ISSN　0918-0192
CODEN:HKSHEQ

兵庫県立工業技術センター研究報告書

第１６号

平成１９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１６号

目　次

無機材料系

1	アパタイト型イオン伝導体の緻密な薄膜の作製 （(独)科学技術振興機構「シーズ発掘試験事業」）	吉岡秀樹	1
2	酸化物系磁性半導体の作製とエレクトロニクスデバイスへの応用　（経常研究）	泉　宏和	3
3	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	4
4	エコマテリアル技術を活用した高機能建材の開発 （経常研究）	河合　進、泉　宏和、石原嗣生	5

金属材料系

5	ダイカストにおける完全充填スリーブ機構に関する調査・試験 （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）	兼吉高宏、山中啓市、柏井茂雄、後藤浩二	6
6	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	8
7	金属粉末による超精密ＲＰ作製技術の開発 （兵庫県 COE プログラム推進事業）	山口　篤、後藤浩二、富田友樹、髙橋輝男、山中啓市、福地雄介	9
8	選択的レーザー焼結（SLS）間接法による金属粉末成形体の強度向上に関する研究　（重点領域研究）	山口　篤、後藤浩二、富田友樹	11
9	スズ－鉄系３元合金めっきプロセスの開発 （重点領域研究）	園田　司、兼吉高宏、泉　宏和、山中啓市	13
10	無電解めっき液の長寿命化に関する研究 （経常研究）	山岸憲史、西羅正芳	15

有機材料系

11	塩により可塑化された天然高分子の利用技術に関する調査研究　（技術改善研究）	平瀬龍二、長谷朝博、石原マリ、森　勝、中川和治、山中啓市	16

12　デンプンを主原料とした生分解性包装材および袋材の開発　（兵庫県 COE プログラム推進事業）　平瀬龍二、森　勝、中川和治　18

13　動的架橋型 TPE の構造と物性に関する研究（経常研究）　長谷朝博、森　勝　20

14　ゴム複合体の発泡化と物性制御に関する研究（経常研究）　鷲家洋彦、森　勝　21

15　高分子材料の力学的特徴と触感評価に関する研究（経常研究）　佐伯光哉、長谷朝博、平瀬龍二　22

生産技術系

16　３次元ＣＡＤモデルによるリニア駆動ユニットの解析（戦略的基盤技術）　阿部　剛、安東隆志　23

17　卓上型マイクロ加工システムの試作（産学研究発掘・育成事業）　安東隆志、富田友樹、有年雅敏、浜口和也、宋　詠燦　25

18　極小径用穴あけ加工システムの開発（(独)科学技術振興機構「シーズ発掘試験事業」）　安東隆志、富田友樹　27

19　紫外レーザビームを用いた次世代型半導体用研磨パッドの微細溝加工　（重点領域研究）　岸本　正、山口　篤、後藤浩二、富田友樹、秋山和男、殖栗成夫　29

20　超高速回転主軸によるチタン合金の高精度加工に関する研究　（経常研究）　浜口和也、宋　詠燦、有年雅敏　31

21　機械加工面の表面性状の改善に関する研究（２）（経常研究）　山本章裕、永本正義　32

22　３次元測定データを用いた加工誤差補正に関する研究（経常研究）　阿部　剛、有年雅敏　33

23　マイクロ機械・電子部品の強度評価に関する研究（技術改善研究）　野崎峰男、浜口和也、有年雅敏、富田友樹　34

24　刃物製品の強靭化のための材料試験技術の開発（技術改善研究）　永本正義、山本章裕、西羅正芳　36

25　低被ばくデジタルＸ線撮像装置の実用化研究（兵庫県 COE プログラム推進事業）　森山茂樹、柴原正文、松本哲也、金谷典武、後藤浩二、浜口和也　38

ロボット系

26	次世代ロボット用分布型触覚センサの可能性検証 （兵庫県ＣＯＥプログラム推進事業）	中本裕之、武縄　悟、一森和之	39
27	インダクタアレイを用いたパッシブ型３軸触覚センサの開発　（兵庫県産学官連携ビジネスインキュベート事業）	一森和之、北川洋一、中本裕之、武縄　悟	41
28	触覚機能を有する高機能ロボットハンドの開発 （経常研究）	中本裕之、北川洋一、一森和之	43

プロダクトデザイン系

29	ユーザビリティ評価によるデザイン改善手法の開発 （技術改善研究）	平田一郎、後藤泰徳、中本裕之、後藤浩二、富田友樹	44
30	自社保有技術を活かしたユニバーサルデザイン商品の開発支援　（経常研究）	稲葉輝彦	46

バイオ技術系

31	担子菌米による機能性成分含有酒類製造技術の開発 （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）	井上守正、吉田和利、大橋智子、浅川大地、吉岡秀樹、桑田　実	47
32	清酒もろみ管理技術の高度化　（経常研究）	井上守正、吉田和利、吉岡秀樹	49
33	食品素材の機能性に着目した新規食品開発手法の構築 （技術改善研究）	井上守正、原田　修、吉田和利、大橋智子、浅川大地、吉岡秀樹、桑田　実	50
34	薬効植物の高度利用と新規用途開発に関する調査研究 （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、大橋智子、桑田　実	52
35	過熱水蒸気乾燥による食品の高付加価値化に関する研究　（経常研究）	原田　修、大橋智子、桑田　実	54
36	多機能マイクロ流体チップによるDNA高感度・高速分析基盤技術の調査研究　（産学研究発掘・育成事業）	才木常正	55
37	培養細胞を利用した簡便な機能性評価法の構築 （経常研究）	吉田和利、吉岡秀樹、桑田　実	57
38	微生物叢の解析システムに関する調査研究 （経常研究）	大橋智子、桑田　実	58

情報技術系

39	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）	瀧澤由佳子、北川洋一、松本哲也、武縄　悟、一森和之	59
40	生体認証のためのセンシング技術の調査研究（経常研究）	松本哲也、北川洋一、一森和之	61
41	電磁波干渉における電磁波ノイズ測定の再現性評価に関する研究　（経常研究）	中里一茂	62
42	ビデオサーベイランスに関する研究（経常研究）	金谷典武	63
43	2.4GHz 帯（ZigBee）を用いた位置情報検出・測位システムの開発　（経常研究）	一森和之、北川洋一、武縄　悟	64
44	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が電磁界強度に与える影響－ （経常研究）	三浦久典、一森和之	65

繊維技術系

45	先染織物の新製品開発と商品化（重点領域研究）	瀬川芳孝、古谷　稔、佐伯　靖、藤田浩行、原田知左子、近藤みはる、上月秀徳	66
46	先染織物の小ロット化に対応した織物創作に関する研究　（経常研究）	古谷　稔、佐伯　靖、藤田浩行	68
47	アレンジワインダーを活用した多品種小ロット織物生産システムの高度化に関する研究　（経常研究）	藤田浩行、古谷　稔	69
48	繊維複合材料の開発（経常研究）	中野恵之、吉岡秀樹、桑田　実	70
49	斜め織織物の樹脂加工による形状安定性に関する研究（経常研究）	佐伯　靖、原田知左子、瀬川芳孝	71
50	糊剤分解酵素の検索（経常研究）	原田知左子、佐伯　靖、瀬川芳孝	72

皮革技術系

51	環境問題に配慮した非有機溶剤系仕上げ技術に関する研究　（重点領域研究）	西森昭人、松本　誠、中川和治、安藤博美	73
52	多品種小ロットに対応した染色技術の開発（経常研究）	松本　誠、杉本　太、礒野禎三	75
53	エコレザーの製品化研究（経常研究）	礒野禎三、岸部正行、杉本　太、西森昭人、松本　誠	76
54	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	77
55	濃色エコレザーの遊離成分の評価技術に関する研究（経常研究）	杉本　太、礒野禎三	78
56	靴用革の耐熱性の評価技術（経常研究）	西森昭人、礒野禎三	79

〔(独) 科学技術振興機構「シーズ発掘試験事業」〕

1　アパタイト型イオン伝導体の緻密な薄膜の作製

吉岡秀樹

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優れた特徴を持つ。しかし、電解質としてイットリア安定化ジルコニアを用いた従来型のSOFCでは動作温度が約1000℃と高く、耐久性、起動時間、構成材料の選択に課題が残っている。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、そのため中温域で高いイオン伝導性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1995年に発見された新しいイオン伝導体である[1)]。当所では、少量のマグネシウムを添加することによりイオン伝導度が増大し、中温型SOFC用の電解質材料として利用できる可能性を示した[2)、3)]。しかし実用化には、焼結体の強度が不足している。そこで、支持体となる電極上にアパタイト型イオン伝導体を薄膜として形成し、電解質膜として用いることを考えた。薄膜化による強度不足の解消とイオン伝導の増大が期待できる。一方、燃料電池用電解質には、緻密なイオン伝導性薄膜が要求される。本研究では、中温型SOFC開発の第一段階として、溶射法により金属または導電性セラミックス基板上への緻密なアパタイト型イオン伝導体薄膜の作製に取り組んだ。

2　実験方法

溶射膜の作製には、トーカロ㈱溶射技術開発研究所の直流プラズマ溶射装置を用いた。焼結・粉砕した粒径10～45 μmのマグネシウム添加ランタンシリケート粉末を装置に供給し、プラズマ出力21、29、38、44kWで鋼板、ステンレス板、導電性セラミックス板にそれぞれ約100μmの膜を作製した。X線回折(XRD)で結晶相を同定し、走査電子顕微鏡(SEM)で微細構造を観察した。

溶射膜の表面にスパッタリングまたはペーストで白金膜を作製して上部電極、金属または導電性セラミックス基板を下部電極とし、交流インピーダンス法によりイオン伝導度を評価した。

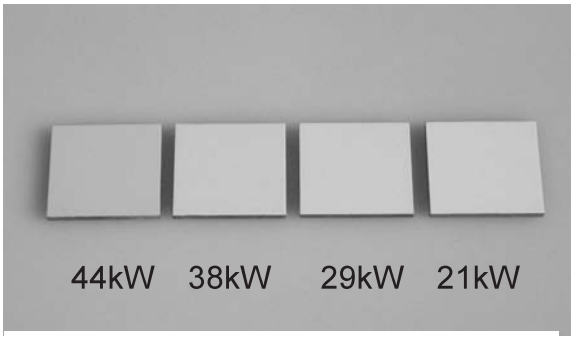


図１　鋼板上に異なるプラズマ出力で作製した溶射膜

3　結果と考察

図１に示すようにプラズマ出力21kWで作製した膜はほぼ白色であったが、出力が高くなるとやや緑色を呈した。図２にプラズマ出力38kWで作製したアパタイト膜の表面及び破断面のSEM像を示す。膜内に大きな空孔はなく、溶融・凝固したと考えられる盤状粒子が緻密に積層していることがわかる。図３に、プラズマ出力によるXRDパターンの変化を示す。溶射膜は原料粉末(sintered)と同じくアパタイト結晶構造によるピーク(A)を示している。また28度付近にはアモルファス相に起因する広幅な盛り上がりが観察され、出力の増大にしたがってアモルファス相の割合が増加することがわかる。

交流インピーダンス測定の結果、これらの溶射膜でイオン伝導性は確認できなかった。これは、アパタイト結晶粒子間にイオン伝導性の低いアモルファス相が存在しているためと考えられたので、熱処理によるアモルファス相の結晶化を試みた。その結果、800℃以上で熱処理

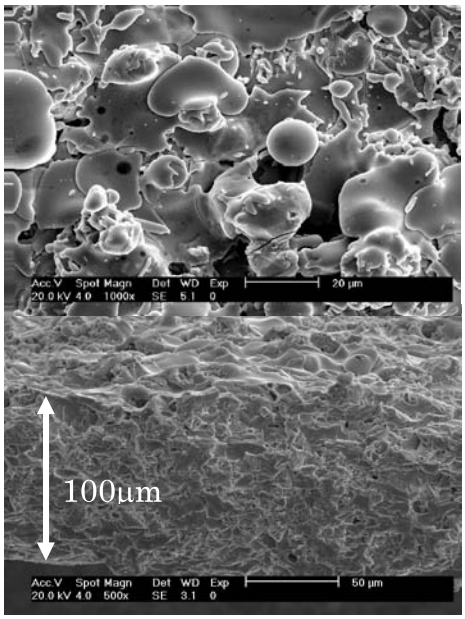


図２　出力 38kW で作製した溶射膜の表面及び破断面の SEM 像

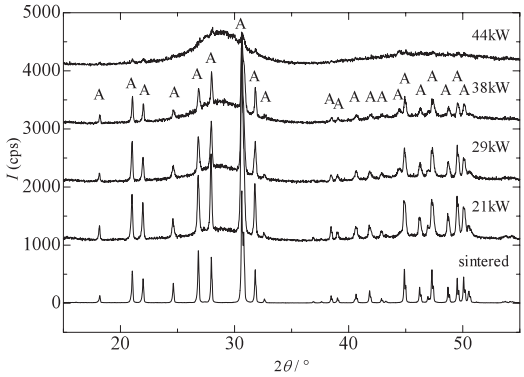


図３　溶射膜の XRD のプラズマ出力による変化

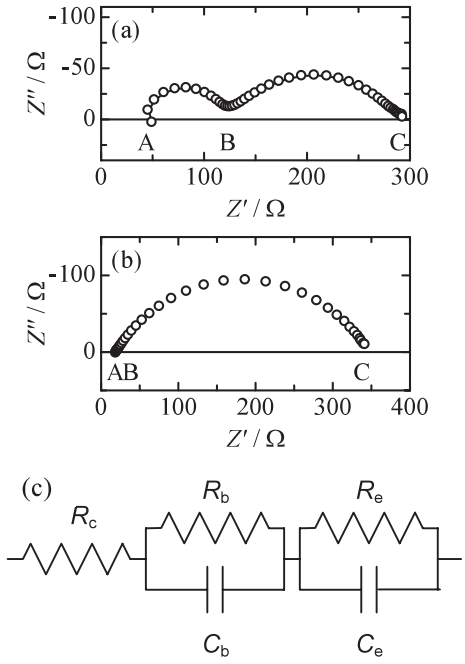


図４　交流インピーダンス（測定温度 700℃）のコール・コールプロット：熱処理温度 (a)800℃、(b)1000℃、(c)等価回路

した膜ではイオン伝導性が観察された。図４に導電性セラミックス板上に38kWで作製し、800℃及び1000℃で熱処理した試料の交流インピーダンスの実部対虚部のプロット（コール・コールプロット）を示す(測定温度は700℃)。800℃で処理した膜(a)では、原点を通らない２つの円弧が観察されたことから、等価回路は(c)のように、結晶粒内の抵抗R_c、アモルファス及び粒界相の抵抗R_b、電極界面抵抗R_eの直列抵抗で表される。図４(a)Aの抵抗値がR_c、BがR_c+R_b、CがR_c+R_b+R_eに相当する。一方、1000℃で熱処理した膜(b)では円弧が１つしか観察されなかった。これは、アモルファス及び粒界相に起因する円弧が消滅したためと考えられる。XRD測定により、熱処理後の膜ではアモルファス相が結晶化し、アパタイト単相であることが確認できた。

粒内結晶相、アモルファス及び粒界相、電極界面の各

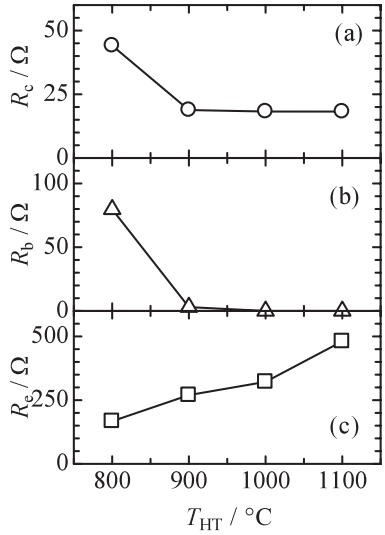


図５　各抵抗成分の熱処理温度による変化：(a)結晶粒内、(b)アモルファス及び粒界相、(c)電極界面

成分抵抗の熱処理温度に対する変化を図５に示す。結晶相の抵抗は900℃以上ではほぼ一定（伝導率に換算して2 mS/cm）であるのに対して、アモルファス及び粒界相の抵抗は900℃で激減し、1000℃以上で消滅している。これらとは逆に、電極界面抵抗は熱処理によって増加している。これは、電解質と電極の界面反応や熱膨張による接合の劣化に起因していると考えられ、基板や電極材料の最適化が必要である。

4　結　　論

（１）プラズマ溶射法により、金属、セラミックス基板上に緻密な薄膜を作製できた。

（２）溶射した膜は800℃以上で熱処理することにより、イオン伝導性を示した。

（３）溶射した膜はアパタイト相とアモルファス相の混合物であったが、1000℃以上での熱処理によりアパタイト単相になった。

謝　　辞

溶射膜の作製にご協力・ご助言をいただいたトーカロ(株)溶射技術研究所の谷所長、高畠チームマネージャー、原田技術顧問に感謝いたします。

本研究は、(独)科学技術振興機構の平成18年度シーズ発掘試験により実施しました。

参 考 文 献

1) S.Nakayama and M.Sakamoto, J.Euro.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)

（文責　吉岡秀樹）（校閲　桑田　実）

〔経常研究〕

2　酸化物系磁性半導体の作製とエレクトロニクスデバイスへの応用

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するのに対し、キャリアのスピン自由度を活用することで、新たな機能を発現しようとする「スピンエレクトロニクス」が注目され、不揮発性メモリや光制御機能を有するデバイスへの応用を目指した研究がなされている。

これまで、母体となる非磁性半導体に遷移元素を付活する研究が広く行われてきた。この結果、GaAs:Mnは約100Kという低温ではあるものの強磁性転移が確認され、従来の半導体デバイス技術の活用が可能なことから、活発な研究が行われている。さらに、ZnO:CoやTiO_2:Coでは室温においても強磁性が発現するとの報告がなされている。

これに対し、反強磁性-強誘電性マルチフェロイック物質として注目されている$BiFeO_3$は、バンドギャップ（電子が存在できないエネルギーの準位）が約2eVと報告されており、磁性半導体という観点からも興味深い。本研究では、パルスレーザー蒸着（PLD）法を用い、$BiFeO_3$薄膜を作製し、その特性を評価した。

2　実験方法

2．1　$BiFeO_3$焼結体の作製

Bi_2O_3およびFe_2O_3をモル比で1.05:1.00となるように秤量、混合し、一軸静水圧プレスにより成形して圧粉体を得た。空気中730℃１時間の仮焼後、粉砕ー再成形を行い、空気中810℃３時間の加熱によりターゲットに用いる焼結体を得た。得られた焼結体について、Ｘ線回折により生成物相の同定を行った。

2．2　$BiFeO_3$薄膜の作製

２．１で得た焼結体をターゲットとするPLD法により薄膜を作製した。基板には室温に保持した$Pt/SiO_x/Si$(100)を用い、1.3Paの酸素雰囲気中、ArFエキシマレーザー（λ=193nm）を繰り返し周波数10Hzで20000ショット照射した。成膜後、急速加熱装置（RTA）を用いて、空気中所定温度で５分間加熱した。得られた薄膜について、Ｘ線回折により生成物相の同定を行うとともに、電気的特性の評価を行った。

3　結果と考察

3．1　$BiFeO_3$焼結体の結晶構造

Ｘ線回折の結果、仮焼後の粉末には$BiFeO_3$の他に$Bi_{36}Fe_2O_{57}$などのBi過剰相が存在したが、焼結体ではほぼ単相の$BiFeO_3$が得られた。

3．2　$BiFeO_3$薄膜の特性

成膜直後の薄膜は非晶質であったが、500℃５分間の熱処理により、$BiFeO_3$結晶相が生成した。熱処理温度600℃では結晶性が向上したが、700℃以上では、$Bi_2Fe_4O_9$相が生成した。これは、高温の熱処理によりBiが揮発し、熱的に安定な$Bi_2Fe_4O_9$が生成したためと考えられる。

得られた薄膜のリーク電流-印加電場特性を図１に示す。今回得られた$BiFeO_3$薄膜（膜厚200nm）は、100kVcm^{-1}印加時のリーク電流密度が10^{-3}Acm^{-2}台であった。

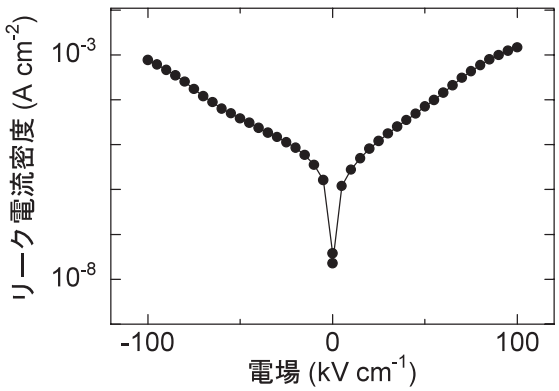


図１　$BiFeO_3$薄膜のリーク電流密度特性

リーク電流密度の印加電場依存性を解析したところ、20kVcm^{-1}以下の低電場印加時はオーミックな伝導が、それ以上の印加電場では空間電荷制限伝導が支配的であることが明らかとなった。さらに、50kVcm^{-1}以上ではリーク電流密度の増加傾向が大きくなっていた。これは注入電荷によりトラップが満たされ、トラップ充満限界を超えたためと考えられる。

4　結　　論

結晶性$BiFeO_3$薄膜が、PLD法による成膜とその後の熱処理により得られた。薄膜のリーク電流伝導機構は、低電場印加時はオーミック伝導、高電場印加時は空間電荷制限伝導であると推察された。

（文責　泉　宏和）

（校閲　園田　司）

〔経常研究〕

3　特性X線・蛍光X線スペクトルによる材料評価

山下 満

1　目　　的

立方晶窒化ホウ素(c-BN)は、窒化ホウ素(BN)の同素体の一つで、ホウ素と窒素がsp^3共有結合により強固に結合した結晶構造をもち、ダイヤモンドに次ぐ硬さを有す。熱的安定性や鉄に対する反応性の面でダイヤモンドよりも優れているため、焼入鋼や鋳鉄など鉄系硬質材料の研削・研磨用の砥粒や切削工具材として広く利用されている。B-N系の温度−圧力相図によると、低圧では六方晶BN(h-BN)、高圧ではウルツァイト型BN(w-BN)と立方晶BNの存在が知られている。c-BNの合成には低圧安定相のh-BNを出発物質として、高温・高圧下でより高密度な相への転移を促す衝撃合成法や高温高圧合成法が知られている。

本報告では、神港精機㈱が開発したイオンプレーティング成膜装置を用いて合成した硬質BN膜の物性を評価する目的で、エックス線マイクロアナライザー(EPMA)を用いてBN膜中のc-BNの有無に関して検討した結果について報告する。

2　実験方法

神港精機㈱製のイオンプレーティング成膜装置(AIH-16110SB)を用いて、基板電圧を-50Vから-100Vまで変化させ成膜した５つの硬質BN膜を試料とし た。なお、試料はいずれもシリコンウェハ表面に厚さ 1.0μm程度の膜厚で成膜されている。またc-BN標準試料には、高温高圧合成法により作製されたc-BN粉末を用いた。測定は島津製作所のEPMA-1500(θ_o=52.5°, V_{acc}=15kV, ϕ=100μm, I≒100nA)を使用し、ステアリン酸鉛(PbSt, d=5.01nm)を分光結晶に用い、時定数をT=5.0ms/0.03Åとして、ホウ素の発光スペクトル(B K: λ≒68Å)を測定した。

3　結果と考察

得られた硬質BN膜はいずれもこげ茶色であり、基板電圧が高くなるにしたがいヌープ硬度が 2000～4500[1,2]に増加した。高温高圧合成c-BN標準試料、および試作したc-BN膜のEPMA B Kスペクトルを図１に示す。なお、各スペクトルの強度は比較を容易にする目的で規格化して表示しており、また、図中に矢印で示した２つのピークは基板に用いたシリコンウェハに由来するSi K_αの高次線である。図１より、条件Bおよび条件Cの試料については、メインピークの長波長側にわずかながら成分を持っており、さらに、73.1Å付近のサテライトピークの強度も他の条件のものとくらべて大きくなっていることからc-BNの存在が示唆される。これは入射角 0.5° の表面X線回折により、ブロードながらc-BNのピーク(111)が検出された結果とも矛盾しない。

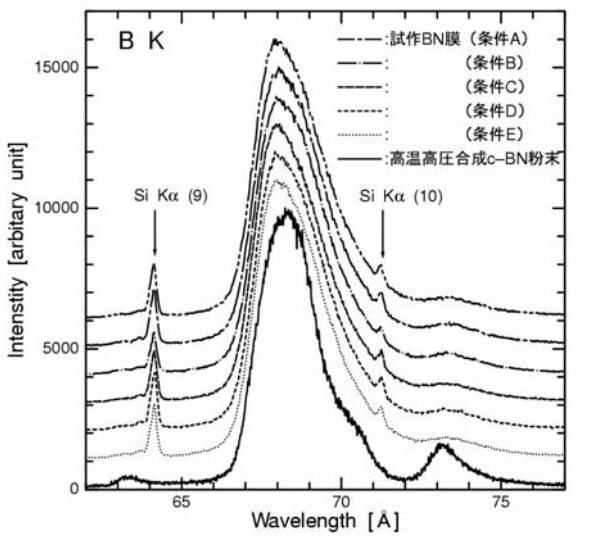


図１　高温高圧合成c-BN標準試料、および試作したc-BN膜のEPMA B Kスペクトル

4　結　論

神港精機㈱製のイオンプレーティング成膜装置を用いて合成したBN膜中のc-BN成分についてEPMAを用いて評価した。EPMA B Kスペクトルの解析から、c-BNの存在を示唆する結果を得た。c-BNの存在を確認するために、透過型電子顕微鏡を用いた硬質BN膜の直接観察を予定している。

参考文献

1)野間正男，小松永治，所　敏夫，大西宏明，小川圭二，中川平三郎：日本真空協会 第47回真空に関する連合講演会 (2006) p7-60

2)NAKAGAWA Heisaburo, OGAWA Keiji, KOHTANI Emi, NOMA Masao, TOKORO Tosio, 8th International Conference on Progress of Machining Technology (2006),113

（文責 山下　満）
（校閲 髙橋輝男）

〔経常研究〕

4　エコマテリアル技術を活用した高機能建材の開発

河合　進，泉　宏和，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

未風化の青色粘土は、南あわじ市松帆慶野の原土採掘場で採取し、自然乾燥後、0.425mm 以下まで粉砕して用いた。風化促進剤として２種の有機酸を使用した。

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有機酸を 0.1～1.4wt.%添加して、常温で３ヶ月間保持した。３ヶ月間保持した試料は、乾燥各試料 50ｇに蒸留水 250ml を加え、分散性、pH、電気伝導度の測定を行った。また、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。

3　結果と考察

図１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、有機酸添加試料では、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、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。

表１　pH、電気伝導度及び可溶性塩類測定結果

試料名	青色粘土	有機酸 A	有機酸 B
pH	8.02	4.78	5.42
E(mS/m)	14.0	74.1	33.5
Na(mg/l)	4.2	5.0	4.6
K(mg/l)	2.9	13.7	11.0
Mg(mg/l)	16.8	114	47.1
Ca(mg/l)	1.9	56.7	16.5

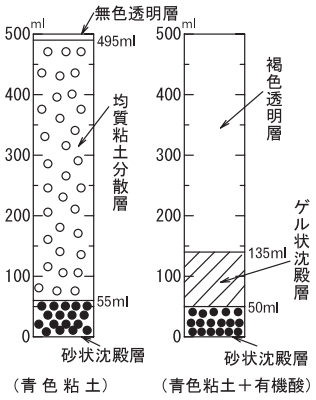


図１　分散性試験結果模式図

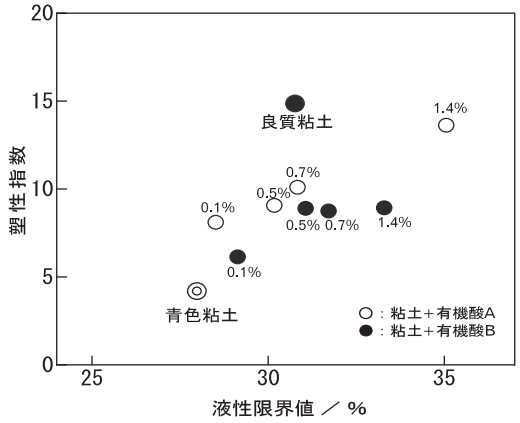


図２　液性限界値と塑性指数の関係
（図中％値は有機酸添加量を示す）

表１に有機酸1.4%添加試料のpH及び電気伝導度測定結果を示す。pHは有機酸の添加により４～５まで大きく低下した。これに対して、電気伝導度は大幅に上昇し、可溶性元素の増加も認められた。

図２に液性限界値と塑性指数の関係をプロットした塑性図を示す。有機酸の添加は、塑性指数を２～３倍に増加させ、有機酸A1.4％の添加では良質の青色粘土に匹敵する塑性指数が得られた。

4．結　論

有機酸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倍に増加し、良質の青色粘土に匹敵する特性が期待できる。

（文責　河合　進）（校閲　園田　司）

〔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〕

５　ダイカストにおける完全充填スリーブ機構に関する調査・試験

兼吉高宏，山中啓市，柏井茂雄，後藤浩二

１　目　　的

現在のダイカスト法は高圧・高速で金属を射出するため、ガス巻き込みが必ず発生し鋳物の品質の向上が望めない状況にある。その一方で、ダイカスト法は多量生産が可能で生産性に優れた製造法であることから、鋳造欠陥の少ない高品質なダイカスト製造法の開発はダイカスト製品市場拡大の点から強く望まれている。

本事業では鋳造欠陥の無いダイカスト製品の作製技術として、完全充填スリーブ機構を有するサーボ式ダイカスト装置、およびこれに付随する射出制御、ロボット、金型、塗型などの周辺技術を総合的に開発することにより、従来達成できなかった高品質で生産性に優れたダイカスト法の実用化を目指している。

特に、完全充填スリーブ機構は本技術の要であり、十分な調査および基礎的研究が必要である。本事業では、完全充填スリーブ機構に関する技術調査のための研究会とダイカストの注湯状態を透過Ｘ線装置により直接観察し、溶湯へのガス巻き込みについて基礎的検証を行い、完全充填スリーブ機構の可能性試験を実施した。

２　実験方法

直接観察用簡易射出装置の概略図を、図１に示す。本装置は、サーボモータを利用した直動装置、溶解炉、真空系、鋼製プランジャスリーブ、黒鉛鋳型などからなる。溶解炉で溶解したADC12溶湯（Al-Si-Cu系：汎用ダイカスト合金）は、スリーブ内を減圧することでスリーブ内に所定量の溶湯を吸引し、供給した。給湯後、直ちにプランジャチップを駆動し、溶湯をキャビティ内に射出した。

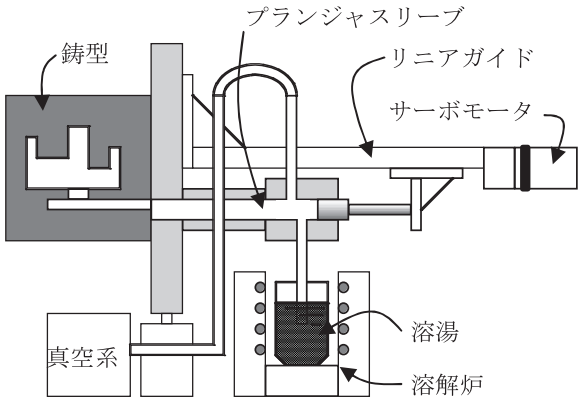


図１　簡易射出装置概略

黒鉛鋳型は、複ゲート円環状鋳物（TypeA）および矩形中子付矩形鋳型（TypeB）を用い、鋳型内の溶湯挙動を透過Ｘ線観察装置により観察した。また、鋳造シミュレーションによる溶湯挙動の再現、予測について検討した。

３　結果と考察

３．１　黒鉛鋳型内充填挙動

黒鉛鋳型内の溶湯充填挙動の一例（TypeA）を図２に連続写真として示す。実験条件、観察条件としては、溶湯吸引時の炉内溶湯温度約1073K、射出速度（プランジャチップの移動設定速度）0.3m/s、Ｘ線管電圧、電流はそれぞれ100kV、10mA、画像取り込み速度250fpsとした。

溶湯は、射出方向に傾きながらキャビティ内に流入した。その後、流入量の増加に伴いほぼ垂直方向に向きを変えたが完全に鉛直方向ではない。また、円形の中子に衝突する割合で比較すると、スリーブに近いゲートから流入した溶湯の方が大きい。そのため、対称な充填パターンとはならず、スリーブに近い側で溶湯同士が合流した。合流する際に気泡を取り囲んだが、最終的に小さな気泡に分かれていた。その他にも、充填初期から気泡は大量に流入していた。また、充填がほぼ完了した後も中子側面の流動可能領域を通って、溶湯とともにガスが移動する様子が観察された。

今回の実験で使用した吸引型のスリーブはスリーブ内が低真空状態であるため、従来の傾動型注湯設備と比較してガスの巻き込みが少ない手法であると考えられる。目視できるほどのガスが巻き込むことを考えると、キャビティ流入時にスリーブ内に残存するガスなどにより、充填までの短い時間にもかかわらずガス巻き込みの危険性があることが確認できた。これを防止するためには、スリーブ内の完全充填機構の開発が望まれる。

３．２　数値計算との比較

TypeBの直接観察と数値計算結果との比較例を、図３に示す。計算では、キャビティ内背圧を考慮し、ガスの巻き込みを予測した。観察結果と計算結果は概ね良い一致を示した。鋳型側面にガスが取り囲まれる様子も予測できていた。

これらの結果から、スリーブ内の充填が完全であったとしても（計算は、スリーブが完全充填している場合に相当する境界条件を使用）、中子等の側面ではキャビティ内のガスを巻き込む危険性があることがわかった。これ

を防ぐためには、キャビティ内を減圧し真空状態とするか、プランジャの移動速度を細かく制御し、中子等を通過する際の溶湯速度を低く抑える必要性があると考えられる。前者の場合、追加設備が必要となるが、後者の場合、サーボモータの特性を生かし、製品形状に応じた速度の精密制御を行うことで、実現可能であると考えられた。

（文責　兼吉高宏）（校閲　山中啓市）

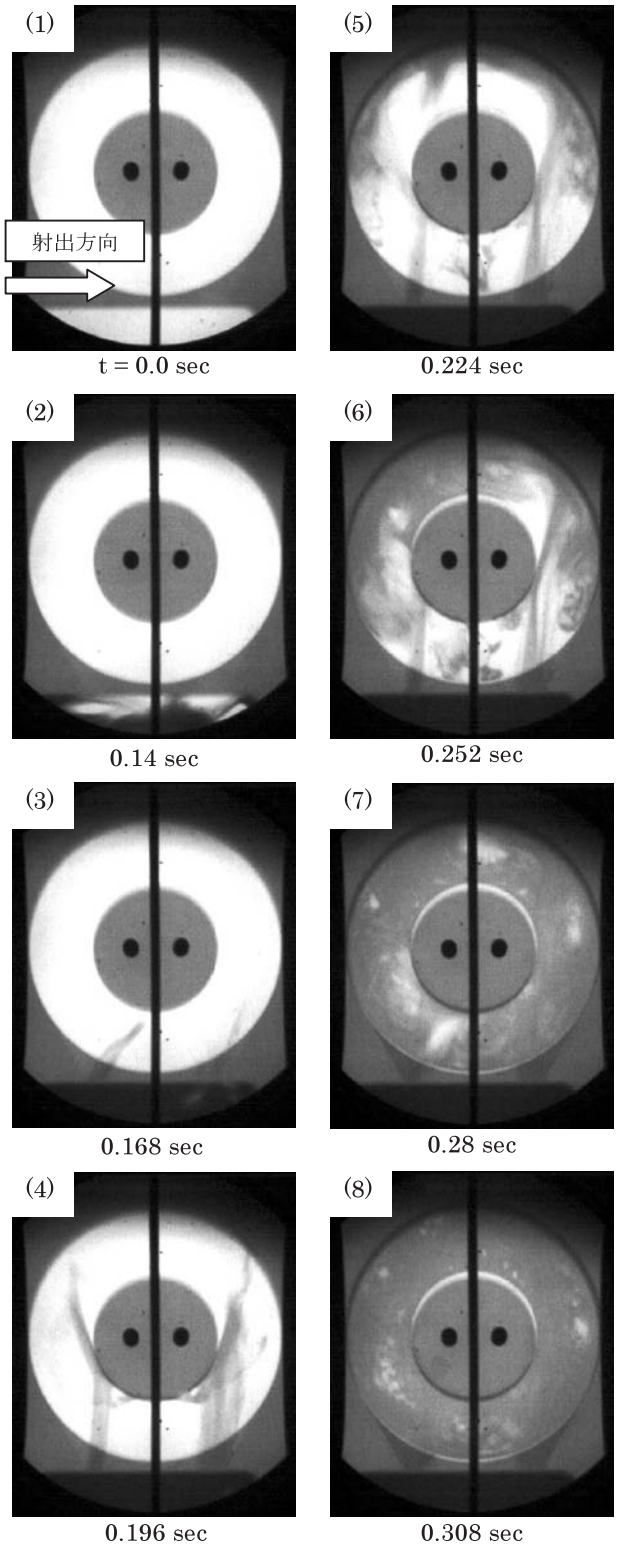


図２　直接観察結果（TypeA）

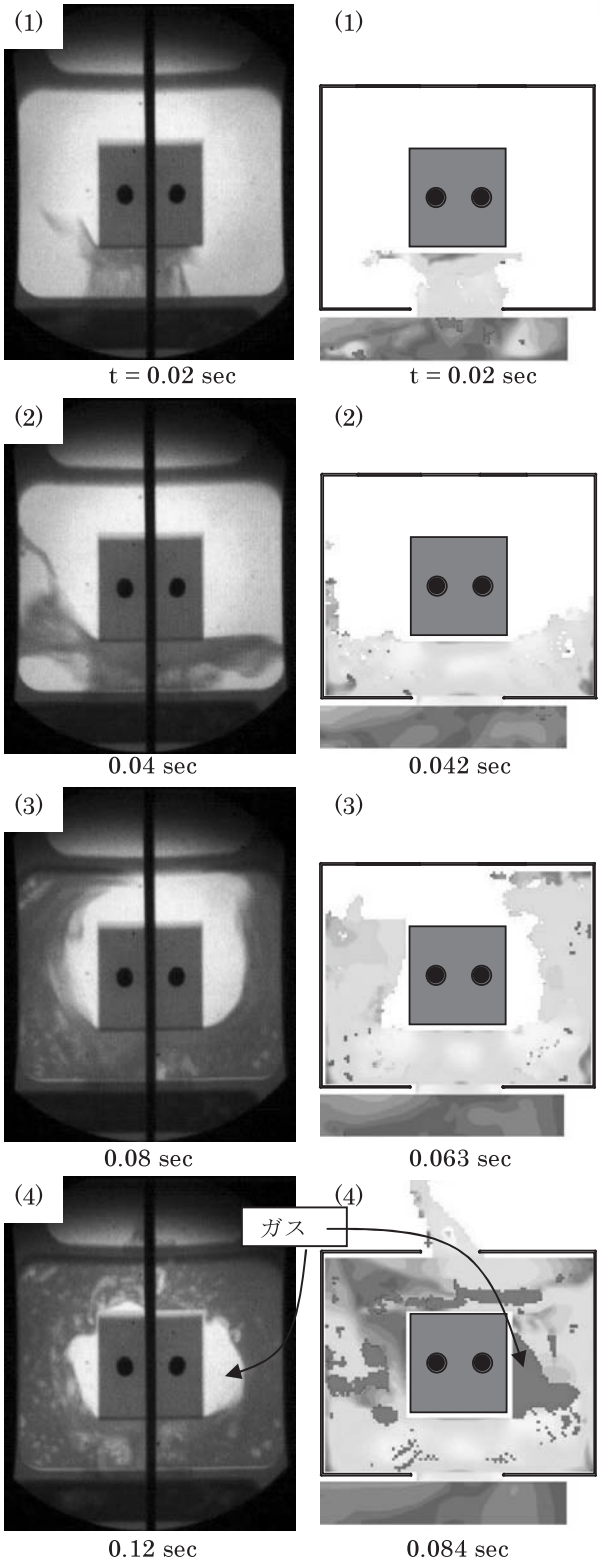


図３　直接観察と数値計算との比較（TypeB）
［左列］：直接観察結果、［右列］：計算結果

〔経常研究〕

6　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製造分野において三次元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。

本研究では、粉末積層ＲＰモデルによる鋳造技術の開発を行っており、昨年度は粉末ＲＰモデルを焼失させることにより石膏鋳型作製が可能であることを明らかにした。この鋳型作製法では、ＲＰモデルを石膏へ埋没後、焼失処理を行うが、この間のＲＰモデルの変形が問題となる。そこで今年度は、ＲＰモデルの寸法精度に及ぼすコーティング処理の影響について検討した。

2　実験方法

ＲＰモデルの作製は､粉末に接着剤を塗布､固化する方式の粉末積層装置（Ｚ社製：ZPrinter310）を用いて行った。粉末は、ＲＰモデル焼失処理時の燃焼性を考慮してデンプン粉末を用いた。ＲＰモデルのコーティングは、シアノアクリレート系接着剤中への浸漬により処理した。

コーティングによるＲＰモデルの寸法変化を非接触三次元測定装置を用いて測定した。また、石膏中での吸水によるＲＰモデルの変形を想定し、水中に浸漬した場合のＲＰモデルの変形量をリニアゲージセンサーを用いて計測した。

3　結果と考察

コーティング処理後の階段状ＲＰモデルの寸法変化について設計ＣＡＤデータと比較した結果を図１に示す。コーティング前の寸法偏差は平均0.05㎜程度と小さかったのに対し、コーティング後では、平均0.22㎜と大きくなっていた。また、変化量の分布幅はコーティング前が±0.2㎜程度であったが、コーティング後では±0.4㎜程度と広がり、その平均値はマイナス側へシフトした。すなわち、コーティング処理によりＲＰモデルは収縮することが明らかとなった。また、図２に示したリング状のＲＰモデルでは、全体的に収縮する一方で、局部的に膨張している部分が認められた。収縮の原因としてはシアノアクリレート系接着剤による硬化収縮が考えられる。また、局部的な膨張については、接着剤の硬化に伴う発熱により、ＲＰモデル内の空気が膨張したためと考えられる。

次に、コーティング後のＲＰモデルを水中に浸漬した場合、吸水による変形は認められなかった。このことから、シアノアクリレート接着剤により、ほぼ完全な防水処理が可能であることがわかった。

以上のように、シアノアクリレート系接着剤のコーティング処理により、ＲＰモデルの収縮、膨張など寸法変化が明瞭に認められた。この現象は､ＲＰモデルを用いた鋳型作製において鋳造品の寸法精度に大きく影響する。今後、コーティング処理にともなうＲＰモデルの変形の抑制、あるいはその補正を行うことにより、寸法精度の優れた石膏鋳型ひいては鋳造品の作製が可能となると考えられる。

（文責　兼吉高宏）
（校閲　柏井茂雄）

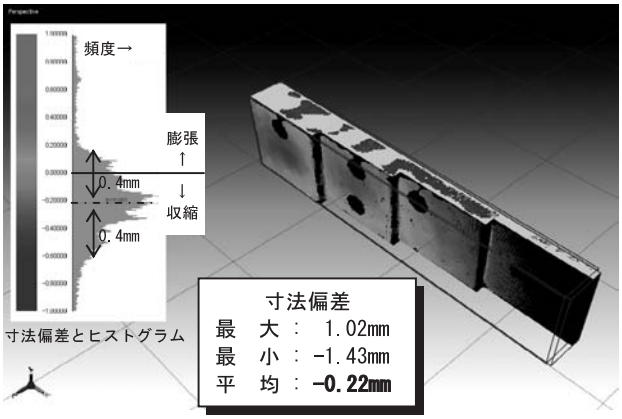


図１　コーティング処理によるＲＰモデルの寸法変化

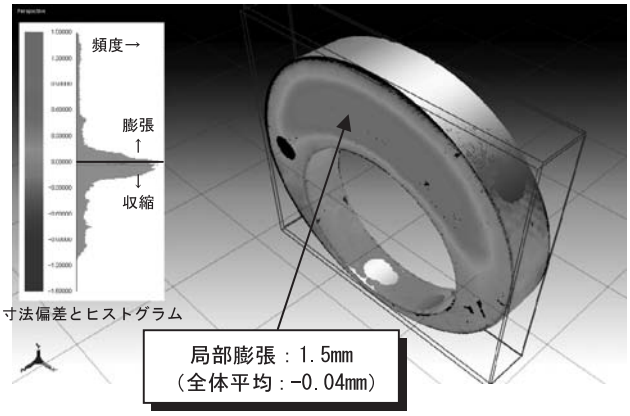


図２　コーティング処理によるＲＰモデルの局部膨張

〔兵庫県ＣＯＥプログラム推進事業〕

7　金属粉末による超精密ＲＰ作製技術の開発

山口　篤，後藤浩二，富田友樹，髙橋輝男，山中啓市，福地雄介

1　目　　的

近年、ものづくりのデザイン・設計・製作の各過程でデジタル情報を共有する 3 次元デジタルシステムが用いられ、製作過程においても迅速試作（RP：Rapid Prototype）技術が適用されている。この RP 技術のうち、紙積層造形技術、樹脂粉末積層造形技術は広く実用化されている[1)]。しかし、金属については金属粉末の選択的レーザ焼結(SLS:Selective Laser Sintering)法による直接法および間接法が試みられているが、安定して高精度な複雑形状を製作できる技術は確立されていない。強力なレーザで金属粉末を溶融凝固により結合する SLS 直接法は、金属粉末の溶解によるひずみが大きく複雑形状を精度良く作製することができない。一方、SLS 間接法は、樹脂で被覆された金属粉末を原料として弱いレーザで樹脂を溶融・固着させて金属粉末成形体（グリーン体）をつくり、その後樹脂を熱分解（脱バインダ）させ、その中に別の低融点金属を溶浸させる方法である。この方法を用いることで複雑な形状の部品造形が可能とされている。しかし、最適な溶浸条件が明らかでなく、それに適した炉も製作されていない。

本事業は上記問題点を解決するため、平成 17 年度は小型炉を使用して金属粉末 SLS 間接法に関する予備実験を行い、本法に適した大型溶浸炉を製作した。平成 18 年度は微細組織観察等を通じて溶浸機構を検討し、実装試験が可能な金属製部品の造形技術確立を目的として研究を行った。

2　実験方法

金属粉末には平均粒径約 17μｍの SUS420 鋼粒子に樹脂を被覆した”Laser FormST-200”（3D システムズ社製）を用いた。グリーン体の作製には粉末積層焼結装置“SLS Sinter Station HiQ”（3D システムズ社製）を使用した。図 1a に SLS 間接法による造形イメージを示す。50μｍ厚に敷き詰めた樹脂被覆金属粉末に、3D-CAD データを元に選択的にレーザを照射する。この作業を逐次繰り返すことで、3 次元造形を行う。そのグリーン体をアルゴンガス雰囲気の炉に入れ、焼結および Cu-Sn 合金（Cu-9.4mass％Sn-0.1mass％P）の溶浸を行った(図 1b)。 炉の温度プログラムを図 2 に示す。熱分析測定から、脱バインダ温度を 650℃、溶浸温度を 1070℃、保持時間を 32.4ks とした。

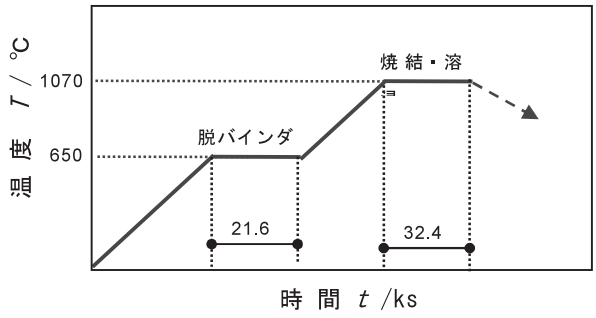


図２　脱バインダ・焼結・溶浸工程の温度制御

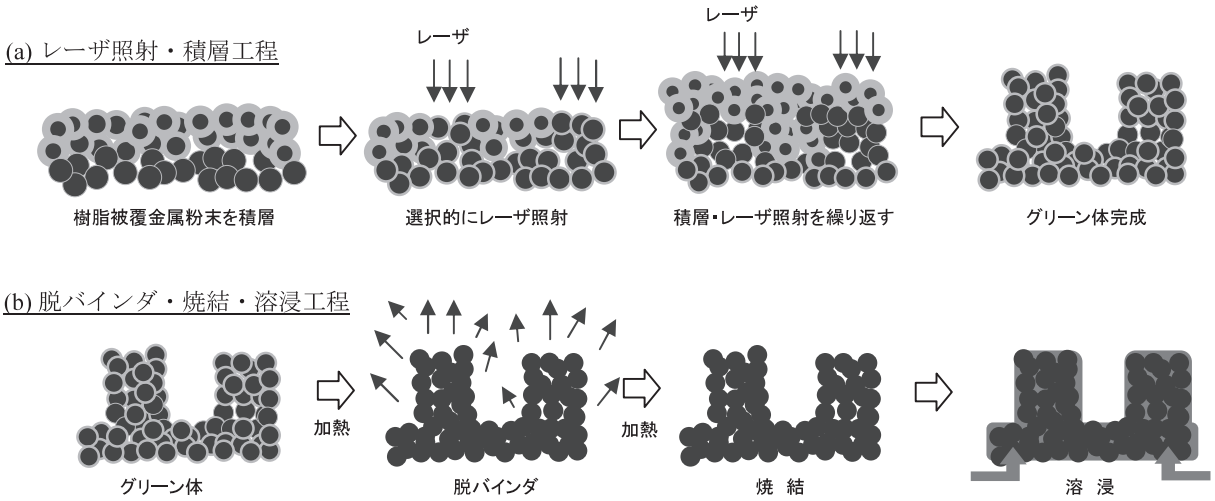


図１　選択的レーザ焼結（SLS）間接法による溶浸造形物の製作工程

3　結果と考察

3．1　小型炉実験

図 3 は 1070℃で 32.4ks 保持させて Cu-Sn 合金を溶浸させた場合の微細組織ある。この条件では空孔率 1%程度の非常に緻密な溶浸体が得られた。溶浸後のステンレス鋼の体積率は 58.4%で、溶浸前のそれとほぼ同じであった。寸法変化も 1%未満であることから、溶浸の過程でグリーン体を構成していたステンレス鋼粉末骨格は大きく崩れることなく、また、Cu-Sn 合金融液との過剰な反応は認められなかった。溶浸温度や保持時間を変化させた場合の組織観察から、溶浸過程において、ステンレス鋼粒子には凝集と流動による機械的な再配列が同時に起こり、最終的に焼結によって均一分布を有する骨格を形成するものと考えられる。

溶浸温度を 1090℃とした場合、融液が底面にしみ出し、結果的に空孔の多い組織となった。また、空孔の多い溶浸体は酸化雰囲気の場合や 1070℃より低い温度で溶浸した場合でもみられ、溶浸には温度制御および雰囲気制御が重要であることが分かった。

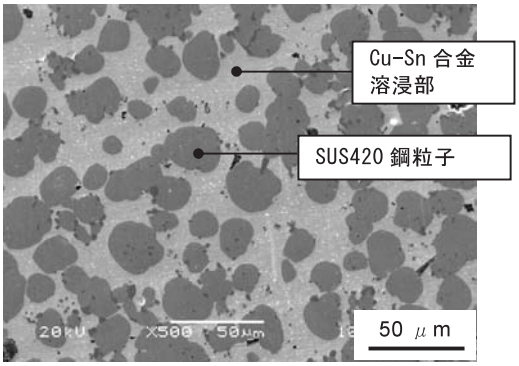


図３　溶浸体の微細組織

3．2　大型溶浸炉による実用部品の作製

小型炉実験で得られた知見をもとに、図４に示すような大型溶浸炉を設計・製作した。大型溶浸炉には、雰囲気制御、均一な温度分布、作業性が求められるため、大型造形物に適した密封型耐熱容器を用い、温度プログラムを制御することによって目的とする雰囲気や良好な温度分布を得ることができた。

複雑形状部品であるポンプインペラの試作品は、これまで砂型鋳造で製作していた。この工期を本法に置き換えることで、開発期間を短縮することができる。図 5(a)は本法で作製したインペラである。寸法測定・機械加工・インペラ性能試験等の評価を行った結果、実装試験に充分耐えられる部品であった。

発電用ボイラーノズルは切削加工によって製造されているが、工法の限界からガス流体を理想的に流す形状を製作できないのが現状である。本法により、ガス流路に理想的な曲線穴を有する図 5(b)のようなノズルを作製することができた。

4　結　　論

大型溶浸炉で Cu-Sn 合金を安定的に溶浸させる技術を確立することを目標として、下記の成果を得た。

1)1070℃で 32.4ks 保持することにより、空孔の少ない溶浸体の作製が可能であることが分かった。溶浸体の組織は主に、ステンレス鋼、Cu-Sn 合金の 2 相で構成されていた。



図４　大型溶浸炉

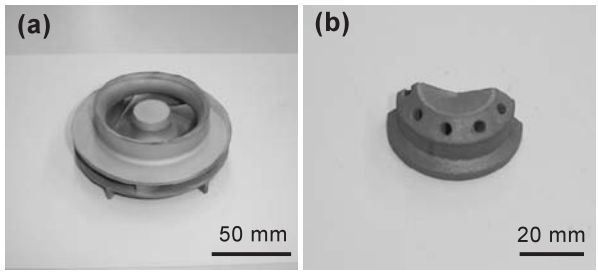


図５　本法で作製した造形物

2)SUS420 鋼に Cu-Sn 合金を溶浸したモーターポンプインペラ試作品を作製し、実装試験に耐えられる部品であることを確認した。

3)製作した大型炉は極めて良好な温度分布を有しており、大型造形物に適した密封型容器を用いることで、窒素雰囲気中で実用規模の部品を溶浸させることができた。

謝　　辞

本研究は、(財)ひょうご科学技術協会、ものづくり支援センター播磨、兵庫県立大学および企業 8 社と協同で実施したものであり、関係各位に感謝致します。

参 考 文 献

1)丸谷洋二,早野誠治,今中　暸：積層造形技術資料,オプトニクス社(2002)

（文責　山口　篤）
（校閲　髙橋輝男）

〔重点領域推進事業〕

8　選択的レーザー焼結（SLS）間接法による金属粉末成形体の強度向上に関する研究

山口　篤，後藤浩二，富田友樹

1　目　　的

近年、“ものづくり”にデザインや設計段階でデジタル情報を共有する3次元デジタルシステムが導入されるとともに、製作過程においても RP（Rapid Prototyping) 技術が適応されている。一般にその造形手法は光造形法、粒子堆積法、シート堆積法、粉末結合法などがある [1]。造形可能な材料は樹脂や紙などに限られてきたが、最近では金属での造形も可能となってきている。

金属製品の造形を可能とする、いわゆる金属 RP 法は金属粉末の選択的レーザ焼結（SLS：Selective Laser Sintering）と積層の繰り返しによって行われ、SLS 直接法および SLS 間接法の二つの方法がある。前者は、金属粉末を強力なレーザで直接溶融凝固させて積層造形を行う手法である。後者は、樹脂被覆された金属粉末を弱いレーザで樹脂のみを溶融・固着させた内部に多量の空孔を有するポーラスな造形体（以下、グリーン体）を作製し、後に高温・不活性雰囲気の炉内で「樹脂の熱分解（脱脂）」→「焼結」→「比較的融点の低い金属の溶浸」といった一連の過程を経て、金属粉末焼結体と溶浸金属の緻密な複合体（以下、溶浸体）を得る方法である。SLS 直接法では、ステンレス鋼やチタン等の金属粉末を溶融・固化させる方法に加え、高速切削を組み合わせて造形を行う金属光造形複合加工法などが開発され、射出成形精密金型などに実用化されている [2]。しかしながら、金属部品の作製という観点で考えると、SLS 直接法はレーザ照射による溶融を伴う性質上、中空部分を含む複雑形状の造形が困難である。

SLS 間接法は、モーターポンプインペラ、配管部品など、中空形状を含む金属部品を短納期・省コストで試作できる手法として有効である。現在のところ金属粉末と溶浸金属の組み合わせは、ステンレス鋼粉末製グリーン体にブロンズ（Cu-Sn 合金）を溶浸させる方法が主として行われており、その溶浸体の金属組織、機械的性質、寸法変化などが報告されている [3)4)]。本法を適用することによって、試作品の機能性を従来よりも向上させることができれば、試作品に留まらず小ロットの金属部品の迅速作製（ラピッドツーリング）も可能となる。

そこで本研究では、SLS 間接法により造形したポーラスな SUS420 ステンレス鋼製グリーン体に、Cu-Sn 合金よりも素材強度の高い Cu-Al 合金を溶浸させる実験を行うことで、溶浸体の強度向上を図った。また、溶浸温度を変化させた場合の組織、体積変化等への影響について検討し、溶浸体の特性を把握したので報告する。

2　実験方法

樹脂被覆金属粉末は、平均粒径 17μm の SUS420 鋼粒子に樹脂を被覆した”Laser Form ST-200”（3D システムズ社製）を用いた。脱脂後の粉末の化学組成を表1(a)に示す。その粉末を用い、粉末積層焼結装置“SLS SinterStation HiQ”（3D システムズ社製）によってグリーン体を作製した。間接法では、目的とする造形物に毛管現象によって溶融金属を溶浸させるため、タブとよばれる台座が必要となる。本実験では、10mm 角の立方体と引張試験片用造形物の二種類のグリーン体を設計し、造形物とタブを一体型として SLS 造形を行った。

これらのグリーン体の両端に、表 1(b)に示す化学組成の溶浸用銅合金を置き、アルミナ粉末で被覆した状態で炉内に収めて図1の温度制御プログラムで熱処理を行った。熱処理に伴って銅合金が溶解、毛管現象によってグリーン体内部に浸透し、ステンレス鋼粒子焼結体と銅合金が複合した溶浸体が完成する。溶浸温度を変化させ、立方体溶浸体の体積変化測定および SEM による組織観察を行った。

表1　金属粉末および溶浸金属の化学組成（mass%）および液相線温度

(a)SLS造形用金属粉末

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Ti	Nb	Fe
SUS420 鋼粉末	0.42	0.5	0.26	0.019	0.006	13.2	0.41	<0.01	0.78	<0.01	Bal.

(b)溶浸用銅合金（塊状）

	Sn	Al	Fe	Mn	Ni	Si	P	Cu	液相線温度
Cu-Al 合金(JIS CAC703)	－	9.76	4.49	1.06	3.31	0.01	－	Bal.	1075 ℃
Cu-Sn 合金	9.7	－	－	－	－	－	0.2	Bal.	1020 ℃

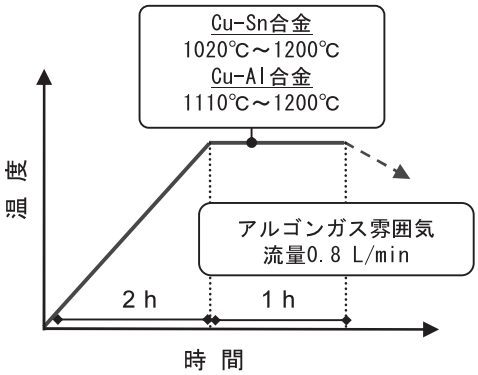


図１　熱処理プログラム

3　結果と考察

Cu-Sn 合金は 1020℃以上、Cu-Al 合金は 1110℃以上で溶浸が可能であった。溶浸体断面の組織例を図 2 に示す。両溶浸体ともに、SUS420 鋼粒子の隙間に銅合金が浸透しており、緻密な溶浸体が得られた。また、溶浸温度を上げるにつれ、SUS420 鋼粒子は凝集し、粗大化している様子が観察された。

表 2 は、受入材および溶浸体の硬さおよび引張強度である。Cu-Al 合金溶浸体の引張強度は、Cu-Sn 合金溶浸体に比べて約 20%向上した。受入材の高強度に加え、溶浸温度が高いことにより、SUS 鋼粒子骨格の焼結が進行したことに起因すると考えられる。

金属製試作品に本法を適用する場合、寸法変化を詳細に把握し、溶浸条件を決定する必要がある。そこで、立方体の溶浸前後の各辺長を計測し、溶浸温度と溶浸前後の体積変化を調べた（図 3）。Cu-Sn 合金溶浸体（○印）の体積変化は約 96%で溶浸温度を変化させても変化はみられなかった。しかし、Cu-Al 合金溶浸体（●印）は溶浸温度の上昇に伴い体積収縮し、1200℃では約 88%であった。しかも、Cu-Al 合金溶浸体には若干の反りが見られた。

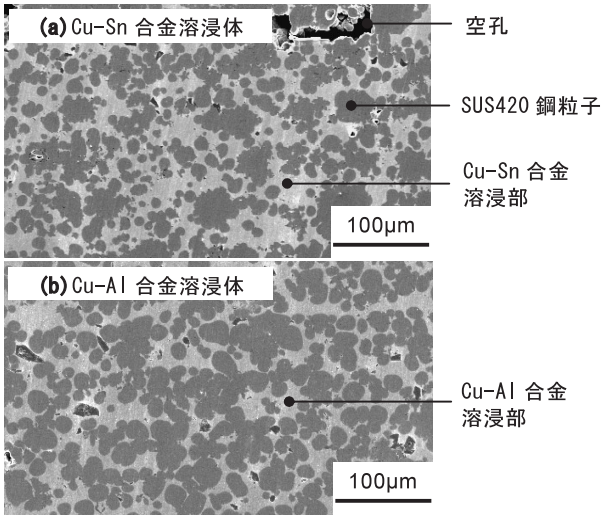


図２　溶浸体の組織写真（SEM）

体積変化において差異が生じた原因の一つは、両合金の溶浸開始温度の差であると考えられる。すなわち、SUS 鋼粒子骨格の焼結が比較的低い温度領域で溶浸を始める Cu-Sn 合金に対し、Cu-Al 合金は焼結が進んだ後に溶浸が行われる。Cu-Al 合金溶浸体は強度は高いが、寸法変化や反りを抑制するために溶浸条件等を再検討することが必要である。

表２　受入材および溶浸体の機械的性質

	硬さ HRB	引張強さ [MPa]
Cu-Sn合金受入材	56	337
Cu-Al合金受入材	87	684
Cu-Sn合金溶浸体 (1070℃)	90	547
Cu-Al 合金溶浸体 (1160℃)	97	653

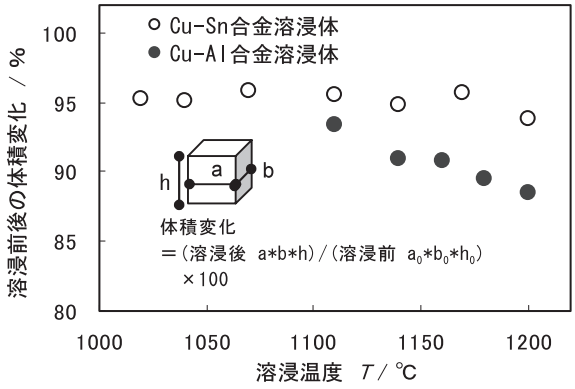


図３　溶浸温度と溶浸体の体積変化

4　結　　論

Cu-Al 合金は 1110℃以上で溶浸可能で、緻密な溶浸体を得られることが分かった。その硬さおよび引張強度はそれぞれ 97 HRB、653 MPa であり、Cu-Sn 合金溶浸体よりも引張強度で約 20%向上した。しかしながら、溶浸温度を変化させた場合、Cu-Sn 合金溶浸体は体積変化が少ないのに対し、Cu-Al 合金溶浸体は温度上昇に伴う体積収縮とを伴う。また、板状試験片では若干の反りが見られた。

参 考 文 献

1) 丸谷洋二,早野誠治,今中　暸：積層造形技術資料,オプトニクス社(2002)
2) 阿部　諭,東　喜万,吉田徳雄,小島道雄：型技術，21, 102(2006)
3) L.L.Seng,M.Umeda,K.Maekawa,S.Iida,T.Suzuki：粉体および粉末冶金,**49**,1098(2002)
4) D. Uzunsoy, I. T. H. Chang, P.Bowen : Powder Metall, **45**,251(2002)

（文責　山口　篤）
（校閲　後藤浩二）

〔重点領域研究〕

9　スズ－鉄系３元合金めっきプロセスの開発

園田　司，兼吉高宏，泉　宏和，山中啓市

1　目　　的

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。

代替法として、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し、めっき事業所への早期導入が必要である。すでにスズ－鉄合金めっき皮膜は、リチウム二次電池用負極特性に優れていることを報告した[1)]が、本研究では、電気めっき法によりスズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜を作製し、めっき外観、皮膜組成、表面形態、耐食性を調べるとともにエリクセン試験機により密着性を評価した。

2　実験方法

2．1　ハルセル試験

硫酸第一スズ 、硫酸第一鉄、硫酸亜鉛、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℃、総電流 1A 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　皮膜組成の分析および表面形態観察

皮膜中の鉄および亜鉛含有量は、銅板上に電析させた合金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。

2．3　耐食性評価

塩水噴霧試験および電気化学測定により、めっき皮膜の耐食性に及ぼす合金組成の影響を調べた。

2．4　密着性評価

エリクセン試験機により、押し込み深さを測定し、銅板および鉄板上めっき皮膜の密着性を評価した。

3　結果と考察

3．1　めっき外観に及ぼすめっき浴のpHの影響

図１に、ハルセル試験におけるスズ－鉄－亜鉛３元合金めっきの外観を示す。pH4 では高電流密度領域に無光沢領域が現れ、pH5 では半光沢および光沢領域が拡大した。また、pH6 および pH7 においても半光沢および光沢領域が観察され、平滑緻密なめっき外観が得られた。

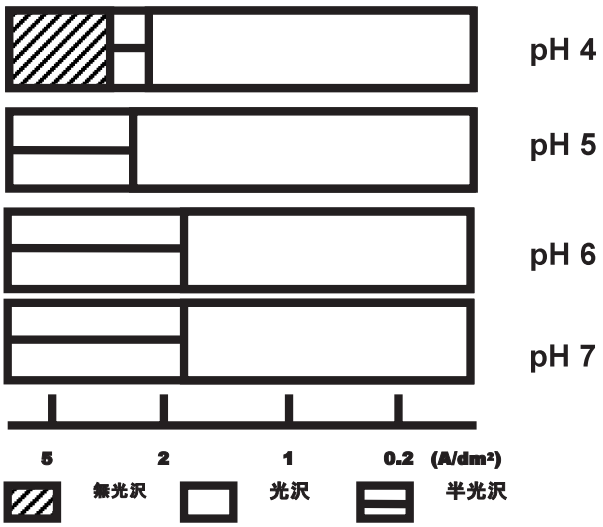


図１　めっき外観に及ぼすめっき浴のpHの影響

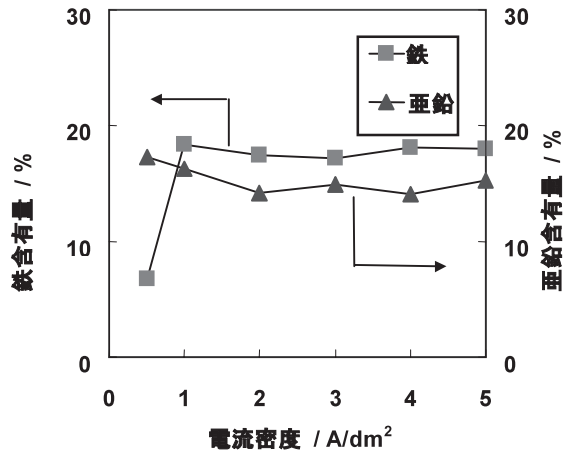


図２　スズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜中の鉄および亜鉛含有量に及ぼす電流密度の影響

３．２　めっき皮膜組成に及ぼす電流密度の影響

図２より、0.5A/dm²では、皮膜中の鉄含有量は低下したが、1～5A/dm²ではほぼ一定の鉄含有量を示した。一方、亜鉛含有量は、電流密度の増大に伴い、ほぼ一定の値を示した。すなわち、スズ－鉄－亜鉛３元合金めっきでは、0.5A/dm²において鉄含有量が低下するため、低電流密度領域でめっきする場合には、皮膜組成が変化しやすいが、1A/dm²以上では皮膜組成がほぼ一定となり、めっき浴組成の変動も少なくなることが示唆される。

３．３　めっき皮膜の表面形態に及ぼす電流密度の影響

図２における各電流密度での電析皮膜の表面形態を図３に示す。0.5A/dm²では、半光沢の外観を示したが、1～5A/dm²では、平滑緻密なめっき皮膜が得られた。

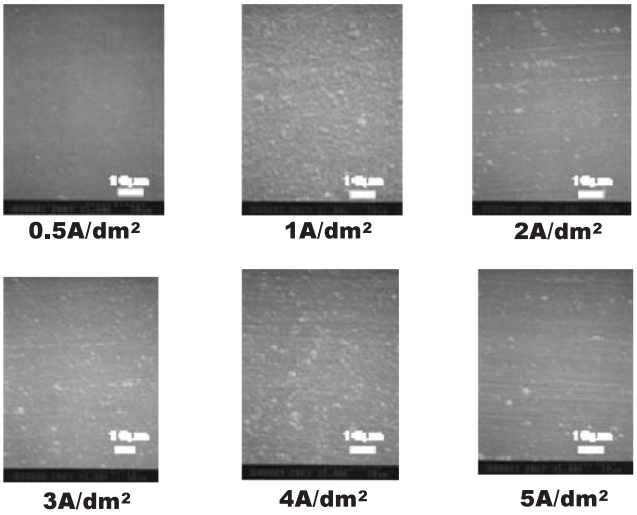


図３　スズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜の表面形態に及ぼす電流密度の影響

３．４　耐食性評価

塩水噴霧試験により、亜鉛めっき皮膜、スズ－亜鉛合金めっき皮膜およびスズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜の耐食性を評価したところ、72時間の塩水噴霧試験後において、亜鉛めっきおよびスズ－亜鉛合金めっき皮膜では白錆の発生が観察された。

一方、スズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜では、白錆の発生が抑制され、鉄の共析により亜鉛の溶出が抑制されることが示唆された。

図４に、0.05mol/dm³硫酸水溶液中での鉄板、スズめっき皮膜およびスズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜のアノード分極測定結果を示す。自然電位は、亜鉛含有量の増大に伴い卑な電位へシフトするとともに、鉄の自然電位より卑な電位領域において、電流密度が増大した。

一方、鉄の自然電位より貴な電位領域では、鉄含有量の増大に伴い電流密度は低下し、鉄の共析により、めっき皮膜の耐食性が改善されることを示唆する。

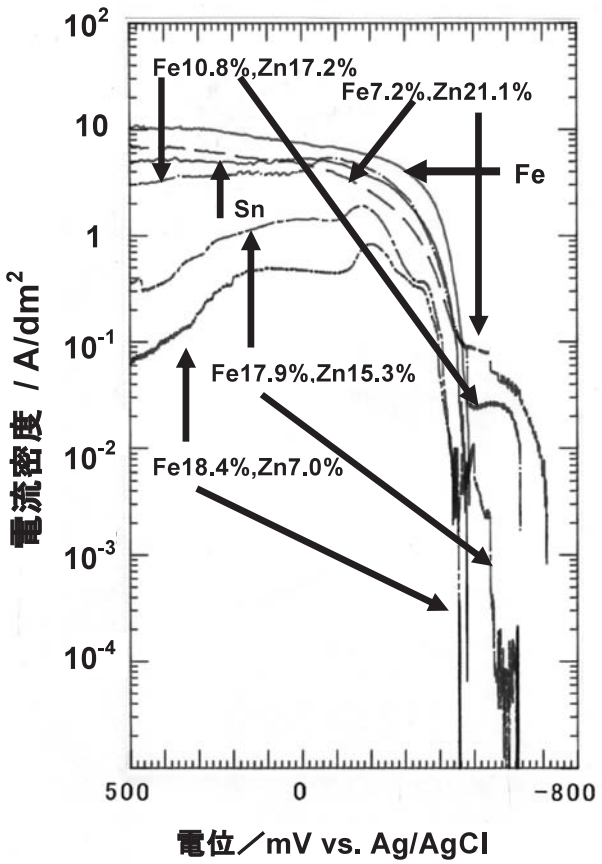


図４　スズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜のアノード分極曲線に及ぼす皮膜組成の影響

３．５　密着性評価

エリクセン試験機により、銅板上スズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜の押し込み深さを測定したところ、素地の銅板と同等の値が得られた。一方、鉄板上スズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜では、素地の鉄板より低い値を示したが、めっき皮膜の剥離は観察されなかった。

４　結　　論

スズ－鉄－亜鉛３元合金めっき皮膜の電気化学測定および塩水噴霧試験による耐食性評価、エリクセン試験機による密着性評価を行ったところ、耐食性、密着性に優れた特性を示すことがわかった。

謝　　辞

塩水噴霧試験およびエリクセン試験用試料の作製にご協力いただきました日鉱商事㈱表面処理事業本部　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　無電解めっき液の長寿命化に関する研究

山岸憲史，西羅正芳

1　目　　的

環境問題がクローズアップされる昨今、無電解ニッケルめっきの需要が増す一方で、化学物質や産業廃棄物に対する規制が強化される傾向を背景に、めっき老廃液の処理が問題となっている。そこで、無電解めっき液の劣化を抑え、長期にわたり使用できるよう、老廃液の再生利用が検討されている[1,2]。再生には、めっき反応で生成される亜リン酸の除去が必要である。これには、カルシウムイオンの添加による亜リン酸カルシウムの沈殿除去が検討されている。また、めっき液の成分補給・調整において、バッファーイオン(Na^+, SO_4^{2-}等)の蓄積増加がないことが要求される。本研究は、この様なニーズに対応して開発が進められている次亜リン酸ニッケルめっき液について、析出皮膜の形態や物性に及ぼすめっき条件の影響およびめっき液の再生法について調査・検討を行った。

2　実験方法

基本めっき液の組成は、0.1mol/L-次亜リン酸ニッケル，0.1mol/L-コハク酸，0.1mol/L-DLりんご酸で、50%次亜リン酸水溶液にて総次亜リン酸濃度を0.2mol/Lとした。これに、亜リン酸，硫酸ナトリウム，水酸化カルシウム等の添加条件を加え、pH4.8(KOHで調整)，液温90±2℃でめっきを行った。析出しためっき皮膜の表面形態を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。めっき皮膜の組成およびめっき液の成分分析は、ICP発光分光分析装置を用いて行った。マイクロビッカース硬度計(試験荷重：0.098N)を用い、めっき皮膜の硬さを測定した。

3　結果と考察

基本めっき液に亜リン酸を添加してめっきを行い、めっきに及ぼす亜リン酸の影響を調べた。亜リン酸の添加量が0.5mol/L以下ではめっきが可能であったが、1.0mol/L添加した浴はコロイド状の白色沈殿を生じめっき速度が約1/2になった。めっき液中に硫酸ナトリウムを1.0mol/L添加した場合、皮膜のリン含有率が9.8mass%から11.4mass%に、硬さが520Hvから540Hvへと共に増加した。また、図１に示すように皮膜表面の凹凸が大きくなった。水酸化カルシウムを0.01mol/L添加した場合では、皮膜のリン含有率が9.0mass%に、硬さが480HVへと共に減少した。以上のように、めっき液中に亜リン酸，硫酸ナトリウム，カルシウムが増加するに伴い、めっき皮膜の特性が変化して悪影響を及ぼすことから、影響を許容範囲内に抑えるためのめっき液の再生処理を行う必要性が示唆された。

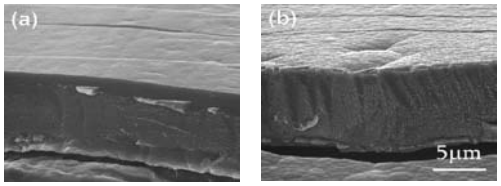


図１　めっき皮膜のSEM像(折り曲げによる破断面付近)
(ａ)基本めっき液，(ｂ)1.0mol/L-Na_2SO_4添加液

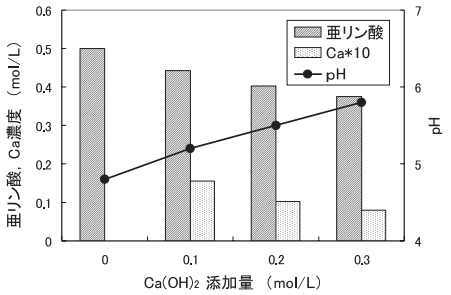


図２　水酸化カルシウム添加量と沈殿除去後の亜リン酸およびカルシウムイオンの濃度の関係

亜リン酸を0.5mol/L添加しためっき液を老化液に見立て、水酸化カルシウムを加えて亜リン酸の沈殿除去を試みた。水酸化カルシウム添加量の増加に伴い、形成される沈殿物(亜リン酸カルシウム)の量が増加した。沈殿除去後の液中の亜リン酸およびカルシウム濃度を測定した結果を図２に示す。何れも添加量の増加に伴って減少傾向を示した。また、めっき液を0℃に冷やし、硫酸ナトリウムの溶解度差を利用した析出分離を試みた。その結果、添加濃度が高い1.0mol/Lでは分離できたが、0.5mol/Lでは液全体が凍結し分離できなかった。

4　結　　論

無電解めっき液の長寿命化には、亜リン酸カルシウム沈殿除去法および次亜リン酸ニッケル，次亜リン酸水溶液を用いた成分補給が簡便で有効であり、液の再生作業は、皮膜特性への影響を加味した濃度管理を行いながら、間欠的に行う方法が有利であると考えられる。

参 考 文 献

1) 神戸徳蔵：無電解めっき，槇書店，(1985),p.127.
2) 堀川　健，CREATIVE，4，41 (2003),

（文責　山岸憲史)(校閲　西羅正芳)

〔技術改善研究事業〕

11　塩により可塑化された天然高分子の利用技術に関する調査研究

平瀬龍二，長谷朝博，石原マリ，森　　勝，中川和治，山中啓市

1　目　　的

最近、分解性の乏しい高分子材料系の廃棄物による環境汚染問題に対する早急な取り組みが重要視されている中で、セルロース、澱粉をはじめとした天然高分子は自然界で生産され、自然界で分解するという環境に優しい特性を持っている。反面、例えば工業材料として利用しようとした場合、柔軟性等の力学的物性に劣るため、種々の方法により物性改善が行われてきた。その手法の１つとして可塑剤の添加がある。天然高分子の可塑剤としては、グリセリンのようなポリオールが一般的であるが、これらの可塑剤は液体であるために成型品からのブリード(溶出)等の問題がある。

そこで、我々は赤穂化成株式会社と共同で、ある種の塩がこれらの天然高分子（主にデキストリン）の可塑剤として機能することを見い出し、この可塑化物を合成高分子の代替材料とするための検討を行ってきた。ある種の塩とは、塩化マグネシウムのような水の存在により水和物を形成し得る潮解性の塩であり、可塑化には水が大きく関与していると考えている。この可塑化方法は、従来の可塑剤より添加効果が優れ、化学修飾に比べてはるかにコストが安い等の利点がある。当初検討していたデキストリンでは材料物性が不足していたため、実用に供するのは困難であった。

本事業では、材料物性を改善するためにプルラン、ゼラチン等の他の天然高分子材料を用いて塩との複合を検討した。なお、合成高分子材料の代替としてこの材料を用いるために最低限必要とされる目標物性（フィルムの引張）を軟質ポリエチレンと同程度（強度10MPa、伸度400%）とした。また、塩による天然高分子の可塑化の機構についても考察した。

2　実験方法

天然高分子としてプルラン、塩には塩化マグネシウム($MgCl_2 \cdot 6H_2O$)を用い、塩の添加量および含有している水分（水分量）の物性への影響および関連について検討した。

５ｇの天然高分子に濃度が10％になるように水を加え、攪拌して溶解した（デンプンは濃度３％で加熱）。この天然高分子溶液に所定量の塩を添加し、溶解するまで攪拌した後、全量を型に流し込み、50℃に保たれた乾燥機にて約48時間乾燥した。

得られたフィルムは所定の温湿度で約24時間調製した後、JIS K6251に基づき試験片に打ち抜き、引張最大応力及び破断伸びを測定した。動的粘弾性測定は、ＩＴ計測制御社製DVA225を用いた。フィルム中の水分量は、調整したフィルムを105℃で24hr乾燥した前後の重量変化より算出した。なお、本研究の水分量測定法では塩化マグネシウムの水和水($6H_2O$)はそのまま残留すると推測され、測定値は自由水の量として取り扱った。

3　結果と考察

3．1　プルランにおける可塑化の検討

表１にプルランフィルムの物性を示す。相対湿度60%RHのデータを比較すると、塩を添加しないRun1ではフィルムは硬くて脆い物性を示した。塩化マグネシウムを添加したRun2､3では、塩の添加に伴いフィルムの引張応力は低下するが、伸びは著しく増大し、可塑性が向上した。水和水を持たない塩(例えば塩化ナトリウム)を添加した場合はこのような可塑効果は現れないことより、塩の有している水和水が可塑化に寄与していると推測できる。また、相対湿度の変化による物性変化からも可塑化に水が関与していると推測できる。つまり、過剰に存在する水により水素結合等の分子間の相互作用を通常より阻害することで可塑効果が生じていると考えられる。

表１　プルランフィルムの組成と物性

Run	$MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (g)	最大応力（MPa）			破断伸び（%）		
		相対湿度（%RH,25℃）			相対湿度（%RH,25℃）		
		45	60	80	45	60	80
1	0	－	49	4.5	－	2.2	133
2	0.5	51	30	0.7	1.0	12	473
3	1.0	25	1.5	－	120	448	－

プルランはそれぞれ5.0g使用

次に、相対湿度の変化にともなうプルランフィルムの水分量（自由水）の変化を調べた結果を図１に示す。高湿度では塩の添加に伴い水分量は高くなっているのに対し、低湿度では逆に塩を添加したフィルムの水分量は無添加よりも低い。このことより、塩化マグネシウムを添加したフィルムは自由水が出入りしやすくなっていると考えられる。

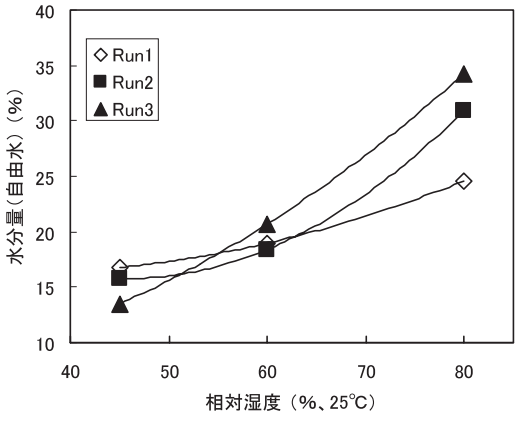


図１　相対湿度によるプルランフィルムの
水分量（自由水）の変化

次に総水分量（自由水＋水和水）と相対湿度との関係を図２に示す。なお表１に示したフィルムの物性値を併せて図中に示した。全ての相対湿度において塩の添加量が多いフィルムは総水分量が高いことがわかる。先に述べたようにフィルムの物性は、水分量の増加により応力が低下し、伸びが増大する。しかしながら45%RHで調整したRun2およびRun3の物性を比較すると、フィルムの総水分量はほぼ同等であるにもかかわらず、Run3の伸びは大きい。この結果は、水だけでなく塩化マグネシウム自身も可塑化に寄与している可能性を示唆している。

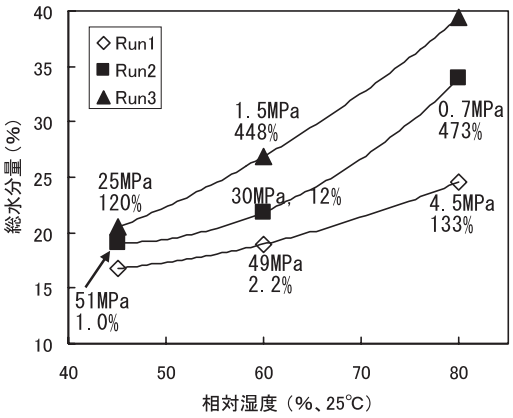


図２　相対湿度によるプルランフィルムの
総水分量(自由水＋水和水)の変化と物性

図３にプルランフィルムの粘弾性測定結果（tanδの湿度依存性）を示す。この測定では緩和が起こる相対湿度を、ピークにより知ることができる。言い換えれば、可塑化が起こる水分量（相対湿度）を把握することができる。塩の添加により、より低い水分量で可塑化することがわかる。

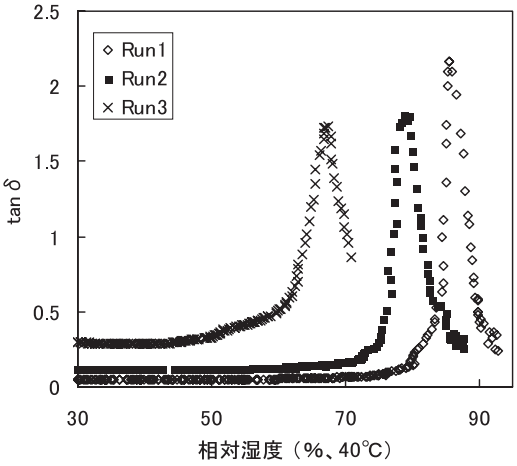


図３プルランフィルムにおけるtanδの湿度依存性

３．２ 他の天然高分子材料への適用

各種の天然高分子に塩を添加した場合の物性への影響を表２に示す。いずれの天然高分子フィルムにおいても塩の添加により伸びが増大しており、塩化マグネシウムあるいは酢酸マグネシウムはコーンスターチ、ゼラチン、キトサン(酢酸で溶解したものに塩を添加)の可塑化が可能であることがわかった。ゼラチンでは目標に近い物性が得られている。また、キトサンでは高い強度を保持したまま柔軟な材料が得られており、実用化に有望である。

表２　天然高分子フィルムの組成と物性

天然高分子	塩 (g)	最大応力(MPa)	破断伸び(%)
	$MgCl_2 \cdot 6H_2O$		
コーンスターチ 2.5g	0	45.1	4.1
	0.375	29.1	13.1
	0.75	1.2	107
	$MgCl_2 \cdot 6H_2O$		
ゼラチン 5.0g	0	48.7	1.5
	1.0	8.3	257
	1.25	2.2	302
	$Mg(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$		
キトサン 1.0g	0	58.1	8.0
	0.6	19.5	101

試験条件：25℃、60%RH

謝　辞

粘弾性測定装置を使用させて頂いた、神戸女子大学の山根千弘助教授に感謝致します。また、データ解析等で協力頂きました赤穂化成株式会社の関係者の方々に御礼申し上げます。

（文責　平瀬龍二）
（校閲　山中啓市）

〔兵庫県ＣＯＥプログラム推進事業〕

12　デンプンを主原料とした生分解性包装材および袋材の開発

平瀬龍二，森　　勝，中川和治

１　目　　的

生分解性ポリマーの重要性は年々高まっており、石油系から植物性原料への切り替えが急ピッチで進んでいる。この原料として、最も身近で安価なデンプンが主成分として使用できれば好都合である。しかし、その実現の最大の障害はデンプンの成型性の悪さにある。現在、デンプンを含有する多くの生分解性高分子が提唱されているが、これらの多くはポリビニルアルコール（PVA)、ポリ乳酸（PLA)、ポリカプロラクトン（PCL）などの合成系生分解性高分子に数割程度のデンプンをブレンドしたものである。したがって、デンプンそのものの成型性が改善されれば、生分解性高分子の分野で大きなブレークスルーが期待される。今までの我々の研究ですでに、結晶水を持った無機塩または有機金属塩をデンプン（およびその他の親水性ポリマー）に添加すると、結晶性が低下し、可塑性が増すことが確認されている。この特性を生かし、デンプンを主原料とした生分解性包装材および袋材を開発することを本研究の目的とする。

本研究では、開発しようとする生分解性材料を包装材料として利用する場合に必要な力学的物性を、フィルム強度として引張応力30MPa、破断伸び200%と設定し、フィルム物性を目標値に近づけるため、最適な組成の探索を行った。

２　実験方法

各種デンプンに濃度がおよそ３％になるように水を加え、攪拌してスラリーを作製した。このスラリーに所定量の塩および必要に応じて第三成分を添加し、沸騰水浴上にて２時間溶解攪拌してデンプン糊液を作製した。これをガラス板にキャストし、室温にて乾燥した。得られたキャストフィルムを試験片に打ち抜き、25℃、45％RHで約24時間調製した後、引張最大応力及び破断伸びを測定した（JIS K6251に基づく)。

３　結果と考察

３．１ デンプンの種類による物性の変化

デンプンは植物が細胞内に貯蔵している澱粉粒を取り出すことにより得られるが、原料となる植物により、アミロースとアミロペクチンの含有比率に差があるなど、性質も異なる。このため、デンプンと塩の組成物フィルムに対するデンプンの種類の影響を検討し、物性的に優れるデンプンの探索を行った。表１に各種デンプンに一定量の塩を添加したフィルムの物性を示す。この結果より、デンプンの種類によりフィルム物性が大きく異なることがわかった。引張応力および破断伸びがともに優れるデンプンは見られず、引張応力に優れるデンプンは破断伸びが、破断伸びに優れるデンプンは引張応力が不足する傾向であった。コーンスターチおよびかんしょデンプンにおいては比較的物性のバランスに優れていたが、包装材料として用いるには伸びが不足していた。

表１　各種デンプンフィルムの物性

デンプン	最大応力 (MPa)	破断伸び (%)
コーンスターチ（試薬）	10.0	49.5
ワキシーコーンスターチ	4.6	61.9
可溶性タピオカデンプン	7.9	79.7
バレイショデンプン	19.9	14.7
小麦デンプン	6.8	83.3
かんしょデンプン	15.7	35.8
コーンスターチ（松谷化学）	14.3	48.1

デンプンはそれぞれ2.5g使用

$MgCl_2 \cdot 6H_2O$はそれぞれに0.75g添加

３．２ PVAの添加による物性改善

フィルム物性を改善するために、デンプンと塩からなる組成物へのPVAの添加を検討した。結果を表２に示す。コーンスターチ（試薬）に対して20%のPVA（重合度500）を添加すると応力および伸びともに大きく改善されることがわかった。

表２　デンプンへのPVAの添加効果

コーンスターチ	PVA (DP:500)	$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	最大応力 (MPa)	破断伸び(%)
2.5g	0g	0.75g	10.0	49.5
2.0g	0.5g	0.75g	13.8	93.5

次に、塩の量を一定（ポリマー分に対して30wt%）にし、コーンスターチ（試薬）とPVA（重合度500）の組成による物性変化について検討した。結果を図１に示す。PVAの添加により、デンプンの物性は単調に変化するという予測に反し、引張応力、破断伸びともに極大・極小を有する変化を示した。このような変化を示す理由として、デンプンとPVAの相分離が考えられる。実際、PVA含

量の多いフィルムを観察すると、不均一な領域が見られる。この結果から、デンプンに対するPVAの添加量は、引張応力約14MPa、破断伸び約100%と優れた物性を示す20%程度が適していると考えた。

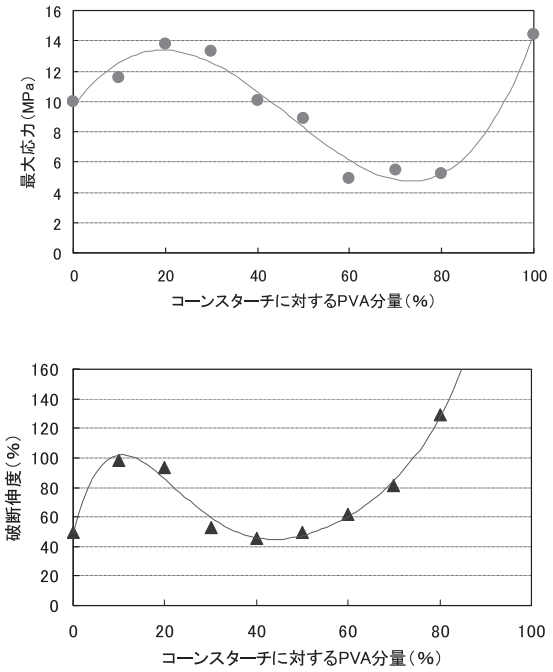


図１　コーンスターチとPVAの組成による物性変化

デンプンと塩の組成物に対するPVAの添加効果が明らかになったので、各種デンプンへのPVAの添加を検討した。PVAの添加量は先に示した検討結果より20%とし、あわせて添加するPVAの重合度（分子量）の影響について調べた。その結果を表３に示す。

表３　各種デンプンへのPVAの添加効果

デンプン	PVA	最大応力(MPa) PVA重合度 500	1,000	2,000	破断伸び(%) PVA重合度 500	1,000	2,000
コーンスターチ(試薬) 2.0g (80%)	0.5g (20%)	13.8	15.2	20.2	93.5	76.5	56.8
ワキシーコーンスターチ 2.0g (80%)	0.5g (20%)	15.3	17.9	–	48.9	39.8	–
可溶性タピオカデンプン 2.0g (80%)	0.5g (20%)	15.1	–	–	72.0	–	–
バレイショデンプン 2.0g (80%)	0.5g (20%)	8.7	–	–	30.7	–	–
小麦デンプン 2.0g (80%)	0.5g (20%)	8.4	–	–	108.4	–	–
かんしょデンプン 2.0g (80%)	0.5g (20%)	13.9	13.4	19.8	80.0	94.3	96.6
コーンスターチ(松谷) 2.0g (80%)	0.5g (20%)	11.2	–	–	93.4	–	–

$MgCl_2 \cdot 6H_2O$はそれぞれに0.75g添加

PVAの添加により、バレイショデンプンのような例外を除き、引張応力および破断伸びが改善された。また、PVAの重合度に関しては、応力は重合度の増大により向上するが、伸びの変化は一定ではなかった。検討した組成物のなかでは、かんしょデンプンに重合度2,000のPVAを添加した系の物性は引張応力19.8MPa、破断伸び96.6%であり、力学的物性に優れていると考えた。

次に、この系の組成物を用いてさらなる物性向上について検討した。デンプンーPVA系の物性が低い理由として、先に述べた相分離が考えられる。これを解消すればさらなる物性改善が期待できる。相分離を解消するために、デンプンやPVAの水酸基と反応し、架橋することのできる多官能のアルデヒドを含む化合物の添加を検討した。その結果を表４に示す。まず、添加物としてジアルデヒドデンプン（酸化度25%）を用いた。PVA20%含有フィルムでは、ジアルデヒドデンプンを添加すると19.8MPaであった引張応力は26.6MPaまで向上したが、逆に破断伸びは96.6%から39.4%に低下した。この物性変化はアルデヒドと水酸基との反応によるものと考えられる。次に、相分離の著しいPVA含量の高い（40%）フィルムについて、ジアルデヒドデンプンの添加効果を調べた。引張応力は17.3MPaから20.3MPaに向上し、破断伸びの低下は僅かであった。また、目視における相分離は観察されず、物性も非常に安定していた。さらに、グルタルアルデヒドの添加についても検討した。その結果、引張応力21.6MPa、破断伸び110.1%とジアルデヒドデンプンの添加物よりもさらに優れた物性のフィルムを得ることができた。

表４　デンプンーPVAフィルムに対する添加剤の効果

かんしょデンプン	PVA 重合度2,000	添加物	最大応力 (MPa)	破断伸び (%)
2.5g (100%)	0g (0%)	–	15.7	35.8
2.0g (80%)	0.5g (20%)	–	19.8	96.6
2.0g (80%)	0.5g (20%)	ｼﾞｱﾙﾃﾞﾋﾄﾞﾃﾞﾝﾌﾟﾝ 25%酸化物:0.25g	26.6	39.4
1.5g (60%)	1.0g (40%)	–	17.3	114.1
1.5g (60%)	1.0g (40%)	ｼﾞｱﾙﾃﾞﾋﾄﾞﾃﾞﾝﾌﾟﾝ 25%酸化物:0.25g	20.3	97.9
1.5g (60%)	1.0g (40%)	ｸﾞﾙﾀﾙｱﾙﾃﾞﾋﾄﾞ 25%水溶液:0.155g	21.6	110.1

$MgCl_2 \cdot 6H_2O$はそれぞれに0.75g添加

以上の結果により、デンプンの塩による可塑化フィルムはPVAの添加、さらに多官能のアルデヒドの添加による物性改善を達成することができると判明した。これらの知見に基づき、次年度も引き続き物性向上に関する検討を行う。

謝　　辞

本研究は、赤穂化成(株)の久保純一氏をリーダーに、京都大学化学研究所の金谷研究室との共同で実施したものであり、関係各位に感謝致します。

（文責　平瀬龍二）
（校閲　山中啓市）

〔経常研究〕

13　動的架橋型TPEの構造と物性に関する研究

長谷朝博，森　　勝

1　目　　的

動的架橋型熱可塑性エラストマー（TPE）は、海相である熱可塑性樹脂中に架橋したゴム粒子が島相として分散した海島構造を形成することが知られている[1)]。その材料設計において、熱可塑性樹脂とゴムを任意に組み合わせることができることから、各種用途に応じた性能をもつ様々な種類のTPEの開発について検討されてきている。現状では、ポリプロピレンとエチレン・プロピレンゴムの組み合わせによるオレフィン系TPEが最も多く実用化されているが、その構造と物性に関する研究は少なく、特に構造については未だに解明されていないところもある。ここでは、動的架橋型TPE開発の指針となる材料の構造と物性の関係について研究を行った。

2　オレフィン系TPEのゴム弾性発現について

オレフィン系TPEは、他のTPEと同様に応力を加えて数百%の大変形を与えても除荷すれば元に戻るといったゴム弾性を示す。島相のエチレン・プロピレンゴムではそのような挙動を示すことが容易に想像できるが、海相を形成しているポリプロピレンがそのような大変形を受けた際に塑性変形を起こさずに元に戻るのは非常に不思議な現象である。この現象について、井上らは動的架橋時に、高せん断場でポリプロピレン中にエチレン・プロピレンゴムが溶解し、それがポリプロピレンのラメラ晶としての成長を阻害することにより、プロピレンrichマトリックス自体が純ポリプロピレンに比べて柔らかくなりゴム状弾性体として振る舞うのではないかと述べている[2)]。

3　動的架橋型オレフィン系TPEの構造と物性

射出成形時の材料流れの影響について検討するため、動的架橋型オレフィン系TPE（Santoprene 8201-60、TPVと略す）を用い、薄肉カップを射出成形した。材料の流れ方向（MD）及び垂直方向（TD）に沿って試験片を採取し、凍結破断面のSEM観察及び引張試験を行った。

凍結破断面のSEM像（図１）より、流れ方向に垂直あるいは平行に破断した面ではその構造に相違が認められた。垂直に破断した面では、ハード相（ポリプロピレン）とソフト相（エチレン・プロピレンゴム）が共連続構造のような構造をとっているのに対し、平行に破断した面では、ハード相とソフト相が流れ方向に沿って並んだような構造になっていることが明らかになった。

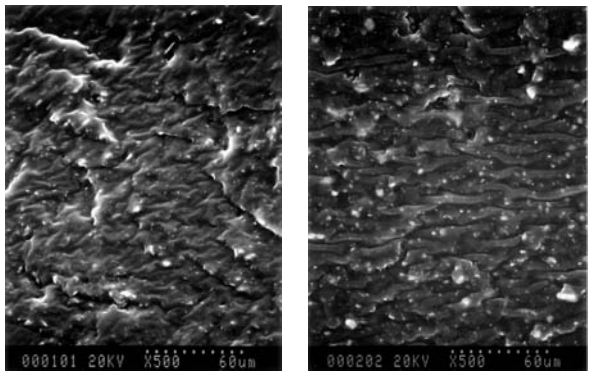


図１　射出成形した TPV の凍結破断面の SEM 像
（流れ方向に垂直(a)及び平行(b)に破断した面）

MD及びTDに沿って試験片を採取したもののS-S曲線を図２に示す。TPVは成形時の流れの影響によって配向し、MDとTDとでは引張物性が大きく異なることが明らかになった。このように、TPVの高次構造は成形加工時の流動場の影響を受けるため、その制御により多様な材料物性の発現が可能であることが示唆された。

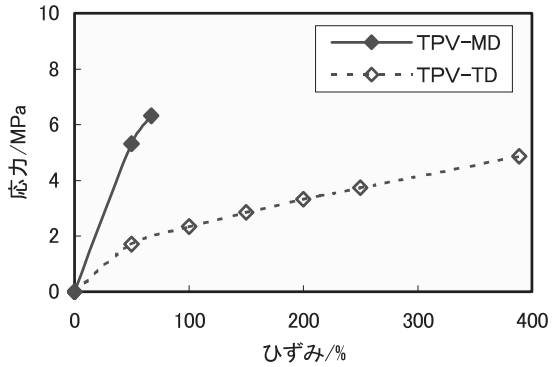


図２　TPV の S-S 曲線（成形時の流れの影響）

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
2) 井上　隆，日本ゴム協会誌，72，514（1999）

（文責　長谷朝博）
（校閲　森　　勝）

〔経常研究〕

14　ゴム複合体の発泡化と物性制御に関する研究

鷲家洋彦，森　　勝

1　目　　的

加硫ゴムの架橋構造は、複合体の物性と機能の発現に重要な役割を果たしており、同じ材料からなる複合体でも、その構造を制御することにより、全く違う特性を引き出せる可能性がある。一方、ゴム発泡体は、架橋構造の構築と同時に、化学発泡剤による発泡を同時に進行させた材料であるが、工業的生産過程においては経験的要素が極めて大きい。

そこで、ゴム発泡体の基礎挙動を把握することを目的とし、ニトリルゴム(NBR)複合体における発泡剤が加硫速度に及ぼす影響について検討した。

2　実験方法

加圧式ニーダーを用いて、NBR(結合アクリロニトリル量29%)100PHR、酸化亜鉛5PHR、ステアリン酸1PHRを混練した。加硫剤は、硫黄、ジ-2-ベンゾチアゾリルジスルフィド（MBTS）、およびテトラメチルチウラムジスルフィド（TMTD）を用いた。その配合を表１に示す。Ａ～Ｄの配合に、有機発泡剤としてアゾジカルボンアミド(ADCA)5PHR、または、N,N´-ジニトロソペンタメチレンテトラミン（DPT）5PHRを添加し、配合物をオープンロールにより作製した。

配合物は、キュラストメーターにより、160℃および180℃で10分間加硫挙動を測定した。

表１　加硫系の配合(PHR)

	硫黄	MBTS	TMTD
A	2	0	2
B	2	0.5	1.5
C	2	1	1
D	2	1.5	0.5

3　結果および考察

図1にキュラストメーター測定によって得られたｔ10（測定で得られた加硫ゴムのトルクの最大値を100%とした場合に、10%に達する時間）を示した。一般に、ゴムの最適加硫時間を示す値として、ｔ90が用いられることが多い。しかし、加硫初期段階の加硫速度と発泡剤の分解速度のバランスが、ゴム発泡体の基礎挙動を把握するためには重要と考えられるため、t10について検討した。

発泡剤無しの試料のt10は、D、C、B、Aの順に早くなる。加硫速度は、加硫剤のMBTS/TMTD配合比に起因するため、TMTDの増加にともない加硫速度は早くなり、その傾向は160℃および180℃について同様である。ADCAの添加により、ｔ10は若干早くなるが、加硫速度の傾向は発泡剤無しの場合と同様である。一方、DPTを添加すると、t10はさらに早くなり、加硫速度は発泡剤無しの場合と比較して傾向が逆転し、Dが最も早くなった。これらの結果から、加硫速度の傾向は、加硫温度より発泡剤の種類の影響が大きいことが明らかになった。

実際の配合では、その他の充填剤、軟化剤等を添加するため、挙動はさらに複雑になることが予想されるが、加硫の初期段階における加硫速度と有機発泡剤の発泡速度の制御が、発泡体作製に係るノウハウの一つであると考えられる。

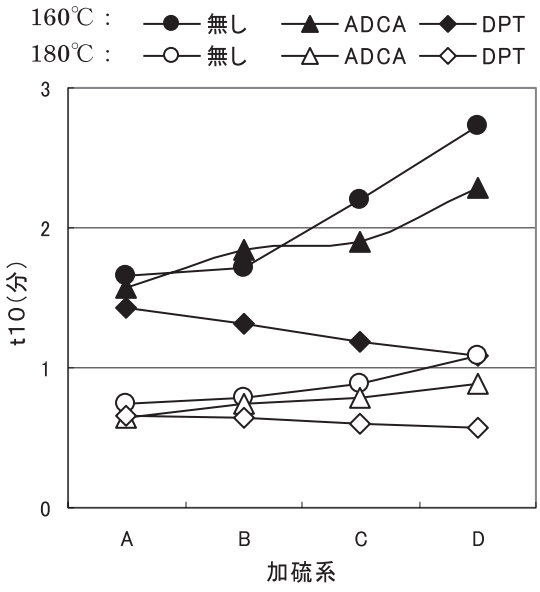


図１　発泡剤が加硫速度に及ぼす影響

4　結　　論

発泡剤の種類の違いが加硫の初期段階の速度に与える影響が大きいことが明らかになった。今後、プレス成形により発泡体を作製し、その外観、比重等の物性と加硫速度との相関を明らかにすることが必要である。

（文責　鷲家洋彦）
（校閲　森　　勝）

〔経常研究〕

15　高分子材料の力学的特徴と触感評価に関する研究

佐伯光哉，長谷朝博，平瀬龍二

1　目　　的

平成18年度重点領域研究で「材料の触感に関する研究会」において、触感評価技術のゴム・プラスチック分野への工業利用の可能性について調査した。その結果、県内には､金物、かばん、スポーツ、レジャー関係用具等の製造業があり、これらの製品に共通する重要な部品としてグリップ（握り手）があることがわかった。グリップは､「使う」、あるいは「操作する」人間と道具のインターフェイス的な役割を果たすものであり､グリップの性能によって作業効率、成果、さらには身体への影響も考えられる主要な部品である。また、県内には、このグリップの材料として関係の深いゴムの成型加工業が散在している。

そこで、ゴム製造業のような材料の供給側と、用具、機械製品などのメーカー側企業との結びつきによる新商品開発の可能性を拓くことを目的として、グリップに用いるゴム材料の「手触り」など触感の評価方法について検討した。

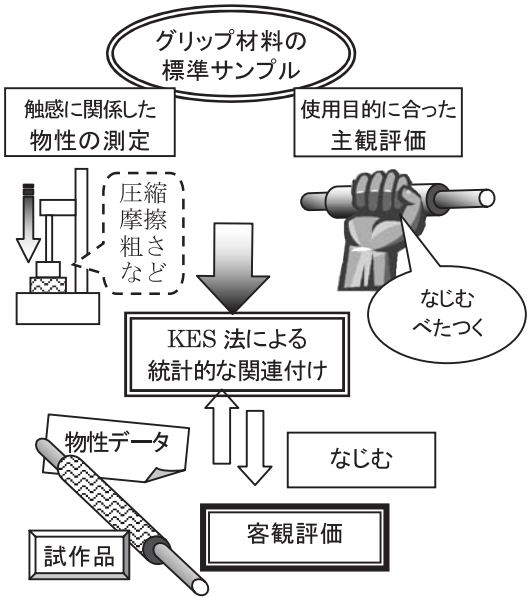


図1　客観評価の手法

2　実験方法

2．1　触感の評価方法

触感の評価として、官能評価を実施する場合が多い。しかし、この評価では､評価試験をするたびに、被験者、試験環境によって結果が変動する可能性がある。そこで、織物の風合いを客観的に評価する方法として用いられているKES法（Kawabata Evaluation System）を採用した。この方法は、図１に示したように、複数の標準サンプルを主観評価した結果と、材料物性の測定結果を統計的な手法で関連付けることにより、未知のサンプルの物性データから主観評価の結果を予想する手法である。

２．２　触感に関する物性の測定について

触感に関する諸物性の測定は､工業的によく行われている破壊試験とは異なって、低荷重時の力学的な特性値を用いる。これは、物に手が触れた程度の低荷重による力学特性を測定するためである。測定には風合い計測システム（カトーテック㈱製）とテクスチャーアナライザー(Stable Micro Systems社製)を使用し、圧縮力、摩擦力、せん断力を測定した。

3　結　　果

試験治具を工夫することで物性計測が可能であることがわかった。また、サンプルとなるグリップは､図２に示すように、短冊状のゴム材料（厚さ3mm程度）を金属パイプに蛇巻きすることで材料の異なるサンプルを同一形状で作製することができた。今後は､試作したサンプルグリップを用いて主観評価を実施する予定であり、主観評価の結果と今回測定した物性計測の結果をKES法にならって関連付けを行うことができれば､未知のサンプルに対しても客観評価が可能となる。

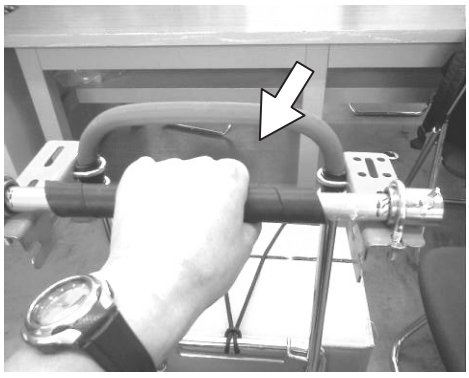


図2　試作したグリップ

本研究実施にあたって、KES法による客観評価に関して、神戸大学　井上 真理 准教授のご指導をいただいております。

（文責　佐伯光哉）（校閲　森　　勝）

〔戦略的基盤技術〕

16　３次元 CAD モデルによるリニア駆動ユニットの解析

阿部　剛，安東隆志

１　目　　的

負荷が小さい時は高速移動し、クランプ位置になれば高精度位置決め可能な２段階作動リニア駆動ユニットは、構造が簡便、小型、安価、安全性が高い、省エネルギーに優れるといった多くの特徴を持っている。しかし、その動作原理は複雑なため、設計手法の確立が困難である。

本研究では、新方式の２段階作動リニア駆動ユニットにおける偏心ネジ機構の動作原理を明らかにするために解析した結果について述べる。

２　干渉解析

２．１　機構部の３次元 CAD モデル化

ネジとナットの接触面を明らかにするために、３次元 CAD により機構部の３次元 CAD モデルを作成し、それを基に、干渉解析を行い、接触点およびネジの移動量を求めた。さらに、CAD モデルをメッシュ化した後、構造解析を行い、接触部分の変形量から接触面積を明らかにした。表１に示す送りネジとナットの組み合わせを３次元 CAD ソフトの SolidWorks により３次元 CAD モデル化を行った。

３次元 CAD モデル化を行う際、送りネジ、ナットを別々にモデル化した後、送りネジの山の中心とナットの谷の中心をあわせ、表１に示すように偏心量も設計値にあわせて３次元 CAD モデルのアセンブリ(組み合わせ)を行った。図１は送りネジ Tr12×2 とナット Tr14×2 を CAD モデル化した後、アセンブリしたものである。

２．２　３次元 CAD モデルを用いた干渉解析

作成した３次元 CAD モデルを用いて、ネジとナットの接触点を求めるために干渉解析を行った。２．１で作成したネジの山中心とナットの谷中心を合わせたアセンブリモデルでは、干渉を起こしていない。そこで、図２に示すように①送りネジを固定し、②ナットを 0.01μm 単位で矢印方向に移動させ、干渉する位置を求めた。

図３に偏心量と接触点の関係を示す。rc は送りネジの中心から接触点までの距離であり、Rc はナットの中心から接触点までの距離とした。

表１　３次元 CAD モデル化したネジとナットの組み合わせと偏心量

送りネジ	Tr12x2
ナット	Tr14x2
ナットの偏心量(mm)	0.9

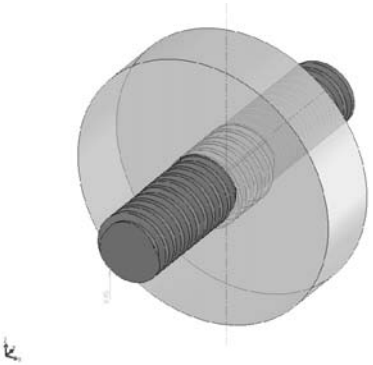


図１　送りネジとナットの３次元 CAD モデル

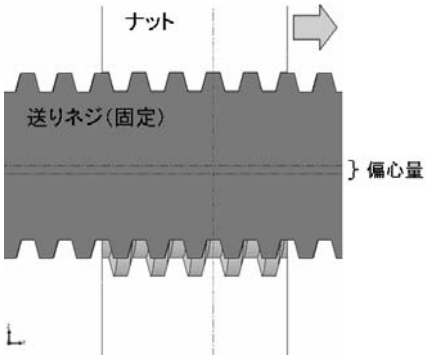


図２　アセンブリの方法と干渉方法

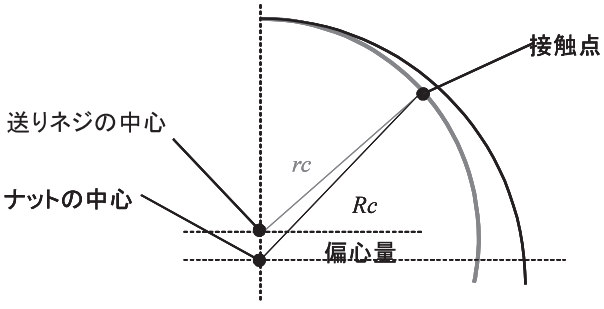


図３　偏心量と接触点の関係

表２　CADモデルによる接触点の位置

rc　(mm)	5.123
Rc　(mm)	6.000
ナットの移動量(μm)	21.30

表２は、接触点の位置を解析した結果である。なお、今回求めた接触点に関して、CAD上では点として求めるのは不可能であった。今回得られた接触点の位置は、微小な体積を持つ干渉部分として求められたものに対し、ナットの中心と送りネジ中心から距離の計算を行った結果である。以上の解析結果より、干渉解析からネジとナットの接触部位を求めることができた。干渉部分は点ではなく微細な面積を持つ可能性も明らかになった。

３　構造解析による接触面推定

３．１　解析モデルの検討

ネジとナット全体で解析を行う際に、本駆動機構を対称モデルとみなして、接触することが分かっている１／４の部分でメッシュ生成及び解析を行った。

３．２　メッシュ生成と解析条件

図４での軸方向の荷重は、実験により得られた Tr14 のナットと Tr12 のネジの組み合わせの推進力 1260[N]とし、材料特性はネジ：S45C（AISI1045）、ナット：Aluminum Bronze（SolidWorks 内データベース）とした。接触面の摩擦係数は 0.015 とした。

３．３　解析結果

解析の目的は、本駆動機構における接触面の推定である。本報告では、構造解析結果から接触部分の変形量を求めた。その後、接触部分の変形量だけナットをネジと干渉する方向に移動させて、接触面を推定する方法を採用した。図５は、ネジとナットの変形範囲(5μm～7μm)を表したものである。これより、ネジに対するナットの干渉量を 6μm として、干渉解析で接触面を予想した。図６は干渉解析により生成した干渉部位である。SolidWorks 上で図６の干渉部位面積を計算した結果、接触面積は、2.34mm^{2}であった。

４　結　　論

ネジとナットの CAD モデルにより、干渉解析と接触を考慮した構造解析を行った。その結果、以下のことが明らかになった。

(１) 干渉解析からネジとナットの静的な接触位置を求めることができた。

(２) 構造解析と干渉解析からネジとナットの接触面積を推定することができた。

（文責　阿部　剛）（校閲　有年雅敏）

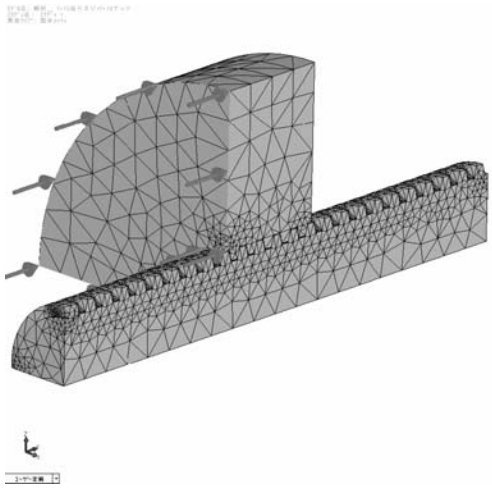


図４　メッシュ生成したモデルと軸方向の荷重

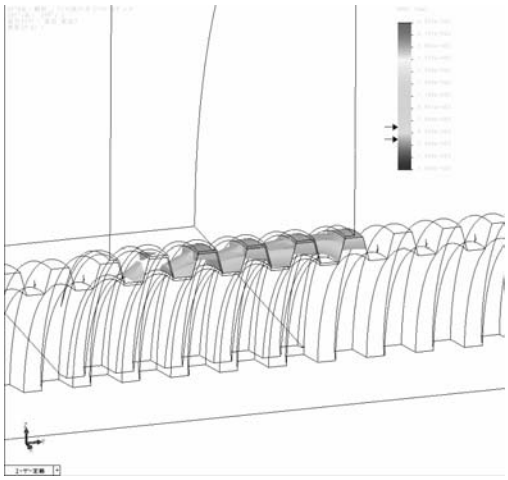


図５　構造解析結果（変位量）5μm～7μm 変形している部位

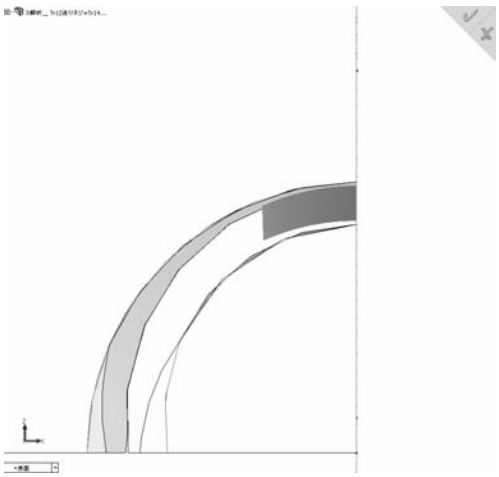


図６　干渉解析による推定接触面

〔産学研究発掘・育成事業〕

17　卓上型マイクロ加工システムの試作

安東隆志，富田友樹，有年雅敏，浜口和也，宋　詠燦

1　目　　的

直径0.1mmのマイクロドリルに発生する力は非常に小さく、わずか数100mNほどである。このような微小な力は、工作機械の加工テーブル摺動部に発生する摩擦力よりも小さいため、加工テーブルに力覚センサーを設置して力を検出し、制御することは不可能である。そこで、本研究では、磁気浮上ステージと高速回転スピンドル[1)~3)]で構成される卓上型マイクロ加工装置を試作し、これらの問題解決を試みた。

2　磁気浮上ステージの概要

本加工装置は、図１に示すように磁気浮上ステージに被削材を固定し、スピンドルにマイクロドリルを取り付けてマイクロドリル加工を行う加工装置である。磁気浮上ステージは、磁気浮上によって完全非接触でステージを支持し、6 自由度の位置・姿勢を制御可能である。このため、摩擦力の発生がなく、マイクロドリルと被削材の接触によって発生する小さな力を検出し、制御することによりマイクロドリルなどのマイクロツールの折損を予防することができる。

磁気浮上は、自製したデジタル信号処理ボード(図２、ANDO-MZ03001)を２個搭載した制御装置により実現されている。１個のデジタル信号処理器が比例微分制御により磁気浮上を実現し、もう一方のデジタル信号処理器が磁気浮上系の比例微分ゲインを調整することにより磁気浮上粘弾性を設定することができる。一般的に、磁気浮上系は電磁石の非線形性の影響で精密な位置決めや力の計測が困難であるが、本研究開発では、２個のデジタル信号処理器を並列に動作させることでこの問題を解決している。すなわち、一方のデジタル信号処理器が比例微分制御で磁気浮上を実現し、他方のデジタル信号処理器は、電磁石の持つ非線形特性を基底関数ネットワークによりモデル化している。そのモデルを用いて比例微分ゲインを調整して補償するという協調動作をすることにより磁気浮上系での精密な位置決めを実現した。その結果、非線形な磁気浮上系を線形化することができ、ドリル加工によって発生する力を計測可能とした。

また、加工中に発生する力の大きさに応じてドリルとステージの相対位置を変化させることにより、力を制御することも可能にした。磁気浮上ステージには、渦電流式非接触変位センサーが組み込まれており、電圧信号としてステージの位置を出力する。電圧信号は、自製したアナログ入出力ボード(ANDO-MZ06001)によってデジタル信号に変換される。すなわち、入力電圧信号は16ビット ６チャンネルのAD変換LSIによってデジタル入力信号に変換され、出力デジタル信号は14ビット６チャンネルのDA変換LSIによって電圧信号に変換されて電磁石駆動用電力増幅器に供給される。本磁気浮上ステージで使用している電磁石は、強い磁力を発するよう製作されているので、慣性抵抗すなわちインダクタンスが大きく、通常の電圧フィードバック方式の電力増幅器では信号電圧と電磁石駆動電流の間に遅延、すなわち位相

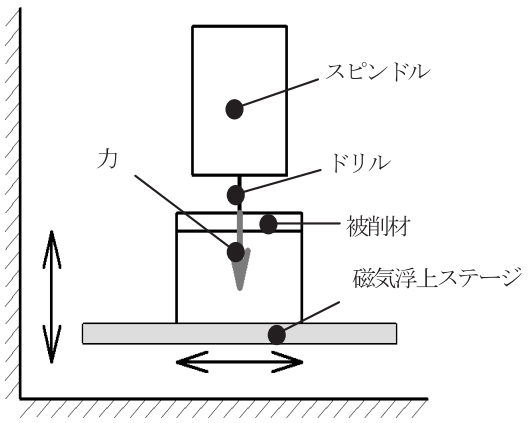


図１　磁気浮上ステージを利用したマイクロ加工

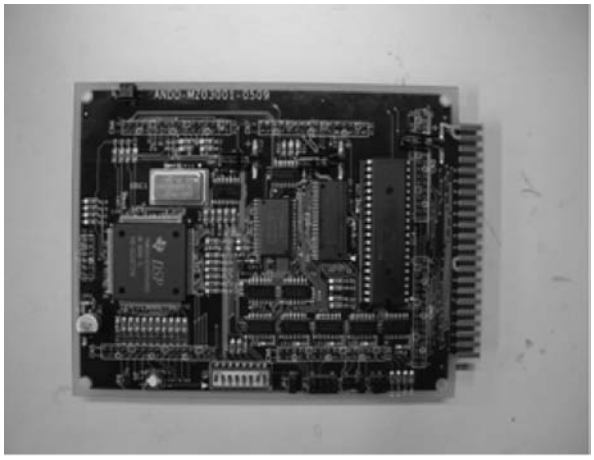


図２　製作したデジタル信号処理ボード



図３　試作したマイクロ加工システム

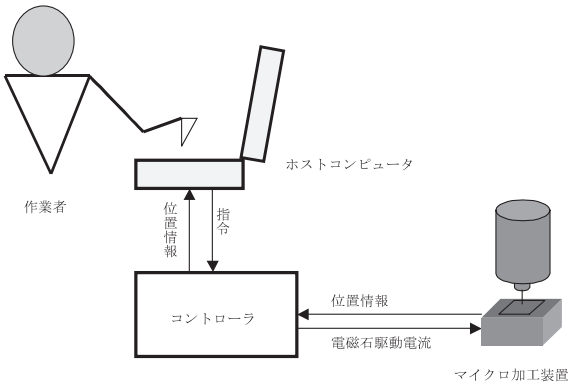


図４ 卓上型マイクロ加工システムの概略

遅れが生じるため磁気浮上を実現できない。そこで、本試作機では電流フィードバック増幅器を製作することで、この問題を解決した。

3　マイクロ加工システムの試作

図３にマイクロドリル加工システムの外観を示す。本システムは、人間とインターフェイスするためのパーソナルコンピュータ、磁気浮上ステージコントローラ、磁気浮上ステージ、高速回転スピンドル、マイクロドリルにより構成されている。磁気浮上ステージと高速回転スピンドルを組み合わせることによりマイクロドリル加工が可能になり、システム全体を卓上に設置できる構造になった。したがって、作業者はホストコンピュータ(ノートパソコン)を通じて、図４に示すように磁気浮上ステージを操作することができる。磁気浮上ステージに組み込まれた変位センサーからの位置情報は、ホストコンピュータのモニターに表示され、作業者は位置情報を知ることができるので、望みの位置でステージを支持することが可能である。高速スピンドルは10,000rpm以上の高速回転が可能である。



図５　第 23 回日本国際工作機械見本市出展風景

4　試作品の展示会への出展

試作したマイクロ加工システムの試作機を平成 18 年 11 月１日から 11 月９日まで９日間の東京ビッグサイトで開催された第 23 回日本国際工作機械見本市(JIMTOF)に日本精密機械工作株式会社の協力を得て出展した。試作機を実演することによって、多くの来場者の関心を惹くことができ、微細加工(マイクロ加工)に対する関心の高さを認識し、実用化に結びつくための有益な知見を得ることができた。

5　結　　論

磁気浮上ステージと高速スピンドルを組み合わせた卓上型マイクロ加工システムを試作し、マイクロドリルと被削材の接触検出と、加工中に発生する力を計測・制御する加工実験を行った。その結果、マイクロ加工における力の計測・制御が可能なこと、マイクロドリル折損予防の可能性を確認した。

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１報)，日本機械学会論文集 64 巻 625 号 C 編，2001
2) T. Ando, T. Iwatsubo, Obtaining a Model and Control for a Rigidbody Motion System, JSME International Journal ,Vol.42, No.2 Series C, 1993
3) 特許第 3452305 号，磁気浮上体の位置決め制御装置，平成 15 年登録

（文責　安東隆志）
（校閲　有年雅敏）

〔(独)科学技術振興機構「 シーズ発掘試験事業」〕

18　極小径用穴あけ加工システムの開発

安東隆志，富田友樹

1　目　　的

直径 0.1mm 以下の極小径切削工具を使用するマイクロ加工は、小型の医療検査機器、電子機器部品などの製作に活用されている。しかし、切りくずの排出不良や切削工具の折損などの問題点が多いことが指摘されている。このため、極小径工具を使用するマイクロ加工の問題点を解決し、高能率で安価な新しいマイクロ加工システムの開発が急務となっている。

本研究では、金属板への極小径の穴あけ加工、微小幅の溝加工において、これまで測定困難であったトルク、スラストなどの加工現象を計測・制御することによって問題点を解決するため、当センターで開発した磁気浮上テーブルを応用し、適正加工条件で加工力を制御する機能を持つ極小径用マイクロ加工システムの開発にとり組んだ。

2　マイクロドリルと被削材の接触検知

図１に示すマイクロドリルによる穴あけ加工においては、マイクロドリルとワークピースの接触を判別することが困難である。直径数 mm のドリルを用いて加工する場合と同様な速さで両者を接触させると、マイクロドリルとワークピースの損傷性が問題となる。そこで、本システムによりマイクロドリルとワークピースの接触検知を試みた。使用したマイクロドリルはプリント基板用直径 0.1mm の超硬ドリルである。また、使用した被削材は板厚 1mm の鋼材(日立金属製 HPM1、RC40)である。予め、マイクロドリルを浮上ステージに近づけておき、浮上ステージを少しずつ上昇させながらワークピースをマイクロドリルに近づけていくと、接触時を境に磁気浮上により弾性支持されたステージの移動速度が急激に変化する。図２はワークを載せた磁気浮上ステー

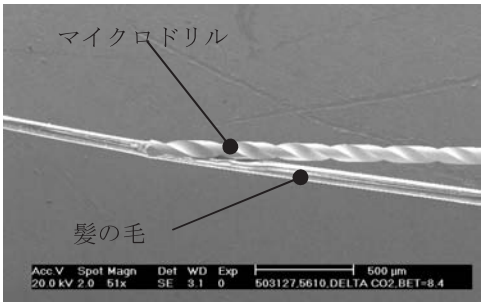


図１　マイクロドリル

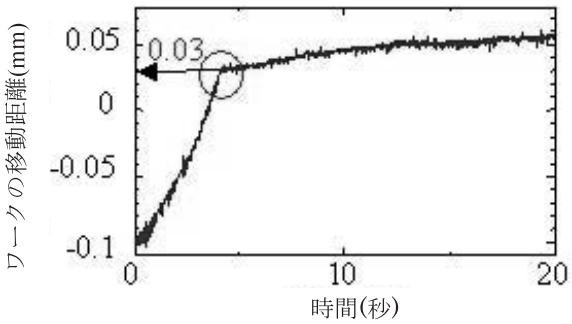


図２　ドリルと被削材の接触検出

ジを上昇させたときのステージの位置を示しており、磁気浮上ステージが 0.03mm 離れた位置で移動速度が急激に減少したことを示している。すなわち、その位置でマイクロドリルとワークピースが接触したことを示している。このように接触を検知することにより、マイクロドリルの折損を予防できる。さらに、接触位置を起点にして穴の深さの設定や、貫通穴をあける場合には穴方向の送りの長さを設定することが可能となる。

3　マイクロドリルによる穴加工実験

マイクロドリルと鋼製の被削材を使用して直径 0.1mm の貫通穴をあける実験を行った。主軸の回転数は約 40,000rpm である。図３は穴加工実験であけた貫通穴の概観写真である。穴の壁面は良好な加工状態である。図４に加工時に計測した z 方向、すなわちドリル回転軸方向の力を示す。ドリルを押し込むときに発生する力は下向きの負となるように設定している。このため、穴あけ加工時はドリルの送りによって発生する力は負となる。しかし、約 45 秒において負の力から正の力に転じており、ドリルが鋼板を貫通したことを示している。貫通後、ドリル引き抜かれるために正の力が発生している。引き抜くときにも押し込んで穴加工するときと同程度の大きさの力が発生していることがわかる。図５は回転軸まわりに発生したトルクを示し、ドリルが深く挿入されるに従ってトルクが増加し、0.5～1Nmm に達してから、引き抜くに従って減少していることがわかる。すなわち、穴の壁面とドリルとの接触面積の増加にしたがってトルクが増大し、壁面とドリルに発生する摩擦力がトルクに大きく関わっていると思われる。

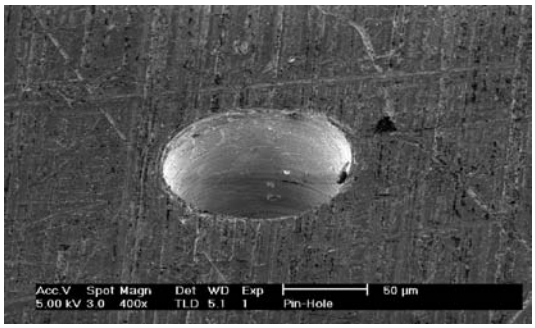


図３ 直径 0.1mm、長さ 1mm の貫通穴

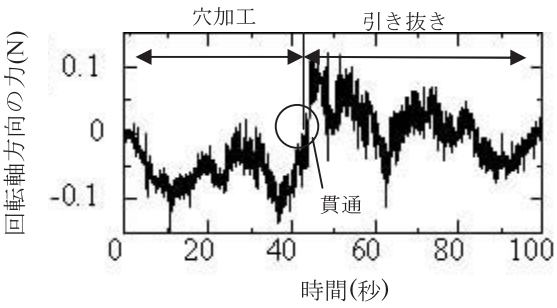


図４ 直径 0.1mm、板厚 1mm の鋼板での貫通穴加工においてドリル回転軸方向に発生した力

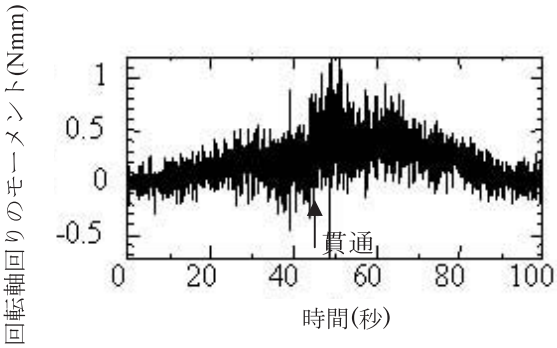


図５ ドリル回転軸まわりのトルク

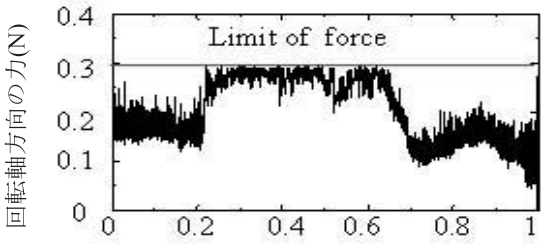


図６ ドリル回転軸方向の力の制御

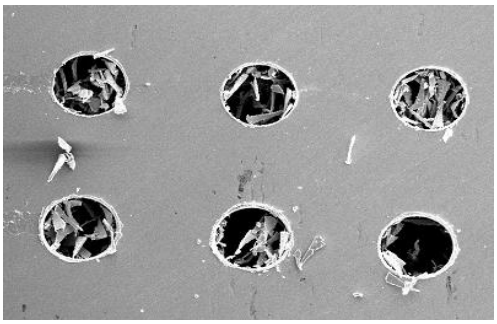


図７ 複数穴加工

4 加工力制御技術の開発

図６は z 方向の力が 0.3N を越えないように制御した状態を示しており、本システムにより加工時に発生する力を制御可能である。したがって、設定する力をドリルの折損限界内に抑えることにより、ドリルの折損を予防することができる。

図７は複数穴加工実施例である。バリの発生が観察されるが、マイクロドリルを折損することなく良好な真円度の穴加工を実施できた。今後は、加工条件を限定することによってバリの発生が少ない加工方法について開発を進める。

5 結 論

本研究開発により、以下の結果が得られた。

・磁気浮上ステージと高速スピンドルを組み合わせることにより、高品位なマイクロ穴加工が可能になった。
・直径 0.1mm のドリルでは、0.1N のスラスト(押し込み力)で穴加工可能であり、トルクは 0.5～1 Nmm である。
・ドリル軸方向の力(押し込み力)を制御することにより、マイクロドリルの折損を予防することが可能である。

参 考 文 献

1) 特開 2007-136600,マイクロ加工装置
2) 安東隆志：マイクロドリルによる精密部品の穴あけ加工，日本機械学会 IIP2007 情報・知能・精密機器部門講演会講演論文集，2007

（文責 安東隆志）
（校閲 有年雅敏）

〔重点領域研究〕

19　紫外レーザビームを用いた次世代型半導体用研磨パッドの微細溝加工

岸本　正，山口　篤，後藤浩二，富田友樹，秋山和男※1，殖栗成夫※1

1　目　　的

半導体用の発泡ウレタン樹脂製研磨パッド表面には、研磨材（スラリー）を保持し、長時間同じ条件で研磨ができるように矩形断面の溝加工が施されている。現在、この溝（最小溝幅は 0.25mm）は金属製工具を用いた切削加工により形成されているため、直線的な形状が主体で、しかも工具から研磨パッドへ極微量の不純物金属が移行するため、半導体への汚染が避けられない。このため当工業技術センターでは切削加工に代わる溝加工法として、これまで波長 10.6μm の炭酸ガスレーザビームを用いた加工方法に取り組み、溝幅 0.25mm、溝深さ 0.45mm の矩形断面の溝加工に成功している。しかしながら、この炭酸ガスレーザを用いる溝加工は、基本的に溶融凝固をともなった熱加工であるため、溝幅が微細になるほど溶融凝固物質の排除が困難になり、加工できる溝幅には限界がある。

次世代型半導体は、高度集積化するために、さらに微細構造となる。この製造工程では、さらに微細矩形断面溝を有する研磨パッドが要求されているため、溶融凝固を伴わない新たな溝加工技術を確立する必要がある。

本研究では、次世代型半導体の製造工程で使用する研磨パッドの表面に施す微細矩形断面溝（溝幅 0.1mm）を、ポリマー高分子に対して非熱加工が可能である波長 266nm の紫外レーザビーム[1)]を用いて形成する微細加工技術の開発を行った。

2　実験方法

目標とする微細矩形断面溝の形状を図１に示す。溝の形状は、幅 0.10mm、深さ 0.20mm である。レーザ溝加工実験方法を図２に示す。ここでは、波長 266nm、ビーム径 8mm、出力 150mW のシングルモードの紫外レーザビームを焦点距離 150mm の集光レンズによって集光し、

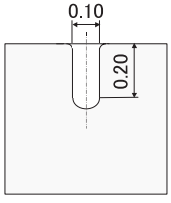


図１　微細矩形断面溝

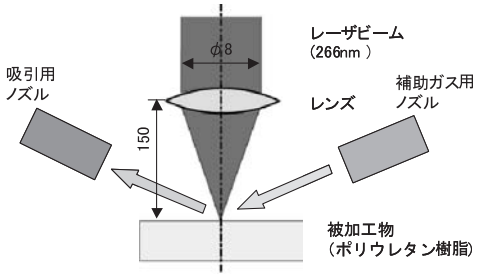


図２　レーザ溝加工実験方法

表１　レーザ加工条件

レーザ出力	150mW
送り速度	1～50mm/s
補助ガス(Air,N_2)圧力	0 ～ 0.2MPa

補助ガス供給装置、吸引装置、加工テーブルを用いて、供試材である厚さ 1mm の発泡ウレタン樹脂に矩形断面の微細溝加工実験を行った。加工実験条件を表１に示す。紫外レーザビームを各加工条件で照射した供試材について、表面および断面の微細溝形状の測定を行い、加工特性を明らかにした。

3　結果と考察

紫外レーザビームを、送り速度 1mm/s で同一箇所を複数回照射した供試材の断面を図３に示す。図３より、供試材の断面に溶融凝固層があり、波長 266nm の紫外レーザビームを用いた非熱加工においても熱加工の特徴が一部あることがわかる。さらに、照射回数と供試材の断面形状である溝の幅 W および深さ D との関係を図４に示す。図４より、溝の幅 W は照射回数に関係なく一定であり、溝の深さ D は照射回数に比例して大きくなり、非熱加工の特徴を示している。

さらに、窒素もしくは空気を補助ガスとして圧力を変えて供試材の加工部に噴射し、紫外レーザビームを送り速度 1mm/s で同一箇所に８回照射した。補助ガス圧力 0.05MPa で噴射した場合における供試材の断面を図５に示す。補助ガスなしの場合を図５(a)に、窒素ガスおよび空気を噴射した場合をそれぞれ図５(b)および(c)に示す。供試材の溝の深さは、(a)＜(b)＜(c)となり、逆に、溝の幅は、(a)＞(b)＞(c)となる。これは、紫外レーザビームを供試材に照射すると、樹脂の分離もしくは蒸発が生じ、紫外レーザビームを遮る現象が起こる。そのと

※1（財）近畿高エネルギー加工技術研究所

きに、補助ガスを噴射することによって、分離物もしくは蒸発物を除去し、この現象を軽減するものと考える。空気の圧力と供試材の断面形状である溝の幅Wおよび深さDとの関係を図６に示す。図より、溝の幅Wは、空気の圧力が 0.1MPa で最小となる。また、溝の深さ D は、空気の圧力が 0.05 MPa で最大となる。これは、分離物もしくは蒸発物が紫外レーザビームを遮る現象を空気の噴射により軽減する効果と熱加工している加工部の冷却効果によるものと考えられる。

さらに、紫外レーザビームを多重照射し、目標とする微細矩形断面溝を形成することを試みた。その結果を、図７に示す。これは、補助ガスなしで、紫外レーザビームを送り速度 1mm/s、照射ピッチ 20μm で５列、さらに、同一位置に２回目として照射ピッチ 20μm で５列に照射を施したもので、微細矩形断面溝を形成できることが確認できた。

４　結　　論

波長 266nm の紫外レーザビームを用いた研磨パッドの溝加工は、熱加工の特徴が一部ある非熱加工であることがわかった。また、紫外レーザビームを多重照射することにより、目的の微細矩形断面溝を形成することができた。

参 考 文 献

1）安永暢男：レーザが変える加工技術，海文堂出版，(1992)，p.142.

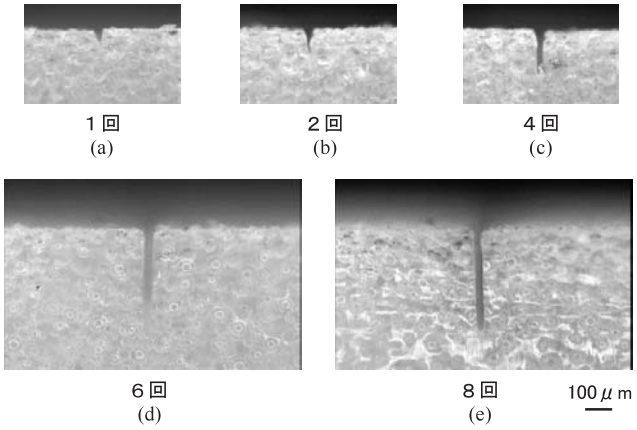


図３　紫外レーザビームを複数回照射した供試材の断面
（送り速度 1mm/s、補助ガスなし）

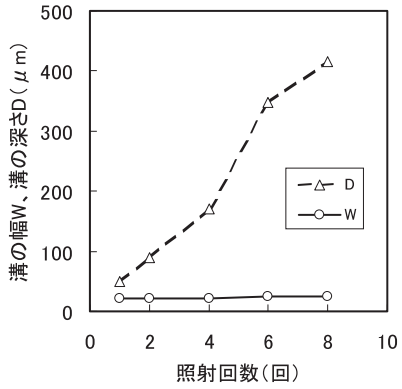


図４　照射回数と溝の幅 W
および深さ D との関係

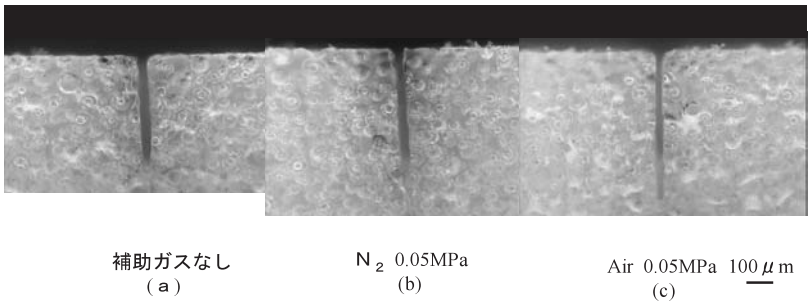


図５　紫外レーザビームを８回照射した供試材の断面
（送り速度 1mm/s）

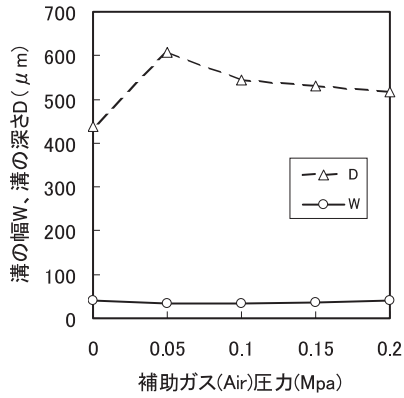


図６　補助ガス圧力と溝の幅 W
および深さ D との関係

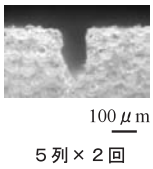


図７　微細矩形断面溝の形成

（文責　岸本　正）
（校閲　後藤浩二）

〔経常研究〕

20　超高速回転主軸によるチタン合金の高精度加工に関する研究

浜口和也，宋　詠燦，有年雅敏

1　目　　的

最近、医療関連部品、自動車部品などの小型・軽量化が進むにつれて、チタン合金の高精度加工が求められている。チタン合金は、熱伝導率が低く、切削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。このため、チタン合金の高精度加工には、工具刃先への凝着を抑制することが不可欠となっている。

本研究では、超高速回転主軸を用いた切削加工実験を行い、切削速度および切削工具とチタン合金との接触時間が工具刃先への凝着に及ぼす影響について調べた。

2　実験方法

使用した切削工具は、２枚刃の超硬ボールエンドミルである。超高速回転３次元形状精密加工装置を用いて、主軸回転数 120,000 rpm で切削加工を行った。被削材はチタン合金 Ti-6Al-4V であり、寸法形状は 30×30×60mm である。加工形状は 45 度の斜面に対する平面加工であり、切削方向はダウンカット、ピックフィードは斜面上方から下方に与えた。主な切削条件を表１に示す。

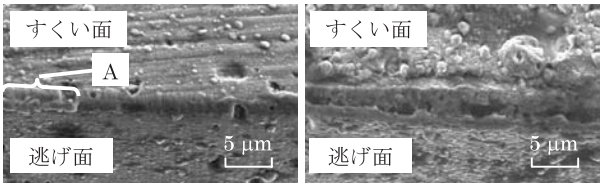
表１　切削条件

工具半径R（mm）	0.2	1.0
切削速度（m/min）	107	533
最大切込み量（μm）	10	
ピックフィード（μm）	10	
送り量（μm/tooth）	5	
クーラント	オイルミスト	

3　結果と考察

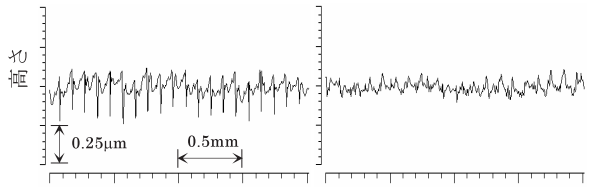
図１は、工具の加工面創成部（工具先端部から 45 度付近）における切削加工後の損耗状態について、代表的な例を示したものである。図１(a)の工具半径 R0.2mm の加工面創成部では、逃げ面側にチタン合金が凝着（A で示す）していることが確認できる。これに対して、図１(b)の工具半径 R1.0mm の加工面創成部では、コーティングの剥離がみられるが、チタン合金の凝着は認められなかった。

工具半径 R1.0mm の切削速度は、工具半径 R0.2mm の５倍となるため、一般に切削温度は高くなる [1]。しかし、本実験では工具半径 R0.2mm のみに凝着が認められ



(a)工具半径 R0.2 mm　　(b)工具半径 R1.0mm

図１　工具刃先の加工面創成部（A は凝着部）



(a)工具半径 R0.2 mm　　(b) 工具半径 R1.0mm

図２　加工面断面形状

たことから、チタン合金の凝着は、切削温度に依存しないと考えられる。

切削工具とチタン合金との接触時間は、工具半径 R1.0mmが工具半径R0.2mmの約1/2である。また、工具半径R1.0mmの接触時間を増加させた場合、凝着が発生したことから、接触時間を短くすることが凝着の抑制に有効であると考えられる。

図２は、ピックフィード方向に走査させたときの加工面断面形状である。図２(a)の工具半径R0.2mmの場合には、下方への突出部が存在しており、表面性状が悪いことがわかる。これは、図１(a)のようにチタン合金が加工面創成部に凝着して構成刃先が形成されたことにより、深さ方向の切取り量が増加したことに起因している。一方、図２(b)の工具半径R1.0mmの場合では、下方部への突出部が存在しない良好な加工面が得られている。これは、加工面創成部への凝着が発生せず、刃先の精度が保持されたためと考えられる。

4　結　　論

チタン合金の高精度加工には、工具とチタン合金との接触時間を短縮させることが有効であることが明らかになった。

参 考 文 献

1)（社）日本チタン協会：チタンの加工技術,(2003),p.24

（文責　浜口和也）（校閲　後藤浩二）

〔経常研究〕

21　機械加工面の表面性状の改善に関する研究(２)

山本章裕，永本正義

１　目　　的

バレル研磨法は非常に応用範囲の広い加工法であり、工程の合理化・省力化ならびに品質の安定化のために、多くの工場で利用されている。しかし、研磨条件の選定が難しく、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、研磨条件の選定やトラブルへの迅速な対応、バレル研磨法の合理化と用途の拡大を図ることを目的として、メディア（研磨材）の特性が表面性状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、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、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）を50vol%とし、タレットの回転数を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。

２．２　メディアと工作物

本研究において使用したメディアは、ナイロンにアルミナ砥粒を混合して正三角柱状（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の正方形で、材質は純チタン､Ti-6Al-4V、Ti-15V-3Cr-3Sn-3Alの３種類である。これらの工作物の硬さはビッカース硬さで190、340、270HVであった。

２．３　メディアの特性および表面性状の測定

メディアの特性評価のため、メディアの密度を電子天秤で測定するとともに、マイクロスコープで研磨石に混入されている砥粒を観察した。また、工作物の研磨後の表面性状を表面粗さ測定機で測定した。

３　結果と考察

３．１ メディア特性

表１は、メディア特性を測定した結果である。混合されている砥粒の平均粒径は、メディアの用途が細かい仕上げになるに従って小さくなっている。密度はＲより

表１　メディアの特性

種類	砥粒平均粒径 μｍ	密度 g/cm^3	砥粒混合率 vol%
VR	166	2.37	44.6
R	87	2.14	36.2
M	39	2.27	40.9

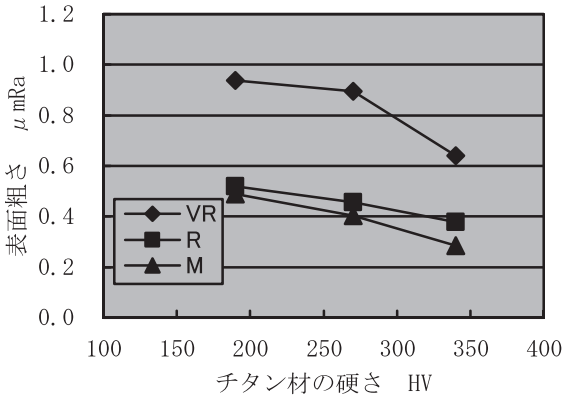


図１　チタン材の硬さと表面粗さの関係

Ｍの方が大きいが、これはＭの方が砥粒混合率が大きいためである。

３．２ 研磨特性

図１は、硬さの異なるチタン材を仕上げ用途の異なるメディアで研磨したときのチタン材の硬さと仕上げ面粗さの関係を示したものである。これより、硬さの高い方が、使用するメディアが同一であっても、その仕上げ面粗さは小さくなることがわかる。また、いずれの硬さのチタン材も、メディアによって仕上げ面粗さは異なっているが、メディアの用途の順にその表面粗さは仕上がっている。すなわち、メディアに含まれている砥粒が大きいほど、仕上げ面粗さは大きい。

４　結　　論

チタン材が硬く、メディアに含まれる砥粒が小さいほど、仕上げ面粗さは小さくなることが明らかになった。

（文責　山本章裕）

（校閲　西羅正芳）

〔経常研究〕

22　３次元測定データを用いた加工誤差補正に関する研究

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、NC 工作機械を用いて行われるが、加工誤差が許容値よりも大きくなった場合は、修正加工が必要となる。この修正加工は熟練技能者による煩雑で長時間にわたる手作業に頼らざるを得ず、この問題の解決策が求められている。

本研究は、上記問題を解決するため、3 次元測定データと 3 次元 CAD データを用いて、加工誤差補正法の提案 [1] と修正加工の省力化を目的としている。本報告では、提案する補正法により検証実験を行った結果について述べる。

2　加工誤差の補正法

本研究では、設計上の 3 次元 CAD データと 3 次元測定機による測定値との差を基にして、修正加工用 CAD データを生成し、それにより算出した NC データで加工誤差の補正を行う方法を提案する。図 1 に加工誤差補正法の手順を示す。

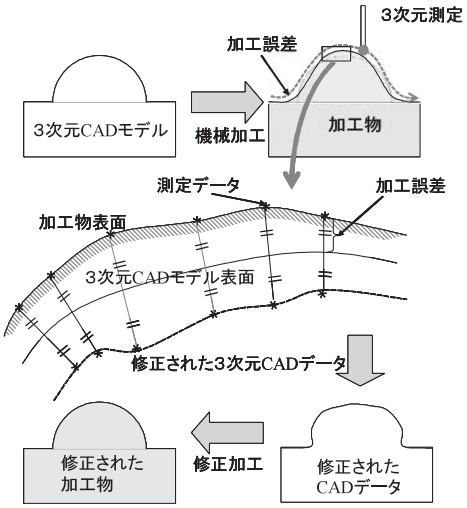


図１　加工誤差補正の手順

3　実験方法

機械加工に高速切削加工機（東芝機械 ASV400 型）、加工物の寸法測定には 3 次元測定機（カールツァイス PRISMO5 SA 型）を使用した。被削材は Al-Mg 系アルミニウム合金 5052、使用工具は R3 ボールエンドミルとした。加工条件は、主軸回転数を毎分３万回転、送り速度を 2,000mm/min、ピックフィードと切り込みを 0.5mm（粗加工）及び 0.1mm（仕上げ加工）とした。また、図２に加工対象の 3 次元 CAD モデルを示す。

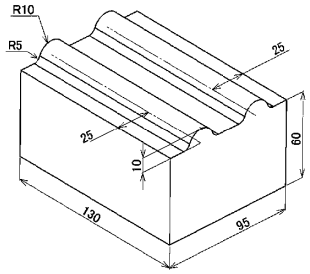


図２　加工対象の３次元 CAD モデル

4　実験結果

修正加工用 CAD データを基に NC データを生成し、修正加工を行った。図 3 は修正加工後の加工物形状を測定し、修正加工前の形状と比較したものである。加工誤差は、RMS で修正前の 17.80μm から修正後 6.49 μm に低減されている。

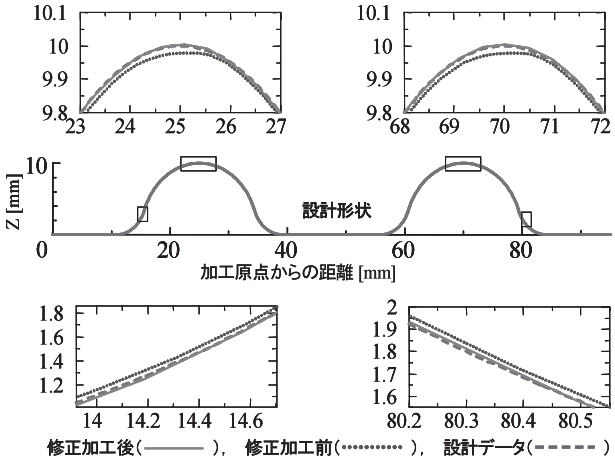


図３　修正加工前後の比較

5　結　　論

本研究で提案した手法によって修正加工をした結果、形状･寸法誤差は低減されて、加工誤差補正法の有効性が確認された。

参考文献

1）阿部　剛　他：三次元計測データのフィードバックによる加工精度改善に関する研究, 日本機械学会生産システム部門講演会, 06-19, (2006), p35-36.

（文責　阿部　剛）（校閲　後藤浩二）

［技術改善研究］

23　マイクロ機械・電子部品の強度評価に関する研究

野崎峰男，浜口和也，有年雅敏，富田友樹

1　目　　的

最近、機械・電子機器が高性能化されるのに伴い、部品や部材の小型(マイクロ)化が急速に進んでいる。マイクロ部品・部材（例えば、直径 1mm 程度の丸棒など）は、JIS に準拠した標準試験片(引張試験片では、直径 14mm、疲労試験片では直径 6mm)に比べて形状が小さく、マイクロ部材・部品に準じた寸法の試験片(微小試験片)による強度評価を実施する必要がある。また、大型プラント構造部材の余寿命を推定する場合においても、構造部材から採取した微小試験片により強度を評価する必要性に迫られている。しかし、試験片形状の強度評価に及ぼす影響が懸念されるため、微小試験片による静荷重試験や疲労試験を実施するには、標準試験片による強度評価結果との相関を明らかにする必要がある。

本研究では、微小試験片の疲労寿命をマイクロ部品・部材の疲労寿命設計、あるいは大型プラントの余寿命の推定に応用するため、微小試験片および標準試験片を用いた低サイクル疲労試験を実施し、両試験片による試験結果の比較を基にして、微小試験片の疲労寿命評価法を検討した。

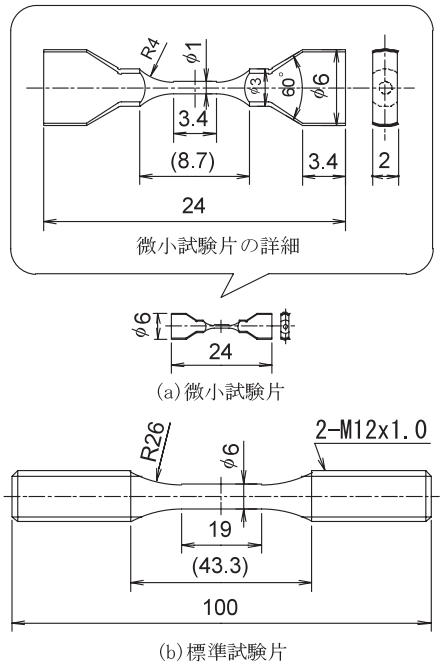
2　実験方法

2．1　試験片

図１に微小および標準試験片の形状・寸法を示す。供試材は、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の溶体化処理材である。微小および標準試験片は切削加工によって製作した後、試験片の平行部において切削加工によって生じた加工層の影響を受けて、き裂発生繰返し数が低下することを避けるため、試験片平行部をエメリ紙(微小試験片:#800、標準試験片:#600)により試験片軸方向の研磨仕上げ(研磨しろ:約 20μm)を行った。図２に微小試験片の平行部断面のエメリ紙による研磨前と研磨後の走査型電子顕微鏡(SEM)写真を示す。研磨前(図２(a))には、表面から最大深さ約 18μm のところに切削加工によるすべり線が多数存在している(図中矢印)ことを確認した。しかし、研磨後は、図 2(b)に示すようにすべり線は完全に除去されていた。

2．2　試験装置

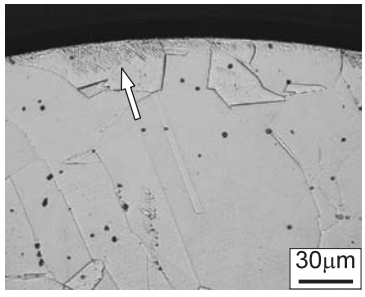
試験装置は、図３に示す微小低サイクル疲労試験機(荷重容量：1kN、㈱神戸工業試験場開発)[1]と MTS 社製の標準低サイクル疲労試験機(荷重容量：30kN)を用いた。



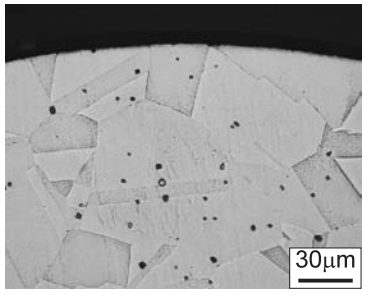
(a)微小試験片

(b)標準試験片

図１　微小および標準試験片の形状・寸法



(a) 研磨前



(b) 研磨後

図２　微小試験片の平行部断面

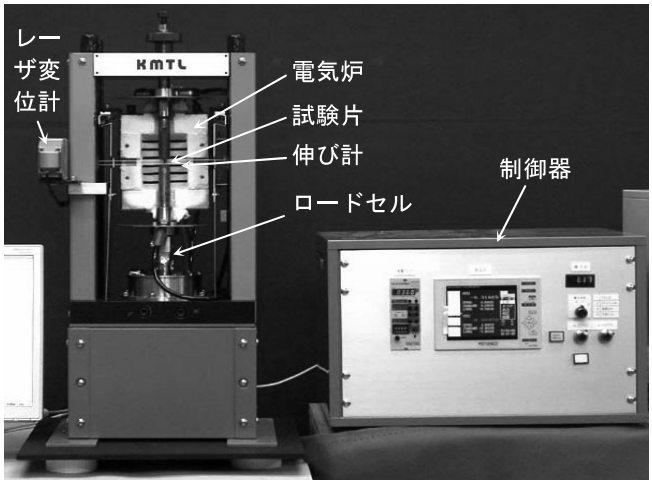


図３　微小低サイクル疲労試験機

実験は、微小および標準試験片を通じて同一の実験条件で行った。実施した低サイクル疲労試験の実験条件は、試験温度 600℃、全ひずみ範囲が 0.6、0.7、0.8、1.0 および 1.1%の 5 レベルで、ひずみ負荷にはひずみ速度 0.1%/s の両振り対象三角波を用いた。試験片は、大気中で電気炉により 600℃に加熱した。なお試験温度 600℃は、疲労損傷の加速試験となるよう稼動中の大型プラントより高い温度条件を再現したものである。試験片の伸びは、標点(標点距離=2mm)に接触させた 2 本のセラミック棒(φ1mm)の片端を電気炉外に出し、片端間の変位をレーザ変位計を用いて計測した。また本研究では、破損繰返し数(N_f)を、引張側最大応力が定常時の 3/4 に減少したとき、あるいはそれ以前に破断したときの繰返し数で定義[2]した。

3　結果と考察

図４に微小および標準試験片の低サイクル疲労試験における塑性ひずみ範囲($\Delta\varepsilon_p$)と破損繰返し数の関係を示す。図より、標準試験片の破損繰返し数は、塑性ひずみ範囲で次式のように整理できた。

$$N_f = 3.152\times10^2\left(\Delta\varepsilon_p\right)^{-3.654} \qquad (1)$$

さらに微小試験片のデータ点(●)は、式(1)の N_f を基準としてほぼ係数 1.5 の範囲内に整理された。したがって式(1)より、両対数グラフ上で塑性ひずみ範囲と破損繰返し数が比例していることから、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の高温低サイクル疲労寿命は、微小および標準の両試験片で Coffin-Manson 則[3]を満足し、また微小および標準試験片の破損繰返し数は、ほとんど差がないことが明らかになった。

4　結　　論

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の微小および標準試験片を用いた高温低サイクル疲労試験を実施した結果、破損繰返し数は、微小および標準の両試験片で Coffin-Manson 則を満足した。微小試験片の破損繰返し数は、標準試験片の結果を基準として係数 1.5 の範囲で整理が可能であることが分かった。

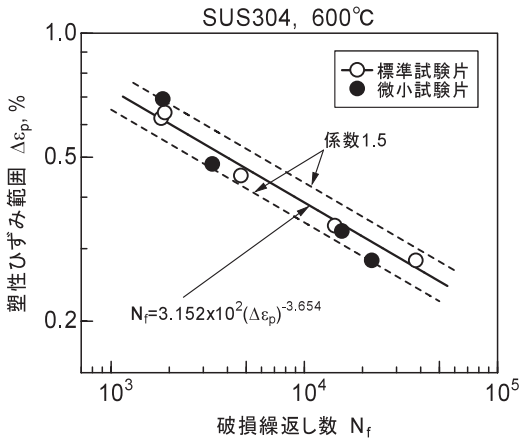


図４　塑性ひずみ範囲と破損繰返し数の関係

謝　　辞

本研究を実施するにあたり、ご協力いただいた㈱神戸工業試験場ならびに㈱湊川金属テストピース製作所の関係者の方々に感謝します。

参 考 文 献

1)藤原昌晴, 村田欣三, KMTL 技報あせんと, 10, No.1, 9 (2004).
2)高温低サイクル疲労試験法標準, 日本材料学会, JSMS-SD-7-03 (2003) p.34.
3)S.S. Manson, NASA TN2933, National Aeronautics and Space Administration (1953).

(文責　野崎峰男)
(校閲　有年雅敏)

〔技術改善研究〕

24　刃物製品の強靱化のための材料試験技術の開発

永本正義，山本章裕，西羅正芳

1　目　　的

草刈り刃などに使用される熱処理鋼板は、主としてSK85（旧SK5）、SKS5およびSAE1075が用いられている。刃物業界ではJISやISO規格のもとで品質の維持に取り組んでいるが、近年、安全・安心へのニーズに対応するため、刃物としての硬さを保ちつつ、より高い靭性をもつ刃物への関心が高まっている。このため、鋼材を提供する鉄鋼メーカーにおいても高靭性鋼の開発が進められている[1)]。そのなかで、強さの指標としているのが曲げ試験である。曲げ試験は試料に局部的な変形を与えた際に試料の表面に亀裂や割れが無いかを観察するもので、割れに対する感受性や強さを評価できる。

本研究は、製造現場でこれらの試験を日常的に行うことができる試験機の開発を目的とし、実用的な小型試験機の試作を行った。次にJIS、ISOに準じた曲げ試験を実施し試験機の性能を検証するとともに薄鋼板の曲げ強度特性について検討した。

2　薄板鋼板の曲げ試験と供試材

2．1　曲げ試験機

試験機の外観写真を図１に示す。また、図２は試験の概略図を示す。本試験機は、電動シリンダのシャフトに取り付けた計測ヘッドのなかを上下にスライドする角シャフトを介して、試料にＶ字形の曲げ変形を与える。試料が受ける曲げ抵抗力はロードセルインジケーターで計測する。パソコンにはRS-232C通信によりデータの取り込みや制御を行った。



図１　試験機の外観

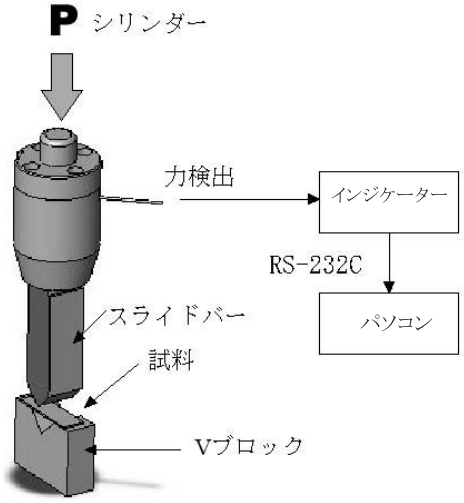


図２　試験の概略図

2．2　供試材と強度特性の計測

試験片は通常の製造工程から採取することとし、SK85の材料を連続炉で焼き入れし、40～50HRCの硬さに調整した後、表面をUB砥石で研磨した。表面粗さRaは0.926μmである。また、試料は円板のほぼ中央部から図３で示した２方向からワイヤー放電加工機で切り出した。試験片の大きさは幅20mm、長さ60mm、厚み1.2mmである。Ａの試験片は研削痕が曲げ試験の稜線に対し平行に、また、Ｂの試験片は直角となるよう採取した。試験片は、円板の中心穴を基準として全てのテストピースが同じとなるよう考慮している。図４は試験片表面のSEM写真像を示す。

図５に曲げ試験の様子を示した。90度のV字ブロック上に試験片をのせ、負荷速度は毎秒1～5mmで曲げ試験を行った。先端の曲げ半径は3,5,7,9,11mmとした。

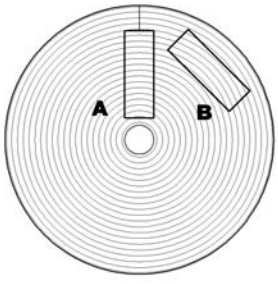


図３　試験片の採取位置と研削痕の方向

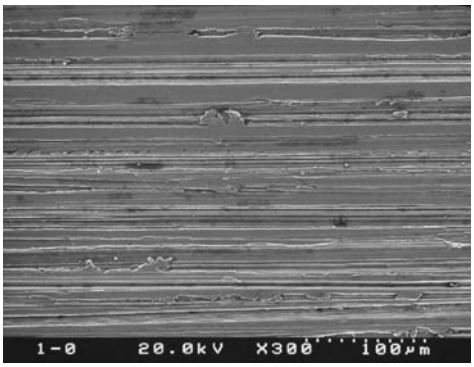


図４　表面研削痕のSEM写真

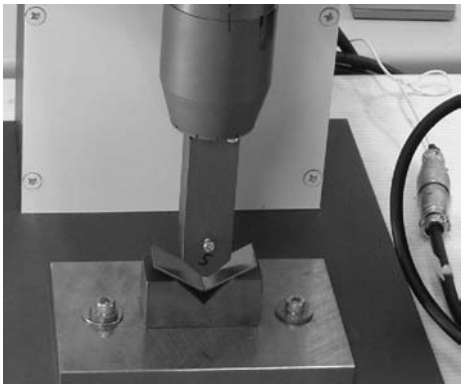


図５　曲げ試験の様子

３　結果と考察

３．１　曲げ試験機

図６は、図３で示した研削痕が90度異なるＡ及びＢの試験片を２本づつ連続して押し曲げた時の計測画像を示している。パソコンの画面上の波形からも研削痕の方向性が割れに対して影響を与えていることがわかる。試作した曲げ試験機では試験条件や製品仕様データとともに、曲げに対する抵抗を力－時間線図をbmp形式の画像で保存することとした。これにより、製品の曲げ強度を評価するためのデータベースとして活用が可能である。

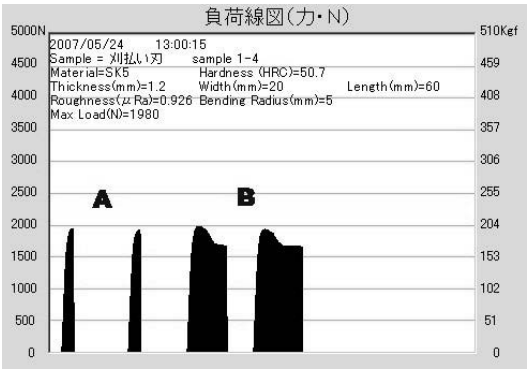


図６　曲げ状態を力－時間線図として表示

３．２　曲げ強度特性

図７は、硬さが50HRC、Ａの試料を曲げ半径3～11㎜で曲げ試験した結果を示す。曲げ半径が小さい場合には板の外表面で大きな伸びが生じるために割れやすくなり、反対に曲げ半径が大きいと伸びも小さくなり、割れにくくなることがわかる。

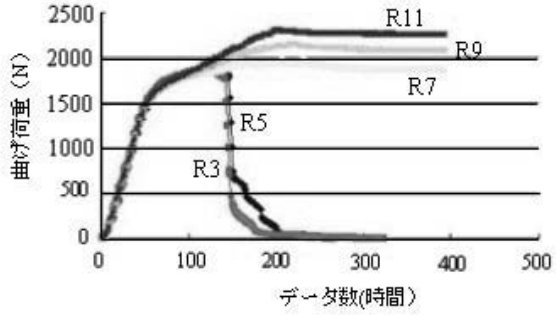


図７　曲げ半径と割れ感受性

図８は、45HRCと50HRCの硬さの異なる円盤から採取したＡ，Ｂ試験片の曲げ試験結果を示す。なお、曲げ半径はJISに基づき厚みの7.5倍の半径９㎜とした。45HRCの硬さではＡ，Ｂとも割れは見られなかったが、50HRCの硬さではＡは割れ、Ｂでは割れが見られなかった。この結果、50HRCレベルの硬さでは研磨痕の深さや方向性が曲げ強度に対して大きく影響することが分かった。

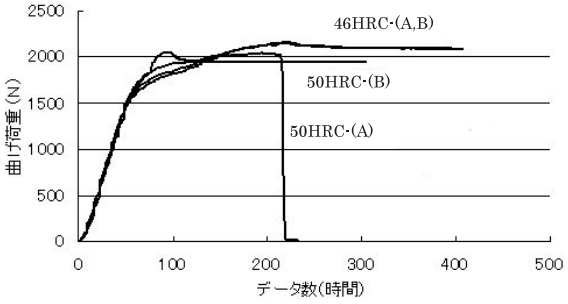


図８　硬さならびに研磨痕の方向性と曲げ強度
（曲げ半径：9㎜）

４　結　　論

刃物製品の強靱化のために、実用の小型材料試験機を試作した。また、性能を検証する曲げ試験を実施した。その結果強靱化への種々の情報を得ることができ、今後この成果を業界へ普及させていく予定である。

参 考 文 献

1）藤原　勝，田頭　聡，平松昭史，日新製鋼技法，NO84，P46(2003)

（文責　永本正義）
（校閲　髙橋輝男）

〔兵庫県ＣＯＥプログラム推進事業〕

25　低被ばくデジタルＸ線撮像装置の実用化研究

森山茂樹，柴原正文，松本哲也，金谷典武，後藤浩二，浜口和也

1　緒　　言

物質の内部をＸ線透視する技術は、医療診断機器や保安関係など広い範囲で活用されている。最近は、CCD カメラを利用して、2 次元のＸ線画像をデジタルデータとして得るイメージングプレート(以下、IP)の使用が主流となっている。

しかし、IP の撮像可能な範囲は縦・横 38cm 四方であるため、大面積の撮像は複数回に分けての撮像が必要であり、しかも各画像の上下には歪みが発生する。また、発光体がＸ線照射により経時劣化が起こる等の欠点がある。

このような IP の欠点を補うために、Low Dose X-ray 法(以下、LDX)が開発された[1]。LDX は、スリットでライン状に整形されたＸ線ビームとそれと対向したＸ線ラインセンサーで構成され、これらを連動させて走査させることにより、少ない放射線量でダイナミックレンジの広い画像、ならびにワンショットで上下に歪みのない大面積の 2 次元のＸ線画像が得られる。

しかし、現状のＸ線ラインセンサーの空間分解能が IP の空間分解能より劣るため、本研究では X 線ラインセンサーの空間分解能を向上させ、高分解能 LDX を開発することを目的とした。

2　実験方法

LDX ではＸ線ラインセンサーとして、図 1 (a)に示すようなマルチイオンチャンバー(以下、MIC)を採用しており、現状の空間分解能は 1mm である。

本研究では、MIC の空間分解能を向上させるために、陰極を上下に千鳥状に配置して電極ピッチの 1/2 の空間分解能を実現するデュアル電極方式を採用し、新たな MIC を試作した。試作した MIC は、外径φ164mm、内径φ160mm、長さ 210mm のアルミ合金製円筒型であり、その内部に Xe ガスを 0.9MPa 充填した。

Ｘ線を MIC に照射すると、MIC 内部の Xe ガスの一部がイオン化する。そこで、MIC 内部の陽陰極間に直流電圧を印加してイオン電流を起こし、これを MIC 外部に設置したデジタルオシロスコープにより計測した。

3　結果と考察

実験の結果、計測された陽陰極間のイオン電流と電極のピッチ間隔には線形関係があった。これは、電極直上に存在する Xe ガスのみがイオン化するのではなく、電極のエッジ部分でイオン化される領域が広がっているためと考えられる。また、電極ピッチが 0.4mm の場合、隣接する陰極によってイオン電流が低減する弊害も観察されなかったことから、空間分解能として電極ピッチに相当する 0.4mm が確保できることが明らかになった。従って、図 1 (b)のように千鳥状に電極配置した MIC の出力画像では、その空間分解能は 0.2mm に高精度化するものと考えられる。さらに、陽陰極間のイオン電流が被測定材料の厚さ変化に対する追随性も把握することができた。

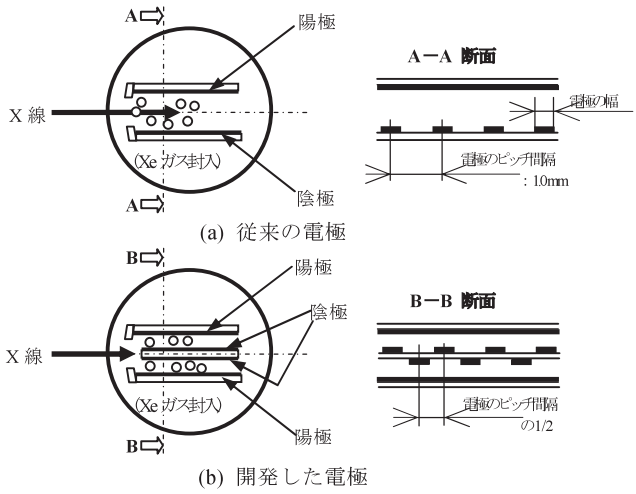


図 1　MIC 内部の構造

4　結　　論

本研究では、MIC の空間分解能を目標としていた 0.2mm に高精度化する目処が得られた。さらに、被測定材料の厚さ変化に対する陽陰極間のイオン電流の追随性も把握することができ、MIC の優れた基本的な諸特性が明らかにすることができた。

謝　　辞

本研究は、平成 18 年度兵庫県 COE プログラム推進事業において、(財)新産業創造研究機構が代表機関となり、大阪産業大学、旭光電機(株)、(株)湊川テストピース製作所ならびに工業技術センターが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) 横山　稔, 奥　康成, 三浦秀徳：特開 2005-257598 (2005).

（文責　柴原正文）
（校閲　有年雅敏）

〔兵庫県ＣＯＥプログラム推進事業〕

26　次世代ロボット用分布型触覚センサの可能性検証

中本裕之，武縄　悟，一森和之

1　目　　的

これまで多くのメーカーなどから人間共存型の次世代ロボットの開発事例が紹介されている。しかしながら、それらロボットが我々の生活を具体的に補助することは未だ実現しておらず、多くの課題が残されている。その一つとして、汎用的な作業を可能とするロボットハンドの実現がある。この汎用的ハンドの必要性は、産業用ロボットに関しても同様であり、今後さらにニーズが高まると予想される。

一方、人間の手と同等の自由度を有する研究はこれまでなされてきた[1)]。しかし、器用な動作を実現するまでには至っておらず、これには制御系の充実や高機能な触覚センサが課題となっている。そこで本研究では、人間の手のように器用な制御を実現するために必要な、力の向きと大きさが取得できる分布型触覚センサの研究を行ったので報告する。

2　モデル化

触覚センサの柔軟カバーに剛体を埋め込むことで（以下、3軸触覚センサと呼ぶ)、せん断方向の力の検出の可能性を検討した。現行の触覚センサをベースに構成した3軸触覚センサのモデル図を図１に示す。3軸触覚センサは3層構造となっており、対象物が接触する面から、剛体を埋め込んだ柔軟カバー、感圧導電性ゴム、電極シートで構成される。次にせん断方向の力を検出する原理を述べる。このセンサにせん断方向の力が加えられたとき図２に示すように、剛体が点Gを中心として傾く。このとき、図２中の点Aと点Bで水平位置に差が生じることから、その差を感圧導電性ゴムの抵抗変化により計測する。この計測した抵抗変化を元に点Aと点Bの傾きを計算することで、せん断方向の力Fyを求める。以上のような原理でせん断方向が計測できると考えられるが、剛体の形状によってせん断方向の検出感度が変化する。そこで本研究では、まず計算機シミュレーションによりせん断方向の検出感度が高くなるような剛体形状を求めた。

3　計算機シミュレーション

計算機シミュレーションには、汎用構造解析ソフトのADINAを用いた。図２と同様にせん断方向の力Fyを加えたときのシミュレーション結果例を図３に示す。図３では、T字の上部分の応力分布に差が出ているのが分かる。この差を計測することにより、せん断方向の力Fyを求めることが可能となる。さらに、このシミュレーションを繰り返すことで、T字の上部分の応力分布の差が最も大きくなるように、図２に示す剛体の形状パラメータを決定した。その結果、y_1=1.0mm、z_1=4.0mm、z_2=0.5mmとなった。ただし、現行の電極シートを使って実験を行う都合上、y_2に関してはy_2=5.5mmとした。

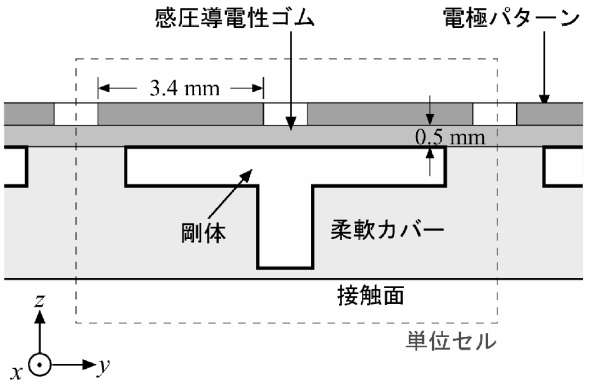


図１　3軸触覚センサのモデル図

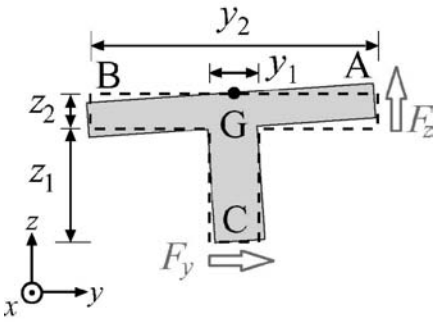


図２　原理図

最適化したパラメータを用いて、T字の上部にどの程度のひずみが発生するのか、さらにシミュレーションを行った。その結果を図４に示す。このシミュレーションでは、モデルに0.1sのタイムステップ毎に大きくなるせん断力をy方向に加えた。剛体の上部の両端にある1から6までの数字は電極の番号に相当し図４の横軸とする。また縦軸はひずみ量を表す。図４に示すように、剛体の上部の両端で明確にひずみ量が異なる。せん断力の大きさによってこのひずみ量の差も変わることも確認した。このことから、ひずみ量の傾きを求めることで、せん断力の大きさを推定できることが明らかとなった。

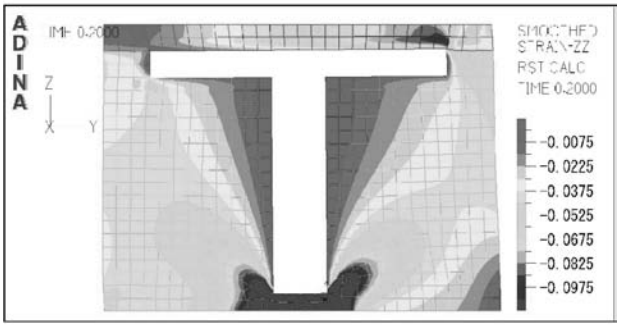


図３　シミュレーション結果例

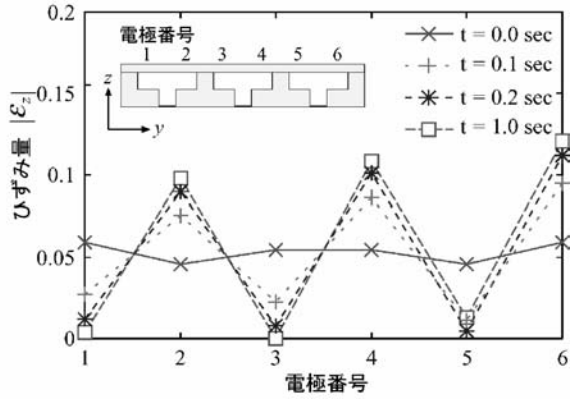


図４　3つの剛体によるシミュレーション結果

4　試作実験

計算機シミュレーションにより求めた大きさで、センサを試作した。剛体を内包した柔軟カバーを用いて試作センサを構成した写真を図５に示す。今回の試作では、定性的な試験を行うために4つの剛体を2x2のマトリックス状に並べており、電極素子は4x4の16点を使用した。

試作したセンサにせん断方向の力を与える実験を行った。まず、センサ面に対して垂直方向（z軸方向）に0.5㎜の長さを押し込み、続いてせん断方向（y軸方向）に0.5㎜の長さだけ動かした。せん断方向に動かす際には、センサ表面とアクリルの板が密着し、すべりは生じていない。このせん断方向への動作をy軸の正の方向と負の方向、またせん断方向の力を与えていないという3つのパターンについて、各電極の出力値をプロットした結果を図６に示す。横軸の電極番号は、図４と同様に剛体の左側に配置した電極から右側へ向かって順に振っている。縦軸はセンサの出力電圧値である。せん断方向の力をy軸の負の方向へ加えた＋の線のグラフでは、電極の1と3の出力値が大きく2と4が小さい。一方、y軸の正の方向へ加えた＊の線のグラフでは逆になっており、電極の1と3で出力値が小さく2と4で大きくなっている。この結果は図４で示した解析結果と同様の結果であり、せん断方向の力の向きがこのセンサによって計測できることが分かる。ただし、せん断方向の力がない場合は図４で示したように、他の2つの線の中間を通ると予測されるが、図６では他の2つの線より高い値となっている。この原因としては、試作の精度や実験条件を十分に考慮していないことが挙げられる。したがって、今回の実験では定性的な有効性は検証できたものの、再度精度の良いセンサを製作して実験を繰り返す課題が残った。

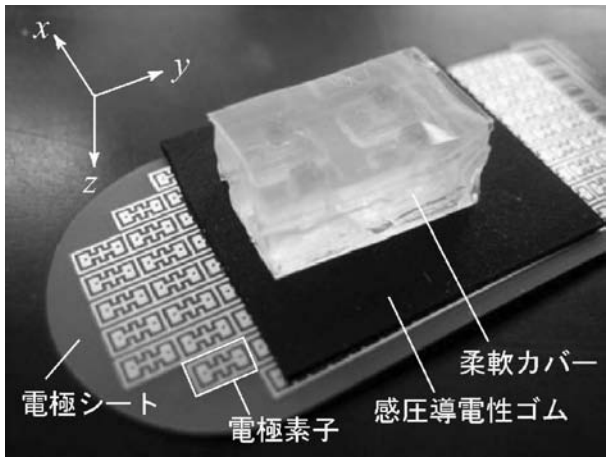


図５　試作したセンサ

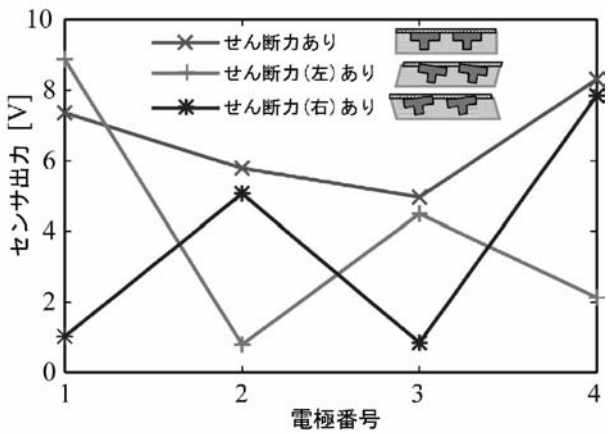


図６　試作センサによる実験結果

4　結　　論

分布型3軸触覚センサを提案し、FEMシミュレーションと試作実験を行い、提案するセンサの原理の妥当性と有効性を確認した。今後は試作精度の高いセンサを製作し、定量的な検証を行う予定である。

参 考 文 献

1) Tetsuya Mouri, et al., Developments of New Anthropomorphic Robot Hand and its Master Slave System, Proc. of IEEE IRS/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems(IROS2005), pp. 3474-3479, 2005.

（文責　中本裕之）
（校閲　北川洋一）

〔兵庫県産学官連携ビジネスインキュベート事業〕

27　インダクタアレイを用いたパッシブ型３軸触覚センサの開発

一森 和之，北川 洋一，中本 裕之，武縄 悟

１　目　的

ロボットが人間の手のように物体を安定に把持し高度な作業を行うためには、ハンド表面に働く力計測のみならず、すべり検出が必要である[1)]。実用的な見地から、これら２つの機能は1つのデバイスで実現されるのが望ましく、これまで様々な原理に基づく触覚センサが開発されてきたが、ノイズの多さや精度が良くないなどの問題があり、いまだ実用化に至っていない。本課題では物体が接触したときの力ベクトルとすべりを同時に精度良く計測することができる３軸触覚センサを開発する。これは、磁気を利用した新たな原理に基づくものであり、磁力源として永久磁石を、受動素子として携帯電話やPCなどの一般回路(トランス、フィルタ)に用いられるチップインダクタを使用する。本センサは、パッシブ型で低消費電力、３軸の力計測と同時にすべり検出が可能といった特徴を有する。誘導則により、接触した物体がすべり始めるような過度的な現象を電気信号として効率よく捉えることができると考えた。本研究では提案する触覚センサの有効性を検証する。

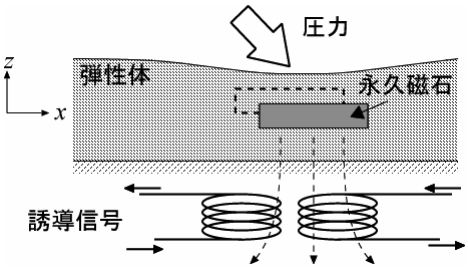
２　原　理

提案する触覚センサの単位セルの構造を図１に示す。永久磁石を埋め込んだ弾性体と、インダクタを配列させた基板からなり、図１のようにインダクタを４つ含んだものを単位セルとする。弾性体が変形するときにインダクタに対する磁石の位置が変化する。変位量に応じて各インダクタに誘導電圧が発生するので、それぞれの信号の振幅の大きさと位相の情報により、センサ表面に作用する力ベクトルの計測が可能となる。

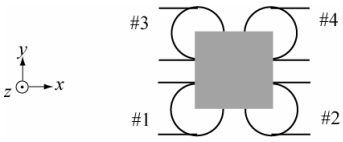
３　実験方法

提案した単位セルの構造を基にして図２に示す触覚センサを試作した。

図２(a)は厚さ1 mmの基板上に3.2×2.5×2.2 mm^3 のチップインダクタ（Panasonic製、ELJPA331）を４つ配置したものであり、センサの裏側となる。各インダクタの中心位置の間隔が５㎜となるようにした。図２(b)は19×12×6 mm^3 のシリコンゲル（信越化学工業（株）、KE1052）にφ5×3 mm^3 のネオジム磁石を埋め込んだものである。図２(c)はそれらを重ねたものであり、同図のように４つのインダクタに番号を与える。

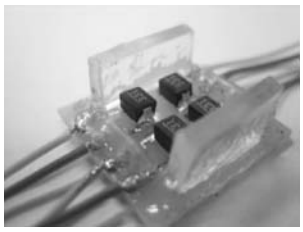


(a) 断面図

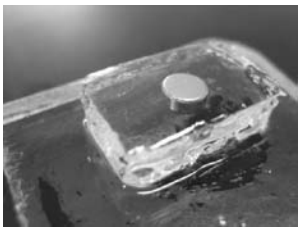


(b) 上面

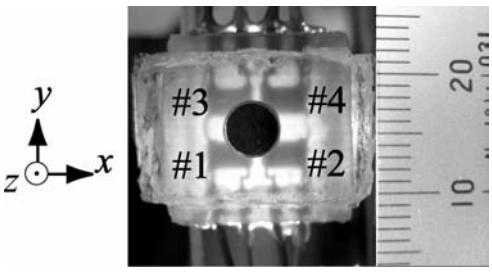
図１　提案する触覚センサの単位セル構造



(a) インダクタ装荷基板



(b) 磁石入りシリコンゲル



(c) インダクタ装荷基板にシリコンゲルを重ねたもの

図２　試作したインダクタアレイ触覚センサ

図２に示した試作したデバイスに任意の力ベクトルを与えるため、図３に示す実験装置を製作した。試作したテストデバイスを直動機上に固定し、アクリル板を使って垂直に荷重を加える。アクリル板には、測定範囲40 Nで0.06 Nの分解能を持つ３軸力覚センサを備え付けた。直動機を水平方向に引っ張ることで、センサ表面に引っ張り力が加わり、引っ張り力が摩擦力を超えるとアクリル板とセンサ表面の間にすべりが発生する。

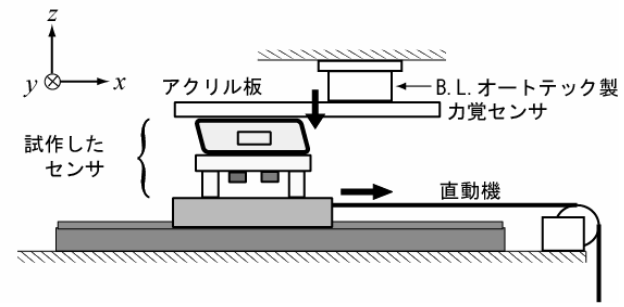


図３　実験装置

4　結果と考察

図３に示した実験装置を用いて行った実験結果を図４および図５に示す。それぞれ結果について、上段には力覚センサで記録した力ベクトル、中段には各インダクタの出力電圧（#1～#4）、下段にはインダクタの出力電圧を積分して磁束密度を計算したものを示している。

図４は、垂直荷重Fz と引っ張り力Fx が同時に加わることによって同じ大きさの振幅を持つ出力電圧が現れ、かつ（#2, #4）と（#1, #3）で逆位相となっていることがわかる。これは磁束密度も同様である。図４の実験結果では、摩擦力よりもFx が小さく、t = 400 msec でシリコンゲルの変形が止まっていることがわかる。

図５はFx が摩擦力よりも大きい場合であり、すべりが発生する290 msecで振幅が大きく急峻なパルス状の信号が発生していることがわかる。パルスの半値幅は10 msec以内であり、290 msecよりも前の信号と位相が反転している。その後、センサはアクリル板をすべり続け、800 msecで装置の端に衝突した。パルスが発生するのは従来の圧電素子を用いた触覚センサと同様であるが、圧電素子の場合は、単にセンサに何かが接触あるいは衝突した場合なのか、それともすべり発生なのかの判別ができない[2]。提案する触覚センサは、すべりが発生する直前に力ベクトルに応じた信号が得られるので、すべりを特定することができる。図５の磁束密度の値が時間とともに一様に下がっているが、これは測定した電圧値にオフセットが含まれているためである。

4　結　　論

永久磁石と一般的な電子回路に用いられるチップインダクタを用いた触覚センサを試作し、実験を行った。力ベクトルに応じた誘導電圧が発生し、すべりが発生する瞬間に位相の反転した急峻なパルス状の信号が得られることがわかった。本センサは３軸の力ベクトルとすべり検出を１つのデバイスで実現するのに有効である。今後は、磁束密度から力ベクトルを計算するアルゴリズムを開発し、得られる計算値を力覚センサの出力と比較を行う。また、オフセット電圧を除去する方法を検討する。

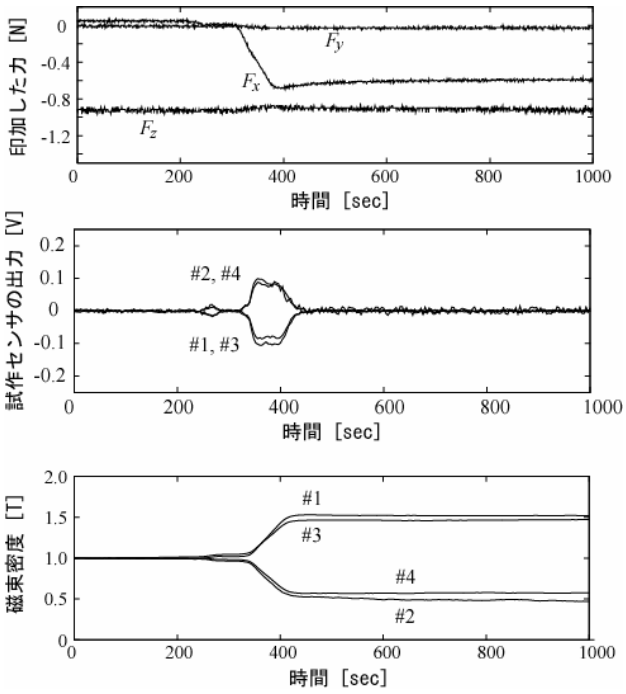


図4　実験結果１（引っ張り力＜摩擦力　のとき）

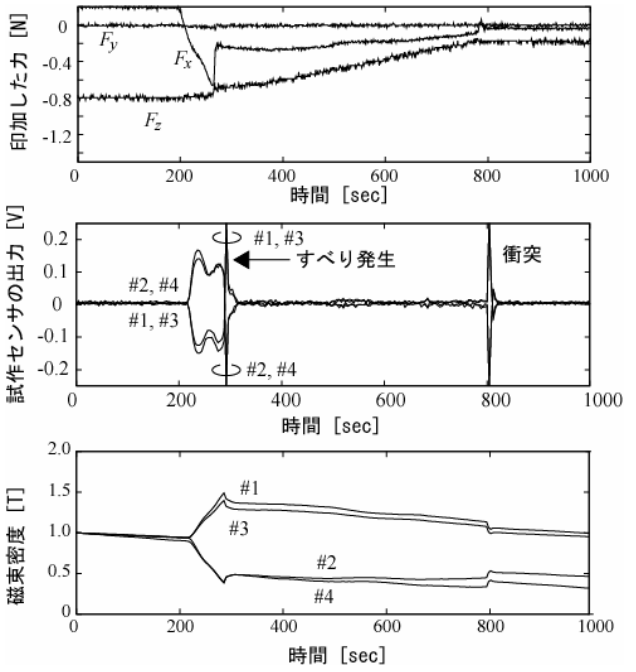


図５　実験結果２（引っ張り力＞摩擦力　のとき）

参 考 文 献

1) M.R. Tremblay and M.R. Cutkosky, “Estimating friction using incipient slip sensing during a manipulation task,” Proc. of IEEE ICRA, vol.1, pp.429–434, 1993.

2) J. Jockusch, J. Walter and H. Ritter, “A tactile sensor system for a three-fingered robot manipulator,” Proc. of IEEE ICRA, pp.3080-3086, 1997.

（文責　武縄　悟）

（校閲　北川洋一）

〔経常研究〕

28　触覚機能を有する高機能ロボットハンドの開発

中本裕之，北川洋一，一森和之

1　目　　的

人間の手と同様の汎用的なロボットハンドを用いることで、産業用ロボットや人間共存型ロボットの作業性が向上すると期待される。そこで、本研究では触覚機能を有する高機能ロボットハンド（以下、ハンド）の開発を行う。本報告書では、ハンドの特長と触覚センサの評価実験の結果について述べる。

2　開発したハンドとセンサ

開発したハンドは、5本の指を備え各指は4関節3自由度を有する。指先の2つの関節は、人間の手と同等に等しい比率で連動する。各関節にはエンコーダと力覚センサを備え、各関節の指腹部に圧力分布が計測できる触覚センサを備える。ハンドと触覚センサの写真を図１に示す。触覚センサは接触面からウレタンゲル、感圧導電性ゴム、フレキシブル基板の3枚のシート状の素材を重ね合わせた構造で約3㎜の厚さである。感圧導電性ゴムは変形すると電気抵抗値が変化する特性をもつ。したがって、センサに圧力が加えられた場合も、圧力に応じて電気抵抗値が変化する。この電気抵抗値をフレキシブル基板上の電極を用いて計測し、触覚センサに接続したPC上で電圧値として取得する。計測点数は指先が102点、その他は70点であり、1点の大きさが3.2x1.8㎜である。

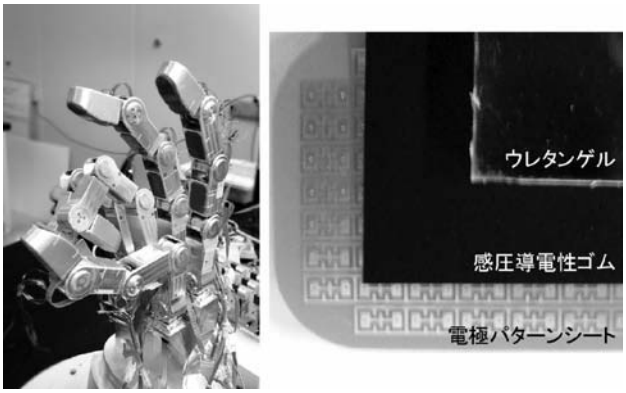


図１　開発したハンドと触覚センサ

3　評価実験

ハンドの対抗する親指と人差し指の指先同士に2段階の力で互いに押し合う動作をさせ、そのときの人差し指の触覚センサの出力を500Hzの周期で計測した。一方、親指の指先にはロードセルを取り付け、人差し指に掛かる力の反力を計測した。なお触覚センサから取得した電圧値と力の関係は非線形である。そこで、式(1)に示すような16変数からなる1次方程式により、ある計測点での力Fを推定する方法を考案した。

$$F = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + \ldots + a_{16}x_{16} \qquad (1)$$

ここで、a_i(i=0..16)は方程式の係数である。x_j(j=1..16)は計測した電圧値を代入する変数であり、計測した電圧値（0～4095）を16分割し、jが小さいx_jから順に$0 \leqq x_1 \leqq 255$、$0 \leqq x_k \leqq 256$(k=2..16)と電圧値を代入する。例えば、電圧値が1000の場合、x_1=255、x_2=x_3=256、x_4=233、x_5=..=x_{16}=0となり、これを式(1)に代入することで計測点に加えられた力Fを求める。また、力Fを求めるためには係数a_iを事前に求める必要があるが、この方程式を力Fの変数x_jに対する回帰平面の式とみなして係数a_iを求めた。結果を図２に示す。3N程度の小さい力に対しては両者の値が一致しない部分がある。これは、ウレタンゲルが触覚センサに掛かる力を減衰し、感圧導電性ゴムまで力が伝わっていないことが原因と考えられる。一方、それよりも大きな力についてはほぼ一致している。このとき触覚センサとロードセルの出力の重相関係数は、0.99であった。これにより、触覚センサがセンサ面に掛かる力を高精度に取得できることが分かった。

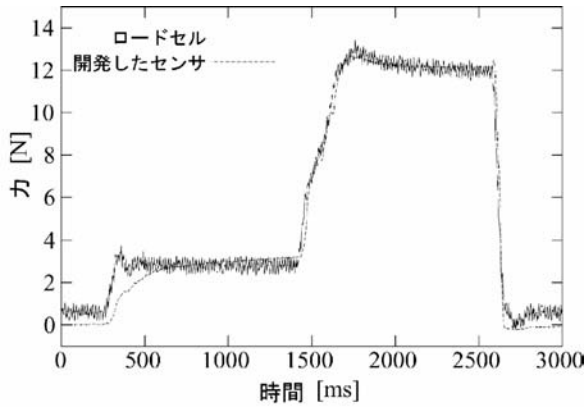


図２　触覚センサとロードセルの出力

4　結　　論

本研究では、人間の手と同等の自由度と触覚センサを有するロボットハンドを開発した。そのハンドに適用した触覚センサの評価実験を行い、有効性を検証した。

（文責　中本裕之）（校閲　松本哲也）

〔技術改善研究〕

29　ユーザビリティ評価によるデザイン改善手法の開発

平田一郎，後藤泰徳，中本裕之，後藤浩二，富田友樹

1　目　　的

使いやすさの客観的な評価方法である「ユーザビリティ評価」は、近年の製品開発のプロセスにおいて急速に導入が進んでいる。特に、操作が複雑になっている電化製品のインタフェースでは、その製品開発にユーザビリティ評価の導入が必要とされている。

そこで、我々は、昨年度からユーザビリティ評価を取り入れた製品開発手法について研究を行い、実際の製品改善によりその手法の有効性を明らかにした[1)]。

本研究は、上記製品改善手法をより効果的な手法として確立するため、下記２点について検討を加えた。

①　ユーザーテストの効率化

②　迅速なプロトタイプ（試作品）の作製方法

2　実験方法

ユーザビリティ評価は、操作時間や課題の達成率の算出等に代表される定量的評価と使用者の操作分析等に代表される定性的評価の２つに区分される。定量的評価は、改善前と改善後の使いやすさの比較評価として有効であり、定性的評価は、デザイン案や設計案から問題点を発見する手法として有効である[2)]。

本研究は、使用者の操作過程から問題点を発見し、デザイン改善を行う手法を構築するため、定性的評価の一つであるユーザーテストの効果的な実施方法について検討した。ユーザーテストでは、ユーザーの操作過程を観察し、戸惑いや間違い等から、製品やプロトタイプの問題点を発見することができる。

ユーザーテストに使用した操作履歴自動記録システムを図１に示す。本システムは、デザイン作成用ソフトとタッチパネルディスプレイ、ホームページ用アニメーション作成ソフトを使用し、タッチパネルディスプレイに映し出されたデザイン案のプロトタイプを直接触り、疑似操作を行うこうとができるようにした。

本システムによるユーザーテストでは、ユーザーが押したボタンに応じ、表示画面が切り替わり、同時にユーザーが操作したボタンと切り替わった画面番号の操作履歴が記録される。このユーザーテストにより得られた操作履歴と設計者が予め想定した操作手順を比較することにより、ユーザーと設計者とのギャップを明確にし、プロトタイプの修正過程にフィードバックさせた。



図１　操作履歴自動記録システム

3　結果と考察

空調機の操作パネルを例に、本研究で開発した操作履歴自動記録システムによるプロトタイプ作製手順を図２に示す。

①デザイン画像の作成、要素分解

　全体のデザイン案を作成した後、各ボタン、各画面に画像を分解する。

②履歴出力情報の登録

　各画像に、ボタン名や画面番号等、操作時に記録する情報を登録する。

③操作系図の作成

　操作手順を検討し、操作系図を作成する。

④プロトタイプの作製

　操作系図をもとに、画面上で疑似操作が可能なプロトタイプを作製する

⑤ユーザーテスト、問題分析

　ユーザーテストを実施し、操作過程における問題の抽出を行う。

⑥修正案作成

　ユーザーテストの結果、確認された問題箇所からプ

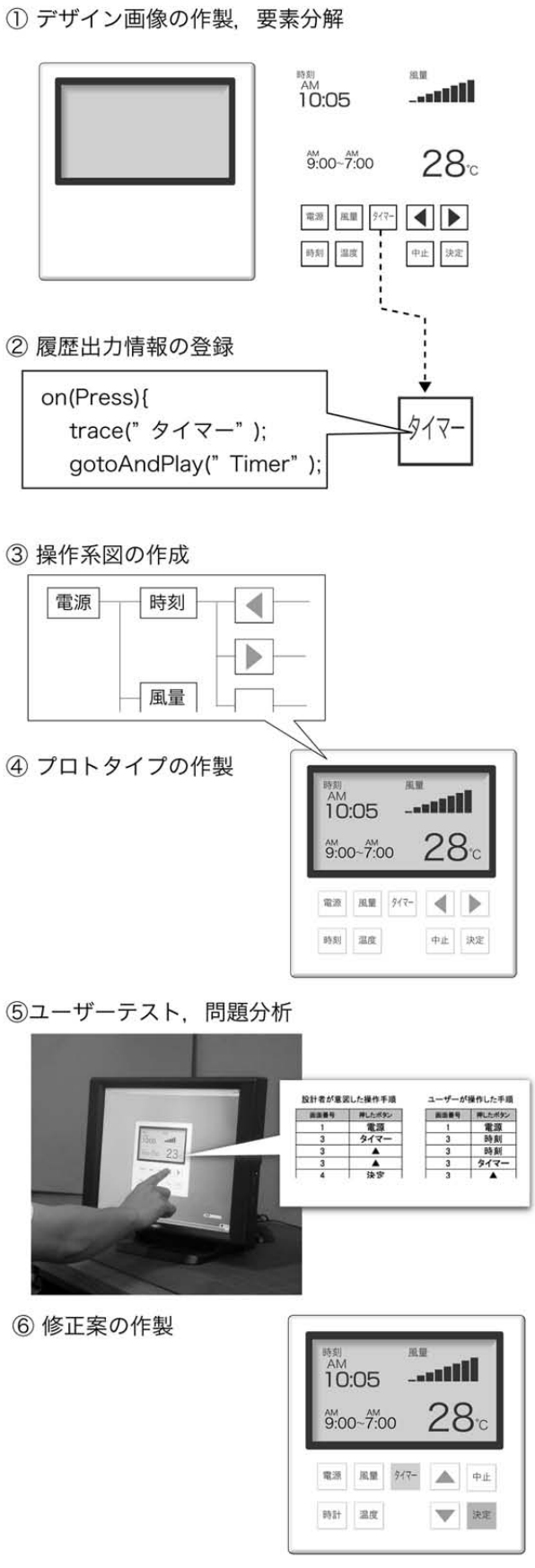


図２　プロトタイプ作製の流れ

ロトタイプを修正する。

⑤、⑥を繰り返し行い、デザイン案のユーザビリティを高める。

従来のユーザーテストでは、実験中の操作履歴の記録とユーザーの操作観察を実験者が同時並行して行う必要があった。これに対して開発したシステムでは操作履歴自動記録するため、実験者はユーザーの行動観察に集中することが可能になった。

ユーザビリティを考慮した製品を開発するためには、設計仕様の決定までにユーザーテストを繰り返し実施する必要がある[2)]。また、デザイン案のプロトタイプは、迅速に作製しなければならない。開発したシステムではデザイン画像をそのままユーザビリティ評価用のプロトタイプとして使用できるため、迅速なプロトタイプの作製が可能である。

さらに，本操作履歴自動記録システムは、前記の結果に加え、下記の利点がある。

① 実機を製作しなくても、実機の場合と同様の評価を行うことができるため、改善行程や改善コストの削減ができる。

② デザイン画像を使用することができるため、他の手法に比べて表現力が高い。

③ 比較的安価な機器で構成されているため、導入しやすい。

4　結　論

本研究は、タッチパネルディスプレイ上に表示したデザイン案のプロトタイプを使用し、操作履歴から操作性の検証を行う評価手法を提案した。その結果、ユーザビリティに優れた製品開発が簡単かつ迅速に行うことができるようになった。

参 考 文 献

1)平田一郎,後藤泰徳，兼吉高宏，後藤浩二，富田友樹，ユーザビリティ評価を取り入れた製品開発手法，兵庫県立工業技術センター研究報告,(2003),p. 298.

2)樽本徹也,ユーザビリティエンジニアリング,(2005),p. 128.

（文責　平田一郎）
（校閲　有年雅敏）

〔経常研究〕

30　自社保有技術を活かしたユニバーサルデザイン商品の開発支援

稲葉輝彦

1　目　　的

現在、県内企業の約３割がユニバーサルデザイン（以下 UD と表現）によるもの作り分野に進出しつつあり、これらの企業は UD もの作りに関する種々の技術支援を行政に求めている [1)]。通常、UD 商品の開発は、各企業が保有する得意技術を活かして取り組む傾向が強く、その結果、機械金属業界では金属材料製 UD 商品の製造割合が多い。これらの商品は破壊荷重の測定により強度評価されているが、長期間にわたる使用中の繰返し荷重に対する評価は行われておらず、最適設計がなされているか不明な点が多い。そこで、本研究では開発 UD 商品の強度における最適設計を支援するため、所定の試験力を繰返し負荷する簡易な耐久性試験装置を作製した。そして、試作 UD 商品の試験を行い耐久性を検討した。

2　実験方法

2.1　耐久性試験装置の作製

種々の形状の UD 商品に対応するため、試験力発生部を万能材料試験のクロスヘッドに装着する構造の試験装置を作製した。試験力の発生はエアシリンダーによる空気圧式であり、最大試験力は、3.5ｋＮ（空気圧 0.7Pa）、試験力負荷時間・休止時間はソリッドステートタイマーにより任意に調節可能である。

2.2　開発 UD 商品の耐久性試験

図１および図２に、試験の一例を示す。図１は段差を解消する踏み台であり、図２は台所で用いる椅子である。踏み台では図に示したように天板中央部に足型治具（足長 260mm）を置き試験した。また、椅子では座面の２点に試験力が集中して作用する治具を用いて試験した。２点間距離は、多くの被験者が実際に座った時の体圧分布測定結果を基に JIS 規格 [2)] との整合性を考慮して、175mm とした。試験では、踏み台、椅子ともに 980Ｎの試験力を 10^4 回負荷した。また、破損が発生しやすいと予測される部位にはマーキングを施し、試験中の変化を目視観察した。

3　結果と考察

試験中、踏み台、椅子ともにマーキングした部位の破損は認められなかった。試験後、構造や機能に関する以下①～⑧の評価項目について破損など異常発生の有無を詳細に検査した。①本体および部材の変形や亀裂。②溶接部の変形や破損。③ねじやリベットのゆるみや変形、破損。④しゅう動部分の摩耗。⑤部材のたわみによる塗装のはく離や亀裂。⑥接地部のゴムキャップの損傷の有無。⑦稼働部分の機能変化。⑧試験後に稼働機構部分から発生する異音の有無。



図１　耐久性試験事例１



図２　耐久性試験事例２

その結果、すべての評価項目において破損などの異常発生は認められなかった。これらの用具は使用者の体重を 80Kg 以下に制限していることから、通常の使用において耐久性に問題はないと判断された。同時に、破損などの異常発生がなかったことから、これらの UD 商品は設計変更でより一層軽量化することも可能であることが明らかになった。

4　結　　論

所定の試験力を繰返し負荷する耐久性試験装置を作製し、開発 UD 商品を試験した。その結果、開発商品の構造面や機能面における種々の項目について耐久性を評価することができた。これらの評価結果は、開発 UD 商品が強度不足や逆に過剰強度に陥らないための最適設計に寄与するものと判断された。

参 考 文 献

1）高齢者･障害者をはじめ誰もが使いやすいように配慮した製品の開発に関する調査研究報告書：兵庫県，（財）21 世紀ヒューマンケア研究機構，（2006）
2）JIS S1203 家具－いす及びスツール強度と耐久性の試験法，（財）日本規格協会，（1998）

（文責　稲葉輝彦）
（校閲　髙橋輝男）

〔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〕

31　担子菌米による機能性成分含有酒類製造技術の開発

井上守正，吉田和利，大橋智子，浅川大地，吉岡秀樹，桑田　実

1　目　　的

米は、米飯食の減少、新米・ブランド志向により毎年政府備蓄米の1/3が古米となるなど消費低下傾向が続いており、その有効な利用方法が模索されている。

われわれは平成17年度に飯米にきのこ菌糸を生着させた新たな食品素材（以下、担子菌米）の開発を行った。この中で蒸米にきのこ菌糸を増殖させた場合、担子菌米中のグルコース濃度が著増することを確認した。そこでこの担子菌米を米麹の代わりに使用し、並行複発酵により風味、成分に特徴のある酒類を製造することを着想した。きのこを用いた酒類の製造については、いくつかの研究成果が報告されているが、副原料としてきのこを使用する雑酒あるいはリキュールの試験製造がほとんどであった。

そこで本研究では、「担子菌米」を米麹の代替として使用し並行複発酵させることにより、①特徴のある新規酒類を開発する、②きのこの醗酵促進効果を評価する、③きのこの生成する生理活性物質に着目した新規酒類を開発することを目的に検討を行った。

なお本研究は当センター、県立農林水産技術総合研究所森林林業技術センター、大関株式会社の共同で実施したものである。

2　実験方法

2.1　担子菌米の製造試験

今回の試験では、通常の麹に近い状態の担子菌米を製造することを目的にヒラタケを用いて検討を行った。接種用菌糸培地は食用可能な培地組成の液体培地とした。担子菌米の含水量をコメ180g当たり、添加水量60, 80, 100, 120, 140 mlに調整した。これらを用いて担子菌の生育を確認するために、各区分の水分含量、蛋白質含量を測定した。

2.2　担子菌米の酵素力価

添加水量60, 80, 100 mlの担子菌米を試料とした。αアミラーゼ、糖化力、酸性カルボキシペプチダーゼの３種類の酵素活性をそれぞれキッコーマン社製活性測定キットを用いて測定した。

2.3　担子菌米を用いた酒類の製造と機能性成分評価

担子菌米を用いて①並行複発酵、②単発酵法によって製造試験を行った。仕込みは日本醸造協会701号酵母を使用し、発酵温度15℃で製造した。発酵の経過は炭酸ガス放出による重量減を測定して推測した。酒の上槽は遠心分離によって行った。また併せて製造した担子菌米ならびに酒類中のβグルカン、GABAについて分析した。βグルカンは食品成分分析法によって分析し、GABAはウオーターズ社製遊離アミノ酸測定キットを使用し同社製高速液体クロマトグラフ（HPLC）を用いて分析した。

2.4　各種担子菌を用いた新規酒類の開発

さらにヒラタケ以外の担子菌についても検討するために、大関㈱社保有の30種類の菌株について、2段階スクリーニング（①玄米培地培養、グルコース量､グルコアミラーゼ活性測定、②白米培地培養、グルコース量、グルコアミラーゼ及び酸性カルボキシペプチダーゼ活性測定）によって有望株を選抜した。グルコース量はグルコースCαテストワコーを用いて測定し、酵素活性は2.2と同様に行った。選抜した担子菌で製造した担子菌米を用いた酒類の製造は、単発酵法により行った。大関㈱保存の高温発酵型酵母を使用して、20℃で発酵させた。発酵経過観察並びに上槽は2.3と同様に行った。製成酒は次の所定分析項目を測定した。アルコール、日本酒度(NS)、総酸度(TA)、アミノ酸度(AA)は国税庁所定分析法に基づき測定を行った。全糖はフェノール硫酸法、直糖はDNS法、グルコース量はグルコースCⅡテストワコーを用いて測定を行った。またアミノ酸組成、有機酸組成はHPLC法により、香気成分組成はガスクロマトグラフ(GC)法により分析した。

3　結果と考察

3.1　担子菌米の製造試験

担子菌米の培養に伴う含水率および蛋白量変化の例を図１および図２にそれぞれ示す。いずれの加水区分でも培養時間の経過と共に担子菌米中の水分と蛋白質量が増加しており、21日目で概ね米麹と同様の蛋白量となっていた。

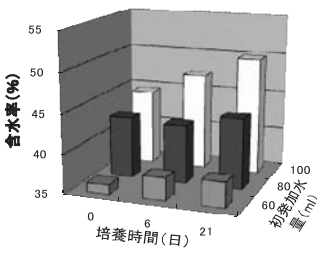


図１担子菌米の含水率変化

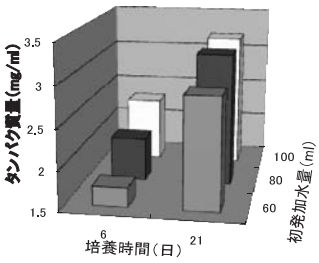


図２担子菌米の蛋白量変化

3.2　担子菌米の酵素力価

担子菌米の各酵素活性を図３に示す。担子菌米の培養に伴い各酵素活性は向上していたが、アミラーゼ系酵素力価については、米麹の1/10～1/20であり、米麹の代替として使用することは難しいことが分かった。

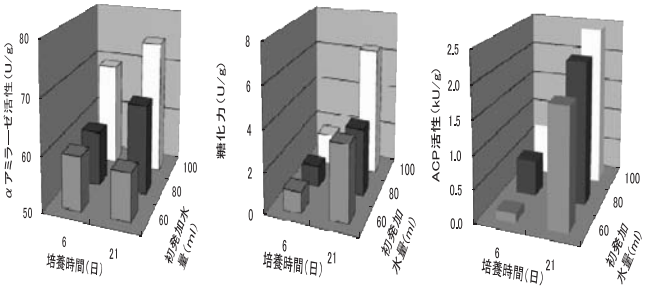


図３　担子菌米のαアミラーゼ、糖化力、酸性カルボキシペプチダーゼ（ACP）活性

3.3　担子菌米を用いた酒類の製造と機能性成分評価

三段仕込の掛米1/2に担子菌米を使用した並行複発酵と、担子菌米単独の単発酵のもろみを製造して酒を試醸した。その結果いずれのもろみも概ね良好な発酵経過を示した。並行複発酵で製造した酒のGABA量を図４に、また単発酵で製造した酒のβグルカン量を図５に示す。GABAについては担子菌米の製造条件によっては通常の清酒よりも含量が増加することが分かった。またβグルカンについては、元々清酒には含有されておらず、担子菌米を用いた酒類に特有の成分であることが分かった。

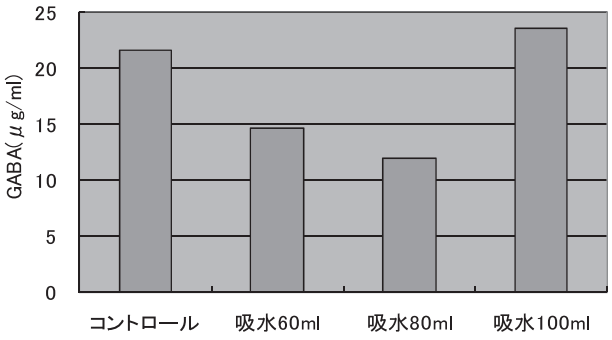


図４　並行複発酵で製造した酒の GABA 量

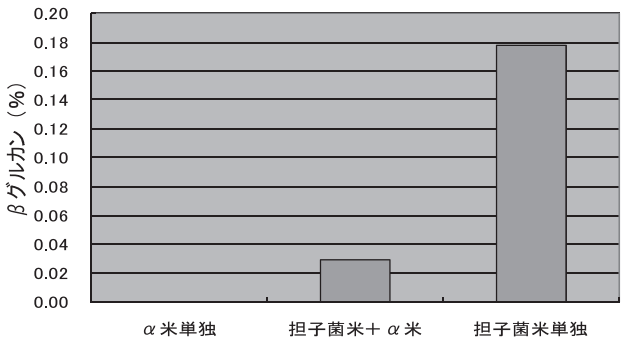


図５　単発酵で製造した酒のβグルカン量

表１　各種担子菌の二次スクリーニング結果

サンプル		白米培地			米糠培地	
	No.	グルコース量 mg/g	GA 活性 mU/g	ACP 活性 U/g麹	グルコース量 mg/g	GA 活性 mU/g
シイタケ	SI1	136.1	87.1	1295.5	138.4	211.6
シイタケ	SI2	15.9	8.5	120.7	46.4	19.4
スエヒロタケ	SU	18.8	0	64.4	69.2	36.8
ヒラタケ	HI1	47.7	5.8	434.5	89.7	18
ヒラタケ	HI2	1.5	0.9	32.2	–	–
マイタケ	MA1	132.8	15.1	201.2	159.5	27.5
カワラタケ	KA1	254.6	62.8	24.1	118.5	32.5
ヒラタケ	兵森林	54.9	0	1826.6	121.4	21.4
ヤナギマツタケ	兵森林	4.6	0	0	16.9	7.7
ハタケシメジ	兵森林	0.1	0	24.1	–	–
タマチョレイタケ	兵森林	9.1	0	1110.4	91.4	0
培地(白米)		3.6				
培地(白糠)					1.4	
米麹				1940-5930		

3.4　各種担子菌を用いた新規酒類の開発

各種担子菌のスクリーニング結果を表１に示す。グルコース量、各種酵素活性から、シイタケSI1とカワラタケKA1が有望であることが分かった。次に３.３と同様単発酵による発酵試験を行った結果、いずれも良好な発酵経過を示した。製造した酒のアミノ酸濃度は全体的に多く、とりわけスレオニン、グルタミン酸が多く、カワラタケについてはGABA含量が顕著に多かった。官能的にも明確に特長があり、香気成分では比較酒では見られなかったエステル類が検出された。また酒を絞った際に得られる酒粕中にも大量のβグルカンが含まれており、酒粕も機能性食品素材として利用できる可能性が示された。

4　結　　論

担子菌米を用いて新規酒類の開発研究を行った。その結果、担子菌米のアミラーゼ系酵素力価は米麹と比較して著しく低く、麹代替として並行複発酵を行うことはできなかった。しかし担子菌米を用いた単発酵では、成分、酒質とも特徴的な新規酒類が製造できた。とりわけ一般的な清酒に比べてGABA、βグルカンなどの機能性成分を多く含んでおり、ヘルシーなアルコール飲料として製品化が期待できる事が分かった。また酒類の製造に伴って生成される酒粕についても大量の生理活性物質が含まれており、機能性食品素材としての用途開発が見込まれる。

（文責　井上守正）
（校閲　桑田　実）

〔経常研究〕

32　清酒もろみ管理技術の高度化

井上守正，吉田和利，吉岡秀樹

1　目　　的

清酒の消費が落ち込む中、吟醸酒等の高品質な製品の開発ニーズが高まっているが、これらの酒類の製造に当たっては、経験と勘にたよる部分が多く特にもろみの「匂い」等は従来の分析技術では製造現場で測定することが難しい上、データの蓄積も少ない。これまで当センターでは匂いセンサを用いた揮発成分の分析技術について検討を行い、もろみ中のアルコール濃度簡易測定技術を開発してきた[1)]。本研究では試験用各種小仕込みもろみを調整し、もろみの上部に漂う揮発性成分を匂いセンサを用いて測定し、もろみ中香気成分の変化を現場で測定する技術を検討した。

2　実験方法

2．1　試験用もろみ仕込

清酒もろみならびに特徴的な揮発成分を生成する事が見込まれる松茸片投入雑酒もろみについて検討することとした。清酒もろみは定法により総米300gで仕込み、雑酒もろみには、自生松茸枝及び傘部を3㎜角のサイコロ状に切断したものを総米の1/25量投入した。但し仕込み容器は１L容バイアル瓶を使用し、各仕込み時の温度および発酵温度は15℃一定とした。発酵経過はもろみの重量減少から推測した。

2．2　もろみ香気成分および匂いセンサ測定

香気成分はヘッドスペース法ガスクロマトグラフにより測定した。匂いセンサによる測定については、前報[1)]と同様に測定した。

3　結果と考察

3．1　各もろみの発酵経過と香気成分分析

いずれのもろみも順調に発酵したが、発酵は雑酒の方が比較的旺盛であった。約30日でアルコール約14%の酒が製造できた。

各もろみの香気成分を測定した結果、全般的に雑酒の方が多めに推移していた。香気成分の差(きのこ－清酒)を図１に示す。発酵時間に伴う変化として、カプロン酸エチル、酢酸エチル等のエステル類は増加し、イソアミルアルコール、イソブチルアルコール等のアルコール類は減少する傾向が見られた。このことは雑酒もろみではアルコール類は初期に多く生成し、エステル類は後期に多く生成することを示している。

3．2　各もろみの匂いセンサ測定

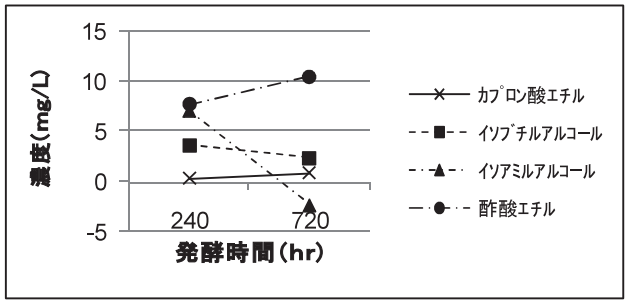


図１　清酒もろみと雑種もろみの香気成分量差
（きのこ－清酒）

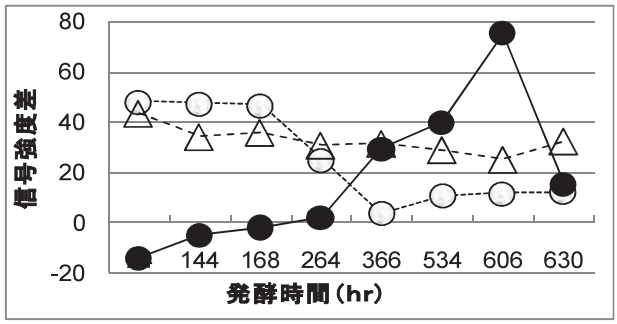


図２　匂いセンサによるもろみ上部の測定例
○：センサ 2R3、●：センサ 2R4、△：センサ 3R5[1)]

匂いセンサによる発酵時間の経過に伴う信号強度の差（きのこ－清酒）を図２に示す。○で示したセンサ2R3による結果はもろみ初期に高く、図１のアルコール類の生成と同様の挙動を示した。一方、●で示したセンサ2R4の結果はもろみ後半で高く、図１のエステル類と同様の挙動を示した。

4　結　　論

清酒およびきのこ片を投入した雑酒もろみについて香気成分を分析し、匂いセンサ測定結果と比較した。その結果、①雑酒もろみではアルコール類は初期に多く、エステル類は後期に多く生成した。②アルコール類、エステル類の増減と同様の挙動を示す測定結果が得られた。以上の結果から匂いセンサでもろみの上部を測定することにより、香気成分の変化を測定できる可能性が示された。

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）

〔技術改善研究〕

33　食品素材の機能性に着目した新規食品開発手法の構築

井上守正，原田　修，吉田和利，大橋智子，浅川大地，吉岡秀樹，桑田　実

1　目　　的

機能性食品素材を用いた新商品開発案件では機能性が期待される成分の含有量を増やす検討が殆どである。しかし、これらの成分は化学的修飾によって吸収性、機能の発揮、体外排出性が大きく変化する。そこで本研究では、製品化の各段階で機能性成分の化学修飾のされ方を確認し、生体により利用されやすい形態での機能性成分の摂取方法を検討することで、素材の機能性に着目した新規食品開発の手法を構築することを目的とした。

今年度は神戸大学農学部金沢研究室で構築されたポリフェノール類の一斉分析法の当センターへの導入を目的に、装置条件の確立ならびに生体試料を用いた調整法について検討した。生体試料としては近年ささやま市が特産品としての差別化に力をいれている黒豆「丹波黒大豆」を用いて調整手法の確認を行った。

2　実験方法

2．1　装置および分析条件

分析にはウォーターズ社製高速液体クロマトグラフ(HPLC)を使用した。カラム：Shiseido Capcell pak C18 UG120（35℃）、注入量：10μl、検出：PDA、溶離液：2液グラジエント（A：リン酸Na緩衝液(pH3.3)-MeOH = 9:1、B：リン酸Na緩衝液(pH3.3)-MeOH = 3:7)、流速：1ml / 分。溶離液のグラジエント条件を表１に示す。

表１　HPLC溶離液のグラジエント条件

時間（分）	A（%）	B（%）
0.01	100	0
15	70	30
45	65	35
65	60	40
70	50	50
85	0	100
95	0	100
100	100	0
120	100	0

2．2　標準試料ならびに生体試料

金沢研究室では約200種類の標品についてライブラリーを作成しているが、ここでは主なポリフェノール類８グループからそれぞれいくつか標品を選択して確認した。分析に使用した標品と検出波長を表２に示す。また生体試料としては、篠山産粉末化黒大豆を使用した。

表２　分析に使用した標品と検出波長

標　品	検出波長(nm)
cinnamic acids	
chlorogenic acid (caffeoylquinic acid)	320
caffeic acid (3,4-OH)	320
trans-cinnamic acids	320
flavones	
luteolin-8-C-glucoside (orientin)	320
luteolin-6-C-glucoside (homoorientin	320
luteolin-3ε,7-di-O-glucoside	320
luteolin-7-O-glucoside	320
apigenin-7-O-glucoside (apigetrin)	320
luteolin-4ε-O-glucoside	320
luteolin (5,7,3ε,4ε-OH)	320
apigenin (5,7,4ε-OH)	320
baicalein (5,6,7-OH)	320
flavone (none)	280
flavonols	
quercetin-3-O-rutinoside (rutin)	370
myricetin (3,5,7,3ε,4ε,5ε-OH)	370
quercetin (3,5,7,3ε,4ε-OH)	370
kaempferol (3,5,7,4ε-OH)	370
flavonol (3-OH)	370
flavanones (2-3 is saturated)	
naringenin-7-O-rutinoside (naringin)	280
eriodictyol (5,7,3ε,4ε-OH)	280
naringenin (5,7,4ε-OH)	280
eriodictyol-7-O-Glucoside	280
isoflavones (B-ring binds to 3 position)	
daidzein-7-O-glucoside (daidzin)	250
glycitein-7-O-glucoside (glycitin)	250
genistein-7-O-glucoside (genistin)	250
daidzein (7,4ε-OH)	250
genistein (5,7,4ε-OH)	250
catechins	
(+)-catechin (R1) H, R2) H, R3) O	280
(-)-epigallocatechin gallate (R1) OH	280
(-)-epicatechin (R1) H, R2) OH, R3	280
Chalcones	
butein (3,4,2ε,4ε-OH)	320
isoliquiritigenin (4,2ε,4ε-OH)	320
Anthocyanins	
delphinidin (3,5,7,3ε,4ε,5ε-OH)	510
cyanidin (3,5,7,3ε,4ε-OH)	510

3　結果と考察

3．1　標品を用いた分析

本条件で分析した場合の各標品の溶出時間を金沢研究室での分析結果と比較した。図１は金沢研究室での分析結果に対する当センター分析値の誤差の出現頻度を示す。

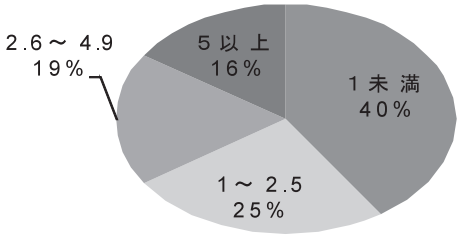


図１　溶出時間時間誤差

図１に示すとおり、標品の約８５％が誤差５％以下であり、溶出時間は金沢研究室の結果と概ね一致した。

３.２　生体試料の分析結果

ポリフェノール類の分析では、生体試料からのサンプル調整が重要なポイントとなる。そこで固体試料からのサンプル調整法を図２に示す。

含有されるポリフェノール類が安定な試料については抽出法でサンプルが回収できるが、配糖体の状態で不安定な場合は加水分解してアグリコン化することで安定に分析できる[1)]。この調整法で調整した粉末化黒豆サンプルの分析例を図３に示す。

図３に示すとおり、黒豆のアントシアニジンについては、加水分解により分析が可能である。この方法で調整したサンプルについてポリフェノール類を一斉分析した例を図４に示す。各種ポリフェノール類がピークとして検出されており、一斉分析が可能であることがわかる。

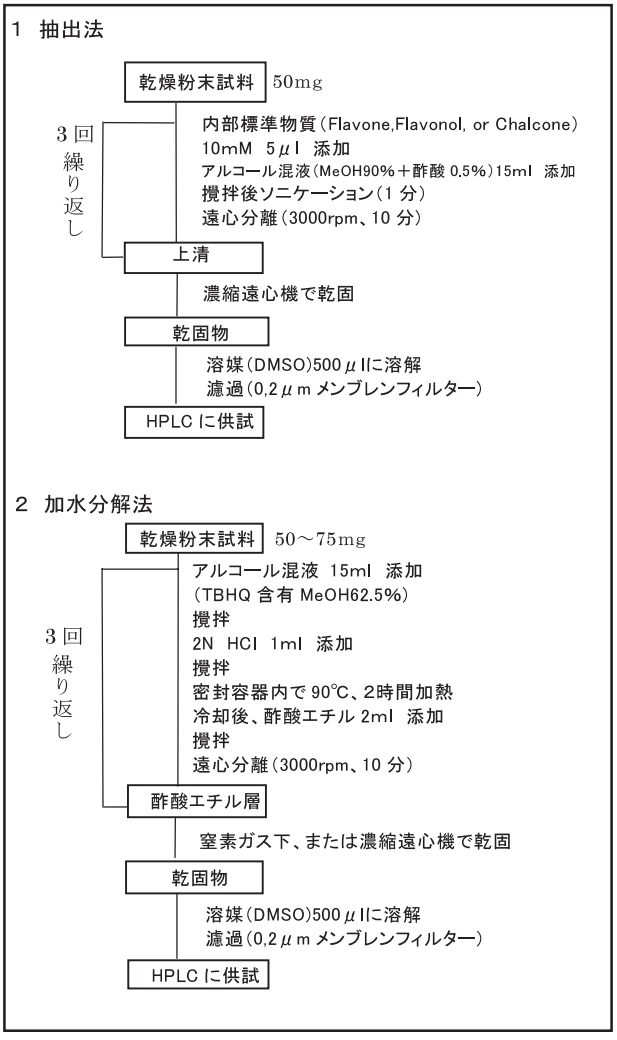


図２　固体試料からのサンプル調整法

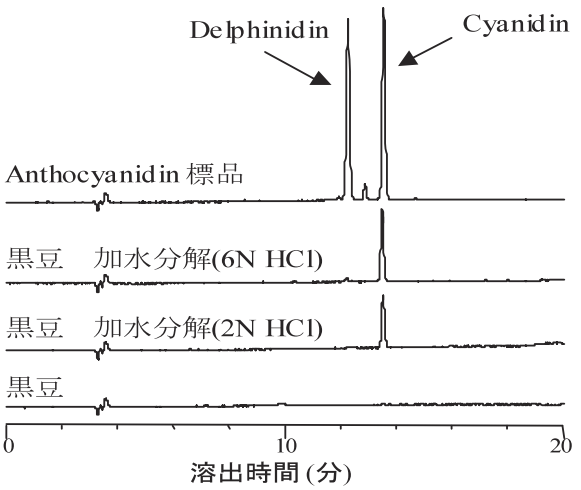


図３　粉末化黒豆アントシアニジンの分析例

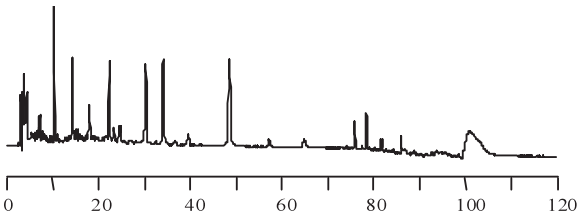


図４　黒豆ポリフェノール類の一斉分析例

４　結　　論

神戸大学農学部金沢研究室で構築されたポリフェノール類の一斉分析法の導入を目的に検討した結果、①標品は金沢研究室と同様の保持時間であり、②最適な調整法を検討した結果、粉末化黒豆試料のポリフェノール類が一斉分析できた。③ポリフェノール類データベースの利用が可能である。

謝　　辞

本事業の推進にあたりご指導を賜りました、神戸大学農学部金沢和樹教授に御礼申し上げます。

参 考 文 献

1) Sakakibara, J.Agr.Food.Chem.,51,3,571(2003)

（文責　井上守正）
（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〕

34　薬効植物の高度利用と新規用途開発に関する調査研究

原田　修，大橋智子，桑田　実

1　目　　的

本事業では、当センターと兵庫県立農林水産技術総合センターならびに地域の大学、企業が、個々の特長ある技術ポテンシャルを総合的に活用するための研究会を組織し、兵庫県内産の薬草ならびに薬効が期待される農産物の有用性を調査することを目的としている。さらに、対象となる農産物を選定するとともに、対象物について熱水抽出技術による高度利用と新規用途（未利用部分の有効利用や有効成分の濃縮、機能性食材としての利用等）を可能性試験によって確認することを目的としている。ここでは、①兵庫県内産の薬草ならびに薬効が期待される農産物の有用性を調査し有効な薬効植物を選定し、②熱水抽出技術を利用して薬効植物エキスの高効率抽出法、ならびに③熱水抽出した薬効植物エキス（抽出物）の効能について検討した結果について報告する。

2　実験方法

本研究で利用した熱水抽出装置の概略図を図１に示す。熱水抽出装置は可変流量の送液ポンプ、電気炉、抽出管を備えている。試料を抽出管に入れて、あらかじめバイパスを経由させておいた熱水を抽出管へ導入して抽出を始める。抽出管入口温度(T1)を148、188、および240℃に設定すると、抽出管出口温度(T2)は図２に示したように抽出管や試料の温度が低いため徐々に上昇した。抽出液の一部はそのまま高速液体クロマトグラフ（HPLC）により分析を行い、残りを凍結乾燥して抽出成分の収量、およびポリフェノール量を測定した。また、柿蒂(へた)の指標成分となっているbutulinic acidを定量することにより熱水抽出物の効果を考察した。

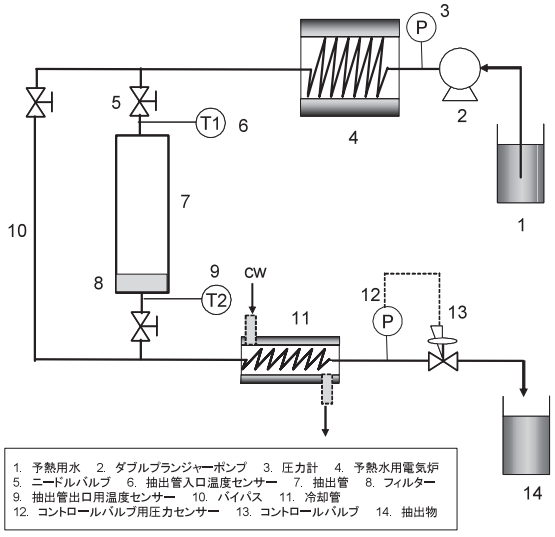


図１　熱水抽出装置

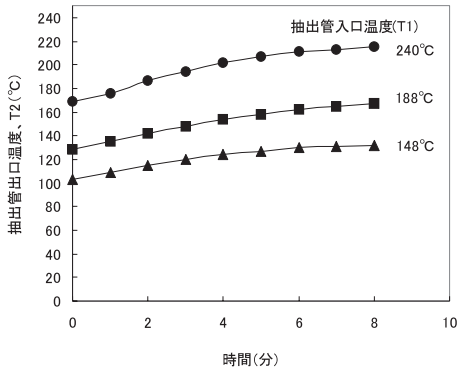


図２　抽出管入口温度（T1）および出口温度(T2)

3　結果と考察

3．1　薬効植物の選定

兵庫県下で産出される代表的な薬効植物は、オウレン、センカ、トウキ、ナンテンである。しかし、漢方薬を取り扱っている㈱栃本天海堂によると、薬効植物で一番利用されているのが柿蒂であることが分かった。兵庫県下でも柿の生産は多く、柿蒂を本研究の試料とすることにした。

柿蒂はしゃっくりを止める効能があるが、起因物質は明らかにされていない。外科手術において胃を安定させる（しゃっくりを止める、防止する）ために用いられたり、何らかの疾病により発生するしゃっくりを止めるために患者に煎じて供される。

3．2　柿蒂の熱水抽出

柿蒂の熱水抽出では、抽出管のフィルターに目詰まりは認められず安定した抽出を行うことができた。図３に可溶成分の収量および残渣量を示す。可溶成分と残渣の合計が 100%にならないのは、抽出管内に付着して回収できない残渣および抽出管内残液に含まれる可溶成分が含まれていないためである。図から明らかなように、抽出物の収量は T1 の上昇に伴い増加し、一方で残渣は減少し 240℃での収量は 44.0%となった。この温度ではほぼ半分量の蒂が水可溶成分になった。

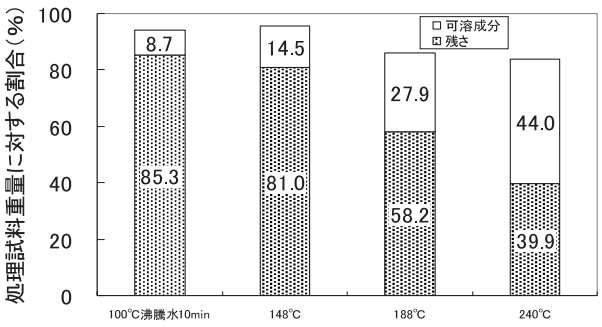


図３　可溶成分の収量および残渣量

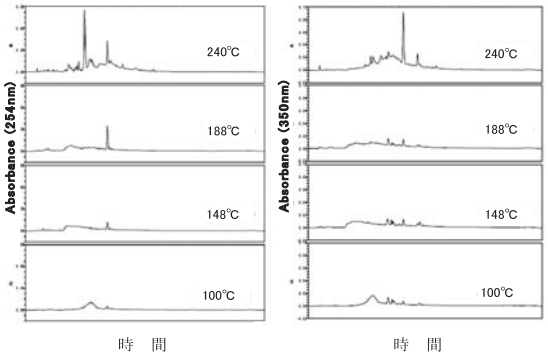


図４　抽出管入口温度（T1）による可溶成分のクロマトグラフの変化
左図：254nm　　右図：350nm

図４にHPLCの分析結果を示す。カラムはWatersC18 Synmetry 5u 4.6×150mm、流速 1mL/min、検出はUV254nmおよび350nm、グラジエントはB液（アセトニトリル）１％→80％（20 分間）である。図より、254、350nm ともに抽出温度の上昇とともに種々のピークが現れ、増加している。これらのピークは、柿蒂の成分であるヘミセルロースやリグニンが可溶化したものに起因すると考えられる。可溶化したリグニンはポリフェノール様の構造をしていると考えられ、抗酸化活性等の生理活性が期待できる。図５に可溶成分中のポリフェノール量を示す。抽出温度が高くなるとポリフェノールが増加し含有量が 16.3%（188℃）と沸騰水抽出に比べ約２ポイント増加した。また、可溶成分の絶対量が増加しているため、ポリフェノール様物質の収量はさらに増加していることになる。

３．３　柿蒂の指標成分分析

図６のように柿蒂の指標成分であるbutulinic acidの定量を行ったところ、 MeOH 抽出による兵庫県産ならびに大阪市場品の含量は8.69ならびに21.92 mg/gであり、個体差が認められる。一方、200～240 ℃、11 MPa の条件下での抽出物には 0.16 mg/g の butulinic acid が含まれていた。この値は生薬換算含量で比較するとMeOH抽出の1/10以下であった。しかし、ここでは示していないが沸騰水抽出では認められなかった

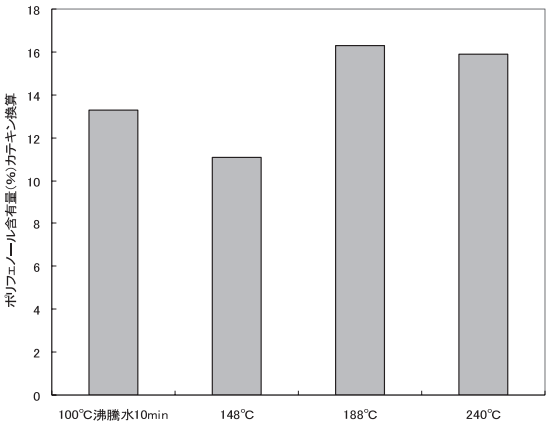


図５　可溶成分中のポリフェノール

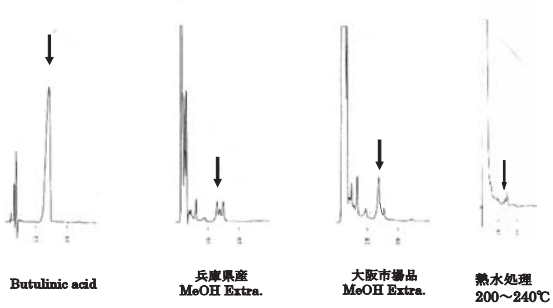


図６　MeOH抽出物と熱水抽出物のbutulinic acid

butulinic acid が熱水抽出物中に認められたこと、および可溶成分量が大幅に増加したことからしゃっくり抑制成分も多量に含まれていることが十分に期待される。

４　結　　論

柿蒂の熱水抽出を行ったところ以下の知見が得られた。①柿蒂を熱水抽出すると抽出温度の上昇とともに可溶成分の収量も増加した。②HPLC の分析より可溶成分中には多くの成分が含まれていた。柿蒂の指標成分であるbutulinic acid含有量は少なかったが可溶成分は大幅に増加したことから、しゃっくり抑制成分も多量に含まれていることが十分に期待される。③抗酸化活性効果が期待されるポリフェノールの含有率が熱水抽出により高くなった。

本研究にあたり、HPLC 分析を行っていただきました神戸学院大学　平野裕之助教授、および貴重なご助言をいただきました神戸学院大学　山岡由美子教授、(財)新産業創造研究機構 大隈修氏に厚くお礼申し上げます。

（文責　原田　修）
（校閲　桑田　実）

〔経常研究〕

35　過熱水蒸気乾燥による食品の高付加価値化に関する研究

原田　修，大橋智子，桑田　実

1　目　　的

食品の乾燥には一般的に熱風乾燥が用いられるが、長時間を要し、酸化反応が起こりやすい。そのため、乾燥時間が早く酸化反応がほとんど起こらない過熱水蒸気乾燥が注目されている。我々は過熱水蒸気乾燥を利用した熱変成の少ない乾燥方法の基礎的な検討を行ってきた。その中で、過熱水蒸気により乾燥中の食品成分が縮合反応等により機能性物質へ転換して、食品の高付加価値に繋がる場合があることを見いだした。本報告では生姜を過熱水蒸気乾燥することにより高付加価値化した事例を紹介する。生姜は生の状態ではギンゲロールと呼ばれる物質が含まれ、これが脱水反応でショウガオールという物質に変換される。漢方ではギンゲロールとショウガオールの含有比は１：１が良好とされる（通常法では10時間の成分調整工程（蒸し工程、乾燥工程等）を要する）。

2　実験方法

使用した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を備えている（図 1)。過熱水蒸気を発生させる電気炉および乾燥管の電気炉の設定温度は 450℃で、送液ポンプの流量は 10mL/min とした。試料に用いた生姜を 0.5×0.5×3cm に切り出し、熱電対に挿入して乾燥管の中に設置した。過熱水蒸気の温度は 199℃であった。過熱水蒸気に所定時間さらされた試料を取り出し、ホモジナイズの後 80%エタノール/水でギンゲロールとショウガオールを抽出して高速液体クロマトグラフ(HPLC)によりそれぞれの成分を定量した。

3　結果と考察

生姜の過熱水蒸気乾燥時の T1 : 過熱水蒸気温度、T2 : 乾燥管内過熱水蒸気温度、および T3 : 生姜内部温度の温度変化を測定した結果を図２に示す。

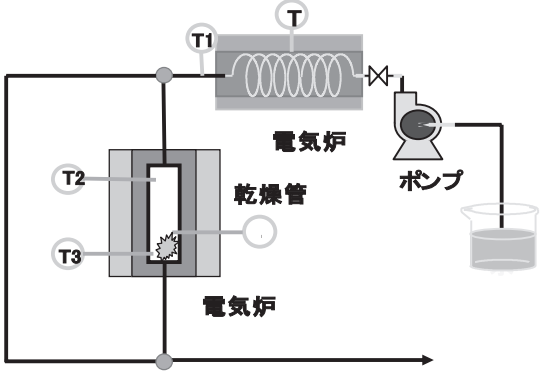


図１　過熱水蒸気乾燥機の概略図

生姜が乾燥したと考えられる 36 分後、さらに過熱水蒸気下において 50、60、90 分後の乾燥試料についてショウガオールおよびギンゲロールの分析を行った（図 3)。ギンゲロールは過熱水蒸気による脱水反応によりショウガオールへ変換するためその含有量が減少し、それに伴いショウガオール含有量が増加した。50 分間過熱水蒸気処理した試料は両者の含有量比がほぼ１：１となった。つまり、生姜を過熱水蒸気乾燥するだけで短時間に漢方で処方される生姜と同等な成分にすることができ、高付加価値化に繋がった。

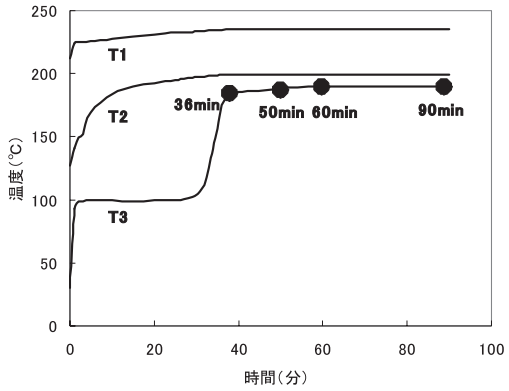


図２　過熱水蒸気乾燥による各温度変化

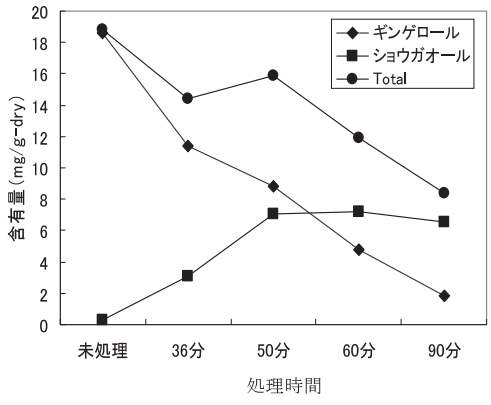


図３　過熱水蒸気処理ショウガ中のショウガオールとギンゲロールの含有量

（文責　原田　修）
（校閲　桑田　実）

〔産学研究発掘・育成事業〕

36　多機能マイクロ流体チップによるDNA高感度・高速分析基盤技術の調査研究

才木常正

1　目　　的

ライフサイエンス分野では、分析チップ技術は急成長を続けており、その用途も医療品開発、食品検査、臨床診断、科学捜査から環境分析まで多岐に渡っている。癌、生活習慣病においては、遺伝子やタンパク質の構造・機能を解明することで効率的に医療品（ゲノム創薬）を開発でき、これら遺伝情報を基にしてテーラメード医療を行うことも可能である。しかし、従来の分析チップは分析面積が小さく集積化が困難で、解析に長時間が必要であるとともに、量産コストが高く、解析に用いる試薬が非常に高価であるという問題がある。このため、現状では大部分が試験研究用に使われており、医療・臨床診断には殆ど使用されていない。

そこで、本事業では大幅な解析感度と速度の向上とコストの低減を目標に、放射光による加工とナノインプリント（超微細複製）を組み合せた新しい技術により、ディスポーサブルの集積型DNA解析アレイチップの開発を行った。

本報告では、アレイチップの解析感度向上のために調査した電気泳動分析のシミュレーションの結果、および得られた結果をもとに製作したディスポーサブルの集積型DNA解析アレイチップについても述べる。

2　電気泳動分析のシミュレーション

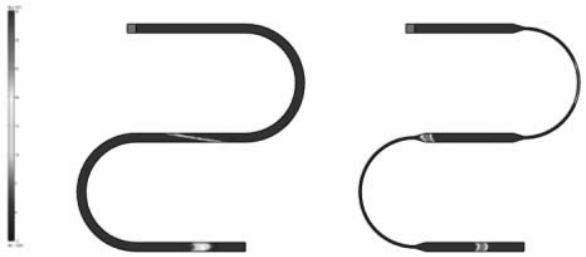
電気泳動とは、電場中における物質の移動度の差を利用して分離する方法である。そのために、一定以上の分離流路長の確保する必要あり、更に集積化をさせることを考えると、配置の上で分離流路を屈曲さなくてはならなくなる。一方、分析感度に関係する注入サンプルの拡散については、曲部もしくは流路全体の流路幅を狭くすることで抑制されると報告されている[1-4]。そこで、曲部の幅を細くした流路の効果をシミュレーションにより検証した。

シミュレーションでは、電場中の試料サンプルの拡散をイオン濃度の分布として記述することが可能である数値流体力学ソフトCOMSOL Multiphysics(MEMSモジュール)を用いて計算を行った。パラメータの設定値を表1に示す。設定値としては、ソフト付属の電気泳動シミュレーションモデルのパラメータを流用した。ただし、流路形状の影響を見積もりやすくするため、拡散係数の値を1/100に設定している。

表１　シミュレーションのパラメータ

流体の密度	1000kg/m^3
流体の動粘性係数	0.001Pa・s
イオンの拡散係数	2×10^{-12}m^2/s
イオンの移動度	4.038×10^{-13}S^{2}mol/kg
イオンの濃度	27.84mol/m^3
イオンの電荷数	-1
平均電界強度	10V/mm

曲部の流路幅が80μmと20μmの電気泳動シミュレーションの結果を図１(a)と(b)にそれぞれ示す。ちなみに、直線部の流路幅はどちらとも80μmである。この図は、水で満たされた全長6mmのS字型流路中の上部末端に100μmのサンプル（イオン）を注入した結果であり、注入サンプルの濃度分布の時間変化を示している。図(a)のサンプルの濃度分布に比べ(b)のそれの方が拡散が小さいことがわかり、曲部を細くすることで大きな拡散抑制効果がある事が検証できた。

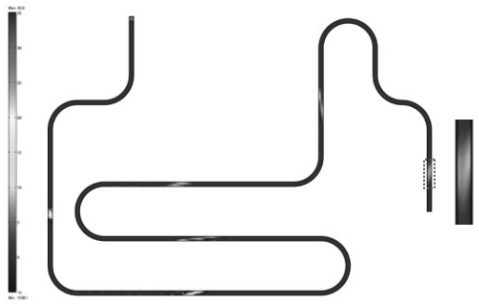


(a) 等幅　　(b) 曲部細化

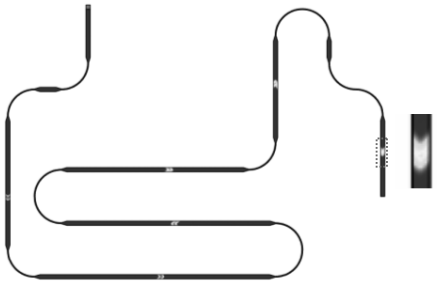
図１　電気泳動によるサンプル濃度分布の時間的変化

次に、集積化のために9mm角中に全分析流路を収めた７種類のパターン(A～G)について、シミュレーションを行った。ここで用いた流路パターンは曲部の流路幅と全流路長を変えたものである。流路パターン中の直線中央部を試料サンプルが通過する時点の濃度分布の２つの例を図2に示す。図(a)と(b)に示した例は曲部の流路幅がそれぞれ80μmと20μmの場合である。両方の例とも、直線部の流路幅は80μmであり、全流路長は29.4mmである。この図の流路右側の点線部については測定地点であり、その部分の拡大図を右横に示している。但し、流路形状

によりプラグの移動速度が若干異なるため、各パターンの濃度分布は同時間の計算結果ではない。



(a) 直線部80μm幅、コーナー部80μm幅、流路長29.4mm



(b) 直線部80μm幅、コーナー部20μm幅、流路長29.4mm

図２　試料プラグの濃度分布

観測点でのサンプル濃度分布を見積るため、点線部において泳動方向に1次元化し、ガウシアンフィッティングにより半値幅を求めた。曲部と直線部の流路幅比に対する電気泳動開始点と観測点でのサンプル濃度分布の半値幅を図３に示す。

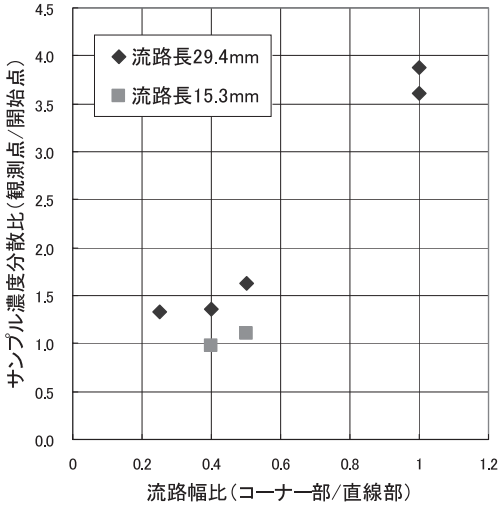


図３　流路幅比に対するサンプル濃度分散比

この図より、直線部と曲部の流路幅が同じ場合に比べて細くなるに伴い、サンプルの拡散が小さくなることがわかる。また、流路長の違う結果について見てみると、全流路長が短く拡散が小さい。これは自然拡散が小さいことと曲部の数が少ないことが原因として考えることができる。

３　集積型DNA解析アレイチップ

前節で得られた結果を基に製作した集積型DNA解析アレイチップを図4に示す。このアレイチップは、放射光を用いた3次元ナノＸ線リソグラフィ、ナノインプリント、接着材を用いない接合を組み合せた技術により作製した。このアレイチップは、従来のオートサンプラに搭載可能な標準的な外形寸法90㎜×130㎜をしており１チップに8行×12列で計96個の微細な分析流路をもつ。このチップでは、100塩基の差を調べる解析を3から4分で行うことができ、その薬液量も1ng/μlと少量で可能である。このように、多検体を同時測定することで、従来比２桁以上の測定の高速化が可能となった。

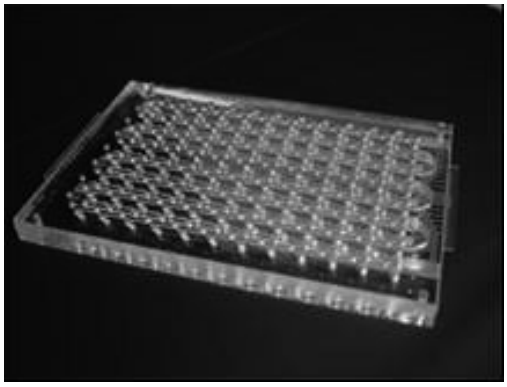


図4　製作した集積型DNA解析アレイチップ

４　結　　論

本研究では、DNA解析アレイチップの分析感度向上のために電気泳動分析のシミュレーションを行った。その結果、電気泳動用流路幅の曲部を直線部より小さくすることで、注入サンプルの拡散が小さくなり、高感度の分析ができることがわかった。

そして、得られた結果をもとにディスポーサブルの集積型DNA解析アレイチップを作製した。このチップ上には96レーンの電気泳動用流路が作成されており、並列でDNAを解析することで１検体当りの解析スピードの向上および低コスト化が可能となった。

参 考 文 献

1)T. Fujimura et al. Proceeding of Int. Symp. Smart Structures and Microsystems, 19 (2000)
2) C.T. Culbertson et al. Anal. Chem. 70, 3781 (1998)
3) B.M.Paegel et al. Anal. Chem. 72, 3030 (2000)
4) S.K.Griffiths et al. Anal. Chem. 73, 272 (2001)

（文責　才木常正）
（校閲　山中啓市）

〔経常研究〕

37　培養細胞を利用した簡便な機能性評価法の構築

吉田和利，吉岡秀樹，桑田　実

1　目　　的

機能性食品のニーズの高まりと共にそれらの研究開発において食品素材に含まれる健康増進作用に関与する有用成分の簡便な機能性（有効性）評価法の確立が求められている。これまでの機能性評価法は、培養動物細胞（ラットやマウスなど）やその対象となる関連酵素を用いた簡易モデル試験が一般的である。しかし、ヒトと他の動物では生体反応が一部異なるため、実際にヒトでは期待される効果が表れないなどの問題も起こりやすい。その解決策として、これまでヒト以外の動物細胞を用いていた評価法をヒトの細胞を用いた評価法へ転換することが考えられる。

本研究では、抗アレルギー活性評価法に着目し、これまで当センターで実施してきたラットの好塩基球白血病細胞であるRBL-2H3を用いた評価法をベースに、新たにヒトの好塩基球様細胞であるKU812を用いた抗アレルギー評価法の構築を目的とした。

2　実験方法

ヒト好塩基球様細胞 KU812（JCRB0104)は、ヒューマンサイエンス研究資源バンクより入手した。抗アレルギー活性評価法については、これまでに実施してきたラット好塩基球白血病細胞であるRBL-2H3による評価法を参考にし、脱顆粒（アレルギー反応の初期段階において抗原抗体反応の刺激により肥満細胞の内部に存在する顆粒からケミカルメディエーターを放出する現象）の指標としてβ-ヘキソサミニダーゼ（酵素）量を測定した[1]。なお、今回は被験試料としてアレルギー治療薬であるフマル酸ケトチフェンを用いた。

まず初めにKU812細胞を10%FBS（ウシ胎児血清）含有RPMI-1640培地にて所定濃度になるまで培養したのち、アレルギー抗体である抗DNP-IgE抗体を細胞表面に結合（感作）させ、そのまま16時間培養した。測定は、KU812細胞をTyrode溶液（組成；137mM NaCl、2.7mM KCl、0.4mM NaH_2PO_4、1mM $MgCl_2$、12mM $NaHCO_3$、1.8mM $CaCl_2$）に懸濁し、これに被験試料（フマル酸ケトチフェン）を添加、つぎに抗原刺激としてDNP-BSA溶液を添加して37℃、30分間脱顆粒反応させた[2]（図１）。反応終了後、氷中で反応を停止させたのち、冷却遠心機にて５分間遠心操作した後、上清を採取しそこに含まれるβ-ヘキソサミニダーゼ量を所定の酵素反応にて測定した[1]。

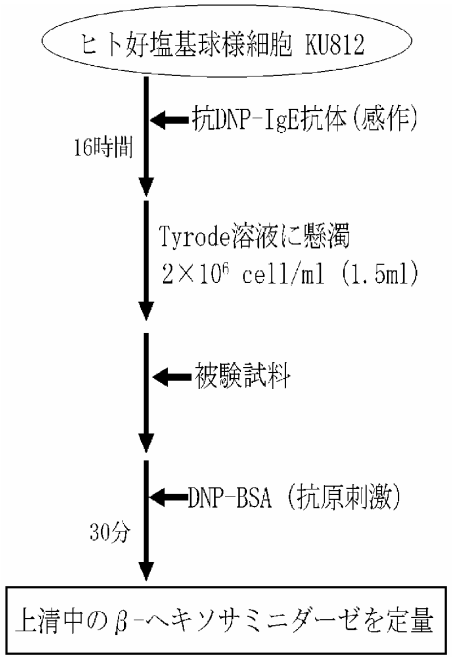


図１　抗アレルギー活性評価法のスキーム

3　結果と考察

アレルギー治療薬であるフマル酸ケトチフェンを被験試料としてKU812細胞による抗アレルギー活性評価の確認を行った結果、β-ヘキソサミニダーゼの放出量は約1/4量と少ないものの、RBL-2H3細胞によるこれまでの評価法と比較してほぼ同等の結果を得ることができた。今回構築したこの評価法は、ヒトに対する「抗アレルギー活性」効果を指向した食品素材のスクリーニングに活用できることが分かった。

参 考 文 献

1) M. Kobayashi, H. Matsushita, K. Yoshida, R. Tsukiyama, T. Sugimura, and K. Yamamoto, *Int. J. Mol. Med.*, 14, 879 (2004)
2) H. Tachibana, Y. Sunada, T. Miyase, M. Sano, M. Maeda-Yamamoto, and K. Yamada, *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, 64, 452 (2000)

（文責　吉田和利）
（校閲　吉岡秀樹）

〔経常研究〕

38　微生物叢の解析システムに関する調査研究

大橋智子，桑田　実

1　目　　的

食品製造において、微生物管理は品質管理上重要である。微生物管理には、生菌数を調べる方法が一般に用いられている。食品における微生物種の現れ方（微生物叢）は一定の傾向を持つため、微生物の同定を行い常在する微生物の種類を知ることができれば、その変化から食品汚染の発生原因の解明など効果的な衛生評価を行える。

従来の微生物同定法は微生物固有の形態観察や表現形質法が中心であり、作業が煩雑で熟練した操作が必要となり判定結果が客観性にかけるという問題点がある。近年、遺伝子検出法や免疫学的手法を利用した微生物の同定法の開発が進み、簡便化が進められている。本研究では、特に遺伝子を用いた微生物同定法について調査し、実際に遺伝子配列を用いて食品中の微生物を解析した。

2　遺伝子を用いた微生物同定法

微生物の進化の歴史はリボゾーム（タンパク質合成に関与する細胞内の構造）の構成成分であるリボゾームRNA（rRNA）に記録されていると考えられており、生物の系統分類の指標として広く認められている。細菌の分類・同定には構成分子の一つである16SrRNA遺伝子が一般に用いられており、データベースが集積され、インターネット上（DDBJ、NCBI等）で公開されている。目的とする微生物からrRNA遺伝子の塩基配列を解析し、データベースと照合することにより、微生物を同定することができるため、簡便な同定法として普及している。

また、この16SrRNA遺伝子を用いた解析法と他の方法を組み合わせて、様々な同定法が開発されている。一例として、マイクロアレイを用いた方法がある。マイクロアレイはガラスやシリコン製の小基盤上にDNA分子を高密度に固定したものである。種々の属の代表的な菌種の16SrRNA遺伝子を固定したアレイを作成し、未同定の細菌から抽出して蛍光標識を行ったDNAと反応させることで、試料のDNAが結合したプローブのみ蛍光発光することから検出できる[1)]。一方、16SrRNA遺伝子を用いた同定法は迅速かつ簡便で大変有意義な方法であるが、公定法としてはまだ認められておらず、完全に同定できないケースも確認されているため、厳密に同定する場合は、従来の方法と併せて判断する必要がある。

3　実験方法

rRNA遺伝子を用いた微生物同定法により、食品企業のあるゼリー状の製品について、製品の離水時における原因菌を調査する実験を行った。まず、製品（正常品、離水品）および原材料から試料を採取し、細菌を単離した。得られた細菌からゲノムDNAを抽出し、遺伝子増幅装置を用いてPCRを行い、16SrRNA遺伝子を増幅した。精製したPCR産物について蛍光標識シーケンス反応を行い、DNAシーケンサーにより塩基配列を解析した。得られた塩基配列とデータベースに登録されている配列と相互性解析を行い、相同性の高い配列を検索して、被検菌の種類を推定した。（図１）

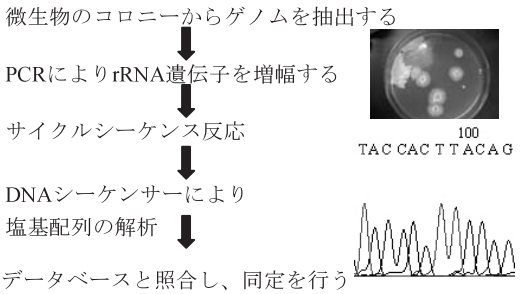


図１　微生物の同定フロー

4　結果と考察

正常品、離水品の生菌数を測定したところ、正常品では10 /g以下と少なかったが、離水品では10^4～10^5/g検出された。16SrRNA遺伝子の解析により、いずれの製品からも*Bacillus*属の細菌が検出され、特に *B.subtilis*である可能性の高い細菌が多く分離された。本製品は加熱殺菌されているが、*Bacillus*属細菌は耐熱性を持つため製品中に残存する。これらの細菌が製品保存中に増殖し、糖分を分解して離水が生じたと考えられる。原材料中からも同種の細菌が検出されたことから、離水原因菌は、製造中の二次汚染ではなく原材料から混入したものと考えられる。離水の防止対策としては、低温流通やグリシン添加による静菌が有効である。

このようにrRNA遺伝子を用いて細菌を簡便に同定・推定することができた。原因菌を同定することで、その細菌の特性を見て個別の対応ができるため、遺伝子を用いた微生物の同定は衛生管理に有効である。

参 考 文 献

1）江崎孝行，大楠清文, SCAS NEWS, II, 3 (2005)

（文責　大橋智子）（校閲　吉岡秀樹）

〔技術改善研究事業〕

39　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、視線を検出して人間が何を見ているかを解析する研究がさかんに行われている[1)]。これまで提案された視線検出法の1つとして、画像処理を用いる方法があるが、従来のシステム構成では目の位置の計測の他、視線がとらえている対象の計測には別の撮像系が必要となり、全体の構成が大きくなるという問題があった。

この問題の解決を目指して、我々はホログラフィック光学素子（以下、HOE と略す。）を用いた視線入力デバイスを提案している[2)]。HOE は光の回折・干渉現象を利用して、入射波面を任意の射出波面に変換する光学素子である。従って、入射光を集光させる波面変換を行う屈折率分布を HOE に記録すれば、レンズとして用いることができる。また、HOE で作製されたレンズは従来のガラスレンズよりも軽量で、結像位置を光軸外等に設計可能である。提案の構成において、HOE をレンズとして用いることにより目および視線がとらえている対象の両方の像を1台のカメラの撮像面に結像させることができるため、軽量・小型化が実現できる。

本研究では、HOE の設計指針を得るために、結像位置の誤差の要因となるブラッグミスマッチ光の影響に注目して、HOE の結像特性の解析および実験を行った。

2　ブラッグミスマッチ光

HOE が一つの入射平面波の波面を変換する素子であるとき、入射光が HOE 作製時と同じ波長であれば所望の回折平面波を得ることができる。すなわちブラッグ条件を満した回折が生じる。一方、HOE がレンズ機能をもつ場合、ブラッグ条件を満す回折平面波の他に、ブラッグ条件を満たさないブラッグミスマッチ光が存在する。従って、理想的な射出光を得ることができず、設計値と一致した結像位置を得ることが出来ない[3)]。そこで、本研究では、このブラッグミスマッチ光の影響について検討を行った。

平成 17 年度の本事業において、HOE を設計・評価するためのシミュレーター[2)]を構築して、ブラッグミスマッチ光の結像特性への影響を解析した。解析例を図1に示す。横軸は HOE へ入射する発散光の光源の位置を表す角度であり、縦軸は z 軸方向（光軸方向）の結像位置の相対誤差である。入射角度が大きくなるーすなわち、入力光源の位置が光軸から離れると、相対誤差が小さくなり、設計の結像位置に近づく。これはブラッグミスマッチ光の成分が減少するためである。

3　実　　験

本年度は、前述のブラッグミスマッチ光の結像特性への影響を実験によって評価した。実験構成を図2に示す。この光学系を用いて、HOE の作製とその評価を行った。HOE にレンズ機能を記録するために、波長 532nm の Nd:YAG レーザー光を分けて、参照光として発散光を、物体光として収束光を作製する。参照光は図2中の角度 α方向に伝搬するように設定し、物体光は観測面の光軸

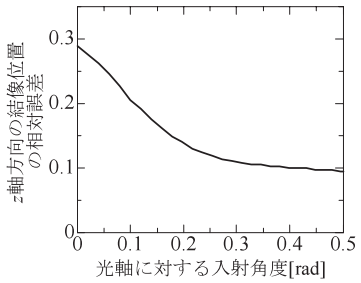


図1　透過型HOEの結像位置の解析結果

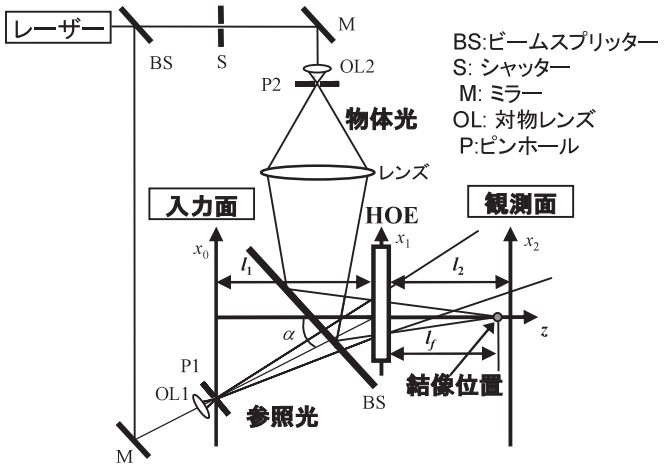


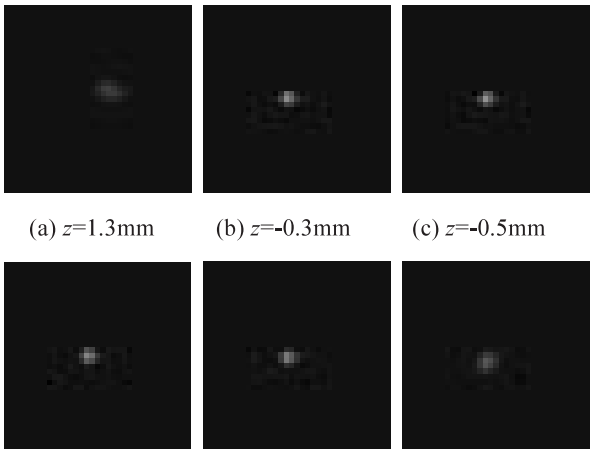
図2　実験構成

上の位置に収束するように設定する。そして、それらの干渉縞を厚さ 20μm、サイズ 40mm × 40mm のフォトポリマー(ダイソー㈱)に記録して HOE を作製する。

このように作製された HOE へ作製時と同じ発散光が入射すると、射出光は収束光となる。実験では、この収束光を評価するために参照光のみを用い、入射した参照光が射出して HOE と観測面間を伝搬する収束光の光強度分布を図 2 の z 軸方向に移動する可動ステージに乗せた CCD カメラ (C-TEC XC-77)で計測する。

α=0.56rad、入力面と HOE との距離 l_1 = 80mm、HOE と観測面との距離 l_2 = 45mm として作製した HOE に対して作製時と同じ入射光で再生したときの射出光を観測した例を図 3 に示す。図 3 中の z の値はカメラの位置の z 座標であり、記録時の物体光を前述の方法で測定して光強度分布の最大値が最大となるときを z=0 とした。また、このときを理想的な結像位置である設計値とした。なお、z の値の符号は HOE から離れる方向を正とした。図 3 より z が小さくなると、一旦 z=-0.5mm の付近で光強度分布が狭くなり、再び分布が広くなることがわかる。

次に、記録時、再生時の入力光源の角度α=0.56rad、0.65rad、 0.73rad とし、カメラの位置を z 方向に変えて各位置における最大光強度値を測定した結果の例を図 4 に示す。横軸はカメラの光軸方向の相対位置であり、縦軸は各角度の測定において最大値で規格化を行った最大光強度値である。図 4 よりαが小さくなると、そのときの最大光強度値の最大値をとる位置の z 座標、すなわち z 軸方向の結像位置と設計値との差が大きくなることがわかる。同様の測定の 3 回の平均値を表 1 に示す。表 1 より解析結果と同様、αが大きくなると誤差の相対値が小さくなり、設計値に近づくことがわかる。つまり、α が大きいときブラッグミスマッチ光の影響が少なく結像位置の精度のよい HOE が作製できることがわかった。



(a) z=1.3mm (b) z=-0.3mm (c) z=-0.5mm

(e) z=-0.7mm (f) z=-1.3mm (g) z=-2.3mm

図 3　HOE の射出光の光強度分布

4　結　　論

我々は HOE を用いて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て、1 台のカメラで両方の像を得ることができる視線入力デバイスを提案している。本研究では、本システムのキーデバイスである HOE の結像特性について、結像位置の誤差の要因となるブラッグミスマッチ光に注目して解析および実験により評価を行った結果、入射する発散光の光源の角度に対する結像位置と設計値との差の関係を求め、良好な結像特性を得るための指針を得ることができた。今後、この結果に基づきカメラと HOE の配置などを検討する予定である。また、透過型と反射型 HOE を集積し、目および視線がとらえている対象の両方の像を結像するための HOE の開発に取り組む予定である。

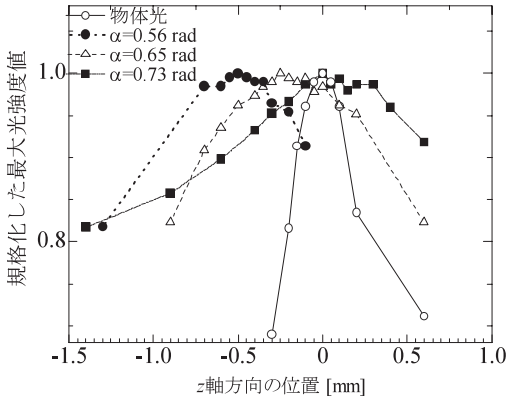


図4　実験結果の例

表 1 実験結果

入力光源の角度 α[rad]	z 方向の結像位置と設計値との差 [mm]	
	平均値	標準偏差
0.56	-0.45	0.05
0.65	-0.27	0.10
0.73	0.07	0.03

参 考 文 献

1) 山田光穂，電子情報通信学会誌，MBE95-132，NC95-90(1995)
2) 瀧澤由佳子，北川洋一，兵庫県立工業技術センター研究報告書，15,66(2006)
3) Y. Takizawa, Y. Kitagawa, H. Ueda, O. Matoba, and T. Yoshimura, Japanese Journal of Applied Physics, 46,2(2007)

（文責　瀧澤由佳子）
（校閲　北川洋一）

〔経常研究〕

40　生体認証のためのセンシング技術の調査研究

松本哲也，北川洋一，一森和之

1　目　　的

近年、顔画像、虹彩、手形、指紋等の生体特徴を利用した個人認証技術へのニーズが急速に高まっており、これに伴い、他人によるなりすましや、レプリカを用いた贋物への対策が強く求められてきている。

そこで光技術を利用し、指紋による個人認証技術で、生体以外の贋指等を排除する手法等について調査および可能性試験を行った。

2　生体検知機能

指紋認証時に生体検知を行うための方法として、皮膚表面の色の変化を検知する方法[1)]、静電容量の時系列的変化を測定する方法、脈波を測定する方法[2)]などが提案されている。脈波測定法は、医療現場で用いられている、動脈血酸素飽和度を測定するパルスオキシメータの原理を利用し、血液中の酸化ヘモグロビンの比率の周期的変化から脈拍の存在を検知するもので、生体でない贋指をはねつけるのに効果が大きい。

パルスオキシメータの脈波測定ヘッドは、指先を挟んで固定する構造になっているため、血流を止めることなく、脈波を安定して観測できる。一方、指紋認証装置は通常指を置くだけの構成であるため、脈波測定機能を付加した場合、指の押圧によって血流が遮断され、強く押した場合に脈波を測定できないことが考えられる。

そこで、指を平面に置く構成の脈波測定ヘッドを試作し、指を置いた時の押圧を変化させて波形を観測し、押圧の影響を評価した。

3　結果と考察

試作した測定ヘッドを図１に示す。光源に中心波長940nmのLED１個を用い、指の内部からの反射光の強度をフォトダイオードにより測定して脈波の検出を行う構成とした。被験者が椅子に座って前腕を水平にした姿勢で、右手の人差指を測定ヘッドに置き、押圧を次第に強くしていった時の加速度脈波の観測例を図2(a)、(b)に示す。

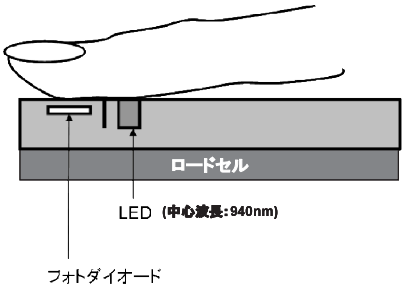


図１　試作した脈波測定ヘッドの構成

この姿勢でかけられる押圧は、個人差はあるが高々400g程度であると実験的にわかったが、この押圧では、加速度脈波が観測されないか、または振幅が小さくなることがわかった。実用上は大きい押圧がかからないよう、測定ヘッドの形状、体の姿勢等に工夫が必要であると考えられる。

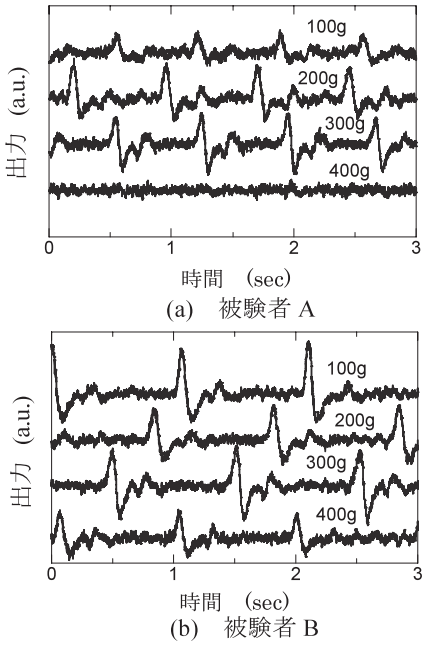


図２　指先の押圧を変化させた時に得られる加速度脈波の例

4　結　　論

脈波測定による生体検知法の特性について、実験により評価を行った。指先の押圧によっては生体検知が困難であることがわかった。

参 考 文 献

1)　I.Fujieda, et.al., Proc. of SPIE, Vol.6049, No.16(2005).
2)　生体検知方法，特開2005-46234.

（文責　松本哲也）（校閲　北川洋一）

〔経常研究〕

41　電磁波干渉における電磁波ノイズ測定の再現性評価に関する研究

中里一茂

１　目　　的

当センターでは簡易型電波暗室を用いた電磁波ノイズ測定が行われており、電磁波対策で企業がよく利用している。電磁波ノイズ測定では、測定条件、機器のセッティング位置等によって特性が変わることがあり、測定結果の再現性が問題となってくる。そこで、機器の配置による測定評価を行い、電磁波ノイズの測定結果がどのように影響するかを検討した。

２　実験方法

２．１　発振器を用いた特性評価

電磁波ノイズ測定では、各種機器の電磁波特性を測定するために、外界からの電磁波を完全に遮断された電波暗室内で行われている。測定の方法は国際規格でほぼ決められており、そのうち３ｍ法では測定機器と電磁波を検出するアンテナの間を３ｍ離して測定を行う。この場合、測定機器はテーブル上に設置するが、設置する場所のずれによって測定結果に違いが生じる可能性がある。このため、発振器を通常の機器の設置位置および違う位置に置いて電磁波ノイズ測定を行い、測定結果の検討を行った。

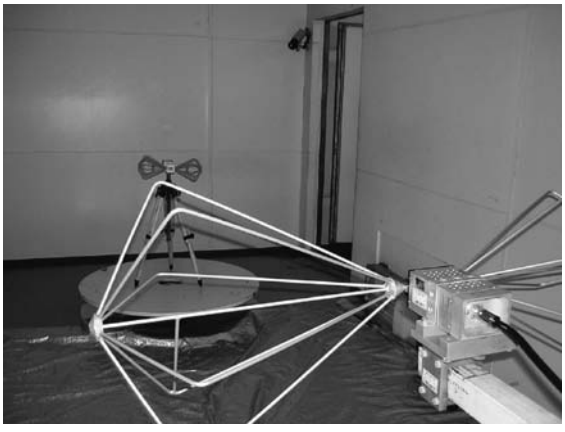


図１　電磁波ノイズ測定の様子

２．２　測定機器による特性評価

発振器を用いて測定した結果の妥当性を確認するため、電磁波ノイズの周波数スペクトルが発振器と異なる機器としてデスクトップパソコンを用いて発振器と同様の評価を行った。このパソコンは情報処理装置等電波障害自主規制協議会（ＶＣＣＩ）が規格を制定する前に製造されたもので、１００ＭＨｚから２００ＭＨｚにおいて連続して高い電磁波ノイズが発生している。今回、この周波数帯における電磁波ノイズについて評価を行った。

３　結果と考察

発振器をテーブルの中央（通常の設置位置）と左右５０ｃｍずらしたときの電磁波ノイズの測定を行い、多くの規格等で定められている周波数範囲３０～１０００ＭＭｚでのうち、３０，１００，２００，３００，５００，７００，１０００ＭＨｚにおける水平偏波および垂直偏波の比較を行った。測定結果を表１に示す。今回の測定で、通常の位置より左右の位置においては１～２デシベルほどの差になり、位置による測定結果の影響を受けにくいことがわかった。

表１　セッティング位置を変えたときの電磁波ノイズの測定結果（上段：水平偏波、下段：垂直偏波）

	周波数 (MHz)	中央 (dBμV/m)	右 (dBμV/m)	左 (dBμV/m)
水平	30	45.1	44.1	43.8
	100	72.5	71.1	70.8
	200	83.8	83.3	83.0
	300	83.2	83.9	82.9
	500	77.7	76.9	76.4
	700	73.7	72.1	73.7
	1000	61.8	62.3	63.1
垂直	30	50.6	49.6	49.9
	100	73.0	72.5	72.5
	200	83.1	82.3	82.3
	300	83.6	83.9	84.6
	500	77.4	78.4	78.4
	700	71.9	72.7	72.9
	1000	62.5	62.3	63.5

また、デスクトップパソコンにおける測定も１００～２００ＭＨｚの周波数におけるピーク値に対し、左右で約１．２デシベルの差であり、発振器の時とほぼ同様の結果であった。

４　結　　論

今回、機器のセッティングの仕方によって電磁波ノイズがどのような特性を持つか検討し、機器の設置位置の違いによって測定結果がどう変わるかを明らかにした。この結果を今後の電磁波ノイズ測定および対策に生かしていく。

（文責　中里一茂）

（校閲　松本哲也）

〔経常研究〕

42　ビデオサーベイランスに関する研究

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研究を行っている。

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。このような技術を実現するためには、映像中の人物の検出や人物の動きの認識を自動化する技術などが必要である。そこで、本研究では、ＴＶカメラから得られる映像から人物の検出と自動追跡を行った。

2　実験方法と実験結果

映像を得るためのＴＶカメラとして、全方位視覚センサ[1)]を利用した。このセンサは、ＴＶカメラと凸面鏡を組み合わせることにより、周囲360度の映像を一度に撮影できるセンサであり、広い範囲を一度に観察することができる。このセンサから得られる映像をパソコン内部に取り込み、画像処理を行った。画像データは、サイズ640×480画素、ＲＧＢ各８ビットのフルカラーのデータを利用した。センサからの信号はビデオ信号として得られるので、連続的に画像処理を行いながら、動きのある人物の抽出処理を行った。具体的な人物の抽出には、画像データのフレーム間差分を利用した。連続するフレーム間では、人物の移動量が少なすぎるため、約0.5秒時間差のある画像間で、ＲＧＢ各画素の値の差分を計算し、固定のしきい値を用いて移動領域を検出した。その後、移動領域の大きさを基準に人物領域を決定した。

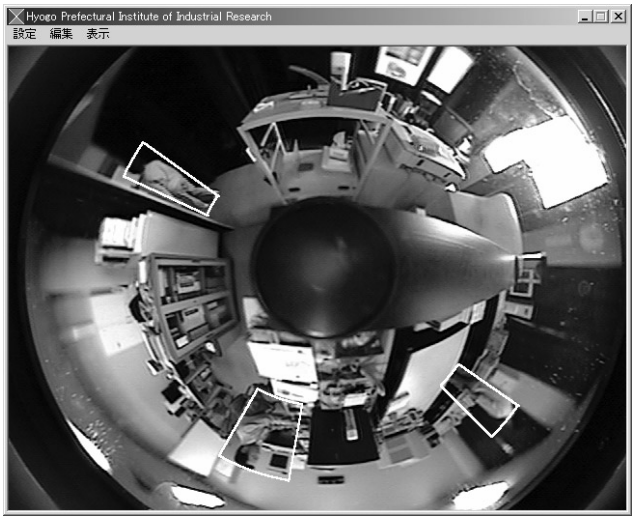


図１　人物の自動抽出結果

人物の自動抽出を行った結果を図１に示す。全方位視覚センサから得られる映像は、図１のように円形状をしており、円の中心から放射線方向に周囲の映像が映し出される。画像処理により検出された人物領域は白線で囲まれた領域である。図１の場合、上部左に１名、下部中央に１名、下部右に１名の人物を自動で検出している。上部左の人物と下部中央の人物は正常に検出できているが、下部右の人物の場合、頭部を除く部分のみの検出結果になっている。これは頭部と背景の色の変化が少なすぎるために起こった現象であるが、人物が別の位置にいる状態では頭部も正常に検出できている。また、人物領域の検出にフレーム間差分を利用したため、完全に動きのない人物を検出することは困難であるが、通常の監視状態において、全く移動しない人物を監視する必要性は少ないと考えられるので、本手法でも有効であると考えられる。現在のところ、人物以外に移動する物体がない状態での実験であるが、全方位視覚センサからの出力信号を連続的に処理することにより、人物の自動検出と、自動追跡が行えることを確認している。

3　結　　論

人物の自動検出と自動追跡について実験を行い、自動追跡が可能であることを確認した。今後は、ステレオカメラによる計測方法と今回の自動追跡方法を利用して、映像監視技術の開発を行う予定である。

参 考 文 献

1)　金谷典武，三宅輝明，瀧澤由佳子，兵庫県立工業技術センター研究報告書平成14年版，11，p55(2003).

（文責　金谷典武）

（校閲　松本哲也）

〔経常研究〕

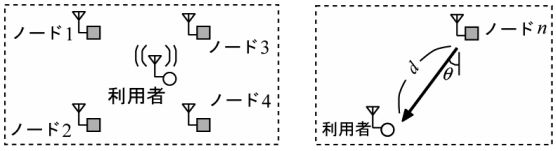
43　2.4GHz帯（ZigBee）を用いた位置情報検出・測位システムの開発

一森 和之，北川 洋一，武縄 悟

1　目　　的

ZigBeeや無線LANなどを用いたセンサネットワークが実現されようとしている。これを利用した新たなサービスの一例としてGPSを使わない測位システムがある。また、エリア内の防災やセキュリティなどのサービス向上のためにユーザーの位置情報が必要だと考えられる。

アクセスポイントから見たユーザーの位置推定について、図1(a)のように周囲のアクセスポイント（図中のnode）が受信する電力の大きさと位相差を用いて位置を推定する方法がある[1)]。この方式では周囲からの反射の影響を受け、検出精度が低下してしまう問題がある。また、多くのアクセスポイントを必要とし、ユーザーが増えればアクセスポイントへの負担が増大する。一方で図1(b)のように指向性アンテナを用いて距離と方位を特定する方法が考えられており、そのためのフェーズドアレーアンテナが開発されている[2)]。これは通常、バラクタ素子を0～25Vの電圧で動作させてビーム方向を電子制御するものである。



（a）　（b）

図１　代表的な位置情報検出システム

本研究では、0～3Vの低電圧でビーム方向を制御できる、図2に示したような平面回路型のアンテナシステムの実現を目的とする。近年、マイクロコントローラの動作電圧は低下しており、指向性を3V以内で制御できれば、低廉かつ携帯性に優れた測位システムが期待できる。ここでは2.4GHzフェーズドアレーのための反射型移相器を設計し、制御電圧について考察する。

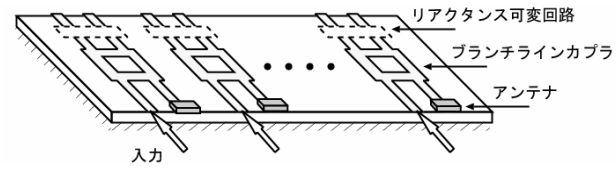


図2　電子走査アレーアンテナ

2　反射型移相器の設計および解析

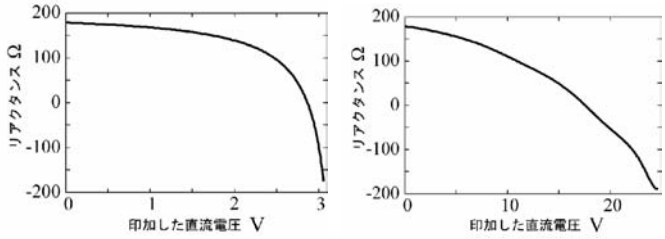
反射型移相器として、バラクタダイオードで終端したブランチラインカプラ（図2のブランチラインカプラ 1つ分）を設計した。回路の定数など詳細は割愛する。バラクタの容量を4.692 pF、周波数 f = 2.425 GHzとしたときの透過特性を回路理論および電磁界解析により計算した。ただし材料は無損失とする。結果を表１に示す。両者はよく一致しており設計の妥当性を得た。

表１　解析結果

	透過	移相量
理論	0 dB	+31.25 deg.
数値計算	-0.32 dB	+30.31 deg.

3　制御電圧についての考察

設計したモデルを用いてバラクタの容量値を3.7 pF～9.0 pFに変えた場合のリアクタンス値を計算した。結果を図３(a)に示す。これはバラクタの逆バイアスを0V～3Vとしたことに相当する。同時に0.5 pF～9.0 pF（0V～25V）としたときの結果も図3(b)示す。図３(a)より制御電圧が低い場合はリアクタンス特性の非線形性が大きいことがわかる。特に、－178Ω～+50Ωの間はリアクタンスに対する感度がマイコンの電圧の分解能に対応していない。図３(b)のように制御電圧を大きくとることが今のところ現実的である。



（a）0V～3V　　（b）0V～25V

図３　制御電圧に対するリアクタンス変化の比較

4　結　　論

反射型移相器を設計し、ビーム指向性の制御電圧について考察した。今後、0V～3Vの低電圧で動作させたときに線形に近いバイアス特性が得られるような、リアクタンス可変回路について検討する。

参 考 文 献

1) 高島 雅弘ほか；信学論(B)，vol. J89-B, no. 5, pp. 742-750, 2006.
2) 大平 孝ほか；信学論(C)，vol. J87-C, no. 1, pp. 12-31, 2004.

（文責　武縄 悟）　（校閲　松本哲也）

〔経常研究〕

44　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が電磁界強度に与える影響－

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んでいる。ＪＲ東日本では「Suica」の発行数が 2007 年 4 月に 2000 万枚を越え、ＪＲ西日本や「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でも採用され、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、利用者はカードケース等に複数の非接触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。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がカード読み取りに使用する 13.56MHz の周波数の電磁界の強度に与える影響を評価した結果について述べる。

２　実験方法

２．１　リーダライタからの距離による電磁界強度評価

ＩＣカードリーダライタから 13.56MHz の電波を発信させ、リーダライタからの距離で電磁界強度がどのように変化するかを測定する。

２．２　アクセス制御体がある時の電磁界強度評価

表１に構造を示すアクセス制御体から 100㎜ 下方に電波源であるＩＣカードリーダライタを設置し、アクセス制御体の電波源側およびその反対側での電磁界強度を測定する。

表１　被試験体の形状・材質

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

３　結果と考察

３．１　距離による電磁界強度評価結果

評価結果を図１のグラフ（Ａ）に示す。アクセス制御体が無ければ電磁界強度はリーダライターからの距離にほぼ反比例し、電波源から離れるに従い弱くなっていく。

３．２　アクセス制御体がある時の電磁界強度評価結果

評価結果を図１のグラフ（Ｂ）に示す。ＩＣカードリーダライタはアクセス制御体の下方 100㎜ に設置した。アクセス制御体の電波源側での電磁界強度は 50㎜ 程度の位置あたりからアクセス制御体がない場合に比べ除々に弱くなっていくが、2㎜ のあたりで最小値になってから急速に強まり、アクセス制御体に完全に密着する状態ではアクセス制御体のない状態とほぼ同等の電磁界強度であった。一方、アクセス制御体の電波源の反対側では、アクセス制御体に完全に密着する状態から 2㎜ 程度の位置までは-50dBm を示し、2㎜ から 25㎜ 程度までは急激に電磁界強度が強まる。さらに距離が離れるにつれ、ゆるやかに電磁界強度は弱まり、アクセス制御体が無い状態に除々に近づいて行くことがわかった。

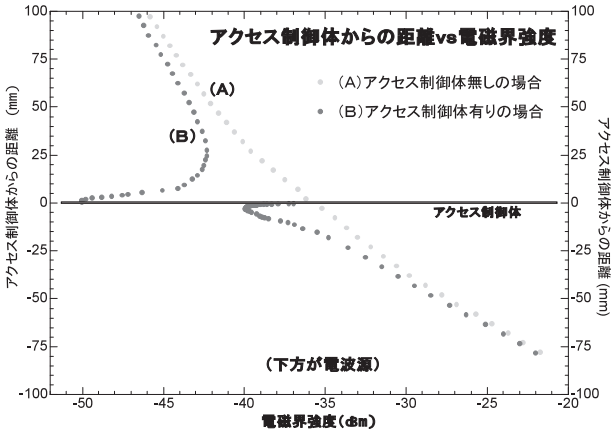


図１　アクセス制御体からの距離による電磁界強度の変化

４　結　　論

導電性シートと磁性材を組み合わせたアクセス制御体における電波源側のほぼ密着した位置での電磁界強度はアクセス制御体が無い場合とほぼ同等であった。また電波源と反対側での密着した位置での電磁界強度はアクセス制御体が無い状態に比べ約-15dBm(約 30 分の 1)電磁界強度が弱まった。これらのことから、アクセス制御体の両面にそれぞれカードを重ねた時のカード選択性は充分実用域にあることがわかった。また、非接触ＩＣカードをアクセス制御体に密着して使用することでアクセス制御体の性能を最大限に引き出せることがわかった。

（文責　三浦久典）（校閲　北川洋一）

〔重点領域研究〕

45　先染織物の新製品開発と商品化

瀬川芳孝，古谷　稔，佐伯　靖，藤田浩行，原田知左子，近藤みはる，上月秀徳

１　目　　的

播州織産地は、従来の綿素材に偏った画一的な織物産地から情報発信が可能な産地への脱却を目指し、「ものづくり開発」つまり他産地や諸外国に負けない高付加価値化や新商品など産地独自の新しいオリジナル織物を開発して受注生産型形態から提案生産型形態への移行が望まれている。

近年、当繊維工業技術支援センターでは、電子ジャカード織機を用いて数多くのオリジナル織物を開発し、多くの織物が商品化されている。業界からは益々オリジナル織物の開発に対する期待が高まっており、この期待を裏切らないためにも新しい技術を取り入れた製品開発をより一層推進する必要がある。

今年度は、織物規格に製織技術、デザイン技術、仕上加工技術、素材の複合化技術等、これまでに蓄積された技術を総合的に検討し、従来では不可能だった細かで複雑な、しかも巧みに変化させた織物組織をコンピューターで規格設計し、綿やウール、ポリウレタンを始め、各種複合繊維素材を活用した新しい感性の織物づくりを実施した。

２　実験方法

２．１　素材準備

たて糸は、基本的には綿80/2を用い、電子ジャカード織機に総本数4,900本を準備した。また、逐次たて糸素材を巻き繋ぎにより交換した。

２．２　試織法と商品化

ジャカード柄を中心に、次に示す図柄、織物組織、繊維素材、仕上加工等の技術と組合せを検討し、加工後の変化を予測した新しい感性の先染織物を試作した。

①図柄

写真織シリーズ、世界民族柄をモチーフにした柄、ＣＧによる自動生成柄等の活用。

②織物組織

２値化処理による組織生成、二重織を中心とした組合せ、浮き組織等の活用。

③繊維素材

伸縮性ポリウレタン交撚糸、ウール、ナイロン等の活用。

④仕上加工

クラッシュ加工、縮絨加工、起毛加工、アルカリワッシャー加工等の活用。

試作した織物は、積極的に外部へ公表することとし、特に今年度は、デザインや服飾関連の大学、専門学校あるいはバイヤー・デザイナーとタイアップする形で行った。開発した織物は、シャツ、ブラウスに縫製してファッションショーやマネキンによる展示会を中心に発表した。この他、オリジナル織物見本帳も作成し商品化を図った。

３　結果と考察

３．１　試作織物と発表

開発したオリジナル織物は約２００点で、うち９０点を出展した。出展した展示会・ファッションショーは、計１５回、また織物見本帳１冊を発行した。主な展示会・ファッションショー等の状況を図１～６に示す。



図１　オリジナル織物展示会
（当支援センター：H19.3）



図２　播州織総合素材展 2007（東京：H19.3）



図３　大阪国際コレックション(大阪:H19.3)



図４　上田国際コレクション(ロンドン:H18.12)



図５　プレゼンス・ショー(大阪:H18.11)



図６　のじぎく兵庫国体で使用(西脇:H18.10)

また18年度は、のじぎく兵庫国体が開催されたため、“はばタン”をモチーフにした織物を試織し、西脇市ではテーブルクロスとして休憩所の接待机に、開会式では幼稚園・保育園児がバンダナとして活用した。一方、但馬では同様の生地が商品化されエプロンとして活用された。

この他、次のファッションショーや展示会で発表した。

①神戸芸術工科大学(神戸H19.2)
②上田安子服飾専門学校(大阪H19.1)
③神戸ファッション専門学校(神戸H19.1)
④ジャパンクリエーション(H18.12)
⑤全国繊維技術交流プラザ(大阪H18.11)
⑥ジャパンテキスタイルコンテスト(H18.11)
⑦上田安子服飾専門学校(大阪H18.6)
⑧プレゼンス・展示会(大阪H18.6)
⑨にしわき産業フェスタ(H18.5)

３．２　外部評価

一宮市で開催されたジャパンテキスタイルコンテスト(H18.11)でクラッシュ加工と起毛加工を併用した織物がトレンド賞を受賞した。また、東京で開催されたジャパンクリエーション(H18.12)では袋織が入賞した。

また、異業種交流として皮革工業技術支援センターと神戸ファッション専門学校の３者による共同研究も実現し、大阪ライフスタイルコンテストで準グランプリを受賞するなどの成果を挙げた。この他、上田安子服飾専門学校によるロンドンでのファッションショーに出展して播州織の国際的ＰＲを行った。また、各種展示会において、新しい試みとしてカッターシャツを数多く縫製し、ブラウスと共に展示し高い評価を得た。

３．３　商品化

よこ糸が曲がった織物とクラッシュ加工織物(図７)が市場での評価が高く、特に欧米向けの商品として播州織固有の技術商品として商品化された。

この他、クラッシュ＋起毛加工織物やポリウレタン伸縮袋織物、ジャカード変り織物が地元企業によって商品化を企画中である。また、各種キャラクター入りのコースターやハンカチの商品化が検討されている。



よこ糸が曲がった織物　　クラッシュ加工織物

図７　試作織物の商品化

(文責　瀬川芳孝)
(校閲　上月秀徳)

〔経常研究〕

46　先染織物の小ロット化に対応した織物創作に関する研究

古谷　稔，佐伯　靖，藤田浩行

1　目　　的

播州織産地では、用途・素材・機能性・デザイン等の様々な角度から、高度化や差別化が模索されている。しかし、市場ニーズの多様化により、生産の小ロット化が急速に進み、これらの要求に対応するためには、様々な角度から創作織物の開発を必要としている。

そこで、アレンジワインダーや、異素材の導入、加工技術の開発等を総合した先染織物の小ロット化に対応した創作織物の開発研究を行った。

2　実験方法

2．1　たて糸の準備

準備したたて糸は、次の３種類である。

ｱ.　やたら縞（25色＋白糸）

ｲ.　黒糸のたて糸

ｳ.　白糸のたて糸

たて糸の総本数は、4,900本。

2．2　織物試作

柄の作成方法についてたて、糸とよこ糸の組合せによる創作方法を検討し、織物の試作を行った。主な研究のポイントは、たて糸に対するよこ糸の組合せ（色、素材等）と図柄の創作、及び織物仕上加工方法である。

3　結果と考察

3．1　創作織物

３種類のたて糸を用いて、織物組織、ＣＧ、仕上加工等の組み合わせを変化させて、様々な柄の織物を試作した。試作した織物を図１と図２に示す。



図１　やたら縞から試作した織物



図２　黒糸(左)･白糸(右)の縞から試作した織物

3．2　マトリクスによる試作管理

織物創作のポイントは、織物組織や図柄、デザイン的要素の組み合わせが重要である。それらの無秩序な組み合わせでは、重複作成等が発生し、管理上非合理的であることが判った。そこで、組合せのマトリクスを作成することで試作開発の秩序を保ち、合理的な開発を行う方法を検討した。

図３には、大分類として織物組織等と図柄の分類との組み合わせマトリクス例を、図４には、それぞれを細分化したマトリクス例を示した。これにより、小ロットに対応した効果的な試作管理技術が確立できた。

	柄の分類					
	写真	絵画	CG	民族柄	･･･	･･･
平織	×	×	×	×		
綾織	×	×	×	×		
二重	△	×	△	○		
コンビ	△	×	○	○		
創作	◎	×	◎	○		
･･･						

図３　大分類のマトリクス例

	写　真					
	人物	動物	恐竜	風景	･･･	･･･
やたら縞	△	△	△	△		
黒縞	◎	◎	◎	◎		
白縞	◎	◎	◎	◎		
交互	△	△	△	△		
･･･						
･･･						

図４　細分化した分類のマトリクス例

4　結　　論

たて糸を共通にした織物創作については、展示会等で評価が得られ、バリエーション展開の豊かさを示すことができ、小ロットに対応した織物開発に有効な手段であることが分かった。また、色、柄(組織)、素材、加工方法等の様々な組合せについて、マトリクスを用いることで、合理的な織物創作と管理が可能となり、今後の織物開発の有効な手段になると考えられる。

（文責　古谷　稔）

（校閲　上月秀徳）

〔経常研究〕

47　アレンジワインダーを活用した多品種小ロット織物生産システムの高度化に関する研究

藤田浩行，古谷　稔

1　目　　的

従来は、たて糸の配色のみが異なる（例えばｽﾄﾗｲﾌﾟが赤色から青色に変更）場合でも、それぞれ整経、サイジング、製織、仕上げ加工が必要であった。アレンジワインダーは、あらかじめ規格に応じた配色および長さのデータを PC 上で作成し、そのデータどおり繋いだ糸を用いて整経することにより企画した複数の織物を一度の工程で生産可能にしたシステムである。整経は数千本のたて糸を配色順に並べる必要があるが、数千本のたて糸を一度に巻き取るのではなく、500 本程度並んだたて糸を十数回繰り返して巻き（繰り返し数をバンド数という）全てのたて糸を整経することが一般的である。アレンジワインダーで必要なデータは、糸番号とその巻き取り長が並んだ単純なデータ構造である。しかし、バンド数や次回の織物を整経するためのクリールの残し糸など織物規格および生産現場に応じたデータを作成しなければならない。そのため生産現場からは、整経工程および織物規格に対応した容易なデータ作成システムの開発要望があった。そこで、本研究はそのシステム開発を行った。

2　整経工程に対応したデータ作成システムの開発

先染織物の整経工程は「一斉」および「部分整経」が一般的であり、部分整経が多品種小ロット向きである。今回開発したシステムは、「一斉」にも対応しているが、生産現場でのアレンジワインダーの活用はほとんど部分整経である。部分整経は、クリールにセットされた約 500 本の糸を同時に引き出し、一定の長さの糸を整経ビームに巻き取った後カットし、その続きの糸を水平方向へ移動（装置が移動）し、２バンド目として同じ長さ糸を巻き取る。それをバンド数繰り返すことでたて糸全てを整経する。例えば、アレンジワインダーを利用して図１に示す織物の青および茶の替わりに表１の色および長さの企画の織物を織る場合、ｽﾄﾗｲﾌﾟの太い箇所の糸の並びは図２の A を先頭に配色順バンド数繰り返し糸を繋ぐ。その繰り返しの間に「つなぎ糸」C を入れる。これは整経機で各バンドの先頭位置を合わせるために必要な糸である。バンド先頭の青糸 A は、整経時の巻き取りは最後になる。次回の織物を整経するためクリールに糸を残す必要があるため長く糸を巻く。また、糊付けは巻き取った糸の後ろから行われるため、次回の糊付けのために B の糸を指定長さ繋ぐ。その他、織物の繊縮みや巻き取る個数などの条件を開発したデータ作成テーブル（図３）に

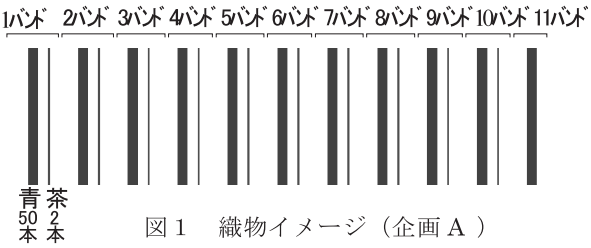


図１　織物イメージ（企画Ａ）

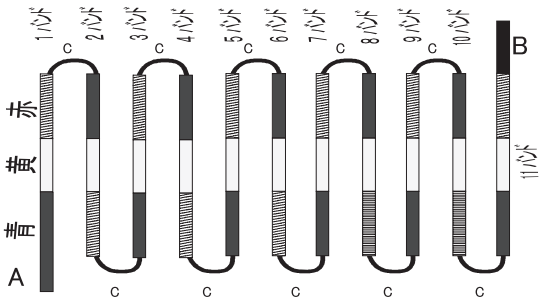


図２　ｽﾄﾗｲﾌﾟ太箇所の糸の巻き取り

表１　配色の異なる織物企画

	企画Ａ	企画Ｂ	企画Ｃ
ｽﾄﾗｲﾌﾟ太	青	黄	赤
ｽﾄﾗｲﾌﾟ細	茶	緑	灰
仕上げ長さ	80m	60m	80m

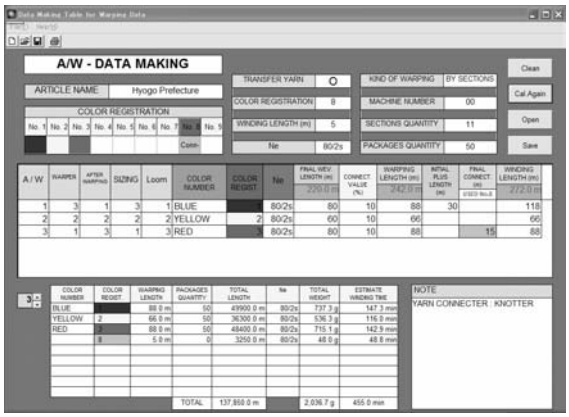


図３　データ作成テーブル

入力することで容易にアレンジワインダー用のデータを作成できる。作成データは別の通信・監視ソフトにより装置本体へ送信することで巻き取りを開始する。なお、開発したシステムは既に多くの企業の生産現場で活用されている。今後、更に改良を図る計画である。

（文責　藤田浩行）
（校閲　古谷　稔）

〔経常研究〕

48　繊維複合材料の開発

中野恵之，吉岡秀樹，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で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行ってきた。本年度は、エレクトロスピニング法によって得られるファイバーへの微小物質の複合化を試みた。エレクトロスピニング法は電気的な作用で溶液が気化し成型物が得られる。そのため、薬品のような機能性物質を複合する場合に溶媒とともに物質も飛散する危惧がありモデル実験にて検討した。

2　実験方法

２．１　エレクトロスピニング法による複合材料試作

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。実験モデルとして高分子材料にはポリビニルアルコール（以下PVAと略：JP-18Y、日本酢ビ･ポバール㈱製）を用い、微小物質として亜硫酸ナトリウム（特級、キシダ化学㈱製）を用いた。濃度を0.5wt%刻みで2.0wt%まで調整した亜硫酸ナトリウム水溶液にPVAを溶解した。PVA濃度は10vol%に調整した。エレクトロスピニング試験条件は、印可電圧15ｋV、ノズル内径0.19mm、押出圧0.01MPa、ノズル-集積部間距離10cmで行った。

２．２　複合材料の評価

得られた複合材料の観察は走査型電子顕微鏡(S-3000N日立製作所製）を用いて加速電圧5.0ｋVで行った。複合材料中の亜硫酸ナトリウム量の評価は、エネルギー分散型X線分析装置（XM-2型、EDAX製）にてPVAの炭素原子と亜硫酸ナトリウムのナトリウム原子のwt%の比較により行った。

3　結果と考察

図１に複合材料の走査型電子顕微鏡写真を示す。亜硫酸ナトリウム濃度の増加に伴い繊維径が太くなることが確認できた。繊維径サイズは溶液粘度の増加とともに太くなることから、溶液粘度は高分子の濃度や分子量以外に複合物質混入の影響も関与していることがわかった。図２に原料溶液中の亜硫酸ナトリウム濃度と複合材料中の炭素原子に対するナトリウム原子の割合を示す。複合材料全体にナトリウム原子が検出された。PVAは炭素原子を持ち、ナトリウム原子を持たないが、亜硫酸ナトリウムは炭素原子を持たずにナトリウム原子を持つので、この２つの原子を比較し複合割合を推測した。亜硫酸ナトリウム濃度の増加と複合材料中のナトリウム原子の割合は比例せず、1.0wt%以上では増加量に低下が見られた。これらの結果から、エレクトロスピニング法を用いた繊維複合材料の開発は、予め高分子材料と複合化する物質の繊維化における挙動を把握する必要性が確認できた。

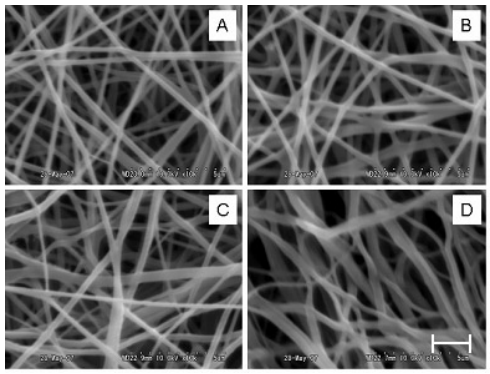


図１　走査型電子顕微鏡写真（Scale Bar=2μm）
亜硫酸ﾅﾄﾘｳﾑ濃度 A:Brank,B:0.5,C:1.0,D:2.0（wt%）

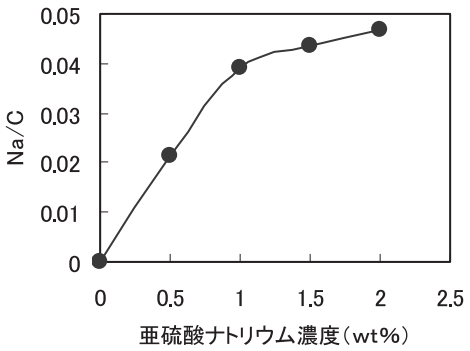


図２　原料溶液中の亜硫酸ナトリウム濃度と複合材料中の炭素原子に対するナトリウム原子割合（Na/C）

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、(平成17年版)，14，(2004)，46

（文責　中野恵之）
（校閲　吉岡秀樹）

〔経常研究〕

49　斜め織織物の樹脂加工による形状安定性に関する研究

佐伯　靖，原田知左子，瀬川芳孝

1　目　　的

斜め織織物は、伝動ベルト用基布としての有効性が認められている。この特性を利用した用途展開として衣料用、インナー衣料、シューズ生地等が考えられる。斜め織織物は洗濯などの物理的作用でよこ糸が直角方向に戻る傾向にあるため、斜め状態を安定的に保持するための加工処理を検討した。

2　実験方法

2．1　斜め織織物のアクリル樹脂加工

繊維加工用アクリル樹脂(マルワ製工業㈱製)を1、3、5、30、50wt％に希釈した加工液に、ピンで四隅を固定した斜め織織物(30cm×30cm)を浸漬し、加工液の滴が垂れない程度静置し加工(試料１～５)した。また斜め織織物の裏面にアクリル樹脂原液を片面に塗布（試料６）した。これらの試料は100℃で20分間前乾燥し、150℃で５分間ベーキングを行った。

2．2　洗濯による形状安定性の評価

洗濯方法は、JIS L 1096-1999 6.2.2に準じた。各アクリル樹脂処理斜め織織物は、0.1wt％界面活性剤(マルセル石けん)洗濯液中、温度60℃で30分間家庭用洗濯機により洗濯した。洗濯後、40℃で10分間温洗、さらに40℃で５分間温洗して脱水、平干した。各試料の形状安定化率は以下の式で求めた。

$$\text{形状安定化率} = \frac{(\text{洗濯後の斜め角度}-90^\circ)}{(\text{洗濯前の斜め角度}-90^\circ)} \times 100$$

3　結果と考察

3．1　斜め織織物のアクリル樹脂加工

使用した斜め織織物は綿素材であるため、加工液に浸漬後、綿糸が水分により収縮し、よこ糸の斜度が直交方向に戻ろうとした。加工時における斜度の戻りをおさえるには、織物の四隅をピンで固定したまま、加工液の浸漬、前乾燥、ベーキングを行うことが有効であった。斜め織織物のアクリル樹脂付着量は、加工液の樹脂濃度で調整可能であったが、アクリル樹脂付着量の増加にともない織物は堅くなる傾向にあった。原液裏面塗布の場合は、表面に綿の柔らかさと裏面に固さを併せ持った生地となった。

3．2　アクリル樹脂加工斜め織織物の形状安定性

表１に示すように、アクリル樹脂付着量の増加にともない、斜め織織物の洗濯に対する形状安定性が高くなった。原液片面塗布は、アクリル樹脂付着量が約45％と多く、形状安定率が90％以上であった。図１には未処理とアクリル樹脂加工斜め織織物の洗濯に対する形状の変化を示した。未処理に比べ、アクリル樹脂片面塗布の形状安定が有効であることがわかった。

表１　アクリル樹脂濃度による形状安定化

試料	加工液の濃度 (wt%)	樹脂付着率 (%)	形状安定化率 (%)
1	1	5.5	21.3
2	3	6.1	36.9
3	5	6.4	37.9
4	30	18.4	59.8
5	50	24.4	67.9
6	原液片面塗布	44.5	91.7

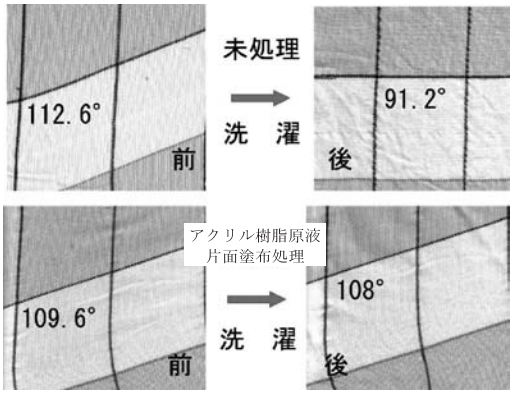


図１　アクリル樹脂加工斜め織織物の耐洗濯

4　結　　論

斜め織織物のアクリル樹脂加工において、アクリル樹脂付着量約45％の場合、洗濯に対する形状安定率は90％以上で形状安定が可能であった。樹脂塗布の場合は、斜め織織物の塗布部分を形状安定ができるため、変形織物に加工する事が可能であると思われる。またアクリル樹脂付着量を調整することにより、斜度の変形量をコントロール可能であると思われる。

（文責　佐伯　靖）
（校閲　古谷　稔）

〔経常研究〕

50　糊剤分解酵素の探索

原田知左子，佐伯　靖，瀬川芳孝

1　目　　的

繊維工業において、製織を行う際の経糸への糊付は必要不可欠な工程であるが、製織後は仕上加工に悪影響を及ぼすため完全に除去されることが望ましい。現在、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おり、糊抜き工程では熱水処理、澱粉分解酵素処理が行われている。しかし、これらの処理のみではPVAの完全除去は困難である。後染織物の場合は酸化剤等の薬剤を用いてPVA除去がなされているが、播州織は先染織物であるため、変色等が起こる可能性のある酸化剤等が使用できない。そこで、変色等の品質劣化の起こらない穏和な条件でPVAの完全除去を行うために、PVA を分解する糊抜酵素を開発することが望まれている。

昨年､播州織産地のサイジング工場からPVA分解酵素生産菌の探索を行い、PVA 分解菌を得た [1)]。今年度は、より効率の良い菌株の取得を目指し、実際の糊抜き工程に合わせた条件、すなわち中温域で活性がある酵素を持つPVA分解菌の取得を試みた。

2　実験方法

2.1　中温域で活性があるPVA分解酵素生産菌の探索

昨年度の調査研究では、重合度の低い（重合度500）PVAを用い、微生物が比較的生育しやすい温度（30℃）にてPVA分解菌の探索を行ったが、今年度は、実際の条件に即したPVA分解菌の取得を目指した。実際の配合糊には主に重合度1700のPVAが用いられており、また、糊抜き工程での澱粉分解酵素処理は50～60℃で行われている。そこで、重合度1700のPVAを用い、培養温度を55℃にて生育を試みた。

PVAを単一炭素源としたM9最小培地［1%PVA（重合度1700）、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］20mlにサンプルを接種し、55℃にて2～3日間静置培養後、M9最小培地に寒天末を2%になるように加えた平板培地に培養液を塗抹し、さらに55℃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

重合度1700のPVAを含んだM9最小培地へサイジング工場から採取したサンプルを接種し 55℃にて培養した。2～3日培養後、培養液をM9最小平板培地へ塗抹しさらに55℃で培養したところ、コロニーが出現した。

これらのコロニーを分離し、コロニーの形態より３種の白色コロニーを形成する菌株を得た。（図１）

それらについて、ヨウ素溶液を噴霧したところ、透明なハローが見られたため菌株が PVA を分解していることが確認された。

以上より、55℃で生育する PVA 分解菌を取得することができた。

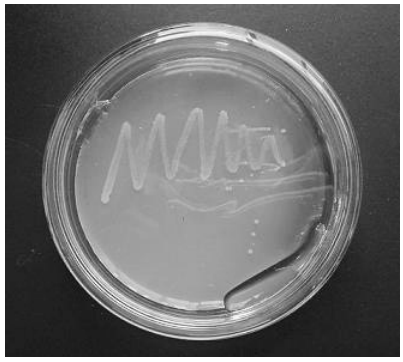


図１　55℃で生育する新規PVA分解菌

4　結　　論

効率のよいPVA分解酵素の取得を目指して､中温域で生育するPVA分解酵素生産菌の探索を行った。サイジング工場より採取したサンプルから PVA 分解菌の分離を試みたところ、数種の細菌の生育が認められた。PVAの分解が確認され､中温域で生育するPVA分解菌を取得することができた。

参 考 文 献

1)原田知左子，兵庫県立工業技術センター研究報告書，15，82 (2006)，
2)Finley, J. H.,　Anal. Chem., 33, 1925 (1961)

（文責　原田知左子）
（校閲　古谷　稔）

〔重点領域研究〕

51　環境問題に配慮した非有機溶剤系仕上げ技術に関する研究

西森昭人，松本　誠，中川和治，安藤博美

1　目　　的

“人と環境に優しいエコレザー”開発への関心が高まっており、試作や商品化がなされている。革の仕上げについては、有機溶剤を使用した塗装が中心となっているが、揮発性有機化合物(Volatile Organic Compounds:以下VOC）の問題から、今後は水性仕上げの比重が高まっていくものと思われる。VOCによる大気汚染および作業者や使用者への健康を考慮すると、有機溶剤の規制は今後ますます厳しくなってくると考えられる。平成１８年４月１日施行の改正大気汚染防止法でもVOC排出規制もすでに始まっており、排出量の多い「塗料・接着剤・印刷インキ・洗浄剤」関連産業では排出総量削減対応に取り組んでいる。特に最近問題となっているシックハウス症候群や化学物質過敏症ではホルムアルデヒドやトルエンの規制値としてppbレベルが問題となっている。この規制値を満たすために水性および無溶剤の非有機溶剤系への転換が取り組まれている。環境問題に対する社会や企業の取り組みの変化[1)]から、環境問題に対応できない企業は今後の存続が困難な時代になりつつあり、環境問題をクリアするためにも非有機溶剤系仕上げの研究は必要である。皮革仕上げ工程の上塗りにおいて有機溶剤を使用することが多く、特にニトロセルロースラッカーは、強固な塗膜性能や良好な作業性などから仕上げの上塗りに関してスタンダードとなっている。そこで、有機溶剤系仕上げに対抗できる水性仕上げ技術の開発を目的に、水性仕上げと有機溶剤系仕上げの塗膜特性の比較検討を行い、さらに仕上げ剤に架橋剤[2)]を添加して仕上げ塗膜を強化し、水性仕上げでも充分な強度を有する塗膜の作製を試みた。

2　実験方法

２．１　試料

各種仕上げを施す前の共通の下地革として家具用に作られたクロム鞣剤を使って鞣されたクロム革とクロム鞣剤を使用していないエコレザーの２種類を使用した。下地革のクロム含有量は、クロム革で2.1%、エコレザーでは検出限界値の0.1%以下であった。それぞれの液中熱収縮温度は、前者で118℃、後者で93℃であった。

２．２　仕上げ

クロム革およびエコレザーに対して共通の工程で銀染め、目止め、下塗り、中塗りを施した。更に上塗りを変えて架橋剤の効果を調べた。評価の判定を容易にするために革を黒色に染色した。なお、架橋剤を添加することで架橋反応が開始されるので、配合後速やかにスプレー塗装した。比較した上塗り仕上げ剤を表１示す。

表１　上塗り仕上げ剤の種類と成分

記号	成　分	備考
A	ニトロセルロースラッカー	溶剤
B	ウレタンラッカー	
C	ポリウレタン	水性
D	ポリウレタン＋架橋剤(イソシアネート)*	
E	アクリル	
F	アクリル＋架橋剤(アジリジン)*	
G	アクリル＋架橋剤(カルボジイミド)*	

＊架橋剤はバインダーに対して10wt%を添加

２．３　仕上げ塗膜の特性評価試験

２．３．１　摩擦堅ろう度試験

JIS K 6547に従って摩擦試験機Ⅰ形を用いて、乾燥、湿潤およびアルカリ性人工汗試験液でそれぞれ白い綿布により10回往復摩擦し、革の変退色および綿布への汚染を５級(良い)から１級(悪い)の間で評価した。

２．３．２　耐摩耗性試験

JIS L 1096に従ってテーバー型試験機を用いて、摩耗輪CS-10、荷重500gで500回の回転摩耗し、仕上げ塗膜の変化を５級(良い)から１級(悪い)の間で評価した。

２．３．３　耐屈曲性試験

JIS K 6545に従って屈曲試験機を用いて毎分100回で10万回屈曲を行い、仕上げ塗膜の表面の変化を調べた。

3　結果と考察

３．１　染色摩擦堅ろう度

変退色では差が見られなかったので、汚染に関する結果を考察する。その試験結果を図１から図３に示す。なお、図中の記号C、D、E、F、Gは表１に示したものである。有機溶剤仕上げの測定結果もグラフ中に示した。架橋剤の効果は図１に示すように乾燥試験において最も顕著であった。乾燥試験の場合、有機溶剤仕上げでは３−４級から５級である。それに対してエコレザーのアクリル系バインダーの場合では、架橋剤未添加で汚染が３級であったものが、アジリジン系架橋剤添加により５級へと向上し、２等級の大幅な改善ができた。また、図

２に示すように湿潤試験の場合、有機溶剤仕上げでは４－５級から５級であるが、水性仕上げでは架橋剤の使用に関係なく５級であった。また図３に示すようにアルカリ性人工汗試験の場合、有機溶剤仕上げでは４級から４－５級であるが、水性仕上げでは４級から５級であった。湿潤およびアルカリ性人工汗試験に対しては今回の仕上げ処方で充分な塗膜強度が得られており試験結果は良好であった。

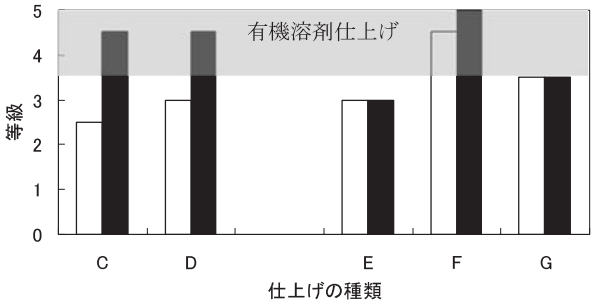


図１　仕上げの種類と乾燥試験との関係
□：クロム革　　■：エコレザー

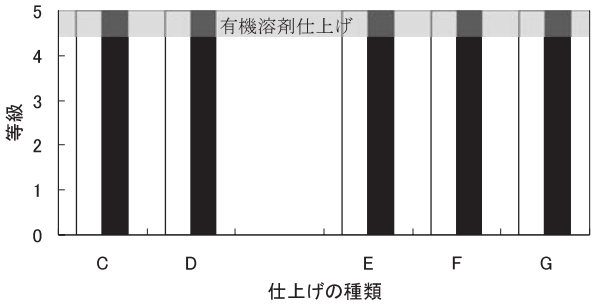


図２　仕上げの種類と湿潤試験との関係
□：クロム革　　■：エコレザー

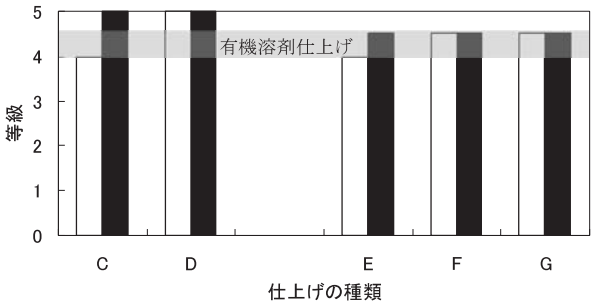


図３　仕上げの種類とアルカリ性人工汗試験との関係
□：クロム革　　■：エコレザー

３．２　耐摩耗性試験

耐摩耗性試験の結果を図４に示す。有機溶剤仕上げでは２－３級から４級であった。架橋剤の効果はクロム革のウレタンバインダーおいて最も顕著であった。架橋剤を用いないと２－３級であったものが、イソシアネート系架橋剤を添加することによって３－４級へと１等級の改善をすることが出来た。エコレザーにおいてはウレタンバインダーに架橋剤を添加することによって有機溶剤仕上げ以上の耐摩耗性を得ることができた。一方、アクリルバインダーに対するアジリジン系架橋剤の場合は悪影響が観測されたが、その原因については現在のところ不明である。

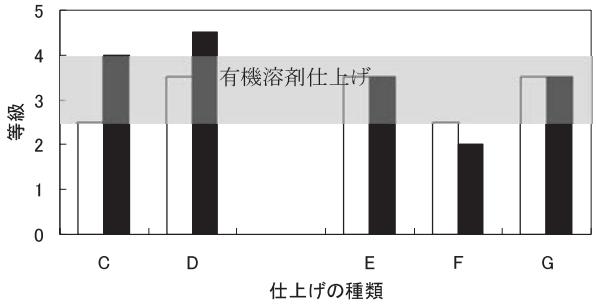


図４　仕上げの種類と耐摩耗性との関係
□：クロム革　　■：エコレザー

３．３　耐屈曲性試験

耐屈曲性試験では、JISで規定されている最大の６万回の屈曲ではいずれの試験片にも亀裂などが見られなかったので、更に４万回の追加を行ったが、いずれの場合にも問題はなく今回の処方では仕上げ塗膜および下地革による差異は見られず良好な結果であった。

４　結　　論

水性のポリウレタンおよびアクリル仕上げ剤の塗膜物性向上のために架橋剤を10wt%添加し、染色摩擦堅ろう度、耐摩耗性、耐屈曲性などを調べた。その結果、

1)染色摩擦堅ろう度乾燥試験では、最大で３級から５級へと２等級の改善ができた。

2)耐摩耗性試験では最大で１級の改善ができた。

3)水性仕上げでは、クロム革よりもエコレザーの方が良い塗膜特性が得られた。

これらのことより、架橋剤を添加した水性仕上げは、現在標準的な上塗りである有機溶剤を含むニトロセルローズラッカー仕上げに対抗でき、代替可能で、更にはエコレザーへの展開にも有効なものであることが分かった。

参 考 文 献

1) P. T. Anastas, J. C. Warner（原著）、渡辺正，北島昌夫，日本化学会，化学技術戦略推進機構(翻訳)：グリーンケミストリー，丸善株式会社，(1999)

2) 安藤博美，原田修，水谷茂章，兵庫県立工業技術センター研究報告, 3, 58, (1993)

（文責　西森昭人）
（校閲　安藤博美）

〔経常研究〕

52　多品種小ロットに対応した染色技術の開発

松本　誠，杉本　太，礒野禎三

1　目　　的

近年、兵庫県の皮革産業においては１ロット数百枚、数千枚といった注文がほとんど無くなり、１ロット当り1～数枚といった小ロットで多品種(色、厚さ、風合いなど)の製造を依頼する注文が多い。しかし、従来の皮革用小型ドラムで多品種小ロットの皮革製造を行えば、生産性が非常に悪くなり、コストが高くなる。また、皮革用小型ドラムを数多く設置する必要があり、設備投資費用が高くなる。

そこで、様々な染料を用いて、染料溶液中にクラストレザーを静置するだけでの芯通し染色を試みた。静置するだけで芯通し染色が行えれば、従来の皮革用小型ドラムを使わずにすみ、製造コストを低下させることができる。本年度は静置染色における各種条件を検討した。

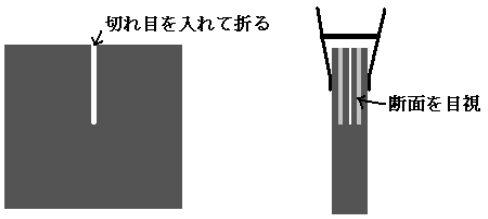
2　実験方法

2.1　静置による染色

芯通し用染料(粉末・茶色(染料A))、芯通し・表面染色両用染料(粉末・茶色(染料B))、表面染色用染料(粉末・茶色(染料C))、上がけ用染料(液体・茶色(染料D))の４種類を用いて所定濃度に調製した染料溶液に厚さ1.5㎜ のクラストレザーを浸漬し、６０℃で２時間静置した。

2.2　浸透度測定

静置染色を行った革を切断し、断面を目視して、５段階評価(１:浸透していない～５:浸透している)で判定を行った。



染色革と断面(模式図)

2.3　染色摩擦堅ろう度測定

静置染色を行った革を JIS K 6547 摩擦試験機Ⅰ型で染色摩擦堅ろう度の測定を行った。

3　結果と考察

3.1 浸透度に及ぼす染料濃度の影響

染料濃度と浸透度の関係を図１に示す。染料Ａでは染料濃度２％、染料Ｃでは染料濃度７％、染料Ｂでは染料濃度１５％で完全な芯通し染色ができた。しかし、染料Ｄでは２０％まで染料濃度を上げても、革の内部まで染料が浸透しなかった。

3.2　静置染色を行った革の染色摩擦堅ろう度

静置染色を行った革の染色摩擦堅ろう度を表１に示す。染料Ａ、染料Ｄで染色した革の方が染料Ｂ、染料Ｃで染色した革よりも汚染、変退色共に堅ろう度は良好であった。また、すべての革で湿潤状態よりも乾燥状態の方が良好な結果を示した。

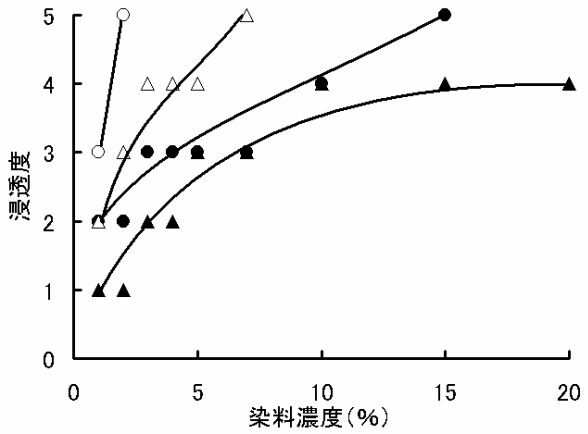


図１　浸透度に及ぼす染料濃度の影響
○：染料Ａ　●：染料Ｂ
△：染料Ｃ　▲：染料Ｄ

表１　静置染色を行った革の染色摩擦堅ろう度

	乾燥試験(級)		湿潤試験(級)	
	変退色	汚染	変退色	汚染
染料Ａ	４－５	４－５	３－４	２
染料Ｂ	４	３	２－３	１
染料Ｃ	４	３－４	２－３	１
染料Ｄ	４	４	４－５	２

4　結　　論

今回実験を行った４種類中、３種類の染料で静置染色を用いて完全な芯通し染色が行えた。しかし、湿潤状態における染色摩擦堅ろう度が良くないので、今後固着処理による改善を検討する予定である。

（文責　松本　誠）
（校閲　中川和治）

〔経常研究〕

53　エコレザーの製品化研究

礒野禎三，岸部正行，杉本　太，西森昭人，松本　誠

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。エコレザーの製造方法としては、様々な方法が開発されているが、ノンクロムのエコレザーは耐熱性が低く、靴用革としては製靴時の加熱で劣化する場合がある。そこで、耐熱性の良いエコレザーを開発するために、クロム(Cr)鞣剤の使用量を少なくし、Cr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技術について検討を行ってきた。その結果、平成17年度までにFA使用量８％、Cr鞣剤使用量２％でコンビネーション鞣しを行えば、通常のCr鞣し革に近い耐熱性と良好な品質を持つ革が得られることを見出し、婦人靴を試作することができた[1)]。平成18年度は、最も耐熱性を要求されるダイレクト･バルカナイズ式製法で作られる長編上靴と製靴時に革への負荷が大きく銀面割れを避けるために多量の水分が付与され耐熱性が低下し易い通学靴の試作を試みた。

2　実験方法

製品革で2㎜以上の厚さが必要なため、原皮としてはアメリカ産ヘビーステアー皮（28kg）を用い、常法による水漬、脱毛・石灰漬を行った後4.5㎜に分割した。コンビネーション鞣しは、前報と同じ処方で行った[1)]。鞣し後、長編上靴と通学靴用革を製造しているタンナーに依頼して、製品革まで加工し、靴メーカーで、この製品革を用いて靴を試作した。なお、製品革の評価はJIS K6550により行った。

3　結果と考察

表１に鞣し実験結果を示す。No.1のFA鞣し後のTs（液中熱収縮温度）は76℃(目標80℃)と低く、またCr鞣し後のTsも98℃(目標100℃)と低い結果となった。そこで、FA使用量を12%とすると、FA鞣し後のTsは81℃と目標値に達したが、Cr鞣し後のTsは96℃と目標に達しなかった。そこで、No.3ではCr鞣剤使用量３％でCr鞣しを行った。その結果、Tsは目標値を超える101℃に達した。

表１　コンビネーション鞣し実験結果

No.	FA 使用量 (%)	FA鞣し後のTs (℃)	Cr鞣剤 使用量 (%)	Cr鞣し後のTs (℃)	クロム 含有量 (%)
1	8	76	2	98	1.7
2	12	81	2	96	1.6
3	8	73	3	101	2.6

No.3の鞣し革をタンナーに依頼して、製品革まで加工し、靴メーカーで長編上靴と通学靴を試作した。製品革の機械的性質では、通学靴革の引裂強さが靴用革のJIS基準を、また銀面割れ高さがISO基準を満足できなかった。また、官能検査を行った結果では、両者とも対照とした現状の製品革より軟らかく、通学靴用革の銀面はタイトさが不足していた。しかしながら、図１に試作した通学靴の写真を示すが、外観からは加工上及び製品としての問題点は見られなかった。



図１　通学靴

4　結　　論

FAとCr鞣剤を併用したコンビネーション鞣し技術を用いて、靴用甲革を作成し、製靴時に高い耐熱性が要求される長編上靴と通学靴を試作した結果、靴加工上及び製品としての問題点は見られなかった。

参 考 文 献

1）礒野禎三,西森昭人,杉本 太,安藤博美,志方 徹,兵庫県立工業技術センター研究報告書,**15**,87(2006)

（文責　礒野禎三）
（校閲　安藤博美）

〔経常研究〕

54　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

従来からエコレザーの耐久性に対する研究・試験がなされてきている。しかし、耐久性に関する評価結果が鞣製条件の改良に用いられている事例は少ない。皮革の耐久性の効率的かつ系統的な評価法を構築するうえで、動的粘弾性測定は有力な手段であると考えられる。そこでエコレザーの鞣製法の改善を目的として、動的粘弾性測定を活用した耐久性評価法の確立を目指した。

2　実験方法

2．1　試料革

試料革[1]としては植物タンニン系非クロム革(A、B)、クロム革（C)、クロムーホルムアルデヒド複合鞣し革（D、E、F)、クロム革（G）を用いた。

ジャングルテスト、引張試験、動的粘弾性測定にはそれぞれの半裁革から JIS 部位（50×30cm）を採取した革を用いた。引張試験用試験片は、JIS 1 号ダンベルを用いて採取した革から背線に対して垂直の方向に打ち抜き、50 本を作製した。50 本の試験片からランダムにサンプリングし、10 本を 1 組とするグループを 5 組編成した。

2．2　ジャングルテスト

ジャングルテストは、温度 50℃、湿度 95%RH に調節された恒温恒湿槽(SANYO　MTH－2200)中に組単位の試験片を 48～300 時間保持し、所定の時間毎に取出して測定に供した。

2．3　測定

引張強さ(TS)、破断時の伸び、液中熱収縮温度は JIS K 6550 によって測定した。また、動的粘弾性測定は固体粘弾性測定装置（DVE－Ⅳ型　レオロジ社）を用い、圧縮モードで行った。測定条件は試料形状：円盤状試料（直径 20mm)、最大歪：２μm、周波数：100Hz、温度：20～50℃とした。動的粘弾性測定からは複素圧縮弾性率（E*)、貯蔵圧縮弾性率（E')、損失圧縮弾性率（E")、力学的損失（tanδ）を求めた。

3　結果と考察

ジャングルテストによる機械的性質の変動（引張強さの保持率ΔTS)、動的粘弾性測定値の変動（ΔlogE'：logE'（ジャングルテスト前）－logE'(ジャングルテスト後)）はいずれも試験した全ての試料革について低下した。ジャングルテスト前後におけるΔTSはΔlogE"、ΔlogTanδとは相関せず、ΔlogE'と強く相関していることがわかった。

革Aは非クロム革（植物タンニン系鞣剤）であるが、そのTSの保持率は－10%以内の低下にとどまり，伸びもほとんど変化しなかった。　ΔlogE'は0.2と小さかった。　革BのTSの保持率はジャングルテスト時間の経過と共に－10%低下し、伸びは15～20%大きくなった。革A、革Bとも液中熱収縮温度はほとんどジャングルテスト前後で変化しなかった。一方、革Cはエコレザー用に調製されたクロム鞣革であるが、TSの保持率は－20%低下し、伸びは20%以上大きくなった。ホルムアルデヒドとクロム鞣剤の複合鞣しによって調製された革D～革Fについてはジャングルテストの結果から使用したクロム鞣剤が多くなるにしたがってΔTSは小さく、伸びの保持率の上昇幅も小さくなった。革F(ホルマリン８%、クロム鞣剤３%で調製)と革G(クロム鞣剤８%で調製)に対するTS及び伸びの変動の比較結果から革Gよりも革Fの法が耐久性において優れていると判断され非クロム革の中にも耐久性に優れた革が存在することが分かった。

4　結　　論

1．ジャングルテストによる革の機械的性質の低下と動的粘弾性測定から得られる指標－すなわち貯蔵圧縮弾性率(E')の偏差(ΔlogE')－には良い相関が得られた。

2．動的粘弾性から得た指標(ΔlogE')をジャングルテストの経過時間と共に調べることによって皮革の耐久性を予測する手法の有用性を確認できた。

参 考 文 献

1) 日本皮革技術協会、環境対応革開発実用化研究報告書、56－67(2007)

（文責　岸部正行）

（校閲　中川和治）

〔経常研究〕

55　濃色エコレザーの遊離成分の評価技術に関する研究

杉本　太，礒野禎三

1　目　　的

近年、エコロジー商品への関心の高まりもあり、特に革からの溶出成分(遊離ホルムアルデヒドなど)の試験測定が要求されている。通常、遊離ホルムアルデヒド濃度測定はJISの比色法によるため、濃色系有色革では革からの染料等の溶出のために分析が困難となる。このため有色革に関する評価技術の検討が必要である。そこで、分析を妨害する溶出染料の影響を抑制する手法を検討し、濃色エコレザーの品質向上を図ることを目的とした。

2　実験方法

固相抽出カラムには、東ソー（株）製のジエチルアミノエチル基を有するTOYOPAK DEAE M(ゲル量:1mL,イオン交換容量:0.1ミリ当量)を用い、溶出染料等の吸着処理に利用した。

遊離ホルムアルデヒドの測定は、JIS L1041に従い、アセチルアセトン法による波長415nmの比色測定により行った。

染液には、酸性染料のチモノールブラックTNを水で希釈して1000mg/Lの溶液を調製し、これを希釈して用いた。

ホルムアルデヒド標準液は、ナカライテスク製試薬特級ホルムアルデヒド溶液(37%含有)を使用し、この溶液3mLを水で1Lとし、さらに100倍希釈した溶液を用いた。

3　結果と考察

3．1　発色液による固相カラム抽出への影響

染液(0-40mg/L)とホルムアルデヒド(HCHO)溶液(11.3μg/mL)を含む試料をアセチルアセトン(AA)により発色させる前後で固相カラムを通過させて抽出する際のHCHOの吸光度に及ぼす影響について調べた。

その結果、試料をAAで発色させる前に固相カラムを通過させた場合の吸光度は染料濃度の影響を受けることなくほぼ一定の値が得られた。一方、試料を発色後、固相カラムを通過させたものは、染液ならびに発色液が一部カラムから通過し、吸光度のバラツキが30-35%と大きくなった。このことから試料をカラムに通過後、AAを加えて発色させることとした。

3．2　ホルムアルデヒド濃度一定時の染料濃度の影響

HCHO濃度一定時の染料濃度の影響について調べた。

操作は以下の方法で行った。

a) 染液(0-40mg/L)5mL+HCHO(11.3μg/mL)3mL+水2mL+AA10mL

b) AA未添加のa溶液を固相カラムで抽出後、AA10mL添加

c) 染液(0-40mg/L)5mL+水5mL+AA10mL

d) AA未添加のc溶液を固相カラムで抽出後AA10mL添加

その結果を表１に示す。

表１　HCHOの吸光度に及ぼす染料濃度の影響

染液mg/L	0	10	20	30	40
Abs(a-c)	0.444	0.431	0.408	0.393	0.386
Abs(b-d)	0.434	0.428	0.433	0.431	0.430

表１より抽出操作を行わないa,cから求めたHCHOの吸光度(a-c)は染料濃度の違いによるバラツキが大きく、一方、抽出操作を行ったHCHOの吸光度(b-d)は、吸光度のバラツキは小さく、ほぼ一定の吸光度が得られ、固相抽出を用いない場合の染料濃度の違いによるHCHO濃度の影響が見られた。

3．3　染料濃度一定時のホルムアルデヒド濃度の影響

染料濃度を150mg/Lとし、HCHO(11.3μg/mL)0-3mLを加えた場合のHCHOの添加量の影響について検討した。

A) [HCHO 0-3mL+水]5mL+染液5mL+AA10mL

B) AA未添加のA)溶液を固相カラムで抽出後AA10mL添加

C) [HCHO 0-3mL+水]10mL+AA10mL

各サンプルの吸光度を測定した結果を表２に示す。

表２　吸光度に及ぼすHCHO添加量の影響

HCHOμg/mL	0	11.3	22.6	33.9
Abs A)	1.036	1.152	1.273	1.384
Abs B)	0.022	0.167	0.322	0.461
Abs C)	0.020	0.168	0.321	0.479

表２をもとに横軸にHCHO濃度と吸光度の検量線を作成した。各検量線の勾配はA)0.0103,B)0.0130,C)0.0135となり、染料を含む吸光度が1.0を越えるA)の場合、勾配が小さく、すなわちHCHOの測定に影響を及ぼすことが明らかとなった。

4　結　　論

1) AAによる発色前に試料を固相カラムで抽出すれば、HCHOの分析に影響を与えない。

2) 吸光度1.0以上の染液を含む試料でも、固相カラムによる染料成分を抽出除去すれば、分析可能であった

（文責　杉本　太）（校閲　中川和治）

〔経常研究〕

56　靴用革の耐熱性の評価技術

西森昭人，礒野禎三

1　目　　的

皮革の耐熱性試験は、水を十分に含んだ革の場合はJIS K 6550の液中熱収縮温度(*T*s)により行われ、乾燥した革ではJIS K 6543の耐乾熱性試験で行われている。前者では精製水中に24時間以上、後者では20℃、65%RHの標準状態に48時間以上、革を静置した後に測定している。しかし、実際の製靴加工では革の表面にスプレーで水をかけたり、短時間だけ水に浸けるなど、上記試験条件の中間状態であることが多い。*T*sは古くからなめしの管理手法として利用されており、クロム革に適したものであるが、最近注目を集めている「人と環境に優しいエコレザー」では耐熱性に関する良い評価は得られない。そこで、実際の使用条件に応じた耐熱性を評価するために、熱分析、水蒸気処理、高温乾燥処理など様々な方法を行い、乾燥状態ではエコレザーとクロム革に耐熱性の差が少ないことを示した[1, 2]。今回は、革の熱変性に対する試料中の水分量の影響を熱分析により評価した。

2　実験方法

2.1　試料

実用性の高いエコレザーとして開発中のクロム鞣剤３%とホルムアルデヒド２%を用いたコンビネーション鞣し革(革Ｃ)と、クロム鞣剤８%を用いて鞣した革(革Ｒ)を使用した。それぞれのクロム含有量は1.5%と2.7%であった。

2.2　液中熱収縮温度(*T*s)

JIS K 6550に従って皮革収縮温度試験機(安田精機製作所製)を用いて収縮開始温度を測定した。

2.3　熱分析

前処理なしの革、２時間ほど水に静置した革、所定量の水をマイクロシリンジで革の銀面側に添加した革を用いて、示差走査熱量計(DSC：理学電機およびパーキンエルマー製)を使用し、毎分５℃の昇温速度で20℃から140℃まで測定し、チャートから吸熱開始温度を読み取った。なお、水分の多い試料は水の蒸発を防ぐために簡易密閉式のアルミ製試料容器を使用した。

3　結果と考察

3.1　液中熱収縮温度

*T*sは、革Ｃが99℃、革Ｒが115℃であった。この値はコンビネーション鞣しおよび通常のクロム鞣しとしては充分なものであった。

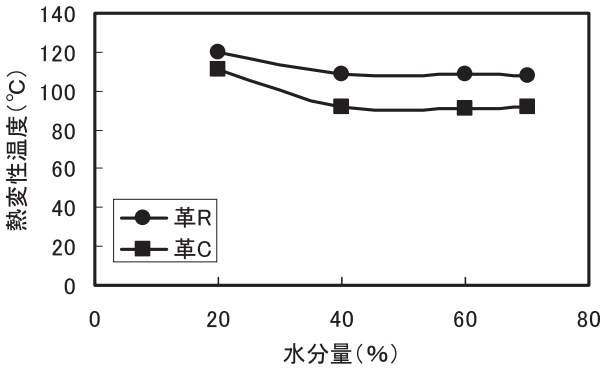


図１　水分量と熱変性温度の関係

3.2　熱分析

水分を添加せずに開放式容器を使用した場合は、顕著な吸熱ピークはなく、革中の水分蒸発による広い温度域での吸熱が観測された。一方、水分を添加した試料では吸熱ピークが認められた。この吸熱ピークは革の熱変性温度(*T*d)に対応するものと考えられる[3]。

*T*dと用いた試料中の水分量との結果を図１に示す。革R,Cともに水分量の増加に伴って*T*dが降下してほぼ一定の温度へと収束している。水がなければ高温まで安定な革が水分量増加と共に不安定となり耐熱性が下がるが、40%以上では一定であった。20%の低水分における革Rと革Cの*T*dの差は９℃であり、60%の高水分時の18℃に比べて小さい。また*T*sの差16℃に比べても小さい。このことから、水分が少ないとクロム革とエコレザーの耐熱性差は少ないことが分かった。

4　結　　論

エコレザーとクロム革の水分量と熱変性温度との関係をDSCによる熱分析で調べた。その結果、低水分量では両者の耐熱性の差は小さい。

参 考 文 献

1) 西森昭人，安藤博美，奥村城次郎，兵庫県立工業技術センター研究報告, 14, 102, (2005)
2) 西森昭人，礒野禎三，兵庫県立工業技術センター研究報告, 15, 91, (2005)
3) T. Bosch, A. M. Manichi, J. Carilla, J. Cot, A Marsal, H. J. Kellert and H. P. Germann, JALCA, 97, 441 (2002)

（文責　西森昭人）（校閲　中川和治）

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１６号

（平成１９年版）

平成１９年１２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