ISSN 0918-0192
CODEN:HKSHEQ

兵庫県立工業技術センター研究報告書

第１５号

平成１８年版

兵庫県立工業技術センター

Hyogo Prefectural Institute of Technology

兵庫県立工業技術センター研究報告書　第１５号

目　次

無機材料系

1	エコマテリアル技術を活用した高機能窯業建材の開発 （地域中小企業集積創造的発展支援促進事業）	河合　進、泉　宏和、山下　満、石間健市、園田　司、山中啓市、石原嗣生	1
2	高付加価値炭化物の開発に関する研究 （部局横断究）	髙橋輝男、山下　満、山田和俊、兼吉高宏、石間健市、山中啓市、上月秀徳	4
3	ＳＯＦＣの低温作動に向けた固体電解質材料の開発 (経常研究)	吉岡秀樹、兼吉高宏	6
4	高効率応力発光材料の開発　（経常研究）	石原嗣生	7
5	特性Ｘ線・蛍光Ｘ線スペクトルによる材料評価 （経常研究）	山下　満	8
6	酸化物磁性半導体を用いるスピンエレクトロニクス材料の開発　（経常研究）	泉　宏和	9

金属材料系

7	窒化処理したアルミニウム合金の耐食性評価 （兵庫県 COE プログラム推進事業）	高谷泰之	10
8	各種破砕機用高機能刃物・部材の開発 （兵庫県 COE プログラム推進事業）	後藤浩二、富田友樹、岡本善四郎西羅正芳、上月秀徳	12
9	環境調和型めっきプロセスの開発に関する研究 （兵庫県イノベーションセンター・インキュベート F/S 事業）	園田　司、髙橋輝男、山下　満、山中啓市	14
10	環境にやさしいめっきプロセスの開発に関する研究 （経常研究）	園田　司、髙橋輝男、山下　満	16
11	部分活性化前処理法を利用した無電解めっき技術に関する研究　（経常研究）	山岸憲史、西羅正芳	17
12	ラピッドプロトタイピング（ＲＰ）技術を活用した鋳造製品製造技術の開発　（経常研究）	兼吉高宏、柏井茂雄、後藤泰徳、平田一郎	18

有機材料系

14	エレクトロスピニング法による医療材料の開発 （技術改善研究）	中野恵之、福地雄介、北川洋一、 毛利信幸、桑田　実	21
15	扁平状セルロース微粒子の応用展開に関する試験研究 （兵庫県イノベーションセンター・インキュベート F/S 事業）	長谷朝博、中川和治、山中啓市	23
16	動的架橋による新規 TPE 系材料の開発　（経常研究）	長谷朝博、鷲家洋彦、中川和治	25
17	ゴム複合体製造技術の改善に関する研究　（経常研究）	鷲家洋彦、中川和治	26
18	導電性高分子のバイオセンサーへの利用技術に関する研究　（経常研究）	平瀬龍二、石原マリ、中川和治	27

生産技術系

19	マイクロ加工による超小型精密金型の開発 （地域中小企業集積創造的発展支援促進事業）	浜口和也、富田友樹、有年雅敏、 野崎峰男、阿部　剛、宋　詠燦、 安東隆志	28
20	超高速回転による難削材の精密微細加工技術の開発 （技術改善研究）	浜口和也、富田友樹、有年雅敏、 阿部　剛、宋　詠燦、安東隆志	31
21	機械加工面の表面性状の改善に関する研究 （技術改善研究）	山本章裕、永本正義、岡本善四郎 西羅正芳、上月秀徳	33
22	慢性完全閉塞疾患用超音波カテーテルの研究開発 （兵庫県 COE プログラム推進事業）	浜口和也、富田友樹、有年雅敏	35
23	摩擦攪拌接合技術研究会 （兵庫県イノベーションセンター・インキュベート F/S 事業）	有年雅敏、富田友樹、野崎峰男、 浜口和也	37
24	マイクロファブリケーション研究・事業化検討会 （兵庫県イノベーションセンター・インキュベート F/S 事業）	安東隆志、有年雅敏、浜口和也、 中本裕之	38
25	活性金属材料の固相接合に関する研究　（経常研究）	有年雅敏、野崎峰男、浜口和也	39

26	鉛フリーはんだを用いた切欠き材の低サイクル疲労寿命評価　（経常研究）	野崎峰男、有年雅敏	40
27	自由曲面を持つ機械部品の３次元測定による CAD／CAM データ生成に関する研究　（経常研究）	阿部　剛、有年雅敏	41
28	レーザ加熱を利用した金属板の３次元曲げ加工（経常研究）	岸本　正、後藤浩二	42
29	数値制御プラズマＣＶＭによる電子デバイスの高精度加工　（経常研究）	柴原正文、後藤浩二、富田友樹	43
30	刃物用熱処理鋼板の曲げ強度特性の評価　（経常研究）	永本正義、山本章裕	44

ロボット技術系

31	ロボット用超小型６軸モーションセンサに関する研究開発（戦略的基盤技術力強化事業：（独）中小企業基盤整備機構委託研究）	一森和之、北川洋一、中本裕之、武縄　悟、才木常正	45
32	微細加工･細胞操作を目指したマイクロマニピュレーションに関する研究　（経常研究）	安東隆志、浜口和也	48
33	生物を規範とするロボットに関する研究　（経常研究）	安東隆志、中本裕之	49
34	ロボット制御におけるパラメータ決定手法に関する研究（経常研究）	中本裕之、一森和之	50

プロダクトデザイン系

35	ユーザビリティ評価を取り入れた製品開発手法（技術改善研究）	平田一郎、後藤泰徳、兼吉高宏、後藤浩二、富田友樹	51
36	ユーザーテストによるデザインの比較　（経常研究）	平田一郎、後藤泰徳、後藤浩二	53
37	人間中心設計のためのプロダクトデザイン指針開発（経常研究）	後藤泰徳、平田一郎、後藤浩二	54
38	地域技術によるユニバーサルデザイン商品の開発（経常研究）	稲葉輝彦	55

バイオ技術系

39	食品の乾燥合理化に関する調査研究 （兵庫県イノベーションセンター・インキュベート F/S 事業）	原田　修、脇田義久、森　　勝、 桑田　実	56
40	特産農産物の機能性食材への利用（研究会） （兵庫県イノベーションセンター・インキュベート F/S 事業）	桑田　実、森　　勝、原田　修、 吉田和利、大橋智子	58
41	米（古米・古代米）を培地とする担子菌による新規食品の開発 （兵庫県イノベーションセンター・インキュベート F/S 事業）	脇田義久、大橋智子、吉田和利、 桑田　実	60
42	素麺の「匂い」と「食感」に関する検討　（経常研究）	井上守正、森　　勝、桑田　実	62
43	微生物の観察、計測技術に関する調査研究（経常研究）	吉田和利、井上守正、森　　勝	63
44	重金属応答蛋白質による発現システム構築の検討 （経常研究）	大橋智子、桑田　実	64
45	熱劣化を生じない食品副産物等バイオマスの乾燥法の開発　（経常研究）	原田　修、脇田義久、桑田　実	65

情報技術系

46	ウェラブル型視線入力デバイスのためのホログラフィック光学素子の開発　（技術改善研究、(独)科学技術振興機構：重点地域研究開発推進事業「シーズ育成試験」）	瀧澤由佳子、北川洋一、松本哲也 武縄　悟、一森和之	66
47	スペックル干渉法による振動測定の高性能化に関する研究　（経常研究）	松本哲也、北川洋一、一森和之	69
48	ＲＦＩＤタグのアンテナ素材に関する研究（経常研究） －非接触ＩＣカード用アクセス制御体の性能評価－	三浦久典、一森和之	70
49	ビデオサーベイランスに関する調査研究　（経常研究）	金谷典武	71
50	無線通信を組み入れた周辺環境認識技術に関する研究 （経常研究）	中里一茂	72
51	ワープロ文字の特徴を取り入れた個人の手書き風ワープロ文章の研究　（経常研究）	才木常正、北川洋一	73

繊維技術系

52	ワッシャー加工及び縮絨加工による新織物開発 （地域中小企業集積創造的発展支援促進事業「織物規格と仕上加工技術を併用した新商品開発」）	古谷　稔、藤田浩行、原田知左子 瀬川芳孝	74
53	先染織物の差別化に関する研究 （地域中小企業集積創造的発展支援促進事業「織物規格と仕上加工技術を併用した新商品開発」）	近藤みはる、竹内茂樹、佐伯　靖 瀬川芳孝	76
54	マイクロ波による多孔質織物複合材料の作製に関する研究　（技術改善研究）	藤田浩行、佐伯　靖、竹内茂樹、 瀬川芳孝	78
55	織物テクスチャーの特徴と感性評価との関連について （経常研究）	佐伯光哉、才木常正，瀧澤由佳子	80
56	異種天然資源を利用した新規織物の開発に関する研究 （経常研究）	佐伯　靖、藤田浩行、瀬川芳孝	81
57	酵素による糊抜き工程に関する調査研究　（経常研究）	原田知左子、佐伯　靖	82

皮革技術系

58	環境対応革（非クロム鞣し系およびクロム鞣し系）の製品化研究　（地域中小企業集積創造的発展支援促進事業）	安藤博美、松本　誠、礒野禎三、 岸部正行、杉本　太、西森昭人、 志方　徹	83
59	耐熱性の良いエコレザーの開発　（技術改善研究）	礒野禎三、西森昭人、杉本　太、 安藤博美、志方　徹	85
60	回収牛毛ケラチン由来の生分解性紫外線カットフィルム製造技術の開発　（技術改善研究）	松本　誠、杉本　太、中川和治	87
61	動的粘弾性法によるエコレザーの耐久性評価技術の開発　（経常研究）	岸部正行、礒野禎三	89
62	鞣し工程におけるクリーン技術開発（３）　（経常研究）	杉本　太、西森昭人	90
63	乾燥状態における皮革の耐熱性の評価方法の開発 （経常研究）	西森昭人、礒野禎三	91

〔地域中小企業集積創造的発展支援促進事業〕

1　エコマテリアル技術を活用した高機能窯業建材の開発

河合　進，泉　宏和，山下　満，石間健市，園田　司，山中啓市，石原嗣生

1　目　　的

淡路粘土瓦業界では、長引く景気の低迷に加え、阪神・淡路大震災によるダメージにより、需要の低迷が続いている。そこで、淡路瓦の品質向上等による産地競争力の強化を目的に、新原料開発、原土処理工場建設、新製品開発などを目指しているが、とりわけ新原料による建設用粘土製品の開発が重要課題となっており、そのための研究開発支援が必要になっている。

本研究では、南あわじ市（旧三原郡西淡町）の粘土採掘場で未風化粘土として使用されていない青色粘土の風化溶脱促進法による風化促進と可塑性付与の可能性について検討した。

2　実験方法

2．1 青色粘土の物性

未風化の青色粘土は、南あわじ市松帆慶野において採取し、自然乾燥後、0.425mm 以下まで粉砕して用いた。青色粘土の同定および物性の評価は、X線回折、蛍光X線分析、熱重量－示差熱分析、熱膨張測定により行った。各測定・分析の条件は以下のとおりである。

X線回折は、（株）リガク製X線回折装置ＲＩＮＴ－２５００を用い、管電圧：40kV、管電流：200mA、ステップ幅：0.05°、測定時間：１秒／ステップの条件で測定を行った。蛍光X線分析は、青色粘土を一軸静水圧プレスによって成形し、（株）リガク製蛍光X線分析装置ＳＹＳＴＥＭ３０８０を用いて、分析試料直径：30mm、管電圧：50kV、管電流：50mA の条件で行った。熱重量－示差熱分析は、（株）マックサイエンス製ＴＧ－ＤＴＡ２０００Ｓを用い、100ml/min の空気流通下、昇温速度：20K/min で行った。また、熱膨張測定は、（株）マックサイエンス製ＴＭＡ４０００Ｓを用い、直径：約 5mm、高さ：約 10mm の成形体を作製し、100ml/min の空気流通下、昇温速度：20K/min、荷重：5g 重で行った。

2．2　微生物添加試験

試料は、乾燥原料に蒸留水 20%を加えて調整した青色粘土に微生物含有溶液を 0.1～1.4wt.%添加して、20～60℃で３ヶ月間保持した。３ヶ月間保持した試料は、JIS A 1206 に準じて塑性限界値及び液性限界値を測定し、その差から塑性指数を算出した。また、乾燥各試料 50ｇに蒸留水 250ml を加え、分散性、ｐH、電気伝導度、可溶性塩類の測定を行った。

2．3　焼成体の物性測定

乾燥試料を 10N/mm² の圧力でφ20×約３mm の大きさに乾式プレス成形したのち、電気炉を用いて毎時 300℃で昇温し、700℃～800℃の所定温度でそれぞれ１時間焼成を行い、電気炉中で冷却した。

得られた焼成体の比表面積測定は、窒素吸着法による比表面積測定法（JIS R1626:1996）に準じ、ユアサアイオニクス製モノソープＭＳ－２１を用いて行った。焼成体の細孔分布測定は、水銀圧入法による細孔分布測定法（JIS R1655:2003）に準じて、マイクロメリティックス製ポアサイザ９３２０を用いて行った。また、焼成体の吸放湿特性は、調湿建材の吸放湿性試験方法（第１部：湿度応答法－湿度変動による吸放湿試験方法）（JIS A1470-1:2002）を参考にして、タバイエスペック製環境試験装置 TBE-2HW5G3A を用い、相対湿度 50%と 90%での 24 時間後の水分吸着量の差を吸放湿量として評価した。

3　結果と考察

3．1　青色粘土の物性

図１に青色粘土のX線回折の結果を示す。青色粘土には、石英、長石、雲母、緑泥石、角閃石、スメクタイトが含まれている。また、表１に蛍光X線分析による組成分析結果を示した。

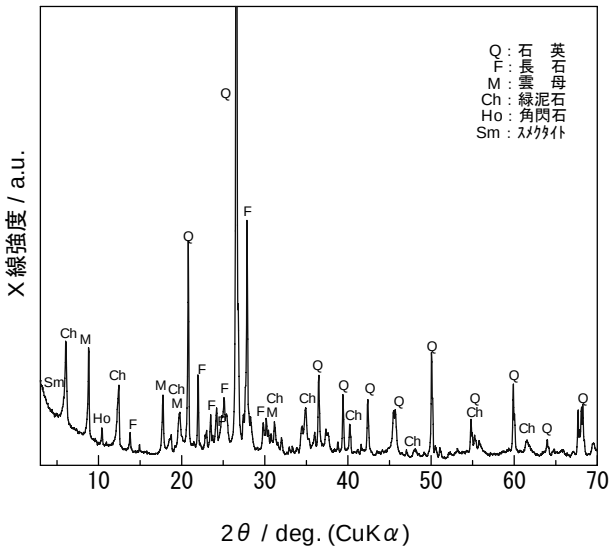


図１　青色粘土のX線回折図

表１　青色粘土の組成分析結果（重量%）

組成 ＼ 試料	青色粘土
Na_2O	1.04
MgO	3.93
Al_2O_3	16.73
SiO_2	59.36
K_2O	1.66
CaO	1.28
Fe_2O_3	8.53
Ig.loss	6.01

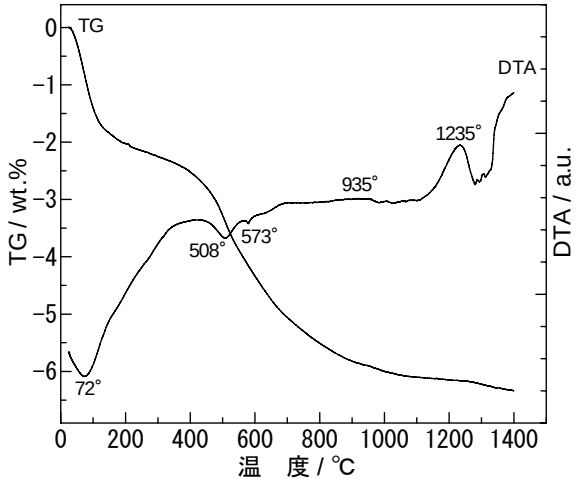


図２　青色粘土の熱重量－示差熱分析結果

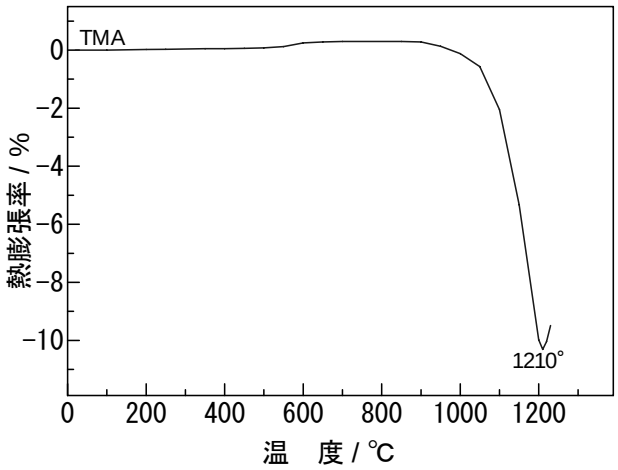


図３　青色粘土の熱膨張曲線

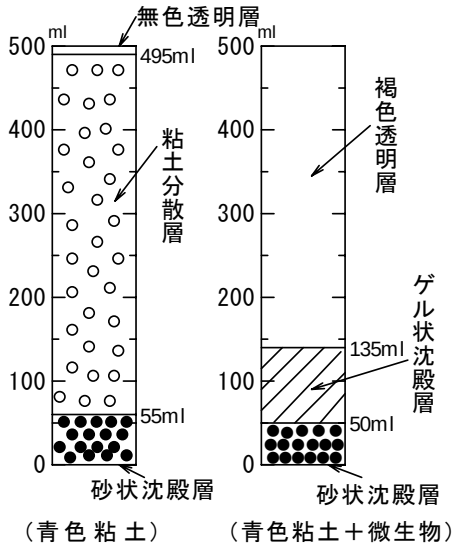


図４　分散性試験結果模式図

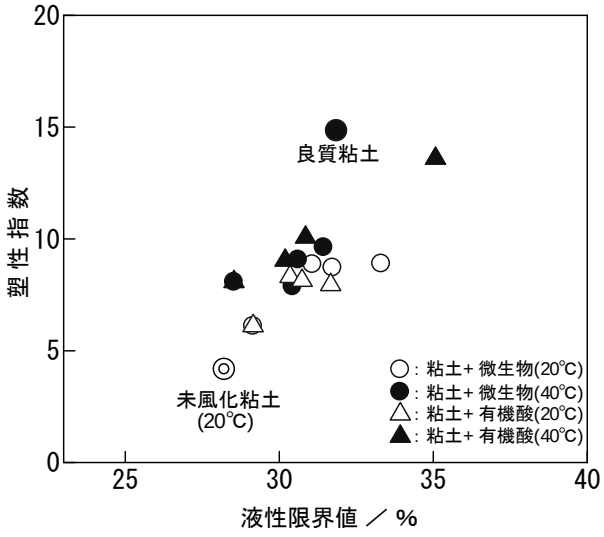


図５　液性限界値と塑性指数の関係

図２に青色粘土の熱重量－示差熱分析結果を示す。熱重量曲線（ＴＧ）では、100℃付近の吸着水脱離による重量減少と500℃付近の構造水の脱離による重量減少が認められる。また、示差熱曲線（ＤＴＡ）では、100℃付近と500℃付近で吸熱ピークが確認できることから青色粘土には緑泥石とスメクタイトが含まれていると考えられる。さらに、950℃付近の発熱ピークは、構造水の脱離により非晶質化した試料が再結晶化することにより生じるものである。また、図３に示した青色粘土の熱膨張測定（ＴＭＡ）の結果から、焼結が進むことにより生じる900℃付近からの収縮が認められた。焼結が終了しその後の膨張のはじまる温度は1210℃であった。

３．２微生物添加試験

図４に３ヶ月保持試料の分散性試験結果を示す。青色粘土単味では均一な分散状態が観察されたが、微生物添加試料では、上部に褐色の透明溶液層、中間部にゲル状の沈殿層、最下部に砂の沈殿層が観察された。このこと

は、微生物反応の生成物である乳酸のような有機酸が粘土と反応してゲル状沈殿物を生成したものと考えられる。図５に液性限界値と可塑指数の関係をプロットした塑性図を示す。微生物の添加は、塑性指数を２～３倍に増加させ、40℃、1.4%の処理では良質の青色粘土に匹敵する塑性指数が得られた。

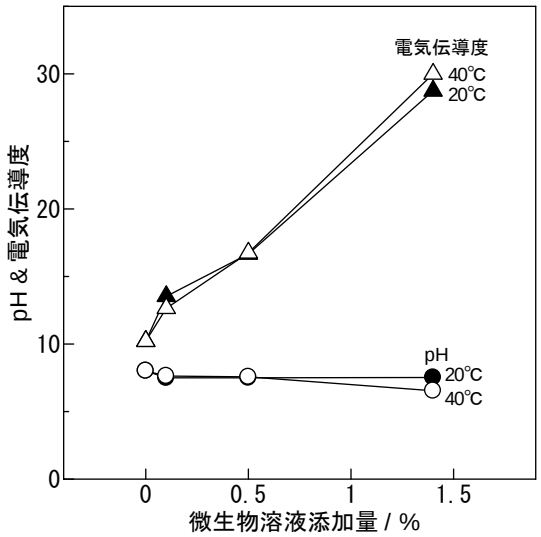


図６　微生物溶液添加量とpH及び電気伝導度の関係

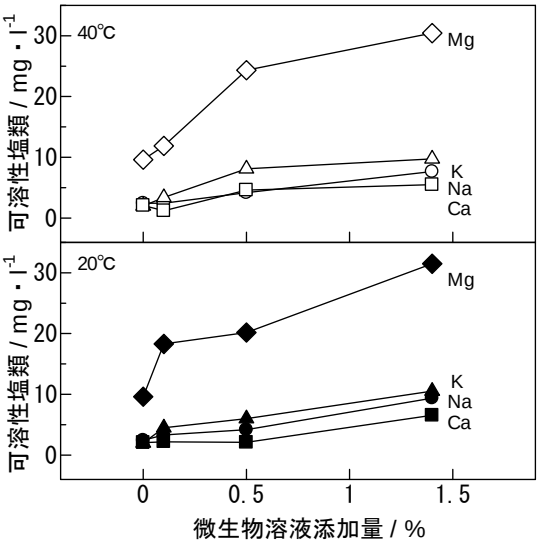


図７　微生物溶液添加量と可溶性塩類の関係

図６に微生物含有溶液添加量とpH及び電気伝導度の関係を示す。pHは６～７と大きな変化は認められなかったが、微生物反応の結果、有機酸が生成して粘土と反応したためであると考えられる。これに対して、電気伝導度は約３倍に上昇し、可溶性イオンの増加を示している。図７に抽出溶液中のNa、K、Mg、Caの変化を示した。いずれの元素も微生物溶液添加とともに増加の傾向を示し、温度変化に伴う溶出量の変化も認められなかったが、Mgの溶出量は他の元素に比べて多かった。

表２　800℃焼成体の比表面積、細孔分布及び吸放湿量

物性 / 記号	比表面積 (m^2/g)	細孔分布		吸放湿量 (g/m^3)
		細孔体積 (cm^3/g)	平均直径 (nm)	
A	7.2	0.193	88.2	20.5
B	8.5	0.188	65.3	22.5
C	7.0	0.188	79.6	19.2
D	7.0	0.185	82.6	19.1

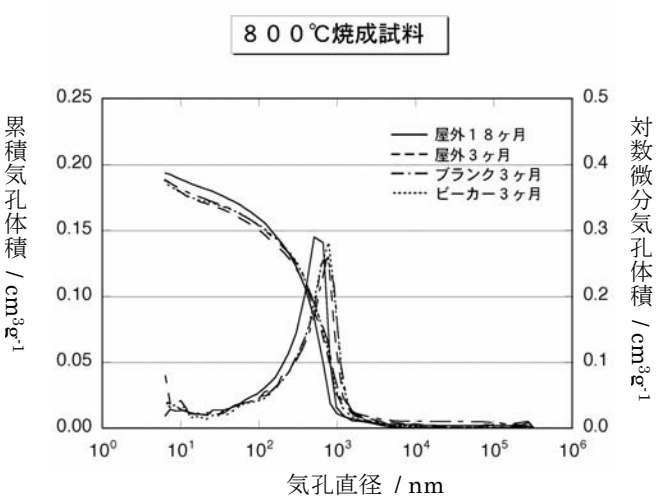


図８　800℃焼成体の細孔分布曲線

３．３　焼成成体の物性

表２に 800℃焼成体の比表面積、細孔分布および吸放湿量測定結果を示す。試料Ａは微生物溶液を添加した屋外試験 18 ヶ月後、試料 B は同３ヶ月後、試料 C は無添加の屋外試験３ヶ月後、試料Ｄは室内でのビーカーテストの結果である。いずれの処理条件の試料においても、比表面積、細孔分布、吸放湿量に大きな差はなかった。図８は累積気孔径分布曲線および気孔径頻度分布曲線であり、吸放湿に適した４から 20nm の直径を有する細孔が少ないことが明らかになった。

４．結　論

微生物溶液を添加して可溶性塩類の除去と可塑性付与を促進する風化溶脱促進法により未風化の青色粘土を処理した結果、可塑性を表す塑性指数は２～３倍を示し、良質の青色粘土と同等になるまで改善された。800℃焼成体の物性は、比表面積、細孔分布、吸放湿量とも顕著な差がないことが明らかになった。

（文責　河合　進）
（校閲　山中啓市）

〔部局横断研究〕

2　高付加価値炭化物の開発に関する研究

髙橋輝男，山下　満，山田和俊，兼吉高宏，石間健市，山中啓市，上月秀徳

1　目　　的

平成１５年度から高付加価値炭化物の開発に関する研究を行っており、木質系炭素の構造変化の解析および結晶化の促進[1)]とアルミニウムーホウ素ー炭素系金属間化合物の作製[2)]についてはすでに報告した。

今回は、超微細粒タングステンカーバイド(WC)粉末の合成と得られたWC粉末を用いて超硬合金を作製し、木質系炭素の工業利用の可能性について検討した。

2　実験方法

使用した粉末はタングステン（W）と1173Kで熱処理した杉チップ炭である。これらをＷＣの組成になるように配合し、粉砕混合ミルにより100h、機械的合金化（ＭＡ）した。

得られた粉末を真空中、873～1273Kで1h加熱し、X線回折（CuKα、40ｋV、40mA、モノクロメータ付）によりその構造変化を調べた。またX線回折によりWCと確認された粉末を使用して超硬合金を作製した。超硬合金の組成はWC‐20wt%Coとし、通常の方法で焼結した。得られた超硬合金は抗折試験により抗折力を評価するとともに、光学顕微鏡および走査電子顕微鏡（SEMーEDX）による組織および破面観察を行い、組成分析を行った。

3　結果と考察

図1に、W粉と杉チップ炭を使用した場合のMA処理によるX線回折図形変化を示す。黒鉛粉を出発原料に使用した場合は20～40hでWCの生成が認められたが、杉チップ炭を使用した場合、黒鉛粉を使用した場合よりWCの生成が遅いことが明らかになった。

図2に、100hＭＡした粉末を873～1273Ｋで1h加熱した場合のＸ線回折図形の変化を示す。873ＫではＷのピークが主であるが、2θ＝30～40度にかけてバックグラウンドに変化が見られる。これはW_2CまたはＷＣの超微粒子に相当するピークであると考えられる。1073ＫではＷは消滅し、W_2CとＷＣのピークのみが認められた。1273ＫではＷのピークは消失し、ＷＣのみになった。

図3にＭＡ処理による粉末の形状変化を示す。100hの処理により粉末の一次粒子径は0.1μｍ以下にまで微細化していることが明らかになった。

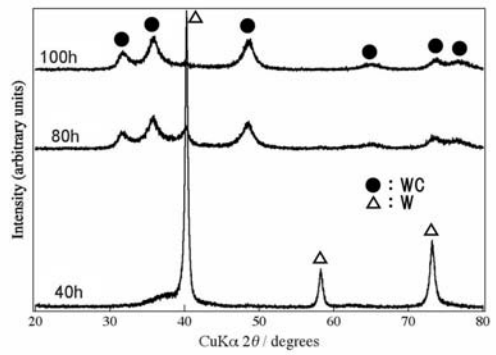


図１　Ｗ粉と杉チップ炭のMA処理によるＸ線回折図形の変化。

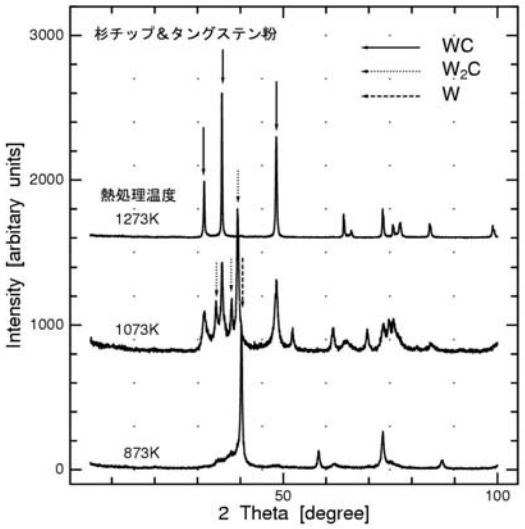


図２　100hＭＡした粉末を各処理温度で1ｈ加熱した場合のＸ線回折図形の変化

超硬合金を作製する際に熱処理によるＷＣ結晶粒の粗大化を防止するため、1127Ｋで熱処理した粉末を使用した。超硬合金の焼結温度は1628Ｋであった。図４に、今回作製した超硬合金の光学顕微鏡組織を示す。この写真から、粒径が10μｍ程度の粗大WCの存在が認められた。

抗折試験の結果、抗折力は2460Ｎであることが明らかになった。市販の超硬合金では出発原料のWCの平均粒径が6μｍで、同条件で作製されたものは2500Ｎの抗折力を有しており[3)]、これに相当する結果が得られた。図５は抗折試験片の破面SEM像である。高倍SEM像から

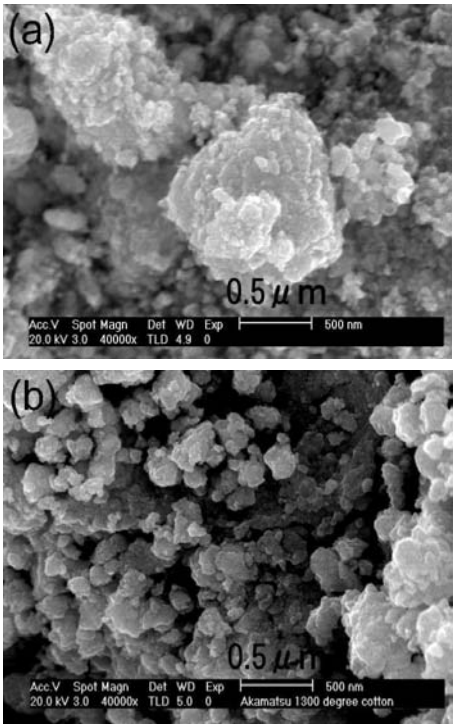


図３　MA 処理による粉末形状の変化
(a)40h、(b)100h

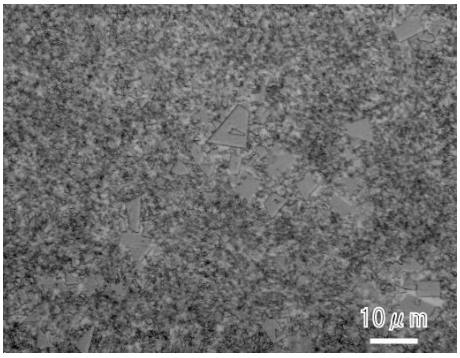


図４　作製した超硬合金の光学顕微鏡組織

この超硬合金のマトリックスは1～2μmの微粒子であることが明らかになった。エネルギー分散X線分光器により図５中の①、②および黒色領域を定量分析した結果を表１に示す。①の領域はCoの含有量が少し高いが正常な部分であった。Cr、FeおよびNiは混合容器からの汚染である。②の領域はＣｒ、Ｆｅ、Ｎｉの含有量が非常に少なく、この粒子は超硬合金作製中に成長した粗大WC粒子であると考えられた。また黒色領域は炭素量が異常に高く、明らかに過剰な炭素を含有した領域であり、遊離炭素と考えられる。

作製した合金の強度が低い原因は、上述の遊離炭素および粗大 WC が存在するためであると考えられた。この合金の WC 粒径は 1～2μm の微粒子であるので、炭素量の調節と粗大 WC の排除により、さらに高い抗折力が得られると考えられる。

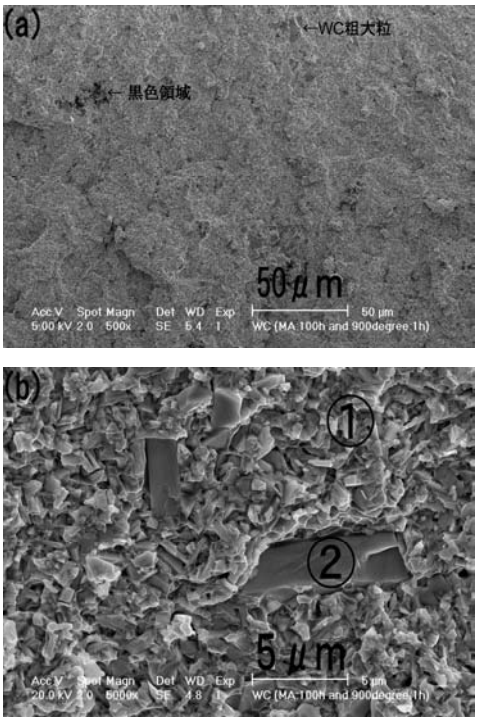


図５　ＳＥＭによる試作超硬合金の破面観察結果

表１　図5中の各点における定量分析結果(原子%)

元素	①	②	黒色領域
C	27.6	50.3	77.2
O	4.8	2.0	1.5
Cr	2.1	1.0	0.6
Fe	5.6	0.9	1.8
Co	25.8	2.3	8.0
Ni	1.8	---	0.6
W	32.3	43.5	10.3

4　結　　論

今回作製した超硬合金は遊離炭素と合金作製中に成長したと考えられるＷＣ粗大粒のため、抗折力は市販の6μmのものとほぼ同レベルであった。この合金の抗折力は、配合時のC量を調整することにより改善されると考えられる。

参 考 文 献

1) 山下満, 柏井茂雄, 石間健市, 山田和俊, 元山宗之, 髙橋輝男, 上月秀徳;兵庫県立工業技術センター研究報告書, 13, 67(2004)
2) 髙橋輝男, 石間健市, 山田和俊, 山下満, 柏井茂雄, 上月秀徳;兵庫県立工業技術センター研究報告書, 14, 52 (2005)
3) サンアロイ工業株式会社カタログ, (2005)

（文責　髙橋輝男）（校閲　山中啓市）

〔経常研究〕

３　ＳＯＦＣの低温作動に向けた固体電解質材料の開発

吉岡秀樹，兼吉高宏

１　目　　的

燃料電池は水素と酸素の化学反応により直接発電する高効率でクリーンな電源である。中でも酸化物イオン伝導体を電解質として用いた固体酸化物型燃料電池(SOFC)は、効率が高く貴金属触媒が不要という特長を持つ。しかし、電解質としてイットリア安定化ジルコニア(YSZ)を用いた場合には動作温度が約1000℃と高く、耐久性、起動時間、構成材料の選択に課題が残る。500～600℃で運転する中温型SOFCでは、上記の課題を克服することが可能であり、そのためランタンガレート系(LSGM)など中温域で高い伝導度を示す電解質材料の開発が精力的に行われている。

アパタイト型構造のランタンシリケートはイオン伝導性を示し、中温型SOFC用電解質の候補である[1)]。図１に示した単位格子には6個のSiO_4四面体、10個のLaイオン席(6hと4f)、2個の酸化物イオン席(2a)が存在する。La量は9.33～10（$La_{9.33}Si_6O_{26}$～$La_{10}Si_6O_{27}$）で変化させることが可能であり、La量が10以下ではLa席に空孔が生じる。一方、酸素量が26以上ではO(4)で構成される伝導経路に過剰酸化物イオンが生じ、伝導度が大きく変化する。また、La、Siは種々の陽イオンによる置換が可能である。本研究では、アパタイト型ランタンシリケートの組成（La量・酸素量、他の陽イオンによる置換）を検討し、イオン伝導度の向上を図った[2－4)]。また、イオン伝導度と結晶構造の関係を考察した。

２　実験方法

試料はゾル・ゲル法または固相反応法で作製した。イオン伝導度は交流インピーダンス法により測定し、結晶構造は粉末X線回折のリートベルト解析[5)]を行った。実験の詳細については、文献を参照のこと[2－4)]。

３　結果と考察

図２に本研究で作製した試料のイオン伝導度σを温度の逆数に対してプロットした。La量を9.33(図２の0933s)から9.67(0967s)、10(1000s)と増加させるにしたがって、伝導度が増加していることがわかる。これは、生成した過剰酸化物イオンが伝導を促進しているためと考えられる。一方、酸素量を26に固定し、Siの5%をMgで置換した試料(NEO-M03)も1000sと同程度の高い伝導度を示している。そこで、Mg置換でLa量が10の試料(1000M02s)を作製したところ、もっとも高い伝導度を

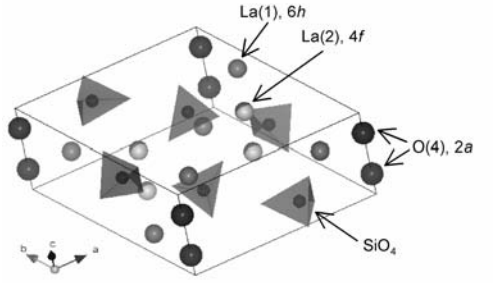


図１　アパタイト型ランタンシリケートの結晶構造

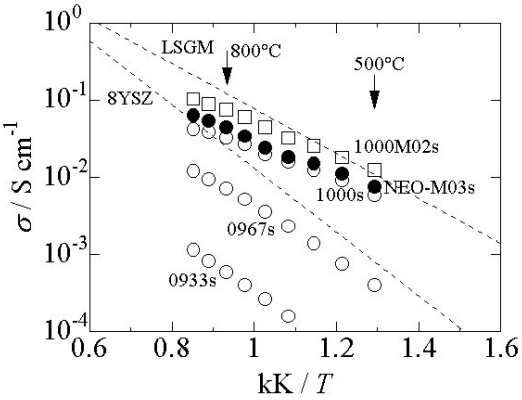


図２　イオン伝導度の組成・温度依存性

示した。この伝導度は図２の点線で示したYSZより高く、500℃ではLSGMに匹敵する高イオン伝導度である。

粉末X線回折のリートベルト解析の結果、高イオン伝導体では、(1) c 軸方向の格子定数が増加、(2)Si-Oの結合距離が増加、(3)伝導経路のトンネルを形成するLaイオンの三角形が収縮することがわかった。中性子回折によるさらに詳細な構造評価の計画を進めている。

参 考 文 献

1) S.Nakayama and M.Sakamoto, J.Eur.Ceram.Soc., 18,1413(1998)
2) H.Yoshioka, Chem.Lett., 33,392(2004)
3) H.Yoshioka and S.Tanase, Solid State Ionics, 176, 2395(2005)
4) H.Yoshioka, J.Alloys and Compounds, 408-412, 649(2006)
5) F.Izumi and T.Ikeda, Mater.Sci.Forum, 321-324, 198(2000)

（文責　吉岡秀樹）（校閲　園田　司）

〔経常研究〕

4　高効率応力発光材料の開発

石原嗣生

1　目　　的

機械的な外力により発光する応力発光材料は、遠隔での応力センシング、応力分布のビジュアル化への応用が検討されている[1)]。特に、強い応力発光が確認された長残光性の$SrAl_2O_4$:Eu、$Ca_2Al_2SiO_7$:Ce等酸化物系では、格子欠陥により形成された準位から転移の移動によってキャリアが解放されることにより発光すると考えられている。当センターでは、硫化亜鉛系蛍光体で、燐光性を有するZnS:Cu,Alと有しないZnS:Mnでは発光のメカニズムが異なり、ZnS:Cu,Alは摩擦熱により、ZnS:Mnはピエゾ電気により発光することを見いだしている。さらに、PDP用緑色蛍光体として使用されているZn_2SiO_4:Mnも発光寿命は短いがピエゾ電気により発光することを見いだした。本研究では、さらに高輝度な応力発光材料の開発を目指して、青色LEDを白色に変換する材料として使用されている酸化物蛍光体$Y_3Al_5O_{12}$:Ce (YAG:Ce)を作製し、応力発光の可能性について検討を行った。

2　実験方法

2．1 蛍光体粉末(YAG:Ce)の作製

純度99.99%のY_2O_3粉末、Al_2O_3粉末およびCeO_2粉末を$Y_{2.97}Al_5O_{12}$:$Ce_{0.06}$のモル比になるように秤量し、さらにフラックスとしてYAG:Ce 1molに対して0.4molBaF_2を加え、ボールミルで混合した後、アルミナるつぼを用い電気炉中1,500℃で2時間焼成を行った。得られた粉末を希硝酸で洗浄し、ろ過、水洗、乾燥を行い試料とした。

2．2 作製した蛍光体粉末の評価

得られた粉末の結晶構造をX線回折により調べ、蛍光スペクトルの測定は、蛍光分光光度計を用いて行い、応力発光の有無は、粉末を冷間埋め込み法によりエポキシ樹脂で固めたディスク状成形体で評価し、応力印加時の様子をデジタルビデオカメラで撮影した。

3　結果と考察

3．1 生成物の結晶構造および蛍光スペクトル

X線回折測定の結果、得られた試料は、一部$YAlO_3$も生成していたが、大部分は目的とした$Y_3Al_5O_{12}$組成の化合物であった。YAG:Ce蛍光体粉末の蛍光スペクトルを図１に示す。参照として、緑色蛍光体Zn_2SiO_4:Mnのスペクトルを示すが、YAG:Ce粉末の蛍光スペクトルは、ピークトップが緑色蛍光体とほぼ同じ532nmにあるが、スペクトル形状が、約700nmまで長波長側に大きく拡がったものであるため、黄色の蛍光を示した。蛍光寿命はZn_2SiO_4:Mnと同様に短く、残光性を示さないことから欠陥によるトラップ準位は存在しないことがわかる。

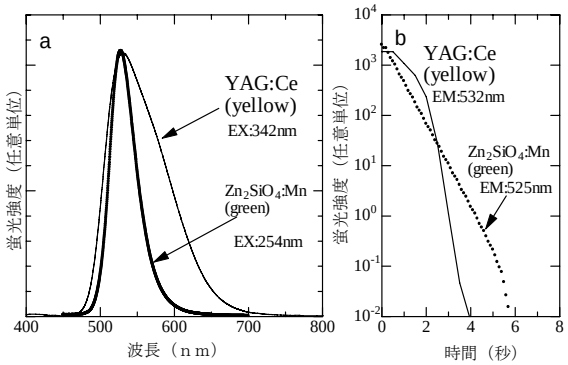


図１　YAG:Ceの蛍光スペクトル(a)および蛍光寿命(b)

3．2 応力発光

ディスク状のYAG:Ce樹脂複合体に上下から応力を印加した時の様子を図２に示すが、成形体の破壊時(b)に短時間であるが、黄色の高輝度発光を示した。

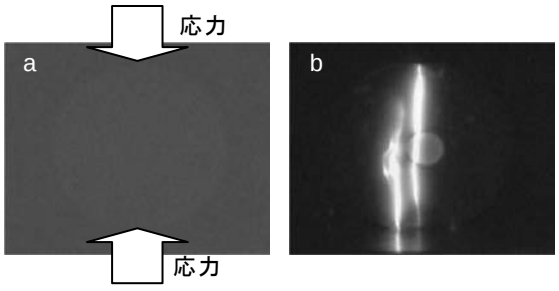


図２　ディスク状のYAG:Ce樹脂複合体への応力の印加方向(a)と応力発光画像(b)

4　結　　論

YAG:Ceは、応力により破壊時に薄暗がりでもはっきりとわかる黄色の高輝度発光を示した。$Y_3Al_5O_{12}$は、点群m3mの結晶構造を有しているので、本来、ピエゾ電気性は示さない化合物であるが、高輝度に応力発光したことより、従来考えられているものとは異なる応力発光メカニズムが存在する可能性を示している。

参 考 文 献

1)徐超男, セラミックス,39,130(2004)

（文責　石原嗣生）

（校閲　毛利信幸）

〔経常研究〕

5　特性X線・蛍光X線スペクトルによる材料評価

山下　満

1　はじめに

工業材料の高度化・高機能化により、成分の組成や結晶構造など従来の解析手法では把握が困難な、より詳細な物性情報、すなわち同一試料内の組成のゆらぎや価数変化などが重要となっている。

元素分析手法として広く使われている蛍光・特性X線には、組成の情報だけでなく元素が置かれている環境、すなわち原子周辺のごく近傍の局所的構造を強く反映した情報も含んでおり、材料の化学状態に着目した解析が可能である。本報告では産業界で広く使われているケイ素に着目し、２結晶型高分解能蛍光X線分光分析装置を用いて価数の異なるケイ素化合物の特性X線スペクトルの差異について議論した。

2　実験と測定

試料として単結晶シリコン(Si)ウェハおよび二酸化珪素(SiO_2)を用いた。Rhエンドウィンド型管球(50kV,60mA)を装備した２結晶型高分解能蛍光X線分光分析装置（リガク3580E3）を用い、Siの$K\alpha_{12}$のサテライトである$K\alpha_{34}$を測定した。なお、分光結晶は第１結晶、第２結晶共にInSn(111)（2d=0.7481nm)とし、試料室分光室は空気による減衰を避けるためロータリーポンプで約3Pa程度に減圧した。検出器は$Ar:CH_4$=9:1のPRガスをフローさせた比例計数管を用いた。測定条件は 0.005° のステップスキャンとし、各ステップあたりの積分時間は40秒とした。

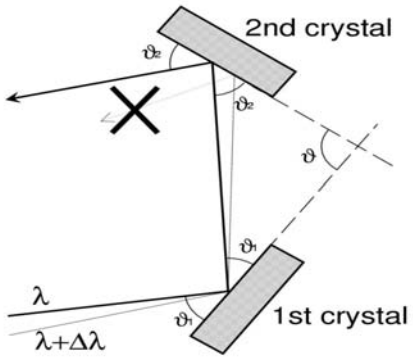


図１　２結晶型蛍光X線分光分析装置の光学配置図。第１、第２結晶の双方の回折条件が満たされないと、検出器への回折が起こらない。

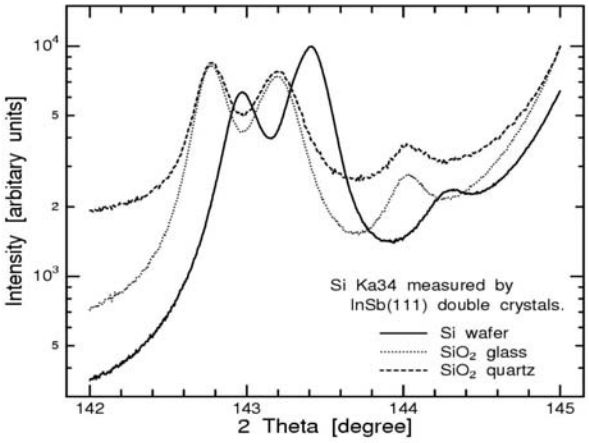


図２　単結晶SiウェハおよびSiO_2からのSi $K\alpha_{34}$スペクトル

3　結果と考察

図２ に単結晶Siウェハ、およびSiO_2からのSi $K\alpha_{34}$ スペクトルを示す。なお、SiO_2については、結晶状態（石英）とアモルファス状態（ガラス）の２種類からのスペクトルである。SiウェハとSiO_2のスペクトルを比較すると、SiO_2は純粋なSiに比べておよそ0.2 °（1.94eV相当）低角度側にシフトしていた。また、結晶状態が異なる（結晶・アモルファス状態）２種類のSiO_2のスペクトルを比較した結果、バックグラウンド強度に違いはあるものの、両者のピーク位置はほぼ同一で有意な差は見られなかった。

以上のことから、蛍光X線スペクトルは着目する原子の価数、すなわち、配位環境に応じてピーク位置や半値幅などに変化を生じるが、配位環境がほぼ等価な場合には石英とガラスを比較した例のように大きな差異は見られないと考えられる。 これは、バルク試料の化学状態の解析手法として広く用いられているラマン分光法と異なり、格子振動・分子振動の励起を必要としないX線スペクトル分光の特徴である。

この度活用した２結晶X線分光分析法は、試料を破壊することなく分析が可能で、さらに、光電子分光のような超高真空も不要のため、多種多様な試料を対象とすることが可能な汎用性の高い分析手法である。他機関と連携しながら活用の普及に努めたい。

（文責　山下 満）（校閲　園田 司）

〔経常研究〕

6　酸化物磁性半導体を用いるスピンエレクトロニクス材料の開発

泉　宏和

1　目　　的

従来の半導体デバイスでは、キャリアの電荷の自由度を用いて情報の輸送や記憶といった機能を発現していたのに対し、キャリアのスピン自由度を活用することで新たな機能を実現しようとする「スピンエレクトロニクス」が注目され、MRAM とよばれる不揮発性メモリや円偏光 LED といった光機能を有するデバイスへの応用を目指した研究が行われている。

これまで、母体の非磁性半導体としてGaAsを用いた系について多くの研究がなされてきたが、近年、酸化物半導体であるZnOやTiO_2を母体とする研究が急速に発展している。本研究では、酸化物半導体であり、透明導電膜としても広く用いられているIn_2O_3-ZnO（IZO）に磁性元素をドープした薄膜を作製し、その特性を評価した。

2　実験方法

試料薄膜は、PLD（パルスレーザー蒸着）法を用いて作製した。ターゲットは、In_2O_3（99.99%）、ZnO（99.9%）、Mn_3O_4（99.5%）およびCo_3O_4（99.5%）粉末を秤量後、ペレット状に成形し、大気中1373Kで２時間焼結したものを、基板には室温および473Kに保持した石英ガラス板を用い、5×10^{-2}Paの酸素雰囲気中、Nd:YAG第４高調波(λ=266nm)をターゲット上に集光して照射することで成膜を行った。

得られた膜について、X線回折により結晶構造を、X線光電子分光（XPS）により各元素の電子状態を評価した。電気特性の評価は、van der Pauw法により行った。

3　結果と考察

室温および473Kの何れの温度で作製した場合も、X線回折においてピークは見られず、X線的に非晶質な膜であることがわかった。

膜の電気的特性は、表１に示すように、Coドープ膜（IZO:Co）では抵抗率、Hall移動度、キャリア密度が非ドープ膜にほぼ等しく、基板温度に対する依存性もほとんど見られなかったのに対し、Mnドープ膜（IZO:Mn)では、キャリア密度の減少とホール移動度の増大が見られ、基板温度の上昇によりその傾向は顕著になった。XPSの結果によると、ドープしたCoとMnはいずれも３価の状態で存在しており、母体のInとZnの電子状態にも違いが見られなかったことから、両者の電気的特性の違いは、キャリア生成の原因である酸素空孔量のわずかな違いによるものと考えられる。

結晶化させたMnドープIn_2O_3-SnO_2（c-ITO:Mn）では室温で異常Hall効果が確認され、強磁性であることが報告されている[1)]。c-ITO:Mnの強磁性の起源は、Mnに局在化したスピンと結晶内を動き回る遍歴電子との間で生じる磁気的な相互作用と考えられている。そこで、473Kで成膜したIZO:MnについてHall効果の測定を行ったところ、図１に示すように十分な大きさの異常ホール効果を確認することはできなかった。ここで得られたIZO:MnはX線的に非晶質であったが、MnはMnO_xクラスタとして存在している可能性があり、このために強磁性的な挙動を示さなかったものと考えられる。

表１　試料薄膜の電気特性

	成膜温度 (K)	抵抗率 (Ωcm)	キャリア密度 (cm^{-3})	Hall移動度 ($cmV^{-1}s^{-1}$)
IZO	300	7.1×10^{-4}	4.9×10^{20}	18.1
	473	3.9×10^{-4}	5.2×10^{20}	30.8
IZO :Mn	300	1.7×10^{-3}	1.0×10^{20}	35.7
	473	3.3×10^{-3}	4.9×10^{19}	38.8
IZO :Co	300	7.4×10^{-4}	3.8×10^{20}	22.5
	473	4.9×10^{-4}	3.8×10^{20}	33.0

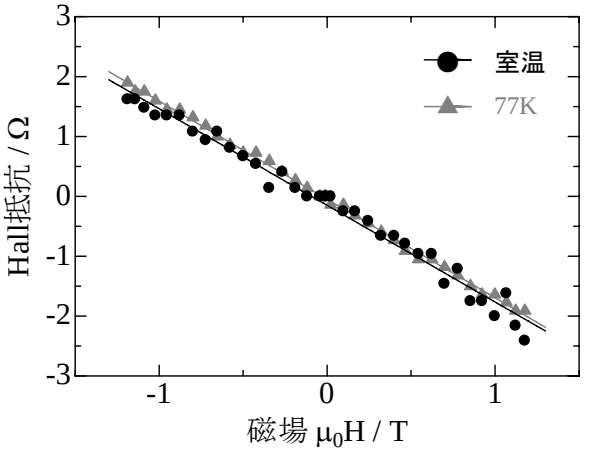


図１　473Kで作製したIZO:Mn薄膜のHall抵抗

参 考 文 献

1) J. Philip et al., *Appl. Phys. Lett.*, 85, 777(2004).

（文責　泉　宏和）

（校閲　園田　司）

〔兵庫県ＣＯＥプログラム推進事業「アトム窒化法を用いたアルミニウム合金等軽金属の高機能化技術の開発」〕

7　窒化処理したアルミニウム合金の耐食性評価

高谷泰之

1　目　　的

柔軟なアルミニウム合金表面を硬質化することが耐摩耗性の観点から望まれている。その一つにアトム窒化法を用いてアルミニウム合金表面にアルミニウム窒化層を形成させる試みがなされている。

実用化に向けては得られた窒化処理部材の欠陥評価および耐食性評価が不可欠である。アルミニウム基材における皮膜の欠陥および耐食性評価には、定電位法による方法、表面処理部材の耐食性にはアノード分極法が適用されている。また、浸漬試験期間中での耐食性の経時変化は、電気化学インピーダンス法が有効であると考えられる。

本研究では、アトム窒化処理条件と皮膜欠陥の関係、塩化ナトリウム水溶液中における表面改質部材の電気化学的特性や耐食性指標が測定できる評価技術を見いだすことを目的とした。

2　実験方法

窒化処理に用いたアルミニウム合金基材は、Al-4mass%Si であり、試料形状は直径がΦ20mm で厚さ 5mm のコイン状である。電子ビーム励起プラズマ（アトム窒化）法を用いて窒化処理を行い、その時の温度を種々変化させて得られた窒化処理試料の交流法による電気化学インピーダンス特性および直流法によるアノード分極特性を測定した。

腐食試験の腐食液には 0.5mol/dm^3 塩化ナトリウム水溶液を使用した。その腐食液は市販特級試薬の塩化ナトリウムとイオン交換水を用いて調製し、特に溶液の pH は調製しなかった。電気化学インピーダンス特性とアノード分極特性の測定には、図 1 に示す電気化学測定用フラットセルを用い、腐食液は 300mL である。それぞれのコイン状試料をフラットセルのジグに挟み込むと、

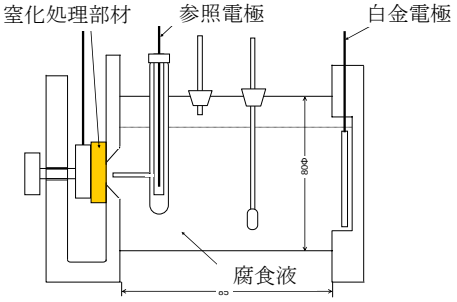


図１　電気化学測定用フラットセル

腐食液に試料の表面積が 1cm^2 曝されるように設計されている。大気開放の腐食液に静止状態で試料を浸漬し、試料の腐食電位測定、電気化学インピーダンス特性、およびアノード分極特性を逐次測定した。測定はすべて 308K（35℃）恒温で行った。

3　結果と考察

3．1 アノード分極特性

大気開放 0.5mol/dm^3 塩化ナトリウム水溶液中における各温度条件でアトム窒化処理した Al-4mass%Si 合金部材の腐食電位を表１に示す。表中には浸漬 30 分後の腐食電位の値を示している。Al-4mass%Si 合金(素材１）の腐食電位は浸漬直後-685mVvs.Ag/AgCl の値を示し、浸漬 30 分後もほとんど変化が認められなかった。窒化処理部材の腐食電位は浸漬直後-690～-811mV にあり、浸漬 30 分後にはすべての部材が 50mV ほど卑な方向に移行した。窒化処理部材の腐食電位は、窒化処理温度による大きな

表１　窒化処理部材の耐食性指標値

試　料	腐食電位 mV	孔食電位 mV	腐食抵抗値 kΩ･cm^2
素材 1	-684	-669	4.32
素材 2	-739	-664	3.74
460℃	-764	-691	5.24
470℃	-738	-677	7.08
480℃	-717	-669	7.17
500℃	-728	-664	20.04
505℃	-758	-731	2.37

素材 2：510℃窒化処理後研磨、電位：vs.Ag/AgCl

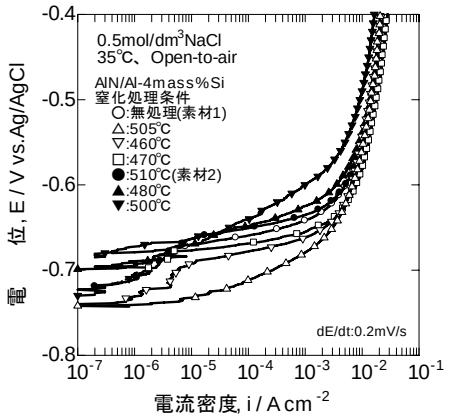


図２　窒化処理条件の異なる Al-4mass%Si 合金のアノード分極特性

相違が認められなかった。素材２は窒化処理時に 510℃に加熱された Al-4mass%Si 合金基材であり、孔食電位に及ぼす熱処理の影響を調べた。

アトム窒化処理した部材の塩化ナトリウム水溶液中におけるアノード分極特性を図２に示す。すべての試料は腐食電位からアノード方向に電位を走査させると、直ちにアノード電流が流出している。アノード電流の流出は試料表面の溶解が始まっていることを示している。すなわち、不働態域が観察されず、全面溶解の様相を暗示している。その中でも、460℃、470℃と 500℃で窒化処理した試料にわずかであるがアノード分極曲線にゆるやかな電流の増加を示す不働態域が観察され、電位を貴にすると電流の増加が大きくなり、電流の流出に折れ点が観察され、試料の孔食電位の出現である。

求められるアノード分極曲線においてアノード電流が $10\,\mu$ A/cm^{2}となる電位を孔食電位とし、表１に示す。その結果、500℃、素材2、480℃、素材1、470℃、460℃、505℃の順に孔食電位が卑な値になった。これらの順列から見ると、500℃で窒化処理した部材がもっとも耐孔食性があるといえるが、大気中に放置していた研磨試料とほとんど同じ値を示している。このことから、現段階では窒化処理が耐孔食性を向上させているとはいえない。また、窒化処理した試料のアノード溶解は、基材に貫通する皮膜欠陥において生じるため、孔食電位は基材のものに支配されるとも考えられ、窒化処理による部材の孔食電位は同じ値になっても差し支えない。

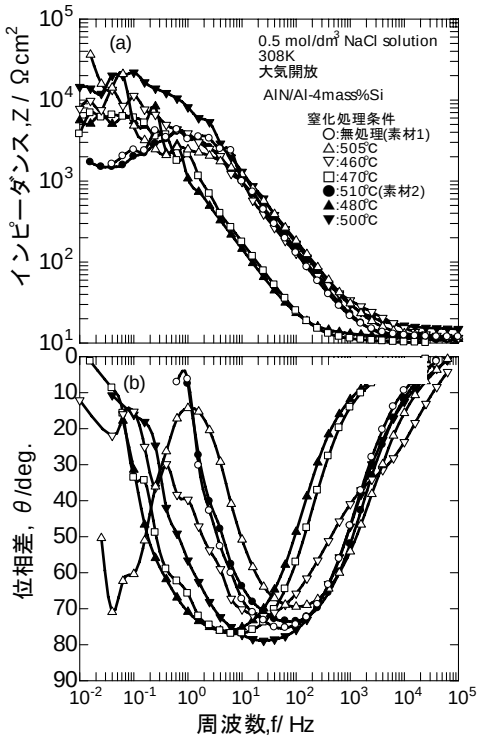


図３　窒化処理した Al-4mass%Si 合金の電気化学インピーダンス特性：ボード線図表示

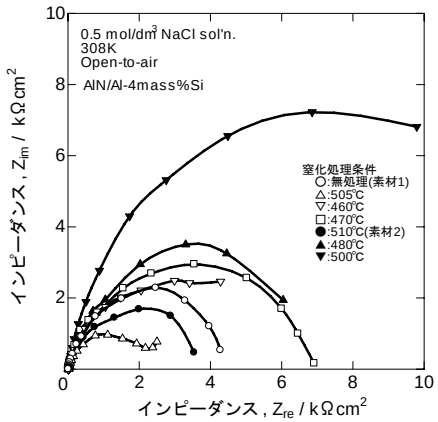


図４　窒化処理した Al-4mass%Si 合金の電気化学インピーダンス特性：ベクトル軌跡表示

３．２ インピーダンス特性

塩化ナトリウム水溶液におけるアトム窒化処理部材の電気化学インピーダンス特性のボード線図を図３に示す。たとえば、図中の 500℃窒化処理部材（▼印）では、高周波数域で溶液抵抗（R_s）に相当する 15Ω cm^2 の一定なインピーダンスを示し、周波数の低下にともない －１の傾きをもってインピーダンスが増大する。周波数 2Hz 付近でインピーダンスの折れ点を示し、その後ゆるやかに増大する。それにともなって位相差が０から 80deg へと変化する。位相差は 30Hz 付近で極大値をとった後 0.1Hz 付近で再び０deg へと小さくなる。２Hz 付近での折れ点部のインピーダンスが反応抵抗値と溶液抵抗値（R_c）の和である。窒化処理温度が 470℃（□印）と 480℃（▲印）では、インピーダンスの増加が低周波数側に移行している。

電気化学インピーダンス特性のベクトル軌跡図を図４に示す。たとえば、470℃で窒化処理した部材（□印）では半円が描かれ、その直径は約 $7\times10^3\,\Omega$ cm^2 である。逐次窒化処理部材で測定された半円の直径（R_p）がそれぞれの部材における耐食性評価に用いられる。半円の直径が大きいほどその部材の耐食性が優れていることになる。もっとも大きな腐食抵抗値が得られたものは窒化処理温度が 500℃で、その値は $50\times10^3\,\Omega$ cm^2 であった。窒化処理温度の違いによる耐食性指標を表１に示す。なお、腐食抵抗値が高いほどその材料は耐食性に優れ、腐食速度（$i_{corr.}$）はその逆数（$1/R_p$）に比例する。

４　結　　論

窒化処理部材の耐食性を塩化ナトリウム水溶液中で電気化学的に評価し、直流分極法では窒化処理条件が及ぼす耐食性の差異は認められなかった。交流インピーダンス法により腐食抵抗値が精度よく測定することができ、窒化処理部材の耐食性指標を得ることができた。

（文責　高谷泰之）（校閲　西羅正芳）

〔兵庫県 COE プログラム推進事業〕

8　各種破砕機用高機能刃物・部材の開発

後藤浩二，富田友樹，岡本善四郎，西羅正芳，上月秀徳

1　目　　的

循環型社会を形成するにあたって、ごみ(廃棄物)をどのようにリユースまたはリサイクルするかが大きな問題となる[1)]。ごみのリサイクルにおいては、まず破砕をして小さくすることから始まる。図１は、剪断式破砕機によって冷蔵庫を破砕している様子である。

破砕とは、大きく分けて「剪る」「砕く」「押し潰す」ことにより行われるが、「剪る」ことにより小さくする剪断式破砕機用刃物においては、切れ味すなわち耐摩耗性は当然のことながら、破砕中の衝撃により刃物が欠けたり、割れたりしないよう耐衝撃性に優れた材料であることが求められる。

耐衝撃性を向上させると耐摩耗性が低下するなど、この相反する２つの機能を単一材料で両立させるには限界がある。一般には、その解決策として、それぞれの機能に優れた材料を複合化したり、表面処理を施したりする方法が採用されている。

本研究では、このような処理プロセスを体系付けながら、破砕機用刃物に最適な耐摩耗性と耐衝撃性に優れた複合材料の開発を行った。



図１　冷蔵庫を破砕している様子

2　実験方法

本研究では、熱処理を施すことにより物性を傾斜させ耐摩耗性と耐衝撃性を両立させる方法、異種金属の接合による方法および硬化肉盛溶接により耐摩耗性が必要な部分のみを硬化させる方法と大きく分けて３つの処理プロセスの検討を行った。

鋼素材と処理プロセスを組み合わせた 11 種類について、衝撃試験、摩耗試験、硬さ試験、組織試験等を行い、それぞれの材料の基礎的な物性データを集めるとともに、破砕機用刃物の使用環境に合った試験として実摩耗試験と実衝撃試験を行った。

２．１　実摩耗試験

実摩耗試験は、図２に示す構造の実摩耗試験機を使用し、摩耗材（アランダム＃54）中、理論周速 0.16m/s で約 850 時間行った。図３に実摩耗試験機の内部の状況を示す。

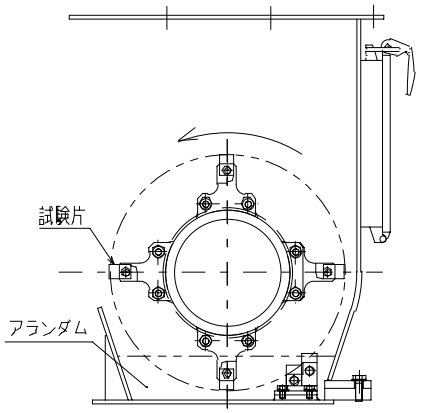


図２　実摩耗試験機の構造（前面）

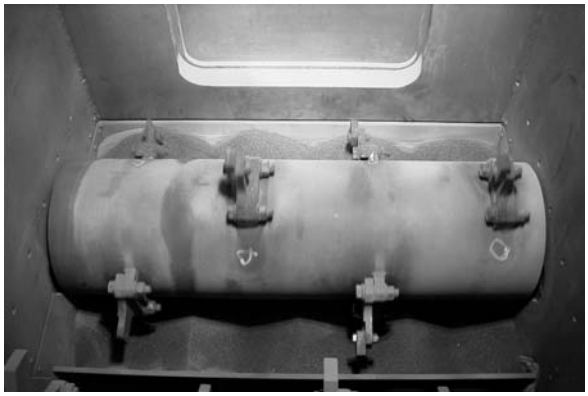


図３　実摩耗試験機の内部

２．２　実衝撃試験

実衝撃試験は、実際の使用環境で想定される衝撃を加えることのできる試験機（図４）を作製し、各種試験片を破損させた際のハンマーの回転数やハンマー及び試験片のひずみ量、さらに油圧モータの作動圧力等の測定を行った。

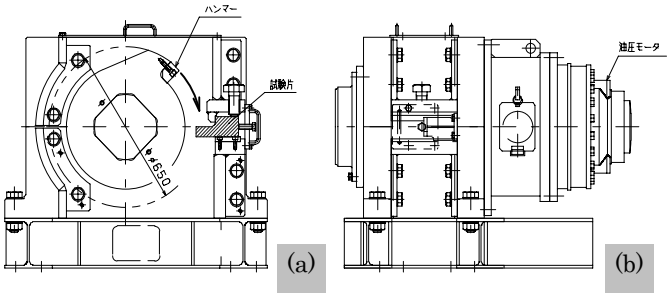


図４　実衝撃試験機の構造（前面(a)と側面(b)）

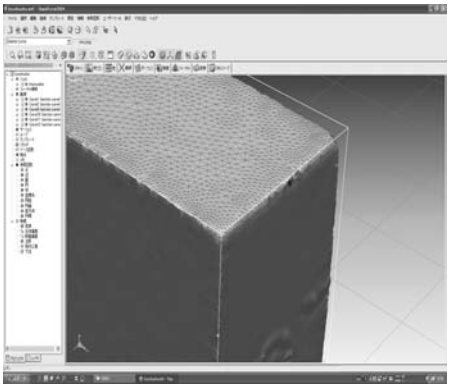


図５　三次元測定機による実摩耗試験片の計測例

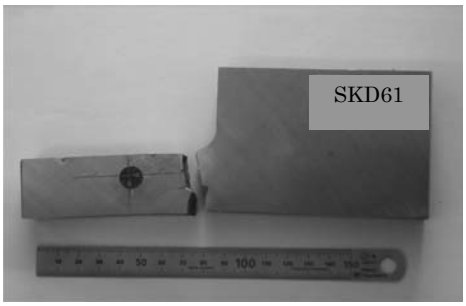


図６　実衝撃試験後の試験片

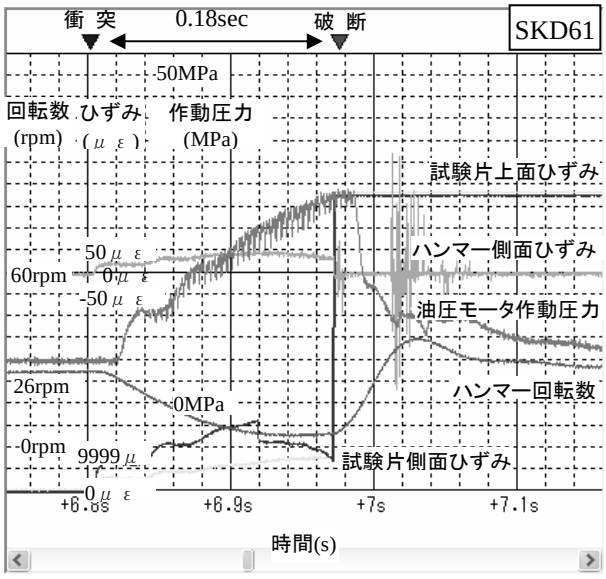


図７　実衝撃試験における計測データの一例

３　結果と考察

３．１　実摩耗試験結果

破砕機用刃物の耐摩耗性の評価を行う場合、剪断作用の低下につながるエッジ部の摩耗状態が問題となるため、評価はエッジ部で行う必要がある。そこで、レーザ照射式三次元測定機によってエッジ部の計測を行った。図５に実摩耗試験片の計測例を示す。

計測の結果、表面硬さの高い材料ほど実摩耗試験においても耐摩耗性に優れていた。しかし、処理層が薄い材料や母材が露出している材料ではその限りでなく、破砕機用刃物に限定しての評価であると考える。

３．２　実衝撃試験結果

実衝撃試験後の試験片の状況と計測データの一例を図６および図７に示す。横軸は時間、縦軸は図中に示した回転数、作動圧力、ひずみ量を表している。ハンマー側面ひずみが発生した時点が衝突の瞬間、ハンマー側面のひずみ量がゼロに戻る時点が、試験片の破断した時間を示している。その結果、破断に要した時間は 0.18 s となる。この時間は、計装化シャルピー衝撃試験の破断時間 0.16ms に比べ 1,000 倍という非常にゆっくりとした衝撃であることがわかる。このことより、実衝撃試験では、静的な引張強度の影響を大きく受けているものと考えられる。

また、各材料の油圧モータ作動圧力の時間変化を比較することにより、油圧モータ作動圧力の上昇曲線が亀裂発生までのエネルギー量の指標であり、圧力降下の傾斜が亀裂伝播エネルギー量の指標であることが分かった。

４　結　　論

研究の結果、破砕機用刃物の評価方法を確立することができ、11種類の処理材の耐摩耗性と耐衝撃性の特性を整理することで、破砕する際、廃棄物の特性に応じた適切な刃物材料を選択できるようになった。

特に、耐衝撃性の評価においては、実際の刃物速度と刃物形状を模擬した実衝撃試験と通常のシャルピー衝撃試験とでは大きく異なっており、破砕機用刃物における破壊強度は、靭性より引張強度に大きく依存しているという結果が出た。これにより、低速剪断式破砕機の刃物破損メカニズムを解明することができた。

謝　　辞

本研究は、平成 17 年度兵庫県 COE プログラム推進事業において、近畿工業(株)が実施主体となり、工業技術センター、兵庫ものづくり支援センター神戸、(財)新産業創造研究機構、(財)近畿高エネルギー加工技術研究所の技術支援によって行われたものであり、関係各位に感謝します。

参 考 文 献

1)環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部企画課リサイクル推進室：廃棄物年鑑, 環境産業新社, (2006), p. 33.

（文責　後藤浩二）
（校閲　富田友樹）

〔兵庫県イノベーションセンター・インキュベートF/S事業〕

9　環境調和型めっきプロセスの開発に関する研究

園田　司，高橋輝男，山下　満，山中啓市

1　目　　的

従来、電気亜鉛めっき後に六価クロムを含むクロメート処理を行うプロセスが鉄鋼製品の防食に最も広く使用されてきた。しかし、このような処理を行った家電製品、自動車などが屋外に放置されると、酸性雨によりクロメート処理皮膜中の六価クロムが溶出し、河川、地下水を汚染することにより人体に影響を及ぼす恐れがある。また、欧州では電気・電子機器に含まれる特定有害物質の使用制限に関する指令(RoHS 指令)が 2006 年 7 月に、廃車指令(ELV 指令)における防錆コーティングへの六価クロムの使用が 2007 年 7 月に禁止されることにより、六価クロム、鉛、水銀、カドミウムなどの有害物質の使用が制限される。すなわち、六価クロムの発ガン性による危険が認識されるようになり、鉄鋼の防食用としてこれまで大量に使用されてきた亜鉛めっき後のクロメート処理に代わる代替プロセスの開発が不可欠である。

代替処理法として、毒性の少ない三価クロムによる化成処理プロセスが実用化されているが、排水処理工程および加熱による再酸化により六価クロムが生成される恐れがあり、最終的には、クロムを全廃しためっきプロセスの開発が望まれている。さらに、近年、亜鉛は貝類などの水生生物に有害であることが指摘され、亜鉛に対する規制も厳しくなることが予想されることから、亜鉛めっきおよびクロメート処理に代わる環境調和型めっきプロセスを開発するとともに、めっき事業所への早期導入が必要である。本研究では、低コストで迅速にスズ－鉄合金めっき皮膜の作製が可能な電気めっき法により、広範囲の鉄含有量を有するスズ－鉄合金めっき皮膜を作製し、めっき外観、皮膜組成、めっき皮膜の結晶構造、表面形態、耐食性について検討した。

2　実験方法

2．1 ハルセル試験

硫酸第一スズ 、硫酸第一鉄、グルコン酸ナトリウム、界面活性剤を含む種々のめっき浴を作製した後、アノードにスズ板、カソードに銅板を用い、液量 250mL、浴温 35℃、電流 1A の条件で、ハルセル試験を行い、めっき外観に及ぼす浴の pH の影響を検討した。

2．2 X線回折測定

銅板上に種々の鉄含有量を有する厚さ約 10μm のスズ－鉄合金めっき皮膜を電析させ、回転対陰極式X線回折装置(CuKα、40kV-100mA)を用いて、皮膜の結晶構造を調べた。

2．3 皮膜組成の分析および表面形態観察

皮膜中の鉄含有量は、銅板上に電析させた合金めっき皮膜をエネルギー分散型X線分析装置により分析し、皮膜の表面形態は、走査型電子顕微鏡により観察した。

2．4 耐食性評価

塩水噴霧試験により、従来使用されている亜鉛めっき皮膜と耐食性を比較した。

3　結果と考察

3．1 スズ－鉄合金めっきの外観に及ぼすめっき浴のpHの影響

図１に、基本浴を用いたハルセル試験におけるスズ－鉄合金めっきの外観に及ぼすめっき浴の pH の影響を示す。これより、pH４では無光沢めっきの外観を示したが、pH５では光沢めっき領域が拡大した。また、pH６および pH７においても光沢めっきが得られ、中性の pH 領域においてめっき外観が改善されることがわかった。

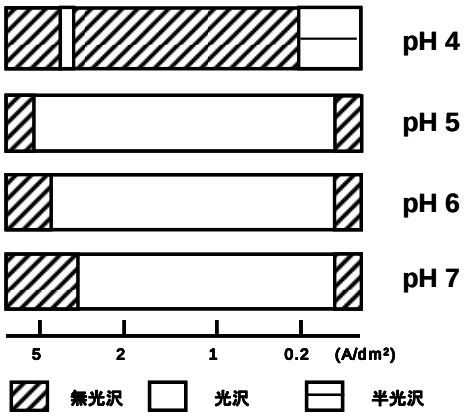


図１　めっき外観に及ぼすめっき浴のpHの影響

3．2　スズ－鉄合金めっき皮膜中の鉄含有量に及ぼす電流密度の影響

図２に、基本浴(pH６)のスズ－鉄合金めっき皮膜中の鉄含有量に及ぼす電流密度の影響を示す。なお、点線は浴中の鉄含有量を示す。0.5A/dm²では、鉄含有量７％と最も低いが、２A/dm²では24%となり、３～５A/dm²

では、約20%の鉄含有量が得られた。

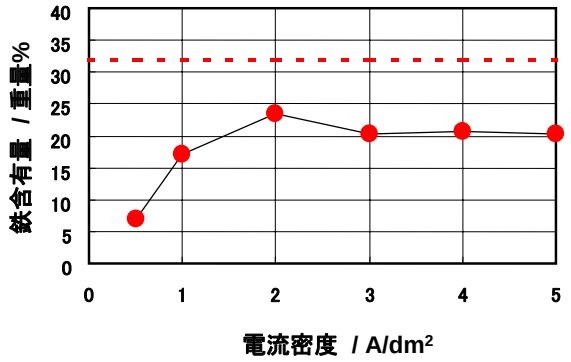


図２　皮膜中の鉄含有量に及ぼす電流密度の影響

３．３　スズ－鉄合金めっきの電流効率に及ぼす電流密度の影響

図３に、電流効率に及ぼす電流密度の影響を示す。0.5～５A/dm²において、電流密度の増大に伴い、電流効率が低下する傾向を示した。

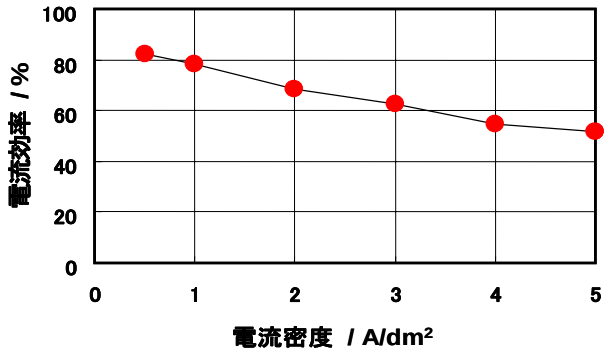


図３　電流効率に及ぼす電流密度の影響

３．４　スズ－鉄合金めっき皮膜の結晶構造に及ぼす鉄含有量の影響

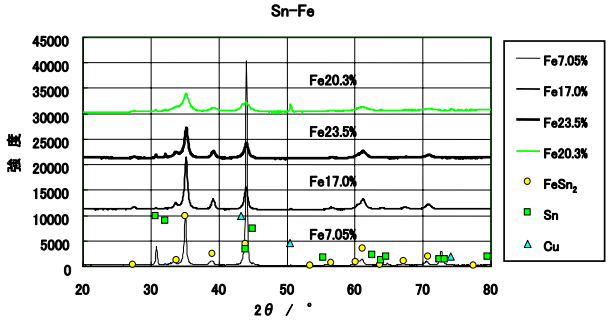


図４　スズ－鉄合金めっき皮膜の結晶構造に及ぼす鉄含有量の影響

図４に、スズ－鉄合金めっき皮膜の結晶構造に及ぼす鉄含有量の影響を示す。鉄含有量７%の皮膜では、スズの回折線が認められるが、鉄含有量17～24%の皮膜では$FeSn_2$に対応する回折線のみ観察された。

３．５　スズ－鉄合金めっき皮膜の表面形態に及ぼす電流密度の影響

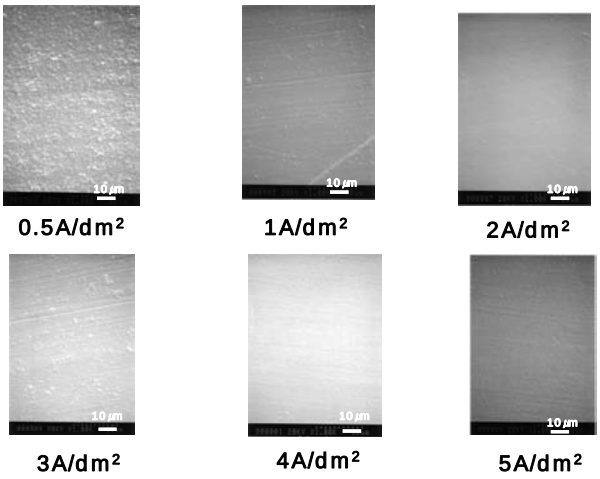


図５　スズ－鉄合金めっき皮膜の表面形態に及ぼす電流密度の影響

図５に、表面形態に及ぼす電流密度の影響を示す。0.5A/dm²では、半光沢の外観を示したが、1～5A/dm²では、光沢めっき皮膜が得られた。

３．６　耐食性評価

塩水噴霧試験により、スズ－鉄合金めっき皮膜および従来使用されている亜鉛めっき皮膜の耐食性を評価したところ、144時間の塩水噴霧試験後において、亜鉛めっきでは白錆の発生が観察された。一方、スズ－鉄合金めっき皮膜では、スズの溶出に起因すると考えられる白色の生成物が一部観察された。

４　結　　論

電気めっき法により、７～24%の鉄含有量を有する平滑なスズ－鉄合金めっき皮膜の作製が可能である。

謝　　辞

塩水噴霧試験にご協力いただきました日鉱メタルプレーティング㈱　藤平善久氏、安藤直行氏に厚くお礼申し上げます。

参 考 文 献

1）園田　司，小林弘典，河本健一，栄部比夏里，辰巳国昭；表面技術，vol.54，528(2003)

（文責　園田　司）
（校閲　山中啓市）

〔経常研究〕

10　環境にやさしいめっきプロセスの開発に関する研究

園田　司，高橋輝男，山下　満

1　目　　的

従来、電気亜鉛めっき後六価クロムを含むクロメート処理を行うプロセスが鉄鋼製品の防食に最も広く使用されてきたが、このような処理を行った自動車、家電製品などが屋外に放置されると、酸性雨によりクロメート処理皮膜中の六価クロムが溶出し、河川、地下水を汚染することにより人体に影響を及ぼす恐れがある。

また、欧州では、電気・電子機器に含まれる特定有害物質の使用制限に関する指令(RoHS 指令)が 2006 年 7 月に、廃車指令(ELV 指令)における防錆コーティングへの六価クロムの使用が 2007 年 7 月に禁止される。

従来、大量に使用されてきた亜鉛めっきークロメート処理に代わる代替プロセスとして、これまで低コストで迅速に皮膜の作製が可能な電気めっき法により、スズー鉄合金めっき皮膜[1)]を作製し、その耐食性について検討してきたが、連続めっき鋼板へ適用する場合には、プレス加工性が要求されるため、皮膜の機械的特性を評価した。

2　実験方法

2．1 めっき皮膜の作製

硫酸第一スズ 、硫酸第一鉄、グルコン酸ナトリウム、界面活性剤を含むめっき浴を作製した後、アノードにスズ板、カソードに鉄板を用い、約５μm 厚さのスズー鉄合金めっき試料を作製した。

2．2 X線回折測定

X線回折装置(CuKα、40kV-20mA)を用いて、銅箔上に電析させた約 3μm 厚さのスズー鉄合金めっき皮膜の結晶構造を調べた。

2．3 皮膜組成の分析および表面形態観察

作製したスズー鉄合金めっき皮膜を 180°で折り曲げ、表面形態を走査型電子顕微鏡により観察した。また、皮膜中の鉄含有量は、銅板上に電析させた合金めっき皮膜をエネルギー分散型X線分析装置により分析した。

3　結果と考察

図１に、鉄板上に電析させたスズー12%鉄合金めっき皮膜を180°で折り曲げた表面形態を示す。比較として、亜鉛めっき皮膜の表面形態も示す。

これより、スズー12%鉄合金めっき皮膜は、180°での折り曲げに対し、皮膜の剥離がなく、亜鉛めっき皮膜に類似した表面形態を示すことから、プレス加工性に優れると考えられる。

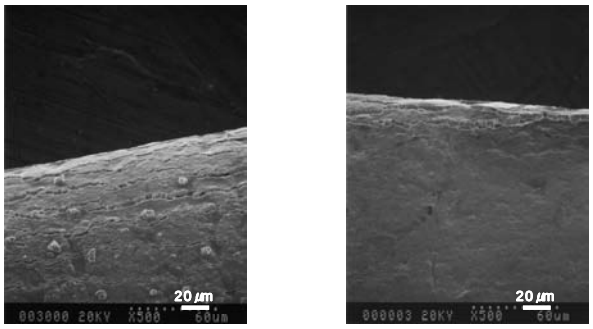


図１　180°で折り曲げためっき皮膜の表面形態

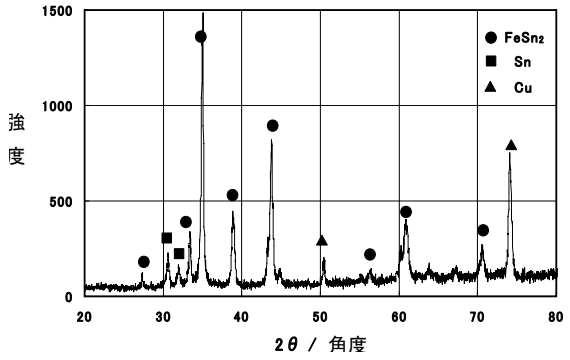


図２　スズー13%鉄合金めっき皮膜の結晶構造

図２に、スズー13%鉄合金めっき皮膜の結晶構造を示す。180°で折り曲げたスズー12%鉄合金めっき皮膜に剥離が発生しない理由として、図２のX線回折測定の結果から、$FeSn_2$相を形成しないスズが存在することにより、皮膜の柔軟性が保持されるためと推測される。

4　結　　論

スズー12%鉄合金めっき皮膜は、180°での折り曲げに対し、皮膜の剥離がなく、プレス加工性に優れる。

参 考 文 献

1）園田　司, 小林弘典, 河本健一, 栄部比夏里, 辰巳国昭；表面技術, vol.54, 528(2003)

（文責　園田　司）
（校閲　西羅正芳）

〔経常研究〕

11　部分活性化前処理法を利用した無電解めっき技術に関する研究

山岸憲史，西羅正芳

1　目　　的

ガラス基板上に電極や配線パターンを形成するのに部分めっき法が利用されている。既報[1)]で、感受性化処理に固体活性剤(２価のＳｎ化合物)を用いた固体接触法により、マスクレスでの部分めっきが可能であることを報告した。この方法は、めっきを必要とする部分のみを活性化する新しい部分活性化前処理法として提案したものである。部分活性化には、固体活性剤の接触方法を考える必要がある。固体活性剤として用いる酸化すず(Ⅱ)は、数μｍから数十μｍの結晶からなる粉末で，これを基板上の所定の部分にのみ接触させることが要求される。これまで、竹べらに粉末を付けて接触させる方法を採用してきたが、より作業性を向上させる目的で、粉末の成形および活性化ペンの作製に関する検討を行った。

2　実験方法

めっき用の基板には、松浪硝子工業(株)製のスライドガラス(S1112)を用いた。固体活性剤には、和光純薬工業(株)製酸化すず(Ⅱ)の結晶粉末(以下Sn0粉末と記す)を用い、圧粉成形あるいは竹ベラに付けて使用した。固体接触法による活性化処理は、固体活性剤を基板に接触させた後、パラジウムを含む触媒液に浸すことにより施した。固体接触法を用いためっき工程を図１に示す。使用した前処理液および無電解ニッケルめっき浴の組成，処理条件は既報[1)]と同様である。Sn0粉末の圧粉成形は、直径13㎜のプレス金型に２gの粉末試料を入れ、面圧9.8～29.4MPaを加えて成形した。

3　結果と考察

Sn0粉末を直接、または乳鉢で粉砕した後、圧粉成形した成形体は、いずれも強度が低く簡単に壊れた。そこで、Sn0粉末に成形助剤を加えることを検討した。数種類の成形助剤について、それぞれ10wt%を添加して成形した結果、アジピン酸、ホウ酸を添加した成形体が高い強度を示した。アジピン酸を添加した成形体を図２(ａ)に示す。これらの成形助剤を加えた成形体を用いることで、固体接触処理に用いる活性化ペンを作製することができた。図２(ｂ)のＡ，Ｂは、それぞれアジピン酸、ホウ酸を加えた成形体より作製した活性化ペンである。

上記で作製した活性化ペンを用いてガラス基板上にめっきした結果を図３に示す。図３中のａ，ｂは、それぞれ図２(ｂ)のペンＡ，Ｂを用いてループパターンを描く



図１　固体接触法を用いためっき工程の概略図



（ａ）　　（ｂ）

図２　(ａ)圧粉成形した固体活性剤と(ｂ)活性化ペン

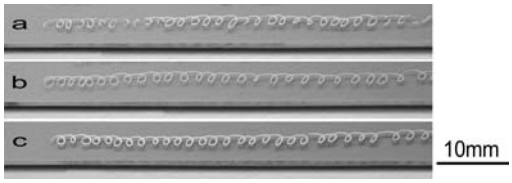


図３　活性化ペンを用いた固体接触法によりガラス基板上に析出した無電解Ｎｉめっき

方法、図３中のｃは、Sn0粉末を付けた竹べらで描く方法により部分活性化を施した場合である。ａおよびｂでは、線幅100～200μｍのループパターンのめっきが得られ、ｃでは、線幅は200～300μｍのめっきが得られた。ａではめっきの欠落部が見られたが、ｂ，ｃでは連続したパターンであった。以上より、パターンの細線化や連続的な描画に適する活性化ペンとして、ホウ酸を添加した“ペンＢ”が有望であることが分かった。

4　結　　論

固体活性剤として用いる酸化すず(Ⅱ)粉末にホウ酸を成形助剤として加えることで、強度の高い圧粉成形体を得ることができた。また，この成形体を加工して、部分活性化に適する活性化ペンを作製することができた。

参 考 文 献

1)山岸憲史，西羅正芳，松井博，工業技術センター研究報告書，14,50（2005）.

（文責　山岸憲史）（校閲　西羅正芳）

〔経常研究〕

12　ラピッドプロトタイピング（ＲＰ）技術を活用した鋳造製品製造技術の開発

兼吉高宏，柏井茂雄，後藤泰徳，平田一郎

１　目　　的

近年、コンピュータ技術の発達により三次元ＣＡＤをはじめとしたデジタル化が進み、鋳造分野においても、三次元データから直接物体(モデル)を作製するラピッドプロトタイピング(ＲＰ)技術を試作、少ロット生産などの実用生産へ活用する試みが始まっている。当センターにおいても、紙積層ＲＰモデルを用いた精密鋳造法の開発を行ってきた。本研究ではこの技術を発展させ、粉末積層方式のＲＰモデル焼失法による鋳造技術の開発を目的とし、モデル焼失法において、特に重要な粉末積層ＲＰモデルの熱分解挙動について調べた。

２　実験方法

ＲＰモデルの積層造形は、粉末に接着剤を塗布、固化する方式の粉末積層装置（ZPrinter310）を用いて行った。粉末は、デンプン、プラスチックライク、石膏粉末の３種類を用いた。それぞれの粉末について、熱分析（TG-DTA）により熱分解特性を調べた。

また、造形したＲＰモデルを電気炉内で燃焼させ、モデルの焼失状態の把握、検討を行った。

３　結果と考察

造形に用いた粉末の熱分析(TG-DTA)の結果を図1に示す。いずれの粉末においても、600K付近から発熱反応（燃焼）および重量減少が顕著となる。特にデンプン粉末は、750Kで大きな発熱反応を示し、重量減少はほぼ100%となる。この結果から、いずれの粉末でも623K以上の加熱処理を行うことにより、粉末の燃焼が起こり、固化させた粉末の崩壊あるいは焼失する可能性がある。特に、デンプン粉末はおよそ773Kの加熱を行えば完全な焼失処理を行える可能性があることがわかった。

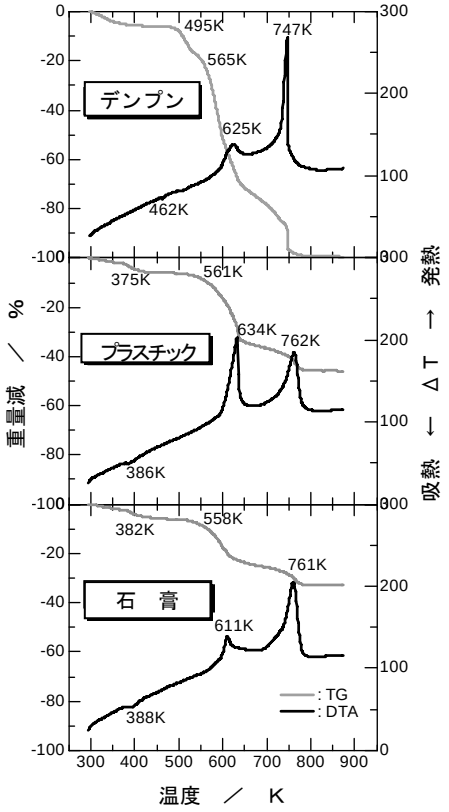


図1　造形に用いた粉末の熱分析(TG-DTA)の結果

デンプン粉末を三次元造形したＲＰモデルを用いて、523Kおよび623Kで処理した状態を示す。523Kで8hr処理したモデルは、部分的に炭化しているものの、焼失することなく形状を保っている。一方、623Kで8hr処理した場合、形状は完全に崩壊し、残渣もほとんどない。

以上の結果、デンプン粉末のＲＰモデルでは623K、8hr処理により分解が可能であることから、モデル焼失法による鋳型作製に利用可能であることがわかった。

（文責　兼吉高宏）（校閲　柏井茂雄）

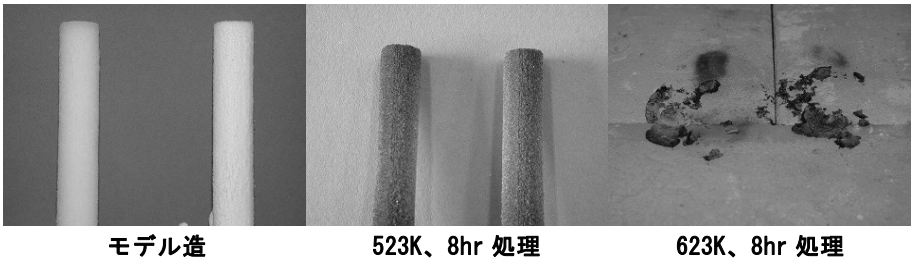


図2　各温度で燃焼させたＲＰモデル（デンプン粉末）

〔技術改善研究「繊維性天然高分子の材料化技術に関する研究」〕

14　エレクトロスピニング法による医療材料の開発

中野恵之，福地雄介，北川洋一，毛利信幸，桑田　実

１　目　　的

エレクトロスピニング法は、20ｋＶ程度の高電圧をノズルに加え、そこから噴霧される高分子溶液に電圧印加させることからミクロファイバーやナノファイバーを作製する方法である。これまで細胞培地に適した材料であるコラーゲンや生分解性高分子によるミクロファイバーの作製と装置の開発を検討してきた[1)]。その結果、コラーゲンやポリ乳酸をはじめとする生分解性高分子材料の繊維化が可能となった。

本年度は、このミクロ・ナノファイバーの用途開発のための成形・加工技術について検討した。人体被覆材料に用いる場合は、基布へのコーティング技術や、人体の形状に合わせた成形技術が必要となるため、それら加工技術について検討を加えた。この成型物の作製技術開発によって、人体形状に合わせた医療関連の製品開発を目指した。

２　実験方法

２．１　エレクトロスピニング法

エレクトロスピニング法は試料を溶剤に溶解して高電位をかけたキャピラリー中を移動させ電圧印加させることによりミクロファイバーやナノファイバーを作製する技術である。本実験におけるノズル位置やアースの取り方は、目的に合わせて変更したが、基本的なエレクトロスピニング装置及び方法については前報[1)]にて報告した。

２．２　カバー成型物の試作法

エレクトロスピニング法で作製される微小繊維は、生成時に帯電しているため、アースがとられた金属に集積させることができる。この原理を応用して、被覆サンプル（カバーする対象物を示す）の形状に合わせてカバー可能な成型物の試作を行った。被覆サンプルに金属を蒸着して表面にアースをとり、そこに微小繊維を集積させてカバー成型物の作製を試みた。被覆サンプルを蒸着装置（日立製作所㈱製、E102）にてPt＋Pd蒸着を２分間処理した。蒸着部分をアース線と接触させ、回転軸に取り付けて、200rpmで回転させた。（図１参照）

回転軸に対して、45度斜め方向にエレクトロスピニングを行った。高分子溶液はジクロロメタンにポリカプロラクトン（和光純薬㈱製、分子量７～10万）を溶解して、7.0vol%に調整した。エレクトロスピニング条件は、印加電圧20kV、ノズル間と被覆物の先端までの距離10cm、送液量0.17ml/分で行った。

２．３　基布へのコーティング方法

基布にコーティングすることによって、人体に接触する面のみを微小繊維にてカバーすることが可能になる。皮膚への接触点の低加重化や添加剤を含まない繊維材料利用から人体へ与える影響も少なくできる。

綿布をアースがとられた回転棒（直径10cm）に巻き付けて基布とした。回転軸は200rpmで回転させた。コラーゲン溶液は㈱カネカから提供を受けた水溶液を調整して用いた。印加電圧15kV、ノズルと基布までの距離10cmで行った。電子顕微鏡観察は日立製作所㈱製S-800を用い加速電圧６kVで観察した。

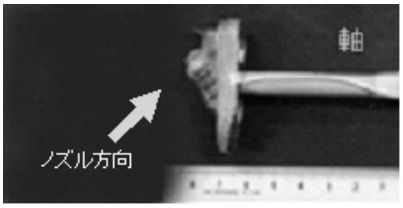


図１　被覆サンプルの作製

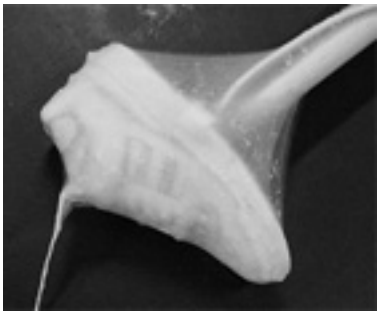


図２　加工時の様子



図３　被覆サンプルに付着した微小繊維フェルトをはずした状態

3　結果と考察

3．1 カバー成型物の試作

図２にカバー成型物の試作物を示す。回転させる軸に対して斜め45度方向からスピニングしたため、ノズルに近接している軸先から繊維集積物が伸び、また、被覆サンプルから軸方向にかけても繊維が付着した。初期の段階では､微小サンプルが被覆サンプルに付着していくが、付着量が多くなると集積力が弱くなり、広範囲に微小繊維が付着する。これは、アースがとられた金属部分が、微小繊維によって覆われることにより、ノズルからの高分子を引き寄せる力が減退することによると考えられる。今後、電界強度の評価等の技術開発も含めてこれらの現象を解明する必要がある。

図３に被覆サンプルを軸から外し、外面に付着した成型物を剥がしたカバー成型物を示す。写真のように被覆サンプルの形状に合わせたカバー成型物の試作ができた。この成型物はポリカプロラクトンの直径数ミクロンの繊維によるフェルト[2)]である。

この技術から人体へ密着させた被覆材料の開発や人体欠損部分への細胞培養足場材料の開発へ応用が考えられる。今後の課題としては、医療関連製品における安全性評価や機能性評価も合わせて進める必要がある。また、細胞培養足場としての評価は、細胞が実際に増殖可能かどうか等の試験をする必要もある。一般的には、微小繊維フェルト上では養分や酸素の供給に有利であり、理想的な環境であるが、細胞の種類によっては伸縮等の機械的作用を伴わないと正しく培養されない場合もあり、細胞種類単位での確認が必要とされる。将来的には、足場材料に生分解性材料を用いることの利点を活かした薬物除放技術を取り入れるなど高機能材料開発が期待される。

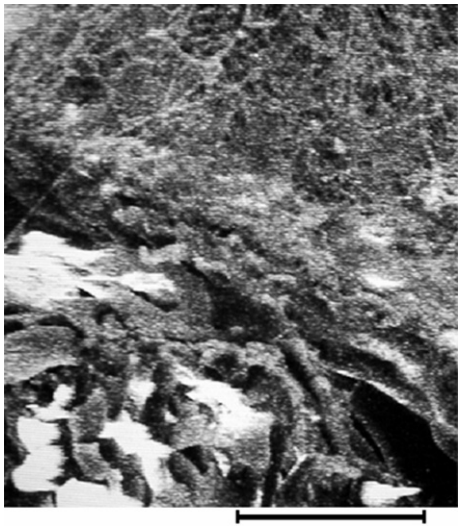


図４　綿布にコラーゲン繊維をコーティングした
試料断面の電子顕微鏡写真
右上：コラーゲン繊維、左下：綿繊維
（Scale Bar = 60μm）

3．2 コーティング技術

図４に綿布にコラーゲン繊維をコーティングした試料断面の電子顕微鏡写真を示す。基布の綿繊維にコラーゲンのコーティングが施されているのがわかる。エレクトロスピニング法によって得られる微小繊維を綿基布上へコーティングできることが確認できた。このコーティング面は微小繊維により通気性も良く、生体材料を用いることにより皮膚に刺激の少ないインナーのコーティング技術に繋がると考えられる。コーティング膜の剥離強度やコラーゲンの不溶化工程については今後の検討課題である。

本技術は、アースをとらない基布上にもエレクトロスピニング法による微小繊維のコーティングが可能なことを示したもので、基布とコーティング材料の組み合わせることにより、産業資材への展開も可能である。

4　結　　論

エレクトロスピニング法を用いて得られるミクロ・ナノファイバーの用途開発のための成形・加工技術に関する検討を行った結果、人体被覆用のカバー成型物作製や基布へのコーティングに応用できることがわかった。

これらの技術は人体へ密着させた被覆材料の開発や人体欠損部分への細胞培養足場材料の開発へ応用が期待され、また、皮膚に刺激の少ないインナー等のコーティング技術に繋がるものと思われる。

謝　　辞

本研究を実施するにあたり、エレクトロスピニング装置の開発について甲子園金属㈱、コラーゲン調整において、旭陽化学工業㈱および㈱カネカの関係者の方々にご助力いただきましたこと感謝いたします。また、京都工芸繊維大学の木村良晴教授、京都大学再生医科学研究所の岩田博夫教授をはじめ、ご助言いただきました皆様に感謝致します。

参 考 文 献

1）中野恵之，福地雄介, 北川洋一, 毛利信幸, 桑田　実, 兵庫県立工業技術センター研究報告書, 14, 46(2004)

2）中野恵之，桑田　実, 一森和之, 兵庫県立工業技術センター研究報告書, 14, 56(2004)

（文責　中野恵之）
（校閲　桑田　実）

〔兵庫県イノベーションセンター・インキュベートF/S事業〕

15　扁平状セルロース微粒子の応用展開に関する試験研究

長谷朝博，中川和治，山中啓市

1　目　　的

賦形剤、特に直打用の賦形剤として広く使用されている現行のセルロース粒子は繊維状あるいは繊維状微粒子を造粒したものである。これらに比べ、扁平状セルロース微粒子は形状が鱗片状に整っており、しかも容易に配向させることができることから、その形状効果を活かすことによって打錠成形性や崩壊性などの特性が向上することが期待できる。そこで、それらの特性について評価し、現行のセルロース粒子と扁平状セルロース微粒子との賦形剤としての相違点について検討する。

2　実験方法

2．1 試料

扁平状セルロース微粒子の原料としては、木材パルプ由来のセルロース（日本製紙ケミカルズ㈱製、W-400）を使用した。性能比較する対照の粒子としては、３グレードの結晶セルロース（旭化成ケミカルズ㈱製、セオラスPH-101(標準グレード)、PH-302(高崩壊性グレード)、PH-F20JP（高成形性グレード)）を使用した。セルロース粒子の粉砕助剤及び錠剤成形時の滑沢剤としては植物由来のステアリン酸マグネシウム（和光純薬工業㈱製）を使用した。いずれの試料も50℃で48時間減圧乾燥してから使用した。

2．2 扁平状セルロース微粒子の作製

扁平状セルロース微粒子は、遊星型ボールミル（Fritsch社製、P-5）を用い、室温でW-400を機械的粉砕することにより作製した。50gのW-400（5wt%の粉砕助剤を添加したもの）を内容積500cm^{3}のジルコニア製粉砕容器に入れ、25個のボール（20mmφ）を用い、回転速度は200rpmとした。粉砕時の温度上昇を抑えるために10分間粉砕－10分間停止を１サイクルとし、連続72サイクル（24時間）で粉砕を行った。なお、粉砕効率をよくするために、粉砕容器内の空隙容積を約200 cm^{3}にした。

2．3 粒子の形状

粒子の形状は、走査型電子顕微鏡（日立製作所㈱製、S-3400型、以下SEMと略記する）により観察した。

2．4 粒子の粉体物性測定

粒子の流動性指数あるいは噴流性指数であるゆるめ嵩密度、かため嵩密度、圧縮度、安息角及び分散度の測定は、多機能型粉体物性測定器マルチテスター（㈱セイシン企業製、MT-1001）を用いて行った。

2．5 錠剤の成形

評価用の錠剤はセルロース粒子と滑沢剤のみの配合とした。滑沢剤の配合は、V 型混合器（㈱ダルトン製、DMV-4 型）を用いて行い、セルロース粒子に対して1wt%のステアリン酸マグネシウムを混合した。

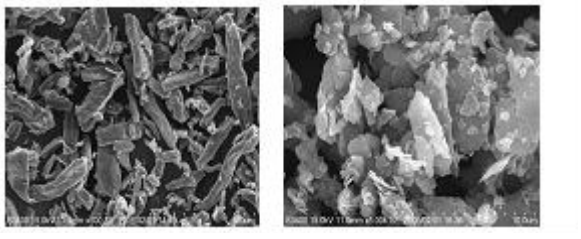
錠剤の成形は、打錠成形機（㈱菊水製作所製、RT-F-9-2）を用い、打圧１ｔにてR錠（8mmφ、180mg）を成形した。なお、粒子の流動性が悪いために打錠成形できなかったものについてはハンドプレス（㈱島津製作所製、SSP-10A型）を用い、加圧力１ｔにて打錠成形の場合と同様にR錠（8mmφ、180mg）を成形した。

2．6 錠剤の特性評価

錠剤の硬度測定については、錠剤硬度計（岡田精工㈱製、ニュースピードチェッカーTS-75N）を用いて室温で行った。崩壊性試験については、崩壊試験器（富山産業㈱製、NT-20H）を用い、日本薬局方の崩壊試験法に準じて37℃の蒸留水中で補助板を使用して行った。

3　結果と考察

原料として使用したW-400及びその粉砕物である扁平状セルロース微粒子（FS-CP）のSEM像を図１に示す。

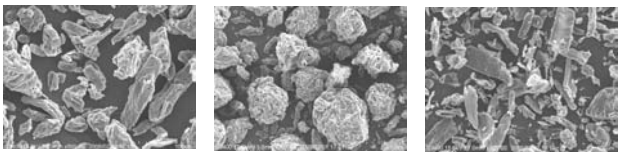


a)W-400　　b)FS-CP

図１　原料として用いた繊維状セルロース粒子及び扁平状セルロース微粒子のSEM像

W-400はアスペクト比が5～10程度の繊維状の粒子で平均粒径は約30μｍであった。一方、機械的粉砕によって作製した粒子は平均粒径が10μｍ以下の鱗片状であり、一部数μｍまで細かく粉砕されていることが観察され、タルクやマイカなどの無機フィラーと同様の扁平状微粒子であった。

性能比較する対照の粒子として使用した３グレードの結晶セルロースのSEM像を図2に示す。



a)PH-101　　b)PH-302　　c)PH-F20JP

図２　性能比較の対照として用いた結晶セルロースのSEM像

PH-101 は繊維状セルロース粒子であったが、同じような形状の W-400 や PH-F20JP とは異なり、粒子表面に凹凸が見られた。粒径は他の繊維状セルロース粒子に比べて大きく、約 40μm であった。PH-F20JP も繊維状セルロース粒子であったが、その形状、大きさともに W-400 と非常によく似ており、その粒径は W-400 と同様に約 30μmであった。一方、PH-302 の形状は他の粒子とは大きく異なり、粒径はあまり揃っていないが粒状であることが確認され、その粒径は約 100μm であった。

各セルロース粒子の粉体物性の測定結果を表１に示す。PH-101とPH-302のような粒径の大きな粒子はゆるめ嵩密度が比較的大きかった。これに対し、かため嵩密度は各粒子間で顕著な相違は認められなかった。安息角については、PH-302では比較的小さかったが、それ以外の粒子では顕著な相違が認められなかった。分散度については、FS-CPはPH-101とともに良好であった。これは、FS-CPの場合には粒子の形状が扁平状といった特異的な形状であること、PH-101の場合には粒子の表面に凹凸があることによるものと考えられる。以上の結果から、圧縮度及び安息角が小さなPH-302が最も流動性が良好で打錠成形に適していると予想された。実際に打錠成形を行ったところPH-101とPH-302は打錠成形することができたが、W-400、FS-CP、PH-F20JPは打錠成形を行うことができなかった。これらの粒子で打錠成形を行うためには、造粒などの方法によって粒子の流動性を改善しなければならないことがわかった。

表１　各セルロース粒子の粉体物性測定結果

	W-400	FS-CP	PH-101	PH-302	PH-F20JP
ゆるめ嵩密度	0.30	0.29	0.37	0.46	0.27
かため嵩密度	0.50	0.48	0.46	0.58	0.51
圧縮度(%)	39.6	41.0	19.9	20.2	46.3
安息角(°)	41.3	42.3	40.3	35.3	40.5
分散度(%)	54.8	31.5	31.5	37.0	47.8

打圧１ｔで打錠成形した錠剤及び加圧力１ｔでプレス成形した錠剤の硬度測定及び崩壊試験の結果を表２に示す。錠剤硬度については、打錠成形した PH-101 では 95.6N、PH-302 では 69.8N であった。一方、プレス成形した W-400 では 141N、PH-F20JP では 200N 以上と著しく高くなった。これは、これらの粒子の粒径が前者に比べて小さいこと及び粒子のアスペクト比が大きいことから、圧縮時に圧縮面に平行に配向しやすく、そのために成形によって粒子間接触面積が大きくなるためと考えられる。このことから、そのような効果が最も期待できる FS-CP の錠剤硬度が特に高くなるものと推測したが、実際には 11.0N と著しく小さかった。これは、扁平状セルロース微粒子の作製時に粉砕助剤としてステアリン酸マグネシウムを添加したため、粒子の表面を滑剤として機能するステアリン酸マグネシウムが覆ってしまい、測定時に粒子間がすべってしまうためと考えられる。

崩壊時間については、打錠成形した PH-101 では 1.56min.、PH-302 では 0.29min.と良好な崩壊性を示した。これに対し、プレス成形した各粒子の崩壊時間は 30min.を越えた。W-400 及び PH-F20JP については、錠剤硬度が大きい、すなわち粒子がより緻密にパッキングされているために崩壊時間が長くなったものと考えられる。一方、FS-CP については、錠剤硬度が著しく小さいにもかかわらず崩壊時間は長くなった。これは、前述したように扁平状セルロース微粒子の作製時に粉砕助剤としてステアリン酸マグネシウムを添加したため、粒子の表面をステアリン酸マグネシウムが覆ってしまい、疎水化してしまったためと考えられる。

表２　各セルロース粒子で成形した錠剤の物性測定結果

	W-400	FS-CP	PH-101	PH-302	PH-F20JP
錠剤硬度(N)	141	11.0	95.6	69.8	200以上
崩壊時間(min)	30以上	30以上	1.56	0.29	30以上

4　結　　論

扁平状セルロース微粒子は粉体として分散性に優れているものの、打錠成形性や崩壊性は現行のセルロース粒子に対して劣っていることが明らかになった。これは、粉砕助剤として用いたステアリン酸マグネシウムが及ぼす悪影響のため、扁平状セルロース微粒子そのものの特性が活かされなかったものと考えられる。粉砕助剤として親水性のポリエチレングリコール（PEG）を用いることによって、セルロースそのものの特性が活かされるとともにPEG自体が造粒を行う際の結合剤として機能するのものと期待される。

謝　辞

本研究は、(独)産業技術総合研究所バイオマス研究センター、神戸女子大学、三重県科学技術センター工業研究部医薬品研究センターにご協力いただきながら実施しました。関係各位に深く感謝いたします。

（文責　長谷朝博）
（校閲　森　　勝）

〔経常研究〕

16　動的架橋による新規ＴＰＥ系材料の開発

長谷朝博，鷲家洋彦，中川和治

１　目　　的

動的架橋タイプの熱可塑性エラストマー（TPE）としてはオレフィン系TPEなどが上市され、自動車部品などに使用されている。しかし、オレフィン系TPEが適用できない用途も数多くあることから、動的架橋による新規TPEの開発が望まれている。また、市販されているオレフィン系TPEのモルフォロジーについては、ポリプロピレンが海相、エチレン・プロピレンゴムが島相を形成しているということが知られている[1)]が、両者の界面の状態など未だに解明されていないところがある。そこで、本研究では新規TPE系材料を開発するためのステップとして、動的架橋タイプのTPEのモルフォロジーの中で、特に解明されていない部分を明らかにするための基礎的な実験を行った。

２　実験方法

２．１ 材料

ブレンドに用いる樹脂としては、アイソタクチックポリプロピレン（i-PP、出光石油化学㈱製　J2021 CR）及びアタクチックポリプロピレン（a-PP、宇部興産㈱製 UBETAC APAO UT2730)、ゴムとしてはエチレン・プロピレンゴム（EPDM、JSR㈱製　EP 24）を使用した。また、架橋剤としては、パーブチルP-40（日本油脂㈱製）を使用した。

２．２　PPとEPDMとのブレンド

両者のブレンドは、密閉式混練機（ラボプラストミル、東洋精機製作所㈱製、容量100mL）を用いた混練により行った。ブレンド比はPP/EPDM=30/70とし、混練は混練温度200℃、混練時間10min、ロータ回転速度50rpmで行った。得られたブレンドをプレス圧10MPa、成形温度220℃、成形時間5minで厚さ2mmのシート状に成形し、物性評価に使用した。

２．３　物性評価

硬さ試験は、JIS K 6253に準じて行い、25℃におけるタイプAデュロメータ硬さ（Hs）を求めた。

引張試験は、JIS K 6251に準じて行い、25℃における引張強さ（T_B）及び破断伸び（E_B）を求めた。

２．４　EPDMの架橋特性評価

EPDM100部に対してパーブチルP-40をゴムロールにて5部添加し、190℃及び200℃における架橋特性を加硫判定機（キュラストメーターＶ型、日合商事㈱製）により評価した。

３　結果と考察

i-PP/EPDM、a-PP/EPDMともにプレス成形時に金型に付着しやすく、離型性に問題があった。特に、a-PP/ EPDMは粘着性があり、成形加工性に大きな課題があることがわかった。両ブレンドの物性評価結果を表１に示す。

表１　i-PP/EPDM、a-PP/EPDMの物性評価結果

	Hs	T_B(MPa)	E_B(%)
i-PP/EPDM	59	1.35	34
a-PP/EPDM	37	0.455	430

ブレンド配合比がPP/EPDM=30/70の単純ブレンドでは引張強さ、破断伸びともに小さく、満足な物性を示す材料が得られなかった。a-PP/EPDMは破断伸びが大きかったが、これは一般的な加硫ゴムやTPEの応力－ひずみ挙動とは異なり、伸び約110%のところで応力が極大となり（降伏)、その後徐々に低下した。単純ブレンドでは、材料の成形加工性、物性に問題があったことから、動的架橋により物性を向上させる必要がある。

また、動的架橋を行う上で必要なゴムの架橋特性については、EPDMの架橋において、190℃、200℃いずれの温度の場合にも架橋時のトルク曲線の立ち上がりが早く、最適架橋時間（T_{90}）は190℃で3.1min、200℃では1.6minであった。

４　今後の展開

今回のブレンド系では材料として満足な物性を示すものが得られなかったことから、樹脂／ゴム配合比を変量した系について、架橋剤としてP-40を用い、密閉式混練機による混練時にEPDM部の架橋を行う。さらに、得られたブレンドのモルフォロジー観察を行い、材料の微細構造と物性との関係について把握する。

参 考 文 献

1) 日本ゴム協会編：新版　ゴム技術の基礎（改訂版)，(2002),p.139. など

（文責　長谷朝博）
（校閲　森　　勝）

〔経常研究〕

17　ゴム複合体製造技術の改善に関する研究

鷲家洋彦，中川和治

1　目　　的

ゴム発泡体（発泡体）の製造は、経験と勘による職人的要素、品質管理の要素が大きいため[1)]、理論的に制御することが困難である。また、ゴムは通常10種類以上の材料からなる複合体であることも、その要因の一つである。発泡体の反応は、三次元架橋形成による硬化と、化学発泡剤による発泡が同時に進行する。そこで、ゴムおよびゴムと共存することで硬化性かつ発泡性を有する熱硬化性樹脂を添加した系で、発泡体の挙動を明らかにすることを目的とした。具体的には、耐候性に優れたエチレンプロピレンゴム(EPDM)と、フェノール樹脂からなる複合体を作成し、その発泡体としての特性について検討した。

2　実験方法

表１に示す配合で、EPDM、フェノール樹脂、架橋剤、発泡剤をオープンロールで配合した。得られたEPDMコンパウンドは、200℃、20分間加熱プレスで成形し、引張試験および比重測定を行った。

表１　配合表

	EPDM (phr)	フェノール樹脂 (phr)	架橋剤 (phr)	発泡剤 (phr)
A1	100	10	3	−
A2	100	20	3	−
A3	100	40	3	−
A4	100	80	3	−
B1	100	40	3	2
B2	100	40	3	6
B3	100	40	3	10

3　結果と考察

A1～A4は、発泡剤を使用せず、フェノール樹脂が重合する際発生するガスを利用し発泡体を作成した。A1、A2、A4は発泡体のスキン層に凹凸が発生したが、A3は発生しなかったため、A3に発泡剤を添加したB1からB3を作成した。図１に示す発泡体断面の目視による観察結果から発泡剤の量を増やせば、空隙が小さくなった。これは、成形時の金型内部における、発泡剤の反応率の違いによるものと考えられる。比重は、B1が0.91、B2が0.87、B3が0.75であった。図２に示す引張強さと伸びは、空隙が小さくなれば向上する傾向があった。

4　結　　論

発泡剤の添加量を変量することで、発泡体の空隙の大きさを制御し、力学的物性が向上することが明らかになった。今後は、圧縮永久ひずみ、耐熱性の改善が必要である。

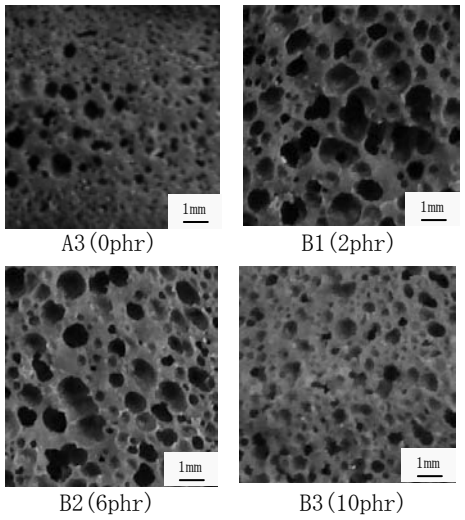


図１　EPDM発泡体の断面

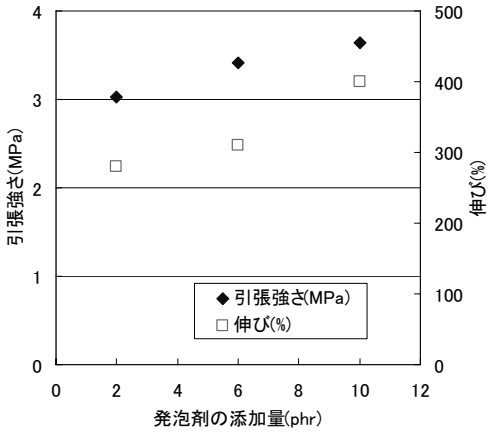


図２　発泡剤の添加量が物性に及ぼす影響

参 考 文 献

1）鷲家洋彦,兵庫県立工業技術センター研究報告書,14,p.73,(2005)

（文責　鷲家洋彦）
（校閲　森　　勝）

〔経常研究〕

18　導電性高分子のバイオセンサーへの利用技術に関する研究

平瀬龍二，石原マリ，中川和治

1　目　　的

我々は前年度より、機能性材料である導電性高分子のバイオセンサー、特に味覚センサーへの応用に着目し、研究を行ってきた。これまでの研究では、金の基盤電極にカンファースルホン酸をドーピングしたポリピロールを被覆したものをセンサーヘッドとして用いることにより、味覚物質への応答（電極電位）が変化することを把握した。本研究では、このセンサーヘッドの実用化を目標として、味覚物質に対するドーパントの影響および味覚物質の濃度による応答の変化について検討した。

2　実験方法

2．1 ポリピロール被覆電極の作製

0.01mol/l ピロール、ドーパントとして0.05mol/l のカンファースルホン酸（CSA)、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（DBSA)、オレイン酸ナトリウム（Ole)、塩酸（HCl）を溶解させた電解溶液を用いた。作用極および対極として金、参照電極として飽和KCl銀／塩化銀電極である構成で、0.2～1.4Vの範囲を50mV/sの電位掃引速度で３～１０回掃引することにより、それぞれのドーパントでドーピングされたポリピロールで被覆された電極を得た。

2．2　味覚物質標準液中での電極電位の測定

基本味覚物質としてNaCl（塩味)、HCl（酸味)、D-グルコース（甘味)、カフェイン（苦味)、L-グルタミン酸ナトリウム（旨味）を用いた。飽和KCl銀／塩化銀電極とポリピロール被覆金電極間の電位差を測定した。電極を各標準液に浸漬してから５分後の値を電位差とした。

3　結果と考察

3．1 ドーパントによる電極電位の変化

各味覚物質標準液中（0.01mol/l）における電極電位の測定結果を図１に示す。これまでの研究ではCSAでドーピングされたポリピロールのみについて検討を行ったが、今回はDBSA、Ole、HClでドーピングされたものについても検討した。いずれの被覆電極においても金のみの電極より電極電位が増大した。味覚物質のなかでは、酸味（HCl）に対する電極電位の変化が最も大きく、その傾向は共通であった。HClでドーピングされたポリピロールで被覆した電極が、すべての味覚物質に対して最大の電極電位を示すことがわかった。

3．2 味覚物質の濃度による電極電位の変化

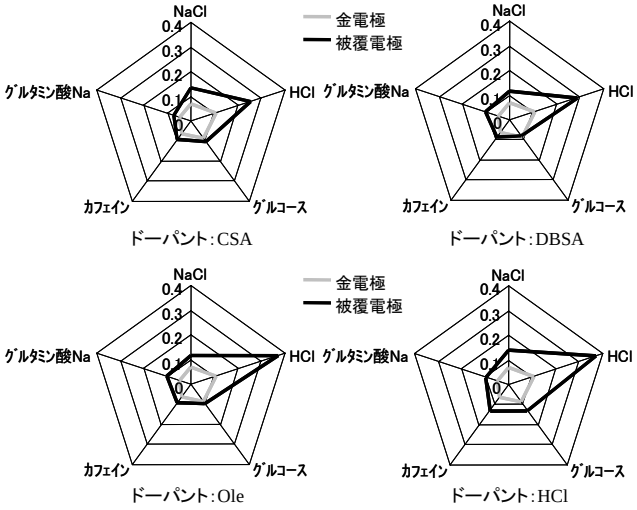


図１　各味覚物質標準液（0.01mol/l）中における電極電位の測定結果（軸の単位はＶ）

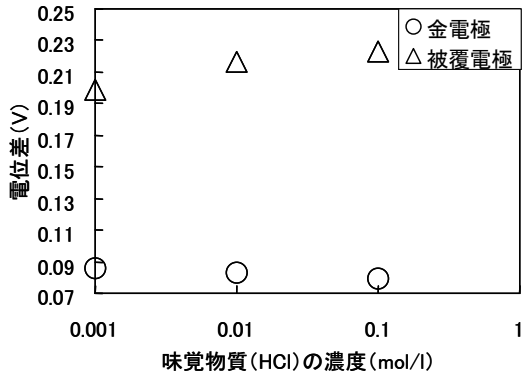


図２　味覚物質の濃度変化に対する電極電位の応答
（味覚物質：HCl、ドーパント：CSA）

味覚物質として酸味（HCl）を選択し、その濃度変化に対する電極電位の応答を調べた。電極はCSAでドーピングされたポリピロールで被覆したものを用いた。結果を図２に示す。

金電極の電極電位は味覚物質の濃度によりほとんど変化しなかった。これに対して、被覆電極では、わずかではあるが味覚物質の濃度の増加に対応して電極電位も増大した。この結果は今回の研究で作製した電極がセンサーとして使用できる可能性を示唆している。

（文責　平瀬龍二）
（校閲　森　　勝）

〔地域中小企業集積創造的発展支援促進事業〕

19　マイクロ加工による超小型精密金型の開発

浜口和也，富田友樹，有年雅敏，野崎峰男，阿部　剛，宋　詠燦，安東隆志

１．目　　的

最近、医療関連機器部品をはじめ、光学部品、精密機械部品、電子部品などの小型・軽量化が進むにつれて、微細な溝加工や複雑な微細形状を加工するマイクロ加工の需要が急増している。なかでも、直径 1mm 以下の小径エンドミルによるマイクロ加工は、微細な３次元形状を高効率で加工できる、付加価値の高い加工技術として注目されている。直径 1mm 以下の小径エンドミルは、直径数 mm 以上の大径エンドミル加工に比べて工具損耗が激しくなるため、高速回転させて加工することが必要となるが [1)]、回転数の増加は工具の振れを増大させ、工具折損等の原因の一つとなっている。工具直径が小さくなるほど、工具の振れが工具欠損等に及ぼす影響は顕著になるため、マイクロ加工では工具の振れの抑制が必要となる。しかし、直径数 mm 以上の大径エンドミル加工では振れ量を無視できるものであるため、工具の振れ量が工具損耗に及ぼす影響についてはほとんど研究されていない。

本研究では、高速回転主軸を搭載した加工機による小径エンドミル加工を行い、高速回転中における工具の振れ量が工具損耗に及ぼす影響について検討した。

２．実験方法

２．１　実験装置

実験に使用した加工装置は、最高主軸回転数が１２万回転／分の超高速回転３次元形状精密加工装置（㈱ソディックエンジニアリング製 MC250L：以下、超高速加工装置）である。主軸と工具保持部との締結部を調整することにより、高速回転中における工具の振れは 3μm 以内に抑制することができる。振れ量が工具損耗に及ぼす影響を調べるために、高速加工機（東芝機械㈱製 ASV400、最高主軸回転数：５万回転／分）を用いて加工した場合と工具損耗等について比較した。

工具損耗は、ノマルスキー微分干渉顕微鏡、加工面性状は三次元表面構造解析顕微鏡装置（ZYGO 社製 NewView6300）を用いて評価した。

２．２　工具振れ量

工具の振れ量は、静電容量型変位計（日本エー・ディー・イー社製マイクロセンス非接触微小変位計 5430）を用いて測定した。振れ量の測定は、小径エンドミルの刃先では困難であるため、超硬合金の丸棒（直径 4mm、長さ 30mm）の側面に対して行った。丸棒の工具保持部からの突出し量は 10mm、測定箇所は下端部から 3mm 上方の位置である。図１は、超高速加工装置および高速加工機を用いて、回転中における工具の振れ量を測定した結果である。高速加工機における振れ量は、回転数の増加（６千～５万回転／分）に伴い 3～10μm まで増大しているが、超高速加工装置における振れ量は、２～１２万回転／分において 3μm 以内に抑制できていることがわかる。

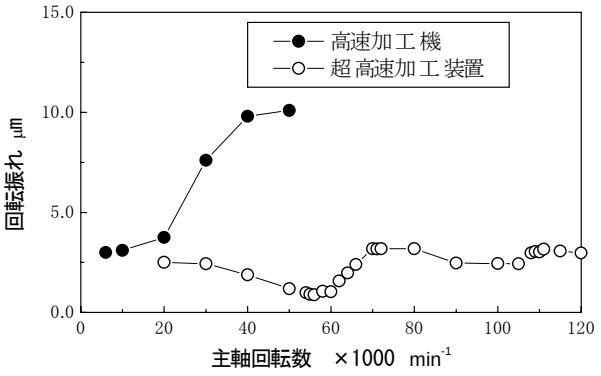


図１　振れ量測定結果

２．３　切削加工条件

実験に使用した工具は、直径 0.5mm、(TiAl)N コーティングの超硬フラットエンドミルである。図２は加工前の工具刃先のすくい面を示したものである。図中の「A」で示した部分は、すくい角が０°、高さは約 20μm である。加工形状は深さ 5μm、幅 0.5mm の細溝であるため、切削時におけるすくい角は０°となる。一刃当たりの送り量は 1μm、加工距離は約 1m であり、プリハードン鋼（NAK55、40HRC）に対して乾式で加工した。

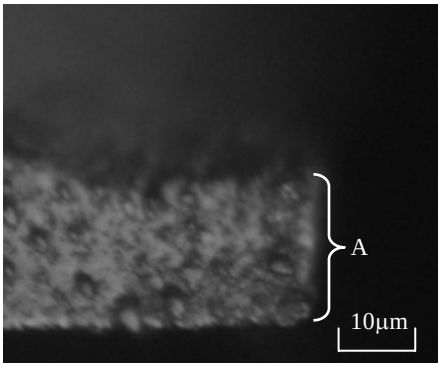


図２　加工前の工具刃先

まず、両加工装置における振れ量の差が最小となる２万回転／分（切削速度 31.4 m/min）で加工した。振れ量は、高速加工機が 3.8μm、超高速加工装置が 2.5μm である。次に、工具の振れ量の差が最大となる５万回転／分（切削速度 78.5 m/min）で加工した。振れ量は、高速加工機が 10.1μm、超高速加工装置が 1.2μm である。さらに、超高速加工装置では最高回転数である１２万回転／分（切削速度 188.5 m/min）における加工も行った。振れ量は 3μm である。

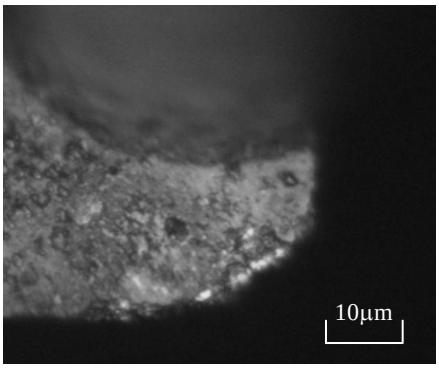
超硬エンドミルを用いてプリハードン鋼を加工する場合、工具メーカが推奨する適正な切削速度は 40～60 m/min である [2]。２万回転及び５万回転／分では適正な速度域にほぼ近い切削速度となるが、１２万回転／分では約３～５倍も高速な切削速度となる。

３．結果および考察

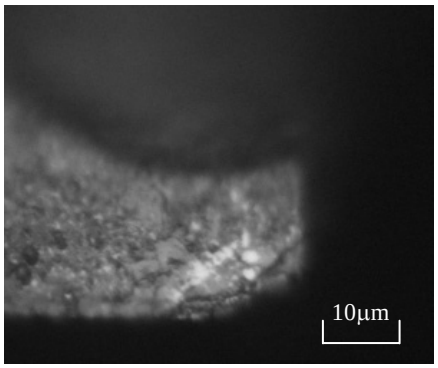
３．１　２万回転／分での加工実験

図３は、２万回転／分で加工したときの工具損耗状態を示したものである。図３(a)、(b)ともに大きな欠損は発生していないが、振れ量が 3.8μm である図３(a)の摩耗量は、振れ量が 2.5μm まで抑制されることによって、図３(b)の摩耗量まで低減されることがわかる。これは、振れ量が抑制されることにより、工具刃先に加わる応力が分散して、切削温度の上昇が抑制され、摩耗量が低減されたと考えられる。

図４の加工面断面曲線では、最大表面粗さ（PV）は、高速加工機および超高速加工装置のいずれの場合でも約 0.2μm であり、良好な加工面が得られてた。このため、２万回転／分における摩耗量の差は、加工面に影響を及ぼすものとは考えられない。



（ａ）高速加工機



（ｂ）超高速加工装置

図３　工具損耗状態（２万回転／分）

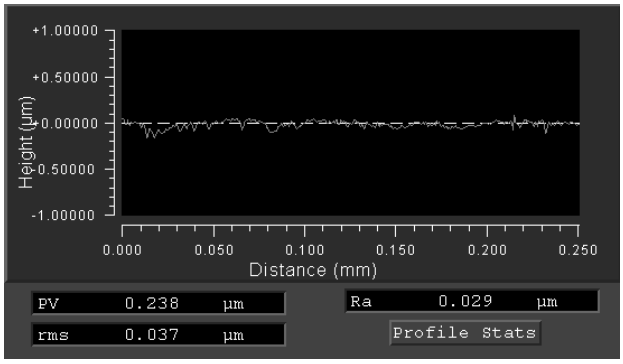
３．２　５万回転／分での加工実験

図５は、５万回転／分で加工したときの工具損耗状態を示したものである。振れ量が 10.1μm である図５(a)には、幅 30μm 程度の欠損が発生しているが、振れ量が 1.2μm まで抑制された図５(b)では欠損は確認されず、定常摩耗を生じていることがわかる。これは、２万回転／分の場合と同様に、振れ量の抑制によって工具刃先に加わる応力が分散され、局所的な欠損が防止されたものと考えられる。また、図５(b)における摩耗量は、図４(a)の摩耗量と同程度であることから、切削速度を上昇させた場合でも、振れ量を抑制することによって、工具損耗を低減でき、加工時間を短縮できることがわかった。

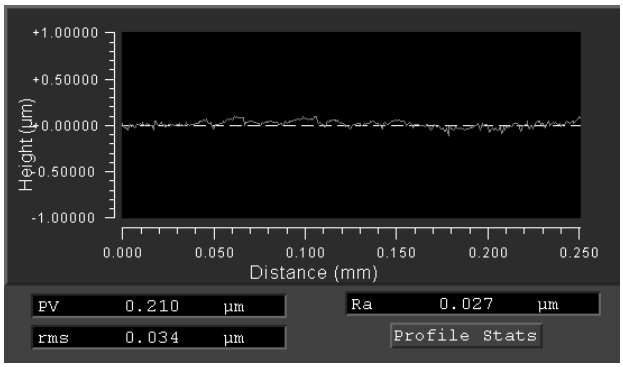
図６(a)、(b)は５万回転／分における加工面断面形状を示したものである。振れ量の抑制に伴い、最大表面粗さは約 1.7μm から約 1/6 となる約 0.3μm まで低減されていた。このため、高精度、高品位が必要とされるマイクロ加工では、高速回転中における振れ量の抑制が重要であることがわかった。

３．３　１２万回転／分での加工結果

図７(a)は１２万回転／分での工具損耗状態を示したものである。摩耗量は図５(b)に比べてかなり大きくなっていることがわかる。これは、切削速度が速すぎるために、切削温度が上昇して、摩耗が促進されたためであると考えられる。しかし、１２万回転／分では、図５(a)の

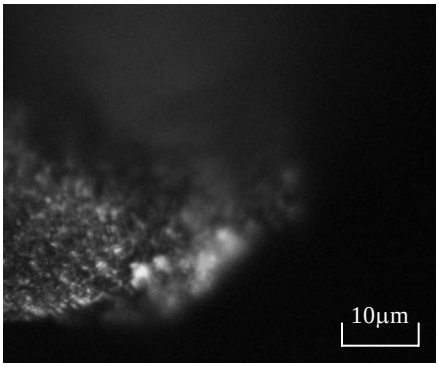


（ａ）高速加工機

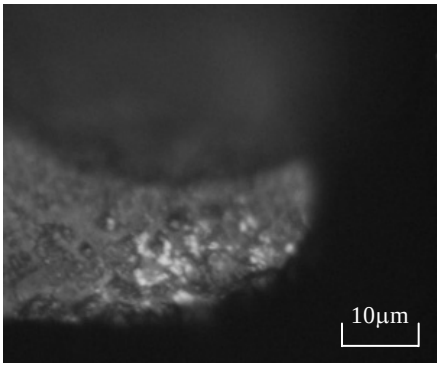


（ｂ）超高速加工装置

図４　加工面断面曲線（２万回転／分）

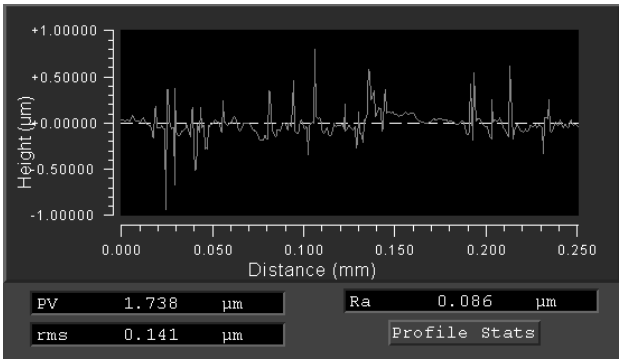


（ａ）高速加工機

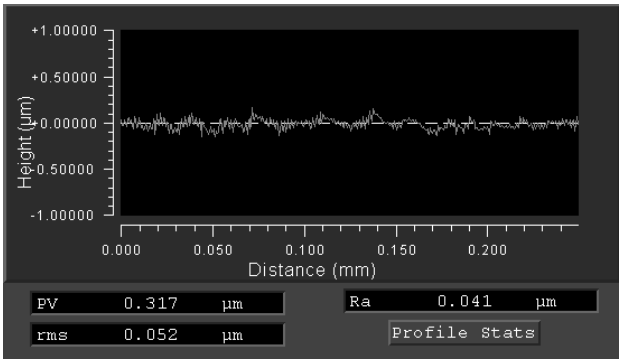


（ｂ）超高速加工装置

図５　工具損耗状態（５万回転／分）

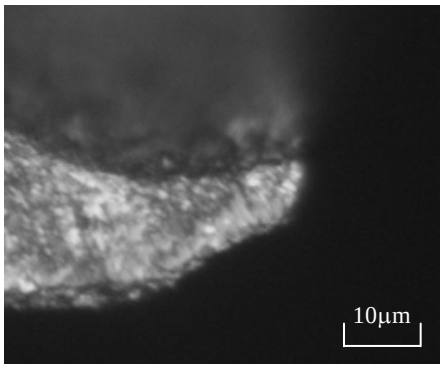


（ａ）高速加工機

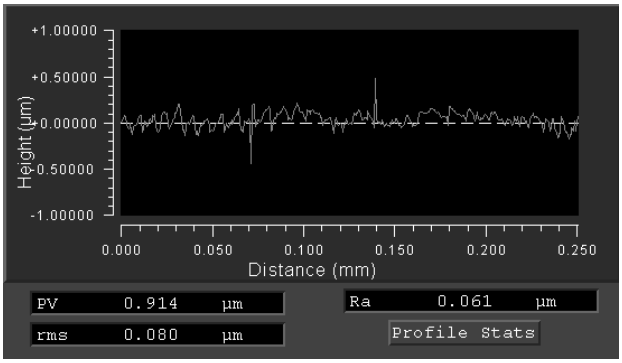


（ｂ）超高速加工装置

図６　加工面断面曲線（５万回転／分）



（ａ）工具損耗状態



（ｂ）加工面断面曲線

図７　１２万回転／分での加工結果

ような工具欠損は発生しておらず、定常摩耗していることから、適正切削速度の約３～５倍となる場合でも、振れ量が 3μm以内に抑制されておれば、工具欠損を防止することができる。また、図 7 (b)において、最大表面粗さ 1μm 以下の均一な加工面が得られていることから、切削速度が速い場合でも、工具の振れが抑制されることにより、良好な加工面が得られることを明らかにした。

4　結　　論

（１）　２万回転／分では、振れ量を約 1μm 抑制することに より、摩耗量を低減することができた。５万回転／分では、振れ量が 10.1μm の場合には欠損が発生するが、1.2μm まで抑制されることにより欠損は発生しない。

（２）　１２万回転／分では、切削速度が工具メーカ推奨値の約３～５倍となるが、工具の振れ量を 3μm以内に抑制することにより、工具欠損は発生せず、均一な加工面が得られた。

参考文献

1)　松岡甫篁，安斎正博，高橋一郎：はじめての切削加工，工業調査会(2003),p146

2)　日進工具エンドミル総合カタログ Vol.9

（文責　浜口和也）

（校閲　富田友樹）

〔技術改善研究〕

20　超高速回転主軸による難削材の精密微細加工技術の開発

浜口和也，富田友樹，有年雅敏，阿部　剛，宋　詠燦，安東隆志

１．目　　的

最近、半導体部品、通信・情報機器部品などの高精度化が進むにつれて、鉄系難削材（ダイス鋼などの金型材）だけでなく、非鉄系難削材（耐熱合金、耐食合金等）についても精密微細加工が求められている。一般に、非鉄系難削材は、熱伝導率が低く、工具との親和性が高いため、切削加工を行う場合、工具刃先に凝着しやすい。工具刃先への凝着は、工具損耗等の原因となるだけでなく、加工精度にも大きな影響を及ぼすため、非鉄系難削材の精密微細加工では、凝着の発生を抑制することが重要な課題となっている。

本研究では、非鉄系難削材の精密微細加工技術を開発するため、超高速回転主軸を用いた切削加工を適用し、主軸回転数の多寡が凝着の発生に及ぼす影響について検討した。

２．実験方法

実験に使用した加工装置は、超高速回転３次元形状精密加工装置（㈱ソディックエンジニアリング製 MC250L）であり、主軸回転数は２～１２万回転／分である。被削材は、チタン合金の中で汎用性の高い Ti-6Al-4V であり、寸法形状は 30×30×60mm である。使用した工具は、半径 0.5mm、(TiAl)N コーティングの超硬ボールエンドミルである。加工形状は、図１に示すように４５度の斜面に対する平面加工である。切削方向はアップカットであり、送り方向はＹ軸の正の方向となる。ピックフィードは、斜面上方から下方へと与えた。主軸回転数は、４、８、１２万回転／分の３種類であり、切削速度はそれぞれ 89、178、267 m/min とした。加工条件を表１に示す。

工具損耗は、電界放射型走査型電子顕微鏡（フィリップス　エレクトロンオプティックス㈱製　XL30-CP）を用いて測定した。加工面性状は、三次元表面構造解析顕微鏡装置（ZYGO 社製 NewView6300）を用いて評価した。

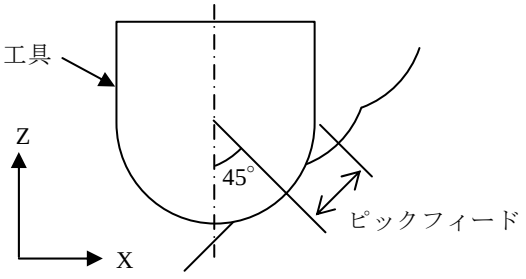


図１　加工方法

表１　加工条件

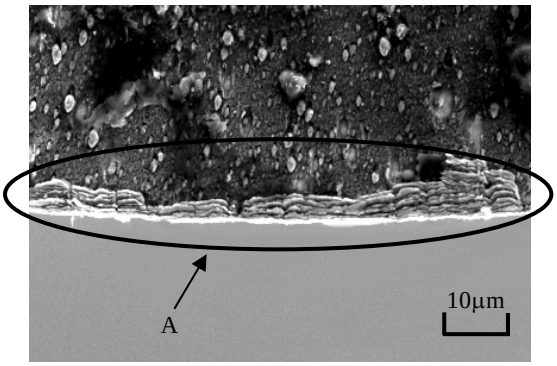
最大切込み量（45度）	約 7 μm
ピックフィード	約 14 μm
一刃あたりの送り量	5 μm
クーラント	ミスト
加工距離	約 18 m

３．結果および考察

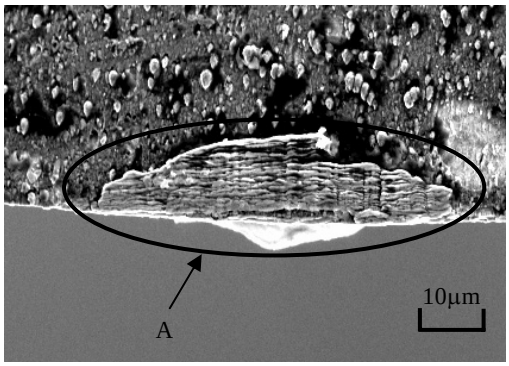
図２は、工具刃先のすくい面を示したものである。図中の「A」で示した部分は、チタン合金が凝着した箇所である。図２(a)における凝着領域は、幅が約 75μm であるが、切削速度が２倍となる図２(b) では約 50μm、３倍となる図２(c)では約 30μm まで減少した。これは、工具と被削材との接触時間が短くなることにより、切削温度の上昇が抑制されて、凝着領域の幅が減少したものと考えられる。一般に、チタン合金の加工において、切削速度の増加は、切削温度を上昇させ、凝着を促進させる[1,2]。また、切削速度が２～３倍と高速になるにつれて、非切削時の空冷時間が 1/2、1/3 となるため、冷却能力は低下する。しかし、本実験においては、切削速度の増加とともに、凝着領域の幅が減少していたため、工具と被削材との接触時間を短くすることが、凝着の抑制に有効であることがわかった。

図３は、工具の送り方向と垂直な方向に走査させたときの加工面断面形状である。工具欠損は確認されなかったため、図３(a)において上方へ突出した「A」は、バリ発生によるものと考えられる。また、下方へ突出した「B」は、凝着による深さ方向の切取り量の増加、微少なむしれなどによるものと考えられる。主軸回転数の増加につれて、上下に突出した部分は抑制されており、図３(a)において 1.7μm であった最大表面粗さ(PV)は、図３(b)では 1.4μm、図３(c)では 0.9μm まで減少している。

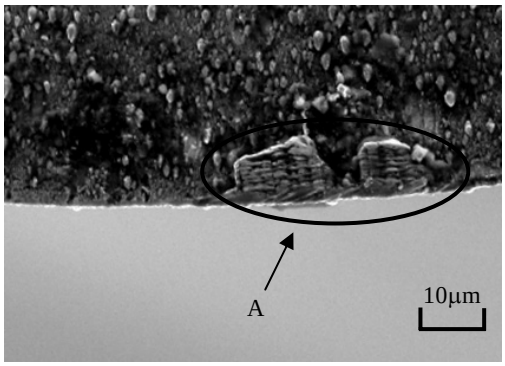
これまで、チタン合金のエンドミル加工においては、主軸を高速回転させることは、切削温度を上昇させ、凝着の発生につながるとされてきており、低回転・低速送りが推奨されてきた。しかし、本実験では、主軸回転数を増加させて加工した方が、凝着の発生を抑制できていたことから、凝着の発生は、切削速度ではなく、工具と被削材との接触時間が大きく影響していることが明らかになった。このため、チタン合金の精密微細加工には、超高速回転主軸を用いることが必要となる。



（ａ）４万回転／分

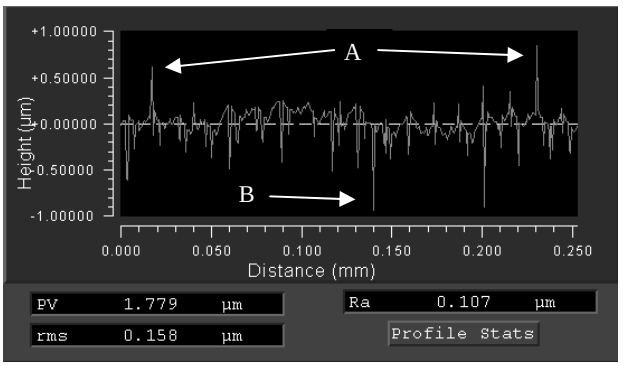


（ｂ）８万回転／分

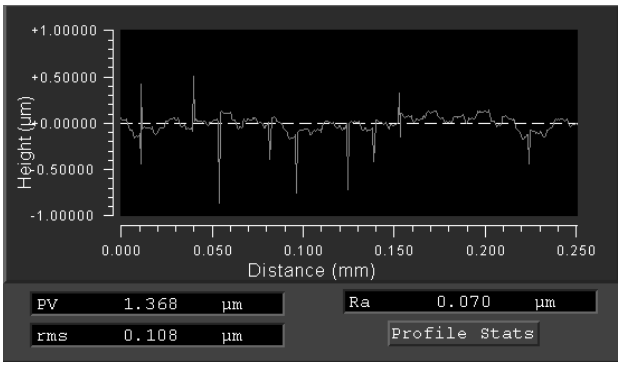


（ｃ）１２万回転／分

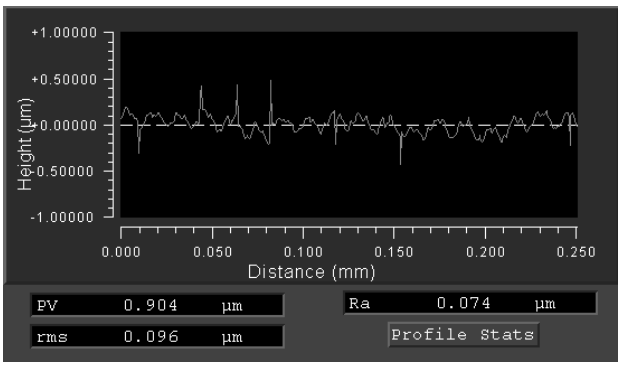
図２　工具刃先画像



（ａ）４万回転／分



（ｂ）８万回転／分



（ｃ）１２万回転／分

図３　加工面断面形状

４　結　　論

（１）　４万回転／分で加工した場合に 1.7μm であった最大表面粗さ(PV)は、１２万回転／分で加工した場合には 0.9μm まで低減された。このため、主軸回転数の増加が、工具の刃先精度を保持し、加工精度を向上させることがわかった。

（２）　主軸回転数の増加につれて、凝着領域の幅が減少したことから、工具と被削材との接触時間を減少させることが、凝着の抑制に有効であることがわかった。

参考文献

1）関谷克彦，山根八洲男，鳴瀧則彦，精密工学会誌，70, 3, (2004), 438

2）臼杵　年，佐藤公紀，古屋　諭，精密工学会誌，71, 4, (2005), 491

（文責　浜口和也）

（校閲　富田友樹）

〔技術改善研究〕

21　機械加工面の表面性状の改善に関する研究

山本章裕，永本正義，岡本善四郎，西羅正芳，上月秀徳

1　目　　的

バレル研磨は、ショットピーニングとならんで歯車やバネの寿命向上のため実施されることが多く、バレル研磨によって機械加工面の表面性状が改善されることは経験的に認められている。しかし、バレル研磨において研磨条件が機械加工面の表面性状におよぼす影響については不明な点が多く、トラブルが発生しても迅速に対応できないのが現状である。そこで、本研究では、バレル研磨を行う工場の共通の問題点である表面性状の改善やトラブルに迅速に対応するため、ほとんどデータのないチタン材をとりあげ、研磨条件が研磨特性に及ぼす影響について検討した。

2　実験方法

2．1 遠心バレル研磨法

遠心バレル研磨法は、図１に示すようにタレットと呼ばれる回転板にバレル（容器）を等間隔に偏心させて取付け、その容器の中にメディア（研磨石）と工作物を入れ、タレットと容器の回転速度を一定の比にして、回転させることにより、工作物とメディアに遠心力を作用させながら研磨する方法である。

本研究では、表１に示すような仕様の遠心バレル研磨機を使用した。

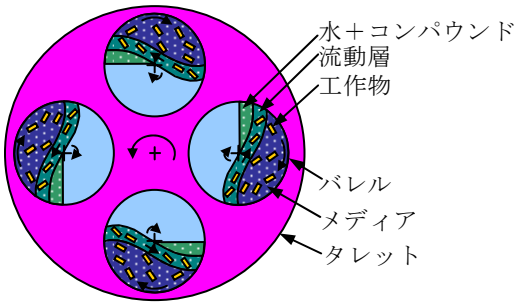


図1　遠心バレル研磨法

表１　遠心バレル研磨機の仕様

タレット回転数	0-240min^{-1}
タレットと容器の回転比	－2
タレットと容器の中心間距離	180mm
バレルの形状と個数	円柱（2L）×4 個 （内径:65mm、深さ:155mm）

2．2　研磨条件

本研究において使用したメディアは、ナイロンに砥粒を混入し正三角柱状（一辺10mm×高さ10mm）に成形した乾式用のもので、極粗（VR）、粗（R）、中（M）仕上げ用の３種類を用意した。工作物は、一辺15mm、厚さ4mmの正方形のチタン板で、その材種は表２に示すとおりである。また、備考欄には日本工業規格の材種を示す。

メディア装入率（バレル容積に占めるメディア体積の割合）は50vol%とし、タレットの回転数は200min^{-1}に固定して研磨した。また、乾式用メディアを使用しているので、水とコンパウンドは使用していない。

2．3　研磨特性の測定

研磨特性として、一定の研磨時間ごとに工作物の研磨量を電子天秤で、表面粗さを表面粗さ測定機で、エッジ部の丸味半径を輪郭形状測定機で測定した。また、同時にメディアの損耗量を電子天秤で測定した。

3　結果と考察

3．1 メディア損耗量

図２は、未使用の極粗仕上げ用メディアだけをバレルに入れて、研磨したときの研磨時間とメディア損耗量の関係を示したものである。

表２　工作物のチタン材種

材　　種	結晶構造	硬さ　HV	備考
純チタン	α	１９０	２種
6Al-4V	α＋β	３４０	60種
15V-3Cr-3Sn-3Al	β	２７０	－

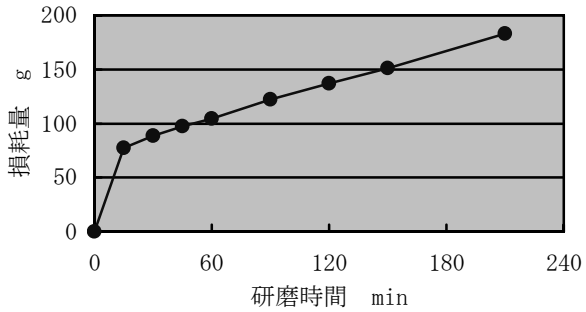


図２　研磨時間とメディア損耗量の関係

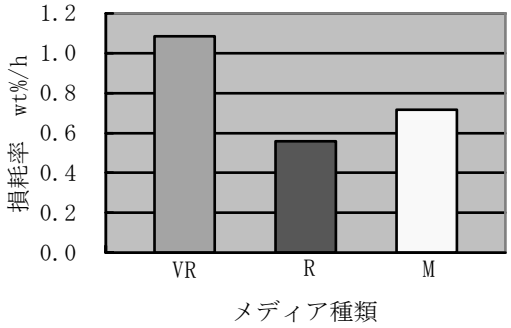


図３　メディア種類と損耗率の関係

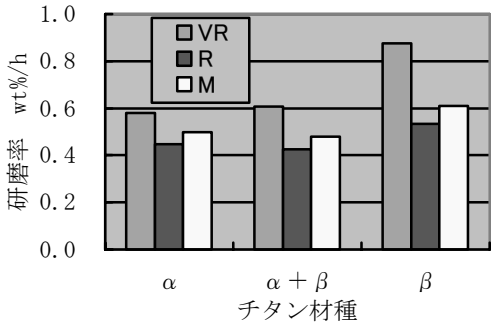


図４　チタン材種と研磨率の関係

図２より、研磨時間15minにおいて、メディア損耗量は急激に増大しているが、それ以降は研磨時間に比例して増加している。すなわち、研磨時間15minまでが初期損耗で、それ以降が定常損耗であると考えられる。

そこで、本研究においては研磨メディアの研磨性能の安定化を図るため、未使用の研磨メディアを 30min 間の慣らし研磨後、使用することにした。

図３は、メディアの種類によるメディア損耗率を示したものである。ここで、メディア損耗率とは、定常損耗領域における元の重量に対する単位時間当たりの損耗量の割合である。

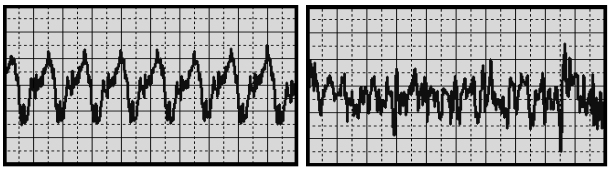
極粗仕上げ用のメディアの損耗率が最大であるが、中仕上げ用の方が粗仕上げ用より大きくなっている。これは、メディアに混入されている砥粒の量と粒度の関係によるものと考えられる。

３．２ 研磨量

図４は、材種による元の重量に対する単位時間当たりの研磨量(研磨率)の割合を示したものである。同図より、メディアによる研磨率は損耗量と同様の傾向を示しているが、硬さの最も低いα相の方がβ相よりも研磨率が低くなっていることがわかる。すなわち、研磨率は硬さよりも、材種による結晶構造の影響の方が大きいと考えられる。

３．３ 表面粗さ

図５は、バレル研磨の実施前後の表面形状を示したものである。表面粗さの値はほぼ同じであるが、研磨後の



(a)研磨前(1.15μmRa)　(b)研磨後(0.94μmRa)

図５　表面形状

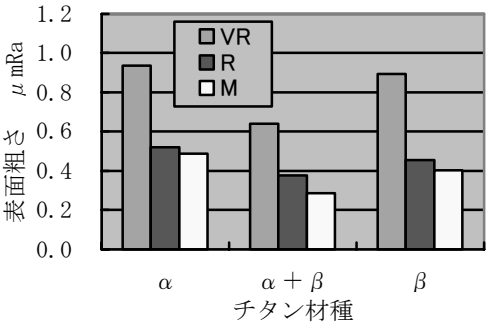


図６　チタン材種と表面粗さの関係

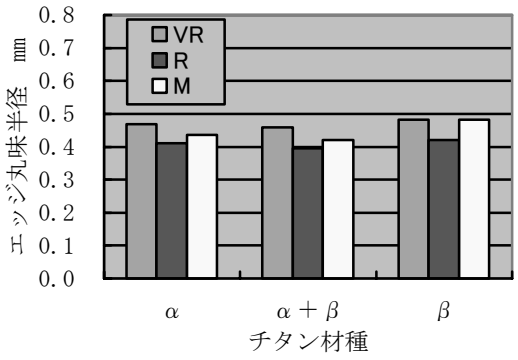


図７　チタン材種とエッジ丸味半径の関係

方が緻密な表面になっており、耐摩耗性に優れた表面性状に変化したと考えられる。

図６は、チタン材種によるバレル研磨後の表面粗さを示したものである。メディアの用途どおりの順に表面粗さは仕上がっている。また、チタン材種については、硬さの高い方が、表面粗さは小さい。

３．４ エッジ丸味半径

図７は、３時間バレル研磨後のチタン材種によるエッジ丸味半径を示したものである。メディアの研磨率の順にエッジ丸味半径は大きくなっている。また、チタン材種については、明確な差は認められない。

４　結　　論

３種類のメディアでチタン材のバレル研磨を行い、チタン材に対する研磨データが得られ、基本的な研磨特性が明らかになった。

（文責　山本章裕）
（校閲　高橋輝男）

〔兵庫県ＣＯＥプログラム推進事業〕

22　慢性完全閉塞疾患用超音波カテーテルの研究開発

浜口和也，富田友樹，有年雅敏

１　目　　的

虚血性心疾患患者のなかの慢性完全閉塞病変に対する冠動脈インターベンションに求められる慢性完全閉塞疾患用カテーテルは、再狭窄を起こすなどの問題がある。このため、慢性閉塞疾患用バルーン、ステント等に替わり、最狭窄などが発生しない慢性完全閉塞疾患用カテーテルの開発が求められている。本研究では、人体に対して低侵襲である超音波を用いて、血管内の完全閉塞病変を観察し、同時に、血栓が強固に閉塞した病変部の治療を行うことのできる、慢性完全閉塞疾患用超音波カテーテルの研究開発を行った。当センターでは超音波診断機能を確立するため、昨年度開発した小型超音波探触子[1)]による形状認識実験を行った。また、新たに開発した直径 1.3㎜ の探触子の性能評価実験についても報告する。

２　実験および結果

２．１　形状認識に関する実験

完全閉塞病変の観察において、ガイドワイヤーを通過させる穴形状の認識が必要となる。本実験では、形状認識の実験として、材質が血栓に近い卵の殻を３個並べた模擬的な閉塞状態をつくり、小型超音波探触子の性能評価実験を行った。

２．１．１　小型超音波探触子

実験に使用した小型超音波探触子は、直径 2㎜、長さ 3㎜ の円筒形状で、周波数は 10MHz である。超音波の送受信は、１個の探触子で行うことができる。液体中における超音波探傷では、超音波ビームを集束させる集束型探触子が用いられることが多いが、血管内の検査では、血栓および血管壁の観察が必要となるため、超音波ビームが広がりながら伝播するフラット型探触子を採用した。図１はフラット型探触子における超音波の伝播状態を示したものである。

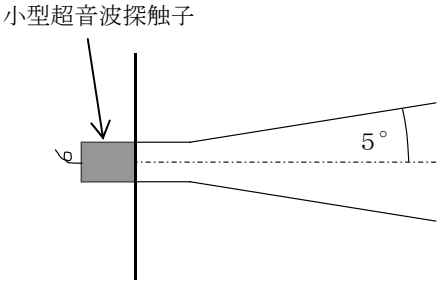


図１　超音波ビームの伝播状態

２．１．２　実験装置

実験装置は、超音波探傷機（日立建機ファインテック㈱製ＡＴ７０００Ｅ）で、水槽内に試料および接触媒質（水、油など）を入れて、欠陥等を検査する装置である。走査範囲、走査ピッチを設定して、探触子を自動走査させることにより、走査画像を得ることができる。走査画像は、各測定点で得られた超音波反射エコーの高さから作製される。

２．１．３　実験方法

走査する形状は、図２に示すように卵の殻を３個並べたときにできる隙間部分である。探傷感度は、殻の外周輪郭部を鮮明に表示できる感度とした。走査範囲は 40×32㎜、走査ピッチは 0.2㎜、走査速度は 15㎜／秒である。探触子の走査は、水槽の底面から 60㎜ 上方の位置で行った。水槽の底面から探触子までの距離を一定にして、図３に示すように探触子を前後左右に移動させて、隙間部分の観察を行った。また、探触子から隙間部分までの距離が走査画像に及ぼす影響を調べるために、水槽の底面から 60㎜ 上方の位置における走査画像との比較を行った。

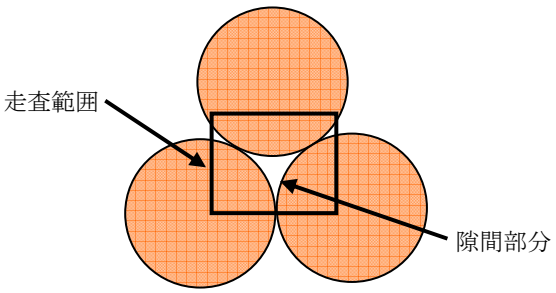


図２　走査範囲

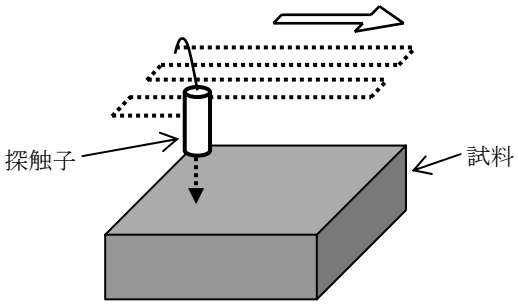
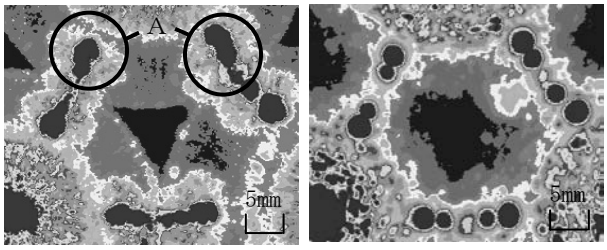


図３　走査方法

２．１．４　結果および考察

図４（ａ）は、水槽の底面から 30㎜ の位置における走査画像である。中心部にある隙間部分を正確に認識できて

おり、閉塞部における穴形状の検査が可能であることがわかった。しかし、水槽の底面から 60㎜ の位置では、図４（ｂ）に示すように隙間部分は正確に認識できていない。これは、探触子から水槽の底面までの距離が長くなり、反射する超音波エコーが少なくなったためであり、閉塞部における穴形状の検査では、探触子と検査対象との距離を短くしなければならない。



（ａ）30㎜　　（ｂ）60㎜

図４　殻３個の走査画像（隙間部分）

卵の殻表面に大きな突起物は存在しないが、図４（ａ）には色が急激に濃くなる部分（Ａ部）が存在している。この原因を究明するために、図２から殻を２個取り除き、殻１個に対する走査実験を行った。探傷感度、走査範囲、走査ピッチは、殻３個の場合と同じである。図５は、殻１個の場合における走査画像であるが、図４のような急激な色の変化はなかった。

これにより、殻１個では受信されなかった超音波エコーが、殻３個の場合には他の殻から反射され、探触子へと伝播することが明らかになった。閉塞部の検査では、直径 1㎜ 程度の穴を認識しなければならないため、穴の周辺部の形状を考慮した検査技術を確立しなければならない。



図５　殻１個の走査画像

２．２　直径 1.3㎜ の探触子の性能評価実験

直径 2㎜ の探触子をさらに細径化した、直径 1.3㎜ の探触子を開発した。この探触子の性能を評価するために、卵の殻表面に対して性能評価実験を行った。

２．２．１　小型超音波探触子

図６は、細径化した小型超音波探触子の外観を示したものである。長さは 3㎜、周波数は 10MHz である。直径 2㎜ の探触子と同様にフラット型探触子とした。

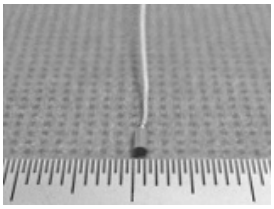


図６　直径 1.3㎜ の探触子

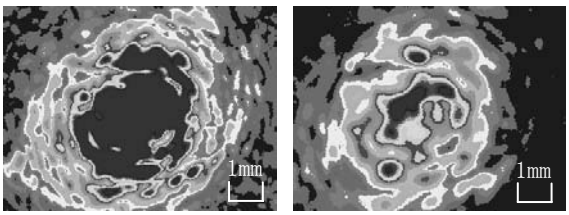
２．２．２　実験方法

走査形状は、卵の殻の頂点付近であり、走査方法は実験２．１と同じである。走査範囲は 8×6㎜、走査ピッチは 0.05㎜、走査速度は 15㎜／秒、探触子から殻表面までの距離は 3㎜ である。超音波の伝播距離による走査画像の差異を調べるため、探触子から殻表面までの距離が 6㎜ のときの走査画像と比較した。

２．２．３　結果および考察

図７（ａ）は、探触子から殻表面までの距離が 3㎜ のときの走査画像である。色にバラツキが生じているのは、殻の表面にある微小な凹凸が超音波を様々な方向に反射させるためである。殻表面の微小な凹凸を確認できたことから、直径 1.3㎜ の探触子による閉塞部の検査が可能となった。

図７（ｂ）は、探触子から殻表面までの距離が 6㎜ のときの走査画像である。図７（ａ）に比べて画像が不鮮明であるのは、探触子と殻表面との距離が長くなることによって、超音波エコーが低くなるためである。正確な形状認識には、実験２．１の場合と同様に探触子と検査対象との距離を短くする必要がある。



（ａ）3㎜　　（ｂ）6㎜

図７　走査画像（殻の頂点）

３　まとめ

１）小型超音波探触子を用いて形状の認識に関する実験を行った結果、卵の殻を３個用いた模擬的な閉塞状態を認識することができた。

２）直径 1.3㎜ の小型超音波探触子は、殻の表面にある微少な凹凸を確認することができたため、完全閉塞部の検査に適用可能であることがわかった。

３）探触子と検査対象の距離を短くすることにより、形状認識をより正確に行うことができる。

謝　　辞

本研究は、㈱神戸工業試験場、神戸大学工学部、神戸大学医学部、ミツ精機㈱、（財）新産業創造研究機構と共同で実施したものであり、関係各位に深く感謝します。

参考文献

1)浜口和也，富田友樹，有年雅敏，松井博，兵庫県立工業技術センター研究報告書第１４号,(2005),60

（文責　浜口和也）（校閲　富田友樹）

〔兵庫県イノベーションセンター・インキュベートＦ／Ｓ事業〕

23　摩擦攪拌接合技術研究会

有年雅敏，富田友樹，野崎峰男，浜口和也

１　目　　的

最近、産業界では地球環境への負荷を低減するとともに、省資源・省エネルギー化を推進するため、これまでの鉄鋼材料中心の製造技術を見直し、アルミニウム合金など軽量金属材料を活用する、新しいものづくり技術の開発に積極的に取り組んでいる。

摩擦攪拌接合[1)]（以下 FSWという）は、1991年に英国溶接研究所で開発された固相接合法である。 FSWは、溶融接合に比べて熱変形が小さく、強度面、高能率性、作業環境の改善など、数多くの長所を持っている。

産業界は、FSWの特徴に着目し、 アルミニウム合金を中心にして航空、宇宙、鉄道車両、船舶、自動車などの産業分野で実用化し始め、大きな成果を挙げている。

兵庫県や大阪府では、複数のFSW装置メーカーや受託加工業者が誕生し、企業、大学、公設試などによるFSWに関する研究開発が活発に行われている。本研究会は産学官の研究機関が連携し、FSWを活用した新しいものづくり産業を創出するために活動することを目的にする。

２　事業内容

本研究会では、 FSW技術に関する基礎、応用研究、企業における実用化の現状と今後の技術動向について意見交換、大型プロジェクトなどへの提案を図るなど、主として以下の研究会活動を行った。

(1) 研究会の開催
(2) 見学会の開催
(3) 装置メーカー、ユーザー、研究機関との意見交換
(4) 共通の研究テーマを基にした試験研究の実施
(5) FSWに関するアンケート調査

本研究会では、(4)に関して銅のFSWに関する可能性試験を行うことにした。

３　体　　制

本研究会では大阪大学接合科学研究所池内建二教授を委員長として、「摩擦攪拌接合技術研究会」を立ち上げ、上記の事業内容を実施した。事務局は(財)新産業創造研究機構が担当した。委員には装置メーカー(２社)、ユーザーには受託加工業者をはじめ、アルミニウム合金およびマグネシウム合金メーカー、大学は大阪大学接合科学研究所が参画した。また、公設試験研究機関では、兵庫県立工業技術センター、大阪府立産業技術総合研究所が参画した。

４　活動結果

研究会は３回開催し、７課題に関する研究発表および事例発表が行われた(見学会：２回を兼ねる)。摩擦攪拌接合の接合機構、アルミニウム合金ダイカスト材、アルミニウム合金と異種材料、マグネシウム合金の摩擦攪拌接合などの基礎研究に関する発表をはじめ、大型構造物用FSW装置開発、他の接合法を組み合わせた製品開発、摩擦攪拌スポット接合などの事例発表が行われた。各発表に関して、FSWの長所、普及する上での技術問題などについて活発な意見交換が行われた。

５　アンケート調査結果

今後、FSW技術を種々の産業分野に応用する場合、中小企業に普及する場合に解決すべき課題などについて参画機関にアンケート調査した。回答の中で、解決すべき課題、要望などは以下のとおりである。

(1)接合ツール形状・寸法の選定基準を公表してほしい。
(2)JISなどの規格化が遅れている。
(3)特許実施料が高い。
(4)中小企業のために少ロット生産への適用方法の開発。
(5)高融点材料、異種材料の接合技術の開発。

６　銅の摩擦攪拌接合に関する可能性試験

可能性試験では研究データが少なく、今後需要の増加が期待される銅（無酸素銅、タフピッチ銅）を対象にした摩擦攪拌接合試験を行った。熱影響部、金属組織、継手強度（引張強さ）などの性能評価を行った。 摩擦攪拌接合は、板厚6㎜の無酸素銅、タフピッチ銅をそれぞれ同種、異種材料の組み合わせで行った。

無酸素同士、タフピッチ銅同士、無酸素銅とタフピッチ銅のいずれの場合とも、材質による熱影響部幅の差異はほとんど認められなかった。接合部は母材よりも結晶粒が微細化していた。タフピッチ銅の場合、銅中に含まれる介在物(銅の酸化物)は、高温中で激しい摩擦によって寸断され、接合部では母材よりもかなり微細化していた。継手の引張強さはいずれの場合とも各母材強度の90%以上の高い強度が得られることが明らかになった。

参 考 文 献

1) 溶接学会編，摩擦攪拌接合，産報出版,12(2006)

（文責　有年雅敏）
（校閲　富田友樹）

〔兵庫県イノベーションセンター・インキュベートF/S事業〕

24　マイクロファブリケーション研究・事業化検討会

安東隆志，富田友樹，浜口和也，中本裕之

1　目　　的

兵庫県の「ものづくり」には従来の技能・技術に加えて、新規な「着想」が求められており、他には真似のできない着想を実現することで産業競争に勝ち抜かなければならない。兵庫県立工業技術センターでは、高速切削加工機を導入するなど、早くから微細加工に取り組んでいる。一方、県下中小製造業では、高速スピンドルや、精密ガス圧調整機の製造など高い技術力を有する企業が多数ある。

そこで、当工業技術センターの保有する研究シーズとこれら企業の持つ技術ポテンシャルを融合して生まれる新たな着想で、他の追随を許さない兵庫県特有の技術と製品を生み出し、事業化を目指す体制を構築することを当研究・検討会の目的とする。

2　事業内容

兵庫県立工業技術センターでは、家電製品が携帯用に小型化すること、工業製品が小型化することを予見し、また、以前からマイクロ加工の需要が増大することに着目し、その実現に取り組んできた。

その一つとして、精密な位置決めが容易に実現できる磁気浮上精密ステージを10年以上前に開発して特許を取得したほか、精密位置決めだけでなく力を検出する機能を追加して、マイクロ加工への応用など、実用化に向けて取り組んできた。

しかし、一つの研究シーズだけでは限界があり、企業の有する技術ポテンシャル、技術シーズと融合することにより、より高い技術へと成長する必要性があるため、本研究・検討会を発足させるに至った。

当該研究会は、マイクロ加工技術に加え、マイクロ部品の組立による製作技術として、マイクロファブリケーション技術について、大学、企業、工業技術センターが研究するものである。

3　体　　制

本研究会では、大阪産業大学工学部田中武雄教授を委員長として、「マイクロファブリケーション研究・事業化検討会」を立ち上げ、上記の事業内容を実施した。事務局は(財)新産業創造研究機構が担当した。

委員には(財)大阪産業振興機構、山田精密工業(株)、(有)大阪製作所、ミツ精機(株)、(株)千代田精機、日本精密機械工作(株)、小倉知財弁理士事務所が参画した。

4　活動結果

当該研究会は、活動として３回の研究・検討会を実施した。

第１回研究・検討会
開催日時：平成 17 年度 11 月 18 日（金）
開催場所：兵庫県立工業技術センター
開催内容：趣旨説明、事業内容の説明、委員会メンバーの自己紹介、工業技術センターで取り組んでいる「磁気浮上精密ステージによるマイクロ加工，マイクロハンドリング」に関する研究発表等。

第２回研究・検討会
開催日時：平成 17 年度 12 月 17 日（土）
開催場所：大阪産業大学
開催内容：大阪産業大学工学部田中教授による「地域密着型の産学官連携とナノテク・コンソーシアム」についての講演と大阪産業大学新産業研究開発センターの見学等。

第３回研究・検討会
開催日時：平成 18 年度 1 月 30 日（月）
開催場所：(財)新産業創造研究機構
開催内容：マイクロファブリケーションを研究開発する上で、参加企業の技術シーズを活用するための参加企業の保有する技術シーズの紹介と神戸ロボット研究所の見学等。

5　結　　論

参画企業の持つ固有の技術シーズを連携させることにより新たな技術開発が可能である。しかしながら、企業のシーズを融合するためには、企業のニーズに配慮しつつ、中核となる技術シーズを工業技術センターが先導的に提供していく必要がある。本研究・検討会はマイクロ加工とマイクロ加工で得られるマイクロ部品の組立技術によって開発されるマイクロファブリケーション技術を提示し、当該研究会で検討した結果、事業化を目指す体制を構築することができた。

（文責　安東隆志）
（校閲　有年雅敏）

〔経常研究〕

25　活性金属材料の固相接合に関する研究

有年雅敏，野崎峰男，浜口和也

1　目　　的

マグネシウム合金(以後Mgという)は、低融点で酸化されやすい活性金属であるため、アルミニウム（以後Alという）合金と同様に難接合材と言われている[1)]。Mg合金は、Al合金のような幅広の板材の製造が困難なため、接合によって幅広の板材を製造しなければならない。摩擦攪拌接合は、これまでAl合金板の接合に活用され、鉄道車両をはじめ、自動車、船舶用部材などの製作に大きな威力を発揮している。

本研究は、Mg合金の接合に摩擦攪拌接合を適用し、接合部の金属組織、継手強度などに関して性能評価した。特に、板厚差による金属組織の結晶粒の大きさについて調べた。

2　実験方法

摩擦攪拌接合に用いたMg合金は、Al-Zn系合金のAZ31（押出材　板厚6mm）である。 摩擦攪拌接合は、押出方向に突き合わせて行った。継手性能は、接合部の金属組織、継手の引張強さによって評価した。引張試験では、摩擦攪拌接合方向に垂直方向に試験片を切り出し、JIS 13B号に加工した試験片を用いた。主な接合条件は、接合速度150mm/min、接合ツールの回転数1000rpmである。

3　実験結果

図１は接合部の横断面マクロ写真である。攪拌部の中心付近の板厚は、母材の板厚とほぼ同等である。攪拌部の金属組織は、 図２(a) に示すように結晶粒径は10～

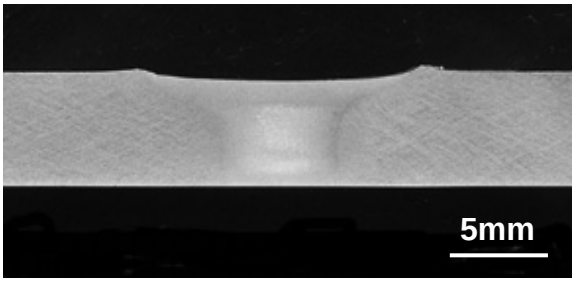
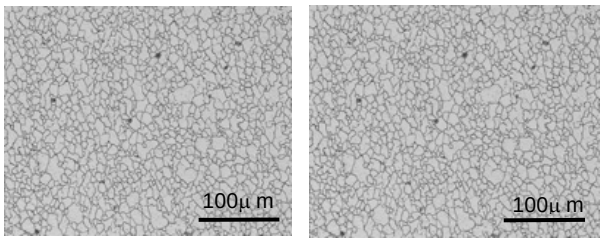


図１ 摩擦攪拌接合部の断面マクロ写真

20μmであった。攪拌部の微細化した組織は､母材（図２(b)）の結晶粒に比べて、若干小さくなっている程度であった。板厚6mmのように分厚くなると、板厚が1,2mmの場合とは異なり、接合速度がかなり遅いこと、また冷却

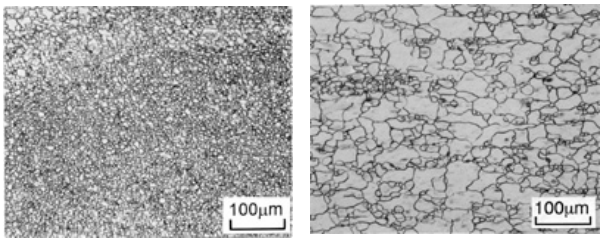


(a) 攪拌部　　(b)母材部

図２ 板厚6mmにおける攪拌部の金属組織

速度が小さくなるなどの原因によって、攪拌部の金属組織の微細化が起こりにくくなる傾向がみられた。継手の引張強さは、母材の約90%の継手強度が得られた。

図３は、参考例として著者等が行った板厚2mmのAZ31の摩擦攪拌接合した接合部の金属組織[2)]である。接合条件は、接合速度が1250mm/min、 接合ツールの回転数が6000rpmである。攪拌部の金属組織(図3(a))は、光学顕微鏡による組織観察では結晶粒径が3～5μmであり、母材組織(約20～30μm)に比べてかなり微細化する。



(a)攪拌部　　(b)母材部

図３ 板厚2mmにおける攪拌部の金属組織

4　結　　論

板厚6mmのMg合金（AZ31） 同士の接合に摩擦攪拌接合し、接合部の金属組織、継手強度を調べた。攪拌部の金属組織は母材よりも微細化し、かなり高い継手強度が得られることが明らかになった。

参 考 文 献

1) 日本マグネシウム協会編，マグネシウム技術総覧,カロス出版，353(2000)
2) 有年,マグネシウム合金の摩擦攪拌接合,溶接学会誌,74-3(2006),P152-157.

（文責　有年雅敏）
（校閲　富田友樹）

〔経常研究〕

26　鉛フリーはんだを用いた切欠き材の低サイクル疲労寿命評価

野崎峰男，有年雅敏

1　目　　的

電子デバイスのはんだ接合部は、電源のon/offに伴う熱ひずみの発生により繰返し負荷を受ける。はんだ接合部は、はんだ付けの際、リードおよびランド等の接合物の形状により、切欠き状になる場合が多い[1]。したがって、電子デバイスの動作中、はんだ接合部は繰返し負荷下で応力集中を受け、疲労寿命の低下が推定される。しかし現在、はんだ接合部の応力集中を伴う低サイクル疲労の実験的研究は、ほとんど実施されていない。

本研究では、鉛フリーはんだの低サイクル疲労寿命に及ぼす切欠きの影響を調べるため、Sn-3.5Agはんだの環状切欠き材を用い、温度313Kの下、低サイクル疲労試験を行った。その結果をもとに、鉛フリーはんだの環状切欠き材の低サイクル疲労寿命評価法を検討した。

2　実験方法

本研究で用いたSn-3.5Agはんだの試験片(弾性応力集中係数K_t=2.6、4.2および6.0)を図1に示す。試験片は、Sn-3.5Agはんだを円柱に鋳造した後、図1の形状に機械加工した。試験装置は、電気・油圧サーボ疲労試験機を使用し、標点部の中央に切欠き部が位置するよう伸び計を取付け、公称ひずみ制御の低サイクル疲労試験を実施した。ひずみ波形は、引張－圧縮の公称ひずみ速度0.5%/sの対称三角波を用い、公称全ひずみ範囲($\Delta\varepsilon_t$)は0.1、0.15、0.3、0.5および0.7%とした。なお本研究では、破損繰返し数N_fを、引張側応力振幅が1/2N_f時のそれから25%低下したときの繰返し数として定義した。さらに、き裂発生繰返し数N_cをクラックメータにより検出し、き裂伝ぱ繰返し数N_pは、N_p=N_f-N_cで算出した。

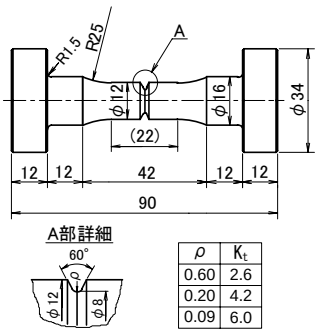
3　結果と考察

図2はN_fに及ぼすK_tの影響を示したものである。図示した程度の実験値のばらつきを認めると仮定すると、N_fとK_tとの関係は、両対数グラフ中で2次式で表すことができ、次式を得る。

$$N_f = N_{f0}\cdot\exp\left[-3.279(\ln K_t)+0.826(\ln K_t)^2\right] \quad (1)$$

$$N_{f0} = 1.031\times10^4(\Delta\varepsilon_t)^{-1.947}$$

ここで，N_{f0}は平滑材の$\Delta\varepsilon_t$とN_fの関係式である。式(1)により予測した破損繰返し数(N_{fpre})と実験値(N_{fexp})との比較を図3に示す。すべてのK_tについて、係数２の範囲($1/2N_{fpre}<N_{fexp}<2N_{fpre}$)で予測値と実験値が一致した。



ρ	K_t
0.60	2.6
0.20	4.2
0.09	6.0

図 1　試験片の形状および寸法(mm)

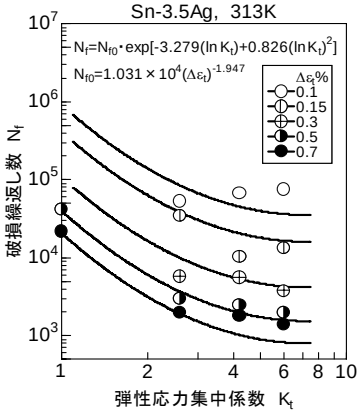


図 2　弾性応力集中係数と破損繰返し数の関係

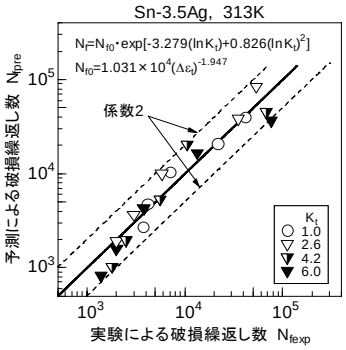


図 3　破損繰返し数の予測値と実験値の比

したがって、式(1)は、Sn-3.5Agはんだの環状切欠き材のN_fの評価に使用可能であることが明らかとなった。

参 考 文 献

1) 大澤直：はんだ付の基礎と応用，工業調査会,(2000), p. 21.

（文責　野崎峰男）（校閲　有年雅敏）

〔経常研究〕

27　自由曲面を持つ機械部品の３次元測定によるCAD/CAMデータ生成に関する研究

阿部　剛，有年雅敏

１　目　　的

複雑形状の機械部品や金型などの加工は、CADデータを基にしてNC工作機械により効率的に行われている。しかし、所定の寸法、形状、性能を満たすために、現場の作業者が形状を微調整する手直しを行っている。このような手直し作業よって得られた形状は、３次元CAD上の作図機能で作成することは不可能である。

本研究では、上記の問題を解決するために、手直しされた自由曲面を持つ機械部品と同一の自由曲面を加工する方法の開発を目的とする。本報告では、３次元測定の測定データから３次元CADデータを生成するソフトウェアの開発について述べる。

２　実験方法

２．１ 実験装置

高精度の３次元CADデータを生成するために、±１μmの精度で形状測定が可能な３次元測定機（CarlZeiss製PRISMO 5型）を用いた。

２．２　３次元CADデータ生成ソフトウェア

測定データから高精度の３次元 CAD データを効率よく生成するために、以下のような機能を有するソフトウェアを、ミドルレンジの３次元 CAD、SolidWorks 上で開発した[1,2]。

1)測定データファイル群を一括して読み込めること。
2)読み込んだデータより自動的に曲面を生成できること。

データ処理の流れを図１に示す。

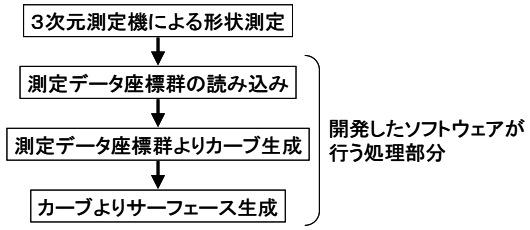


図１　データ処理の流れ

３　実験結果

３．１ ３次元測定機による測定

図２は本実験の測定対象モデルである。CAD データをもとにして、NC 工作機械で加工したものである。形状は単純であるが、加工時に発生する切削抵抗や熱による変形で、±20μm 程度の形状・寸法誤差が発生する場合がある。このような、誤差も含めた形状を３次元測定機により測定する。測定方法は、ラインスキャニング（曲面上を直線で走査する測定法）を採用した。ラインの間隔は 5mm、サンプリングピッチは 0.5mm で、１本のラインにつき約 440 点、25 本のラインスキャニングを行ったので、測定点数は約 11,000 点となる。

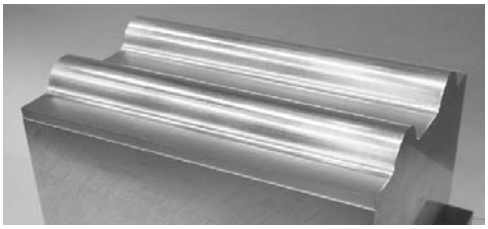


図２　測定対象モデル

３．２ ソフトウェアによるCADデータ生成

図３は開発したソフトウェアを用いて、測定データより生成された３次元CADデータである。本実験での測定データ約11,000点からCADデータ生成に要する時間は約２分である。同様の操作をマニュアルで行った場合は、約20分を要するため、本研究で開発したソフトウェアは、３次元CADデータの生成に高能率であることが明らかになった。また、生成した３次元CADデータと測定データと比較した結果、形状誤差はRMSで1μm以下になり、高精度でモデルが生成されたことが明らかになった。

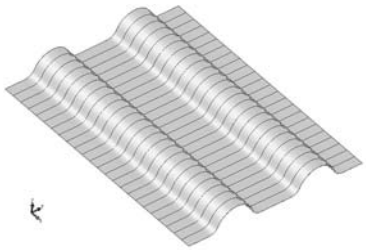


図３　生成した３次元CADデータ

４　結　　論

３次元測定機による測定データから３次元CADデータを生成するソフトウェアを開発した。これにより、ラインスキャニングを行った測定データを準備するだけで、高精度の３次元CADデータを自動的に効率よく生成することが可能になった。

参 考 文 献

1)SolidWorks API説明書，ｸﾎﾞﾀｿﾘｯﾄﾞﾃｸﾉﾛｼﾞｰ(株)(2003)
2)SolidWorks API活用２０例，ｸﾎﾞﾀｿﾘｯﾄﾞﾃｸﾉﾛｼﾞｰ(株)(2002)

（文責　阿部　剛）（校閲　有年雅敏）

〔経常研究〕

28　レーザ加熱を利用した金属板の３次元曲げ加工

岸本　正，後藤浩二

１　目　　的

レーザ加熱を利用した金属板の曲げ加工は、レーザビームを金属板に照射し、熱応力による塑性変形を利用して行う新しい曲げ加工である[1)]。この加工技術は、金型を必要としないため、多品種少量生産に有効であり、短納期、低コストで製作することができる。平板から３次元曲げ加工を行う場合、平板を同心円環と考え、同心円環が同一直径で連続したものを円管と仮定できる。

これまでの研究では、レーザ加熱方法によるステンレス鋼管の３次元曲げ加工において、加熱方法と加工特性の関係を明らかにした[2)]。今回は、球面板などの製作に必要となる重複加熱の特性について検討を加える。

２　実験方法

供試材は、直径 216mm、厚さ 2.9mm のオーステナイト系ステンレス鋼管（200A、SUS304）である。この供試材には、予め残留応力の除去と均質化のため固溶化熱処理を施し、軸方向に 10mm 間隔で円周方向に罫書線を入れた。レーザ加熱による供試材の塑性変形は、罫書線の間隔と外周の長さ変化により把握した。また、供試材の表面には、レーザビームの吸収改善のため、カーボンブラックを均一に塗布した。

レーザ加熱方法を図１に示す。ここでは、ビーム径20mm、出力1500Wのマルチモードの炭酸ガスレーザビームを使用し、焦点距離7.5inch(190.5mm)のレンズを用いた焦点はずし方式により、ビーム径を11.2mmに変換したものを用いた。レーザ移動速度2000mm/minとし、供試材が１回転する毎に、レーザビームを軸方向に3mm間隔で移動させて、軸方向に100mmの間加熱した。さらに、同様の方法で重複加熱を４回行った。

３　結果と考察

本方法により、ステンレス鋼管にマイナスの塑性変形（縮み）を生じさせることができた。円周方向の塑性変形率を図２に示す。円周方向の塑性変形率は、端面からの距離に対して一定の値ではなく、加熱回数に比例して大きくなることがわかる。これは、端面からの距離による自己冷却状態の差異が原因していると考えられる。平均した円周方向の塑性変形率は、加熱１回当たり－0.32％であった。

軸方向の塑性変形率を図３に示す。軸方向の塑性変形率は、加熱回数に比例して大きくなり、その平均塑性変形率は、加熱１回当たり－0.67％であった。軸方向の塑性変形率は、円周方向の塑性変形率の約２倍であった。

４　結　　論

本研究では、レーザ加熱によりステンレス鋼管に加熱回数に比例した塑性変形（縮み）を生じさせることができた。実用化のため、さらに３次元曲げ形状を考慮したレーザ加熱条件を検討する必要がある。

参 考 文 献

1）難波義治，川口憲治，大峯　恩，昭和61年度精密工学会春季大会学術講演会論文集，677(1986)．

2）岸本　正，柏井茂雄，兵庫県立工業技術センター研究報告書　平成17年版，14，79(2005)．

（文責　岸本　正）

（校閲　後藤浩二）

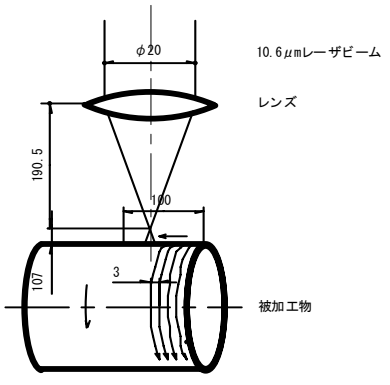


図１　レーザ加熱方法

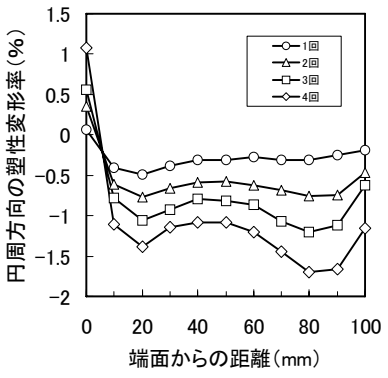


図２　円周方向の塑性変形率

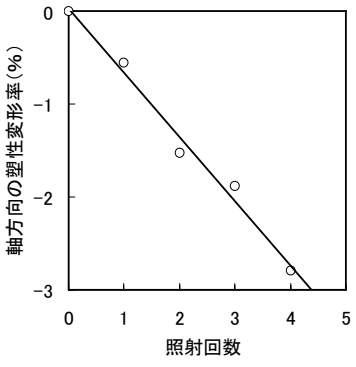


図３　軸方向の塑性変形率

〔経常研究〕

29　数値制御プラズマ CVM による電子デバイスの高精度加工

柴原正文，後藤浩二，富田友樹

1　緒　　言

水晶振動子は厚み滑り振動を起こし、その共振周波数と水晶振動子の板厚には反比例関係が成り立つため、薄片化することにより高周波化が可能である[1)]。しかし、従来の両面機械研磨による水晶ウエハの薄片化では研磨中の面圧ムラに起因し、研磨後の水晶ウエハには厚さムラが生じてしまう。水晶ウエハ上に多数の水晶振動子を形成する場合、このような厚さムラが存在すると振動子の共振周波数にバラツキが生じるため、厚さをそろえる後工程が必要となる。

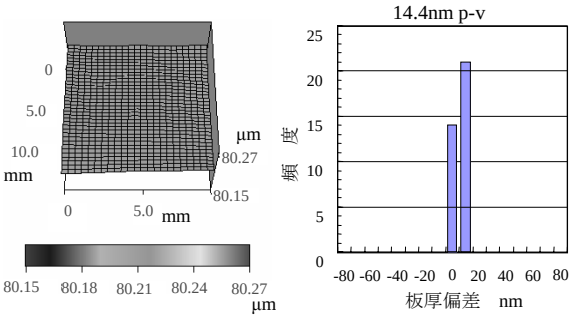
そこで、水晶ウエハの厚さムラを解消するとともに機械研磨の限界を超えて薄片化することができる手法として、数値制御プラズマ CVM を適用し、周波数特性に優れた超高周波水晶振動子を低コストに作製することを目的に本研究を行った。

2　実験方法

加工試料には両面機械研磨を施した後、洗浄を目的として湿式エッチングを行った水晶ウエハ(25mm×20mm×80μm)を用いた。実験に用いたプラズマ CVM 装置には、円筒型回転電極(外径 200mm、長さ 280mm)、及びパイプ型電極(外径 1.0mm、先端ガス吸込み口径 0.3mm)が取り付けられている。円筒型回転電極を用いた場合、単位加工痕の長さが約 10mm 程度であるため、空間波長の長い誤差成分の修正加工に適している。一方、パイプ型電極を用いた場合には単位加工痕の縮小に伴って加工の空間分解能が数 mm 程度まで向上するため、より空間波長の短い形状誤差成分まで修正することができる。また、円筒型回転電極を用いた場合の加工速度はパイプ型電極を用いた場合と比べて 130 倍速い。このため、水晶ウエハ厚さの均一化においては、先ず円筒型回転電極を用いて、両面機械研磨が施された水晶ウエハの厚さムラにおける長周期形状誤差成分を短時間に修正した。次に、パイプ型電極を用いて円筒型回転電極では除去できなかった少量の短周期形状誤差成分を修正することで、厚さムラが解消された高精度な水晶ウエハを高能率に製作することできた。

3　結果と考察

加工前後の水晶ウエハの厚さ分布を比較すると、加工前には PV 値 108.3nm の厚さムラが見られていたが、円筒型回転電極による加工後には PV 値 39.5nm となり、パイプ型電極加工後には図 1 に示すように PV 値 14.4nm



(a) 3D 厚さ分布　　(b) 厚さムラ分布

図 1　パイプ電極加工後の水晶ウエハの厚さムラ

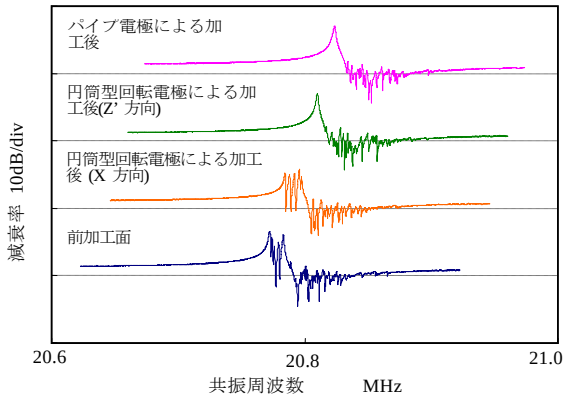


図 2　数値制御加工による共振周波数特性の改善

と厚さムラが大きく改善された。図 2 は、水晶ウエハ中央部における共振周波数特性を数値制御加工ごとの推移として表している。図から、数値制御加工の進展とともに、副振動が減衰して良好な共振周波数特性が得られていることがわかる。

4　結　　論

前加工面に数値制御プラズマ CVM 加工を施すことにより、水晶ウエハの厚さを高精度に均一化することができ、平行度が向上した。

その結果、主ピーク近傍の副振動が減衰し、良好な共振周波数特性を得ることができた。なお、その際には共振周波数特性を劣化させる加工変質層の生成は認められなかった。

参 考 文 献

1) 日本水晶デバイス工業会編，水晶デバイスの解説と応用，日本水晶デバイス工業会(2002)50.

(文責　柴原正文)(校閲　後藤浩二)

〔経常研究〕

30　刃物用熱処理鋼板の曲げ強度特性の評価

永本正義，山本章裕

1　目　　的

雑草の刈払い作業に使用する刈払機の回転刈刃はJIS B9212 で規定され、製造者は外径、厚み、刃の振れなどの寸法と硬さ、さらに規定の曲げ試験を行ったとき、割れの発生があってはならないことを品質の基準とし、JISを遵守した取り組みが行われている。そのなかで近年、安全性を配慮しつつ軽量化を重点とした製品設計が進められている。そこには、刃物としての必要な硬さの範囲内で如何に強靭化を図るかがポイントとなり、この点から曲げ強度試験の重要性が増してきている。

本研究は、回転刈刃における曲げ強度特性を見出すことを目的とし、また実用的な曲げ試験機の開発に繋げるためJIS に基づいた曲げ試験を行った。そして、押込棒の先端の曲げ半径、表面の研磨痕の方向性が曲げ強度に及ぼす影響について検討した。

2　実験方法

2．1 供試材

直径190㎜、板厚1.15㎜のSK5相当の鋼板を46HRCの硬さに調質した材料から幅15㎜、長さ50㎜の寸法にワイヤー放電加工で切り出し、試料は圧延のままで酸化皮膜のついたままのものと、平面研削盤にて試験片の長手方向に対し平行と直角方向に研磨条痕をつけ、1㎜ の板厚に仕上げたものを準備した。

2．2　曲げ試験方法

曲げ試験はJISに準じ、試料をVブロックの上に載せ、先端角度90度、先端半径(R)を1,3,5,7,9㎜としたＶ字形の押込棒で毎分10㎜の速度で加圧した。試験装置の概略を図１に示す。たわみ量と力の計測は共和電業㈱のPCD-300Aを用いた。得たデータは、たわみ量0.1㎜ピッチで刻む計算を行い、荷重Ｐとたわみ量δの関係を求めた。

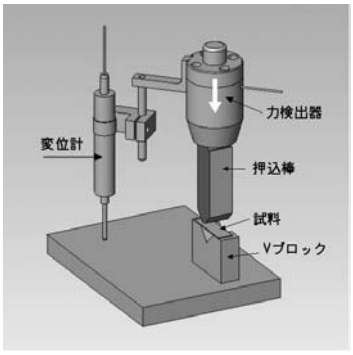


図１　曲げ試験装置の概略

3　結果と考察

図２は圧延状態のままで研削痕のない試料の曲げ試験結果を示す。図３は試験片の長手方向に平行、図４は直角に研削痕をつけた試験片の曲げ試験の結果を示す。

試験の結果、押込棒の先端の曲げ半径が小さい場合、(1,3㎜)、全ての試料に亀裂が入り、反対に曲げ半径が大きい場合（7㎜以上)では亀裂が入らない。また、図２～４からは加工痕の方向性が薄鋼板の曲げ強度に大きく関与することが見出された。

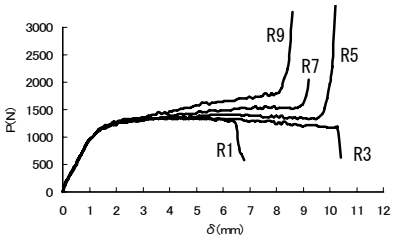


図２　圧延状態の表面のＰ－δ線図

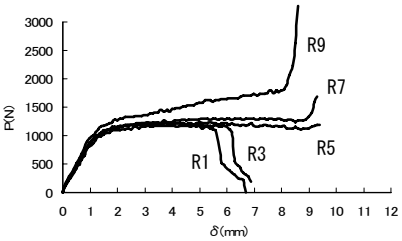


図３　研削痕が平行のＰ－δ線図

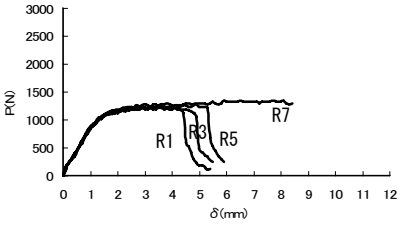


図４　研削痕が直角のＰ－δ線図

4　結　　論

刈払機用の回転刈刃の曲げ強度については、研削痕などの加工表面の性状に影響を受けることが分かり、強度評価の点からより緻密な試験データの蓄積が必要であると考えられた。

（文責　永本正義）
（校閲　髙橋輝男）

〔戦略的基盤技術力強化事業（(独)中小企業基盤整備機構委託研究）〕

31　ロボット用超小型６軸モーションセンサに関する研究開発

一森和之，北川洋一，中本裕之，武縄　悟，才木常正

１　目　　的

現在、多くの企業・研究機関においては、インフラのメンテナンスや危険箇所作業代替を目的として超小型ロボットの開発が進められている。これらの超小型ロボットの動きを検出するためには、回転運動や直線的な運動あるいは傾斜などを検知するいわゆるモーションセンサが必要となる。しかし、現在市販されているものでは、サイズに問題があり搭載することができない。このような状況から、６軸の動作検出ができるロボット用超小型６軸モーションセンサの必要性はますます高まってきている。また、超小型６軸モーションセンサは、他の様々な分野への応用展開も期待されている。そこで、本研究では、ニーズの高いプラント監視・検査分野における応用に着目し、（財）新産業創造研究機構、マイクロストーン㈱、川崎重工業㈱、カワサキプラントシステムズ㈱、立命館大学と共同で、

A）超小型６軸モーションセンサの開発

B）カード型センサモジュールの開発

C）プラント監視／検査ロボットへの適用と応用

を目的として研究開発を進めて来た[1,2]。

２　プロジェクト全体の成果

上記の３項目に対する本研究事業の成果は、以下の通りである。

A）超小型６軸モーションセンサの開発

図１に示すように、加速度センサ（シリコン）と角速度センサ（圧電単結晶）を別個に作成して接合することにより１チップ６軸モーションセンサを作製した。作製したセンサチップを図２に示す。また、作製したセンサの検出特性を評価するための実験を行った。その結果、

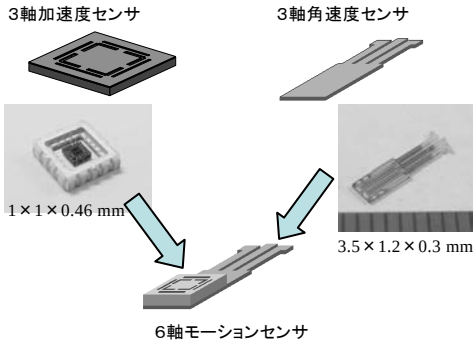


図１　超小型６軸モーションセンサの構成

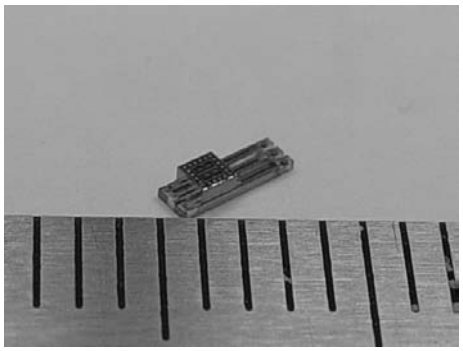


図２　開発した超小型６軸モーションセンサ

この接合により、各センサの特性はほとんど変化せず、６軸モーションセンサにおいてこの構造の有効性を確認することができた。開発した６軸モーションセンサの性能を以下に示す。

・サイズ

　３軸加速度センサ部　：　1×1×0.46mm

　３軸角速度センサ部　：　3.5×1.2×0.3mm

・最大応答周波数

　加速度　：　1kHz 以上

　角速度　：　20Hz 以上

・非直線性　　加速度、角速度共に 1%以下

B）カード型センサモジュールの開発

６軸モーションセンサの出力信号の A/D 変換、データ演算機能、診断解析機能、無線通信機能を備え、自律動作が可能なカード型センサモジュールの開発を行った。開発したセンサモジュールを図３に示す。

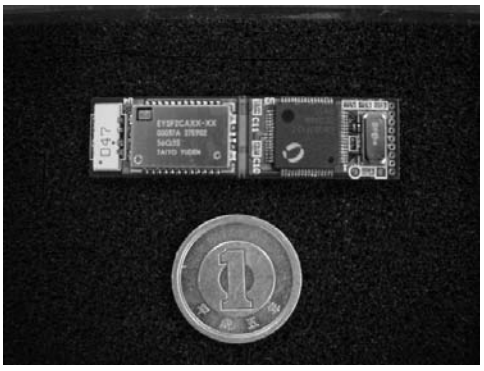


図３　開発したカード型センサモジュール

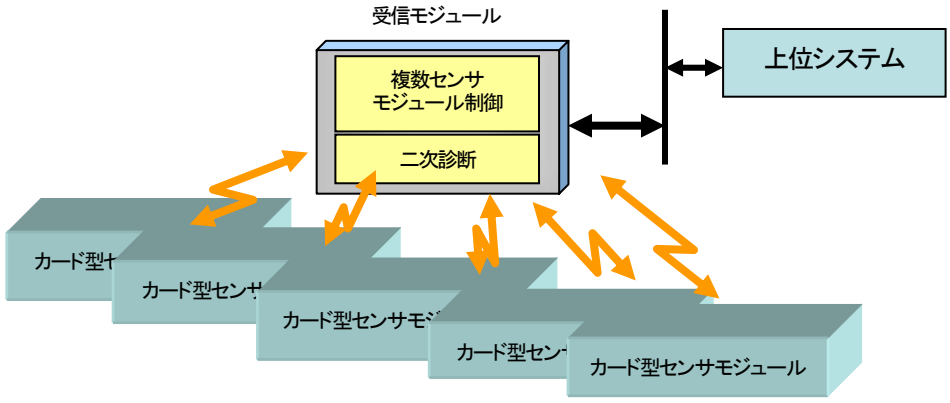


図４　プラント監視システムの構成

仕様は、以下の通りである。
・サイズ　：　40×12.5×2.5mm
・サンプリング速度　：　1kSample/sec
・無線通信距離　：　10m
・一次診断機能：　平均値、最大・最小値、実効値、
　　波形率、標準偏差　等

C）プラント監視／検査ロボットへの適用と応用

５台のセンサモジュールをコントロールすることができる固定型の受信モジュールと、PDA を利用した携帯型受信モジュールを開発した。プラント監視システムの構成を図４に示す。これらの受信モジュールには、複雑かつ大量の演算を必要とする高度な波形処理に基づいた二次診断機能を実装すると共に、PDA 版の受信モジュールにはセンサモジュールのパラメータ変更と診断結果の表示機能を追加実装した。また、開発したセンサモジュールと受信モジュールを使用してガスタービンの振動測定実験を実施し、仕様通りの動作が実現できていることを確認した。

工業技術センターは、この研究開発において、カード型センサモジュールに搭載される無線通信機能の開発を行った。以下、この無線通信機能について詳細に述べる。

３　カード型センサモジュール

本年度開発したセンサモジュールは、製品化を見据えて小型化し、目標サイズおよび性能を達成するため、MCU、メモリ構成を変更するなど回路構成jを大幅に変更した。これに伴い、無線通信部のソフトウエア設計とアンテナの実装方法を見出すための測定評価を行った。

３．１　構成

カード型センサモジュールの構成を図５に示す。６軸超小型モーションセンサと、その出力を A/D 変換して波形処理・一次診断を行う MCU（Micro Control Unit）、および受信モジュールとの間の通信を行うデータ通信部により構成されている。

MCU はモーションセンサからの出力信号を 1kSample/sec でサンプリングするのに並行して受信モジュールとの間の通信を処理する必要がある。サンプリングのタイミングは一定間隔であるのに対し、受信モジュールとの間の通信は不定期に発生する。このため、サンプリング・信号処理に要する時間とデータ通信に要する時間を実際に測定し、これらの処理を正常に実行するための割り込み処理手順の設計を行った。

３．２　データ通信部

カード型センサモジュールは、１台の受信モジュールに対して最大５台まで接続可能とし、通常は 200msec

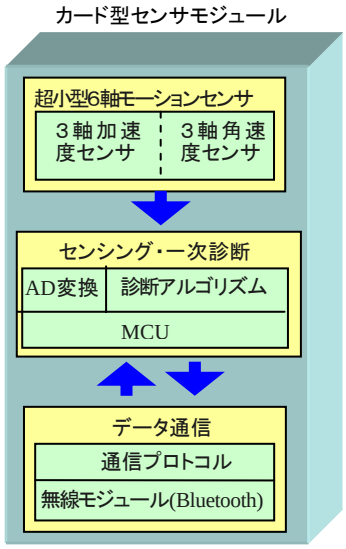


図５　カード型センサモジュールの構成

毎に接続するカード型センサモジュールを切り替えてデータ通信を行うように設計した。また、センサ出力を 1kS/sec でサンプリングしたデータをそのまま受信モジュールへ伝送する機能も持たせた。このデータ通信容量と、消費電力の関係から、無線通信には Bluetooth を採用した。Bluetooth モジュールは、小型かつ低消費電力であ

り、データ通信容量も 432kbps で、本研究で開発したセンサモジュールには最適である。

３．３　アンテナ性能の評価

センサモジュールを製品化する際には使用目的に合わせたハードウエア構成が必要である。アンテナについては、小型のチップアンテナとプリントパターンを利用したパターンアンテナについて、実装条件を変えたときの通信性能を測定した。その結果、チップアンテナは小型で通信性能も高いことから、センサモジュールを小型化する上で有効であるが、周囲の配線などの影響を強く受けることから、センサモジュールの設置環境の影響について評価しておく必要があることがわかった。また、パターンアンテナは適切なアンテナ長とするとチップアンテナと同程度の通信性能が得られることがわかり、適用先によっては低コストのアンテナとして利用可能であることがわかった。

３．４　電磁雑音下における無線通信性能の評価

センサモジュールの電磁雑音耐性を調べるため、IEC61000-4-3 に対応した電磁雑音下で通信速度の測定を行った。その結果、雑音の水平偏波、垂直偏波に関係なく、通信速度は約 5ｋByte/sec であり、雑音が非常に小さい環境下で測定した通信速度とほぼ同じ結果が得られた。

３．５　実証実験

開発したカード型センサモジュール２台と受信モジュールをガスタービンに実装して機能確認のための実験を行った。センサモジュールを取り付けた様子を図６に示す。その結果、振動データの収集、通信機能、診断機能が正常に動作することを確認した。

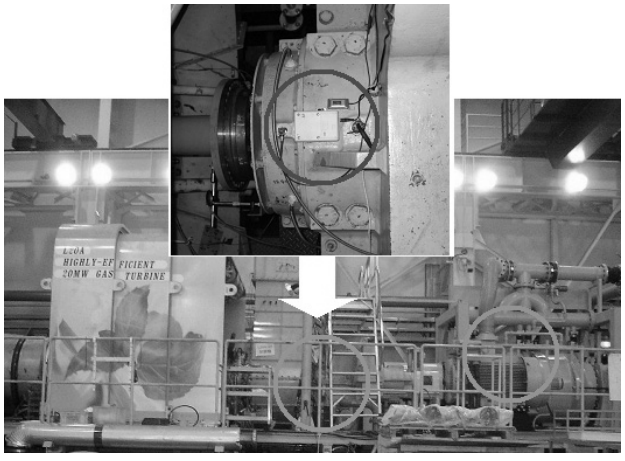


図６　実証実験の様子

４　今後の展開

超小型６軸モーションセンサは、本研究の直接の目的であるロボットの動作測定の他にも、姿勢制御、危険回避などを目的とした自動車の車体姿勢測定やアミューズメントなどへの適用が考えられる。また、カード型センサモジュールは、目標値を大幅に上回る小型化（40×12.5×2.5㎜）を達成できたことから、本研究の直接の目的であったプラント監視／検査ロボット以外にも、人間や動物の動作計測や、福祉分野、健康機器分野などで用いるウェアラブルセンサへの応用も有望と考えられる。この他にも輸送物の衝撃検知など、広く適用できる可能性がある。

５　ま　と　め

本研究は、(独)中小企業基盤整備機構の委託を受けて平成 15 年度～17 年度に実施したものである。

超小型６軸モーションセンサの開発に関しては、当初の目標としたサイズ（3.5×1.2×0.8mm）の１チップ集積化サンプルの製作、及び３軸加速度センサ、３軸角速度センサそれぞれ単体での仕様目標を達成した。

カード型センサモジュールに関しては、通信距離 5m 以上という目標値も含め、当初計画していた必要機能を全て搭載することができた。サイズに関しては、形状が当初予定していた正方形から長方形へと変更されたが、面積に関しては大幅に小型化することができた。これにより、狭い部分への設置が容易になり、当初想定していた範囲より広い範囲への応用展開が可能となった。

工業技術センターは、この研究プロジェクトの中にあって、カード型センサモジュールの無線通信機能の開発を担当した。データ通信容量、通信距離などから Bluetooth を利用することとして開発を進めた結果、通信距離 10m、６軸モーションセンサ出力の生波形測定機能、１台の受信モジュールにより５台のセンサモジュールをコントロールする機能等プラント監視に必要な機能を実現し、当初の目標を達成することができた。今後は、本事業で開発したセンサ及びセンサモジュールの応用開発を進めて行きたい。また、本研究を進める上で得られた無線通信に関する知見を活用した新たな展開についても検討したい。

参　考　文　献

1) 小坂宣之、北川洋一、中本裕之、幸田憲明、兵庫県立工業技術センター研究報告書、13、19(2004).
2) 小坂宣之、北川洋一、中本裕之、幸田憲明、才木常正、兵庫県立工業技術センター研究報告書、14、10(2005).

（文責　北川洋一）
（校閲　一森和之）

〔経常研究〕

32　微細加工・細胞操作を目指したマイクロマニピュレーションに関する研究

安東隆志，浜口和也

1　目　　的

携帯性などの利便性を高めるために家電製品の小型化に対する要求が強まっている。そのため、直径0.1mm以下のドリルなどを使用した工具による部品加工や組み立て作業の需要が高まり、それを実現するためには精密位置決めステージが必要である。一方、バイオテクノロジーなどの分野でも卵細胞に細胞核を移植するなどの際に、細胞を操作するための精密な位置決めステージが必要となっている。これらには共通して微細な位置決め操作、すなわちマイクロマニピュレーションが必要である。

そこで、本研究では、微細加工および細胞操作に共通する課題を解決するための研究を行った。

2　マイクロマニピュレーションの構成

マイクロマニピュレーションを実現するためには、人間の手先の動きを縮小して微細で精密な動きを実現しなければならない。本研究では、図１に示す磁気浮上精密ステージと図２に示すリンクアームを組み合わせ、図３に示すような双方向位置制御を可能とする双方向マニピュレーションを構成する。

この構成では、リンクアームの先端の位置により人間の手先の動きを読み取り、それを磁気浮上ステージに対する指示位置とすることにより、人間の手先に従って磁気浮上ステージを動かすことができる。また、逆に磁気浮上ステージの位置をリンクアームに対する指示位置とすることにより、磁気浮上ステージの動きに応じて位置を制御できる。すなわち、お互いの動きに応じて、お互いの位置を制御しあえる双方向マニピュレーションとなっている。

このような構成を実現することにより、リンクアームの動きを縮小して磁気浮上ステージを精密に操作し、磁気浮上ステージに微小な力が作用すると、その力を拡大して操作者に伝達する機能が実現できる。これらの機能を実現するため、本研究では磁気浮上ステージとマニピュレータの位置に発生する誤差を排除する手法を開発した。

3　結　　論

磁気浮上精密ステージとロボットアームを組み合わせることにより双方向マニピュレーションを実現することができた。今後は、細胞操作などの医療・バイオテクノロジーの分野や、極小径工具を用いた微細加工などの分野への適用を検討する。

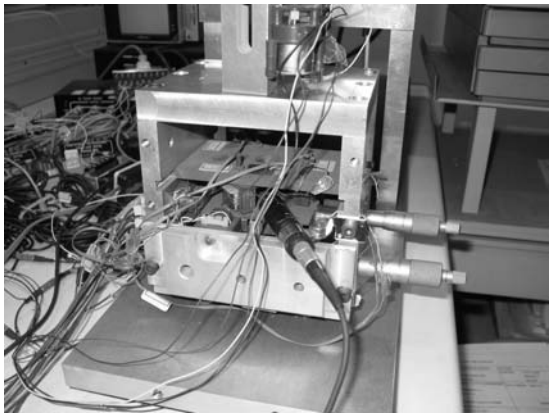


図１　磁気浮上精密位置ステージ

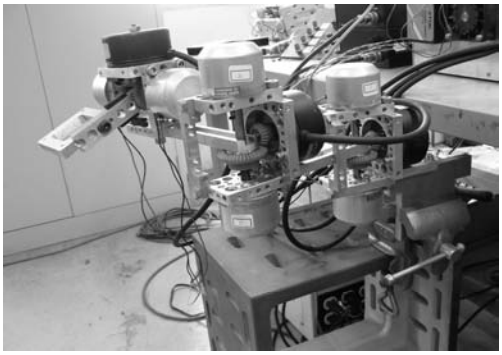


図２　リンクアーム

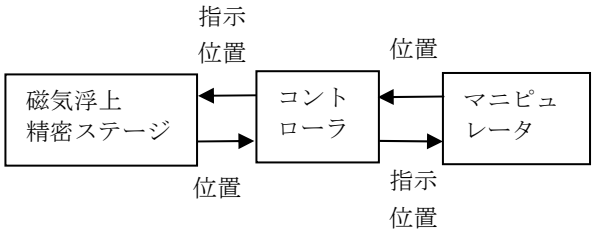


図３　双方向マニピュレーション線図

参考文献

1）安東隆志、岩壺卓三、ゲイン自動調整による非線形制御系の適応制御と磁気浮上系への適用、計測自動制御学会論文集、34巻８号、1996

（文責　安東隆志）

（校閲　有年雅敏）

〔経常研究〕

33　生物を規範とするロボットに関する研究

安東隆志，中本裕之

1　目　　的

近年、ロボット開発が活発に行われており、生物に近い高性能なロボットを目指して、生物を規範とするロボッに関する研究がなされるようになっている。本研究では、昨年度の調査に基づいて機械と生物の共通性に着目して、生物を規範とするロボットの運動制御システムを提案する。

2　生体と機械における運動制御系

人間が姿勢を維持し、肢体を自由に操作できるのは、フィードバック制御が機能しているからである。このフィードバック系を調整する役割を小脳が行っており、文字の練習やスポーツなどの学習機能が知られている。

機械における運動制御においても、工作機械の加工テーブルやロボットの手足を位置制御するためにはフィードバック制御を行っている。しかし、粘弾性を調整するためのフィードバックゲインは予め一定に定められており、位置制御する対象に応じて粘弾性を調整したり、学習する機能は備わっていない。

3　運動系の適応制御実験

本研究では、図１に示すように、姿勢を維持するためのフィードバック制御と、目標軌道からの誤差を検出してフィードバックゲインを調整する適応制御を分離し、それぞれデジタル信号処理システム(DSP)とパーソナルコンピュータ(PC)を使用した。適応制御を実施するためには、関節を駆動するモーターの特性モデルを基底関数ネットワークによりモデル化した。図２に示す２自由度リンクアームに対して、２個の関節角を目標軌道に追従させる軌道追従制御制御実験を行った。

適応制御実験を行った結果について述べる。図３に示す適応制御を実施する前では関節角軌道が目標軌道から外れているが、図４に示す適応制御を実施した後では関節角軌道が目標軌道と一致し、提案した手法の有効性が示された。

4　結　　論

本研究では、高度な運動機能を有する生体を模範とするため、生体の脊髄と小脳に類似した構成を有する運動制御システムを提案した。また、２自由度リンクムアームにおける関節角軌道追従制御実験において、その効果を検証した。

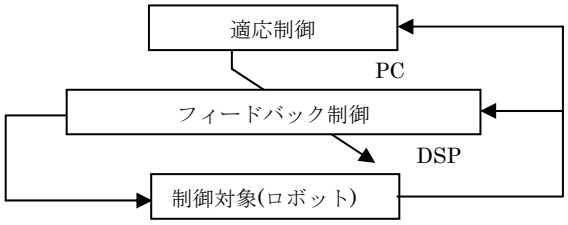


図１　適応制御システム線図

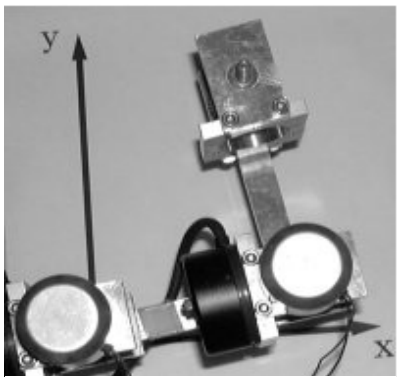


図２　２自由度リンクアーム

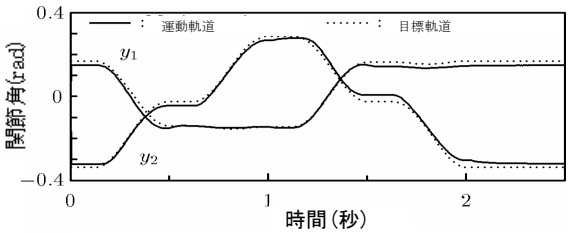


図３　適応制御前の軌道追従結果

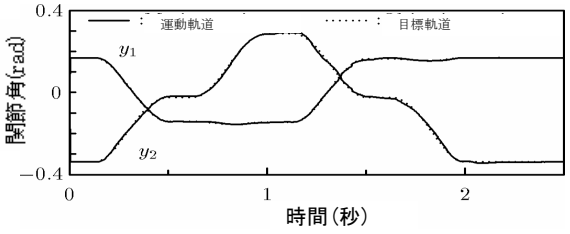


図４　適応制御後の軌道追従結果

参 考 文 献

1)安東隆志、岩壺卓三、剛体運動系のモデル獲得と制御(第４報)、日本機械学会論文集、67巻663号C編、2001

（文責　安東隆志）

（校閲　有年雅敏）

〔経常研究〕

34　ロボット制御におけるパラメータ決定手法に関する研究

中本裕之，一森和之

1　目　　的

一般にロボットは多くのリンクと関節からなる。それらを適切に動作させるためには事前に力学的なモデルを構築し、そのモデルを用いてパラメータの設定や動作の計画を行う。しかし、複雑な機構のロボットだとモデル化自体が困難である。そこで本研究では、ロボットを動作させながらロボットの力学的特性を学習し、制御パラメータを決定するシステムを構築し実験を行った。

2　システム

小脳の神経回路は、登上線維から誤差信号を受けて運動に関する学習を行うと考えられている[1)]。これは、登上線維入力を誤差信号とする「教師あり学習」と捉えることができ、これにより、身体や環境のダイナミクス、さらには抽象的な因果関係の「内部モデル」が獲得され、運動制御などに利用されていると考えられている。

内部モデルを獲得するためのフィードバック誤差学習制御システム[1)]を図１に示す。

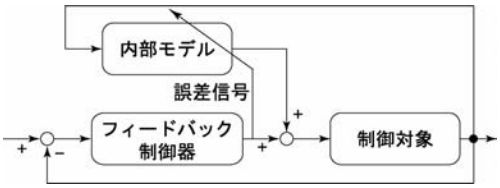


図１　フィードバック誤差学習制御システム

このシステムでは、フィードバック制御器と内部モデルを合わせた制御信号により対象の制御を行う。フィードバック制御器の誤差信号を内部モデルに与え学習を行うことで内部モデルにフィードバック制御器のモデルが獲得される。

3　実　　験

３．１ 倒立振子を用いたシミュレーション

２自由度倒立振子にPD制御を行った。地面と接続する関節（J_1とする）を前後30°に振動させ、上部の関節（J_2とする）は0°を目標値とした。内部モデルにはニューラルネットワーク（NNとする）を用い、各関節と重力方向に対する重心の傾き角度（J_Gとする）のそれぞれの角度、角速度を入力とする。NNの入力層は6個、隠れ層は20個、出力層は2個（J_1とJ_2への入力トルク値）の構造とした。事前にPD制御器のみで制御した時の各角度とトルクのデータを100組用意し、それを教師信号として学習したNNを用いてフィードバック誤差学習制御システムでのシミュレーションを開始した。

３．２ 結果と考察

C++の動力学ライブラリODEを用いて倒立振子モデルを構築した。シミュレーション中の各関節のPD制御器とNNの出力を図２に示す。縦軸はトルク、横軸はms単位のタイムステップを示す。

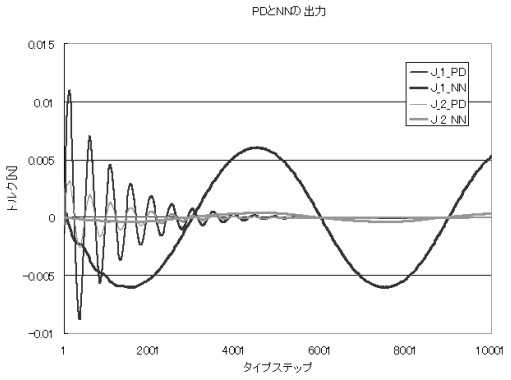


図２　PDコントローラとNNの出力

各関節のPD制御器の出力（J_1_PDとJ_2_PD）がほぼ0となり、NNの出力（J_1_NNとJ_2_NN）が大きくなっているのが読み取れる。この結果から、倒立振子の制御主体がPD制御器からNNに移り、NNが内部モデルとしてPD制御器を獲得していることがわかった。さらに、NNはゲインに関係なくPD制御器の出力をなくす方向、すなわち目標値と現在値の差をなくす方向へ学習をしていることから、PD制御器のゲインが最適値でなくとも、適切な内部モデルを学習することができる。

4　結　　論

フィードバック誤差学習システムを２自由度の倒立振子へと適用し、NNが制御に適切な内部モデルを学習によって獲得しロボット制御における適切なパラメータを獲得できることを確認した。今後は、システムを拡張し実用的なアプリケーションに適用をすすめていきたい。

参 考 文 献

1）川人光男:脳の計算理論、産業図書、(1996)

（文責　中本裕之）（校閲　北川洋一）

「技術改善研究」

35　ユーザビリティ評価を取り入れた製品開発手法

平田一郎，後藤泰徳，兼吉高宏，後藤浩二，富田友樹

1　目　　的

生産性中心の製品が海外生産に移行している現在、市場競争力を維持していくためには、優れた使用感や操作性を持つ質の高い製品開発が必要である。そのため、プロダクトデザインにおいて使いやすさを考慮することは必須条件となっている。しかし、現状は、デザイナーの感性や経験則に頼った評価しかできておらず、客観的な使いやすさの評価が行われていない。使いやすさの根拠を明確にするためにはユーザビリティ評価[1)]が有効と考えられる。

そこで本研究では、ユーザビリティ評価を導入した製品開発手法について研究し、客観的な使いやすさ評価をベースとしたデザイン改善方法の構築を図ることを目的とした。具体的には、ホームセキュリティシステムのコントロールパネルを対象機器とし、ユーザビリティ評価をもとにしたデザイン改善手法について研究を行った。

2　実験と考察

デザイン案に対するユーザビリティ評価には、設計図面や仕様書どおりできているかチェックする「検証：verification 」と製品の目標を達成するための設計が行われているか確認する「妥当性確認：validation」の２つの役割がある。しかし、多くの製品はコンセプトが厳密に決められてないため、検証を行うことが難しい。その結果、妥当性確認しか行われていない場合が多い[2)]。妥当性確認による評価だけでは、問題改善案がトレードオフの関係になった場合、優先案の判断が難しくなるため、デザイン改善に時間がかかってしまう。

今回の対象製品も、厳密な製品コンセプトがなかったため、検証を行うための方法の検討から始めた。検討の結果、対象製品の特徴から製品コンセプト項目を類推し、厳密なコンセプトを構築することで、検証を行うことにした。

2.1　競合製品調査、分析

先ず、対象製品の特徴や優位性を把握するため、対象製品と競合製品の関係について分析した。具体的には、ホームセキュリティにおける代表的な機能37項目について他社製品の保有状況を調査し、数量化理論Ⅲ類により分析した。次に、関係の深い項目同士をまとめるクラスター分析[3)]により５つのグループに分類した。その結果、対象製品は「比較的安価、ビジュアル重視」のクラスターに入り、そのグループ内においても他の製品と大きな違いがあることが確認できた。その違いは、大きなディスプレイによるコントロールパネルを持っている点やウェブページの観覧など、他製品が保有していない機能が多くあること等である。

2.2　現状コンセプトの構築

競合製品の調査結果と対象製品の画面デザインの特徴項目（下位項目）をリストアップし、関連性のある項目をグループ化（中位項目）し、さらにグループ化された関連項目同士をまとめる（上位項目）ことで、対象機器の構造化コンセプトを構築した （図１）。このコンセプトを対象機器の製造会社に提出し、各コンセプト項目の確認と上位項目のウェイト付けを行った。

上位項目のウェイト付けでは「使いやすさの確保」が 50%も占めており、製品の特徴である「大きなディスプレイ」は使いやすさを配慮する理由で採用されたことも分かった。

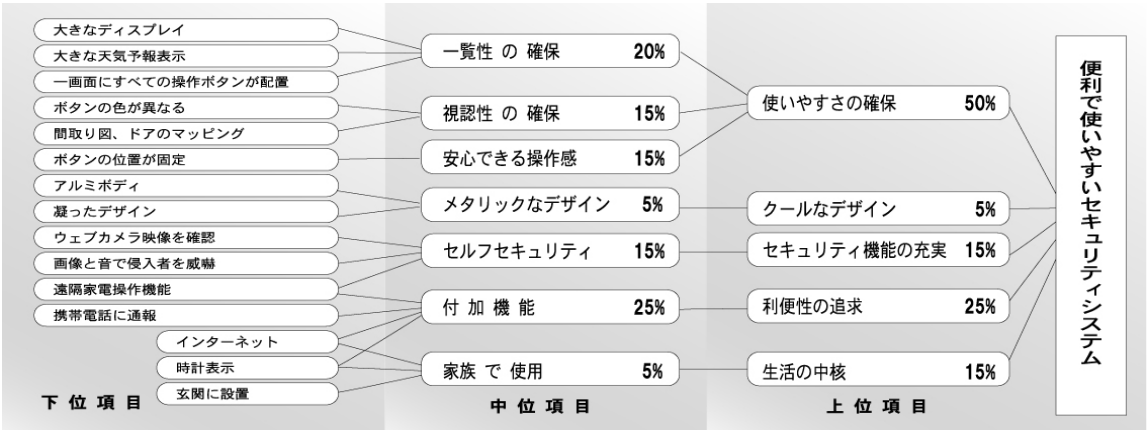


図1　構造化した製品コンセプト

２.３　検証、評価

対象製品デザインの妥当性を検討するため、タスク分析と呼ばれる手法[4] で操作性と機能に関する問題点を抽出した。対象製品を使用する場面を想定し、その場面における使用者の行動を分解し(タスクに分ける)、各タスクでの問題点をヒューマンマシンインタフェースの５側面（身体的側面、頭脳的側面、時間的側面、環境的側面、運用的側面）から抽出した。

次に、ユーザビリティ評価方法であるユーザーテスト[5] を行った。対象製品のメインターゲットである30～40代の５名を被験者とし、プロトコル分析[6]、アンケート、インタビューを行った。

プロトコル分析では、現行製品の機能をすべて使用するタスクを設定し、被験者が操作したボタンや簡単な発話を記録するチェックシートにより実験中の記録をとった。実験終了後にアンケートを行い、現行製品の各機能についての３段階評価を行った。アンケート後のインタビューでは、各項目の詳細な評価理由について調査した。

評価の結果、操作ボタンの位置が認識できないことや状態表示の意味が理解できないこと、戸締まり状態を確認する機能が重要視され、インターネット画面や遠隔家電制御機能は頻繁に利用しないこと等がわかった。

２.４　改善コンセプトの構築

タスク分析とユーザーテストから抽出された問題点をグループ化し、グループ項目に優先順位を付け、改善案の検討を行った。改善案と製品コンセプトから、コンセプト項目を一部修正し、改善コンセプトを構築した。

２.５　プロトタイプ（試作品）作製

改善コンセプトをもとに、操作画面のボタン配置や画面レイアウトについてデザイン検討を行った。

画面サイズが小さく、操作方法の認知が難しかったウェブカメラ映像の操作は、ウェブカメラ専用のページを設定した。また、映像をタッチしてカメラを移動させる方法から、ボタンによる移動方法に変更することで操作性を向上させた。

ペーパープロトタイプを基にした操作画面をウェブアニメ作製ソフトにより作製し、実際に操作が行えるプロトタイプを作製した（図２）。

２.６　デザイン評価，決定

作製したプロトタイプについて、デザイン案のユーザビリティ評価のため、ユーザーテストを行った。前回と同様にプロトコル分析による妥当性評価と、アンケートとインタビューによる検証を行った。現行製品のユーザーテスト時と同じタスクを使用し、前回とは違う被験者で評価を行った。

評価の結果、現行製品の評価において抽出した問題点についてほとんど解決されていることが確認できた。

しかし、状態表示の言語表現や遠隔家電制御ボタンのアイコンに不明瞭な項目があることを発見したため、再度デザインの修正を行い、最終的にデザインを決定した。



図２　操作画面デザイン：改善前（上）と改善後（下）

３　まとめ

既存製品をよりユーザーに配慮した製品にするため、ユーザビリティ評価を取り入れた製品改善手法について研究を行った。

構造化されたコンセプトを構築することは、ユーザビリティ検証ツールとして有効に利用できた上、製造元とのコンセンサスを得ながら製品の改善を行うことができた。この手法は、外部機関と共同で製品開発する上でも非常に有効な手法であると考えられる。

謝　　辞

今回の研究にあたり、和歌山大学山岡俊樹教授にご指導頂き、同大学デザインエルゴノミクス研究室（山岡研究室）の方々に研究協力していただきました。また、今回の研究の評価対象製品として、株式会社晃栄電子様に製品を提供していただきました。ここでお礼を申し上げます。

参 考 文 献

1) 山岡俊樹,ハード・ソフトデザインの人間工学講義:武蔵野美術大学出版,(2003),p.298.

2) 山岡俊樹,ヒューマンデザインテクノロジー入門:森北出版,(2002),p.80.

3) 福田忠彦,人間工学ガイド:サイエンティスト社,(2006),p.147

4) 社団法人人間生活工学研究センター,ワークショップ人間生活工学 第1巻,（2006）,p.176.

5),6) 黒須正明,伊藤昌子,時津倫子,ユーザ工学入門,（2000）,p.123.,p.131.

（文責　平田一郎）

（校閲　後藤浩二）

「経常研究」

36　ユーザーテストによるデザインの比較

平田一郎，後藤泰徳，後藤浩二

1　目　　的

近年、ユニバーサルデザイン等の社会的背景から、人間中心設計[1)]に関する手法に関心が高まっている。この手法により設計を行うためには、「使いやすさ」を客観的に評価するユーザビリティ評価[2)]を行い、評価結果を製品開発に取り入れることが有効である。さらに、ユーザーテストと呼ばれるユーザー協力によるユーザビリティ評価手法により、人間中心設計に基づくデザイン案の有効性が確認できる。

そこで本研究では、ユーザビリティを向上させたデザイン案の有効性を確認するため、ユーザーテストにより改善前と改善後のデザイン比較を行った。検証対象として、タッチパネル式の操作画面（ホームセキュリティシステム）のデザイン案を使用した。

2　実験と考察

改善前の画面デザインは、①メイン画面に操作可能な全機能を表示、②映像画面クリックによるウェブカメラの視点移動、③スクロール可能な画面操作、などの特徴があった。それに対し、改善デザイン案において、①メイン画面では使用頻度の高い機能のみ表示、②矢印ボタンによるウェブカメラの視点移動、③すべてボタンによる操作、に改善した。これらの改善により、ユーザビリティが向上したことを確認するため、以下の実験を行った。

ユーザーに、対象製品の特徴的な操作方法を全て行ってもらうため、11 項目の操作課題を与え、デザインの比較を行った。一人のユーザーが両方のデザインの比較実験を行った場合、先の実験で使用したデザインの操作概念がユーザーに植え付けられるため、後のデザイン実験に影響が出てしまう。そこで、改善前のデザインと改善デザイン案について、それぞれ別のユーザーに実験してもらうことで、上記の問題を解決した。さらに、ユーザーの特性をできるだけ揃えることを考慮し、ユーザー年齢は 30～40 歳代に限定した。

評価の結果、改善前のデザインでは課題達成率が低くスムーズに課題達成できなかった（11 課題中 4 項目において、達成できない被験者がいた）のに対し、改善デザイン案は達成率が 100%（11 課題中 8 項目は全員がスムーズに課題達成）であった。各タスクとその達成率の詳細について図 1 に示す。

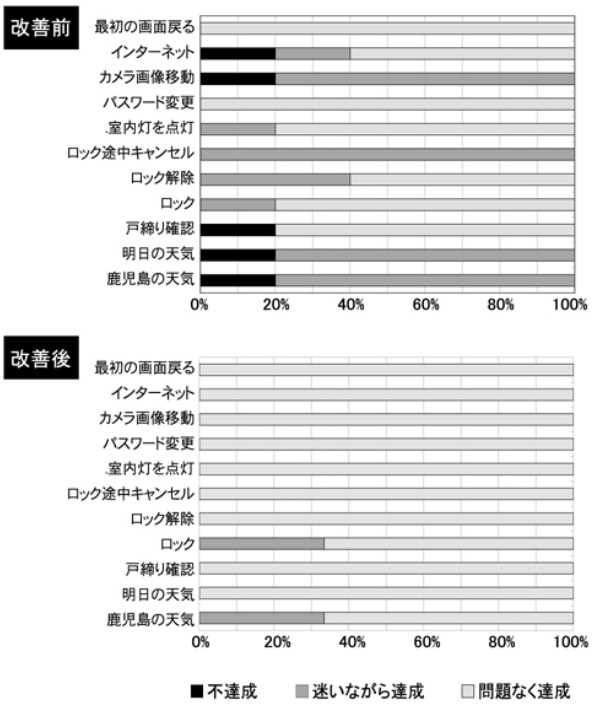


図 1　評価結果（上：改善前、下：改善後）

3　結　　論

以上の実験により、以下のことがわかった。

①メイン画面において、選択項目の減少によるユーザーの意思決定時間と操作ミスが減少する。

②矢印ボタンは、ユーザーの操作概念に即している。

③操作方法に一貫性を持たせることで、ユーザの操作ミスが減少する。

今後はさらに、課題の達成時間や詳細な操作履歴等の定量的データを使用したデザイン比較方法について研究を進める。

参 考 文 献

1）山崎和彦, 松田美奈子, 吉武良治, 使いやすさのためデザイン: 丸善株式会社, (2004), p. 16.

2）山岡俊樹, ハード・ソフトデザインの人間工学講義: 武蔵野美術大学出版(2003), p. 298.

（文責　平田一郎）

（校閲　後藤浩二）

「経常研究」

37　人間中心設計のためのプロダクトデザイン指針開発

後藤泰徳，平田一郎，後藤浩二

1　目　　的

兵庫県はユニバーサル社会づくりを推進しており、ものづくりにおいても、機能と同時に人が使いやすいという点を考慮した人間中心設計に基づくプロダクトデザインが求められている。人間中心設計は、人体動線や姿勢など身体的側面と操作過程を扱う認知的側面の２つに分けられる[1)]。

近年製品開発分野では、GUI（グラフィカルユーザーインタフェイス）設計指針の整備が重用視されていることから、認知的側面に焦点を絞り、認知度を維持しつつ美観を向上させる造形手法について考察を進めた。

2　実験と考察

情報伝達の手段としての造形は、空間を分割し、その境界面に図形属性を付与する行為である。分割した２つの領域は見方により主体と背景に見える。ある図形の認知のしやすさとは隣接する面と面、即ち主体と背景の形状や色彩、質感等の図形情報における属性の差異に起因するのでないかと考えた。この図形の属性の組み合わせと意味の与え方に一定のルールを作れば、企業におけるGUIデザインの指針づくりが可能になる。

図１の左列は数字の入力ボタンのデザインモデルである。ボタンを基本となる図形要素に分解する。次にその図形要素の図形属性を見る。図形属性は各図形要素を白から黒の明度と、図形要素が配列される平面からの高さとした。認知度を決める図形要素間の差異は、総ての図形属性の和から導いた。図１右列の図形要素間の概念モデルはこの考えを視覚化したものである。各図形要素間の明度差と高低差を足して点線間の距離で表した。ａはボタンとボタンに描かれた数字の差、ｂはボタンと台の差である。

次に図形要素と属性に付与されている情報、つまり誘導すべき行為について考察した。モデル１では丸い曲面形状は「ここは押す場所」という情報を伝えるために、わずかに膨らんだ面（周辺より高い）という図形属性によって周囲の台の平坦な面と区別している。数字は「ここが押す数字」という情報を伝えるために、白という図形属性によって周囲の黒とから区別される。わずかに膨らんだ面（高さ）という属性を取り除いてみるとモデル２になる。数字は認知しやすいが、どこまでが押して良い領域なのかがわからない。数字を押すという行為だけでなくボタンを押して確認させるためには、ｂ≠０かつａ＞ｂである方が良く、モデル１のａ、ｂの比率が適している。台の色を黒から白色に変更し、ａ、ｂの比率が変わるとボタンの黒だけが目立つ。また、モデル4のようにモデル１のa、bの比率をほぼ保持しつつ、各図形要素の明度や高低を変更しても認知性は維持されている。つまり、概念モデルの制作により、モデル４のような認知度と美観の両方を兼ね備えたモデルの展開が可能となった。

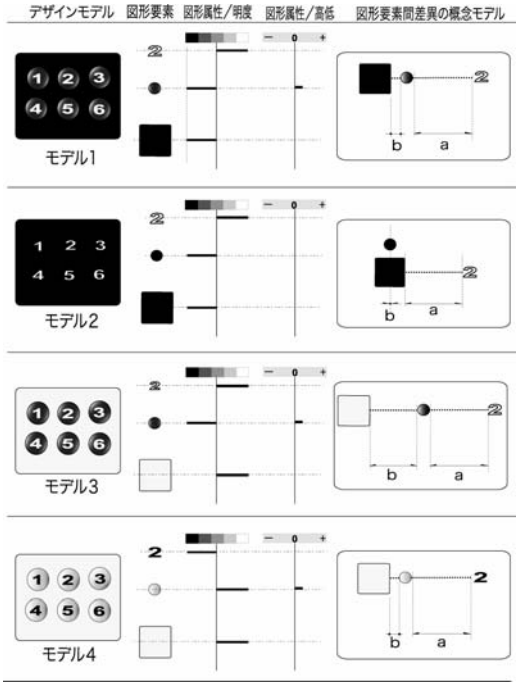


図１　デザインモデルと図形要素間差異の概念モデル

3　結　　論

以上の造形実験の結果、図形属性の差異に誘導すべき行為の情報を対応させ、属性の差異の比率を保持することで、継続的に一定の水準で認知性を維持しつつ、統一感のある造形が可能であることわかった。今回は図形属性を明度と高低のみに限定して研究を進めたが、今後はより実践的な指針とするため、色相や彩度、質感等の属性についても検討を進める。

参考文献

1)　山岡俊樹，ヒューマンデザインテクノロジー入門：森北出版(2003)，p. 9.

（文責　後藤泰徳）（校閲　後藤浩二）

「経常研究」

38　地域技術によるユニバーサルデザイン商品の開発

稲葉輝彦

1　はじめに

ユニバーサルデザイン（以下ＵＤ）によるもの作りおよび企業間連携（産業クラスター創出）による産業活性化は、県の重要施策の一つであり、売れるもの作り支援、地域ブランド創出支援などが具体的に進められている。こうした中で、筆者は赤穂市から赤穂ＵＤブランド創出支援の依頼を受けた。本研究では、これを受け、赤穂市と三木・神戸市のＵＤ商品開発団体との連携を構築しつつ具体的な売れるＵＤ商品開発の可能性を検討した。

2　開発商品の選定

赤穂市の特産品として、塩、みかん、いかなご、養殖カキなどがある。これらのなかから、市場志向性、ＵＤ性、三木・神戸市のＵＤ商品開発団体の保有技術を総合的に検討、家庭で養殖カキの殻を開ける用具を選定した。

3　カキ殻を開ける用具の現状と問題点

図１に、赤穂市坂越漁港内の作業所で、プロが使用している用具を示す。また、図２に、漁港内やインターネットで販売されている家庭用の用具のごく一例を示す。プロ用の用具は熱処理され鋭利な刃がついているが、家庭用は、刃が鈍角であり、また価格帯はほぼ100円と安価である。



図１　プロ用のカキ殻開け用具



図２　市販の家庭用カキ殻開け用具

カキ殻は、貝柱を切断することにより開く。しかし、カキはそれぞれ形状が大きく異なり、それに応じて貝柱の位置も異なる。慣れた漁協の作業者は、安全のために強度の高いゴム手袋をはめ、貝柱の位置を直感的に察知した上で、貝柱を最も切断しやすい位置の殻の合わせ目から用具を強引に差し込み、その後刃を複雑に回転させ貝柱を切ると同時に殻を開ける。家庭での開け方も基本的に全く同様であり、包丁や図２に示した用具を用いて殻を開ける。しかしながら、素人では、カキは、ハマグリやアサリといった二枚貝と大きく異なり殻の合わせ目自体が分かりにくく、貝柱の位置も把握しにくい。その結果、殻開け作業は、危険であると共に非力な者にとって重労働となっている。これらの問題点を解消する機能を用具に付加することにより、誰もが使いやすいＵＤ用具が開発できる。

4　UDのコンセプトを取り入れた用具の試作

カキ殻先端は強度が弱く、先端部を壊すと上下の殻の間に隙間が生じ、その隙間から刃を殻内部に入れると、貝柱を容易に切ることができる。図３に、カキ殻先端を壊した写真の一例を示す。

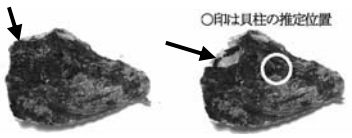


図３　カキ殻(左）とその先端を壊した状態(右)比較

種々の検討から、殻先端から差し込む刃は、たわみやすいほど貝柱と殻の接合部分で貝柱を切断し易い、また、貝柱は軟らかいため、刃に鋭利な刃付けをしなくても切断できる。そこで、カキ殻先端を破壊する切り欠きを刃もと部に有した２種類の形状の用具を、板厚0.5㎜のバネ用ステンレス鋼を用いて試作した。図４に試作品を示す。

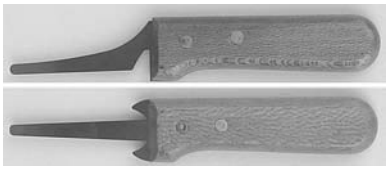


図４　試作用具（三木市で生産する工具の柄を代用）

5　おわりに

シーズン以外は養殖カキが入手できないため、天然の岩カキを用いて性能を評価した。その結果、岩カキの殻の強度は養殖カキに比べて極めて高く、殻先端を破壊できなかった。種々の工具を用いても先端を破壊できないことから、岩カキに対しては、当研究におけるＵＤ用具開発コンセプトは通用しないことが判明した。また、切り欠き部とカキ殻との間に滑りの発生が時々認められたことから、養殖カキの殻先端を常に効率的に破壊できない可能性も示唆された。したがって、今後、切り欠き部の改良が種々必要である。養殖カキは岩カキと異なり殻が脆く薄いことから本コンセプトの用具を適用できる可能性が高く、改良後、養殖カキのシーズンに再度評価試験を行う予定である。

（文責　稲葉輝彦）（校閲　永本正義）

〔兵庫県イノベーションセンター・インキュベートF/S事業〕

39　食品の乾燥合理化に関する調査研究

原田　修，脇田義久，森　　勝，桑田　実

1　目　　的

食品の乾燥は多くの場合熱風乾燥で行われる。この方法は装置がシンプルで操作が簡便であるが､酸化､硬化、変質等食品の価値を低下させる反応が起こる場合がある。一方、近年食品の酸化を防止でき、乾燥時間も短縮できる過熱水蒸気乾燥が注目されている。過熱水蒸気の性質は、ある温度以上では乾燥空気より物質を早く乾燥させる、乾燥空気より熱を伝える効率が高い、脱油効果がある､非常に酸素の少ない雰囲気となる等である[1)]。また、潜熱を回収することにより熱風乾燥に比べ省エネが期待できる。しかし、過熱水蒸気乾燥における乾燥対象物の組成変化に関する研究はほとんど行われていない。

そこで本研究では、乾燥対象物にオカラを用いて、生理活性効果のあるイソフラボンおよび熱分解生成物である５－ヒドロキシメチルフルフラール（HMF）を定量することにより、過熱水蒸気乾燥のオカラ成分に及ぼす影響を検討した。

2　実験方法

本研究で作製した過熱水蒸気乾燥機の概略図を図１に示す。本装置は可変流量の送液ポンプ、電気炉、電気炉で覆われた乾燥管を備えている。電気炉１の設定温度は500℃一定とし、過熱水蒸気の温度調整は送液ポンプの流量を変化させることにより行った｡出口に減圧装置(アスピレーター等）を取り付けて行う減圧過熱水蒸気乾燥に関する研究は、本年度経常研究において行った。

試料には水分量 66.8%の但馬屋食品製オカラを用いた。内径 7mm、長さ 2cm のステンレス製金網の中に試料を一定量充填し、中心部に熱電対を挿入して乾燥管の中へ設置した。T1 : 過熱水蒸気温度、T2 : 乾燥管内過熱水蒸気温度、および T3 : オカラ内部温度をそれぞれ測定した。乾燥試験は、熱風乾燥（100～200℃）、常圧過熱水蒸気乾燥（表１）によりそれぞれ比較した。

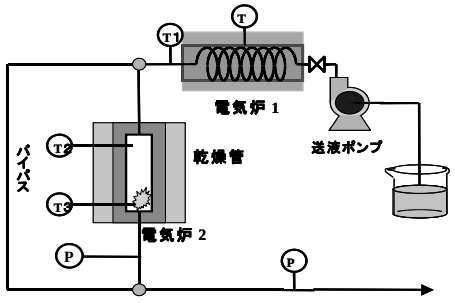


図１　作製した過熱水蒸気乾燥機

イソフラボン（ゲニスチンとゲニステイン）およびHMF は高速液体クロマトグラフを用いて分析した。

表１　常圧過熱水蒸気乾燥条件

	電気炉１温度（℃）	電気炉２温度（℃）	流量 (mL)	過熱水蒸気温度（℃）
1	500	120	4	117
2	500	130	5	135
3	500	140	6	155
4	500	150	7	174
5	500	170	8	194
6	500	180	9	205
7	500	190	10	218

3　結果と考察

３．１　２つの乾燥方法による乾燥挙動

図２に常圧過熱水蒸気乾燥のT1、T2、およびT3の変化の一例を示す｡T3はT2に近づく前にある温度域で一定温度（以降一定温度帯とする）を示し、その間もオカラの水分量は減少する。種々の実験の結果、T3がT2の10～20℃低い温度に達した時点でオカラの水分量は５%以下を示した。よって、T3がT2の10～20℃低い温度に達した時点を乾燥時間とした。また、T2の乾燥時間での温度を乾燥温度とした。

図３に種々の乾燥温度における T3 を示した。T3 は、常圧過熱水蒸気乾燥の場合では 100℃の一定温度帯を示したが、熱風乾燥では 100℃を大きく下回った。この特長を生かして乾燥と殺菌を兼ねることができる。熱風乾

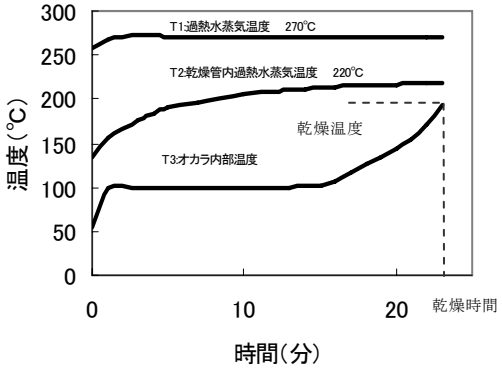
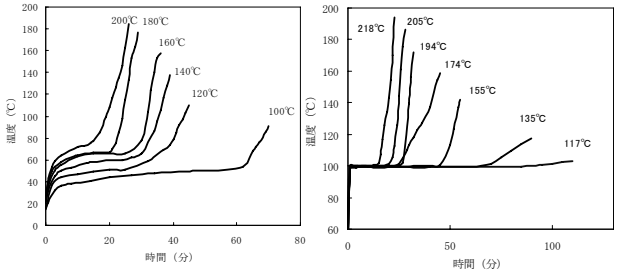


図２　過熱水蒸気乾燥によるオカラ水分量の変化



（１）熱風乾燥　　（２）常圧過熱水蒸気乾燥

図３　オカラ内部温度(T3)の変化図内の数字は乾燥温度

燥の一定温度帯は乾燥温度とともに徐々に上昇するが、100℃を超えることはなかった。

３．２　乾燥オカラの成分変化

イソフラボンは構造の違う数種類の総称であるが、今回は特に骨粗鬆症に有効と言われているゲニステインの分析を行った。ゲニステインはその配糖体であるゲニスチンのアグリコンであり、体内へ吸収される際にはアグリコンである必要がある[2)]。図４に乾燥オカラのゲニステインとゲニスチンの総量を示す。図から明らかなように、総量は乾燥温度を上げてもほとんど減少することはなく、これらの温度域ではイソフラボンは熱分解しないと考えられる。次に、ゲニステインとゲニスチンのそれぞれの含有量を図５に示す。上図が熱風乾燥、下図が常圧過熱水蒸気乾燥の結果である。熱風乾燥では、ゲニステインが全体の５～９％で乾燥温度を上げてもほとんど変化しなかった。一方、常圧過熱水蒸気乾燥では乾燥温度を上げるとゲニステインの量が増加し、195℃で37％となり熱風乾燥と比べて約４倍量含有していることが分かった。このことから、常圧過熱水蒸気乾燥ではイソフラボンがアグリコンへ加水分解される反応が顕著に起こることが分かり、オカラの乾燥と同時に機能性強化にも繋がる効果が得られることが分かった。

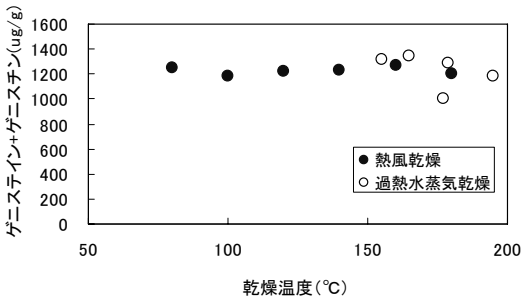
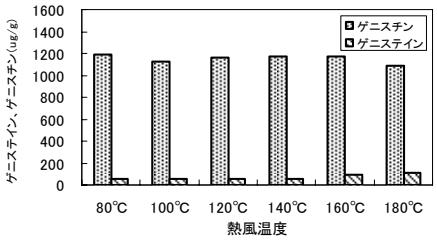


図４　乾燥オカラ中のゲニステインとゲニスチンの合計量の変化

（１）熱風乾燥



（２）常圧過熱水蒸気乾燥

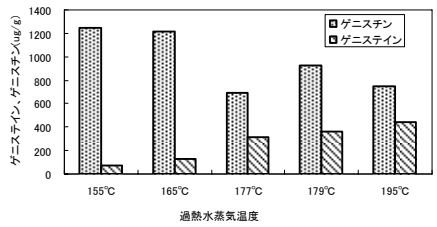


図５　乾燥オカラ中のゲニステインとゲニスチン量の変化

３．３　５－ヒドロキシメチルフルフラール（HMF）

食品は単糖類を含んでいるものが多く、それらは加熱されて容易に熱分解される。熱分解物の一つに HMF が良く知られており、発ガン性があるとの報告がある[3)]。ただし、HMF はパンを焼くだけでも容易に生成し、珈琲の中にも多量にある食経験のあるものである。HMF の分析を行い図６に示した。まず、熱風乾燥では乾燥温度と共に HMF 含有量が急激に増加し、200℃で 21.1μg/g 生成した。一方、常圧過熱水蒸気乾燥では乾燥温度を上げても HMF の生成量は増加せずほぼ一定で、205℃での生成量は 0.1μg/g であった。このように HMF の生成が少ないのは、過熱水蒸気ではある程度の水分が存在する雰囲気下で乾燥され続けるため、脱水反応が抑制されたものと考えられる。常圧過熱水蒸気乾燥はこのように熱分解物の生成を抑制することから、熱分解による品質の劣化を抑制した乾燥方法になる可能性がある。ただし、熱分解生成物には HMF 以外にも数多くあり、それらに関しても今後検討を行う必要がある。

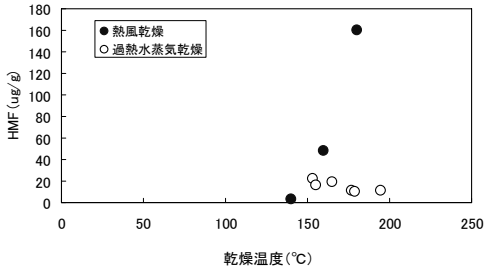


図６　乾燥オカラ中の５－ヒドロキシメチルフルフラール

参 考 文 献

1）鈴木寛一ら,過熱水蒸気集大成, NTS(1966)
2）H.C.Blair, S.E.Jordan, T.G.Peterson, and S.Barnes, J.Cellular Biochem., 61,629(1996)
3）V.B.Godfrey, Chen L-J, and R.J.Griffin, J.Toxicol. Environ.Health Part A, 57,199(1999)

（文責　原田　修）（校閲　桑田　実）

〔兵庫県イノベーションセンター・インキュベートF/S事業〕

40　特産農産物の機能性食材への利用（研究会）

桑田　実，森　　勝，原田　修，吉田和利，大橋智子，
井上喜正[1)]，吉倉惇一郎[1)]，山岡由美子[2)]，林　順一[3)]，大隈　修[4)]

1　目　　的

農業振興や地場産業振興は兵庫県にとって重要かつ緊急の課題となっている。一方、兵庫県は多くの特産農産物を有するとともに、醸造業等、農産物を原料とする多くの地場の製造業が立地している。これらの両産業の活性化には、地域の特性を反映した特産農産物を活かして特徴ある食品を開発することが有効と考えられるが、従来の個々の取り組みでは限界がある。したがって、地域農業と食品産業が横断的に連携し、かつ、学官の支援する大きな枠組みでの産学官連携によって地域農業、地場食品産業の振興をはかる必要がある。

兵庫県の特産であり機能性成分を含む農産物（丹波ヤマノイモ、丹波黒大豆等）等を対象に、その機能性成分の効果を高める加工処理（メカノケミカル処理、バイオコンバージョン処理等）の適用を検討し、新たな機能性食材の開発の可能性を明らかにする目的で、産学官による研究会を開催する。

2　研 究 会

2．1 研究会の発足

地域特産農水産物を用いた機能性食品素材の開発と地域農水産物の特徴を明確にし、地域ブランド化を図ることを目的に、官学の技術ポテンシャルを連携して、その相乗効果が得られるよう、まず、関連する地域大学および兵庫県立農林水産技術総合センター、兵庫県立工業技術センター、関西大学および神戸学院大学による研究会を発足した。なお、研究進捗管理・総括は（財）新産業創造研究機構が行う。体制と役割分担は以下のとおりである。

1）兵庫県立農林水産技術総合センター（食品加工流通担当、農林水産環境担当）：井上喜正(研究リーダー)、吉倉惇一郎
　特産農産物及び栽培試験、成分分析等に関する情報提供

2）兵庫県立工業技術センター（環境・バイオ担当）：桑田実、森勝、原田修、吉田和利、大橋智子
　特産農産物の加工試験、加工品の分析等に関する情報提供

3）関西大学工学部（化学工学科）：林順一
　特産農産物の加工試験に関する情報提供

4）神戸学院大学薬学部：山岡由美子
　薬理作用に関する情報、シーズの提供

5）(財)新産業創造研究機構：大隈修
　研究進捗管理、統括

1）兵庫県立農林水産技術総合センター　2）神戸学院大学薬学部　3）関西大学工学部　4）(財)新産業創造研究機構

2．2　研究会の実績

2．2．1 講習会の開催

1）課題：「農産物の機能性について」
　講師：神戸大学 自然科学研究科 教授 金沢和樹
　内容：先生のライフワークである農産物に含まれるポリフェノールの生理活性の発現からその評価方法について説明を受けた。ポリフェノールは、同一成分内に複数のフェノール性水酸基を持つ植物成分の総称。ほとんどの植物に含まれ、その数は５０００種以上になる。光合成によってできた植物の色素や苦みの成分であり、植物細胞の生成、活性化などを助ける働きを持ち、植物が生きていくために生産している物質である。ポリフェノール類には、次の７系統が知られている。

① フラボノイド系
　1) イソフラボン類・イソフラボン：(大豆など)
　2) アントシアニン類・アントシアニン：(むらさきいも、ブルーベリーなど)
　3) フラボノール類・ケルセチン：(レタス、ブロッコリ、タマネギなど)
　4) フラバノン類・ヘスペレチン：(レモン、ミカンの皮など)
　5) フラバノール類・カテキン：(緑茶など)
　6) フラボン類・アピゲニン：(セロリ、パセリ、ピーマンなど)
② クロロゲン酸系・クロロゲン酸：(コーヒーなど)
③ フェニルカルボン酸系・タンニン：(ゲンノショウコなど)
④ エラグ酸系・エラグ酸：(いちご、りんご、ユーカリなど)
⑤ リグナン系・セサミン：(ゴマなど)
⑥ クルクミン系・クルクミン：(ウコンなど)
⑦ クマリン系・クマリン：(パセリ、にんじん、桃、柑橘類など)
⑧ その他・ルチン：(ソバなど)・ウーロン茶ポリフェノール：(ウーロン茶)・カカオマスポリフェノール：(カカオ)

以上のように、ポリフェノールは、植物の生長に必須であり、いずれの野菜にもいずれかのポリフェノールが

含まれている。ただし、これらのポリフェノールは糖類が結合しており、体内吸収されるのは糖類がはずれたアグリコンの状態でないと吸収されないことが分かっている。そこで、これらの生理活性評価は、体内吸収の可否を確認しながら生理活性を評価しなければならない。神戸大学ではポリフェノール類のデータベース化（ライブラリー）ができており、利用可能であることを提案され、ポリフェノールに関して協力が得られることになった。

2）課題：「超臨界CO_2抽出技術と食品への応用：機能性成分の抽出」

講師：㈱神戸製鋼所 機械エンジニアリングカンパニー開発センター 企画室次長 山形昌弘

内容：超臨界CO_2抽出の原理と利点について説明を受けた。二酸化炭素は、温度31.1℃、圧力7.38MPaで超臨界状態になり、液体のように容易に物質を溶かし、気体のように大きな拡散速度を持つ。この特徴を利用する。

超臨界CO_2抽出技術の特徴

・圧力、温度などの操作条件により選択性が高い。
・芳香成分に対して不活性であり安全である。
・臨界温度が比較的低く、低温度で抽出・分離できる。
・沸点が非常に低いので揮発性の高い抽出物との分離が容易で、抽出物への残留も少ない。
・無味無臭で、毒性もなく、不燃性であり、食品加工利用に適している。

2.2.2　加工技術調査

「過熱水蒸気乾燥」

一般に、食品の乾燥は、温風乾燥で行われる。この方法では、装置がシンプルで操作が簡便であるが、食品の酸化、硬化、変質等の食品価値を低下させる反応が起こることがある。一方、近年食品の酸化が防止でき、乾燥時間も短縮できる過熱水蒸気乾燥が注目されている。過熱水蒸気乾燥とは、水を沸騰させ発生した水蒸気をさらに加熱して、100℃以上の高温状態にした無色透明の水の気体を指す。過熱水蒸気の性質は、以下のとおりである。

・ある温度以上では乾燥空気より物質を速く乾燥させる。
・乾燥空気より熱を伝える効率が高い。
　170℃の過熱水蒸気に対する熱量比
　　乾燥空気　：28kcal/m^3
　　過熱水蒸気：13kcal/m^3
・脱油効果がある。
・酸素の少ない雰囲気となる。
・潜熱を回収することにより熱風乾燥に比較して省エネが期待できる。

比較的低温度で操作できる過熱水蒸気処理の利用のひとつとして、丹波ヤマノイモの殺菌処理が考えられる。丹波ヤマノイモは、業務用として摺り下ろし調理済み食材の需要が増加している。また、摺り下ろしの手間などから家庭需要は減少傾向にある。丹波ヤマノイモの摺り下ろし調理品は、加熱殺菌をすると特有の粘りが無くなるため、冷凍品として流通している実態がある。過熱水蒸気を利用した殺菌法により、微生物汚染濃度を減少させることができれば、新たな流通形態の食材開発、新食材利用の可能性が考えられる。

3　ま と め

「特産農産物の機能性食材への利用」に関する研究会を発足することによって、関連研究機関(大学、公設試等)の技術シーズや研究の方向性などに関する状況の開示およびコンソーシアム連携（意思疎通）が構築され、今後、共同して取り組める体制が構築された。一方、速やかに企業の参画を促す努力が必要であり、企業ポリシーに応じた課題設定と商品開発に関わる企画提案が必要である。研究会を更に伸展することによって産学官連携が可能となることが認められた。

兵庫県の特産農産物は幅広く存在し、また、兵庫県にはそれを加工処理できる処理技術を保有している。これは極めて強い技術シーズであり、利用発揮できる潜在能力を持つ立場であることが確認できた。

以上の成果を踏まえ、今後、「特産農産物の機能性食材への利用」を主題に研究を進め、今後各種の提案公募に申請するなど、新たなプロジェクトにつなげていくことによって、兵庫県農水産物の地域ブランド化と機能性食材の開発を目的とする地域結集型産学官連携システムの構築と商品企画・開発を目指す。

1）兵庫県農水産物は、多消費地をひかえて旧来より極めて多種多量の農産物が生産されている。また、水産物でも、日本海及び瀬戸内海に面した地勢から、日本でも有数の魚種を産出しているが、本研究では、まず、農産物を研究対象とする方向で検討する。
2）農産物の「丹波ヤマノイモ」、「岩津ネギ」に代表される粘質多糖を含有する野菜の機能性食材への開発を兵庫県立農林水産技術総合センター及び兵庫県立工業技術センターが主となって検討する。
3）兵庫県で古くから栽培されている薬草の「黄蓮（オーレン）」等、生薬利用について、栽培法の改良等を兵庫県立農林水産技術総合センターで行い、含まれるベルベリンの薬用及び食品利用について神戸学院大学薬学部が検討する。
4）農産物試料からの有用成分の超臨界CO_2抽出技術について、関西大学工学部化学工学科で検討する。
5）過熱水蒸気乾燥処理技術については兵庫県立工業技術センターが担当する。
6）「超臨界CO_2抽出技術」、「過熱水蒸気乾燥技術」に関する技術課題、ならびに生産技術についてはNIROで検討する。

（文責　桑田　実）
（校閲　吉岡秀樹）

〔兵庫県イノベーションセンター・インキュベートF/S事業〕

41　米（古米・古代米）を培地とする担子菌による新規食品の開発

脇田義久，大橋智子，吉田和利，桑田　実

1　目　　的

古米は新米と比較すると風味の点で劣ることから一般の消費者には敬遠されがちであり、新たな用途開発が課題となっている。また、兵庫県では紫黒米を生産しており、新たな商品開発のニーズがある。本研究では、担子菌に子実体（きのこ）を形成させることなく、菌糸体（きのこの根の部分）のみを米で培養し、抗ガン機能で注目されるβグルカン、血圧降下作用のあるγ-アミノ酪酸(GABA)、抗菌成分等を含む食品を開発する。得られた食品は捨てる部分がなく、「丸ごと食することができる」というメリットがある。

2　実験方法

2．1 米を培地とした担子菌培養

各米（精白米、玄米、紫黒米）を20gガラスシャーレに入れ、蒸留水を20～30ml添加した。３時間程度吸水させた後、高圧滅菌器において120℃20分の殺菌を行い、十分冷却した後、シャーレの中心に各担子菌（ヒラタケ、ヤナギマツタケ、タマチョレイタケ、シイタケ、ヤマブシタケ、ハタケシメジ、マイタケ、ホンシメジ；販売品種もしくは兵庫県立森林林業技術センターで採取したもの）を接種し、23℃で1ヶ月培養し菌糸伸長を観察した。また、培養が良好であったものに関して、添加水量が菌糸伸長に及ぼす影響を試験した。米を10gずつ試験管に入れ8,10,13mlの蒸留水を添加した区を設定し、二時間吸水させた後、120℃20分で殺菌した。ポテトデキストロース培地にて前培養した各菌を5mmのコルクボーラーにて培地上部に接種し、23℃で培養し菌糸伸長を測定した。

2．2　成分分析および機能性評価

培養の良好な担子菌米について、凍結乾燥を行った後、グルコース量、βグルカン量を食品成分分析法に従い測定した。また、HPLCにより遊離アミノ酸分析を行った。

ACE阻害活性試験は、HHL（Hippuryl-His-Leu）を基質にACEにより酵素反応させ、生成した馬尿酸を定量することにより測定した。

抗菌試験は、各サンプル0.1gを1mlの水でけん濁し、遠心分離後に得られる上清について行った。上清20μlを*V. parahaemolyticus*、*S. aureus*、*E. coli*を塗布した平板寒天の上に置いた抗菌試験用カップ内に滴下し、37℃、24時間培養した後、発育阻止円ができるか目視で確認した。発育阻止円がみられたサンプルについて、水抽出、固相抽出、分子量3000の限外ろ過、HPLCを行い、抗菌物質を単離した。

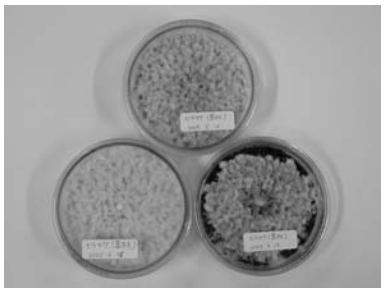
2．3　変異原性試験

安全性試験には細胞や細菌を用いて変異原性を試験するものや、動物を用いる毒性試験等があるが、今回はサルモネラ菌を使用する変異原性試験（エームス試験）を行った。変異原物質が存在する場合には、遺伝子に損傷が置き、培養菌数が増えてくる。今回、一般的によく用いられているTA98（点変異型）とTA100（フレームシフト型）の2種類を用いた。S9mixは、薬物をラットに投与した後に回収した肝臓抽出物の画分の一つであり、薬剤代謝酵素を含んでいる。本試験は、サンプルにS9mixを添加した場合と添加しない場合の2通り行った。

3　結果と考察

3．1 担子菌培養

供試した担子菌のうち、ヒラタケ、ヤナギマツタケ、タマチョレイタケの培養が良好であった。培養例を図１に示す。精白米、玄米、紫黒米の間で菌糸体伸長の大きな違いは観察されなかった。



上；玄米
左下；精白米
右下；紫黒米

図１　担子菌の培養例（ヒラタケ）

次に、培養良好であったものに関して、添加水量が菌糸伸長に及ぼす影響を試験した（図２）。8、10、13mlの水を米に添加し、滅菌した後の含水率を測定したところ、それぞれ53、58、63.4％であった。菌糸が良好に伸長する含水率は一般的に60%～65%と言われており、試験区の中では13ml区がその範囲に符合する。一方でこの試験の最も少ない添加水量である8ml区では含水率53%となり、きのこ菌糸の伸長に適した湿度とは言えないため、菌糸伸長に大きな影響が生じるのではないかと予想された。しかし、菌糸伸長試験を見てみると、ヤナギマツタケで

は菌糸伸長速度は添加水量による差がほとんど無く、ヒラタケ、タマチョレイタケでは10日過ぎまでの菌糸伸長速度はほぼ同じであることがわかった。ヒラタケ、タマチョレイタケはその後の伸長に差が出ているように見えるが、これは添加水量によって培地高が変わるため、添加水量が少ないと見かけの培地量が減り、菌が早く蔓延してしまい、それ以上菌糸が伸長できないことによる頭打ちに起因するものである。したがって、同量のコメを使用した場合、添加水が重量比80%程度であれば菌が蔓延することが示唆された。

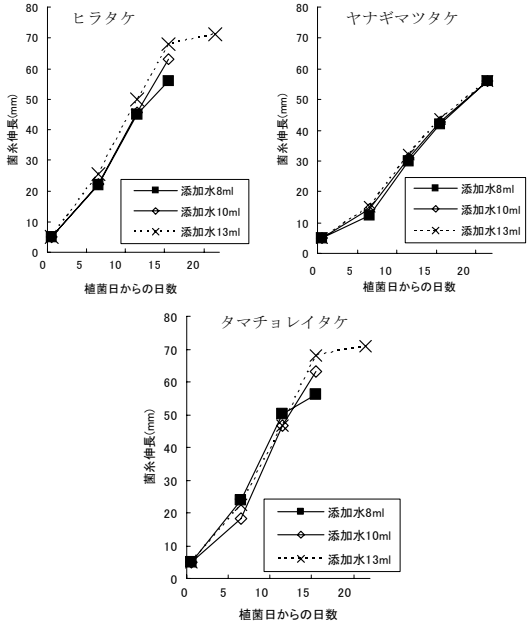


図２　水分添加量による菌糸体伸長の違い

３．２　成分分析

ヒラタケではグルコース量が多く、糖化作用が強いことが明らかとなった。もともと、米にはβグルカンは含まれていないが、菌糸体を培養することにより、1.3～1.9g / 100gまで含有させることが可能であった。また、遊離アミノ酸量を測定したところ、担子菌を培養することにより約4～10倍に増加した。なかでも神経沈静効果や血圧降下作用のあるGABA量はタマチョレイタケで1g中37μgと最も高くなった。

表１　担子菌米（紫黒米）の成分

	グルコース (g/100g)	βグルカン (g/100g)	GABA (mg/100g)
ヒラタケ	11.4	1.8	16
タマチョレイタケ	3.4	1.3	37
ヤナギマツタケ	2.8	1.9	15

３．３　機能性評価

ヒラタケ、ヤナギマツタケ、タマチョレイタケの培養米（紫黒米）について、ACE阻害活性試験を行った。ヒラタケ、ヤナギマツタケではIC_{50}が＞100mg/ml以上であり、タマチョレイタケでは83.2mg/mlであった。高血圧自然発症ラットを用いて５％の割合でサンプルを飼料に添加した場合において血圧降下作用がみられるのは、IC_{50}が約5mg/ml以下のサンプルであることが多く、そのような食品と比較すると今回の担子菌米は血圧降下作用が弱い。しかしながら、タマチョレイタケでは血圧降下物質のGABAも生成しており、ACE阻害活性とGABAの協同作用による血圧降下の期待が持てる。また、担子菌米では菌糸体の量よりも米の量ほうが圧倒的に量が多いが、液体のタンク培養により菌糸体を高濃度に培養することが出来れば、ACE阻害活性が上昇し、血圧降下作用を発揮する可能性がある。

ヒラタケ、ヤナギマツタケ、タマチョレイタケ、シイタケ、ヤマブシタケの培養米（精白米、玄米、紫黒米）について*V. parahaemolyticus*、*S. aureus* 、*E. coli*に対する抗菌活性試験を行ったところ、ヤナギマツタケ培養米（精白米、玄米、紫黒米）について*V. parahaemolyticus*に対する抗菌活性が認められた。次いで、この抗菌物質の単離を試みたところ、逆相クロマトで単一のピークにのみ抗菌活性が認められ、抗菌物質を単離することができた。UVスペクトルを測定したところ、276nm付近に極大吸収をもつことが明らかとなり、ペプチドやテルペノイド系物質でないかと推測される。

３．４　変異原性試験

ヒラタケ、タマチョレイタケはTA98株、TA100株のS9mix-、S9mix+の両方においてサンプル濃度依存的に菌数が増加していなかった。このことから、ヒラタケ、タマチョレイタケについては、変異原性がないと言える。一方、ヤナギマツタケではTA98、TA100株のS9mix-において、サンプル濃度依存的に菌数が増加しており、変異原性が疑われた。

４　結　　論

古米や古代米の新規用途開発を目的に、米に担子菌菌糸体を培養することを検討した。ヒラタケ、ヤナギマツタケ、タマチョレイタケの培養が良好であり、3週間程度の培養で、米ブロック内部にまで菌糸体が蔓延した。菌糸体蔓延に伴い、菌糸体構成成分のβグルカンや、米の澱粉やタンパク質が分解されて出来るグルコースや遊離アミノ酸が増加した。生理活性面では、抗菌活性物質および血圧降下に関与するACE阻害物質とGABAの生成が認められた。これらの成果から、担子菌菌糸体を米で培養することにより、消化が良くなるとともに、生理活性を付与することが可能であると確認できた。

（文責　脇田義久）
（校閲　桑田　実）

〔経常研究〕

42　素麺の「匂い」と「食感」に関する検討

井上守正，森　　勝，桑田　実

1　目　　的

兵庫県手延べ素麺組合（以下「素麺組合」）では、協同組合形式（製造請負方式）で素麺を製造しており、産地共通の品質基準（外見、食味など）を設定して規格審査を行い、等級付けしている。一般に食味などに関する官能検査は高度な熟練を要し、非熟練者である一般モニターによる検査では検査方法による影響が大きい上に審査できる項目が限定される。現在素麺組合では熟練者、非熟練者両方による食味検査方法の開発を検討しているが、非熟練者の場合、検査方法の影響が大きいため、検査結果を数値化する上で苦慮している。

本研究では、熟練者が特徴的な香りがあると指摘した試料を用い、これを茹でた時の匂いについて、フィガロ技研工業㈱と共同で用途開発を行っている「インテリジェントガスセンサ」を用いて匂いのシグナルを取得することを目的とした。

2　実験方法

2．1 試料ならびに処理条件

試料は、素麺組合から提供された香りに特徴がある試料17点（A系列5点、B系列8点、C系列4点）を使用した。処理条件は、試料素麺1束を3Lの蒸留水で15分間煮沸した後水切りし、その10ｇを匂い測定に供した。

2．2 センサならびに匂い測定

測定にはフィガロ技研社製「インテリジェントガスセンサ」試作機を使用した[1)]。匂い測定は、処理した茹で素麺10ｇを1Lテドラーバッグに入れ、15℃で安定化させた後行った。

3　結果と考察

3．1 センサー次出力

本センサの測定原理は、測定対象の非線形信号を用いるものであり、センサヘッドのヒーター電圧をサイン波状に制御し、その時のセンサ抵抗値を測定するものである。測定対象が経時的に変化し続ける場合は、一次出力は安定した閉鎖ループにならず、信号処理ができない場合がある。図１に、本研究で得られた一次出力例を示す。図１に示すとおり今回の茹で素麺の一次出力は、いずれも安定した閉鎖ループとして得られた。

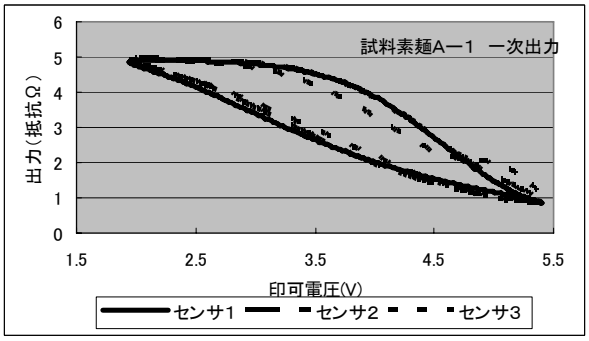


図１　茹で素麺匂いのセンサ一次出力例

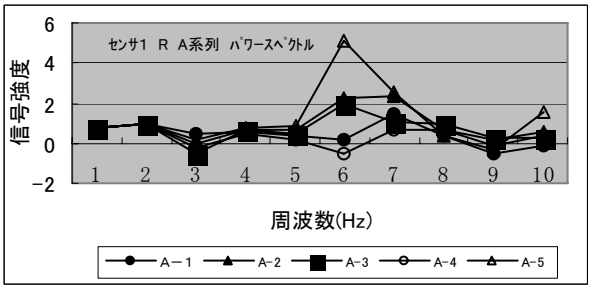


図２　茹で素麺匂いのパワースペクトル例

3．2 匂いシグナルの取得

得られた一次出力をフーリエ解析したパワースペクトルの例を図２に示す。素麺の官能検査では、単一成分の有無、多寡だけではなく、匂いのバランスに関する評価も行われる。本研究では熟練者が「差がある」と認めた試料間で、信号に差があるかどうかが重要になる。図２に示すとおり、センサ１のR成分６Hzが、最も大きく変動していた。この他にも4成分が、比較的信号の変動幅が大きかった。

4　まとめ

香りに特徴がある素麺をインテリジェントガスセンサで測定することによって、異なる信号が検出できたことから、素麺の香りが測定できる可能性が示された。

なお本研究は平成17年度「トライやる・ウィーク」に参加した鷹取中学校の生徒、前田豊徳、森　直人、水沢太佑と共同で実施した。

参 考 文 献

1）井上守正, 桑田　実, 一森和之, 兵庫県立工業技術センター研究報告書, 14, 81(2005)

（文責　井上守正）（校閲　吉岡秀樹）

〔経常研究〕

43　微生物の観察、計測技術に関する調査研究

吉田和利，井上守正，森　　勝

1　目　　的

微生物の同定、形態観察に有効な手段の一つとして走査型電子顕微鏡（SEM）による観察が挙げられる。しかし、真空中では生物試料は含有する水分の蒸発により著しい形態変化を生じる。そのため事前に固定化、脱水乾燥といった複雑な試料調製が必要とされるが、これらはすでに様々な調製法が開発され広く利用されている。

本研究ではSEMを利用した微生物の形態観察が簡便に実施できるようその目的に適した試料調製法に関する調査と基礎的な検討を行った。

2　生物試料調製法の検討

2．1　遠心分離法

微生物を対象とした試料調製法として一般的な遠心分離法（集菌操作には必ず遠心分離を伴う）のスキームを図１に示す。ニュートリエント培地（NB培地）で37℃16時間培養した大腸菌（NBRC3972）を2%グルタルアルデヒド/0.1Mリン酸緩衝液で4℃下2時間固定化、0.1Mリン酸緩衝液、蒸留水でそれぞれ３回洗浄した後、エタノール上昇系列でそれぞれ2回ずつ置換した。その後、t-ブタノールで3回置換したのち、t-ブタノール凍結乾燥機（真空デバイス製VFD-21S）で凍結乾燥した。乾燥試料を試料台に載せ、Au/Pdスパッターコーティング後SEM観察を行った。

2．2　寒天薄層法

遠心分離法では繰り返し遠心分離操作を行うため、微生物に対してはアーティファクト（試料調製時に起こる形態変化）を生じることが考えられる。そこで菌体を培地表面に直接固定化して遠心分離操作なしにそのまま脱水操作する方法を検討した[1)]。まず、ガラスフィルター（ワットマンGF）に5%寒天と0.5%ゼラチンを含むNB培地を含浸させ、その上で大腸菌を37℃にて培養した試料を図１と同様に固定化、脱水操作しSEM観察を行った。

3　結果と考察

遠心分離法及び寒天薄層法を用いて大腸菌の試料調製とSEM観察を行った結果を図２に示す。図２より上記２法ともに大腸菌の姿を鮮明に撮影することができた。今回用いた大腸菌は正常な菌体であったため両者に形態の差は認められなかったが、寒天薄層法では遠心分離操作が省略でき調製時間の短縮が図れることから微生物観察には有効であることが分かった。また、固定化により菌体の形態を培地表面に保持できることが期待でき、各種殺菌法の機序解明の一助に繋がると考えられる。

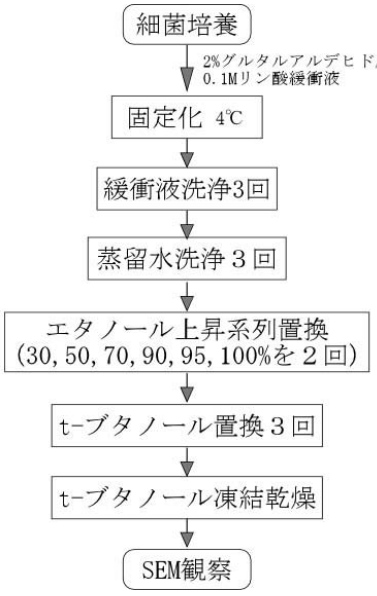


図１　SEM試料調製法（遠心分離法）

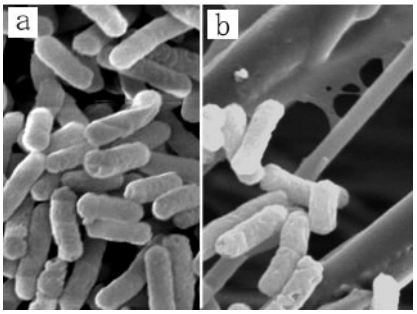


図２　大腸菌のSEM像 a)遠心分離法、b)寒天薄層法

4　結　　論

微生物の走査型電子顕微鏡観察に適した試料調製法の調査、基礎的な検討を行った。その結果、微生物を直接培地表面に固定化することでより簡便に微生物観察ができることが分かった。

参 考 文 献

1)西村公志，大石　功，大阪府立公衛研報，38，73-82 (2000)

（文責　吉田和利）（校閲　吉岡秀樹）

〔経常研究〕

44　重金属応答蛋白質による発現システム構築の検討

大橋智子，桑田　実

1　目　　的

土壌汚染対策法が施工され、土壌の汚染調査が義務付けられた。しかし、従来の機器分析法では汚染物質の検出に時間とコストがかかるため、汚染調査や浄化工事を進める上で大きな障害となっている。このため、現場で迅速･簡便に検出できる方法へのニーズが高まっている。

また、土壌汚染対策法の法理念は「ヒトの健康に関わる被害を出さない」ということにあり、人体への影響を第一に考えるためには、生物を利用した検出法（バイオアッセイ）を適用することが合理的であると考える。しかし、重金属を定量的に検出するためのバイオアッセイ法はまだ開発されていない。

著者らはこれまでに、哺乳類培養細胞を用いた重金属検出システムの開発に取り組んだ[1]。しかし、培養細胞を用いた検出法では人体に近い反応が得られる利点はあるものの、取扱いが煩雑であることが欠点であった。そこで、培養細胞の代わりに、安全な微生物として食品にも利用されている麹菌*A.oryzae*を使った検出システムの構築を検討した。本研究では、システム構築にあたり不可欠である、重金属（主にカドミウム）に応答して転写活性化をもたらす性質を示す制御配列（プロモーター配列）の探索を目的とした。

2　実験方法

2．1 プラスミドの構築

細胞内へ遺伝子を運ぶ役割を果たすベクターには、大腸菌βグルクロニダーゼ（GUS）遺伝子（*uidA*）を持つ環状DNA（プラスミド）を用いた。重金属に対する応答が予測される遺伝子プロモーターは、文献調査と麹菌ゲノムのデータベースから探索した。プラスミドの*uidA*の上流に探索したプロモーター配列を導入した。

2．2　形質転換と活性評価

麹菌への形質転換は、酵素を用いて細胞壁を溶解した細胞（プロトプラスト）に遺伝子を導入するプロトプラスト-PEG法を用いた。得られた形質転換体のGUS活性は、基質となる5-bromo-4-chloro-3-indolyl glucronideと転写活性化物質として塩化カドミウム（2.5μM）を添加した培地に形質転換体を植え、転写が活性化された場合に青色のコロニーが生育することにより判別した。

3　結果と考察

3．1 重金属応答性プロモーターの探索

重金属に応答する遺伝子プロモーターを探索するために、文献を調査した。Hisada[2]らは、麹菌のカタラーゼ（cat）に関して、*catB*が過酸化水素の発生する一般的な酸化ストレス防御に関与している可能性を示唆した。一方、同じ*Aspergillus*属の*A.nidulans*では、塩化カドミウムが菌糸内の活性酸素形成を誘導することが明らかにされている[3]。これらの結果を元に、麹菌において、*catB*が酸化ストレスを引き起こす塩化カドミウムに応答すると予想した。

また、分裂酵母およびヒトのグルタチオンSトランスフェラーゼ(GST)遺伝子のプロモーターは塩化カドミウム、塩化銅、塩化水銀等の酸化ストレスに対して転写の活性化が確認されており、重金属の解毒に関与していると考えられている[4]。麹菌についても同様に、*GST*は重金属の解毒に関与していると予想した。

これらの調査内容を考慮し、麹菌の*catB*および*GST*のプロモーター配列について、重金属の応答性を調べた。

3．2 プロモーター活性評価

catB、*GST*それぞれの遺伝子上流1000bpを*uidA*の上流に繋いだプラスミドを作成し、麹菌をそのプラスミドにより形質転換した。塩化カドミウムを添加したGUS活性測定用培地および添加していない培地それぞれに形質転換体を植菌した結果、いずれの培地においても青色のコロニーの生育は認められず、少なくとも2.5μMの塩化カドミウムによる転写誘導は確認されなかった。本実験では、塩化カドミウムの濃度は一定であったため、今後、異なる濃度の塩化カドミウムに対する応答性と併せて、別の重金属に対する応答性についても確認したい。また、新たなプロモーターの検索も引き続き行う予定である。

謝　　辞

麹菌ベクターを提供して頂きました大関株式会社総合研究所に感謝をいたします。

参 考 文 献

1）大橋智子，桑田　実，吉田和利，藤村　庄，兵庫県立工業技術センター研究報告書,13,29(2004)
2）H.Hisada, Y.Hata, A.Kawato, Y.Abe, and O.Akita, J.Biosci.Bioeng.,99,562(2005)
3）M.Buckova, J.Godocikova, B.Polek, and A. Simonovicova, Curr.Microbiol.,50,175(2005)
4）Y.H.Shin, C.-J.Lim, E.-H.Park, and J.A.Fuchs, Biochi.Biophys.Acta.,1577,164(2002)

（文責　大橋智子）（校閲　吉岡秀樹）

〔経常研究〕

45　熱劣化を生じない食品副産物等バイオマスの乾燥法の開発

原田　修，脇田義久，桑田　実

1　目　　的

食品副産物は利用可能なバイオマスという位置づけにあるが、その多くは廃棄されているのが現状である。廃棄される理由の一つに腐敗が早い点が上げられる。腐敗を防ぐために乾燥を行うが、乾燥コストおよび熱風による熱変成のため、乾燥することで商品価値を生み出す例は少ない。

そこで、本研究では減圧下での過熱水蒸気乾燥を利用した熱変成の少ない乾燥方法について基礎的な検討を行う。本方法の特徴は、従来法よりも低温で早く乾燥できるところにあるが、バイオマスへの応用はほとんど行われていない。

2　実験方法

本研究で作製した減圧過熱水蒸気乾燥装置は、可変流量の送液ポンプ、電気炉、電気炉で覆われた乾燥管およびアスピレーターを備えている。過熱水蒸気を発生させる電気炉の設定温度は 500℃一定で、過熱水蒸気温度の設定は送液ポンプの流量を変化させることにより行った。出口に水流アスピレーターを接続して減圧を行った。T1：過熱水蒸気温度、T2：乾燥管内過熱水蒸気温度、および T3：オカラ内部温度をそれぞれ測定した。

本研究では、減圧過熱水蒸気の各温度 T1、T2、および T3 の挙動を調べた。また、モデル物質としてオカラおよびデンプンを利用し､他の乾燥方法と色を比較した。

3　結果と考察

図１に種々の乾燥温度における T1、T2、および T3 の変化を示す｡図から分かるようにオカラ内部温度 (T3) には一定温度帯が見られ、その温度は乾燥管内真空度の水の沸点の値と一致する。アスピレーターはそれぞれ最大能力で稼働しており、乾燥管内の真空度は水蒸気量の増加（ポンプ流量の増加）と共に上昇した。もし、乾燥管内の真空度を同じ値に調整すれば、それぞれの値は同じになるものと考えられる。減圧過熱水蒸気乾燥では他の方法に比べて内部温度を低く保持することができるので、熱変性する成分で構成される食品の乾燥に適している。例えば、減圧過熱水蒸気乾燥では乾燥物が多孔質体になることが知られており[1)]、レトルト食品用の野菜等の乾燥に適していると考えられる。

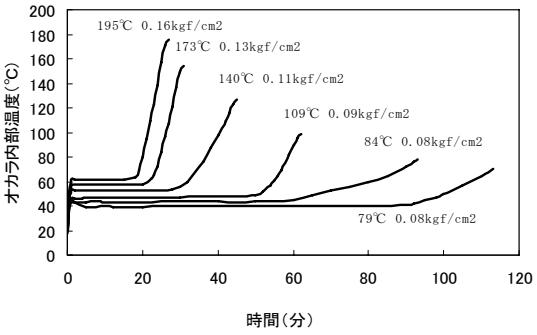
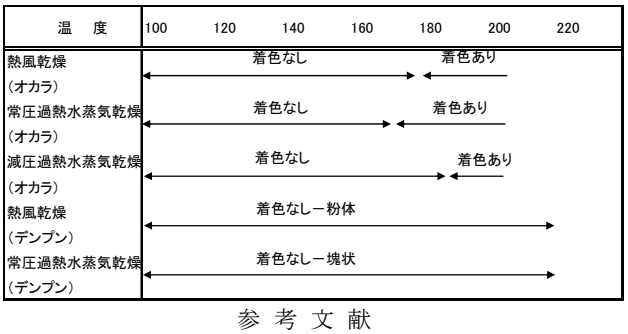


図１　オカラ内部温度（T3）の変化

乾燥温度を高くするとある温度からオカラに着色が認められた。その様子を表１に示した。減圧過熱水蒸気乾燥では温度を上昇させても比較的着色が少なかった。一方、常圧過熱水蒸気乾燥では着色が最も低温で現れた。着色のし易さは減圧過熱水蒸気乾燥＜熱風乾燥＜常圧過熱水蒸気乾燥の傾向がある。高温で乾燥が必要な食品で着色が気になるものは減圧過熱水蒸気乾燥が最も適した方法である。

また、熱風乾燥では乾燥デンプンは粒状になるが、過熱水蒸気乾燥では塊状となる。塊状となる理由として、α化したデンプンがそのまま乾燥するためと考えられる。デンプンのα化に必要な適度な水分と温度が常圧過熱水蒸気乾燥では得られる。この利点の活用方法として、例えばワンタンの乾燥が挙げられる。ワンタンは従来方法で乾燥させると、湯で戻した際に形状が保持できずに中の具がバラバラになってしまう。一方、常圧過熱水蒸気乾燥したワンタンは、α化して緻密に乾燥するため、水で戻しても形状を保持し中の具もそのまま残ると予想され、今後の試験で検討する。

表１　乾燥オカラおよびデンプンの着色および乾燥デンプンの形状



参 考 文 献

1）野邑奉弘、食品と開発, 26(8), 6（1991）

（文責　原田　修）（校閲　桑田　実）

〔技術改善研究事業〕〔(独)科学技術振興機構：重点地域研究開発推進事業「シーズ育成試験」〕

46　ウェアラブル型視線入力デバイスのためのホログラフィック光学素子の開発

瀧澤由佳子，北川洋一，松本哲也，武縄　悟，一森和之

1　目　　的

近年、いつでもどこでもコンピュータやネットワークが利用可能なユビキタス環境を実現する一つの形態として、ウエアラブルコンピュータが注目されている。そして、視線情報は人間の興味を表す生体情報の一つであることから、視線情報を検出して人間の意図をウェアラブルコンピュータに伝えるデバイスが提案されている [1)]。

従来の視線検出法には、目の周囲に電極等を貼り付けて計測する方法や目の画像を解析する方法がある [2)]。前者は実験等で行われる計測方法である場合が多く、後者はカメラを用いて黒目の位置計測するため、比較的汎用性の高い入力デバイスに応用しやすい。

しかし、目の画像を解析して視線検出する方法は目の位置のみを計測しており、視線がとらえている対象を計測するには別の計測方法が必要となる。したがって、目と視線がとらえている対象の両方を計測するには構成が大きくなる。

われわれはウェアラブルコンピュータに視線情報をハンズフリー入力でき、基本構成が比較的シンプルなシステムを提案した [3)]。本システムにおいて、ホログラフィック光学素子（以下、HOE と略す。）を用いて目の像と視線がとらえている対象の像を 1 台のカメラの撮像面に結像させ、1 枚の画像として同時に取りこみ、この画像を用いて視線を検出する。

本研究では、キーデバイスである HOE の結像特性の解析、試作とその評価結果について述べる。

2　基本構成

本システムの基本構成を図 1 に示す。基本構成において、透過型 HOE と反射型 HOE を集積した HOE により、目および視線がとらえている対象の像をカメラの撮像面に結像させる。そして、これらの像を 1 枚の画像として取り込み、この画像を用いて視線を検出する。

本システムにおいて、HOE は目や視線がとらえている対象からの光をカメラに結像させるレンズとして用いている。

3　結像特性の解析

レンズ機能をもつ HOE を設計・評価するために、シミュレーターを構築した。ここでは、透過型 HOE の設計・評価用シミュレーターについて述べ、本シミュレーターによる透過型 HOE の結像特性の解析結果について述べる。

3.1　透過型 HOE の設計・評価用シミュレーター

構築した透過型 HOE 用設計・評価シミュレーターを図 2 に示す。本シミュレーターは HOE の屈折率分布を算出する機能と、屈折率分布に基づいて観測面での光波を算出して透過型 HOE の結像特性を解析する機能をもつ。本シミュレーターは計算を簡単にするために 2 次元とし、入力面の 1 次元像の観測面へ伝搬する光波を求める。以下に、シミュレーターを用いた結像特性の解析手法について述べる。

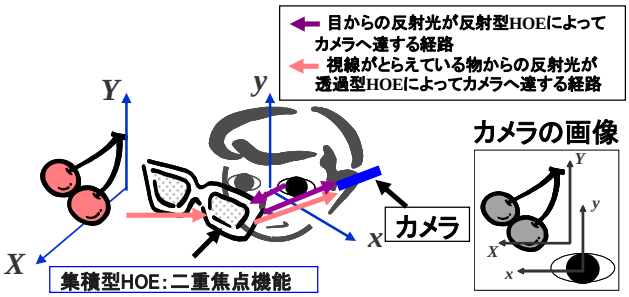


図 1　基本構成

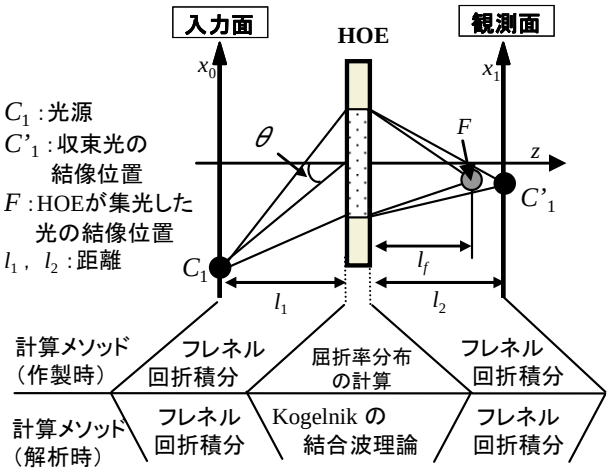


図 2　透過型 HOE 用設計・評価シミュレーター

まず、HOE に記録される屈折率分布の算出方法を以下に述べる。図 2 中の入力面において、z 軸に対して角度 θ の位置に光源 C_1 をおき、C_1 からの光波が距離 l_1 にある HOE まで伝播する光波をフレネル回折積分 [4)] により求める。次に、HOE から距離 l_2 にある観測面におい

て、C_1 からの光の所望の結像位置を C'_1 として、HOE から射出して C'_1 に収束する光の逆伝搬光、すなわち C'_1 にある光源から z 軸の負の方向に距離 l_2 伝搬する光波を求める。この光波の位相共役光は HOE からの理想的な射出光となり、観測面においても理想的な光波を得ることができる。従って、HOE に記録される屈折率分布は C_1 からの光波が距離 l_1 にある HOE まで伝播する光波と HOE から射出して C'_1 に収束する光波により与えられる。

本シミュレーターにおいて、解析時に HOE の射出光の計算に用いる Kogelnik の結合波理論 [5] は、正弦屈折率格子における一次回折光の複素振幅を得るものである。そこで、本シミュレーターでは、屈折率分布として C_1 から射出して HOE まで伝播する光波と HOE から射出して C'_1 に収束する光波をそれぞれ平面波に展開し、これらの平面波より算出される正弦屈折率格子を求める。従って、C_1 から HOE まで伝播する光波が M 個の平面波に、HOE から射出して C'_1 に収束する光波が N 個の平面波に展開されるとすれば、正弦屈折率格子は M×N 個得られることになる。

次に、C_1 からの光を C'_1 に結像させるための屈折率分布をもつ HOE の結像特性の解析法について述べる。まず、C_1 から HOE まで伝播する光波をフレネル回折積分により求める。そして、この光波を平面波に展開し、それぞれの平面波ごとに Kogelnik の結合波理論により HOE からの射出平面波を求める。C_1 から HOE まで伝播する光波が作製時と同じ M 個の平面波に展開される光波であり、この光波が M×N 個の正弦屈折率格子で表される屈折率分布をもつ HOE に入射するとき、HOE からの射出平面波は M×M×N 個となる。このうち、同じ方向へ伝搬する平面波の和をとり、HOE からの射出光を求める。次に、HOE からの射出光が HOE から観測面間の空間を伝搬する光波をフレネル回折積分により求める。この光波を評価することにより、HOE の結像特性解析を行う。

3.2 透過型 HOE の結像位置の解析

前述のように、図 2 の C'_1 にある点光源から HOE に向かって距離 l_2 伝搬する光波の位相共役光は HOE からの理想的な射出光となり、観測面においても理想的な光波を得ることができる。ところが、C'_1 にある点光源から距離 l_2 伝搬する光波の位相共役光が N 個の平面波に展開される光波であるにもかかわらず、実際には M×M×N 個の HOE の射出平面波が得られるため、理想と一致した射出光を得ることができない [6]。そこで、良好な結像特性が得られる HOE の設計のために、シミュレーターにより結像位置を調べた。計算では、l_1=50mm、l_2=50mm とした。HOE のサイズを 10mm、厚さ d=0.9mm、屈折率を 1.5 とし、最大の屈折率変調量を 3.5×10^{-5} とした。光源として波長 632.8nm、光強度分布がガウス型で、その半値全幅が 57.49μm である光源を用い、θ 方向に伝播するように初期位相を設定した。観測面の光源 C'_1 の位置を一定値とし、C_1 の位置を変えて、そのときの結像位置 F を求めた。図 3 に θ に対する結像位置の解析結果を示す。横軸は θ であり、縦軸は F の z 座標を l_f としたときの結像位置の z 方向の差の割合 $(l_2-l_f)/l_2$ である。この結果より、θ が大きくなるにつれて、つまり入力光源の位置が光軸から離れるにつれて、$(l_2-l_f)/l_2$ が小さくなり、所望の結像位置 C'_1 に近づくことがわかる。

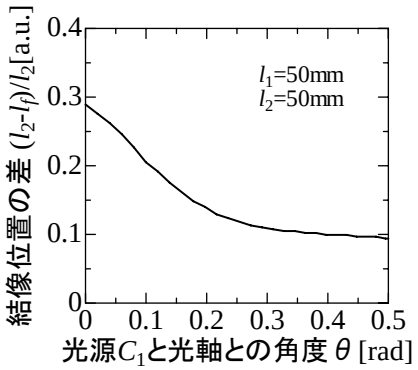


図 3　透過型 HOE の結像位置の解析結果

4　試　　作

レンズ機能を有する HOE の試作のために光学系を設計し、HOE を試作した。ここでは、反射型 HOE の試作のための光学系の詳細について述べる。

4.1 反射型 HOE の試作のための光学系

光学系を図 4 に示す。ビームスプリッターによりレーザー光を 2 つにわけ、一つは入力面上の 1 点を光源として発散する参照光とし、一つは観測面の x_2=0 に集光する物体光としている。そして、それらの干渉縞を HOE 材料に記録することにより、反射型 HOE を作製する。

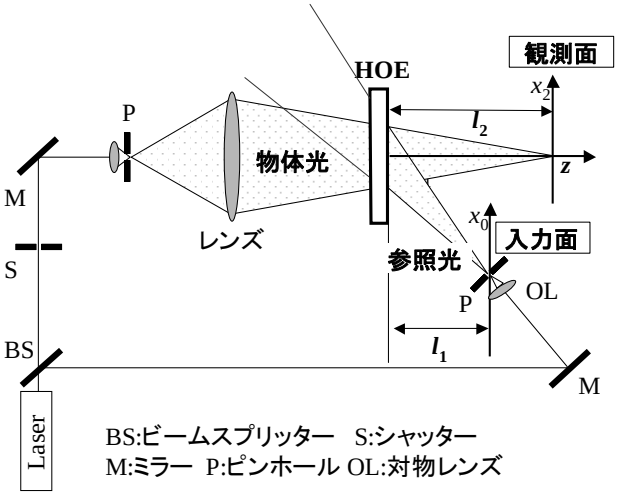


図 4　反射型 HOE 試作のための光学系

図 5 に試作した反射型 HOE を示す。試作条件は次のとおりである。レーザーには波長 λ=532nm を用い、入力面と HOE との距離 l_1＝85mm、HOE と観測面との距離 l_2＝40mm とした。HOE 材料として厚さ 20μm のフォトポリマー（ダイソー株式会社製）を用いた。試作した反射型 HOE の結像特性評価の際は、図中のシャッターを閉じて参照光のみを反射型 HOE に照射して、観測面におかれた CCD カメラにより、反射型 HOE からの射出光の強度分布を計測する。

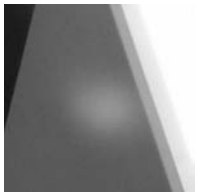
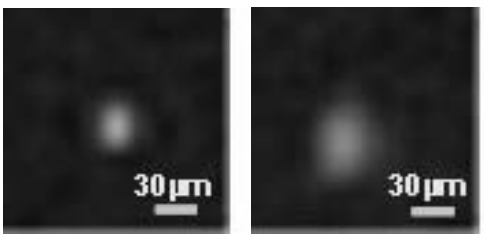


図 5　反射型 HOE

4.2 結果

今回、試作した HOE は、収束光である物体光と発散光である参照光の干渉縞を記録して作製しており、作製時と同じ参照光が HOE に入射したとき、HOE の射出光は観測面において集光する収束光となり結像する。図 6(a)に作製時に用いた収束光の観測面における光強度分布を示し、(b)に作製時と同様の参照光が反射型 HOE に入射したときの観測面における光強度分布を示す。なお、図 6(a)、(b)ともに CCD カメラで得られた 640×480 画素サイズの画像より 13×13 画素サイズを切り出した画像である。このとき、図 6(b)の観測面における光強度分布の半値全幅は図 6(a)の収束光の光強度分布の半値全幅の約 2 倍であり、観測面における光強度分布の最大値の位置と収束光の光強度分布の最大値の位置との差は、画像の横方向に 2 画素、画像の縦方向に 0 画素であった。実験に用いた CCD カメラの素子サイズは 10μm であるため、横方向の位置の誤差は 20μm となり、比較的よい結像特性が得られていることがわかった。



(a)　　(b)

図 6　反射型 HOE による結像
(a)観測面における作製時の収束光の光強度分布
(b)観測面における再生時の像の光強度分布

5　まとめ

ホログラフィック光学素子を用いた、ウェアラブルコンピュータに視線情報をハンズフリー入力できる視線入力デバイスについて述べた。本システムは、反射型 HOE と透過型 HOE を集積して用いて、目と視線がとらえている対象の像をカメラの撮像面に結像させることにより、1 枚の画像に両方の像を得ることを特徴とする。本文では、本システムのキーデバイスである透過型 HOE の結像特性について検討した結果を示した。また、反射型 HOE の試作とその評価結果を示した。今後、透過型と反射型 HOE を集積した HOE の開発に取り組む予定である。また、視線検出のための画像処理についても検討する予定である。

謝　辞

本研究のうち、透過型ホログラフィック光学素子については技術改善研究事業により実施しました。また、反射型ホログラフィック光学素子については独立行政法人科学技術振興機構の重点地域研究開発推進事業平成 17 年度シーズ育成試験により、神戸大学工学部情報知能工学科吉村武晃教授、的場修助教授、ダイソー株式会社とともに共同で実施したものであり、財団法人新産業創造研究機構には研究コーディネーターとして支援していただきました。関係各位に感謝いたします。

参 考 文 献

1)　小澤尚久，青竹雄介，下田宏，福島省吾，吉川榮和，“Eye-Sensing HMD を利用したリアルタイム視点位置・瞬目検出”，計測自動制御学会論文集，37，8，687-696，(2001).
2)　山田光穂，“最近の眼球運動の研究動向”，電子情報通信学会誌，MBE95-132，NC95-90，145-152，(1995)
3)　瀧澤由佳子，北川洋一，“ホログラフィック光学素子を利用した視線入力デバイス”，兵庫県立工業技術センター研究報告書，　14　，　90，(2005).
4) 例えば，J.W. Goodman，“*Introduction to Fourier Optics*“，　McGraw-Hill，　32，　(1968).
5) H. Kogelnik，　“Coupled Wave Teory for Thick Hologram Gratings ” The Bell System Technical Journal，　48，2909(1969).
6)　瀧澤由佳子，北川洋一，的場修，吉村武晃，”ホログラフィック光学素子におけるブラッグミスマッチ光の結像特性への影響”，日本光学会年次学術講演会予稿集，96-97，(2005).

（文責　瀧澤由佳子）
（校閲　一森和之）

「経常研究」

47　スペックル干渉法による振動測定の高性能化に関する研究

松本哲也，北川洋一，一森和之

1　目　　的

車載機器やモータ搭載機器等の振動解析に有用な方法として、スペックル干渉法(ESPI 法)がある。ESPI 法は、レーザ光を振動面に照射してその反射光を参照光と干渉させる非接触法であり、２次元振動振幅分布がリアルタイムに得られる特長がある。我々は、レーザ光の波長変調を利用し、振動振幅や位相の測定が可能であることを明らかにした[1)]。

今回、振動振幅や位相の情報を色の違いとして取得画像中に付加することで、より情報量の多い２次元画像表示を行うための検討を行った。

2　実験方法

ESPI 法によると、取得画像中の振動面上に、振動振幅に対応した濃淡の縞が現れる。ステンレス円盤の中心を面と垂直方向に周波数 1017Hz で振動させ、ESPI 法により２次元振動振幅分布を測定した例を図１(a)に示す。振幅がゼロの位置に最大輝度縞が現れ、振幅に応じて約 0.2μm 間隔の等高線となるコントラストの低い縞が現れている。

一方、レーザ光を振動数と同じ周波数で波長変調させると、図１(b)に示すように、最大輝度縞が振幅ゼロの位置から移動することがわかっている[1)]。

これらより、図１(a)の取得画像に振動振幅と位相の情報を付加してカラー化する手法として、次の２つの方法を検討し、実験によりその有効性を確かめた。

- 図 1(a)に示す１枚の２次元振動振幅分布から、画像処理により各縞の次数を求め、この次数(振動振幅)を色の違いとしてカラー表示する。
  (縞のコントラストが低いため技術的に難しいが、リアルタイム処理が可能)
- 波長変調量を変化させて最大輝度縞の位置を順にずらせ、得られる多数枚の２次元振動分布から、振動振幅を色の濃淡として、また振動位相を色の違い(例えば暖色系と寒色系)でカラー表示する。
  (処理時間は長くなるが、技術的には比較的容易)

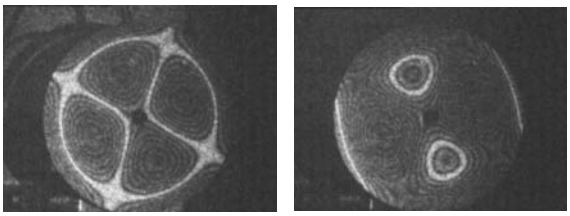
3　結果と考察

まず、図１(a)に示される１枚の画像から、縞の次数を求める画像処理を行った。この処理では、コントラストの低い縞を抽出するため、スペックルの高周波ノイズ成分を除去するローパスフィルタリングを行った後、最大輝度縞を抽出し、その輪郭と相似な図形を探索する手法を取った。その結果、最大輝度縞を０次の縞として、少なくとも２次の縞(振幅約 0.4μm に相当)まで抽出できることがわかった。

一方、レーザ光の波長変調量を一定量だけ変化させ、最大輝度縞を順に移動させた多数枚の画像を用いてカラー画像を生成させた結果を図２に示す。暖色系と寒色系の色を用いて振動位相がπだけずれていることを表現している。また、それらの色の濃淡により振動振幅を表現している。ここでは約 1.2μm までの振幅をカラー表示しており、元となる画像の取得に要する時間は 4.3 秒であった。

4　結　　論

スペックル干渉法で得られる２次元振動振幅画像に、振動振幅と位相の情報を色として付加する方法を検討した。その結果、振動振幅画像のカラー化による振動測定の高性能化が十分可能であることがわかった。



(a)レーザ光の変調なし　　(b)レーザ光の変調あり

図１　ステンレス円盤上に観測される２次元振動振幅分布

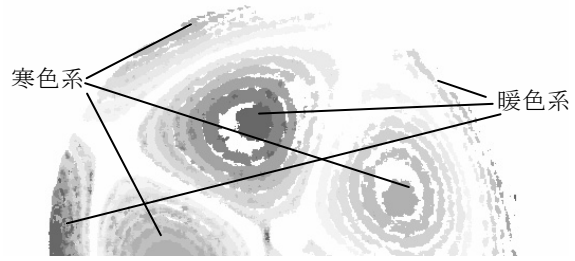


図２　レーザ光の波長変調量を変化させて得られる、多数枚の２次元振動振幅画像を用いて生成されたカラー画像(上半分)

参 考 文 献

1) T.Matsumoto et al., Proc.SPIE, Vol.5602, pp.91-98 (2004).

（文責　松本哲也）(校閲　北川洋一)

〔経常研究〕

48　ＲＦＩＤタグのアンテナ素材に関する研究
－非接触ＩＣカード用アクセス制御体の性能評価－

三浦久典，一森和之

１　目　　的

非接触ＩＣカード型乗車券の普及が進み、すでに発行数が１２００万枚を越えるＪＲ東日本に続き、関西においても、ＪＲ西日本、「スルッと関西協議会」加盟の阪急電鉄および京阪電鉄両社に採用されて以来、その普及速度は加速している。加えて、金融機関のキャッシュカードでも鉄道の改札において利用可能になることが発表されるなど業界を越えてボーダレスで利用される方向にある。このような状況の中、利用者としてはカードケースあるいは財布の中に複数の非接触ＩＣカードを保有せざるをえなく、改札でカードリーダがどのカードを決済するのか判別できずエラーが頻繁に発生することが予想される。また、今後、個人情報等の入手等を目的とした非接触ＩＣカードに対する無線通信を利用した悪意ある不正なアクセスの発生およびその増加が懸念される。このため、複数の非接触ＩＣカードの相互干渉を防ぎ、所定のカードを利用者の意思に従ってカードリーダに判断させることができるアクセス制御体の開発が求められている。本報告書は、上記目的を達成するために試作したアクセス制御体の機能が実用レベルにあるかどうかの評価を行った結果について述べる。

２　実験方法

２．１　最遠反応距離の評価

表１に示す３種類のアクセス制御体について、非接触ＩＣカードをアクセス制御体に接触させ、カードリーダから最遠の反応距離（エラー率：０）を測定する。

２．２　アンテナ部誘起電圧の評価

表１に示す３種類のアクセス制御体について、非接触ＩＣカードをアクセス制御体に接触させ、カードリーダからの距離に応じてＩＣカードのアンテナ部に誘起する１３．５６ＭＨｚの信号振幅電圧を測定する。

表１　被試験体の形状・材質

		Sample A	Sample B	Sample C
形状		ﾌﾟﾗｽﾃｨｯｸｶｰﾄﾞ JIS 規格ｻｲｽﾞ (85.6mm×54mm)		
材質	中心	金属性シート		
	両面	磁性ｼｰﾄ材 (0.25μm)	磁性ｼｰﾄ材 (0.12μm)	なし

３　結果と考察

３．１　最遠反応距離の評価結果

評価結果を表２に示す。Sample A は Sample B の２倍の通信距離を得た。Sample C ではカードリーダとの距離を０ｍｍとしても反応しなかった。なお、リファレンスは非接触ＩＣカード単体での反応距離を表す。

表２　制御体タイプによる反応距離

サンプルＮｏ．	最遠反応距離（ｍｍ）
Sample A	６４
Sample B	３２
Sample C	（０ｍｍでも反応せず）
（リファレンス）	１５８

３．２　アンテナ部誘起電圧の評価結果

評価結果を図１に示す。Sample C ではカードリーダと非接触ＩＣカードとの距離が０ｍｍであっても信号強度は０．５Ｖ以下であり通信は不可能である。また磁性材を付けた Sample A,B での非接触 IC カードに誘起される電圧はリファレンスの半分程度であり、実際の反応距離との相関が確認された。

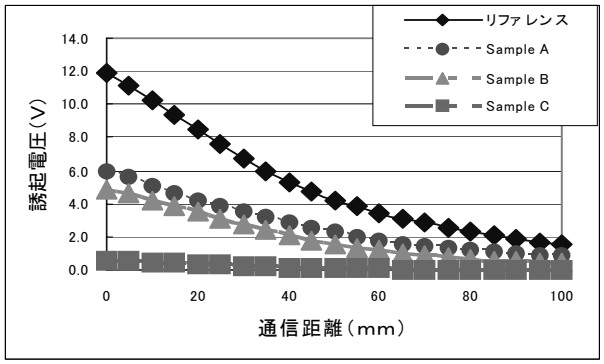


図１　各被試験体での通信距離による誘起電圧

４　結　　論

今回の評価結果により、導電性シートと磁性材を組み合わせたアクセス制御体を構成し電磁誘導の制御を行うことで、非接触ＩＣカードに対する通信による不正アクセスを防止でき、また、通信距離を制御することが可能であることがわかった。今後は、アクセス制御体に複数枚のカードを重ねた時のカード選択性について評価を行う予定である。

（文責　三浦久典）（校閲　北川洋一）

〔経常研究〕

49　ビデオサーベイランスに関する調査研究

金谷典武

1　目　　的

近年、安全面や防犯上の観点から、街頭や建物内部のいたる所にＴＶカメラが設置されている。これらの映像は、人がモニタを見て監視するためや、録画による記録用として利用されているが、監視する人の労力を軽減するため、高度な映像監視技術、つまり、コンピュータによる知的情報処理を利用した映像監視技術が必要とされている。本研究では、このような技術の開発を目標として、コンピュータによる知的情報処理を利用した映像監視技術の現状について調査を行った。

2　調査方法および調査結果

本調査は、電子情報通信学会、情報処理学会などの学会を中心に行った。本研究のタイトルに利用したビデオサーベイランス（Video Surveillance）とは、ＴＶカメラを利用した映像監視のことをいい、人が行っている映像監視をコンピュータで行わせようとする知的な情報処理のことを意味する。この技術は、人々の安全を守り、安心して生活できる環境をつくるためのＩＴ技術として注目されており、近年、盛んに研究が行われている。

映像監視には様々な応用があり、難易度の異なる課題が存在する。そのため、利用するカメラの台数やカメラの設置位置、照明の条件や検出すべき人物や物の数量など、特定の応用を想定し課題の条件を絞ったうえで正しく動作する技術を開発することが主流となっている。本報告では３つの例について記述する。

(1) 屋外環境での侵入監視[1)]

屋外環境での侵入監視は、侵入者を可能な限り見逃しなく検出し、かつ、誤報を減少させる必要がある。この性能を達成するため様々な技術が開発されている。従来から、背景差分法により抽出した変化領域を人物の候補として検出し、それを一定時間以上追跡することにより人物と人物以外を区別する手法が用いられている。重心や面積といった単純な特徴量を時間的に対応付けていっただけでは誤報を生じることが多いが、時間的および空間的な特徴量を利用することにより検出精度を向上させることができる。また、侵入監視では、広い範囲を監視しつつ、一旦侵入者を発見するとズームアップして侵入者をとらえたいというニーズがあり、カメラを自動制御して人物を追跡する研究が行われている。これらの研究の他に、動き情報に加えて、人物の輪郭や色、人物の内部テクスチャ情報を統合し、追跡性能を向上させる研究などが行われている。

(2) ステレオカメラによる計測[1) 2)]

ステレオカメラを利用した計測では、単眼カメラを利用した場合と比べて次の点で異なる。一つは、単眼カメラでは区別の困難な物体（人物と犬、猫）が区別できる可能性があるという点であり、もう一つは、照明変動で輝度は変化するが距離は変化しないので照明変動に強いという点である。これらの特徴を生かした人物カウンタや人物追跡技術が提案されている。また、安全・安心を目的とする研究として、通行人を含む踏切内の様子を複数台のステレオカメラで撮影し、その画像から３次元情報を獲得することにより、踏切内の歩行者やスクーター搭乗者などを区別し、安定的に検知、追跡する試みも行われている。

(3) 複数人物画像からの異常動作検出[3)]

監視カメラの知能化や省力化のためには、映像中の人物およびその動きの認識や異常行動の検出を自動化する技術が必要である。従来方法のほとんどは、動画から個々の動く物体を取り出し、あらかじめ用意したモデルに照らして対象の認識や動きの特徴を抽出する方法や、オプティカルフローにより動きを抽出する手法であり、計算量が多く、精度にも限界がある。これに対し、パターン認識における特徴抽出の理論的な視点から、適応学習能力を有する画像認識手法が提案されている。この方法は、幾何学的な側面としての不変特徴抽出と統計的な側面としての判別特徴抽出を組み合わせ、汎用的で高速・高性能な「対象と動き」の特徴抽出を行っている。

3　結　　論

映像監視技術の現状について記述した。これらの研究は、今後も、より複雑な課題の解決に向けて進んでいくと考えられる。工業技術センターでは、今後、照明変動に強いステレオカメラによる計測方法を利用して、映像監視技術の開発に取り組む予定である。

参 考 文 献

1)　林，羽下，笹川，情報処理学会研究報告，2005-CVIM-148(6)(2005).
2)　依田，坂上，情報処理学会研究報告，2005-CVIM-151(5)(2005).
3)　南里，大津，情報処理学会論文誌，Vol.46,No.SIG 15(CVIM 12),pp.43-50(2005).

（文責　金谷典武）
（校閲　北川洋一）

〔経常研究〕

50　無線通信を組み入れた周辺環境認識技術に関する研究

中里一茂，北川洋一

1　目　　的

近年、人件費削減のため搬送ロボットによる自動搬送の開発が行われており、搬送ロボットの周囲環境を効率的に認識、把握する必要が生じている。そのため、ロボット自身が工場内の周囲環境を把握し、把握した情報を基に搬送ロボットの制御を行う技術の開発が望まれている。

搬送ロボットが移動中においてロボットの運行状況を逐次管理していくために、無線通信の導入が必要となってくる。本研究では、搬送ロボットの高機能化を目的として、以前から行ってきた距離マップを用いた周辺環境認識技術に無線通信を組み込むことを検討した。

2　実験方法

本研究では無線通信技術として、省電力、低コストの特徴を持ち、当センターでも利用が進められている[1),2)] Bluetooth無線技術を用いた。また、視覚情報の入力には小型カメラを用い、環境認識については距離マップ[3)]によって得られる障害物までの距離情報を使用した。

図１に実験構成図を示す。小型カメラからの画像をパソコンに入力し、そのパソコンで演算を行い、距離マップを求めた。その後、距離情報について、３箇所で障害物に一番近い位置とその距離を算出し、Bluetoothで通信を行い表示用のパソコンへデータ転送を行った。

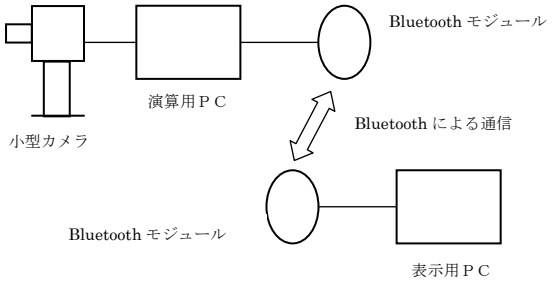
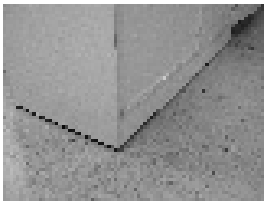


図１　実験構成図

3　結果と考察

実験ではＹ字路について、小型カメラからの画像より距離マップを求め、障害物までの位置および距離を算出した。入力画像および求めた距離マップを図２に示す。また、この位置と距離のデータについてBluetooth無線を通じて表示用パソコンに転送を行った。その結果、今回の実験構成において画像入力から表示用パソコンで転送結果が表示されるまでの時間は約１秒であった。これは距離マップを求める時間の影響によるものと考えられる。



（ａ）入力画像



（ｂ）距離マップ

図２　入力画像とその距離マップ

4　結　　論

小型カメラから入力された画像データを用いて周辺環境認識を行い、その結果を無線で転送し、その情報を確認することができた。

今後は、画像処理・通信処理等の改良により、ロボットの制御信号を含めたやりとりを連続的に行えるようなシステムへ発展させる予定である。

参 考 文 献

1) 兵庫県立工業技術センター研究報告書, 12, (2003), 57.
2) 兵庫県立工業技術センター研究報告書, 13, (2004), 61.
3) 兵庫県立工業技術センター研究報告書, 14, (2005), 89.

（文責　中里一茂）
（校閲　北川洋一）

「経常研究」

51　ワープロ文字の特徴を取り入れた個人の手書き風ワープロ文章の研究

才木常正，北川洋一

1　目　　的

近年、ワープロ文章は編集機能等が充実しているため、事務文書に多く用いられている。また、手書き文章は読み手に温かみを与えるため、個人間の手紙や葉書などの私信に使われている。これらのことより、個人の手書きフォントを制作するソフトウェアが販売され、簡単に手書き風ワープロ文章が作成できるようになった。

しかし、手書きフォントで作成した個人のワープロ文章の全てが読みやすいとは限らない。一方、フォントデザイナーが制作した文字を並べたワープロ文章は整っており読み易い。そこで、著者らはワープロの文字の特徴を取り入れた個人の手書きワープロ文章を提案する。

本報告では、ワープロ文字の特徴を取り入れた個人の手書き風ワープロ文章についてアンケート調査により印象を検討し、ワープロと手書き文字との最適な複合割合を明らかにする。

2　実験方法

ワープロ文字の特徴を取り入れた個人の手書き風ワープロ文章のサンプルの一部をそれぞれ図１に示す。Ｐはワープロ文字の特徴の取り入れ度合いを表す。ちなみに、Ｐ＝０％の文章は素人の文章であり、100％の文章はワープロ文章である。Ｐ＝30、60％の文章は著者らが以前提案したモーフィングを用いた方法[1)]によって作成した文章であり、素人の文字の形状をワープロ文字の形状へ30%又は60%変形させて作成した文章である。つまり、Pは素人とワープロ文章との幾何学的な形状の内挿の割合である。

アンケート調査では、Pが0から100％まで10％刻みでのワープロ文字の特徴を取り入れた文章を用意した。これらの文章は３行30文字程度で作成した。そして、これらの文章を被験者30名に提示し、個人の特徴を残しつつ綺麗だ又は整っていると感じる文章を選んでもらった。

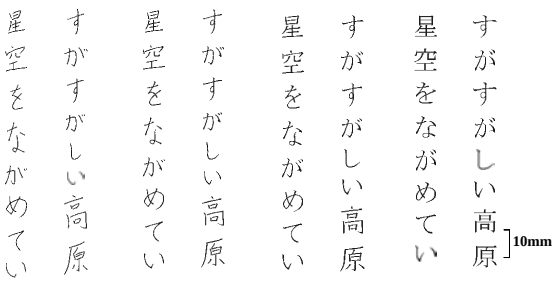


図１　手書き風ワープロ文章のサンプルの一部

3　実験結果

前節のアンケート調査の結果をまとめたものを図２に示す。図(ａ),(ｂ)はワープロ文字の特徴をＰ[%]取り入れた文章が個人の特徴を残しつつ綺麗な又は整っていると答えた人数のヒストグラムである。

図(ａ)を見ると、Ｐ=40％の文章が個人の特徴を残しつつ綺麗な文章として一番多く選ばれていた。その平均は42％であった。また、図(ｂ)を見ると、Ｐ=60％の文章が個人の特徴を残しつつ整っている文章として一番多く選ばれていた。また、平均は59％であった。

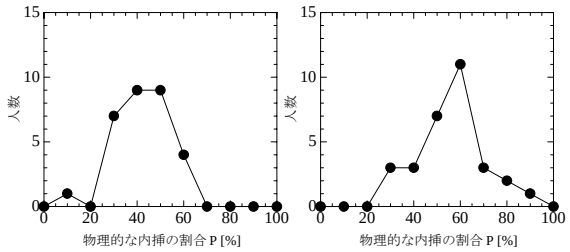


図２　個人の特徴を残しつつ綺麗な、
又は整っている文章の内挿割合

4　結　　論

ワープロ文字の特徴を取り入れた個人の手書き風ワープロ文章をモーフィングにより作成し、これら文章の印象を被験者30名のアンケートにより調べた。その結果から、ワープロ文字の特徴を42％程度取り入れた文章が個人の特徴を残しつつ綺麗な文章と考えられ、またワープロ文字の特徴を59％程度取り入れた文章が個人の特徴を残しつつ整っている文章と考えられる。

これらの内挿の割合で手書きフォントが制作できれば、個人の特徴を残しつつ綺麗な又は整っている手書き風ワープロ文章を多くの人が使用できる環境になるものと考えられる。

参 考 文 献

1)　宮武, 才木, 林, 佐藤, “熟練者の特徴を取り入れた個人の手書き文字フォントの制作”, 平15関西連大, G14-32.

（文責　才木常正）（校閲　北川洋一）

〔地域中小企業集積創造的発展支援事業「織物規格と仕上加工技術を併用した新商品開発」〕

52　ワッシャー加工及び縮絨加工による新織物開発

古谷　稔，藤田浩行，原田知左子，瀬川芳孝

1　目　　的

播州織産地の主力製品は、紳士用のシャツ地である。したがって、春・夏物の綿素材を中心とした織物生産を得意としており、季節による受注量のバランスが悪い。これを、年間平均した受注量を確保することができれば、安定した生産体制と収益性の高い織物産地を構築することが可能である。

この研究では、年間の生産バランスを安定化するために、秋・冬用途に向く織物と、高付加価値製品である婦人用織物の開発を目的とする。

そこで、これまでの産地では使われなかった素材の活用や、新しい加工方法の活用により斬新な風合いを中心としたオリジナル織物の開発を試みた。

2　新しい織物の開発

播州織では取り組みが少なかった新素材の活用や新しい加工方法の導入による得意素材である綿の特徴をさらに活かした織物の開発、織物組織・素材・加工の組み合わせを工夫した織物を試作し、オリジナル織物が持つ縫製化の問題点と織物特性について検討した。

2．1　他の素材を導入した織物

ウール素材の導入と加工方法の検討、およびポリウレタン糸との併用により嵩高感（生地の厚み）のある織物を試作・検討した。

この結果、ウール糸が持つ縮絨性（普通洗濯すると縮んで硬くなる）を使った厚みのある織物（図１－Ｂ、Ｃ、Ｅ）や、ポリウレタン糸と併用することで厚みを出した織物（図１－Ａ、Ｆ）、極端に凹凸のある織物（図１－Ｄ）を開発できた。Ｆを縫製したものが図２－ア、Ａを縫製したものが図２－イである。このうち、起毛を施した縮絨加工織物では、見た目以上に触った時に”軽さ”を感じる高感性で評価の高い織物が出来たが、糸の脱落問題が発生し、今後の研究課題とした。

2．2　得意な綿素材を活かした織物の開発

得意とする綿素材とポリウレタン糸を使い、シボによる空気層をたっぷりと持つボリューム感のある織物（図３－Ｈ、Ｉ、Ｊ）を、さらに、昨年開発したクラッシュ加工のデザイン的な面白さに加えることで、素材や織物組織による暖かみのある織物（図３－Ｋ、Ｌ、Ｍ）を開発できた。用途は、伸縮性を活かした新しい感覚の秋物Ｔシャツとオフィスで暖かく感じる織物としてのカジュアルシャツ等が考えられる。

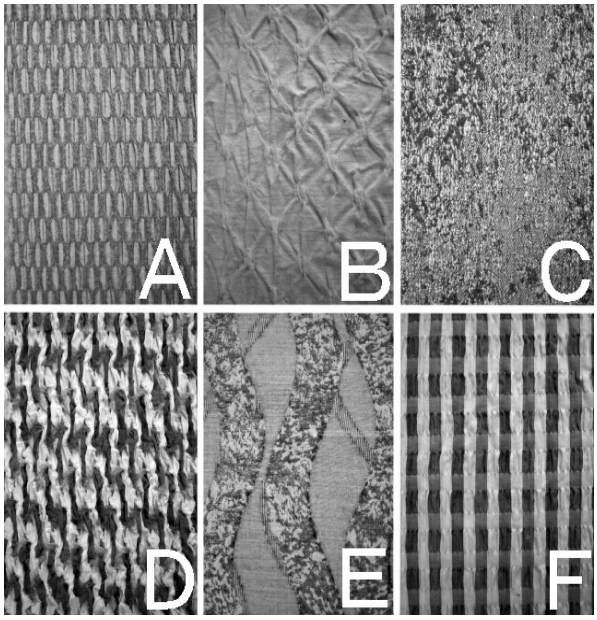


図１　ウールやポリウレタンを導入して開発した嵩高感のあるオリジナル織物（６点）



図２　開発した織物で縫製したジャケット

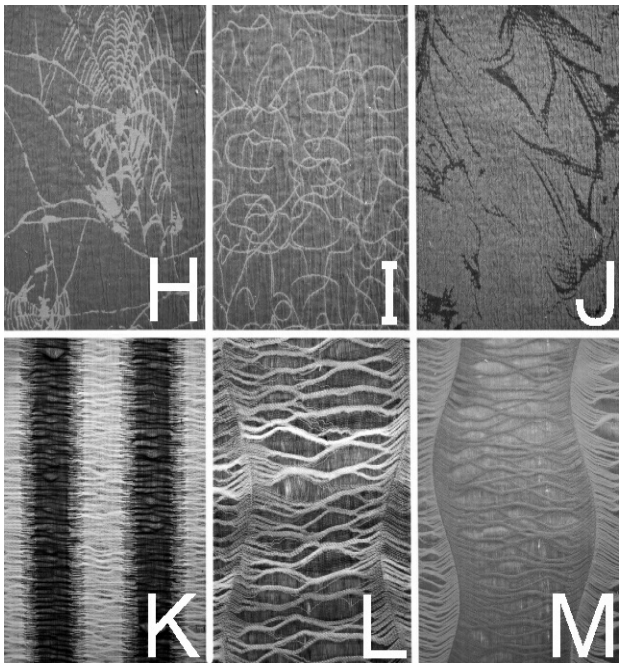


図３　嵩高感がある織物と織物表面に変化があり
暖か感のあるクラッシュ加工織物

２．３　織物組織と仕上加工による織物

ジーンズを破ったような加工（一般名：ダメージ加工）が若者に受け入れられたことから発想した織物で、織物の表面に糸を浮かせ、その糸を切ってぼろぼろ感のある織物（図５－Ｎ）を作製した。この織物は、主に婦人用途への展開を狙ったデザインと斬新さを狙った織物である。開発当初の予測とは異なり若者から中高年齢層にまで好評で、幅広い人気が得られる織物であることが分かった。織物組織の企画においてパソコンによりデザイン開発した織物（図５－Ｏ～Ｓ）は、特に海外バイヤーに好評である。

Ｎを縫製したものが図４－ウ、Ｑを縫製したものが図４－オ、エは写真織を縫製したものである。

３　結　　論

現在、各種展示会やコンテスト、ファッションショーに出展し、様々なところの協力を得て、直接のユーザー、特に消費者、デザイナー、学生等からのオリジナル織物に対する意見・情報を収集する。

展示会やファッションショー等から得られた情報を次のオリジナル織物の創作に活用する。

発表した織物については、地元企業を通じて商品化を進めており、その数は年々増加している。商品化の先は、国内に留まらず、欧米のトップブランド企業にも商談が進んでいる。今後、糸脱落等のオリジナル織物の問題点の解決とさらなるデザイン開発研究が期待されている。

（文責　古谷　稔）
（校閲　上月秀徳）



図４　糸切り加工織物とＣＧ活用による織物の縫製品

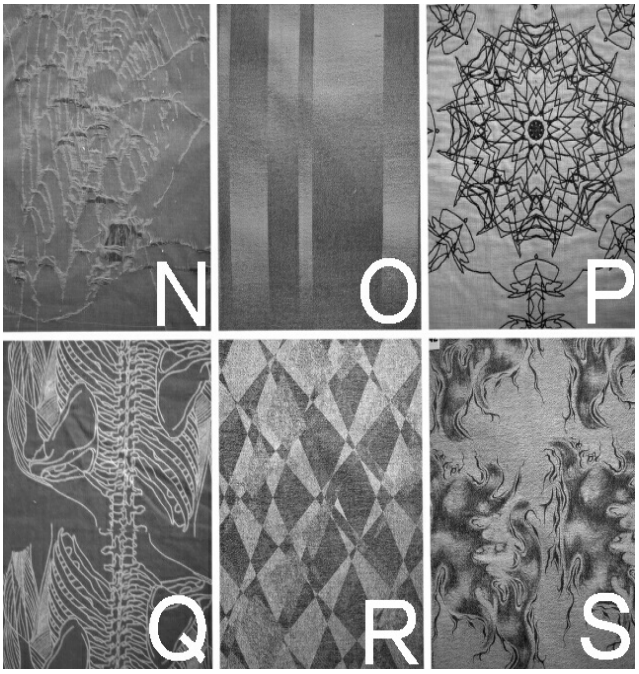


図５　糸切り加工織物とパソコンによるデザイン織物

〔地域中小企業集積創造的発展支援事業「織物規格と仕上加工技術を併用した新商品開発」〕

53　先染織物の差別化に関する研究

近藤みはる，竹内茂樹，佐伯　靖，瀬川芳孝

１　目　　的

播州織産地は、中国を初めとする、諸外国の輸入の増大、また競合産地との競争力等、厳しい状況に直面している。現状を打開するためには、差別化された新商品開発が急務である。これには、製織技術の高度化や複合化素材の導入、また、仕上加工技術や染色技術の活用が考えられる。本研究では平組織を中心とした差別化織物の研究を実施した。

２　実験方法

２．１　でこぼこ織物製織試験

サッカー織物に差別化した、たて、よこ方向に凹凸ができる”でこぼこ織物”を試作した。素材にスパンデックスと色柄部分に絣風特徴を付けるため､かすぎの糸(異なる先染糸３本以上合糸した糸）を使用した[1)]。肌に触れるところがほとんど綿で着ごこちが良く、外観の面白さを追求した。図１にでこぼこ織物を示す。

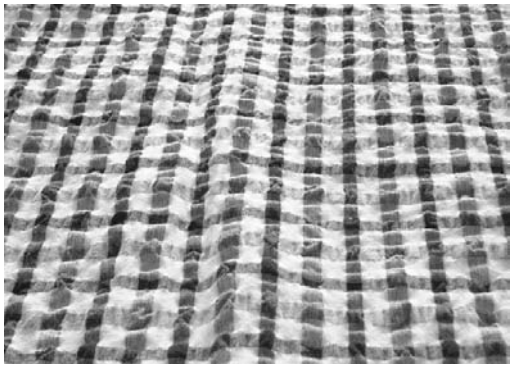


図１　でこぼこ織物

２．２　リオンバ格子Ⅱ織物製織試験

リオンバ格子とは基本色を白、黒の２色とし、３色目を異なった変化のある素材、例えば、くくり染め糸、班染め糸、スラブ糸、ネップ糸、意匠糸などを用いた３色格子の織物である。本研究では、前年度に試作したリオンバ格子織物[2)]を差別化するために固定色の白糸、黒糸にスラブ糸やネップ糸、また、工夫をこらした”かすぎの糸”を用いて、デザイン的要素を加えた一味違うリオンバ格子Ⅱ織物を試織した。リオンバ格子Ⅱ織物の縫製品を図２に示す。



図２　リオンバ格子Ⅱ織物

２．３　複合織物製織試験

たて糸に綿糸とスパンデックス（コア・ヤーン）を用い、その配列を考慮した織物設計で、ストライプ柄とチエック柄の織物を試織した。ストライプ柄はスパンデックス（コア･ヤーン）の入った部分が小さな波になり、綿糸部分は大きな波となる織物をイメージした。またチェック柄は、たて、よこ方向が少し伸びるイメージで製織試験を行なった。図３に複合織物を示す。

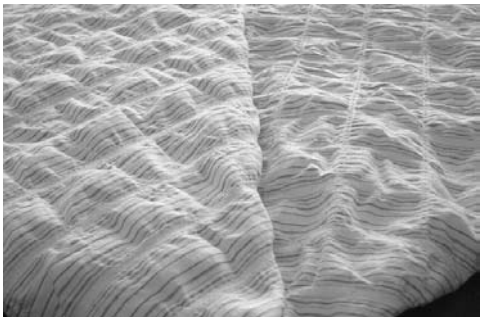


図３　複合織物

２．４　ナチュラル・ウエーブ織物製織試験

細い糸で筬１羽に４本入れの箇所と６本入れの箇所を作り[2)]、よこ糸には綿糸とＣＳＹ糸を用いた薄い織物で、たて糸の密度差によるテンション差と、よこ糸に伸縮特性を持つＣＳＹを使用することにより、ゆるやかなシワのある織物を製織した。図４にナチュラルウェーブ織物とその縫製品を示す。



図４　ナチュラル・ウエーブ織物

２．５　交織織物製織試験

ウールはたたいたり、もんだりすることにより縮絨する。この性質を利用して、このウールの毛羽が絡み合い、一見平織物ではないような表面が違って見える製織試験を試みた。図５に交織織物とその縫製品を示す。



図５　交織織物

２．６　ふしぎな織物製織試験

従来、平機織機で製織された変化のある織物には、グランド地に対して、それよりも太い糸、引き揃え糸などを用いたコード入り織物やしじら織物などがある。今回は、グランド地に普通晒の太い糸と蛍光晒した細い糸を用いて、白度差を付けたユニークな織物を狙った。図６に縫製品を示す。



図６　ふしぎな織物

３　結果と考察

３．１　でこぼこ織物

この織物は、仕上加工幅が今まで以上に縮むことから広幅で製織する必要がある。当産地の織機幅は 145cm タイプが主流で、仕上げ幅がともなわなかった。しかし最近は 190cm より広いタイプの織機が新設されつつあり、織物設計と織機を把握することにより、今までにないよこ方向に縮む素材を用いても、44.5～45 インチの仕上がりが可能となり、立体感のある平機織物の製織ができることがわかった。

３．２　リオンバ格子Ⅱ織物

リオンバ格子にデザイン（パターン）的要素を加え、また素材の複合化など工夫することで、産地のブランド商品化につながるインパクトある婦人服の縫製品となった。

３．３　複合織物

この試織試験では、衣料用としてイメージした織物に出来上がらなかったため、糸素材や配列など、今後縞割り設計の検討が必要である。

３．４　ナチュラル･ウエーブ織物

ワッシャー加工することで薄い織物でも、スリップがしにくく、ふんわり、やわらかな清涼感のある織物に仕上がった。

３．５　交織織物

よこ糸にウール素材を使用し、仕上加工技術と併用することにより、秋から冬用の風合いとなる婦人服に仕上がった。

３．６　ふしぎな織物

グランド地に太い糸を使用しながら、薄い織物の感じに仕上がり、また紫外線ライトを受けると柄が浮き立ち輝くふしぎな織物となる。イブニング、カクテルドレス等に応用でき、今までにない新しい織物規格技術として活用が期待できる。

４　結　　論

播州織産地は、先染織物の差別化製品の開発、新商品づくりが急務である。今回は素材とその複合化および平機織機による製織技術を駆使して差別化織物を試織した。

これらの製織試験を行った織物や縫製品を、播州織総合素材展(東京)、全国繊維技術交流プラザ（新潟県）など各種展示会に出展した。その後展示品の製織法と見本布の要請が数社からあり、そのうち数点が商品化された。

なお、縫製には兵庫県立西脇高等学校生活情報科の生徒の方にご協力いただき深く感謝申し上げます。

参考文献

1)．織田勝俊,近藤みはる，兵庫県立工業技術センター研究報告書（平成８年度版）,6 ,(1996),97

2) 近藤みはる,竹内茂樹,佐伯靖,藤田浩行,原田知左子,兵庫県立工業技術センター研究報告書（平成 17 年度版）,14 ,(2005),32

（文責　竹内茂樹）
（校閲　上月秀徳）

〔技術改善研究〕

54　マイクロ波による多孔質繊物複合材料の作製に関する研究

藤田浩行，佐伯　靖，竹内茂樹，瀬川芳孝

1　目　　的

マイクロ波は、携帯電話の無線通信技術や放送、レーダなどの通信分野への利用を始めとし、物質との強い相互作用による加熱効果を利用した産業分野が幅広く存在する。例えば、食品産業における茶葉の乾燥や菓子類の殺菌など様々な食品の乾燥､殺菌などを目的とした利用。木材産業での木材の乾燥や軟化させることによる曲げ加工への利用。また、ゴム工業でのゴムの加硫など非常に幅広く工業利用されている。それらはマイクロ波の加熱方法が、従来の外部加熱の熱伝導によるものでなく、熱伝導を必要としない内部加熱であり短時間で効率良く加熱できる特長を利用したものである。

一方、繊物は衣料用を始め、繊維素材の特性に応じて航空機からプリント基板、浴槽および建材など強化材としても幅広く使用されている。それら材料開発の高機能化の１つに多孔質化による材料の軽量化と断熱性や防音性などの機能性向上がある。従来、多孔質化のための樹脂の発泡はフロンガスや炭化水素ガスを樹脂内に混入し外部加熱により気化させ発泡させているが、環境への影響や外部加熱による長い成形時間などの課題が存在している。

本研究では、マイクロ波を用いて発泡剤を用いることなくフェノール樹脂を多孔質化させた繊物複合材料の作製を行う。樹脂の発泡と硬化および繊物との複合化を同時に短時間で可能な作製方法の確立を目指す。また、マイクロ波による成形において、繊物使用による成形性および補強の効果についても明らかにする。繊物は強化材のみの役目だけでなく、意匠性を活かすことで様々な用途展開も考えられることから、材料表面に一体成形可能な試料の作製も試みたので報告する。

2　実験方法

2.1　試料の作製

用いた繊物は平織の黄麻繊物で、たて糸、よこ糸とも繊密度 10 本/inch、番手 2^s である。樹脂はレゾール型のフェノール樹脂（BRL-280Z、昭和高分子㈱製）を用い、樹脂に対して硬化剤(PS-63、第一工業薬品㈱製)を 5wt%使用した。

成形手順は以下のとおりである。攪拌機により樹脂と硬化剤を混合させる。攪拌により生じた樹脂内の空気を真空脱泡後、黄麻繊物２枚を樹脂上下に配置させ、FRP の成形型へ流し込む。成形型を型締め後、マイクロ波を照射して発泡、硬化させ、試料（以下、JPF）を作製した。なお、マイクロ波は、出力 600W で 60 秒間照射した。図１に成形方法の概念図を示す。

繊物との複合および多孔質化による効果を把握するため、黄麻繊物を積層しない発泡材料(以下、PF)と発泡させず樹脂のみを硬化させた材料(以下、P)も成形した。

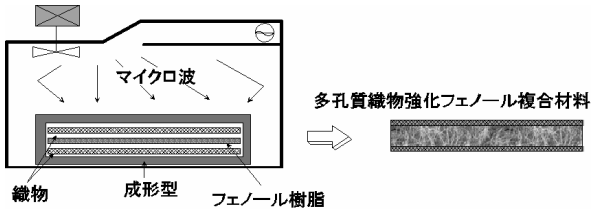


図１　多孔質繊物強化複合材料の成形方法

2.2　曲げ試験

作製した３種類の試料について三点曲げ試験を行った。作製した試料（ﾀﾃ 175mm×ﾖｺ 175mm、厚さ約 10mm）から、長さ 175mm、幅 25mm のサイズに試験試料を切り出した。曲げ試験の条件は、荷重速度 10mm/min、支点間距離 100mm である。

3　実験結果

3.1　成形試料の外観と内部構造

図２に JPF と PF の成形試料の外観を示す。繊物は成形前、樹脂の上下に配置させたのみでローラ、刷毛などによる含浸工程は行っていないが、繊物の組織間へ樹脂が完全に含浸および通過し、試料表面は樹脂により覆われた。これはマイクロ波の照射により成形型内部は、爆発的な高い圧力が発生することで、繊物の組織間へ完全に樹脂が含浸および通過したと考えられる。

一方、PF の表面には、大きな穴が多数みられる。これは、樹脂の初期の保有水分と硬化反応時に生成した水

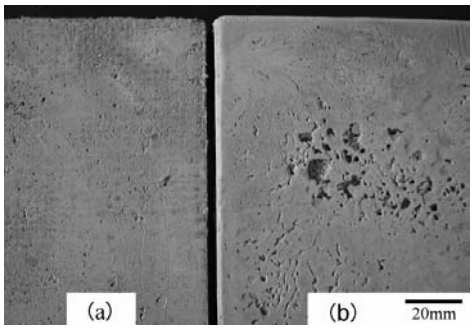


図２　試料の外観（(a) JPF, (b) PF）

分の気化による穴であると考えられるが、JPF ではそのような穴は見られず、表面は滑らかであった。その要因として、織物構造の糸の周期性が、硬化時の水蒸気の流れを均一化させる役目を果たしたことと、発生した水分を吸収することで滑らかな試料を得ることができたと考えられる。

図３に試料の内部構造を示す。材料内部は、図３(a) に示すように約 0.5mm の比較的大きな気泡が連なっており、構成する壁は図３(b)のように１μｍ程度の小さな気泡が無数に開いていた。大きな比表面積を持つ構造だと考えられる。

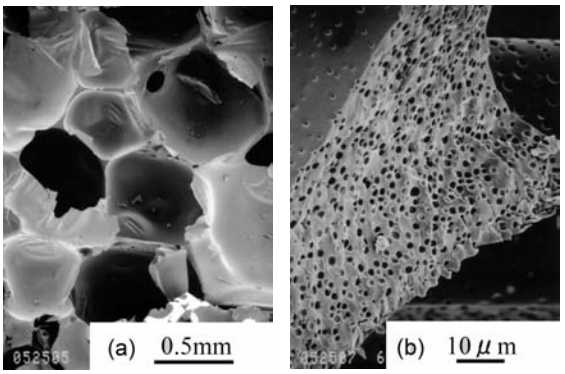


図３　成形試料の内部構造

３.２　曲げ試験

図４に各試料の曲げ弾性率と曲げ強度を示す。多孔質化した PF、JPF は、発泡せず硬化させた材料 P より曲げ弾性率および曲げ強度とも大きく低下しているが、黄麻織物と複合化することで、その低下率（曲げ弾性率：85.5%→71.2%；曲げ強度：73.3%→58.4%）は小さくなっている。これらは樹脂の発泡率や複合化する織物の種類および積層枚数などにより変化するが、織物へ樹脂が良く含浸することで補強効果を発現したと考えられる。

図４の曲げ弾性率および曲げ強度をかさ比重で除して算出した比弾性率および比強度を表１に示す。PF は比弾性率においても P の 50%以下であるが、JPF は 90%程度の値であるとともに、比強度は P よりも 20 数%も大きくなっており、軽くて強い材料であることが確認できた。

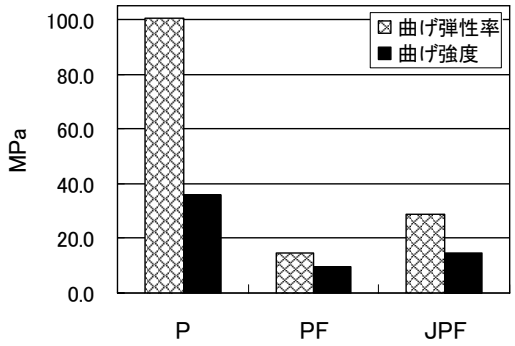


図４　曲げ弾性率と曲げ強度

表１　比弾性率、比強度およびかさ比重

	比弾性率(m)	比強度(m)	かさ比重
P	80,467	28,556	1.245
PF	38,830	25,238	0.373
JPF	72,722	37,195	0.398

３.３　意匠性を活かした複合材料の作製

先染織物の意匠性を活かした材料を開発するには、図５のように先染織物が材料表面に張り付いた状態で成形する必要がある。成形方法として、図２に示す成形後の試料表面に接着などの方法で貼り付けることも考えられるが、工程数が増えるなど問題もある。そこでマイクロ波照射の成形時に一体成形する方法を試みた。織物に樹脂が含浸すれば表面に現れず、含浸しなければ接着しない。そこで織物と不織布をあらかじめニードルパンチ機により繊維を絡めた積層材を作製し、その試料を用いて成形した。その結果、図６のように織物が表面に張り付いたような材料を成形することができた。樹脂は不織布に含浸しているため、織物は試料にしっかりと張り付いていた。

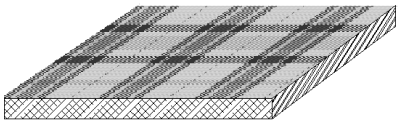


図５　先染織物を貼り付けた成形材料のイメージ

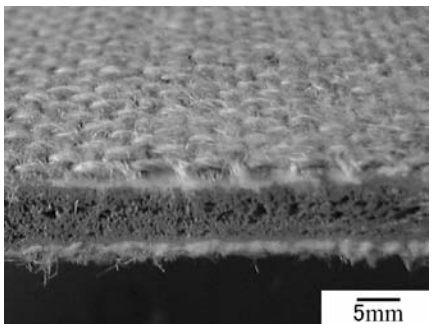


図６　織物と不織布の積層材と複合化した多孔質材料

４　結　　論

マイクロ波を用いることによりフェノール樹脂を多孔質化させるとともに、織物と一体成形した織物複合材料を作製した。その結果、織物は強化材としての効果だけでなく、発泡時の水蒸気の流れを均一化させ、材料表面の外観性を向上させる効果があった。また、比強度は発泡させない樹脂板よりも大きくなり、軽くて強い材料を作製することができた。さらに、意匠性に優れた材料開発を目指し、織物が表面に位置するような材料の作製も行った。

（文責　藤田浩行）
（校閲　瀬川芳孝）

〔経常研究〕

55　織物テクスチャーの特徴と感性評価との関連について

佐伯光哉，才木常正，瀧澤由佳子

1　目　　的

絵柄、模様が異なる数多くの織物を取り扱う織物・縫製業界では、デザイナーの思考イメージにマッチした絵柄の織物を見つけ出す作業はかなりの労力が必要である。

デザイナーの思考イメージにまつわる用語を使って検索可能なデータベースができれば、このような作業は大変容易になる。そのようなデータベースを構築するためには、検索に用いる用語をデータベースに含まれる画像から自動的に抽出する必要があり、デザイナーが織物のどの部分を観察して特徴用語を思考しているのかをあらかじめ把握しておく必要がある。

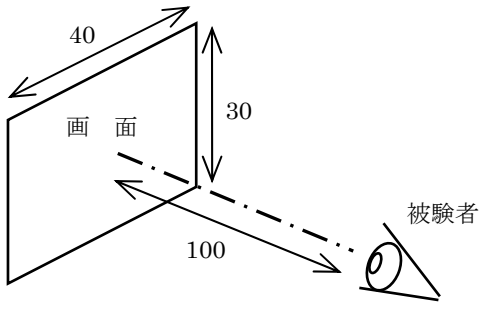
そこで、人間がある思考をしながら織物を観察した時に、織物のどの部分に注目しているかを調べるために本研究を実施した。

2　実験方法

観察試料となる織物は先染織物を用い、柄の大きさが異なる２つの織物を比較観察できるように用意した。

視点移動の測定では、実物の織物を観察して行うことが望ましいが、複数の画像を連続して観察するため、被験者の負荷を軽減する目的で、あらかじめ作製したビデオ画像を連続してテレビモニターに表示し、被験者に観察させた。

図１のように配置したモニターと被験者の位置設定で、ＮＴＳＣビデオ方式でモニター入力して表示イメージを１画像１分ずつ連続表示した時の被験者の観察の様子を視点軌跡追従装置（竹井機器工業㈱製の Free View (T.K.K.2920 型)）を使用して記録した。この時、織物の画像入力は約 300 万画素のデジタルカメラを用いて行い、図１のモニター画面において原寸大となるように拡大率を調整した。



単位：cm

図１　被験者と試料の位置関係

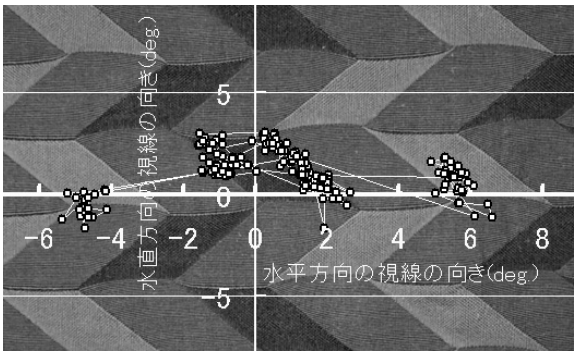


図２　視点移動の例（ジャカード模様）

3　結果と考察

視点移動観察の結果、検索用語となる思考イメージとの関連等については個人間のバラツキが大きく統計的に有効な結果は得られていない。視点移動として、絵柄に関係なく垂直。水平方向に移動する行動は多く認められたが、図２に示したような絵柄の輪郭に沿って視点が移動する行動も見られた。このような行動は図２に示した織物のほか、比較的大きく輪郭の明瞭な、長い不連続な糸すじ模様の柄、たて方向の緩やかな曲線の柄を持った織物の場合に認められた。

データのバラツキが大きかった理由として、被験者の数が不十分であったこと、測定時間の経過とともに頭部が動いて、目の位置が測定範囲外に移動したため、エラーデータが混入したこと、観察中に「何を思考して織物を見るのか」を明らかしなかったため、被験者間で視点のバラツキが大きいことが原因として考えられる。

4　結　　論

人間が織物の図柄を観察する時、図柄の幾何学的な形状に沿って視点を移動する行動があることがわかった。これより織物を観察した時の思考の中に、図柄の幾何学的特徴が関係している場合があると考えられることから、織物のイメージから得られる図柄の幾何学的特長を抽出すれば、織物の分類、検索に使用できる。さらに、被験者の数を増やしてデータ収集することで統計的にも有効なデータとするほか、視覚情報と実際の物性情報との相違等について、視線移動を利用した分析を行いたい。

（文責　佐伯光哉）
（校閲　古谷　稔）

〔経常研究〕

56　異種天然資源を利用した新規織物の開発に関する研究

佐伯　靖，藤田浩行，瀬川芳孝

1　目　　的

播州織産地の繊維素材は、綿、レーヨン等、非常に柔軟で膨らみのある風合いを持つ素材が多く、衣料製品に多用されているのが現状である。これらの素材を装飾品、内装材等へ製品展開を行うためには、素材に腰、張り等を付加する必要があり、本研究では綿糸について、製膜性の高い多糖類および蛋白質を用いた風合いの付与について検討した。

2　実験方法

2．1　綿糸への多糖類および蛋白質含浸試験

綿糸への含浸試験は、各種アミノ含有量の異なるポリグルコサミン１wt％(ChL6)および２wt％溶液(C70～C100)、牛皮可溶蛋白質 0.5wt％溶液(COL)をサイジングテストマシン(DIM-10 ㈱大栄科学精器製作所製)を用い、巻き上げ速度 2m/min、乾燥温度 120℃で 40 番綿糸(C#40)に処理した。

2．2　含浸処理綿糸の表面観察と特性試験

多糖類および蛋白質で処理した綿糸の表面観察は走査電子顕微鏡(S-800 日立製作所㈱製)を用い、1000 倍で行った。糸の特性試験は全自動単糸強力試験機(ST-2000 敷島紡績㈱製)で試験した。

3　結果と考察

綿糸における多糖類および蛋白質の含浸は、いずれも未処理より強力が増加し、伸びは低下した。また強力、伸びともに偏差も大きくなった。図１より綿糸の硬さは大きくなるが、繊維の特性にばらつきが見られる。

表１ 含浸処理した綿糸の特性

含浸試料 (アミノ含有率%)	平均強力 (N) (偏差%)	平均伸び (%) (偏差%)
未処理　　－	3.56　(6.9)	6.9　(5.2)
C70　　(63.3)	4.11 (11.0)	2.7 (17.7)
C80　　(72.7)	3.76　(8.0)	3.5 (12.1)
C90　　(85.8)	3.83　(7.3)	3.2 (13.0)
C100　　(96.8)	3.81　(8.3)	3.4 (13.8)
ChL6　　(80.3)	3.70　(8.0)	3.8 (13.8)
COL　　－	3.67　(8.0)	3.9 (11.4)
COL+ChL6　　－	3.66 (10.0)	3.6 (15.1)

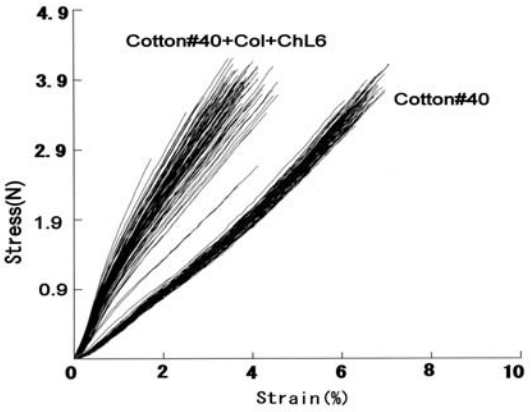
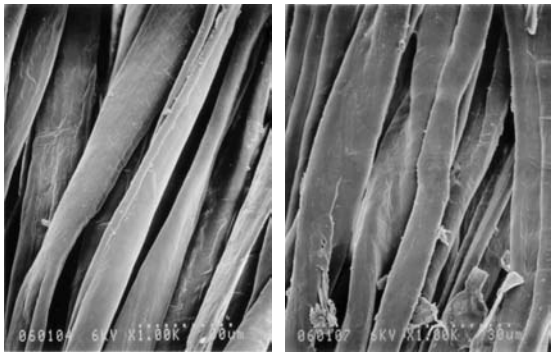


図１ 含浸処理した綿糸の強力と伸びの関係



(a)未処理　　(b)COL+ChL6 処理

図２　含浸処理した綿糸の SEM 像(1000 倍)

これは試料が繊維に均一に含浸されず部分的に繊維間が硬直しているためであると思われる。図２の SEM 像にみられるように含浸した繊維間での接着が見られた。繊維への均一な含浸条件(試料濃度、温度)の検討が必要である。

4　結　　論

綿糸の多糖類および蛋白質による含浸は、繊維の硬さを増加させるが、繊維間の接着による伸びの低下、特性のばらつきが見られるため、含浸試料の濃度、温度等の適正な試験条件の検討が今後必要である。

(文責　佐伯　靖)

(校閲　古谷　稔)

［経常研究］

57　酵素による糊抜き工程に関する調査研究

原田知左子，佐伯　靖

1　目　　的

製織を行うためには経糸を糊付けする必要があり、現在は主に澱粉とポリビニルアルコール（PVA）等を混合した配合糊が使用されている。この糊付けされた配合糊は、製織後は完全に除去されることが望まれており、この糊抜きが完全でなければその後の仕上げ加工に影響し、繊維製品の品質低下を招く。

PVA は、物理的性質では優れた糊剤であるが、製織後の糊抜きが困難な問題がある。PVA の除去方法には、熱水で洗い流すか酸化剤等を用いる方法があるが、播州織は先染織物であるため、色に影響のある酸化剤等の薬剤は使用できず、主に熱水処理で除去している。しかし、熱水だけでは PVA の完全除去は困難である。一方、澱粉の糊抜きには澱粉を分解する酵素処理が一般的に用いられている。PVA についても、分解する酵素処理は多くの大学、公設試等で研究がなされており、中でも川畑 [1]は糊抜剤として PVA 分解酵素を利用した研究を発表している。しかし、未だ製品化には至っておらず、その他にも実用化されている例はない。PVA の完全除去のために、PVA を分解する酵素処理の開発が望まれている。

ここでは、効率のよい PVA 分解を目指して、播州織産地からの PVA 分解酵素生産菌の探索を行った。

2　実験方法

2.1　PVA 分解酵素生産菌の探索

播州織産地のサイジング工場内外部の水路等より、汚泥等のサンプルを採取し、PVA 分解菌の分離源とした。

PVA 分解菌の分離のため、PVA を単一炭素源とした M9 最小培地［0.5%PVA（重合度 500）、0.6%リン酸水素二ナトリウム、0.03%リン酸二水素カリウム、0.05%塩化ナトリウム、0.1%塩化アンモニウム、1ppm チアミン塩酸塩、1mM 硫酸マグネシウム、0.1mM 塩化カルシウム］に寒天末を 2%になるように加えた平板培地を用いてサンプルを塗抹し、30℃で培養した。出現したコロニーを新たな平板培地へ植え継ぐことを繰り返してコロニーを分離した。

2.2　PVA の測定

Finley の方法 [2]に準じて、コロニーが出現した平板培地へヨウ素溶液を噴霧し、PVA 分解による透明なハローが形成されたものを PVA 分解菌とした。

3　結果と考察

播州織産地のサイジング工場内外部の水路等より採取した汚泥等のサンプルを、PVA を含んだ M9 最小平板培地へ塗抹し培養したところ、採取したほとんど全てのサンプルにてコロニーが出現した。１つのサンプルより何種ものコロニーが生育したため、分離のために何度か植え継いだ。また、違う採取場所でも同じような形態のコロニーが出現した。これらをまとめると、細菌らしき白いコロニーが３種、黄色のコロニーが１種、赤いコロニーが１種と、糸状菌らしき白い菌糸の菌株が１種、褐色の菌糸の菌株が１種採取された。白色コロニーの中には、培地を固めるための寒天をも分解しているように見えるものも存在した。

その中から、白色と黄色のコロニーについてヨウ素溶液を噴霧したところ、PVA 分解による透明なハローが見られ、PVA 分解菌であると判断した。（図１）

以上より、播州織産地から PVA 分解菌を取得することができた。

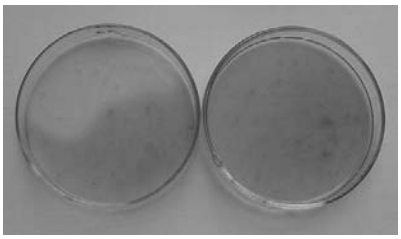


図１　ヨウ素溶液噴霧結果
左：分離した黄色の PVA 分解菌　右：植菌前の培地

4　結　　論

効率のよい糊剤中の PVA 分解を目指して、播州織産地から PVA 分解酵素生産菌の探索を行った。サイジング工場よりサンプルを採取し、PVA 分解菌の分離を試みたところ、PVA を単一炭素源とする最小培地にて数種の細菌、糸状菌の生育が認められた。細菌については PVA の分解も確認されたため、PVA 分解菌を取得することができた。

参 考 文 献

1)川畑悟郎，染色工業，48,No.2,(2000),69.
2)Finley, J. H.,　Anal. Chem., 33, (1961),1925.

（文責　原田知左子）（校閲　瀬川芳孝）

〔地域中小企業集積創造的発展支援促進事業〕

58　環境対応革（非クロム鞣し系およびクロム鞣し系）の製品化研究

安藤博美，松本　誠，礒野禎三，岸部正行，杉本　太，西森昭人，志方　徹

1　目　　的

中国を中心とする東南アジア諸国からの革製品の輸入が非常に増加している。このような状況に対応するため、増加する海外製品と差別化した革素材の開発が急務である。さらに、国内市場ではカバン、袋物および靴等の軽量革製品が要望され、ソフトで軽量な革の製造技術が業界から要望されている。そこで、本研究では、①機能性に優れた軽くてソフトな革の開発と②エコレザーの製品化と二次加工上の評価について検討することを目的とした。これらの得られた結果をエコレザー等の製革技術の改善に生かすことにより、市場適合型の製革技術を開発できる。

2　実験方法

2．1　ソフト軽量革の開発

2．1．1　　脱毛処理条件の検討

北米産塩蔵成牛皮を用いて、表１に示した４種類の条件で石灰漬脱毛処理を行った。すなわち、一般的に皮革製造工程で行われている処方（標準処方）、硬い傾向が強い処方（ハード処方）、ソフト傾向が強い処方（ソフト処方）および軽量化処方を行った。いずれも微粒子状石灰を用い、標準処方は酵素を用いた。ハード処方は水硫化ナトリウムの使用量が少なく、酵素を使用しなかった。ソフト処方は微粒子状石灰と酵素を多くし、軽量化処方は水硫化ナトリウムを少なく、微粒子状石灰を多く使用した。

石灰裸皮の分割厚さは3.5mmであり、同一分割厚さから以後の処理（クロム鞣し、再鞣し、染色・加脂、空干し、味取り、バイブレーション、トグル張り乾燥）を行った。

表１　脱毛時の各種薬品の使用量の比較

	標準処方	ハード処方	ソフト処方	軽量化処方
酵　素	0.3	0	0.5	0.3
硫化ナトリウム	1.0	1.0	1.0	1.0
水硫化ナトリウム	1.5	1.0	1.5	1.0
微粒子石　灰	1.5	1.5	3.0	2.5

（原料皮に対する割合を百分率(%)で示した）

2．1．2　分析および試験方法

脱毛皮中の全灰分はJIS K6550に準じ測定し、見掛け比重は試験片の表面積と厚さ、質量から計算で求めた。

2．2　エコレザーの製品化

2．2．1　クロム革および非クロム系エコレザーの購入および調製

カバン用および袋物用のクロム革と非クロム系エコレザーは市販品を購入した。婦人靴用のクロム革および非クロム系エコレザーは当センターにおいて調製した。

2．2．2　分析および試験方法

購入および試作革の液中熱収縮温度はJIS K6550に準じ測定し､溶出クロムは試料２ｇに対して酸性汗液100mlを加え、１時間抽出した後のクロム量をICP装置で分析した。遊離ホルムアルデヒドはJIS　L 1041の6.3.1　b) B法　2,4-ペンタンジオン（アセチルアセトン）法に従い測定した。

2．2．3　革製品の試作

カバン、袋物および婦人靴は専門業者に委託して加工を行った。なお、各専門業者から加工上の問題点について聞き取り調査を行った。

3　結果と考察

3．1　ソフト軽量革の開発

3．1．1　脱毛皮中の全灰分

ソフト軽量化に及ぼす脱毛条件について検討した。皮線維のほぐれ程度を比較するため、石灰裸皮の分割前の皮中の全灰分の測定結果を図１に示した。その結果、一夜後の全灰分は標準処方、ソフト処方および軽量化処方に多く、ハード処方に少ない傾向がみられた。これは、硫化物が少なく、酵素を使用しないことにより石灰の浸透が少なく、皮繊維のほぐれが少なくなったものと考えられた。

3．1．2　試作革の試験結果

軽量性については見掛け比重の測定を行った。その結果、標準処方が0.63、ハード処方が0.59、ソフト処方が0.61および軽量化処方が0.52であった。軽量化処方が革の軽量化に効果があり、その他の脱毛はほぼ同程度であった。

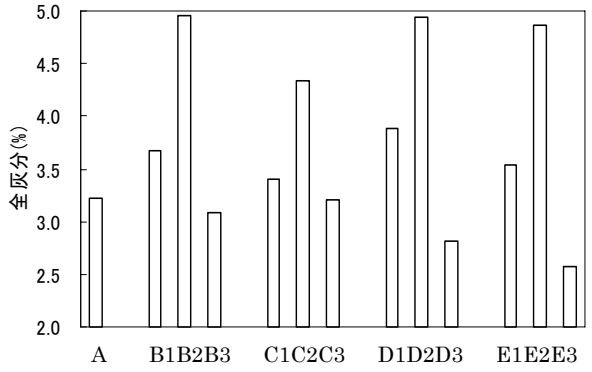


図１　全灰分の変化

Ａ：水戻し皮、Ｂ：標準処方、Ｃ：ハード処方
Ｄ：ソフト処方、Ｅ：軽量化処方.
数字の１、２および３はそれぞれ脱毛止め後、
一夜後、脱灰後を示す。

３．２　クロム革と非クロム系エコレザーを用いた製品化

３．２．１　購入及び試作革の分析

カバン用、袋物用クロム革と非クロム系エコレザーおよび当センターにおいて試作した婦人靴用クロム革と非クロム系エコレザーの分析結果を表２に示した。

表２　革の分析結果

	クロム含有量 (%)	溶出クロム (mg/kg)	遊離ホルムアルデヒド (mg/kg)	液中熱収縮温度 (℃)
カバン用クロム革	3.5	52	23	108
カバン用エコレザー	－	－	90	79
袋物用クロム革	3.8	39	22	110
袋物用エコレザー	－	－	20	80
皮工支クロム革	3.2	32	検出限界以下	113
皮工支エコレザー	－	18	160	103

なお、表中のエコレザーは非クロム系である。クロム革について、クロム含有量は3.2～3.8%の範囲であり、一般的なクロム含有量である。溶出クロムではＳＧラベル*（有害物質検査済み）基準をクリヤーしていた。遊離ホルムアルデヒドは、１点を除いて成人用のＳＧラベル基準値（150mg/kg）を満たしている。液中熱収縮温度はクロム革と非クロム系エコレザーとは明らかに差異がみられた。なお、皮工支試作の革は非クロム系エコレザーとクロム革の差は少なかった。

＊1995年１月に第三者機関のドイツ靴研究所が２つの専門機と協同で行った革および靴毛皮専用の有害物質検査済みラベル

３．２．２　製品化例

婦人靴、袋物およびカバンの試作結果を写真１～３に示した。加工委託業者における聞き取り調査の結果、婦人靴のクロム革は伸びがあり、銀面の色がやや薄色になり、エコレザーは伸びが少なく、製品革の色は変わらなかった。しかし、同じ仕様の靴について、製靴面においてクロム革と非クロム系エコレザーの差異はみられなかった。カバンおよび袋物についても、同じ仕様の革製品について加工上の差異は見られなかった。



写真１　試作した婦人靴



写真２　試作した袋物



写真３　試作したカバン

4　結　　論

1)　ソフト軽量革について、４種類の脱毛条件について検討を行い、軽量化処方による脱毛が製品革の軽量化に効果的であった。

2)　エコレザーの製品化について、カバン、袋物および婦人靴ともに同じ仕様でクロム革および非クロム系エコレザーを用いた製品の加工上の問題点はみられなかった。

以上の結果をエコレザー等の製革技術の改善に生かすことにより、市場適合型の製革技術を開発するとともに製品化が行えた。

参 考 文 献

1)　兵庫県立工業技術センター研究報告書, 13, 53(2004)
2)　平成17年度環境対応革開発実用化研究報告書, 日本皮革技術協会, 9(2006)

（文責　安藤博美）
（校閲　中川和治）

〔技術改善研究〕

59　耐熱性の良いエコレザーの開発

礒野禎三，西森昭人，杉本　太，安藤博美，志方　徹

1　目　　的

人と環境に優しいエコレザーが注目を集めている。エコレザーは、”Ecology”と”Leather”を合成した言葉で”Human Ecology(HE)”、“Production Ecology(PE)”、“Disposal Ecology(DE)”の3要素から成っている。当センターではエコレザーを、”HE”＝「クロム溶出と遊離 FA が少ない」、“PE”＝「クロム排出量が少ない」、“DE”＝「クロム含有量が少ない」革と考え、製造技術の開発を行ってきた。

エコレザーの製造方法としては、様々な方法が開発されているが、クロム鞣剤を使用しないノンクロムのエコレザーは耐熱性が低く、兵庫県産革の主要な用途である靴用には向いていない。そこで、クロム鞣剤の使用量を少なくし、クロム鞣剤の削減分をホルムアルデヒド(FA)で補填するコンビネーション鞣しによる靴用エコレザーの開発を平成15年度から行ってきた[1)]。平成16年度は、クロム鞣剤使用量を３％とし FA の使用量が鞣しや製品革の品質に及ぼす影響について検討した。その結果、溶出クロム量は通常のクロム鞣しより削減でき、FA８％とクロム鞣剤３％を使用してコンビネーション鞣しを行えば、通常のクロム鞣剤８％で鞣しを行った革とほぼ同等の品質の革が得られた[2)]。

そこで本年度は、より溶出クロム量やクロム排出量を少なくするために、FA の使用量を８％とし、クロム鞣剤の使用量が鞣しや製品革の品質に及ぼす影響について検討を行った。

2　実験方法

原皮としては、オランダ産キップ皮（16kg）を用い、常法による水漬、脱毛・石灰漬、脱灰・酵解及び浸酸を行ったものを使用した。浸酸皮は背線を中心に左右に分割した。一方の背を常法によるクロム鞣し（クロム鞣剤使用量８％）を行い対照革とし、他の背をコンビネーション鞣し実験に供した。

コンビネーション鞣しは、表１に示す処方で行った。FA の使用量は８％とし、クロム鞣剤使用量を１，２，３％とした。本年度は、より鞣しを進行させるために鞣し終了時の温度を従来より７℃高い 42℃とした。また、１実験当り半裁４枚(右背２枚、左背２枚)の皮を使用した。

鞣し後、1.3mm にシェービングし、アクリル系樹脂鞣剤と植物タンニンによる再鞣し・染色加脂を行った。

3　結果と考察

図１にクロム含有量の変化を示す。クロム含有量はクロム鞣剤の添加量に比例して直線的に増加したが、２％使用時には対照革の 3.1～3.6%の 1/3、３％使用時で 1/2 であった。

次に、耐熱性の目安である液中熱収縮温度(Ts)の変化を図２に示す。 １%使用時に 97℃、２%使用時にはク

表１　コンビネーション鞣し工程

工　　程	%	薬品	温度(℃)	処理時間	
浸酸	80	水　(20℃)	20		
	7	塩化ナトリウム		10 分間	
ホルムアルデヒド鞣し	8	ホルムアルデヒド（１：10）	20	3 時間	
	0.1	炭酸水素ナトリウム（１：20）	25	3 時間	
	0.1	炭酸水素ナトリウム（１：20）	30	3 時間	
		pH=3.4	35	OVN	
クロム鞣し	1,2,3	クロム鞣剤	38	3 時間	
	0.2	炭酸水素ナトリウム（１：20）	42	3 時間	
		30 分毎に 0.2%追加			
		pH 3.8 まで			
			42	3 時間	
				OVN	
			42	30 分間	排浴
馬掛け、シェービング					

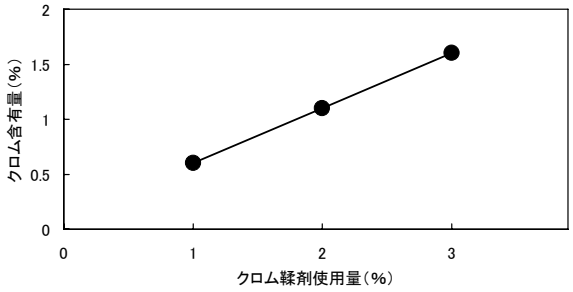


図１　クロム鞣剤使用量がクロム含有量に及ぼす影響

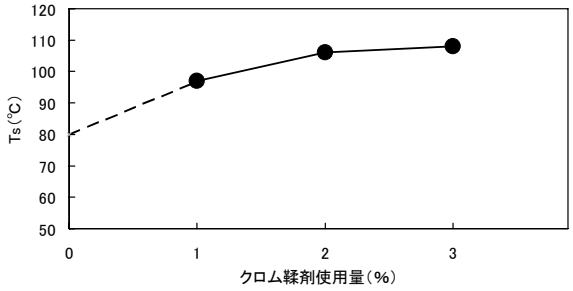


図２　クロム鞣剤使用量が Ts に及ぼす影響

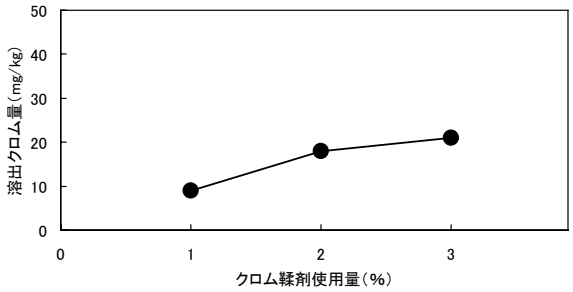


図３　クロム鞣剤使用量が溶出クロム量に及ぼす影響

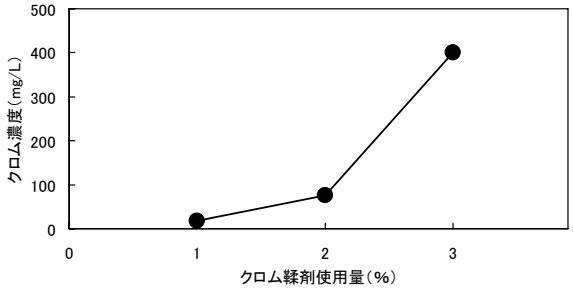


図４　クロム鞣剤使用量が排水中のクロム濃度に及ぼす影響

ロム鞣しの最低の目安である 100℃を超える 106℃となり、３％使用時には通常のクロム鞣革に近い 108℃となった。

靴用革の規格である JIS K 6551 では、クロム鞣し革の鞣しの程度をクロム含有量で規定し、通常の甲革では 2.5%以上、特に耐熱性を要するものでは 3.0%以上を要求している。本コンビネーション鞣し法では、クロム鞣剤を２％使用するとクロム含有量は 1.1%であるが通常の甲革に要求される耐熱性が得られた。また、特に耐熱性が要求される場合においてもクロム鞣剤３％を使用すれば、クロム含有量は 1.6%であるが、要求される耐熱性が得られると考えられる。

次に溶出クロム量の変化を図３に示すが、２％使用時には 18mg/kg、３％使用時でも対照革の 40～50mg/kg の 1/2 以下である 21mg/kg であった。

排水中のクロム濃度を図４に示すが、対照革の 2500～4000mg/L より大きく改善されていることがわかる。通常、クロム鞣し排液は他の工程の排水で 50 倍程度に希釈されるとされており、クロム鞣剤２％使用時の 76mg/L は 50 倍希釈で 1.5mg/L となり、水質汚濁防止法の排水基準を満足できると考えられた。

４名の専門家による官能検査を行った結果、クロム鞣剤を３％使用した革は、昨年度と同じく通常のクロム鞣し革とほぼ同等の評価が得られた。１％使用した革は、明らかに通常のクロム革とは異なっていた。２％使用した革は、充実性に問題はあるが、再鞣しの処方等を少し検討すれば実用化が可能であるとの評価が得られた。

4　結　　論

クロム鞣剤と FA を併用したコンビネーション鞣しについて、クロム鞣剤使用量の影響を検討した結果、

1. Ts は、クロム鞣剤を 2%以上使用すれば、甲革に必要な 100℃を超える 106℃となった。
2. 溶出クロム量は、大きく削減することができた。
3. 遊離 FA は、成人用の規制値である 75mg/kg 以下であった。
4. 鞣し排水中のクロム濃度も大きく削減でき、２％以下では、排水規制値の 2mg/L を満足できると考えられた。
5. クロム鞣剤を 2%以上使用すると、通常のクロム革に近い風合いが得られ、本コンビネーション鞣し技術は実用化が可能であると考えられた。

参 考 文 献

1) 礒野禎三, 杉本 太, 中川和治, 奥村城次郎, 兵庫県立工業技術センター研究報告書, **13**, 120(2004)
2) 礒野禎三, 杉本 太, 奥村城次郎, 志方 徹, 兵庫県立工業技術センター研究報告書, **14**, 100(2005)

（文責　礒野禎三）
（校閲　安藤博美）

〔技術改善研究「繊維性高分子の材料化技術に関する研究」〕

60　回収牛毛ケラチン由来の生分解性紫外線カットフィルム製造技術の開発

松本　誠，杉本　太，中川和治

1　目　　的

皮革製造における排水処理コストは高く、特に皮革汚泥の処理コストが高いため、汚泥量の削減が要望されている。牛毛の回収もその有力な手段の一つであり、回収した牛毛の利用方法の開発が期待されている。我々は回収した牛毛を有効利用すべく、農業用や建材用の生分解性紫外線カットフィルムの製造を検討してきた[1)]。しかし、従来法はNaOHによる処理で低分子化するため、作製したケラチンフィルムの機械的強度等が劣り、高分子量の可溶化ケラチンを得ることが課題であった。

そこで、牛毛を可溶化する際にバッチ式高温高圧水処理を行うことによって、高分子量の可溶化ケラチンを得る技術について検討した[2)]。その結果、水のみを溶媒とする可溶化条件（処理温度、保持時間）と牛毛からの可溶化ケラチンの分子量分布との関係について明らかにした。しかし、溶解率が低く、高分子量の可溶化ケラチンが少なかった。そこで、今年度は溶解率を改善し、高分子量の可溶化ケラチンを得ることを目的とした。

2　実験方法

2.1　牛毛試料の調製

バーバー法[3)]で牛毛を回収した。回収した牛毛は水洗し、脱脂後、粉砕して用いた。

2.2　牛毛の高温高圧水処理

ブールドン管式圧力計、安全弁、バルブを装備したステンレススチール製の反応容器(内容積 50cm^3，耐圧 45MPa，耐熱温度 450℃)に2.1で回収した牛毛 0.25g、蒸留水 20ml、尿素あるいはアンモニアを所定量加え、容器ごと 600℃の電気炉に挿入した。175℃に到達後、30 分間保持、その後すぐ反応容器を電気炉から取り出して水冷し、室温に戻した。高温高圧水処理で得られた反応液をろ過し、ろ液からの乾燥物の重量を測定した。牛毛の重量に対する乾燥物の重量比から、溶解率を求めた。

2.3　反応液のｐH測定

ｐHメータ　F-11（㈱堀場製作所製）を用いて、ｐH測定を行った。

2.4　反応液の分子量分布測定

ゲル浸透クロマトグラフ（GPC）により、高温高圧水処理で得られた反応液中に溶解している成分の分子量分布を推定した。分子量標準物質にはエノラーゼ、ミオキシナーゼ、チトクローム C、アプロチニン、グリシンを用いた。また、比較のために前報[1)]と同じアルカリ処理で得られた溶解物の測定も行った。カラムはファルマシア製のセファデックス HR75を用い、0.2Mリン酸ナトリウム溶液(pH6.8)を溶離液とし、流量は0.75ml/minであった。検出には紫外線吸光度検出器(210nm)を用いた。

3　結果と考察

3.1 牛毛の溶解率に及ぼす尿素の影響

尿素添加量と溶解率の関係を図１に示す。尿素を添加するほど溶解率が高くなるが、添加量を100㎎以上では溶解率が約71%となり、これ以上、添加量が増加しても溶解率は上昇しなかった。

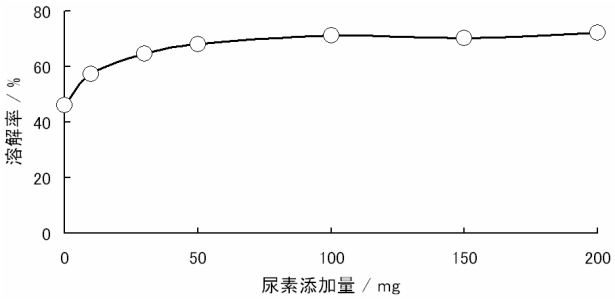


図１　溶解率に及ぼす尿素添加量の影響

尿素添加量とｐHの関係を図２に示す。高温高圧水処理を行う前のｐHは6～7とほぼ中性であった。しかし、処理後のｐHは8以上とアルカリ性になり、尿素添加量が増加するほど、ｐHは高くなったが、100㎎以上添加しても、ｐHは上昇しなくなった。これは高温高圧水処理を行うことによって、尿素が98%以上分解して、アミン類などのアルカリ性物質に変化したことによるものと考えられた。100㎎以上添加してもｐHが上昇しなくなったのは、高温高圧水処理によって、牛毛の主成分であるケラチンが分解され、反応液中に溶出している可溶化ケラチンが両性電解質として働き、ｐHの上昇を妨げていることによるものと考えられた。

牛毛に含まれるメラニンは、アルカリ性で溶出する。尿素を添加した場合、未添加で処理して得られる茶褐色の反応液よりも色が濃くなっている。従って、これは牛毛に含まれるメラニンがアルカリ性の反応液中により多く溶出していることによるものだと考えられた。

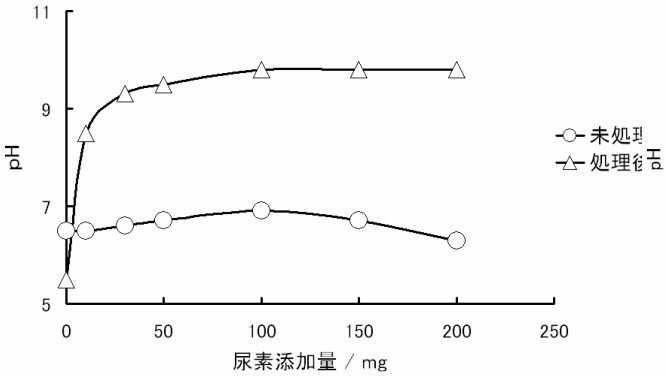


図２　pHに及ぼす尿素添加量の影響

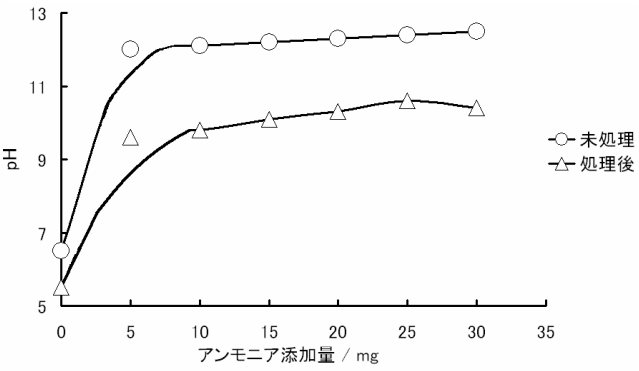


図４　pHに及ぼすアンモニア添加量の影響

３．２ 牛毛の溶解率に及ぼすアンモニアの影響

アンモニア添加量と溶解率の関係を図３に示す。アンモニアを添加するほど溶解率が高くなり、添加量25mgで溶解率は78%になった。しかし、それ以上添加量を増加しても溶解率は上昇しなかった。

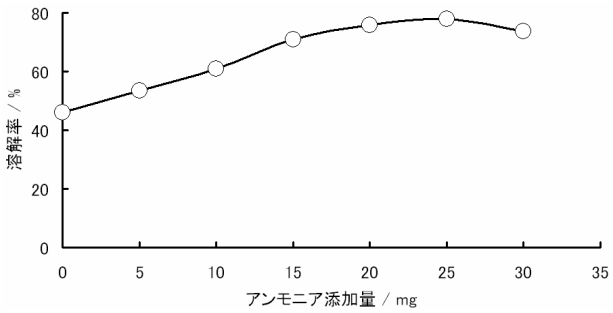


図３　溶解率に及ぼすアンモニア添加量の影響

アンモニア添加量とｐＨの関係を図４に示す。高温高圧水処理を行う前のｐＨは約12であるが、処理後のｐＨは約10になった。アンモニア添加量を増やしても、ｐＨはあまり変化しなかった。これは尿素で処理した時と同様に、高温高圧水処理によって牛毛が分解され、反応液中に溶出していた可溶化ケラチンが両性電解質であり、ｐＨの上昇を妨げていることによるものと考えられた。

アンモニアで処理した場合、尿素で処理した時よりも茶褐色の反応液は濃くなってくる。これは尿素で処理したときよりも、ｐＨが高いためメラニンがより多く溶け出していることによるものだと考えられた。

３．３　各処理条件における高分子量画分の収率

GPC で測定して分子量６万以上に相当すると思われる画分を高分子量画分とし、下記の式により、高分子量画分の収率を求めた。各処理条件における高分子量画分の収率を図５に示す。未添加で処理した場合、分子量は６万以下であった。

高分子量画分の収率(%)

＝溶解率(%)×高分子量画分の割合(%)／100

尿素あるいはアンモニアを添加した場合、未添加での処理やアルカリ処理よりも高分子量の成分を多く得ることができた。これは未添加で処理すると、主に毛髄質が分解され、毛表皮や毛皮質が分解されず残っていることから、高分子量と考えられる毛表皮や毛皮質が十分に可溶化されていないことによるものと考えられた。アルカリ処理では毛表皮や毛皮質が分解されるが、高分子量成分がさらに分解されるため、その収率の低下を招いたと考えられた。

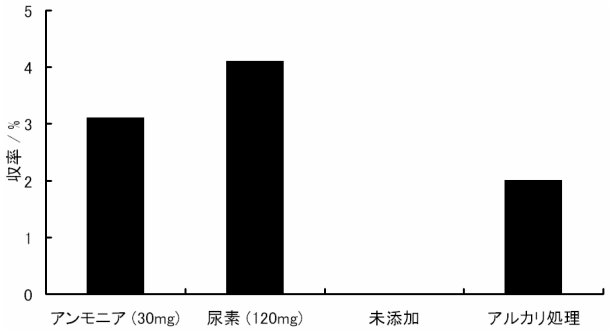


図５　各処理条件における高分子量画分(6万以上)の収率

４　結　　論

尿素もしくはアンモニアを添加することによって溶解率と高分子量成分の収率を改善することができた。この処理方法で得た高分子量の可溶化ケラチンを用いてフィルム強度のさらなる改善を図る予定である。

参 考 文 献

1) 松本　誠，西森昭人，杉本　太，奥村城次郎，中川和治，皮革科学，51(2)，78 (2005)．

2) 松本　誠，杉本　太，中川和治，毛利信幸，兵庫県立工業技術センター研究報告(平成 17 年版)，14、48 (2005)．

3) 中川和治，松本　誠，角田和成，皮革科学，47(4)，242 (2002)．

(文責　松本　誠)

(校閲　安藤博美)

〔経常研究〕

61　動的粘弾性法によるエコレザーの耐久性評価技術の開発

岸部正行，礒野禎三

1　目　　的

近年、地球環境に優しい商品に関心が高まっており、皮革工業においてもクロム鞣し革から非クロム鞣し革(エコレザー)へと生産の力点が移行しつつある。しかし、現在開発されているエコレザーはクロム鞣し革と比較して物性面特に耐熱性や耐老化性等の耐久性において劣っており、クロム革に取って代るまでに至っていないのが現状である。そこで、耐久性に優れたエコレザーの開発を支援するため、皮革の物性と鞣製条件との関連を系統的に研究する手法が必要となった。その研究法として繰返し加えた微小歪と応力の関係を少数試料で経時的に測定する計測法が有効であることを見出し、動的粘弾性法による耐久性評価技術の構築を図った。

2　実験方法

2．1　試料革

試料革は鞣剤としてクロム鞣剤単独、クロム鞣剤とホルムアルデヒド系鞣剤との併用、植物タンニンと合成鞣鞣剤を併用して、それぞれクロム革（５試料)、セミクロム革（５試料)、非クロム革（４試料）を調製した。

2．2 動的粘弾性測定

動的粘弾性測定は、固体粘弾性測定装置（レオロジ社製　DEV Ⅳ型）を用いて測定モード：圧縮、測定温度範囲：-100～200℃、周波数：100Hz、動的歪：2μmの条件で貯蔵圧縮弾性率（E')、損失圧縮弾性率（E"）及び力学的損失（Tanδ）を測定した。

2．3　ジャングルテスト

試料革のJIS部位（30×30cm）から採取した10本の試料片からランダムサンプリングして２組に分けた。１組（５本）をコントロール試料とし、残りの１組（５本）をジャングルテスト（温度50℃、相対湿度95%、48hr）用試料とした。コントロール試料及びジャングルテストを受けた試料に対して、動的粘弾性測定及び引張強さ測定（JIS K 6550）を行った。

3　結果と考察

3．1 ジャングルテスト前後における引張強さの変動

ジャングルテストとしては比較的緩やかな条件下であるが、テストを受けた革の引張強さ（TS）はクロム革、セミクロム革そして非クロム革によらずテスト前に比べて大きく低下するのが観察された。TSの低下率(ΔTS)は６～22%であった。一方、テスト前後においてE'、E"そしてTanδの動的粘弾性指標も大きく変動していることが分った(logΔE'：0.1～1.0)。

測定した14試料のE'はテスト後程度の差はあるがほとんどの場合低下するのが観察された(図１)。ジャングルテスト後に起きるE'の低下は熱水蒸気の作用による皮コラーゲン線維の切断、線維間及び線維内の架橋の崩壊及びコラーゲン線維束径の低下等に起因すると考えられる。ジャングルテスト前後におけるΔTSとΔE'、ΔE"及びΔTanδとの相関を温度範囲-100～200℃に渡って調べた。その結果ΔTSはΔE'と高い相関を示すが、ΔE"及びΔTanδとの相関は高くないことが分った。ΔTSとΔE'との相関は測定温度範囲20～50℃におけるΔE'の値と高く相関することが分った。

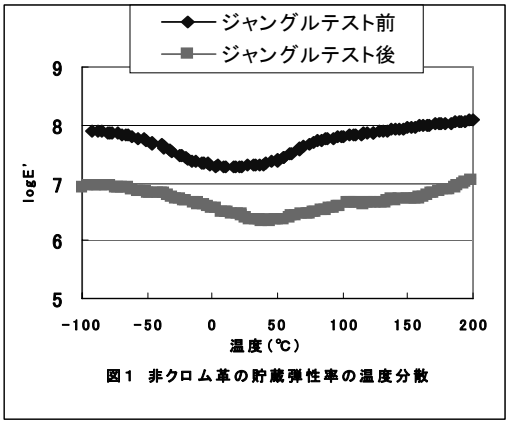


図1　非クロム革の貯蔵弾性率の温度分散

クロム鞣し、セミクロム鞣し及び非クロム鞣し等の鞣製法の違いがジャングルテストに及ぼす影響を調べた。その結果、クロム鞣革については大きくΔE'が変動してもΔTSは余り変らないが、非クロム革及びセミクロム革については僅かなΔE'の変動によってΔTSが変化することを認めた。

4　結　　論

１．ジャングルテスト前後の革について行った引張強さ測定及び動的粘弾性測定からΔTSとΔE'との間に高い相関があることを認めた。

２．ΔTSとΔE'との間の相関は鞣製法の違いによって著しく異なることが分った。

３．ΔE'を小さくする鞣し条件を検索することによって耐久性に優れたエコレザーの開発が期待できる

（文責　岸部正行）

（校閲　中川和治）

〔経常研究〕

62　鞣し工程におけるクリーン技術開発（３）

杉本　太,　西森昭人

１　目　　的

鞣し後の未固着のクロムを分離回収することを目的として、これまでにカゼインを泡沫剤に用いた泡沫分離処理により、クロム単独溶液を分離回収できることを明らかにした[1)]。また、クロムを含む試水に塩化ナトリウムを共存させ、4g/Lカゼイン溶液1mLを加えてクロムのフロックを生成させた後、エタノール1mLを試水に加えて泡沫分離処理を行うと、100g/Lの塩化ナトリウムの濃度においてもクロムの泡沫除去に影響を及ぼさないことも報告した[1)]。本報では塩化ナトリウム以外の共存塩の影響や、鞣し排液を用いた泡沫処理によるクロムの分離効果の向上を目標とした。

２　実験方法

泡沫分離処理装置を図１に示す。

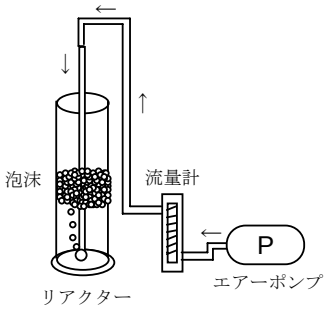


図１　泡沫分離処理装置

３　結果と考察

３．１ クロムの泡沫分離に及ぼす共存塩の影響

クロム(100mg/L)を含む試水に共存塩(カルシウム塩,マグネシウム塩,炭酸塩,炭酸水素塩,硫酸塩)を単独に加えて、4g/Lカゼイン溶液1mLの下で泡沫処理を行った。その結果、カルシウム塩3.8g/L,マグネシウム塩100mg/L,炭酸塩50mg/L,炭酸水素塩100mg/L以下の濃度でほぼ100%のクロム除去率が得られた。硫酸塩の場合は50g/Lの添加においてもクロムの泡沫除去に影響を及ぼさなかった。なお、炭酸塩や炭酸水素塩については、試水を40℃、3時間の前処理を行えば、クロム除去率は共存塩の添加濃度が50g/Lの場合でも、ほぼ完全にクロムが除去できることがわかった。

３．２ クロムの泡沫分離に及ぼすpHの影響

クロムを含む試水のpHを3～12に調節し、4g/Lカゼイン溶液1mLの下で泡沫処理を行い、クロムの泡沫分離に及ぼすpHの影響を調べた。その結果、pH7～10の範囲で99%以上のクロム除去率が得られ、このpH範囲でクロムは分離除去できることがわかった。そこで、pH制御のし易さも考慮してpHを9とした。

３．３ クロム鞣し排液中のクロムの泡沫分離処理

クロム濃度2230mgCr/Lの鞣し排液を50あるいは75mL取り、pHを9に調節してクロムのフロックを生成させる。カゼイン溶液を所定量添加した後、エタノール1mLを加え、水で全量を200mLとして泡沫処理を行った。

結果を表1に示す。50mLの試料量においては、カゼイン溶液を5または10mL添加すると、92%以上のクロムが除去できた。75mLの試料量においては、添加するカゼイン量を増加させることでクロム除去率は増加したが、50mLの試料量の場合と同様に、カゼインの添加量の増加と共に泡沫率も上昇するため、残液量は減少する。したがって、実排液中のクロム濃度に応じてカゼインを添加するには、生成するカゼインの泡沫量により制約があるものの、本報の泡沫分離処理は500mg/L程度のクロム濃度で分離除去できるものと考えられる。

表１　鞣し排液の泡沫分離処理結果

鞣し排液,mL	50	50	75	75	75
4g/Lｶｾﾞｲﾝ溶液,mL	5	10	5	10	20
処理液のCr,mg/L	43.8	5.6	222	147	58.8
ｸﾛﾑ除去率,%	92.2	99.0	73.5	82.4	93.0
泡沫率,%	64	79	83	80	80

４　結　　論

1)　カルシウム塩3.8g/L,マグネシウム塩100mg/L,炭酸塩50mg/L,炭酸水素塩100mg/L以下の試料への共存でほぼ完全にクロムは除去できた。一方、硫酸塩は50g／Lの添加においてもクロムの泡沫除去に影響を及ぼさなかった。

2)　クロム鞣し排液の泡沫処理によるクロム除去能を調べた結果、500mg/L程度のクロムを含む試料においても泡沫除去できることがわかった。

参 考 文 献

1) 杉本　太, 兵庫県立工業技術センター研究報告(平成17年版), 14, 101(2005).

（文責　杉本　太）
（校閲　中川和治）

〔経常研究〕

63　乾燥状態における皮革の耐熱性の評価方法の開発

西森昭人，礒野禎三

1　目的

皮革の耐熱性評価は主に JIS K 6550 の「液中熱収縮温度(Ts)」により行われている。この方法では革を 24 時間以上純水中に静置し、充分に水に馴染ませた後に水中で加熱して収縮開始温度を測定している。しかし、実際の製品製造工程下ではそのような場合は希である。そこで、我々は、皮革の実際の製靴条件での耐熱性を評価するのに適した方法を検討している。昨年の研究報告[1)]では、液中熱収縮温度、DSC による熱分析、加熱水蒸気および乾燥空気による熱処理における革の変形について調べ、乾燥状態と湿潤状態では変形への耐熱性に大きな違いがあることが分かった。今回は、乾燥雰囲気中での熱処理が革の硬さや引張強さ等の物性に及ぼす影響について比較検討を行った。硬さや引張強さなどの物性は、革製品の製造工程に関係する重要な因子である。また、革の熱重量分析の結果も併せて報告する。

2　実験方法

2.1　試料

実験には、クロム鞣剤３％とホルムアルデヒド２％を用いてコンビネーション鞣しを行った革（以下革Ｃ、Ts=100℃）と、その参照としてクロム鞣剤８％を用いて通常の方法で鞣した革（以下革Ｒ、Ts=114℃）を使用した。それぞれ JIS K 6550 に従って 20℃、65%RH で 48 時間以上静置した後に以下の測定を行った。

2.2　測定

2.2.1　硬さ変化

高温処理用の恒温装置で試験片を 100 および 150℃の乾燥雰囲気でそれぞれ 10 分間処理し、その前後での銀面の硬さをスプリング式硬さ試験機（Durometer Hardness Type A：図１）を用いて測定した。



図１　硬さ試験機

2.2.2　引張試験

硬さ変化を測定した試料について引張試験を行った。

2.2.3　熱重量分析

室温から 300℃の温度領域で毎分 10℃の加熱速度で重量減少を測定した。

3　結果と考察

3.1　硬さ変化

熱処理による硬さの変化を表１に示す。

表１　熱処理による硬さの変化

	硬さ		
処理温度	未処理	100℃	150℃
革 C	62	66	67
革 R	54	60	65

革 C では、100℃を超えた温度では硬さの変化がほぼ終了していることが分かった。革 R は 100℃を超えても更に変化しており、Ts の結果と対応している。

3.2　引張試験

熱処理による引張強さの変化を表２に示す。引張強さの変化に大きな差は見られなかった。

表２　熱処理による引張強さの変化

	引張強さ(MPa)		
処理温度	未処理	100℃	150℃
革 C	19	20	23
革 R	18	17	22

3.3　熱重量分析

両方の試料ともに 78℃にピークのある吸熱が観測された。また、室温から 100℃付近までの重量減少と 170℃を超えてからのなだらかな重量減少が見られ、革 C と R との間に差違はほとんど見られなかった。

4　結　　論

引張試験や熱重量分析では２つの革の熱処理による物性変化に大差は無かった。しかし簡便に測定することのできる硬さの変化には、その測定結果に違いが見られ、革の耐熱性を評価する際に使える可能性がある。今後は革の種類と試験点数を更に増やしてデータを蓄積し、検討を進める必要がある。

参 考 文 献

1)　西森昭人，礒野禎三，兵庫県立工業技術センター研究報告,14,102,(2005)

（文責　西森昭人）（校閲　礒野禎三）

所在地
（工業技術センター　センター神戸）
〒654-0037　神戸市須磨区行平町３丁目 1-12　Tel. (078) 731-4033　FAX (078) 735-7845
（機械金属工業技術支援センター）
〒673-0405　三木市平田 240-1　Tel. (0794) 82-0026　FAX (0794) 83-6230
（繊維工業技術支援センター）
〒677-0054　西脇市野村町 1790-496　Tel. (0795) 22-2041　FAX (0795) 22-3671
（皮革工業技術支援センター）
〒670-0811　姫路市野里 3　Tel. (079) 282-2290　FAX (079) 222-9043

兵庫県立工業技術センター研究報告　第１５号

（平成１８年版）

平成１８年９月１日　発行
発行所　兵庫県立工業技術センター
〒654-0037　神戸市須磨区行平町３丁目 1-12

１８産Ｔ２－００５Ａ４