CH2: 金属板との距離3 cm)

### 4. まとめ

直流および交流電圧については、1 kVの電圧によるプローブ補正でも、10 kVまで十分正確に測定できることを確認した。

雷インパルス電圧については、オシロスコープの周波数帯域が20 MHzでも十分測定できることを確認した。少しでもノイズを除去して測定したい場合には、周波数帯域を調節して測定することも有効である。雷インパルス電圧のように高い周波数成分を含む波形の測定については、周囲の金属等により対地容量が変化し測定に影響を与える場合がある。この点については使用時に影響の少ない配置にして測定する必要がある。

測定の信頼性を向上させるためには、今回行ったように測定対象とその測定に必要な性能を理解し、測定に影響を与える要因について把握し、このような知識を積み重ねていく必要がある。今後も測定の信頼性向上を目指した取り組みを行っていく。

(平成23年5月20日受付, 平成23年6月27日再受付)

### 文 献

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

## ノート

## 高速デジタル伝送におけるチップビーズの効果の検証

小宮 一毅\*<sup>1)</sup> 藤原 康平\*<sup>1)</sup> 小林 丈士\*<sup>1)</sup> 栢 健一\*<sup>1)</sup>

## The effects of EMC parts in the high speed data transmission

Kazuki Komiya\*<sup>1)</sup>, Kohei Fujiwara\*<sup>1)</sup>, Takeshi Kobayashi\*<sup>1)</sup>, Kenichi Haji\*<sup>1)</sup>

キーワード：EMC，高速デジタル伝送

Keywords：EMC, High speed data transmission

## 1. まえがき

通信の高速化などにより，伝送線路に流れる信号は高速化の一途である。周波数が高速になることにより，EMC対策部品も高速に対応したものが各メーカーから市販されている。しかし，データシートには数GHzまでのインピーダンス，Sパラメータのデータしか記載されていない。そのため実際の効果がどの程度あるかは設計者の経験に依存する部分が多い。本研究では市販されているEMC対策部品のひとつであるチップビーズをマイクロストリップラインに実装し，そのSパラメータやインピーダンスを測定し対策部品の定数を評価した。その後，マイクロストリップラインにビットパターンを送り，チップビーズがシグナルインテグリティに与える影響について評価をおこなった。さらに，近傍界放射電磁界測定システムを用いて，放射ノイズの測定をおこないチップビーズの効果を確認した。

## 2. 測定

本研究では，チップビーズ 50Ω，120Ωと比較として 50Ω抵抗器を用いて実験をおこなった。また，事前にシミュレーションを行い，各測定で実測値と比較をおこなった。シミュレーションは，アジレントテクノロジー社 Advanced Design System (ADS) を用いてモーメント法でマイクロストリップラインの電磁界解析をおこなった後，回路シミュレータにそのデータをインポートし解析をおこなった。実測はマイクロストリップライン基板（基板：FR-4 厚み 1.2mm t 導体：Cu 厚み 35μmt）を作製し，チップビーズを実装し測定をおこなった。（図1参照）

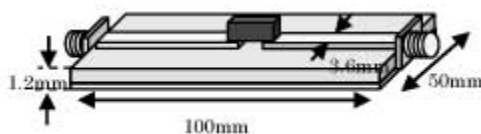


図1. マイクロストリップライン模式図

## 2.1 インピーダンス

インピーダンス特性を TDR（アジレントテクノロジー社

86100C）を用いて測定した結果とメーカーより公表されている S パラメータをインピーダンスに変換したもの，メーカーより提供されている部品データをシミュレーションに導入して解析した結果を図2に示す。ほぼ，実測，シミュレーション共に一致しており 100MHz でのインピーダンスについてもほぼ，50Ω，120Ω共にメーカーの公称値通りであった。

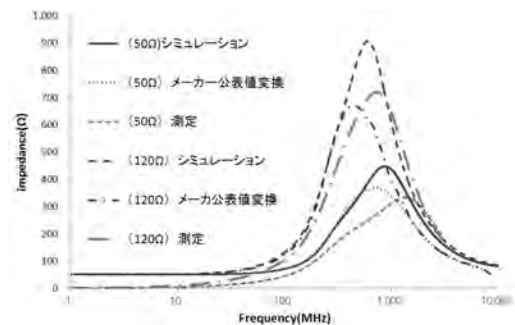


図2. インピーダンス特性

## 2.2 Sパラメータ

TDR によって測定をした時間軸データを S パラメータに変換したデータと，シミュレーションにより算出した S パラメータの比較をおこなった。シミュレーションは，2.1と同様にメーカーより提供されている部品データをシミュレーションに導入し，3.0GHz までの解析をおこなった。シミュレーション結果と実測で得られたデータ，メーカーの公表値を図3に示す。測定値とシミュレーション値を比較し，良好な一致を確認した。

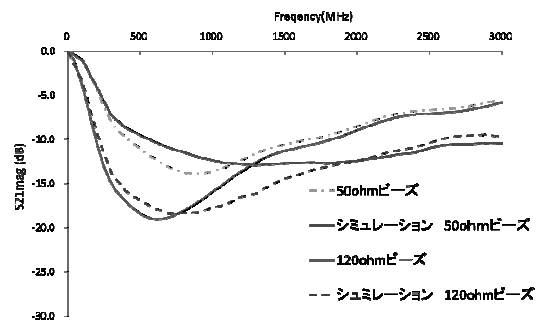


図3. S21伝送特性

\*<sup>1)</sup> 電子半導体技術グループ

### 2. 3 デジタル伝送における EMC 部品の影響

チップビーズがデジタル伝送に与える影響を評価するために、シリアル BERT（アジレントテクノロジー社 N9030B）を用い波形の測定をおこなった。設定はビットパターンを、01 のループとし転送速度を 6.0Gbps とした。また、シミュレーションは信号源の設定を同様にし、トランジェント解析をおこなった。その結果を図 4 に示す。図 4 から実測、シミュレーション共にチップビーズを挿入することにより、波形がゆがんでいることが確認できる。

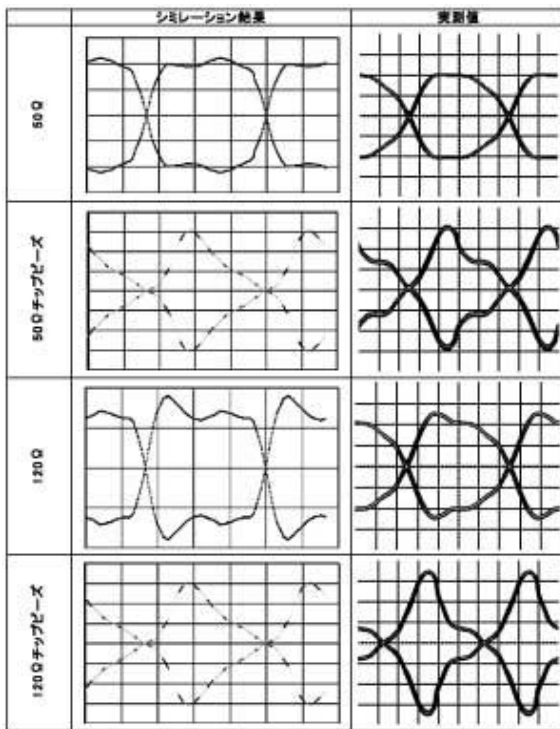


図 4. 6Gbps 転送時のシミュレーション，実測波形

### 2. 4 近傍界放射電磁界測定

近傍界放射電磁界測定システム（ノイズ研 ESV-3000）を用いて、2.3 と同じ条件で信号を伝送中にマイクロストリップライン基板に発生する放射電磁界の測定をおこなった。装置の概要を図 5 に示す。測定は、磁界プローブを用い周波数 0.5MHz から 3.0GHz で測定をおこなった。その結果を図 6 に示す。50Ω 抵抗器を実装したものに対して、50Ω チップビーズ、120Ω チップビーズを実装したマイクロストリップラインは、放射磁界のレベルの高い領域が 50Ω 抵抗器のものに比べ少なく磁界放射が抑制されていることがわかる。

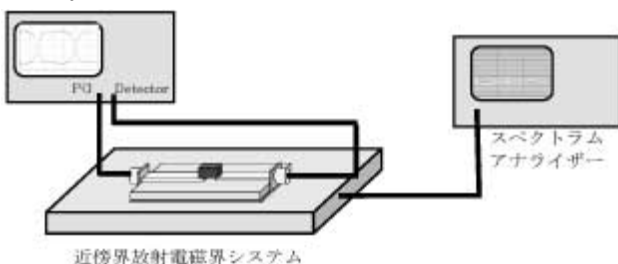


図 5. 近傍界放射電磁界測定方法

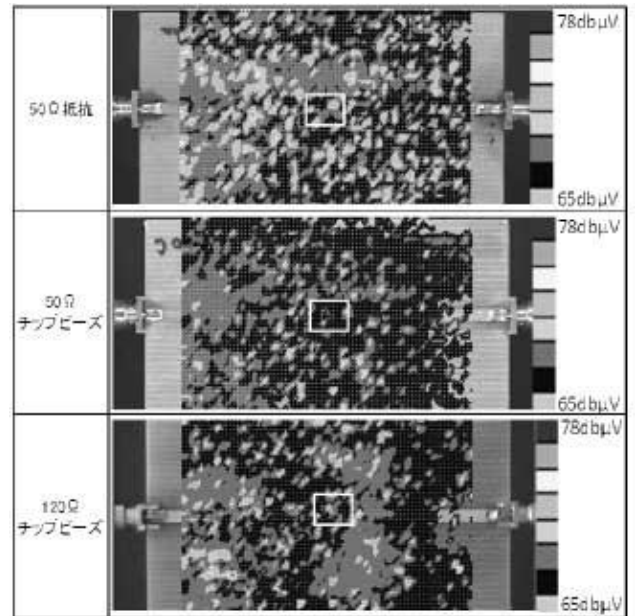


図 6. 近傍界放射電磁界測定結果

### 3. まとめ

今回、市販されている EMC 対策部品の一つであるチップビーズを用いてその実力値とデジタル伝送への影響をシミュレーションと実測で比較・検討した。インピーダンス、S パラメータについて、実測値・シミュレーション値で良好な一致を確認した。また、デジタル伝送時の波形を測定することによって、チップビーズがシグナルインテグリティに与える影響を確認した。チップビーズはノイズを軽減するものの、デジタル伝送時の波形が崩れてしまう。これは、チップビーズのインピーダンス Z がレジスタンス R とリアクタンス X を持っていて、その X 成分の影響によって波形が崩れているためである。このため、高速伝送技術とノイズ対策については、トレードオフの関係といえる。また、実測値、シミュレーション値が各測定で比較的良好な一致をしていることより、EMC 対策、シグナルインテグリティにおいて試作前のシミュレーションの活用が非常に効果的であると考えられる。

（平成 23 年 5 月 20 日受付，平成 23 年 8 月 8 日再受付）

### 文 献

- (1) 藤原康平，近藤崇，高橋文緒：「1GHz 超における EMC 対策部品の効果に関する研究」，東京都立産業技術研究センター研究報告，No. 5，pp. 92-93 (2010)
- (2) 小宮一毅，藤原康平，小林丈士，栢健一 電子通信学会総大会，通信講演論文集 1，p.351 (2011)

## ノート

## ペンシルビルに適用する制振装置の試作と評価

福田 良司\*<sup>1)</sup> 島崎 洋治\*<sup>2)</sup> 森尻 渉\*<sup>3)</sup> 長谷部 寛樹\*<sup>3)</sup>

## Development of tuned cradle mass damper for medium height narrow building

Ryoji Fukuda\*<sup>1)</sup>, Yoji Shimazaki\*<sup>2)</sup>, Wataru Morijiri\*<sup>3)</sup>, Hiroki Hasebe\*<sup>3)</sup>

キーワード：制振装置，ペンシルビル，パッシブ制御

Keywords：Mass damper, Narrow building, Passive control

## 1. まえがき

先の東日本大震災では、広い範囲で津波の被害が甚大となったが、地震の揺れがおさまっても、ビルの上層階においては揺れが長く続いたことが報告された。日本の建造物は、地震による被害を低減するためある程度揺れる構造になっているが、揺れがなかなかおさまらないというのは心地良いものではないし、あまりに大きな揺れは居住者の不安をかき立ててしまうことがある。比較的新しい建物、特に高層ビルではアクティブ型の制振装置が採用されているものがあり、地震のエネルギーを打ち消すような装置が建築の当初から搭載されているものもある。しかし、このようなアクティブ制振装置は、その重量や動力源の確保といった問題などから、建物の建築当初に採用されない限り、後から追加することは非常に難しい。つまり、既に建てられているビルに対して、後付が可能な制振装置の開発は、都市が抱える課題であると言える。

本稿では、既存のビルに設置可能な制振装置を試作し、その性能について報告する。特に今回は、首都圏に数多くみられる狭大な土地に建てられた、10階建て程度のビル(ペンシルビル)を対象として制振装置の開発を行った。はじめに開発した制振装置の概略を示し、続いて制振装置の性能評価実験について報告する。

## 2. クレイドル型制振装置

2.1 装置概要 試作した制振装置を図1に示す。本装置は、車輪をつけた錘が、ガイドレール(クレイドル)上を揺動するようになっている。このクレイドルは2枚の鉄板に3つの車輪を取り付けたものである。揺れの速さは振り子の原理と同じように円弧の半径や車輪の径を変えることにより調節できる。中央レール側面には非鉄金属である銅板を貼り付けてあり、クレイドルにはネオジウム磁石を取り付けてある。クレイドルが揺れている際、磁石と中央レ

ール側面の銅板との間に渦電流が生じることにより磁場が生じ、ネオジウム磁石の磁場との相互作用により、クレイドルに減衰を与えることができる。なお、クレイドルの減衰の強さは、磁石の個数により調節することができる。図2には、クレイドル型制振装置を高さ約1mの模型構造物に設置

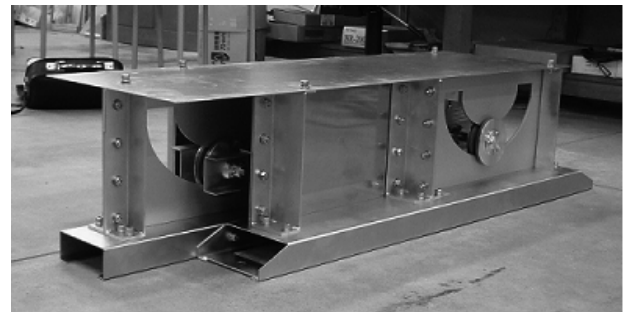
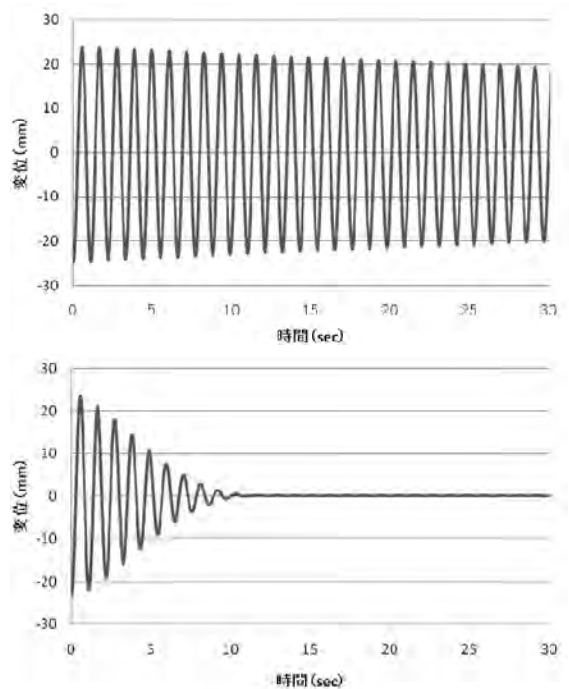


図1. 開発したクレイドル型制振装置

図2. 制振装置による制振効果(自由振動)  
(上) 制振装置なし (下) 制振装置あり

\*1) 機械技術グループ

\*2) 東海大学工学部土木工学科

\*3) 株式会社コスモテックス

し、構造物の最上部に 24mm の初期変位を与えて自由振動させた際の制振装置による制振効果を示したものである。本実験では制振装置により約 10 秒程度で構造物の揺れを抑制していることが分かる。一方、制振装置がない状態では、自由振動を始めてから 30 秒経過しても、揺れがほとんど抑制されていないことから、装置の有効性が明らかになった。

**2.2 クレイドル型の特長** 試作した制振装置の最大の特長は、その重量の可変性と装置の可搬性にある。まず、重量の可変性については、矩形の板状の錘の枚数を変更することにより、制振装置の固有周波数を変えられることを特長としている。これは、設計と実物の間に生じる微小な誤差などを吸収することが可能である。これにより、建物の固有周波数に限りなく近づけることが可能となり、装置本来の制振性能を発揮させることができるようになる。次の特長は、可搬性についてであるが、これは特に既存のビルへの設置の際に優位性がある。制振装置は一般的に、制振性能を得るためにかなりの重量を必要とする。このため、設置方法とビルの耐荷重に関して少なからず影響する。特に耐荷重は、建物を建てた後で変更することは難しく、屋上に大重量の装置を設置することは、好ましくない。しかし今回開発した装置は、装置全体を複数の要素に分割して運ぶことが可能であり、さらに装置の重量もフロア全体に分散できることから、先に述べた問題を解決することができる。

### 3. 制振装置の性能評価実験

自由振動に対する装置の性能については既に示したが、地震の際に最も重要なことは建物の被害を防ぐことであり、これには建物の固有周波数において制振性能を発揮することが重要である。そこで、性能評価実験としてビルを模擬した固有周波数 1Hz 程度の構造物を用意し、この上部に開発した装置を搭載して、強制的に床部に変位を与えて装置の性能を確認する。事前の実験において、構造物の固有周

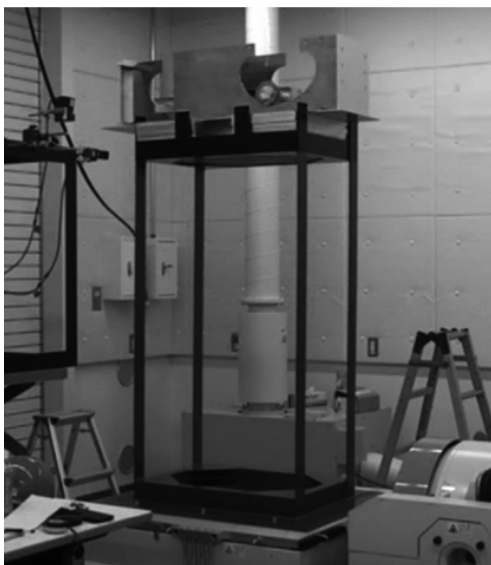


図3. 制振装置性能評価実験の様子

波数が 1.12Hz であることを確認しており、ここを中心として掃引試験を行い、構造物の最上部の変位と試験機の変位をそれぞれ計測して、周波数特性を求めた。試験の様子を図 3、計測から得られた周波数特性を図 4 にそれぞれ示す。用意した構造物は、材料に SS400 を用い、高さは約 1m となっている。この上部に開発した制振装置を搭載し、床に強制変位を与えて、制振装置の性能を検証した。なお、床の変位はサーボ加速度計を用いて計測し、構造物最上部の変位は、レーザー変位計によって計測した。図 4 は加振周波数と構造物の固有周波数の比を横軸に、加振台と構造物の変位の比を縦軸に表したものである。固有周波数において、構造物の変位は 10 分の 1 以下に抑制されており、開発した装置の有効性が確認された。

### 4. まとめ

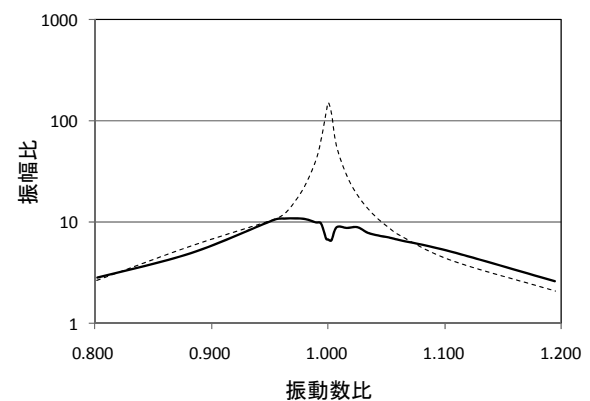


図4. 制振装置による制振効果(強制振動)  
—: 制振装置あり ---: 制振装置なし

本研究では、既存のビルに設置可能な制振装置の開発を行い、その性能について検証した。まず、制振装置を設置する際の問題を解決するため、分割して設置することが可能な形状を検討し、設計した。さらに可搬性のみならず、装置の固有周波数を微調整できる構造とし、装置本来の制振性能が発揮しやすい構造とした。さらに開発した装置の性能を検証するため、1Hz 程度の固有周波数を有する構造物を用意し、強制振動を与えて実験を行った。その結果、開発した装置は、構造物の固有周波数近傍で、構造物の振動を 10 分の 1 程度まで抑制できることを明らかにした。

本研究は平成 21 年度 JST 地域ニーズ即応型の助成を受けて行ったものであることを記し、ここに感謝の意を表す。

(平成 23 年 5 月 24 日受付, 平成 23 年 6 月 24 日再受付)

### 文 献

- (1) Yoji Shimazaki : "Tuned cradle damping device on a simple structure model", The sixteenth international congress on sound and vibration, Krakow, Poland, CD-ROM, T35-1, No.37 (2009).
- (2) 秋元洋平, 島崎洋治: 「試作クレイドル型制振装置の性能評価」, 土木学会関東支部第 37 回技術研究発表会講演論文集, CD-ROM, 1-41 (2010).



## マンガンボロン鋼の焼入組織

内田 聡<sup>\*1)</sup>Microstructure of Quenched Manganese Boron Steel  
Satoshi Uchida<sup>\*1)</sup>

キーワード：マンガンボロン鋼，熱処理，焼入れ，金属組織

Keywords：Manganese boron steel, Heat treatment, Quenching, Microstructure

## 1. 緒言

近年，自動車用機械部品には燃費改善のため，軽量化が要求されている。軽量化のために，小型で高強度の部品が要求され，鉄鋼材料では強度を高めるための熱処理が行われている。熱処理が可能な鉄鋼材料として，炭素含有量0.25%以上の機械構造用炭素鋼が用いられているが，焼入れ可能な大きさに，限界がある。そこで，大きな部品でも焼入れを可能にするため，あるいは加工性を考慮した材料など，さまざまな機械構造用合金鋼が開発されてきた。<sup>(1-2)</sup>

合金鋼は，添加元素の効果で大きな部品でも焼入れが可能になるが，コストは高くなる。そこで，添加元素が少なくても焼入れが可能なボロン添加鋼が用いられるようになってきた。本研究では，ボロン添加鋼の熱処理特性と金属組織の関係を明らかにすることを目的とした。

## 2. 実験方法

試料は，ボルト形状（M10×20mm）のマンガンボロン鋼（JASO M 106-92:ASMnB422H）を用いた。試料の規格成分値を表1に示す。この材料は，いわゆる合金元素のCr（クロム），Ni（ニッケル），Mo（モリブデン）を含まず，B（ボロン）だけが0.0005%以上添加されている。わずかに添加されたBの効果だけで，焼入性を改善した材料であるところが特徴である。

表1. ASMnB422Hの規格成分値 (mass%)

C	Si	Mn	P	S	B
0.19 ～ 0.25	0.15 ～ 0.35	1.20 ～ 1.50	0.030 以下	0.030 以下	0.0005 以上

この材料の一般の焼入温度は，900℃である。これを基準に，通常焼入温度850℃，900℃，950℃，加熱不足を想定した焼入温度750℃，800℃，過熱を想定した焼入温度1000℃，1050℃を設定して，それぞれの焼入組織とロックウェル硬さを測定した。

試料は，窒素ガス雰囲気電気炉で，各焼入温度に30分保持後，油冷（60℃）した。

\*1) 機械技術グループ

## 3. 結果および考察

図1は，未処理の金属組織で，フェライト（白）+パーライト（黒）である。図2～3は，加熱温度が低い場合，元のパーライトはオーステナイト化の後，焼入れされてマルテンサイトに変態しているが，フェライトはオーステナイト化せずに残ったため，フェライト（白）+マルテンサイト（灰色）組織になっている。フェライト組織があるため，硬さは低い。

図4～8は，マルテンサイト組織である。図4の850℃からの焼入れは，オーステナイト化温度直上のため，条件がわずかにずれただけでも不完全焼入れになる可能性がある。そこでこの材料では，焼入温度を900℃程度に設定して，確実な焼入れを目指している。図5は，この材料の標準的な焼入組織である。図6～8は，さらに焼入温度が高い場合で，焼入温度の上昇に伴い，わずかではあるが，組織の粗大化が認められる。

組織と共に硬さの変化にも着目した。焼入温度850℃未満では硬さは43 HRC未満となり，焼入温度850℃以上で43 HRC以上となった。焼入温度900℃以上では，いずれも43 HRC以上を示しており，変化がないように見えるが，組織の粗大化を考慮すると，靱性低下の可能性があるので，注意が必要である。

## 4. 結言

マンガンボロン鋼の焼入れでは，850℃以上の焼入温度で所定の硬さを得られるが，安定した組織を得るためには，オーステナイト化温度に余裕を持たせ，900℃以上での焼入れが必要である。900℃以上での焼入れでは，組織の粗大化がわずかのように見えるが，靱性低下や遅れ破壊の可能性を踏まえ，それらを考慮した熱処理が行われるべきである。

(平成23年6月13日受付，平成23年8月16日再受付)

## 文 献

- 佐藤紀男：Sanyo Technical Report Vol.8 (2001) 68-87.
- 阿南吾郎，並村裕一，長谷川豊文，隠岐保博：神戸製鋼技報48 (1998) 39-42.

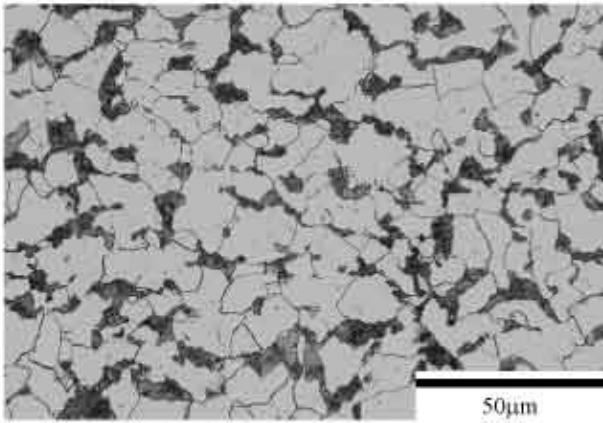


图1. 未处理 (8 HRC)

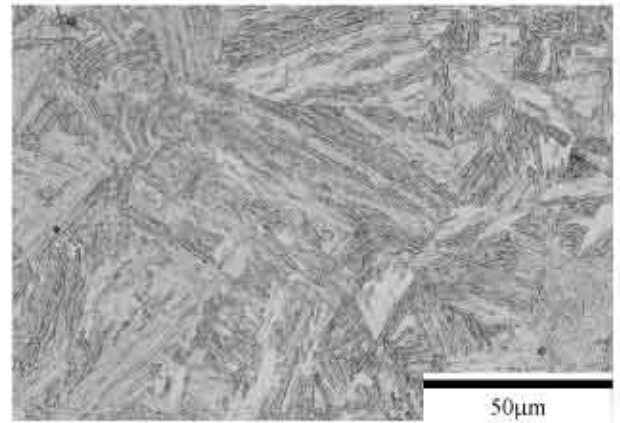


图5. 烧入温度 900℃, 油冷 (44 HRC)

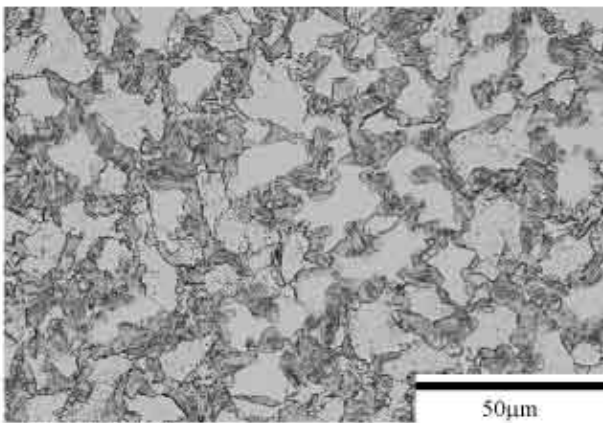


图2. 烧入温度 750℃, 油冷 (30 HRC)

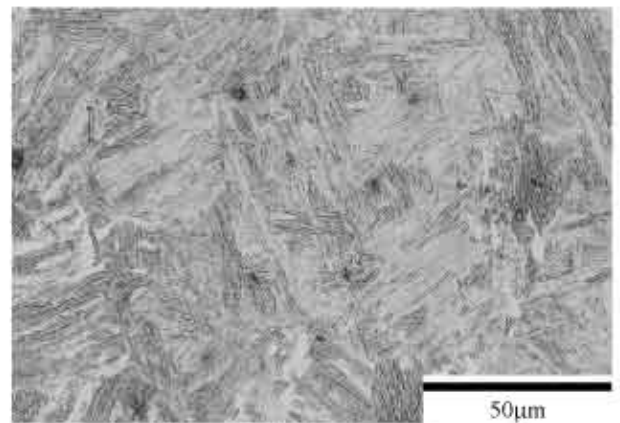


图6. 烧入温度 950℃, 油冷 (43 HRC)

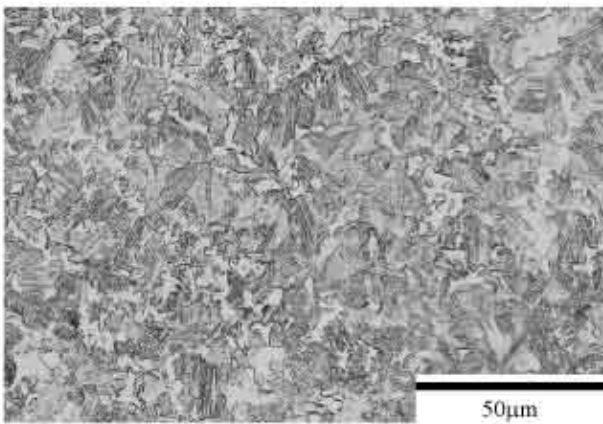


图3. 烧入温度 800℃, 油冷 (42 HRC)

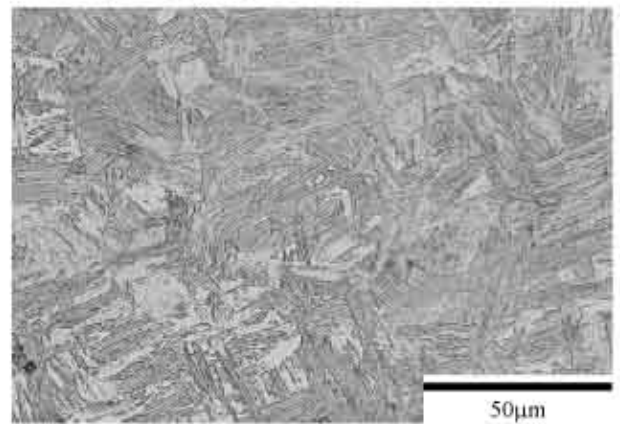


图7. 烧入温度 1000℃, 油冷 (43 HRC)

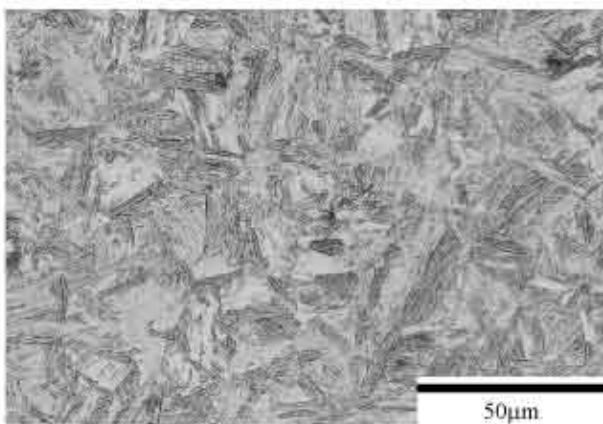


图4. 烧入温度 850℃, 油冷 (43 HRC)

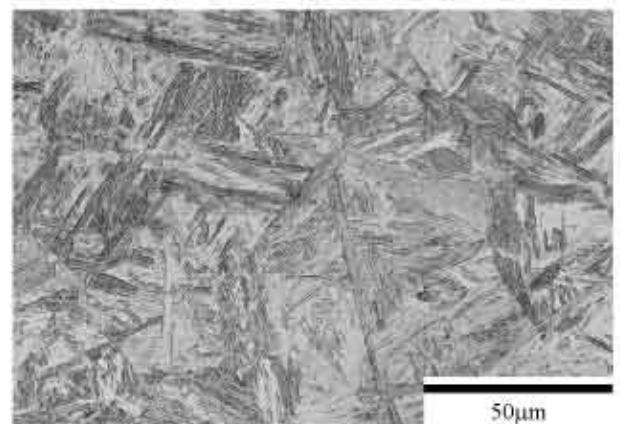


图8. 烧入温度 1050℃, 油冷 (43 HRC)

ノート

# ステンレス鋼板のドライ小径せん断加工技術

玉置 賢次\*<sup>1)</sup> 中村 健太\*<sup>1)</sup>

## Dry small hole shearing of stainless steel sheet using dies with shear angle

Kenji Tamaoki\*<sup>1)</sup>, Kenta Nakamura\*<sup>1)</sup>

キーワード: せん断加工, ドライ加工, シャー角, ステンレス鋼板, 環境対応型

Keywords: Shearing, dry forming, shear angle, stainless steel sheet, environmental friendliness

### 1. まえがき

地球環境保護の観点から、塑性加工の分野においても環境負荷低減に向けた取り組みは必須となっている。特に、塑性加工で使用されている潤滑剤、および加工後の洗浄に伴う廃液が問題となっており、潤滑技術の開発、さらには洗浄の簡易化が急務となっている。この対策の一つとして、塑性加工用工具にトライボロジー特性に優れたセラミックスを適用し、潤滑剤を全く使用しない無潤滑塑性加工、すなわちドライ加工を実現させることが検討されている。これまでの研究<sup>(1)~(3)</sup>により、ドライ絞り加工については実現可能な段階に達しつつある。一方、せん断加工については未だ解決すべき多くの問題が存在している。

せん断加工のドライ加工化として、各種セラミックス工具を用いたφ5mmのドライ小径せん断加工の可能性について検討した。その結果、被加工材を冷間圧延鋼板 (SPCC)、板厚1.0mmとしたドライ小径せん断加工で連続10万回の加工を達成した<sup>(4)</sup>。また、被加工材をステンレス鋼板 (SUS304)、板厚0.5mmとしたドライ小径せん断加工についても検討したが、連続10万回の加工を達成することはできなかった<sup>(5)</sup>。

そこで、本研究では、被加工材をステンレス鋼板 (SUS304) としたドライ小径せん断加工の可能性について検討する。特に、ダイにシャー角を設けることによる最大パンチ荷重の低減を図る。

### 2. 実験方法

連続ドライ小径せん断加工試験には、図1に示す100kNのサーボプレス試験機を用いた。回転数は、50rpmとした。また、図2に金型構成図を示す。金型寸法は、ダイ内径5.0mm、パンチ直径4.92mmとした。ダイとパンチの間のクリアランスは、被加工材の板厚の約8%とした。ダイ刃先およびパンチ刃先には、チッピング防止のために0.1mmのRまたはC面取りを設けた。さらに、ダイにシャー角を設けた。シャー角は、シャー角無 (0°)、5°、10°の3種類を

準備した。図3に各ダイの外観写真を示す。

表1にダイの材料特性を示す。連続10万回を目指す際には、トライボロジー特性に優れたセラミックスを工具材料に用いるが、今回はシャー角の効果を確認するためにWC-Coダイを用いた。

被加工材は、SUS304、板厚0.5mmとした。潤滑条件は、潤滑剤を塗布しないドライとした。

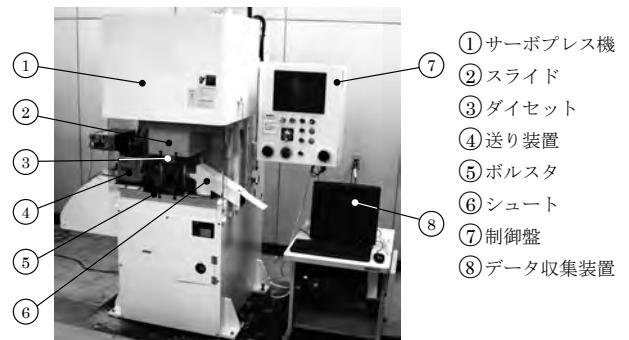


図1. サーボプレス試験機 (プレス能力: 100kN)

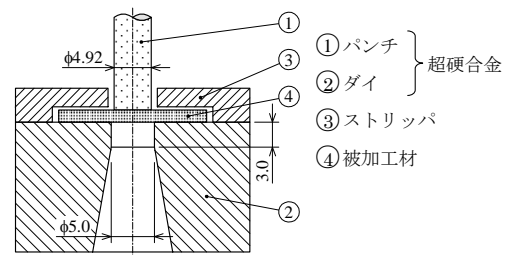


図2. せん断加工の金型構成図

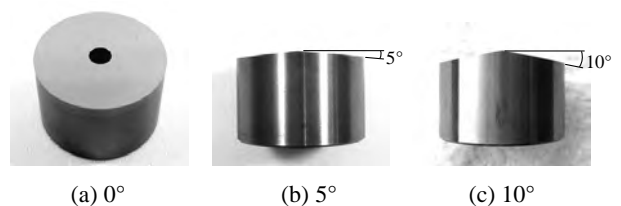


図3. シャー角付ダイの外観写真

\*<sup>1)</sup> 機械技術グループ

表1. ダイの材料特性

	WC-Co
密度 (g/cm <sup>3</sup> )	14.05
ビッカース硬さ (GPa)	12.2
3点曲げ強度 (MPa)	3430
ヤング率 (GPa)	520
破壊靱性 (MPa・m <sup>1/2</sup> )	15
体積抵抗率 (Ω・m)	10 <sup>-7</sup>

### 3. 評価方法

評価は、各ダイを用いた連続ドライ小径せん断加工を実施し、50回までの最大パンチ荷重の測定によって行った。また、表面粗さ・形状測定機を用いて、打抜いたブランクのバリ高さ測定を行い、バリ高さと最大パンチ荷重の関係を確認した。

### 4. 結果と考察

図4は、各シャワー角付ダイを用いたドライ小径せん断加工試験での最大パンチ荷重の推移を示す。図4より、シャワー角が0°では、最大パンチ荷重は2.8kN程度であった。他方、シャワー角が5°では、最大パンチ荷重は2.0kN程度であった。シャワー角が10°では、最大パンチ荷重は1.4kN程度であった。したがって、最大パンチ荷重は、シャワー角を設けることによって減少することが確認された。

特に、シャワー角0°における最大パンチ荷重とシャワー角10°における最大パンチ荷重を比べると、シャワー角10°では最大パンチ荷重はシャワー角0°のおよそ半分になることが確認された。したがって、シャワー角には、最大パンチ荷重を減少させる十分な効果があることが確認された。

図5は、シャワー角10°付ダイを用いたドライ小径せん断加工試験での最大パンチ荷重とバリ高さの関係を示す。図5より、最大パンチ荷重が加工回数が増加するのにしたがって徐々に増加することを確認した。また、バリ高さも加工回数が増加するのにしたがって徐々に増加する傾向にあることを確認した。バリ高さのバラツキは大きめであったが、最大パンチ荷重が増加するのにしたがって、バリ高さも増加していたと考えられる。つまり、最大パンチ荷重とバリ高さの間には、相関があると考えられる。

なお、本試験では金型材質にWC-Coを用いたために、加工回数が1,000回程度で最大パンチ荷重が2.0kNを超えるまでに上昇した。バリ高さも100μm以上に達した。しかしながら、WC-Coダイにおいてもシャワー角の効果は十分に確認された。よって、今後トライボロジー特性に優れるセラミックス工具にシャワー角を設けることで、WC-Co同様に最大パンチ荷重の低減が可能となり、加えて被加工材との凝着等も生じにくいことから、より長寿命化が期待できる。

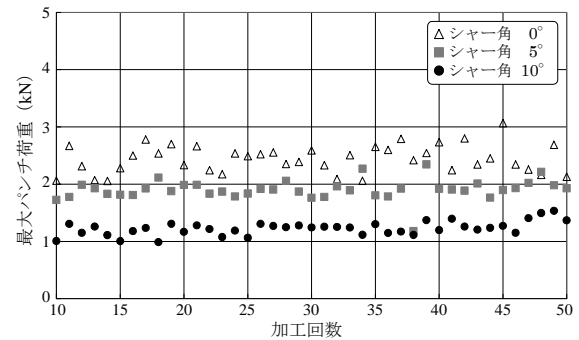


図4. ドライせん断加工における最大パンチ荷重

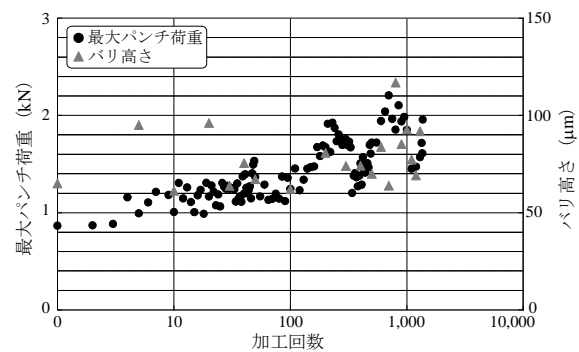


図5. 最大パンチ荷重とバリ高さの関係 (シャワー角10°)

### 5. まとめ

ステンレス鋼板 (SUS304) を被加工材としたドライ小径せん断加工の実現のために、各種試験および測定・評価を実施した。得られた結果を下記に示す。

1. ダイスにシャワー角 (10°) を設けることで、最大パンチ荷重を50%低減することができることを明らかにした。
2. シャワー角の効果として、セラミックス工具が不得意とする衝撃荷重の低減にも寄与するものと考えられる。  
(平成23年5月23日受付, 平成23年8月12日再受付)

### 文 献

- (1) 片岡征二, 基昭夫, 玉置賢次:「セラミックス工具によるドライプレス加工」, 塑性と加工, Vol. 46, No. 528, pp. 52-57 (2005)
- (2) 玉置賢次, 片岡征二, 皆本鋼輝:「導電性セラミックス工具を用いた無潤滑円筒絞り加工」, 塑性と加工, Vol. 48, No. 561, pp. 930-934 (2007)
- (3) 玉置賢次, 片岡征二, 皆本鋼輝:「導電性セラミックス工具を用いた無潤滑角筒絞り加工」, 塑性と加工, Vol. 50, No. 577, pp. 124-128 (2009)
- (4) Kenji Tamaoki, Ken-ichi Manabe, Seiji Kataoka and Tatsuhiko Aizawa: "Dry small hole shearing of cold rolled steel sheet with electroconductive ceramic tools", Steel Research International, Vol. 81, No. 9, pp. 1026-1029 (2010)
- (5) 玉置賢次, 真鍋健一, 片岡征二, 久野拓律:「導電性セラミックス工具を用いたドライ小径せん断加工」, 平成21年度塑性加工春季講演会講演論文集, pp. 141-142 (2009)

## ノート

## Mg-Al-Zn 合金/Ti 溶接部の界面反応層に及ぼす合金元素の影響

青沼 昌幸\*<sup>1)</sup> 岩岡 拓\*<sup>1)</sup>

## Effect of Alloying Elements on Reaction Layer at Interface of Mg-Al-Zn Alloy and Titanium Dissimilar Welds

Masayuki Aonuma\*<sup>1)</sup>, Taku Iwaoka\*<sup>1)</sup>

キーワード: Mg-Al-Zn 合金, チタン, 異種金属溶接, 合金元素, 界面反応層

Keywords: Mg-Al-Zn alloy, Titanium, Dissimilar metal welding, Alloying element, Interfacial reaction layer

## 1. はじめに

チタンおよびマグネシウム合金は、高比強度材料として各種構造材に用いられている。これらの異種金属が溶接可能であれば、軽量で高強度な特徴を持つ製品の製作が可能となる。しかし、一般的に異種金属の溶接は困難で、溶接後に剥離や破断を生じる場合が多い。中でもチタンとマグネシウムの組み合わせの場合は、純チタンと純マグネシウムが二相分離して一体化せず、高い接合強度は得られにくい。そこで本研究では、純チタンと、合金元素としてアルミニウムを含む Mg-Al 系合金とを、TIG アーク溶接法により突合せ溶接し、合金元素が接合強度の変化要因となる接合界面組織の形成に及ぼす影響について検討を行った。

## 2. 実験方法

供試材には、99.5 mass%Ti の工業用純チタン圧延材（以下 Ti と表記）と Mg-Al-Zn 系合金の AZ31B 合金押出材（以下 AZ31 と表記）を用いた。表 1 に本研究で用いた AZ31 合金の化学組成を示す。Mg-Al-Zn 系合金は、Mg に Al と Zn を添加することで固溶強化されており、成型性と溶接性にも優れたマグネシウム合金である。そのため構造用合金として実用化されており、さらなる用途の拡大が期待されている。本研究では、代表的なマグネシウム合金である AZ31 を異種金属と溶接し、接合界面の界面反応相に及ぼす Al, Zn および Mn の影響について検討を行った。

供試材は厚さを 2.5 mm とし、機械加工によって接合面を I 型開先となるように切削した後、板表面を SiC 紙により研

表 1. AZ31 母材の化学組成 (mass%)

	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Mg
AZ31	3.0	0.88	0.58	0.018	0.015	Bal.

\*<sup>1)</sup> 機械技術グループ

磨して厚い酸化被膜を除去し、最後にアセトン脱脂を行ってから実験に供した。Ti と AZ31 は銅製のバックングプレートにパイスを用いて固定し、突合せ継手を作製した。溶接方法は TIG 溶接法とし、φ 2.4 mm の 2 mass%ThO<sub>2</sub> 入タングステン電極を用いて直流逆極性にて溶接を行った。溶接電流は 120~200 A とし、溶接速度を 40~80 cm/min, 溶接電圧を 20 V, アルゴンガス流量を 10 l/min とした。継手の作製後、溶接部の断面について、走査型電子顕微鏡(SEM)観察およびエネルギー分散型 X 線分光器(EDS)による元素分析を行い、合金元素の挙動について検討を行った。

## 3. 実験結果および考察

固相接合法による Mg-Al-Zn 系合金と Ti との接合に関するこれまでの研究により、Mg-Al-Zn 系合金母材に含まれる合金元素が接合界面反応相に影響を及ぼすことを報告した<sup>(1)</sup>。Al 量の多い AZ91 合金と Ti との固相接合の場合、AZ91 母材の Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>相が、固相接合を行った際に接合部で分解、拡散し、Al がマトリックスへ再固溶して、接合界面で Al と Ti とが反応相を生成する<sup>(2,3)</sup>。しかし、Mg-Al-Zn-Ca 系合金の AMC602 合金の場合、固相接合での温度領域では、母材に含まれる CaAl<sub>2</sub>などの Ca を含んだ金属間化合物相は分解せず、Al のマトリックスへの固溶も生じない。そのため、もともとマトリックスに固溶している Al が接合界面で Ti と反応相を生成し、金属間化合物はそのまま接合界面に点在する<sup>(4)</sup>。しかし、TIG 溶接法を用いた場合には、アークによる熔融を伴うために、金属間化合物も熔融して接合界面組織に影響を及ぼすことが推測される。そこで、接合前の母材組織の観察を行い、AZ31 母材に含まれる合金元素と金属間化合物が、熔融時に界面組織へ及ぼす影響について検討を行った。

図 2 に本研究で用いた AZ31 母材との SEM 像を示す。一般的に AZ31 では、含まれる Al がマトリックス中に固溶し、α単相の組織となる。しかし、市販の AZ31 では製造工程において Al-Mn 系の金属間化合物相が含まれることがあり、

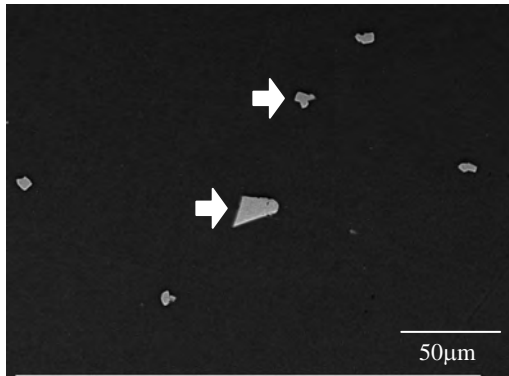


図2. AZ31 母材断面の SEM 像

本研究で用いた AZ31 でも、図 2 中の矢印に示したように、Al-Mn 系の金属間化合物が認められた。本研究で用いた AZ31 には、表 1 に示したように Mn が 0.58 mass% 含まれており、この Mn が製造工程において Al と反応し、Al-Mn 系の金属間化合物を生成したと考えられる。この金属間化合物の直径は最大で約 25 μm であり、AZ31 母材の全体に分布しているのが断面観察から確認された。

この AZ31 と Ti とを、TIG 溶接法により溶接電流 120 A、溶接速度 40 cm/min にて突合せ溶接した接合部断面の SEM 像および特性 X 線像を図 3 に示す。分析は板表面に近い板厚方向上部の接合界面で行った。SEM-EDS による面分析を行った結果、AZ31 と Ti の両方が溶融したとみられる接合界面では、Al および Mn の濃化が層状に認められた。また、AZ31 の溶融部全面に、直径が数 μm 程度の Al-Mn 系の金属間化合物が分散しているのが認められた。AZ31 溶融部に分散した金属間化合物は、AZ31 母材で見られたものと形状が異なり、母材に含まれていたものは図 2 に示したように角を有しているのに対し、溶融部では丸みを帯びているものが多く認められた。このことから、母材に含まれる Al-Mn 系金属間化合物は、TIG アークにより部分的に溶融したか、あるいは全て溶融した後に再び金属間化合物として生成したと推測される。接合界面での Al および Mn の濃化層は、TIG アークによる溶融凝固過程において、Ti との反応によ

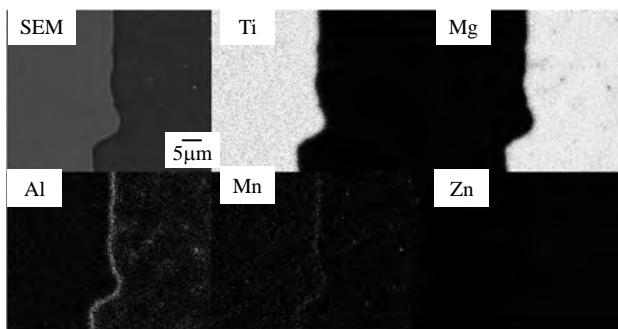


図3. Ti と AZ31 との TIG 溶接部の SEM 像と特性 X 線像；  
溶接電流 120 A、溶接速度 40 cm/min

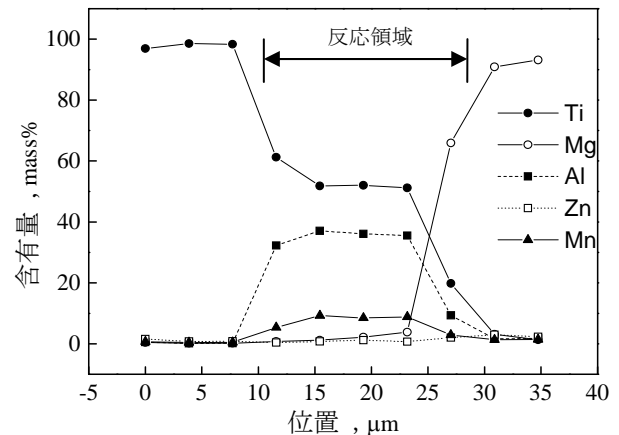


図4. 接合界面の多点定量分析結果；

溶接電流 120 A、溶接速度 40 cm/min

り生成したと考えられ、この層は Ti-Al 系、Ti-Mn 系の金属間化合物、あるいは Ti-Al-Mn の三元系金属間化合物を含むと推測された。これらの接合界面では、部分的に Mn が強く検出される領域が認められたため、この領域について合金元素の定量分析を行い、接合界面における Mn の状態について検討を行った。図 4 に SEM-EDS による接合界面の多点定量分析結果を示す。Mn 量が増加した領域では Al 量も増加し、同時に Ti も検出された。したがってこの位置では Ti-Al-Mn の三元系金属間化合物が生成したと推測される。

これらのことから、TIG 溶接法による AZ31 と Ti との接合界面では、AZ31 に含まれる合金元素の Al および Mn が、Ti と反応して、接合界面組織を形成することが示唆された。

#### 4. まとめ

Ti と Mg-Al-Zn 系合金の AZ31 との、TIG 溶接法による異種金属接合界面では、AZ31 母材に固溶している Al および Al-Mn 系金属間化合物に含まれる Al と Mn とが Ti と反応層を生成することで、接合界面組織を形成することが示唆された。

(平成 23 年 5 月 16 日受付、平成 23 年 8 月 22 日再受付)

#### 文 献

- (1) Masayuki Aonuma and Kazuhiro Nakata: "Effect of Alloying Elements on Interface Microstructure of Mg-Al-Zn Magnesium Alloys and Titanium Joint by Friction Stir Welding", Materials Science and Engineering B, Vol. 161, pp. 46-49 (2009)
- (2) 中田 一博, 居軒 征吾, 長野 喜隆, 橋本 武典, 成願 茂利, 牛尾 誠夫: 「AZ91D マグネシウム合金チクソモールド薄板の摩擦攪拌溶接性」, 軽金属, 51, pp.528-533 (2001)
- (3) 青沼 昌幸, 津村 卓也, 中田 一博: 「チクソモールドした AZ91D マグネシウム合金とチタンとの摩擦攪拌溶接」, 鑄造工学, Vol. 80, No. 4, pp.219-224 (2008)
- (4) Masayuki Aonuma and Kazuhiro Nakata: "Effect of calcium on intermetallic compound layer at interface of calcium added magnesium-aluminum alloy and titanium joint by friction stir welding", Materials Science and Engineering B, Vol. 173, pp. 135-138 (2010)

## ノート

## プレス加工用金型への高耐久性 DLC 膜の成膜技術の開発

中村 健太\*<sup>1)</sup> 森河 和雄\*<sup>2)</sup> 玉置 賢次\*<sup>1)</sup> 西村 信司\*<sup>2)</sup>

## Development of deposition technology of high-durability DLC film to the dry drawing tools

Kenta Nakamura\*<sup>1)</sup>, Kazuo Morikawa\*<sup>2)</sup>, Kenji Tamaoki\*<sup>1)</sup>, Shinji Nishimura\*<sup>2)</sup>

キーワード: DLC, 剥離, 表面粗さ, 絞り加工, ステンレス鋼板

Keywords: DLC, peeling, surface roughness, drawing processing, stainless steel sheet

## 1. まえがき

地球環境保護の観点から塑性加工における加工油の使用量の低減が求められており<sup>(1)</sup>, 加工油を使用しないドライ加工を実現するために DLC の工具への適用がなされている。特に, 絞り加工の分野では DLC を用いた加工の研究が盛んに行われている<sup>(2)</sup>。ところが, DLC 膜の工具と被加工材間に作用する摩擦に関する耐久性を簡易的に評価する方法は未だに確立されていない。そこで本研究では, DLC 膜の耐久性に与える基材表面粗さの影響に着目して, 実機加工条件下にある DLC 膜の摩擦に関する耐久性を簡易的に評価できる方法を検討した。

## 2. DLC コーテッド試験片

**2.1 基材と表面形態の調整方法** DLC を成膜する基材は大同特殊鋼製の DC11 で, 高温焼き戻し処理を施した。試験片は直径 20mm, 厚さ 4mm の円盤状で, 熱処理後に表面をラップ研磨によって鏡面 (0.002 $\mu$ mRa) に仕上げたものである。また, 試験片の表面形態はショットブラスト加工の投射材を変えることで調整した。準備した投射材はスチール, サンド, アルミナ, ガラスである。

**2.2 投射物と表面形態の関係** 表面形態の評価には Zygo 製 NewView 6200 (以下, 形状測定器と称す) を用いた。投射物を 10 分間 (アルミナのみ 30 分間) 投射した基材表面の, 形状測定器による測定で得られたパラメータを表 1 に示す。表中のパラメータは, Rsk が高さ方向の平均的な特徴を, PV は測定領域 (本測定では 0.5mm $\times$ 0.5mm) での高低差を示すものである。また, これらのパラメータに基づいて作成した断面形状のイメージ図を併せて示した。ガラスを投射物とした場合の表面は, 高低差も小さく谷の部分が小さく浅い形状となっている。一方, ガラスよりも質量が大きく硬い投射物であるサンドやアルミナでは高低差が大きく谷の部分が小さく深いことがわかる。

**2.3 DLC の成膜** 本研究では, CVD 法と PVD 法を用い





て 2 種類の DLC を成膜した。いずれの方法でも Ar による基材表面のボンバード処理を行った後, 中間層を成膜してから DLC を成膜した。なお, それぞれの成膜方法において, 膜厚が 2 $\mu$ m 程度になるように DLC の成膜時間を調整した。

## 3. 簡易的な評価方法とその妥当性の検証

**3.1 単一摩擦試験** 単一摩擦試験には, NANOVEA 製スクラッチテスタを用いた。測定は速度 10mm/min の下, 約 1 分間かけて荷重を 0.3N から 100N に変化させて行った。測定項目は, スクラッチ時の摩擦抵抗とスクラッチ面全体の顕微鏡観察とした。ここで測定例を図 1 に示す。図は投射物をガラスとした場合の CVD による DLC 膜を対象に試験を行った結果であるが, 1 箇所目では 20N 辺りで摩擦係数の上昇が認められる。また, 同図の上段は顕微鏡写真であるが, 摩擦係数が上昇した辺り (図中矢印部) から, 基材が露呈している。したがって, 摩擦係数が急上昇した箇所で DLC 膜が剥離したと判断できる。全ての試験片に対して行った単一摩擦試験の結果を, ショットブラスト処理後の表面粗さ Ra に対して整理したものが表 2 である。表中の記号は, 2 箇所とも剥離がなければ「○」, 1 箇所でも剥離が認められれば「△」, 2 箇所とも剥離が認められれば「×」としてある。

**3.2 繰返し摩擦試験** 繰返し摩擦試験には, CSM Instruments 製トライボメータを用いた。測定は荷重を 10N から 60N まで 10N ずつ増大させていくステップロード法により行い, 1 荷重条件で 10 分間行った。摺動速度は 0.1m/s とし, ボールとディスクの接触点の任意箇所に摩擦力が 3.2Hz で作用する条件とした。ボールには SUS304 を用い, その寸法は直径 6mm である。ここで測定例を図 2 に示す。

表 1. 表面形態に関するパラメータとイメージ図

ショットの種類	スチール	サンド	アルミナ	ガラス
Rsk	0.0	-0.3	-0.8	-1.4
PV, $\mu$ m	1.1	19.4	18.4	0.4
イメージ図				

\*<sup>1)</sup> 機械技術グループ\*<sup>2)</sup> 高度分析開発セクター

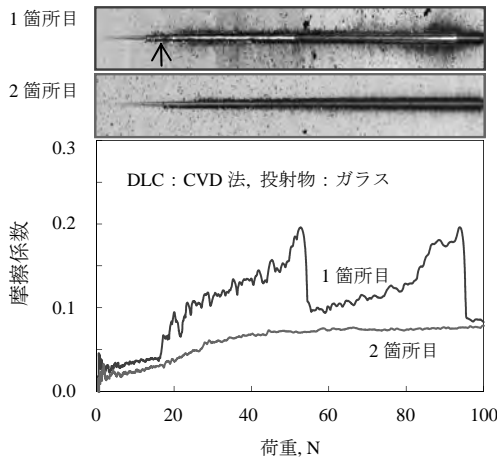


図1. 単一摩擦試験の測定例

表2. 単一摩擦試験の測定結果

表面粗さ Ra, $\mu\text{m}$		0.002	0.005	0.015	0.12	1.2
耐スクラッチ性	CVD	○	△	△	×	×
	PVD	△	×	×	×	×

図は投射物をガラスとした場合の、CVDによるDLC膜を対象に試験を行った結果であるが、1800秒付近から摩擦係数の上昇が認められ、従前の研究<sup>(2)</sup>に基づけば、このように摩擦係数が急上昇した箇所で剥離したと判断できる。全ての試験片に対して行った試験の結果を基に、摩擦係数が急上昇を始めた荷重を、ショットブラスト処理後の表面粗さRaに対して整理したものが表3である。

3.3 実機による加工試験 絞り加工試験にはShimadzu製サーボパルサ万能試験機を改造したものをを用いた。試験は、加工の難易度を判定する絞り性試験と、連続加工の難易度を判定する加工性試験を行った。工具にはいずれの試験で

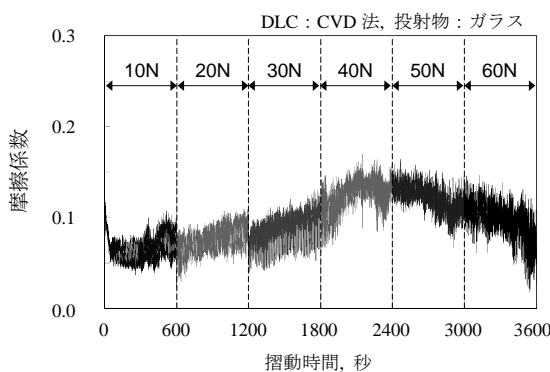


図2. 繰返し摩擦試験の測定例

表3. 繰返し摩擦試験の測定結果

表面粗さ Ra, $\mu\text{m}$		0.002	0.005	0.015	0.12	1.2
耐剥離荷重	CVD	30N	40N	30N	<10N	<10N
	PVD	<10N	<10N	<10N	<10N	<10N

表4. 基材の状態と絞り比の関係

ブランク直径,mm	50	52	54	56	58	60
絞り比	1.73	1.80	1.87	1.94	2.01	2.08
Ra=0.43 $\mu\text{m}$ (CVD,3 $\mu\text{m}$ )	○	○	×	×	×	×
Ra=0.002 $\mu\text{m}$ (CVD,3 $\mu\text{m}$ )	○	○	○	○	○	○
Ra=0.002 $\mu\text{m}$ (CVD,10 $\mu\text{m}$ )	○	○	○	○	○	○

もSKD11製のパンチ用い、ダイスには単一摩擦試験と繰返し摩擦試験から、摩擦に対する耐久性があると判断できる、CVD法によるDLCを成膜したものをを用いた。被加工材には板厚0.3mmのSUS304を用いた。なお、ブランクおよび工具はアセトンにより完全脱脂した。

絞り性試験は絞り比が1.73から2.08の範囲で行った。これまでのDLCコーテッド工具を用いた研究では、絞り比1.8までの絞り性は評価されていたが、本研究ではより厳しい絞り比2.08までの範囲を対象とした。表4に絞り性試験の結果を示す。任意の絞り比において5枚のブランクの連続加工ができた場合「○」、5枚中1枚でも加工ができない場合は「×」とした。0.43 $\mu\text{m}$ Raのダイスを用いた場合には、絞り比1.8までの加工が可能であるが、鏡面のダイスを用いることで絞り比2.08の厳しい条件までの加工が可能であることがわかる。また、絞り性に優れた鏡面のダイスにDLCを成膜して、絞り比2.08の下で加工性を評価した結果、100枚の加工が可能であった。なお、未成膜のダイスを用いた場合の限界絞り比は1.54であった。

#### 4. まとめ

- 1) ドライ加工条件としては比較的厳しい絞り比が2程度となる条件を想定した場合の、DLC膜の摩擦に関する耐久性を簡易的に評価するためには、単一摩擦試験と繰返し摩擦試験が有効であることがわかった。
- 2) 従来、基材の表面粗さを大きくしてからDLCをコーティングすることで、DLC膜と基材の密着性が向上することが知られていたが、絞り比が2程度となるような加工においては、基材の表面粗さは小さい方が摩擦に対する耐久性が向上することがわかった。
- 3) プレス加工に向けた高耐久性DLC膜の成膜方法は、従来の研究結果<sup>(2)</sup>および本研究の結果を組合せて、基材表面を荒して<sup>(2)</sup>、DLCを厚く成膜し、DLC膜を研磨して表面を鏡面に近い状態にすることが効果的と考えられる。  
(平成23年5月24日受付, 平成23年6月15日再受付)

#### 文 献

- 1) 片岡征二：環境にやさしいこれからの潤滑技術、塑性と加工、Vol.43, No.492 (2002-1) pp.3-10.
- 2) 片岡征二ほか：DLC膜の密着性向上とドライ絞り加工への適用、塑性と加工、Vol.46, No.532 (2005-5) pp.412-416.



## ノート

## 数値シミュレーションによる不整形残響室の拡散性の評価

渡辺 茂幸<sup>\*1)</sup> 神田 浩一<sup>\*1)</sup> 服部 遊<sup>\*1)</sup> 西沢 啓子<sup>\*1)</sup> 横山 幸雄<sup>\*2)</sup>

## Estimation of diffuseness of an irregularly shaped reverberation room by numerical simulation.

Shigeyuki Watanabe<sup>\*1)</sup>, Koichi Kanda<sup>\*1)</sup>, Asobu Hattori<sup>\*1)</sup>, Keiko Nishizawa<sup>\*1)</sup>, Yukio Yokoyama<sup>\*2)</sup>

キーワード: 残響室, 拡散性, 音圧(レベル)分布

Keywords: Reverberation room, Diffuseness, Distribution of sound pressure (level)

## 1. はじめに

残響室は、各種音響材料の吸音率測定をはじめとして、音響透過損失や各種機器の音響パワーレベルの試験に使用している。これらの測定を目的とする使用に適合するためには、室内の残響時間、音の拡散性などの音響特性を把握しなければならない。なかでも取り分け要求される条件の一つとしては十分な拡散音場が得られることが挙げられ、この拡散音場の一つの評価として音圧(レベル)分布の標準偏差が小さいことが望まれる<sup>(1)</sup>。

当センター西が丘本部の不整形七面体残響室(以下、既存残響室)は、昭和43年度に建設されたもので、これまでに様々な材料の残響室法吸音率測定などの試験を行い、中小企業支援に努めてきた。平成23年度には新本部への移転に伴い、形状・容積等がこれまでとは異なる残響室(以下、新残響室)が完成する。そのため、早期の試験業務開始のためには、新残響室内の音圧レベル分布、残響時間などのデータ収集・調整および既存残響室の音響特性との比較検討などが急務である。そこで、本研究では、まず既存残響室を対象に実測とそれに対応する数値シミュレーションを行い、両結果の比較から数値シミュレーションの有用性を確認する。その後、新残響室を対象として、室内の拡散性の予測および評価を音圧レベル分布の標準偏差より検討を行う。なお、今回の研究では、1/3オクターブバンド中心周波数125Hzを対象とした。

## 2. 既存残響室での比較検討

2.1 実測とシミュレーションの概要 既存残響室を対象に室内の音圧レベル分布について比較検討を行った。図1及び表1に既存残響室の概略を示す。残響室の形状は不整形七面体で、容積は約451m<sup>3</sup>、表面積は約353m<sup>2</sup>であり、内装は3cm厚の人造石研ぎ出しである。受音点は図1に示す

高さ1.5mの受音面内(4m×4m)に計441点(0.2m間隔、P1~P441)設けた。音源Sには12面体スピーカを用い、B点より約1m離れた高さ0.9mの位置に設置した。放射する試験音にはホワイトノイズを使用し、1/3オクターブバンド分析を行った。なお、試験音を放射してから8秒後に測定を開始し、受音点毎に30秒の時間平均を施した。

数値シミュレーションには境界要素法(BEM)を採用した市販の音響解析ソフトウェアWAON(以下WAON)を使用した。既存残響室のモデル化では、図1に示す頂点を結んだ面のみで簡易的に近似した。受音点および音源位置については実測と同様に設定し、音源は点音源を、壁面の境界条件はインピーダンスを $3.3 \times 10^5$ と仮定した。今回は各受音点の音圧レベルを111Hzから141Hzを1Hz毎に計算し、周波数領域で2乗積分した結果をホワイトノイズでの実測結果と比較した。

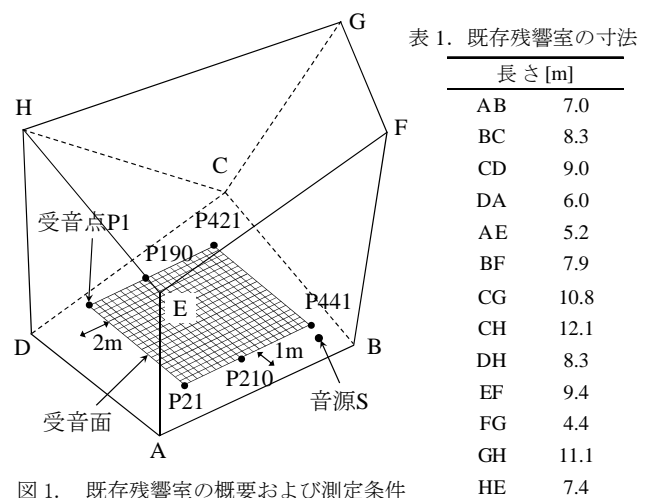


図1. 既存残響室の概要および測定条件

2.2 結果および考察 ホワイトノイズでの実測とWAONにより得られた音圧レベル分布性状を比較して図2に示す。横軸は受音点、縦軸は相対音圧レベルであり、両結果は全受音点の音圧レベルの平均値を揃えて表示した。

\*1) 光音技術グループ

\*2) システムデザインセクター

両結果の音圧レベル分布性状は良く一致しており、数値シミュレーション結果は概ね実測値の特徴を捉えている事が確認できる。また、両結果の相関係数は 0.70 であった。次に、各受音点の音圧レベルを 0.5Hz 毎に求めて結果を比較したところ、その相関係数は 0.74 と大きくなった。

音圧レベル分布の標準偏差は、実測で 0.9dB、数値シミュレーションで 1.2dB であり、実測結果に対して数値シミュレーション結果は、標準偏差で 0.3dB の差が生じることが分かった。

以上より、頂点からなる面のみで近似された簡易的なモデル形状で行った結果であるが、概ね実測値の特徴を捉えるための有用な手段となると考える。また、各受音点の音圧レベルをより細かく計算し、周波数領域で 2 乗積分することで、実測値に近い値が算出できることが分かった。新残響室を対象とした検討では 0.5Hz 毎に計算することとした。

### 3. 新残響室内の音圧レベル分布予測および評価

**3.1 シミュレーションの概要** 対象とした新残響室の概略を図 3 及び表 2 に示す。形状は不整形七面体であり、容積は約 265m<sup>3</sup>、表面積は約 248m<sup>2</sup> である。要素幅および境界条件については 2.1 と同様に設定した。受音面の高さは 1.0m から 3.0m まで 0.5m 間隔で 5 平面とした。また、受音面 1 面内に計 532 点 (0.2m 間隔) の受音点を設けた。音源の高さを 0.1m とし、音源 S1 は室中央付近に、S2 から S6 までそれぞれ近傍の壁面から 1.0m 以上離れた位置に仮定した。各受音点の音圧レベルは 111Hz から 141Hz までを 0.5Hz 毎に求め、周波数領域で 2 乗積分した。

**3.2 結果および考察** WAON により得られた新残響室内の音圧レベル分布の標準偏差を表 3 に示す。標準偏差が最も小さいところで 1.2dB、大きいところでは 2.3dB であり、音源位置および受音面の違いによる音圧レベル分布性状が確認できた。また、全受音面における標準偏差の公差は 1.1dB であり、音源位置により多少異なるものの、全受音面の中で反射面(壁面、床面など)に一番近い高さ 1.0m の受音面で、他の高さに比べて標準偏差が大きい値を示す傾向があることが示唆された。以上より、実際の試験時における音源および受音点の目安となりうる位置が把握できた。また、反射面に近い位置に受音点を設ける場合には、標準偏差が大きい値を示す可能性があるため、注意が必要であることが分かった。

残響室内の拡散性の一つの評価として JIS Z 8734 および ISO 3741 の残響室内の平均音圧レベルの許容標準偏差があり、中心周波数 125Hz における許容標準偏差は JIS で 1.5dB、ISO では 3.0dB となっている。これらの規格を参考にして今回の数値シミュレーション結果より算出した標準偏差は 1.7dB であった。僅かに JIS の許容標準偏差を 0.2dB 満たしていないものの、実測結果と数値シミュレーション結果の誤差を考慮すると、実際の試験時に音源位置及び受音点を調整することで基準を満たすことは可能であると考えられる。

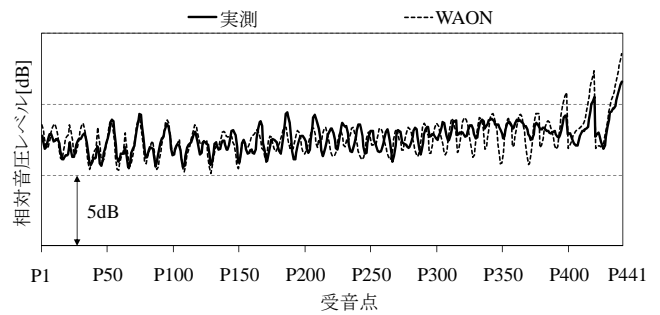


図 2. ホワイトノイズでの音圧レベル分布性状 (既存残響室)

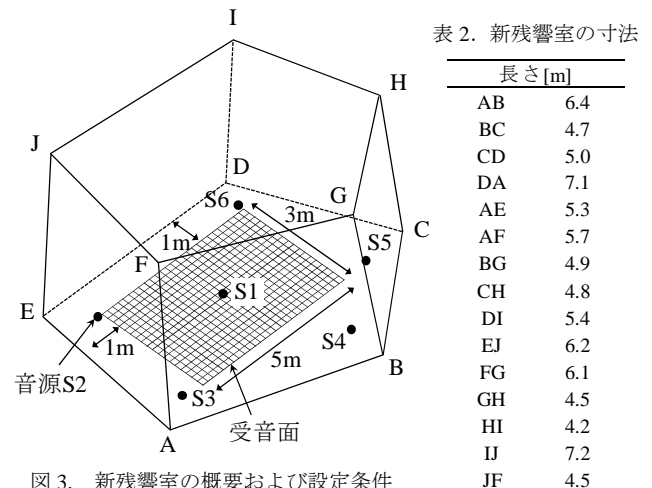


図 3. 新残響室の概要および設定条件

表 3. 新残響室における音圧レベル分布の標準偏差

	音源 S1	音源 S2	音源 S3	音源 S4	音源 S5	音源 S6
高さ 1.0m	1.8	1.8	1.2	2.3	1.6	2.1
高さ 1.5m	1.7	1.2	1.4	1.9	1.3	1.7
高さ 2.0m	1.8	1.2	1.7	1.5	1.4	1.6
高さ 2.5m	1.5	1.5	1.4	1.2	1.7	1.2
高さ 3.0m	1.2	1.3	1.5	1.5	1.8	1.3
全受音点	1.8	1.7	1.5	1.9	1.7	1.9

単位: [dB]

### 4. おわりに

本研究では、実測と数値シミュレーションによる既存残響室内の音圧レベル分布性状について比較し、その有用性が確認できた。また新残響室を対象に室内の拡散性(音圧レベル分布)について予測・評価を行い、実際の使用時における音源および受音点の目安となりうる位置が把握できた。今後は、本研究の結果を基に、新本部での技術支援に向けて、早急な音響試験室の調整および試験業務開始を目指す。(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 8 月 2 日再受付)

### 文 献

- (1) 高橋雅保:「音響実験施設の設計・施工の留意点」, 騒音制御, Vol28, No.3, P147~154 (2004)
- (2) 富来礼次, 大鶴徹:「有限要素法による不整形残響室内音場解析」, 日本建築学会計画系論文集, 第 551 号, 9-15 (2002)

## ノート

## 同一材料における残響室法吸音率と垂直入射吸音率の比較

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

## Comparison of sound absorption coefficient between reverberation room and impedance tube

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

キーワード：吸音率，残響室，インピーダンス管

Keywords：Sound absorption coefficient, Reverberation room, Impedance tube

## 1. はじめに

音響材料の吸音率の主な測定法としては，残響室法吸音率<sup>(1)</sup>と，垂直入射吸音率<sup>(2)(3)</sup>が知られている。

残響室法吸音率（以下，残響室法）は，音波の入射条件が実際の建築空間に近いことから建材の性能評価で最も一般的に用いられる。これに対して垂直入射吸音率（以下，垂直入射）は音波の入射が垂直方向に限られるため，様々な方向から音波が入射する建築空間での性能評価には利用できない。しかし，残響室法に比べ試料が少量で済むことから，垂直入射でも建材の性能評価ができるという解釈が試験依頼時に見受けられる。

本研究では，残響室法と垂直入射における測定法と目的の違いを整理し，同一材料を用いた吸音率の測定結果を比較した。試験依頼に際しての適切な測定法選定に活かされることを目的とする。

## 2. 吸音材の測定法

2.1 残響室法吸音率 JIS A 1409「残響室法吸音率の測定方法」<sup>(1)</sup>で規格化されている。残響室（壁，床が反射性の高い材質で作られた実験室：図1）に10 m<sup>2</sup>程度の試料を設置して行う（図2）。この空間では，試料表面に音波が全ての方向から等確率で入射するランダム入射（図3(a))に近似した音場となっている。

残響室法は，グラスウールに代表される多孔質材，有孔板，板材料など建築材料一般を対象としている。室容積150 m<sup>3</sup>以上の残響室では10～12 m<sup>2</sup>程度の試料面積が必要であり，250 m<sup>3</sup>を超える場合は，さらに大きい面積を必要とする。吸音率は，残響室内に試料を設置した状態と設置しない状態の2条件における\*残響時間<sup>(1)</sup>から算出する。

\*音源から放射した音が停止した後，音圧レベルが60dB減衰するのに要する時間。単位は秒。

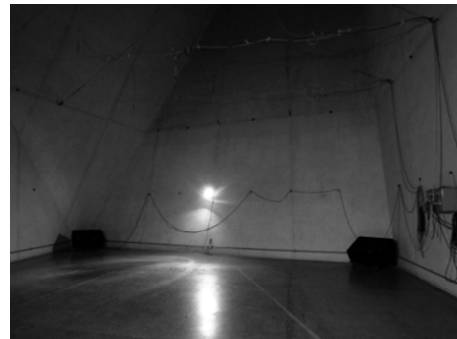


図1. 残響室（不整形残響室）

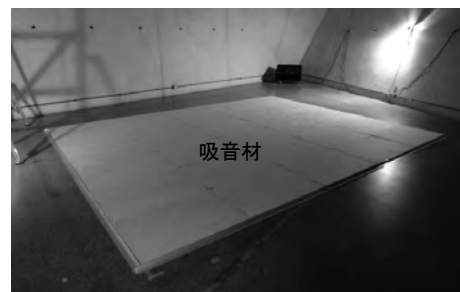


図2. 吸音材の設置

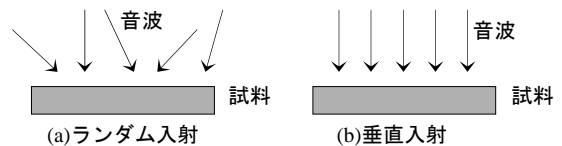


図3. 音波の入射条件

2.2 垂直入射吸音率 JIS A 1405-1 および2「音響管による吸音率およびインピーダンスの測定」<sup>(2)(3)</sup>で規格化されている。この測定法では，音波は試料表面に垂直入射する（図3(b)）。JISでは，管内のスピーカから放射される音波の波長 $\lambda$ と管の内径 $d$  (m)が $d < 0.58\lambda$ の条件（但し円管の場合）を満たす音響管が必要とされており，低音域から高音域までの広い周波数範囲での測定には，内径が異なる複数

\*<sup>1)</sup> 光音技術グループ



図4. 音響管

の音響管が用いられる(図4)。

音響管が円管の場合、試料は管の内径と同じ直径を持つ円形を用意する。高音域で直径30mm程度、低音域で直径100mm程度(図5)であり、残響室法と比較して試料が少量で済む。材料の開発段階で試料を少量しか用意できない場合に測定できる利点があるが、垂直入射条件での基礎的検討に利用が限定される。



図5. 試料の形状(例: グラスウール)

### 3. 残響室法吸音率と垂直入射吸音率の比較

#### 3.1 測定方法

試料はグラスウール(密度  $32\text{kg/m}^3$ ) 25mm および 50mm を用い、背後空気層を取らない剛壁密着で行った。残響室法については JIS A 1409<sup>(1)</sup> に抛り不整形残響室 ( $451\text{m}^3$ ) で測定した。試料面積は JIS の算出式から求めた  $16.52\text{m}^2$  である。垂直入射については JIS A1405-2 (第2部: 伝達関数法)<sup>(3)</sup> で行った。試料は直径100mm (低音域用) と直径29mm (高音域用) である。

#### 3.2 測定結果

図6~7の結果では、残響室法と垂直入射ともに、低音域の吸音率が小さく高音域になるにつれて大きくなる多孔質材特有の性質を示している。一方、周波数帯域毎の吸音率は大きく異なる。25mm では630Hz付近で最大0.4程度、50mm では315Hz付近で最大0.6程度の吸音率の差が見られる。残響室法で吸音率が大きく計測されるのは、「面積効果」と呼ばれる試料周辺部からの音響エネルギー流入の影響<sup>(4)</sup> である。残響室法と垂直入射は音波の入射条件だけでなく、吸音率も大きく異なることから、残響室法の代わりに垂直入射で建材の性能評価はできないことがわかる。

### 4. まとめ

本報告では、残響室法と垂直入射の測定法の違いを整理して同一材料による吸音率を比較し、吸音特性の傾向と測定値の差を確認した。垂直入射の測定値から残響室法の値を

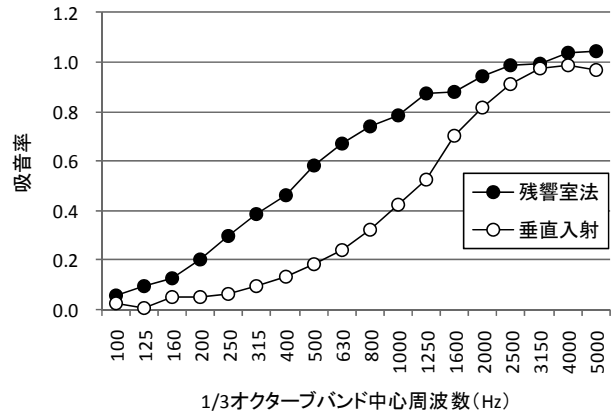


図6. 吸音率の比較

(グラスウール 25mm 密度  $32\text{kg/m}^3$  剛壁密着)

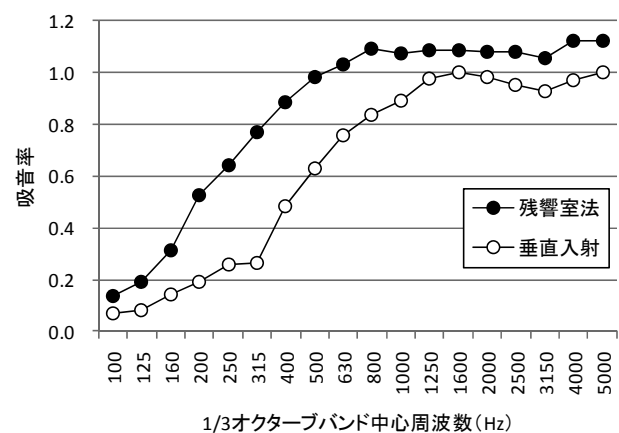


図7. 吸音率の比較

(グラスウール 50mm 密度  $32\text{kg/m}^3$  剛壁密着)

予測することは、残響室の音場条件を理論式で設定できない<sup>(5)</sup>ため、現在のところは困難である。

吸音材の測定では、音波の入射が材料を実際に使用する場所での入射条件に近い測定法を選定することが基本である。従って、建材の性能評価は残響室法で行うことが原則となる。板材料や膜材料は、試料周辺の支持条件によって吸音率が変化する性質がある。これらの材料は音響管への取付け方によって測定値が変動する<sup>(6)</sup>ため、垂直入射による評価は適さないことにも留意が必要である。

(平成23年5月18日受付, 平成23年8月2日再受付)

## 文 献

- (1) JIS A 1409 「残響室法吸音率の測定方法」(1998)
- (2) JIS A 1405-1 「音響管による吸音率およびインピーダンスの測定—第1部: 定在波比法」(2007)
- (3) JIS A 1405-2 「音響管による吸音率およびインピーダンスの測定—第2部: 伝達関数法」(2007)
- (4) 河井康人: 「残響室法吸音率における面積効果について」, 日本音響学会誌, Vol.63, No.5, p.268-274 (2007)
- (5) 子安勝: 「残響室法と垂直入射吸音率の対応について—繊維質材料の場合—」, 音響材料, No.15, 1961
- (6) 杉江聡: 「様々な吸音率測定方法—垂直入射吸音率, 斜め入射吸音率, 残響室法吸音率の違い—」, 日本音響学会誌, Vol.66, No.6, p.270-275 (2010)

## ノート

## 遠赤外線領域における分光反射率の測定精度向上

中島 敏晴<sup>\*1)</sup> 中村 広隆<sup>\*1)</sup> 海老澤 瑞枝<sup>\*1)</sup>

The spectral reflectance measurement accuracy improvement in the far-infrared radiation area.

Toshiharu Nakajima <sup>\*1)</sup>, Hirotaka Nakamura <sup>\*1)</sup>, Mizue Ebisawa <sup>\*1)</sup>

キーワード：遠赤外線, 分光反射率, 絶対反射率

Keyword: Far-infrared radiation, Spectral reflectance, Absolute reflectance

## 1. はじめに

近年，赤外線領域で使用する光学測定器をはじめとして，加熱システムや熱物性装置，通信機器，レーザー応用機器などに使用される反射材は，より正確な特性評価が求められている。

都産技研では，遠赤外線領域における分光反射率測定を，正反射率と全反射率の二つの方法で評価している。この測定では，基準とする反射板に光学メーカー市販の金ミラーを使用するが，金ミラーの反射率データは値付けされたものではなく，光学メーカーが独自で実測値としてカタログ等に掲載している。このため，測定における基準が存在せず，現状では市販の金ミラーの反射率を100%としたときのサンプルの反射率，すなわち相対反射率で評価している。しかし，正確な反射率特性評価のためには値付けされた基準反射板の整備が不可欠であり，このためは分光反射率の測定精度向上を図る必要がある。

本研究は，測定精度向上のために導入した絶対反射率測定用アクセサリ（以下，STAR GEM）を用いて，都産技研のFT-IR（Agilent 680FT-IR）との整合性や測定データの再現性及び信頼性などを評価した。

## 2. 実験内容

STAR GEMによる絶対反射率測定の実験において，信頼性評価のためにNPL（英国物理研究所）標準反射板（校正波長範囲：2.5～56 $\mu\text{m}$ ）をSTAR GEMで測定したデータとNPL校正值との比較を行った。なお，現在ではNPL標準反射板は供給停止となっている。

STAR GEMの構成図を図1に，FT-IRの試料室に設置した外観を図2に示す。次に，市販の金ミラーやアルミミラーなどについて，STAR GEMを用いて絶対反射率の評価を行った。測定における入射角は10度，測定波長領域は2～25 $\mu\text{m}$ である。

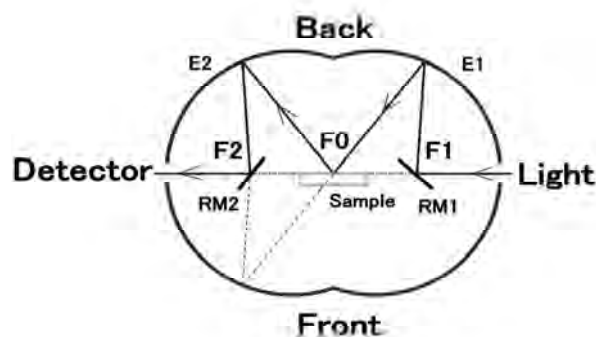
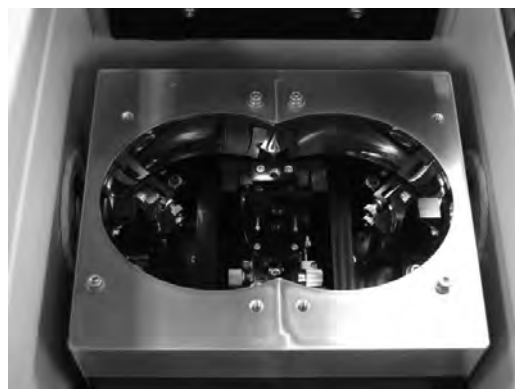
図1. STAR GEMの構成図<sup>①)</sup>

図2. FT-IR 試料室に設置したSTAR GEM

測定データの信頼性の検証方法として，理科年表掲載の反射率データ<sup>②)</sup>や，文献掲載の金やアルミなど金属材料の屈折率や消衰係数<sup>③)</sup>を(1)式に代入して算出した計算値を比較対象とした。しかし，比較対象の各データは，いずれも入射角0度における値のため，入射角の違いによる反射率特性を，(2)式を用いて算出した。ここでは，入射角が小さいためs偏光反射率 $\approx$ p偏光反射率と見なせるので，s偏光反射率を比較対象とした。

\*1) 光音技術グループ

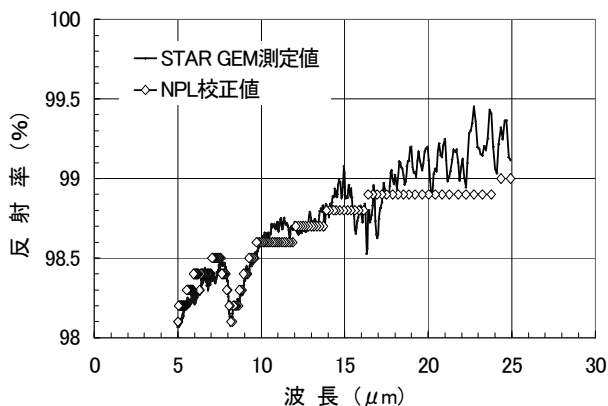


図3. STAR GEMで測定したNPL標準反射板の絶対反射率とNPL校正値

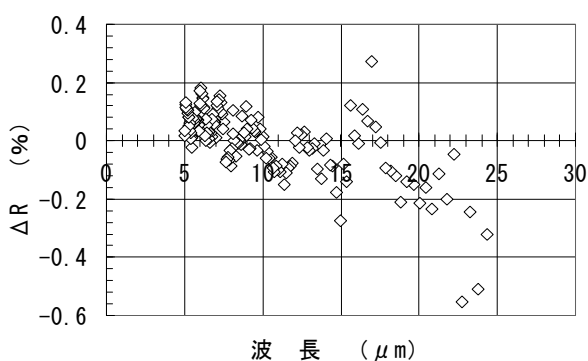


図4. NPL校正値からの偏差

$$R = \frac{(n - 1)^2 + k^2}{(n + 1)^2 + k^2} \dots (1)$$

(R : 反射率, n : 屈折率, k : 消衰係数)

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

(R<sub>s</sub> : s 偏光反射率 θ : 入射角 N : n+ik )

### 3. 結果および考察

STAR GEMで測定したNPL標準反射板の絶対反射率と、NPL校正値との比較を図3に示す。また、NPL校正値からの偏差を図4に示す。これらの結果から、STAR GEMによる絶対反射率は、NPL校正値に対して5~20μmの波長域で±0.3%以内の偏差であった。NPL校正値の不確かさが±1.0%であることを考慮すると、この偏差は非常に小さく、STAR GEMが絶対反射率測定に十分実用的であることが分かった。

STAR GEMによる市販の金ミラー絶対反射率データの検証にあたり、(2)式を用いて入射角の違いが反射率に及ぼす影響を評価した結果を図5に示す。入射角0度と10度の反射率の差は0.03%以下と小さく、実用上無視できることを確認した。

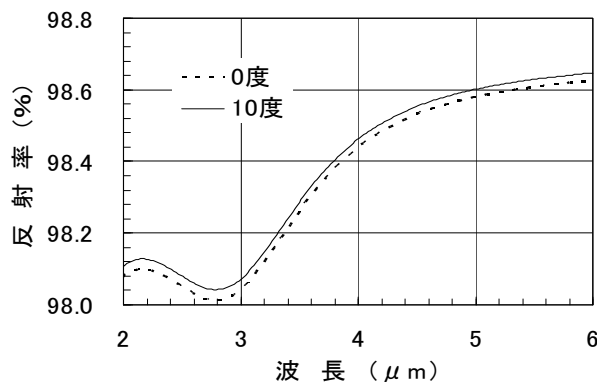
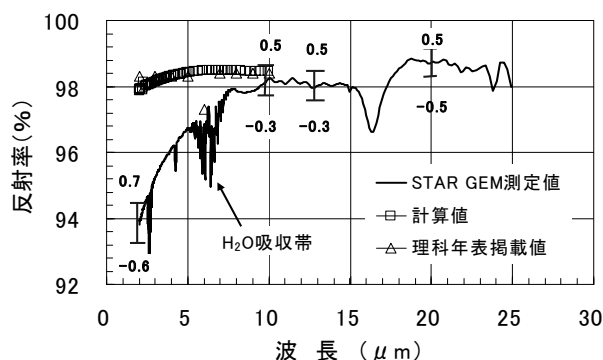


図5. (2)式から求めた入射角0度と10度の反射率比較(s 偏光反射率)



市販金ミラーのSTAR GEM測定による反射率 入射角10度  
次に、STAR GEMによる市販金ミラー反射率の測定を図6に示す。7~20μmの波長域で±0.5%以内の再現性が得られた。理科年表掲載値や(1)式で求めた計算値と比較した結果、2~7μmの波長域では反射率低下が著しく且つ再現性は±0.6%以上であった。この原因は、検出器の感度むらや光源の安定性、膜厚の均一性、繰り返し測定におけるサンプルの取付け位置のずれ及びSTAR GEMの光軸の僅かなずれなどが考えられる。

### 4. まとめ

本研究では、都産技研のFT-IRにSTAR GEMを組み合わせたシステムを用いて、7~20μmの波長域で再現性の良い絶対反射率測定が可能であることが分かった。今後は、2~7μmの波長域の反射率低下要因の解析を進め、最終的に2~20μmの波長域での絶対反射率測定において、再現性±0.5%以内の実現を目指す。(平成23年5月18日受付, 平成23年8月2日再受付)

### 文 献

- (1) 赤外FTIR用半自動STAR GEM Type1 光学系マニュアル (Ver1.0) 有限会社トラス
- (2) 理科年表 丸善
- (3) EDWARD D.PALIK : Handbook of Optical Constants of Solids : ACADEMIC PRESS,INC. pp 294-295

## ノート

## 100%バイオマス成形材料を利用した商品開発

木下 稔夫\*<sup>1)</sup> 神谷 嘉美\*<sup>1)</sup> 村井 まどか\*<sup>1)</sup> 山内 友貴\*<sup>2)</sup>木暮 尊志\*<sup>2)</sup> 中山 哲哉\*<sup>3)</sup> 荒川 博史\*<sup>4)</sup>

## Development of products made from 100% pure biomass molding compound

Toshio Kinoshita\*<sup>1)</sup>, Yoshimi Kamiya\*<sup>1)</sup>, Madoka Murai\*<sup>1)</sup>, Yuki Yamauchi\*<sup>2)</sup>,Takashi Kigure\*<sup>2)</sup>, Tetsuya Nakayama\*<sup>3)</sup>, Hiroshi Arakawa\*<sup>4)</sup>

キーワード: 漆, バイオマス, 成形材料

Keywords: Oriental lacquer, Biomass, Molding compound

## 1. はじめに

これまで都産技研では、漆と間伐材の木粉を成分とした100%バイオマス成形材料・成形体の実用化を目的とした基礎的研究を行ってきた<sup>1)</sup>。次のフェーズである商品化については、開発材料が特許(第3779290号)を取得している全く新しい材料であるため、用途、分野開拓も含め、立体造形体での検討を進めていく必要がある。そこで、企画から販売までのデザインプロセスを活用して商品化を行うことにより、市場展開の検討を図った。

## 2. 内容及び結果

2.1 商品企画 商品を企画するにあたり、漆器市場のような商品が存在しているのかを調査する必要があるため、検索サイトGoogleを用いて、「漆器」と入力した際の画像を解析することで、漆市場の傾向を把握することにした。検索の結果、約891,000件の画像がインターネット上に存在することが分かった。そこで、本物の漆を使用せずに「漆器」と表記している商品群や、あまりにも類似する傾向の漆器は代表的なものを中心に残して、画像の抽出作業を行い、ポジショニングマップを作成した。ポジショニングマップは、マーケティングでもっとも頻繁に活用されているものであり、今回は「使用頻度」と「触感を必要とするものかどうか」という軸によって解析した(図1)。

その結果、あらゆる分野に漆を使った商品が存在していると明らかになった。共同研究企業が得意とする分野の食器業界には、非常に多くの競合商品が存在していると分かったが、検討の結果、次の3点の理由から「ぐい呑み(おちょこ)」を制作することとした。

1) 触れることで感じさせる漆の良さを伝えられるような商

品であること。2) 共同研究企業の成形技術をベースにして技術検証を行えること。3) 展示会への出展、陳列など、商品企画提案がしやすい小型品であること。

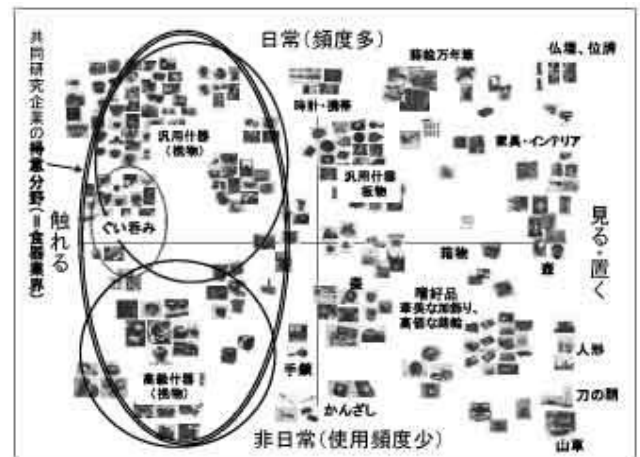


図1. 漆器ポジショニングマップ

2.2 商品デザイン(設計) 商品企画の結果により、ぐい呑み(おちょこ)のデザインを図2のとおり行った。デザインは、断面図(2次元)をもとに、SolidWorks2010によって3次元CADデータを設計した。ぐい呑みは、やや大振りの形状とし、上部に持ちやすくするためのくびれ部を有するデザインとした。また、製品肉厚は均一で、出来るだけ大きなRつなぎにし、開口部と底面の径は同じにして開口部に向けた曲線と高さの違いをもった3種のぐい呑みデザインを考案した。

2.3 試作モデルの製作 作成した3次元CADデータを用いて、レーザ粉末焼結造形法による試作モデルの製作を行った(RP造形 図3)。造形機はEOSINT P385(EOS GmbH社)を使用し、材料はナイロン12、積層厚を0.15mmとした。造形後、試作モデルの持ちやすさやサイズ感も含

\*1) 表面技術グループ \*2) システムデザインセクター  
\*3) ヤマト化工株式会社 (前日本パレットレンタル株式会社)  
\*4) ヤマト化工株式会社

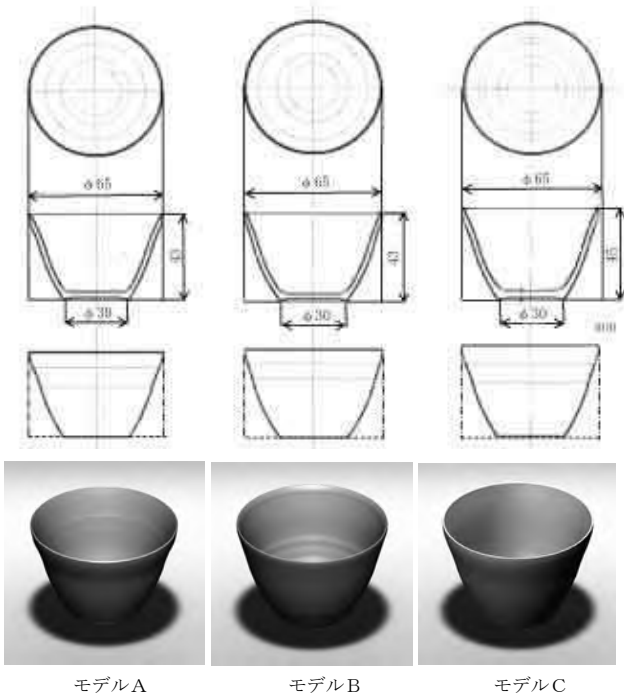


図2. 検討したぐい呑みのデザイン図面

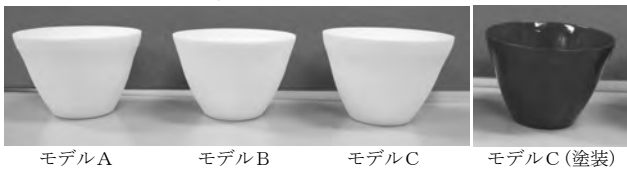


図3. RP造形により試作したぐい呑みモデル

めて研究メンバーで検討した結果、量産モデルをCに決定した。決定したRP造形モデルCには、イメージを表す赤色および黒色の塗装を行い、表面色、塗膜の質感を含めた商品の確認を行った。

**2.4 生産設備による成形体の製作** 100%バイオマス成形材料を用いて、モデルC形状のぐい呑みを成形するための金型を製作した。製作したぐい呑み用金型を圧縮成形機に取り付け、成形条件を検討した結果、加圧、ガス抜きを繰り返す作動を、徐々に圧力を上昇させながら繰り返すことで、図4に示したようにぐい呑み形状の100%バイオマス成形体が作成できた。



図4. 圧縮成形による100%バイオマス成形体の作成

**2.5 成形体への漆塗装** 100%バイオマス成形体への漆塗装工程を表1に示す。この塗装工程の特徴は、上塗り後に漆風呂（うるしむろ）で常温乾燥させて1週間程度放置

した後、熱風乾燥炉で焼付工程を行うことにある。これにより、漆膜は完全硬化し、硬度、耐水性が向上すると考えられる<sup>(2)</sup>。表面色は、図5に示した3種とした。

表1. 100%バイオマス成形体への漆塗装工程

工 程		内 容
1	研 摩	耐水研磨紙#240で研磨
2	下塗り	黒漆またはべんがら漆をはけ塗り
3	常温乾燥	漆風呂で常温乾燥
4	研 摩	耐水研磨紙#600で研磨
5	上塗り	上塗り用漆(各色)をはけ塗り
6	常温乾燥	漆風呂で常温乾燥(1週間放置)
7	焼付乾燥	110℃3時間乾燥炉で焼付け乾燥



図5. 漆塗装したぐい呑み形状100%バイオマス成形体

**2.6 商品表面への加飾とパッケージ** 販売する商品には、漆塗装を行った成形体表面へ、和モダンをコンセプトにして、会津塗りの蒔絵、沈金の職人が絵付けを行った。また、商品は、巾着に入れて「My おちょこ」として使えるよう、付加価値を加えたパッケージにすることとした。巾着は、和服の端切れを利用し、表裏に別柄を貼り合わせ、どちらでも使えるようリバーシブルな構造にした(図6)。



図6. 完成した商品「ぐい呑み(おちょこ)」

### 3. まとめ

本研究により、企業と共同で保有している特許を活用して、商品を開発することができた。今後、商標の登録、展示会への出展を行い、ブランド化を推進する予定である。

(平成23年5月20日受付, 平成23年6月14日再受付)

### 文 献

- (1) 木下稔夫:「漆を用いた100%バイオマス成形材料および成形体の開発」, 第40回木材の化学加工研究会シンポジウム講演集, pp. 41-46 (2010)
- (2) 木下稔夫:「漆の焼付けによる硬化法」, 最新・工業塗装ハンドブック, pp. 653-655 (2008)



## ノート

## 未利用バナナ繊維を用いた脂肪族ポリエステル改質

梶山 哲人<sup>\*1)</sup> 安田 健<sup>\*2)</sup> 清水 研一<sup>\*1)</sup>

## Development of aliphatic polyester composites using banana fiber from farming residue

Tetsuto Kajiyama<sup>\*1)</sup>, Takeshi Yasuda<sup>\*2)</sup>, Kenichi Shimizu<sup>\*1)</sup>

キーワード：バナナ繊維, 脂肪族ポリエステル, セルロースエステル類

Keywords: Banana fiber, Aliphatic polyester, Cellulose esters

## 1. 緒言

近年の地球温暖化問題解決に向けて大気中の CO<sub>2</sub> 量を増加させないまたは CO<sub>2</sub> 排出を伴わない、環境に低負荷な材料への切り替えが強く望まれている。現在利用されているプラスチック材料の有用性は広く認識されており、今日では我々の生活に欠くことはできない。しかしながら、年間に国内で 1500 万トン以上も生産されているプラスチックが約 6 割は埋め立てゴミとして処分され、廃棄物処分場の枯渇、石油資源の大量消費による地球温暖化の恐れなど様々な問題も具体化している。生分解性ポリエステルはプラスチック廃棄物問題を解決する材料の一つであるが、機械的性質や延性に欠けている。一方で、世界中でバナナの葉が年間に 10 億トン以上も廃棄されており、未利用天然繊維として資源化が検討されている<sup>(1,2)</sup>。樹脂と天然繊維の複合材料に関する研究は盛んに行われているが、樹脂-繊維間の界面接着性が指摘されている<sup>(3)</sup>。よって、複合体の繊維-樹脂間の界面接着性を改善することで、物性向上が期待される(図1)。

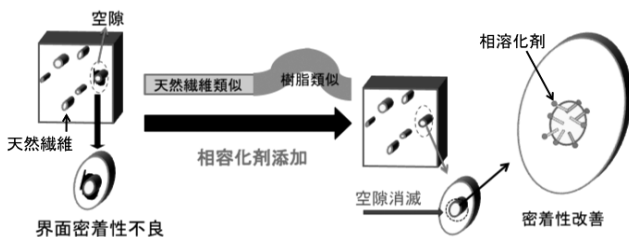


図1. 密着性の改善策

本研究では、セルロースを主成分とするバナナ繊維と生分解性を有する脂肪族ポリエステルの界面改質に用いる相容化剤として、側鎖長の異なるセルロースエステル類 (CEs) を用いてバナナ繊維/脂肪族ポリエステル複合体を作製し、物性評価した。

\*1) 材料技術グループ

\*2) 繊維・化学グループ

## 2. 実験

2.1 材料 樹脂として、脂肪族ポリエステルのポリブチレンサクシネート (PBS, ビオノーレ#1020, 昭和高分子株式会社) およびポリカプロラクトン (PCL, PLACCEL H7, ダイセル化学工業株式会社) を用いた。相容化剤として、側鎖長の異なるセルロースアセテート (CA, 和光純薬純薬工業株式会社), セルロースプロピオネート (CP, Aldrich Chemical Company, Inc.), セルロースアセテートブチレート (CAB, Aldrich Chemical Company, Inc.) を使用した。

2.2 キャストフィルムの作製 キャストフィルムは樹脂とCEsの重量比が100:1の混合溶液をシャーレ上に滴下し、室温で減圧下に溶媒留去し薄膜化させることにより作製した(図2)。得られたフィルムの融点 ( $T_m$ ) を示差走査熱量測定 (DSC) により決定した。

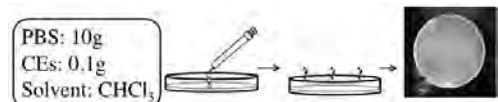


図2. キャストフィルムの作製

2.3 試験片の作製 バナナ繊維は、20%水酸化ナトリウム水溶液を用いてアルカリ処理を行った(BF)。樹脂, BF およびCEを重量比90:10:1でドライブレンド後、190℃に設定した単軸押出機を用いて複合体を作製した(図3)。混練後、ダンベル試験片(平行部の長さ40mm×幅5mm×厚さ3mm)を作製し、引張試験(試験速度1mm/min, チャック間距離65mm)を行った。

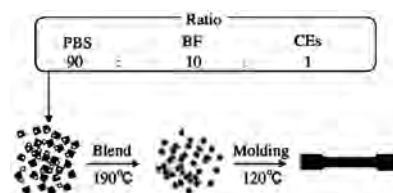


図3. 試験片の作製

### 3. 結果と考察

3.1 キャストフィルムの分析 図4に、側鎖長の異なる三種類のCEs (CPのエステル側鎖炭素数は3, CABは2と4, CAは2)をPBSに添加したキャストフィルムのDSC曲線を示す。また図5に、同じ三種類のCEsをPCLに添加したキャストフィルムのDSC曲線を示す。

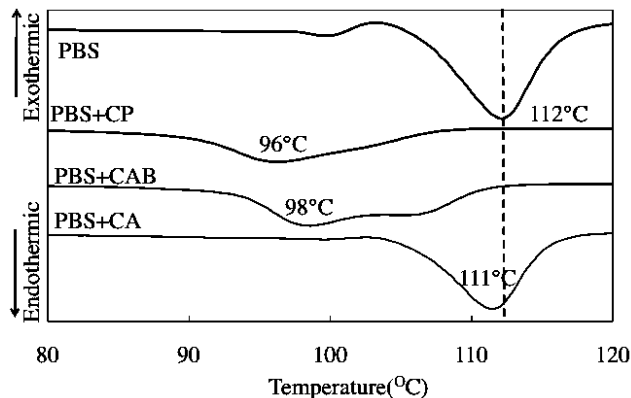


図4. PBS類のDSCサーモグラム

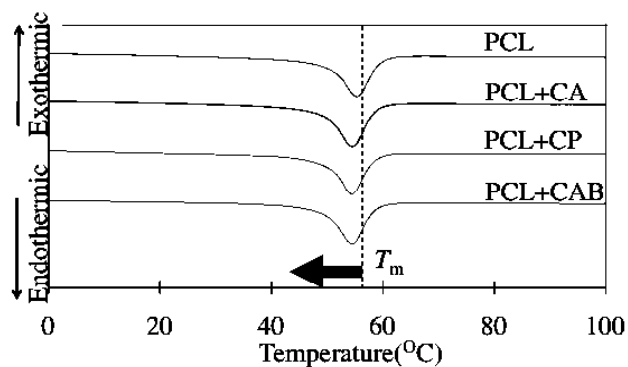


図5. PCL類のDSCサーモグラム

CEsを添加することで、PBSの $T_m$ が大幅に降下し、PCLの $T_m$ は若干降下したので、本検討条件ではPBSの方がPCLよりもCEsとの相容性の高いことがわかった。この結果は、樹脂とCEsの相容性が向上するほど樹脂粒子の結晶性が低下し、 $T_m$ を降下させたためと考えられる<sup>(4)</sup>。また、エステル側鎖長の長いCEsほど、PBSと相容性が良好であることも示唆された。

3.2 引張試験 融点降下の大きかったPBSを用いて行ったBF/PBS/CEs複合体の引張試験の結果を図6に示す。CEsを添加したBF/PBSは、最大引張応力はほとんど変化しないが破断ひずみが増大した。最大引張応力はほとんど変化しないのはCEsの添加量が1%とわずかであるためであり、破断ひずみが増大したのは、CEs無添加時よりもBFとPBSの界面の密着性が向上し、BFの引き抜けが抑制され、粘り強くなったためと考えられる。つまり、CEsはBFとPBSの相容化剤として有効であることが分かった。CEsのセルロース部分とBF、エステル部分とPBSが相容すると考えられ、

CEsがBFとPBSを橋渡しする働きをして界面密着性の向上に寄与したと考えられる(図7)。

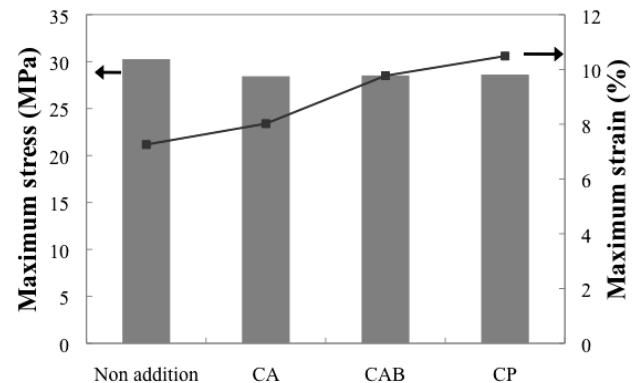


図6. PBS複合体の引張試験

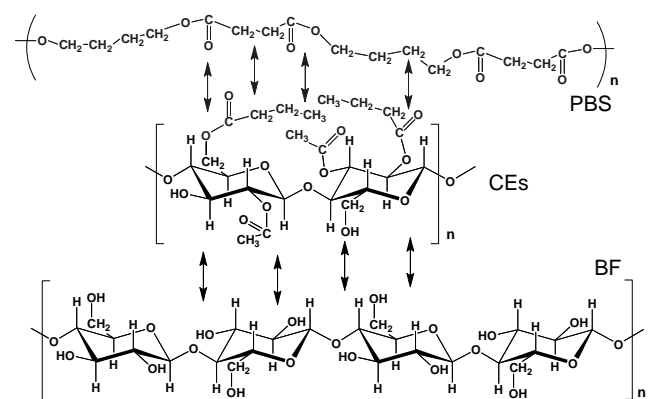


図7. セルロースエステル類の作用

### 4. まとめ

本検討により、セルロースプロピオネートおよびセルロースアセテートブチレートをポリブチレンサクシネート/バナナ繊維複合体に添加することで、破断ひずみの増大することが明らかとなった。今後は他の相容化剤についても検討し、複合体の物性向上を図る。

(平成23年5月19日受付, 平成23年6月14日再受付)

### 文 献

- (1) 樋口明久, 橋本京子, 山本直文: 「バナナの繊維化技術と実用化に向けて」, 加工技術, Vol.40, pp.225-230 (2005)
- (2) R. Zuluaga, J.-L. Putaux, A. Restrepo, I. Mondragon, P. Ganan: "Cellulose microfibrils from farming residues: isolation and characterization", Cellulose, Vol.14 pp.585-592 (2007)
- (3) M. Takatani, K. Ikeda, K. Sakamoto, T. Okamoto: "Cellulose esters as compatibilizers in wood/poly(lactic acid) composite", J. Wood Sci., Vol.54 pp.54-61 (2008)
- (4) Y. Nishio, K. Matsuda, Y. Miyashita, N. Kimura, H. Suzuki: "Blends of poly( $\epsilon$ -caprolactone) with cellulose alkyl esters: effect of the alkyl side-chain length and degree of substitution on miscibility", Cellulose, Vol.4, No.2 pp.131-145 (1997)

# 高周波誘導加熱炉燃焼—赤外線吸収法炭素硫黄分析装置による セメントの分析

樋口 智寛\*<sup>1)</sup>

## Analysis of cement by carbon/sulfur analyzer on infrared absorption method after combustion in an induction furnace

Tomohiro Higuchi\*<sup>1)</sup>

キーワード：炭素硫黄分析, セメント

keywords : carbon/sulfur analysis, cement

### 1. はじめに

炭素硫黄分析装置 (CS 装置) は, 測定対象試料を酸素気流雰囲気において加熱・燃焼させ, 含有される炭素および硫黄を酸化物として抽出し, これらを赤外線吸収検出器により測定することにより, 炭素および硫黄の含有量を求めるものである。本装置は, 従来から鉄鋼の規格を判定するために, 含有炭素および硫黄量の分析に用いられている<sup>(1)(2)</sup>。近年の製鋼技術の発達により, 特に硫黄については数 ppm レベルでの分析値の精確さが極めて重要となっていることから, 分析技術に関する多くの知見が蓄積されている<sup>(3)(4)(5)</sup>。さらに, 装置は簡便な操作で迅速に分析結果を得られるものとなり, ルーチン分析のための一般的な分析装置として, 広く普及している。

近年, 安全性やトレーサビリティへの関心の高まりから, 異物や付着物, 開発段階の材料等, 未知な種々の試料に対する低濃度な含有元素の分析需要が増加している。これらの分析には, 蛍光 X 線分析や発光分光分析等を用いることが多い。しかし, 炭素および硫黄については, 装置の検出感度や試料の前処理の関係から, 測定が難しいのが現状である。そのため, これら未知な試料についても CS 装置による分析の要望がある。しかし, CS 装置による鉄鋼以外の試料の分析については, めっきに含有する硫黄<sup>(6)</sup>等を対象に行われているが, 十分な分析技術が確立していない。本研究では, CS 装置による無機物の分析に関する基礎的な条件を取得するために, 無機異物のモデルとしてセメントを取り上げ, 含有する硫黄の分析を試みた。

### 2. 実験

実験には高周波誘導加熱炉燃焼—赤外線吸収法を採用した CS 装置 (LECO 製, CS230SP) を用いた。磁器るつぼ (LECO

製, 528-018HP) は, 電気炉により, 空气中, 約 1400 K において 2 h 以上強熱後, 測定に使用した。試料としては, 無機物の異物のモデルとして化学分析用セメント標準試料 211R ポルトランドセメント (セメント協会製, SO<sub>3</sub> 2.131 % (硫黄換算 0.853 %)) を選択した。また検量線作成には, 鉄鋼認証標準物質 JSS243-5 硫黄定量専用鋼 (日本鉄鋼連盟製), 硫酸鉄 (II) 7 水和物 (FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O, 和光純薬工業製, 試薬特級) および硫酸カルシウム 2 水和物 (CaSO<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O, 和光純薬工業製, 試薬特級) を用いた。助燃剤は, タングステン (W, ALPHA 製, AR027), すず (Sn, ALPHA 製, AR076), 鉄 (Fe, LECO 製, 501-077) およびそれらの混合物を用いた。

測定は, CS 装置の測定可能な硫黄量を考慮し, セメント試料を約 0.3 g 磁器るつぼに採取し, 試料を覆うように所定量の助燃剤を投入して行った。高周波出力は 18MHz, 2.2kW, 測定時間は 60 s とした。

### 3. 結果および考察

CS 装置による分析には, 試料に含有する炭素および硫黄を再現良く抽出できる加熱時間や助燃剤等の条件を設定する必要がある。特に助燃剤に関しては, 種類や量が抽出率に影響される<sup>(3)</sup>。そこで, 硫黄分析のための助燃剤として一般的に用いられている W, Sn および Fe の混合物により, セメントの分析に最適な条件を検討し, 結果を表 1 に示した。なお, 検量線作成は鉄鋼標準物質を使用した。

鉄鋼材料の分析において一般的な条件である W:Sn=7:3 (質量比) 混合物 1 g を用いた場合, セメントの硫黄の認証値 0.853 % に対して著しく低い分析値を示し, また再現性も得られなかった。そこで, 測定後の磁器るつぼ内の残留物の観察を行い, 図 1 (a) に鳥観写真および磁性るつぼを切断して撮影した断面写真を示した。未燃焼のセメントが目視により確認され, 測定時にるつぼ内のセメントおよび

\*<sup>1)</sup> 材料技術グループ

助燃剤の流動が十分に行われていなかったことが示された。そのため、セメントと助燃剤との接触部からのみ硫黄が抽出されることとなり、認証値と比較し低い分析値を示し、また接触状態の差異により乏しい再現性となったと推定される。

表 1. セメント<sup>1)</sup>中の硫黄の分析に対する助燃剤の影響

助燃剤	分析結果 (n=5)	
	平均 <sup>2)</sup> %	RSD <sup>3)</sup> %
W:Sn=7:3 1g	0.44	38.16
W:Sn=7:3 1g + Sn 1g	0.84	2.96
W:Sn=7:3 1g + Fe 1g	0.93	0.96

1) 認証値: SO<sub>3</sub> 2.131 % (硫黄のみに換算 0.853 %)

2) 鉄鋼標準物質により作成した検量線を使用

3) 相対標準偏差

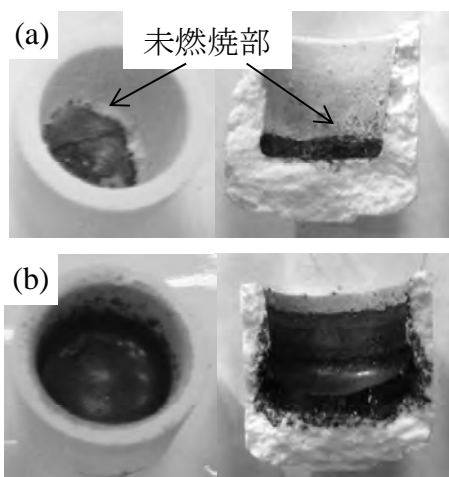


図 1. 磁性るつぼ内残留物の鳥観および断面写真

(a) 助燃剤 W:Sn=7:3 1g, (b) 助燃剤 W:Sn=7:3 1g+Fe 1g

るつぼ内の流動性を改善させるため、505 K と他の助燃剤成分と比較して融点が高い Sn を 1 g 追加し、助燃剤量を増加させ、分析を行った。その結果、表 1 に示したように、再現性の改善が見られたが、測定後、切断したるつぼ内には残留物内に空孔部分が発生し、未燃焼のセメントが残留していた。これは、W の融点 3695 K と比較して融点が高い Sn により、燃焼開始初期のるつぼ内の流動性は改善したものの、Sn 酸化物がダストとして一気に放出され、空孔を形成し、その後の流動性が失われ、未燃焼のセメントが残留したと見られる。

るつぼ内の流動性を維持するためには、燃焼の間、るつぼ内に残留する助燃剤成分が必要であることが推定されたため、ダストとして放出されない Fe 1 g を追加した結果、大きく再現性が改善された。またるつぼ内残留物は、図 1 (b) に示したように、全域が均一となっており、未燃焼のセメ

ントや空孔は確認されなかった。これらから、セメントの分析には助燃剤として Fe を追加することにより、良好な再現性を得られることが分かった。

一方、鉄鋼標準物質による検量線を用いた場合、測定値は、認証値よりも高値を示した。これについては、試料の成分の差異に起因すると推定し、表 2 に検量線作成物質による分析値の比較を示した。セメントの硫黄の形態が酸化物であり、また主成分はカルシウム化合物であるため、CaSO<sub>4</sub>・2H<sub>2</sub>O を選定した。また、カルシウムを含まない硫酸塩として、FeSO<sub>4</sub>・7H<sub>2</sub>O も用いて、分析値を比較した。セメントの分析において、CaSO<sub>4</sub>・2H<sub>2</sub>O および FeSO<sub>4</sub>・7H<sub>2</sub>O による検量線共に、比較的良好的な再現性を保持したまま認証値と近い分析値が得られた。これらから、CS 装置により無機物の分析を行う場合、検量線を作成する物質を分析対象試料の化合物の形態とできるだけ合致させることにより、良好な分析値を得られることが明らかとなった。

表 2. セメント<sup>1)</sup>中の硫黄の分析に対する検量線作成物質の影響

検量線作成物質	分析結果 (n=5)	
	平均 %	RSD %
鉄鋼	0.93	0.96
CaSO <sub>4</sub> ・2H <sub>2</sub> O	0.85	1.59
FeSO <sub>4</sub> ・7H <sub>2</sub> O	0.83	1.48

1) 認証値: SO<sub>3</sub> 2.131% (硫黄のみに換算 0.853%)

使用した助燃剤: W:Sn=7:3 1g と Fe 1g との混合物

#### 4. まとめ

高周波誘導加熱炉燃焼-赤外線吸収法炭素硫黄分析装置により鉄鋼以外の無機物の分析を可能とする以下の基本的な知見を得られた。

- ・良好な再現性を得るために、測定時、るつぼ内の試料の流動性を維持可能な助燃剤を選定することが必要である。
- ・定量の精確さは、測定対象物と検量線作成物質との化合物形態をより合致させることが必要である。

(平成 23 年 5 月 19 日受付, 平成 23 年 6 月 24 日再受付)

#### 文 献

- (1) 日本工業規格: JIS G 1211:1995 鉄及び鋼-炭素定量方法
- (2) 日本工業規格: JIS G 1215:1994 鉄及び鋼-硫黄定量方法
- (3) 安原久雄, 宮城知代子: 「鉄鋼中の極微量炭素・硫黄・酸素の高精度分析」, JFE 技報, No.13 pp.29-34 (2006)
- (4) 古賀弘毅: 「鉄鋼中のイオウの高精度分析技術の開発 (1)」, 福岡県工業技術センター研究報告, Vol. 12 pp.108-111(2002)
- (5) 古賀弘毅: 「鉄鋼中のイオウの高精度分析技術の開発 (2)」, 福岡県工業技術センター研究報告, Vol. 13 pp.116-119 (2003)
- (6) 日本工業規格: JIS H 8617:1999 ニッケルめっき及びニッケル-クロムめっき

## 表面形態測定を利用したプラスチックの耐候性評価

清水 研一\*<sup>1)</sup> 飛澤 泰樹\*<sup>1)</sup> 渡邊 禎之\*<sup>2)</sup>  
 山中 寿行\*<sup>1)</sup> 中西 正一\*<sup>3)</sup> 榎本 一郎\*<sup>4)</sup>

## Weatherability evaluation assisted by measuring surface profiles of plastic

Kenichi Shimizu\*<sup>1)</sup>, Taiki Tobusawa<sup>1)</sup>, Sadayuki Watanabe\*<sup>2)</sup>,  
 Toshiyuki Yamanaka\*<sup>1)</sup>, Shoichi Nakanishi\*<sup>3)</sup>, Ichiro Enomoto\*<sup>4)</sup>

キーワード：プラスチック, 耐候性, 力学物性, 白色干渉計

Keywords: plastic, weatherability, mechanical properties, white light interferometer

## 1. はじめに

自動車部品, 建材, スポーツ用品, 遊具等, 屋外で使用されるプラスチック成形品には耐久性や安全性が強く求められる。また, プラスチック成形品は, その使用環境において強度や伸びなどの力学物性を維持することが必須である。このため, プラスチックの耐候性は促進耐候性試験機や屋外に曝露した試験片の力学物性を特定の条件で測定し, 力学物性変化を曝露時間の関数として使用限界時間を推定する方法で評価されるのが一般的である。ところが, 特定の条件で測定した力学物性は曝露時間に対して単調な変化を示さなかったり, ほとんど変化しなかったりして, 使用限界時間の推定が困難なことがある<sup>(1)</sup>。プラスチックの耐候性評価は慎重に行われるべきであるが, 様々な条件で力学物性試験を行うことは膨大な数の曝露された試験片が必要となり現実的ではない。

一般に, 高分子化合物の劣化は熱や光によって引き起こされる酸化反応による。したがって, プラスチックの劣化反応は酸素に接触している表面より開始し<sup>(2)</sup>, プラスチック表面の分子構造はもちろんのこと, 高次構造や表面形態にも変化をもたらす得る。表面形態の変化は力学的な性質, 特に破壊現象に大きな影響を与える。例えば, 耐衝撃特性に優れた延性高分子でも表層に切欠き構造を有していれば, 容易に脆性破壊することが知られている<sup>(3)</sup>。このため, 力学物性試験に加え曝露した試験片の表面形態測定を行うことによって, 力学物性の不規則な変化の説明や力学物性より敏感な劣化の捕捉が可能になると期待できる。

そこで, 促進耐候性試験機に曝露したプラスチック成形品について, 力学物性測定と白色干渉計による表面形態測定を行い, プラスチックの耐候性評価に表面形態測定を用

いることの有効性について検討した。力学物性試験には曝露面を引張面として曲げ変形を加える方法を選択した。この方法では, 曝露面に最も大きな引張応力が生じるため, 表面形態を反映した物性値を得やすいものと期待できる。また, 白色干渉計は光学顕微鏡に比べて凹凸のコントラストを強調でき, 走査型顕微鏡に比べて大きな試料を非破壊で測定が可能のため, 表面形態測定した試料をそのまま力学物性試験に供することができる利点がある。

## 2. 実験方法

市販のポリプロピレン (ノバテック PP BC03B: 日本ポリプロ株式会社) とポリカーボネート (パンライト L-1225-LM: 帝人化成株式会社) を射出成形機 (住友ネスタール射出成形機ネオマット 75 サイキャップシステム: 住友重機械工業株式会社) を用いて試験片を射出成形した。成形した試験片は ISO 3167 プラスチック—多目的試験片である。作製した試験片をブラックパネル温度  $63 \pm 2^\circ\text{C}$  に設定した促進耐候性試験機 (7.5kW キセノンウェザーメーター X75 および 7.5kW キセノンウェザーメーター SX75: いずれもスガ試験機株式会社) に, それぞれ放射照度  $50\text{W}/\text{m}^2$  で水を噴霧しない条件 (条件 a), 放射照度  $180\text{W}/\text{m}^2$  で 120min 中 18min 水噴霧する条件 (条件 b) で曝露した。曲げ試験は材料試験機 (オートグラフ AG-10TD: 株式会社島津製作所) を用いて, 支点間距離 64mm, 試験速度 2mm/min で行った。また, 試験片成形時の樹脂の流動方向が曲げ試験時の主応力方向と一致するように, かつ曝露後の試験片については曝露面が引張面となるように試験片を配置した。ポリカーボネート試験片についてはシャルピー衝撃試験機 (DG-UB: 株式会社東洋精機製作所) をひょう量 15J で用いて, 曝露面を引張面としたノッチなしフラットワイズ試験を行った。白色干渉計による表面形態観察および粗さ測定は, 走査型白色干渉測定計 (New View 6200: Zygo 社) を用いて  $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  の室内で表面形態の観察を行った。使用し

\*<sup>1)</sup> 材料技術グループ

\*<sup>2)</sup> 高度分析開発セクター

\*<sup>3)</sup> 高度分析開発セクター

\*<sup>4)</sup> 墨田支所

た対物レンズ、接眼レンズはそれぞれ 50 倍、0.5 倍であり、最小分解能  $0.88 \mu\text{m}$ 、Z 軸方向の走査長さ  $150 \mu\text{m}$  とした。

### 3. 結果と考察

図 1 に促進耐候性試験機での曝露時間と曲げ強さの関係を示す。ポリプロピレン (PP) の曲げ強さは条件 a では曝露時間 500 時間まではほぼ一定であり、曲げ試験時の試験片の挙動は延性的であった。曝露時間が 800 時間を経過すると、試験片は初期値の 6 割程度の応力で脆性的に破壊した。条件 b では曝露時間 200 時間ですでに 15% 程度の曲げ強さの低下が観測され、曝露時間の増加とともに曲げ強さが徐々に低下し曝露時間 800 時間では初期値の 8 割程度まで低下した。試験片の巨視的な挙動はすべて延性的であり、破断に至ることは無かった。ポリカーボネート (PC) では、条件によらず曝露時間が長くなっても曲げ強さはほとんど一定であった。

図 2 に条件 b で促進耐候性試験機での曝露した PC の曝露時間とシャルピー衝撃値の関係を示す。シャルピー衝撃値はわずか 300 時間の曝露によって大きく低下した。図 2 中、曝露時間 0 および 100 時間のシャルピー衝撃値が約  $40 \text{kJ/m}^2$  と示されているが、この値は試験片の変形に要したエネルギーであり、ひょう量  $15 \text{J}$  のシャルピー衝撃試験によって破壊することは無かった。一方、データは示していないが、条件 a で曝露した PC は 800 時間曝露した後も破壊しなかった。PC では曲げ試験よりシャルピー衝撃試験の方がはるかに感度良くの劣化診断を行えることが分かる。逆に言えば、

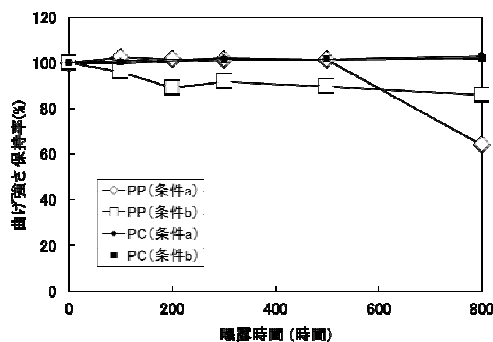


図 1. 曝露時間と曲げ強さの関係

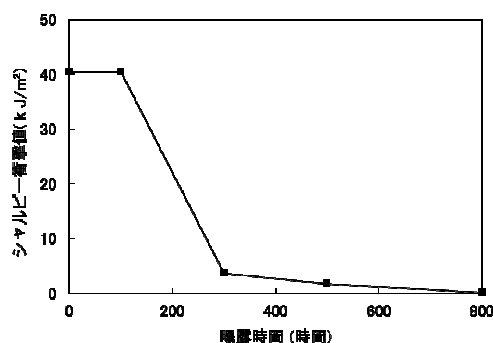


図 2. 曝露時間とシャルピー衝撃値の関係

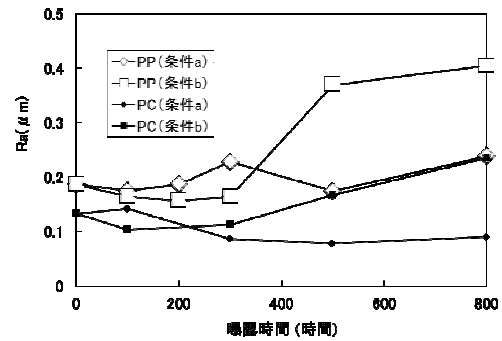


図 3. 曝露時間と算術平均粗さの関係

適切な力学物性試験を選択しないと劣化を見落としかねないということになる。

図 3 に促進耐候性試験機での曝露時間と算術平均粗さ (Ra) の関係を示す。PP の Ra は条件 a では曝露時間 500 時間まではほぼ一定であり、800 時間経過時に上昇した。条件 b では曝露時間 500 時間経過時に増大した。Ra の変化と図 1 に示した曲げ強さの変化を比較すると、Ra の増加と曲げ強さの低下はほぼ一致している。しかし、条件 b の曝露時間 200 時間に見られる曲げ強さの低下に相当する Ra の変化は確認できなかった。PC の Ra は条件 a ではほとんど一定であり、曲げ強さ、シャルピー衝撃値ともほとんど変化がない傾向と一致した。また、条件 b では曝露時間 500 時間が経過時から次第に増加した。これらの傾向は、シャルピー衝撃値が 300 時間経過時にはすでに低下しているのに比べ、少し遅れていることを除いてほぼ一致している。つまり、Ra の増加は時間的遅れを伴うが、何らかの力学的性質の低下と傾向が一致している。

### 4. まとめ

耐候性試験機に曝露したプラスチックの力学物性試験と表面形態測定を行い、Ra と力学物性の相関を考慮することにより、表面形態測定の有効性について検討した。Ra は劣化が進行すると確実に増大し、何らかの力学物性に影響を与えていることが分かった。したがって、ある特定の力学物性試験を選択したがために、強度の低下を捕捉できなかった場合の補助的劣化指標として有効であることが明らかとなった。しかし、劣化初期段階での強度低下は Ra の変化を伴っていないことから、Ra はそれ自体を単独で劣化の指標とするべきではなく、あくまで力学物性測定を補完する指標として利用すべきであることが明らかとなった。

(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 6 月 21 日再受付)

### 文 献

- (1) 産業技術連絡推進会議 物質工学部会 高分子分科会. 平成 14-16 年度共同研究「高分子材料の劣化予測」報告書
- (2) 日下部大輔, 栗山卓: 「屋外曝露された射出成型品の表面解析」, プラスチック成形加工学会年次大会予稿集, pp.269-2705 (2009)
- (3) 成沢郁夫. 高分子材料強度学. オーム社, 1982, pp.353

## ノート

## 微量分析のためのイオンクロマトグラフ用バイアルキャップの検討

安藤 恵理\*<sup>1)</sup> 栗田 恵子\*<sup>2)</sup> 荒川 豊\*<sup>3)</sup> 杉森 博和\*<sup>1)</sup> 田熊 保彦\*<sup>1)</sup>

## Investigation of vial cap for microanalysis by ion chromatography

Eri Ando\*<sup>1)</sup>, Keiko Kurita\*<sup>2)</sup>, Yutaka Arakawa\*<sup>3)</sup>, Hirokazu Sugimori\*<sup>1)</sup>, Yasuhiko Takuma\*<sup>1)</sup>

キーワード: イオンクロマトグラフ, 水, 微量分析, バイアルキャップ

Keywords: ion chromatography, water, microanalysis, vial cap

## 1. はじめに

産業において、水道水や工業用水は冷却や洗浄など様々な用途で使用されている。これらの水は多くのイオン成分を含んでおり、その種類や濃度によってはスケールの沈着や金属の腐食を引き起こす<sup>(1)</sup>。このため品質管理や事故の防止・解析において、水中の微量イオン成分の分析・把握が非常に重要である。イオンクロマトグラフ（以下 IC、図 1）は、このような水中の微量成分分析を得意とする装置である<sup>(2)</sup>。

多試料の分析に有効であるオートサンプラー（AS）分析では、バイアルのキャップとして一般にセプタムが使用されるが、ディスポーザブルかつ高価であるため、多数のサンプルを分析する場合には高コストとなる。そこで本研究では、比較的安価な代替品（PTFE シートおよび食品用フィルム）について、バイアルキャップとしての有効性を確認するため検討を行った。



図 1. イオンクロマトグラフ分析装置

## 2. 実験方法

## 2.1 実験に用いた水の成分分析

まず初めに予備実験として、マニュアルサンプリングで

の IC 分析にて、バイアルキャップの検討で使用する水の成分分析を行った。所定濃度に希釈した陰イオン標準液（和光純薬工業（株）、陰イオン混合標準液Ⅳ（F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>）と有機酸（CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>, HCOO<sup>-</sup>）の混合液）または陽イオン標準液（和光純薬工業（株）、陽イオン混合標準液Ⅱ（Li<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>））を、シリンジを用いてサンプルループ（25 μL）に注入し、IC（DIONEX（株）、ICS3000）により検量線を作成ののち、サンプルの分析を行った。対象サンプルは都産技研内で使用している蒸留水、純水、超純水（表 1）とし、試料採取後直ちに計測を行った。なお、分析条件は表 2 に示したとおりである。

表 1. 水の精製方法

サンプル* <sup>1)</sup>	蒸留水	純水	超純水
比抵抗値 (MΩ・cm)	8.85	12.7	18.2
紫外線	—	—	○
活性炭	—	○	○
イオン交換樹脂	○	○	○
逆浸透膜	—	○	○
メンブレンフィルター	—	—	○
中空糸フィルター	○	—	—
蒸留	○	—	—

\*<sup>1)</sup> 蒸留水, 純水は水道水, 超純水は純水を精製したもの

表 2. イオンクロマトグラフの分析条件

	陽イオン	陰イオン
カラム	IonPac CG12A/CS12A	IonPac AG17C/AS17C
サブレッサ	CSRS300	ASRS300
溶離液	18 mM MSA 溶液* <sup>1)</sup>	3~45 mM KOH 溶液
溶離法	アイソクラティック	グラジエント
流量	1.0 ml/min	1.3 ml/min

\*<sup>1)</sup>MSA: メタンスルホン酸

## 2.2 バイアルキャップの種類検討

2.1 と同様に調製した各標準液をバイアルに 5 ml ずつ取り、表 3 に示すセプタム、PTFE シート（ポリテトラフルオロエチレン（PTFE））、食品用フィルム（ポリ塩化ビニリデ

\*<sup>1)</sup> 環境技術グループ\*<sup>2)</sup> 前東京都立産業技術研究センター資源環境グループ\*<sup>3)</sup> 技術経営支援室

ン (PVDC) をそれぞれ取り付け、AS (DIONEX (株), AS) を用いて分析を行った。分析後、各濃度における変動係数 (C.V.) を算出し、C.V.=10%時の濃度を比較した。

表 3. 実験に使用したキャップの種類

	セプタム	PTFE シート	食品用フィルム
材質	PTFE, シリコン	PTFE	PVDC
厚み	1.0 mm	0.05 mm	0.01 mm
価格	約 100 円/回	約 1 円/回	約 0.03 円/回

### 3. 結果および考察

#### 3. 1 都産技研で使用している水の成分

図 2 に都産技研で使用している蒸留水、純水、超純水の成分分析の結果を示す。グラフから、精製方法により水質が大きく異なることがわかった。また、超純水が最も積算イオン濃度が低く微量分析に適していることから、次の検討では超純水を使用することとした。

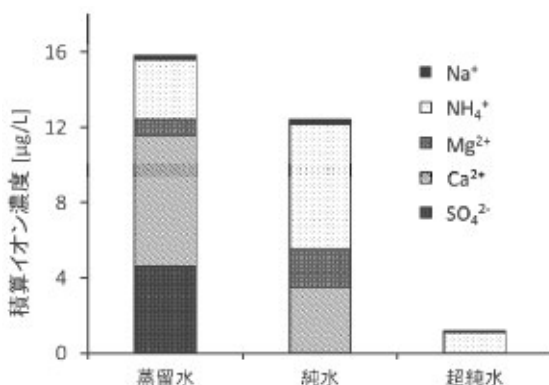


図 2. 都産技研で使用する水のイオン積算濃度の比較

#### 3. 2 バイアルキャップの検討

AS 分析において、各キャップを使用した場合の C.V.=10% 時の濃度を比較した (図 3)。ここでは、特に空気中からの汚染が懸念される、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{CH}_3\text{COO}^-$ 、 $\text{HCOO}^-$ 、 $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  について検討した。グラフより、食品用フィルムはセプタムに比べ C.V.=10%時の濃度が高く、PTFE シートではセプタムと同様かそれ以下となることが明らかになった。

AS 分析では、予め全てのサンプルをホルダーに設置し、順に分析を行う。そのため、サンプル数が多い場合には最初のサンプルと最後のサンプルの測定開始時間は大きく異なる。サンプルの汚染度は時間経過に伴い高まると予測されることから、セプタム代替品としての条件として、サンプル放置時の汚染が少ないことも必要であると考えられる。そこで、超純水の放置時間と空気中からの汚染物質の一つである  $\text{NH}_4^+$  濃度の変化の関係を調査した結果を図 4 に

示す。グラフより、キャップがない状態では、大気中の  $\text{NH}_3$  ( $\text{NH}_4^+$ ) により容易に汚染されるものの、キャップをすればその影響を大幅に抑制することが可能であった。特に、PTFE シートに関しては、セプタムとほぼ同等の効果を示した。以上より、PTFE シートはセプタムの代替として有効である。

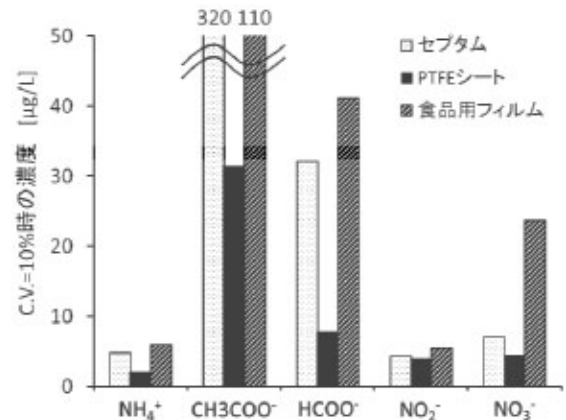


図 3. キャップの種類による C.V.=10%時の濃度の比較

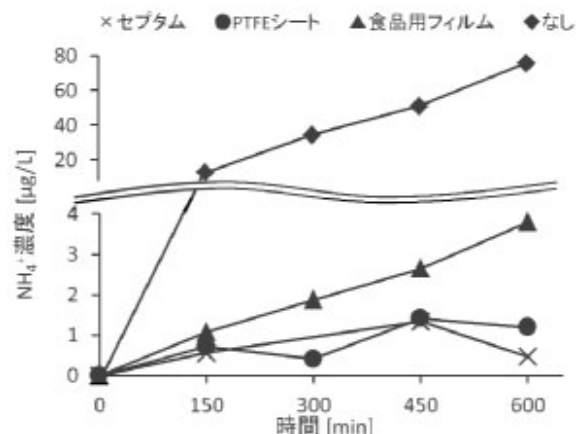


図 4. 各キャップにおける  $\text{NH}_4^+$  濃度の経時変化

### 4. まとめ

バイアルキャップについて、一般に使用されるセプタムと、その代替品として安価な PTFE シートおよび食品用フィルムの比較検討を行った。その結果、特に PTFE シートは C.V.=10%時のイオン濃度および時間経過に伴う汚染度がセプタムとほぼ同程度であることから、セプタムの代替として利用可能であることが示された。

(平成 21 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 6 月 15 日再受付)

### 文 献

- (1) 藤井哲雄:「金属の腐食事例と対策」, (株) 工業調査会, pp15-39, (2004)
- (2) (社) 日本分析化学会イオンクロマトグラフィー研究懇談会: 「役に立つイオンクロマト分析」, (株) みみずく舎, pp112-174(2009).



## ノート

# VOC 処理装置用ハニカム成形触媒の 作製法とそのキャラクタリゼーション

藤井 恭子\*<sup>1)</sup> 水元 和成\*<sup>2)</sup> 杉森 博和<sup>3)</sup> 松原 独歩<sup>4)</sup> 染川 正一<sup>5)</sup>

## Preparation methods and characterization of honeycomb-type catalysts for use into practical VOC elimination system

Kyoko Fujii\*<sup>1)</sup>, Kazunari Mizumoto\*<sup>2)</sup>, Hirokazu Sugimori\*<sup>3)</sup>, Doppo Matsubara\*<sup>4)</sup>, Shouchi Somekawa\*<sup>5)</sup>

キーワード：揮発性有機化合物，金属酸化物触媒，ハニカム型

Keywords : volatile organic compound, metal oxides catalysts, honeycomb type

### 1. まえがき

触媒を用いると，大気汚染や健康被害，悪臭の原因となる揮発性有機化合物（VOC）を低温で燃焼して無害化することができる。一般には貴金属である白金が触媒としてよく用いられているが，安価なコバルト（Co）やセリウム（Ce）などの金属酸化物でも白金の代替として適用できる可能性があることが報告されている<sup>(1)</sup>。本研究ではその触媒を用い，処理装置に導入するための触媒作製法の検討とそのキャラクタリゼーションを行った。

### 2. 成形触媒の作製

VOC 処理装置の風量は小型が～600 m<sup>3</sup>/h，大型が 660～9000 m<sup>3</sup>/h，もしくはそれ以上であるため，搭載する触媒は荷重や風圧に耐えうる強度を持ち，圧力損失の少ない形状であることが望ましい。成形触媒の形状には粒状，ペレット状，スポンジ状，ハニカム状等があるが，今回は上記条件を満たすハニカム状に注目し，ハニカム型成形触媒の作製法を検討した。

触媒は Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-CeO<sub>2</sub>-CuO（モル比 Co : Ce : Cu=45 : 45 :

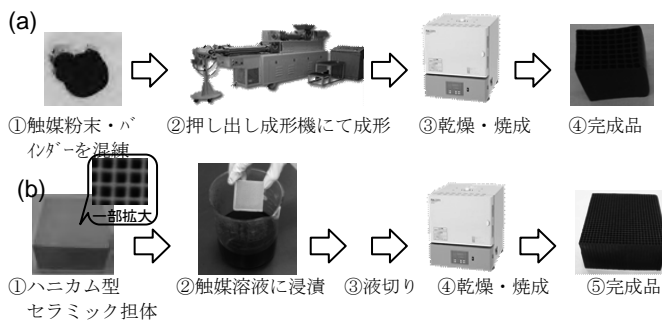


図1. 押し出し成形法と浸漬担持法による担持成形の工程  
(a) 押し出し成形法，(b) 浸漬担持法による担持成形

\*<sup>1)</sup> バイオ応用技術グループ，\*<sup>2)</sup> 繊維・化学グループ

\*<sup>3)</sup> 環境技術グループ，\*<sup>4)</sup> 実証試験セクター，\*<sup>5)</sup> 材料技術グループ

10) を用い，文献(1)により調製した。

ハニカム状触媒の作製には，押し出し成形法と浸漬担持法の2種を用いた。まず，押し出し成形法について述べる。図1(a)の工程で示すように，金属酸化物の粉末と粘土粉末などのバインダーを混練し，押し出し成形機にて加圧によって金型から押し出すことでハニカム状に成形する。その後，乾燥，空気中での焼成を経て完成品とする。次に，ハニカム型セラミックを担体とした浸漬担持法について述べる。用いたハニカム型セラミック担体は，市販の白金触媒の担体としてよく用いられている量産品である。本研究では200セル/inch<sup>2</sup>（通気穴の数）のコーディエライトからなるハニカム型セラミック担体を用いた。図1(b)の工程で示すようにハニカム型セラミック担体を触媒成分の入った溶液に浸漬し，一定時間後に引き上げる。そして，余剰溶液を除去した後，空気中で焼成することによりハニカムセラミック担体の表面に金属酸化物触媒を担持させ完成品とする。浸漬溶液にはCo(II)，Ce(III) およびCu(II) の硝酸塩水和物の水溶液を用いた。

### 3. 成形触媒のキャラクタリゼーション

3.1 成形触媒の機械的強度 触媒の強度を精密万能試験機（島津製作所製，AG-100kNIS，AG-20kNX）で測定した。その結果を表1に示す。触媒担持ハニカム型セラミック体はセル壁が薄いため，押し出し成形法触媒と比較し，みかけの密度が小さかった。しかし，強度は14.90 N/mm<sup>2</sup>で，押

表1. 触媒及びハニカム型セラミックの仕様と圧縮強度

材料	みかけの密度	セル数 (セル/inch <sup>2</sup> )	圧縮強度 (N/mm <sup>2</sup> )
押し出し成形法触媒	1.0	111	0.14
触媒担持ハニカム型セラミック	0.7	200	14.90

\*圧縮強度は格子面に対し垂直方向に力をかけ測定

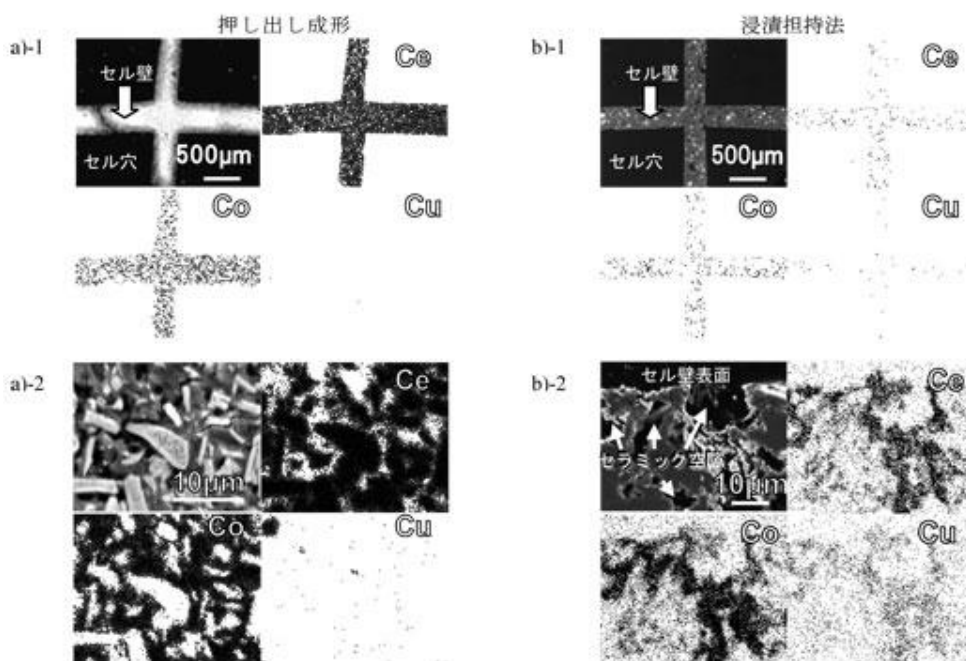


図2. 押し出し成形法と浸漬担持法による触媒のSEM像とEDX像  
 a)-1 押し出し成形法触媒(40×), a)-2 押し出し成形法触媒 a)-1 の拡大図(4000×)  
 b)-1 浸漬担持法触媒(40×), b)-2 浸漬担持法触媒 b)-1 の拡大図(2000×)

し出し成形法の約100倍の強度を有していた。したがって、触媒担持ハニカム型セラミックは、大風量でかつ搭載する触媒量が多くその分荷重がかかるような大型処理装置に十分適応可能な強度であると予想される。

**3.2 SEM-EDXによる観察** 触媒を樹脂に包埋し研磨（リファインテック社製，PRO-128）した後，SEM（ELIONIX社製，ERA-8900FE）観察およびエネルギー分散型X線分光分析器（EDX）（AMETEK社製，Genesisシステム）にて面分析した。その結果を図2に示す。a)-1は押し出し成形法，b)-1は浸漬担持法の触媒を示し，いずれもハニカム触媒のセル壁全体にCo，CeおよびCuの存在が確認された。さらに図2下段で示すように拡大領域で観察した。押し出し成形法ではCeO<sub>2</sub>粒子が数～10μmの固まりを成している様子が観察された。これは，成形前の触媒粉末混練工程でCeO<sub>2</sub>粉末がナノオーダーに混練されにくく，団子状に固まったまま成形されたためと考えられる。一方，浸漬担持法では担持工程での触媒がイオンの状態だったため，図2b)-2に示すように，CeO<sub>2</sub>粒子は数μmの粒径を作ることなく分散していた。また，同じく図2b)-2から，セラミック担体が無数の空隙を持つことが確認され，空隙内壁にCo，CeおよびCuが担持されていることがわかった。これは，担体セル壁の表面だけでなく，内部の空隙まで溶液が浸透し，触媒が担持されたためと考えられる。

**3.3 ICP-AESによる分析** 成形した触媒2種と浸漬溶液のCo，CeおよびCuの元素モル比をICP発光分光分析法（ICP-AES）（島津製作所製，ICPS-7510）にて分析した。分析結果を表2に示す。浸漬担持法でも調製した溶液と同等の比率でCo，CeおよびCuが担持されていた。元素の偏りなく担持されたことから，押し出し成形法と同様に浸漬担

持法も触媒の作製法において有効であると考えられる。

表2. ICP-AESで測定した成形触媒及び浸漬液の構成モル比

	mol(element) / g(sample)		
	Co	Ce	Cu
押し出し成形法触媒	42	48	10
浸漬担持法触媒	44	45	11
浸漬溶液	44	46	10

#### 4. まとめ

処理装置に適したハニカム状成形触媒を，押し出し成形法と浸漬担持法で作製し，それら成形触媒のキャラクターゼーションを行った。セラミックに担持させた浸漬担持法による触媒は強度が高く，また，Co，CeおよびCuの分散性が良かった。大型処理装置向けの作製法ではないかと示唆される。現在，処理性能を上げた触媒溶液の調製を検討しており，引き続き触媒の性能向上を目指し研究を進めている。

本研究はJST，東京都地域結集型研究開発プログラムにより得られた成果である。また，ご協力いただきましたバイオ応用技術グループの紋川亮副主任研究員並びに中川朋恵研究員に深く御礼申し上げます。

（平成23年5月24日受付，平成23年6月21日再受付）

#### 文 献

- (1) 染川正一，堂免一成：「安価な金属酸化物触媒を用いたVOCの処理」，東京都立産業技術研究センター研究報告，No. 5，pp.48-51(2010)

## ノート

## 動的光散乱装置を用いたバイオセンシングシステムの開発

中川 朋恵\*<sup>1)</sup> 紋川 亮\*<sup>1)</sup> 神谷奈津美\*<sup>2)</sup> 角森史昭\*<sup>3)</sup> 鍵 裕之\*<sup>3)</sup>

## Development of Biosensing System Using Dynamic Light Scattering

Tomoe Nakagawa\*<sup>1)</sup>, Akira Monkawa\*<sup>1)</sup>, Natsumi Kamiya\*<sup>2)</sup>, Fumiaki Tsunomori\*<sup>3)</sup>, Hiroyuki Kagi\*<sup>3)</sup>

キーワード: 動的光散乱, バイオセンシングシステム

Keywords: Dynamic Light Scattering, Biosensing System

## 1. はじめに

動的光散乱法は、生体高分子やコロイド等、ナノメートルからサブマイクロスケールにわたる幅広い大きさの微粒子の構造を知る上で、非常に有力な手法である。また、非接触かつリアルタイム測定が可能であるという特性を有している。筆者らは、現在、これらの特性を利用したバイオセンサーシステムの開発を目指し、研究を進めている。

市販の動的光散乱装置は、様々な粒子を幅広く測定することを主目的としているため、比較的大型で汎用性の高い仕様となっている。そこで、対象を生体物質に絞って最適化を行い、小型で簡便なバイオセンシングシステムを構築することを最終的な目標とした。その第一歩として本研究では、最適条件の検討を行うための試作機として、希望する条件に合わせて光源、検出角度、検出器、ソフトウェア等を自由にカスタマイズ可能な装置を作製した。また本装置を用いて実際に生体物質であるタンパク質の測定を行い、バイオセンシングへの応用可能性を検討した。

## 2. 動的散乱測定装置の試作

**2.1 動的光散乱測定装置の概要** 測定に用いた動的光散乱測定装置は、東京大学鍵研究室と共同で試作した。図1に装置の概略図を示す。レーザー光源は、出力 50 mW、波長 632.8 nm の He-Ne レーザーを用いた。試料セルは、PYREX 製の NMR 管(直径 10 mm)を用いた。散乱光は、直径 150  $\mu\text{m}$  のピンホールを通し、アバランシェフォトダイオードによって検出した。ピンホール、レンズ、アバランシェフォトダイオードは、同一レールの上に設置し、サンプルホルダーを中心にレールごと回転できるように設計されている。ハードウェアコリレータを用いて、散乱光の自己相関関数および散乱光強度の時間変化を取得した。

**2.2 動的光散乱測定装置を用いた粒子サイズの解析** 散乱強度データは、500 ms ごとに取り込んだ。得られた自己相関関数は指数関数的な減衰曲線になる。本研究では、得られた減衰曲線をキュムラント法で平均粒子径  $d$  (流体力学的径)および多分散指数を求めた。粒子径分布はヒストグラム法で求めた。

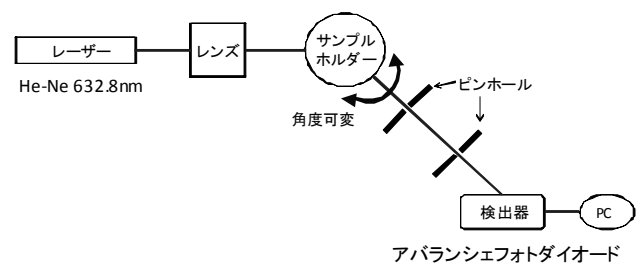


図1. 動的光散乱測定装置の概略図

**2.3 装置の性能評価** 装置の性能評価には、標準ポリスチレン粒子(Duke Scientific Co.)および $\alpha$ -シクロデキストリン分子(Sigma-Aldrich Co.)を用いた。標準ポリスチレン粒子は、粒子径をそれぞれ  $21 \pm 1.5$  nm,  $33 \pm 1.4$  nm,  $40 \pm 1.8$  nm,  $50 \pm 2.0$  nm,  $199 \pm 6$  nm に調整した球状樹脂である。 $\alpha$ -シクロデキストリンは、分子式  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_6 = 972.85$  で、外径は約 14.6 Å、高さは約 7 Åで、内部に内径 4.5 Å深さ 6.7 Åの空洞を持ったドーナツ状の構造の分子である。測定により求めた粒子径と実際の粒子径を比較したグラフを図2に示す。このグラフにプロットされたそれぞれのデータは、高い直線性を有しており、試作した装置から得られたデータが実際の粒子径の大きさと高い相関関係があることを示している。さらに、直径約 1.5 nm のシクロデキストリン分子の測定と粒径算出も可能であることを示している。

## 3. 動的光散乱測定装置を用いた生体物質の測定

**3.1 角度依存性** 試作された動的光散乱測定装置を用いて粒子径と検出角度の相関関係を明らかにした。散乱強度の角度依存性は、入射光に対し、レールの角度を  $30^\circ$ 、

\*<sup>1)</sup> バイオ応用技術グループ\*<sup>2)</sup> 防衛大学校\*<sup>3)</sup> 東京大学大学院理学系研究科

60°, 90° と回転させ、タンパク質であるフィブリノーゲンの散乱強度変化を測定した。測定結果を図 3 に示す。得られた自己相関関数は、いずれの測定角度においても指数関数的な減衰曲線になっている。減衰が始まってから完全に減衰するまでの自己相関関数の差は、測定角度が小さくなるにつれ大きくなる。この自己相関関数の差が大きいため、フィブリノーゲンの測定には、測定角度が小さい方がより精度の高い粒子径解析が可能である。動的散乱の場合、大きな粒子は小角の散乱光が大きくなり、小さな粒子は広角の散乱光の強度の割合が高くなる。そのため、単一角度的みで測定した場合、誤差が大きくなる可能性がある。そこで、角度を変えて測定することにより、精度の高い粒子径を求めることが可能である。

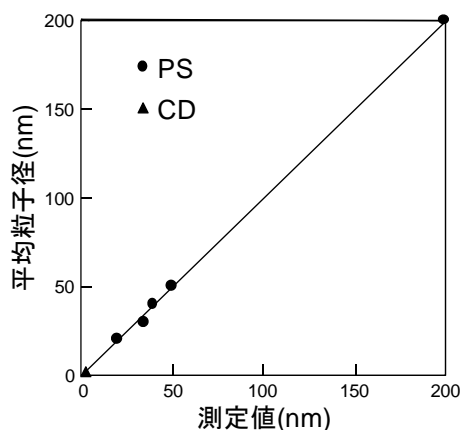


図 2. 測定により求めた粒子径と実際の粒子径の比較

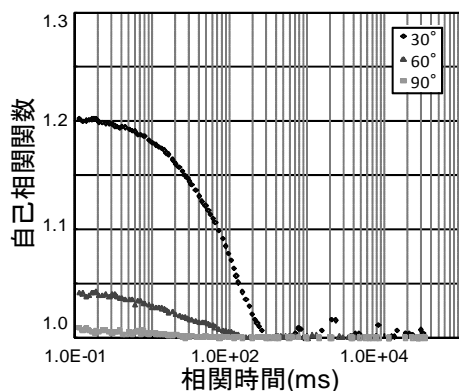


図 3. フィブリノーゲンの粒子径と検出角度の相関関係

**3. 2 生体物質の測定** 試作した動的散乱測定装置を用いて、本研究の目的である生体物質の検出を試みた。生体物質の測定には、タンパク質である牛血清アルブミンとフィブリノーゲンを用いた。これらのタンパク質は、1 mg/ml の濃度になるよう水に溶解させ、検出角度 30° で測定した。図 4 に測定から求めた牛血清アルブミンとフィブリノーゲンの粒径分布を示す。両者とも、0 nm から 30 nm の間のみ粒径分布のピークが観察された。これは、測定したタンパク質が、凝集していないことを示唆する。測定結果から求めた牛血清アルブミンの粒子サイズは、約 6.9 nm であっ

た。牛血清アルブミンは、分子量 66.5 kDa で主に 3 つのドメインと 6 つのサブドメインから構成されている。溶液中での形状は、楕円体であり、分子サイズは、4.0 nm × 4.0 nm × 14.0 nm<sup>(1)</sup> である。本結果は、牛血清アルブミンが楕円体であることを考慮すると、実際の分子サイズと一致する。一方、フィブリノーゲンの測定結果は、約 21.7 nm であった。フィブリノーゲンは、分子量 340 kDa で 3 種類、合計 6 本のポリペプチド鎖が連結された直鎖構造を持つ。分子サイズは、約 45 nm × 9.0 nm × 7.0 nm<sup>(2)</sup> であり、分子構造を考慮に入れると、測定値と一致する。

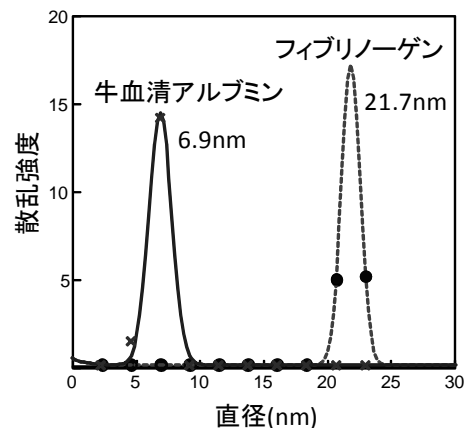


図 4. 牛血清アルブミンとフィブリノーゲンの粒径分布

#### 4. まとめ

本研究では、生体関連分子認識用の測定装置として、検出角度可変機能を付与した動的散乱装置を試作した。角度を変化させつつ、生体物質の最適検出条件を検討した結果、生体物質であるウシ血清アルブミンおよびフィブリノーゲンの検出に成功した。本研究の結果、試作した動的散乱測定装置は、サイズの異なる生体分子の識別が可能である。これは、生体分子の認識に用いられる抗原抗体法により、認識前後の体積変化をモニタリングすることで、目的とする生体物質の有無をセンシングできることを示している。本装置を実際のセンシングに用いるためには、安価にすることが絶対条件である。そのために安価なレーザーや検出器を用いて感度良くセンシングできるシステムの構築が必要である。今後は、試作した装置をもとに、バイオセンシングに特化した低価格な装置へと改良を進め、企業への技術移転を目指す予定である。

(平成 23 年 5 月 23 日受付, 平成 23 年 8 月 4 日再受付)

#### 文 献

- (1) R. J. Rapola and T. A. Horbett, The effects of concentration and adsorption time on the elutability of adsorbed proteins in surfactant solutions of varying structures and concentrations. *Journal of Colloid and Interface Science*, 136, 480-492 (1990).
- (2) J. H. Brown, N. Volkman, G. Jun, A.H. Henschen-Edman, C. Cohen, The crystal structure of modified bovine fibrinogen. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, 97, 85-90 (2000).

## ノート

## 照射食品の検知 —D-体アミノ酸による検知法の検討—

中川 清子\*<sup>1)</sup> 関口 正之\*<sup>1)</sup> 柚木 俊二\*<sup>1)</sup> 大藪 淑美\*<sup>1)</sup>Detection of irradiated food  
- using the measurement of D-amino acid -Seiko Nakagawa\*<sup>1)</sup>, Masayuki Sekiguchi\*<sup>1)</sup>, Shunji Yunoki\*<sup>1)</sup>, Yoshimi Ohyabu\*<sup>1)</sup>

キーワード: 照射食品検知, D-体アミノ酸, キラル分析, トリプトファン

Keywords: Detection of irradiated food, D-amino acid, chiral analysis, tryptophan

## 1. はじめに

照射食品の検知法として、熱ルミネッセンス (TL) 法、光ルミネッセンス (PSL) 法、電子スピン共鳴 (ESR) 法、シクロブタノン法などが知られている。TL法およびPSL法は、食品中に含まれる銜物の熱や光による発光を検出するため、銜物の含有量が極端に低い食品では照射の有無を判断することが難しい。ESR法は、照射で生成する不安定なラジカルを検出する方法であり、セルロースや糖類を含んだ食品や骨のついた肉・魚にのみ、適応できる。また、シクロブタノン法は、中性脂肪から生成する2-アルキルシクロブタノンを測定するものである。このように、すべての照射食品に対応可能な検知法は存在しない。特に、アミノ酸を含んだ食品に対する有力な検知法は知られていない。一方、食品中にはL-体のアミノ酸のみが存在し、L-体のアミノ酸を水溶液中で放射線照射すると、D-体のアミノ酸が生成すると報告されている<sup>(1),(2)</sup>。D-体のアミノ酸の生成効率は低い、高分離高感度で測定することができれば、アミノ酸含有食品の照射の有無の判定に利用できると期待される。そこで、L-体とD-体を高効率で分離できるカラムを利用したキラル分析を行うことにより、どの程度の照射でD-体アミノ酸の検出ができるかを検討することとした。

## 2. 実験方法

## 2.1 放射線照射によるD-アミノ酸生成の確認

20mM のL-トリプトファン水溶液を $\gamma$ 線照射し、D-体の生成割合を高速液体クロマトグラフ (HPLC) で測定した。HPLC分析にはトリプトファンと特異的に親和性が高く、L-体とD-体の分離がよいウシ血清アルブミンを担持させたアフィニティーカラム (Shodex AFpak ABA-894) を使用した。このカラムは、トリプトファンがD-体、L-体の順で分離でき(3.1分)、他のアミノ酸ではD-体、L-体ともD-トリプトファンの前に出る。また、トリプトファンの分割はキャピラリー電気泳動でシクロデキストリン含有バッファ

を使用して分離した場合(0.3分)より分離がよかった。

分析条件は、溶離液 50mM トリス塩酸緩衝液 0.15M 塩化ナトリウム、流速 1.0mL/分、検出波長 280nm であった。

## 2.2 照射した大豆中に生成するアミノ酸類の分析

トリプトファンを含む食品として、大豆からのアミノ酸を遊離して、 $\gamma$ 線照射による変化が見られるかを検討した。

大豆からのアミノ酸の遊離は、一昼夜水に浸透して煮沸した大豆をホモジナイズ・遠心分離し、上澄みに10%トリクロロ酢酸を添加・限外濾過し、ろ液にヘキサンを添加・遠心分離したものを分析試料とした。分析方法は、前節に従った。

## 3. 結果および考察

3.1  $\gamma$ 線照射によるD-トリプトファンの生成

26kGy 照射した試料のクロマトグラムを図1に示す。トリプトファンの放射線照射により、光学異性体の他にヒドロキシトリプトファンやラジカル類の二量体が生成することが知られている<sup>(3)</sup>。二量体類は、単体より親和性が低く保持されにくいと考えられるため、トリプトファンの前に検出されているピーク群は二量体類と推定される。

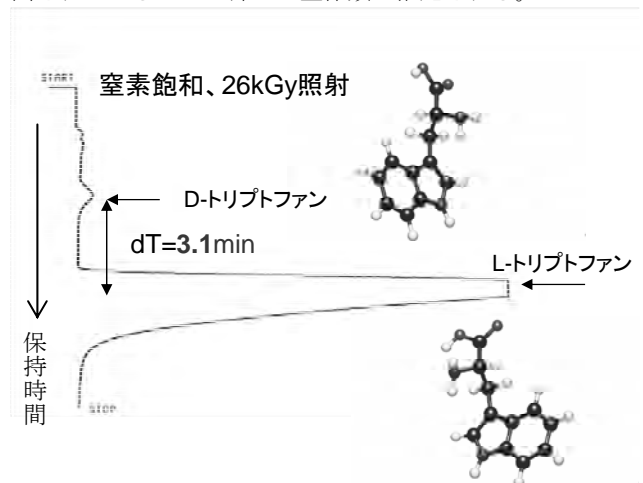


図1. L-トリプトファン水溶液を $\gamma$ 線照射した試料のクロマトグラム

\*<sup>1)</sup> バイオ応用技術グループ

L-トリプトファンに対する D-トリプトファンのピーク面積の比を D-体の生成割合として求めた。空気飽和、窒素飽和、酸素飽和での D-体生成割合を図 2 に示す。酸素飽和の系では、D-体生成効率が低かった。また、空気飽和の系において、5kGy 照射で D-体の生成が確認できることがわかった。

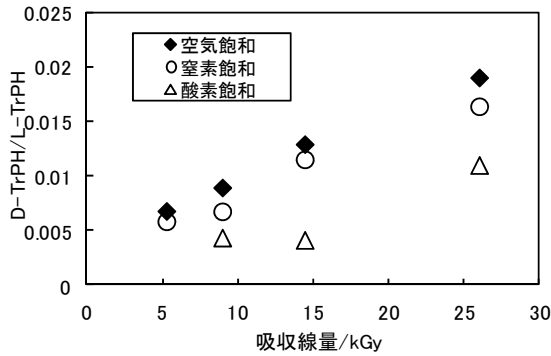


図 2. 吸収線量に対する D-トリプトファンの生成割合の変化

### 3. 2 大豆中の照射生成物質の分析

16kGy 照射した大豆から抽出した成分のクロマトグラムを図 3 に示す。D-トリプトファンと見られるピークは認められるが、未照射の大豆から遊離された試料中でもほぼ同じ場所にピークが見られ、D-トリプトファンに他の成分が重なっていると考えられる。L-トリプトファンに対する D-トリプトファン+α のピーク面積の比を図 4 に示す。照射により、D-体を含むピーク面積の割合が増加していることがわかった。

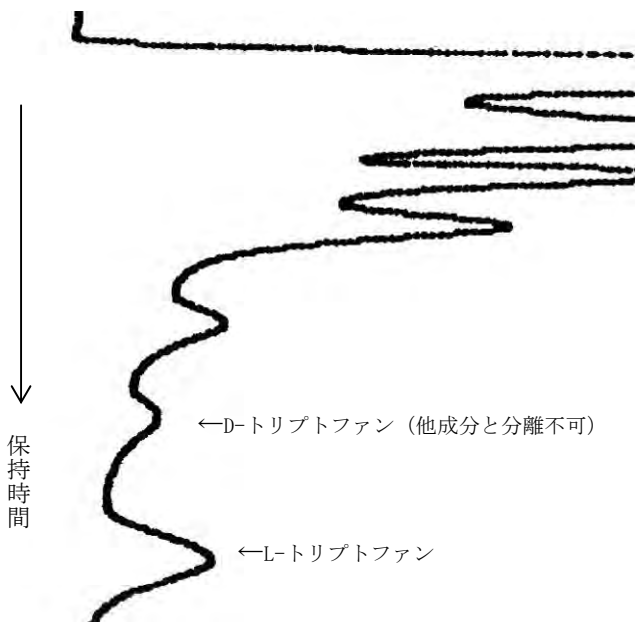


図 3. γ線照射 (16kGy) した大豆から抽出した成分のクロマトグラム

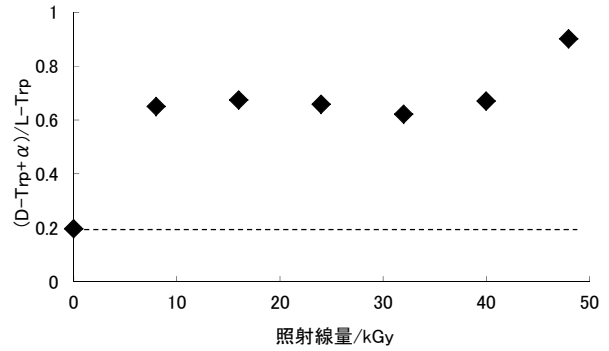


図 4. 照射による大豆中の D-トリプトファンを含むピークの割合の変化

### 4. まとめ

ウシ血清アルブミンを担持したカラムを用いることにより、トリプトファンの D-体と L-体を分離することができた。照射した大豆から遊離した成分をトリプトファンの光学分割ができるカラムで分析すると、未照射と比較して、D-体を含むピーク面積の割合が増加することがわかった。

発酵食品や貝・タコ・エビ等の食材で、微量の D-アラニンや D-アスコルビン酸が存在することが報告されているが、D-トリプトファンに着目して分析する事により、照射の有無を判断できると期待できる。

(平成 23 年 5 月 23 日受付, 平成 23 年 8 月 11 日再受付)

### 文 献

- (1) T. Pronce and B. Tilquin: "Radiosterilisation et radioracemisation." J. Chim. Phys., 94, 390 (1997).
- (2) W. A. Bonner et al.: "The radiolysis and radioracemization of amino acids on clays." Origins of Life, 15, 103 (1985).
- (3) B. H. J. Armstrong and A. J. Swallow: "Pulse and gamma radiolysis of aqueous solutions of tryptophan." Radiat. Res., 40, 563 (1969)

## ノート

## Co, Ce, Cu 酸化物球状担持触媒の試作

井上 潤\*<sup>1)</sup> 染川 正一\*<sup>2)</sup>

## Development of spherical supported Co, Ce, Cu oxides catalysts

Jun Inoue\*<sup>1)</sup>, Shouchi Somekawa\*<sup>2)</sup>

キーワード：揮発性有機化合物，金属酸化物，担持触媒

Keywords : Volatile organic compounds, metal oxides, supported catalysts

## 1. はじめに

触媒は、VOC (Volatile Organic Compounds, 揮発性有機化合物) などを低温で分解することが可能であるため、自動車や工場の排気ガス処理などに幅広く利用されてきた。VOC を分解する触媒として貴金属の白金がよく使用されているが、白金は VOC の種類により得意不得意があり、また、水分が存在することで分解が阻害されやすくなるという問題がある。筆者らは、このような白金触媒の問題を解決し、且つ VOC の分解性能は同等である安価な Co, Ce, Cu 酸化物触媒を報告した<sup>(1)</sup>。このように VOC 種による分解性能の差が少なく、水分にも強い触媒は VOC の処理のみでなく、触媒を用いた VOC センサなどへの適用も有効である。上記報告では、粉末状の Co, Ce, Cu 酸化物触媒を押出成形しており、様々な用途へ適用するには強度的に脆いことや円柱状のため充填した際にショートパスが出来易いなどの問題があった。そこで、今回はこの Co, Ce, Cu 酸化物触媒を、様々な用途へと適用しやすい球状の担体へ担持をすることで担持触媒を作製し、その性能の評価を行った。

## 2. 担持触媒の作製及び評価

2. 1 担持触媒の作製 担体として、球状で直径が 1 ~ 3 mm のアルミナ (アズワン製)、活性アルミナ (住友化学製)、ゼオライト (和光純薬製) をそのままの状態で使用し、含浸法により触媒の担持を行った。含浸溶液には、 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ 、 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  の水和物を、それぞれの金属イオンのモル濃度が 1.53 M、1.53 M、0.34 M となるように調製した溶液を用いた。この溶液に、約 1 分間担体を浸漬後、所定の温度により 60 分間の焼成を行い、この操作を 3 回繰り返すことで触媒の担持を行った。なお、焼成温度は、1 回目、2 回目の担持が 250℃で、3 回目は 550℃で行った。作製した担持触媒を図 1 に示す。また、Co, Ce 酸化物触媒は比表面積が高いほど分解性能も高いことが分かっている<sup>(2)</sup>。そこで、含浸溶液にメチルセルロース (以下 MC) を 2 wt% およ

び 8 wt% 添加し、焼成過程で MC を分解気化させることにより細孔を形成させ、比表面積を増加させることも試みた。なお、アルミナへ担持したサンプルは AB、活性アルミナ担持サンプルは AAB、ゼオライト担持サンプルは ZB とした。トルエン分解性能の比較サンプルとして、押出成形触媒を既報の製法<sup>(1)</sup>により作製した。



図 1. アルミナ担体 (左) と触媒担持アルミナ (右)

2. 2 触媒の評価 担体及び担持触媒の比表面積及び細孔分布の測定は吸着量測定装置 (日本ベル製 Belsorp 18 plus) を使用した。

トルエンの分解性能評価に用いた装置の概略を図 2 に示す。作製した担持触媒を反応管に充填し、濃度 100 ppm のトルエンガスを流量 380 ml/min で流した。担持触媒は、空間速度 (SV) が 5000 h<sup>-1</sup> となる量を充填した。反応管出口のトルエン濃度及び CO<sub>2</sub> 量の測定には、それぞれ、GC/MS (Agilent 製 GC7890/5975 MSD) 及び赤外線式 CO<sub>2</sub> モニター (理研計器製 RI-215D) を用いた。

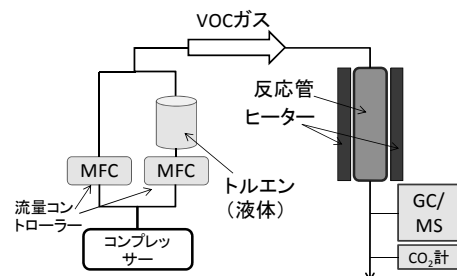


図 2. 動的触媒評価装置の概略図

## 3. 結果と考察

3. 1 担持量及び比表面積 担体の比表面積と作製したサンプルの触媒担持量及び比表面積を表 1 に示す。表 1 よ

\*<sup>1)</sup> 地域結集事業推進室\*<sup>2)</sup> 材料技術グループ

り、活性アルミナ担体は、アルミナ担体やゼオライト担体よりも比表面積が一桁以上大きく、多くの細孔を有していることがわかる。細孔の容積が大きければ、そこへ保持される触媒の量が増えるため、触媒の担持量は多くなると予想される。作製したサンプルにおいても、担体の比表面積が大きいほど触媒の担持量は多く、予想通りの結果となった。一方、比表面積は、アルミナ及びゼオライトにおいては、触媒担持後に増加したが、活性アルミナでは逆に減少していた。活性アルミナ担体の触媒担持前と触媒担持後の細孔分布を見てみると、担持前よりも担持後のほうが細孔の量が減っていることがわかった（図3参照）。このことから、アルミナとゼオライトでは、担持された触媒の比表面積のために、担持後の比表面積が大きくなったものの、活性アルミナの場合は、担体がもともと持っていた細孔を触媒が塞いでしまったことが大きく影響し、全体の比表面積が減少したと考えられた。

表1. 担持触媒の触媒担持量と比表面積

サンプル	触媒担持	担持量 (mg/cm <sup>3</sup> )	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)
アルミナ担体	なし	-	0.9
AB-1	あり	0.030	3.3
ゼオライト担体	なし	-	11.3
ZB-1	あり	0.131	19.0
活性アルミナ担体	なし	-	184.0
AAB-1	あり	0.939	121.2
押出成形触媒	-	-	102.0

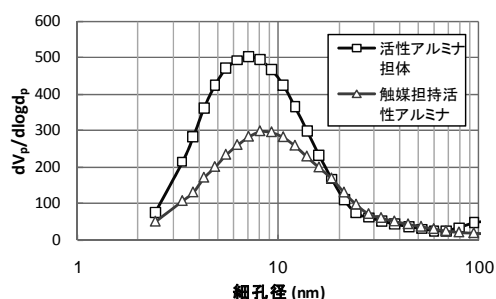


図3. 活性アルミナ担体と担持触媒アルミナの細孔分布

次に、MCを2 wt%及び8 wt%添加した含浸溶液により担持を行ったサンプルの担持量及び比表面積を表2に示す。表2より、MCを添加したものは、その添加量の増大に応じて担持量が減少していた。一方、比表面積はMCを8 wt%添加したサンプルにおいて増大が見られたものの、比表面積を増大させる効果は小さかった。

表2. メチルセルロース (MC) 添加による影響

サンプル	含浸溶液への添加物の	担持量 (mg/cm <sup>3</sup> )	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)
AAB-1	なし	0.939	121.2
AAB-2	MC (2wt%)	0.789	120.8
AAB-3	MC (8wt%)	0.733	126.8

3.2 トルエン分解性能評価 作製した担持触媒と押出成形触媒のトルエン分解性能の比較を図4に示す。なお、ゼオライト担持触媒は、焼成中に割れるなど強度に問題が

あったため、トルエン分解性能評価は行わなかった。アルミナ担持触媒と活性アルミナ担持触媒を、CO<sub>2</sub>への転化率が90%になる温度で比較すると、比表面積の大きい活性アルミナ担持触媒の方が約10°C程低くなっており、やや高いトルエン分解性能を示した。しかし、アルミナ担持触媒と活性アルミナ担持触媒は、担持量で約33倍、比表面積では約37倍差があることから考えると、担持量や比表面積の増加によるトルエン分解性能の向上効果は小さかった。一方、押出成形触媒と比較すると、触媒担持活性アルミナは、比表面積が大きいにもかかわらず、トルエン分解性能はやや劣る結果となった。このことから、今回の方法で担持された触媒は、押出成形触媒と比べてその製法の違いにより、触媒の性状が違っているためにトルエンの分解性能が低かったと考えられた。押出成形触媒と同等の分解活性性能を持たせるためには、含浸溶液や担持方法、触媒の性状によるトルエン分解性能の違いなど、さらに検討する必要がある。

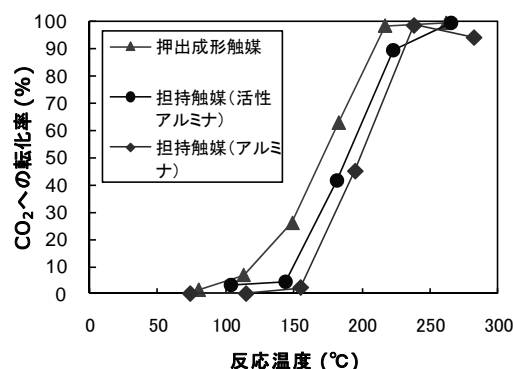


図4. 押出成形触媒と担持触媒のトルエン分解性能

#### 4. まとめ

Co, Ce, Cu 酸化物触媒の担持において、比表面積の大きい担体へ担持を行えば、担持触媒の分解性能を増加させることができたが、担体の持つ比表面積を効果的に利用するためには、触媒の分散度を高める必要がある。含浸溶液へメチルセルロースを添加することにより、担持触媒の比表面積を改善することはできるが、その量は限定的であった。押出成形により作製した触媒と同等以上の触媒性能を得るためには、含浸溶液や製法などさらなる検討を行う必要がある。

本研究は(独)科学技術振興機構(JST)・東京都地域結集型研究開発プログラム「都市の安全・安心を支える環境浄化技術開発」の成果によるものである。

(平成23年5月23日受付, 平成23年8月22日再受付)

#### 文 献

- 1) 染川正一, 堂免一成: 「安価な金属酸化物触媒を用いた VOC の処理」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 5, pp. 48-51 (2010)
- 2) S. Somekawa, L. Yuliaty, A. Ishikawa, K. Takanabe, and K. Domen: "Simple, Low-cost Preparation of High Surface Area Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>CeO<sub>2</sub> Catalysts for Total Decomposition of Toluene", Chem. Lett. Vol.39, pp. 2627-2628 (2010)



ノート

## 乾燥炉における排気風量と VOC 濃度の関係

水越 厚史\*<sup>1)</sup> 小島 正行\*<sup>1)</sup> 萩原 利哉\*<sup>2)</sup> 藤井 恭子\*<sup>3)</sup>  
 小野澤 明良\*<sup>4)</sup> 木下 稔夫\*<sup>4)</sup> 野口 美由貴\*<sup>5)</sup> 柳沢 幸雄\*<sup>5)</sup>

### Relationship between exhausted air volume and VOC concentration in drying oven

Atsushi Mizukoshi\*<sup>1)</sup>, Masayuki Kojima\*<sup>1)</sup>, Toshiya Hagiwara\*<sup>2)</sup>, Kyoko Fujii\*<sup>3)</sup>  
 Akiyoshi Onozawa\*<sup>4)</sup>, Toshio Kinoshita\*<sup>4)</sup>, Miyuki Noguchi\*<sup>5)</sup>, Yukio Yanagisawa\*<sup>5)</sup>

キーワード：乾燥炉, VOC 濃度, 排気風量

Keywords : Drying oven, VOC concentration, exhausted volume

#### 1. まえがき

塗装工場における VOC 削減は大気汚染や悪臭を防止するため重要である。特に乾燥炉においては臭気の強い VOC が発生することから<sup>(1)</sup>, 対策として処理装置の設置が望ましいが, 中小事業所にて導入するにはコストが課題となる。コストを下げるためには, 炉内濃度が爆発下限界値の基準を超過しない範囲で, 処理風量(乾燥炉の排気風量)を下げるのがポイントである。環境省による排出濃度実測調査等では吹付塗装用の乾燥又は焼付施設の排出濃度の中央値は概ね 480ppmC とあり<sup>(2)</sup>, 排気風量を現状より減らしても爆発下限界値の 30% (トルエン 1.3% × 0.3 × 7 = 27300ppmC) 未滿<sup>(3)</sup>をクリアでき, ランニングコストを下げうる可能性がある。そこで本調査では, 排気風量と乾燥炉内 VOC 濃度の関係を調査し, 排気風量の低減化の可能性について考察した。

#### 2. 実験概要

塗装ブースにおいて, ロボットを使用してメラミン樹脂塗料を 14 枚のアルミ平板に塗布し, 熱風乾燥炉(金庫形電気式 4.5 m<sup>3</sup>)で焼付乾燥(130℃で 20 分間)を行った。作業は表 1 の 4 条件で行い, その間の VOC 濃度を塗装ブースダクト(排気風量 160 m<sup>3</sup>/min)および乾燥炉ダクトにおいて FID(東亜ディーケーケー GHT-200 型)により測定した。このとき, 塗装前, 塗装後, 乾燥後のアルミ平板の重量を測定し, 塗布された塗料の重量およびセッティング, 乾燥時に揮発した成分の重量を求めた。

一方, 上記と同様の塗装条件で塗料をアルミ平板に塗布して重量変化を求め, セッティング時の VOC 発生量を算出した。また, 使用した塗料の揮発成分重量は, 塗料を炉で

乾燥させたときの重量変化から算出した。

表 1. 実験条件一覧

	セッティング場所	セッティング時間 (min) *	乾燥炉排気風量 (Nm <sup>3</sup> /min) **	換気回数 (回/min) ***
①	炉内	1-27 (14)	5	1.11
②	炉内	1-27 (14)	1.5	0.33
③	炉内	1-27 (14)	0.75	0.17
④	炉外	12-37 (24)	1.5	0.33

\*セッティング時間は 14 枚の最小値-最大値(平均値) \*\*昇温前の測定値(標準状態) \*\*\*排気風量を炉容積で割った値

#### 3. 実験結果

3.1 各工程における VOC の発生量 塗装時, セッティング時, 乾燥時の塗料からの VOC の発生量を表 2 に, その割合を図 1 に示す。条件④では他の条件と比較して炉外でのセッティング時間が長いため, セッティング時の VOC の発生量が多く, その分乾燥時の発生量が少なかった。

表 2. 各工程における VOC の発生量 (g)

	条件*	塗装時	セッティング時	乾燥時
①	炉内 5 m <sup>3</sup> /min	186	25	42
②	炉内 1.5 m <sup>3</sup> /min	180	25	38
③	炉内 0.75 m <sup>3</sup> /min	186	25	39
④	炉外 1.5 m <sup>3</sup> /min	184	43	20

\*セッティング場所と乾燥炉排気風量

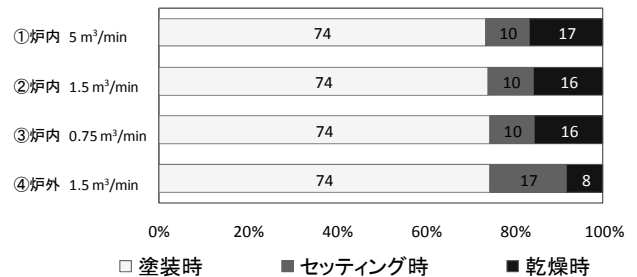


図 1. 各工程における VOC の発生量の割合 (wt%)

\*1) 地域結集推進室 \*2) 材料技術グループ  
 \*3) バイオ応用技術グループ \*4) 表面技術グループ  
 \*5) 東京大学

3. 2 塗装ブースダクトにおける VOC 濃度 塗装ブースダクトにおける VOC 濃度の結果を表 3 に示す。塗装時のピーク濃度および平均濃度は、 $160 \pm 4 \text{ ppmC}$ 、 $53 \pm 2 \text{ ppmC}$  であり、再現性のよい濃度条件となったことがわかる。

表 3. 塗装ブースダクトにおける VOC 濃度 (ppmC)

条件	①	②	③	④	平均 ±SD	変動係数 (%)
ピーク濃度	161	161	155	164	$160 \pm 4$	2
平均濃度	55	49	54	53	$53 \pm 2$	5

3. 3 乾燥炉における VOC 濃度 乾燥炉ダクト内 VOC 濃度変化のうち、被塗物を炉内にセッティングし、排気風量を変えた条件 (① $5.0 \text{ m}^3/\text{min}$ 、② $1.5 \text{ m}^3/\text{min}$ 、③ $0.75 \text{ m}^3/\text{min}$ ) を比較したものを図 2、表 4 に示す。排気風量が少なくなるとピーク濃度は高くなったが、排気風量の減少割合に比べて濃度の増加割合は低かった。

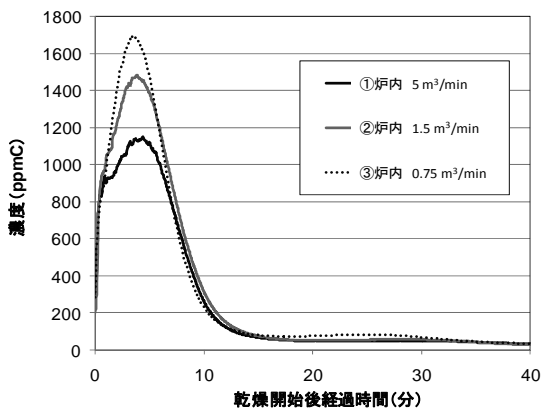


図 2. 排気風量の違いによる乾燥炉ダクト内 VOC 濃度変化

表 4. 乾燥炉ダクト内 VOC 濃度 (ppmC)

	条件*	平均濃度	ピーク濃度	130°C 到達時濃度	乾燥終了時濃度
①	炉内 $5 \text{ m}^3/\text{min}$	190	1150	40	18
②	炉内 $1.5 \text{ m}^3/\text{min}$	239	1483	51	13
③	炉内 $0.75 \text{ m}^3/\text{min}$	282	1696	82	28

\*セッティング場所と乾燥炉排気風量

次に、セッティング条件の違い (条件②、④) による乾燥炉内 VOC 濃度を比較したものを図 3 に示す。

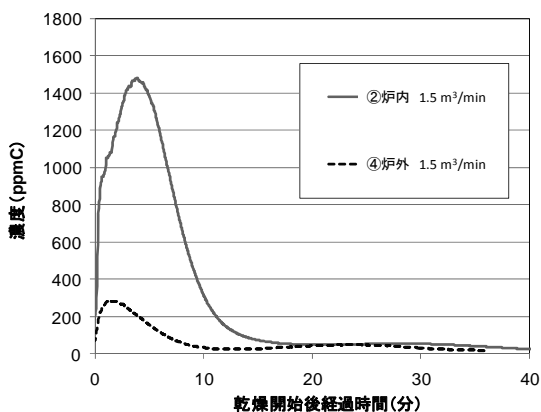


図 3. セッティング条件の違いによる乾燥炉内 VOC 濃度変化

炉外でセッティングすることにより、平均濃度は 24%、ピーク濃度は 20%まで低減した。ただし、炉外にセッティングした場合、作業環境の VOC 濃度が上昇しないよう十分な排気をする必要がある。

3. 4 乾燥炉における VOC 排出量に関する考察

乾燥炉ダクトにおける平均 VOC 濃度、排気風量、乾燥時間から VOC 排出量を見積もると (平均 VOC 濃度×排気風量×乾燥時間)、排気風量が小さい場合、VOC 排出量も少なくなる傾向がみられた (表 5)。この値は、乾燥による重量変化から求めた VOC 発生量と比べると、11~76%となった。同じセッティング条件の①、②、③のデータを比較すると、排気風量が小さいほど排出量/発生量が小さい。この結果は、排気ダクト以外の隙間からの VOC の漏出や吸気と排気のショートカットの可能性を示唆し、排気風量が小さいほど漏出やショートカットが多くなったと考えられる。実際、乾燥炉は安全のため完全に密閉にしていない。漏出の場合、作業環境の VOC 濃度が上昇する可能性があり、ショートカットの場合、炉内濃度が上昇する可能性があるため、これらに注意して排気風量の低減を行う必要がある。

表 5. 乾燥炉における VOC 排出量および発生量の比較

	条件	乾燥炉ダクト VOC 排出量* g	乾燥炉内 VOC 発生量** g	排出量/発生量 %
①	炉内 $5 \text{ m}^3/\text{min}$	32	42	76
②	炉内 $1.5 \text{ m}^3/\text{min}$	11	38	29
③	炉内 $0.75 \text{ m}^3/\text{min}$	6	39	15
④	炉外 $1.5 \text{ m}^3/\text{min}$	2	20	11

\*VOC 濃度から算出。VOC の分子量は 96.3 とした (キシレン 54wt%、エチルベンゼン 22wt%、ブタノール 23wt%)。 \*\*重量変化から算出

4. まとめ

乾燥炉の排気風量と VOC 濃度の関係を調査した結果、排気風量を減少させた場合および焼付乾燥前の炉外にセッティングして VOC を揮発させた場合に、乾燥炉内でのピーク濃度が低くなり、排気風量の低減化の可能性が示された。ただし、排気風量を少なくすると VOC が作業環境へ漏出するもしくは排気がショートカットすることが示唆されたため、排気風量の低減化のためには更なる検討が必要である。

謝辞

本研究は、(独)科学技術振興機構 (JST) 東京都地域結集型研究開発プログラム「都市の安全・安心を支える環境浄化技術開発」のもとで実施された。深く感謝申し上げます。(平成 23 年 5 月 24 日受付, 平成 23 年 6 月 22 日再受付)

文 献

- (1) 水越厚史, 木下稔夫, 野口美由貴, 齋藤京子, 柳沢幸雄:「塗装シミュレータによる塗装工程ごとの VOC 成分の調査」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 5 号, pp52-55 (2010)
- (2) 環境省: 塗装小委員会 (第 4 回) 資料 3-1 塗装に係る規制対象施設施設の裾切り指標及び数値 (案)
- (3) 労働安全衛生規則第 322 条

## ノート

## 簡易チェックゲージによるマルチスタイラスプローブの評価

中西 正一\*<sup>1)</sup> 西村 信司\*<sup>1)</sup> 中村 弘史\*<sup>2)</sup>

## Evaluation of multi stylus probe with simple check gauge

Shoichi Nakanishi\*<sup>1)</sup>， Shinji Nishimura\*<sup>1)</sup>， Hiroshi Nakamura\*<sup>2)</sup>

キーワード：三次元座標測定機，マルチスタイラス

Keywords：Coordinate Measuring Machine, Multi-stylus

## 1. はじめに

三次元座標測定機（以下，CMM）は，機械部品等の三次元形状，寸法や幾何偏差などを測定するために広い分野で利用され，ものづくりにおいて品質評価を行う際に重要な役割を担う測定機である。測定機器は，日々の状態を検査しながら使用することで精度を常に保ち，測定の信頼性が確保できる。CMMにおいても同様であり，CMMの日々の状態を短時間で検査するためのゲージ類は，既にいくつかの企業等で開発され販売されているものもある<sup>(1)(2)(3)</sup>。

これらのゲージ類やJIS B 7440-2に準拠した定期検査は，様々な誤差要因を排除するため1本のスタイラス又は1姿勢での寸法検査のみに重点がおかれているが，CMMの測定において，測定対象物に合わせてマルチスタイラス又は複数姿勢による測定を行う場面も多い（図1参照）。この測定では，スタイラス間又は姿勢間の相関が確認できていなければならない。このような検査はJIS B 7440-5で規定されているが，あまり実施されていないのが現状である。そこで，CMMの寸法検査と同時にプロービングシステムの検査を簡易的に短時間で行うことができる日常点検として使用可能な簡易チェックゲージを開発した。



図1. マルチスタイラス

左：固定式マルチスタイラスプロービングシステム

右：回転式プロービングシステム

## 2. CMM簡易検査の必要性

CMMの検査は，JIS B 7440-2に準拠した定期検査を1年

毎又は複数年毎にメーカーに委託しているケースが多い。このJIS B 7440-2に準拠した定期検査は，ブロックゲージのような端度器を標準器として，図2のように7方向においてそれぞれ寸法検査を行う。CMMユーザ自身が検査を行うこともできるが，検査に数日間要する上に必要な機器や維持費等が高額で高度な作業を必要とするため，メーカーに委託せざるを得ないのが実情である。

一方，JIS Q 17025などでは，計測機器の定期検査周期内に使用前点検や中間精度検査などを行うことで計測機器を常に適正に維持管理する体制を要求している。CMMにおいてもメーカーに委託するJIS B 7440-2に準拠した定期検査周期間の1年又複数年の間の日常管理体制を構築できれば，測定の信頼性が確保できる。そのためには，簡単に短時間でCMMの状態を簡易的に検査できるゲージ類や手法等が必要であり，CMMにおいても使用前点検や中間精度検査が可能となる。常に精度が維持できているかを確認しながら使用することで早期異常発見，定期検査周期の見直しにも繋げることができる。



図2. JIS B 7440-2に準拠した定期検査例

## 3. 開発した簡易チェックゲージの概要

開発した簡易チェックゲージを図3，仕様を表1に示す。半球状の本体で，シャフトに9個の窒化珪素球を取り付けた構造になっている。半球状の本体材質を超低熱膨張ファインセラミックス<sup>(4)</sup>，シャフトの材質をステンレスと負の熱膨張係数である炭素繊維強化プラスチック（CFRP）を組み合わせて熱膨張を相殺するように配慮することで，温度による寸法変化が小さいため，測定環境による結果の補正の必要がなく20℃以外の環境下に設置されているCMMの検査に

\*<sup>1)</sup> 高度分析開発セクター\*<sup>2)</sup> 城東支所

も対応可能としている。また、重量約 6 kg であり、安全に持ち運ぶことが可能である。さらに、簡易チェックゲージの姿勢を変更せずに 1 つのボールを複数のスタイラス又は複数姿勢のスタイラスが重複してすべてのボールを測定することができ、通常の寸法検査の他にマルチスタイラス間の相関を確認することができる。姿勢を変更しないことで図 1 に示す固定式マルチスタイラスプロービングシステムの 5 本のスタイラスで簡易チェックゲージの 9 個のボールすべてを測定しても約 30 分で検査を終了することができ、複数のスタイラスを用いた測定の信頼性向上に繋がる。

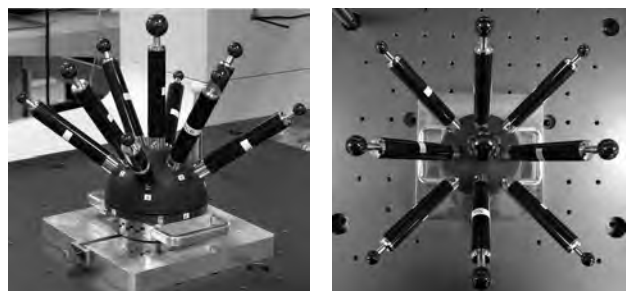


図 3. 開発した簡易チェックゲージ

表 1. 簡易チェックゲージの仕様

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

#### 4. 検査

今回は、西が丘本部にある CMM の固定式マルチスタイラスプロービングシステムを簡易チェックゲージを用いて検査した。西が丘本部にある CMM の仕様を表 2 に示す。検査は、簡易チェックゲージの 9 個の球を 5 本のスタイラスすべてにおいて測定を行った。測定箇所は、スタイラスの方向によって決まる極 1 点及び極の下 90 度（すなわち、赤道）の等間隔の 4 点とした。この測定点からそれぞれの最小二乗球の中心座標値を算出し、それぞれのスタイラスでの結果の比較を行った。

表 2. 西が丘本部 CMM 仕様（メーカー仕様）

型式	LEGEX707
プローブ	固定型(MPP5)
最大許容指示誤差	$0.48 + L/1000 \mu m$
最大許容プロービング誤差	$0.6 \mu m$

#### 5. 評価

西が丘本部の CMM で簡易チェックゲージを測定した 5

本のスタイラスにおける下向きの No.1 スタイラス（図 1 参照）の結果を参照値として、その他 4 本のスタイラスの測定結果を比較した結果を図 4 に示す。すべてのスタイラスの中心座標値の偏差が  $1 \mu m$  以下であり、表 2 の CMM 仕様から固定式マルチスタイラスプロービングシステムの信頼性、それぞれのスタイラスでの相関が確認できる。

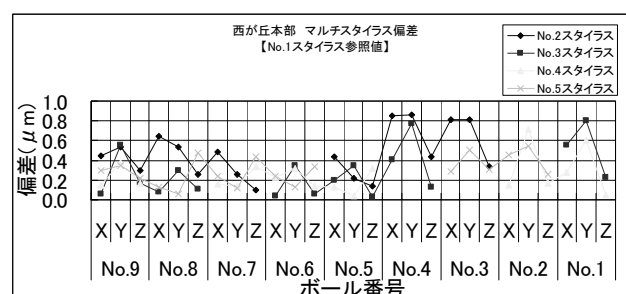


図 4. 固定式マルチスタイラスプロービングシステム検査結果

#### 6. まとめ

簡易チェックゲージの測定時間は、すべてのボールをすべてのスタイラスで測定しても 30 分程度で終了する。日常的に複数本のスタイラス又は複数姿勢での測定を行う場合、通常実施されている寸法検査の他にプロービングシステムの誤差も極めて重要である。今回は、固定式マルチスタイラスプロービングシステムの検査を行ったが、回転式プロービングシステムの検査も同様の方法で可能である。また、今回は No.1 スタイラスの結果を参照値としたが、正確な値付けを行うことで寸法検査も可能である。簡易チェックゲージは、すべてのボールを複数のスタイラス又は複数の姿勢で重複して測定することで、スタイラス間の相関が確認可能であると同時に複数のスタイラス又は複数姿勢を用いた測定の高信頼性化に繋げることができ、CMM を適正に維持管理するための一手法として簡易的に検査が可能なチェックゲージの開発ができた。

今後は、この簡易チェックゲージの経年変化の有無を確認し、実用化に向けて取り組みたいと考える。

（平成 23 年 5 月 18 日受付，平成 23 年 8 月 19 日再受付）

#### 文 献

- (1) 株式会社浅沼技研ホームページ，<http://www.asanuma-g.jp/>，2010.6.18
- (2) 株式会社ケン・オートメーションホームページ，
- (3) <http://www.kenautomation.com/koba00.html>，2010.6.18
- (4) Tiri News 2007 vol..020
- (5) 野瀬哲郎，高橋史明，中林正史，森田英彦，小杉展正：「“低熱膨張セラミックス“NEXCERA”」，新日鉄技法 第 374 号 (2001) , 6

ノート

# 製品における衝撃特性評価手法の確立

櫻庭 健一郎\*<sup>1)</sup> 松原 独歩\*<sup>1)</sup>

## The Establishment of Evaluation Method of Impact Property in Products

Kenichiro Sakuraba\*<sup>1)</sup>, Doppo Matsubara\*<sup>2)</sup>

キーワード：衝撃荷重, 落錘式, 衝撃特性, エネルギー吸収特性

Keywords : Impact Load, Drop Hammer Type, Impact Property, Energy Absorption

### 1. 諸言

衝撃荷重試験<sup>(1)(2)</sup>は, 実際の製品使用状況に類似した実証試験が行えるため, 関連製造業の関心は非常に高い。実際, 衝撃荷重計測に関する技術相談件数は, 年々増加傾向にある。しかしながら, 従来の衝撃荷重試験では, 定性的な評価にとどまることが多く, 製品の衝撃特性を適切に評価するための定量的データ取得については, 評価手法が標準化されていないのが現状となっている。

著者らは, 既報<sup>(3)</sup>において落錘式衝撃特性評価試験機を製作し, 衝撃特性の定量データ取得を可能とした。しかしながら, 試験機から得られるデータの妥当性については検討されていない。そこで本研究では, モデル試験体に対し衝撃試験を行い, モデル試験体ひずみ量から得られる衝撃荷重値と試験機から得られる衝撃荷重値との比較を行うことで, データの妥当性を検討した。また, アルミ缶を被試験体とし, 静圧縮荷重試験, 衝撃荷重試験を行い, その結果を比較することで, 試験データの妥当性の検討を行った。

### 2. 実験装置及び方法

本研究で用いた試験装置は, 既報<sup>(3)</sup>と同一であるため, その概要のみ図1に示す。図2は, モデル試験体の概略である。材質は, 天然ゴム(硬度60)およびアルミニウム合金(A5056)とした。形状は, 直径φ50mmの円柱形であり, 高さはそれぞれ300mm, 100mmとなっている。モデル試験体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 $\sigma_e$ が算出される。

$$\sigma_e = E \cdot \varepsilon \dots\dots\dots (1)$$

( $\varepsilon$  : ひずみ)

また, アルミ缶は既製の350ml缶を用いた。被試験体変形量 $x$ は, 落下重錘に取り付けられた加速度センサの読取値より, 次の(2)–(4)式にて求めた。

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

$$v(t) = v_0 + \int a(t)dt \dots\dots\dots (3)$$

$$x(t) = \int v(t)dt \dots\dots\dots (4)$$



図1. 落錘式衝撃特性評価試験機概要

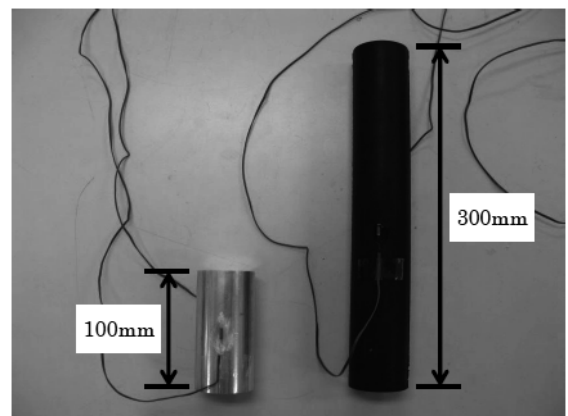


図2. モデル試験体 (左: アルミ材, 右: ゴム材)

\*<sup>1)</sup> 実証試験セクター

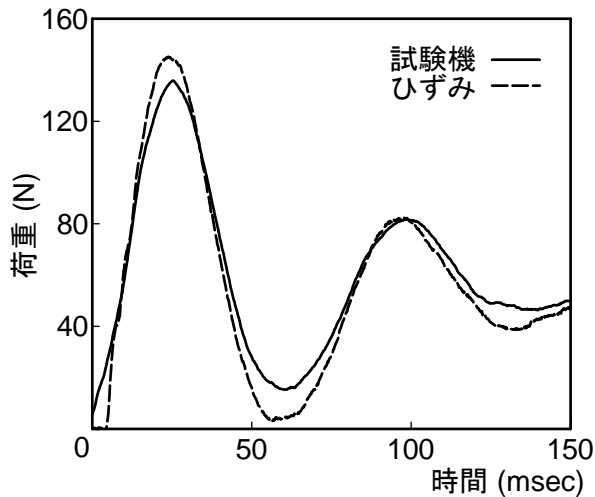


図3. モデル試験体に対する衝撃荷重比較 (ゴム材)

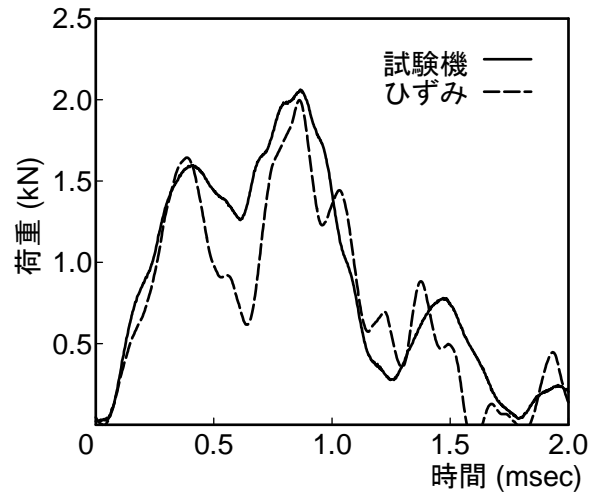


図4. モデル試験体に対する衝撃荷重比較 (アルミ材)

( $v_0$ : 落下重錘の被試験体接触時速度,  $g$ : 重力加速度,  $h_1$ : 重錘落下高さ,  $h_2$ : 被試験体高さ,  $v$ : 速度,  $t$ : 時間,  $a$ : 加速度)

なお、衝撃荷重の実測においては、ロードセルを水晶圧電式にすることで、500kHzでのサンプリングを可能とした。

### 3. 実験結果及び考察

図3、図4にモデル試験体に対して、落錘重量50N、落下高さ5mmの条件下で衝撃試験を行った結果を示す。ここで、時間軸表示範囲は、落下重錘が制止するまで時間としている。ゴム材において、図3 中間線で示すひずみ値から算出された衝撃荷重と実線で示す試験機の衝撃荷重出力値は、時系列の挙動も含め、概ね一致を示している。一方、アルミ材の衝撃圧縮現象は非常に短時間であるため、試験機応答性の問題から0.6msec付近の衝撃荷重極小値に差異がみられる。しかしながら、荷重極大値については、時系列の挙動、荷重値とも一致している。この結果から、試験機の荷重出力値の妥当性が確認できる。

図5に既製アルミ缶(350ml)に対して静圧縮荷重試験および重錘重量100N、落下高さ0.5m(負荷エネルギー38J)と重錘重量150N、落下高さ0.5m(負荷エネルギー57J)の2種類の条件下で衝撃荷重試験を行った結果得られた荷重-変位線図を示す。なお、静圧縮荷重試験は20mm/minの試験速度で行った。本研究における衝撃荷重試験条件では、ひずみ速度が遅いため、被試験体の変形に対する速度依存性はないと考えられる。したがって、静圧縮荷重試験と衝撃荷重試験の挙動は、アルミ缶が弾性的に変形する変形初期段階において一致する。図中の試験結果においても、変位1mmまでの変形初期では、静圧縮荷重試験と衝撃荷重試験の荷重変化は一致しており、弾性率がほぼ等しいことが観察できる。このことから、本試験機による衝撃特性評価手法の妥当性が確認できる。

### 4. まとめ

円柱形モデル試験体に対し衝撃試験を行った結果、ひず

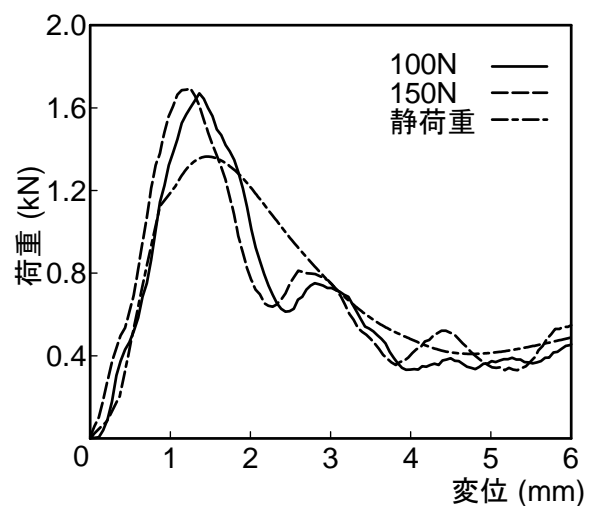


図5. 静圧縮荷重試験と衝撃荷重試験の挙動比較

み計測による荷重値と衝撃試験機の荷重出力値が、時系列の挙動も含め、概ね一致を示していることが確認できた。また、衝撃試験機荷重センサの応答性を高めることにより、実製品(アルミ缶)の衝撃試験において、変形初期の挙動を取得することが可能となり、静圧縮荷重試験時の挙動と一致していることが確認できた。以上のことより、本試験機による衝撃特性評価手法の妥当性が確認できた。

(平成23年5月19日受付, 平成23年6月24日再受付)

### 文 献

- (1) 土木学会:「衝撃実験・解析の基礎と応用」, 丸善, (2004)
- (2) 石川信隆, 大野友則, 藤掛一典, 別府万寿博:「基礎からの衝撃工学」, 森北出版, (2008)
- (3) 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)

ノート

# 金属材料引張試験における耐力測定の不確かさ評価の検討

鈴木 悠矢\*<sup>1)</sup> 樋口 英一\*<sup>2)</sup> 櫻庭 健一郎\*<sup>1)</sup> 松原 独歩\*<sup>1)</sup>

## Study on uncertainty of proof stress in tensile test for metallic materials

Yuya Suzuki\*<sup>1)</sup>, Eiichi Higuchi\*<sup>2)</sup>, Kenichiro Sakuraba\*<sup>1)</sup>, Doppo Matsubara\*<sup>1)</sup>

キーワード：引張試験，耐力，不確かさ

Keywords：tensile test, proof stress, uncertainty

### 1. はじめに

ISOやJISの普及，ものづくりのグローバル化などにより，試験事業者にとって試験結果の信頼性向上は必須項目となってきた。高い信頼性を外部に発信する方法として，試験事業者登録制度（JNLA）への登録や，計量法校正事業者登録制度（JCSS）における計測機器の校正がある。しかし，都産技研では金属材料引張試験においてJNLAに登録していないのが現状である。また，これらの登録制度に関する国際規格はISO/IEC 17025（JIS Q 17025）<sup>(1)</sup>であり，この規格の要求事項に適合するためには，計測機器のトレーサビリティを確保すると同時に不確かさ評価を行い，試験・校正の信頼性や適合性を評価する必要がある。

そこで本研究では，今後JNLAへ登録することを目標に，金属材料引張試験における「耐力」の不確かさの要因を調査し，その評価方法を検討した。

### 2. 調査対象

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

2.2 試験片 今回の不確かさ要因を調査する試験片は，JIS Z 2201に規定されている図1に示す試験片（5号試験片）とした。試験片の材質はSUS304とした。

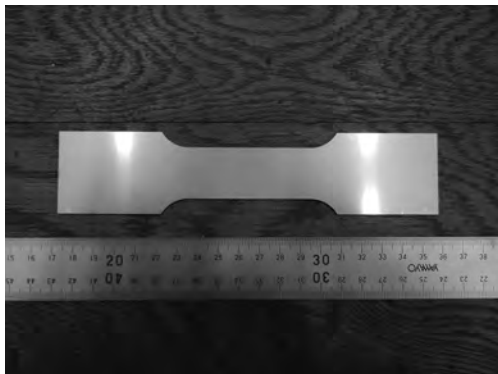


図1. 評価対象試験片

### 3. 不確かさの要因抽出

耐力とはすなわち応力（ $\sigma$ ）である。その計算式

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots\dots\dots(1)$$

より，不確かさの要因は大別すると，力（ $F$ ）の不確かさおよび原断面積（ $A$ ）の不確かさとなる。

3.1 力の不確かさ 力の不確かさ，すなわち力測定の不確かさは，試験機の校正の不確かさ，測定のばらつきによる不確かさ，およびひずみ測定に起因する不確かさに分けられる。

さらに，ひずみ測定に起因する不確かさは，測定に用いるアンプやひずみゲージの精度，測定のばらつきによる不確かさ，およびオフセット線の引き方による不確かさに分けられる。ただし，「オフセット線の引き方」は，初期直線部決定の手法を明確にする<sup>(4)</sup>ことにより，そのばらつきをなくすることができる。したがって，「オフセット線の引き方」は不確かさの要因から除外した。要因を減らすことで，不確かさ算出の簡略化が期待できる。

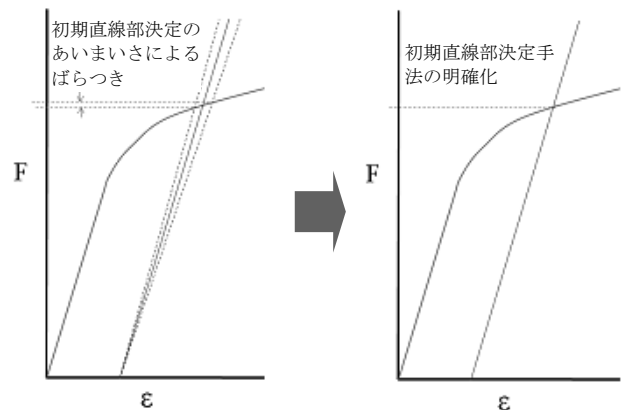


図2. 「オフセット線の引き方」の除外

3.2 原断面積の不確かさ 原断面積とはすなわち試験片の幅（ $W$ ）と厚さ（ $T$ ）の積

$$A = WT \dots\dots\dots(2)$$

であるから，原断面積の不確かさは長さ測定の不確かさで

\*<sup>1)</sup> 実証試験セクター  
\*<sup>2)</sup> 城南支所

あるといえる。そして、長さ測定の不確かさは、測定機器の校正の不確かさ、および測定の際のばらつきによる不確かさに分けられる。

3.3 特性要因図 上記のように抽出した要因を、図3のように特性要因図にまとめた。



図3. 特性要因図

#### 4. 不確かさの評価

図3のように抽出した要因に対して、不確かさを計算し、それらを合成することで耐力の不確かさを算出した。算出結果を表1に示す。表中のタイプは、Aが統計的に解析可能なもの、Bがそれ以外のものである。不確かさの算出は、文献(5)を参照した。

表1. 不確かさ算出結果

不確かさ成分	不確かさの要因	タイプ	相対標準不確かさ %		
$u_F$	力測定の不確かさ		3.1		
	$u_{F,cal}$	試験機の校正	B	0.09	
	$u_{F,rep}$	測定の際のばらつき	A	0.85	
		ひずみ測定に起因する不確かさ		3.0	
	$u_{F,s}$	$u_V$	測定の際のばらつき	A	0.46
		$u_a$	アンブ精度	B	0.58
$u_K$		ゲージ率精度	B	0.58	
$u_T$	長さ測定の不確かさ		0.23		
	$u_{T,cal}$	測長器の校正	B	0.11	
	$u_{T,rep}$	測定の際のばらつき	A	0.21	
$u_W$	幅測定の不確かさ		0.16		
	$u_{W,cal}$	測長器の校正	B	0.10	
	$u_{W,rep}$	測定の際のばらつき	A	0.12	
合成標準不確かさ			3.1		

4.1 力測定の不確かさ 力測定の不確かさ  $u_F$  のうち、試験機の校正の不確かさ  $u_{F,cal}$  は校正業者が提出する試験機の校正証明書の値から求め、測定の際のばらつきによる不確かさ  $u_{F,rep}$  は試験の実測値から求めている。また、ひずみ測定に起因する不確かさ  $u_{F,s}$  は、ひずみ測定の実測値から求めた測定の際のばらつきによる不確かさ  $u_V$  と、メーカーのカタログ値から求めたアンブおよびゲージ率精度の不確かさ  $u_a$ 、 $u_K$  を合成し、ひずみと力の関係から力の不確かさに変換することで求めている。

このようにして求めた  $u_{F,cal}$ 、 $u_{F,rep}$ 、 $u_{F,s}$  を合成して、力測定の不確かさ  $u_F$  とした。

4.2 長さ測定の不確かさ 長さ測定の不確かさ  $u_T$ 、 $u_W$  のうち、測長器の校正の不確かさ  $u_{T,cal}$ 、 $u_{W,cal}$  は校正業者が

提出する測長器の校正証明書の値から求め、測定の際のばらつきによる不確かさ  $u_{T,rep}$ 、 $u_{W,rep}$  は測定の実測値から求めている。

このようにして求めた  $u_{T,cal}$  および  $u_{T,rep}$ 、 $u_{W,cal}$  および  $u_{W,rep}$  をそれぞれ合成して、長さ測定の不確かさ  $u_T$ 、 $u_W$  とした。

4.3 合成標準不確かさ 以上のように求めた  $u_F$ 、 $u_T$ 、 $u_W$  を合成して、合成標準不確かさとした。算出された不確かさは、相対標準不確かさで3.1%であり、ISO6892 付属書Jに記載されている、耐力の不確かさ予想値2%<sup>(6)</sup>を超えた。大部分がひずみ測定に起因する不確かさであるので、ひずみの測定方法に伸び計を用いるなど、より高精度にひずみを測定できる手法への変更が望ましい。

4.4 試験環境の不確かさ 試験環境の不確かさは、試験片の断面積測定における測長器および試験片の熱膨張などが考えられる。しかし、試験温度範囲は、JIS Z 2241に10~35℃と規定されており、この範囲内で試験を行えば不確かさはほとんど無視できる。ただし、新本部移転後に試験室の温度推移を測定し、規定の温度範囲内に入っているかを確認する必要がある。

#### 5. まとめ

本研究では、金属材料引張試験における「耐力」の不確かさの要因を調査し、その評価方法を検討した。

その結果、不確かさ要因として、「オフセット線の引き方」を除外し、不確かさの算出を簡略化した。

ただし、算出された不確かさは、相対標準不確かさで3.1%であり、ISO6892 付属書Jに記載されている、耐力の不確かさ予想値2%を超えた。ひずみ測定に起因する不確かさが比較的大きいため、ひずみの測定方法に伸び計を用いるなど、より高精度にひずみを測定できる手法を検討する必要がある。

今後は、本研究で得られた不確かさの特性要因図や計算方法をもとに、さらに耐力測定の不確かさ評価方法について検討し、JNLA 登録を目指す。

(平成23年5月20日受付、平成23年6月13日再受付)

#### 文 献

- (1) JIS Q 17025 (2000), 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項
- (2) JIS Z 2201 (1998), 金属材料引張試験片
- (3) JIS Z 2241 (1998), 金属材料引張試験方法
- (4) 松原独歩他:「金属材料の耐力評価法における問題点の定量的把握」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, 第5号(2010)
- (5) 飯塚幸三:「計測における不確かさの表現ガイド」, 財団法人日本規格協会(2000)
- (6) 財団法人日本適合性認定協会:「JAB NOTE 2」(2000)



ノート

# FBG 光ファイバー温度計の高感度化

沼尻 治彦\*<sup>1)</sup> 佐々木 正史\*<sup>1)</sup> 高橋 真\*<sup>2)</sup> 畦本 雅宏\*<sup>2)</sup>

## Development of high-accuracy optical-fiber thermometer using fiber bragg grating

Haruhiko Numajiri\*<sup>1)</sup>, Masashi Sasaki\*<sup>1)</sup>, Shin Takahashi\*<sup>2)</sup>, Masahiro Azemoto\*<sup>2)</sup>

キーワード: 光ファイバー温度計, FBG

Keywords: optical - fiber thermometer, fiber bragg grating

### 1. はじめに

光ファイバーに紫外線を照射しファイバーの屈折率に変化をつけることで回折格子を作り, 様々な波長の光を入射させると, 格子の周期に比例した波長の光だけが強く反射される。この格子の周期は温度や歪みによって伸縮し, 反射光の波長の変化を回折格子部の温度や歪みとしてとらえるセンサーがFBG(Fiber Bragg Grating)センサー<sup>(1)</sup>である(図1参照)。FBGの最大の特徴は, 1本の光ファイバー上に複数のセンサー部を設けることができることがあげられる。また電気を使わないため引火物の近傍での使用, 雷などの影響を受けず電磁ノイズを嫌う機器のそばでも使えるなどの特徴がある。この特徴を活かし主にサーバールーム内やプラント, 地下構造物など長距離・多点計測での温度計測に用いられることが期待されている。

しかし高精度な温度計として一般的に使用されている測温抵抗体の精度は0.01℃以下であるが, FBGを用いた光ファイバー温度計ではファイバーを筐体に納めた際の筐体からの歪みの影響や校正方法の未整備などにより0.5℃程度と差がある。一方測定現場では0.1℃程度の精度が求められるのが現状であり, FBGを高感度にすることで精度を上げ信頼性を確保することを目指した。

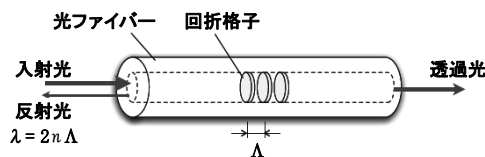


図1. FBGセンサーの原理

### 2. 高感度化

高感度化としてはこれまでホウ素などを添加してファイバーに高圧水素充填を施す方法<sup>(2)</sup>やテフロン基板に接着する方法<sup>(3)</sup>などが試されているが, 今回は石英ガラス(熱膨張率:  $\alpha_g$ )より熱膨張率の大きい物質として金属(熱膨張率:  $\alpha_m$ )をコーティングすることで, その熱膨張にファイバー

を追従させることを試みた(図2参照)。これにより, 温度以外の要因によって波長が変動しても, 温度精度への影響が小さくなることを狙った(図3参照)。また, この構造にすることでファイバーのセンサー部へのたわみ・ひずみがかかりにくくなり, ばらつきも抑えられると考えられる。

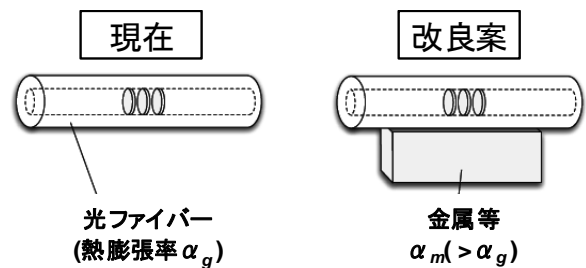


図2. FBGセンサーの高感度化の概念

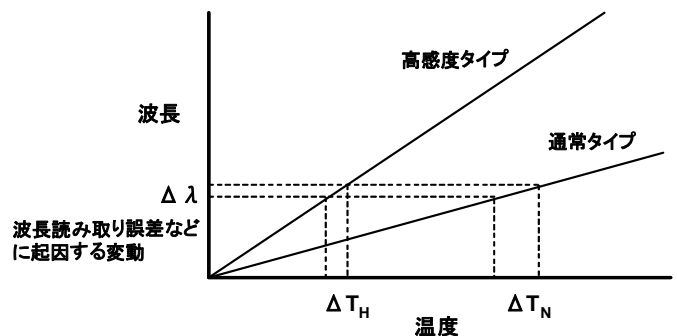


図3. 波長変動の影響

### 3. 実験及び結果

#### 3.1 メタライズファイバー

金属コーティングはニッケルを無電解および電解めっきすることで形成した。コーティングを施した光ファイバー(メタライズファイバー)の仕様を表1および図4, 図5に示す。

表1. メタライズファイバーの仕様

グレーティング長 /mm	メタライズ厚 / $\mu$ m	数量
10	3,20,100,300,500	各5本

\*<sup>1)</sup> 実証試験センター

\*<sup>2)</sup> 株式会社レーザック

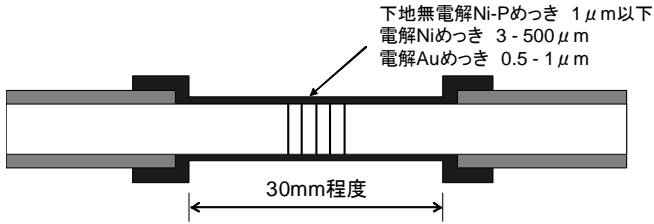


図4. メタライズ ファイバー模式図

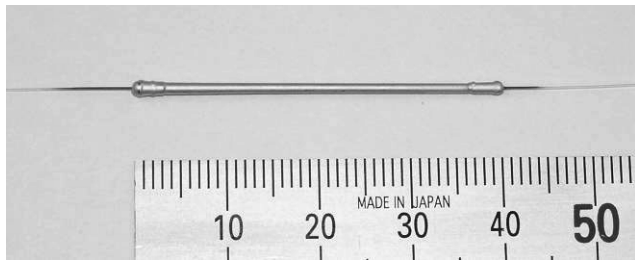


図5. メタライズ ファイバー

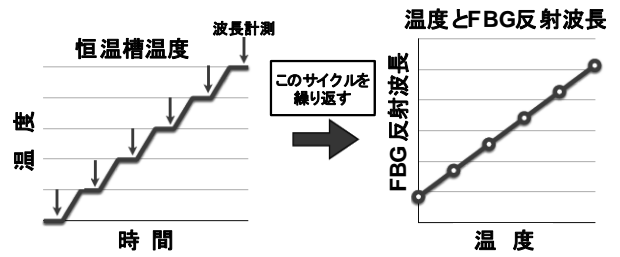


図6. 恒温槽によるサイクル試験

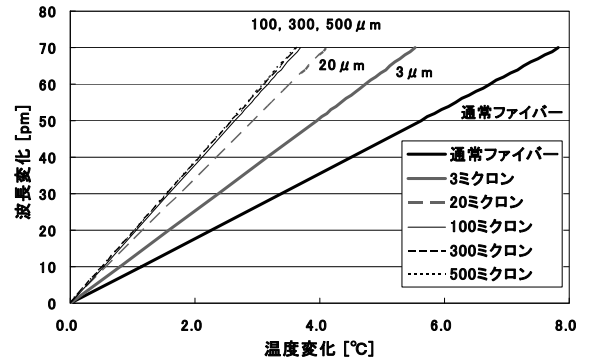


図7. 温度と波長変化の関係

### 3. 2 評価試験

ファイバーの評価には恒温槽を用い、10 °C～50 °Cまで10 °C間隔および25 °Cに恒温槽の溶媒(水)温度を変化させ、温度が安定した時点で波長を測定する。これを5回繰り返すサイクル試験とした(図6参照)。

使用した恒温槽は、室温に対して加熱側で3.2 mK、冷却側で7.0 mKの精度である。

### 3. 3 結果

温度と波長変化の関係を図7に示す。厚みによる効果は100 μmまでは高感度化しているが、それ以上になると変化はほとんどなかった。メタライズしていない通常のファイバーと比較すると、感度は約2倍であった。

次に図8に波長のばらつき、図9に評価に当たって標準温度計としたPt100との温度差を示す。ばらつきはいずれのコーティング厚でも4 pm～8 pmと大きな差はないが、温度差はメタライズファイバーの方が小さくなり、高感度化の効果が確認できた。

## 4. まとめ

今回、感温部であるグレーティング部に石英ガラスよりも熱膨張の大きい金属をコーティングし高感度化することで波長変動の影響を抑えたFBG光ファイバーの温度サイクル試験を行った。メタライズ厚が100 μm以上では感度が飽和し大きな変化が見られなかったが、単位温度当りの波長変化が通常ファイバーで9.0 pmであるのに対し、メタライズ厚100 μmで19.0 pmと約2倍の感度となる結果が得られた。

(平成23年5月20日受付, 平成23年8月16日再受付)

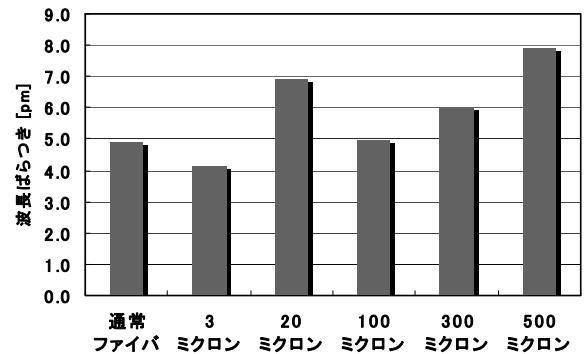


図8. 波長ばらつき

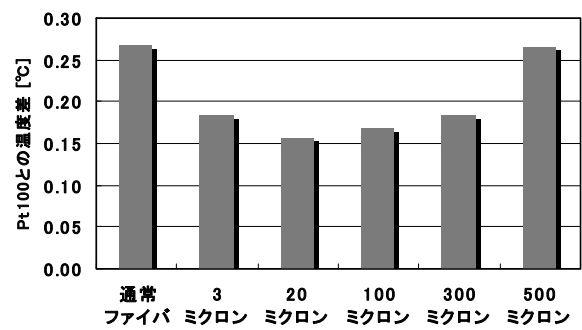


図9. 温度誤差

## 文 献

- (1) 黒澤宏, 横田光広:「ファイバー光学の基礎」, オプトロニクス社(2003)
- (2) 小向哲郎, 中沢正隆:「ブラッググレーティング用光ファイバーの高感度化」, 電子情報通信学会エレクトロニクスソサイエティ大会, C-139 (1996)
- (3) 立畠広章, 水波徹:「ファイバグレーティングを用いた高感度低温温度センサ」, 電子情報通信学会通信ソサイエティ大会, B-13-24 (2000)

ノート

# 直流電流の校正における不確かさ評価

水野 裕正<sup>\*1)</sup> 遠藤 忠<sup>\*2)</sup> 吉広 和夫<sup>\*2)</sup>

## Evaluation of uncertainty for the calibration of direct current

Hiromasa Mizuno<sup>\*1)</sup>, Tadashi Endo<sup>\*2)</sup>, Kazuo Yoshihiro<sup>\*2)</sup>

キーワード：直流電流, 校正, 不確かさ

Keywords : Direct current, Calibration, Uncertainty

### 1. はじめに

製品の信頼性や安全性を確保するために計測器のトレーサビリティを証明する校正が重要となっている。電気関連製造業では基準器であるキャリブレータが定規として使用されている。このキャリブレータの直流電流 (100 μA, 1mA, 10mA, 100mA 及び 1A) の校正における不確かさ評価を行ったので報告する。

### 2. 実験方法

直流電流校正システムの構成図を図 1 に示す。このシステムは USB/GP-IB インターフェースにより自動校正システムとなっている。直流電流の校正原理を図 2 に示す。校正対象であるキャリブレータからシャント抵抗器に直流電流を流す。このときシャント抵抗器の両端に発生する直流電圧をデジタルマルチメータ (DMM) により測定する。直流電流の標準は世の中に存在しないため、直流電流の求め方はオームの法則 (電流 [I] = 電圧 [V] / 抵抗 [Ω]) により求める。この式で使用する電圧 [V] の測定に使用する DMM は図 1 の国家標準にトレーサビリティが繋がっているツェナー・ダイオード標準電圧発生器により校正を行った。また、図 2 に示すシャント抵抗器の開発を行った。開発したシャント抵抗器は図 3 に示すように 1 kΩ から 100 mΩ の 5 つである。直流電流 100 μA を校正する時には 1 kΩ のシャント抵抗器を使用した。同様に、1mA を校正する時に 100 Ω, 10mA を校正する時に 10 Ω, 100mA を校正する時に 1 Ω, 1 A を校正する時には 100 mΩ を使用した。これによりシャント抵抗器の両端に発生する直流電圧は全て約 100 mV にして校正を行った。自動校正と不確かさ評価を行うソフト

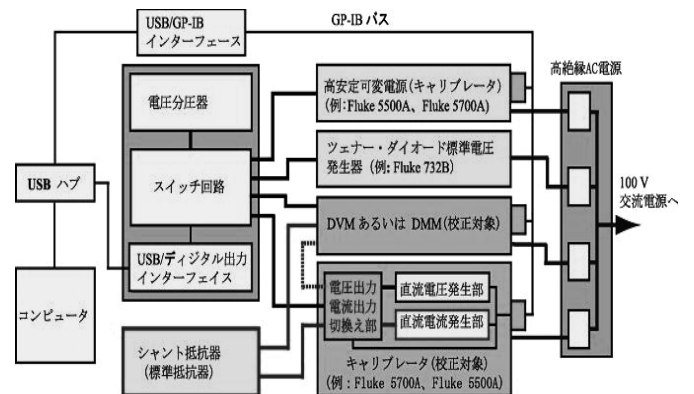


図 1. 直流電流校正システムの構成図

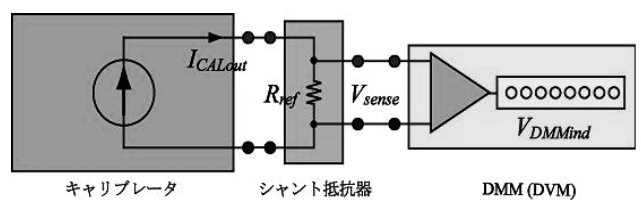


図 2. 直流電流の校正原理



図 3. 開発したシャント抵抗器

\*1) 実証試験セクター  
\*2) MTA ジャパン株式会社

トウェアのフロント画面を図 4 に示す。①は不確かさ評価を行う時に記す数学モデルである。②は校正対象となるキャリブレータの型式や製造番号等の管理情報を入力する項目である。文字が記入されている部分をクリックすることによりウインドウが立ち上がり情報を記入することができる。③から⑥は不確かさ要因の表記である。③はシャント抵抗と DMM の校正値の不確かさ要因である。④は測定電圧のばらつきの不確かさ要因である。④の文字部分をクリックすると、図 5 の電圧測定画面が開く。図 5 の⑦は DMM の値を表示する測定画面である。⑧は自動測定に必要な計測器のアドレス等を設定する画面である。⑨は、直流電流の測定レンジが変わるときにシャント抵抗器を変える必要があるための待機画面である。シャント抵抗器を変えて待機画面の OK ボタンをクリックすると自動校正が継続する。図 4 の⑤は DMM の安定度, ⑥は DMM の分解能の不確かさ要因である。

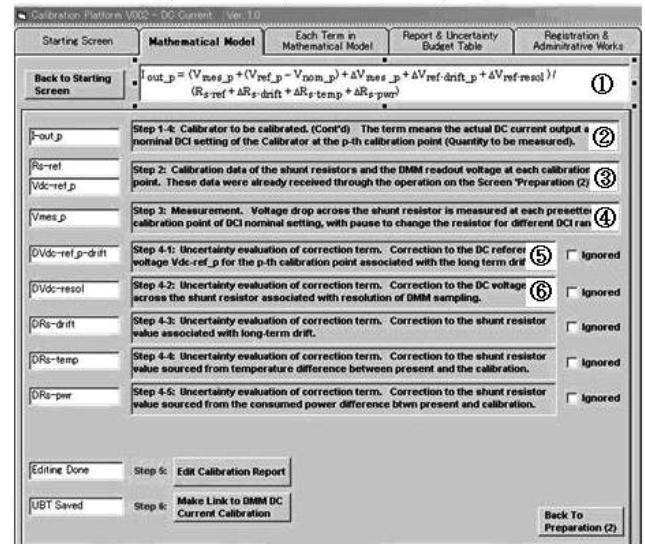


図 4. ソフトウェアのフロント画面

### 3. 結果と考察

シャント抵抗器の校正値の標準不確かさは次の結果となった。1 kΩ は 1.43 ppm, 100 Ω は 1.56 ppm, 10 Ω は 1.28 ppm, 1 Ω は 1.94 ppm, 100 mΩ は 1.73 ppm であった。DMM の校正値の標準不確かさは DMM の 100 mV レンジを使用することから全て 2.60 ppm であった。測定電圧のばらつきの標準不確かさは次の結果となった。100 μA は 0.859 ppm, 1mA は 0.653 ppm, 10mA は 0.841 ppm, 100mA は 1.26 ppm, 1A は 0.616 ppm であった。DMM の安定度と分解能の標準不確かさは全て同じ DMM を使用することから全レンジ共通で 0.577 ppm と 0.622 ppm であった。また、不確かさ要因としてシャント抵抗器の経年変化等はシャント抵抗器を校正して直ちに直流電流の校正に使用したため今回は考慮しなかった。表 1 に 1A のバジェット表を示す。校正値は 0.999997 A であり、その拡張不確かさは 6.47 ppm であった。同様に、表 2 に直流電流の校正の不確かさの結果を示す。100 μA の校正値は 100.0000 μA であり、その拡張不確かさは 6.28 ppm であった。1mA の校正値は 1.000000 mA であり、その拡張不確かさは 6.31 ppm であった。10mA の校正値は、9.99998 mA であり、その拡張不確かさは 6.15 ppm であった。100mA の校正値は 99.9999 mA であり、その拡張不確かさは 7.03 ppm であった。この結果は電気関連製造業を始めとする産業界で必要とされる拡張不確かさを十分に満たすものとなった。

### 4. まとめ

東京都内の中小企業の主要産業である電気関連製造業において定規として使用されているキャリブレータの直流電流 (100 μA, 1mA, 10mA, 100mA 及び 1A) の拡張不確かさを約 7 ppm での校正が可能となった。本研究の成果を技術相談や依頼試験の信頼性向上に活用していく。

(平成 23 年 5 月 24 日受付, 平成 23 年 6 月 30 日再受付)

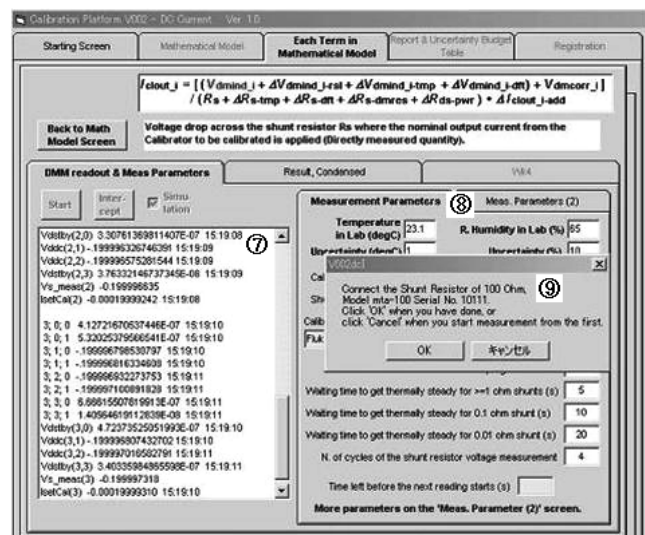


図 5. 電圧測定画面

表 1. 1A のバジェット表

不確かさ要因	標準不確かさ (ppm)	
シャント抵抗の校正値	1.73	
DMM の校正値	2.60	
測定電圧のばらつき	0.616	
DMM の安定度	0.577	
DMM の分解能	0.622	
校正値 : 0.999997 A	合成標準不確かさ	3.30
	拡張不確かさ (k=1.96)	6.47

表 2. 直流電流の校正の不確かさ

直流電流	校正値	拡張不確かさ (ppm)
100 μA	100.0000 μA	6.28
1 mA	1.000000 mA	6.31
10 mA	9.99998 mA	6.15
100 mA	99.9999 mA	7.03
1 A	0.999997 A	6.47

## ノート

## ショーケースパネル用 LED 点灯回路の検討

長谷川 孝<sup>\*1)</sup> 松浦 日出子<sup>\*1)</sup> 小金井 誠司<sup>\*1)</sup>

## Consideration of the circuit design for LED panels in a showcase

Takashi Hasegawa<sup>\*1)</sup>, Hideko Matuura<sup>\*1)</sup>, Seiji Koganei<sup>\*1)</sup>

キーワード：LED, 点灯回路, 倍電圧整流

Keywords : LED, Lighting circuit, Voltage doubler rectifier connection

## 1. はじめに

近年，LED の省電力性が注目され，発光効率が 150lm/W を超える LED も登場し<sup>(1)</sup>，コストダウンも進展している。展示用ボックス型ショーケースのパネル光源として LED を使用した場合，背面からの照射方式と側面からの照射方式がある<sup>(2)</sup>。背面からの照射方式は，面積が大きくなるに従って LED の個数が多くなるという欠点を持つが，パネル全面を均一に明るくできる利点がある。一方，側面からの照射方式は，パネル全面を均一に明るくすることは難しいが，LED の個数を減らすことができる。

本研究では，ショーケースとしてのデザイン性を損なうことを避けるため，できるだけパネルの明るさムラを抑えられるように背面からの照射方式を採用した。

発光効率が 100lm/W の LED は，可視光に変換されるのは全入力エネルギーの約 30% で，残りの 70% は損失となり，損失成分は全て熱となることが知られている<sup>(3)</sup>。LED の明るさを確保し発熱量を抑えながら，できるだけ多くの LED を少ない電流で点灯できる方式を検討した。

一般商用電源は通常 AC100V であるため，本研究では多くの LED を点灯させるために倍電圧整流回路を導入した。電源電圧を昇圧することによって，多くの LED を直列点灯させることができる。通常用いられるコンデンサインプット型整流回路（以下，通常回路と呼ぶ）と，倍電圧整流回路とを比較して，LED 点灯回路について考察した。

## 2. 実験

2.1 AC-DC 電源回路の設計 LED は直流定電流駆動のため，AC-DC 電源回路を製作した。定電流制御素子として LINEAR TECHNOLOGY 社製 2 端子電流源 LT3092 を，LED として ROHM 社製 LED，SMLK18WBJCW1（順方向電流：定格 150mA）を使用した。実験に用いた回路図を図 1，2 に示す。なおチョークコイル  $L_1 \sim L_3$  は短いインターバルの突入電流防止対策として<sup>(4)</sup>， $R_1 \sim R_3$  は電源 OFF 後にコンデンサに充電されている電荷を速やかに逃がすための安全対策

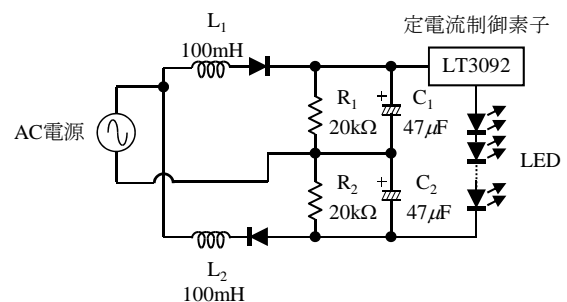


図 1. 倍電圧整流回路

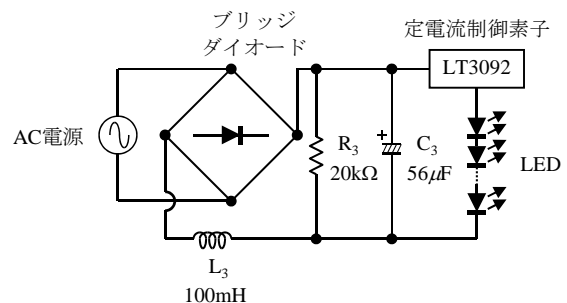


図 2. コンデンサインプット型整流回路

用として，それぞれ挿入した。 $L_1 \sim L_3$  の直流ロスはほとんどなく無視できる値である。

2.2 LED 数の決定 通常回路において LED に DC 60mA 以上の定電流を長時間流したとき，LED を 36 個以上直列接続して点灯させると，LT3092 が過熱して定電流制御不能になる。そこで図 1，2 の回路において，スライダックで AC100V を印加し，直列に配置した LED に DC15mA，23mA，46mA の定電流をそれぞれ流したとき，LT3092 で定電流制御可能な最大の LED 数を調査した。調査結果を表 1 に示す。また参考として，メーカ提供の参考データを基にした，各電流での LED の順方向電圧についても表 1 に併記した。

2.3 照度・電力量・力率の測定 表 1 の結果に基づき，図 1，2 の回路において，LED を定電流制御可能な最大数で直列配置し，商用電源 100V，50Hz を印加して照度・有効電力量・力率をそれぞれ測定した。測定結果を表 2 に示す。

\*1) 城東支所

表 1. LT3092 で定電流制御可能な最大 LED 数

通電電流	定電流制御可能な最大 LED 数*		順方向電圧 (参考データ)
	倍電圧整流回路	通常回路	
15mA	79 個	42 個	約 3.1V
23mA	73 個	40 個	約 3.2V
46mA	60 個	35 個	約 3.5V

\* 電流測定には FLUKE 社製デジタルマルチメータ 8842A を用いた。

ここに、有効電力量については電源投入から約 1 時間までを積算測定し、照度と力率については電源投入から約 10 分後と 1 時間後にそれぞれ測定した。

表 2. 照度・有効電力量・力率の測定結果

回路方式	通電電流	照度*	有効電力量**	力率**
倍電圧整流	15mA	575lx	6.0Wh	0.79
	23mA	783lx	8.1Wh	0.82
	46mA	1176lx	13.9Wh	0.88
通常	15mA	338lx	3.0Wh	0.73
	23mA	472lx	4.1Wh	0.75
	46mA	743lx	7.2Wh	0.80

\* 照度については、デジタル照度計 (LUTRON 社製 LX-105) を用いて、LED 素子を上側に向けて点灯させ、素子の上方約 40cm の位置で測定した。また測定環境として、室内を消灯状態 (0lx) にして測定した。

\*\* 有効電力量と力率の測定には YOKOGAWA 社製プレジジョンパワーアナライザ WT1800 を用いた。

照度と、有効電力量より得られた測定時間 1h の平均有効電力との関係を線形近似したグラフが図 3 である。

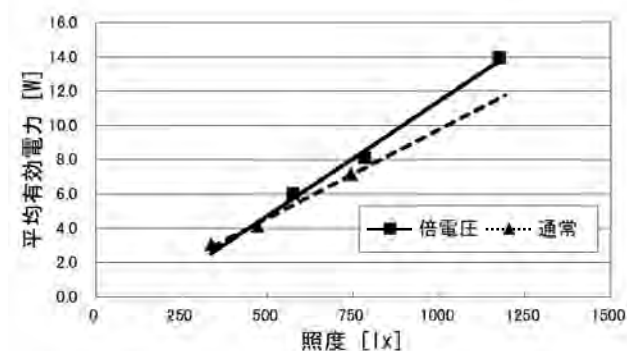


図 3. 照度と 1h 平均有効電力の関係

表 2 より、倍電圧整流回路・通常回路とも、電流が大きいかほど力率が高い。

図 3 より、同じ照度においては、通常回路の方が倍電圧整流回路よりも有効電力が少なく、照度が増すほどその傾向が強い。本結果については、平滑化処理の違い (両波整流後、通常回路は全波を平滑化しているが、倍電圧整流回路は半波を平滑化している) が影響を及ぼしているものとする。

2.4 表面温度の測定 測定手順を 2.3 項と同様にして、室温 26°C にて LED に DC46mA の定電流を約 1 時間通電した時の、定電流制御素子 LT3092 と LED の表面温度を測定した。表 3 が表面温度の測定結果で、LT3092・LED とも、倍電圧整流回路の方が通常回路よりも高い結果となった。図 4 に倍電圧整流回路を用いたときの表面温度分布の写真を示す。両回路とも実用上問題ないレベルであった。

表 3. LT3092 と LED の表面温度測定結果

回路方式	表面温度*	
	LT3092	LED
倍電圧整流	75.9°C	平均 63.3°C (9point 測定)
通常	60.6°C	平均 59.7°C (6point 測定)

\* 測定には NEC Avio 社製赤外線サーモビューワ H2640 を用いた。



図 4. 倍電圧整流回路を用いたときの表面温度分布写真

### 3. まとめ

同一照度において、消費電力 (有効電力) は通常回路の方が倍電圧整流回路よりも少なかった。入力側にチョークコイル L を用いたことで、突入電流や高調波電流の低減<sup>(4)</sup>となり、力率の向上が図れた。

定電流制御素子 LT3092 と LED の表面温度については、倍電圧整流回路・通常回路とも実用上問題ないレベルであった。

今後は両回路を組み合わせて AC100V/200V 切り換え機能を有する LED ショーケースの開発に取り組んでいく。但し倍電圧整流回路の採用には、装置全体への絶縁強化が必要であり、信頼性向上のため、並列点灯についても検討する。

本研究を遂行するにあたり、ご指導・ご鞭撻を賜りました、都産技研エンジニアリングアドバイザーの大森学氏と同技術指導員の横山俊幸氏に熱く感謝の意を表します。

(平成 23 年 5 月 25 日受付, 平成 23 年 7 月 29 日再受付)

### 文 献

- (1) 板東完治:「発光ダイオード (LED) の効率向上技術の変遷」, 電気学会誌, Vol. 131, No. 1, pp. 34-37 (2011)
- (2) 五十嵐美穂子, 小林丈士, 宮島良一, 吉田正雄, 窪田栄二, 高田亜由美:「LED を用いた大型電飾ボードの開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 1, pp. 100-101 (2006)
- (3) 清水恵一:「LED 照明の現状と将来予測」, 電気学会誌, Vol. 131, No. 3, pp. 147-150 (2011)
- (4) 特開平 11-252920 (審査未請求):「整流回路」(1999)

## ノート

## LED パネルを用いたノックダウン式ショーケースの試作

松浦 日出子<sup>\*1)</sup> 長谷川 孝<sup>\*1)</sup> 秋山 正<sup>\*1)</sup> 大森 学<sup>\*2)</sup>

## Making of a prototype by the Knock-down showcase with LED panels

Hideko Matsuura<sup>\*1)</sup>, Takashi Hasegawa<sup>\*1)</sup>, Tadashi Akiyama<sup>\*1)</sup>, Manabu Ohomori<sup>\*2)</sup>

キーワード：LED，ショーケース，ノックダウン

Keywords：LED, showcase, knock down

## 1. はじめに

本研究では少ない部材で様々なサイズに組み立て変更可能なノックダウン式ショーケースのデザインを行い，光源部はパネル状にすることにより，光の当て方を展示物毎に魅力的に演出できる設計を検討した。また日本の一般的建築モジュール（尺モジュール910mm）を考慮し，約半分のサイズ（450角）を1ユニットと考え，壁面設置の場合，壁面に収まりのよい寸法で設計を行った。光源部には省電力素子であるLEDを用い，省エネルギー・コンパクト・長寿命な光源設計を検討した。LEDパネルを組み込んだ原寸大の試作品を製作したので報告する。

## 2. デザイン

**2.1 構成部品の検討** 少ない部材で様々なサイズに組み立て変更可能とするためには，可能な限り共通部材で構成し金型が少なくなるよう検討を行った。また展示方法として壁面設置と中央設置の2種類に対応可能とすることにした。これらの要件を満たすデザインを考えるにあたり，3次元CADを用いて構成をシミュレーションしながら検討した（図1）。その結果ジョイント，バー，パネルを基本要素とし，壁面設置の場合は6種類のジョイント，2種類のバー（電源コード用に穴あけ加工を施したバーが1ヶ必要）とパネルで構成，また中央設置の場合には3種類のジョイント，1種類のバー（但しスイッチ，電源コード用に穴あけ加工を施したバーが各1ヶ必要）とパネルで構成することが適していると考えた。

**2.2 3次元造型機による試作（1回目）** 3次元造型機を使用しジョイント3種，バー1種（但しスイッチ，電源コード用に穴あけ加工を施したバーが各1ヶ）の縮小モデルを製作した（図2）。その後，縮小モデルを利用し組立て方の検証を行った（図3）。



図1. 3D シミュレーション

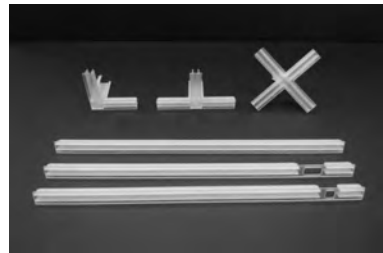


図2. 3次元造型機による縮小モデル(1回目)

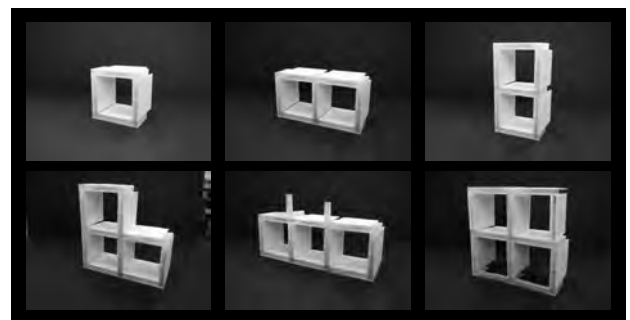


図3. 組立てバリエーション例

**2.3 3次元造型機による試作（2回目）** 1回目の試作モデルで検証した結果，ジョイント部分に切り欠きを入れたほうが，よりパネルが差し込みやすく，組立てやすいことが分かったため，ジョイント形状の修正を行い，2回目のモデルを製作した。（図4）さらにLED試作を組み込める原寸大モデルも製作した（図5）。

\*1) 城東支所

\*2) 電子・機械グループ



図4. 3次元成型機による縮小モデル(2回目)



図5. 3次元成型機による実物大モデル

### 3. 光源設計

3.1 LED 駆動回路を設計 ROHM 社製、定格 50 及び 150mA) を 36 チップ直列接続して 50mA 定電流の試作基板を作製した。電源として、商用電源 100V, 50Hz を平滑化し、LINEAR TECHNOLOGY 製 2 端子電流源 LT3092 で定電流駆動した。市販の国産 4 社の LED 電球 (一般白熱電球 40W 相当) を購入し、カバーをはずした後に LED チップの表面温度 (上昇)、照度及び力率を測定して試作基板と比較評価した (表 1)。その結果、定格 150mA の LED に 50mA 通電した基板の方が、定格 50mA の LED よりも市販の LED 電球に近い値となることがわかった。そこで定格 150mA LED を用いた試作基板 9 枚を並列接続して 50mA 通電させ、LED 光源の実物大モデルを作製した (図 6)。

表 1 LED の温度上昇と照度の測定結果

		温度上昇 [°C]	照度 [lx]	力率 [%]
ROHM 社製 LED 試作基板 (50mA 通電)	定格 50mA	11	630	68
	定格 150mA	12	720	68
A 社製 LED 電球		33	746	58
B 社製 LED 電球		23	944	59
C 社製 LED 電球		24	618	53
D 社製 LED 電球		23	820	73

\*入力電源の力率は、YOKOGAWA 社製 WT-1600 を用いて測定した。

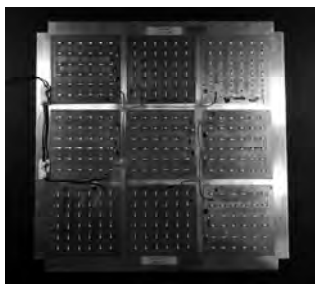


図6. LED 光源 (実物大モデル)

### 4. 実物大試作

乳白色の亚克力で LED 試作を嵌め込んだパネルを 1 枚製作し、4 枚は LED を埋め込まず亚克力だけでパネルを製作を行い 1 ユニットの実物大試作を組み立てた。

上面に LED パネルを配置すると、光が側面パネルにも反射し、展示作品全体に光が回り込み、作品のフォルム全体を見せたいときに適していることがわかった。背面に LED パネルを配置すると、今回の LED 試作では不快グレア (眩しすぎ) であったため、調光機能が必要であることがわかった。側面に LED パネルを配置すると見る視点によって作品の印象が変わり、展示方法としては面白い手法が生まれると考えられる。ただし背面に配したときと同様、視点によっては不快グレアが生まれるため、やはり調光機能は必要と考える。底面に LED パネルを配置すると、ガラス作品や小物作品においては、輪郭がはっきりと浮き上がり、また幻想的な印象で展示できると考える (図 7)。

実物大試作を通して LED パネルの配置で様々なバリエーションの光の演習が可能であることが分かった。



図7. 実物大モデル

### 5. まとめ

作品や製品を展示するショーケースは、特別注文以外は棚板の位置を変更することは可能であっても、ショーケース自体のサイズを変更することは難しかった。また展示物を際立たせるのに、最も重要な要素の一つである照明も一般的には固定されており作品ごとに光の演出をすることに難があった。しかし、本研究で行ったショーケースは従来のショーケースと違い、ノックダウン式のフレキシブルなショーケースのデザインであり、様々なバリエーションに組み立て変更可能となる。さらにノックダウンが可能になれば、輸送コストを大幅に削減でき、持ち運びも容易なことから、利用の幅が広がることが期待できる。

さらに照明についても、光源パネルの採用により、バリエーション豊かな光の演出が可能になると考える。

実用化に向けては、より薄型の LED パネルと、より単純なジョイント形状の開発が必要であると考えますが、試作品を通して実用化が可能であることがわかった。

(平成 23 年 5 月 19 日受付, 平成 23 年 7 月 22 日再受付)



## RP 技術の電子材料への応用

小金井 誠司\*<sup>1)</sup> 大森 学\*<sup>2)</sup> 長谷川 孝\*<sup>1)</sup> 土井 正\*<sup>3)</sup> 浦崎 香織里\*<sup>3)</sup>

## Application to electric material of Rapid Prototyping

Seiji Koganei\*<sup>1)</sup>, Manabu Oomori\*<sup>2)</sup>, Takashi Hasegawa\*<sup>1)</sup>, Tadashi Doi\*<sup>2)</sup>, Kaori Urasaki\*<sup>3)</sup>

キーワード：RP，無電解めっき，電子材料

Keywords：Rapid Prototyping, Electroless plating, Electric material

## 1. はじめに

RP 技術は、製品試作や製品デザイン模型などの造形分野が主流となり普及しているが、精細な RP 技術の特長を活かした応用分野の拡充も望まれている。

使用した RP 装置は、アクリル系樹脂を基材とした精細な加工品を加工できる技術があり、加工品は、誘電体材料が精細に積層加工された素材として扱える。そこで、誘電体材料としての応用例として、誘電体特性を利用する電子材料への応用を探ることにした。しかしながら電子材料としての評価には、導体面の形成が必要不可欠のため、無電解めっき技術により RP 基材面に薄い導体層を形成させるめっき技術の開発が必要である。従って、RP 技術とめっき技術を融合させた新技術の開発により、RP 技術の電子材料分野への応用が可能となり、RP 技術の普及拡大と製品開発に寄与できるものである。

## 2. RP 基材の誘電特性

2.1 基本特性 使用した RP 基材となる樹脂は、半透明の紫外線硬化型アクリル系樹脂（以下 RP 基材）でありその物性を表 1 に示す。電気特性を測定するために、テストピース（25×25×1mm）を作製した。

電気特性は RP 基材に電気信号が流れることを想定し、電気信号の伝搬に影響を与える複素誘電率  $\epsilon = (\epsilon' - j\epsilon'')$  と誘電損失  $\tan\delta = (\epsilon''/\epsilon')$  の測定を行った。

表 2 が周波数に対する  $\epsilon'$  と  $\tan\delta$  の測定値である。なお、表 2 には比較のために、電子回路基板で多く使われている誘電体材料（ガラスエポキシ基板）の測定値も併記した。この結果、RP 基材の誘電率は約 3（at 1GHz）で、誘電損失は約 0.02（at 1GHz）の電気特性であった。

したがって、1GHz 以下での応用ならば、ガラスエポキシ基板材料とほぼ同等の性能が実現できると思われる。

2.2 温度特性 RP 基材について、温度（-20～70℃）に対する電気特性の変化を観察した。表 3 が RP 基材の温度特性である。低温側では誘電率が小さくなり、高温側では大きくなる傾向を示し、誘電率は約 43% の変化率であり、電気信号の伝搬特性は温度特性を持つことが確認できた。特に、50℃以上になると RP 基材の樹脂に軟化傾向が見られ、変形の影響も加わり誘電率が大きく変化するものと考えられる。

なお、比較のためにガラスエポキシ基板についても、-20℃～70℃までの温度特性を測定した。その結果、誘電率の変化率は、ガラスエポキシ基板で約 20% であり、RP 基材は他の誘電体材料よりも温度の影響を受けることが検証できた。

表 1. RP 基材の物性抜粋

項目	単位	A樹脂	備考
引張り強さ	Mpa	60.3	
曲げ弾性率	Mpa	1718	
加重たわみ温度	℃	48.4	at0.45Mpa
ガラス転移温度	℃	48.7	
吸水率	%	1.53	at24Hr

表 2. RP 基材の誘電特性（at23℃/60%rh）

周波数 MHz	RP 基材 樹脂		誘電体材料 ガラスエポキシ基板	
	$\epsilon'$	$\tan\delta$	$\epsilon'$	$\tan\delta$
10	3.2	0.02	4.2	0.015
30	3.2	0.024	4.2	0.012
50	3.1	0.022	4.1	0.011
100	3.1	0.023	4.1	0.012
300	3.0	0.023	4.1	0.011
500	3.0	0.022	4.0	0.01
700	3.0	0.02	4.0	0.013
1000	3.0	0.02	4.0	0.010

## 3. RP 基材のめっき処理条件の検証

3.1 RP 基材の耐水，耐薬品性，耐酸性 RP 基材のめっき処理における耐薬品性，耐水性についてプリント配線板用銅張積層板試験方法（JIS C 6481）を参考に検証を行った。

\*1) 城東支所

\*2) 電子・機械グループ

\*3) 表面技術グループ

表 3. RP 基材の温度特性

周波数 MHz	周囲温度																			
	-20℃		-10℃		0℃		10℃		20℃		30℃		40℃		50℃		60℃		70℃	
	$\epsilon'$	$\tan \delta$	$\epsilon'$	$\tan \delta$	$\epsilon'$	$\tan \delta$	$\epsilon'$	$\tan \delta$	$\epsilon'$	$\tan \delta$	$\epsilon'$	$\tan \delta$	$\epsilon'$	$\tan \delta$	$\epsilon'$	$\tan \delta$	$\epsilon'$	$\tan \delta$	$\epsilon'$	$\tan \delta$
10	2.8	0.013	2.9	0.033	3.0	0.023	3.1	0.029	3.2	0.034	3.2	0.031	3.3	0.034	3.5	0.050	3.8	0.035	4.0	0.052
30	2.8	0.025	2.9	0.027	3.0	0.027	3.0	0.024	3.0	0.03	3.2	0.026	3.3	0.027	3.4	0.033	3.7	0.034	3.8	0.036
50	2.8	0.022	2.8	0.020	2.9	0.022	3.0	0.022	3.0	0.025	3.1	0.026	3.2	0.027	3.4	0.029	3.6	0.029	3.8	0.031
100	2.8	0.010	2.8	0.016	2.9	0.017	3.0	0.02	3.0	0.02	3.1	0.022	3.2	0.027	3.4	0.031	3.6	0.038	3.8	0.049
300	2.8	0.011	2.8	0.015	2.9	0.018	3.0	0.021	3.0	0.024	3.1	0.026	3.1	0.033	3.3	0.041	3.4	0.053	3.5	0.064
500	2.8	0.02	2.8	0.02	2.8	0.021	2.9	0.024	2.9	0.027	3.0	0.029	3.1	0.034	3.2	0.041	3.3	0.046	3.4	0.052
700	2.7	0.078	2.8	0.005	2.8	0.011	2.9	0.015	2.9	0.018	3.0	0.023	3.0	0.029	3.2	0.036	3.2	0.043	3.4	0.053
1000	2.8	0.005	2.8	0.006	2.8	0.01	2.9	0.012	2.9	0.015	2.9	0.018	3.0	0.022	3.1	0.028	3.2	0.035	3.3	0.041

3. 1. 1 吸水率 耐水性に相当するもので、RP 基材は 1.53%である。比較のガラスエポキシ基板では 0.1%であり、RP 基材の値は高いが、めっき処理溶液への浸漬時間は長時間でないことから問題がないと考える。

3. 1. 2 耐薬品性試験 テストピース (25×25×1mm) を 3%酸化ナトリウム水溶液 (40℃) に 3 分浸漬後に、変色、膨れなどの外観の変化を目視およびデジタルマイクロスコープにより調べた。その結果、目立った変色、膨れなどは見受けられなかった。図 1 にデジタルマイクロスコープによる表面写真を示す。処理前に比べ細かい凹凸は目立つようにはなったが大きい変化は見られなかった。その結果、RP 基材には、アルカリ水溶液に対する耐性があることが分かった。

3. 1. 3 耐酸性試験 めっき処理工程で使用する処理液のアルカリ中和液を想定し、テストピースを塩酸 50mL/L (常温) で 2 分浸漬後に外観の変化を目視とデジタルマイクロスコープにより調べた。図 2 にデジタルマイクロスコープ画像を示す。目視では大きな変化は見られず、デジタルマイクロスコープの画像でも細かい凹凸はあるが全体として変化は見られず耐酸性があることを確認できた。

3. 2 無電解 Ni めっき処理<sup>(1)</sup> 作製したテストピースに無電解 Ni めっき処理を行った。一連の処理工程において触媒付与工程は主流であるキャタリスト法を用いることとし、エッチング液について検討した。

RP 基材が熱に対する軟化傾向を示すことから、エッチングを 40℃の塩酸にて行った。めっき層は成形されたがムラを生じたためにエッチング浸漬時間を変化させた。しかし、めっきムラの解消には至らなかった。更に処理液をクロム酸に変え、40℃で浸漬時間を変えて検証した。結果は必要なエッチング効果を得ることはできなかったため、本来の 65~70℃で処理を行い再検証した。RP 基材表面の全体が灰色に変色したので、エッチング効果は得られたと判断した。結果を図 3 に示す。

クロム酸を使用しためっき処理後の RP 基材の導電性の確認をテスターで行い導通の確認ができた。また、RP 基材表面の導体層 (ニッケル) の確認のため蛍光 X 線分析装置で調べた。主としてニッケルが検出されたので導電性皮膜が形成されていると考えられる。めっき処理条件は溶液浸漬時間、溶液温度等に検討の余地はあるが確立できた。

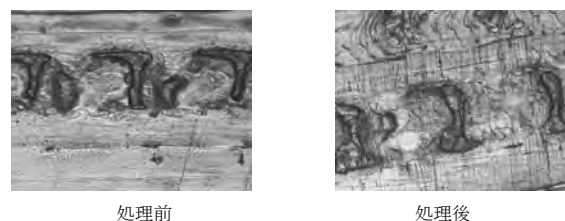


図 1. 耐薬品性試験 (デジタルマイクロスコープ画像, ×500)

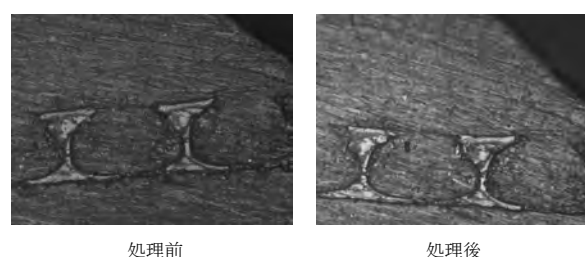


図 2. 耐酸性試験 (デジタルマイクロスコープ画像, ×500)



図 3. めっき処理

## 4. まとめ

- (1) RP 基材は 1 GHz 以下ならばガラスエポキシ基板とほぼ同等の性能が実現できる可能性があるが、使用は 40℃以下が良いことが検証できた。
- (2) RP 基材のめっきにおける耐薬品性があることが検証できた。
- (3) 溶液浸漬時間、溶液温度の条件に検討の余地はあるが、無電解 Ni めっきの処理方法が確立できた。

(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 6 月 21 日再受付)

## 文 献

- (1) 土井正:「図解入門よくわかる最新めっき基本と仕組み」, 秀和システム, pp. 102-103 (2008)

## ノート

## 迅速に脱衣可能な防護服の開発

加藤 貴司\*<sup>1)</sup> 平山 明浩\*<sup>1)</sup> 藤田 薫子\*<sup>1)</sup> 山田 巧\*<sup>1)</sup>  
 松本 太郎\*<sup>2)</sup> 若松 将生\*<sup>2)</sup>

## Development of protective wear that can be promptly undressed

Takashi Kato\*<sup>1)</sup>, Akihiro Hirayama\*<sup>1)</sup>, Kaoruko Fujita\*<sup>1)</sup>, Takumi Yamada\*<sup>1)</sup>,  
 Taro Matsumoto\*<sup>2)</sup>, Masaki Wakamatsu\*<sup>2)</sup>

キーワード：防護服，脱衣，迅速化

Keywords：protective wear, undressed, promptly

## 1. はじめに

感染症流行の有事では多数の感染者が想定され，医療行為の迅速化が望まれる。そこで防護服の脱衣時間を短縮し，脱ぎ易くすることで，次の患者への医療行為が安全かつ迅速となり，医療関係者への負担を軽減することができる。

既製の防護服は，いずれもフード付ツナギ型前開きの衣服形状（図1）で，不織布の特性で差別化されているため，脱衣機能を特性としている製品はない。

本研究は，不織布の開発，製造の技術，防護服販売の実績がある株式会社エヌ・ティ・シーと共同研究を行い，脱衣機能に優れた防護服の開発を目的とした。

## 2. 内容

## 2.1 調査

（1）ユーザーリサーチ 既製品の問題点やニーズの調査を行うため，平成22年7月7日から9日まで東京ビックサイトにて行われたオフィスセキュリティ EXPO で防護服の展示を行った。ユーザーからは「前開き防護服は脱ぎづらい」，「脱衣時に肩周りが引っかかる」，「捨てるときの考慮もほしい」などの意見もあり，防護服に対するユーザーの意向を知ることができた。

（2）脱衣手法の検討 脱衣時の動作を把握するため，財団法人東京都保健医療公社荏原病院，東京都立墨東病院にて感染症科医療関係者にヒアリングを行った。着衣時は作業前であるため，通常の着衣動作が可能だが，脱衣時に重要視されていることは汚染区域からの汚染物質が飛散することの防止であることが述べられた。汚染区域については国立感染症研究所感染症情報センターから個人防護衣料の汚染区域と清潔区域の考え方が発表されている<sup>(1)</sup>。飛散防止の観点から，脱衣時は汚染区域をなるべく触れないこと

<sup>(2)</sup>，また汚染区域を内側にくるみながらの脱衣が推奨されている（図2）。これら医療現場の脱衣手法が円滑に可能な衣服形状が求められていることが判明した。



図1. 既製品防護服

図2. 医療関係者：くるみながらの脱衣

## 2.2 試作

（1）衣服形状の作成 既製品防護服は前開きのツナギ型であるため，脱衣方法は前開きの開口部を開き，前から後ろに汚染区域をくるむように脱衣を行っている（図3）。

開発品は汚染区域を内側にくるみやすくするために，開口部を背面に設け，バックファスナ形式の開閉を採用した（図4）。



図3. 前から後ろへ

図4. 開発品バックファスナ

背面に開口部を設けた場合，前面に開口部がある場合より着衣しにくくなることが問題となった。ファスナはスライダと呼ばれるつまみを上下することで開閉を行っているが，背面のスライダ部に手が届きづらいため，一人でのフ

\*<sup>1)</sup> 墨田支所

\*<sup>2)</sup> 株式会社エヌ・ティ・シー

ファスナを閉め、着衣することが難しい。この問題を解決するためにウエットスーツに用いられているスライダ部分のストラップ形式を採用した。スライダにストラップをつけたことにより、持ち手が延長され、背面のファスナの開閉が容易になった(図5)。



図5. スライダにストラップを取付

ファスナの持ち手が延長され、一人での着衣が可能になる

(2) 生地とファスナの選定 耐水性なども考慮し、防護服の生地に SFS 不織布を選定した。この不織布はスパンボンド不織布、防水浸湿フィルム、スパンボンド不織布の三層構造の不織布である。またファスナ部分の素材に関しては上下のスライダの運動で開閉するオープンファスナと左右の張力で開くトップオープンファスナの二種類を選定し、二種類の試作品を作成した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 脱衣時間

既製品防護服、開発品オープンファスナ、開発品トップオープンファスナで脱衣時間の計測を行った。被験者は6名で国立感染症研究所感染症情報センター<sup>(1)</sup>などが発表している脱衣方法を参考に行った。

6名による脱衣時間(秒)とバラツキを表す標準偏差では開発品トップオープンファスナがもっとも良好な結果が得られた(表1)。

表1. 既製品と開発品の脱衣時間(秒)と標準偏差(n=6)

	既製品	開発品 オープン ファスナ	開発品 トップオープン ファスナ
平均秒数(sec)	28.0	26.6	23.6
標準偏差(sec)	5.09	2.98	1.66

(1) 既製品(開口部前開き) 脱衣にもっとも時間を要し、肩幅などの個体差により肩が脱ぎづらい被験者が見られ、標準偏差ももっとも大きな値であった。

(2) 開発品オープンファスナ 脱衣時のスライダを頭部まで開く動作が必要であり、腕を肩より高く伸ばす動作が必要である(図6)。

(3) 開発品トップオープンファスナ 背面の腰部分にある留め具を外し、左右の張力をかけることにより脱衣できる衣服形状である。開発品オープンファスナに見られた腕を高く上げるような大きな動作も必要がなく(図6)、脱衣時間(秒)が最短であった。これは、脱衣動作が最も簡易

であることから被験者の個体差の影響を受けにくいことによるものと推察した。



図6. 開発品の比較

左: オープンファスナ(腕を上げる動作), 右: トップオープンファスナ

#### 3.2 汚染区域接触回数

脱衣時間以外で重要な要因である汚染区域接触回数について、既製品と開発品の比較を行った。汚染区域と清潔区域の考え方<sup>(1)</sup>は、以下概要である。

- 汚染—前部の外側, 感染病原体に触れた恐れのある, 体の部位, 物質, 個人防護衣料の区域
- 清潔—内側, 背部の外側, 頭や背中の紐, 感染病原体に触った恐れのない個人防護衣料の区域

これらを参考に動作を検証した結果、既製品脱衣時の汚染区域接触回数が平均で6回、開発品では平均で0回という結果が得られ、開発品では汚染区域に触れることなく脱衣可能な衣服形状が実現できた。

### 4. まとめ

脱衣動作、機能および価格などを考慮し、背面にトップオープンファスナを使用した防護服を開発した。

感染症科医療関係者に再度ご協力いただき、開発品の試着とインタビューを行った。既製品では前開きであったため、汚染面を内側にくるむことが難しかったが、開発品では汚染区域をくるみやすく、脱ぎやすいという意見をいただいた。

開発品の特徴は汚染区域をくるみながら安全に脱衣できる点にある。そのため、目的に応じて防護服の生地を代えることで、医療関係だけでなく、防塵や汚物処理などの産業用途へ応用も可能である。

(平成23年5月20日受付, 平成23年8月12日再受付)

### 文 献

- (1) 国立感染症研究所感染症情報センター 「鳥(H5N1)・新型インフルエンザ(フェーズ3~5)対策における患者との接触に関するPPE(個人防護具)について Ver1.4」 pp.9-35, pp.25 (2007), [idsc.nih.gov/disease/influenza/05pandemic/PPE070322ver1.4.pdf](http://idsc.nih.gov/disease/influenza/05pandemic/PPE070322ver1.4.pdf) (2010年6月3日)
- (2) 感染症患者の搬送ガイドライン 株式会社へるす出版 pp.23-30 (2000)

## ノート

## 東京スカイツリー観光グッズの開発

平山 明浩\*<sup>1)</sup> 加藤 貴司\*<sup>1)</sup> 堀江 暁\*<sup>1)</sup> ギニス ミハイル\*<sup>2)</sup> 青山 裕子\*<sup>2)</sup>

## Product development of Tokyo sky tree sightseeing goods

Akihiro Hirayama\*<sup>1)</sup>, Takashi Kato\*<sup>1)</sup>, Akira Horie\*<sup>1)</sup>, Gkinis Michail\*<sup>2)</sup>, Aoyama Yuko\*<sup>2)</sup>

キーワード：東京スカイツリー，ピッキーズドゥ

Keywords：Tokyo sky tree, Picky's du

## 1. はじめに

2012年東京スカイツリー(以下TST)が開業する。TSTは、東京の新名所となり、観光事業の発展も予想される。そこで、TST観光グッズをターゲットとし、平成21年度は墨田区とTSTをモチーフにデザイン開発を行い、平成22年度は、新たにパスケース等を考慮したデザイン開発を行った。また、新しいブランド「ピッキーズドゥ」(商標登録)を共同研究で立ち上げ事業化支援を行った。

## 2. 内容

TST 観光グッズの製品化のために、ブランド戦略による製品開発の計画を立てた。ここで重要なポイントはブランドの創作と製品群の開発方向である。また、TST 関連の観光グッズとして、意匠等を承認する TST ライセンス事務局への申請など製品の販路を見据えた製品開発を行った。

**2.1 ブランドの製品開発** 本研究におけるブランドの製品開発の流れを次に示す。(1) 市場調査(新宿、渋谷、原宿、上海、パリの現地調査)(2) TST 観光グッズのコンセプト設定(3) ブランド名をピッキーズドゥに決定(4) 商標登録役務区分第14類、第18類、第25類認定(5) ロゴグラフィックデザイン(図1)



図1. ロゴデザイン

(6) 企画 平成21年度(ニットベスト、ニットネクタイ、プリントバック、キーホルダー、鍋つかみ) 平成22年度(レンチキュラーパス2点、ニットパス2点、刺繍Tシャツ、超音波溶着ティッシュ入れ) (7) 型紙作成による設計 (8) 試作 (9) 製品化 (10) TST ライセンス事務局認定商品として評価、ファッション雑誌 Numero Tokyo に掲載 (11) 販売 WEB ショップ開設、第一ホテル両国で販売。

\*<sup>1)</sup> 墨田支所\*<sup>2)</sup> 株式会社ミハイル

**2.2 レンチキュラーによるパスケースの製品開発** 両眼視差(両目の網膜に映る像の違い)でデザインに変化をもたらすレンチキュラーにより、パスケースのデザインを行った。

(1) **パスケースの市場調査** 市販のパスケースに関して、都内百貨店3店舗、専門店10店舗、量販店2店舗の調査を行った。その結果、市販品パスケースの素材は、皮革やナイロン素材の使用が多く、装飾用レンチキュラー使用のパスケースは0件であった。

(2) **デザインの検討** 市販売れ筋のパスケースのサイズを調査し、色、柄、素材、縫製仕様の検討を行い、新デザインの設計<sup>(1)</sup>に反映した。この調査結果から開発パスケースの素材として、ポリエステル100%副資材ボンテックスを選定し、TSTのある四季の図柄を主テーマとした。

本研究では、平面での重なりにより変化させるデザイン手法であるレイヤーデプス(図2)を使い、TSTの四季を桜、花火、紅葉、雪で表現し(図3)、2つの画像を重ねて埋め込むデザインを行った。



図2. レイヤーデプス

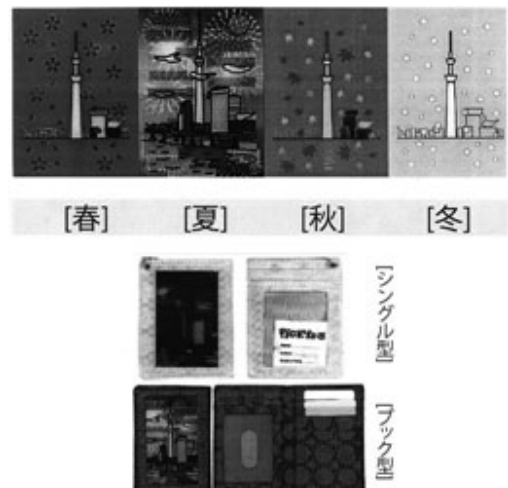


図3. レンチキュラーによるパスケースのデザイン

2.3 ニットパスペースの開発 ブランドイメージを伝えるためには、商品開発したすべてのデザインに統一感が必要である。そこで、ニットネクタイ開発時の糸(417dtex, ウール 100%)をニットパスにも使用した。開発ポイントは、デザイン、イメージマッチングを重視した生地選定、編成組織、柄デザイン位置、副資材等の最適縫製条件を検討し、製品化を行った(図4)。



図4. ブランドイメージ製品

2.4 Tシャツの刺繍加工のデザイン開発

(1) ブランド化を図るために、以下の条件でTシャツに刺繍加工とデザイン開発を行った。刺繍糸(67dtex, レーヨン 100%), シークイン直径3mm (図5)。

(2) 刺繍ミシン針, 釜, 糸のテンション調整, 布押え, 縫い目跳とび, 機器調整の検討を行った。

①レーヨン糸の織度67dtex

糸のテンション値110g~130g

②ポリエステル糸の織度60dtex

糸のテンション値100g~110g

(3) 刺繍糸等の糸道を考慮して刺繍加工のデザインを行った。また、デザインは子供らしさを強調した(図6)。

刺繍糸の選定

シークインの選定



図5. 刺繍資材 図6. 刺繍加工によるTシャツデザイン

2.5 超音波溶着によるティッシュ入れデザイン開発 新製品開発のために、以下の条件でポケットティッシュ入れの超音波溶着手法によるデザイン開発を行った。

(1) 溶着手法のデザイン 柄表現等に100%溶着だけで製品化を行った。ナイロン素材を使用し、ローラの柄(図7)に応じた溶着により、TSTのシルエットを作成してデザイン開発を行った(図8)。

(2) 次の条件で溶着試験を行った(表1)。

表1. 超音波溶着試験条件

内容	複合織物溶着(透湿三層素材)ナイロン
100%使用機種	PUS-1150WA
加圧設定	0.2Mpa
速度設定目	2(約5m/min)
ローラ	筋目16山, 1.5mm幅, 綾目20山, 1.0mm幅
ローラ歯山	10.0mm幅
下死点調整	0.1mm, 0.15mm



(2枚合わせ直線溶着)



図7. ローラ形状 図8. 溶着加工によるデザイン 図9. 製品

2.6 新ブランドピッキーズドウの確立 開発した商品群を以下に示した(図10)。



図10. 開発した商品群

上段右側からニットベスト, ニットタイ, プリントバッグ, キーホルダー, 鍋つかみ(平成21年度開発品)  
下段右側からレンチキュラーパス, 刺繍Tシャツ, 超音波溶融ティッシュ入れ(平成22年度開発品)

3. 結言

TST 観光グッズの開発を目指し売れるブランドの確立を行った(ピッキーズドウ)。

商標登録, 東京スカイツリーライセンス事務局公式認定商品の開発, WEB ショップ開店, ファッション雑誌掲載, 産業交流展出品, 東京フォーラム出品, 第一ホテル両国にて販売。(図11)など製品開発からブランド製品の販路拡大に至るまで、一貫したTST観光グッズ開発の支援が行えた。

(平成23年5月23日受付, 平成23年8月10日再受付)



図11. 販売状況

文 献

(1) 野谷久仁子; 手縫いで作る革の品々, NHK出版, (2008)

## ノート

## 非衣料分野対応に向けた繊維製品評価技術の調査

山田 巧\*<sup>1)</sup> 唐木 由佑\*<sup>1)</sup> 岩崎 謙次\*<sup>1)</sup>

## Establishment of Evaluation Technique for Non-apparel field

Takumi Yamada\*<sup>1)</sup>, Yusuke Karaki\*<sup>1)</sup>, Kenji Iwasaki\*<sup>1)</sup>

キーワード：非衣料分野，物性評価，産業資材

Keywords：Non-apparel field, Evaluation of physical property, Industrial Materials

## 1. まえがき

現在，材料技術開発の発展とともに，我々の日常生活や企業の経済活動では，繊維製品が様々な産業資材に展開されている<sup>(1)(2)</sup>。また，ヒトや環境に配慮した製品設計が推奨される社会情勢のなか，企業側からの素材評価ニーズも多様化・細分化する傾向にある。繊維は衣料品の他，様々な産業分野で用いられていることから，当センター繊維部門への非衣料分野の評価依頼並びに機器利用に関する相談は増加傾向にある。こうした流れを受け，繊維製品評価技術の非衣料分野への早急な対応が望まれている。

本調査は繊維評価技術の非衣料分野への拡大を目的とし，共有規格並びに業界の抱える技術的課題について調査した。また，既存機器や繊維の物性評価法が非衣料分野素材の評価に対し，対応可能であるかを検討した。

## 2. 内容

**2.1 JISの試験機並びに試験法の調査** JIS規格について繊維分野と他分野の物性評価方法を比較し，共通する事項と異なる点を整理した。また，産業資材の展示会へのヒアリング調査を行った。産業資材の実例として農業資材を取り上げ，農業資材について東京都農林総合研究センターへの調査を実施した。この調査から，農業資材の物理性能評価と繊維分野評価方法との対応を検討した。

**2.2 物理性能試験の実施** 非衣料分野に関する技術相談から依頼試験・オーダーメイド試験・機器利用を通し，当墨田支所内における対応機器の拡大を検討・実地した。

**2.3 非衣料分野の素材評価に向けた対策** 前2項目を基に非衣料分野への共通技術をまとめ，業務拡大の足掛かりとするために，ポスター（図1）を制作した。さらに，依頼試験，機器利用業務の多様化に対応するための技術的対策の検討を行った。

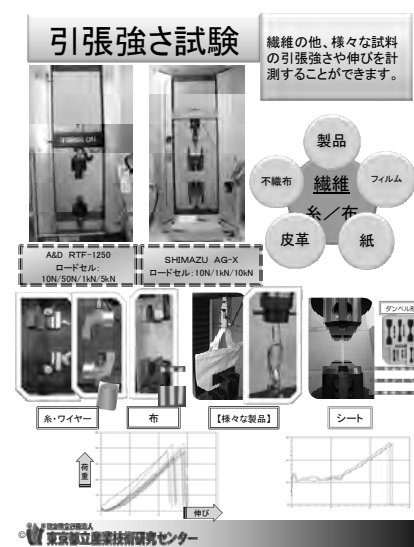
\*<sup>1)</sup> 墨田支所

図1. 引張試験ポスター

## 3. 結果及び考察

**3.1 JISの試験機並びに試験法** 繊維分野と他分野の評価手法を調査した結果，フィルム・ゴム引布・紙材の引張強さ（定速伸長形）と引裂強さ試験は試料寸法が異なるものの，JIS L繊維の規格と共通していることがわかった（図2）。また，調査で知見が得られた非衣料分野を表1に示す。梱包に用いられる不織布は製造方法によって適用される規格が紙か繊維かに分かれ，規格が整備されていなかった。電気毛布などの製品の洗濯性能試験は繊維の規格に準拠することが分かった。傘については，規格が廃止され，業界全体で評価手法を模索している現状であることがわかった。傘のように，規格の動向によって評価法に課題を抱える業界へは技術的ケアが必要であると考えられる。

東京都農林総合研究センターへ調査した結果，農業資材の物理特性評価については，特定の規格はなく，繊維分野の評価方法で対応可能であることが明らかとなった。このことから，今後，農業資材の評価方法について，研究テーマとして検討したい。

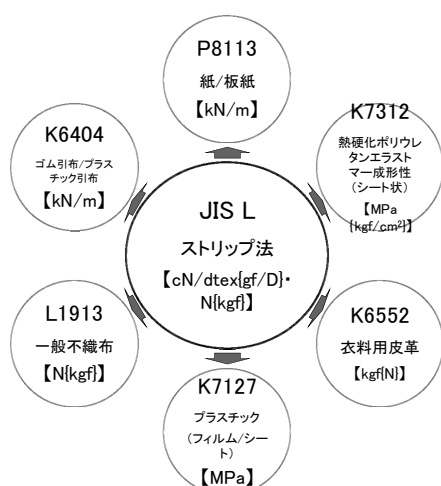


図2. JIS L1096 引張強さ試験(定速伸長形)と他分野における強度試験との関係

表1. 非衣料分野における規格の現状

	不織布 (食品)	電気毛布 etc (洗濯性能)	傘	農業資材
規格	繊維と紙が混在 (製造方法による)	L1096 を適用	規格廃止⇒ 繊維の規格で代用	適応範囲が 広く、資材毎 に異なる

### 3.2 既存機器による物理性能試験への展開

依頼試験ではゴム引布の JIS K7312, 加硫ゴム及び熱可塑性ゴムの JIS K 6251・6252, ポリウレタンエラストマーの摩擦係数試験 JIS K 7312, 電気毛布の洗濯性能試験 C9210 など9項目を新たに今年度から開始した。これにより、非衣料分野における件数は昨年の約2倍となった。また、依頼試験における非衣料分野が占める割合は12%から18%へと増加した。これら依頼試験のうち、木板と木板表面を覆う滑り止めシートの摩擦係数試験の例を図3に示す。この例では、移動摩擦子に添付白布(JIS L0803 ポリエステル 100%)を巻いた移動重錘を用いた。滑り止めシートは摩擦係数、摩擦係数の変動ともに木板よりも高いことから、滑り止めを用いることの有効性が評価できた。

繊維製品の物性評価では、10N程度の微小な力での試験や風合い試験機など微細な性能評価が多い。非衣料分野の機器利用・技術相談でも微細な性能評価を望む事例が見受けられることから、繊維製品の評価で培った微細な性能評価のノウハウは非衣料分野でも十分に活用できると推察される。

### 3.3 素材評価のための対策

非衣料の素材評価に関する相談では、引張強さ試験と KES 風合い試験機への問い合わせが多くあった。しかし、従来の引張強さ試験における試料調製はストリップ法であるため、試験可能な試料は限

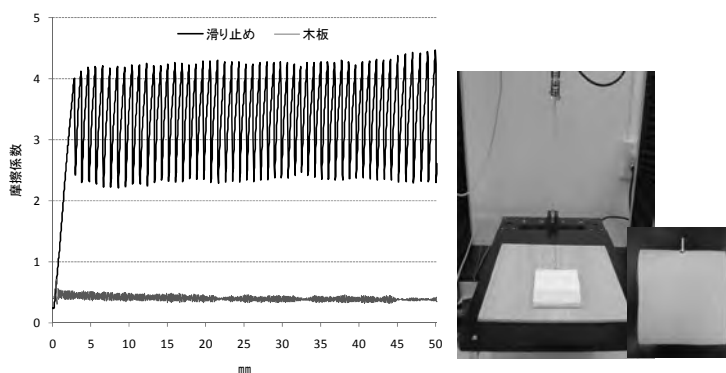


図3. 動摩擦係数試験(JIS K7312)

左: 動摩擦係数データ, 右: 試験風景

られていた。そこで、ダンベル状打抜刃を導入し、引張強さ試験の試験サンプル領域を拡大した。また、硬質な非衣料素材では、つかみ治具が変形したり損耗する事例が生ずる。これに対し、従来のものより厚いプレートを導入し、つかみ治具の耐用性の向上を図った。これら付属部品の充実により、様々な試料を横断的に測定できるよう、対策を施した。非衣料分野試験の多様化に向け、今後も活用してゆきたい。

## 4. まとめ

本調査において、繊維分野と他分野の引張強度・洗濯性能評価方法は共通していることが明らかとなった。また、産業分野によっては規格が整備なされておらず、規格そのものがないなど、多くの課題を抱えている現状があることが分かったため、今後、対処方法を検討したい。

また、引張強さ試験機について、つかみ治具や試料打抜刃の導入により、評価対象の拡充を可能とした。このような非衣料分野試験への対策により、技術支援の多様化をはかりたい。

(平成23年5月20日受付, 平成23年8月12日再受付)

## 文 献

- (1) 日本化学繊維協会:「アジア地域における合成繊維の非衣料分野の需要開拓基礎調査」, 株式会社東レ経営研究所(2002)
- (2) <http://www.meti.go.jp/report/downloadfiles/g20523b02j.pdf>
- (3) 経済産業省:「技術戦略マップ ファイバー分野」, 丸善株式会社(2006)
- (4) [http://www.meti.go.jp/policy/economy/gijutsu\\_kakushin/kenkyu\\_kaihatu/str2009/2\\_3.pdf](http://www.meti.go.jp/policy/economy/gijutsu_kakushin/kenkyu_kaihatu/str2009/2_3.pdf)



## ノート

## 撚糸・織物加工を施した金属繊維の特性評価の検討

樋口 英一\*<sup>1)</sup> 窪寺 健吾\*<sup>2)</sup>

## Mechanical examination of a metallic thread and polyester mixture with twisted yarn

Eiichi Higuchi\*<sup>1)</sup>, Kengo Kubotera\*<sup>2)</sup>

キーワード：機械材料，撚糸

Keywords：Metallic materials, Twist yarn

## 1. はじめに

現在金属繊維は、導電性の特性を活かし、様々なセンサとしての活用が期待されている。昨年度より、有機繊維を用いた撚糸技術の検討を行い、柔軟性や強度に優れた線形状のセンサ開発を実施している。また撚糸加工を施すことで、織物加工性が向上し、織物構造である面形状のセンサ開発に発展させることで、衣料品やインテリア等に組み込み、幅広い分野での活用が期待できる。しかし撚糸加工や織物加工はその不均一性や異方性により、高精度な特性の解析は困難である。そこでさらなる信頼性の高い線形および面織物形状のセンサを開発するため、その特性を測定する評価装置を試作し、機械的特性に関する基礎的な検討を行ったので報告する。

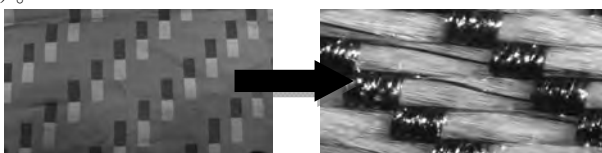
## 2. 実験方法

**2.1 撚糸の構造** 金属繊維とポリエステル糸を合撚し、その後熱融着することで、繊維の交点を接着した。撚糸構造体の概要を図1に示す。



図1. 撚糸構造体の概要

**2.2 織物の構造** 金属繊維とポリエステル糸を原料とし、試験条件は、撚糸の方向はZ撚り（左撚り）、撚り数は100～700回/mで試験片を試作した。試験片の概要を図2に示す。

図2. 織物構造体の概要 右60倍拡大図  
(たて糸：金属繊維，よこ糸：ポリエステル糸)

**2.3 特性評価** 金属繊維に織物加工を施すことにより、機械的性質の特性値の変化の調査を行った。試験方法は、JIS L 1013を用いた。

織物形状による金属繊維の引張試験を行い、引張強さ、ひずみ、伸び率を測定した。織物の試験片の模式図を図3に示す。

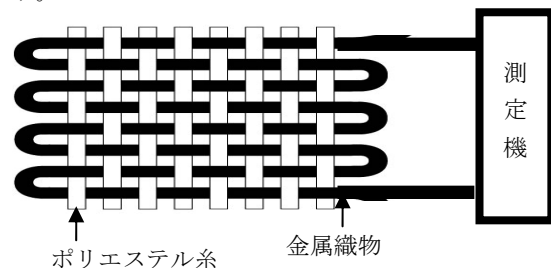


図3. 織物の試験片

**2.4 織物の解析** 金属繊維に与える応力の解析を行い、強度及び柔軟性の最適条件を求めた。

## 3. 結果及び考察

**3.1 評価装置の検討** 金属繊維の特性の評価装置を作製した。評価装置の写真を、図4に示す。この評価装置は、最大定格容量500N、チャック距離150mm、ハンドル1回転3mmである。また撚糸及び織物のチャック破断をしにくい治具を製作した。



図4. 評価装置および治具(左：撚糸用，右：織物用)

\*<sup>1)</sup> 城南支所\*<sup>2)</sup> 繊維・化学グループ

3. 2 金属繊維の物性評価 SUS304 線材による金属繊維の機械的性質の特性を評価した。試験方法は、JIS Z 2241 を用いた。金属繊維の引張強さ、伸び率は、スペック値と確認し同等レベルであった。表 1 に示す。

表 1. 金属繊維の物性評価

	引張強度 /N/mm <sup>2</sup>	伸び率 (%)
スペック値	730 以上	30
実測値	748	30

3. 3 織物の物性評価 織物形状による機械的性質の特性を評価した。結果を図 5 に示す。撚り数が増加すると耐荷重が増す傾向を示した。

ひずみ率の測定結果を図 6 に示す。撚り数が増すにつれ、ひずみ率は増加する傾向を示した。撚糸条件 600 回/m 以上の撚糸は、面形状の加工効果によってデータに安定が見られた。

伸びの測定結果を図 7 に示す。この伸びが低い程、織物の柔軟性が低いことを示している。織物(縦×横: 100 mm × 100 mm)に鋼製治具を掛けて中心に圧縮荷重を加える。センサ活用するには、撚糸条件 700 回/m 以上だと柔軟性が著しく悪くなるのがわかった。

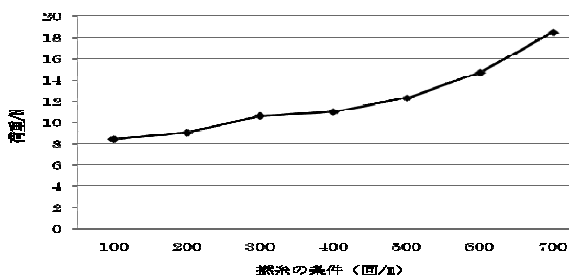


図 5. 織物の引張強度

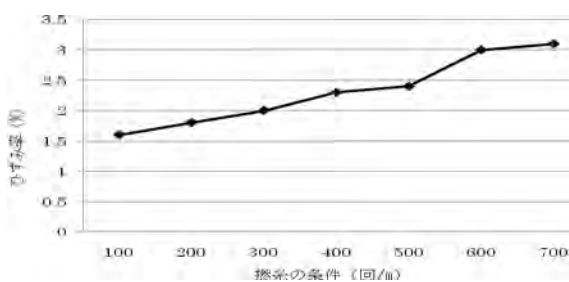


図 6. 織物のひずみ率

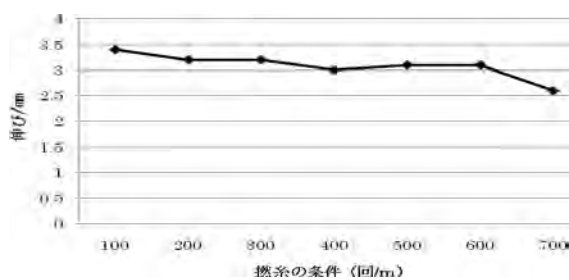


図 7. 織物の伸び

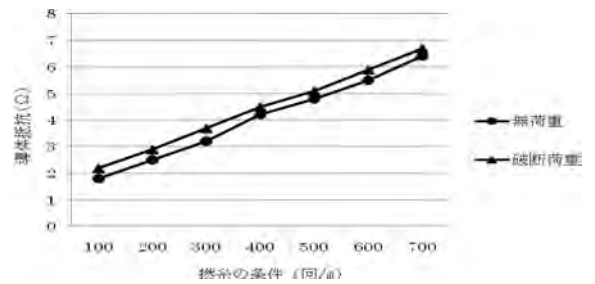


図 8. 織物の導体抵抗

導体抵抗の測定結果を図8に示す。無荷重時および破断直前荷重時、共にわずかではあるが抵抗値変化が見られた。

これらの結果から、織物の強度が強くなり、ひずみのデータに安定みられ、伸びが高い条件を満たしていることから、撚糸条件: 600 回/m 以上が適切であることがわかった。

3. 4 織物の解析評価 織物加工が金属繊維に与える応力値を解析した。永久ひずみから得られる降伏応力、破断するまでの引張極限応力を検討し、実測値の安全率 50%とし、実測値と数値解析結果を比較すると、2~5 MPa の誤差があった。解析評価を表 2 および図 9 に示す。

表 2. 織物の解析比較

織物	引張強度
	/MPa
実測値	371~374
応力解析	376



図 9. 織物の応力解析図

#### 4. まとめ

撚糸、織物加工を施した金属繊維のひずみと応力について解明し、評価装置を作製して機械的性質の特性調査を行った。本研究では、破断しやすい撚糸で織物の評価装置を作成し機械的性質のデータを蓄積する事が出来た。

今後、面形状のセンサ開発に発展させるには、さらに詳しい評価方法・電気的な特性評価を確立し、使用用途に合わせた線径や加工条件を検討する必要がある。

(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 9 月 10 日再受付)

#### 文 献

- (1) JIS L 0105: 繊維製品の物性試験方法通則: 日本規格協会 (2006)
- (2) JIS L 1013: 化学繊維フィラメント糸試験方法: 日本規格協会 (2010)
- (3) JIS Z 2241: 金属材料引張試験方法: 日本規格協会 (2011)
- (4) JIS L 2511: ポリエステル撚糸: 日本規格協会 (2006)
- (5) JIS G 4309: ステンレス鋼線: 日本規格協会 (2005)
- (6) 金属材料の弾性係数: 日本機械学会 (1980)

## ノート

太陽光発電パワーコンディショナの  
雑音端子電圧測定の一手法について上野 武司\*<sup>1)</sup> 西野 義典\*<sup>1)</sup> 原本 欽朗\*<sup>1)</sup> 清水 敏久\*<sup>2)</sup>

## Noise terminal voltage measurement for solar power conditioner

Takeshi Ueno\*<sup>1)</sup> , Yoshinori Nishino\*<sup>1)</sup> , Yoshiaki Haramoto\*<sup>1)</sup> , Toshihisa Shimizu\*<sup>2)</sup>

キーワード：太陽電池パネル，パワーコンディショナ，雑音端子電圧測定，電子両立性

Keywords：solar power supply panel, power conditioner, terminal voltage measurement, EMC

## 1. はじめに

様々な電子機器は、電磁両立性（EMC）が求められている。これには、電子機器がテレビやラジオ、通信に対して影響を及ぼす可能性のある電磁妨害波を抑制することが含まれている。この電磁妨害波の大きさについて、各機器の許容値が、日本において電波法あるいは電気用品安全法、自主規制として VCCI、また国際的には国際無線障害特別委員会（CISPR）において規定されている。

しかし、一般家庭での利用の増加が見込まれる太陽光発電システムに用いられているパワーコンディショナの規格は、現在審議中である。そのため、太陽光発電システムについては、各国内製造業者が、既存の規格を参照して自主的に試験を行っている<sup>(1)</sup>。

太陽光発電システムは、太陽電池モジュールとパワーコンディショナから構成されている。このパワーコンディショナは、太陽電池モジュールからの直流電力を商用の交流電力に変換するもので、直流チョッパーとインバータで構成されている。これらは、スイッチング回路を使用していることから、ケーブルを伝導するノイズの放出が懸念される。このノイズは、さらに太陽電池とパワーコンディショナ間をつなぐケーブルがアンテナとして働き放射ノイズとなり、テレビやラジオ等の他の機器への影響が懸念される。そのため、パワーコンディショナの直流入力側の伝導ノイズを抑制する必要がある。

そこで本研究では、従来から伝導ノイズ、特にコモンモードノイズの大きさを評価するために用いられている  $\Delta$  型 150  $\Omega$  系擬似電源回路網（DC-LISN）を用いた雑音端子電圧測定の手法を検証したので報告する。

## 2. 実験方法

## 2. 1 DC 側の雑音端子電圧及び雑音電流測定

太陽電池パワーコンディショナの直流入力側及び交流出

力側の雑音端子電圧測定の概要を図1に示す。

対地とケーブルの大きなループで伝導するノイズがコモンモードノイズであり、パワーコンディショナの場合、このコモンモードノイズは放射ノイズの原因になりやすい。そこで、このコモンモードノイズを測定する方法として、 $\Delta$  型 150  $\Omega$  系擬似電源回路網（DC-LISN，協立電子工業製，KNW-403D）を採用した。この DC-LISN は、伝導ノイズ測定で通常使われている V 型の擬似電源回路網と異なり、コモンモードノイズだけを取り出すことができる。

太陽電池モジュールの代わりに直流電源を用い、EMI フィルタを介してノイズを除去後、DC-LISN を通してパワーコンディショナの直流側に接続した。パワーコンディショナから伝導するノイズは、DC-LISN を介して EMI テストレシーバで測定した。測定周波数は 150kHz から 30MHz であり、各周波数毎にピーク値を測定した。

また、直流入力側のノイズ電流の測定は、電流プローブを用いて行った。コモンモード電流及びディファレンシャルモードで電流は、図 2 のように配線して測定した。電流プローブも EMI テストレシーバに接続して測定した。

## 2. 2 AC 側の雑音端子電圧及び雑音電流測定

パワーコンディショナの AC 側出力については、AC 用擬似電源回路網（AC-LISN）を用いた。パワーコンディショナの出力は、単相 3 線式で構成されている。パワーコンディショナと電力系統の間に AC-LISN を挿入した。

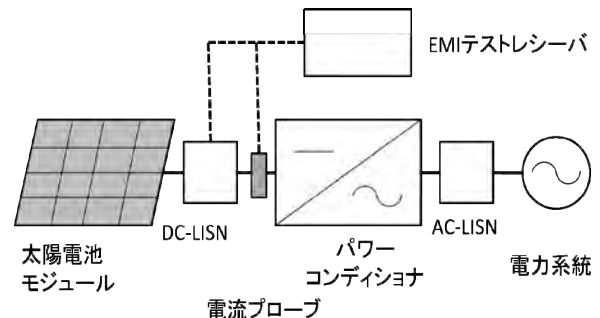


図1. 試験のセットアップ

\*<sup>1)</sup> 電子・機械グループ\*<sup>2)</sup> 首都大学東京

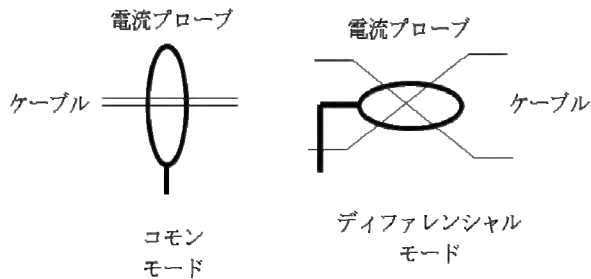


図2. 雑音電流測定系

### 2.3 パワーコンディショナの暗ノイズの測定

パワーコンディショナの各条件の測定の前に、暗ノイズの測定を行った。パワーコンディショナの出力を停止したときの雑音端子電圧及び雑音電流の測定を行った。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1 雑音端子電圧測定結果

コモンモードノイズの雑音端子電圧測定結果を図3に示す。灰色の線がパワーコンディショナを止めたときの暗ノイズ、黒線はパワーコンディショナの出力が2.4kW時で動作させたときのコモンモードノイズの電圧を示したものである。暗ノイズは40dB $\mu$ Vで推移している。それに対してコモンモードノイズのピークの最大値は20dB以上、マージンがあることが分かる。また、コモンモードノイズは、1.5MHz, 5MHz, 7MHzにおいて共振点が見られた。

図4は、パワーコンディショナから放出されるコモンモードノイズ及びディファレンシャルモードノイズを示したものである。150kHzで最大80dB $\mu$ Vのコモンモードノイズが観察された。

### 3.2 雑音電流測定結果

雑音電流の測定結果を図5に示す。図4と同様にコモンモードが大きな値を示している。また共振を起している周波数も一致している。また雑音端子電圧値と雑音電流値を比較したところ約40dBの差が見られる。これはEMIテストレーバの入力インピーダンスが50 $\Omega$ であること及び150 $\Omega$ 系のDC-LISNを用いたことに由来する。

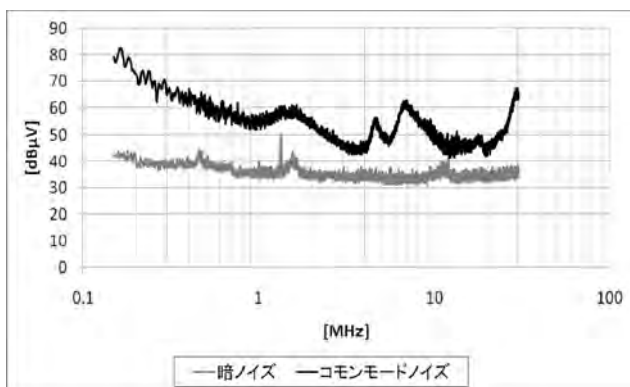


図3. 暗ノイズの雑音端子電圧

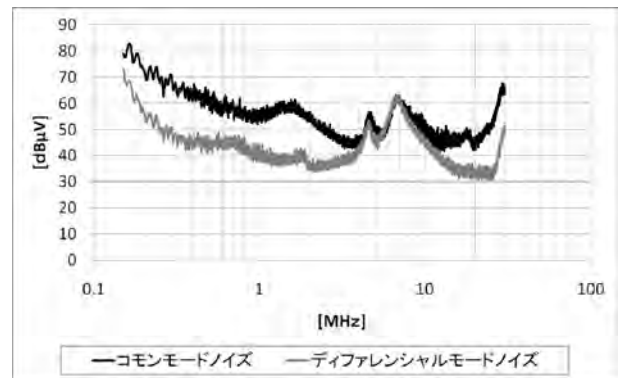


図4. DC-LISNによる雑音端子電圧

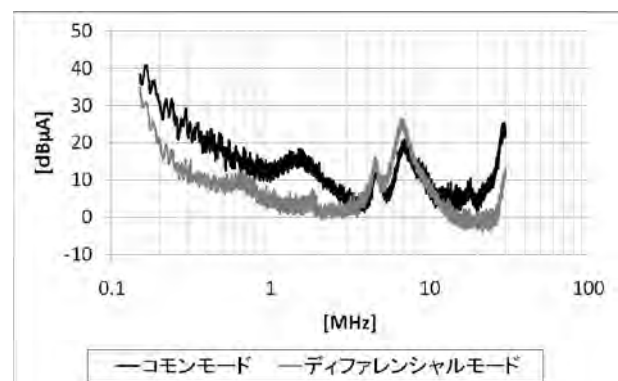


図5. 直流入力側の雑音電流

## 4. まとめ

実際に使用されているパワーコンディショナでDC入力側の雑音端子電圧測定を行った。DC入力側として、DC-LISNを用いたところ、コモンモード及びディファレンシャルモードのノイズが観測された。この雑音端子電圧測定結果を雑音電流測定結果と比較したところ、共振点の周波数が一致していること、電圧値と電流値を比較し40dBの差がみられ、測定に支障のないことが確認できた。

現在、これらの測定手法を用いて、パワーコンディショナのノイズの測定方法の検証とコモンモードノイズの測定をおこなっており、EMC試験の規格化(試験法、許容値の決定等)を進めている。

本研究は、NEDO「標準化フォローアップ事業、太陽光発電システムより生じる電波雑音の測定方法及び限度値に関する標準化事業」プロジェクトの支援を受けて行われた。ここに記して謝意を表す

(平成23年5月20日受付, 平成23年8月18日再受付)

## 文 献

- 独立行政法人新エネルギー産業技術総合開発機構, 社団法人日本電機工業会, 東京都市大学: 「平成21年度成果報告書, 標準化フォローアップ事業太陽光発電システムより生じる電波雑音の測定方法及び限度値に関する標準化事業」NEDO報告書(2010)

## ノート

## 電源ケーブルに起因する放射ノイズの影響と評価：LED照明装置での実証実験

大橋 弘幸\*<sup>1)</sup> 原本 欽朗\*<sup>1)</sup>

## Evaluation of radiated interference caused by power cable : Test with the LED lighting system.

Hiroyuki Ohashi \*<sup>1)</sup>, Akiyoshi Haramoto \*<sup>1)</sup>

キーワード：EMC，放射エミッション測定，LED照明装置

Keywords：EMC, measurement of radiated interference, LED lighting system

## 1. 研究背景

放射エミッション測定は供試装置の筐体およびケーブルからの放射ノイズ（妨害電磁波）の測定を行う。30MHz~1GHzの放射エミッション測定は試験規格によって定められた測定サイト評価方法（正規化サイトアッテネーション：以下NSA）により，測定サイト間の結果の差は規定値以内に収められている。ただしNSAは測定サイトの空間の評価方法であるため，敷設された電気設備が測定結果に及ぼす影響は考慮されていない。放射ノイズが供試装置の電源ケーブルをアンテナとして発生している場合，結果は測定サイト固有の電源ケーブルの影響を受け，30~300MHzにおいて測定サイトごとに結果が異なることが知られている。<sup>(1)</sup>

多摩テクノプラザには電波暗室A（10m法電波暗室）と電波暗室B（3m法電波暗室）があり，両電波暗室間での測定結果が異なることが報告されており，上述の電源ケーブルの影響が大きいと考えている。

## 2. 研究目的

本研究では，多摩テクノプラザの二基の電波暗室間において生じる測定結果の差について調査し，電波暗室固有の電源ケーブルに起因する放射ノイズの影響を評価することを目的とした。また，LED照明装置は電源ケーブルからの放射ノイズが測定結果に及ぼす影響が大きいと測定方法について検討した。

## 3. 研究内容

(1) 多摩テクノプラザの電波暗室Aと電波暗室Bの電波暗室においてアンテナ距離3mで放射エミッション測定を行った（供試装置としてLED電球を高さ0.8mの試験台上に設置）。電源ケーブルからの放射ノイズは垂直偏波が支配的であるため，垂直偏波の測定結果を比較し，測定結果に差異が生じる事例を調査した。

(2) 電波暗室Aと電波暗室Bにおいてそれぞれ試験台上で発振器（10MHz発振）に電源ケーブルを接続してアンテナ距離3mで放射エミッション測定（30~300MHz）を行った。電源ケーブルを高試験台（0.8m）から条件①：金属床面

まで垂直に垂らした場合，条件②：条件①+電源差込口まで床面上で水平に這わせた場合，条件③：条件②+床下に敷設された電源ケーブルに接続した場合，条件④：条件③+疑似電源回路網（以下VHF-LISN）を挿入した場合の4通りの条件で測定を行い（図），電波暗室間の測定結果の差を評価した。条件④で使用したVHF-LISNは電源のインピーダンスを安定化させるために使用している。

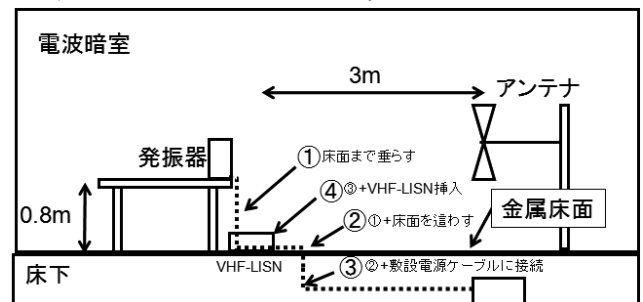


図1. 各条件における放射エミッション測定 模式図

(3) 30~300MHzの妨害波測定が可能な雑音電力測定によるLED照明装置（LED電球および直管型LED照明）の測定を二つの測定サイト間（多摩テクノプラザと西が丘本部）で実施し，電波暗室Aと電波暗室Bで行った放射エミッション測定の結果と比較した。加えてVHF-LISNを使用した放射エミッション測定を(2)と同様の条件で実施，測定サイト間でLED照明装置の測定結果に差が生まれにくい測定方法について検討した。

## 4. 結果および考察

(1) 電波暗室Aと電波暗室Bで行ったLED電球の放射エミッション測定の結果を図に示す。60MHz以上の周波数帯では測定値に差が生じていたものの，同じ傾向の周波数特性を示した。しかし，60MHz以下の帯域では周波数特性が顕著に異なっており，電波暗室Aでは31MHz，45MHzにピークが現れているのに対し，電波暗室Bでは41MHz，51MHzにピークが現れていた。この30MHz~60MHzの周波数帯の放射ノイズの波長は5m~10mであるため，LED電球（長さ0.1m）ではなく電源ケーブルをアンテナとした放射ノイズである。この結果により電源ケーブルをアンテナとした放射ノイズは電波暗室Aと電波暗室Bで周波数特性が異なる事例を確認

\*<sup>1)</sup> 電子・機械グループ

した。

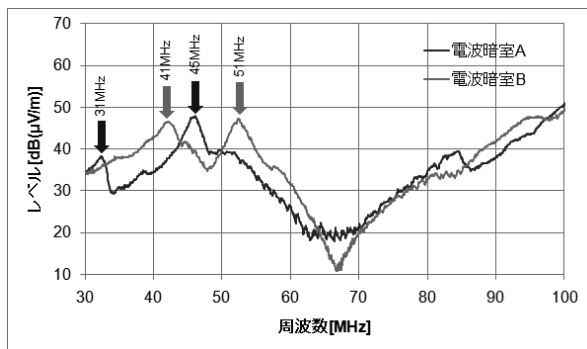


図2. LED電球の放射エミッション測定結果

(2) 発振器を用いた電波暗室間の放射エミッション測定結果の差を評価した結果を表1. に示す。10MHzごとに現れる発振器のピーク値の測定結果を比較し、相関係数、標準偏差、最大差分によって電波暗室間での測定結果の差異を評価した。

条件②は最大差分 15.6dB となり条件①と比べて 10.7dB 増大している。原因の一つとして金属床面を這わせた電源ケーブルのレイアウトの違いがある。条件②では電波暗室 A と電波暗室 B で電源差込口の位置が異なるため、必然的に電源ケーブルのレイアウトに違いが生まれ、測定結果に影響を与える。

条件④では最大差分 3.2dB となり、4つの条件で最も小さい値になった。電源ケーブルに VHF-LISN を接続することで、接続しない場合(条件③)と比較して測定差が最大で 13.7dB 縮まり、電波暗室間の測定結果を一致させるために VHF-LISN の使用は有効な手段であることがわかった。

表1. 発振器による暗室間測定結果の比較評価

測定条件 (電源ケーブルの状態)	相関係数	標準偏差	最大差分
① 床面まで垂らす	0.97	1.4dB	4.9 dB
② ①+床面這わす	0.92	3.0dB	15.6 dB
③ ②+敷設電源ケーブルに接続	0.84	4.1dB	16.9 dB
④ ①+VHF-LISN 挿入	0.98	0.9 dB	3.2 dB

(3) 雑音電力測定と放射エミッション測定のサイト間の測定結果の差を比較した結果、前者の測定結果が良く一致した(相関係数 0.96)。ただし、VHF-LISNを使用した場合は放射エミッション測定でも同程度一致した測定結果が得られた(相関係数 0.98)。図3. に2.(1)と同等の条件で行ったLED電球の放射エミッション測定にVHF-LISNを用いた結果を示す。図に示した結果と比較して電波暗室間の周波数特性の測定結果がより一致し、60MHz以下の帯域で異なっていたピークは 45MHz付近のピークで一致した。

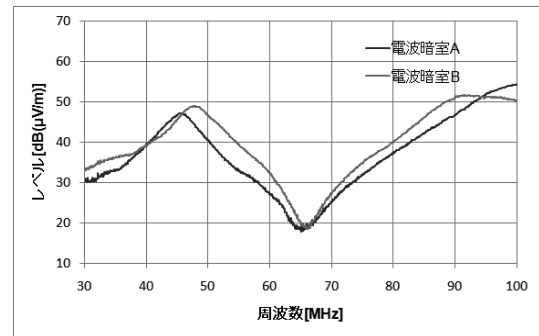
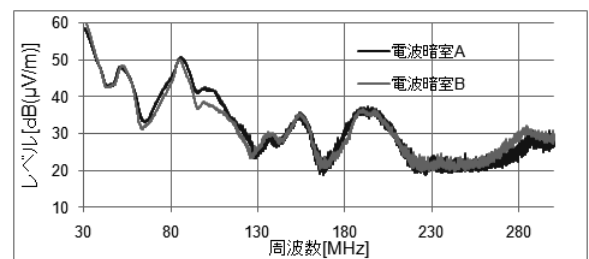
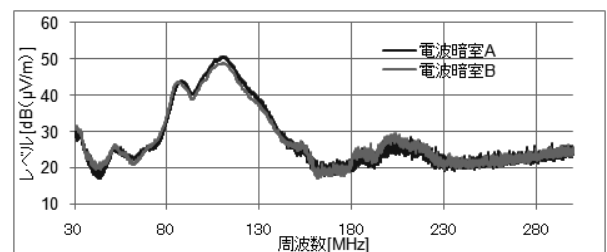


図3. LED電球の放射エミッション測定結果 (VHF-LISN 使用)

また、雑音電力測定が電源ケーブルから出る放射ノイズのみ測定しているのに対して、放射エミッション測定は供試装置自体から出る放射ノイズも測定している。特に直管型LED照明では偏波によってノイズ源の切り分けがある程度可能で、垂直偏波は電源ケーブル(図4.(a)参照)、水平偏波は供試装置からの放射ノイズ(図4.(b)参照)が支配的である。したがって、LED照明装置の測定方法としては雑音電力測定よりVHF-LISNを使用した放射エミッション測定が適切である。



(a) 垂直偏波



(b) 水平偏波

図4. 直管型LED照明装置の測定結果 (VHF-LISN 使用)

## 5. まとめ

電波暗室間で測定結果の周波数特性が異なる事例

(レベルの差異、ピーク周波数の差異)のデータを取得した。VHF-LISNを使用することで電波暗室間の放射エミッション測定の結果の差が少なくなった(相関係数 0.84 から 0.98)。LED照明装置の測定方法としてはVHF-LISNを使用した放射エミッション測定が適切であることを実験で証明した。

今後、規格制定に向けてデータ収集を継続する。

(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 6 月 24 日再受付)

## 文 献

- (1) 田中嶋 克行: EMCC レポート 26 号, 電波環境協議会, 2009, pp12-17.

## ノート

## インクジェット式三次元造形機を用いた製品製作とその精度評価

小船 諭史\*<sup>1)</sup> 西川 康博\*<sup>1)</sup> 阿保 友二郎\*<sup>1)</sup>

## Accuracy Evaluation of 3D Ink-Jet RP Manufactured Products

Satoshi Kobune\*<sup>1)</sup>, Yasuhiro Nishikawa\*<sup>1)</sup>, Yujiro Abo\*<sup>1)</sup>

キーワード：インクジェット式三次元造形機，RP，ラピッドプロトタイピング

Keywords : Ink-Jet-Type Rapid Prototyping , RP, Rapid Prototyping

## 1. はじめに

近年，製品開発において設計から製作までのリードタイムの短縮化が求められている．この要望に対応するために設計と並行して製品の試作が可能である三次元造形機が広く用いられている．当センターにおいてもインクジェット式三次元造形機を導入しているが，形状・寸法，製品概観および部品干渉等の確認での利用が主であり，実製品製作の例は少ない．今後更なる実製品製作を図るためには，造形品の表面性状，寸法・形状精度に関するデータ蓄積が不可欠である．

本研究ではインクジェット式三次元造形機により製作した造形品の表面性状，寸法精度，形状精度を評価した．

## 2. 試験装置

本研究ではインクジェット式三次元造形機として CONNEX500 (Objet 社製) を用いた．同造形機の仕様を表1に示す．同造形機は紫外線硬化樹脂の液滴を連続的に噴射，液滴をローラで均一化させながら硬化し，三次元形状を造形するものである．図1に同造形機のプリンタヘッド走行方向と座標系の関係を示す．図2に造形品の一例を示す．

表1. 三次元造形機の仕様

積層ピッチ	30 $\mu$ m
造形解像度	X 軸 600dpi, Y 軸 600dpi, Z 軸 800dpi

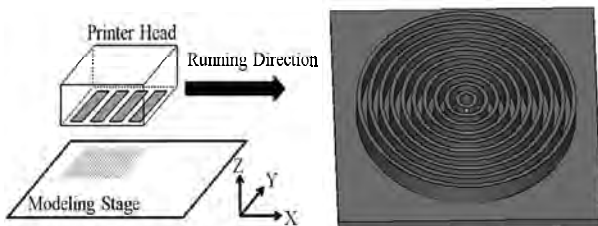


図1. 三次元造形機の座標系 図2. 造形品の一例(軸モデル)

## 3. 評価内容および結果

**3.1 表面性状の造形方向異方性評価** 同造形機で製作した造形品表面には造形痕が筋目状に残留する．この造形痕は造形方向により様相が異なるため，各面 (XY 面, YZ 面, ZX 面) の表面粗さ (算術平均粗さ  $R_a$ ) を評価した．その結果を図3に示す．これより，表面性状は造形方向異方性を示すことがわかる．この原因は，XY 面では，噴射された樹脂がローラによって均一化され，樹脂の噴射および硬化が連続的であるが，他の面ではローラの作用がなく，樹脂の噴射および硬化が不連続であるためと推定できる．

**3.2 寸法・形状精度の造形方向異方性評価** 各造形方向の寸法精度を調べるために階段状の段差寸法を測定した．試験片の段差は 0.1mm~1mm (0.1mm ピッチ), 1~10mm (1mm ピッチ), 10~100mm (10mm ピッチ) の3種類とした．その結果，X 方向および Y 方向では，プラスの誤差，Z 方向ではマイナスの誤差が生じた．しかし，誤差は表1における造形解像度以下であり，造形サイズの増大に伴った誤差の変化は生じなかった．

次に，軸および穴形状の試験片を作製し，設計値寸法と造形品寸法を比較した．試験片寸法は  $\phi$  10~ $\phi$  100mm (10mm ピッチ) とした．図4, 5に設計値寸法と造形誤差の関係を示す．両図において，造形誤差は軸では全方向でプラス方向 (最大で 0.3mm 程度) が支配的であり，穴ではマイナス方向 (最大で -0.15mm 程度) が支配的である．これより，同造形機で作製した製品は，軸，穴形状によらず実体が設計値より大きくなると言える．また，軸，穴寸法においては，造形品寸法の増大に伴う造形誤差の変化が生じることを確認した．この造形誤差の変化は造形方向によって異なるが，軸形状では造形品サイズの増大に伴う誤差の増大，穴形状では，造形品サイズの増大に伴う誤差の減少を確認した．

さらに，三次元座標測定機を用い軸，穴の実体形状をスキニング測定し，形状精度 (真円度) を調べた．その結果，これらの形状は造形方向に依存して引き伸ばされた形状や押し縮められた形状となるがわかった．

\*<sup>1)</sup> 電子・機械グループ

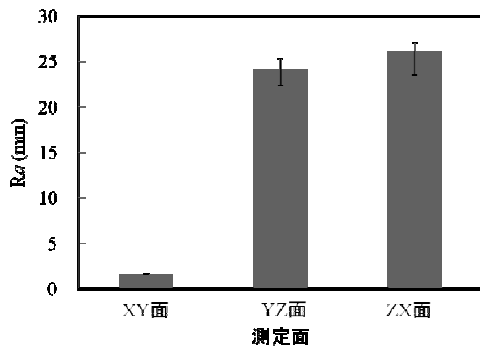


図3. 各面の算術平均粗さ Ra

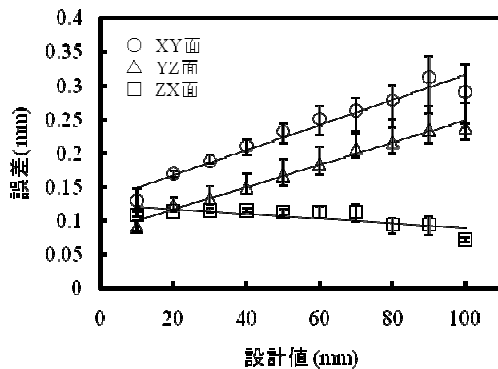


図4. 軸形状における設計値寸法と造形誤差の関係

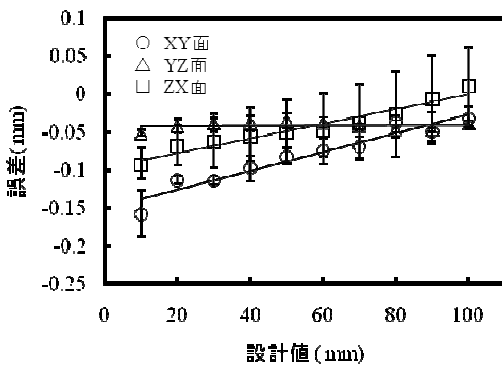


図5. 穴形状における設計値寸法と造形誤差の関係

3. 3 補正による寸法・形状精度の向上 3.2 節で明らかになった結果を用い、造形方向、寸法ごとの寸法・形状の補正を試みた。補正のため、軸、穴の第一軸と第二軸 (XY 平面の形状であれば、第一軸：X 軸、第二軸：Y 軸) の二点間寸法を算出し、オフセット誤差と倍率誤差に分離した補正式を求めた。ここで、オフセット誤差とは設計値と実測値の関係より求めた近似直線の初期誤差、倍率誤差とは傾きにより生じる誤差である。

得られた補正値を、楕円として定義した軸、穴形状の長軸と短軸寸法として CAD 寸法に適用した。補正前後の実体の形状精度 (形状精度のプロファイル) を重ね合わせた結果の一例を図 6, 7 に示す。補正を実施したモデルの呼び径

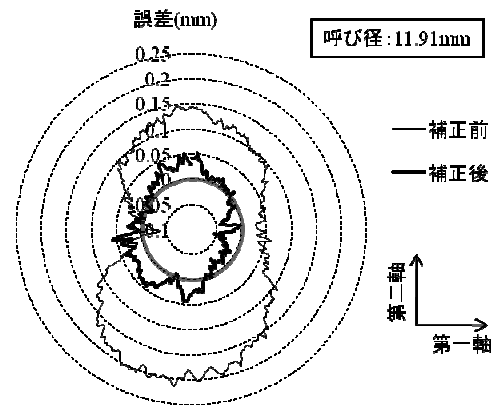


図6. 軸形状における形状補正効果の一例 (XY 面)

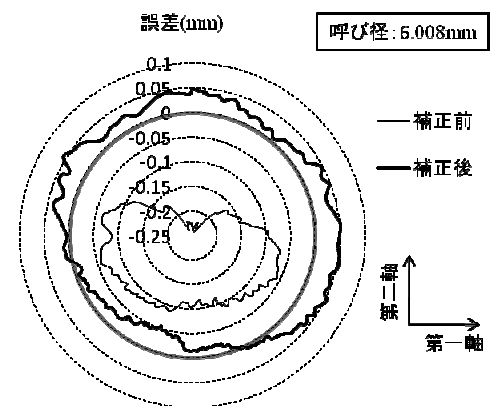


図7. 穴形状における形状補正効果の一例 (XY 面)

は、軸モデルが 11.91mm、穴モデルが 6.008mm である。これらより、形状精度 (真円度) を 0.2mm 程度 (補正前) から 0.1mm 程度 (補正後) まで向上できることがわかった。ただし、この補正方法が様々な寸法、造形方向に効果を示すかについてさらに調査が必要である。

#### 4. まとめ

インクジェット式三次元造形機により製作した造形品の表面性状、寸法・形状精度は、造形方向異方性を示すことが明らかとなった。また、CAD 上の補正により、軸と穴の形状精度 (真円度) は 0.1mm 程度まで向上することが可能であった。

今後は、本研究で得られた基礎データをもとに、樹脂注型のマスターモデル等の高精度が要求される製品への適用を目指す。

(平成 23 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 7 月 27 日再受付)

#### 文 献

- (1) 小金井 誠司:「インクジェット式三次元造形機 (RP) の実造形に関する検証」, 東京都立産業技術研究センター平成 21 年度萌芽研究結果報告書(2010)



## ノート

## 伝統的工芸品多摩織を用いた新規製品開発

原 めぐみ\*<sup>1)</sup> 藤田 茂\*<sup>1)</sup> 池田 善光\*<sup>1)</sup> 小林 研吾\*<sup>1)</sup> 吉水 壯吉\*<sup>2)</sup>

## New product development of Traditional craft TAMAORI

Megumi Hara\*<sup>1)</sup>, Shigeru Fujita\*<sup>1)</sup>, Yoshimitsu Ikeda\*<sup>1)</sup>, Kengo Kobayashi\*<sup>1)</sup>, Soukichi Yoshimizu\*<sup>2)</sup>

キーワード：伝統的工芸品, デザインシミュレーション

Keywords : traditional craft, design simulation

## 1. はじめに

多摩織とは八王子市を中心に伝統的に織られてきた「お召し織」「紬織」「風通織」「変わりつづれ織」「もじり織」の5種類の技法からなる絹織物の総称であり経済産業大臣指定の伝統的工芸品である。現在、多摩織は伝統技法の次代への継承と、八王子の地場産業の活性化、多摩織ブランドの新たな市場の開拓が求められている。そこで、これまで和装中心であった多摩織の新たな商品展開としての洋装雑貨である帽子的開発を行いたいという要望を共同研究先から受け、時代の需要を取り入れた新規性の高いデザインと新しい技術を用いた製品開発を行った。

## 2. 試験方法

## 2.1 帽子用生地としての翠紗(すいしゃ)技法の検討

翠紗技法とは多摩織技法5種の中の「もじり織」に分類されている絹織物である。強ねん糸を糊でより止めし、たて糸と同じ糸をよこ糸に用いて製織し、糊抜きしたものである。たて糸とよこ糸が非常に強いよりのため、平織の組織を用いているが、紗のように目が粗く外観が透けた織物である。そのため、夏物着尺地や袴地に適している。本研究では帽子的生地として使用することを考慮し、生地に厚みや張りが必要であると考え、ねん糸の際に糸を1本増やす等し、ねん糸・製織条件の検討を行い、製織した(表1)。

表1. 帽子用生地の撚糸・製織条件

撚糸	
玉糸 54dtex × 生糸 18.9dtex × 生糸 18.9dtex	} 下撚 Z1000 回/m
玉糸 54dtex × 生糸 18.9dtex × 生糸 18.9dtex	
製織条件・箆(おさ)	上撚 S 2000 回/m
18算(よみ) (1本入) 19羽/cm	

\*<sup>1)</sup> 繊維・化学グループ\*<sup>2)</sup> 吉水工房

## 2.2 市場調査と製品企画

市場動向を製品企画に取り込むため市場調査・分析を行った。2011春/夏トレンドカラー・素材・柄・形状等といった帽子的製品企画を立案するにあたり必要な情報を得るため、トレンド情報機関、見本市情報、情報紙、マーケットからの情報の抽出、街頭調査、聞き取り調査を行った。

## 2.3 デザインシミュレーション技法の検討

織物用 CAD ソフト(4DBOX; トヨシマビジネスシステムズ社製)を用いて PC 上での糸・生地を作成を行い、表情を実物に近い物になるようデザインシミュレーションを行った。また、それらを帽子的の形状へ CG 技術を用いて貼り込み、最終的な製品イメージ、デザインの検討を行った。

## 3. 結果と考察

## 3.1 帽子用生地としての織物設計と製織技術の改良

製織した生地(図1)を検討した結果、翠紗の生地は透けていて、表面に凹凸等がなく、帽子的の生地として単独で使用するには生地表面の表情が乏しかった。そこで、よこ糸につむぎ糸を部分的に織り込み、生地の表情に変化を与えた。つむぎ糸は強ねん糸と比較して、撚りが弱く、太むら部位(スラブ)があるため、よこ糸に部分的に使用することにより、透けた部分と透けていない部分のコントラストが強調されるとともに太むら部位(スラブ)が生地の表面にランダムに発生して、表情が豊かになった(図2)。結果、伝統的工芸品の枠の中で織物を帽子的に改良することができた。

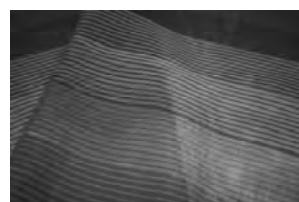


図1. 製織した翠紗の生地



図2. つむぎ糸を用いた生地

### 3. 2 製品企画立案

調査・分析結果を基に、伝統的工芸品多摩織を用いた帽子の製品企画を立案した(表 2)。ターゲットは価格設定が少々高めであっても購入可能である点と、伝統工芸品や国産織物に興味・理解を示す世代である点から世代は50代以上の女性をピックアップした。形状に関しては、市場動向(定番型, 売れ筋, トレンド予測)を考慮して2タイプ選出した。帽子全体の印象, イメージは価格帯が3万円前後である点と、伝統工芸品である点を考慮した。また、色彩に関しては市場調査・分析の際に得たデータから色彩を抽出し、トレンド予測を加味し12色を選出した。

表 2. 製品企画

シーズン	2011年春/夏
ターゲット	50代~女性
形状	つば広帽, キャスケット
イメージ	エレガント, シック,
カラー	柑橘類の様な爽やかな色彩 オレンジ, イエロー, グリーン等 12色
商品化	ブランドタグの付与

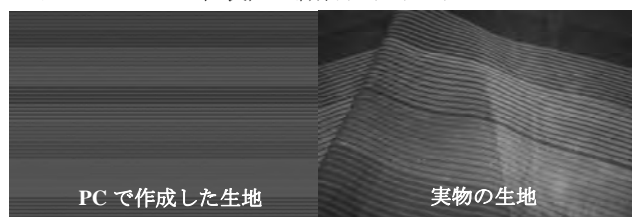
### 3. 3 デザインシミュレーション技法の開発と製品デザインの作成

(1) PC 上での糸の作成 翠紗の糸に関しては製織の際のねん糸条件を参考にして太さ, 表情等を調整した(図 3)。つむぎ糸に関しては, スラブ部分の表情に対してペンツール等を活用し描写, 表現した。その際, スラブが生地全体にランダムに散り, 生地の表情として規則性による違和感が出ないように留意しながら糸の表面の調整を行った。



図 3. 糸の作成画面

(2) PC 上での生地 of 作成 糸の作成時と同様に, 製織条件を考慮に入れながら密度等の調整をし, 紙に出力した。拡大鏡で見比べる近目の印象と, 手に持って見比べる遠目の印象を確認し, 実物に色, 密度が近似するように調整を重ねた。また, 最終的な仕上げの作業として, 微妙な色の調整, 織布の表情の調整には画像処理ソフト(Photoshop; アドビシステムズ社製)へ織物デザインデー



← 比較・調整 →

図 4 生地 of デザイン作成作業

タを移行し作業を行った(図 4)。

(3) 帽子の形状への生地 of 貼り込み 帽子を撮影した写真の生地部分の色, 柄等の情報を消し, 無地の状態にした画像を用意した。織物デザインシミュレーション画像を帽子のパターンに合わせて, 部品ごとに貼り込んでいき, しわや影等の調整を行った(図 5)。



図 5. 帽子の形状への貼り込み作業

これらの手法を活用することにより, 翠紗生地を用いた帽子のよりリアルなシミュレーション画像の作成を行うことができ, 円滑なデザイン検討, デザイン選定が可能となった。これを基に実物の製品を7点製作することができた(図 6)。



図 6. 製品 7 点中 4 点

## 4. まとめ

本研究では, 伝統的工芸品多摩織の技術の中で新たに洋装雑貨向けに織物設計をし, 現代の市場動向を取り入れた製品企画を立案し, 最新の CG 技術を取り入れたデザイン作成とデザイン検討を行った。その結果, 今までの和装製品を軸としていた多摩織の製品とは異なった, 新たな表情を持った多摩織の製品を製作することができた。今回開発した翠紗技法の織物設計や CG によるデザインシミュレーション手法, 画像合成手法は今後, 他の伝統的工芸品の製品開発支援にも活用可能である。

(平成 23 年 5 月 18 日受付, 平成 23 年 6 月 16 日再受付)

## ノート

## バナナ繊維/ポリブチレンサクシネート複合体の機械特性

安田 健<sup>\*1)</sup>, 梶山 哲人<sup>\*2)</sup>, 成瀬 雅公<sup>\*3)</sup>, 村田 清<sup>\*4)</sup>, 村上 雅人<sup>\*4)</sup>

## Mechanical properties of banana fiber/polybutylene succinate composites

Takeshi Yasuda, Tetsuto Kajiyama, Masahiro Naruse, Kiyoshi Murata, Masato Murakami

キーワード: バナナ繊維, ポリブチレンサクシネート, 複合体, 機械的特性

Keywords: Banana fiber, Polybutylene succinate, Composites, Mechanical properties

## 1. 緒言

現在, プラスチックは大量消費社会に欠かすことの出来ない材料であり, 様々な分野において利用されている。しかし近年, 地球温暖化の問題解決に向けて, 二酸化炭素(以下 CO<sub>2</sub>)排出を伴う石油を代表とする化石資源材料から大気中の CO<sub>2</sub> 量を増加させない, また CO<sub>2</sub> 排出を伴わない環境に低負荷な材料への切り替えが強く望まれている。その対策の一つとして, 天然繊維を利用してプラスチックと複合化することにより, プラスチックの使用量の削減, 高強度化などが期待されている。

本研究では, 数多くある天然繊維から, 利用状況, 生育との関係から大量に廃棄されるバナナの葉から採取されたバナナ繊維を用いて, 樹脂との複合化を行い, 曲げ試験, 衝撃試験を行った。

## 2. 実験方法

2.1 試料の作製 本研究では, バナナ繊維を長さ 5 mm にカットしたフィラー(以下 BF, 図 1)とバナナ繊維を 10% 水酸化ナトリウム溶液に室温で 2 時間浸漬した後, イオン交換水で中性になるまで洗浄し, 長さ 5 mm にカットしたフィラー(以下 BF-A)の二種類を, ポリブチレンサクシネート(以下 PBS, ビオノーレ#1020, 昭和高分子製)を用いた。複合方法は, ホットプレス機を用いて PBS と BF, BF-A をプレスした後, 粉碎し, 重量比でフィラー:PBS = 10:90(以下 10 wt. %), 20:80(以下 20 wt. %)となるように, 二軸押出機(PCM-30,  $L/D = 31.5$ ,  $D = 30$  mm,  $D$  はスクリュウ径,  $L$  はスクリュウ長さ, 池貝製)を用いて, シリンダー温度 140 °C で融融混練した。その後, 射出成形機(ネスタール 150/75, 最大型締力 75 トン, 住友重機械工業製)を用いて, 多目的試験片を成形した。多目的試験片の両端を切り, 長さ 80 mm × 幅 10 mm × 厚さ 4 mm の試験片を作製した。

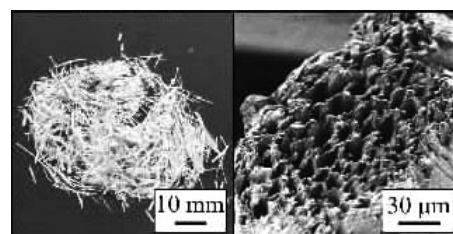


図 1. バナナ繊維

2.2 機械的特性の評価 作製した試料を各試験 5 本ずつ材料試験機(オートグラフ AG-10TD, 島津製作所製)を用いて, 曲げ弾性率, 曲げ強さの測定(支点間距離 64 mm, 試験速度 2 mm/min)と先端半径 0.25 mm, 深さ 2 mm の切欠きを入れ, シャルピー衝撃試験機(DG-UB, 東洋精機製作所製)を用いてシャルピー衝撃試験を行った。

## 3. 結果と考察

3.1 試料の表面形態 図 2 に BF と BF-A の表面の走査型電子顕微鏡(以下 SEM) 写真を示す。BF の表面形状がほぼ平滑であるのに対して, BF-A の表面には細かい凹凸がみられた。図 1 の断面図, 図 2(a)の側面図に示すようにバナナ繊維は, 数十本からなる数 μm の単繊維がリグニンで覆うような構造になっている<sup>(1)</sup>。水酸化ナトリウム水溶液で

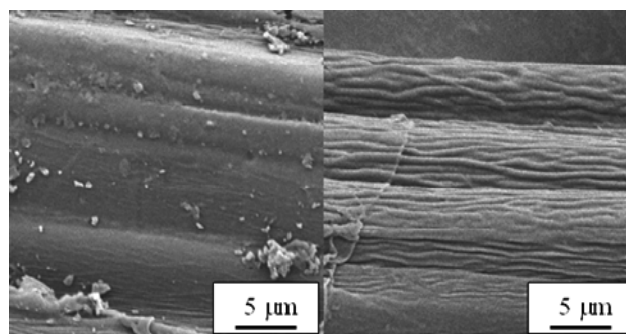


図 2. 二種類のフィラーの電子顕微鏡写真

\*1) 繊維・化学グループ

\*2) 材料技術グループ

\*3) 芝浦工業大学大学院

\*4) 芝浦工業大学

処理することによりバナナ繊維の表面にあるリグニンの一部分が除去され、単繊維の一本一本が表面に現れていると考える。

**3. 2 三点曲げ試験** 図3にPBS/BF複合体の三点曲げ試験における公称応力-公称ひずみ曲線を示す。PBSにBFを複合化させることにより曲げ弾性率、曲げ強さが向上した。BFの含有量が10 wt. %ではPBSと同様に公称ひずみ0.2まで伸びたが、BFの含有量が20 wt. %になると、公称ひずみが0.1未満で破断し、脆くなった。

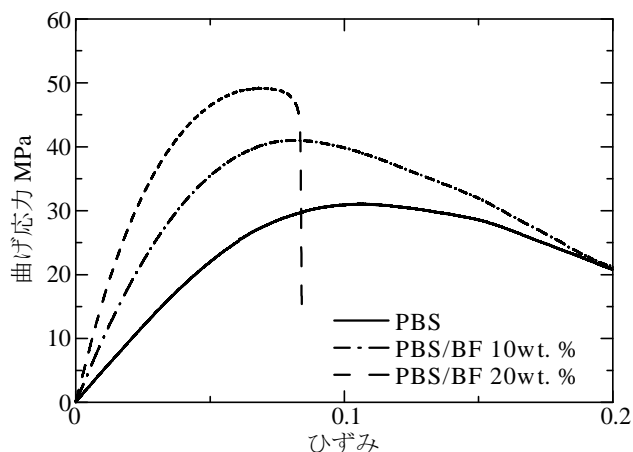


図3. BF/PBS複合体の三点曲げ試験における公称応力-公称ひずみ曲線

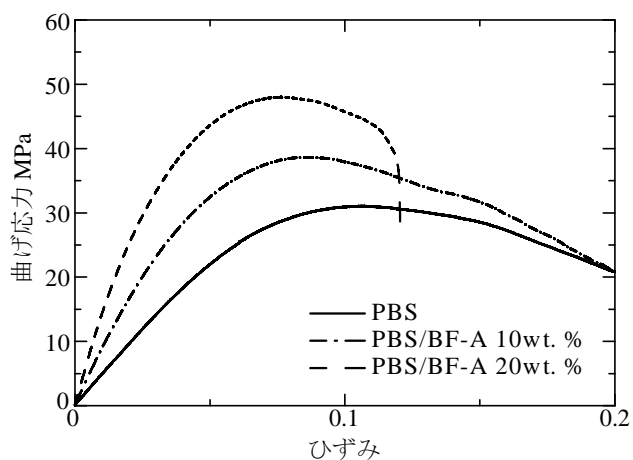


図4. BF-A/PBS複合体の三点曲げ試験における公称応力-公称ひずみ曲線

図4にBF-A/PBSの複合体の三点曲げ試験における公称応力-公称ひずみ曲線を示す。BF/PBS複合体と同じようにBF-A/PBS複合体も、BF-Aの含有量が増加すると、曲げ弾性率、曲げ強さが大きくなり、小さなひずみで破断した。バナナ繊維の含有量が同量の場合、BF/PBS複合体に比べ、BF-A/PBS複合体は、最大応力が小さくなった。20 wt. %では、BF/PBSと比較して最大応力は小さくなったが、破断ひずみが大きくなった。複合体が破断する場合、マトリックスとフィラーの界面から破断すると考えられるが、破断ひずみの向上したことから、マトリックス(樹脂)とフィラー(バナナ繊維)の界面密着性の向上が示唆されるため、

BFとBF-Aでは、BF-Aの方がPBSとの界面密着性が高いと考える。

**3. 3 シャルピー衝撃試験** 図5にシャルピー衝撃試験の結果を示す。結果は5回の平均値である。PBSとバナナ繊維を複合化することにより、PBS単体より衝撃値が下がった。しかし、BF、BF-Aともに含有量を増やすことにより、衝撃値は向上する傾向を示した。また、BF-A/PBS複合体のほうが、BF/PBS複合体よりも衝撃値が高かった。

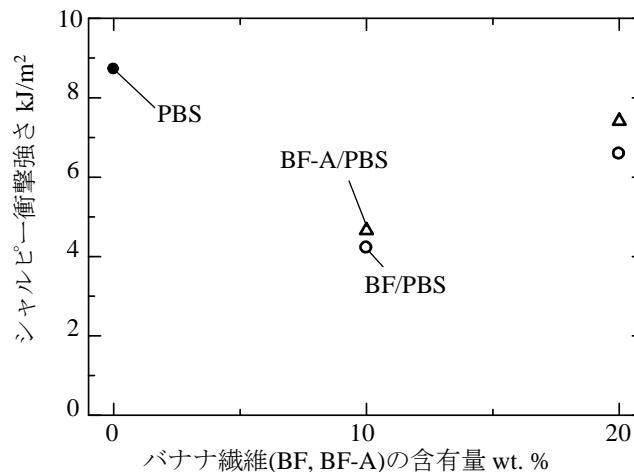


図5. PBS, BF/PBS複合体とBF-A/PBS複合体のシャルピー衝撃強さ

図6にシャルピー衝撃試験後の破断面にあるバナナ繊維のSEM写真を示す。BF(図6(a))は、図2(a)と同じように表面が平滑であることから、バナナ繊維がPBSから引き抜が生じているために、抜けた部分がポイドとなり、破断しているものと考えられる。BF-A(図6(b))は、バナナ繊維の表面に樹脂が付着しているような状態になっている。

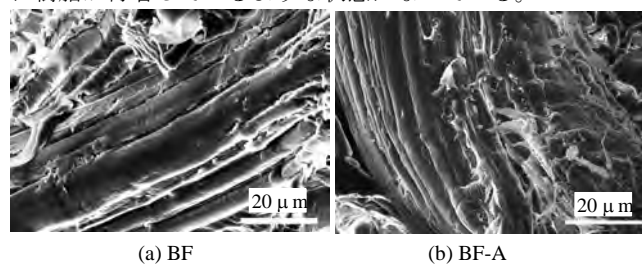


図6. BF/PBSとBF-A/PBS複合体の破断面におけるバナナ繊維のSEM写真

#### 4. 結言

- (1) バナナ繊維を水酸化ナトリウム水溶液(アルカリ溶液)で処理することにより、処理しない場合に比べて、曲げ試験において破断伸びが大きくなるが、最大応力および弾性率は小さくなる。また、衝撃強さは大きくなる。
  - (2) アルカリ処理することにより、バナナ繊維と樹脂との界面の密着性が向上する。
- (平成23年5月19日受付, 平成23年7月5日再受付)

#### 文献

- (1) 島地謙, 須藤彰司: 木材の組織, 47 (1976) 森北出版

## ノート

## プラスチック射出成形におけるゲートの影響

安田 健<sup>\*1)</sup>, 長谷川 英暁<sup>\*2)</sup>, 清水 研一<sup>\*3)</sup>, 福田 良司<sup>\*4)</sup>, 柴野 三朗<sup>\*2)</sup>

## Effect of width of gate on polymer injection molding

Takeshi Yasuda, Hideaki Hasegawa, Kenichi Shimizu, Ryoji Fukuda, Saburo Shibano

キーワード: プラスチック射出成形, ゲートの幅, 金型設計

Keywords: Injection molding, Width of gate, Mold design

## 1. はじめに

現在の我々の生活において、触れない日がないほど、プラスチックは必要不可欠のものである。そのプラスチック製品の多くは、射出成形で作られる。近年日本では、「少品種大量生産」から、「多品種少量生産」にシフトしている。射出成形において、「少品種大量生産」するために、一個取り金型から多数個取り金型にシフトし、その中で品質向上のため、金型内のランナバランスの問題が取り上げられ、射出成形 CAE ソフトウェア結果と経験により解決してきた。「少品種大量生産」を実現する多数個取りにおいては、スプルからゲートまでの形状および長さが問題となったが、「多品種少量生産」を実現するためには、同一の金型で異なる形状の製品を成形する必要が生じる。この技術は、製品の形状が異なるために、多数個取りにおけるランナバランスに加えて、製品に必要な充填圧力バランスを取ることが重要となる。良好な金型を作製するために、トライ&エラーを繰り返し、金型を改良していくことになるが、できる限り金型の修正は簡単なほうが生産効率の向上に寄与できる。例えば、ゲートやランナ部分を入れ子にして、交換することで、異なる製品の同時成形金型内の充填バランスを制御できれば、品質向上および短納期に貢献できる。そこで本研究では、射出成形金型におけるゲートの幅に着目し、充填時におこる現象について検討を行った。

## 2. 実験方法

2.1 材料 成形材料として、ポリプロピレン(MA1B, 日本ポリプロ製)を用いた。

2.2 射出成形 射出成形機には、油圧式射出成形機(ネスタール 150/75, 最大型締め力 75 ton, 住友重機械工業製)を用いた。金型の模式図を図 1 に示す。製品形状は、JIS K 7113<sup>1995</sup> 1号形試験片である。ゲート A, B は、入れ子で

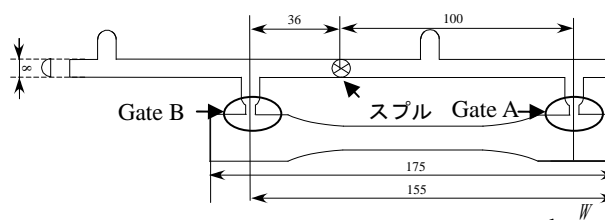


図 1. 射出成形品の形

厚さ, 幅を変えることができる。本研究では、ゲートの厚さは 2 mm とし、樹脂温度およびゲート A, B の幅を表 1 のように変えて成形を行い、試験片にできるウエルドラインの位置を計測した。すべての Case において、射出速度を 5.5 ~ 33 cm<sup>3</sup>/s の間で変化させた。金型は室温で使用した。

表 1. ゲートの幅と樹脂温度

	Width of Gate A	Width of Gate B	Resin temp.
unit	mm	mm	℃
Case 1	6	6	200
Case 2	2	2	200
Case 3	2	2	230

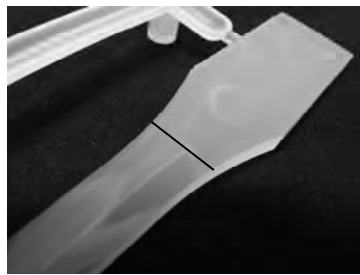
2.3 金型内流動結果の表示 ノズルから充填された樹脂は、スプルを通りランナで二方向に分岐され、片方の流動先端は 100 mm 先で分岐されゲート A に、もう片方の流動先端は 36 mm 先で分岐されゲート B に到達する。樹脂の温度変化を考えない場合(等温系), 流動距離の短いゲート B から充填された後、ゲート A が充填され、製品部におけるウエルドライン<sup>(1)</sup>は図 2(a)のようにゲート A 側にできる。充填パターンの一つの指標として、そのウエルドラインの位置(以下 w)を測定した。w を、図 1 に示す座標系 W を用いて表す。

\*1) 繊維・化学グループ

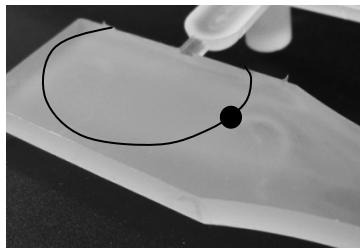
\*2) 株式会社総合プラスチック

\*3) 材料技術グループ

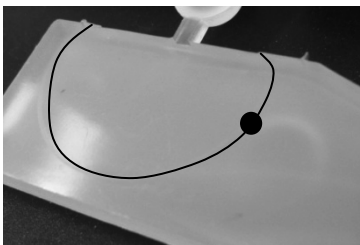
\*4) 機械技術グループ



(a)パターン 1



(b)パターン 2



(c)パターン 3

図 2. 様々なウエルドライン

例えば、ゲート A からのみ充填される場合、 $w$  は 175 mm となり、ゲート B からのみ充填される場合、 $w$  は 0 mm となる。ウエルドラインが斜めの場合、中心位置を測定した。図 2 (b), (c) のようなウエルドラインの場合(共に図 1 のゲート B 付近にできたウエルドライン)、図中の黒丸付近で測定を行い、(b)  $w = 139$  mm, (c)  $w = 150$  mm とした。

### 3. 結果と考察

Case 1 ~ 3 における成形条件の違いによる  $w$  を図 3 に示す。ゲート A, B の幅が 6 mm である Case 1 においては、射出速度が変化しても  $w$  は変化しなかった。一方、Case 2 では、射出速度が速くなると  $w$  が小さくなった。Case 3 は、Case 1 と比較すると  $w$  が大きく、また、射出速度が速くなるとわずかではあるが  $w$  が小さくなる傾向を示した。

射出成形は、加熱した樹脂を金型に充填する成形方法で、高温の樹脂が金型により冷却される過程と粘性発熱による温度上昇する過程が複合している。ゲートの幅が 6 mm である Case 1 においては、射出速度によらずウエルドラインの位置が同じことから、等温系の考え方で  $w$  (充填挙動) が予想できる。Case 1 と Case 2 は、ランナ部での金型からの冷却および発熱は等価であるが、ゲート断面積の小さい Case 2 のほうが、ゲート部での圧力損失は大きくなる。金型内流れは、ファウンテンフロー<sup>(2)</sup>であるため、固化相の形成により実際に流動できる断面積は本来の断面積より小さくなる。射出速度が小さければ、固化相は大きくなる。

そのため、ランナ部で同じ厚さの固化相を持つと仮定すると、Case 1 と Case 2 のゲート断面積に対する流動断面積の比 (流動断面積/ゲート断面積) は、Case 2 の方が小さくなり、流路断面積が小さい方がより金型からの冷却の影響を受ける。しかし、冷却だけしか考えないと Case 1, Case 2 とともに、ゲート A, ゲート B では、流動断面積であるため、 $w$  は同じはずである。ランナ部における発熱を考慮すると以下のように考えることができる。射出成形では、ファウンテンフローであるため、現象として全く同じではないが、ランナ部における発熱量は、射出速度が大きくなると増えるが、温度分布が完全発達するまでの距離が長くなる<sup>(3)</sup>。スプルから分岐された樹脂は、ランナ部で発熱する。スプルからの距離の短いゲート B への到達時の樹脂の温度は、スプルからの距離の長いゲート A に比べて低いため、幅 2 mm (Case 2) のゲートのように流路の断面積が小さい場合、樹脂がゲートを通るのが難しいと考えられる。射出速度が速くなるとゲート B の樹脂温度が高くなり、ゲート B でも通りやすくなると考えられる。また、Case 3 のように成形時の樹脂温度を上げることにより、発熱量が少なくてもゲート B から流入しやすくなり  $w$  が小さくなると考えられる。特定の金型や成形条件によるが、ゲートの大きさにより充填挙動を変化させることができることがわかる。

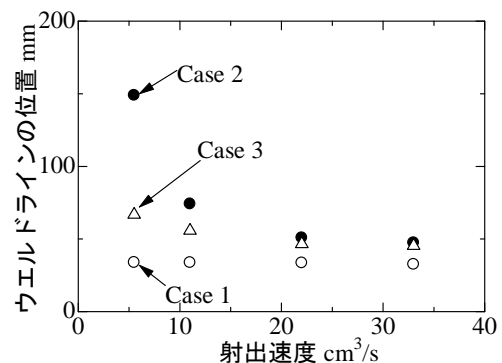


図 3. 射出速度、ゲート幅、樹脂温度が与えるウエルドラインの位置への影響

### 4. まとめ

本研究で、ゲートの大きさを変化させることにより、金型内充填挙動が変化した。そのため、形状の異なる製品を多数個取りする場合などの充填バランスの調整の有効な方法の一つであることが示唆された。

(平成 23 年 5 月 19 日受付, 平成 23 年 6 月 30 日再受付)

### 文 献

- (1) 例えば、プラスチック成形加工学会編：「流す・形にする・固める」, シグマ出版, pp. 161-162 (1996)
- (2) 例えば、プラスチック成形加工学会編：「流す・形にする・固める」, シグマ出版, pp. 160-161 (1996)
- (3) 安田 健, 田上 秀一, 家元 良幸：「円管ダイスウェルの非等温粘弾性シミュレーション-熱移動の影響-」, 成形加工, Vol. 22, No. 12, pp. 685-691 (2010)

## 外部発表一覧／論文

### Degradation of hydroxymaleimide in 2-propanol by irradiation of energetic heavy ions (II) -N<sub>2</sub>-saturated system-

中川清子 (都産技研), 田口光正, 広田耕一 (原子力機構), 村上健 (放医研)

Radiation Physics and Chemistry, 79, pp. 890-893, (2010)

ヒドロキシマレイミドを窒素飽和状態の2-プロパノール中で、初期エネルギーおよび線量率を変化させて重イオン照射した。同じLET領域では、重いイオン照射の方が軽いイオン照射に比べて、微分G値が小さくなった。この傾向は、空気飽和の系と逆の結果となった。また、線量率が1/10になると、G値は1.5倍に増加した。LETが8eV/nmより小さくなると、 $\gamma$ 線照射で得られるG値より小さい値に集束した。

### JTAGを用いた組込みシステムのオンライン自己監視手法

入月康晴, 大原衛, 坂巻佳壽美 (都産技研)

日本信頼性学会論文誌, 第32巻, 3号, pp. 185-190, (2010)

近年、ネットワークに接続される組込み機器が増加し、安心・安全の確保のためのセキュリティの向上が求められている。本研究においては、FPGA (Field Programmable Gate Array) 上に組込みシステムを構築することを前提とし、これまでの研究成果を踏まえ、意図的な攻撃に対する「セキュリティ」と偶発的な故障に対する「ディペンダビリティ」に対する効果的な対策手法を提案することで、システムの信頼性向上を図った。

### 炭素源質化性分析を用いた環境汚染糸状菌の同定および同定精度の向上

小沼ルミ, 瓦田研介 (都産技研), 渡辺麻衣子, 工藤由起子, 小西良子 (国立医薬品食品衛生研究所), 高鳥浩介 (NPO法人カビ相談センター), 一戸正勝 (東京家政大)

防菌防黴誌, Vol. 38, No. 6, pp. 363-369, (2010)

環境汚染糸状菌4属30種30株に対してMicroLog Systemを用いた炭素源質化性分析による同定と同定精度の向上を検討した。その結果、現状のシステムでは同定精度に課題があることが分かった。また、由来の明確な供試真菌を用いてデータベースの補正を行うことで同定精度が向上することが明らかになった。

### スギ間伐材炭化物の紙への添加と吸着特性—未利用木質バイオマスの有効利用—

瓦田研介 (都産技研), 福井浩, 竹村彰夫 (東大・院), 辰巳和久 (山陽製紙)

紙パテ協誌, 第64巻, 第7号, pp. 833-839, (2010)

スギ間伐材から調製した炭化物を紙にすきこみ、その吸着特性を調べた。その結果、炭化物の添加によって手すき紙の吸着性が向上した。

### The role of hydroperoxides as a precursor in the radiation-induced graft polymerization of methyl methacrylate to ultra-high molecular weight polyethylene

榎本一郎, 関口正之 (都産技研), 勝村庸介 (東大・院, 原子力機構), 工藤久明 (東大・院)

Radiation Physics and Chemistry, 79, pp. 718-724, (2010)

超高分子量ポリエチレンへの放射線照射によって生成するヒドロパーオキシドを利用してグラフト重合を行った。大気中照射及び大気中保管の条件下で変化するラジカルの挙動を詳細に調べ、グラフト重合に最も関与するラジカル種を特定した。

### Development of collagen condensation method to improve mechanical strength of tissue engineering scaffolds

柚木俊二 (都産技研), 生駒俊之, 田中順三 (東工大)

Materials Characterization, Vol. 61, pp. 907-911, (2010)

コラーゲン線維を高密度化する技術を開発した。コラーゲン多孔質材料の力学強度を飛躍的に高めることができた。コラーゲン多孔質材料は細胞培養基材や動物実験用インプラントなど多岐にわたり使用されているが、脆弱さの解決が課題となっていた。本技術を用いることで人工骨の強化技術など新たな展開が期待できる。

### トリチウム濃縮と随伴水量の実測による固体高分子電解におけるプロトン伝導機構の実証

斎藤正明 (都産技研), 今泉洋 (新潟大), 加藤徳雄 (愛媛県立医技大), 石井吉之, 斎藤圭一 (北大)

Electrochemistry, 第78巻, 第7号, pp. 597-600, (2010)

H<sub>2</sub>O及びD<sub>2</sub>Oの電解による陽イオン随伴水及びトリチウム濃縮の温度変化実験を行い、水素結合ネットワークのプロトン量子による並列反応が生じていたことを実証した。水電解におけるトリチウム濃縮現象の主因が水素同位体効果ではなく、この並列反応であったことを明らかにした。

### Functionalization of PE nonwoven fabric by plasma treatment to improve dyeing affinity

榎本一郎, 添田心 (都産技研), 三島和也, 小林貴司 (株日放電子)

Journal of Photopolymer Science and Technology, Vol.23, pp. 545-548, (2010)

プラズマ処理により超高分子量ポリエチレン不織布の改質を行った。改質の効果を染料による染色で確認したところ、酸性染料及び反応染料で効果が認められた。FT-IRおよびXPSによる表面分析により、不織布に水酸基及びカルボキシル基が確認された。

### Effect of calcium on intermetallic compound layer at interface of calcium added magnesium-aluminum alloy and titanium joint by friction stir welding

青沼昌幸 (都産技研), 中田一博 (阪大)

Materials Science and Engineering B, 173, pp. 135-138, (2010)

実用化が進んでいる難燃性マグネシウム合金を、摩擦攪拌接合法により工業用純チタンと異種金属接合し、接合性および接合界面組織と接合強さに及ぼす合金元素の影響について検討を行った。接合

条件の適正化により継手の形成が可能であることが判明し，高強度を得られる場合の接合界面組織について詳細な解析を行った。

#### 炭素繊維を用いた球状繊維集合体の生ごみ処理機用担体としての適合性

樋口明久，山本清志，近藤幹也（都産技研），清水義雄，高寺政行（信州大）

Journal of Textile Engineering, Vol. 56, No. 4, pp. 117-122, (2010)

炭素繊維による球状繊維集合体の成形方法を考案し，その機能として菌付着性能を評価した。開発した球状繊維集合体の密度と菌付着性の関係より，密度の変化にともない菌付着量が増減することがわかった。これにより，炭素繊維を用いた球状繊維集合体は生ごみ処理用の担体として使用でき，再現性もあることが確認できた。また，処理槽内部に水分を補給することで，ウッドチップと遜色なく，菌の増殖が促進されることがわかった。

#### シリコン含有DLC膜上の自己組織化単分子膜形成および摩擦特性

川口雅弘（都産技研），崔竣豪，桜井健一，加藤孝久（東大）

トライボロジスト，第55巻，第8号，pp. 572-577, (2010)

Si含有DLC膜上に自己組織化単分子膜（SAM）を形成し，その表面の摩擦特性について検討した。その結果，Si含有量に伴いSAMの形成速度が増加し，摩擦力が低減することなどを見出した。

#### Introduction of conductivity on non-conducting polyaniline by low-energy proton implantation

中川清子（都産技研），太田信昭（広島大）

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 268, pp. 2467-2469, (2010)

ペレット状ポリアニリン（アニリンブラック）にイオン密度 $4 \times 10^{10}$  ions/cm<sup>2</sup>/s程度で $1 \times 10^{15}$  ions/cm<sup>2</sup>程度のプロトンを注入することにより，未注入では $108 \Omega \text{ cm}$ 程度の抵抗率が $30 \Omega \text{ cm}$ 程度まで減少した。

#### Acetaldehyde removal from indoor air through chemical absorption using L-cysteine

水越厚史（都産技研），山下喬子，野口美由貴，柳沢幸雄（東大）

International Journal of Environmental Research and Public Health, 7(9), pp. 3489-3498, (2010)

L-システインを利用した化学的吸収法による，室内環境中のアセトアルデヒドを浄化する処理に関する研究論文である。

#### Dry press forming using CVD diamond film coated tool polished by non abrasive ultrasonic vibration polishing

横沢毅，玉置賢次，藤巻研吾（都産技研），片岡征二（湘南工科大），佐藤隆（南ノンク），加藤忠郎（日進精機株）

Steel research international, Vol. 81, No. 9, pp. 698-701, (2010)

プレス金型にコーティングされたCVDダイヤモンド膜の研磨法を開発すると共に，開発した研磨法で研磨を施した絞り金型で，ドライプレス加工を試みた。その結果，厚さ1mmのステンレス板（SUS304）の1万回のドライ絞り加工に成功した。この結果から，

CVDダイヤモンド膜コーテッド工具によるドライプレス加工の可能性が確認された。

#### Dry small hole shearing of cold rolled steel sheet with electroconductive ceramic tools

玉置賢次（都産技研），真鍋健一（首都大），片岡征二（湘南工科大），相澤龍彦（芝浦工大）

Steel Research International, Vol. 81, No. 9, pp. 1026-1029, (2010)

セラミックス工具を用いたドライ加工が有効であることは，これまでの研究により明らかであるが，せん断加工に使用されることは少なかった。特に，ドライで使用することはほとんど考えられてこなかった。そこで，本研究では，各種セラミックスをせん断加工用工具材料とし，ドライせん断加工を実施した。その結果，冷間圧延鋼板の連続10万回のドライせん断加工が可能であることが確認された。

#### Biochemical gas sensor (bio-sniffer) for ultrahigh-sensitive gaseous formaldehyde monitoring

月精智子（都産技研），工藤寛之，鈴木祐貴，高橋大志，荒川貴博，三林浩二（医科歯科大）

Biosensors and Bioelectronics, 26, pp. 854-858, (2010)

ホルムアルデヒドガスを，超高感度にモニタリング可能な生化学的ガスセンサ（バイスニファ）について発表した。

#### Applied analysis and identification of ancient lacquer based on pyrolysis-gas chromatography/Mass spectrometry

神谷嘉美（元：明治大，現：都産技研），本多貴之，陸溶，宮腰哲雄（明治大），北野信彦（東文研）

Journal of Applied Polymer Science, Vol. 118, pp. 897-901, (2010)

本件は明治大学所属時のデータをまとめたものである。安土桃山時代に5トンもの輸入漆が入っていた文献が残されているが，その物的証拠は確認されてこなかった。本件は，京都で出土した四耳壺に付着した黒色物がタイ産漆であることを突き止めたものである。

#### 故繊維を用いた球状繊維集合体の養液栽培用資材としての保水性と吸水性

樋口明久，近藤幹也（都産技研），清水義雄，高寺政行（信州大）

Journal of Textile Engineering, Vol. 56, No. 5, pp. 153-158, (2010)

故繊維を用いた球状繊維集合体の用途として，養液栽培用資材に用いるために，保水性や充填時の吸水性を評価した。その結果，コンジュゲート繊維を50wt%以上混合した球状繊維集合体は，球状繊維集合体の繊維密度により保水性及び充填時の吸水性を制御できることがわかった。さらに養液栽培において，クレイボールと遜色なく，植物が生育することを確認できた。

#### 解剖学的動作拘束条件を考慮した指姿勢の非接触計測法

佐々木智典（都産技研），橋本洋志（産業技術大学院大），横田祥（摂南大），大山恭弘（東京工科大）

日本設計工学会誌，Vol. 45, No. 4, pp. 192-201, (2010)

本論文は非接触，簡易かつ低コストでの指姿勢の計測を可能とす



る、指の解剖学的動作拘束条件を考慮したリンクモデルを用いたステレオ視による計測手法を提案する。本手法は指姿勢や指先位置の計測が比較的精度低くであっても許容できるような用途に向けたものであり、指のモックアップや実際の指を用いた実験によりその精度を検証する。

#### **Kinetics of soil contaminants decomposition by fenton's reaction - experimental and numerical study -**

田熊保彦 (都産技研), 小島紀徳 (成蹊大)

The second Asian conference on innovative energy & environmental chemical engineering, pp. 489-492, (2010)

土壌汚染の原因物質となっている揮発性有機化合物の、フェントン反応による分解処理に関する研究。実験による分解反応速度論の検討とシミュレーションによる現象の解明を行った。

#### **Graft polymerization using radiation-induced peroxides and application to textile dyeing**

榎本一郎, 添田心 (都産技研), 勝村庸介 (東大・院, 原子力機構), 工藤久明 (東大・院)

Radiation Physics and Chemistry, 80, pp. 169-174, (2011)

超高分子量ポリエチレン繊維の染色性を改善するため、放射線グラフト重合を行った。スチレンのスルホン化グラフト物はグラフト率は低いがカチオン染料で濃色に染めることができた。アクリル酸のグラフト物は酸性染料で濃色に染めることができ、染料が繊維の非結晶領域に分布していることがわかった。

#### **Measurement of secondary products during oxidation reactions of terpenes and ozone based on the PTR-MS analysis: Effects of coexistent carbonyl compounds**

水越厚史 (都産技研), 石塚祐輔, 徳村雅弘, 野口美由貴, 柳沢幸雄 (東大)

International Journal of Environmental Research and Public Health, 7, pp. 3853-3870, (2010)

テルペン及びオゾンの酸化反応にて生成される副産物の、PTR-MSによる測定に関する論文であり、共存するカルボニル化合物の影響についても言及する。

#### **Development of a combined real time monitoring and integration analysis system for Volatile Organic Compounds (VOCs)**

水越厚史 (都産技研), 岡健太郎, 飯塚淳, 井上靖雄, 野口美由貴, 柳沢幸雄 (東大), 山崎章弘 (成蹊大)

International Journal of Environmental Research and Public Health, 7, pp. 4100-4110, (2010)

揮発性有機化合物 (VOCs) 用の、リアルタイム測定システムと総合解析システムとを一体化させたシステムの開発に関する論文であり、その開発状況等を発表した。

#### **A novel methodology to evaluate health impacts caused by VOC exposures using real-time VOC and holter monitors**

水越厚史 (都産技研), 熊谷一清 (カリフォルニア公衆衛生局, 九大), 山本尚理 (イエール大), 野口美由貴, 吉内一浩, 柳沢幸雄 (東大), 熊野宏昭 (早大)

International Journal of Environmental Research and Public Health, 7, pp. 4127-4138, (2010)

リアルタイムでのVOCモニターとホルター心電計とを使用したVOC曝露による健康への影響を評価する新しい方法論等について発表した。

#### **発泡ポリスチレンビーズ及びその使用製品からの化学物質放散フラックス**

水越厚史 (都産技研), 飯塚淳 (東北大), 齋藤京子, 八巻高子, 野口美由貴, 柳沢幸雄 (東大)

Indoor Environment, Vol. 13, No. 2, pp. 155-161, (2010)

発泡ポリスチレンビーズ及び発泡ポリスチレンビーズを用いた枕やクッション等の製品の多くは、呼吸域の近くで使用され、体温で暖められて放散量が多くなる可能性が高い。よって、これらの製品の使用によってスチレンへの曝露が生じることが懸念される。

本論文では、これら製品からのスチレンの放散フラックスをPassive Flux Sampler (PFS) を用いて測定し、その結果と考察について発表した。

#### **Observation of mammalian chromosomes prepared by surface-spreading technique**

金城康人 (都産技研), 渡部真 (元: 神戸市看護大)

Advances in Chromosome Sciences, Vol. 3, pp. 129-130, (2010)

染色体微細構造観察のための古典的な試料調製法である界面展開法を状態または処理の異なる数種の哺乳類細胞染色体に適用し、各種高分解能顕微鏡 (透過電子顕微鏡, X線顕微鏡および原子間力顕微鏡) でその微細構造を観察した。その結果、染色体構築の過程には、教科書モデルとは異なる30-120nmの粒子構造が階層的に存在することが示唆された。

#### **Possibility of content change in bioethanol gasoline during pre-treatment process for using accelerator mass spectroscopy**

斎藤正明, 柚木俊二, 鈴木隆司 (都産技研)

RADIOISOTOPES, 第59巻, 12号, pp. 727-731, (2010)

ASTM D6866 method B法に従い、E3ガソリン中のバイオエタノール濃度の定量を試みた。加速器質量分析(AMS)の前処理として、E3ガソリンからグラファイト試料を調製した。同一のグラファイト試料から小分けした3試料の定量結果は、AMSの測定誤差内に収まった。しかし、同一のE3ガソリンを8試料に小分けし、調製したグラファイト試料を測定したところ、十分な精度が得られなかった。ガソリンには多種の炭化水素化合物が含まれており、それらの沸点は異なっている。E3ガソリンを空气中に放置すると、そのバイオエタノール濃度は蒸発と共に低下することが確認できた。AMS測定法の試料調製では極めて微量のE3ガソリンを取り扱い、揮発損失は無視できない。E3ガソリンの蒸発は試料調製時に濃度変化を

引き起こしたと思われる。

#### Development of a new diffusion dehumidifier for continuous monitoring of suspended particulate matter

栗田恵子（都産技研），青木一幸（元東京都環境科学研究所）  
大気環境学会誌，46巻，第1号，pp. 43-48, (2011)

PM2.5の測定器として暫定的に使用されているTEOM測定器用の除湿器を開発した。これは通常使用されているパーマピュアドライヤーより粒子の損失が少なく，検出部の温度を上げる必要が無いので，半揮発性粒子の損失も少ない。

#### Effects of increased collagen-matrix density on the mechanical properties and in vivo absorbability of hydroxyapatite-collagen composites as artificial bone materials

柚木俊二（都産技研），田中 順三，生駒俊之（東工大），安田和則，近藤英司，杉浦弘明（北大）  
Biomedical Materials, Vol. 6, No. 1, 015012 (10pp) (2011)

コラーゲンの高密度化技術を用いて，従来にない高密度のアパタイト/コラーゲン複合人工骨を開発した。コラーゲンマトリックス密度の増加が力学特性を向上させる一方で，骨内での吸収速度が低下する事実を明らかにした。

#### 廃パークを有効利用した活性炭の開発

井上潤，瓦田研介，杉森博和，萩原利哉（都産技研），渡辺昭，白石稔（日本炭化研究協会）  
日本エネルギー学会誌，90巻，1号，pp. 66-74, (2011)

奥多摩地方で廃棄されている針葉樹の樹皮と建材として不向きである低質材を原料とし，これらの混合物からVOCの吸着材の開発を行った。樹皮に含まれているカルシウム化合物などの無機成分の影響により比表面積の増大があることが分かり，樹皮と低質材の混合比が25：75のときに比表面積が最大となった。

#### 検知電極の汚染に耐性を持つ光イオン化VOCセンサ

平野康之，加沢エリト，原本欽朗，吉田裕道（都産技研）  
電気学会論文誌E-センサ，マイクロマシン部門誌，Vol. 131, No. 2, pp. 88-89, (2011)

ロックインアンプを用いた交流型光イオン化検出器を開発した。絶縁物で覆った電極の電流の出力はVOC濃度に比例し，電極がコンタミによって汚染されてもその電流値にほとんど影響を与えない事が明らかとなり，汚染に強いVOCセンサである事が分かった。

#### 公設試験研究機関の依頼試験業務における文書管理について

山田一徳（都産技研）  
レコード・マネジメント，No. 59, pp. 13-29, (2011)

公設試験研究機関である地方独立行政法人東京都産業技術研究センター（以下「都産技研」）は，東京都情報公開条例における実施機関であるため，法人の文書は公文書として管理しなくてはならない。公文書は，いわゆる文書管理規則や文書管理規程などにて収受・起案方法や様式，決裁，保存，廃棄など管理方法が規定されている。

しかし，公文書の中にはこれら一般的な収受文書・起案文書とは，

管理方法が異なる文書も存在し，その管理の内容は必ずしも情報提供されているとは限らないため，実態が外部からは見えにくい場合がある。そのような文書については，組織を超えた公の場での検討・議論することが重要であると考えられる。

本稿では，そのような文書の一例として都産技研における依頼試験業務に関する文書を取り上げ，その実情を紹介し，さらに現状の課題として電子化とその利用，保存の単位，保存期間について考察する。

#### 合板工場の各製造工程における揮発性有機化合物（VOC）の排出挙動

瓦田研介，木下稔夫（都産技研），宮本康太，塔村真一郎，井上明生，石川敦子（森林総研）  
木材学会誌，57巻，No. 2, pp. 94-100, (2011)

合板工場で排出される揮発性有機化合物（VOC）を改正大気汚染防止法に準拠して測定し，排出挙動について解析した。その結果，VOC排出量は熱圧縮，単板乾燥，接着剤塗布，冷圧工程の順に多い傾向を示した。

#### オンライン紫外線照射熱分解ガスクロマトグラフィー／質量分析法を用いた生漆塗膜の紫外線劣化に伴う揮発生成物の検出と劣化機構の解析

神谷嘉美（都産技研），武田紫穂里，渡辺忠一（フロンティア・ラボ），宮腰 哲雄（明治大）  
分析化学，60巻，vol. 3, pp. 269-274, (2011)

これまでにその存在は指摘されていたものの実際に分析されることのなかった，漆塗膜に紫外線を照射した際に発生する揮発性劣化生成物について検討を行ったものである。今まで着手されてこなかった生漆塗膜からの揮発性劣化生成物に対し，新たに開発された装置を用いて分析することで，紫外線劣化の際に起こる酸化開裂の反応について検討し，紫外線劣化機構に対する一定の見解を得た。

#### 薄型テレビパネルガラスを原料としたガラス発泡体のリン酸吸着特性

中澤亮二，小山秀美（都産技研），萩原明，都竹進，西野芳紀，越智健一，須永竹英（電子情報技術産業協会）  
人間と環境，37巻，15, pp. 12-22, (2011)

FPDガラスを原料としたリン酸吸着用ガラス発泡体の製造条件と性能評価，リン酸吸着機構を検討した。その結果，FPDガラスを原料とすることで，リン酸吸着能が向上することを明らかにした。この効果はFPDガラスの物理化学的特性に起因するものであった。

## 外部発表一覧／口頭発表

### 授乳中クマネズミの発する超音波による成クマネズミの誘引効果

谷川力, 春成常仁, 木村悟朗, 佐藤正彦, 謝林 (イカリ消毒㈱), 神田浩一, 坂巻佳壽美, 大原衛, 仲村将司 (都産技研), 加藤光吉 (元都産技研), 渡辺洋介 (生物環境研究所)

第62回日本衛生動物学会大会 (2010)

授乳中の幼クマネズミから発する超音波を収録し, これを再生して成クマネズミの♀を誘引する試験を行った。

試験に用いた音源は1週齢の幼クマネズミの再生音を用いた。試験に使用した成クマネズミは経産, 未経産の区別はしていないが100 g以上の個体を用いた。

試験に用いた装置は透明な管(約2m)で2つのケージをつなぎ, 内部を自由に移動できるようにした。試験方法は供試動物をケージ内に入れ, 3日間環境に慣らした後, 再生音の超音波音を一方のケージ内に鳴らし, 翌日場所を入れ替え, 10分間×2日間させた。また, 対照となる反対側のケージは無音とした。

以上の観察で, 次の事項を記録した。

- 1) 音源のあるケージへ最初に進入するまでの時間
- 2) ケージ内での総滞在時間
- 3) ケージ内への進入回数

以上の記録から再生音側にクマネズミが多く進入・滞在する傾向がみられた。

### Ti-6Al-4V合金とマグネシウム合金との摩擦攪拌接合界面組織に及ぼす合金元素の影響

青沼昌幸 (都産技研), 中田一博 (阪大接合研)

溶接学会全国大会 平成22年度春季大会 (2010)

Ti-6Al-4V合金とAMCa602マグネシウム合金とを摩擦攪拌接合し, チタン合金およびマグネシウム合金母材の組成と組織が, 接合界面組織と接合強さに及ぼす影響について検討した。接合界面近傍のTi-6Al-4V合金は, 動的再結晶により結晶粒が微細化することが確認された。また, 接合界面での中間層と遷移層の生成状態と接合条件および接合強さとの関係など, 高強度接合部の作製条件と接合機構について解析を行った。

### Image-based finger pose measurement for hand user interface

佐々木智典 (都産技研), 橋本洋志 (産業技術大学院大), 横田祥 (摂南大), 大山恭弘 (東京工科大)

IEEE HSI 2010 (3rd International Conference on Human System Interaction) (2010)

手指の位置, 姿勢の計測はユーザインタフェースへの応用において重要である。本研究は画像に基づく指姿勢計測法に関するものであり, 本発表では2台のカメラを用いて, 指に装着した環状のマーカの特徴を画像から抽出し, 最小二乗推定による幾何的な当てはめに基づき3次元空間での指の位置, 姿勢を推定する。

### DLC膜の構造変化に及ぼす熱および応力の影響

川口雅弘, 清水綾 (都産技研), 徳田祐樹, 佐々木信也 (東京理科大) トライボロジー会議 平成22春東京 (2010)

DLC膜の構造変化に及ぼす熱および応力の影響について検討した。

### 塩水におけるDLC膜の保護特性 第二報 防食特性

川口雅弘, 清水綾 (都産技研), 崔竣豪, 加藤孝久 (東大)

トライボロジー会議 平成22春東京 (2010)

DLC成膜時の基材の腐食メカニズムについて検討し, 防食特性向上のための処理条件などを明らかにした。

### PBII&D法による各種Al合金の表面改質

川口雅弘, 清水綾 (都産技研), 北川貴稔, 村田清, 村上雅人 (芝浦工大)

トライボロジー会議 平成22春東京 (2010)

DLC膜の応力解析に関する研究の一環として, PBII&D法のイオン注入効果を利用して, アルミニウムダイカスト上にDLCを成膜し, その密着性やトライボロジー特性を評価した。

### 塩水におけるDLC膜の保護特性 第一報: トライボロジー特性

清水綾, 川口雅弘 (都産技研), 遊馬なつみ (芝浦工大), 崔竣豪, 加藤孝久 (東大)

トライボロジー会議 平成22春東京 (2010)

海洋用鋼材への利用を目的とした, PBII&D法で成膜したSUS304基板上のDLC膜について, 塩水中でのトライボロジー特性評価を行った。

### DLCコーテッド工具によるアルミニウムのドライしごき加工の実用化

玉置賢次 (都産技研), 村木正芳, 片岡征二 (湘南工科大), 寺山暢之 (神港精機㈱), 檜垣昌子 (山陽プレス工業㈱), 竹内貞雄 (日本工業大)

トライボロジー会議 平成22春東京 (2010)

環境負荷低減のために潤滑剤を一切使用しないドライプレス加工技術が求められている。そこで, DLCコーテッド工具を用いたドライプレス加工の実現が期待されている。本研究では, DLC膜の原料ガス等の成膜条件をパラメータとして試験を行い, 各条件でのDLC膜のトライボロジー特性を明らかとした。また, DLCコーテッド工具を用いたアルミニウムのドライしごき加工の実用化の可能性を示した。

### Al-Si-Cu系合金溶湯の減圧凝固法を用いた溶湯品質評価の検討

佐藤健二, 山田健太郎 (都産技研), 岩清水康二, 池浩之, 高川貫仁 (岩手県工技センター)

日本鑄造工学会 第156回全国講演大会 (2010)

Al-Si-Cu系合金 (AD12) 溶湯の溶湯品質評価に有効な炉前試験法の減圧凝固試験によって, 評価制度に及ぼすガス量と介在物の影響を調べた。ガスと介在物の量によってそれぞれ特徴的な形態が認められ, これらを定量的に評価した。

### 減圧凝固試験法によるAl-Si系合金のガス評価に及ぼす凝固形態の影響

佐藤健二，山田健太郎(都産技研)，岩清水康二(岩手県工技センター)  
日本鑄造工学会 第156回全国講演大会(2010)

純Al及び過共晶組成までSi量を変えたAl-Si系合金溶湯のガスを溶湯品質評価の炉前試験用として用いられる減圧凝固試験で評価した。凝固試料断面のポロシティの観察結果から，ポロシティ分布は合金組成による凝固形態に強く依存し，純アルミニウム，亜共晶，共晶，過共晶に区分される特徴的な分布形態を示す。

### Fluorometric bio-sniffer (Opt nose) based on NADH detection with UV-LED for continuous monitoring of residential formaldehyde with sub-ppb sensitivity

月精智子(都産技研)，鈴木祐貴，高橋大志，荒川貴博，工藤寛之，三林浩二(医科歯科大)

Biosensors 2010(2010)

住環境中における，サブppb感度でのホルムアルデヒドモニタリングのためのUV-LEDを用いたNADH検出システムに基づいた蛍光バイスニファについて発表した。

### CVDダイヤモンド膜コーテッド工具の効率的研磨方法の検討 —工具形状の影響—

横澤毅，藤巻研吾(都産技研)，片岡征二(湘南工科大)，佐藤隆(有ノシク)  
平成22年度塑性加工春季講演会(2010)

これまで曲面にコーティングされたCVDダイヤモンド膜の研磨方法として砥粒レス超音波研磨法を開発してきたが，本研究では，特に研磨効率を上げる方法について検討した。

### 各種セラミックス工具を用いたドライ小径せん断加工

玉置賢次，中村健太(都産技研)，真鍋健一(首都大)，片岡征二(湘南工科大)，井村隆昭(アイダエンジニア株)  
平成22年度塑性加工春季講演会(2010)

セラミックス工具を用いたドライ加工が有効であることは，これまでの研究により明らかである。しかし，セラミックス工具を用いたドライ小径せん断加工の実用化レベルでのデータは存在しない。そこで，本研究で，導電性セラミックス工具を中心とした各種セラミックス工具を用いて，ドライ小径せん断加工で連続10万回の実機試験を実施した。その結果，ドライ加工可能な条件があることを明らかとした。

### 木材から放散されるギ酸・酢酸の動的および静的定量法の開発

瓦田研介，栗田恵子，浜野智子(都産技研)，大橋亜沙美，近江正陽(東京農工大学)

文化財保存修復学会 第32回大会 in 岐阜(2010)

文化財収蔵庫の内装や家具に用いられる木材から放散されるギ酸・酢酸の静的および動的測定法について検討した。その結果，ガラスデシケーターを用いた簡易で安価な静的測定法を見出した。また，小形チャンバー法を改良した動的測定法では，ガラスチャンバーを用いると測定精度が向上することを明らかにした。

### プラズマ処理によるPE不織布の表面機能化—染色性の改善

榎本一郎，添田心(都産技研)，三島和也，小林貴司(㈱日放電子)  
第27回国際フォトポリマーコンファレンス(2010)

超高分子量ポリエチレン不織布にプラズマ処理を行い，機能性を付与した。FT-IRやXPS等の表面分析により基材表面の化学構造の変化を調べた。処理布を各種染料で染色し，表面に付与した官能基との関係から染着状態を考察した。

### 衣服圧に関する一考察

菅谷紘子，岩崎謙次(都産技研)

日本繊維製品消費科学会 2010年度年次大会(2010)

①都産技研衣服圧測定装置の不確かさを報告した。装置全体の不確かさは68%の信頼水準で，約1hPaであった。②弱，中，強圧設計の3種類の市販のパンティストッキングを用いた実験結果より，衣服圧測定値と主観申告による着用感，快不快感はいずれのサンプルについても無相関であったが，着用感と快不快感では負の相関がみられた。

### Analysis of object grasping using hand model based on force vector group in dynamics space

佐々木智典(都産技研)，橋本洋志(産業技術大学院大)，横田祥(撰南大)，大山恭弘，天野直紀(東京工科大)

Mechatronics 2010(The 12th Mechatronics Forum Biennial International Conference)(2010)

物体把持の評価はよりよい製品の設計に役立つため，重要な要素である。我々は把持の解析のために実時間で物体と手モデルの接触点における力ベクトルを表示する機能を備えたシミュレーションシステムを開発しており，これについての検証実験を行った。

### A finger pose measuring method for hand user interface of object shape design

佐々木智典(都産技研)，橋本洋志(産業技術大学院大)，横田祥(撰南大)，大山恭弘，天野直紀(東京工科大)

Mechatronics 2010(The 12th Mechatronics Forum Biennial International Conference)(2010)

従来，計算機上において物体形状の設計が行われているが，これを実物を扱うように直接的に手を用いて行えば，よりよい形状のデザインに資するものと考えられる。本研究はそのようなユーザインタフェースへの応用を目指した指姿勢計測法に関するものである。本計測法では2台のカメラを用い，指に装着した環状のマーカの特徴を画像から抽出して指の位置，姿勢を推定する。本発表では本計測法による位置・姿勢推定の精度を検証するため行った実験およびその結果について述べる。

### 日常生活環境下における居住者の行動による室内揮発性有機化合物濃度の変動について

水越厚史(都産技研)，野口美由貴，八巻高子，柳沢幸雄(東大)  
第19回日本臨床環境医学会 学術集会(2010)

本発表は，居住者が生活している室内環境下において総揮発性有機化合物(TVOC)濃度の経時変化を測定することにより，居住者

の行動がTVOC 濃度変動に与える影響を明らかにすることを目的とし、研究・調査を行った結果を報告した。

#### プラスチックマテリアルリサイクル施設周辺のVOCによる局所的大気汚染の継続調査結果

水越厚史（都産技研）、野口美由貴、飯塚淳、井上靖雄、齋藤京子、柳沢幸雄（東大）

第19回日本臨床環境医学会 学術集会 (2010)

VOC排出施設における局所的大気汚染の事例として、プラスチックマテリアルリサイクル施設周辺において大気中VOCの調査を行った。VOC類のリアルタイムモニタリングと精密測定により濃度変動とピーク濃度を調査し、温度や風速等の環境要因との関係を調べた。その結果、鉛直方向の温度差とVOC濃度に相関が見られ、逆転層の生成によりVOC濃度が高くなる様子が確認された。また、成分は直鎖の脂肪族が多く、施設から予想される成分と類似していた。逆転層が生成しやすい環境に排出施設があることで、局所的な汚染が起きている可能性が示唆された。また、常時監視測定局のデータを用いて、本件地域における汚染の日内変動や経年変化を視覚的に把握した。測定局と施設付近の風向風速の比較から、風向風速データの地域における代表性についても考察した。本調査結果は、同様の汚染を未然に防止するための知見として期待される。

#### 促進耐候試験機用スプレー水質が塗膜表面に与える影響(1)

小野澤明良、村井まどか、神谷嘉美、峯英一、菊池有加（都産技研）、金沢旬宣（日本ミリポア株）、義川誠二、神部規正（ヤマト科学株）マテリアルライフ学会 第21回研究発表会 (2010)

水道水または純水製造装置で精製した時の水質条件、装置の管理上などの問題でシリカ成分が十分に除去できない場合、試験後に試料表面に白い水垢が残り、劣化を測定するための色差や光沢度に影響を及ぼすことがある。本研究では、促進耐候試験機用スプレー水質が試験の結果に与える影響を明らかにすることを目的とし、純水中のシリカ成分に着目し耐候試験を行い、試験後の塗膜表面劣化を表面観察および化学的解析をした。

#### 促進耐候試験機用スプレー水質が塗膜表面に与える影響(2)

小野澤明良、村井まどか、神谷嘉美、峯英一、菊池有加（都産技研）、金沢旬宣（日本ミリポア株）、義川誠二、神部規正（ヤマト科学株）マテリアルライフ学会 第21回研究発表会 (2010)

シリカはコロイド状または弱い陰イオンとして水中に広く存在し、純水装置でも精製方法と管理方法によっては十分な除去効果が得られず、容易に後工程に漏洩する。本報告では、純水中のシリカの促進耐候性試験に対する影響を調べる目的で、純水中のシリカ成分に着目し耐候試験を行い、試験後の塗装表面の光沢度、色差の違いを観察した。

#### 産業排煙のバイオ比率定量的ためのC-14測定

柚木俊二、齋藤正明、鈴木隆司（都産技研）

第47回アイソトープ・放射線研究発表会 (2010)

化石燃料としてヘキサンを、バイオ燃料としてバイオエタノールを用いて、化石／バイオの混合燃料を燃焼させて排ガスCO<sub>2</sub>を回収

した。CO<sub>2</sub>のC-14比率を加速器質量分析（AMS）により分析したところ、CO<sub>2</sub>のバイオ比率は燃料と一致した。この結果は、石炭／バイオマスペレットなどの混合燃料の正確なバイオ度が排ガスCO<sub>2</sub>から決定できることを示唆している。排出権取引におけるバイオ度検知に利用できる。

#### 強磁場下でのSPE電解濃縮におけるトリチウム分離係数への温度の影響

齋藤正明（都産技研）、高橋洋輔、今泉洋、福井聡、佐藤孝雄、狩野直樹（新潟大）

第47回アイソトープ・放射線研究発表会 (2010)

強磁場下では、トリチウムの電解濃縮が促進される傾向が認められ、電解部温度15-30℃の範囲で25℃近傍で最高値となる傾向がみられた。

#### トリチウムを追跡因子とした短期型降水の挙動

齋藤正明（都産技研）、Jiao Yurong、高田佳代子、石田さゆり、今泉洋、狩野直樹（新潟大）、加藤徳雄（愛媛県立医技大）、石井吉之、齋藤圭一（北大）

第47回アイソトープ・放射線研究発表会 (2010)

短期型降水の挙動について、トリチウムと非海塩カルシウムに正の相関関係が認められた。

#### 降水中のトリチウム濃度とカルシウムイオン濃度とを用いた気団動態の解析

齋藤正明（都産技研）、石田さゆり、Jiao Yurong、高田佳代子、今泉洋、狩野直樹（新潟大）、加藤徳雄（愛媛県立医技大）、石井吉之、齋藤圭一（北大）

第47回アイソトープ・放射線研究発表会 (2010)

降水中のトリチウム観測、非海塩起源カルシウム観測を行い、大陸性気団と気象学データ後方流跡線と関連性を調べた。

#### トリチウム濃縮と随伴水量の実測による固体高分子電解におけるプロトン伝導機構の実証

齋藤正明（都産技研）、今泉洋（新潟大）、加藤徳雄（愛媛県立医技大）、石井吉之、齋藤圭一（北大）

第47回アイソトープ・放射線研究発表会 (2010)

H<sub>2</sub>O及びD<sub>2</sub>Oの電解による陽イオン随伴水及びトリチウム濃縮の温度変化実験を行い、水素結合ネットワークのプロトン量子による並列反応が生じていたことを実証した。水電解におけるトリチウム濃縮現象の主因が水素同位体効果ではなく、この並列反応であったことを明らかにした。

#### Development of directly manipulable tactile graphic system with audio support function

島田茂伸（都産技研）、村瀬遙、山本卓、内田優典、下条誠、清水豊（電通大）

ICCH 2010 (International Conference on Computer Helping People with Special Needs) (2010)

入力機能付き触覚ペンディスプレイの機能拡張について発表を

行った。画像のどこを触察しているか大域的な位置を示す「触覚スクロールバー」を開発し、被験者実験を通して有用性を示した。

#### 漆塗膜の光劣化—不揮発成分と揮発成分の検証

神谷嘉美（都産技研）

漆を科学する会 第22回研究発表会 (2010)

本発表は「平成20年度日本学術振興会特別研究員奨励費」，「平成21年度京都市・山本文二郎漆科学研究助成」および「平成22年度科学研究費補助金 [課題番号22680057]」の助成を受けて実施した成果の一部を含んでおり、漆塗膜の光劣化に関する分析成果を中心に、種々の漆塗膜の紫外線劣化実験や修復手法の検討結果について70分間行ったものである。

#### 粉末活性炭を用いた塗装工場用排ガス処理装置の開発

平野康之，萩原利哉，小島正行，伊瀬洋昭（都産技研）

第18回日本機械学会 茨城講演会 (2010)

中小塗装工場から排出されるVOC及び塗装ミストの処理が求められており、安価な粉末活性炭による排ガス処理装置を試作し、処理性能の調査及び塗装工場への適用について検討した。

#### 海洋用鋼材のためのDLC膜の開発 第1報：トライボロジー特性

清水綾，川口雅弘（都産技研），崔竣豪，加藤孝久（東大）

第80回マリンエンジニアリング学術講演会 (2010)

海洋用鋼材の耐食性向上およびメンテナンスフリー化を目的とした、PBII&D法で成膜したSUS304基板上のDLC膜について、その耐摩耗性について評価し、塩水中におけるDLC膜の適用の可能性について検討した。

#### 海洋用鋼材のためのDLC膜の開発 第2報：防食特性

川口雅弘，清水綾（都産技研），崔竣豪，加藤孝久（東大）

第80回マリンエンジニアリング学術講演会 (2010)

海洋用鋼材のためのDLC成膜技術に関して、防食特性とそのメカニズムについて一定の成果を得ることができたため、発表した。

#### DLC膜の構造変化に及ぼす熱および応力の影響

川口雅弘，清水綾（都産技研），徳田祐樹，佐々木信也（東京理科大）

平成22年度日本機械学会年次大会 (2010)

DLC膜を成膜し、前処理的に加熱処理を施した後、摺動試験を行った結果について検討した。表記題目に関して、一定の成果が得られたため発表した。本発表で徳田君は卒研コンテスト最優秀賞を受賞した。

#### カソードの構造改良による燃料電池の出力向上

峯英一，菊池有加，伊東洋一，上野博志（都産技研），武藤保（パラマウントエナジー）

化学工学会 第42回秋季大会 (2010)

燃料電池カソード触媒層に対し、数十 $\mu\text{m}$ の微粒子を添加し出力性能向上を図った。出力性能は微粒子の種類やサイズ依存し、微粒子表面の官能基や径粒子添加によって生じる空隙が出力性能を上げる因子であることが示唆された。

#### 分光放射輝度実用校正技術の開発

岩永敏秀，山本哲雄，中村広隆，海老澤瑞枝（都産技研）

第43回照明学会全国大会 (2010)

近年、高輝度光源の放射光による生体に対する安全性への懸念が強くなっている。安全性評価には、紫外光から近赤外光（300nm～1400nm）の波長範囲の分光放射輝度測定が必要とされる。本研究では、拡散反射板と分光放射照度標準電球を使った分光放射輝度の実用校正技術に関する検討を行った。その結果、PTFEとBaSOについて、分光立体角反射率のランベルトの余弦則からの外れが外れが小さくなる結果を得た。また、標準電球の照度むらの測定を行った結果、照度むらの大きさは0.8%以内となり、分光放射輝度測定に与える影響は小さいことが分かった。以上より、本校正技術は分光放射輝度の有効な校正方法であると考えられる。

#### 油剤塗布時のすっきり感の流動学的研究と仮想現実感によるその検証

島田茂伸（都産技研），宮本一奈，水沼博（首都大）

日本機械学会 平成22年度年次大会 (2010)

化粧品などの塗布感は、商品を選ぶ上での判断基準の一つとなっている。しかし、塗布感にはレオロジー特性のみならず様々な因子が関与しているため、定量化する手段は未だに確立されていない。一方、仮想現実感の応用として触覚呈示に関する研究が盛んに行われており、医療技術、職業技術などを発展させる分野として期待されている。触覚呈示の研究は大きく以下の三つに分類され、物体形状呈示の研究、質感呈示の研究、力覚特性（粘性、弾性）の研究がある(1)。我々の研究では主に力覚特性を対象とし、液体塗布時の力覚特性を呈示する装置の開発などを行ってきた(2)。すなわち、液体の塗布流動特性と官能評価との相関を調べ、仮想現実感を用いてその結果を検証することで、塗布感に関する新たな評価方法を提案した。本研究では塗布時の摩擦特性に注目し、その動特性と化粧品塗布時の塗り心地との関係を主に流動学的観点から研究した。

#### 閉空間の音響モードによる影響を考慮した窓ガラスのアクティブ遮音

福田良司（都産技研），田中信雄（首都大），貝塚勉（リクルート），中野公彦（東大）

日本機械学会 Dynamics and Design Conference 2010 (2010)

窓ガラスのような閉空間に接している構造物の振動現象には、閉空間の音響モードが影響する。そこで騒音制御と振動制御の2つの手法をあわせて使用することで、実環境に適用可能なアクティブ遮音のための制御手法を提案した。

#### 深紫外線LEDを用いたオゾン濃度測定

中村広隆（都産技研），吉田薫（立命館大），黒内正仁（R-GIRO），武内道一（R-GIRO），荒木努，名西やすし（立命館大），菅野裕靖（㈱光電鍍工業所），阿彦由美（㈱miura-ori lab），青柳克信（R-GIRO）  
2010年秋季第71回応用物理学会 学術講演会 (2010)

LED光源を用いたオゾン濃度測定方法および測定装置の開発を目的とし、独自に開発したDUV-LEDを使用したオゾン濃度測定装置の構築および実験検討を行い、DUV-LEDを用いたオゾンの検出に成功した。

### ハンドヘルド型蛍光X線分析装置を用いたアルミニウム合金スクラップの種別判定

上本道久, 竹澤勉, 伊藤清 (都産技研)

日本分析化学会 第59年会 (2010)

ハンドヘルド型蛍光X線分析装置は金属リサイクルに向けた現場分析に有用である。しかしアルミニウム合金ではケイ素やマグネシウムなどの軽元素の含量が合金種別判定には重要なため、計測条件を最適化する必要がある。バルクFP法による、アルミニウム合金スクラップ試料の種別判定における基礎的検討を行った。

### CVDダイヤモンド膜とステンレス材の無潤滑下の摩擦特性

中村健太, 玉置賢次 (都産技研), 神田一隆 (福井工大), 神雅彦 (日工大), 野城淳一 (㈱不二越), 中間一夫 (山陽特殊製鋼㈱)

トライボロジー会議 平成22秋福井 (2010)

CVDダイヤモンド膜のSUS材に対する無潤滑下の摩擦特性を、大気中および真空中で評価した。真空中でSUS材の組成の影響が認められ、低摩擦係数となる組成では、試験後の表面に黒鉛に類似した生成物があることが分かった。

### バイポーラPBII&D法によるSKH2表面へのプラズマ窒化処理

川口雅弘 (都産技研), 崔竣豪, 副島広志, 加藤孝久 (東大)

トライボロジー会議 平成22秋福井 (2010)

バイポーラPBII&D法によりSKH2表面のプラズマ窒化処理を行い、機械的特性などに及ぼす影響について検討した。その結果、処理条件により表面硬度の向上などが確認できた。

### ラマン分光法によるDLC膜の構造および機械的特性評価

川口雅弘 (都産技研), 古野晃久, 崔竣豪, 加藤孝久 (東大), 稲吉成彦 (㈱デンソー)

トライボロジー会議 平成22秋福井 (2010)

DLC膜をバイポーラPBII&D法により成膜し、その構造や機械的特性の各種分析・評価を行った。その結果、DLC膜はその構造や機械的特性によりグラファイトライクな構造、ポリマーライクな構造を取ることを確認した。加えて、そのメカニズムについて検討した。

### 金属ナノドットアレイを用いたLSPRセンサの開発

加沢エリト, 紋川亮, 月精智子 (都産技研), 工藤寛之, 三林浩二 (東京医科歯科大)

平成22年秋季第71回応用物理学会 学術講演会 (2010)

環境モニタや装置組み込み用のガスセンサとして応用が期待できるLSPRセンサの低コスト化として、センサの主要材料であるAuをAlやCuといった安価な金属材料に置き換えることを検討した。特にCuはAuと同等またはそれ以上の特性を示した。

### DLC膜の構造変化に及ぼす熱履歴および摺動の影響

川口雅弘, 清水綾 (都産技研), 徳田祐樹, 佐々木信也 (東京理科大)

トライボロジー会議 平成22秋福井 (2010)

DLC膜をPBII&D法により成膜し、加熱前処理を行った場合の摺動特性について検討した。その結果、加熱によりDLC膜の構造変化などが生じるが、摺動特性が向上することがわかり、そのメカニ

ズムについて検討した。

### Dry press forming using CVD diamond film coated tool polished by non abrasive ultrasonic vibration polishing

横澤毅, 玉置賢次, 藤巻研吾 (都産技研), 片岡征二 (湘南工科大), 佐藤隆 (㈱ノック), 加藤忠郎 (日進精機㈱)

Metal Forming 2010 (2010)

プレス金型にコーティングされたCVDダイヤモンド膜の研磨法を開発すると共に、開発した研磨法で研磨を施した絞り金型で、ドライプレス加工を試みた。その結果、厚さ1mmのステンレス板(SUS304)の1万回のドライ絞り加工に成功した。この結果から、CVDダイヤモンド膜コーテッド工具によるドライプレス加工の可能性が確認された。

### Dry small hole shearing of cold rolled steel sheet with electroconductive ceramic tools

玉置賢次 (都産技研), 真鍋健一 (首都大), 片岡征二 (湘南工科大), 相澤龍彦 (芝浦工大)

Metal Forming 2010 (2010)

セラミックス工具を用いたドライ加工が有効であることは、これまでの研究により明らかであるが、せん断加工に使用されることは少なかった。特に、ドライで使用することはほとんど考えられてこなかった。そこで、本研究では、各種セラミックスをせん断加工用工具材料とし、ドライせん断加工を実施した。その結果、冷間圧延鋼板の連続10万回のドライせん断加工が可能であることが確認された。

### 紙パルプへの無電解ニッケルめっき

上野武司, 竹村昌太, 島田勝廣 (都産技研), 岡山隆之 (東京農工大)

平成22年度繊維学会 秋季研究発表会 (2010)

導電紙を作製するためのパルプ繊維への無電解ニッケルめっきの作製方法及び電気的特性について紹介した。また、めっき条件と電気的特性との関係、紙としたときの性能等についても紹介した。

### アルミ合金の水平リサイクルに向けた渦流探傷およびX線透過技術の開発

竹澤勉, 上本道久, 伊藤清 (都産技研)

平成22年度第2回表面3部門合同研究集会 (2010)

アルミ合金のリサイクルにおいて、合金種ごとに選別していないため不要添加物が蓄積されていく。そのため次第に低い品位の用途となるカスケードリサイクルが一般的に行われている。高品位合金を合金種ごとに選別した水平リサイクルができれば、省エネ・省資源化において非常に有用である。そこで本発表では渦流探傷およびX線透過技術を用いた識別技術について報告した。

### 減圧凝固法によるAl-Si-Cu系合金溶湯の溶湯品質評価に及ぼすトロンチウムの影響

佐藤健二 (都産技研), 岩清水康二, 池浩之, 高川貫仁 (岩手県工技センター)

第157回日本鋳造工学会 全国講演大会 (2010)

Al-Si合金の共晶Siの改良処理にSrが使われるが、Srは溶湯のガス

吸収を引き起こす。減圧凝固法で溶湯品質を評価する際のSr添加によるガス量と介在物の影響について凝固試料のポロシティ解析によって検討した。

#### AD12合金の減圧凝固法による溶湯品質評価に及ぼす亜鉛の影響

佐藤健二（都産技研），岩清水康二（岩手県工技センター）

第157回日本鑄造工学会 全国講演大会 (2010)

アルミニウム合金ダイカストには蒸気圧の高い亜鉛が不純物元素として含まれる。AD12の溶湯品質に及ぼす亜鉛の影響と、炉前試験法として用いられている減圧凝固法で溶湯のガス量を評価したときのポロシティ生成への亜鉛の影響を解析した。

#### Kinetics of soil contaminants decomposition by fenton's reaction - Experimental and numerical study -

田熊保彦（都産技研），小島紀徳（成蹊大）

The 2nd Asian conference on innovative energy & environmental chemical engineering (ASCON) (2010)

揮発性有機化合物による土壌・地下水汚染の浄化に適用するため、フェントン反応の反応速度論的検討を行った。実験的手法による反応速度論の検討を行うとともに、数値計算的手法を用いて実験で生じた現象の定量的な説明を行った。

#### Effect of the degradation examination by silica in splay water

小野澤明良，村井まどか，神谷嘉美，峯英一（都産技研），金沢旬宣（日本ミリボア株），義川誠二，神部規正（ヤマト科学株）

8th International Symposium on Weatherability (8th ISW) (2010)

水道水または純水製造装置で精製した時の水質条件，装置の管理上などの問題でシリカ成分が十分に除去できない場合，試験後に試料表面に白い水垢が残り，劣化を測定するための色差や光沢度に影響を及ぼすことがある。本研究では，促進耐候試験機用スプレー水質が試験の結果に与える影響を明らかにすることを目的とし，純水中のシリカ成分に着目し耐候試験を行い，試験後の塗膜表面劣化を表面観察，化学的解析および塗装表面の光沢度，色差の違い解析をした。

#### Analysis conducted using two approach on the raw lacquer film based on ultraviolet irradiation

神谷嘉美（都産技研），Rong Lu，Teshuo Miyakoshi（明治大）

8th International Symposium on Weatherability (8th ISW) (2010)

漆塗膜は優れた耐久性を示す一方で，紫外線により容易に分解する。塗膜の変色を起こすことから，長く漆産業の問題となってきた。そこで本件では，世界に先駆けて日本の会社が開発した分析装置を利用して，紫外線照射に伴う漆塗膜の変性を追及することを試みた。光分解に伴う揮発成分の検討と残存成分の分析結果から，複雑な天然高分子材料の劣化メカニズムを考察した結果を英語にて30分間発表した。

#### フッ素樹脂塗装金型による純チタン板の無潤滑絞り成形

小金井誠司（都産技研），濱嶋英樹，道野隆二（熊本県産業技術センター），高橋正明（日建塗装工業株），小林祐司（新東工業株），基昭夫（パナテック）

第61回塑性加工連合講演会 (2010)

現在チタンは様々な機器や民生品に使用されている。しかしながらチタンは他の金属と親和性が高く成形時の工具との焼付きが起りやすい。防止方法としては潤滑剤や酸化被膜処理などが有効であるが環境負荷などの問題がある。そこで本研究ではフッ素樹脂被膜をコーティングした金型を用いて純チタン板の無潤滑絞り加工についての検討を行った。

#### 導電性セラミックス工具を用いたドライ角形せん断加工

玉置賢次，中村健太（都産技研），真鍋健一（首都大），片岡征二（湘南工科大），井村隆昭（アイダエンジニア株）

第61回塑性加工連合講演会 (2010)

セラミックス工具を用いたドライ加工が有効であることは，これまでの研究により明らかである。しかし，セラミックス工具を用いたドライ角形せん断加工の実用化レベルでのデータは存在しない。そこで，本研究では，導電性セラミックス工具を用いて連続10万回のドライ角形（□5mm）せん断加工を実施し，達成した。これまでの円形よりも複雑形状である角形においてもドライ加工可能であることを明らかとした。

#### CVDダイヤモンド膜コーテッド工具の効率的研磨方法の検討ー超音波振動振幅の影響ー

横澤毅，藤巻研吾（都産技研），片岡征二（湘南工科大），佐藤隆（南ノク）

第61回塑性加工連合講演会 (2010)

CVDダイヤモンド膜コーテッド工具の研磨時間を短縮するために，工具送り速度を上げるための研磨条件について検討し，振動振幅と研磨効率の関係について報告を行った。

#### Influence of metal impurities on nickel citrate plating (クエン酸ニッケルめっきに及ぼす金属不純物の影響)

浦崎香織里，梶山哲人，水元和成，土井正（都産技研），山下嗣人（関東学院大）

10th International Conference on Advanced Surface Engineering (2010)

ホウ素の排水規制に対応するため，ホウ酸を用いる従来のニッケルめっき浴（ワット浴）の代替としてクエン酸ニッケルめっき浴（クエン酸浴）の開発に成功し，すでに実用化されている。一方，生産現場におけるめっき浴には様々な不純物の混入による影響が懸念される。そこで，本研究では，ニッケルめっきの外観および特性に影響を及ぼす可能性としてめっき浴への金属不純物の混入を想定し，クエン酸浴に及ぼす金属不純物の影響について検討した。皮膜中に共析した金属不純物の定量および表面形態観察等を行い，めっき外観および物性評価からワット浴とクエン酸浴の金属不純物による影響を比較した。その結果，クエン酸浴はワット浴よりも金属不純物による影響が極めて少ないことが示され，これは両浴におけるニッケルと金属不純物の電析機構が大きく異なるためと推察された。

#### 魚類コラーゲンをを用いた細胞培養基材の開発ー応用研究の進展と再生医療支援ー

柚木俊二，大藪淑美（都産技研），小林はつみ（井原水産株式会社），菊地雅彦（株式会社ムトウ），田畑泰彦（京大）



## 第62回日本生物工学会大会 (2010)

魚コラーゲンを用いた培養デバイスや医療材料開発の重要性、魚コラーゲンと哺乳類コラーゲンの性質の違いについて概論した。自身の開発例として、幹細胞の分化誘導を促進する硬質コラーゲンゲル培養基材の開発を述べた。従来は圧縮弾性率1kPa未満であったコラーゲンゲルを、1～100kPaの範囲で自在に調節する技術を開発した。マウス骨髄由来幹細胞の骨分化誘導を促進する硬さが、14～51kPaの範囲にあることが示唆された。

## Nano-indentated hardness of bainite phase in 0.8 % C dual phase steels

内田聡 (都産技研), 山本卓, 山本正之 (山本科学工具研究社), 加藤吉峰, 安田恭野, 古君修 (九大)

International Conference on Advanced Steels 2010 (ICAS 2011) (2010)

超微小押し込み硬さ試験機を用いて、マルテンサイト+ベイナイト (上部および下部) 二相鋼の硬さ試験をそれぞれ相ごとに測定して評価した。ベイナイトを構成するセメントタイトの大きさの違い、ベイナイト相そのものの大きさの違いの影響を受けて、硬さが変化することをつきとめた。

## 温間成形法によるMg系圧粉体の作製およびその焼結性に及ぼすAl, Zn粉末添加の影響

岩岡拓 (都産技研), 中村満 (岩大)

粉体粉末冶金協会 平成22年度秋季大会 (2010)

マグネシウムの粉末冶金は、高度な技術を要し、工業化が困難である。しかし、一般的な生産ラインに適した温間成形法が、マグネシウムに有効であることを報告した。そこで、合金化によるさらなる高強度化を目的として、AlおよびZn粉末を添加し、マグネシウムの焼結組織および強度の制御法について検討した。

## バナナ繊維 / ポリブチレンサクシネート複合体の機械特性

安田健, 梶山哲人 (都産技研), 成瀬正公, 村田清, 村上雅人 (芝浦工業大)

成形加工シンポジウム'10 (2010)

バナナの葉から作製されたバナナ繊維を使用して、ポリブチレンサクシネートとの複合体を行い、曲げ試験、衝撃試験を行った。複合体はPBS単体に比べ、曲げ強さの向上がみられたが、衝撃値は低下した。そのため、バナナ繊維に対して、アルカリ処理を行い表面の状態を改質を行うことにより、処理しないものに比べて、衝撃値の向上がみられた。

## セルロースエステル類を用いたバナナ繊維 / 脂肪族ポリエステル複合体の改質

梶山哲人, 安田健 (都産技研), 三本修司, 村田清, 村上雅人 (芝浦工大)

成形加工シンポジウム'10 (2010)

バナナ繊維/生分解性ポリエステルにセルロースエステル類を添加した複合体の物性評価を行った。生分解性ポリエステルとしてポリカプロラクトンとポリブチレンサクシネートを用い、両複合体物性の類似性や相違性に関して議論した。

## Ti-15V-3Al-3Cr-3Sn合金とマグネシウム合金との摩擦攪拌接合性

青沼昌幸 (都産技研), 中田一博 (阪大)

軽金属学会 第119回秋期大会 (2010)

$\beta$ チタン合金のTi-15V-3Al-3Cr-3Sn合金とAMCa602合金とを摩擦攪拌接合し、接合性について検討を行った。bcc構造を持つ $\beta$ チタン合金による接合部では、hcp構造を持つ $\alpha$ チタンの場合と比較して、同接合条件における接合界面でのマグネシウム合金との混合領域が増加する傾向が見られた。また、合金元素による中間層と遷移層の生成が攪拌部で確認され、接合条件制御により高強度界面を作製できる可能性が示された。

## LED応用製品のEMC評価に関する一考察

栢健一, 小宮一毅, 小林丈士, 宮島良一, 三上和正 (都産技研)

環境電磁工学研究会 (2010)

近年、特に省エネに対応するため、LED電球やLED蛍光灯といったLED応用製品の普及が拡大している。しかし、LED応用製品の一部は電安法の対象外となっているため、EMCに配慮されてない製品が見受けられる。そこで、照明に関わるEMC関連の国際規格と日本の規格を比較調査した。市販されているLED応用製品について伝導妨害波、放射妨害波等の測定を行い、測定結果について検討を行ったので報告する。

## ポリ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

村木正芳 (湘南工科大), 中村健太, 森河和雄, 玉置賢次 (都産技研)

第40回石油・石油化学討論会 (2010)

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。

## 減圧凝固試験法によるアルミニウム合金溶湯品質の評価

岩清水康二 (岩手県工技センター), 佐藤健二, 山田健太郎 (都産技研)

平成22日本ダイカスト会議 (2010)

アルミニウム合金ダイカストの品質向上を目的に炉前試験で行われる減圧凝固試験法による溶湯品質評価に着目し、試験精度向上のため、試験法に影響を及ぼす種々の要因を解析した。ダイカスト用合金として需要が多いAD12の溶解過程でのガスの挙動を解明した。また、Al-Si合金系の試験によって合金組成による凝固形態の違いと介在物が試験結果に影響を及ぼすことを明らかにした。

## ハンドルハブの力学的試験用万能ジグの開発

小西毅 (都産技研), 市川泰章 (㈱ワークスベル)

日本機械学会 第19回交通・物流部門大会 (2010)

都産技研保有の往復動耐久試験機は市販の自動車用ハンドルハブの安全性・耐久性評価に使用されることがある。しかし、試験実施には試験品固有のジグ作成が必要である。そこで、JASOC713に準じた荷重方法、および試験品の取付け方法等、技術的案を明らかに

にした上で、国産のハンドルハブ全種類対応の万能ジグを開発した。開発ジグの実験データを背景とした試験実施要領についてはNAPACへ提出し、その有用性を検証され、指定試験方法として認定された。本報告では、開発ジグの物理的特性および有用性について述べた。

#### Optimal checkpoint density for hybrid state saving

大原衛（都産技研），福本聡，新井雅之（首都大）

4th Asia-Pacific International Symposium on Advanced Reliability and Maintenance Modeling (2010)

疎結合の並列分散シミュレーションで用いられるTimeWarp手法とHybrid State Saving手法の最適化のために、チェックポイント濃度関数を解析的に導出した。また、この結果を実際にシミュレータで確認した。

#### Design of dependable data logger for inline production management

Kazumi Sakamaki, Yasuaki Kaneda, Yasuharu Irizuki（都産技研），Masanobu Yamazaki, Kazuhiko Horigome(KT製作所), Hideo Nakamura, Masaya Ohta, Hiroshi Mochizuki（日大）

4th Asia-Pacific International Symposium on Advanced Reliability and Maintenance Modeling (2010)

The importance of inline production management data has been noted in product manufacturing. Although effective automatic collection of inline production management data can be easily realized in industrial fields, the collection method involves the risk of data falsification. Therefore, we have been developing a dependable data logger for inline production management. Here we report the design of and a strategy for realizing a dependable data logger that satisfies requirements such as integrity of inline production management data, security against data leakage, and tamper resistance so that the data cannot be intentionally rewritten by manufacturers.

#### PSL法による豆類の照射履歴の検知

関口正之，中川清子，柚木俊二，大藪淑美（都産技研），萩原昌司，等々力節子（食総研），多田幹郎（中国学園大），本田克徳（日本放射線エンジニアリング㈱）

第46回日本食品照射研究協議会 教育講演/討論会 (2010)

10種類の輸入豆類の放射線照射によるPSL発光の発光強度，経時変化，PSL発光比から検証し，照射の有無の判別について報告した。又発光が鉱物質以外の有機物（ポリフェノール等）による可能性も示した。

#### L-システインを用いたアセトアルデヒド除去システムの開発

##### （その1）－湿式除去技術の研究開発－

水越厚史（都産技研），小林徳和（新菱冷熱工業），湯懐鵬（新菱冷熱工業），野口美由貴，柳沢幸雄（東大）

平成22年度室内環境学会 学術大会 (2010)

新築住宅における室内空気中のアセトアルデヒド（AA）濃度は、

未だ減少傾向が見られず、依然として指針値を超過する住宅が多い。一方、アミノ酸の1種であるL-システインはアルデヒドと不可逆的に反応するため、気中アセトアルデヒドの除去に有効であると考えられる。

そこで、本研究では、気中アセトアルデヒド除去を目的とし、L-システインを用いた乾式吸着剤の開発結果について報告した。

#### L-システインを用いたアセトアルデヒド除去システムの開発

##### （その2）－乾式除去技術の研究開発－

水越厚史（都産技研），小林徳和（新菱冷熱工業），湯懐鵬（新菱冷熱工業），野口美由貴，柳沢幸雄（東大）

平成22年度室内環境学会 学術大会 (2010)

新築住宅における室内空気中のアセトアルデヒド（AA）濃度は、未だ減少傾向が見られず、依然として指針値を超過する住宅が多い。そこで、本研究では、L-システイン溶液を用いた空気中のAAを除去する湿式除去システムを開発したので報告する。

#### PTR-MS を用いた光触媒空気清浄機の性能評価

水越厚史（都産技研），野口美由貴，八巻高子，柳沢幸雄（東大），村上栄造（朝日工業社），堀雅宏（横国大）

平成22年度室内環境学会 学術大会 (2010)

本研究では、極低濃度のVOCsで連続的に測定できる陽子移動反応質量分析計（PTR-MS）を用いて、実験用TiO<sub>2</sub>/光触媒空気清浄機によるアセトアルデヒドおよび $\alpha$ -ピネンの分解と2次生成物質の生成を確認したことを発表した。

#### 参議院議員会館オフィス内の揮発性有機化合物調査結果

水越厚史（都産技研），野口美由貴，八巻高子，柳沢幸雄（東大）

平成22年度室内環境学会 学術大会 (2010)

本発表は、シックハウスの訴えのあった参議院議員会館オフィス内の揮発性有機化合物（VOC）を測定し、シックハウス問題の原因を追究した。また測定結果に基づいて、シックハウス問題を解消するための方策について提案を行った。

#### 室内環境における有機化合物のオゾン酸化反応による粒子生成

水越厚史（都産技研），石塚祐輔，野口美由貴，柳沢幸雄（東大），酒井裕香，山崎章弘（成蹊大）

平成22年度室内環境学会 学術大会 (2010)

本研究は、粒子に焦点を当て、テルペン類単独の場合とアルデヒド類をテルペン類と共存させた場合で、酸化反応によって生じる2次生成粒子の粒径分布を比較し、その結果と考察を発表した。

#### 室内の家具、建材等からの有機リン酸エステル類の放散量

水越厚史（都産技研），篠原直秀（産総研），野口美由貴，柳澤幸雄（東大）

平成22年度室内環境学会 学術大会 (2010)

本研究では、室内における有機リン系化合物濃度への木材や建材、繊維等の寄与を明らかにするために、一般に市販されている木材や建材、繊維等から放散される有機リン系化合物の放散量を測定し、その結果について発表した。

**ディベンダブルな生産管理情報蓄積装置に関する一検討**

坂巻佳壽美, 金田泰昌, 入月康晴 (都産技研), 太田匡哉 (日大), 山崎正宣, 堀籠和彦 (ケーター製作所), 望月寛, 中村英夫 (日大) 電子情報通信学会 ディベンダブルコンピューティング研究会 (2010)

ディベンダブルな生産管理情報蓄積装置における, 耐改ざん性, データの完全性, セキュリティのアーキテクチャについて報告する。耐改ざん性についてストレージへの書き込みを監視することや, データの完全性においてはデータのミラーリングを行いストレージに保存すること, そして, セキュリティにおいては暗号化処理を行い, データの解読を不可とする。このような機構とすることで生産管理情報蓄積装置の要件を満足する。

**プロダクトデザインのための手指による動的物体操作の解析**

佐々木智典 (都産技研), 橋本洋志 (産業技術大学院大), 横田祥 (摂南大), 大山恭弘 (東京工科大)

計測自動制御学会 第11回システムインテグレーション部門講演会 (SI2010) (2010)

プロダクトデザインにおいては美的感性, 材料や構造の強度, 認知科学的な外観特性等の観点のみでなく, 手指による動的操作における扱いやすさも重要である。本研究では, 手指により操作される製品の動力的な扱いやすさを考慮した設計を行うことを目的として, 手袋型センサ, 高速度カメラ映像による観測や動力学シミュレーションに基づいて手指による物体操作の解析を行う。本発表では, 観測・解析のために構築したプロトタイプ・システムについて説明し, 観測により得られた知見について述べる。

**熱電対用小型共晶点セルの持回り試験**

沼尻治彦, 佐々木正史 (都産技研), 相川孝生 (㈱チノー), 佐藤弘康 (日本電気計器検定所), 木村和弘, 風岡学 (㈱岡崎製作所), 山崎春樹, 浜田登喜夫 (田中貴金属工業㈱), 石井順太郎, 山田善郎 (産総研), 小川実吉 (元日本電気計器検定所)

㈱電気学会 光応用・視覚・計測合同研究会 (2011)

小型Co-C共晶点セルを用いて, 国内の温度計校正事業者において持回り試験が行われた。持回り試験は小型セルおよびPtPd熱電対を回送し, Pd点炉等一般の定点炉に比べ比較的温度分布が悪い炉を用いて行われた。結果として200mK以内で一致し, 小型セルを用いた簡易的な炉においても十分共晶点温度が実現できることが確認された。

**シャフル表現による非同期イベント系列の記述**

阿部真也 (都産技研)

情報処理学会 第73回全国大会 (2011)

非同期イベント系列を記述する場合, 正規表現の記述能力では不十分である。本研究ではシャフル表現を用いて系列を記述する方法を提案し, 代表的な非同期問題であるキュー問題, read/write問題, セマフォの記述例を示す。

**無電解ニッケルめっきによる導電紙の電磁波シールド効果に及ぼすめっき皮膜構造並びに膜厚の影響**

竹村昌太, 上野武司, 鳥田勝廣 (都産技研), 岡山隆之 (東京農工大)

第61回日本木材学会大会 (2011)

紙の高機能化を目的として, 紙の片面にめっきし, めっき皮膜が一層構造の導電紙を積み重ね, めっき皮膜を積層構造にした導電紙を試作した。そして, その電磁波シールド効果を測定した結果, めっき皮膜構造を積層にすることで, シールド効果が増加し, 紙のめっき皮膜の一層構造に対する積層構造の優位性を見出した。

**センシングデータを用いたネットワークの省電力動作制御**

武田有志, 仲村将司, 山口隆志 (都産技研), 新井亮裕, 井上雅裕 (芝浦工大)

第73回情報処理学会 全国大会 (2011)

センシングデータに基づき, センシングノードの通信頻度を制御し, 環境計測分野に適したセンシングの群制御手法を考案し, その手法の詳細及び評価方法・結果についての研究発表を行った。

**窒素酸化物に対する染色堅ろう度試験方法の検討**

岡田明子, 朝倉守, 小柴多佳子 (都産技研)

日本学術振興会 染色堅ろう度第134委員会 第158回運営委員会 (2011)

窒素酸化物による染色物の変退色を評価するためのJIS規格 (JIS L 0855) について, 日本学術振興会染色堅ろう度第134委員会に改正案の提言を行った。新規試験方法として, 窒素酸化物をボンベ入標準ガスから得て供給する試験方法, アセテート染色布を標準退色布見本として用いる方法を提言した。

**試料面積の変化に着目した残響室法吸音率の実験的検討**

西沢啓子, 神田浩一 (都産技研)

日本音響学会 2011年春季研究発表会 (2011)

試料面積の変化に伴う面積効果の程度を検証し, 面積効果が顕著に生じる条件での音響インテンシティを測定することで, 試料に流入するエネルギーの定量的把握を試みた。

**電力4分配・合成器を用いた大気圧誘導結合プラズマ用高周波電源の開発**

藤原康平, 小林丈士 (都産技研), 鐘ヶ江正巳, 加藤恭一, 鈴木仁, 福岡大輔 (リバーベル株式会社)

平成23年電気学会 全国大会 (2011)

大気圧誘導結合プラズマ発生用に40.68MHz, 出力1kWの高周波電源を開発した。本機の終段増幅部は, 励振増幅部で得られた電力を4分配する分配器, パワー MOS-FETを用いたプッシュ・プル増幅器, 電力合成器から構成されている。本講演では, 高周波電源の開発, 性能評価の結果等に関して報告する。

**LED応用製品の突入電流に関する一考察**

栢健一, 小林丈士, 宮島良一, 三上和正 (都産技研)

平成23年電気学会 全国大会 (2011)

省エネ意識が高まる中, LED応用製品への国民の関心が高まりつつある。しかし, LED照明器具に関する規制は一部検討段階であるため, 安全性の面で特にスイッチのOn/Offによる突入電流等を考慮する必要がある。突入電流は瞬間的ではあるが十数A流れること

もあり他の設備に障害を起こしかねない。本稿では、LED蛍光管一本または複数本接続した際の突入電流を比較すると、つなげた本数に比例した。この結果により、LED蛍光管の大量接続および大型LED照明器具の取り付けによる突入電流に気をつける必要がある。

#### めっきしたパルプ繊維とその導電紙の電気特性

上野武司，竹村昌太，島田勝廣（都産技研），岡山隆之（東京農工大）  
平成23年電気学会 全国大会（2011）

紙パルプを解繊し，その表面に無電解ニッケルめっきで導電性を付与，そのめっきパルプ繊維をさらに抄紙することで新たな導電紙を開発した。その製造方法と電気特性について紹介した。

#### CSVにおけるコスト低減の一手法

金田泰昌，入月康晴，坂巻佳壽美（都産技研），山崎正宣，堀籠和彦（ケーター製作所）

平成23年電気学会 全国大会（2011）

近年製薬業界では，使用されるシステムの信頼性を確保するためにコンピュータバリデーション（CSV）が行われているが，その一方でCSVにかかるコストが問題となっている。そこで，本研究ではFPGAを用いてシステムを構築することで，ソフトウェアの流用性を最大限に高め，CSVにかかるコストを低減する。

#### リン系難燃剤の酵素阻害強度の評価

水越厚史（都産技研），西村知（東工大），徳村雅弘，野口美由貴，柳沢幸雄（東大），山崎章弘（成蹊大）

化学工学会 第76年会（2011）

本研究では，有機リン系化合物の中でも難燃剤に着目し，神経毒性を引き起こすコリンエステラーゼ阻害作用を，呈色反応を利用することによる定量を試みた。その結果について，発表した。

#### Photo-Fenton 反応を用いた空気清浄プロセスの開発

水越厚史（都産技研），和田友布子（東工大），宇佐美友理，徳村雅弘，八巻高子，野口美由貴，柳沢幸雄（東大），山崎章弘（成蹊大）

化学工学会 第76年会（2011）

本研究は，促進酸化法の一つとして水中，土壌中の有機物除去に用いられるphoto-Fenton 反応を気相分野に応用し，気相中のVOCs 除去プロセスを開発することを試みた。その結果について，発表した。

#### 超音波霧化を用いたフォトフェントン反応による新規空気清浄法の開発

水越厚史（都産技研），宇佐美友理，徳村雅弘，八巻高子，野口美由貴，柳沢幸雄（東大），山崎章弘（成蹊大），和田友布子（東工大）

化学工学会 第76年会（2011）

本研究ではフォトフェントン反応と超音波霧化技術を応用し，空気中の揮発性有機化合物（VOCs）の除去分解を目的とする新規空気清浄法を開発を行った。その結果について発表した。

#### テルペン類のオゾン酸化反応による二次粒子生成（共存有機化合物が粒子生成に及ぼす影響の考察）

水越厚史（都産技研），石塚祐輔，野口美由貴，柳沢幸雄（東大），

酒井裕香，山崎章弘（成蹊大）

化学工学会 第76年会（2011）

本研究は，実際の室内環境を想定し，複数のVOCが共存した場合の酸化反応・粒子生成メカニズムについて明らかにすることを目指し，その結果について発表した。

#### クエン酸ニッケルめっき皮膜におよぼす浴中微量金属不純物の電気化学的および構造学的解析

浦崎香織里（都産技研），尾家義明，山下嗣人（関東学院大），藤井正吾（三ツ矢）

第123回表面技術協会 講演大会（2010）

ホウ素の排水規制に対応するため，ホウ酸を用いる従来のニッケルめっき浴（ワット浴）の代替としてクエン酸を用いたニッケルめっき浴（クエン酸浴）の開発に成功し，すでに一部で実用化されている。一方，生産現場においては，めっき浴への金属不純物の混入が皮膜外観および特性に影響を及ぼすことが懸念され，様々な対策が行われている。そこで，本研究では，電気化学測定によるカソード分極曲線，応力測定を行い，ワット浴とクエン酸浴の金属不純物による影響の違いについて検討した。その結果，クエン酸浴においては金属不純物がニッケル電析に及ぼす影響が極めて少ないことが分かった。

#### 亜鉛めっきのクロムフリー耐食性化成皮膜形成に関する基礎的検討

浦崎香織里，梶山哲人（都産技研）

第123回表面技術協会 講演大会（2010）

クロメートは亜鉛めっきに耐食性・装飾性を付与する化成処理皮膜として広く用いられていたが，六価クロムが一連の有害物質規制の対象となったため，クロムフリー化成皮膜の開発が求められている。本研究では，クロム酸塩の代替となる遷移金属塩の探索を行い，バナジン酸塩を用いた皮膜に耐食性を見いだすことに成功し，耐食性皮膜が形成される条件について明らかにした。また，さらなる耐食性向上を目指し，化成皮膜形成における錯化剤の作用に着目し，検討を行った。錯化剤として各種カルボン酸類を用い，さまざまな条件によって作製した一連の化成皮膜の系統的評価を行ったところ，カルボン酸の官能基の違いによって耐食性が異なることが確認され，中でもクエン酸の効果がもっとも高いことが分かった。

#### 構造色をもつ金属面の誘電率モデル

海老澤瑞枝，岩永敏秀（都産技研），橋本智（㈱表面化工研究所），平野輝美（平野技術士事務所），前田秀一（東海大），水谷康弘（徳島大）

第58回応用物理学関係連合講演会（2011）

微細構造をもつ金属面の物理発色について，従来の有効媒質近似を用いた微粒子分散体の誘電率モデルに対して，ドルーデローレンツモデルを元にしたモデルを提案する。本報では，銀面の微粒子構造について，実験値と解析値の比較を行い，提案したモデルの有効性を示す。

#### 走査プローブリソグラフィによるアルミニウム基板上への金ナノ粒子アレイの作製

加沢エリト，中村勲（都産技研），桑田真成，一井崇，邑瀬邦明，

杉村博之 (京大)

第58回応用物理学関係連合講演会 (2011)

石英基板上に形成したアルミニウム薄膜を走査プローブリソグラフィ法によって酸化シノパターンを形成した後に、アルミニウム酸化膜をアミノ基終端することで金ナノ粒子をナノパターン上に一次元配列させることに成功した。ナノパターン化された金ナノ粒子を用いることで光デバイスへの応用が期待できる。

#### アルミニウム誘起結晶化法による多結晶SiGe薄膜の作製

中村勲 (都産技研), 矢嶋正洋, 磯村雅夫 (東海大)

第58回応用物理学関係連合講演会 (2011)

赤外光に感度を持つ多結晶SiGe薄膜太陽電池の開発を目指すために、Al/非晶質SiGe積層からAIC (Aluminum-Induced Crystallization) 法を用いて多結晶SiGe薄膜を作製している。Al-Ge共晶温度は420℃であるため、その温度以下によるアニール処理が望ましいが、10日以上処理時間を要するため現実的ではない。過去の研究から若干高い450℃において10～20時間程でAICを確認できたことから、今回は処理温度を450℃に設定し、AlとSiGeの膜厚が結晶化に及ぼす影響を検討した。EDXによる面分析の結果から、SiGeがAIC法により結晶化するには、最適な膜厚が存在し、SiGe膜厚よりも厚いAl膜が必要であることが明らかとなった。

#### グロー放電分析によるアルミニウム陽極酸化皮膜厚さ測定法の検討

湯川泰之, 中村勲 (都産技研)

日本化学会 第91春季年会 (2011)

合金添加元素の異なるアルミニウム合金板に陽極酸化処理を行い、皮膜厚さの異なる種々の試料を作製した。これらの膜厚既知の試料について、グロー放電分析を行い、深さ方向分析結果より皮膜厚さを評価する手法について検討した結果を報告した。

#### 高速デジタル伝送におけるEMC対策部品の影響

小宮一毅, 藤原康平, 小林丈士, 梶健一 (都産技研)

2011年電子情報通信学会 総合大会 (2011)

市販されているGHz帯のEMC対策部品の実力値とEMC対策部品がシグナルインテグリティ (SI) に与える影響を把握する為に、EMC対策部品をマイクロストリップ基板に実装し、Sパラメータやインピーダンス等の評価およびSIの評価を行った。また、電磁界シミュレータと回路シミュレータを活用し、EMC対策部品とマイクロストリップラインの振る舞いをシミュレーションし、実測値と比較検証した。

#### 重イオン衝突実験用高ダイナミックレンジTPC用読み出しパッド開発

藤原康平, 小林丈士 (都産技研), 磯部忠昭, 竹谷篤 (理研)

日本物理学会 第66回年次大会 (2011)

原子核衝突実験で得られた荷電粒子の飛跡を三次元読み出し型ガスチェンバーで捉える。ここで捉えた生成粒子は、生成粒子により生じたパルスの波高値で弁別される。精度良く弁別を行うには、生成パルスが低クロストーク、高シグナルインテグリティの高周波伝送線路で伝送されなければならない。本講演では、高周波伝送線路

の設計と高周波計測評価に関して講演を行う。

#### 漆を用いた100%バイオマス成形材料および成形体の開発

木下稔夫 (都産技研)

社団法人日本木材学会 第40回木材の化学加工研究会シンポジウム (2010)

漆の目指す方向性として、工芸材料であった漆を工業材料として使えるようにすることにある。漆の木から滲出した樹液である「漆」は、かぶれの問題や乾燥性、粘度など、品質の変動が大きい天然の材料で、工業材料としての信頼性に欠ける点があった。そこで漆を工業材料とするために、品質の変動の大きい漆を、品質が安定した信頼性の高い材料へ変えることが必要である。その試みとして、あまり知られていない熱処理により漆の酵素が失活するとともに熱硬化する特性を応用して、100%バイオマスの成形材料と成形体の開発を行った内容を報告した。

#### 日本におけるもっとも古い塗装技術

神谷嘉美 (都産技研)

産業技術連携推進会議 製造プロセス部会 第18回塗装工学分科会 (2010)

岩手県盛岡市より出土した縄文時代後期～晩期(約4500～4000年前)の出土遺物について科学分析を行った結果をできるだけ分かりやすい形にして発表した。顕微鏡観察、クロスセクションなどから、当時の漆塗り技術を読み解き、また溶剤可溶実験・FT-IR・Py-GC/MS分析を利用することで、赤外吸収スペクトル分析では判別のしにくい天然アスファルトであってもPy-GC/MSにより材料を断定することが可能であると報告した。

#### 漆塗り技術、加飾技法

神谷嘉美 (都産技研)

漆アカデミー「漆に好奇心～知るを楽しむ～」ベーシックコース (2010)

生涯教育を目的とした明治大学リバティアカデミーの公開講座の一つ、「漆アカデミー」-「漆に好奇心～知るを楽しむ～」の講師として依頼講義を行った。漆液の製造方法、漆塗りの種類、加飾法に関する区分や定義や工程、漆器制作に用いられる道具等について取りあげた。また、自分で作った漆塗りの手板や漆液、様々な加飾によって作られた漆器を準備し、直に触れてもらうことで、漆に関する理解を深めてもらうよう計画した。

#### 漆の劣化と保存

神谷嘉美 (都産技研)

明治大学リバティアカデミー「漆の魅力を探る」アドバンスコース (2010)

生涯教育を目的とした明治大学リバティアカデミーの公開講座の一つである「漆の魅力を探る」の第5講目の講師として依頼講演を行った。漆塗膜の劣化現象のメカニズムや、ロンドンでの調査の一部を見せ、日本固有の修理技術の意義について講義した。また講演の中で、変色した漆器や、海外調査で収集した国外で修理された漆資料に直に触れてもらう講義とした。

### 分析で見える技術～豊岡遺跡出土品の分析結果～

神谷嘉美（都産技研）

岩手県立博物館開館30周年記念 「特別企画展いわての漆展」 シンポジウム (2010)

本シンポジウムは、岩手県立博物館開館30周年記念特別企画展「いわての漆」（会期H22.10.2～11.7）開催にともない、特別に企画されたものである。講演内容は約5000年前の漆塗り出土遺物（天然アスファルト資料も含む）の化学分析の結果報告について、一般市民に分かりやすく解説した。

### 漆塗膜の紫外線劣化と強化技術

神谷嘉美（都産技研）

平成20年度組織的な大学院教育改革推進プログラム「グローバルな文化財修復技能者の実践的養成」第4回大学院GPシンポジウム (2011)

漆を知らない聴衆が多かったため、漆についての話を行ってから、漆塗膜の紫外線照射に伴う様々な変化について科学的知見による研究成果を話した。また、劣化塗膜に対する複数の強化法について紹介し、同質素材を用いる意義について講演した。

### 縄文人の挑戦をひも解く

神谷嘉美（都産技研）

漆工技術講演会「漆の挑戦～その2～」 (2011)

岩手県で出土した縄文時代晩期の出土遺物に関する科学分析の結果について報告した。赤外吸収スペクトル分析では判別のしにくい天然アスファルトがあったが、Py-GC/MSにより材料を断定することが可能であると伝え、断面観察などから縄文人の漆技術について言及した。

### Japanese lacquer craft and deterioration of the film

神谷嘉美（都産技研）

The exchange of experience in lacquer collection And processing techniques (2011)

漆塗膜の紫外線による劣化現象と、その科学的解析方法の解説・研究の成果の報告を行った。またベトナムと日本とで大きく異なる、漆工芸技術を紹介した。学生時代に自分で制作した漆加飾の手板を複数現地に持参し、聴衆に直に触れてもらいながら日本での技術について解説した。

## 研究発表一覧／ポスター発表

### 豊岡遺跡出土の漆塗膜とアスファルトの分析

神谷嘉美(都産技研), 八木勝枝(岩手県立博物館), 宮腰哲雄(明治大)  
日本文化財科学会 第27回大会 (2010)

溶剤可溶実験, 顕微鏡観察, クロスセクション, FT-IR, Py-GC/MS分析を利用して, 豊岡遺跡より出土した縄文時代の出土遺物の科学分析結果について報告した。文化財分野で多用される赤外吸収スペクトル分析では判別のしにくい天然アスファルトでも, 熱分析によって材料を特定できると明らかになった。

### MeVイオン照射によるダイヤモンドのカラー化技術

谷口昌平(都産技研), 渡邊宝(有ゼロポイント), 齊藤幸典(山梨大)  
第23回タンデム加速器及びその周辺技術の発表会 (2010)

共同研究の成果を報告した。ジュエリー用ダイヤモンドのカラー化を目的にイオン照射を行い, カラー化することを見出し, イオン種, 照射量とカラーの関係性を明らかにした。また, ダイヤモンド表面に文字やマークを描画する技術を開発した。

### $\gamma$ 線照射によるD-体アミノ酸の生成—照射食品検知に向けて—

中川清子, 関口正之, 柚木俊二(都産技研)  
第47回アイソトープ・放射線研究発表会 (2010)

アミノ酸含有食品の照射を検知する手法の開発を目的として, L-体アミノ酸の $\gamma$ 線照射によりD-体アミノ酸が生成するかを検討した。水中でL-トリプトファンを $\gamma$ 線照射したところ, D-トリプトファンが生成することが確認できた。また, 酸素飽和の系では, D-体の生成は抑制されることがわかった。

### Total oxidation of toluene over $\text{Co}_3\text{O}_4\text{-CeO}_2$ catalysts

染川正一(都産技研), Leny Yuliati, 高鍋和広, 堂免一成(東大)  
TOCAT6/APCAT5 (2010)

VOC(揮発性有機化合物)は塗装・クリーニング業界などから排出され, 大気中に放出されると健康被害を引き起こし, 環境にも悪影響を及ぼすため, 特に大都市で問題になっている。今回はシンプルかつ安価な製造法で作製した $\text{Co}_3\text{O}_4\text{-CeO}_2$ 触媒が, 従来からよく用いられている白金触媒に匹敵する活性を持ち, さらにそれらの触媒は長期間の連続反応後も活性が低下せず, また水蒸気被毒の影響も受けにくいということを見出した。このことは装置へ実用化するうえで有用である。

### 強化ガラスの応力緩和と破壊現象

増田優子, 上部隆男(都産技研)  
第5回日本セラミックス協会 関西支部学術講演会 (2010)

物理強化ガラスを安全に使うための基礎データを得るため, 応力緩和に関する温度や時間の影響, 破損時の破片の数・形状などを調べた。板厚が4mmのガラスでは, 350℃で40h加熱すると表面応力が半減し破片が鋭利になった。また, 各表面応力における破壊の様子を把握できたことで, 破損状況から表面応力値を見積もることが可能となり, ガラス製品の破損事故解析に役立つ結果が得られた。

### 東京都立産業技術研究センターガラス・セラミックス研究室の紹介 最近の研究テーマについて

上部隆男, 増田優子, 大久保一宏, 林英男(都産技研)  
第5回日本セラミックス協会 関西支部学術講演会 (2010)

所及び研究室の紹介のほか, 最近の研究テーマである H20, 21「測容ガラス器具に及ぼす加熱の影響」(メスフラスコを加熱してはいけないは本当か?)やH21, 22「強化ガラスの応力緩和と破壊現象」(安全使用のデータや破損解析に必要なデータの収集)について詳しく説明した。

### Glass carbon surface modified by the fluorine ion irradiation

寺西義一, 中村勲, 植松卓彦, 三尾淳, 森河和雄(都産技研), 小林知洋(理研)

17th International Conference on Ion Beam Modification of Materials (IBMM2010) (2010)

微細金型の剥離の促進に有効な方法として, 炭素金型へのイオン照射による表面改質の方法を検討した。特に炭素表面の変化照射前後の変化について考察した。

### 生分解性ポリエステルとの複合化によるバナナ繊維の有効利用法の提案

梶山哲人, 安田健(都産技研), 三本修司, 村田清, 村上雅人(芝浦工業大)

日本化学会 第4回関東支部大会 (2010)

バナナ繊維と生分解性ポリエステルの相溶性を改善する相溶化剤として, バナナ繊維からセルロースエステル類を合成した。バナナ繊維/ポリブチレンサクシネートにセルロースエステル類を添加した複合体の物性評価を行った。

### イオンクロマトグラフィー分析における精度管理の検討

安藤恵理, 栗田恵子, 荒川豊, 杉森博和, 田熊保彦(都産技研)  
日本分析化学会 Separation Sciences 2010 (2010)

依頼分析などの場面で微量成分の分析が求められている。微量分析の実施においては定量下限値の把握, 管理が重要である。本発表ではイオンクロマトグラフィー(IC)の陽イオン, 陰イオン分析を対象に, オートサンプラー(AS)使用時およびマニュアル分析時の定量下限値の比較検討を行った。またその際, AS使用時にアンモニアなどのコンタミネーションが懸念されたため, その低減方法について検討した。さらに, 実サンプルとして超純水を用いての微量分析を行った。

### Effect of compaction temperature on sinterability of magnesium and aluminum powder mixtures by warm compaction method

岩岡拓(都産技研), 中村満(岩大)  
The 12th International Conference on Aluminium Alloys (ICAA12) (2010)

温間成形法は, 効率的にマグネシウムを焼結するための有効なプロセスである。しかし, 合金元素粉末を添加した場合には調べられていない。本研究は, 成形・焼結に及ぼすAl粉末添加の効果を示し, Mg-Al共晶組織と強度特性の関係について報告した。

### Dissimilar metal joining of 2024 and 7075 alloy to titanium alloys by friction stir welding

青沼昌幸（都産技研），中田一博（阪大）

The 12th International Conference on Aluminium Alloys (ICAA12) (2010)

高比強度金属材料のA2024およびA7075合金を，純チタンおよびTi-6Al-4V合金と摩擦攪拌接合法し，接合性および金属間化合物が接合強さに及ぼす影響について検討した。攪拌部にはTi-Al系金属間化合物を含む混合領域が生成するが，この混合領域幅と合金元素反応を制御することにより，高強度接合部の作製が可能であることが示唆された。

### ポリカプロラクトン/バナナ繊維複合体の改質—セルロースエステル類の添加効果—

梶山哲人，安田健（都産技研），小谷野芳旭，村田清（芝浦工大）

第59回高分子討論会 (2010)

本研究では，バナナ繊維と生分解性ポリエステル類の相溶性を改善する相溶化剤として，バナナ繊維からセルロースエステル類を合成した。そして，バナナ繊維/生分解性ポリエステルにセルロースエステル類を添加した複合体の物性評価を行った。

### ガラス製測容器具の精確性に及ぼす加熱の影響

林 英男，上部 隆男（都産技研）

日本分析化学会 第59年会 (2010)

3つのメーカーからガラス製測容器具を購入し，新品の状態から一定温度まで加熱した後，室温まで冷却して体積変化に与える影響を検討した。その結果，250℃まで繰返し加熱を行い，体積を測定したが変化は観察されなかった。これらの結果より，ガラス製測容器具は，250℃まで加熱しても精確性は失われないことが判明した。

### Solvent-free syntheses of supermicroporous silica templated by short-chain surfactants

渡辺洋人（都産技研），藤方健二，緒明佑哉，今井宏明（慶應大学）

3rd International Congress on Ceramics (2010)

メソポーラスシリカは次世代の吸着材として大きな期待を集めるが，細孔容積が分子に比べて大きすぎるため，効果的な気相動的吸着が起らないことが明らかになってきた。細孔径を分子サイズに接近させれば吸着質の安定化により効果的なVOC動的吸着能の発現が期待できる。しかし，VOCの分子サイズに相当するサイズの細孔径を有する材料を合成したという報告例は皆無である。本研究では濃厚なケイ酸イオン中で界面活性剤のミセル形成能が向上するという挙動に着目し，溶媒を用いない合成法にたどり着いた。これにより，これまで空白領域であった，0.7～1.0 nmの全領域での微細な細孔径制御が可能になった。この材料をVOCの動的吸着に用いたところ，細孔径の減少とともに吸着能が飛躍的に向上し，VOCの分子サイズに近い細孔径において最大の吸着能を示すことが明らかになった。

### PSL法による照射食品の妥当性確認

関口正之（都産技研），後藤典子，山崎正夫（元都産技研），菟原昌

司，等々力節子，鍋谷浩志（農研機構食品総合研究所），本田克徳（日本放射線エンジニアリング）

第100回食品衛生学術講演会 (2010)

食品照射履歴の検知法としてのTL法は，判別精度が非常に高い反面，分析に要する操作は煩雑であり標準照射処理が必要で分析の迅速性に課題がある。光ルミネッセンス (PSL) 法は分析に先立ち判別基準となる発光量 (基準発光量) を，分析装置や食品毎に設定する必要があり客観性に課題がある。本研究では，PSL計測装置 (図1) を作製し，PSL発光量の変化に基づく新しいPSL判別方法を開発した。このPSL判別法の妥当性を室間共同試験により確認した。

### 放射線重合によるマレイミド重合体合成の検討

中川清子，関口正之，柚木俊二（都産技研），木村敦，田口光正（原子力機構）

第53回放射線化学討論会 (2010)

スチレンおよびマレイミドを2-プロパノールに溶解し，放射線 ( $\gamma$ 線，電子線，プロトン等) を照射し，放射線重合の効率を検討した。マレイミド単体の重合と比較して，2倍以上の分子量のポリマーが生成した。また，スチレンとマレイミドの混合比が1:1の場合が，最もポリマー生成効率が高かった。

### めっきしたバルブの抄紙による導電紙の作製

上野武司，竹村昌太，島田勝廣（都産技研），岡山隆之（東京農工大）

平成22年度繊維学会 秋季研究発表会 (2010)

紙バルブを解繊し，無電解ニッケルめっきにより導電性を付与，さらに，バルブと混抄することにより導電紙を作製した。この作製工程を示すとともに，電磁波シールド性能について紹介したポスター発表において，めっきの方法についての質問があり，その手法について紹介した。

### 炭素源資化性分析を用いた糸状菌同定の検討

小沼ルミ，瓦田研介（都産技研），渡辺麻衣子，工藤由起子，小西良子（国立医薬品食品衛生研究所），高鳥浩介（NPO法人カビ相談センター）

日本防菌防黴学会 第37回年次大会 (2010)

糸状菌を含む真菌の発生は広い分野で問題となっており菌種名を把握することが重要である。糸状菌は形態的差異によって分類されているため，広範囲の糸状菌を対象に信頼性の高い同定を行うことは非常に難しい。そこで，形態学的同定と併用し，95種類の炭素源を用いた糸状菌の資化性分析による同定について検討した。

### キャップが一体成形された血糖測定用穿刺針利用による飛散物の可能性

石堂均，大久保富彦（都産技研），薬師寺史厚（都立墨東病院・労働科学研究所），藤田浩，木下博之，安田睦子（都立墨東病院），長澤薫（虎の門病院），吉川徹（労働科学研究所）

第24回日本臨床内科医学会 (2010)

血糖測定用の自動穿刺器については針先の保護方法等異なる複数の製品が存在する。キャップが針元と一体成形された2製品について飛散物の発生頻度を調査した結果，特定の製品において操作方



法によっては高頻度で飛散物が発生することを示唆した。

#### 磁気応答性造影ナノ粒子の作製

峯英一, 竹澤勉 (都産技研), 藤寿寿美, 綾日徹也, 小林芳男 (茨城大)  
日本化学会関東支部 第21回茨城地区研究交流会 (2010)

磁気応答性造影ナノ粒子について, 表面処理と複合化を検討し, 合成したナノ粒子の磁気特性を評価する。

#### セルロースエステル類を用いたバナナ繊維 / 脂肪酸ポリエステル複合体の改質

梶山哲人, 安田健 (都産技研), 三本修司, 村田清, 村上雅人 (芝浦工大)

成形加工シンポジウム'10 (2010)

バナナ繊維/生分解性ポリエステルにセルロースエステル類を添加した複合体の物性評価を行った。生分解性ポリエステルとしてポリカプロラクトンとポリブチレンサクシネートを用い, 両複合体物性の類似性や相違性に関して議論した。

#### バナナ繊維 / ポリブチレンサクシネート複合体の機械特性

安田健, 梶山哲人 (都産技研), 成瀬正公, 村田清, 村上雅人 (芝浦工業大)

成形加工シンポジウム'10 (2010)

バナナの葉から作製されたバナナ繊維を使用して, ポリブチレンサクシネートとの複合化を行い, 曲げ試験, 衝撃試験を行った。複合体はPBS単体に比べ, 曲げ強さの向上が見られたが, 衝撃値は低下した。そのため, バナナ繊維に対して, アルカリ処理を行い表面の状態を改質を行うことにより, 処理しないものに比べて, 衝撃値の向上が見られた。

#### LED照明下での色彩評価

岩永敏秀, 山本哲雄, 中島敏晴, 中田修, 中村広隆, 海老澤瑞枝, 三上和正, 小林丈士, 栢健一 (都産技研), 市原茂, 山下利之, 下川昭夫, 石原正規 (首都大)

日本官能評価学会 2010年度大会 (2010)

照明に適したLED照明の条件を探るため, 従来照明およびLED照明のもとで観察される色票の色に関する印象評定を行った。

試料光源を構成するLEDと蛍光灯の特性によって, 照明による色票の見えの印象に違いが生じることがわかった。また, 照明の特性を論ずるときに, 演色評価数や演色性視感評価だけを指標にしただけでは不十分であり, 全般的な, 色彩感情を様々な指標を用いて明らかにしていく必要がある。主成分分析の結果からは, 「明るさ・華やかさ」の因子と「やわらかさ・落ち着き」の因子の2つの側面からLED照明の心理的な側面をとらえる事ができるかもしれない。

#### 天然素材を用いたセルフケア用品の開発

シュイ チェン, 池田善光, 吉田弥生, 樋口明久 (都産技研), 高橋浩一, 加藤一夫 (井上リボン工業㈱)

繊維機械学会 関東支部秋季シンポジウム (2010)

微細加工性や生体適合性等観点から天然素材を選定し, 機能性付与及び物性向上のための加工を行い, 歯間クリーナーとして効果的

な繊維構造体を創製した。試作品の物理的特性, 実用性等についても評価した。

#### DoG画像を用いた構造物におけるひびの自動検出

大平倫宏 (都産技研), 富山真一, 高橋聖, 中村英夫 (日大)

第25回信号処理シンポジウム (2010)

SIFTアルゴリズムに用いられるDoG画像の新たな応用として, ひび検出方法への応用を提案した。従来のひび検出法に比べて, 精度良く, ひびを検出可能であることを示した。

#### 天然繊維の事前処理の検討—樹脂との複合化に向けて—

安田健 (都産技研)

日本繊維機械学会 第17回秋季セミナー (2010)

バナナの葉から作製されたバナナ繊維を使用して, 樹脂との複合体をつくる際には, 植物性天然繊維に含まれているリグニンの扱いが問題となる。そのリグニンはアルカリで処理することにより主成分であるセルロースと分離が可能であることが知られている。本研究では, アルカリの濃度と時間を変化させたときの処理についての報告を行った。

#### Influence of metallic impurities on the deposited nickel film in nickel citrate bath (クエン酸ニッケルめっき浴におけるニッケル電析皮膜に及ぼす金属不純物の影響)

浦崎香織里 (都産技研), 尾家義明, 山下嗣人 (関東学院大), 若杉憲治 (榊三ツ矢)

The 1st Korea-Japan Symposium on Surface Technology (2010)

めっき技術は自動車部品や電子部品をはじめとする幅広い分野に用いられている。高機能化, 高品質化に伴いめっきプロセスにおける管理技術の重要性が再認識されており, めっき浴中の金属不純物の管理はそのひとつとして挙げられる。本研究では, 従来のニッケルめっき浴 (ワット浴) および環境対応型のクエン酸を用いたニッケルめっき浴 (クエン酸浴) の金属不純物の影響について, インピーダンス測定により検討を行った。その結果, クエン酸浴において, 金属不純物添加系で析出電位が卑に移行することが分かった。これは, クエン酸金属錯体の形成によって皮膜の粗雑化が抑制されたためと考えられる。

#### Effect of complexing agent on the formation of the vanadate conversion coatings for zinc plating (亜鉛めっきのバナジン酸化成皮膜形成における錯化剤の効果)

浦崎香織里, 梶山哲人 (都産技研)

2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) (2010)

クロメート皮膜は亜鉛めっきに耐食性・装飾性を付与するものとして広く用いられていたが, 六価クロムが一連の有害物質規制の対象となったため, 六価クロムを使用しない代替技術が求められている。本研究では, クロメートの代替としてバナジン酸を用いた化成皮膜の形成に成功し, 耐食性皮膜が形成される条件を明らかにした。

### PSL法による豆類の照射履歴の検知

関口正之，中川清子，柚木俊二，大藪淑美（都産技研），萩原昌司，等々力節子（食総研），多田幹郎（中国学園大），本田克徳（日本放射線エンジニアリング㈱）

第46回日本食品照射研究協議会 教育講演/討論会 (2010)

10種類の輸入豆類の放射線照射によるPSL発光の発光強度，経時変化，PSL発光比から検証し，照射の有無の判別について報告した。また，発光が鉱物質以外の有機物（ポリフェノール等）による可能性も示した。

### Effects of heat treated and sliding condition on structure changes of DLC film

川口雅弘，清水綾（都産技研），徳田祐樹，佐々木信也（東京理科大）  
TRIBOLOGY CONGRESS IN AUSTRALIA ASIATRIB2010 (2010)

PBII&D法により成膜したDLC膜に関して，前処理としての加熱処理を行い，その後摩擦試験を行った。加熱処理温度および摩擦試験条件が，膜の摺動特性にどのような影響を及ぼすか，およびそのメカニズムなどについて検討した。

### フォトフェントン反応によるアセトアルデヒドの除去

水越厚史（都産技研），徳村雅弘，宇佐美友理，和田友布子，八巻高子，野口美由貴，柳沢幸雄（東大）

平成22年度室内環境学会 学術大会 (2010)

フォトフェントン反応は，鉄イオン・過酸化水素・光エネルギーを組み合わせるにより，OHラジカルを生成し，有機汚染物質を酸化分解する排水処理技術である。

本研究では，排水処理技術の一つであるこのフォトフェントン反応を用いて，室内空気中のアセトアルデヒドの分解除去の実験を行い，その結果について発表した。

### パッシブ比色型放散量測定センサーを用いた室内ホルムアルデヒド濃度の簡易測定法

水越厚史（都産技研），篠原直秀（産総研），野口美由貴，柳沢幸雄（東大），内富男（日本リビング）

平成22年度室内環境学会 学術大会 (2010)

本件は，PECSにより室内ホルムアルデヒド濃度を短時間で簡便に測定できることがわかったことを報告した。また，色見本により室内濃度を視覚的に指針値と比較できるようになった。PECSを用いて，まず室内ホルムアルデヒド濃度を調べ，濃度が高い場合は，発生源を探索するという調査を行うことができることを発表した。

### 高湿度環境下における木質床材からのホルムアルデヒド放散速度について

水越厚史（都産技研），八巻高子，野口美由貴，柳沢幸雄（東大）

平成22年度室内環境学会 学術大会 (2010)

本件は，ホルムアルデヒドは建材表面からだけではなく，小口や裏面からも放散することが示されたことと，建材からのホルムアルデヒド放散速度は高湿度下において建材の含水率が高くなった場合，接着剤の加水分解などの化学反応が起こり，ホルムアルデヒドが生成することにより上昇することが示唆されたことを発表した。

そして，この結果から，建材の評価を行う際には，下地材も含め小口からのホルムアルデヒド放散速度も調査することが有効であることを発表した。

### 紫外線照射に伴う黒漆塗膜の物理的・化学的性質の変化

神谷嘉美，西村信司（都産技研），陸裕，宮腰哲雄（明治大）

高分子分析及びキャラクタリゼーションに関する国際会議 兼 第15回高分子分析討論会 (2010)

変色が激しいと指摘される鉄分添加による「黒漆塗膜」を対象に，紫外線を照射した際の変化について報告した。紫外線を強制的に照射した際の漆膜の変化について，顕微鏡観察，色彩，光沢率，表面粗さ（非接触），FT-IR，EGA-MS，Py-GC/MS，など複数の分析法を実施した結果を討議した。

### Preparation and properties of polycaprolactone/banana fiber/cellulose esters composites

梶山哲人，安田健（都産技研）

2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) (2010)

ポリカプロラクトン / バナナ繊維 / セルロースエステル類複合体を一軸押し出し成形機を用いて190℃にて作製した。衝撃強度はアイゾット衝撃試験で評価した。また，破断された試験片のSEM観察を行った。

### Studies on the deterioration mechanism of raw lacquer film based on ultraviolet irradiation

神谷 嘉美（都産技研），渡辺忠一（フロンティア・ラボ），陸裕，宮腰哲雄（明治大学）

2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) (2010)

生漆塗膜に対して紫外線を強制的に照射した際の変化について，2つのアプローチを試みた結果を報告した。1つ目は顕微鏡観察，色彩，光沢率，FT-IR，EGA-MS，Py-GC/MSを用いて塗膜を観察した。2つ目はオンラインUV/Py-GC/MSを用いた。「揮発成分」と「揮発成分」を観察していくことで，漆塗膜の光劣化に関するメカニズムを考察した。

### Chemical conversion coating for zinc plating using chromium-replacing metals

梶山哲人，浦崎香織里，土井正，水元和成（都産技研）

2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) (2010)

各種遷移金属化合物を用いたクロムフリー化成皮膜を検討した。GD-OESを用いて化成皮膜の分析を行った結果，添加する遷移金属の違いにより，異なる皮膜を形成していることがわかった。そして，高耐食性の皮膜ほど均一に生成されていることが示唆された。

### 縄文時代後晩期の出土遺物に関する漆とアスファルトの分析

神谷嘉美（都産技研），八木勝枝（岩手県立博物館），宮腰哲雄（明治大）

漆サミット2011 (2011)

岩手県盛岡市より出土した縄文時代の出土遺物の科学分析を行った結果について報告した。分析手法には、溶剤可溶実験、顕微鏡観察、クロスセクション、FT-IR、Py-GC/MS分析を利用した。その結果、赤外吸収スペクトル分析では判別のしにくい天然アスファルトがあったが、Py-GC/MSにより材料を断定することが可能であるとわかった。

#### 生漆塗膜の紫外線照射に伴い揮散する成分についての検討

神谷嘉美 (都産技研), 陸焔, 宮腰哲雄 (明治大学), 渡辺忠一 (フロンティア・ラボ)

漆サミット2011 (2011)

岩手県盛岡市より出土した縄文時代の出土遺物の科学分析を行った結果について報告した。手法としては、溶剤可溶実験、顕微鏡観察、クロスセクション、FT-IR、Py-GC/MS分析を利用した。赤外吸収スペクトル分析では判別のしにくい天然アスファルトがあったが、Py-GC/MSにより材料を断定することが可能であるとわかった。

#### ニッケル電析挙動におよぼすクエン酸浴中の金属不純物の影響

浦崎香織里 (都産技研), 若杉憲治 (株三ツ矢), 林毅, 尾家義明, 山下嗣人 (関東学院大)

第123回表面技術協会 講演大会 (2010)

めっき技術は自動車部品や電子部品をはじめとする幅広い分野に用いられている。高機能化、高品質化に伴いめっきプロセスにおける管理技術の重要性が再認識されており、めっき浴中の金属不純物の管理はそのひとつとして挙げられる。本研究では、従来のニッケルめっき浴 (ワット浴) および環境対応型のクエン酸を用いたニッケルめっき浴 (クエン酸浴) の金属不純物の影響について、インピーダンス測定により検討を行った。その結果、クエン酸浴において、金属不純物添加系で析出電位が卑に移行することが分かった。これは、クエン酸金属錯体の形成によって皮膜の粗雑化が抑制されたためと考えられる。

#### 構造色をもつ金属面の誘電率モデル

海老澤瑞枝, 岩永敏秀 (都産技研), 橋本智 (株表面化工研究所), 平野輝美 (平野技術士事務所), 前田秀一 (東海大), 水谷康弘 (徳島大)

第58回応用物理学関係連合講演会 (2011)

微細構造をもつ金属面の物理発色について、従来の有効媒質近似を用いた微粒子分散体の誘電率モデルに対して、ドルーデローレンツモデルを元にしたモデルを提案する。本報では、銀面の微粒子構造について、実験値と解析値の比較を行い、提案したモデルの有効性を示す。

#### DLC膜中含有水素の測定とDLC膜特性の評価

藤巻康人 (都産技研), 中尾節男 (産総研), 上田志津代 (株不二越), 寺山暢之 (神港精機株), 笹倉大督 (元ブルカーオペティクス株), 基昭夫 (パナテック)

日本化学会 第91春季年会 (2010)

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜は高い耐磨耗性や潤滑性能を示すが、膜中の含有水素によってその特性が変わる。水素量

の測定には弾性反跳検出法 (ERDA) 等があるが、非常に高価な装置である。フーリエ変換型赤外分光分析 (FT-IR) 法は結合水素量しか測定できないが、安価で汎用されている。そこで膜特性の評価にFT-IR法を適用するため、ERD法によって測定した水素量、硬さ測定、摩擦試験等を実施し、相関関係を明らかにした。

#### Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-CeO<sub>2</sub>を用いた酢酸エチルの完全酸化: Pt1wt% / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>との比較

染川正一 (都産技研), 堂免一成 (東大)

触媒学会 第107回触媒討論会 (2011)

VOC (揮発性有機化合物) は塗装・クリーニング業界などから排出され、大気中に放出されると健康被害を引き起こし、環境にも悪影響を及ぼすため、特に大都市で問題になっている。酢酸エチルはVOCの一種であり、印刷・塗装業界などで溶剤として使用される。Pt1wt% / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>触媒で酢酸エチルをCO<sub>2</sub>まで完全分解するためには290℃の高温が必要であるのに対し、Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-CeO<sub>2</sub>触媒では210℃で達成できた。昇温脱離ガス分析によって酢酸エチルの分解過程で副生成物として生じる酢酸はPt1wt% / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>触媒表面から脱離しにくく、完全に脱離するためには250℃以上を必要とすることが分かった。Pt1wt% / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>触媒が酢酸エチルの完全分解に高温を要するのは副生成物の酢酸が触媒表面に吸着し、その被毒のために触媒表面上での分解反応が阻害されていると推測される。

#### Solvent-free syntheses of supermicroporous silica using short-chain surfactant templates

渡辺洋人 (都産技研), 藤方健二, 緒明佑哉, 今井宏明 (慶應大学)  
Japan-Korea Joint Forum on Sol-Gel Science and Technology (2011)

ゼオライトの細孔窓 (0.5nm) と既存のメソポーラスシリカ (2.0nm) の間にはこれまで合成がきわめて困難であった空白領域が残されていた。本研究では、無溶媒合成法を適応することで、短いアルキル鎖を有する界面活性剤を用いた多孔質シリカの合成に成功した。

## 研究発表一覧／総説

### 木工塗装工場のVOC環境対策

木下稔夫（都産技研）  
塗装工学, Vol. 46, No. 1, pp. 18-24, (2011)

改正された大気汚染防止法においてVOCの固定発生源となる塗装施設のうち、木材塗装施設を対象に、VOC排出の状況と対策について述べた。

### 複合材料の衝撃特性・評価手法

安田健（都産技研）  
Polyfile, Vol. 47, No. 561, p. 11, (2010)

プラスチック材料の振り子型衝撃試験の概要について説明を行い、炭素繊維とポリプロピレンの複合材料の試験結果については、これまで学会発表、所内研究報告の内容をまとめ、報告した。

### 熱硬化を応用した漆の研究

木下稔夫（都産技研）  
塗装技術, Vol. 49, No. 4, pp. 110-115, (2010)

地球にも人体にも優しい塗料の必要性から漆など天然系の塗料が見直され始めている。その一方で、漆産業はバブルの崩壊以後、国内漆消費量の減少、消費者の漆器離れに伴う漆産業の低迷は続いており、これらの状況を変えるために、環境にも人にも優しい漆をもっと主張し、そのことを特徴とした新商品の開発が望まれている。ここでは、漆の硬化過程に着目し、あまり知られていない漆の熱硬化とその硬化技術を応用した工業材料としての漆の利用の可能性について述べた。

### 多孔質シリカ材料のVOC吸着

渡辺洋人（都産技研）  
塗装と塗料, 4月号, pp. 11-15, (2011)

種々の多孔質シリカのVOC吸着剤としての利点・欠点、および開発したスーパーマイクロポーラスシリカのVOC吸着能に関する。

### 生体組織を治療・再生するセラミックス—総論—

柚木俊二（都産技研）、杉浦弘明、安田和則（北大・院）  
セラミックス機能化ハンドブック, pp. 391-398, (2011)

人工骨をはじめとした生体組織を治療・再生するバイオセラミックスに関して、技術開発の歴史と新規技術をレビューした。リン酸カルシウムの結晶多形による生体吸収性や骨結合性の違いを利用し、多岐にわたる生体材料が開発されてきた。最近になり、ナノ粒子を用いたドラッグデリバリーシステムの開発やコラーゲンなどとの有機/無機複合化など、生体材料としてのバイオセラミックスはますます機能化されている。

### 製布製品の剛軟性について

岩崎謙次（都産技研）  
強化プラスチック, Vol. 56, No. 12, pp. 409-412, 2010

強化プラスチック（製品）を製造する際、繊維を芯材として用

いている。この場合、製布素材の剛軟性が製品に大きな影響を与えている。そこで、より良い強化材の開発に役立てるため、製布製品の剛軟性の特性及び評価方法について解説した。

### 円管ダイスウェルの非等温粘弾性シミュレーション—熱移動の影響—

安田健（都産技研）、田上秀一、家元良幸（福井大）  
成形加工, 第22巻, 第12号, pp. 685-691, (2010)

高分子溶融体の特異的な現象であるダイスウェル（バラス効果）を流線流型有限要素法を用いてシミュレーションを行った。高分子溶融体のモデルは、粘弾性モデルである単一モードGiesekusモデルを用いた。実験では求められない各種物性値のパラメータを変更してシミュレーションすることで、熱移動現象がダイスウェルの大きさに与える影響を考察した。

### 東京都立産業技術研究センター 多摩テクノプラザのEMC活動

西野義典（都産技研）  
EMCCレポート, 第26号, pp. 1-5, (2010)

電波環境協議会（通称EMCC）で発行する雑誌への掲載。多摩テクノプラザ EMCサイトの紹介。

### 表面機能を創成するレーザ微細加工

若林正毅（都産技研）  
レーザ協会誌, 第35巻, 2号, pp. 7-11, (2010)

表面機能をマイクロからナノスケールの微細加工によって材料に付与することで、競争力ある高付加価値製品が創出できる。本報では、自然界における表面機能例から、表面機能と形状の関係を紹介した。また、新しいレーザ微細加工法によって、マイクロレンズアレイや反射防止、色といった光学機能を材料に付与し、製品の高付加価値化を試みた事例について紹介した。

### FRPの強化材、繊維が造る構造

岩崎謙次（都産技研）  
強化プラスチック, Vol. 56, No. 7, p. 211, (2010)

FRPの強化芯材として用いている繊維素材の織物、ニット、不織布についての構造上から起因する基本的な力学的性質について解説した。

### 検出限界と定量下限の考え方

上本道久（都産技研）  
ぶんせき, 5, pp. 216-221, (2010)

分析を行う際に必ず確認しなければならない情報の一つが、「この手法でどこまではかれるのか？」すなわち検出限界値と定量下限値である。本稿では入門講座特集「分析の信頼性を支えるもの」の一環として、非常に基本的なこれらの用語について言及し、その定義と考え方について解説する。

### これからのメカトロ機器設計開発における協調と分割

坂巻佳壽美（都産技研）  
機械設計, 5月号, pp. 16-20, (2010)

メカトロ機器の開発現場における、機械、電気、ソフト開発部門の円滑な協調を行うための勘所に関する特集号の「総論」として、トラブルに陥らないための手法などについて紹介した。

#### メカ屋のためのエレク入門：7. 故障しない制御システム

坂巻佳壽美（都産技研）

機械技術, 4月号, pp. 83-89, (2010)

オペレータを含めた制御システムの高信頼化手法について紹介した。

#### 地球外試料中角閃石の結晶化学と形成過程について

三河内岳（東京大）、紋川亮（都産技研）、杉山和正（東北大）

日本結晶学会誌, 53, pp. 64-69, (2011)

隕石中に含まれている角閃石はきわめて稀であるが、隕石の形成過程について多くの情報をもたらしてくれる。特に角閃石は含水鉱物であることから、これらの母天体の水に関する情報を与えてくれる有用な鉱物である。例えば、本稿で解説したRコンドライトに含まれる普通角閃石の存在は、この母天体が非常に大きく、また部分的に重水素に富む水を豊富に含んだ場所が内部にあった可能性を示している。

#### 「組込み系技術者のための安全設計入門」

入月康晴（都産技研）

「組込み系技術者のための安全設計入門」電波新聞社出版, pp. 93-111, (2010)

近年、多くの製品にコンピュータが組込まれ、社会生活における製品の利便性、快適性が向上した。しかし、製品自体の故障や想定外の使われ方により、思わぬ危害や混乱が発生した事例も増えている。そうした中、組込み系の安全設計については解説書も少ない状況であり、第4章「機械系安全規格から見た安全設計の基本」を分担執筆した。

#### Cue: プログラミング初学者向け単体テストフレームワーク

阿部真也（都産技研）

<http://sourceforge.jp/projects/cue/>

単体テストフレームワークをソフトウェア開発プロジェクトとして立ち上げ、完成物をリリースした。リリースはSourceForgeというオープンソース開発者が集まるWebサイトで行った。詳細マニュアルを英語で作成し再リリースした。

#### 豊岡遺跡出土品の分析

神谷嘉美（都産技研）

岩手県立博物館開館30周年記念「いわての漆」展図録, pp. 52-53, (2010)

本件は、岩手県立博物館開館30周年記念特別企画展「いわての漆」（会期H22. 10. 2～11. 7）の展示解説図録に掲載されたもので、「特集 漆を科学する～漆の化学分析～」の一部を担当した。内容は約5000年前の漆塗り出土遺物（天然アスファルト資料も含む）の化学分析の結果報告について、一般市民に分かりやすく解説した。

#### 縄文時代後晩期の出土遺物に関する漆とアスファルトの分析

神谷嘉美（都産技研）

漆サミット2011－危機に直面している国産漆－報告書, p. 13, (2011)

平成23年1月14日～15日にポスター発表したものが後日、報告書として発行された。岩手県盛岡市より出土した縄文時代の出土遺物の科学分析を行った結果について報告した。赤外吸収スペクトル分析では判別のしにくい天然アスファルトがあったが、Py-GC/MSにより材料を断定することが可能であるとわかった。

#### 江戸時代における“だまし”のコーティング技術

神谷嘉美（都産技研）、宮腰哲雄（明治大学）

塗装工学, Vol. 45, No. 10, pp. 384-381, (2010)

本件は、博士課程在学時に行った寛政時代制作の達磨大師像台座の分析結果をまとめたものであり、合成塗料のなかった江戸時代に「工程が簡単」で「安価」な塗装を施すかを考えた漆塗り職人たちの技術解説である。複数の化学分析を行うことで、材質の把握と塗装技術の検証を行った。

#### ミャンマーの漆制作技術に関する現地調査報告

神谷嘉美（都産技研）

次世代機能材料「漆」の高度利用に関する学際的研究紀要, 第3号, pp. 64-70, (2010)

2010年3月に参加したミャンマーでの漆調査で得たチャイントンでの漆器制作をまとめ、ミャンマーを代表する制作技術の工程について報告した。

#### 生漆塗膜への紫外線照射に伴って発生する揮発生成物の検出－オンライン紫外線照射熱分解ガスクロマトグラフィー／質量分析法による検討－

神谷嘉美（都産技研）、武田紫穂里、渡辺忠一（フロンティア・ラボ）、宮腰哲雄（明治大）

次世代機能材料「漆」の高度利用に関する学際的研究紀要, 第3号, pp. 37-45, (2010)

今まで着手されてこなかった生漆塗膜からの揮発性劣化生成物に対し、新たに開発された装置を用いて分析することで、紫外線劣化の際に起こる酸化開裂の反応について検討し、紫外線劣化機構に対する一定の見解を得た。

#### 金属不純物を含むクエン酸ニッケルめっき浴におけるニッケル電析皮膜の電気化学的および構造学的検討

尾家義明、井出健太（関東学院大）、若杉憲治（榊三ツ矢）、浦崎香織里（都産技研）、山下嗣人（関東学院大）

2010年度関東学院大学工学部 研究発表講演会

ホウ素の排水規制に対応するため、ホウ酸を用いる従来のニッケルめっき浴（ワット浴）の代替としてクエン酸ニッケルめっき浴（クエン酸浴）が実用化されている。一方、生産現場におけるめっき浴には様々な不純物の混入による影響が懸念される。そこで、本研究では、ニッケルめっきの特性に影響を及ぼす可能性としてめっき浴への金属不純物の混入を想定し、クエン酸浴に及ぼす銅および鉛不純物の影響について電気化学的および構造学的に検討した。その結

果，クエン酸浴ではクエン酸と金属不純物の錯体形成によって金属不純物の影響が緩和されることが分かった。

#### 東京都立産業技術研究センター 先端加工グループ，「ものづくり」にこだわる技術者集団

佐藤健二（都産技研）

塑性と加工，Vol. 51, pp. 1053-1054, (2010)

先端加工Gの歴史と昨年度の事業内容，研究開発等について紹介した。

#### Instrumental chemical analysis of magnesium and magnesium alloy

上本道久（都産技研）

InTech, Chapter 16 Instrumental Chemical Analysis of Magnesium and Magnesium Alloys, pp. 327-344, (2011)

マグネシウム及びマグネシウム合金中の組成元素および不純微量元素の分析方法の規格について，JISやISOなどの標準規格の現状を概観した。次に，選択しうる機器分析法の原理と特徴をそれぞれ解説した。更にJIS規格として標準化するための共同分析の道筋と検討事項について解説し，その研究成果をレビューとして整理した。

#### 生地の改善，修整方法についての調査

山田巧（都産技研），安藤健（財日本染色検査協会），岩澤紀子（株ショップチャンネル），小野永美子（財日本化学繊維検査協会），加藤幾美（財綿スフ織物検査協会），工藤尚一（株三越），関根恭子（株三陽商会）

第186回繊維製品技術研究会

繊維業界において，海外からの製品輸入増加に伴って染色堅ろう度不良品の問題が深刻化している。このため，国内市場における染色堅ろう度向上に用いられる薬品のカテゴリ別調査及び染色加工業者・染色メーカーに対して現場での取り組み等のヒヤリング調査を行い，クレーム相談や品質向上のためのアドバイスへの基礎的知見をまとめた。

#### 分析化学における測定値の正しい取り扱い方 ～測定値を分析値にするために～

上本道久（都産技研）

日刊工業新聞社，「分析化学における測定値の正しい取り扱い方～測定値を分析値にするために～」，(2011)

分析化学において，測定値を分析値として提示するまでのプロセスを提示した。またそのために必要な最低限の知識を整理して解説した。

#### 生漆塗膜の紫外線照射に伴い揮散する成分についての検討

神谷嘉美（都産技研）

「漆サミット2011－危機に直面している国産漆－報告書」，p. 44, (2011)

平成23年1月14日～15日にポスター発表したものが後日，報告書として発行された。生漆塗膜に対して紫外線を強制的に照射した際の変化について，これまで実証できなかった「揮散成分」について

の検討の結果を報告した。

#### Wood adhesives 2009に参加して

瓦田研介（都産技研）

木材工業，65巻，4号，pp. 171-174, (2010)

2009年9月28日～30日に米国で開催された木材用接着剤に関する国際学会に参加した際に得られた最新技術動向を報告した。

#### Use of time-domain reflectometry for impedance measurement of fine-pitch and low-material-budget readout bus of the PHENIX pixel detector

藤原康平，小林丈士，近藤崇（都産技研），竹谷篤，秋葉康之（理研）ほか

RIKEN Accelerator Progress Report, Vol. 43, pp. 210-211, (2009)

理化学研究所と行っている平成22年度共同研究を行う前に，予備研究として行った内容を理化学研究所加速器年次報告第43巻に投稿した査読付き英文紀要である。

地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター  
研究報告編集委員会

委員 長 朝倉 守

副委員 長 三尾 淳

委員 小林 丈士 横沢 毅 瓦田 研介 小山 元子

事務局 榎本 博司 山口美佐子

表紙 デザイン 藤田 茂

登録番号 23 (西) 7

地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター

研究報告 第6号

ISSN 1881-8676

CODEN : KHCDBB

平成 23 年 9 月 26 日 発行

発行 地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター

〒135-0064 東京都江東区青海 2-4-10

TEL 03-5530-2111 (代表)

FAX 03-5530-2765

URL <http://www.iri-tokyo.jp/>

印刷所 株式会社新英堂

〒160-0022 東京都新宿区新宿 5-14-11

TEL 03-3357-6711

FAX 03-3357-6890

※本研究報告から転載する場合には、前もって都産技研に連絡の上、了承を得てください。

本研究報告の内容は、ホームページからも PDF ファイルとして提供しております。

ホームページ : <http://www.iri-tokyo.jp/>

**R70**

古紙配合率70%  
白色度70%再生紙を使用しています

石油系溶剤を含まないインキを使用しています。

研究報告 第6号  
平成23年



古紙配合率70%  
白色度70%再生紙を使用しています

石油系溶剤を含まないインキを使用しています。