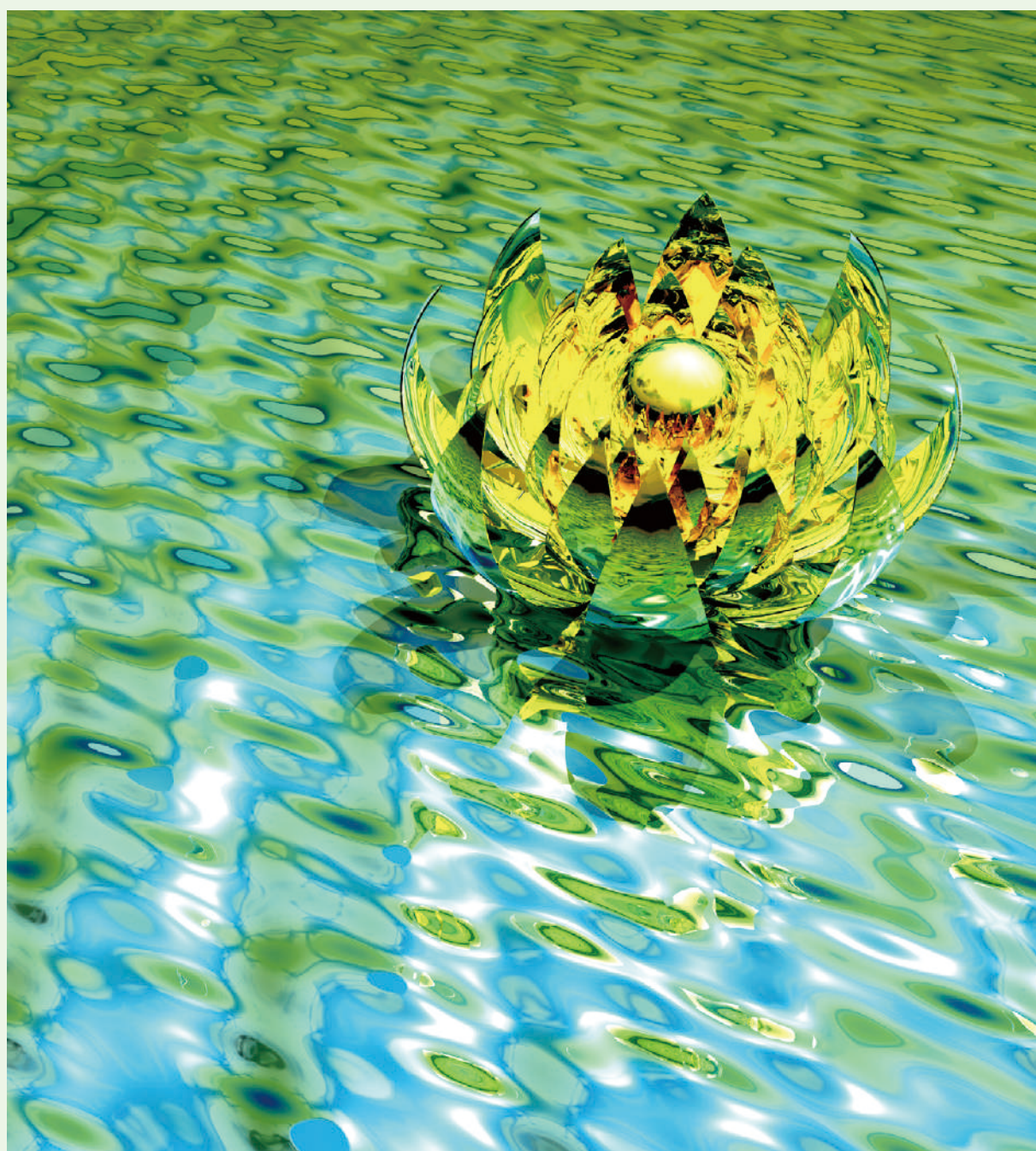


ISSN1881-8676
CODEN:KHCDBB

研究報告

第7号 (2012)

Bulletin of Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute No.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7号
平成24年

目次

論文

FPGAを用いた高精度微分器の実現	金田 泰昌 入月 康晴	2
1GHzまでの誘電特性測定における精度向上のための手法検討	時田 幸一 重松 宏志 小林 丈士	6
ガス電子増幅器の断面観察とPTFE製電極の開発	若林 正毅 小宮 一毅 藤原 康平 小林 丈士	10
新しい熱型マイクロ3軸加速度センサの提案	豊島 克久	14
燃料電池の出力特性の測定と模擬出力制御	西澤 裕輔 時田 幸一 重松 宏志	18
高エネルギーX線を集光する多段屈折レンズの性能向上と評価	河原 大吾	22
X線CT画像計測技術による上流技術支援システムの構築	紋川 亮 中川 朋恵 金城 康人 桜井 昇 永川 栄泰 藤井 恭子 横山 幸雄	26
トリチウム濃縮のための多段型電解濃縮装置の試作	斎藤 正明 今泉 洋 柚木 俊二 永川 栄泰	30
液体シンチレーションカウンタによるガソリン中のバイオエタノール濃度の計測に及ぼす着色料の影響	柚木 俊二 斎藤 正明 永川 栄泰	34
脚車輪型ロボットの走行シミュレーションと試作	坂下 和広 薬師寺 千尋 上野 明也 益田 俊樹	38

コバルト-炭素共晶点実現の不確かさ評価	沼尻 治彦 佐々木 正史 水野 裕正	42
実用型共晶点実現の不確かさ評価	佐々木 正史 沼尻 治彦 水野 裕正	46
ショーケース用LED照明へのRP技術の応用	長谷川 孝 小金井 誠司 酒井 日出子	50
木材のボルト接合における締付けトルクと耐力性状	松原 独歩 島田 勝廣	54
衣服圧評価用の歩行動作ダミーの開発 第1報 柔らかダミーの開発	菅谷 絃子 岩崎 謙次	58
衣服圧評価用の歩行動作ダミーの開発 第2報 歩行動作装置の開発	菅谷 絃子 岩崎 謙次	62
高速デバイスの高周波特性評価手法の確立	近藤 崇	66
船舶で輸送される貨物のランダム振動試験の実現	小西 毅 阿保 友二郎	70
高速パルスノイズ (EFT/B) 抑制のための対策部品活用の研究	上野 武司 高松 聡裕 大森 学	74
伝導性エミッションの対策部品選定手順の開発	大橋 弘幸	78
10m法電波暗室の特性評価とダブルマストの影響度に関する実験	高橋 文緒 大橋 弘幸 大森 学	82
Motionnet通信品質シミュレーションと実機評価	佐藤 研 佐野 宏靖 野中 徹 寺崎 隆	86

ノート

- 市販高強度マグネシウム合金の異材摩擦攪拌接合性
青沼 昌幸 岩岡 拓 寺西 義一 森河 和雄 94
- 多結晶ダイヤモンド膜への大気圧プラズマを援用した砥粒レス超音波研磨法の検討
横澤 毅 藤巻 研吾 中村 健太 竹内 貞雄 森 多美雄 細井 克比古 96
- Mg-Al-Zn混合粉の焼結とその焼結体強度
岩岡 拓 青沼 昌幸 98
- 赤外線領域における絶対反射率測定の見直し
中島 敏晴 中村 広隆 海老澤 瑞枝 100
- 色みえを改善したLED照明器具の試作
岩永 敏秀 中村 広隆 市原 茂 山下 利之 石原 正規 102
- 表面プラズモン共鳴 (SPR) センサによる生体分子の簡易検出技術の開発
中村 広隆 秋元 卓央 104
- 応急仮設住宅の界壁及び外壁の遮音性能
渡辺 茂幸 神田 浩一 106
- プライマーの違いによる難付着金属への塗装効果
小野澤 明良 神谷 嘉美 村井 まどか 木下 稔夫 108
- 炭素材料表面のイオン照射による黒鉛性化
寺西 義一 渡部 友太郎 長坂 浩志 三尾 淳 田邊 靖博 110
- フラッシュ法により評価したポリエチレンの熱伝導率とその温度依存性
山中 寿行 飛澤 泰樹 清水 研一 112
- バナナ繊維を用いたポリブチレンサクシネート複合体
梶山 哲人 安田 健 清水 研一 林 孝星 114
- クロメート皮膜中の六価クロム測定法の再現性向上
佐々木 直里 中澤 亮二 田中 真美 土井 正 浦崎 香織里 116

TL測定対象の拡大のための測定法の確立	関口 正之 中川 清子 柚木 俊二 大藪 淑美	118
フィルム線量計による低エネルギー電子線照射装置の線量評価	中川 清子 関口 正之 柚木 俊二	120
ESRを利用したOHラジカル消去能測定システムの検討	中川 清子 関口 正之	122
ハイトゲージ校正の不確かさ算出	西村 信司 中西 正一	124
交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	126
主成分分析による天然材料（亜麻・苧麻）鑑別と依頼事業への応用	宇井 剛	128
男性用抱っこコートの開発	加藤 貴司 平山 明浩 藤田 薫子	130
コアコンピタンスブランド構築の支援	平山 明浩 加藤 貴司 唐木 由佑 大石 恭寿 佐藤 利恵	132
斜め貫通孔を有する金属製ロッドの圧縮曲げ特性評価	西川 康博 阿保 友二郎	134
表面性状評価法の最適化に関する研究	小船 諭史 中西 正一	136
走査型プローブ顕微鏡による金属間化合物の観察	高橋 俊也 西川 康博	138
染色布への新規プリント加工	武田 浩司 木村 千明 小林 研吾 原 めぐみ	140
低密度導電織物の開発	窪寺 健吾 樋口 英一 樋口 明久 山本 悦子	142

灌水労力を軽減する吸水性シートの開発

平井 和彦 小山 秀美 小柴 多佳子 安田 健

樋口 明久 岡澤 立夫 島地 英夫 田旗 裕也 144

外部発表一覧

論文	149
口頭発表	153
ポスター発表	165
総説	171

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

NO.7

Papers

- Realization of a High Precision Differentiator Using FPGA
Yasuaki Kaneda, Yasuharu Irizuki 2
- Examination of a Higher Accuracy Method for Measuring the Dielectric Properties of Materials to 1 GHz
Kouichi Tokita, Hiroshi Shigematsu, Takeshi Kobayashi 6
- Cross-section observation and development of the PTFE electrode foil for a GEM
Masaki Wakabayashi, Kazuki Komiya, Kohei Fujiwara, Takeshi Kobayashi 10
- Proposal of a new thermal micro 3-axis acceleration sensor
Katsuhisa Toshima 14
- Measure the output characteristics of the fuel cell, and simulating output control
Yusuke Nishizawa, Kouichi Tokita, Hiroshi Shigematsu 18
- Development and evaluation of x-ray refractive lens for high-energy x-ray focusing
Daigo Kawahara 22
- Construction of Support System on Upstream Technology with X-ray Computed Tomography
Akira Monkawa, Tomoe Nakagawa, Yasuhito Kinjyo, Noboru Sakurai
Yoshiyasu Nagakawa, Kyoko Fujii, Yukio Yokoyama 26
- Experimental multi stage solid polymer electrolysis cells for tritium enrichment
Masaaki Saito, Hiroshi Imaizumi, Shunji Yunoki, Yoshiyasu Nagakawa 30
- Influences of fuel dyes on determination of bioethanol content in gasoline by liquid scintillation counting
Shunji Yunoki, Masaaki Saito, Yoshiyasu Nagakawa 34

Running simulation and experimental production for a wheeled-leg type robot		
	Kazuhiro Sakashita, Chihiro Yakushiji, Akinari Ueno, Toshiki Masuda	38
Uncertainty evaluation on cobalt-carbon eutectic point for thermocouple calibration		
	Haruhiko Numajiri, Masashi Sasaki, Hiromasa Mizuno	42
Uncertainty evaluation on the Co-C Eutectic Point Using a Small - Type Cell as the Working Standard		
	Masashi Sasaki, Haruhiko Numajiri, Hiromasa Mizuno	46
Application of rapid prototyping to a LED luminaire for the showcase		
	Takashi Hasegawa, Seiji Koganei, Hideko Sakai	50
The behavior of proof strength and fastening torque on timber bolted joint		
	Doppo Matsubara, Masahiro Shimada	54
Development of an ambulation dummy for evaluation of clothing pressure (Part 1) -Development of a soft dummy		
	Hiroko Sugatani, Kenji Iwasaki	58
Development of an ambulation dummy for evaluation of clothing pressure (Part 2) -Development of an ambulation device		
	Hiroko Sugatani, Kenji Iwasaki	62
Implementing an evaluation method for high-frequency characteristics in high-speed devices		
	Takashi Kondo	66
Development of a random vibration test method able to simulate sea freight vibrations		
	Takeshi Konishi, Yujiro Abo	70
Studying the use of EMC-suppression components against high-speed pulse noise		
	Takeshi Ueno, Toshihiro Takamatsu, Manabu Ohmori	74
Implementing a program for selecting EMI suppression components against conducted noise		
	Hiroyuki Ohashi	78

Evaluating the 10m method anechoic chamber and experimenting on the influence of a second mast in the double mast system

Fumio Takahashi, Hiroyuki Ohashi, Manabu Oomori 82

Simulation of Motionnet communication quality and real circuit development

Ken Sato, Hiroyasu Sano, Toru Nonaka, Takashi Terasaki 86

Notes

Weldability of commercial high-strength magnesium alloy and dissimilar metals by friction stir welding

Masayuki Aonuma, Taku Iwaoka, Yoshikazu Teranishi, Kazuo Morikawa 94

An attempted application of atmospheric pressure plasma to a non-abrasive grain polishing method for a poly-crystalline diamond film

Tsuyoshi Yokosawa, Kengo Fujimaki, Kenta Nakamura
Sadao Takeuchi, Tamio Mori, Katsuhiko Hosoi 96

Sintering of Mg-Al-Zn powder mixtures and their sintered strengths

Taku Iwaoka, Masayuki Aonuma 98

Study of the absolute reflectance measurement in the infrared radiation

Toshiharu Nakajima, Hirotaka Nakamura, Mizue Ebisawa 100

Developing a new LED luminaire for improved color appearance

Toshihide Iwanaga, Hirotaka Nakamura, Shigeru Ichihara
Toshiyuki Yamashita, Masami Ishihara 102

Development of a simple detection method for bio-molecular interactions using an SPR sensor

Hirotaka Nakamura, Takuo Akimoto 104

Sound insulation of partition wall and facade wall of temporary house

Shigeyuki Watanabe, Koichi Kanda 106

The difference in painting effect due to primer on hard-to-adhere metals

Akiyoshi Onozawa, Yoshimi Kamiya, Madoka Murai, Toshio Kinoshita 108

Graphitization behavior of the Argon ion implanted glass like carbon surface	
Yoshikazu Teranishi, Tomotaro Watanabe, Hiroshi Nagasaka	
Atsushi Mitsuo, Yasuhiro Tanabe	110
Thermal conductivity and its temperature dependence of polyethylene evaluated by flash method	
Toshiyuki Yamanaka, Taiki Tobusawa, Kenichi Shimizu	112
Polybutylene succinate composite using banana fiber	
Tetsuto Kajiyama, Takeshi Yasuda, Kenichi Shimizu, Kose Hayashi	114
Improved Repeatability of Hexavalent Chromium measurements in Chromate Conversion Coating	
Naori Sasaki, Ryoji Nakazawa, Mami Tanaka, Tadashi Doi, Kaori Urasaki	116
Development of a method to extend the range of application of thermoluminescence measurements	
Masayuki Sekiguchi, Seiko Nakagawa, Shunji Yunoki, Yoshimi Ohyabu	118
Dosimetry of low-energy electron beam systems using a film dosimeter	
Seiko Nakagawa, Masayuki Sekiguchi, Shunji Yunoki	120
Estimation of antioxidant activity by ESR measurements to eliminate OH radicals	
Seiko Nakagawa, Masayuki Sekiguchi	122
Uncertainty evaluation of a height gauge	
Shinji Nishimura, Shoichi Nakanishi	124
Evaluation of uncertainty for the calibration of alternating current	
Hiromasa Mizuno, Tadashi Endo, Kazuo Yoshihiro	126
Natural material (Linen/Ramie) discrimination by Principal Component Analysis, and application to a requested examination	
Tsuyoshi Ui	128
Development of Coat with a Baby Pouch for Men	
Takashi Kato, Akihiro Hirayama, Kaoruko Fujita	130
Support for core competence brand construction	
Akihiro Hirayama, Takashi Kato, Yusuke Karaki, Yasukazu Oishi, Rie Sato	132

Evaluation of Compression Bending Properties of Metallic Rod with Angled Through-hole	Yasuhiro Nishikawa, Yujiro Abo	134
Study of Optimization for Surface Texture Evaluation Methods	Satoshi Kobune, Shoichi Nakanishi	136
Observation of intermetallic compounds using a scanning probe microscope	Shunya Takahashi, Yasuhiro Nishikawa	138
New pleat processing for dyeing cloth	Koji Takeda, Chiaki Kimura, Kengo Kobayashi, Megumi Hara	140
Development of low density conductive textile	Kengo Kubodera, Eiichi Higuchi, Akihisa Higuchi, Etsuko Yamamoto	142
Development of water absorptive sheet for reduction of irrigation works	Kazuhiko Hirai, Hidemi Koyama, Takako Koshiba, Takeshi Yasuda Akihisa Higuchi, Tatsuo Okazawa, Hideo Shimaji, Hironari Tahata	144
Abstracts other published papers and presented at society meeting		
Papers		149
Presentations		153
Poster		165
Review		171

論文

FPGA を用いた高精度微分器の実現

金田 泰昌*¹⁾ 入月 康晴*¹⁾

Realization of a High Precision Differentiator Using FPGA

Yasuaki Kaneda*¹⁾, Yasuharu Irizuki*¹⁾

In this paper, we reduce velocity sensors from control systems by implementing velocity estimators in FPGA. In order to implement other peripherals in FPGA, we require differentiators with small circuit size and high precision. Recently, a pseudo differentiator has been proposed with a very simple structure that could also have a small circuit size. However, this pseudo differentiator has large discretization errors. In this paper, we reduce the discretization errors of the pseudo differentiator through Richardson extrapolation (RE) and fractional delay (FD). In general, FD is implemented by approximate methods, such as Lagrange FIR interpolators. In this paper, we show that the implementation of FD is equivalent to the realization of a high sampling rate (HSR) system, and we realize the HSR system using FPGA. Numerical simulations and experiments show the effectiveness of the proposed differentiator.

キーワード：微分器, 速度推定, リチャードソン補外, 非整数遅延, FPGA

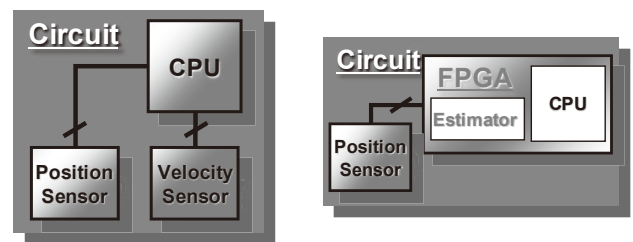
Keywords : Differentiator, Velocity estimation, Richardson extrapolation, Fractional delay, FPGA

1. はじめに

制御システムを構築するためには, CPU をはじめ, センサなど様々な周辺 IC を必要とする。その周辺 IC の中でも, 速度センサはフィードバック制御を行う上で欠かすことができない重要な IC の一つである。しかしその一方で, 速度センサは高精度なものは比較的高価であり, 制御システムのコストを上げる原因の一つにもなっている。また物理的な制約で取り付けが困難なケースも存在する。例えば小型のロボットを考えた場合, 各関節にエンコーダーとジャイロセンサを取り付けることは, スペース等の物理的な制約や, 重量的な問題で困難である場合もある。

この問題に対して従来までは, CPU で速度推定器を実行し, 位置から速度を推定している。仮にこの速度推定器を回路として FPGA で実現することができれば, CPU をはじめ速度推定器を一つの IC で実現することができるため, 部品点数・実装面積の削減が可能となる。また, CPU の負荷を下げるができるため, 同じスペックの CPU でより高度な制御アルゴリズムを実行することができる (図1)。

これまでに, 数多くの速度推定器が提案されている⁽¹⁾⁽²⁾。最も代表的なものとして, 「疑似微分器」と呼ばれるものがある。これは微分特性にローパスフィルタを加えたものである。そのため, ローパスフィルタで設定したカットオフ周波数までは微分特性を示し, カットオフ周波数以上の周波数帯域ではローパスフィルタの効果で信号の増幅を抑え



(a) 従来までの制御系 (b) センサレス制御系

図1. FPGA を用いたセンサレス制御系

ることができる。そのため, ノイズに対してある程度のロバスト性を持つ。しかしながら, 疑似微分器をデジタル実装するためには, 疑似微分器を離散化する必要があり, その離散化誤差が大きいことが知られている。

本研究では, 疑似微分器の離散化誤差低減手法を考える。離散化誤差を低減するために, 本研究ではリチャードソン補外 (以下, RE) と非整数遅延 (以下, FD) を FPGA で実装することを検討する⁽³⁾。離散化誤差はサンプリング周期の級数で表されることが知られている。RE は級数の収束を速くする効果があるため, これを離散化された疑似微分器に適用することで, 離散化誤差がより速く収束することが期待される。また, FD は信号を内挿する効果があるため, 大きなサンプリング周期でも精度が高くなることが知られている。しかしながら, FD を FPGA で実装するためには, 通常近似が必要となる。本研究では, できるだけ近似をせず, FD を実装する手法を検討する。

事業名 平成 23 年度 基盤研究

*¹⁾ 情報技術グループ

2. RE及びFDを用いた疑似微分器

一次疑似微分器の伝達関数は次式で与えられる。

$$D(s) = \frac{s}{Ts+1}. \quad (1)$$

ここで、 T は時定数を表し、このときのカットオフ周波数は $f_c = 1/2\pi T$ [Hz]となる。ゼロ次ホールドによる式(1)のパルス伝達関数は、

$$D(z) = \frac{1}{T} \frac{1-z^{-1}}{1-e^{-\frac{T}{T_s}} z^{-1}}. \quad (2)$$

ただし、 T_s はサンプリング周期を表す。今、 $\alpha \in [0, 1]$ としたとき、非整数遅延 (FD) である $z^{-\alpha}$ を用いた疑似微分器のパルス伝達関数は次式で与えられる。

$$D(z, \alpha) = \frac{1}{T} \frac{1-z^{-\alpha}}{1-e^{-\frac{\alpha T}{T_s}} z^{-\alpha}}. \quad (3)$$

ここで、 $\alpha=0$ 周りでのテーラー展開を考えると、式(3)は次式として表すことができる⁽³⁾。

$$\begin{aligned} D(z, \alpha) \Big|_{z=e^{j\omega T}} &= \frac{j\omega}{j\omega T + 1} + \sum_{k=1}^{\infty} g_k \alpha^k \\ &= \frac{j\omega}{j\omega T + 1} + O(\alpha). \end{aligned} \quad (4)$$

ただし、 g_k は T 及び \mathcal{D}_s 関数である。式(4)の右辺第一項は、式(1)の連続時間系の伝達関数を表し、第二項が誤差項を表す。つまり式(4)は、疑似微分器の離散化誤差は非整数 α に依存し、 α が小さいほど離散化誤差が小さくなることを意味する。このため、FDを導入することで、離散化誤差を低減することができる。

次にREを用いた疑似微分器を導出する。式(4)より次の二つの式が得られる。

$$D(z, \alpha) \Big|_{z=e^{j\omega T}} = \frac{j\omega}{j\omega T + 1} + g_1 \alpha + g_2 \alpha^2 + \dots, \quad (5)$$

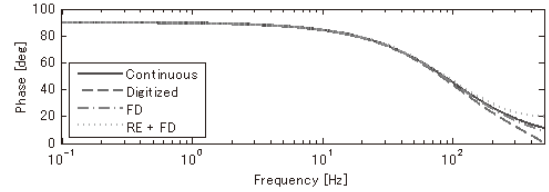
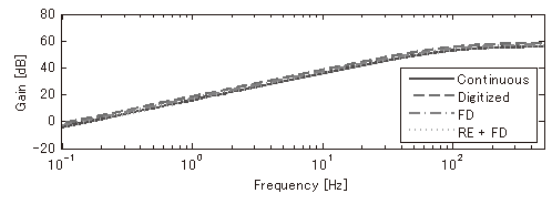
$$D(z, 2\alpha) \Big|_{z=e^{j\omega T}} = \frac{j\omega}{j\omega T + 1} + 2g_1 \alpha + 4g_2 \alpha^2 + \dots. \quad (6)$$

よって、 α に関する項を次のように削除することができる。

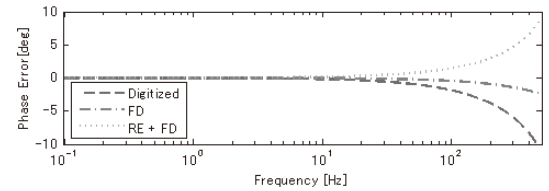
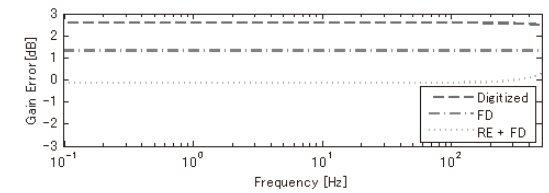
$$\begin{aligned} D^1(z, \alpha) \Big|_{z=e^{j\omega T}} &= 2D(z, \alpha) \Big|_{z=e^{j\omega T}} - D(z, 2\alpha) \Big|_{z=e^{j\omega T}} \\ &= \frac{j\omega}{j\omega T + 1} - 2g_2 \alpha^2 - 6g_3 \alpha^3 + \dots \\ &= \frac{j\omega}{j\omega T + 1} + O(\alpha^2). \end{aligned} \quad (7)$$

式(7)における $D^1(z, \alpha)$ がREを用いた疑似微分器であり、誤差項の次数が増えていることがわかる。すなわち、離散化誤差が少なくなり、離散化精度が高くなっていることがわかる。

時定数をカットオフ周波数が100Hzとなるように $T=0.0016$ とし、また $\alpha=0.5$ としたときの疑似微分器のボード線図を図2に示す。ゲインにおいて、FDを適用することで疑似微分器の離散化誤差が全帯域で小さくなり、またREを適用することでさらに改善されていることがわかる。位相もまた、FDを適用することで改善されている。ただし、REを適用した場合、ナイキスト周波数付近で誤差が大きくなる。



(a) ボード線図



(b) 理想ボード線図との誤差

図2. 疑似微分器(Digitized), FDを用いた疑似微分器(FD), FD及びREを用いた疑似微分器(RE+FD)のボード線図

なっていることがわかる。このようにFDとREの両者を適用した場合、位相の一部分で誤差が出るものの、ゲインは全帯域で改善しており、総合的には優れていると言える。

3. FDの実装手法

3.1 Lagrange補間を用いた近似手法(従来手法) 通常、FDの実装には次式のLagrange補間が用いられる。

$$z^{-(l+\alpha)} \approx \sum_{n=0}^L h_n(\alpha) z^{-n}. \quad (8)$$

ここで、 l は正の定数であり、非整数 α が非常に小さい場合は $z^{-\alpha}$ を z^{-l}/z^{-l} でスケールリングする必要がある⁽³⁾。 L はLagrange補間の次数を表す。また $h_n(\alpha)$ は次式で与えられる。

$$h_n(\alpha) = \prod_{\substack{l=0, l \neq n \\ l=0, l \neq n}}^L \frac{l+\alpha-l}{n-l}. \quad (9)$$

FDの代わりにLagrange補間を用いた場合のボード線図を図3に示す。ここで $l=30$, $L=50$ である。この結果より、Lagrange補間を用いた場合は、低周波数領域では離散化誤差が低減されているが、高周波数帯域では離散化誤差が非常に大きくなっていることがわかる。さらに、Lagrange補

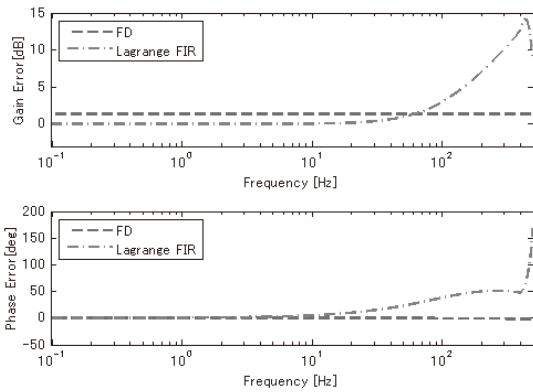


図3. Lagrange 補間を用いた場合(Lagrange FIR)の, 理想ボード線図との誤差

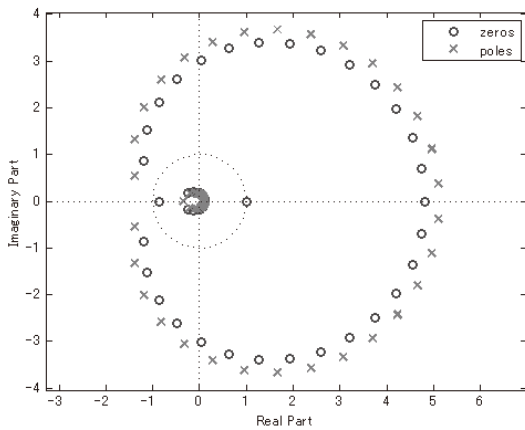


図4. Lagrange 補間を用いた場合の極(poles)と零(zeros)の配置

間を用いた場合のパルス伝達関数の極零配置を図4に示す。この結果より, Lagrange 補間を用いた場合のパルス伝達関数は, 単位円外に多く極を持つため, 不安定なシステムになっていることがわかる。

3. 2 高速サンプリング周期システムによる実現手法

遅延演算子 z^{-1} について考える。今, サンプリング周期 T_s における遅延演算子を z_s^{-1} とする。このとき,

$$z_s^{-\alpha} = e^{-j\alpha\omega T_s} = e^{-j\alpha\omega T_s} := z_\alpha^{-1} \quad (10)$$

ここで, $T_\alpha = \alpha T_s$ である。式(10)は, サンプリング周期 T_s における FD $z_s^{-\alpha}$ は, 新しいサンプリング周期 T_α における遅延 z_α^{-1} と等価であることを意味している。ここで α は1以下であるため, FDを実装することは, 速いサンプリング周期を用いることと等価であることを意味する。

今, サンプリング周期 $T_{2\alpha}$ のときの遅延演算子を $z_{2\alpha}^{-1}$ とすると, 式(7)は次式として与えられる。

$$D^1(z, \alpha) = 2D(z_\alpha) - D(z_{2\alpha}) \quad (11)$$

これは, サンプリング周期 $T_\alpha, T_{2\alpha}$ のマルチレートシステムを意味する。一方, z_α^{-1} と $z_{2\alpha}^{-1}$ との間には以下の関係が成り立つ。

$$z_{2\alpha}^{-1} = e^{-j\omega(2\alpha T_s)} = (e^{-j\omega\alpha T_s})^2 = z_\alpha^{-2} \quad (12)$$

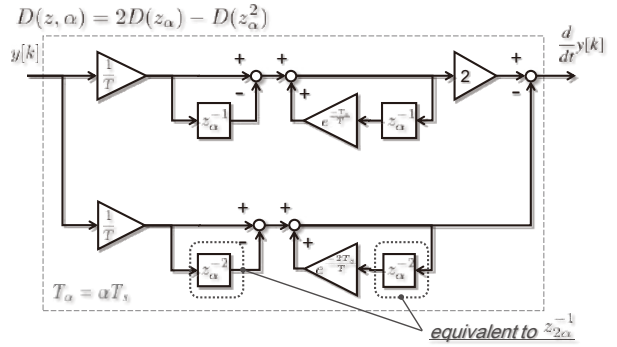


図5. 提案微分器のアーキテクチャ

表1. ハードウェアの仕様

Hardware	Specifications
FPGA	Altera Cyclone III (EP3C25F324C8N)
Clock	50MHz
A/D	8ch 13bit 1Msps (± 10 V)
D/A	8ch 12bit 2Msps (± 10 V)

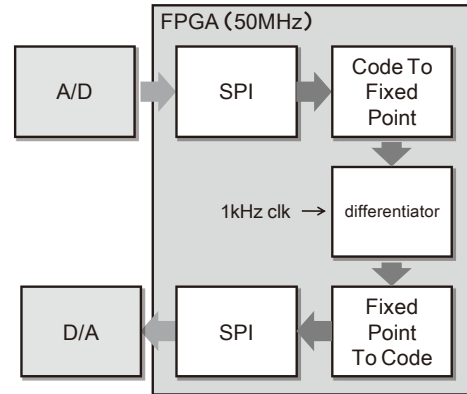


図6. 主要コンポーネント

表2. 実験条件

Input signal of SG	Type	Sinusoidal wave
	Frequency	10Hz
	Amplitude	1.0V
	Variance	2.0×10^{-3}
Original sampling rate, T_s		1ms
Number of FD, α		0.5
Length of fixed point		64bits (fraction: 32bits)

よって,

$$D^1(z, \alpha) = 2D(z_\alpha) - D(z_\alpha^2) \quad (13)$$

この式はサンプリング周期 T_α のシングルレートシステムであり, マルチレートシステムに比べて実装が容易となる。シングルレートシステムのアーキテクチャを図5に示す。

4. 実験

4. 1 条件 本研究では, 高速サンプリング周期システムを実現するために FPGA を利用する。使用する FPGA ボードの仕様を表1に, FPGA 内部の主要コンポーネントを図6に示す。FPGA として Altera 社の Cyclone III を使い, SPI 通信を用いて A/D で信号を取り込み, 固定小数点に変換した後, 微分器にデータを送る。微分器より推定された微分値をコードへ変換し, SPI 通信を用いて D/A で出力する。

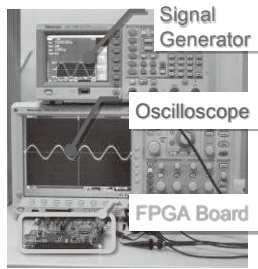


図7. 実験環境

表3. ハードウェアリソース

	OSR/HSR	RE + HSR
Total LEs	3922 (16%)	4425 (18%)
Total registers	1494 (6%)	1685 (7%)
9k bit dual port memory unit (M9k)	6 (9%)	6 (9%)
Total memory bits	51712 (9%)	51712 (9%)
Embedded multiplier 9bit elements	86 (65%)	102 (77%)

実験環境を図7に、実験条件を表2に示す。10Hzの正弦波をシグナルジェネレータから発生させ、FPGAボードに入力する。そしてFPGAボードから出力された推定信号をオシロスコープで取得し、理想信号との誤差を比較する。

4.2 結果 表3に実装に必要なハードウェアリソースを示す。高速サンプリング周期 (HSR) を用いた場合と、元々のサンプリング周期 (OSR) を用いた場合とでは、クロックが異なるだけで、ハードウェアリソースには変化が無い。一方、REを適用することで、若干ハードウェアリソースが増加する。

図8に微分値の推定結果の時間応答を、表4にそのときの二乗平均誤差を示す。この結果より、疑似微分器のみでは離散化誤差が大きいため推定誤差も大きくなっているが、FDを用いることで推定誤差が小さくなり、さらにREを用いることでより性能が改善されていることがわかる。

5. まとめ

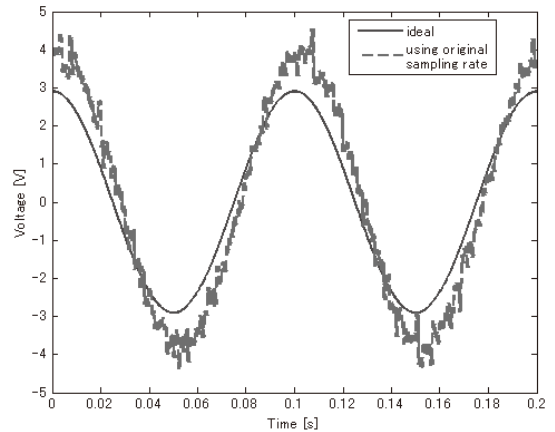
本論文では、RE及びFDを用いることで、疑似微分器の離散化誤差を低減した。またFDの実装は高速サンプリング周期システムの実現と等価であることを示し、FPGAを用いて実現した。これにより、安定でかつハードウェアリソースの少ない高精度な微分器を実現した。

今後の課題は、ハードウェアリソースのさらなる低減や、よりノイズにロバストな推定器の開発があげられる。

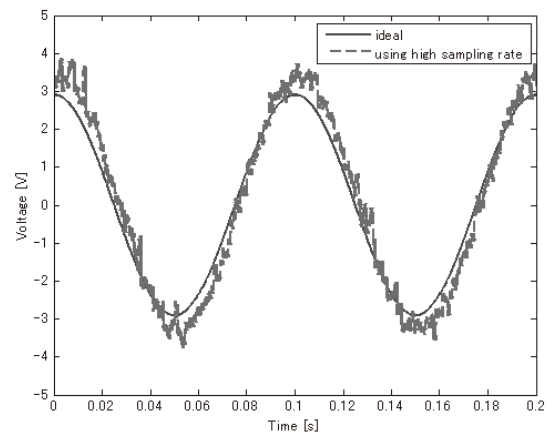
(平成24年5月18日受付, 平成24年8月1日再受付)

表4. 推定結果の二乗平均誤差

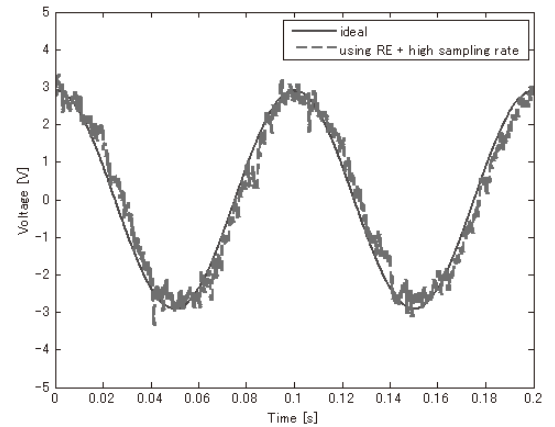
OSR	HSR	RE + HSR
0.89088	0.53118	0.42219



(a) 疑似微分器による推定結果 (OSR)



(b) FDを用いた疑似微分器による推定結果 (HSR)



(c) RE及びFDを用いた疑似微分器による推定結果 (RE+HSR)

図8. 実験結果

文 献

- (1)M. A. Al-Alaoui : "Novel Digital Integrator and Differentiator," *IEE Electronics Letters*, Vol. 29, No. 4, pp. 376-378 (1993).
- (2)C. C. Tseng, et al. : "Design of Digital Differentiator Using Difference Formula and Richardson Extrapolation," *IET Signal Process.*, Vol. 2, No. 2, pp. 177-188 (2008).
- (3)Y. Kaneda, et, al. : "FPGA Implementation of Digital Differentiator Using Richardson Extrapolation and High Sampling Rate Acting Like Fractional Delay," *Proc. of SICE Annual Conf.* (2011).

論文

1GHz までの誘電特性測定における精度向上のための手法検討

時田 幸一*¹⁾ 重松 宏志*¹⁾ 小林 丈士*¹⁾

Examination of a Higher Accuracy Method for Measuring the Dielectric Properties of Materials to 1 GHz

Kouichi Tokita*¹⁾, Hiroshi Shigematsu*¹⁾, Takeshi Kobayashi*¹⁾

Permittivity and dielectric loss tangents are important physical quantities for dielectric materials. Measuring those quantities and their frequency dependences is absolutely essential for product development. Recently, it is becoming increasingly important to measure them in not only kHz and MHz but also in the GHz frequency range.

We have established a method for measuring dielectric properties (i.e. permittivity and dielectric loss tangent) of dielectric materials to 1 GHz using general-purpose impedance measuring equipment. In general use, it is difficult to evaluate accurately dielectric properties for low loss dielectric materials using them. In order to improve the accuracy of the measurement, we try some technical methods. Then it was found that the accuracy of the permittivity and the loss tangent are improved by those methods.

キーワード：誘電率，誘電正接

Keywords : Permittivity, Loss tangent

1. まえがき

誘電率(ϵr)及び誘電正接($\tan \delta$)は、絶縁物の特性を示す重要な物理量の一つであり、様々な製品開発(回路基板、コンデンサ、アンテナ保護材等)において、使用する電気材料の誘電特性測定は不可欠である。JISに規定されている従来の測定法に加え、近年1GHzまでの周波数帯では、インピーダンスアナライザ等本来回路部品や素子の測定を行う汎用機器と、材料測定用の治具を組み合わせた測定も一般的となっている。しかしながら現状JIS等では、インピーダンスアナライザを用いた材料測定方法は明確に規定されていない。また全ての周波数範囲で高精度測定を行うことは簡単ではなく、低周波数域での測定精度の低下や、誘電正接が小さい試料の測定が困難であるなどの問題がある。

本研究では、電極形成や高誘電率試料によるロード補正等手法の検討を行い、どの程度測定精度に改善が見られるかを検証した⁽¹⁾。

2. インピーダンスマテリアルアナライザを用いた誘電特性測定

2.1 測定原理 誘電特性の測定方法は複数有り、周波数や試料形状、用途に合わせて最適な方法を選択することが必要である。測定方法は、大別すると「容量法」、「Sパラメーター法・反射波法」、「共振法」の3つに分けられるが、周波数が1GHz以下では主に容量法が用いられる⁽²⁾。容量法

は、測定試料を2枚の電極の間に挟んでコンデンサを形成し、静電容量や複素インピーダンスを測定して誘電率・誘電正接を計算する。インピーダンスマテリアルアナライザは材料測定用治具と組み合わせることで、容量法による誘電特性測定が可能となる。本研究では、アジレント・テクノロジー製のインピーダンスマテリアルアナライザ(E4991A)と、材料測定用治具(16453A)を使用した(図1)。このシステムでの測定可能周波数範囲は1MHzから1GHzである⁽³⁾⁽⁴⁾。

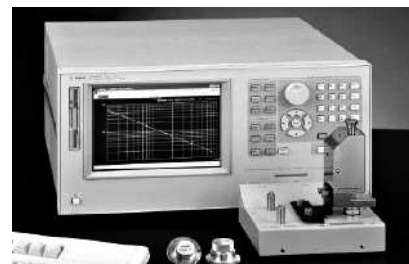


図1. インピーダンスマテリアルアナライザと材料測定用治具

2.2 測定の利点と問題点 インピーダンスマテリアルアナライザを用いた誘電特性測定においては、板状又はシート状の試料であれば比較的容易に測定できること、周波数掃引によって誘電特性の周波数依存性が効率的に取得できること、が利点として挙げられる。しかし一方では、測定精度の周波数依存性が大きく、100MHz以下の周波数で測定精度が低くなりやすい。また、誘電正接が0.01より小さい低損失試料の測定が困難であるといった問題点がある。図2及び図3は、樹脂やセラミック等複数種類の試料を測

事業名 平成22年度、23年度 基盤研究

*¹⁾ 電子半導体技術グループ

定し、誘電率及び誘電正接の相対誤差を示したものである。使用した測定試料を表1に示す。方法はマニュアルに記載されている基本的な手法（以下：通常測定）で行った。主な測定条件を表2に示す。各試料に対して5回測定を行い、平均値に対する値の標準偏差($\Delta \epsilon_r$, $\Delta \tan \delta$)を求め、各周波数における相対誤差($\Delta \epsilon_r / \epsilon_r$, $\Delta \tan \delta / \tan \delta$)を計算した。図2及び図3では、誘電率・誘電正接共に周波数が低くなると相対誤差が大きくなる傾向が見られる。図2に示した誘電率の相対誤差を見ると、比較的誤差の小さいテフロン (PTFE)でも、2桁の精度が期待できる範囲（相対誤差1%以内）は10MHz以上の範囲に限られる。誘電正接では、相対誤差が5%以内に収まるのは100MHzから1GHzの周波数帯のみであり、さらにフェノール樹脂やガラスエポキシなど、誘電正接が0.01より大きい高損失な試料に限られる事がわかった。

表1. 測定試料一覧

試料名	種類	寸法(mm)	厚さ(mm)
フェノール (布ベーク)	樹脂	40×70	1.024
フェノール (紙ベーク)	樹脂	40×70	0.996
ガラスエポキシ	樹脂	40×70	1.024
アクリル	樹脂	40×70	1.042
ポリプロピレン (PP)	樹脂	40×70	0.972
ポリエチレン (PE)	樹脂	40×70	1.060
テフロン (PTFE)	樹脂	40×70	1.004
アルミナ 99.5	セラミック	40×70	0.908
ジルコニア	セラミック	40×70	1.028
石英ガラス	ガラス	40×100	1.116

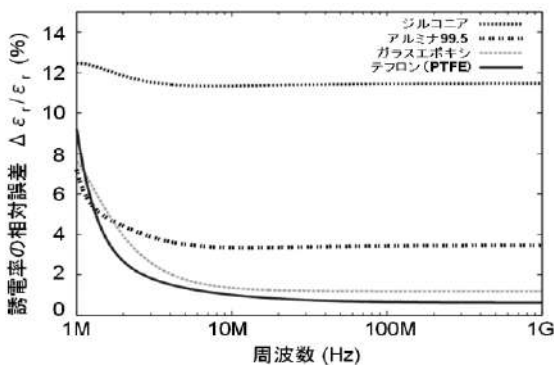


図2. 通常測定における誘電率の相対誤差

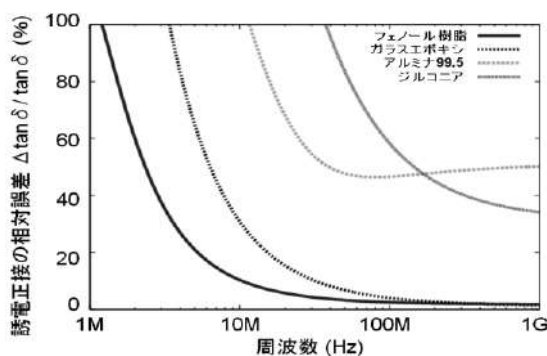


図3. 通常測定における誘電正接の相対誤差

3. 測定における誤差要因

今回の測定において生じた誤差の要因としては、主に以下が考えられる。

(1) 低周波数域における容量性インピーダンスの増加
2.1で述べたように、インピーダンスマテリアルアナライザは、容量法によって試料に印加する電圧と流れる電流を計測してインピーダンスを求め、誘電率・誘電正接を得る。絶縁物である測定試料はコンデンサと見なすことができ、その容量性インピーダンスは周波数の逆数に比例するため、低周波数ではインピーダンスが大きくなる。通常インピーダンスアナライザは、特性インピーダンスである50Ω付近で一番測定精度が高いが、試料の容量性インピーダンスが増加すると測定電流が小さくなり、低周波数域での測定精度が低下する。

(2) 試料と電極との接触面積のロス
今回使用した治具はバネを内蔵し、上下の電極で測定試料をはさむ構造になっている。測定試料を電極で挟む場合、通常は試料表面の凹凸や歪みによって少なからず電極との間に空気層が形成される。空気層は電極と試料の接触面積のロスと見ることができ、誤差の要因となる。

(3) 場所による試料自体の性質のばらつき
一枚の試料でも、場所によって試料自体の持つ誘電特性が異なり、試料の異なる場所を測定すると全く違う誘電率・誘電正接の値が得られる場合がある。こうした場所によるばらつきは主にセラミックに見られ、複数回の測定から試料の誘電率・誘電正接を求める場合には、誤差の要因となる。

現状では、上記の要因に基づく誤差を完全に分離して評価することや、測定器の限界感度そのものを向上させることは事実上無理である。しかしながら、次章で述べる測定手法の工夫により、上記の要因に対して精度向上の余地はある。本研究ではあくまでも実測値を元に、汎用機器を用いた測定においてベストな手法を選定する。

4. 測定及び結果

4.1 信号電圧調整とアベレージ機能の使用
2.2の通常測定では、信号電圧が100mVに設定されている。今回は信号電圧を最大値である500mVに設定し、さらにアベレージ機能を組み合わせて測定精度の比較を行った。アベレージ機能には、各周波数ポイントで平均を取りながら周波数方向に掃引する「Point Average」と、周波数掃引を行うごとにデータを積算して平均を取る「Sweep Average」の2種類があり、それぞれ回数を設定できる。測定試料は標準試料としても使われるテフロン (PTFE) を使用し、周波数範囲は通常測定と同様に1MHzから1GHzとした。

通常測定との誘電率の相対誤差の比較を図4に示す。通常設定（信号電圧100mV, Point Average 1回, Sweep Average 8回）では1MHzにおける誘電率の相対誤差は10%近くあったが、信号電圧調整500mV, Point Average 16回, Sweep

Average 8 回の設定にすると、特に 10MHz 以下の低周波数での相対誤差を小さくすることに成功した。これは、信号電圧を上げることで測定電流が増加し、インピーダンス及び誘電率の測定精度が向上したと考えることができる。原理的にはアベレージの回数を増やせば精度は上がるが、一方で測定時間も長くなる。実際の測定では、測定時間との兼ね合いで現実的なアベレージ回数を選択が必要となる。

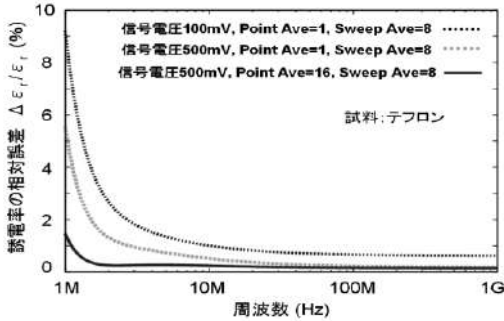
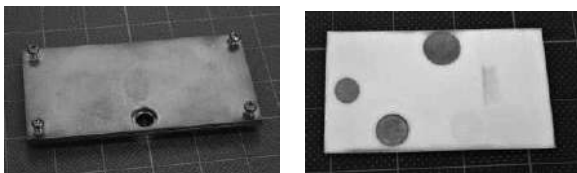


図4. 信号電圧調整・アベレージ機能使用による相対誤差の変化

4.2 スパッタリングによる電極形成 3(2)で述べた試料と電極の接触面積のロスを抑えるため、測定試料表面に電極形成を行った。一般に JIS では、金属はくをワセリンで試料に装着する方法などが記載されている。しかし今回使用する測定治具 16453A は上部電極直径 10mm, 下部電極直径 7mm と小さいことから、スパッタリングによる電極形成を行った。上部/下部電極と同じ大きさ、同じ位置に電極を形成するよう、図5(a)に示す様な治具を作成して使用した。図5(b)はテフロンの上に電極を形成した例である。



(a) 電極形成用治具 (b) 電極形成例 (テフロン)
図5. 電極形成用治具と電極の形成例

複数の試料に対して電極形成/非形成による誘電率・誘電正接の精度を比較したところ、電極形成による劇的な精度の改善は見られなかった。一例として、アクリルの測定結果を図6及び図7に示す。誘電率では電極形成時の方が相対誤差は小さい(図6)が、誘電正接では逆に電極形成時の相対誤差が大きくなっている周波数帯がある(図7)。

しかしながら、試料によっては電極形成が有効と思われる結果も得られた。図8はセラミックであるアルミナ 99.5 の誘電率の測定結果である。電極形成を行ったことで、全ての周波数帯において誘電率が 15%程度高めに示されている。これは電極非形成時には試料表面の凹凸によって接触面積のロスがあり、誘電率を低く測定していたためと思われる。この結果から、電極形成は接触面積のロスを補正する効果があり、特にセラミックのような硬い試料の誘電率測定には非常に有効であると言える。ただしスパッタリングによる電極形成では、試料に 100℃程度の熱がかかるため、熱に

よって劣化や変質が起こる試料には注意が必要である。

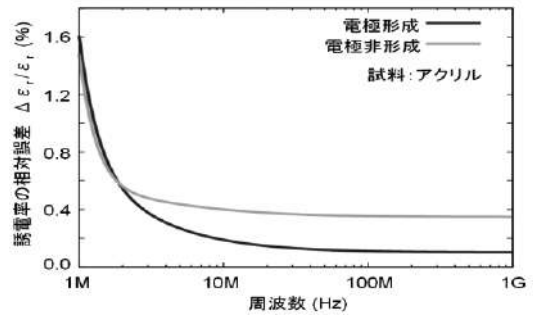


図6. 電極形成/非形成における誘電率の相対誤差

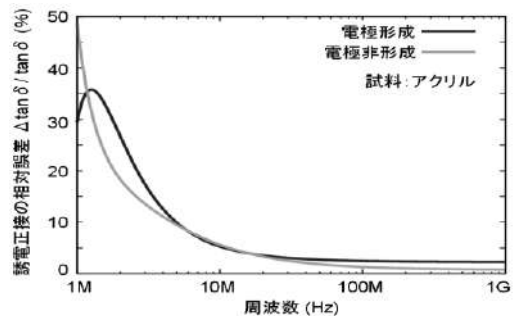


図7. 電極形成/非形成における誘電正接の相対誤差

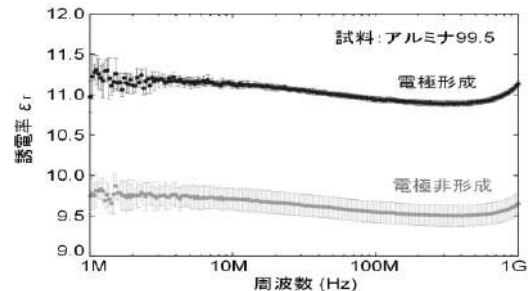


図8. 電極形成/非形成における誘電率の比較

4.3 高誘電率試料を用いたロード補正 一般に測定前には、誤差要因となる測定器及び治具の残留インピーダンスを取り除くため、オープン/ショート/ロード補正を行う。通常ロード補正では、誘電特性が既知の標準試料としてテフロン(誘電率 2.1, 誘電正接 < 0.0001) が用いられる。しかし低周波数ではインピーダンス増加のため測定精度が低くなる。これはテフロンも例外ではなく、低周波数では精度の低い校正データとなってしまふ。そこでテフロンより高誘電率の材料でロード補正をする事で、低周波数でのインピーダンス増加を抑え、より精度の高いロード補正が可能となれば、測定精度向上が期待できる。

今回は高誘電率かつ低損失で、周波数特性も安定したセラミックであるサファイヤをロード補正用の試料に用いた。まずテフロンを標準試料として一度サファイヤの誘電特性を測定し、得られた値(誘電率 11.6 及び誘電正接 0)を「サファイヤを使ったロード補正」に用いるという 2 段階の補正を行った。なお 1GHz 付近では共振の影響によりサファイヤの特性が正確に測定できなかったため、周波数範囲は 1MHz から 100MHz とした。

ロード補正用試料にテフロンとサファイヤを用いた場合の比較例を図9, 図10に示す。エラーは5回の測定から求めた標準偏差である。サファイヤを用いたロード補正により, 20MHz以下での測定精度の改善が見られた。即ち高誘電率の材料を使ってロード補正を行うことで, 低周波数域での測定精度改善が期待できる結果となった。しかしながら一方では, テフロンでロード補正した場合とサファイヤでロード補正した場合で, 誘電率・誘電正接の絶対値が大きくなる例も見られた。これは2段階の補正によるエラーの積算や, 3(3)で述べたサファイヤの場所による性質の違いが原因と考えられる。またセラミックであるサファイヤはテフロンに比べると硬く, 測定の際わずかな歪み等で電極との接触面積のロスを生じやすいため, こうした効果が測定結果に影響していると考えられる。サファイヤを用いたロード補正では, 絶対値の評価において課題が残ることから, 測定の際はサファイヤでロード補正した結果と, テフロンでロード補正した結果が一致していることを十分確認する必要がある。

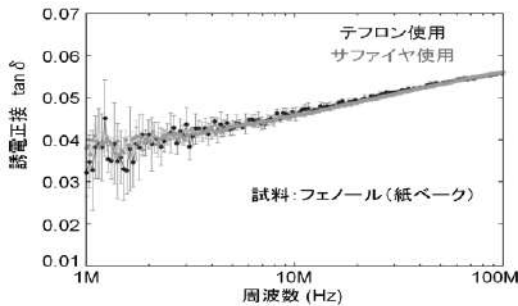


図9. 標準試料にテフロンとサファイヤを用いた場合の比較 (誘電正接)

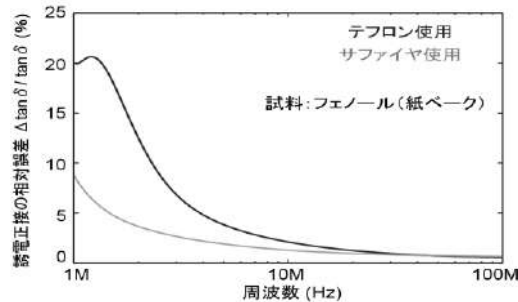


図10. 標準試料にテフロンとサファイヤを用いた場合の比較 (誘電正接の相対誤差)

5. まとめ

本研究では, 1GHzまでの誘電特性測定において, 汎用性を確保しつつ測定精度を高める手法の検討を行った。信号電圧を調整すると共にアベレージ機能を組み合わせ, 誘電率の高い標準試料をロード補正に用いることで, 低周波数域での測定精度の改善が見られた。スパッタリングによる電極形成は, 測定精度の大きな改善は見られなかったものの, セラミック等硬い試料に対して接触面積のロスを軽減する効果があり, 誘電率の正確な測定に有効であることがわかった。スパッタリングによる電極形成は, 熱によって

変形・劣化する試料には適用が困難であり, サファイヤを用いたロード補正は絶対値の評価に課題が残るため, より汎用的な手法の検討は今後も必要である。

表2に手法検討前(通常測定時)と手法検討後の測定条件の比較を示す。図11は誘電率を相対誤差1%以内, 誘電正接を相対誤差5%以内で測定できる範囲をそれぞれ概念的に示したものである。点線は手法検討前(通常測定時), 実線部分は手法検討後の測定可能範囲を表す。通常測定では上記の精度で測定できる範囲は非常に限られていたが, 手法検討により, 誘電率は1MHzから1GHzの範囲で相対誤差1%以内が期待できるようになった。また誘電正接が0.01より小さい低損失試料の測定も可能になり, 誘電正接が0.01より大きい高損失な試料に限れば, 1MHzから1GHzの範囲で誤差5%以内が期待できる結果が得られた。

表2. 手法検討前と後の測定条件の比較

測定条件	手法検討前 (通常測定)	手法検討後
周波数範囲	1MHz ~ 1GHz	1MHz ~ 1GHz*
信号電圧	100mV	500mV
Sweep Average	8	8
Point Average	1	16
電極形成/非形成	非形成	形成**
ロード補正用試料	テフロン	サファイヤ

* サファイヤを用いたロード補正の場合は1MHz ~ 100MHz

** サファイヤを用いたロード補正の場合は電極非形成

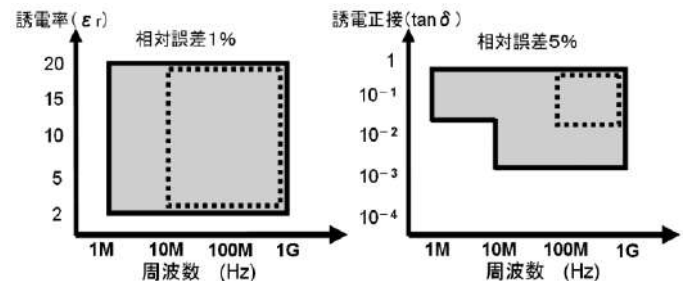


図11. 誘電率・誘電正接の測定可能範囲の比較

(点線部は通常測定時, 実線部は手法検討後)

(平成24年5月18日受付, 平成24年7月30日再受付)

文 献

- (1) 時田幸一, 重松宏志, 小林丈士: 「1GHzまでの誘電特性測定における精度向上のための手法検討」, 平成24年度電気学会全国大会, 2-007, (2012)
- (2) 戸高嘉彦, 小林禮夫: 「マイクロ波帯における基板材料の複素誘電率測定法」, 電気学会研究会資料, DEI, 誘電・絶縁材料研究会 2006(77), 1-6, (2006)
- (3) アジレントテクノロジー: 「誘電体測定の基礎」, アプリケーションノート, 5989-2589JAJ, 2005, (2005)
- (4) アジレントテクノロジー: 「インピーダンス測定技術を用いた誘電体, 磁性体材料測定」, アプリケーションノート, 1369-15980-2862JA, 2003, (2003)

論文

ガス電子増幅器の断面観察と PTFE 製電極の開発

若林 正毅*¹⁾ 小宮 一毅*¹⁾ 藤原 康平*¹⁾ 小林 丈士*¹⁾

Cross-section observation and development of the PTFE electrode foil for a GEM

Masaki Wakabayashi*¹⁾, Kazuki Komiya*¹⁾, Kohei Fujiwara*¹⁾, Takeshi Kobayashi*¹⁾

The gas electron multiplier (GEM) is a detector for capturing X-rays and charged particles through gas multiplication. Problems faced by the GEM are that the yield rate is approximately 75% and the GEM foil is easy damaged by abnormal discharges. Thus, improving both the processing method and the reliability is necessary. At first, to analyze the causes for failure, we tried three methods for making the cross-section of the GEM foil. Of the three methods, the ultra-microtome is the most effective method for obtaining the cross-section of the GEM foil. Next, we evaluated both candidate materials for the GEM foil and the micro-fabrication method used for the through-holes in the GEM. As a result, we selected PTFE as the insulator material for the GEM foil and fabricated copper electrodes on the PTFE film by magnetron sputtering. We succeeded in fabricating through-holes with no short-circuits by using femto-second laser processing.

キーワード：ガス電子増幅器, 検出器, 電極フォイル, 故障解析技術, マグネトロンスパッタ, レーザ微細加工

Keywords : Gas electron multiplier, Detector, Electrode foil, Failure analysis technique, Magnetron sputtering, Laser microfabrication

1. まえがき

ガス電子増幅器 (GEM) は従来のシンチレータや半導体検出器と比較して, 大面積化や低コスト化が容易, 高位置分解能, 2次元の飛跡検出が可能という優れた特徴を有し, 原子核物理分野, 放射線医療分野, 非破壊検査分野などへの応用が期待されている。

GEM の構造及び GEM フォイル⁽¹⁾と呼ばれる貫通孔あき電極の SEM 像を図 1 に示す。カソード電極とリードアウト基板の間に GEM フォイルが多段で配置され, ガス増幅により荷電粒子を検出する構造となっている。GEM フォイルは絶縁体の表裏に銅箔が貼り付けられ, $\phi 70\mu\text{m}$ の貫通孔が $140\mu\text{m}$ ピッチで無数に形成された厚さが $100\mu\text{m}$ 程度の電極シートである。GEM フォイルの作製方法は, 欧州原子核研究機構 (CERN) によるケミカルエッチングとプラズマエッチングによる方法⁽²⁾, 東京大学とサイエナジー社によるケミカルエッチングと CO_2 レーザを組み合わせた方法⁽³⁾などがあるが, GEM フォイルの歩留まりが悪いことや故障しやすいなどの問題⁽⁴⁾があり, 改善が求められている。

都産技研には中小企業や研究機関より, GEM の故障不具合や GEM の信頼性向上に関する技術相談が寄せられている。本研究では, GEM フォイルの故障原因を特定するための断面作製方法⁽⁵⁾と, 新しい GEM フォイルの作製⁽⁶⁾について検討を行ったので報告する。

2. GEM フォイルの断面観察手法の検討

2.1 GEM の故障解析における問題点 GEM の歩留まり向上や故障原因を特定するためには, 故障した GEM フォイルの詳細な観察が必須であると言える。しかし, GEM フォイルに設けられた数万個以上の貫通孔から故障箇所を特定することが容易でないことや, 最適な断面作製方法が検討されていないため, 貫通孔内部の定性分析や詳細観察が困難である。GEM の故障原因として絶縁材料のトラッキングや孔内部の炭素付着, 異物混入による短絡などが考えられているが, 上述の理由から, 故障原因の解明には至っていない。

2.2 断面作製に最適な加工法の調査 まず, GEM の故障解析を行うための最適な断面観察手法を明らかにすることを目的として, 研磨・クロスセクションポリッシュ・マイクロトームの3種類の手法を用い, GEM フォイルの断面作製を試みた。実験には, 市販の液晶ポリマ (LCP) 製 GEM フォイル (厚み約 $100\mu\text{m}$) を用いた。

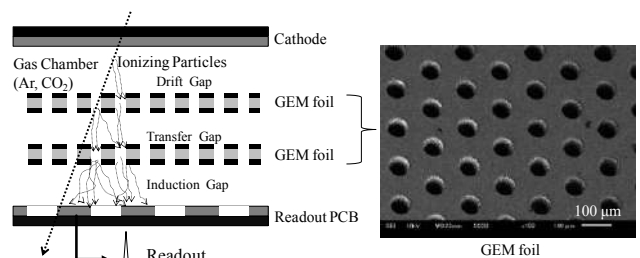


図 1. GEM の構造

(1) 研磨 GEM フォイルは全体厚みが約 100 μm と薄く容易に変形するため、樹脂包埋を行う必要があった。1 μm の粒径の研磨紙を用い、回転数 2500rpm にて研磨した GEM フォイルの断面観察例を図 2 に示す。表裏に貼りつけられている銅箔の厚みは約 16 μm 、絶縁材料である LCP の厚みは 100 μm であることがわかった。しかし、孔の内部に樹脂を充填しているため、孔側面の詳細な観察はできなかった。したがって、研磨による断面作製では孔側面のトラッキングの観察や元素分析が難しく、故障解析のための断面作製手法として不適であった。

(2) クロスセクションポリリッシャ (CP) CP はアルゴンイオンビームによって断面を作製する装置である。研磨と比較して、キズやダレの少ない断面が得やすいといったメリットがある。CP は日本電子社製、IB-90100 を用い、加速電圧は 3.0kV とした。加工には 6 時間を要した。図 3 に CP で作製した GEM フォイル断面を反射電子検出器により観察した結果を示す。樹脂包埋が必要ないため、孔側面の形状を観察することができた。しかし、孔側面には厚み 1~5 μm のコントラストの異なる層があることがわかった。これは、イオンビームによって削られて飛散した樹脂が孔側面に再付着したものと考えられる。CP を用いて作製した断面では、付着の影響により、本来の孔側面の観察ができないことがわかった。

(3) ミクロトーム ミクロトームとは透過型電子顕微鏡 (TEM) の超薄切片を作製するために用いられる装置である。ミクロトームは機械的な切削であるため、樹脂包埋の必要がないこと、また CP で見られたような飛散物の影響が生じ難い加工法であると言える。今回は切断した薄片を得るのが目的ではなく、GEM フォイルを少しずつ所望の位置まで切削して断面を作製するのが目的であるため、ミクロトーム本来の使用法とは異なっている。加工にはウルトラミクトーム (Leica 社製, UltraCut S) とダイヤモンドナイフ (Diatom 社製, Ultratrim) を用いた。ダイヤモンドナイフの送りピッチは 15nm とした。ミクロトームにより作製した GEM フォイル断面を図 4a) に示す。同図からはバリの発生が確認できた。切削方向から推察すると、孔の外周部でナイフの抜け方向に材料が引っ張られて塑性変形したものと考えられた。そこで、バリの発生を低減するため、仕上げ工程を追加することにした。具体的には、任意の位置まで切削したのち、サンプルを 180° 回転させ、逆方向から 300nm の送り量で再度切削する工程を追加した。仕上げを行ったあとに断面観察した結果を図 4b) に示す。断面には付着物がほとんど無く、孔の側面状態を詳細に観察可能であった。市販 GEM フォイルの貫通孔内壁には $\phi 1\sim 10\mu\text{m}$ の微細な穴が多数存在し、荒れていることが明らかとなった。

以上より、ミクロトームを用いることで、GEM フォイルの精緻な断面が作製可能であることを見出した。

2.3 市販 GEM フォイルの不良品の断面観察 市販 GEM フォイルの製造工程内で発生した不良部位の断面を観察し、故障原因を推定することにした。まず、光学顕微鏡

にて不具合箇所とみられる部分を 2 ヶ所見つけ出し、ミクロトームによって同部位の断面を作製した。光学顕微鏡写真と SEM 観察結果を図 5 に示す。不良箇所 A には 50 μm 以上の大きな塊が貫通孔内部に詰まっており、不良箇所 B では一度熔融した付着物が穴内部に存在しているのが確認できた。エネルギー分散型 X 線分析 (EDX) の結果、不良箇所 A の塊は 74.2at% が炭素であり、基材の LCP と推察される。また、不良箇所 B の付着物は 24.2at% の銅と 44.6at% の炭素が検出された。いずれも電位勾配に影響を与えるため、異常放電や増幅率低下の原因となり得る欠陥であると言える。製造工程のうち、レーザ加工で生じた樹脂の飛散物が貫通孔内に再付着した可能性と、エッチング時に生じた付着物である可能性が考えられる。したがって、最終工程の洗浄をより十分に行うことで歩留まりが向上するものと推察される。また、貫通孔内壁の荒れを低減した GEM フォイルが開発できれば、異物の付着が抑制されると考えられる。

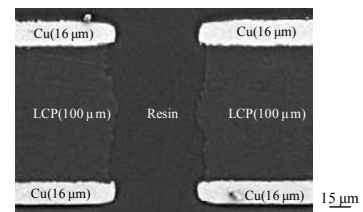


図 2. 研磨による断面

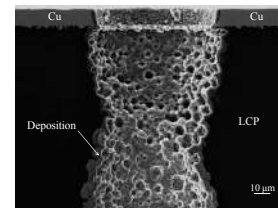
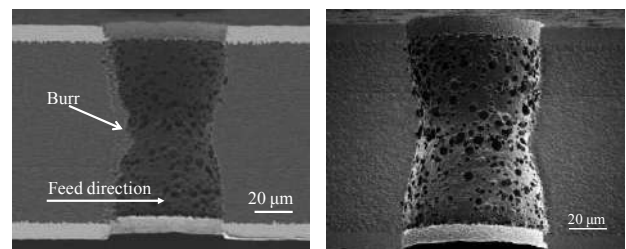


図 3. CP による断面



a)仕上げなし b)仕上げ加工後

図 4. ミクロトームにより作製した断面

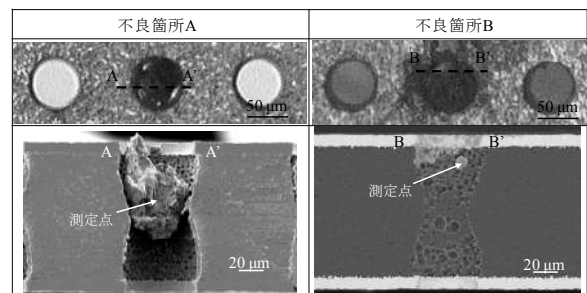


図 5. 製造時の不良箇所の観察

3. PTFE 製 GEM フォイルの開発

3.1 基材の選定 市販の GEM フォイルに用いられている基材は、銅箔が表裏に熱圧着されたフレキシブル基板用のポリイミド (PI) もしくは LCP である。これら基材は入手の容易さから選定されており、GEM フォイルの絶縁材料としてどのような基材が最適か、十分な検討がなされていない。GEM フォイルは使用時に異常放電が生じることが報告されている。本研究では、アーク放電によって基材がダメージを受け、短絡など故障の原因となっているのではないかと考えた。表1に一般的な材料の物性値を示す。GEM フォイルの絶縁材料である PI と LCP の耐アーク性はそれぞれ 135s, 186s であるのに対し、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) の耐アーク性は 300s 以上と非常に高いことがわかった⁽⁷⁾⁽⁸⁾。耐アーク性は試料表面に規定間隔でアーク放電を発生させ、アーク放電が消滅するまでの時間で定義される⁽⁹⁾。したがって、この値が大きいほうが、炭化導電路形成による絶縁破壊が生じにくい材料であると言える。

そこで本研究では、PTFE で GEM フォイルを作製可能かどうか検討することにした。以下の加工実験では比較のため、PTFE の他に入手が容易なポリエチレンテレフタレート (PET) やポリエチレンナフタレート (PEN), PI についても加工を試みることにした。なお、穴あけ加工の簡便性を考慮し、実験ではすべて厚み 50 μ m のフィルムを使用した。

3.2 電極部の成膜実験 PTFE においては銅箔を両面に熱圧着した市販品が存在しなかった。この理由は、PTFE が熱に弱く熱圧着が難しい上、接着剤との密着性が悪いためと推察される。そこでまず、PTFE に対してできるだけ熱影響が生じないよう、最適な銅の成膜条件を見出すことにした。成膜装置には、マグネトロンスパッタ装置 (アルバック社製, SX-200) を選定した。

試料は PI, PET, PEN, PTFE の4種類とし、成膜条件は DC 1kW, T/S 距離 120mm, 基板回転数 10rpm, プロセス圧力 0.67Pa, 基板加熱なし, 成膜時間は 30s, 120s, 300s, 660s とした。図6に膜厚と成膜時間の関係を示すが、銅の成膜レートは約 90nm/min であった。成膜時間が 120s 以上の時に PTFE にソリが生じることがわかった。すべての材料に対してソリなく成膜できた条件は成膜時間 30s のみであり、このときの銅の膜厚を接触式段差計 (Veeco 社製, Dektak150) で計測した結果、40nm \pm 3nm であった。

3.3 電気的特性の評価 銅を約 40nm 片面成膜した試料のシート抵抗を三菱化学社製, Loresta-GP MCP-T600 (JIS K 7194 準拠) を用いて4探針法で測定した。表2に示すように、シート抵抗は PI, PET, PEN が 1.06 Ω /sq.~1.39 Ω /sq., PTFE では 4.4 Ω /sq.であり、いずれの材料においても電極として十分な機能を有することがわかった。成膜前の基材の表面粗さは PI, PET, PEN がそれぞれ 14.2nmRa, 19.6nmRa, 16.5nmRa であるのに対し、PTFE が 54.1nmRa であった。このことから、PTFE のシート抵抗が他より高くなったのは成膜した銅の膜厚が母材の表面粗さに対して小さいためと推

察される。より低いシート抵抗が求められる場合には、あらかじめ表面粗さが小さいフィルムを入手する必要があると言える。しかしながら、GEM フォイルの導電膜においては 500M Ω /cm 以上の高抵抗な GEM フォイルが用いられることもあるため⁽¹⁰⁾、電極の抵抗値はさほど問題にならないと言える。

3.4 成膜部の密着性評価 成膜した銅の密着性を評価するため、セロハンテープによる剥離試験を行った (JIS JISK5600-5-6 クロスカット法, 旧 JIS K 5400, 付着性-基盤目試験)。銅を成膜した試料表面の 10mm 角の領域に対し、1mm 間隔で格子状に切れ込みを入れ、試験片とした。また、セキスイ社製のセロハンテープを用いた。剥離試験の結果、約 40nm の厚みで銅を成膜した4種類の試料すべてにおいて剥離は見られず、密着性が高いことがわかった。一方、銅を 170nm 成膜した PTFE の試験片では、65%以上の割合で剥離が見られ、密着性が低いことがわかった。これは、銅が厚いため、残留応力で割れ易くなっていたことに加え、成膜時に PTFE にソリが生じ、銅が剥がれやすくなっていたためと考えられる。

3.5 貫通孔加工実験 市販の GEM フォイルの加工方法は前述の通り、ケミカルエッチングとプラズマエッチングによる方法、ケミカルエッチングと CO₂ レーザを組み合わせた方法などが用いられている。一方、PTFE は耐薬性が高くケミカルエッチングでは加工が難しい。そこでまず、PTFE に対して CO₂ レーザによる穴あけを試みた。レーザ出力 30W のときの加工結果を図7に示すが、溶融飛散物が孔内部に堆積し、精緻な貫通孔形成が不可能であった。

次に、本研究では非熱加工かつ多光子吸収により、各種材料に対して微細加工が容易なフェムト秒レーザを選定し、貫通孔の加工を試みることにした。使用したフェムト秒レーザは中心波長 780nm, 平均出力 3W, 発振周波数 1kHz である。レーザ光はガルバノスキャナにより所望の位置に走査し、焦点距離 100mm のテレセントリック f θ レンズを用いて試料表面に集光した。試料には銅を両面に厚み 40nm で成膜した PI, PET, PEN, PTFE を使用し、それぞれ 5mm 角の範囲に対してレーザ出力 30mW, 走査速度 1mm/s, ドウェル時間 100ms, 100 μ m ピッチの千鳥配列で加工を行った。PET, PEN においては1回照射で、PI は同条件で2回照射したところ貫通孔の形成が可能であった。一方、PTFE では、照射回数を多くすると貫通孔が形成される前に表面の銅が完全に除去されてしまった。そこで PTFE に対しては、1つの貫通孔に対してレーザ光を 0.1mm/s で ϕ 50 μ m の円形に走査したところ、貫通孔が形成可能となった。PTFE については 200 μ m ピッチの千鳥配列で貫通孔を 2mm \times 2mm の領域に加工した。フェムト秒レーザによる各種フィルムの加工部の上面と断面観察結果を図8に示す。なお、断面作製にはマイクロトームを用いた。フェムト秒レーザによる加工部は表面に飛散物の付着があり、除去や洗浄工程が必要であることがわかった。一方、市販 GEM フォイルと比較してテープが大きいものの、貫通孔内壁の荒れが小さいことが観察された。また、テストを用いて表裏の

電極が短絡していないことを確認した。

3.6 GEM フォイル開発のまとめ GEM の信頼性向上と歩留まり改善のため、GEM フォイルに用いられる基材の選定と貫通孔の形成方法について検討した。電極作製実験では、マグネトロンスパッタによる銅の最適な成膜条件を明らかにするとともに、シート抵抗と密着性評価を行い、GEM フォイルに使用可能な電極部を得た。貫通孔形成実験では、両面成膜した4種類の基材に対してフェムト秒レーザーによる加工を行い、市販品よりも穴内部の荒れが改善できることを見出した。最終的に、従来品よりも耐アーク性が優れた PTFE を絶縁材料に用いた新しいGEM フォイルの作製方法を見出した。

4. まとめ

本研究では、GEM フォイルの断面作製手法の検討と、新しいGEM フォイルの試作開発を行った。断面作製手法の検討では、マイクロトムを用いることでGEM フォイルの精緻な断面が作製可能であることを明らかにした。従来困難であったGEM フォイルの貫通孔内壁に対するEDXなどの定性・定量分析が可能となることから、今後はGEMの故障原因の究明に寄与できるものと考えられる。また、新しいGEM フォイルの開発では、マグネトロンスパッタによる導電膜作製とフェムト秒レーザー加工による貫通孔形成により、PTFE製のGEM フォイルを試作することができた。今後はガスチェンバを作製し、増幅率や故障率などの評価実験を行っていく予定である。

最後に、本研究の遂行にあたり様々なご助言をいただいた東京大学の浜垣秀樹教授と理化学研究所の竹谷篤先生に深謝するとともに、フェムト秒レーザーの使用にあたりご協力いただいた埼玉大学大学院 池野順一教授に感謝の意を表す。

(平成24年5月18日受付, 平成24年7月6日再受付)

表1. 樹脂材料の物性値

特性	PI	LCP	PET	PEN	PTFE
密度 g/cm ³	1.43	1.35	1.4	1.36	2.13~2.20
引張強さ MPa	315	108	48~73	193	20~35
吸水率 %	1.3	0.08	0.4	0.3	0
絶縁破壊電圧 kV/mm	22	26~40	17~26	20	19
体積抵抗率 Ω・cm	10 ¹⁷	6x10 ¹⁶	10 ¹⁷	10 ¹⁷	>10 ¹⁸
耐アーク性 s	135	186	117	34	>300
融点 °C	なし 800°C以上で炭化	なし 分解温度>450°C	258	269	327

*物性値については参考文献(7), (8)から引用し作成した

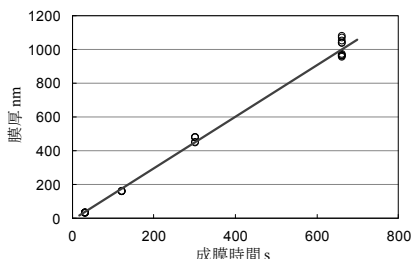


図6. 膜厚と成膜時間の関係

表2. 電気特性評価

ワーク	シート抵抗 Ω/sq.	接点抵抗 Ω	基材の表面粗さ
Cu / PI	1.06	0.248	14.2nmRa
Cu / PET	1.12	0.276	19.6nmRa
Cu / PEN	1.39	0.341	16.5nmRa
Cu / PTFE	4.43	0.594	54.1nmRa

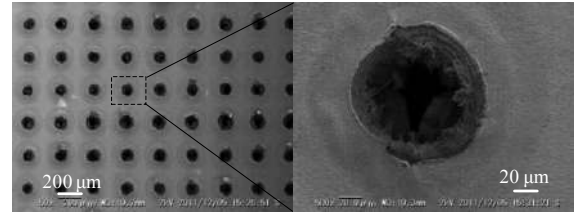


図7. CO₂レーザーで加工したPTFEの貫通孔

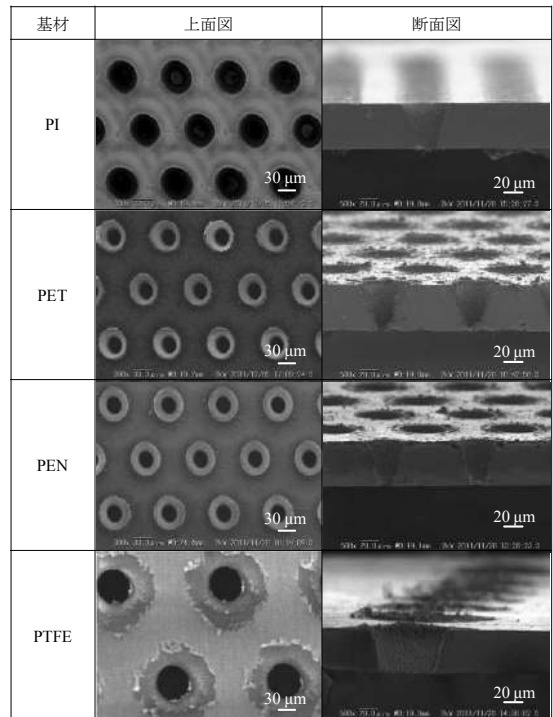


図8. フェムト秒レーザーで加工した貫通孔

文 献

- (1)宇野彰二:「MPGDを用いた中性子・硬X線画像装置開発」, HIGH ENERGY NEWS, Vol.30, No.2, pp.66(2011)
- (2)M. Inuzuka, et al.: Nucl. Instr. and Meth., A 525, pp.529 (2004).
- (3)T. Tamagawa, et al.: Nucl. Instr. and Meth., A 560, pp.418 (2006).
- (4)A. Cardini: A systematic study on discharge-induced GEM-failure phenomena, Nuclear Science Symposium Conference Record, pp.1127(2005).
- (5)小宮一毅他:「ガス電子増幅器の故障解析方法の検討」, 2012年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, pp.97-98(2012)
- (6)若林正毅他:「ガス電子増幅器における電極基材の検討」, 2012年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, pp.25-26(2012)
- (7)DESIGN MECHANIC for mechanical engineers & designers, http://homepage1.nifty.com/seas/database/ep/ep_top.htm(2011.11).
- (8)株式会社 KDA :「プラスチックの基礎」, http://www.kda1969.com/study/study_pla_detail3.htm(2011.11)
- (9)日本工業標準調査会: JIS K 6911-1995, pp.35-36(1995)
- (10)高木敦子他:「J-PARC E16 実験 GEM Tracker の内部構成最適化と性能評価～読み出し基板の改善～」, http://nucl.phys.s.u-tokyo.ac.jp/ozawa_g/data/JPS_takagi.pdf(2012.4)

論文

新しい熱型マイクロ3軸加速度センサの提案

豊島 克久*¹⁾

Proposal of a new thermal micro 3-axis acceleration sensor

Katsuhisa Toshima*¹⁾

A new thermal 3-axis acceleration sensor manufactured by combined silicon micromachining technique and bonding technique is proposed. This sensor is useful for tilt sensing due to its 3-axis differential temperature sensors which have the same sensibility. To realize a simple, low cost sensor, one SOI (silicon on insulator) substrate having four micro bridges, two SOI substrates having one micro bridge, respectively, and one silicon substrate as a spacer are sandwiched together, using a silicon anisotropic etching technique. Each of the micro bridges is combined with the micro heater and the PN-junction temperature sensor. On the other hand, the macro model of the thermal acceleration sensor is fabricated using 6 sets of chip resistor and chip diode, and its tilt characteristics are demonstrated.

キーワード: マイクロヒータ, 加速度センサ, 傾斜センサ, 温度センサ, MEMS

Keywords: Microheater, Acceleration sensor, Tilt sensor, Temperature sensor, MEMS

1. はじめに

熱型加速度センサは、機械的な可動部を持たず耐衝撃性・耐振動性に優れていることから、自動車車体安定性制御などに適用されている。これまでの研究としては、マイクロヒータを中心に4つの温度センサを周辺の平面空間上に配置させることで、X軸及びY軸の加速度を温度センサからの差動信号成分により検出できる2軸加速度センサがある⁽¹⁾⁽²⁾。このセンサは、MEMS (Micro Electro Mechanical Systems)技術を用いてマイクロヒータと温度センサを同一のシリコン基板上に形成するとともに小型化を図ることにより、熱応答速度を向上させている。

一方、マイクロヒータと温度センサを同一平面上に配置することで、X軸及びY軸だけではなくZ軸の加速度も検出できるセンサも提案されている⁽³⁾。しかし、このセンサにおいてZ軸の加速度は、平面上に配置した温度センサからの同相信号成分より検出するためX軸及びY軸に比べて検出感度が小さくなってしまいう問題があった。

3軸全ての感度が等しい差動型のセンサを実現するには、マイクロヒータと温度センサを同一平面上ではなく3次元的に配置する必要があるため、センサの配置や製造方法などが課題となっている。

本論文では、単結晶シリコンの異方性エッチングと基板張り合わせにより形成させた正8面体の空洞及び6つのマイクロブリッジを持つ、新しい熱型加速度センサ⁽⁴⁾を提案する。

2. デザイン・コンセプト

2.1 本センサの基本原則 図1は本研究の熱型3軸加速度センサの基本構造である。内部が空洞となる閉じられた測定空間において、ヒータ及び温度センサを一体としたセンサエレメントを正8面体の頂点に位置するように6対配置させた構成となっており(図中の R_{-x} , R_{+x} , R_{-y} , R_{+y} , R_{-z} , R_{+z} に相当), それぞれ測定空間の壁面の近くに沿って配置する。

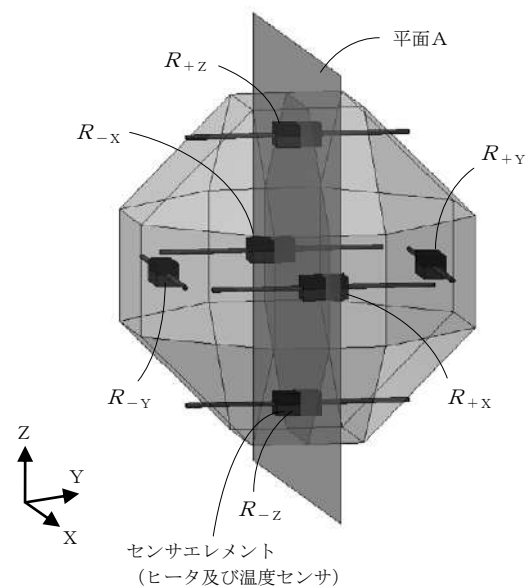


図1. 本センサの基本構造

図2は、本センサの動作原理について示したものである。ヒータの駆動方法としては、ヒータの電流が一定となるように制御する定電流制御方式(図2(a))のほか、センサの温度が一定となるようにヒータの印加電圧を制御する定温度制御方式(図2(b))がある。図2は、それぞれの方式において、Z軸方向に加速度を印加した際の測定空間の温度分布(図1の平面Aの断面部分)を示したものであり、色が濃いほど高温である。

ヒータを加熱した状態で加速度を印加すると、ヒータで暖められた空気は、周辺の冷たく重い空気に押しつけられるため、加速度方向へ移動する。このとき、暖められた空気が衝突する壁面 W_z とヒータ R_{+z} との間での空間では対流が発生するため、加速度と反対方向の壁面 W_{-z} 側に比べて温度が高くなり易くなる。

そのため、図2(a)の定電流制御方式では、 R_{+z} の温度が R_{-z} に比べて高くなる。また、図2(b)の定温度制御方式では、 R_{+z} に印加するヒータ電圧が R_{-z} に比べて小さく済む。これにより、 R_{+z} と R_{-z} の差分を求めることで加速度を割り出すことができる。さらにX軸、Y軸においても同様に求めることで3軸検出が可能となる。

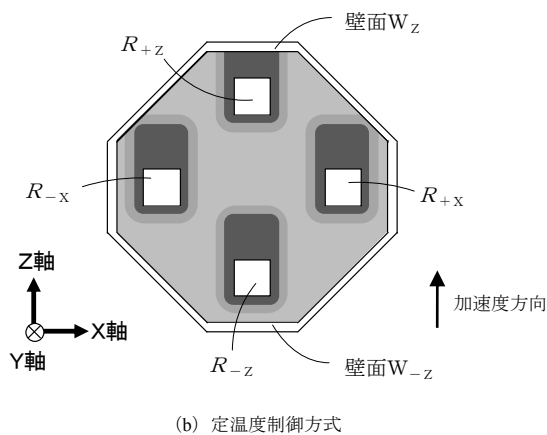
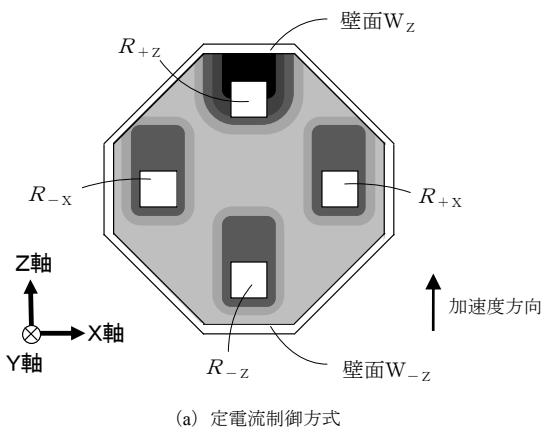


図2. 本センサの動作原理

また、二つの駆動方式を比較すると、定温度制御方式のほうは、ヒータの抵抗値 R の値における温度依存性の影響を受けずに検出できるメリットがある。3章で提案するセンサに用いる半導体拡散抵抗は、温度に対して非線形な抵抗値をもつため⁽⁶⁾、ヒータとして駆動させるには、定温度制御方式が望ましい。

2.2 マクロモデルによる原理確認

図1のセンサについてマクロモデルの試作・特性評価による原理確認を行った。マクロモデルとしては、幅30mm程度の26面体の外箱の中にヒータと温度センサを張り合わせたものを6対配置させた。ヒータとしてはチップ抵抗(6432サイズ)、温度センサとしてはチップダイオード(4.5mm×2.6mm×2.0mm)を用いており、両者を張り合わせてセンサエレメントとした。

図3は、試作したマクロモデルの傾斜センサとしての角度依存性を評価するための方法を示しており、図4は、その測定結果で、各軸成分の出力を示した。図3に示すように、センサのX軸及びY軸が水平方向、Z軸が垂直方向となるように置いた位置を基準として、Y軸に対して左方向に30°ずつ回転させ、それぞれの位置において静止状態で測定を行った。測定条件については、560Ωのチップ抵抗に18Vを印加したときの温度変化をチップダイオードにより検出した。温度変化については、チップダイオードに電流1mAを流したときの電圧変化により捉えた。

図4の結果において、Y軸成分がほぼフラットであるのに対して、X軸成分及びZ軸成分は、それぞれSinカーブ及びCosカーブをほぼ描いている。この結果は、重力の影響による温度の差異を捉えたものである。本センサの基本原理を用いたマクロモデルは、傾斜センサとして機能していることが、測定結果より明らかとなった。

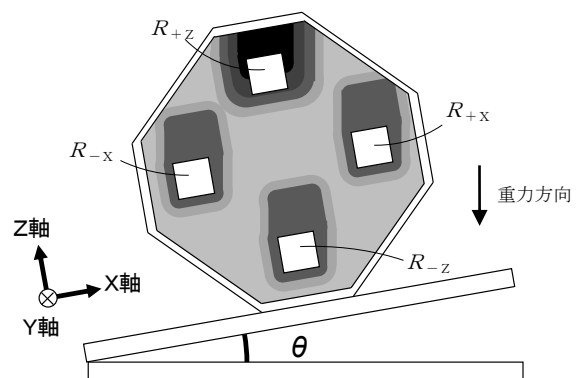


図3. マクロモデルの評価方法

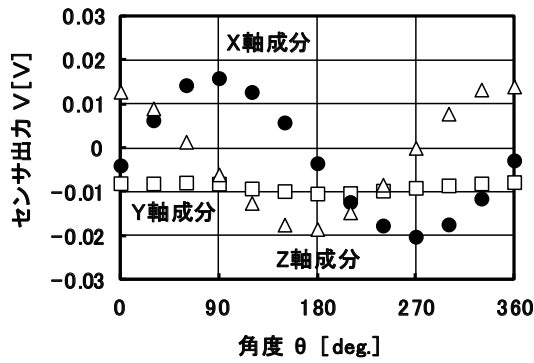


図4. マクロモデルの測定結果

3. 新しい熱型マイクロ3軸加速度センサの提案

3.1 センサの構造 図5は提案したセンサの構造図である。面方位が(100)のシリコン基板及びSOI (Silicon on Insulator) 基板を用いて結晶異方性エッチングを行うことで、空洞部及びマイクロブリッジを形成した基板4枚を張り合わせた構造とした。

単結晶シリコンの(100)面においてKOHなどのアルカリエッチャントを用いてエッチングを行うと、(111)面のエッチング速度は(100)面に比べて極めて遅く、(111)面が露出する。この結果、基板に対して 54.7° の角度となるテーパ構造を形成することができる。エッチングによって形成された溝に合わせて4枚の基板を張り合わせることで、正8面体の空洞部を形成すると同時に、正8面体の6つの頂点の方向にマイクロブリッジを配置できる。

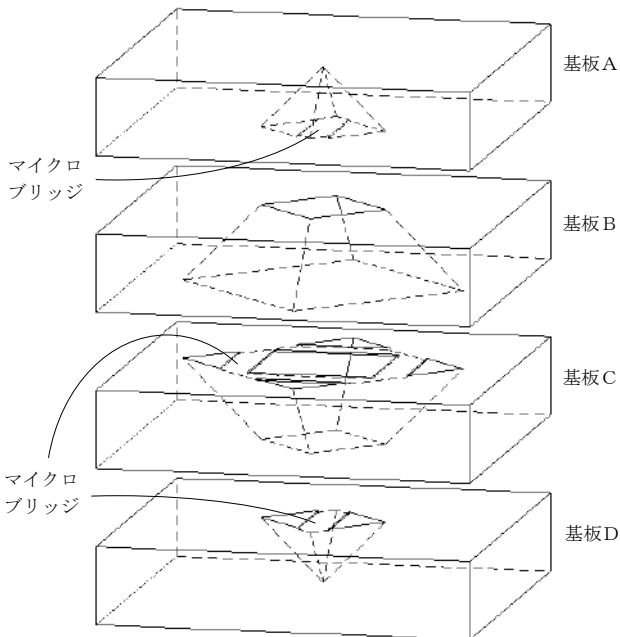


図5. 新しい熱型マイクロ3軸加速度センサの構造図

3.2 マイクロブリッジの構造 図6は、マイクロブリッジ上に半導体拡散抵抗ヒータ及びPN接合ダイオードを搭載したセンサエレメントの構造図であり、図5の基板A及び基板Dに相当するものである。温度センサとなるPN接合部をブリッジの中心に設け、その周辺において取り囲むように半導体拡散抵抗ヒータを配置している。これによりマイクロヒータの温度をこのダイオード温度センサにより検出できる。500 μm 厚の基板に対してマイクロブリッジの厚みを6 μm 程度とした場合には、基板から熱分離された局所加熱が可能となるため、熱時定数が20 msec.程度を有する高速応答のヒータが実現できる。また、温度センサとして用いるPN接合ダイオードについては、一定バイアス電圧を印加した状態で電流検出を行うことで、わずかな温度変化を高感度に検出することができる⁽⁶⁾。

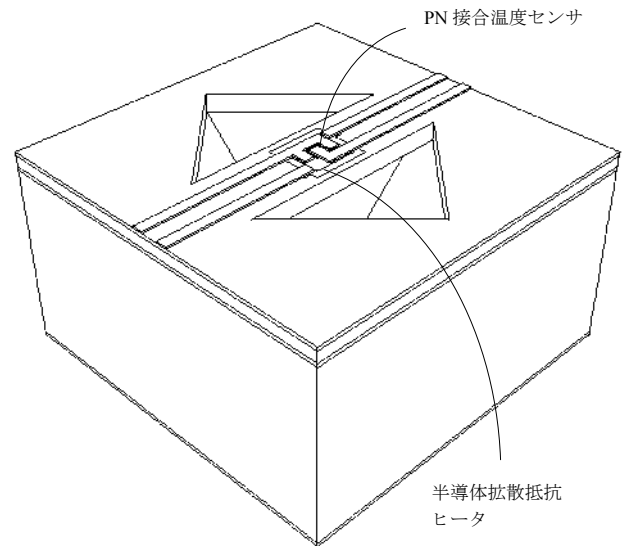


図6. 半導体拡散抵抗ヒータ及びPN接合ダイオードを搭載したマイクロブリッジの構造図

3.3 センサの検出回路 図7は加速度を検出するための回路で、X軸成分の検出部分を示したものである。ヒータの駆動方法としては、定温度制御方式を用いている。ダイオード D_{+x} 及びダイオード D_{-x} に一定バイアス電圧 V_B を印加した状態での温度出力に相当するダイオードの電流をオペアンプ $OP1$ 及びオペアンプ $OP1'$ によりそれぞれ電圧変換する。さらに一定温度に相当する電圧値 V_S を用いてオペアンプ $OP2$ 及びオペアンプ $OP2'$ においてヒータ R_{+x} 及びヒータ R_{-x} の温度制御をそれぞれ行う。 $+X$ 軸方向へ加速度を印加した場合、 $+X$ 軸方向のヒータ R_{+x} は温まり易いため V_x は小さくなり、 $-X$ 軸方向のヒータ R_{-x} は温まりにくいいため V_{-x} は大きくなる。したがって、 X 軸方向の加速度出力 $\alpha_x = V_{-x} - V_x$ は、減算回路 $OP3$ により検出可能となる。Y軸及びZ軸においてもX軸と同様に求めることができるので、これにより3軸加速度の検出が可能となる。

また、バイアス電圧 V_B は、順方向及び逆方向バイアスのいずれにおいても動作可能である。順方向バイアスでは、バイアス電圧を変化させることで感度可変な温度検出ができる。一方、逆方向バイアスでは、ヒータ温度 150°C 付近以上から、逆方向リーク電流をオペアンプにより電圧変換することで容易に検出可能である⁽⁶⁾。

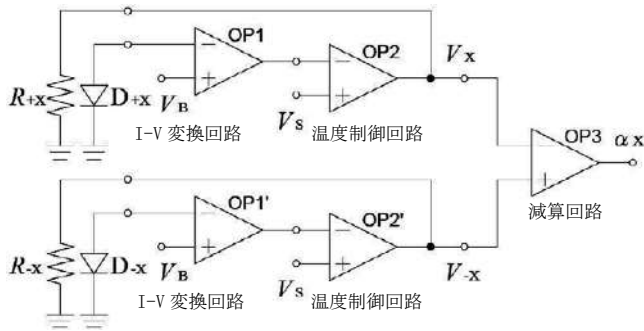


図7. 加速度検出のブロック図
(半導体拡散抵抗の温度が一定となるように制御)

4. まとめ

3軸感度が等しい熱型加速度センサの実現へ向けて3枚のSOI基板及び1枚のシリコン基板を張り合わせた新型センサの提案を行った。マクロモデルを用いたセンサの原理確認において、3軸傾斜センサとしての性能を得ることができた。また、半導体拡散抵抗をヒータとした場合、ヒータの抵抗値の非線形な温度依存性の影響を取り除くためには、定電流制御方式よりも定温度制御方式でヒータを駆動させたほうが望ましいことがわかった。

本センサは、車載のほか、携帯電子機器、ゲームの入力デバイス、ロボティクスセンサなど様々な分野において応用が期待できる。今後は、センサの普及へ向けた試作・検討を行う予定である。

(平成24年5月25日受付, 平成24年7月5日再受付)

文 献

- (1) V. T. Dau, D. V. Dao, M. Hayashida, T. X. Dinh and S. Sugiyama: "A Dual Axis Accelerometer Utilizing Low Doped Silicon Thermistor", IEEJ Trans. SM, Vol. 126, pp.190-194 (2006).
- (2) US-6182509: Accelerometer without Proof Mass
- (3) 特開 2005-351892: Z軸熱加速度計
- (4) 特願 2011-227936: 熱型加速度センサー
- (5) M. Kimura and K. Toshima: "Thermistor-like pn junction temperature sensor with variable sensitivity and its combination with a micro-air-bridge heater", Sensors and Actuators A, vol. 108, pp. 239-243 (2003).

論文

燃料電池の出力特性の測定と模擬出力制御

西澤 裕輔*¹⁾ 時田 幸一*²⁾ 重松 宏志*²⁾

Measure the output characteristics of the fuel cell, and simulating output control

Yusuke Nishizawa*¹⁾, Kouichi Tokita*²⁾, Hiroshi Shigematsu*²⁾

A fuel cell is a device that continuously generates electricity by reacting oxygen with hydrogen. Some companies have started to launch household and mobile fuel cells, and the market is expected to grow in the future. Although the development of a fuel cell itself requires a large budget and a lot of time and technology, small and medium-sized enterprises can enter the market of application products using a small and inexpensive mobile fuel cell. However, obtaining a mobile fuel cell is difficult because sales are limited and only samples are shipped. Also, developing such products is made harder by the large output fluctuations caused by temperature and humidity variations in the environment. We measured a mobile fuel cell in various hygrothermal environments, and simulated the output of a mobile fuel cell via a DC power supply with the aim of supporting the development of these products.

キーワード：モバイル燃料電池, I-V 特性, 模擬出力

Keywords：Mobile fuel cell, Current-voltage characteristic, Simulated output

1. はじめに

燃料電池は水素などの燃料と酸素などの酸化剤を継続的に供給し反応させることで、継続的に発電できる装置である。国内でも家庭用燃料電池やモバイル燃料電池の発売が既に開始されており、今後の市場拡大が予測されている。燃料電池そのものの開発には多額の予算と時間と技術が必要であり、中小企業が参入可能な市場は燃料電池の中でも小型・安価・小出力なモバイル燃料電池を用いた応用製品であると考えられる。しかし、モバイル燃料電池は限定的な販売やサンプル出荷しかされておらず入手困難である。また、使用環境の温湿度等による出力の変動が大きいいため、応用製品の開発が困難であると考えられる。

本研究では、モバイル燃料電池を対象として様々な温湿度環境下での出力特性を測定し、直流電源を制御して燃料電池の出力を模擬することで、モバイル燃料電池の応用製品開発を支援することを目的とした。

2. 燃料電池セルの測定

2.1 測定系 試験品として使用した燃料電池セルは学習キット用の1層PEFCで、電解質膜の面積はおよそ5.3cm²のものである。燃料極と空気極にそれぞれ水素と空気を供給すると発電し、逆にアノードとカソードに電圧を印加すると電気分解によって水素と酸素を発生する。この燃料電池セルを二つ用意し、一つは電気分解に用い、発生した水

素と酸素を二つ目の測定対象とする燃料電池に供給した。なお、発電に用いた水素は微量のため特にドラフトチャンバー等の排気装置は使用しなかった。測定にはエヌエフ回路設計ブロック製発電特性分析器As-510-Tを使用した。

2.2 電気化学特性測定 発電特性分析器とともにエヌエフ回路設計ブロック製周波数特性分析器FRA5097を使用して測定した結果を図1に示す。100mA 負荷をかけた状態から、振幅25mAの正弦波状に10mHzから100kHzまで負荷を変動させて掃引した。この測定結果をもとに発電特性分析器の等価回路推定ソフトウェアによって推定した。推定した等価回路のブロック図を図2に示す。等価回路の推定には10mHzから1kHzまでの測定結果を用いた。

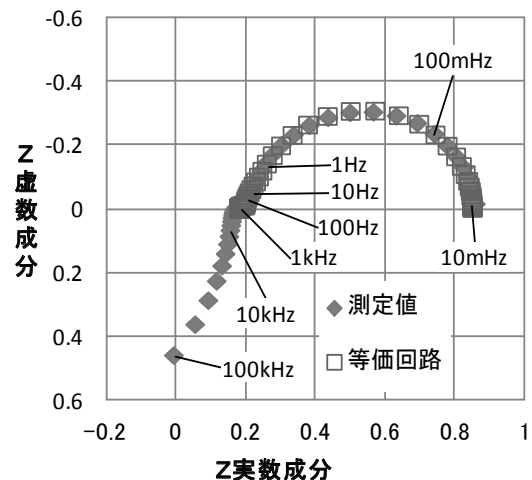


図1. 電気化学特性測定結果と推定した等価回路によるカーブフィッティング

事業名 平成22年度, 23年度 基盤研究

*¹⁾ 開発企画室

*²⁾ 電子半導体技術グループ

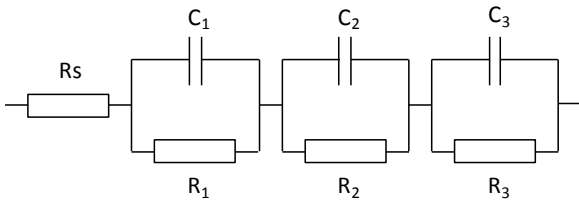


図2. 推定した等価回路のブロック図

$R_s=181.95\text{m}\Omega$, $R_1=612.72\text{m}\Omega$, $R_2=39.69\text{m}\Omega$, $R_3=17.72\text{m}\Omega$, $C_1=1.19\text{F}$,
 $C_2=1.66\text{F}$, $C_3=66.74\text{F}$

また、推定した等価回路から計算したインピーダンスを図1に同時に示す。実験値と計算値は推定に用いた範囲において良く一致した。

2.3 I-V 特性測定 発電特性分析器を使用した結果を図3に示す。測定は無負荷から10mAずつ負荷を増加させて掃引した。測定結果は、PEFCの典型的なI-V特性カーブとなった。

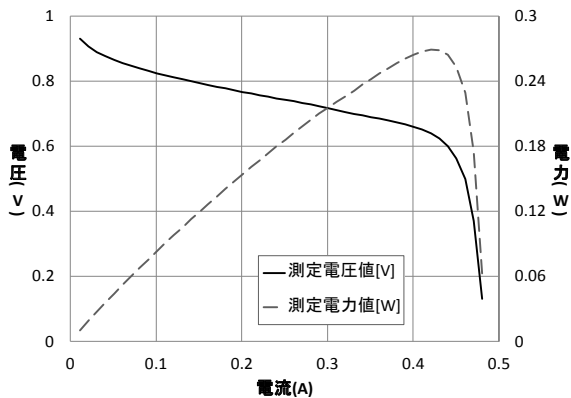


図3. 燃料電池セルのI-V特性測定結果

3. モバイル燃料電池の測定

3.1 試験品 本研究を行った平成22年4月～平成24年3月において国内で発売されているモバイル燃料電池は、T社製モバイル燃料電池及びA社製3W級マルチ電源の2製品である。しかし、前者は平成22年3月に販売終了していたため、後者についてのみ測定を行った。電気特性に関する仕様を表1に示す。

表1. 試験品仕様

本体最大出力	3.5W
本体定格電圧	5.2V
推奨使用温度範囲	15～35℃
燃料カートリッジ出力目安	1W以上×90分(25℃環境下)
燃料カートリッジ出力時間	1個につき約120分
燃料カートリッジ出力容量	1個につき約3Wh

3.2 測定系 試験品は水素化カルシウムを内包した専用の燃料カートリッジを本体に挿入し、付属の水を注水することで発電を開始する。発電が開始すると青色の出力ラ

ンプが点灯する。なお、製品仕様上発生した水素はほぼ全て発電に使用され、周囲に漏れることはないとされているため、特にドラフトチャンバー等の排気装置は使用しなかった。測定は、出力端子のUSB Aメス側コネクタに発電特性分析器を接続して行った。また、温湿度による特性を測定するために、試験品は環境試験器内に設置して測定を行った。

3.3 異なる環境条件におけるI-V特性測定 試験品の温度及び湿度による出力変動幅を確認するために、表2に示す環境下に、環境試験器を使用して本体、燃料カートリッジ及び付属の水を2時間以上さらしたのち、I-V特性の測定を行った。測定は無負荷から10mAずつ負荷を増加させて掃引した。また、条件毎に燃料カートリッジは交換し、測定条件毎に3回以上繰り返し行った。各条件で測定した結果のうち、容量が最大となった結果を代表値とした。この測定結果を図4に示す。測定した結果、試験品は、周囲温度が一定であれば高湿度の方が、高湿度であれば周囲温度が高い方がより容量が大きくなった。

表2. I-V特性測定環境

番号	温度(℃)	湿度(%RH)
①	10	15
②	10	90
③	25	10
④	25	50
⑤	25	98
⑥	40	5
⑦	40	98

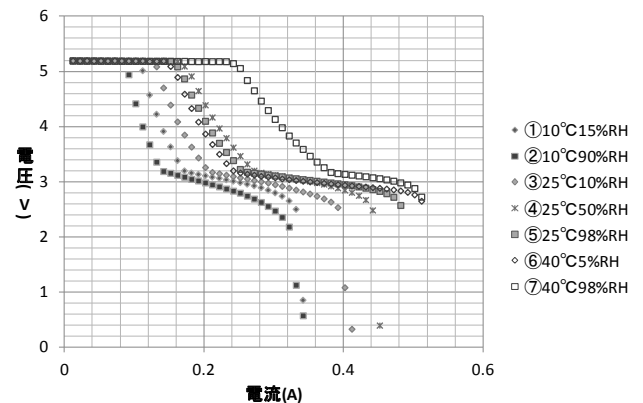


図4. 環境条件毎のI-V特性測定結果

3.4 繰り返しI-V特性測定 燃料カートリッジの仕様出力時間中の出力変動幅を確認するために、環境試験器を使用して表2の④に示す25℃、50%RHの環境下に本体、燃料カートリッジ及び付属の水を2時間以上さらしたのち、表1に示す燃料カートリッジ出力時間の間、繰り返しI-V特性測定を行った。測定は無負荷状態で1分経過後に10mAずつ負荷を増加させて掃引した。測定した結果のうち容量が最大となった結果と最小となった結果を図5に示す。測定し

た結果, 測定回数を重ねるごとに容量が減少していき, 最大容量時では約 0.2A から電圧降下が起きるが, 最小容量時では約 0.1A から電圧降下が起こり, 定格電圧以下となった。

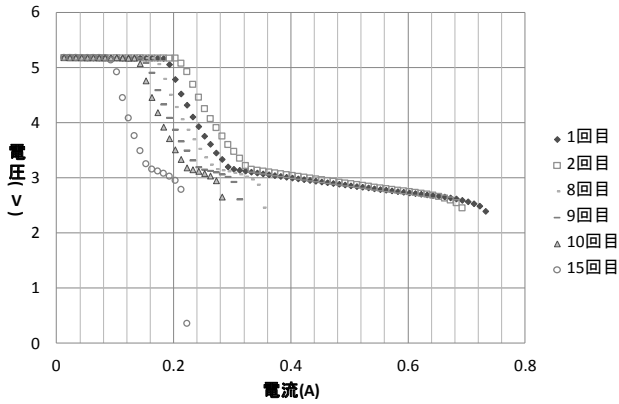


図 5. 繰り返し I-V 特性測定結果

3.5 異なる環境条件における立下り特性測定 試験品の温度及び湿度による立下り応答の変動幅を確認するために, 3.3 と同様の前処理を行い立下り特性の測定を行った。測定は無負荷状態で 1 分経過後に 100mA の負荷をかけた。負荷をかける 10 秒前からの測定結果を図 6 に示す。図 4 の測定結果から, 100mA の負荷をかけた場合, 表 2 の条件①及び②において電圧降下が起きると思われたが, 条件③及び⑥においても電圧降下が起きることを確認した。また, 容量が小さい場合, 無負荷から急激に負荷をかけた場合, I-V 特性測定の結果よりも容量が小さくなった。

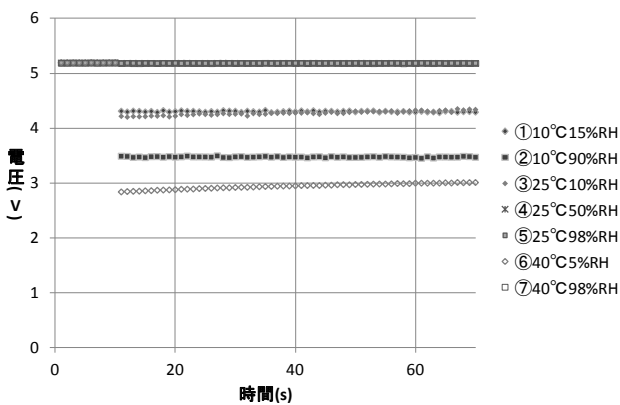


図 6. 立下り特性測定結果

3.6 異なる環境条件における立ち上がり特性測定

3.5 と同様に, 立ち上がり特性の測定を行った。測定は 100mA の負荷をかけた状態で 1 分経過後に無負荷状態とした。測定した結果, 全ての条件で開放電圧=定格電圧となった。I-V 特性測定結果と同様, 定格電圧以上にならないように電圧制限回路が組み込まれていると考えられる。

3.7 電気化学特性測定 2.2 と同様に試験品の電気化学特性測定を試みたが, 測定できなかった。これは, 試験

品に組み込まれた電子回路によるものと思われる。

3.8 連続負荷特性 一定の連続負荷を試験品の出力が終了するまでかけつづけた。試験環境は表 2 の③25°C, 10%RH とし, 負荷は定電流 100mA とした。結果を図 7 に示す。

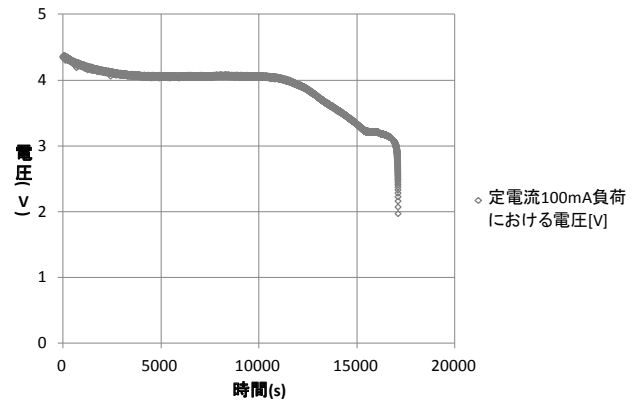


図 7. 定電流 100mA の連続負荷結果

4. モバイル燃料電池の出力模擬

4.1 機器構成 モバイル燃料電池の出力模擬は, エーディーシー製電圧/電流発生器 6244 を使用し, 電圧/電流発生器と PC を GPIB によって接続し, PC から National Instruments 製ソフトウェア LabVIEW 2010 によって制御プログラムを作成して行った。また, 負荷には菊水電子製電子負荷 PLZ164W を使用した。測定には, 横河メータ&インスツルメンツ製デジタルパワーメータ WT230 を使用した。電圧/電流発生器の制御は, 以下の手順で制御した。

- ① 出力模擬対象データの電圧及び電流値を表形式で読み込み
- ② 定格電圧を出力
- ③ 負荷の大きさによって電流値を制限
- ④ 出力電圧を電流値に応じた電圧値に制限
- ⑤ 上記③, ④を繰り返す

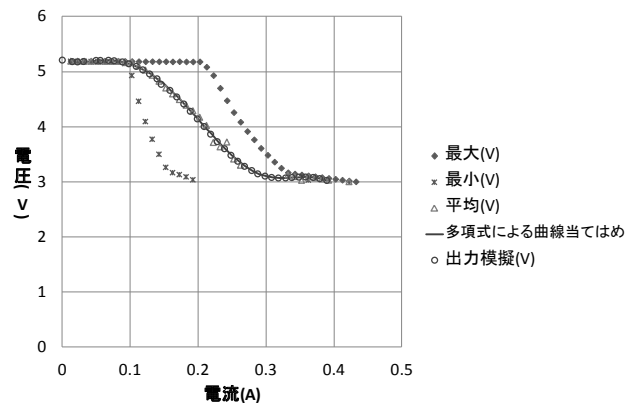


図 8. 多項式による曲線当てはめと出力模擬

4.2 出力模擬対象データ 3.4 繰り返し I-V 特性測定の結果から、3V 以上の値についての最大値と最小値の平均を取り、この平均結果について 9 次の多項式による曲線当てはめを行った。平均結果と得られた多項式での誤差は、最大 4%であったが、最小で、0.1%、誤差平均は約 1%であった。

4.3 出力模擬 4.2 で得られた多項式による出力模擬対象データをもとに、電圧/電流発生器と電子負荷を使用して出力を模擬した。この結果を図 8 に示す。出力模擬対象データと模擬出力結果は良く一致しており、その誤差は最大でも 0.2%で、誤差平均は 0.02%であった。

5. 考察

図 2 の推定した等価回路のブロック図の各要素は典型的な燃料電池の簡易モデルとは若干異なり RC 並列回路が多いが、 R_s は電極・集電体抵抗であり、 $R_{1\sim 3}$ と $C_{1\sim 3}$ による並列回路はアノード及びカソードの反応抵抗と電気二重層容量と考えられる。

図 4 の I-V 特性は、温湿度に比例して容量が大きくなっている。一般的な水素-酸素燃料電池の最大エネルギー変換効率は作動温度 80°C前後と言われている。また、プロトンの移動のために電解質膜は適度に加湿されている必要がある。これらの理由により、温湿度の高い方が、出力が大きくなっているものと考えられる。表 2 における①や②と⑦の結果では、定格電圧値で流せる電流量が 2 倍程度異なり、使用する環境によって容量が大きく異なることがわかった。

図 5 の I-V 特性は、測定を繰り返す毎に容量が小さくなっている。これは、水素ガスの圧力低下や、電解質膜の水分量が少ないこと等が理由と考えられる。また、1 回目と 2 回目の容量が逆転しているのは、燃料カートリッジにおける水素の生成が水素発生剤の偏りなどの理由で最大限生成できていなかった、電解質膜での余分な水分による水素ガスの拡散阻害（フラッディング）等の原因が考えられる。

図 6 の立下り特性は、図 4 の I-V 特性と比べて、定電流負荷に対する電圧降下量が大きくなった。これは、スイープに比べ急激に負荷をかけたことにより電極表面での反応物質や生成物の濃度差に起因する濃度損失が理由であると考えられる。

図 7 の定電流連続負荷結果は、容量約 1.9Wh となった。定格にあるとおり、5.2V、1W 以上の出力で 90 分の容量とすると、約 190mA の連続負荷で 90 分出力可能であると思われるが、100mA の連続負荷で約 4V まで電圧が低下し、3 時間程度は出力が安定していた。これは、湿度が低かったことと、繰り返し測定を行ったことによって試験品の劣化が理由であると考えられる。

図 8 の平均値についての多項式による曲線当てはめは、誤差平均を見る限りはある程度一致していると思われる。また、出力模擬結果の誤差平均は 0.1%未満と非常に小さい値となった。本研究では、曲線当てはめによる多項式から出力模擬対象データを作成したが、実際の測定結果を用い

ても、誤差の少ない出力模擬ができると思われる。

これらの測定は、全て同一の試験品を使用して行ったが、測定を重ねるたびに容量が徐々に小さくなっていった。燃料カートリッジの使用量は 11 個と少ないが、試験品の想定とは異なる負荷がかかっているため、燃料電池の劣化の進行が速くなっている可能性がある。

6. おわりに

市販のモバイル燃料電池についてその特定を測定し、直流電源を制御して、出力の模擬を行った。燃料電池は今後も様々な形で市場を拡大していくと思われるが、モバイル燃料電池の現在の主な使用方法は 2 次電池への充電であり、2 次電池との併用による運用が主目的である。今後はさらに開発が進み、様々なモバイル燃料電池で登場すると予想されるため、モバイル燃料電池の動向に注目しながら、本研究結果で得られた知見や技術を、中小企業への技術支援に役立てる。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 17 日再受付)

文 献

-
- (1)板垣昌幸:「燃料電池におけるインピーダンス解析」, 表面技術, Vol.58, No.3 pp.153-156(2007)
 - (2)板垣昌幸:「電気化学インピーダンス法」, 丸善 pp.59(2008)

論文

高エネルギーX線を集光する多段屈折レンズの性能向上と評価

河原 大吾*¹⁾

Development and evaluation of x-ray refractive lens for high-energy x-ray focusing

Daigo Kawahara*¹⁾

An x-ray compound refractive lens (CRL) is suited for high resolution imaging with hard x-rays. We produced several prototype CRLs by machining holes in polystyrene and aluminum rods. We exposed imaging plates, positioned at various distances from the lens end, to hard X-rays that had passed through the CLR. Using this method, we confirmed the refraction of the hard X-rays.

In this study, we improved the CRL and investigated the influence on x-rays; by machining a groove on a board we could increase the amount of transmitted x-rays. The developed CRLs obtained an increase in transmitted x-rays of 10-100times which is enough to be used in x-ray radiography. The focusing effects of the CRLs increased with decreasing x-ray energy.

キーワード：X線, 多段屈折レンズ, 高解像度イメージング

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

1. 背景と目的

非破壊検査において、X線透過像による内在欠陥評価は直感的な理解が容易なためよく利用されている。製品の小型化が進むにつれ、部品中の微小な欠陥を検査する需要は高まってきている。

解像度を高める方法としては発生させるX線のビーム径を小さくするマイクロフォーカスシステム等の技術が用いられているが、X線発生部が小さいほどX線発生時の熱による陰極の損耗が激しくなるため高エネルギーで透過力の高いX線を使用することが困難である。

近年、真空状態を必要としない極微細観察を目的として全反射や屈折を利用したX線レンズの開発が進められている⁽¹⁾。しかし、高エネルギーX線になるほど集光に向かわないX線の除去が困難になるなどの理由から高エネルギーX線に適用はされていない⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。

現在、X線に対する多段凹面レンズの適用はシンクロトロン等の加速器を用いて行われている。このとき用いられているX線はコヒーレントで扱いが容易であり、20~50keVと比較的低エネルギーのビームである。

多段凹面X線レンズを一般的な工業用X線管球を用いた透過試験に適用するためにはいくつかの課題がある。まず、工業製品の多くを占める金属製品を透過試験するためには100keV以上の高エネルギーで使用可能でなければならない。X線レンズは反射型、屈折型などが研究されているが、

高エネルギーX線への適用を考えると、凹面レンズを多段に重ね合わせる屈折型が適している。このときX線の屈折は高エネルギーX線になるほど小さくなるため、焦点距離の短縮が課題となる。また、一般的な工業用X線管球の発生するX線は放射状であり、散乱線等の集光に向かわないX線の影響低減がもうひとつの課題となる。

多段凹面レンズ適用時の焦点距離(f)は、凹面曲率(R)、レンズ重ね数(N)、屈折率(n)と次式の関係にある(図1)。

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

これらのX線レンズにおいて、レンズ凹面曲率・レンズ数等の設計を行い、集光度・焦点距離・集光するX線の透過率等について最適な設計を模索する。

また、一般のX線源から発生する放射状のX線について、レンズ中心近傍に入射するX線の中には集光に向かわない方向のX線も含まれる。それらは集光に向かうX線に比べてレンズ内の光路が長くなるため、レンズ材による吸収によ

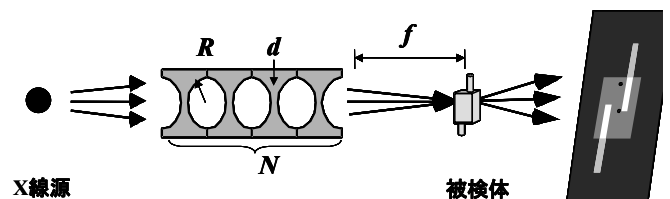


図1. 多段凹面レンズによる集光の概略

R: 凹面レンズ曲率, d: 凹面レンズ間距離, N: レンズ数, f: 焦点距離:

り直進成分の多いX線と比べて相対的に弱められると考えられる。

最終的には室内における実用を考え、焦点距離 100cm 程度、解像度 $100\ \mu\text{m}$ 以下の観察可能な系を、現行の透過試験で用いる実効 X 線エネルギー条件 (50~400keV) に適用する必要がある。これにより、依頼試験として従来請け負ってきた透過試験の幅が広がりより特殊なニーズに応えることができるかと期待する。実際、X線透過撮影試験においてより小さな欠陥の有無を判定したいという要望が毎年数件寄せられており、潜在的な要望はさらにあると思われる。また、加速器のような施設を必要としないため、一般の試験機関における透過試験や X 線マイクロ CT 試験においても同様の効果が期待できる。

これまでの研究において、X線の屈折と透過を利用して、凹面レンズを多段に配置することで集光度を高める X 線レンズの試作を行い、高エネルギー X 線の集光を検証してきた。しかし、試作したレンズにおいて透過する X 線の量が少なく、改良が必要であった⁽⁵⁾。

本研究では、凹面間距離の短縮を行うレンズ加工法の変更により、透過 X 線量の改善を行った。また使用する X 線エネルギーによる X 線のレンズによる集光度を調べた。

2. 実験方法

2.1 凹面間距離を短縮する多段凹面レンズの製作 過去に試作した丸棒に連続孔加工を施したレンズでは微小加工用工具の剛性の限界からレンズ凹面間距離が1mmとなり特にアルミニウムレンズにおいてX線透過撮影に用いるには透過X線量が不足した。

そこでレンズ凹面の加工法を、工具に負担の少ない板材への溝加工に変更した。レンズ材料にはポリスチレン、及びアルミニウムを用いた。

厚さ 3.1mm 及び 5.1mm、縦横 45mm×45mm の板材に、NC ボール盤を用いて溝底における残り板厚 (凹面間距離: d) が 0.1mm となるように断面曲率 (凹面曲率: R) をそれぞれ 3mm, 5mm として溝加工を施した (図 2)。これらを適宜枚数組み合わせることで多段凹面レンズとして用いた。レンズ凹面間距離は加工法変更前の 1/10 まで短縮することができた。

2.2 多段凹面レンズのX線透過率 試作した多段凹面レンズのX線透過率を測定して、過去に試作した多段凹面レンズ、及び一般的に透過撮影に用いられる付加ろ過板装着時の透過率と比較した。

図 3 のように X 線発生装置 (MG452: エクスロンインターナショナル社) に試作した多段凹面レンズを装着した。多段凹面レンズには曲率 3.0mm, または 5.0mm のアルミニウムレンズをそれぞれ 30 枚, 24 枚組み合わせることで用いた。凹面位置を揃えるためレンズ凹面方向を統一した。X 線照射条件と測定について、管電圧 100kV, 200kV, 400kV のそれぞれを、管電流 10mA で発生させ、その後方 300mm の位置で線量計 (RAMTEC1000D: TMC 社) を用いて多段凹面レンズを

透過した X 線量を測定した。測定した透過 X 線量から透過率を算出した。

比較対照として、過去に試作したポリスチレン及びアルミニウムの丸棒 330mm に、直径 5.0mm の連続孔加工を施した多段凹面レンズについて同様に透過 X 線量の測定を行い、透過率を算出した。この多段凹面レンズ中の孔数は 54 個、凹面間距離は 1mm であった。

また、実際の透過撮影時に用いる付加ろ過板との比較を行った。X 線エネルギー 100 kV, 200 kV, 400 kV に対して、

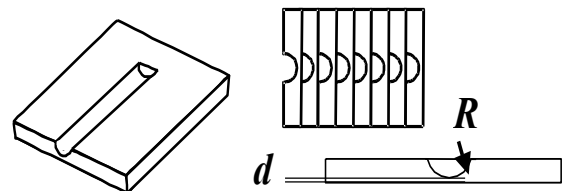


図 2. 凹面レンズ
R: 凹面曲率, d: 凹面間距離

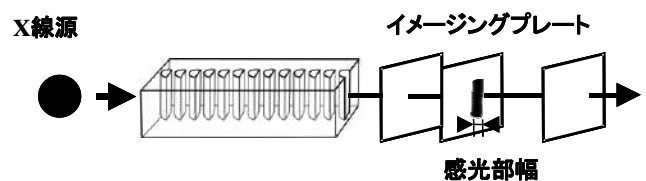
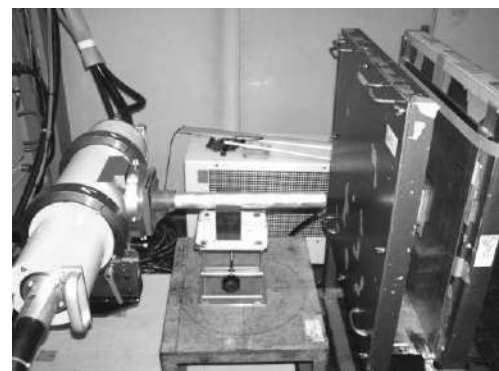


図 3. 多段凹面レンズの装着
多段凹面レンズを通過した X 線をイメージングプレートを用いて撮影する

多段凹面レンズの代わりに厚さ1mm, 2mm, 4mmの銅板を置き, 透過X線量を測定し, 透過率を算出した。

2.3 X線エネルギーと多段凹面レンズによるX線の集光

アルミニウム多段凹面レンズによるX線の屈折を確認するために, 多段凹面レンズを透過線量の測定時と同様にX線管に密着させて装着し, その後方のいくつかの距離にイメージングプレート(ST-VI型:フジフィルム社)を配置した。レンズを通過したX線によりイメージングプレート有感光させ, その感光部形状よりX線の屈折を確認した。

多段凹面レンズとして, 曲率5.0mmのアルミニウムレンズを20枚組み合わせ用いた。この時, X線発生焦点から多段凹面レンズ終端までの距離は250mmであった。

X線を, 管電圧30kV, 50kV, 100kVのそれぞれについて, 管電流3.0mAで発生させた。多段凹面レンズを通過したX線を用いて, レンズ後方800, 1000, 1300, 1800mmの位置でそれぞれイメージングプレートを1min感光させた。感光させたイメージングプレートを一定の条件で読み取り, 読み取り画像から感光部の幅をそれぞれ測定した。

また, 対照群として, 開口5mmの鉛コリメーターを, X線発生焦点からコリメーター終端が250mmとなるようにX線管に密着させて装着し, 1000, 1800mmの位置でそれぞれイメージングプレートを1min感光させた。感光させたイメージングプレートを一定の条件で読み取り, 読み取り画像から感光部の幅をそれぞれ測定した。

3. 結果と考察

X線管電圧と透過率の関係を図4に示す。多段凹面レンズのX線透過率は凹面間距離の短縮によって大幅に改善された。

加工法変更後のレンズにおけるX線透過率は, X線エネルギーの増加に伴って増加し, 管電圧100kVにおいても5%以上の透過率を得られた。X線透過の大きなポリスチレン材を用いた改良前のレンズとの比較では, 各管電圧条件において10から100倍に改善された。

X線の透過率 (I : 透過X線量, I_0 : 照射X線量) と厚さ (T) の関係は,

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu T} \dots (2)$$

となる。この時 μ はX線源弱係数で, アルミニウムの場合, 100keVの単色X線に対して厚さ1/10となれば約60倍の透過率となる。実際には一般のX線発生装置からは管電圧100kVでは, 最大100keVとなる連続エネルギーのX線が発生されている。このため厚さの減少による透過率の増加は単一エネルギーのX線の場合より顕著である。

X線撮影時に用いる付加ろ過板と多段凹面レンズとのX線透過率の比較では, それぞれのX線管電圧条件において両者の透過率は同程度であった。

図5に撮影地点のX線発生焦点からの距離と, 多段凹面レンズまたは鉛コリメーターを通過したX線によるイメージ

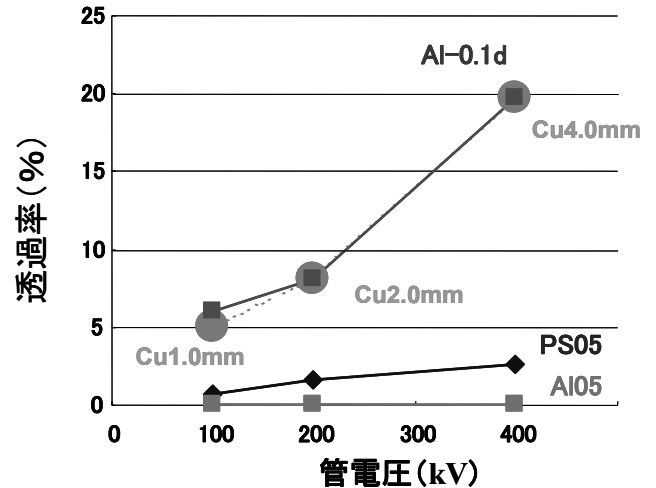


図4. 多段凹面レンズのX線透過率

Al-0.1d: 加工法変更後の凹面間距離0.1mmのアルミニウム多段凹面レンズ, PS05: 加工法変更前のポリスチレン多段凹面レンズ, Al05: 加工法変更前のアルミニウム多段凹面レンズ, Cu x mm: 厚さx mmの銅板

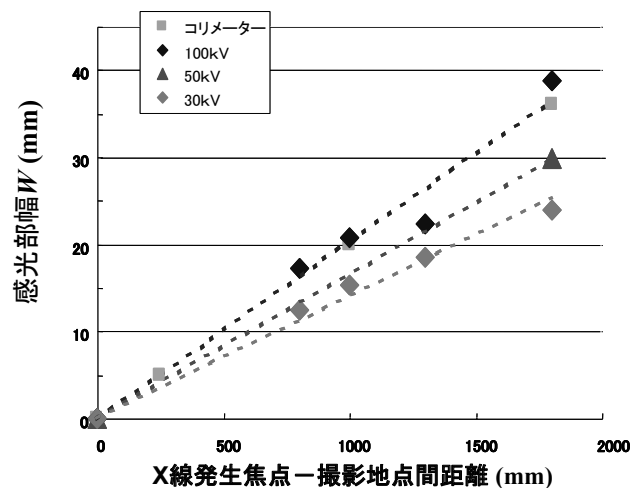


図5. X線管電圧と多段凹面レンズによる集光度の関係

コリメーター: アルミニウム製 開口5mm

ングプレートの感光部幅との関係を示す。

5mm幅の鉛コリメーターを通過したX線によるイメージングプレート感光部幅は, コリメーター終端であるX線発生焦点からの距離250mmの点で5mmであり, 距離の増加につれて幾何学的に増加した。

多段凹面レンズを通過したX線によるイメージングプレート感光部幅も, X線発生焦点からの距離の増加に伴い増加した。管電圧100kVでは感光部幅の増加傾向はコリメーター使用の場合と差が見られなかったが, X線エネルギーが小さいほど小さくなった。

管電圧が低いほど感光部幅の増加が小さくなるのは、X線の屈折はX線のエネルギーが高いほど小さくなることによると思われる。100kVのX線に対して、55段のアルミニウムレンズによる集光が認められなかった原因は、レンズ数の不足、あるいは集光に向かわないX線の影響であると考えられる。

今後の課題として、多段凹面レンズによる集光が確かめられたがレンズを通過したX線が焦点を結ぶためにはレンズ数を増やすと同時に効率よくX線を集光するレンズ設計が必要である。レンズ曲率、屈折率(レンズ部材)、レンズ数の集光度に与える影響を調べる必要がある。また、集光に向かわないX線の影響低減のための工夫が必要である。

4. まとめ

過去に試作した多段凹面レンズは凹面間距離が大きく、透過X線量が極めて微小であった。そこで多段凹面レンズの透過X線量を実際の透過撮影に用いられる程度に増加させるために丸底溝を有する板材の組み合わせとして多段凹面レンズを改良した。この変更により微小加工時の工具負担が低減され、凹面間距離を1/10倍まで短縮することができた。

凹面間距離短縮の効果を確かめるため、多段凹面レンズに対するX線透過率を測定した。加工法変更前の試作レンズ及び銅板に対するX線透過率も同様に測定し比較した。銅板は実際に透過撮影を行う際に試験品を透過しない弱いX線を除去する目的で使用する付加ろ過板を想定して厚さを決定した。加工法変更前のレンズに比べて、凹面間距離短縮された多段凹面レンズでは10から100倍のX線透過率が得られた。また、このX線透過率は銅板のX線透過率と同程度であり、実用範囲のX線透過率が得られたことが確かめられた。

多段凹面レンズの集光度をコリメーターとの比較によって行った。レンズまたはコリメーターを通過したX線を用いてイメージングプレートを感光させて、その感光幅を測定した。感光幅はX線発生焦点からの距離に伴い増大し、今回作成したレンズ数では拡大撮影に必要な焦点を結ぶには至らなかった。X線エネルギーが低いほど感光幅の増大は小さく、X線エネルギーとX線屈折率との関係を裏付けるものであり、多段凹面レンズの集光効果を示す結果となった。実際にレンズによる焦点を結ぶにはレンズ数を増やし、さらに効率よい集光のためのレンズ設計が必要である。

(平成24年5月18日受付, 平成24年8月30日再受付)

文 献

- (1) I. Snigireva, A. Snigirev: "High energy X-ray micro-optics", *C. R. Physique*, 9, pp.507-516(2008).
- (2) I. Snigireva et.al.: "High resolution imaging and lithography with hard x rays using parabolic compound refractive lens", *Rev. Sci. Instrum.*, 73(3), pp.1640-1642(2002).
- (3) I. Snigireva, J. Tummler, et. al.: "A microscope for hard x rays based on parabolic compound refractive lenses", *appl. Phys. Lett.*, 26(28), pp. 3924-3926(1999).
- (4) R. Tatchyn, R.H. Pantell, et. al.: "Cylindrical compound refractive x-ray lenses using plastic substrates", *Rev. Sci. Instrum.*, 70(9), pp.3545-3548(1999).
- (5) 河原大吾, 高田茂: 「X線の屈折と透過を利用した凹面レンズによる集光と高解像度イメージング」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, 第5号, pp.5-8 (2010)

論文

X線CT画像計測技術による上流技術支援システムの構築

紋川 亮*¹⁾ 中川 朋恵*¹⁾ 金城 康人*¹⁾ 桜井 昇*¹⁾ 永川 栄泰*¹⁾
 藤井 恭子*¹⁾ 横山 幸雄*²⁾

Construction of Support System on Upstream Technology with X-ray Computed Tomography

Akira Monkawa*¹⁾, Tomoe Nakagawa*¹⁾, Yasuhito Kinjyo*¹⁾, Noboru Sakurai*¹⁾, Yoshiyasu Nagakawa*¹⁾,
 Kyoko Fujii*¹⁾, Yukio Yokoyama*²⁾

The X-ray computed tomography (XCT) systems have been developed for digital engineering that support processes such as internal dimension measurement, density analysis, actual and designed shape comparison, and reverse engineering. However, it is difficult to acquire a CT image of an industrial product because the XCT image includes some errors. The cause of these errors is beam hardening, ring artifacts, quantum noise and dependency on the condition of accelerating voltage and current. The problem can be reduced by using the best imaging conditions. In this study, we investigated the best conditions of the nano-focus, micro-focus, and high energy XCTs by noting the difference of accelerating voltage and current at the surface of the samples. Also, we changed conditions for the newly introduced nano-focus x-ray CT device and hard x-ray CT device.

キーワード：X線CT，三次元形状計測，デジタルエンジニアリング，STL，CAD，データベース

Keywords：X-ray CT，Three-dimensional shape measurement，Digital engineering，STL，CAD，Database

1. まえがき

X線CT装置は、物体を様々な方向からX線で撮影した画像を再構成処理することで、物体の内部構造を含む3次元画像を得ることができる。これまで、このような特徴を利用して、金属部品や樹脂部品などの微細な内部欠陥（ボイドやクラック）の観察、電子部品の複雑な内部形状の計測や故障原因の解析に利用されてきた。最近、デジタル技術の進歩に伴い、X線CT装置をデジタルエンジニアリングシステムの核として利用する試みが始まっている。デジタルエンジニアリングシステムは、高機能CAD/CAMシステム、3次元造形システム、3次元計測システムを融合し、開発から製造までの効率化と高品質化を実現する技術である。これらの技術を組み合わせることにより、金型を作ることなく、試作・設計を繰り返し、短時間かつ低コストで商品を市場に送り出すことが可能である。本システムの導入により、正確かつ完全な生産・技術データを共有することが可能であり、開発のリスクを軽減することが期待される。

3次元計測システムとしては、デジタイザや、光切断法等が提案されている。これらの方法は、表面形状を正確に測定することが可能であるが、測定物の内部形状を測定することは極めて困難である。これらの測定法に対し、内部空間の有無を判別することができる超音波診断法も提案さ

れているが、この方法も内部形状を正確に把握することは難しい。X線CT装置は、内部構造まで把握できる唯一の3次元計測システムとして期待されている。得られたCT画像データは、STL形式に変換することによりCAD、CAE、3次元プリンターへ出力することができる。図1にCADデータとCTデータの差異を評価(CAT)したデジタルエンジニアリングの一例を示す。CADデータから造形装置で実像にした試料から、投影データ(CTデータ)を取得し、STLデータ化した。これらのデータをCATソフトにより立体的に照合することで、設計に対する製作誤差の解析に利用することができる。



図1.X線CTを利用したデジタルエンジニアリングの例

事業名 平成23年度 基盤研究

*¹⁾ バイオ応用技術グループ

*²⁾ システムデザインセクター

X線CT装置を3次元計測システムとして利用する場合、CTデータの測定精度をいかに向上させるかが鍵となる。CT画像は、測定条件や再構成過程においてアーチファクト(実際の画像とは異なる疑似画像)、ノイズ、ボケなどが発生するため、実際の試料と得られた画像に間に寸法上の差異がみられる。本研究では、それらのCT画像劣化因子を取り除くための測定条件と画像処理法をマイクロフォーカスX線CT装置により検討した。また、今後のデジタルエンジニアリングシステムの構築に向け、新規導入したナノフォーカスX線CT装置、高エネルギーX線CT装置において性能を比較した。

2. 実験方法

2.1 測定条件による画像劣化要因の低減 測定条件及び測定試料の材質・形状とCT画像の関係を観察するために、テストピースを作製した(図2)。テストピースにはアーチファクトが発生しやすいよう、X線吸収率が異なる素材を組み合わせた。(金属等のX線吸収率が非常に高い物質と、樹脂等のX線吸収率が低い物質が混在する場合、撮影方向によってX線通過距離が大幅に異なり、アーチファクトが発生し易い。)テストピース1は0.3mmのアルミと塩ビを交互に積層させたもの、テストピース2は0.3mmの銅と塩ビを交互に積層させたものを用いた。

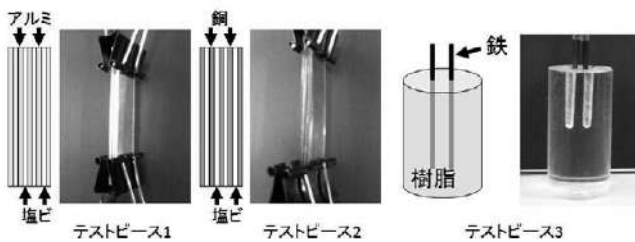


図2. テストピース1, 2, 3の写真と構造

CT画像は、X線の管電圧・電流、及び放出されるX線の線質調整用の金属フィルタをパラメータとし、評価した。管電圧60~160kV、管電流30~100 μ A、金属フィルタは1mm、2mmを用い、各テストピースでCT画像を取得した。

2.2 画像処理による画質向上 測定条件の最適化だけでは改善が難しい画像劣化の問題を解決するために、画像処理方法を検討した。画像処理は、アメリカ国立衛生研究所(NIH)で開発されたオープンソースである「Image J」を用いた。測定サンプルは、樹脂の中に鉄の棒を2本挿入したテストピース3を用いた(図2)。

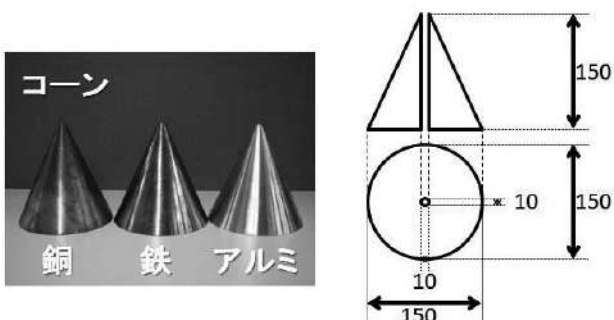


図3. テストピース4の写真と構造

2.3 各種X線CT装置の性能評価 高エネルギーX線CT装置における材料ごとの測定精度を評価するために、異なる材質の標準試料を作製した。銅、鉄、アルミの無垢金属を三角錐に加工し、中心部に直径10mmの穴を開けたものをテストピース4とした(図3)。大型X線CTの管電圧・管電流を430kV、1.6 μ Aの条件でコーンビーム撮影及びスライス撮影を銅、鉄、アルミのテストピースに対して行った。また、高エネルギーX線CT装置(東芝ITコントロールシステム社製TOSCANER-32251 μ hd)、マイクロフォーカスX線CT装置(東芝ITコントロールシステム社製TOSCANER-34500fd)、ナノフォーカスX線CT(ユニハイトシステム社製XVA-160 α)について、分解能を評価するため目の粗さが異なる4種のステンレスメッシュを作製し、テストピース5とした(図4)。

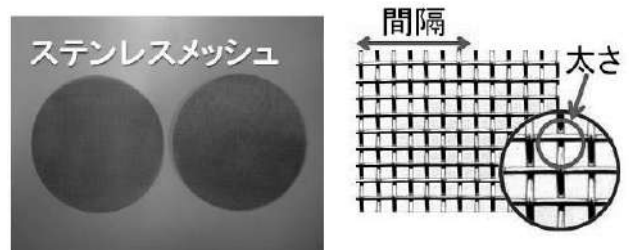


図4. テストピース5の写真と構造

3. 結果と考察

3.1 測定条件による画像劣化要因の低減 図5にテストピース1及び2における測定条件とCT画像の関係を示す。テストピース1の結果は、管電圧・管電流が100kV 30 μ Aの条件で、アーチファクトの発生を抑制し、アルミと塩ビの区別が可能であることを示している。管電圧を下げた場合(70kV 30 μ A)は、アルミと塩ビの区別がはっきりしなかった。一方、管電流を上げた場合と管電圧を上げた場合では、アルミと塩ビを明確に区別することはできるが、リング状の模様が発生した。これは、リングアーチファクトと呼ばれ、回転軸のずれや検出器の感度の不均一性に起因する。

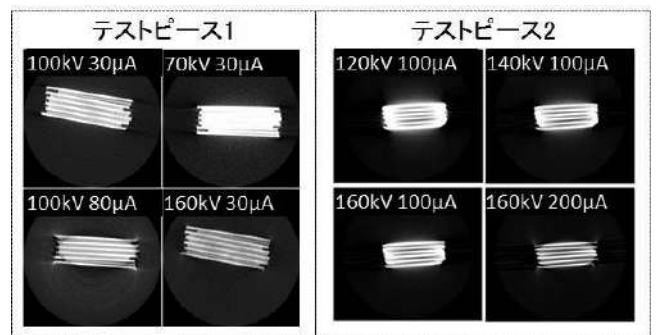


図5. テストピース1, 2における測定条件とCT画像の関係

テストピース2の結果は、いずれの条件においても、銅と塩ビを明確に区別することができないことを示している。さらに、試料とは関係ない部分に線状の模様が観察される。これは、メタルアーチファクトと呼ばれ、低X線吸

収率物質中に、高 X 線吸収率物質（金属）が点在する場合、撮影方向により X 線通過距離が大幅に異なる場合に発生する。テストピース 2 は、銅と塩ビ間の X 線吸収率の差が大きいためメタルアーチファクトが発生したものと考えられる。メタルアーチファクトは、X 線 CT における画像の再構成方法が、X 線吸収係数を一定と仮定しているため発生したと考えられる。

図 6 にテストピース 2 における金属フィルタの厚さと CT 画像の関係を示す。フィルタの厚さが 1 mm の場合、フィルタを用いないで撮影した画像（図 5）と比較して、リングアーチファクトとメタルアーチファクトの発生を軽減できた。しかしながら、銅と塩ビを明確に区別するには至らなかった。フィルタの厚さが 2 mm の場合では、リングアーチファクトの発生を 1mm の場合よりも抑制することができたが、メタルアーチファクトに関しては、1mm の場合とほとんど変化がなかった。これらの結果から、リングアーチファクトとメタルアーチファクトは、金属フィルタを X 線と試料の間に挟むことで軽減することが可能であることがわかった。これは、X 線の低エネルギー成分を除去することで、X 線の強度が弱まり、銅と塩ビ間の X 線吸収係数差が小さくなるためであると考えられる。

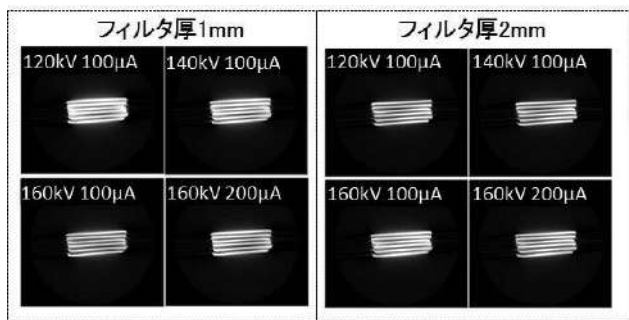


図 6. 金属フィルタの厚さと CT 画像の関係 (テストピース 2)

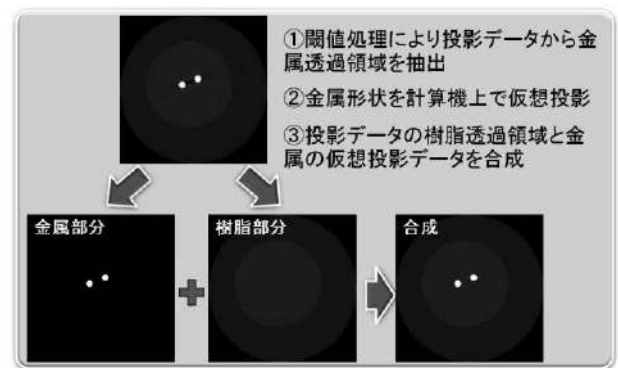
3. 2 画像処理による画質向上 メタルアーチファクトは、CT 撮影条件等のハードの条件改善だけでは回避できないことがわかった。特に樹脂などの X 線を透過しやすい物質の中に銅や鉄が異物として含まれているような試料の場合、メタルアーチファクトの発生により、異物の形状を正確に画像化することは難しい。そこで、この問題を改善するために、3 種類の画像処理法によるメタルアーチファクトの低減を試みた。

図 7 にそれぞれの処理方法と得られた画像を示す。1 つ目は、金属と樹脂の閾値の違いを利用した方法である。まず、閾値処理により投影データから金属透過領域を抽出し、得られた金属形状のみを仮想投影した。そして、投影データの樹脂透過領域と金属の仮想投影データを合成した。その結果、処理前の画像と比較して、金属間に観察された穴を除去することができた。

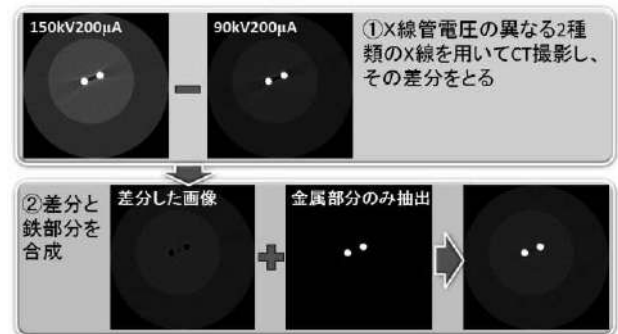
2 つ目は、異なる管電圧で測定した画像の差を利用した方法である。まず、150 kV, 200 µA, 及び 90 kV, 200 µA の異なる管電圧条件で CT 撮影をし、2 種類の投影データを得

た。次に、それらの投影データから差分画像を作成した。そして、差分画像に、閾値処理で得られた金属部分を合成し投影データを得た。この方法は、異なる管電圧で CT 撮影し、その差分から矛盾の少ない投影データを算出することができ、金属間に観察された穴を除去することができた。

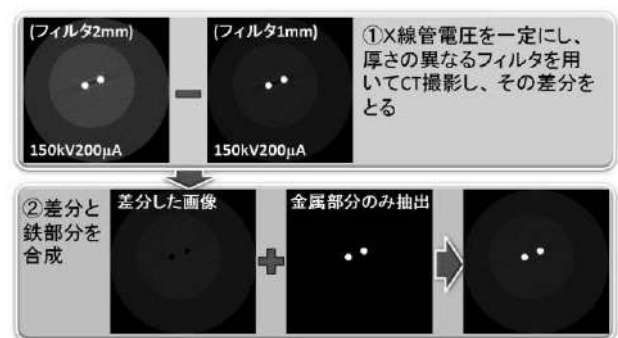
3 つ目は、異なるフィルタで測定した画像の差を利用し、その差分から矛盾の少ない投影データを算出する方法である。まず、150 kV, 200 µA の管電圧条件において、X 線の線質調整を行う金属フィルタを 1 mm 及び 2 mm で CT 撮影をし、2 種類の投影データを得た。次に、それらの投影データから差分画像を得た。そして、差分画像に域値処理で得られた金属部分を合成し、投影データを得た。この方法も、他の方法と同様、アーチファクトを除去することができた。このように、投影データを得た後に材料成分を分けることで、ハード面で改善できない画像劣化要因をソフト面で改善することが可能である。



(1) 閾値処理を用いた合成結果



(2) 異なる管電圧で測定した画像の差を利用した合成結果



(3) 異なるフィルタ厚で測定した画像の差を利用した合成結果

図 7. 画像処理による画質の向上過程

3.3 X線CT装置の性能比較 図8に高エネルギーCT装置によるコーンビーム撮影で得られたテストピース4のX線CT画像を示す。この結果は、鉄が厚さ5cm程度、アルミは厚さ15cm程度まで透過できることがわかった。銅はほとんど透過せず三角錐の上から2cm程度までしか透過できなかった。図9に、高エネルギーCT装置によるスライス撮影で得られたテストピース4(鉄)のX線CT画像を示す。1断面ずつ撮影するスキャン撮影では、撮影領域の上下にコリメータを線源側に設置した。これは、迷光などの余分なX線を除去し、アーチファクトの発生を低減するためである。スキャン撮影では、鉄の場合で約8cmまで透過できることがわかった。これは、コーンビーム撮影より1.6倍ほど透過能力が向上したことを示している。銅に関して、鉄の場合と同様、透過能力の向上が観察された。これらの結果から、スキャン撮影は、コーンビーム撮影と比べ撮影時間は要するが、透過能力を上げる方法として有効であることが明らかになった。

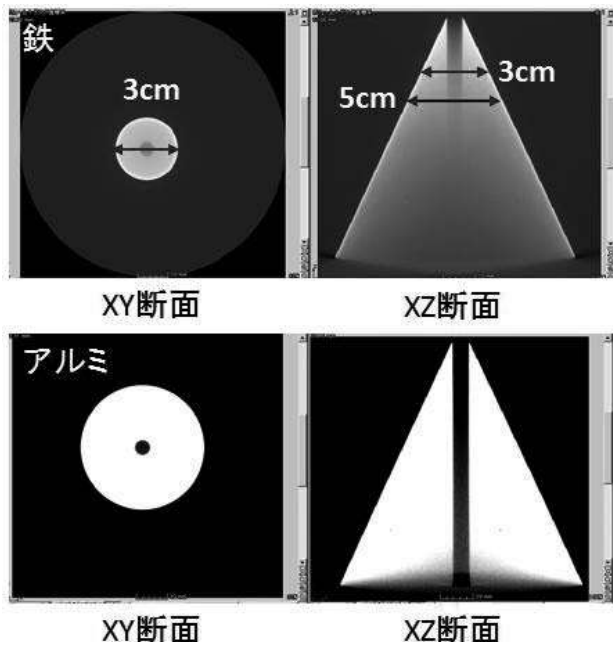


図8. テストピース4のX線CT画像(コーンビーム撮影)

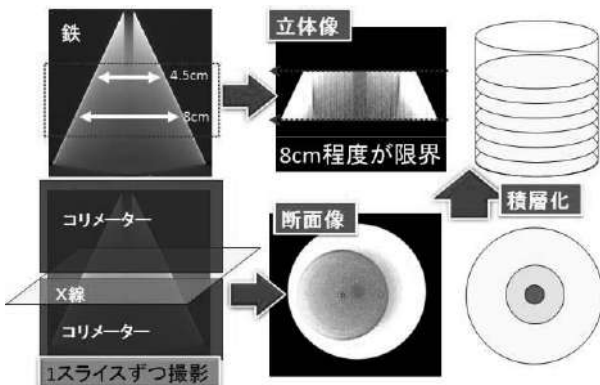


図9. テストピース5のX線CT画像(スライス撮影)

図10は、ワイヤの太さと格子間隔が異なる4種のステンレスメッシュを用い、高エネルギーX線CT装置、マイクロ

フォーカスX線CT装置及びナノフォーカスX線CT装置3機種でそれぞれ撮影したCT画像を示す。ナノフォーカスX線CTは、いずれのメッシュにおいてもCT画像を得ることができた。マイクロフォーカスX線CTでは、一番細かいメッシュにおいてCT画像を得ることができなかった。高エネルギーX線CTは、4種類すべてのメッシュにおいて、正確なCT画像を得ることができなかった。これらの結果から、それぞれの装置において、実際に測定可能な分解能を示すことができた。

	ナノフォーカス	マイクロフォーカス	高エネルギー
間隔=53μm 線幅=63μm		×	×
間隔=125μm 線幅=90μm			×
間隔=500μm 線幅=315μm			
間隔=1mm 線幅=560μm			

図10. テストピース5のX線CT画像

4. まとめ

本研究は、X線CT装置を3次元計測器として利用する際の問題となる測定精度を向上させるため、アーチファクトの発生を抑制する方法と除去する方法を示した。また、昨年、都産技研で導入したX線CT装置の性能を評価した。画像計測には良好なCT画像データを得る必要がある。そのためには、より精度の高いCTデータの取得が欠かせない。装置の性能限界を認識しつつ、ハード面での撮影条件の改善、ソフト面での改善を引き続き行い、円滑な依頼試験、機器利用に活かすことが重要である。また、CTと同様にデジタルエンジニアリング計測に有用なデジタルライザと組み合わせ、より高い精度を有したデジタルデータの取得方法の確立に取り組む。中小企業が製品化の際、手軽に設計・試作に取り組めるシステムを確立することで、製品化にかかる期間やコストの削減が期待される。

(平成24年5月18日受付, 平成24年7月6日再受付)

文 献

- (1)青野宏, 三和田靖彦, 岡田貴弘, 石井博行:「X線CTを活用した三次元形状計測とシミュレーション」, シミュレーション, 第23巻4号, pp.21-27(1994)
- (2)大滝誠, 伊澤昌俊, 森重功一, 浅川直紀, 竹内芳美:「X線CTスキャナを用いた3次元CADデータに基づく内部形状評価」, 精密工学会誌 Vol. 65, No.11(1999)
- (3)廣野哲郎, 西村征洋, 多田井修, 林為人:「マイクロフォーカスX線CT装置における階調値の精度の検証およびCT値への規格化について」, JAMSTEC Rep. Res. Dev., Vol 8, Nov., pp.29-36(2008)

論文

トリチウム濃縮のための多段型電解濃縮装置の試作

齋藤 正明*¹⁾ 今泉 洋*²⁾ 柚木 俊二*¹⁾ 永川 栄泰*¹⁾

Experimental multi stage solid polymer electrolysis cells for tritium enrichment

Masaaki Saito*¹⁾, Hiroshi Imaizumi*²⁾, Shunji Yunoki*¹⁾, Yoshiyasu Nagakawa*¹⁾

Hydrogen ions accompany water from the anode to the cathode in solid polymer electrolysis for tritium water enrichment. The conventional enrichment apparatus has a flow pass between the anode and the cathode to mix water continuously. When the flow pass is closed, the cathode shows constant tritium enrichment, while the anode does not show any tritium enrichment at all. In this study, a new system was assembled from eight-stage electrolytic cells and the tritium enrichment was examined. The results confirmed that the theoretical and multi-stage enrichment worked as expected, i.e. an enrichment factor of 1.2 per one stage cell and 4.7 for the eight stage cells.

キーワード: トリチウム, 重水, 濃縮, 多段セル, 固体高分子電解質

Keywords: Tritium, Heavy Water, Enrichment, Multi Stage Cells, Solid Polymer Electrolysis

1. まえがき

放射線監視など万全の安全策抜きに原子力エネルギー活用はあり得ないのが現実である。トリチウムは全国的に原子力施設周辺でモニタリングされてきている。最も漏洩しやすいトリチウム観測値が天然レベル値を超えなければ、他の放射性物質も漏洩していないだろうとする論理には妥当性がある。トリチウム水について、わが国では著者らの開発による固体高分子電解質膜(SPE)を利用する従来型SPE電解濃縮装置^{(1)~(8)}が普及し、放射線監視を住民の立場に立った天然レベルまで厳格化できた。

このような分析技術は、装置製造業、環境モニタリング産業など中小企業が低価格輸入品に対抗できる少量高付加価値産業技術と言える。

都産技研開発品である従来型SPE電解濃縮装置は電解質膜下部に設けられた通水孔を通して、試料水と濃縮水とが常に循環混合しつつ、軽水素成分の電解減容がなされてきた。この従来型装置は、計測容器 100 ml 特殊バイアルを用いた国産の計測器(液体シンチレーションカウンタ)1機種のみに適合するように開発されたものであり、構造上その最少濃縮量は約 60 ml であった。欧州圏からも高い関心が寄せられているものの、国際的に普及している計測水量の上限は 10 ml であり、一般型計数器を使用した場合、得られる濃縮水の5分の1しか利用できず、濃縮効果が低減してしまう。この問題を解決するために、一部改善を試み⁽⁹⁾、その後理論的解明⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾を進めた上で、本報では、従来型SPE電解濃縮

装置の限界(計測水量 40ml)を超え、汎用の液体シンチレーション装置(計測水量 10ml)に適合した多段型電解濃縮装置を試作し、その効果を実証する。

2. 理論

水は電解によって、酸素ガス及び水素ガスに分解し、水量が減少していく。このとき、軽水素水が優先的に分解する結果、水素の同位体である重水素²H及びトリチウム³Hが水中に取り残される現象が電解濃縮である。

高分子電解膜を用いたとき、水素イオンが水和水を随伴して陰極に移動することが知られていた。この際に、陽極でトリチウム濃縮水は生じず、陰極で一定濃縮倍率の濃縮水が得られること⁽¹⁰⁾、図1に示すように、軽水素イオン(プロトン)だけが水素結合ネットワークを通して高速で移動できることが水素同位体濃縮の本質であること⁽¹¹⁾を既報において明らかにした。トリチウム濃縮倍率は電解段数によって決定され、試料水量及び濃縮水量とは無関係に一定値となる。

この方式では約 1.3 倍にしかトリチウム濃縮されないことになるため、複数の電極を直列配置する多段電解によって、濃縮水の少容量化が達成できるものと推測した。1.3 倍の濃縮を n 段重ねれば、1.3 の n 乗倍の濃縮、例えば 12 段ならば 23 倍濃縮となる勘定である。さらに加えて多段型電解濃縮装置には次の(1)~(4)の利点が期待できる。

(1) 一定倍率の濃縮水が連続的に貯留され、必要量を採取することが可能で一般型の液体シンチレーションに適合できる。

事業名 平成 23 年度 基盤研究

*¹⁾ バイオ応用技術グループ

*²⁾ 新潟大学

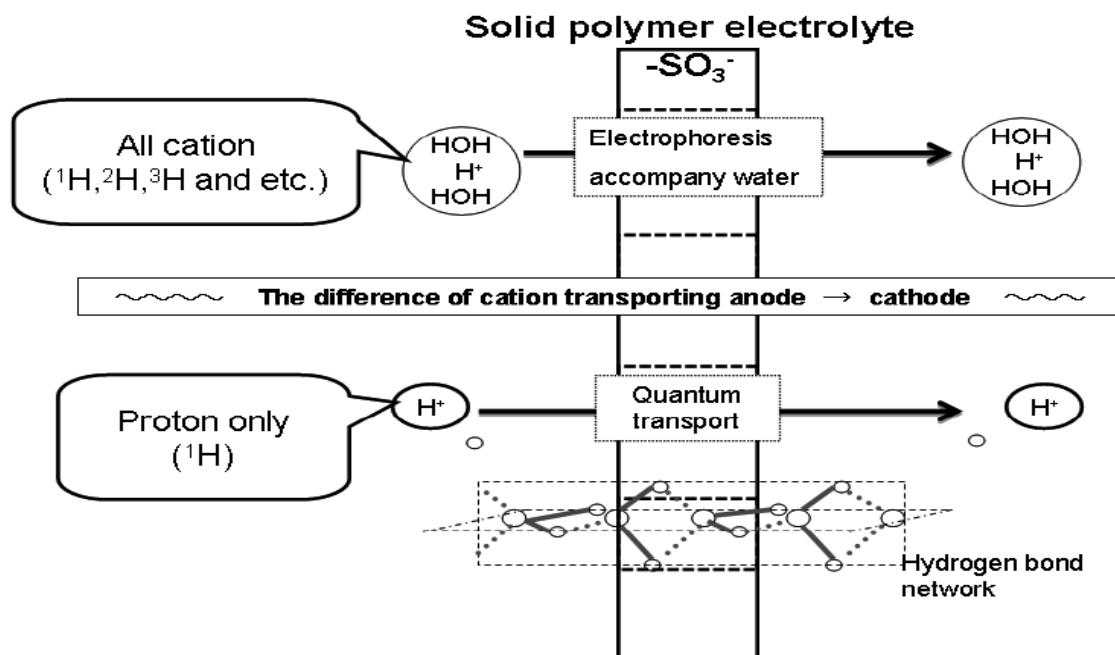


図1. 水和分子を随伴する陽イオン泳動経路と軽水素イオン限定の水素結合ネットワーク経路
陽極近傍で取り残された重水素、トリチウム濃縮水はすべて随伴水と共に陰極側に輸送される。

- (2) 電解段数を増加して、累乗で濃縮倍率を増加させることが容易である。
- (3) 開放型連続装置で、試料水の秤量操作が不要である。
- (4) 軽水素の分解がより効果的に行われ、トリチウム濃縮の効率が向上する。

3. 実験

3.1 構造 一つのセル単体を考えるとき、電解時に水和水を随伴したカチオンが陽極側からイオン泳動して、SPE膜を隔てた陰極側に随伴水が輸送される。この陰極室を次段の陽極室と接続しておく、各段セルにおいて同様に水の分解と輸送が行われ最終段の陰極室には一定濃縮倍率の濃縮水が連続的に貯留していく。

3.2 動作 試作した多段型電解濃縮装置は図2写真に示すように、4段の電解セルを2個直列し、セルユニットに各々直流電源、分解ガスチューブを接続したものである。

1段ユニットの断面図を図3左に示す。従来器で使用されてきた試料水リザーバタンクを廃止してセル内部で発生するガス成分が確実に分離される電極支持板を開発した。電極支持板の構造は図3中央の切断面図に示すように、表面に水の通り道となる上下方向の溝を有する厚さ5mmの円盤状で、

上部及び下部の表裏を貫通する開口部を通して水が循環できる構造⁽¹³⁾になっている。図3右側拡大図に示すように、分解ガス気泡の上昇を駆動力として、電極裏側に回った水が気泡の上昇ベクトルと水の下降ベクトルが逆向きとなる位置に排ガス管が配置されている。水位センサと組み合わせた電源がON-OFFする自動制御によって気液分離点を一定水位に保ち、水の噴き出しや電極室が空になるのを防止し、気液分離を確実にする。

図3左の1段ユニット断面図に示すように、水位を検出するための外管を設け、下部に洗浄用の排水ドレインを併設した。このドレインから試験のための濃縮水を採取することができる。セル毎に前段から供給される水量当量以上の電流で電解し、水位がセンサ位置を下回った時に電解を休止し、水位の上昇を待つことで全体のシステムの調和が保たれる。

トリチウム測定は液体シンチレーションカウンタ Aloka社 LB5によるβ線計測によって定量した。重水素及び重酸素測定は株式会社SIサイエンス杉戸事業所に委託し、²H,¹⁸O equilibration method 質量分析計(Thermo Fisher Scientific model DELTA plus XL)による同位体計測によって定量した。

4. 結果

4.1 動作 多段電解動作において，定水位コントロール動作は期待通りに制御され自動運転できた。懸念されたセルから試料水の吹き出しは生じなかった。しかし，各セルが歩調を合わせる動作のために，ある段のセルが休止モードに入ると，濃縮水が次段に送られずに次段セルも休止状態になり，結局後段のセルほど休止状態が長くなることになった。

4.2 電解濃縮性能 電解セル段数に対する累積倍率の変化は理論的に対数縦軸で直線関係となる。一段毎にドレインから濃縮水を採取し，濃縮倍率の実測結果を電解段数に対してプロットし，図4に示す。縦軸はトリチウム ^3H ，重水素 ^2H ，及び重酸素 ^{18}O の濃縮倍率 Z の対数值である。測定誤差 2σ は図中プロットのサイズの内であった。以下に ^3H ， ^2H 及び ^{18}O の濃縮倍率の変化を整理する。

- (1) トリチウム濃縮倍率 $^3\text{H}/\text{H}$ 及び $^2\text{H}/\text{H}$ は電解段数に比例して増加した。
- (2) トリチウム ^3H と重水素 ^2H 間の違いは小さくなく，プロトン ^1H との違いが大きかった。
- (3) 酸素 ^{18}O には濃縮効果が認められなかった。

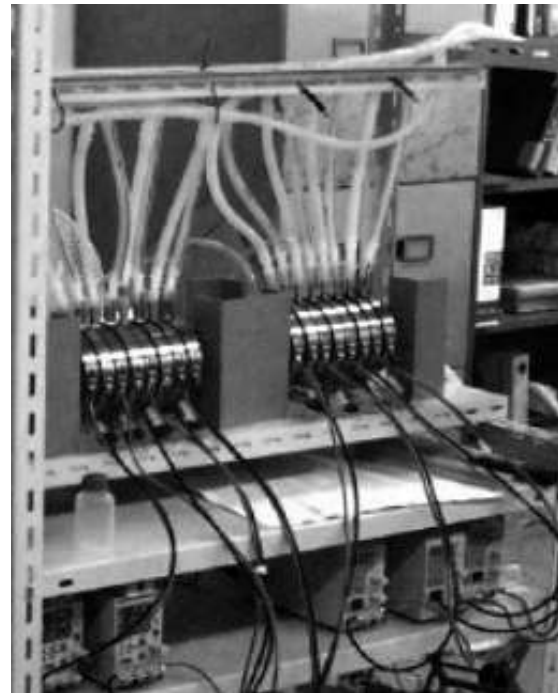


図2. 多段型 SPE 電解装置 (4段セル×2)
分解ガス排出チューブ (上部)，電解セル (中部)
及び電解電源 (下部)

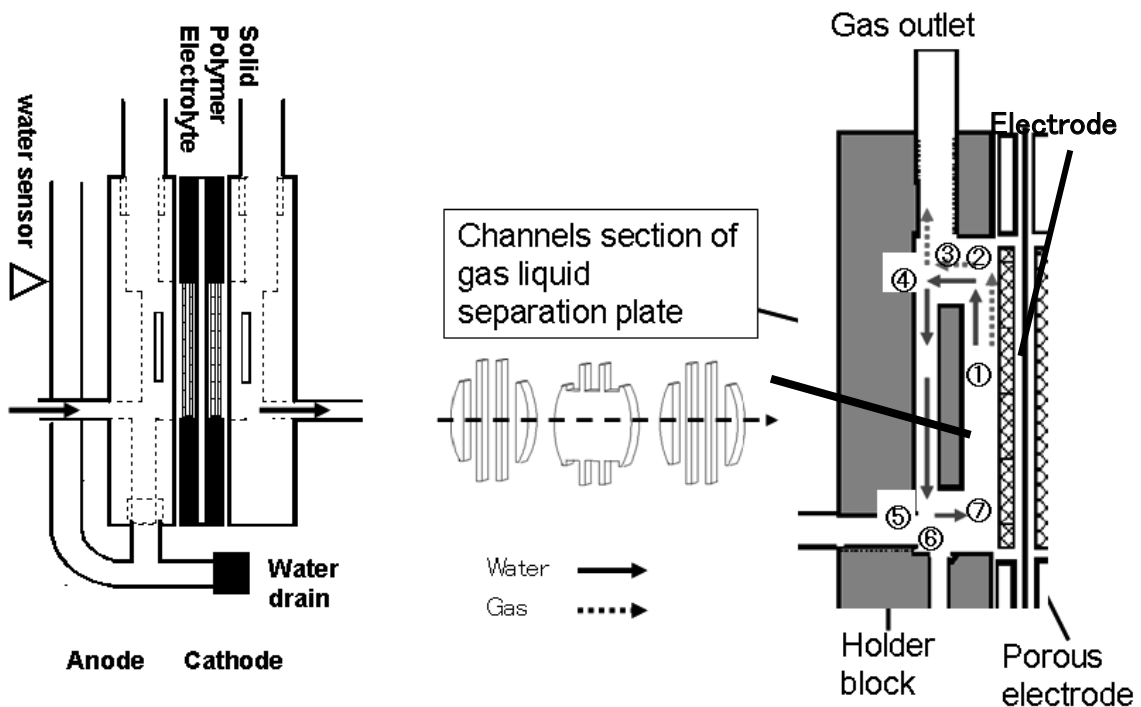


図3. 電解セルユニットの構造
1段セルユニット断面図(左)，陽極部拡大図(右)及び電極支持板断面図(中央)
試料水の流れ：Electrode①→②→③→upper separation plate④→⑤→⑥→⑦→①

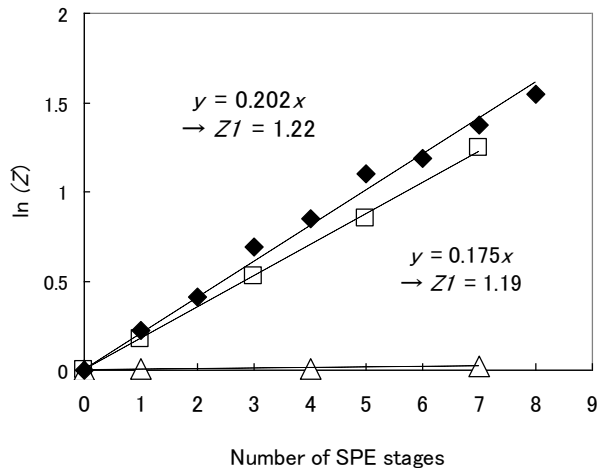


図4. 電解セル段数と同位体濃縮倍率 Z

◆: $^3\text{H}/^1\text{H}$, □: $^2\text{H}/^1\text{H}$, △: $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$

Z1 は直線の傾きから算出した 1 段当たりの濃縮倍率

以上はプロトン分解だけが優越した結果生じたことを物語っており、既報⁽¹¹⁾で考察したトリチウムの電解濃縮現象が水素結合ネットワークによるプロトン限定の固有伝導であることを実証、補強する結果となった。

^3H は放射線計測、 ^2H 及び ^{18}O は質量比計測など測定対象も測定者も異なったにもかかわらず、各実測点は理論直線上に乗った。定量的には、1 段濃縮倍率が $Z = 1.22$ であり、8 段累乗値 4.9 と推算されるところ、実測値は $Z = 4.7$ で、理論予想通り一致が認められたものとみなせる。

5. 考察

トリチウム濃縮倍率実測値は 1 段で $Z = 1.22$ 、8 段で $Z = 4.7$ であった。図 4 の直線関係から 12 段では $Z = 9$ と予測される。ところで、既報⁽¹⁰⁾では 1 段で $Z = 1.30\text{--}1.38$ を得ており、12 段にすれば $Z = 23$ 以上が期待された。本報との一段濃縮倍率の違い約 0.1 ポイントは同型番ながら、ナフィオン膜製造上の品質のバラツキに起因する随伴水量の違いと推定した。ただし、同位体濃縮は著者ら独自の転用であり、ナフィオン膜は海水淡水化、化学工業での物質精製、固体高分子形燃料電池用途に製造、品質管理されている。

膜の違いについて、水循環型の従来器では次のような理由から濃縮倍率の違いとして顕在化しにくかったものと考えられる。従来器では、多段電解の観点から眺めて、一定水量値に達するまで電解が繰り返されることになる。例えば、膜品質のバラツキで濃縮倍率が低い装置となってしまった場合でも随伴水の増加は電解の繰り返し回数の増加で補償され、最終濃縮水量が同じとなることで、1 段当たりの濃縮倍率の違いが結果に顕在化しにくかったものと考えられる。

多段電解濃縮装置では一段当たりの濃縮性能が累積的に影響するので、水素結合ネットワークが主体となるような、電解膜の濃縮性能向上と品質管理がとりわけ重要であろう。

6. 結論

従来のトリチウム濃縮装置の通水孔を塞ぐと、陽極側は濃度変化せず、陰極側で一定倍率の濃縮水が得られた。複数の電極を直列配置すれば濃縮倍率の累乗で増加する、という仮説を立て、多段電解濃縮装置を試作し、各段毎の電解濃縮効果を検証した。

水素結合ネットワークによるプロトン ^1H 限定の量子伝導が電解濃縮現象に寄与し、トリチウム ^3H と重水素 ^2H の違いよりも ^1H との違いが異常に大きいこと、重酸素 ^{18}O には濃縮効果が認められないことが明らかとなった。

^3H 濃縮倍率及び ^2H 濃縮倍率は電解段数の累乗で増加し、1 段当たり 1.2 倍の実測値から予想された定量値通り、8 段目で 4.7 倍の多段電解濃縮効果を確認できた。

多段型電解濃縮装置は、電解段数によって濃縮倍率を増加させることが可能であり、試料水の秤量操作が不要で濃縮水量に依存しないため、汎用計測機種に対応し市場が広がる。また、開放型連続系であり、例えば、無人海上基地に設置して海水の連続モニタリング用途など新たな展開が期待できよう。

(平成 24 年 5 月 25 日受付, 平成 24 年 7 月 17 日再受付)

文 献

- (1) 斎藤正明, 高田茂, 島宗孝之, 錦 善則, 清水秀人, 林 貴信: 「固体高分子電解質を用いたトリチウム電解濃縮」, RADIOISOTOPES, Vol.45, pp.285-292 (1996)
- (2) 斎藤正明, 林 貴信, 錦 善則, 島宗孝之: 「重水素の濃縮方法及び装置」特許 第 3406390 号(2003)
- (3) 斎藤正明, 高田茂: 「固体高分子電解質方式トリチウム自動濃縮装置の開発」, RADIOISOTOPES, Vol.45, pp.483-490 (1996).
- (4) 斎藤正明: 「重水素の濃縮度算出決定方法とその装置」特許 第 3748304 号(2005).
- (5) 池田長生, 斎藤正明, 徳山秀樹, 野口宏, 久松俊一, 宮本霧子, 渡辺均: 「放射能測定法シリーズ 9 トリチウム分析法」, 文部科学省 (2002 年 7 月)
- (6) 地下水ハンドブック編集委員会編: 「改訂 地下水ハンドブック」, 建設産業調査会(1999 年 11 月) 7.2.2 トリチウム ^3H
- (7) 久松俊一, 斎藤正明, 宮本霧子, 渡辺均: 「トリチウム分析法解説」, 日本分析センター (2000 年 3 月)
- (8) トリチウム濃縮装置, http://www.permelec.co.jp/products/pro_tori.html
- (9) M.Saito: "Enrichment reliability of solid polymer electrolysis for tritium water analysis", J. Radioanal. Nuclear Chem., Vol.275, pp.407-410(2008).
- (10) 斎藤正明, 今泉洋, 加藤徳雄, 石井吉之, 関谷喜史: 「固体高分子電解における陰極側と陽極側のトリチウム濃縮比較」, Electrochemistry, Vol.77, pp.370-372(2009)
- (11) 斎藤正明, 今泉洋, 加藤徳雄, 石井吉之, 斎藤圭一: 「トリチウム濃縮率と随伴水量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」, Electrochemistry, Vol.78, pp.597-600(2010)
- (12) 斎藤正明, 今泉洋: 「多段式トリチウム濃縮装置及びトリチウム濃縮方法」, 特開 2010-006637 (2010), PCT JP2009 061393 (2009)
- (13) 斎藤正明: 「トリチウム濃縮電解の給電体支持板」, 特願 2011-260878 (2011)

論文

液体シンチレーションカウンタによるガソリン中のバイオエタノール濃度の計測に及ぼす着色料の影響

柚木 俊二*¹⁾ 齋藤 正明*¹⁾ 永川 栄泰*¹⁾

Influences of fuel dyes on determination of bioethanol content in gasoline by liquid scintillation counting

Shunji Yunoki*¹⁾, Masaaki Saito*¹⁾, Yoshiyasu Nagakawa*¹⁾

We demonstrated the advantage of blue dye over red dye for the determination of bioethanol content in gasoline by the direct measurement of liquid scintillation counting (LSC). Simulated gasoline containing biofuel was prepared from bioethanol (10 and 25%), petroleum benzene, and Solvent Red 26 or Solvent Blue 35 (at concentrations of 2.5, 25 and 250ppm) as fuel dyes. The bioethanol content was determined precisely in the simulated gasoline containing the blue dye at a concentration for practical uses since the color quenching was corrected using the external standard method. On the other hand, the bioethanol content was overestimated in the red simulated gasoline. The overestimation was due to the stronger color quenching than that seen with the blue. The advantage of blue dye enables us to distinguish bioethanol-blended gasoline by its color and determine the bioethanol content by LSC.

キーワード：バイオ由来含量, バイオエタノール, 液体シンチレーション, 放射性炭素, ガソリン

Keywords : Bio-based content, Biofuel, Bioethanol, Liquid scintillation, Radiocarbon, ¹⁴C, Gasoline

1. 緒言

バイオエタノールを3~25%含んだガソリン(E3~E25と呼ばれる)の利用が世界的に普及しつつある。自動車燃料としてバイオエタノール混合ガソリンを用いると化石燃料の使用が減り、温室効果ガスの排出を削減できる⁽¹⁾。

バイオエタノール混合ガソリンの利用を促進するために、ガソリンに含まれるバイオエタノールの判別と定量を簡便に行う方法が求められている。バイオエタノールと化石燃料由来のエタノールは化学的に等価であるため、これらの区別にはバイオマス由来炭素に僅かに含まれる放射性炭素¹⁴C(半減期5730年)を計測するしかない。ガソリンのような液体試料を分析する場合の¹⁴C計測装置としては、液体シンチレーション計測(LSC)が有用である。

しかし、LSCによる¹⁴C計測の定量性は試料の着色により生ずる‘色クエンチング’によって損なわれることが知られている。無着色ガソリンに含まれるバイオエタノール濃度をLSCで定量できることは既実証されているが⁽²⁾⁽³⁾、国内で流通する赤色もしくは橙色のガソリンにバイオエタノールを添加した試料をLSCで直接計測しても、バイオエタノール濃度が正しく求められない⁽⁴⁾。そこで都産技研は、世界に先駆けて、着色されたE3ガソリンから水抽出により

得られる無色のバイオエタノールをLSC計数試料として、バイオエタノール濃度を定量する方法を開発した^{(4)~(6)}。

本研究では、ガソリンを脱色せずにLSCで直接計測してもバイオエタノールが正確に求められる色があることを実証する(なお専門用語の説明を論文末尾に付記した)。

2. 実験

2.1 赤色及び青色模擬ガソリンの調製 石油ベンジン(和光純薬工業)にバイオエタノール(エタノール99.5, 和光純薬工業)を10及び25wt%混合し、模擬E10及びE25ガソリンを調製した。模擬ガソリンを赤に着色するため、Solvent Red 26(シグマアルドリッチ)を2.5, 25, もしくは250ppm添加し、合計6種類の赤色模擬ガソリンを調製した。同様に、Solvent Blue 35(シグマアルドリッチ)を用いて合計6種類の青色模擬ガソリンを調製した。模擬E10ガソリンの外観を図1に示す。着色料の実用レベル濃度は

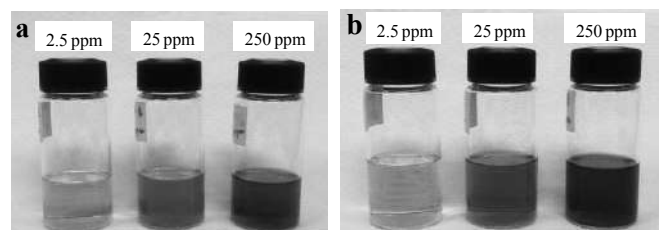


図1. 模擬E10ガソリンの外観
a及びbはそれぞれ赤色及び青色模擬ガソリンを示す。
図中の数値は着色料の濃度を示す。

事業名 平成23年度 科学技術振興機構 A-STEP 探索ステージ
*¹⁾ バイオ応用技術グループ

表 1. 着色模擬ガソリン及びバックグラウンド試料の LSC 計測結果

模擬ガソリン				LSC 計測データ						
試料名	ベース	着色料		サンプル					バックグラウンド	
		色	濃度 (ppm)	計数率 (cpm)	tSIE	正味 計数率 (cpm)	計数効率		計数率 (cpm)	tSIE
							外部標準法 (%)	実測値 (%)		
R-E10-2.5	E10	赤	2.5	6.64	377	3.15	77.9	77.6	3.49	407
R-E10-25		赤	25	5.88	145	2.48	48.0	61.1	3.40	138
R-E10-250		赤	250	2.13	0	-0.18	9.0	N.D.	2.31	0
R-E25-2.5	E25	赤	2.5	11.2	264	7.69	74.5	75.8	3.49	407
R-E25-25		赤	25	8.55	95	5.15	12.2	50.7	3.40	138
R-E25-250		赤	250	2.22	0	-0.09	9.0	N.D.	2.31	0
B-E10-2.5	E10	青	2.5	6.88	362	3.32	80.7	81.8	3.56	472
B-E10-25		青	25	6.66	341	3.39	79.3	83.5	3.27	438
B-E10-250		青	250	6.26	189	3.00	65.6	73.9	3.26	230
B-E25-2.5	E25	青	2.5	11.5	316	7.97	78.0	78.5	3.56	472
B-E25-25		青	25	11.1	287	7.85	76.2	77.3	3.27	438
B-E25-250		青	250	10.5	150	7.22	58.6	71.1	3.26	230

図 1 に示す赤色模擬ガソリンの 2.5 から 25 ppm の間に相当する濃さである。

2. 2 バックグラウンド試料及びバイオエタノール標準試料の調製 バイオエタノールを含まない無着色、赤色、及び青色模擬ガソリンを調製し、バックグラウンド試料とした。着色料を含まない模擬 E10, E15, 及び E25 ガソリンを調製し、バイオエタノール標準試料とした。

2. 3 吸収スペクトルの計測 分光光度計 (UV-3100S; 島津製作所製) を用いて、模擬ガソリンの波長 300~700 nm の間の紫外 - 可視 (UV-VIS) 吸収スペクトルを測定した。

2. 4 LSC 計測 試料を LSC 計数バイアルに 5 g 加え、総容量が約 15 mL になるように液体シンチレータ (Scintisol AL-1, 同仁化学研究所) を加えて良く混合した。LSC 装置 (Tri-Carb 3180 TR/SL; パーキンエルマー社製) を用いて、 ^{14}C normal counting mode でバイアル中の ^{14}C 量を計測した。各試料を 500 min 計測し、計数率 (counts per minute; cpm) を得た。

2. 5 計数効率の測定

(1) 外部標準法による計数効率の測定 本装置にはクエンチング補正のための外部標準線源として ^{133}Ba ガンマ線源が内蔵され、外部標準法として tSIE(transformed spectral index of external standard)法を用いて計数効率が求められた。外部標準法とは、クエンチングの無い試料にガンマ線を照射して得られるコンプトン電子のエネルギースペクトルを対照として、未知試料から得られるスペクトルの減衰から未知試料のクエンチングを見積もる方法である。エネルギースペクトルの強度は tSIE 法によるフィッティングにより数値化される。クエンチングがゼロの場合の tSIE 値が 1000 となり、クエンチングが強くなるにつれて小さくなる。tSIE 値から未知試料の計数効率を求めるため、壊変率が既知で化

学クエンチングの程度が異なる標準試料から得た計数効率と tSIE 値の関係式 (クエンチカーブ) が作成される。

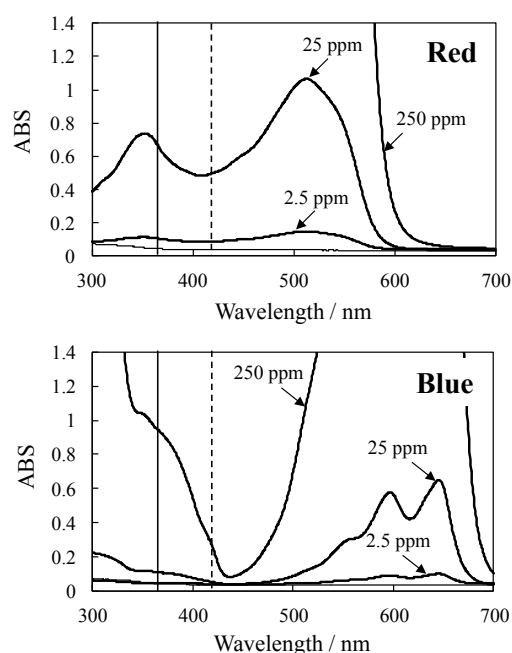


図 2. 模擬 E10 ガソリンの UV-VIS 吸収スペクトル
図中の数値は着色料の濃度を示す。図中の実線と破線は、それぞれ蛍光物質 DPO と POPOP の蛍光発光の λ_{max} を示す。

(2) 計数効率の実測 計数効率を実測するにあたり、バイオエタノールの壊変率を求めた。無着色バイオエタノール標準試料の計数率から無着色バックグラウンド試料の計数率を差し引いて得られた正味計数率を、外部標準法から得られた計数効率で除し、バイオエタノール 1 g あたりの壊変率 (disintegration per minute (dpm)/g) を算出した^{*}。

模擬ガソリンに含まれるバイオエタノールの量にバイオ壊変率 (dpm/g) を乗じ、模擬ガソリンの壊変率を算出した。模擬ガソリンの正味計数率を壊変率で除し、計数効率を得た。これを「計数効率実測値」と呼ぶ。試料の着色による計数率の減少を実測して真の計数効率を近似している点で、外部標準法から得られる計数効率とは本質的に異なる。

※ 外部標準法の利用が混在しているが、無着色バイオエタノール標準試料におけるクエンチングは外部標準法により正確に補正されるので実測値として差支えない。

2. 6 LSC 計測によるバイオエタノール濃度の定量

バイオエタノール標準試料の壊変率 (導出方法は 2.5 を参照) とバイアル中のバイオエタノール量 (g/vial) のプロットから得られた直線をバイオエタノール検量線とした。模擬ガソリンの計数率から同じ色のバックグラウンド試料の計数率を差し引いて正味計数率を求め、これを計数効率で除して模擬ガソリンの壊変率を求めた。模擬ガソリンの壊変率をバイオエタノール検量線に当てはめて模擬ガソリンのバイオエタノール濃度を算出した。

3. 結果と考察

3. 1 模擬ガソリンの光吸収性

LSC の検出器として用いられる光電子増倍管の光電面は、400 nm 付近の入射光に対して最大の感度特性を持つ。このため、液体シンチレータには λ_{\max} が 340~440 nm の蛍光物質が利用されている。我々は、ガソリンの着色料として用いられる赤もしくは橙が波長 400~500 nm 付近の光を吸収する一方、青や緑の吸収波長が 500 nm を超えるという事実に着目した。そこで本研究では、両者の代表例として赤色及び青色模擬ガソリンを調製した。

模擬 E10 ガソリンの UV-VIS スペクトルを図 2 に示す。赤色模擬 E10 ガソリンは波長 300~600 nm に渡るブロードなスペクトルを示した。一方、青色模擬 E10 ガソリンのスペクトルには、波長 440 nm 前後にほとんど光吸収を示さない window が存在した。本研究で用いた液体シンチレータ AL-1 には、蛍光物質として 2,5-Diphenyloxazole (DPO) 及び 1,4-Bis-2-(5-phenyloxazolyl)benzene (POPOP) が含有されている。DPO 及び POPOP の蛍光の λ_{\max} はそれぞれ 364 nm 及び 418 nm である (図 2)。青色模擬ガソリン試料において生じた蛍光が赤色模擬ガソリン試料よりも吸収されにくい可能性が光吸収スペクトルから示唆された。

3. 2 LSC 計数効率への着色料の影響

表 1 に模擬ガソリンの LSC 計測結果を示す。着色料の濃度が増加するとともに計数効率は減少した。外部標準法による計数効率は、tSIE 値の減少を反映して低下した。計数効率実測値も同様に低下した。計数効率の低下は青色よりも赤色で顕著であった。なお、計数効率実測値を求めるにあたり、模擬ガソリンとバックグラウンド試料の tSIE 値は完全には一致しなかったが、それぞれの計数率の差し引きにより正味計数率が算出されると判断した。

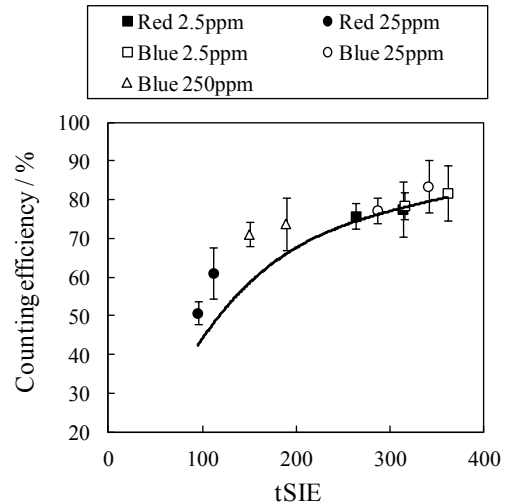


図 3. 模擬ガソリンの計数効率と tSIE 値の関係
図中のプロットは計数効率実測値を、実線は外部標準法のクエンチカーブを示す。誤差は $\pm 2\sigma$ 。

バイオエタノール濃度の計測に用いられる LSC データは壊変率であり、壊変率は正味計数率と計数効率から計算される。すなわち、バイオエタノール濃度が正しく求められない原因は 2 つ考えられる：

- 1) ^{14}C の絶対量が不足し、計数誤差が大きくなる
- 2) tSIE から求めた計数効率が真の計数効率と合致せず、壊変率が誤って求められる

無着色の E10 及び E25 ガソリンの計数誤差 ($\pm 2\sigma$) は計数率値に対して十分に小さく、避けられないバイオエタノール濃度の計測誤差は、バイオエタノール濃度 10% 及び 25% においてそれぞれ 0.85% 及び 1.1% ($\pm 2\sigma$) であった。すなわち、本実験においてバイオエタノール濃度が正しく求められない主因は 1) ではないと考えられた。そこで、原因 2) を検証するために次の解析を行った。

図 3 に、N.D. (tSIE 値がゼロ) となった 2 試料 (R-E10-250 及び R-E25-250) を除く模擬ガソリン 10 試料の計数効率実測値を tSIE 値に対してプロットした。青色模擬ガソリンの計数効率実測値のプロットは、着色料濃度が 250ppm の 2 試料を除き、全てクエンチカーブと一致した (図 3)。少なくとも着色料濃度 25ppm までは、青色着色料による色クエンチングが外部標準法で正しく補正されたことを示している。濃度 25ppm は図 1 に示す通り、識別目的としては十分に実用レベルである。一方、赤色模擬ガソリンの計数効率実測値のプロットは、着色剤濃度 25ppm においてクエンチカーブと一致しなかった (図 3)。もはや濃度 25ppm では、赤色着色料による色クエンチングが外部標準法で正しく補正されなかったことを示している。濃度 2.5ppm では色クエンチングが正しく補正されたが、濃度 2.5ppm で色の濃さでは識別目的として実用的とは言えない (図 1)。

計数効率が 75% 以上では赤も青も計数効率実測値がクエンチカーブと一致した。一方、計数効率が 75% を下回ると計数効率実測値がクエンチカーブから有意に乖離した (図 3)。着色料による色クエンチングを外部標準法で正しく補

正するためには、色によらず少なくとも計数効率が 75%以上必要であると推定された。

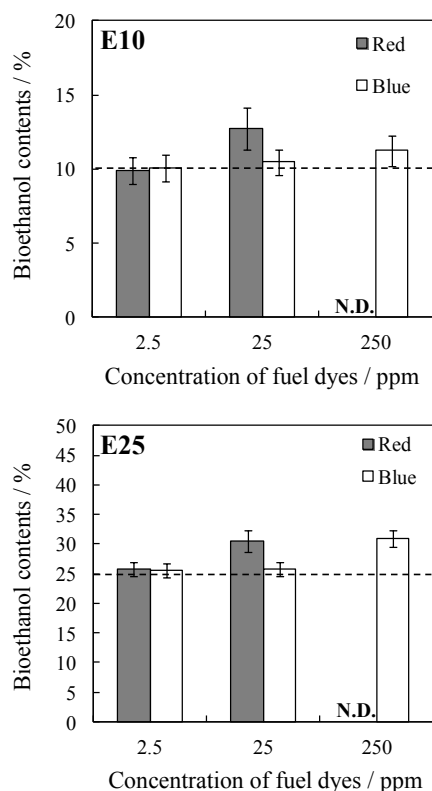


図 4. 模擬ガソリン中のバイオエタノール濃度の計測結果
図中の破線はバイオエタノール濃度の理論値を示す。誤差 $\pm 2\sigma$ 。

3. 3 バイオエタノール計測値に及ぼす着色料の影響

外部標準法による計数効率及び正味計数率から壊変率を算出し、実際にバイオエタノール濃度を求めた結果を図 4 に示す。バイオエタノール濃度の計測誤差は、図 3 における計数効率実測値とクエンチカーブとの乖離を反映する。青色模擬ガソリンでは、最も高濃度 (250 ppm) に着色料が添加された模擬ガソリンを除き、バイオエタノール濃度が正しく求められた (図 4)。一方、赤色模擬ガソリンでは着色料濃度に依存してバイオエタノール計測値と理論値の差が拡大した。着色料濃度 2.5 ppm ではバイオエタノール濃度が正しく求められたが、実用レベルの 25 ppm になると計測値と理論値の差が計数誤差 ($\pm 2\sigma$) を超えた。250 ppm に達すると、計数値がほとんど得られず、実測計数率がバックグラウンド計数率を下まわった (図 4 の N.D.)。以上の結果から、青色着色料を用いると、着色剤の実用レベル濃度においても模擬ガソリンのバイオエタノール濃度が正しく求められることが実証された。赤色の場合は、実用レベル濃度で計数誤差を超える ($\pm 2\sigma$) 誤差が生じた。

4. 結論

着色ガソリンを直接 LSC で計測してバイオエタノール濃度を定量するにあたり、実用的な視認判別のための着色料濃度においては、現在国内で用いられている赤色よりも青色の方が計測を妨害しにくいことを実証した。バイオエタ

ノール混合ガソリンの色を赤から青に変えることで、色による一般ガソリンとの区別と LSC によるガソリンのバイオエタノール検知が同時に達成できる。

用語説明

- ・ LSC：液体試料に含まれるベータ線放出核種 (^3H 及び ^{14}C 等) を計測する手法。 ^{14}C から放出されたベータ線の運動エネルギーが液体シンチレータの溶媒を励起させ、励起エネルギーが蛍光物質に移行して蛍光パルスが生じる。光電子増倍管で計数される蛍光パルス数とベータ線量と ^{14}C 数がそれぞれ比例関係にあるので、蛍光パルス数から ^{14}C 数を求めることができる。
- ・ 壊変率：試料に含まれるベータ線放出核種 (本報告では ^{14}C) が単位時間あたりにベータ崩壊する数。
- ・ 計数率：試料に生じた壊変のうち、実際に計測される単位時間あたりの数。
- ・ 正味計数率：試料由来の計数率。計数率から試料由来ではない計数率 (バックグラウンド計数率) を差し引いて得られる。
- ・ 計数効率： $[\text{正味計数率}] \div [\text{壊変率}] \times 100$ で与えられる。 ^{14}C の壊変が計測される割合。
- ・ クエンチング：計数効率が低下する現象。特に、生じた蛍光が試料の着色によって吸収される現象を‘色クエンチング’と呼ぶ。

謝辞

本研究は独立行政法人科学技術振興機構 A-STEP 探索ステージ (課題番号: AS231Z04741) の支援を受けて実施された。本研究の着想を与えて下さった野川憲夫氏 (東京大学)、LSC のクエンチング現象について助言を下された高田茂氏 (平成 23 年度まで都産技研職員) に感謝を申し上げる。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 8 月 10 日再受付)

文 献

- (1) Balat M and Balat H: "Recent trends in global production and utilization of bio-ethanol fuel.", *Appl Energ*, Vol.86, No.11 pp.2273-2282 (2009).
- (2) Dijks IJ, van der Windt E, Kaihola L, and van der Borg K: "Quantitative determination by ^{14}C analysis of the biological component in fuels.", *Radiocarbon*, Vol.48, No.3 pp.315-323 (2006).
- (3) Kim SS, Kim J, Shin SC, and Agblevor FA: "Distinction between biethanol and synthetic ethanol in a mixture of gasoline using low level liquid scintillation counting.", *Chem Lett*, Vol.38, No.8 pp.850-851 (2009).
- (4) Yunoki S and Saito M: "A simple method to determine bioethanol content in gasoline using two-step extraction and liquid scintillation counting", *Bioresource Technology*, Vol.100, No.23, pp.6125-6128 (2009).
- (5) Saito M and Nakamura M: "Easy C-14 measurement of bio-gasoline E3 by extraction with water.", *RADIOISOTOPES*, Vol.56, No.7 pp.383-385 (2007).
- (6) Saito M and Nakamura M: "Easy C-14 measurement of bio-gasoline E3 by double-extraction with water.", *RADIOISOTOPES*, Vol.56, No.9 pp.529-531 (2007).

論文

脚車輪型ロボットの走行シミュレーションと試作

坂下 和広*¹⁾ 薬師寺 千尋*¹⁾ 上野 明也*¹⁾ 益田 俊樹*²⁾

Running simulation and experimental production for a wheeled-leg type robot

Kazuhiro Sakashita*¹⁾, Chihiro Yakushiji*¹⁾, Akinari Ueno*¹⁾, Toshiki Masuda*²⁾

In order to support the industrialization of robot relations in small and medium-sized enterprises, the service robot business-oriented mobile robot base has been developed. In addition to being energy efficient on flat ground, a wheeled-leg type robot is an attractive mobile robot base since it can traverse different levels of ground. A simulation of a stable run for a wheeled-leg type robot on flat ground was carried out using an ODE (Open Dynamic Engine). The results showed that industrialization can be achieved at an appropriate cost. Moreover, from this result, the construction of a prototype guidance robot is reported.

キーワード：脚車輪型ロボット, サービスロボット, ロボット開発環境, メカトロニクス, シミュレーション

Keywords : Leg wheel type robot, Service robot, Robot design environment, Mechatronics, Simulation

1. まえがき

中小企業が独自のサービス機能を付加したサービスロボットを開発し、事業展開する際に活用が可能な汎用のベースロボットの開発が望まれている。そのような用途に資するため、既存の脚車輪型のロボットの構造^{(1)~(3)}を参考に、膝構造で姿勢に自由度を持つ脚車輪型移動ベースを検討した。

事前検討の結果、走行制御せずに等トルク駆動で走行を行うと直進せずに旋回したり転倒する可能性が懸念された。一方、複雑な走行制御なしに安定して直進することは、基本性能として重要であるため、安定して直進するための設計条件をシミュレーションにより検討することとした。

本論文では、まず、シミュレーションで脚車輪型移動ベースが安定して直進する条件を確認し、その結果に基づき脚車輪型ベースロボットを試作した。なお、シミュレータはゲーム開発や、ロボット研究開発で多く利用されているオープンソースの3次元剛体動力学シミュレータであるODE (Open Dynamic Engine)⁽⁴⁾を利用した。

2. 脚車輪型移動ベースの機構

2.1 脚車輪型移動ベースの基本仕様 脚車輪型移動ベースは人間の歩行のような動歩行型の二足歩行に比べエネルギー効率が良く、車輪駆動という既存技術で作成できるメリットがある。さらに、将来、脚部に二輪の倒立振子の制御技術を取り入れて段差昇降、障害物の跨ぎ越しなどの高度な移動動作に展開できる可能性を有している。また、サービスロボットは、人間の生活環境で共生することが重要であるので、人間に恐怖心を与えない範囲で人間とほぼ同等のサイズ、重量を有することが基本と考える。これらの理由で、脚車輪型の機構を移動ベースとして選択した。図1に今回の脚車輪型移動ベースを採用したサービスロボットの基本仕様を示す。

2.2 シミュレーションモデル 脚車輪型ロボットの下半身の移動ベース部分をモデル化して、その走行性能のシミュレーションを行った。図2にモデルの外観(CG)を、図3に概要を示す。また、表1にシミュレーションモデルを構成する各パーツと関節の概要と諸元を示す。シミュレーションモデルは天板と横棒の2つからなる胴体、両腿、両脛、両側にホイールを持った2つの足(横棒)から構成されている。横棒の胴体の中心点を車体設計の原点(車体の位置座標)としている。

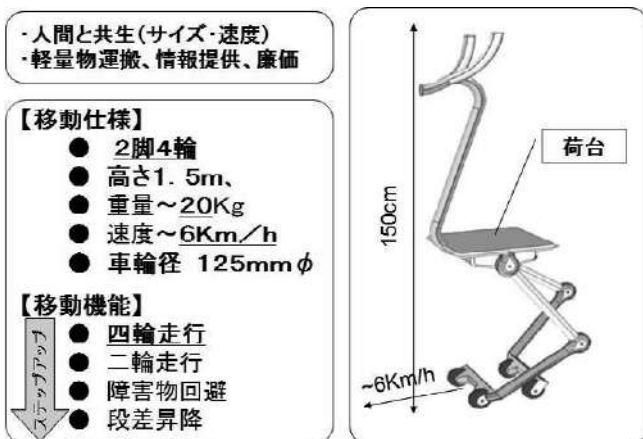


図1. 脚車輪型移動ベースによるサービスロボットの基本仕様

事業名 平成23年度 基盤研究

*¹⁾ システムデザインセンター

*²⁾ 機械技術グループ



図2. シミュレーションモデルの外観 (CG)

表1. シミュレーションモデルの構成要素と諸元

パーツ名	形状・種類	数量	サイズ(m)	Weight (Kg)
胴体(天板)		1	0.4x0.4x0.02	1
胴体(横棒)	カプセル	1	r:0.03,L:0.24	1
腿	カプセル	2	r:0.02,L:0.41	0.5
脛	カプセル	2	r:0.02,L:0.37	0.5
足(横棒)	カプセル	2	r:0.02,L:0.4	0.5
タイヤ	球	4	r:0.0625	0.5
腰関節	スライダー	1	固定 バネ係数 ERP: 0.0 ダンバ係数 CFM: 0.0 耐力 FMAX: 無限大	0
股関節	ヒンジ	2		0
膝関節	ヒンジ	2		0
踝関節	ヒンジ	2		0
ホイール関節	ヒンジ	2		回転可能 耐力 FMAX: 0.0

表2. 両膝の姿勢と重心の前後位置による実験結果

重心の 前後位置	膝ポジション		
	両膝後屈	膝前後屈	両膝前屈
後方 -0.0448m	転倒	転倒	転倒
前後中央	ほぼ直進	ほぼ直進	ほぼ直進
前方 0.0519m	直進	直進	直進

脚: 左右端, ホイールベース: 0.2m, 重心左右位置: 中央

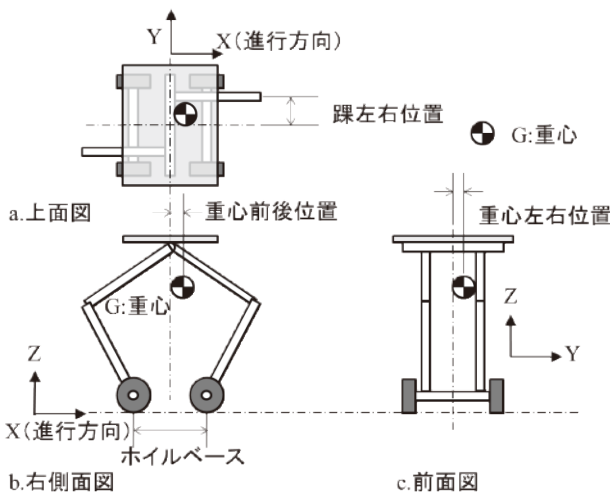


図3. 脚車輪型移動ベースのシミュレーションモデル

2.3 シミュレーションの方法 今回のシミュレーションでは、モデルの構成要素のうち腿と脛の相対配置位置、角度を変化させて姿勢を変更させ、天板の相対位置を動かして重心の相対位置を調整した。姿勢と重心の位置を変えた各モデルに対して、平地で一定の回転トルク(0.1N/m)を四輪に与え続けて直進安定性を調べた。具体的には、開始から0.5秒後に各車輪に一定の回転トルクを与え続け、40秒間の直進走行の様子を調べた。この間、操舵、トルクコントロールなど、直進させるためのフィードバック制御は行わないこととした。

3. 結果

3.1 両膝の姿勢の影響 最初に、両膝を後方につき出した図2に示す姿勢(両膝後屈)、左膝を後方、右膝を前方に突き出した図3に示す姿勢(膝前後屈)、両膝を前方に突き出した姿勢(両膝前屈)の3姿勢に対して重心の位置を各々後方-0.045m、前後中央、前方0.052mの位置になるよ

うに、胴体(天板)の位置をスライドさせて調整したものの合計9通りの条件に関して、シミュレーションを実施した。表2にその結果を示す。この表に示すように、膝の姿勢とは無関係に、重心が後方に位置することで車体は旋回し転倒に到ることが判明した。

3.2 重心の前後位置と直進安定性 次に重心の前後位置の度合いと旋回、転倒の発生のしやすさを調査するために、重心の前後位置(中央からの距離)を変えて直進安定性を調べた。3.1の結果、両膝の姿勢は影響しないので、後屈の姿勢で固定とし、天板を前後にずらすことで、重心の

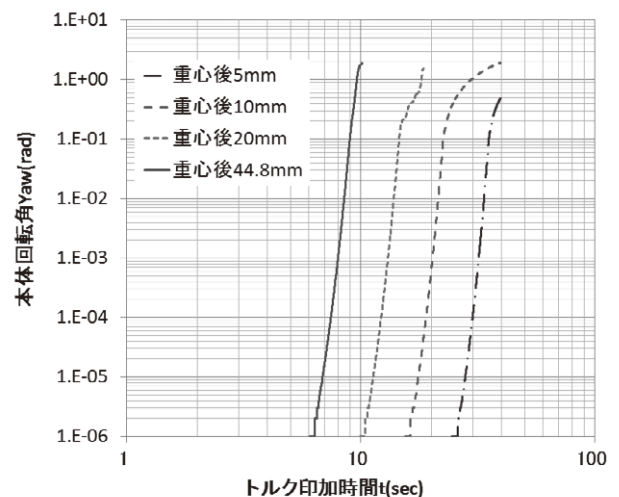


図4. 重心の前後方向の移動と直進安定性

前後位置を調整した。図4にシミュレーション結果から得られた旋回(本体の回転角Yaw(rad))の時間経過を示す。横軸はトルクを印加し始めてからの経過時間t(sec), 縦軸は地平面上の車体の回転角度Yaw(rad)である。車体が一度曲がり始めると経過時間tの30乗近い関数で急激に回転角度が増加していくことがわかる。また, 重心の中央からの前後位置の値が倍になると6桁程度回転角度が増加することも読み取れる。

3.3 重心の左右位置と直進安定性 重心の左右位置を変えて直進安定性を調べた。膝は同様に後屈の姿勢で固定とし, 天板の位置をずらすことで重心の前後位置を中心に保ちつつ重心の左右の位置を変化させた。

図5に結果を示す。横軸はトルクを印加し始めてからの経過時間t(sec), 縦軸は地平面上の車体の回転角度Yaw(rad)である。横方向の重心の変化に対しても大きく進路を変えて旋回するが, その度合いは前後位置の変化に比べると緩やかで, 経過時間tに対して約2乗の関数であった。また, 重心の中央からの左右位置の値が倍になると2桁程度回転角度が増加することもグラフから読み取れ, これも前後位置の変化に対して緩やかなものになっていた。また, 重心が前後(特に後ろ)に移動し旋回を始めると転倒に至るのに対して, 横方向の変動に関しては, 旋回はするものの転倒に至るケースが少なかった。

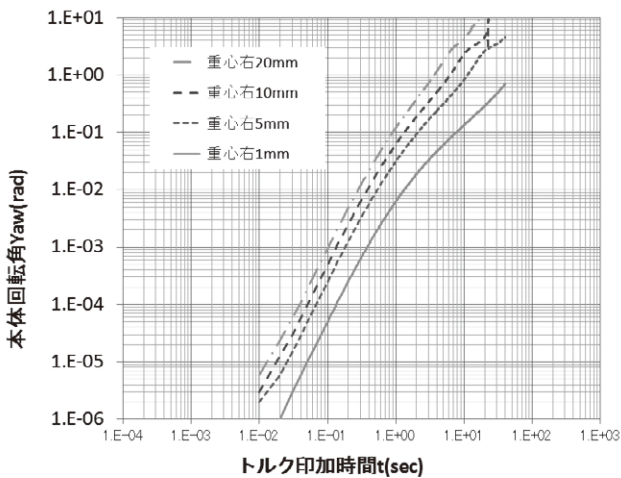


図5. 重心の左右方向の移動と直進安定性

3.4 両蹠の位置と直進安定性 モデルの姿勢が直進安定性に影響を与えないことを確認するため, 両蹠の左右位置と直進安定性の関係を調査した。後屈の姿勢で固定し重心の前後位置を前, 中心, 後ろの3通りに設定し, 両蹠のポジションを両蹠とも左右輪の中心, 左脚の蹠は中心で右脚の蹠は右に50mmずらして重心の位置を右に7.14mmとした位置, 上記2番目の条件で天板を左に移動し重心の位置を左右中央にした位置の3条件で直進安定性を確認した。条件と結果を表3に示す。今回のシミュレーションでは蹠の位置と直進安定性についての相関は認められず, 重心の移動により旋回が生じていることがわかった。ただしこの

表3. 両蹠の位置と直進安定性

重心の 前後位置	両蹠ポジション		
	両方中心	左:中心 右:50mm 重心:右7.14mm	左:中心 右:50mm 重心:中心
後方 -0.0448m	転倒	右旋回 約10周	転倒
前後中央	ほぼ直進	右旋回 約1周	ほぼ直進
前方 0.0519m	直進	右24度旋回	直進

膝ポジション後屈, ホイールベース: 0.2m

実験では, 結果として重心を後方にしかつ, 右に移動した条件での実験が含まれている。この結果は, 右への旋回は生じるが転倒に至っておらず, 重心の左右への移動により転倒しにくくなる可能性が示されたと考える。

4. 考察

図6に車輪の位置と重心の位置による回転力の関係を示す。各車輪に加えられる回転トルクが同一であるとすると, 重心の左右位置から車輪までの距離 $l_{B3}:l_{F4}$ の比がモーメントの比 $M_{B3}:M_{F4}$ となり, 図においては $M_{B3}>M_{F4}$ となり, 右方向に旋回する力が発生する。一方後脚でも同様の事象が生じる。この結果, 車体全体としては右に旋回をすることになる。このことは, 重心を左右に移動した場合にtの二乗に比例した旋回を始めることも合致する。また, 旋回時に発生する遠心力と旋回の中心側に移動した重心の合成力が釣り合う方向に回転角速度が落ち着く。これが, 左右の重心移動による旋回時に結果として転倒にあまりいたらない要因と推察した。以上のことから, 重心の左右に移動することによる旋回は, モーメントの差により生じるものと考えた。

一方, 重心が後ろに移動した場合に発生する旋回現象は, 印加時間tの30乗に近い割合で回転角度が増加するという激しい変化をもたらし, 結果として転倒するケースが多かった。その主要因をモーメント力とすると, 遠心力と重心の合成力は旋回の外側に向かい, 結果としてモーメントの比は反対方向へ旋回する力として働くはずで, 負の帰還が働くはずである。しかし結果としては正帰還がかかったかのように激しく旋回が進行し説明がつかない。現時点でメカニズムの解明に至っておらず, 今後の課題としたい。

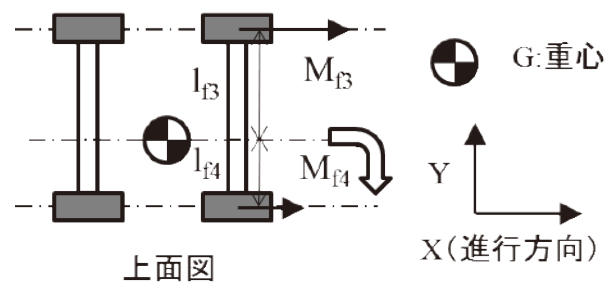


図6. 重心の左右方向の移動と回転力

また、今回のモデルでは膝の姿勢、踝の位置などが直進走行性能に与える影響は認められなかった。

脚車輪型移動ベースの設計においては、重心の位置を後ろに持ってこない配慮が重要であることが判明したが、実際の機構は完全剛体ではなく、材料の変形、関節部の曲がり、遊びなどの要素も考慮することが必要であることが予想される。今後、試作したロボットとの整合を確認しながら、材料の変形、関節の曲がり、遊びなどを考慮したシミュレーションが必要になるか検討を加えていきたい。

5. 試作

シミュレーションの結果を用いて、移動ベースを試作し実物のロボットに適用した。適用したロボットは、試作中の室内で使用する案内ロボットである。試作にあたって、まずは、脚車輪のイメージを維持したうえで、四輪走行の躯体を実現することとした。また、実際のロボットが活動するイメージをつかむために、案内ロボットという用途に絞り、デザイン性の高い試作機を製作した。図 7 に試作し



図 7. 案内ロボット

たロボットの写真を示す。この試作機では、2 輪の駆動輪と 2 輪のキャスターという組み合わせとした。試作機は、約 4W の DC モーター 2 個(ギア比は 84 : 1、電源は 24V、左右車輪に各 1 本)と、駆動制御用マイコン基板、リチウムイオンバッテリー、通信並びに全体制御用のノート PC を搭載し総重量は約 15kg となった。この試作機は方向制御をしない簡単な速度制御のみによって時速 4Km/h 前後で安定した直進走行することが確認できた。

6. まとめ

中小企業によるサービスロボットの開発と事業化に向けた汎用ロボットベースのための脚車輪型移動ベースの走行シミュレーションを行い、直進走行条件を検討した。4 車輪の接地点で形成される四角形の中心から、重心位置が後方ないしは左右にずれる構造では、直進安定性が損なわれ、重心位置を左右中央でかつ前方に持つてくることで安定走行が得られることが明らかになった。また、左右への重心移動による旋回はモーメント力の比にしたがって発生し、後方への重心移動による旋回と要因が異なっていた。

これらの結果をふまえ、脚車輪型移動ベースを用いた案内ロボットを試作し、方向制御なしでの直進走行を実現した。

今後は、開発した移動ベースの軽量化と各種アプリケーション用途に容易に適用できる様にするため、制御ソフトウェアの再利用が容易な Open-RTM に対応する予定である。

(平成 24 年 5 月 30 日受付, 平成 24 年 8 月 20 日再受付)

文 献

- (1) Flexible Locomotion Control of a Self-contained Biped Leg-wheeled System, 松本, 梶田, 小森谷, Proceedings of 2002 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems, pp.2599-2604, (2002)
- (2) Structure and locomotive modes of a self-contained biped leg wheeled system, 松本, 梶田, 小森谷, S-J キム, Proceedings of the Fifth International Conference on Climbing and Walking Robots, pp.299-306, (2002)
- (3) 脚車輪型移動ロボット IMR-Type1 の開発 (NEDO 次世代ロボット実用化プロジェクト(プロトタイプ開発支援事業), 生活を支援するロボメカ技術のメガインテグレーション), ロボティクス・メカトロニクス講演会講演概要集, (2005)
- (4) 力学シミュレータ “Open Dynamics Engine” と普及型四脚歩行機械 “TITAN-VIII” を用いた学部生実験課題, 遠藤, 福島, 広瀬, 第 28 回日本ロボット学会学術講演会, 1L2-6, (2010)
- (5) RT-Middleware: Distributed Component Middleware for RT (Robot Technology), Noriaki ANDO, Takashi SUEHIRO, Kosei KITAGAKI, Tetsuo KOTOKU, Woo-Keun Yoon, 2005 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems (IROS2005), pp.3555-3560, (2005).

論文

コバルト-炭素共晶点実現の不確かさ評価

沼尻 治彦*¹⁾ 佐々木 正史*¹⁾ 水野 裕正*¹⁾

Uncertainty evaluation on cobalt-carbon eutectic point for thermocouple calibration

Haruhiko Numajiri*¹⁾, Masashi Sasaki*¹⁾, Hiromasa Mizuno*¹⁾

The metal-carbon eutectic points were proposed as new temperature standards and put into practice by the National Metrology Institute of Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (NMIJ/AIST). The cobalt-carbon (Co-C) eutectic point (1324 °C), a metal-carbon eutectic point, has become the new standard for the thermocouple calibration between the freezing point of copper (1084.62 °C) and the melting point of palladium (1554 °C in air).

We realized the Co-C eutectic point using an electric furnace with an open type cell and the thermocouple calibration uncertainty is evaluated using platinum versus palladium (Pt/Pd) thermocouples in our laboratory. Factors influencing measurement uncertainty are as follows: the determination of the inflection point in the melting plateau, the repeatability of the melting plateau, surrounding temperature effects and heat flux influence on the cell. The combined standard uncertainty is estimated to be 13.8 mK.

キーワード：熱電対, コバルト-炭素共晶点, 不確かさ

Keywords : Thermocouple, Cobalt-carbon eutectic point, Uncertainty

1. はじめに

現在の温度分野における標準は 1990 年国際温度目盛 (ITS-90)⁽¹⁾ に基づいて設定されており, 水の三重点 (0.01 °C) を始め 17 の定義定点で目盛付けされ, 銅の凝固点 (1084.62 °C) が最高温度となっている (図1)。一方, 鉄鋼, 石油, ガラス, 窯業, 半導体や発電など産業界の多くでは 1000 °C を超える温度標準の需要が高まってきている。現在の国内の高温熱電対センサのトレーサビリティ体系は銅の凝固点と 2 次基準点であるパラジウムの融解点 (1553.5 °C) において供給が行われている。しかしながら

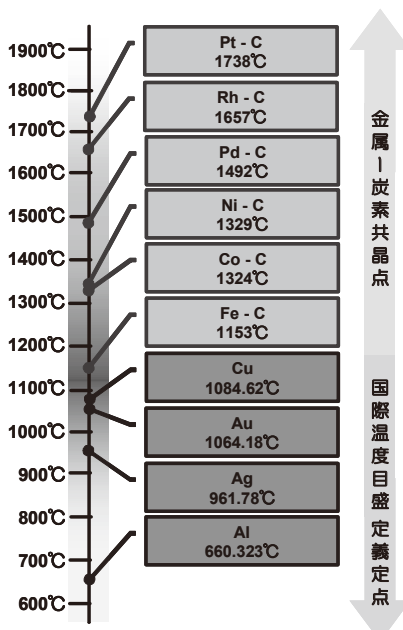


図1. 国際温度目盛の高温側定義定点と金属-炭素共晶点

ら, 銅の凝固点とパラジウムの融解点の 2 定点で校正された熱電対を中間の温度で使用する場合, 計算による補間を行わなくてはならないが, 2 定点間の温度差が約 450 °C と大きいので, 補間による不確かさが大きくなっている。

また高温域における安定性に優れていることから標準熱電対として使用されている白金パラジウム熱電対ではあるが, 素線にパラジウムを使用しているため, 融解温度に達してしまいパラジウム点による校正ができない。そのためパラジウム点においては R 熱電対が使用されているのが現状で, この点も不確かさ増大の要因となっている。

この 1100 °C 以上の温度域における新たな温度定点として独立行政法人産業技術総合研究所 (以下, 産総研) により金属-炭素共晶点^{(2)~(4)} 技術が提案され実用化に向けた研究が進展し, 放射温度計においては 2008 年より 2500 °C までの温度範囲において 5 つの定点による標準供給が開始された。さらに熱電対においても研究^{(5)~(9)} が進められ, 2009 年にはコバルト-炭素 (Co-C) 共晶点において依頼試験での供給が開始された。

そこで都産技研では金属-炭素共晶点実現装置を導入し, その基本的性能の評価⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾ 等を行いつつ高温域における熱電対校正技術を蓄積してきた。さらに今回, 校正温度の 1300 °C への拡大を目指し, コバルト-炭素 (Co-C) 共晶点温度実現の不確かさ評価を行った。

2. 装置

今回評価を行った金属-炭素共晶点実現装置は 3 ゾーン

事業名 平成 21 年度, 22 年度 基盤研究
*¹⁾ 実証試験セクター

制御の電気炉(株式会社チノー KT-F115)及びオープンタイプのセルで構成されている(図2)。

電気炉の発熱体にはカンタルスーパーを用い、適用温度範囲は 1100 °C から 1500 °C、室温から 1100 °C まで約 4 時間で昇温可能となっている。

共晶点物質として用いた Co-C の融解温度は 1324 °C、共晶点物質の純度はコバルト 99.999 %、炭素 99.9999 % である。共晶点物質を封入するルツボには高純度黒鉛を用い、さらにルツボを $\phi 50 \text{ mm} \times 600 \text{ mm}$ のアルミナ管(セル)に組込んである。また装置組み込みのガス交換ユニットにより、セル内はアルゴン置換が行われ、金属の酸化を防いでいる。

また測定には現在、特定二次標準器として用いられている白金パラジウム熱電対を使用した。素線は線径 $\phi 0.5 \text{ mm}$ 、長さ 1200 mm、純度は Pt 線が 99.999 %、Pd 線が 99.99 % を使用した。また絶縁管には高純度アルミナ外径 $\phi 3 \text{ mm}$ 、内径 $\phi 0.8 \text{ mm}$ (2 穴)、長さ 600 mm のものを使用した。

作製に際しては NIST によって提案⁽¹²⁾された方法を参考に、素線をそれぞれ大気中で 1200 °C 10 時間の通電アニールを行い、組立後横型電気炉にて 1100 °C 3 時間及び 450 °C 10 時間の熱処理を行った。電気炉は 600 mm にわたり $\pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ の均熱長である。

炉の性能を調べるために、Co-C 共晶点温度付近でセル内の試料が全て固体の状態での炉内温度の安定性と熱電対挿入方向の温度分布を調べた。

本報告における測定値は電圧計により得られた熱起電力値を基準関数⁽¹²⁾を用いて温度換算した値である。

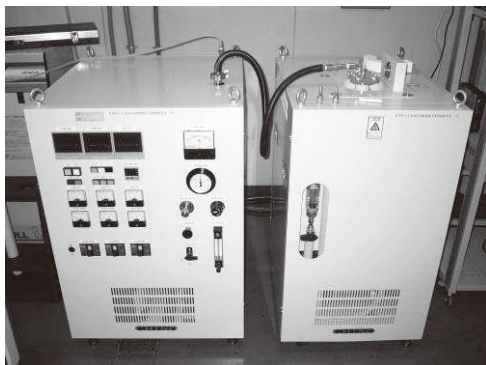


図2. 金属-炭素共晶点実現装置(右:電気炉)

2.1 炉の安定性 電気炉の温度調節により試料の融解・凝固を実現させるためには、電気炉内の温度が時間的に安定していなくてはならない。炉内温度が安定することで、融解・凝固時の保持温度を共晶点温度に近づけることが可能になり、プラトー持続時間を必要に応じて長く取ることができるからである。図3は炉設定温度を Co-C 共晶点温度 $-8 \text{ }^\circ\text{C}$ として炉内温度を測定した結果である。横軸時間に対して炉内の温度変化を縦軸に示したものである。Co-C 共晶点温度 $-8 \text{ }^\circ\text{C}$ 付近で 6 時間にわたり 50 mK の範囲で安定であった。

2.2 炉の温度分布 熱電対挿入方向に温度分布がある

と、固-液境界が测温孔に沿って移動することになり、凝固プラトーが階段状になるなど一定温度が持続せず定点としての役割を果たせない。そのため電気炉内の温度分布を测温孔に沿ってできるだけ均熱に調整することが望ましい。図4は横軸に测温孔底を 0 mm とした熱電対测温接点の位置をとった空間的な炉内温度の変化を示したものである。縦軸は通常、熱電対が設置されている位置(测温孔+10 mm)からの温度差である。図中[引上げ]は测温孔底より熱電対を引き上げたときの結果、[挿入]は熱電対を挿入していったときの結果である。試料が入ったルツボ(180 mm)より広範囲において 1 K 以内の均熱が得られた。

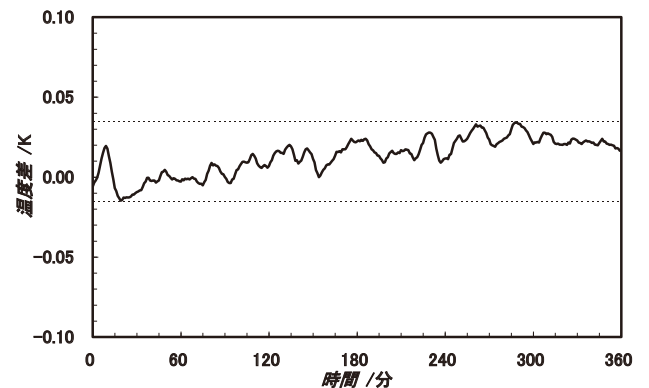


図3. 電気炉の安定性(Co-C 共晶点温度 $-8 \text{ }^\circ\text{C}$)

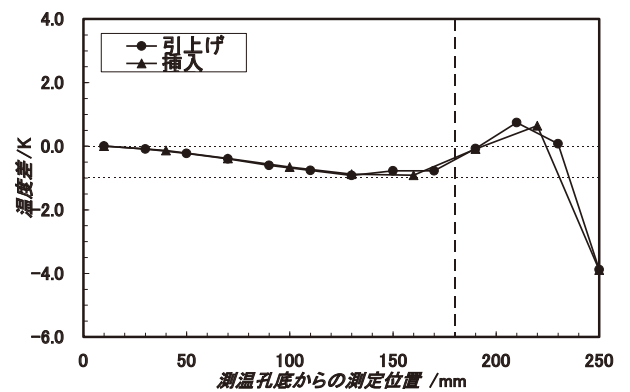


図4. 電気炉の温度分布(Co-C共晶点温度 $-8 \text{ }^\circ\text{C}$)

2.3 測定例 測定例を図5に示す。実線はセル测温孔に挿入された熱電対により測定した熱起電力を規準関数により温度換算した値である。また破線は炉の設定温度を示す。共晶点温度 $-8 \text{ }^\circ\text{C}$ を保持温度とし、確認された温度安定性(50 mK)よりも大きく炉内温度を変動させているため融解・凝固が一方に進み安定なプラトーが観測できている。その持続時間は融解・凝固共に約 50 分であった。またルツボが测温孔に沿って均熱であるため、プラトーが階段状になるなどの現象も見られず、熱電対の校正に十分耐えることが確認できた。

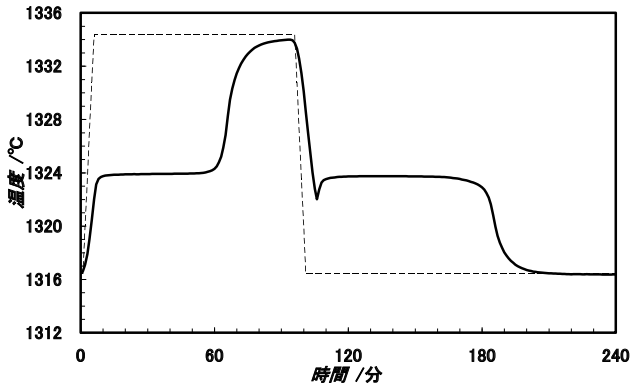


図5. Co-C共晶点の融解・凝固曲線

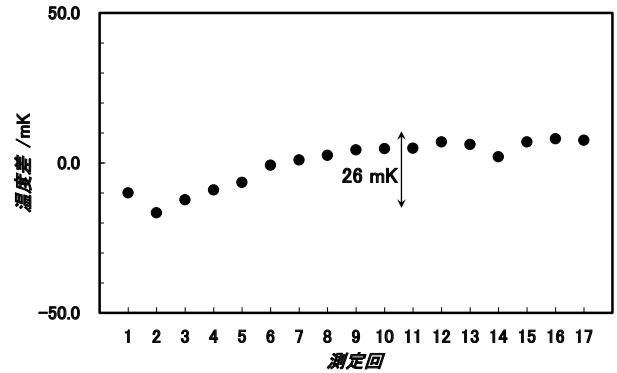


図7. 温度再現性

3. 不確かさ評価

不確かさ要因として「変曲点決定」, 共晶点温度の「再現性」, 「周囲温度の影響」, 「熱流の影響」を挙げ, これらについて評価を行った。

3.1 変曲点決定 金属-炭素共晶点においては凝固時に比べばらつきが小さい⁽⁸⁾ 融解時の温度を用いる。このとき融解曲線の変曲点を融解点として採用するため, 融解曲線を3次式で近似し変曲点を求める。そこで融解曲線設定によるずれが変曲点の不確かさとして現れる。ここで変曲点が最大5点ずれた(図6, a)として, 5点間の温度差を求める。繰返し17回測定し, 得られた温度差のうち最大のは14.2 mKであった。この値を幅にもつ一様分布と考え, 半値を $\sqrt{3}$ で除して変曲点決定の標準不確かさは4.09 mKであった。

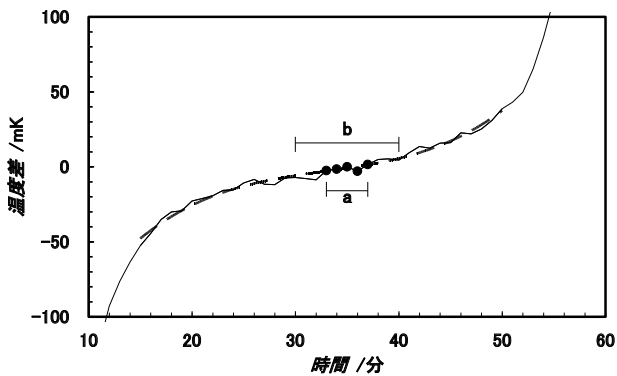


図6. 融解曲線の測定例(破線は近似曲線の一例)

3.2 再現性 共晶点温度の再現性を確認するため融解・凝固を繰返した。17回の測定に対して図6中のbの範囲(変曲点を中心に10分間)での平均値をプロットし図7に示す。再現性として ± 13 mKが得られた。この結果を正規分布と考え, 17個の平均値の標準偏差7.86 mKを再現性の標準不確かさとした。

3.3 周囲温度の影響 周囲温度の影響を調べるため, 炉の温度設定(図5破線参照)を変化させて測定した。図8は横軸の融解・凝固時の炉内の保持温度と共晶温度との差に対して得られた融解点を縦軸にプロットしたものである。通常の保持温度である ± 8 °Cを基準に温度差で表示した。結果として融解点と周囲温度には関係があり, 周囲温度1 °C当たり1.7 mKの影響があることがわかった。ここで電気炉は2.1より6時間で50 mKの安定性を有する。熱電対校正時の設定温度を通常 ± 8 °Cとすると, 融解・凝固の1サイクルに6時間は十分であるが安全を見て100 mK変化すると考えると, 融解点への影響は0.17 mKとなり, 一様分布と考え, 半値を $\sqrt{3}$ で除して周囲温度の影響の標準不確かさとして0.05 mKが得られた。

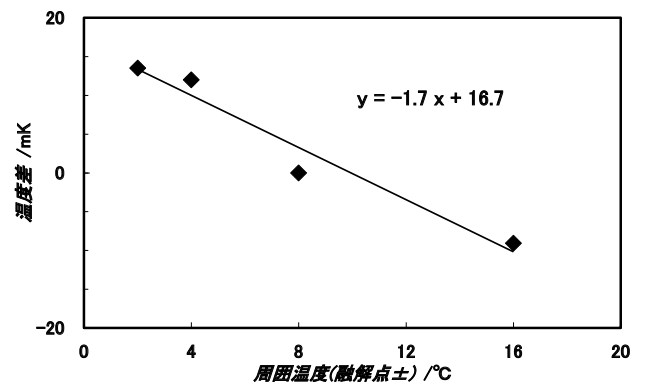


図8. 周囲温度の影響

3.4 熱流の影響 熱電対の定点校正はセルの測温孔に熱電対を挿入し内部の温度を測定する。そのため挿入した熱電対からの熱の流出入による影響を評価する。図9はこの熱流の影響を調べるため凝固中の測温孔内の温度分布を測定した結果である。横軸は通常測定位置(0 mm)からの距離, 縦軸は0 mmを基準とした温度偏差である。0~30 mm間での温度差として36.6 mKが得られ, 一様分布と考え, 半値を $\sqrt{3}$ で除して熱流の影響の標準不確かさは10.56 mKとなった。

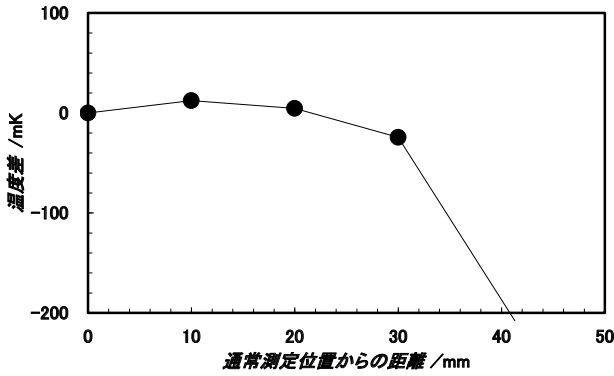


図9. 凝固中の共晶点セル測温孔に沿った温度分布

評価した不確かさをまとめ、表 1 に不確かさバジェットとして示す。不確かさ($u_1, u_2 \dots u_n$)の合成は次式

$$u_c = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2} \dots\dots\dots (1)$$

により求められるため、各要因の合成標準不確かさは(1)式より 13.8 mK となり、拡張不確かさは包含係数 $k=2$ として 28 mK となる。

表 1. 不確かさバジェット表

不確かさ要因	標準不確かさ /mK	合成標準不確かさ /mK
変曲点決定	4.09	13.8
再現性	7.86	
周囲温度の影響	0.05	
熱流の影響	10.56	

4. まとめ

今回、熱電対校正用のコバルト-炭素共晶点の実現の不確かさを評価した。変曲点決定、プラト-の再現性、周囲温度の影響、熱流の影響についての不確かさを評価した結果、合成標準不確かさで 13.8 mK が得られた。実際の校正に際しては本報告で得られた不確かさに加え、セル校正(トレーサビリティ確保)の不確かさ、熱起電力測定系(電圧計、基準接点装置等)や熱電対の不均質に起因する不確かさ等が要因として考慮されることになる。

また現在、産総研においてもコバルト-炭素共晶点温度での供給を開始しており、今後供給を受けることでトレーサビリティの確保された校正が可能となる。

一方、産総研との共同研究により、より実用的な小型のセルでの実現⁽¹³⁾に成功し、産業界における持回り試験⁽¹⁴⁾を行い妥当性の確認をすると共に、その不確かさ評価⁽¹⁵⁾を行った。これらの活動を通じて高温測定における信頼性の向上に繋げていく計画である。

(平成 24 年 5 月 21 日受付, 平成 24 年 7 月 27 日再受付)

文 献

- (1) H. Preston-Thomas : “The International Temperature Scale of 1990”, Metrologia, Vol.27, pp.3-10 (1990).
- (2) Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma and A. Ono: “High-temperature fixed points in the range 1150 °C to 2500 °C using metal-carbon eutectics”, Metrologia, Vol.38, pp.213-219 (2001).
- (3) 山田善郎 : 「2000°Cを超える新しい超高温度標準」, AIST Today, Vol.1-1, 2001.4-1, pp.5-8 (2001)
- (4) 山田善郎 : 「金属-炭素共晶を用いた高温標準の動向」, 計測と制御, Vol.42, pp.918-921(2003)
- (5) Y. Yamada, F. Sakuma and A. Ono: “Thermocouple observations of melting and freezing plateaus for metal-carbon eutectics between the copper and palladium points”, Metrologia, Vol.37, pp.71-73 (2000).
- (6) H. Ogura, M. Izuchi and M. Arai: “Co-C Eutectic Point for Thermocouple Calibration”, SICE 2005 Proceedings, pp.2456-2459 (2005).
- (7) H. Ogura, M. Izuchi, J. Tamba and M. Arai: “Uncertainty for the Realization of the Co-C Eutectic Point for Calibration of Thermocouples”, SICE 2009 Proceedings, pp.3297-3302 (2009).
- (8) H. Ogura, K. Yamazawa, M. Izuchi and M. Arai: “EMF CHANGE OF Pt/Pd THERMOCOUPLES IN THE RANGE FROM 1080 °C TO 1330 °C”, TEMPMEKO 2004 Proceedings, Vol.1, pp.459-464 (2004).
- (9) 新井優, 小倉秀樹, 井土正也 : 「1550 °Cに至る高温の計測の信頼性向上 - 熱電対のための温度の標準体系構築 - 」, Synthesiology, Vol.3, No.1, pp.1-15 (2010)
- (10) 沼尻治彦, 佐々木正史, 尾出順 : 「金属-炭素実現装置の性能評価」, 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター研究報告, 第 3 号, pp.94-95 (2008)
- (11) 沼尻治彦, 佐々木正史, 尾出順 : 「金属-炭素実現装置の性能評価」, 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター平成 21 年度研究発表会要旨集, p.2 (2009)
- (12) Burns G. W., Ripple D. C., Battuello M.: “Platinum versus Palladium Thermocouples: An Emf-Temperature Reference Function for the Range 0 °C to 1500 °C”, Metrologia, Vol.35, pp.761-780 (1998).
- (13) 佐々木正史, 沼尻治彦, 山田善郎, 石井順太郎, 小倉秀樹 : 「小型セルによる Co-C 共晶点の実現」, 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター平成 21 年度研究発表会要旨集, p.3 (2009)
- (14) 沼尻治彦, 佐々木正史, 相川孝生, 佐藤弘康, 木村和弘, 風岡学, 山崎春樹, 浜田登喜夫, 石井順太郎, 山田善郎, 小川実吉 : 「熱電対用小型共晶点セルの持回り試験」, 電気学会研究会資料, LAV-11-010~019, M-11-010~019, pp.23-27 (2011)
- (15) 佐々木正史, 沼尻治彦 : 「実用型共晶点実現の不確かさ評価」, 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター研究報告, 第 7 号, pp.46-49 (2012)

実用型共晶点実現の不確かさ評価

佐々木 正史*¹⁾ 沼尻 治彦*¹⁾ 水野 裕正*¹⁾

Uncertainty evaluation on the Co-C Eutectic Point Using a Small - Type Cell as the Working Standard

Masashi Sasaki*¹⁾, Haruhiko Numajiri*¹⁾, Hiromasa Mizuno*¹⁾

The National Metrology Institute of Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (NMIJ/AIST) is currently disseminating high-temperature standards up to 2500 °C at five metal-carbon eutectic points. For calibrating a thermocouple at the eutectic point, a dedicated eutectic point furnace with a large sized cell is necessary to realize a stable and reproducible plateau.

On the other hand, if the eutectic point can be realized by a method that is simple to use, it can find much wider applications in industry. Therefore we made a eutectic point cell for thermocouple calibration with a size small enough to fit inside a palladium fixed point electric furnace for a wire-bridge method. In this study, we performed an uncertainty evaluation to spread the calibration range of the thermocouple using the eutectic point, as a result of the Co-C eutectic point uncertainty evaluation with a small-type cell as working standards; the combined standard uncertainty is 27 mK. We accomplished a Co-C eutectic point with performance sufficient for practical use in a conventional palladium-point furnace.

キーワード：金属-炭素共晶点, 実用標準, 不確かさ

Keywords : Cobalt-carbon eutectic point, Working standards, Uncertainty

1. はじめに

現在の国際温度目盛 (ITS-90)⁽¹⁾ で定められている最高温度は銅の凝固点 (1084.62 °C) であり, それ以上の高温に関して, 国内では独立行政法人産業技術総合研究所 (以下, 産総研) から金属-炭素共晶点の技術を用いて 2500 °C まで5つの定点による標準供給を行っている⁽²⁾⁽³⁾。また, 熱電対校正技術に関しても研究が行われており⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾, 2009 年にはコバルト-炭素共晶点 (Co-C, 1324 °C) において標準供給が開始された。

都産技研では, 平成 18 年度に共晶点実現装置を導入し, 現在も評価を続けている。近年では, 共晶点を用いた高温校正事業の立上げに向けての活動や共晶点技術の普及の一環として校正手法の確立, 不確かさ評価などの研究を行ってきた⁽⁷⁾。

一方, ガラス, 半導体, 鉄鋼, 航空宇宙産業など 1100 °C を超える高温度測定技術の向上が望まれているにもかかわらず, 校正事業者への金属-炭素共晶点普及の足かせとなっているのが, 新たな設備投資の負担である。金属-炭素共晶点の実現には, 大型のセル及び共晶点実現装置など専用装置の導入が必要となる。そこで平成 18 年度には, 産総研との共同研究にて, NMIJ (計量標準総合センター) が開発した Co-C るつぼを用いて既存のパラジウム点炉に設置可

能な小型 Co-C 共晶点セル (実用型共晶点セル) の開発及び共晶点温度を実現した⁽⁸⁾。それと共に, 小型共晶点研究会を立上げ校正事業者と連携し, 持ち回り試験を行い, 実用型共晶点セルの実用性を十分に確認することができた⁽⁹⁾。更なる共晶点技術の信頼性確保を目的とし, 実用標準としての実用型共晶点実現の不確かさ評価を行ったので報告する。

2. 装置

定点セルは, 定点物質を確保しプラトー持続時間を長くすることや, 熱流の影響による不確かさを小さくする観点からセル径や長さがある程度の大きさであることが一般的である。本研究で使用したセルは, 共晶点温度が 1100 °C 以上の高温であることから, 放射熱が支配的と考えられるため, 簡易な方法での共晶点実現を狙った構造として, 小型化された実用型共晶点セルを用いている。また小型化することにより, 温度分布の均一性が優れていないパラジウム点炉等の簡易炉による共晶点実現を可能としている。

2.1 共晶点るつぼ及びセル 都産技研保有の高精度型共晶点セル (従来型セル) は, 外径 50 mm, 長さ 180 mm, 測温孔は内径 9 mm, 深さ 150 mm で共晶点物質は, コバルト (純度: 99.999 %), 炭素 (純度: 99.9999 %) である。それに対し, 実用型共晶点るつぼは外径 24 mm, 長さ 110 mm, 測温孔は内径 7 mm, 深さ 99 mm で共晶点物質は, コバルト (純度: 99.999 %), 炭素 (純度: 99.9999 %) である。るつ

事業名 平成 21 年度, 22 年度 基盤研究

*¹⁾ 実証試験セクター

ぼを小型化するために、るつぼ容器の素材であるグラファイト板厚が従来型セルに比べ薄い。そのため、共晶点物質に接する、るつぼ容器のグラファイト内部面に熱分解黒鉛層が塗布された炭素繊維織布⁽¹⁰⁾を挿入することで、熱衝撃や共晶点物質による侵食を防止するなど耐久性を確保する構造となっている。図 1 に高精度型共晶点るつぼと実用型共晶点るつぼを示す。

実用型共晶点セルは内部雰囲気が置換可能なオープンタイプとした。セル容器にはアルミナ管を用い、外径 32 mm、長さ 600 mm とした。セル上部にはステンレスフランジを装備し、セル内をアルゴンガス置換可能としている。研究初期段階で実用型共晶点セルによる共晶点温度の実現性確認を行った。そのため共晶点専用炉にも設置可能であるように設計したため、あえて長さ方向の小型化はしていない。図 2 に高精度型共晶点セルと開発した実用型共晶点セルを示す。

2.2 熱電対 不確かさ評価に用いる熱電対は白金-パラジウム (Pt/Pd) 熱電対とした。素線は Pt 線 (純度: 99.999%), Pd 線 (純度: 99.99%) 線径 ϕ 0.5 mm、長さ 1500 mm のものを使用した。また絶縁管には、高純度アルミナ製外径 ϕ 3 mm、内径 ϕ 0.8 mm (2穴)、長さ 600 mm のものを使用した。作製に際しては、米国立標準研究所 (National Institute of Standards and Technology, NIST) によって提案された方法⁽¹¹⁾を参考にした。Pt 線及び Pd 線は、1200 °C で 10 時間の通電アニールを行った。均熱長 600 mm、温度特性 ± 3 °C の横型電気炉を用いて、絶縁管を 1200 °C で 3 時間の空焼きを行った。その後、熱電対の組立を行い、更に 1100 °C で 3 時間及び 450 °C で 10 時間の熱処理を行った。

2.3 電気炉 図 3 に本研究で使用したパラジウム点炉を示す。通常はパラジウム点実現に利用するための小型炉である。パラジウム点は、熱電対の標準供給における ITS-90 以外の 2 次基準点としての位置づけである。通常の定点はるつぼ法と呼ばれ、高純度黒鉛のるつぼに純金属等を鑄込む。それらを石英ガラス等のセルに密閉し、不活性ガスの封入したものを定点セルと呼ぶ。定点セルを 3 ゾーン電気炉等でるつぼの全域を均一に昇温及び降温し、内部の金属等が融解または凝固する時のプラトーを利用する。

一方、パラジウム点は、ワイヤブリッジ法と呼ばれる手法をとる。熱電対の先端にパラジウム線を巻きつけ、昇温させた炉の中に挿入するか、または炉の中に挿入しておき炉を昇温させることで、先端のパラジウム線を融解させ、その時のプラトーを利用する方法である。そのためパラジウム点に使用する炉は、るつぼ法に使用する電気炉ほど良好な安定性や温度分布は求められていない。今回利用する都産技研保有のパラジウム点炉は室温から 1100 °C まで約 6 時間で昇温可能であり、1 ゾーン制御、発熱体には白金ロジウム線を用いた。

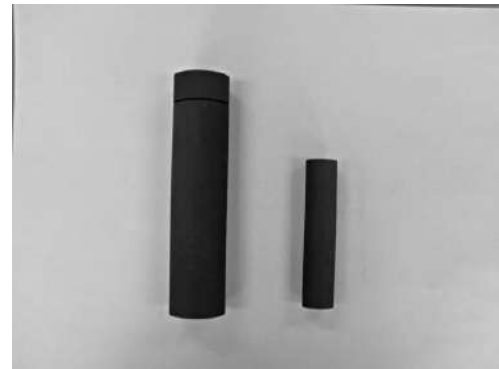


図 1. 左：高精度型共晶点るつぼ，右：実用型共晶点るつぼ



図 2. 左：高精度型共晶点セル，右：実用型共晶点セル



図 3. パラジウム点炉

(1) 安定性 共晶点温度を実現させるためには、共晶点物質の融解・凝固時に適切な温度で保持する必要がある、炉の時間的な温度安定性が重要となってくる。炉内温度が安定していれば、融解・凝固時の保持温度を必要な条件で設定する事が可能であり、共晶点温度に近づければプラトー持続時間を長く取ることができる。図4は、炉の設定温度をCo-C共晶点温度 -8°C とし、炉内の温度安定性を測定した結果である。この時の炉内温度の安定性は、共晶点の融解、凝固が観測できる6時間にわたり 0.13°C 以内の安定であった。

(2) 温度分布 良好な共晶点温度でのプラトーを実現するためには、るつぼ内の共晶点物質が、測温孔を中心として円周方向に固-液境界が存在し、その現象が熱電対挿入方向に対して均一に実現されている状態が望ましい。測温孔の熱電対挿入方向に温度分布があると、プラトーが階段状になる現象や、本来の定点温度が実現できなくなってしまう。先でも述べたようにパラジウム点炉は本来、熱電対の先端に取付けたパラジウムを融解させる事を目的とした炉であるために定点炉と比べ温度分布の均一性が悪い。図5は、横軸を測温孔底の 0mm として測温孔に沿った測温接点の位置とし、縦軸は通常、熱電対が設置されている位置を基準とした温度偏差を表したものである。比較として共晶点専用炉の温度分布についても表記した。内部に共晶点物質が存在すると考えられる 60mm の範囲での温度分布の均一性は約 10°C であった。

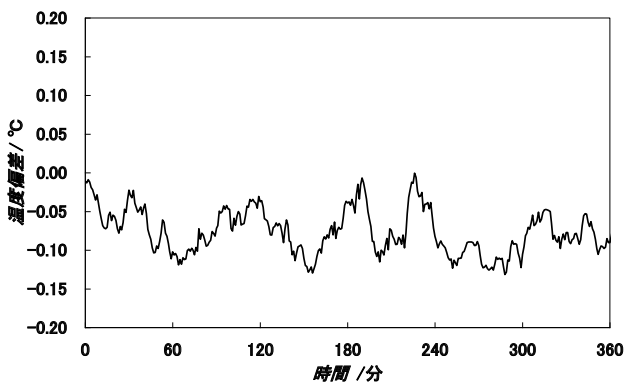


図4. 安定性

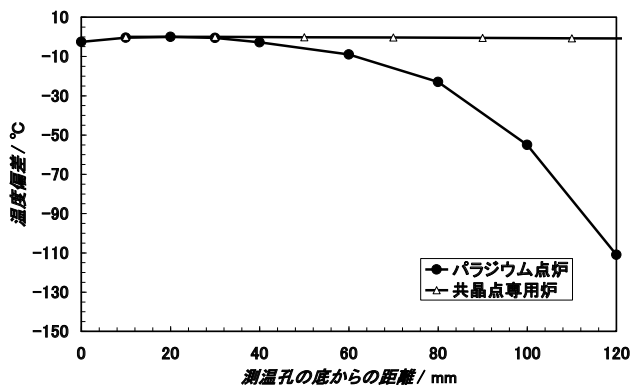


図5. 温度分布

3. 不確かさ評価

実用型共晶点実現にかかる不確かさ要因は下記の通りとし不確かさ評価を行った。

3.1 変曲点決定 金属-炭素共晶点は、純金属定点に比べプラトーの安定性に時間的な変化が大きい。そこで共晶点温度決定には近似式を用い、プラトー実現時の変曲点を共晶点温度とする方法がとられている。そのため近似式及び共晶点温度の決定点により共晶点温度に差が生じる。本研究では、近似式より決定された変曲点から、差が生じるであろう ± 2 点を含む計5点の範囲を共晶点温度とすることとし、その時の最大差を変曲点決定の不確かさとする。得られた結果を図6に示す。得られたプラトーの変曲点より前後5点の最大差は $0.73\ \mu\text{V}$ であったため、この半値である $0.365\ \mu\text{V}$ を変曲点の不確かさとした。

3.2 再現性 同一の保持温度、昇温及び降温で共晶点を実現したとき、どの程度の再現性があるかを評価する。保持温度及び融解温度を共晶点温度 $\pm 8^{\circ}\text{C}$ として、同一条件で20回共晶点温度を実現したときの標準偏差を再現性の不確かさとする。得られた結果を図7に示す。再現性としては $\pm 0.3\ \mu\text{V}$ となり、得られた20個の平均値の標準偏差 $0.15\ \mu\text{V}$ を再現性の不確かさとした。

3.3 周囲温度 炉の周囲温度の影響による共晶点温度変化を評価する。周囲温度を共晶点温度(1324°C)から保持時 -16°C 、融解時 $+16^{\circ}\text{C}$ のように $\pm 16^{\circ}\text{C} \sim \pm 4^{\circ}\text{C}$ の範囲で変化させた時の共晶点実現温度を測定する。その時の温度変化の傾きから、周囲温度における共晶点温度変化の最大差を不確かさとする。得られた結果を図8に示す。「DOWN」は $\pm 16^{\circ}\text{C} \rightarrow \pm 4^{\circ}\text{C}$ と周囲温度を変化させた時、「UP」は $\pm 4^{\circ}\text{C} \rightarrow \pm 16^{\circ}\text{C}$ と周囲温度を変化させた時の結果であり、傾きは $0.1\ \mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$ となった。これを炉の安定性である 0.13°C の時で評価すると、最大で $0.013\ \mu\text{V}$ となり、その半値である $0.0065\ \mu\text{V}$ を周囲温度の不確かさとした。

3.4 熱流の影響 熱電対の挿入深さによる熱流の影響を評価する。都産技研では、実際の校正作業において、熱電対の温接点を測温孔の底からわずかに浮かせた状態で測定を行う。その時に生じると考えられる基準位置からの挿入長誤差を約 10mm とし、熱電対設置位置を変化させ、その時の変化の最大差を不確かさとする。得られた結果を図9に示す。それぞれ3回繰返しその最大差 $2.0\ \mu\text{V}$ の半値 $1.0\ \mu\text{V}$ を熱流の影響の不確かさとした。

4. 不確かさの合成

以上、3章での不確かさ評価結果を表1にまとめる。各要因において得られた不確かさを分布に従った除数で除し、標準不確かさを求めた。得られた標準不確かさを二乗和のルートで合成したものを合成標準不確かさとし、その結果は $0.63\ \mu\text{V}$ となった。更にCo-C共晶点温度である 1324°C におけるPt/Pd熱電対の温度係数($23.6\ \mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$)にて換算すると合成標準不確かさは 27mK であった。

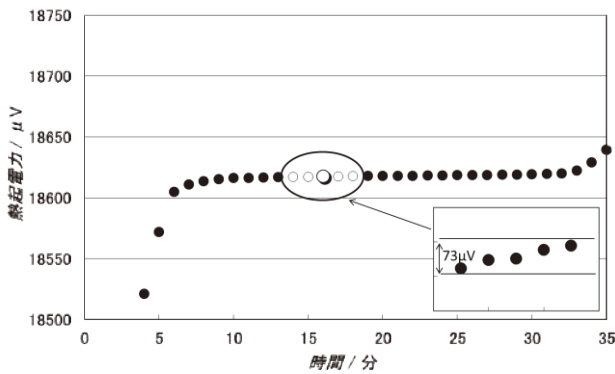


図 6. 変曲点決定の不確かさ

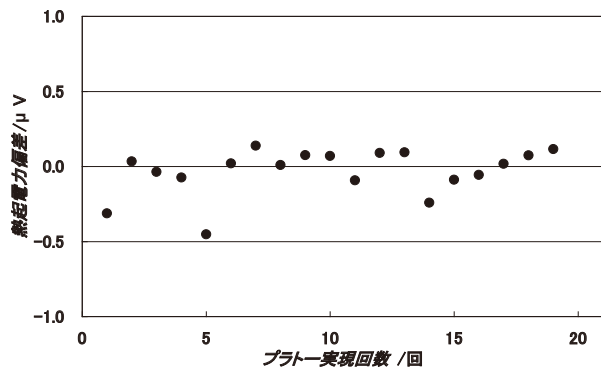


図 7. 再現性の不確かさ

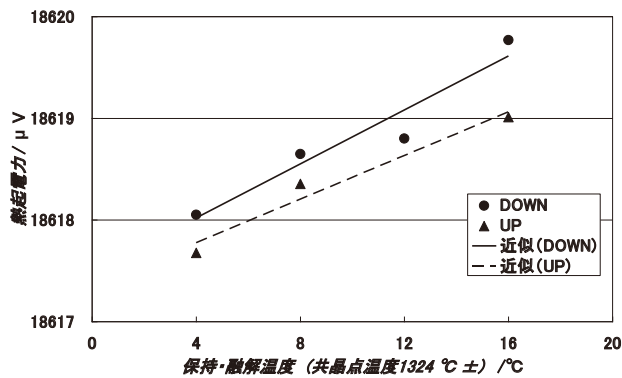


図 8. 周囲温度の不確かさ

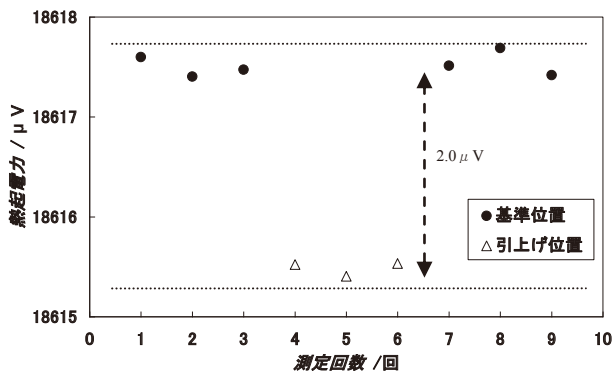


図 9. 熱流の影響の不確かさ

表 1. 不確かさバジェット表

不確かさ要因	不確かさ / μV	除数	標準不確かさ / μV	合成標準不確かさ / μV	標準不確かさ / mK
変曲点決定	0.37	$\sqrt{3}$	0.21	0.63	27
再現性	0.15	1	0.15		
周囲温度	0.0065	$\sqrt{3}$	0.0038		
熱流の影響	1.0	$\sqrt{3}$	0.58		

5. まとめ

以上、実用型共晶点実現の不確かさ評価の結果、合成標準不確かさ 27 mK と小さく、十分に実用標準として利用可能である事がわかった。この結果を持って校正を行う場合には、さらに Co-C セルの校正の不確かさ、基準接点装置における不確かさ及び計測系における不確かさを加えることで校正不確かさとすることができる。本研究における不確かさ評価の技術を活用することで、一層の共晶点を利用した校正技術の普及が見込まれる。

謝辞

本研究に際しまして、実用型共晶点るつぼの作製・提供頂きました独立行政法人産業技術総合研究所 計測標準研究部門 山田善郎氏に深く感謝いたします。

(平成 24 年 5 月 25 日受付, 平成 24 年 7 月 27 日再受付)

文 献

- (1) H. Preston-Thomas: "The International Temperature Scale of 1990", Metrologia, Vol.27, pp.3-10 (1990).
- (2) Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma and A. Ono: "High-temperature fixed points in the range 1150 °C to 2500 °C using metal-carbon eutectics", Metrologia, Vol.38, pp.213-219 (2001).
- (3) 山田善郎: 「金属-炭素共晶を用いた高温標準の動向」, 計測と制御, Vol.42, pp.918-921(2003)
- (4) H. Ogura, M. Izuchi and M. Arai: "Co-C Eutectic Point for Thermocouple Calibration", SICE 2005 Proceedings, pp.2456-2459 (2005).
- (5) H. Ogura, M. Izuchi, J. Tamba and M. Arai: "Uncertainty for the Realization of the Co-C Eutectic Point for Calibration of Thermocouples", SICE 2009 Proceedings, pp.3297-3302 (2009).
- (6) 新井優, 小倉秀樹, 井土正也: 「1550°Cに至る高温の計測の信頼性向上 - 熱電対のための温度の標準体系構築-」, Synthesiology, Vol.3, No.1, pp.1-15(2010)
- (7) 沼尻治彦, 佐々木正史: 「Co-C 共晶点実現装置の不確かさ評価」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, Vol.7, pp. 42-45 (2012)
- (8) 佐々木正史, 沼尻治彦 他: 「小型セルによる Co-C 共晶点の実現」, 平成 21 年度東京都立産業技術研究センター研究会要旨, p.3 (2009)
- (9) 沼尻治彦, 佐々木正史 他: 「熱電対用小型共晶点セルの持ち回り試験」, 電気学会 光応用・視覚 計測合同研究会, LAV-11010~019,M-11-010~019, pp.23-27,(2011)
- (10) Y. Yamada, B. Khlevnoy, Y. Wang, T. Wang and K. Anhalt: "Application of metal (carbide)-carbon eutectic fixed points in radiometry", Metrologia, Vol.43, pp.S140-S144 (2006).
- (11) Burns G. W., Ripple D. C., Battuello M.: "Platinum versus Palladium Thermocouples: An Emf-Temperature Reference Function for the Range 0 °C to 1500 °C", Metrologia, Vol.35, pp.761-780 (1998).

論文

ショーケース用 LED 照明への RP 技術の応用

長谷川 孝*¹⁾ 小金井 誠司*¹⁾ 酒井 日出子*¹⁾

Application of rapid prototyping to a LED luminaire for the showcase

Takashi Hasegawa*¹⁾, Seiji Koganei*¹⁾, Hideko Sakai*¹⁾

The present study aims to spread and expand the high-resolution modeling Rapid Prototyping (RP) business by developing a showcase for the display using RP. In the study, LED circuit design for low power consumption was investigated, and optimization of electronic components and circuit configuration was discussed. Moreover, the light diffusion plate, a part of the LED panels which was designed using RP, achieved inconspicuous glare. Although a showcase of the module type development was attempted, color unevenness of the light source occurred in the vertical plane. The prototype will be shown in an exhibition as a luminaire for base panels.

キーワード : RP, LED 回路, 光拡散板, グレア

Keywords : Rapid prototyping, LED circuit, Light diffusion plate, Glare

1. まえがき

Rapid Prototyping (RP)は、精細な積層ピッチで基材成形ができることから、デザインモデルの製作ツールとして普及している。

RP 基材であるアクリル系樹脂は耐熱性に難があり、光源が発熱する照明器具用には適しておらず、照明器具としての応用例は見当たらない。しかしながら、光源に発光の高効率化・低発熱化が進んでいる LED を採用することで、照明器具用としての応用が期待できる。

本研究では、RP の LED 照明器具用デザインモデルへの応用の可能性について検討する。低消費電力化を目指した LED 点灯回路について検討し、展示用ショーケース向けの LED 照明器具を作製する。RP の微細成形機能や一体加工機能と、光を制御するデザイン技術を組み合わせ、不快グレアを抑制した LED 照明器具の開発を目指す。

2. LED の特性測定と LED 点灯回路の開発

2.1 AC-DC 電源回路の設計 LED を直流定電流駆動させるため、AC-DC 電源回路を作製した。定電流制御素子には LINEAR TECHNOLOGY 社製 2 端子電流源 LT3092 を、LED には ROHM 社製 SMLK18WBJCW1 (順方向電流: 定格 150mA) を使用した⁽¹⁾⁽²⁾。整流方式は通常用いられるコンデンサインプット型とし⁽²⁾、ノイズレス回路にするために、トランスやスイッチング電源方式で電圧制御していない⁽³⁾。チョークコイル L と抵抗 R を挿入し⁽²⁾、低消費電力化を実現するために L の最適化を行うこととした。本研究で用いた

基本回路図を図 1 に示す。

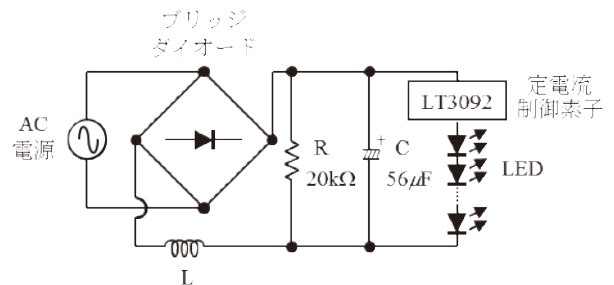


図 1. 基本回路図

2.2 チョークコイル L の検討 チョークコイル L の最適化を行うために、図 1 の回路において L=100mH、15mH 及び 5mH とした時の、直列接続における LT3092 で定電流制御可能な最大 LED 個数を調査した。ただし電源電圧については、スライダックを用いて AC100V に調整した。また LED 通電電流については、DC60mA 以上に設定すると定電流制御素子である LT3092 が過熱したため、DC15mA、23mA 及び 46mA の 3 条件とした⁽²⁾。表 1 に結果を示す。

さらに、商用電源 100V、50Hz を印加して上記 LED 通電電流で最大 LED 個数を点灯させた時の、電源投入から約 10 分後の照度、1 時間平均の有効電力、及び 1 時間経過後の力率を測定した。照度については、室内を消灯状態 (0lx) にして LED 素子を上側に向けて点灯させ、デジタル照度計 (LUTRON 社製 LX-105) を用いて素子の上方約 40cm の位置で測定した。有効電力と力率については、プレジジョンパワーアナライザ (YOKOGAWA 社製 WT1800) を用いて測

表 1. 直列接続における LT3092 で定電流制御可能な最大 LED 個数

L のインダクタンス	LED 通電電流 (DC 定電流)	最大 LED 個数
100mH*	15mA	42 個
	23mA	40 個
	46mA	35 個
15mH	15mA	44 個
	23mA	42 個
	46mA	39 個
5mH	15mA	45 個
	23mA	43 個
	46mA	40 個

*100mH に関しては、参考文献(2)の記載値を引用

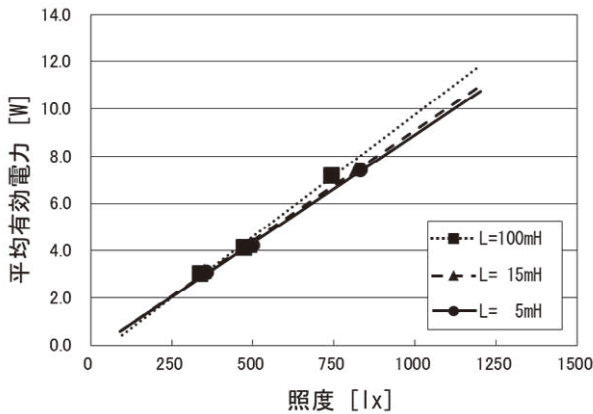


図 2. 照度と有効電力 (1h 平均) との関係

表 2. 力率測定結果

L のインダクタンス	力率		
	DC15mA	DC23mA	DC46mA
100mH*	0.73	0.75	0.80
15mH	0.66	0.67	0.69
5mH	0.58	0.60	0.61

*100mH に関しては、参考文献(2)の記載値を引用

定した⁽²⁾。照度と有効電力との関係を線形近似したグラフを図 2 に、力率の測定結果を表 2 に各々示す。

図 2 より、500lx 以上においては、L=5mH の時が最も有効電力が少ない。表 2 より、力率に関しては L が大きい方が高いが、本研究では低消費電力化を目指しているため、L=5mH を採用することとした。なお L=5mH に小さくしても、突入電流に起因する LED の損傷・動作不良等は発生しなかった。

2.3 LED 通電電流の検討 図 3 に示す並列回路において LED に DC15mA、23mA 及び 46mA の定電流を各々流した時の照度、有効電力及び力率を 2.2 項と同様にして測定した。回路は L=5mH とし、並列なしの状態から最大 5 並列まで並列接続して (図 3)、表 1 記載の最大 LED 個数で点灯させた。この時、46mA の定電流において平滑コンデンサ C が小さい状態 (C=56μF) で並列回路数を増やし続けると、リップル電圧が大きくなり定電流制御不能となるため、

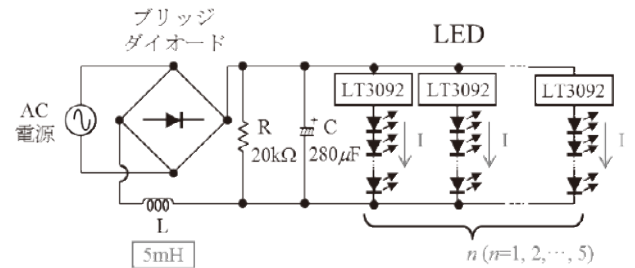


図 3. 実験回路図

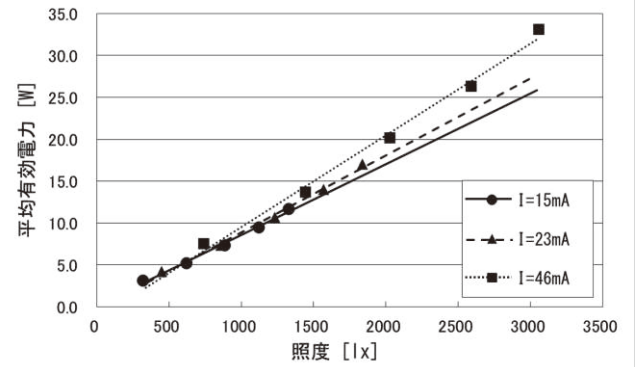


図 4. 照度と有効電力 (1h 平均) との関係

表 3. 力率測定結果

並列回路数	力率		
	DC15mA	DC23mA	DC46mA
並列なし	0.58	0.60	0.64
2 並列	0.62	0.63	0.67
3 並列	0.64	0.65	0.70
4 並列	0.65	0.67	0.70
5 並列	0.66	0.68	0.70

定電流制御できる C の容量を調査して、C=280μF (56μF×5) とした。測定結果を図 4 及び表 3 に示す。

図 4 より、LED 通電電流を小さくした方が有効電力は少なく発光効率が上昇する。これは「LED 素子の光束は駆動電流を大きくするほど大きくなるが、電流と光束とは比例せず、電流が大きくなるほど発光効率は低下する」ドループ現象によるものと考えられる⁽⁴⁾。力率については並列回路数を増やすことにより向上する (表 3)。上記結果を踏まえて、本研究では I=15mA とし、並列接続によって LED の個数を増やし明るさを確保することとした。

2.4 300×300mmLED 光源の試作 2.2 項と 2.3 項の結果を踏まえて 300×300mm の LED 光源を試作した。チョークコイル L を 5mH とし、表 1 記載の 45 個で直列接続した LED を 14 並列にして DC15mA で通電させた (630 個)。リップル電圧を抑制するために、平滑コンデンサ C を 392μF (56μF×7) とした。図 5 に試作光源の写真を示す。

試作光源の消費電力性能を確認するために、照度、有効電力及び力率について、試作光源と市販品との比較を行った。市販品は、同一メーカー品による 6W と 7W 仕様の LED

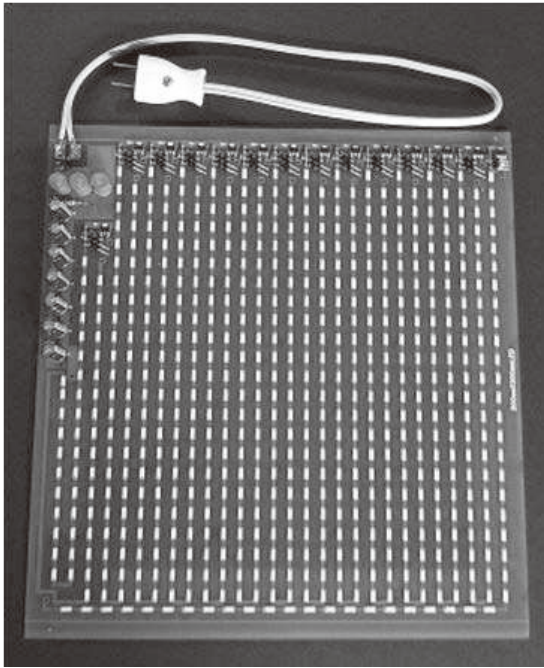


図5. 試作したLED光源

電球2種を選択した。電球の照度測定は、電球カバーを外して電球内のLEDを上側に向けた後、LEDの上方約40cmで測定した。測定結果を表4に示す。

表4. 照度・有効電力・力率の測定結果

測定物	照度	有効電力 (1h 平均)	力率
本研究試作光源	3560lx	27.6W	0.69
6W仕様LED電球	1134lx	6.3W	0.55
7W仕様LED電球	1480lx	7.8W	0.57

測定結果から、試作光源の照度である3560lxにおける市販品の有効電力を推定すると、約17Wとなり、試作光源と比べて10W以上少ない。本研究試作光源においては、部品の最適化や電流制御の工夫・改善を行うことで更なる低消費電力化が可能であると考えられる。

3. RPを使用したショーケース用LED照明の試作

3.1 RP光拡散板とLED照明パネルの試作

RP技術とデザイン技術を組み合わせてRP光拡散板の開発を行った。LED照明パネル用光拡散板としての良し悪しを評価するために、半透明アクリル系樹脂を用いて、100×100mmの光拡散板を10種類試作した。試作品を100×100mm評価用LED光源を用いて発光させ、東京都城東地域中小企業振興センター（都産技研城東支所，公益財団法人東京都中小企業振興公社城東支社，来客等）20代～80代の男女31人にモニター調査（目視による感応検査）を行った。図6に試作し光拡散板のたLED受光面の形状を示す。LED光源の色ム

100×100mm用モデル

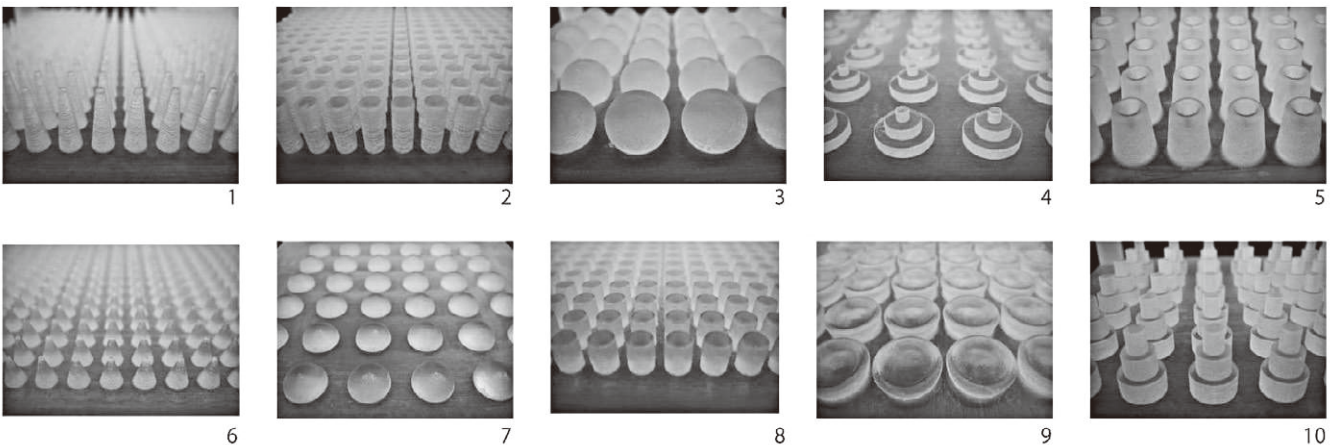
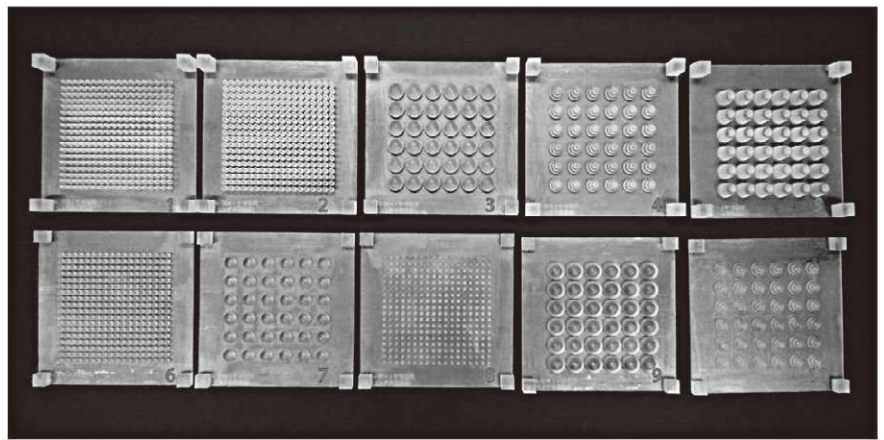
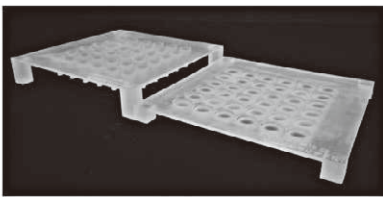


図6. モニター調査用RP光拡散板

ラ（明るさムラ）の発生について検討を加え、No. 1～No. 5 については高さ20mmとし、No. 6～No. 10 については10mm とした。

表5にモニター調査の結果を示す。No. 5 と No. 7 について良好な結果が得られているが、調査に用いた全ての光拡散板の光透過性が高いために、LED 光源の不快感が目立ってしまい、形状デザインを工夫しても改善できないことがわかった。そのため、新たに白色アクリル系樹脂を用いて、No. 5 と No. 7 の形状に検討・改善を加えて 300×300mm の光拡散板を試作した。図7に、試作した光拡散板のLED 受光面の形状を示す。

表5. RP 光拡散板のモニター調査結果

目視による感応検査 (最も良いと感じるものを選択)	No. 5	13 人
	No. 7	11 人
	No. 3	2 人
	その他	5 人



図7. 300×300mm 白色 RP 光拡散板

図7の光拡散板を2.4項の試作光源に装着して点灯させたところ、不快グレアは軽減できており、LED 照明パネルとして使用できることがわかった。本試作パネルの発光部の厚さは約15mmで、コンデンサ高さを入れた最大厚さは25mm以下である。また照度は約1200lxである。

3.2 ショーケース用 LED 照明器具としての検討 展示物に対する視線と試作パネルとのなす角が小さい場合には、LED 光源の色ムラが目立つ（図8）。試作パネルを使用して展示した時、視線の低い位置で展示物を鑑賞すると、LED 光源の色ムラが発生し問題となる。

光や熱による RP 基材の変色等については、連続点灯時間8時間経過後も異状はみられなかった。今後、更に時間をかけて評価する予定である。

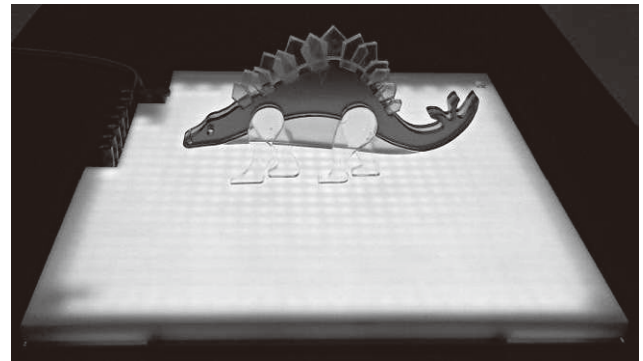


図8. LED 光源の色ムラの発生写真

4. まとめと課題

本研究では、RP の LED 照明器具用デザインモデルへの応用の可能性について検討した。

突入電流防止用チョークコイルのインダクタンス及び LED 通電電流はできるだけ小さく抑え、並列接続によって LED 個数を増やして明るさを確保した方が、消費電力を少なくできることがわかった。本研究試作光源では、部品の最適化や電流制御の工夫・改善を行うことで更なる低消費電力化が可能であると考えられる。

白色アクリル系の RP 樹脂を使用して、LED 受光面の形状を検討した結果、連続点灯時間が8時間以内であれば、本研究試作パネルは展示用ショーケース向けの LED 照明パネルとして使用できることがわかった。ただし視線の低い位置で展示物を鑑賞すると LED 光源の色ムラが発生するので、拡散板デザインの改良を行い色ムラを抑制することが今後の課題である。

(平成24年5月18日受付, 平成24年7月10日再受付)

文 献

- (1) 松浦日出子, 長谷川孝, 秋山正, 大森学: 「LED パネルを用いたノックダウン式ショーケースの試作」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 6, pp. 128-129 (2011)
- (2) 長谷川孝, 松浦日出子, 小金井誠司: 「ショーケースパネル用 LED 点灯回路の検討」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 6, pp. 126-127 (2011)
- (3) 加瀬正史: 「ノイズレス LED 照明用電源設計」, 電磁環境工学情報 EMC, Vol. 24, No. 3, pp. 74-83 (2011)
- (4) 別所誠: 「次世代照明技術」, はかる, No. 103, pp. 12-15 (2011)

論文

木材のボルト接合における締付けトルクと耐力性状

松原 独歩*¹⁾ 島田 勝廣*²⁾

The behavior of proof strength and fastening torque on timber bolted joint

Doppo Matsubara*¹⁾, Masahiro Shimada*²⁾

The conservation of fastening torque on timber bolted joints is ill-defined due to drying contraction and stress relaxation of wood. This paper is concerned with the fastening torque and strength of the double shear bolted timber-to-timber joints. In this study, we experimentally measured the fastening torque by considering the size of the metallic washer. As a result, the first slip coefficient and proof strength demonstrated an upward trend as the fastening torque and metallic washer increased. Then, deformation characteristics were obtained that showed contrasting behavior as the metallic washer was increased. Also, the existent calculation formula for the first slip coefficient and proof strength differed from the experimental results. The existent calculation formula for the First slip coefficient was higher than in the experiment, and the existent calculation formula for proof strength was lower than the experimental result.

キーワード: 木材, ボルト接合, 締付けトルク, 強度

Keywords: Wood, Bolted Joint, Fastening Torque, Strength

1. 諸言

木材は古くから工業製品や建造物など様々な用途で用いられてきた。近年の環境問題から、改めて木材の利用拡大が検討されている。農林水産省は平成22年12月に、10年後の木材自給率50%以上の目標達成を掲げており⁽¹⁾、今後益々木材の国内需要が増すものと考えられ、木材のさらなる有効利用へ向けた研究開発が期待される。

木材で構成される構造物における機械的弱点は接合部であり、接合部の適切な設計・施工が望まれる。接合において一般的な接合法はボルト接合であり、その簡便さから工業製品や建造物などに多く用いられている。ボルト接合の施工では、木材の乾燥収縮や応力緩和現象などにより、ボルトの締付け軸力は低下するものと考えられており、いわゆる締付け管理は行われていない。そのため、インパクトドライバーなど様々な工具や方法で任意に締付けられているのが実状であり、締付け過ぎや締忘れなどが生じているものと考えられる。

そこで本研究では、2面せん断ボルト接合を対象として、実際の締付け時を想定し、締付けトルクと座金寸法の変動が接合部の変形状及び機械的特性にどのような影響を与えるのかを検討する事を目的とした。さらに、日本建築学会

基準の降伏耐力及びすべり係数算定式⁽²⁾により算出される値と実験結果を比較し、算定式の妥当性を検証した。

2. 材料と実験方法

2.1 材料 試験体を図1に示す。使用した木材はスギ(*Cryptomeria japonica*)とした。主材には心持ち、側材には辺材とし、それぞれプレーナー仕上げとした。主材の平均含水率は17%、平均密度は0.403g/cm³、側材の平均含水率は16%、平均密度は0.356g/cm³とした。ボルトはM12六角ボルトとした。ボルトの先穴は初期ガタを排除するために直径12mmのドリルにてあけた。座金は、一辺40mm、60mm、厚さ4.5mm、6.0mmの2種類のZマーク角座金を使用した。

2.2 実験方法 実験の組み合わせを表1に示す。初期締付けトルクは3種類とし、デジタルトルクレンチ(東日製作所製, 100Nm)を用いて、表1とは別に用意した6体(各座金寸法3体ずつ)の試験体にて、トルクレンチが空回りするまでトルクを与え、その時の値を最大トルク T_{max} 、 T'_{max} とした。本実験では、最大トルクに対して $T_{max} \times 0.8$ 、 $T_{max} \times 0.4$ 、 $T_{max} \times 0$ の3種類の締付けトルクとした。ここで、 $T_{max} \times 0$ は、座金に対してナットを2mm浮かした状態とした。締付け方向は、板目面とした。2面せん断試験は、目標の締付けトルクで試験体を作成後、2分以内に加力開始した。ここで試験機は万能試験機(島津製作所製 AG-50TB)を用いた。すべり量は、主材に取り付けた変位計の値とした。試験速度は、5mm/minとした。また実験後、ボルトの変形状況は、X線透過装置により観察した。

事業名 平成23年度 基盤研究

*¹⁾ 城東支所

*²⁾ 技術経営支援室

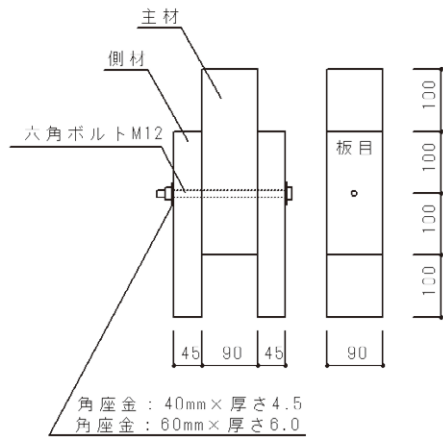


図1. 試験体

表1. 実験の組み合わせ一覧

試験名	座金寸法 mm	T_{max}, T'_{max} Nm	締付けトルク Nm	試験 体数 N
2面せん断	40角 厚さ4.5	$T_{max} : 42$	$33.6(0.8 \times T_{max})$	2
			$16.8(0.4 \times T_{max})$	3
			$0.0(0 \times T_{max})$	2
	60角 厚さ6.0	$T'_{max} : 52$	$41.6(0.8 \times T'_{max})$	3
			$20.8(0.4 \times T'_{max})$	3
			$0.0(0 \times T'_{max})$	3

3. 実験結果と考察

3.1 変形状態 図2に、実験後にX線透過装置によって撮影した試験体の状況を示す。また、図3に試験後の試験体の破壊状況を示す。試験体の変形状態は角座金 40mm, 60mm で締付けトルクの大きさに関わらず明確な違いが確認された。角座金 40mm では、主材内においてボルトが曲げ降伏するとともに、木材のめり込み降伏も確認され、座金が側材へ大きくめり込む状況となった。一方、角座金 60mm では、主材及び側材内のそれぞれにおいてボルトが曲げ降伏しているものと見られ、座金の側材へのめり込みは小さかった。また、変形量の増加に従い、ナットが角座金にひっかかりボルト軸力が増加するいわゆるロープ効果が確認できた。

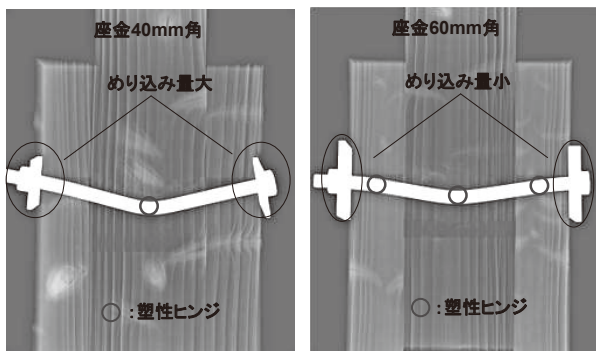


図2. 変形状態

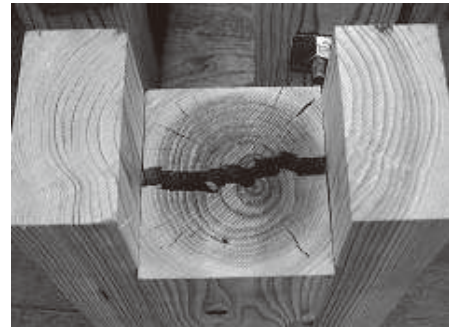


図3. 試験後の試験体の破壊状況

3.2 荷重とすべり量 図4に荷重とすべり量関係を示す。初期締付けトルクを0.0に設定した試験体は、相対すべり量5~10mmの範囲で2次剛性が出現し、その後再び荷重が上昇する性状になり、初期締付けトルクを与えた試験体と異なる性状を示した。これは、ナットを2mm浮かした状態で試験したため、2次勾配の終着点まではボルトの曲げ変形に依存し、ナット端部が座金に接した後、座金が木材へとめり込み、ボルトの軸力上昇とともに耐力上昇が生じるロープ効果^{(3),(5)~(7)}を生じたものと考えられる。初期締付けトルクを与えた試験体は初期締付けトルクを0.0に設定した試験体と比べて降伏点は高く、明確な差異が認められた。しかし、最大荷重に明確な差は認められなかった。したがって、初期締付けトルクの大小は、荷重とすべり量の関係に影響を与える因子であると推察された。

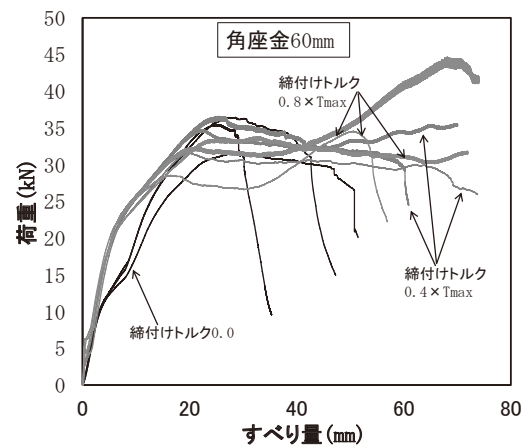
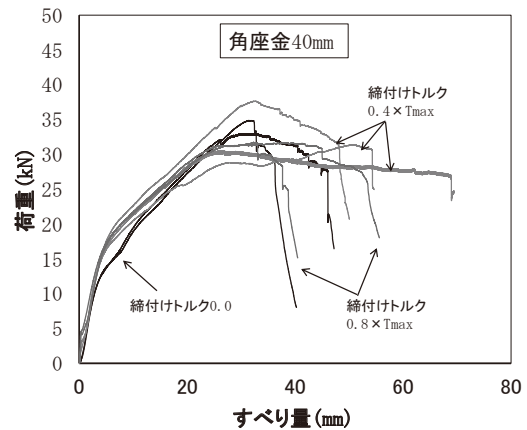


図4. 荷重とすべり量の関係

3.3 初期締付けトルクが剛性及び耐力に与える影響

初期締付けトルクが初期すべり係数, 降伏耐力及び終局耐力に与える影響を調べるために, 図5のような方法にて, 各特性値を算出した。初期すべり係数は, 初期弾性勾配であり, 降伏耐力は, 初期勾配直線と2次勾配直線の交点とした。終局耐力は最大荷重とした。初期締付けトルクと各特性値の関係を図6に示す。

締付けトルクの増加, また座金面積の増加により, ばらつきが若干大きい, 初期すべり係数及び降伏耐力は上昇傾向を示した。これは, 締付けトルクの増大に従い, 主材と側材間の摩擦力の増大による影響であると考えられる^{(3)~(4)}。ばらつきの要因の一つとしては, デジタルトルクレンチによる締付け速度の違いから起因するボルトに生じる軸力が変動したことにより, 主材と側材間の摩擦力に影響を及ぼしたものと考えられる。終局耐力は, ばらつきが大きく, 明確な傾向は認められなかった。

3.4 日本建築学会基準の降伏耐力及びすべり係数算定値⁽²⁾と実験結果の比較

日本建築学会基準の降伏耐力及びすべり係数算定値⁽²⁾と実験結果の比較を行った。降伏耐力算定式は, ヨーロッパ降伏型理論(EYT式)より, すべり係数算定式は弾性床上の梁曲げ理論より構築されている。

せん断ボルト接合の降伏耐力はヨーロッパ降伏型理論より以下の(1)式にて算出した。

$$P_y = C F_e d l \quad \dots (1)$$

ここで, P_y : 降伏耐力, C : 接合形式係数, F_e : 主材の基準支圧強度 (19.4N/mm^2), d : 接合具径 (11.75mm), l : 主材厚 (90mm)である。

また, 接合形式係数 C は, 以下の4式のうち最小値とした。

$$C = \min \left\{ \begin{array}{l} 2\alpha \beta \\ 1 \\ \sqrt{\frac{8\alpha^2 \beta^2 (1+\beta)}{(2\beta+1)^2} + \frac{8\beta \gamma \left(\frac{d}{l}\right)^2}{3(2\beta+1)}} - \frac{2\alpha \beta}{2\beta+1} \\ \frac{d}{l} \sqrt{\frac{8\beta \gamma}{3(1+\beta)}} \end{array} \right.$$

ここで, α : 側材厚/主材厚 (0.5), β : 側材と主材の支圧強度の比 (側材及び主材は同種材なので 1), γ : 接合具の基準材料強度と主材の基準支圧強度の比 (12.11)である。

すべり係数は弾性床上の梁曲げ理論より以下の(2)式にて算出した。

$$K = \frac{1}{\left\{ L_1 + L_2 - \frac{(J_1 - J_2)^2}{2(K_1 + K_2)} \right\}} \quad \dots (2)$$

ここで, $L_1, L_2, J_1, J_2, K_1, K_2$ は, ボルトの断面2次モーメント, ヤング係数, 木材のめり込み剛性から算出され

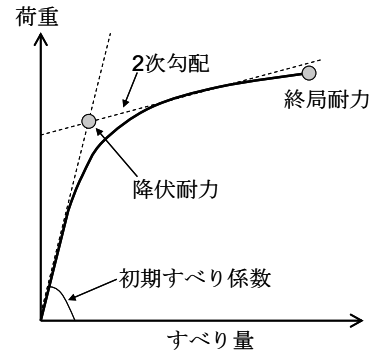


図5. 各特性値の算出方法

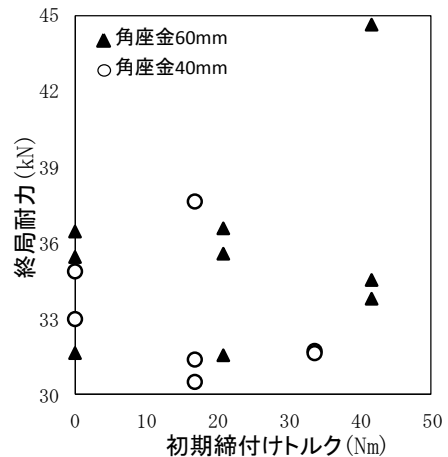
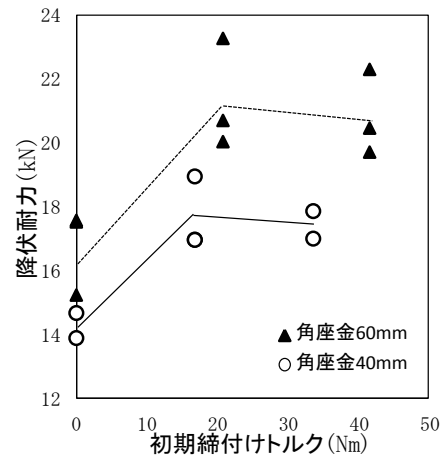
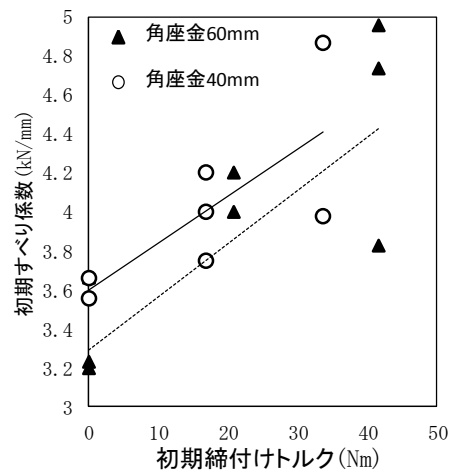


図6. 初期締付けトルクと各特性値の関係

る値であり、 $L1 : 5.62 \times 10^{-5}$, $L2 : 8.85 \times 10^{-5}$, $J1 : 1.35 \times 10^{-6}$, $J2 : 3.15 \times 10^{-6}$, $K1 : 4.79 \times 10^{-8}$, $K2 : 8.54 \times 10^{-8}$ とした。

(1) 式及び (2) 式より算出された値と実験結果の比較を図7、表2に示す。

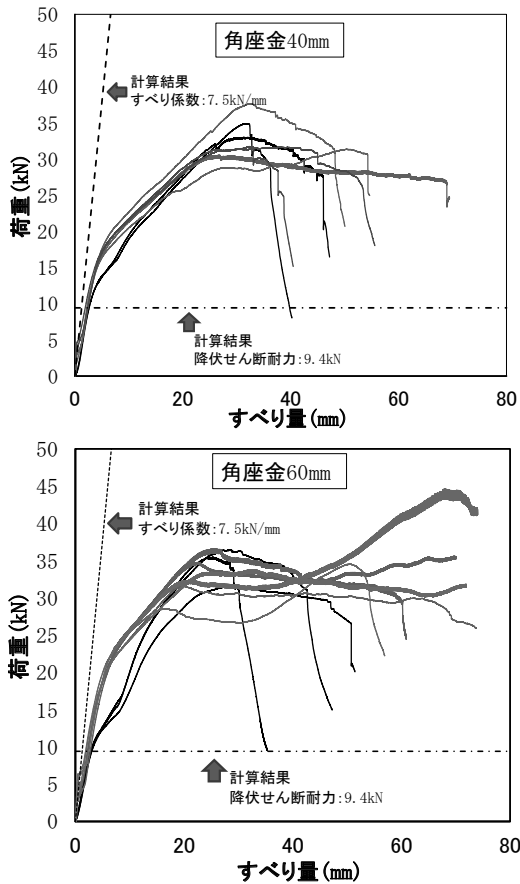


図7. 計算結果と実験結果の比較

表2. 計算結果

座金寸法 mm	締付けトルク Nm	すべり係数 実験平均値/ 計算値	降伏耐力 実験平均 値/計算値
40 角 厚さ 4.5	$33.6(0.8 \times T_{max})$	0.59	1.85
	$16.8(0.4 \times T_{max})$	0.53	1.87
	$0.0(0 \times T_{max})$	0.48	1.52
60 角 厚さ 6.0	$41.6(0.8 \times T'_{max})$	0.60	2.21
	$20.8(0.4 \times T'_{max})$	0.49	2.27
	$0.0(0 \times T'_{max})$	0.45	1.78

すべり係数は、計算結果は実験結果と比較して高めに評価され、降伏耐力は低めに評価された。初期締付けトルクを大きくするに従い、計算結果と実験結果の解離が確認された。これは、一連の算定式は、締付けによるボルト軸力の増加、すなわち摩擦抵抗力を考慮していないためであると考えられる。初期締付けによる摩擦抵抗力増加分を考慮することで算定式はより実験結果を再現できるものと推察された。

4. 結言

2面せん断ボルト接合を対象として、実際の締付け時を想定し、締付けトルクと座金寸法の変動が接合部の変形状及び機械的特性に与える影響について調べた。さらに現日本建築学会基準のすべり係数、降伏耐力算定式より得られる値と実験値を比較し、算定式の妥当性を検証した。得られた知見を以下に示す。

- 1) 座金の大きさは、変形状に影響を与える因子の一つであり、座金を大きくすることで、木材へのめり込みが減少した。
- 2) 初期締付けトルクがゼロの状態は、接合部の降伏耐力を低下させた。
- 3) 初期締付けトルク及び座金寸法を大きくするに従い、初期すべり係数及び降伏耐力は増加傾向を示した。
- 4) 日本建築学会基準の算定式は、実験結果と比較して解離がみられ、初期締付けトルクの増大に従い、それは顕著になることがわかった。

これらの結果より、木材のボルト接合において、初期締付けトルクは機械的特性に与える影響が大きい。そのため、ボルト接合工程においては適切な締付け管理が必要である。

(平成 24 年 5 月 24 日 受付, 平成 24 年 7 月 6 日 再受付)

文 献

- (1) 農林水産省：「新農林水産省木材利用推進計画」, 平成 22 年 12 月策定
- (2) 日本建築学会：「木質構造設計基準・同解説」, pp.30-35, pp.232-233 (2006)
- (3) 松原独歩, 島田勝廣：「座金寸法と締付けトルクを変動させた 2面せん断ボルト接合部における耐力性状」, 第 62 回日本木材学会大会, pp.37.(2012)
- (4) 平井卓郎：「鋼板サイドウェブを持つ木材ボルト接合部のせん断耐力に及ぼす摩擦抵抗の影響」, 木材学会誌, 37(6), pp.517-522.(1991)
- (5) 蒲池健, 安藤直人, 稲山正弘, 村上雅英：「2面せん断木-木ボルト接合部における荷重-すべり特性の新評価法」, 日本建築学会構造系論文集, No.619, pp.119-126.(2007)
- (6) 西山誕生, 安藤直人：「ローブ効果を考慮したボルト接合部の 2面せん断特性の予測」, 木材学会誌, Vol.49, No.5, pp.355-364(2003)
- (7) 野口昌宏, 小松幸平：「木-木ボルト接合部における剛性・耐力評価法の新提案と実験による検証」, 木材学会誌, Vol.49, No.2, pp.92-103(2003)

論文

衣服圧評価用の歩行動作ダミーの開発

第1報 柔らかダミーの開発

菅谷 紘子*¹⁾ 岩崎 謙次*¹⁾Development of an ambulation dummy for evaluation of clothing pressure
(Part 1) -Development of a soft dummyHiroko Sugatani*¹⁾, Kenji Iwasaki*¹⁾

In the field of product development and quality control evaluation of clothing pressure, such as compression wear that advertises the “clothing pressure” have been made, but these evaluations are not similar to actual use. This is due to the lack of evaluation equipment that considers the change of human body shape when this type of compression wear is being worn.

In this study, we aim to development evaluation equipment for these composite elements. We developed a soft polyurethane dummy that considers tissue hardness for each part of the human body. The softness replicates changes to tissue hardness of human body shape when compression wear is worn.

The equipment was verified as giving measurement results on clothing pressure comparable to those obtained from a human subject. As a result, we will use the soft dummy to evaluate clothing pressure.

キーワード：衣服圧, 評価装置, 人体硬さ, 人体の変形, 柔らかダミー

Keywords : Clothing pressure, Evaluation equipment, Tissue hardness, Change of human body, Soft dummy

1. はじめに

最近の健康志向ブームにより、「着圧」効果による運動機能サポートを謳った機能性ウェアや、健康雑貨アイテムなど多くの着圧製品が販売されている。各企業でも着圧効果検証のため衣服圧による評価を取り入れ始めており、評価の需要が高まっている。

一般に衣服圧測定は硬質ダミーや裁断用トルソ等を用いているが、人体との測定値の差が大きい。都産技研では人体に近い条件で再現性のある測定が可能な人工皮膚を埋め込んだ脚型ダミーの開発を行った⁽¹⁾。

しかし、多様な着圧製品の中には、その圧迫力により人体の柔らかい部位を変形させ、体型補正や姿勢矯正等を目的とした製品（骨盤矯正ベルトやコルセット、女性用ガードル等）などがあり、多様な製品の効果を評価するには至っていない。またこれらの多くは、その主たる対象年齢が40代以降の中老年女性であるが、現在利用しているダミーは20代女性の形状のものであり、体型に差異があり、着圧効果測定への影響が懸念される。

これらの課題を解決するため、中年女性を対象モデルとし、人体特長を考慮した柔らかいダミー（以下、柔らかダミーとする）の開発を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1 使用機器

【サイズ, 形状の測定】

- ・マルチン人体測定器
- ・人体3次元計測装置（浜松ホトニクス株式会社, C9036）

【硬さの測定】

- ・組織硬度計（伊藤超短波株式会社, OE-220）

【衣服圧の測定】

- ・衣服圧測定装置（株式会社エイエムアイテクノ, AMI-3037）
- ・エアパックセンサ（株式会社エイエムアイテクノ, 直径20mm）
- ・20代女子平均ダミー：MPS-20（七彩製）

2.2 試験方法

2.2.1 サイズ, 形状の測定

人体を模倣したダミーを作製するために、被験者は40代～50代の健康な9～11号サイズの女性6名とし、被験者のサイズ, 形状を測定した。

併せて、社団法人人間生活工学研究センター（以下HQL）による、日本人の人体寸法データブック（2004-2006）の40代女性のデータを参考にした⁽²⁾。

測定はマルチン法による直接測定と、人体3次元計測装置を用いた間接測定による形状の把握を行った。マルチン法では、ダミー作製に必要な要素項目として、周長項目7

事業名 平成22年度, 23年度 基盤研究

*¹⁾ 墨田支所

か所、長さ項目 5 か所、幅項目 6 項目の計 18 か所の測定を行った。各測定項目は、主に JIS に規定された衣服設計のための人体計測に用いられる部位とした⁽³⁾。

2. 2. 2 人体の硬さの測定 柔らかかダミー作製にあたり、人体の各部位の硬さを測定した。都産技研では、人工皮膚を埋め込んだ脚型ダミーの開発時に、KES-G5を用いて下肢の部位別硬さを測定したが⁽¹⁾、圧縮時にかかる荷重が大きく、測定の際に姿勢を保つことが難しいため、正確に部位別硬さを測定できなかった。

そこで本研究では、人体の軟部組織の硬さを正確に測定できる、組織硬度計による測定を実施した^{(4)~(8)}。この機器の原理は、圧縮部分にあたる先端部に、「押す力センサ」と「押される力センサ」の二つのセンサがあり、二つのセンサの合計荷重が 10N になったときの、押す力の割合 (%) が硬さとして測定されるものである。したがって、硬い部位は数値が大きく、柔らかい部位は数値が小さくなる。

人体の硬さ測定はこれを利用して、次の条件で実施した。被験者は 40 代~50 代の健康な 9~11 号サイズの女性 5 名とし、姿勢条件は立位、力を抜いた弛緩状態で測定を行った。

測定部位は JIS に規定された衣服設計のための人体計測に用いられる測定点を基に、12 か所（ウエスト前面、ウエスト脇、ウエスト後面、腹部前面、臍脇、腸骨部、臀部最突点、臀部外側、臀部下部、大腿部前面、大腿部外側、大腿部後面）を測定した。なお、以下測定した硬さは、例えば組織硬度計で 15% と測定された場合、「15% 硬さ」と表記する。

2. 2. 3 ダミー構成材料の硬さの測定 人体の硬さに応じた材料選定のために、配合により硬さを変化させることが可能なウレタン材料を選択した。本研究では、人体硬さ測定に用いた組織硬度計を使用し、ウレタン材料の硬さ測定を行った。

ダミー作製に必要な硬さ材料の検討のために、測定試料は配合により、硬さを 5 段階に変化したウレタン材料を用いた。そのうち、人体の平均硬さに近い 1 種類を選択した。この材料の厚さを 10mm~40mm に変化させ、厚さ変化時の硬さの測定を実施した

2. 2. 4 衣服圧による評価 衣服圧の測定は、従来都産技研で使用している、エアバック方式を採用した。使用機器は前述のとおりで、供試衣服は市販の女性用ガードル 2 種類（以下、弱圧設計ガードル、強圧設計ガードルとする）とした。

測定対象として、40 代~50 代の健康な 9~11 号サイズの女性 6 名、従来用いてきた硬質ダミー、開発した柔らかかダミーの 3 対象とした。測定は立位静止状態で実施し、測定部位は、腹部、臀部、臀部外側、大腿部前面、大腿部後面の 5 か所とした。

3. 結果及び考察

3. 1 硬さの測定

3. 1. 1 人体の硬さの測定 日常生活において、人体の硬さ、特に腹部や臀部は、腹筋などへ力を入れたり抜いたりすることで、硬さが変化する部位である。このことから、特に硬さに差があると考えられる、腹部と臀部について硬さ測定を行った。被験者 1 名を立位姿勢として、「力を入れた緊張時」と「力を抜いた弛緩時」の 2 条件の測定結果を図 1 に示す。

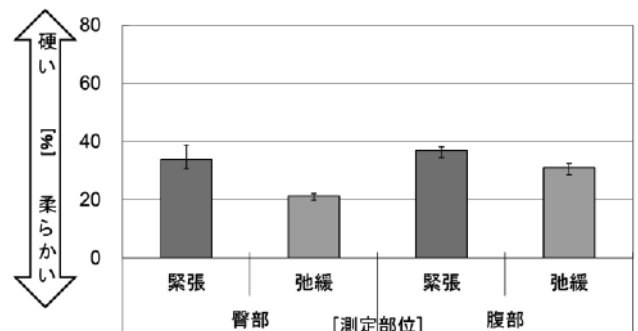


図 1. 人体の緊張時と弛緩時の各部位の硬さの違い

緊張時と弛緩時は、どちらの部位も約 10% 硬さの差があり、感覚と同様に弛緩時は柔らかく、緊張時は硬いことがわかった。

そこで被験者 6 名による人体各部位の硬さの測定を実施した。測定は立位で、通常の状態に近い弛緩状態で測定した。実施した部位別硬さの結果を図 2 に示す。図の破線部分がウエスト~大腿部の人体の平均硬さであり、「26% 硬さ」であることが確認できた。

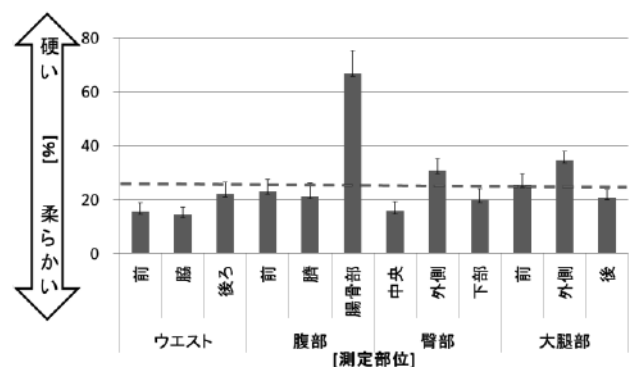


図 2. 人体の各部位の硬さ

各部位の硬さ測定の結果から、部位間の差が大きいことがわかる。特に硬い骨上の部位か、筋肉、又は皮下脂肪層の上で測定するかで差が大きい。今回測定した部位の中では、骨上の皮下脂肪層が最も少ない腸骨部が最も硬く、筋肉や皮下脂肪層の厚い臀部最突点が最も柔らかい傾向にあった。また、臀部、大腿部では、前面、後面に対し、外側がやや硬い傾向にあることがわかった。

3. 1. 2 ダミー構成材料の硬さ 配合により硬さを5段階に変化したウレタン材料を測定した結果，最も柔らかい材料と最も硬い材料では硬さの測定値に「15%硬さ」程度の差があった。このうち，人体の平均硬さ（「26%硬さ」）に近い材料をダミーの主材料とした。（これを以下「平均硬さ材料」とする。）

次に平均硬さ材料を用い，厚さを変化させて硬さの測定を行った。その結果を図3に示す。棒グラフは，硬い机上（以下，硬い面上）で測定した結果であり，平均硬さ材料の厚さが薄いほど硬く，厚いほど柔らかいことがわかった。また厚さを変化させることで硬さは「15%硬さ」程度幅を持たせられることがわかった。特に厚さ10mm～20mm間で，急激な硬さの変化があることも認められ，10mm～20mm厚ほどになると測定面の硬さの影響を受けるためと考えられる。

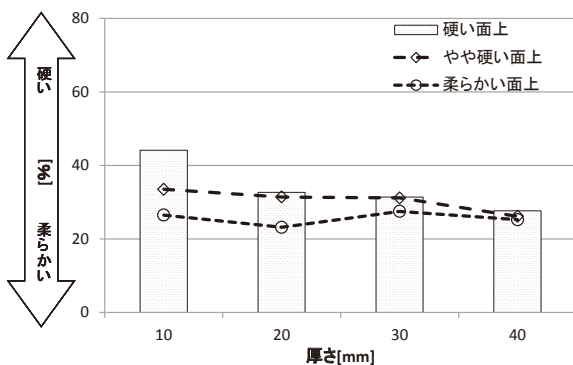


図3. 厚さ変化による，硬さの測定値の違い

図中の折れ線グラフはこの測定面の硬さを変化させたものである。平均硬さ材料に比べやや硬い材料の面上と平均硬さより柔らかい材料の面上で測定した結果，硬い面上（机上）の測定値と「20%硬さ」程度硬さに差があることがわかった。柔らかい面上での測定は，ウレタン材料の厚さを薄くすることにより，先に述べたのと逆に，柔らかい測定面の影響を大きく受けることがわかった。

また，図中右端の40mm厚の結果では，硬さの異なる面上で測定しても硬さに差がみられなかった。以上より，40mm厚以上で真に近い硬さとなっていると考えられる。

このように，硬い面や柔らかい面の上へ平均硬さ材料を乗せるなど，材料を二層にしたときに硬さを変化できることがわかった。これをダミー作製に応用した。

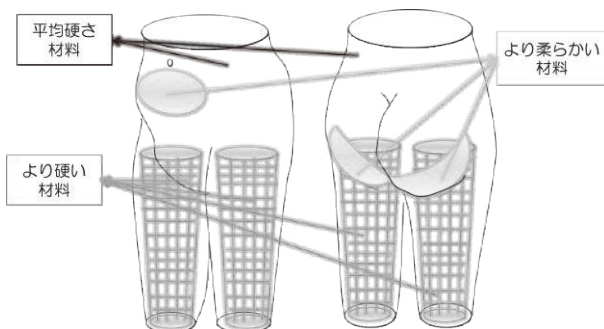


図4. 各硬さサンプルの配置

3. 2 柔らかかダミーの作製 ダミーのサイズは，被験者実験の結果に基づき，HQLの日本人の人体寸法データブック（2004-2006）の40代女性の平均値を加味し決定した。形状は，平均サイズを加味した上で実際の人間に近似したモデルとするため，3次元測定の結果から平均的な被験者1名を抽出し，モデル化した。

人体は骨格の周囲に筋肉がつき，その上に柔らかい組織が乗った構造である。この構造を模倣し，ダミー内部へ人体骨格模型を埋め込むこととした。人体骨格模型をダミーの骨格として，平均硬さ材料を中心材料に用いた。

人体で大きな筋肉のある大腿内部へは，より硬い材料を配置し，人体で皮下脂肪層の厚い腹部，臀部中央～下部へは，より柔らかい材料を配置した。各硬さ材料の配置の詳細は図4のとおりである。このように硬さをコントロールして作製したダミーを図5に示す。

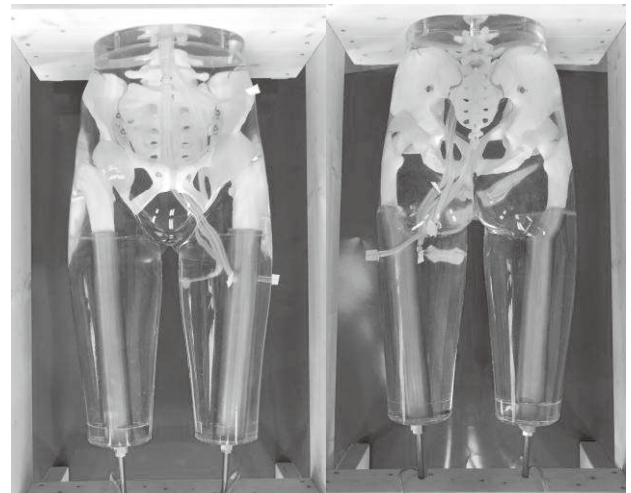


図5. 柔らかかダミー（左：前面，右：後面）

3. 3 柔らかかダミーと人体の比較

3. 3. 1 硬さによる比較 人体と柔らかかダミーの腹部前面，臍脇，腸骨部，臀部最突点，臀部外側，臀部下部，大腿部前面，大腿部外側，大腿部後面の9か所の硬さを比較した結果を図6に示す。

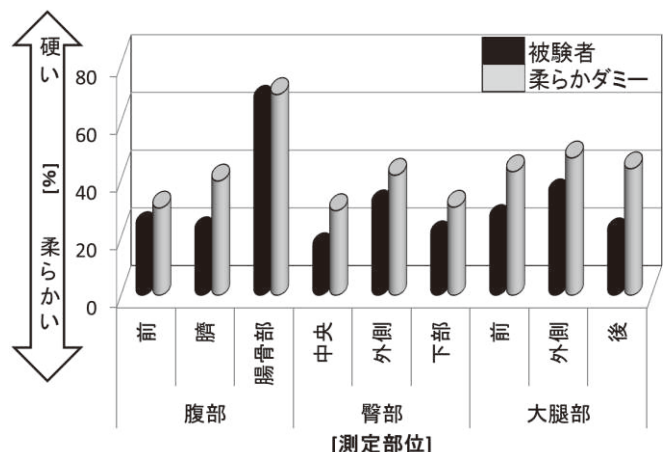


図6. 柔らかかダミーと被験者の各部位の硬さ

この図は柔らかかダミーの部位別硬さと被験者の部位別硬さをグラフ化したものである。各部位とも人体と比較して柔らかかダミーはやや硬い傾向にあるが、各部位間では類似した硬さであることがわかる。

以上より、開発した柔らかかダミーは人体に類似した硬さ傾向の柔らかかダミーであることが確認できた。

3. 3. 2 衣服圧測定による比較 衣服圧を測定し、柔らかかダミーの評価を行うにあたり、弱圧設計、強圧設計として販売されている女性用ガードル 2 種類を着用させた際の衣服圧の結果を図 7～図 8 に示す。

まず臀部以外の部位の測定値は、硬質ダミーが最も高く、次いで柔らかかダミー、被験者の順になっている。これは、硬さの順と一致しており、硬い面では測定値が高く、柔らかい面ほど生地が表面へ馴染み、センサの押される力が分散されるため、測定値が低くなったと考えられる。この結果から柔らかい部位は柔らかい面で測定しなければ、生地の締め付け力による形状の変化が起こり、生地が馴染み圧力が分散する効果などが観察できないと考える。

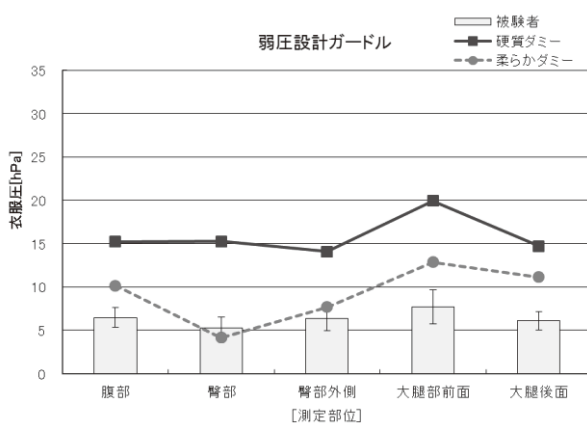


図 7. 弱圧設計ガードルの各部位の衣服圧測定結果

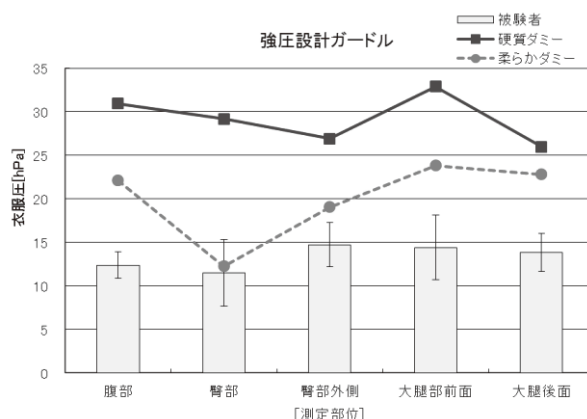


図 8. 強圧設計ガードルの各部位の衣服圧測定結果

臀部では被験者と柔らかかダミーの衣服圧測定値の差が、他部位に比べて小さいことが特徴的である。被験者の硬さと柔らかかダミーの硬さの差は、他部位と同程度である。臀部は最も面積が広く、また部位の特徴として曲率半径が小さいため、締め付け力により形状変化が生じやすく、センサが沈みこみ押される力が分散されると推測できる。ストレッチ性のある生地を装着した時の、柔らかかダミーの変形状態が人体の変形に近い挙動を示したためと考えられる。

以上より、従来の硬質ダミーでは被験者との測定値に差が大きかったが、柔らかかダミーを用いる事でより人体に近い測定がモデル実験として行えると考える。

4. まとめ

これまでの品質管理や製品開発の現場でも、衣服圧による評価が行われており、現在のポピュラーな評価方法に、被験者実験によるものや、硬質ダミーを用いた測定等がある。しかし、これらの評価方法には人体の柔らかさからくるいくつかの問題点があった。

これらの問題点を踏まえ、本研究では、人体各部位の硬さ分布測定を行い、人体に類似した硬さを持つ全体が柔らかかダミーを開発した。この柔らかかダミーを用いて衣服圧の測定を行うことで、人体に近い評価が可能となった。本開発装置を提供することで、企業の製品開発や品質管理の支援に役立てたい。なお、人体に近似した硬さを持つダミーについては、特許出願中⁽⁹⁾である。今後、動作を含めた衣服圧評価装置の開発に生かしていきたい。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 8 月 3 日再受付)

文 献

- (1) 岩崎謙次, 松澤咲佳, 飯田健:「ハイサポート製品の衣服圧測定用脚型ダミーの開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, 第 3 号, (2008)
- (2) 人間生活工学研究センター:「日本人の人体寸法データブック 2004-2006」(2006)
- (3) JIS L 0111: 2006 衣料のための身体用語
- (4) 荻原久佳 他:「経皮的神経電気刺激と感覚閾値の変化」, The 27th Annual Tohoku Physical Therapy Congress 2009 p.89 (2009)
- (5) 森下勝行 他:「超音波照射が軟部組織硬度と関節可動域に与える影響」, The 27th Annual Tohoku Physical Therapy Congress 2009 p.81 (2009)
- (6) 渡辺哲朗 他:「新しい評価手法を用いた軟部組織硬度の計測—軟部組織硬度計を用いて—」, The 27th Annual Tohoku Physical Therapy Congress 2009 p.87 (2009)
- (7) 渡辺哲朗:「腰痛に対するストレッチング効果の基礎的研究—温熱療法との併用効果について—」, 第 45 回日本理学療法学会大会要旨集 p.382 (2010)
- (8) 森下勝行 他:「軟部組織硬度と関節可動域に対する超音波療法の効果—単盲検プラセボ試験による検討—」, 第 45 回日本理学療法学会大会要旨集 p.804 (2010)
- (9) 菅谷紘子, 岩崎謙次:「人体模型」, 特願 2011-151286 号

論文

衣服圧評価用の歩行動作ダミーの開発

第2報 歩行動作装置の開発

菅谷 紘子*¹⁾ 岩崎 謙次*¹⁾Development of an ambulation dummy for evaluation of clothing pressure
(Part 2) -Development of an ambulation deviceHiroko Sugatani*¹⁾, Kenji Iwasaki*¹⁾

In clothing design, even though evaluations that consider various operations is very important, no equipment was available to evaluate clothing pressure while walking. In particular, compression clothing for sport which is advertised as “clothing pressure”.

The second report shoes the development of an ambulation device using the soft dummy. During development, walking gait characteristics, including walking speed, stride length, and knee joints locus will be used to replicate human locomotion.

As a result, the ambulation dummy can be used to measure clothing pressure. There is a difference in the measured value level, but it is similar to the changes in the measured value.

We recommend the method as a standard device for evaluation of clothing pressure.

キーワード：衣服圧，歩行動作，歩行装置，歩行動作型柔らかダミー

Keywords：Clothing pressure, Walking, Ambulation device, Ambulation soft dummy

1. はじめに

現在「着圧」効果による運動機能サポートウェアなどが多数販売されており，これらは圧的快適性の指標の一つである衣服圧による着圧効果の検証や製品評価が求められている。これらの製品設計時には，人体の動作快適性を考慮することが重要である。

しかし被験者実験以外で人体モデル等に着衣させた状態で，動作するときの衣服圧の評価装置は存在していない。

そこで本研究では，第1報で開発した柔らかダミーを用い，歩行動作に着目した動作装置を開発することとした。これにより，これまで評価することが難しかった連続動作時における衣服圧測定を可能にする。

2. 動作装置の開発

2.1 人体の歩行動作について 歩行動作とは，両足を同時に地面から離さない移動法と定義されている。この歩行動作を構成する要素に，歩行速度と歩幅があげられる。人体の歩行動作を把握するために，40～50代の健康な女子8名を被験者として，歩行運動実験を行った。実験風景を図1に示す。



図1. 被験者実験風景

被験者実験では，歩行速度と歩幅を測定した。結果は被験者間にばらつきは少なく，歩行速度と歩幅については，個人差があまりないことが確認できた。ダミー動作装置の開発にあたり，被験者実験により得られた結果から歩行動作を構成する要因を以下のように分類した。

【歩行速度】

被験者実験の結果より、歩行速度は 1.4m/sec の結果を得ることができた。また、一般的にも 40 代女子の平均歩行速度は約 1.2m/sec であることがわかっており⁽¹⁾⁽²⁾、動作装置ではこれらの歩行速度を再現することとした。

【歩幅】

歩幅は、右または左足の踵が地面についてから逆の左または右の踵が地面に着くまでの距離と定義される⁽¹⁾。被験者実験の結果より、40 代女子の平均歩幅は約 600mm と得られた。また、ここから、膝関節の動作幅を計算したところ、約 300mm であった。

【歩行時の膝部分の軌道】

歩行軌道については、独立行政法人産業技術総合研究所デジタルヒューマン工学研究センター所有の平均歩行データから、歩行軌道を算出した。

得られた膝関節、足首関節の歩行時の軌道を図 2 に示す。図の左が進行方向で、 $(x, y) = (0, 0)$ の座標位置が股関節である。この軌道は下肢長及び大腿長の平均長さを基に、膝関節、足首関節の x, y 座標の変化量を算出し、プロットしたものである。柔らかダミーの駆動部にあたる膝関節は、歩行動作では円弧の軌道を描くことが確認できた。

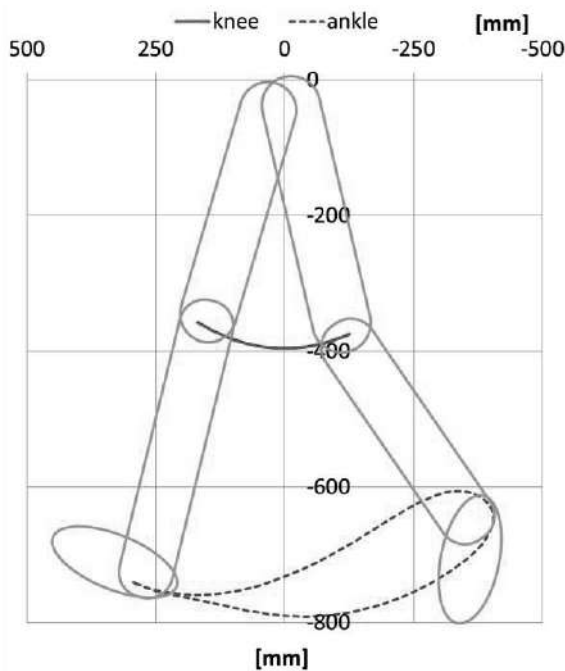


図 2. 膝関節、足首関節の歩行時の軌道

2.2 動作装置の仕様 動作装置は、歩行速度と歩行幅を可変とし、被験者実験の結果を再現できるようにした。柔らかダミーの膝部分の可動幅は 5~380mm とし、歩行速度の可動範囲は 0.01m/sec~2.5m/sec である。柔らかダミーの膝部分の可動部は、歩行時の膝関節の円弧運動を再現するために、スライダに膝関節部分が上下動をする仕様とした。柔らかダミーを動作装置へ取り付けたものを図 3 に示す（以下、動作ダミーとする）。

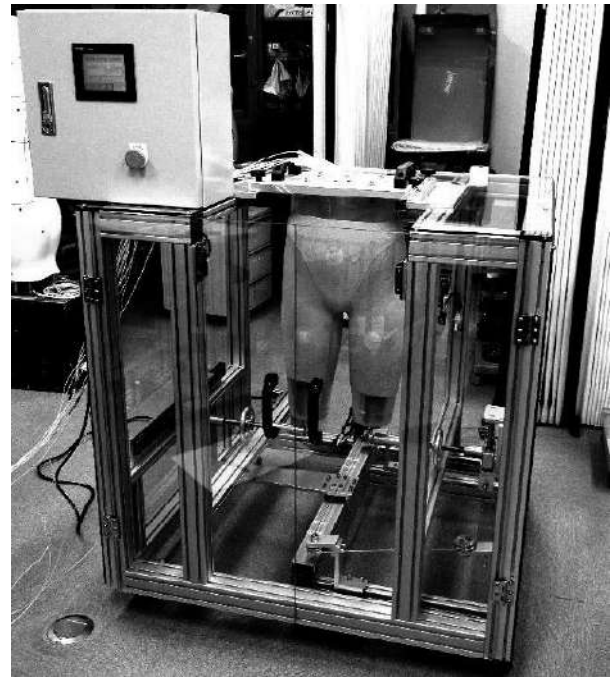


図 3. 動作装置内へ着衣した柔らかダミーを取り付けた状態（動作ダミー）

3. 動作時の衣服圧測定

3.1 実験方法 動作ダミー評価のため、被験者と動作ダミーの歩行動作時の衣服圧の比較を行った。

衣服圧の測定は、エアパック方式を採用した。動作時の衣服圧の測定間隔は衣服圧測定装置（株式会社エイムアイ・テクノ、AMI-3037）の最小単位の 0.1sec とした。

衣服圧測定の供試衣服には、第 1 報で使用した、市販の女性用ガードルから 1 種類（以下、弱圧設計ガードルとする）を用いた。

測定対象には、40 代~50 代の健康な 11 号サイズ女性 2 名及び 20 代の健康な 9 号サイズ女子 15 名とした。

歩行速度条件は被験者実験では歩行速度は約 1.4m/sec とし、エルゴメータを用い、歩行運動を行った。動作ダミーでは、膝部分の可動幅を 280mm とし、速度設定は約 1.4m/sec で実施した。

衣服圧測定部位は、腹部、臀部、臀部外側、大腿部前面、大腿部後面の 5 か所とした。

3.2 被験者による歩行時の衣服圧測定結果 被験者実験では被験者の個人差による誤差が問題となることが多く、特に実験が複雑になるほど、個人差による誤差が大きくなる。本論での実験は、静止時ではなく、歩行動作時の測定を実施しており、静止時の測定に比べ複雑である。

誤差の要因として、被験者実験では、被験者の体型、センサの取り付け部位の個人差、供試衣服着用方法の個人差、歩行時の癖（足を引きずる歩き方や、歩幅の違いなど）などがあげられる。

衣服圧を測定すると、図 4 のような結果を得られる。図 4

は中年女性被験者 2 名の平均値をとったもので、右足（または左足）が前に出ている状態から逆の左足（または右足）が前に出て（1 歩目）、右足（または左足）が前に出て（2 歩目）、左足（または右足）が前に出て（3 歩目）、右足（または左足）がつく（4 歩目）までのデータである。このデータを以下、「歩行 2 ターム分」とする。

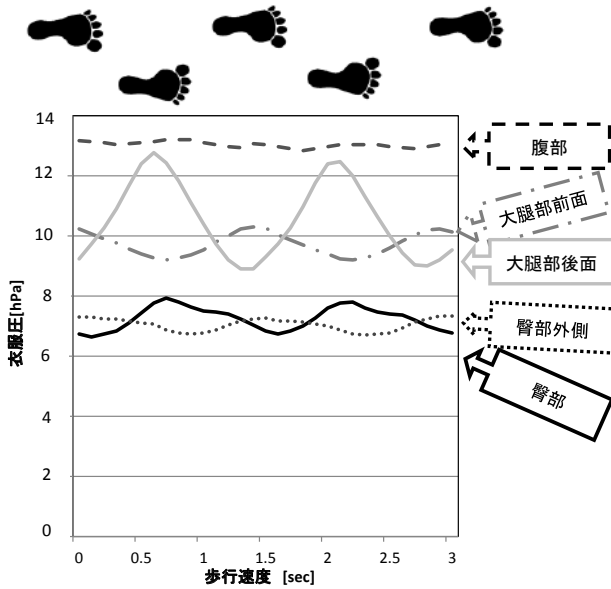


図 4. 中年女性被験者の測定結果

図から、歩行動作中に、変動幅の大小はあるが、圧力が大きくかかる部位、かからない部位があり、各部位で測定値が変動することが確認できる。このうち、各部位の変動幅の特徴として、腹部の変動幅は小さく、大腿部後面、臀部の測定値の変動幅は大きい。

次に特徴的な部位として、腹部と大腿部後面を比較した結果を図 5 に示す。図 5 は 20 代女性被験者 15 名の弱圧設計ガードル着用時の腹部と大腿部後面の、歩行 2 ターム分の測定値をプロットしたものである。x 軸に各被験者をプロットしており、中心の部分が歩行 2 ターム分の平均値を示し、最大値と最小値の幅を示した結果である。腹部は被験者にもよるが、変動幅が小さいことがわかる。一方、大腿部後面は腹部に比べると変動幅が大きく、各被験者とも変動幅が大きき部位と言える。

図 6 に、弱圧設計ガードル着用時の特徴的な 20 代女性被験者 5 名の大腿部後面の 2 ターム分のデータを示す。被験者実験では、エルゴメータを使用したため、速度 (m/sec) は一定と言える。しかし、結果から歩行 2 タームを 2.2 秒で歩行する被験者もいれば、3.9 秒で歩行する被験者もおり、歩行時の位相に差が大きいことがわかった。15 名の被験者の平均値はこのとき 3.0 であり、標準偏差は 0.4 秒であった。

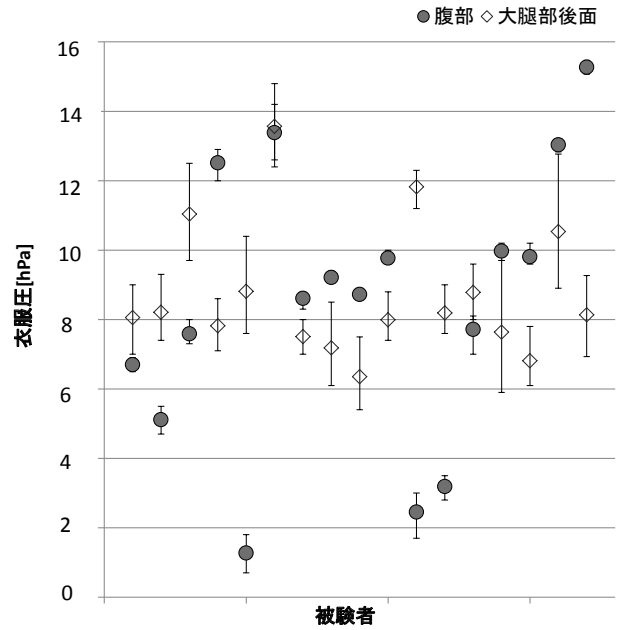


図 5. 全被験者の腹部，大腿部後面の測定値とその変動幅

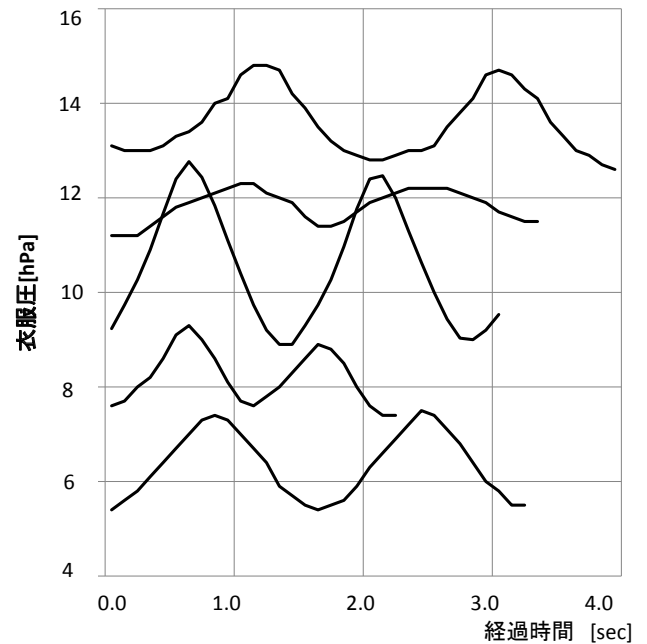


図 6. 特徴的な歩行をする被験者 5 名の
大腿後面測定結果からみる位相の違い

この位相の差は、被験者の歩行の癖に起因していると考えられ、小股で歩行する被験者は位相速度が速く、大股で歩行する被験者は位相速度が遅く測定されるためである。

以上により、被験者による歩行時の衣服圧測定結果は、個人差はあり、平均化することが難しいが、各部位に特徴のある変動がみられることがわかった。また、逆に歩行時の衣服圧を測定しその位相を確認することで、被験者の歩行の特徴を捉えることも可能であることが示唆された。

3.3 動作ダミーによる歩行動作時の衣服圧測定結果

動作ダミーの動作風景を図7に、動作ダミーを用いた衣服圧測定結果を図8に示す。



図7. 動作ダミーの動作風景

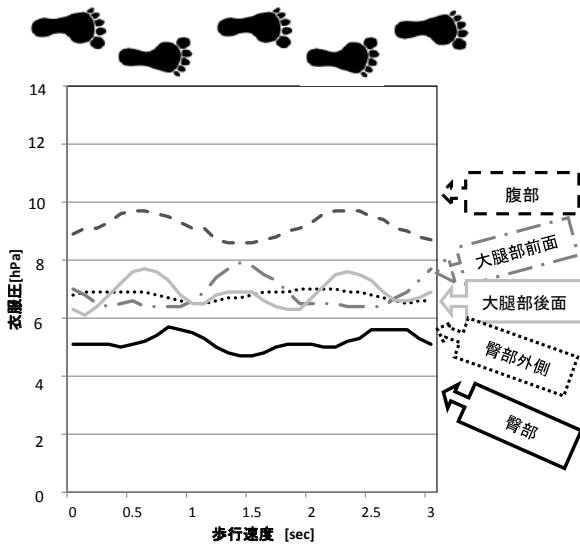


図8. 動作ダミーによる衣服圧測定結果

図4の被験者の結果と比較すると、腹部は、被験者では測定値の変動幅が小さい部位としてあげたが、動作ダミーの結果では変動がみられた。これは、人体の動作は筋肉により制御されることや、人体とダミーの構造の違いによるものと考えられる。

図9に特徴的な2部位について、実線で被験者の結果、破線で動作ダミーの結果を示す。各部位とも、動作に伴う衣服圧の変化の傾向が近似していることが確認できた。このことから、動作ダミーを用いることで被験者実験を行わずとも、歩行動作時の衣服圧測定が可能であると言える。大腿部後面の動作ダミーの測定結果を見ると、被験者実験ではとらえることが難しい、衣服圧の変動も確認できることが示唆されたと言える。

これらの被験者との違いは、被験者実験で危惧される各種の誤差の影響が、動作ダミーを用いることで、緩和されたと考えることができる。特に動作ダミーでは供試衣服を理想的に着用させることができ、被験者実験と比較すると、動作ダミーによる測定は、より再現性のあるデータが得られると考える。

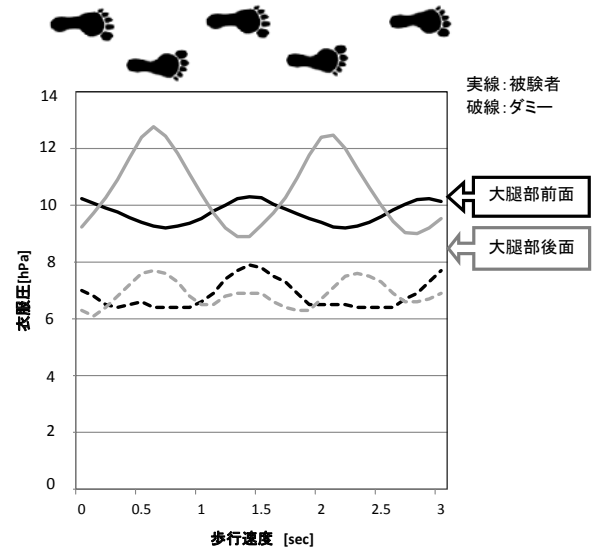


図9. 動作ダミーと被験者の衣服圧測定結果の比較

4. まとめ

動作時の衣服圧測定値の平均化は被験者実験では個人差が大きく難しいことがわかった。動作ダミーを用いることで、動作することによる各部位の衣服圧の変化をとらえられることが確認できた。本ダミーを用いることで、常に一定の条件、一定の動作による測定が可能となる。

被験者の結果と比較すると、測定値レベルは各部位でやや低めであるが、測定値の位相は近似している。今後標準測定装置として位置付けられるよう、データの蓄積を行い、被験者の結果との比較も詳細に行う予定である。

そのうえで、平均化の難しい被験者実験によらないモデル実験用の標準測定装置⁽⁵⁾として提案していきたい。

また、人が生活し、活動する上での他の動作にも対応できるように評価装置の開発等へもつなげていきたい。

謝辞

本研究で用いた歩行軌道の算出にあたり平均歩行データの提供とアドバイスをいただいた独立行政法人産業技術総合研究所デジタルヒューマン工学研究センターセンター長持丸正明氏、上席研究員河内まき子氏、技術研究員青木慶氏に感謝申し上げます。

(平成24年5月18日受付, 平成24年8月3日再受付)

文 献

- (1) 日本生理人類学会計測研究部会 編:「人間科学計測ハンドブック」, pp.49-67 (1996)
- (2) 独立行政法人産業技術総合研究所人間福祉工学研究部門 編:「人間計測ハンドブック」, pp.249-256 (2003)
- (3) 石川励造, 北田聡雄, 小池美枝子, 南日朋子, 安盛都子, 山川勝:「アパレル設計・生産論」, pp.39-47 (2000)
- (4) 清水 裕子, 戸塚 歌子, 清水 義雄:「動作時のスラックスの被服圧変化 第1報 被服圧分布の動的測定」, 繊維学会誌 Vol.44, No.10, pp.72-80 (1988)
- (5) 菅谷紘子, 岩崎謙次:「人体模型、衣服圧測定装置および衣服圧測定方法」, 特願 2012-154100 号

高速デバイスの高周波特性評価手法の確立

近藤 崇*¹⁾

Implementing an evaluation method for high-frequency characteristics in high-speed devices

Takashi Kondo*¹⁾

The study achieved a calibration method for a vector network analyzer using a TRL method. A theoretical value for the measurement accuracy of a TRL method is calculated. It was able to measure high frequency characteristics of high-speed devices with higher accuracy. The highest available frequency for the TRL system is 40 GHz. The measurement accuracy is ± 0.8 dB approximately at reflective characteristics.

キーワード: ネットワークアナライザ, TRL法, 残留誤差, ビーティーライン

Keywords: Network analyzer, TRL method, Residual error, Beatty line

1. まえがき

基板実装部品などの非同軸系デバイスの特性を測定する場合, 比較的低い周波数帯での測定であれば何らかのフィクスチャを用いて同軸系に変換して測定することも可能であろう。しかし高周波特性を測定する場合においては, これらのフィクスチャは完全に無視できない存在となる。高周波になるほど, 同軸系に変換する部位に対して波長が非常に短くなることに起因する問題が顕在化するためである。

本研究は, ネットワークアナライザの校正をTRL (THRU - REFLECT - LINE) 法で実施することにより, 都産技研で従来測定できなかった高速デバイスの高周波特性の測定を可能にする試みである。

2. ネットワークアナライザの校正⁽¹⁾

ネットワークアナライザ (VNA) の校正とは, VNA が既知のデバイス (標準器) を正確に測定し, 測定値と実際の値との間のベクトル差を把握する処理である。VNA は, 測定時にこのデータを使用して未知のデバイスの測定値からシステムチック誤差を取り除く。システムチック誤差は, 主にマイクロ波帯において, VNA の測定精度を決定する最も重要な誤差要因である。

校正後の測定精度は, VNA の確度, 誤差補正モデルの正確さ, 標準器のモデリングの正確さに依存しており, 特に標準器に対する依存度は大きい。

VNA で使用可能な校正には, レスポンス校正, レスポンス&アイソレーション校正, S_{11} 1ポート校正, S_{22} 1ポート

校正, フル2ポート校正, TRL 2ポート校正の6種類が存在する。SOLT法に代表されるフル2ポート校正及びTRL 2ポート校正は, システムチック誤差の構成要素のうち, 最も多くの誤差項を補正するものである。

2.1 SOLT法校正の問題点 SOLT法によるフル2ポート校正は, 比較的高い測定精度が得られる一般的な校正手法として広く使用されている。同軸系であれば, ほとんどの種類の同軸コネクタに対して SOLT標準器が測定器メーカーなどから提供されている。

しかし, 非同軸デバイスを測定する場合は使用するフィクスチャに対応した標準器を作製して定義する必要がある。この標準器を正確に定義するのは一般的に困難であり, Kaバンドに及ぶ高周波においてはほぼ不可能と言える。

2.2 TRL法による校正 TRL 2ポート校正は, 従来のSOLTフル2ポート校正に代わる校正法である。マイクロストリップ (非同軸) 環境におけるデバイス測定に対して, より単純で便利な標準器を使用する。即ち, THRU, REFLECT, LINEの各標準器の特性評価のための条件は厳しいものではなく, これらの標準器をより簡単に作製できる。

TRL法による誤差モデルを図1に示す。TRL校正では, 10回の測定を実行して8個の未知の項 (ϵ_{xx}) を求める。従来の誤差項, 即ち, 順方向と逆方向の方向性 (E_{DF} , E_{DR}), 伝送トラッキング (E_{TF} , E_{TR}), 反射トラッキング (E_{RF} , E_{RR}), 順方向と逆方向のソースマッチ (E_{SF} , E_{SR}), 順方向と逆方向のロードマッチ (E_{LF} , E_{LR}) は, これら8個の未知の項から得ることができる。

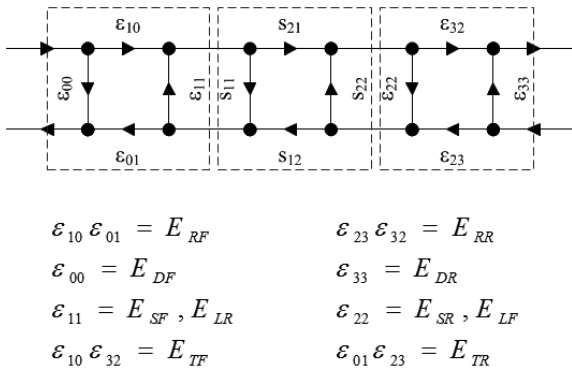


図1. TRL 法による誤差モデル

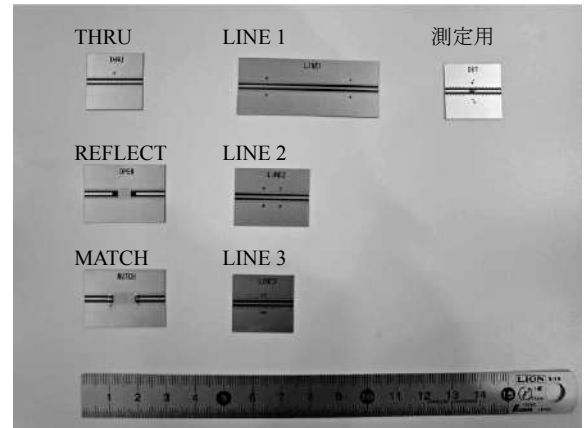


図2. 設計・作製した TRL 標準器

3. TRL 校正に用いる標準器の設計⁽¹⁾

本研究において設計・委託製造した TRL 標準器を図 2 に示す。今回実施した各標準器の設計手順は以下のとおりである。

(1) THRU 標準 TRL 校正による測定の基準面は、通常、THRU 標準の中央に確立される。

40 GHz までの信号伝送を考慮し、不要な伝送モードの発生を抑止するよう、基板材料やその板厚、GND ビアの間隔などを決定した。使用した基板材料は 254 μm 厚の PTFE 基板で、その比誘電率は 2.2 である。

特性インピーダンス (Z_0 、一般的に 50 Ω) は LINE 標準と同一である必要がある。電磁界シミュレータを用いて 50 Ω となる線路幅を求めた。線路幅を 10 μm 単位で変化させて解析し、反射損失が最小となる値を求めた結果、線路幅を 760 μm とした。

(2) REFLECT 標準 反射係数が 1 に近い標準器である。最適な反射係数は 1.0 であるが、既知である必要はない。通常、開放もしくは短絡で実現する。

(3) LINE 標準 伝送遅延時間により特性化された線路長を有する標準器である。最適な線路長は、所望の周波数範囲の算術平均の周波数における 1/4 波長である。その電気長 l_e は次式で定義される。ここで、 c_0 は真空中の光速、 f_1 及び f_2 はそれぞれ周波数範囲の開始及び終了である。

$$l_e[m] = \frac{c_0[m/sec]}{\left(\frac{f_1[Hz] + f_2[Hz]}{2}\right) \times 4} \dots\dots\dots (1)$$

この電気長 l_e の物理長 L は、実効比誘電率 ϵ_{eff} を用いて次式で与えられる。

$$L[m] = \frac{l_e[m]}{\sqrt{\epsilon_{eff}}} \dots\dots\dots (2)$$

L による遅延時間 t_d は、(1)式を用いて次式で与えられる。

$$t_d[sec] = \frac{l_e[m]}{c_0[m/sec]} \dots\dots\dots (3)$$

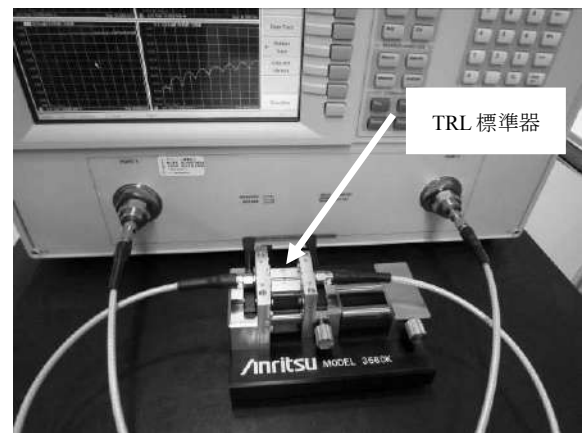


図3. フィクスチャを使用した校正

ここで、線路の挿入位相は 20°~160° となるように周波数範囲を定めなければならない。したがって 1 つの LINE 標準が使用可能な帯域幅は最大で 8:1 に制限される。これを超える周波数範囲を校正する場合、異なる線路長を有する複数の LINE 標準を使用することが可能である。本研究では DC ~ 40 GHz の校正を可能とするため 3 つの LINE 標準を設計した。なお、DC を扱うには無限長の線路が必要となるが、MATCH 標準を用いることでこれに替えることができる。

LINE 標準の L を設計した結果、LINE 1 は 29.4 mm で 0.62 GHz ~ 3.1 GHz、LINE 2 は 5.9 mm で 3.1 GHz ~ 15.5 GHz、LINE 3 は 1.2 mm で 15.5 GHz ~ 77.5 GHz にそれぞれ対応させることとした。

(4) MATCH 標準 特性インピーダンスで終端された標準器である。これにより低い周波数の校正が DC まで可能となる。本研究における設計では、0.62 GHz までを MATCH 標準がカバーすることとした。

4. ネットワークアナライザの TRL 校正

作製した TRL 標準器を用い、10 MHz ~ 40 GHz に対応したネットワークアナライザの TRL 校正を実施した。校正及び測定には、マイクロストリップ環境での測定に適したフィクスチャを使用し、このフィクスチャに各標準器を順

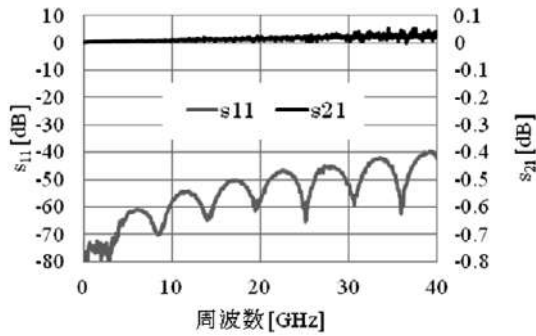


図4. THRU 標準の測定結果

次装着して校正した (図3)。

TRL 校正の実施後に THRU 標準を測定した結果を図4に示す。この測定が意味するものは線路長のない伝送線路を測定することであり、理想的には挿入損失及び反射損失がともに0となる ($s_{21} = 0$ dB, $s_{11} = -\infty$ dB)。図4から、 s_{21} は 0 ± 0.1 dB 以内、 s_{11} は -40 dB 以下という結果が得られ、40 GHz までの高精度な測定が可能となったことがわかった。

5. TRL 校正による高速デバイスの測定

高速デバイスの測定例として、TRL 校正を実施したネットワークアナライザで広帯域チップキャパシタを測定した。図5に測定結果を示す。デバイスのカタログ値と同等の特性を実測により得ることができた。

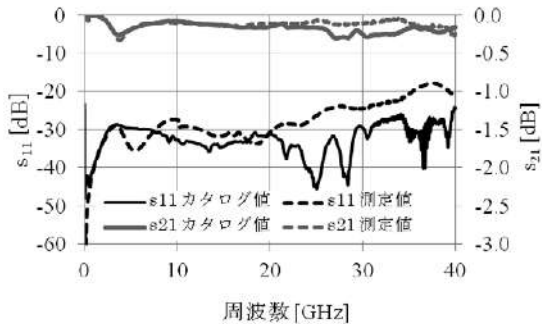


図5. 広帯域チップキャパシタの測定例

微小な挿入損失や反射損失をKaバンドに及ぶ広帯域で測定するのは困難であり、高い測定技術を要する。高周波になるほど、波長が測定基板などの物理長に比べて非常に短くなることにより、低周波では無視できた不連続などが顕在化するためである。さらに、微小な特性の測定には測定精度の高さが求められる。

この測定例が示すものは、これまで都産技研が対応できなかったデバイスの特性評価の実現を実証するものである。

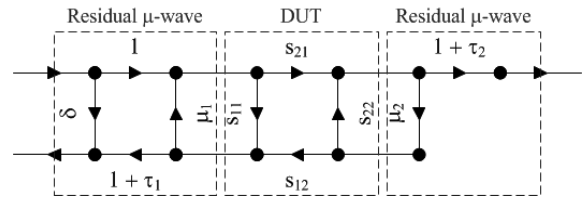


図6. 校正後のネットワークアナライザのシグナルフローグラフ

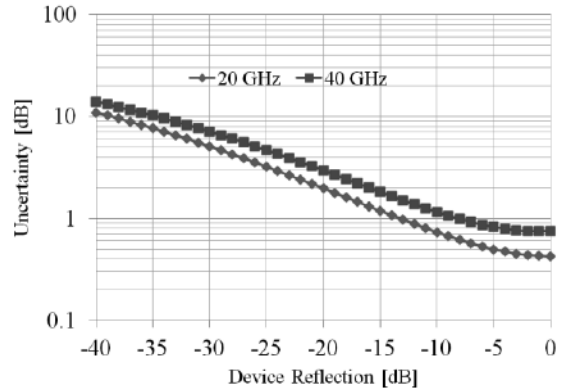


図7. TRL 校正における反射測定の誤差特性

6. TRL 校正における測定精度の導出⁽²⁾

図4, 図5では、TRL 校正により高速デバイスの測定が高精度に実現できることがわかったものの、その測定精度を定量的に求めるには至っていない。TRL 校正における定量的な測定精度の算出を行った。

校正後のネットワークアナライザのシグナルフローグラフを図6に示す。校正後のネットワークアナライザの測定精度の要因は、残留システムティックエラー、ランダムエラー、ドリフト及び安定度に分類でき、このうち最も重要で取り除けない要因は残留システムティックエラーである。残留システムティックエラーは校正に使用する標準器の不完全性に起因し、主に残留方向性 (δ)、残留反射/伝送トラッキング ($\tau_{1,2}$)、残留ソース/ロードマッチ ($\mu_{1,2}$) で構成される。

反射測定における測定誤差 (Δs_{11}) を次式に示す。

$$\Delta s_{11} = \delta + \tau_1 s_{11} + \mu_1 s_{11}^2 + \mu_2 s_{21} s_{12} \dots \dots \dots (4)$$

図7は、(4)式を用いて算出した TRL 校正における反射測定の誤差特性である。例えば -5 dB の反射を有するデバイスを測定する場合、その測定精度は 40 GHz において約 0.8 dB であることがわかった。

なお、算出に当たり s_{21} 及び s_{12} は 0 dB とした。また、TRL 校正の場合の残留システムティックエラーは校正に使用する標準器の線路のインピーダンスで定義されるため、基板のみを考慮すると極小の値を示す。このため、残留方向性と残留ソース/ロードマッチについては、使用したフィクスチャのカタログ値を参照し、残留反射/伝送トラッキングについては 0 とした。

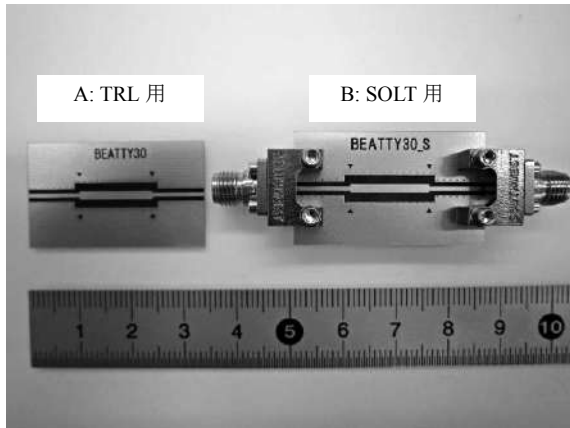


図8. 作製したビーティーライン

7. TRL 校正の検証⁽³⁾

校正の確度を検証する手段としては、一般的に以下の方法がある。即ち、a) 校正用標準器を測定する、b) 既知の値を持つ標準器を測定する、c) 確認用標準器を測定する、の3通りの手法である。

このうち、a)は最も簡単な反面、検証精度は悪い。ネットワークアナライザはどんな標準も正確なものとして扱ってしまうため、この方法は校正用標準器が「正確」であると保証された場合に限って有効である。なお、図4はこの方法により校正を検証した結果でもある。c)の方法は校正の確度を検証するには最も正確であるが、確認用標準器が必要なため、使用者側で検証するのは一般に不可能である。

本研究では、b)の方法で校正の検証を実施した。既知の値を持つ標準器として、ビーティーラインと呼ばれる標準器を採用した。本研究で設計・作製したビーティーラインを図8に示す。ビーティーラインは、 $50\ \Omega$ の伝送線路の間に、 $50\ \Omega$ とは異なるインピーダンスを有する一定の長さの線路を意図的に挿入した線路である。本研究では、 $30\ \Omega$ 、 $14\ \text{mm}$ 長の線路を挿入した。このビーティーラインは、周波数特性においてある周期的な特性を示す。即ち、 $1/2$ 波長の整数倍の周波数においては $50\ \Omega$ の線路として($s_{11} = -\infty$)、 $1/4$ 波長の奇数倍の周波数においては $18\ \Omega$ の線路として($s_{11} = -6.547\ \text{dB}$)振る舞うのである。この特性が正確かつ滑らかに得られていれば、校正が正確に実施できたと判断することができる。

図9に、TRL校正したネットワークアナライザでビーティーライン(図8A)の反射特性を測定した結果を示す。反射特性は、その最大となる点が理論値である $-6.547\ \text{dB}$ に近く、図7で得られた測定誤差 Δs_{11} を満足し、かつ滑らかに得られていることがわかる。この結果から、本研究で確立したTRL校正手法の妥当性と、理論値以内での測定精度が得られることが実証された。

次に同等のビーティーラインを、図8Bに示すように同軸系に変換してSOLT校正したネットワークアナライザで測定した。図10は、その結果とTRL校正での測定結果を重畳

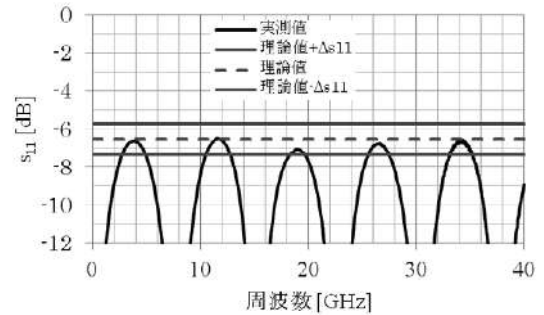


図9. ビーティーラインの反射特性の測定結果

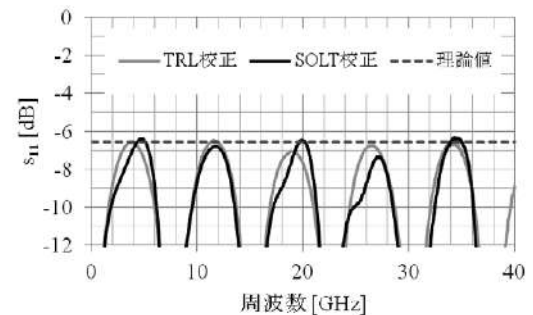


図10. SOLT校正とTRL校正によるビーティーライン測定

したものである。SOLT校正による測定では、波形が顕著に歪んでいることから正しい結果が得られないことが判明した。一方TRL校正では、歪みのない滑らかな特性が得られている。マイクロストリップ環境におけるTRL校正の、SOLT校正に対する優位性が実証された。

8. まとめ

ネットワークアナライザをTRL校正することで、都産技研で従来測定できなかった高速デバイスの高周波特性の測定が可能となった。 $40\ \text{GHz}$ の測定上限周波数を実現し、その測定精度は反射特性において概ね $\pm 0.8\ \text{dB}$ であることを示した。

誤差特性の算出においては、反射測定に対する誤差特性は算出できたが伝送特性に対する誤差特性の算出までには至らなかった。今後は、伝送特性の誤差特性の算出も含めさらに精度向上のための実験を進めていく。

(平成24年5月18日受付、平成24年7月5日再受付)

文 献

- (1)「ベクトル・ネットワーク・アナライザを使用したインフィクスタチャ測定」, Application Note 1287-9, Agilent Technologies
- (2) Douglas Kent Rytting: "NETWORK ANALYZER ACCURACY OVERVIEW", 58th ARFTG Conference Digest-Fall (2001).
- (3) "3680 Series Universal Test Fixture", Operation and Maintenance Manual, Anritsu Company.

論文

船舶で輸送される貨物のランダム振動試験の実現

小西 毅^{*1)} 阿保 友二郎^{*1)}

Development of a random vibration test method able to simulate sea freight vibrations

Takeshi Konishi^{*1)}, Yujiro Abo^{*1)}

Many consumers who live in Tokyo receive their daily commodities via physical distribution. Many truck lines are used in the metropolitan area. However, in order to assess the status of the packaging of packed goods in the case of freight cars, there is a method, the random vibration test, which accurately reproduces vibrations during transportation, yet this is unavailable for shipping. In this research, vibration data was obtained from containers being transported on the Ogasawamaru, a passenger ferry between Tokyo and the Bonin Islands, and then random vibration test conditions were created. Peak accelerations of 8.5 Hz and 13 Hz were obtained from the vibration test conditions derived from these results. Furthermore, the reappearance of vibrations created under random vibration test conditions were verified to be possible with the vibration tester.

キーワード：振動, 船舶, 高速フーリエ変換, 小笠原

Keywords : Vibration, Vessel, Fast Fourier Transform, Ogasawara

1. はじめに

都民の生活物資の多くは物流システムを通じ生産者から消費者へと運ばれる。物流の輸送機関は貨物用自動車・船舶・鉄道等がある。都内では、主に貨物用自動車が利用されている。これらの包装貨物の梱包状態を評価するために、貨物用自動車の場合、実際の輸送振動環境を最も適確に再現するランダム振動試験方法⁽¹⁾(JIS-Z-0232やMIL_STD_810など)がある。しかし、船舶用貨物はそれらが存在せず、貨物用自動車のランダム振動試験条件で代用している。例えば、東京都の島しょへの輸送は、長時間の船舶輸送である。しかし、船舶のランダム振動試験の規格等が存在しないため、緩衝包装設計を評価することが困難である。そこで本研究では、島しょを往復する船舶の振動を記録し、実際の船舶輸送振動環境を最も適確に再現するランダム振動試験方法を提案する。

2. 輸送振動記録計の検討

2.1 システム構成 船舶用貨物のランダム試験を実現するためには、最初に航行する際の船舶の振動及びうねりを測定する必要がある。

そこで1Hz~100Hzの測定を可能とする加速度センサ及び角速度センサを搭載した測定器を開発した。この測定器は、船舶の貨物コンテナに搭載するため、外部から物が衝突する可能性があることから、アルミ製靴の内部にセンサ

やデータロガーを配置し、測定時間を最大50時間計測できる仕様とした。なお、システムを構成しているセンサやデータロガーはマイクロストーン製SDモーションレコーダMVP-SD(2台)、加速度センサはマイクロストーン製MA3-50AD(2台)、角速度センサはマイクロストーン製MP-M6-02/400B(2台)、同期用データロガーは日置製HIOKI8430(2台)である。

加速度センサのデータ収録は、データロガー1台を用いる。同じく、角速度センサは残りのデータロガー1台を使用した。したがって、加速度・角速度それぞれ独立に測定をする。さらに、加速度・角速度の両センサの同期を取るため、加速度センサ・角速度センサ(各1台)を同期用データロガーで同時に測定を実施する。同期用データロガーは1Hz~25Hzの測定が可能であるので、その間の波は取得することができる。

特徴として、加速度センサ及び角速度センサは、アルミ製の靴の共振の影響を受けないようにするために、IMV製振動試験装置(EM2301)付属の立方体ジグの側面板金であるTCJ-B150-P-Aをアルミケースに締結して振動や衝撃の取得を実施した。

また、測定器は電力を必要とするため車用バッテリー(LONG製WP12-12)とUSBバッテリーを搭載して、同期用データロガーに対して、電力を供給する。これらを踏まえ振動測定器の振動加速度・角速度記録回路図を示すと図1になる。

これらのセンサで構成した測定器外観及び内部は図2、図3に示す通りである。

事業名 平成23年度 基盤研究

*1) 電子・機械グループ

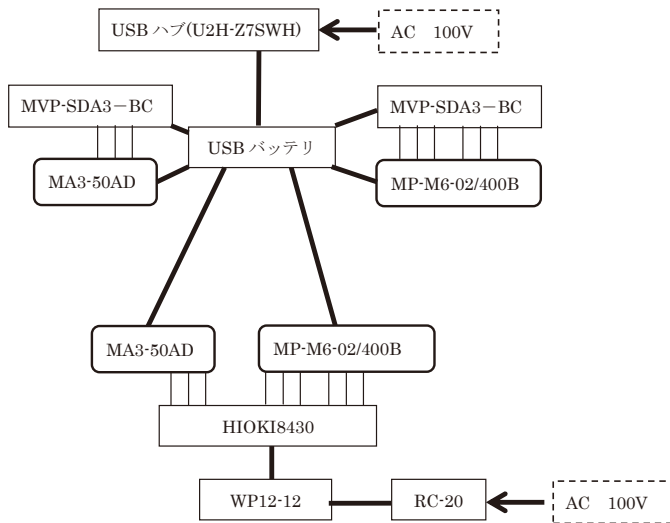


図1. 振動加速度・角速度記録回路図

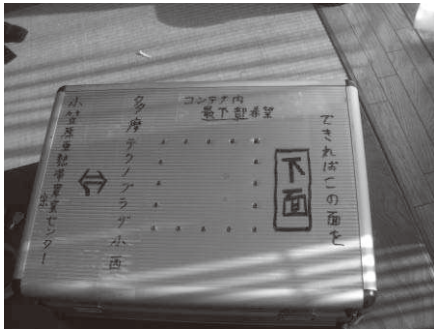
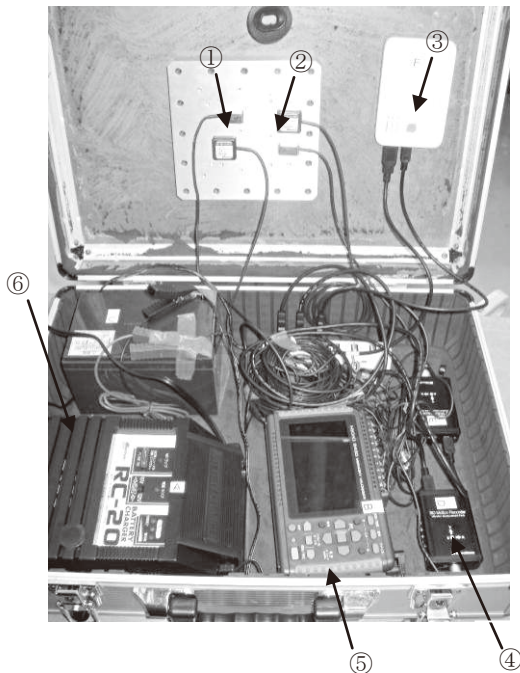


図2. 測定器の外観



①: USB バッテリー ②: MA3-50AD ③: HIOKI8430
④: MVP-SDA3-BC ⑤: MP-M6-02/400B ⑥: WP12-12

図3. 測定器の内部

2. 2 振動特性 測定器の振動特性を得るため、振動試験装置 (EM2301) に測定器を搭載し、測定器に正弦波を入力し、ワックスで接着した加速度ピックアップから振動数特性図を得た。振動試験条件を表 1 に示す。さらに、図 4 は振動方向の基準となる絶対座標系と測定用加速度ピックアップである。

表 1. 振動試験条件

振動数	5~40Hz
加速度	1G
掃引速度	0.5oct/min
掃引回数	1回
加振方向	Z方向

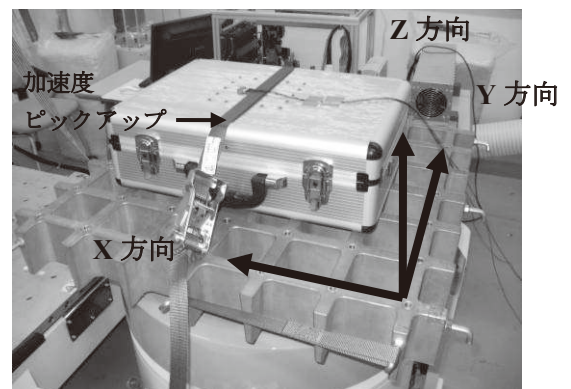


図4. 振動特性を測定する絶対座標系

得られた振動特性図を図 5 に示す。これにより 5~40Hzの間では測定器の共振の影響を受けないことがわかった。以上のことから測定器を海上輸送しても測定器の影響を受けないことがわかった。

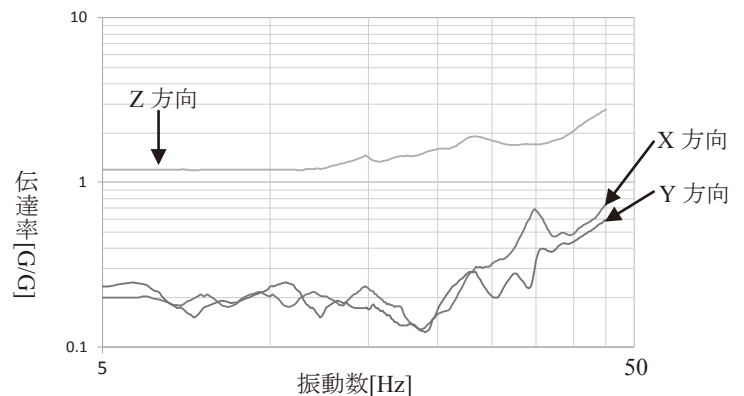


図5. 振動特性図

3. 船舶の振動測定

3. 1 輸送経路及び測定方法の検討 都内を航行する船舶は竹芝~父島間を航行する小笠原丸が都内の最長航路で1000Km以上かつ所要時間は25時間以上の航海をする。さらに揺れが大きい太平洋を航海するため図6のように保冷容器が破壊にいたることもある。これらのことから振動

を取得するのにふさわしいフィールドであると判断した。さらに，トラック輸送の振動加速度・角速度も取得するため，郵便を利用した測定も検討した。

測定回数については，5航海の測定を検討した。

測定の場所は，船舶の前方及び後方の貨物甲板のコンテナ内の最下部である。コンテナ内の測定状況は図7に示す通りである。

測定日と測定箇所については，表2に示す振動箇所と日程の通りである。



図6. 船舶輸送による破損容器



図7. コンテナ内の測定状況

表2. 小笠原丸の測定日と船内測定箇所

日付		測定箇所	日付		測定箇所
11月	1日	後方	11月	5日	後方
	16日		20日		
	28日		2日		
12月	10日	前方	12月	14日	前方
	23日		27日		

その他にも父島⇄母島への航海で測定も実施した。

3.2 データ処理方法 データ処理はフーリエ変換を用いて実施した。フーリエ変換で用いる式は以下の通りである⁽²⁾⁽³⁾。

海路のデータを x_n ($n=1, 2, 3, \dots, s$) としたとき $n=1024$ で計算した。

$$f_j = \sum_{i=0}^{(s-1)/N} \sum_{k=0}^{N-1} x_{ki} \exp(-2\pi i / N) jk \quad (j=0, \dots, N-1), (i=0, \dots, s/N)$$

ただし， $c_{ki} = \begin{pmatrix} x_{11} \\ x_{21} \\ x_{31} \\ \vdots \\ x_{n1} \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} x_{12} \\ x_{22} \\ x_{32} \\ \vdots \\ x_{n2} \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} x_{13} \\ x_{23} \\ x_{33} \\ \vdots \\ x_{n3} \end{pmatrix}, \dots, \begin{pmatrix} x_{1s/n} \\ x_{2s/n} \\ x_{3s/n} \\ \vdots \\ x_{ns/n} \end{pmatrix}$

f_i は船舶の測定データを 1024 データ数⁽⁴⁾⁽⁵⁾でのフーリエ変換の値である。これらの中で最大の加速度 P.S.D を前方と後方の貨物甲板のデータとして出力した。

4. 加速度及び角速度の検証

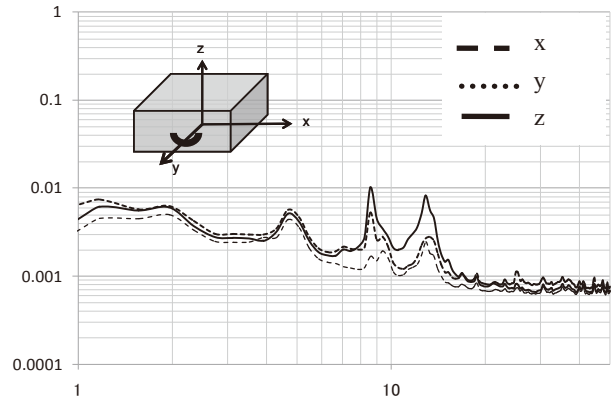


図8. 前方の加速度特性

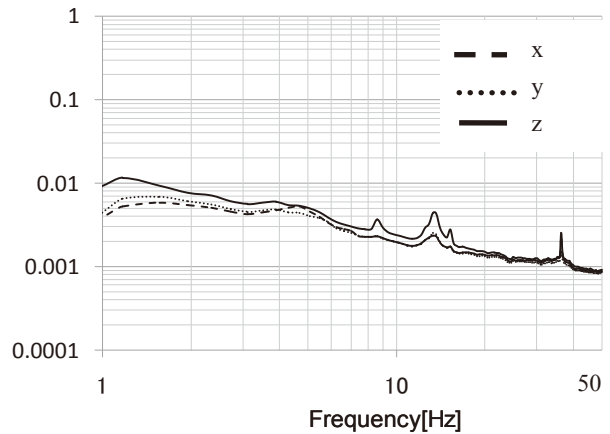


図9. 後方の加速度特性

図8は貨物甲板前方の加速度特性である。図9はその後方の加速度特性である。両図ともに特徴として 8.5Hz と 13Hz 付近で振動加速度がピークに達している。また，この加速度特性を振動試験機に入力し，ランダム振動試験が可能であることを確認した。

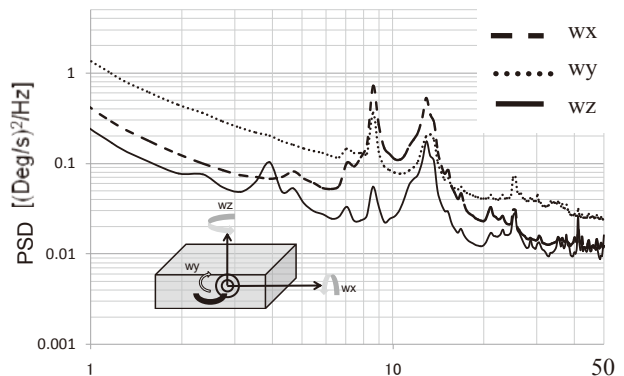


図10. 前方の角速度特性

文 献

- (1) 坂倉省吾：「包装貨物-振動試験方法 JIS Z 0232:2004」，財団法人 日本規格協会
- (2) 長松昭男：「モード解析入門」，株式会社 コロナ社，pp.149-200
- (3) 高田一：「振動学」，日本機械学会，pp.115-130
- (4) 喜多村直：「制御工学」，日本機械学会，pp.25-50
- (5) 津田和城，中嶋隆勝，齊藤勝彦，「包装品の非線形ガタ振動に関する実験的検証」，日本包装学会誌，Vol.16 No.1 pp.53-61，(2007)

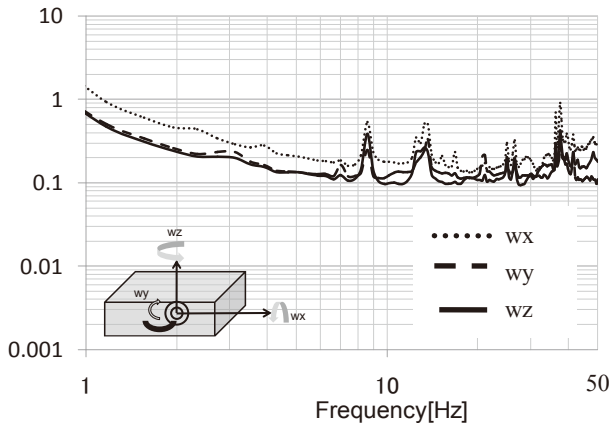


図 11. 後方の角速度特性

次に図 10 は前方，図 11 は後方の角速度特性である。加速度特性と同様 8.5Hz 及び 13Hz に角速度がピークとなっている。

図 12 にトラック輸送と測定した船舶輸送の振動の比較を示す。船舶の振動で特徴的であった 8.5Hz と 13Hz がトラックの振動より大きいことがわかった。

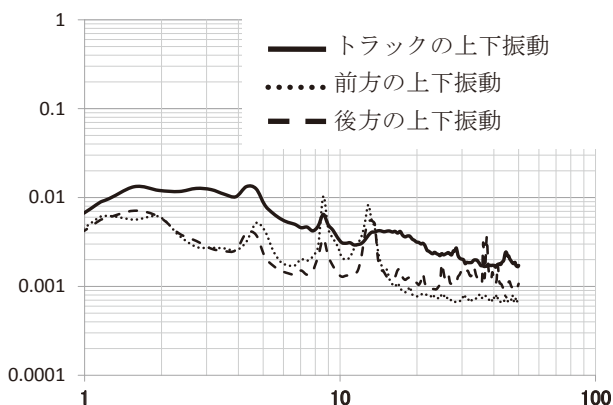


図 12. トラックとの振動の比較

5. まとめ

貨物輸送を模擬したランダム振動試験規格として JIS-Z0232 がある。これは路面上を走行するトラック輸送を模擬したもので，船舶輸送を想定したものではない。したがって，本研究では，都内の島しょへの輸送を行う小笠原丸のコンテナ内の振動を取得し，ランダム振動試験条件を導いた。測定の結果を振動数特性図に描くと，8.5Hz と 13Hz にピークが得られた。さらに，作成したランダム振動試験条件が振動試験機で振動の再現が可能であることも確認した。

謝辞

船舶輸送にご協力頂いた東京都総務局小笠原亜熱帯農業センター 宗芳光氏，小笠原海運株式会社 小川英司氏，父島営業所 宮崎昭彦氏ならびに有限会社フローラ 西本誉氏に感謝する。

(平成 24 年 5 月 18 日受付，平成 24 年 7 月 31 日再受付)

論文

高速パルスノイズ (EFT/B) 抑制のための 対策部品活用の研究

上野 武司*¹⁾ 高松 聡裕*¹⁾ 大森 学*¹⁾

Studying the use of EMC-suppression components against high-speed pulse noise

Takeshi Ueno*¹⁾, Toshihiro Takamatsu*¹⁾, Manabu Ohmori*¹⁾

In this study, we established a method of observing the waveform of the test burst EFT / B. The probe used in ordinary oscilloscope waveform ringing occurs in the burst. So we fabricated this probe. As a result, we were able to suppress this ringing. A burst waveform was reproduced using a circuit simulator. This is the first study to connect a capacitor in parallel with the load resistance as protection against EMC and was further verified in the simulations. The analysis results increase as the capacitance of the capacitor increases. From this the burst waveform is considered to be reduced. Analysis of the results of this simulation is consistent with the use of a capacitance of 2.2 μ F.

キーワード：電磁両立性, 電氣的ファストトランジェントバースト

Keywords : EMC, EFT/B

1. 緒言

電子機器は、電磁両立性 (EMC) の要求がある。その EMC に関する測定及び試験が国際規格で定められている。EMC 試験の一つに、電氣的ファストトランジェントバースト (EFT/B) 試験がある。この試験は、国際規格 IEC61000-4-4⁽¹⁾ で定められており、試験品の電源ポートや信号ポートに繰り返しの早い過渡的妨害を印加したときの誤動作を調べる試験である。この試験は、CE マーキング取得において、必須の試験項目であり、そこで都産技研においても試験機を設置し、依頼試験ならびに機器利用を通じて、都内中小企業に対し技術支援を行っている。

都産技研においては、様々な EMC 試験を実施し、試験品に不具合が生じたときに対策を施す必要があるため、EFT/B 試験における各種の対策事例を収集しておくことが重要となる。

しかし、この EFT/B 試験においては、静電気イミュニティ試験に比べて研究事例が少ない。EFT/B 試験の回路例は、国際規格⁽¹⁾に示されているが、構成する部品の回路定数が明確ではなかった。国際規格においては、立ち上がり速度 5ns のバースト波形が定められているが、この波形に合致した回路定数の計算例を示した報告⁽²⁾が最近ある。ただし、この報告例は、あくまでもバースト試験機から発生する直接の波形に関するものである。

上流設計支援を行う場合、回路設計段階でのシミュレーションでの波形予測や EMC 対策部品の効果算定が必要で、さらにシミュレーションモデルの作成となるための負荷状態での正確なバースト波形の評価が必要となる。

そこで、本研究では、この報告にある回路を参考にして、さらに実際の試験機を模擬した負荷を接続した電源ポートにどのようなバースト波形が印加されているかを測定する方法及び波形を明らかにした。またこの波形をシミュレーションにより再現し、その対策方法の一つとして考えられるコンデンサの適用方法を検討した。そしてシミュレーション結果から、EFT/B 試験に対する適切な対策方法を提案するなど、上流設計支援に役立てることを可能とした。

2. 実験方法

2.1 EFT/B試験方法 EFT/B試験は、国際規格 IEC 61000-4-4に準拠した。試験で電源ポートならびに通信ポートにそれぞれコモンモードでバースト波形を印加する方法がとられているが、通信ポートの場合、カップリングクランプを使用する際にクランプとケーブル間の静電容量の条件が決まらないことが予想されることから、本研究では電源ポートを中心に実施した。EFT/B試験機は、EM TEST 製 UCS500Mを用いた。

この試験機に、1mの配線を接続し、100 Ω の抵抗負荷を接続し、さらにグラウンド基準面に接地した。そして電源線は、グラウンド基準面から10cmの高さに配置した。バースト波形の立ち上がり速度も5nsで、このときの周波数特性は約60MHzと推定される。そのため、電源線は分布定数回路を

事業名 平成23年度 基盤研究

*¹⁾ 電子・機械グループ

適用し、配線内のインダクタンス及び配線—グランド基準面の静電容量を考慮に入れた。これらを求めるため、以下の平行対ケーブルの計算式を参考にした⁽³⁾。

$$L=0.92 \times \log(d/a) \quad [\mu\text{H/m}] \quad (1)$$

$$C=12.1 \times \epsilon' / \log(d/a) \quad [\text{pF/m}] \quad (2)$$

ここで、 d は平行対ケーブルの中心間距離、 a は配線の半径、 ϵ' は有効比誘電率である。本研究では、 $L=1.5 \mu\text{H}$ 、 $C=11\text{pF}$ と算出し、この値はシミュレーション回路にも適用した。

2.2 シミュレーション方法 EFT/Bの波形は、回路シミュレーションを用いて再現した。使用したソフトウェアは、LTspice IVである。試験機の回路は、文献⁽²⁾を参考に作成した。その回路図を図1に示す。また、図1の回路を構成する電子部品の回路定数を表1に示す。

初めに、EFT/B試験機に負荷を接続しないときのバースト波形をシミュレーションで再現できることを確認した。実際のバースト波形を図2に示す（印加電圧は200Vとした）。

図1の回路図でシミュレーションした結果を図3に示す。実際の波形と同等の印加電圧，立ち上がり速度が再現できた。

2.3 バースト波形観察用プローブ バースト波形の観察は、オシロスコープ（アジレント製DSO5054A）で実施した。通常の100:1プローブでバースト波形を観察した場合、リングングの現象も併せて見られた。そこで、オシロスコープのケーブルの代わりにアッテネータと同軸ケーブルで構成される試作プローブで観察した。試作したプローブの回路図を図4に示す。

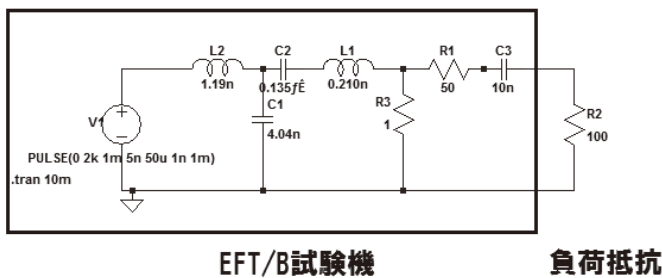


図1. EFT/B試験の回路（配線が無い状態）

部品	値
R_s	1Ω
C_c	$014 \mu\text{F}$
L_0	0.21nH
C_p	4.0nF
L_s	1.2nH

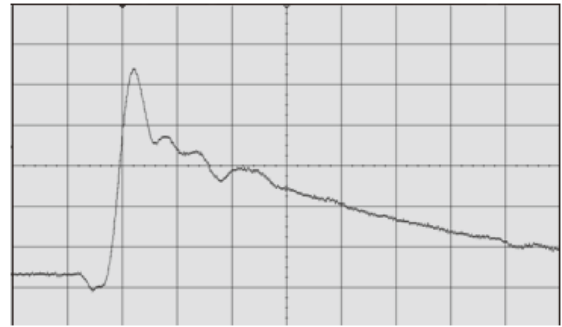


図2. 実際のバーストの出力波形

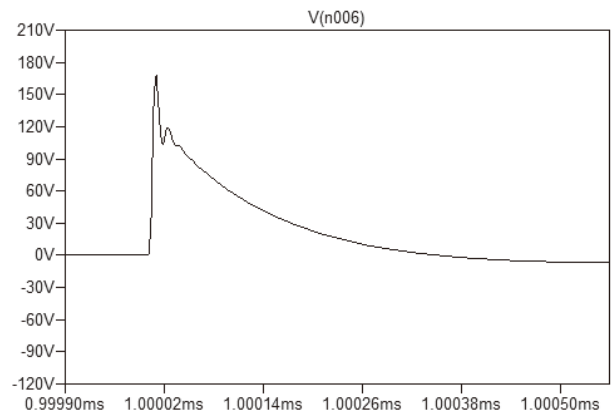


図3. バーストのシミュレーション波形

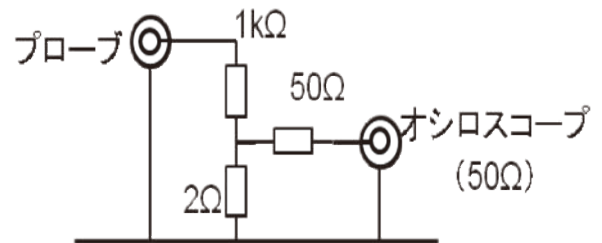


図4. アッテネータの回路図

2.4 負荷の等価回路 電源線に接続した負荷抵抗やコンデンサは、周波数特性を持つ。そのため、これらの部品でシミュレーションを行う場合、等価回路を考慮する必要がある。そこで、これらの部品の周波数特性を、インピーダンスアナライザ（アジレント製4294A）で導出した。その等価回路を図5に示す。図5の①は抵抗用、②はコンデンサ用の等価回路である。

3. 結果

3.1 EFT/B試験の波形について 実際のバースト波形の測定環境を、図6に示す。EFT/B試験機に電源線を接続して、さらに負荷抵抗を接続して実施した。負荷抵抗の両端の電圧をアッテネータを介してデジタルオシロスコープで測定した。

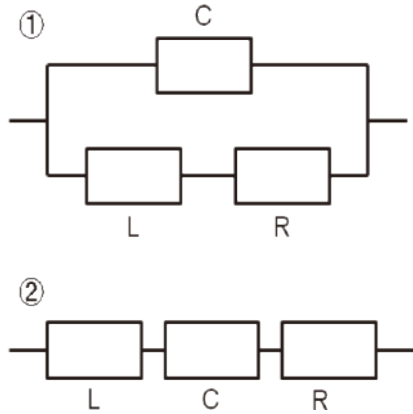


図5. 等価回路 (①抵抗, ②コンデンサ)

100:1プローブを用いて測定した波形を図7，試作したプローブを用いて測定した波形を図8に示す。電圧波形のリングングが抑制されていることが確認できた。このリングングは，シミュレーションの傾向から，配線とグランド基準面との間のpFオーダの静電容量成分が含まれる場合に見られる現象であると考えられ，100:1プローブの影響と推定される。

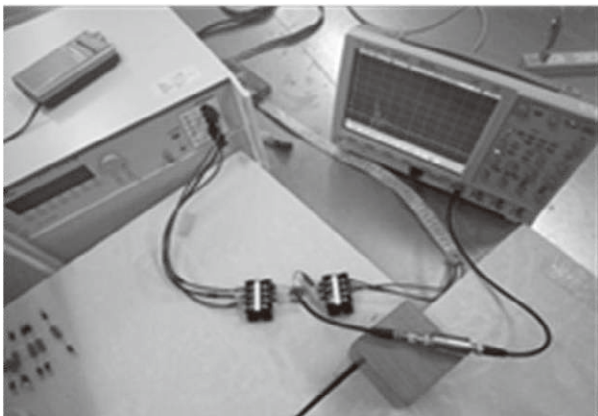


図6. 測定環境

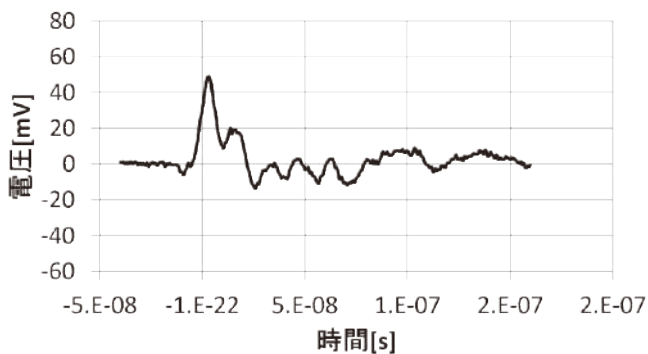


図7. 100:1プローブによるバースト波形観察結果

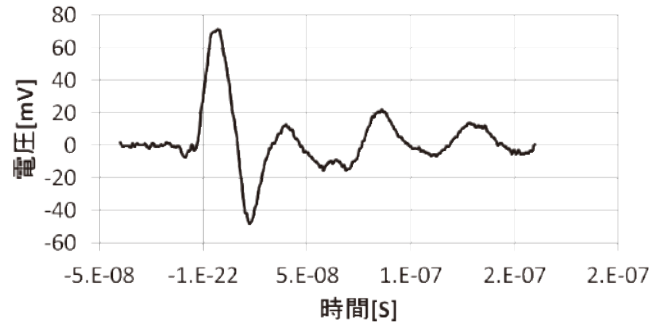


図8. 試作したプローブによるバースト波形観察結果

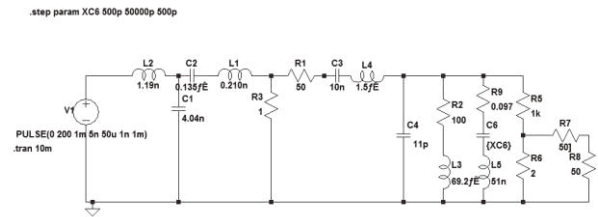


図9. シミュレーション回路図

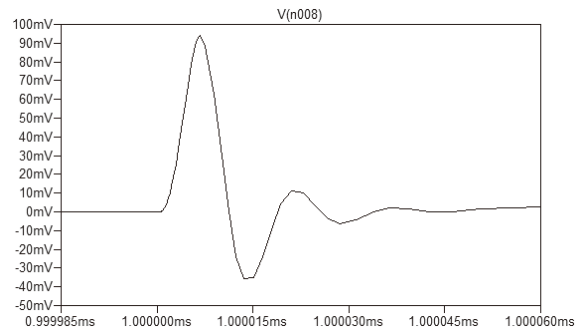


図10. シミュレーション波形例

3.2 LTspice IVによるシミュレーション 図8の条件(試作したプローブ使用)でシミュレーションを実施した。その時の回路図を図9，解析結果を図10に示す。

配線の分布定数，部品の等価回路を考慮することにより，実測に近い解析結果が得られた。

3.3 コンデンサによる対策のシミュレーション

EFT/B試験における対策方法の一つとして負荷抵抗に並列にコンデンサを挿入することを検討した。3.2項で測定した解析手法を元に，シミュレーションを実施した。コンデンサの静電容量を500pFから50nFまで変化させたときの解析結果を図11に示す。

図11の結果から，コンデンサの静電容量を大きくすることにより，バースト波形の最大電圧が低くなる傾向が見られた。

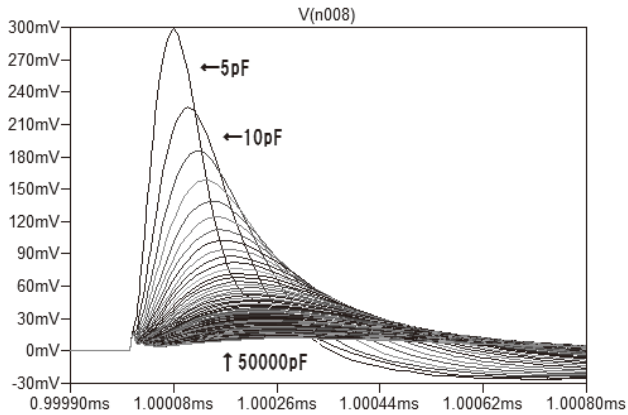


図11. EMC対策部品としてのコンデンサの影響

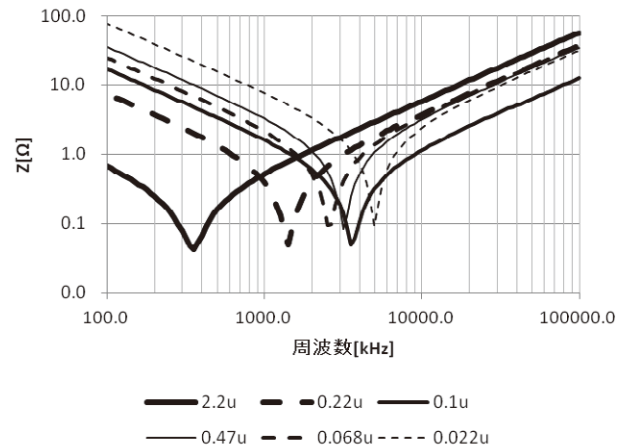


図12. コンデンサのインピーダンス測定結果

3. 4 コンデンサによるEMC対策の事例 EFT/B対策として負荷抵抗に並列にコンデンサを挿入することを試みた。使用したコンデンサは、 $0.022\mu\text{F}$ から $2.2\mu\text{F}$ の静電容量のものを使用した。各コンデンサのインピーダンスをインピーダンスアナライザで測定し、結果を図12に示す。静電容量が大きくなるにしたがって共振周波数が低くなっていることがわかった。

EMC対策前のバースト波形を図13、 $2.2\mu\text{F}$ のコンデンサを対策部品として使用した結果を図14に示す。バースト波形が小さくなっていることが確認できた。

4. 結言

EFT/B 試験のバースト波形の観察手法を確立した。通常のアナライザで用いるプローブではバースト波形にリングングが生じ易い。それに対して、抵抗を組み合わせたアッテネータで構成されるプローブを用いることにより、このリングングを抑制することができた。

また EFT/B 試験を模擬した回路を作成し、LTspice を用いてバースト波形を再現した。

さらに、EMC 対策方法として抵抗負荷に並列にコンデンサを接続したときの効果をシミュレーションで検証した。その結果、コンデンサの静電容量を増やすことにより、負荷抵抗に現れるバースト波形が減少することが推察された。このシミュレーション結果をもとに、 $2.2\mu\text{F}$ のコンデンサを挿入し、その減衰を確認した。

今後、さらに精度の高いシミュレーション技術を構築することにより、様々な対策方法の検証に役立てることができると考える。それにより効果的な上流設計支援が可能となる。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 30 日再受付)

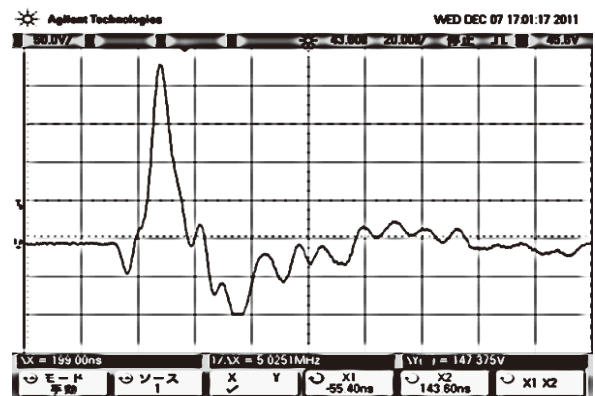


図13. 対策前のバースト波形 (縦軸50V/div)

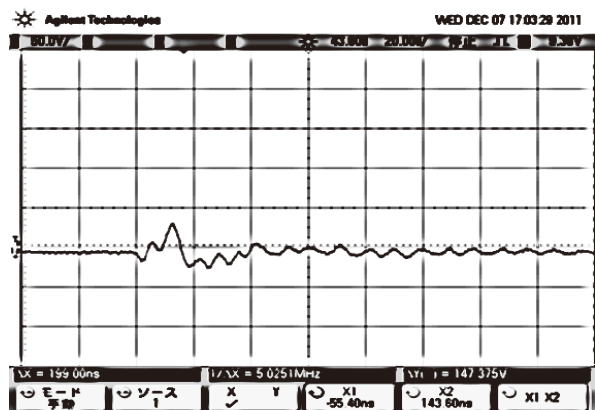


図14. コンデンサによる対策後の波形 (縦軸50V/div)

文 献

- (1) 日本規格協会, 国際標準化委員会: 「IEC 61000-4-4 Ed. 3.0:2012 「電磁両立性(EMC)―第 4-4 部: 試験及び測定技術―電気的ファストトランジェント(高速過渡現象)」, (2012)
- (2) Xiaoche Zhai, Jianhua Wang, Yingsan Geng, Li Yu, Zhiyuan Liu: “Transfer Function and Network Synthesis of Electrical Fast Transient / Burst Generator Based on Latent – Roots Method”, IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility, Vol.50, No.4, p.790 (2010).
- (3) 伊藤健一: 「分布定数回路のはなし」, 日刊工業新聞社, p.90 (2003)

論文

伝導性エミッションの対策部品選定手順の開発

大橋 弘幸*¹⁾

Implementing a program for selecting EMI suppression components against conducted noise

Hiroyuki Ohashi*¹⁾

This study proposes how to effectively select EMC-suppression components against conducted noise.

The following three items were performed by the authors to focus on conductive noise derived from the primary side of a switching power supply. The first is to study techniques for measuring power line noise. The second is to create computer models of a suppression components selection program. The third is to verify the noise reduction effects of selected parts on conducted noise.

Comparing measured values with simulated values, we found frequency band widths that have good relations with each type of EMC-suppression component. The next step is to obtain a measurement method and a simulation method for higher frequencies.

キーワード : EMC, ノイズ対策, スイッチング電源, 伝導性エミッション

Keywords : EMC, Noise reduction technology, Switching power supplies, Conducted emissions

1. はじめに

EMC 試験の中で, EMI 測定の一つとして製品の電源端子から漏れる伝導性エミッションの測定を行い, 規制値未満であることを確認する必要がある。図 1 に伝導性エミッションの測定方法を示す。この測定方法は基準金属面上に EUT (供試装置) を配置し, LISN (疑似電源回路網) と呼ばれる一種のローパスフィルタを介して EUT に AC 電源を供給する。EUT から発生した伝導性エミッションは LISN でフィルタリングされ, スペクトラムアナライザなどの測定器に導かれる⁽¹⁾。

伝導性エミッションの大きさが規定値を超えた場合にノイズ対策部品等を追加してノイズを減らす工夫が必要になるが, その際に対策を難しくさせる幾つかの問題がある。一例として, 電気製品の伝導性エミッションの主な発生源となっているスイッチング電源は大抵の場合, 電源メーカーから購入したものを使用している。そのため詳細のわからないブラックボックスであり, 効果な対策方法の判断を難しくさせている。また, ノイズ対策部品の周波数特性は定量的なデータとして提供されていないため, 対策後にどれほどノイズが低減しているのか, 部品の効果を見積もることができない。さらに伝導性エミッションにはディフェレンシャルモード (以下, DM) ノイズとコモンモード (以下, CM) ノイズの二種類が存在し, ノイズ対策部品はそれぞれのノイズモードにのみ対応しているが, 現行の妨害波

測定の国際規格である CISPR 規格に基づいた測定ではノイズモードを区別して測定することはできないため, 測定結果は部品の選定にあまり活用できない。

上述したような問題のために EMC の対策手順は未だ確立されていない。また回路設計段階での EMC 対策技術は多くの報告があるが, 試作段階あるいは製品化後に施す後追いつ対策手法に関する技術報告は少なく, 電波暗室での EMC 試験現場での後追いつ対策の繰り返し回数低減や効率化が課題となっている。

本研究はノイズ対策部品の選定方法を提案するものである。数多くの部品の中から効果的なノイズ対策部品を効率良く選定するための手順について検討し, ノイズ対策部品による伝導性エミッション抑制効果を定量的に見積もるためのシステム開発を目指した。

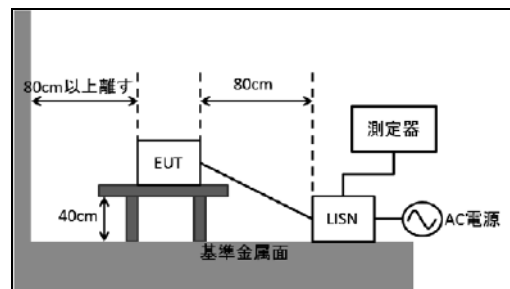


図 1. 伝導性エミッションの測定方法

2. 実験方法

2. 1 ノイズ源の解析方法の検討 図 2 に△型 LISN

事業名 平成 23 年度 基盤研究

*¹⁾ 電子・機械グループ

(KNW-403D : 協立電子製) を示す。ノイズ対策部品による伝導性エミッション抑制効果を定量的に見積もるためには DM ノイズと CM ノイズの各ノイズモードの内部インピーダンス Z_0 を求める必要がある。∠型 LISN を用いることで 2 つノイズモードの伝導性エミッションの分離測定を行うことができる⁽¹⁾。図 3 に同装置の回路図を示す。∠型 LISN は内部に 2 種類の回路 (Sym 回路 : DM ノイズ検出用, Asym 回路 : CM ノイズ検出用) があり, 測定するノイズモードに合わせて回路を切り替えて使用する。

図 4 (a), (b) に内部インピーダンスを持ったノイズ源の測定系を示す。伝導性エミッションの測定結果からの内部インピーダンスを求めるために異なる 2 つの測定系で EUT を測定する必要がある。図 4 (a) はノイズ源を測定する際の通常の構成である。図 4 (b) では測定系に既知のインピーダンス Z_i を挿入することにより測定器の入力インピーダンス Z_m に発生する電圧が $V_a > V_b$ となる。このときノイズ源の内部インピーダンス Z_0 を

$$Z_0 = \frac{Z_i V_b - Z_m (V_a - V_b)}{V_a - V_b} \dots (1)$$

として求めることができる。



図 2. ∠型 LISN の外観

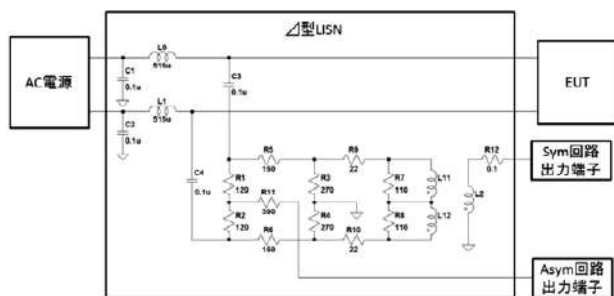


図 3. ∠型 LISN の回路

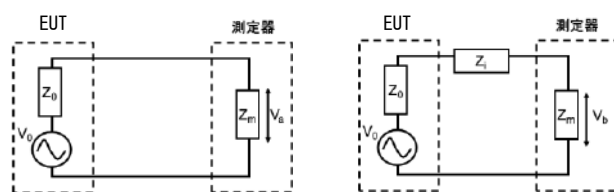


図 4. 測定回路

2. 2 計算モデルの検討 伝導性エミッションのノイズ対策として代表的な CM チョークコイル, DM チョークコイル, X コンデンサ及び Y コンデンサの 4 種の対策手法について計算モデルの検討を行った。回路モデルを図 5 (a), (b), (c), (d) に示す。ノイズ源の内部インピーダンスを Z_0 , 未対策回路の測定器に発生するノイズ電圧を V_m とする。

インピーダンス Z_L なる DM チョークコイルでノイズ対策を行う場合, 2 線のインピーダンスのバランスを保つためにノイズ源に対して直列に 2 つの部品を挿入する (図 5 (a))。測定器に発生するノイズ電圧 V_{LD} は

$$V_{LD} = V_m \frac{Z_0 + Z_m}{Z_0 + Z_m + 2Z_L} \dots (2)$$

として求める。またインピーダンス Z_L なる CM チョークコイルのノイズ対策は電源ラインに高インピーダンスを付与することで電源ライン-大地間のノイズを抑制するため図 5 (b) のような回路となり, 測定器に発生するノイズ電圧 V_{LC} は

$$V_{LC} = V_m \frac{Z_0 + Z_m}{Z_0 + Z_m + Z_L} \dots (3)$$

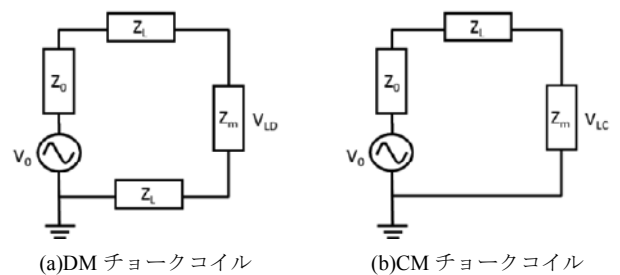
として求める。次にインピーダンス Z_C なるコンデンサを用いて X コンデンサとしてノイズ対策を行う場合, ノイズ源に対して並列に 1 つの部品を挿入するため (図 5 (c)), 測定器に発生するノイズ電圧 V_{CX} は

$$V_{CX} = V_m \frac{Z_0 Z_C + Z_m Z_C}{Z_0 Z_m + Z_0 Z_C + Z_m Z_C} \dots (4)$$

として求める。また Y コンデンサとしてノイズ対策を行う場合, ノイズ源に対して並列に 2 つの部品を挿入するため (図 5 (d)), 測定器に発生するノイズ電圧 V_{CY} は

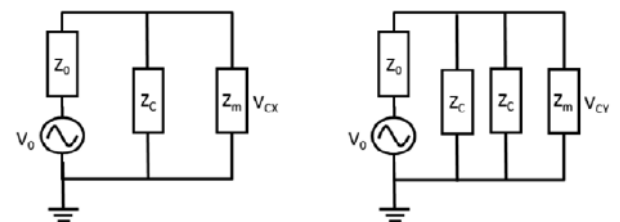
$$V_{CY} = V_m \frac{Z_0 Z_C + Z_m Z_C}{2Z_0 Z_m + 2Z_0 Z_C + Z_m Z_C} \dots (5)$$

として求める。



(a) DM チョークコイル

(b) CM チョークコイル



(c) X コンデンサ

(d) Y コンデンサ

図 5. 代表的なノイズ対策回路

2.3 計算プログラムの作製 Excel VBA を用いて伝導性エミッションの測定結果からノイズ源の内部インピーダンスを算出し、対策部品取り付け後のノイズレベルの値を計算するためのプログラムを作製した。

図6に作製したプログラムの操作画面を示す。エクセルシート上に抵抗器挿入前後の伝導エミッションの測定データを入力。計算の際に入力した周波数ステップで測定結果のデータ補間が行われ、ノイズ源の内部インピーダンスの計算が行われる。次に予めインピーダンスアナライザ(4294A: Agilent Technologies 製)で取得した対策部品の周波数特性データファイルを選択する。計算を実行すると対策部品取り付け後のノイズレベルを算出する。また計算結果のノイズレベルがノイズフロア以下だった場合、ノイズフロアの値が計算結果として出力される。



図6. 作製したプログラムの入力画面

2.4 計算値と実測値の比較 EUTとしてスイッチング電源(BJBPSA1-12: イータ電子工業製)の伝導性エミッション(0.15MHz~30MHz)を△型 LISN を介してスペクトラムアナライザ(ESU8: Rohde & Schwarz 製)を用いて測定した。次に同測定系の△型 LISN とスペアナの間に抵抗器(100Ω, 図7参照)を挿入し、同様の条件で測定した。抵抗器挿入前後の伝導性エミッションの測定結果をプログラムに入力し、ノイズ対策部品取り付け後のノイズレベルを計算した。

次に実際に EUT に対策部品を取り付けて伝導性エミッションの測定を行い、実測結果とプログラムによる計算結果を比較した。



図7. 測定系に挿入した抵抗器

3. 結果及び考察

図8にEUTの各ノイズモードの伝導性エミッションの測定結果を示す。0.15MHz~0.3MHzまではCMノイズのほうが10dB程度大きく、1MHz~3MHzの範囲ではDMノイズが2dB程度大きい。ノイズモードの分離測定により帯域ごとに

支配的なノイズモードの判別が可能となるため、△型 LISN の導入は対策部品を選定する際に有用であるといえる。

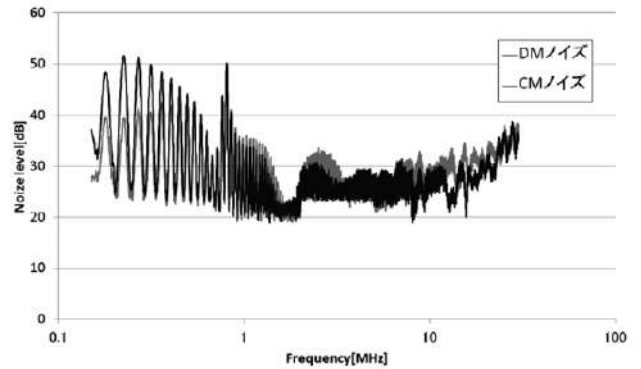


図8. DMノイズ及びCMノイズの測定結果

図9に各ノイズ源の内部インピーダンスの計算結果を示す。内部インピーダンスはDMノイズが数十[Ω]~数百[Ω], CMノイズが数百[Ω]~数千[Ω]となっており、測定したEUTはCMノイズのほうが内部インピーダンスは大きい事がわかった。これは仮に同一のチョークコイルで各ノイズに対策した場合にCMノイズのほうが対策効果は小さいことを示す。チョークコイルはノイズ源に対して高インピーダンスを持つことによりAC電源側にノイズ電圧が加わるのを防ぐ役割があるが、ノイズ源が持つ内部インピーダンスに大して十分大きいインピーダンスでなければならない。またノイズ源の内部インピーダンスが比較的高い場合にはコンデンサによる対策が有効である。コンデンサによる対策はノイズ源に対してAC電源側のインピーダンスを小さくすることで、内部インピーダンスに加わるノイズ電圧を大きくし、AC電源側に加わるノイズ電圧を小さくする役割があるためである。

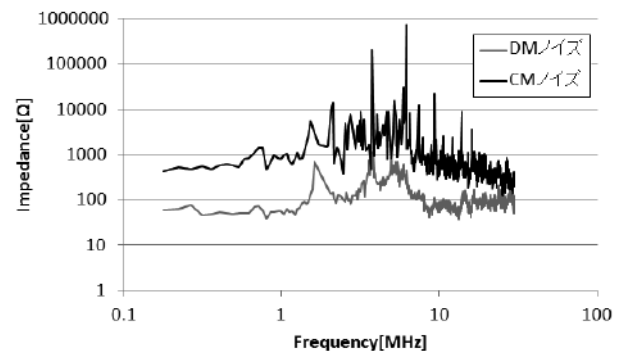
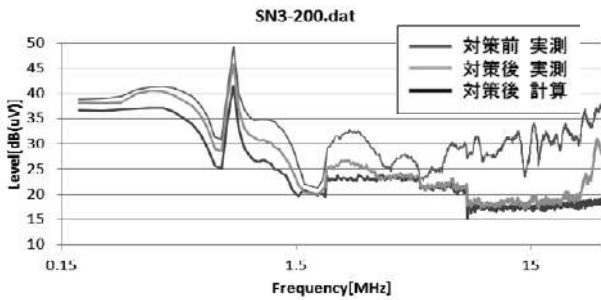


図9. 各ノイズ源の内部インピーダンスの計算結果

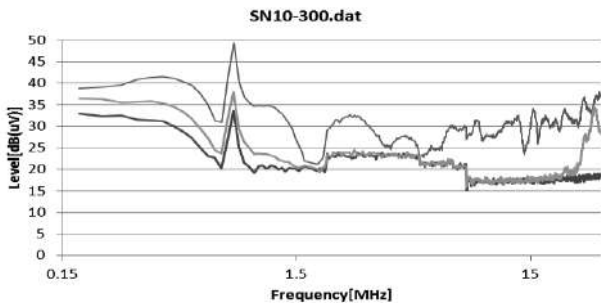
図10(a), (b), (c)にDMチョークコイルによるノイズ対策後の実測結果と計算値結果の比較を示す。対策部品A(SN3-200), 対策部品B(SN10-300), 対策部品C(SN8D-500)ではそれぞれ0.15MHz~1MHzまでのノイズ抑制効果が異なるが、計算結果と実測結果で相関がとれていた。また1MHz~10MHzの範囲実測結果が測定系のノイズフロア以下になっているが、プログラムの計算結果も同様の結果を示しており、対策部品のノイズ抑制効果を計算によって見積

もることができた。

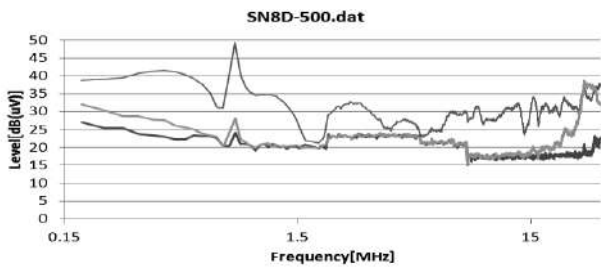
図 11, 図 12, 図 13 及び図 14 に各対策手法で部品を変えた場合の実測結果と計算値結果の差分をまとめたものを示す。DM チョークコイルでは 0.15MHz~15MHz の範囲で測定結果と実測結果は相関を示した。CM チョークコイルでは 2MHz~30MHz の範囲で相関を示した X コンデンサでは 1.5MHz~30MHz の範囲で相関を示した。Y コンデンサは 0.15MHz~30MHz の範囲で相関を示した。



(a) 対策部品 A



(b) 対策部品 B



(c) 対策部品 C

図 10. DM チョークコイルによるノイズ対策を行ったときの伝導性エミッションの実測結果と計算結果

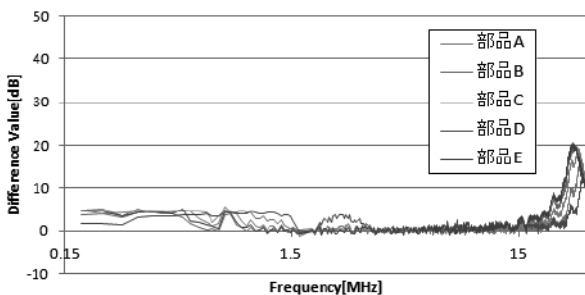


図 11. 実測結果と計算結果の差分 (DM チョークコイル)

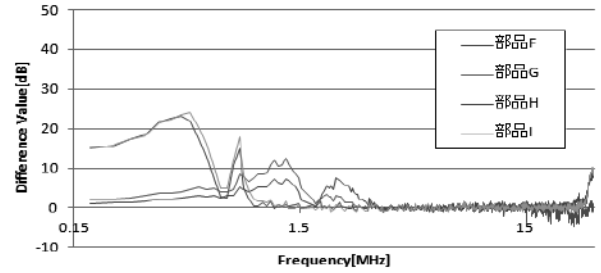


図 12. 実測結果と計算結果の差分 (CM チョークコイル)

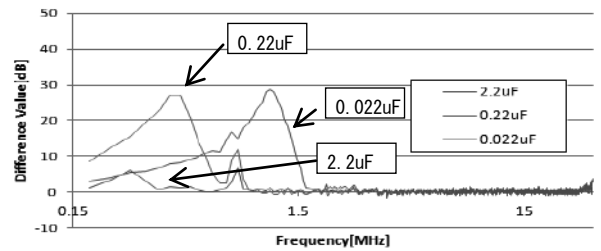


図 13. 実測結果と計算結果の差分 (X コンデンサ)

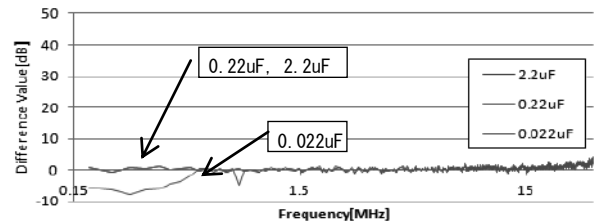


図 14. 実測結果と計算結果の差分 (Y コンデンサ)

4. まとめ

ノイズ対策部品による伝導性エミッション抑制効果を定量的に見積もるために、ノイズモードの分離測定を行い、ノイズ源の内部インピーダンス導出のための解析手法を考案した。また対策回路の計算モデルについて検討し、伝導性エミッションの測定データとノイズ対策部品の特性データから対策後のノイズレベルを計算するプログラムを作製した。プログラムによる計算結果と対策部品を実際に取り付けた実測結果を比較したところ、ノイズ対策部品ごとに特定の周波数帯で良好な相関が得られた。

計算結果と実測結果で相関の取れない帯域は伝導性エミッションの測定データには位相の情報が含まれておらず、ノイズ源の内部インピーダンスを算出する際にリアクタンス成分を考慮することができないためである。解決のためにはノイズ源のリアクタンス成分のデータを得るための測定及び解析手法の検討、あるいは算出した内部インピーダンス特性を等価回路化する手法の検討が必要である。また精度向上のためには測定系を分布定数回路として扱った回路モデルの検討が必要である。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 8 月 1 日再受付)

文 献

- (1) TDK 株式会社: “TDK EMC TECHNOOGY EMC 設計ガイドブック”, pp.110-111(2010)

論文

10m法電波暗室の特性評価とダブルマストの影響度に関する実験

高橋 文緒*¹⁾ 大橋 弘幸*¹⁾ 大森 学*¹⁾

Evaluating the 10m method anechoic chamber and experimenting on the influence of a second mast in the double mast system

Fumio Takahashi*¹⁾, Hiroyuki Ohashi*¹⁾, Manabu Oomori*¹⁾

To obtain ISO17025 accreditation for the 10m method anechoic chamber in the Tama techno plaza, the following action items are needed; i) creating written procedures needed for ISO17025 accreditation, ii) listing and checking the uncertainty factors in the measurement system, and iii) calculating the uncertainty in the whole EMC system.

In order to meet the technology requirements of ISO17025, the characteristics are evaluated and some improvements to the 10m method anechoic chamber are made. Furthermore, experiments were carried out to test the influence of a second mast in the double mast method system in the Tama techno plaza which achieved a higher-speed measurement.

キーワード：ISO17025, EMC, 不確かさ, ダブルマスト

Keywords：ISO17025, EMC, Uncertainty, Double mast

1. まえがき

多摩テクノプラザではEMCサイトの10m法電波暗室において、ISO17025の取得を目指している。ISO17025とは、試験所が試験を行うにあたり、試験品の性能評価を行う際の一般要求事項を規定した国際規格である。この認定を受けることにより、国際的に通用する試験所として認知されることとなるため、企業への国際化支援のために認定取得は有益である。ISO17025では、測定において手順書の作成が義務付けられている。加えて、測定品質の向上や不確かさの算出等の技術的要求がある。

本研究では、EMCサイトのISO17025の技術的要求を満たすため、測定手順を文書化により確立した上で、電波暗室及び不確かさの算出に重要な測定テーブルの特性評価とその改善を行う。また、多摩テクノプラザにおける、測定の高手法であるダブルマスト法のマスト間の影響の実験・評価を行うことを目的とする。

2. 測定手順書作成

ISO17025取得項目及び測定範囲は表1の通りであり、各々に対して手順書を必要とする。必要となる規格書の確認を行い、都産技研の保有する機器を使って規格試験を行う場合の測定手順書の作成を行った。

また、放射エミッション測定時の不確かさ要因に関して、表2に示す。この要因に関する代表的なバジェット表はCISPR16-4-2に記載されている。

事業名 平成22年度、23年度 基盤研究

*¹⁾ 電子・機械グループ

表1. ISO17025取得項目及び測定範囲

取得項目	VCCI,EN55022,CISPR22
測定項目	放射エミッション測定(30MHz~1000MHz) 放射エミッション測定(1GHz~6GHz) 伝導エミッション測定(電源ポート) 伝導エミッション測定(通信ポート)

表2. 放射エミッションの不確かさの要因

入力量	X_i
レシーバの読み	V_r
減衰量	A_c
プリアンプゲイン	G_p
アンテナ係数	F_a
レシーバの補正	δV
不整合	δM
アンテナ補正	δF
サイト補正	δd_{AN}

3. 検討内容

3.1 電波暗室の性能評価技術 5面電波暗室の特性評価は、30MHz~1000MHzにおいては正規化サイトアッティネーション(NSA)(図1)、1GHz~6GHzにおいてはサイトVSWR(SVSWR)(図2)により実施する。

NSAは、図1に示す送信アンテナから受信アンテナまでの空間の減衰量を評価する方法で、リファレンスより $\pm 4\text{dB}$ 以内とCISPR16-1-4に規定されている。ここでのリファレンスは理想的なオープンサイトの減衰特性を指す。SVSWRは図2に示すサイトの反射波を評価する方法で、受信アンテナ

ナと送信アンテナを規定の距離離れた状態の、直接波と反射波の干渉によって生じる最大受信信号と最小受信信号の比を求め、結果が2:1以下、すなわち6dB以下とCISPR16-1-4に規定されている。受信アンテナと送信アンテナの距離は基準位置を0cmとした場合、基準位置より後方2, 10, 18, 30, 40cmの位置で測定を行うこととなっている。

これらは、測定結果が表2の『サイト補正 δdA_N 』の不確かさの要因に含まれ、確率分布は三角分布で評価する。

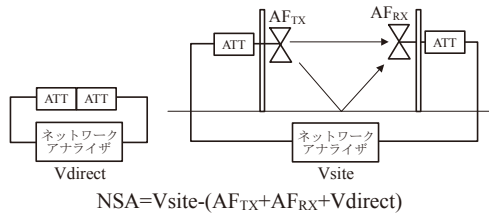


図1. NSA 評価方法

Vdirect: ケーブル等の減衰量, Vsite: サイトの測定結果
AF_{TX}, AF_{RX}: 送信及び受信アンテナの校正値

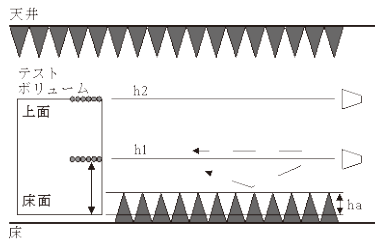


図2. SVSWR 評価方法

h1: テストボリュームの底面の1m上, h2: テストボリュームの上面
ha: 床面に置いた吸収体によって隠される高さ(最大0.3m)

3.2 測定テーブルの影響 測定テーブルとは、試験品を配置するテーブルを指し、木製または他の非導電性材料であるが、これらの誘電特性は放射エミッション測定において試験結果に影響を及ぼす。試験時、測定テーブル上に配置する卓上型機器の場合、200MHzより上で試験結果に影響を与えるといわれている。これは、試験品からの電磁波が、机により反射することを意味する。これは、表2の『サイト補正 δdA_N 』の不確かさの要因に含まれ、確率分布は一様分布で評価する。

この測定テーブルによる影響の推定には CISPR16-1-4 に記載されている測定方法を用いる。評価方法を図3及び図4に示す。送信アンテナを高さ80cmの測定テーブルの対角線上の半分の長さを中心として、机上から高さ10cmの位置に配置する。これは、試験品から放出される電磁波を模擬する。受信アンテナは送信アンテナより測定距離分を離れた位置に配置し、高さを1~4mまで走査する。テストボリュームとは、試験品が配置可能な領域を示す。この時、受信アンテナに接続された測定器では最大値を計測する。CISPR16-1-4の規定から、この測定を図4のように測定テーブルがある場合とない場合で実施し、その差分を測定テーブルの影響として評価する。今回は、木製テーブル、木製+

発泡スチロール製テーブル、発泡スチロール製テーブルの評価を行った。

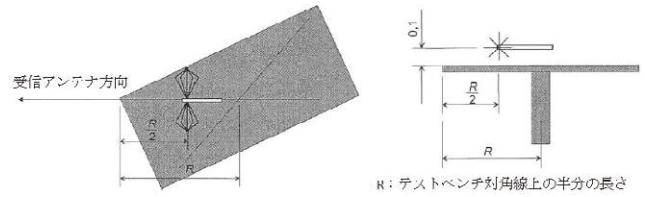


図3. 測定テーブルによる影響の推定 CISPR16-1-4

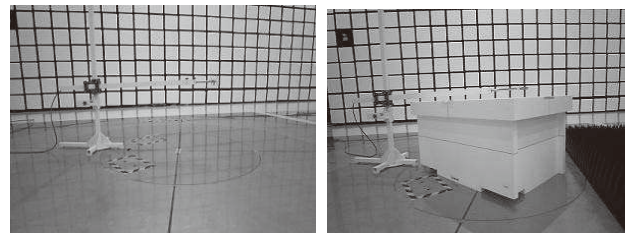


図4. 測定テーブルによる影響の評価方法

(左図:机なし, 右図:机あり)

3.3 ダブルマストにおけるマスト間の影響 通常、放射エミッション測定の規格試験を行う場合、測定用の受信アンテナを1本配置して測定を行っている。多摩テクノプラザでは、試験品のEMC対策等の性能評価試験を行う場合、測定の高速化を行うために受信アンテナを2本配置して測定を行う場合がある。受信アンテナを1本のみ使用する場合をシングルマストと称しているのに対し、2本を使用する場合をダブルマストと称している。ダブルマストを使用する際の測定周波数は30MHz~1000MHz、測定距離を10mとし、両マストの相対角度は27°である。

シングルマストを使用する際は、規格に則った方法により電波暗室の特性評価が可能である。これに対し、ダブルマストは規格化されておらず、測定したデータの信頼性を定量的に表すことができない。この問題を解決すべく、ダブルマスト使用時のマスト間の影響について測定を行った。

2本目のアンテナ(サブシステム)が1本目のアンテナ(メインシステム)の測定値に与える影響について、図5のようにメインシステム側における空間の評価を行う際に、サブシステムのアンテナがある場合とない場合を次の3通りの方法で測定し、その差分をサブシステムの影響とした。これは、メインシステムに対して、サブシステムを配置した場合、サイト内に反射物が配置されたために空間の特性が劣化し、測定値に影響を及ぼすと推定したためである。

- ①サブシステムのアンテナ高さの影響
- ②メインシステムのNSA評価位置に対するサブシステムの影響
- ③メイン・サブシステム間の相対角度の影響

①の測定方法では、サブシステムのアンテナを配置した際の、メインシステムのハイトパターンへの影響を評価す

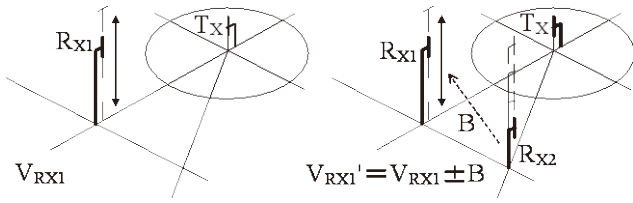


図5. ダブルマストのマスト間の影響測定時のアンテナ配置
 RX1:メインシステム, RX2:サブシステム, Tx:送信アンテナ
 V_{RX1}:メインシステムのみ配置した場合の測定結果
 V_{RX1'}:サブシステムを配置した場合のメインシステムの測定結果
 B:サブシステムを配置することでメインシステムに与える影響

る実験を行った。ハイトパターンとは、受信アンテナにおける高さ方向の電界強度を指す。送信アンテナをターンテーブル中央に配置し、受信アンテナの高さを1~4mまで掃引した際の受信アンテナにおける電界強度を意味する。

次に、②の測定方法では、サブシステムのアンテナを配置した際の、メインシステムのNSAへの影響を評価する実験を行った。今回は、送信アンテナ及び受信アンテナをNSAに規定された計5箇所配置した際のハイトパターンの測定とした。また、サブシステムのアンテナはターンテーブル中心より10mの位置に固定とした。

最後に③の測定方法では、メイン・サブシステム間の相対角度を変更して、メインシステムのハイトパターンへの影響評価実験を行った。①及び②では、運用時の配置角度27°で測定を行ったが、この角度を外側及び内側に10°ステップ毎で移動させた場合の測定を行う。

4. 検討結果と考察

4.1 電波暗室の性能評価 図1を用いたNSAの評価結果の中で、最悪値を図6に示す。この際の条件は、送信アンテナの偏波が垂直、高さ1mの場合である。規格要求値±4dBに対し2.31dBと十分余裕のある結果となった。これは多摩テクノプラザの電波暗室が十分広いことと、電波吸収体の特性が良好であることを示す。

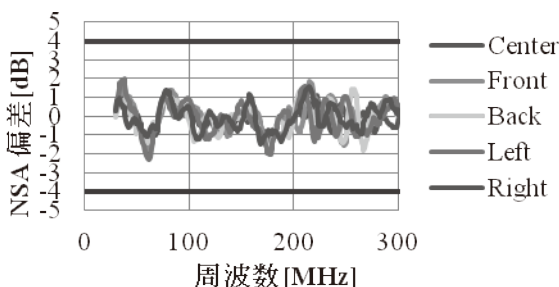


図6. NSA評価結果
 Center, Front, Back, Left, Right: 評価時の送信アンテナの各ポジション

図2を用いたSVSWR評価結果の最悪値を、図7に示す(配置は図8左図)。今回は、周波数ステップを規格要求50MHzステップに対し、10MHzステップとすることにより、より詳細な反射特性を確認した。規格要求6dB以内に対し、5.7dBとマージンの少ない結果となった。これは壁面からの反射

の影響と推定し、特性を改善するためにサイト内の配置を見直した。

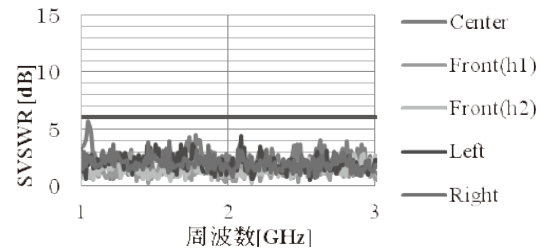


図7. SVSWR評価結果
 Center, Front, Left, Right: 評価時の送信アンテナの各ポジション

1GHz超の測定は、3m距離での測定が規格により定められているが、上記の結果は図8左図のようにサイトの中心を0°として配置した。このため、壁からの反射波の影響を想定し、これを回避するために、図8右図のように17°傾けて配置し、特性の改善を行った。結果として、0.5dBの改善を行うことができた。

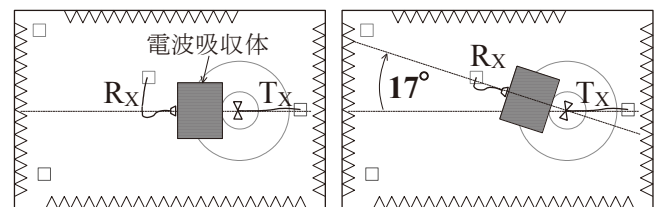


図8. サイトの配置変更
 (左図:サイト中心0°, 右図:サイト中心17°)
 Rx:受信アンテナ, Tx:送信アンテナ

4.2 測定テーブルの影響 評価結果を図9に示す。30MHz~1000MHzに関して木製テーブルを使用した場合、発泡スチロール製テーブルと比較して、約2.5dB程度影響が大きい。

1GHz~6GHzに関しては更に顕著な結果となり、木製テーブルを使用した場合、発泡スチロール製テーブルと比較して、約6dB程度影響が大きい。

4.3 ダブルマストにおけるマスト間の影響 ①サブシステムのアンテナ高さの影響の測定結果を図10に示す。差分の最大値は1.05dBであった。アンテナの偏波は水平偏波よりも垂直偏波が影響を受けていることがわかる。これは、今回配置したサブシステムのアンテナが、メインシステムのアンテナから見た場合、壁面に反射物があるように見えるため、垂直偏波において値が変動したと推測する。また、サブシステムの高さを1mから4mまで1mステップで変更した場合、およそどの高さにおいても影響を受けていることがわかる。加えて、影響を受ける周波数は30~300MHzと低い周波数帯域であるが、これは300MHz~1000MHzで使用しているログペリオディックアンテナより、30MHz~300MHzで使用しているバイコンカルアンテナの方が、指向性がブロードなためと推測する。以上の結果を踏まえて、②及び③の測定において、アンテナの偏波に関しては垂直

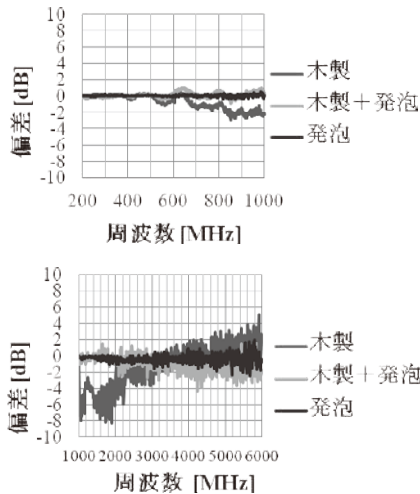


図9. 測定テーブルの影響評価結果
(上図:30MHz~1000MHz, 下図:1GHz~6GHz)

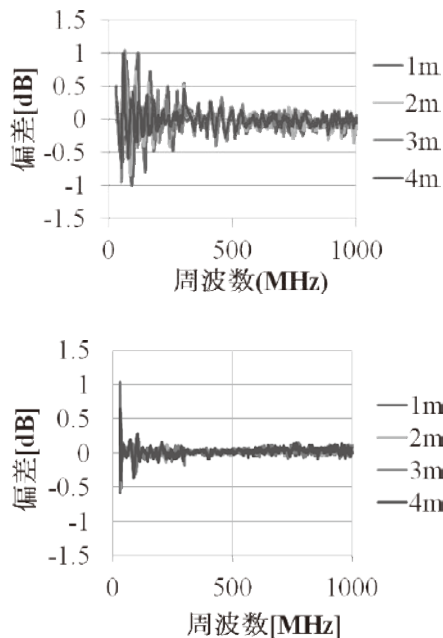


図10. 方法① 測定結果
(上図:垂直偏波, 下図:水平偏波)

偏波とし、サブシステムのアンテナ高さは1m固定として測定を行った。

次に、②メインシステムのNSA評価位置に対するサブシステムの影響の測定結果を図11に示す。差分の最大値は1.27dBであった。規定された5箇所すべての位置において影響を受けており、この要因として、アンテナを移動することによるメイン・サブシステム間の距離の変化量が、影響を受けている30~300MHzの周波数の波長と比較すると、波長の方が十分長いので、NSAに規定される配置の違いによる影響度に差がないと推測した。

最後に③メイン・サブシステム間の相対角度の影響の測定結果を図12に示す。運用時の配置より内側及び外側に

10°移動した際の結果は、おおよそ同等といえる。内側に20°移動した際に、運用時の配置より約1.5dB影響度が大きい。この結果より、極端に近接させない限り、影響度として大きく変わらないことがわかる。

以上の結果より、サブシステムを配置することでメインシステムに与える影響は、測定結果の差分の最大値1.27dBとなる。なお、この数値は、送信アンテナ及び受信アンテナの高さやアンテナの偏波などが、ある特定の条件で組み合わせられた場合の結果であるため、実際の測定結果の補正值として用いることはできない。

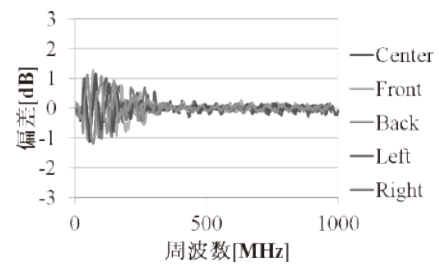


図11. 方法② 測定結果

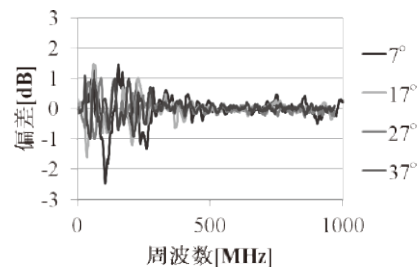


図12. 方法③ 測定結果

5. まとめ

多摩テクノプラザ EMC サイトの10m法電波暗室において、ISO17025取得に必要となる手順書の作成を行い、手順書に基づく測定から不確かさの要因の一つとなるNSA及びSVSWRの評価を行い、SVSWRに関しては、サイト内レイアウトの見直しを行うことで特性改善を行った。また、測定の高手法であるダブルマストを用いた際のマスト間の影響を測定したが、今後ダブルマスト法を用いた場合の不確かさの算出に向け、更に検討を加え課題を解決する必要がある。

(平成24年5月18日受付, 平成24年8月24日再受付)

文 献

- (1) 乗元直樹, 峯松育弥: 「CISPR/A/774/CDVに基づく1GHz以上の周波数領域におけるテストテーブルの影響に関する調査」, KEC情報, No. 213, pp. 40-46 (2010)

論文

Motionnet 通信品質シミュレーションと実機評価

佐藤 研*¹⁾ 佐野 宏靖*¹⁾ 野中 徹*²⁾ 寺崎 隆*²⁾

Simulation of Motionnet communication quality and real circuit development

Ken Sato*¹⁾, Hiroyasu Sano*¹⁾, Toru Nonaka*²⁾, Takashi Terasaki*²⁾

Motionnet is a serial communication system for FA developed by Nippon Pulse Motor Co. Ltd. It can connect with up to 64 units with variable cable connection length, speed of communication and flexibility. However, due to its flexibility, confirming the communication waveform distortion before system construction is difficult. Yet there is no guideline for communication quality when developing its base units. To resolve these two problems, we made simulation models of units and cables. The cable-model is variable length. Then sample boards were developed in accordance with the new guide lines. The comparison of simulation and real waveform shows strong similarity. There is a relation between total cable length and communication quality; however there were exceptions for some cable length combinations. The new sample boards decreased emissions by about 20dB.

キーワード：モーションネット，RS-485，ケーブル，シミュレーション

Keywords：Motionnet, RS-485, Cable, Simulation

1. まえがき

日本パルスモーター株式会社の FA 業界向けのシリアル通信システム：Motionnet は、最大 64 個のユニットが接続可能である。しかし、接続ユニット数、ユニット間の通信速度やケーブル長の組み合わせなど運用形態が多彩で、敷設するまで通信波形のひずみが確認できないという問題があった。また通信品質確保のための開発サポート環境が充実していないという問題もあった。これらの問題を解決するため、次の二項目について確認と試作・評価を行った。

- (1) 通信波形のゆがみのシミュレーション (Motionnet 通信波形の予測)
- (2) 通信品質を評価する際の通信限界の予測 (通信品質評価方法の確立)

また、あわせて EMC 対策の効果を確認するための開発指標となるサンプル基板の試作・評価を行った。

2. Motionnet 通信波形の予測

2.1 シミュレーションモデルの構築 シミュレーションで通信波形を予測するために、各種ユニットの使用部品、製品基板のシミュレーションモデルを構築した。Motionnet のセンターユニット、ローカルユニットの通信部分の回路を図 1、図 2 に示す。構築したシミュレーションモデルを図 3、図 4 に示す。

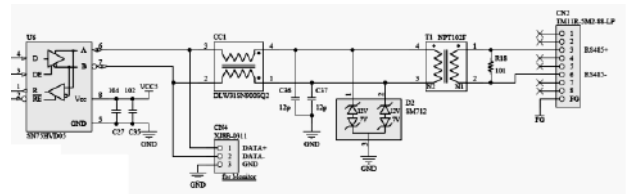


図 1. センターユニット回路

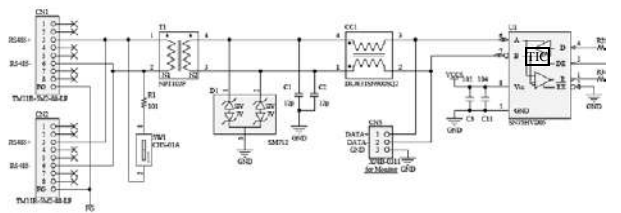


図 2. ローカルユニット回路

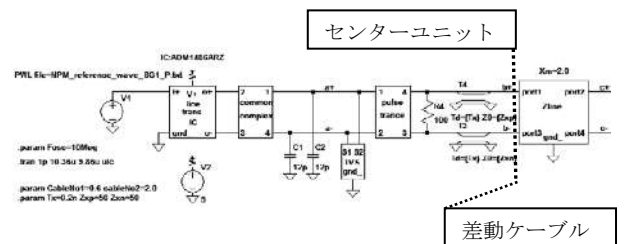


図 3. センターユニットモデル

事業名 平成 23 年度 共同研究
 * 1) 電子・機械グループ
 * 2) 日本パルスモーター株式会社

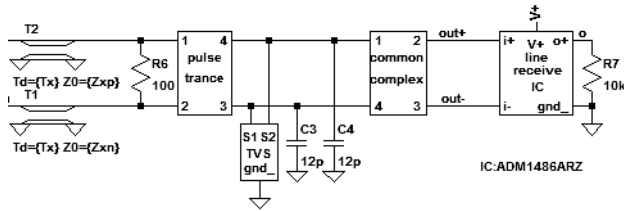


図 4. ローカルユニットモデル

図 3 の右側部分は差動ケーブルのモデルである。このケーブルの長さはシステム構成によって異なることが多いため、差動ケーブルのモデル化にあたり、ケーブル長をパラメータ化することが必須である。

ケーブルのモデル化形態には次の三種類があげられる。

- S パラメータモデル
- RLGC モデル
- T-LINE モデル

それぞれについて検討を行ったところ、S パラメータモデルと RLGC モデルは、ケーブル長ごとに測定してモデルを作成する必要があるが、ケーブル長をパラメータ化できないことが判明した。よって今回は T-LINE でのモデル化を選択するに至った。ただし、T-LINE モデルは無損失 (R=0, G=0) であるので、損失モデルの挿入が必要である。そこで 10Mbps の通信速度を考慮し、直流抵抗と表皮効果の影響の 2 つの損失モデルを組み込んだ⁽¹⁾⁽²⁾。

2.2 シミュレーションモデルの評価

実測とシミュレーションとで通信波形を比較し、シミュレーションモデルの精度を評価した。実測にはオシロスコープと差動アクティブプローブを使い、ローカルユニット搭載トランシーバ IC の入出力ピンの波形を実測した。測定ブロックを図 5 に示す。各ローカルユニットはデジチェーンで接続され、最後のユニットは 100Ω で終端した。

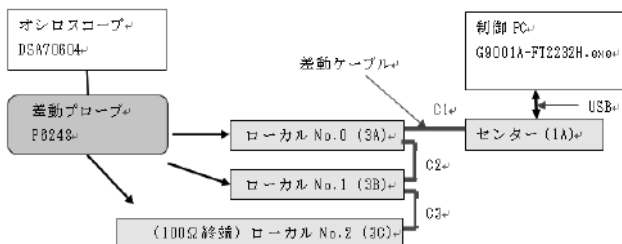


図 5. 測定ブロック

ユニット間接続の差動ケーブル長の組み合わせを、(C1: 3m, C2: 0.6m, C3: 0.6m) と (C1: 5m, C2: 0.6m, C3: 3m) とした時の実測値とシミュレーション結果を図 6, 図 7 に示す。左が実測波形、右がシミュレーション波形である。レベルは多少の違いが残るものの、波形の特徴は正確にシミュレーションで再現できており、構築したシミュレーションモデルは実用に耐える精度を有している。

また、差動ケーブル長の組合せを変更しても通信波形の

シミュレーション結果が実測値とほぼ一致していることから、ケーブル長のパラメータ化も成功したといえる。これらを使い敷設前にシミュレーションすることで通信品質に悪影響を与える組合せを排除することが可能となる。

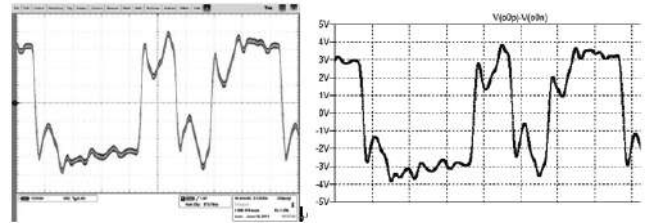


図 6. ケーブル長組合せ (3m-0.6m-0.6m) 波形比較
左: 実測 右: シミュレーション

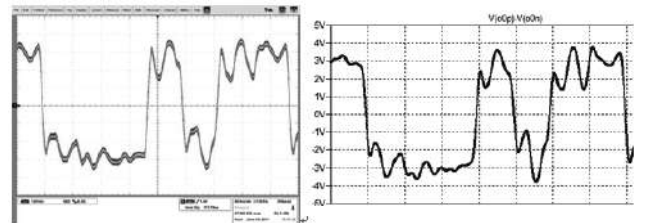


図 7. ケーブル長組合せ (5m-0.6m-3m) 波形比較
左: 実測 右: シミュレーション

3. 通信品質評価方法の確立

RS-485 の 1 対 1 での通信品質評価⁽³⁾において、ケーブル長とジッタの関係から通信限界などの予測がおこなわれている。Motionnet のようなデジチェーンで接続される場合でも適用可能かどうかを検討するため、ユニット間の総ケーブル長とジッタの関係を測定し、デジチェーン接続での通信評価方法を模索した。

3.1 実験方法

測定ブロックは図 5 に示したシミュレーションモデルの評価と同じであるが、センターユニットからは評価用信号を出力できるように改造したものを用いた。通信速度は 10Mbps とし、アイパターンを使って波形を評価した。

3.2 結果

各ユニット間ケーブルの総ケーブル長 (接続したケーブルの足し算) とローカルユニット No.2 (終端ユニット) でのトランシーバ IC (図 2 TIC) の入力ジッタ及び出力 Duty の関係を表 1 及び図 8 に示す。

表 1. ジッタ・Duty・総ケーブル長の関係

測定 No.	ケーブル組み合わせ (C1, C2, C3)	総ケーブル長さ [m]	TIC 入力ジッタ [ns]	TIC 出力 Duty 幅 [ns]
1	0.6m, 0.6m, 0.6m	1.8	1	49.4
2	0.6m, 0.6m, 2.0m	3.2	1.2	49.2
3	2m, 0.6m, 0.6m	3.2	2.4	45.2
4	20m, 5m, 0.6m	25.6	3.2	46.4
5	20m, 5m, 4m	29	4.9	45.4
6	4m, 5m, 20m	29	4.1	46.2

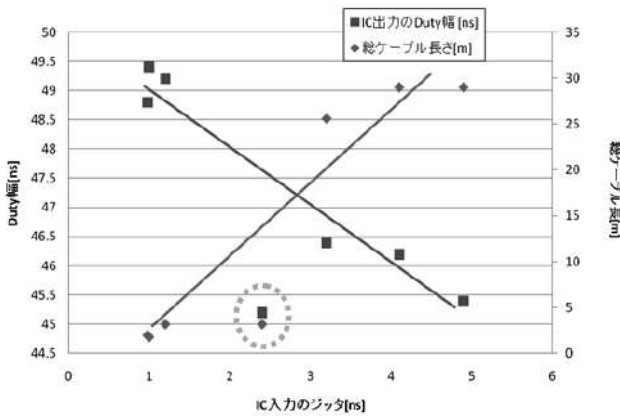


図8. ジッタ・Duty・総ケーブル長の関係

ジッタ・Duty・総ケーブル長には一定の相関関係があるものの、表1にある測定No.3の結果(図8内の破線丸囲み)が、相関から外れていることが読み取れる。

3.3 考察 ジッタとDuty幅及び総ケーブル長の関係において、相関関係は存在するが、測定No.3のように例外の存在も明らかとなった。このことからデジチェーン接続の場合、総ケーブル長とジッタの関係から評価するのではなくシミュレーションによって通信限界の予測を行うべきである。

4. 開発指標サンプル基板のEMC対策

伝送線路シミュレータ(CR-5000 Lightning: 図研)と電源-GNDプレーン共振解析シミュレータ(DEMITASNX: NEC情報システムズ)を使用し、設計指標となるサンプル基板の開発を行った。事前検討した結果、今回のサンプル基板の開発で採用したEMC対策は以下の三つである。

プレーン共振点にスナバ回路を配置

4層基板の層構成の変更

トップ面の基板端に幅10mmのガードGNDを設置

4.1 スナバ回路追加 電源及びGNDプレーンにプレーン共振シミュレーションを行い共振の発生箇所を特定し、対策としてスナバ回路を追加した。追加位置を図9に、スナバ回路を図10に示す。

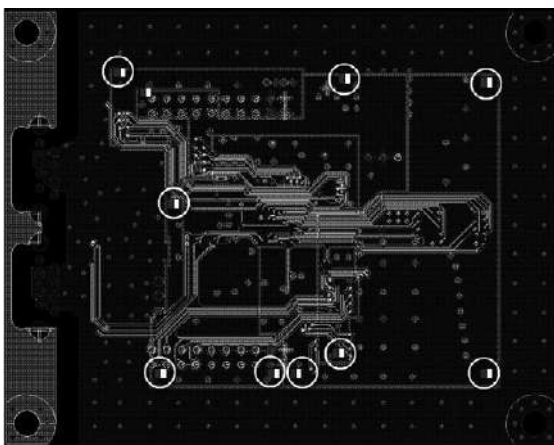


図9. スナバ追加位置(白丸囲み)

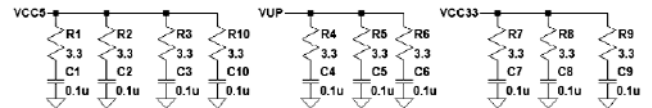


図10. スナバ回路

4.2 層構成の変更 一般的な4層基板の層構成は1層目: 信号線及びGND, 2層目: GNDプレーン: 3層目: 電源プレーン, 4層目: 信号線及びGNDであるが、GNDプレーンで信号線を囲むとEMIが減るので、基板構成を1層目: GNDプレーン, 2層目: 信号線及びGND: 3層目: 信号層及び電源, 4層目: GNDプレーンとした「表層GND基板」を作製し、一般的な層構成の基板とでEMIの比較を行った。作製したサンプル基板を図11に示す。表層には信号引き出し線がわずかに見えるが、そのほとんどはGNDプレーンが占める。

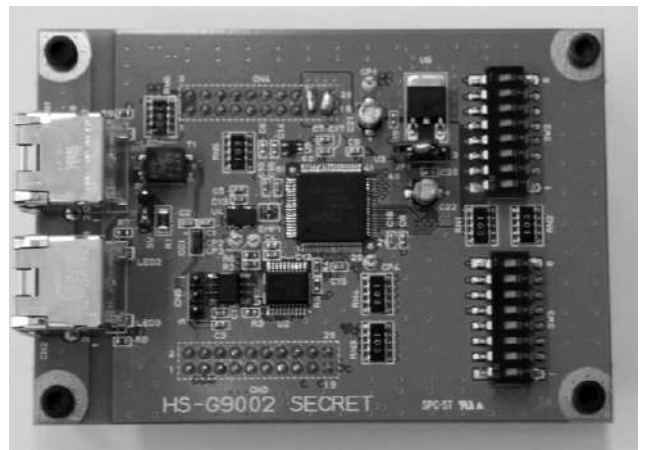


図11. 表層GND基板

4.3 EMI測定方法 多摩テクノプラザ3m法電波暗室において測定を行った。測定対象は以下の4つの基板である。

既存基板

開発指標サンプル基板スナバ無し(一般層構成)

開発指標サンプル基板スナバ有り(一般層構成)

開発指標サンプル基板スナバ有り(表層GND基板)

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ため、この測定ではログペリアンテナとパイコニカ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。

高さ80cmの木の机の上に測定対象基板を設置し、30MHz~1GHzの放射ノイズを0~360°回転させて測定する予備測定で比較を行った。今回の基板は水平偏波が多いので水平波のみの測定である。

基板測定状況を図12に、配置状況を図13に示す。

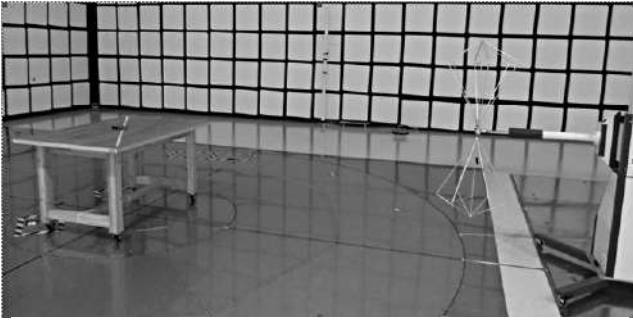


図 12. 3 m 遠方界測定状況

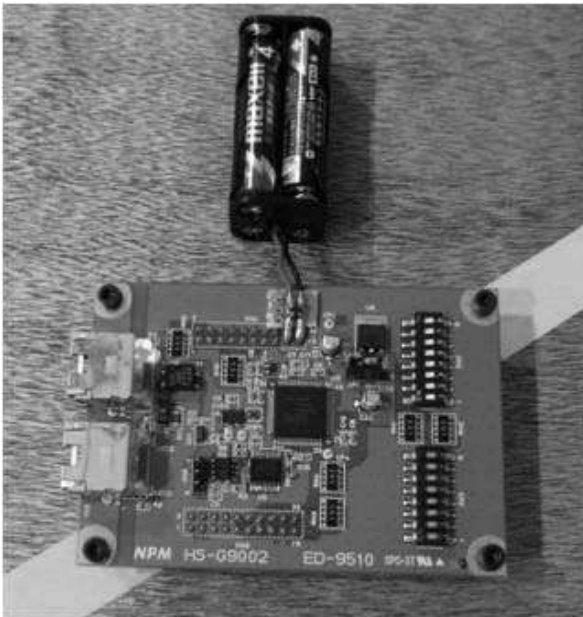


図 13. 基板配置状況

4.4 EMI 測定結果 遠方界測定結果の一部を図 14 に示す。既存基板に対してサンプル基板は全帯域で EMI の減少がみられる。特に 500MHz 付近で 20dB 以上も減少している。

サンプル基板のスナバの有無を比較すると、スナバ有りの方が 500MHz 以上で 5~10dB の改善が見られた。

表層 GND 基板においては、他の基板に見られる突出した周波数の数もその突出量も少なく、スナバ有り基板よりも突出量をさらに 10db 程度抑制しており、全周波数全域で最も優れたノイズ抑制効果が得られた。

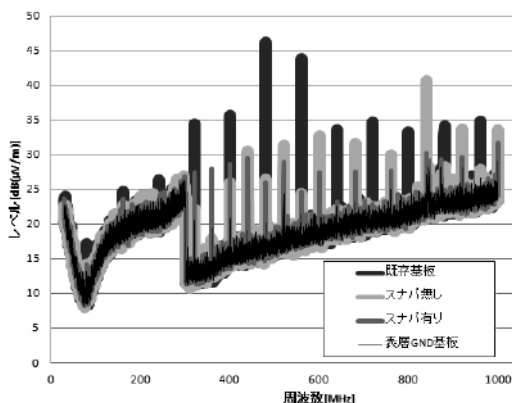


図 14. 遠方界測定結果抜粋

4.5 考察 既存基板と比べてサンプル基板の EMI が減少したのは、トップ面の基板端に幅 10mm のガード GND を設けたこと、また、ノイズ源となりうる各信号線の周囲に 0.3mm クリアランスでベタ GND を置いたことの効果である。これらにより GND との電界結合が強くなり、電流ループ面積が小さくなったため EMI が減少したと考えられる。

同じ基板でスナバ回路有りの方がノイズを抑制できていることから、電源-GND 間の共振で発生するエネルギーに対してスナバ回路が有効であることを示している。

表層 GND 基板がスナバ回路よりノイズ抑制効果が高いので、基板開発上、制約がないのであれば表層 GND 基板が EMI 対策としてもっとも効果が得られることとなる。

5. まとめ

(1) Motionnet 通信品質の予測 各ユニット及び差動ケーブル長可変のシミュレーションモデルを完成させたことで、シミュレーションによる通信品質の予測が可能となった。レベルにチューニングが必要であるものの、精度の高い通信波形の予測が行えることがわかった。

(2) 通信品質評価方法の確立 一般的な RS-485 通信の評価方法であるケーブル長とジッタの関係で通信限界の予測をデジチェーン接続でも適用できないか試み、ある一定条件下では適用可能であることが判明した。しかし、ユニット間ケーブル長の組合せによっては例外が存在することも判明した。例外発生条件については今後の課題として検討中である。

(3) サンプル基板の EMC 対策 従来の製品基板と比較して、放射ノイズを大幅に減少させたサンプルボードが完成したことも一つの大きな成果であるが、この開発過程で用いた電源プレーンの共振解析、バイパスコンデンサの追加手法、スナバ回路の追加位置特定手法などノウハウが今後の製品開発ガイドラインとして展開可能である。また今回採用した EMI 対策の有無によりその効果の違いを把握できたことも、今後の製品開発を行う上で EMI 対策を検討、選択する際に有益な情報として利用可能である。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 30 日再受付)

文 献

- (1) Howard Johnson, Martin Graham: 「高速信号ボードの設計基礎編」, 丸善株式会社, pp. 148-149 (2007)
- (2) Howard Johnson, Martin Graham: 「高速信号ボードの設計応用編」, 丸善株式会社, pp. 514-520 (2007)
- (3) MAXIM アプリケーションノート 3884 「RS-485 の長距離化と高速化はどこまで可能か?」, <<http://japan.maxim-ic.com/app-notes/index.mvp/id/3884>> (最終更新日: Jul 18, 2008)

市販高強度マグネシウム合金の異材摩擦攪拌接合性

青沼 昌幸*¹⁾ 岩岡 拓*¹⁾ 寺西 義一*²⁾ 森河 和雄*³⁾

Weldability of commercial high-strength magnesium alloy and dissimilar metals by friction stir welding

Masayuki Aonuma*¹⁾, Taku Iwaoka*¹⁾, Yoshikazu Teranishi*²⁾, Kazuo Morikawa*³⁾

キーワード: 異種金属接合, 摩擦攪拌接合, マグネシウム合金, チタン

Keywords: Dissimilar metal joining, Friction stir welding, Magnesium alloy, Titanium

1. はじめに

摩擦攪拌接合法(FSW)は、接合部材の突合せ面に接合ツールを挿入、並進させて接合を行うため、板材同士の突合せ接合が可能であることが特徴である。また、熔融と凝固を伴わない固相接合法であることから、これまで溶接では困難とされていた異種金属材料の接合への適用が検討されている。マグネシウム合金とチタンのように、主成分が溶融状態で二相分離する異種金属の摩擦攪拌接合においては、母材に含まれる合金元素量が接合界面組織の形成に影響を及ぼし、接合界面の組織形態が変化することで、接合強さに影響を与えることが考えられる⁽¹⁾。本研究では、工業用純チタンと市販高比強度マグネシウム合金の ZK60 合金とを摩擦攪拌接合し、母材組成が異種金属接合界面組織の形成と、接合部の引張強さに及ぼす影響について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 接合方法 本研究では ZK60 マグネシウム合金(以下 ZK60 と表記)と、工業用純チタン TP340(以下 CP-Ti と表記)との摩擦攪拌接合を行った。表 1 に供試材の化学組成を示す。供試材は、幅 50 mm、長さ 150 mm、板厚 2 mm とし、開先面をフライスにより平滑に加工した後、接合前にアセトン脱脂を行って実験に供した。板材は接合ツールの回転方向と接合方向が一致する側(前進側, AS)に CP-Ti を配置し、その反対側(後退側, RS)に ZK60 を配置した。

攪拌位置は突合せ面の中心ではなく、プローブを ZK60 側に挿入し、プローブの外周部が CP-Ti の突合せ面において 1.0 及び 1.5 mm 切削するように、主に ZK60 を攪拌した⁽²⁾⁽³⁾。本研究では、このプローブの挿入量を、プローブ位置として示した。接合にはショルダ径 15 mm、プローブ径 6 mm、プローブ長 1.9 mm の M ネジ付の接合ツールを用い、荷重制御式の摩擦攪拌接合装置により接合を行った。接合条件は

予備実験の結果から、ツール回転数 850 rpm、ツール荷重 7.8 kN とし、接合速度を 50 及び 100 mm/min とした。また、比較用として 99.5%の純マグネシウムと CP-Ti とを接合し、ZK60 と CP-Ti との接合界面組織形態及び接合強度との比較検討を行った。

2.2 接合部の解析方法 接合後、接合界面の断面について、光学顕微鏡観察、走査型電子顕微鏡(SEM)及びエネルギー分散型 X 線分光分析器(EDS)により、接合界面全体での元素の分布について検討を行った。また、静的強度試験として、接合部を幅 10 mm に切断した短冊状の引張試験片を作製し、クロスヘッドスピード 2 mm/min の条件で引張試験を行った。これらのことにより、接合界面反応層の生成状態と接合界面組織形態が接合強度に及ぼす影響について検討を行った。

表 1. 供試材の化学組成 (mass %)

	C	H	O	N	Fe	Ti
CP-Ti	0.003	0.0022	0.079	0.004	0.070	Bal.
		Zn	Zr	Mg		
ZK60		5.5	0.57		Bal.	

3. 実験結果及び考察

図 1(a)に、プローブ位置 1.5 mm、接合速度 50 mm/min での CP-Ti と ZK60 との接合部の断面マクロ組織を示す。板上部において、CP-Ti は塑性変形しており、ZK60 の攪拌部では、エッチングにより図 1(a)中に矢印で示した灰色に見える領域が確認された。この領域では CP-Ti 片が分散しており、この CP-Ti 片はプローブによる CP-Ti の切削と攪拌により分布したと考えられる。図 1(b)及び(c)に、図 1(a)に示した接合部の、ZK60 攪拌部のマイクロ組織を示す。ZK60 の攪拌部の結晶粒は、動的再結晶により ZK60 母材の結晶粒と比較して微細化し、結晶粒径は 20µm 以下となった。図 1(b)

事業名 平成 23 年度 基盤研究

*¹⁾ 機械技術グループ*²⁾ 表面技術グループ*³⁾ 高度分析開発セクター

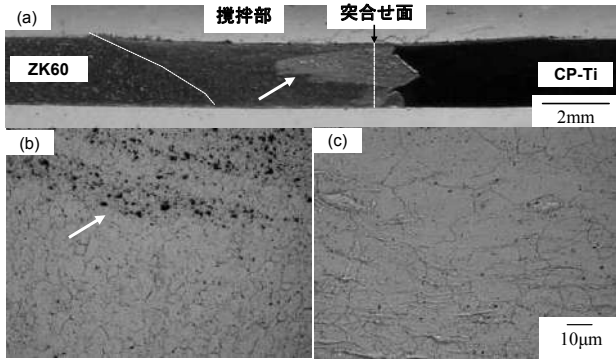


図1. CP-Ti と ZK60 との摩擦攪拌接合部断面の光学顕微鏡組織 (接合速度 50 mm/min, プローブ位置 1.5 mm)
(a)マクロ組織, (b)ZK60 側攪拌部, (c)ZK60 母材

に矢印で示した黒い粒は、プローブにより切削されて分散分布した CP-Ti 片であり、これらの CP-Ti 片の近傍では特に結晶粒の微細化が顕著に認められた。

図2に CP-Ti と ZK60 との接合界面の SEM 像及び特性 X 線像を示す。CP-Ti と ZK60 との接合界面では、ZK60 に含まれる Zn 及び Zr が層状に検出された。また、これらの層は、板上部の接合界面で明瞭に認められており、接合部ではショルダの摩擦により板上部での温度が上昇し、Zn 及び Zr による反応層の生成が、板下部と比較して促進されたことが要因と考えられる。また、同様の分析を CP-Ti と純マグネシウムとの接合界面について行った結果、接合界面に明瞭な反応層は認められず、これらのことから、純マグネシウムが CP-Ti に対して凝着することにより、接合がなされていることが推測された。

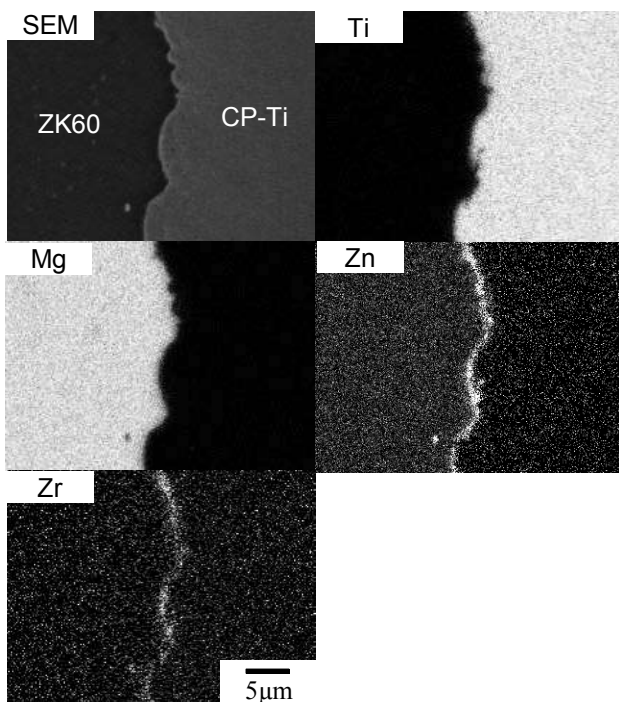


図2. CP-Ti と ZK60 との摩擦攪拌接合部断面の SEM 像と特性 X 線像 (接合速度 50 mm/min, プローブ位置 1.5 mm)

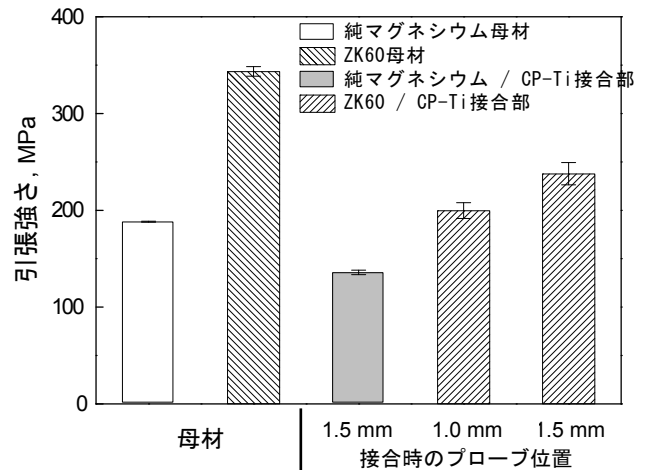


図3. 純マグネシウム、ZK60 母材及び CP-Ti との摩擦攪拌接合部の引張強さ (接合速度 50 mm/min)

図3に、CP-Ti と ZK60 との摩擦攪拌接合部の引張強さを示す。比較のために、ZK60 母材、純マグネシウム母材、及び CP-Ti と純マグネシウムの接合部の引張強さについても、あわせて示した。プローブ位置を 1.5 mm とし、接合速度を 50 mm/min とした接合部の引張強さは、CP-Ti と純マグネシウムとの接合部が 135 MPa であったのに対し、CP-Ti と ZK60 では 237 MPa であった。また、ZK60 母材に対する CP-Ti と ZK60 との接合部の継手効率は 69% であった。引張試験において、CP-Ti と純マグネシウムとの接合部は凝着界面での破断となり、CP-Ti と ZK60 との接合部は、Zn と Zr が強く検出された合金元素反応層を通過しての破断となった。

4. まとめ

市販高強度マグネシウム合金の ZK60 と CP-Ti との摩擦攪拌接合法による接合施工は可能であり、純マグネシウムを用いた場合の接合界面とは異なる組織形態により接合がなされることが示された。また、これらの組織形態は、接合部の引張強さに影響を及ぼすことが示唆された。

本研究は大阪大学接合科学研究所共同研究プログラムの利用により行った。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 4 日再受付)

文 献

- (1)Max Hansen: "Constitution of binary alloys" McGraw-Hill Book Company Inc. (1958).
- (2)福本昌宏, 椿正己, 下田陽一朗, 安井利明: 「摩擦攪拌作用による ADC12/SS400 材料間の接合」, 溶接学会論文集, Vol. 22, No.2 pp. 309-314 (2004)
- (3)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 & Engineering B, Vol.161, No.1 pp.46-49 (2009).

ノート

多結晶ダイヤモンド膜への大気圧プラズマを援用した 砥粒レス超音波研磨法の検討

横澤 毅^{*1)} 藤巻 研吾^{*1)} 中村 健太^{*1)}
竹内 貞雄^{*2)} 森 多美雄^{*3)} 細井 克比古^{*3)}

An attempted application of atmospheric pressure plasma to a non-abrasive grain polishing method for a poly-crystalline diamond film

Tsuyoshi Yokosawa^{*1)}, Kengo Fujimaki^{*1)}, Kenta Nakamura^{*1)}
Sadao Takeuchi^{*2)}, Tamio Mori^{*3)}, Katsuhiko Hosoi^{*3)}

キーワード：大気圧プラズマ，多結晶ダイヤモンド膜，超音波，研磨

Keywords: Atmospheric pressure plasma, Poly-crystalline diamond film, Ultrasonic vibration, Polishing

1. はじめに

これまで環境負荷低減を目的として，加工時の潤滑油や洗浄剤を使用しないドライプレス加工に取り組んできた。ドライプレス加工を実現するに当たり，着目したのは多結晶ダイヤモンド膜である。多結晶ダイヤモンド膜は表面粗さが $0.5\mu\text{mRz}$ 以下であれば，その摩擦係数は潤滑油よりも低い値を示す⁽¹⁾。ところが，多結晶ダイヤモンド膜は，結晶成長に伴い表面粗さが大きくなるため，研磨が必要になる。

3次元形状を有するプレス金型にコーティングされた多結晶ダイヤモンド膜の研磨を行うに当たって，適当な研磨方法がないことから，新たな研磨方法として砥粒レス超音波研磨法を開発した⁽²⁾。この研磨法は，多結晶ダイヤモンド膜を構成するカーボンと反応し易い金属を研磨工具とし，超音波振動を印加した研磨工具を多結晶ダイヤモンド膜に押し当て，この時に発生する摩擦熱で炭化反応させることによって多結晶ダイヤモンド膜を研磨する方法である。

しかし，この方法で研磨を行った場合，研磨時間がかかり，実用化に当たって研磨時間の短縮が課題となった。

そこで，このような課題を解決するために，大気圧プラズマによるエッチング効果を利用することが効果的であると考え，マイクロ波大気圧プラズマ発生装置を試作すると共に，マイクロ波大気圧プラズマが研磨効率に及ぼす影響について検討した。

2. 大気圧プラズマ照射による多結晶ダイヤモンド膜のエッチング

2.1 マイクロ波大気圧プラズマ装置の概略

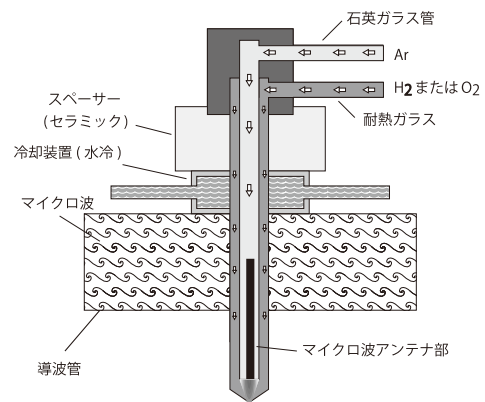


図1. プラズマトーチの構造

試作した大気圧プラズマ装置は，出力 1.2kW のマグネトロン方式マイクロ波電源 (2.4GHz) を用いた。図1にプラズマトーチの構造を示す。

トーチ部分は，2重のガラス管で構成され，内側のガラス管にアルゴンガスを流入させ，外周部のガラス管には水素や，酸素の添加ガスを流入させる。アルゴンガスの流量を $5\text{L}/\text{min}$ ，水素あるいは酸素を $1\text{L}/\text{min}$ 添加して大気圧プラズマを発生させた場合，添加ガスがプラズマ化していることが確認された。

2.2 多結晶ダイヤモンド膜のエッチング状況 前節で示した方式で生成したプラズマを用いて多結晶ダイヤモンド膜のエッチングを試みた結果を図2及び図3に示す。

事業名 平成23年度 共同研究

*1) 機械技術グループ

*2) 日本工業大学

*3) クレスール株式会社

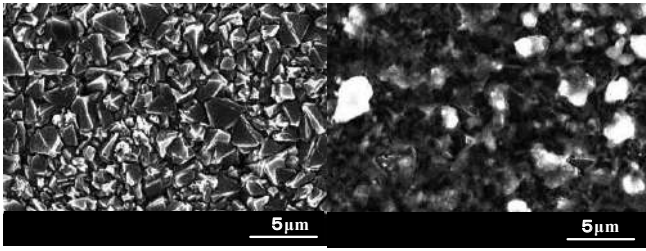


図 2. 水素添加によるプラズマ処理後の多結晶ダイヤモンド膜表面

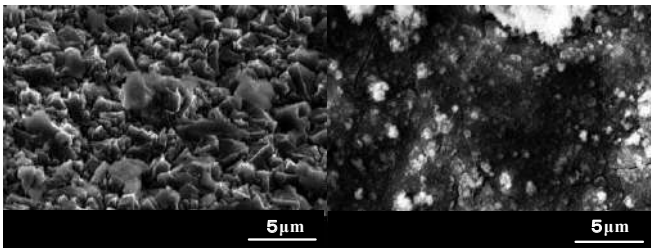


図 3. 酸素添加によるプラズマ処理後の多結晶ダイヤモンド膜表面

図 2 は水素を添加した大気圧プラズマを照射したときの多結晶ダイヤモンド膜の表面状態であるが、約 3 分間の照射で肉眼でもはっきりとわかる変化が認められた。また、図 3 はエッチング効果が高いと考えられる酸素を添加した大気圧プラズマを照射したときの多結晶ダイヤモンド膜の表面状態であるが、より明瞭なエッチング効果が認められた。ただし、エッチング可能領域は直径 2mm 程度であり、実用的な研磨加工の前処理とするにはより効率的なエッチングが不可欠である。

3. プラズマ処理を施した多結晶ダイヤモンド膜表面の砥粒レス超音波研磨の適用

図 4 に示すように多結晶ダイヤモンド膜にプラズマを全面に照射し、その後研磨を施した。プラズマ照射の条件はアルゴン流量：5L/min、酸素流量：4L/min、マイクロ波周波数：2.54GHz、出力電流：4A である。

図 5 はプラズマ照射前後の多結晶ダイヤモンド膜の表面状態を比較したものである。図 5(a) にプラズマ照射前の多結晶ダイヤモンド膜の表面状態を、(b) にプラズマ照射後の多結晶ダイヤモンド膜の表面状態を示す。照射後、微小領域に限定すれば、若干のエッチング箇所が認められるが、広い領域でのエッチングは認められなかった。

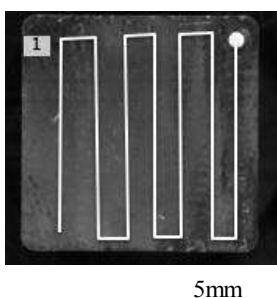


図 4. プラズマ照射経路

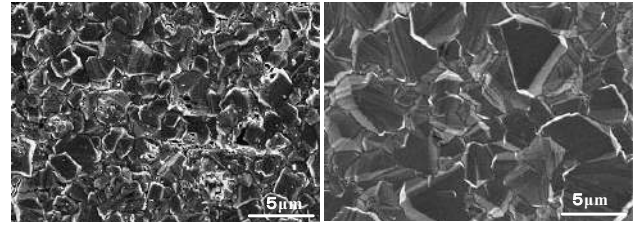


図 5. プラズマ照射前後の多結晶ダイヤモンド膜表面の状態

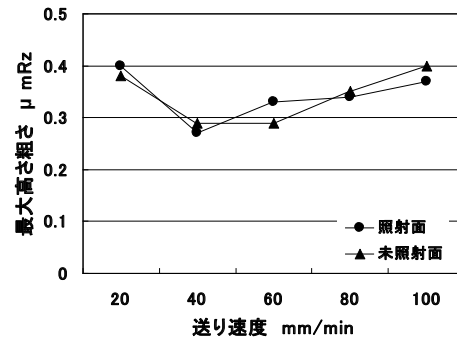


図 6. プラズマ照射・未照射部分の研磨後の表面粗さ

図 6 はプラズマ照射した面と未照射面を送り速度を変化させて砥粒レス超音波研磨法で研磨したときの最大高さ粗さの変化を比較したものである。プラズマ照射面を研磨した場合も、未照射面を研磨した場合も最大高さ粗さに大きな違いは認められなかった。即ち、多結晶ダイヤモンド膜をエッチングすることによる研磨効率の向上は認められなかった。今後、研磨効率を向上させるためにより広い面のエッチングが課題となる。

4. まとめ

多結晶ダイヤモンド膜のエッチングが可能なマイクロ波電源を用いた大気圧プラズマ装置を試作した。アルゴンをベースに酸素あるいは水素を添加した大気圧プラズマの発生を確認した。アルゴン+酸素プラズマにより、直径 2mm 程度の領域を効率よくエッチングできることを確認した。

大気圧プラズマによりエッチングした多結晶ダイヤモンド膜に砥粒レス超音波研磨を施した。プラズマエッチングが十分でなかったため、意図したような研磨効率の向上は認められなかった。ただし、狭い領域に限定すれば、十分なエッチングが認められており今後エッチング面積の拡大が課題である。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 27 日再受付)

文 献

- (1) 後藤賢一, 玉置賢次, 片岡征二, 基昭夫, 神田一隆, 高野茂人: 「ダイヤモンドコーテッド工具によるドライ絞り加工」, 平成 18 年度塑性加工春季講演会公演論文集, pp.85-86 (2006)
- (2) 横澤毅, 高木純一郎, 片岡征二, 田中幸一: CVD ダイヤモンド膜の研磨に関する研究(第 3 報)砥粒レス超音波研磨法による平面研磨の試み, 精密工学会誌, Vol.72, No.8, pp.1018-1025

Mg-Al-Zn 混合粉の焼結とその焼結体強度

岩岡 拓*¹⁾ 青沼 昌幸*¹⁾

Sintering of Mg-Al-Zn powder mixtures and their sintered strengths

Taku Iwaoka*¹⁾, Masayuki Aonuma*¹⁾

キーワード: マグネシウム, 粉末冶金, 混合粉, 強度

Keywords: Magnesium, Powder metallurgy, Powder mixture, Strength

1. まえがき

マグネシウム (Mg) 合金の用途としては, その軽量性を活かした電子機器の筐体や自動車等の輸送機器等が挙げられる。最近では, 急冷凝固粉やメカニカルアロイ粉を原料粉として熱間塑性加工などを用いた粉末冶金法による高強度・耐熱マグネシウム合金が研究されている^{(1)~(3)}。本研究では, 一般的な合金元素粉末の混合による Mg-Al-Zn 混合粉の成形及び焼結に及ぼす各種粉末混合の影響について調べ, マグネシウム焼結合金の作製について検討を行った。

2. 実験方法

各種粉末混合の影響について調べるために, 以下の二つの項目において, それぞれ作製した混合粉の成形及び焼結を行い, 焼結後の強度を評価した。①純 Al 粉末混合の影響として, 純 Al 粉末を 12 mass% 混合した場合の混合効果を検討するために, 純 Mg 粉末 (150 μm 以下) に純 Al 粉末 (150 μm 以下) を混合し, 温間成形法 (423 K) により圧粉体を作製し, 673~773 K の温度範囲で常圧焼結を行った。その後, 得られた焼結体の抗折力を求めた。②混合の影響について検討するために, 純 Mg 粉末 (150 μm 以下), 純 Al 粉末 (150 μm 以下) 及び純 Zn 粉末 (75 μm 以下) を AZ91 合金相当の組成となるように秤量し, それをアルゴンガスとともに容器に封入した。遊星ボールミルを用いて 250 rpm で 18, 36, 108 ks の混合を行い, その後, ホットプレスを用いて焼結した。焼結体の強度は, 圧縮強さにより評価した。

3. 実験結果及び考察

3.1 純 Al 粉末混合の影響 図 1 に示す通り, 純 Mg 及び Mg-12%Al のどちらも, 温間成形の方が冷間成形に比べて抗折力が大きく, 焼結温度の増加に伴い抗折力は増加した。また, 873 K で焼結した純 Mg と同程度の抗折力を Mg-12%Al が得るために要する焼結温度は, 純 Mg の焼結温

度より 150 K 程度低いことがわかった。温間成形⁽⁴⁾⁽⁵⁾による粉末粒子の十分な接触と, Mg と Al の共晶反応による液相焼結によって, 純 Mg より低温度でも焼結が進行したためと考えられる⁽⁶⁾。

図 2 は, Mg-12%Al 焼結体の抗折試験後の破面の SEM 像を示す。この結果から, 抗折試験後の破壊は共晶組織の破壊をともなって起こることが確認された。この破壊に至るまでに得られた抗折力の値は, 純 Al 粉を混合しない純 Mg

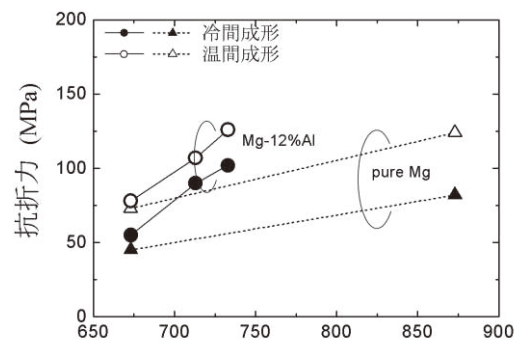


図 1. 焼結温度と抗折力の関係

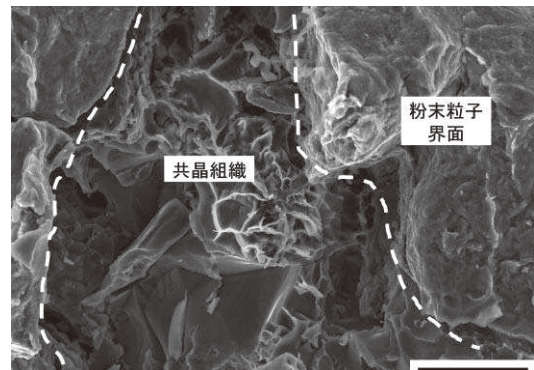


図 2. Mg-12%Al 焼結体の抗折破面の SEM 像

粉をさらに 150 K 程度の高温で焼結した場合の値とほぼ同等であることが図 1 からわかる。したがって、純 Al 粉を混合した場合、低温での焼結にも関わらず強度が増加した理由として共晶組織の生成が考えられる⁽⁶⁾。しかし、共晶組織は全面に生成されているわけではなく、特定の形態と分布が見られ、共晶組織が生成されていない部分の残存した酸化皮膜を分解あるいは除去することができれば、更なる高強度化が期待できる。

3.2 混合の影響 図 3 は、焼結時間 3.6 ks の焼結体の断面組織の SEM 像を示す。元素分析結果から、帯状の酸化物と $Mg_{17}Al_{12}$ が確認された。図 4 は、各焼結時間における焼結体の XRD パターンの結果を示す。ミリングによる合金化で生成した $Mg_{17}Al_{12}$ 相のピークは 3.6 及び 18 ks のホットプレス焼結を行うことでどちらもブロードな回折パターンとなった。このことから、室温において固溶限以下の Zn は Mg へ固溶し、固溶限以上の Al は過飽和に固溶したと考えられる⁽⁷⁾。

図 5 は圧縮強さと歪みの関係を示す。混合時間が 108 ks で混合粉の平均粒子径が 5.6 μm の時、保持時間が 18 ks の

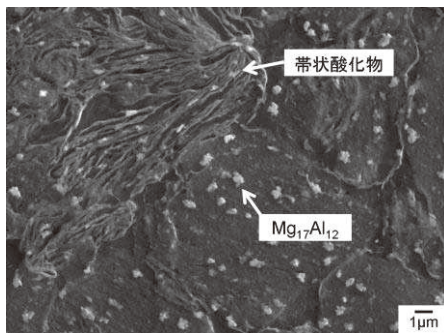


図 3. Mg-Al-Zn 焼結体の断面組織の SEM 像

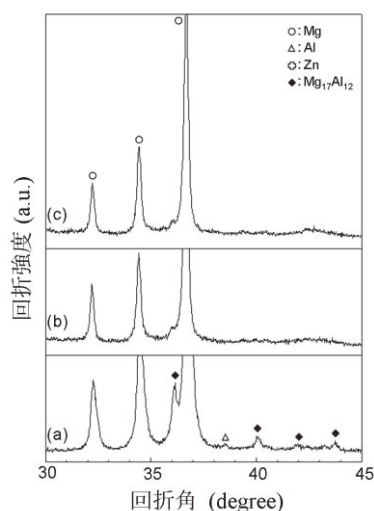


図 4. Mg-Al-Zn 焼結体の XRD パターン

(a) 未焼結, (b) 3.6 ks 保持, (c) 18.0 ks 保持

ホットプレス焼結を行うことで、0.2%圧縮耐力は 546 MPa を示し、AZ91 合金のおよそ 3.6 倍まで向上することがわかった。XRD 及びマイクロ組織観察の結果から、混合により Al が Mg 中に過飽和に固溶し、その後、焼結することで微細な $Mg_{17}Al_{12}$ 相が析出したためと考えられる⁽⁷⁾。一方、AZ91 合金と比較して、延性が乏しく、塑性変形領域は減少した。この理由として、混合の加工ひずみの蓄積による硬化や、焼結体に内在する酸化物の影響が考えられる⁽⁷⁾。

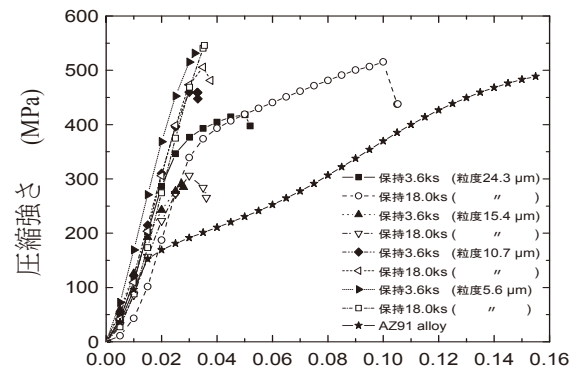


図 5. Mg-Al-Zn 焼結体の圧縮強さと歪みの関係

4. まとめ

Mg 焼結体の抗折力や圧縮強さは、一般的な合金元素粉末の混合による合金化や、ボールミル混合による焼結組織の制御を行うことで、向上させることができた。また、焼結体に残存した酸化皮膜の分解あるいは除去により、更に強度特性を改善できることが示唆された。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 27 日再受付)

文 献

- (1)金子純一：“粉末冶金法によるアルミニウムおよびマグネシウム材料”，軽金属，Vol.53, No.12 pp.601-614 (2003)
- (2)吉田雄，山田英明，鎌土重晴，小島陽：“ECAE 加工した Mg-Al-Zn 合金のマイクロ組織と引張特性”，軽金属，Vol.51, No.10 pp.556-562 (2001)
- (3)鎌倉光利，柴田英明，西山勝廣，戸梶恵郎：“粉末押出成形による Mg-Zr 合金の創製と機械的特性”，粉体および粉末冶金，Vol.52, No.6 pp.404-410 (2005)
- (4)H. G. Rutz and F. G. Hanejko：“High density processing of high performance ferrous materials”，Int. J. powder metallurgy, Vol.31 No.1 pp.9-17 (1995).
- (5)岩岡拓，中村満：“純マグネシウム粉末の圧縮性と焼結性に及ぼす温間成形の影響”，粉体および粉末冶金，Vol.58, No.6 pp.327-333 (2011)
- (6)Taku Iwaoka and Mitsuru Nakamura：“Effect of Compaction Temperature on Sinterability of Magnesium and Aluminum Powder Mixtures by Warm Compaction Method” Mater. Trans. JIM, Vol.52, No.5 pp.943-947 (2011).
- (7)岩岡拓，中村満：“メカニカルアロイング法による Mg-Al-Zn 系焼結合金の作製と機械的性質”，粉体および粉末冶金，Vol.55, No.6 pp.452-458 (2008)

ノート

赤外線領域における絶対反射率測定の見直し

中島 敏晴*¹⁾ 中村 広隆*¹⁾ 海老澤 瑞枝*¹⁾

Study of the absolute reflectance measurement in the infrared radiation

Toshiharu Nakajima*¹⁾, Hirotaka Nakamura*¹⁾, Mizue Ebisawa*¹⁾

キーワード: 赤外線, 絶対分光反射率, 正反射率

Keyword: Infrared radiation, Absolute reflectance, Regular reflectance

1. はじめに

現在、 $2\mu\text{m}$ より長波長側の赤外線領域での正反射率標準反射板は未整備である。このため、この領域での分光正反射率測定の依頼試験では、光学メーカーが市販する金ミラーの反射率を100%としたときの相対反射率測定で評価している。

しかし、正確な分光正反射率特性の評価にあたっては、値付けされた標準反射板の整備が不可欠である。そこで、市販金ミラーなどの絶対反射率特性を評価し、これを値付けされた基準反射板として位置付けることにより、依頼試験における正確な分光正反射率測定へのニーズに応えることができる。

本研究では、昨年度実施した赤外線領域における分光反射率測定精度向上の研究での課題であった、絶対反射率測定用アクセサリ（以下、STAR GEM, 図1）による測定データの、 $2\sim 7\mu\text{m}$ の波長域における反射率低下要因の分析と改善方法について検討を行ったので報告する。

2. 実験内容

STAR GEMによる絶対反射率測定で、 $2\sim 7\mu\text{m}$ の波長域での反射率低下の改善のため、以下3つの要因を推定し、



図1. FT-IR 試料室に設置した STAR GEM

各々測定を行った。サンプルは金ミラーを使用した。

- ①ゴニオステージの傾斜角位置
- ②サンプルホルダー高さ調整（高さ調整ボルトによる）
- ③FT-IRのアーチャー径による影響

①は、ゴニオステージの傾斜角を、目盛+1.0~-1.0度の間で0.1度刻みで傾斜を変えながら、インターフェログラム（以下、IFG）の最大値を探し反射率を測定した（ここでは、サンプルは高純度シリコンを使用した）。②は、サンプルホルダー高さを、図2に示す高さ調整ボルトにより調整することで、バックグランド（何も置かない状態）及びサンプル測定時のIFGや反射率データが最大となる位置を確認した。③は、アーチャー径を変えることで、内部光源から放射される赤外光の絞り込み状況による反射率への影響を評価した。アーチャー径は、 $0.10, 0.25, 0.50\text{cm}^{-1}$ を使用した。なお、測定データの信頼性を検証する方法として、理科年表掲載の反射率データ⁽¹⁾や、文献⁽²⁾掲載の金属板の屈折率や消衰係数をもとに反射率計算式⁽³⁾で求めた値を用いた。

3. 結果及び考察

①傾斜角の目盛+0.2~-0.2度の位置における反射率の測定結果を図3に示す。目盛+0.2度の位置において反射率最大となる。

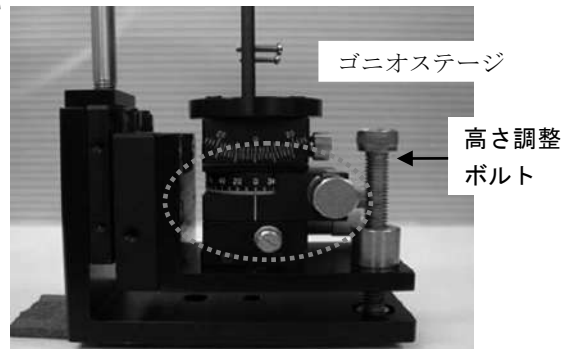


図2. サンプルホルダー外観

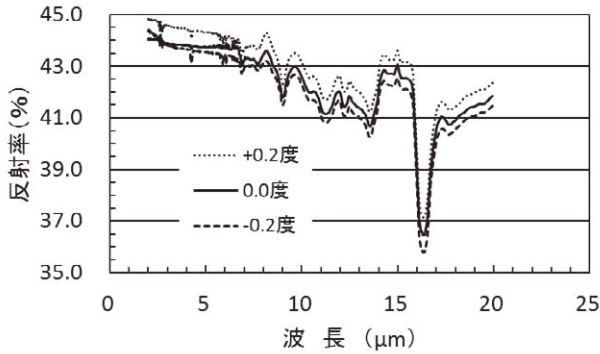


図3. ゴニオステージ角調整による反射率への影響

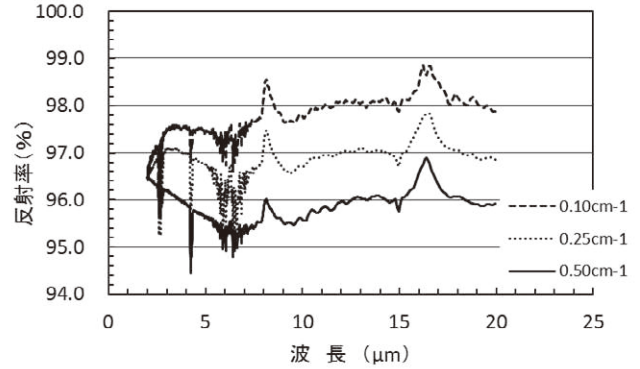


図6. アパーチャ径による反射率への影響

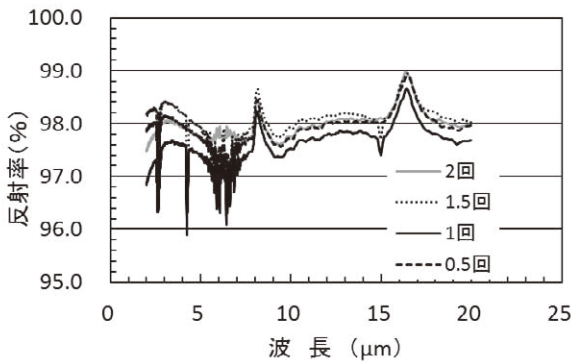


図4. サンプルステージ高さの反射率への影響
(サンプル測定時)

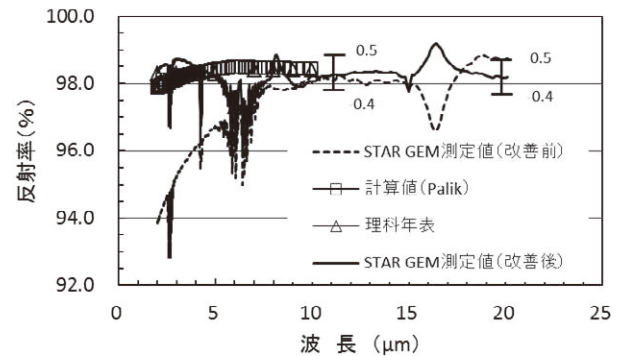


図7. 2~7μmでの反射率低下の改善前後比較

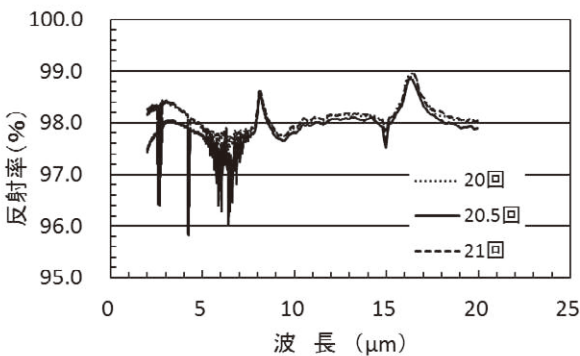


図5. サンプルステージ高さの反射率への影響
(バックグラウンド測定時)

②サンプルホルダー高さは、ボルト回転数で決めており、1回転あたり1mm移動する。バックグラウンド測定時ではボルト回転数21、サンプル測定時では1.5回転における位置が最も高い反射率データが得られた。これを図4及び図5に示す。

③アパーチャ径の違いによる結果を図6に示す。アパーチャ径を小さくするほど反射率が高くなることが明らかになった。この理由は、アパーチャ径が大きくなると、光源からのビーム径が大きくなるため STAR GEM 内部の角度調整ミラーで視野欠けが生じ、ビームの一部が散乱し STAR GEM 内部で乱反射を起こす可能性がある。結果として、ミラーや検出器へ入射する赤外光が減衰する原因とな

る。したがって、アパーチャ径を小さくしビーム径を絞り込むことで、角度調整ミラーの視野欠けが解消され、内部光源からの赤外光の入射量が大きくなり、反射率が高くなると推定する。①から③の結果をもとに、反射率が高くなる条件で測定した金ミラーの結果を図7に示す。このグラフから、2~7μmの波長域における反射率低下が改善されていることがわかる。また、約2~20μmの波長域での再現性は±0.5%以内であった。さらに、信頼性の検証結果は、理科年表掲載データとの偏差が±0.5%以内、計算値との偏差は±0.6%以内であった。

4. まとめ

本研究では、前報の測定手法を改善し、STAR GEMによる赤外線領域における絶対反射率測定手法が、約2~20μmの波長域において±0.5%以内の再現性の良い測定が可能であることがわかった。今後は、さらに測定データの信頼性向上を図ることで、値付けした基準反射板を整備し、分光反射率測定への依頼試験業務に活用していく。

(平成24年5月18日受付、平成24年7月31日再受付)

文 献

- (1) 「理科年表」, 丸善
- (2) EDWARD D.PALIK: “Handbook of Optical Constants of Solids”, ACADEMIC PRESS, INC. pp. 294-295.
- (3) 佐藤勝昭: 「光と磁気」, 朝倉書店, pp. 44
- (4) 中島敏晴 他: 「遠赤外線領域における分光反射率の測定精度向上」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, 第6号 (2012)

ノート

色みえを改善した LED 照明器具の試作

岩永 敏秀*¹⁾ 中村 広隆*¹⁾ 市原 茂*²⁾ 山下 利之*²⁾ 石原 正規*²⁾

Developing a new LED luminaire for improved color appearance

Toshihide Iwanaga*¹⁾, Hiroataka Nakamura*¹⁾, Shigeru Ichihara*²⁾, Toshiyuki Yamashita*²⁾, Masami Ishihara*²⁾

キーワード：LED 照明器具，演色性，CIECAM02-UCS

Keywords：LED lighting，color rendering，CIECAM02-UCS

1. はじめに

近年，高効率，長寿命などの特長を持つ LED 照明器具が注目を集めている。LED を照明器具として用いる際には，従来光源と同様に，演色性など照らされた物体の色みえの再現性や良さが求められる。当グループでは首都大学東京との共同研究により，LED 照明器具の色みえに関する視感評価実験を行った⁽¹⁾⁽²⁾。この結果を受け，色みえの改善を行った LED の分光分布を導出し，照明器具の試作を行ったので報告する。

2. 実験方法

視感評価実験は，試験光源と基準光源との一対比較により行った。評価用ブース（間口0.5m，奥行き0.5m，高さ1.2m，内面をマンセル記号N5で塗装）を10個用意し，2個を一組とし，左側に試験光源を，右側に基準光源を設置した。図1に実験ブースの外観を示す。試験光源は，LED光源A（青色LED+黄色蛍光体，Ra=68），LED光源B（青色LED+RG蛍光体，Ra=94），LED光源C（紫外LED+RGB蛍光体，Ra=98），電球形蛍光ランプ（3波長形，Ra=83），白熱電球（Ra=100）の5種類とし，市販されている製品の中から選択した。試験光源の相関色温度は，白熱電球を除き，ほぼ5000Kとした。基準光源として，D65蛍光ランプを用いた。各ブース底面中央部の照度を500lxになるように光源の上下位置を調節した。一組のブース底面中央部に同じ色票（演色評価数R1～R15を評価するための色票，4cm×4cm）を一つずつ配置し，実験参加者（大学生45名）には，その色票の見えを比較して評価することを求めた。相対的な見えの印象の程度を20個の形容詞に関して，「全くそう思わない(1)」～「非常にそう思う(7)」の7段階で答えさせた。基準光源との色みえの違いを評価するために，「(基準光源と比較して)違って見える」という評価用語を用いた。

3. 結果・考察

CIECAM02-UCSによる色差は，各光源の相対分光分布，各色票の分光放射輝度率，周囲の観測条件により計算することができる⁽³⁾⁽⁴⁾。この計算値と視感評価実験による結果（質問「違って見える」に対する評定値の平均）の一部を図2に示す。また，両者の相関係数は，LED光源A：0.70，LED光源B：0.87，LED光源C：0.83，蛍光ランプ：0.38，白熱電球：0.76であった。相関係数の結果から，蛍光ランプについて，やや相関が悪かったが，その他の光源については，CIECAM02-UCSによる色差の計算値が視感評価実験の結果を十分予測していることを示している。



図1. 実験に用いたブースの外観

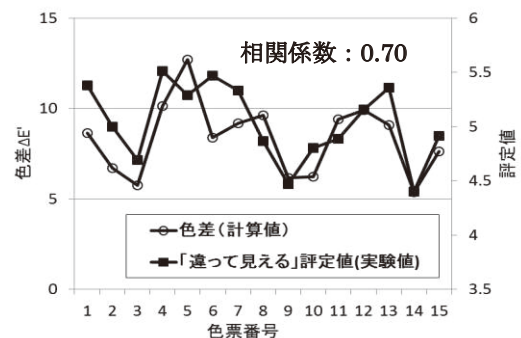


図2. CIECAM02による色差と実験値の比較(LED A)

事業名 平成22年度，23年度，24年度 都市課題解決のための共同研究

*¹⁾ 光音技術グループ*²⁾ 首都大学東京

4. 分光分布の設計と試作

上記の結果を受け、CIECAM02-UCSを用いた分光分布設計を行った。分光分布は、次のような手順で算出した。白色LEDと青色、青緑色、緑色、赤色の単色LEDを用い、加法混色して目的に適した白色光を合成する。このとき、次式で目的とする白色光の分光分布 $P(\lambda)$ を表すことができる。

$$P(\lambda) = P_w(\lambda) + k_1 * P_b(\lambda) + k_2 * P_{bg}(\lambda) + k_3 * P_g(\lambda) + k_4 * P_r(\lambda) \quad (1)$$

上式において、

- $P(\lambda)$: 求めたい白色光の分光分布
- $P_w(\lambda)$: 白色LEDの分光分布
- $P_b(\lambda)$: 青色LEDの分光分布
- $P_{bg}(\lambda)$: 青緑色LEDの分光分布
- $P_g(\lambda)$: 緑色LEDの分光分布
- $P_r(\lambda)$: 赤色LEDの分光分布
- λ : 波長380nm~780nm
- $k_1 \sim k_4$: 各LEDの混色比

である。

(1)式の分光分布のうち、相関色温度を一定値(今回は、5000K)及び色相差 Δh を一定値以下にする制約条件の下、CIECAM02-UCSの色差 $\Delta E'$ を最小にするように係数 $k_1 \sim k_4$ の最適化計算を行った。設計した分光分布の例を図3に示す。図4は、市販の高効率LEDに比べて、自然光(D50)との色差が小さく抑えられている(自然光の色みえに近い)ことを示している。

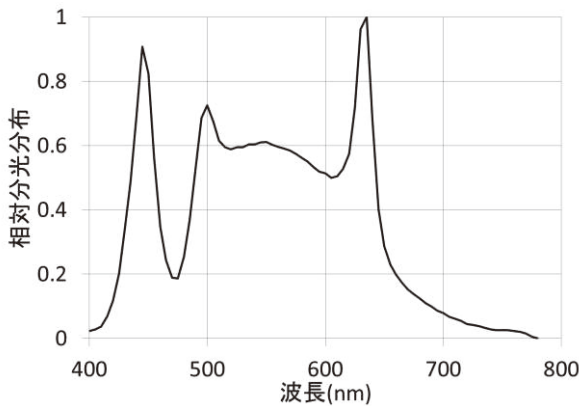


図3. 色みえを改善した分光分布の例

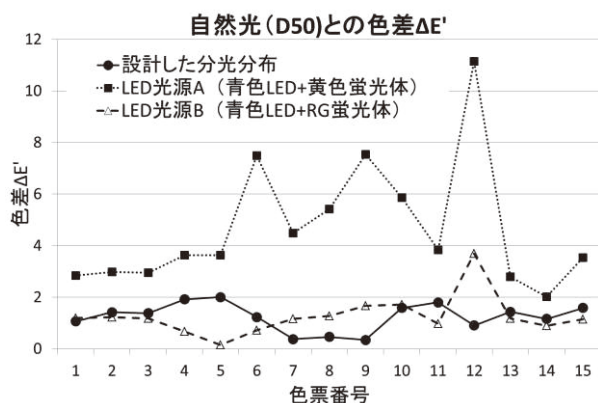


図4. 設計した分光分布の色差

図3に示す分光分布を持つLED照明器具を試作した。試作したLED照明器具は、ダウンライト形LED照明器具(相関色温度:5000K)とし、用いたLEDは①白色LED(黄色+YAG蛍光体)+赤, 緑, 青色LEDと②白色LED(黄色+YAG蛍光体)+赤, 青緑LEDの組み合わせとした。図5に試作した照明器具の外観を示す。

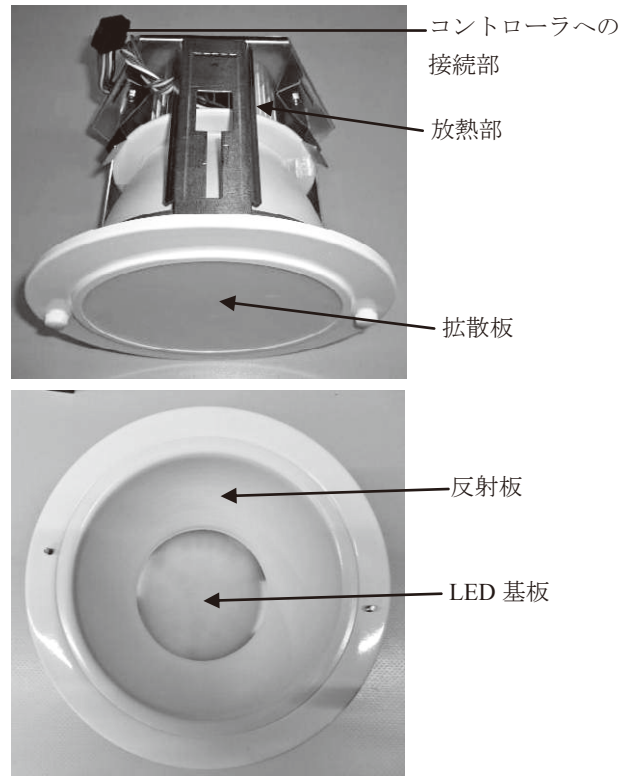


図5. 試作したLED照明器具

5. 結論

今後、試作した照明器具の光学特性評価及び視感評価実験による色みえ評価を行い、照明器具としての適性を検討する⁽⁵⁾。

(平成24年5月25日受付, 平成24年7月5日再受付)

文 献

- (1)市原茂 他:「LED照明下での色彩評価」, 日本官能評価学会誌, Vol.15 No.1, p. 49 (2011)
- (2)岩永敏秀, 中村広隆, 市原茂, 山下利之, 石原正規:「光源の色みえの違いに関する視感評価実験」, 照明学会全国大会講演論文集, No. 44, p. 177 (2011)
- (3)A Colour Appearance Model for Colour Management Systems : CIECAM02, CIE Publication 159(2004).
- (4)M.R.Luo, G.Cui and C.Li: Uniform Colour Spaces Based on CIECAM02 Colour Appearance Model, Color Res. Appl. 31-4, pp320-330(2006).
- (5)岩永敏秀, 中村広隆, 市原茂, 山下利之, 下川昭夫, 石原正規: 「LED照明の分光分布設計方法」, 特願 2012-125985 号

ノート

表面プラズモン共鳴 (SPR) センサによる生体分子の簡易検出技術の開発

中村 広隆*¹⁾ 秋元 卓央*²⁾

Development of a simple detection method for bio-molecular interactions using an SPR sensor

Hirotaka Nakamura*¹⁾, Takuo Akimoto*²⁾

キーワード: SPR センサ, 生体分子

Keywords: SPR sensor, Bio-molecular

1. はじめに

SPR センサ⁽¹⁾⁽²⁾は、生体分子の相互作用の解析装置として、現在、大学や各種研究機関等で広く利用されている。しかし、現在大学等で普及している一般的な SPR センサは高感度であるが、大型で高価な装置となっている。そこで、本研究では、小型、低価格で簡易に生体分子の検出が可能であり、また小さな病院や家庭においても利用できる簡易型 SPR センサの開発を目指している。測定対象を γ -GTP とし、プローブ型 SPR センサ (略称: SPR センサ) の製作と測定感度の評価及び検出能力の評価を行った。

血液中の γ -GTP は、肝臓の解毒作用に関係している酵素として、肝機能の指標に利用されている。この酵素の簡易測定を可能にすることで、肝機能の簡易検査装置としての利用が期待できる。

2. 実験内容及び結果

2.1 プローブ型 SPR センサの製作 製作したプローブ型 SPR センサの構成を図 1 に示す。SPR センサは、主に光源 (LD:670nm)、ビームスプリッタ (BS)、センサープローブ、光検出器 (PD)、偏光板、データ取得装置 (PC) で構成されている。図 2 にセンサープローブを示す。センサープローブは、長さ 50mm、直径 1.5mm のサイズであり、先端には金薄膜が成膜されている。

2.2 プローブ型 SPR センサの測定原理 プローブ型 SPR センサ装置は、図 1 に示すように、光源から出射された光 (LD:670nm) は、ビームスプリッタを透過し、センサープローブに入射され、センシング面で反射し、再びビームスプリッタに入射し、ここで分岐された光が光検出器に入射する構成となっている。センサープローブへ入射する光の偏光状態の調整は、センサープローブとビームスプリッタ

タの間に偏光板を設置し調整を行った。本 SPR センサの測定原理としては、センシング面に屈折率の異なる測定試料 (屈折率:n1 及び屈折率:n2) を各々滴下すると、光の吸収スペクトルが変化 (シフト) するため、光検出器 (PD) の出力は、反射光強度 I_1 から I_2 に変化する。この出力値の差 I_2-I_1 と、予め測定したセンサ出力と屈折率の関係から、測定試料の屈折率 (または濃度) を測定することができる。

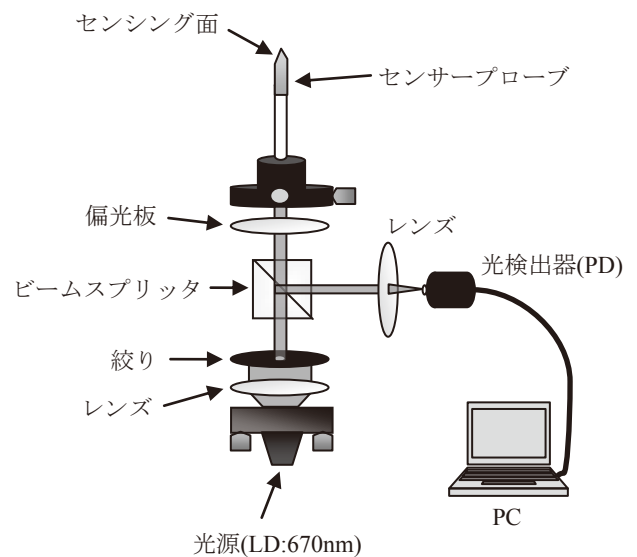


図 1. プローブ型 SPR センサの概略図



長さ 50mm、直径 1.5mm

図 2. センサープローブの外観

2.3 プローブ型 SPR センサの測定感度の評価 製作したプローブ型 SPR センサの測定感度の評価として、測定試料の屈折率を変化させたときのセンサ出力の測定を行った。測定方法としては、屈折率が異なるグリセリン溶液；1.25% (n:1.3347), 2.5% (n:1.3363), 5.0% (n:1.3404) を作成し、純水 (n:1.3330) 及び各グリセリン溶液を SPR センサのセンシング面に滴下し、その時の SPR センサの反射強度変化を測定した。この結果 (図3) から、屈折率変化に対する測定感度として、純水とグリセリン溶液 1.25%の屈折率変化 1.7×10^{-3} まで測定が可能であることを確認した。

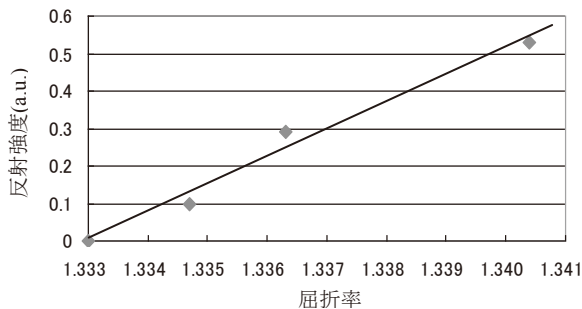


図3. プローブ型 SPR センサの感度評価

2.4 γ -GTP の測定 (水溶液中) γ -GTP の測定方法としては、測定を始める前に抗 γ -GTP 抗体を固定化した金表面 (センサープローブ) を BSA (Bovine serum albumin : タンパク質) に 2 時間浸しブロッキングを行った。その後、リン酸バッファーには 10 分間浸し、その後任意の濃度に希釈した γ -GTP 水溶液に 20 分間浸した。次に、リン酸バッファーに 10 分間浸し測定を行った。測定が終了したセンサープローブは 0.01 mol/l 塩酸で洗浄し、結合した γ -GTP を剥離した。この操作を繰り返す (7 回を限度)、任意に設定した各濃度の γ -GTP を測定した。この時、測定した γ -GTP が、抗 γ -GTP 抗体と特異的に結合していることを確認するために、同じ測定条件で 50 μ g/ml の CRP (C-反応性タンパク) の測定を行った。

測定結果の一例を図4に示す。図4は γ -GTP の濃度が 500 U/L (38.5 μ g/ml) の結果である。この測定結果からセンサープローブを γ -GTP に浸すことにより、固定化した抗体と γ -GTP が結合し、約 0.23V の変化が得られたことがわかる。図5は 50 μ g/ml の CRP を測定した結果である。CRP の場合は、測定値に大きな変化はみられないことから、CRP と抗 γ -GTP 抗体との優位な結合はないと判断できる。したがって、図4で得られた測定結果は、 γ -GTP が特異的に結合している結果であることを示している。

図6は、 γ -GTP の検量線である。この結果から、本 SPR センサは、50 U/L (3.8 μ g/ml 相当) の γ -GTP の検出が可能であることが確認できる。健康な成人の血中の γ -GTP 濃度は約 50 U/L (3.8 μ g/ml) 未満であると報告されている。したがって、現在の SPR センサの検出感度においては、健康な成人の γ -GTP 量の最大値に相当する値 (約 50 U/L) まで測定が可能であると考えられる。しかし、プローブ型 SPR センサ

を用いて家庭で簡単に正確に肝臓の健康診断を行うためには、10U/L (0.77 μ g/ml) まで測定できることが望まれる。このため本 SPR センサは、1桁程度の高感度化を図る必要がある。

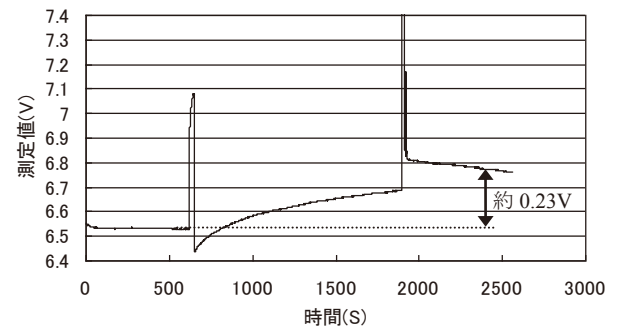


図4. 500 U/L (38.5 μ g/ml) の γ -GTP の測定結果

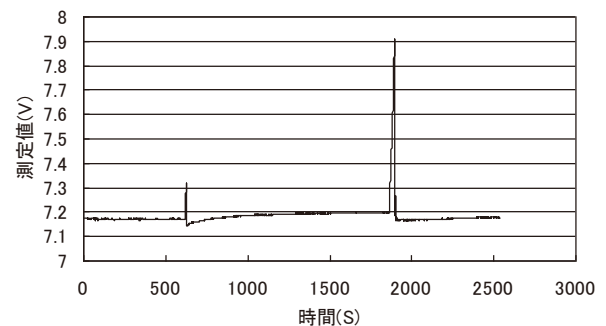


図5. 50 μ g/ml の CRP の測定結果

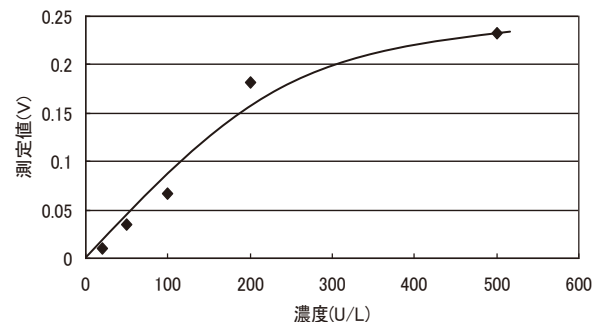


図6. 各濃度の γ -GTP の測定結果 (検量線)

3. まとめ

プローブ型 SPR センサの製作と感度評価、 γ -GTP の測定による SPR センサの検出能力評価を行った。その結果、SPR センサの感度評価では、 1.7×10^{-3} の屈折率変化、 γ -GTP の測定では、50 U/L (約 3.8 μ g/ml 相当) の γ -GTP の測定が可能であることを確認した。今後は、SPR センサの高感度化を図り、検出感度の向上を目指す。

(平成 24 年 5 月 31 日受付, 平成 24 年 8 月 30 日再受付)

文 献

- (1) 福井 萬壽夫, 大津 元一: 「光ナノテクノロジーの基礎」, オーム社 (2003)
- (2) V. M. Shalaev, S. Kawata, : “Nanophotonics with Surface Plasmons”, Elsevier (2007).

ノート

応急仮設住宅の界壁及び外壁の遮音性能

渡辺 茂幸*¹⁾ 神田 浩一*¹⁾

Sound insulation of partition wall and facade wall of temporary house

Shigeyuki Watanabe*¹⁾, Koichi Kanda*¹⁾

キーワード：応急仮設住宅, 遮音性能,
Keywords : Temporary house , Sound insulation

1. まえがき

震災などの大規模な災害により住宅を喪失した被災者は、避難所生活を経て、災害救助法に基づき建設される応急仮設住宅（以下 仮設住宅）へ入居することになる。この仮設住宅の住環境については、これまでに数多くのアンケート調査及び研究が行われており、室外の騒音・隣室の物音及び生活騒音やプライバシーの喪失などにより、身体的・精神的な障害を引き起こす事が問題視されている⁽¹⁾。これらの問題の一つの要因としては、仮設住宅が被災者の最低限の生活を保障する目的で建設されているため、界壁及び外壁などの遮音性能が低いことが考えられる。しかし、実際の現場における仮設住宅の遮音性能に関する調査及び研究は少なく、遮音性能の実測結果・遮音欠損の箇所及び改善方法等については不明確な部分が多い。

今回、岩手県庁及び釜石市役所の御協力により、東日本大震災発生後に建設された仮設住宅の遮音性能に関して調査を行う機会を得た。本報では、仮設住宅の住戸間を間仕切る界壁及び室内外を仕切る外壁の遮音性能についての現場実測結果を報告する。

2. 仮設住宅の概要

今回、調査を行った仮設住宅は、岩手県釜石市内 3ヶ所に建設された仮設住宅（A, B, C）で、まだ入居者はおらず、元々据え付けられている冷蔵庫や流し台以外は棚や家具などは設置されていない。

各仮設住宅で界壁及び窓の仕様に違いが見られる。各仮設住宅の仕様を表 1 に、また、一例として仮設住宅 A の平面図を図 1 に示す。まず、仮設住宅 A は岩手県の標準仕様とほぼ同等の仕様で建設された仮設住宅である。対して、仮設住宅 B 及び仮設住宅 C では界壁及び壁内のグラスウール（GW）の厚さが仮設住宅 A の約 2 倍、密度は仮設住宅 C で 1.6 倍である。また、外壁に施工されている窓は、仮設住宅 A で厚さ 3mm の透明（単板）ガラス窓なのに対して、仮設住宅 B 及び仮設住宅 C では厚さ 3mm のペアガラス窓である。さらに仮設住宅 B にも居室の窓上部に換気口が設置されている。

表 1. 各仮設住宅の仕様

	仕様
仮設住宅A *標準仕様と同等	界壁：石膏ボード t=12.5mm+9.5mm GW t=50mm相当 10kg同等 外壁：カラー鋼板、カラー合板 GW t=100mm 10kg同等品 窓：透明ガラス t=3mm
仮設住宅B	界壁：石膏ボード t=12.5mm+9.5mm GW t=100mm 10kg入り 外壁：サンディング(t=15mm同等) GW t=100mm 10kg *上部に喚起口 窓：複層ガラス(t=3mm+3mm)
仮設住宅C	界壁：石膏ボード t=12.5mm+9.5mm GW t=90mm 16kg同等 外壁：(金属)サイディング t=9mm以上 GW t=90mm 16kg同等 窓：複層ガラス(t=3mm+3mm)

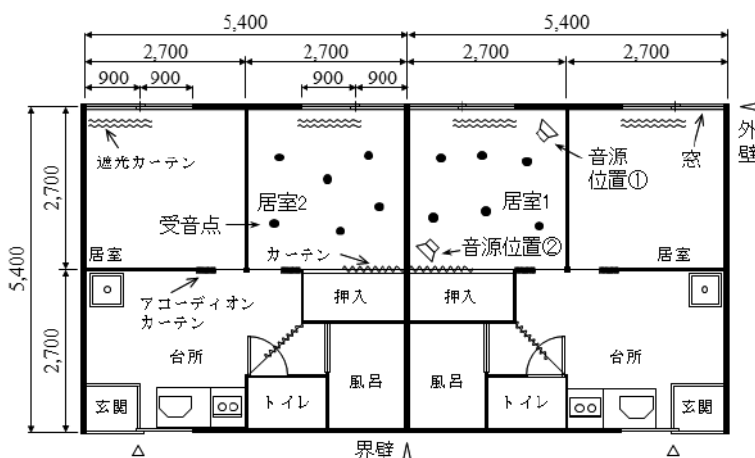


図 1. 仮設住宅 A の平面図

3. 遮音性能に関する現場実測

3.1 現場実測の概要 室間音圧レベル差は、図1に示す音源位置①に設置した音源スピーカより広帯域ノイズを放射し、隣戸の隣り合う室(居室1及び居室2)の各室において測定された室内平均音圧レベル(受音点6点のエネルギー平均値)の差より算出した。また、内外音圧レベル差は、図1に示す音源位置②に音源スピーカを設置し、室内の平均音圧レベルと壁面から屋外方向に1m離れた平行面内の平均音圧レベル受音点(6点のエネルギー平均値)の差を内外音圧レベル差とした。アコーディオンカーテンなどの室内の建具はすべて閉めた状態で測定を行った。

3.2 測定結果 各仮設住宅における室間音圧レベル差の実測結果を図2に示す。中心周波数250Hz帯域では各仮設住宅の室間音圧レベル差に差は見られない。しかし、125Hz帯域及び500Hz帯域から4000Hz帯域に渡って差が見られ、その差は最大で約5dBである。これは界壁の厚さや内部のグラスウールの仕様の違いが要因と考えられるが、仮設住宅Aでは界壁と天井や部材の接合部に隙間が生じており、この隙間による影響も考えられる。ここで、日本建築学会の遮音性能基準の等級曲線による評価法⁽²⁾を適用すると、界壁の遮音等級は仮設住宅AでD-30、仮設住宅B及びCでD-35に相当している。一般的な集合住宅(木質系・鉄骨系)の界壁の場合で、日本建築学会の推奨値がD-50(最低基準:D-40)であることを考えると仮設住宅の遮音性能は高いとは言えず、D-30程度の遮音性能では、隣戸からのテレビや会話などがよく聞こえてしまうため、プライバシーを十分に確保することは難しいと考える。

各仮設住宅における内外音圧レベル差の実測結果を図3に示す。2000Hz帯域では大きな差は見られず、これは仮設住宅B及び仮設住宅Cに施工されている窓部のコインシデンス効果によると思われる遮音性能の低下が要因と考えられる。125Hz帯域から1000Hz帯域では、窓の仕様の違いにより仮設住宅Aに比べ仮設住宅B及び仮設住宅Cの方が約5dB程度大きい。4000Hz帯域では、仮設住宅Aでコインシデンス効果による窓部の遮音性能低下が見られ、仮設住宅Cとの差は約10dBであった。また、仮設住宅Bと仮設住宅Cの差については、仮設住宅Bの外壁に設置されている換気口が要因の一つと考えられる。外壁の遮音等級は、仮設住宅AはD-25、仮設住宅B及びCはD-30-Iに相当している。

以上より、標準仕様と同等の仮設住宅の界壁及び外壁の遮音性能の把握ができた。また、仮設住宅B・Cなどの標準仕様以上の遮音性能を有する仮設住宅も建設されており、その遮音等級は1~2ランク高いことがわかった。

4. まとめ

応急仮設住宅の界壁及び外壁の遮音性能を現場実測により把握した。現代の生活水準にあった最低限の生活を保障するためには、標準仕様に検討の余地があると考え。今後は、仮設住宅の音環境の改善にむけて、更なる調査・研究を進めたい。

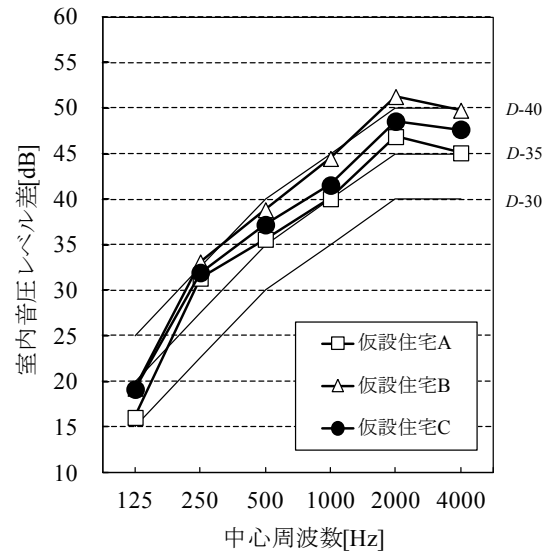


図2. 室間音圧レベル差

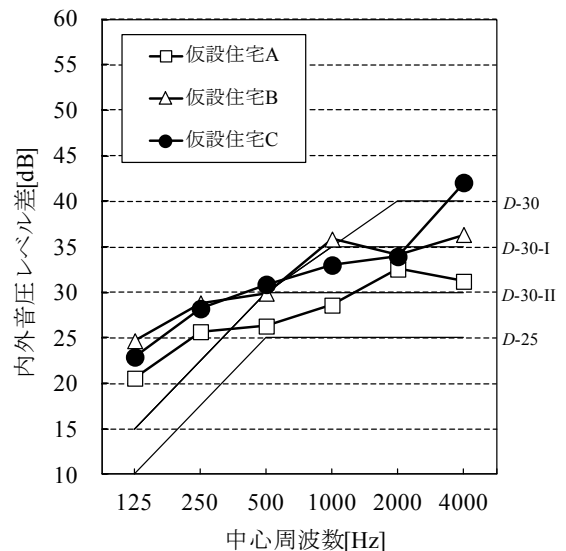


図3. 内外音圧レベル差

謝辞

本調査は、岩手県庁及び釜石市役所の御協力により、実現した。岩手県庁には仮設住宅に関する資料及び情報を提供して頂いた。釜石市役所には仮設住宅を調査する機会を頂いた。ここに深謝の意を表す。

(平成24年5月18日受付, 平成24年8月2日再受付)

文 献

- (1)高橋和雄 他2名:「阪神・淡路大震災における応急仮設住宅の設置と長期間使用する場合の課題に関する調査」, 土木学会論文集, No.604/IV-41, pp.99-111, 1998.10
- (2)日本建築学会編:「建築物の遮音性能基準と設計指針(第二版)」
- (3)JIS A 1419-1「建築物及び建築部材の遮音性能の評価方法 第一部: 空気音遮断性能」
- (4)社団法人プレハブ協会 規格建築部会:「The stage of Life」

プライマーの違いによる難付着金属への塗装効果

小野澤 明良*¹⁾ 神谷 嘉美*¹⁾ 村井 まどか*¹⁾ 木下 稔夫*¹⁾

The difference in painting effect due to primer on hard-to-adhere metals

Akiyoshi Onozawa*¹⁾, Yoshimi Kamiya*¹⁾, Madoka Murai*¹⁾, Toshio Kinoshita*¹⁾

キーワード：プライマー，難付着金属，塗装

Keywords：Primer, Hard-to-adhere metal, Painting

1. はじめに

金属塗装において素地となる材料の中で，展伸材アルミニウムやアルミダイカスト，ステンレスなどは塗膜の付着性が悪く，これらの難付着金属材料では化成処理やプライマー処理などの下地処理が必要である。都内中小の塗装専業企業では，化成処理を施す設備の導入が難しいためプライマー処理が多く行われており，プライマーに関する性質・性能を把握することが重要である⁽¹⁾。しかしながら塗装素地やプライマーの種類の違いに対する塗膜の付着性・耐食性の比較物性データについては，ほとんど報告されていない。

本研究は，プライマーが与える付着効果を中小企業に提供し，製品開発や品質向上に寄与することを目的に実施した。難付着金属であるアルミニウム，ステンレスを対象として，プライマーの違いと塗装効果の関係を解明するために塗膜物性試験及び環境試験と因子解析を行った。

2. 実験方法

2.1 市販品プライマーの調査・解析及び試験片作成

市販品プライマーの調査を行い⁽²⁾，塗料メーカー163社，約13000種類の塗料商品から，プライマー，下塗り塗料で絞り込み調査を行い，約900種類を抽出した。さらに中小塗装工場及び塗装施設を有する製造メーカーが使用する工業用，スプレー塗装用で調査を行うことで，約180種類の塗料に絞り込みをした。これら市販品のプライマーを解析した結果，もっとも商品数が多かったエポキシ樹脂系6種類（常温乾燥形（以下，常乾タイプ）3種類，焼付硬化乾燥形（以下，焼付タイプ）3種類）を選定した。

難付着金属材料として，ステンレス（SUS304，430），展伸材アルミニウム（A1050P），アルミダイカスト（ADC12）を選定し，アセトンで脱脂処理したものを塗装素地とした。これらの素地に対し，選定した塗料をバーコーター法で膜厚 $20 \pm 5 \mu\text{m}$ の膜厚を形成させ，試験体とした。

2.2 塗膜物性評価及び環境試験と因子解析 塗装製品

はさまざまな環境下で長期間使用され，特に高温高湿下では，著しく付着性が低下することがあるため⁽³⁾，一次付着性と長期耐久性試験後の二次付着性の評価をした。一次付着性は，プルオフ試験（JIS K 5600-5-7:1999）を行った。二次付着性は，耐湿性試験（JIS K 5600-7-2:1999）300時間後に，プルオフ試験を行った。試験は，1条件につき3回実施した。

また，長期耐久性による耐食性試験（JIS K 5600-7-1:1999）を行った。単一刃を用い試験片中央部にスクラッチを入れ，試験時間は600時間とし，塗膜の最大はく離幅の評価をした。試験は，1条件につき2枚実施した。

これら一次付着性，二次付着性，最大はく離幅の結果から，塗料商品，金属素材，硬化形態の3項目の塗装因子に着目し，因子解析を行った。

3. 実験結果

3.1 一次・二次付着性に対する因子解析結果 一次・

二次付着性試験の付着強度をもとに塗料商品，金属素材，硬化形態の塗装因子で解析した結果を図1～3に示す。図の縦軸は，数値が大きいほど付着性が高いことを示す。

塗料商品，金属素材，硬化形態のいずれの塗装因子に対しても有意な結果が得られ，一次付着性より二次付着性の方が付着性が低いことが確認できた。また，選定した6種類のエポキシ樹脂系プライマーでも，塗料商品により付着性が異なることが示唆された（図1）。さらに，金属素材により付着性は異なり，特にアルミダイカストは，一次付着性は高いが，二次付着性が低く，長期耐久性が低いことがわかった（図2）。硬化形態では，常乾タイプより焼付タイプの方が全体的に付着性が高いことが確認できた（図3）。

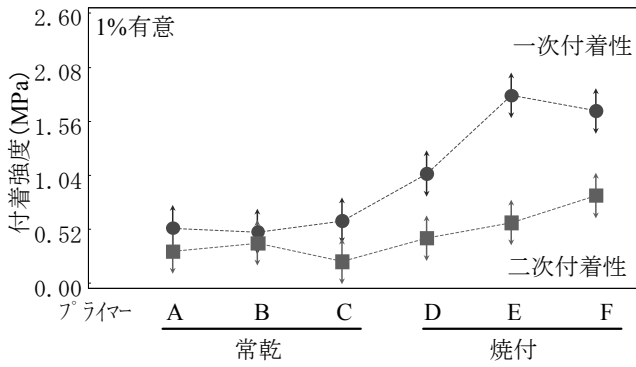


図1. エポキシプライマーの商品種別が付着性に与える影響 (塗装因子：塗料商品)

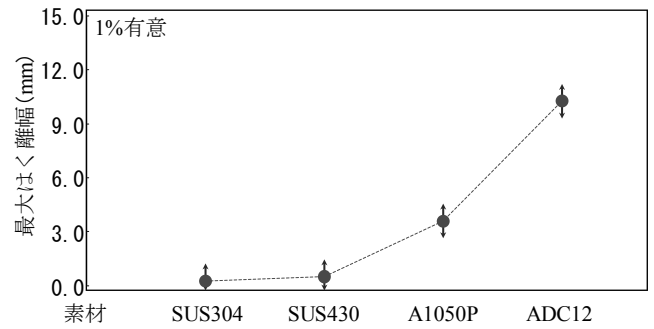


図4. 金属素材が耐食性に及ぼす影響 (塗装因子：金属素材)

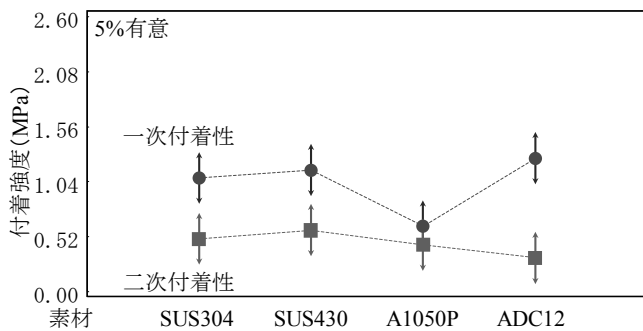


図2. 金属素材が付着性に与える影響 (塗装因子：金属素材)

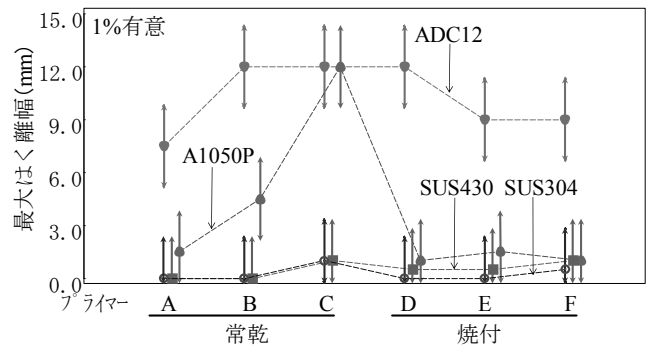


図5. エポキシプライマーの商品種別が耐食性に及ぼす影響 (塗装因子：塗料商品×金属素材)

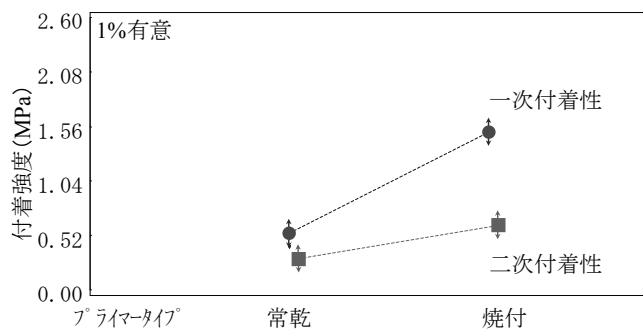


図3. 硬化形態が付着性に及ぼす影響 (塗装因子：硬化形態)

3.2 耐食性に対する因子解析結果 耐食性試験の最大はく離幅をもとに金属素材，塗料商品の塗装因子で解析した結果を図4，5に示す。図の縦軸は，数値が大きいほど耐食性が劣ることを示す。

金属素材，塗料商品のいずれの塗装因子に対しても有意な結果が得られた。ステンレスよりもアルミニウムの方が耐食性が低い傾向があり，アルミニウムの中でも展伸材よりダイカストが最も耐食性が悪いことが確認できた(図4)。また，選定した6種類のエポキシ樹脂系プライマーでも，塗料商品により耐食性が異なることがわかり，ステンレスに対しては常乾，焼付タイプともに同等な耐食性であったが，展伸材アルミニウムに塗装した常乾タイプ3種類に関しては大きな差が認められた(図5)。

4. 考察

一次・二次付着性，耐食性に対する因子解析を行った結果，いずれも一次付着性に対し，二次付着性は低下したが，その割合はプライマーの違いにより異なっていることが確認できた。また，プライマーの硬化形態や金属素地の違いにより付着性や耐食性に差が見られた。これは高温高湿下では，水蒸気や酸素などに対する塗膜のバリア性の低下⁽⁴⁾及び金属素地の耐食性が異なるためと考えられる。

5. まとめ

本研究により，一次付着性だけでプライマーの性能を評価することは難しく，二次付着性の把握が重要であることを示すことができた。また，プライマーのみで製品化されることは少ないため，今後は中塗りやトップコートなどを加えた塗膜について検証していく予定である。

(平成24年5月18日受付，平成24年7月9日再受付)

文献

- (1)小野澤明良 他：「難付着金属に対するプライマーの塗装効果」，一般社団法人表面技術協会第125回講演大会講演要旨集，pp.4(2012)
- (2)日本塗料商業組合：「平成21年度版塗料商品集」，(2009)
- (3)木下啓吾，坪田実，池本栄嗣：「塗膜の付着性と内部応力(その1)」，色材協会，Vol.68, No.8 pp.502-513(1995)
- (4)植木憲二：「塗料の選び方・使い方」，日本規格協会，pp.104-105(2007)

炭素材料表面のイオン照射による黒鉛性化

寺西 義一*¹⁾ 渡部 友太郎*¹⁾ 長坂 浩志*¹⁾ 三尾 淳*²⁾ 田邊 靖博*³⁾

Graphitization behavior of the Argon ion implanted glass like carbon surface

Yoshikazu Teranishi*¹⁾, Tomotaro Watanabe*¹⁾, Hiroshi Nagasaka*¹⁾, Atsushi Mitsuo*²⁾, Yasuhiro Tanabe*³⁾

キーワード: 黒鉛化, ガラス状炭素, イオン照射

Keywords: Graphitization, Glass like carbon, Ion Implantation

1. はじめに

一般的な金型の材質として、潤滑、離型性に優れた黒鉛材料が使われることがあるが、脆性材料であり、壊れやすいという欠点がある。そこで壊れにくいガラス状炭素 (Glass like carbon=GC) を用いて、表面のみを潤滑性が高い黒鉛化した金型 (図 1) を開発する可能性について検討した。

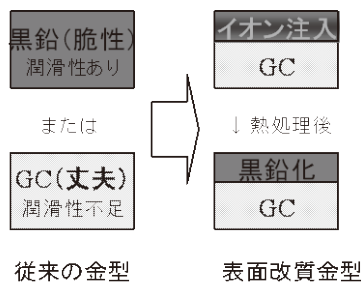


図 1. 従来の黒鉛金型とガラス状炭素による金型の模式図

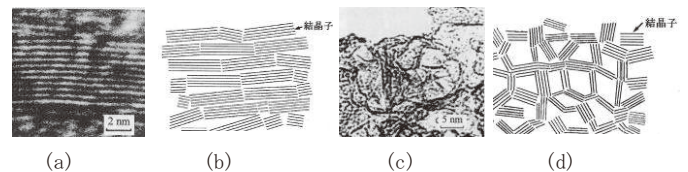
2. ガラス状炭素とは

ガラス状炭素の組織は黒鉛と異なるため黒鉛より丈夫で耐摩耗性があるが、潤滑性や離型性能は劣る。

一般に天然黒鉛を除いて、すべての黒鉛系炭素材料を黒鉛化するためには、高温の加熱処理 (常圧下, 無添加では約 2500°C以上) が必要である。しかし黒鉛系炭素材料の一部には、高温での加熱処理により、ほとんど黒鉛構造には近づかないものがあることが知られている^{(1)~(3)}。これは難黒鉛化性炭素 (non-graphitizable carbon) と呼ばれている⁽⁴⁾⁽⁵⁾。また慣用名「ガラス状炭素」またはハードカーボン (hard carbon) などと言うことがある。黒鉛の例としてコークス, 熱分解炭素などを挙げることができる。難黒鉛化性炭素としてはフェノール樹脂炭, フラン樹脂炭, 砂糖炭などがある。しかし, 炭素材料は単純に分類できるわけではなく, その加熱処理等により中間の挙動をとるものもある。黒鉛

の例としてのコークス, 難黒鉛化性炭素の砂糖炭, フラン樹脂炭などは, 温度による組織の変化について, 透過型電子顕微鏡 (TEM) により詳細に観察されており, 黒鉛のまっすぐな六角網面からなる構造⁽⁶⁾ と難黒鉛化性炭素の六角網面が曲がり巻き込んだような組織の幾何学形状となっていることがわかる (図 2)。難黒鉛化性炭素の構造モデルとしてフランクリンモデル, ジェックニス-河村モデル, 白石モデルなどが提唱されており^{(7)~(9)}, フラン樹脂炭などは①均質・等方性, ②高強度, ③気体・液体不透過性, ④化学的安定性等の特徴を有することが推察される。これらの構造を有する炭素をガラス状炭素 (glass-like-carbon, 以降 GC と略す) と呼ぶ。

常圧下での高温処理 (約 2500°C以上) によって, 難黒鉛化炭素になったものを黒鉛に変化させる事は困難である。そこで, 本研究では, GC 切断表面にイオン照射と熱処理を適用して, 黒鉛化する方法を提案した。

図 2. 黒鉛(コークス)の TEM 像(a)と模式図(b)と難黒鉛化炭素(ガラス状炭素; 砂糖炭)の TEM 像(c)と模式図(d)⁽⁹⁾

3. 実験方法

基材としてフラン樹脂を用いた。これを 1000°Cの熱処理によって炭素化し, さらに 3000°Cで熱処理して難黒鉛化性炭素であるガラス状炭素 (GC) にした。この GC の切断面に Ar+イオンを照射したものと何もしていない 2 つの試料を作成した。さらに, これらの試料を再加熱 (再 3000°C熱処理=アニール) した。これにより, GC の何もしていない表面と照射面がどのように変化するかを比較した。

Ar+イオン照射は, 電流密度約 0.6 μA/cm², 照射加速エネルギー70keV 照射量 1×10¹³~1×10¹⁷ ion/cm²で行った。

事業名 平成 20 年度 基盤研究

*¹⁾ 表面技術グループ*²⁾ 開発企画室*³⁾ 名古屋大学

試料の黒鉛化度の評価には、ラマン分光測定を用いた。特に黒鉛構造由来の G バンド (1580cm^{-1}) と構造の乱れ (Disorder) に起因する D バンド (1360cm^{-1}) の 2 つのラマン分光バンドの比である R 値と呼ばれる強度比 ($R=I_{1360}/I_{1580}$) により黒鉛化度の評価を行った。

4. 結果・考察

図 3 に黒鉛と GC の切断面直後及び GC 切断面の再 3000°C 処理後のラマン測定結果を示す。黒鉛は黒鉛の構造に起因する G ピーク (1580cm^{-1}) のみが観察され (図 3-a), GC 切断面は GC の構造に起因する G と D ピークが観察された (図 3-b)。再 3000°C 処理後の GC 切断面はわずかに D ピークが減少するが、 3000°C 熱処理を何度しても黒鉛構造にはならない (図 3-c)。

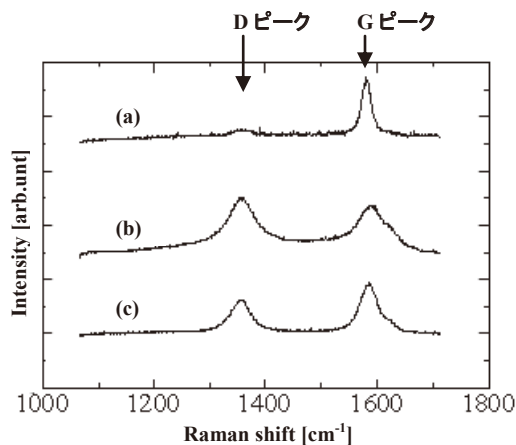


図 3. 炭素材のラマン分光測定による比較
(a) 黒鉛、(b) GC と (c) GC 再 3000°C 熱処理

図 4 に Ar+イオンの照射前と照射後 (照射量 $1 \times 10^{15} \sim 1 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$) のラマン測定結果を示す。イオン照射前は、GC の構造に起因する G と D ピークが観察されたが、Ar+イオンを照射後 (照射量 $1 \times 10^{15} \sim 1 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$)、これらのピークが消滅した。GC の切断面に存在する六角網面の構造と規則性が壊され、アモルファス化していると考えられる。

次に図 5 にイオン照射後に、再 3000°C アニールした試料のラマン分光測定結果を示す。図 4 で消滅した G と D ピークが熱処理後では再び観測され、イオン照射で壊された結晶構造が戻ったと考える。さらに照射量が増えるにしたがい、G ピーク強度が上がり、R ($=I_{1360}/I_{1580}$) 値が上昇した。再 3000°C 処理後の非注入試料の R 値は約 0.8 であり、一方、Ar イオン照射量 $1 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ の場合、その再 3000°C 熱処理後の R 値は約 0.4 であった。これは注入量が増えるにしたがい (D ピークが残るが)、明確に G ピーク強度のみが上がるので、黒鉛化の度合いが上がっていると考えられる。よって Ar+イオンを照射することで GC の構造を破壊し、これを熱処理で再結晶化することでこれまで困難であった GC の黒鉛化の度合いを上げることができたと考える。

以上の結果より GC 金型の表面をイオン照射と熱処理により黒鉛性化して表面機能性の付与が可能であることを示すことができた。

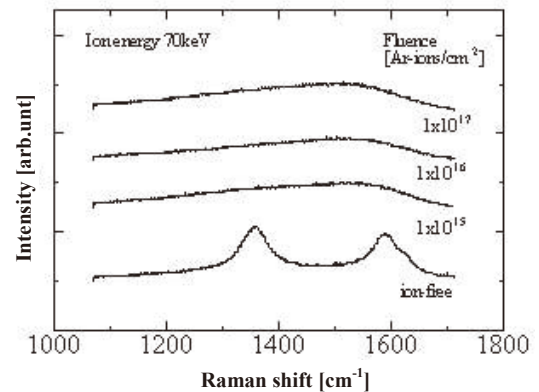


図 4. ラマン分光測定による Ar+イオン照射量依存性

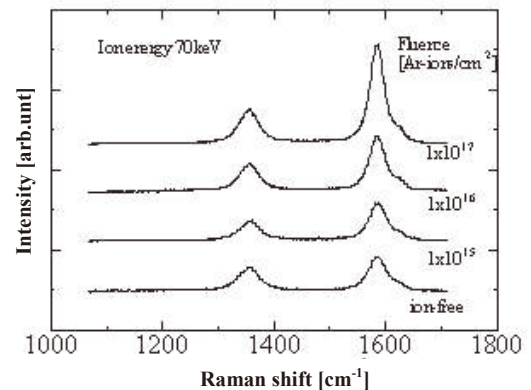


図 5. 再 3000°C アニール処理後の Ar+イオン照射量依存性

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 6 日再受付)

文 献

- (1) R.E. Franklin, *Acta Cryst.*, 3, 107 (1950)
- (2) R.E. Franklin, *Acta Cryst.*, 4, 253 (1951)
- (3) R.E. Franklin, *Proc. Roy. Soc. London*, A209, 169 (1951)
- (4) 野田稲吉, 特殊窯業製品 炭素製品, 日刊工業新聞社 (1989) p.145
- (5) 稲垣道夫, 炭素 1989 [No137], 104 (1989)
- (6) A. Oberlin and G. Terriere, *J. Microsc.*, 14, 1 (1972)
- (7) A. Oberlin, G. Terriere and J.L. Boulmier, 炭素 1975 [No80], 29 (1975); 1975 [No82], 153 (1975).
- (8) G.M. Johnson and K. Kawamura, *Nature*, 231, 175 (1971)
- (9) 改定炭素材料入門, 炭素材料学会編, 科学技術社 p.29 (1984)
- (10) 稲垣道夫 炭素材料工学 日刊工業新聞社

フラッシュ法により評価したポリエチレンの 熱伝導率とその温度依存性

山中 寿行^{*1)} 飛澤 泰樹^{*1)} 清水 研一^{*1)}

Thermal conductivity and its temperature dependence of polyethylene evaluated by flash method

Toshiyuki Yamanaka^{*1)}, Taiki Tobusawa^{*1)}, Kenichi Shimizu^{*1)}

キーワード：フラッシュ法，熱伝導率，温度依存性，ポリエチレン

Keywords：Flash method, Thermal conductivity, Temperature dependence, Polyethylene

1. はじめに

熱拡散率，密度及び比熱容量の積である熱伝導率は，プラスチック射出成形 CAE において，必須の物性データとなっている。射出成形は，プラスチックが熔融された状態から固体状態へと変化する冷却過程であるため，プラスチックの熱伝導率には固体状態のみならず，熔融状態にいたるまでの温度依存性を測定できる方法が求められている。これまで，プラスチックの熱伝導率の温度依存性測定には，熔融状態での測定の容易さからプローブ法が用いられてきた⁽¹⁾⁽²⁾。しかし，プローブ法は，測定範囲が低熱伝導率領域に限られることや高温での測定ができないことから，近年，ニーズの高い高熱伝導性樹脂やエンジニアリングプラスチックの熱伝導率測定には対応できない。

試料前面にパルス光を照射して均一に加熱し，背面の温度変化の時間依存性を測定することによって，材料の熱拡散率を得るフラッシュ法は，他の測定方法に比べて迅速かつ確からしい結果が得られることから，セラミックスや金属材料では JIS に測定法が規格化され，固体材料の標準的な熱拡散率測定法となっている⁽³⁾⁽⁴⁾。また，測定可能な熱拡散率範囲や温度範囲が広いことが特徴として挙げられる。しかしながら，フラッシュ法を熔融状態のプラスチックの熱伝導率測定に適用するためには，装置構成や解析法を最適化する必要がある。

そこで本研究では，プラスチックの熱伝導率測定対象を拡大するため，測定方法と解析方法に白金ロジウム容器で熔融試料を密閉した三層モデルを適用したフラッシュ法により，固体及び熔融状態の熱拡散率とその温度依存性を測定し，プラスチック材料の熱伝導率評価法としてのフラッシュ法の有用性を検討した。

2. 実験方法

市販の高密度ポリエチレン (PE) シート (厚み 0.95 mm) を試料に用いた。

熱拡散率 α (m²/s) の測定には，キセノンフラッシュアナライザー (LFA447 Nanoflash, NETZSCH 社製) を用いた。固体状態では単層モデル (図 1(a)) を，120°C 以上の熔融状態では白金ロジウム容器で熔融試料を密閉した三層モデル (図 1(b)) を適用し，測定及び解析を行った。熱伝導率 λ (W/(m·K)) は次式により求めた。

$$\lambda = \alpha \times \rho \times C_p \dots \dots \dots (1)$$

ここで， ρ は密度 (kg/m³)， C_p は比熱容量 (kJ/(kg·K)) とした。常温の ρ は，JIS K 7112:1999 (プラスチック-非発泡プラスチックの密度及び比重の測定方法) に準拠し，水中置換法によって求めた。また，常温以外の ρ は，PVT 測定 (島津 p-v-T 測定装置 PVT-200, 島津製作所社製) を行い，得られた比容積 S_v (m³/kg) の逆数を求めることで算出した。 C_p の温度依存性は，JIS K 7123:1987 (プラスチックの比熱容量測定方法) に準拠し，比熱容量測定 (DSC-60, 島津製作所社製) を行って求めた。

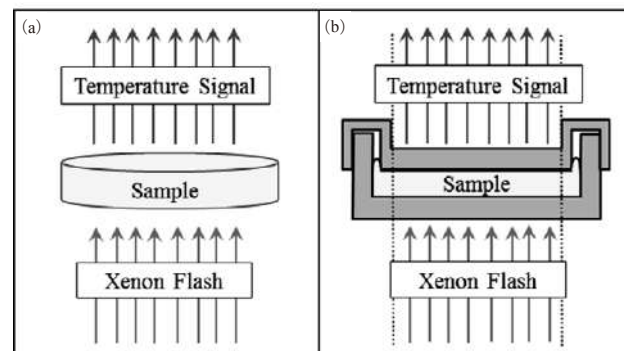


図 1. 熱拡散率の測定及び解析に使用したモデル
(a) 単層モデル，(b) 三層モデル

3. 結果と考察

フラッシュ法では、試料前面にパルス光を照射し、温度上昇曲線と呼ばれる背面の温度の時間依存性が測定される。 α は、温度上昇曲線に適切なモデルの理論式をフィッティングすることにより求められる。図2に、固体及び熔融状態を単層、三層の各モデルで測定した際の代表的な温度上昇曲線の実測値とそれぞれのモデルのフィッティング曲線を示す。図2に示すように、実測された温度上昇曲線とフィッティング曲線はほとんど重なった。このことから、熔融状態でも白金ロジウム容器で試料を密閉し、三層モデルを適用することにより熱拡散率の測定及び解析が可能であることがわかった。

図3に、PEの α の温度依存性を示す。120°C以下を固体状態、それ以上を熔融状態とし、それぞれの状態におけるモデルを適用し、各温度で繰り返し3回測定した結果をプロットした。固体状態では、温度の増加とともに α は線形的に減少した。熔融状態では、温度に関わらず α はほぼ一定の値を示した。

各測定温度における α の平均値と、図4, 5から求めた ρ と C_p の値を(1)式に代入し、 λ を算出した。図6に、算出したPEの λ (○:フラッシュ法)と、菊地らの測定結果⁽²⁾から読み取ったPEの λ (◇:プローブ法)と温度との関係を示す。 λ は α と同様の温度依存性を示した。高分子の熱伝導は格子振動により伝播するものとするれば、分子間距離が小さくなれば熱が伝播しやすくなり、 λ は高くなると考えられる。PEも、分子間距離が小さくなる固体状態ほど、特に結晶領域が多い常温に近くなるほど λ は高くなる傾向を示した。また、フラッシュ法による評価結果は、図6に示すように菊地らの報告⁽²⁾と良く一致することが確認された。

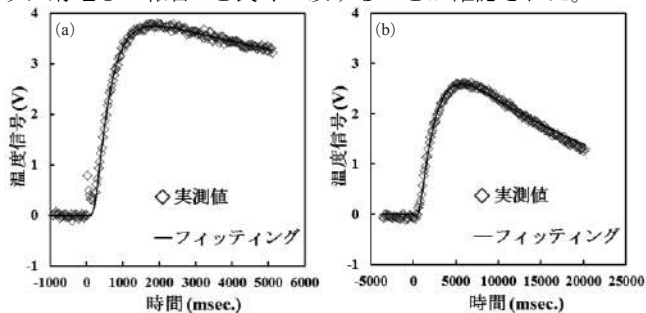


図2. 代表的な温度上昇曲線と各モデルのフィッティング曲線
(a) 単層モデル, (b) 三層モデル

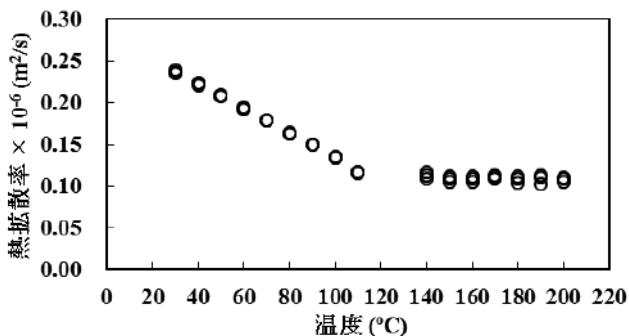


図3. ポリエチレンの熱拡散率の温度依存性

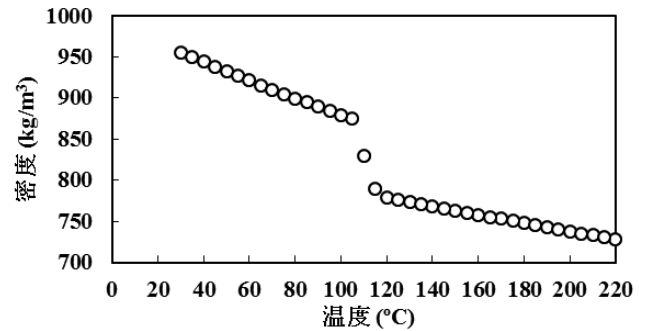


図4. ポリエチレンの密度の温度依存性

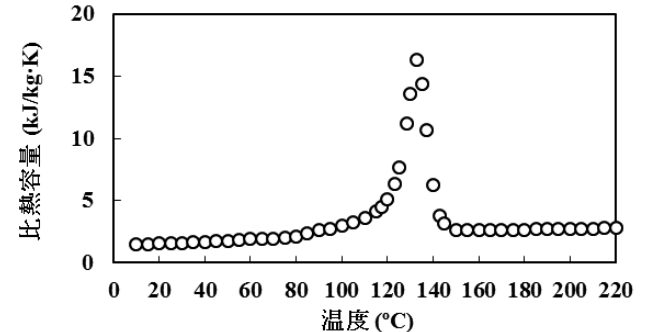


図5. ポリエチレンの比熱容量の温度依存性

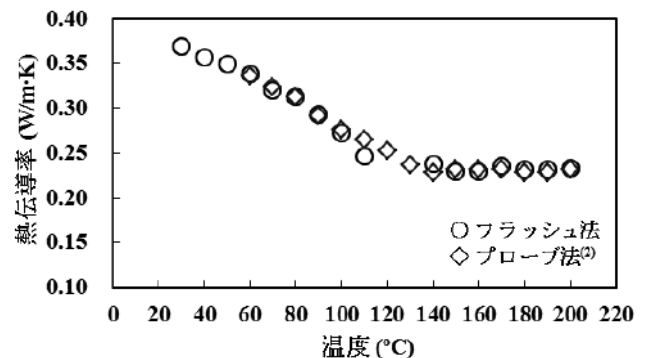


図6. ポリエチレンの熱伝導率の温度依存性

4. まとめ

固体状態に単層モデル、熔融状態に三層モデルを適用したフラッシュ法によりポリエチレンの熱拡散率を測定した。それぞれのモデルのフィッティング曲線は実測された温度上昇曲線と良く一致した。また、熱伝導率の温度依存性も文献値と高い一致を示すことから、プラスチックの熱伝導率評価法としてフラッシュ法の有用性が示唆された。

(平成24年5月18日受付, 平成24年7月23日再受付)

文 献

- (1) 佐藤貞雄, 林勇喜, 広瀬稔: 「双子プローブによる熔融ポリマーの熱伝導率と装置の開発」, 成形加工, Vol. 10, No. 3, pp. 213-219 (1998)
- (2) 菊地時雄, 高橋辰宏, 小山清人: 「高密度ポリエチレン, 低密度ポリエチレンの熱伝導率の温度・圧力依存性」, 高分子論文集, Vol. 60, No. 7, pp. 347-353 (2003)
- (3) JIS R 1611:2010: 「ファインセラミックスのフラッシュ法による熱拡散率・比熱容量・熱伝導率の測定方法」
- (4) JIS H 7801:2005: 「金属のレーザーフラッシュ法による熱拡散率の測定方法」

ノート

バナナ繊維を用いたポリブチレンサクシネート複合体

梶山 哲人*¹⁾ 安田 健*²⁾ 清水 研一*¹⁾ 林 孝星*¹⁾

Polybutylene succinate composite using banana fiber

Tetsuto Kajiyama*¹⁾, Takeshi Yasuda*²⁾, Kenichi Shimizu*¹⁾, Kose Hayashi*¹⁾

キーワード: ポリブチレンサクシネート, バナナ繊維, セルロースエステル類

Keywords: Polybutylene succinate, Banana fiber, Cellulose esters

1. 緒言

1年間に排出されるバナナの葉は世界中で10億トン以上と推計されており, 天然繊維として資源化が検討されてきた⁽¹⁾⁽²⁾。その結果, 紡績糸化したバナナ繊維が事業化に至っている。天然繊維を資源化するための他の方法として, 外皮をはがした繊維質をそのまま樹脂と複合化することが挙げられる。この方法では紡績によるコストアップを回避できるが, 樹脂の物性向上には繊維-樹脂界面の接着性改善の必要性が指摘されている⁽³⁾。

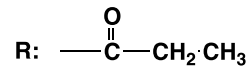
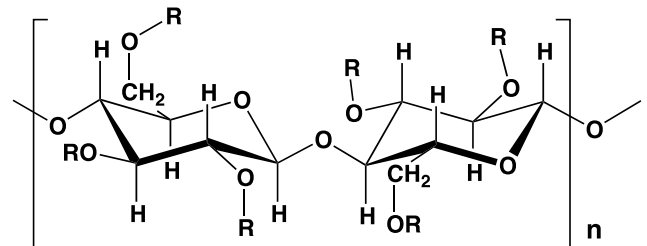
筆者らは, 環境中で水と二酸化炭素に分解される高付加価値材料である脂肪族ポリエステルとバナナ繊維を複合化すれば, 機械的強度の改善がされた環境に優しいエコマテリアルを創製できると考え, 相容化剤による複合体の繊維-樹脂間の界面接着性の改善を期待して, バナナ繊維 (BF) とポリブチレンサクシネート (PBS) 及びポリカプロラク톤の複合体にセルロースエステル類 (CEs) を非反応型相容化剤として添加する検討を行った。その結果, 添加するCEsの側鎖が長くなるほど繊維-樹脂間の密着性が改善され, 引張特性の向上が見られたことを報告している⁽⁴⁾。

本研究では, まずBF表面の改質による繊維-樹脂間の密着性改善を目指して, BF/PBS複合体に添加するBFのアルカリ処理濃度について検討した。次に相容化剤として, セルロースアセテートよりも繊維-樹脂間の密着性向上が期待されたセルロースプロピオネート (CP) 及びセルロースアセテートブチレート (CAB) の添加量と引張強さの関係について検討した。

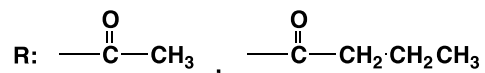
2. 実験

2.1 材料 BFにはフィリピン産のバナナ葉部を使用した。PBSにはビオノーレ#1020 (昭和高分子株式会社) を用いた。相容化剤として, 側鎖長の異なるCP (Aldrich Chemical Company, Inc., 側鎖炭素数3), CAB (Aldrich

Chemical Company, Inc., 側鎖炭素数2及び4)を使用した。CP及びCABはBF/PBS複合体100重量部に対して1,5及び10重量部 (phr: per hundred resin) を添加した。図1にCP及びCABの化学構造式を示す。



セルロースプロピオネート (CP)



セルロースアセテートブチレート (CAB)

図1. CP及びCABの化学構造

2.2 BFのアルカリ処理 BFを10~20 wt%の水酸化ナトリウム水溶液に室温で2時間浸漬し, 流水で洗浄した。BFの量100gに対して水酸化ナトリウム水溶液3000mlとした (浴比1:30)。また, 洗浄はバナナ繊維に付着した水のpHがアルカリ性を示さなくなるまで行った。

2.3 試験片の作製及び強度試験 バッチ式混練機 (井元製作所) を用いて, BF/PBSもしくはBF/PBS/セルロースエステル類 (CEs) 複合体を作製した (図2)。この時, アルカリ処理したBFは60°Cで一晩乾燥した後, 長さ5mmにカットして用いた。その後, 空圧式射出成形機 (Mining & Chemicals Co. Ltd.) を用いてダンベル試験片 (平行部の長さ40mm×幅5mm×厚さ3mm, n=3) を作製し, テンシロン (オリエンテック) を用いて引張試験 (試験速度1mm/min, チャック間距離65mm) を行った。

事業名 平成23年度 基盤研究

*¹⁾ 材料技術グループ*²⁾ 繊維・化学グループ

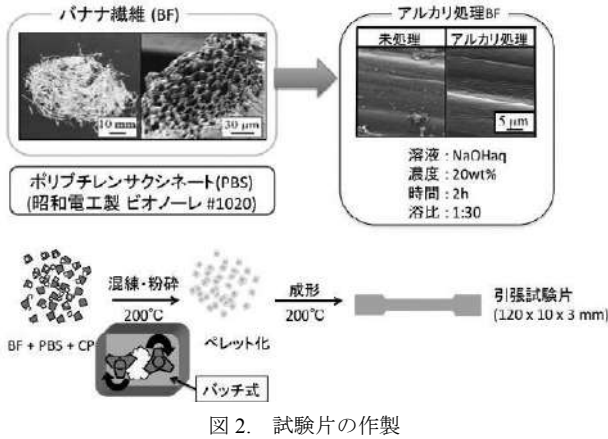


図2. 試験片の作製

3. 結果

3.1 BF 繊維のアルカリ処理濃度の影響 図3に、異なる濃度の水酸化ナトリウム水溶液で処理した BF を用い、混練時間 10 分、混練温度 140°C、成形温度 140°C で作製した BF/PBS 複合体の引張強さを示す。BF 含有率はすべて 20 wt% である。アルカリ処理を行った場合、未処理時と比較して引張強さが向上した。高濃度の水酸化ナトリウム水溶液で処理するほどに BF が柔らかくなり混練時にミキサーに投入し易くなったことから以降の検討では 20 wt% 水酸化ナトリウム水溶液を用いて処理した BF を用いた。

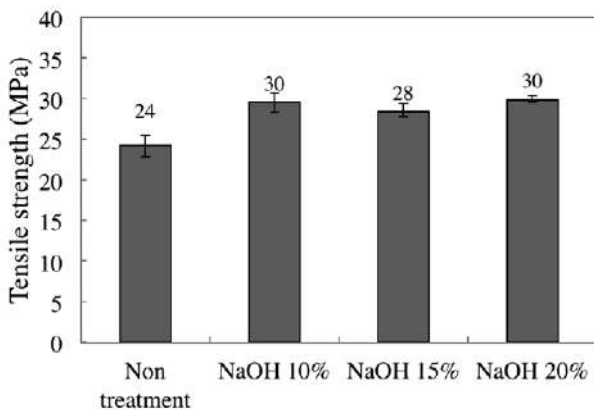


図3. BF/PBS 複合体の引張強さに及ぼす BF のアルカリ処理濃度の影響

3.2 CEs 添加量の影響 図4及び図5に、混練時間 10 分、混練温度 200°C、成形温度 200°C で作製した BF/PBS 複合体の引張強さと CP 及び CAB の添加量の関係をそれぞれ示す。なお、図5に示した BF (10 wt%) /PBS/CAB (1 phr) 複合体の引張強さは欠測である。CEs を添加した系では、CEs の分散性向上を狙って混練温度と成形温度を BF と PBS のみの系より高温に設定した。BF を 10 wt% 添加した BF/PBS 複合体の引張強さは CP 添加量が増えるほど向上したが、BF を 20 wt% 添加した BF/PBS 複合体では、CP 添加量が増えるほど BF/PBS 複合体の引張強さは低下した。また、添加する相容化剤が CAB の場合は、BF の量によらず CAB の添加量が増えるほど BF/PBS 複合体の引張強さは低下した。これらの結果より、CP 及び CAB は含有量が増え

ると相容化剤として作用するよりは、むしろ PBS の可塑剤として作用するようになり、結果として引張強さが低下した可能性が示唆された。

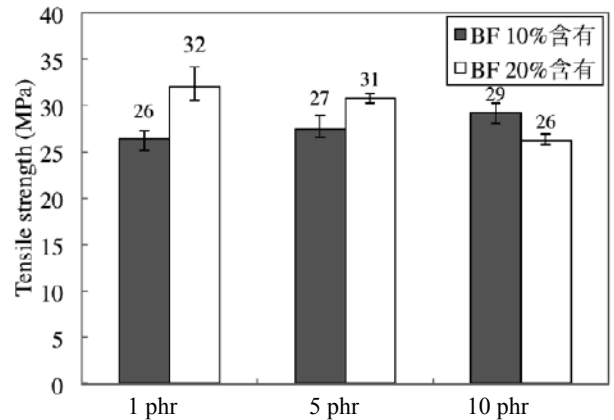


図4. BF/PBS 複合体引張強度さへの CP 添加量の影響

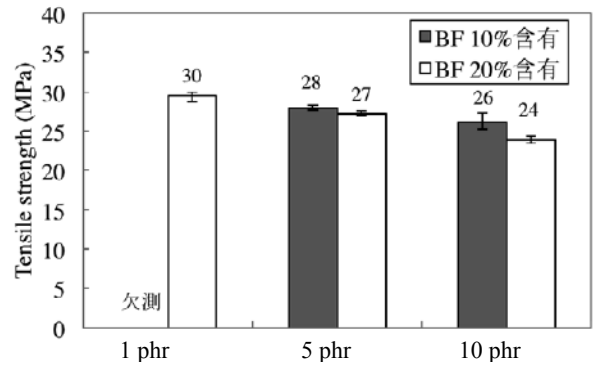


図5. BF/PBS 複合体の引張強度さへの CAB 添加量の影響

4. まとめ

本検討により、BF/PBS 複合体に添加する BF のアルカリ処理濃度は 10~20 wt% の範囲であれば濃度に依存せず複合体の引張強さの向上に有効であるが、CEs の含有量を増やすと BF/PBS 複合体の引張強さが低下することが明らかとなった。複合体の物性を向上させた高付加価値エコマテリアルの提案には、他の相溶化剤を検討する必要がある。

(平成 24 年 5 月 23 日受付, 平成 24 年 7 月 6 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) 小川俊彦, 高田誠, 佐藤幸泰, 久保修, 鬼頭秀和, 安立光宏, 永井しのぶ, 品川俊一: 「バナナ・パイナップル繊維のバルブ化および製紙適正」, 機能紙研究会誌, No.43, pp.29-33 (2004)
- (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) 梶山哲人, 安田健, 清水研一: 「未利用バナナ繊維を用いた脂肪族ポリエステル改質」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 6 pp. 98-99 (2011)

ノート

クロメート皮膜中の六価クロム測定法の再現性向上

佐々木 直里*¹⁾ 中澤 亮二*¹⁾ 田中 真美*¹⁾ 土井 正*²⁾ 浦崎 香織里*²⁾Improved Repeatability of Hexavalent Chromium measurements
in Chromate Conversion CoatingNaori Sasaki*¹⁾, Ryoji Nakazawa*¹⁾, Mami Tanaka*¹⁾, Tadashi Doi*²⁾, Kaori Urasaki*²⁾

キーワード: RoHS, 六価クロム, IEC 62321, ジフェニルカルバジド吸光光度法

Keywords: RoHS, Cr(VI), IEC 62321, Diphenylcarbazide absorption spectrophotometry

1. はじめに

欧州の RoHS 指令において、現在 6 つの有害物質 Pb, Cd, Hg, Cr(VI), PBB (ポリ臭化ビフェニル), PBDE (ポリ臭化ジフェニルエーテル) の使用が規制されている。これらの分析方法の一つとして、国際規格である IEC 62321 では蛍光 X 線分析法によるスクリーニング分析が提案されている¹⁾。しかし、蛍光 X 線分析装置ではクロムの価数を判別することができず、全クロム(六価クロム, 三価クロム, 金属クロムの総量)としての分析結果を得ることしかできない。そのため、全クロムがしきい値未満であることが確認されれば、六価クロムもしきい値未満であると判断できるが、全クロムがしきい値以上であると判断された場合、六価クロムの含有の可能性について確認するためには、さらなる精密分析が必要となる。六価クロムの精密分析方法として、IEC 62321 ではジフェニルカルバジド吸光光度法が提案されているが、再現性が懸念されているため参考法(Annex)扱いとなっている。そこで、規格に記載されている分析条件での再現性を確認すると共に、抽出条件を変動させた場合の六価クロム溶出量への影響について報告する。

2. 実験方法

2.1 試験片の作製 六価クロムの分析対象試料として、六価クロムが含有するクロメート皮膜試料の作製を行った。すなわち、IEC 62321 で指定されている表面積(50cm²)を有する平面状の鉄板に、ジケート浴による亜鉛めっきを施したのちに、有色クロメート処理を施した(以下試験片と示す)。

2.2 六価クロムの溶出条件 2.1 項で作製した試験片を用いて IEC 62321 に記載されている熱水抽出-ジフェニルカルバジド吸光光度法に準じた方法にて測定を行った。なお、IEC 62321 の条件における六価クロムの抽出方法とし

て、表面積 50cm² の試験片に対し 50mL の熱水に 10 分間浸漬して抽出を行った。さらに、この条件(抽出時間, 抽出溶媒量, 抽出温度)を変動させた場合の六価クロム溶出量への影響について検討を行った。

3. 実験結果

3.1 熱水抽出時間の検討 IEC 62321 における六価クロムの抽出時間は 10 分±0.5 分と記載されている。そこで、抽出時間を変動させた場合の六価クロム溶出量に与える影響について検討した結果を図 1 に示す。この図から、抽出時間に伴い、六価クロムの溶出量は増加する傾向であることが確認できた。また、有意差検定(p<0.05)を行ったところ、図 1 の a・b については有意差が認められたことから、抽出時間がわずかに異なるだけでも溶出量に影響を及ぼすことが確認できた。したがって、実際の分析時は可能な限り抽出時間を 10 分に近づける必要がある。

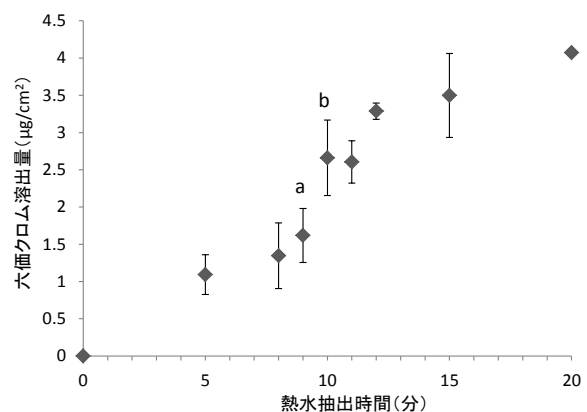


図 1. 熱水抽出時間が六価クロム溶出量に及ぼす影響

3.2 試験片と抽出溶媒の固液比 IEC 62321 における試験片の表面積(cm²)と抽出溶媒(mL)の固液比は 1:1 とされている。そこで、この比率が六価クロムの溶出量に及ぼす影響について検討した結果を図 2 に示す。この図より、固液比の増加に伴い、溶出量も増加することが確認で

きた。そのため、分析時には試験片の表面積に対して正確な溶媒量をはかりとる必要がある。また、抽出工程時は溶媒が沸騰状態であるため、溶媒量が徐々に減少してしまい、溶出量のばらつきの原因になりかねない。そのため、抽出工程中は溶媒量が減少した分だけ熱水を注ぎ足すなどの溶媒量をほぼ一定にすることが必要となる。

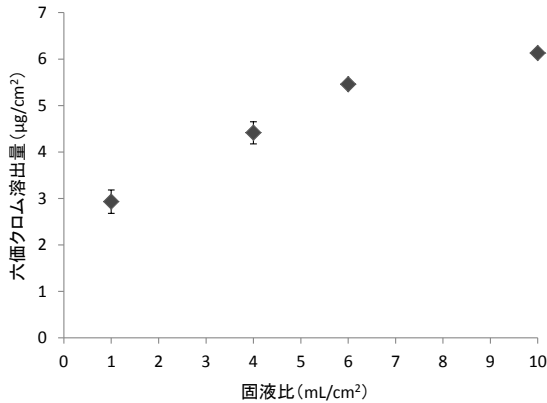


図2. 抽出溶媒の固液比が六価クロム溶出量に及ぼす影響
表面積 (cm²) を1としたときの抽出溶媒 (mL) の比を横軸に示した

3.3 抽出温度の検討 IEC 62321 における六価クロムの抽出は、熱水（沸騰水）で行うことと記載されている。そこで、この抽出温度を変動させた場合の六価クロム溶出量に及ぼす影響について検討した結果を図3に示す。この図より、抽出時の溶媒温度の上昇に伴い、六価クロムの溶出量も増加することが確認できた。

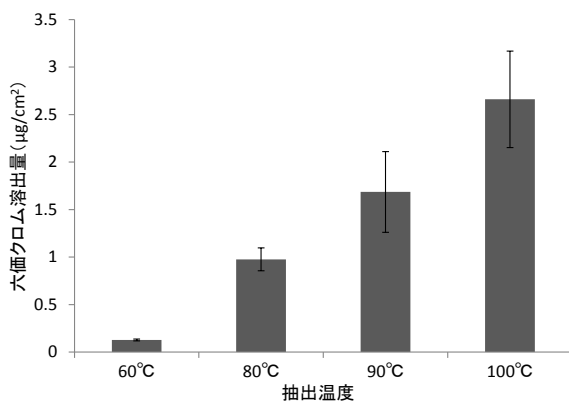


図3. 抽出温度が六価クロム溶出量に及ぼす影響

なお、本研究において熱水抽出を実施した際、3回以上の繰り返し実験を行ったが溶出量にばらつきが見られた。これは、抽出工程時の沸騰状態のばらつきによるものと推測される。つまり、抽出溶媒内部に気泡が出ている状態であったとしても、試験片界面の液温が100°Cに達している場合と達していない場合とでは、六価クロムの溶出量に違いが生じることが示唆される。よって、抽出溶媒の沸騰状態の確認法については、実験者間の差を最小化する対策が必要である。

3.4 試験片の保管状況の検討 六価クロムの濃度は時間と保管条件により大幅に変化することが知られており、

IEC 62321 では、試験前の試験品の保管状況について、常温で30日以内のものを試験対象品とすることが規定されている。そこで、促進的に劣化させた試験片の六価クロム溶出量に及ぼす影響について検討する目的で、あらかじめ加熱処理した試験片を使用して六価クロムの抽出試験を行った。すなわち、100°Cに設定したホットプレート上に試験片を10分間静置して加熱処理したのち、直ちに抽出溶媒に投入して六価クロムの抽出試験を行った。その結果、あらかじめ加熱処理を施した試験片は、加熱処理を施さなかった試験片と比べて六価クロムの溶出量が約10%であった(図4)。これは、含水皮膜 ($x\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot y\text{CrO}_3 \cdot z\text{H}_2\text{O}$) である六価クロメートに、過剰な熱を与えることによって皮膜中の水分が失われ、水溶性の六価クロムの可動性が失われて不溶性となるためと推測される⁽²⁾⁽³⁾。この結果から、六価クロムの溶出試験を行う際は、試験片の取り扱いに留意する必要があると共に、クロメート処理を施したのちに長期間保管していた試験片については、クロメート皮膜中の脱水縮合が徐々に進み、六価クロム溶出量の低下の要因となる可能性があるため注意が必要である。

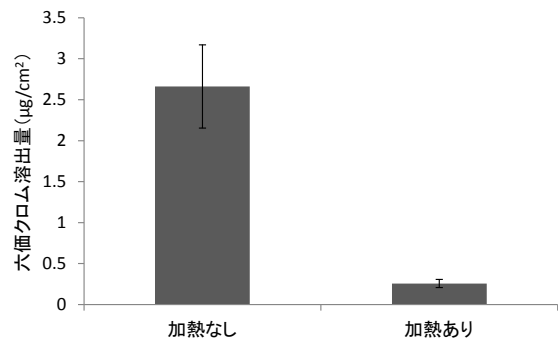


図4. 加熱処理が六価クロム溶出量に及ぼす影響

4. まとめ

国際規格である IEC 62321 に記載されている六価クロムの精密分析方法について、抽出時間、抽出溶媒量、抽出温度の誤差、ならびに試験片の保管状態により測定結果に大きな影響を及ぼすことが実験的に明らかになり、測定条件を一定にすることが重要であることを見出した。

(平成24年5月18日受付, 平成24年8月2日再受付)

文 献

- (1) IEC 62321 Ed.1.0:2008. Electrotechnical products – Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers).
- (2) 青江徹博: 実用 電気亜鉛めっき技術, 日刊工業新聞社 (2010)
- (3) 土井正: 図解入門よくわかる最新めっきの基本と仕組み, 秀和システム (2010)

TL測定対象の拡大のための測定法の確立

関口 正之*¹⁾ 中川 清子*¹⁾ 柚木 俊二*¹⁾ 大藪 淑美*¹⁾

Development of a method to extend the range of application of thermoluminescence measurements

Masayuki Sekiguchi*¹⁾, Seiko Nakagawa*¹⁾, Shunji Yunoki*¹⁾, Yoshimi Ohyabu*¹⁾

キーワード: 照射食品, 熱ルミネッセンス, セシウム 137, コバルト 60, TL 発光比, 自己遮蔽型照射装置

Keywords: Irradiated Food, Thermoluminescence, Cesium-137, Cobalt-60, TL ratio, Self-shielding type irradiator

1. はじめに

現在, 照射食品の検知法として国内では熱ルミネッセンス (TL) 法及びアルキルシクロブタノン法が厚生労働省通知で公定試験法となっている⁽¹⁾。また, TL 法や PSL 法では測定した同一試料に一定線量を再照射して測定する手法が組込まれており, 再照射用線源として電子線や⁹⁰Sr-⁹⁰Y のベータ線の利用についての研究⁽²⁾⁽³⁾や X 線の利用を検討した事例がある⁽⁴⁾。改定前の通知ではコバルト 60 ガンマ線と電子線のみが再照射線源とされセシウム線源には言及されていなかった。国内には関連する研究報告もなく, セシウム線源を用いた TL 試験の実用化は国内初となる。

2. ¹³⁷Cs ガンマ線照射装置の線量分布評価

2.1 線量分布評価方法の検討 都産技研が導入した¹³⁷Cs γ 照射装置(ポニー工業 PS-3200 型)は, 81.4TBq の線源 3 本を上部に配置し, 照射時は格納位置から線源が反転して下方の円筒状(径 300mm)の照射室に向けて照射する形式となっている。照射ステージを上下すること及び鉛板と鉄板からなる減衰板を線源と照射試料の間に配置することで幅広い線量率で照射が可能である。また, 照射ステージを回転させて照射の均一性を得ると共に, 排気ポンプやガス導入口, ケーブル孔も設けられ多様な用途に対応できる仕様となっている。本研究では, TL 試験で実施する 1kGy の校正照射及び TL 測定装置の温度校正に使用する標準 TLD(熱発光素子)への極低線量照射(0.5Gy)の照射が可能であるかどうかを検討した。また, 線源との距離の最小(最近接時)の距離は 160mm, 最大距離 570mm であるが, 線源との距離をより短くするため線量計を固定し狭い照射野で照射できる小型円盤状治具を作成し(径 130mm, 厚さ 15mm), 積層することで近接場の線量分布を調べた。線量計には, 英国物理研究所(NPL)のアラニン線量計で校正した Gamma Services 社製アラニン線量計を用い, 電子スピン共鳴装置

(日本電子 FA-200)でラジカルのシグナル波高を線量計の基準重量値(65mg)で標準化し校正曲線より線量を求めた。

2.2 ¹³⁷Cs ガンマ線照射装置の線量分布特性 自己遮蔽型の線照射装置は, 照射室が狭くステンレスで構成されているため散乱線の寄与も大きい。線量測定はスチール製照射ステージの上に 5mm 厚のアクリル円板を置き, その上に一定間隔で固定穴(径 6mm)をあけたアクリル円板(アラニン線量計と同じ厚さ:3mm)を載せ線量計を挿入した。さらに 2mm のアクリル円板を線量計の上に被せた状態でステージを回転照射(1回転/min)した。

照射ステージの上下方向への移動範囲は, 通常線源からの距離(高さ方向を H と表示する)が H160mm から H570mm である。この移動範囲での線量率分布の変化を図 1(a)に示す。この図から H160mm で約 500Gy/h であったものが H570mm で約 50Gy/h まで線量率が約 1/10 に減少した。また, 各位置でのステージ中央から外周へ離れるにつれ線量が減少する傾向を示した。TL 試験の校正照射では 1kGy の照射に対して $\pm 5\%$ 以内での照射が要求される。H160mm~200mm では中央から 50mm 以内, H250mm では 75mm, H300~350mm では 100mm, H400~570mm では 125mm 以内で照射しなければならないことがわかった。

より高線量の照射又は短時間照射を実現するため照射ステージの上昇限度(H160mm)より線源に近い近接領域(H83.5mm~H158.5mm)の線量分布を特殊な治具を用いて測定した(図 1(b))。

最近接位置(H83.5mm)では中央で約 1.5kGy/h の線量率が得られることがわかった。 $\pm 5\%$ の精度で目標線量を照射する場合, H83.5mm では中央から 25mm 以内, H98.5mm で 35mm, H113.5mm~H158.5mm では 50mm の範囲に限られることがわかった。一方, TL 装置の校正用に使用する標準 TLD 素子への照射は低線量であるため, 下限位置(H570mm)において各種減衰板を使用し線量率分布を求めた(図 1(c))。遮蔽板がない状態に比べて, 遮蔽能力の高い減衰板を入れるにしたがい γ 線は減衰し, 最も高い遮蔽能力のある鉄板

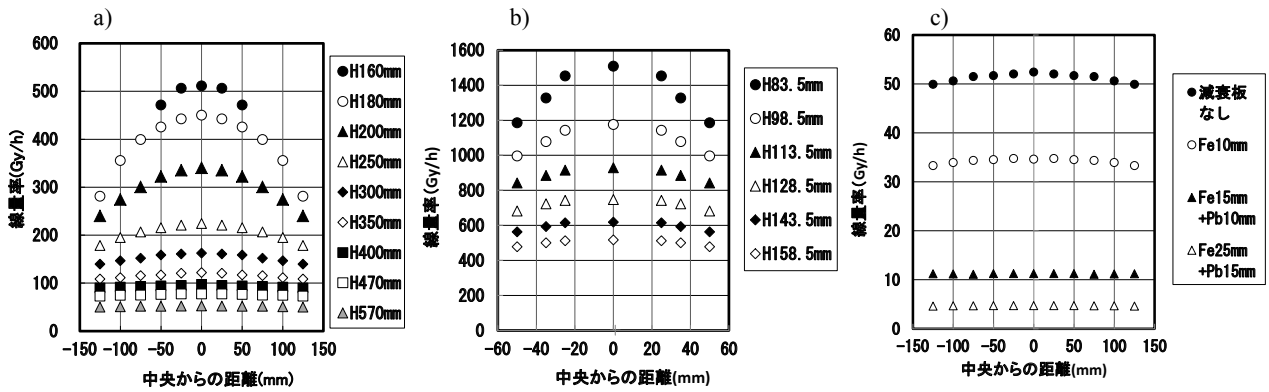


図1. 線源からの各距離 (H) の線量率分布 (a:通常照射, b:近接場照射, c:低線量照射 [H570mm での分布])

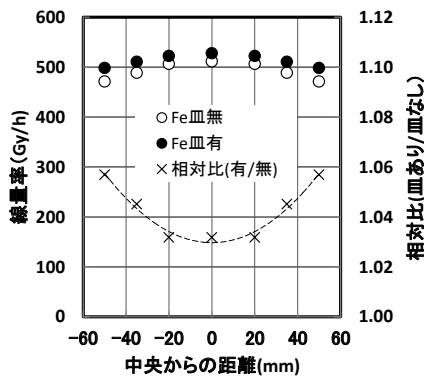


図2. TL 試料皿の吸収線量への影響(H1600mm での線量率分布)

25mm+鉛板15mmでは約4.7Gy/hまで線量率が低減し、0.5Gyを約6分20秒で照射できることがわかった。減衰板使用時はいずれも中央から125mmに至る範囲で目標線量に対して5%以内での照射が可能であった。

なお、実際のTL測定ではステンレス製試料皿を使用するため試料皿からの後方散乱線による線量増加が考えられる。図2は、H1600mmで試料皿の有無の場合に線量がどのように変化するかを示す。試料皿が有る場合は皿が無い場合に比べ中央で3.2%、中央から50mmの位置で5.7%線量が増加するため、全体としての線量が増加する。しかし、分布の均一性は改善された。

3. 標準 TLD 素子及び鉍物試料の TL 発光特性と線源間の比較

TL測定において照射線源がTL発光曲線に与える影響を調べるためTLD素子(TLD100とTLD800)及び鉍物質(DolomiteとRhyoliteを試料皿に約0.3mg均一に載せたもの)を用意した。アトックス株式会社の⁶⁰Co線源と独立行政法人放射線医学総合研究所(以下、放医研)及び都産技研の¹³⁷Cs線源でTLDには0.5Gy、鉍物質には1kGyを照射し昇温速度6°C/secで50-400°Cの温度範囲でTL測定を行った。表1に試料の発光ピーク温度を表2に積算発光量を示す(ただし、同時作製試料ではあるが照射時期が異なる)。

ピーク温度は⁶⁰Coと¹³⁷Csでほぼ同等であったが、Dolomiteでやや差が認められた(表1)。積算発光量はTLD

表1. TLD素子と鉍物質の発光ピーク温度の比較(n=10)

線源	⁶⁰ Co(Atok)	¹³⁷ Cs(放医研)	¹³⁷ Cs(都産技研)	
TLD-100	Peak2	140.0±5.0	141.4±4.7	142.3±1.8
	Peak5	232.4±4.9	234.2±4.8	234.9±2.1
	Peak6	291.9±5.1	295.1±5.1	296.4±2.6
TLD-800	Peak	175.7±1.3	176.3±4.3	179.7±2.4
DolomiteE42	G2_Peak	259.8±1.0	254.7±0.9	251.9±1.3
RhyoliteJR2	G2_Peak	212.8±2.9	210.0±3.5	210.3±1.7

表2. TLD素子と鉍物質の積算発光量(nA)の比較(n=10)

線源	⁶⁰ Co(Atok)	¹³⁷ Cs(放医研)	¹³⁷ Cs(都産技研)
TLD-100	14394±470	16355±690	14552±611
TLD-800	95.3±4.9	108.7±4.3	108.6±3.9
DolomiteE42	15609±726	14082±1498	14239±942
RhyoliteJR2	2920.2±91.4	3656.8±538.2	3021.2±131.4

*表1及び表2共にTLD素子には0.5Gy、鉍物質には1kGyを照射した。

及びRhyoliteで¹³⁷Csγ線の照射時に高く、特に放医研¹³⁷Csγ線照射ではTLD100とRhyoliteで⁶⁰Coに比べ発光量が大きくなる傾向を示した(表2)。なお、TLD800は発光量が小さいため線量を増加し再評価する必要があった。

4. まとめ

自己遮蔽型¹³⁷Csガンマ線照射装置の照射野全域の線量分布特性及び4.7Gy/hから1.5kGy/hの条件で照射できることを明らかにした。TL測定では鉍物質の校正照射及び装置温度校正に使用するTLD素子の照射条件を求めた。

減衰板を使用し低線量を照射したTLDや校正照射した鉍物質は、¹³⁷Cs線源と⁶⁰Co線源でほぼ同等のTL発光特性を示した。また、厚労省通知¹⁾が規定する温度校正試験を¹³⁷Cs線源でも⁶⁰Co線源と同等に実施できることがわかった。

(平成24年5月18日受付、平成24年7月6日再受付)

文 献

- (1)食安発0330第3号「放射線照射された食品の検知法について」、平成22年3月30日(厚生労働省医薬食品局安全部長)
- (2)Christiane Soika and Henry Delinnee: Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie Volume 33, Issue 6, September 2000, pp.431-439.
- (3)Christiane Soika and Henry Delinnee; Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie Volume 33, Issue 6, September 2000, pp.440-443.
- (4)坂部 寛, 森 良種, 齊藤 希巳江, 等々力 節子, 食品衛生学雑誌:Vol. 52, No. 1 pp.18-23 (2011)

フィルム線量計による低エネルギー電子線照射装置の線量評価

中川 清子*¹⁾ 関口 正之*¹⁾ 柚木 俊二*¹⁾

Dosimetry of low-energy electron beam systems using a film dosimeter

Seiko Nakagawa*¹⁾, Masayuki Sekiguchi*¹⁾, Shunji Yunoki*¹⁾

キーワード: 低エネルギー電子線, フィルム線量計, 線量測定

Keywords: Low-energy electron beam, Film dosimeter, Dosimetry

1. はじめに

マレイミド・スチレンの共重合体は耐熱性樹脂として知られており, パソコン・携帯電話等, 電子機器の基板や液晶ディスプレイのフィルム等への利用が進んでいる。現在, マレイミド重合体は, テトラヒドロフランやニトロベンゼンなどの有機溶媒中で過酸化物やアゾ化合物のような重合開始剤を使用した熱反応で合成する。このため, 温度・圧力の制御に加え, 問題となっている有害な溶媒や重合開始剤の環境への排出抑制の対策が必要となる。そこで, 毒性のないエタノールや 2-プロパノールを溶媒として, 重合開始剤を使用しない放射線重合でマレイミド重合体を合成できれば, 熱反応での合成では避けられない環境問題への解決に繋がる。特に, 低エネルギー電子線照射装置を使用して合成ができれば, 簡便で環境にやさしいシステムの構築が可能になる。

筆者は, 高エネルギーの電子線やイオンビームを照射して, マレイミド・スチレン共重合体を合成するための条件を検討してきた。その結果, 電子線の電流値を低くすることにより, より高分子量のポリマーが低線量照射で合成できることがわかった¹⁾。しかし, 低エネルギーの電子線照射装置では, 定格の最低電流値程度 (1~2 mA) で照射しようとすると, 暗電流の影響が無視できないため, 高い電流値での線量測定の結果を用いて評価することができない。そこで, 低電流照射における線量をフィルム線量計で正確に評価することとした。

2. 実験方法

2.1 フィルム線量計への照射 ファーウェストテクノロジー (FWT) 社製ラジオクロミックフィルム線量計 FWT-60-00 型 (厚さ: 50 μm) を使用し, 試料の準備及び測定は, 消灯状態で行った。

線量校正のための γ 線照射には, 光による影響を抑制するために, アルミパウチに入れて照射した。 γ 線は, セシ

ウム線源 (244 TBq, ポニー工業社製 γ 線照射装置: PS-3200T) を使用し, 線源からの距離 164.3 mm (線量率 \approx 0.47 kGy/h) で照射台の中央で照射した。

電子線照射には, 低エネルギー電子線照射装置 (岩崎電子社製: LB2005) を使用し, 250 kV と 150 kV のエネルギーの電子線を照射した。250 kV 照射では 12 枚, 150 kV 照射では 5 枚のフィルムを両面テープで固定しながら重ねてセットした。また, 共重合のための照射では, 試料溶液にマイラーフィルムをかぶせて照射するため, マイラーフィルムをかぶせた状態での照射も行った。電流は 1 mA, 2.5 mA, 5 mA で照射した。コンベア速度は 10 m/min, 20 m/min, 60 m/min で照射回数を調整することにより, 推定される照射線量を決定した。なお, 電流 5 mA, コンベア速度 10 m/min での線量値をメーカーから提供されており, その線量を X kGy とすると, 推定線量 R kGy は電流:Y mA, コンベア速度:Z m/min とすると,

$$R = X * (Y/5.0) * (10/Z) \quad (1)$$

と求められる。

2.2 照射線量の測定 フィルム線量計の波長 \approx 600 nm の吸光度を FWT-92 型ラジオクロミックリーダー (FWT 社製) で測定し, 未照射のフィルムとの差を求めた。

3. 結果及び考察

3.1 ガンマ線照射による線量校正 フィルム線量計の吸光度は, γ 線の照射線量にほぼ比例して増加した。得られた一次式を利用して, 電子線照射したフィルムの吸光度から線量を決定した。

3.2 低エネルギー電子線照射装置の線量評価 250 kV, 1 mA, コンベア速度 60 m/min で 24 回電子線を照射した時の線量の深さ分布を図 1 に示す。マイラーフィルムの有無に係わらず, 550 μm 程度まで侵入する。150 μm 程度まではマイラーフィルムがある方が線量が高く, 深くなるにつれてマイラーフィルムのない方が若干線量が高かった。平均線量では, マイラーフィルムの有無による差は認められなかった。

150 kV, 1 mA, コンベア速度 20 m/min で 8 回電子線を照射した時の線量の深さ分布を図 2 に示す。全ての深さにおいて、マイラーフィルムが有る方の線量が 10%程度低かった。

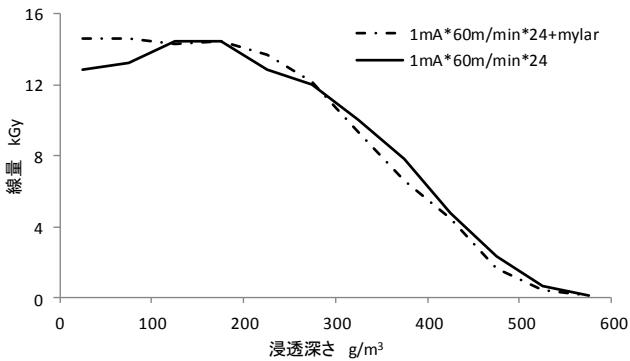


図 1. 250kV, 1mA, コンベア速度 60m/min で 24 回照射による線量の深さ分布

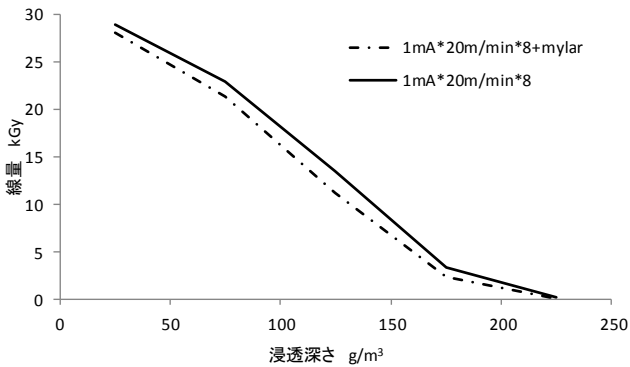


図 2. 150kV, 1mA, コンベア速度 20m/min で 8 回照射による線量の深さ分布

全フィルムの平均線量を測定線量とし、式(1)で示した推定線量と比較した。250 kV, 1 mA,マイラーフィルムありの場合及び 150 kV, 1 mA,マイラーありの場合での測定値と推定値の比較を図 3 及び図 4 に示す。どちらも、コンベア速度に係わらず、測定線量は推定線量とよい相関を示す。測定線量の推定線量に対する比は、250 kV で 0.45, 150 kV で 0.64 であった。これより、1 mA における線量は、250 kV, コンベア速度 20 m/min で 1.1 kGy, 150 kV, コンベア速度 20 m/min で 1.5 kGy と求められた。

測定線量の推定線量に対する比を表 1 にまとめた。電流値の増加とともに、比率が 1 に近づくことがわかる。5 mA では推定線量とほぼ同じ線量が得られ、正しい線量評価と考えられる。1~2.5 mA の低電流照射では、暗電流の影響が大きく、1 mA では推定線量の 1/2 程度の線量になることがわかった。

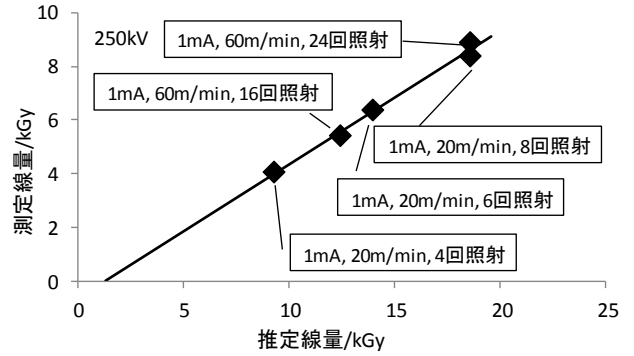


図 3. 250kV, 1mA, マイラーありの照射における測定線量と推定線量の相関

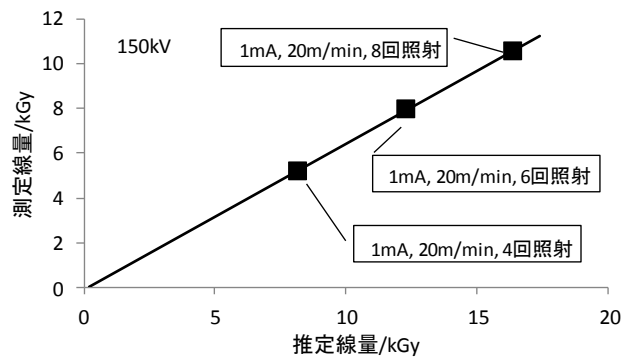


図 4. 150kV, 1mA, マイラーありの照射における測定線量と推定線量の相関

表 1. 測定線量と推定線量の比率

推定線量との比	150kV	250kV
1mA(マイラー付)	0.64	0.45
2.5mA	0.85	0.80
5mA	0.90	0.90

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 8 月 1 日再受付)

文 献

- (1) S. Nakagawa, M. Taguchi and A. Kimura : "LET and Dose Rate Effect on Radiation Induced Copolymerization of Maleimide with Styrene in 2-propanol Solution.", Radiat. Phys. Chem., 80, pp.1199-1202 (2011).

ESRを利用したOHラジカル消去能測定システムの検討

中川 清子*¹⁾ 関口 正之*¹⁾

Estimation of antioxidant activity by ESR measurements to eliminate OH radicals

Seiko Nakagawa*¹⁾, Masayuki Sekiguchi*¹⁾

キーワード: OHラジカル, 抗酸化能, 電子スピン共鳴

Keywords: OH radical, Antioxidant activity, Electron spin resonance

1. はじめに

生体内では, 代謝の過程や紫外線の暴露等により, OHラジカル・一重項酸素・酸素アニオンなどの活性酸素種が生成する。これらの活性酸素種は, 酸化ストレスとなり発ガンを引き起こすことが知られている。このため, 活性酸素種を除去する機能を持つ抗酸化物質を含んだ食品が付加価値の高い食品として注目され, 抗酸化作用の評価に関する需要が高まっている。活性酸素除去能の測定法としては, DPPH (2,2-ジフェニル-1-ピクリルヒドラジル・ラジカル) の除去能を分光測定する方法⁽¹⁾, フルオレセイン等の蛍光物質の酸化度を測定する方法 (ORAC 法)⁽²⁾, 活性酸素由来のラジカルを電子スピン共鳴 (ESR) で測定する方法⁽³⁾⁽⁴⁾などがある。

ESR 法では, 一定量のラジカルが生成できる溶液に, 抗酸化物質を含む試料を加え, 発生するラジカル量が減少すれば, 抗酸化性があると評価できる。一定量のラジカルが生成できる溶液には, 活性酸素種を発生させる物質 (たとえば過酸化水素) と, 活性酸素種を安定で長寿命のラジカルに変換するためのスピントラップ剤を含んだ溶液を用いる。また, ESR 法は活性酸素を発生させる物質を選択することによって, 特定の活性酸素種を生成させて測定できること, 実際の生体内での反応系に近いことなどの理由により正確な評価法として期待されている。

ESR 法において, 活性酸素種である OHラジカル生成のために, 水銀ランプからの紫外線を過酸化水素水に直接照射する手法が用いられている⁽³⁾⁽⁴⁾。しかし, 抗酸化物質の一種であるフェノール類の中には, 300 nm 以下の紫外線を吸収し電子を放出するものがある⁽⁵⁾。放出された電子は, 過酸化水素と反応し, OHラジカルを再生するため, 正確な評価ができない。そこで, 抗酸化物質の吸収がない波長領域の紫外線を過酸化水素水に照射し, OHラジカルを消去能を評価するためのシステムを検討した。

2. 実験方法

予備実験において, 水銀ランプの光を分光器で選択し光ファイバーで照射したが, 光量が弱く, 過酸化水素を分解できる波長が限られており, 適当な波長の光を効率よく照射できなかった。このため, 紫外線領域でも連続した波長域の光を得られるキセノンランプに光学フィルターで透過した光を使用することとした。

ポリフェノール類などの抗酸化物質の 300 nm 以下の紫外線の吸収を抑制するためには, 300 nm 以上の波長の光を照射する必要がある。そこで, ESR 装置の紫外線照射システム用のフィルターのうち, U360 もしくは B370 (ともに, 透過波長: 300~400 nm) を使用することとした。

図1に, OHラジカル消去能測定システムの概略図を示す。活性酸素種を発生させるための過酸化水素と, スピントラップ剤 DMPO (5,5-ジメチル-1-ピロリン-N-オキシド) の水溶液と抗酸化物質 (例えば, ヒドロキノン) の水溶液を試料混合装置により, ESR キャビティー内にセットしたフラットセルに導入した。このセルにキセノンランプからの紫外線を照射して, OHラジカルを発生させた。抗酸化物質による紫外線の吸収を避けるため, フィルターU360 もしくは B370 を使用し, 300~400 nm の UV 光を選択的に照射した。生成した OHラジカルは DMPO でスピントラップし, DMPO-OHラジカルとして ESR (日本電子製: JES-FA2) で観測した。DMPO-OHの生成量は, 抗酸化物質の添加により減少する。過酸化水素と DMPO の濃度を変化させて, ヒドロキノンの添加量の増加に伴って DMPO-OHの生成量が減少する条件を検討した。

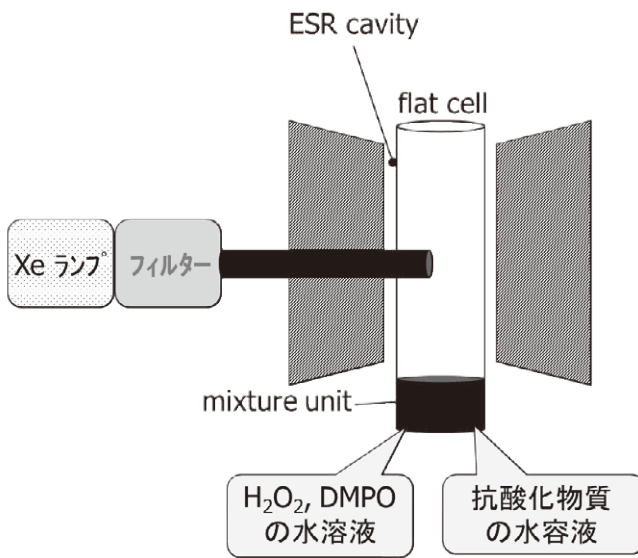


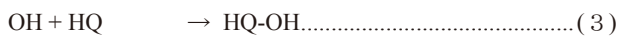
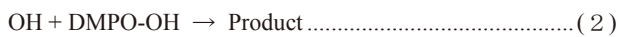
図1. OH ラジカル消去能測定システムの概略図

3. 結果及び考察

過酸化水素: 2.5 mM, DMPO: 200 μM でのヒドロキノン添加による DMPO-OH の生成量の変化を図2に示す。横軸にヒドロキノン濃度, 縦軸にヒドロキノン添加しない場合の DMPO-OH の ESR スペクトルの強度 ([DMPO-OH]₀) に対するヒドロキノン添加後の DMPO-OH の ESR スペクトルの強度 ([DMPO-OH]_t) の比をとり, 生成量の変化とした。

ヒドロキノンの添加量が 1~5 μM では, ヒドロキノンの添加量の増加によりむしろ DMPO-OH の生成量が増加した。この条件では, OH ラジカルの生成量が DMPO の濃度に対して高すぎるため, ヒドロキノンがない状態で DMPO-OH が OH ラジカルと反応して減少していた, と考えられる (反応式2)。ヒドロキノンを少量添加すると, DMPO-OH と反応していた OH ラジカルの分だけがヒドロキノン(HQ)と反応して, 見かけ上 DMPO-OH が増加した, と推測される。

<OH ラジカルの反応>



過酸化水素: 1 mM, DMPO: 200 μM 及び過酸化水素: 1.25 mM, DMPO: 500 μM でのヒドロキノン添加による DMPO-OH の生成量の変化を図3に示す。いずれも, ヒドロキノンの添加量の増加に伴い, DMPO-OH の生成量が減少している。また, DMPO の濃度が高い方が DMPO-OH の減少効率が低下する。

以上の結果から, U360 フィルターで波長選択した場合, 過酸化水素: 1~1.25 mM, DMPO: 200~500 μM で, ほぼ正確な抗酸化能の評価が可能と考えられる。今後は, この条件を用いて, 他のポリフェノール類や食品抽出物に対して抗酸化能の評価を検討する。

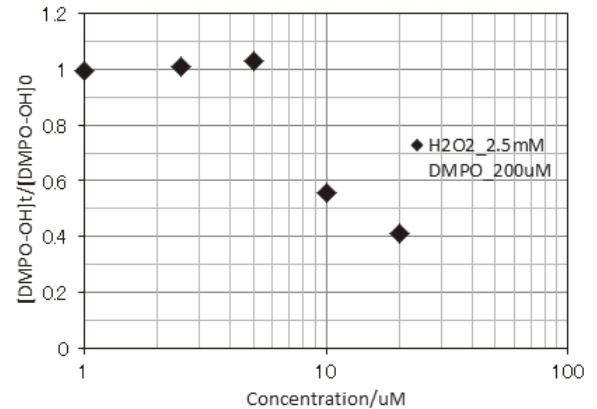


図2. 過酸化水素:2.5 mM, DMPO:200 μM, Filter:U360 でのヒドロキノン添加による DMPO-OH の生成量の変化

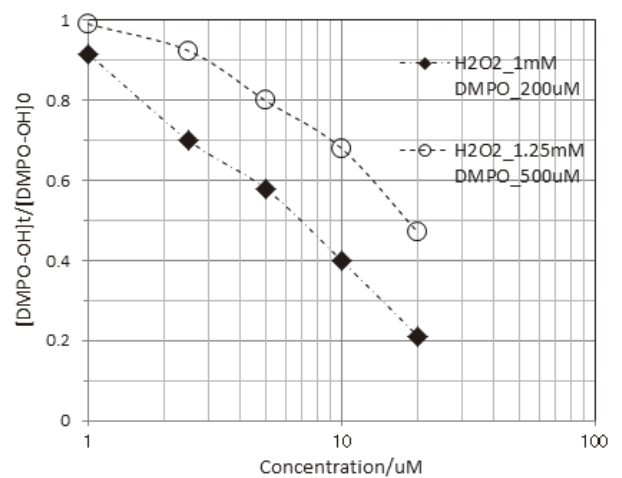


図3. 過酸化水素:1-1.5 mM, DMPO:200-500 μM, Filter:U360 でのヒドロキノン添加による DMPO-OH の生成量の変化

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 8 月 2 日再受付)

文 献

- (1) W. Brand-Williams, M. E. Cuvelier, and C. Berset, "Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity.", *Lebensm. Wiss Technol.*, 28, pp.25-30 (1995).
- (2) B. Ou, M. Hampsch-Woodill and R. L. Prior, "Development and validation of an improved oxygen radical absorbance capacity assay using fluorescein as the fluorescent probe.", *J. Agric. Food Chem.*, 49, pp.4619-4626 (2001).
- (3) R. Komatsu-Watanabe, Y. Sakurai, C. Morimoto, S. Sakamoto, K. Kanaori, and K. Tajima, "Quantitative Spin-trapping ESR Investigation on Reaction of Hydroxyl Radical and Selected Scavengers by a Newly Developed Flow-injection ESR System." *Chem. Lett.*, 37, pp.612-613 (2008).
- (4) 服部元, 牧村彩世, 畑光典, 武井安由知, 丹羽真清: "ESR スピントラップ法を用いた青果物における抗酸化力の測定", 第15回 ESR フォーラム研究会要旨集, pp.22-23 (2011).
- (5) K. Ohara, A. Shimizu, Y. Wada and S. Nagaoka : "Photochemical formation and decay of tocopheroxyl radical in vitamin E emulsion: A laser photolysis.", *J. Photochem Photobiol A*, 210, pp.173-180 (2010).

ハイトゲージ校正の不確かさ算出

西村 信司*¹⁾ 中西 正一*¹⁾

Uncertainty evaluation of a height gauge

Shinji Nishimura*¹⁾, Shoichi Nakanishi*¹⁾

キーワード: 校正, 不確かさ, ハイトゲージ

Keywords: Calibration, Uncertainty, Height gauge

1. はじめに

ISO 9000 ファミリーや JNLA 制度の普及により, 測定結果の信頼性において計測機器のトレーサビリティは必要不可欠となってきた。都産技研においても長さ測定機器の器差測定を行っている。トレーサビリティ確保のためには不確かさ評価を行う必要がある。中西らの報告⁽¹⁾によってノグスに不確かさを付与した証明書の発行が可能となった。そこで都産技研幾何形状測定室で, ブロックゲージを標準器としてハイトゲージ (以下 HG) の校正を行ったときの校正の不確かさを評価したので報告する。

2. 評価対象

2.1 標準器 HG の校正に使用する標準器は JIS 1 級相当のブロックゲージ⁽²⁾ (以下 BG) 100-600 mm を用い, 600 mm 以上の測定には 2 つの BG を連結して校正に用いた。また, 定盤には JIS 1 級の精密定盤⁽³⁾を用いた。

2.2 評価対象 JIS B 7517⁽⁴⁾に規定されている HG で最大測定長 1000 mm, 測定表示分解能 0.01 mm の電子式デジタル表示のものを対象とした。評価点は 0 mm から 1000 mm までの間で 100 mm 毎の 11 点とした。

3. 校正の不確かさ評価

3.1 関数モデル HG の校正値は次式⁽⁵⁾で表される。

$$D = I - T + L_i \quad (1)$$

このとき, D は HG の校正値, I は HG の指示値, T は標準 BG の長さ, L_i は各補正項である。校正の合成標準不確かさ $u_c(D)$ は (1) 式の関数モデルから次式⁽⁵⁾により導くことができる。

$$u_c^2(D) = u^2(I) + u^2(T) + u^2(L_i) \quad (2)$$

ここで, $u(I)$ は HG 指示値の不確かさ, $u(T)$ は BG の長さの不確かさ, $u(L_j)$ は各補正項の不確かさである。これらの成分の標準不確かさを算出し校正の不確かさ評価を行う。

3.2 指示値の標準不確かさ $u(I)$ 指示値の標準不確か

さを読み取り分解能と繰返し性/ランダム効果から評価した。

(1) 読み取り分解能 $u(I_1)$ 読み取り分解能として最小表示値の半値を限界値とする矩形分布として評価した結果。最小表示値が 0.01 mm の場合, ± 0.005 mm を限界値とする矩形分布として算出でき, 2.9 μ m の結果を得た。

(2) 繰返し性/ランダム効果 $u(I_2)$ 繰返し性/ランダム効果としてアッベ (Abbe) の誤差, 測定力の個人差, スクライバの平面度や定盤との平行度などの影響で測定値はばらつく。そこで, 以下に示す条件で測定した結果から評価した。

①同一測定者において, 測定範囲の 11 か所における繰返し 15 回の測定結果から, 3 回繰返し測定における標準偏差を算出するために測定値の標準偏差を $\sqrt{3}$ で除し, 5.1 μ m の結果を得た。

②ISO/IEC 17025 では校正者は校正する測定機に対しての熟練を求められている。本報告では異測定者による測定は行わず, 同一測定者での測定結果の最大差を異測定者による測定の最大偏差と仮定した。最大差 0.04 mm の半値を矩形分布で評価し, 11.6 mm の結果を得た。

上記①及び②より, 繰返し性/ランダム効果 $u(I_2)$ を次式より得た。

$$u(I_2) = \sqrt{(5.1)^2 + (11.6)^2} = 12.7 \mu\text{m} \quad (3)$$

(3) 指示値の標準不確かさ $u(I)$ の算出 (1) 及び (2) の結果から指示値の標準不確かさは次式より算出できる。

$$u(I) = \sqrt{(u(I_1))^2 + (u(I_2))^2} = \sqrt{(2.9)^2 + (12.7)^2} = 13.1 \mu\text{m} \quad (4)$$

3.3 標準 BG の長さの標準不確かさ $u(T)$ 標準 BG の長さの標準不確かさを標準器として使用する BG の校正値の無補正及び寸法の経年変化, さらに BG の連結によるものから評価した。

(1) 校正値の無補正 $u(T_j)$ 一般的に HG の校正では, BG の寸法誤差の補正は時間等の節約のため省略することが多い。そこで, 本報告においても寸法誤差の補正は省略し, 補正しない分を不確かさに盛り込むことにした。JIS B 7506⁽²⁾に規定されている 1 級の寸法公差を限界値とする矩

事業名 技術支援事業
*¹⁾ 高度分析開発セクター

形分布として算出する。ここで最大測長は BG の寸法を超えているため、1000 mm の測定は 600 mm と 400 mm の BG を、長尺 BG における連結用の穴⁽²⁾と市販の治具を用いて連結する。それぞれの BG の寸法公差(600 mm では $\pm 3 \mu\text{m}$, 400 mm では $\pm 2.2 \mu\text{m}$)を足し合わせ $5.2 \mu\text{m}$ を限界とする矩形分布として算出し $3.0 \mu\text{m}$ の結果を得た。

(2) 寸法の経年変化 $u(T_2)$ JIS B 7506⁽²⁾により規定されている寸法の安定度(600 mm では $\pm 0.35 \mu\text{m}$)を限界値とする矩形分布として算出でき、 $0.2 \mu\text{m}$ の結果を得た。

(3) BG の連結の影響 $u(T_3)$ 200 mm, 300 mm 及び 500 mm の BG を用いて BG 連結の影響を評価した。連結は指示値に影響を与えない範囲であるものと確認し、表示分解能 0.01 mm の半値である 0.005 mm を限界値とした矩形分布として評価し、 $2.9 \mu\text{m}$ の結果を得た。

(4) 標準 BG の長さの標準不確かさ $u(T)$ の算出 (1) 及び(2)の結果から標準 BG の長さの標準不確かさは次式により算出できる。

$$u(T) = \sqrt{(u(T_1))^2 + (u(T_2))^2 \times 2 + (u(T_3))^2} = 4.2 \mu\text{m} \quad (5)$$

3. 4 各種補正項の標準不確かさ

(1) 熱的効果 $u(L_{\text{thermal}})$ 各補正項の標準不確かさとして、まず熱的効果を次式⁽⁶⁾から評価した。

$$u^2(L_{\text{thermal}}) = L^2\theta^2u^2(\delta\alpha) + L^2\alpha^2u^2(\delta\theta) + L^2u^2(\theta)u^2(\delta\alpha) \quad (6)$$

ここで L は BG の長さ、 α は HG の線膨張係数、 α_s は BG の線膨張係数、 θ は HG の 20 °C からの温度偏差、 θ_s は BG の 20 °C からの温度偏差、 $\delta\alpha$ は HG と BG の熱膨張係数差、 $\delta\theta$ は BG と HG の温度差である。(6) 式の $u^2(\delta\alpha)$ 、 $u^2(\delta\theta)$ 及び $u^2(\theta)$ を算出することにより、この標準不確かさを評価することができる。また、本報告では、BG と HG は同材質の鋼製で、熱膨張係数は $(10.8 \pm 1) \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ としている。

①BG と HG の熱膨張係数の差 $u(\delta\alpha)$ BG と HG の材質による熱膨張係数の最大偏差を限界値とする矩形分布として算出でき、 $8.17 \times 10^{-7} \text{K}^{-1}$ の結果を得た。

②BG と HG の温度差 $u(\delta\theta)$ 十分に温度慣らし後の BG と HG の温度差は 0.5 °C を超えない範囲であると予想できる。このため、BG と HG の温度差を 0.5 °C を限界値と仮定した矩形分布として算出した。結果として 0.29 °C を得た。

③HG の 20 °C からの温度偏差 $u(\theta)$ 都産技研幾何形状測定室の温度環境は $20 \pm 0.5 \text{ °C}$ の仕様である。温度を 2 週間測定した結果、仕様範囲内であることを確認した。十分に温度慣らしした、HG の使用後の温度変化を考慮すると、 $\pm 0.1 \text{ °C}$ 範囲を超えないと仮定して 0.59 °C の結果を得た。

④熱的効果補正項の標準不確かさ $u(L_{\text{thermal}})$ の算出 ①、②及び③の結果から(6)式を用い、熱的効果を算出した結果を字式に示す。

$$\begin{aligned} u^2(L_{\text{thermal}}) &= (1000 \text{ mm})^2(0.5^\circ\text{C})^2(8.17 \times 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^{-1})^2 \\ &+ (1000 \text{ mm})^2(10.8 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1})^2(0.29^\circ\text{C})^2 \\ &+ (1000 \text{ mm})^2(0.59^\circ\text{C})^2(8.17 \times 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^{-1})^2 = 0.0102 \mu\text{m}^2 \\ u(L_{\text{thermal}}) &= 3.2 \mu\text{m} \quad (7) \end{aligned}$$

(2) 定盤の平面度 $u(L_{\text{flat}})$ 校正に用いた定盤は新規購入したもので、検査証が添付されている。この平面度は $10 \mu\text{m}$ であり JIS 1 級の平面度許容値を満たしている。この検査証より定盤の平面度による標準不確かさは $\pm 5 \mu\text{m}$ を限界値とする矩形分布と考え、 $2.9 \mu\text{m}$ の結果を得た。

3. 5 評価結果及び不確かさの合成 表 1 に HG の各成分での不確かさ評価結果を不確かさバジェット表として示す。

表 1. HG 校正の不確かさバジェット表

不確かさ成分	各成分の不確かさ	感度係数	uc への寄与 (μm)	タイプ
指示値の標準不確かさ $u(D)$		1	13.1	
読み取り分解能 $u(L)$	2.9 μm			B
繰返し性/ランダム効果 $u(L)$	12.7 μm			A
標準 BG の長さの標準不確かさ $u(T)$		1	4.2	
校正値の無補正 $u(T)$	3.0 μm			B
寸法の経年変化 $u(T_2)$	0.2 μm			B
BG の連結の影響 $u(T_3)$	2.9 μm			B
各種補正項の標準不確かさ			4.4	
熱的効果 $u(L_{\text{thermal}})$			3.3	
BG とハイトゲージの熱膨張係数の差 $u(\delta\alpha)$	$8.17 \times 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$	$L\theta$	(0.4)	B
BG とハイトゲージの温度差 $u(\delta\theta)$	0.29 °C	$L\alpha$	(3.2)	B
ハイトゲージの 20 °C からの温度偏差 $u(\theta)$	0.59 °C	$Lu(\delta\alpha)$	(0.5)	B
定盤の平面度 $u(L_{\text{flat}})$	2.9 μm	1	2.9	B
合成標準不確かさ 拡張不確かさ(k=2)			uc ^(D) = 14.5 μm U = 0.03 mm	

表 1 より各成分の合成標準不確かさは、14.5 μm となった。また、包含係数 k を $k=2$ としたときの拡張不確かさは 0.03 mm となった。拡張不確かさは測定分解能を超える範囲であり、測定分解能の約 3 倍の値となっている。

4. まとめ

今回、HG の校正における不確かさ評価を行った。最大測定長 1000 mm、最小表示分解能 0.01 mm の HG は拡張不確かさで 0.03 mm ($k=2$) の結果を得た。

本報告で HG の不確かさ評価手法が確立できた。今後さらなる評価を行うことで、不確かさが低減でき「長さ」区分の登録及び範囲拡大に役立つものと期待できる。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 8 月 10 日再受付)

文 献

- (1) 中西正一, 中村弘史, 樋口英一: 「長さ計測機器の校正における不確かさ評価」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No. 4, pp. 68-69 (2009)
- (2) 日本規格協会: 「JIS B 7506 ブロックゲージ」, (2004)
- (3) 日本規格協会: 「JIS B 7513 精密定盤」, (1992)
- (4) 日本規格協会: 「JIS B 7517 ハイトゲージ」, (1993)
- (5) 製品評価技術基盤機構: 「JCSS 不確かさ見積りに関するガイド(長さ(マイクロメータ, ノギス及びハイトゲージ))」, (2011)
- (6) 日本規格協会: ISO 国際文書 「計測における不確かさの算出のガイド」, (1996)

ノート

交流電流の校正における不確かさ評価

水野 裕正*¹⁾ 遠藤 忠*²⁾ 吉広 和夫*²⁾

Evaluation of uncertainty for the calibration of alternating current

Hiomasa Mizuno*¹⁾, Tadashi Endo*²⁾, Kazuo Yoshihiro*²⁾

キーワード: 交流電流, 校正, 不確かさ

Keywords: Alternating 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交流電流 (1mA, 10mA, 100mA 及び 1A, 周波数 20Hz, 40Hz, 100Hz 及び 1000Hz) 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

交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 USBGP-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。交流電流の校正原理は校正対象であるキャリブレータからシャント抵抗器に交流電流を流す。このときシャント抵抗器の両端に発生する交流電圧をデジタルマルチメータ (DMM) で測定し、シャント抵抗器の校正値からオームの法則 (電流 [I] = 電圧 [V] / 抵抗 [Ω]) を用いて求めた。交流電圧を測定する DMM は、事前に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直流電圧を校正し、交直変換標準器を用いて校正を行った。開発したシャント抵抗器を図 2 に示す。シャント抵抗器の開発には、放熱板にアルミシャーシを用いた超精密電力用抵抗器を使用した。シャント抵抗器は 100Ω, 10Ω, 1Ω 及び 100 mΩ の 4 つを開発した。この各シャント抵抗器は交流電流 1mA を校正する時に 100Ω を使用し、10mA を校正する時に 10Ω, 100mA を校正する時に 1Ω, 1A 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交流電圧は全て約 100mV 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ウェアのフロント画面を図 3 に示す。①は不確かさ評価を行う時に使用する数学モデルである。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

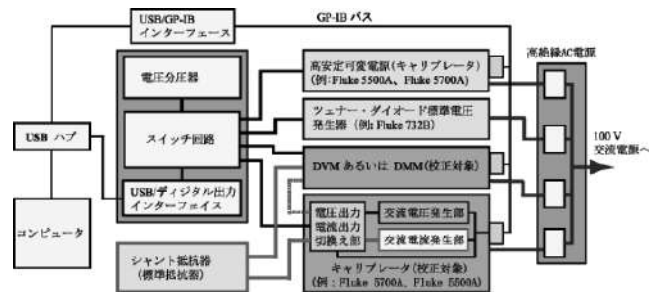


図 1. 交流電流校正システムの構成図

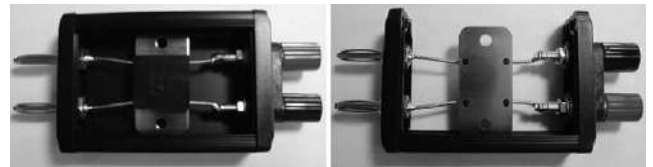


図 2. 開発したシャント抵抗器

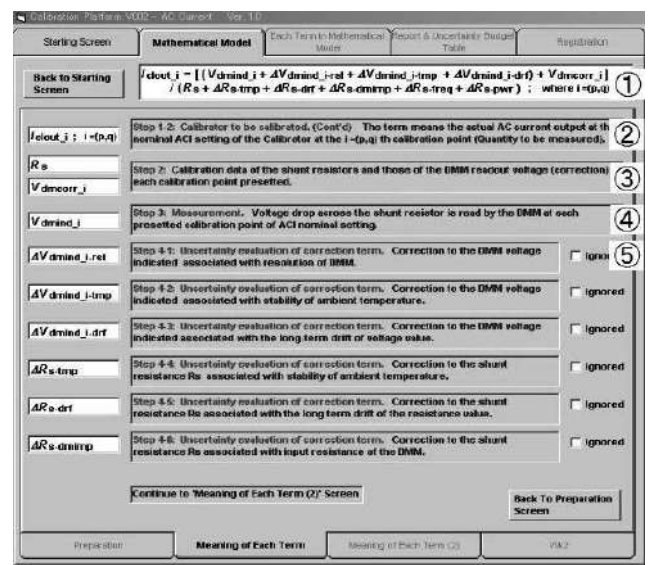


図 3. ソフトウェアのフロント画面

事業名 平成 23 年度 共同研究
 *¹⁾ 実証試験セクター
 *²⁾ MTA ジャパン株式会社

リックすることによりウィ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⑤以下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。⑤以下の不確かさ要因として今回は DMM の分解能、シャント抵抗器のドリフト、シャント抵抗器の DMM 入力インピーダンス、シャント抵抗器の周波数の影響を評価した。④の文字部分をクリックすると、図 4 の電圧測定画面が開く。図 4 の⑥は DMM の値を表示する測定画面である。⑦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。⑧は、交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。

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 100 Ω, 10 Ω 及び 1 Ω は 1.53 ppm, 100 mΩ は 2.55 ppm であった。DMM の校正値の標準不確かさは周波数ごとに異なり、20Hz で 41.1 ppm, 40Hz で 14.8 ppm, 100Hz で 23.0 ppm, 1000Hz で 19.7 ppm であった。測定電圧のばらつきの標準不確かさは最小値で 1.94 ppm, 最大値で 6.63 ppm であった。DMM の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共通で 5.77 ppm であった。シャント抵抗器のドリフトの標準不確かさは 0.121 ppm から 0.126 ppm であった。シャント抵抗器の DMM 入力インピーダンスの標準不確かさは 100Ω が 8.66 ppm, 10Ω が 0.866 ppm, 1Ω が 0.0866 ppm, 100 mΩ が 0.00866 ppm であった。シャント抵抗器の周波数の影響の標準不確かさは 4.56×10^{-3} ppm から 1.84×10^{-10} ppm であった。表 1 に 100mA (周波数 100Hz) のバジェット表を示す。校正値は 99.9975mA であり、その拡張不確かさは 47 ppm であった。その他の交流電流の校正値とその不確かさ評価を表 2 に示す。キャリブレータの交流電流(1mA, 10mA, 100mA 及び 1A, 周波数 20Hz, 40Hz, 100Hz 及び 1000Hz) の校正の拡張不確かさは 32 ppm から 83 ppm の範囲で評価することができた。これらの拡張不確かさの値は全てにおいてカタログ仕様 (155 ppm から 585 ppm) より良い不確かさ評価の結果となった。

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交流電流の不確かさ評価を行った。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 24 年 5 月 28 日受付, 平成 24 年 7 月 5 日再受付)

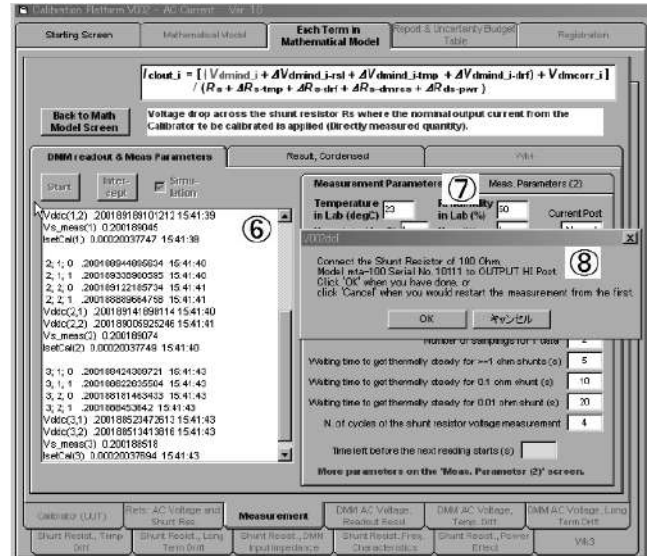


図 4. 電圧測定画面

表 1. 100mA (周波数 100Hz) 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	1.53	
DMM の校正値	23.0	
測定電圧のばらつき	2.81	
DMM の分解能	5.77	
シャント抵抗器のドリフト	0.123	
入力インピーダンス	0.0866	
周波数の影響	4.56×10^{-7}	
校正値: 99.9975 mA	合成標準不確かさ	23.9
	拡張不確かさ(k=1.96)	47

表 2. 交流電流の校正値とその不確かさ評価

交流電流	周波数 (Hz)	校正値	拡張不確かさ (ppm)
1 mA	20	0.999796 mA	83
	40	0.999775 mA	36
	100	0.999770 mA	51
	1000	0.999776 mA	45
10 mA	20	9.99990 mA	82
	40	9.99965 mA	33
	100	9.99953 mA	47
	1000	9.99950 mA	41
100 mA	20	100.0012 mA	82
	40	99.9990 mA	35
	100	99.9975 mA	47
	1000	99.9987 mA	41
1 A	20	0.999964 A	82
	40	0.999928 A	32
	100	0.999910 A	47
	1000	0.999933 A	41

ノート

主成分分析による天然材料(亜麻・苧麻)鑑別と依頼事業への応用

宇井 剛*¹⁾

Natural material (Linen/Ramie) discrimination by Principal Component Analysis, and application to a requested examination

Tsuyoshi Ui*¹⁾

キーワード：主成分分析，天然材料，亜麻，苧麻

Keywords：Principal component analysis, Natural material, Linen, Ramie

1. はじめに

天然材料は、再生可能なカーボンニュートラルな材料として期待されている。しかし天然材料の品質を保証するために必要な素材の鑑別は、長年の経験と熟練が必要であり、習熟者の不足ともに時間とコストがかかる傾向にある。

本件では亜麻・苧麻を試料として用い、熟練を要しないで客観的に短時間で天然材料を鑑別する方法として、主成分分析による鑑別を試みた。亜麻と苧麻は、IRのチャートを比較してもほとんど区別はできない程違いを表す情報は少ない。そこで、外的要因の有る回帰分析(定量的)の前段階として、外的要因の無い主成分分析(PCA)とFT-IRを利用した、天然材料の鑑別を検討した。そして城東支所は新規事業として、計量化学(ケモメトリックス)の依頼事業化についても検討してきたので、本件の成果の依頼試験事業への応用について検討した。

2. 試験

2.1 試験条件

(1) 試験試料

試験試料は亜麻2試料(25/2(織度/撚り本数)を2種類)、苧麻2試料(15/5, 20/2)の4試料を用いた。天然材料は入手したままでは夾雑物が多いため、以下の条件でソーピングした後、標準試料とした。

・ソーピング条件

ソーピング剤(非イオン)：

ポリオキシアルキレンアルキルエーテル 1g/L

浴比：1:30 温度：60℃ 時間：20分

後処理：温水洗(40℃：10分)

→温水洗(40℃：10分)→冷水洗(10分)

(2) FT-IR 測定条件

光源：標準光源

検出器：TGS

分解：4cm⁻¹

測定範囲：400～4000cm⁻¹

データ間隔：0.964233 cm⁻¹ データ数：3736

機種：日本分光株式会社 FT/IR-6100typeA

2.2 解析条件

(1) 解析ソフト

・Spectra Manager Version 2 PCA モデル作成/予測プログラム Ver.2.02A (日本分光株式会社)

(2) 解析波長範囲の選定

天然材料は吸水性が良く湿度等の影響を受けやすい、そして比較的多くのFT-IRが安定して多くの情報を得られる事を考慮して、800cm⁻¹～1800cm⁻¹の範囲を検討した。

(3) 試料の測定及び解析方法

試料はKB r錠剤法で10回測定したスペクトルを用いた。スペクトルの前処理として、解析波長範囲の最大吸光度を1として各データを補正した後透過率に戻し、差分法による1次微分処理をおこなった。そして亜麻・苧麻それぞれを同一グループとして合わせ、主成分数(P.C.)を9として主成分分析をおこなった。主成分分析は亜麻・苧麻の微小な測定結果の違いを、定性的に抽出するために用いた。

2.3 測定結果

(1) 標準試料の解析波長範囲の決定及び解析結果

標準試料を測定して主成分分析をおこなった。その結果、850cm⁻¹～1150 cm⁻¹の範囲で主成分数を3まで用いると、P.C.1, P.C.2, P.C.3, 共にスコアが高く、この波長範囲が解析に適している事がわかった。この時亜麻・苧麻の差は、P.C.2・P.C.3で説明され鑑別する事ができた。しかし寄与率はそれぞれ0.32%・0.15%で、非常に少ない情報量である事が確認できた。主成分グラフと標準試料P.C.2, P.C.3のスコア・寄与率を図1に記す。

(2) 精練試料の解析結果

天然材料は多くの夾雑物を含んでいる。本研の亜麻・苧麻も油脂・膠質物等を含んでおり、これらの性質に差がある事⁽¹⁾が知られている。亜麻・苧麻がFT-IRとPCAによって判別されるのは、夾雑物による影響が大きい事は容易に想像され

る。しかし天然材料は目的によって、異なった精練条件で精練がおこなわれる。そこで実際に亜麻・苧麻を取り扱っている企業・組合に精練条件について聞き取り調査をおこなった。その結果、通常一番多くおこなわれている精練条件を条件1、品質を損なわない上限の精練条件を条件2とした。そして標準試料をこの2条件で精練をおこない、PCAに対する精練の影響を確認した。

- ・条件1 NaOH : 4g/L 時間 : 30分
 - ・条件2 " : 6g/L " : 60分
- 他の同一条件を以下に記す。

温度 : 95°C以上 浴比 1 : 30
 精練剤 (非イオン) : ポリオキシアルキルエーテル 1g/L
 後処理 : 温水洗 (60°C : 10分) → 酢酸処理 (1g/L : 20分)
 → 湯洗 (40°C : 10分) → 水洗 (10分)

図2に a) 条件1, の P.C.2, P.C.3, b) 条件2, の P.C.1, P.C.2 のスコア・寄与率を記す。

標準試料では、亜麻・苧麻の差は P.C.2, P.C.3 に現れたが、条件1では P.C.1, ~P.C.3 で差を説明できず鑑別できなかった。しかし条件2では P.C.1 で差が説明され鑑別する事ができた。精練によって夾雑物の組成割合が変化して、精練の強さによって異なった各主成分が現れたと考えられる。

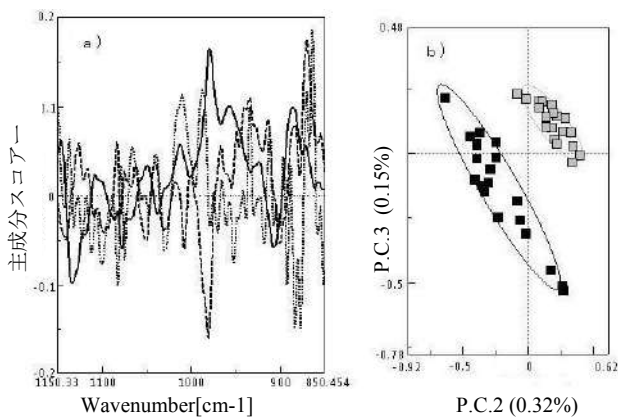


図1. 標準試料主成分分析結果 : a) 波長範囲850cm⁻¹~1150cm⁻¹の主成分グラフ, — P.C.1, - - - P.C.2, ···· P.C.3, b) P.C.1, P.C.3(寄与率)のスコア, ■ : 亜麻 □ : 苧麻

(3) 解析波長範囲を変え条件1試料の再解析

条件1では、標準試料を元に求めた解析波長範囲では、亜麻・苧麻の鑑別をする事ができなかったが、夾雑物は条件2より多く残っていると考えられる。そこで解析波長範囲を選定し直して鑑別を試みた。その結果波長範囲 970cm⁻¹~990cm⁻¹において、P.C.1,P.C.3を用いると鑑別する事ができた。

P.C.1の寄与率は99.1%と情報量が高い。しかし選別した波長範囲が狭いため、スコアの値が極めて狭く精度が低くなると考えられる。図3に波長範囲970cm⁻¹~990cm⁻¹のP.C.1, P.C.3のスコア・寄与率を記す。

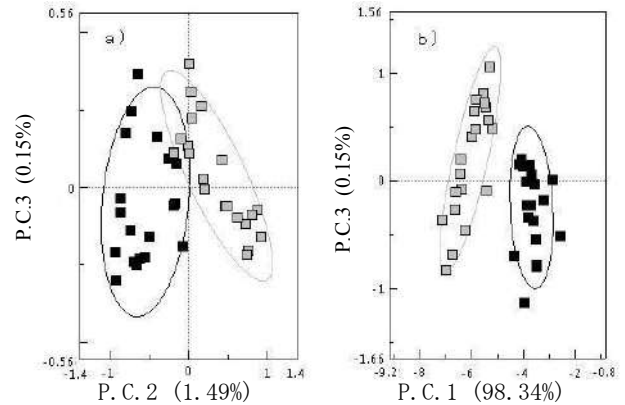


図2. 精練条件1,2の(寄与率)のスコア : a)条件1, b)条件2, ■ : 亜麻 □ : 苧麻

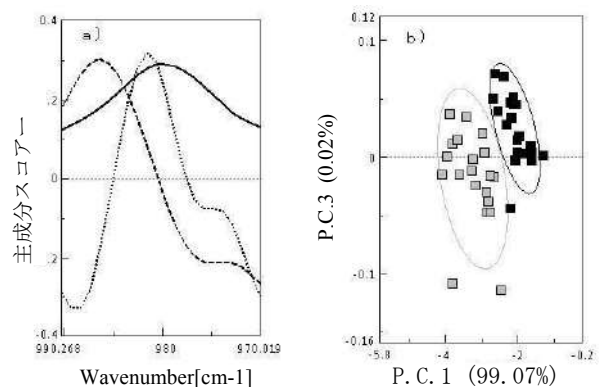


図3. 条件1試料再解析結果 : a) 波長範囲970cm⁻¹~990cm⁻¹の主成分グラフ, — P.C.1, - - - P.C.2, ···· P.C.3, b) P.C.1, P.C.3(寄与率)のスコア, ■ : 亜麻 □ : 苧麻

3. まとめ

- 天然材料 (本件の亜麻等) の判別を PCA で行った場合、
- ・従来 IR では鑑別が困難と言われていたセルロース系天然材料 (本研究では亜麻・苧麻) を鑑別する事ができた。
 - ・主成分分析は精練条件により大きな影響を受けると共に、精練条件の違いも検出できる可能性が示唆された。
 - ・解析条件を精査することにより、種々の鑑別に柔軟に対応でき、外的要因のある PLS 利用の可能性が示された。
- 以上の事をふまえて主成分分析を用いた依頼事業として以下の2点が考えられる。
- ・工場、事業所等各企業が通常受け入れている天然材料を母集団としたデータベースの構築。
 - ・このデータベースを元にした、受け入れ天然材料の品質のスクリーニング。

(平成24年5月18日受付, 平成24年8月21日再受付)

文 献

(1) 日本学術振興会染色加工第120委員会 : 新染色加工講座 (5) 精練・漂白, 共立出版株式会社, pp.79-83, (1972)

男性用抱っこコートの開発

加藤 貴司*¹⁾ 平山 明浩*¹⁾ 藤田 薫子*²⁾

Development of Coat with a Baby Pouch for Men

Takashi Kato*¹⁾, Akihiro Hirayama*¹⁾, Kaoruko Fujita*²⁾

キーワード：ダッカー，抱っこ紐，乳児，男性，コート，イクメン

Keywords：Baby pouch, Baby carrier, coat, men's, for men

1. まえがき

従来の育児製品は女性用の製品が多く，製品のサイズやデザインなど男性をターゲットにした製品は見られなかった。昨今では，育児に参加する男性が急増していることから男性をターゲットにした育児製品の需要が見込めると考えられる。そこで男女兼用の製品である抱っこ具に着目し，抱っこ具を使用しながら上から着用できる男性用衣服（コート）の開発を行った。

2. 内容

2.1 抱っこ具の調査 抱っこ用コートを作成する上で課題となる，内包される乳児の姿勢について，抱っこ紐メーカーにヒアリングを行った。

乳児の抱かれる姿勢については，股関節脱臼が最も懸念されていることがわかった。これらを防止するため，生後3ヶ月未満から使用できる抱っこ紐は「腰抱き」（図1）といわれる乳児が座った姿勢がとれる抱き方が多い。また3ヶ月以降からは，乳児の下肢が伸展した形になる抱き方「たて抱き」（図2）を採用する製品もあることがわかった。



図1. 腰抱き



図2. たて抱き

2.2 「腰抱き」と「たて抱き」の周長の変化 「腰抱き」と「たて抱き」のウエスト部の周長の変化を算出した。計測に使用した成人用ボディは株式会社キヤ製造のグレタス A4（身長 165 から 170cm）と乳児用はベビー用フィッティングマネキン（身長 80cm），日本工業規格 JIS L4001

事業名 平成23年度 基盤研究

*¹⁾ 墨田支所*²⁾ 技術経営支援室乳児用衣料のサイズ⁽¹⁾を参考にした（表1）。

表1. 成人男性（165-170 cm）と乳児（80cm）のサイズ

	バスト	腹囲	ヒップ	背肩幅	総丈
成人男性	98.0	90.0	96.0	43.0	142.0
乳児	48.7	45.4	46.9	21.8	64.0

単位 cm

「腰抱き」は乳児の脚が成人のウエスト部分に位置するため「たて抱き」に比べ，ウエスト部分が10から15cmほど増えることがわかった。

2.3 男性用抱っこコートの試作 抱き方の違いによる周長の変化に対応するために，ダッカー（コートに装着する補助布）には伸縮素材のニット生地（組織：3×2 ゴム編み）を使用した。コートのデザインはビジネススーツとコーディネートしやすいトレンチコートのデザインを選定した。そして，ダッカー不要時にはマフラーとして身につけることができる形状を考案し，型紙の作成を行った⁽²⁾。

ダッカーとして使用する場合は，長辺に対し二つ折にし（図3），不要時には短辺に対し二つ折にすることで，マフラーとしても使用可能である（図4）。

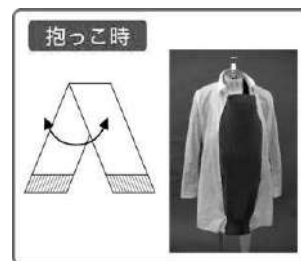


図3. ダッカー



図4. マフラー

2.4 ダッカーとコートとの接続手段の選定 ダッカーとコートを接続する副資材としてファスナとボタンについて検討を行った。ファスナでは縫製した両端部が硬くなる点，マフラー使用時に務歯部分が首元に当たる点が問題として残った。

次にボタンでは、編成によりボタンホールを形成することで、コートの開口に利用していたボタンとダッカーが接続可能になった。ボタンの場合、ファスナで見られた問題点がなかったため、本研究ではボタンによる接続方法を選定した(図5)。



図5. 編成により形成したボタンホール 図6. 衣服圧の測定

2.5 締め付けの検証 抱っこコートに内包される乳児への締め付けを計測するため、ニットと織物のダッカーで衣服圧の比較を行った。ニットと織物の比較を行った理由は、開発品ではダッカーにニット生地を使用しているが、既製品の女性用抱っこコートでは織物が使用されることが多いためである。

(1) 測定方法 乳児のマネキンの5つの部位(頭部、腰部、臀部、左足踝、右足踝)に衣服圧センサーを取り付け(図6)、以下の素材とサイズで測定を行った。

(2) 試料 織物(組織:平織り, 綿:100%, 重さ:137g/m², 経糸:23本/cm, 緯糸:24本/cm, 厚さ:0.32mm)。

ニットの素材(組織:3×2ゴム編み, 糸:アクリル70%・ウール30%, 重さ:291g/m², 糸太さ:48番双糸 引き揃え, 厚さ:3.71mm)。

(3) 結果及び考察 ニットと織物それぞれのダッカーで衣服圧を測定した結果を表2に示す。

織物aは臀部を除き、いずれの項目でも最も高い数値を見せた。ダッカーにつれじわが見られることから頭部の締め付けがきついと考えられる(図7)。

織物bは15cmのゆとりがあることから、乳児へ接触面がなく、締め付けはないが、広いゆとりによりコート首元が開いてしまう(図8)。

ニットでは伸縮性により、コート首元は閉じた形状でありながら、ゆとりの多い織物bと近似値の衣服圧を見せた(図9)。

表2. ダッカーの違いによる衣服圧の測定結果

試験布	頭部	腰部	臀部	左足踝	右足踝
織物 a, 幅 30cm	11.3	3.2	0.0	6.1	5.8
織物 b, 幅 45cm	0.0	1.4	0.0	0.0	0.0
ニット, 幅 30cm	1.4	1.5	0.0	0.0	0.0

単位: hPa 試験布の長さはすべて 86cm



図7.織物aのつれじわ 図8.織物bの首元 図9.ニットのダッカー

3. まとめ

伸縮素材のニット生地でダッカーを開発することにより、「たて抱き」、「腰抱き」の抱き方の違いによるウエスト部分の周長の変化に対応できるコートを開発した(図10)⁽⁹⁾。既製品は、ダッカー単体ではリユース方法がないため不要品となっていたが、本研究ではマフラーとして使用可能な設計とすることで、新しいダッカーを開発することができた(図11)。また衣服圧を測定した結果、開発品のダッカーは乳児への締め付けが少なく、適度にコート首元が閉じられていた。



図10. ダッカーとして着用時



図11. マフラーとして着用時

今後は、ダッカーの編地に年ごとに変わる流行色や柄を取り入れるため、流行色の調査や柄を表現する編成方法などを検討していく。また保温性の向上のためにライナー(取り外し可能なコートの裏地)を用いた設計も考慮したい。

(平成24年5月18日受付, 平成24年8月3日再受付)

文 献

- (1)日本規格協会 「乳幼児用衣料のサイズ JIS L4001」 pp.2-5 (1998)
- (2)株式会社アミコファッションズ 「工業用パターン ガイドブック」 pp.250-251 (1981)
- (3)加藤貴司:「補助布付きコート, 補助布及びマフラー」, 特願2012-181879号

コアコンピタンスブランド構築の支援

平山 明浩*¹⁾ 加藤 貴司*¹⁾ 唐木 由佑*¹⁾ 大石 恭寿*²⁾ 佐藤 利恵*²⁾

Support for core competence brand construction

Akihiro Hirayama*¹⁾, Takashi Kato*¹⁾, Yusuke Karaki*¹⁾, Yasukazu Oishi*²⁾, Rie Sato*²⁾

キーワード：ニット, コアコンピタンスブランド

Keywords : Core competence brand

1. はじめに

グローバルな時代，多品種，小ロット，個性化を求めるファッションマーケットに対して，下請け体質のままでは，企業としても産地としても今後の大きな発展は望めない。そこで，企画と製造を一体化し，自らが発想力豊かな商品開発を行い，付加価値創出型工場への転換が求められている。

本研究では墨田区産地の得意とするニット技術をコア技術と位置づけ，これとアパレル技術（型紙設計，縫製）を融合したモノづくりにより，コアコンピタンスブランドの構築を支援した。また，新ブランドのコンセプトの中に東日本大震災以降のマーケットニーズを取り入れ，ファッションの差別化だけではなく，節電，災害対策等のキーワードも意識した製品を提案した。

2. 内容

本研究におけるブランドの製品開発の流れを以下に示す。①市場調査②コンセプト設定（異素材ミックス）③ブランド名決定（メリラボ）④ロゴグラフィックデザイン⑤製品企画⑥設計⑦試作⑧ブランド商標登録（甲乙共同）

2.1 調査・コンセプト設定 マーケティング・企画機能・デザイン力など，企業としての情報受発信力強化のために市場調査を行った。銀座，原宿，渋谷，新宿，上海の先行指標型セレクトショップ（18店）での店頭調査の結果，価格に関わらず，異素材とのミックスコーディネートの商品が売れており，マーケットで受け入れられていることが明らかになった。

2.2 ブランド名決定 ニット技術と他技術の融合による製品なので，メリヤス（ニット）＋ラボラトリー（実験室）の造語で呼称をメリラボ（図1）とした⁽¹⁾。



図1. ブランド商標
商標登録：区分第18類、25類、28類認定

2.3 本研究の製品開発例 ニット製造業が創る横編生地，丸編生地を主役とした新ブランドの製品開発を行った。以下キーワード別に開発例を紹介する。

(1) キーワード：節電

《クールビズニットシャツ》

一般にシャツは裾をパンツに入れて着用するが，クールビズを意識して，裾をパンツの外に出してオーバーシャツとして着用できる丸編生地のシャツを設計した（図2）。また，ニット用ミシンでシャツを縫製することによってデザイン効果（ステッチ），機能向上（伸縮性）を特徴としている（図3）。



図2. ニットシャツ



図3. ステッチデザイン

(2) キーワード：災害対策

《使い捨て防寒避難服》

リサイクル可能な気泡緩衝材（ポリエチレン製 例プチプチ川上産業等）（図4）とガムテープ，面ファスナーを利用して，防寒性に優れた使い捨て避難服（ベスト型）を設計した（図5）。特徴を以下に述べる。

①前身頃，後身頃，フードのパーツを組み立てて，着用する。パーツ組み立てには面ファスナーを使用。簡易に組み立て分解が可能。②後身頃に段ボールを貼付し緊急情報を表示できる（図5）。③前身頃にビニール製透明ポケットを付け，非常持ち出し品を収納できる（図5）。④後身頃単体で乳児の「おくるみ」（図6）になる。

《ニット製小袋》

丸編生地の非常持ち出し品袋で，突起があるデザインとし，手袋としても利用できる（図7）。表面には中身がわかるグラフィックデザイン（図8）をプリントする。



図4. 気泡暖衝材



図5. 使い捨て避難服



図6. おくるみ



図7. ニット小袋



図8. グラフィックデザイン

《お助けニット猫》

縦サイズ13.5cm, 前足部がクリップ構造で挟んで固定でき、頭に防犯ブザー、尻尾に笛を装着し、緊急時に音が出る。癒し効果があるマスコット風のデザイン設計 (図9)。



図9. お助けニット猫

(3) キーワード：差別化

《異素材マフラー》

異素材である丸編生地+横編生地+プリント織物の組み合わせでマフラーをデザインした。制作手順は、丸編生地をベースに横編生地、織物を縫い付け、これをオリジナルデザインとした。次に量産化するために、上記マフラー全体の柄をスキャナーで取り込み柄データとして丸編生地にプリントした。デザイン面では流行等を考慮し、プリント処理をする丸編生地との調和を重視した (図10)。図11に着想イメージを示す。



図10. 試作マフラー (異素材ミックス)



図11. 着装

《異素材ニットバック》

横編生地+丸編生地+ツイード織物+帆布の組み合わせでショルダーバックをデザインした。特に、部分使いをするツイード織物は高級素材を選定し、既存品との差別化を図った (図12)。横編生地はデザインイメージと色を合わせるために、双糸を構成する2色の糸の割合を変えることによりオリジナルカラーの編地を作成した。また、縫製は、本縫いだけでなく、Tシャツ等で利用されている扁平縫いを取り入れ、バックデザインに生かした。機能面では裏側には携帯電話 (iPhone 等) の収納機能を外付けした (図13)。



図12. ニットバック



図13. 収納機能外付け設計

《和紙ジャンパー》

ジーンズとのコーディネートアイテムとして人気の高い軍服であるフライトジャケット⁽²⁾を日本の伝統である和紙と横編生地を用いデザイン設計を行った (図14)。

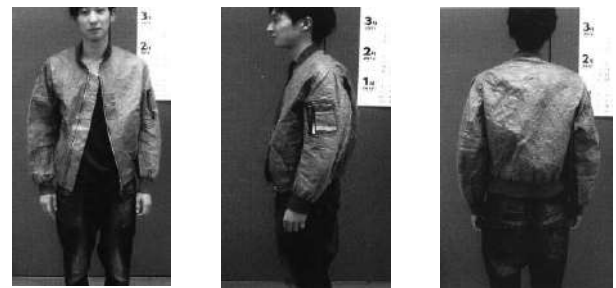


図14. 和紙ジャンパー

3. まとめ

墨田区のように都市生活者に近いところでファッション製品をつくれれば生産と消費の距離が短くなり、製造から消費までの時間・物流面からみても有利である。産地活性化のキーワードは、「ファッションを創れる墨田区」として世界から信頼されることが望ましく、メイドインジャパンのブランドはグローバルな時代に必要である。また、東日本大震災以降のマーケットニーズとして節電、災害対策は日本全体に浸透している。本研究では産地が得意とするニット (編地) の魅力とマーケットニーズを融合させた独自技術から製品群を提案し、コアコンピタンスブランド構築支援を行うことができた。

今後、ジャパン・ベストニット・セレクション (2012年12月 東京国際フォーラム) にブランド商品を出展する予定である。

(平成24年5月18日受付, 平成24年8月9日再受付)

文 献

- (1) (地独) 東京都立産業技術研究センター, 大石メリヤス株式会社: 「merilabo (図形商標)」, 商標登録第5492668号
- (2) 西村直樹: 「フライトジャケット大辞典」

ノート

斜め貫通孔を有する金属製ロッドの圧縮曲げ特性評価

西川 康博*¹⁾ 阿保 友二郎*¹⁾

Evaluation of Compression Bending Properties of Metallic Rod with Angled Through-hole

Yasuhiro Nishikawa*¹⁾, Yujiro Abo*¹⁾

キーワード：圧縮曲げ特性，金属製ロッド

Keywords：Compression Bending Properties, Metallic Rod

1. まえがき

高齢化社会の到来に伴い、身体機能を補うため体内に医療機器（インプラント）を埋入する手術が増加傾向にある。大腿骨転子部骨折に対し、骨折部を固定するためのインプラントにショート・フェモラル・ネイルがある⁽¹⁾⁽²⁾。このショート・フェモラル・ネイルの力学的特性評価法の一つが圧縮曲げ試験法であり、ASTM F384やJIS T 0313で規定されている。しかし、使用中の破壊が許されず、長期耐久性が要求されるインプラントには、規格で示される最終的な試験結果だけでは不十分である。そこで本研究では、ショート・フェモラル・ネイルを模擬した金属製ロッドを用いた圧縮曲げ試験を行い、(1)破壊部分の特定と破壊原因の検討、(2)歩行姿勢を考慮した試験条件下における評価手法の検討を行った。

2. 試験方法

2.1 試験片 図1に試験片の形状及び寸法を示す。試験片の材質はTi-6Al-4V（ASTM F136に準拠）とした。材料の引張強さ、耐力及びヤング率は、それぞれ、969 MPa、807 MPa及び107 GPaである。

2.2 試験方法 圧縮曲げ試験では、JIS T 0313を参考に試験片を鉄鋼製の治具（固定治具と呼ぶ）に固定し、試験片の円孔部には合金鋼製の治具（試験機を用いて圧縮荷重を加えるための治具）を設置した。また、固定治具を傾斜させることにより、歩行姿勢（足を前に踏み出した姿勢）を考慮した試験条件を作り出した。図2に固定治具を傾斜させた場合の試験片の固定状況を示す。ここで、傾斜角度は15°及び30°とした。

試験には万能材料試験機（AUTOGRAPH AG-100kNX：島津製作所）を用いた。試験は変位制御で行い、変位速度を10mm/minとした。試験はすべて実験室環境下（23±2℃，50±5%RH）で行った。

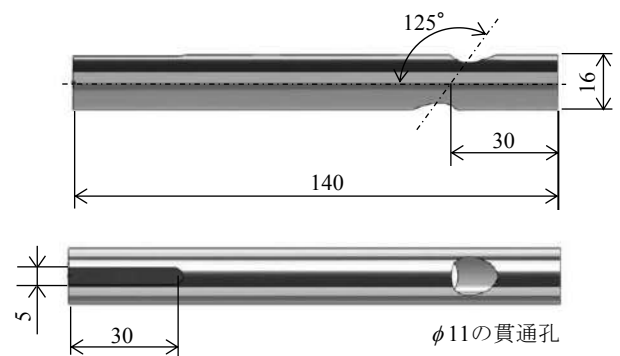


図1. 試験片形状及び寸法

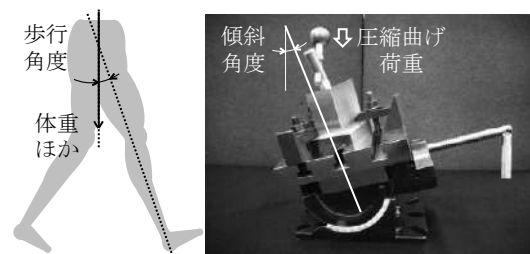


図2. 固定治具を傾斜させた場合の試験片の固定状況

3. 結果及び考察

3.1 円孔端部における破壊 図3に代表的な荷重-変位線図を示す。初期においては荷重と変位の関係は線形を示し、その後、両者の関係は非線形となった。最大圧縮曲げ荷重は6.79kNであった。破壊発生部は試験片の円孔端部であり、圧縮曲げ荷重により発生した引張の応力集中が原因であると考えられる。そこで図4に示すように、破壊が生じる応力集中部に予めひずみゲージを貼り付け、圧縮曲げ荷重とひずみの関係を調べた。その結果を図5に示す。図に示すように、初期は荷重とひずみの関係は線形であったが、荷重が2kN付近でひずみに対する荷重の増加率が低下する傾向を示した。このように応力集中部では早い段階から弾性変形範囲を超える引張応力が発生していることを確認した。

3. 2 傾斜角度の影響 図6に試験片を傾斜させた場合の荷重-変位線図を示す。図に示すように、傾斜角が大きくなるに伴い、初期における荷重-変位線図の傾きが小さくなった。傾斜させることにより、試験片には圧縮曲げ荷重のみならず、ねじりトルクも負荷される。このため、傾斜がない場合と比較して、変形量が大きくなり、初期における荷重-変位線図の傾きも小さくなったと考えられる。図7に試験後の様子を示す。図に示すように、傾斜させた場合、試験片に設けた貫通孔に沿って破壊が生じた。ねじりトルクが加わることで、円孔端部に多軸の応力が発生し、破壊方向が変化したと考えられる。

4. まとめ

本研究で得られた成果を以下に示す。

- (1) 引張の応力集中により、円孔端部から破壊が生じることを確認した。
- (2) 歩行姿勢 (15° 及び 30° 傾斜) を考慮した試験方法を提案し、JIS 等で規定されている試験方法とは異なる結果 (破壊様相) が生じることを確認した。

今後、さらに多くのデータを取得し、また、シミュレーション (応力解析) を利用しながら、ショート・フェモラル・ネイルの耐疲労設計に関して検討を進める予定である。

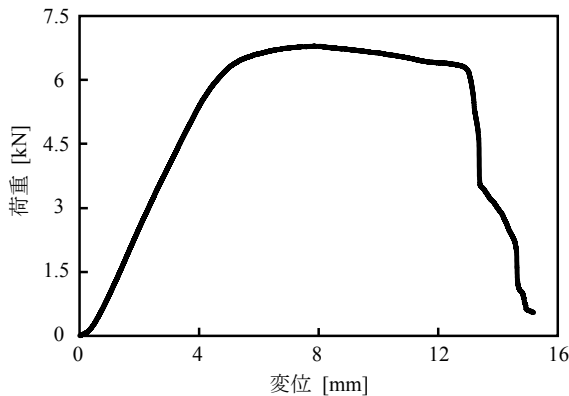


図3. 荷重-変位線図

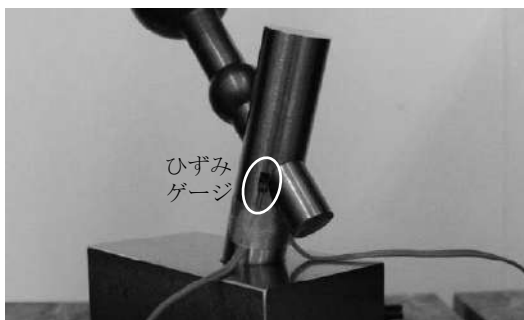


図4. ひずみゲージの貼り付け状況

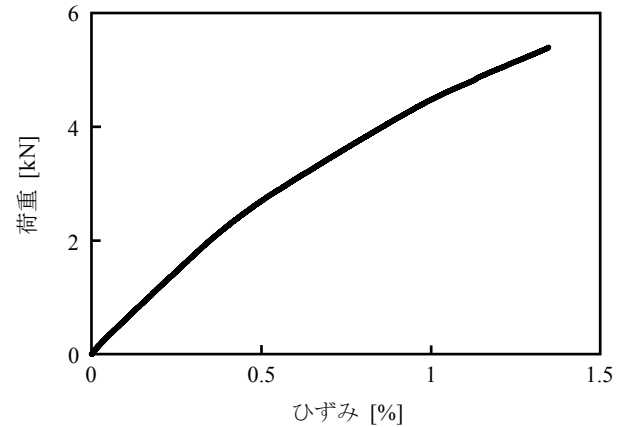


図5. 荷重-ひずみ線

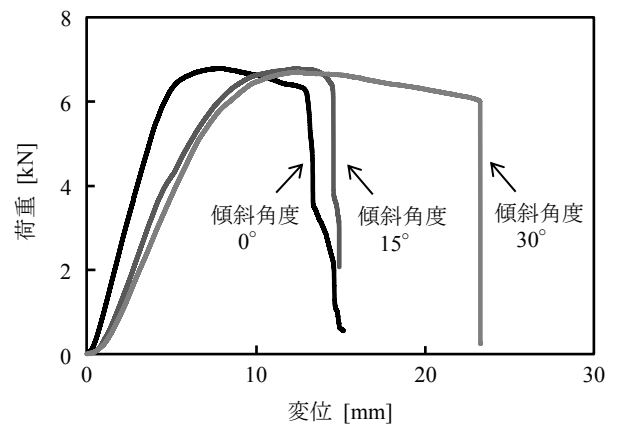


図6. 荷重-変位線図 (傾斜角度を考慮した場合)



図7. 試験後の様子

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 30 日再受付)

文 献

- (1) 松下隆, 渡部欣忍: 「大腿骨頸部/転子部骨折診療ハンドブックーガイドラインに基づいた診療の実際ー」, 南江堂, pp. 51-54 (2009)
- (2) 岡光義光, 後藤恵美子: 「Compression Hip Screw, ショート・フェモラル・ネイル及び骨端プレートの力学的試験方法の検討」, 日本臨床バイオメカニクス学会誌, Vol.29, pp. 459-466 (2008)

表面性状評価法の最適化に関する研究

小船 諭史*¹⁾ 中西 正一*²⁾

Study of Optimization for Surface Texture Evaluation Methods

Satoshi Kobune*¹⁾, Shoichi Nakanishi*²⁾

キーワード：表面性状、表面粗さ、面領域の表面性状

Keywords：Surface Texture, Raughness, Areal Surface Texture

1. 研究背景及び目的

表面性状を測定する測定方式は複数種類存在するが、測定方法及び解析方法は輪郭曲線方式のみ規格が整備されている状況である。そのこともあり、輪郭曲線方式とそれ以外の測定方式間で測定結果あるいは解析値が異なるとの報告が寄せられている^{(1),(2)}。都産技研においても、特に面領域の表面性状等の測定の際に同様の事例を確認している。この問題を解決するため、測定者は測定方式間の結果の違いを考慮した上で測定対象に好適な測定方法及び解析方法を選定する必要がある。しかし、現在のところ、これらの選定基準は明確には存在しない。そこで本研究では、測定対象に対して適切な測定方式及び解析方法の選定基準の確立を目指し、構造的に分類した試験片を測定方式の異なる測定機による比較測定を行った。

2. 研究内容

2.1 測定機 実験に用いた測定機は触針式表面性状測定機（以下A方式）、レーザー触針式表面性状測定機（以下B方式）、走査型白色干渉測定機（以下C方式）、共焦点式レーザー顕微鏡（以下D方式）、走査型プローブ顕微鏡（以下E方式）の5種類とした。表1に測定機の方式を示す。

2.2 試験片 実験に用いた試験片は(1)微小周期構造体 (2)周期構造体 (3)非周期構造体 (4)鏡面体 (5)球面体 (6)段差試験片の6分類である。各試験片の仕様を表2に示す。

2.3 評価方法 評価方法はA方式及びB方式は輪郭曲線方式、C方式、D方式及びE方式は面領域（フィルタ処理なし）による評価とした。

C方式及びD方式については異なる倍率の対物レンズが複数あるため、これらの違いによる比較も行った。倍率はC方式では2.5倍、10倍、50倍とし、D方式では5倍、20倍、100倍とした。

表1. 測定機の方式

測定方式	測定機
A方式	触針式表面性状測定機
B方式	レーザー触針式表面性状測定機
C方式	走査型白色干渉測定機
D方式	共焦点式レーザー顕微鏡
E方式	走査型プローブ顕微鏡

表2. 試験片の仕様

試験片名	特徴	一例
微小周期構造体	Rc=0.1~0.15 μ m、 RSm=1~5 μ m	電子線描画を施したシリコン基板
周期構造体	Rc=1~25 μ m、 RSm=15~300 μ m	校正用粗さ標準片
非周期構造体	Ra=0.06~0.5 μ m	コーティング膜
鏡面体	Ra=0.0005~0.005 μ m	平面基準原器
球面体	直径=0.5~20mm	鋼球
段差試験片	段差=0.1~20 μ m	校正用段差原器

評価する表面性状パラメータはJIS B0601⁽³⁾で定められている平均高さ Rc，平均長さ RSm，算術平均粗さ Ra の3パラメータとした。

3. 結果及び考察

表3に測定結果の一例を示す。表3の結果は微小周期構造体についてはRSm=2 μ m，Rc=0.1 μ mに設計した試験片，周期構造体はRSm=100 μ mに設計された試験片，非周期構造体はコーティング膜，鏡面体は平面基準原器，球面体は ϕ 5mmの鋼球，段差片は設計値の段差が20.81 μ mの試験片である。

3.1 微小周期構造体 図1にRSm=2 μ mの試験片における各方式で得られた断面プロファイルを示す。この試験

事業名 技術支援事業

*¹⁾ 電子・機械グループ*²⁾ 高度分析開発セクター

片において、Rc 値は A, B, C, D 方式では設計値と異なる値を示した。これは、A 方式では触針形状（先端半径： $2\mu\text{m}$ 、 60° 円錐）の影響、B 方式ではレーザースポット径の影響、C 方式では水平方向の分解能の影響を受けたためと考える。D 方式では、一方、RSm = $5\mu\text{m}$ の試験片においてはすべての方式で設計値と同等の値を示した。

3.2 周期構造体 RSm 値が $15\sim 150\mu\text{m}$ の試験片において、Rc 値は全ての測定方式で同等の値であった。一方、RSm 値が $300\mu\text{m}$ 程度の場合、B 方式、C 方式、D 方式で設計値と異なる値を示した。この原因は、C 方式、D 方式では RSm が大きくなると測定視野内の凹凸形状数が減少するためと考える。

3.3 非周期構造体 $Ra=0.06\sim 0.38\mu\text{m}$ において、B 方式を除き Ra 値は同等の値であったが、 $Ra=0.5\mu\text{m}$ 以上においては一致しなかった。これは、Ra 値が大きくなると C 方式及び D 方式において測定視野内の凹凸形状数が減少するためと考える。そのため、C 方式及び D 方式で $Ra=0.5\mu\text{m}$ 以上の対象を測定する場合はステッチング処理が必要と考える。

3.4 鏡面体 Ra 値に関係なく、B 方式では大きく異なり、C 方式では他の方式より低い値を示す傾向となった。また、C 方式ではレンズ倍率が低いほど測定値が小さい値を示した。これは、鏡面を測定する場合、水平方向の分解能の影響を受けるためと考える。D 方式では、他の方式より大きい値を示す傾向を示した。

3.5 球面体 A 方式では曲率半径が 0.5mm 以下の場合、触針の幾何形状の影響で触針先端部での測定が困難となり測定値が C 方式と異なった。また、測定面の曲率に依らず、B 方式と D 方式では他の方式より大きい値を示した。そのため、D 方式については種々の条件のフィルタ処理を施したが有効な値は得られなかった。

3.6 段差試験片 段差が $0.1\mu\text{m}\sim 2\mu\text{m}$ の試験片において、各方式の測定値は設計値と同等の値を示した。しかし、段差が $20\mu\text{m}$ の試験片においては C 方式、D 方式で設計値より最大 $0.2\mu\text{m}$ (1%) 程度小さい値を示した。

4. まとめ

本研究では触針式表面性状測定機、レーザー触針式表面性状測定機、走査型白色干渉測定機、共焦点式レーザー顕微鏡、走査型プローブ顕微鏡の 5 つの方式による表面性状の測定結果を比較検討した。その結果、測定対象の分類に応じた測定方式の選定が必要であることがわかった。また、全ての測定対象において万能な測定機は存在しないため、信頼性向上には測定事例の蓄積が重要である。今後、今回得た結果では検討が不可能だった事項に対してさらに調査をする必要がある。また、A 方式及び B 方式は輪郭曲線方式による測定としたが、他の方法と測定条件を合わせるために面領域による測定を試みる必要がある。

表 3. 測定結果の一例

試験片名		微小周期構造体	周期構造体	非周期構造体	鏡面体	球面体	段差試験片	
評価パラメータ		Rc (μm)	Rc (μm)	Ra (μm)	Ra (nm)	Ra (nm)	段差 (μm)	
測定方式	A 方式	0.08	9.90	0.24	0.7	3.0	20.89	
	B 方式	0.23	9.40	0.25	3.0	15.0	20.85	
	C 方式	2.5 倍	—	10.30	0.20	0.2	—	20.70
		10 倍	—	10.20	0.22	0.2	3.0	20.72
		50 倍	0.07	—	0.20	0.2	3.0	20.79
	D 方式	5 倍	—	—	—	—	—	20.34
		20 倍	—	9.20	1.0	44.6	800	20.88
		100 倍	0.15	—	0.20	2.8	235	20.89
	E 方式		0.10	—	—	—	—	—

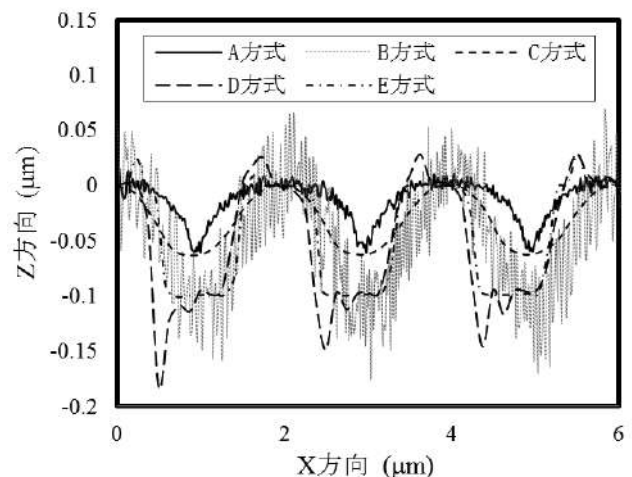


図 1. 微小周期構造体における断面プロファイル

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 5 日再受付)

文 献

- (1) 関根俊彰, 宇野彰一, 島崎景正, 信本康男: 「接触式・非接触式粗さ測定結果の相関性について」, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, 第 6 巻 (2008)
- (2) 西川孝: 「白色光干渉顕微鏡による表面トポグラフィ測定」, 精密工学会誌, vol.76, No.9, pp.999-1002 (2010)
- (3) 日本工業規格 JIS B0601

走査型プローブ顕微鏡による金属間化合物の観察

高橋 俊也*¹⁾ 西川 康博*¹⁾

Observation of intermetallic compounds using a scanning probe microscope

Shunya Takahashi*¹⁾, Yasuhiro Nishikawa*¹⁾

キーワード：走査プローブ顕微鏡，ケルビンフォース顕微鏡，複合材料，金属間化合物

Keywords：Scanning Probe Microscope, Kelvin Probe Force Microscope, Composite material, Intermetallic compound

1. 諸言

微小な領域での硬さ試験として，マイクロビッカース硬さ試験，超微小硬さ試験があるが，これらの試験ではダイヤモンド圧子を試料に押込むため，周囲に加工硬化が発生し，次の試験を行うのに圧痕数個分の間隔を開ける必要がある。そのため母材の硬さが変化する試料に対して連続的な硬さ測定を行うことはできない。そこで本研究では表面物性のマッピングが可能なナノサーチ顕微鏡を使用して，硬さの異なる母材，添加物，金属間化合物に対して連続的な物性の評価を行うことを目的とする。

2. 観察方法

2.1 観察試料 図1に本研究で使用した観察試料を示す。母材にはアルミニウム（純度99.5%以上）を，添加剤には炭素繊維を用いた。炭素繊維の含有率は2.7mass%である。観察試料の作製には放電プラズマ焼結装置（住友石炭鉱業SPS-1030）を用いた。アルミニウムと炭素繊維の界面に金属間化合物である炭化アルミニウムが存在している可能性がある⁽¹⁾。

2.2 観察方法 作製した試料を研磨し，図2のように炭素繊維とアルミニウムの界面に対してナノサーチ顕微鏡（島津製作所 SFT-3500）により観察を行った。観察モードは表面物性のイメージングを行う位相モード，表面電位のイメージングを行う表面電位モードで観察を行った。

3. 試験結果

3.1 位相モードによる観察結果 図3，図4に観察結果を示す。図3は位相像，図4は高さ像である。図4において，炭素繊維はA，アルミニウムはBで示した箇所である。位相像において，物性として軟らかい部位は明るく表示される。炭素繊維とアルミニウムの界面に明るい箇所が見られる。しかし，界面に析出する可能性のある炭化アル

ミニウムはアルミニウムよりも硬い⁽²⁾。図4のように炭素繊維とアルミニウムの界面には60~100nm以上の段差がある。この段差は炭素繊維がアルミニウムよりも硬く，研磨の際に削られにくいことが原因であると考えられる。位相モードでは表面の物性の他に形状の影響も大きく受けるため，今回の結果では期待した位相像を得ることができなかった。界面の段差を解消することで，物性のマッピングが可能であるか確認することができる。

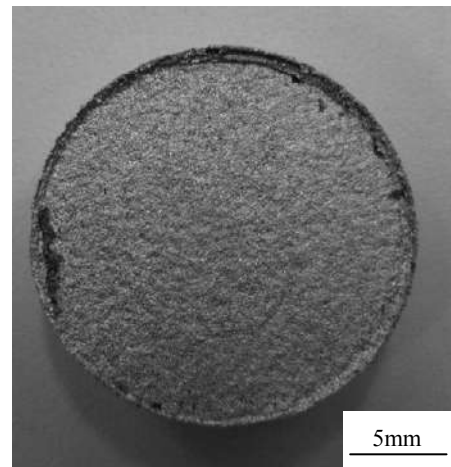


図1. 観察試料

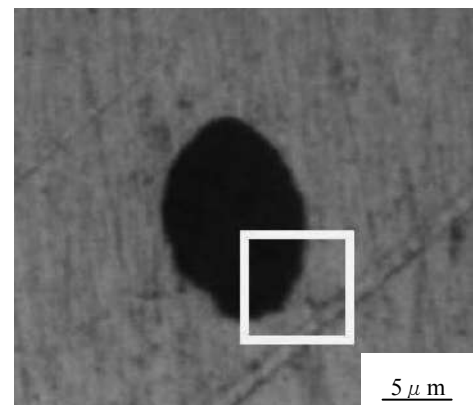


図2. 観察領域

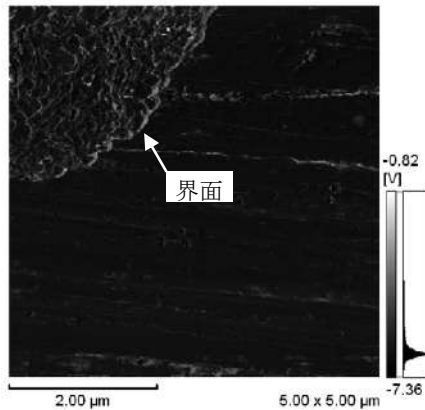


図3. 位相像

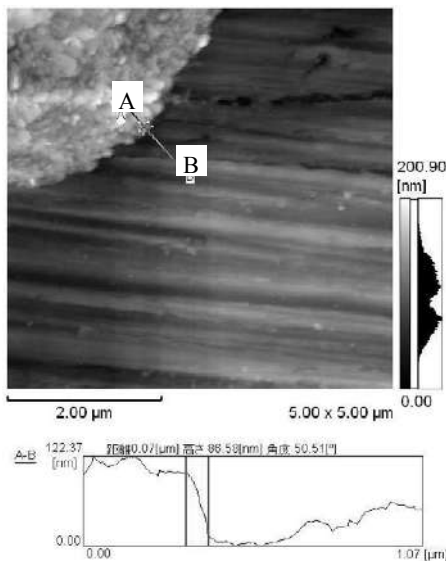


図4. 高さ像

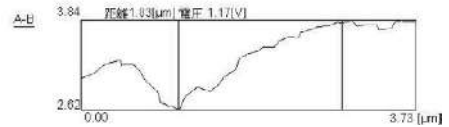
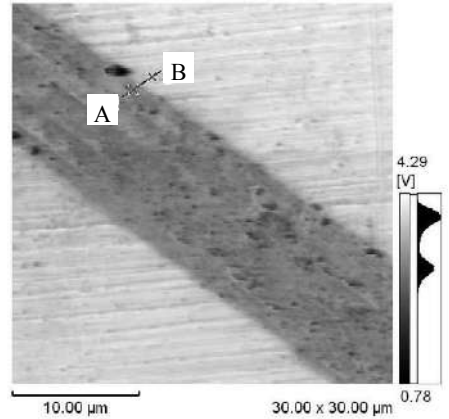


図5. 表面電位像 (潤滑剤: エタノール)

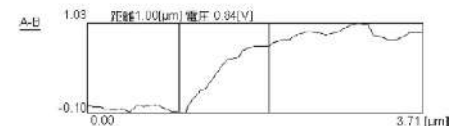
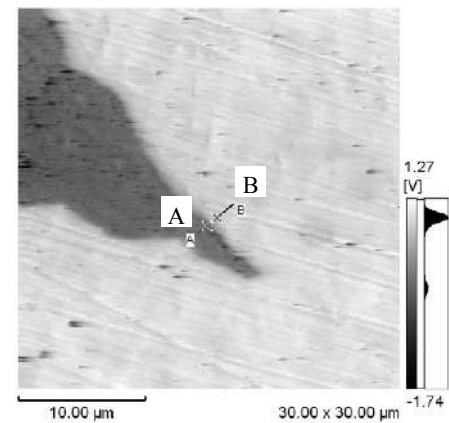


図6. 表面電位像 (潤滑剤: 水)

3.2 表面電位モードによる観察結果 図5, 図6に表面電位モードでの観察結果を示す。図5は主成分がエタノールの潤滑剤で研磨を行った試料, 図6は主成分が水の潤滑剤で研磨を行った試料の観察結果である。図5及び図6において, 炭素繊維はA, アルミニウムはBで示した箇所である。どちらもアルミニウムと炭素繊維が明確に識別できている。これはアルミニウムと炭素繊維の仕事関数の違いによるものと考えられ⁽³⁾, アルミニウムと炭素繊維の間には0.8~1.0V程度の電位差がある。炭化アルミニウムは水と反応を起こすが, 図5と図6を比較しても明確な差はなく, 界面に炭化アルミニウムが存在している様子は確認できなかった。炭素繊維とアルミニウムの界面に段差が存在しているため, 界面近傍では, 探針の側面でトレースしていることが原因であると考えられる。炭素繊維とアルミニウムの段差を解消することができれば, 炭化アルミニウムが存在しているか観察することが可能であると思われる。

4. 結言

本研究で得られた成果を以下に示す。

- (1) 位相モードでアルミニウム, 炭素繊維, 炭化アルミニウムの物性の差を確認することはできなかった。界面に存

在する段差が原因であり, この段差を解消することによって, 物性のマッピングが可能か確認することができる。

- (2) 表面電位測定によって炭素繊維とアルミニウムを明確に区別することが可能であった。金属間化合物に関しては今回の測定結果からは観察を行うことができなかった。しかし, 炭素繊維とアルミニウムを明確に区別できたことから, 試料中の元素が異なる添加物の分布の確認に利用することが期待される。

(平成24年5月18日受付, 平成24年7月9日再受付)

文 献

- (1) 鈴木秀武, 萩原隆:「アルミナ前駆体を被覆した炭素繊維によるアルミニウム基炭素繊維複合材料の作製及び機械的性質」, J.Text.Eng, Vol.56, pp.131-137 (2010)
- (2) T.Iseki, T.Kameda and T.Maruyama: “Some properties of sintered Al_4C_3 ”, J. Mater. Sci. Letters, Vol.2, pp.675-676 (1983).
- (3) 森田清三:「原子・分子のナノ力学」, 丸善, pp.31-37 (2003)

ノート

染色布への新規プリーツ加工

武田 浩司*¹⁾ 木村 千明*²⁾ 小林 研吾*¹⁾ 原 めぐみ*³⁾

New pleat processing for dyeing cloth

Koji Takeda*¹⁾, Chiaki Kimura*²⁾, Kengo Kobayashi*¹⁾, Megumi Hara*³⁾

キーワード：絹織物，プリーツ加工，尿素，酸性染料，変退色

Keywords：Silk fabric, Pleat, Urea, Acid dye, Discolored

1. はじめに

プリーツ加工とは，編織物へプリーツ（折り目・ヒダ）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。従来，絹織物への柔らかさとプリーツ性を両立したプリーツ加工は不可能であった。著者らは，これまでの研究で絹織物の白生地については，尿素を用いることにより可能となることを見出した⁽¹⁾⁽²⁾。この尿素を用いた新規プリーツ加工を製品製造に利用するためには，染色布への加工を検討する必要がある。

染色布に新規プリーツ加工を施す場合，加工工程における水や熱の作用により変退色がおこる可能性が考えられる。染色布の性能は，作製時に用いる染料，薬剤によって変化するため，変退色の程度も異なる。適した染料，薬剤を選定すれば，染色された絹織物プリーツ加工品の製造に活用することができる。

本研究では，各種染料，色止め剤を用いて作製した染色布へ新規プリーツ加工を施し，変退色への影響を調査した。

2. 試験方法

2.1 試験布 絹羽二重（52.5 g/m²）

2.2 薬剤

(1) 染料

「酸性染料 ミーリングタイプ」

Kayanol Milling Yellow 5GW (C.I. Acid Yellow 127)

Kayanol Milling Red BW (C.I. Acid Red 138)

Kayanol Milling Blue BW (C.I. Acid Blue 138)

Kayanol Milling Black TLB (C.I. Acid Black 109)

「酸性染料 金属錯塩タイプ」

Kayakalan Yellow GL 143 (C.I. Acid Yellow 121)

Kayakalan Orange RL (C.I. Acid Orange 122)

Kayakalan Grey BL 167 (C.I. Acid Black 112)

Kayakalan Black BGL (C.I. Acid Black 107)

※全て日本化薬社製

(2) 色止め剤 シルクフィックス 3A
(ポリアミン縮合物 センカ社製)

2.3 加工方法

(1) 染色布の作製 絹羽二重をミニカラー染色機で染色した。染浴は図1のとおりとした。この染浴を用いて，30℃から染め始め，45分間で90℃まで昇温し，30分間染色した。

染料	X%o.w.f
酢酸アンモニウム	5%o.w.f
酢酸	2%o.w.f
浴比	1 : 150
※染料濃度(X%o.w.f)	黒 0.5,5%o.w.f その他 0.2,2%o.w.f

※o.w.f(on weight of fiber)は被染物に対する重量比

図1. 染浴

(2) 色止め処理 各染色布への色止め処理は，色止め剤1%o.w.f，浴比1 : 50で60℃，10分間行った。

(3) 新規プリーツ加工 各染色布に図2の加工工程でプリーツ加工を施した。

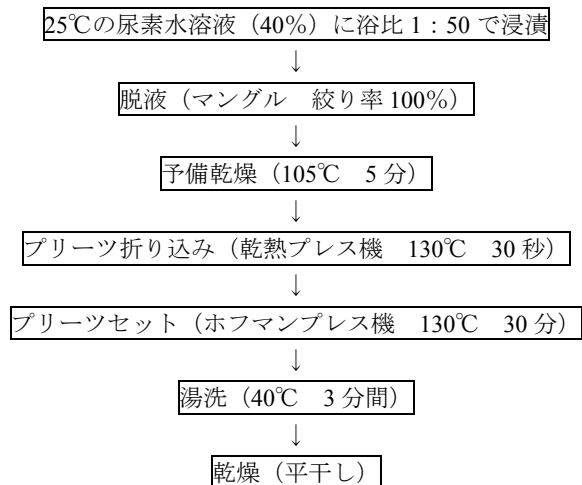


図2. 新規プリーツ加工工程

事業名 平成23年度 基盤研究

*¹⁾ 繊維・化学グループ*²⁾ 墨田支所*³⁾ 元繊維・化学グループ

2. 4 試験方法

(1) 新規プリント加工前後の色差 染色布の変退色を調査するため、分光光度計（エックスライト社製、Macbeth Ci5）を用いて、(de:8°) Sa10W10 の条件で新規プリント加工前後における染色布の分光反射率を測定し、色差を算出した。一つの試料につき 10 箇所測定し、その平均値を用いた。

(2) 尿素水溶液の吸光度 尿素水溶液へ溶出した染料を調査するため、分光光度計（島津製作所株式会社製 UV-3600）を用いて、350nm-750nm の波長範囲で染色布を浸漬した後の尿素水溶液を測定し、最大ピーク部の吸光度を求めた。

3. 結果及び考察

3. 1 新規プリント加工前後の色差 図 3 に染色布の新規プリント加工前後色差を示す。全体的に小さい値を示した。ミーリングタイプの黄を用いて作製した染色布において比較的大きな色差を示した。確認のため、加工前後の試料を目視で比較したが、いずれも目視でわかる変退色はなかった。染料の種類により差があるが、大きな変退色は起こらないことを確認した。

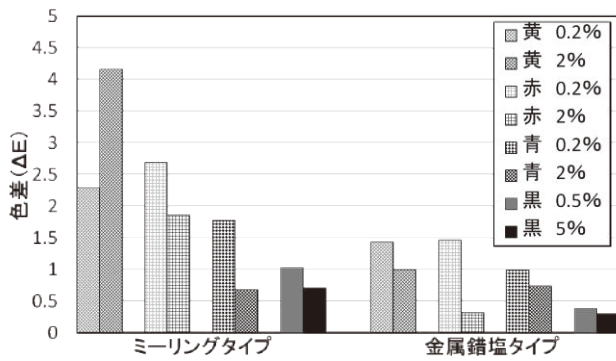


図 3. 染色布の新規プリント加工前後色差

図 4 に色止め処理をした各染色布の新規プリント加工前後の色差を示す。ミーリングタイプの黄を用いて作製した染色布の色差が色止め処理により小さくなることを確認した。それ以外の染料を用いて作製した染色布については大きな色差の変化はなかった。

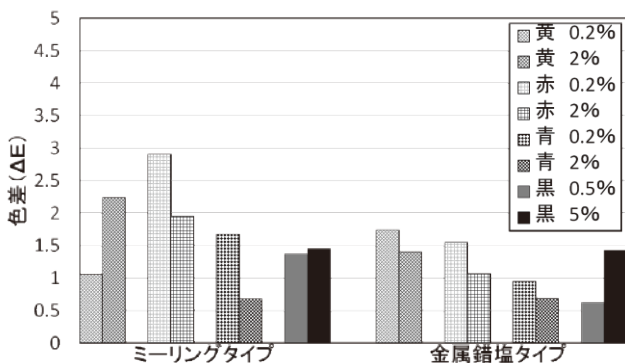


図 4. 色止め処理をした染色布の新規プリント加工前後色差

図 5 に染色布を浸漬した後の尿素水溶液の吸光度を示す。いずれの染料も尿素水溶液に溶出することを確認した。特にミーリングタイプの黄と黒の染料で吸光度が大きくなる傾向を示したが図 3 の結果からもわかるように、染色布に大きな変退色を引き起こすほどのものではなかった。

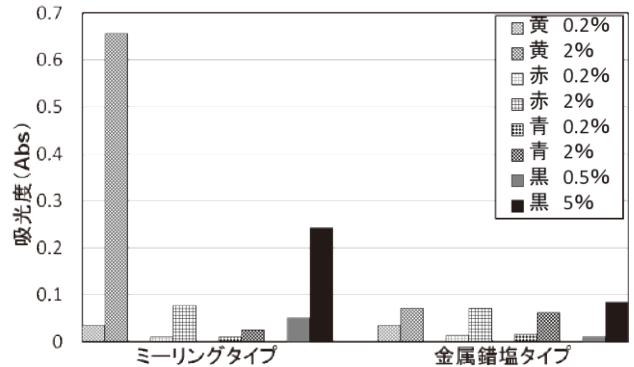


図 5. 染色布浸漬後の尿素水溶液の吸光度

図 6 に色止め処理をした染色布を浸漬した後の尿素水溶液の吸光度を示す。すべての染料で小さい値を示した。図 5 の結果で、比較的大きい値を示したミーリングタイプの黄と黒の染料も小さい値を示している。色止め処理により尿素水溶液への染料の溶出は抑制されたと考える。染色布には色止め処理を施すことが望ましい。

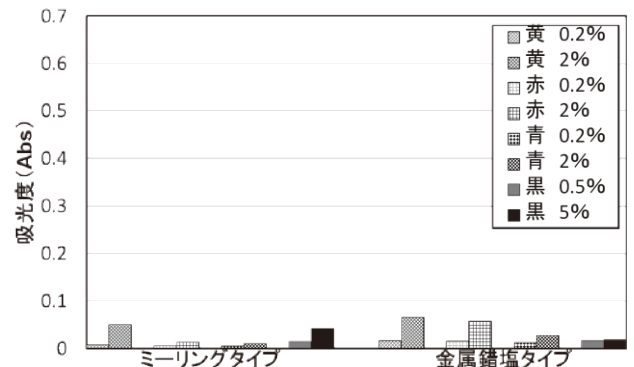


図 6. 色止め処理をした染色布浸漬後の尿素水溶液の吸光度

4. まとめ

本研究では各種染料、色止め剤を用いて染色した絹織物に新規プリント加工を施し、変退色と尿素水溶液へ溶出した染料を調査した。その結果、大きな変退色は生じず、色止め剤を用いると染料の溶出を抑制できることを確認した。

このことより、新規プリント加工は染色布に活用できると考える。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 30 日再受付)

文 献

(1) 武田浩司, 木村千明, 小林研吾:「絹織物への膨潤剤を用いたプリント加工」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.6, pp.58-61(2011)

(2) 武田浩司, 木村千明, 小林研吾:「絹織物のプリント加工方法及びプリント加工品」, 特願 2011-138440 号

ノート

低密度導電織物の開発

窪寺 健吾*¹⁾ 樋口 英一*²⁾ 樋口 明久*³⁾ 山本 悦子*¹⁾

Development of low density conductive textile

Kengo Kubodera*¹⁾, Eiichi Higuchi*²⁾, Akihisa Higuchi*³⁾, Etsuko Yamamoto*¹⁾

キーワード：金属線，織物，センサ

Keywords：Metallic fiber, Textile, Sensor

1. はじめに

近年金属線を用いた織物はその導電性や耐熱性等の特性により，産業資材として広く活用されている。しかし金属線を用いた織物は一般的に風合いが悪く，インテリア製品，寝具等に組み込み，センサ等の導電資材として活用するには，柔軟性の向上や軽量化また形状安定性が課題となり，実用化された事例は少ない。そこで金属線とポリエステル糸の撚糸加工による複合線を用いるとともに，製織品の糸密度を低減することで，柔軟性や形状安定性に優れた導電織物の開発を行った。

2. 織物構造及び試験

2.1 低密度織物構造 たて糸に芯鞘複合ポリエステル糸の諸撚り糸，よこ糸に，金属線と芯鞘複合ポリエステル糸の交撚糸（以下，金属複合線）を用いた。製織後，熱処理を施すことで，たて糸とよこ糸の接点を融着し織物形状の安定化を図った。また織物組織は図1に示すからみ組織を用いた。このからみ組織は一般的なたて糸とよこ糸が直角に交錯する織物組織と異なり，地たて糸とからみたて糸が1組となり，からみたて糸はよこ糸1本または数本ごとにその位置を変えて組織し，よこ糸とよこ糸間からみ目をつくる構造であり，安定した織物形状を特徴としている。

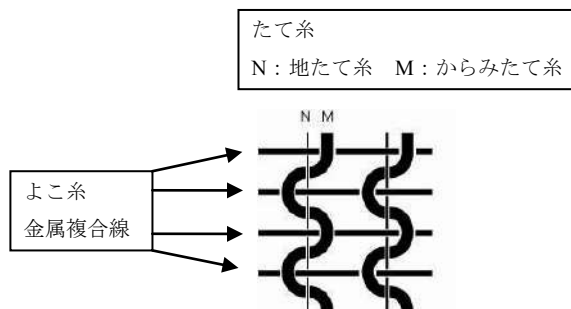


図1. からみ組織構造図

2.2 撚糸試験及び金属複合線の評価 撚糸機には積極的に撚りをかけられるリング加撚機構を有する合撚糸機を用いて，表1に示す様に，金属複合線の撚り数を変化させ撚糸試験を実施した。金属線のボビンからの解じょ時に生じる張力ムラや，糸がねじれ，更に張力を受けることで発生するキックを防止するため，転がし方式の解じょ機構を検討し，撚糸機の改良を実施した。また試作線を曲げ試験機(KES-FB2)を用いて曲げ剛性を測定し，加工による柔軟性への影響を確認した。

表1. 原料糸と撚糸条件

使用原料	金属線	ステンレス鋼線	線径：60 μ m
	ポリエステル糸	芯鞘複合マルチフィラメント	
撚糸方向	S方向（右撚り）		
撚り数	100回/m, 300回/m, 600回/m, 900回/m		

2.3 製織試験及び導電織物の評価 製織試験は，よこ糸である金属複合線をシャトルを用いて給糸し，表2に示す様に，よこ糸密度を変化させ実施した。シャトルからの給糸時に生じる金属複合糸のビレやカールを抑制し，安定したよこ入れ運動を行うため，シャトル内部に配置する管巻きやガイド形状の検討を行った。

試織品の特性評価として JIS C 2525 に準拠し体積抵抗率，JIS L 1096 引張り強さを測定し，製織条件の検討を行った。

表2. 原料糸と製織条件

使用原料	たて糸	芯鞘複合ポリエステル糸
	よこ糸	
		金属複合線
たて糸密度	20本/cm	
よこ糸密度	5本/cm, 7本/cm, 10本/cm	
織物組織	紗	

事業名 平成23年度 基盤研究

*¹⁾ 繊維・化学グループ*²⁾ 城南支所*³⁾ 経営技術支援室

3. 結果と考察

3.1 撚糸技術 転がし方式による糸解じよは、金属線に強い張力が負荷されるため、撚り数の増加にともない、糸切れが生じる傾向が見られた。そこでポビンセット部に棒軸の回転トルクを制御する装置を設けることで、解じよ時の張力低減や給糸量の安定化を図り、図2に示すような、撚糸加工による金属複合糸を形成することができた。

金属複合線の曲げ剛性試験の結果を図3に示す。曲げ剛性が低いほど、柔軟性が高いことを示している。金属複合線は金属単線と比較し、曲げ剛性の減少が見られた。これは金属線と比較し曲げ回復性に優れたポリエステル糸と複合することで、柔軟性が上昇した結果と考えられる。また撚り数が増すことで、曲げ剛性が増加する結果を示した。

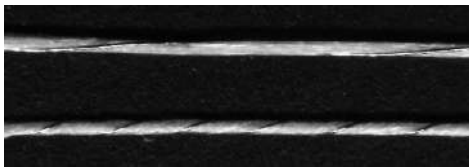


図2. 金属複合線 10倍拡大
(上: S300回/m, 下: S900回/m)

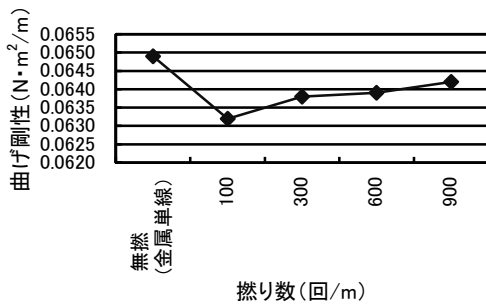


図3. 金属複合線の曲げ剛性試験結果
(測定数: 各条件につき5点)

3.2 製織技術 からみ組織は地たて糸とからみたて糸が、たて糸運動により張力差が生じるため、送出装置を用いて給糸量を制御することで、各たて糸を一定の張力で送り出すことができた。

よこ糸である金属複合線をシャトルを用いて給糸した際、撚り数900回/mを用いた試織時に糸切れが生じた。これは撚糸時に発生したビレにより、張力等の糸供給条件が不安定となり発生したと考えられる。そこでシャトル内のガイドや管巻き部に張力調整機構を設けることで、給糸時の糸張力の安定化を図り、図4に示すからみ組織を用いた導電織物を形成することができた。

よこ糸密度が5本/cmの試織品に歪みが発生する傾向を示した。糸密度7本/cm, 10本/cmの試織品に著しい歪みは生じなかった。この歪みは、撚糸時やよこ糸給糸時に発生した金属複合線のカーブやビレが、糸密度の低下にともなうからみ目の減少により、顕著に現れたことで生じたと考えられる。

3.3 導電織物の特性評価 図5は導電織物の体積抵抗率の測定結果である。よこ糸密度及び金属複合線の撚り数の増加にともない、抵抗率が増す傾向を示した。これは密度、撚り数の増加にともなう、織物の単位体積あたりの金属線量の上昇や、金属複合線同士の接触抵抗が生じたことで、抵抗率が増したと考えられる。

また引張り強さ試験の結果、よこ糸密度の増加にともない著しく上昇する結果を示した。しかし金属複合線の撚り数の変化にともなう顕著な影響は見られなかった。

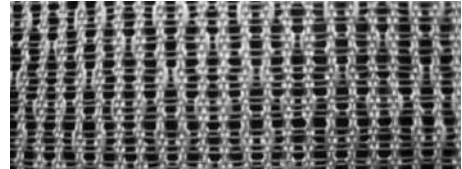


図4. からみ組織による導電織物 3倍拡大
(よこ糸密度: 10本/cm, 撚り数: 900回/m)

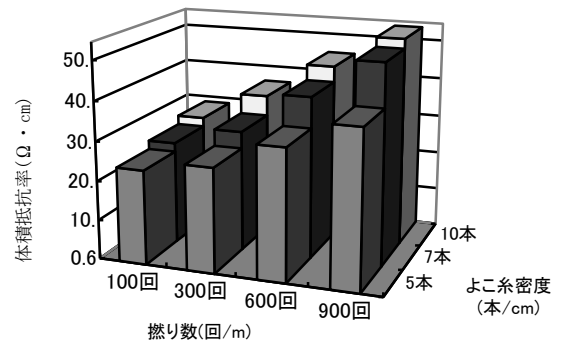


図5. 導電織物の体積低効率
(測定数: 各条件につき5点)

4. まとめ

撚糸技術の検討により、金属線とポリエステル糸の撚糸加工による金属複合線を形成することができた。この複合線は金属単線と比較し高い柔軟性を示した。その結果製織性が向上し安定した製織加工を施すことができた。また金属複合線を用いたからみ組織による製織技術の検討により、糸密度を低減した導電織物を形成することができた。この導電織物は、柔軟性、形状安定性を特徴としており、インテリア製品や寝具などに組み込み、幅広い分野での導電資材としての活用が期待できる。しかし、撚り数や糸密度等の加工条件が、抵抗率、強度といった特性値や外観状態に変化を与える傾向を示したため、用途にあった、撚糸、製織条件の選定が必要であると考えられる。

(平成24年5月18日受付, 平成24年8月1日再受付)

文 献

- (1) 蟹井松正: 「繊維工学II 織物」, 実教出版, pp.89-104 (1974)
- (2) 高橋秀也: 「e-テキスタイル実用化への課題」, 繊維機械学会誌 JOURNAL OF THE TEXTILE MACHINERY SOCIETY OF JAPAN 月刊せんい, Vol.63, No11 pp.23-26 (2010)

ノート

灌水労力を軽減する吸水性シートの開発

平井 和彦*¹⁾ 小山 秀美*¹⁾ 小柴 多佳子*¹⁾ 安田 健*¹⁾ 樋口 明久*²⁾
 岡澤 立夫*³⁾ 島地 英夫*³⁾ 田旗 裕也*³⁾

Development of water absorptive sheet for reduction of irrigation works

Kazuhiko Hirai*¹⁾, Hidemi Koyama*¹⁾, Takako Koshiba*¹⁾, Takeshi Yasuda*¹⁾, Akihisa Higuchi*²⁾
 Tatsuo Okazawa*³⁾, Hideo Shimaji*³⁾, Hironari Tahata*³⁾

キーワード：吸水, 不織布

Keywords : Water absorption, Non-woven

1. はじめに

現在、花きの過剰生産による価格の低下及び不景気による消費の低迷が問題となっており、生産者としては消費増加のための新しい観賞方法の開発が求められている。東京都農林総合研究センターでは花壇用花苗の新たな観賞方法として壁用フレームを用いた展示方法の開発を行っている。しかし壁用フレームにおける給水では、既存の底面灌水法よりも高さ方向の水分移動距離が長いこと、従来の吸水性シートでは水分移動性が不十分であった。また従来の吸水性シートは乾燥状態ではほとんど吸水しないため、一度湿らせてから使わなければならなかった。

本研究では、乾燥状態から吸水が可能であり、従来品以上の水分移動性をもつ吸水性シートの開発及び生育試験に基づく実用性を検討する。

2. 実験方法

2.1 吸水性シートの作製 原綿をローラーカード機、ニードルパンチ機にかけ、不織布を作製した。作製した不織布を金型に入れ、熱プレス機で温度 130 °C、圧力 20~30 kPa で 15 分間プレスし、吸水性シートの試験品を作製した。試作した吸水性シートの密度及び繊維素材の組成については、表 1 に示す。

2.2 吸水性の評価 吸水性の評価として、吸水性シートの下端 1 cm が浸かるようにトレイに色水をはり、そこに吸水性シートを立てて吸水させ、一定時間ごとの吸水高さを記録した。また完全に吸水の上昇が止まるまで吸水させ、最大吸水高さの評価を行った。

2.3 実用性の評価 図 1 のようにして、花きの生育試験を行った。花きはビオラを使用し、吸水性シートは幅 2.5

cm、厚さ 0.5 cm で、土に 4 cm、水に 3 cm 入るように長さを調節して使用した。従来品（セルローズ）、ポリエステルのみ、綿 50%、麻 50% の試作品について、吸水高さを変化させ、各試験品について 2 鉢ずつ生育試験を行い、実用性を評価した。

表 1. 作製条件

疎水性繊維のみ	繊維素材	①レギュラーポリエステル ②芯鞘型ポリエステル
	密度条件	0.2, 0.4, 0.7, 1.0 g/cm ³ (繊維組成 (①:②)=25:75)
	繊維組成 (①:②)	50:50, 25:75, 0:100 (密度:0.7 g/cm ³)
親水性繊維 + 疎水性繊維	繊維素材	②芯鞘型ポリエステル ③綿(脱脂綿), ④麻(ラミー)
	繊維組成 (②:③, ②:④)	100:0, 75:25, 50:50, 25:75 (密度:0.7 g/cm ³)

レギュラーポリエステル:融点 230 °C, 繊度 6.6 dtex, 繊維長 64 mm
 芯鞘型ポリエステル
 : 芯部融点 230 °C, 鞘部融点 110 °C, 繊度 4.4 dtex, 繊維長 51 mm
 綿(脱脂綿): 繊度 1.1 dtex, 麻(ラミー): 繊度 5.6 dtex

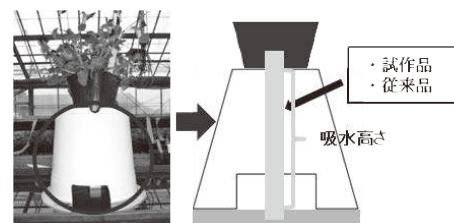


図 1. 生育試験

3. 結果と考察

3.1 密度変化・繊維組成変化に伴う吸水高さの変化
 密度及び繊維組成を変化させ、吸水性シートを作製し、一定時間ごとの吸水高さを測定した結果をそれぞれ図 2 に示す。

事業名 平成 23 年度 共同研究
 *¹⁾ 繊維・化学グループ
 *²⁾ 技術経営支援室
 *³⁾ 東京都農林総合研究センター

密度の増加に伴い、吸水高さが上昇した。しかし、密度 1.0 g/cm^3 の吸水性シートでは 0.7 g/cm^3 の吸水性シートと比較して吸水高さが低下した。これらの吸水性シートの断面の電子顕微鏡写真を図 3 に示す。布面における毛細管現象による水分移動現象は直径 $1\mu\text{m}$ 前後の繊維間隙に支配されると考えられている⁽¹⁾。 1.0 g/cm^3 のものが最も繊維間隙距離は短い、高密度化の影響で、完全に融着している部分も多い。このように、間隙が完全につぶれた部分が多くなってしまいうため、密度 1.0 g/cm^3 では吸水高さが低下したと考えられる。

繊維組成を変化させた結果として、レギュラーポリエステル繊維が 6.6 dtex 、芯鞘型ポリエステルの繊維が 4.4 dtex であり、シート内における繊維径（繊維度）の小さい繊維（芯鞘型ポリエステル）の割合の増加に伴い、吸水高さが上昇する傾向を示した。

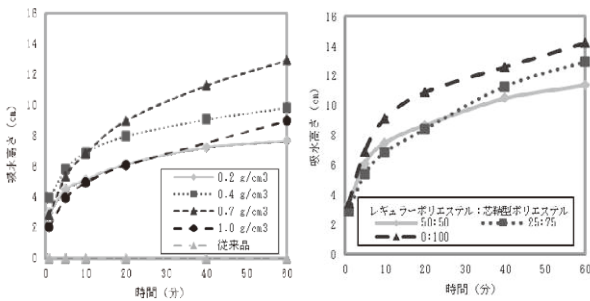


図 2. 密度変化（左）・繊維組成変化（右）に伴う吸水高さの変化

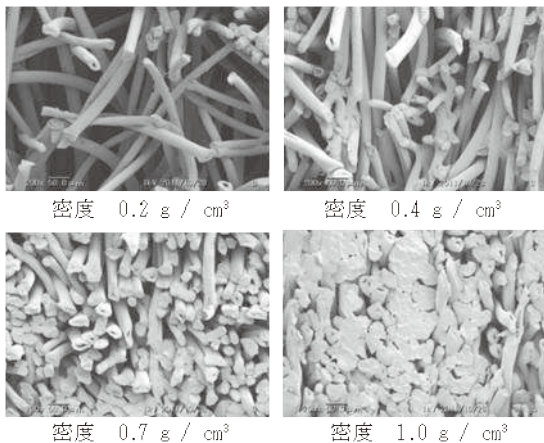


図 3. 吸水性シートの断面の電子顕微鏡写真

3. 2 親水性繊維の混合による最大吸水高さの変化

綿及び麻を 25%、50%、75% 混合した不織布を用いて、吸水性シートを作製し、最大吸水高さの評価を行った。また従来品、市販品、芯鞘型ポリエステルのみのものについても同様に評価を行った。結果を図 4 に示す。親水性の高い綿または麻の混合割合の増加に伴い、最大吸水高さが上昇した。綿及び麻 75% のものではシートの上部 (34 cm) まで吸水した。しかし、綿 75% のものでは、吸水による膨潤によりシートの形状が崩れるという問題が発生した。

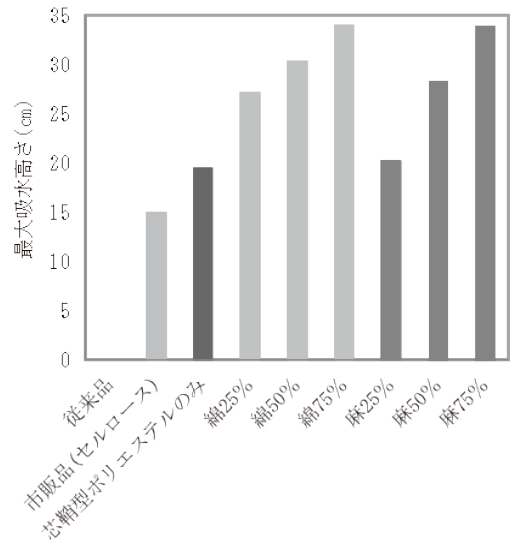


図 4. 親水性繊維の混合に伴う最大吸水高さの変化

3. 3 実用性の検討 生育試験の結果を表 2 に示す。従来品は乾燥状態からの吸水性能がないため、どの吸水高さでも花きは枯死した。ポリエステルのみの吸水性シートは吸水高さ 15 cm では生育できたが、25 cm では枯死してしまった。綿 50% 及び麻 50% のものでは吸水高さ 25 cm でも生育が確認できた。ただし麻 50% のものは不安定で、2 つの内の片方が枯死した。これは綿に対し、麻の吸水量が少ないためだと考えられる。

表 2. 生育試験結果

試験品	吸水高さ 5 cm	吸水高さ 15 cm	吸水高さ 25 cm
芯鞘型ポリエステルのみ	○	○	×
綿 50%	—	—	○
麻 50%	—	—	△
従来品	×	×	×

○: 生育 △: 不安定 ×: 枯死

4. まとめ

密度の調整及び親水性繊維の混合により、最大 34 cm の吸水高さをもつ吸水性シートを作製することができた。花きの生育における実用性としても、芯鞘型ポリエステルと綿を 50 : 50 の割合で混合した吸水性シートでは、吸水高さ 25 cm での順調な生育が確認できた。

(平成 24 年 5 月 18 日受付, 平成 24 年 7 月 5 日再受付)

文 献

(1) 米田守弘, 丹羽雅子, 繊維学会誌, 48, 288 (1992)

外部発表一覧／論文

桐たんすの変色部に生育した糸状菌の分離および同定

小沼ルミ・瓦田研介(都産技研), 宮崎巖(元都産技研), 飯田孝彦・浜野智子(都産技研), 井上雅史(相徳), 渡辺麻衣子・工藤由起子(国立衛研)

防菌防黴誌 Vol. 39, No. 4, pp. 205-211, (2011)

桐たんすの変色部から糸状菌を分離し, 形態観察及び分子生物学的同定を行った。その結果, 異なる環境で使用していた複数の桐たんすの変色部から *Aspergillus penicillioides* などの好乾性菌のみが分離され, 好湿性菌は分離されなかった。以上から, 桐たんす内部は好乾性菌の生育が可能な環境であったことが示唆され, 桐たんすの変色予防には好乾性菌の抑制に配慮した防カビ剤の検討が必要であると判明した。

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(岩手大)

Materials Transactions, Vol. 52, No. 5, pp. 943-947, (2011)

Mg と Al 粉末混合物を温間成形し焼結した場合, 抗折力は冷間成形の場合に比べて 20~30MPa 高い値を示した。温間成形によって酸化皮膜の分断が確認された。また, Al 粉末の添加による反応相の生成が観察された。その結果, 粉末間の結合力は強化され, 抗折力は増加した。

Dissimilar Metal Joining of 2024 and 7075 Aluminium Alloys to Titanium Alloys by Friction Stir Welding

青沼昌幸(都産技研), 中田一博(接合研)

Materials Transactions, Vol. 52, No. 5, pp. 948-952, (2011)

2024 及び 7075 アルミニウム合金を, 工業用純チタン及び Ti-6Al-4V と摩擦攪拌接合法により異材接合し, 接合界面組織や金属間化合物が接合強度に及ぼす影響について検討した。入熱量を制御することにより, 接合界面近傍の金属間化合物の生成領域が減少しているのが確認され, 2024 合金と工業用純チタンでは, 高い接合強度が得られることが判明した。

Component Analyses of Silver Brazing Filler Metals by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry: a collaborative study for standardization

上本道久(都産技研), 小林剛(物材機構), 佐々木康文(石福金属興業), 島田健吾(石福金属興業), 伊澤和祥(田中貴金属工業), 長谷川信一(物材機構), 小林純一(財務省造幣局東京支局), 桜井二三男(千住金属工業)

Analytical Methods, 3, pp. 1116-1121, (2011)

3種類の銀ろう材について, 分析法の標準化に向けた組成分析を行った。ICP 発光分析, 湿式化学分析(JIS 規定), 両者のハイブリッド分析法の3法を, 精度は異なるが真度に偏りのない良好な分析値として提示した。また酸分解時の酸化スズの沈殿を生

成しない新しい混酸分解法を開発して, 良好な数値を得ることに成功した。

純マグネシウム粉末の圧縮性と焼結性に及ぼす温間成形の影響

岩岡拓(都産技研), 中村満(岩手大)

粉体および粉末冶金, Vol. 58 No. 6, pp. 327-333, (2011)

マグネシウム粉末の焼結はその粉末表面に形成される酸化皮膜により阻害される。そこで, 温間成形法を応用して純マグネシウム粉末の成形性及び焼結性について調べた。粉末粒子界面では酸化皮膜の分断が確認され焼結の進行が確認された。

Quantification of atmospheric oxygen levels during the Paleoproterozoic using paleosol compositions and iron oxidation kinetics

村上隆(東大), Bulusu Sreenivas・Subrata Das Sharma(National Geophysical Research Institute), 杉森博和(都産技研)

Geochimica et Cosmochimica Acta, Vol. 75, pp. 3982-4004, (2011)

先カンブリア時代の大気酸素濃度の変遷は, 古土壌に残された風化の情報から半定量的に見積もられてきた。この研究では, 大気酸素濃度を見積もる基礎的データとして風化の情報が古土壌中にどのように残されているかを, コンパイルした古土壌中の元素濃度から調査した。

Nonlinear dependence of the oxidation rate of Fe(II) on dissolved oxygen under low-O₂ conditions in aqueous solutions

杉森博和(都産技研), 菅崎良貴(東大), 横田浩平(NTT データ), 村上隆(東大)

Journal of Mineralogical and Petrological Sciences, Vol. 106, pp. 142-152, (2011)

水溶液中における Fe(II) の酸化速度は, 溶存酸素濃度に対して linear に応答するとされてきたが, 低酸素環境ではこれを確認する実験がほとんど行われていない。今回グローブボックスを使用して低酸素環境下における Fe(II) の酸化実験を行い, 低酸素環境下では溶存酸素濃度に対して linear には応答しない可能性が示唆された。

Influence of Metal Impurities on the Nickel

Electrodeposition in Citric Acid Bath

浦崎香織里・梶山哲人・水元和成・土井正(都産技研), 山下嗣人(関東学大)

Advanced in Applied Surface Engineering, pp. 90-95, (2011)

めっき浴への金属不純物の混入は皮膜の外観及び特性に影響を及ぼす。本研究では環境低負荷型クエン酸ニッケルめっき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及び表面形態観察等を行った結果, 金属不純物による影響が極めて少ないことが示された。

Determination of Oxygen Content in Magnesium and Its Alloys by Inert Gas Fusion-Infrared Absorptiometry

柘植明・阿知波初美・森川久(産総研), 上本道久(都産技研), 兼松渉(産総研)

Analytical Sciences, 27, pp. 721-725, (2011)

マグネシウム及び同合金中酸素含量を定量する方法を考案した。鉄鋼分析で常用される不活性ガス融解 IR 吸収法を改良した。スズを試料と溶融することで、酸素をマグネシウムからスズに移行させ、マグネシウムを除去した後に強熱して発生した一酸化炭素を赤外分光で測定して含量を求めることに成功した。

新築保育施設における空気質改善方法—TVOC 濃度変化を指標とした室内空気質評価—

野口美由貴(東大), 水越厚史(都産技研), 柳沢幸雄(東大)

日本建築学会技術報告集, Vol. 17, No. 36, pp. 577-582, (2011)

新築保育施設を対象とした室内空気質調査を行った。まず、什器からのホルムアルデヒド及び揮発性有機化合物(以下 VOC) 放散速度を測定し、これらを保育室内で使用した場合、保育室内空気を汚染しないことを確認した。次に什器搬入後の保育室内の TVOC 濃度と VOC 組成を調査した。TVOC 濃度は、暫定目標値 400 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ を超過していたため、換気量の増加による空気質改善対策を実施し、目標値より低くなることを実証した。

X線 CT 非破壊観察によるポラスアルミニウムの圧縮過程における気孔圧潰挙動

半谷禎彦・山口亮(群馬大院), 高橋俊也(都産技研), 宇都宮登雄(芝浦工大), 桑水流理(福井大院), 吉川暢宏(東大生研)

日本機械学会論文集 A 編, Vol. 77, No. 779, pp. 1025-1027, (2011)

ポラス Al は軽量性・衝撃吸収性に優れた多孔質金属である。ポラス Al の圧縮特性には内部のポラス Al の気孔形態が大きく影響を及ぼしていると考えられるが、圧縮過程に伴う内部気孔形態の変化を調査した研究は少ない。そこで本研究では X 線 CT 装置内部でポラス Al を圧縮し、圧縮に伴う試験片内部の気孔形態の変化を調査した。

高濃度銅含有鋼スクラップの粉末冶金法によるリサイクル法の基礎検討

岩岡拓(都産技研), 藤木章(芝浦工大)

粉体および粉末冶金, Vol. 58, No. 10, pp. 633-639, (2011)

現在、自動車のリサイクルでは、車体とハーネス(銅線主体)の圧縮塊が溶解されている。銅は、鉄の結晶粒界に侵入し強度劣化を起こす有害元素であるが、除去が困難である。今後、ハイブリット車も増え、モーター巻線等からの銅の混入も予測されるため、新しいリサイクル法が必要である。そこで我々は、粉末冶金法により高濃度銅含有鋼のリサイクルを検討したので報告した。

Observation of the Movement of the Precipitation by Using Tritium Tracer

Jiao Yurong・石田さゆり・高田佳代子・今泉洋・狩野直樹(新潟大), 斎藤正明(都産技研)

RADIOISOTOPES, vol. 60, pp. 363-374, (2011)

降水中のトリチウム、主要陽イオン及び陰イオン成分を観測し、気団動態や汚染物質の輸送の調査を行った。台風による降水には海洋性気回の特徴が強く見られたこと、カルシウムとトリチウム放射能の季節的変動はよく類似していたこと、さらに後方流跡線解析法は短期降水中成分の動態を解析するのに有用であることを明らかにした。

極薄リン青銅冷間圧延箔材における引張変形特性の面内異方性

清水徹英(都産技研), 小川真弘・真鍋健一(首都大)

銅と銅合金, 第50巻, pp. 194-198, (2011)

マイクロ精密プレスには、圧延によって作製された極薄リン青銅箔を用いることが多い。今回はその極薄リン青銅箔の塑性変形特性を改善、検証することを目的として、これまで困難であった極薄箔材の引張試験を行い、その塑性変形特性を評価した。

連続マイクロドライ円筒深絞り加工における SUS304 ステンレス鋼箔材の摩耗・凝着挙動

清水徹英(都産技研), 村重雄志郎・真鍋健一(首都大)

塑性と加工, 52巻, pp. 1007-1011, (2011)

マイクロプレス加工において、SUS304 ステンレス鋼箔材を用いた。特に SUS304 ステンレス鋼箔材を用いて連続マイクロドライ円筒深絞り加工を行った場合、加工寸法がステンレス鋼箔材の凝着・摩耗挙動に大きな影響を及ぼすことがわかり、今回はその影響について報告した。

Scale Dependence of Dry Friction in Micro Sheet Metal Forming

清水徹英(都産技研), 岩岡修平・楊明・真鍋健一(首都大)

Steel Research International, Special Edition: ICTP2011, pp. 979-984, (2011)

マイクロプレス加工において、近年ドライ加工への要求が高まっている。今回、特にマイクロ深絞り加工に焦点をあてて、近年の要求が高まっているドライ加工方法を検討対象とした。特にマイクロプレス加工の無潤滑摩擦における寸法効果を実験的に、その寸法影響について評価報告した。

Electroless Nickel Plating on Disintegrated Pulp Fibers

上野武司・竹村昌太・島田勝廣(都産技研), 岡山隆之(農工大)

繊維学会誌, 67巻, pp. 219-224, (2011)

パルプ繊維を原料とした導電紙を作製するため、パルプ繊維への導電性付与を行った。従来からの樹脂材料への無電解ニッケルめっき工程に対して、表面活性処理及び触媒吸着処理後の乾燥工程を挿入することにより、パルプ繊維表面への無電解めっきを可能とし、導電性が付与できた。これらのめっきパルプ繊維の電気特性を評価した結果、めっき浴温、めっき時間を大きくすること

で、導電性を高めることができた。

LET and Dose Rate Effect on Radiation Induced Copolymerization of Maleimide with Styrene in 2-propanol Solution

中川清子 (都産技研), 田口光正・木村敦 (原子力機構)

Radiation Physics and Chemistry, 80, pp. 1199-1202, (2011)

スチレン及びマレイミドを2-プロパノールに溶解し、放射線(γ線, 電子線, イオンビーム)を照射し、放射線重合の効率と線量率及び線種の影響を検討した。線量率の低い照射及びLETの高いイオンビームでの照射で、高分子量のポリマーが生成した。ラジカルの分布が分子量や生成効率に大きく影響することがわかった。

Mineralization of volatile organic compounds (VOCs) over the catalyst CuO-Co₃O₄-CeO₂ and its applications in industrial odor control

染川正一・萩原利哉・小島正行・藤井恭子・篠田勉 (都産技研), 高鍋和広 (元: 東大, 現: KAUST / サウジアラビア王立科学技術大), 堂免一成 (東大)

Applied Catalysis A: General, vol. 409-410, pp. 209-214, (2011)

Cu, Co, Ce系酸化触媒について、CuOの分散性やCeO₂のシンタリング抑制効果、又は触媒活性などに及ぼす成分の影響を調べた。実機搭載を念頭に、金属酸化触媒をペレット状に成形し、その強度特性を調べた。その結果Cu, Coの酸化物は機械的強度の維持に貢献することがわかった。さらに反応速度解析を行った結果、表面反応律速でないことと、生成物の影響を少し受けていることが示唆された。実用化に向けたスケールアップ試験において、実際の塗装現場の悪臭をほぼ無臭にまで分解できることが確認され、その前後のガス成分も詳細に分析された。

Structural and mechanical properties of DLC films prepared by bipolar PBII&D

崔竣豪・石井啓資・加藤孝久 (東大), 川口雅弘 (都産技研), Lee Wonsik (韓国産業研究所)

Diamond & Related Materials, 20, pp. 845-848, (2011)

バイポーラPBII&D法によりDLCを成膜し、その機械的特性評価を行った。また、ラマン分光分析を用いて膜の構造解析を行い、機械的特性との相関について検討した。その結果、処理条件をパラメータとすることで、Graphite-like carbonからPolymer-like carbonまでDLC膜構造を制御できることを見出した。

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)

食品照射, 第46巻, pp. 1-7, (2011)

放射線照射された豆類の検知にPSL法を適用の可能性を検証した。最初のスクリーニングPSL測定では未照射にも関わらず照射疑いの判定を示す豆試料があり試料毎に変動が認められた。

しかし、校正線量を再照射した場合いずれの豆類も非常に強いPSL発光を示し、また、スクリーニングPSL/校正PSLの比(PSL発光比)を取ることで、照射品を明確に識別できることがわかった。

Effect of the kinds of alcohols on the structure and stability of calcium oxide catalyst in triolein

浦崎香織里 (都産技研), 浦崎浩平・高木俊輔・向山昂・Jayaraj Christopher・加藤茂・山崎章弘・小島紀徳・里川重夫 (成蹊大)

Applied Catalysis A: General 411-412, pp. 44-50, (2012)

酸化カルシウム触媒を用いて様々なアルコール存在下におけるトリオレイン(油脂)のエステル交換反応を行った。メタノールを用いた系では高い反応率を得たが、副生成物の生成が確認された。一方、エタノールを用いた系では、メタノールよりも反応率が劣るものの副生成物が生じなかった。この結果から、カルシウムジグリセロキシドの生成はメタノールの存在に依存するものと推察される。

マイクロ波を利用した簡易で迅速なCOD測定法の開発

荒川豊 (都産技研), 栗田恵子 (元都産技研), 杉森博和・田熊保彦・安藤恵理 (都産技研), 山田明文 (長岡技科大)

電気化学会 技術・教育研究論文誌 第18巻, pp. 71-78, (2012)

COD測定における酸化分解プロセスにおいて、マイクロ波を活用し加熱操作の迅速化・簡易化を図った。マイクロ波を活用するに当たり、加熱むらの問題を、独自に開発したバイアル瓶ラックにより解決した。試薬費用量を従来の1/10をして、コストの削減及び環境負荷の低減を達成した。L-グルタミン酸-ラクトース混合溶液に対し、JIS法と本法との測定結果には0.9以上の良好な相関が認められた。

ワイヤブラシを使用したCVDダイヤモンド薄膜の熱化学研磨

藤巻研吾・横澤毅 (都産技研)

精密工学会誌 78巻, pp. 81-85, (2012)

著者らはダイヤモンド薄膜の研磨方法として、ワイヤブラシを使用した熱化学研磨を新たに提案している。適度に弾性を有した工具を用いて軽負荷で擦ることにより、広い平面や曲面においてもダイヤモンド薄膜に剥離を生じることなく安定的に熱化学研磨を行うことが可能になる。本稿では、実際にワイヤブラシを使ったダイヤモンド薄膜の熱化学研磨の実験を行い、基礎的な特性を明らかにした。

金属繊維用編針へのDLC膜の適用

川口雅弘・堀江暁 (都産技研)

材料試験技術 vol. 57, No. 1, pp. 39-44, (2012)

金属繊維用編針にDLCを成膜し、膜の機械的特性評価とその発現メカニズムについて、特にDLC膜の水素含有量の観点より検討した。また、金属繊維編成試験を行い、DLC膜の効果について検証した。その結果、編針用保護膜としてDLC膜が十分適用できることを見出した。

手術器械の固体管理に利用可能なセラミック型RFIDの基礎的検証
山下和彦(東京医保大), 楠田佳緒(お茶大), 井上優美(東京医保大), 田中慎一・倉岡圭子(聖医大), 本田宏・小美野勝(済生会栗橋病院), 島田茂伸(都産技研), 大林俊彦・斎藤祐平(東大), 太田裕治(お茶大), 伊福部達(東大), 大久保憲(東京医保大)
ライフサポート, Vol. 23, No. 4, (2011)

手術器械の個体管理にRFIDを用いるアイデアを基に, 実際に使用に耐えるかの基礎的な検証を行った。たとえば, 滅菌処理における化学的強度, 繰返し応力による機械的なストレステスト等である。また, コンタミ混入などにもフォーカスし検討を行った。

Quantitative Analysis of Mycoflora on Commercial Domestic Fruits in Japan

渡辺麻衣子(国立衛研), 堤史行(東海大), 小沼ルミ(都産技研), 小季謙一(東大), 瓦田研介(都産技研), 小西良子(国立衛研), 熊谷進(東大), 高鳥浩介(カビ相談センター), 小沼博隆(東海大), 工藤由起子(国立衛研)

Journal of Food Protection Sep. 2011, Vol. 74 Issue 9, pp. 1488-1499, (2011)

日本産の果物9種の表面に汚染した微生物を検査した。果物で高頻度に認められた菌類はCladosporium > Penicilliumであったが, 各果物で最も菌類数が多かったのはカンタロープメロンのAcremonium, ブドウのAspergillus, リンゴ, ブルーベリー及びモモのAureobasidiumとレモンのSporobolomycesであった。

Evaluation of the Effect of Coherence on the Blur-Corrected Images in Soft X-ray Projection CT Microscopy

椎名達雄・小山護哲(千葉大), 吉村英恭(明治大), 金城康人(都産技研), 伊藤敦(東海大), 本田捷夫(本田光技研), 矢田慶治(東研), 篠原邦夫(早大)

Photon Factory Activity Report 2010 #28 Part B (2011)

従来のインコヒーレント光源, 高コヒーレント光源, 中間コヒーレント光源の三者を用いた拡大投影型軟X線顕微鏡による試料観察, 及びフーリエ逆変換法によるフレネル縞由来のボケ修正(イタレーション)を行った。修正に必要なイタレーションの回数は光源のコヒーレンスに逆相関し, またコヒーレンスそのものは光源に挿入するピンホールサイズの小型化によっても改善が可能なが示唆された。

Nitriding of high speed steel by bipolar PBII for improvement in adhesion strength of DLC films

崔俊豪・副島広志・加藤孝久(東大), 川口雅弘(都産技研), Lee Wonsik(韓国産業研究所)

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Volume 272, pp. 357-360, (2012)

バイポーラPBII&D法によりSKH2表面の窒素イオン注入処理を行い, 続いてDLCを成膜し, その膜の評価を行った。その結果, 窒素イオン注入処理を行うことで, DLC膜の密着性が向上する処理条件を見出した。注入された窒素イオンのアンカー効果が要因の一つであると考えられる。

Numerically Stable Public Fragile Watermarking Method for 3D model Authentication

大平倫宏(都産技研)

The 13th IASTED International Conference on Signal and Image Processing, pp. 759-042, (2011)

この論文では, 3Dモデルへの数値安定な脆弱型電子透かし方法について, 新たな方法の提案を行った。従来より, 頂点座標に脆弱型の電子透かしを埋め込む方法が提案されており, モデルの改ざん検知などに用いられてきた。しかし, それらの従来法では, 実用面で, 数値安定性や, 安全性の問題があった。提案法は, 従来法と比較して, 十分な量の透かしを埋め込むことができ, かつ数値安定で, 安全な方法となっている。

仮想非ホロノミック拘束を用いた反力提示機能のあるスピニング加工用教示システムの開発

関口明生(都産技研), 荒井裕彦(産総研)

日本ロボット学会誌, Vol. 30, No. 2, pp. 188-194, (2012)

ローラ反力を力覚提示する機能を備えたスピニング加工用の教示装置を試作し, 仮想内部モデルを用いたマスタスレーブ制御を適用した教示加工システムを開発した。円錐形状製品のしごきスピニング加工実験により, 基礎的な実用性を示した。絞りスピニング加工実験においては, マスタスレーブ制御に仮想非ホロノミック拘束を応用した制御方法を提案し, 半球形製品の成形実験を通して基本的な振る舞いを明らかにした。

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)

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, B 272, pp. 458-461, (2012)

微細金型では離型が難しく有効な方法がいろいろと検討されている。金型材に炭素材を用いて, その表面へイオンを照射することで, 炭素材の表面を改質する方法を検討した。特に表面の変化照射前後の変化について考察した。

Preparation of Activated-Carbon-Supported Iron Oxide by Homogeneous Precipitation Technique

峯英一・菊池有加(都産技研), 小林芳男(茨城大), 上野博志(都産技研)

Journal of Chemical Engineering of Japan, Vol. 44, No. 12, December, (2011)

Auナノ粒子は生体中での滞留時間が長く, X線吸収能力をもつためX線CTなど医療用画像診断の造影剤として利用が期待される。本研究では, Auナノ粒子の分散性を向上するためシリカカプセル化手法について検討した。また, 血液滞留性を向上するため, 複合粒子表面のポリエチレングリコール処理についても検討した。作製した表面処理済み複合粒子はマウスへの投与により造影性能を評価した。

外部発表一覧／口頭発表

FPGA/SoCにおける高フレキシブル RTOS タスクトレーサ IP

武田有司・大原衛・岡部忠・佐藤研（都産技研）

（一社）電子情報通信学会 ディペンダブルコンピューティング・コンピュータシステム研究会

近年、FPGA/SoCにおいてマルチコア化とRTOS利用が進められているが、従来のタスクトレースではOSへのフック処理が専用H/W (ICE) によるため、リアルタイム監視やマルチコア対応が困難である。そこで、FPGA/SoCの汎用バスを監視し、タスク遷移をリアルタイムに検出するIPを開発した。本IPは、コア数と通信I/Fの選択性と、トレースデータの圧縮機能を持ち、2コア構成のTOPPERS/FMPでトレースを行った結果、コアへの負荷がゼロ、そして、データ量が46.6%削減されることを確認した。

超並列数値シミュレーションにおける倍精度浮動小数点データ圧縮手法に関する一考察

大原衛・山口隆志（都産技研）

（一社）電子情報通信学会 ディペンダブルコンピューティング、コンピュータシステム研究会

GPGPUなどの超並列環境を用いて科学技術計算を行う場合、計算結果や途中経過を主記憶上に転送する必要がある。これらのデータは膨大な量になりうるため、特にチェックポイントニングなどの用途では、データを圧縮することが望まれる。本稿では、このような用途に適した並列データ圧縮手法として、浮動小数点数の補外を用いる方法を提案する。また、提案手法のGPUへの実装と、圧縮率、圧縮速度の測定結果について報告した。

束データ方式による非同期式回路のFPGA実装とその性能評価

岡部忠（都産技研）

（一社）電子情報通信学会 リコンフィギャラブルシステム研究会

非同期式設計は消費電力や輻射ノイズ等の同期式設計に内在した諸問題を解決することができ近年注目を集めている。本発表では、非同期式設計されたデジタル回路をFPGA上のソフトマクロCPUと接続するシステム構築を想定し、CPUとの接続法及びIF回路を提案する。加えて、非同期式設計を用いて設計した非同期式IPとFPGA上のソフトマクロCPUとを接続したシステムをFPGAに実装し、動作確認及び同期式設計システムとの性能比較を行ったので報告した。

ハロゲン及び硫黄の自動分析装置の開発（その19）：多元素燃焼標準を用いる分析法のバリデーション

長嶋潜・岩井卓史（ナックテクノサービス）、出羽好（ヤナコ機器開発研究所）、菊池有加・峯英一・上野博志（都産技研）

第78回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会 第86回計測自動制御学会力学量計測部会 第28回合同シンポジウム

従来からハロゲン及び硫黄の自動分析装置の分析対象であったF, Cl, Brに加え、Iを分析対象とした国際規格への対応を目的

として、これら4種のハロゲンを同時分析するための最適な分析条件を検討し、得られたいくつかのバリデーションデータを紹介した。

CVD Diamond Film polishing method and Dry Press Forming with CVD Diamond Film Coated Die

横沢毅（都産技研）、片岡征二（湘南工大）、玉置賢次・藤巻研吾・中村健太（都産技研）、相澤龍彦（芝浦工大）

5th International Conference on New Diamond and Nano Carbons 2011

砥粒レス超音波研磨法によって研磨を施したCVDダイヤモンド膜コーテッド工具で、厚さ1mmのSUS304のドライ絞り加工を行った。その結果、1万回の加工を達成した。また、CVDダイヤモンド膜コーテッド工具にチップングや凝着は認められず、被加工物表面にも凝着や擦過痕は認められなかった。以上の結果から、CVDダイヤモンド膜コーテッド工具の実用化への可能性を確認することができた。

ADC12ダイカストを用いた発泡剤不使用高気孔率ポーラスAIの作製とその圧縮特性

加藤規規・半谷禎彦（群大院）、宇都宮登雄（芝浦工大）、北原総一郎（グンダイ）、桑水流理（福井大）、吉川暢宏（東大生研）、高橋俊也（都産技研）

（一社）軽金属学会 第120回春季大会

ポーラスアルミニウム (Al) は軽量性・衝撃吸収性に優れた多孔質金属である。しかし、ポーラスAlは製造コストが高いことが問題となっている。そこで本研究では、ADC12合金ダイカスト板材に含まれる鑄造時のガス欠陥を利用して発泡剤不使用のポーラスAlの製作が可能であるか検討を行い、圧縮特性を評価した。

Determination of trace elements in magnesium and magnesium alloys by inductively coupled plasma spectrometry for standardization

上本道久（都産技研）

IUPAC International Congress on Analytical Sciences 2011 (ICAS2011)

マグネシウム地金及び合金中の微量元素元素の定量方法に関して、標準化に向けた分析手法の検討を行った。JIS規格として制定するまでのプロセス及びISO提案のための基本コンセプト、共同分析のためのプロトコル作成手順などの成果を発表した。

各種アルミ材表面へのDLC膜の適用

川口雅弘（都産技研）、北川貴稔・村上雅人（芝浦工大）、清水綾（都産技研）

（一社）日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2011 春東京

各種アルミ材料表面に対して、PBII&D法によりDLCを成膜し、その評価を行った。その結果、基本的に中間層なしにDLCを成膜できるが、Si添加をすることでさらに密着性が増すことを確認した。本研究の処理条件では、Si添加時の注入深さが

100nm程度であると見積もることができた。

DLC膜におけるラマンパラメータと機械的特性の相関評価

日比貴之・崔竣豪・加藤孝久（東大），川口雅弘（都産技研），稲吉成彦（デンソー）

（一社）日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2011 春東京

バイポーラ型PBII&D法を用いてDLCを成膜し，その機械的特性とラマンパラメータの関係について検討した。その結果，DLC膜の中でもグラファイトライクなもの（GLC）と，ポリマールイクなもの（PLC）が存在することを見出した。また，GLC，PLCで機械的特性が大きく異なることを確認した。

PBII&D法により成膜したDLC膜の摩擦特性におよぼす加熱処理の影響

徳田祐樹・佐々木信也（理科大），川口雅弘（都産技研）

（一社）日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2011 春東京

PBII&D法によりDLCを成膜し，各種加熱処理後の摩擦特性を評価した。その結果，加熱により摩擦特性が向上する成膜条件を見出した。摩擦特性が向上するメカニズムをより詳細に明らかにすることは今後の課題であるが，PBII&D処理時の水素イオン注入が特性向上発現の一員であると考えられる。

DLC膜の摩擦・摩耗特性におよぼす雰囲気ガスの影響

大島健太・徳田祐樹・坪井涼・佐々木信也（理科大），川口雅弘（都産技研）

（一社）日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2011 春東京

PBII&D法によりDLCを成膜し，各種雰囲気下における摩擦摩耗特性を評価した。その結果，水素雰囲気中において摩擦摩耗特性が向上すること確認した。DLC膜同士に挟まれた摺動界面において，各DLC表面の水素終端基の反発作用が要因の一つであると考えられる。

Modeling of the surface color controlled by Ag nanograin structure

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）

SPIE Optical Metrology 2011

近年，（共著者らによって）銀鏡面にAgナノ粒子構造を形成し，黄，赤，青と発色する技術が開発された。この金属面の誘電率モデルとして，Drude-Lorentzモデルを元にした振動子モデルを提案し，分光反射分布及び色度において，実験値とよく一致することを示した。

真空中でのCVDダイヤモンド膜とSUS材の摺動特性

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），中間一夫・前田雅人（山陽特殊製鋼）

（一社）日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2011 春東京

CVDダイヤモンド膜とSUS材の摺動を対象に，SUS材のNi

添加量と摩擦特性の関係を調べた。その結果，摺動により摩擦面に生成される炭素膜が摩擦係数の低下を引き起こしていることがわかった。また，炭素膜の生成にはSUSに含有されるNiが必要であることを見出した。

ADC12ダイカストの内部ガスを利用したポーラスAIの圧縮挙動

加藤弘規・半谷禎彦（群大院），高橋俊也（都産技研），宇都宮登雄（芝浦工大），北原総一郎（グンダイ），桑水流理（福井大），吉川暢宏（東大生研）

（公社）鋳造工学会 第158回全国講演大会

ポーラスアルミニウム（AI）は軽量性・衝撃吸収性に優れた多孔質金属である。しかし，ポーラスAIは製造コストが高いことが問題となっている。そこで本研究では，ADC12合金ダイカスト板材に含まれる鋳造時のガス欠陥を利用して発泡剤不使用のポーラスAIを作製し，X線CT装置内部で圧縮試験を行い，その圧縮挙動を調査した。

純チタン箔のマイクロ連続円筒深絞り試験

清水徹英（都産技研），岩岡修平・真鍋健一（首都大）

（一社）日本塑性加工学会，日本機械学会共催 平成23年度塑性加工春季講演会

マイクロプレス加工において，純チタン箔を用いた場合に，その表面に酸化被膜が存在することに注目した。特に厚さの異なる酸化被膜を形成した純チタン箔材を用いて，マイクロ連続深絞り試験を行い，より顕著な凝着挙動を示すことを明らかにした。

仕上げ抜きにおける速度効果 第二報 FEMによる数値的検討

中村健太（都産技研），村川正夫（日工大），土屋敏郎（山本製作所）

（一社）日本塑性加工学会 第42回塑性加工春季講演会

厚さ4mm程度のS20C，S45C，SK5のような炭素含有量の異なる材料を丸穴形状の仕上げ抜き加工した際に，加工速度が切り口面性状に与える影響の他，加工温度やパンチ締め付け力にも着目してFEM解析により検討した。

仕上げ抜きにおける速度効果 第一報 サーボプレスによる実験的検討

中村健太（都産技研），村川正夫（日工大），土屋敏郎（山本製作所）

（一社）日本塑性加工学会 第42回塑性加工春季講演会

厚さ4mm程度のS20C，S45C，SK5のような炭素含有量の異なる材料を対象に，炭素量と加工速度が切り口面性状に与える影響を，サーボプレス機で丸穴形状の仕上げ抜き加工を行うことで実験的に検討した。

減圧凝固法によるAC4CHの溶湯品質に及ぼす試験条件の影響

岩清水康二（岩手県工技セ），佐藤健二（都産技研），池浩之・高川貫仁（岩手県工技セ）

（公社）日本鋳造工学会 第154回全国講演大会

減圧凝固試験法はアルミニウム合金溶湯の簡便な品質評価法として用いられている。炉前試験法としての精度向上のため，AC4CH溶湯評価における試験時の不安定要因の溶湯温度，水素

量、試験圧力の影響を検討した。

高濃度銅含有鋼スクラップの粉末冶金法によるリサイクル法の基礎検討

岩岡拓 (都産技研), 藤木章 (芝浦工大)

(社) 粉体粉末冶金協会 平成 23 年度春季大会 (第 107 回講演大会)

現在、自動車のリサイクルでは、車体とハーネス (銅線主体) の圧縮塊が溶解されている。銅は、鉄の結晶粒界に侵入し強度劣化を起こす有害元素であるが、除去が困難である。今後、ハイブリット車も増え、モーター巻線等からの銅の混入も予測されるため、新しいリサイクル法が必要である。そこで我々は、粉末冶金法により高濃度銅含有鋼のリサイクルを検討したので報告した。

Al-4mass% Mg メカニカルアロイ粉末を用いたマグネシウム焼結体の複合組織化の検討

根本真弓 (岩手大), 岩岡拓 (都産技研), 中村満 (岩手大)

(社) 粉体粉末冶金協会 平成 23 年度春季大会 (第 107 回講演大会)

純 Mg 粉末は、純 Al 粉末との混合や、高圧力成形あるいは温間成形により、その圧縮性及び焼結性が改善されるが、焼結過程で粗大化した Mg-Al 相及び気孔によって脆化や耐力の低下が起こり強度特性に問題が残る。そこで、純 Mg 粉末にメカニカルアロイ粉を混合し、焼結組織の複合化による強度特性の改善を目的とした Mg-Al 系焼結複合材料の検討を行った。

遊星ボールミルによる Fe-Cu-C 系圧粉体特性に及ぼす強制混合の影響

岩岡拓 (都産技研), 藤木章 (芝浦工大), 浅見淳一 (中小機構)

(社) 粉体粉末冶金協会 平成 23 年度秋季大会 (第 108 回講演大会)

遊星ボールミリングの強制混合の効果に注目し、純 Fe 粉を母粉とした混合粉と、Fe-Cu 合金粉を母粉とした混合粉を遊星ボールミリングにより作製し、手混合による単純混合と機械的な強制混合によって得られたそれぞれの混合粉の圧粉成形性及び焼結性について比較を行い、Fe-Cu 合金粉を原料粉とする焼結鋼の組織に及ぼす強制混合の効果について検討を行った。

マグネシウムの粉末冶金に及ぼす短時間ボールミリングの影響

根本真弓 (岩手大), 岩岡拓 (都産技研), 中村満 (岩手大)

(社) 粉体粉末冶金協会 平成 23 年度秋季大会 (第 108 回講演大会)

数分程度の短時間のミリング処理により、微細に粉碎されずに圧延されたままの粉末や、添加粉末が母材の Mg 粉末に圧着するような均一な混合粉末の作製を試みた。また、単純混合及び短時間ボールミル混合した Mg 系混合粉末の圧粉成形性及び焼結性について比較し、それらに及ぼす短時間ボールミリングの影響について検討を行った。

亜鉛めっきのパナジン酸耐食性化成皮膜形成に及ぼす錯化剤の影響

浦崎香織里・梶山哲人 (都産技研)

日本材料科学会 平成 23 年度学術講演大会

亜鉛めっきの化成処理液のクロムフリー化が求められている。

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、パナジン酸塩を用いた系において皮膜の耐食性を見いだすことに成功した。また、化成処理液に含まれる錯化剤の検討及びさまざまな処理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、パナジン酸化成皮膜に環境対応型耐食性化成処理技術としての可能性が示唆された。

ニッケルめっき皮膜の構造におよぼすクエン酸ニッケルめっき浴中の微量金属の影響

尾家義明 (関東学大), 若杉憲治 (三ツ矢), 村上祥教 (小島化学薬品), 浦崎香織里 (都産技研), 山下嗣人 (関東学大)

日本材料科学会 平成 23 年度学術講演大会

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、環境低負荷型クエン酸ニッケルめっき浴 (クエン酸浴) に及ぼす銅及び鉛不純物の影響について電気化学的及び構造学的に検討した。その結果、クエン酸浴からのニッケル電析皮膜に及ぼす金属不純物の影響は、低電流密度及び貴な電析電位で受けやすいことが確認された。

ニッケル電析皮膜の特性におよぼすニッケルめっき浴中微量金属不純物の影響

尾家義明 (関東学大), 若杉憲治 (三ツ矢), 浦崎香織里 (都産技研), 山下嗣人 (関東学大)

(社) 日本電子回路工業会 第 41 回国際電子回路産業展 アカデミックプラザ

めっきプロセス中に混入する可能性のある銅及び鉛イオンがニッケルめっき皮膜の特性に及ぼす影響を、電気化学的及び構造学的に解析した。カソード分極曲線、交流インピーダンス、表面粗さ、構造解析などから金属イオンの挙動を検討した結果、従来浴においては金属イオンがめっき皮膜の構造に影響を与えることが確認されたが、環境低負荷型クエン酸ニッケルめっき浴においては、それらの影響が極めて小さいことが確認された。

金属繊維を活用したミスト捕集フィルタの開発

樋口明久 (都産技研)

(社) 繊維学会 平成 23 年度繊維学会年次大会

中小塗装工場では、塗装時にミストが空気中に飛散するため、捕集フィルタを使用していた。しかし、従来品はポリエステル繊維不織布などであり、塗装ミストは樹脂成分が多いため、捕集後のフィルタ再生処理は難しく、殆どは埋立てや焼却処分されていた。そこで、本研究では耐熱性金属繊維フィルタを新規に開発し、再生利用を可能とした。

PET/PTT 溶融ブレンド繊維の常圧染色性に対する高速紡糸による繊維構造形成の影響

許琛・山本清志 (都産技研), 宝田亘・鞠谷雄士 (東工大)

(社) 繊維学会 平成 23 年度繊維学会年次大会

溶融ブレンドの手法を用いて PET に PTT を導入し高速紡糸を行い、得られた改質繊維に対し常圧染色を行った結果、PTT 繊維より高い染色濃度及び PET 繊維と同等の染色堅ろう度が得

られた。更に、溶融ブレンドの高速紡糸による繊維構造の変化が常圧染色性の向上に寄与したと考察した。

LED 応用製品の高調波に関する一考察

梶健一・小林丈士・宮島良一・三上和正 (都産技研)

(一社) 電子情報通信学会 電磁環境研究会

“省エネ”をキーワードに、LED 電球や LED 直管型といった LED 応用製品の普及が拡大している。しかし、LED 応用製品は比較的新しい製品であるため一部の規格において適用対象外となっているため、高調波について配慮されてない製品が見受けられる。そこで、照明に関わる高調波に関する規格をまとめ、市販されている LED 応用製品について高調波電流測定を行い、さらに測定結果について検討を行い報告した。

Force-distribution-based Evaluation of Product Design Suitable for Dynamically Dexterous Human Hand Manipulation

佐々木智典 (都産技研), 橋本洋志 (産技大), 横田祥 (撰大), 大山恭弘 (東京工科大), 石井千春 (法政大)

20th IEEE International Symposium on Industrial Electronics (ISIE2011)

どのような形状が操作に適しているかを力学的に評価できることはよりよいプロダクトデザインを達成するために有益であると考えられるが、実物により行うことは困難である。本発表では被験者の手動作とリアルタイムに連動するハンドモデルによって物理シミュレーション空間において物体の操作を行える評価システムの試作開発について述べ、これを用いて行った実験例を示した。

新潟市における降水中トリチウムと主要イオンとの濃度の年間および季節変化

OJiaoYurong・石田さゆり (新潟大院), 柳麻美・今泉洋・狩野直樹 (新潟大), 斎藤正明 (都産技研), 加藤徳雄 (愛媛医技大), 石井吉之 (低温研)

(公社) 日本アイソトープ協会 第48回 アイソトープ・放射線 研究発表会

降水中のトリチウム、主要陽イオン及び陰イオン成分を観測し、気団動態や汚染物質の輸送の調査を行った。台風による降水には海洋性気回の特徴が強く見られたこと、カルシウムとトリチウム放射能の季節的変動はよく類似していたこと、さらに後方流跡線解析法は短期降水中成分の動態を解析するのに有用であることを明らかにした。

Effect of pre-heat treatment on wear property of DLC films coated by PBII&D

徳田祐樹・佐々木信也 (理科大), 川口雅弘 (都産技研)

6th China International Symposium on Tribology-LANZHOU

PBII&D 法により DLC を成膜し、加熱処理を摩耗特性の関係について検討した。その結果、加熱による DLC 膜のグラファイト化が摩耗特性に影響を及ぼすことを確認した。RBS/ERDA を用いて水素含有量を測定したところ、水素の脱離が確認できたこ

とから、加熱による水素の脱離が支配因子のひとつであることを見出した。

塗装乾燥炉から発生するヤニの分析および触媒分解特性

萩原利哉・小島正行・染川正一・藤井恭子・篠田勉 (都産技研)

(社) 環境科学会 環境科学会 2011 年会

触媒毒であるヤニの除去方法検討を目的とし、都内中小塗装工場の乾燥炉ダクト内から採集したヤニの成分分析を行った。また、ヤニを白金触媒及び都産技研が開発した酸化物触媒に被毒させ熱分解特性の評価を行った。

マイクロ波を利用した簡易で迅速な COD 測定法の開発

荒田豊 (都産技研), 栗田恵子 (元都産技研), 杉森博和・田熊保彦・安藤恵理 (都産技研), 山田明文 (長岡技科大)

(公社) 電気化学会 2011 電気化学秋季大会

COD 測定で最も時間を要す加熱プロセスにおいて、マイクロ波 (電子レンジ) を用い、簡易・迅速化を図った新しい COD 測定法について述べた。専用のバイアルラックを考案し、加熱むらを抑制することで、多検体の試料を同時加熱し、測定の効率化を図った。L-グルタミン酸-ラクトース混合溶液に対し、JIS 法の酸性過マンガン酸カリウム法と本法による COD 値と間には、0.9 以上の高い相関が認められた。

PBII&D 法により成膜した DLC 膜の摩擦特性におよぼす加熱処理の影響

徳田祐樹 (理科大), 川口雅弘 (都産技研), 佐々木信也 (理科大)

(一社) 日本機械学会 2011 年度年次大会

PBII&D 法により成膜した DLC 膜の摩擦試験を行い、加熱処理の影響について検討した。その結果、加熱処理による DLC 膜のグラファイト化が摩擦特性に影響を及ぼすことを確認した。水素脱離を抑制することが、更なる特性向上を促すと考えられる。

超音波照射を用いた排水中有機物の分解

藤田寛之 (成蹊大), 田熊保彦・杉森博和 (都産技研), 加藤茂・小島紀徳 (成蹊大)

(公社) 化学工学会 第43回秋季大会

ソノケミカルリアクションによる排水中有機物質の分解除去についての検討を行った。フェノール類を対象物質として反応速度論的検討を行ったところ、反応は1次反応と0次反応の間であることが示された。また、液体クロマトグラフィーを用いた結果から複数の反応生成物が存在することが確認されたものの、全有機体炭素が減少していることから、最終的に有機物は無機化されているものと考えられる。

低鉄イオンおよび鉄粉を用いたフェントン反応機構

遠藤剛・齋藤宏樹 (成蹊大), 田熊保彦 (都産技研), 加藤茂・里川重夫・小島紀徳 (成蹊大)

(公社) 化学工学会 第43回秋季大会

促進酸化法の一つであるフェントン反応による有機物質の分解に関する研究を行った。複数の反応が同時に起こるため複雑な反

応機構を示すフェントン反応について、実験により得られた反応速度に関するデータとコンピュータシミュレーションを用い、その反応機構を推定した。

光源の色みえの違いに関する視感評価実験

岩永敏秀・中村広隆（都産技研），市原茂・山下利之・石原正規（首都大）

（一社）照明学会 平成 23 年度照明学会第 44 回全国大会

CIECAM02 に基づく新しい均等色空間として、CIECAM02-UCS が提案されている。今回、LED 光源、蛍光ランプ、白熱電球について、色みえの違いに関する視感評価実験を行い、その結果と CIECAM02-UCS による計算値との比較を行い、考察を行った。

中小企業への技術支援から見る機器・製品の騒音問題

神田浩一（都産技研）

（公社）日本騒音制御工学会 平成 23（2011）年秋季研究発表会

都産技研では中小企業への技術支援として、機器・製品の騒音試験や対策への相談に対応している。最近の家電、情報機器、医療機器等の試験、相談事例から、最近の騒音問題と音に関する企業のニーズを考察した。

非晶質炭酸カルシウムの圧力誘起結晶化：含水量と圧力応答の関係

丸山浩司（東大），吉野徹（都産技研），鍵裕之（東大）

日本地球化学会 2011 年度日本地球化学会第 58 回年会

非晶質炭酸カルシウム（ACC, $\text{CaCO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ）は熱力学的に不安定であり、条件によっては短時間でより安定な結晶相の炭酸カルシウムに変化する。本研究では、新たに ACC の加圧実験を行い、圧力により ACC が結晶化することを発見した。また、これまで報告されてきた ACC 合成では、合成の際に行う真空乾燥条件について詳しく考察されていない。そこで、真空乾燥条件によって ACC の含水量を制御できる可能性についても併せて検討した。

Mg^{2+} 存在下で析出する CaCO_3 の結晶多形に及ぼすアスパラギン酸の影響

山崎香奈（東大），吉野徹（都産技研），角野浩史・鍵裕之（東大）

日本地球化学会 2011 年度日本地球化学会第 58 回年会

海水と同程度の濃度で Mg^{2+} を含んだ炭酸カルシウム過飽和溶液にアスパラギン酸（Asp）を加えて炭酸カルシウムを合成した。Asp 添加量に伴う炭酸カルシウムの多形比や Mg 含有量の変化を調べ、Asp が Mg^{2+} 存在下での calcite 生成を助けるメカニズムについて検討した。

FPGA Implementation of Digital Differentiator Using Richardson Extrapolation and High Sampling Rate Acting Like Fractional Delay

金田泰昌（都産技研），貞弘晃宜（佐世保高専），山北昌毅（東工大）

（公社）計測自動制御学会 SICE Annual Conference 2011

リチャードソン外挿と非整数次遅延を用いた微分器の特性は理想特性に近くなることが知られている。しかし、非整数次遅延の実装には高次フィルタが必要であり、事実上実装することができない。そこで、本研究は非整数次遅延が高速化と等価であることを示し、FPGA を用いることで実装できることを示した。

3D モデルデータの改ざん防止のための電子透かし

大平倫宏（都産技研）

（一社）電子情報通信学会 マルチメディア情報ハイディング・エンリッチメント研究会

この報告では、3D モデルへの改ざん防止のための電子透かし方法について焦点を当てた。今回開発した方法は、従来の方法に比べて、十分な量の電子透かしの埋め込みことができ、かつ改ざんに対して安全であることを明らかにした。

相溶化剤を用いたバナナ繊維／ポリブチレンサクシネート複合体の界面接着性の改良

三本修司（芝浦工大），安田健（都産技研），村上雅人（芝浦工大），梶山哲人（都産技研）

（公社）高分子学会 第 60 回高分子討論会

ポリブチレンサクシネート（PBS）／バナナ繊維（BF）複合体にヘキサメチレンジイソシアネート（HMDI）を添加した材料の作製と評価を行った。PBS / BF / HMDI 複合体をバッチ式混練機を用いて作製した。引張強度は引張試験、衝撃強度はアイゾッド衝撃試験で評価した。バナナ繊維のアルカリ処理条件及び添加量、HMDI 添加時の混練時間及び添加量を詳細に検討した結果、引張強度及び衝撃強度との関係が明らかとなった。

放射線重合における線量率効果および LET 効果の検討

中川清子（都産技研），木村敦・田口光正（原子力機構）

日本放射線化学会 第 54 回放射線化学討論会

スチレン及びマレイミドを 2-プロパノールに溶解し、放射線（ γ 線、電子線、イオンビーム）を照射し、放射線重合の効率と線量率及び線種の影響を検討した。線量率の低い照射及び LET の高いイオンビームでの照射で、高分子量のポリマーが生成した。ラジカルの分布が分子量や生成効率に大きく影響することがわかった。

遺伝子塩基配列を指標とした食品由来 Fusarium 属分離株の同定

渡辺麻衣子（国立衛研），小沼ルミ・瓦田研介（都産技研），小西良子・鎌田洋一（国立衛研）

日本食品微生物学会 第 32 回日本食品微生物学会学術総会

本研究では、Fusarium 属菌分離株を適切に同定できる遺伝子指標を特定するために、塩基配列相同率を指標とした同定精度の比較検討を行った。その結果、species complex を形成する菌種を正しく同定するためには、遺伝子指標には β -tubulin が最も適するということが明らかとなった。

パーティクルボードのパンクを防ぐための空気噴射プレスの開発 (第1報) 空気噴射プレスが高含水率の原料から製造したボードの性能へ与える影響

高麗秀明・五月女博(森林総研), 飯田孝彦・浜野智子・瓦田研介(都産技研)

(公社) 日本木材加工技術協会 第29回年次大会

高含水率パーティクルを原料として, 空気噴射プレス(Air-injection press: AIP) を用いてパーティクルボードの製造を行った。AIPの空気噴射孔径と試作ボードの剥離強度を検討したところ, 噴射孔径が1mmで最大値0.43Mpaを示し十分な強度を有していた。また, AIPを用いてボード製造することでホルムアルデヒド放散量も低減化できることが明らかになった。

パーティクルボードのパンクを防ぐための空気噴射プレスの開発 (第2報) 空気噴射プレスが低含水率の原料から製造したボードの性能へ与える影響

五月女博・高麗秀明(森林総研), 飯田孝彦・浜野智子・瓦田研介(都産技研)

(公社) 日本木材加工技術協会 第29回年次大会

低含水率パーティクルを原料とし, ボード製造時の偶発的に起こるパンク防止に, 空気噴射プレス(Air-injection press: AIP)の効果を検証した。人為的にパンクを起こすようフォーミングしたマットの端部を金属フレームで塞ぎAIPでボードを製造した。AIPを用いることでパンクを防止することができ, 製造したボードの曲げ強度及び剥離強度は十分な強度を有し, ホルムアルデヒド放散量も低減化できた。

未利用バナナ繊維/ポリブチレンサクシネートの複合体の開発

梶山哲人(都産技研), 三本修司(芝浦工大), 安田健(都産技研)
(一社) プラスチック成形加工学会 成形加工シンポジウム'11

世界中に存在する資源としてほとんど利用されずに廃棄されるバナナの葉から作製されたバナナ繊維を用いて, 樹脂との複合体を作製した。複合体はPBS単体に比べ, 曲げ強さと切り欠きを有する試験片の衝撃値の向上がみられた。一方, 切り欠きのない試験片の衝撃値は低下した。そのため, バナナ繊維に対してアルカリ水溶液での表面改質を行った。その結果複合体の衝撃値の向上がみられた。

射出成形金型のゲート幅が流動に及ぼす影響

安田健・清水研一・福田良司(都産技研)

(一社) プラスチック成形加工学会 成形加工シンポジウム'11

プラスチック射出成形において, 異形状多数個取りを行うためには, 金型設計時に金型内の流動を把握できていることが重要な因子となる。そこで, ゲートの幅を変更させたところ, 射出速度, 樹脂温度により異なる流れとなった。

減圧凝固試験法によるAC7A溶湯のガス量評価

佐藤健二(都産技研), 岩清水康二(岩手県工技セ)

(公社) 日本鑄造工学会 第159回全国講演大会

溶融AC7A(Al-5mass%Mg合金)合金はAl合金の中でも酸化

しやすく, また, ガス吸収が起こりやすい合金である。このため, 減圧凝固法による評価がやや困難な合金系である。本研究では, 減圧凝固法によってAC7A溶湯のガス量評価を行い, その特徴を明らかにした。さらにTi-B添加による結晶微細化のポロシティ分布の形態について検討した。

瓢箪形南蛮鉄の解析

佐藤健二(都産技研), 河内國平(奈良・刀匠)

(公社) 日本鑄造工学会 第159回全国講演大会

南蛮鉄は16世紀ごろ, ポルトガルやオランダから輸入された鋼素材である。この中で特に特徴的な形態を持つ瓢箪形の完品を解析する機会が得られた。瓢箪形は白鉄を熱処理し鍛造加工した構造であり, この形態や組織について解析した結果を報告した。

Effect of Microstructure of Metal Foils on Frictional Behaviour in Micro Deep Drawing

清水徹英(都産技研), 真鍋健一(首都大), 小川真弘(首都大)

The 4th Asian Workshop on Nano/Micro Forming Technology

微小構成部品の製造方法として低コストかつ大量生産が可能な微細成形プレス技術が注目されている。特に重要となる微細プレス特有の界面挙動の解明を目的として, 金属箔材の結晶粒径による表面あられ挙動が摩擦抵抗に及ぼす影響を検討した。その結果, 粗大粒を有するリン青銅箔材は, 圧延材と比較して大きな摩擦抵抗を示すことを明らかにした。

サーボプレスを用いたせん断加工の研究(第四報 仕上げ抜きにおいて生ずる発熱と速度の関係に対する考察)

中村健太(都産技研), 村川正夫(日工大), 土屋敏郎(山本製作所)
(一社) 日本塑性加工学会 第62回塑性加工連合講演会

厚さ4mmの炭素含有量の異なる鋼板を対象に, 炭素量と加工速度が切り口面性状に与える影響を, 加工速度とせん断部での発熱に着目して, FEMを用いて解析的に検討した結果, 加工速度の増大により発熱量が多くなり, この傾向は炭素量の少ないものほど顕著であることがわかった。

サーボプレスを用いたせん断加工の研究(第三報 仕上げ抜きにおける製品精度に及ぼす速度効果)

松本朗・古閑伸裕(日工大), 中村健太(都産技研), 土屋敏郎(山本製作所), 村川正夫(日工大)

(一社) 日本塑性加工学会 第62回塑性加工連合講演会

厚さ4mmの炭素含有量の異なる鋼板を対象に, 炭素量と加工速度が切り口面性状と製品精度に与える影響を実験的に検証した結果, 加工速度の増大に伴って切口面のせん断面比率が向上し, この効果は高炭素鋼で顕著であった。また, 加工速度が製品精度に与える影響は小さいことがわかった。

ハイテン材のせん断加工に関する研究 (第1報 プレス加工によりスーパーハイテン材平滑切り口面を得る方法)

村川正夫 (日工大), 中村健太 (都産技研), 土屋敏郎 (山本製作所), 松本朗・古閑伸裕 (日工大)

(一社) 日本塑性加工学会 第62回塑性加工連合講演会

ハイテン材の鋼板を対象に, 加工速度が切り口面性状に与える影響と, 切り口面性状向上のためのシェービング加工について実験的に検証した結果, 590MPa級のハイテンでは加工速度の増大により切口面のせん断面比率の向上がみられたが, 980MPa級のハイテンでは速度効果はみられなかった。一方, シェービング加工を行うことで, 980MPa級のハイテンでも全面せん断面の切口面が得られることを見出した。

Applications of diamond-like carbon film for rubber by Plasma Based Ion Implantation and Deposition

清水綾・清水研一・川口雅弘 (都産技研)

(一社) 日本トライボロジー学会 International Tribology Conference Hiroshima 2011

部品への異物混入は電子機器の誤作動の原因の一つとなっているため, Oリングやベローズ等の摺動ゴム部品に対して, 異物混入のきっかけとなる潤滑剤を使わない素材の開発が求められている。一方, ダイヤモンドライクカーボン (DLC; diamond-like carbon) 膜は, 優れたトライボロジー特性, 化学的安定性や電氣的安定性を有するため, 自動車などの一般機械部品での表面改質技術として実用化されている。本研究では, ゴム基材表面にDLC成膜を施し, その適用の可能性について検討した。

Properties of DLC film deposited by Plasma Based Ion Implantation and Deposition

川口雅弘・森河和雄・林英男・渡邊貞之・中西正一・西村信司・上野博志 (都産技研)

(一社) 日本トライボロジー学会 International Tribology Conference Hiroshima 2011

PBII&D法によりDLCを成膜し, その機械的特性について水素含有量の観点より検討した。また, 水素フリーDLCに対してPBII&D法で水素イオン注入を行い, 水素含有量の観点より検討した。その結果, 今回成膜したDLC膜は約10%程度の水素を含有し, その多寡により硬さなどが変わることを確認した。

Effect of pre-heat treatment on wear property of DLC films coated by PBII&D

徳田祐樹 (理科大), 川口雅弘 (都産技研), 佐々木信也 (理科大)

(一社) 日本トライボロジー学会 International Tribology Conference Hiroshima 2011

PBII&D法によりDLCを成膜し, その摩耗特性に及ぼす加熱処理の影響について検討した。また, 加熱前後の水素含有量をRBS/ERDAで分析し, 摩耗特性に及ぼす水素含有量の影響について明らかにした。その結果, 摩耗特性向上の鍵は, 加熱処理条件によるDLCからの水素脱離の制御であることを見出した。

高濃度の鉄を含有する再生アルミニウム合金中の化合物晶出挙動

山田健太郎・上本道久 (都産技研)

(一社) 廃棄物資源循環学会 第22回廃棄物資源循環学会研究発表会

代表的なダイカスト用アルミニウム合金であるADC10及びADC12に相当するケイ素を含む合金 (Al-7%Si-2.5%Cu及びAl-11%Si-2.5%Cu, 質量分率%) について, 晶出鉄系化合物の種類・形態・体積率を明らかにし, 組織パラメータとしてSi, Fe及びMn量との関係を評価した。特に最も悪影響を及ぼす β 相の形成について, サイズ分布の特徴を数量的に明らかにし, その制御法開発についての指針となる知見を得た。

Modification of adhesion between banana fiber and polybutylene succinate using compatibilizer

三本修司 (芝浦工大), 梶山哲人・安田健 (都産技研), 村上雅人 (芝浦工大)

The Polymer Society of Korea The 12th Pacific Polymer Conference

ポリブチレンサクシネート (PBS) /バナナ繊維 (BF) 複合体をバッチ式混練機を用いて作製し, 引張試験, アイゾッド衝撃試験を行った。バナナ繊維のアルカリ処理条件及び添加量, HMDI添加時の混練時間及び添加量を詳細に検討した結果, 引張強度及び衝撃強度との関係が明らかとなった。

NEW CHARACTERISTICS OF PID OUTPUT

平野康之・原本欽朗・吉田裕道 (都産技研)

9th Asian Conference on Chemical Sensors

空気中のVOCの簡易計測計として光イオン化検出器 (PID) が広く用いられている。PIDはVOCにUVを照射し, 被測定ガスをイオン化して導電率の変化を捉える。このため, VOCの種類を判別する事は不可能であった。本研究では, 非UV照射空間において, イオン化したVOCを飛行させ, 電極の印加電圧を変化させ, VOCごとの出力変動を調査した。イオン化VOCは中和時間の差によって特有の値を示した。PID方式において, VOCの種類を判別する方法を提案した。

模擬インスリン非自己注射で評価したBDオートシールド針の針刺し損傷防止の有効性とその使用感

薬師寺史厚・船木曜子・山川加奈子・藤田浩 (墨東病院), 西村明洋・長澤薫 (虎の門病院), 石堂均 (都産技研), 吉川徹 ((公財) 労働科学研究所), 安田睦子・木下博之 (墨東病院)

医療の質・安全学会 第6回医療の質・安全学会学術集会

病院内看護師によるインスリン注射の針刺し損傷防止のため開発されたペン型注入器用A型注射針 (オートシールド針) について模擬のインスリン非自己注射を行い質問紙法にて従来針と安全性及び使用感を比較した結果, 針刺し損傷防止には有効であるが使用感が劣ることがわかった。

強化ガラスの特性と破壊現象

増田優子・上部隆男 (都産技研)

(公社) 日本材料学会 高温強度・破壊力学合同シンポジウム
—第49回高温強度シンポジウム—, —第15回破壊力学シンポジウム—

強化ガラスを安全に使用するため、強化ガラスの様々な特性とそれに伴う破壊現象を調べた。物理・化学強化ガラスと共に、加熱によって表面応力が減少し強度が低下した。また物理強化ガラスについては、表面応力と破損時の破片の数・形状の関係、及び板厚による破壊現象の相違を調べた。各表面応力における破壊の様子を把握でき、ガラス製品の破損事故解析に役立つ有用な結果が得られた。

未利用資源バナナ繊維を用いた複合体

安田健・梶山哲人 (都産技研)

(一社) プラスチック成形加工学会 第17回冬季セミナー

世界中に存在する資源としてほとんど利用されずに廃棄されるバナナの葉から作製されたバナナ繊維を用いて、樹脂との複合体を作製した。複合体はPBS単体に比べ、曲げ強さの向上がみられたが、切り欠きを入れ、切り欠き先端部に応力集中する試験片では、衝撃値の向上がみられたが、切り欠きを入れない試験片において衝撃値は低下した。そのため、バナナ繊維に対して、アルカリ水溶液で表面改質により改質を行った。その結果複合体の衝撃値の向上がみられた。

Innovative air cleaning method using photo-fenton reaction in ultrasonic mist

宇佐美友理・徳村雅弘 (東大), 水越厚史 (都産技研), 野口美由貴・柳沢幸雄 (東大)

The 3rd Asia-Oceania Conference on Green & Sustainable Chemistry

フォトフェントン反応を利用して、気中のVOCの分解を行った。気液反応であるため、液相へのVOCの取り込み速度が律速となる。反応速度を上げるため、フェントン溶液を超音波で霧化して、VOCを含むガスと反応させた。その結果、アセトアルデヒドに関して、90%以上の処理率が持続することが確認された。

Decomposition of organic compounds in wastewater by advanced oxidation processes

田熊保彦 (都産技研), 藤田寛之 (成蹊大), 杉森博和 (都産技研), 加藤茂・小島紀徳 (成蹊大)

3rd International Congress on Green Process Engineering

ソノケミカルリアクションをはじめとする促進酸化法による排水中有機物質の分解除去について反応速度論的検討を行った。ソノケミカルリアクションによる反応では、超音波出力に比例して反応速度が上昇することが示された。ソノケミカルリアクションと他の促進酸化との組み合わせによる分解では相乗効果による分解速度の上昇を期待したが、そのような効果は得られなかった。

Fenton reaction mechanism with low concentration of ferrous ions and iron powder

遠藤剛 (成蹊大), 田熊保彦 (都産技研), 齊藤宏樹・加藤茂・里川茂夫・小島紀徳 (成蹊大)

3rd International Congress on Green Process Engineering

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。フェントン反応にかかわる複数の反応の組み合わせによる濃度変化のシミュレーションを行ったところ実験結果を再現することができた。これによりフェントン反応にかかわる成分の反応中の変化を推定できるようになり、効率の良い反応を行う上で役立つ結果が得られた。

L-システインを用いたアルデヒド類の簡易目視定量法の開発に関する研究

落合聖史・野口美由貴 (東大), 水越厚史 (都産技研), 柳沢幸雄 (東大)

室内環境学会 平成23年度室内環境学会学術大会

L-システインは定色試薬で発色させることによって、目視でも定量が可能である。L-システインとアルデヒド類は反応して安定な化合物を作るため、L-システインの減少量からアルデヒド類の濃度を定量する方法を検討した。液相でアセトアルデヒドと反応させることで、減色することを確認し、吸光度とアセトアルデヒド濃度の相関関係を得た。

東日本大震災の未入居の仮設住宅における換気量及び室内空気質

篠原直秀 (産総研), 徳村雅弘 (東大), 風間美冴・吉野寛之・高山瑠莉香 (東洋大), 落合聖史 (東大), 水越厚史 (都産技研), 柳宇 (工学院大)

室内環境学会 平成23年度室内環境学会学術大会
南相馬市の仮設住宅の室内空気中のカルボニル類とVOC濃度と換気量を測定した。一つの部屋を除き、室内濃度を指針値を超える濃度は検出されなかった。換気量はほとんどの部屋で0.5回/h以下であり、冬季に汚染物質濃度が上昇することが懸念される。

たばこ煙および臭気除去システムの開発—その1 据置型喫煙ブース用除去装置の評価

前田康博・佐伯寅彦・湯懐鵬 (新菱冷熱工業), 野口美由貴 (東大), 水越厚史 (都産技研), 柳沢幸雄 (東大)

室内環境学会 平成23年度室内環境学会学術大会

アセトアルデヒドを除去するため、アミノ酸をベースとした薬液ユニットを開発し、活性炭フィルターや粒子フィルターを備えた空気清浄機に搭載して、タバコ煙での除去性能を評価した。その結果、ワンパスで400本タバコ燃焼後も、90%以上の除去率を維持した。

たばこ煙および臭気除去システムの開発—その2 模擬オフィスに設置した据置型喫煙ブースの評価

野口美由貴 (東大), 水越厚史 (都産技研), 前田康博・佐伯寅彦・湯懐鵬 (新菱冷熱工業), 柳沢幸雄 (東大)

室内環境学会 平成 23 年度室内環境学会学術大会

「たばこ煙および臭気除去システムの開発—その1」で示した除去装置を備えた喫煙ブースを非喫煙空間内に設置した場合の室内空気質の評価を行った。その結果, 除去装置を有した喫煙ブースを設置することにより, 模擬オフィス内の空気質は CO を除き非喫煙時と同等に維持された。

光イオン化検出器による VOC の拡散係数の測定

平野康之・原本欽朗・吉田裕道 (都産技研)

(一社) 電気学会 電気学会 E 部門フィジカルセンサ研究会

光イオン化検出器 (PID) において, イオン化 VOC と電子が吸着した酸素分子は, 非 UV 照射空間の飛行によって, VOC ごとに正負のイオン電流比は特有の値を示す。この値から拡散係数を求める事ができる。PID にチャージアンプ回路を搭載する事で連続的に拡散係数を測定可能な計測器として提案した。

Numerically Stable Public Fragile Watermarking Method for 3D model Authentication

大平倫平 (都産技研)

Signal and Image Processing -SIP 2011-

従来より, 3D モデルに対して, 頂点座標を少しずらすことにより脆弱型の電子透かしを埋め込む方法が提案されてきた。しかし, それらの従来法では, 数値安定性や, 安全面での問題があり, 実用上問題が残っていた。そこで, この研究では, 3D モデルに対する数値安定な脆弱型電子透かし方法を新たに提案した。提案方法は, 従来法と比較して, 十分な量の透かしを埋め込むことができ, かつ数値安定で安全な方法であることがわかった。

ディペンダブルな生産管理情報蓄積装置の開発

太田匡哉 (日大), 坂巻佳壽美・金田泰昌・入月康晴 (都産技研), 山崎正宣・堀籠和彦 (ケーター製作所), 望月寛・中村英夫 (日大)

(一社) 電子情報通信学会 ディペンダブルコンピューティング (DC) 研究会

本稿は, ディペ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及び, FPGA による実装結果について報告したものである。耐改ざん性においてはストレージへの書き込みを監視し, データの完全性においてはデータのミラーリングを行うことでストレージ保存し, セキュリティにおいては暗号化処理を行うことで, データの解読を不可とした。

RT ミドルウェアに基づく視覚トラッキングによるクアッドロータの誘導

佐々木智典・島田茂伸 (都産技研)

(公社) 計測自動制御学会 第 12 回システムインテグレーション部門講演会 (SI2011)

本発表では視覚トラッキングによるクアッドロータの誘導を目的として RT ミドルウェアに基づき開発したビジョンシステムについて述べた。ビジョンシステムはカメラから得られる映像を複数の RT コンポーネントにより処理しトラッキングを行う。RT コンポーネント間の画像の受け渡しは, データポートにより行うと遅延が顕著であるため, サービスポート及び共有メモリを使用した受け渡しを行うことでこれを改善する。

手操作評価システムにおける 3 次元距離データへの幾何当てはめによる手姿勢の計測

佐々木智典 (都産技研), 橋本洋志 (産技大), 横田祥 (摂大), 大山恭弘 (東京工科大), 石井千春 (法政大)

(公社) 計測自動制御学会 第 12 回システムインテグレーション部門講演会 (SI2011)

手は他の部位よりも器用に動かすことができ, ユーザインタフェースの利用において多用される。ユーザの手による操作を観測, 解析する場合, 非接触で計測を行えることが好ましく, 画像計測や赤外線による計測法が利用される。本発表では, 非接触計測により観測された 3 次元距離データに基づき, 幾何的な当てはめを行うことにより手の姿勢を推定する手法を示し, 本手法に関して行った実験について述べた。

モニタリングセンサネットワークにおける情報プライオリティに基づく経路制御方式

中川善継・入月康晴 (都産技研)

電子情報通信学会 アドホックネットワーク研究会

センサネットワークを活用したモニタリングが広く生活に普及する中, 互いに独立したネットワークが乱立, 干渉するなどの課題を解決する必要性が生じつつある。特に定常時ではない災害, 安心・安全などの緊急通報において, 既存のネットワークリソースを活用し, かつ優先度の高い情報を伝送する手法として, センサノードによるチャンネル制御の伝送制御の仕組みを提案した。

接触冷感についての調査

山田巧 (都産技研), 安藤健 (日本染検), 加藤幾美 ((一財) 綿スフ織物検査協会), 川井久美子 (イトキン), 工藤尚一 (三越伊勢丹), 関根恭子 (三陽商会), 藤原哲 (カケン)

繊維製品技術研究会 第 191 回繊維製品技術研究会 関東大会

アパレル製品の接触 (温) 冷感評価は, 生地熱移動評価と官能評価によって行われる。しかし, 接触冷感の要因である布特性・素材の影響, 官能評価との相関については, 明らかでない点が多い。これら接触冷感評価について, 文献調査, 生地素材・構造の比較及び官能検査との関係について調査した。

応急仮設住宅の遮音性能に関する調査

渡辺茂幸・神田浩一(都産技研)

(一社)日本建築学会 東日本大震災からの教訓, これからの新しい国づくり

仮設住宅では室外・隣室の物音やプライバシーの喪失等の問題により, 身体的・精神的な障害を引き起こす事が報告されている。本研究では, 仮設住宅の遮音性能について調査を行い, 遮音欠損箇所の把握及び改善方法の検討を行った。

BANANA FIBERS AS NOVEL NATURAL RESOURCES FOR REINFORCEMENT OF PLASTICS

梶山哲人・安田健(都産技研), 三本修司・村上雅人(芝浦工大)

6th South East Asian Technical University Consortium (SEATUC) Symposium

バナナ繊維(BF)と生分解性プラスチックの一つであるポリブチレンサクシネート(PBS)の更なる親和性向上のために, 反応型相溶化剤としてヘキサメチレンジイソシアネート(HMDI)を用いたPBS/BF/HMDI複合体を作製し, 機械的強度の改質について検討した。

リチウム同位体の溶離

石川厚(信州大), 平井和彦(都産技研), 大木寛・吉野和夫(信州大) 同位体科学会 第10回同位体科学研究会

イオン交換体(ゼオライト, クラウンエーテル樹脂)を用いたリチウム同位体の分離・濃縮を行った。リチウムの溶離において, 交換率または濃度の異なる溶離液で段階的な溶離を行うことで, 同位体濃縮の程度の異なる溶出液を得ることができた。

マウス由来 A-6 造血幹細胞の破骨細胞への分化に及ぼす基質弾性率の影響

田辺浩平・光井康人・田中基嗣・金原勲(金工大), 柚木俊二(都産技研)

(一社)日本機械学会 北陸信越支部 第49期総会・講演会

圧縮弾性率を数kPa~100kPaの範囲で変化させたコラーゲンゲル上で造血幹細胞を培養し, 破骨細胞への分化を評価した。ゲル弾性率を高めるためにコラーゲン濃度を0.06~0.31%の範囲で変化させているが, ゲル弾性率が高いほど破骨細胞への分化と細胞増殖が促進された。破骨細胞への分化に及ぼすコラーゲン基質弾性率の影響が初めて実証された。

A-6 造血幹細胞由来の破骨細胞の代謝挙動に及ぼす基質弾性率の影響

田辺浩平・光井康人・田中基嗣・金原勲(金工大), 柚木俊二(都産技研)

(一社)日本機械学会 北陸信越支部 第49期総会・講演会

圧縮弾性率を数kPa~100kPaの範囲で変えたコラーゲンゲル上でA6造血幹細胞を培養し, その分化と代謝を評価した。幹細胞は破骨細胞に分化し, 酒石酸抵抗性フォスファターゼに反応した。ゲルが硬いほど分化が促進され, 代謝物により細胞周囲のpHが優位に低下していた。

ガス電子増幅器における電極基材の検討

若林正毅・小宮一毅・藤原康平・小林丈士(都産技研)

(公社)精密工学会 2012年度精密工学会春季大会

ガス電子増幅器は荷電粒子を捕らえるためのセンサの一種で, X線や中性子の検出が可能なことから, 放射線医療分野などへの応用が期待されている。しかし, 従来品はセンサ部が破損したり, 増幅率が低下するケースがあり, 信頼性向上が課題となっている。増幅器の電極シートには, フレキシブル基板用のポリイミドやLCPが用いられているが, 本報では, ポリイミドやLCP以外の材料について電極シートが作製可能かどうか検討したので報告した。

ガス電子増幅器の故障解析方法の検討

小宮一毅・若林正毅・藤原康平・小林丈士(都産技研)

(公社)精密工学会 2012年度精密工学会春季大会

電子増幅器(GEM)は, 荷電粒子を検出するために電子なだれ効果を利用して荷電粒子を増幅する装置である。比較的大面積のものを作りやすいことより素粒子・物理学実験などに用いられている。GEMは製造時の歩留まりが75%程度と悪いこと, 使用中の放電によりGEMフォイルの電極が短絡するといった問題がある。本研究では研磨法・クロスセクションポリリッシャ・マイクローム法によりGEMフォイルの断面作製を行い, その原因究明を試みた。

座金寸法と締付けトルクを変動させた2面せん断ボルト接合部における耐力性状

松原独歩・島田勝広(都産技研)

(一社)日本木材学会 第62回日本木材学会大会

本研究では, 2面せん断ボルト接合部を対象とし, 座金寸法及びナット側締付けトルク値の大小が接合部の耐力性状及び変形モードに与える影響について検討する事を目的とした。締付けトルク及び座金の大きさを変動させ, 2面せん断試験を実施した。試験片に使用した木材はスギ(*Cryptomeria japonica*)であり, 主材の平均含水率は17%, 平均密度は0.403g/cm³, 側材の平均含水率は16%, 平均密度は0.356g/cm³の木材を使用した。結果, 座金及び締付けトルクを大きくする事により初期すべり係数及び降伏耐力が大きくなる傾向にある事がわかった。また座金の大きさによって, 接合部の変形モードが異なる事がわかった。

鉄イオンおよび鉄粉を用いたフェントン反応機構

遠藤剛・齋藤宏樹・加藤茂・小島紀徳・山崎章弘(成蹊大), 田熊保彦(都産技研)

(公社)化学工学会 第77年会

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。シミュレーションにより, 反応開始時に投入したFe(II)は反応初期でほとんど消費され, その後はFe(III)と過酸化水素との反応により生成するFe(II)が反応を進める可能性が示されていた。そこで, 実際の反応時のFe(II)濃度の測定を行ったところ, シミュレーションで示唆された通りの反応が実際に起こっていることが確認された。

Ti/IrO₂-Ta₂O₅ 電極を用いたトリクロロエチレンの電気分解

山田一幸・Pandian Lakshmiathiraj・加藤茂・酒井裕香, 山崎章弘・小島紀徳 (成蹊大), 田熊保彦 (都産技研)
(公社) 化学工学会 第 77 年会

IrO₂-Ta₂O₅ 電極を陽極に用いた電気分解法によるトリクロロエチレン汚染土壌の浄化に関する検討を行った。この電極を使用した場合は、白金板を使用した場合よりもトリクロロエチレンの分解反応速度が上昇した。また、電流密度の増大に応じて反応速度が上昇することが確認された。これらの結果は、陽極表面上でより多くの酸素が生成しているためであると考えられる。

サブナノポーラスシリカを用いたサブナノ量子ドットのサイズ選択的合成

渡辺洋人 (都産技研), 藤方健次・玉置晴菜・緒明佑哉・今井宏明 (慶大)
(公社) 日本セラミックス協会 2012 年 年会

サブナノ細孔を有するスーパーマイクロポーラスシリカを合成し、1 nm 以下のサブナノ量子ドットをサイズ選択的に合成することに成功した。モデル化合物とした酸化タングステン量子ドットでは 1 nm 以下で顕著な量子サイズ効果が観測され、バルクやナノ粒子と異なる触媒の性質を示すことが明らかになった。

都産技研所有の電波暗室 2 基の比較

梶健一・小林丈士・梶ヶ谷正美 (都産技研)
(一社) 電気学会 H24 年電気学会全国大会

電波暗室は設備、建設環境によりシールド性能その他特性の違いが現れる。現に CISPR 16 の規格においても各サイト間の不確かさが定められている。都産技研では、閉館した旧西が丘本部 (平成 23 年 9 月末閉館), 本部 (平成 23 年 10 月初め開所) に建設した。それぞれの電波暗室で基準発信機を用いて比較したので報告した。

非同期式設計によるブロック暗号回路の性能評価

岡部忠・入月康晴・金田泰昌 (都産技研)
(一社) 電子情報通信学会 2012 年総合大会

非同期式設計は、消費電力、不要放射ノイズ、製造ばらつきによる歩留まり低下といった同期式設計に内在する様々な課題を解決する設計手法として近年注目を集めている。本発表では、非同期式設計で作成したブロック暗号回路を成すパイプラインの構成要素の稼働率に着目し、同期式設計のブロック暗号回路との性能比較を行ったので報告した。

1GHz までの誘電特性測定における精度向上のための手法検討

時田幸一・重松宏志・小林丈士 (都産技研)
(一社) 電気学会 H24 年電気学会全国大会

近年 1 GHz までの周波数では、インピーダンスマテリアルアナライザー等の機器を用いて、材料の誘電特性評価が行われている。しかし低周波数では測定精度が低下したり、誘電正接が小さい材料の測定が困難であるという問題もある。本講演では、電極形成や高誘電率試料によるロード補正等手法の検討を行い、どの

程度測定精度に改善が見られたかを報告した。

光を用いた生体組織配向評価法の基礎検討

海老澤瑞枝 (都産技研)

(一社) 電気学会 H24 年電気学会全国大会

光を用いた生体組織の配向評価法の確立を目的とし、旋光と複屈折の混在する生体模擬試料を作製した。また、混在する偏光特性から各偏光特性を分離する上で積層モデルが有効であることを実験的に示し、配向特性の評価における基礎的検討を行った。

放射線重合における溶媒効果

中川清子 (都産技研), 田口光正・木村敦 (原子力機構)
(公社) 日本化学会 第 92 年春季年会

スチレンとマレイミドをメタノール及びエタノールに溶解し、電子線及びイオンビームを照射し、ポリマーの生成効率を比較検討した。メタノール中での重合反応の方がポリマーの生成効率は低かった。一方、低線量率照射においてポリマーの生成効率は増加するが、この効果はメタノールの方が大きかった。

オキサゾリノン・チアゾリノン誘導体を用いた放射線センサー

滝澤友彦・向後碧 (埼玉大), 関口正之 (都産技研), 太刀川達也 (埼玉大)

(公社) 日本化学会 第 92 回春季年会

4-アミノアンチピリンやチアゾリノン化合物の水溶液が放射線照射により生成する過酸化水素により、アニリン誘導体が存在する場合に、酸化的カップリング反応を起こす。これにより溶液は発色する。これにパーオキシダーゼを添加し、発色の増感及び発色の色相変化を報告した。

目視による放射線検出のためのフェノキサジン系カラーフォーマーゲル化剤

小鍛冶拓実・山下真央 (埼玉大), 関口正之 (都産技研), 太刀川達也 (埼玉大)

(公社) 日本化学会 第 92 回春季年会

ガンマ線照射線量を目視確認する発色色素にはフェノキサジン系カラーフォーマーゲル化剤を使用し、ゲル化を達成するため色素の保護部位に糖をメチレン基を介して新しいカラーフォーマーゲル化剤を作成した。中央メチレン基の炭素数が 8 の化合物は水及び有機溶媒をゲル化することでできた。塩化メチレンとヒドロゲルによる発色を調べた。

目視による放射線検出のためのフェノキサジン系カラーフォーマーオルガノゲル化剤

小野沙織里・高橋潤 (埼玉大), 関口正之 (都産技研), 太刀川達也 (埼玉大)

(公社) 日本化学会 第 92 回春季年会

目視で放射線を検出するため N-ステアリアルミノ酸部位を持つ新しいカラーフォーマーオルガノゲル化剤を合成した。塩化メチレンや四塩化炭素や他の有機溶媒でもゲル化能を示した。塩化メチレンゲルに関しては 40Gy の照射により目視確認でき、線量

の増加により無色から青色に変化した。

目視による放射線検出のための水溶性フェナジン系カラーフォーマー

師井宗祐 (埼玉大), 関口正之 (都産技研), 太刀川達也 (埼玉大)
(公社) 日本化学会 第92回春季年会

水溶性フェナジン系カラーフォーマーを合成し, 水またはヒドロゲルに分散させて放射線検出能を検討する過程で, 両親媒性を有するトリエチレングリコール鎖 (TEG 鎖) に着目し, フェナジン骨格に TEG 鎖を導入することでカラーフォーマーへの水溶性の付与できることを明らかにした。また, 本色素の放射線検出能について報告した。

目視による放射線検出のためのフェナジン系カラーフォーマーオルガノゲル化剤

中村祐太郎・菅陽介 (埼玉大), 関口正之 (都産技研), 太刀川達也 (埼玉大)
(公社) 日本化学会 第92回春季年会

放射線検出のためのオルガノゲルの創製を目指し, オルガノゲル化剤部位を保護基部位として色素骨格と結合させたカラーフォーマーを合成し, 機能評価を行った。四塩化炭素溶液において色素部位の側鎖にゲル化剤部位を有するカラーフォーマーゲル化剤を合成し, 550nmの極大吸収の線量に対する応答を報告した。

放射線検出のためのフェノキサジン系カラーフォーマー非晶質膜剤

太刀川達也・菊地花織 (埼玉大), 関口正之 (都産技研)
(公社) 日本化学会 第92回春季年会

γ 線の照射により無色から青色へ変化するフェノキサジン系カラーフォーマーに関して, ポリマー材料にカラーフォーマーを分散させる方法では, 発色感度に難点があった。そこで, 保護基部位に非晶質性を発現させる置換基 (N, N-字アルキルカルバモイル基) を導入したカラーフォーマーの非晶質膜について, γ 線照射による発色挙動を評価した。

ボロン酸ピナコールエステル部位をもつインドリニウム塩を用いた放射線センサー

鳴本司・向後碧 (埼玉大), 関口正之 (都産技研), 太刀川達也 (埼玉大)
(公社) 日本化学会 第92回春季年会

水に γ 線が照射されると過酸化水素が生成されることを利用し, 過酸化水素による酸化で発色するカラーフォーマーを目視による放射線センサに利用することを検討した。過酸化水素により発色することが知られているボロン酸ピナコールエステル部位をもつスチリル色素系インドリニウム塩カラーフォーマー 1a とそのチオフェン類縁体である化合物を合成し, γ 線の照射に対する発色挙動を報告した。

群馬県草津地方の強酸性水圏由来微生物の解析 -3-吾妻川流域・湯釜の微生物叢の解明-

浦野直人・山下郁加・王ユウ (海洋大), 田中真美 (都産技研), 石田真巳 (海洋大), 野上健治 (東工大火山研)
(公社) 日本水産学会 平成24年度日本水産学会春季大会

強酸性で知られる群馬県の吾妻川流域・湯釜に生息する微生物を培養法, 非培養法で菌叢解析を行った。培養法では酸性に調整した培地を用いて pH1.0 で生育する耐酸性微生物を 65 株単離し, 遺伝子解析による同定も行った。また, 非培養法である DGGE-PCR 法を用いて火口湖である湯釜に VBNC が存在することを確認できた。

群馬県草津地方の強酸性水圏由来微生物の解析 -4-特殊生理活性を持つ酵母種の単離と解析-

浦野直人・山下郁加・王ユウ (海洋大), 田中真美 (都産技研), 石田真巳 (海洋大), 野上健治 (東工大火山研)
(公社) 日本水産学会 平成24年度日本水産学会春季大会

強酸性の吾妻川より分離した酵母 2 株について報告する。pH0.9 の培地で生育する *Candida sorbophila* O27 株の細胞内 pH を測定したところ, その耐酸性メカニズムは細胞膜に存在するプロトンポンプであると示唆された。また, pH1.0 の培地で生育する *Candida fluviatilis* CeA16 株は増殖過程で酸性溶液を中和することができた。連続中和用パイオリクターを構築できた。中和能は河川等の中和事業に利用できる可能性があった。

高速透過含量測定と分光分析バリデーションアプローチ

坂本知昭 (国立衛研), 藤巻康人・小金井誠司 (都産技研), 村山広大・小宮山誠 (横河電機センシング研究所), 香取典子・檜山行雄・奥田晴宏 (国立衛研)
(公社) 日本薬学会 第132年会

固形剤のインライン工程評価ツールとして導入が試みられてきた分析法の一つである近赤外分光 (NIRS) 法には, 透過法によって, 定量評価に用いる分光情報を適切に得るためには 1 錠当たりの測定時間が長いという課題がある。そこで著者らは解析検体数の増加による精密な定量予測効果を得ることを目的として, 実用化に向けて適確な NIR 分光情報に基づいて定量評価を行っていることを検証するためのバリデーションアプローチについて検討した。

外部発表一覧／ポスター発表

有機ハロゲンおよび硫黄分析用検量線 5 元素作成物質の開発

菊池有加・峯英一・上野博志（都産技研），長嶋潜（ナックテクノサービス）

第 78 回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会 第 86 回計測自動制御学会力学量計測部会 第 28 回合同シンポジウム

有機ハロゲン硫黄自動分析装置を用いた分析では，各種ハロゲンの総量の分析が可能になる一方，各ハロゲンについて，含有量が既知の試料による検量線作成が必要である。本研究では，検量線作成時間を短縮するため，ハロゲン・硫黄を含む検量線作成化合物の安定した合成法，新規化合物の開発，それを用いた分析条件の最適化を行った。

簡易血糖測定用単回使用自動ランセット中のばね構造が穿刺動作に及ぼす影響の調査

薬師寺史厚・木下博之・安田睦子・藤田浩・寺山義泰（墨東病院），下条正子（汐見台病院），長澤薫（虎の門病院），石堂均・大久保富彦（都産技研），吉川徹（(公財) 労働科学研究所）

日本糖尿病学会 第 54 回年次学術集会

器具全体がディスポーザブルな単回使用自動ランセット (SUL) の普及は交差感染の防止が目的で進んだが使用時の疼痛軽減も重要である。6 種類の SUL について JIS で規定されている針の飛び出し量以外に内部構造と針先の軌跡と速度についても評価を行った結果，構造が 2 種類に分けられ，それぞれ射出速度差があることがわかった。

X 線透過技術によるアルミニウム合金種別判定についての考察 —スクラップの水平リサイクルに向けて—

竹澤勉・上本道久・伊藤清（都産技研）

(一社) 廃棄物資源循環学会 平成 23 年度廃棄物資源循環学会研究討論会

アルミニウム合金のリサイクルにおいて，水平リサイクルはされておらず，下位合金へのリサイクルにとどまっている。アルミニウム合金は添加元素の違いにより合金種が定まるため，添加元素の違いを検出することで合金判定が可能となる。そこで非破壊検査にて使用される X 線透過装置を用いたアルミニウム合金種別判定について実験及び計算し吸収係数 μ を求め，種々検討した成果を発表した。

フォトフェントン反応を用いた新規空気清浄法の開発

宇佐美友理・和田友布子・徳村雅弘（東大），水越厚史（都産技研），野口美由貴・柳沢幸雄（東大）

(社) 新科学技術推進協会 第 11 回グリーン・サステイナブル ケミストリー シンポジウム

ガス吸収と液相での酸化反応（フォトフェントン反応）を組み合わせた気液接触型の新規空気清浄法の開発を行った。本手法の特徴は，揮発性有機化合物 (VOC) の酸化分解反応を液相で行うことにより，有害性のある不完全酸化分解生成物の室内空気中へ

の放散を防ぐことができることである。また，液相へのガス吸収速度を速めるため，フェントン溶液を超音波霧化し，効率良く気相中の VOC の除去する方法を検討した。

反応吸収を用いた空気清浄法の開発

宇佐美友理・徳村雅弘（東大），水越厚史（都産技研），野口美由貴・柳沢幸雄（東大）

分離技術会年会 2011 技術・研究発表講演要旨集

超音波霧化と促進酸化法であるフォトフェントン反応を用いた反応吸収による空気清浄法の開発を行った。揮発性有機化合物 (VOC) の酸化分解反応を液相で行うことにより，有害性のある不完全酸化分解生成物の室内空気中への放散を防ぐことができることがわかった。

Dissimilar Metal Joining of ZK60 Magnesium Alloy and Titanium by Friction Stir Welding

青沼昌幸（都産技研），中田一博（接合研）

STAC5-AMDI2 Joint Conference

ZK60 合金及び純 Mg を，チタンと摩擦攪拌接合し，接合界面組織が接合強さに及ぼす影響について，SEM-EDS 及び TEM-EDS による分析を中心に検討した。その結果，ZK60 とチタンとの接合界面では，Zn と Zr の濃化が生じ，これらがチタンと反応層を生成することで，接合強さに影響を及ぼすことがわかった。

熱ルミネッセンス法による照射食品検知 —137Cs 及び 60Co ガンマ線による校正照射の比較検知—

関口正之・中川清子・柚木俊二（都産技研），宮原信幸・酢屋徳啓（放医研）

(社) 日本アイソトープ協会 第 48 回アイソトープ・放射線研究発表会

国内で 137Cs のガンマ線を校正照射に用いた熱ルミネッセンス (TL) 試験を初めて実施するにあたり，60Co と 137Cs の γ 線照射による判定結果への影響を評価した。TL 素子 (TLD100 及び TLD800) 及び標準鉍物類 (8 種類)，食品分離鉍物 (12 種類) を TL 測定の同等性評価に使用した。TL 素子ではピーク温度と積算発光量に高い相関が認められた。標準鉍物類と食品分離鉍物の TL 発光比を二元配置による分散分析で評価し 5% 有意水準で有意差はなかった。

TL 法及び 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），穂原昌司・等々力節子・多田幹郎（食総研），本田克徳 (JREC)

(社) 日本アイソトープ協会 第 48 回アイソトープ・放射線研究発表会

豆類は鉍物質の付着が少ないが，照射された豆類は高い PSL 発光を持つ。代表的な 9 種類の豆について TL 測定と PSL 発光の特性を調べた結果を報告した。未照射の豆でも s-PSL が PSL 試験の下限閾値を越える場合があるが，PSL 発光比を求めることで明確に照射・未照射を識別できた。照射豆類の PSL 発光の大半は付着している鉍物質によると考えられ TL 法でも判定可能

であった。

湾曲同期ダイレススピニング加工法の開発と製品の肉厚制御

関口明生 (都産技研)

第38回技術士全国大会 (日本技術士会創立60周年記念大会)

技術士会会員の活動事例としての発表であり、従来は成形困難であった湾曲した異形断面シェル製品が専用型を用いずに成形できることを特徴とする、湾曲同期スピニング加工法の開発、及び当該加工法を用いた製品の肉厚分布制御に関する実験と考察を発表した。

Development of wide dynamic readout for Time Projection Chamber

藤原康平・小林丈士 (都産技研), 磯部忠昭・竹谷篤 (理研)

2nd International Conference on Micro Pattern Gaseous Detectors

原子核物理学実験用の飛跡検出器で生じた信号を伝送する為の高周波伝送線路を高周波回路シミュレータを用いて開発した。その伝送線路のクロストーク等の評価方法に関する成果をポスター発表した。

Aspergillus fumigatus のアレルゲン遺伝子塩基配列の多様性

小沼ルミ (都産技研), 渡辺麻衣子・小西良子 (国立衛研), 高鳥浩介 (NPO カビ相談センター), 瓦田研介 (都産技研), 鎌田洋一 (国立衛研)

日本防菌防黴学会 第38回年次大会

真菌アレルゲンのクローニングや組み換えアレルゲンの調製によるアレルゲンタンパク質の標準化が試みられており、標準化アレルゲンを工業的に生産するための条件を探索する必要がある。そこで、本研究ではアレルギー性気管支肺アスペルギルス症のアレルゲンを代謝する *Aspergillus fumigatus* に注目して、株間でのアレルゲン遺伝子塩基配列の多様性を明らかにするために解析を行った。

Mechanical properties of banana fiber / polybutylene succinate composites

安田健・梶山哲人 (都産技研)

Asian Workshop on Polymer Processing 2011 in China

本研究では、二軸押出機を用いて、未処理のバナナ繊維もしくはアルカリ処理したバナナ繊維とポリブチレンサクシネートとの複合体を作製した。複合体の曲げ強さ及び曲げ弾性率は、バナナ繊維の処理状態に関わらず、バナナ繊維の増加とともに高くなった。

Morphological property of the ion implanted hydroxyapatite ceramics after soaking in simulated body

寺西義一 (都産技研), 小林訓 (首都大)

Surface Modification of Materials by Ion Beams (イオンビーム学会) 17th International Conference on Surface Modification of Materials by Ion Beams

生体活性セラミックスへの表面機能性を付与する方法として、イオン照射を行った。生体活性セラミックスのイオン照射による

表面改質を行うことで、自家骨との結合の制御が可能になる可能性を見出し、それを検討評価した。

医療画像診断用コアシェル型複合粒子の合成に関する研究

藤咲寿美・猪瀬弘光・小林芳男 (茨城大), 峯英一・竹澤勉 (都産技研), 中川智彦・権田幸祐・武田元博・大内憲明 (東北大院) 化学工学会 第43回秋季大会

Au ナノ粒子は生体中での滞留時間が長く、X線吸収能力をもつためX線CTなど医療用画像診断の造影剤として利用が期待される。本研究では、Au ナノ粒子の分散性を向上するためシリカカプセル化手法について検討した。また、血液滞留性を向上するため、複合粒子表面のポリエチレングリコール処理についても検討した。作製した表面処理済み複合粒子はマウスへの投与を行い造影性能を評価した。

ゲルマニウム含有はんだの分析方法の開発

林英男 (都産技研)

日本分析化学会 第60年会

鉛フリーはんだの濡れ性向上のため、微量のゲルマニウムを添加したはんだが用いられるようになった。一方、はんだ中のゲルマニウム含有量を分析する方法は確立されておらず、分析の前処理段階で揮散損失することが問題となっている。そこで、本研究では、はんだの化学成分を分析するための新規試料前処理方法について開発し、ゲルマニウム含有はんだ材の合金構成元素及び不純物元素をまとめて分析することを可能にした。

ポリブチレンサクシネート/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), 三本修司・村上雅人 (芝浦工大) (公社) 高分子学会 第60回高分子討論会

バッチ式混練機を用いてポリブチレンサクシネート (PBS)/バナナ繊維 (BF) 複合体にセルロースエステルを添加した材料の作製し、引張試験を行った。バナナ繊維のアルカリ処理条件及び添加量、セルロースエステル類の種類及び添加量を詳細に検討した結果、引張強度との関係が明らかとなった。

空気噴射プレスが木質ボードの揮発性有機化合物 (VOC) 放散に及ぼす影響

瓦田研介・浜野智子・飯田孝彦 (都産技研), 高麗秀昭 (森林総研) 日本木材加工技術協会第29回年次大会

木質ボードの製造過程における省エネルギー化を目指して空気噴射プレスを開発したが、その効果として空気噴射プレスで製造した木質ボードのホルムアルデヒド及びVOC放散量を低減できることがわかった。

白色干渉計を利用したプラスチックの耐候性評価

清水研一・中西正一・西村信司 (都産技研)

(社) プラスチック成形加工学会 成形加工シンポジウム'11

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白色干渉計による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、力学物性で捕捉できない劣化の検出に有効であることがわかった。

コラーゲンマトリクスの高密度化によるハイドロキシアパタイト-コラーゲン複合人工骨の力学特性向上と生体吸収性への影響

柚木俊二 (都産技研), 杉浦弘明・近藤英司・安田和則 (北大), 生駒俊之・田中順三 (東工大)

日本整形外科学会 第26回日本整形外科学会基礎学術集会

ハイドロキシアパタイト (HAp)-コラーゲン複合人工骨のコラーゲンマトリクスの高密度化が力学的強度と生体吸収性に与える影響を明らかにした。独自に開発したコラーゲン線維濃縮技術を用いると、人工骨の曲げ弾性率は 2.46 ± 0.48 MPa に達した。みかけ密度が同じでも、コラーゲンマトリクス密度が高い (HAp密度が低い) 人工骨は強度が高かった。低密度人工骨は骨髄内でほぼ完全に吸収される一方、高密度人工骨は残存しており、その表面のみが骨様組織に置換された。

The growth rate of polycrystalline diamond films prepared by Hot-Filament chemical vapor deposition methods

長坂浩志・寺西義一・清水徹英・中村勲・渡部友太郎 (都産技研)
応用物理学会 MNC 2011, 24th International Microprocesses and Nanotechnology Conference

多結晶ダイヤモンドの高速成膜及び膜厚の均一性を目的に、熱フィラメント CVD 法による合成条件の最適化を追究した。今回、ダイヤモンド成長速度に及ぼす合成条件に関する知見が得られたので、発表した。

熱分解 GC/MS 法による PTFE テープ識別法の検討

木下健司 (都産技研)

(社) 日本分析化学会 高分子分析懇談会 第16回高分子分析討論会

添加物等を含まない PTFE テープについて、樹脂素材から得られる情報を元にした識別法の検討を行った。分析手法には熱分解ガスクロマトグラフィー質量分析法を用い、データ解析には主成分分析を適用した。熱分解温度の影響が大きい傾向があり、条件を調整することにより、比較的良好な分類が行える可能性が示唆された。

Surface modification of DLC coated rubber by irradiation of electron beam

中村健太・森河和雄 (都産技研), 藤邨克之 (セントラル技研工業), 村木正芳 (湘南工大)

日本トライボロジー学会 International Tribology Conference 2011

DLC コーテッドゴムと鋼のトライボ特性において、すべり距離の経過に伴い摩擦係数の上昇がみられた。原因を、DLC 膜の突起がアプレシブに働き、相手材表面を荒らすためと考えた。また、DLC 膜の表面改質として電子ビーム照射を試みた結果、電子ビーム照射後の DLC 膜表面は平滑化し、結果として、すべりに伴う摩擦係数上昇を抑制することができることがわかった。

Friction Characteristics Between CVD Diamond Film and Stainless Steel Under Un-lubricated Vacuum Condition

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), 中間一夫・前田雅人 (山陽特殊製鋼)

日本トライボロジー学会 International Tribology Conference 2011

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、大気中及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わかった。

ケント紙への無電解ニッケルめっきによる導電紙の電磁波シールド効果

竹村昌太・上野武司・島田勝廣 (都産技研), 岡山隆之 (農工大)

(一社) 廃棄物資源循環学会 第22回廃棄物資源循環学会研究発表会

バイオマス有効利用の観点から、古紙の新たな利用方法が求められている。そこで、ケント紙への無電解ニッケルめっきにより導電紙を試作した。ケント紙による導電紙は 1000MHz において約 60dB の電界シールド効果が確認され標準的なシールド性能が得られた。

Hand Posture Estimation Using 3D Range Data for an Evaluation System of Human Hand Manipulation

佐々木智典 (都産技研), 橋本洋志 (産技大), 横田祥 (摂大), 大山恭弘 (東京工科大), 石井千春 (法政大)

The 37th Annual Conference of the IEEE Industrial Electronics Society (IECON2011)

本発表では 3 次元距離データを用いて人間の手の姿勢を推定するための手法につき、単純化した幾何形状により人間の手の形状を近似し、距離センサにより得られる 3 次元距離データにその形状の当てはめを行うことにより手の姿勢が推定されることを実験における推定結果とともに示した。

Property of Low Environmental Load Nickel Electroplating Bath Used Citric Acid- Influence of Metal I

浦崎香織里・土井正 (都産技研), 尾家義明・山下嗣人 (関東学大)

(一社) 日本真空学会, 15th International conference on thin films (第15回薄膜国際会議)

生産現場でニッケルめっき浴に混入する可能性が比較的高いと言われる銅及び亜鉛不純物がニッケル電析に及ぼす影響について従来のニッケルめっき浴と新規浴において比較検討した。その結果、新規浴では金属不純物の影響を受けにくい特異的性質を持つことが明らかになった。これは、新規浴に含まれるクエン酸が金属不純物と錯体を形成するため、金属不純物のニッケル皮膜への共析が緩和されたことに起因すると考えられる。

Electrochemical and Structural Analysis from Nickel Citrate Bath-Influence of Small Amount of Metal

浦崎香織里 (都産技研), 尾家義明 (関東学大), 若杉憲治 (三ツ矢), 山下嗣人 (関東学大)

(一社) 日本真空学会, 15th International Conference on Thin Films (第15回薄膜国際会議)

めっき生産ラインで混入する可能性が比較的高いと言われる銅と鉛をワット浴及びクエン酸浴に添加し, 金属不純物がニッケルめっき皮膜の特性に与える影響を電気化学及び構造学的に解析した。その結果, クエン酸浴からのニッケル電析皮膜は, ワット浴よりも金属不純物の影響を受けにくいことがわかった。

Development of banana fiber / polybutylene succinate composites using cellulose esters

梶山哲人・安田健 (都産技研), 三本修司・村上雅人 (芝浦工大)

The Polymer Society of Korea, The 12th Pacific Polymer Conference

構成成分に多くのセルロースの含まれていることが知られているバナナ繊維と生分解性ポリエステルと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。

東京都立産業技術研究センター 材料技術グループ 無機材料研究室 (ガラス技術分野) の紹介

大久保一宏・増田優子・吉野徹 (都産技研)

日本セラミックス協会 第52回ガラスおよびフォトニクス材料討論会 第7回ガラス技術シンポジウム

都産技研ブランドの1つである材料技術グループのガラス技術分野について, 三宅ガラスや耐アルカリガラスなどの研究成果及び製品開発事例, ガラスの破損事故解析や表面応力測定などの依頼試験や技術相談, 新本部導入機器の概要, などを中心に紹介した。

H2bbpen 誘導体のアルカリ土類金属錯体の構造と選択性

和賀井孝・江川祐樹・生尾光 (学芸大), 飯山真充 (野村マイクロ・サイエンス), 梶山哲人 (都産技研), 國仙久雄 (学芸大)

日本イオン交換学会, 日本溶媒抽出学会 第27回日本イオン交換研究発表会 第30回溶媒抽出討論会

高い選択性と抽出能を持つ錯生成試薬の開発を目的として N, N'-bis-(2-hydroxybenzyl)-N, N'-bis(2-pyridylmethyl)-1, 2-ethanediamine (H2bbpen) の誘導体を用いたアルカリ土類金属イオンの抽出分離を行い, 置換基により選択性の違いが見られることがわかった。この選択性の違いを量子化学計算により得られた錯体の構造から考察した。

H2Clbbpen で Ga と In イオンを抽出した際の対イオンの効果

和賀井孝 (学芸大), 飯山真充 (野村マイクロ・サイエンス), 梶山哲人 (都産技研), 國仙久雄 (学芸大)

日本イオン交換学会, 日本溶媒抽出学会 第27回日本イオン交換研究発表会 第30回溶媒抽出討論会

高い選択性と抽出能を持つ錯生成試薬の開発を目的として, 芳香環による剛直性とアルキル鎖による柔軟性を備え N, N'-bis-(2-hydroxybenzyl)-N, N'-bis(2-pyridylmethyl)-1, 2-ethanediamine (H2bbpen) 1) 誘導体である H2Clbbpen を用いた Ga³⁺ 及び In³⁺ の溶媒抽出において, 対イオンの違いによる抽出能の変化を検討した。

Microstructure and interfacial reaction of Ti-6Al-4V alloy and ZK60 magnesium alloy joint by friction

青沼昌幸 (都産技研), 中田一博 (接合研)

International Symposium on Materials Science and Innovation for Sustainable Society (ECO-MATES2011)

Ti-6Al-4V 合金と ZK60 マグネシウム合金との摩擦攪拌接合界面組織と界面反応層について, TEM-EDS や XRD を用いて詳細に調べ, 接合時における接合界面での元素挙動について検討した。接合界面には, 合金元素による反応層が認められ, その微細構造が接合部の機械的性質へ影響を及ぼすことが示された。

拡大投影顕微鏡における画像ボケ修正の光源依存性

椎名達雄 (千葉大院), 宮本涼輔 (千葉大), 伊藤敦 (東海大), 本田捷夫 (本田光技研), 吉村英恭 (明大), 金城康人 (都産技研), 篠原邦夫 (早大理工研), 矢田慶治 (東研)

日本放射光学会 第25回放射光学会年会

コヒーレンスの異なる放射光を用い, 拡大投影型軟 X 線顕微鏡による試料観察及びその際に生じるフレネル縞に由来するボケ修正を行い, 光源の性質が生画像及び画像修正に及ぼす影響を比較・評価した。その結果, コヒーレンスの高さがフレネル縞の本数の増加をもたらし, これが画像修正の精度の改善に繋がることがわかった。

COMPONENT ANALYSES OF SILVER AND GOLD BRAZING FILLER METALS BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC EMISSION SPECTROSCOPY

上本道久 (都産技研), 小林剛 (物材機構), 島田健吾 (石福金属興業), 土谷剛照 (田中貴金属工業), 長谷川信一 (物材機構) 小林純一 (財務省造幣局東京支局), 伊澤和祥 (田中貴金属工業), 佐々木康文 (石福金属興業)

2012 Winter Conference on Plasma Spectrochemistry

ICP 発光分析における測定値の信頼性 (精確さ) について検討した。3種の銀ろう材については, 沈殿フリーの新しい溶解法の開発と共に, 3桁の精度有効数字で偏りなく定量できる分析法を開発した。金ろうについては, 金とより安定な錯体を形成する配位子を添加することが分析値の質の向上に大きく貢献することを明らかにした。

液体シンチレーションカウンタによるガソリンのバイオ炭素比に及ぼす着色料の影響

柚木俊二・永川栄泰・斎藤正明（都産技研）

日本エネルギー学会、バイオマス部会、第7回バイオマス科学会議
ガソリン着色料を日本で普及している赤色から青色に変更し、吸収波長の変更による色クエンチングの低減効果を検証した。ヘキサン/バイオエタノール混合液に赤色もしくは青色着色料を添加し、模擬ガソリンを調製した。LSCによる14C濃度からバイオエタノール濃度を求めたところ、青色の模擬ガソリンでは計数誤差の範囲内でバイオエタノール濃度が定量された。一方、赤色の模擬ガソリンでは計測値は実際の濃度よりも有意に低くなった。

ガソリン中のバイオエタノール濃度を簡易判定する装置の開発

永川栄泰・斎藤正明・柚木俊二（都産技研）

日本エネルギー学会 バイオマス部会 第7回バイオマス科学会議
バイオエタノール判別のために機能特化した簡易型液体シンチレーション装置を開発した。E3 ガソリンを二段抽出法により試料調製を行い、測定試料とした。測定の結果、バイオエタノール濃度の計測値は2.24～3.12%となり、計測誤差の範囲内であった。簡易装置の定量精度としては実用的に十分であると考えられた。

難付着金属に対するプライマーの塗装効果

小野澤明良・神谷嘉美・村井まどか・木下稔夫（都産技研）

（一社）表面技術協会 第125回講演大会

市販品プライマーを6種類選定し、難付着金属に対する一次付着性と長期耐久性試験後の二次付着性の試験を行った。試験結果をもとに塗料商品、金属素材、硬化形態の塗装因子で解析した。その結果、いずれの塗装因子に対して有意な差が得られた。一次付着性が高い金属素材でも、二次付着性が低いものもあった。このことから一次付着性だけでプライマーの性能を解析することは難しく、長期耐久性を含めた二次付着性の把握の必要性を見いだした。

加熱によるブナ材からの有機酸生成

大橋亜沙美（農工大）、瓦田研介・浜野智子（都産技研）、近江正陽（農工大）

（一社）日本木材学会 第62回日本木材学会大会

木材を加熱すると乾燥炉の金属部品を腐食させる有機酸が発生することが知られているが、その具体的な放散量に関する知見は少ない。そこで、ブナ材を加熱した際の酢酸・ギ酸放散量をデシケーター法を用いて精密に測定した。その結果、酢酸及びギ酸の生成量は160℃から220℃で著しく増加することが明らかとなった。

白金代替触媒材料に対する触媒毒の影響

萩原利哉・染川正一・小島正行・藤井恭子・篠田勉（都産技研）

（公社）日本化学会 第92春季年会

塗装工場や印刷工場などから排出されるガスには揮発性有機化合物（VOC）と共にヤニや有機シリコンなどの触媒毒成分が存在している場合があるが、触媒毒混入によって触媒のVOC分解

性能は著しく低下する。我々は白金触媒の代替材料として安価な非貴金属酸化物触媒を開発してきた。本研究では白金触媒と非貴金属酸化物触媒に対する触媒毒の影響に関する比較検討を目的とし、触媒毒成分を各触媒に被毒させて性能評価を行った。

Co, Ce 系酸化物成形触媒（ペレットやハニカム型）の作製と悪臭処理への応用

染川正一・萩原利哉・藤井恭子・小島正行・篠田勉（都産技研）、堂免一成（東大）

（公社）日本化学会 第92春季年会

含酸素脂肪族系の揮発性有機化合物（VOC）の処理にCo, Ce系金属酸化物触媒が優れていることを見出した。触媒成形体の作製と実験のスケールアップを行い、塗装乾燥排ガス処理試作機を用いて悪臭実ガスを処理した。

テラヘルツ波分光測定による DLC 膜特性の評価

坂本知昭（国立衛研）、藤巻康人・小金井誠司（都産技研）、村山広大・小宮山誠（横河電機センシング研究所）、香取典子・楡山行雄・奥田晴宏（国立衛研）

（公社）日本化学会 第92春季年会

ダイヤモンドライクカーボン（DLC）膜は高い耐摩耗性や潤滑性能を示すが、成膜条件によって各種物性が大きく変化する。製品用途に応じた適切なコーティング条件を設定するためには、製品化されたDLC膜の各種物性を直接非破壊に測定する必要がある。本研究では、膜特性の異なるDLC膜に対してテラヘルツ波分光測定を行い、得られたテラヘルツスペクトルからDLC膜を非破壊に評価できることを見出した。

Modification of adhesion between banana fiber and aliphatic polyester

梶山哲人・安田健（都産技研）、三本修司（芝浦工大）、清水研一（都産技研）、村上雅人（芝浦工大）

243RD AMERICAN CHEMICAL SOCIETY NATIONAL MEETING & EXPOSITION

生分解性ポリエステル/バナナ繊維複合体の機械的強度を向上させることを目的に、相溶化剤を用いた界面改質の研究を行った。そして、生分解性ポリマーのコスト問題解決の足掛かり、及びバナナ繊維の有効活用法を提案した。

外部発表一覧／総説

絵で見るデジタル信号処理入門

坂巻佳壽美（都産技研）

絵で見るデジタル信号処理入門

（株）日刊工業新聞社

代表的なデジタル信号処理のC言語プログラムとその実行結果を示し、数学の知識がなくても読めるような内容となっている。理屈はともあれ、まずはデジタル信号処理で何ができるのか視覚的に体験できるように、図解とグラフ表示を多用した。多くの方々に信号処理の有効性を知っていただくことを目指した。

はじめてのVHDL

坂巻佳壽美（都産技研）

はじめてのVHDL

東京電機大出版局

具体的な回路作りを通してVHDLによる回路記述の仕方を紹介している。文法など細かなことはさておき、まずは何をどのようにすれば希望する回路を実現できるのかを疑似体験して頂くことを、本書の最大の狙いとした。具体的な回路例として“ストップウォッチ”をとりあげ、その機能を幾つかのブロックに分割し、各ブロックに固有なVHDLによる回路記述法について解説した。

Bullet Physicsではじめよう3Dモーションシミュレーション

佐々木智典（都産技研）、橋本洋志（産技大）

Bullet Physicsではじめよう3Dモーションシミュレーション

（株）オーム社

簡易的な3次元動力学シミュレーションや、実物のように運動する3次元コンピュータグラフィックスの映像・ゲーム制作等に利用可能なオープンソースソフトウェアライブラリBullet Physicsについて解説した。剛体運動及び関節構造についての説明とともにBullet Physicsによるシミュレーションの事例を示した。また、柔軟な物体の変形、運動のシミュレーションについてもロープ、布、三角面により構成される多面体を例題として紹介した。

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」

篠田勉（都産技研）

ラボネット 2011

東京都技術会議

本プログラムの紹介と、これまでの研究成果及び現在取り組んでいる研究について、6件を紹介した。6件は、活性炭、シリカ系吸着材、VOC分解用触媒、VOC処理装置、ホルムアルデヒド計測用バイオセンサ、VOC浄化技術評価方法書である。

漆と間伐材を用いた100%バイオマス成形体

木下稔夫（都産技研）

第22回プラスチック成形加工学会 年次大会

（一社）プラスチック成形加工学会

石油に由来する化学物質をまったく使用せず、漆、木質繊維といった天然資源のみを原料として用いて開発した成形材料・成形体（特許第3779290号）の、間伐材を利用した実用化研究に関して研究成果のパネルと成果物の展示を行った。

JTAGテストの基礎と応用【PDF版】

坂巻佳壽美（都産技研）

JTAGテストの基礎と応用【PDF版】

CQ出版（株）

JTAGテストは、当初、実装済電子回路基板の各種テストのためにIEEE1149.1として規格化された。今日では、FPGAやフラッシュメモリなどの書き込み用インターフェースとしてなど、本来目的以外での利用が活発になり、電子書籍として複製されることになった。

シャルピー基準試験機直接検証のための一実験

小船論史・中西正一（都産技研）、山口幸夫・大田明博（産総研）

第24回 材料試験技術シンポジウム

日本材料試験技術協会

JIS B 7740 シャルピー基準試験機の検証では試験片受け台、衝撃刃、基準試験片など形状特性の要求事項に小さな許容差が付けられている箇所がある。それは工業用試験機より厳しくなっている。今回これらの測定として現在産総研が行っている方法を紹介しその再現性を2測定機関で測定し比較した。

Development of wide dynamic readout pad for Time Projection Chamber

藤原康平・小林丈士（都産技研）、磯部忠昭・竹谷篤（理研）

RIKEN Accelerator Progress Report 2010, Vol. 44, pp. 190-191

（独）理化学研究所 仁科加速器研究センター

低クロストーク及び高シグナルインテグリティを両立する高周波伝送線路を電磁界シミュレータを活用して設計した。試作基板を用意してクロストークを測定し、シミュレーションと良好に傾向が合致する事を確認し、本設計へ反映した。

ハウ酸浴からの切り替えを実現するクエン酸ニッケルめっき法と、DLCコーティングの実用化技術

玉置賢次・土井正・森河和雄（都産技研）

鍍金の世界, No. 527, pp. 8-13, (2011)

日本鍍金材料協同組合

環境への配慮を視野に入れた表面改質やめっき、塗装などの研究として、クエン酸を利用したニッケルめっき法を開発、また、DLCコーティング技術の開発について実用例を踏まえて紹介した。特に、プレス金型へのDLCコーティングの利用を進めており、DLCコーティングを施した金型を用いることで、環境にやさしいドライプレス加工の実現が期待されていることを紹介した。

福島第一原子力発電所事故による放射性物質漏えいに係わる都内環境放射能測定及び被ばく線量評価

永川栄泰・鈴木隆司・金城康人(都産技研), 宮崎則幸(都立食品技術センター), 関口正之・櫻井昇・伊瀬洋昭
RADIOISOTOPE, Vol. 160, pp. 467-472, (2011)
(公社) 日本アイソトープ協会

2011年3月11日に発生した福島第一原子力発電所事故に伴い、東京都内で大気浮遊塵、農畜水産物、浄水の放射能濃度及び空間線量率のモニタリングを行った。5月31日までの測定結果をもとに主要5核種による内部被ばく線量及び空間線量率による外部被ばく線量を試算した。その結果、測定開始から1年間の積算線量は425.1 μSv となり、ICRPの定める一般公衆の年間被ばく限度(1mSv)を超えないものと推定された。

第22回年次大会の報告 一般セッション 構造・物性・評価1 (G-101 ~ G113)

梶山哲人(都産技研)
成形加工, 23巻, 第10号, p. 581, (2011)
(一社) プラスチック成形加工学会

プラスチック成形加工学会第22回年次大会における一般セッションの一つである「構造・物性・評価」での25件の講演のうち13件に関して、それぞれの研究内容を概説するとともに議論の様子や今後の可能性などについて報告を行った。

Research on the GEM substrate

小宮一毅・若林正毅・藤原康平・小林丈士(都産技研), 竹谷篤(理研), 浜垣秀樹(東大)
RIKEN Accelerator Progress Report 2010, vol. 44, pp. 195-196
(独) 理化学研究所 仁科加速器研究センター

電子増幅器(GEM)は、荷電粒子を検出するために電子なだれ効果を利用して荷電粒子を増幅する装置である。GEMは製造時の歩留まりが悪いこと、使用中の放電によりGEMフォイルの電極が短絡するといった問題がある。本研究では研磨法・クロスセクションポリリッシャ・マイクローム法により、GEMフォイルの断面作製を行い原因究明を試みた。

成形加工シンポジウム'11 報告 一般セッション アロイ・ブレンド・複合材料

梶山哲人(都産技研)
プラスチック成形加工学会誌 24巻, 第4号, p. 188, (2012)
(一社) プラスチック成形加工学会

プラスチック成形加工学会第11回秋季大会(成形加工シンポジウム'11)における一般セッションの一つである「アロイ・ブレンド・複合材料」での講演内容に関して、技術の概要と今後の今後の可能性などについて報告を行った。

鳥浜遺跡より出土した土器と木材を素地とする漆塗り遺物の分析(I)

神谷嘉美(都産技研)
明治大学紀要, 『次世代機能材料「漆」の高度利用に関する学際的研究』第4号, pp. 1-3, pp. 14-17, pp. 89-93, (2011)
明治大学

縄文時代前期の漆塗り技術の一端を探るため、顕微鏡観察、クロスセクションで塗膜状態や構造を観察し、熱分解-ガスクロマトグラフィー質量分析法を用いて分析した。その結果、種々のフェノール類が検出されたことにより、5種類の試料に塗られた塗料はすべて漆であるとわかった。

問われる漆の価値—ベトナムでの調査報告 I—

神谷嘉美(都産技研)
明治大学紀要, 『次世代機能材料「漆」の高度利用に関する学際的研究』第4号, 4-9, pp. 83-88, pp. 94-99, (2011)
明治大学

ベトナム漆業界における塗装現場について調査し報告したものの。複数の工場や工房で聴き取りをすることで、合成塗料と天然の漆液との区別が曖昧である現実が浮き彫りとなった。合成塗料を使った製品は、日本国内で「ベトナム漆器」として売買されることもある。現地の作り手と日本のバイヤー等での認識の違いを痛感する結果となった。

漆膜の劣化機構の解明—表面の微細構造が外観に与える影響—

神谷嘉美(都産技研)
漆サミット2012
明治大学 漆サミット実行委員会

近年主流となっている鉄分混入によりつくられた「黒漆」を使用した試料片に関する紫外線劣化の機構を、複数の手法(顕微鏡観察、色彩変化、残存光沢、SEM, FT-IR, EGA-MS, Py-GC/MS, 表面粗さ)によって評価した。

アジアの漆文化と漆工技術の保存科学的意義

神谷嘉美(都産技研)
明治大学創立130周年記念懸賞論文
明治大学創立130周年記念懸賞論文, 学際領域系
本論文は著者がこれまで続けてきた漆に関する研究を基盤にしており、種々の外部資金の助成によって実施した海外における調査や、漆塗膜の光劣化機構に関する研究成果について触れながら、漆文化について言及したものである。

東京都立産業技術研究センター測光設備の技術紹介

山本哲雄(都産技研)
(独) 産業技術総合研究所 第36回 国際計量研究連絡会 測光標準分科会
(独) 産業技術総合研究所

都産技研の照明関連の測光設備の技術紹介を行った。照明性能試験や光学材料の性能試験対応のために導入した配光相違、照度分布測定装置、分光応答度測定装置、分光放射計、全光束測定シ

ステム, 測光ベンチ, 分光光度計, 輝度分布測定装置, 残光輝度測定装置などの設備を紹介した。

環境対応型亜鉛合金ダイカストの調査研究

佐藤健二 (都産技研)

鉛と亜鉛, No.265, pp. 47-52, (2012)

日本鋳業協会

環境問題対応のため, 亜鉛合金ダイカストの離型剤レス化を試みた。カップ状試験片形状で, 鑄造後の離型力を押し出しピン部に設置した高温型圧力センサで測定し, カップ内面の抜き勾配や離型剤有無の影響について調べた。

溶液のつくりかた その(2) ～化学分析のしかた～

上本道久 (都産技研)

ぶんせき, No. 6, pp. 304-309, (2011)

(公社) 日本分析化学会

無機定量分析における試料溶解処理に必要な事項について解説した。濃度の単位及び溶液調製の際の試料の溶解性について最新の知見を披露した。溶液化学に立脚した陽イオンと陰イオンの組み合わせによる系統的な溶解性の解釈を提示し, その上で沈殿を作らない処理法の開発事例を提示した。

分析化学における数値の取り扱い ～化学と数学の接点～

上本道久 (都産技研)

化学と教育, 59, pp. 442-445, (2011)

(公社) 日本化学会

分析化学において「はかる」と言うことの意味を解説した。有効数字, 検出限界・定量下限, 信頼性用語, 及び不確かさの考え方について, その定義や概念の変遷を示した。更に分析技術者の使命と数値処理の重要性を説き, 分析化学的考察を実験者が測定後に行う重要性を示した。

分析化学便覧

上本道久 (都産技研), 井村久則 (金沢大), 北森武彦 (東大), 楠文代 (東京薬大), 齋藤公児 (新日本製鐵), 鈴木孝治 (慶應大), 宗林由樹 (京都大), 千葉光一 (産総研), 角田欣一 (群馬大), 中井泉 (理科大), 馬場嘉信 (名古屋大), 藤本京子 (JFE スチール)
(編集委員のみ)

改訂6版, (2011)

丸善出版 (株)

分析化学及び分析技術に関する我が国の最も網羅的な指導書である。1 分析化学の発展, 2 化学反応による定性分析, 3 試料の調製法, 4 機器分析法, 5 対象別試料分析法, 6 分析値の信頼性, 7 標準物質, 8 分析化学データ, から構成される。6章の分析値の信頼性について, 信頼性の概念と用語(有効数字, 検出限界と定量下限, 信頼性用語)について解説した。

環境分析

上本道久 (都産技研), 角田欣一 (群馬大), 本多将俊 (環境調査研), 石井康一郎 (都環科研), 川田邦明 (新潟薬大), 藤森英治 (環境調査研), 小島勝・竹中みゆき (東芝)

分析化学実技シリーズ 応用分析編6, (2012)

共立出版 (株)

環境分析について, 今までの大気, 水質試料に限らず, 分析値の信頼性や社会規制に関わる問題などを広範に取り上げた。総論, 環境分析におけるデータの取り扱いと分析値の信頼性, 浮遊粒子状物質, 自動車排出ガス, 有機汚染物質, 重金属・無機イオン, 環境基準監視 (自動・連続分析), 8RoHS, REACH などの社会規制に関わる分析技術, から構成される。2章で, 環境分析に特化した測定値の取り扱いと分析値の信頼性について解説した。

フラットパネルディスプレイのリサイクルの現状と課題

小山秀美・中澤亮二 (都産技研), ディスプレイ TT プロジェクト (JEITA 電子情報技術産業協会)

セラミックス Vol.47, pp.81-85, (2012)

日本セラミックス協会

フラットパネルディスプレイ (FPD) は, 薄型で, 平坦な画面を持ったディスプレイの総称で, 薄型テレビ, 携帯電話などの情報機器の表示装置として, 幅広く利用され, 需要が急拡大している。現状では, 使用済みフラットパネルディスプレイのリサイクルはほとんど進んでいないため, 早急な対応が求められている。家電業界 (電子情報技術産業協会 JEITA) と共同で取り組んだ薄型テレビのガラスリサイクルの取り組みについて紹介した。

地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター

研究報告編集委員会

委員長 近藤 幹也

副委員長 三尾 淳

委員 重松 宏志 横澤 毅 瓦田 研介 竹内 由美子

事務局 梶本 博司 中田 修 秦 由梨加 山崎 真妃

表紙デザイン 中田 恵子

※本研究報告から転載する場合には、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います。

ホームページ： <http://www.iri-tokyo.jp/>

登録番号 24 (本) 8

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 7 号 (2012)

平成 24 年 9 月 28 日発行

ISSN1881-8676

CODEN:KHCDBB

発行 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター

経営企画部 広報室

〒135-0064 東京都江東区青海 2-4-10

TEL. 03-5530-2521

FAX. 03-5530-2536

URL. <http://www.iri-tokyo.jp>

印刷所 株式会社信英堂

〒160-0022 東京都新宿区新宿 5-14-11

TEL. 03-3357-6711

FAX. 03-3357-6890

研究報告 第7号 平成24年(2012)
平成24年9月



古紙配合率70%
白色度70%の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