

ISSN1881-8676
CODEN:KHCDBB

研究報告

第9号 (2014)

Bulletin of Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute No.9



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9号
平成26年

目次

論文

階層的自動タグ付けによるエキスパート検索エンジンの研究・開発	大平 倫宏 富山 真一	2
呼吸・心拍の非接触モニタリングシステムの開発	藤原 康平 小林 丈士 松井 岳巳 香川 正幸	6
SPD 分離器における雷インパルス耐電流性能評価法	黒澤 大樹	10
クランクプレスを用いたせん断加工時に生ずる余剰エネルギーを利用した発電技術の開発	中村 健太 玉置 賢次 倉持 幸祐	14
深紫外 LED を用いたオゾン濃度測定装置の開発	中村 広隆 武田 有志 菅野 裕康 阿彦 由美 青柳 克信	18
圧力測定用材料の開発	吉野 徹 大久保 一宏 山中 寿行 渡邊 禎之	22
抗菌剤の溶出性が低い創傷被覆材をポリビニルアルコールの静電的性質を利用して簡易に作製する技術の開発	柚木 俊二 光田 益士 大藪 淑美 関口 正之 久保 貴史 岩寄 徹治	26
架橋剤ゲニピンの添加によって力学特性を高めたインジェクタブルコラーゲンゲルの温度応答特性	柚木 俊二 畑山 博哉 大藪 淑美	30
導電材料を用いた電磁波抑制シートの試作	上野 武司 佐々木 秀勝 大森 学	34

ノイズ対策を施した産業用コンピュータの開発	佐野 宏靖 佐藤 研 高橋 文緒 山下 俊紀 時川 昌大	38
多面体サンドイッチコアパネルの形状による機械的性質への影響	高橋 俊也 西川 康博 阿保 友二郎	42
防護服の不織布化	長尾 梨紗 榎本 一郎 窪寺 健吾	46
調湿建材の評価時間を短縮できる新規試験方法の提案	池田 紗織 平井 和彦 小山 秀美	50
バルーンロボットの開発	島田 茂伸 益田 俊樹 森田 裕介 小林 祐介 後濱 龍太 佐々木 智典 横澤 毅 新井 宏章 入月 康晴	54
ノート		
低コスト化を目指す基板上光通信路の実装技術	山口 隆志 大原 衛 武田 有志	64
高性能 VOC センサの開発	平野 康之 篠田 勉 石地 徹 飯島 鉄也 西出 龍弘	66
DLC 膜の水素含有量に及ぼす熱処理の影響	清水 綾 川口 雅弘	68
減圧凝固試験法による AD12 アルミニウム合金溶湯の品質評価	佐藤 健二 石清水 康二	70
赤外領域における放射照度分布測定について	磯田 和貴 澁谷 孝幸 中島 敏晴	72
振動により製品から発生する異音評価方法の開発	宮入 徹 神田 浩一 服部 遊 福田 良司	74
音響インテンシティ法による小試料音響透過損失測定	西沢 啓子 神田 浩一 渡辺 茂幸 服部 遊 宮入 徹	76

硫化銀薄膜を用いた大面積光電センサへの試み	海老澤 瑞枝 磯田 和貴 横田 浩之 澁谷 孝幸	78
熱電対を用いた表面温度測定における誤差の低減化	中島 敏晴 沼尻 治彦 佐々木 正史	80
炭素材微細金型のフッ素イオン注入による表面改質	寺西 義一 石束 真典 長坂 浩志 近藤 ゆりこ 渡部 友太郎 森河 和雄 中村 勲 清水 徹英 三尾 淳 小林 知洋	82
熱処理木材の耐候性に及ぼす塗装効果	村井 まどか 小野澤 明良 神谷 嘉美 木下 稔夫	84
高効率炭素ドット蛍光体の開発	林 孝星 渡辺 洋人 緒明 佑哉 今井 宏明	86
スーパーマイクロポーラスシリカの細孔径制御とその細孔を利用した酸化タングステンサブナノ量子ドットの開発	渡辺 洋人 緒明 佑哉 今井 宏明	88
ホルムアルデヒド酵素サイクルセンサの開発	月精 智子 和田 俊明 左成 信之 紋川 亮	90
レーザー干渉計の不確かさ算出手法に関する研究	徳田 祐樹 中西 正一	92
強ひずみ加工によるアルミ合金切削屑の固化成形	小船 諭史 神田 浩一 渡辺 茂幸	94
木材ーボルト接合時における破損防止を考慮した締付け条件	松原 独歩 中野 貴啓 島田 勝廣	96
おむつ利用者の QOL の向上をサポートするスラックスの開発	平山 明浩 加藤 貴司 佃 由紀子 鈴木 明子	98
金属製編地の農業用被覆資材への応用	唐木 由佑 岩崎 謙次 野口 貴 海保 富士男 沼尻 勝人	100

アルミニウム合金スクラップの迅速種別判定に及ぼす試料の表面状態の影響	湯川 泰之 山田 健太郎 上本 道久	102
ガラスの鏡面創成用砥石の研究	鈴木 悠矢 中西 正一	104
新規ブリーツ加工法を用いた絹織物製品開発	武田 浩司 小林 研吾 朝倉 守 山浦 未来 渡辺 亜希子	106
アルミニウム繊維添加による樹脂の熱伝導率向上	飛澤 泰樹 山中 寿行 清水 研一 香川 匡史 落合 長範 中尾 芳典	108
布の風合い評価における触荷重特性	山田 巧 小柴 多佳子	110
カーボンブラックにおけるマイクロ波を利用した液相酸化処理の効果	平井 和彦 池田 紗織 峯 英一	112
外部発表一覧		
論文		117
口頭発表		123
ポスター発表		132
総説		138

BULLETIN OF TOKYO METROPOLITAN
INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE

NO.9 2014

Papers

- Research and development of expert search system using hierarchical automatic tagging
Norihiro Ohira, Shinichi Tomiyama 2
- Development of non-contact respiration and heartbeat monitoring system
Kohei Fujiwara, Takeshi Kobayashi, Takemi Matsui, Masayuki Kagawa 6
- Lightning impulse withstand current capability evaluation method for SPD disconnecter
Taiju Kurosawa 10
- Development of an electronic power generator using the surplus energy generated during the shearing process using a crank press
Kenta Nakamura, Kenji Tamaoki, Kosuke Kuramochi 14
- Development of the ozone measuring instrument using the deep ultraviolet light-emitting diode
Hirotaka Nakamura, Yuji Takeda, Hiroyasu Sugano, Yumi Ahiko, Yoshinobu Aoyagi 18
- Development of functional materials for pressure measurements
Toru Yoshino, Kazuhiro Ookubo, Toshiyuki Yamanaka, Sadayuki Watanabe 22
- A simple fabrication of wound dressings with suppressed release of antibacterial agents using electrostatic properties of poly(vinyl alcohol)
Shunji Yunoki, Masushi Kohta, Yoshimi Ohyabu, Masayuki Sekiguchi,
Takabumi Kubo, Tetsuji Iwasaki 26
- Temperature-responsive characteristics of injectable collagen gel with improved mechanical properties by the addition of genipin as a crosslinker
Shunji Yunoki, Hirosuke Hatayama, Yoshimi Ohyabu 30
- Preparation of the electromagnetic wave suppressing sheet using a conductive material
Takeshi Ueno, Hidekatsu Sasaki, Manabu Oomori 34

Development of industrial computer that countermeasure against noise		
	Hiroyasu Sano, Ken Sato, Fumio Takahashi, Toshinori Yamashita, Akihiro Tokikawa	38
Influence of the structure of polyhedron sandwich-core panel on mechanical properties		
	Shunya Takahashi, Yasuhiro Nishikawa, Yujiro Abo	42
Manufacture of nonwoven fabrics from protection suits		
	Risa Nagao, Ichiro Enomoto, Kengo Kubotera	46
Proposition of a speedier evaluation method for humidity conditioned architectural materials		
	Saori Ikeda, Kazuhiko Hirai, Hidemi Koyama	50
Development of balloon robot		
	Shigenobu Shimada, Toshiki Masuda, Yusuke Morita, Yusuke Kobayashi, Ryuta Atohama, Akinori Sasaki, Takeshi Yokosawa, Hiroaki Arai, Yasuharu Irizuki	54
Notes		
Development of low-cost fabrication technology of optical waveguides on a circuit board		
	Takashi Yamaguchi, Mamoru Ohara, Yuji Takeda	64
Development of high-performance photo-ionization detector (VOC sensor)		
	Yasuyuki Hirano, Tsutomu Shinoda, Toru Ishiji, Tetsuya Iijima, Tatsuhiro Nishide	66
The effect of heat treatment on the hydrogen content of DLC films		
	Aya Shimizu, Masahiro Kawaguchi	68
Evaluation of melt quality of AD12 aluminum alloy by vacuum gas test		
	Kenji Sato, Koji Iwashimizu	70
Study of mid-far infrared irradiance spatial distribution measurement using thermopile sensor		
	Kazutaka Isoda, Takayuki Shibuya, Toshiharu Nakajima	72
Development of a method for evaluation of abnormal noise from the product due to the vibration		
	Toru Miyairi, Koichi Kanda, Asobu Hattori, Ryoji Fukuda	74
Measurement of sound transmission loss on small size specimen by sound intensity method		
	Keiko Nishizawa, Koichi Kanda, Shigeyuki Watanabe, Asobu Hattori, Toru Miyairi	76

Large area photoresistor with the use of a silver sulfide thin film	Mizue Ebisawa, Kazutaka Isoda, Hiroyuki Yokota, Takayuki Shibuya	78
Reduction of error of the surface thermometry using the thermocouple	Toshiharu Nakajima, Haruhiko Numajiri, Masashi Sasaki	80
Carbon micro mold surface modified by the fluorine ion implantation	Yoshikazu Teranishi, Masanori Ishizuka, Hiroshi Nagasaka, Yuriko Kondo, Tomotaro Watanabe, Kazuo Morikawa, Isao Nakamura, Tetsuhide Shimizu, Atsushi Mitsuo, Tomohiro Kobayashi	82
Effect of paint on weatherability of heat-treated wood	Madoka Murai, Akiyoshi Onozawa, Yoshimi Kamiya, Toshio Kinoshita	84
Development of high efficiency fluorescent carbogenic dots	Kosei Hayashi, Hiroto Watanabe, Yuya Oaki, Hiroaki Imai	86
Synthesis of sub-nano tungsten oxide quantum dots by using supermicroporous silica	Hiroto Watanabe, Yuya Oaki, Hiroaki Imai	88
Development of formaldehyde sensor based on an enzyme cycling assay	Tomoko Gessei, Toshiaki Wada, Nobuyuki Sanari, Akira Monkawa	90
Study of uncertainty estimation method of laser interferometer	Yuuki Tokuta, Shouichi Nakanishi	92
Solidification of aluminum alloy chips by severe plastic deformation	Satoshi Kobune, Koichi Kanda, Shigeyuki Watanabe	94
Tightening conditions in consideration of the damage prevention on bolted timber joints	Doppo Matsubara, Takahiro Nakano, Masahiro Shimada	96
Development of slacks for supporting QOL improvement of diaper users	Akihiro Hirayama, Takashi Kato, Yukiko Tsukuda, Akiko Suzuki	98
Application of knitted metallic fabric to agricultural covering material	Yusuke Karaki, Kenji Iwasaki, Takashi Noguchi, Fujio Kaiho, Katsuhito Numajiri	100

Influence of the surface conditions of a specimen on the rapid identification of aluminum alloy scraps	Yasuyuki Yukawa, Kentaro Yamada, Michihisa Uemoto	102
Study on abrasive tool for polishing of glass	Yuya Suzuki, Syouichi Nakanishi	104
Development of silk fabric product using new pleat processing	Koji Takeda, Kengo Kobayashi, Mamoru Asakura, Mirai Yamaura, Akiko Watanabe	106
Improvement in thermal conductivity of resin by adding aluminum fiber	Taiki Tobusawa, Toshiyuki Yamanaka, Kenichi Shimizu, Masashi Kagawa, Naganori Ochiai, Yoshinori Nakao	108
Characteristics of tactile force in hand evaluation of fabrics	Takumi Yamada, Takako Koshiba	110
Effect of liquid-phase oxidation treatment assisted by microwave on carbon black	Kazuhiko Hirai, Saori Ikeda, Eiichi F. Mine	112
Abstracts other published papers and presented at society meeting		
Papers		117
Presentations		123
Poster		132
Review		138

論文

階層的自動タグ付けによるエキスパート検索エンジンの研究・開発

大平 倫宏*¹⁾ 富山 真一*¹⁾

Research and development of expert search system using hierarchical automatic tagging

Norihiro Ohira*¹⁾, Shinichi Tomiyama*¹⁾

For solving problems inside an enterprise or research groups, finding the expert persons who have the pertinent knowledge is a key for solving the problems. In recent years, several expert search systems have been devised for finding experts. However, it has been pointed out that the conventional methods used in such systems may not be capable of properly finding experts in case where the search keywords have some synonyms or an expert has multiple areas of specialization. In this study, applying a hierarchical tagging technique, an expert finding system has been developed which can output more appropriate rankings in such cases.

キーワード：専門家検索，階層構造，タグ，情報検索

Keywords : Expert finding, Hierarchical structure, Tag, Information retrieval

1. はじめに

企業内や研究グループ内等での問題解決では，特定の専門的な知識を利用することが重要である。適切な問題解決を行うためには，そのグループ内で，適切な知識を持った専門家をみつけることが重要である。グループの規模が小さいうちは，人手で専門家をみつけることは比較的容易であるが，組織が数百人を超える規模になると発見が困難になってくる。この問題に対応するため，近年では，キーワードから専門家を検索可能なエキスパート検索システムが考案されている⁽¹⁾。しかし，これまでに提案されているシステムは，検索語が類義語を持つ場合や，一人の専門家が複数の専門分野を持つ場合において，正しく機能しないことが指摘されている⁽²⁾。

本研究は，上述したような問題点を解決することを目的とした。エキスパート検索は，検索そのものが目的ではなく，検索後に専門家から情報を得るためにより多くの時間を費やす必要があることから，検索結果として適切でない専門家が得られた場合の人的・時間的コストが他の検索システムに比べて非常に高いという特徴を持つ。このため，少しでも正確な検索結果が望まれる。本研究では，具体的なデータ構造として，階層的タグ付け構造を利用した。階層的タグ付け構造を利用することで，検索語が類義語を持つ場合でも，正確なランキングを生成できる。更に，階層的タグと検索語の関連度から，一人の従業員が複数の専門分野を持つ場合でも，正確に検索を行える。

2. エキスパート検索方法

2.1 従来法 従来，エキスパート検索によく利用されている方法として，図1のように，専門家に対するタグを列挙して，そのタグとの関連性を基に検索を行う方法がある。図1では，専門家と対応するタグが記されており，括弧内の数値は専門家とタグとの関連度を表している。ここでは，数値が高いタグがより関連性が高いとしている。

2.2 提案法 本研究では，図2のような階層的な構造を用いた。図2では，専門家の名前もタグの一つとして扱い，タグ間の関連をリンクで表す。リンクに記された数値は，各タグ間の距離を表している。ここでは，類義語となるタグの間を横方向のリンクで繋げている。また，「検索」の中の「言語処理」等のように抽象性が異なるタグ間の繋がりを縦方向のリンクで繋げている。

専門家名	Aさん
タグ	言語処理(2.0), 類義語(1.8), 検索エンジン(2.5)
専門家名	Bさん
タグ	超音波(4.0), 探傷試験(2.0), 毒性物質(2.2), 害虫駆除(1.0)
専門家名	Cさん
タグ	害虫駆除(2.8), 超音波(1.2), 毒性物質 (2.1)

図1. 従来の専門家に対する自動タグ付けの例

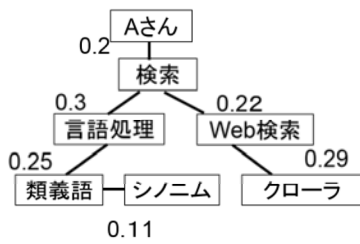


図2. 今回提案する階層的な自動タグ付けの例



図3. 階層的自動タグ付け方法のフローチャート

3. 提案法の階層構造作成方法

図2のような階層構造を自動的に作成するために、図3のフローチャートにしたがって、計算を行う手法を開発した。以下、図3のそれぞれの手順について説明をする。

3.1 社内情報、Web上のビッグデータを一か所に集める方法

Web クローラを利用して、専門家名等をキーワードに Web 上を検索し、関連する PDF ファイルや HTML ファイルを取得する。同様に、社内情報については、専門家を作成したドキュメント等のファイルを収集する。以下では、この手順で得られたファイルやドキュメントのことを、その専門家に関する文書として扱う。専門家ごとに、関連する文書を記録しておく。

3.2 各専門家について候補となるタグを抽出する方法

3.1で収集した文書に対して形態素解析を行い、各文書に出現する専門用語の集計を行う。ある文書に一定回数以上出現する専門用語をその文書に関するタグとする。また、そのようにして得られたタグを、その文書に関連する専門家のタグの候補とする。

3.3 個々のタグの重要度の計算方法

ある文書で最も出現回数の多いタグを、その文書のトピックとして扱う。トピックの総数を N として、各タグ t に対して、トピック

$topic_k (k = 1, 2, \dots, N)$ を持つ文書に対するタグ t の出現確率を $p(topic_k)$ 、タグの情報量を

$$H(t) = \sum_{k=1}^N p(topic_k) \log p(topic_k) \dots \dots \dots (1)$$

で定義する。また、 $C(t)$ を全文書中でのタグ t の総出現数 (タグ t の数)、 $D(t)$ を全文書中でのタグ t の出現する文書数 (文書の数) として、タグの重要度を

$$I(t) = H(t) \cdot D(t) \cdot (\log C(t) + 1) \dots \dots \dots (2)$$

で定義する。

3.4 タグ間の距離の計算方法

i 番目のタグ t_i と j 番目のタグ t_j との間の距離を以下の四つの特徴量からなるベクトルを用いて定義する。

- (i) 頻度共起 $Coo(t_i, t_j)$: 同じ文書中にタグ t_i とタグ t_j が同時に出現した場合の、その文書の総数。
- (ii) リンク共起性 $L(t_i, t_j)$: タグ t_i の出現する文章からタグ t_j が出現する文書へのリンクの総数と、逆に、タグ t_j の出現する文章からタグ t_i の出現する文書へのリンクの総数を足し合わせて 2 で割った数。ここでは、参考文献による引用を、文書間でのリンクとして定義している。
- (iii) 時間的共起性 $T(t_i, t_j)$: タグ t_i の出現する文章の平均作成日から、タグ t_j の出現する文章の平均作成日を引いた日数の絶対値。
- (iv) トピックに対する特徴量 $h(t_{ik})$: i 番目のタグ t_i における k 番目のトピック ($k = 1, 2, \dots, N$) に対する情報量

$$h(t_{ik}) = p(topic_k) \log p(topic_k) \dots \dots \dots (3)$$

をタグの N 次元の特徴量とする。

これら 4 つの特徴量を用いて、タグ間の距離を、

$$d(t_i, t_j) = 1/Coo(t_i, t_j) + 1/L(t_i, t_j) + T(t_i, t_j) + \sum_{k=1}^N (h(t_{ik}) - h(t_{jk}))^2 \dots \dots \dots (4)$$

と定義する。

3.5 タグの重要度順の階層構造の作成方法

(2) 式から、出現頻度が高く、多くのトピックに関連があり抽象度が高いタグほど、重要度が大きくなる。この性質を利用して、各専門家に対して、距離と重要度の和が大きい順にタグをソートして、その順番で階層構造に追加していくことで、全体の階層構造を作成する。

あらかじめ三つの閾値 θ_d , θ_l , θ_c を決めておく。二つのタグ間の距離 $d(t_i, t_j)$ が閾値 θ_d よりも小さく、重要度の差 $|I(t_i) - I(t_j)|$ が閾値 θ_l よりも小さく、かつ、頻度共起 $Coo(t_i, t_j)$ が閾値 θ_c よりも小さかった場合に、その二つのタグを類義語として、横方向にリンクする。これは、特徴量が近いならば、同一のトピックの文書で多く出現し、それゆえに通常は同一の文書で多く現れるはずであるという仮説を基にしている。また、類義語であれば、同一文書中で現れたとしても、どちらかがメインとして使用され、他

方は、括弧書き等でだけ使用され、多くは出現しないと仮定している。

一方で、上記の類似性の条件を満たさないタグ間については、抽象レベルが異なっていると、縦方向のリンクで繋げる。この際に、木構造が適切な深さと幅を持つようにする。具体的には、木構造に対して、その重さを

$$cost(T) = \sum_{i < j} d(t_i, t_j) \dots \dots \dots (5)$$

と定義して、タグを追加した新たな木構造を T' として、

$$f(T') = cost(T') - cost(T) + depth(T') / \log |T'| \dots (6)$$

を最小化するような位置に、タグを追加する。(6) 式の第三項の分子は木の深さ、分母は木の中のタグの総数の対数である。これは、木が幅を持たずに一直線に深くなりすぎたり (図4左)、逆に、幅ばかりが大きくなり階層構造を持たなくなったりするようなこと (図4右) を防ぐ。このようにして、専門家の名前をルートのタグとして、順次タグを加えていくことで、図2のような階層構造を作成する。階層構造中のタグの数があらかじめ決めた一定数を越えたところで、その専門家に対する階層構造の作成を終える。

特に新入社員などで、関連する文書数が十分に多くない者がいる場合がある。そのような専門家に対しては、3.2の方法では、タグの数が十分集まらないため、検索語と関連があるにもかかわらず、検索されない可能性がある。そのため、今回は、それらの専門家に関するタグと距離の近いタグを、その専門家と関連の無い文書からも拾ってきて、その専門家のタグとして、階層構造に追加する。

4. 提案法の検索方法

図5のように作成した階層構造に対して、検索の際には、検索語とある専門家との距離を、専門家と与えられた検索語全てを通る最短パスの距離で定義する。その際に、重複するパスが存在する場合には、そのパス分の距離の加算は一回のみとする。図5では、検索パスの例を太字で示している。パスが存在しない時には、距離を ∞ とする。

例えば、図5において、「言語処理」で検索した際、最短パスは「Aさん」-「検索」-「言語処理」となり、「Aさん」との距離は、 $0.2 + 0.3 = 0.5$ となる。また、「言語処理 クローラ」で検索した際には、検索パスは図に示すようになり、 $0.2 + 0.3 + 0.22 + 0.29 = 1.01$ となる。

5. 結果と考察

図1に示す従来型のタグ付け方法と、図5に示した、提案するタグ付け方法の比較を行った。従来法における検索方法としては、専門家の検索クエリに対する評価値として、関連度の和を利用する方法を用いた。評価する対象としては、239人の専門家を対象とした。3.1のWeb上のデータとしては、Google Scholar⁽³⁾、CiNii⁽⁴⁾に対して、専門家名を検索クエリとして入力し、検索結果のPDFまたはHTMLファイルをダウンロードして利用した。PDFファイルはそのまま

まではプログラムから扱いつらいため、テキスト抽出を行ってテキストファイルとした。3.2の形態素解析では、技術用語約10,000語を形態素解析用の辞書として利用して、

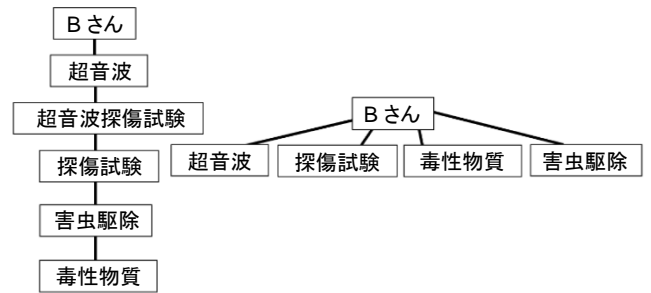


図4. 不適切な階層構造

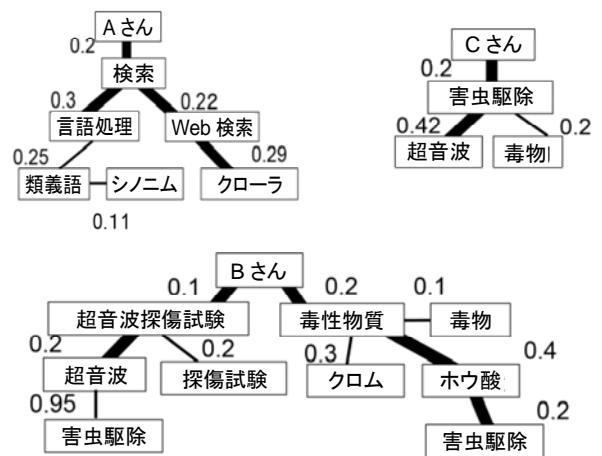


図5. 階層的なタグ付けからの検索方法
太い線は距離計算時の検索パスの例を表している。

表1. 検索結果例 (「画像処理」で検索)

検索順位	従来法	提案法	正答
1	Aさん(1)	Eさん(3)	Eさん(3)
2	Bさん(2)	Fさん(3)	Fさん(3)
3	Cさん(0)	Bさん(2)	Bさん(2)
4	Dさん(0)	Gさん(0)	Iさん(2)
5	Eさん(3)	Hさん(1)	Jさん(2)
6	Fさん(3)	Jさん(2)	Aさん(1)
7	Kさん(0)	Iさん(2)	Hさん(1)
8	Jさん(2)	Oさん(0)	Zさん(1)
9	Mさん(0)	Aさん(1)	Cさん(0)
10	Zさん(0)	Zさん(0)	Dさん(0)
...

名前の後ろの括弧書きの数値は、検索語との関連度を4段階で表している。

表2. NDCG法による検索結果の比較 (20件の平均)

	従来法	提案法	正答
NDCG@5	0.612	0.814	1.0

形態素解析を行った。また、それだけでは、一部のタグについて、タグの距離等を求める際に十分なデータが得られなかったので、3.2, 3.3, 3.4において、現代日本語書き言葉均衡コーパス⁽⁵⁾を用いて、コーパス中の文章のタグとトピックから得られたデータを、タグ間の距離計算中の(3)式を計算するために利用した。

比較方法としては、あらかじめ、20の検索語に対して、それらに対応する各専門家の関連性を0から3の4段階(3が高い関連性を、0は無関係を表す。)で定めておき、正答のランキングとした。各手法の検索結果に対して、ランキングの正当性を示す指標であるNDCG@5⁽⁶⁾を用いて評価した。表1は、検索語として「画像処理」を選んだ場合の検索結果の例を表しており、提案法の方が従来法に比べ、関連度の高い専門家が上位にランキングされている。このことを数値的に表したのが、表2である。表2は、20件の検索語に対するNDCGでの比較結果を示している。NDCGは、最大値1で、値が大きい方が性能がよいとされており、提案法が従来法に比べ優れていた。

このように精度が改善した理由として、提案法では、一人の専門家が複数の専門分野に対応している場合にも、検索の精度を落とさないことが挙げられる。例えば、従来法のタグ付けの結果として、図1が与えられた際に「超音波害虫駆除」で検索した時、Bさんの評価値は $4.0 + 1.0 = 5.0$ 、Cさんの評価値は $2.8 + 1.2 = 4.0$ となり、Bさんの評価の方が大きくなる。実際には、図5のように、Bさんは超音波探傷試験と毒性物質の専門家であり、必ずしも超音波を用いた害虫駆除に詳しくないにもかかわらず、あたかも超音波で害虫駆除を行っている専門家のように評価される。一方、提案法を用いて図5の階層構造が得られた時には、検索語「超音波 害虫駆除」と「Bさん」を含む最短のパスの距離は、 $0.1 + 0.2 + 0.2 + 0.4 + 0.2 = 1.1$ 、検索語と「Cさん」を含む最短パスの距離は $0.2 + 0.42 = 0.62$ となり、Cさんの方をより専門家として評価するようになる。「超音波探傷試験」に関連する「超音波」と「害虫駆除」に関連する「害虫駆除」を区別して捉えることで、従来法での問題点が改善される。この例のように、タグ間の関連を階層で捉えることにより、一人の専門家が複数の専門分野を持つ場合でも、より正確に評価可能となり、NDCGにもその結果が現れたと考えられる。

提案法の精度は従来法よりも改善されているが、表1のGさんのように、無関係な専門家もリストアップされている。これは、3.5において、その専門家と関連の無い文書のタグを取り込んでいるためと思われる。特に新入社員は、文書数が2, 3の者もあり、関連の無いタグを多く追加するためノイズが生じる。

6. 今後の課題とまとめ

提案法の課題として、検索のための処理に非常に時間がかかることが挙げられる。特に時間を要するのは、検索を行えるようデータを整理するための3.1から3.5の処理で

ある。提案法では、約300人の専門家を対象とした場合、全体の計算時間は1台のPCで数日程度かかる。更に、提案手法は、既存のデータに対してオフラインで計算を行うことを前提としているため、途中で専門家の対応する分野が増えた場合や新たな技術用語が誕生した場合などに対応しようとすると、最初から計算し直す必要がある。現在の科学技術の発展速度は目覚ましく、新たな技術用語は次々に生まれているため、時間の経過と共にデータが変化した場合にも、比較的短時間で対応できるような方法を考案することが課題となる。

また、検索を行う際にタグ間の最短距離を求めているが、現状ではその部分の計算負荷が大きく、専門家一人に対して、1CPUコアでの計算で、数100ミリ秒程の時間がかかっている。実際に提案手法を利用する際には、検索クエリに対する検索結果をキャッシュする方法や、大規模なクラスタを組む方法を用いて、最短距離を求めるアルゴリズムを改良し、ユーザビリティを損なわないように注意する必要がある。

新たな分野での製品開発を行う企業においては、その分野の専門家とコンタクトを取ることは重要である。また、成長企業では、人数が増加するにつれて、誰がどの分野の専門家かを把握することは困難となる。今後、このような開発型中小企業に向けて、本研究結果の活用を働きかけていく。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月20日再受付)

文 献

- (1) Pavel Serdyukov, Mike Taylor, Vishwa Vinay, Matthew Richardson, and Ryan W. White : "Automatic People Tagging for Expertise Profiling in the Enterprise", Proceedings of the 33rd European Conference on Advances in Information Retrieval, Dublin, Ireland, pp.399-410 (18-21 April, 2011)
- (2) Craig Macdonald and Iadh Ounis : "Expertise Drift and Query Expansion in Expert Search", Proceedings of the 16th ACM Conference on Information and Knowledge Management, Lisbon, Portugal, pp.341-350 (06-10 November, 2007)
- (3) Google Scholar, <http://scholar.google.co.jp>
- (4) CiNii, <http://ci.nii.ac.jp>
- (5) 現代日本語書き言葉均衡コーパス, http://www.ninjal.ac.jp/corpus_center/bccwj
- (6) Kalervo Jarvelin and Jaana Kekalainen : "Cumulated Gain-Based Evaluation of IR Techniques", ACM Transactions on Information Systems, 20(4), pp.422-446 (2002)

論文

呼吸・心拍の非接触モニタリングシステムの開発

藤原 康平*¹⁾ 小林 丈士*¹⁾ 松井 岳巳*²⁾ 香川 正幸*²⁾

Development of non-contact respiration and heartbeat monitoring system

Kohei Fujiwara*¹⁾, Takeshi Kobayashi*¹⁾, Takemi Matsui*²⁾, Masayuki Kagawa*²⁾

Recently, it is an important issue to ensure the safety of a person in welfare facilities in a huge city such as Tokyo metropolitan area, because this phenomenon is caused by the increasing number of the nuclear families.

In a welfare facility, the staffs have to repeat the patrols especially during night. This is only a visual check, and imposing a burden on the staff as well.

In order to resolve this problem, we have developed the non-contact respiration and heartbeat monitoring system using the microwave Doppler radar. Here we report the successful real-time acquisition of respiration and heartbeat data using the developed monitoring system.

キーワード：ドップラーレーダ，非接触式モニタリングシステム

Keywords：Doppler radar, Non-contact monitoring system

1. はじめに

近年，東京都のような大都市では核家族化に伴い介護及び福祉施設が増加している。しかしながら，人的資源等の制約により施設やその職員の増員は直ちに望めない状況にある。したがって，急増する入所者の安全確保は，東京都行政において重要な課題の一つであり，人的資源に依存しない安全確保の手法の検討と確立が必要である。

保育所並びに高齢者福祉施設等では，入所者の安否確認が最重要であるので，特に夜間には頻繁な巡回が行われる。この巡回は，職員の精神的・肉体的負担であるばかりか，目視に依存しているので，入居者の十分な安否確認が難しいという課題がある。

本研究では，これらの課題を解決するために，マイクロ波レーダを用いた非接触モニタリングシステムを開発し，被験者の呼吸・心拍の監視と連続モニタに成功したので報告する。

2. システムの動作原理

人体の体表面には，呼吸や心拍に伴う周期的かつ微小な振動が存在する。この微小振動を，マイクロ波ドップラーレーダで検出し，信号処理で呼吸と心拍を算出しリアルタイムモニタリングを行う。本システムの概念図を図1に示す。人体表面からの反射波は，呼吸と心拍による体表面振動によりドップラーシフト（周波数が遷移）している。こ

事業名 平成23年度，24年度，25年度 都市課題解決のための技術戦略プログラム

*1) 電子半導体技術グループ

*2) 首都大学東京

の反射波を検波すれば，ベースバンドとして呼吸と心拍情報が得られる。ベースバンドは，呼吸を $x_r(t)=m_r \sin(\omega_r t)$ ，心拍を $x_h(t)=m_h \sin(\omega_h t)$ ，電波伝搬による位相差を ϕ とすると式(1)で表せる⁽¹⁾。

$$B(t) = \cos\left(\frac{4\pi x_h(t)}{\lambda} + \frac{4\pi x_r(t)}{\lambda} + \phi\right) \dots\dots\dots (1)$$

ドップラーレーダで検出した信号には，呼吸と心拍情報の他に，周期的な呼吸動や，四肢の動き及び寝返りのような不規則な体動が含まれている。心拍波形の抽出にはこれら外乱となる体動情報を信号処理で取り除き，モニタリングを行う。

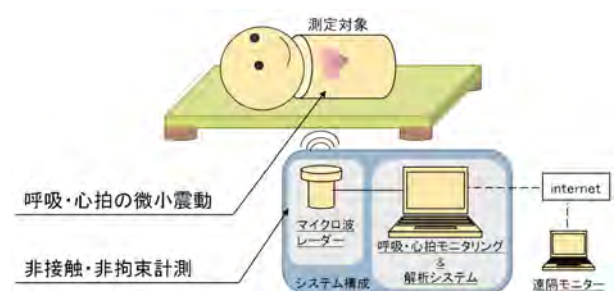


図1. モニタリングシステムの概念図

3. 使用周波数の選定

呼吸と心拍を検出するレーダモジュールの使用周波数を選定するためのシミュレーションを行った。

3.1 シミュレーションモデル 人体の呼吸と心拍をそれぞれ正弦波でモデル化し，このモデルとドップラーレー

ダのモデルを組み合わせて周波数に対する心拍の検出効率を計算した。シミュレーションは Agilent Technology 社の高周波回路シミュレータである Advanced Design System 2009 を用いて行った。図 2 にシミュレーションモデルを示す⁽¹⁾。

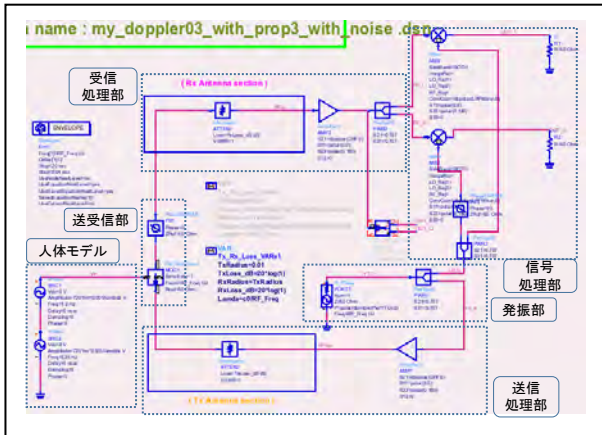


図 2. 使用周波数選定用のシミュレーションモデル

シミュレーションでは人間の呼吸周期を 0.35 Hz, 心拍周期を 1.2 Hz とし, 呼吸による体動を 0.8 mm, 1.2 mm, 1.8 mm として行った。図 3 にシミュレーション結果を示す。この結果, 呼吸による体動が大きいと心拍の検出効率が低下することが確認できた。また, 20 GHz~30 GHz において体動の差を信号強度の差として分離検出可能であると判明した。移動体検知用レーダは特定小電力無線局として 24 GHz 帯が割り当てられており, 本シミュレーション結果から 24 GHz 帯の選択は妥当と考えられる。

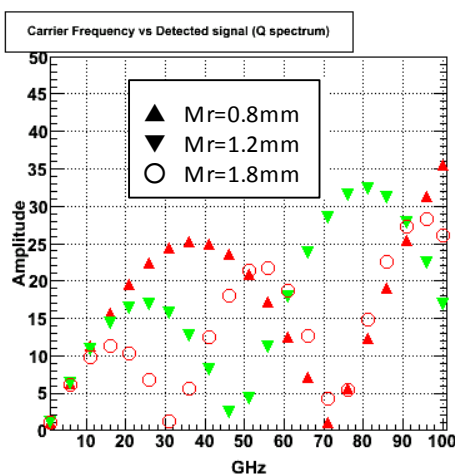


図 3. 周波数に対する心拍の検出効率

4. IQ 復調方式ドップラーレーダの開発

被験者の呼吸と心拍情報を得るには, ドップラーシフトされた反射波をドップラーレーダの復調器で IQ 復調し, 信号処理を行う必要がある。そのために, 本研究における呼吸と心拍情報の検出に適したドップラーレーダを開発した。

4. 1 開発仕様 本モニタリングシステムに合致したドップラーレーダの仕様を表 1 に示す。周波数安定性を担保するために, 原発振器は誘電体共振発振器を採用した。また, I 復調信号と Q 復調信号は 90 度の位相差を与えて復調を行う。これら信号の位相差は信号処理精度を担保するために, 90±5 度とした。

表 1. IQ 復調方式ドップラーレーダの仕様

周波数	24 GHz
変換利得	-10 dB 以上
I/Q 復調信号の位相差	90±5 度
実効放射電力	14 dBm _{eirp}

4. 2 回路構成と静電気対策 図 4 に IQ 復調方式ドップラーレーダのブロック図を示す。本レーダは, 誘電体共振発振器で 24 GHz 帯の信号を生成する。その信号を増幅器 1 (Amplifier1) で増幅し, その信号を分配器 1 (Divider1) で送信回路と復調回路へ分配する。

送信回路では分配器 1 で分配された信号を増幅器 2 で増幅し, 実効放射電力 14 dBm_{eirp} の連続波を放射する。

受信回路では増幅器 3 で増幅し, 分配器 2 で復調器の局部発振信号とする。Q 信号側の局部発振信号は 1/4 波長のマイクロストリップライン式位相器で 90 度の位相差を与える。ドップラーシフトした反射信号は分配器 3 で分配され I 及び Q 復調器へ与えられ, I 信号と Q 信号として復調され出力される。

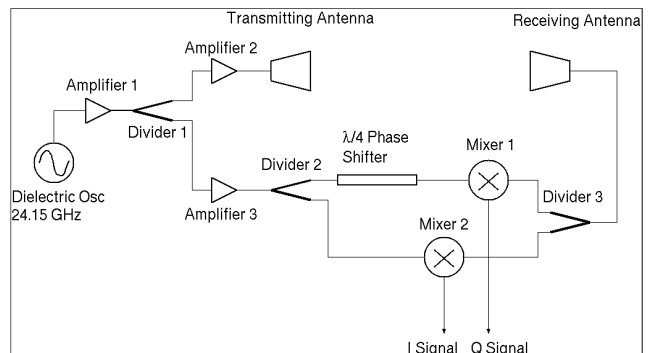


図 4. IQ 復調方式ドップラーレーダのブロック図

本研究では, ドップラーレーダが人体の近傍で使用されるので, 静電気による回路の破壊を防止する為に静電気対策を施した。まず, アンテナと回路を接続するフィード部にショートスタブを設けた。これは, 24 GHz 帯の信号に対しては遮断特性を示し, 静電気に対してはインピーダンスの低い線路として動作することで静電気の流入を防ぐ効果がある。次に, I 及び Q 信号出力部には, アンチパラレルダイオードを取り付けた。ダイオードの順方向電圧を超える静電気は全てクリッピングされるので, 回路の破壊を防止できる。

4.3 性能評価試験 アンテナ暗室内で開発したレーダの実効放射電力を測定した。図5に垂直偏波と水平偏波の測定結果を示す。この結果，垂直面の最大実効放射電力は16.8 dBm_{eip}，垂直面の最大実効放射電力は15.3 dBm_{eip}となった。

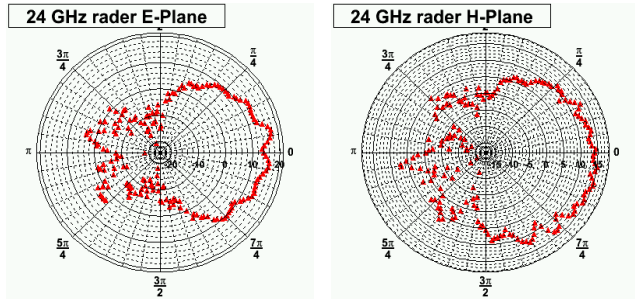


図5. IQ復調方式ドップラーレーダの実効放射電力のパターン

周波数変換効率の測定もアンテナ暗室内で行った。レーダの送信周波数から約150 kHz 離調した連続波をレーダへ与えてI信号とQ信号をデジタルオシロスコープで観測した。図6にデジタルオシロスコープで観測したI信号とQ信号を示す。この結果，それぞれの信号間の位相差は93度であった。これは，市販品では位相差が動作条件により変動するので，それと比較すると安定動作している。

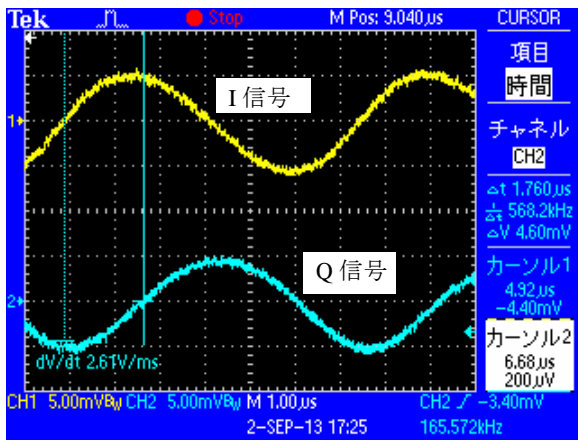


図6. デジタルオシロスコープで観測したI信号とQ信号

アンテナ暗室内において，レーダと送信アンテナ間の距離を0.975 mとし，送信実効放射電力を-20.2 dBm_{eip}としてI出力とQ出力の変換利得の測定を行った。測定結果を表2に示す。この結果，設計仕様を満たすことが確認された。

表2. IQ復調方式ドップラーレーダの変換利得

I信号出力	-8.6 dB
Q信号出力	-9.9 dB

5. モニタリング装置の開発

呼吸と心拍のモニタリング装置は，ドップラーレーダの

信号をAD変換し遠隔モニタリングサーバへ転送する端末部と，解析ソフトウェアから構成される⁽²⁾。

5.1 端末部 端末部ではドップラーレーダから出力されるI及びQ信号を増幅しAD変換することと，LAN接続して遠隔モニタリングサーバへ転送する機能を担う。開発したモニタリング装置を図7に示す。

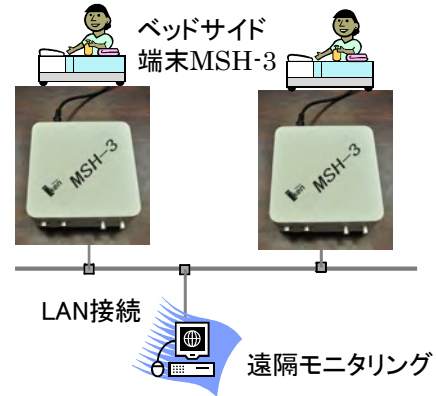


図7. 開発したモニタリング装置

5.2 解析ソフトウェアの開発 解析ソフトウェアでは，高齢者の安否確認と見守りを基本機能とし，睡眠時無呼吸症候群の簡易検査も付加されている。高齢者の見守り時には，高齢者個人ごとに平常時の呼吸数と心拍数を見守りシステムに設定し，その平常時の呼吸数と心拍数との差異が大きくなるとシステムで自動的に警報を鳴らす。

5.3 睡眠時無呼吸症候群の簡易診断機能 呼吸障害時の複雑な呼吸運動と脈波振動から特徴を抽出し，表3に示す米国睡眠医学会の睡眠時無呼吸症候群診断基準に準拠した診断モデル⁽³⁾を構築し解析ソフトウェアへ実装した。

表3. 米国睡眠医学会の睡眠時無呼吸に対する診断基準 (2012改定版)

呼吸障害種類	判定基準	継続条件
無呼吸イベント	換気量の90%以下の低下	10秒以上の継続
低呼吸イベント	換気量の30%以下の低下 または酸素飽和度の3%以上の低下	
無呼吸イベントの3分類		
中枢性無呼吸 (呼吸努力なし, CSA: Central Sleep Apnea)		
閉塞性無呼吸 (呼吸努力あり, OSA: Obstructive Sleep Apnea)		
混合性無呼吸 (前半中枢性, 後半閉塞性, MSA: Mixed Sleep Apnea)		
重症度: 軽症 5 ≤ AHI < 15, 中等症 15 ≤ AHI < 30, 重症 30 ≤ AHI		

本システムを用いて東京都内の病院の協力のもと，呼吸心拍の非接触計測を睡眠時無呼吸精密検査 PSG と併行して実施した。なお，本計測は協力病院及び首都大学東京の倫理委員会の承認を得て実施した。

一般的に呼吸動作における換気量とドップラーレーダで検出した振幅との関係は複雑である。しかしながら，平常時のドップラーレーダ出力信号の振幅を基準とした場合，無呼吸判定は20%基準値，低呼吸判定は70%基準値とすることでそれぞれのイベント検出を正診率90%で実現できた⁽⁴⁾。

6. 総合試験

6.1 接続試験 開発した IQ 復調ドップラーレーダとモニタリングシステムを接続し、被験者の呼吸と心拍を取得する試験を行った。

比較を行うために、開発したレーダと市販品をモニタリングシステムへそれぞれ接続した。図 8 に開発したレーダ及び市販品を用いて同一の被験者の呼吸と心拍情報を取得した結果を示す。この結果、開発したレーダと市販品はほぼ同等の性能を有することが確認できた。

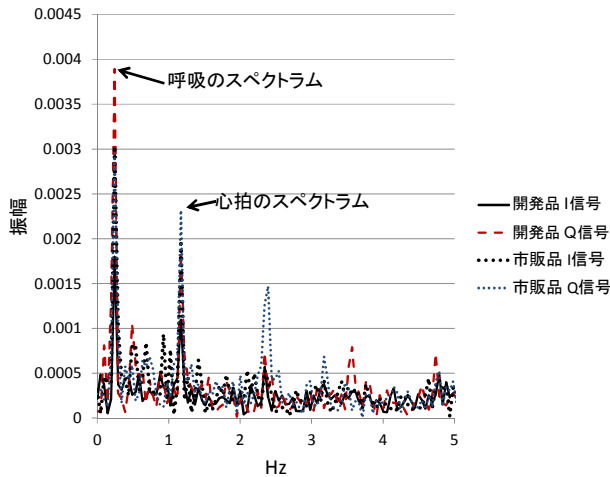


図 8. 開発品と市販品レーダによる呼吸と心拍情報

6.2 EMC 試験 医用電気機器の規格である JIS T0601-1-2:2012 に準じ、エミッション測定（放射エミッション、雑音端子電圧、高調波電流）及びイミュニティ試験（静電気放電、EFT/B、伝導 RF、及び放射 RF）を実施した。

EMC 評価の一例として RF エミッション測定の結果を図 9 に示す。エミッション試験結果では、CISPR11 Class A の規格を満たしていたが、125 MHz に規格を約 2.5 dB 超過するノイズが観測された。

イミュニティ試験では、80 MHz～200 MHz の周波数帯において計測用パソコンに表示させたソフトウェア画面上の増幅後信号の表示で、約 1～3 V のノイズが約 1 V の振幅の信号に重畳して表れることが確認された。

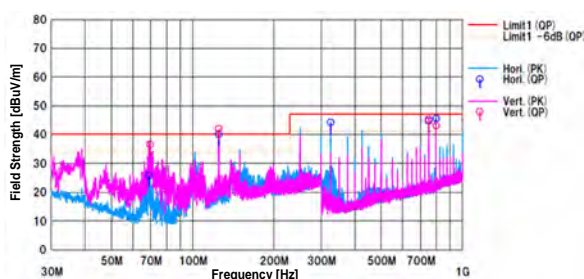


図 9. 放射エミッション測定の結果

レーダ信号の AD 変換部と通信制御部の MPU クロック信号に起因する 125MHz にノイズが観測された。

7. 考察

24 GHz 帯 IQ 復調ドップラーレーダモジュールを開発し、変換利得及び IQ 復調信号の位相差が仕様を満たすが、製品化には小型化と低価格化に課題がある。

睡眠時無呼吸症候群の簡易診断機能では、正診率 90%であったが、誤判定のうち 95%は低呼吸の場合であり更なる改善が必要である。

8. まとめ

本モニタリングシステムを用いて、東京都内の介護福祉施設と病院の協力のもとで実地評価を行った。その結果、高齢者及び患者の終夜呼吸状態及び心拍数の遷移を正確に検出できた。また、睡眠時呼吸障害外来のポリソムノグラフィ PSG とレーダの同時測定を実施し、32 の臨床データを収集し評価に成功した。

24 GHz 帯 IQ 復調ドップラーレーダモジュールを開発し、モニタリングシステムと接続試験を行った。その結果、IQ 検波信号から呼吸と心拍情報を検出できた。

医用電気機器規格である JIS T0601-1-2:2012 に準じた EMC 試験を都産技研本部、多摩テクノプラザで実施し、製品化の準備を行った。

本システムは高齢者のプライバシーと日常生活の利便性を担保しつつ、呼吸及び心拍動態を高精度にモニタリングでき、将来の超高齢化社会における高齢者の安全と介護従事者の負担軽減に寄与できる。

謝辞

本研究は、東京都の「都市課題解決のための技術戦略プログラム」の支援により実施した。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 18 日再受付)

文 献

- (1) C. Li and J. Lin : "Optimal carrier frequency of non-contact vital sign detection", Proc. IEEE Radio Wireless Symp., Long Beach, CA, Jan. 9-11, 2007, pp.281-282 (2007)
- (2) 香川正幸, 吉田悠鳥, 久保田将之, 栗田明, 松井岳巳 : 「マイクロ波レーダを用いた就寝中高齢者向け呼吸心拍計測の精度向上 ～動的ドップラーチャネル選択機能による体位変化への対応～」, 医療情報学, 第 31 巻, 第 1 号, pp.25-36 (2012)
- (3) R. B. Berry, R. Budhiraja, D. J. Gottlieb, and et al. : "Rules for scoring respiratory events in sleep: update of the 2007 AASM Manual for the Scoring of Sleep and Associated Events. Deliberations of the Sleep Apnea Definitions Task Force of the American Academy of Sleep Medicine", J Clin Sleep Med, 8(5), pp.597-619 (2012)
- (4) M. Kagawa, Y. Yoshida, M. Kubota, A. Kurita, and T. Matsui : "Non-contact heart rate monitoring method for elderly people in bed with random body motions using 24 GHz dual radars located beneath the mattress in clinical settings", Journal of Medical Engineering & Technology, 36(7-8), pp.344-350 (2012)

論文

SPD 分離器における雷インパルス耐電流性能評価法

黒澤 大樹*¹⁾

Lightning impulse withstand current capability evaluation method for SPD disconnecter

Taiju Kurosawa*¹⁾

An SPD (Surge protective device) is used for lightning protection for low voltage power supply circuit. The MOV (Metal oxide varistor) is used for a standard power supply SPD. MOV may fail due to the short circuit caused by the deterioration due to the repeated surge. In order to protect power supply from the SPD failure, the installation of the device such as a fuse or a circuit breaker required for disconnecting the SPD from the power system is defined in the Japanese Industrial Standards JIS C5381-11:2014 and -12:2014⁽¹⁾⁽²⁾. With regard to the fuse used as a SPD disconnecter, the standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association was established JEITA RC-4501 and RC-4502 in December, 2013. However, there is no specific selection and test methods at present for the circuit breakers used as an SPD disconnecter.

In this study, a verification has been made on the behaviors and damages of the circuit breaker caused by the lightning impulse current, for developing an evaluation method of the lightning impulse withstand current capability for the breakers for wiring used as a SPD disconnecter.

キーワード：雷インパルス電流，SPD 分離器，配線用遮断器，JIS C5381，SPD

Keywords：Lightning impulse current, SPD disconnecter, MCCB, JIS C5381, SPD

1. はじめに

低圧電源回路の雷保護には，サージ防護デバイス（SPD：Surge protective device）を使用する。一般的な電源用 SPD には，金属酸化バリスタ（MOV：Metal oxide varistor）を使用している。MOV は繰り返しのサージ等により劣化が進み，短絡状態で故障する場合がある。

このため，日本工業規格 JIS C5381-11:2014，-12:2014⁽¹⁾⁽²⁾ では，故障時に SPD を電源系統から切り離すために必要な装置として，ヒューズや配線用遮断器等の SPD 分離器の設置を規定している。SPD 分離器として用いるヒューズに関しては，2013 年 12 月に電子情報技術産業協会が JEITA RC-4501，4502⁽³⁾⁽⁴⁾ を制定している。しかし，SPD 分離器として用いる配線用遮断器に関しては具体的な選定方法や試験方法がないのが現状である。

そこで本研究では，SPD 分離器として用いる配線用遮断器の雷インパルス耐電流性能の評価法の開発に当たり，雷インパルス電流通電時の配線用遮断器の挙動や損傷について検証した。

2. 実験

2.1 雷インパルス電流発生装置 実験を行うに当たり，ダイオードを用いたクローバー回路方式による雷インパルス電流発生装置⁽⁵⁾を設計し製作した。外観を図 1，回路

図を図 2，この装置による 20 kA の雷インパルス電流波形を図 3，仕様を表 1 に示す。コンデンサ及びダイオードについては，雷インパルス電流発生装置用の特注品を用いて製作した。この回路方式の雷インパルス電流発生装置を使用するに当たっては，回路のインピーダンスが極めて小さいため，接続線の配置や試料のインピーダンスのわずかな変化によっても大きな影響を受ける点について注意が必要である。



図 1. 雷インパルス電流発生装置

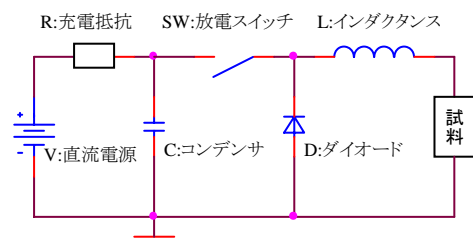


図 2. 10/350µs 雷インパルス電流発生回路

事業名 平成 25 年度 基盤研究

*¹⁾ 電子半導体技術グループ

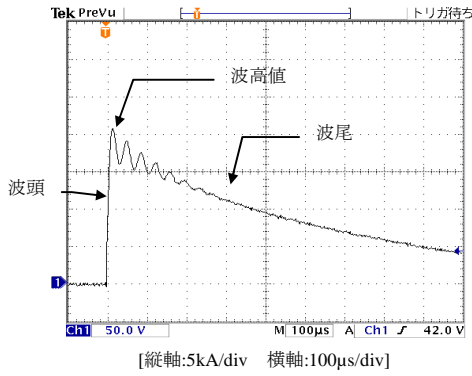


図 3. 20kA 雷インパルス電流波形

表 1. 雷インパルス電流発生装置仕様

最大充電電圧	DC 20 kV
コンデンサ	10×2 μF
電流波形	波頭長:10 μs 波尾長:350 μs (クラス I)
最大出力電流	20 kA

2.1 配線用遮断器 実験に用いた配線用遮断器の外観を図 4 に示す。本研究では、配線用遮断器の定格電流をはるかに超える過大な電流を瞬間的に通電する。この結果、図 5 に示したように、配線用遮断器の消弧装置の能力以上のアークが発生し、時には火柱が生じる可能性がある。配線用遮断器を定格電圧で使用するのであれば、接点間の空隙は十分な絶縁状態を保つが、落雷による雷電流の場合には空隙が不十分である可能性があり、樹脂ケースの破壊はもちろんのこと、延焼等の重大事故につながる恐れがある。樹脂カバーをつけた状態での雷インパルス電流試験については今後の課題とし、本研究では樹脂カバー及び消弧装置を外し、内部の接点が観察できる状態にして実験を行うことにした。



図 4. 配線用遮断器

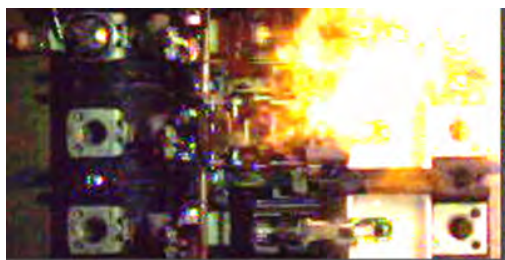


図 5. 高速度カメラ画像 [接点开極状態]

2.2 実験試料 図 6 に示すように配線用遮断器の樹脂カバーを外したものを実験試料とし、試料番号①から⑥までの仕様を表 2 に示す。

表 2. 配線用遮断器の実験試料

試料番号	極数	フレームサイズ	定格電流(A)	定格遮断容量 Icu (kA)
①	3	63	50	7.5 (230V)
②	3	125	30	50 (230V)
③	3	125	30	50 (230V)
④	3	125	125	50 (230V)
⑤	3	125	125	50 (230V)
⑥	3	250	125	85 (230V)

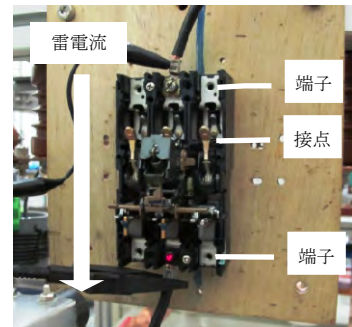


図 6. 実験時の様子

2.3 実験方法 実験回路を図 7 に示す。実験試料 1 個に対し、試験箇所は左から 1 極目、2 極目、3 極目とした。接点は閉極状態でを行い、1 から 3 極目まで、1 極ずつ実験した。通電しない他の 2 極は開放状態として、クラス I の正極性雷インパルス電流のみを通電した。

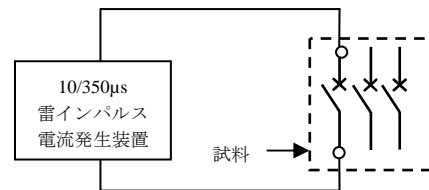


図 7. 実験回路 [1 極目の接続状態]

試料のそれぞれの極ごとに、同一電流を 3 回通電し、異常がなければ 2.5 kA ステップで電流値を上げて実験した。初めは 5 kA からスタートし、17.5 kA までの範囲とした。実験は、不要動作が認められた時点でその極についての実験は終了とした。実験は一部の試料を除き、トリップボタンを押して点検をすることなく連続 3 回通電し目視確認した。

なお、不要動作とは動作するべきでない時に動作することである。雷インパルス電流では、配線用遮断器のトリップ動作が発生すると、図 5 のような危険な状態となり破損の可能性のあることから、本研究では雷インパルス電流による配線用遮断器のトリップ動作を不要動作と定義した。その他の不要動作としては、接点の溶着が挙げられる。

試料④～⑥については、実験中に接点の溶着が認められた。このため、それぞれの試料の3極目については、通電するごとにトリップボタンを押して点検を行い、一度接点を引き外し、目視確認をして接点が溶着した状態で通電するのを避けて実験を行った。

実験時には、電流波形の測定、高速度カメラ撮影及び端子間電圧を測定した。これらの測定を記録し、通電後は接点状態を目視確認した。

3. 結果と考察

3.1 高速度カメラ撮影による結果 高速度カメラで撮影した画像の例を図8に示す。実験全体の高速度カメラ撮影により以下の(1)～(3)について確認した。

(1) 接点の浮き上がりが発生すると、接点間に電位差とアーク放電が生じる事を確認した。通電が終わるとアークも消弧した。

一般的に、配線用遮断器は、接点間に大きな電流が流れると接点の接触子と呼ばれる部分に電磁反発力が生じて接点が浮き上がることが知られている。高速度カメラを用いた観察でも、この接点の浮き上がりを観察することができた。

(2) 熱動電磁型の配線用遮断器の引き外し動作では、バイメタルの熱変形を利用した過負荷電流に対する長限時動作と電磁石の吸引を利用した短絡電流に対する瞬時動作があるが、雷インパルス電流通電に対しては瞬時動作であることを確認した。

(3) 雷インパルス電流通電時の配線用遮断器の動作順序は、①接点の浮き上がり、②接点間のアーク発生、③通電が終了時のアーク消弧、④接点引き外し動作、の順であった。通電から約1ms後にアーク放電、約2ms後に引き外し装置が動作開始、約5ms後に接点の開極が開始した。このことから、雷インパルス電流の通電時間と比較すると、接点引き外し装置の動作速度は遅いことが確認できた。

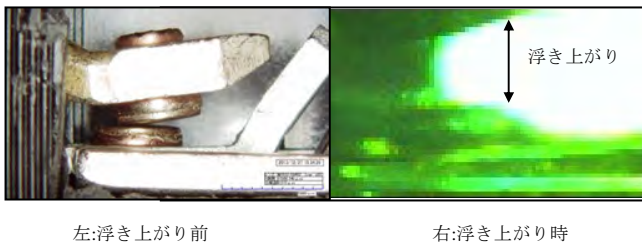


図8. 接点の浮き上がり

3.2 接点の浮き上がりと不要動作 接点の浮き上がりと不要動作の実験結果を表3に示す。網掛け部分は、通電するごとにトリップボタンを押して点検し目視確認した。白抜き部分は一切点検しない状態で連続3回の通電をして実験を行った。(1) 接点の浮き上がり及び不要動作が認められなければ○、(2) 接点の浮き上がり、トリップ動作で

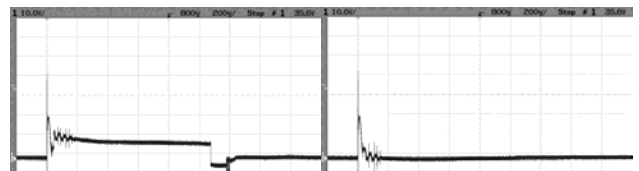
引き外れない溶着が認められれば△、(3) 接点の浮き上がりのみ認められれば△、(4) 接点の浮き上がりが発生する不要動作が認められれば×、(5) 接点の浮き上がりが発生しない不要動作が認められれば□とした。接点の浮き上がりは、高速度カメラ及び端子間の電位差から、不要動作は目視確認して判別した。

図9にアーク放電の有無と端子間電圧の測定例を示す。接点が浮き上がり、アーク放電が発生する際には、図9のような数十ボルトの電位差が発生した。

表3. 接点の浮き上がり/不要動作実験結果

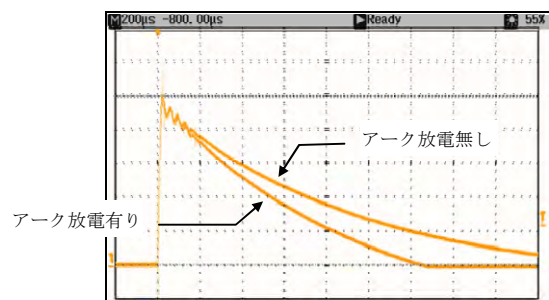
極	5kA	7.5kA	10kA	12.5kA	15kA	17.5kA											
試料①	1	○	○	○	△	△	△	△	×	×	×						
	2	△	△	△	○	△	△	△	×	×	×						
	3	○	○	○	△	△	△	△	×								
試料②	1	△	△	△	△	△	△	△	×	×	×						
	2	△	△	△	△	△	△	△	×	×	×						
	3	△	△	△	△	△	△	△	×	×	×						
試料③	1	△	△	△	△	△	△	△	×	×	×						
	2	△	△	△	△	△	△	△	×	×	×						
	3	△	△	△	△	○	△	△	×	×	×						
試料④	1	△	○	○	○	○	○	○	□								
	2	△	○	○	○	○	○	○	□								
	3	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△
試料⑤	1	△	○	○	○	○	○	○	□	×							
	2	△	○	○	○	○	○	○	□								
	3	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△
試料⑥	1	△	○	○	○	○	○	○	□								
	2	○	○	○	○	△	△	△	□	△							
	3	○	○	○	○	△	△	△	△	△	×	△	△				

網掛け：通電ごとにトリップボタンによる点検[白抜きは連続通電]。
 □：不要動作[浮き上がり無し]。
 ×：不要動作[浮き上がり有り]。
 △：浮き上がりが認められた。
 △：浮き上がりもしくは不要動作が認められなかった。



左:アーク放電有り 右:アーク放電無し
 [縦軸:20V/div 横軸:200μs/div]

図9. 試料④のアーク放電の有無と端子間電圧の測定例



[縦軸:2kA/div 横軸:200μs/div]

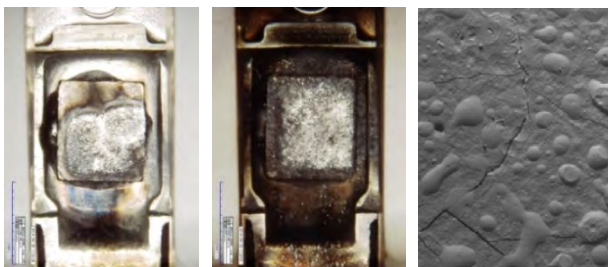
図10. 試料④のアーク放電の有無と雷インパルス電流波形の比較

全ての試料において、接点の浮き上がりは5kAまたは7.5kAから発生した。試料④、⑤、⑥については、1極目、

2 極目の連続通電において接点の溶着が発生し、接点の浮き上がりが発生しない不要動作が認められた。溶着はトリップ動作により引き外れる程度だが、試料⑥の実験ではトリップ動作で引き外れない溶着も認められた。網掛け部の通電ごとにトリップボタンを押して点検し、雷インパルス電流を通電した場合には、溶着することなく、接点の浮き上がりが毎回連続して発生した。

実験中、雷インパルス電流波形が接点部のアーク放電によって変化していることを確認した。アーク放電の有無と雷インパルス電流波形の比較を図 10 に示す。図 10 から、雷インパルス電流の波尾長が異なることが認められた。試料④、⑤、⑥の実験では、同様の理由で波尾長が長くなったため、1 極目及び 2 極目と 3 極目の不要動作する電流値の違いとして表れたものと考えられる。

3.3 接点観察 マイクロ스코プの接点観察例と SEM の接点表面の観察例を図 11 に示す。図 11 左は、浮き上がりが 2 回発生した画像を示す。接点表面が溶融し変形していることが確認できる。図 11 中は、浮き上がりが 11 回発生した画像を示す。接点の周辺には、黒いすす状の物が確認された。これは、接点または周囲部から混入した有機物がアークによって炭化したものと考えられる。図 11 右画像から、接点表面は溶融し、電極成分が溶融したものと考えられる粒が確認された。このことから、雷インパルス電流によるアーク放電により、接点の損傷の発生が確認された。



左:試料⑥浮き2回 中:試料⑥浮き11回 右:試料①接点表面

図 11. 試料①及び⑥の通電後の接点

3.4 考察 アーク放電の発生により、接点の溶融や炭化物と思われる黒いすす状の物を確認した。更に試料④、⑤、⑥では接点が溶着した。この溶着は、表 3 中の□の前の△で示す時点で接点の浮き上がりと同時に発生していると考えられる。試料④、⑤、⑥の 1 極目、2 極目の表 3 中の○は、浮き上がりが発生しない状態での不要動作であることを示している。

アーク放電の発生で接点が溶着し、配線用遮断器の引き外し動作でも接点が開極しない試料があった。このことは、配線用遮断器が SPD 分離器に適しているとは必ずしも言えないことを示している。配線用遮断器を SPD 分離器として使用するには、アーク放電に強い接点構造にしたり、アーク放電を発生させる接点の浮き上がり現象を抑制する構造としたりするなどの改善が必要である。

クローバー回路方式による雷インパルス電流発生装置

は、発生回路のインピーダンスが極めて小さい。このため、配線用遮断器に雷インパルス電流を通電し、接点間にアーク放電が発生した場合は、接点間にみかけ上数 $m\Omega$ の抵抗分が発生し試料のインピーダンスが変化したような状態となる。これにより、雷インパルス電流発生回路の回路定数を変化させ、雷インパルス電流の出力波形に影響を与え、雷インパルス電流波形の違いとして表れたと考えられる。クローバー回路方式による雷インパルス電流発生装置を用いて配線用遮断器に雷インパルス電流を通電した場合には、アーク放電が発生すると波尾長が変化した。すなわちアーク放電が発生していないときは波尾長が長い。接点の溶着時にも、同様のことが言える。樹脂カバーをつけたまま実験した場合には、接点の浮き上がり現象によるアーク放電発生時の端子間の電位差及び雷インパルス電流波形の波尾長の変化が、接点間のアーク放電発生の有無を判断する手がかりとなる。

試料④、⑤、⑥では、波尾長が長い場合には不要動作しやすい傾向にあった。このことから、波高値だけでなく、雷インパルス電流波形の波尾長は不要動作に影響しているものと考えられる。

4. まとめ

本研究では雷インパルス電流通電時における配線用遮断器の挙動や損傷について以下の (1) ~ (3) のことが明らかになった。

- (1) 閉じた接点間にかかる圧力以上の電磁反発力が接点を浮き上がらせ、この接点の浮き上がりは、接点間の電位差が生じさせアーク放電が発生する。
- (2) 接点浮き上がり時のアーク放電は、接点電極の溶融を発生させる。場合によっては接点が溶着する。
- (3) 雷インパルス電流通電時の不要動作には、雷インパルス電流波形の波高値だけでなく波尾長が影響する。

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

文 献

- (1) 日本工業規格 JIS C5381-11:2014 低圧サージ防護デバイス—第 11 部: 低圧配電システムに接続する低圧サージ防護デバイスの要求性能及び試験方法
- (2) 日本工業規格 JIS C5381-12:2014 低圧サージ防護デバイス—第 12 部: 低圧配電システムに接続する低圧サージ防護デバイスの選定及び適用基準
- (3) 電子情報技術産業協会規格 RC-4501 低圧サージ防護デバイス用分離器 SPD 分離器ヒューズ (SFD) の要求性能及び試験方法 2013 年 12 月
- (4) 電子情報技術産業協会規格 RC-4502 低圧サージ防護デバイス用分離器 SPD 分離器ヒューズ (SFD) の選定及び適用基準 2013 年 12 月
- (5) 内野雅俊, 加藤幸二郎, 瀧田和宣: 「雷インパルス電流ジェネレータの構成方法」, 電気設備学会誌, Vol.33, No.4, pp.288-292 (2013)

論文

クランクプレスを用いたせん断加工時に生ずる
余剰エネルギーを利用した発電技術の開発中村 健太^{*1)} 玉置 賢次^{*2)} 倉持 幸祐^{*3)}

Development of an electronic power generator using the surplus energy generated during the shearing process using a crank press

Kenta Nakamura^{*1)}, Kenji Tamaoki^{*2)}, Kosuke Kuramochi^{*3)}

A system has been developed to recover the surplus energy during the shearing process of a crank press as electrical power energy. The energy transduction equipment with the piezoelectric device was implemented in the metal die used in the crank press for recovering the electrical power energy. As a result of evaluation test, it was proved that 18 mW of power generation was possible.

キーワード：発電，圧電素子，プレス加工

Keywords：Electronic power generation, Piezoelectrics, Press processing

1. はじめに

東日本大震災による電力供給量の低減は，日本の生産を担う中小企業にも影響を及ぼしている。中小企業はこれまで，電力使用量を少なくする省エネルギー（以下，省エネという。）活動を行ってきたが，生産の現場において無駄な電力を省くことができる量とそのため技術の開発も頭打ち状態である。これに対する方策として，“創エネルギー（以下，創エネという。）”技術が注目されている。

プレス加工機はサーボプレス化による創エネ技術が開発されており，サーボ制御を利用して，無負荷状態での回生電力を回収する創エネ技術が例として挙げられる。ところが，サーボプレス機の導入には数千万円の投資が必要であり，製造業の主体である中小企業では機器の導入に踏み切れないのが現状である。

さて，中小企業で多用されるプレス加工機は，導入コストがサーボプレス機の半分程度で済みながらも，大量生産が可能なクランクプレスである。クランクプレスの動作は，簡単にいえばレシプロエンジンの逆動作である。つまり，モータによりフライホイールを回転させ，この回転運動を，クランクシャフトを介してスライダを上下方向に運動させて加工力を得るものである。したがって，クランクプレスを用いた場合には，加工の全体を通して，モータは一定の動力で動いている必要があり，モータで行う以上の省エネ効果は期待できない。

ここで，クランクプレスによるせん断加工を説明する。まず，スライダに取り付けられた金型（ダイセット）をスライダが下方に押し付けると，ガイドポストに沿ってダイセットが下方に移動する。これによりダイセットに取り付けられたパンチが被加工材と接触する（図1.a）。更にスライダが下方に移動することで，パンチが被加工材に押し当てられ，材料からの反力に打ち勝ちながら被加工材を変形させて（図1.b），加工が終了し，スライダの移動の下限値である下死点に到達（図1.c）後，加工前の位置までダイセットが上昇して1回の加工が終了する。

また，クランクプレスは回転数により最大加工力を調整することができ，回転数を小さくすることで最大加工力を小さくすることができる。しかしながら，回転数を小さくすることは一つの製品を製造する時間が長くなるため，生産の現場では，加工効率の観点から必要とする加工力以上の回転数で加工が行われている。つまり，加工に必要な以上のエネルギーが使われていることになる。

ところで，パンチと被加工材が接触した時から加工が終了するまで，工具や工具を支える金型の部材には被加工材

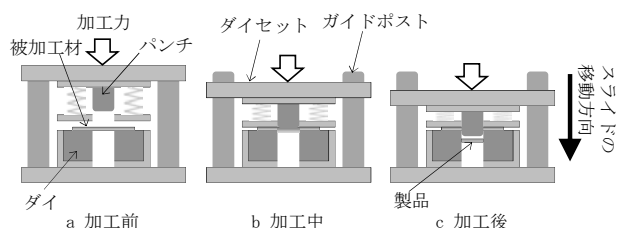


図1. プレス機を用いたせん断加工の様子

事業名 平成23年度 基盤研究

*1) 機械技術グループ

*2) 城南支所

*3) 実証試験セクター

からの反力が作用している。つまり、金型の部材が弾性変形をしながら加工が進行する。すなわち、工具や金型の弾性係数を小さくすると、加工位置が下死点に近づくことになる。また、上述したように、クランクプレスはスライドが上下運動を繰り返すだけで、動力源の回転数が同一であれば金型や工具の弾性係数が違って、消費するエネルギー量は変わらないのである。

そこで、必要以上のエネルギーを余剰エネルギーと定義して、余剰エネルギーの一部を部材の弾性変形を利用して電気エネルギーに変換する発電システムの検討を行った。発想としては、金型部材の一部に、鉄鋼材料に比べて弾性係数が小さい圧電素子を採用し、これを発電媒体として電力を得ようとするものである。したがって、本研究では、この発電システムの開発の最初のステップとして、実際の加工で生ずる余剰エネルギーを、圧電素子を用いた発電装置によりどの程度の電力に変換できるかを定量的に評価することを目的とした。

2. 金型の設計と発電量の予測

2.1 圧電素子の決定

圧電素子は分極により素子内の電荷が偏り、正電荷の過剰に存在する面と、その反対側には負電荷が過剰に存在する面ができる。電荷が過剰に存在する面では空気中の浮遊電荷などが集まり、表面は電気的な平衡状態となる(図2.a)。また、圧電素子の強誘電性により、素子に荷重を作用させることで素子の結晶にひずみが生じ、分極した面から電荷が素子内部で移動する(図2.b)。この時、素子側の表面の電価が減少するため、空気中から供給されていた電荷は再び空気中の電荷と結びつくことで、素子表面での電気的平衡が保たれる。一方、除荷することで素子内部の電荷が移動し、荷重を作用させる前の状態に戻り、表面には浮遊電荷が集まってくる(図2.c)。したがって、荷重を作用させた時に電流計を接続すれば、電流を観測することができる(図2.d)。

最近の研究⁽¹⁾では、圧電素子として代表的なチタン酸ジルコン酸鉛(Pb(Zr, Ti)O₃。以下、PZTという。)に他の元素を

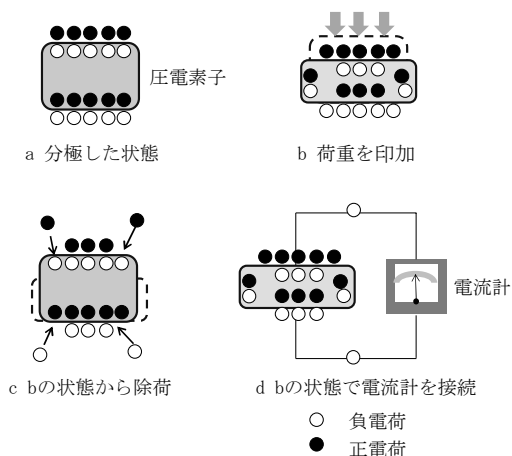


図2. 圧電素子に荷重を作用させた時の電荷の様子

添加することで電圧応答性を向上できるとの報告があり、圧電素子を発電体としてとらえた場合、ニオブ Nb を PZT に適量添加することで発電効率が向上するとの報告がある。この報告には、Nb を添加することで発生電圧が PZT 単体に比べて高くなるものの、Nb が 1 wt% を超えて添加された場合には発電特性が低下することが示されている。したがって、本研究では PZT に Nb を 1 wt% 添加した材料で圧電素子を作成する。

2.2 加工形態の決定

圧電素子を発電体とした場合、発電特性は応力と作用する荷重の加速度に比例することが知られている⁽¹⁾。つまり、大きな力が、瞬間的に素子に作用した方が発電特性は優れるのである。ところで、プレス機を用いて行われる加工には、せん断加工、絞り加工、しごき加工、曲げ加工、鍛造などがある。本研究ではクランクプレスのような汎用プレス機を用いた場合を想定しているので、絞り加工、しごき加工、曲げ加工は被加工材から受ける反力による応力の加速度が小さくなり発電量が望めない。一方、せん断加工は板厚数 mm の材料を“打抜く”ことから、上述した加工の中でも応力の加速度が大きい加工と言える。したがって、せん断加工を対象に金型を設計することにした。

2.3 加工条件の決定

せん断加工において、板厚 t 、直径 D の円盤形状の製品を得る場合には、せん断を受ける面積 $A (= \pi Dt)$ と被加工材の引張強さ σ から求められる最大加工力 $F_{max} = 0.8 \cdot A \cdot \sigma$ が必要である。すなわち、金型が被加工材から受ける反力を大きくするには、被加工材の引張強さを大きくすればよい。

現在市販用板材の中で最も引張強さが大きいものは、980 MPa 級の高張力鋼板であり、引張強さ σ は 980 MPa である。本研究では、この高張力鋼板を被加工材として採用し、 $D=10$ mm、 $t=1$ mm の円盤製品を得ることにするので、必要な最大加工力は 25 kN である。なお、発電装置の評価試験に用いるクランクプレスの最大加工能力は 150 kN であり、金型設置面の大きさから、2 枚を同時に打抜くことができる。加工速度は 100 spm とし、パンチと被加工材間の相対速度は 70 mm/s である。

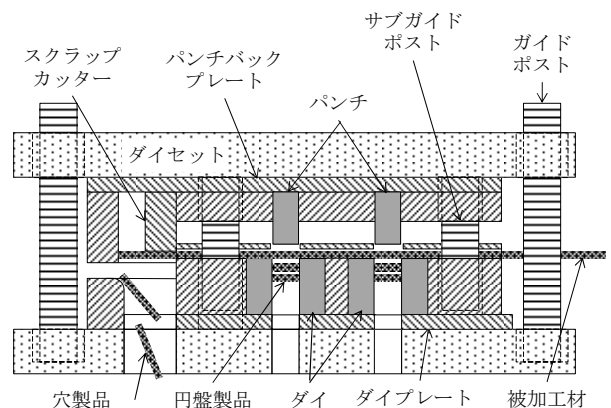


図3. 連続せん断加工用金型の概略図

2.4 発電装置の設置個所の決定 本研究では圧電素子にひずみを作用させることで発電を行うため、弾性変形をしやすい部位に圧電素子を設置する必要がある。図3は上述した金型の設計指針に基づいて設計した金型の概略図である。金型は、上下のダイセット、パンチ側バックキングプレート、パンチホルダー、固定ストリッパー、ダイホルダー、ダイ側バックキングプレートの部材で構成されており、工具としてパンチとダイが金型に取り付けられる。ダイホルダー、ダイ側バックキングプレート、下ダイセットにはスクラップ排出穴などがあり連続的な平面を得にくいいため、パンチ側に発電装置を設置することにした。

また、圧電素子において繰り返し応力が作用する場合には10 MPa以下の圧縮応力とすることが望ましく、圧縮応力がこれより大きいと疲労により破壊しやすくなる。そのため、10 MPa未満の圧縮応力が広範囲で作用する箇所に発電装置を設置するのが望ましい。そこで、加工時のパンチ側で生ずる応力の分布を知る必要があるためFEMによる応力解析を行った。解析を行うソースはせん断加工を精度よくシミュレートできるDEFORM (ver. 10.2) 2Dとした。解析モデルは図4に示すように、直径10 mm、厚さ1 mmの円盤を打抜くモデルとし、パンチ、パンチホルダー、バックキングプレートを弾塑性体と仮定して行った。

図4には解析により得られた加工中の応力分布を併せて示しているが、パンチホルダーにはパンチとの接触部に圧縮応力が作用するものの、その周辺では引張応力が発生している。一方、パンチには大きな圧縮応力が作用しており、これを支えるバックキングプレートにも圧縮応力が分布している。バックキングプレートのパンチ直上では20 MPa以上の圧縮応力が発生しているが、その周辺には10 MPa前後の圧縮応力が分布している。したがって、上ダイセットとバック

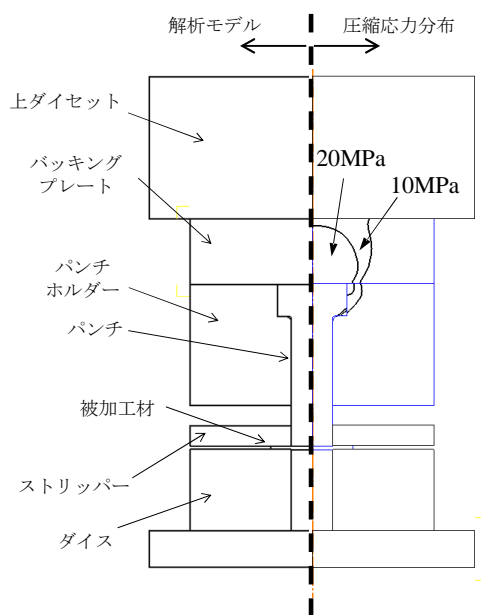


図4. FEM 解析モデルと応力分布の状態

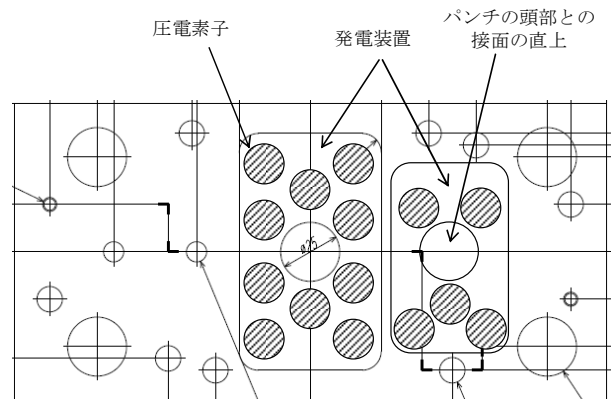
キングプレートの間を発電装置設置場所とした。

2.5 発電装置の設計 図5に発電装置の組み込みの様子を示す。発電装置はバックキングプレートを改造したもので、図中のハッチングされた丸が圧電素子を示し、圧電素子群の中央付近にあるのが、パンチの荷重を直接受ける部位である。バックキングプレートの上ダイセット側には圧電素子を埋め込むための穴が開けてあり、パンチの荷重を受ける部位はバックキングプレートと一体となっており、穴を開けることによる部材強度の低下を最小限にし、適当な応力が発生する位置に複数の素子を設置できる仕様になっている。

圧電素子を金型に設置する際には、圧電素子から発生する電荷を回収する必要がある。金型が金属製であることから、図6に示すように、圧電素子を純銅製の電極で挟み込み、電極からの漏電を防ぐために電極と金型部材の間にゴム板を設置した。また、圧電素子は脆性材料であり、引張応力が作用することで容易に破壊してしまうため、加工中にずれや引張応力が作用しにくくする必要がある。そのため絶縁も兼ね備えたゴム製の入れ子に圧電素子をはめ込む構造とした。

3. 発電装置の性能評価

発電量を確かめるため、設計した金型に発電装置を組み込んだものを、クランクプレスに取り付けて実験を行った。



パンチバックプレートをダイセット側から見た図

図5. 発電装置組み込み箇所

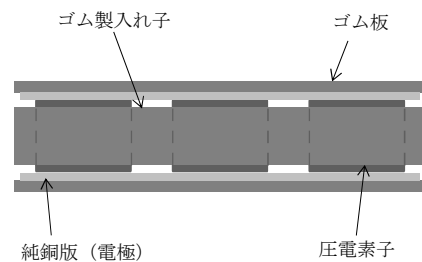


図6. 発電装置の構造

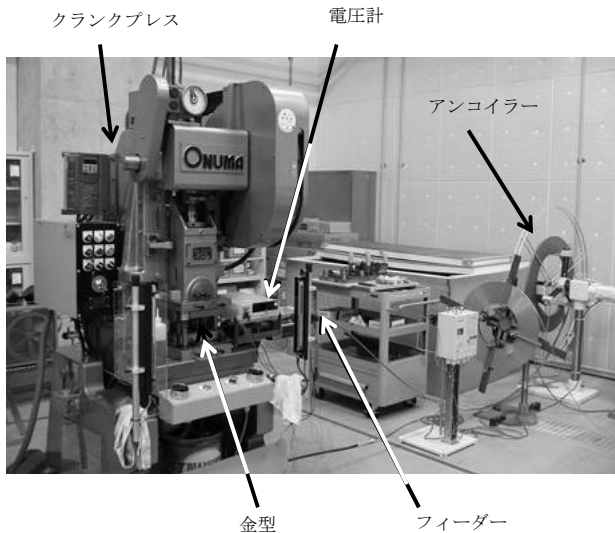


図7. 発電装置評価用装置の外観

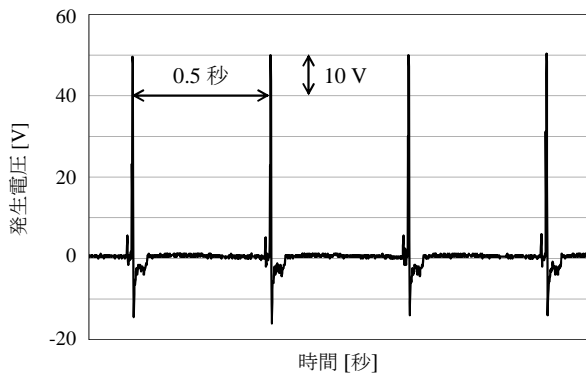


図8. 発生電圧の時刻歴

実験装置の外観を図7に示す。コイル状になった被加工材を、アンコイラーにより適量排出し、それをエアフィーダーで加工部まで供給し、クランクプレスにより金型の上ダイセット側を上下させることで、工具が被加工材を打抜き、この時に圧電素子にひずみを作用させて発電するというシステムである。発電量は発生する電圧をオシロスコープで測定することで評価した。図8に電圧の測定結果を示す。加工時に圧電素子に圧縮応力が作用し、解放されるまでの時間は0.02 sであり、発生電圧は最大50 V、最低-16 Vの値であることが分かる。また、図示したのは4回の加工を連続してサンプリングしたものであるが、周期的に安定した電圧が発生していることが分かる。

ここで、発電装置により得られた電力の回収効率について述べる。発生電圧の時刻歴より、電圧計の内部抵抗値 ($10^6 \Omega$) を用いて求めた電力は18 mWであった。一方で、図9に示す、発電装置の設置場所とした上ダイセットとバックキングプレートとの間に作用する力のFEMによる解析結果から、被加工材からの反力が発電装置にするに仕事は、1回の加工で約12 N·mである。つまり、今回の実験では1秒間に

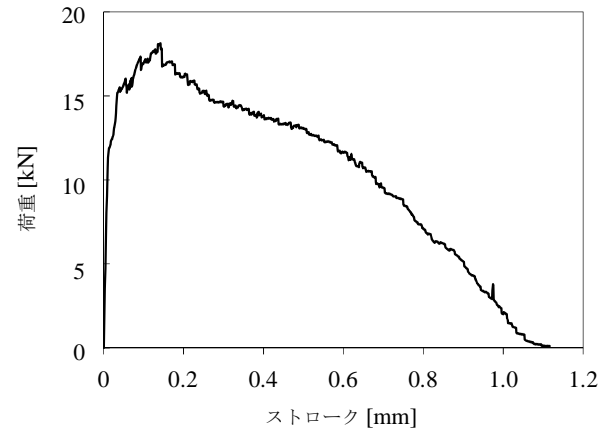


図9. バックキングプレートとダイセットの間に作用する力のストロークに対する変化

2回の加工が行われるため、反力が発電装置にした仕事(24 W)の0.1%を電力として回収できたことになる。

4. 発電量増大への方策

まず、実際の加工で用いられる金型は、本研究で用いたものよりも大きく、発電装置の設置面積を大きくすることができる。設置面積を大きくすることで圧電素子を多くできるので回収できる電荷量も増えると考えられる。次いで、圧電素子は積層化することで、より多くの電荷を得ることができる。最後に、一般的な加工現場での加工回数は1日当たり数千回から数万回であり、1回の加工による発電量が少なくても長期でみれば十分な量になると考えられる。したがって、本方法と装置を用いて、積層化と設置面積を拡大することで、実用可能な発電が期待できる。

5. おわりに

クランクプレスを用いてせん断加工を行った際の余剰エネルギーを、電気エネルギーに変換する方法を提案し、変換装置を試作し、金型に変換装置を組み込んで性能を評価した。また、金型内部で加工時に発生する応力をFEMにより解析し、圧電素子を用いた発電に最適な部位を決定した。高張力鋼板(980 MPa級)を用いたせん断加工時には、発電装置が加工時に被加工材から受ける反力がする仕事の0.1%に相当する、18 mWの電力を得ることができた。

一方で、発電した電荷を蓄積し、有効な電力として利用するためには、圧電素子の発電特性に見合った整流回路の検討と蓄電方法を検討する必要がある。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月19日再受付)

文 献

- (1) 藤本滋, 一木正聡, 矢野聡, 北原時雄: 「圧電素子を用いた振動発電手法に関する研究: 第1報 添加剤を加えた圧電素子の発電特性」, 設計工学, Vol.47, No.12, pp.596-602 (2012)

論文

深紫外 LED を用いたオゾン濃度測定装置の開発

中村 広隆*¹⁾ 武田 有志*²⁾ 菅野 裕靖*³⁾ 阿彦 由美*³⁾ 青柳 克信*⁴⁾

Development of the ozone measuring instrument using the deep ultraviolet light-emitting diode

Hirotaka Nakamura*¹⁾, Yuji Takeda*²⁾, Hiroyasu Sugano*³⁾, Yumi Ahiko*³⁾, Yoshinobu Aoyagi*⁴⁾

Monitoring of the ozone concentration in the atmosphere or in a work environment is important as ozone is harmful for the natural environment and human body depending on its density. Therefore, A high sensitivity and convenient ozone sensing system needs to be developed in order to measure the ozone concentration. Presently, the Hg lamp is used for measuring the ozone concentration by ultraviolet absorptivity, but it has challenges such as the use of the harmful mercury and a big size. In this study, we have developed an ozone concentration measuring equipment using the deep ultra-violet light emitting diode (DUV-LED), instead of the Hg lamp. We confirmed that the DUV-LED is a very useful lighting source for ozone sensing.

キーワード：オゾンガス，深紫外 LED，オゾン濃度測定，Si フォトダイオード

Keywords：Ozone gas, Deep ultra-violet light emitting diode (DUV-LED), Ozone concentration measurement, Si-PD

1. はじめに

水処理プラント等では殺菌処理のためオゾンガスが使用されている。しかし、オゾンは自然環境や人体に影響を及ぼすため、大気に放出されるガスや作業環境のオゾン濃度の測定やモニタリングが重要となっている。作業環境基準として、日本産業衛生学会からオゾンの許容濃度は 0.1ppm 以下であることが勧告として出されている⁽¹⁾。そのため、利便性が良く、低濃度計測が可能なオゾン濃度計が必要とされている。また、紫外線吸収方式のオゾン濃度の計測に使用される水銀ランプは有害な水銀が含まれており、更に小型化が不向き等の課題がある。そこで本研究では、水銀ランプに代わる新たな光源として、深紫外 LED (DUV-LED) に着目し⁽²⁾、この光源を用いたオゾン濃度測定装置の開発を行ったので報告する。

2. オゾン濃度測定方法とオゾン濃度測定装置の評価・校正用装置

2.1 オゾン濃度測定方法 紫外線吸収方式のオゾン濃度の測定方法は、図 1 に示すように、測定用セルにオゾンガスを流し、測定セルの片方の端面から光（約 254nm 付近での紫外光）を照射する。この時、測定用セル内のオゾンはこの光を吸収し、測定用セルを透過した光の量が減衰することを利用して測定する。光量の減衰は測定用セル内に

おいて、オゾン (O_3) が紫外線を吸収し、酸素分子 (O_2) と酸素原子 (O) に分解する光化学反応によって生じる。

オゾン濃度は、光の減衰量から濃度を決定するランバート・ベールの法則に基づいて算出される⁽³⁾。実際のオゾン濃度の算出手順は次の通りである。測定用セル内にオゾンが無い場合（ゼロガス）の光検出器の出力 (I_0) 及び測定セル内にオゾンがある場合の光検出器の出力 (I) を各々測定し、この出力値の比 I/I_0 の値を予め測定した校正値と比較することにより、測定試料のオゾン濃度を算出する。図 1 にオゾン濃度測定方法の概略を示す。

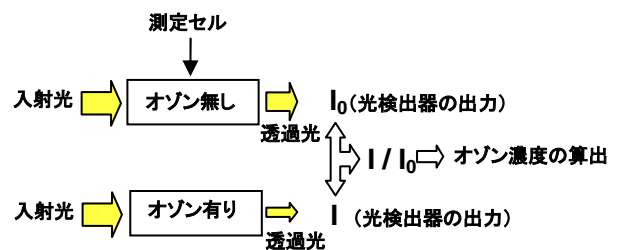


図 1. オゾン濃度測定方法の概略図

2.2 評価・校正用装置の製作 2.1 節に示す測定方法を用いて開発したオゾン濃度測定装置及び測定セルを評価するために、図 2 に示す評価・校正用実験装置を製作した。実験装置は、主に①オゾン発生装置により発生させたオゾンガスを測定セルに供給するためのオゾン供給システム、②校正用オゾン濃度計、③測定セルに光を照射するための光源部、④測定セルを透過した光を受光するための受光部

事業名 平成 22 年度，23 年度 共同研究

* 1) 光音技術グループ

* 2) 生活技術開発セクター

* 3) 有限会社光電鍍工業所

* 4) 立命館大学

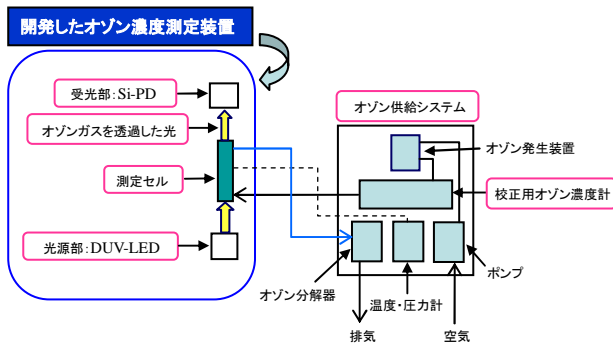


図2. オゾン濃度計の評価・校正用実験装置の構成

(光検出器: Si-PD) で構成されている。この装置を用いて、測定セル内に任意の既知の濃度のオゾンガスを流して、オゾン濃度測定装置及び測定セルの評価を行った。

3. オゾン濃度測定装置の試作と評価

3.1 DUV-LED 光源 本研究で使用する DUV-LED がオゾン計測に適した発光波長であるかを確認するため、相対分光分布測定を行った。図3は、スリット波長幅 5nm の設定での測定結果を示し、図中に示す各線は、DUV-LED の駆動電流を 1mA, 5mA, 9mA と変化させた時の発光強度の変化を示している。この結果から、ピーク波長は 265nm であり、オゾンの検出に適した波長域 (254nm 付近) での発光を有していることを確認した。この DUV-LED を使用して、オゾン計測の実験を行った。

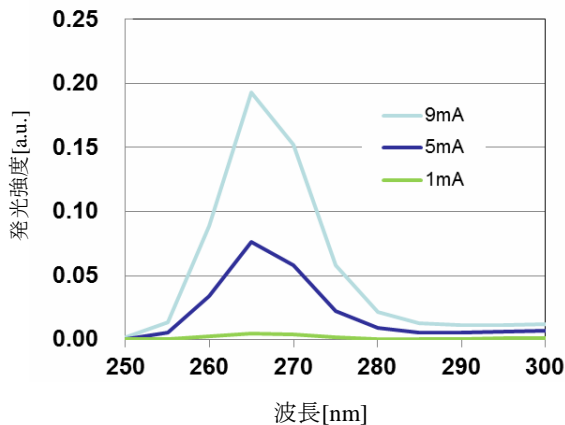


図3. DUV-LED の分光分布

3.2 測定セルの試作と評価 測定セルの試作では、2種類の測定セルを試作し評価を行った。一つは、オゾンゼロガス生成部を必要としない構造のため、装置を小型化できるチャンバー型測定セルである。この測定セルは、低真空によるオゾンゼロガス状態を作ること、ゼロガス生成部を不要としている。本測定セルにより、セル長約 30cm の従来品に対して、セル長約 9cm を実現した。

一方、従来型測定セル (セル長約 30cm) を製作し、2種類の測定セルの比較性能評価を行った。各測定セルの性能

評価は、ゼロガス (オゾン濃度 0ppm) 及びオゾン濃度 0~約 2.5ppm のオゾンガスを測定セルに流し、この時のオゾンガスによる紫外光の減衰率の測定を行った。図4, 図5は製作した測定セルの外観を示し、各測定セルの性能評価の測定結果を図6に示す。図6の縦軸は光検出器 (Si-PD) の出力、横軸は時間を示しており、オゾンガスによる紫外光の減衰率が高いほど、出力が低い値を示す。図6では、時間と共に出力が低下しているが、これはオゾン濃度が時間と共に高くなっていることを示している。

図6の測定結果から、今回使用した DUV-LED、ピーク波長約 265nm は、オゾンの吸収係数が最大となる約 254nm (吸収ピーク) からずれているが、オゾン計測用光源として利用可能であることが確認できた。また、各測定セルの減衰率を比較すると、チャンバー型測定セルの検出感度は、従来型測定セルに比べて、約 0.13 倍の検出感度となる結果が得られた。チャンバー型測定セルを使用するには、感度

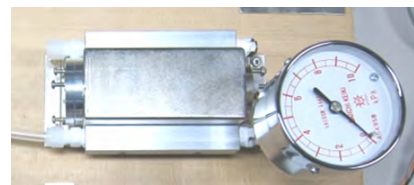


図4. チャンバー型測定セル



図5. 従来型測定セル (セル長約 30cm)

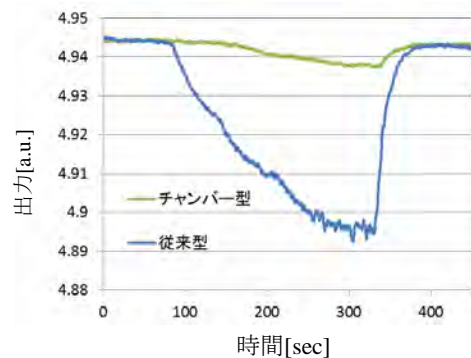


図6. 試作した測定セルの性能評価

の向上、ガス流体の制御、ノズル形状の改良など多くの課題を検討する必要がある。この結果から、本研究では、実用化の可能性が高い従来型測定セルを用いたオゾン濃度測定装置の開発を行った。

4. データ処理部の試作

データ処理部の試作に当たっては、以下の点に着目して回路を設計した。

- (a) 検出精度を維持するためには、光量の安定性が重要である。しかし、今回使用した DUV-LED は点灯時間と LED の発熱による温度上昇にしたがって、徐々に光量が低下する。
- (b) LED の点灯には、低電力化と長寿命化の観点でパルス駆動を用いる。しかし、その駆動において電氣的ノイズが発生する。必要とする 0.1ppm 以下の精度を達成するためにはノイズ除去手段が必要である。
- (c) A/D 変換器のビット分解能を考慮すると、微小変化を読み取るには、入力レベルからある一定のベース値を引いた値で増幅することが望ましい。しかし、LED は点灯後に徐々に光量が下がるため、入力レベルが小さくなった時に検出範囲から外れる可能性が高まる。

(a) については、一定の光量に調整するための電流調整回路を埋め込み、(b) については、ロックインアンプを組み込むことで解決する。また (c) については、パルス駆動に最小レベルを設けることで解決する。

4.1 アナログ処理部 図7は、アナログ処理部の回路構成を示している。発光素子への電流出力は、DAC (D/A Converter) による電圧設定に従い、MOSFET 出力からのフィードバックとの差により調整がなされる。DAC の精度は 14bit であり、LED の出力レベルは理論上 3.05 μ A 刻みの 0~50mA の範囲で調整される。

受光素子の電流出力は、電流電圧変換を行った後に LPF (Low Pass Filter) を通り、DAC との電圧差で差動アンプにかけられ、ADC (A/D Converter) によってデジタル化される。電流電圧変換では 20 万倍程度、差動アンプでは 100 倍程度に増幅される。ADC は 5V, 14bit であることから、理論上 15.3pA の変化を読み取ることができる。

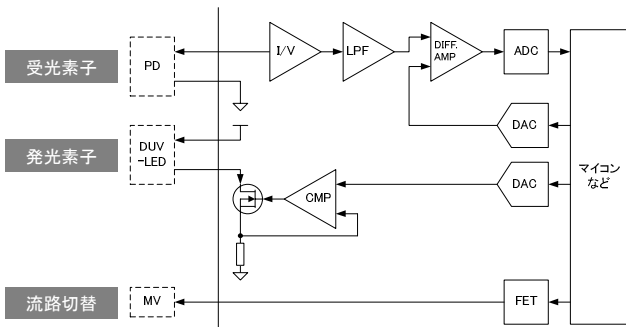


図7. アナログ処理部の回路構成

4.2 デジタル処理部 図8は、デジタル処理部の回路構成を示しており、FPGA で実装することを前提としている。ロックインアンプでは、掛け算器、LPF、位相検波が必要であるが、全てをハードウェアで実現するにはハードウェアリソースが非常に多く消費される。そこで、リアルタイム性の要求される A/D 変換処理、D/A 変換処理、そして LPF 処理はハードウェア化して単一のアドレス空間に配置し、その他の処理は、CPU (Altera 社 Nios II/s Processor) によるソフトウェアとの組み合わせによって実現した。

dac_source/sink は、LED 電流の大きさを一定時間間隔で制御するものであり、矩形波やサイン波など様々な波形を出力できるハードウェア IP である。ここで、source/sink はストリーミング転送を意味し、パイプラインでデータが流れることを示す。adc_source/sink は、ADC で読み取った値を一定時間間隔で取り込むハードウェア IP であり、取り込まれたデータはメモリあるいは FIR (Finite Impulse Response) 回路に直接渡すことができる。fir_source/sink は LPF を実現するために使用した FIR 回路であり、32 ビット入力、256 タップ、1 タップ当たり 16 ビットの係数により、最終結果は 56 ビットで出力される。ビット長については、A/D 変換器のビット長とロックインアンプで掛け算するサイン及びコサインのビット長以上で、かつ、FPGA 容量を超えない程度の大きさで決定した。

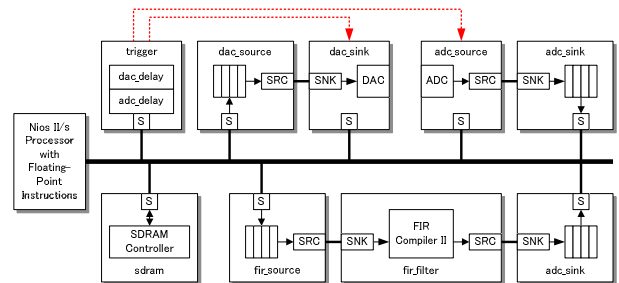


図8. デジタル処理部の回路構成

今回採用した FPGA は Altera 社 EP3C16 であり、以上のハードウェア IP 以外にもパソコンとの通信を果す UART 等を搭載した。その結果、消費ロジックエレメント数は 13,422 / 15,408 LEs (87%) となった (表1)。A/D 変換器は 200Ksps であるが、システムクロック 50MHz において CPU 占有率は 10% 程度で測定可能である。本システムは比較的安価な FPGA で十分に実装可能である。

表1. 論理合成結果

項目	内容
Quartus II 64-Bit Version	12.1 Build 243
Device	EP3C16F484C6
Timing Models	Final
Total logic elements	13,422 / 15,408 (87 %)
Total registers	8684
Total pins	190 / 347 (55 %)
Total memory bits	27 / 112 (24 %)
Embedded Multiplier 9-bit elements	27 / 112 (24 %)

4.3 ソフトウェア処理部 基本ソフトウェアとしては、パソコンとの通信等の非同期処理が伴うため組み込み OS の一つである TOPPERS / ASP バージョン 1.8.0 を使用した。図8はその上で動作する計測タスクの流れを示している。条件分岐後のゼロガス流路開、O₃ ガス流路開は、ゼロガスとオゾンガスを交互に計測することを表す。

振幅上下限探索は、LED を矩形波で点灯する際に、矩形波の最小・最大レベルを求める処理である。この最小・最

大レベルを求めておくことは、パルス点灯におけるLEDの大きな電流変動を防ぐ効果があり、検出範囲から外れる状態が防げる。

振幅上下限探索には、A/D変換器の入力の許容範囲の10%と90%とした。また、その探索に当たっては、二分探索を用いた。これにより、LEDの電流を決定するDACの分解能が 2^N ビットであれば N 回の探索で済む。

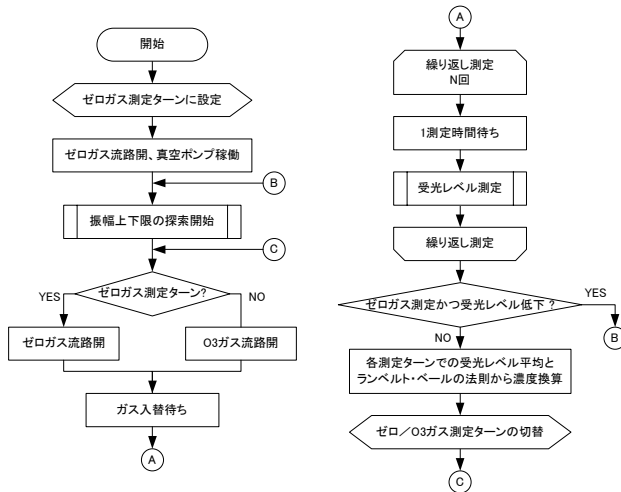


図9. ソフトウェアによる計測処理

5. 評価

図10は、セル長約30cmの測定セルを搭載した試作1号機の外観である。装置の左下には、FPGAとアナログ処理部が搭載されており、この下には測定セル、電磁バルブ、吸引ポンプが配されている。装置は、既存の測定器としてオキトロテック社製 OZM-7000GN よりも小さい筐体サイズ（幅43cm、奥行き19.5cm、高さ10.5cm）にすることができた。しかし、装置を更に小形化するには、光源部、測定セル、ゼロガス生成部など装置の各構成部品の小型化を図っていく必要がある。

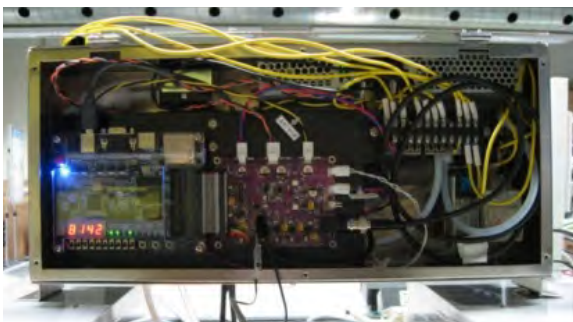


図10. 試作1号機

オゾンガスの測定性能を評価するため、既存の測定器での検出濃度に基づき、今回の試作装置でのオゾンガス0~1ppmにおける光の減衰量による検量曲線を求めた(図11)。

この結果、最大誤差については0.1ppm以下に留めることができたと共に、近似式の相関係数 R^2 値については、ほぼ1に近づけることができた。

単純にパルス駆動を行っていた時点では、 $R^2 = 0.945$ 程度であったが、LEDの光量を一定レベルに調整する回路、パルス駆動の最小レベル設定、そして、最終段のロックインアンプを組み合わせると、測定性能を向上させることができた。

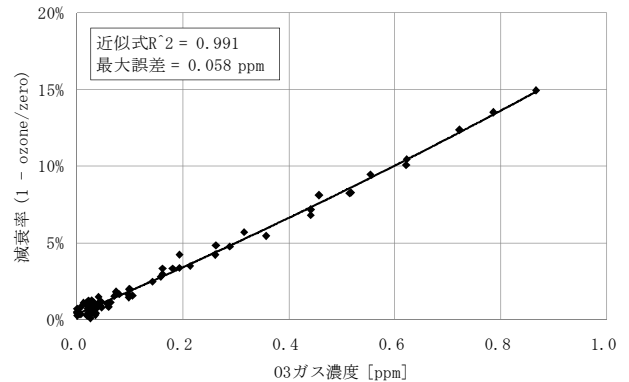


図11. 検量曲線

検出性能としてはOZM-7000GNを基準としているため、それを超える性能かどうかの判断は難しいが、 R^2 値による相関性の観点から、本装置は、同等か、それ以上の性能が得られる可能性がある。

課題として、DUV-LEDの寿命について十分な測定データがないことである。今後は、連続運転が可能であるかどうかの長期的な評価が必要である。

6. まとめ

本研究では、DUV-LEDを用いた紫外線吸収方式のオゾン濃度測定装置の開発を行った。試作装置の性能評価を行った結果、オゾンガス濃度0~1ppmの測定における最大誤差は0.1ppm以下である測定性能を有することを確認した。また、DUV-LEDは、水銀に代わるオゾン計測用光源として利用可能であることが確認できた。今後は、産業利用に向けて、光源や装置の長期的な評価が必要である。

(平成26年7月8日受付、平成26年8月18日再受付)

文 献

- (1) 日本産業衛生学会：「許容濃度等の勧告」、産業衛生学会誌、Vol.55, pp.182-208 (2013)
- (2) 吉田薫, 黒内正仁, 武内道一, 荒木努, 名西やすし, 菅野裕靖, 阿彦由美, 中村広隆, 青柳克信：「深紫外線LEDを用いたオゾン濃度測定」、第71回応用物理学会学術講演会講演予稿集、15p-ZG-2 (2010)
- (3) JIS B 7957 大気中のオゾン及びオキシダントの自動計測器 (2006)

圧力測定用材料の開発

吉野 徹*¹⁾ 大久保 一宏*²⁾ 山中 寿行*¹⁾ 渡邊 禎之*³⁾

Development of functional materials for pressure measurements

Toru Yoshino*¹⁾, Kazuhiro Ookubo*²⁾, Toshiyuki Yamanaka*¹⁾, Sadayuki Watanabe*³⁾

In press working, it is important to precisely evaluate an effective pressure and 2D distribution of pressure. Here we show functional materials made from amorphous calcium carbonate and cobalt chloride, which can be applied for a measurement of pressure. The functional materials can be changed in color by reaction between the cobalt chloride and the water separated from amorphous calcium carbonate in a compression. We quantified the change of color depending on compression pressure from UV-Vis spectra, and formulated a relation between the color and the pressure under wide pressure range; from 10 MPa to 1050 MPa.

キーワード：高圧, 炭酸カルシウム, 結晶化, 非晶質物質

Keywords : High pressure, Calcium carbonate, Crystallization, Amorphous materials

1. はじめに

工業用プレスをはじめとする各種プレスにおいて, 実際に対象物にかかる実効圧力を正確に知ることは, 摩擦などの様々な要因があるため難しい。また, 同じ面内で圧力分布は均一とは限らず, 製品の品質に影響を及ぼす可能性がある。そのため, 圧力の二次元的な分布を正確かつ手軽に測定できる手法の開発が望まれている。

近年, 非晶質炭酸カルシウム(化学式 $\text{CaCO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, 以下, ACC という。)が数百 MPa 程度の高圧下で結晶化する現象が発見された (Yoshino *et al.*, 2012)⁽¹⁾。ACC は, その化学式で示されるとおり, 系内に水分子を含んでおり, その量は幅を持っている。結晶質炭酸カルシウムの構造中には水は入りにくいいため, ACC 中の水分子は結晶化に伴い, 液体の水として系外に放出されることが予想される。更に, ACC の結晶化圧力は, ACC 中の水分量に依存することが知られている。具体的には, 水分量が多い程, 結晶化する圧力は低くなる。逆に, 水分量が少ない程, 結晶化する圧力は高くなる。つまり, ACC 中の水分量を制御すれば, 圧力に対する多様な脱水挙動を実現できる可能性を示唆している。

一方, 塩化コバルトは無水の状態では青色であるのに対して, 水と反応し水和物へと変化すると, その色も紫～赤色へと変化する。この反応は水の検出に用いられる塩化コバルト試験紙や乾燥用のシリカゲルにおいても利用され, 汎用性に優れている。

本研究では, 圧力や圧力の二次元的な分布の可視化を実現するために, 水分量を制御した ACC を用いて, 高圧下で ACC から放出される水と塩化コバルトの反応を利用した, 圧力に応じて色が変化する圧力測定用材料の開発を行った。

2. 実験

2.1 非晶質炭酸カルシウム (ACC) の合成 氷冷した 0.1M 炭酸ナトリウム水溶液と, 同じく氷冷した 0.1M 塩化カルシウム水溶液とを同量ずつ混合し析出物を得た。得られた析出物を即座に吸引ろ過し, アセトンで洗浄した後, 真空デシケーター内で減圧乾燥した。このとき乾燥に用いる真空度を調節することで水分量の異なる 2 種類の ACC (水分量 12 wt%, 18 wt%) を得た。

2.2 塩化コバルトの添加 2.1 で得られた ACC に 2 種類の方法で無水塩化コバルトの添加を試みた。

(1) 粉末法

無水塩化コバルトをメノウ乳鉢で粉碎後, ACC と混ぜ合わせた。しかし, この方法では塩化コバルトが均一に混ざらず, 斑模様になるのに加え, 混合中に大気中の水蒸気と反応し, 色が変化するという問題が生じた (図 1a)。

(2) 溶液法

無水塩化コバルトをアセトン等の有機溶剤に適量溶解させ, この溶液と ACC とを混合した後, 減圧下で溶媒を揮発させ塩化コバルトを ACC に固定する方法を試みた。溶液を介した本方法では, ACC に塩化コバルトを均一に添加することができた (図 1b)。また, 本方法では混合の過程で大気に触れることが少ないので, 塩化コバルトへの水蒸気の影響も少なく, 実際, 顕著な色の変化は確認できなかった。

事業名 平成 23 年度, 24 年度, 25 年度 基盤研究

*¹⁾ 材料技術グループ

*²⁾ 実証試験セクター

*³⁾ 高度分析開発セクター

これらの結果を踏まえ、以下の実験に用いる開発品は全て、後者の溶液法で作製した。



図1. 塩化コバルト添加後の開発品

2.3 加圧と色の評価 塩化コバルトを添加した開発品について、内径が $\phi 10$ mmのタングステンカーバイド(WC)製のペレッター(図2)に、2.2で作製した開発品を充填し、上方向から油圧プレスで圧縮することで加圧を行った。目的の荷重まで加圧した後、30秒間その荷重を保持した。その後減圧し、回収した開発品について色の評価を行った。ACCのみの加圧では、目的の荷重まで加圧した後、5分間その荷重を保持した。なお、加圧圧力は油圧プレスの荷重及びペレッターの内径から、計算により算出した。



図2. 加圧に用いたペレッター ($\phi 10$ mm)

色の評価は肉眼での評価に加え、分光光度計(V-670, 日本分光株式会社)を用いて取得した反射スペクトルを解析することで行った。反射スペクトルの測定は $\phi 3$ mmのスリットを用い、波長範囲250 nm – 850 nm, 走査速度100 nm/minの条件で行った。また、入射光の入射角は45度, 検出器は測定試料に対して垂直方向に設置した(図3)。

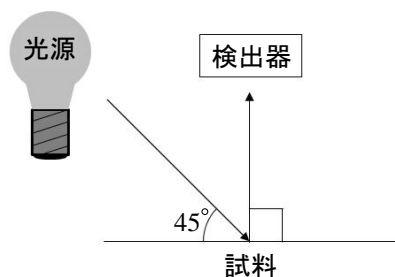


図3. 反射スペクトル測定の設定(模式図)

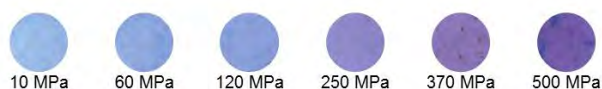
2.4 ACC中の水分量測定 合成したACC中の水分量は熱重量分析(TG)(TG-DTA2020SA, ブルカーエイエック

スエス株式会社)を行い、温度250°Cでの重量減少率から求めた。また、加圧に伴うACCの脱水挙動を調べる目的では、2.3に示した方法で加圧した後、1時間程度真空乾燥したのについてTG測定を行い、水分量を求めた。この測定で求めた水分量と加圧前の水分量との差から各圧力条件での脱水量を算出した。なお、加圧後に真空乾燥を行ったのは、加圧に伴いACCから脱離した液体の水を取り除くためである。

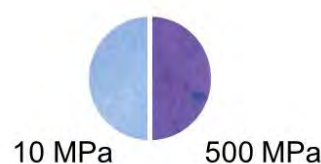
また、加圧した試料について、結晶化の有無を判断するためにX線回折測定(株式会社リガク製, SmartLab)を行った。

3. 結果及び考察

3.1 加圧に伴う色の変化 図4に加圧後回収した開発品の画像を示す。水分量18 wt%のACCから作製した開発品の場合、最低加圧圧力(10 MPa)で加圧したものは青色を示すのに対して高圧条件で加圧したものは紫色へと変化した。これは無水塩化コバルトと水が反応し、塩化コバルト水和物へと変化したためだと考えられる(図4a-1)。色の違いをより分かりやすく示すために、10 MPaで加圧したものと500 MPaで加圧したものとを図4a-2に示す。また、水分量12 wt%のACCから作製した開発品については、水分量18 wt%のACCから作製した開発品の場合に比べ、色の変化はそれほど顕著ではないものの、肉眼でも加圧に伴う色の変化を確認できた(図4b)。



(a-1) 水分量18 wt%のACCから作製した開発品の加圧後



(a-2) 水分量18 wt%のACCから作製した開発品を10 MPa, 500 MPaで加圧した場合の比較



(b) 水分量12 wt%のACCから作製した開発品の加圧後

図4. 加圧後の開発品

3.2 反射スペクトルによる色の評価 次に、水分量18 wt%のACCから作製した開発品について加圧後取得した反射スペクトルを図5に示す。生データのままで、反射率

と圧力との間に関係性を見出すことができなかった(図5a)。これは反射率が測定試料表面の形状等に依存し、反射率の絶対値については再現性に乏しいためだと考えられる。実際、同条件で作製し、同条件で加圧したものでも、反射率の絶対値はばらついた(図6a)。そこで、反射率の絶対値ではなく、二つの波長域に注目し、それらの強度比を色の指標とした。具体的には、まず、赤色側の波長(820-840nm)に注目し、820-840nmの反射率の平均値で全スペクトルを規格化した。規格化後の反射スペクトルを図5b、図6bに示す。更に、規格化後の反射スペクトルについて、青色付近の波長(400nm)に注目し、400nmでの反射率の変化量を求め、これを色の変化の指標、 ΔR_n 、とした。なお、ここでいう変化量は以下の式(1)に示す通り、最低圧力条件(水分量18wt%のACCから作製した開発品については10MPa、水分量12wt%のACCから作製した開発品については120MPa)での反射率 R_r と各圧力条件での反射率 R_n との差である。

$$\Delta R_n = R_r - R_n \quad (1)$$

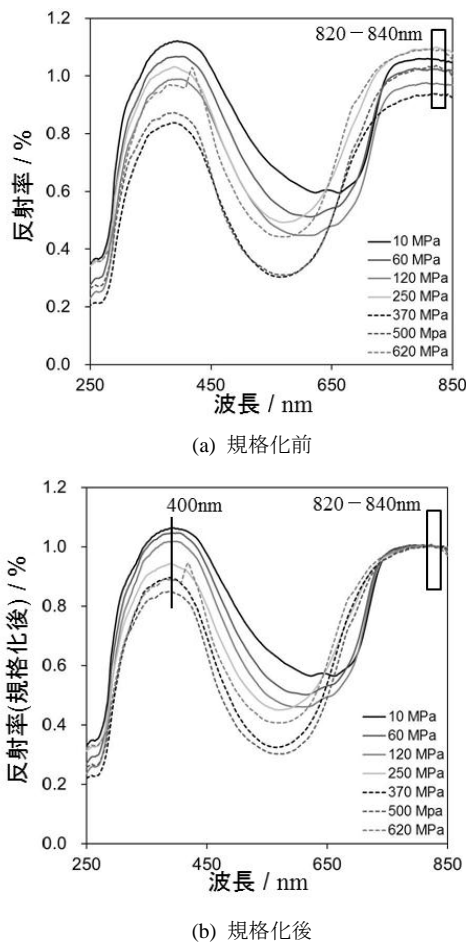


図5. 加圧後の反射スペクトル
(水分量18wt%のACCから作製した開発品)

図6bから分かるように、反射スペクトルを規格化することで、波長400nmにおける反射率は良い再現性を示した。

以上の解析から求めた色の変化の指標と加圧圧力との関係を図7に示す。水分量18wt%のACCから作製した開発品については、加圧圧力の増加につれて色の変化の指標は単調に増加することが分かった。

水分量12wt%のACCから作製した開発品についても同様にして色の変化の指標を求めた。その結果、色の変化の指標は500MPaまでは圧力に依存せず一定であるのに対して、500MPa以上では単調に増加することが分かった。このように、肉眼ではその色の変化が分かりづらいものについても、反射スペクトルを解析することで、圧力と相関する指標を得ることができた。

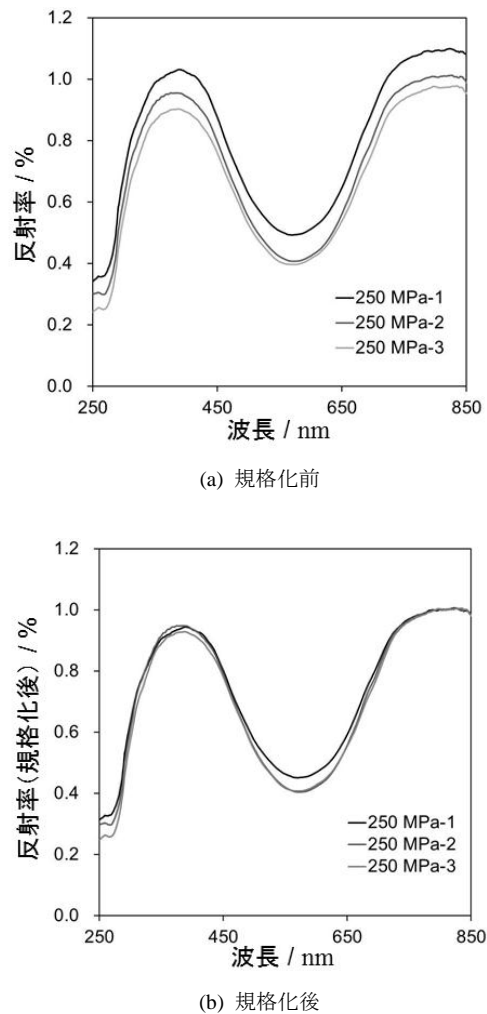


図6. 加圧後の反射スペクトル(250MPaで加圧後)
(水分量18wt%のACCから作製した開発品)

3.3 加圧に伴う脱水挙動 開発品の加圧に伴う色の変化をより理解するため、塩化コバルトを添加する前のACC単体について、加圧を行い、それに伴う脱水量を調べた。

図8に各圧力条件で加圧した際の脱水量を示す。加圧前の水分量が18wt%だったACCの場合、加圧圧力の増加につれて、脱水量は単調に増加した。また、250MPaと370MPとの間に不連続な変化がみられた。X線回折の結果から、

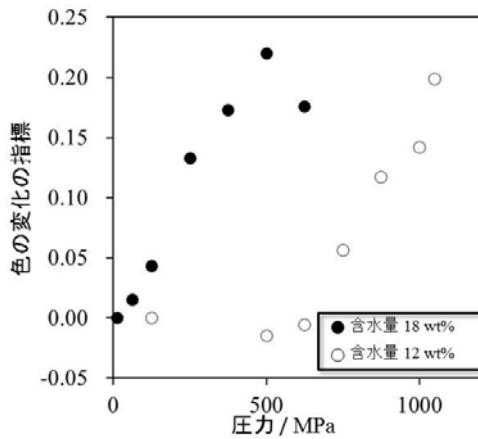


図7. 圧力と色の変化の指標との関係

250 MPa では結晶化が確認できなかったのに対して、370 MPa 以上では結晶化が確認できた。つまり、脱水量の不連続性は ACC の結晶化と関係していることが明らかとなった。また、250 MPa 以下の圧力でも脱水している結果から、結晶化の前でも多少の水分は加圧に伴い脱水されることが示された。

一方、加圧前の水分量が 12 wt% だった ACC の場合は、870 MPa まではほとんど脱水はなく、870 MPa 以上で初めて加圧に伴う脱水が観察された。また、加圧前の水分量が 18 wt% の ACC と同様に X 線回折の結果から、870 MPa では結晶化が確認できないのに対して、それよりも高い圧力では結晶化が確認できた。つまり、870 MPa での脱水量の不連続も ACC の結晶化と関係していることが明らかとなった。そして、低圧条件では脱水がなく、ある閾値を超えると脱水が起こる点で、水分量が 18 wt% の場合とは異なる脱水の挙動を示すことが分かった。

Yoshino らは ACC 中の水について、熱分析 (TG-DTA) の結果から比較的弱く結合した水と比較的強く結合した水の 2 種類の水の存在を指摘している⁽¹⁾。更に、真空度の違いで作り分けた水分量の異なる ACC を比較した時、主に異なるのは、弱く結合した水の量であることを明らかにしている。つまり、今回用いた水分量 18 wt% と水分量 12 wt% の ACC を比較した時、その水分量の違いは主に弱く結合した水の量に起因しており、水分量 18 wt% の ACC は水分量 12 wt% の ACC に比べ、弱く結合した水を多く含んでいる。水分量が 18 wt% の ACC でみられた結晶化圧力より低圧力での連続的な脱水量増加は、この弱く結合した水に起因するのかもしれない。

これら ACC の加圧に伴う脱水の挙動は前述した開発品の加圧に伴う色の変化とよく対応していた。18 wt% の ACC から作製した開発品の色の変化 (図7) も、120 MPa と 250 MPa との間に不連続な部分があるように見える。また、12 wt% の ACC から作製した開発品では 500 MPa を閾値として圧力に対する色の指標の変化率が不連続に変化している。ただし、不連続性を示す圧力については、ACC のみの場合と塩

化コバルトを添加した開発品の場合とでは必ずしも一致していなかった。

Yoshino らの報告によると、結晶化圧力は水分量に依存するが、特に比較的弱く結合した水の量に強く依存する⁽¹⁾。弱く結合した水の多くは物理吸着水と考えられ、その量は周囲の水蒸気量に影響を受ける。そのため、不連続な圧力値が一致しなかったのは、実験室内の湿度の影響を受けた可能性が考えられる。安定した性能を引き出すためにはこの点は今後の課題と言える。

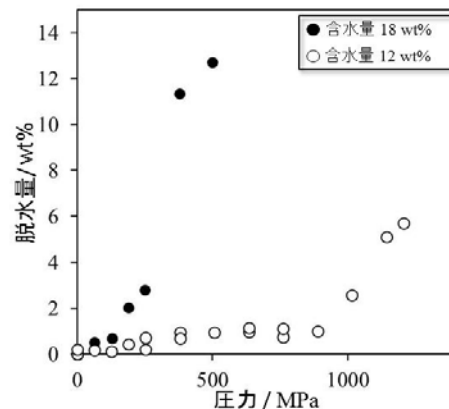


図8. ACC の加圧に伴う脱水挙動

4. まとめ

ACC が加圧に伴い脱水する現象を利用し、塩化コバルトを呈色剤として組み合わせることで、圧力を色の変化で評価できる材料を開発した。また、使用可能な圧力範囲は ACC 中の含水量を調整することで変化させることができ、比較的水が多い場合 (18 wt%) では 10–500 MPa、比較的水が少ない場合 (12 wt%) では 500–1050 MPa の圧力範囲に適用可能であることが分かった。

現段階では、開発品の形態は粉末状で、そのままでは実用性に欠ける。今後はシート状や塗料へと加工することで、二次元的な圧力分布の可視化を実現させるだけでなく、湿度等の雰囲気の影響を低減させることで、より利便性を向上させ、将来的にはプレス業界を中心に、産業界へと普及されていくものと期待される。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 12 日再受付)

文 献

- (1) Toru Yoshino, Koji Maruyama, Hiroyuki Kagi, Masayuki Nara and Jeong Chan Kim : "Pressure-Induced Crystallization from Amorphous Calcium Carbonate", *Crystal Growth & Design*, 12(7), pp.3357-3361 (2012)

論文

抗菌剤の溶出性が低い創傷被覆材をポリビニルアルコールの静電的性質を利用して簡易に作製する技術の開発

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

A simple fabrication of wound dressings with suppressed release of antibacterial agents using electrostatic properties of poly(vinyl alcohol)

Shunji Yunoki^{*1)}, Masushi Kohta^{*2)}, Yoshimi Ohyabu^{*1)}, Masayuki Sekiguchi^{*1)},
Takabumi Kubo^{*2)}, Tetsuji Iwasaki^{*2)}

Hydrogel wound dressings with suppressed release of antibacterial agents are fabricated by chemical reactions or syntheses for attaching or incorporating antibacterial moieties into polymer backbones. However, such polymeric systems often fail to satisfy one of the basic requirements for wound dressings, such as easy and inexpensive synthesis. It is speculated that a positively charged organic antibacterial agent is attracted to polar groups of polyvinyl alcohol (PVA) hydrogels and shows suppressed release. PVA hydrogels containing cetylpyridinium chloride (CPC) are prepared by gamma irradiation. CPC is barely released from the hydrogels, probably due to electrostatic interactions, and is stable upon gamma irradiation. The suppressed release of CPC confers antibacterial activity against *Escherichia coli* on the surface of hydrogels, while no inhibition zone is observed around the hydrogels. CPC-containing PVA hydrogels are easy to prepare and contain known and safe materials. The simplicity and safety of the procedure for achieving suppressed release of antibacterial agents are advantages of CPC-containing PVA hydrogels.

キーワード：吸着, 医療応用, ハイドロゲル, 創傷被覆材, ガンマ線架橋

Keywords : Adsorption, Biomedical applications, Hydrogel, Wound dressing, Gamma crosslinking

1. はじめに

皮膚の再生にとって湿潤環境が有効であることは既に常識となり⁽¹⁾, 創傷部に湿潤環境を付与するために創傷被覆材 (wound dressing) が利用されている⁽²⁾。種々の形態の創傷被覆材が開発され臨床応用されているが, 中でも架橋ポリマーから得られるハイドロゲルは, 創傷郭清 (デブリードマン) 機能, 滲出液の吸収能, 及び感染予防などの特性を有するため⁽³⁾, 特に注目されている。

外科的創傷と慢性創傷の両方において菌の感染はほぼ不可避免であるため⁽⁴⁾, 抗菌剤を含有させてハイドロゲルの感染予防機能を更に高めた創傷被覆材の開発が進められている。しかし, 単にハイドロゲルに抗菌剤を混合すると, 物理的な拡散効果⁽⁵⁾によって抗菌剤は早期に溶出する⁽⁶⁾。その結果, 菌に対してのみならず, 生体組織の細胞に対しても抗菌剤が許容量を超えて作用し, 組織障害を惹起する恐れがある。適度かつ持続的な抗菌活性と生体安全性を両立す

るためには, 抗菌剤の溶出を抑制する技術が必須である。

抗菌剤の溶出を抑制するための有望な方法として, ハイドロゲルのポリマー主鎖に抗菌剤を側鎖として導入する方法が研究されてきた⁽⁷⁾。例えば, 抗菌性を持つビグアニド化合物あるいは四級アンモニウム化合物 (QAC) をペンダント構造として導入したポリメタクリレートが, 黄色ブドウ球菌や大腸菌に対して抗菌活性を持つことが実証された⁽⁸⁾⁽⁹⁾。しかし, ポリマー主鎖への抗菌剤の導入には複雑な化学処理が必要であり, 製造コストが高くなる⁽¹⁰⁾。更に反応残留物が安全性を損なわないことを立証しなければならない。創傷被覆材は頻繁に交換・廃棄される安価な医療機器であり, 作製技術が安価でなければ市場競争力が無い。

そこで我々は, 抗菌剤の溶出が抑制されたハイドロゲルを安全性の高い材料から簡便に作製する技術を開発するため, 優れた生体適合性が実証されているポリビニルアルコール (PVA) の二つの性質に着目した。その性質とは, 放射線で容易に架橋してハイドロゲルを形成する性質⁽¹¹⁾及びタンパク質などの化合物を静電的に吸着する性質⁽¹²⁾である。QAC の一種である塩化セチルピリジニウム (CPC) を PVA

事業名 平成 24 年度 共同研究 A

* 1) バイオ応用技術グループ

* 2) アルケア株式会社 医工学研究所

水溶液に混合して放射線を照射すると、CPC が PVA 主鎖に静電的に吸着した PVA ハイドロゲルが得られ、CPC が低溶出性を示すと予測した。この予測の検証ならびに抗菌剤の溶出が抑制されたハイドロゲルを簡便に作製する技術の開発を本研究の目的とした。

2. 実験方法

2.1 材料 PVA (けん化度=87–89%, 4%水溶液の 20°C での粘度=23–27 mPa·s) 及びポリビニルピロリドン (PVP ; PVP K90, 5%水溶液の 20°C での粘度=50–90 mPa·s) は和光純薬工業株式会社製を、CPC 及び重水 (D₂O) はシグマアルドリッチ株式会社製を用いた。

2.2 CPC の吸着試験 水溶液の状態では CPC を PVA に吸着させ、限外ろ過膜を通過した PVA 非吸着 CPC の量をろ液の UV 吸収 (吸収波長 260 nm) から求め、吸着率を見積もった。

2.3 CPC のガンマ線照射試験 CPC 水溶液 (濃度 20 mg/mL) 及び CPC/PVA 混合水溶液 (濃度各 10 mg/mL) を調製し、脱酸素剤の共存下で ¹³⁷Cs ガンマ線照射装置 (PS-3000SB, ポニー株式会社製) を用いて 50 kGy のガンマ線を照射した。線量率は 705 Gy/h であった。

照射前後の構造変化を、NMR 及び分光光度計を用いて解析した。照射した水溶液 800 µL を 200 µL の D₂O と混合し、JNM-ECA600 (日本電子株式会社製) を用いてプロトンデカップリングモードで ¹³C NMR 測定を行った。分光光度計については、照射した水溶液を水で希釈して測定した。

表 1. CPC 含有 PVA ハイドロゲルの組成

Composition of the hydrogel			CPC/PVA-OH ¹ molar ratio
PVA (%)	PVP (%)	CPC (%)	
18	2	0	0
18	2	0.08	0.58×10 ⁻³
18	2	0.16	1.2×10 ⁻³
18	2	0.24	1.7×10 ⁻³

¹ PVA-OH は PVA 分子の水酸基を表す。

2.4 CPC 含有 PVA ハイドロゲルの作製 CPC 含有量の異なる PVA ハイドロゲルを 4 種類作製した (表 1)。生理食塩水を溶媒とした 18% PVA 水溶液に対し、吸水性を向上させる目的で 2% の PVP を、抗菌剤として 0.08–0.24% の CPC を添加した。CPC 含有 PVA/PVP 混合水溶液をポリエチレンテレフタレートのパックに入れ、寸法が 2×60×90 mm のシート状になるように成形した。⁶⁰Co ガンマ線照射施設 (コーガイソトープ株式会社) にて 50 kGy のガンマ線を照射してシート状のハイドロゲルを得た。同様の操作で CPC 不含のゲルをコントロールサンプルとして作製した。

2.5 PVA ハイドロゲルの力学特性 パラレルプレート型のレオメータを用いて、PVA ハイドロゲルの力学特性を評価した。ハイドロゲルシートから内径 22 mm の円盤状試験片を切り出し、内径 20 mm のパラレルプレートセンサー

で挟み込んだ。応力制御モードにより、周波数 1 Hz、せん断応力 50 Pa における貯蔵弾性率 (G') を測定した。

2.6 CPC の溶出試験 生理食塩水を溶出液として、PVA ハイドロゲルからの CPC の溶出特性を評価した。ハイドロゲルシートから切り出した試験片 (約 2×15×15 mm) の重量を測定し、20 mL の溶出液に浸漬して 37°C のインキュベータに静置した。試験片 (n = 3) を浸漬後 6, 24, 及び 72 h 後に取り出した。溶出液に含まれる微粒子をシリンジフィルターで除去し、CPC に特徴的な波長 260 nm の UV 吸収から CPC 濃度を求めた。

2.7 抗菌性試験 PVA ハイドロゲルの抗菌性を JIS L1902 法に記載の寒天拡散法、及びその改変法により評価した。試験菌として、感染創に良くみられるグラム陰性菌である大腸菌 (ATCC 33456) を用い、LB 寒天培地上でコロニー形成単位 (CFU) が 10⁷ CFU/cm² になるように培養した。寒天培地の中央にハイドロゲル試験片 (内径 20 mm, 厚さ 1 mm) を置き、37°C で 18 h 培養し、試験片周囲の阻止帯 (菌が死滅する領域) の有無を観察した (n = 3)。その後、試験片に接触していた寒天培地を切り出し、接触面の菌数を顕微鏡で計数して抗菌性の指標とした。抗 CPC 含有 PVA ハイドロゲルとコントロールゲルの抗菌性の違いをダネット法で検定し、p 値が 0.05 未満の場合を有意差とした。

3. 結果

3.1 PVA への CPC の吸着 水溶液中で CPC は PVA に吸着された。図 1 は、PVA 水酸基 (PVA-OH) と CPC のモル比に対し、CPC 吸着率をプロットしたものである。CPC/PVA-OH のモル比が $< 4.1 \times 10^{-2}$ (18% の CPC ハイドロゲルにおいて $< 5.8\%$ の CPC に相当) では、ほぼ全ての CPC が PVA に吸着された。CPC/PVA-OH のモル比が 8.3×10^{-2} (18% の CPC ハイドロゲルにおいて 12% の CPC に相当) に達すると、CPC 吸着率は 98% から 95% へとわずかに減少した。

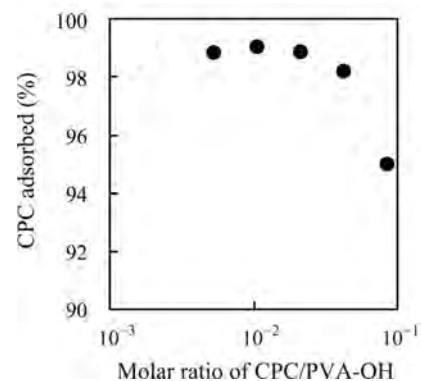


図 1. 水溶液中での CPC の PVA への吸着⁽¹³⁾
PVA-OH は PVA 分子の水酸基を表す。

3.2 ガンマ線照射に対する CPC の安定性 ガンマ線照射による CPC の構造変化を ¹³C NMR 及び UV 分光分析により評価した。50 kGy のガンマ線を照射した CPC 水溶液の ¹³C NMR スペクトルは非照射のものと同じであり、ケミカ

ルシフトの移動はみられなかった (スペクトルは示さない)。PVA を共存させても、ガンマ線を照射した CPC の ^{13}C NMR スペクトルは同一であった。同様に、UV 吸収スペクトルからも構造変化の痕跡は観察されなかった。

3.3 PVA ハイドロゲルの力学特性 PVA ハイドロゲルの G' と CPC 濃度の関係を図 2 に示す。CPC 濃度の増加に伴い G' は減少し、CPC 濃度が 0.24% に達した時の G' は $10.5 \pm 0.7 \text{ kPa}$ であった。

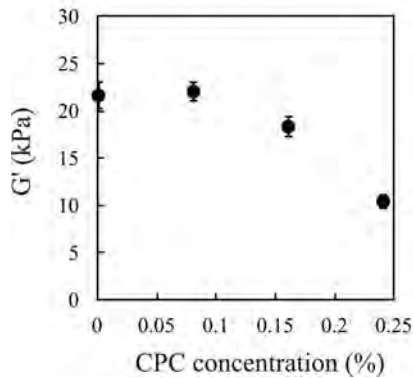


図 2. CPC の添加が PVA ハイドロゲルの硬さに及ぼす影響⁽¹³⁾
CPC 濃度はゲル中の濃度を示す。データは平均値±標準偏差 (n=3)。

3.4 CPC の溶出特性 CPC は PVA ハイドロゲルからほとんど溶出しなことが溶出試験から明らかになった。CPC 水溶液に特徴的な波長 260 nm の UV 吸収ピーク (図 3) は、全ての溶出液において不明瞭であった。CPC を 0.08%, 0.16%, 及び 0.24% 含むハイドロゲルから得られた溶出液の波長 260 nm における正味の吸光度 (OD_{260}) はそれぞれ 0.011 ± 0.005 , 0.022 ± 0.004 , 及び 0.023 ± 0.006 [平均値±標準偏差, $n = 9$ (3 水準のサンプリング期間ごとに $n = 3$)] であった。溶出液の OD_{260} から算出した CPC 溶出率を図 4 に示す。CPC 濃度は OD_{260} と比例関係にあるため検量線を作製したが、その直線性は $< 0.8 \mu\text{g/mL}$ ($\text{OD}_{260} < 0.01$) で失われ、溶出液の OD_{260} はどれも検出限界付近であった。溶出試験後の PVA ハイドロゲルに残存した CPC を観察するため、UV 吸収スペクトルを測定した (図 3)。CPC を 0.08% 含有したハイドロゲルは、溶出試験後も波長 240–280 nm の範囲にブロードな吸収を示し、CPC がゲル内に残存していることが示唆された。

3.5 抗菌性試験 CPC 含有 PVA ハイドロゲルは、CPC を含まないコントロールゲルと同様に、大腸菌に対して阻止帯を形成しなかった。抗菌性物質が寒天培地中に拡散しなかったことが示唆された。

一方、ハイドロゲルが接触した部位の大腸菌数は CPC 濃度の増加と共に減少した (図 5)。CPC 濃度が 0.16% に達した時、コントロールゲルとの大腸菌数に有意差 ($p < 0.05$) が確認された。コントロールゲルの大腸菌数は試験片を載せる前の初期値と同等であり、ゲル試験片を載せた後に剥がすという本試験の操作が大腸菌数に影響しないことを確認した。

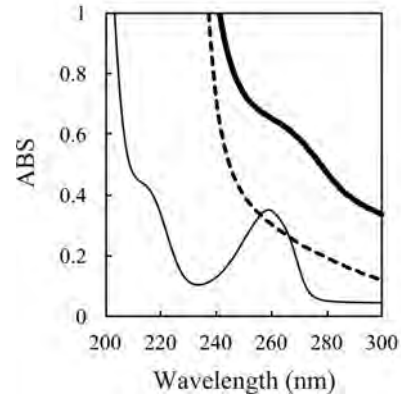


図 3. 各サンプルの典型的な UV 吸収スペクトル⁽¹³⁾
(実線) 濃度 25 $\mu\text{g/mL}$ の CPC 水溶液, (破線) CPC を含まない PVA ハイドロゲル, (太線) 72 h 溶出試験後の 0.08% CPC 含有 PVA ハイドロゲル。

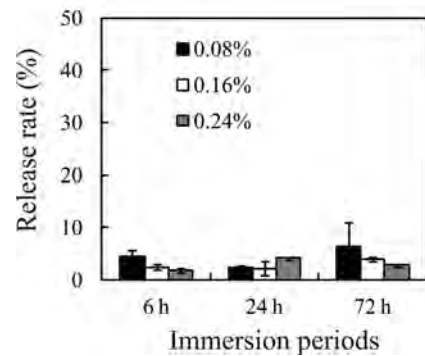


図 4. PVA ハイドロゲルからの CPC の溶出率⁽¹³⁾
図中の濃度は PVA ハイドロゲル中の CPC 濃度を示す。データは平均値±標準偏差 (n=3)。

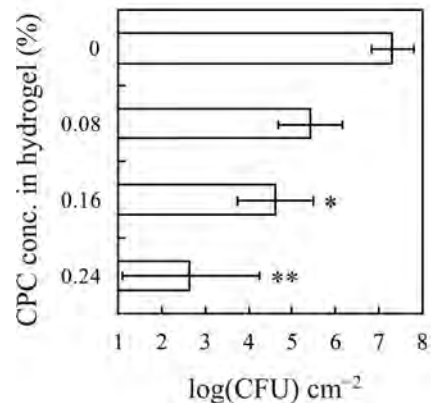


図 5. CPC 含有 PVA ハイドロゲルの大腸菌に対する抗菌性⁽¹³⁾
ゲルと接触した部位の菌数 (コロニー形成率; CFU) を計測した。初菌数は $\log(\text{CFU})\text{cm}^{-2}=7$ に設定した。データは平均値±標準偏差 (n=3)。

4. 考察

PVA/PVP/CPC 混合溶液にガンマ線を照射するだけの簡易かつ安全性の高い方法で、抗菌剤の溶出が抑制された抗菌性ハイドロゲル創傷被覆材の作製に成功した。医療機器の分野では、化学反応を利用した場合はその反応残留物の有無や安全性を確認しなければならず、本方法の簡易性と安全性は実用化にとって利点となる。医療機器としての実績

のある PVA のような高分子主鎖を用いた場合であっても、その主鎖に新規な側鎖を化学結合させると、薬事承認においては新規材料とみなされる。Kenawy らは⁽¹⁰⁾、抗菌性高分子の開発において、簡易かつ安価な合成手法が使われるべきであると指摘した。我々は創傷被覆材の組成として PVA, PVP, 及び CPC を用い、ハイドロゲルを作製する手段としてガンマ線架橋を用いた。PVA と PVP は創傷被覆材として既に使用実績がある。CPC の創傷被覆材への応用例はまだ無いが、口腔ケア用の抗菌剤として認可されている。ガンマ線は医療機器の滅菌手段として広く利用されている。本研究の PVA ハイドロゲルの架橋線量は 50 kGy であり、一般的な滅菌線量 (25 kGy) を超えるため、架橋工程は滅菌を兼ねることができる。本研究で開発したハイドロゲル創傷被覆材及びその製造方法は、簡易性と安全性に優れ、早期の臨床応用が期待できる。

抗菌剤 CPC の溶出が抑制されたことは、PVA に対する CPC の吸着能によって説明できる。PVA の CPC 吸着能は、CPC/PVA-OH のモル比として 4.1×10^{-2} を超えていたことから、本実験で作製した PVA ハイドロゲル中 (CPC/PVA-OH モル比は高くても 1.7×10^{-3}) で CPC はほぼ完全に PVA 鎖に吸着していたと推定された。CPC はガンマ線に対して安定であったことは、CPC が吸着した状態で PVA 鎖及び PVP 鎖をガンマ線が架橋したことを示唆した。我々が見出したこの CPC-PVA 吸着系は、抗菌性創傷被覆材の開発において、高分子主鎖への抗菌性化合物の化学結合に代わり得る。

CPC の溶出が抑制されたことにより、抗菌性はゲル周囲に及ばず、ゲル表面で発揮された。CPC は QAC の一種であり、界面活性効果と細胞膜への高いアフィニティによってグラム陰性菌に対する抗菌性を発揮することが知られている。CPC の持つ四級アンモニウムイオンが PVA-OH との吸着サイトになったと我々は推定した。この場合、CPC の持つ長いアルキル鎖は溶媒に対して露出され、CPC の界面活性効果は保持される。CPC 含有 PVA ハイドロゲルの抗菌性はグラム陰性の緑膿菌のみならずグラム陽性の黄色ブドウ球菌でも認められた⁽¹⁴⁾。CPC 含有 PVA ハイドロゲルの抗菌性メカニズムの詳細は本研究の目的を超えるが、他の QAC の PVA との吸着能と抗菌性を調べることで、メカニズムの一部を明らかにする研究を進めている。

以上、PVA ハイドロゲルの製造方法及び抗菌性について議論してきたが、ハイドロゲル創傷被覆材にとっては機械的な強度も重要な性質である。我々の経験では、PVA ハイドロゲルの G' が 7 kPa 未満だと、ゲルが強い粘着性を示すと共に軟質性が顕著になり、取り扱いが困難になる。また、強度の低下は架橋密度の低下を意味し、吸水による膨潤度が極めて高くなる。CPC の添加量につれて粘着性と軟質性が顕在化したことは、CPC の持つガンマ線架橋の阻害効果で説明できる。その解決策としてはガンマ線量の増加が候補となる。ガンマ線量を 50 kGy よりも高くすると架橋度が更に高くなることが報告されており⁽¹¹⁾、CPC の架橋阻害効果は高線量のガンマ線照射により相殺することが可能と考

えている。

抗菌剤の溶出が抑制されたハイドロゲル創傷被覆材を、化学合成を用いずに簡易に作製する技術を開発した。ハイドロゲルは安全性の実証された材料からのみ構成され、ゲル化させるための架橋は医療機器の滅菌に頻用されるガンマ線である。この安全性と簡便性が本製造技術の利点であり、抗菌性創傷被覆材としての早期の実用化が期待できる。なお、本論文の図は引用文献⁽¹³⁾から転載されたものであり、本研究の詳細も記述されている。

謝辞

高度分析開発セクターの渡邊禎之主任研究員から NMR 測定について助言を受けた。ここに感謝の意を表する。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 18 日再受付)

文 献

- (1) Jones V, Grey JE, Harding KG : "Wound dressings", *BMJ*, Vol.332, No.7544, pp.777-780 (2006)
- (2) Boateng JS, Matthews KH, Stevens HN, Eccleston GM : "Wound healing dressings and drug delivery systems: a review", *J Pharm Sci*, Vol.97, No.8, pp.2892-2923 (2008)
- (3) Morgan, DA : "Wound management products in the drug tariff", *Vol.263, No.7072*, pp.820-825 (1999)
- (4) Kingsley A : "A proactive approach to wound infection", *Vol.15, No.30*, pp.50-58 (2001)
- (5) Kormsmeier RW, Gurny R, Doelker E, Buri P, Peppas NA : "Mechanisms of solute release from porous hydrophilic polymers", *Inter J Pharma*, Vol.15, No.1, pp.25-35 (1983)
- (6) Kim JO, Choi JY, Park JK, Kim JH, Jin SG, Chang SW, Li DX, Hwang MR, Woo JS, Kim JA, Lyoo WS, Yong CS, Choi HG : "Development of clindamycin-loaded wound dressing with polyvinyl alcohol and sodium alginate", *Biol Pharm Bull*, Vol.31, No.12, pp.2277-2282 (2008)
- (7) Timofeeva L, Kleshcheva N : "Antimicrobial polymers: mechanism of action factors of activity, and applications", *Appl Microbiol Biotechnol*, Vol.89, No.3, pp.475-492 (2011)
- (8) Ikeda T, Ledwith A, Bamford CH, Hann RA : "Interaction of a polymeric biguanide biocide with phospholipid membranes", *Biochim Biophys Acta*, Vol.769, No.1, pp.57-66 (1984)
- (9) Ikeda T, Yamaguchi H, Tazuke S : "New polymeric biocides: synthesis and antibacterial activities of polycations with pendant biguanide groups", *Antimicrob Agents Chemother*, Vol.26, No.2, pp.139-144 (1984)
- (10) Kenawy ER, Worley SD, Broughton R : "The chemistry and applications of antimicrobial polymers: a state-of-the-art review", *Biomacromolecules*, Vol.8, No.5, pp.1359-1384 (2007)
- (11) Park KR, Nho YC : "Synthesis of PVA/PVP hydrogels having two-layer by radiation and their physical properties", *Radiat Phys Chem*, Vol.67, No.3-4, pp.361-365 (2003)
- (12) Bajpai AK : "Adsorption of bovine serum albumin onto glass powder surfaces coated with polyvinyl alcohol", *J Appl Polym Sci* Vol.78, No.5, pp.933-940 (2000)
- (13) Yunoki S, Kohta M, Ohyabu Y, Sekiguchi M, Kubo T, Iwasaki T : "Electrostatic immobilization of cetylpyridinium chloride to poly(vinyl alcohol) hydrogels for the simple fabrication of wound dressings with the suppressed release of antibacterial agents", *J Appl Polym Sci*, Vol.131, No.13, p.40456 (2014)
- (14) Kohta M, Yunoki S, Ohyabu Y, Kubo T, Iwasaki T : "The antimicrobial activity and biological safety of a novel cross-linked hydrogel-based wound dressing containing cetylpyridinium chloride or polyhexamethylenebiguanide", *Jpn J PU*, Vol.15, No.4, pp.493-501 (2013)

論文

架橋剤ゲニピンの添加によって力学特性を高めたインジェクタブル
コラーゲンゲルの温度応答特性柚木 俊二^{*1)} 畑山 博哉^{*2)} 大藪 淑美^{*1)}Temperature-responsive characteristics of injectable collagen gel with improved mechanical
properties by the addition of genipin as a crosslinkerShunji Yunoki^{*1)}, Hirosuke Hatayama^{*1)}, Yoshimi Ohyabu^{*1)}

We investigated the temperature-responsive gelation of pepsin-solubilized collagen (PSC)/genipin solutions. Acid-solubilized collagen (ASC), which had been used in a pioneer study for injectable collagen/genipin solution, was also employed as a collagen substrate. The PSC/genipin solutions exhibited fluidity at room temperature for at least 30 min, whereas the ASC/genipin solutions rapidly reached gel points. Gelation occurred in the PSC/genipin solutions at genipin concentrations 0–2 mM under moderate change in temperature from 25 to 37°C. PSC would be preferred over ASC as an injectable gel system. The temperature-responsive gelation of PSC/genipin solutions was due to both genipin-induced crosslinking and collagen fibril formation which respond to the rise in temperature. The elastic modulus of the 0.5% PSC/genipin gel system could be adjusted in a range of 2.5 to 50 kPa by the genipin concentrations. No inflammatory response was observed at any of the implanted sites, suggesting that a PSC/genipin solution is a potential injectable gel system for drug delivery or tissue augmentation.

キーワード: 注入用ゲル, 温度応答性, 生体吸収性, 架橋, コラーゲン

Keywords: Injectable gel, Temperature-responsiveness, Bioabsorbability, Crosslink, Collagen

1. はじめに

‘インジェクタブルゲル’は、液体状態で体内に注入され体内環境で自発的にゲル化する材料のことで、生体吸収性の細胞足場を生体組織内に低侵襲に構築できる。薬剤と混合すれば薬剤の徐放も可能であるため、組織工学 (tissue engineering) において有望な材料と考えられている⁽¹⁾。温度もしくは pH などの体内環境 (37°C, pH≒7) に応答して物理ゲルを形成する刺激応答性ポリマーがインジェクタブルゲルとして盛んに研究されている⁽²⁾。

物理ゲルを形成する生体適合性インジェクタブルゲルとしては、生体内の結合組織を構成する主要なタンパク質であるコラーゲンが古くから利用されている。コラーゲン分子は低温かつ酸性条件で安定であるが、体温及び中性 pH に応答してナノ線維を自己組織化し、線維の絡み合いによる物理ゲルを形成する⁽³⁾。このような物理化学的性質はインジェクタブルゲルに適している。更にコラーゲンは生体適合性、生体吸収性、及び細胞接着性であり、生物学的にもインジェクタブルゲルとして適している。

しかし、得られるゲルは力学的に脆弱で、インジェクタブルコラーゲンゲルの応用範囲は軟組織の補てんやドラッ

グデリバリーの担体等に限定されているのが実情である。コラーゲンの利点を損なわずに力学特性を向上する手段としては、架橋剤を添加する以外にない。伝統的に利用されているコラーゲン架橋剤をインジェクタブルゲルに用いると、架橋剤が直接生体組織の細胞を攻撃してしまう。また、注入前にコラーゲン架橋が生じ、線維能が喪失する場合がある。すなわち、インジェクタブルコラーゲンゲルの利点を損なわずに力学的脆弱性という課題を解決する技術は、これまで開発されていない。

近年、伝統的な架橋剤に比べ細胞毒性が著しく低い植物由来の架橋剤‘ゲニピン’が発見され⁽⁴⁾、コラーゲンに対する架橋特性が研究されてきた⁽⁵⁾。2011年には、線維化能 (ゲル化能) が高い酸可溶性コラーゲン (ASC) の水溶液にゲニピンを添加し、ゲルを硬化することが実証された⁽⁶⁾。しかし、ASC/ゲニピン水溶液の室温での流動性やゲル化の体温応答性については評価が十分でなかった。また、ゲニピンによる組織障害も評価されていないため、医療応用に向けたエビデンスが不足していた。

そこで本研究では、これらの不明な点を明らかにし、線維化能の低いペプシン可溶性コラーゲン (PSC) を用いた体温応答性のインジェクタブルゲルシステムを開発した。ゲニピンによるゲル硬化特性を明らかにし、ラットを用いた動物実験により組織障害が起こらないことも実証した。

事業名 平成 25 年度 科学技術振興機構 A-STEP 探索タイプ
*1) バイオ応用技術グループ

2. 実験方法

2.1 材料 ブタ皮膚由来 PSC 水溶液（日本ハム株式会社製，pH 3 希塩酸溶媒，濃度 1%），ブタ腱由来 ASC 水溶液（新田ゼラチン株式会社製，pH 3 希塩酸溶媒，濃度 0.3%），ゲニピン（和光純薬工業株式会社製），及びリン酸緩衝生理食塩水（PBS）調製用タブレット（Sigma-Aldrich Co. 製）を用いた。ゲニピンの構造式を図 1a に示す。

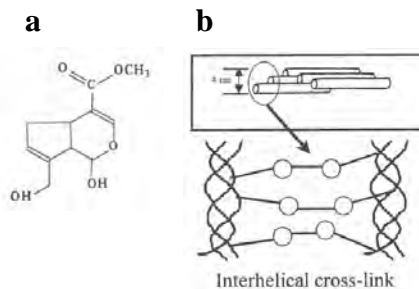


図 1. ゲニピンの構造式(a)及びゲニピンによるコラーゲン分子間架橋の模式図(b)

図 b 中の○はゲニピンを、3 重らせんはコラーゲン分子を示す。

Sung et al. J Biomed Mater Res A. Vol.64, No.3, pp.427-438 (2003)より抜粋。

2.2 コラーゲン/ゲニピン水溶液の調製 0.5% PSC/ゲニピン水溶液及び 0.15% ASC/ゲニピン水溶液を以下の手順で調製した。1.0% PSC 水溶液もしくは 0.3% ASC 水溶液 3 g を容量 15 mL の遠沈管に入れ，4°C に保った。2×PBS に溶解した濃度 1–4 mM のゲニピン水溶液（4°C）3 mL を，コラーゲンの入った遠沈管に加え，速やかにボルテックス攪拌した。pH 7 の 0.5% PSC/0.5–2 mM ゲニピン混合水溶液及び 0.15% ASC/0.5–2 mM ゲニピン混合水溶液（共に溶媒は 1×PBS）を得た。コントロールとして，2×PBS を用いてゲニピン不含の pH 7, 0.5% PSC 水溶液及び pH 7, 0.15% ASC 水溶液を調製した。水溶液の調製開始（コラーゲン水溶液に架橋剤水溶液を添加した時点）からレオメータのセンサに置くまでの間を 30 s に設定した。

2.3 動的粘弾性試験 レオメータ（Thermo Fisher Scientific Inc. 製，HAAKE MARS III）を用いて，コラーゲン/ゲニピン水溶液の室温での流動性変化及び温度応答性のゲル化を計測した。計測にはダブルコーンセンサ DC60/1Ti（直径 60 mm，コーン角度 1 度）及びパラレルプレートセンサ HPP35S（直径 35 mm，センサとゲルのスリップを防止するための溝付きタイプ）を用いた。

架橋剤を含むコラーゲン及びキトサン水溶液に対し，以下に記述する 2 種類の動的粘弾性測定を，線形粘弾性の得られる条件で実行した。水溶液をセンサに載せてから測定開始まで 30 s になるように設定した。

(1) 流動性試験 温度を 25°C に保持した状態で，ダブルコーンセンサ用いて応力制御モード（0.1 Pa の一定せん断応力）で周波数 1 Hz の微小振動を与え，貯蔵弾性率（ G' ）及び損失弾性率（ G'' ）の時間変化を追跡した。その時間変化グラフにおいて， $G' < G''$ は水溶液が流動性であることを

示し， G' と G'' が交差する点をゲル化点と定義した。

(2) 温度応答性ゲル化試験 パラレルプレートセンサを用いて，歪制御モード（0.01 の一定せん断歪）で周波数 1 Hz の微小振動を与え，その間に温度上昇を行った。温度を 25°C に保持した状態で計測を開始し，10–40 min 後に 25°C からターゲット温度（30–37°C）への温度上昇を 30 s かけて行い，その後ターゲット温度で保持した。計測の全期間で G' と G'' を記録した。

2.4 ゲル貫入試験 テクスチャーアナライザー（Stable Micro Systems 製，TA.XTplus）を用いて，シャーレ上に作製した PSC/ゲニピンゲルの貫入試験を行った。動的粘弾性試験と同様に調製した PSC/ゲニピン水溶液 4 mL を細胞培養用のポリスチレン製シャーレ（内径 55 mm）に分注し，37°C の水浴の液面に固定して 30 min 加温した。その後シャーレを 37°C のインキュベータに 72 h 静置してゲル化を完了させた。このゲル（ $n=5$ ）の中央部に内径 5 mm のプローブを速度 0.2 mm/s で貫入させて応力-歪曲線を得た。歪 0.005–0.04 の直線領域の傾きから，弾性率を算出した。

2.5 動物実験による安全性評価 PSC/ゲニピン水溶液をラット背部皮下に注入，ゲル化させ，安全性評価を実施した。ゲニピンを 0, 1, もしくは 2 mM 含有した 0.5% PSC/ゲニピン水溶液を，ゲニピン水溶液をフィルター滅菌したこと以外は動的粘弾性試験と同様に調合し，18 G のシリンジを用いて 0.2 mL をラット背部の皮下 6 箇所（ゲニピン濃度 0 mM, 0.5 mM 及び 1 mM の水溶液を各 2 箇所）に注入した。同様の操作をラット 9 匹に対して実施した。動物の活動状態を観察しながら 3 日後，7 日後及び 21 日後（各 3 匹）に体重測定及び屠殺を実施した。屠殺後，注入部位の外観を所見した後，注入部位の組織のヘマトキシリン・エオジン（HE）染色を行った。

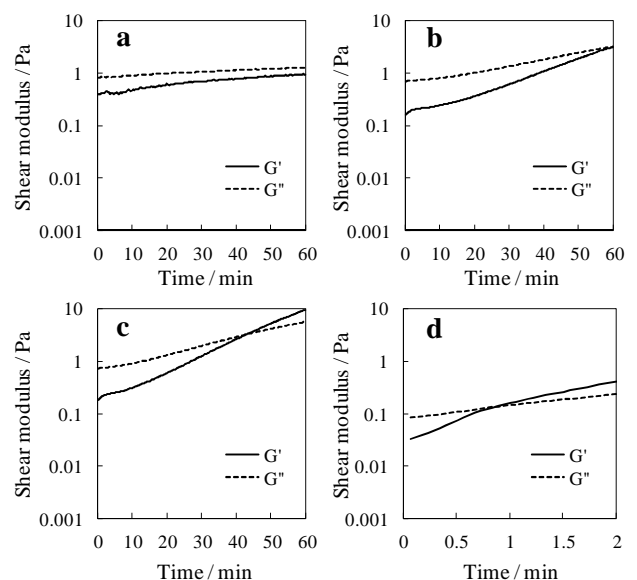


図 2. コラーゲン/ゲニピン水溶液の室温での流動性試験結果の (a) ゲニピン不含 PSC 水溶液，(b) PSC/1 mM ゲニピン水溶液，(c) PSC/2 mM ゲニピン水溶液，(d) ゲニピン不含 ASC 水溶液。水溶液の溶媒は全て PBS (pH 7)。 G' 及び G'' はそれぞれ貯蔵弾性率及び損失弾性率を示す。

3. 結果

3.1 室温でのPSC/ゲニピン水溶液の流動性 PSC/ゲニピン水溶液の室温での流動性試験結果を図2に示す。ゲニピン不含の中性PSC水溶液は、少なくとも60minはゲル化点に達しなかった(図2(a))。ゲル化点に至る時間は、ゲニピンの添加によって濃度依存的に短縮されたが(図2(b)及び(c)), ゲニピン濃度2mMにおいてさえ、ゲル化点に達する時間は30minを超えた(図2(c))。

3.2 室温でのASC/ゲニピン水溶液の流動性 ASC/ゲニピン水溶液は、ゲニピンを添加しない場合でも1min以内にゲル化点に達し、 G' と G'' は時間と共に増加し続けた(図2(d))。ASCは中性で速やかに流動性を失うことが分かったため、以降の実験は全てPSC/ゲニピン水溶液を用いて実施した。

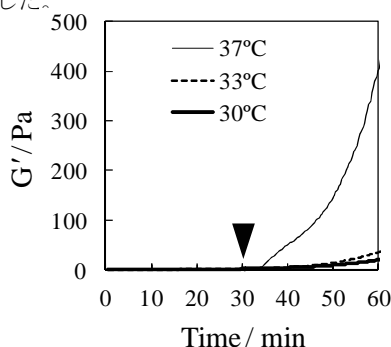


図3. 種々のターゲット温度により得られたPSC/ゲニピン水溶液の温度応答性ゲル化曲線
ゲニピン濃度は1mM。図中の温度はターゲット温度を、矢印は室温からターゲット温度へと増加させた時点(30min)を示す。

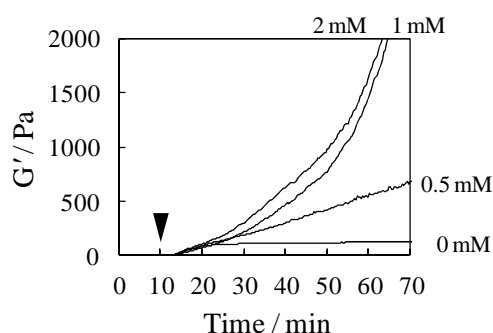


図4. 種々のゲニピン濃度により得られたPSC/ゲニピン水溶液の温度応答性ゲル化曲線
ターゲット温度37°Cで実施した。図中の数値はゲニピン濃度を示し、矢印は室温からターゲット温度へと増加させた時点(10min)を示す。

3.3 PSC/ゲニピン水溶液の温度応答性ゲル化 ターゲット温度を変えた温度応答性ゲル化試験を、PSC/1mMゲニピン水溶液に対して実施した結果を図3に示す。室温で流動性を保ったPSC/ゲニピン水溶液の G' (図2(b))は、計測開始から30min後に与えた37°Cへの温度上昇をトリガーとして鋭い上昇を示した(図3)。温度上昇後2minでゲル化点を通過し、30min後に G' は400Paを超えた。一方、

ターゲット温度30°C及び33°Cの場合、 G' の増加は37°Cと比べて著しく小さく、温度上昇後30minの G' は40Paを下げた。

3.4 PSC/ゲニピン水溶液の温度応答性ゲル化に及ぼすゲニピン濃度の影響 ターゲット温度37°Cで行った温度応答性ゲル化試験を、ゲニピン濃度を変化させたPSC/ゲニピン水溶液に対して行った結果を図4に示す。PSC/ゲニピン水溶液の G' は、計測開始から10min後に与えた37°Cへの温度上昇をトリガーとしておよそ2minでゲル化点を通過した。 G' はその後も持続的に増加し、その増加速度はゲニピン濃度に依存して高くなった。特に、ゲニピン濃度が1mM以上では、 G' は対数的な増加を示した。一方、ゲニピンを含まないPSC水溶液の G' は、温度上昇後14minで100Paに達した後に増加がほぼ頭打ちになった。形成されたゲルはゲニピン濃度によらず全て白濁し、内部にはゲニピン不含PSCゲルと同様のコラーゲン線維が観察された⁽⁷⁾。

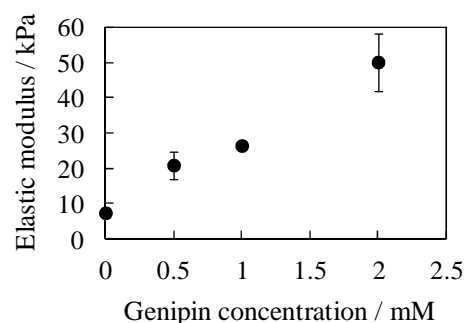


図5. PSC/ゲニピンゲルの弾性率とゲニピン濃度の関係
作製後37°Cで3日経過したPSC/ゲニピンゲルを貫入試験に供した。

3.5 PSC/ゲニピンゲルの最終的な硬さ ゲニピンによるコラーゲンの架橋は3日後に収束することが知られている⁽⁶⁾。シャーレ上で十分に成熟させたPSC/ゲニピンゲルの貫入試験結果を図5に示す。ゲルの弾性率はゲニピン濃度の増加と共に高くなり、ゲニピン濃度が2mMの時、弾性率は 50.2 ± 8.2 kPaに達した。

3.6 PSC/ゲニピンゲルの組織障害性 PSC/ゲニピン水溶液を背部皮下に注入したラット計9匹を、3日後、7日後、もしくは21日後まで経過観察したところ(各3匹)、死亡、異常な所見、及び異常な体重変化はいずれも生じなかった。皮下のゲル化部位は周囲の組織に比べて白いため目視で観察でき、ゲル周囲には目視で確認できる炎症反応は認められなかった。ゲル化部位の組織切片のHE染色像を、注入後3日のPSC/2mMゲニピンゲルを代表例として図6に示す。炎症反応が生じた組織はHE染色によって紫に染色されるが、全期間において、ゲル周囲の組織に炎症反応の痕跡はどのゲルについても認められなかった。

4. 考察

本研究により、ゲニピン濃度が2mM以下のPSC/ゲニピン水溶液が室温で少なくとも30minは流動性を保ち、室温から体温への温度変化にตอบสนองして鋭いゲル化を示すことが

明らかにされた。ラットを用いた動物実験により、安全性が高いことも実証された。これまでは、コラーゲンに架橋剤を添加すると、室温で固まりやすく操作性が悪いうえ、細胞毒性（組織障害の原因）を惹起すると考えられていた。そのため、コラーゲン/架橋剤の混合水溶液をインジェクタブルゲルに応用する試みはほとんど行われてこなかった。この認識に反して、PSC/ゲニピン水溶液が体温に反応して硬いゲルを形成するインジェクタブルゲルであることを我々は示した。

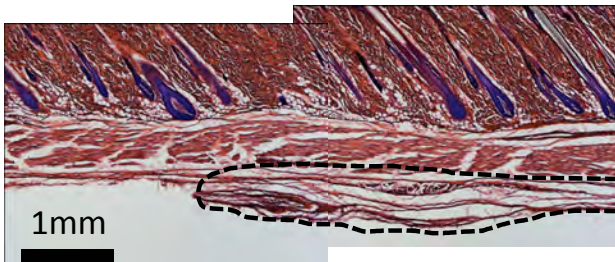


図6. ラット背部皮下に注入して3日後のPSC/ゲニピンゲル及びその周囲の組織切片のHE染色像
ゲニピン濃度は1 mM。図中の点線の範囲がPSC/ゲニピンゲル。

臨床でPSC/ゲニピン水溶液を用いる場合、室温での流動性がある程度の時間保たれることが望ましい。PSC水溶液とゲニピン水溶液は使用前に調合されるため、粘度の高いPSC水溶液に混入した気泡はその場で除去しなければならない。気泡の除去は遠心分離機を用い、操作には数分間を要する。また、薬物の溶解、シリンジへの充填、長いチューブを用いた送達などに要する時間を考慮すると、体温に反応したゲル化に至るまでに、長く見積もって30 minは流動性が保持されることが望ましい。PSC/ゲニピン水溶液の室温での流動性は、この要求を十分に満足する。

流動性を持ったPSC/ゲニピン水溶液が生体組織に接触した後は、体温に反応した鋭いゲル化を示し、最終的に硬いゲルを形成することが望ましい。ゲル化が遅い場合、注入部位でのゲルのディメンションが保たれない。PSC/ゲニピン水溶液は体温に達した後2 minでゲル化点に達する性質を持ち、注入部位でコラーゲン溶液が拡散する前に固化するものと考えられる。ゲルの硬化は、生体組織の動作や圧力などによってゲルが崩壊することを防いでくれる。

更に、本研究では検証していないが、ゲニピンの添加によってゲルの定着性が向上することが期待できる。皮膚や骨などの結合組織の主成分はコラーゲンであり、その他の組織もタンパク質が主成分である。ゲニピンはコラーゲンのみならずアミノ基を有するタンパク質は全て架橋することができるので、注入後に形成されたゲルと生体組織の間にはタンパク質-タンパク質間の架橋が形成される。ゲルの硬化とゲル-生体組織間の結合により、優れた組織定着性が期待できる。

ゲニピンは1 mMの濃度でコラーゲンゲルの硬化を顕著に高め、その濃度において組織障害を生じなかった。細胞培養液にゲニピンを添加した場合、細胞毒性を生じない上

限濃度は0.5–1.0 mMであるとの報告がある⁽⁸⁾。本研究の動物実験ではゲニピン濃度1 mMで組織障害が生じなかったが、その理由として、ゲニピンがゲルからほとんど溶出しなかったことが考えられる。ゲニピンは高分子量化してコラーゲン分子間に導入され、架橋結合を形成することが知られている⁽⁵⁾ (図1)。PSC/ゲニピンのゲル化は体温に達した後2 minでゲル化点に達するため、ゲニピンが拡散・溶出する前にゲル化が完了したと推定される。

コラーゲン/ゲニピン水溶液がインジェクタブルゲルになり得ることは、Macayaら⁽⁶⁾により示されていた。しかし、線維化の活発なASCをコラーゲン基質として用いたため、室温での流動性が急速に失われるゲルシステムであったことが推定される。ゲニピンが直接細胞に作用する系での細胞毒性はこれまで*in vitro*でのみ検証され⁽⁶⁾⁽⁸⁾、*in vivo*での検証はなされていなかった。PSCを用いることで室温での流動性と鋭い体温応答性のゲル化を両立したこと、及び*in vivo*での安全性を実証したことが、本研究の進歩性である。

我々は、安全性が高く、従来のコラーゲンゲルよりも硬さが飛躍的に向上した体温応答性のインジェクタブルコラーゲンを開発した。薬剤送達や組織補てん材として有用であり、医工連携による実証試験を進める予定である。なお、本研究の詳細は引用文献⁽⁷⁾に記述されている。

謝辞

本研究は、科学技術振興機構 A-STEP 探索タイプ（課題番号：AS242Z01905P）の支援を受けて実施された。

（平成26年7月7日受付，平成26年8月18日再受付）

文 献

- (1) Tan H, Marra KG : "Injectable, biodegradable hydrogels for tissue engineering applications", *Materials*, Vol.3, No.3, pp.1746-1767 (2010)
- (2) Schmaljohann D : "Thermo- and pH-responsive polymers in drug delivery", *Adv Drug Deliv Rev*, Vol.58, No.15, pp.1655-1670 (2006)
- (3) Williams BR, Gelman RA, Poppke DC, Piez KA : "Collagen fibril formation. Optimal *in vitro* conditions and preliminary kinetic results", *J Biol Chem*, Vol.253, No.18, pp.6578-6585 (1978)
- (4) Sung H-W, Huang R-N, Huang LLH, Tsa C-C, Chiu C-T : "Feasibility study of a natural crosslinking reagent for biological tissue fixation", *J Biomed Mater Res*, Vol.42, No.4, pp.560-567 (1998)
- (5) Sung H-W, Chang W-H, Ma C-Y, Lee M-H : "Crosslinking of biological tissues using genipin and/or carbodiimide", *J Biomed Mater Res A*, Vol.64A, No.3, pp.427-438 (2003)
- (6) Macaya D, Ng KK, Spector M : "Injectable Collagen-Genipin Gel for the Treatment of Spinal Cord Injury: *In Vitro* Studies", *Adv Funct Mater*, Vol.21, No.24, pp.4788-4797 (2011)
- (7) Yunoki S, Ohyabu Y, Hatayama H : "Temperature-responsive gelation of type I collagen solutions involving fibril formation and genipin crosslinking as a potential injectable hydrogel", *Int J Biomater*, Vol.2013, article ID. 620765 (2013)
- (8) Sundararaghavan HG, Monteiro GA, Lapin NA, Chabal YJ, Miksan JR, Shreiber DI : "Genipin-induced changes in collagen gels: correlation of mechanical properties to fluorescence", *J Biomed Mater Res A*, Vol.77A, No.2, pp.308-320 (2008)

導電材料を用いた電磁波抑制シートの試作

上野 武司*¹⁾ 佐々木 秀勝*¹⁾ 大森 学*¹⁾

Preparation of the electromagnetic wave suppressing sheet using a conductive material

Takeshi Ueno*¹⁾, Hidekatsu Sasaki*¹⁾, Manabu Oomori*¹⁾

Electromagnetic wave suppression sheet used to suppress electromagnetic compatibility of gigahertz region were prepared. Coating calligraphy liquid filter paper, is intended to impart conductivity to the sheet and dried, it was possible to achieve suppression sheet inexpensive and can be produced easily. Measurement of the coaxial tube method and a four-probe method, the conductivity of the sheet is increased by raising the concentration of the solution calligraphy. The measurement of the micro-strip line method, the effect of suppressing the transmission signal is higher sheet has high conductivity. The measurement results of the similar, there is the effect of suppressing the harmonics derived from the signal has the characteristics of the low-pass filter, and transmits a signal of several hundred MHz to suppression sheet.

キーワード：電磁両立性，電磁波抑制シート

Keywords：EMC, Electromagnetic wave suppressing sheet

1. はじめに

電子回路の動作周波数の上昇により，高い周波数の放射妨害波の問題がある。特に，電子機器の電磁両立性（ElectroMagnetic Compatibility，以下，EMC という。）の要求があり，この動作周波数に対し，機器から放出される放射妨害波の測定が義務となっている。電子機器を流通させる場合，EMC 指令が適用される電子機器は EMC の測定及び試験が義務となっている。

EMC における放射妨害波の測定方法は，国際規格により定められている。情報機器を EUT とした場合，国際規格として CISPR22，欧州の規格として EN55022 等があり，日本国内の規制として VCCI 規程がある。また，米国では FCC 規格がある。各測定規格及び規制における上限周波数は，CISPR22，EN55022 及び VCCI 規程では 6GHz，FCC/Part15 は，40GHz となっている。

放射妨害波のノイズ源としては，電子回路基板の配線を通るクロック信号の高調波が考えられる⁽¹⁾。この場合，高調波電流を抑えるために，電子回路基板の配線上に電磁波抑制シートを貼付する方法がある。この電磁波抑制シートとしては，主に以下の3つに分類される⁽²⁾。

(1) 導電性粉末混合体：導電性材料をシート化したもの。電子回路の配線とシートとの間の比誘電率の虚数項を大きくすることにより，配線を通る電流を減衰させる。誘電損失を利用したものである。

(2) 磁性体粉末混合体：フェライト等の磁性体を，樹脂に

混合したもの。電磁波のエネルギーを熱に変換することで，放射妨害波を減衰させる。

(3) $\lambda/4$ 型電波吸収体：抵抗皮膜における放射妨害波の反射を用いたものであり，表面反射波と内部反射波が逆位相になることで，放射妨害波が減衰するものである。

(2) の磁性体粉末混合体は，磁性体の透磁率の特性から，ギガヘルツオーダーの周波数帯の抑制効果は，期待できない。また (3) の $\lambda/4$ 型電波吸収体は，抑制したい妨害波の周波数に合わせてシートの膜厚を制御する必要がある。そのため，狭帯域の電磁波を抑制することを目的としているため，試験品から周波数が決められていない妨害波の抑制には向いていない。そこで，本研究では (1) に分類される導電性粉末混合体に着目し，簡単に入手できる材料で電磁波の抑制効果が高いシートの作製を試みた。導電材料には，書道液を用いた。基材には濾紙を用い，濾紙に導電材料を塗布しシート化することで，電磁波抑制効果があることを見出した。

更に濾紙に導電材料を塗布，乾燥することで電磁波抑制シートを実現した。シートの評価方法は，導電性を測定するために四探針法を用いた。また，シートの材料特性は，同軸管法を用いて測定した。更に，電磁波抑制効果は，マイクロストリップライン法により評価した。これらの評価は都産技研多摩テクノプラザで所有する機器を用いて実施した。

2. 電磁波抑制シートの作製方法

電磁波抑制シートの工程を図1に示す。濾紙には，2種類（1種，5種C）を使用した。日本工業規格では，これらの濾

事業名 平成24年度 基盤研究

*¹⁾ 電子・機械グループ

紙の濾水時間は、1種で80秒以下、5種Cは720秒以下と規定されている。

導電材料は、書道液（株式会社サンフレイムジャパン製）、カーボンブラック（和光純薬工業株式会社製）を使用し、希釈して調整した。

濾紙への導電材料の付着方法は、書道液を純水で薄めた水溶液を調整し、濾紙に塗布した。書道液の濃度は、20, 40, 60, 80, 100 vol/vol%の5種類である。

塗布材料をシャーレに移し、そこに濾紙を浸した。更にもその濾紙を垂直に立て、余分な塗布材料を取り除いた。その濾紙を、60℃に設定した恒温層に1時間放置した。

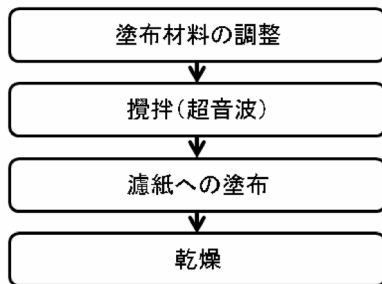


図1. シートの作製工程

3. 電磁波抑制シートの電気的評価方法

シート材料の電気的特性の評価として、以下の3点を実施した。

- (1) 四探針法による導電率の測定
- (2) 同軸管法によるシートの複素誘電率の測定
- (3) マイクロストリップライン法における電磁波抑制効果の測定

3.1 四探針法による導電率評価 四探針法は、シート材料の固有の抵抗率を測定する方法である。使用した機器は、低抵抗率計（株式会社三菱ケミカルアナリティック製、MCP-T610、プローブESP）である。4本のピンを持つプローブ（概略を図2に示す）をシートに押し当てて抵抗率を測定する。外側2本のピンに電流を流し、内側2本のピンで電圧を測定することで、抵抗率を測定する。抵抗率は、体積抵抗率（単位Ω・cm）を測定した。

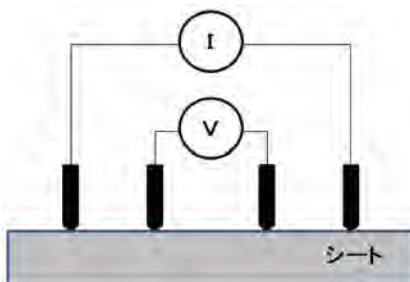


図2. 四探針法の概略図

3.2 同軸管法による材料の周波数特性測定 同軸管法は、材料の複素誘電率及び複素透磁率を測定する方法であ

る。この方法は、同軸管に試料を挿入し、ネットワークアナライザでSパラメータを測定し、更に複素誘電率及び複素透磁率を算出するものである。

測定には同軸管（関東電子応用開発製、CSH2-APC7、ホルダー長5mm）及びネットワークアナライザ（アジレント・テクノロジー株式会社製、E5071C）を使用した。測定の概略を図3に示す。

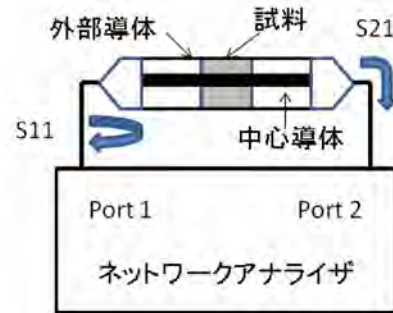


図3. 同軸管測定概略

Sパラメータを測定後、以下の順序（(1)式から（8）式まで）で複素誘電率を算出した。以下の式は、文献⁽³⁾を引用・修正したものである。これらの複素数計算は、Microsoft Excelを用いて実施した。

- (1) 出力電圧 V_1, V_2

$$V_1 = S_{21} + S_{11} \tag{1}$$

$$V_2 = S_{21} - S_{11} \tag{2}$$

- (2) 交換係数： X

$$X = \frac{1 - V_1 V_2}{V_1 - V_2} \tag{3}$$

- (3) 反射係数： Γ

$$\Gamma = X \pm \sqrt{X^2 - 1} \tag{4}$$

- (4) 伝達係数： z

$$z = \frac{V_1 - \Gamma}{1 - V_1 \Gamma} \tag{5}$$

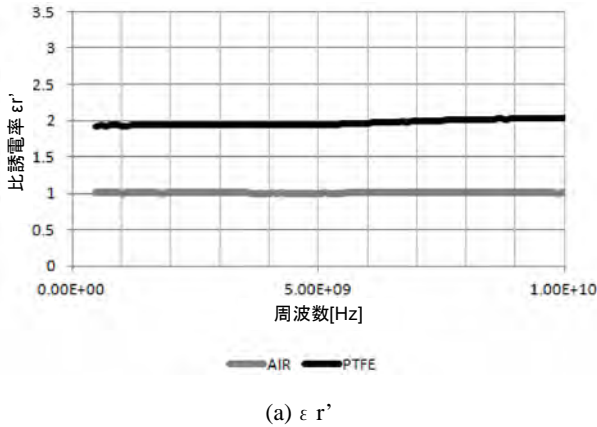
- (5) 複素比誘電率： ϵ_R 、複素比透磁率： μ_{Rm} 、定数： C_1, C_2

$$\frac{\mu_R}{\epsilon_R} = \left(\frac{1 + \Gamma}{1 - \Gamma} \right)^2 = c_1 \tag{6}$$

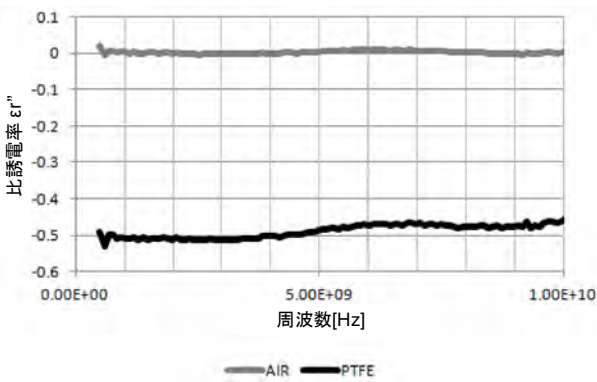
$$\mu_R \epsilon_R = - \left[\frac{c}{wd} \ln(z) \right]^2 = c_2 \tag{7}$$

$$\epsilon_R = \sqrt{\frac{c_2}{c_1}} \tag{8}$$

同軸管に試料を挿入しない状態及びPTFE（フッ素樹脂、厚さ3.1mm）を挿入した状態における比誘電率の計算結果を図4に示す。比誘電率の実数部が、 $\epsilon_r'(\text{空気}) = 1$ 、 $\epsilon_r'(\text{PTFE}) = 2.1$ と一致した。



(a) ϵ_r'



(b) ϵ_r''

図4. 空気及びPTFEの比誘電率

3.3 マイクロストリップラインによる評価 マイクロストリップライン法は、電子回路基板を模擬したマイクロストリップラインに信号を流し、その時の信号の減衰量から電磁波抑制効果の評価するものである。ある周波数の信号が伝達しない場合、その周波数に由来する電磁波が発生しないことから、電磁波抑制がなされる。試験規格は、IEC62333-2, 4.3項で評価方法が示されている。この方法の概要を図4に示す。マイクロストリップラインを、ケーブルによりネットワークアナライザに接続する。ネットワークアナライザの2ポートを使用し、ポート1からポート2に信号を伝達させ、その時のSパラメータS11及びS21を測定して以下の式で抑制効果の評価し、電磁波抑制シートの有無による伝送を評価した。

$$R_p = -10 \lg \left[\frac{10^{S_{21M}/10}}{1 - 10^{S_{11M}/10}} \right] \quad (9)$$

使用した機器は、マイクロストリップライン（キョコム株式会社製，TF-18F）及びネットワークアナライザ（アジレント・テクノロジー株式会社製，E5071C）である。シートをマイクロストリップライン上に配置し，SパラメータS11及びS21を測定した。測定周波数は500MHz～10GHzとした。この減衰から抑制効果の評価した。

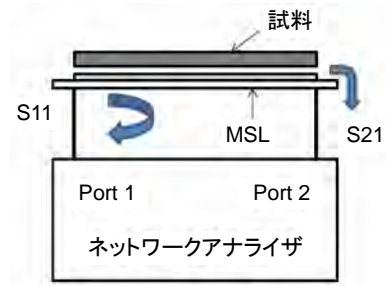


図5. マイクロストリップライン法の概要

4. 実験結果

作製工程にしたがい、シートを作製した。シートの例を図6に示す。



図6. 試作したシート

4.1 シートの体積抵抗率 書道液濃度と体積抵抗率との関係を図7に示す。書道液の濃度が高くなると、体積抵抗率が低下した。

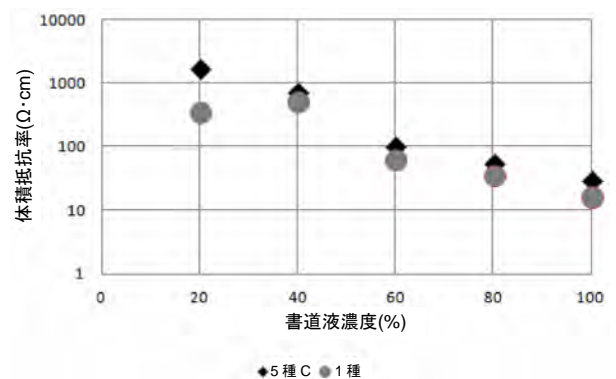


図7. 書道液濃度に対する体積抵抗率

4.2 シートの比誘電率 同軸管法によるシートの比誘電率の計算結果を図8に示す。書道液の濃度が高くなると、比誘電率の実数部は高くなった。また虚数部は、高くなっている。この虚数部は、 $\tan \delta$ と同意であり、大きいと導電性と高まる。

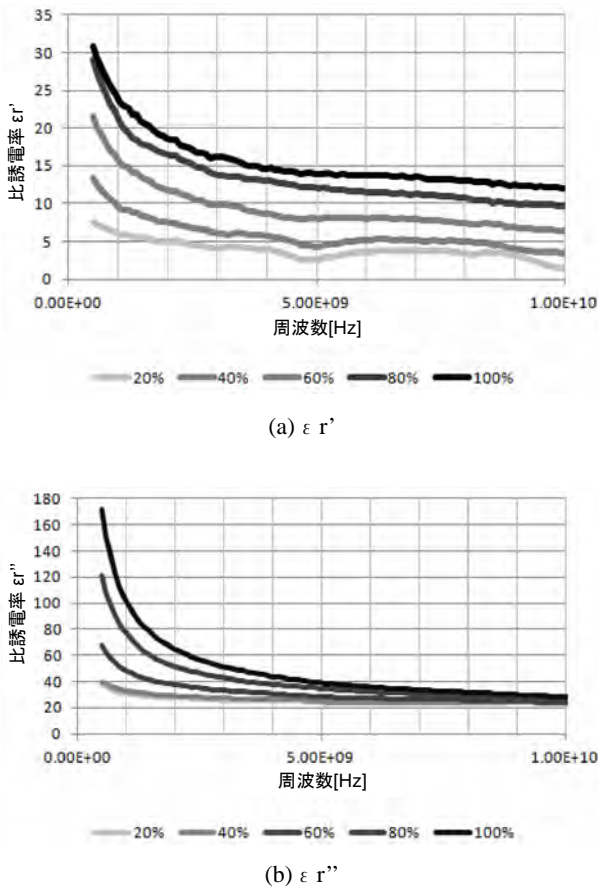


図 8. シートの比誘電率

4.3 シートの抑制効果 マイクロストリップラインによる測定結果を図 9 に示す。書道液濃度が高くなると、抑制効果が大きくなっている。等価回路を図 10 に示す。

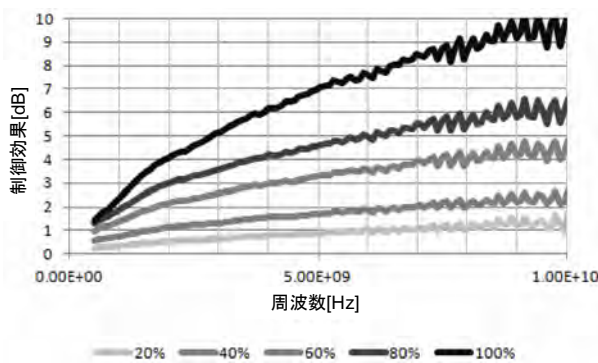


図 9. 書道液濃度に対する抑制効果

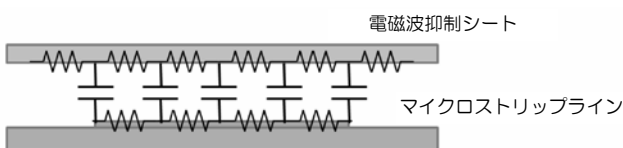


図 10. 電磁波抑制シートにおける等価回路

マイクロストリップラインと抑制シート間に生じる静電容量から、ローパスフィルタとして機能することが考えられる。書道液濃度を高めると、抑制効果が向上しているが、誘電率及び導電率の上昇が関係していることが推測される。

5. まとめ

濾紙に書道液等、簡単に入手できる導電材料を塗布することで電磁波抑制シートが実現できた。シートの作製方法は濾紙に塗布し乾燥するだけであり、簡易的な方法である。また、導電性の評価として四探針法による測定を行った。シートの材料特性は、同軸管法を用いて評価した。電磁波抑制効果の評価はマイクロストリップライン法で実施した。

書道液の濃度を変えた場合、濃度が高くなると体積抵抗率が下がった。それに対して、抑制効果が向上していた。書道液の成分と抑制効果との関係を明確にすることが、今後必要になると考えられる。

多摩テクノプラザで所有する機器を用いてこれらが評価できた。電磁波抑制効果の評価に関する技術支援に役立てることが可能となった。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 12 日再受付)

文 献

- (1)ヘンリーW オットー：「EMC 工学実践ノイズ低減技法」, 東京電機大学出版, p.288 (2013)
- (2)橋本修：「電波吸収体の技術と応用」, CMC 出版, pp.7-47 (2004)
- (3)A. M. Nicolson, G. F. Ross : “Measurement of the Intrinsic Properties of Materials by Time-Domain Techniques”, IEEE Transaction on Instrumentation and Measurement, Vol.IM-19, No.4, pp.377-382 (1970)

論文

ノイズ対策を施した産業用コンピュータの開発

佐野 宏靖*¹⁾ 佐藤 研*¹⁾ 高橋 文緒*¹⁾ 山下 俊紀*²⁾ 時川 昌大*²⁾

Development of industrial computer that countermeasure against noise

Hiroyasu Sano*¹⁾, Ken Sato*¹⁾, Fumio Takahashi*¹⁾, Toshinori Yamashita*²⁾, Akihiro Tokikawa*²⁾

In recent years, the demand for speeding up the data transmission is growing because the volume of data communication for electronic products has been increasing every year. With the speeding up of data transmission, the problem of radiation noise is becoming salient. Therefore, it is an important issue to reduce the noise within the regulated value in the standard applied for the products. It is important to take measures to reduce the radiation noise from the design stage because the possibility of protection measures is limited after finishing of the products. In this study, the target of development has been shifted to the products corresponding to a stricter regulation of VCCI/FCC CLASS B from the regulations CLASS A for the industrial computers for high density and high-speed communication designed and marketed by Sanritz Automation Co., Ltd. Through this study, we pursue to expand the scope of adaptation to the product standard and to accumulate practical design rules for EMC countermeasure.

キーワード：放射ノイズ，近傍界測定，リターン電流

Keywords：Radiation noise, Near field measurement, Return current

1. はじめに

近年，電子製品のデータ通信量は年々上昇しており，通信速度の高速化が求められている。通信速度の高速化に伴い，放射ノイズの問題が顕著となるため，製品に適応される規格の規制値内にノイズを抑えることが重要な課題となっている。製品完成後では，可能な放射ノイズ対策に限りがあるため，設計の段階から対策を施すことが重要である。

本研究では，サンリツオートメーション株式会社が設計・販売している高密度実装・高速通信の産業用コンピュータを対象に，VCCI/FCC 規制（放射ノイズ規制）CLASS A から，規制のより厳しい CLASS B に対応した製品開発することを目的とした。本研究により，製品の規格適合範囲の拡大及び実用的な EMC 対策設計ルールの蓄積を目指した。

2. 開発内容

2.1 産業用コンピュータの概要 開発した産業用コンピュータボードを図 1 に示す。製品の概要は以下の通りである。

- ・基本構成 CPU, DDR3 SO-DIMM, HDD, Intel Chipset
- ・基板情報 基板層数：10, 部品数：約 1800, ネット数：約 2000
- ・主な外部通信規格及びケーブル本数 CompactPCI I/F,

USB ポート四つ，ギガビットイーサ二つ，COM ポート二つ，VGA 一つ，PS/2 マウス・キーボード各一つ



図 1. 開発した産業用コンピュータボード

2.2 開発の流れ 既存製品のノイズ源を特定し，CLASS B に適合させるためのノイズ対策を行う。本研究では以下のような手順で測定及び解析を行い，対策を施した製品を開発した。

- (1) 既存基板測定によるノイズ源及び伝搬経路の特定
 - ・ IC の動作周波数高調波と遠方界測定結果の比較
 - ・ 近傍界測定
 - ・ オシロスコープを用いた FFT 測定
- (2) 既存基板測定結果からノイズ要因を推測
- (3) シミュレータによる対策内容の検討
 - ・ 放射ノイズ設計ルールソフトによるチェック
 - ・ 電磁界シミュレータによる対策効果の検証
- (4) 改版基板を測定し効果の確認
 - ・ 近傍界測定
 - ・ 遠方界測定

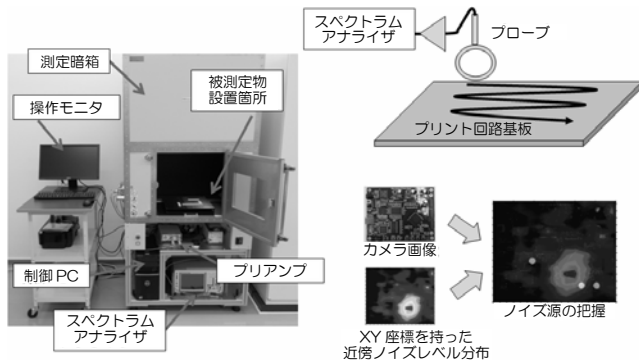
事業名 平成 24 年度 共同研究

*¹⁾ 電子・機械グループ

*²⁾ サンリツオートメーション株式会社

3. 測定方法

3.1 近傍界測定 近傍界測定では、磁界用プローブ（NEC エンジニアリング製，MP-10L）で被測定基板を走査し、スペクトラムアナライザで各位置におけるノイズレベルを測定する。XY 座標をもった近傍ノイズレベル分布画像とカメラ画像を重ね合わせることで、どの IC がノイズ源であるか、どのように伝搬しているかを把握する。近傍界測定装置（FDK 製，NES-300）外観及び測定概要を図 2 に示す。本測定では、プローブの走査を 5mm ステップで、基板及び実装部品からプローブまでの距離が一定（0.1mm）となるようにする。



(左) 装置外観 (右上) 測定概要 (右下) 測定結果
図 2. 近傍界測定

3.2 オシロスコープを用いた FFT 測定 この測定では、オシロスコープ（Agilent 製，DSAX92804A）を用いて、CH1（ノイズ源）と CH2（ノイズ伝搬先）の同期を測定し、FFT 測定により CH1 と CH2 が同様のスペクトラムであることを確認することで、ケーブルに伝搬するノイズのノイズ源を特定する。測定プローブには、被測定物のインピーダンスを乱さず測定できる、差動のハイインピーダンスプローブ（Agilent 製，N2751A）を使用する。

3.3 遠方界測定 多摩テクノプラザ 3m 法電波暗室で放射エミッション試験を行う。測定方法を図 3 に示す。

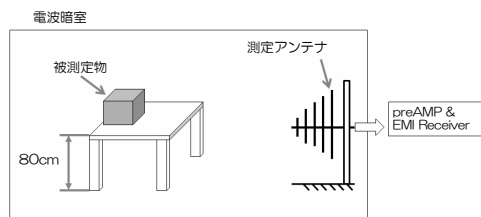


図 3. 遠方界の測定（放射エミッション試験）

放射エミッション試験は 5 面電波暗室を用いて、被測定物から 3m 遠方にパイログアンテナを置く。測定帯域は 30MHz～1,000MHz である。アンテナ高さは 1m～2.5m に 0.5m 刻みで上下させながら被測定物をターンテーブル上で 360° 回転させ、水平偏波及び垂直偏波の最大電界強度を観測する。電源は 3 極の電源ケーブル経由で床面から AC100V を供給し、筐体 FG を接地させる。LAN ケーブルの対向器として HUB 経由でノート PC を接続し通信させる。被測定物設置状況を図 4 に示す。

放射エミッション試験では、実使用で発生する最大ノイズ条件で試験を行う。消費電流が増えるとノイズも増えるため、最大負荷状態で試験を行う。そのため、被測定物にインストールした PC に負荷を与えるソフト（WST 1.5 ウルトラエクス製）を使用して、計算量を増やす（CPU，FPU，MMX，2D グラフィックス，3D グラフィックス，シリアルポート，メモリ，ハードディスクの負荷率 90%）。また、USB の CF カードには常にアクセスするよう、ファイル書き込みを常時行う。

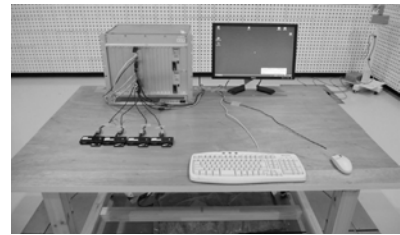


図 4. 被測定物設置状況（アンテナ正面側）

4. 結果と考察

4.1 既存基板の測定

(1) IC のクロック周波数の高調波と遠方界測定結果の比較 製品基板上にある各 IC のクロック周波数の高調波と放射ノイズレベルが大きい周波数を照らし合わせる。一致した場合、その IC による高調波ノイズの可能性が高い。IC のクロック周波数の高調波と遠方界測定結果を図 5 に示す。既存基板は 300MHz 以上のノイズが顕著であった。図 5 より、ピークがでている 933MHz については IC1 と IC3 の高調波であると推測できる。

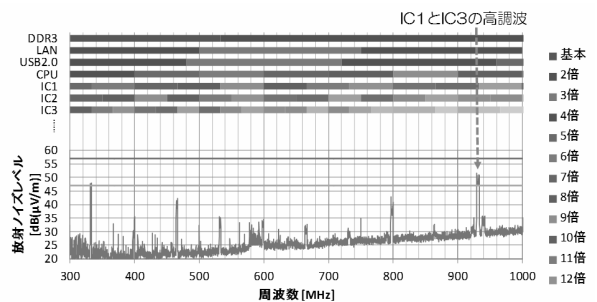
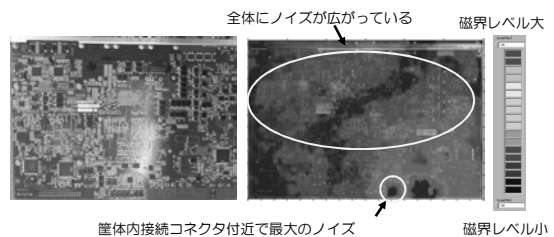


図 5. IC のクロック周波数の高調波と遠方界測定結果

(2) 近傍界測定 933MHz の近傍界磁界測定結果を図 6 に示す。図 6 より、筐体内接続コネクタ付近で大きなノイズが発生していることが確認できる。また、ノイズが基板全体に広がっているようにみえる。



筐体内接続コネクタ付近で最大のノイズ
(左) Bottom 側からみた基板 (右) 測定結果

図 6. 近傍磁界測定結果（933MHz）

(3) オシロスコープを用いた FFT 測定 遠方界測定により，LAN ケーブルのノイズが確認できていたため，ノイズ源と推定される IC3 を CH1 に接続し，LAN ケーブルに伝搬するノイズを CH2 に接続し，オシロスコープで測定した。IC3 のクロック信号測定結果を図7に示す。図7より，CH1 と CH2 が同期していることが分かり，933MHz のスペクトラムも観測された。このことから，ノイズ源は IC3 のクロック信号であることを特定した。

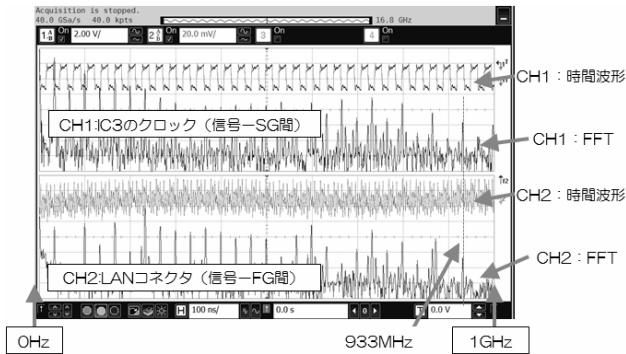


図7. オシロスコープによる FFT 測定

4.2 ノイズ要因の推測 上記測定結果より，ノイズが大きい IC3 と接続している配線を CAD 上で確認した。その結果，配線状況から引き起こされる主要なノイズ要因は以下の2点であると推測した。ノイズ発生メカニズムについて以下に記す。

(1) リターンパス分断 リターンパス分断とは，信号線の電流パスと GND (リターン線) の電流パスが離れている状態をいう⁽¹⁾。信号線と GND が近ければ，外部に漏れ出る電磁界成分が相殺されるが，これが離れている場合，相殺される電磁界成分が少なくなり，外部に漏れてしまう。これが大きなノイズとなり，基板やケーブルをアンテナとして放射ノイズが遠方界にみえる。

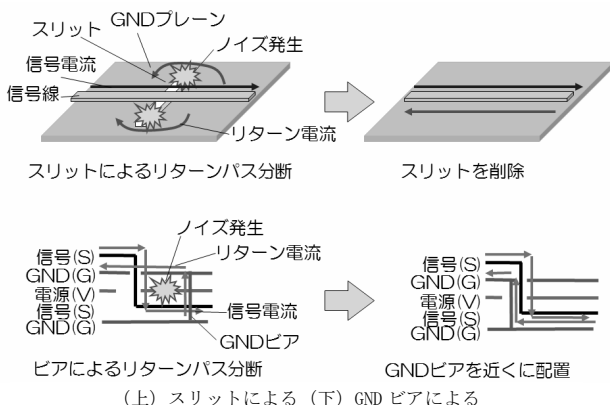


図8. リターンパス分断ノイズ発生メカニズム

特に電源プレーン，グランドプレーンを貫通する信号線ビアのリターン経路確保が見逃しがちである。信号線ビア近くに GND ビアを置かないと前述の理由でノイズが大きくなる。そのため，図8のように GND ビアを配置しているか設計段階で対策を施す必要がある。

(2) 筐体内接続コネクタの GND 構造の不連続 筐体内

接続コネクタのグランド構造が変化することでコモンモードノイズが発生し，放射ノイズに大きな影響を及ぼす⁽²⁾。一般的に，基板から発生する放射ノイズは，金属筐体に囲まれているとシールド効果により放射ノイズレベルは少なくなる。しかし，ケーブルが基板に接続されている場合，筐体内接続コネクタから発生したノイズが，基板もしくは筐体を經由してケーブルに伝搬し，筐体外に放出することもある(図9)。

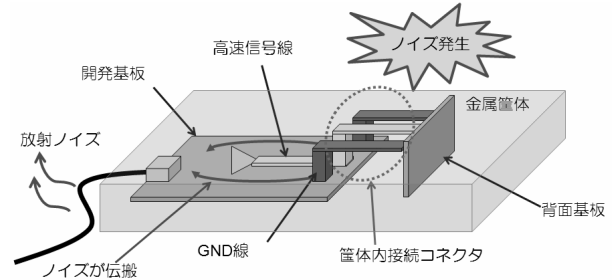


図9. 基板対基板接続コネクタのGND構造の不連続によるノイズ発生メカニズム

4.3 主な対策内容

(1) リターンパス分断の解消 放射ノイズ設計ルールソフト (NEC 情報システムズ製，DEMITASNX) を用いて，リターンパス分断が発生している部分についてチェックを行い，解消した。

高速信号線のリターン電流パスを確保を容易にするため，層構成を変更(2層目，9層目にベタ GND をおく)した。本基板は高密度基板であり，GND 面積が十分にとれないところもある。そのため，GND プレーンだけではなく，電源プレーンもリターン電流パスとして利用した。電源プレーン上のリターン電流パスを確保するため，バスコンを配置，電源プレーンのスリットの削除を行った。対策前後の配線を図10に示す。チェックエラーが多い場所を色で確認できる。他の箇所にも同様の対策を施し，50MHz 以上の信号線リターンパス分断チェック項目においては，チェックエラーを0個とした。

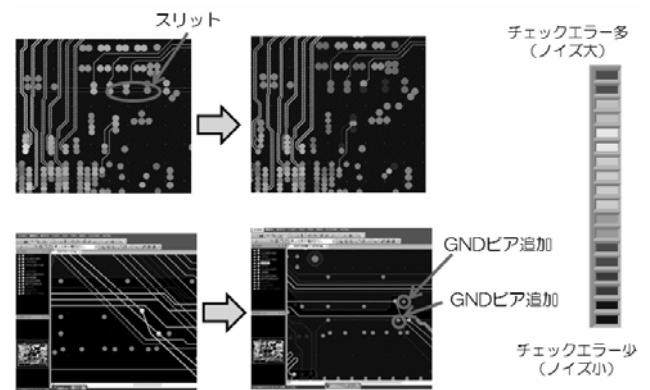


図10. 放射ノイズ設計ルールソフトによるチェック結果の比較

ただし，50MHz 未満の信号は，基板面積の都合で改善できないところもあったが，経験上懸念される箇所のみ対策を施し，その他のチェックエラーは許容した。

(2) 筐体内接続コネクタの GND 強化 ノイズ対策の基本である発生源からのノイズを小さくするため、コモンモードノイズの発生源であるコネクタのGNDを強化する方法を行った。IEC61076-4-101 準拠の CompactPCI コネクタには、GND ピン以外に面形状の GND シャーシがある。このシャーシはコネクタの上面にしかないので、下面にも追加することとした。このことにより、高速信号線ピンに対する GND 構造を強化できた。

この GND 構造を強化する対策について、リターン電流のふるまいがどのように変化するか確認するため、簡易的な基板において、筐体内接続コネクタの GND 構造を 3 パターンに変化させた時の表面電流分布解析 (CST 製、電磁界シミュレータ: MW STUDIO) を行った。図 13 に 933MHz の表面電流解析結果を示す。TYPE1 は GND ピン一つ、TYPE2 は GND ピンを信号線ピンの両脇に二つ、TYPE3 は GND ピンを信号線ピンの両脇に二つおき GND 面で囲ったものである。信号発生基板 (2 層) と背面基板 (1 層) を接続するコネクタは、高さ 10mm のピンヘッダを想定している。なお、背面基板には 65 Ω の終端抵抗が実装されている。

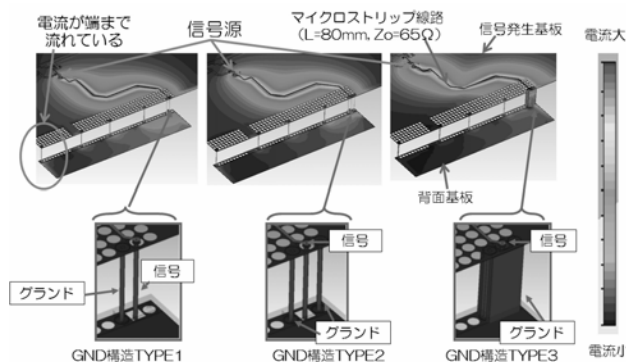


図 11. 表面電流分布解析の比較 (933MHz)

図 11 より、TYPE1 の方が背面基板の端まで電流が流れていることが分かる。これは、TYPE1 のコネクタのグラウンド側インピーダンスがグラウンドピン部分で高くなるため、他の低いインピーダンス部分を経由すると考えられる。TYPE3 は十分にグラウンド側のインピーダンスが低いため、背面基板の左側には電流が流れていない。この結果より、電流の広がりが抑えられ、ノイズが基板端面に伝搬しにくくなっていると考えられる。

4.4 改版基板の測定

(1) 近傍界測定 リターンパス分断を極力抑えた改版基板に、コネクタの GND 構造を強化した効果を確認するため、近傍磁界測定を行った。背面基板は他の基板との通信と電源を供給する基板であるので、背面基板をはずすと開発基板は動作しない。そのため、信号発生器 (S.G) から信号波形 (33MHz のクロック) を信号線に接続した。その時、966MHz の近傍磁界測定結果を図 12 に示す。S.G の発生するクロック波形は歪みが少なく、近傍磁界の測定では 33MHz の偶数次高調波は発生しなかったため、奇数次高調波の 966MHz で観測した。図 12 より、コネクタの GND 構

造を強化する対策によりノイズの伝搬が抑えられていることが確認できた。

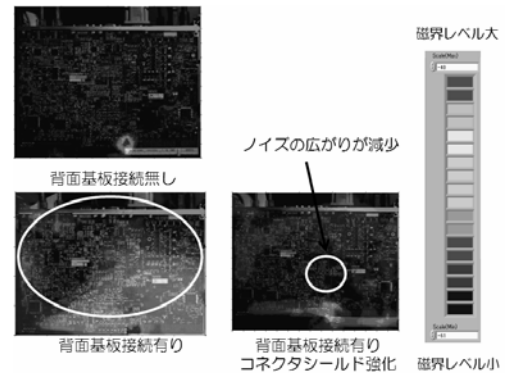
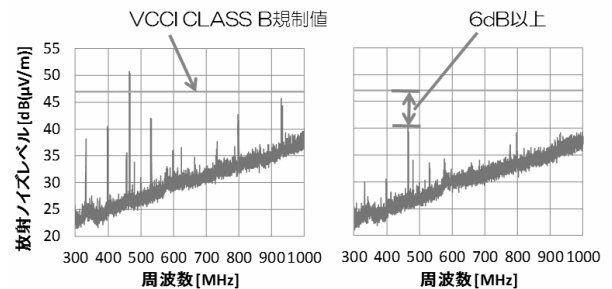


図 12. 基板 Bottom 側の近傍界測定結果 (966MHz)

(2) 遠方界測定 改版基板において、筐体内接続コネクタの GND 構造を強化した時の対策効果を図 13 に示す。この結果より、VCCI CLASS B の規制値より 6dB 以上のマージンがあることが分かる。



(左) コネクタの GND 強化前 (右) コネクタの GND 強化後

図 13. 遠方界 (3m 電波暗室) の測定結果

5. まとめ

遠方界測定結果から問題となる周波数を確認し、近傍界測定及び FFT 測定により、ノイズ源を実測データに基づき特定した。その後、放射ノイズ設計ルールソフトや電磁界シミュレータを用いてノイズ抑制効果を確認した。これらの結果を設計に反映させ、今回の開発した実機の測定でもノイズ抑制効果があることを確認した。

本研究の結果、VCCI CLASS B の規制値より、マージンを持った製品開発することができた。

製品は平成 25 年 10 月より販売している。また、CLASS B へと規格適合範囲が広がったことで、より広い分野へ販路を拡大することが可能となった。本研究結果は、社内及び都産技研の EMC 設計対策ルールとして蓄積することができた。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 11 日再受付)

文 献

- (1) 原田高志:「プリント回路板の EMI 発生メカニズムとモデリング (EMC 基礎講座第 17 回)」, エレクトロニクス実装学会誌, Vol.6, No.7, pp.610-615 (2003)
- (2) 貞利章文, 酒井陽平, 渡辺哲史, 豊田啓孝, 五百旗頭 健吾, 古賀隆, 和田修己:「コモンモードアンテナモデルによるコネクタ接続されたプリント回路基板からの放射電磁波予測」, 信学技報 EMCJ2007-9, pp.49-54 (2007)

論文

多面体サンドイッチコアパネルの形状による機械的性質への影響

高橋 俊也*¹⁾ 西川 康博*¹⁾ 阿保 友二郎*¹⁾

Influence of the structure of polyhedron sandwich-core panel on mechanical properties

Shunya Takahashi*¹⁾, Yasuhiro Nishikawa*¹⁾, Yujiro Abo*¹⁾

The structure of the sandwich core was improved in this study to develop a high rigidity sandwich core hard to peel off between the skin and core material. A sandwich core has been prepared by bonding the plates with polyhedron unlevel structure. Because the area for bonding is larger than that of honeycomb, the sandwich core is hard to peel off from the skin material. The bending test results show that, the panel using the sandwich core developed in this study has higher rigidity than the honeycomb panel. Results of the compressive test show that the developed sandwich core may have the shock absorbing performance.

キーワード：サンドイッチ構造，高剛性，セル構造

Keywords：Sandwich structure, High rigidity, Cellular structure

1. はじめに

現在，様々な分野において製品の軽量化が要求されている。製品の軽量化を達成するためには比強度に優れた材料の採用，あるいはハニカムパネルや多孔質材料のような軽量，高剛性を兼ね備えた構造を採用する方法がある。特にハニカムパネルは航空機や鉄道車両の床のような交通機械から，家具であるテーブルの天板まで幅広い分野で使用されている。ハニカムパネルはコア材であるハニカムの両端面にスキン材を接着することで作製される。ハニカムパネルの曲げ剛性はスキン材の曲げ剛性によるものであり，コア材であるハニカムの曲げ剛性はハニカムパネルの曲げ剛性は計算する際に一般的に無視される⁽¹⁾ほど低い。

更に，ハニカムパネルの課題として，曲げ変形を受けた際にコア材であるハニカムとスキン材が剥離しやすいことが挙げられる。これはハニカムとスキン材の接着面積が小さいことが原因と考えられ，スキン材との接着面積を増加することによって曲げ強さの向上が見込まれる。

そこで本研究では内部のコア材の形状を改良し，コア材とスキン材の接着面積を増加させると共に，コア材自身に曲げ剛性を与えた。コア材の形状として，なるべく製造コストの安いプレス成形で製造可能な形状にすることが望ましい。そこでコア材を図1のような規則的な凹凸を持つ形状とした。この凹凸形状は図2に示す空間充填構造であるケルビン14面体を半分にカットした形状である。異方性が無いため，パネル材にした際に曲げ，圧縮の両方に対応可能であると考えられる。

最終的に多面体サンドイッチコア材の形状による曲げ特

性，及び圧縮特性について検討を行い，ハニカムパネルよりも曲げ変形に強いサンドイッチコア材を開発した。

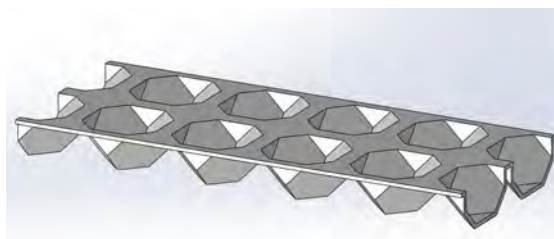


図1. 多面体サンドイッチコア

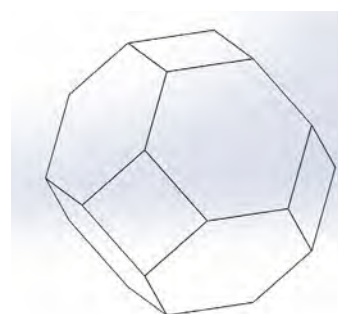


図2. ケルビン14面体構造

2. 形状と曲げ剛性の検討

2.1 解析条件 解析モデルの作製及び有限要素解析には Solidworks2013 を用いた。解析モデルの形状は図3に示すように，幅方向に中空の多面体が4個，長さ方向に10個，厚さ方向には凹凸板を3層接着したものに0.3mmのスキン材を接着したものとした。解析は静荷重解析である。計算負荷低減のため，長さ方向と幅方向で対称条件を使用し，1/4モデルでの解析を行った。長さ方向の中央部に強制変位

事業名 平成25年度 基盤研究

*¹⁾ 電子・機械グループ

1mm を与え、中央部の反力の合計から曲げ剛性を求めた。

曲げ剛性 EI を求める式は、3 点曲げのたわみの式、

$$\text{たわみ } \delta = (Pl^3) / (48EI)$$

を変形して、

$$\text{曲げ剛性 } EI = (Pl^3) / (48\delta)$$

から求めた。P は曲げ荷重、l は支点間距離、 δ は長さ方向の中央のたわみである。更に板厚、セルサイズ、加工間隔を変更すると試験片全体の幅が変わるので、試験結果を幅で除して単位幅当たりの曲げ剛性で評価を行った。以後、本研究では単位幅当たりの曲げ剛性を単に曲げ剛性（単位・N・mm）と呼ぶことにする。

今回の有限要素解析では図 4 に示すような多面体形状の大きさであるセルサイズ、多面体形状の板厚、多面体形状の間隔である加工間隔を変化させた。セルサイズ 6mm、板厚 0.3mm、加工間隔 0.1mm のモデルを基本のモデルとし、これらのセルサイズ、板厚、加工間隔をそれぞれ単独で表 1 のように変化させて形状と曲げ剛性の関係について検討を行った。

2.2 曲げ解析結果 形状と曲げ剛性の関係について図 5 から図 7 に示す。板厚が増加するにつれて、曲げ剛性が増加するが、それに伴い、重量も増加する。セルサイズについては、セルサイズが大きくなるにつれてサンドイッチパネル全体の厚さが増加するため曲げ剛性が向上した。加工間隔については、加工間隔が増加するにつれて、軽量になるが曲げ剛性には影響がなかった。

2.3 試験体の製造とコア形状の改善 スキン材とコア材との剥離を検討するため、インクジェット式三次元造形装置 Connex500 を使用して、曲げ試験体を製作した。モデル材は UV 硬化アクリル系樹脂 FullCure 840 VeroBlue を使用した。コア材の接着及びコア材とスキン材の接着には Scotch-Weld DP-8010 クリアを使用した。図 8 のように凸部同士を突き合わせて接着を試みた。しかし、製造した試験体の反りが原因で加圧時に凸面が凹面にずれ落ちる不具合が発生した。そこで、コア材の形状の改善として、図 9 のように凸面と凹面を接着して、2 枚の凹凸板を使用して、コア材の 1 層を製作することによって、製造時の不具合の発生を防止した。凹凸を組み合わせることで、1 層のコア材が、穴空き板のスキン材を接着したサンドイッチパネルになるため、曲げ剛性が更に向上すると考えた。3 点曲げの有限要素解析を行ったところ、改善案で 0.3mm のコア材を使用したものと、0.6mm の改善前のコア材を使用したものを比較すると、曲げ剛性が 23300N・mm から 23600N・mm に向上し、コア材の改善によって曲げ剛性の向上が確認できた。そのため、本研究では改善後の形状を採用した。

2.4 曲げ試験 曲げ試験は株式会社エー・アンド・デー社製のテンシロン RTC-1325 を使用した。試験条件は支点間距離 160mm、試験速度 5mm/min で行った。本研究での開発材及びハニカムパネルに対して曲げ試験を行った。開発材はセルサイズ 6mm、板厚 0.3mm、加工間隔 1.0mm である。図 9 に示した開発材の 1 層当たりの厚みは 3.6mm であ

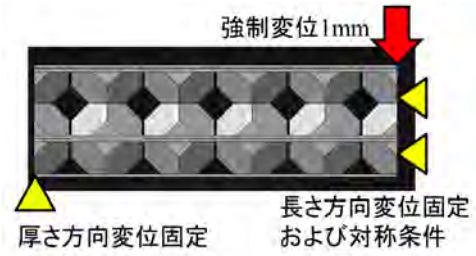


図 3. 解析モデル及び解析条件

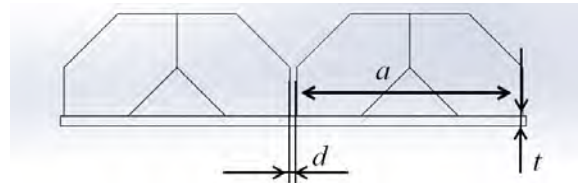


図 4. 設計パラメーター

表 1. 解析に使用した設計値

板厚 t (mm)	0.3, 0.4, 0.5, 0.6
セルサイズ a (mm)	4, 6, 8, 10
加工間隔 d (mm)	0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 1.0

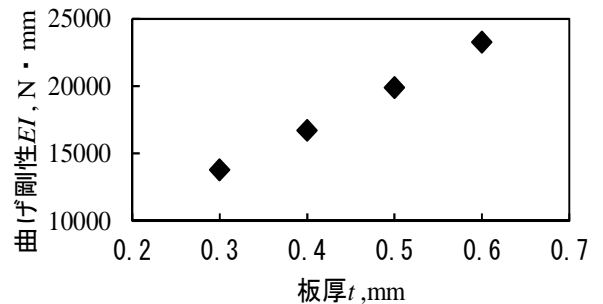


図 5. 板厚と曲げ剛性の関係

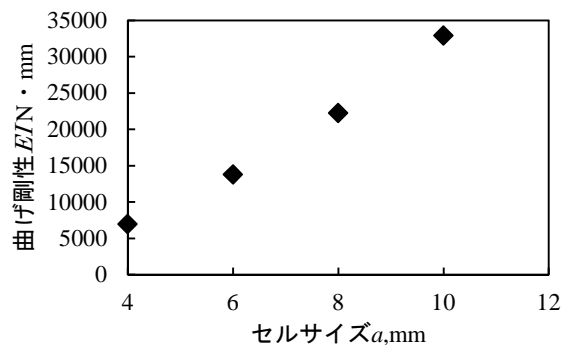


図 6. セルサイズと曲げ剛性の関係

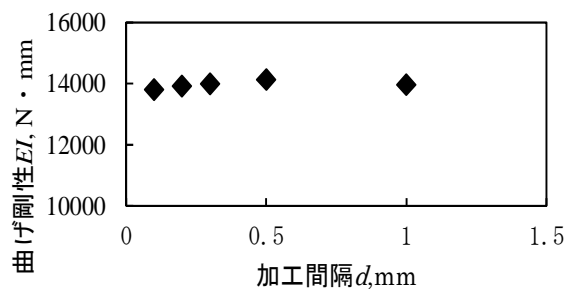


図 7. 加工間隔と曲げ剛性の関係

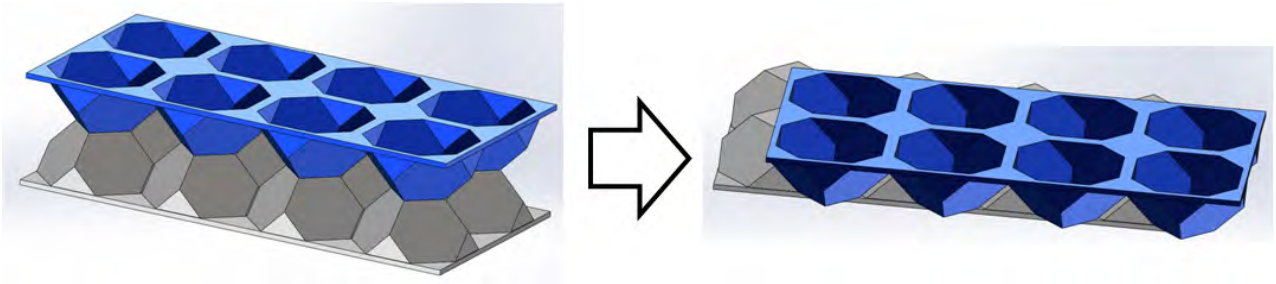


図8. 接着時の不具合

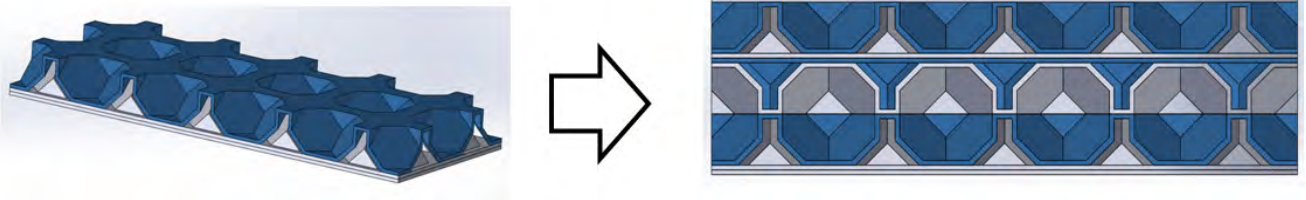


図9. コア形状の改善

り, それを3層接着し, 表面に0.3mmのスキン材を接着した。ハニカム形状は図10に示すようにセルサイズは6mm, 板厚は0.3mm, ハニカムコアの高さ10.8mmのものを使用し, 表面に0.3mmのスキン材を接着した。それぞれ0.3mmのスキン材を接着し, 試験体の状態調節は室温23℃, 湿度50%の環境下に48時間以上放置した。試験体の本数はそれぞれ5本である。

曲げ試験の結果を図11に示す。ハニカムパネルとの曲げ剛性の平均値を比較すると, ハニカムパネルの曲げ剛性は7550N・mm, 開発したコア材の曲げ剛性は13100N・mmであり, コア材の曲げ剛性を高めることによって, 曲げ剛性をパネル全体の1.74倍に向上させることができた。また, 曲げ試験の荷重についてハニカムはスキン材の剥離により, 最大荷重以降は急激に荷重が低下する破壊形態であったが, 開発材の場合, 最大荷重以降は徐々に荷重が低下するハニカムよりも破壊形態となった。図12のようにコア材の内部が破壊することによって急激な荷重の低下を防止することができたと考えられる。

3. 形状と圧縮強さの検討

圧縮試験には株式会社島津製作所製オートグラフAG-100kNXを使用した。開発材は多面体がかみ合った状態で接着されており, コア材が強固に拘束されているためスキン材の有無は圧縮特性には影響は受けない。このためスキン材を接着せずにコア材のみで圧縮を行った。

試験は板厚の影響の検討には板厚を0.3, 0.5, 0.7mmの3水準とし, セルサイズ6mm, 加工間隔0.1mmの試験体で行った。セルサイズの影響を検討する場合には, セルサイズを6, 8, 10mmの3水準とし, 板厚は0.3mm, 加工間隔は0.1mmとした。加工間隔の影響の検討には, 加工間隔0.1, 0.5, 1.0mmの3水準とし, 板厚は0.3mm, セルサイズは6mmとした。

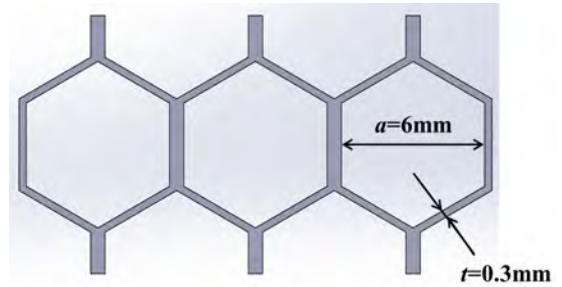


図10. ハニカムコアの形状

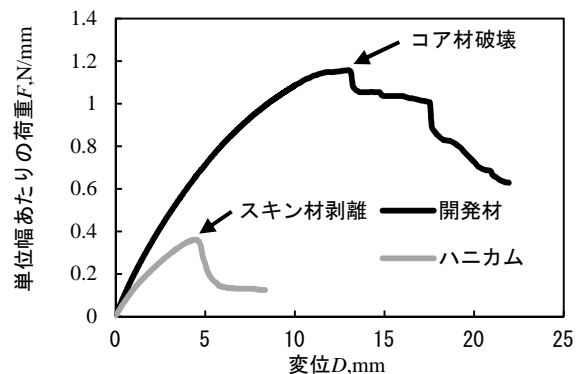


図11. 曲げ荷重-変位線図

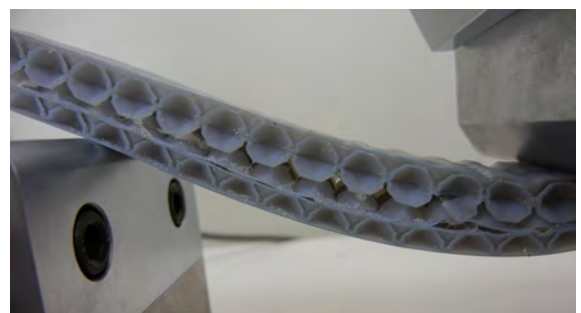


図12. 曲げ試験における開発材の破壊形態

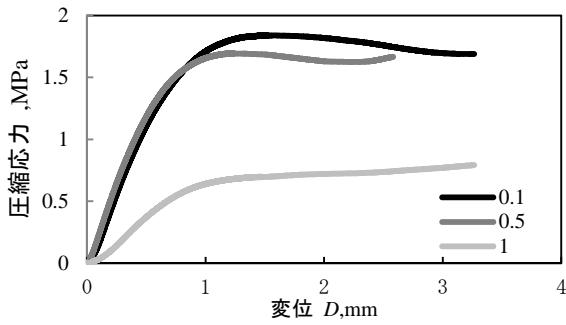


図 13. 加工間隔と圧縮特性の関係

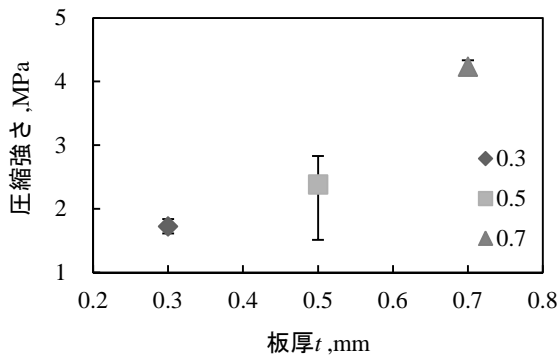


図 14. 板厚と圧縮強さの関係

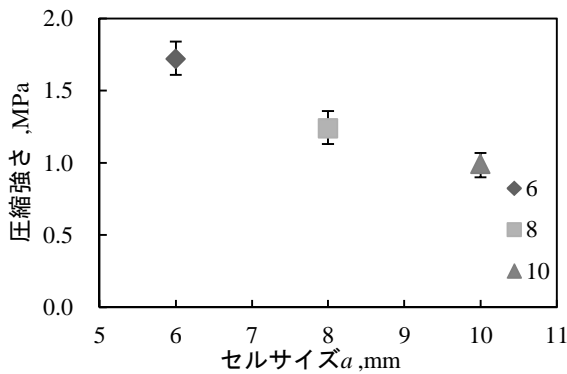


図 15. セルサイズと圧縮強さの関係

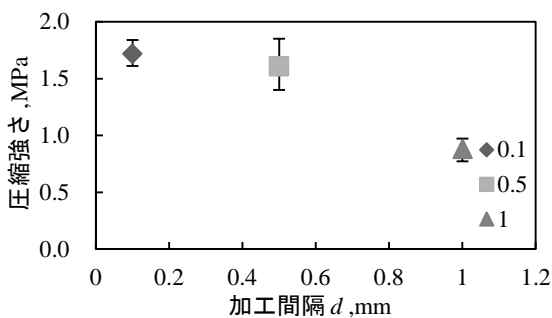


図 16. 板厚と加工間隔の関係

図 13 に加工間隔と圧縮特性の関係について示す。圧縮時に応力一定で変形するプラトー領域が確認できたことから、開発材は衝撃吸収能も期待できる。加工間隔を大きく取り過ぎると極端に圧縮強さが低下することが分かった。これは多面体と接触していない拘束の弱い部分の割合が増加するため、構造として不安定になり、座屈が発生しやすくなるのが原因と考えられる。そのため、実際に加工を行う際には加工間隔は狭める必要がある。

図 14 に板厚と圧縮強さの関係を示す。この結果より、板厚の増加に伴い、圧縮強さも高くなる。図 15 に圧縮強さとセルサイズの関係を示す。この結果から、セルサイズの増加に伴い圧縮強さは低下する。図 16 に圧縮強さと加工間隔の関係を示す。加工間隔 0.1mm と 0.5mm の結果を比較すると、圧縮強さの平均値が減少し、ばらつきも大きくなる。これは構造の不安定な試験体の割合が増加することが原因であると考えられる。加工間隔 0.5mm と 1.0mm の結果を比較すると、1.0mm の場合は圧縮強さが大きく低下するが、ばらつきが小さくなる。これは加工間隔が 1.0mm の場合、構造が不安定な試験体のみになるため、ばらつきが少なく、圧縮強さが大きく低下すると考えられる。

4. まとめ

本研究により得られた成果を以下に示す。

- ・同一厚さのハニカムパネルよりも曲げ剛性の高いコア材が開発できた。
- ・開発材の曲げ変形による破壊時には、スキン材との剥離は発生せず、コア材内部で破壊が発生した。破壊後は徐々に荷重が低下する破壊形態となった。
- ・圧縮試験の結果から、開発したコア材はプラトー領域が確認できた。

今後はプレス加工によって実際にサンドイッチコア材を製造すると共に、自動車のバンパービームのように曲げ剛性と衝撃吸収特性が必要な部材として使用を提案する。また、吸音特性についても検討を行い、建築部材など適用分野の拡大を目指す。

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

文 献

- (1)大塚正久訳：「セル構造体 多孔質材料の活用のために」, 内田老鶴圃, pp.334-336 (1993)

防護服の不織布化

長尾 梨紗*¹⁾ 榎本 一郎*¹⁾ 窪寺 健吾*¹⁾

Manufacture of nonwoven fabrics from protection suits

Risa Nagao*¹⁾, Ichiro Enomoto*¹⁾, Kengo Kubotera*¹⁾

In order to recycle the protection suits, nonwoven parts of protection suits were recarded using the opener and then the needle punched nonwoven fabrics were produced with the obtained recarded fiber. It was suggested that recarded fiber size could be changed by controlling the material feeding speed and the material tearing speed of the opener. Also recycle rate has been increased by adjusting the recarded fiber size. However, the tensile strength of polyester/recarded fiber nonwovens has decreased compared with the neat polyester nonwoven fabric. Therefore it is desirable that the recycled nonwoven fabrics will be used under the low-load condition.

キーワード：不織布，反毛

Keywords：Nonwoven, Recarded fiber

1. はじめに

自治体や医療機関では，新型インフルエンザ等の感染症が流行した場合に備えて，感染拡大の予防対策として防護服を大量に備蓄している⁽¹⁾。感染症予防対策として使用される化学防護服には，安全のために使用期限が定められている場合がある。各自治体などで長期間備蓄された防護服は，使用期限が経過した後は，現状では，未使用の場合でもそのまま廃棄処分されている。そのため，資源の有効活用の観点から防護服をリサイクルすることが求められている。しかし，長期間保管した防護服に関するデータが無いため，使用期限が切れるまで長期間保管していた防護服の性能が，どのように変化しているか，劣化状況が不明である。そこで，実際に長期間保管した防護服について劣化状況の確認を行った。また防護服を保管する場合，保管環境の温度は指定されているが，湿度の調節は行われていないことが多い。そのため，保管環境の温度・湿度が防護服の劣化に影響しているか，温湿度変化を用いた促進試験を行うことで調査した。

防護服をリサイクルするためには，素材ごとに分離し，分離した素材を再利用できる状態にする必要がある。一般的な衣料品などの布状製品をリサイクルする際には，製品を反毛と呼ばれるワタ状繊維に戻すことで，フェルトや特紡糸などに使用される。そこで本研究では，反毛技術を用いて，防護服の不織布部分を再不織布化することによるリサイクルを試みた。衣料品などに使用される織物や編物は，反毛を行う装置（リサイクラ）に投入すると，ワタ状の反

毛が得られる。しかし，防護服に使用されているサーマルボンド不織布は，熱溶着によって繊維間を接着しているため，衣料品と同様に反毛を行っても，反毛の大部分は布の形状が残り，ワタ状になった部分も極端に繊維長が短くなる。そのため，織物や編物から得られた反毛のように再不織布化することが難しい。そこで，サーマルボンド不織布の反毛条件を検討することで，通常の繊維と同様の不織布製造工程でウェブの作製，不織布化ができる反毛を得られるか検討を行った。

サーマルボンド不織布の反毛としてのリサイクルを可能にすることで，防護服のリサイクルを促進することを目的とした。

2. 実験方法

2.1 性能評価試験 実際に長期間保管し使用期限を過ぎた防護服が，新品の防護服と比較してどの程度性能を保っているか，物性試験により調べた。

JIS T 8115 化学防護服⁽²⁾より，化学防護服材料の性能要求事項に含まれる試験項目のうち，引張試験と引裂試験を行った。引張試験，引裂試験の方法は JIS L 1913⁽³⁾に準拠し，防護服の身長方向を長手方向として切り出した試験片をたて方向とした。試験は自動強伸度試験機（株式会社オリエンテック製，RTC-1210）を用いて行った。

2.2 促進試験 促進試験は恒温恒湿槽を用いて，温度を 70 °C とし，相対湿度を 50%RH，70%RH，95%RH の 3 条件で行い，一定期間後恒温恒湿槽から取り出し，引張試験を行った。引張試験方法は 2.1 に示したのと同様だが，たて方向のみ試験を行った。

事業名 平成 25 年度 基盤研究

*¹⁾ 繊維・化学グループ

2.3 反毛条件の検討 防護服の生地は、サーマルボンドされたспанボンド不織布の上にフィルムを貼り付けた構造になっている。本研究では、布状製品のリサイクル技術である反毛技術を用いるため、防護服の不織布部分のリサイクルについて検討を行う。

防護服の金属製チャックや袖口、裾などのゴム、縫い目のシール部分、フィルム等は手作業によって分離した。防護服から得られた不織布は、リサイクラ（池上機械株式会社製、DT-5）を用いて反毛を行った。図1に示すように、リサイクラには材料の投入速度を制御するフィードローラと、材料を切裂くための刃がついたシリンダがある。フィードローラによる材料投入速度と、シリンダ回転速度を変えることで、反毛の状態がどのように変化するか調査を行った。材料の投入速度を0.5 m/minで固定し、シリンダ回転速度を400, 600, 1000 rpmと変えた場合、また、シリンダ回転速度を600 rpmで固定し、材料投入速度を0.1, 0.5, 0.9, 1.5 m/minと変えた時の、反毛率と反毛サイズの変化を調べた。

反毛率は下式から算出した。

$$\text{反毛率} [\%] = \frac{(\text{回収重量} - \text{布状部分の重量})}{\text{投入重量}} \times 100 \quad (1)$$

ここで、布状部分の重量は、10 cm²以上の大きさを保ち、反毛されずに出口で回収された不織布を指す。

また、得られた反毛を1 g量り取り、繊維長がきわめて短いワタ状の部分と、布の形状を保っている部分に分けた。布形状の部分は、撮影した画像を用いて、塗り潰した時のピクセル数から一枚ごとの面積を算出し、平均化したものを反毛サイズとした。

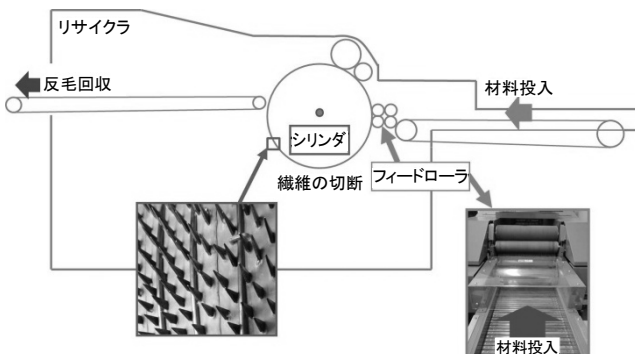


図1. リサイクラの構造

2.4 再不織布化 リサイクラにより得られた反毛を用いて、ニードルパンチ不織布の製造を試みた。

まず、ドラムカード機（Louet社製、Elite）を使用し、ウェブの試作を行った。ドラムカード機へ投入する材料は10 gとし、反毛とポリエステルバージン材を10:0, 7:3, 5:5, 0:10で混合した4種類のウェブを作製した。反毛は全てリサイクラの材料投入速度0.5 m/min, シリンダ回転速度600 rpm

の条件で得られたものを使用した。作製したウェブは、その後ニードルパンチ機（池上機械株式会社製、NL-600）で不織布化を行った。ニードルパンチ加工は全て同じ条件で行い、ニードルパンチ機を200 ストローク/min, 針の深さを10 mmとした。

次に、ローラーカード機（池上機械株式会社製、M32S-500R）によるウェブの作製を行った。カード機へ投入する材料は50gとし、反毛とポリエステルを7:3, 6:4, 5:5, 0:10で混合した4種類のウェブを作製した。ウェブの厚みを均一化するため、ウェブは全てローラーカード機に2回通した。得られたウェブは、ニードルパンチ機を用いて不織布化した。また、反毛とポリエステルの割合を5:5とし、サイズの異なる反毛（2.8 cm², 2.0 cm², 1.6 cm²）を用いてウェブの作製、ニードルパンチ機による不織布化を行った。

3. 結果及び考察

3.1 性能評価試験 新品の防護服と長期間保管し使用期限を過ぎた防護服の、引張試験及び引裂試験の結果を図2, 3にそれぞれ示す。図中の実線は、JIS T 8115に定められた化学防護服材料として最低限必要な強度を表している。長期間保管した防護服は、新品の防護服と比較して、引張強さと引裂強さの両方で若干強度が低下する傾向がみられたが、化学防護服材料として必要な強度は保っていた。

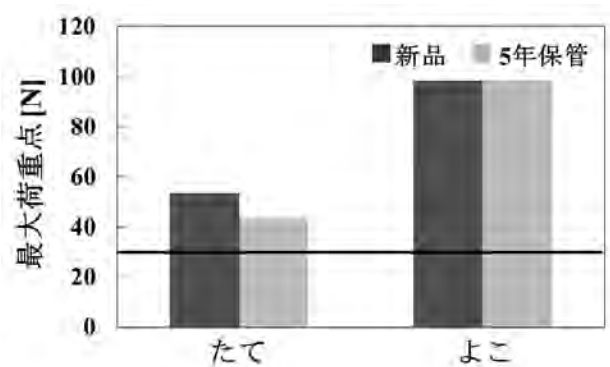


図2. 引張強さ

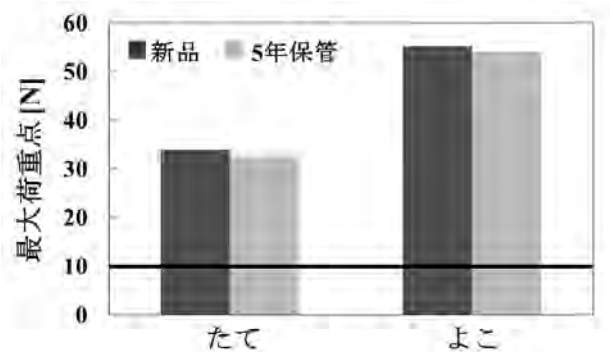


図3. 引裂強さ

3.2 促進試験 温度70℃，相対湿度50%RH，70%RH，95%RHでの時間と引張強さの関係を図4に示す。湿度が高くなるにつれて，強度の低下が早くなる傾向がみられた。

防護服の保管環境は，温度は比較的厳密に管理することが求められている。そのため，今回試験を行った高温環境下ほど，防護服の強度低下に湿度は影響しないものと考えられる。しかし，安全性が求められる感染症対策用防護服を長期間に渡り保管する場合には，温度だけではなく，湿度を低く保つことで，防護服をより安全に保管することができるものと考えられる。

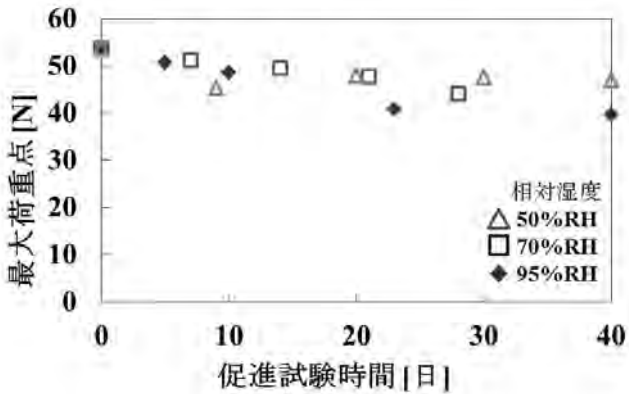


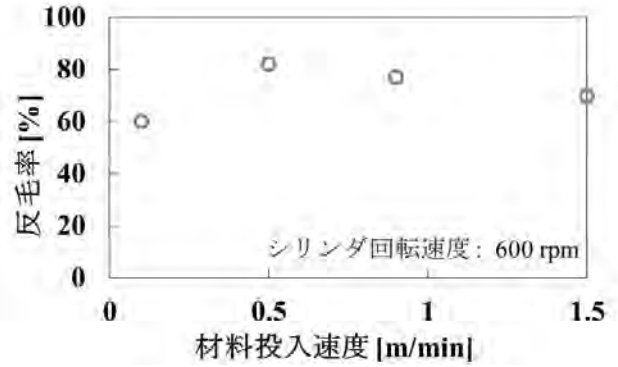
図4. 促進試験後の引張強さと時間の関係

3.3 反毛条件の検討 反毛を行うリサイクラのフィードローラの速度を調節し，不織布を投入する速度と，不織布を切り裂く速度（シリンダ回転速度）を変えた時の反毛率と反毛サイズについて調査を行った。

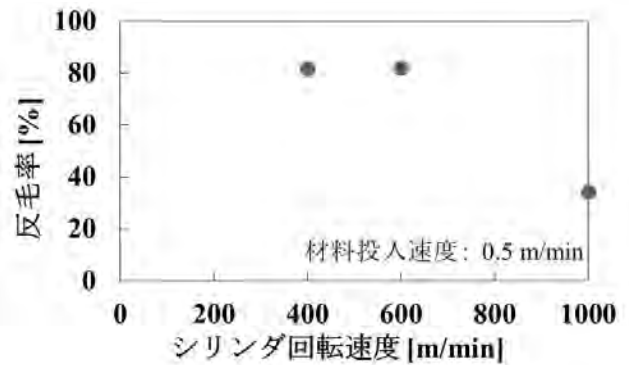
材料投入速度を変えた時の反毛率を図5(a)，シリンダ回転速度を変えた時の反毛率を図5(b)に示す。材料投入速度が遅い場合や，シリンダ回転速度が速い場合に，反毛率が低下する傾向がみられた。これは細かくなった反毛が，シリンダの回転によって発生する風で飛ばされる，あるいは集塵機に吸い込まれるためであると考えられる。また，シリンダ速度600 rpm，投入速度1.5 m/minの時に反毛率が低下した。これは，材料の投入速度が速いために，十分に不織布が切り裂かれることなく，比較的大きな布状のまま回収される部分が増えたためと考えられる。

投入速度0.5 m/min，シリンダ回転速度400~600 rpmの時，最も効率よく反毛が行われることが示唆された。

また，材料投入速度を変えた時の反毛サイズを図6(a)，シリンダ回転速度を変えた時の反毛サイズを図6(b)に示す。材料投入速度が遅い場合や，シリンダ回転速度が速い場合に，反毛サイズが小さくなる傾向がみられた。材料投入速度とシリンダ回転速度を制御することで，反毛サイズを変えられることが示唆された。

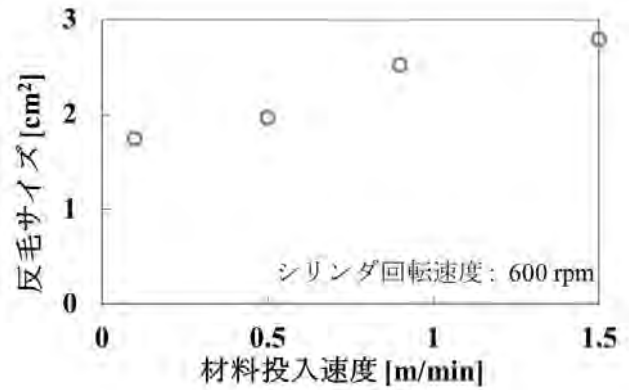


(a)材料投入速度の影響

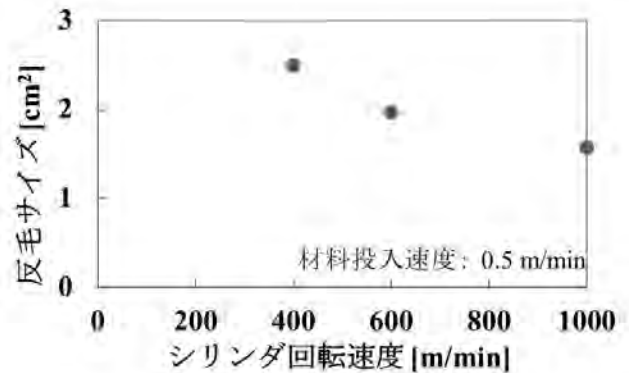


(b)シリンダ回転速度の影響

図5. 反毛率



(a)材料投入速度の影響



(b)シリンダ回転速度の影響

図6. 反毛サイズ

3.4 再不織布化 反毛 100%のウェブは、ドラムに巻き取ることはできるが、繊維同士が絡んでいないためドラムからはがす際に千切れてしまう。これは、反毛が部分的にワタ状になっているが、その大部分が布の形状をしているため、絡み合う繊維がほとんどないためである。そこで、ドラムの周囲（針の根本）にネットをかけてから、再度反毛のみでウェブを作製した。しかし、ネットの境目などで図 7 に示すようにウェブが千切れてしまうため、反毛のみでのウェブ化は困難であった。

反毛 70%ポリエステル 30%で混合したものを、同様にドラムにネットをかけてから作製したところ、図 8 (a) に示すようにウェブにすることができた。しかし、ニードルパンチ加工を行ったところ、反毛 100%の場合と同様に、ウェブ中の繊維同士の絡みが少なく、ニードルパンチ機によるウェブの引き込みや送り込みの力で、ウェブが切れてしまうといった傾向がみられた（図 8 (b)）。

反毛 50%ポリエステル 50%で混合した場合、図 9 (a) に示すように切れることなくウェブ化、不織布化することができた。しかし、図 9 (b) に示すポリエステル 100%のニードルパンチ不織布と比較して繊維のムラが多くみられた。

ドラムカード機を用いたウェブの試作結果から、反毛 100%ではウェブを作製するのが困難であると判明したため、ローラーカード機ではポリエステルと混合したウェブのみを作製した。反毛 70%ポリエステル 30%の場合、ローラーカード機では図 10 に示すように、カード機の出口でシート状にならず、ウェブは作製できなかった。

反毛 60%ポリエステル 40%、反毛 50%ポリエステル 50%の混合率ではウェブの作製、ニードルパンチ加工を行うことができた。

反毛 50%ポリエステル 50%の混合率で、サイズの異なる反毛を用いた場合、今回得られた範囲の反毛サイズであれば、ウェブの作製、不織布化が可能だった。しかし、反毛サイズが小さい場合、カーディングの際などに毛羽としてウェブから抜け落ちてしまう。反対に、反毛サイズが大きい場合、ニードルパンチ加工を行う際に、ニードルパンチ機の針が反毛に刺さり、反毛がウェブから抜けてしまう現象がみられた。このため、ポリエステル 100%の不織布と比較して反毛を含む不織布は、ムラが多くなったものと考えられる。

4. まとめ

使用期限を過ぎた化学防護服について、劣化状況の確認とリサイクル技術の検討を行った。長期間保管した防護服の物性には大きな変化はみられなかったが、促進試験から保管環境の管理が重要であることが示唆された。

防護服の不織布部分は、リサイクルの材料投入速度、シリンダ回転速度を調整することで、効率よく反毛を行うことができた。また、反毛のみでの再不織布化は困難だが、一定割合以上のポリエステル等のバージン材と混合することにより、通常の不織布製造工程でウェブの作製、ニードル

ルパンチ不織布の作製が可能であることが明らかになった。

防護服から得られた反毛は、中綿や断熱材としての利用が考えられる。また、増量材やバインダーとして、バージン材に混合し不織布化することも可能である。

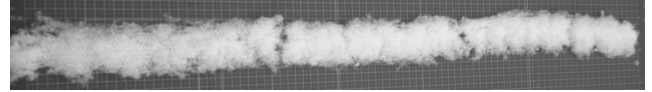
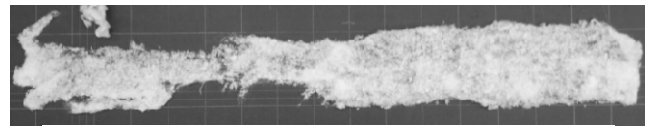


図 7. ドラムカード機で作製したウェブ（反毛 100%）

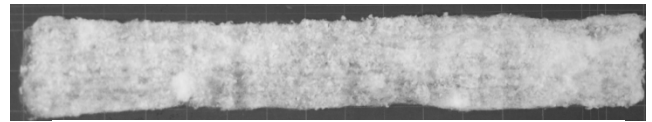


(a) ドラムカード機で作製したウェブ

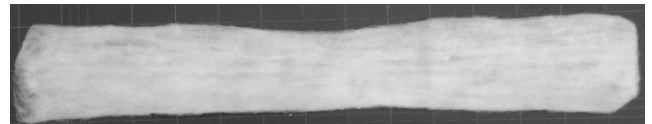


(b) ニードルパンチ加工後

図 8. 反毛 70% ポリエステル 30%の不織布



(a) 反毛 50% ポリエステル 50%



(b) ポリエステル 100%

図 9. ニードルパンチ不織布

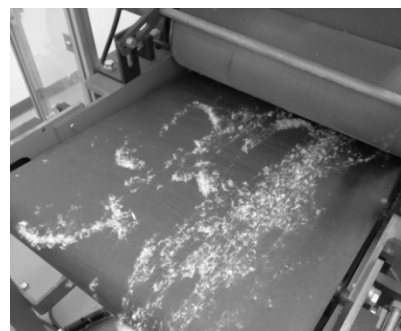


図 10. ローラーカード機によるウェブの作製（反毛 70%）

（平成 26 年 7 月 7 日受付，平成 26 年 8 月 18 日再受付）

文 献

- (1) 東京都福祉保健局：「東京の福祉保健の新展開 2009」（2009）
- (2) JIS T 8115 化学防護服（2010）
- (3) JIS L 1913 一般不織布試験方法（2010）

論文

調湿建材の評価時間を短縮できる新規試験方法の提案

池田 紗織*¹⁾ 平井 和彦*¹⁾ 小山 秀美*²⁾

Proposition of a speedier evaluation method for humidity conditioned architectural materials

Saori Ikeda*¹⁾, Kazuhiko Hirai*¹⁾, Hidemi Koyama*²⁾

In this study, an investigation has been made on a new method for evaluating humidity conditioned architectural materials to reduce evaluation time and cost. A formula has been introduced to approximate the behavior of moisture absorption and desorption of materials. The parameters for the formula could be experimentally determined and was useful to compare the sorption speed and amount between the materials. Based on the variation in the adsorption amount, the equilibrium time when the experimental value agreed with the calculation was determined. The equilibrium time was successfully reduced by this method compared to that existing in JIS A 1475.

キーワード：調湿建材，吸放湿

Keywords：Humidity conditioned architectural materials, Absorption and desorption

1. はじめに

現代の住宅は空調機器の性能向上により快適になった一方、断熱化・気密化が進み、結露の発生や過乾燥が起りやすいといった問題が発生している。このことから、電気やガスなどのエネルギーを使わずに室内の湿度を調整できる調湿建材への関心が高まっている⁽¹⁾。調湿建材の特徴として、水蒸気を吸脱着する細孔を有し、周囲の湿度変化を緩和して人が快適と感じる湿度帯に湿度を調整することが挙げられる。しかしながら、調湿性能の吸放湿性能評価は、これまでメーカー独自の測定データに基づいて行われていたため、評価基準が建材メーカーによって異なり、建材同士の正しい比較が不可能であるといった問題があった。この問題を解決するために、調湿建材の性能評価試験に関する JIS が制定された。そのうちの一つである JIS A 1475「建築材料の平衡含水率測定方法」の流れを図 1 に示す。この方法は、試験片を任意の湿度下に置いて吸放湿させ、恒量となった時の重量変化から吸放湿等温線を作成する方法であるが、一つの測定点において恒量の判断に 48 時間を有するため、1 湿度条件についての試験時間が 48 時間以上かかることになり、結果が得られるまでに 1 か月から数か月という非常に長い時間を有するという問題がある。このため、調湿建材の吸放湿特性を短時間で知ることのできる試験方法が求められている。

調湿建材の吸放湿性能評価の時間短縮とコストダウンにつながる新規試験方法の開発を行うことを目的とし、本研

究では吸放湿挙動を精度よく記述できる式の導入による吸放湿挙動の予測により、試験時間がどの程度短縮できるかを検討した。

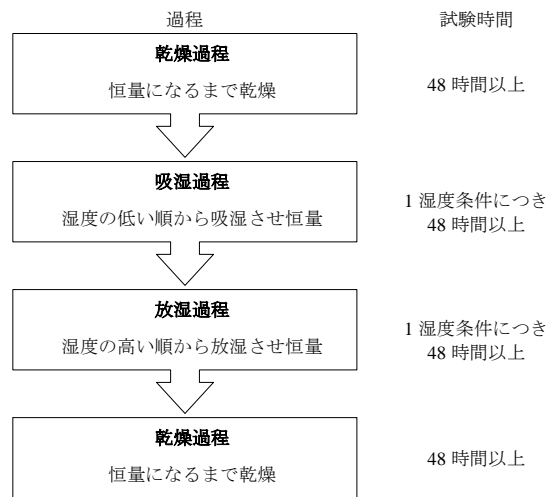


図 1. JIS A 1475 の流れ

恒量とは、24 時間間隔で測定した 3 つの重量測定における重量変化率が $\pm 0.1\%$ 以内となった時のことをいう。

2. 理論

任意の湿度下で恒量となった建材を異なる湿度下に置き吸湿または放湿させた時、時間 t における建材の吸放湿率 y の変化量は式 (1) の微分方程式に従う。

事業名 平成 25 年度 基盤研究

*¹⁾ 繊維・化学グループ

*²⁾ 総合支援課

$$\frac{dy}{dt} = k \left(\frac{m-y}{y} \right)^2 \quad (1)$$

ここで、吸放湿率 y は式 (2) で定義される。

$$y = \frac{M - M_0}{M_0} \times 100 \quad (2)$$

M : 時間 t における試験片の重量

M_0 : 試験開始時 $t=0$ における試験片の重量

これを $t=0, y=0$ の初期条件で解くと、以下の式 (3) が得られる。

$$y = \frac{m \cdot kt}{m + kt} \quad (3)$$

ここで、 k は吸放湿速度定数であり、建材の吸放湿速度を表すパラメータである。また、重量変化率から式 (2) により算出された吸放湿率 y の変化量は時間の経過と共に 0 に近づき、その時の吸放湿率 y は m に近づくため、極限值 m は二つの異なる湿度間における平衡時の含水率変化を表すパラメータである。建材を任意の湿度下で吸放湿させ、得られた実測値から算出した近似値のパラメータを比較することにより、異なる建材の性能比較が容易に可能となる。また、恒量前の吸放湿率変化から恒量時と同様のパラメータ k, m を得ることが可能ならば、恒量を待たずに恒量時の値を得ることができるため、試験時間の短縮が期待できる。

3. 実験

3.1 建材 本研究では材質の異なる 4 種類の建材を用いた。建材の材質と厚さ、JIS A 1475 で規定された乾燥温度を表 1 に示す。試験片の大きさは 10cm 四方の正方形とし、厚さは建材の厚さとした。なお、調湿建材には塗り壁などに代表されるペースト状のものも多く存在するが、「塗る」という作業により試料を作成した場合に試料間に大きな誤差を生じると考えたため、今回はあらかじめ建材メーカーによりパネル状に成型された建材のみを採用した。

表 1. 本研究に用いた建材の種類

建材	材質	厚さ/mm	乾燥温度/°C
A	セラミックタイル	8	105
B	ALC	37	105
C	パーティクルボード	20	105
D	石膏ボード	9.5	40

3.2 吸湿試験 式 (3) と建材の吸放湿挙動との一致を調べるために、以下の実験を行った。JIS A 1475 に規定された温度で試料を乾燥させ絶乾状態とした。絶乾状態の判断は JIS A 1475 に準じるものとした。絶乾状態となった試料を室温になるまでデシケーター中で放冷したのちに恒温恒湿槽に入れ、時間の経過に対する試験片の重量変化率を測定した。この時、試料の重量変化は全て水蒸気の吸放湿によ

るものとし、式 (2) に従い試験片の吸放湿率 y を求めた。吸湿温度は JIS A 1475 と同様に 23°C、吸湿時の湿度は 50% RH とした。試験時間 t における吸放湿率 y から最小二乗法にて式 (3) のパラメータ k, m を算出した。乾燥機はヤマト科学株式会社製の DNE600、恒温恒湿槽は楠本化成株式会社製 TH401HA、天秤は株式会社島津製作所製 UW1020H を用いた。

本研究での変数の定義を表 2 に示す。

表 2. 変数の定義

定義	変数	
	実験値	計算値
時間 t における吸放湿率	y	y^*
恒量時間における吸放湿率	y_e	y_e^*
$t=T$ における吸放湿率	y_T	y_T^*

4. 結果及び考察

4.1 式の有用性 時間経過と建材の吸放湿率を図 2 に示す。各プロットが実験値 y 、点線は式 (3) から算出した計算値 y^* である。実験値 y と計算値 y^* はよい一致を示したため、式 (3) を用いることで吸放湿挙動を精度よく表すことができることが示された。

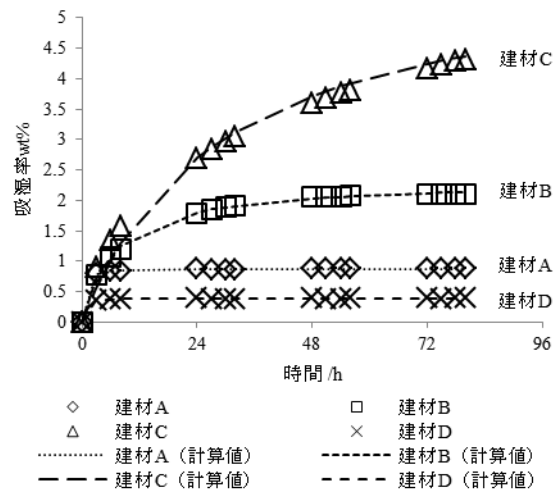


図 2. 建材の吸放湿曲線

恒量時間とその時の吸放湿率 y_e 、パラメータ k, m 、計算値 y_e^* とその相関係数を表 3 に示す。恒量時における実験値 y_e と式 (3) による計算値 y_e^* はよい一致を示した。また、パラメータ m は恒量時の吸放湿率 y_e とよい一致を示したが、建材 C では恒量時の吸放湿率 y_e よりも m の値の方が大きくなった。これは、 k の値が小さい、つまり吸放湿速度の小さい建材について、JIS A 1475 の恒量判断方法においては、吸放湿率 y がその極限值 m に十分近づく前に恒量と判断されていることを示している。

表3. 吸湿試験結果 (23°C)

建材	恒量時間 /h	パラメータ		恒量時の吸放湿率 y_e		実験値 y と計算値 y^* の相関係数 r
		k	m	実験値 y_e	計算値 y_e^*	
A	72	2.640	0.880	0.880	0.876	0.9997
B	96	0.342	2.307	2.104	2.128	0.9990
C	216	0.199	6.059	5.312	5.312	0.9943
D	72	1.715	0.387	0.389	0.386	0.9995

表4. 吸湿試験結果 (75°C)

建材	恒量時間 /h	パラメータ		恒量時の吸放湿率 y_e		実験値 y と計算値 y^* の相関係数 r
		k	m	実験値 y_e	計算値 y_e^*	
A	72	2.353	0.804	0.866	0.801	0.9897
B	72	7.308	2.176	2.168	2.168	0.9999
C	72	2.684	4.993	4.814	4.879	0.9989

応用として、建材 A, B, C について同様の試験を吸湿温度 75°C で行った。建材 D については、乾燥温度が 40°C であることから 75°C による試験は行わなかった。結果を表 4 に示す。23°C の場合と同様に、 y と y^* 、 y_e と y_e^* 、 m と y_e はよい一致を示した。 k 、 m の値から、吸湿温度を上げると吸放湿速度定数 k の値は増加するが、吸放湿率 y の極限值 m は変化しないため、短い時間で吸放湿量を得る方法として試験温度を上げて問題ないことが分かった。なお、試験温度の変更については、JIS A 1475 において湿度 95%RH 以上で恒量とする際に時間を短縮する方法として、一旦温度を上げて吸湿させてから測定温度に戻して吸湿させる方法が紹介されている。

4.2 時間短縮のための恒量判断方法の検討 JIS A 1475 における恒量の判断は、一つの吸放湿条件における試験終了の条件が、連続する 3 回の 24 時間ごとの重量測定において重量変化が 0.1% 以内となった時であるため、最低でも一つの湿度条件につき試験時間が 48 時間かかることとなる。この恒量判断時間を短縮するために、現行法である JIS A 1475 と整合性のとれる恒量の判断方法について検討した。

$t=0$ から $t=T$ までの実験値から式 (3) を作成した。表に示した通り、 $t=T$ における吸放湿率を y_T とし、得られたパラメータを k_T 、 m_T とする。試験開始から T 時間後までの実験値 y_T から式 (3) のパラメータ k_T 、 m_T を求めた。結果を図 3、図 4 に示す。 T が表 3 の恒量時間に至る前でも、表 3 に示した恒量時のパラメータと同様の値を得ることができることから、この方法による試験時間短縮が可能であることが示された。 k の値が大きいほど、恒量時のパラメータに近い値が得られるまでの時間が早かった。これは、 k の値が大きい建材ほど吸放湿速度が大きいため、平衡に至るまでの時間が早いという結果に一致する。

建材 B における吸放湿率の実験値 y と、試験開始から T 時間後までの実験値から作成した式 (3) による計算値 y^*_T との関係を図 5 に示す。建材 B においては、24 時間後まで

の実験値から求めた式 (3) で 72 時間後までの実験値を精度よく予測できた。

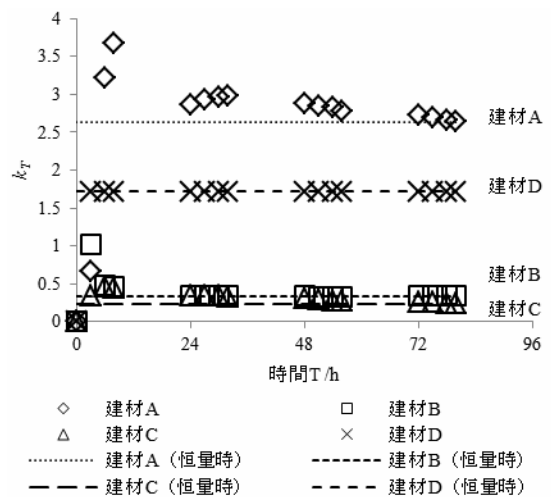


図3. 試験開始から T 時間後までの実験値から求めた k_T

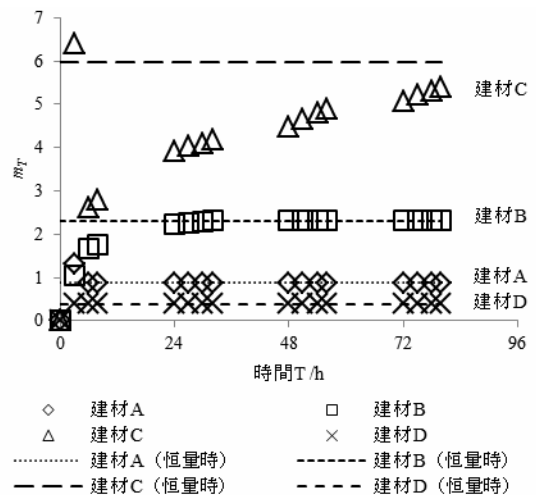


図4. 試験開始から T 時間後までの実験値から求めた m_T

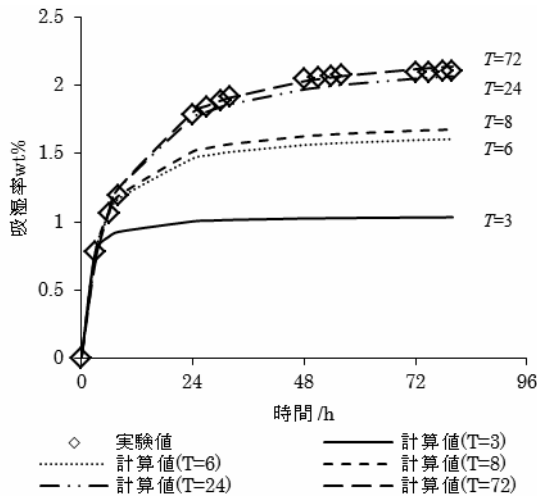


図5. 建材 B における実験値 y_e と計算値 y^*_T

T の値が小さい時は、恒量時における吸放湿率の計算値と実験値が大きく異なり、正しい予測が行えていなかった。建材の吸放湿挙動においては、吸放湿率が直線的に変化する定率過程と、その後吸放湿率の変化が時間と共に減少する減率過程が存在する。建材によっては定率過程が存在しないものもある。定率過程においては変化率が一定であることから、測定点を多くしても平衡時の状態を正しく予測することができないと考えられる。

最短の T を以下のように求めた。微分方程式 (1) により、 $t=T$ における式 (3) の変化量を求める。この値を 24 時間おきの変化量に換算した時、連続した 3 回の測定について 0.1 以内となった時の時間を T' とする。 T' が試験時間 T よりも初めて短くなった時を最短の T とし、これを恒量時間とした。

以上の方法より求めた恒量時間 T と、JIS A 1475 による判断で求めた恒量時の実験値 y_e に対する計算値 y^*_T の比を表 5 に示す。恒量時間 T における計算値 y^*_T によって恒量時の吸放湿率 y_e に近い値を算出することができ、全ての建材において表 3 に示す恒量時間よりも恒量時間を短縮することが可能であった。

表 5. 恒量時間の比較

建材	恒量時間 T/h	y^*_T/y_e
A	11	0.972
B	59	0.991
C	178	0.857
D	8	0.968

5. まとめ

調湿建材の吸放湿挙動を精度よく表す式を導入することにより、調湿建材の吸放湿速度、吸放湿量の比較が可能となった。また、恒量前の実験値から式を作成し吸放湿挙動

の予測を行うことによって、試験時間の短縮を行うことができた。

本方法を用いることにより、建材単体の性能評価だけでなく、仕上材や下地の違いなどによる吸放湿性能の違いなども容易に比較できる。

また、調湿建材の性能を評価する際、JIS A 1470「建築材料の吸放湿性能評価方法」による湿度変動または温度変動に対する吸放湿性能の評価、JIS A 1324「建築材料の透湿性測定方法」による透湿率の測定も必要となる。JIS A 1470 における 24 時間周期での吸放湿挙動は、本研究で用いた式により精度よく記述でき、式のパラメータ k , m により建材の性能比較が可能であった。JIS A 1324 については今回検討を行っていないが、JIS A 1475 同様に試験に時間がかかる、試験設備が大掛かりであるといった問題がある。JIS A 1324 による透湿率の測定結果と本研究で用いた吸放湿速度定数 k との関係が解明されれば、さらなる試験時間の短縮、コストダウンが可能となる。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 11 日再受付)

文 献

- (1) 日本セラミックス協会：「2007 年セラミックス産業界の動き」, http://www.ceramic.or.jp/csj/gyoukai_doukou/gyoukai_doukou_07/souron_2007.pdf (2013.2.27)

論文

バルーンロボットの開発

島田 茂伸*¹⁾ 益田 俊樹*²⁾ 森田 裕介*²⁾ 小林 祐介*³⁾ 後濱 龍太*¹⁾
 佐々木 智典*²⁾ 横澤 毅*³⁾ 新井 宏章*⁴⁾ 入月 康晴*⁵⁾

Development of balloon robot

Shigenobu Shimada*¹⁾, Toshiki Masuda*²⁾, Yusuke Morita*²⁾, Yusuke Kobayashi*³⁾, Ryuta Atohama*¹⁾,
 Akinori Sasaki*²⁾, Takeshi Yokosawa*³⁾, Hiroaki Arai*⁴⁾, Yasuharu Irizuki*⁵⁾

A new service-robot combining a lightweight body and a joint driving function using the shape memory alloy-wire is proposed. The body of the robot is made of a balloon containing helium gas. We show a new service-robot that has the human safety function and can carry out the guidance-service.

キーワード：サービスロボット, バルーン, 軽量, 対人安全性, 案内

Keywords : Service-robot, Balloon, Lightweight, Fail-safe, Guidance

1. はじめに

少子高齢化, 高齢層と生産年齢層の逆転, 安全・安心な社会の実現, 便利でゆとりある生活のために, ロボットが生活, 公共の場でより身近な存在として役立つことが期待されている。これらロボットは従前の産業用ロボットと切り分けられサービスロボットと呼ばれる。サービスロボットの市場は掃除ロボットと手術ロボットが拡大基調ではあるものの, 社会要請に反して実用化の事例が少ないのが現状である。その一要因として安全規格が存在しないことが挙げられる。ゆえに企業は過大な責任を恐れてロボット市場への参入はせず, いつまでも使用実績は蓄積されないまま改善材料不足となりユーザフィードバックが得られない。したがって企業はますます敬遠することとなり, ロボット産業への参入動向は所謂, 負のフィードバックが継続している。国策によってサービスロボットの安全規格制定が進められているが, 規格とはそもそも事故時の責任範囲を規定するものであることから日本社会に馴染まないといった批判がある。ハードウェア的に安全性を確保する試みとして, ロボット知能化を基盤とした機能安全の開発も進められているが, 複雑すぎる現実世界ではソフトウェアとして記述しきれず, やはり事故の可能性を有している。一方で無事故は不可能であるので, 現在提案されているサービスロボットに比して事故リスクを低減することができれば負の連鎖のブレークスルーになるであろう。ここでロボット

を軽量化することを考える。機械形状の検討やモータサイズの適切化程度ではなく, ロボットが浮力を有するほどの軽量化である。ロボットは浮いていることを想定すればこのロボットと衝突しても被害は皆無, あるいは軽微であることが予想できる。重量物の可搬や移動架台としての使用は不可能にはなるが, サービスロボットのタスクとしてしばしば取り上げられる「案内」, 「見守り」, 「警備」に関して, 重量は不要と考えられ, ヒトとの距離が近い, あるいは接触が必然となる上記3タスクでは軽量であることがむしろ望ましい。軽量かつ柔軟な材料でロボットを製作し, 圧縮空気のみで駆動させるインフレイタブル構造と呼ばれる研究が盛んになってきている。川村ら⁽¹⁾はマニピュレータをPPで構成することで軽量化し, 対人安全性と省エネルギー化を向上させる試みを先行的に研究している。Otherlab社⁽²⁾⁽³⁾ではインフレイタブル構造を基盤に, ヒト移乗支援を行うマニピュレータやヒトの手を模したハンド, 及びヒトが搭乗可能な4足歩行ロボットを研究開発している。ヒトと接触する用途にフォーカスしており安全性についての優位性が主張されている。iRobot社⁽⁴⁾はインフレイタブル構造を用いて軍用途のロボットハンドを研究開発している。未舗装の過酷な走行環境における振動や衝撃や高温高湿度雰囲気下では, ロボットに搭載された機械ハンドはタスク実行地点への移動で損傷の恐れがある。当該構造の堅牢性と柔軟であることから折り畳んで小さく格納できる高可搬性を主張している。上記3件の目的は異なるものの, 共通して軽量で柔軟物ゆえの安全性を主張している。なお, 上記3件のテーマはインフレイタブル構造ゆえに圧縮空気を安定的に供給するエアコンプレッサを必要とする。本件はヘリウム内包でエアコンプレッサが不要であることが異なり独

事業名 平成24年度 基盤研究

*1) 生活技術開発セクター

*2) ロボット開発セクター

*3) 機械技術グループ

*4) 電子半導体技術グループ

*5) 情報技術グループ

自性を有している。

本研究ではヒトと衝突しても事故にならないことを本質的な対人安全性と定義し、これを実現するサービスロボットを開発することが研究目的である。そのためにバルーンにヘリウムを充填することで浮力を有するロボット本体を製作する。ロボットの推力や運動は、本体同様にバルーンの脚状部品、あるいはヒレ状部品を製作し、形状記憶合金ワイヤで伸縮させることにより得る。開発ロボットの具体的なアプリケーションを案内サービスと定め、そのシナリオを以下のように設定する。(1) ロボット待機、(2) ユーザの手招きを認識しロボットがサービスを開始する、(3) ロボットがユーザに近づく、(4) ユーザを先導し目的地までの経路を案内する。この計画の基、要素技術として形状記憶合金ワイヤによる関節駆動機構と重心移動機構の研究開発を行う。また案内シナリオを実行するための要素技術として、ユーザの手招きを認識する画像処理の研究開発を行う。得られた各要素技術のシステムインテグレーションを行い、まずは案内シナリオを直線状 AB 点間に設定し、構成したバルーンロボットで基礎的な実験と動作確認を行う。

2. バルーン材料の形状の検討

従前の機械構造物であるロボットでは、意匠性が高く、親しみやすい外観を作ることは困難であった。すなわち強度や構成機材スペース、及び加工難易度のトレードオフによる最適設計自体が困難である上に、意匠性の装飾を加えた結果、全体重量が増加すればアクチュエータのグレードアップを含む再設計が要求されるからである。本研究のロボット本体はバルーンを使用することから上記条件に拘束されず、製作者の意図を反映した形状製作が容易であることが特徴の一つである。この特徴を踏まえ、バルーン材料の選定から始める。

2.1 バルーン材料の選定 選定条件として複雑形状の製作が可能で、着色や接着による装飾可能な材料が望ましい。加えて、軽量なもの、安価で安定供給されるもの、SMA ワイヤの自己発熱により融解しないもの、ヘリウムガスに対する高ガスバリア性能を有するものを選定する必要がある。アルミ蒸着シート、透明蒸着シート、EVOH シート、ポリ塩ビシートの4種類の材料を候補とし、比重、断熱性、コスト、環境、供給体制の項目をカタログ値から調査した。また、ガスバリア性、耐久性に関しては、各材料を切り出し、コテによる熱溶着でバルーンを製作し、ヘリウムガス充填の上、実験室に放置して経過観察実験を行った。結果を表1に示す。

表から塩ビを除いた3種の材料を比較すると、ガスバリア性能と比重は同程度の性能を有している。かつ断熱性能も考慮するとEVOHが最も性能が良い。しかしながらEVOHは高価かつ入手が困難である。研究の初期段階では複数回の試作・実験が予想されることから安価で十分に流通しているアルミ蒸着シートをロボットの要素技術開発用材料と選定した。断熱性についてはSMAワイヤがシートに接触す

表1. バルーン材料の検討

	アルミ蒸着	透明蒸着	EVOH	塩ビ
ガスバリア	○	○	△	×
比重	○	○	○	×
耐久性	△	×	△	×
断熱性	×	△	○	○
コスト	○	△	×	○
環境	×	△	○	○
供給体制	△	×	×	○

る微小箇所に断熱材を貼ることで解決を図る。一方、要素技術を統合したロボットシステムとしての試作では塩ビを用いる。その理由は断熱性、コスト、環境対策、供給体制について優秀であり、中小企業への技術移転が容易であることが挙げられる。ガスバリアの低性能はガスの再充填を、大比重は大容積のロボット筐体を、耐久性については都度修理する。

3. ロボット関節のアクチュエータとその特性

現在、提案されているロボット関節のほとんどがモータ駆動である。玩具用の小型軽量モータが存在するが、付属装置としてのギヤボックスやドライブが必須であること、1関節につき1アクチュエータが必要であることから重量増大が予想できた。また、モータ本体に重量が集中することは、ロボット上部に関節を装備した際の不具合が予見できた。つまり、バルーンは空中で拘束されていないから重量物は重力方向に向かい、必ず上下反転する。これを抑制するためにはバルーン下部におもりを搭載しバランス調整が必要であることから軽量故のバルーンロボットの価値を減少させる。二足歩行型や蛇型、及び魚型ロボットへ応用し複雑化した場合、それらバランス調整が困難になることが考えられる。したがってロボットの関節駆動には軽量のSMAワイヤを用いる。これは筋肉のように各組織がアクチュエータとなっている直径0.05~0.15mmのワイヤである。重量は1mで112mgと軽量であり、その重量に偏りはない。ロボットに装備した際、全体のバランス調整が必要になっても極軽量のおもり付与で解決されると考える。以下では使用したSMAワイヤについて述べる。

3.1 SMA ワイヤ SMAワイヤにはBioMetal(トキ・コーポレーション株式会社製)を使用した。これはTi-Ni系形状記憶合金を原料にした繊維状のアクチュエータであり、この繊維自体がメカニズムとなり繰返し運動に安定な強い異方性を示す。したがって一般的なSMAに比して制御が容易であると言える。本製品は電気回路的には一種の抵抗であり、通電することによってジュール熱が発生する。その熱によって収縮する方向へと組織変態が生じ、力を発生させる。製品には2種類が用意されており、それぞれBMF(BioMetal Fiber)とBMX(BioMetal Helix)との製品名で販売されている。BMFはFiberの名の通り線状でありその直径は0.05~0.15mmである。直径によって18~150gfのおもりを駆動する力を発揮する。大電流を流して断続的

に加熱すると高速で収縮可能であるが、伸張速度は冷却速度に依存するため強制冷却を行わないと高速伸張はできない。変位量は自然長の4%以上であり、仮に1mの線長として40mmの変位が取り出せる。BMXはBMFをコイル状に加工した製品であり、そのコイル径は0.2~0.62mmである。電話器の受話器コードを想像するとそれに近い。基本特性はBMFに準ずるがコイル状であることから、BMFと同じ長さのBMXでは線長を長くでき変位が拡大されている。欠点として、線長が長いと通電による加熱に時間がかかり収縮速度が遅い、かつ同じ理由によって自然放冷に時間がかかり伸張に時間がかかる。本研究では高速収縮、大出力のBMFを関節駆動機構に用い、大変位であるBMXを重心移動機構に用いる。

3.2 SMAワイヤを用いたロボットの駆動手法 三次元空間の浮遊物体の位置姿勢を制御するものに飛行船がある。この位置姿勢制御には作用力ベクトルが可変であるプロペラが用いられることが多い。アクチュエータが統合できスマートである反面、複雑機構が必要であり重量物となる。本研究では軽量を優先し、本ロボット特有の駆体制御方式である関節駆動手法と重心移動手法を提案する。関節駆動方式は軽量のロボット部品をSMAワイヤで繋ぎ駆動させることで脚型、あるいは魚様のヒレ型のアクチュエータを構成し推進力を発生させることを想定している。また重心移動手法はロボットに装備されたおもりを移動させることによってロボット全体の重心を変化させ姿勢を制御する手法である。またこれらそれぞれはインタフェースにも使用可能である。つまり、ロボットが案内サービスを実施する際、ユーザが命令し何の反応もしなければユーザは故障していると考えるか、命令を受け付けているにもかかわらず何度でも同じ命令を繰り返す。フィードバックには音声简单易用頻度も高いが、親しみやすい外観を持つ本研究のロボットではユーモラスで特徴的なインタフェースを志向し、ロボットの運動によって命令受信状態をフィードバックすることを考えた。ヒトのコミュニケーションにおいても「うなずく」「手振りを加える」等のボディランゲージは重要な技巧であり、ただ話している場合よりも感情が伝わり親しみを感じることもある。関節駆動機構の想定環境として、ユーザを見つけた場合や目的地に到着した場合、及び情報提供のための注意勧告をする場合に、関節を駆動させ、ユーザに「腕がパタパタと動いた」との感情を抱かせる。重心移動機構のインタフェース利用としては、重心の移動によって全体の姿勢の移動を伴わないその場で変化させることが可能であるから、例えばヒト型のバルーンがピッチ方向に姿勢変化すれば「うなずき」、ヨー方向に姿勢変化すれば「イヤイヤ」に見え、「Yes」、「No」の意味表現が可能であると考えた。

以下ではまず関節駆動機構から説明を行う。

3.3 関節駆動機構 動作原理を図1に試作を図2に示す。図2左図にあるようにBMFをアーチ状に曲げ、アーチの根本を端子に、アーチの先端を2枚のPP板で挟み込み接

着した。板と端子の間にはBMFだけで結合される隙間が設けられている。非通電時に端子台を水平方向に設置すると、BMFが柔らかいため板が重力方向に垂れ下がる。よって端子台と板との位置関係は直角である。通電時にはBMFが発熱・硬化することで直線状になる。したがってその先端の板は水平方向に持ち上げられる。以上が動作原理である。基礎実験では3Hzでの動作を確認している。

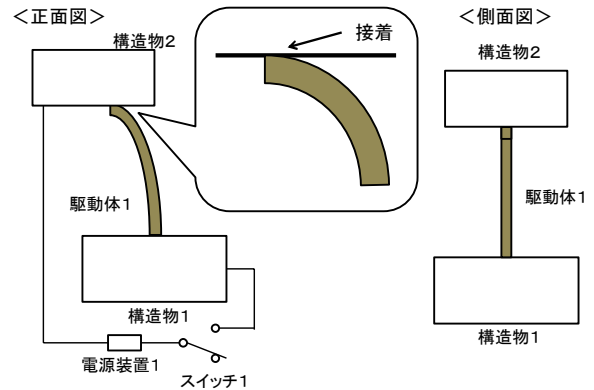


図1. 関節駆動機構動作原理

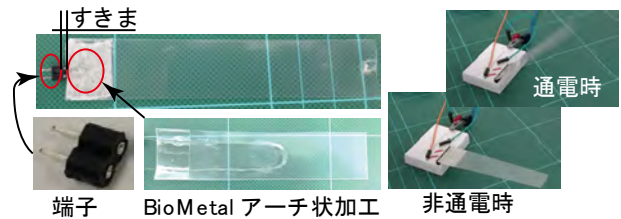


図2. 関節駆動機構試作

3.4 重心移動機構 試作を図3に示す。二つの支点とその中間点におもりを配置し、A支点とおもりをBMXで接続した(A区間とする)。B支点とおもりとはゴムによって接続する(B区間とする)。A区間に通電するとA区間のBMXが収縮し、おもりがA支점에近づきバルーン全体の重心がA支点よりになる。バルーンは浮遊しており無拘束であるから重心移動に伴い自らの姿勢を変化させる。A区間を非通電にするとBMXが自己発熱を停止し雰囲気温度で冷却されB支点方向へと伸縮する。伸縮時には力を生じないが、B支点からのゴム張力によっておもりは初期位置に戻

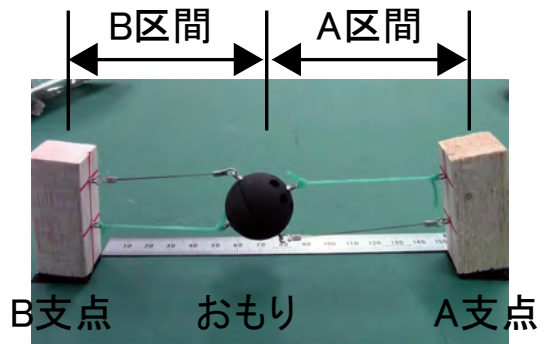


図3. 重心移動機構

る。したがって、バルーンは再度姿勢変化を行い初期姿勢へと復元する。浮力 180g を有するバルーンに当該装置を装備し基礎実験を行った。図 4 に姿勢変化の様子を示す。A 区間の通电によりおもりが右方向へと移動する。したがってバルーンは重心は右側に移動したことになり全体の重量バランス整合性により姿勢変化が生じ、時計方向に 90 度回転した。A 区間を非通电にすると、A 区間は伸張を始め、B 支点からのゴム張力により初期位置に復元し、その効果としてバルーンは初期姿勢に復元する。バルーンに偏心した円盤を装備し、その円盤をモータで駆動することによっても同様の効果が得られる。図 5 に円盤方式による重心移動機構の概念図を示す。更に軽量型として円盤の半径を棒状部品に、円盤の偏心をおもりに置き換えても同様にバルーンの姿勢変化を生じさせる。軽量型として RC サーボモータを用いた試作を図 6 に示す。

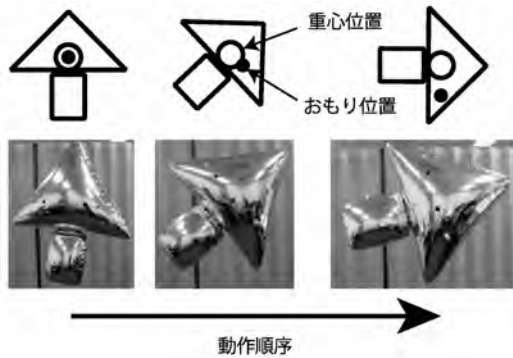


図 4. 重心移動機構試作

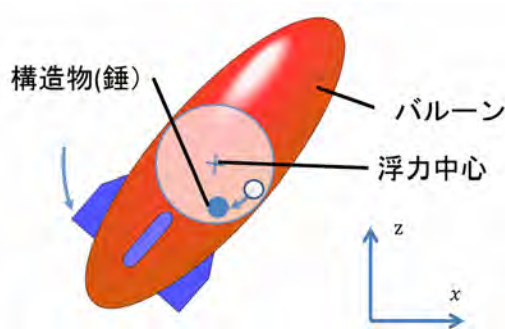


図 5. 重心移動機構 (円盤)



図 6. 重心移動機構試作 (円盤方式)

4. 手招きインタフェース

本稿で対象とするロボットはユーモラスで親しみやすいロボットであり、その感性的な特徴を活用するのであればマンーマシンインタフェースは直観的で簡単なものが望ましい。そこでユーザがロボットを手招きすることでユーザに近づくインタフェースを提案しその技術開発を行う。

4.1 ハードウェア 直径 30 mm、長さ 35 mm の WiFi カメラ (株式会社オウルテック製、Ai-Ball) をユーザ観察カメラとしてロボットに搭載する。カメラの概観を図 7 左上に示す。仕様として重量は 25 g、消費電力 300 mW、画素数 30 万画素、解像度 640×480、CR2 電池で動作する。

4.2 ソフトウェア カメラ画像是画像処理用パソコンに送信され、パソコンでは第一処理として画像の肌色抽出を行う。すると背景画像からヒトの皮膚が露出している部分だけが抽出される。つまりここでは顔と手を想定している。肌色抽出画像にオプティカルフロー処理を施して、画像中の抽出点の速度ベクトル成分を解析する。ユーザが「コイコイ」と手招きするのであれば顔は動かず、手だけが特徴的に動いていることが予想できる。

4.3 実験及び検討 図 7 にパソコンの処理画像を示す。上段右図は取得画像から肌色画像だけを抽出し二値化していることを示している。下段図は肌色抽出画像にオプティカルフロー処理を施したものである。画面の矢印は画像中の特徴点の速度ベクトルを可視化しており、この速度ベクトルを検出することで手招きか手をかざしているだけかを判別する。下段左図の数字の羅列はオプティカルフローのテキスト出力である。この数値が閾値を超えればロボットに動作コマンドを発行する。

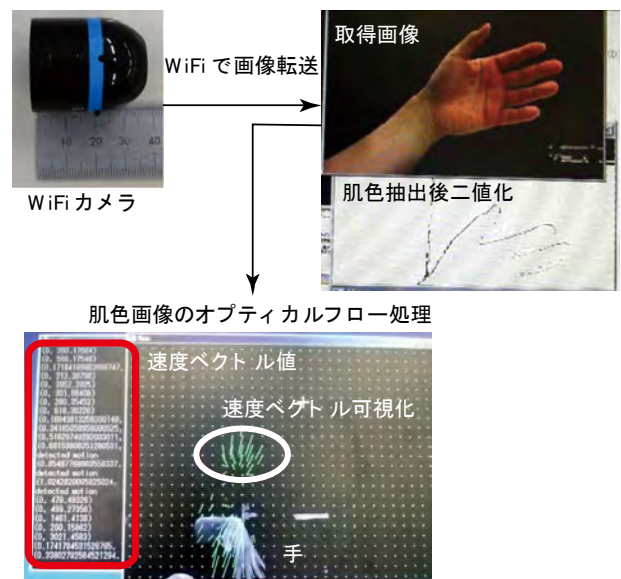


図 7. 手招きインタフェース処理フロー図

5. システム開発

前節までの基礎技術を統合し、ロボットとしてのシステムインテグレーションを行う。図8を参照されたい。

5.1 ロボット部品の材料について ヒト生活空間においてヒト大の寸法で複雑な形状を持ちながら本質的な対人安全性を有する本ロボットの特徴を示すためには、アルミシートの袋形状は不適合であり、親しみやすく見た目に形状を短期間に製作する必要性から塩ビで製作した。低ガスバリア性能はヘリウム再充填によって対応する。バルーン製のロボット部品を設計し市井のバルーン製作者へ外注した。案内サービスである本研究の目的から、親しみやすくユーモラスな外観が適当であると考えた。また見た目に高剛性でなく、金属光沢でない移動体はそれだけで目新しいと考えた。各種展示会が秋期に実施されそこでのデモンストレーションを計画していたことからハロウィーンが連想されるようなロボット形状とした。直径 1,400 mm，高さ 1,000 mm，浮力 200g で設計を行った。

5.2 関節駆動機構と重心移動機構の実装 関節駆動機構についてはロボットの腕を動かすことを目的とし、胴体と手を別部品とし、それらを BMF でつないだ。関節駆動機構の実装を図9に示す。また図7の重心移動機構試作をロボットの頭頂部に装備し動作実験を行った。実装と動作過程を図10に示す。おもりの位置によりロボットの姿勢が前後に変化していることが分かる。

5.3 移動形態 三次元物体の三次元における位置姿勢を制御することは困難であり次段階の開発項目とし、本稿ではロボットの移動は二輪移動ロボット（ローバー）で行う。図11にロボットをけん引するローバーとその仕様を示す（ヴィストン株式会社製，ビュートローバー）。このローバーに図8に示す浮力を有するバルーンをけん引させる。三次元の位置姿勢制御から平面における二次元の位置姿勢制御に帰着することで、制御と操縦が容易になる。

5.4 案内経路について 提案したロボットの対人安全性の概念を示すことを優先し、ロボットの動きがよく分かる直線経路による基礎的な実験を行う。自律移動は次段階

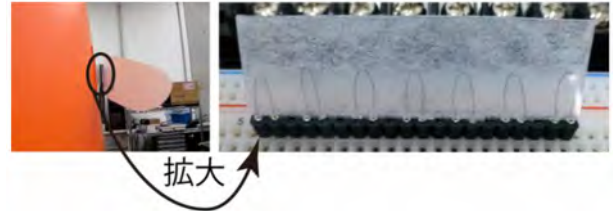


図9. 関節駆動機構実装



正面図 側面図

図10. 重心移動機構動作過程

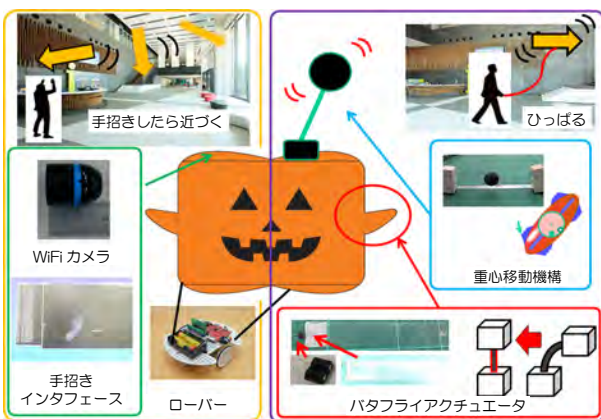


図8. バルーンロボット



外形	W112×D130×H60 (mm)
重量	230g (電池搭載時)
駆動方式	DC モーター×2
センサ	赤外線センサ×2
電源	単三型ニッケル水素電池×2
基盤	VS-WRC103LV (ARM/LPC1343 搭載)
インタフェース	Bluetooth®2.0, クラス2

図11. ローバー仕様

の開発項目に積み残し、ロボットの移動はオペレータによる遠隔操作である。なお、自律移動時にロボットの動作トリガとなるマン-マシンインタフェースは第4節で開発済みであり実装を行う。

5.5 システムインテグレーションと実験 再度図8を参照願いたい。ユーザの手招きを認識し、それを動作トリガとする案内ロボットである。バルーンは塩ビ製で、ヘリウム揚力により浮遊しており対人や対物衝突時に問題はない。ローバーをバルーン下部に取り付け、ローバーの車輪が床と接触し移動するために必要な摩擦力を発生するようにバルーンの浮力とおもりを調整した。使用したローバーは230gと十分軽量であり衝突による事故の可能性は極めて低い。

システムの処理フローを図12に示す。ロボットは3つの処理部から構成されている。画像処理とロボット動作全体を統括するパソコン、ローバー制御部、関節駆動機構と重心移動機構を制御する駆動制御部の3部である。ローバー制御部にはARMチップ、駆動制御部にはArduinoマイコンを使用した。また通信経路は、ロボットに取り付けたカメラと処理パソコンとの通信は無線LAN、パソコンとローバー間の通信、及びパソコンと駆動機構制御部間の通信は

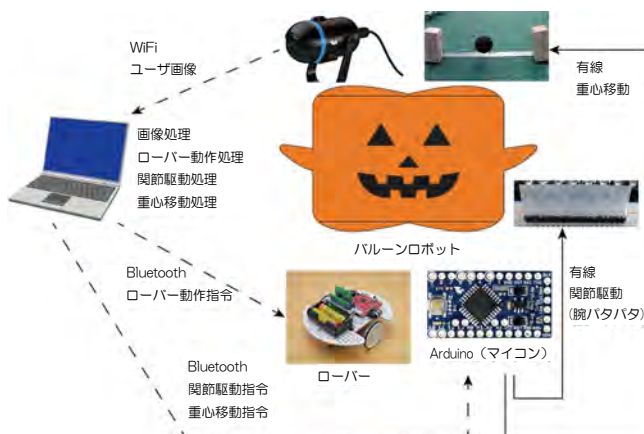


図12. 情報処理フロー



図13. 引張りによる経路案内

Bluetoothで構築した。WiFiカメラの映像はOpenCVとpythonによって処理系を構成し、オプティカルフローベクトルをテキストとして出力する。それを閾値としてローバー制御部に移動開始トリガを送信する。ローバーが移動を完了すると制御部から動作完了トリガがパソコンに戻され、パソコンから駆動制御部へ動作指令が送信される。

ユーザの手招きを認識し動作トリガが発行されていることをオペレータが確認し、パソコン経由でゲーム패드からローバーを遠隔操作した。その経路は直線状A-B区間であった。実験風景を図13に示す。

6. 結論

サービスロボットの本質的な対人安全性を軽量化によって実現する着想に基づき、案内サービスにおける基礎的な機能を、試作軽量ロボットで実験的に示した。現在、完了している開発は直線状A-B区間の誘導に限定されている。また、自律移動ではなくオペレータ操作である。これらは以下の三段階の開発で解決可能と考えられる。

第一段階：ローバーをライトレース可能な仕様に変更

第二段階：ロボットが読んで分かるマーカの定義づけ

(停止, 転回, 等)

第三段階：ロボットの移動経路にラインやマーカを施工

本質的な対人安全性を確保したロボットは調査の範囲内では見当たらず新たなロボティクスの価値を開拓したと言える。このことは第二期中期計画の新産業創出型研究に直接つながり、機械、電気産業のみならず玩具製造業者、広告業者、福祉介護機器開発業者、他に広く波及する内容であると考えられる。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月18日再受付)

文 献

- (1)金, 西岡, 川村:「インフレイタブル構造3DOFロボットアーム」, ROBOMECH 2013 (2013)
- (2)Inflatable Robots by Otherlab: “A Walking Robot (named Ant-Roach) and a Complete Arm (Plus Hand)”, <http://www.hizook.com/blog/2011/11/21/inflatable-robots-otherlab-walking-robot-named-ant-roach-and-complete-arm-plus-hand>
- (3)Robots with Inflatable Links: <http://www.hizook.com/blog/2011/11/21/inflatable-robots-otherlab-walking-robot-named-ant-roach-and-complete-arm-plus-hand>
- (4)iRobot Developing Inflatable Robot Arms: <http://spectrum.ieee.org/automaton/robotics/military-robots/irobot-developing-inflatable-robot-arms-inflatable-robots>

低コスト化を目指す基板上光通信路の実装技術

山口 隆志^{*1)} 大原 衛^{*1)} 武田 有志^{*2)}

Development of low-cost fabrication technology of optical waveguides on a circuit board

Takashi Yamaguchi^{*1)}, Mamoru Ohara^{*1)}, Yuji Takeda^{*2)}

キーワード：光配線，光導波路，ディスペンサ

Keywords：Optical interconnection, Optical waveguide, Dispenser

1. はじめに

スマートフォンなどのモバイル端末やネットワーク機器といった近年の電子機器において，処理能力の高速化に伴う発熱や配線の高密度化によるノイズ，伝送データの大容量化による配線スペース増大が問題となっている。これらの問題を解決する手段として，光導波路を介した光信号によりチップ間またはチップ内通信を行う光配線の実用化が進められている⁽¹⁾。

光導波路の実装方法には主に，ドライエッチング法や転写法，露光・現像法，フォトリソ法などが用いられている⁽¹⁾。しかしいずれの方法も，高額で大規模な製造設備を必要とし作業工程も多岐に渡るため，大手企業や一部の専門メーカー以外が扱うことは困難である。これに対し，ニードル先端から空気圧によって材料を吐出させるディスペンサを利用して光導波路を低コストで実装する方法が考えられる。ディスペンサの利用には下記の利点がある。

- (1) 装置の価格が低コストであり，卓上サイズのため設置用の特別なスペースも必要としない
- (2) 薬品を使って不要な部分を除去する工程がないため，実装済み基板に対して周囲の素子に影響を与えることなく後から光導波路を形成可能である
- (3) 多目的な汎用装置であるため，光導波路の実装だけでなく基板のコーティングや金属ペーストを使った電気配線の実装にも使用できる

本研究では，ディスペンサによる光配線の実装技術を確立することで，これまで光デバイスに携わっていなかった基板メーカー等の参入を容易にし，産業界における光配線製品開発の促進を図ることを目的とする。

2. 実装実験

光導波路の実装は，基板に表面処理（異物除去とエタノー

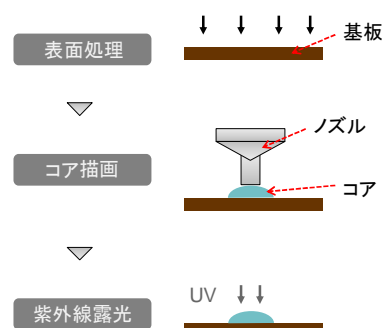


図1. ディスペンサによる実装例

ル洗浄)を施した後，光が伝搬するコアとなる紫外線硬化樹脂をディスペンサで実装し，紫外線露光するという工程で行う(図1)。

本研究で用いた実装環境は，ディスペンサ本体(武蔵エンジニアリング株式会社製，MS-1D)とノズル制御ロボット(同，SM200DS)，温調ユニット(同，TB-5C)，制御用コンピュータ(Dell製，Precision M2300)で構成されている。ディスペンサは，外部のエアコンプレッサーから送られてくる空気の圧力を調整し，ノズルから吐出する材料の量を制御する。ノズル制御ロボットがPCで設定した描画パターンに従いディスペンサと連動してノズルを動かすことにより光導波路の実装を行う。実装される導波路幅は，主に吐出圧力とノズル内径，基板の濡れ性によって決まる。

紫外線硬化樹脂は，粘度が 2×10^4 mPa·sで屈折率が1.522のものを用いた。材料はアクリル系でできており，紫外線に対する反応剤が含まれている。また，電子回路で一般的に用いられているガラスエポキシを基板材料として選んだ。

ディスペンサを光導波路実装装置として用いるためには，基板上に同じ形状を安定して形成できることが求められる。基板に吐出された材料の形状は接触角に依存する。基板上のどの場所においても接触角が等しければ，実装された光導波路は概ね同じ線幅や高さになる。材料として水

を使った場合における接触角の測定結果を表 1 に示す。測定箇所は中央と四隅の 5 点とした。液滴の体積は $1 \mu\text{l}$ であり、滴下後 1 秒後に測定を行った。表 1 より、どの場所においても接触角は $86 \pm 1^\circ$ 以内の値を示していることが分かる。したがって、基板上のどの場所においても同じ形状の光導波路を実装可能であるといえる。

光導波路の線幅や高さやノズル移動速度との関係を明らかにするため、試験品を作り粗さ測定機を用いて断面形状の測定を行った。図 2 は、ノズルの移動速度 V を変化させた場合に断面形状の変化を表したものである。ノズル内径と吐出圧力はそれぞれ 0.18 mm と 0.5 MPa に固定した。図 2 より、試験品の線幅は約 0.4 mm から 1.5 mm 、高さは約 0.05 mm から 0.16 mm の範囲内であることが分かる。光導波路の寸法は、主にノズルの内径に依存するが、ノズルの移動速度を変化させることによって制御可能である。

3. 通信実験

ディスペンサにより実装した光導波路が実際に信号を伝送可能であるかを検証するため通信実験を行った。図 3 に通信実験の接続図を示す。光導波路の長さは、基板上の通信における実用性を考慮し直線 10 cm とした。ファンクションジェネレータにより生成した矩形波で LED (浜松ホトニクス株式会社製, L10881) を点滅させ、光導波路内を伝搬した光をフォトダイオード (同, S7727) で光電変換し、オシロスコープで波形を観測した。光導波路への光の入出力は、光導波路の端部を研磨し、各素子と直接接触させることで行った。図 4 は、 100 Mbps の通信を想定し点滅の周波数を 50 MHz とした場合におけるオシロスコープの入出力波形である。図中の上段が入力波形であり、下段が出力波形を表している。図より、入力した矩形波と同相の出力波形を観測できていることが分かる。

本研究で行った通信実験では、伝搬損失等については明らかになっていない。また、光導波路の入出力部分における損失も考慮していない。今後は、光導波路の性能を正しく評価する方法の確立についても検討していく。

4. まとめ

低コストに光回路を実現する方法として、ディスペンサを利用した光導波路の実装について検討した。アクリル系の樹脂を 10 cm の長さで直線状に基板へ実装し、両端に発光素子と受光素子をそれぞれ設置することで通信が可能であることを確認した。今後は、実用性を高めるため、曲げや合流、分岐構造について研究を進める。また、光導波路の入出力部におけるエネルギー損失を減らすため、光ファイバ等を並べて実装した時に生じる結合現象の利用を検討する。

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

表 1. 基板上の接触角

表内文字	時間 [ms]	体積 [μl]	接触角 [$^\circ$]
中央	1,000	1	86
右下	1,000	1	86
左下	1,000	1	87
右上	1,000	1	85
左上	1,000	1	87

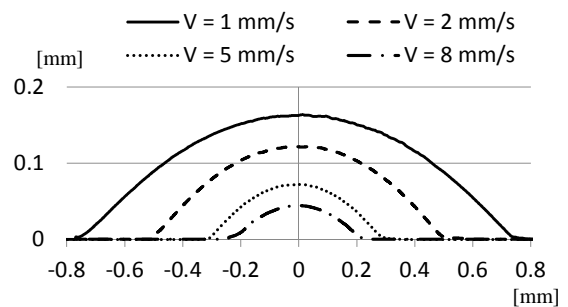


図 2. ノズル移動速度と断面形状

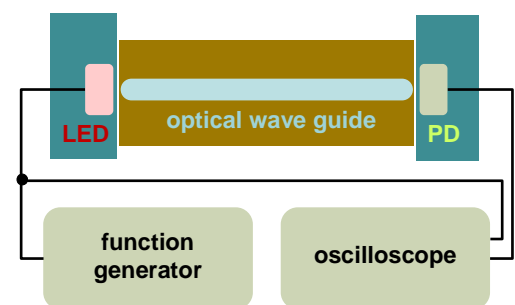


図 3. 通信実験の接続図

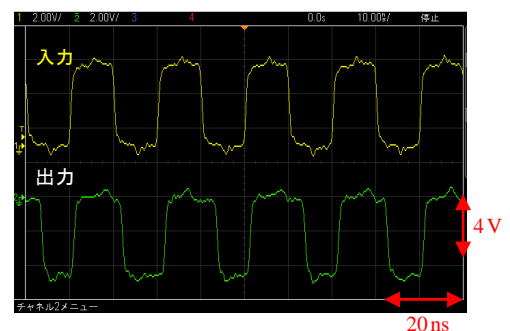


図 4. 入出力波形

文 献

- (1)三上修:「光配線実装技術ハンドブック」, オプトロニクス社 (2008)
- (2)相馬, 石樽:「ディスペンサを用いた円形 GI 型コアポリマー並列光導波路の作製」, 第 26 回エレクトロニクス実装学会春季講演大会公演論文集, 9C-04, pp. 275-276 (2012)
- (3)石田格:「光電気複合配線板とその製造方法」, 特開 2009-145647 (2009)

ノート

高性能 VOC センサの開発

平野 康之*¹⁾ 篠田 勉*²⁾ 石地 徹*³⁾ 飯島 鉄也*³⁾ 西出 龍弘*³⁾

Development of high-performance photo-ionization detector (VOC sensor)

Yasuyuki Hirano*¹⁾ , Tsutomu Shinoda*²⁾ , Toru Ishiji*³⁾ , Tetsuya Iijima*³⁾ , Tatsuhiro Nishide*³⁾

キーワード：光イオン化検出器，製造現場

Keywords : Photo-ionization detector, Manufacturing site

1. はじめに

機械加工を行う工場では，脱脂剤等の有機溶剤が使用されている。加工品の溶剤臭や溶剤の残存によって，納品先からクレームを受けるという事案が発生している。また，作業現場等の環境を把握したいというニーズがある。これらの問題に対処するため，加工現場では簡易操作型の VOC センサ (VOC: volatile organic compounds, 揮発性有機化合物) が求められている。

現在市販されている安価な VOC センサの中で光イオン化検出器 (photo-ionization detector, PID) は，広いダイナミックレンジや高速応答性等のため，広く使用されている。しかし，他方式の VOC センサと同様に，定期的なメンテナンスを要し，また，VOC によって感度が異なるものの，VOC を識別することができない。

本研究開発では，長期間メンテナンスフリーで，新しいガス判定機能を付与した，高性能 PID を提案する。

2. 長寿命 PID の実用化

2.1 実用化試作機の設計製作 既存の PID は，紫外線 (ultraviolet light, UV) によって正にイオン化した VOC から電流を出力し，VOC 濃度を得るため (図 1)，イオン検出電極が，絶縁物等の付着によって汚染されると出力が不安定になり，感度が低下する。このためにメンテナンスを必要とする。本実用化試作機は，都産技研が開発した電極汚染の影響を受けないチャージ式 PID (図 2) を採用した⁽¹⁾。

実用化試作機のプラットフォームは，理研計器株式会社製の複合ガス検知器 (GX-8000) を採用した。搭載可能な検出ユニットの大きさは，外径 19 mm，長さ 21 mm の円筒形状であり，検出電極，UV ランプ，ランプ点灯コイルを内包

する検出ユニットの作り込みを行った。また，ランプ点灯回路及び検出電極印加回路を新たに開発し，これらの回路とチャージ式検出回路をプラットフォーム内に配置した。製作した実用化試作機を図 3 に示す。

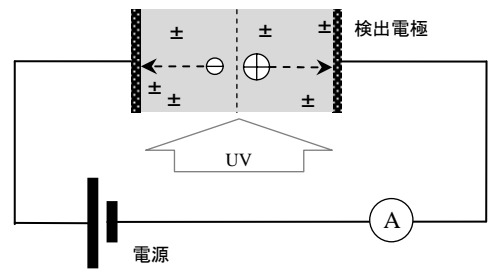


図 1. 従来型 PID の構造

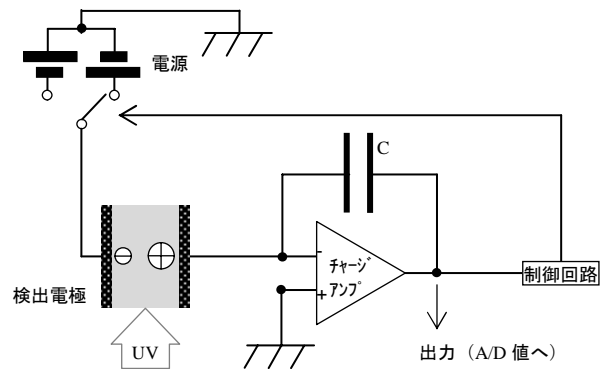


図 2. チャージ式イオン検出法の基本回路



図 3. 実用化試作機

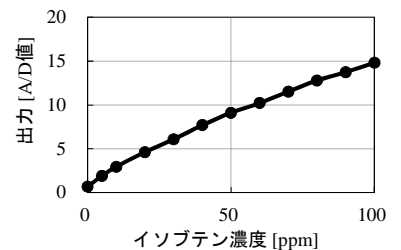


図 4. 実用化試作機的气体濃度と出力の関係

事業名 平成 20 年度，21 年度，22 年度，23 年度 JST，東京都
地域結集型研究開発プログラム
平成 24 年度 共同研究

* 1) 機械技術グループ
* 2) 地域結集事業推進室
* 3) 理研計器株式会社

2.2 実用化試作機の性能評価 低濃度のイソブテン (0~100 ppm) を用い性能評価を行った。実用化試作機の出力は、低濃度域を安定して計測できた (図4)。

3. ガス判定技術

3.1 理論 従来のPIDにおいて、検出電極は、UV照射領域に設置されている。

本研究では、正負イオンの電極への飛行に特徴付けを行うため、UVランプを一方の電極に偏倚した位置に設け、電極間の一部分 $2L_1$ のみを照射した (図5)。すなわち、一方のイオンはUVが照射されていない領域 L_2 を飛行して電極に到達する。この結果、電流値はイオン移動度及びイオン発生量に依存した値となる。

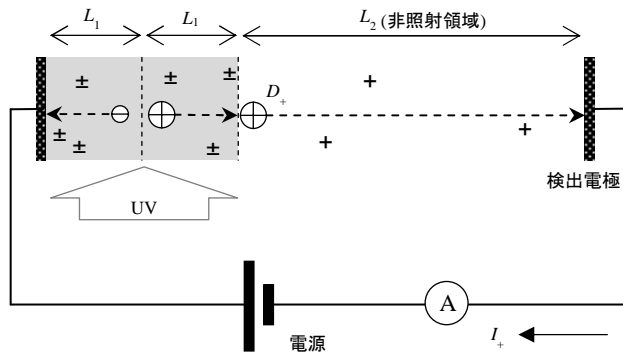


図5. ガス判定型PIDの構造

図5において、電極の極性を変えた場合、負イオンが非照射領域を飛行する。空気中において、負イオンは電子親和力の大きな酸素分子によって形成される⁽²⁾。

正イオン飛行時の電流値 I_+ を、負イオン飛行時の電流値 I_- で除することで、イオン発生量を規格化すると、イオン電流比は、正イオンの移動度のみに依存する。したがって、VOC固有の値が得られるため、ガス判定が可能になる。

イオンの移動度は拡散係数 D に比例すると仮定すると、上記の電流比は、VOCの拡散係数 D_+ によって次式で表される。

$$\left| \frac{I_+}{I_-} \right| = \frac{\frac{L_1}{D_+} + \frac{L_1}{D_-} + \frac{L_2}{D_-}}{\frac{L_1}{D_-} + \frac{L_1}{D_+} + \frac{L_2}{D_+}} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 D は空気中では酸素分子の拡散係数である。

$L_1 < L_2, D_+ < D_-$ の時、式 (1) は次式で近似される。

$$\left| \frac{I_+}{I_-} \right| \approx \frac{D_+}{D_-} + \frac{L_1}{L_1 + L_2} \dots\dots\dots (2)$$

3.2 実験 式 (2) から、非照射領域 L_2 の増大によって、イオン電流比は、拡散係数 D の依存性が增大する。表1の実験条件において、乾燥空気をベースに、単一成分のVOCを電極間に導入し、電流比を測定して、ガス判定に最適な構造を調査した。

3.3 実験結果及び考察 各非照射領域での電流比の結果を図6に示す。非照射領域 L_2 が38 mmまでは、ベンゼ

表1. 実験条件

照射領域, $2L_1$	4 mm ($L_1 = 2$ mm)
非照射領域, L_2	8~98 mm
VOC (D)	ベンゼン($0.0932 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$), p -キシレン($0.0670 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$)
VOC濃度	40 ppm
電極間の印加電圧	± 1000 V

ンと p -キシレンの電流比の差が拡大し、理論値に近づいた。したがって、 L_2 の拡大によって、ガス判定が容易になる傾向が認められた。

しかし、 L_2 が58 mmでは誤差が拡大し、電流比が逆転した。 L_2 が98 mmでは電流が小さく検出ができなかった。電極を内包している流路が四フッ化エチレン樹脂 (PTFE) 製であるため、PTFE表面にイオンの吸脱着が起こることも誤差が増加する一因と考えられる。これらの結果から、 L_2 は38 mmがガス判定に適する。

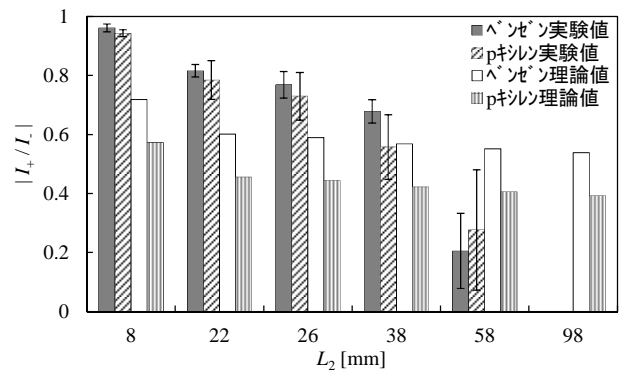


図6. 非照射領域の距離とイオン電流比の関係

4. まとめ

(1) 長寿命PID 電極の汚染に影響を受けない長寿命PIDの実用化試作機を設計製作し、性能を評価した。試作機は低濃度VOCを安定計測可能であるため、今後、加工現場等において、実証試験を行う。

(2) ガス判定技術 電極間のUV非照射領域の拡大によって、ガス判定を容易にすることを示した。今後、イオン吸脱着の影響を低減する方式について検討し、ガス判定の高精度化を図り、操作が容易なPIDセンサの実用化を行う。

謝辞

本研究は、JST、東京都地域結集型研究開発プログラムの助成を受けたものです。

(平成26年7月7日受付、平成26年8月6日再受付)

文 献

(1) 原本欽朗, 平野康之, 吉田裕道: 「チャージアンプを使用した光イオン化検出器の開発」, 東京都立産業技術研究センター研究成果発表会要旨集, 登録番号23(西)15, p.24 (2011)
 (2) Aprile, E.; Bolotnikov, E. A.; Bolozdynya, I. A.; Doke, T. Noble Gas Detectors, Wiley-VCH, ISBN3-527-40597-6, p.56 (2006)

ノート

DLC 膜の水素含有量に及ぼす熱処理の影響

清水 綾*¹⁾ 川口 雅弘*²⁾

The effect of heat treatment on the hydrogen content of DLC films

Aya Shimizu*¹⁾, Masahiro Kawaguchi*²⁾

キーワード : DLC, PBII & D, 水素含有量

Keywords : Diamond like carbon, Plasma based ion implantation and deposition, Hydrogen content

1. はじめに

ダイヤモンドライクカーボン (diamond like carbon; DLC) 膜は炭素と水素を主成分とし、黒鉛構造に代表される sp^2 構造とダイヤモンド構造に代表される sp^3 構造の炭素で構成された非晶質構造である。DLC 膜は高硬度、高耐摩耗、低摩擦性や耐熱性などの特性を有し、自動車摺動部品、金型、切削工具などの表面特性の向上に適用されている。また、 sp^2 と sp^3 構造の組成比を変化させると、絶縁性から導電性まで幅広い電気特性を設計できることが明らかになっている⁽¹⁾。本研究では、水素含有量の定量評価手法を確立することを目的として、炭素含有量が同一の DLC 膜に加熱処理を施し、その sp^2 と sp^3 構造の組成比の変化を調べた。

2. 実験概要

DLC 成膜手法の一つである PBII&D (プラズマイオン注入成膜; Plasma Based Ion Implantation and Deposition) 法は、試料表面へのイオン注入効果を付与するほか、低温処理、複雑形状物に対する均一処理など、他の手法には無い利点を持つ⁽²⁾。更に PBII&D 法は、使用する炭化水素系ガス種や成膜条件から、DLC 膜中の sp^2 と sp^3 構造の組成比を変化させることも可能である。

本研究では PBII&D 法により、原料ガスとして CH_4 , C_2H_2 , 及び $C_6H_5CH_3$ を用いて、Si 基板上に DLC 成膜を行った。成膜品はマッフル炉を用いて大気雰囲気下で 200, 250, 300, 350, 400°C で 1 時間加熱した。

未加熱品と加熱品について、顕微レーザーラマン分光分析法、X 線光電子分光分析 (X-ray Photoelectron Spectroscopy; XPS) 及びラザフォード後方散乱分析 (Rutherford Back Scattering; RBS) / 弾性反跳検出分析 (Elastic Recoil Detection Analysis; ERDA) 法を用いて DLC 膜の元素分析及び化学状態を観察した。

3. 結果と考察

成膜品の顕微レーザーラマン分光分析結果の概略を図 1 に示す。1550 cm^{-1} 付近は、典型的な DLC 膜由来のピークである。未加熱品及び加熱温度が 200°C と 250°C の 2 試料に関しては、DLC 膜由来のピークが明確に現れていることが分かる。一方、加熱温度が 300°C を超えると、1350 cm^{-1} 付近にピークが現れ始めると同時に DLC 膜由来のピークの形が変わり始め、350°C と 400°C の試料に関しては DLC 膜由来のピークが明確には現れない。これは、加熱に伴い DLC 膜が構造変化を起こしていることを示している。

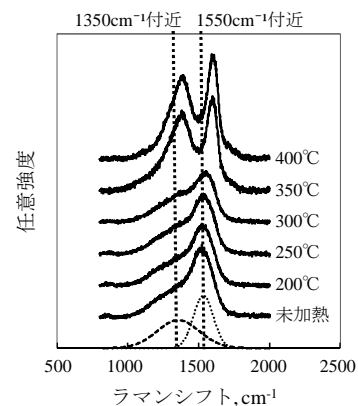


図 1. ラマン分光分析による測定結果

加熱による影響について、ナノインデンテーション法による DLC 膜の強度評価を行った結果を図 2 に示す。得られた結果は、300°C 以上で加熱した試料の強度が下がる傾向を示している。その原因について、XPS による未加熱試料と 400°C 加熱試料の DLC 膜表面の元素分析から確認を行った。

XPS ワイドスキャンによる簡易定量分析結果を図 3 と図 4 に示す。この結果より、未加熱試料に比べて 400°C 加熱試料の方が、表面における酸素存在量が多いことが分かる。また、XPS ナローズキャンにより sp^3/sp^2 存在比の確認を行ったところ、未加熱試料は 0.71 であったのに対し、400°C 加熱

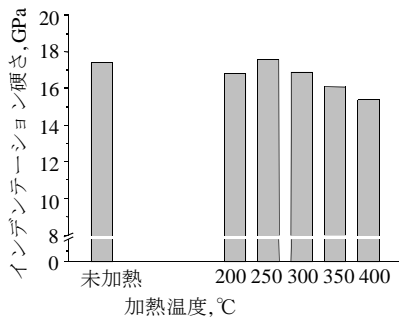


図2. ナノインデンテーション法による DLC 膜の強度評価

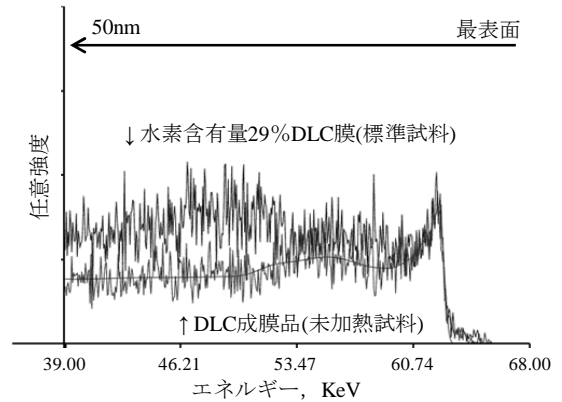


図5. RBS/ERDAによる測定結果のスペクトル例

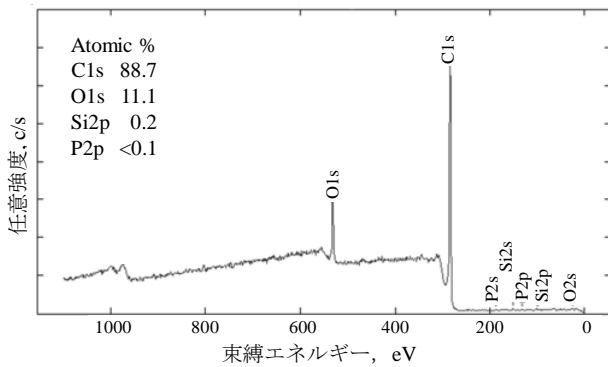


図3. XPSによる未加熱試料表面の元素分析

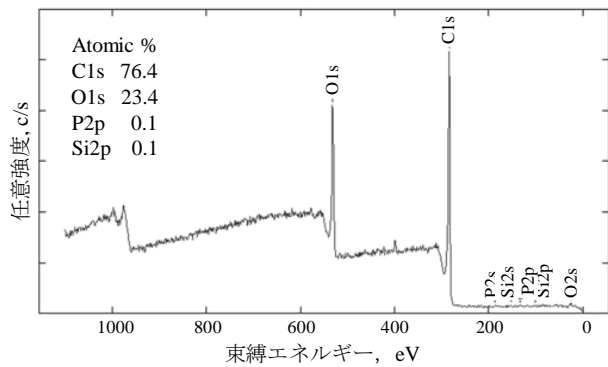


図4. XPSによる400°C加熱試料表面の元素分析

試料では 0.50 まで変化していた。これは、加熱の影響により DLC 膜の sp^2 構造が増加した、つまりグラファイト化が起きたことを示唆する。

DLC 膜の sp^2 構造の増加量をより定量的に測るために、RBS/ERDA による炭素及び水素含有量の定量を行った。本研究では、水素含有量が 29at%と明らかになっている DLC 膜を標準試料として図 5 のような比較測定を行い、スペクトル解析を行った。

得られたスペクトルから、水素と炭素の含有量の合計を 100%として算出した結果、未加熱試料の DLC 膜に含まれる水素と炭素の量はそれぞれ、18.1 at%と 81.9 at%であり、400°C加熱試料ではそれぞれ、12.9 at%と 87.1 at%であった。

この結果は、加熱後の水素含有量が約 30%減少したことを示している。

XPS 分析では加熱後の DLC 膜表面の sp^2 構造が増加したことを確認したが、RBS/ERDA による水素含有量結果も踏まえると、DLC 膜内の sp^3 構造中の C-H 結合は加熱により切断され、水素が脱離したと考えられる。一方、 sp^2 構造の増加に伴い、DLC 膜表面/膜内のダングリングボンド (不対電子) が増加する。一般に水素含有 DLC 膜は膜表面/膜内に C-H 結合が形成されているため化学的/構造的に安定である (ダングリングボンドはほとんどない)。しかし、加熱時は水素の脱離が顕著であることから、不安定な状態であると考えられる。したがって加熱後は、大気中の酸素や水が膜表面のダングリングボンドに化学吸着し、C-H だけでなく -C-O-C-や C-OH などを形成していると考えられる。また、膜内部は水素の脱離⇒ダングリングボンド形成⇒ sp^2 構造増加、という構造変化が起こっていると考えられる。加熱による酸素存在量の増加 (図 3, 図 4) や、RBS/ERDA より得られた最表面の高い水素強度 (図 5) は、ダングリングボンド増加と加熱後の化学吸着を支持する結果である。

4. まとめ

XPS 分析や RBS/ERDA 分析、顕微レーザーラマン分光分析法などの薄膜評価手法を併用することで、DLC 膜中の sp^2 と sp^3 構造の組成比の確認及び水素含有量の定量化が行えるようになった。薄膜評価から得られる DLC 膜の情報を蓄積することで、任意の sp^2 と sp^3 構造の組成比を持つ DLC の成膜が可能であると考えられる。

(平成 26 年 7 月 14 日受付, 平成 26 年 8 月 13 日再受付)

文 献

- (1) S. Miyagawa, S. Nakano, J. Choi, M. Ikeyama and Y. Miyagawa : "Effects of target bias voltage on the electrical conductivity of DLC films deposited by PBII/D with a bipolar pulse", Nucl. Instrum. Meth. B, Vol.242, pp.346-348 (2006)
- (2) 川口雅弘 : 「プラズマイオン注入法による表面改質技術」, Journal of the JSTP, Vol.50, No.582, pp.639-642 (2009)

ノート

減圧凝固試験法による AD12 アルミニウム合金溶湯の品質評価

佐藤 健二*¹⁾ 石清水 康二*²⁾

Evaluation of melt quality of AD12 aluminum alloy by vacuum gas test

Kenji Sato*¹⁾ , Koji Iwashimizu*²⁾

キーワード：アルミニウム，溶湯，品質，ガス，減圧凝固試験

Keywords：Aluminum, Melt, Quality, Gas, Vacuum gas test

1. はじめに

アルミニウム合金ダイカストは高精度で 3 次元の複雑形状の形成，優れた生産性による低コスト化や軽量化に効果があるため，自動車部品を中心に適用範囲が増えている。最近では，薄肉で高強度，高靱性の部品が要求されるようになり，欠陥制御の観点から，溶湯品質に対して関心が高まってきた。より清浄な溶湯，すなわち溶湯のガス量が少なく，介在物量の少ない溶湯条件が必要とされている。

現場での溶湯の品質評価は炉前試験によって行われている。従来は，イソライト煉瓦法，減圧凝固試験法（以下，減圧凝固法という。）⁽¹⁾，テレガス法⁽²⁾やイニシャルバブル法⁽³⁾が行われていた。現在は，減圧凝固法が目視的な評価としての判定性の良さから多く用いられるようになったが，系統的なデータや研究が少なく，試験圧力のポロシティ形態への影響⁽⁴⁾が報告されているのみである。

一方，現場の問題としてサンプリングによる試料形態のばらつきや合金組成によるポロシティの生成形態の違いが知られているが，品質評価への影響度は解析されていない。

そこで，本研究では，ダイカスト用合金 JIS AD12 溶湯のガス量の評価に減圧凝固法を適用し，溶解過程におけるガス量の変化や凝固試料の形態と試料断面のポロシティ分布との関係について検討した。また，これまで減圧凝固試料のポロシティサイズや分布についての知見がないため，ポロシティの画像解析データを基に新たに統計的手法で解析を行った。

2. 実験方法

試料には AD12 合金を用いた。表 1 に試料の化学組成を示す。合金は#10 カーボンボンド黒鉛るつぼを用い，高周波誘導炉で溶解し，溶解時のガスの挙動を調べた。地金を溶解し，溶湯へのガス吸収のため，850℃で 5min 保持し，680℃まで降温後，試料を採取した。溶湯を一旦凝固させ，再溶解し，溶湯の清浄化のため，フラックス処理を行った。溶湯採取温度は 680℃とした。

これと同時に，介在物評価のための K モールド試験片を採取した。また，ランズレー銅金型で採取した試料のガス量は真空溶融抽出パラジウム管透過法（ランズレー法）⁽⁵⁾で測定した。

採取溶湯量が減圧凝固試料の形態に及ぼす影響を調べるため，内容積が 60 ml (B) 及び 40 ml (S) の 2 種類の鉄製のつぼを用い，採取量の違いによる試料のポロシティ形態を調べた。減圧凝固法は鉄るつぼで溶湯を採取し，真空チャンバ内に設置後，一定圧力で凝固させる。凝固までのガス気泡の発生量や凝固後の試験片の形態や内在するポロシティ分布から溶湯中のガス量を判定する手法である。試験圧力は 5.3 kPa である。

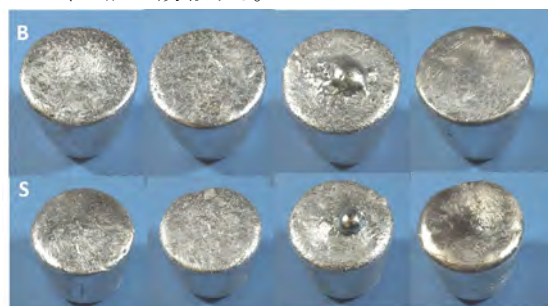
減圧凝固試料は水中秤量法で密度を測定し，縦 2 分割断面のポロシティ面積率との相関性を調べた。試料断面のポロシティを画像解析し，ポロシティ分布の特徴について検討した。

表 1. AD12 合金の化学組成 (mass%)

Si	Cu	Fe	Mn	Mg	Al
11.1	2.48	0.68	<0.01	<0.01	bal.

3. 実験結果

3.1 AD12 の溶解過程におけるガス量 溶解過程でのガスの挙動と，ガス量の違いによる B (大)，S (小) の試料断面のポロシティ分布を図 1 に示す。外観上の B と S の形態はほぼ同様である。縦断面のマクロ組織では，試料中央部に生じた引け巣とポロシティの分布から，溶湯に含まれるガスが気泡となり，試料上面の形態を変えることが解る。元湯とフラックス処理した試料では，引け巣が主体で，ガス吸収と凝固-再溶解試料では，ガスポロシティが細かく分散する。



元湯 → ガス吸収 → 凝固-再溶解 → フラックス処理
図 1. 試料縦断面のポロシティ欠陥の分布

事業名 平成 21 年度，22 年度，23 年度 共同研究

*¹⁾ 機械技術グループ*²⁾ 岩手県工業技術センター

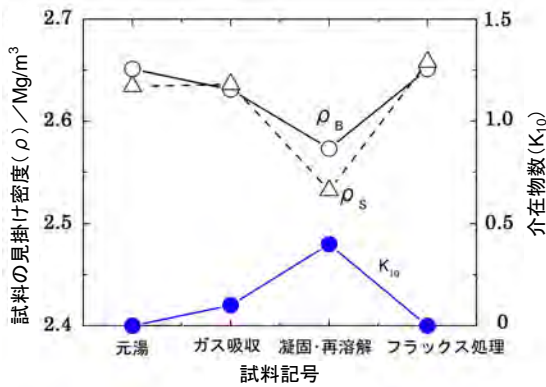


図2. 減圧凝固試料の見掛け密度と溶湯の介在物

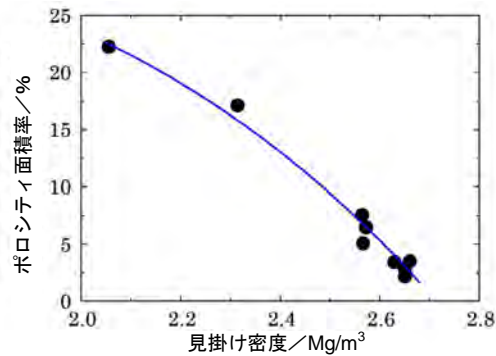


図3. 減圧凝固試料の密度とポロシティ面積率

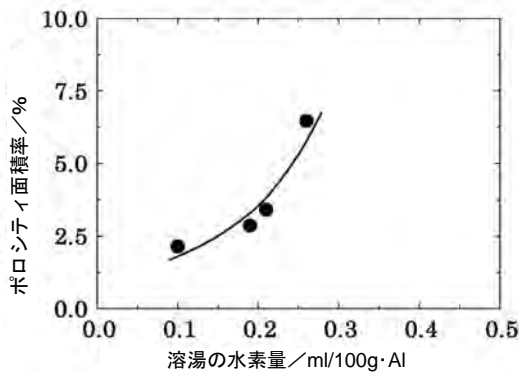


図4. 溶湯の水素量と試料断面のポロシティ面積率の関係

これらの試料の見掛け密度と介在物数を図2に示す。BとSの密度の変化はほぼ同じでその差小さい。凝固・再溶解で密度が低くなったのは、介在物数(K_{10})から、凝固・再溶解によって介在物数が増加することによる。したがって、再溶解による溶湯上方へのガスの濃化も一因であるが、介在物の溶湯面側への浮上によってガス気泡の核となり、溶湯の減圧保持過程で気泡が成長しやすくなったと考える。

試料の見掛け密度と断面のポロシティ面積率には良い相関関係が認められる(図3)。また、ランズレー法による溶湯の水素量の分析値と試料断面のポロシティ面積率に対しても良い相関関係があり(図4)、溶湯の水素量は減圧凝固試料密度やポロシティ面積率からも十分定量評価できることが認められる。AD12合金では、ガス量が少ない時には試料中央に引け巣が生じるため、0.1~0.2 ml/100gAl が評価限界である。

3.2 減圧凝固試料のポロシティ分布の統計的解析

これまでポロシティの分布に関してはマクロ観察によるサイズの大小、数の多少による限度見本で評価されていた。そこでポロシティ分布を解析するため、試料断面のポロシティサイズとポロシティ面積率に占める割合を調べた。試料断面に現れた1個のポロシティの面積から円相当の径を算出し、累積面積率を求めた結果を図5に示す。数mm以上の径のポロシティは引け巣由来である。 ϕ 1.5 mm 径以下の曲線から、二つのタイプに分類される。ガス量が多く、ポロシティ数が多い試料は、 ϕ 0.8~1.6 mm のポロシティが主体で、全体に占める面積率が大きいため、この間の曲線の傾きが大きい。引け巣が主体の試料は曲線の傾きが緩やかで、特定範囲でポロシティ径が集中していないことを表す。この曲線の傾きや、傾きの変曲点を定義することでポロシティの分布を統計的に評価できる。

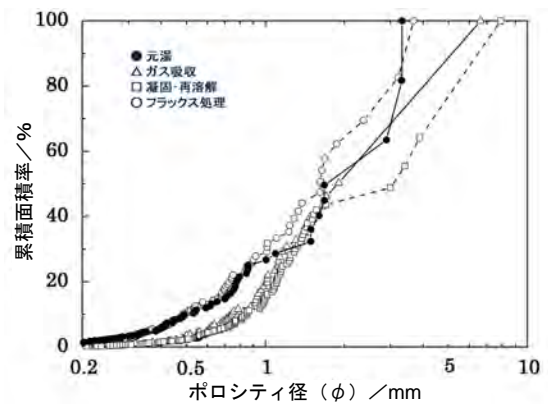


図5. AD12-B の減圧凝固試料断面のポロシティ径と累積面積率

4. おわりに

減圧凝固法によってダイカスト用合金のAD12溶湯の溶解過程のガスを評価し、評価精度に及ぼす要因を調べた結果、以下のことが明らかになった。

- (1) サンプル条件の溶湯採取量の違いはガス量評価に対する影響が小さい。
- (2) これまで、試料形態や断面のマクロ組織で判定していた溶湯のガス量を試料の減圧凝固試料密度や断面のポロシティ面積率によって定量的に評価できる。試料断面のポロシティ分布はポロシティ径と累積ポロシティ面積率で表すことにより、ポロシティ径や径に対する曲線の傾きから、統計的に評価できる。

(平成26年7月9日受付, 平成26年8月12日再受付)

文 献

- (1) 日本総合鋳物センター編：軽合金鋳物便覧，丸善，pp.45-46 (1965)
- (2) C. E. Ransley, D. E. J. Talbot and H. C. Barlow : J. Inst. Metals, 86, pp.212-219 (1957-1958)
- (3) D. J. Neil and A. C. Burr: Trans. AFS 69, pp.272-274 (1961)
- (4) R. J. Kissling and J. F. Wallace: Foundry, pp.70-75 (1963 Feb.)
- (5) R. Eborall and C. E. Ransley: J. Inst. Metals 71, pp.525-552 (1945)

赤外領域における放射照度分布測定について

磯田 和貴*¹⁾ 澁谷 孝幸*¹⁾ 中島 敏晴*¹⁾

Study of mid-far infrared irradiance spatial distribution measurement using thermopile sensor

Kazutaka Isoda*¹⁾, Takayuki Shibuya*¹⁾, Toshiharu Nakajima*¹⁾

キーワード：赤外放射測定，放射照度分布

Keywords：Infrared radiation measuring, Infrared irradiance spatial distribution

1. はじめに

現在，工業用から家庭用に至るまで，赤外放射を利用した加熱や暖房が一般的に利用されている。これら加熱，暖房装置の評価方法としては，発熱体の放射束の量を黒体のそれと比較した放射率や，装置から放射され，任意の面に到達する単位面積当たりの放射束の量を表す放射照度，または発熱体や被加熱物の温度分布などがある。これら加熱，暖房装置の評価を提供するに当たり，発熱体や反射板を含めた装置全体から放射される熱の空間的な広がりについて測定し，設計や製品評価の参考としたい，との要望がお客様から多く寄せられていた。

これは，任意の距離，位置ごとの放射照度を測定することで実現が可能と考えられるが，中～遠赤外領域での熱放射に関する放射照度の空間分布測定，またその誤差要因等について報告がなされた例はない。

そこで本研究では，熱型検出器をアレー状に配置した放射照度分布測定装置を試作し，その評価を行ったので報告する。

2. 放射照度分布測定

2.1 装置概要 試作した装置の概要を図1に示す。試作に当たり，以下の項目の達成を目標とした。

(1) 家庭用の小型暖房機について， $\pm 5\%$ の出力安定性で測定できる。

(2) 放射照度測定に関する角度特性を，45度までの入射に関して20%以内で満足する。

(3) 放射照度分布について，正面での放射照度により規格化した相対放射照度分布の形で結果を得ることができると。

以下に，それぞれの問題と，行った手法について述べる。

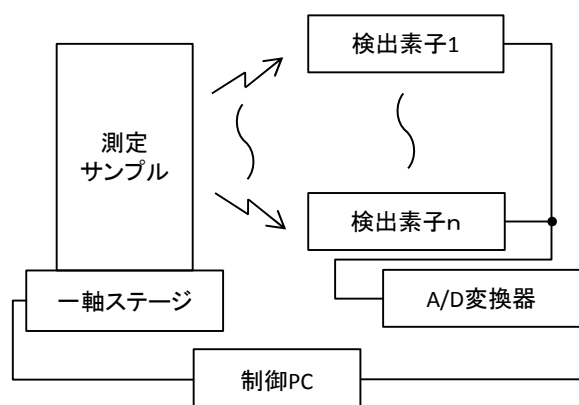


図1. 放射照度分布測定装置の概要

2.2 各項目の問題点と解決手法

(1) 出力安定性

比較的安価で取り扱いが容易なことから，熱型検出器（サーモパイル，感度波長1～18 μm ）を使用した。しかし，熱型検出器を使用する場合，検出器や周囲の温度変化による出力変動が，測定値に影響を及ぼすことが知られている。そこで，熱容量が大きく赤外放射を吸収しない素材として，銅製部品に金メッキを施した治具を試作し，この治具で検出器を保持することにより解決を試みた。

(2) 角度特性

放射照度の測定では，余弦則と呼ばれる，斜め方向からの入射に対する理想的な応答特性を満足する必要がある⁽¹⁾。これは，前方の半球空間に対して定義される。しかし，谷治ら⁽²⁾の指摘するように，角度特性の向上による背景放射の影響を考慮し，45度までの入射について満足することを目標とした。通常，角度特性の補正には拡散反射板や拡散透過板などが用いられる。今回は多点での測定を予定していたため，入射系の規模が比較的大きくなる拡散反射板は使用せず，#100の研磨紙で研磨したSi製の窓材を検出器の前面に配置し，補正を試みた。

(3) 放射照度分布

本研究では検出器の分光応答度の評価を行わなかった為、相対的な放射照度値での分布測定とした。

2.2 各項目の検証 試作した治具の有無について、横軸を測定開始からの時間、縦軸を出力電圧の変動とした、出力安定性を図 2 に示す。窓材の有無について、横軸を測定角度、縦軸を相対的な出力とした、角度特性を図 3 に示す。

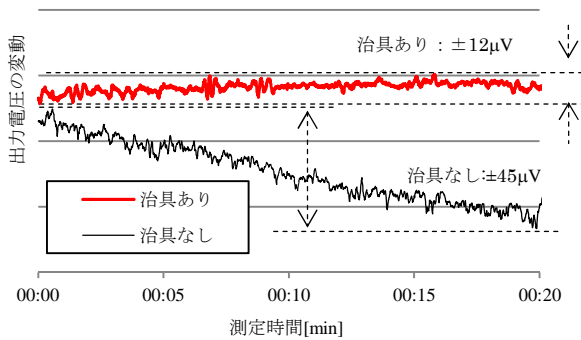


図 2. 治具の有無による出力安定性の変化

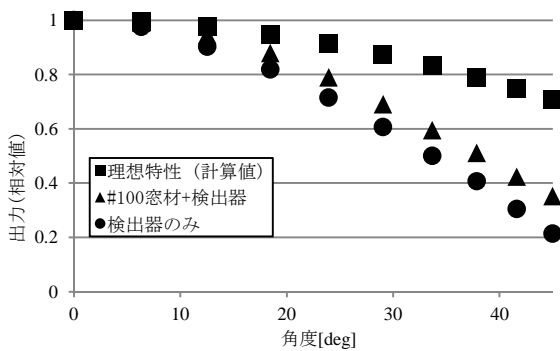


図 3. 検出器の角度特性

出力安定性の測定は、設定温度値を 90 °C とした平面黒体炉 (Electro Optical Industries Inc. CDS-100) を検出器正面から 50 mm の距離に設置し、20 分間行った。結果より、検出器の雑音と温度ドリフトが合成された全体の出力変動は、治具無しと有りの場合でそれぞれ $\pm 45 \mu\text{V}$ 、 $\pm 12 \mu\text{V}$ であった。この時周囲温度の変化量は治具無しと有りの場合どちらも $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 以内であったことから、治具の熱容量により検出器の温度変化が抑えられ、結果として温度変化に伴うドリフトが減少したと考えられる。

また、小型暖房機 (300 W) を試験品として選定し、同様の検出器を用い正面で測定した。この時の検出器出力は、試験品から検出器までの距離が 250 mm で約 36 mV、試験品を空間的に点とみなせる 1300 mm では約 1.8 mV であった。出力安定性の検証結果より、検出器出力の変動が $\pm 12 \mu\text{V}$ であることから、250 mm、1300 mm のどちらの場合でも、測定値の $\pm 5\%$ 以内の出力変動で測定が可能と見込まれる。

角度特性は、発熱体が空間的な点とみなせるよう、小型 H7 ハロゲンヘッドランプを用い、ランプ正面で検出器を走

査して測定した。余弦則の理想特性に対し、研磨した窓材を検出器の前段に配置することで角度特性が改善された。しかし、検出器への入射角度が大きくなるにつれ理想特性との差が広がり、45 度の入射に関する理想特性との差は約 0.35 と、目標値からの外れが大きい結果となった。なお、研磨紙の番手に対する値の変化はみられなかった。

2.3 放射照度分布測定結果 試作した治具により保持した検出器を用い、小型暖房機の相対的な放射照度分布を測定した。横軸を暖房機からの距離、縦軸を暖房機正面からの水平方向の距離とした測定結果を図 4 に示す。

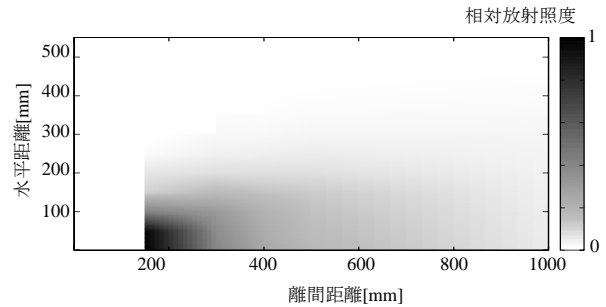


図 4. 小型暖房機の相対放射照度分布

図より、測定した小型暖房機の光の広がりを確認できる。しかし、前節で示した検出器の角度特性の問題から、特に近距離かつ水平方向の離れた位置については、測定値の信頼性が確保できていない。実際の加熱・暖房装置測定に当たっては、測定対象の寸法と検出器からの見込み角を考慮し、角度特性の影響を把握した上での実施が必要である。

3. まとめ

赤外放射を利用した加熱、暖房装置の評価手法として有効と考えられる、放射照度の空間的分布の測定を試みた。

測定に使用した熱型の検出器は、取り扱いが容易である反面、原理上の理由から出力安定性が悪いという特性を持っており、これに金属治具を組み合わせることで、安定した測定を可能とした。一方、放射照度測定に係る角度特性については、窓材の研磨による拡散透過性の付与により改善がみられたが、余弦則を満足する特性とはならなかった。これらの検出器を用い、小型暖房機の相対放射照度分布を測定した。放射照度の空間的広がりを確認したが、大きな入射角度での測定精度に問題が残った。

今後は、角度特性を向上させ、分光応答度の評価などを通して、更に実用的な放射照度分布測定手法の開発を行う。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 12 日再受付)

文 献

- (1) (一社) 照明学会: 「光の計測マニュアル」, 日本理工出版会, p.447 (1990)
- (2) 谷治ほか: 「赤外放射照度計の開発」, 照明学会誌, Vol.74, No.2, pp.72-79 (1990)

ノート

振動により製品から発生する異音評価方法の開発

宮入 徹*¹⁾ 神田 浩一*¹⁾ 服部 遊*¹⁾ 福田 良司*²⁾

Development of a method for evaluation of abnormal noise from the product due to the vibration

Toru Miyairi*¹⁾, Koichi Kanda*¹⁾, Asobu Hattori*¹⁾, Ryoji Fukuda*²⁾

キーワード：異音，ラトルノイズ，加振器

Keywords：Abnormal noise, Rattle noise, Shaker

1. はじめに

製品にアセンブリ欠陥がある場合、製品に対して振動が加わった際に部材同士が衝突し、カタカタといったような異音が生じることがある。このような異音を一般にラトルノイズと呼ぶ。ラトルノイズの評価手法としては、加振器を用いて対象を強制加振し、その際得られる放射音を評価するラトル試験があるが、その評価方法に関しては現在確立したものがなく、メーカー各社独自の方法によって評価を行っているのが現状である⁽¹⁾⁽²⁾。ラトル試験特有の課題としては「加振器放射音の影響が無視できない」という点が挙げられる。そこで本研究では、加振器放射音を分離しラトルノイズを抽出して評価する手法について検討し、ラトル試験方法の一つの提案を行うことを目的とする。

2. ラトルノイズの評価

2.1 測定システムの構成 本研究におけるラトルノイズ測定システムの構成を図1に示す。試験品及び試験品固定治具を加振器上に積載し、加振器に対して所定の加振を加えた際に得られる放射音をマイクロホンにて測定・評価を行った。試験品とマイクロホンとの距離は0.5mとした。ラトルノイズ発生サンプルとして、二枚のプラスチック板

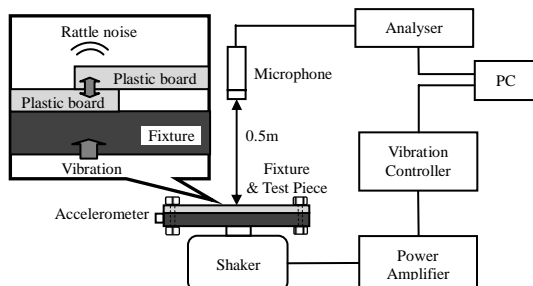


図1. 実験装置

(164×129mm, t=2mm) を 20mm 重なるよう治具上に設置し、加振時に生じるラトルノイズを測定した。

2.2 加振器放射音の影響 ラトルノイズの評価に当たっては、通常の騒音測定同様、暗騒音に対する補正を行う必要がある。本研究ではラトルノイズ評価における暗騒音を「試験品非積載時の加振器稼働音」とした。ここで、ランダム加振時の「ラトルノイズ発生サンプル積載時の放射音」と「暗騒音」との A 特性放射音圧レベルのオールパス値による測定結果を表1に示す。加振力は、車載品評価を想定し当センターにて行った車室内振動加速度測定の実測値から作成した疑似ランダム信号を用いた(表2)。測定時、ラトルノイズ発生サンプルからは聴感上確認できるようなラトルノイズが発生していたが、表1に示すように、オールパス値による評価では暗騒音との顕著なレベル差が得られていない。JIS Z8737-1等の実用級での放射音測定において、暗騒音は測定対象機器によるレベルより少なくとも6dB低くなければならないとされており⁽³⁾、オールパス値による評価ではラトルノイズの大きさや発生を検知を評価するのは難しいことが分かる。

表1. ランダム加振時の A 特性音圧レベルのオールパス値

試験品	オールパス値 [dB A]
ラトルノイズ発生サンプル	40.8
暗騒音 (試験品非積載時稼働音)	40.3

表2. ランダム試験時に用いた疑似ランダム信号

corner frequency /Hz	(m/s ²)/Hz
8	0.01
20	0.1
50	0.1
250	0.02

2.3 ランダム加振時のラトルノイズの抽出 ランダム加振時の測定に対し、1/3 オクターブバンド分析を行った結果を図2に示す。図より、ラトルノイズ発生サンプルは加

事業名 平成25年度 基盤研究

*¹⁾ 光音技術グループ

*²⁾ 機械技術グループ

振周波数範囲（8～250Hz）以降の周波数域において暗騒音に対するレベル差がみられ、ラトルノイズの発生を確認することができる。しかし相対的に加振器放射音の方が大きいいため、オールパスとして評価した際、ラトルノイズは暗騒音に埋もれる結果となることが分かった。そこで周波数分析の結果から、加振周波数範囲の放射音を「加振器放射音」、加振周波数以上の放射音を「ラトルノイズ」とし、ラトルノイズの抽出を試みた。1/3オクターブバンド中心周波数 315Hz～16kHz の区間をラトルノイズ評価範囲として設定し、その周波数範囲内の放射音のオーバーオールを算出した結果を表3に示す。本手法を用いることで、暗騒音に対してラトルノイズ発生サンプルは暗騒音補正も十分適用可能なレベル差を得ることができた。これより、今回のサンプルのような微小なレベルのラトルノイズ評価時においても、加振器放射音の影響を除くことでラトルノイズ評価及びその発生の閾値の検討等を行うことを可能とした。

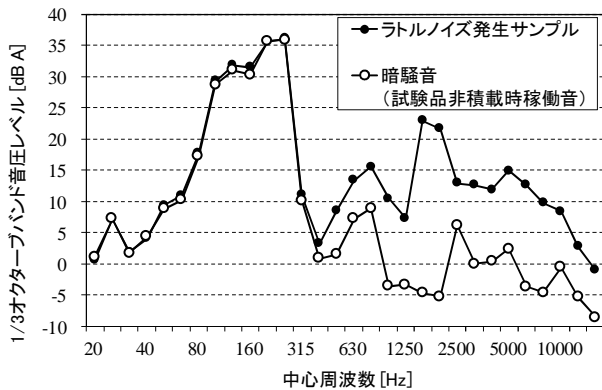


図2. ランダム加振時の1/3オクターブバンド分析結果

表3. ランダム加振時の提案手法による評価結果

試験品	ラトルノイズ評価範囲音圧レベル [dB A] (評価中心周波数範囲:315Hz～16kHz)
ラトルノイズ発生サンプル	27.5
暗騒音 (試験品非積載時稼働音)	15.7

2.4 スウィープ加振時のラトルノイズの抽出 スウィープ加振時についても同様に、加振器放射音の影響を受けないラトルノイズ評価方法を検討した。各試験品に対しスウィープ加振（周波数範囲：50～150Hz，掃引速度：1Hz/s，加振加速度：3.4m/s²）を行った際の3次元FFT分析結果を図3に示す。左図より、暗騒音測定時は加振周波数の変化に応じて同様の周波数で放射音を得られており、加振信号がそのまま音として放射されていることが分かる。ラトルノイズ発生サンプル測定時は、加振周波数120Hzを過ぎた辺りより聴感的にラトルノイズの発生を顕著に認識できた。その際の分析結果について注目すると、加振周波数120Hzを過ぎた辺りより、加振周波数の高次成分が放射音として現れている。これより、ラトルノイズは加振周波数の倍音成分が多分に含まれており、この加振周波数の高次成分を評価することで、加振器放射音の影響のないラトルノイズの

評価が可能である。そこで、ラトルノイズ発生サンプルに対し、加振周波数の1次成分を「加振器放射音」として抽出、2次以降の成分を「ラトルノイズ」として抽出・各成分のパワー加算を行った結果を図4に示す。次数成分の抽出により、加振器放射音とラトルノイズとを別個に評価することができる。本手法により、従来手法であるオールパスによる評価では加振器放射音の影響が大きいために埋もれていたラトルノイズの発生周波数を的確に捉えることができ、その発生周波数の特定・対策に有効な評価を行うことを可能とした。

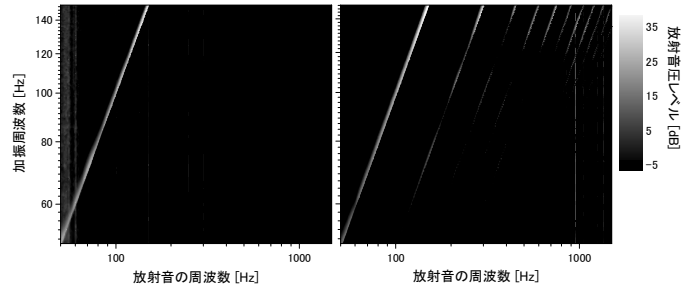


図3. スウィープ加振時の3次元FFT分析結果

(左：暗騒音（試験品非積載時稼働音），右：ラトルノイズ発生サンプル）

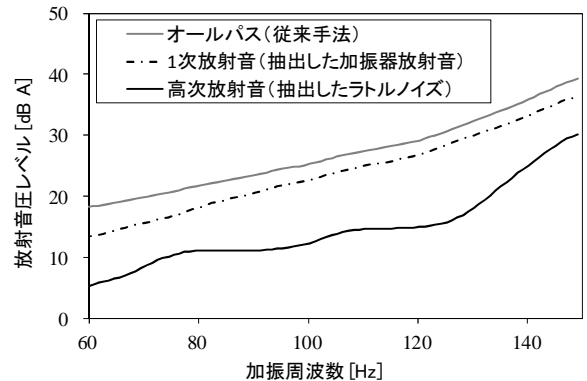


図4. スウィープ加振時の次数成分ごとの評価結果

3. まとめ

本報告では、加振器放射音の影響を受けないラトルノイズ評価方法について検討し、その有用性の確認を行った。これよりラトルノイズの大きさ及び発生の検知を評価可能な手法を考案した。しかし、ラトル試験に当たっては、加振方法や評価方法等多くの課題があり、今後もラトルノイズ評価に有効な試験方法を検討していく予定である。

(平成26年7月7日受付，平成26年8月8日再受付)

文 献

- (1) (例えば) GMW 14011 : “Objective Subsystem/Component Squeak and Rattle Test” (2006)
- (2) (例えば) Edward L. Peterson : “Using Rumble Strips for Buzz, Squeak and Rattle (BSR) Evaluation of Subsystems or Components”, SAE Technical Paper Series, SAE-2007-01-2267 (2007)
- (3) JIS Z8737-1 : 「音響-作業位置及び他の指定位置における機械騒音の放射音圧レベルの測定方法-第1部: 反射面上の準自由音場における実用測定方法」(2000)

ノート

音響インテンシティ法による小試料音響透過損失測定

西沢 啓子*¹⁾ 神田 浩一*¹⁾ 渡辺 茂幸*¹⁾ 服部 遊*¹⁾ 宮入 徹*¹⁾

Measurement of sound transmission loss on small size specimen by sound intensity method

Keiko Nishizawa*¹⁾, Koichi Kanda*¹⁾, Shigeyuki Watanabe*¹⁾, Asobu Hattori*¹⁾, Toru Miyairi*¹⁾

キーワード：音響透過損失，音響インテンシティ，小試料

Keywords：Sound transmission loss, Sound intensity, Small size specimen

1. はじめに

建物，自動車，各種機器で使われる防音材料の遮音（以下，音響透過損失という。）性能は，製品評価の重要な要素である。建材の音響透過損失測定では JIS A 1416:2000⁽¹⁾（実験室における建築部材の空気音遮断性能の測定）が一般的であるが，試料面積を数㎡～10 ㎡必要とし，試料の準備と設置作業が大がかりで開発段階では数種類の比較検討が困難である。

自動車，機器の防音材には ASTM E 2611-09（音響管による垂直入射音響透過損失測定）が用いられるが，音響管による試料の拘束条件が測定結果に影響を与えることがあり，小サイズ故に試料自身の振動が無視できない場合もある。また音の入射が垂直方向に限られ基礎的検討を目的とした測定法であり，あらゆる方向から音が入射する（以下，ランダム入射という。）実環境を想定した測定はできない。

本研究では，材料開発段階から実環境に近いランダム入射による評価を可能にすることを目的として，音響インテンシティ法による小試料の音響透過損失測定手法を検討した。

2. 研究内容

2.1 測定概要 小型残響箱（内寸 550mm×550mm×575mm）の開口部（200mm×200mm）に，防振ゴム（2mm）を挟んで試料（260mm×260mm）を設置する（図 1）。残響箱の底面中央に配置したスピーカからランダムノイズを放射し，試料を透過する音響インテンシティ（単位面積を単位時間に通過する音のエネルギー：単位（W/㎡））をインテンシティプローブで測定した。測定システムを図 2 に示す。試料設置時の透過音響インテンシティと試料なしの開口部における入射音響インテンシティから音のエネルギーの透過率（ τ ）を求め，音響透過損失（dB）を算出した。算出式を式（1）に示す。

事業名 平成 25 年度 基盤研究

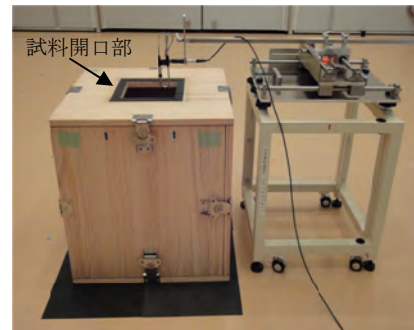
*¹⁾ 光音技術グループ

図 1. 小型残響箱

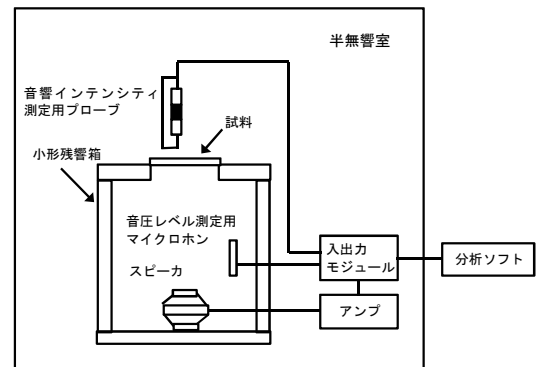


図 2. 測定システム

$$\text{STL (音響透過損失)} = 10 \log_{10} \frac{1}{\tau} \text{ (dB)} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{透過率}(\tau) = \frac{\text{透過音響インテンシティ}(\text{W}/\text{m}^2)}{\text{入射音響インテンシティ}(\text{W}/\text{m}^2)}$$

2.2 測定試料 試料の音響透過損失を評価するに当たっては，コインシデンス効果⁽²⁾（入射した音波と板の屈曲運動の波長の一致による音響透過損失の低下）を生じる周波数（以下，コインシデンス周波数という。）と，効果の程度を把握することが重要である。本手法では，JIS A 1416:2000 の測定周波数（100～5000Hz）においてコインシデンス効果を生じる試料（石膏ボード 9.5mm 及び 12mm）と効果を生じない試料（鉄板 0.5mm 及び 1.0mm）を選定した。

コインシデンス効果が最も低い周波数で生じる、コインシデンス限界周波数 f_c の算出式を式(2)に示す。

$$f_c \approx \frac{c^2}{2\pi h} \sqrt{\frac{12\rho}{E}} \dots\dots\dots (2)$$

c : 音速 (m/s) h : 試料厚さ (m)
 ρ : 試料密度 (kg/m³) E : 試料ヤング率 (N/m²)

2.3 測定結果と考察 都産技研の結合残響室で測定した JIS A 1416:2000 (試料面積 4.86 m²) による結果と併せて示す (図3~6)。

周波数の評価範囲 JIS の測定周波数 (100~5000Hz) のうち、本手法との良い対応がみられるのは 315Hz 以降である。小型残響箱の寸法が 500Hz の波長に概ね該当することから、本手法は波長の長い低音域の評価には向かない。

コインシデンス効果との関係 JIS A 1416:2000 による測定結果は、JIS A 1419-1:2000 に規定する遮音等級 (例: Dr-35) で評価する。等級間隔は 5dB であり、小型残響箱と JIS A 1416:2000 の差が 5dB 以内であれば JIS A 1416:2000 と同様の評価が可能と考えた。コインシデンス限界周波数 f_c が測定範囲にない鉄板 (図3~4) については、JIS A 1416:2000 との差が 5dB 以内と良い対応を示した。既報告⁽³⁾においても、コインシデンス限界周波数 f_c が測定範囲にない鉛 0.5mm 厚について同様の傾向を示しており、本手法の有効性が示唆された。一方、コインシデンス限界周波数 f_c が測定範囲にある石膏ボード (図5~6) については、小型残響箱と JIS A 1416:2000 で最大 6dB 程度の差がみられる。

要因として、質量則⁽²⁾ (音響透過損失が周波数と試料面密度の対数に比例する法則) における試料の様なピストン運動に、コインシデンス効果を生じる試料の屈曲運動が加わり、試料の挙動が複雑になっていることが考えられ、今後の検証が必要である。

3. まとめ

- 本手法を技術支援に活用する留意点を挙げる。
- ・評価可能な周波数は概ね 500Hz 以上である。
 - ・測定周波数におけるコインシデンス限界周波数の有無により、JIS A 1416:2000 との対応の程度が異なる。
 - ・測定周波数内でコインシデンス効果を生じる試料では、質量則の運動に板の屈曲運動が加わることで試料の挙動が複雑になり、JIS A 1416:2000 との差異が大きくなる可能性がある。

都産技研では平成 25 年度から、オーダーメイド開発支援等で技術支援に本手法を使用開始した。機器の防音材等、JIS A 1416:2000 や ASTM E 2611-09 の適用が現実的ではないと判断されるものや、JIS A 1416:2000 の実施が困難な開発段階の建材等について支援を行ってきた。今後は、測定精度向上に向けて要因の検証を進めたいと考える。

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

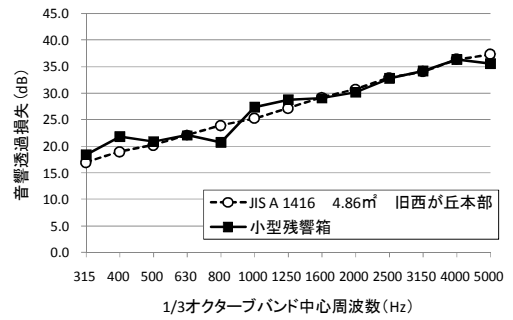


図3. 小型残響箱と JIS A 1416 の比較 (鉄板 0.5mm 厚)

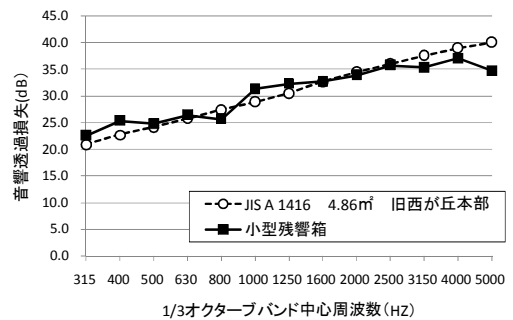


図4. 小型残響箱と JIS A 1416 の比較 (鉄板 1.0mm 厚)

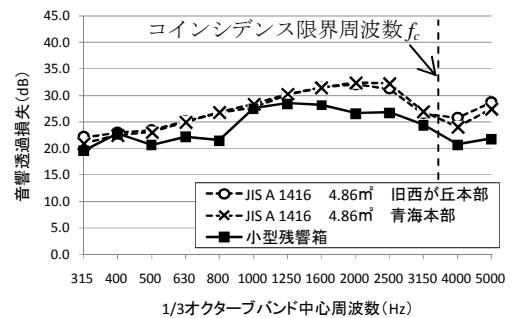


図5. 小型残響箱と JIS A 1416 の比較 (石膏ボード 9.5mm 厚)

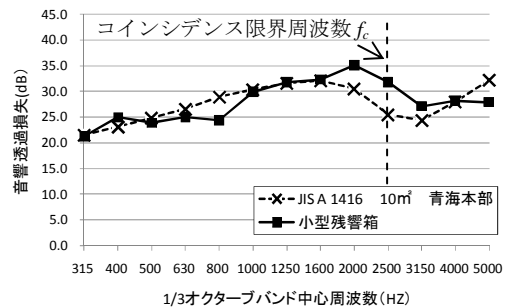


図6. 小型残響箱と JIS A 1416 の比較 (石膏ボード 12.5mm 厚)

文 献

- (1) JIS A 1416 : 「実験室における建築部材の空気音遮断性能の測定方法」, 日本規格協会 (2000)
- (2) 前川他 : 「建築・環境音響学 第 2 版」, 共立出版, pp.105-107 (2001)
- (3) 佐藤利和 : 「音響インテンシティ法を用いた音響パワー評価に関する研究」, 九州芸術工科大学 博士論文 (1996)

ノート

硫化銀薄膜を用いた大面積光電センサへの試み

海老澤 瑞枝*¹⁾ 磯田 和貴*¹⁾ 横田 浩之*¹⁾ 澁谷 孝幸*¹⁾

Large area photoresistor with the use of a silver sulfide thin film

Mizue Ebisawa*¹⁾, Kazutaka Isoda*¹⁾, Hiroyuki Yokota*¹⁾, Takayuki Shibuya*¹⁾

キーワード：薄膜，光導電センサ，光電効果，センサ

Keywords：Thin film, Photoresistor, Photoelectric effect, Sensor

1. はじめに

従来，受動型の赤外線人感センサには，光電効果の一種である光導電性を持つ硫化カドミウムセルが広く用いられてきた。安価なため照明や玩具，カメラ，ディスプレイなどの光センサに活用される一方で，近年ではカドミウムの対環境性から代替センサが模索されている。また，光電変換素子に求められる特性として，高変換効率化と共に大面積化が挙げられる。本研究では，環境負荷が少なく，大面積かつフレキシブルな光電変換素子を目指し，硫化銀薄膜の光電特性について検討した。

2. 硫化銀薄膜の作製方法及と光学的・電気的特性

硫化銀薄膜は，銀鏡塗装によって形成した銀薄膜層を硫酸系溶液に浸漬し作製した⁽¹⁾。今回は，銀鏡塗装したガラス基板を脱脂した後，純水で3%に希釈した多硫化カルシウム溶液（40℃）に10秒から100秒程度浸漬し硫化銀薄膜を生成した。浸漬時間に応じて硫化が進行するため，所望の状態で溶液から引き上げ，洗浄・乾燥した。

分光光度計を用いて硫化処理前後の薄膜の分光透過率・反射率を測定した。反射率測定時の入射角は入射角 5° とし，測定結果を図1に示す。硫化処理時間が10秒の試料を Ag₂S(1)，60秒の試料を Ag₂S(2)とする。分光透過率では硫化によって短波長域が低下し測定波長域全体で約20%となり，分光反射率では長波長域で低下し測定波長域全体で約30%であった。これより硫化銀薄膜の吸収の波長依存性は少なく，約50%の光が吸収されると考えられる。また，硫化前の銀薄膜の膜厚を見積もるために，銀及びガラスの誘電率から薄膜干渉の理論を用いて分光反射率を算出した。計算結果と実験値の比較から，銀薄膜の厚みは約20nmと予想される。

バルクの硫化銀において光電効果が見出された時と同様に白熱灯を用いた実験系で⁽²⁾，ガラス基板上に形成した硫

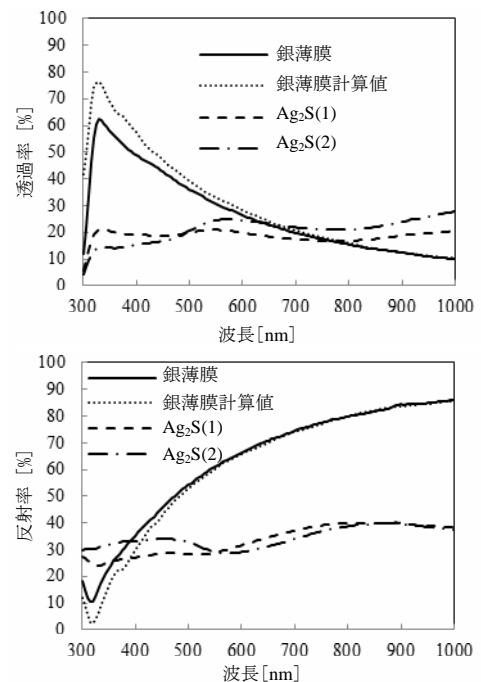


図1. 銀薄膜及び硫化銀薄膜の分光特性

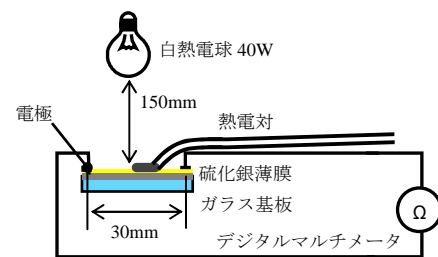


図2. 硫化銀の光電特性実験の模式図

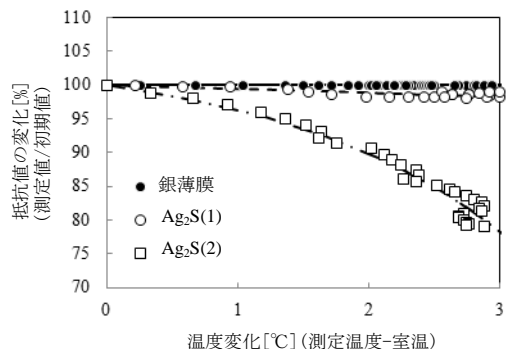


図3. 白熱電球照射による温度に対する抵抗値の変化

事業名 平成24年度 基盤研究，平成25年度 科研費
*¹⁾ 光子技術グループ

化銀薄膜の光電特性を調べた。実験系を図 2 に示す。硫化銀薄膜を白熱電球で加熱し、表面の抵抗値と温度を計測した。図 3 に温度変化に対する抵抗値の変化を示す。横軸は、室温 (25°C) からの上昇温度、縦軸に加熱前の抵抗値を 100% とした変化率をグラフに示す。白熱電球照射前のそれぞれの抵抗値は、銀薄膜:4Ω, Ag₂S(1):200Ω, Ag₂S(2):8.7MΩ であった。硫化していない銀薄膜は、今回の測定の範囲においては温度による抵抗値の変化はなかった。これに対して、硫化銀薄膜は温度が上昇に伴って抵抗値が低下した。また、Ag₂S(1)と、Ag₂S(2)を比較すると、硫化の進んだ Ag₂S(2)の方が表面温度の上昇に対して抵抗値の低下が急峻であった。

3. 硫化銀薄膜の光導電性

3.1 実験方法 白熱灯照射による硫化銀薄膜の抵抗値の変化には、光照射による効果と温度上昇による効果が混在しているが、それぞれの効果を独立に検証するために、以下の実験を行った。試料には、約 100 秒間硫化処理した硫化銀薄膜 (初期抵抗値: 27MΩ) を用いた。

(1) 光照射による効果の検証 硫化銀薄膜に白色 LED を照射した時の抵抗値の変化を計測する。LED に印加する矩形電圧信号の振幅 V_{amp} は 4V とし、点滅のデューティ比を 0.1, 0.2, 0.4, 0.8 とした (周波数: 0.1Hz)。白色 LED の相対分光分布と実験系を図 4 に示す。

(2) 温度上昇による効果の検証 暗室下において硫化銀薄膜をホットプレートで室温 (25°C) から約 35°C まで加熱し、温度上昇に対する抵抗値の変化を計測した。

3.2 結果 実験 (1) の LED 照射に対する抵抗値の変化を図 5 に示す。LED の点滅に応じた硫化銀膜の抵抗値の変化が検出された。この間の硫化銀薄膜の表面温度の変化は±0.1°C以内であった。実験 (2) の温度変化に対する抵抗値の変化を図 6 に示す。線形的に変化する領域での傾きは約 5%/°Cであった。

これより、実験 (1) における温度変化による抵抗値の変化は 0.5%程度と考えられ、光照射による抵抗値の変化 (3~6%) に比べて十分小さい。このことから、実験 (1) における抵抗値の変化は硫化銀薄膜の光吸収による温度上昇によるものではなく、温度変化とは独立な作用によって生じていると言える。以上より、硫化銀薄膜は光と熱のいずれでも導電性の変化は生じるが、可視光の吸収によって価電子帯から伝導帯に励起されキャリアが増加する内部光電効果と熱励起によるキャリアの増加の影響を独立に受けられていると考えられる。

4. まとめ

大面積化が容易な塗装技術によって形成した銀薄膜を硫化させ、厚み 20nm 程度の硫化銀薄膜の光電効果について実験を行った。硫化銀薄膜は、温度だけでなく可視光入射光強度の変化でも抵抗値が変化することから、硫化カドミウムと同様に受動型のセンサとしての可能性を示した。

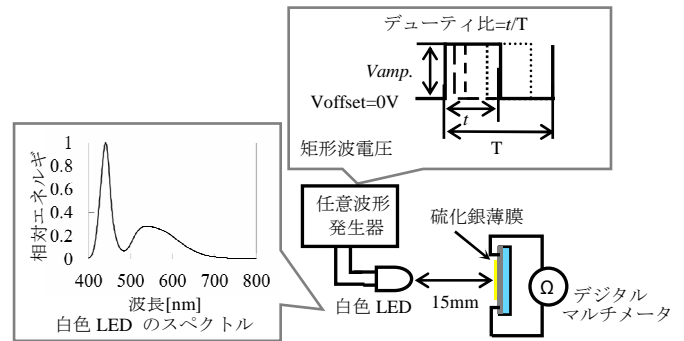


図 4. 硫化銀薄膜の光導電性特性測定の様式図

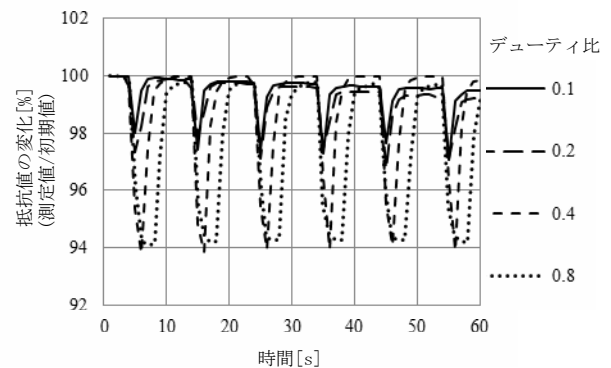


図 5. 白色 LED の点滅に対する抵抗値の変化

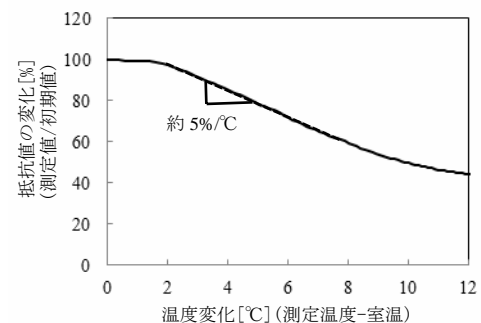


図 6. 温度変化に対する抵抗値の変化

今後は、応答速度や照射面積の効果などを調べ、硫化銀薄膜の光電特性を明らかにする。

謝辞

本研究は、科研費若手研究 B (25820326) の助成を受けたものです。

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

文 献

- (1) Satoru Hashimoto, Teruyoshi Hirano, Osamu Okitsu, Mizue Ebisawa, Takayasu Suzuki and Shuichi Maeda: "Ag Nanoparticle Films for Color Applications", MRS Proceedings, 1343, p.16 (2011)
- (2) Michael Faraday: "Experimental researches in electricity II", pp.32-47 (1914)

ノート

熱電対を用いた表面温度測定における誤差の低減化

中島 敏晴*¹⁾ 沼尻 治彦*²⁾ 佐々木 正史*²⁾

Reduction of error of the surface thermometry using the thermocouple

Toshiharu Nakajima*¹⁾, Haruhiko Numajiri*²⁾, Masashi Sasaki*²⁾

キーワード：表面温度，シース熱電対，耐熱テープ，温度ロガー，赤外線サーモグラフィ

Keywords：Surface temperature, Sheathed thermocouple, Heat-resistant tape, Temperature recorder, Infrared thermography

1. はじめに

熱電対を用いた表面温度測定は，製品などの安全性確認や品質評価において，重要な計測手法の一つである。最近では，LED 照明器具をはじめとして，小型電子部品実装回路基板などの表面温度を正確に把握することが求められている。これまで，表面温度測定における測定データの誤差評価にあたっては，様々な手法が考案・開発されてきたが，いずれの方法も一長一短があり，また測定対象を限定した例がほとんどである。

本研究では，固体表面を対象として，熱電対をテープで測定対象に取付けて測定する手法について，使用する熱電対の線径や取付け長さなどが測定値に及ぼす誤差について評価し，この結果から誤差を低減化するための補正値を算出する手法の検討を行ったので報告する。

2. 実験内容

2.1 表面温度測定用熱板の製作と設定放射率測定

実験では，複数の熱電対を測定用熱板（以下，熱板という。）に取付けて同時に測定を行うため，使用する熱板は表面温度分布が一様で，かつ安定性に優れていることが重要である。

加熱源として使用する市販のホットプレートは，表面温度分布が $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 以上と大きく，そのままでは実験には不向きなため，加熱面の上に黒化塗料を塗布した銅板（ $380 \times 280 \times$ 厚 5mm，塗膜厚 20~25 μm ）を設置して熱板とした。

熱板の表面温度分布特性評価に当たり，サーモグラフィを用いて行う場合は，熱板の放射率が既知であることが必要である。そこで，熱板と同じ表面状態の $\square 30\text{mm}$ のアルミ板を 100°C に加熱し，FT-IRを用いて分光放射率特性を評価した。分光放射率特性結果から全放射率を算出し，これをサーモグラフィへの設定放射率とした。

2.2 各種熱電対及び取付け方法による熱板表面温度測定

熱板の表面温度設定値は，50，75，100， 125°C とした。次に，線径の異なるシース熱電対（ $\phi 0.5$ ，1.0，1.6，2.3mm）を用意し，熱板との接触長を変化させるため，それぞれの線径に対して0，10，25，30，40，50，100倍の長さで熱電対先端から折り曲げ加工を施した。使用したシース熱電対は，Kタイプである。なお，0倍の長さでの測定は，シース先端を熱板に接触させるだけである。

表面温度分布を把握した熱板に，各々の熱電対を耐熱テープ（カプトンテープ，及びフッ素樹脂テープ）を用いて取付け，熱板の表面温度を測定した。熱電対の熱板への取付け状況を図1に示す。実測データをもとに，線径ごとの折り曲げ倍率と測定値との関係を調べることで，最適な折り曲げ倍率が求められる。次に，線径毎の最適な折り曲げ倍率での測定値から，線径が限りなく0に近づいた場合（0外挿）の値を求め，これを表面温度の推定値とした。この推定値と実測値との偏差を取ることで，誤差補正値を求めた。



図1. 熱板への熱電対取付け状況

3. 結果及び考察

3.1 表面温度測定用熱板の特性評価 赤外分光放射率測定の結果から，プランクの放射則を用いてサンプルの赤

事業名 平成24年度 基盤研究

*¹⁾ 光音技術グループ*²⁾ 実証試験セクター

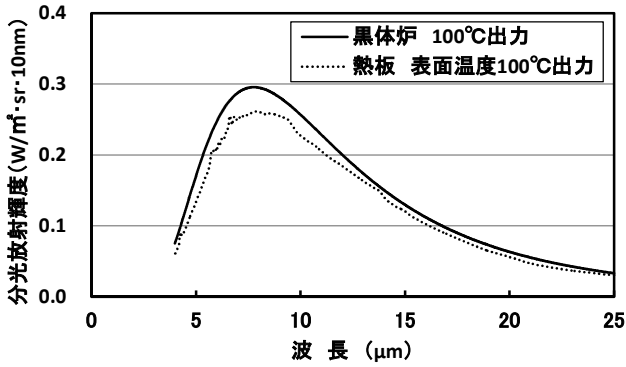


図2. 熱板の表面温度 100°Cにおける分光放射出力特性

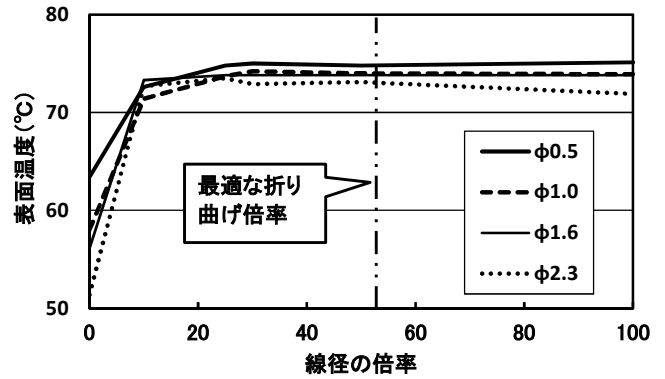


図4. 熱板の表面温度 75°Cにおける実測値

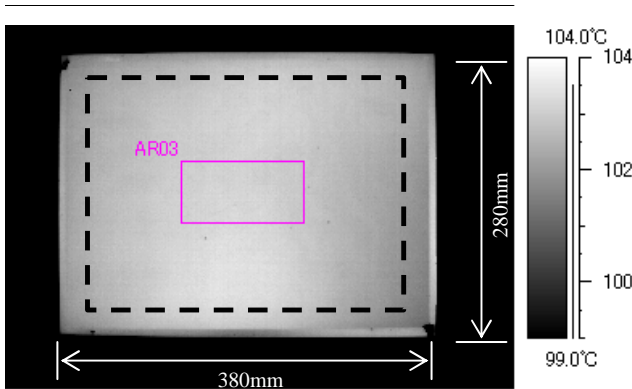


図3. サーモグラフィで測定した熱板の表面温度分布状態

破線内：±2.0°C以内，実線内：±0.5°C以内，設定放射率 $\epsilon = 0.92$

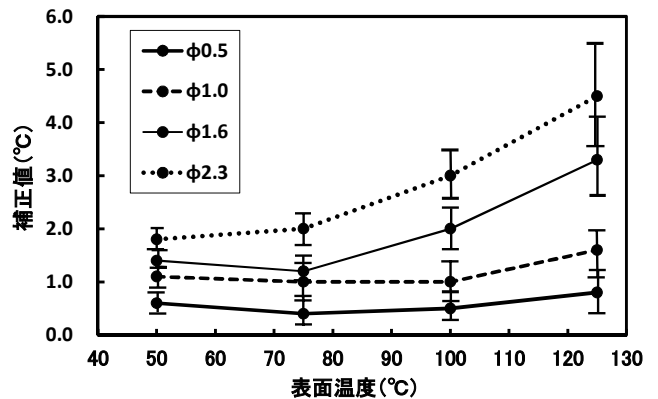


図5. 誤差補正値のグラフ

外分光放射出力特性を求めた。これを図2に示す。この結果から、測定波長区間(4~25 μm)における全放射率は $\epsilon \approx 0.92$ であった。これをサーモグラフィに設定し、測定した熱板の表面温度分布を図3に示す。図の破線内は±2.0°C以内の温度分布であったが、実線内の領域は±0.5°C以内の温度分布であり、かつ温度ドリフトは表面温度100°Cにおいて±1.0°C/h以内であった。この領域内に、熱電対を取り付けて実験を行った。

3.2 各種熱電対及び取付け方法による熱板表面温度測定

各温度における熱電対線径毎の実測データのうち、カプトンテープを用いた75°Cの結果を図4に示す。各線径毎の結果から、50倍を超す曲げ長さではどの線径でも測定データに変化がみられなかった(飽和状態)。この結果から、各線径の最適な折り曲げ倍率を50倍とした。

0外挿法から求めた、カプトンテープを用いた場合の誤差補正値のグラフを図5に示す。線径φ0.5mmの熱電対の場合、表面温度50~125°Cにおいて、誤差補正値は1.0°C以内であった。また、測定のばらつきは50°Cで±0.2°C以内、100°Cでは±0.5°C以内であったが、125°Cでは線径がφ1.6mmとφ2.3mmの場合は±1.0°Cと大きい。これは、テープの空気層の影響と思われる。

なお、テープを使用した測定では、熱電対とテープの間径が大きいほど空気層が発生しやすく、空気層の影響で測

定値が実際よりも低くなることが分かった。

フッ素樹脂テープの場合、素材の伸び率がカプトンテープの3倍以上であり、高温になるほど熱電対の浮き上がりが大きくなる傾向がみられた。

4. まとめ

本研究では、一般的な測定対象の表面温度を測定する手法として、シース熱電対と耐熱テープを用いた測定誤差の補正方法について検討を行った。0外挿法による誤差補正を行うことで、表面温度が125°C以下であれば、±1.0°C以内の精度での測定が可能であることが分かった。

今後は、補正値を推定するための計算式を導出し、簡便な誤差補正が可能となるようにする。また、成果は表面温度測定を伴う依頼試験業務に活用していく。

(平成26年7月7日受付，平成26年8月11日再受付)

文 献

- (1) 中島敏晴, 尾出順, 河村昭利: 「表面温度測定における誤差評価」, 東京都立工業技術センター研究報告, No.238, pp.53-56 (1994)

炭素材微細金型のフッ素イオン注入による表面改質

寺西 義一^{*1)} 石東 真典^{*2)} 長坂 浩志^{*1)} 近藤 ゆりこ^{*1)} 渡部 友太郎^{*3)}
 森河 和雄^{*4)} 中村 勲^{*5)} 清水 徹英^{*6)} 三尾 淳^{*7)} 小林 知洋^{*8)}

Carbon micro mold surface modified by the fluorine ion implantation

Yoshikazu Teranishi^{*1)}, Masanori Ishizuka^{*2)}, Hiroshi Nagasaka^{*1)}, Yuriko Kondo^{*1)}, Tomotaro Watanabe^{*3)},
 Kazuo Morikawa^{*4)}, Isao Nakamura^{*5)}, Tetsuhide Shimizu^{*6)}, Atsushi Mitsuo^{*7)}, Tomohiro Kobayashi^{*8)}

キーワード: ガラス状炭素, フッ素イオン, イオン注入

Keywords: Glass like carbon, Fluorine ion, Ion implantation

1. はじめに

最近, 微細金型は, 数百 nm レベルの加工精度が要求されると同時に, 離型性及び耐久性等の性能が求められる。従来の表面改質技術では, 潤滑性及び耐摩耗性を付与させるためには, 薄膜形成技術が一般に利用されている。微細金型への応用を目的とした場合, 高度な加工精度を維持するために, 数十 nm レベルの膜形成技術が必要となるが, 膜/基材間の密着力不足による剥離等の耐久性が課題となっている。そのため, 微細加工技術に適した新しい表面改質技術のアプローチが必須となっている。

一方, 通常のコモリの基材として, 潤滑・離型性に優れた黒鉛材料が使われることが多いが, 脆性材料であるため壊れやすいという欠点がある。ガラス状炭素 (Glass like carbon; 以下, GC という。) は, 黒鉛に比べて強度では優れた特性を有するが, 潤滑と離型性が劣る。著者らは, GC 基材表面にイオン注入することで, 黒鉛を発現させて潤滑性や離型性を兼ね備えた表面改質技術を開発し, 微細金型への応用を提案した⁽¹⁾⁽²⁾。

開発した本技術により, 加工精度を維持し, コモりに離型用薄膜形成をする必要性がなく, 膜剥離の問題を回避した表面改質技術であることを示した。しかしながら, 上記方法は GC 表面を黒鉛化するため, イオン注入後に高い温度で再アニールすることが必須であり, このことが大きな欠点であった。

この問題を解決するため, 本稿では, 微細金型表面にフッ素イオン (F⁺) を注入することで, アニールなどの再処理を不要とした, 微細金型の表面に潤滑性を付与する手法を開発したので報告する。

2. 実験方法

2.1 基材と表面改質方法 基材としてガラス状炭素 (GC) を用いた。これはフラン樹脂を 1000°C の熱処理によって炭素化した後, 更に 3000°C で熱処理し, 難黒鉛化性炭素である GC とし, その後, この GC 表面を研磨して, コモリの基板とした。

研磨した GC 基板表面に離型性を付与するため, F⁺イオン注入による表面改質を行った。F⁺イオン注入条件は, 電流密度約 0.6 μA/cm², 照射加速エネルギー 50-100keV 照射量 1 × 10¹³ ~ 1 × 10¹⁷ ion/cm² である。

2.2 改質特性評価 F⁺イオン注入による効果を評価するため, 同一サンプルの一部をアルミ板で覆って注入し, 注入部分と未注入部分を作製し比較した。スクラッチ試験機で摩擦係数を測定し, また撥水性を接触角計で測定し, 比較した。また, 離型性に及ぼす F⁺イオン注入量の影響を評価するため, 5mm × 5mm サイズの GC 基板を複数用意し, 注入量を変えた (0 ~ 1 × 10¹⁷ ion/cm²) GC 基板間にシリコンゴムを流し込み, 加熱硬化させたサンプルを準備して, 引張試験機による引張強度 (離型性の力) を測定し, 比較評価した。

2.3 微細金型の作成と転写 改質した試料の表面に線幅約 300, 500, 1000nm の溝を収束イオンビーム (FIB) で作製して, 微細金型とした。これにシリコンゴムを流し込み, 70°C で加熱硬化させた後, 冷却させ, シリコンゴムを基板から剥離し, 転写の状態を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観測した。

3. 結果・考察

イオン注入前後での接触角測定の結果は, 角度が 82 度から 85 度の間でわずかに下がる傾向であった。またイオン注入前後での注入面の粗さ測定を行った。イオン注入量が増

事業名 平成 19 年度 基盤研究

*1) 表面技術グループ *2) 東京大学 *3) 広報室

*4) 高度分析開発セクター *5) 機械技術グループ

*6) 首都大学東京 *7) 城東支所 *8) 独立行政法人理化学研究所

えるにしたがい、表面の二乗平均平方根粗さは約 1.5nm から 0.8nm へわずかに減少する傾向がみられた。これらの結果は平坦化による撥水性低下という一般的な傾向とは一致するが、実験目的である F⁺イオン注入による撥水性の向上はなかった。これは基材の GC 自身がある程度の撥水性を有して (85 度) おり、変化の割合は相対的に小さいため、表面の粗さの変化も少なかったため誤差の可能性もある。今後の課題としたい。

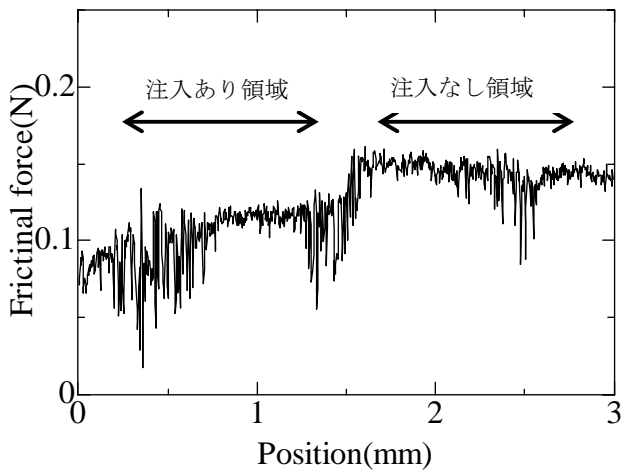


図 1. イオン注入有無による摩擦力測定結果

図 1 に GC 基板に F⁺イオンを注入(照射量 1×10^{17} ion/cm²) した後、スクラッチ試験機による摩擦力の測定結果を示す。注入あり領域では注入なし領域に比べ摩擦係数が減少していることが分かった。

次に F⁺イオン注入量による離型性の効果を評価のため引張強度を測定した。各種処理 GC 基板間の引張強度とイオンの注入量との関係を図 2 に示す。未注入に比べ、イオンの注入量が増えるにしたがい、引張力が下がり、離型性が向上することが分かった。また今回の実験では注入量が 1×10^{16} ion/cm² 以上ではほぼ横ばいになり、最適なイオン注入量が存在することが確認できた。

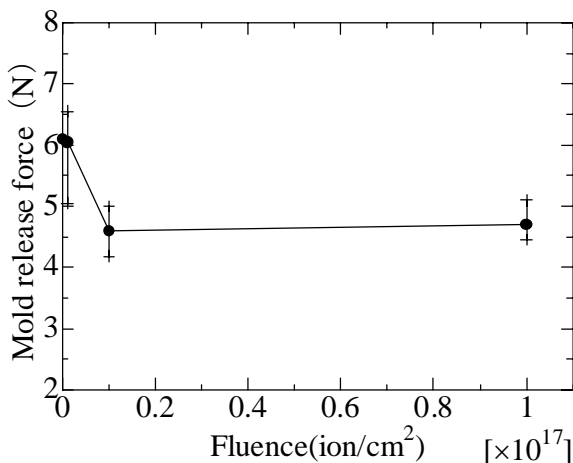


図 2. 引張力(離型力)とイオン注入量依存性

以上の測定結果より、GC 基板に F⁺イオンを注入することで、離型性が向上することが分かった。

次に F⁺イオン注入した GC 基板を使用して、FIB による微細加工(線幅数 1000-300nm, 深さ数 1000-300nm; アスペクト比: 1) した金型を試作した。その微細加工金型の SEM 観察像を図 3 に示す。

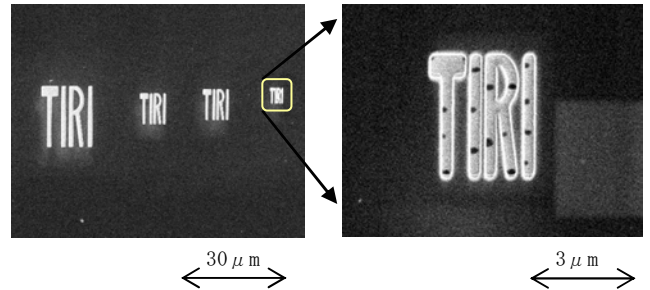


図 3. GC 微細金型

その後、転写物としてシリコンゴムを使用して、金型に流し込み、約 70℃で加熱硬化させた。その後、冷却させ、シリコンゴムを基板から剥離し、走査電子顕微鏡 (SEM) で観察した(図 4)。線幅が約 1000nm, 500nm 及び 300nm の金型で、離型性があり、問題なく転写ができることを確認した。

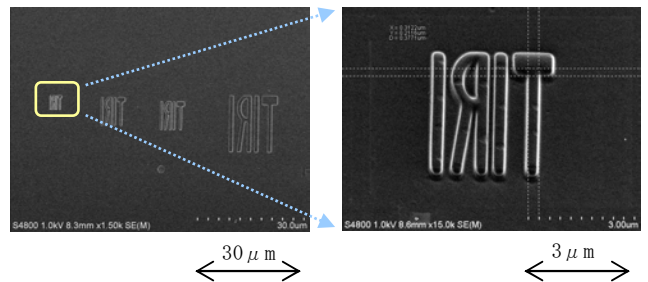


図 4. GC 微細金型の転写物の SEM 像

3. まとめ

GC 基板に F⁺イオンを注入することで、離型性を向上させた微細金型を試作することに成功した。また、本技術により、線幅約 300nm の金型でも離型と転写が可能であることを確認できた。

今後、本技術を微細加工技術分野の産業への応用を目指し、検討していく。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 18 日再受付)

文 献

- (1) 寺西義一, 渡部友太郎, 長坂浩志: 「アルゴンイオンによる表面改質効果」, 東京都立産業技術研究センター平成 24 年度研究成果発表会要旨集, p.4 (2012)
- (2) 寺西義一, 渡部友太郎, 長坂浩志, 三尾淳, 田邊靖博: 「炭素材料表面のイオン照射による黒鉛性化」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.7, p.110 (2012)

熱処理木材の耐候性に及ぼす塗装効果

村井 まどか*¹⁾ 小野澤 明良*¹⁾ 神谷 嘉美*²⁾ 木下 稔夫*¹⁾

Effect of paint on weatherability of heat-treated wood

Madoka Murai*¹⁾, Akiyoshi Onozawa*¹⁾, Yoshimi Kamiya*²⁾, Toshio Kinoshita*¹⁾

キーワード: 熱処理木材, 耐候性, 木材保護塗料, 屋外暴露試験

Keywords: Heat-treated wood, Weatherability, Translucent wood coating material, Outdoor exposure

1. はじめに

木材の熱処理システムの一つであるサーモウッド処理は、フィンランドの建築技術センター(VTT)で開発された技術であり、木材を水蒸気雰囲気下で180℃～250℃で熱処理する。サーモウッド処理により、木材の親水性が低下し、耐朽性や寸法安定性が向上する⁽¹⁾⁽²⁾。近年、国内でも日本の気候に合わせて改良したサーモウッド処理に類似した熱処理方法が開発された。これらの技術は防腐剤を用いず加熱処理のみで製造するため、環境に配慮した製品として利用が拡大している。特に国産材や間伐材の利用促進の背景から公共建築物への需要が増加しており、今後も需要の増加が見込まれる。しかし、屋外でそのまま使用した場合、退色や表面に割れが生じることが分かってきた⁽²⁾。

本研究では、熱処理木材の耐候性を向上させることを目的に、熱処理木材に対する塗装の効果を検討した。木目を生かした半透明着色が可能な一般的な屋外用塗料である木材保護塗料を用いて、素地の仕上げ方法(プレーナー、研磨)、塗料のタイプ(油性、水性)などの塗装因子の影響を検討した。

2. 実験方法

2.1 塗装板の作製 スギ(*Cryptomeria japonica*)の熱処理木材(熱処理温度220℃)及び比較用に無処理のスギを供試材とし、塗料は市販品を用いた。前処理は、プレーナー仕上げとプレーナー仕上げを更にP150の研磨紙で研磨する2条件とした。塗料は油性塗料(アルキド樹脂系)と水性塗料(アクリル樹脂系)の2種類とし、無処理材と熱処理材に刷毛で塗布し、試験板を作製した。油性塗料は、下塗り用1回、上塗り用2回、水性塗料は、下塗り・上塗り兼用を2回塗りし、試験板とした。また、塗膜の形成タイプは、半造膜形を選定した。

2.2 屋外暴露試験及び試験板の評価 試験板は、東京都江東区(N35°37' - E139°47')にて平成24年6月から南面45度で屋外暴露試験を18ヶ月間行った。定期的に変色(ΔE*ab)及び撥水度を測定した。

色差計(日本電色株式会社製, NF333)を用いて、試験板の明度L*, 色座標a*, b*を測定した。試験前の塗装板のこれらの値を基準に、変化量ΔL*, Δa*, Δb*を求め、(2)式から色差ΔE*abを算出した。

$$\Delta E^*ab = \{ (\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2 \}^{1/2} \dots\dots (1)$$

撥水度は塗膜のはがれ、割れの指標とされ、(2)式から算出した⁽³⁾。質量を測定した試験板(W₁)に純水1mlを滴下し、滴下部をシャーレで覆って1分間放置した。1分経過後、試験板上の水分を拭き取り、再び試験板の質量(W₂)を測定した。試験板への水の浸透量(W₂-W₁)を計算した。別途、水1mlの質量(W)を測定した。

$$\text{撥水度}(\%) = [1 - (W_2 - W_1) / W] \times 100 \dots\dots (2)$$

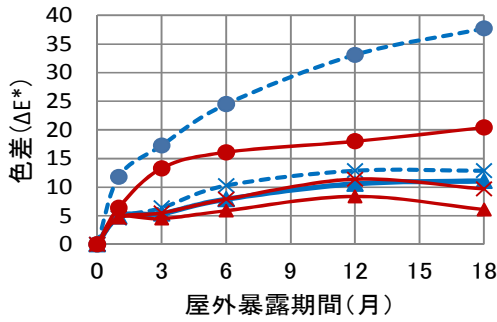
3. 結果と考察

屋外暴露試験による試験板の色差を図1に、撥水度変化を図2に示す。塗装していない熱処理材に比べ、塗装した熱処理材は油性塗料、水性塗料のいずれも色差が小さく、塗装により熱処理材の変色を抑制することが分かった。また、屋外暴露試験の初期では塗装していない熱処理材に比べ、塗装した熱処理材は撥水度が高く、塗装により撥水度の向上が認められた。しかし、屋外暴露試験18ヶ月後には塗装した熱処理材と塗装していない熱処理材の差がほとんど認められず、塗装効果が無処理材に比べ持続しなかった。

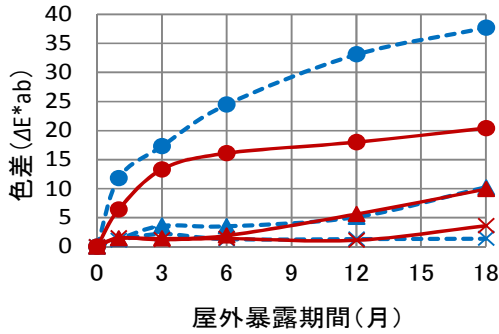
屋外暴露試験18ヶ月後の水性塗料の試験板の表面の様子を図3に示す。屋外暴露試験後の試験板の塗膜のはがれ、表面の割れは、油性塗料、水性塗料のいずれも無処理材に比べ熱処理材の方が多く発生した。このことから、一般的な木材保護塗料では、熱処理材に対する付着性が悪く、十分な塗装の効果が得られないと推察される。

事業名 平成23年度, 24年度 基盤研究

*¹⁾ 表面技術グループ*²⁾ 繊維・化学グループ



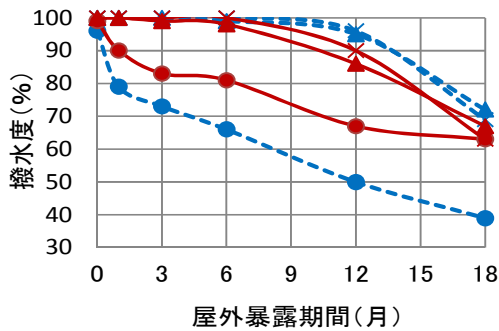
(a) 油性塗料



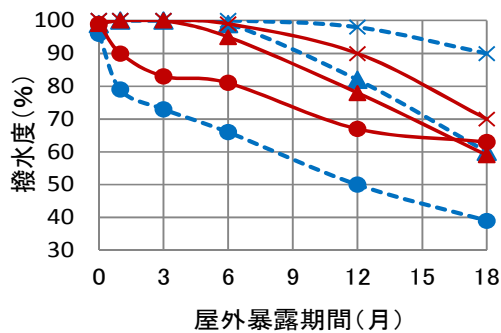
(b) 水性塗料

無処理材
 ● プレーナー、塗装無 ▲ プレーナー、塗装有 × 研磨、塗装有
 熱処理材
 ● プレーナー、塗装無 ▲ プレーナー、塗装有 × 研磨、塗装有

図1. 屋外暴露試験による試験板の色差



(a) 油性塗料

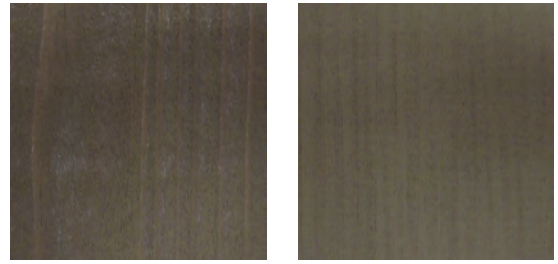


(b) 水性塗料

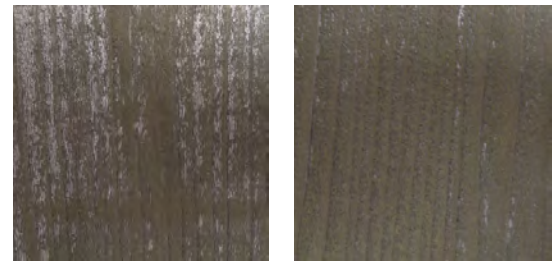
図2. 屋外暴露試験による試験板の撥水度変化

凡例は図1に準じる

前処理のプレーナー仕上げと研磨仕上げを比較すると(図1, 2, 3), 油性塗料ではわずかな差しか認められなかつ



(a) 無処理材



(b) 熱処理材

図3. 屋外暴露試験 18ヶ月後の水性塗料の試験板の表面

た。しかし、水性塗料では無処理材と熱処理材のどちらもプレーナー仕上げより研磨仕上げの方が色差及び撥水度低下が小さく、また塗膜のはがれ、表面の割れの発生が少なくなり、研磨の効果が認められた。このことから、素地の仕上げの違いが木材の耐候性向上に及ぼす効果は、塗料のタイプによって差があることが分かった。

4. まとめ

熱処理木材に対する一般的な木材保護塗料の塗装の効果を検討した。塗装により熱処理木材の変色の抑制は認められた。しかし、無処理材に比べ、塗膜のはがれ、表面の割れが生じ、通常の木材用の塗料では熱処理木材に対し、十分な耐候性が得られないことが分かった。今後は、熱処理木材の寸法安定性や親油性などの特性を考慮した熱処理木材用の塗料の開発が重要である。

熱処理木材用の塗料の開発により、国産材も含めた熱処理木材の木質建材(建築物・住宅の外装材, 木製ルーバー, 木製サッシ, 外構フェンス, パーゴラなど)の利用拡大が期待される。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月11日再受付)

文 献

- (1) 桃原郁夫:「熱処理と耐久性」, 木材保存, Vol.31, No.1, pp.3-11 (2005)
- (2) 佐藤敬之:「熱処理による木材の耐久性向上に関する技術開発」, 木材保存, Vol.30, No.6, pp.269-272 (2004)
- (3) 公益財団法人日本住宅・木材技術センター:「木材保護着色塗料品質評価マニュアル」(1998)

高効率炭素ドット蛍光体の開発

林 孝星*¹⁾ 渡辺 洋人*¹⁾ 緒明 佑哉*²⁾ 今井 宏明*²⁾

Development of high efficiency fluorescent carbogenic dots

Kosei Hayashi*¹⁾, Hiroto Watanabe*¹⁾, Yuya Oaki*²⁾, Hiroaki Imai*²⁾

キーワード：炭素ドット，蛍光体

Keywords：Carbogenic dots, Fluorescent substances

1. はじめに

照明，ディスプレイなどに用いられる蛍光体には，高い発光効率 (= 蛍光量子収率) と発光波長選択性が求められる。無機量子ドットは 30–50 % の高い蛍光量子収率と粒径制御による任意の発光波長選択性を併せ持つ蛍光体として注目されている。しかしながら，Cd，Se，Te といった規制対象元素や希少元素を主成分とすることから，無害で安価な代替材料が求められている。

近年，シングルナノメートルサイズの炭素ドット⁽¹⁾が蛍光体として機能することが明らかになり，安心・安全な次世代の蛍光体として注目されている。炭素ドットの合成法には，煤の透析による分離，グラファイトターゲットを用いたレーザーアブレーション法といった報告があるが，いずれも生産性とサイズ制御性で問題を有している⁽²⁾。一方，多孔質材料の細孔空間を炭素ドットの合成場とする方法も報告されている。この方法は，合成の簡便さと量産性が良いという利点がある⁽³⁾。しかし，この報告で用いられたメソポーラスシリカの平均細孔径は約 4 nm 程度と大きく，細孔径の分布が広いこと，得られた炭素ドットの発光効率は 23% と低く，発光波長は励起光波長に依存して変化していた。このように，炭素ドット蛍光体には，最適な合成方法・粒径制御法などが確立されていないため，発光効率の向上や単一波長での発光に課題がある。

そこで我々は，①メソポーラスシリカ (MPS) より平均細孔径が小さく，かつ制御された細孔を持つ多孔質シリカ (スーパーマイクロポーラスシリカ，以下 SMPS という)⁽⁴⁾ を鋳型として使用する。②炭化反応のモニタリングに熱重量・示差熱同時測定装置 (以下，TG-DTA という。) を使用する。という 2 点について検討し，炭素ドットの粒径制御と合成方法の最適化による炭素ドット蛍光体の発光効率の向上と単一波長での発光の実現を目指した。

2. 実験方法

実験手順の概要を図 1 に示す。SMPS の細孔内に前駆体を浸漬させ，炭化を行い，合成した炭素ドットの発光特性評価を行うという手順で実験を行った。

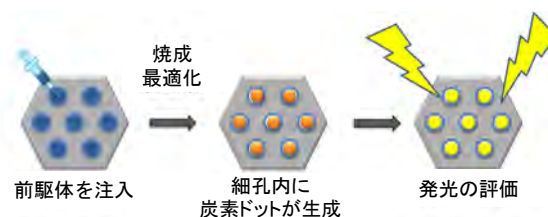


図 1. 実験手順の概要

2.1 炭素ドット蛍光体の合成と炭化温度の最適化

前駆体には 0.6 M クエン酸水溶液を使用した。平均細孔径の異なる 4 種類の鋳型シリカゲル (表 1) にそれぞれ前駆体を浸漬させ，一昼夜静置した。過剰の前駆体をろ別した鋳型シリカゲルの表面をエタノールで洗浄し，焼成前試料を得た。

表 1. 使用した SMPS の平均細孔径

鋳型シリカゲル	平均細孔径 (nm)
C6VSMPS	0.82
C6SMPS	1.12
C16MPS	2.82
C18MPS	3.27

焼成前試料について，表 2 に示す条件で TG-DTA 測定を行い，炭化温度を決定した。また，同試験を用いて所定の温度まで加熱することにより，炭素ドット蛍光体を得た。

表 2. TG-DTA の測定条件

試験機	: DTG-60 (島津製作所製)
雰囲気	: 空気
ガス流量	: 50 ml/min
セル	: アルミニウムセル
基準物質	: α -アルミナ
加熱速度	: 10 °C/min

2.2 炭素ドット蛍光体の発光量子収率測定 2.1 で合成した炭素ドット及び合成した炭素ドットに NaCl の飽和水

事業名 平成 24 年度 基盤研究

*¹⁾ 材料技術グループ*²⁾ 慶應義塾大学理工学部

溶液を滴下したものの蛍光量子収率を測定した。測定には、絶対 PL 量子収率測定装置 C9920-02G (浜松ホトニクス株式会社製) を使用した。

3. 結果と考察

図 2 に 0.6 M クエン酸水溶液を浸漬した平均細孔径が 3.0 nm の C18MPS の熱分析結果を示す。平均細孔径の異なる他の 3 つの鋳型シリカゲルの場合にも、同様の結果が得られた。得られた DTA 曲線には発熱ピークが 3 つ観測された。これらの発熱ピークはクエン酸の炭化反応に起因し、複雑な化学反応を伴いながら 3 段階で炭化していくと考えられる。そこで、焼成温度の候補として、各炭化反応が完了する温度の 287 °C、400 °C 及び 455 °C の 3 点に着目した。焼成した炭素ドット蛍光体の蛍光量子収率は、それぞれ 287 °C で 9 %、400 °C で 18 %、455 °C で 15 % であった。この結果から、二段階目の炭化が完了する 400 °C が最適炭化温度であると判断し、二段階目の炭化が完了する温度で焼成した炭素ドット蛍光体について以下の検討を行った。

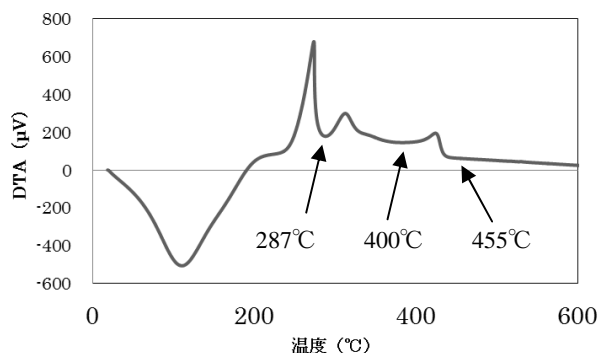


図 2. 0.6 M クエン酸水溶液を浸漬した C18MPS の DTA 曲線

それぞれの鋳型で合成した炭素ドット蛍光体の蛍光量子収率測定の結果を図 3 に示す。炭素ドット蛍光体の蛍光量子収率は鋳型細孔径が小さくなると共に上昇し、平均細孔径 0.82 nm の C6VSMPS を鋳型に用いた時、最大の蛍光量子収率 24 % を示した。鋳型細孔径に応じて炭素ドットの粒径が小さくなっていると考えられる。先行研究⁽³⁾ではアルカリ金属イオンの添加は発光効率の上昇をもたらすと報告されている。本研究においても NaCl 溶液の添加により発光効率は大きく上昇し、C6VSMPS を鋳型に用いた時、無機量子ドット蛍光体の蛍光量子収率に匹敵する 40 % に達した。また、NaCl 添加による発光効率の上昇幅はサブナノ細孔で合成した試料においてより顕著になった。炭素ドット蛍光体の発光効率は、鋳型細孔径の減少により上昇し、特にサブナノ領域で大幅に向上することが分かった。

次に、細孔径 1.12 nm の C6SMPS を鋳型に用いて合成した炭素ドット蛍光体の発光波長の励起波長依存性を図 4 に示す。この炭素ドット蛍光体は 250-360 nm の励起波長範囲で一定の発光ピーク波長 460 nm を示し、半値幅も全ての励起波長で約 100 nm に収まっている。すなわち、炭素ドット蛍光体においても単一波長での発光が可能であることがわかった。これは、制御された細孔を持つ SMPS を鋳型に用

い、合成方法を最適化したことによって、粒径の均一な炭素ドット蛍光体が合成された結果と考えている。

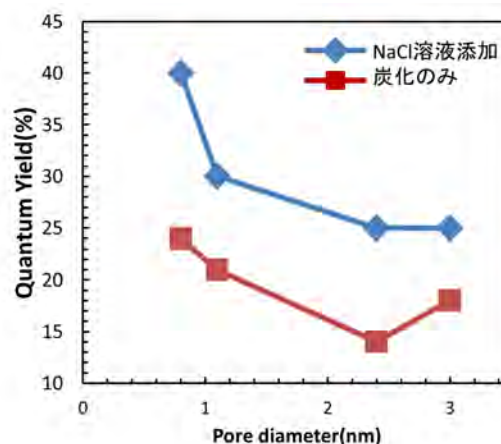


図 3. 炭素ドット蛍光体の蛍光量子収率と鋳型細孔径の関係

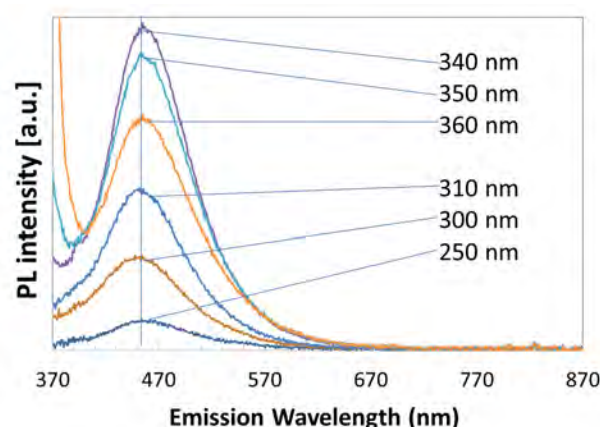


図 4. 発光波長の励起波長依存性

凡例は励起波長

4. まとめ

本研究では、SMPS を鋳型にし、TG-DTA で最適炭化温度を決定することで、炭素ドット蛍光体の高発光効率化を達成した。この蛍光体は近紫外線を吸収して青色発光する。また、蛍光発光する SMPS 粒子や SMPS 薄膜として、応用が期待できる。鋳型から取り出しても発光するので、現行の蛍光体を代替する塗料などに応用できる。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 18 日再受付)

文 献

- (1) X. Xu, R. Ray, Y. Gu, H. J. Ploehn, L. Gearheart, K. Raker and W. A. Scrivens: "Electrophoretic Analysis and Purification of Fluorescent Single-Walled Carbon Nanotube Fragments", *J. Am. Chem. Soc.*, Vol.126, No.40, pp.12736-12737 (2004)
- (2) S. N. Baker and G. A. Baker: "Luminescent Carbon Nanodots: Emergent Nanolights", *Angew. Chem. Int. Ed.*, Vol.49, No.38, pp.6726-6744 (2010)
- (3) J. Zong, Y. Zhu, X. Yang, J. Shen and C. Li: "Synthesis of photoluminescent carbogenic dots using mesoporous silica spheres as nanoreactors", *Chem. Commun.*, Vol.47, No.2, pp.764-766 (2011)
- (4) PCT/JP2011/054928

ノート

スーパーマイクロポーラスシリカの細孔径制御とその細孔を利用した酸化タングステンサブナノ量子ドットの開発

渡辺 洋人*¹⁾ 緒明 佑哉*²⁾ 今井 宏明*²⁾

Synthesis of sub-nano tungsten oxide quantum dots by using supermicroporous silica

Hiroto Watanabe*¹⁾, Yuya Oaki*²⁾, Hiroaki Imai*²⁾

キーワード: 量子ドット, 多孔質体, 光触媒, ナノ粒子, サブナノ粒子

Keywords: Quantum dot, Porous material, Photocatalyst, Nano particle, Subnano particle

1. はじめに

近年, ナノテクノロジー分野において, ”量子ドット” と呼ばれる物質群が, 蛍光体, 光触媒などへの用途において高い機能性を発現することから注目されている。量子ドットとは, 半導体のバンドギャップが粒径減少に伴い増大する性質(量子サイズ効果)を示す粒子を指し, 粒子直径を数 nm 以下までサイズダウンすることにより, この性質を発現させることができる。CdS, CdTe などの量子ドットは, 容易に合成可能な 10 nm 程度のサイズから顕著な量子サイズ効果が発現するため, 現在までに多くの研究例が存在する。一方で, TiO₂, WO₃ などの遷移金属酸化物は, 1 nm 前後のサイズにならないと顕著な量子サイズ効果が発現しない。現在までに, このサイズ領域の粒子の効果的な合成法は確立されていないため, 研究例が非常に乏しいのが現状であった。我々は, 多孔質シリカの細孔を鋳型とした粒子合成法に着目し, この手法を 1 nm 以下の領域の粒子合成に応用することを試みた。細孔を鋳型とする合成法は, 細孔径による粒径制御が可能なことや, 合成可能な化合物が多岐にわたることから, 他の合成法にはない利点がある。また, 遷移金属酸化物は大気中や光照射下の安定性と高い光触媒能を有する機能性材料であるため, これらの化合物を量子ドット化することに成功すれば, バンドギャップエネルギーの増大に伴い, 価電子帯と伝導帯準位のコントロールが可能になり, 酸化・還元力の増加による光触媒能の制御や効率の上昇につながると期待できる。

2. 研究の目的

本研究では, 水中で形成する界面活性剤ミセルを鋳型とした, メソポーラスシリカ (MPS) の合成法を出発点とし

て, これまでに制御不能であった 0.6~1.5 nm のサイズ領域における, 詳細な細孔径制御法の確立を目指し, 合成した SMPS の細孔を鋳型として, WO₃ 量子ドットのサイズ選択的に合成を目指した。また, 光触媒能の変化を中心に, 特にサブナノ領域で発現する新機能性を追究した。

3. 研究成果

3.1 0.6~1.5 nm の細孔径を有するスーパーマイクロポーラスシリカ (SMPS) の合成¹⁾

MPS の細孔径は, 鋳型となる界面活性剤のミセル径に依存し, 界面活性剤の疎水基の炭素鎖数で細孔径をコントロールすることができる。しかし, 従来の MPS 合成法, たとえば, 代表的な MPS である MCM-41 では 1.5 nm 以下の細孔を形成・制御することは, 炭素鎖 C8 未満の界面活性剤のミセル形成能の低さから不可能であった。そのため, 典型的なゼオライトの細孔孔径 (~0.6 nm) との間に, 制御困難な空白領域が残されていた。本研究では, シリケートイオンと界面活性剤の協奏的自己集合を系内で増強するために種々の合成法の改良を行った。我々は, 通常溶媒として使用される水を極力系から排除し, 濃厚なシリケートイオンと界面活性剤の混合系を形成することで, 炭素鎖 C8 未満のカチオン性界面活性剤を用いた場合にもミセル形成が可能であることを見出した。具体的には, 溶媒を用いずに, シリカ源のテトラエトキシシラン (TEOS) の加水分解に必要最低限の水 (4 eq. vs TEOS) のみを系に添加する, 無溶媒合成法を用いた。これにより, 炭素鎖 C6, C4 の界面活性剤を用いた SMPS の合成が達成され, それぞれ 1.1, 0.9 nm の平均細孔径を有することが明らかになった。更に, 有機シランを合成系に添加することにより, 細孔径を更に減少させることに成功した。図 1 に示すようにこれまで合成不能であった 0.6~1.5 nm のサイズ領域において, 詳細な細孔径の制御が可能になった。

事業名 平成 18 年度, 19 年度, 20 年度, 21 年度, 22 年度, 23 年度
東京都地域結集型研究開発プログラム
平成 23 年度, 24 年度, 25 年度科研費基盤 B

*¹⁾ 材料技術グループ

*²⁾ 慶應義塾大学理工学部

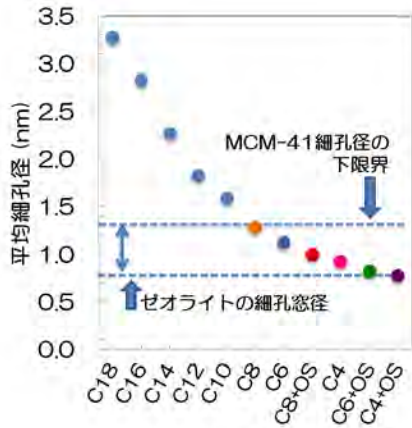


図1. 界面活性剤炭素数 Cn と生成した多孔質シリカの平均細孔直径 +OS: 有機シラン添加

3.2 SMPS細孔を合成場としたWO₃量子ドットの合成と光触媒能の制御・向上⁽²⁾ SMPS の制御されたシングル～サブナノメートルサイズの細孔を合成場として WO₃ 量子ドットのサイズ選択的合成に成功した。過酸化タングステン酸の水溶液中に SMPS を浸漬し、洗浄、焼成することで、簡便に WO₃ 量子ドットを合成することができる。図2に示すように、シリカ細孔中に高分散のサブナノ WO₃ 量子ドットが生成している様子が観測できる。また、図3に示すように WO₃ 量子ドットのバンドギャップは特に 1 nm 以下の領域で大幅に増大し、バルクの 2.6 eV から最大で 3.7 eV (直径 0.7 nm ドット) まで段階的に増大することを実証した。

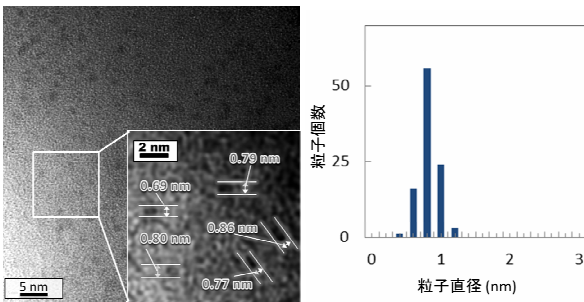


図2. WO₃量子ドットのTEM像(左)とTEM像より求めた粒度分布

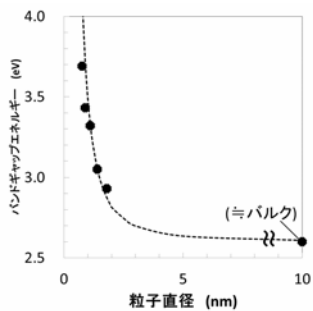


図3. 粒径とバンドギャップの関係

点線は理論式によるフィッティング⁽²⁾, プロットは実験値

バルクの WO₃ の場合、伝導帯下端は+0.5 V vs SHE (水素標準電極電位)、価電子帯上端は+3.1 V vs SHE に位置する。そのため、光触媒として作用させる場合、酸素の一電子還元反応 (-0.05 V vs SHE) を起こすことができない。光照射により生成した電子・正孔対の電子を効率的に消費できないため、再結合確率が増加し高い光触媒活性を得ることができないという問題点がある。WO₃ の場合は量子サイズ効果の影響は伝導帯下端に選択的に働くため、直径約 1.2 nm 以下の粒子において、酸素の一電子還元準位を超える伝導帯下端のシフトが起こると予測できる (図4左)。

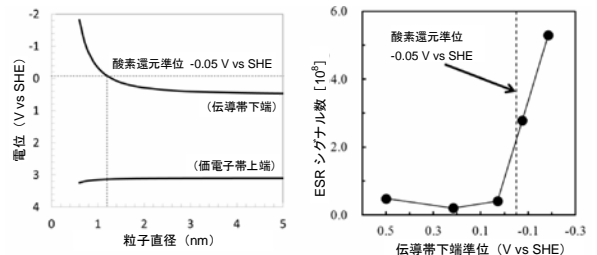


図4. WO₃ 量子ドットの価電子帯・伝導帯シフトの理論予測⁽²⁾ (左) と価電子帯下端電位と酸素一電子還元活性の関係性 (縦軸 生成した酸素ラジカル量に対応) (右)

本研究では、異なるサイズの WO₃ 量子ドットについて、酸素一電子還元反応の進行を電子スピン共鳴法のスピントラップ法を用いて実証した。理論予測通り、約 1.2 nm を境に酸素の単電子還元が進行することを実証 (図4) し、更に粒径減少に伴い反応効率が上昇することも明らかにした。

4. まとめ

本研究では、細孔径制御可能な SMPS を開発し、その細孔を合成場として WO₃ 量子ドットのサイズ選択的合成に成功、シングル～サブナノ領域における量子ドットの粒径制御が光触媒能の制御・向上に有効であることを実証した。

本研究の合成法はいずれも特別な合成装置を必要としない簡便なプロセスである。今後は更なるサブナノ物性の探究と共に、これらの技術の実用化に向けて前進していきたい。

謝辞

本研究は、JSPS 科研費 23350102 の助成を受けたものです。
(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 19 日再受付)

文 献

- (1) 渡辺洋人: 「VOC 吸着能に優れたスーパーマイクロポーラスシリカの開発」, 加工技術, Vol.46, No.12, pp.765-767 (2011)
- (2) H. Watanabe, K. Fujikata, Y. Oaki, H. Imai: "Band-Gap Expansion of Tungsten Oxide Quantum Dots Synthesized in Sub-nano Porous Silica", *Chemical Communication*, 49, No.76, pp.8477-8479 (2013)

ホルムアルデヒド酵素サイクルセンサの開発

月精 智子*¹⁾ 和田 俊明*²⁾ 左成 信之*²⁾ 紋川 亮*¹⁾

Development of formaldehyde sensor based on an enzyme cycling assay

Tomoko Gessei*¹⁾, Toshiaki Wada*²⁾, Nobuyuki Sanari*²⁾, Akira Monkawa*¹⁾

キーワード: ホルムアルデヒド, 酵素サイクリング, 水溶性テトラゾリウム塩

Keywords: Formaldehyde, Enzyme cycling assay, Water-soluble tetrazolium salt

1. はじめに

ホルムアルデヒドは防腐剤や接着剤等をはじめとする様々な工業材料に用いられており, 我々の生活環境中に多く存在する化合物である。その一方で, シックハウス症候群の原因物質としても知られており, 人体への健康被害が問題となっている。国際がん研究機関では, ヒトに対する発癌性が認められるグループ 1 に分類しており, 厚生労働省は, ホルムアルデヒドの水質基準値を 0.08 mg/L 以下, 室内濃度指針値を 0.08 ppm に設定し, 規制措置をとっている。

現在, ホルムアルデヒドの分析は, 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン (DNPH) で誘導体化した後, HPLC や GC/MS で検出する方法が公定法として用いられている。これらの分析装置は, 高感度であり, 正確な測定が可能であるものの, 装置が大型かつ煩雑で時間を要するという問題がある。一方, 簡易法としては, ガス検知管や化学センサが製品化されており, 実際の現場で広く使用されている。これらのセンサは, 小型で携帯可能であるという利点があるものの, 低濃度のホルムアルデヒド計測には 30 分もの時間を要し, 夾雑物質の影響を受けやすく, 選択性が低いという問題点がある。

一方で, 酵素を用いた高感度測定法の一つに酵素サイクリング法がある。酵素サイクリング法では, 他の種類の酵素と組み合わせて, 従来法の発色反応が増幅して起こるようにすることで, 高感度な測定を可能としている。1993 年に水溶性テトラゾリウム塩 (Water-soluble tetrazolium salts; WST) が開発され, 細胞増殖能や毒性テストで広く利用されるようになった⁽¹⁾。近年では, 医療や食品分野の微量物質検出において研究展開されている⁽²⁾⁽³⁾。

そこで本研究では, WST を用いた酵素サイクリング法をホルムアルデヒドの測定に応用し, 簡易で小型化が可能なガス及び水溶液での測定に適したホルムアルデヒド酵素サ

イクルセンサの開発を試みた。

2. 実験方法

WST を用いたホルムアルデヒド検出原理を図 1 に示す。酵素サイクリング法によるホルムアルデヒドの検出では, ホルムアルデヒド脱水素酵素反応により生成した NADH をジホラーゼを用いて NAD⁺へ脱水素すると共に, WST を還元しホルマザン色素を生成させる。生成したホルマザン色素を比色定量することで, 間接的にホルムアルデヒドの検出を行う。

リン酸緩衝液 (pH8.0, 100 mmol/L) を用いて, EDTA 0.1 mmol/L, WST-8 1.0 mmol/L, DI 1.0 U/ml, NAD⁺ 0.3 mmol/L, FALDH 1.0 U/ml になるように各試薬を調整した。調整した溶液を石英セルに注入し, ホルムアルデヒド溶液を目的の濃度 (10~1000 ppb) となるように注入し, 3 回転倒混和して 3 分後に生成したホルマザン色素の吸光度を測定した。

また, パーミエーターで発生させたホルムアルデヒドの標準ガスを, 溶液の実験と同様に調整した溶液を注入した気体計測用の石英セルに 20 ml/min で導入した。酵素反応により生成したホルマザン色素の検出は, ハロゲン光源と分光器 (オーシャンオプティクス社製) を用いた吸光度計測で行った。

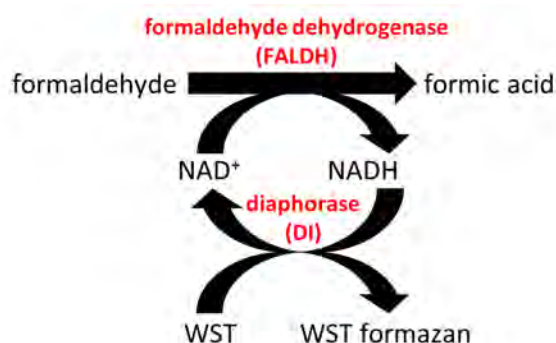


図 1. WST を用いたホルムアルデヒド検出原理

事業名 平成 24 年度 共同研究

*¹⁾ バイオ応用技術グループ*²⁾ 柴田科学株式会社

3. 結果及び考察

図 2 に、ホルムアルデヒド溶液の濃度変化に伴うホルマザン色素の呈色状態を示す。ホルムアルデヒド溶液の濃度に依存して、ホルマザン色素が濃い橙色に呈色する様子が観察できた。生成したホルマザン色素の吸光スペクトルを分光器にて計測した結果を図 3 に示す。ホルムアルデヒド濃度が高くなるにつれ、460 nm 付近にホルマザン色素の顕著なピークが観察された。また、図 4 に示すように、各ホルムアルデヒド濃度に対する波長 460 nm における吸光度には直線性が確認された。そのため、ホルマザン色素の吸光度測定により、ホルムアルデヒド濃度の定量が可能であることが分かった。

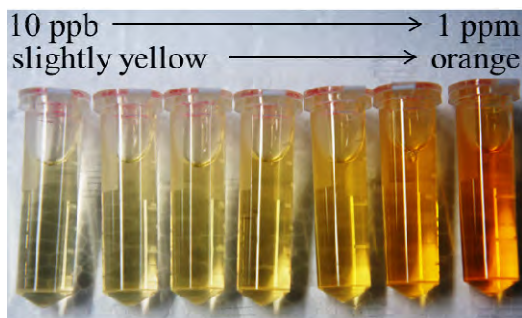


図 2. ホルムアルデヒド濃度毎のホルマザン色素の呈色

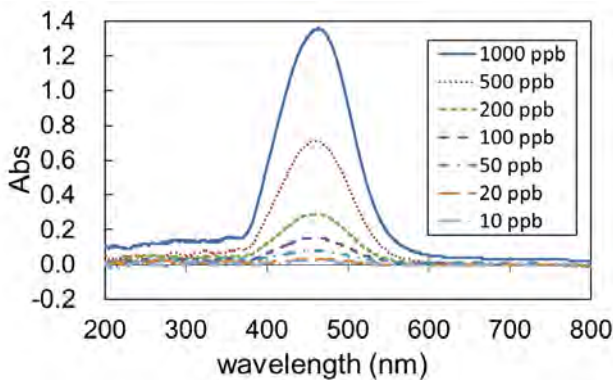


図 3. ホルムアルデヒド溶液濃度に対する吸光スペクトル変化

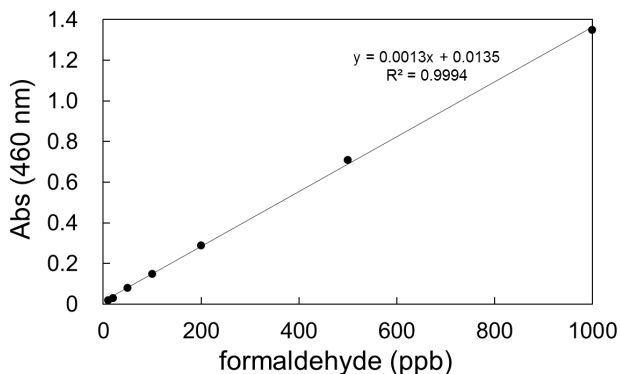


図 4. ホルムアルデヒド溶液濃度に対する吸光度変化

酵素サイクリング法をホルムアルデヒドガス計測に展開したところ、各ホルムアルデヒドガス濃度において、時間経過に伴い、ホルムアルデヒドが溶解し、一定速度で吸光度が上昇していく様子が確認できた。図 5 に、ホルムアルデヒドガス導入後 10, 20, 30 分経過時のホルムアルデヒドガス濃度に対する波長 460 nm の吸光度を示す。どの経過時間においても、ホルムアルデヒド濃度と吸光度には相関関係が確認され、10 分以上で 5 ppb 以上のホルムアルデヒドガスが検出できることが分かった。

酵素サイクリング法を用いたホルムアルデヒド計測は、ホルマザンの比色定量であり、構造を簡略化できるため、装置の小型化が期待できる。また、NADH の蛍光検出と比較して光源の価格も抑えられるため、短時間で高感度な計測が可能な小型かつ低価格な装置開発が可能であると考えられる。

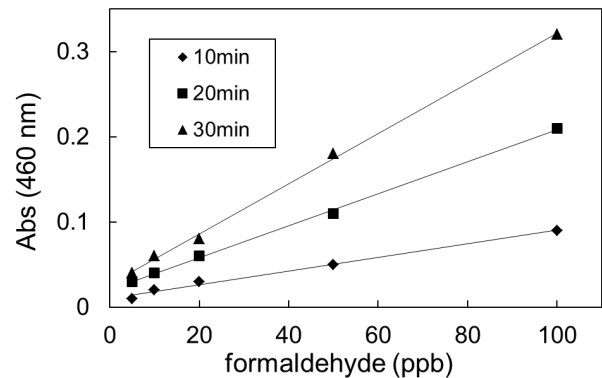


図 5. ホルムアルデヒドガス濃度に対する吸光度変化

4. まとめ

本研究では、酵素サイクリング法を用いてホルムアルデヒド溶液及びガス計測を試みた。その結果、10~1000 ppb の範囲でホルムアルデヒド溶液の検出が可能であった。また、10 分で 5 ppb のホルムアルデヒドガスの検出が可能であり、迅速かつ高感度なホルムアルデヒドガス計測が可能であった。装置の小型化については、ハンディタイプのホルムアルデヒド測定器の製品化に展開する予定である。

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

文 献

- (1) M. Ishiyama, M. Shiga, K. Sasamoto, M. Mizoguchi and P. G. He : "A New Sulfonated Tetrazolium Salt That Produces a Highly Water-Soluble Formazan Dye", Chem. Pharm. Bull., Vol.41, No.6, pp.1118-1122 (1993)
- (2) L. H. Lam, T. Shimamura, S. Manabe, M. Ishiyama and H. Ukeda : "Assay of Angiotensin I-converting Enzyme-inhibiting Activity Based on the Detection of 3-Hydroxybutyrate with Water-soluble Tetrazolium Salt", Analytical Sciences, Vol.24, No.8, pp.1057-1060 (2008)
- (3) W. Khampha, V. Meevootisom and S. Wiyakrutta : "Spectrophotometric enzymatic cycling method using l-glutamate dehydrogenase and d-phenylglycine aminotransferase for determination of l-glutamate in foods", Analytica Chimica Acta, Vol.520, No.1, pp.133-139 (2004)

ノート

レーザー干渉計の不確かさ算出手法に関する研究

徳田 祐樹*¹⁾ 中西 正一*¹⁾

Study of uncertainty estimation method of laser interferometer

Yuuki Tokuta*¹⁾ , Shouichi Nakanishi*¹⁾

キーワード：レーザー干渉計，不確かさ

Keywords：Laser interferometer, Uncertainty

1. はじめに

近年，各種光学機器の高機能化への要求を背景に，機器に使用される光学レンズの高機能化が求められている。この要求を満たすためには，高精度なレンズ加工技術と共に形状測定技術の確立が必要不可欠となっており，特にレンズの形状測定においては，nm オーダーの高分解能を有するレーザー干渉計が注目を集めている。一方で，レーザー干渉計は他の汎用的な測定機と異なり不確かさの算出手法が確立されておらず，測定結果の信頼性が明確化されていない。そこで本研究では，測定の信頼性確保のために，現在，確立されていないレーザー干渉計の不確かさ算出手法について検討を行った。レーザー干渉計の不確かさ算出においては，球面ゲージの実測を踏まえた Type-A の不確かさ（実験的推定）と，実測では算出が困難な，測定原理により生じる Type-B の不確かさ（理論的推定）の2通りに分けて推定を行った。

2. 研究方法

2.1 Type-A の不確かさ Type-A の不確かさ算出においては，表1に示す通り，計20種類の曲率半径の球面ゲージを計3種類のFナンバーの原器を使用して測定を行った。それぞれの球面ゲージと原器の組み合わせごとに36回の繰り返し測定を行うことで標準偏差を算出し，ゲージ曲率半径と標準偏差の関係性について調査を行った。

2.2 Type-B の不確かさ Type-B の不確かさにおいては，Type-A とは異なり実測値からの推定が難しい，装置の測定原理より生じる不確かさを理論的に推定した。本研究では，下記に示す7項目の不確かさ要因について検討を行った。

- (1) レーザー光源の波長の変動
- (2) 温度変化による屈折率変化の影響
- (3) 位相シフトの空間的不均一による収差
- (4) 測定対象物の初期設定による影響
- (5) 基準原器の設置時の光軸ずれによる影響
- (6) 振動による影響
- (7) 基準原器の真球度

以上のように，測定原理や測定結果算出時のデータ処理方法，測定に用いる機器などを起因として生じる不確かさを理論的に算出した。

表1. Type-A の不確かさ算出に用いたゲージ

ゲージ半径 [mm]	原器のFナンバー		
0.5	0.75	-	-
0.6			
0.75			
1.0			
1.5			
2.0			
2.5			
3.75	1.5	-	-
5.0			
6.0			
7.5			
10.0			
12.5			
15.0			
20.0	-	-	3.3
25.0			
30.0			
37.5			
40.0			
50.0			

事業名 平成25年度 基盤研究

*¹⁾ 高度分析開発セクター

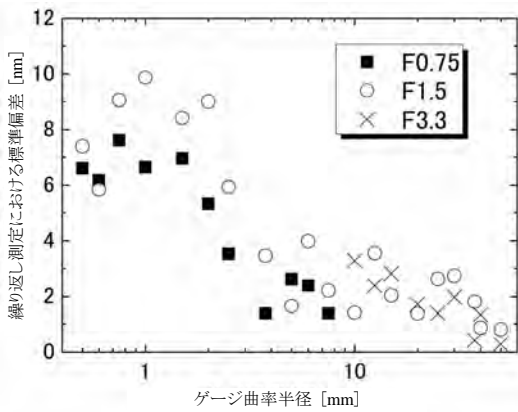


図1. ゲージ曲率半径と標準偏差

3. 不確かさ算出結果及び考察

3.1 Type-A の不確かさ算出結果 各曲率半径のゲージに対してそれぞれの原器による繰り返し測定を実施した際のゲージ曲率半径と繰り返しの標準偏差の関係性を図1に示す。図より、曲率半径が2.5mm以上のゲージにおいては標準偏差が4nmを下回っており、比較的安定した測定結果が得られていることが確認された。一方で曲率半径が0.75~2.5mmのゲージにおいては、曲率半径が2.5mm以上の球面ゲージ測定時と比較して標準偏差が大きい値を示す結果となった。球面ゲージの曲率半径の大小により標準偏差に違いがみられた原因としては、リトレースエラーと呼ばれる現象が影響を及ぼしているものと考えられる。リトレースエラーとは、照射レーザー光の入射角と反射角に相違が発生し、測定結果に影響を及ぼす現象であり、曲率半径の小さな球面ゲージほどリトレースエラーによる影響を受けやすい形状であったものと推察される。この結果より、最終的なType-Aの不確かさを算出するためには、リトレースエラーを数値化することができる測定基準ゲージが必要であると考えられる。

3.2 Type-B の不確かさ算出結果 測定原理により推察される合計7項目の不確かさの算出結果を表2に示す。これらの結果の中で、不確かさへの寄与率として「(7) 基準原器の真球度」による影響が最も大きい結果となった。これは、球面ゲージの測定に使用している球面原器には、理想的な球面からの形状偏差(真球度)が存在し、この形状偏差がそのまま収差として測定結果に反映されてしまうものと考えられる。このことから、本研究では独立行政法人産業技術総合研究所のレーザー干渉計を用いた三枚合わせ法⁽¹⁾により、原器の絶対形状偏差測定を実施した。原器の形状偏差測定結果を図2に示す。この測定結果に対し、形状偏差により生じる収差量に近い意味合いを持つPV_rと呼ばれるパラメーター⁽²⁾の算出を行い、不確かさの推定値とした。これは、原器の形状偏差をZernike展開と呼ばれる手法により複数の波面に分離し、①Zernike係数の36項目フィッティング時のPV値(波面の支配的な形状)に②Zernike係数の36項目フィッティング時のRMS値(中間的な空間周波数の形状寄与量)を3倍にした値を加えることで算出することが

表2. Type-Bの不確かさ算出結果

不確かさ要因	不確かさ[nm]
①レーザー光源の波長の変動	0.06
②温度変化による屈折率変化の影響	0.00
③位相シフトの空間的不均一による収差	12.90
④測定原器の初期設定による影響	0.75
⑤基準原器の設置時の光軸ずれによる影響	0.56
⑥振動による影響	0.00
⑦基準原器の真球度	34.55

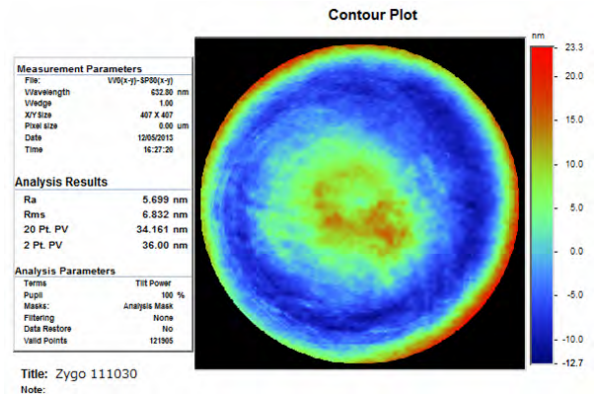


図2. 三枚合わせ法による原器の真球度測定結果

できるパラメーターである。形状偏差測定結果ではPVの値が30.74nm, RMS値が1.27nmであったため、PV_rパラメーターは34.55nmと算出される。この結果より、原器の支配的な形状偏差による影響が、Type-Bの不確かさの中で最も大きな要因であると推察される。

4. おわりに

- (1) Type-Aの不確かさの実験的推定より、レーザー干渉計による球面ゲージの繰り返し測定時に生じる不確かさの算出を行った。測定結果から、ゲージの曲率半径により、標準偏差の値が変化することが確認された。
- (2) Type-Bの不確かさの理論的推定より、レーザー干渉計の測定原理により生じ得る合計7項目の要因に関する不確かさ算出に成功した。Type-Bの不確かさにおいては、測定に使用する球面原器の形状偏差による収差が、最も大きな不確かさ要因であることが確認された。

謝辞

本研究の遂行に当たり、ご指導頂きました独立行政法人産業技術総合研究所幾何標準研究室の日比野謙一様に厚く感謝の意を表します。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月12日再受付)

文 献

- (1)近藤余範:「表面形状の計測技術と標準に関する調査研究」, 産総研計量標準報告, Vol.8, No.3 (2011)
- (2)Chris J. Evans: "PV_r - a robust amplitude parameter for optical surface specification", Optical Engineering 48 (4) 043605, pp.1-8 (2009)

強ひずみ加工によるアルミ合金切削屑の固化成形

小船 諭史*¹⁾ 神田 浩一*²⁾ 渡辺 茂幸*²⁾

Solidification of aluminum alloy chips by severe plastic deformation

Satoshi Kobune*¹⁾, Koichi Kanda*²⁾, Shigeyuki Watanabe*²⁾

キーワード: 強ひずみ加工, 粉末押し成形, せん断変形, 固相リサイクル, アップグレードリサイクル

Keywords: Severe plastic deformation, Powder extrusion process, Shear deformation, Solid-state recycling, Upgrade recycling

1. はじめに

実用金属の中で 2 番目に供給量が多いアルミニウムのリサイクルは, 廃材を再溶解して, ダイカストや鋳造用地金などに再利用する方法が一般に用いられている⁽¹⁾。この方法よりも省エネルギーなリサイクル方法の一つとして, 溶解を伴わない固化成形法が考えられる。溶解を伴わない固化方法としては, 焼結法及び強ひずみ加工法に分けることができる。強ひずみ加工法では, これまでに, 金属粉末や切削屑に圧縮荷重と同時にねじりモーメントを負荷する方法⁽²⁾⁽³⁾, 熱間あるいは冷間で押し成形する方法⁽⁴⁾⁽⁵⁾⁽⁶⁾, 圧縮荷重と同時にせん断荷重を負荷する方法⁽⁷⁾, 摩擦を付加した押し方法⁽⁸⁾などが試みられてきた。本研究では, 純アルミ粉末及びアルミ合金切削屑を固相状態で板材へ成形する際に, 強ひずみ加工を施すことで, 成形した板材の機械的強度を向上させることを目的とした。

2. 成形方法

成形方法の断面模式図を図 1 に, 成形体と凹金型の一例を図 2 にそれぞれ示す。コンテナにディスクアトマイズ法により製造された粒子径 45 μm 以下の純アルミ粉末, あるいは市販の A1050H24 板材にフライス加工を施して得られた切削屑を投入し, パンチを介して押し圧力 $P=400 \text{ MPa}$ を加えた。これと同時に, コンテナ出口において, 凹金型を押し出し方向と直角方向に速度 $V=50 \text{ mm/min}$ で駆動することにより, 材料にせん断ひずみを導入した。成形前後の材料の断面積比を押し出し比 R とし, 成形体の厚みが一定になるように, コンテナ及びパンチの断面積を変えることで, $R=15\sim 30$ となるように制御した。なお, 成形体寸法は板厚 $t=0.5 \text{ mm}$, 幅 $w=10 \text{ mm}$, 長さ $l=100 \text{ mm}$ の短冊形状とした。

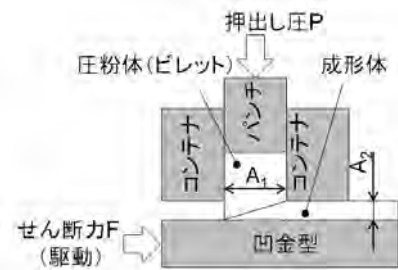


図 1. 成形方法の断面模式図



図 2. 成形体と凹金型の一例

3. 結果及び考察

3.1 材料の変形挙動 成形中の材料がどのように流動するかを調べるために, 本成形法を A1050 板材及び C1100 板材を交互に積層して作製したビレットに適用した。作製した成形体断面の光学顕微鏡写真を図 3 に示す。図 3 のように, 成形体はせん断角を境界にして, 積層方向の転回ならびに押し出し比 R に応じた板圧減少を伴いながら塑性流動していた。せん断角度から求められる相当ひずみは, 押し出し比 R と共に上昇し, $R=20$ 時に相当ひずみ $\epsilon=12$ もの巨大なせん断ひずみを導入することができた。また, 図 4 のように, 純アルミ粉末を用いた場合の成形時に材料に負荷されるせん断力を測定した結果, 押し出し比 R と共にせん断力が上昇することを確認した。

3.2 純アルミ粉末の固化成形 アルミ合金切削屑をリサイクルする前段階として, 基本的な特性を把握するため

事業名 平成 25 年度 基盤研究

*¹⁾ 実証試験セクター*²⁾ 光音技術グループ

に、純アルミ粉末を用いた成形実験を行った。成形体の断面組織から、成形体内部に目立った空隙は存在せず、粒子同士が良好に接合されており、また、相対密度は99%以上と真密度に近い状態であった。更に、腐食後の微視組織を観察したところ、粒子表面の酸化被膜が随所で消失し、粒子同士が結合していた。機械的性質の調査として引張試験を実施した。引張試験で得られた応力-ひずみ線図の一例を図5に示す。図5のように、押し出し比Rの上昇に伴い、引張強さが上昇し、延性は低下することが分かった。

3.3 アルミ合金切削屑の固相リサイクル フライス加工を施すことで得られた切削屑形状は、全長約2mm程度のせん断型切削屑であった。原料には、この切削屑を直接、あるいはボールミルで粉砕、整形したものを用いた。押し出し比R=20で作製した成形体は、切削屑がせん断ひずみを加

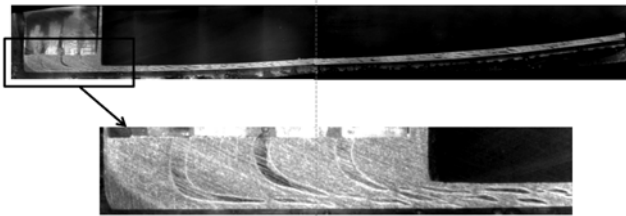


図3. せん断角周辺における材料の変形挙動

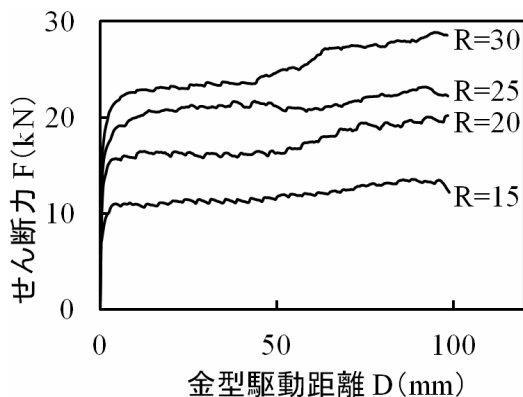


図4. 材料に負荷されるせん断力と押し出し比Rの関係

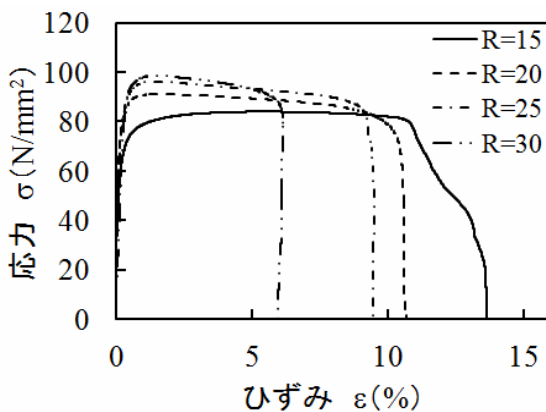


図5. 純アルミ粉末成形体の応力-ひずみ線図

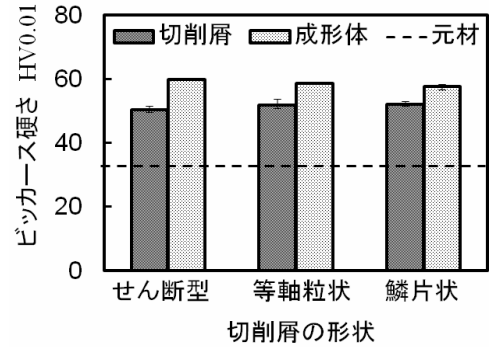


図6. リサイクル材のビッカース硬さ

えた方向に大きく伸張し、空隙を埋めるように成形されていた。相対密度は、切削屑の形状によらず99%以上であった。引張試験の結果、成形体の引張強さを元の材料より最大で2倍程度の211 N/mm²に向上させることができた。図6にリサイクル材のビッカース硬さ試験結果を示す。硬さについても、元の材料の約2倍とすることができた。これら機械的強度の向上は、成形時のひずみに加え、切削加工時に切削屑にひずみが導入されるためと考えられる。ただし、機械的強度が向上する一方、成形体の伸びは、元材より著しく低下しており、延性の改善が今後の課題となった。

4. まとめ

室温での強ひずみ加工により、アルミ合金切削屑の固化成形を試みた。その結果、切削前の材料と比較して引張強度が向上した成形体を得ることができた。今後、アルミ合金切削屑のアップグレードリサイクル手法として、更なる検討を行っていく予定である。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月15日再受付)

文 献

- (1)中村崇：「金属素材リサイクルのシステムと技術」日本エネルギー学会誌第87巻, pp.242-246 (2008)
- (2)久米裕ら：「圧縮ねじり加工による展伸用および鑄造用アルミニウム合金切削屑の固相リサイクル」第17回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2009) 講演論文集, p.304 (2009)
- (3)堀田善治：「巨大ひずみ加工による超微細組織制御」, 軽金属, 第60巻, 第3号, pp.134-141 (2010)
- (4)中村多聞ら：「冷間押し出しと圧延によるアルミニウム合金切削屑の平板状バルク材への再生」, 日本機械学会北越支部第47期総会講演会講演論文集, p.906 (2010)
- (5)山崎太郎：「マグネシウム合金 (AZ91D) の切削屑のリサイクル」, 富山県工業技術センター技術情報 95, p.5 (2004)
- (6)菅谷樹ら：「マグネシウム合金切削屑の摩擦圧接を応用した固化成形」, 日本大学生産工学部第46回学術講演会講演概要, pp.659-662 (2013)
- (7)武石洋征ら：「常温圧縮せん断法による結晶粒微細固相成形」, 日本材料学会誌 Vol.54, No.3, pp.233-238 (2005)
- (8)中村保ら：「金属薄板の摩擦押し出し成形法の開発」, 日本機械学会論文集 (C編) 59巻, 557号, p.193 (1993)

ノート

木材—ボルト接合時における破損防止を考慮した締付け条件

松原 独歩*¹⁾ 中野 貴啓*²⁾ 島田 勝廣*³⁾

Tightening conditions in consideration of the damage prevention on bolted timber joints

Doppo Matsubara*¹⁾, Takahiro Nakano*²⁾, Masahiro Shimada*³⁾

キーワード：木材，ボルト接合，締付け，締付け軸力

Keywords：Wood, Bolted joint, Tightening, Clamp force

1. はじめに

木材のボルト接合はあらゆる製品や構造物に応用されている。例えば，木造在来軸組工法住宅においては，土台と基礎の緊結（アンカーボルト接合），耐力壁の柱・梁接合部（ホールダウン金物などで緊結），梁と梁の緊結（羽子板ボルトなど）などである。木質構造物において地震力などの外力が加わる場合における弱点は接合部であることがよく知られている。鉄骨構造や鉄筋コンクリート構造は，外力が加わっても柱や梁などの部材が壊れるように設計する事が可能である。しかし，木質構造の場合は接合部が先行破壊することがほとんどであるため，接合部の性能を高めること及び適切な設計施工が構造物全体の性能を高める上で重要となる。

しかし，木材のボルト接合はワッシャー（あるいは鋼板）とボルト及びナットで構成される簡易な接合法であるが，ナットをどのくらいのトルクで締付けるべきか，の基準が曖昧で現場毎に任されているのが実状である。これは，木材は乾燥収縮や応力緩和を起こすことから，ナットを締付けたとしても時間経過で緩んでしまうと考えられていることが背景にあり，厳密に締付けることにあまり意味がないと考えられているからである。そのため，実際の現場では締付け過ぎ（木材の破壊や座金などの変形）や締め忘れなどが指摘され，接合部の品質及び安全性の低下が懸念される。日本建築学会の木質構造設計基準・同解説⁽¹⁾では，ナットの締付けについて座金が木材にわずかにめり込む程度とする，と規定しているが，樹種によってどのくらいめり込ませることが適切なのか，など不明な点が多い。

本報告では，筆者らが実施した木材のボルト接合の締付け試験結果⁽²⁾をもとに，締付け時の木材や座金，ボルトの破損を防止するための締付け条件について検討した結果を報告する。

事業名 平成25年度 基盤研究

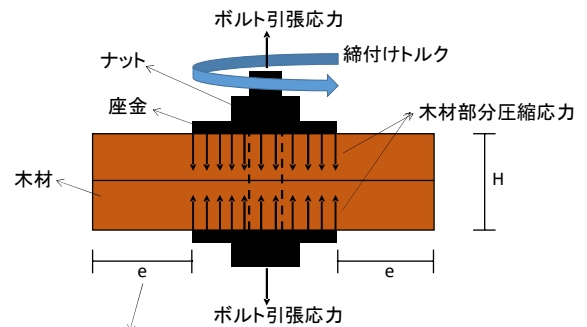
*¹⁾ 城東支所

*²⁾ 実証試験センター

*³⁾ 交流連携室

2. 木材—ボルト接合における締付けの力学メカニズム

図1に示したように，木材のボルト接合においてナットを締付けると，木材には部分圧縮応力が，ボルトにはそれと釣り合う引張応力が生じる。ここで，部分圧縮応力はナットの締付け回転角が同じでも樹種によって異なる。更に余長 e が大きくなれば，部分圧縮応力は大きくなることが知られている。木材のめり込み理論³⁾によれば，この余長 e がわずかでも部分圧縮応力増大に大きな効果があるが，余長 e が長くなるにつれて頭打ちとなる。余長 e の効果は繊維方向の場合，ほぼ材厚 H の1.5倍程度とされている。したがって，余長 e の増加により締付け時の部分圧縮応力は増大し，その分だけ締付け力は大きくなることになる。またそれと釣り合う引張応力がボルトには生じているので，ボルト径によってはボルトの破断点に達しボルト破断に至る可能性がある。更に，座金の厚さが小さく，木材側の部分圧縮強度が高い場合（例えば広葉樹材）においては締付けによって座金が荷重と逆方向に反り上がることが想定される。この座金の変形については，辻野，平井ら⁽⁴⁾が有限要素法解析にて弾性剛性の推定に成功している。この締付け時の座金の変形は，例えばアンカーボルト接合では座金の接触面積が小さくなり，座金が木材にめり込みやすくなる要因となる。



余長：木材厚 H の約1.5倍程度までは余長効果で荷重が上昇する

図1. 締付け時の力の釣り合い

3. 木材-ボルト接合の締付け試験⁽²⁾

構造材として広く用いられている 4 種の木材を用いて締付け試験を実施した。図 2 に試験方法を示した。試験にはねじ締付け試験機（日本計測システム株式会社製、NST-500NM）を用いた。試験に供した木材は、スギ、ツガ、ヒバ、カラマツの 4 種とした。ボルトは M12 の強度区分 4.8 の半ねじとした。座金は Z マーク角座金とし、40mm×40mm×t4.0mm であった。木材には先穴φ13mm をあけた。木材は、無節で、板の表裏面が通直な供試材を選別した。また、コントロールとして木材を挿入しない金物のみの締付け試験も併せて実施した。

図 3(a)にヒバの締付けトルクと締付け軸力及び回転角の関係の一例を示した。また併せて金物のみの関係も示した。ヒバは、100 deg 付近にてスナグ点を向かえ、締付けトルク及び締付け軸力が直線的に上昇して降伏を経た後、再び上昇するというバイリニア型の挙動を示した。これは、締付けにより座金が木材にめり込むことにより、余長効果によって部分圧縮力が上昇し続ける木材特有のめり込み現象である。一方、図 3(b)のように金物のみの場合は、バイリニア型の挙動を示さず、ボルト破断に至った。ヒバ及びカラマツについてはボルト破断及び座金の変形が顕著に確認された。図 4 にカラマツにおける座金の変形及び座金の木材へのめり込み状況を示した。スギ及びツガについては、座金の木材へのめり込みが顕著であり、ツガについては座金の変形が確認された。これらの結果を整理すると、表 1 のようになる。このように、樹種によって締付け破壊性状が異なることが明らかになった。したがって、実際の締付けを行う場合には、本実験の範囲内では、①スギ及びツガは座金のめり込みが顕著であるので、適切な締付け軸力を得るためには、木材のめり込み降伏荷重以下に締付け軸力を設定することで過剰な締付けを防止することができる。②ヒバ及びカラマツは木材、座金、ボルトそれぞれの降伏荷重よりも低い締付け軸力を設定することで、座金の変形及び木材のめり込みに対する過剰な締付けを防止することができるものと思われる。

4. まとめ

木材のボルト接合において締付け時の木材や座金、ボルトの破損を防止するための締付け条件は、既報⁽²⁾の範囲では、以下ようになる。

- (1) スギ、ツガは木材のめり込み降伏荷重以下に締付け軸力を設定する。
- (2) ヒバ及びカラマツは木材、座金、ボルトそれぞれの降伏荷重よりも低い締付け軸力を設定する。

謝辞

本研究は東京農工大学 服部順昭 名誉教授にご助言を頂きました。ここに記して感謝申し上げます。

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

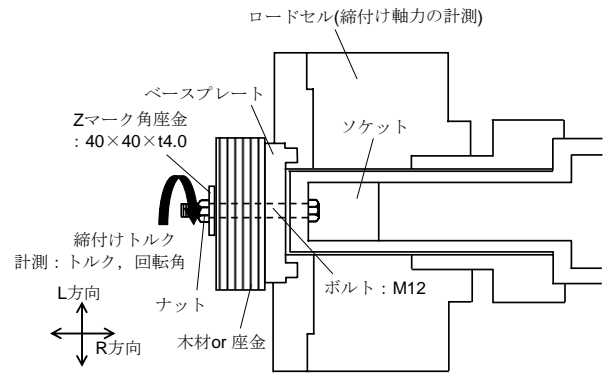
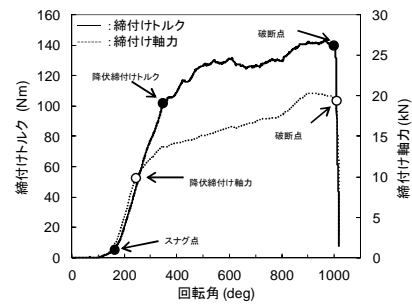
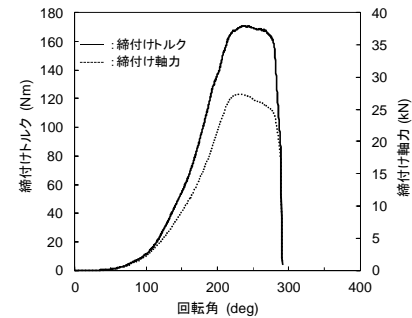


図 2. 締付け試験方法⁽²⁾



(a) ヒバ



(b) 金物

図 3. 締付けトルクと締付け軸力及び回転角の関係一例⁽²⁾

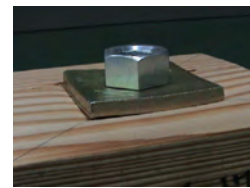


図 4. カラマツにおける座金の変形性状⁽²⁾

表 1. 破壊状況一覧

樹種	破壊分類			○破壊顕著 △顕著でない ×破壊無し
	めり込み	座金の変形	ボルト破断	
スギ	○	×	×	
ツガ	○	△	×	
ヒバ	○	○	○	
カラマツ	○	○	○	

文 献

- (1) 日本建築学会編：「木質構造設計基準・同解説」, p.41 (2006)
- (2) 松原独歩, 島田勝廣, 西川康博, 中野貴啓, 服部順昭：「木材のボルト接合部における締付けトルクと締付け軸力の関係」, 木材工業, Vol.69, No.1, pp.19-23 (2014)
- (3) 日本建築学会編：「木質構造基礎理論」, pp.98-103 (2010)
- (4) 辻野哲司, 平井卓郎, 竹内則雄：「木材上座金の線形曲げ解析」, 岩手大学教育学部教育年報, Vol.65, pp.121-128 (2006)

ノート

おむつ利用者の QOL の向上をサポートするスラックスの開発

平山 明浩*¹⁾ 加藤 貴司*¹⁾ 佃 由紀子*²⁾ 鈴木 明子*²⁾

Development of slacks for supporting QOL improvement of diaper users

Akihiro Hirayama*¹⁾, Takashi Kato*¹⁾, Yukiko Tsukuda*²⁾, Akiko Suzuki*²⁾

キーワード：カイゴフク

Keywords：Care clothes

1. はじめに

日本全国の老人介護施設における「成人用紙おむつ」の年間使用量は、約17億18百万枚と報告⁽¹⁾されており、平均寿命の延びや医療の高度化により高齢者が増え、紙おむつを使用する対象人口も増加すると予測される。しかし、おむつの機能にはまだ課題があり、尿漏れやパットずれ等の問題が発生している。

そこで、本研究は、おむつやパット着用時の尿漏れを改善するために、介護施設等の高齢者におむつ利用についてアンケート調査を行い、尿漏れ防止をサポートする新しい機能を持った介護用パンツ等をデザイン・設計し、製品化することを目的とした。また、この製品の普及を図るため、介護用品の商標を提案した。

2. 内容

2.1 アンケート調査 高齢者の身体機能の低下に伴い顕著となるおむつ利用時の課題を把握するため、関東の高齢者施設3施設でアンケート調査または聞き取り調査を実施した。調査対象は、男性18人、女性39人で、平成25年8月から12月の間に実施した。調査の概要を表1に示す。

表1. 調査の概要

施設名	調査内容	人数
施設A	アンケート調査	23人
施設B	面接聞き取り調査	14人
施設C	面接聞き取り調査	20人

アンケート調査結果のポイントを以下に示す。

- (1) 介護現場では男女共にパンツ着用者が多い。(男性:スポーツタイプ(伸縮素材), 女性:ゴム入りパンツ)
- (2) 紙おむつをしても漏れが発生する。
- (3) 漏れ発生場所はそけい部が多い(図1)。
- (4) 下着を着用してもパットがずれて漏れがある(図2)。

(5) 太もも等に臭いが残り気になる。



図1. そけい部からの漏れ

図2. パットずれ

2.2 製品開発 アンケート調査、聞き取り調査の結果から、①そけい部漏れ防止パンツ、②パットずれ防止パンツ、③おむつ機能サポートスラックスのデザインの型紙設計及び製品開発を行った。デザイン設計には多品種小ロットにも対応できるようにCGやCAD/CAM等を使用した。

① そけい部漏れ防止パンツ

尿漏れの対策に大人用おむつは有効である。しかし、身体サイズに合ったおむつを選定しなければ尿漏れが発生する。そこで、そけい部からの漏れに着目し、そけい部をゴム紐にすることで、様々な身体サイズにフィットするパンツをデザイン・設計(図3)し、製品化を行った(図4)。

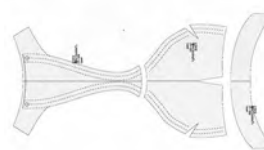


図3. 型紙設計

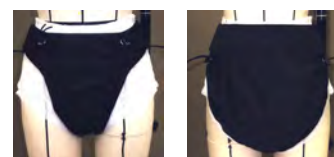


図4. 製品化

② パットずれ防止パンツ

型紙設計：パットずれを防止するためには、パットを固定する必要がある。通常パットは接着テープでパンツに固定されており、これではパットが動き尿漏れが発生する。そこで、パンツ前面のパット装着部分をゴムラインで囲み、ゴムを締めることにより、パットを固定する方法を検討した(図5)。また、高齢者のヒップの垂れを防ぐため、パンツ後側のゴムラインはヒップラインを通るよう設計した(図6, 7)。このゴムラインをパンツに反映させた型紙設計を行った(図8)。

事業名 平成25年度 共同研究

*¹⁾ 生活技術開発セクター*²⁾ 株式会社 Peace21



図 5. パット場所の確認



図 6. ヒップライン検討



図 7. ヒップライン検討



図 8. 型紙設計

着装試験：着装時にゴム通しのラインがデザイン・型紙設計通りの位置になっているか検証を行った。また、縫製外観検査、生地のだぶ付き等を検証した（図 9, 10, 11）。



図 9. 前



図 10. 横



図 11. 後

工業用縫製仕様の検討：ゴムラインはゴムを通せる幅に裁断した細い布をパンツ本体に縫製しなければならない。しかし、細い布を曲線状に縫製するとだぶつきが発生する（図 12）。また、ゴムラインの交差箇所縫い目が重なるためにゴムを通すことができない。そこで、解決策として、生地を 2 枚重ねで縫製することによってゴムを通せるホールを作り、同時に曲線ラインの縫製も可能となった（図 13）。

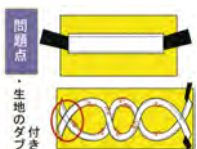


図 12. 縫製仕様の問題点

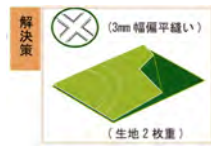


図 13. 縫製仕様の改善点

製品化：黒、グレー、ベージュの 3 色展開とした（図 14）。



図 14. 製品化

③ おむつ機能サポートスラックス

太ももに付いた尿等の汚れをスラックスを脱がせることなく拭き取れるようにするため、スラックス前面部分のファスナーを太もも内側まで延長し、太もも部に開口部を設けた（図 15）。また、スラックス前面のウエストベルト下にハトメ穴を開け、下着からのゴム紐を引くことができるように設計した。これにより、①そけい部漏れ防止パンツや②

パットずれ防止パンツのゴム紐をスラックス前面のハトメ穴から出し、締め具合を介護者が調節できるようにデザイン・型紙設計を行い（図 16）、製品化した（図 17）。

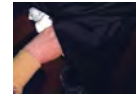


図 15. 汚れ拭き取り機能

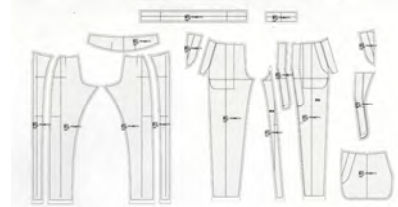


図 16. 型紙設計

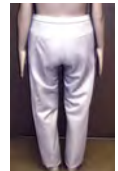


図 17. 製品化

2.3 介護服のブランドの確立 尿漏れを改善するためのサポート製品を含め、様々な介護用品を製品化し、市場開拓するためには、ブランド化によるイメージ作りが重要である。そこで、本研究では製品試作だけでなく、ブランドの提案も行った。

- (1) コンセプト：①介護服のブランド、②解りやすく、覚えやすい、③Made in Japan の強調（高品質）
- (2) グラフィックデザイン作成（図 18）
- (3) 商品タグ作成（図 19）



図 18. グラフィックデザイン



図 19. タグ例

3. まとめ

本研究では、介護者、要介護者双方にとって、精神的にも肉体的にも負担になっているおむつ介護の課題を解決するために、一般の既製服開発とは異なったおむつ着用時の尿漏れを改善するためのサポート製品の開発を行った。ユーザーである要介護者に対する想いを重視し、一人の介護者としてだけでなく、年長者に対しての尊敬の気持ちと気配りのある製品を開発し、新ブランドの確立を行った。

称呼 カイコム 図形 介com 商標登録共同出願。

（平成 24 年 7 月 11 日受付，平成 24 年 8 月 4 日再受付）

文 献

- (1) ケアマネジメントオンライン, <http://www.caremanagement.jp>

金属製編地の農業用被覆資材への応用

唐木 由佑*¹⁾ 岩崎 謙次*¹⁾ 野口 貴*²⁾ 海保 富士男*²⁾ 沼尻 勝人*²⁾

Application of knitted metallic fabric to agricultural covering material

Yusuke Karaki*¹⁾, Kenji Iwasaki*¹⁾, Takashi Noguchi*²⁾, Fujio Kaiho*²⁾, Katsuhito Numajiri*²⁾

キーワード：防虫ネット，微小目合い，金属糸編成

Keywords：Insect control net, Minute meshes of a net, Knitting of a metallic fiber

1. はじめに

近年，微小害虫による農作物の被害が深刻化しており，様々な対策がなされている。農業生産資材分野においては，物理的防除方法として，微小な目合い（ネットの一つの目の大きさ）を有する防虫ネットの需要が増大している。一般的な防虫ネットはPE等化学繊維製で，目合い1.0 mm前後であるが，微小害虫の防除には，0.4 mm以下が求められている⁽¹⁾。このように，目合いの細かい製品は，防虫効果が向上するものの，通気性が損なわれるため，夏場の高温障害の原因となっている⁽²⁾。

そこで，微小目合いを有しかつ通気性に優れた防虫ネットを開発するために，平成24年度基盤研究「微小目合いを有する農業用防虫編地の開発」を実施した⁽³⁾。その結果，優れた性能を有する金属製農業用防虫編地（以下，開発品という。）の編成が可能となった（図1）。そこで，製品化実現のため，東京都農林総合研究センター（以下，農総研という。）と共同して開発品の防虫性能，被覆内部の農業気象，作物の生育への影響，耐久性等を評価すると共に，量産化のための技術開発を行った。

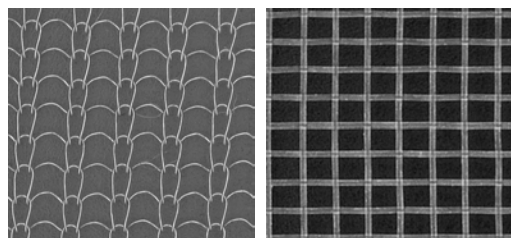


図1. 金属ネットと既存ネットの外観

2. 実験方法

2.1 量産化検討 開発品の材料は，線径50 μm のステンレス糸（有限会社阪倉伸線工場製，SUS317）を用い，編機は，量産用シングル丸編機（福原精機株式会社製，ゲージ：28 G，釜径：30インチ）を使用した。線径50 μm 程度の極細金属線の編成は，給糸の際又は編成時に断線が頻発し，安定した生産が難しい。そこで量産化を可能とするため，量産用編機を用いて，給糸方法，糸の解舒方法等について検討を行った。

2.2 ほ場試験 農総研のほ場において，ハウスを用いたトマト栽培試験の準備を行った。ポリオレフィン系フィルムを被覆した農業用ハウス（パイプハウス，間口3.5 m，奥行11 mm，南北方向）2棟の，一方のハウスの側面部分には開発品を，もう一方のハウスには，既存の目合い0.4 mmの防虫ネット（以下，既存品という。）を展張した。

上記ハウスで，トマトを栽培し，コナジラミ等微小害虫の進入抑制効果，トマトの生育，果実収量及び品質，室内農業気象，展張部分開閉性，擦れ等損傷の有無について評価した。トマト栽培条件は，展張したハウス内のそれぞれに，「大安吉日，みそら64」を平成25年6月19日に播種し，7月30日に株間50 cm，条間70 cmの2条で定植した。区制は1区8株の反復なしとした。肥料は窒素，リン酸，カリを基肥施用した。

3. 結果と考察

3.1 量産化検討結果 編成の際，給糸工程において最も断線や目落ちが生じる。消極給糸（給糸装置を用いず，糸が編みこまれる際の張力のみで給糸する方法）では，ポビンから糸が解除される際，解舒撚りに起因するキンク（糸のよれ，ねじれ）が発生した。キンクによって，給糸時の断線と，べら針に編みこまれる際の目落ちが頻発した。

そこで，積極給糸装置を用いて編成試験を行った。最初に，横置きのパビンから水平方向に給糸する方式の積極給糸装置を用いた。初めは解舒撚りが発生せず，キンクが生

事業名 平成25年度 共同研究

*¹⁾ 生活技術開発セクター*²⁾ 公益財団法人東京都農林水産振興財団東京都農林総合研究センター

じない。ただし、ポピンへの糸の巻き量が小さくなることで解舒撚りが発生する上、巻き量の大きさに給糸量に変化し、張力が安定しない。これにより、キンクの発生及び急激な張力の強弱が生じ、断線が頻発した。また、断線したまま編成を続けることで、生地落ちが発生した。

続いて、巻取ホイールに糸を巻き取った後、編成部に給糸される方式の給糸装置を用いた。丸編機の積極給糸装置でよく用いられる方式で、解舒撚りが入るが、一度巻取ホイールに巻き取られることで、比較的安定した編成が可能である。しかし試験の結果、巻取ホイール部で、糸が重なり、急激な給糸張力の強弱が生じた。

巻き取り部の糸の重なりを解消するため、巻取ホイール部を改良し、分離型糸巻きプリー仕様に変更して検討した。これにより、糸の重なり合いを解消できたため、生地落ちと目落ちの発生はほとんどなくなり、連続的な編成が可能となった。

編成した開発と既存品について、空隙率や通気抵抗を評価した(表1)。

表1. 目合い, 空隙率評価結果

試料	空隙率(%)	通気抵抗 (Pa*s/m)
開発品	88.8	5.8
既存品	62.8	15.2

※通気抵抗は、数値が大きいほど通気性が悪く、小さいほど通気性が良い

3.2 ほ場試験結果 開発品, 既存品を側面に展張したハウス内の気温を測定したところ, 開発品は日中の最高気温が2℃程度低下した(図2)。これは, 開発品は空隙率が大きく, 通気性に優れていることに由来していると考えられる。

二つのハウスにおけるトマト主要害虫の害虫トラップ(黄色粘着板)誘引頭数を比較した(図3)。トマトで問題となるコナジラミ類に着目すると, 開発品は既存品と有意差がなく, 0.4mm目合い相当の防除機能を有することが分かった。

トマトの収穫果数(A品+B品)は, 品種によって結果に差異が生じた。「大安吉日」では開発品の収量が大きく, 「みそら」では既存品が多かった(図4)。

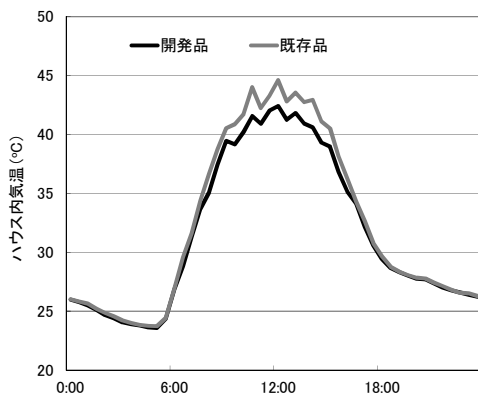


図2. ハウス内気温 (平成25年8月13日~21日の日周平均気温)

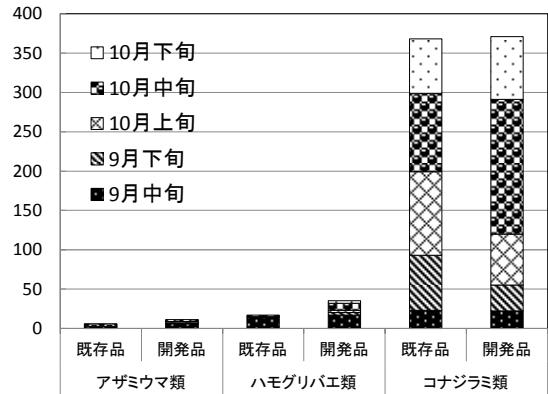


図3. 微小害虫誘引頭数 (黄色粘着板)

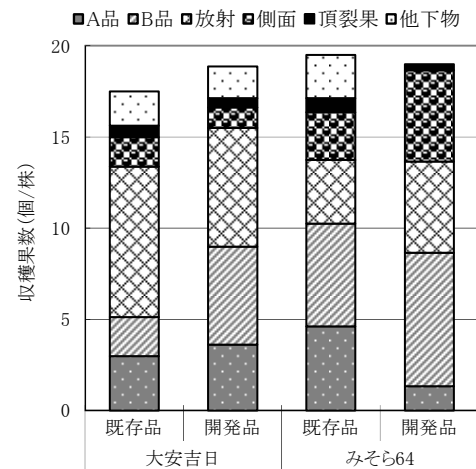


図4. トマトの収穫果数

4. まとめ

ほ場試験を実施し, 微小害虫の進入抑制効果, 作物の生育, 品質等について評価を行った。その結果, 金属ネットの防虫効果は, 目標である0.4mm目合いのネットと同等であることが分かった。また, 通気性に優れ, 既存のネットよりもハウス内室温が2℃程度低いことが分かった。ただし, 室温の差異による作物の生育に関する評価は, 今後更なる検証が必要である。

金属ネットの量産方法については, 給糸装置を工夫することで安定した生産が可能であることが分かった。ただし, 量産時に, 編針等の部品の損傷が懸念されるため, これを防ぐ方法について検討する必要がある。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月12日再受付)

文 献

- (1)松浦明, 田村真理子, 志摩五月:「シルバーリーフコナジラミに対する防虫ネットの目合いと侵入防止効果との関係」, 九州病害虫研究会報, No.51, pp.64-68 (2005)
- (2)森山友幸:「微小目合い防虫ネットの昇温抑制効果からの選定指標」, 今月の農業, 化学工業日報社, No.50(3), pp.57-61 (2006)
- (3)唐木由佑:「微小目合いを有する農業用防虫編地の開発」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.8, pp.144-145 (2013)

ノート

アルミニウム合金スクラップの迅速種別判定に及ぼす 試料の表面状態の影響

湯川 泰之*¹⁾ 山田 健太郎*¹⁾ 上本 道久*¹⁾

Influence of the surface conditions of a specimen on the rapid identification of aluminum alloy scraps
Yasuyuki Yukawa*¹⁾, Kentaro Yamada*¹⁾, Michihisa Uemoto*¹⁾

キーワード：アルミニウム，リサイクル，可搬型蛍光 X 線分析装置

Keywords：Aluminum, Recycling, Handheld type x-ray fluorescence spectrometer

1. はじめに

アルミニウムのリサイクルプロセスでは，異種規格材が混在しているため，化学組成の管理が容易ではなく，高品位な展伸材から，より低品位な鋳物・ダイカスト用の合金となる「カスケードリサイクル」が一般的となっている⁽¹⁾。展伸材を高品位な合金のまま水平リサイクルすることができれば，大きな省資源，省エネルギーをもたらす。これまでの研究で可搬型蛍光 X 線分析装置（HXRF）を用いて，アルミニウムの展伸材，鋳物・ダイカスト合金の識別が可能となっている。しかしながらスクラップヤードでの現場分析において，1000 系合金（純 Al 系）を 6000 系合金（Al-Si-Mg 系）として誤識別する例が見受けられ，試料表面の形状や粗さなどの表面状態の影響が懸念されていた⁽²⁾。

本研究では，アルミニウム合金について現場分析における試料の表面状態（塗装の有無，表面粗さ），曲面などの不整形形状が HXRF による合金の識別率に及ぼす影響について調べた。

2. 実験方法

2.1 試料 1000 系（工業用純 Al）と 6000 系（Al-Si-Mg 合金）合金の試験片を用いて，試料表面の表面処理（塗装，陽極酸化）の有無，不整形形状（曲率半径）及び表面粗さ（Ra）が HXRF による識別率に及ぼす影響について調べた。表面処理の影響の検討には，陽極酸化皮膜及び塗膜のある 1100 合金板を用いた。また，試料表面の曲率半径の影響については，1070 及び 6061 合金の直径の異なる丸棒の側面を試料

とした。表面粗さの影響は 1100 及び 6061 合金板の表面を研磨して Ra の異なる試料を作製した。表 1 に本研究で用いたアルミニウム合金の化学成分を示す。

2.2 蛍光 X 線分析 HXRF は AMETEK/SPECTRO 製 xSORT（管球ターゲット元素：Ag）を用い，装置内蔵の合金規格データベースから合金種別を判別するグレードサーチモードで測定した。管電圧は 15 kV 及び 40 kV，測定時間 60 秒，測定元素は Si, Fe, Cu, Mn, Mg, Cr, Zn, Ti, Al の 9 元素とした。HXRF は手で持ち運べる大きさであるが，本研究では，試料表面への X 線の照射状態を一定とするため，図 1 に示すように装置を専用架台に固定し，下面照射方式により測定した。試料の Ra は表面粗さ測定機（株式会社東京精密製，SURFCOM-1400D-13）を用いて評価した。



図 1. 専用架台に固定した HXRF の外観

表 1. アルミニウム合金の化学成分

単位：%（質量分率）

合金番号	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
1100	Si + Fe 0.95 以下	0.05~0.20	0.05 以下	-	-	0.10 以下	-	99.00 以上	
1070	0.20 以下	0.25 以下	0.04 以下	0.03 以下	0.03 以下	-	0.04 以下	0.03 以下	99.70 以上
6061	0.40~0.8	0.7 以下	0.15~0.40	0.15 以下	0.8~1.2	0.04~0.35	0.25 以下	0.15 以下	残部

事業名 平成 24 年度 基盤研究

*¹⁾ 城南支所

3. 結果・考察

1100 合金に陽極酸化処理または電着塗装された試験片の皮膜厚さと HXRF による識別率を表 2 に示す。表面処理の無い原板においても識別率は 90%であり、陽極酸化皮膜が厚い場合や塗装がある場合には識別率が更に低下することが分かった。陽極酸化+電解着色 (Ni) の識別率は無処理の原板と同程度であるが、これは HXRF による分析対象元素に Ni が含まれていないために、分析結果に影響しなかったためと考えられる。実際のスクラップでは、塗装や陽極酸化などの表面処理されたものが多数存在すると考えられるため、現場分析においては研磨等によりこれらの表面処理層を除去する必要がある。

表 2. 1100 試験片の皮膜厚さと HXRF による識別率

表面処理	厚さ / μm	識別結果	識別率 (%)
無処理 (原板)	-	1100	90
陽極酸化	25	1100	75
陽極酸化+電解着色 (Ni)	15	1100	90
陽極酸化+電着塗装	29	不一致	0

直径の異なる 1070 及び 6061 合金製丸棒を用いて、試料表面の曲率半径が識別率に及ぼす影響を調べた結果を図 2 に示す。いずれの合金においても試料表面の曲率半径は識別率に影響しないことが分かった。用いた HXRF の X 線照射径は 7 mm と比較的狭い領域であり、実際の現場分析においてスクラップを分析する際には、小さなものであっても R は 10 mm 程度以上と考えられることから、試料表面の湾曲の影響はないものと考えられる。本研究で用いた丸棒の側面では、円周方向のみの曲率の変化であるため、試料の設置する方向によって X 線の照射状態が変わり、識別率が変化する可能性も考えられた。そのため、棒の設置する方向を 0, 45, 90° と変えて実験を行ったが、識別率に変化はみられなかった。

表面粗さの異なる 1100 及び 6061 合金板について表面粗さ (Ra) が識別率に及ぼす影響について調べた結果を図 3 に示す。6061 では Ra が変化しても識別率は 100%で変化しないのに対して、1100 では Ra が大きくなると共に識別率が低下した。これは Ra が大きくなることにより、試料表面に 1 次 X 線が均一に照射されないことや、凹凸の影響で X 線が散乱され、強度が変化するためであると考えられる⁽³⁾。

上述したように HXRF 分析時の前処理として、研磨などにより塗装等の表面処理層を除去する必要があるが、研磨をする場合は極端に Ra が大きくなるような方法は適切でないことが分かった。

4. まとめ

アルミニウム合金スクラップの合金識別の現場分析のパフォーマンスを向上させるべく、HXRF による 1000 系合金と 6000 系合金の識別に及ぼす試料の表面状態の影響につい

て調べた。いずれの合金についても試料表面の曲率半径は識別率に影響しないことが分かった。一方、試料の表面粗さについては、1000 系合金では識別率に大きく影響し、識別率が低下した。一般的なアルミニウム材料表面に存在する塗装や陽極酸化などの表面処理層は識別に大きく影響するが、その除去の際は表面粗さに注意する必要があることが分かった。

今後はリサイクル関連企業との共同研究への展開を検討していくと共に、アルミニウム材料の分析に関する依頼試験、技術相談に成果を活用していく予定である。

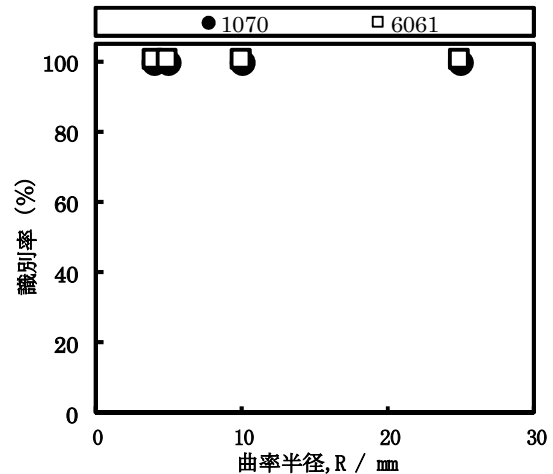


図 2. 試料表面の曲率半径と識別率

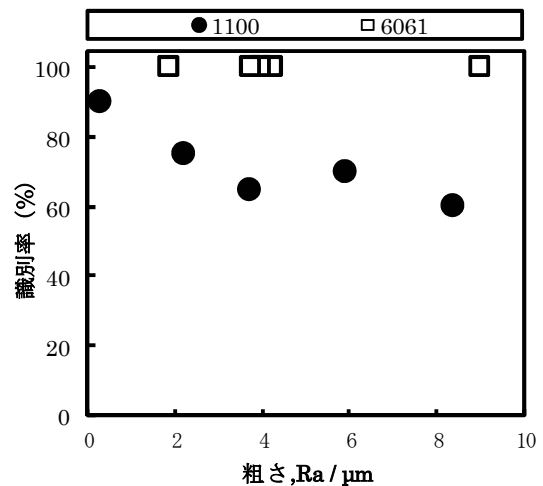


図 3. 試料の表面粗さと識別率

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 18 日再受付)

文 献

- (1)川井清文:「アルミニウムのリサイクル」, J. Jpn. Inst. Energy, 87, pp.254-260 (2008)
- (2)上本道久, 竹澤勉, 伊藤清:「X 線を用いた物理及び化学計測によるアルミニウム合金の種別判定技術」, 東京都立産業技術研究センター平成 24 年度研究成果発表会要旨集, p.4 (2012)
- (3)中井泉:「蛍光 X 線分析の実際」, 朝倉書店, p.63 (2005)

ノート

ガラスの鏡面創成用砥石の研究

鈴木 悠矢*¹⁾ 中西 正一*²⁾

Study on abrasive tool for polishing of glass

Yuya Suzuki*¹⁾, Syouchi Nakanishi*²⁾

キーワード: 砥石, ガラス, 水ガラス, 表面粗さ

Keywords: Abrasive tool, Glass, Liquid glass, Surface roughness

1. はじめに

光学ガラス製品の鏡面加工には遊離砥粒加工が用いられている。しかし、自動化・加工能率・環境負荷等の観点では、遊離砥粒加工よりも固定砥粒加工の方が優れている。したがって、遊離砥粒加工を固定砥粒加工で代替することが望まれている。

本研究では、ガラスの鏡面化における遊離砥粒加工を固定砥粒加工で代替することを目的とし、砥石の作製及び作製砥石を用いた加工実験を行った。

2. 砥石の作製

2.1 砥粒の選定 砥石は、加工を担う切れ刃である砥粒と、その砥粒を接着・固定する結合剤からなる。したがって、砥石を作製するには砥粒と結合剤の選定が必要となる。

砥粒には酸化セリウムを選定した。固定砥粒加工で表面粗さがÅオーダーに届かない一因は、砥粒にダイヤモンド等を用いて機械的作用のみで加工を行っていることである。そこで、ガラスのポリシングにも用いられており、化学的作用も加わり加工が可能な酸化セリウムであれば、ダメージレスな加工ができると考えた。

2.2 結合剤の選定 結合剤には水ガラスを選定した。水ガラスは乾燥させると固体となるが、水に触れると再び液体となる。この性質を利用し水ガラスを結合剤として砥石を作製すれば、加工液である水道水により水ガラスが溶出して砥粒が脱落する。この脱落砥粒が加工に作用して加工能率が上昇し、加工時間の短縮が図れると考えた。また、水ガラスは粘性を持っているため脱落砥粒の滞留性が上昇する。砥粒の滞留性は加工能率と関係がある⁽¹⁾ため、水ガラスの粘性も加工時間の短縮に寄与すると考えた。

2.3 砥石の作製 酸化セリウム（フジミインコーポレーテッド製, Remilox-2）と水ガラス（富士化学株式会社製,

5号水ガラス)を重量比2対1で混合し、自然乾燥させることで図1のような砥石を作製した。



図1. 作製砥石

3. 加工実験

3.1 作製砥石による加工 作製した砥石の性能を評価するため、自動研磨機（メトコン社製, DEGIPREP251）を用いて加工実験を行った。被加工物はφ50mmの石英ガラス板である。砥石は、砥石台金上に直径120mmの円を描くように11個等間隔に貼り付けてカップ形砥石とした。加工条件を表1に、加工状況を図2に示す。

表1. 加工条件

砥石軸回転数	120 min ⁻¹
ワーク軸回転数	50 min ⁻¹
荷重	30N
水道水量	40 ml・min ⁻¹



図2. 加工状況

事業名 平成24年度 基盤研究

*¹⁾ 電子・機械グループ*²⁾ 高度分析開発セクター

加工後の被加工物の写真を図 3 に示す。被加工物加工面の表面粗さの推移を図 4 に示す。

水ガラスの溶出による砥石の消耗が激しく、4 分間という短時間の加工となったが、図 3 から被加工物の約半分の面が加工され、背後の TIRI のロゴが映り込んでいることが分かる。一部ではあるが鏡面化が進んでおり、作製砥石によりガラスの鏡面加工ができる可能性があることが分かった。約半分の面しか加工できなかった原因は、装置の剛性が低くワーク軸が傾いたためだと考えられる。

また、図 4 のように加工面の表面粗さは 4 分間後に 3nmRa であった。同じ砥粒を用いて結合剤に樹脂を用いた樹脂砥石⁽²⁾による加工と比較すると、樹脂砥石は 3nmRa に達するのに 20 分間必要としていることから、加工時間の短縮が図れることが分かった。



図 3. 加工後の被加工物 1

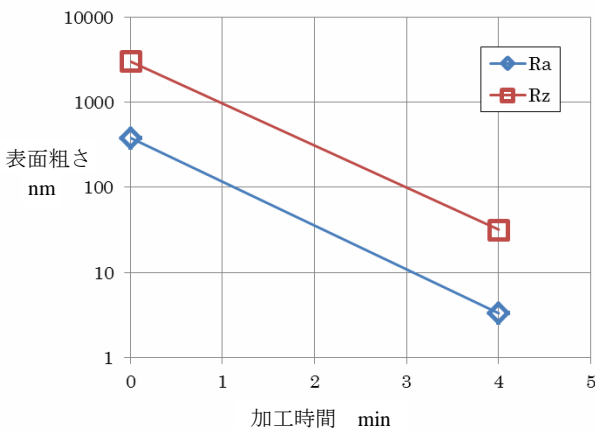


図 4. 表面粗さの推移

3.2 焼成砥石による加工 水ガラスは、焼成することで耐水性が得られる(図 5)。水による溶出は抑えられるが、砥石の消耗も抑えられるので、適度な条件で焼成すれば、加工能率を維持しつつ加工が続けられると考えた。そこで、焼成砥石による加工実験を行った。砥石焼成の有無以外は前節の加工実験と同じ装置・条件で加工を行った。砥石の焼成条件は 200℃、2 時間である。

加工後の被加工物の写真を図 6 に示す。図 6 のように、焼成砥石による加工実験では加工が行われず、砥石によって被加工物が破壊されることが分かった。この原因は、砥石の硬さが上昇したためと考えられる。砥石硬さの上昇に伴い、水ガラスの溶出により砥石が崩れることで吸収して

いた加工荷重が直接被加工物に伝わり、破壊を招いたと考えられる。加工荷重の 30N は使用装置で設定できる最小の荷重であるため、焼成砥石による加工を行うためには、装置の選定が必要であることが分かった。

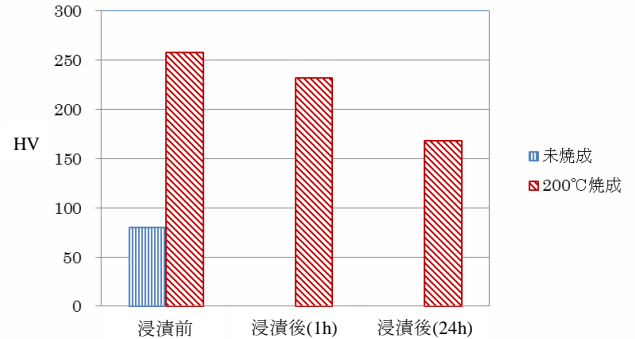


図 5. 水道水に浸漬前後の砥石硬さ比較



図 6. 加工後の被加工物 2

4. まとめ

本研究では、ガラスの鏡面加工を目的とした砥石の作製及び作製砥石による加工実験を行った。その結果、砥粒に酸化セリウム、結合剤に水ガラスを用いた砥石によりガラスの鏡面加工ができる可能性があることが分かった。また、水ガラスを結合剤とすることで、加工時間の短縮が図れることが分かった。ただし、長時間加工を続けるためには、加工装置の選定が必要である。

(平成 26 年 7 月 7 日受付, 平成 26 年 8 月 12 日再受付)

文 献

- (1) 村田順二, 谷泰弘, 広川良一, 野村信行, 張宇, 宇野純基:「ガラス研磨用エポキシ樹脂研磨パッドの開発」, 日本機械学会論文集中 (C 編), Vol.77, No.777, pp.2153-2161 (2011)
- (2) 鈴木悠矢, 池野順一, 中山将輝, 牧野英顯:「アクリルボンド EPD 砥石による湿式研削」2008 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, pp.855-856 (2008)

ノート

新規プリーツ加工法を用いた絹織物製品開発

武田 浩司*¹⁾ 小林 研吾*¹⁾ 朝倉 守*²⁾ 山浦 未来*³⁾ 渡辺 亜希子*³⁾

Development of silk fabric product using new pleat processing

Koji Takeda*¹⁾, Kengo Kobayashi*¹⁾, Mamoru Asakura*²⁾, Mirai Yamaura*³⁾, Akiko Watanabe*³⁾

キーワード：プリーツ加工，絹織物，収縮，変退色，尿素

Keywords：Pleating, Silk fabric, Shrinkage percentage, Change in colour, Urea

1. はじめに

プリーツ加工とは，編織物へ半永久的に安定したヒダ（折目・プリーツ）を付ける加工のことでスカート，ブラウス等の製品に多く行われている。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が，著者らは，これまでの研究で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⁾。この加工法を用いて絹織物プリーツ製品を試作したところ，強燃糸を用いた絹織物では収縮，濃色の絹織物では変退色の問題が生じた。

本研究では絹織物プリーツ製品開発を目指して，収縮と変退色の抑制を検討したので，その結果を報告する。

2. 実験

2.1 収縮抑制法の検討 試験布は収縮しやすい絹織物である楊柳ジョーゼットクレープを用いた。

織物は製造工程で受ける外力により，糸が引っ張られた状態であるため不安定な状態である。水や尿素により水素結合が開裂するなどの影響や洗濯時の揉み作用を受けると，安定した状態に戻ろうと縮む。このような収縮を抑制するためには，織物を収縮方向（よこ方向）に対して固定し蒸気をあてることで安定させれば実現できると考えられる。

本研究では，安定方法として下に示す棒固定法（図1）と枠固定法（図2）を考案した。そのほかに比較として一般的なスポンジ処理を実施した。条件は下記の通りである。

(1) 棒固定法 ステンレス製棒の両端に針がついたものを用意した。絹織物を針に刺しながら棒に巻いていくことで，収縮方向に対して固定した。そのまま，真空スチームセット機（福神工業株式会社製，FMSA-0505）で処理した。処理条件は温度 110，120，130℃で時間 6 分間とした。

(2) 枠固定法 絹織物を二つ折りにして，端を仮縫いし袋状にした。袋状になったところにアルミ枠を入れ収縮方

向に対して固定した。そのまま，真空スチームセット機で処理した。処理条件は温度 110，120，130℃で時間 6 分間とした。

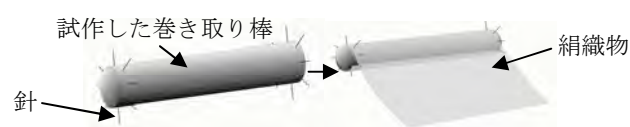


図1. 棒固定法

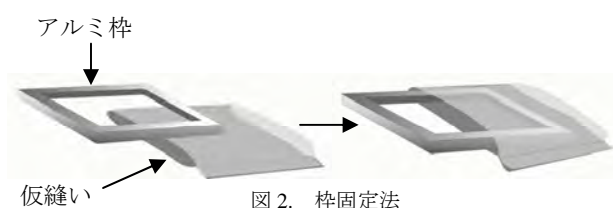


図2. 枠固定法

(3) スポンジ処理 ベルトコンベアーで振動を与えながら織物を送り，蒸気を当てるスポンジ機（パイテック株式会社製，VA-5）を用いて，100℃で処理した。

収縮抑制効果の評価は，プリーツ加工前後試験布の寸法変化率を JIS L 1096 8.39 に準拠して実施した。プリーツ加工は 40%尿素水溶液に試験布を浸漬した後，絞り率約 100%で絞り，プリーツを折り込んだ後，真空スチームセット機を用いて 110℃，6 分間処理した。寸法変化率は簡明にするため収縮率と表記した。

2.2 変退色抑制法の検討 新規プリーツ加工では尿素を用いる。尿素は染料溶解剤として用いられている⁽³⁾ことから分かるように，絹織物から染料を引き出す作用がある。尿素により染料が加工布から引き出されることによる色落ちが，変退色の原因であり，色落ちを抑制すれば変退色を抑制できると推察した。

そこで色止め剤を用いた色落ち抑制処理を試みた。色止め剤とは繊維上で染料とイオン結合し，水などに染料が溶けだすのを防ぐ働きをする薬剤⁽⁴⁾である。色止め剤として絹繊維に一般的に用いられているポリアミン（シルクフィックス 3A，以下 PA という。），ポリカチオン（センカフィッ

事業名 平成 25 年度 共同研究

*¹⁾ 繊維・化学グループ

*²⁾ 開発企画室

*³⁾ 株式会社杉本プリーツ

クス 401, 以下, PC という。), 多価フェノール (ナイロンフィックス 501, 以下多フェという。)(すべてセンカ株式会社製)を用いた。使用濃度は3, 5, 7%owfとした。

試験布は, 色落ちしやすい絹織物である黒に染色された朱子織を用いた。尿素水溶液への色落ちを確認するため, 40%尿素水溶液に液温 25°Cで5分間浸漬し, 350~750nmにおける吸光度積算値を分光光度計(島津製作所株式会社製, UV-3600)により測定した。

絹織物の変退色については, プリーツ加工を試験布に施し, その前後で測色し色差を算出した。測色は分光光度計(エックスライト株式会社製, Macbeth Ci5)を用いて, JIS Z 8722に準拠し(de:8°)Sa10W10の条件で実施した。

3. 結果及び考察

3.1 収縮抑制法の効果 図3に絹織物のプリーツ加工による収縮率を示す。スポンジ処理では収縮を抑制させる効果はほとんどなかったが, 棒固定法, 枠固定法では収縮が半分以下に抑制できた。また, その効果は処理温度が高いほど収縮率が低くなった。絹織物のサイズが大きくなると, 同様の処理をしても収縮抑制効果が異なる可能性があるため, 製造機械(真空スチームセット機)を用いて110 cm幅の絹織物で枠固定法により130°Cで処理し収縮抑制効果を試験した。その結果, 同様の効果が得られたため実用可能と考えられた。

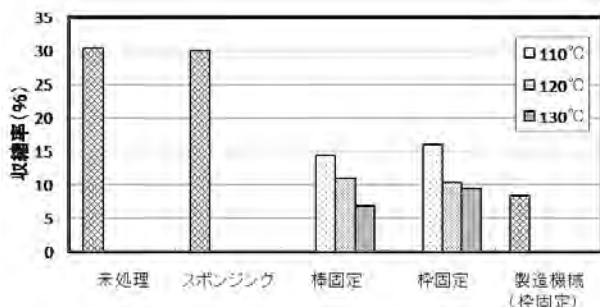


図3. 絹織物のプリーツ加工による収縮率

3.2 変退色抑制法の効果 図4に絹織物を浸漬した尿素水溶液の吸光度積算値を示す。未処理の絹織物では尿素水溶液の吸光度積算値が100以上あり色落ちが大きかった。PA, PCで処理した絹織物では吸光度積算値が10以下となり色落ちを抑制できた。多価フェノールで処理した絹織物では処理濃度を高くすると吸光度積算値が小さくなり, 7%owfではPA, PCと同等の効果があった。

図5に絹織物のプリーツ加工前後の色差を示す。PAで処理した絹織物では色差が大きくなったが, それ以外は色差1程度となった。目視で確認すると, 色止め処理をした絹織物は未処理の絹織物と比較して赤味や青味に変色していた。未処理の絹織物では, そのような変色は確認できなかったため, 色止め剤の影響による変色と考えられる。

以上のことから, 色止め剤により尿素水溶液への色落ちを抑制できたが, 目視の結果, 赤味や青味に変色する結果

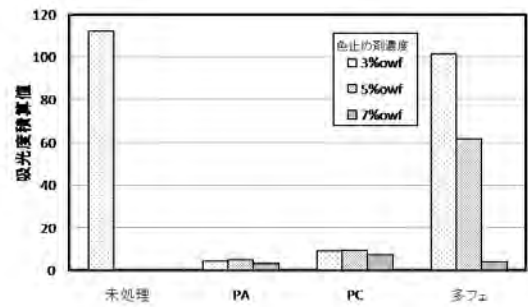


図4. 絹織物浸漬後尿素水溶液の吸光度積算値

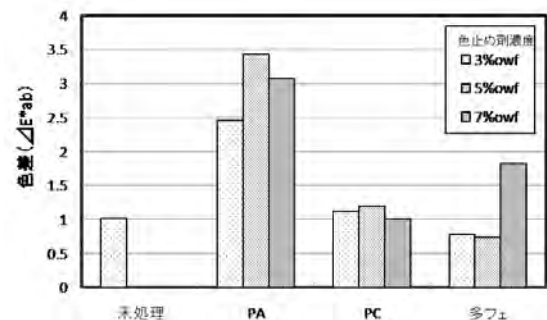


図5. 絹織物のプリーツ加工前後の色差

となった。このため, 色止め剤の利用は適さないと判断した。現状では色止め剤を用いる以外の色落ち抑制法が見当たらないが, 市販の絹織物の中には色落ちしにくく, プリーツ加工により変退色しないものもあるため, それらを選定して用いる必要がある。

4. まとめ

本研究では絹織物プリーツ製品開発を目指して, 収縮と変退色の抑制を検討した。

収縮に対して, 織物を収縮方向に固定しスチームを当てる手法を考案し, 収縮抑制効果を確認した。その効果は, 今回検討した範囲の中では高温であるほど大きかった。

変退色に対しては, 原因を色落ちと推察し色止め剤を用いて色落ちを抑制する方法を検討した。その結果, 色落ちを抑制できるが, 赤味や青味に変色してしまうことが明らかになった。現状では, 変退色の問題を解決する手法は開発できなかったため, 染色布に加工する場合, 変退色しない絹織物選びが必要である。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月12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ーツ加工」, 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, 原めぐみ:「染色布への新規プリーツ加工」, 東京都立産業技術研究センター研究報告, No.7, pp.140-141 (2012)
- (3)武部猛:「捺染技術のすべて」, 繊維社, p.258 (1972)
- (4)宇田和彦, 松上正美:「反応フィックス剤の現状」, 加工技術, Vol.19, No.5, pp.282-287 (1984)

ノート

アルミニウム繊維添加による樹脂の熱伝導率向上

飛澤 泰樹*¹⁾ 山中 寿行*²⁾ 清水 研一*²⁾
 香川 匡史*³⁾ 落合 長範*³⁾ 中尾 芳典*³⁾

Improvement in thermal conductivity of resin by adding aluminum fiber

Taiki Tobusawa*¹⁾, Toshiyuki Yamanaka*²⁾, Kenichi Shimizu*²⁾,
 Masashi Kagawa*³⁾, Naganori Ochiai*³⁾, Yoshinori Nakao*³⁾

キーワード：樹脂，アルミニウム繊維，熱伝導率

Keywords：Resin, Aluminum fiber, Thermal conductivity

1. はじめに

近年，自動車業界や電機業界では，機器類の小型化や軽量化が進んでいるが，その一方で，機器の発熱による不具合が問題となっている。そのため，軽量かつ高熱伝導性を有する樹脂材料への需要が高い。既に炭素繊維を添加した高熱伝導性樹脂材料は実用化されており，他材料についても研究は多く行われている⁽¹⁾⁽²⁾が，市販されているものは少ない。これは，何れも高価であることが要因と考えられる。

本研究では，低価格な高熱伝導性材料の開発を目的として，比較的 low 価格(数千円/kg)かつ高熱伝導性を有するアルミニウム繊維(以下，アルミ繊維という。)を樹脂に添加し，その熱伝導率の向上について検証した。

2. 実験

2.1 材料 ベース樹脂として，ポリアミド6(東レ株式会社製，アミランCM1017，以下，PA6という。)，及びポリカーボネート(帝人株式会社製，パンライトL-1225L，以下，PCという。)を用いた。また，PA6含浸シートを作製する際には，厚さ0.5mmまたは1.0mmのPA6シート(日精プラスチック株式会社製)を用いた。

樹脂に添加するアルミ繊維(材質：A1070)は，直径50，100及び200 μm の短繊維を用いた。また，短繊維と比較するために，直径100 μm のアルミ繊維(材質：A1070)からなる不織布(以下，アルミ繊維不織布という。)も使用した。アルミ繊維及びアルミ繊維不織布は，アカオアルミ株式会社において，熔融紡糸法⁽³⁾で作製した。

2.2 材料の混練及び成形 二軸押出機ユニットを取り付けたラボプラストミル(株式会社東洋精機製作所製，

4C150，以下，二軸押出機という。)を用いて樹脂にアルミ繊維を混練し，ストランドを作製した。ストランドの成形温度は，PA6ベースの場合は230～250 $^{\circ}\text{C}$ とし，PCベースの場合は260～280 $^{\circ}\text{C}$ とした。そして，そのストランドを粉碎機で粉碎し，ペレット化した。更に，そのペレットを用いて，小型熱プレス機(アズワン株式会社製)で厚さ0.5 \times 幅60 \times 長さ60mmのシートを作製した。プレス温度は，PA6ベースの場合は250 $^{\circ}\text{C}$ ，PCベースの場合は260 $^{\circ}\text{C}$ とした。

上記アルミ繊維混練物と比較するために，アルミ繊維不織布にPA6を含浸させたシート(PA6含浸シート)を，熱プレス機を用いて作製した(図1)。

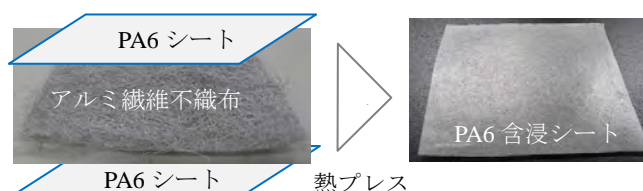


図1. PA6含浸シートの作製概要

PA6含浸シートのサイズは厚さ2 \times 幅100 \times 長さ100mmとし，プレス温度は250 $^{\circ}\text{C}$ とした。そして，PA6含浸シートを幅約10mmに裁断し，二軸押出機に投入してストランドを作製した。ストランドの成形温度は，270～280 $^{\circ}\text{C}$ とした。その後，アルミ繊維混練物と同様にペレット化し，熱プレス機で厚さ0.5 \times 幅60 \times 長さ60mmのシートを作製した。

2.3 熱拡散率測定用試験片作製及び測定 2.2で作製したシートから，打ち抜きにて側長10mmの試験片を作製した。試験片の表面をカーボンスプレーで黒化処理した後，キセノンフラッシュアナライザ(Nanoflash LFA447，NETZSCH製)を用いて熱拡散率を測定した。

2.4 比熱測定用試験片作製及び測定 2.2で作製したシートから，打ち抜きにて直径5mmの試験片を作製し，示差走査熱量測定装置(株式会社島津製作所製，TA-60)を用

事業名 平成23年度 共同研究

*¹⁾ 繊維・化学グループ

*²⁾ 材料技術グループ

*³⁾ アカオアルミ株式会社

いて比熱を測定した。

2.5 密度測定用試験片作製及び測定 2.2で作製したシートから、打ち抜きにて直径30mmの試験片を作製し、密度測定キットを取り付けた電子天秤(XP-205,メトラ・トレード株式会社製)を用いて密度を測定した。

2.6 熱伝導率算出 熱伝導率は、2.3~2.5で測定した値を用いて、下記数式から算出した。

$$\text{熱伝導率(W/(m}\cdot\text{K))} \\ = \text{熱拡散率(m}^2\text{/s)} \times \text{比熱(J/(kg}\cdot\text{K))} \times \text{密度(kg/m}^3\text{)}$$

2.7 繊維含有量測定 2.2で作製したペレットをろつぽに入れた後、500℃のマッフル炉(FO300,ヤマト科学株式会社製)内で樹脂分を燃焼させアルミ繊維を取り出し、燃焼前後の重量変化から繊維含有量を測定した。

3. 結果

3.1 ベース樹脂の比較 直径100μmのアルミ繊維をPC及びPA6に混練し、熱伝導率を比較した(図2)。結果として、PCベース材料はPA6ベース材料より、どの繊維含有量についても熱伝導率が低かった。一般的に、PCのような非晶性樹脂はPA6のような結晶性樹脂よりも熱伝導率が低く、アルミ繊維を添加してもその傾向は変わらないことが明らかになった。

図2より、PA6をベースにした方が、アルミ繊維無添加と比較して繊維を添加した際の熱伝導率向上率が高いと考え、以後の検討はPA6を用いて行った。

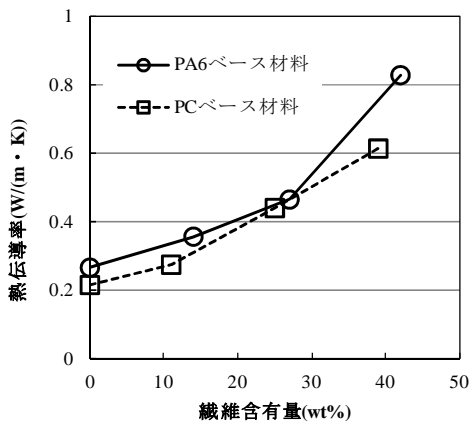


図2. 繊維混練物の熱伝導率変化(ベース樹脂比較)

3.2 繊維径の比較 直径50, 100, 200μmの純アルミ繊維をPA6に混練し、熱伝導率を比較した(図3)。結果として、繊維含有量0~50wt%の範囲では、熱伝導率に大きな差はみられなかった。50wt%以下の繊維含有量では、アルミ繊維同士の接触が少ないため、差がみられなかったと考えられる。

3.3 試作方法による比較 短繊維状のアルミ繊維を添加した場合、繊維径を変えても熱伝導率に大きな差はみられなかった。そこで、PA6含浸シートを用いて作製した混練物と、短繊維混練物の熱伝導率を比較した。結果を図4に示す。短繊維を使用した試作方法を①、PA6含浸シートを用いた試作方法を②とした。図4に示すように、両者の熱伝導率

には差がみられなかった。これは、アルミ繊維の強度が低いため、成形中に短尺化することに起因すると考えられる。

また、成形方法②について、繊維含有量62wt%の材料を作製し熱伝導率を測定したところ、その値は1.70W/(m·K)となった。これは、繊維含有量45wt%時(0.83W/(m·K))の約2倍であり、アルミ繊維を多量に添加しアルミ繊維同士の接触を増やすことで、熱伝導率が大幅に向上した。

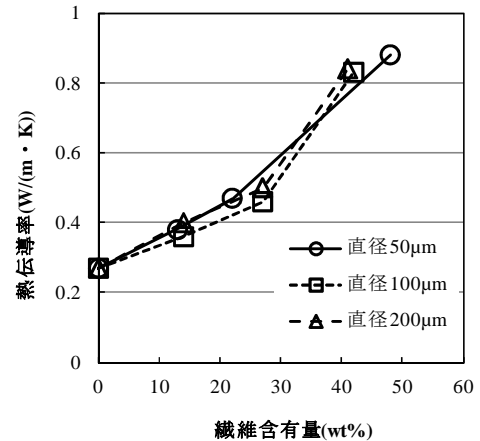


図3. 繊維混練物の熱伝導率変化(繊維径比較)

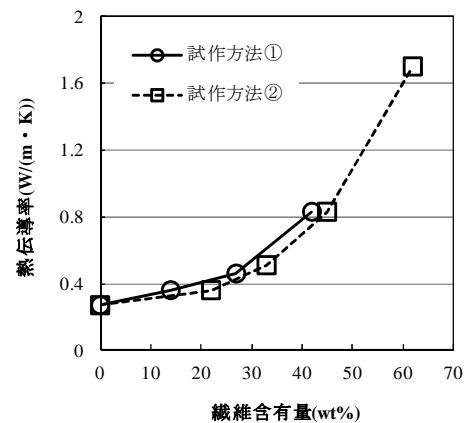


図4. 繊維混練物の熱伝導率変化(試作方法比較)

4. まとめ

- (1) ベース樹脂については、PCよりもPA6の方が熱伝導率を向上できる。
- (2) アルミ繊維不織布を用いても成形中に短尺化するため、短繊維の代わりに使用するメリットがない。
- (3) アルミ繊維含有量を60wt%以上にするすることで、熱伝導率は大幅に向上する。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月18日再受付)

文 献

- (1) 真田和昭, 倉知幹, 進藤裕英: 日本機械学会, 北信越支部, 第47期総会・講演会, 講演論文集, pp.177-178 (2010)
- (2) 清水紀弘: 第19回ポリマー材料フォーラム要旨, pp.113-114 (2010)
- (3) 株式会社ユニックス, アカオアルミ株式会社: 特許第3856790号

布の風合い評価における触荷重特性

山田 巧*¹⁾ 小柴 多佳子*¹⁾

Characteristics of tactile force in hand evaluation of fabrics

Takumi Yamada*¹⁾, Takako Koshiba*¹⁾

キーワード：触荷重，触動作，風合い評価，接触温冷感，フォースプレート

Keywords：Tactile force, Hand motion, Hand evaluation, Cool/Warm touch, Force plate

1. はじめに

近年，身の回りの様々な繊維製品に対し，触感・温冷感などの感性的価値への関心が高まっている。触感を定量的に評価するには，対象となる布の引張・曲げ・圧縮・表面特性など様々な物理特性を計測する必要がある。タオルなどの厚手の布は，負荷する荷重が物理特性，更には触感にも影響を及ぼすため，実際の触った時の荷重に近い条件で評価することが望ましい。しかし，厚手な布に対する触荷重に関する報告はなく，ヒトの手触りを想定した製品評価・装置開発の課題となっている。本研究では，触覚フォースプレート TF-2020（テック技販株式会社製）（図1）を用い，厚手の布を対象とした風合い評価時のヒトの触荷重を明らかにした。また，触荷重と布の表面・圧縮特性との関係から，フォースプレートを用いた布の物理特性評価の可能性について検討した。

2. 実験方法

2.1 被験者特性 被験者は都産技研職員 20 名，女性 8 名，男性 12 名である。被験者は予め JIS S 4051 成人用手袋のサイズ及びその表示方法に準拠して手長と手囲いの計測を行った。また，手の静荷重として，フォースプレート上で 30 秒間静止状態を保ち，平均を算出した。被験者 20 名の手長，手囲いと静荷重の平均と標準偏差を表1に示す。

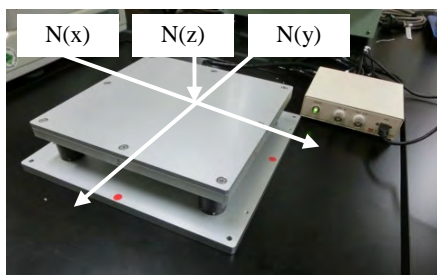


図1. フォースプレート外観と荷重検出方向

2.2 装置及び試験方法

①装置概要 触荷重計測では x, y, z 軸方向の荷重を検出するフォースプレートを用いた。ロードセルの定格容量は各軸いずれも 10N，試料台である測定部の面積は 200×200 mm である。

②試験方法 試料は厚さの異なる布 6 点である（表2）。実験では試料をプレート上に固定し，官能評価を行った。官能評価における触動作は A：試料のよこ（コース）方向へ撫でる，B：押すの 2 種とした。被験者は試料に対し，上記触動作から布の風合いについて，5 段階スケール（-2：悪い／-1：少し悪い／0：どちらでもない／+1：少し良い／+2：良い）で評価した。測定は 1 試料につき 3 回とし，官能評価を行う試料の順序は被験者毎に異なるよう調整した。得られたせん断方向 N(x)と垂直方向 N(z)の初期極大値 4 点を平均し，解析に用いた。

表1. 被験者の手の身体特性の平均と標準偏差

測定項目	計測値
手長 (cm)	17.8±1.1
手囲い (cm)	21.3±1.9
静荷重 (N)	2.8±1.1

表2. 試料の諸元

試料	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6
厚さ (mm)	2.76	3.41	0.92	2.01	1.57	13.01
摩擦係数*	0.41	0.41	0.19	0.33	0.38	0.43
圧縮硬さ**	0.43	0.47	0.22	0.36	0.51	0.26
組織	織 パイル	ニット パイル	カーゼ	10 ケー ジニット	7 ケー ジニット	ファー

*よこ・コース方向を測定

使用機器：KES FB-4 自動化表面試験機（カトーテック株式会社製）

測定条件 摩擦速度：1 mm/秒，摩擦荷重：50 gf，試料張力：400 g

**使用機器：KES G-5 ハンディー圧縮試験機（カトーテック株式会社製）

測定条件 荷重面積：10 cm²，圧縮速度：0.01 cm/秒，最大荷重：100 gf/cm²

3. 結果

3.1 各動作における触荷重と被験者特性との関係

図2に各触動作における被験者20名の平均及び標準偏差を示す。各試料の動作Aの触荷重は1.3から1.6Nの範囲を示し、試料6点の平均は1.5N±0.7であった。動作Bでは6.0から7.2Nを示し、試料6点の平均は6.6N±3.2と、平均と標準偏差いずれも動作Aより高かった。各動作における触荷重と表1の手の寸法・静荷重との間には、相関はみられなかった。

各試料の平均触荷重と標準偏差について、女性8名と男性12名に分けた結果を図3に示す。いずれの動作においても、女性よりも男性が高い傾向にあり、両者にはおよそ1Nの差がみられた。t検定の結果、動作Aにおいて5%の危険率で有意差が認められた。

3.2 触荷重及び布の物理特性との関係

各試料の被験者20名の平均触荷重について、動作Aと試料の摩擦係数(表2)、動作Bと圧縮硬さ(表2)との関係を検討した。動作Aにおける触荷重と摩擦係数との間には、一定の傾向はみられなかった。一方、動作Bと圧縮硬さについてみると、両者には相関係数 $r=0.88$ の関係が得られ、ヒトが布の圧縮硬さに対してより強い荷重を加えている傾向が得られた(図4)。

撫で動作の触荷重と布の表面特性について、物体表面間の摩擦力を求める式

$$\text{摩擦力} = \text{摩擦係数} \mu \times \text{垂直抗力} \dots (1)$$

を適用し、再度、動作Aについて触荷重と布の摩擦係数と

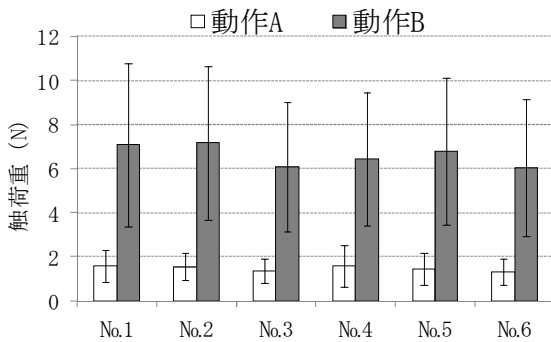


図2. 各試料の平均触荷重及び標準偏差

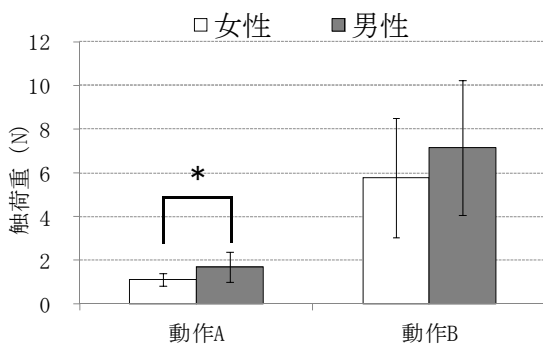


図3. 各触荷重の性差について

*: $p < 0.05$

の関係を検討した。式(1)の摩擦力に触荷重 $N(x)$ 、垂直抗力に $N(z)$ を代入し、2軸の触荷重から各試料の摩擦係数 μ を求めた。得られた摩擦係数 μ とKES FB-4によって得られた摩擦係数との関係を図5に示す。KESで得られた値に対し、触荷重より求めた摩擦係数は全体的に高い値であったが、両者は近似した傾向を示した。特にNo.3ガーゼ地が高い値を示したが、これは組織が2重織構造であったため、手の接触側の生地にしワ・たるみが形成されて引っ掛かりが生じ、結果として $N(x)$ が高くなったことで、高い摩擦係数が得られたものと考えられる。これら素材の表面特性評価については、更なるデータの蓄積が必要である。

4. まとめ

フォースプレートを用い、厚手の布に対する風合い評価時の触荷重を明らかにした。その結果、風合い評価を行う際、タオル、ニットなど厚手の布の場合は、手の大きさや重さの影響を受けず、触荷重が約1~7Nの範囲であること、触荷重は男性が高い傾向にあることが明らかになった。また、フォースプレート装置を用いた布の表面・圧縮特性評価が可能であることが示唆された。

本研究で得られた触荷重データは、厚手の布を対象とした触感評価装置の開発に寄与できるものと考えられる。

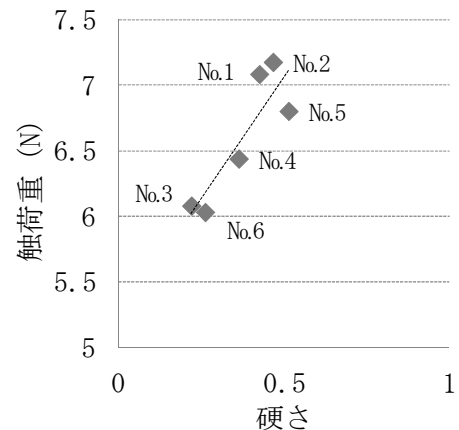


図4. 動作Bの触荷重と布の硬さとの関係

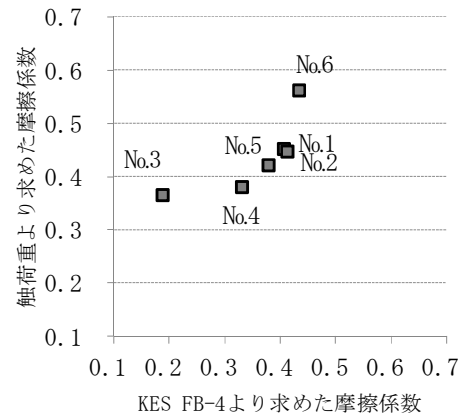


図5. 触荷重より求めた摩擦係数とKES FB-4より求めた摩擦係数との関係

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月11日再受付)

ノート

カーボンブラックにおけるマイクロ波を利用した液相酸化処理の効果

平井 和彦*¹⁾ 池田 紗織*¹⁾ 峯 英一*²⁾

Effect of liquid-phase oxidation treatment assisted by microwave on carbon black

Kazuhiko Hirai*¹⁾, Saori Ikeda*¹⁾, Eiichi F. Mine*²⁾

キーワード: カーボンブラック, マイクロ波, 液相酸化, 官能基

Keywords: Carbon black, Microwave, Liquid-phase oxidation, Functional groups

1. はじめに

炭素繊維やカーボンナノチューブ等は構造材料や燃料電池材料として利用されており, 今後ますます炭素材料, 及びその複合材料としての需要が高まると予想される⁽¹⁾。炭素材料の複合化やその機能性には, 炭素材料表面の官能基の種類とその量が重要である。この表面官能基を形成するために酸化処理等の表面処理が行われているが⁽²⁾, 酸試薬を用いた外部加熱による液相酸化が一般的であり, 長時間の処理を要することが課題となっている。

本研究では, この酸化処理に, マイクロ波を用いた迅速な加熱法をオートクレーブ処理に適用して, 水の沸点(100°C)以上の温度での酸化処理を可能にすることによる処理時間の短縮を検討した。また, 炭素材料の表面官能基の定量評価は, 酸塩基滴定法(Boehm法⁽³⁾)が一般的であるが, 手順が煩雑かつ時間がかかる。そこで簡便に炭素材料の官能基量を評価する方法として赤外分光分析法を適用し, その定量性について検討した。

2. 実験方法

2.1 試薬 炭素粉末材料にはアセチレンカーボンブラック(以下CB, STREM CHEMICALS製)を用いた。酸化処理には60%硝酸を用いた。酸塩基滴定には炭酸ナトリウム(容量分析用標準試薬, 99.97%), 炭酸水素ナトリウム, 水酸化ナトリウム, 塩酸, 0.1 w/v%メチルオレンジ溶液(中和滴定用)を用いた。特に記載のないものは特級試薬を用いた。試薬の調整及び試料の洗浄にはメルク株式会社製Direct-Q3で製造した超純水を用いた。

2.2 酸化処理

(1) マイクロ波加熱による酸化処理方法

マイクロ波加熱装置用のPTFE容器にCBを0.5gずつ量り取り, 60%硝酸を15mL加えた。攪拌子で攪拌しつつ,

マイクロ波加熱装置(マイルストーン株式会社製, ETHOS One)により所定の温度及び時間で酸化処理を行った。処理後のCBをろ過し, ろ液のpHが変化しなくなるまで超純水で洗浄した後, 100°Cで乾燥させた。

(2) 外部加熱による酸化処理方法

200mL トールビーカーにCBを2.5g量り取り, 60%硝酸を75mL加え, 攪拌子によって攪拌しつつ, ホットスターラー(アズワン株式会社製, CHPS-170DR)を用いて100°Cで所定の時間で酸化処理を行った。処理後はマイクロ波加熱の際と同様に洗浄し, 乾燥させた。

2.3 官能基量評価 Boehmらの用いた酸塩基滴定法⁽³⁾を参考に, 酸性官能基の定量を行った。CB 0.5gに対し0.1mol/L炭酸水素ナトリウム及び0.1mol/L水酸化ナトリウムをそれぞれ20mL加え, 4日間振とうした。CBをろ過し, ろ液を5mLずつ分取し, 0.05mol/L塩酸で滴定した。水酸化ナトリウムの反応量から全酸量を算出し, 炭酸水素ナトリウムとの反応量からカルボキシル基量を算出した。

2.4 赤外分光分析 フーリエ変換型赤外分光光度計(日本分光株式会社製, FT/IR-6100)を用いて, 各温度で処理を行ったCBの赤外線吸収スペクトルを測定した。測定手法として, KBr錠剤法, 拡散反射法, ATR法について検討した。拡散反射法には拡散反射測定装置(日本分光株式会社製, DR PRO410-M)を用いた。ATR法には一回反射測定装置(日本分光株式会社製, ATR PRO450-S)を用いた。

3. 結果

3.1 マイクロ波加熱を用いた高温酸化処理 マイクロ波加熱を用いて, 一定の処理時間(0.5時間, 220°Cのみ0.25時間)で処理温度を変えて酸化処理を行った結果を図1に示す。通常の加熱温度(100°C)における0.5時間での処理では, 官能基量はほとんど増加しなかったが, 処理温度の上昇に伴い, 同じ処理時間でも著しく官能基量が増加した。220°Cでの処理については, 処理時間は短いものの200°Cでの処理と同等の官能基量となった。この際, 処理したCBの回収率が減少しており(200°C, 0.5時間: 68%, 220°C, 0.25

事業名 平成25年度 基盤研究

*¹⁾ 繊維・化学グループ*²⁾ 表面技術グループ

時間：55%)、表面だけでなく、CBの内部まで酸化が進行したと推測される。

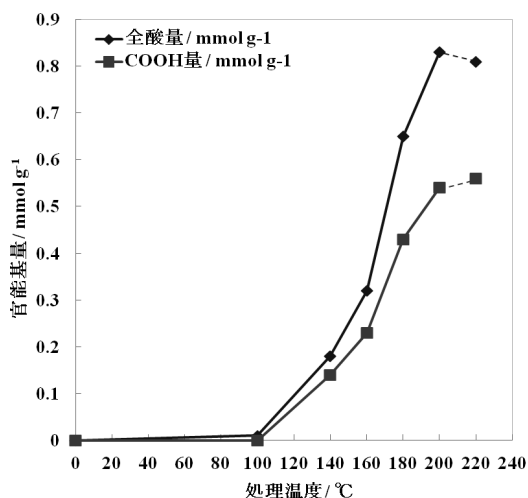


図1. 処理温度による官能基量の変化

3.2 マイクロ波加熱と外部加熱の比較 処理前のCB及びマイクロ波加熱を用いて処理したCB、外部加熱を用いて処理したCBの処理時間と全酸量を表1に示す。処理温度及び処理時間が同じ場合(100°C, 3時間)は、加熱方法にかかわらず、全酸量にほとんど差はみられなかった。それに対し高温処理と比較すると、140°C - 0.5時間の処理では100°C - 6時間と同等の全酸量、200°C - 0.5時間の処理では100°C - 48時間と同等の全酸量となっており、オートクレーブ中でのマイクロ波加熱による高温酸化処理により、処理時間を著しく短縮できることが示された。

表1. 加熱条件と全酸量

処理方法	処理温度 / °C	処理時間 / h	全酸量 / mmol g ⁻¹
処理前	-	-	0.00
マイクロ波加熱	100	0.5	0.01
	140	3.0	0.06
	160		0.18
	180	0.5	0.32
	200		0.65
	220	0.25	0.81
	外部加熱	100	3.0
		6.0	0.14
		18.0	0.46
		48.0	0.84

3.3 赤外分光分析による官能基評価 KBr錠剤法、拡散反射法では十分な感度を得ることができず、良好なスペクトルは得られなかった。それに対しATR法は特別な前処理なしで、短時間で比較的良好的なスペクトルが得られた。マイクロ波加熱を用いて各温度で処理したCBについてATR法で測定した結果を図2に示す。C=O結合の存在を示す1700 cm⁻¹付近のピーク強度は処理温度とともに増加したが、水酸基の存在を示す3700 cm⁻¹付近のピークについては一定の傾向を示さず、評価には利用できなかった。

各試料の1600~1785 cm⁻¹のピーク面積を図3に示す。カ

ルボキシル基量とピーク面積の増加傾向は概ね一致しているが、測定のばらつきが大きく、処理前と100°C処理、200°C処理と220°C処理のサンプル間では、カルボキシル基量にほとんど差がないにもかかわらず、ピーク面積が一致しなかった。この結果から赤外分光分析(ATR法)は定性分析としては利用できるが、定量分析としての精度は低いと考えられる。

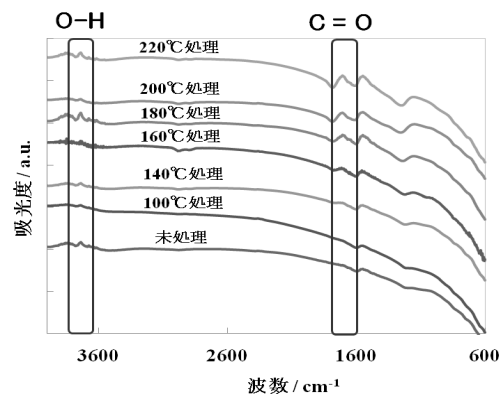


図2. 各試料のATRスペクトル

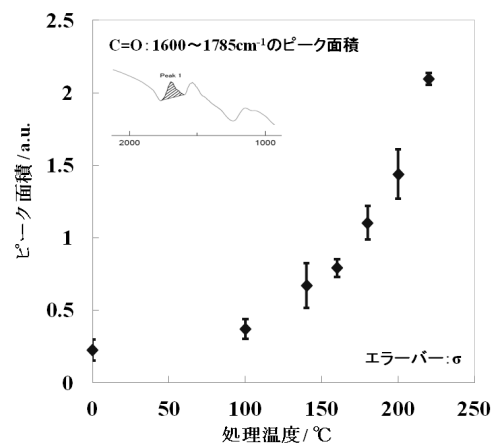


図3. 各試料のC=O結合のピーク面積

4. まとめ

マイクロ波加熱を用いた高温酸化処理により、従来法よりも短時間で酸化処理を行うことができた。本研究ではCBに限定したが、他の炭素材料への応用も可能と考えられる。

赤外分光分析(ATR法)は短時間での定性分析には利用できるが、定量分析としては精度が低いことが示された。

(平成26年7月7日受付, 平成26年8月18日再受付)

文 献

- (1) 稲垣道夫:「カーボン 古くて新しい材料」, 森北出版(2011)
- (2) Wenzhong Shen, Zhijie Li, Yihong Liu: "Surface Chemical Functional Groups Modification of Porous Carbon", *Recent Patents on Chemical Engineering*, 1, pp.27-40 (2008)
- (3) H.P.Boehm: "Chemical Identification of Surface Groups", *Adv. Catal.*, 16, pp.179-274 (1966)

外部発表一覧／論文

ロバスト UKF とそのパラメータ設計手法

金田泰昌・入月康晴（都産技研），山北昌毅（東工大）
システム制御情報学会論文誌，Vol.26，No.5，pp.182-184（2013）
システム制御情報学会

非ガウスノイズに対してロバストな Unscented Kalman Filter (UKF) 及びそのパラメータ設計手法について提案した。提案したロバスト UKF が II ラプラス事前分布を仮定した時の最大事後確率推定の枠組みから再導出できることを示し，提案手法のパラメータ設計問題が II ラプラス事前分布の共分散推定問題に帰着できることを示した。

Effects of Crosslinker Density on the Polymer Network Structure in Poly-N, N-dimethylacrylamide Hydrogels

深澤倫子・池田尚弘・田畑麻友・服部正孝・相澤守（明治大），
木俊二（都産技研），関根由莉奈（原子力機構）
Journal of Polymer Science, part B: Polymer Physics, Vol.51, No.13,
pp.1017-1027（2013）
Wiley Periodicals

ハイドロゲルの物性に及ぼす架橋密度の効果を調べるため，ポリジメチルアクリルアミドゲルの SEM 観察，DSC 及びラマン分光による分析を行った。ゲルの空隙率が増加するにつれ，空隙の壁におけるポリマー鎖の密度はほぼ一定であったが，結合水の厚さが増加した。架橋密度の増加に伴うハイドロゲルの力学強度の増加において，ポリマーの結合水が重要な役割を果たしていることが示唆された。

Continuous Dry Cylindrical and Rectangular Deep Drawing by Electroconductive Ceramic Dies

玉置賢次（都産技研），真鍋健一（首都大），片岡征二（湘南工大），
相澤龍彦（芝浦工大）
Journal of Manufacturing Science and Engineering, Vol.135, No.3, pp.1-7
（2013）
The American Society of Mechanical Engineers

トライボロジー特性及び型成形性に優れた導電性セラミックスを工具材料として用いることにより，型成形を簡便に行うことが可能となり，かつ，トライボロジー特性に関しても従来から用いられている汎用セラミックスに劣るものではないことを確認した。更に，導電性セラミックス工具を用いた冷間圧延鋼板（SPCC）の連続 1 万回のドライ円筒絞り加工及びドライ角筒絞り加工を達成し，実用化の可能性を示した。

Immobilization of Dyeing Sites to Polyethylene by Plasma Treatment

榎本一郎・中村勲・添田心（都産技研），山口和男（工学院大）
Journal of Photopolymer Science and Technology, Vol.26, No.4,
pp.539-544（2013）
フォトポリマー懇話会

染色座席を固定化するため，ポリエチレンフィルムを四フッ化炭

素及び酸素プラズマで処理した。染色座席を持つ樹脂として，ビニルスルホン酸とポリエチレングリコールジアクリレート混合物の 10%メタノール溶液を使用した。FT-IR 及び XPS の分析から，ポリエチレングリコールジアクリレート由来の $-C-O$ ， $-C=O$ 及びビニルスルホン酸由来の硫黄成分の固定化が確認できた。

情報プライオリティに基づく動的経路制御とモニタリングセンサネットワークへの応用

中川善継・入月康晴（都産技研）
電気学会論文誌 C（電子・情報・システム部門誌），Vol.133，No.5，
pp.916-921（2013）
（一社）電気学会

既存のモニタリング用ネットワークを活用し新たにネットワークを構築せずとも緊急時のネットワークを構築する仕組みとデータ転送経路の秘匿性を兼ね備えた手法を提案するものである。平時においてモニタリング用途で構築された無線センサネットワークを用いて，少頻度で緊急性の高い，性質も用途も異なる非属性データが経路を共有できる仕組みを提案した。

Solvent Effect on Copolymerization of Maleimide with Styrene Induced by Irradiation of Ion and Electron Beams

中川清子（都産技研），田口光正・木村敦（原子力機構）
Radiation Physics and Chemistry, Vol.91, pp.143-147（2013）
Elsevier

放射線を照射することにより，アルコール溶媒中でマレイミド・スチレン共重合体を合成する際の効率について検討した。共重合体の生成量は，メタノール，エタノール，2-プロパノールの順で増加し，重合開始反応の速度と対応することが分かった。また，メタノールやエタノール中でのイオンビーム照射による重合では，イオン種のエネルギーによって生成量や分子量分布が大きく変化することが分かった。

Oxygen Reduction Activity of Carbon-Supported La_{1-x}CaxMn_{1-y}FeyO₃ Nanoparticles

湯浅雅賀（九州大），立花直樹（都産技研），島ノ江憲剛（九州大）
Chemistry of Materials, Vol.25, No.15, pp.3072-3079（2013）
ACS Publications

C 担持 La_{1-x}CaxMn_{1-y}FeyO₃ ナノ粒子触媒を合成し，その酸素還元反応特性及び電子状態を解析した。C 担持 La_{1-x}CaxMn_{1-y}FeyO₃ の酸素還元能は $x=0.4-0.8$ とした時，C 担持 Pt より優れていた。La_{1-x}CaxMn_{1-y}FeyO₃ 粒子表面の XPS 解析により，酸素還元反応に寄与する Mn⁴⁺ の存在が明らかになった。また， $x=0.8$ の時，不純物である CaCO₃ が粒子表面に生成していることが分かった。

締付け軸力が木材添え板ボルト接合部のせん断耐力に及ぼす影響

松原独歩・島田勝廣（都産技研），服部順昭（農工大）
木材工業, Vol.68, No.9, pp.382-386（2013）
（公社）日本木材加工技術協会

木材添え板ボルト接合部に対し，初期締付け軸力を数種類変動させ，せん断実験を行った。その結果，締付け軸力の増大と共にせん

断耐力は増加し、締付け軸力 4.2 kN について、スティックスリップによる荷重すべり挙動が認められた。また、締付け軸力と降伏耐力は比例関係にあり、静摩擦係数に換算すると 0.3 となった。更に締付け軸力を考慮した降伏耐力計算値は実験値をほぼ捉えることが分かった。

Band-Gap Expansion of Sub-nano Tungsten Oxide Quantum Dots Synthesized in Porous Silica

渡辺洋人 (都産技研), 藤方健二・緒明裕哉・今井宏明 (慶大)

Chemical communication, Vol.49, No.76, p.8477 (2013)

Royal Society of Chemistry

これまでに合成困難であったサブナノメートルの細孔径を有する酸化タングステン (WO₃) 量子ドットのバンドギャップエネルギー (E_g) 制御を 2.6 eV (バルク) ~ 3.7 eV (サブナノ) の範囲での精密な粒径制御により達成した。WO₃ サブナノドットは高い還元準位を有し、バルクでは不可能な酸素分子の還元反応を進行させることが可能であることを見出した。

Chemiluminescent Visualization for Evaluation of Gaseous Ethanol Distribution During 'La France' Pear Maturation

荒川貴博 (東医歯大), 安藤恵理 (都産技研), オウシン (ローム (株)), 宮島久美子・竹内修平・工藤寛之 (東医歯大), 齊藤浩一・高橋三男・三谷知世 (東京高専), 三林浩二 (東医歯大)

IEEE SENSORS JOURNAL, Vol.13, No.8, pp.2842-2848 (2013)

The Institute of Electrical and Electronics Engineers

果実の香りはアルコール類などの様々な揮発性成分によって構成されており、例えば匂い成分の一つであるエタノールは果実の成熟や変敗に伴い放出される。このような匂い成分は時間的・空間的な濃度変動が生じるため、その挙動を捉えらえることは難しい。本研究では、酵素反応及び化学発光を利用することで、果実から発散するエタノールガスの濃度分布及び経時変化を画像化する可視化システムを開発した。

The reliability of calibration for thermocouples in industry at around 1300°C

小倉秀樹 (産総研), 沼尻治彦 (都産技研), 小林正 (株) チノー

Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol.8, pp.526-531 (2013)

AIP Publishing

高温域における熱電対校正技術の検討及び 1300°C 付近での校正の信頼性を検証する目的で、日本学術振興会産業計測第 36 委員会温度計測分科会にて、高温域熱電対校正技術調査研究ワーキンググループが設置された。1300°C 付近での熱電対の持回り測定を行った結果、コバルト-炭素共晶点 (1324°C) を温度定点として用いることにより、1300°C 付近での熱電対校正の不確かさが大きく改善された。

Structural and environmental dependence of superlow friction in ion vapour-deposited a-C:H:Si films for solid lubrication application

陳新春・加藤孝久 (東大), 川口雅弘 (都産技研), 野坂正隆・崔ジュン豪 (東大)

Journal of Physics D: Applied Physics, Vol.46, pp.255304-255315 (2013)
IOP Publishing

DLC 膜 (a-C:H:Si) を成膜し、ピンオンディスク試験による摩擦摩耗特性評価を行った。その結果、摩擦摩耗特性に及ぼす膜表面の Si-OH 基の密度及び相対湿度の影響が大きいこと、雰囲気制御が重要であることを見出した。

ラマン分光法による DLC 膜の機械的特性評価および予測 (第 1 報)

崔俊豪・石井啓資・加藤孝久 (東大), 川口雅弘 (都産技研)

トライボロジスト, Vol.58, No.8, pp.596-602 (2013)

(一社) 日本トライボロジー学会

成膜条件を変えて DLC を成膜し、硬さ測定及びラマン分光分析を行った。その結果、GLC, DLC, PLC の傾向を硬さ-ラマンの関係から判別できる可能性を見出した。また、水素含有量などとの関連性についても検討した。

現場環境における三次元測定機の高度化に関する研究 (第 4 報)

大西徹 (機振協), 中西正一 (都産技研), 高増潔 (東大)

精密工学会誌, Vol.79, No.4, p.338 (2013)

(公社) 精密工学会

CMM を利用した測定における不確かさの評価については、多くの研究があるが CMM の精度評価、幾何学誤差の補正、測定戦略の影響などが大部分で、測定環境の影響を考慮したものは少ない。本研究では、現場環境で CMM を使う場合に問題となる要因を解析し、問題解決のための提案を行うことにより、現場環境における三次元測定機の高度化を行うことを目標とした。

Analysis of Japanese Jomon lacquer-ware by pyrolysis-gas chromatography/mass spectrometry

陸裕・本多貴之 (明治大), 神谷嘉美 (都産技研), 吉田邦夫 (東大), 宮腰哲雄 (明治大)

Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, Vol.103, pp.68-72 (2013)

Elsevier

野地遺跡及び豊岡遺跡から出土した縄文時代後期~晩期にあたる遺物に関して、顕微鏡観察・FT-IR 分析・Py-GC/MS を用いた付着物の分析結果について報告した。

Temperature-Responsive Gelation of Type I Collagen Solution Involving Fibril Formation and Genipin Cross-linking as a Potential Injectable Hydrogel

畑山博哉・大藪淑美 (都産技研)

International Journal of Biomaterials, Vol.2013, Article ID 620765 (2013)

Hindawi

ペプシン消化コラーゲン (PSC) を基質としたコラーゲン/ゲニピン水溶液の温度応答性のゲル化を評価した。PSC/ゲニピン水溶液は室温で少なくとも 30 分間流動性を保ち、37°C への温度上昇に

応答して速やかにゲル化した。得られたゲルの弾性率は2~50 kPaの範囲で制御可能であり、生体組織と類似した硬さまで硬化することが明らかになった。細胞や薬剤のデリバリーキャリアとして有用であると考えられた。

設備データベースと新着情報機能を有する公設試広域連携 Web サイトの開発

阿部真也・北原枢・五十嵐美穂子・山田一徳・近藤幹也・吉野学・片岡正俊（都産技研）

情報処理学会論文誌：データベース，Vol.6, No.4, pp.59-68 (2013)
（一社）情報処理学会

設備データベースと新着情報機能を有する、新しい公設試広域連携 Web サイトを提案した。設備データベースは、各公設試の保有設備を検索する機能である。新着情報機能は、各公設試が配信するRSSを解析し、それを一括表示する機能である。既存サイトとの比較検討によって、提案サイトの方が保守コストと検索精度の面で優れていることを示した。

食品添加物の放射線照射履歴検知 —有機酸カルシウム塩及びその原料について—

関口正之・中川清子・柚木俊二・大藪淑美（都産技研）

食品照射，Vol.48, No.1, pp.24-30 (2013)

日本食品照射研究協議会

炭酸カルシウムは有機酸カルシウムを合成する最初の原料であり、天然石灰石由来の原料には古い地層から産出されるものがある。これに含まれる珪酸系鉱物質は長期間自然放射線を受け、人為的な放射線照射を受けていないにもかかわらず、TL法やPSL法で照射品と判定される。有機酸カルシウムの製造時に当該鉱物質が混入すると同様の判定を受ける。これらを判定するために再照射による評価法とESR法の適用について検討した。

The relationship between graft polymerization to UHMWPE and the depth distribution of hydroperoxide

榎本一郎・添田心・中村勲（都産技研）

6th UHMWPE International Meeting, pp.54-55 (2013)

トリノ大学及びドレクセル大学

超高分子量ポリエチレンは軽量で強度があることから、産業用資材としても注目されている。しかし表面が疎水性で、他の素材との接着性等に劣ることから用途が限定されている。この素材の表面を改質する目的で、放射線グラフト重合を行った。大気中での処理が可能な過酸化ラジカルを重合の開始剤に利用し、その反応メカニズムについて論じた。

The antimicrobial activity and biological safety of a novel cross-linked hydrogel-based wound dressing containing cetylpyridinium chloride or polyhexamethylene biguanide

光田益士・久保貴史・岩寄徹治（アルケア（株））、柚木俊二・大藪淑美（都産技研）

日本褥瘡学会誌，Vol.15, No.4, pp.493-501 (2013)

（一社）日本褥瘡学会

塩化セチルピリジニウム（CPC）を配合した架橋型ポリビニルアルコール／ポリビニルピロリドンヒドロゲル材料を調製し、抗菌性創傷被覆材としての特性（①抗菌特性、②抗菌剤徐放性、ならびに③安全性）をポリヘキサメチレンビグアニド（PHMB）配合品と比較した。CPCヒドロゲルは特徴的な抗菌剤徐放性を有するため、抗菌活性と生物学的安全性が両立する材料になり得ると考えられる。

Radiation-induced graft polymerization of UHMWPE fiber and dyeing application

添田心・榎本一郎・中村勲（都産技研）

6th UHMWPE International Meeting, pp.47-48 (2013)

トリノ大学及びドレクセル大学

超高分子量ポリエチレン繊維は汎用のポリエチレンと同じ組成であるが、超高分子量のポリエチレンを熔融ゲル紡糸することで、極めて高い引張強度を持つ。しかし、疎水性表面を持つポリエチレンを着色することは難しく用途が限られており、色落ちしにくい着色方法が求められている。本研究では放射線グラフト重合を利用してカチオン染料による着色を行い、グラフト率と反応時間及び表面染着濃度の関係を求めた。

Interfacial microstructure of CP-Ti and AZ31 joint by friction stir welding

青沼昌幸・森河和雄・寺西義一（都産技研）、中田一博（阪大接合研）

溶接学会論文集，Vol.31, No.4, pp.96s-99s (2013)

（一社）溶接学会

純チタンとAZ31Bマグネシウム合金との異材摩擦攪拌接合界面の組織及び微細構造について、TEM-EDS、NBDにより詳細に観察し、異材接合界面の組織形態と微細構造に及ぼす母材中合金元素の影響について検討した。

Fabrication of high-density collagen fibril matrix gels by renaturation of triple-helix collagen from gelatin

大藪淑美・畑山博哉・柚木俊二（都産技研）

International Journal of Biological Macromolecules, Vol.62, pp.296-303 (2013)

Elsevier

α 鎖が分解されていない高密度ゼラチン（非分解型ゼラチンUCG）で高密度コラーゲン線維マトリックス（CFM）を作製した。UCGのらせん回復能は汎用ゼラチン（CG）より高かった。また、UCG溶液は28~32°Cで静置すると線維形成し、CGは形成しなかった。5% UCG溶液より作製されたCFMゲルは培養で用いられる0.5%コラーゲンゲルより硬く、培養された細胞の生存率の低下はなかった。

Measurement of Hand Skin Deformation in Dexterous Manipulation

佐々木智典（都産技研）、橋本洋志（産技大）

39th Annual Conference of the IEEE Industrial Electronics Society (IEEE IECON2013), pp.8298-8303 (2013)

The Institute of Electrical and Electronics Engineers

本研究では製品形状の設計に役立てることを目指し, 人間の手の器用な操作を解析している。本論文では人間の手における皮膚の変形に注目し, この計測を高速度撮影及び画像相関法を利用して行った事例について述べた。

全国地下水年代測定のための涵養降水トリチウム濃度評価

斎藤正明 (都産技研), 今泉洋 (新潟大), 石井吉之 (北大), 加藤徳雄 (愛媛医技大), 北岡豪一 (岡山理科大)

RADIOISOTOPES, Vol.62, No.11, pp.819-826 (2013)

(公社) 日本アイソトープ協会

地下水年代は地下水流動の重要な実証情報である。トリチウム測定技術の適用は新規な調査産業の創出として期待できる。地下水年代測定のために, 涵養降水のトリチウム濃度を知る必要がある。東京地域において 56 年間にわたって観測公開されている降水トリチウムデータベースから擬似浸透水の涵養降水のトリチウム濃度を算出し, 札幌, 新潟, 東京, 松山の涵養降水のトリチウム濃度表を提案した。

改質天然繊維/ポリブチレンサクシネート複合体の機械的特性

安田健・梶山哲人 (都産技研)

成形加工, Vol.25, No.12, pp.592-597 (2013)

(一社) プラスチック成形加工学会

実の十倍以上が廃棄されるフルーツバナナの葉を原料とするバナナ繊維を使用した。未処理のバナナ繊維 (BF), アルカリ処理したバナナ繊維 (BF-A), アルカリ処理し繊維方向に張力をかけたバナナ繊維 (BF-AT) とポリブチレンサクシネート (PBS) を用いた。バナナ繊維の添加量を増加させることにより, 曲げ弾性率と曲げ強さは高くなり, シャルビー衝撃強さは BF-A/PBS 複合体が最も高くなったことを示した。

木材のボルト接合部における締付けトルクと締付け軸力の関係

松原独歩・島田勝廣・西川康博・中野貴啓 (都産技研), 服部順昭 (農工大)

木材工業, Vol.69, No.1, pp.19-23 (2014)

(公社) 日本木材加工技術協会

木材のボルト接合部における締付けトルクと締付け軸力の関係を定量的に把握するために, 締付け試験を行った。結果, 回転角の増加により締付けトルク及び締付け軸力は増加した。また, $T_f = K F_f d$ の関係式を用いることで, 木材のボルト接合部における締付けトルクが算出可能であることが明らかとなった。

Structural characterization of ion-vapor deposited hydrogenated amorphous carbon coatings by solid state ^{13}C nuclear magnetic resonance

許俊 (東大), 渡邊禎之・林英男・川口雅弘 (都産技研), 加藤孝久 (東大)

Journal of Applied Physics, Vol.115, No.1, p.014303 (2014)

AIP Publishing

DLC 膜の物性と相関があると考えられている炭素の構造情報について, 固体 NMR 測定によって定量的に明らかにした。炭素の構

造には sp³ と 2 種の sp² が存在し, DLC 膜の作製条件によってこれらの組成比が異なることを見出した。また, CPMAS 法や緩和時間測定などによって, 炭素に結合する水素に関する構造情報についても検討した。

Indoor air quality, air exchange rates, and radioactivity in new built temporary houses following the Great East Japan Earthquake in Minamisoma, Fukushima

篠原直秀 (産総研), 徳村雅弘 (横国大), 風間美芽・吉野寛之 (東洋大), 落合聖史 (宇都宮大), 水越厚史 (都産技研)

Indoor Air, Vol.23, No.4, pp.332-341 (2013)

The International Society of Indoor Air Quality and Climate

東日本大震災の後, 南相馬に建設された 19 の仮設住宅において, 換気量, アルデヒド類, VOC の室内濃度, 放射能レベルを調査した。平均換気回数は 0.28/h であった。室内濃度は調査した 31 部屋のうち半分以上でアセトアルデヒドの室内濃度指針値と TVOC の暫定目標値を超過した。また, 指針物質以外ではテルペンや酢酸エステルがよく検出された。室内放射能レベルは屋外よりも低い値であった。

Evolution of the Impurity Band to Diamond-Like Valence Bands in Boron Doped Diamond

犬島喬 (東海大), 太田優一 (都産技研), 塩見弘 (住友電工 (株))

Journal of the Physical Society of Japan, Vol.83, No.2, p.024715 (2014)

(一社) 日本物理学会

不純物帯を有するホウ素添加ダイヤモンドの吸収係数及び屈折率を第一原理計算による C63B モデルと比較した。これらの光学的性質はよく一致しており, 不純物帯はホウ素による 2p 励起状態であり価電子帯の上端に形成されることによって金属状態を示す。これらの結果からダイヤモンド中に置換型不純物原子として添加されたホウ素の価電子は k 依存性を持ち, ダイヤモンドの価電子帯の上端を形成するというモデルを提示した。

統計量に基づくロバストカルマンフィルタの設計手法とその応用

金田泰昌・入月康晴 (都産技研), 山北昌毅 (東工大)

システム制御情報学会論文誌, Vol.27, No.2, pp.49-58 (2014)

システム制御情報学会

11 正則化を用いたロバストカルマンフィルタ (RKF) に対する新しいパラメータ設計手法として, 観測ガウスノイズの共分散行列を設計することで RKF のパラメータが自動的に決定されることを示した。また, ガウスノイズの統計量からパラメータが決定されるため, 設計されたパラメータに物理的解釈を与えることができる。これにより, パラメータ設計の妥当性が保証され, かつガウスノイズ以外の事前情報を必要としない利点があることを示した。

降水, 擬似浸透水, 地下水のトリチウム濃度の比較

石井吉之 (北大), 斎藤正明 (都産技研), 今泉洋 (新潟大), 加藤徳雄 (愛媛医技大), 北岡豪一 (岡山理科大)

RADIOISOTOPES, Vol.63, No.2, pp.79-86 (2014)

(公社) 日本アイソトープ協会

降雨浸透水を模擬した水を採取し、降水、大気水分、湧水、植物樹液のトリチウム濃度と比べた。降水、大気水分、疑似浸透水の濃度は月毎に大きく変動したが、湧水の濃度は年間を通じ一定であった。日本列島の特徴的な札幌、新潟、東京、松山について調査を行い、年間最高値と最低値の二値からなる混合モデルによって、各地域における涵養降水のトリチウム濃度が推定可能となった。

Electrostatic Immobilization of Cetylpyridinium Chloride to Poly(vinylalcohol) Hydrogels for the Simple Fabrication of Wound Dressings with the Suppressed Release of Antibacterial Agents

柚木俊二 (都産技研), 光田益士 (アルケア (株)), 大藪淑美・関口正之 (都産技研), 久保貴史・岩寄徹治 (アルケア (株))

Journal of Applied Polymer Science, Vol.131, p.40456 (2014)

Wiley Periodicals

ポリビニルアルコール (PVA) の静電的吸着特性を利用し、抗菌剤の溶出を抑制したハイドロゲル創傷被覆材を開発した。PVA 水溶液と抗菌剤セチルピリジニウム塩酸塩 (CPC) の混合溶液にガンマ線を照射するだけの簡単な工程で得られたハイドロゲル中で、CPC は PVA に静電的に吸着され、基材からの溶出が抑制された。基材表面では高い抗菌性を示した。抗菌材低溶出性の創傷被覆材として有用であると考えられた。

オレイン酸潤滑すべり摩擦における DLC 膜の摩擦低減特性とトライボ化学反応の関係

吉田健太郎・加納眞 (神奈川産技センター), 益子正文 (東工大), 川口雅弘 (都産技研), J.M.マルタン (リヨン中央大学) トライボロジスト, Vol.58, No.10, pp.773-782 (2013)

(一社) 日本トライボロジー学会

オレイン酸潤滑下において、DLC 膜のすべり摩擦特性を評価し、トライボ化学反応の影響について検討した。その結果、ta-C と a-C:H でトライボ化学反応が異なること、ta-C の方が摩擦係数は低減することを見出した。

Evolution of transfer layers on steel balls sliding against hydrogenated amorphous carbon coatings in ambient air

許俊 (東大), 川口雅弘 (都産技研), 加藤孝久 (東大)

Tribology International, Vol.70, pp.42-51 (2014)

Elsevier

鋼球/DLC 間のしゅう動試験を行い、鋼球表面への DLC 膜の移着について検討した。その結果、従来のグラファイト化移着膜だけでなく、C/O 結合由来の移着膜が存在することを見出した。また、しゅう動時に生成する酸化鉄などの影響も重要であることを確認した。

Preparation of Rib on the Bipolar Plates by Using Screen Printing Technique

上野博志・峯英一・島田勝広・菊池有加 (都産技研), 武藤保 (パラマウントエナジー), 伊東洋一 (都産技研)

State-of-the-art Fuel Cell and Hydrogen Technology in Japan, pp.128-131 (2014)

(一社) 燃料電池開発情報センター

スクリーン印刷技術を用い、固体高分子形燃料電池用セパレータプレートのリブを作製した。印刷加工したリブは、マシニング加工したプレートと同等な形状のリブを持ち、電池出力も同等だった。

Effect of Dietary Maitake (Grifola frondosa) Mushrooms on Plasma Cholesterol and Hepatic Genw Expression in Cholesterol-Fed Mice

佐藤真由美 (北海道総研機構), 得字佳彦 (帯広畜産大), 米山彰造 (北海道総研機構), 藤井一秋山恭子 (都産技研), 木下幹郎 (帯広畜産大), 知地英征 (藤女子大), 大西正男 (帯広畜産大)

Journal of Oleo Science, Vol.62, No.12, pp.1049-1058 (2013)

(公社) 日本油化学会

マイタケのコレステロールを下げる機能を、DNA マイクロアレイ解析によって明らかにした。コレステロール合成遺伝子発現が低下し、胆汁酸や低密度リポ蛋白受容体の遺伝子発現が変化していた。また、コレステロールの輸送、排出に関する遺伝子発現が上昇していた。マイタケをマウスに摂食させ得られた結果である。

直線部を有する CFRP 製環状ばねの静的および疲労特性

西川康博・小船論史 (都産技研)

強化プラスチック, Vol.60, No.3, pp.13-18 (2014)

(一社) 強化プラスチック協会

CFRP 製環状ばねの静的及び疲労特性について調べた。実用性を考慮し、環状ばねに直線部及び接続平面部を導入した。試験結果より、実測によるばね定数と片持ち梁モデルを基とした計算によるばね定数はほぼ一致した。破壊荷重の約 60% の最大繰返し荷重条件下では、環状ばねの寿命は 200 万回以上となった。円弧部の最内層表面で発生及び蓄積した圧縮損傷が疲労破壊を引き起こした。

液体シンチレーション計測による赤色ガソリン中の ETBE 濃度の定量

永川栄泰・柚木俊二・斎藤正明 (都産技研)

RADIOISOTOPES, Vol.63, No.3, pp.139-143 (2014)

(公社) 日本アイソトープ協会

エチルターシャリーブチルエーテル (ETBE) を 10% もしくは 25% 含む赤色模擬ガソリンを調製し、液体シンチレーション計測 (LSC) により ETBE 濃度の定量を試みた。活性白土/ガソリンの量比が 0.1~0.2 (w/w) の範囲で赤色着色料を吸着除去すると、ETBE 濃度が正しく計測された。活性白土の量が少ないと色素の除去が不完全になり計数効率が低下し、量比が 0.2 を超えると ETBE 濃度が低下した。

Liquid scintillation counting of solid-state plastic pellets to distinguish bio-based polyethylene

永川栄泰・柚木俊二・斎藤正明 (都産技研)

Polymer Testing, Vol.33, pp.13-15 (2014)

Elsevier

ポリエチレン (PE) ペレットのバイオマス由来を液体シンチレーションカウンタ (LSC) で簡易に判別する手法を開発した。バイオ PE ペレットとナフサ PE ペレットを LSC にて計測したところ、バ

イオPEペレットにおいて ^{14}C に由来する高い計数率が計測された。PEペレットは液体シンチレータに溶解しないことを確認した。これらの結果から、液体シンチレータがPEの非晶領域に浸透し、 β 線エネルギーが損失せず溶媒にエネルギー移行がなされ、計数されたと推定された。

外部発表一覧／口頭発表

放射線照射-ESR 法によるカテコールの OH ラジカル消去能測定 の検討

中川清子 (都産技研)

第 105 回日本食品衛生学会講演会

(公社) 日本食品衛生学会

水の放射線分解で生成する OH ラジカルのカテコールによる消去能をスピントラッピング ESR 法で測定する手法を検討した。カテコールの添加量の増加に伴い、OH をトラップしたラジカルの生成量が減少し、OH ラジカル消去能の評価が可能であることを示した。

I1 正則化を用いたロバスト Unscented Kalman Filter とその設計手法 金田泰昌・入月康晴 (都産技研), 山北昌毅 (東工大)

第 57 回システム制御情報学会研究発表講演会

システム制御情報学会

I1 正則化を用いたロバスト Unscented Kalman filter (RUKF) を提案した。この RUKF がラプラス事前分布を仮定した時の最大事後確率推定の枠組みから再導出できること、提案手法のパラメータ設計問題がラプラス事前分布の共分散推定問題に帰着できることを示した。提案手法の有効性を数値シミュレーションにて示した。

金型成形における圧粉体の抽出し易さの一考察

岩岡拓 (都産技研), 藤木章 (芝浦工大)

2013 年度春季大会 (第 111 回講演大会)

(一社) 粉体粉末冶金協会

金型成形において、圧粉後、圧粉体を金型から抽出す際に不具合が生じると、ニアネットシェイプは失われ、焼結性や製品性能の低下を引き起こすため、抽出し易さを評価する実験式を導出し、各種混合粉の圧粉後の抽出し易さに及ぼす影響因子についても検討を行った。

ICP 質量分析法および還元気化原子吸光分析法によるマグネシウム合金中の微量水銀の定量

野呂純二 ((株) 日産アーク), 上本道久 (都産技研)

第 73 回分析化学討論会

(公社) 日本分析化学会

国連の主導で制定される水銀条約に向けて、不純物として材料中の微量水銀の分析を産業界でも検討する必要性が生じてきた。ICP 質量分析法及び還元気化原子吸光分析法を用いたマグネシウム合金中の微量水銀の定量を検討した。

固体 ^{13}C -NMR 法を用いた水素含有アモルファスカーボン薄膜中における炭素原子の sp^2/sp^3 結合比率の定量評価

許俊 (東大), 渡邊禎之・林英男・川口雅弘 (都産技研), 加藤孝久 (東大)

トライボロジー会議 2013 春

(一社) 日本トライボロジー学会

DLC 膜の水素原子含有量や炭素原子の sp^2/sp^3 比は DLC 膜の物

性に相関があると言われており、これらのパラメータを定量的に評価することは重要である。炭素原子の sp^2/sp^3 比の定量評価は NMR で測定することが可能であるが、サンプリング手法や測定時間・感度の面で問題があり困難であった。本発表では、これらの課題を解決して NMR が DLC 膜の評価手法として効果的であることを示した。

ベクトルネットワークアナライザを用いた 60 GHz 帯用ハーモニックミキサーの評価

藤原康平・小林丈士 (都産技研), 柴垣信彦・羽生広 ((株) 日立製作所)

第 16 回短距離無線通信研究会

(一社) 電子情報通信学会

60 GHz 帯のアップ及びダウンコンバータをハーモニックミキサーを用いて試作した。これを、ベクトルネットワークアナライザのパワーセンサによる絶対電力校正とコムジェネレータによる位相校正を行い評価を行った。その結果を補正データとすることで、それぞれコンバータの EVM 値を約 4% 改善することに成功した。

Design Method of Robust Kalman Filter for Multi Output Systems based on Statistics

金田泰昌・入月康晴 (都産技研), 山北昌毅 (東工大)

2013 American Control Conference

IEEE Control Systems Society & American Automatic Control Council

マルチ出力系のロバストカルマンフィルタ (RKF) に関する設計手法を提案した。観測ガウスノイズの統計量を設計することで、外れ値ノイズの事前情報を知らなくとも、RKF のパラメータが自動的に設計されることを示した。外れ値を含む二輪車両系を例題とし、その有効性を数値シミュレーションにて示した。

未利用天然繊維を用いた長繊維複合体の機械的特性

大塚圭 (芝浦工大), 安田健 (都産技研), 村上雅人・腰塚直巳 (芝浦工大)

第 24 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

未利用資源であるバナナの葉部から採取した繊維の用途拡大を目的とし、カード機を用いて化学繊維との複合体を作製し、引張試験で評価を行った。その結果、バナナ繊維と化学繊維の割合が同程度の量の時、最も高い引張強さを示した。

プラズマ処理によるポリエチレンへの染着座席の固定化

榎本一郎, 中村勲, 添田心 (都産技研), 山和男 (工学院大)

第 30 回国際フォトポリマーコンファレンス

フォトポリマー懇話会

ポリエチレン (PE) の染色性改善のため、スルホン酸基等染着座席を持つ薬品類を PE 表面に塗布し、プラズマ処理によって固定化を行った。表面分析により官能基の有無を調べたところ、XPS 分析から官能基の生成が確認できた。

The effects of impregnation with secondary metabolite extracted from Ipe on durability of Japanese cedar and Beech wood

飯田孝彦・小沼ルミ・瓦田研介 (都産技研)

IRG 44

The International Research Group on Wood Protection

イペ材から抽出した二次代謝物の注入がスギ材の耐朽性に及ぼす影響について検討した。高耐朽性樹種イペ材の二次代謝物を抽出し、耐朽性の低いスギ材に注入し耐朽性の付与を試みた。浸漬法により抽出した成分の注入試験片は、強制腐朽後の質量減少率が3%以下であり、スギ材に耐朽性が付与できた。注入試験片はかさ効果がみられ、抽出成分は仮道管内部に加え細胞壁内にも浸透していることが示唆された。

バイオポリエチレンの放射性炭素を液体シンチレーションカウンタで測定する方法の開発

永川榮泰・柚木俊二・斎藤正明 (都産技研)

第50回アイソトープ・放射線研究発表会

(公社) 日本アイソトープ協会

バイオプラスチックの適切な普及に際しては、バイオ/化石の由来判別技術が不可欠である。溶媒がポリマーに浸透する現象に着目し、シンチカクテルにPEペレットを浸漬することにより、バイオ/化石の由来がLSCで判別可能であることを示した。

Press-shaving characteristics of ultrahigh-strength steel sheets

村川正夫 (日工大), 中村健太 (都産技研), 塩野目富夫・小室文稔・室義一郎 ((株) ムロコーポレーション), 古閑伸裕 (日工大)

16th annual ESAFORM Conference on Material Forming

GRIDS Research Group

SK85を熱処理して1823MPaの引張強度にした材料の穴抜き加工において、シェービング加工を行うことで切口面が全面せん断面となることが分かった。また、板厚とシェービング代の比で定義されるクリアランスにより、せん断面を得やすい条件を実験的に見出した。

高強度鋼板せん断面の遅れ破壊

小室文稔 ((株) ムロコーポレーション), 村川正夫 (日工大), 塩野目富夫 ((株) ムロコーポレーション), 中村健太 (都産技研), 室義一郎 ((株) ムロコーポレーション), 古閑伸裕 (日工大)

2013年度塑性加工春季講演会

(一社) 日本塑性加工学会

980 MPa 超級のいわゆる超々ハイテン材のせん断面の性状と遅れ破壊の発現の有無の関係を調べるために、焼入れ処理により1823 MPaの引張強度にした試験片を用いてシェービング加工を行った結果、遅れ破壊が生じにくい条件を実験的に見出した。

プレスシェービングによる超高強度鋼板の平滑穴抜き加工

塩野目富夫 ((株) ムロコーポレーション), 村川正夫 (日工大), 小室文稔 ((株) ムロコーポレーション), 中村健太 (都産技研), 室義一郎 ((株) ムロコーポレーション), 古閑伸裕 (日工大)

2013年度塑性加工春季講演会

(一社) 日本塑性加工学会

980 MPa級の引張強度を有する、いわゆる超ハイテン材の穴抜き加工において、シェービング加工を行うことで切口面が全面せん断面となることが分かった。また、板厚とシェービング代の比で定義されるクリアランスにより、せん断面を得やすい条件を実験的に見出した。

素子の特性バラツキを補正したFPGA向けタイミング検証手法

岡部忠 (都産技研)

JPCA show 2013 アカデミックプラザ

(一社) 日本電子回路工業会

半導体の製造過程では素子のばらつきが生じてしまい、微細化の進むFPGAではこの素子ばらつきが性能に及ぼす影響が大きな問題となっている。そこで、FPGA向けの素子ばらつきを補正することができるタイミングシミュレーション手法を提案した。提案手法を用いることで、素子の特性ばらつきを利用した新たなアプリケーション創出の手助けとなることが期待できる。

Determination of Trace Amounts of Mercury in Magnesium Materials Toward the Mercury Treaty

上本道久 (都産技研), 野呂純二 ((株) 日産アーク)

11th International Conference on Mercury as a Global Pollutant

United Nations Environmental Programme

水銀の国際的な取引を禁止する水銀条約が2013年に発効されるが、工業材料中の水銀を定量する手法を開発する必要がある。本研究ではISO提案に向けた、マグネシウム材料中の微量水銀定量法について開発成果を発表した。

放射線照射-ESR法によるカテコールのOHラジカル消去能測定におけるpHの影響

中川清子・関口正之 (都産技研)

日本食品科学工学会第60回記念大会

(公社) 日本食品科学工学会

水の放射線分解で生成するOHラジカルのカテコールによる消去能をスピントラッピングESR法で測定する方法において、pHの影響を調べた。カテコール添加によるOHラジカルの減少効率は、中性溶液中では、酸性溶液中の1/2程度であり、分析においてpHの制御が重要であることを示した。

船舶輸送振動によるパッションフルーツ果実の有機酸変動

小西毅 (都産技研), 宗芳光 (東京都小笠原亜熱帯農業センター), 数野千恵子 (実践女子大)

日本食品科学工学会第60回記念大会

(公社) 日本食品科学工学会

低温保存かつ外力freeの果実を輸送工程で発生する振動を与え、その後常温保存し、有機酸濃度を測定した。結果より、振動レベル・加振時間と保存期間の有機酸濃度の変化を調べ、振動を与えない果実の有機酸濃度との相関を明らかにした。与える振動は、船舶や貨物自動車で発生する振動レベル及び果皮の共振振動数で加振し、0, 3, 5, 7, 10日間保存後の状態を報告した。

LED 電球の全光束安定度評価方法の開発

澁谷孝幸・岩永敏秀・横田浩之（都産技研）

第 46 回照明学会全国大会（2013）

（一社）照明学会

LED 照明器具の全光束測定において精度の良い出力安定度評価を行うため、LED 照明器具の全光束一時間特性モデルを提案し、検証を行った。検証の結果、モデル式と実験値は高い寄与率を示し、モデル式の妥当性が確認された。本モデル式を用いてフィッティング処理を行い、全光束出力の経時変化に寄与するパラメータを抽出することで、製品性能の明確化や、高精度な安定度評価が可能になると考えられる。

色見えを改善した LED 照明器具の試作その 2（2013）

岩永敏秀・中村広隆（都産技研）、市原茂・山下利之・下川昭夫・石原正規（首都大）

第 46 回照明学会全国大会（2013）

（一社）照明学会

色見えの良い LED 照明の実現を目指して、視感評価実験結果を基にした分光分布設計方法を開発した。本分光分布設計方法を利用して試作した LED 照明器具の色見えの検証を視感評価実験により行った。その結果、分光分布設計で想定した色見えの効果（昼光の色見えに近い、赤色を鮮やかに見せる）を確認することができた。

面発光パネル照明に対応した小型配光測定装置の開発

横田浩之・岩永敏秀・澁谷孝幸（都産技研）

第 46 回照明学会全国大会（2013）

（一社）照明学会

現在一般的に行われている配光測定では、光源を点光源とみなせる測光距離（発光面の最大寸法の 5 倍以上）を確保する必要があるため、配光測定装置は広い空間を必要としていた。本研究では、面発光体の測定範囲を細分化し、自動ステージにより走査して測定する新しい配光測定方法を開発した。これにより装置の大幅な小型化を実現した。

CFRP 製環状ばねの基本特性評価

西川康博・小船論史・佐野宏靖（都産技研）

日本機械学会 2013 年次大会

（一社）日本機械学会

円弧部と直線部、接続平面部で構成される一方向強化 CFRP 製環状ばねを製作した。この環状ばねの静的及び繰り返し荷重下における基本特性を評価し、また、損傷過程を明確にした。

クエン酸ニッケルめっきの電子部品用下地めっきへの適用

浦崎香織里・竹村昌太・土井正（都産技研）、山下嗣人（関東学大）

表面技術協会第 128 回講演大会

（一社）表面技術協会

環境対応型ホウ素フリーニッケルめっき（クエン酸ニッケルめっき）を電子部品用めっきに適用することを目的とし、陰極板を回転させてめっきを行う装置を用いて皮膜を作製し、皮膜特性評価を行った。その結果、クエン酸ニッケルめっきを下地とした金めっき

皮膜の耐食性は従来法よりも優れていることが分かった。これは、ニッケルの配向性が従来法と異なるため、粗さの小さい皮膜を形成することに起因すると考えられる。

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）

5th World Tribology Congress

The Italian Tribology Association

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。真空中では SUS 材の組成が摩擦特性に影響を与え、低摩擦係数となる組成では、試験後の表面に黒鉛に類似した生成物があることが分かった。

減圧水素環境下における DLC 膜の低摩擦現象に関する研究

大嶋健太・坪井涼・佐々木信也（理科大）、徳田祐樹・川口雅弘（都産技研）

トライボロジー会議 2013 春

（一社）日本トライボロジー学会

DLC 膜は、真空中や乾燥窒素などの不活性環境において、著しく低い摩擦係数を示すことが知られている。本研究では減圧水素環境下における水素含有 DLC 膜の超低摩擦現象について所定の実験を行い、発生メカニズムについて検討した。

水素雰囲気下におけるナノ積層した DLC 複合膜の極超潤滑特性

草場亮太・野坂正隆・崔峻豪・加藤孝久（東大）、川口雅弘（都産技研）

トライボロジー会議 2013 春

（一社）日本トライボロジー学会

DLC/PLC 複合膜について、水素雰囲気下でしゅう動試験を行った。その結果、0.001 を下回るような極超低摩擦が発現することを確認した。また、Erdemir らが提唱する低摩擦発現メカニズムなどについて検討した。

Lubrication effect of hydrogen on superlubricity in ion vapor deposited a-C:H:Si films

陳新春（東大）、川口雅弘（都産技研）、崔峻豪・野坂正隆・加藤孝久（東大）

トライボロジー会議 2013 春

（一社）日本トライボロジー学会

DLC 膜 (a-C:H:Si) についてしゅう動試験を行い、摩擦メカニズムを表面組成（官能基）及び相対湿度の観点で検討した。その結果、特に相対湿度の制御が低摩擦を発現する重要なパラメータであることを見出した。

Raman study of DLC films prepared by Bipolar PBII&D

崔峻豪・日比裕子・加藤孝久（東大）、川口雅弘（都産技研）

World Tribology Congress 2013

Centro Congressi Internazionale

バイポーラ PBII&D を用いて DLC を成膜し、その材料的特性に

ついてラマン分光法を用いて検討した。その結果、DLC 膜の材料的・機械的特性とラマンパラメータの間に密接な相関があることを見出し、ラマンパラメータによる簡易評価の可能性について検討した。

Effects of hydrogen on friction and wear behavior of DLC films

佐々木信也・大嶋健太・坪井涼(理科大), 川口雅弘(都産技研)

World Tribology Congress 2013

Centro Congressi Internazionale

重畳型 PBII&D を用いて DLC を成膜し、減圧水素雰囲気下でしゅう動試験を行った。その結果、減圧水素の圧力やしゅう動条件が摩擦係数に及ぼす影響が大きいことを確認した。また、減圧水素環境下における摩擦現象のメカニズムについて検討した。

Effects of Air-Injection Press on Emission of Volatile Organic Compounds from Particleboard

瓦田研介・浜野智子・水越厚史・小沼ルミ・飯田孝彦(都産技研), 高麗秀昭(森林総研)

International Conference on Wood Adhesives 2013

Forest Products Society

空気噴射プレス(AIP)で製造したパーティクルボードのVOC放散性について調べた結果、AIPを用いた場合は圧縮空気と共にホルムアルデヒドが外部に排出されることを見出した。製造したボードのホルムアルデヒド放散量はAIPを使用した場合が最も少なかった。

HIPIMS 法による TiAlN 薄膜形成とそのトライボロジー特性評価

清水徹英(首都大), 小宮英敏・渡部友太郎・寺西義一・長坂浩志(都産技研), 楊明(首都大)

日本機械学会 2013 年次大会

(一社) 日本機械学会

高出力インパルスマグネトロンスパッタリング(HIPIMS)法によりTiAlN薄膜を作製した。膜の機械的特性評価及びトライボロジー特性評価を行い、従来のDCスパッタ法により作製した薄膜との比較を行った。

多結晶ダイヤモンド膜の鋼材との摩擦特性

中村健太・玉置賢次(都産技研), 神田一隆(福井工大)

トライボロジー会議 2013 秋

(一社) 日本トライボロジー学会

CVDダイヤモンドとステンレス材の真空下のしゅう動において、SUS304を用いた場合に低摩擦係数となることを見出した。一方で、SUS304を用いても高摩擦係数となる場合があり、この時SUS304に形成される炭素膜の構造が、低摩擦の場合と異なることが分かった。

ゼラチンの3重らせん回復現象による高密度コラーゲン線維マトリックスゲルの作製

柚木俊二・大藪淑美・畑山博哉(都産技研)

第62回高分子討論会

(公社) 高分子学会

コラーゲン線維マトリックスは密度を高くできないことが課題であった。いったんコラーゲンを熱変性して濃度を高め、変性状態からのコラーゲン構造回復現象によって高密度コラーゲン線維マトリックスを作製する方法を開発した。

インタラクティブ型触覚グラフィクスディスプレイの大域情報取得手法

島田茂伸(都産技研), 村瀬悠・下条誠(電通大)

第69回福祉情報工学会

(一社) 電子情報通信学会

素手による直接操作機能とテキスト情報の音声出力機能を付加したインタラクティブ型触覚グラフィクスディスプレイの開発を続けてきた。被験者実験からユーザが自己位置を喪失することが知見として得られた。本発表ではディスプレイの複数画面に及ぶ大面積コンテンツを対象に、大域情報を通達するデバイス「触覚スクロールバー」の提案を行い、その実装と評価について述べた。

台風時の降水中のT動態と各種イオン動態

山田龍太・相馬亨之・今泉洋・狩野直樹(新潟大), 斎藤正明(都産技研), 加藤徳雄(愛媛医科大), 石井吉之(北大)

第50回アイソトープ・放射線研究発表会

(公社) 日本アイソトープ協会

降水試料を固体高分子電解濃縮し、トリチウム濃度を測定した。気象学における後方流跡線解析を行い、海洋気団の経路を考慮したところ、台風時の降水トリチウムの濃度低下現象に海洋トリチウムの影響が大きく寄与することを示した。

アルミニウム合金スクラップの迅速種別判定方法の検討

湯川泰之・山田健太郎・上本道久(都産技研)

第24回廃棄物資源循環学会研究発表会

(一社) 廃棄物資源循環学会

アルミニウムリサイクルの現場分析における合金識別の向上を目的とし、可搬型蛍光エックス線分析装置及び反発式硬度計を用いた合金種別判定法を検討した。硬さ評価を用いることで、蛍光エックス線分析のみでは識別の困難な1000系と6000系の識別が可能であることを示した。

介護者(看護師、患者のために手技を習得して認められた家族)が行うインスリン注射でのフレックスタッチの利便性

薬師寺史厚・安田睦子・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(労働科学研), 廣井直樹(東邦大), 木下博之(墨東病院)

第56回日本糖尿病学会年次学術集会

(一社) 日本糖尿病学会

フレックスタッチ(FT)を含むペン形注射器3種で25名を対象者として自己注射と介護者による注射(非自己注射)を模擬で行い、質問紙法により持ちやすさ等14項目について比較した。FTは非自己注射において安定性等の項目で他に優り、利便性が高いことを示した。

過共晶 Al-Si 合金と 2024 アルミニウム合金の異材摩擦攪拌接合性

青沼昌幸 (都産技研), 中田一博 (阪大接合研)

軽金属学会第 125 回秋期大会

(一社) 軽金属学会

過共晶 Al-Si 合金を, 高比強度軽金属材料の A2024 超ジュラルミンと摩擦攪拌接合し, 粒状 Si を含む金属組織と化学組成, 硬さ及び塑性流動性が, 接合性に及ぼす影響について検討した。

水素化摩擦触媒による DLC 複合膜の摩擦フリー特性

野坂正隆・草場亮太・崔俊豪・加藤孝久 (東大), 川口雅弘 (都産技研)

トライボロジー会議 2013 秋

(一社) 日本トライボロジー学会

PLC/DLC 複合膜を水素雰囲気中でしゅう動し, 成膜条件と摩擦特性との関係について検討した。その結果, 各種成膜条件が摩擦現象におよぼす影響について検討し, 摩擦フリーを達成する各種成膜条件の適切化を行った。

Gas-surface interfacial tribochemistry and superlubric mechanism of a-C:H:Si films in different gaseous atmospheres

陳新春 (東大), 川口雅弘 (都産技研), 崔俊豪・野坂正隆・加藤孝久 (東大)

トライボロジー会議 2013 秋

(一社) 日本トライボロジー学会

a-C:H:Si 膜を混合ガス雰囲気中でしゅう動し, そのトライボロジー特性について材料構造の観点で検討した。また, 摩耗痕分析を行い, 摩耗表面のトライボケミカル反応に及ぼす各種ガスの影響について明らかにした。

ゴムへの DLC 成膜と摩擦低減効果

藤邨克之 (セントラル技研工業 (株)), 村木正芳 (湘南工大), 中村健太 (都産技研)

第 24 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

ゴムや樹脂などの材料に, 簡単に短時間で DLC を成膜できる装置を開発した。この装置により DLC を成膜したゴムは, 金属との乾燥摩擦において摩擦係数が 0.2 以下となることが, ボールオンディスク摩擦試験機による実験から分かった。この摩擦係数は, 成膜していないゴムのその半分以下であり, ゴムのしゅう動部を持つ部材での省エネルギー化が期待できる。

DLC コーテッドゴムの表面形態による摩擦・摩耗の低減

藤邨克之 (セントラル技研工業 (株)), 高井治 (関東学大学), 村木正芳 (湘南工大), 中村健太 (都産技研)

第 128 回表面技術協会講演大会

(一社) 表面技術協会

DLC を成膜したゴムは, 金属との乾燥摩擦において摩擦係数が 0.2 以下となることが, ボールオンディスク摩擦試験機による実験により分かった。更に, 摩擦係数低減メカニズムについて, 成膜後の表面形態との関係性を見出すことができた。

DLC コーテッドゴムの摩擦・摩耗特性

藤邨克之 (セントラル技研工業 (株)), 中村健太 (都産技研), 村木正芳 (湘南工大)

秋季研究発表講演会 (2013)

(公社) 日本設計工学会

DLC を成膜したゴムは, 金属との乾燥摩擦において摩擦係数が 0.2 以下となることが, ボールオンディスク摩擦試験機による実験により分かった。また, DLC を成膜するだけではその方法により摩擦・摩耗特性に違いが出るということが分かった。

境界潤滑下における水酸基導入型ポリアクリレートの摩擦-速度特性

村木正芳 (湘南工大), 中村健太 (都産技研), 瀬上高博 (湘南工大),

山本賢二 ((株) ADEKA)

秋季研究発表講演会 (2013)

(公社) 日本設計工学会

水酸基を導入した油性ポリアクリレート添加油の摩擦-速度特性を, ピンオンディスク試験により調べた。その結果, 水酸基非導入型と比べて, 速度が変化する時の摩擦係数の変動が小さいことが分かった。特に, 急減速においても良好な摩擦-速度特性となることが分かった。

アクリレート系ポリマー添加油のトライボ特性

村木正芳・瀬上高博 (湘南工大), 中村健太 (都産技研), 山本賢二

((株) ADEKA)

トライボロジー会議 2013 秋

(一社) 日本トライボロジー学会

水酸基を導入したアクリレート系ポリマー添加油の低速領域での油膜形成能やトラクション特性は, 水酸基を導入しないポリマーに比べて優れており, これは, 水酸基が金属表面に吸着することで潤滑性能が向上したためであることが分かった。また, 比較的シビアな潤滑状態においては, ポリマー由来の反応膜が形成することでトライボ特性が向上することが分かった。

境界潤滑特性と表面性状パラメーターの相関に関する解析

佐々木千明・坪井涼・佐々木信也 (理科大), 是永敦 (産総研), 徳田祐樹 (都産技研)

トライボロジー会議 2013 春

(一社) 日本トライボロジー学会

しゅう動部品において, 部品表面の表面粗さはしゅう動特性に影響を及ぼす因子の一つとして知られている。一方で, 摩擦現象と粗さの関係性は, 十分な体系化が成されていないというのが現状である。本研究では, 切削加工により幾何学的な形状を作成し, 加工面における摩擦特性を調査することで, 粗さによる摩擦現象への影響を解明した。

境界潤滑特性を支配する表面幾何形状パラメータに関する研究

佐々木千明・坪井涼・佐々木信也(理科大), 是永敦(産総研), 徳田祐樹(都産技研)

トライボロジー会議 2013 秋

(一社) 日本トライボロジー学会

近年, しゅう動部品の低摩擦を目標とした, 摩擦面に適用すべき最適な表面形状の解明が急務とされている。本研究では, ダイヤモンドバイトにより作成した微細な表面形状を持つサンプルの摩擦特性と表面粗さパラメータの相関性を調査することで, 粗さと摩擦の関係性についての解明した。

境界潤滑特性と表面性状パラメータの相関に関する解析

佐々木千明・坪井涼・佐々木信也(理科大), 是永敦(産総研), 徳田祐樹(都産技研)

日本機械学会 2013 年次大会

(一社) 日本機械学会

近年, 機械しゅう動部品の摩擦特性向上のために, 表面粗さの制御などの試みがなされている。一方で, どのような表面粗さが最適であるかや, どの表面粗さパラメータが指標として適切であるかは十分な解明が成されていない。本研究では, 境界潤滑化における摩擦面において, 摩擦係数の低減を実現する表面粗さパラメータについて調査を行った。

Analysis of Correlation between Boundary Lubrication Property and Geometry parameters of surface

佐々木千明・坪井涼・佐々木信也(理科大), 是永敦(産総研), 徳田祐樹(都産技研)

The 5th International Conference on Manufacturing Machine Design and Tribology

(一社) 日本機械学会及び大韓機械学会

近年, 機械しゅう動部品の摩擦特性向上のために, 表面粗さの制御などの試みがなされている。一方で, どのような表面粗さが最適であるかや, どの表面粗さパラメータが指標として適切であるかは十分な解明が成されていない。本研究では, 境界潤滑化における摩擦面において, 摩擦係数の低減を実現する表面粗さパラメータについて調査を行った。

Measurement of Hand Skin Deformation in Dexterous Manipulation

佐々木智典(都産技研), 橋本洋志(産技大)

39th Annual Conference of the IEEE Industrial Electronics Society

Institute of Electrical and Electronics Engineers

器用な操作の解析のため人間の手における皮膚変形の計測について述べた。本研究では手の器用な操作を解析し, これに基づく新たなツールを開発することで製品形状の設計に役立てることを目指した。皮膚の変形の計測には高速度撮影及び画像相関法を利用したことを紹介した。

銀含有抗菌性創傷被覆材のリスクとベネフィット

柚木俊二(都産技研), 光田益士(アルケア(株)), 大藪淑美・畑山博哉・関口正之(都産技研), 久保貴史・岩寄徹治(アルケア(株))

第43回日本創傷治癒学会

(一社) 日本創傷治癒学会

銀含有創傷被覆材として, アルケア社品及び他社品2点の抗菌特性及び細胞毒性を評価した。Ionic Agを含有した他社品と比較して, スルファジアジン銀(AgSD)を含有したアルケア社品の銀イオンの溶出量は低かった。その結果, 細胞毒性はアルケア社品が最も低かった。しかし, その銀イオン溶出量は創傷感染菌に対して抗菌性を示すに十分であった。

クラスタフィルタリングを用いた振動試験機の制御に関する実験的検討

福田良司(都産技研)

Dynamics and Design Conference 2013

(一社) 日本機械学会

振動試験としては高い周波数領域である, 2000 Hzまでの加振を想定した新たな制御方法として, クラスタフィルタリングを用いた手法を提案した。従来の1点制御と比較し, 今回提案した手法の優位性について, 実験的に検討した。

施設間細胞輸送用キャリアとしてのゼラチンハイドロゲルの可能性

柚木俊二・大藪淑美(都産技研)

第62回高分子討論会

(公社) 高分子学会

生体温度でゾル化し, 室温への温度低下でゲル化する非分解型ゼラチンに着目し, 細胞を輸送するハイドロゲルキャリアとして有用であることを実証した。輸送を想定したゾルゲル工程において, 細胞生存率はほとんど低下しなかった。

炭素繊維/ポリプロピレン複合体の衝撃特性

安田健(都産技研)

成形加工シンポジウム'13(2013)

(一社) プラスチック成形加工学会

アスペクト比のある炭素繊維とポリプロピレンの複合体について, 射出成形の条件を変えて, 試験片を作製した。成形条件により炭素繊維の配向状態が変化することを確認し, そのときの衝撃特性と曲げ特性について報告をした。

Micro Magnetic Patterning of Thin Film Neodymium Magnet for MEMS Devices

藤原良元・進士忠彦(東工大), 上原稔(日立金属(株)), 加沢エリト(都産技研)

5th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology

Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology

電磁駆動型MEMSデバイスに必要な, 薄膜永久磁石(TFPM: thin film permanent magnet)の微細着磁法を開発した。静磁場環境に設置した薄膜永久磁石基板に波長532 nmのグリーンレーザを照射し局所加熱することで磁化反転した微細パターンが得られることを見出した。

純マグネシウム粉末の Puls 通電加圧焼結に及ぼす元素粉末添加の影響

岩岡拓・青沼昌幸（都産技研），中村満（岩手大）

秋季大会（第 112 回講演大会）（2013）

（一社）粉体粉末冶金協会

パルス通電加圧の単軸成形の焼結により，鑄放し材より高強度かつ高延性なマグネシウム焼結体を作製するために，焼結組織及び焼結体強度に及ぼす元素粉末の種類や添加量の影響について検討した。

照射食品の検知：TL 法の校正照射における線量評価の課題

関口正之（都産技研）

第 49 回日本食品照射研究協議会 教育講演会

日本食品照射研究協議会

TL 法の校正照射において異なる照射施設で同じ鈹物試料群に対して同一線量を照射した場合に，一定の傾向で異なる TL 比を示す事例があった。この原因を調べるため，ペレット及びフィルム状アラニン線量計，TLD-100 素子を TL 試料皿内部にいれ線量を評価し，試料皿に一定量付加した標準鈹物の TL 比の変動を調べた。その結果，照射野の散乱線や試料皿からの後方散乱線が薄層の線量計や標準鈹物の線量値を大きくしていた。

照射食品の検知：アルカリ処理の TL 法，ESR 法へ応用

関口正之（都産技研）

第 49 回日本食品照射研究協議会 教育講演会

日本食品照射研究協議会

骨を含む魚粉やコンキオリン蛋白を含む貝殻（ムール貝等）の試料に対して，高温・高濃度の HCl で加水分解シタンパク質を除去するのではなく，高濃度の NaOH で 70℃，30 分程度作用させ蛋白質を可溶化して除く方法を検討した。魚粉では骨成分と鈹物質を分別でき TL 法及び ESR 法での測定ができた。貝殻では照射試料を ESR 測定後，400℃ 15 min のアニール処理によりラジカルの消去ができた。

べっ甲業界へのデザイン支援

上野明也（都産技研）

第 20 回職業能力開発研究発表講演会

職業能力開発総合大学校

べっ甲は東京都伝統工芸品産業振興対策要項に基づき東京都の「伝統工芸品」として指定されている産業である。近年では樹脂製品などに押さるなどして，今後商売を継続していくのは厳しいというのが現状である。そのような問題を解決するため，東京都べっ甲組合連合会より新たなべっ甲製品の開発依頼があり，共同で今までにない新しいべっ甲製品の開発を紹介した。

Preparation of high-density collagen matrix via denaturation and renaturation of triple helix

柚木俊二・大藪淑美・畑山博哉（都産技研）

TERMIS-AP 2013 Annual Conference

Tissue Engineering and Regenerative Medicine International Society

細胞包埋用コラーゲン線維マトリクスゲルの密度を高めるために，出発物質をコラーゲンからゼラチンに変更した。分子鎖の切断が最小化された非分解型ゼラチン（UCG）を用いることで，高濃度ゼラチンにコラーゲンらせんを回復させ，高密度コラーゲンマトリクスを作製する技術を開発した。細胞を UCG ゲルで包埋する操作は細胞生存率を低下させなかった。UCG は細胞移植用マトリクスとして有用であることを示した。

Evaluation of uncleaved gelatin as a potential carrier for cell transportation

柚木俊二・大藪淑美（都産技研）

TERMIS-AP 2013 Annual Conference

Tissue Engineering and Regenerative Medicine International Society

室温において細胞を輸送可能なゲルキャリアとして，非分解型ゼラチン（UCG）のゲル化特性を評価した。輸送環境を想定した動的粘弾性測定の結果，室温でゲル状態を維持した後に 37℃で溶解した。更に UCG ゲルに細胞を包埋したところ，ゲル中の細胞生存率は 7 日後も低下しなかった。細胞輸送キャリアとしての UCG ゲルの利用可能性を示した。

画像合成を用いた亀裂検出システム

富山真一・大平倫宏（都産技研）

ディペンダブルコンピューティング研究会（2013.12）

（一社）電子情報通信学会

製品や構造物の亀裂検出技術は，故障，崩壊を未然に防止する重要な技術であるが，検査者の負担が膨大となる。そこで，我々は，複数の画像から 1 枚のパノラマ画像を作成する画像合成技術を活用した亀裂検出システムを開発した。

Mechanical properties of modified banana fiber /aliphatic polyester

安田健・梶山哲人（都産技研）

Asian Workshop on Polymer Processing in India 2013

Polymer Processing Academy

未処理のバナナ繊維（BF），アルカリ処理したバナナ繊維（BF-A），アルカリ処理し繊維方向に張力をかけたバナナ繊維（BF-AT）とポリブチレンサクシネート（PBS）を用いた。バナナ繊維の添加量を増加させることにより，曲げ弾性率と曲げ強さは高くなり，シャルピー衝撃強さは，BF-A/PBS 複合体が最も高くなった。

Band-gap expansion of tungsten oxide quantum dots synthesized in sub-nano porous silica

渡辺洋人（都産技研），緒明裕哉・今井宏明（慶大）

5th PCGMR/NCKU Symposium

Promotion Center for Global Material Research

多孔質シリカの細孔を 0.7~1.1 nm 制御可能にした。細孔を鋳型として WO₃ サブナノ量子ドットを合成，量子サイズ効果によりバルクやナノ粒子では不可能な分子状酸素の光一電子還元が可能になることを見出した。

手動作解析のための柔軟な構造を有する手モデルの構築

佐々木智典 (都産技研), 橋本洋志 (産技大)

第14回計測自動制御学会システムインテグレーション部門講演会
(公社) 計測自動制御学会

本研究では人間の手動作の解析を行うためユーザの手に運動して動力学シミュレーション空間内で動作する手モデルを構築している。本発表では、実際の手が有する柔軟な構造の操作への影響を検討できるように、柔軟な構造を導入した手モデルについて述べた。

コリンエステラーゼ阻害率による有機リン系難燃剤の毒性評価について

野口美由貴 (成蹊大), 水越厚史 (都産技研), 柳沢幸雄 (東大), 山崎章弘 (成蹊大)

室内環境学会学術大会 (2013)

(一社) 室内環境学会

有機リン系難燃剤のコリンエステラーゼ阻害率を測定したところ、LD50 と負の相関が確認されたため、毒性評価に使用できる可能性が示唆された。

Development of Die Hard GEM using PTFE Insulator Substrate

若林正毅・玉川徹・武内陽子・竹谷篤・青木一哉 (理研), 小宮一毅 (都産技研), 浜垣秀樹 (東大)

MPGD 2013 & 11th RD51 collaboration meeting

欧州原子核研究機構

通常 GEM フォイルは絶縁層にはポリイミド/LCP(Liquid Crystal polymer) フィルムが用いられる。また、電極の成形、加工の難しさ、コストなどの問題で他のフィルムを用いて試作をされた例はほとんどない。我々は炭化の原因がトラッキング現象であると考え、従来のものに比べアーク放電特性が強い PTFE フィルムを絶縁層とした GEM を考案、作製した。

粉末焼結型積層造形法への異方性強度則の適用

木暮尊志 (都産技研)

第45回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム

(一社) 日本非破壊検査協会

粉末焼結型積層造形法は3Dデータから直接部品を作り出す工法の一つである。この工法による造形品の力学的特性は異方性を示すことが知られている。しかしながら、この異方性に関する報告は少ないのが現状である。本研究ではナイロン12による造形品の引張強度、破断伸び、弾性率の異方性について調査し、異方性材料に対し良く用いられる破壊則が適用可能であるかを検討した。

レイヤ構造ルーティングによるセンシング情報の高効率な伝送技術

中川善継・入月康晴・山口隆志 (都産技研)

知的環境とセンサネットワーク研究会 (2014.1)

(一社) 電子情報通信学会

センサデータのモニタリングでは幾つもの収集と転送が相互間で繰り返行われ伝送される。屋外フィールドでの無線センサネットワークにおいて、レイヤ構造により収集と転送を区分することで

伝達を延伸し、遅延を低下させる高効率なルーティング手法を提案した。

Sr を構造中に取り込んだカルサイト:非晶質炭酸カルシウムからの結晶化

鍵裕之・松沼智史・丸山浩二 (東大), 吉野徹 (都産技研)

日本地球化学会第60回年会 (2013)

日本地球化学会

ストロンチウム含有非晶質炭酸カルシウムを加熱等の方法で結晶化させることで不適合元素であるストロンチウムを結晶構造中に取り込んだカルサイトの合成に成功した。これにより、従来困難であった元素についても非晶質相を経由することでカルサイトへドーピングできる可能性が示された。

準安定相ファーテライトの圧力応答及び未知高压相の発見

丸山浩二・小松一生・鍵裕之 (東大), 吉野徹 (都産技研), 中野智志 (物材機構)

日本地球化学会第60回年会 (2013)

日本地球化学会

炭酸カルシウムの準安定相であるファーテライトについて加圧実験を行い、4.7 GPa 以上の圧力で未知の高压相へ相転移することを発見した。また、相転移後に常圧へ回収すると、ファーテライトだけではなく、一部がカルサイトへ相転移するという不可逆の相転移を示すことが明らかとなった。

生体信号センサの電磁イミュニティ確保に関する調査

村上真之・志水匠・入月康晴 (都産技研)

環境電磁工学研究会 1 月期研究会

(一社) 電子情報通信学会

生体信号を機器の制御に用いる場合、生体信号の検出は外来の電磁妨害波に影響されやすいため、駆動部をもつ生活支援用機器においては電磁ノイズ対策が必要である。本発表では、従来の生体信号センサに用いられるノイズ対策手法を調査し、機器の安全確保のためのノイズ対策について述べた。

放射 RF 電磁界印加時のロボットの安全機能の検証

風間智・池田博康 (労働安全総合研), 村上真之 (都産技研)

環境電磁工学研究会 (2013.12)

(一社) 電子情報通信学会

生活支援ロボットの安全機能に対し、放射 RF 電磁界イミュニティ試験を実施するための自動計測システムを構築し、その実用性を検証した。

基板対基板接続コネクタのグラウンド構造によるケーブル放射ノイズの影響

佐野宏靖 (都産技研), 山下俊紀・時川昌大 (サンリツオートメイション (株))

第28回エレクトロニクス実装学会講演大会

(一社) エレクトロニクス実装学会

電子機器にはコネクタが多く使用されているが、コネクタのグラ

ンド構造によっては、クロック等の高調波ノイズが顕著になることがある。本研究では、内部コネクタが発生させる放射ノイズの伝搬経路とその対策手法について考察した。

小型共晶点セルによる熱電対の高温度校正

佐々木正史・沼尻治彦（都産技研）

計測研究会（2014.3）

（一社）電気学会

現在、共晶点を用いた熱電対校正において、再現性の良い安定したプラトーンを実現するためには専用の共晶点実現装置と大型のセルが必要である。一方、我々は、簡易に実現可能な小型共晶点セルを開発し、不確かさ評価を行った。

XeFAによる熱拡散率測定信頼性評価

沼尻治彦・佐々木正史・飛澤泰樹・林孝星・山中寿行・吉野徹・大久保一宏（都産技研）

計測研究会（2014.3）

（一社）電気学会

省エネルギー等の熱利用から回路の小型集積化による熱対策に至るまで、あらゆる場面で注目されている熱拡散率について4種類の試料をもとにキセノンフラッシュアナライザーによる測定の繰り返し性等の測定の信頼性について評価した。

木材腐朽菌が放散した揮発性メタボライト（MVOC）の解析

小沼ルミ・瓦田研介・水越厚史・飯田孝彦（都産技研）、吉田誠（農工大）

第64回日本木材学会大会

（一社）日本木材学会

MVOCを測定及び分析することによって腐朽の進行状況や原因菌種を特定することを目的に、担子菌が放散するMVOCのサンプリング手法を確立すると共に、木材腐朽に伴って担子菌が放散するMVOCの解析を行った。

ハーモニック・ミキサを用いた60GHz帯超広帯域無線通信用周波数変換器の開発

藤原康平・小林丈士（都産技研）、柴垣信彦・羽生広（(株)日立製作所情報・通信システム社）

電子情報通信学会総合大会（2014）

（一社）電子情報通信学会

将来の近距離用超高速無線通信の規格であるIEEE802.11ad/15.3cの普及を見込み、低価格・普及型のミリ波評価装置の実用化を図る必要がある。我々は非常に簡単な回路構成が可能なハーモニック・ミキサに着目し、これを用いたダウンコンバータを開発した。スカラミキサ校正と位相校正を施したベクトルネットワークアナライザで取得した補正値をコンバータへ適用することで、実用的な計測精度が保証できた。

軽量ブロック暗号LBlockのFPGA実装と性能評価

岡部忠・志水匠・藤原康平・小林丈士・武田有志（都産技研）

電子情報通信学会総合大会（2014）

（一社）電子情報通信学会

近年ではマイコンなどの軽量なデバイスに対しても高いセキュリティ性能が要求されているが、AESなどの標準化されたブロック暗号では軽量なデバイスに実装することが難しい。そこで軽量なデバイス向けの軽量ブロック暗号が近年盛んに開発されている。軽量ブロック暗号の一つであるLBlockを小規模なFPGAに実装し、既に提案されている数種の軽量ブロック暗号との性能比較を行った。

LSPRガスセンサの開発

加沢エリト・紋川亮・中川朋恵・杉森和博（都産技研）

電気学会全国大会（2014）

（一社）電気学会

金（Au）ナノドット基板に多孔質体を積層することで、幅広いガス濃度に応答するガスセンサを構築できるが、実環境においてはベースラインが変動してしまう。この不安定要因の一つとして大気中の湿度変化の影響が考えられるため、センサ信号と湿度変化の関係を調べた。

ゲル中での放射線重合反応におけるLET効果

中川清子（都産技研）、田口光正・木村敦・長澤尚胤・廣木章博（原子力機構）

日本化学会第94春季年会

（公社）日本化学会

マレイミドとスチレンを溶解した2-プロパノール溶液にヒドロキシプロピルセルロース（HPC）を膨潤させたゲル状にした試料に、プロトン及びヘリウムイオンビームを照射した。イオンビームの照射領域で、放射線重合によりポリマーが生成し白濁した。白濁物の透過スペクトルは、HPCと生成ポリマーの濃度が同等程度で変化した。

窒素ドーパカーボン担体として用いた逆ミセル法による新規酸素還元触媒の開発

立花直樹・湯川泰之（都産技研）

電気化学会第81回大会

（公社）電気化学会

酸素還元触媒は次世代電源と目される金属空気電池や燃料電池へ用いられるが、従来の白金触媒はコストが高い。開発した窒素ドーパカーボン担体金属酸化物触媒は65 mA cm²以上の電流密度域で市販の白金触媒より優れた特性を示し、白金代替触媒として有望であることを示した。

外部発表一覧／ポスター発表

印刷加工による燃料電池カーボンプレートの作製

上野博志・峯英一・島田勝広・菊池有加(都産技研), 武藤保((有)パラマウントエナジー), 伊東洋一(都産技研)

第20回燃料電池シンポジウム

燃料電池開発情報センター

燃料電池スタックには, 金属やカーボンからなるセパレータが用いられている。カーボンセパレータは耐食性に優れるものの, 難加工性であるためスタック製造コストの高い割合を占める。セパレータの加工にはエンドミルやモールドなどが用いられている。カーボンセパレータの加工法として, スクリーン印刷技術を適用し, セパレータ上のリブ形成を試み, その特性と加工セパレータを用いた燃料電池の評価を行った。

Synergistic effect of Fenton's reaction and sonochemical reaction on trichloroethylene decomposition in water

田熊保彦(都産技研), 小島紀徳(成蹊大)

The 9th Asia Pacific Conference on Sustainable Energy & Environmental Technologies

APCSEET 2013 Organizing Committee

超音波照射有り及び無しの場合でのフェントン反応によるトリクロロエチレン(TCE)の分解について反応速度を検討した。分解反応速度は過酸化水素及び鉄イオン濃度に比例して高くなった。また, 超音波照射と組み合わせた場合の分解反応速度はフェントン反応及びソノケミカルリアクションのそれぞれの分解反応速度を足したものよりも大きくなり, この組み合わせで相乗効果が生じていることを示した。

Products from ozane decomposition of dye industry effluent

中山京子(成蹊大), 田熊保彦(都産技研), 加藤茂・山崎章弘・里川重夫・小島紀徳(成蹊大)

The 9th Asia Pacific Conference on Sustainable Energy & Environmental Technologies

APCSEET 2013 Organizing Committee

アゾ染料排水の処理を行うため, 促進酸化法の一つであるオゾン酸化によるアゾ染料の分解を試みた。実験にはメチルオレンジを用いた。4時間のオゾン酸化により染料の色はなくなったものの, TOC測定の結果からは有機体炭素が存在することが示された。この有機体炭素の成分を調べるため, LC-MSによる分析を行ったところ, 複数の成分が存在することが示唆された。

Fundamental study of boric acid free nickel electroplating for undercoat of gold plating for electronic components

浦崎香織里・竹村昌太・土井正(都産技研)

The 9th Asia Pacific Conference on Sustainable Energy & Environmental Technologies

APCSEET 2013 Organizing Committee

電子部品用金めっきの下地めっきにはスルファミン酸ニッケル

めっきが一般的に用いられている。本研究では, ホウ酸フリーニッケルめっき(クエン酸ニッケルめっき)を下地めっきに適用することを目的とし, 陰極板を回転させてめっきを行う装置を用いて皮膜を作製し, 皮膜特性評価を行った。その結果, クエン酸ニッケルめっきを下地とした金めっき皮膜の耐食性は従来法と比べて耐食性に優れていることが分かった。

仕様の異なる黒色の複層漆膜に関する光劣化現象の解析

神谷嘉美・西村信司(都産技研)

文化財保存修復学会第35回大会

(一社)文化財保存修復学会

黒色顔料を混入した(カーボンブラック・松煙)黒漆を塗り重ね, 上塗りに何も添加していない素黒目漆を塗布するか否かによって, どのような差異が生じるかを論じるため, 耐光試験を行った。白色干涉計による表面形状の観察の結果, 上塗りに素黒目を塗布した試料では劣化が緩やかに感じられることが分かった。

Analysis of Degradation Mechanism of Lacquer Film during Ultraviolet Irradiation

神谷嘉美(都産技研), 宮腰哲雄(明治大)

Asian Lacquer Symposium 2013

the American Institute for Conservation of Historic and Artistic Works

先行研究では紫外線劣化に伴い漆膜から何かが揮散すると指摘されてきた。そこで7種類の分析方法を用いて総合的に変化を検証した。揮発生成物はオンライン紫外線照射Py-GC/MSを用いて補足し, 主成分に起因する物質であることを証明した。

Risk assessments of TVOC compositions in new buildings

水越厚史・飯田孝彦・小沼ルミ・浜野智子・瓦田研介(都産技研), 野口美由貴(成蹊大), 柳沢幸雄(東大)

Environment and Health - Bridging South, North, East and West (August 2013)

ISEE(国際環境疫学学会), ISES(国際環境曝露学会), ISIAQ(国際室内空気質学会)

VOC(揮発性有機化合物)はシックハウス症候群の原因であり, 近年, 厚労省の指針値のない未規制のVOCの存在が懸念されている。新築住宅のTotal VOCを測定して, GCMSのライブラリ検索による定性とトルエン換算による定量により, VOCを同定し, 健康リスクを評価した。

Toxicity evaluation of organophosphate flame retardants in terms of cholinesterase Inhibition

野口美由貴(成蹊大), 水越厚史(都産技研), 西村知・柳沢幸雄(東大), 山崎章弘(成蹊大)

Environment and Health - Bridging South, North, East and West (August 2013)

ISEE(国際環境疫学学会), ISES(国際環境曝露学会), ISIAQ(国際室内空気質学会)

有機リン系難燃剤は, 有機リン系農薬との構造の類似性からコリンエステラーゼ阻害等の神経毒性が懸念される。そこで, 阻害活性

を *in vitro* で測定して評価した結果、有機リン系難燃剤の阻害活性は、有機リン系農薬よりも低く、LD50 と関連した。

Transmission measurement of tablet in very short-time by using high-speed and high-sensitive Near Infrared spectrometer

村山広大 (横河電機 (株)), 坂本知昭 (国立衛研), 藤巻康人・小金井誠司 (都産技研), 北川正博 (エーザイ (株)), 檜山行雄 (国立衛研), 小宮山誠 (横河電機 (株)), 香取典子・奥田晴宏 (国立衛研)

16th International Conference on Near Infrared Spectroscopy

NIR 2013 Organizing Committee

新たに開発したポリクロメータ型高速・高感度近赤外分光分析計を用いて、0.5 秒という短時間での錠剤透過測定に成功した。取得されたスペクトルを MWPLSR 法で解析したところ、 $R^2=0.99$ という高い相関性を示すことが分かった。

船舶輸送振動によるパッションフルーツ果実の有機酸変動

小西毅 (都産技研), 宗芳光 (東京都小笠原亜熱帯農業センター), 教野千恵子 (実践女子大)

日本食品科学工学会第 60 回記念大会 若手の会

(公社) 日本食品科学工学会

低温保存かつ外力 free の果実を輸送工程で発生する振動を与え、その後常温保存し、有機酸濃度を測定した。結果より、振動レベル・加振時間と保存期間の有機酸濃度の変化を調べ、振動を与えない果実の有機酸濃度との相関を明らかにした。与える振動は、船舶や貨物自動車で発生する振動レベル及び果皮の共振振動数で加振し、0, 3, 5, 7, 10 日間保存後の状態を報告した。

東日本大震災被災地における住宅タイプでみた空中浮遊真菌数の比較検討

渡辺麻衣子・山崎朗子 (国立衛研), 小沼ルミ (都産技研), 横瀬英里子 (PCAT), 園田愛 (祐ホームクリニック石巻, RCI), 瓦田研介 (都産技研), 林健太郎 (PCAT, 国立保医科), 武藤真祐 (祐ホームクリニック石巻, RCI), 鎌田洋一 (国立衛研)

日本防菌防黴学会第 40 回年次大会

日本防菌防黴学会

東日本大震災被災地住環境における真菌汚染の状況把握を行うことを目的として、異なるタイプの住宅で室内の空中浮遊真菌数を調査し、比較検討を行った。その結果、いずれの住宅タイプからも一般的な家屋の真菌汚染の指標とされる $1,000 \text{ CFU/m}^3$ を大きく超える住宅が見出された。

住環境中の微生物由来揮発性有機化合物 (MVOC) の分析

小沼ルミ・瓦田研介・水越厚史・飯田孝彦・浜野智子 (都産技研), 吉田誠 (農工大)

日本きのこ学会第 17 回大会

日本きのこ学会

床下や壁の内部など住宅の構造躯体で進行する木材腐朽を非破壊で検知するため、腐朽菌が産生する揮発性代謝産物 (MVOC) を腐朽診断用トレーサーとして利用することを目的に、腐朽菌由来

MVOC の解析を行った。

Py-GC/MS による工芸品の塗料と顔料の同時分析

神谷嘉美 (都産技研), 本多貴之・宮腰哲雄 (明治大)

第 18 回高分子分析討論会

(公社) 日本分析化学会高分子分析研究懇談会

無機顔料は一般的には X 線を利用した分析によって検出される。しかし一部の重金属は Py-GC/MS 法を用いることで有機成分と無機成分を同時に検出できると分かった。本件では鎌倉彫盆を対象に、水銀・ヒ素・硫黄の存在を確認した事例について報告した。

Vibrational spectral analysis of pharmaceutical ingredients during a tableting process by cross-sectional use of near-, mid, and far-infrared/terahertz electro-magnetic waves for process understanding

坂本知昭 (国立衛研), 佐々木哲朗・木村寛子 (静岡大学), 藤巻康人 (都産技研), 田邊匡生 (東北大学), 檜山行雄・香取典子・奥田晴宏 (国立衛研)

7th International Conference on Advanced Vibrational Spectroscopy

ICAVS-7 組織委員会

近, 中, 遠赤外/THz 領域の電磁波を用いて、プロセス中の有効成分の脱水及び非晶質化への結合剤の影響について振動分光学的解析を行った。その結果、真空乾燥下において結合剤が有効成分の非晶質化を促進することを見出した。

The growth of diamond films prepared by hot filament CVD method for tribological application

長坂浩志・中村勲・寺西義一・渡部友太郎 (都産技研), 清水徹英 (首都大), 森穰・鶴見裕貴 ((株) タンケンシールセーコウ)

2013 JSAP-MRS Joint Symposia

(公社) 応用物理学会

多結晶ダイヤモンドの高速成膜及び膜厚の均一性を確立する目的で、熱フィラメント CVD 装置を試作し、最適な合成条件の追究を行った。

低エネルギー電子線照射によるスチレン・マレイミド共重合体の合成

中川清子・関口正之・柚木俊二 (都産技研)

第 56 回放射線化学討論会

日本放射線化学会

低エネルギー電子線照射装置を用いて、2-プロパノール中でスチレン・マレイミド共重合体の合成が可能であることが分かった。溶媒の種類や照射条件と重合のメカニズムについて紹介した。

Atmospheric Pressure Dyeability of Poly(ethylene terephthalate)/Poly(trimethylene terephthalate) Blend Fiber

シュイチエン・山本清志 (都産技研), 宝田亘・鞠谷雄士 (東工大)

29th International Conference of the Polymer Processing Society

The Polymer Processing Society

通常高温高圧で染色する PET に、溶融ブレンドの手法で PTT を

導入し, 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。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。

The relationship between graft polymerization to UHMWPE and the depth distribution of hydroperoxide

榎本一郎・添田心・中村勲 (都産技研)

6th UHMWPE International Meeting

トリノ大学及びドレクセル大学

超高分子量ポリエチレンは強度及び摩耗特性等に優れた素材であるが, 他の素材との接着性等に劣るため用途が限定されている。この素材の表面を改質する目的で放射線グラフト重合を行い, 過酸化ラジカルを重合の開始剤とする反応メカニズムについて論じた。

バナナ繊維を用いた金属イオン捕集材の基礎的検討

酒井翔平 (学芸大), 梶山哲人 (都産技研), 國仙久雄 (学芸大)

第29回日本イオン交換研究発表会

日本イオン交換学会

バナナ繊維表面にシッフ塩基を導入した新規バイオマス系金属イオン捕集材を合成し, 吸着能について検討した。配位子の置換基に $-H$, $-Br$ を用いた時の吸着率は $-H$ に比べ, $-Br$ が高く, 特にコバルトイオンへの吸着能が向上した。これは置換基に $-Br$ を導入した配位子の方が酸解離指数が小さく, 金属イオンと錯生成しやすいためであると考えられる。

放射線計測技術によるバイオマス由来ポリエチレンの判別の可能性

永川栄泰・柚木俊二・斎藤正明 (都産技研)

第62回高分子討論会

(公社) 高分子学会

バイオプラスチックの適切な普及に際しては, バイオ/化石の由来判別技術が不可欠である。我々は放射線計測技術の一つである液体シンチレーション (LSC) 計測により, プラスチックのバイオマス由来が簡易に判別可能であることを実証した。具体的にはバイオマス由来と石油由来のポリエチレンペレットを LSC 計測し, 前者で優位な計数率が得られることを紹介した。

放射線照射-ESR法によるOHラジカル消去能測定

中川清子・関口正之 (都産技研)

第52回電子スピンスイエンズ学会年会

電子スピンスイエンズ学会

水の放射線分解で生成する OH ラジカルの消去能をスピントラッピング ESR 法で測定する手法を検討した。pH5.8 の緩衝液を使用することで, ポリフェノール類 (カテコール, ヒドロキノン等) の添加に比例した OH ラジカル付加体の減衰が確認できた。

Radiation-induced graft polymerization of UHMWPE fiber and dyeing application

添田心・榎本一郎・中村勲 (都産技研)

6th UHMWPE International Meeting

トリノ大学及びドレクセル大学

ポリエチレンを着色することは難しく用途が限られており, 色落ちしにくい着色方法が求められている。本研究では放射線グラフト重合を利用してカチオン染料による着色を行い, グラフト率と反応時間及び表面染着濃度の関係を求めた。

木材-ボルト接合部の締付け特性に及ぼす締付け速度の影響

松原独歩・島田勝廣 (都産技研), 服部順昭 (農工大)

日本木材加工技術協会第31回年次大会

(公社) 日本木材加工技術協会

木材のボルト接合部における締付け速度が締付け特性に与える影響を検討した。締付け速度が大きくなるに従い, 降伏締付け軸力は大きくなることが明らかになった。また, 締付け速度 12 rpm と 36 rpm におけるトルク係数はほぼ同じ値を示し, 4 rpm は大きくなる傾向を示した。

HIPIMS deposition of TiAlN films on microforming die and its tribological properties in progressive micro-deep drawing

清水徹英 (首都大), 小宮英敏・渡部友太郎・寺西義一・長坂浩志

(都産技研), 楊明 (首都大)

4th International Conference on Fundamentals and Industrial Applications of HIPIMS

INPLAS - Network of Competence Industrial Plasma Surface Technology

マイクロ成形技術はサブミリサイズの製品の大量生産と低コスト化に貢献してきた。比表面積率の観点から, 摩擦特性はより重要となってきており, 金型表面へのより硬質薄膜の成膜が求められている。そこで, HIPIMS による成膜を行い, その皮膜特性について評価・検討した。

銀の発色現象と光電センサ応用への試み

海老澤瑞枝・横田浩之 (都産技研)

Optics & Photonics Japan 2013

応用物理学会日本光学会

これまでの研究で得られた簡便な硫化銀層の作製・制御方法を利用し, 薄膜光電センサ応用を目指す。本発表では, 第一報として, 薄膜硫化銀の光学特性と光電特性について報告した。

Radiation graft polymerization of TFE to polyethylene

榎本一郎 (都産技研), 池田重利・鈴木秀人 ((株) レイテック),

田畑米穂 (東大), 大島知也・山口和男 (工学院大)

The 13th Pacific Polymer Conference

Pacific Polymer Federation

ポリテトラフルオロエチレンの高比重や高価格面での課題を改善するため, 低比重で汎用高分子のポリエチレン表面にテトラフルオロエチレンモノマーをグラフト重合した。グラフト物の確認は FT-IR 及び 19F 固体 NMR で行い, 表面特性を水滴接触角測定により確認した。グラフト率 14% の試料で, ポリテトラフルオロエチレンの接触角 114° を上回る結果が得られた。

放射線滅菌線量の実証に使用する VDmax 法の利用と課題

関口正之（都産技研）

日本防菌防黴学会第 40 回年次大会

日本防菌防黴学会

国内の医療機器を汚染する代表的なバイオバーデンの放射性抵抗性分布に VDmax 法を適用し、バイオバーデンレベル及び所定の滅菌線量、SAL（無菌性保証水準）を変化させた場合の検定線量試験及び所定の SAL に与える影響を評価し、適用する際の課題について検討した。

金属繊維の撚糸加工と導電テキスタイルへの応用

窪寺健吾・樋口明久（都産技研）

第 44 回繊維学会夏季セミナー（2013）

（一社）繊維学会

極細金属繊維は製織時またはその準備工程において金属繊維に強い張力が負荷されるため、精度の高い導電資材への活用は難しい。そこで極細金属繊維と合成繊維の撚糸技術を検討し、複合線の開発を行った。また試織した導電テキスタイルの特性を評価した。

持ちやすさのデザイン

森豊史（都産技研）

第 15 回日本感性工学会大会

日本感性工学会

人間中心のものづくりへとデザイン開発支援の方法も大きく変化している。本研究では、「持ちやすさ」の感性評価（主観量計測）をもとに、開発項目の抽出と数値目標を設定することで効率的かつ効果的な製品開発を行うためのデザインプロセスの構築例を示した。

感性評価を活用したデザイン開発プロセス

森豊史（都産技研）

第 15 回日本感性工学会大会

日本感性工学会

産業革命、大量生産社会を得て、情報化社会を迎えた現代、個人の尊厳の拡大が、人間中心のものづくりへとデザイン開発支援の方法も大きく変化している。デザイン開発プロセスも人間中心のデザインとするために、感性評価の重要度が増してきている。本発表では、感性評価を開発プロセスに有効に組み込む手法を提案し、提案手法を適用した、オーダーメイド開発支援による LED 照明システムの開発事例を紹介した。

地場産業のデザインマネジメント

森豊史（都産技研）

第 15 回日本感性工学会大会

日本感性工学会

疲弊した地場産業を再生させるためのデザインマネジメント仮説をたて、2000 年～2010 年にかけて 10 年間の実証実験を行った。持続可能性の高い産業組織に再構築させるための設備の導入や素材開発などを行い、組織を稼働させるための製品を開発した。以降 10 年以上販売が継続されており、仮説の有効性を実証した。

Mechanism of cesium absorption in a submerged plant, Egeria densa.

木幡光（滋賀県立大）、永川栄泰・櫻井昇（都産技研）、保倉明子（電機大）、寺田靖子（高輝度光科学研／SPRING-8）、長谷川博・原田英美子（滋賀県立大）

4th International Symposium on Metallomics 2013

Metallomics

福島原発事故により放射性セシウムが大気中に放出され、広範に環境汚染が生じた。本研究では水生植物オオカナダモの放射性 Cs の吸着に関する研究を行った。福島県内 4 箇所植物体、水、底泥を採取し分析を行った。分析の結果、オオカナダモ中に放射性 Cs が取り込まれていることが分かった。葉・根を介して Cs を蓄積し、転流もみられた。また Cs は細胞壁もしくはアポプラスト領域に分布していることが明らかとなった。

品質保証活動におけるイオンクロマトグラフの活用

安藤恵理・杉森博和・荒川豊（都産技研）

Separation Sciences 2013

（公社）日本分析化学会

イオンクロマトグラフは多岐にわたるサンプルをそのまま、もしくは溶出や燃焼、吸収などの前処理を経て分析することで、産業現場における事故解析、品質管理、品質証明に役立てられている。本発表では、これまで都産技研で実施してきた依頼試験や技術相談から、実際の産業現場におけるイオンクロマトグラフの活用事例について紹介した。

新築住宅における GCMS を用いた TVOC の評価

水越厚史・飯田孝彦・小沼ルミ・濱野智子・瓦田研介（都産技研）、野口美由貴（成蹊大）、柳沢幸雄（開成学園）

Separation Sciences 2013

（公社）日本分析化学会

新築住宅において室内濃度指針物質の濃度は減少傾向にあるが、総揮発性有機化合物（TVOC）濃度は高いことがあるため、TVOC 成分を明らかにする必要がある。新築住宅の TVOC 濃度を GCMS で測定して、ライブラリ照合により組成を明らかにし、有害性情報を調査した。

Band-gap Tunings of Cobalt (II) Oxide (CoO) Quantum Dots Using Supermicroporous Silica

太田省吾（慶大）、渡辺洋人（都産技研）、緒明裕哉・今井宏明（慶大）

5th PCGMR/NCKU Symposium

Promotion Center for Material Research

多孔質シリカの細孔を鋳型として CoO サブナノ量子ドットを合成、顕著な量子サイズ効果を確認した。生成した酸化コバルトドットはナノ粒子特有の正四面体型の配位状態を有し高い熱安定性を有することを明らかにした。

スーパーマイクロポラスシリカを鋳型とする酸化銅(II)量子ドットの合成と特性評価

玉置晴菜(慶大), 渡辺洋人(都産技研), 緒明佑哉・今井宏明(慶大)

第3回CSJ化学フェスタ2013
(公社)日本化学会

サブナノ細孔を有する多孔質シリカを鋳型に, CuO量子ドットの作成に成功した。CuO量子ドットは, 顕著なサーモクロミズムを示した。各温度のバンドギャップ変化より電子-格子相互作用の強度 S を求めたところサブナノ領域で大きく増加することを示した。

Detection method for bio-based polyethylene using radiocarbon measurement

永川栄泰・柚木俊二・斎藤正明(都産技研)
第1回アジアバイオマス科学会議
(一社)日本エネルギー学会

ポリオレフィンペレットのバイオマス由来を液体シンチレーションカウンタで判別可能であることを明らかにした。本発表では溶媒の加温による前処理, 結晶化度, ペレットの粉体化が計測に与える影響について発表した。

放射性炭素計測技術によるバイオマス由来ポリエチレンの判別方法

永川栄泰・柚木俊二・斎藤正明(都産技研)
第9回バイオマス科学会議
(一社)日本エネルギー学会

ポリオレフィンペレットのバイオマス由来を液体シンチレーションカウンタで判別可能であることを明らかにした。本発表では溶媒の加温による前処理, 結晶化度が計測に与える影響について発表した。

高圧下における炭酸カルシウム準安定相ファエライトの構造変化

丸山浩二・小松一生・鍵裕之(東大), 吉野徹(都産技研), 中野智志(物材機構)
第54回高圧討論会
日本高圧力学会

炭酸カルシウムの準安定相であるファエライトを加圧した際の構造変化を調べた。その結果, 4.7 GPa以上の圧力での相転移及び相転移前後での格子定数の不連続な変化を確認した。また, この相転移は不可逆であることが明らかとなった。

無水非晶質炭酸カルシウムの合成およびその高圧下における挙動

松沼智史・丸山浩二・鍵裕之(東大), 吉野徹(都産技研)
日本鉱物科学会2013年会
日本鉱物科学会

含水非晶質炭酸カルシウムを加熱処理することで無水の非晶質炭酸カルシウムの合成に成功した。また, その圧力応答についても調べた。その結果, 0.8 GPa程度では結晶化しなかった。今後ダイヤモンドアンビルセルを用いてより高圧での実験を行う予定である。

スーパーマイクロポラスシリカを鋳型としたウルツ鉱型CoO量子ドットのバンドギャップ制御

太田省吾(慶大), 渡辺洋人(都産技研), 緒明裕哉・今井宏明(慶大)

融合マテリアル第9回若手スクール
融合マテリアル(文科省)

多孔質シリカの細孔を鋳型としてCoOサブナノ量子ドットを合成, 顕著な量子サイズ効果を確認した。生成した酸化コバルトドットはナノ粒子特有の正四面体型の配位状態を有し高い熱安定性を有することを明らかにした。

面積効果を考慮した残響室法吸音率算出に関する検討

西沢啓子・神田浩一(都産技研)
日本音響学会2014春季研究発表会
(一社)日本音響学会

残響室法吸音率には吸音率が高く計測される「面積効果」が含まれることがある。残響室法吸音率に対して「面積効果」を除いた吸音率の算出手法は現在実用化されていない。本報では, 面積効果の影響を除いた吸音率算出を試み, 解析で得た無現大面積の吸音率と比較した。

木材のボルト接合における締付け速度がトルク係数に及ぼす影響

中野貴啓・松原独歩・島田勝廣(都産技研), 服部順昭(農工大)
第64回日本木材学会大会
(一社)日本木材学会

木材のボルト接合における締付け速度がトルク係数に及ぼす影響を検討した。締付け速度を0.5 rpm~20 rpmに変化させて試験を行い, 締付け速度の増加に伴ってトルク係数が減少する傾向を得られた。また, ヒバとスギによる特性の違いも検討した。

ドリルインサイジングとレーザーインサイジングの薬剤注入への影響比較

笠原祥一郎・並木瑛・安藤恵介・服部順昭(農工大), 上川大輔・原田寿郎(森林総研), 西村光太・抱憲誓・宮本圭一(鹿島建設(株)), 中澤亮二・飯田孝彦(都産技研), 宮林正幸((有)ティー・イー・コンサルティング)
第64回日本木材学会大会
(一社)日本木材学会

スギ1時間耐火集成材の経済的な生産に向け, ドリルとCO₂レーザーによりインサイジング密度400, 800, 1200, 1600個/m²での, 窒素リン酸系難燃薬剤の注入状況を, 蛍光X線分析で測定。両インサイジングとも, 密度400個/m²でのみ節部等に注入むらが見られた。

塗装した熱処理木材の耐候性

村井まどか・小野澤明良・木下稔夫・神谷嘉美・小沼ルミ(都産技研)
第64回日本木材学会大会
(一社)日本木材学会

熱処理木材の耐候性向上を目的に, 一般的な木材保護塗料を用い

て、素地の仕上げ方法、塗料のタイプなどの塗装因子の影響を検討した。熱処理木材は通常の木材と性質が異なるため、従来の塗装仕様では十分な塗装効果が得られないことが分かった。今後は、熱処理木材の寸法安定性や親油性などの特性を考慮した熱処理木材用の塗料の開発が重要であることが分かった。

第四級アンモニウム化合物を用いたニオブ酸リチウムのゾルゲル合成法

藤井恭子・紋川亮・中川朋恵（都産技研）、加藤勝弘（日下レアメタル）

日本化学会第 94 春季年会

（公社）日本化学会

ニオブ酸リチウムは強誘電体材料で半導体など多方面に使用されるが、その合成は材料の溶解が難しいという難点がある。本研究では、難溶解のニオブを溶解させるため、金属アルコキシドを用いない方法で、第四級アンモニウム塩（TMAH: Tetramethyl-ammonium hydroxide）に注目し、Nb 前駆体溶液を作製した。

外部発表一覧／総説

アルミニウムの水平リサイクルに向けた現場計測技術の開発

上本道久 (都産技研)

第26回環境工学連合講演会

日本学術会議土木工学・建築学委員会

展伸材用アルミニウム合金を水平リサイクルさせるための迅速な判定技術の獲得を目指して、可搬型蛍光X線分析装置による測定とアルミ合金判別を行った。標準試料やリサイクル試料に続き、スクラップヤードでの現場測定にも成功したことを紹介した。

超音波振動の摩擦低減メカニズムの解明

玉置賢次 (都産技研)

プロセス・トライボロジー分科会第137回研究会

(一社) 日本塑性加工学会

超音波振動により摩擦が低減することが知られている。しかしながら、摩擦低減メカニズムはまだ十分に解明されていない。そこで、摩擦低減メカニズムを明らかにするために、真空中での摩擦試験を実施し、酸素の新生面への吸着促進による摩擦低減メカニズムは考えにくく、摩擦界面の凝着部を垂直方向に引きちぎることによる摩擦低減の可能性が高いことを紹介した。

染色加工におけるマイクロバブルの利用

榎本一郎 (都産技研)

第44回繊維学会夏季セミナー

(一社) 繊維学会

マイクロバブルによる羊毛の精練・染色及びオゾン・マイクロバブルによる綿布の漂白について、従来行われている処理方法との比較を行い、染色加工にマイクロバブル及びオゾン・マイクロバブルを利用することにより、薬剤使用量の低減化や省エネルギー効果のあることを講演した。

難焼結マグネシウムの強加工を用いない粉末冶金プロセス

岩岡拓 (都産技研)

第31回材料プロセス研究会

岩手ネットワークシステム

従来の粉末冶金では焼結が困難なマグネシウムは強加工が併用されるが、強加工が不要となれば工程が短縮され、更に製品形状も得られやすくなる。また、原料粉の微細結晶粒を活用したマグネシウムの高強度化が期待されることを講演した。

生分解性プラスチックとの複合化による未利用バナナ繊維の有効利用

梶山哲人・安田健 (都産技研)

プラスチック9月号, 64巻, 9号, pp.5-8 (2013)

日本工業出版(株)

アルカリ処理したバナナ繊維を用い、ヘキサメチレンジイソシアネートを添加することでバナナ繊維/ポリブチレンサクシネート複合体の機械的物性が向上し、ヘキサメチレンジイソシアネートの

添加効果は1 phr程度と少量かつ混練時間10分程度と短時間で得られることを紹介した。

物理強化ガラスの破損事故解析 一倍強度ガラスの自爆事例を基に

増田優子・上部隆男 (都産技研)

日本セラミックス協会第26回秋季シンポジウム

(公社) 日本セラミックス協会

一倍強度ガラスの破片が予想以上に小さくなり落下する事故が起こっている。この現象の原因究明のため、物理強化ガラスの破損状況と表面圧縮応力及び板厚との関係を調べた。その結果、同じ表面圧縮応力値でも、板厚が厚くなると破片数が増加することが分かった。

Fundamental Study of Boric Acid Free Nickel Electroplating for Electronic Components

浦崎香織里・土井正 (都産技研), 山下嗣人 (関東学大)

International Symposium on Materials Science and Surface Technology 2013

MEXT-Supported Program for the Strategic Research Foundation at Private Universities

ホウ素の排水規制に対応した電子部品用クエン酸ニッケルめっきは、添加剤無添加において従来法よりも外観及び耐食性が良好な皮膜を形成することができるという研究成果を紹介した。

タッチパネル型ペンディスプレイ

島田茂伸 (都産技研), 下条誠 (電通大)

第8回視覚障害者向け総合イベントサイトワールド2013

社会福祉法人日本盲人福祉委員会

インタラクティブ型触覚ディスプレイの開発履歴を紹介し、視覚に障害を有する参加者と共に目標達成状況について確認した。なお、当該機器を用いたデモンストレーションを行い、視覚障害者からの評価資料も得られた。

色見えを考慮したLED照明器具の開発

岩永敏秀・中村広隆 (都産技研), 市原茂・山下利之・下川昭夫・石原正規 (首都大)

日本人間工学会関東支部第43回大会講演集, pp.36-37 (2013)

(一社) 日本人間工学会

色見えの良いLED照明の実現を目指して、心理評価実験結果を基にした分光分布設計方法を開発した。本分光分布設計方法により試作したLED照明器具の色見えの検証を行った。その結果、分光分布設計で想定した色みえの効果(昼光の色見えに近い、赤色を鮮やかに見せる)を紹介した。

未利用バナナ繊維の再利用法の提案

梶山哲人 (都産技研), 國仙久雄 (学芸大)

第48回生活環境研究会

金沢工業大学 生活環境研究所

未利用バナナ繊維の有効利用法として二つのアプローチを提案した。一つ目はバナナ繊維とポリブチレンサクシネートに相容化剤

としてヘキサメチレンジイソシアネートを添加することで、分子量性が向上した。二つ目は金属イオン捕集材としての利用であり、評価したところ捕集能を持つことを紹介した。

生活環境に調和した小型省エネルギー機器の開発

三上和正（都産技研）

電気学会連携事業 ー安全で省エネ社会の構築と中小企業支援ー (2013.12.10)

(一社) 電気学会

今日、小型電子機器を主に高調波規制の対象外の機器類が多用され、その多くは低力率であり、使用量が増すと送電効率の低下や屋内配線内の歪電流の増加・機器の誤動作等の要因になる。本講演では、家電製品や小型電子機器に利用でき、屋内電力のクリーン化を実現する目的で、小型で高調波成分を抑制可能な力率改善装置を試作した成果と技術的ポイントを紹介した。

フェムト秒 LA-ICPTOFMS による微小試料分析

林英男（都産技研）

工業化学特別講義 (2013.10.22)

東京理科大学 工学部第一部工業化学科

都産技研で研究を行っているフェムト秒 LA-ICPTOFMS について、測定原理等を説明した後、本分析法の分析能力について紹介した。更に、微小試料分析への応用例についても発表した。

LA-ICP-MS を活用した微小試料分析

林英男（都産技研）

第3回立川分析技術フォーラム

立川分析技術フォーラム実行委員会

都産技研で研究を行っている LA-ICP-FMS について、測定原理等を説明した後、本分析法の分析能力について紹介した。更に、微小試料分析への応用例についても発表した。

Perovskite-type Oxide as an Electrocatalyst for The Metal Air Battery

湯浅雅賀（九大）、立花直樹（都産技研）、島ノ江憲剛（九大）

The 7th Asian Conference on Electrochemical Power Sources

第7回アジア電気化学電源会議実行委員会

C 担持 La_{1-x}CaxMn_{1-y}FeyO₃ ナノ粒子触媒を合成し、その酸素還元反応特性及び電子状態を解析した。La_{1-x}CaxMn_{1-y}FeyO₃ 粒子表面の XPS 解析により、酸素還元反応に寄与する Mn⁴⁺の存在が明らかになった。C 担持 La_{1-x}CaxMn_{1-y}FeyO₃ の酸素還元能は x=0.4-0.8 とした時、C 担持 Pt より優れていることを紹介した。

FPGA 向け高位合成手法の実践活用

岡部忠（都産技研）

東京 FPGA カンファレンス 2014 with プログラマブルデバイスプラザ (特非営利) FPGA コンソーシアム

近年の FPGA を使ったシステム開発では、C/C++などのソフトウェア言語から RTL 記述を合成する高位合成手法が盛んに利用されている。このような動向を受けて、都産技研の情報技術グループで

は、研究開発において高位合成手法を使った IP 開発を行なっている。本発表では、暗号化処理モジュールに対して高位合成手法を適用した IP 開発の結果を報告した。

染色加工におけるオゾン・マイクロバブルの活用

榎本一郎（都産技研）

繊維学会誌, Vol.70, No.2, pp.46-48 (2014)

(一社) 繊維学会

マイクロバブルの中にオゾンガスを入れることで、高濃度のオゾン水を作ることができる。高濃度オゾン水及びマイクロバブル破裂時の衝撃により、染色加工における羊毛の精練や防縮加工、綿布の漂白に活用できることを実験データから解説した。

熱分解ガスクロマトグラフィー質量分析法による微小異物の分析

木下健司（都産技研）

製品中に含まれる（超）微量成分・不純物の同定・定量ノウハウ、第5章（微小異物の分離、同定）、第4節, pp.530-535 (2014.3.11)

(株) 技術情報協会

異物分析に一般に適用される赤外分光分析法では解析が困難となる試料を対象として、熱分解ガスクロマトグラフィー質量分析法による解析について解説を行った。極微小異物のための測定条件や分析時の注意点の他、代表的なデータ例を記載し示した。

漆をめぐる温故知新 一次代を拓いたものづくり

神谷嘉美（都産技研）

第29回塗料・塗装研究発表会 基調講演

日本塗装技術協会

東南アジアにしか存在していない古くて限定的な塗料と思われがちな漆だが、16世紀以降の世界に大きな影響を与えていたことはあまり知られていない。漆の「黒」を中心にしながら、新しい時代を開拓したものづくりの精神について講演した。

応急仮設住宅の遮音性能：岩手県の事例

渡辺茂幸（都産技研）

音響技術, Vol.43, no.1, No.165, pp.33-38 (2014.3)

(一社) 日本音響材料協会

東北地方太平洋沖地震による岩手県の被害状況及び2011年8月に実施した現場実測の結果をもとに、応急仮設住宅の界壁（住戸間の壁）と外壁の遮音性能について報告した。

導電性セラミックスのドライプレス成型への適用

玉置賢次（都産技研）

MF-Tokyo2013 プレス・板金・フォーミング展 学会テクニカルセミナー

(一社) 日本塑性加工学会

導電性セラミックスは放電加工による型成形が可能であり、単純な円筒形状だけでなく角筒絞りなどの異形状型にも対応可能である。更に、潤滑油を使用しないドライプレス成型においても型材として優れた特性を有することを紹介した。

**Factors on Blurred Image Correction for Soft X-ray Projection
Microscopy**

椎名達雄 (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), 矢田慶二 (東研), 篠
原邦夫 (早大)

Photon Factory Activity Report, Vol.30, No.375 (2013)

高エネルギー加速器研究機構

投影型 X 線顕微鏡で撮影した様々な試料の生画像に含まれるフ
レネル回折ボケを除去して再生画像を得るために, それら生画像に
回折-逆回折の繰り返し演算 (イタレーション) を用いたアルゴリ
ズムを適用してきたが, 試料や露光条件により良好な再生が得られ
ないケースもあった。その原因を追究したところ, 再生の成否には
試料自体の持つコントラスト, 光源のコヒーレンス及び安定性が大
きく寄与することが分かった。

地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター

研究報告編集委員会

委員長 木下 稔夫

副委員長 田中 実 竹内 由美子

委員 岩永 敏秀 横澤 毅 櫻井 昇 大久保 一宏

事務局 榎本 博司 渡部 友太郎 近藤 崇 淡路 和江

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、ホームページでもPDFファイルをご覧いただくことができます。

ホームページ：<http://www.iri-tokyo.jp/>

登録番号 26 (本) 2

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9号 (2014)

平成26年9月25日発行

ISSN1881-8676

CODEN:KHCDBB

発行 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター
経営企画部 広報室

〒135-0064 東京都江東区青海 2-4-10

TEL. 03-5530-2521

FAX. 03-5530-2536

URL.<http://www.iri-tokyo.jp/>

印刷所 三美印刷株式会社

〒116-0013 東京都荒川区西日暮里 5-9-8

TEL. 03-5604-7045

FAX. 03-5604-7004



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

研究報告 第9号 平成26年(2014)
平成26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