ISSN　0918-0192
CODEN:HKSHEQ

兵庫県立工業技術センター研究報告書

第２０号

平成２３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２０号

目　次

無機材料系

1	プラズマチューブアレイを用いたフレキシブル紫外光源の研究開発 （地域イノベーション創出研究開発事業（一般型）（近畿経済産業局）	石原嗣生、泉　宏和	1
2	中温作動型ＳＯＦＣへの適用を目指したアパタイト型固体電解質薄膜の高イオン伝導化 （科学研究費・基盤Ｃ（日本学術振興会））	吉岡秀樹	4
3	非鉛系酸化物薄膜の誘電特性に関する研究 (経常研究)	泉　宏和	6
4	微量 Ga 添加 ZnS：Mn の応力発光強度に及ぼす焼成温度の影響　（経常研究）	石原嗣生	7

金属材料系

5	電子デバイスの鉛フリーはんだ接合部の強度評価法に関する研究　（科学研研究費・基盤Ｃ（日本学術振興会））	野崎峰男	8
6	離型剤フリーを目指した金型表面への窒化ホウ素膜形成に関する調査・研究　（産学インキュベート事業）	山下　満	10
7	高耐食 Sn-Fe-W３元系合金薄膜の耐食性と表面構造に関する研究　（重点領域研究）	福住正文、石原嗣生、柏井茂雄	12
8	ニッケルめっき代替プロセスの開発に関する研究 （技術改善研究）	園田　司、稲葉輝彦、山岸憲史、山口　篤、西羅正芳、永本正義、後藤浩二	14
9	チタン部材表面の高品位化に関する研究 （技術改善研究）	山本章裕、山口　篤、阿部　剛、浜口和也、髙橋輝男、岸本　正、福地雄介	16
10	リードフレームめっきの評価技術に関する研究 （経常研究）	山岸憲史	18

有機材料系

11	新規なメカニズムに基づく光機能性有機－無機ハイブリッド材料の作製に関する研究 (JST 研究成果最適展開支援事業（A-STEP)FS ステージ探索タイプ)	石原マリ	19

12 光機能性素子用有機／無機ハイブリッド材料の作製に関する研究 （JST シーズ発掘試験） 石原マリ、富田友樹 21

13 高齢者と福祉用具との共存を推進するゴム製段差解消スロープの開発 （JST 地域ニーズ即応型） 鷲家洋彦、礒野禎三 23

14 セルロースナノファイバーを強化材とした非石油系ナノコンポジットの開発 （技術改善研究） 長谷朝博、鷲家洋彦、本田幸司、礒野禎三、柏井茂雄 25

15 触感評価法を用いたゴム製グリップ開発手法の汎用性に関する研究 （経常研究） 佐伯光哉 28

16 チオフェン系有機半導体材料を用いたデバイス作製条件に関する検討 （経常研究） 平瀬龍二、石原マリ、吉岡秀樹 29

17 高熱伝導性材料に関する調査研究 （経常研究） 鷲家洋彦 30

生産技術系

18 ナノトルク自動制御を活用した「微細切削加工技術ノウハウ構築支援システム」開発
（戦略的基盤技術高度化支援事業（サポイン）（近経局） 安東隆志、阿部　剛、平山明宏 31

19 紫外レーザー照射と大気圧プラズマ処理を併用したギガヘルツ帯プリント回路基板の開発
（科研費・基盤Ｃ（日本学術振興会）JST シーズ発掘試験） 柴原正文 33

20 超低被ばくデジタルＸ線撮像装置の製品化研究
（JST 地域ニーズ即応型） 平山明宏、福地雄介、熱田稔雄 36

21 ラインレーザ変位計を用いた逐次多点形状測定法に関する研究 （重点領域研究） 阿部　剛 38

22 スマート材料のマイクロ切削加工技術に関する研究
（経常研究） 平山明宏、浜口和也、福地雄介 40

23 20kW ファイバーレーザによる極厚板ステンレス鋼の突合わせ溶接特性 （経常研究） 山口　篤，後藤浩二 41

ロボット系

24 多指ハンド制御のための空間分解能が可変な分布触覚センサとその決定方法
（科学研究費・若手Ｂ（文部科学省）） 中本裕之 42

25 多様な対象を把持可能なインテリジェントグリッパ
（技術改善研究） 伍賀正典、中本裕之、三浦久典 44

電子技術系

26	２次元近赤外線センサを用いた高精度かつ低コストな人体の位置同定システムの実証 （中小企業等の研究開発力向上および実用化推進のための支援事業（近畿経済産業局））	松本哲也、中本裕之、中里一茂、三浦久典	46
27	多機能集積型ホログラフィック光学素子を用いた３次元視線検出めがねの開発 (JST 研究成果最適展開支援事業（A-STEP）ハイリスク挑戦)	瀧澤由佳子、北川洋一、松本哲也、三浦久典	48
28	粉体輸送用の超小型高効率アクチュエータの開発 （産学インキュベート事業）	才木常正	51
29	自動外観検査システムの開発　（重点領域研究）	中本裕之、松本哲也、三浦久典、安東隆志	53
30	視覚センサを利用した三次元計測システムの開発 （経常研究）	金谷典武	55
31	高周波帯での電磁波シールド特性評価に関する研究 （経常研究）	中里一茂、三浦久典	56

プロダクトデザイン系

32	ユーザインタフェースの簡易な評価方法に関する研究　（経常研究）	平田一郎	57
33	手工具などの UD 製品開発のための上肢操作力の解析 （経常研究）	稲葉輝彦、永本正義	58

バイオ技術系

34	清酒発酵経過に伴うアミノ酸類の消長と旨味に関する研究　（重点領域研究）	井上守正、泉　恵、吉岡秀樹	59
35	麹の酵素力価と原料米質に関する研究　（経常研究）	井上守正、大橋智子、泉　恵	61

繊維技術系

36	高精度織物読取装置の開発による糸配列検査システムの研究開発　（JST 地域ニーズ即応型）	古谷　稔、藤田浩行、森本雅和、志方　泰、初田真幸	62
37	カーボン複合糸から作製したバネ材材料の高機能化に関する調査研究　（産学インキュベート事業）	藤田浩行	64

38 エンジニアリング・プラスチック系ナノファイバー製造技術の調査研究 （産学インキュベート事業） 中野恵之、東山幸央、瀬川芳孝、有年雅敏 66

39 エレクトロスピニング法を用いた糸表面加工技術および加工装置の開発 （技術改善研究） 東山幸央、中野恵之、原田知左子、瀬川芳孝、古谷　稔、藤田浩行、近藤みはる、有年雅敏 68

40 多様な素材に対応した先染複合織物の開発研究 （経常研究） 古谷　稔、瀬川芳孝、近藤みはる 70

41 整経工程におけるたて糸の巻取張力の評価に関する研究 （経常研究） 藤田浩行、古谷　稔 71

42 商品化を目指した顔料染色技術の開発 （経常研究） 瀬川芳孝、藤田浩行、東山幸央 72

皮革技術系

43 シカ革の特性評価 （重点領域研究） 佐伯　靖、西森昭人、松本　誠、桑田　実、原田　修、森　勝、中川和治 73

44 皮革の高堅ろう性染色技術の開発 （技術改善研究） 松本　誠、西森昭人、佐伯　靖、桑田　実、原田　修、森　勝、中川和治 75

45 播州織物を利用した革小物の開発 （経常研究） 佐伯　靖、西森昭人、桑田　実 77

46 革のはっ水加工に関する研究 （経常研究） 森　勝、西森昭人 78

47 印刷容易な表面特性を有する下地革および処理技術の開発 （経常研究） 西森昭人、佐伯　靖 79

環境分野

48 システムダイナミクスモデルを用いた環境の動態予測に関する研究 （笹川科学研究助成（(財）日本科学協会） 伍賀正典 80

〔地域イノベーション創出研究開発事業（一般型）（近畿経済産業局）〕

1　プラズマチューブアレイを用いたフレキシブル紫外光源の研究開発

石原嗣生，泉　宏和

1　目　　的

紫外光源に用いられている水銀ランプの応用分野は、照明、光化学重合、殺菌、リソグラフィーなど多岐にわたるが、有毒物質である水銀を多量に含んでいるため、環境負荷が非常に大きい。欧州の WEEE&RoHS 指令（水銀 1000ppm 以下）などの環境有害物質に対する規制は益々厳しくなり、企業に対してこれらの環境問題をクリアすることが求められている。さらに、近年、地球規模で水銀を削減するための「水銀規制条約」の策定作業が本格化している。この条約は国連の委員会で 2013 年までに成案を得ることが決定されており、水銀ランプを製造する企業はこれに対応する必要がある。

プラズマチューブアレイ（PTA）は、フレキシブルで大面積・高効率な光源として優れた技術であり、曲げられるディスプレイとしての用途のみならず、工業用・医療用・環境用の光源としても有望である。PTA にはキセノン(Xe)とネオン(Ne)の混合ガスが封入されており、この混合比やガス圧力の最適化により、紫外蛍光体に対して最適な励起用真空紫外光を発生させることができる。この真空紫外光を利用して、ガドリニウム(Gd)など希土類元素を含んだ紫外蛍光体を励起することにより、高効率で紫外光を取り出すことが可能となる。

本研究では、真空紫外光の効率的な発生と紫外光を効率的に取り出す PTA 技術、蛍光体材料の技術を融合させて、フレキシブルで大面積・高効率な紫外光源の開発を目的とした。

2　研究開発の概要

2.1　プラズマチューブアレイ（PTA）技術の活用

100 型を超える超大画面の軽量・フィルム型ディスプレイを目指して PTA と呼ばれる新しいデバイスが開発されており、現在 200 型クラスの超大画面製品が実用化されている [1)]。

PTA は、直視型で高いピーク輝度が得られる交流（AC）型 PDP（プラズマディスプレイパネル）の発光構造を応用しているが、PDP とは全く異なる「チューブ＋フィルム」という基本構造である。図 1 に PTA の基本構造、および図 2 にチューブ断面を示す。PTA では、直径 1mm 程度の細長い中空ガラス管内部に放電保護膜、蛍光体層、放電ガスから成る PDP と同様の発光構造を作り込む。このガラス管を「プラズマチューブ」と呼んでおり、これを RGB 順に多数並べて、その背面と前面に電極形成したフィルムを貼り合わせて画面を形成する。断面から見ると，ガラス管壁で覆われた放電ガス空間に電極から絶縁ガラス層を介して電界印加する AC 放電のセル構造であることが分かる。

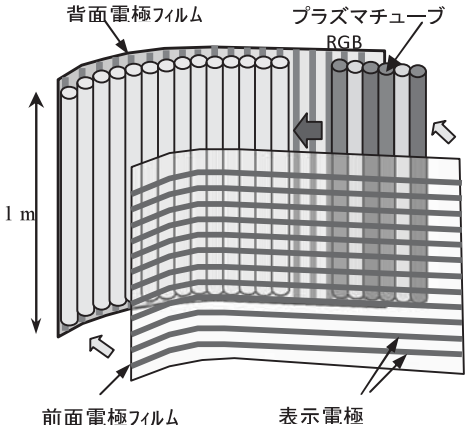


図 1　PTA の基本構造

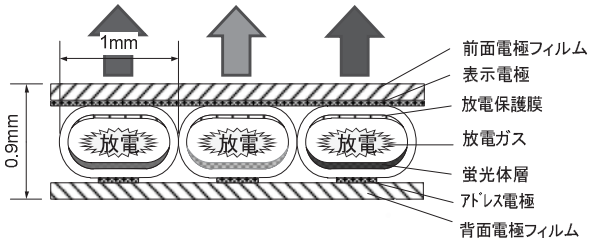


図 2　PTA のチューブ断面図

放電空間はプラズマチューブ長手方向に連続しているが，２本１組の表示電極ペアが接触した部分のみガラスチューブ内に AC 電界がかかり、放電が起こり一画素（サブピクセル）となる。表示電極ペア２本とアドレス電極合わせて 3 電極で 1 画素の放電・発光を制御する AC 型 PDP と同様「三電極面放電式」を採用しているため、駆動法・駆動回路部品は PDP 向けのものを利用する事ができる。

PTA は、発光部（ガラス管）と駆動電極（フィルム）を分離することで、超大画面で有利な軽量・フレキシブルで曲面可能な新規デバイスとなっている。また、PTA は、蛍光体を用いているため、様々な発光波長に対応することが可能である。励起用の真空紫外光も水銀を用いない希ガス放電によるものであり、有害物質を含

まない紫外蛍光体を用いることにより、水銀フリーでフレキシブルな紫外光源としての応用が可能である。特に、紫外 PTA 光源では、画素の概念が不要であるため、電極構造を単純化することが可能となる。

本研究では、長期使用での紫外線による劣化が懸念される電極フィルム（樹脂フィルム）と接着層に対する紫外線照射量の低減を満たす構造として、図 3 および図 4 に示すように放電・発光電力を供給するための電極を背面側に配置し、ガラス管壁と紫外蛍光体層を通して放電ガスに電界を印加する方式を採用した。この配置により蛍光体層は電極フィルム側とは反対側の表面層のみが真空紫外光により励起され紫外発光するため、紫外光の電極側への照射量を抑制することができる。

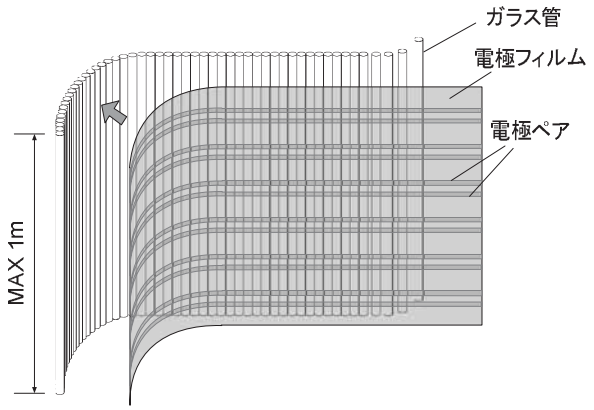


図 3　紫外光源用 PTA の構成図

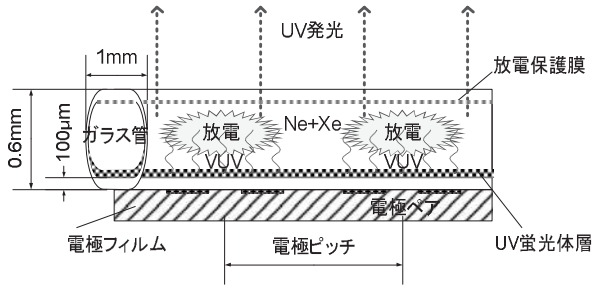


図 4　紫外 PTA の放電と発光の概念図

2.2　Gd^{3+}の 4f 電子遷移によるナローバンド紫外発光

最近、GaN など窒化物半導体を使用した紫外 LED が注目され、盛んに研究されている。LED は、発光波長をある程度自在に制御でき、量子井戸構造を導入することによって強い発光を得ることができる。現在では、水銀ランプの i 線に発光波長を調整した発光波長 365nm、光出力 250mW に達する紫外 LED がすでに市販されている。しかし、紫外 LED は、発光スペクトル幅が、微弱電流注入下でも約 10nm であり、高電流注入下ではさらにスペクトルに拡がりを生じる。このようなブロードな紫外光は、殺菌、架橋、塗料の乾燥などには有効であるが、狭いスペクトル幅、いわゆるナローバンド紫外光が必要な露光や特定の波長を利用する皮膚治療等の医療応用には不向きである。

本研究では、ナローバンド紫外光を実現するために、希土類イオンの内殻 4f 電子遷移発光を利用することを検討した。希土類イオンは、4f 電子が充填した外殻による電磁波シールド効果によって、外部場の影響を受けにくく、ナローバンド発光が特徴である。希土類イオンの中でも、Gd^{3+}は、図 5 に示すように基底準位と励起準位とのエネルギー差が大きいため、最低励起準位 $^6P_{7/2}$ から基底準位 $^8S_{7/2}$ への遷移による紫外発光のみを示す。我々は、この波長約 311nm のナローバンド紫外発光に着目し、Gd^{3+}を含有する紫外蛍光体の開発を行った。

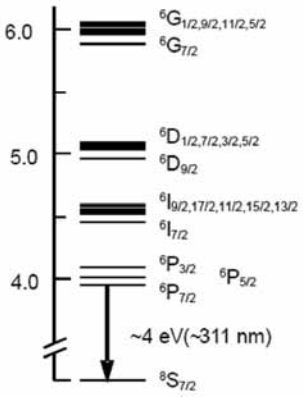


図 5　Gd^{3+}のエネルギー準位図

PTA では、PDP と同様に Xe ガス放電による共鳴線（波長 147nm）と分子線（波長 172nm）を励起光源としている。そのため、これらの励起波長に対応する母体材料ならびに添加した元素による吸収帯の形成を検討した。図 6 に開発した高効率紫外蛍光体を用いた PTA の発光スペクトルを示す。305nm から 325nm にかけての UVB（紫外線 B）発光は、Gd^{3+}によるものであり、半値幅は約 1nm のナローバンド発光である。また、放電ガスの Ne による発光が 585nm および 703nm にみられる。

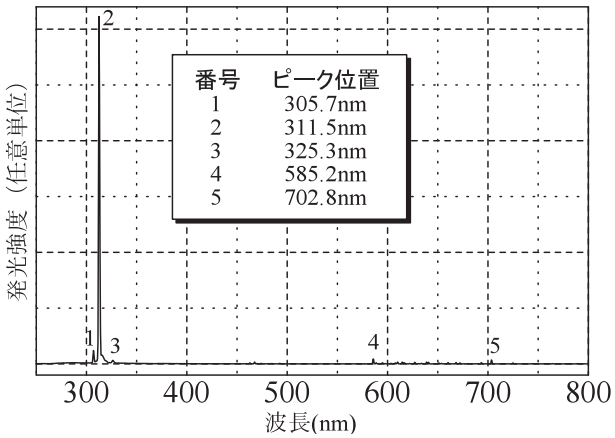


図 6　紫外 PTA の発光スペクトル

２.３　紫外面光源の試作

図 7 にチューブ 230 本アレイにより試作した紫外面光源の外観を、また、表 1 に主な仕様を示す。光源部は、樹脂フィルムの電極シートを用い、厚さも 0.7mm と非常に薄いため、フレキシブルで容易に曲げることができる。さらに、光源部は、重量が 100g 程度であるので持ち運びに便利である。図 7 の右の写真は、AC パルス電圧を印加して発光させた状態であり、放電ガスの Ne から発生するピンク色の光が目視できるため、紫外線発光エリアを同定することが可能である。

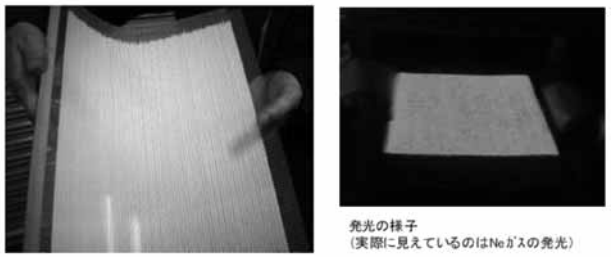


図 7　試作した 230 本アレイ紫外 PTA 面光源の外観

表 1　試作した紫外 PTA 面光源の仕様

基板素材	厚さ	重量	光源面積	波長
樹脂フィルム	0.7mm	～100g	230×360mm	311nm

図 8 に、試作した紫外 PTA 光源の出力特性を示す。パルス周波数 15.6kHz の AC 電界を印加した場合の駆動電圧と紫外線強度との関係を示す。

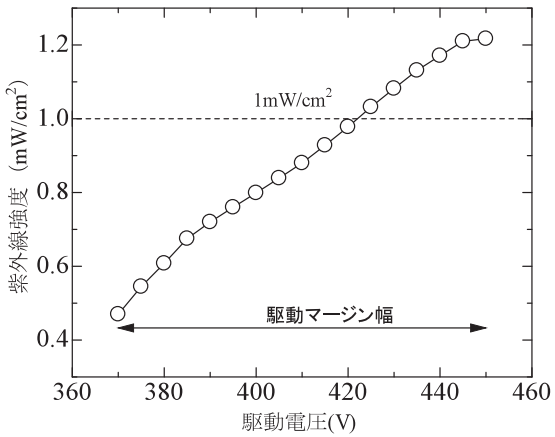


図 8　試作した紫外 PTA 面光源の出力特性

図 8 で、最初に放電する時の放電開始電圧（450V）と、放電開始から徐々に電圧を下げていった時に放電を維持できる最低の電圧（370V）との間を駆動電圧マージンと呼ぶ。駆動電圧マージンは、安定な動作のために必要であり、広いことが望まれる。駆動電圧 420V 以上で、紫外線強度が 1mW/cm^2 以上となった [2)]。

２.４　PTA 技術を用いた UVB 治療器の試作

アトピー性皮膚炎は、波長 310nm、強度数 mW/cm^2 のナローバンド UVB を照射することにより、炎症が抑制されることがわかっている。さらに、尋常性乾癬や尋常性白斑などの皮膚病の治療に対しても有効である。図 9 に示すように、PTA 技術を用いた大面積・曲面型ナローバンド UVB 治療器を試作し、Green Device 2010 展示会に出展した。幅 500mm、長さ 1000mm の曲面型であり、全身に照射できる大きさのものが得られている。

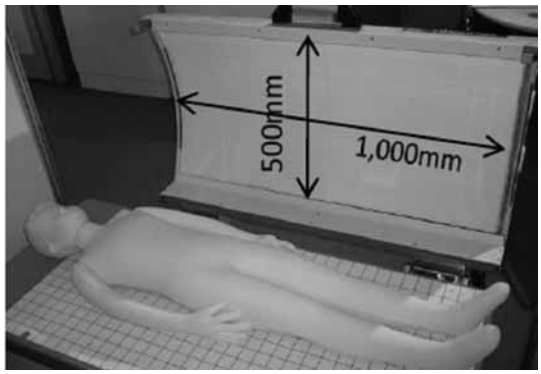


図 9　大面積・曲面型紫外 PTA の試作品

表 2　試作した大面積・曲面型紫外 PTA の仕様

基板素材	厚さ	曲率	重量	光源面積	波長
樹脂フィルム	0.7mm	R=500mm	～600g	500×990mm	311nm

３　結　　論

従来から紫外蛍光管を多数並べた紫外面光源が製品化されているが、単一デバイスによる紫外面光源は世界初であり、光源面積として最大級のものとなる。大面積・曲面型の紫外面光源を試作し、医療分野などの曲面・面照射を必要とする応用分野に対して本方式の有効性を示すことができた。

参 考 文 献

1)栗本健司,月刊ディスプレイ 2011 年 1 月,p.1753.
2) 喜多 隆，郭 濱剛，栗本健司，篠田 傳，千木慶隆，西本哲朗，田中寛之，小林幹弘，石原嗣生，泉 宏和，第 71 回応用物理学会学術講演会, 15p-NB-5, (2010).

謝　　辞

本研究は、(株)ユメックス、篠田プラズマ(株)、大電(株)、神戸大学との共同研究により実施しました。関係各位に深く感謝します。

（文責　石原嗣生）
（校閲　柏井茂雄）

［科学研究費・基盤C（日本学術振興会）］

2　中温作動型ＳＯＦＣへの適用を目指したアパタイト型固体電解質薄膜の高イオン伝導化

吉岡秀樹

1　目　　的

平成20～22年度の文部科学省科研費基盤研究Cで新規のイオン伝導体（アパタイト型ランタンシリケート）の薄膜を用いた固体酸化物形燃料電池(SOFC)の開発を行った。アパタイト型構造のランタンシリケートは、低い温度でも比較的高いイオン伝導度を示すため、600～800°Cで作動する中温作動型SOFC用電解質材料として期待されている。工業技術センターではランタンシリケートの組成を検討し、高いイオン伝導度をもつMgドープランタンシリケート(MDLS)やAlドープランタンシリケート(ADLS)を開発してきた[1,2]。本研究では、酸化ニッケルとランタンシリケートの混合焼結体からなる負極基板にMDLSやADLSの電解質膜を溶射法により形成し、負極支持型SOFCを作製した[3]。電解質膜や基板の作製条件による発電特性の変化を調べ、電解質膜の高イオン伝導度化及びSOFCの高出力化について検討した。

2　実験方法

２．１　SOFCの構造

開発した負極支持型SOFCの構造を図１に示す。セルは金属ニッケルとMDLSまたはADLSの混合体からなるガス透過性の負極支持体基板（直径13 mm、厚さ1.6～2.4 mm）とその上に形成されたMDLSまたはADLS電解質膜（厚さ50～110 μm）、さらに電解質膜上の正極材料（ランタンストロンチウム鉄コバルト酸化物、LSCF）から構成される。

２．２　SOFCの作製方法

まず、酸化ニッケルとランタンシリケートの混合粉末を成型・焼成し、負極支持体基板を作製した。次に、溶射法により負極支持体上に電解質膜を成膜した。成膜には姫路メタリコン(株)所有のスルザーメテコ社製直流プラズマ溶射装置を用い、F100またはF4溶射銃により、アルゴンまたはアルゴン－水素混合ガスをプラズマガスとして粒径10～45 μmのMDLSまたはADLS粉末を溶射し、50～110μmの膜を得た。さらに電解質膜上にスクリーン印刷によりLSCF正極ペーストを塗布し、1000°Cで焼き付けた。セルの作製条件を表１に示す。

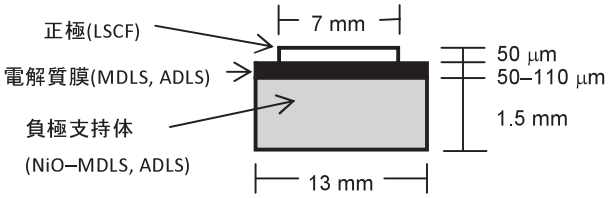


図１　アパタイト型固体電解質膜を用いた負極支持型SOFC

２．３　評価方法

SOFCの発電特性は、負極に水素－アルゴン、正極に酸素を供給し、800°Cで負極基板中の酸化ニッケルをニッケルに還元した後、温度800、700、600°Cの電流－電圧特性を測定した。また、同時に発電中の交流インピーダンスを測定した。

3　結果と考察

作製したSOFC（試料C）の発電特性の測定例を図２に示す。電流密度Iがゼロの時の電圧は開回路電圧(OCV)と呼ばれ、電解質膜を通したガスリークにより低下することから、電解質膜の緻密性や欠陥量の尺度と考

表１　溶射法によるアパタイト型電解質膜SOFCの作製条件と発電試験結果（800℃）

試料	負極支持体基板		電解質膜			発電特性		インピーダンス	
	組成（重量比）	厚さ / mm	材質	溶射銃 溶射条件	厚さ / μm	OCV / V	P_{max} / mWcm^{-2}	R_1 / Ω	R_2 / Ω
A	6:4	1.6	MDLS	F4*	110	0.866	145	4.8	0.1
B	6:4	2.4	MDLS	F4*	110	0.837	126	5.8	0.3
C	5:5	1.6	MDLS	F4*	110	0.851	80	7.1	1.1
D	5:5	2.4	MDLS	F4*	110	0.783	54	6.2	3.6
E	6:4	1.6	MDLS	F4*	60	0.801	108	4.7	0.7
F	5:5	1.6	MDLS	F4*	60	0.816	38	9.6	2.4
G	6:4	1.6	MDLS	F100**	50	0.691	79	3.4	0.6
H	6:4	1.6	MDLS	F100**	100	0.888	54	6.6	0.2
I	7:3	2.4	ADLS	F4***	110	0.784	118	5.2	0.6
J	6:4	2.4	ADLS	F4***	110	0.810	136	4.2	0.9
K	5:5	2.4	ADLS	F4***	110	0.790	95	5.1	1.0

溶射条件：F4*: Ar, 33 kW, F100**: Ar, 10 kW, F4***: Ar–H_2, 18 kW（F4は一般用、F100は内径用小出力型溶射銃）

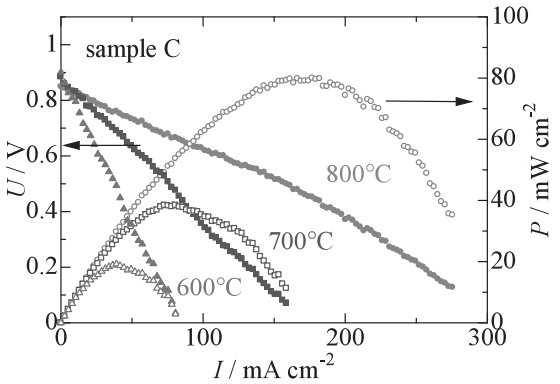


図２　試料 C の発電特性（電流－電圧曲線、電流－出力密度）

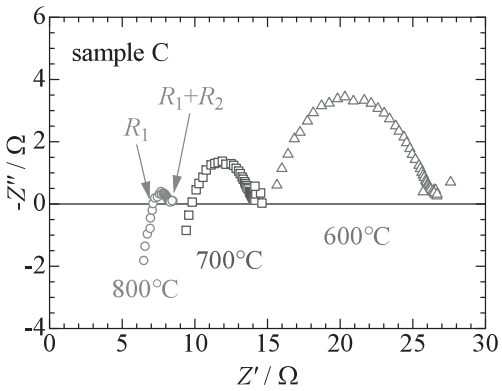


図３　試料 C の発電時のインピーダンス測定結果

えられる。図２では理論値1.1 Vに対して、実測値は0.8～0.9 Vであり、ガスリークは少量であることがわかる。

SOFCから電流を取り出すと電流値に応じて電圧がほぼ直線的に降下する。この直線の傾きが電池の内部抵抗である。温度が下がると電流－電圧曲線の傾きは急になり、内部抵抗が温度の低下とともに増大することを示している。また、電流密度×電圧で計算される出力密度は、ある電流値で極大（最大出力密度、P_{max}）を示す。P_{max}は電池のパワーを示す重要な指標である。

図３は発電中のSOFCの交流インピーダンス測定結果である。電流値はゼロ(OCV状態)での測定結果である。周波数を変化させてインピーダンスの実部と虚部をプロット（コール・コールプロット）すると図３のような半円が描かれ、Z'軸との2つの交点R_1、R_1+R_2が求まる。ここでR_1はオーミック抵抗と呼ばれ主に電解質膜による抵抗である。一方、R_2は分極抵抗であり、電極および電解質と電極の界面の抵抗を表している。

表１には、電解質膜の材質・作製条件・厚さや負極支持基板の組成・厚さを変化させた時の、OCV、P_{max}、R_1、R_2 の変化を示した。OCV は試料 G を除けば 0.78～0.89 V の範囲であり、電解質膜のガスリークは低いレベルであることがわかる。一方、P_{max} は 38～145 mW cm^{-2} まで広く分布しており、作製条件に強く依存している。以下、作製条件と発電特性の関係を考察する。

(1) A と B、C と D の比較より、負極支持基板の厚さが薄い方が R_2 が小さく、出力が大きい。

(2) A と C、B と D の比較より、負極支持基板の組成比が 6:4 の方が R_2 が小さく、出力が大きい。

(3) A と E、C と F の比較より、F4 溶射銃を用いた場合には電解質膜が厚い方が OCV が大きく、出力も大きい。

(4) G と H の比較より、F100 溶射銃を用いた場合には電解質膜が薄い方が OCV は小さいが、出力は大きい。電解質膜が薄いために R_1 が小さくなっているためである。一方、F4 溶射銃を用いた場合には、電解質膜が薄くなっても R_1 が小さくなっていないため出力が小さい。

(5) E と G、A と H の比較より、F4 銃を用いた方が、出力が大きい。

(6) B と J、D と K の比較より、ADLS 電解質膜の方が R_1 は小さく、出力が大きい。

(7) I と J と K の比較より、ADLS 電解質膜の場合、負極支持基板の組成比が 6:4、7:3、5:5 の順に出力が大きい。

4　結　　論

アパタイト型固体電解質膜を用いた負極支持型SOFCの作製条件による発電特性とインピーダンスの変化を検討した。負極支持体基板の組成・厚さ、電解質膜の材質・厚さ・作製条件により、開回路電圧、オーミック抵抗と分極抵抗が変化し、その結果、最大出力密度が広い範囲で変化した。最大出力密度として800℃で145 mW cm^{-2}が得られた。

謝　　辞

溶射膜の作製にご協力をいただいた姫路メタリコン(株)清水達郎代表取締役に感謝いたします。また、兵庫県立大学の嶺重温助教には共同研究者としてお世話になりました。深く感謝いたします。

参 考 文 献

1) H.Yoshioka, Chemistry Letters, 33, 392 (2004)
2) H.Yoshioka, Journal of the American Ceramic Society, 90, 3099 (2007)
3) H.Yoshioka, T.Mitsui, A.Mineshige, T. Yazawa, Solid state Ionics, 181, 1707 (2010)

（文責　吉岡　秀樹）
（校閲　井上　守正）

〔経常研究〕

3　非鉛系酸化物薄膜の誘電特性に関する研究

泉　宏和

1　目　　的

チタン酸ジルコン酸鉛(PZT)はきわめて優れた圧電性を示すことから、電子デバイスなどに広く用いられている。しかしながら、実用温度が約 150℃であり、有害元素である鉛を約 70 重量%含むことから、「環境整合性」に優れた高性能代替材料の開発が望まれている。これに対し $BiFeO_3$-$BiScO_3$ 系固溶体は、キュリー温度が高く、有望な PZT 代替材料候補のひとつである。我々はこれまでに、$BiFeO_3$-$BiScO_3$ 系固溶体と同様の格子ひずみを有しているバルク体の $BiFeO_3$-$Bi(Mg,Ti)O_3$ 系固溶体について、成膜中に基板へレーザー光を照射すること（その場レーザー光照射）を伴うパルスレーザー蒸着(PLD)法による薄膜化について検討してきた。その結果、その場レーザー光照射を行うことで、通常よりも低い基板温度でより結晶性の良好な薄膜の得られることを見出している。本研究では、$BiFeO_3$-$Bi(Mg,Ti)O_3$ 系固溶体薄膜の結晶化に及ぼす「その場レーザー光照射」の効果について検討した。

2　実験方法

原料酸化物粉末を秤量・混合し、ペレット状に成形したグリーン体を仮焼（730℃、３時間）および焼成（875℃、96 時間）することでバルク体を得、これをターゲットに用いる PLD 法により薄膜を作製した。成膜は、Nd:YAG 第４高調波（λ=266nm）を繰り返し周波数 10Hz でターゲットに照射し、$Pt/SiO_2/Si(100)$基板上へ膜を堆積させることにより行った。成膜雰囲気は酸素 1.3Pa とし、基板温度は室温とした。一部の試料については、成膜用レーザーの一部をビームスプリッターによって分け、レンズで集光して基板に照射(その場レーザー光照射)しながら成膜した。得られた薄膜について、Ｘ線回折による結晶性の評価と透過型電子顕微鏡による組織の観察を行った。

3　結果と考察

得られた試料のＸ線回折パターンを図１に示す。成膜直後の試料は、その場レーザー光照射の有無によらず非晶質であった。これらの試料を 400℃１時間のアニール処理を行ったところ、その場レーザー光照射のない場合は、ペロブスカイト相への結晶化が見られなかったのに対し、その場レーザー光照射を行った場合は、ペロブスカイト相に帰属されるピークのみが観測された。そこでアニール処理を行う前の試料について、透過型電子顕微鏡による組織観察を行ったところ、図２のように、その場レーザー光照射のない場合、膜は均質で析出物等は見られなかったのに対し、その場レーザー光照射を行った試料では、微細な析出物が確認された。制限視野回折による結晶相の同定はできなかったが、この析出物が低温での結晶化における「核」になったものと考えられる。

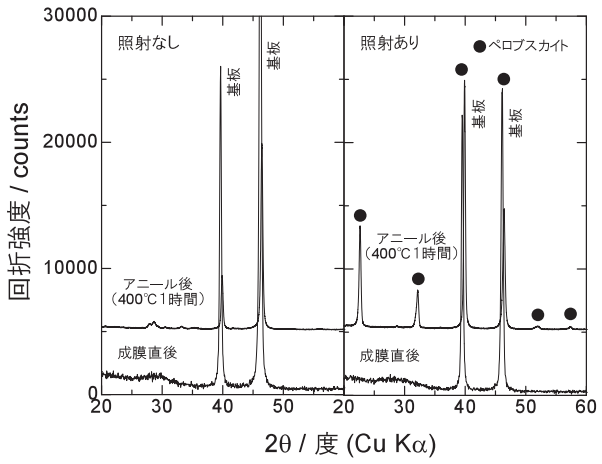


図１　得られた薄膜のアニール前後におけるＸ線回折パターン

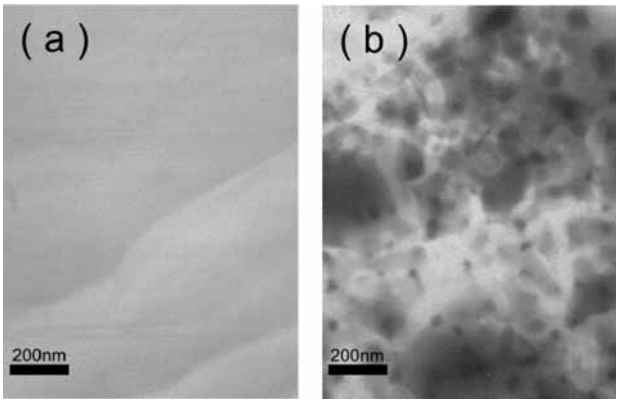


図２　成膜直後の薄膜の透過型電子顕微鏡写真（その場レーザー光照射の(a)ない場合、(b)ある場合）

（文責　泉　宏和）
（校閲　山田和俊）

〔経常研究：局所的多様性付与および表面処理による応力発光体の高輝度化〕

4　微量 Ga 添加 ZnS:Mn の応力発光強度に及ぼす焼成温度の影響

石原嗣生

1　目　　的

機械的な外力により発光する応力発光材料は、遠隔での応力センシング、応力分布のビジュアル化への応用が検討されている。なかでも、ZnS:Mn は、古くから高輝度な応力発光を示す材料として知られている。当センターでは、応力発光が直接目視できる程度に高輝度で燐光性を有する応力発光体の開発を目的として、ZnS:Mn にトラップ準位の形成を検討してきた。その結果、現在までに、ZnS:Mn へ Ga を 0.1mol%添加した場合に、応力発光強度が約 2 倍に増加することを見出している。

本研究では、希薄な Ga を添加した ZnS:Mn の仮焼温度が応力発光強度に及ぼす影響について調べた。

2　実験方法

ZnS、$Mn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$、$Ga(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ をモル比で ZnS:Mn:Ga=100:1:0.1 の組成になるように秤量し、エタノール中で湿式混合した後、弱還元性雰囲気中 1100℃から 1300℃で仮焼した。

得られた試料は、蛍光分光光度計により蛍光特性を、X 線回折測定により結晶構造ならびに格子定数を調べた。44μm 以下に粉砕した試料をエポキシ樹脂で固めてディスク状成型体とし、材料試験機を用いて微小ガラス球による圧縮荷重を加え、生じた発光スペクトルおよびその強度を CCD 検出器およびフォトマルを用いて測定した。

3　結果と考察

種々の温度で仮焼した $ZnS:Mn_1Ga_{0.1}$ は、Mn^{2+}の d-d 電子遷移による高輝度な蛍光および応力発光を示した。その応力発光(ML)および蛍光(PL)の相対強度を図 1 に示す。図中の強度は、Ga を添加せずに 1100℃で仮焼した $ZnS:Mn_1$ の ML 強度および PL 強度をそれぞれ 1 とした場合の相対強度を示している。図より ML 強度は、1100℃と比較して、より高温の 1200℃および 1250℃で仮焼した試料の方が増加し、約 2.5 倍となり、さらに温度が高い 1300℃では逆に減少した。それに対して、PL 強度は、仮焼温度が高くなるに従い、単調に減少した。仮焼温度による ML スペクトルのピーク位置およびピーク幅には、ほとんど変化が見られなかった。一方、燐光特性を比較すると仮焼温度が高いほど燐光寿命が長くなっており、トラップ準位の形成が考えられる。

X 線回折測定の結果を図 2 に示す。仮焼温度が高くなるに従い a 軸、c 軸のどちらの方向も格子定数が単調に減少している。このことは、弱還元雰囲気中で仮焼しているため、高温になるほど硫黄の欠陥が多く生じ、格子が縮んだことによると考えられる。

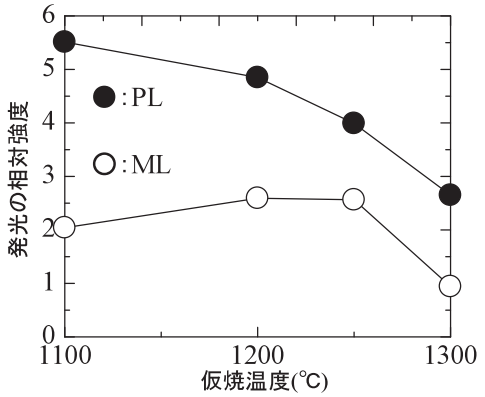


図 1　仮焼温度と蛍光強度および応力発光強度の関係

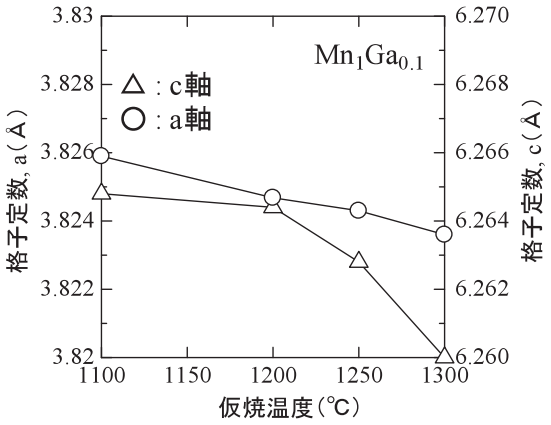


図 2　仮焼温度による格子定数の変化

4　結　　論

応力発光が直接目視できる程度に高輝度で残光性を有する応力発光体の開発を目的として、0.1mol%Ga を添加した ZnS:Mn の仮焼温度が応力発光特性に及ぼす影響について検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

①応力発光強度は、仮焼温度が高くなるに従い増加し、1250℃で最大となった。

②仮焼温度が高くなるに従い格子定数が単調に減少していることから、硫黄の欠陥が生じていると考えられ、その適度な格子欠陥の生成が応力発光強度の増加に繋がっていると推測された。

（文責　石原嗣生）（校閲　柏井茂雄）

〔科学研究費・基盤Ｃ（日本学術振興会）〕

5　電子デバイスの鉛フリーはんだ接合部の強度評価法に関する研究

野崎峰男

1　目　　的

電子デバイスのはんだ接合部は、電源の on/off に伴い、はんだ接合部を構成する材料の熱膨張係数の差により繰返し熱応力を受ける。また、はんだ接合部は、はんだ付けの際に接合部品の形状の影響を受け、フィレットや切欠きを有する場合が多い。さらに、はんだは常温で著しくクリープを呈する材料である。したがって、動作中の電子デバイスのはんだ接合部は、応力集中を伴うクリープ疲労負荷を受けており、はんだ接合部の品質保証のためには、応力集中部に関するクリープ疲労寿命評価法を開発することが必要である。しかし、これまで、応力集中を伴うはんだ接合部のクリープ疲労寿命評価法に関する実験的研究はあまり実施されていない。

本研究では、これまでの報告書[1,2]で述べた Sn-3.5Ag はんだ環状切欠き試験片を用いたクリープ疲労試験結果および同試験片の切欠き底付近の有限要素解析結果に基づき、Sn-3.5Ag はんだ環状切欠き試験片のクリープ疲労寿命評価法を提案した。

2　実験方法

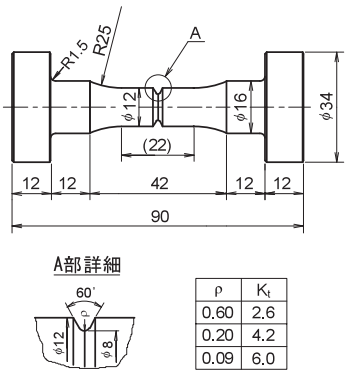
本研究で用いた Sn-3.5Ag はんだ環状切欠き試験片(弾性応力集中係数 K_t =2.6、4.2 および 6.0)の形状および寸法を図１に示す。試験片は、Sn-3.5Ag はんだの鋳造丸棒材(鋳造条件：594K、空冷)から、図１の形状・寸法に切削加工して製作した。さらに、組織安定化のため試験直前に試験片の熱処理(430K×1h、空冷)を行った。

電気油圧サーボ疲労試験機により標点距離 10mm での公称ひずみ制御のクリープ疲労試験を実施した。ここで公称ひずみとは、切欠き部を含む標点間の変位を標点距離で除した値である。試験に用いたひずみ波形は、図２に示す pp、cc、pc、cp および th 波である。公称全ひずみ範囲($\Delta\varepsilon_t$)は、すべての試験で 0.3%とし、試験温度は 313K(大気中)とした。

本研究では、き裂発生繰返し数(N_c)を交流電位差法により検出し[1]、き裂伝ぱ繰返し数(N_p)を $N_p = N_f - N_c$ で算出した。ここで、N_f は破損繰返し数で、引張側応力振幅が 1/2 N_f サイクル時の引張側応力振幅の 25%に低下したときの繰返し数として定義した。

3　結果と考察

N_c、N_p および N_f の整理および予測を行うため、次



ρ	K_t
0.60	2.6
0.20	4.2
0.09	6.0

図１　試験片の形状および寸法 (mm)

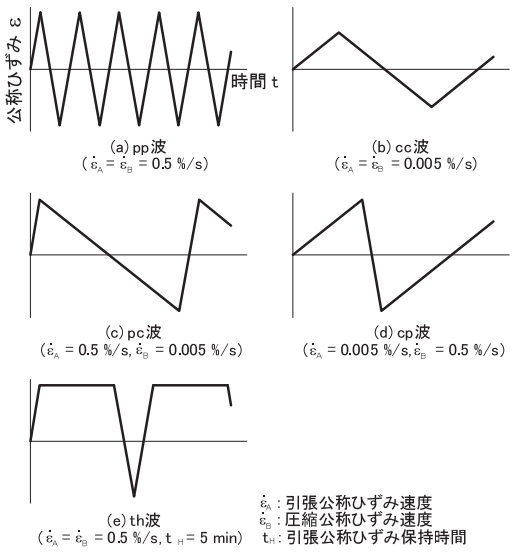


図２　ひずみ波形

式で定義される Mises 型平均ひずみ範囲($\Delta\bar{\varepsilon}_{\lambda i}$, $i = c$ or f)を導入した。

$$\Delta\bar{\varepsilon}_{\lambda i} = \frac{1}{\lambda_i}\int_0^{\lambda_i} \Delta\bar{\varepsilon}\, d\lambda\,, \quad \lambda_i = \frac{\bar{a}_i}{R} \tag{1}$$

ここで、$\bar{a}_c$ (=0.056 mm)および $\bar{a}_f$ (=1.194 mm)はそれぞれき裂発生および破損繰返し数でのき裂長さ[2]の平均であり、R (=4 mm)は切欠き底断面の半径である。また、Sn-3.5Ag はんだ環状切欠き試験片を用いたクリープ疲労試験結果から、K_t は、N_f よりも N_c に及ぼす影響が大きく、ひずみ波形は、N_c よりも N_f に及ぼす影響が大きいことが明らかとなっている[1]。したがって、N_c

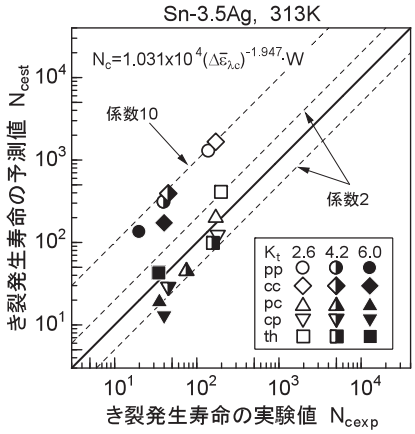
およびN_fに及ぼすK_tおよびひずみ波形の影響を考慮し、また、前報[2]で報告した有限要素解析おいて、切欠き底から試験片中心軸方向への距離$\bar{a}_c$の範囲でのMises型相当ひずみの平均は、N_cに影響を及ぼし、切欠き底から試験片中心軸方向への距離$\bar{a}_f$の範囲でのそれは、N_fに影響を及ぼすと仮定すると、N_cおよびN_fの評価式は次式となる。

$$N_i = 1.031\times10^4\left(\Delta\bar{\varepsilon}_{\lambda i}\right)^{-1.947}\cdot W \qquad (i=c,\ f) \quad (2)$$

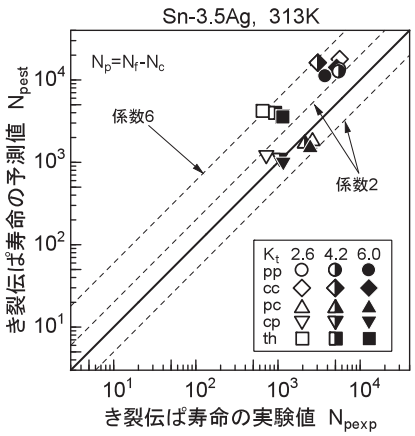
$$W = 1.01\left(\dot{\varepsilon}_c\right)^{0.0169} + \left(\dot{\varepsilon}_p/\dot{\varepsilon}_c\right)^{-0.444} + \left(\dot{\varepsilon}_p/\dot{\varepsilon}_c\right)^{-0.551} + 0.683\exp\left(-39.2\,t_H\right) + 0.317 \quad (3)$$

ここで、式(2)はpp波におけるSn-3.5Agはんだ平滑材[3]のN_fと全ひずみ範囲との関係であり、WはSn-3.5Agはんだ平滑材のN_fのひずみ波形による低下率を示している。また。式(3)におけるそれぞれの項は、Sn-3.5Agはんだ平滑材を用いたクリープ疲労試験結果[3]から得られたものであり、$\dot{\varepsilon}_c$および$\dot{\varepsilon}_p$は、それぞれひずみ波形のslow部およびfast部のひずみ速度、t_Hは引張ひずみ保持時間である。式(3)の右辺第1項は、Sn-3.5Agはんだ平滑材のpp波のN_fを基準にした場合のcc波によるN_fの低下率、第2～4項は、それぞれpc、cpおよびth波によるN_fの低下率を示している。なおpp波でのN_iは式(2)でW=1として求め、N_pの算出には実験値と同様に$N_p = N_f - N_c$を用いた。

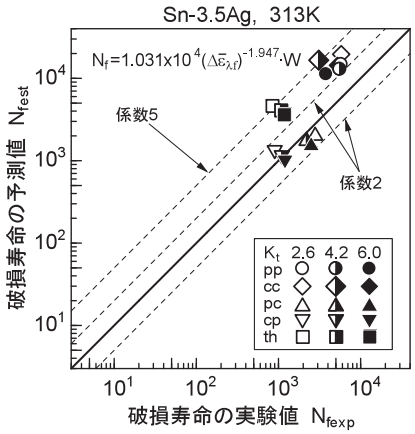
図3に式(1)～(3)より予測したN_c、N_pおよびN_fとそれぞれの実験値を比較したものを示す。図3(a)でN_cの予測値と実験値は、pc、cpおよびth波はほぼ係数2の範囲内で整理できたが、ppおよびcc波は係数10付近の危険側に整理された。また、図3(b)よりN_pの予測値と実験値は、pcおよびcp波は係数2の範囲で整理され、pp、ccおよびth波は係数2から6までの危険側に整理された。さらに、図3(c)よりN_fの予測値と実験値は、pcおよびcp波は係数2の範囲内で整理されたが、pp、ccおよびth波は係数2から5までの危険側に整理された。



(a) き裂発生寿命



(b) き裂伝ぱ寿命



(c) 破損寿命

図3　Mises型平均ひずみ範囲による寿命予測値と実験値との比較

4　結　　論

Sn-3.5Agはんだ環状切欠き試験片を用いたクリープ疲労試験を実施した結果、き裂発生繰返し数は、切欠き底から深さ約0.06mmまでのMises型平均ひずみ範囲で十分評価でき、破損繰返し数は、切欠き底から深さ約1.2mmまでのMises型平均ひずみ範囲とひずみ波形効果で評価できることが明らかとなった。

参 考 文 献

1) 野崎峰男, 兵庫県立工業技術センター研究報告書, 18, 43 (2009).

2) 野崎峰男, 兵庫県立工業技術センター研究報告書, 19, 11 (2010).

3) M. Nozaki, M. Sakane, Y. Tsukada, and H. Nishimura, J. Eng. Mater. Tech., ASME, 128, 142 (2006).

(文責　野崎峰男)

(校閲　福地雄介)

〔産学インキュベート事業〕

6　離型剤フリーを目指した金型表面への窒化ホウ素膜形成に関する調査・研究

山下　満

1　目　　的

アルミニウムダイカストの工程において、離型剤は金型の溶損を抑え製品の脱離を容易にする上で必要不可欠であるが、環境負荷の軽減や製品の欠陥(鋳巣)を防止するためにその使用量の削減が強く求められている[1)]。

我々は、切削工具用途向けに神港精機(株)と共同研究を行ってきた窒化ホウ素膜の優れた密着性と化学的安定性に着目し、切削工具用途以外の応用展開を検討しており、非常に活性の高い溶融金属に曝されるアルミニウムダイカスト用金型の耐久性の向上に、窒化ホウ素膜が有効であると考えた。

本研究では、窒化ホウ素膜コーティングがアルミニウムダイカスト用金型の耐久性の向上に有効かの検証を目的に、異なる成膜条件で窒化ホウ素膜をコーティングした金型材のアルミニウム溶湯に対する耐溶損性の評価試験(浸漬試験)を行った。

2　実験方法

浸漬試験を行うにあたり、コーティングを施す基材にはダイカスト金型として一般的に使われている SKD61 を選定した。鋼材は大同アミスターの先行研究事例[2)]にならい、生材を図 1 の形状に加工した後、HRC45 程度になるよう熱処理したものを入手した。熱処理した鋼

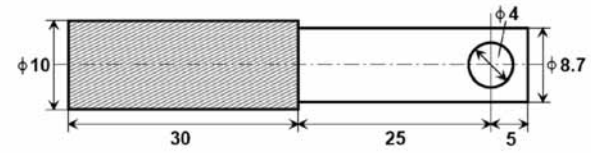


図 1　鋼材の加工図面影部をアルミニウム溶湯に浸漬する右の丸穴は固定用

材の表面には、処理の際に生成した酸化生成物が多数見られたため、エアロ処理により酸化生成物を除去した後に窒化ホウ素膜を成膜した。

窒化ホウ素の成膜には、神港精機が開発・製品化した磁界励起型イオンプレーティング装置を用いた。成膜条件は、事前の予備実験の結果をふまえ切削工具の表面コーティング用途に適した条件であるガス導入量 Ar/N2=60/55[ml/min]、アノード電流 30A を中心に、表 1 に示す 9 条件とした。なお、これらの条件で成膜した際の窒化ホウ素膜の厚みは、おおよそ 1.5 μm である。

表 1 窒化ホウ素膜の成膜条件（条件 1 ～条件 9）

電子銃出力	9kV, 450mA	アノード条件	50V, 下表参照
フィラメント	-24V, 26A	基板電圧	-120V
ガス導入量	下表参照	基板加熱	500 ℃設定
成膜時間	120 分	中間層	TiN

アノード	ガス導入量 (Ar/N_2) [mL/min]				
電流 [A]	70/45	80/45	60/55	70/55	80/55
30A	条件 1	条件 2	工具用条件	条件 3	条件 4
35A	条件 5			条件 6	
40A				条件 7	
45A				条件 8	
50A				条件 9	

アルミニウム溶湯への浸漬・溶損実験は、アルミニウムダイカストの材料として一般的である ADC12 を電気炉で 750℃±5℃に溶融・保持し、図 2 に示すように、回転中心から 15mm 偏心した位置で毎分 60 回転で試料が溶湯をかき混ぜるように配置して行った。

この時、試験片は目視にて図 1 の影部が溶湯に漬かる高さに調節して浸漬実験を行った。なお、アルミニウム溶湯の熱が偏心回転用モーターに伝わって悪影響を与えることが無いよう、回転シャフトの 2 箇所にセラミックス製の断熱カップリングを装着した。アルミニウム溶湯は、内径 100mm(外径 130 mm）のセラミックス製るつぼを用いて溶解保持した。なお、金型の成分が溶出するため、アルミニウム溶湯は 1 日単位で浸漬実験が終了する毎に更新した

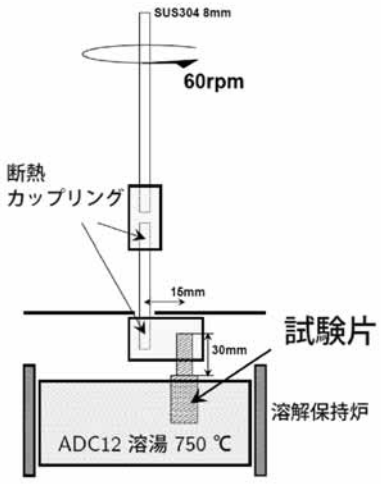


図 2　浸漬実験の模式図

浸漬試験が終了した後、付着したアルミニウムは水酸化ナトリウム水溶液で溶解除去し、アルミニウムと反応して溶損した重量から耐溶損性を定量化するとともに、マクロ観察で外観の変化を評価した。

3　結果と考察

図 3 は表 1 の各条件で窒化ホウ素を成膜した試料表

面の電子顕微鏡像である。熱処理やエアロ処理にともなう表面の凹凸が多数見られたが、凹凸の内部まで概ね窒化ホウ素膜で覆われている様子を確認した。

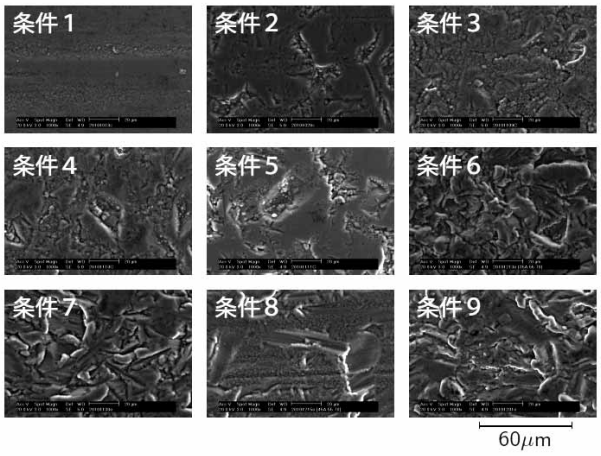


図3 浸漬前の窒化ホウ素膜の走査型電子顕微鏡像

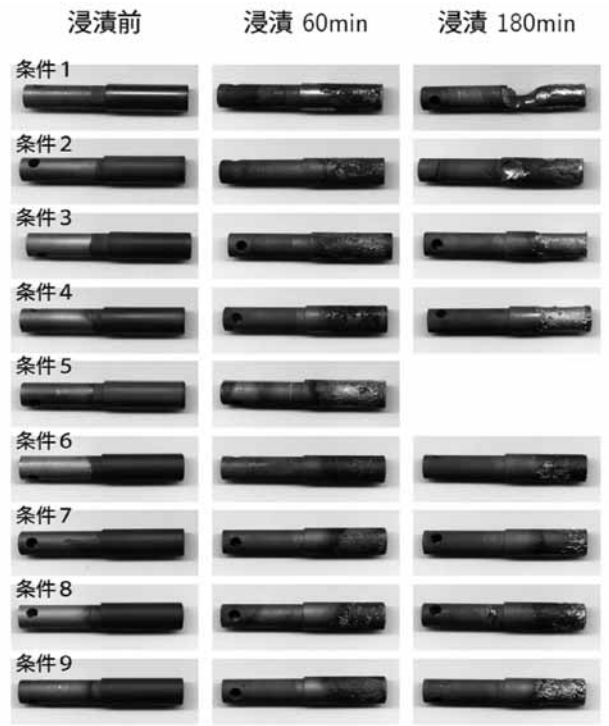


図４　アルミニウム溶湯への浸漬する前および、60min, 180min 浸漬後の試験片のマクロ写真

アルミニウム溶湯に対する耐溶損性の評価は、次式で定義される溶損率を用いて比較した。

$$\text{溶損率}\ [\%] = \frac{\text{処理前重量} - \text{処理後重量}}{\text{処理前重量}} \times 100$$

図 5 に浸漬時間と溶損率の関係を示す。浸漬実験後の試験片表面を観察すると、全ての試料表面に程度の違いはあるが多くの孔食痕が確認された。窒化ホウ素被膜に

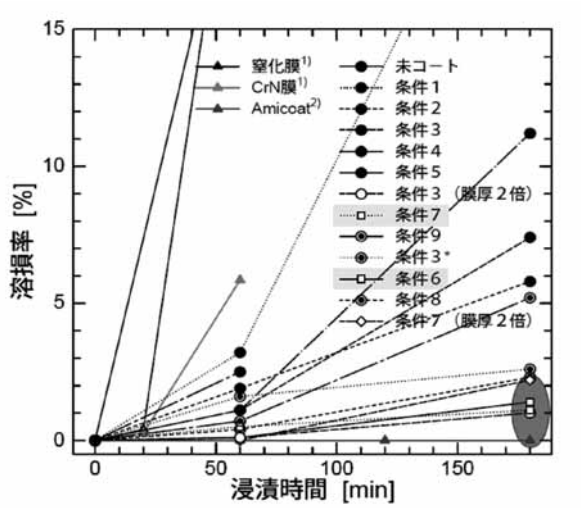


図５　種々の成膜条件でコーティングした試料の浸漬時間と溶損率の関係（斜線部は特に良好な耐溶損性を示した。）

は多数のピンホール存在すると示唆されるが、膜厚を約２倍にした試料では溶損率が低下しており、膜厚の適正化が貫通ピンホールの抑制に有効であると考えられる。

図 5 には他社の単純窒化膜、あるいは CrN 膜の研究結果 [1),2)]を比較として示しているが、これらの膜に比べ本研究の窒化ホウ素膜はアルミニウム溶湯との反応を効果的に抑制していた。特に、斜線部の条件６、もしくは、条件７は最も優れた耐溶損性能を示した。さらに、先行事例では膜の厚さが 6 μm 程度であるのに対し、本研究の窒化ホウ素膜の膜厚は 1.5 μm であるにもかかわらず良好な耐溶損性能を示していることから、アルミニウムダイカスト用の金型の表面処理として窒化ホウ素膜は有効であるとの結果が得られた。

4　結　　論

化学的に安定で高い硬度を有する窒化ホウ素膜をアルミニウムダイカスト金型の表面コーティングに応用し、その耐溶損性能から実用性を検討した結果、窒化ホウ素膜がアルミニウムダイカスト用金型の表面処理として有効であることが明らかになった。

参 考 文 献

1) 『プラズマ CVD 法による高離型性金型表面処理技術の開発』, 河田一喜、関谷慶之、飯沼育雄, 素形材 (2007/12) p15

2) 『ダイカスト金型用 PVD コーティング“アミコート”』, 北川利博、小林喜一, 電気製鋼第 78 巻 4 号 (2007/11) p341

（文責　山下　満）
（校閲　柏井茂雄）

〔重点領域研究〕

7　高耐食 Sn-Fe-W３元系合金薄膜の耐食性と表面構造に関する研究

福住正文，石原嗣生，柏井茂雄

1　目　的

これまで表面処理には有害な物質が多く使用されてきた。しかし、最近の環境意識の高まりから、これら有害物質を使用しない、もしくは環境に負荷を与えない水準まで使用量を低減させる新たな表面処理技術が求められている。これまでにめっき法による無害で安価な鉄を利用した Sn-Fe 系合金皮膜の開発を行ってきた。特に Sn-Fe-W３元系皮膜は W 添加量の増加に伴い、Sn-Fe めっき皮膜と比較して耐食性や密着性の改善が確認された。しかしながら、めっき法では皮膜中の W 濃度を 2%以上増加させることが困難であり、W 含有量を増加させて耐食性を改善することができない。そこで膜中の W 含有量を増加させて耐食性の改善を行うために、めっき法に比べて廃液が無く環境に優しいスパッタリング法を用いて Sn-Fe-W３元系合金薄膜を作製し、薄膜の耐食性と表面構造について検討した。

2　実験方法

2.1　薄膜作製方法

Sn(4N)、Fe(3Nup)および W(4N)粉末を W 含有量が 2ー20wt.%になるように混合し（表 1）、プレス成形してスパッタリングターゲットを作製した。DC スパッタリング法を用いて出力を変化させて、３元系合金薄膜を Si(100)基板および Fe 基板（粗過エッチングおよびバフ研磨仕上げ）上に作製した。また、Sn(4N)、Fe(4N)および W(3N8)ターゲットの３元同時スパッタによる成膜も行なった。

表１　ターゲット組成

No	Sn [wt.%]	Fe [wt.%]	W [wt.%]
1	60	38	2
2	60	35	5
3	60	30	10
4	50	30	20

2.2　薄膜構造評価

薄膜の組成、膜厚にはそれぞれ波長分散型蛍光 X 線分析装置、触針式表面形状測定器を用いて調べた。また、薄膜の結晶構造は基板からの回折の影響を除くために、斜入射（入射角 1.0°、進入深さ約 90nm）による薄膜 X 線回折装置を用いて調べた。さらに、耐食性に影響を及ぼす極表面の化学状態を分析するために X 線光電子分光測定装置を用いて調べた。

2.3　耐食性評価

耐食性評価としてポテンショスタットによりアノード分極曲線を測定した。測定溶液には全面腐食が生じる 0.1N(pH1)硫酸と局部腐食が生じる 0.1N(pH1)塩酸を用い、溶液の温度を 30℃に保持して測定した。

3　結果と考察

3.1　高濃度 W 含有薄膜の作製

スパッタ出力を 25W から 100W に変化させて成膜を行った結果、出力が大きくなると膜中の Sn 含有量は増加し、出力 100W では 75wt.%（Fe:17wt.%, W:8wt.%）となった（表 1 のターゲット No.3）。これは、Sn が他の２元素と比較して融点が非常に低くスパッタレートが大きくなったためと考えられる。そのためターゲットと薄膜との組成のずれを防ぐためにスパッタ出力を抑える必要があり、出力 25W では、ターゲット組成からのずれは少なくなった。一方、出力を 25W より小さくした場合、Fe および W のスパッタレートが Sn よりも小さくなり膜中の Sn 含有量が高くなった。一方、３元（Sn、Fe および W）同時スパッタによる成膜を行なったところ、基板からの剥離が起こり均一な薄膜を作製することができなかった。これは Sn-W が熱力学的に安定に合金を作らないためと考えられる。このようにスパッタリング条件、ターゲット作製方法を調整することで W を高濃度（22wt.%）に含有させることができた。

3.2　薄膜構造

図 1 にスパッタリング法およびめっき法で作製した Sn-Fe-W３元系薄膜の X 線回折測定結果を示す。スパッタリング薄膜では 32 度、42 度付近にブロードなピークが確認され、非晶質な構造を有する薄膜であることがわかった。一方、めっき皮膜では、Sn-Fe 化合物に相当する回折ピークが確認され、結晶相を含む皮膜であることがわかった。

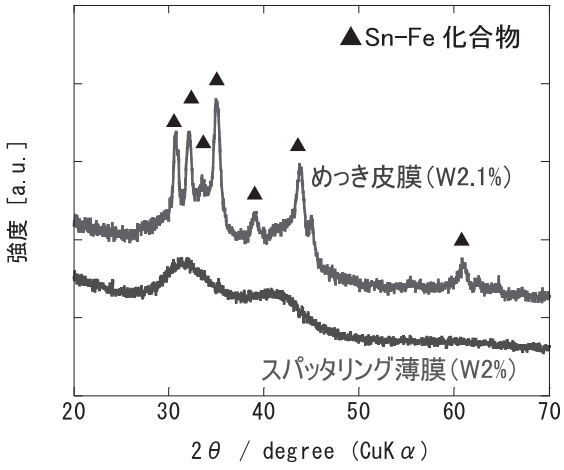


図１　Sn-Fe-W３元系合金薄膜の結晶構造

３.３　耐食性

３.３.１　アノード分極曲線

図 2(a)は、硫酸溶液中での耐食性を調べたもので Sn-Fe-W３元系めっき皮膜と Sn-Fe-W３元系スパッタリング薄膜（Si 基板）のアノード分極曲線である。参照として SUS304 のアノード分極曲線を示す。めっき膜では走査電位を大きくしていくと腐食はどんどん進行していくが、スパッタリング薄膜では走査電位-200mV 付近で不動態皮膜が形成され腐食はほとんど進行せず、スパッタリング法で作製した薄膜の方が飛躍的に耐食性が改善されるということがわかった。特に、W 含有量が 9.6wt.%では SUS304 を超える耐食性を示した。一方、W 含有量が 22wt.%まで増加すると、耐食性は劣化するが要因についてはわかっていない。図 2(b)に塩酸溶液中でのアノード分極曲線を示す。低電圧域では SUS304 よりも耐食性は劣るが、-200mV 付近では SUS304 には見られない不動態皮膜を形成し、高耐食性を示した。また、成膜後に 200℃で熱処理を行い結晶化させて、アノード分極曲線測定を行なったところ、耐食性は大きくは改善されなかった。

スパッタリング法で作製した Sn-Fe-W３元系合金薄膜が非晶質構造であることから、飛躍的に耐食性が改善された要因の一つと考えられる。したがって、耐食性の改善には非晶質構造を有することが必要となる。

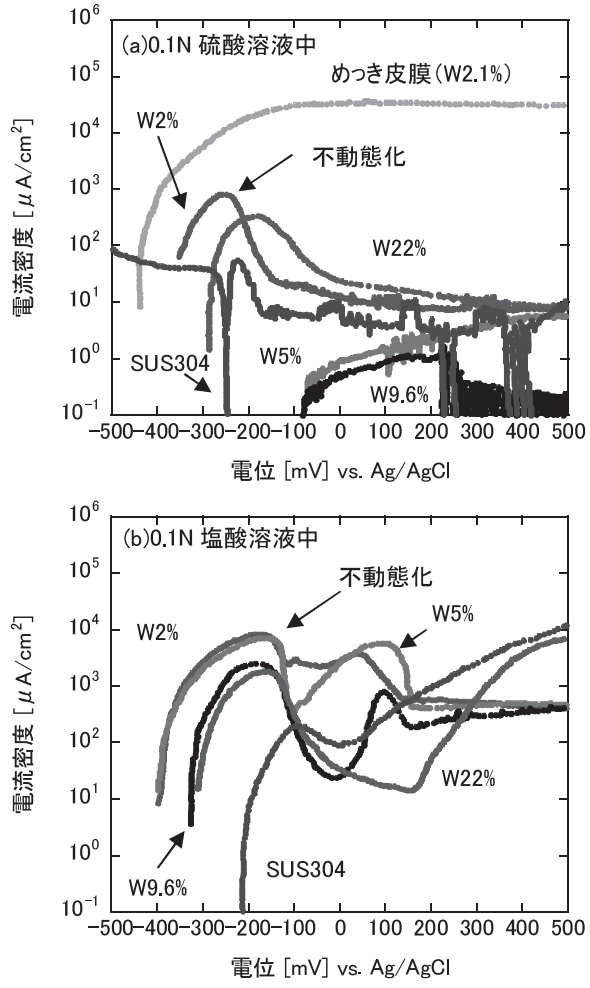


図２　Sn-Fe-W３元系合金薄膜の耐食性評価
(a)0.1N 硫酸溶液中　(b)0.1N 塩酸溶液中

３.３.２　基板の影響

Fe 基板（粗過エッチング）上へ成膜を行い、同様にアノード分極曲線測定を行なったところ、耐食性は Si 基板上への成膜と比較して大きく劣化した。X 線回折測定で薄膜の結晶構造を確認した結果、基板の違いによる大きな差はなく、共に非晶質構造であった。そこで表面の形状を走査型電子顕微鏡で観察した結果、Si 基板上への成膜と比較して、Fe 基板上への成膜では無数の凹凸が観察され、表面の平均粗さ Ra は Si 基板で約 0.5nm、Fe 基板で約 75nm となり、基板の表面形状も薄膜の耐食性に影響を与えることがわかった。そこで、Fe 基板を Al_2O_3 バフ研磨し（Ra=32nm）、アノード分極曲線測定を行なった結果、耐食性は粗過エッチング後の Fe 基板上への成膜と比較して大きく改善された。

３.３.３　不動態皮膜

形成した不動態皮膜の構造を調べるために、薄膜中の W 含有量が 9.6wt.%の試料について、成膜後と塩酸溶液中でのアノード分極曲線測定で不動態化が起きる走査電位 -200mV で測定を停止した後の薄膜の表面化学状態を X 線光電子分光測定により分析した。成膜後では、Sn、Fe、W それぞれが金属の Sn、Fe、W ピーク位置と一致し、化合物ではなく単体で存在していることがわかった。アノード分極曲線測定後では、Sn、Fe は成膜後と同じ位置にピークが現れ、同様に単体で存在していた。一方、図 3 から、アノード分極曲線測定後では W 酸化物（WO_3）に相当するピークが現れた。これが不動態皮膜となり塩酸溶液中でも耐食性が向上したと考えられる。

以上から、スパッタリング法を用いることでめっき法と比較して膜中にWを高濃度（22%）に含有させることができ、さらに膜構造が非晶質であることで耐食性は大きく改善された。0.1N 硫酸溶液中では W 濃度が 9.6%で SUS304 を超える耐食性、0.1N 塩酸溶液中では SUS304 には見られない不動態膜（酸化タングステン）を形成して高耐食性薄膜となることがわかった。

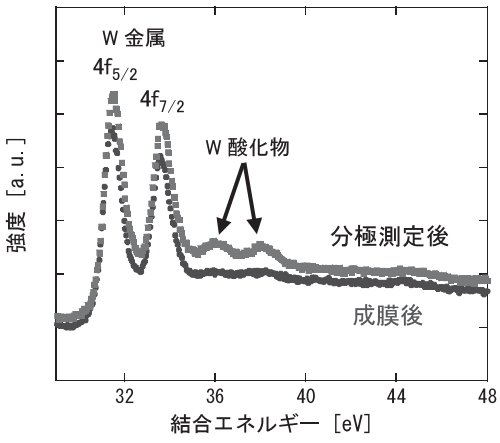


図３　アノード分極前後の W の化学状態変化

（文責　福住正文）（校閲　柏井茂雄）

〔技術改善研究〕

8　ニッケルめっき代替プロセスの開発に関する研究

園田　司，稲葉輝彦，山岸憲史，山口　篤，西羅正芳，永本正義，後藤浩二

1　目　　的

ニッケルめっき皮膜は、アクセサリー、雑貨などに装飾用めっきとして最も広く利用されている。しかし、直接肌に触れるアクセサリーでは、ニッケルアレルギーを引き起こすなどの問題がある。さらに、ニッケル化合物は、発ガン性を有し、排水中のニッケル濃度も一部の地域では規制されている。このため、ニッケル代替めっき皮膜の開発が不可欠となっている。

現在、ニッケルアレルギー対策用めっき皮膜として銅－スズ合金めっき浴が開発されているが、排水中の銅規制（3ppm）の問題がある。また、有害なシアン化合物を使用する浴は好ましくないが、シアン化合物を使用しない浴でも、浴中のスズイオンと銅イオンとの反応による沈殿生成による浴寿命の低下などの問題がある。そこで、ニッケルアレルギー対策用めっき皮膜として、ニッケルめっき皮膜に匹敵するめっき外観、耐食性などを有するスズ－鉄合金めっき皮膜を作製する。

スズ－鉄合金めっき皮膜は、安価で資源が豊富な鉄を合金化元素として使用するため、作業環境、排水規制などの環境問題が少ない。これまで２価の鉄イオンを含有する浴について検討したが、大気酸化により浴寿命低下の可能性があった[1)]。

本研究では、３価の鉄イオンを含む浴からスズ－鉄合金めっき皮膜を作製し、皮膜組成、表面形態、Ｘ線回折パターン、耐食性に及ぼすパルス電流の影響を調べた。

2　実験方法

２．１　ハルセル試験

硫酸第１スズ、硫酸第２鉄、グルコン酸塩、添加剤を含む浴を作製し、アノードにスズ、カソードに銅板を用い、250mL、45℃、1A でハルセル試験を行った。

２．２　めっき条件

パルス電源によりデューティー比（D=Ton/Ton+Toff）、周期を変化させて合金めっき皮膜を電析させた。

２．３　Ｘ線回折測定

Ｘ線回折装置を使用し、CuKα、40kV-100mAの条件で、めっき皮膜の結晶配向性を調べた。

２．４　皮膜組成の分析および表面形態観察

鉄含有量の分析および表面形態の観察には、エネルギー分散型Ｘ線分析装置付走査型電子顕微鏡を用いた。

２．５　耐食性評価

0.1Ｎ硫酸水溶液中でのめっき皮膜のアノード分極曲線を測定し、皮膜の耐食性を評価した。

3　結果と考察

３．１　めっき外観に及ぼす浴のpHの影響

図１に、ハルセル試験後のスズ－鉄合金めっき外観に及ぼす浴の pH の影響を示す。pH4 では中電流密度領域に半光沢領域が現れるが、pH5～pH6 において、光沢領域が最も拡大する傾向を示した。

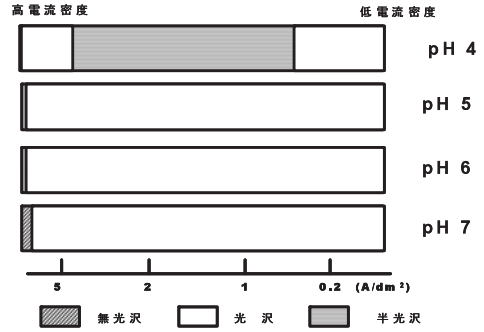


図１　めっき外観に及ぼす浴のpHの影響

３．２　めっき皮膜組成に及ぼす電流密度の影響

図２に、デューティー比１におけるスズ－鉄合金めっき皮膜中の鉄含有量および電流効率に及ぼす電流密度の影響を示す。これらの結果から、0.5～5A/dm²において鉄含有量約28%で変化は認められないが、電流効率は1A/dm²で最大値を示し、電流密度の増大に伴い、低下する傾向を示した。

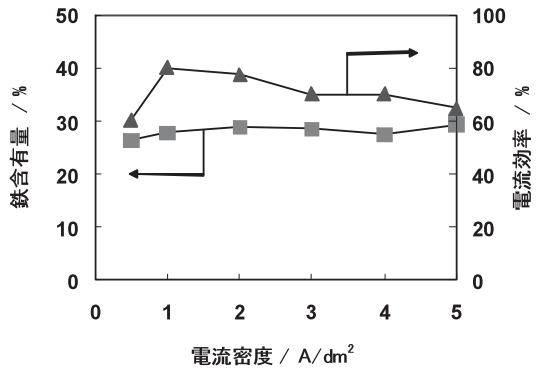


図２　スズ－鉄合金めっき皮膜中の鉄含有量および電流効率に及ぼす電流密度の影響

３．３　パルス電流のデューティー比がめっき皮膜組成および電流効率に及ぼす影響

図３に、パルス電流のデューティー比が皮膜組成および電流効率に及ぼす影響を示す。これらの結果から、デューティー比の低下に伴い、鉄含有量は低下し、電流効率は増大する傾向を示した。この理由として、休止時間内に、電析反応により減少したカソード電極界面におけるスズイオン濃度が回復するため、鉄含有量が低下したと考えられる。

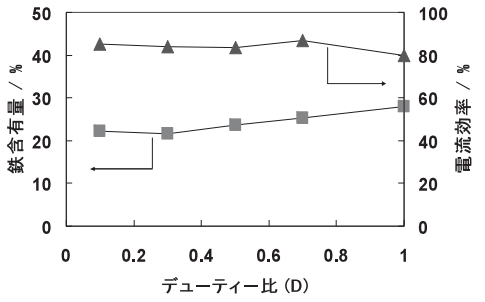


図３　スズー鉄合金めっき皮膜中の鉄含有量および電流効率に及ぼすデューティー比の影響

３．４　表面形態およびＸ線回折パターンに及ぼすデューティー比の影響

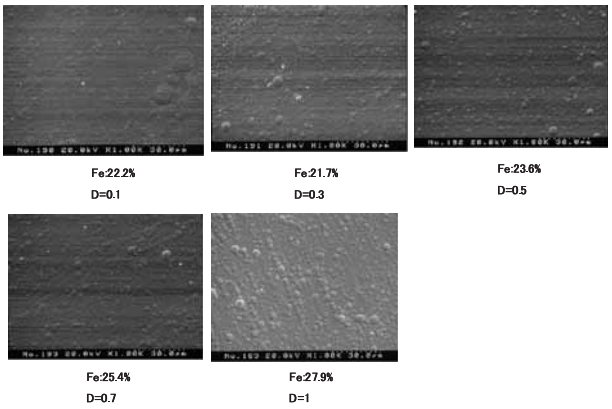


図４　スズー鉄合金めっき皮膜の表面形態

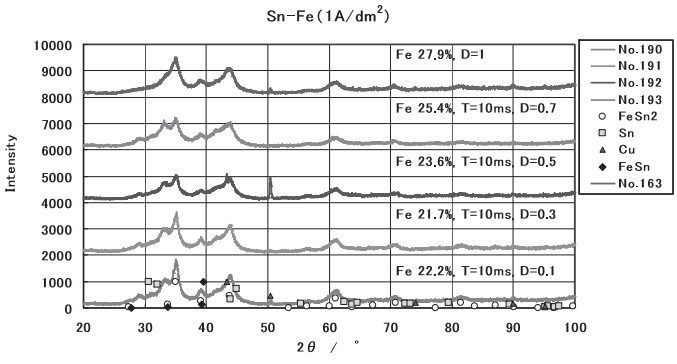


図５　スズー鉄合金めっき皮膜のＸ線回折パターン

図４および図５に、スズー鉄合金めっき皮膜の表面形態およびＸ線回折パターンに及ぼすデューティー比の影響を示す。これらの結果から、デューティー比の低下に伴い、表面形態が平滑になるとともに回折線の強度が増大し、皮膜の応力低下が示唆される。この理由として、パルス電流密度が大きくなることにより、過電圧が増大し、結晶粒が微細化されるとともに、水素の脱離により皮膜に吸蔵される水素量が低減することが考えられる。

３．５　耐食性評価

図６に、0.1Ｎ硫酸水溶液中での銅板、光沢ニッケルめっき皮膜およびスズー鉄合金めっき皮膜のアノード分極測定結果を示す。スズー鉄合金めっき皮膜のアノード分極曲線は、デューティー比の低下に伴い、電流値が増大する傾向を示した。すなわち、皮膜中の鉄含有量の低下に伴い、耐食性が低下する傾向を示したが、光沢ニッケルめっき皮膜よりも電流値が低下し、優れた耐食性を示すことがわかった。

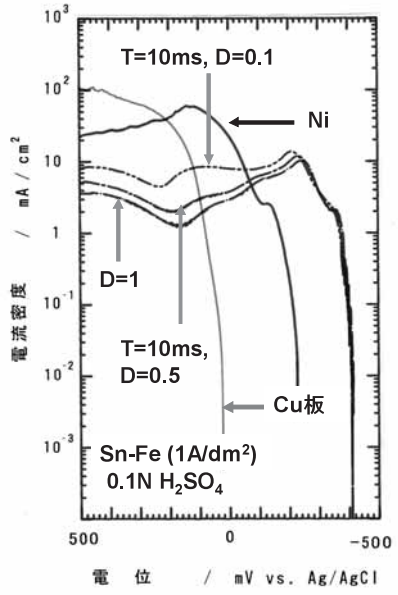


図６　スズー鉄合金めっき皮膜のアノード分極曲線に及ぼすデューティー比の影響

４　結　　論

スズー鉄合金めっき皮膜の特性に及ぼすパルス電流の影響について検討した結果、デューティー比０.１において、表面形態が平滑で、皮膜の応力も少なく、かつ光沢ニッケルめっき皮膜よりも耐食性に優れた皮膜の作製が可能であることがわかった。

参 考 文 献

1）T.Sonoda,N.Ando and Y.Fujihira J.Surface Finish.Soc.Jpn.,59,701(2008)

（文責　園田　司）
（校閲　後藤浩二）

〔技術改善研究〕

9　チタン部材表面の高品位化に関する研究

山本章裕，山口　篤，阿部　剛，浜口和也，髙橋輝男，岸本　正，福地雄介

1　目　　的

近年、チタンは金属アレルギーを起こさず、軽量のため、ピアス、ブレスレット、ペンダント等のアクセサリーとして利用されるようになった。また、装飾品に限らず、航空、医療、民生品の分野でもチタンを素材とする製品が増加し、その仕上げにおいても表面の鏡面化、微細なバリ取り、エッジ仕上げなど様々なニーズが増えている。

しかし、従来の研磨布やブラシによる仕上げや電解研磨は自動化が難しく、ほとんど手作業であるため、品質にバラツキがありコストも高いのが現状である。とくに、チタンの鏡面仕上げに用いられるバフ研磨は、手作業で行われ、粉塵も発生するため、作業効率や品質のバラツキだけでなく作業者が劣悪な作業環境にさらされるという問題がある。

一方、バレル研磨はバフ研磨などの手作業の合理化・省力化のための代替方法としてよく利用される研磨方法であり、チタンを研磨した報告はある[1)]が、鏡面仕上げに関するものはほとんどない。

そこで、本研究開発では、大量生産と同時に自動化の容易なバレル研磨法によるチタン部材の鏡面仕上げについて検討する。

2　実験方法

2.1　遠心バレル研磨法

遠心バレル研磨機は、図１に示すようにタレット(Turret)と呼ばれる回転板に容器を等間隔に偏心させて配置し、その容器の中にメディアと工作物を装入し、タレットと容器を一定の比率で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、その相対運動による摩擦作用により研磨する装置である。本実験には、吸塵機を付設した乾式専用装置はほとんど普及していないので、容量２L の円筒状容器が４個取り付けられる一般的な湿式用遠心バレル研磨機を使用した。その仕様は表１に示すとおりである。

2.2　研磨条件

実験は、表２に示す研磨条件で行った。すなわち、タレット回転数と研磨メディア装入率をそれぞれ 200 min^{-1} と 50vol%に固定し、研磨に水を必要としない乾式用メディアを使用し、一辺 15mm、厚さ 4mm の正方形のチタン板を工作物としてバレル研磨した。

工作物の材種は、純チタン(Ti)、Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al および Ti-6Al-4V であり、それぞれの硬さは表３に示すとおりである。また、乾式用研磨メディアは表４に示すものを使用した。

3　結果と考察

3.1　仕上げ面粗さの時間的推移

図３は、初期粗さ(前加工面の粗さ)が約 0.2μmRa と 0.6μmRa の Ti の工作物をメディア RT６で研磨したときの仕上げ面粗さと研磨時間の関係を求めたものである。

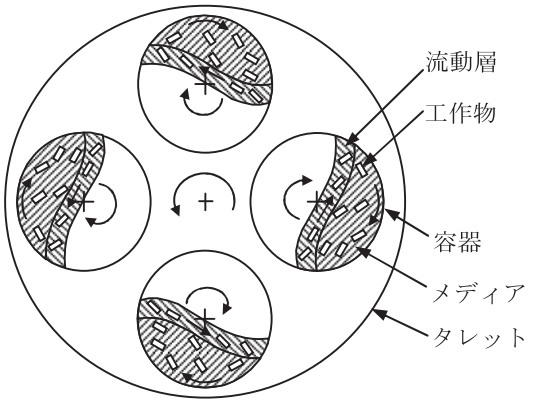


図1　遠心バレル研磨法

表1　遠心バレル研磨機の仕様

容器の形状と個数	円筒形(2L)×4 D65×H155mm
タレットと容器の中心間距離	160mm
タレットと容器の回転比	1:-2
タレット回転数	0～240min^{-1}

表2　研磨条件

工作物	正方形板　15×15×4mm
タレット回転数	200 min^{-1}
研磨メディア装入率	50vol%

表3　工作物材種

材種	Ti(2 種)	Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al	Ti-6Al-4V (60 種)
硬さ(HV)	190	270	340

表４　研磨メディア種類

型番	記号	形状	用途	重量 g	密度 g/cm3
NRT10×10	RT10	三角柱	粗	2.37	2.14
NRT6×6	RT6	三角柱	粗	0.196	1.66
NRT4×4	RT4	三角柱	粗	0.0555	1.67
DRC－3	RC3	円柱	粗	0.0538	2.32
DFC－5	FC5	円柱	仕上	0.173	2.08
DFC－3	FC3	円柱	仕上	0.035	1.76
WL＃16	W16	粒状	光沢	－	0.58
WL＃46	W46	粒状	光沢	－	0.58

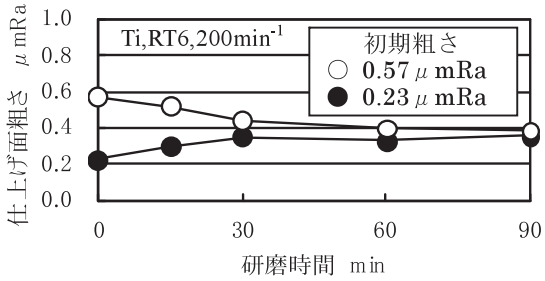


図3　研磨時間と仕上げ面粗さの関係(RT6)

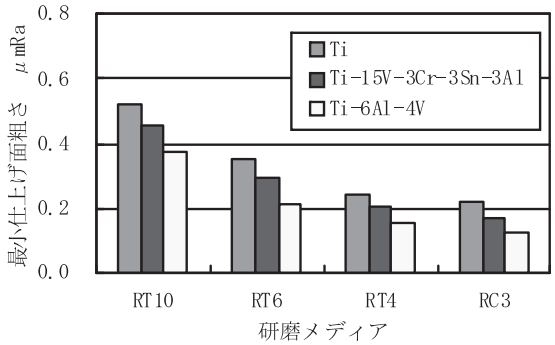


図4　研磨メディアと最小仕上げ面粗さの関係(粗)

同図より，いずれの粗さの前加工面においても、その仕上げ面粗さは、研磨時間が 30min を経過するとほぼ 0.4μmRa を示すようになり、この研磨条件においてはこの値が到達することができる最小の仕上げ面粗さであることがわかる。

３.２　最小仕上げ面粗さ

図４は，粗仕上げ用メディアで各チタン材を研磨したときの到達することができる最小仕上げ面粗さを求めたものである。

同図より、研磨メディア寸法が大きいほど最小仕上げ面粗さは大きいことがわかる。また，表３の各チタン材の硬さによれば硬さの高い方が最小仕上げ面粗さは小さくなっている。

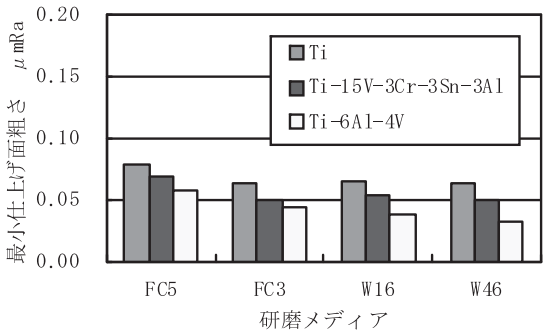
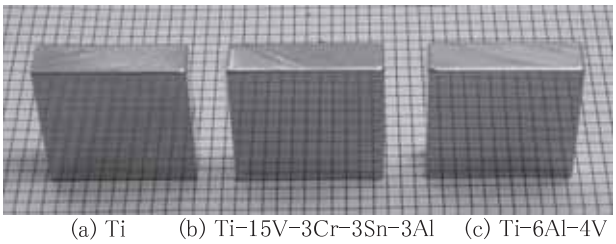


図5　研磨メディアと最小仕上げ面粗さの関係(仕上・光沢)



(a) Ti　　(b) Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al　　(c) Ti-6Al-4V

図6　仕上げ研磨後の外観(FC3)

図５は、仕上げ用および光沢仕上げ用のメディアで各チタン材を研磨したときの到達することができる最小仕上げ面粗さを求めたものである。

同図においても、ほぼ図４と同様の傾向を示し，研磨メディア寸法が大きい方が最小仕上げ面粗さは大きく、チタン材の硬さが高い方が最小仕上げ面粗さは小さい。

図６は、仕上げ用メディア DFC-3 で研磨し、最小仕上げ面粗さに到達したときの外観を示す。図５で示すようにいずれのチタン材も 0.1μmRa 以下になっており、鏡面として問題のない状態に仕上がっている。

４　結　　論

乾式遠心バレル研磨法において，チタン材の鏡面仕上げを実現するため，鏡面の目標として 0.1μmRa 以下の仕上げ面粗さを達成するための研磨条件について検討した結果，以下のことが明らかになった.

（１）研磨条件とチタン材種によって，到達できる最小の仕上げ面粗さが決まる.

（２）到達できる最小の仕上げ面粗さは，メディア寸方が小さく，チタンの硬さが高い方が小さい.

（３）仕上げ用メディアで，分 0.1μmRa 以下の鏡面研磨は可能である.

参 考 文 献

1)　山本章裕，北嶋弘一：乾式遠心バレル研磨におけるチタン合金の研磨特性，砥粒加工学会誌，52，12(2008)730

（文責　山本章裕）
（校閲　福地雄介）

〔経常研究〕

10　リードフレームめっきの評価技術に関する研究

山岸憲史

1　目　　的

半導体デバイス用リードフレームの高密度化に伴い、めっきパターンの微細化およびめっき皮膜の多層化、薄膜化が進んでおり、めっき品質の管理が難しくなってきている。そこで、このような高機能型リードフレームめっきの品質評価に関する手法について、走査型電子顕微鏡(SEM)や共焦点レーザ顕微鏡(CLSM)など、種々の機器を用いた分析法の適用を検討した。

2　実験方法

リードフレームに施されためっき皮膜の観察、形状測定には、SEM（日本電子(株)／JSM-7001F)、CLSM（オリンパス(株)／OLS3100)、三次元光学プロファイラー(Zygo 社／NewView6300)等を用いた。めっき皮膜の断面観察には、SEM およびナノ加工顕微鏡（エスアイアイ・ナノテクノロジー(株)／SMI500）を用いて行った。

3　結果と考察

3.1　多条ストライプめっきの膜厚測定

幅 70mm の銅フープ材(基板)に、幅 1.1mm のストライプ銀めっき 20 条を施したサンプル(図１)を対象に、めっき膜厚の分布状態を測定する方法について検討した。断面観察法により各条のめっき形状を調べた結果、フープ中央部の条は一様なめっき膜厚を呈したが、フープ端よりの条は、図１中矢印部を観察した図２(a)に示すようにフープの中心側が厚くなっていることがわかった。このような膜厚の偏りを測定することは、現行の品質管理で利用されている蛍光Ｘ線膜厚計では不可能である。そこで、三次元光学プロファイラーを用いた形状測定による評価を試みた。図２(b)に図２(a)と同じ条の断面プロファイル測定を行った結果を示す。断面観察で見られた膜厚の偏りを読み取ることができる。以上のことから、条単位のめっき膜厚分布測定など、非破壊で迅速な評価が必要な場合に本装置の利用が有効であることがわかった。

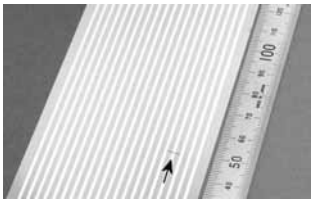
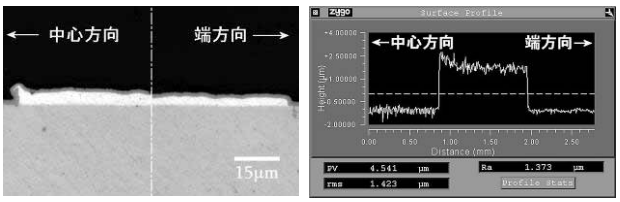


図１　20 条ストライプめっき



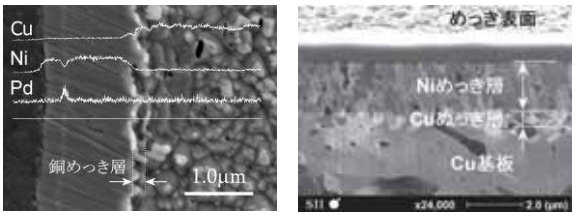
(a) 断面 CLSM 像　　(b) 三次元光学プロファイラー

図２　ストライプめっきの膜厚分布測定

3.2　多層めっき皮膜の断面観察

銅基板上に銅(Cu)、ニッケル(Ni)、パラジウム(Pd)、金(Au)めっきを施した多層めっきサンプルを対象として、断面観察および分析法を検討した結果を次に示す。断面観察用の試料は、表面のダレ防止に Ni めっきを保護層に付けた上で切断、研磨して作製した。図３(a)に断面の SEM 像と EDS 線分析の結果を示す。銅基板上の膜厚約 1μm の Cu めっき層は、化学エッチングを工夫することで確認することができた。EDS 分析の空間分解能を高くするため加速電圧を 5kV に下げて(通常 15～20kV)分析した結果、膜厚 0.1μm 以下の Pd めっき層を検出することができた。最表面の Au めっき層は、膜厚が数 nm と薄く、断面観察では確認できなかった。

次に、ナノ加工顕微鏡を用いた観察を試みた。めっき皮膜表面からイオンビームで穴を掘り、その側面を走査イオン顕微鏡（SIM)観察した結果を図３(b)に示す。銅基板上の Cu めっき層が SIM の特徴である結晶方位コントラストにより確認できることがわかった。この方法は、正確な観察場所の設定が可能なことから、微細パターンめっきの局部評価には特に有効だと考えられる。



(a) SEM 像＋EDS 線分析　　(b) SIM 像

図３　多層めっき皮膜の断面観察

4　結　　論

高機能型リードフレームめっきの評価には、目的に応じて三次元光学プロファイラー、SEM-EDS、ナノ加工顕微鏡システム等が利用でき、品質管理や評価、製品開発に活用できることがわかった。

（文責　山岸憲史）
（校閲　園田　司）

〔JST 研究成果最適展開支援事業　FS ステージ探索タイプ〕

11　新規なメカニズムに基づく光機能性有機－無機ハイブリッド材料の作製に関する研究

石原マリ

1　目　　的

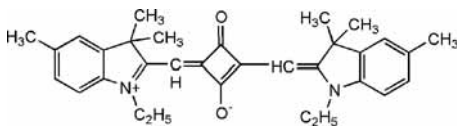
当センターでは、シアニン色素（NK3175、NK3167）に無機層状化合物を複合化することにより、通常は光応答性を示さないシアニン色素に光応答性を誘起できることを初めて見出し、この2成分系有機－無機ハイブリッド薄膜を新タイプ光機能性素子用材料として提案した[1)]。この薄膜に紫外光を照射するとシアニン色素の電子吸収スペクトルは変化するが可視光を照射しても変化しないため、非破壊読み出しが原理的に可能であり、例えば光メモリ素子用材料としての応用が期待できる。フォトクロミック色素を用いず、1種類の有機色素と無機化合物からなるシンプルな組成の材料であることから、その機能発現メカニズムの解明や特性改善に取り組みやすい利点がある。一方、シアニン色素に無機層状化合物を複合化することにより光応答性が発現するメカニズム、光応答性を誘起させるために必要な有機色素および無機化合物の選択指針については不明である。他の有機色素に対しても光応答性を誘起可能な技術を確立できれば有機色素の用途拡大に繋がると考えられる。

本研究では、良好な光応答性・熱安定性を有する２成分系有機―無機ハイブリッド薄膜の材料設計指針を見出すことを目的として、シアニン色素以外の有機色素と無機化合物とを組み合わせた２成分系有機―無機ハイブリッド薄膜の作製ならびに光応答性評価を行った。

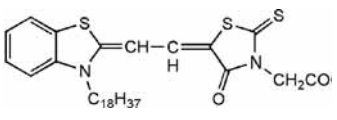
2　実験方法

2.1　試料

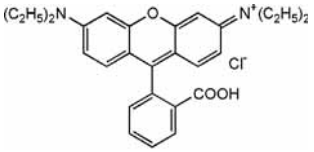
無機材料として、層状化合物 $[(Mg_{2.67}Li_{0.33})(Si_4O_{10})\text{-}(OH)_2]Na_{0.33}$ (SWN)を用いた。有機色素として、SWN との分子間相互作用が大きいと考えられるスクアリリウム色素 NK3906、メロシアニン色素 NK2684、トリアリールメタン系色素 NKX1324 を用いた。



NK3906



NK2684



NKX1324

2.2　ハイブリッド薄膜の作製と光応答性評価

SWN 約 0.05g を 10 ml イオン交換水に分散させ、これに、有機色素のエタノール溶液（NK3906 2.0×10^{-6} mol/20ml ; NK2684　0.91×10^{-6} mol/10 ml ; NK1324　3.5×10^{-6} mol/10ml）を混合し、60℃で 27 時間撹拌後、基板（石英ガラス板）上にキャスト法により製膜し、乾燥させて試料とした。

ハイブリッド薄膜の光応答性および熱安定性は、紫外光（λ_{max}=254 nm）照射前後ならびにその後室温暗所にて保存後の電子吸収スペクトル変化により評価した。

2.3　ハイブリッド薄膜の構造評価

紫外光照射前のハイブリッド薄膜における有機色素および無機層状化合物の配列、有機色素分子間相互作用、表面形状を、電子吸収スペクトル、X 線回折(XRD)測定、走査型プローブ顕微鏡（AFM）観察により調べた。

3　結果と考察

3.1　ハイブリッド薄膜の光応答性および熱安定性

3.1.1　SWN/NK3906 ハイブリッド薄膜

SWN/NK3906 ハイブリッド薄膜の電子吸収スペクトルを図１に示す。紫外光照射により、640 nm および 593 nm に観測された NK3906 に基づく吸収バンド強度（吸光度）は減少し、418 nm、540 nm および 690 nm 付近の吸光度がわずかに増加した。NK3906 のみの薄膜に紫外光を照射しても、スペクトル変化は認められなかった。したがって、SWN/NK3906 ハイブリッド薄膜において観測されたスペクトル変化は光劣化によるのではなく、光応答性に基づくことがわかった。

紫外光照射後、室温・暗所で 26 時間保存すると 640 nm および 593 nm の吸収バンド強度は増加し、紫外光照射前のスペクトルに戻る傾向が認められた（図 1 破線）。このことは、作製した薄膜の熱安定性は十分でないことを示している。

3.1.2　SWN/NK2684 ハイブリッド薄膜

SWN/NK2684 ハイブリッド薄膜の電子吸収スペクトルを図２に示す。557 nm および 628 nm に観測された NK2684 に基づくブロードな吸収バンドのうち、紫外光照射により、557 nm の吸収バンド強度は減少した。（図２点線）。NK2684 のみの薄膜に紫外光を照射しても、スペクトル変化は認められなかった。したがって、SWN/NK2684 ハイブリッド薄膜(1)において観測された

スペクトル変化は光劣化によるのではなく、光応答性に基づくと考えられる。

紫外光照射後、室温・暗所で 122 時間保存すると、557 nm の吸収バンド強度はわずかに増加するとともに 628 nm の吸収バンド強度は減少した。これは、SWN/NK3175 ハイブリッド薄膜 [1]および SWN/NK3906 ハイブリッド薄膜の場合と異なっており、紫外光照射前のスペクトルに戻る傾向は認められなかった。（図１破線）。このことは、作製した薄膜の熱安定性は十分でなく、薄膜の構造に不可逆変化が生じたことを示している。

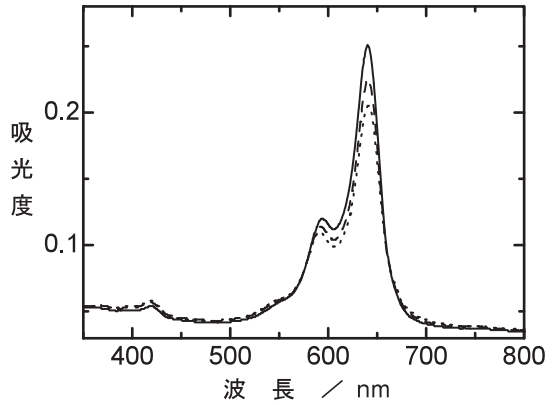


図１　SWN/NK3906 ハイブリッド薄膜の電子吸収スペクトル

——— 紫外光照射、　　紫外光照射後

– – – 室温暗所で 26 時間保存後

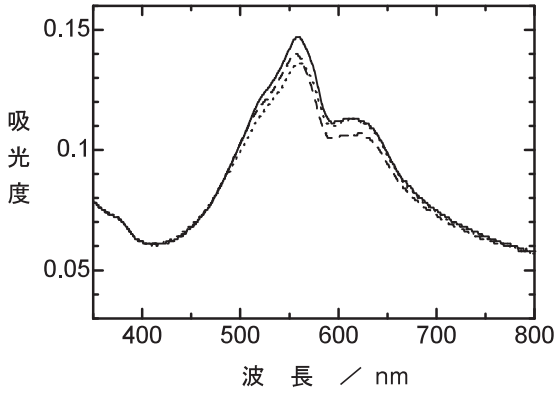


図２　SWN/NK2684 ハイブリッド薄膜の電子吸収スペクトル

——— 紫外光照射、　　・　紫外光照射後

– – – 室温暗所で 122 時間保存後

3.1.3　SWN/NK1324 ハイブリッド薄膜

SWN/NKX1324 ハイブリッド薄膜に紫外光を照射してもスペクトル変化は観測されず、作製した薄膜は光応答性を示さないことがわかった。

以上のように、SWN/NK3906 ハイブリッド薄膜および SWN/NK2684 ハイブリッド薄膜において、紫外光照射により有機色素に基づく電子吸収スペクトル変化が観測され、光応答性が認められた。しかしながら、室温・暗所で保存すると、いずれの場合もスペクトル変化が認められ、熱安定性は十分ではないことがわかった。

３.２　ハイブリッド薄膜の構造

XRD パターンにおいて、SWN/NK3906 ハイブリッド薄膜および SWN/NKX1324 ハイブリッド薄膜の SWN 層間距離はそれぞれ 13.9Å、14.1Åで、SWN 薄膜の場合（d=14.2Å）と同程度であった。SWN/NK2684 ハイブリッド薄膜の SWN 層間距離は 15.8Åであり、SWN 薄膜の場合よりやや大きいものの NK2684 分子がインターカレートできる程の広がりではなく薄膜作製に用いた C_2H_5OH や H_2O がインターカレートした結果と考えられる。以上のことから、いずれのハイブリッド薄膜においても有機色素分子は SWN 層間にインターカレートしていないことが示唆され、有機色素分子は SWN 表面に化学吸着していると考えられる。

電子吸収スペクトルについて、ハイブリッド薄膜とそれぞれの有機色素希薄溶液（10^{-6}～10^{-5} M）とを比較すると、いずれのハイブリッド薄膜においても吸収波長シフトや相対強度変化が観測され、有機色素分子間相互作用の存在が示唆される。

光応答性が観測された SWN/NK3906 ハイブリッド薄膜および SWN/NK2684 ハイブリッド薄膜について、紫外光照射前後の AFM 位相像を観測した。その結果、SWN/NK3906 ハイブリッド薄膜において変化は認められなかったが、SWN/NK2684 ハイブリッド薄膜においては変化が認められ、紫外光照射による NK2684 分子の会合状態・配列変化の可能性が考えられる。このことが、紫外光照射による SWN/NK2684 ハイブリッド薄膜の電子吸収スペクトル変化に関与していることが考えられる。

4　結　　論

本研究では、光応答性を示す２成分系有機―無機ハイブリッド薄膜（SWN/NK3906, SWN/NK2684）を新たに創製した。これらの薄膜において、有機色素分子は SWN の層間にインターカレートされず SWN 表面に化学吸着しているとともに、有機色素分子間相互作用の存在が示唆される。光応答性を示す２成分系有機―無機ハイブリッド薄膜に特徴的な構造を明らかにするには至っていないものの、シアニン色素の場合だけでなく、NK3906 のようなスクアリウム色素や NK2684 のようなメロシアニン色素と無機層状化合物との複合化でも光応答性を誘起できることを見出した。

参 考 文 献

1)兵庫県立工業技術センター研究報告書，第 20 号，p. (2011).　石原ら、平成 21 年度 JST シーズ発掘試験（発掘型）（課題番号 11-184）

（文責　石原マリ）

（校閲　吉岡秀樹）

〔JST シーズ発掘試験〕

12　光機能性素子用有機／無機ハイブリッド材料の作製に関する研究

石原マリ，富田友樹

1　目　　的

有機材料系書き換え可能型光メモリは、安価でフレキシブルといった有機材料の特長を有するとともに、現在実用化されている無機材料系のものと比較して、原理的に高密度記録が可能であることからその実用化が期待されている。当センターでは、フォトクロミック色素（BzTP）、シアニン色素（NK3175）および無機層状化合物(SWN)の複合化による3成分系ハイブリッド薄膜において、フォトクロミズムを通常示さないNK3175の電子吸収スペクトルが光照射により著しく変化することを見出し、記録を破壊しない光を用いて読み出しを行うことができる新タイプの材料を開発した[1-3]。しかしながら作製した3成分系ハイブリッド薄膜において、記録を完全に消去できない、記録した状態を保持できないなどの問題が残っている。また、紫外光照射により観測されるNK3175に基づく電子吸収スペクトル変化のメカニズムも不明である。そこで、作製した3成分系ハイブリッド薄膜における光応答性発現のメカニズムを明らかにするとともに光応答性能の向上を目的として研究を進めることとした。

本研究において、まず、NK3175とSWNを複合化した2成分系ハイブリッド薄膜について、材料組成比とその構造および光応答性との相関について検討したところ、この2成分系ハイブリッド薄膜において、通常は光応答性を示さないNK3175に光応答性が発現することを新たに発見した。そこで、引き続き、シアニン色素および無機化合物を用いた2成分系ハイブリッド薄膜の構造と光応答性との相関について検討した。

2　実験方法

2.1　試料

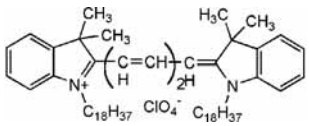
シアニン色素として、NK3175、NK3167 および NK3050 、無機化合物として、層状化合物 $[(Mg_{2.67}Li_{0.33})(Si_4O_{10})(OH)_2]Na_{0.33}$ (SWN)を用いた。

2.2　2 成分系ハイブリッド薄膜の作製とその光応答性・熱安定性評価

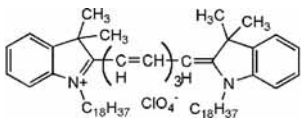
イオン交換水に分散させた SWN（0.05 g/5 ～10 ml）とシアニン色素（NK3175 1.8×10^{-6} mol/10 ml ; NK3167 2.02×10^{-6} mol/10 ml ; NK3050 2.3×10^{-6} mol/15 ml）のエタノール溶液を混合し、60℃で 27～28 時間、300rpm で撹拌後、基板（石英板および銅板）上にキャスト法により製膜、乾燥させてハイブリッド薄膜を作製し、試料とした。ハイブリッド薄膜の光応答性および熱安定性は、紫外光（λ_{max}=254 nm）照射前後ならびにその後室温暗所にて保存後の電子吸収スペクトル変化により評価した。

2.3　SWN／NK3175 ハイブリッド薄膜の構造評価

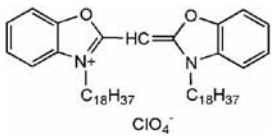
SWN／NK3175 薄膜の紫外光照射前の有機色素および無機層状化合物の配列、有機色素-無機層状化合物間や有機色素分子間の相互作用、表面形状などを、X 線回折(XRD)測定、偏光 FT-IR スペクトル、種々の入射角での電子吸収スペクトル測定、走査型プローブ顕微鏡（AFM）観察により調べた。



NK3175



NK3167



NK3050

3　結果と考察

3.1　2成分系ハイブリッド薄膜の光応答性・熱安定性

図 1 に、SWN／NK3175 ハイブリッド薄膜の電子吸収スペクトルを示す。紫外光照射により、651 nm および 606 nm に観測された NK3175 に基づく吸収バンドの吸光度は減少し、532 nm および 414 nm に新たな吸収バンドが現れた（図 1 点線）。NK3175 のみの薄膜に紫外光照射を行ってもその電子吸収スペクトル変化は認められなかったことから、図 1 において観測されたスペクトル変化は、NK3175 の劣化ではなく、光応答性に基づくことを確認した。図 1 において紫外光照射後に観測された NK3175 に基づくスペクトル変化は、3 成分系ハイブリッド薄膜において観測されたスペクトル変化より小さいものの、フォトクロミック色素を含まない 2 成分系ハイブリッド薄膜においても、紫外光照射により NK3175 に基づく電子吸収スペクトル変化が生じることを見出した。これを、室温暗所で 49 時間保持すると、651 nm および 606 nm の吸光度は増加した一方、532 nm および 414 nm の吸光度は減少して、紫外光照射前のスペクトルに戻る傾向が認められた（図 1 破線）。このことは、

作製した薄膜の熱安定性は十分でないことを示している。

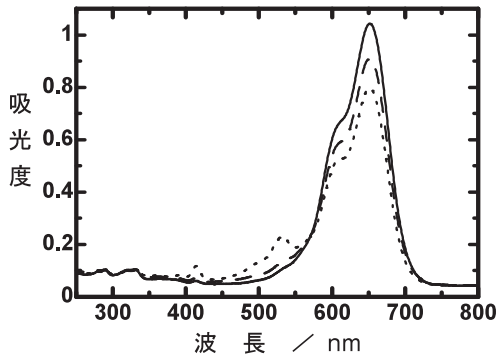


図１　SWN / NK3175 薄膜の電子吸収スペクトル
——— 紫外光照射前、‥ ‥ 紫外光照射後、
－－－· 暗所室温で 49 時間保存後

SWN／NK3167 ハイブリッド薄膜の電子吸収スペクトルにおいても、紫外光照射により、NK3167 に基づく吸収バンド変化が認められた。紫外光照射により、NK3167 に基づく 766 nm および 705 nm の吸収バンドの吸光度が減少し 553 nm および 448 nm に新たな吸収が現れた。NK3167 のみの薄膜に紫外光照射を行ってもその電子吸収スペクトル変化は認められなかったことから、観測されたスペクトル変化は、NK3167 の劣化ではないことを確認した。また、室温暗所で保存すると、紫外光照射前のスペクトルに戻る傾向が認められ、熱安定性は十分でないことがわかった。

SWN／NK3050 ハイブリッド薄膜においては、紫外光照射により NK3050 に基づく吸収バンド変化は認められなかった。

以上のように、NK3175 ならびに NK3167 を用いたハイブリッド薄膜において光応答性が認められた。創製した光応答性 2 成分系ハイブリッド薄膜の光応答性の様子を模式的に示す（図 2）。

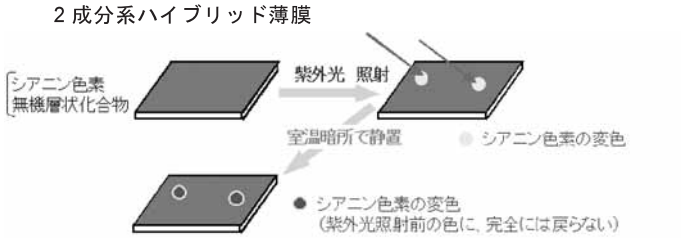


図２　SWN / NK3175 ハイブリッド薄膜および SWN / NK3167 ハイブリッド薄膜の光応答性の様子

３.２　SWN／NK3175 ハイブリッド薄膜の構造

XRD パターンにおいて、 SWN／NK3175 ハイブリッド薄膜の層間距離は、SWN 薄膜と同程度（d=14.2Å）であったことから、NK3175 分子は SWN 層間にインターカレートしていないことが示唆される。

偏光 FTIR スペクトルから、SWN は基板にほぼ平行に配列していること、NK3175 分子は、そのインドリン環および長鎖アルキル基を基板にほぼ平行にして配列していると考えられる。また、NK3175 薄膜の場合と比較して、吸収バンドの波数シフトおよび相対強度変化が観測されたことから、NK3175 分子は SWN 表面に化学吸着していることが示唆される。

電子吸収スペクトルにおける NK3175 に基づく吸収バンドの吸光度は、紫外光照射前後とも入射角 45° の場合に著しく減少した。このことは、NK3175 分子が基板にほぼ平行に配列していることを示しており、偏光 FTIR の結果とよく対応する。

表面形状は、紫外光照射前後においてほぼ同様で、粒径約 30 nm の球状粒子が観測された。一方、AFM の位相像は表面の粘性や硬さなどの性質を反映するので、これらの性質が異なる SWN と NK3175 を区別して観測できると考えられる。AFM の位相像において、紫外光照射前後で変化が認められた。このことが、紫外光照射による NK3175 に基づく吸収スペクトル変化に関与していると考えている。

4　結　　論

フォトクロミック色素を用いることなく通常は光応答性を示さないシアニン色素（NK3175、NK3167）と無機層状化合物（SWN）との複合化によりシアニン色素の光応答性を誘起できることを新たに見出した。新タイプ光機能性素子用材料として光メモリ、光スイッチ、光による微細加工用材料などへの応用が期待できる。

参 考 文 献

1)M. Ishihara, R. Hirase, M. Mori, H. Yoshioka, and Y. Ueda, 8th International Conference on Nano-Molecular Electronics 2008, p.280 (2008).
2)M. Ishihara, R. Hirase, M. Mori, H. Yoshioka, and Y. Ueda, Thin Solid Films, 518, 857(2009).
3)特開 2009-42438

（文責　石原マリ）
（校閲　吉岡秀樹）

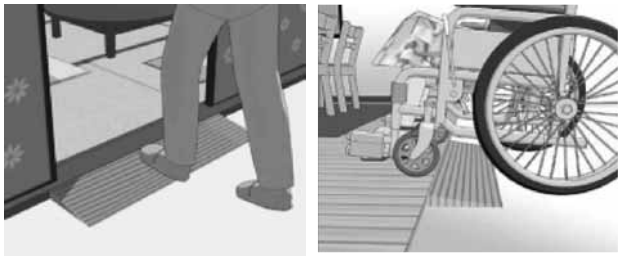
〔JST 地域ニーズ即応型〕

13　高齢者と福祉用具との共存を推進するゴム製段差解消スロープの開発

鷲家洋彦，礒野禎三

1　目　　的

既存の住環境のバリアフリー化を容易に進めるものとして、段差解消スロープ（以下、スロープ）が多用されている。スロープ上では、歩行機能が低下した高齢者や障害者の移動（図１(a)）、車いす、杖、歩行器、および床走行式リフト等の通過（図１(b)）も考えられ、人と福祉用具との共存が必要である。



(a)　　(b)

図１　段差解消スロープ

現在、木材や滑り止め加工したFRP材製のスロープが供給されている。これらは、表面が硬く滑らかであるためにスリップの危険性も残され、斜面の急勾配と相まって、つまずきや福祉用具への衝撃や振動を与える要因になっている。また、材質によっては、がたつきや騒音の一因にもなる。ゴム素材を用いることで、スリップ・振動衝撃の緩和が想定されるが、このような用途に特化したゴム製品は開発途上である。

そこで、高齢者・障害者の安心・安全な歩行を実現し、かつ福祉用具の使用の妨げとならない新型スロープを開発するため、スロープ用ゴムとスロープ表面の意匠について検討した。

2　実験方法

２．１　スロープ用ゴムの作製

ゴムコンパウンドは、共同研究企業で混練した材料を供試体とした。各種評価用の加硫ゴムは、ゴムコンパウンドを 170℃×5 分、圧力 15MPa でプレス成形することにより段差スロープ用ゴムを得た。成形条件は加硫判定の結果をもとに、最適加硫温度および最適加硫時間を決定した。

２．２　機械的物性の評価

スロープ用ゴムの機械的物性を調べるため、材料試験機（(株)島津製作所製 AG-1000D、AG-X/R REFRESH）を用いて評価を行った。

評価方法は、JIS K 6251（加硫ゴム及び熱可塑性ゴム－引張特性の求め方)、JIS K 6253（加硫ゴム及び熱可塑性ゴム―硬さの求め方)、JIS K 6257（加硫ゴム及び熱可塑性ゴム－熱老化特性の求め方)、JIS K 6259（加硫ゴム及び熱可塑性ゴム－耐オゾン性の求め方）に準拠した。

２．３　動摩擦係数の評価

市販の浴室用ゴムマットのグリップ性能を比較、摩擦係数の大きい意匠を決定するため、摩擦係数測定器（日邦産業(株)製 DF テスターS タイプ）を用いて評価を行った。濡れた状態のステンレスおよびFRP上で、ゴムマットから切り出した試料を滑らせ、速度 2km/h 時の動摩擦係数を測定した。

２．４　スロープの作製

勾配 14 度の市販スロープに、表面に数種類の面積比を持つ菱形意匠のゴムシートを貼り、斜面上を滑り落ちる状態で摩擦係数を計測した。摩擦係数が最大の面積比をもつ菱形状の意匠をもとに、スロープを作製した。

3　結果と考察

３．１　スロープ用ゴムの機械的物性

スロープ用ゴムの機械的物性は、引張強さ 9.9MPa、伸び 460%、硬さ A78 であった。ゴム配合は共同研究企業で開発・市販されている浴槽用滑り止めゴムマットをもとに、スロープの要求性能を満たすように改良することとした。ゴムマットは浴槽内での使用を想定しているため、浴槽にお湯を入れた状態では水に沈む必要がある。また、メンテナンス面から接地面に固定しないことが望ましい。そのため、比重の大きい充填材の使用量が多い。一方、スロープは室内で使用し、床面にネジ・接着剤等で固定する必要があるため、比重の大きい充填材は不要である。そこで、充填材を減らしゴム分の比率を増やし、引張強さを大きくした。併せて、耐久性を高めた。

熱老化試験（70℃×72h）後の物性変化率は、引張強さ変化率+3%、伸び変化率-17%、硬さ変化率+4 であり、その変化率は小さい。また、耐オゾン性試験（500ppb、72h）の結果、ゴム表面にオゾンクラックは発生しなかった。この結果は、一般家庭内で使用する場合には、熱・オゾンに対するゴムの耐久性があることを示している。

３．２ グリップ性能

ゴム表面の意匠がグリップ性に及ぼす効果を調べるため、浴室用ゴムマットとして市販されている４種類のゴムマットについて動摩擦係数を測定した。試料Ａは共同研究企業が製品化しているマットで、図２に示した菱形状の意匠である。試料Ｂ、Ｃ、Ｄは他社品で試料Ｂ、Ｃは意匠有り、試料Ｄは意匠無しである。測定結果を図３に示す。なおグラフは走行速度2km/h時の試料Ａのステンレスの動摩擦係数を100として整理した。

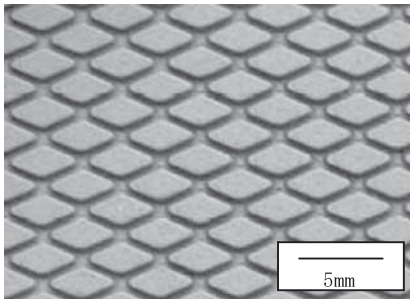


図２　試料Ａの意匠

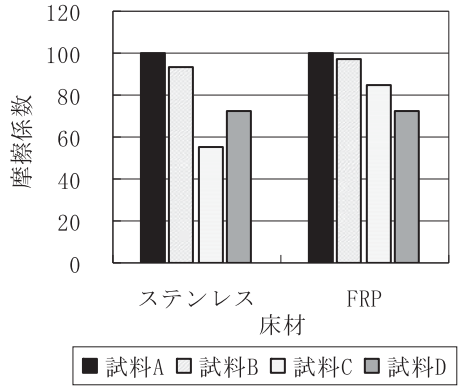


図３　各種ゴムマットの動摩擦係数

その結果、試料Ａはステンレスおよび FRP のいずれに対しても、他の試料と比べ動摩擦係数が大きく、グリップ性が良いことが明らかになった。

３．４　スロープの作製

次に、菱形状の意匠に着目し、菱形意匠の面積比が異なるゴムシートを製作、実際の段差スロープの使用状況に類似した状況でゴムシートの静止摩擦係数を評価した。ゴムシートとの接触子として、靴下の生地を用いた場合の摩擦係数を表１に示した。その結果、一辺 2.4㎜、溝幅 0.6㎜、面積比 0.64 の菱形状の意匠を有する Ｂ の摩擦係数が 1.44 で最大であることが明らかになった[1)]。

表１　菱形意匠の面積比が異なるゴムシートの静止摩擦係数

	摩擦係数	溝幅(㎜)	一辺(㎜)	菱形意匠の面積比(%)
意匠A	1.09	0.3	1.3	66
意匠B	1.44	0.6	2.4	64
意匠C	1.09	0.8	2.5	57
意匠D	1.19	0.9	3.9	66

そこで、意匠Ｂを採用しゴム金型を製作、スロープ専用のゴム配合でスロープを作製した（図 4）。なお、スロープ全てをゴムで作製すると重いため、軽量化のために内部は硬質の発泡体を用いた。



図４　段差解消スロープ

第 16 回高齢者・障がい者の快適な生活を提案する総合福祉展（バリアフリー2010）への出展等、福祉関連の展示会・学会を中心に積極的に PR を行い、販売へ向け準備をすすめている。また、本研究で蓄積した技術的シーズを活かし、他の福祉商品への展開も行っている。

４　結　　論

ゴム材料・配合剤を工夫することにより、強さ・耐久性のバランスを備えたスロープ用ゴムを開発した。

表面に菱形状の意匠を有するスロープを試作、それぞれの摩擦係数を測定し、スリップ防止機能を有するスロープ表面の意匠を開発した。

参 考 文 献

1) 高見正利，鷲家洋彦，浅野泰則，櫻井学，第 25 回リハ工学カンファレンス講演予稿集，25，185-186 (2010)

謝　　辞

本研究は、(独)科学技術振興機構「地域イノベーション創出総合支援事業（地域ニーズ即応型)」の一環として、シンエイテクノ(株)、神戸学院大学、兵庫県立工業技術センターが共同で実施しました。

（文責　鷲家洋彦）
（校閲　柏井茂雄）

〔技術改善研究〕

14　セルロースナノファイバーを強化材とした非石油系ナノコンポジットの開発

長谷朝博，鷲家洋彦，本田幸司，礒野禎三，柏井茂雄

1　目　　的

近年、CO_2の排出量増大等による地球温暖化や石油等の化石資源の枯渇が問題となってきている。また、化石資源を原料としたプラスチック製品等を大量消費してきたことに起因する廃棄物処理が大きな課題となっている。このような問題を解決するための方策の一つとして、化石資源から持続的再生産が可能なバイオマス資源への転換が試みられている。

セルロースは、地球上に豊富に存在するバイオマス資源の一つであり、持続型社会構築のためのキーマテリアルとして注目されている。一方、未だに利用法が確立されていない未利用バイオマスも日本国内には大量に存在することから、その有効利用法の開発が求められている。このようなニーズに対応することを目的として、木材を原料とした粉末セルロースの湿式法による微細化に取り組み、セルロースナノファイバー(CNF)を作製した。CNF は、環境低負荷型素材であるだけではなく、従来の無機フィラーに比べて低比重で高強度、低熱膨張等の特徴を有していることから、複合材料の強化材として活用されてきており、プラスチックをマトリックス材としたナノコンポジットに関する研究が多数報告されている[1)]。本研究では、バイオマス素材である天然ゴムの機械的特性の向上を目的として、湿式法で作製した CNF を用い、天然ゴムとのナノコンポジット化を行った。

2　実験方法

2.1　材料

CNF の原料としては、精製木材パルプ(W-100、日本製紙ケミカル(株)製 KC フロック)を使用した。CNF マスターバッチの原料としては、天然ゴム(NR)のハイアンモニア処理ラテックス(HA ラテックス)を用い、CNF と NR との界面親和性改善のため、メタクリル酸メチル(MMA)をグラフト重合した NR ラテックス(MG-10、(株) レヂテックス製：以下 MMA-g-NR と略記)を用いた。NR としては，リブドスモークドシート(RSS) 1 号を使用し、ゴム用配合剤としてはステアリン酸，酸化亜鉛，硫黄，加硫促進剤(スルフェンアミド系促進剤 BBS)を用いた.

2.2　CNF の作製

蒸留水に W-100 を加えて 5 wt%懸濁液を調製し、ディスクミル(増幸産業(株)製、スーパーマスコロイダー　MKCA6-2 型)により解繊処理することによって CNF を作製した。なお、解繊処理に際してはディスク径：6 inch、砥石材質：シリコンカーバイド(120 番)のディスクを使用し、約 10 μm のクリアランスを所定回数通すことによって処理を行った。

2.3　CNF マスターバッチの作製

NR ラテックス、MMA-g-NR ラテックス、CNF を乾燥重量で 100 g(配合比は重量比で NR : MMA-g-NR : MFC = 85.5 : 4.5 : 10)になるように各材料をビーカーに投入し、マグネチックスターラーによる撹拌混合(200 rpm、1 時間)またはホモジナイザー(IKA 社製、ULTRA- TURRAX T25)による撹拌混合(8000 rpm、10 分間)によりウエットマスターバッチを作製した。なお、撹拌時に NR が析出沈殿するのを防ぐことを目的として、界面活性剤(SDS)を少量添加した。得られたウエットマスターバッチを 70℃のオーブンに 48 時間投入し、乾燥物を得た。

2.4　CNF の粉砕処理

CNF の形状を電子顕微鏡で観察した結果、繊維径はナノサイズであるものの繊維長が数十μm であったことから、アスペクト比(繊維長／繊維径)が非常に大きく、コンポジット中で CNF 同士が絡まりあっているものと推察された。そこで、CNF のアスペクト比の低減を図ることを目的として、遊星型ボールミル(Fritsch 社製、P-5)による機械的粉砕(200 rpm、1 時間)を行った。粉砕処理を行なった CNF は t-CNF と略記する。

2.5　CNF と NR とのナノコンポジットの作製

乾燥した CNF マスターバッチを二本ロールにより加硫系配合剤とともに NR に混ぜ込み、CNF の充てん量をゴム分 100 に対して 1、 5 、10 部(phr)となるように調製し、表 1 に示すコンパウンドを作製した。得られたコンパウンドを 160 ℃で所定時間加硫し、物性評価用シートを作製した。なお、従来の補強剤との比較のため、カーボンブラック(CB)を 20、40 部(phr)配合した加硫ゴムを作製した。

2.6　ナノコンポジットの物性評価及び CNF の分散性評価

引張試験については、(株)島津製作所製 AUTOGRAPH AG-1000D 型材料試験機を用いて JIS K 6251 に準じて測定を行い、応力－ひずみ曲線及び 100 %モジュラス(M_{100})、300 %モジュラス(M_{300})を求めた。

試験速度：500 mm/min　試験温度：20 ℃

ナノコンポジット中での CNF の分散状態を確認する

ために走査型電子顕微鏡((株)日立ハイテクノロジーズ製、S-4800：以下 SEM と略記)による引張断面の観察を行った。なお、SEM 観察試料には Pt を 5 nm 蒸着し、加速電圧 1.5 kV で観察した。

表１　NR/CNF 及び NR/CB コンポジットの配合

	CNF0	CNF1	CNF5	CNF10	CB
NR	100	90	50	0	100
CNF ﾏｽﾀｰﾊﾞｯﾁ	0	11	55	100	–
CB	–	–	–	–	20or40
酸化亜鉛	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
硫黄	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5
ステアリン酸	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
促進剤 BBS	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7

3　結果と考察

3.1　CNF の形状観察

精製木材パルプから作製した CNF の SEM 像を図１に示す。ディスクミルで解繊処理することによって繊維径 20～30 nm にナノファイバー化されていることがわかった。一方、繊維長については原料の W-100 と大きく変化せず、数十μm であった。ディスクミルによる解繊処理において、１回目は処理時間が約 19 分であったが、処理回数が増えるにしたがって懸濁液の粘度が増大し、1 パスあたりの処理時間が長くなった。なお、ディスクミルによる処理については、試料の粘度が増大して約 10 μm のディスククリアランスを通すのが困難になった時点で十分に解繊できているものと考え、処理回数の判断基準とした。

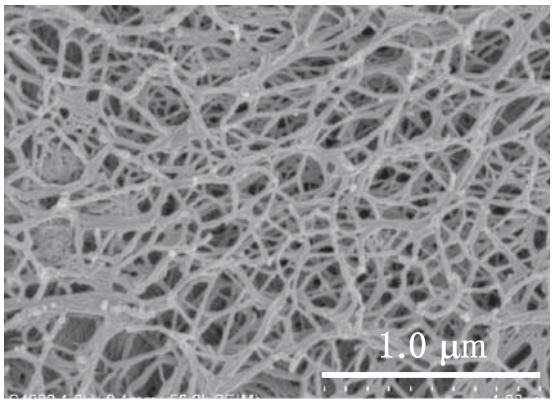


図１　CNF の SEM 像

3.2　ナノコンポジットの物性及び CNF の分散性

3.2.1　未処理の CNF を用いたナノコンポジット

CNF は繊維径が 20～30 nm のナノファイバーであることから、その形状効果(ナノサイズ効果)を活用することで少量添加による大きな補強効果が期待できる。そこで、マグネチックスターラーを用いて作製した CNF マスターバッチを NR に混ぜ込み、CNF の添加量が 1、5 部(phr)となるように調製し、CB 配合物との比較を行った。NR 及び NR/CNF、NR/CB ナノコンポジットの応力－ひずみ曲線を図２に示す。NR では、伸びが 400 %までの範囲では応力が小さいが、400 %を超えると伸長結晶化により応力が急激に増大し、補強剤なしでも引張強さは十分に大きい。このことから、NR の補強では引張強さの向上だけではなく M_{100}、M_{300} 等の低伸長時の引張応力の向上が要求される。CNF を 1 phr 添加したものでは、引張強さが NR に比べて約 3 MPa 向上したものの、両者の応力－ひずみ挙動に顕著な相違は認められなかった。一方、CNF を 5 phr 添加したものでは、M_{100}、M_{300} 等の各伸長域での引張応力が大きく向上した(表 2)。また、CNF を 5 phr 添加したものの応力－ひずみ挙動は CB を 20 phr 添加したものと同様の傾向を示したことから、NR に CNF をわずか 5 phr 添加するだけで CB を 20 phr 添加したものと同程度の補強効果が得られることが明らかになった。これは、CNF のナノサイズ効果により、少量添加でも大きな補強効果が得られたものと考えられる。

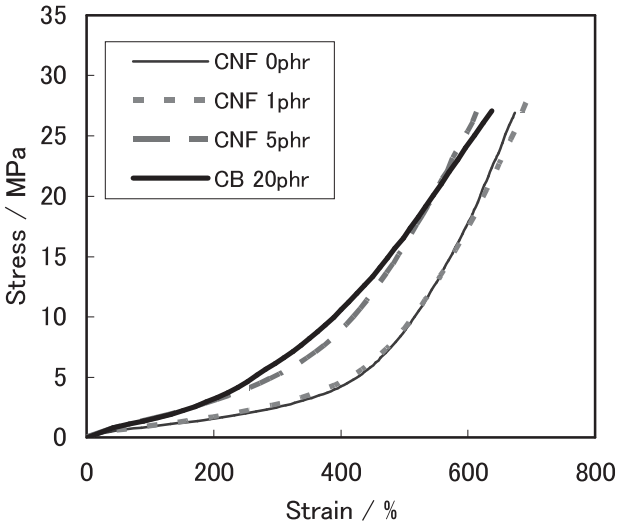


図２　NR/CNF、NR/CB コンポジットの応力－ひずみ曲線

表２　NR/CNF 及び NR/CB コンポジットのモジュラス

	M_{100} (MPa)	M_{300} (MPa)
CNF 0 phr	0.92	2.51
CNF 1 phr	0.98	2.50
CNF 5 phr	**1.75**	**5.68**
CB 20 phr	**1.48**	**6.21**

次に、ホモジナイザーを用いた高速撹拌混合により作製した CNF マスターバッチを NR に混ぜ込み、CNF の添加量が 1、5 部(phr)となるように調製し、マグネ

チックスターラーを用いてマスターバッチを作製したものとの比較を行った。その結果、引張物性に関しては両者に顕著な相違は認められなかった。

一方、CNF を 5 phr 添加した NR/CNF コンポジットの引張破断面の SEM 観察から、マグネチックスターラーを用いてマスターバッチを作製したものでは、CNF は全体的に細かく分散しているものの、所々に数 μm オーダーの凝集塊が存在していることがわかった(図３)。これに対し、ホモジナイザーを用いてマスターバッチを作製したものでは、CNF がゴムマトリックス全体に細かく均一に分散していることが明らかになった(図４)。

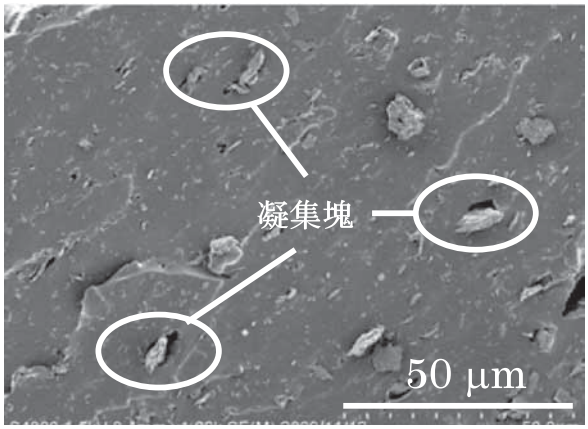


図３　NR/CNF コンポジットの引張破断面の SEM 像
（マグネチックスターラーで作製したもの）

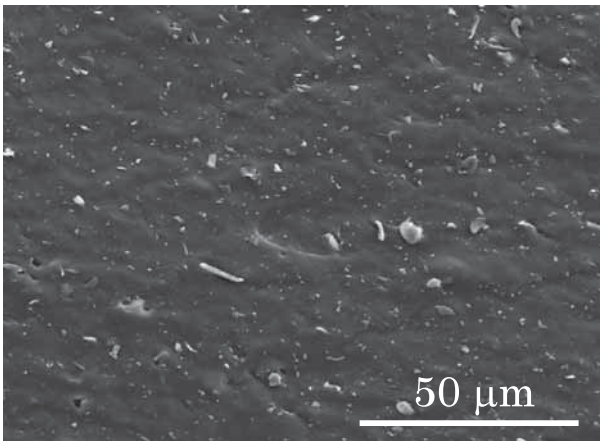


図４　NR/CNF コンポジットの引張破断面の SEM 像
（ホモジナイザーで作製したもの）

このように、CNF の凝集塊がなくなり分散性が向上したにもかかわらず、引張物性に顕著な相違が認められなかったのは、CNF のアスペクト比が大きく、マトリックス中で CNF が絡まり合うことにより、CNF 本来の補強効果が発現しなかったものと考えられる。そこで、次に CNF のアスペクト比の低減を図った。

３.２.２　t-CNF を用いたナノコンポジット

t-CNF を用いて作製した NR/t-CNF 及び NR/CB コンポジットのモジュラスを表３に示す。M_{100} 等の 200 %以下の低伸長域での引張応力は、t-CNF を 5 phr 添加したものでは CB を 20 phr 添加したもの以上、t-CNF を 10 phr 添加したものでは CB を 40 phr 添加したもの以上になることが明らかになった。このように、CNF のアスペクト比を低減することによって、低伸長域の引張応力は向上した。一方、M_{300} が逆に低くなったのは、界面活性剤として添加した SDS が t-CNF と NR との界面親和性に悪影響を及ぼしたためと考えられる。

表３　NR/t-CNF 及び NR/CB コンポジットのモジュラス

	M_{100} (MPa)	M_{300} (MPa)
t-CNF 0 phr	0.92	2.51
t-CNF 1 phr	0.94	2.45
t-CNF 5 phr	1.95	5.16
t-CNF 10 phr	3.76	8.19
CB 20 phr	1.48	6.21
CB 40 phr	2.85	11.7

４　結　　論

NR に CNF をわずか 5 phr 添加するだけで M_{100}、M_{300} 等の低伸長時の引張応力が大きく向上し、CB を 20 phr 添加したものと同程度の補強効果が得られた。また、粉砕処理した t-CNF を用いた場合、10 phr 添加するだけで 200 %以下の低伸長域における引張応力が CB を 40 phr 添加したものよりも大きくなった。

謝　辞

本研究を行うにあたり、ご協力いただきました(独)産業技術総合研究所バイオマス研究センター 水熱・成分分離チームの遠藤貴士チーム長、李承桓研究員に深く感謝いたします。

参 考 文 献

１）例えば、藤井 透, 高橋宣也, 大窪和也, 同志社大学理工学研究報告, 45, 51 (2005).

（文責　長谷朝博）
（校閲　柏井茂雄）

〔経常研究〕

15　触感評価法を用いたゴム製グリップ開発手法の汎用性に関する研究

佐伯光哉

1　目　　的

道具に使用されるグリップについて、使い易さに優れたグリップ材料の開発を効率的に行うため、握り心地を数値化（主観値）し力学的特性値から推定する方法について研究を進めている[1)]。本報告では、測定したデータから主観値推定についての精度向上のため、布の風合い評価方法である KES 法で用いられている段階的ブロック回帰[2)]の適合性について検討した。

2　実験方法

グリップはハンドカートに使用されるものを想定し、22 種類のゴム材料から 22 種類のグリップを試作した。試作したグリップを 19 名の被験者により「握り心地」の主観評価を実施した。評価は-3 から+3 までの 7 段階とした。

さらにゴム製グリップの評価に開発した、せん断、曲げ、圧縮、表面、粘着(乾)、粘着(湿)、基本特性（硬度、厚さ、グリップ内径）の 7 種類の測定方法により、20 種類の力学的特性値を求めた。

これらの「握り心地」主観評価値と 20 種類の力学的特性値を用いて回帰分析を実施し両者間の相関係数を評価した。なお、1 つの測定から得られる 2～3 種類の特性値をブロックとし、7 つの物性ブロックを用い段階的ブロック回帰を実施した。段階的ブロック回帰は、推定値と主観値との相関係数が最も大きかったブロックの残差について、ほかの物性のブロックによる回帰分析を繰り返すことにより、推定精度の向上を図るもので、式(1)を用いて推定値を求めた。

$$\text{推定値：} Y = A + \sum_{k=1}^{20} C_k \cdot \frac{Xk - \overline{Xk}}{\sigma_{Xk}} \cdots\cdots (1)$$

ここで、A：定数

C_1~C_k：回帰分析によって得られる定数

Xk：力学的な特性値

$\overline{Xk}$：特性値の平均値

σ_{Xk}：特性値の標準偏差値

k：1～20 までの整数

3　結果と考察

図 1 にブロック間の残差回帰を繰り返したときの主観値 y と推定値 Y との相関係数の変化を示す。1 段階目の回帰分析ではせん断のブロックの相関係数が大きく 0.71 であった。せん断を第 1 ブロックとし、主観値 y と 1 段階目の推定値 Y_1(=$Y_{(せん断)}$)の残差 y－Y_1 について、2 段階目として残りの 6 ブロックによる回帰分析を行った。2 段階目では表面のブロックから求められる推定値 $Y_{(表面)}$ の相関係数が最も大きくなり、これを第 2 ブロックとした。

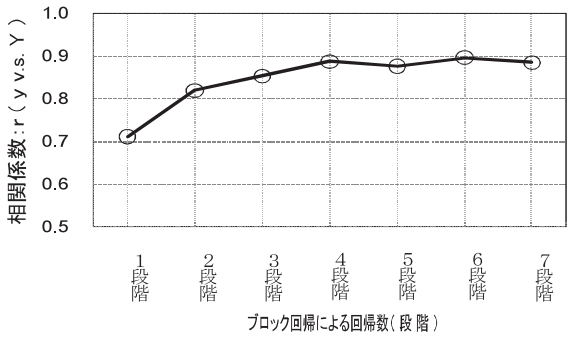


図 1　「握り心地」の段階的ブロック回帰による相関係数の変化

2 段階目の結果得られる推定値 Y_2(=Y_1+$Y_{(表面)}$)の相関係数 r は、図 1 に示すように第 1 ブロックの時より大きくなることが分かった。さらに、残差 y－Y_2 について 3 段階目の回帰分析を行い、この後 4 段階目～7 段階目まで残差の回帰分析を繰り返えした。その結果 4 段階目のブロック回帰により、相関係数は 0.71 から 0.89 まで改善され、残差解析により主観値の推定精度が向上することが確認できた。「握り心地」の推定式に用いる 4 段階目までのブロックとその定数 C_1~C_k および平均値$\overline{Xk}$、標準偏差値 σ_{Xk} を表 1 に示した。

表 1「握り心地」の推定式に用いる係数および特性値の例

ブロック（物　性）		k	Ck	$\overline{Xk}$	σ_{Xk}
第 1 ブロック（せん断）	G	1	−0.33	0.72	0.48
	$2HG_{0.5}$	2	2.29	31.1	24.0
	$2HG_{2.0}$	3	−2.52	37.3	30.4
第2ブロック（表　面）	MIU	4	0.57	1.04	0.43
	logMMD	5	0.25	−1.98	0.31
	logSMD	6	−0.70	−0.43	0.36
第3ブロック（基本特性） 硬度	HD	7	0.09	47.5	25.2
第3ブロック（基本特性） 厚さ	T	8	0.32	4.3	1.70
第3ブロック（基本特性） ｸﾞﾘｯﾌﾟ内径	D	9	−0.04	22.0	2.52
第4ブロック（圧　縮）	LC	10	0.46	0.47	0.28
	logWC	11	−0.60	0.49	0.57
	RC	12	−0.25	70.0	8.10

第5ブロック（粘着（乾））、第6ブロック（粘着（湿））、第7ブロック（曲げ）は省略
ここで、式（1）において定数：A=0.26

4　結　　論

KES 法に用いられている段階的ブロック回帰を、ハンドカートに使われるグリップ材料の主観値の推定に用いることにより、推定精度を向上できることが分かった。

参考文献

1)　M.Saeki, M.Inoue, Proc.36th　Text. Res. Symp. Mt. Fuji, p131-136 (2007)

2)S.Kawabata, “ The Standardization and Analysis of Hand Evaluation,2nd ed. ”, HESC, Text. Mach. Soc. Japan, (1980)

（文責　佐伯光哉）（校閲　礒野禎三）

〔経常研究〕

16　チオフェン系有機半導体材料を用いたデバイス作製条件に関する検討

平瀬龍二，石原マリ，吉岡秀樹

1　目　　的

工業技術センターではこれまで、有機半導体材料の溶解度向上を目指し、アルキル基を導入したチオフェン系の有機半導体材料の開発を行ってきた[1)]。一方、アルキル基を導入した有機半導体材料は液晶性を有することが多く、液晶領域温度（あるいは液晶領域に近い温度）でデバイスを作製することにより、良く配向し、高い性能を示す傾向がある[2)]。本研究では、常温より高い温度での真空蒸着によりデバイスを作製しアルキル基導入の効果について考察した。

2　実験方法

2．1　原材料

有機半導体試料は図１に示すAC5誘導体を用いた。それぞれの化合物は文献記載の方法により合成した[1,3)]。基板は櫛型電極付きSi/SiO_2基板（NTTアドバンステクノロジー(株)製）を用い、ピラニア溶液中で洗浄した。

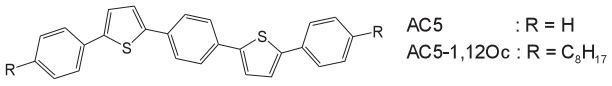


図１　使用した有機半導体試料

2．2　材料評価方法

試料の示差走査熱量測定（DSC測定）はPerkinElmer DSC8500を用いて窒素気流下で行った。基板上への試料薄膜形成は、真空蒸着法により行った。蒸着は、基板温度125℃にて行った。この試料薄膜について、X線回折（Rigaku SmartLab）およびFET評価（Keithley 4200 SCS）を行った。

3　結果と考察

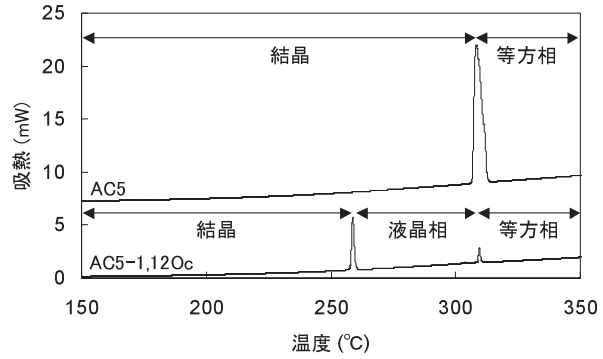


図２　AC5誘導体のDSC測定結果

試料のDSC測定結果を図２に示す。AC5にオクチル基（0c）を導入することにより、吸熱ピークが２個観察された。結晶と等方相（融解状態）の間は液晶相と考えられる。有機半導体分子を配向させ、高い性能を有するデバイスを作製するためには、液晶領域温度でのデバイス作製が望ましいが、本材料は昇華性を有することから高温での蒸着は困難であったため、基板温度125℃にて材料の真空蒸着を行った。X線回折およびFET評価結果を表１に示す。

表１　材料薄膜の面間隔およびFET評価結果

材料	面間隔 (Å)	キャリア移動度 (cm^2/Vs)	閾値電圧 (V)
AC5	21.6	1.6×10^{-3}	-19.8
AC5-1,12Oc	32.5	6.4×10^{-3}	-4.6

いずれの薄膜も強い１次回折ピークが観察され高い配向性が確認できた。オクチル基導入により、面間隔は大きくなった。オクチル基導入によりFET評価によるキャリア移動度は４倍向上し、閾値電圧は大きく低下したことより、性能向上に寄与することが確認できた。

4　結　　論

有機半導体材料にアルキル基を導入することにより液晶相が発現し、FETにおける性能向上に寄与することが確認できた。実用化のためには、より低い温度で液晶相転移を起こす材料の開発が必要である。

謝　　辞

本研究を行うに当りご協力頂きました京都工芸繊維大学の堀田収教授、山雄健史先生ならびに研究室の皆様、住友精化(株)の関係者の方々に感謝致します。

参考文献

１）　平瀬龍二，吉田和利，石原マリ，吉岡秀樹，兵庫県立工業技術センター研究報告書, 19, 23, (2010).
２）　M. Lu, S. Nagamatsu, Y. Yoshida, M. Chikamatsu, R. Azumi, K. Yase, Chem. Lett., 39, 60, (2010).
３）　S. Hotta, H. Kimura, S. A. Lee, T. Tamaki, J. Heterocyclic Chem, 37, 281, (2000).

（文責　平瀬龍二）
（校閲　吉岡秀樹）

〔経常研究〕

17　高熱伝導性材料に関する調査研究

鷲家洋彦

1　目　　的

携帯電話やノートパソコン等の電子・電気機器に使用される半導体素子は、単位体積あたりの発熱量が増加しているため、放熱の重要性が強く認識されている。また、機器の小型化が進んでいるため、その筐体へ放熱体や冷却ファンを取り付けることは困難である。

そこで、筐体に使用される樹脂に熱伝導性フィラーを配合、分散させることによって放熱効果を高めている。熱伝導性フィラーには、電気絶縁タイプではセラミックスの一種である酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化アルミニウム等の高熱伝導率の無機粉、導電タイプではアルミニウム、銅、黒鉛などの金属粉がある。

さらに、電子機器の振動の抑制とシール性のためにゴム部材が使用される。このゴム部材も熱伝導性を具備することが望ましい。そこで、ゴムに熱伝導性を付与する方法について調査した。

2　調査結果および考察

2．1　一般の熱伝導性フィラーによる方法

ゴムは絶縁材料としては優れているが、熱伝導率は0.1～0.3W/m・K であり、樹脂と同様で非常に低い。表1に、主な熱伝導性フィラーの熱伝導率を示した。コストを重視すると、酸化マグネシウムや酸化アルミニウムをゴムに配合することができる。アクリルゴム/TPE のブレンド系では、ベースゴム 100 重量部に対し、酸化アルミニウム 700～1300 重量部を配合することによって、1.3～1.7W/m・K の熱伝導率を達成している [1]。また、シリコンゴム 100 重量部に対し、金属珪素粉末 100～200 重量部を配合することによって、1.0W/m・K の熱伝導率を達成している [2]。いずれも、ベースゴムの2倍以上の熱伝導性フィラーを配合することによって、実用性能から好ましい熱伝導率 1.0W/m・K を実現している。

表1　熱伝導性フィラーの比較

	熱伝導率(W/mK)
溶融シリカ	1～2
酸化アルミニウム	20～35
六方晶窒化ホウ素	30～60
酸化マグネシウム	45～60
窒化アルミニウム	150～250
CNT	～3000
BNNT	～3000

2．2　ナノオーダーフィラーによる方法

カーボンナノチューブ(CNT)や窒化ホウ素ナノチューブ(BNNT)は熱伝導率が極めて高く 3000W/m・K である。このナノオーダーのフィラーを用いることでゴムへの添加量を減らすことが考えられる。

ナノオーダーフィラーはマトリックス中で凝集するため、ゴム用ニーダー等を用いて均一に分散させることは困難であるが、耐火用素材として有用なポリメタフェニレンイソフタルアミド (PMPIA) と BNNT を複合化、ナノレベルで均一分散させた報告がある [3]。また、ベースポリマー100 重量部に対し、BNNT を 10 重量部配合することによって、1.0～1.5W/m・K と顕著な効果を発現し、さらに電気絶縁性で光学的に透明なフィルムが得られる。

BNNT とゴムマトリックス系においても、ナノチューブが凝集することなく、均一に分散させることができれば、100μm 程度の粒径を有する酸化マグネシウムのような通常のフィラーでは見られない機能が期待できる。具体的には、透明で絶縁性を有し高熱伝導性のゴムはパネルへの搭載、透明でなくとも、10 重量部未満の少量で 1.0W/m・K 以上の熱伝導率を発現すれば、電子機器の振動防止用部材に利用できる。

3　結　論

ゴムに熱伝導性を付与する方法について調査した。一般の熱伝導性フィラーであれば多量に添加することで熱伝導率 1.0W/m・K が達成できる。また、 BNNT 等のナノフィラーであれば、ゴムに微細分散させる手法を確立することで、少量の添加で高熱伝導性かつ透明性を有するゴム複合材料が期待できる。

参 考 文 献

1) 特開 2010-229265
2) 特開 2007-138100
3) 桑原広明, 粉砕誌, 53, 25-30(2010)

（文責　鷲家洋彦）
（校閲　礒野禎三）

〔戦略的基盤技術高度化支援事業（近畿経済産業局)〕

18　ナノトルク自動制御を活用した「微細切削加工技術ノウハウ構築支援システム」開発

安東隆志，阿部　剛，平山明宏

1　目　　的

医療用精密部品はガラスやセラミックスなどの非金属製材料を使用するため、直径 0.1[㎜]以下の微小径切削ツールによる切削加工の必要性が高まっている。しかし、微小径切削ツールは回転軸トルクとスラストを適切に管理しなければ折損し、微細切削を実現できない。そこで、本研究では磁気浮上ステージを活用して、直径 0.05[㎜]の微小径ドリル加工における回転軸トルクとスラストを計測制御する手法を提案する。平成 20～22 年度戦略的基盤技術高度化支援事業において、当センターと(有)大阪製作所と共同で取り組んだ研究開発について報告する。



図１　微細切削加工技術ノウハウ構築支援システム

2　事業概要

2．1　マイクロドリルに作用するスラストとトルク

磁気浮上は非接触で物体を支持するので摩擦がなく、精密な位置制御が可能である。また、浮上体にわずかなスラストが作用しても、浮上体の位置変化からスラストとトルクを計測することが可能である。

そこで、図１に示すように直径 0.1[㎜]以下のマイクロドリル加工におけるスラストとトルクを計測する微細切削加工技術ノウハウ構築支援システムの開発に取り組んだ。本手法では、電磁力の非線形性を適応制御により補償線形化し、逐次最小二乗法により磁気浮上系の粘弾性定数をオンライン同定することにより磁気浮上ステージによる微小なトルクとスラストの計測を試みる。

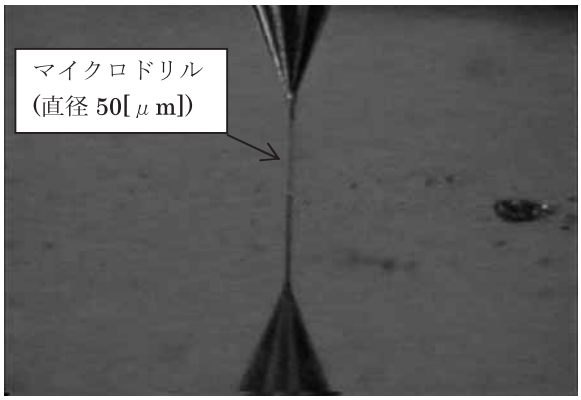


図２　マイクロドリル加工(直径 0.05[㎜])

2．2　ドリルに作用するスラストとトルク

図２にマイクロドリル加工の写真を掲載する。ドリルには図３に示すように水平２方向(X 軸と Y 軸)と垂直方向(Z)の合わせて３方向のスラスト(Fx、Fy、Fz)と、X 軸まわりのトルク、Y 軸まわりのトルク、Z 軸まわりのトルクの合わせて３トルク(Tx、Ty、Tz)が作用する。これらの中で、垂直軸まわりのトルク(Tz)と垂直方向のスラスト(Fz)がマイクロドリルの折損に強く影響するものと考え、磁気浮上ステージの活用による回転軸まわりのトルク(Tz)と回転軸方向のスラスト(Fz)の計測について検討した。

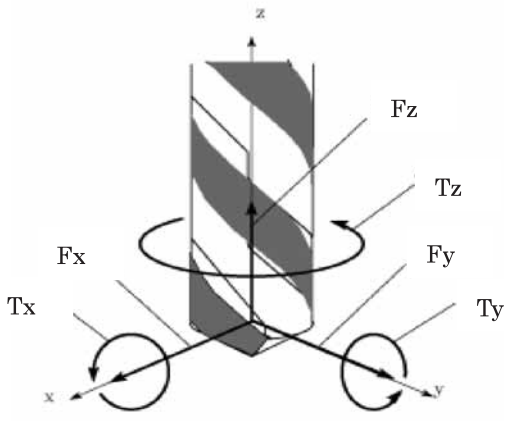


図３　ドリルに作用するスラストとトルク

2．3　磁気浮上システムの動的パラメータ推定

まず、スラストとトルクの計測精度を向上させるため

表 1　動的パメータ(m=0.15[kg])

定数\i	1	2	3
k_i/m	2.7×10^3	2.5×10^3	5.7×10^3
c_i/m	5.0×10^1	4.3×10^1	8.1×10^1

に磁気浮上システムの動的パラメータの推定について取り組んだ。動的パラメータとは、浮上ステージを非接触弾性支持するための弾性定数(k_i)、浮上ステージの制御を安定させるための減衰定数(c_i)、浮上ステージの質量(m)と慣性モーメントである。動的パラメータに含まれる弾性定数と減衰定数は、スラストとトルクを正確に推定するためには非常に重要である。当該研究開発では、逐次最小二乗法により磁気浮上システムの動的パラメータ推定について検討した。

まず、磁気浮上システムの動的パラメータを含む運動方程式を構成し、磁気浮上システムの運動方程式と磁気浮上システムの位置信号が同じになるように逐次最小二乗法を適用した。その結果、磁気浮上システムの運動方程式と磁気浮上システムの位置信号が一致した。このときに得られた動的パラメータ(k_i、c_i)をステージの質量(m)で除して正規化したものを表１に示す。

２．４　マイクロドリル加工計測実験結果の統計的処理

切削加工現象で生じるスラスト、トルクは激しく変動し、確定的な数値として決定することはできない。しかし、まったく出たら目に変動するわけではなく、ある値の近傍に変動することが観察される。当該研究開発では、磁気浮上ステージによって直径 0.1[mm]以下のマイクロドリル加工計測でようやくこれらの値が計測できるようになってきた。図４に示すように、マイクロドリル加工で計測される切削中のスラストとトルクを採取し、これらを確率変数とし、発生頻度を確率として表現する統計的手法により、マイロドリル加工によって発生するスラストとトルクが材質や加工条件によってどのように挙動するかを知ることができる。また、図５に示すように、トルク(Tz)とスラスト(Fz)を一対として分布を見ると、鋼、アルミ、石英ガラスでは違いが現れることが分かった。

３　結　　論

当該事業で製作した微細切削加工技術ノウハウ構築支援システムにより、直径0.1[mm]以下の微細ドリルに発生するスラストとトルクの計測を行い、統計処理を行った結果、鋼、アルミ、石英ガラスのマイクロドリル加工ではトルクとスラストの分布に違いが現れることが分かった。以上、当該事業において微細切削加工技術ノウハウ構築支援システムの有効性を確認した。

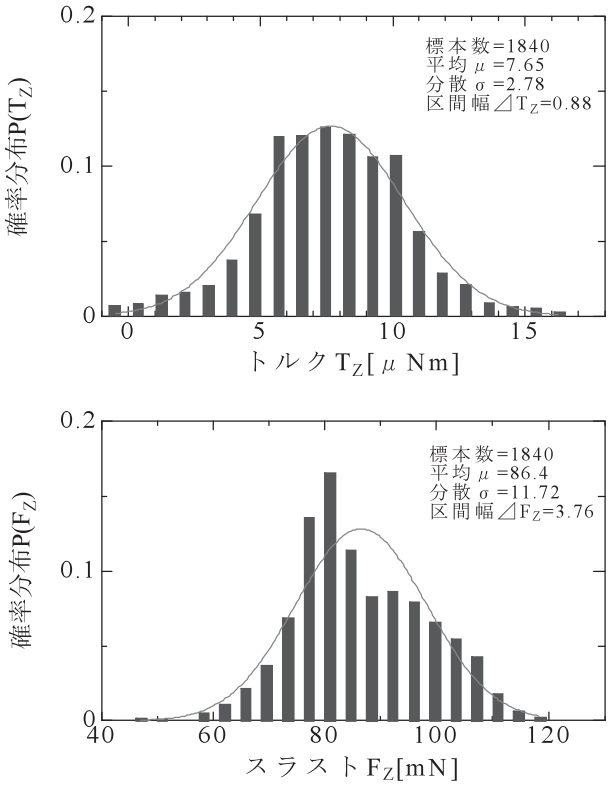


図４　Tz と Fz の統計的処理

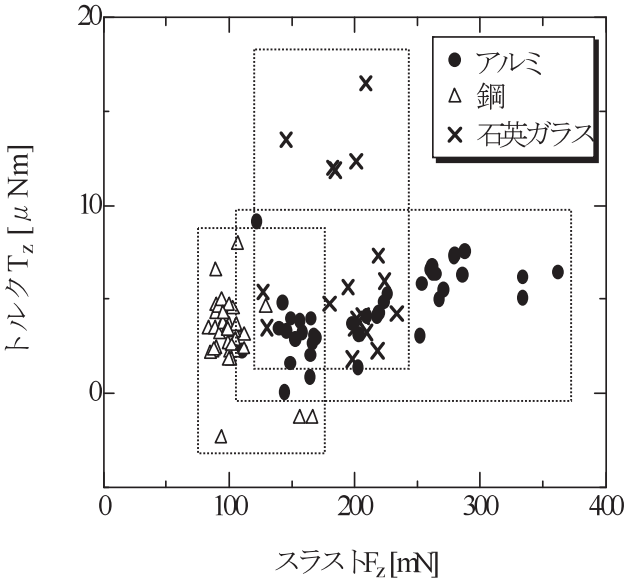


図５　トルクと力の計測分布
（ドリル径 0.05[mm]、回転数 10,000r.p.m.）

（文責　安東隆志）
（校閲　福地雄介）

〔科学研究費・基盤C　JST シーズ発掘試験〕

19　紫外レーザー照射と大気圧プラズマ処理を併用したギガヘルツ帯プリント回路基板の開発
－高周波回路基板用 PTFE シートの表面改質－

柴原正文

1　目　　的

近年、先端技術分野においてギガヘルツ帯の高周波領域を利用する携帯電話、衛星放送、ITS (Intelligent Transport Systems) 関連機器の送受信機に組み込まれるプリント回路等の高周波デバイスが注目されている。高周波デバイスは、高速大容量通信に向けて更なる動作周波数の高速化が重要な課題となっており、回路配線の微細化、集積化に伴って配線容量が増大するために、信号伝播速度が遅延する問題が生じている。これらに対処するには、配線材料に銅材を用いて低抵抗化するとともに、基板材料には誘電率の低い PTFE シートを適用することが提案されている。PTFE シートは、耐薬品性・耐熱性にも優れ、柔軟性もあり大きく変形させることが可能なため、耐環境性の高いフレキシブル回路基板にも適している。

回路形成には基板表面に数 μm 厚以下の銅薄膜を形成することが必要である。銅薄膜の形成にはスパッタ蒸着の適用が考えられるが、低コスト化を図るために無電解銅めっき処理の適用が望ましい。基板と銅薄膜との密着性を向上させるためには、環境負荷の高い溶融金属による化学エッチングでふっ素樹脂表面に凹凸を形成し、その表面に無電解銅めっき薄膜を積層して投錨効果を得る方法が一般的である。しかし、高周波電流は表皮効果により銅薄膜表面に集中するため、銅被膜表面に凹凸があると、応答特性が低下して信号伝播速度が大幅に遅延してしまう。そのため、銅薄膜表面の平滑性はもちろんのこと、その下層表面である銅薄膜と基板との界面、すなわち、基板表面の平滑性を保つことが求められる。

本研究では、ギガヘルツ帯プリント回路基板の開発を目的として、環境負荷の高い廃液が発生することのない大気圧プラズマ処理を援用して、PTFE シートに表面改質を施すことにより、PTFE 表面の平滑性を保ったまま、その後の無電解銅メッキ処理を可能とする新たな方法について検討した。また、紫外レーザーを照射することで、回路パターン状に無電解銅メッキ薄膜が成膜するフルアディティブ法による銅薄膜成膜についても、その可能性を検討した。

2　実験方法

本研究では、PTFE 表面の平滑性を保ったまま無電解銅メッキ処理が可能となる前処理として、有機高分子の一種であるシランカップリング材の自己集積化分子膜 (self-assembled monolayer；以下、SAM)の末端官能基が化学吸着によって金属錯体を生成する方法に着目した。図 1 に示すように、大気圧プラズマ処理により親水化した PTFE シート表面に、シランカップリング材(3-aminopropyl)trimethoxysilane (APS)、または 3-(2-aminoethyl)-aminopropyltrimethoxysilane (AEAPS)を用いて SAM を気相蒸着させ、SAM 形成表面に銅メッキ被膜を形成させるプロセスを考案した。本プロセスは、大きく３つの工程（①大気圧プラズマ処理による親水化、②気相法による SAM 形成、③銅被膜形成）で構成される。試料は、市販の PTFE シート（日東電工製 No.900UL、厚み 0.2mm）から 50×80mm の寸法に切り出して用いた。

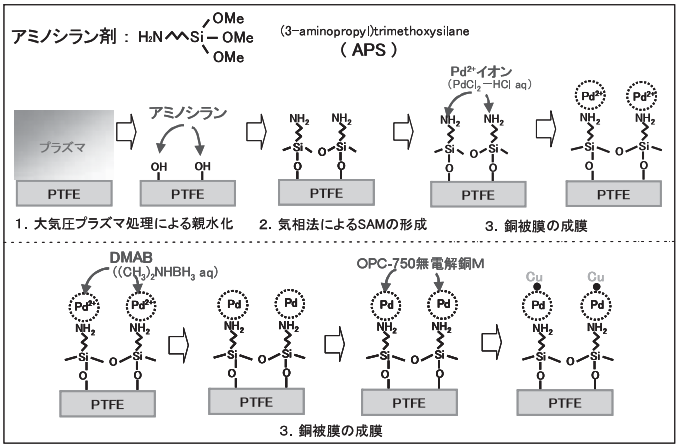


図 1　PTFE 表面への銅メッキ被膜形成プロセスの模式図

なお、各処理工程ごとの試料表面の性状は、蒸留水の接触角を測定する濡れ性試験、XPS 分析、AFM 観察等により評価した。

2.1　大気圧プラズマ処理による親水化

試料を水洗、アセトンによる超音波洗浄した後、大気圧プラズマ照射を施して親水化処理した。本処理には、図 2 に示す完全大気開放型のプラズマ発生装置を使用した。プラズマ発生装置は、誘電バリア放電方式の円筒型電極が取り付けられ、励起ガスのヘリウムガスを電極近傍に供給し、RF 電力(13.56MHz)を電極・試料台間に印加することで、図 3 に示すような長尺状の大気圧プラズマが発生する。大気圧プラズマの照射領域に対して、試料を直交方向に往復走査させて処理した。

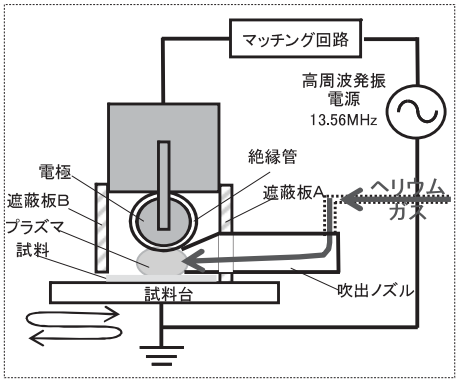


図2　大気圧プラズマ処理装置の概念図

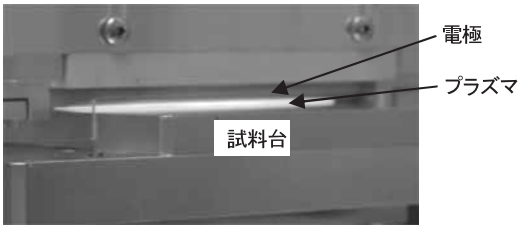


図3　長尺状大気圧プラズマの発生状況

2.2　気相法による SAM の形成

図4に示すように、シランカップリング材を入れたガラス瓶を試料とともに PFA 製容器に挿入し、さらにステンレス製容器に封入して蓋を閉めた上で、加熱オーブンに入れて2時間保持した。SAM は、気化したシランカップリング材のメトキシ基が加水分解されてできた水酸基と、大気圧プラズマ処理により親水化された試料表面の水酸基が脱水縮合反応を起こすことで試料表面に形成する。

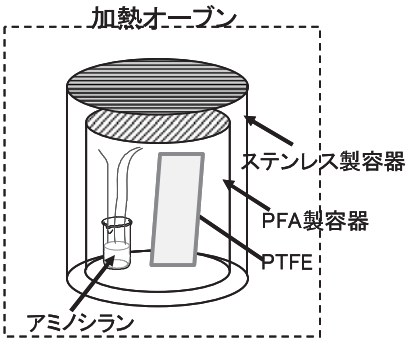


図4　気相法による SAM の形成

2.3　銅被膜の形成

SAM の形成処理した試料を無電解めっき前処理溶液（アクチベーター：$PdCl_2$ 水溶液）に浸漬させて、Pd イオンを SAM の末端官能基であるアミノ基に化学吸着させた。そして、試料を還元剤の Dimethylamine Borane（DMAB）溶液に浸漬させて、 SAM のアミノ基に吸着する Pd イオンを還元させた。次に、市販の無電解銅メッキ溶液（奥野製薬工業製 OPC-750C）に試料を浸漬させて、試料表面に銅メッキ被膜を形成させた。

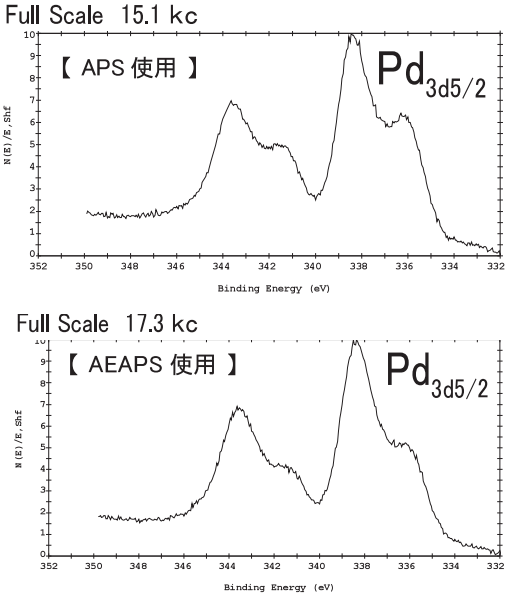


図5　アクチベータ溶液に浸漬後の試料表面（XPS 分析結果）

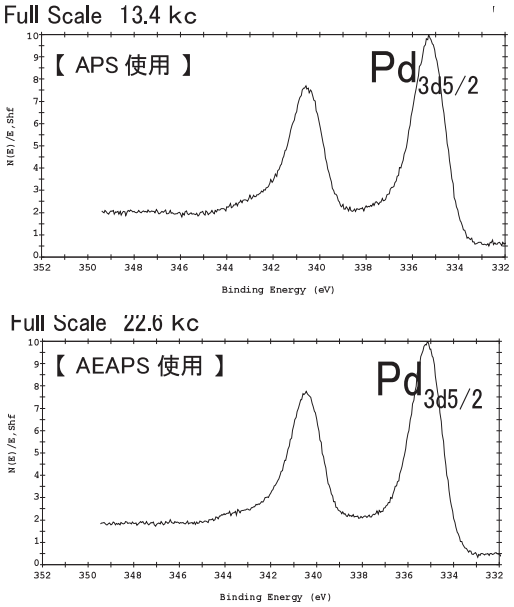


図6　DMAB 溶液に浸漬後の試料表面（XPS 分析結果）

3　結果と考察

3.1　大気圧プラズマ処理・SAM 形成後の試料表面

大気圧プラズマ処理後の試料表面は、XPS 分析結果から水酸基等の親水性官能基が生成したことが分かった。また、SAM 形成後の試料表面は、XPS 分析結果から APS ならびに AEAPS を使用した場合とも、アミノ基の存在を示す N_{1S} ピークが明瞭に出現していた。

3.2　無電解銅めっき処理後の試料表面

アクチベータ溶液に浸漬後の試料表面を XPS 分析した結果を図5に示す。Pd_{3d} のメインピークの結合エネルギーが 338eV 付近となり 336eV 付近にもセカンドピークがあることから、Pd イオンはアミノ基に化学吸着して錯体化したことが推察された。DMAB 溶液に浸漬後

の試料表面を XPS 分析した結果を図 6 に示す。Pd_{3d} のメインピークの結合エネルギーが 335eV 付近に下がって Pd イオンが還元化処理されたことが推察された。また、高エネルギー側にもピークが重畳しているように見え、錯体化状態も存在しているものと考えられた。図 5、図 6 では、APS 使用と AEAPS 使用との相違は明確に認められなかった。なお、従来、無電解めっき前処理としてアクチベータ処理の事前に行っていたセンシタイジング（Pd イオン活性化を目的とする $SnCl_2$ 溶液への浸漬）処理が不要となった。

図 7 に、市販の無電解銅メッキ溶液に浸漬処理して、銅メッキ被膜を形成させた写真を示す。APS 使用、AEAPS 使用ともに均一な銅メッキ被膜表面が現れている。APS 使用での銅メッキ被膜表面を XPS 分析した結果、Cu_{2p} のメインピークは金属銅 0 価を示す位置にあった。銅メッキ被膜の膜厚は、蛍光 X 線測定から 0.14μm 程度であると分かった。

形成させた銅メッキ被膜を SEM 観察した結果を図 8 に、また、AFM 観察した結果を図 9 に示す。これらの図から、APS 使用、AEAPS 使用では、銅メッキ被膜の表面性状が大きく異なることが分かる。APS 使用の場合、銅粒子はある程度の大きさまで凝縮析出しながらメッキ被膜が成膜していると見られる。また、AEAPS 使用の場合、銅粒子は凝縮することなく析出して平面的にメッキ被膜が成膜していると見られる。これらの相違は、AEAPS の SAM には末端官能基である 1 級アミノ基の他に塩基性のより高い 2 級アミノ基が SAM 鎖中にあるために、Pd イオンとの錯体化が AEAPS の 1 級アミノ基と 2 級アミノ基との間にも生じ、それが還元化されて銅粒子の析出する際に何らか影響を及ぼすと考えられる。

銅メッキ被膜の簡易的な密着試験として、粘着テープによる剥離テストを行ったところ、図 10 に示すように、銅被膜の剥離は全く観察されなかった。更に、試料表面に電気銅メッキ処理して、銅メッキ被膜の膜厚を 10μm 程度にして、粘着テープによる剥離テストを行ったところ、銅被膜の剥離は同様に全く観察されなかった。

また、SAM を形成させた後、パターニングしたマスク材を介して真空紫外線露光すれば、回路の不要部分に相当する SAM 終端のアミノ基を除去することができ、その後のメッキ処理でフルアディティブ法による回路パターンの銅被膜積層が可能になると考えられた。そこで、その可能性を確認するために、簡易的な試験を行った。ステンレス製のマスク材を介して、真空紫外レーザー光（ArF：波長 192nm）を数回照射し、前項内容の無電解銅メッキ処理を施したところ、図 11 に示すようなパターン状の無電解銅メッキ薄膜が形成する結果を得た。

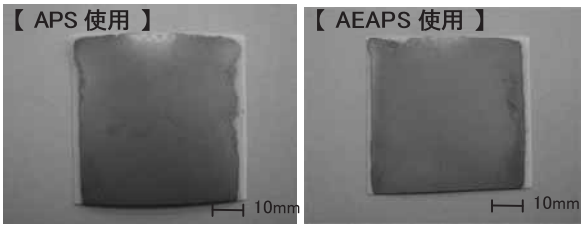


図 7　無電解銅メッキ処理後の試料表面（マクロ写真）

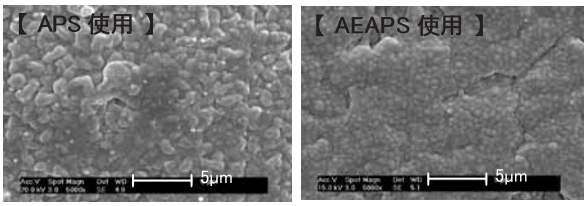


図 8　無電解銅メッキ処理後の試料表面（SEM 観察像）

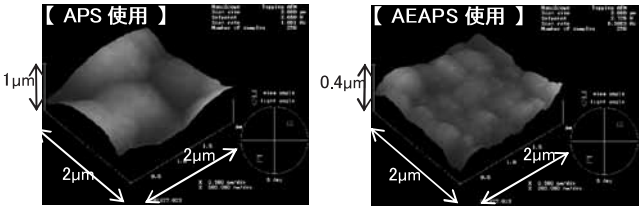
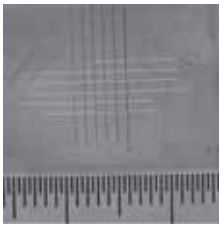
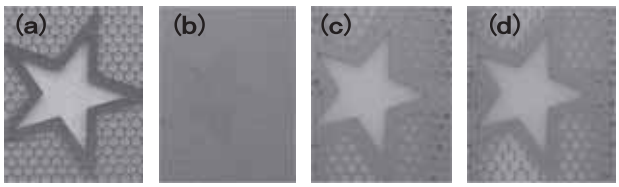


図 9　無電解銅メッキ処理後の試料表面（AFM 観察像）


図 10　銅メッキ被膜の密着試験結果



（a）マスク材表面，（b）レーザー光 1 回照射，
（c）レーザー光 5 回照射，（d）レーザー光 10 回照射

図 11　パターン状無電解銅メッキ薄膜の形成

4　結　　論

本研究で得られた無電解銅メッキ被膜形成プロセスにより、環境負荷の高い廃液が発生することなく、PTFE 表面の平滑性に保った状態で、PTFE シート表面に密着性の良好な銅被膜を形成することができた。また、紫外レーザーを照射することで、回路パターン状に無電解銅メッキ被膜が成膜するフルアディティブ法による回路形成についても、その可能性を確認することができた。

以上のことから、本研究の高周波回路用 PTFE 基板への無電解銅メッキ方法は、高周波回路の製造方法として有用であることが明らかとなった。

（文責　柴原正文）
（校閲　福地雄介）

〔JST 地域ニーズ即応型〕

20　超低被ばくデジタルＸ線撮像装置の製品化研究

平山明宏，福地雄介，熱田稔雄

１　目　　的

兵庫県立工業技術センター(以下、工技センター)が保有している超低被ばくデジタルＸ線撮像装置(ＬＤＸ：Low Dows X-ray)は、X線検出部にロシアBudker物理学研究所が開発したマルチイオンチェンバー方式のＸ線検出器(以下、ＭＩＣ)を用いており、超低被ばく(4μＳｖ／回)で立位の人体の透過画像を得ることができるが、我が国においては実用化されていない。

X線撮像装置に係る要望としては、工業用用途以外にも、交通事故・災害時の救命医療などの急を要する疾患のX線全身撮像診断、いわゆる救急医療診断用X線撮像装置の開発が挙げられる。特に、災害現地での使用も考慮して、小型・軽量化、運転の簡便化、撮像時間の短縮化、被ばく量の低減、更に負傷部の詳細な情報を得ることが要求される。また、これらの要求は、工業用としての使用においても合致する。

そこで本研究では、ＬＤＸを医療用、工業用X線撮像装置として製品化を図るべく、このＬＤＸの優れた性能に、CT化(二次元断層画像化、三次元立体画像化)とＸ線検出器の高性能化(高感度化、高精細化)といった新たな技術改良を加えることにより、超低被ばくX線CT撮像装置の基本設計の確立を目指していく。しかしＭＩＣを含め、ガス検出器をX線CTに利用した例はまだ無いので、CT用としての最適化設計が必要となる。本報告では、ＬＤＸ方式によるＸ線撮像装置のＣＴ化、Ｘ線検出器の高性能化に係る技術開発を中心に報告する。

２　保有するＬＤＸについて

工技センターが保有するＬＤＸは、図１に示すようにＸ線発生装置、駆動装置、検出器、制御及び画像処理PCから構成されている。Ｘ線発生装置から発生したＸ線はスリットで一次元のファンビームに成形され、人体に照射される。人体を透過したＸ線は検出器にて電気信号に変換されてPCで画像化される。Ｘ線源、スリット、検出器が同期して上下駆動して人体をスキャン撮影することで２次元画像を得る。なお、Ｘ線検出器は図２に示すように、密封容器にXeガスを封入し、容器の上下に電極を設けたものである。容器内に入射されたＸ線は容器内のXeガスに衝突し電子とイオンに分離する。容器内の電極に電圧を印加すると、分離した電子とイオンは電極に引き寄せられて電極間に電流が流れる。この電極毎の電流値を計算機で読み取りＸ線量を算定する。

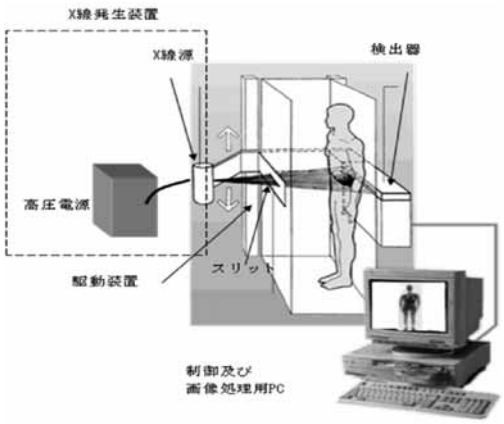


図１　保有する超低被ばくデジタルＸ線撮像装置(ＬＤＸ)の構成図

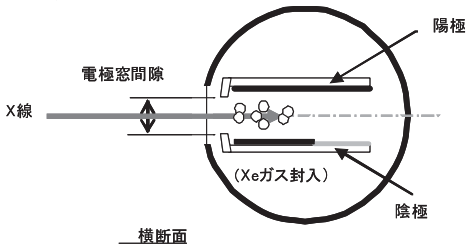


図２　Ｘ線検出器の構成図

３　ＬＤＸのＣＴ化

ＭＩＣをＸ線検出器として有するＬＤＸの場合、被写体を回転させながら撮像する手法により、低被ばくのＸ線ＣＴ撮像の実現が期待できる。そこで、本研究では、被写体を回転させる回転台テーブルの開発を行いＭＩＣと組み合わせることで、低被ばくの断層撮影を可能とするシステムを実現した。図3に開発したＬＤＸ用の回転台テーブルを示す。さらに、ＬＤＸシステムと回転台テーブルを用いて撮像した被写体の透過像からＣＴ画像を得るには、ＣＴ像へ再構成する専用のソフトウェアが必要となるため別途開発した。本システムを用いて実際に上半身ファントムを撮像した二次元断層画像ならびに三次元画像を図4に示す。

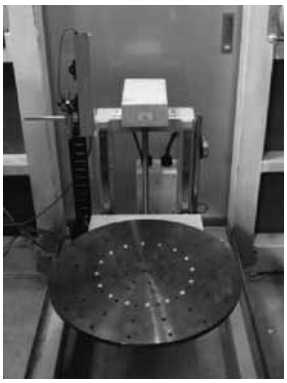


図３　ＬＤＸ用の回転台テーブル

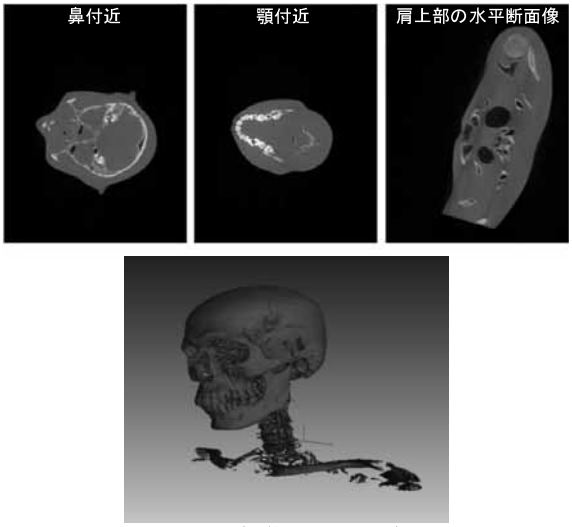


図４　ＬＤＸ-ＣＴで撮像した上半身ファントムの
2 次元断層画像と三次元画像

４　Ｘ線検出器の高性能化

検出器のさらなる高感度化を目指すため、現行のＭＩＣに代わって、ガス増幅作用を持つガス放射線検出器の使用を検討した。ガス放射線検出器は、ＭＩＣと同様に入射粒子線が検出器内のガスを電離する作用を使うが、陽極付近に非常に高い電場をかけており、電離電子が陽極付近に達すると、ドリフト電子自体が強電場で加速され、周囲のガスを電離する。この作用により、電極からは元の電離電子と比べて大きな電荷を検出することが可能となり、条件によっては元の電子の数百倍から数十万倍の電荷の検出が可能である。この検出器の種類はいくつかあるが、本研究では、本事業の参画メンバーである神戸大学の越智氏が 2000 年に谷森達氏(当時はいずれも東京工業大に所属)と発明された微細加工技術を用いたマイクロピクセルチェンバー(μ-PIC)[1]の使用を検討し、開発を行うこととした。

このμ-PIC の構造を、図 5 に示す。厚さ 100μ程度の両面基板を用い、表面(緑色の部分)に陰極が配置される。この陰極の穴に囲まれる形で陽極が配置され、裏面に繋がっている。さらに、μ-PIC 基板の上方にはドリフト電極面が配置してあり、これと基板の間は Ar 等希ガスをベースにしたガスで満たされている。

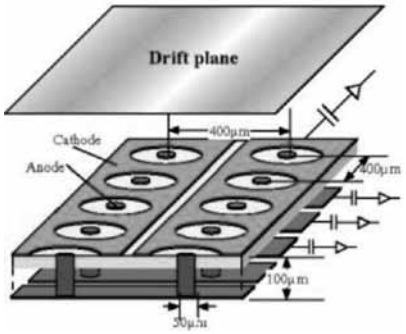


図 5　μ-PIC の構造

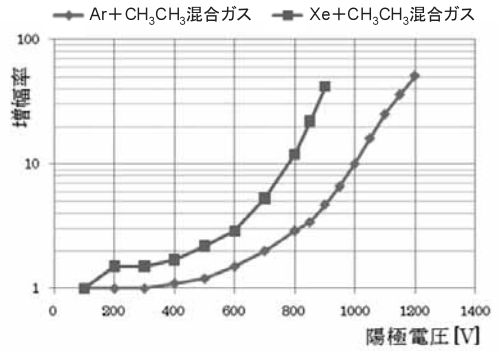


図 6　μPIC の陽極印加電圧に対するガス増幅率

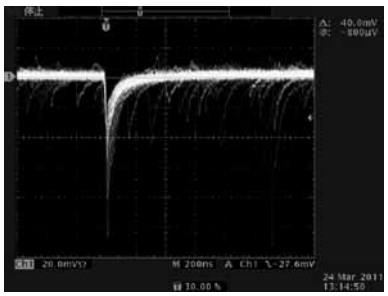


図 7　Ｘ線入射に対応するパルス信号

ＬＤＸの検出器としてμ-PIC を用いる上では、高圧の Xe ガス中で十分なガス増幅作用が行われ、入射Ｘ線に対応するパルス信号を読み出せるかどうかを検証する必要がある。図 6 にＸ線照射時にドリフト電極へ流れた電流及び陽極へ流れた電流を観測することにより、ガス増幅率を推定した結果を示す。なお、ガスの種類としては、Xe ガスとこれまでに実績のある Ar ガスを用いた。ガス増幅の行われていない、陽極電圧の十分に低い状況(Va=100V)の状態を増幅率 1 としている。Ar ガスでは、陽極電圧 900V、Xe ガスでは 1200V までが、安定に動作できる限界であり、これ以上の電圧では、陽極と陰極の間で放電が生じ、動作不安定になった。この結果、これらの最高増幅率は、40～50 程度であった。

図 7 は、入射Ｘ線に対応するパルス信号を電荷有感型アンプを介してオシロスコープにて観測した結果である。この図は Xe ガス使用時、陽極電圧を 1200V とした時のものである。これに見られるように、５気圧の Xe ガスを用い、イオンチェンバーではなく、ガス増幅を用いることで、個々のＸ線粒子を信号パルスとして観測することに成功した。

５　結　　論

工技センターで保有するＭＩＣによる LDX をベースとして、Ｘ線ＣＴ撮像を可能にする技術開発に成功した。さらに、これまでのＭＩＣに代わる検出器として、微細電極構造を持ったガス増幅型検出器、μ-PIC を用いたものを提案し、試作と試験を行った。この結果、Ｘ線吸収特性に優れた高圧のキセノン環境下での動作に成功し、Ｘ線検出器の高性能化の可能性が示された。

参考文献

１）小石悟史,越智敦彦,永吉勉,谷森達,永江知文,中村美玲,日本物理学会講演概要集,55,13,(2000).

〔重点領域研究〕

21　ラインレーザ変位計を用いた逐次多点形状測定法に関する研究

阿部　剛

1　目　　的

近年、機械部品や金型などを納入する際に、図面指示精度を保証するために測定結果の添付を指示するケースが増加している。その要因として、部品の発注の国際化や設計規格の国際基準導入が挙げられる。これらに対応するためには、費用や時間がかかりコスト高を招くため、簡易な計測システムとして、機上計測が注目されている。

既存の機上計測は、工作機械の主軸にセンサを取り付け、加工物の測定を行う。測定結果は、センサの出力値と工作機械の座標値によって算出される。しかし、工作機械の座標値には、真直度誤差などが含まれるため、算出された測定結果に誤差が含まれることは避けられない。工作機械の真直度誤差を取り除く方法として、逐次２点真直度測定法[1)]がある。本研究では、この手法を多点へ拡張した、逐次多点形状測定法(Sequential Multi-Point Method　以降 SMPM と記す)を提案し、ラインレーザ変位計を用いて、実験検証を行った。本報ではその結果について報告する。

2　測定原理と実験

2.1　逐次多点形状測定法(SMPM)の原理

図１に原理を示す。センサの個数をｍ個とすると、K 番目の位置において、ｍ個の距離データ y^K_j ($j=1\sim m$)を得る。同時に図中灰色の三角で示される隣り合う 2 つのセンサの差で算出される ｍ－1 個の相対変位 ΔY^K_j ($j=1\sim m-1$)を得る。所定のセンサ間隔で測定を行うと、同じ箇所の相対変位を最大でｍ－1 個得ることができる。これら相対変位を加算平均した結果 ΔY_K は次に示す式で計算される。

$$\Delta Y_K = \frac{1}{m-1}\sum_{i=1}^{m-1}\Delta Y_{m-i}^{K+i-(m-1)} \quad \cdots (1)$$

以上より算出した ΔY_K 群を連結することにより、測定対象形状を求める。

2.2　実験装置及び実験方法

機上加工及び計測には、高速切削加工機(ASV400，東芝機械)を、比較測定のために三次元測定機(PRISMO5，カールツアイス)を使用した。センサのデータ間隔 33 μｍ 毎に測定が行えるように、テーブル送り速度とラインレーザセンサのトリガ時間を制御した。計算処理は、最大で 800 測定点の中から任意の点数 ｍ 個を、データ群中央からｍ／２個ずつ抽出し算出した。

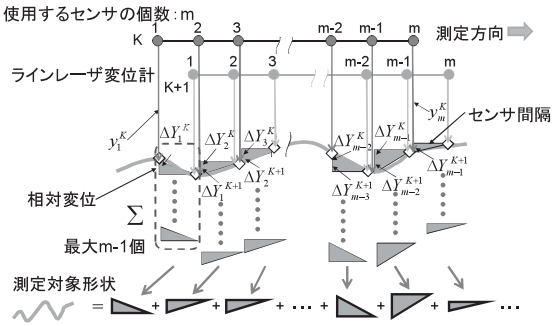


図１　逐次多点形状測定法の原理

2.3　精度検証実験

図２に示すΦ20mm の精密シリンダゲージを用いて、精度検証を行った。

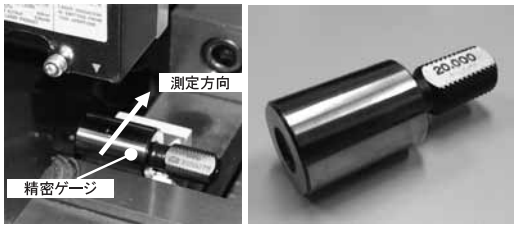


図２　精密シリンダゲージと検証実験

シリンダゲージを図２中に示すラインレーザセンサのラインに沿った方向に、測定を行った。測定条件は、①テーブル送り：66 mm/分、②トリガ時間：30 m 秒、③SMPM で使用したデータ個数：500 点、④測定時間：24.5 秒で行った。測定誤差の結果を図３に示す。

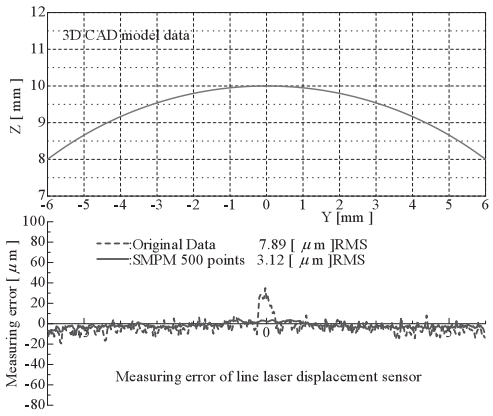


図３　測定精度検証結果

図３上のグラフは、測定対象形状を表し、下のグラフは測定誤差を表す。グラフ中の点線はラインレーザセンサの生データ、実線は SMPM の計算処理を行った結果である。誤差の RMS 値は 7.89 μm から 3.12 μm に半減しており、本手法の有効性が確認できた。

２.４　ケーススタディ

機械加工を行ったアルミニウム合金に対して計測実験を行った。図４に測定形状及び測定方向を示す。測定条件は２.３節と同じである。図５に、測定誤差の比較結果を、部位ごとの測定誤差比較を表１に示す。上のグラフは、三次元測定機で計測した対象モデルの形状データを表し、下のグラフは測定誤差を表す。誤差の RMS 値が平坦部と円筒部で低減していたが、傾斜部では増加が見られた。傾斜部において、レーザの反射光が検出されないことがあり、測定結果に悪影響を与えていると思われる。

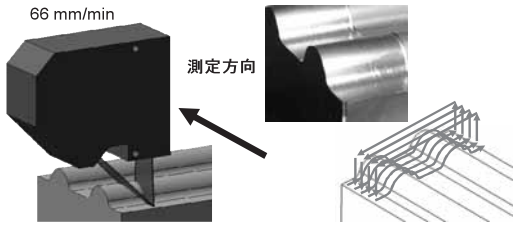


図４　測定対象モデルと測定方向

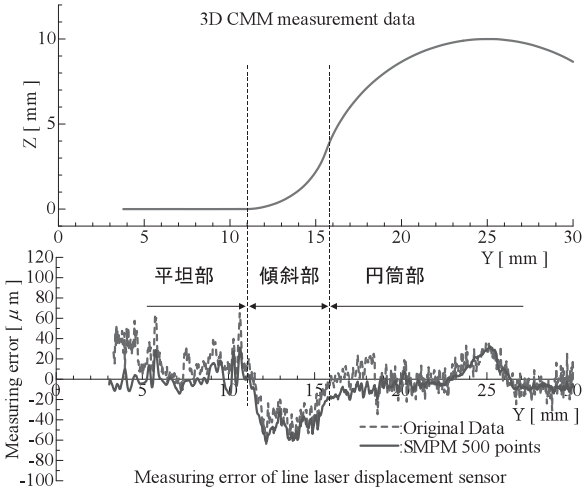


図５　測定誤差比較結果

表１　部位ごとの測定誤差比較

Measurement error deviation RMS[μm]

	全体	平坦部	傾斜部	円筒部
測定データ	22.06	25.01	34.85	13.25
SMPM500点	20.79	9.75	43.00	12.06

３　結果と考察

表面性状が測定結果に与える影響に関して検証するために、シリンダゲージと加工面の平坦部を三次元表面構造解析顕微鏡装置(NewView6300, Zygo 社)で比較測定を行った。図６に測定結果を示す。

どちらも、平均粗さ Ra、最大高さ PV ともに差異は見られなかった。そこで、ラインレーザの測定範囲に当たる図６中の点線四角で囲んだ領域で比較を行った。図７に拡大した表面性状を示す。

表面性状のパラメータでは差異が見られなかったが、ラインレーザ幅の範囲では、シリンダゲージの方が均質で、加工面の方は不均質であった。センサはこの範囲で、測定値の検出を行うため、測定誤差の増大が引き起こされたと考えられる。

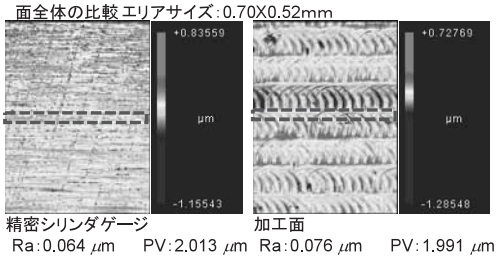


図６　表面性状の比較測定結果

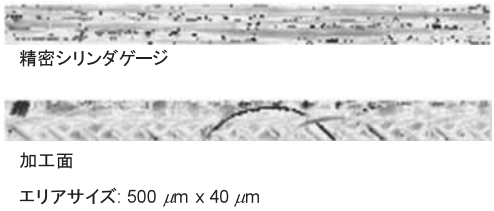


図７　ラインレーザ幅での表面性状比較

４　結　　論

逐次 2 点真直度測定法を拡張した、逐次多点形状測定法（SMPM)を考案した。ラインレーザ変位計を用いたオンマシン計測装置で本手法の有効性の検証を行った。以下のことが明らかになった。

1)測定精度検証実験の結果より、本手法の有効性が確認できた。

2)レーザ幅が有限であることに起因する誤差要因が確認できた。

参 考 文 献

1) 田中 宏明、佐藤 壽芳、関口 久夫、大堀 真敬：逐次 2 点真直度測定法の実用化に関する基礎研究、日本機械学會論文集. C 編 47(423), 1484-1492, (1981)

（文責　阿部　剛）
（校閲　福地雄介）

〔経常研究〕

22　スマート材料のマイクロ切削加工技術に関する研究

平山明宏，浜口和也，福地雄介

1　目　　的

最近、エッチングやリソグラフィなどの半導体微細加工技術の発展により、マイクロマシンの開発が盛んに行われているが、以下の欠点がある。①製造プロセスが複雑、②製造設備が高価、③使用材料が制約される、④３次元形状の製作が困難。このため当センターの取り組みとして、３次元形状の加工が高自由度に行えるマイクロ切削加工による微細加工技術の開発を進めてきた[1)]。

本研究では、マイクロデバイスの駆動源として期待されている形状記憶合金や圧電素子などのスマート材料にマイクロ切削加工技術を適用し、切削条件における材料特性への影響について調べ、基礎情報を得るとともに、マイクロポンプなどのマイクロデバイスの実現に応用を図っていく。今回は、TiNi 形状記憶合金の形状記憶特性に及ぼすマイクロ切削加工の影響について調査した結果について報告する。

2　実験方法

供試材には、Ti-48at.%Ni 合金線材(縦３㎜×横 20 ㎜×厚３㎜、以下 TiNi 合金と呼ぶ)を石英管内に真空封入し、500℃-30 分保持後、急冷した溶体化処理材を用いた。実験に使用した加工装置は、超高速回転３次元形状精密加工装置（㈱ソディックエンジニアリング製 MC250L）である。工具には、直径 0.4 ㎜の２枚刃超硬ボールエンドミルを使用した。表 1 に示す主な切削加工条件で加工した供試材の加工表面に直径 0.8 ㎜のクローム球の圧子を、25N~300N の荷重まで押込み、圧痕を形成した後加熱し、圧痕の深さ方向の形状回復量を評価した。

表１　マイクロ切削加工条件

主軸回転数(min^{-1})	*4万, 6万, 8万, 12万*
切削速度(m/min)	*35.5, 53.3, 71.1, 106.6*
ピックフィード(㎜)	*0.02*
切込み量(㎜)	*0.01*
切削油の供給	*オイルミスト*
切削方法	*ダウンカット*

3　結果と考察

図１に TiNi 合金の形状記憶特性に及ぼすマイクロ切削加工の影響について調査した結果を示す。形状回復前後の圧痕の深さを h_0、h として、形状回復率を$(h_0-h)/h_0$と定義する。すなわち、100%回復すれば回復率が 1 となる。未加工面の圧痕は、押込み荷重 100N まで完全に回復するが、マイクロ切削加工品においては、6 万回転/分までの低速回転域で 75N までとなっている。このため、未加工品と比べてマイクロ切削加工による形状記憶特性の劣化が見られるものの、押込み荷重によってはマイクロ切削加工品でも完全な形状記憶効果が生じることがわかった。また、8 万回転/分以上の高速回転域においては、押込み荷重 50N までしか圧痕は完全に回復せずに形状回復率が低下することがわかる。これまでの実験結果から、回転数が増加すると、マイクロ切削加工面近傍では B2 相への逆変態が顕著になることが明らかとなっており[2)]、これが形状回復率にも反映したと考えられる。

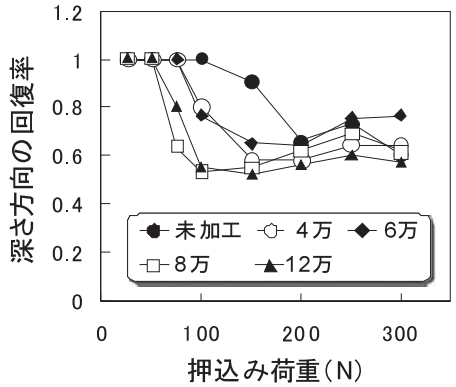


図１　マイクロ切削加工面の圧痕深さの形状回復率

4　結　　論

本研究では、TiNi 合金の形状記憶特性に及ぼすマイクロ切削加工の影響について調査した。その結果、マイクロ切削加工品においても、ある範囲で形状記憶効果が出現することが明らかとなり、マイクロ切削加工によるアクチュエータの実現が期待できることがわかった。今後、さらに調査を進め TiNi 合金のアクチュエータの開発へつなげていきたい。

参考文献

１）浜口和也ら，兵庫県立工業技術センター研究報告書第 15 号，pp. 28 (2006).
２）平山明宏，浜口和也，兵庫県立工業技術センター研究報告書第 19 号，pp. 44 (2010).

（文責　平山明宏）
（校閲　福地雄介）

〔経常研究：大出力ファイバーレーザによる厚板溶接技術の開発〕

23　20kW ファイバーレーザによる極厚板ステンレス鋼の突合せ溶接特性

山口　篤，後藤浩二

1　目　　的

建設機械、船舶、車両等の大型構造物は、極厚板材料の溶接組立が多用されている。極厚板の溶接には多大な時間とコストを要するため、効率的な溶接技術の開発が急がれている。

ファイバーレーザは、コンパクトな発振機で大出力が得られ、レーザ光がファイバー伝送可能であることから、溶接用高エネルギー熱源として注目されている。最近では出力 20kW の発振機が開発され、一部で極厚板溶接への試み [1] が進められているものの、研究や技術情報はほとんど報告されていない。

本研究では、20kW ファイバーレーザを用いてステンレス鋼の突合せ溶接実験を行い、焦点はずし位置（以降、焦点位置）、ルートギャップ、溶接速度が溶込み形状におよぼす影響を検討した。

2　実験方法

ファイバーレーザ発振機は最大出力 20kW の IPG フォトニクス社製「*YLR-20000*」を用いた（図１）。f=150mm のコリメーションレンズ、f =300mm のフォーカスレンズで集光されるレーザのスポット直径は 0.6mm であり、20kW 出力での最大パワー密度は 71kW/mm^2 に達する。溶接時には、戻り光防止のためにレーザを前進側に 10° 傾けて照射した。

被溶接材料は厚さ 25mm のステンレス鋼（SUS304）を用いた。溶接長さは 250mm、溶接速度は 1m/min および 2m/min とし、開先加工は行わず、0mm、0.5mm、1mm のルートギャップに対して実験を行った。

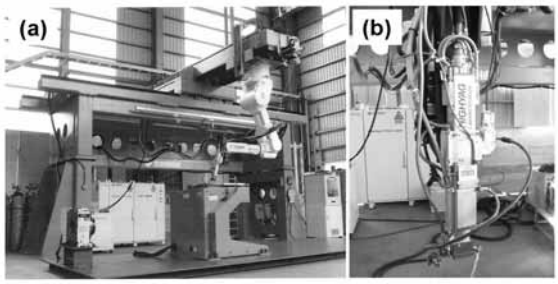


図１　20kW ファイバーレーザ溶接装置
(a)装置全体、(b)光学ヘッド

3　結果と考察

図２(a)は、溶接部の断面例である。溶接条件に応じて得られる接合長さは異なるものの、溶込みの形状は幅が 5mm 以下のストレート形状であった。

接合長さに応じて、図２(a)の様に「◎・○・×」に分類した。図２(b)は、焦点位置、溶接速度、ルートギャップと接合長さの関係である。焦点位置-10mm、ルートギャップ 0mm では、いずれの溶接速度においても 3/4t 以上の接合長さが得られた。また、溶接速度が 1m/min では、ほとんどの条件下でビード形成が可能であることが分かった。「×」の条件では、レーザが貫通し、安定したキーホールを生成できなかったと考えられる。これらの結果から、「◎・○」の条件下であれば、ミグアークとのハイブリッド溶接を行うことで、板厚 25mm のワンパス突合せ溶接が可能であることが分かった。

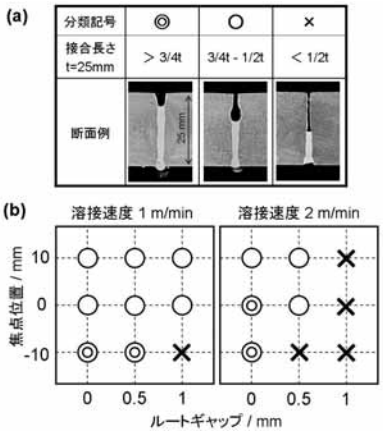


図２　溶込み形状の評価結果
(a)断面例と接合長さの分類、(b)条件と接合長さの関係

4　結　　論

出力 20kW のファイバーレーザによる板厚 25mm ステンレス鋼の突合せ溶接実験を行った。特定の条件下で 3/4t 以上の接合長さが得られることが明らかとなった。

謝　　辞

溶接実験はさくらい工業㈱で行った。ご厚意に深く感謝いたします。

参 考 文 献

1) 櫻井貴雄：レーザ加工学会講演論文集,72(2009)p140.

（文責　山口　篤）（校閲　園田　司）

〔科学研究費・若手Ｂ（文部科学省）〕

24　多指ハンド制御のための空間分解能が可変な分布触覚センサとその決定方法

中本裕之

1　目　　的

これまで多様な作業を可能とすることを目的として、多くの多指ハンドが開発されてきた。特に人間の手の代替となるような多指ハンドを実現するためには、単に把持力や剛性、精度などメカニカルな特性を追及した多指ハンドを開発するだけでは不十分であり、把持対象の情報を得るためのセンサ類を備えることが必要である。このセンサの１つに触覚センサが挙げられる。これまで指や掌面に触覚センサを持った多指ハンドが複数開発されてきているが、触覚の分布情報を物体の操作に有効に活用した研究はほとんどなされていない。

一方、人間は触覚を有した手を使って巧妙に様々な作業を行うことができる。主に皮膚に加わった機械的変形を基に脳による高度な処理を経て、形状や手触りなどの触覚情報を認識している。これまで産学官連携の研究開発において、5 本指のロボットハンド（以下、ユニバーサルロボットハンド）を開発し、操作中の対象物の形状を分布型触覚センサの出力に基づいて識別する研究を進めてきた [1]。この研究から、対象物の情報を詳細に得るためには分布型触覚センサの出力の適切な処理が重要であることが明らかとなっており、触覚情報をフィードバックすることで多指ハンドの実用性が高まると期待できる。しかしながら、多指ハンドに対する触覚フィードバックの研究は上述のように十分でない。特に多数の計測点をもつ触覚センサは走査に時間を要し、多指ハンドの制御周期に対して触覚フィードバックが遅れるという問題がある。これは、高密度化が進む触覚センサに共通の問題である。回路の高速化を図っても全点の走査に必要な時間を短くするための根本的な解決とはならず、目的に応じて空間分解能を変えて触覚フィードバックを行う方法を確立することが重要である。

そこで本研究では、先に述べた背景および研究動向を踏まえ、空間分解能の可変な分布型触覚センサの開発と、多指ハンドの運動や姿勢に基づく計測領域の決定方法の確立を目指す。平成 22 年度では、多指ハンドと分布型触覚センサ間における計測制御に関して、多指ハンドの姿勢や動作目的に応じて分布型触覚センサの計測方法を決定する計測制御モデルを提案する。多指ハンドへの指令と関節や姿勢、触覚の状態に応じて触覚の計測方法を切り替えることで、多指ハンドが対象物に接触する前あるいは、対象物の操作中に触覚センサの計測領域を決定できるシステムを構築しその有用性を評価する。

2　計測制御モデルとタスク

提案する計測制御モデルを図１に示す。このモデルでは行動指令が運動の制御と触覚の制御の２系統に伝達される。特徴的なのは、触覚の解析と運動の分析結果が触覚の制御ユニットに送られる点である。これにより運動指令とハンドの姿勢に基づいて、さらには触覚の解析結果から触覚の計測領域を調整することが可能となる。

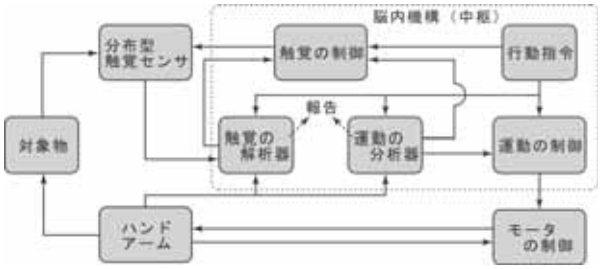


図１　計測制御モデル

モデルの有効性を検証するため、多指ハンドをロボットアームに取り付けたハンド／アームロボットを開発した。次に、このハンド／アームロボットを用いて、ドアを開くタスクを実行させる。タスクの概要を次に示す。ドア及びドアノブの形状は既知とし、ドアの回転半径は 900 mm、ドアノブの仕様は径 35 mm、長さ 330 mm、高さ 1340 mm、ドアの面に対して 45 度の角度をもつ。ドアを開くために必要なドアノブの捻りは反時計周りに 60 度とし、40 度の回転分だけドアを引くことをタスクの完了条件とした。アームの手首の軌道はドアノブ及びドアの回転半径に合わせて移動するように設定した。ドアノブの捻りは 15 度刻み、ドアの開きは 10 度刻みとした。したがって、ドアノブを捻る間に 4 姿勢、ドアを開ける間に 4 姿勢、それらに初期姿勢を加えて 9 種類の姿勢を設定した。これらの姿勢を順にトレースすることでドアを開くための軌道を実現した。さらに、タスク中の握力を一定に保つために、触覚センサを用いたフィードバック制御を行う。

タスク全体の流れは次の 4 つのフローになる。

A)　アームがドアに接近
B)　ハンドがドアノブを把握
C)　ハンドとアームがドアノブを捻る
D)　ハンドとアームがドアを開ける

このフローにおいて触覚センサの計測は、A) で触覚センサの全体を 1 つの計測点とした計測（以下、全体計測とする）とし、B) のドアノブに接触するまでは全体計測、接触した後は触覚センサのすべての計測点を順に計測し圧力分布を取得する全点計測を行うこととした。C）のドアノブの捻りや D)のドアを開けるとき、アームの動作中は全体計測、先に述べた捻りとドアを開ける際の 8 姿勢時に全点計測を行った。この 8 姿勢時の全点計測の結果を用いて、ドアノブを把握している状態が一定となるよう握力を調整した。具体的には、ハンドのコントローラに対して計測制御回路から計測点数と総圧力値を報告し、閾値判定によって握力の調整を行う。計測点数や総圧力値が小さくなると握力を高くし、計測点数や総圧力値が大きくなると握力を低くした。

3　実験と結果

ハンド／アームロボットがドアを開けるタスクを実行する様子を図２に示す。それぞれ図２(a)がドアノブの把握前、図２(b)がドアノブを把握したとき、図２(c)がドアノブを 30 度捻ったとき、図２(d)がドアノブを 60 度捻ったとき、図２(e)がドアを 20 度開けたとき、図２(f)がドアを 40 度開けたときの様子を示す。各動作を順に行うことで、タスクを実行可能なことが確認できた。また、タスクが完了したときの触覚センサの出力を図３に示す。図３において、黒色が接触の無い部分を、白色に近づくほど圧力の高いことを示す。触覚フィードバックが無い場合は全体的に黒色部分が多く、中指に接触が見られないが、触覚フィードバックが有る場合は人差し指と薬指の圧力が強く、中指にも圧力のあることが分かる。また、フィードバックの有る場合は、ドアノブの捻りやドアを開ける際も接触の状態に大きな変化は見られなかった。そのことから、触覚フィードバックによって初期の把握状態をタスクの実行中も維持できることを確認できた。

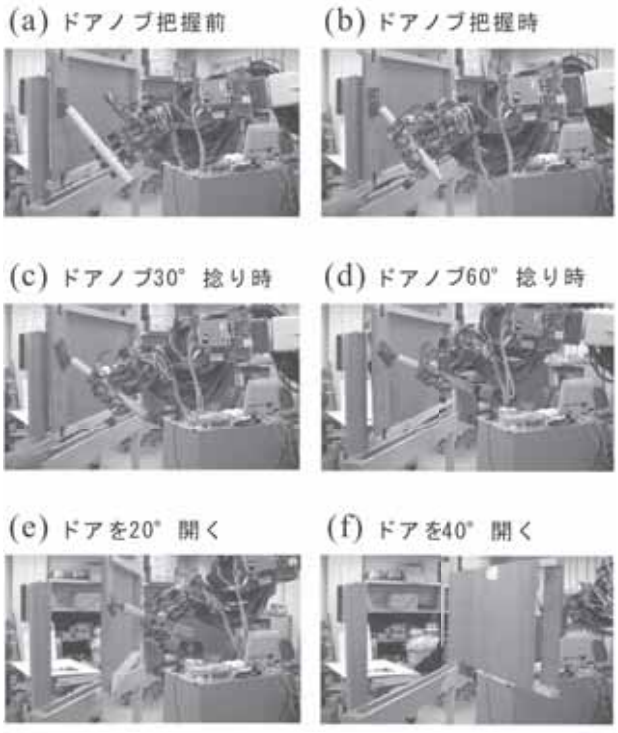


図２　ドアを開けるタスクを実行する様子

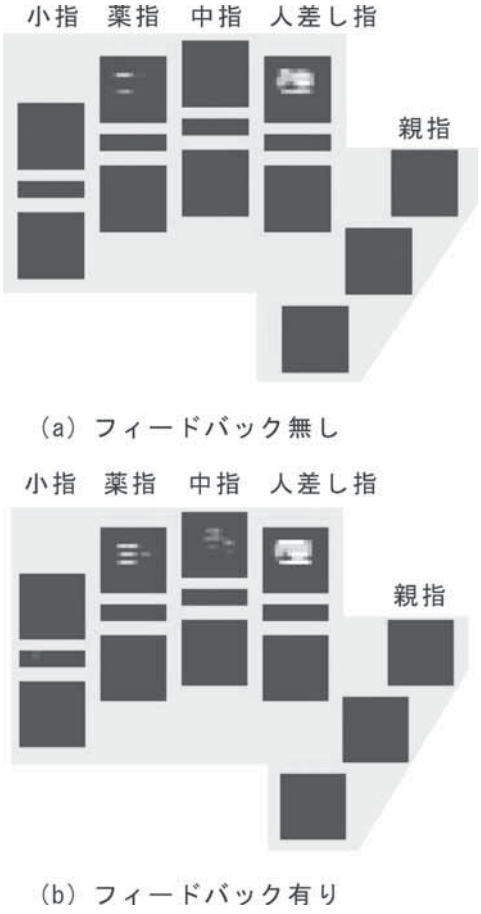


図３　タスク完了時の触覚出力

4　結　　論

本研究では、空間分解能の可変な分布型触覚センサを提案し、ハンド／アームロボットにおいて安定したタスクの実行について検証した。その結果、分布型触覚センサと提案した計測制御モデルの有効性を確認できた。今後、センサ出力への応答を速くするため、システム全体の高速化を進め、検証を重ねる予定である。

参 考 文 献

1) 中本ほか, “連続 DP を用いたユニバーサルロボットハンドによる回転操作中物体の外周形状識別”, 日本機械学会論文集(C), Vol.74, No.746, pp.2521-2527 (2008).

（文責　中本裕之）
（校閲　三浦久典）

〔技術改善研究〕

25　多様な対象を把持可能なインテリジェントグリッパ

伍賀正典，中本裕之，三浦久典

1　目　　的

高齢化社会が現実となりつつある現在、人間の代替として熟練を要する仕事から、日常の家事仕事まで、ロボットによる多種多様な作業の実現が求められている。特に、労働人口の減少が進む中、産業用ロボットはものづくりの現場で欠かせない労働力として期待が高まっている。しかしながら、現在、産業用ロボットのエンドエフェクタは作業ごとに用意され、チェンジャによって交換される方式である。エンドエフェクタの制作費用や産業用ロボットの周囲に多数のエンドエフェクタを配置するための空間の確保、交換に要する時間など問題は多数ある。この問題に対して、汎用のエンドエフェクタである多指関節ハンドが提案されているが、耐久性、制御の困難さなど実用化には多くの課題がある。

本研究では、産業用ロボットの多品種安定生産のための手先として多用されるグリッパに把持状態を認識できるよう触覚センサを取り付けたインテリジェントグリッパを提案する。また、把持位置や把持力などから把持の安定性を認識する方法を提案する。

2　磁気式触覚センサ

本研究で提案するインテリジェントグリッパに使用するのは柔軟層を伴った磁気式触覚センサである[1)]。この磁気式触覚センサは基板層の大きさが 40mm×50mm であり、柔軟層の高さは 20mm 程度である。このセンサは柔軟層の変位を三軸方向で検出し、力を算出することが可能である。しかしながら、グリッパが多種多様な対象物を把持可能であるためには、さまざまな大きさの対象物を安定して把持できなければならない。そのため、グリッパの形状とセンサの配置を組合せ、求められる機能を実現する構成を検証する。今回の実験では、磁気式触覚センサを図１のように、112mm×112mm のアルミニウム製の板に配置し、三つのセンサの柔軟層で対象物を三点支持で把持できるようにした。また、本研究で使用するインテリジェントグリッパのシステムの構成図を図２に示す。このグリッパに力を加減した柔軟な把持が可能であるように、コントロールアルゴリズムを実装する。図３の柔軟な把持のアルゴリズムが示すように、すべての３つのセンサのｚ方向の変位量が閾値より小さいならば、グリッパは対象の物体を挟む方向に移動する。また、３つのセンサのどれか１つでも、ｚ方向の変位量が閾値を上回った場合、グリッパは対象の物体を離す方向に移動する。この振る舞いを終了時刻まで繰り返し物体のサイズに相応した力で把持をさせる。

3　実　　験

作成したインテリジェントグリッパの性能を評価するために、紙製の箱(重量 48.0 g)と、アルミニウム製プレート(重量 131.3 g)の 2 種類の物体を把持させた。実験では、柔軟な把持のアルゴリズムの閾値 A は 1.0 mm、閾値 B は 0.0 mm に設定した。フィンガが最大まで開いた状態から実験を開始し、実験開始から 5 秒後まで対象となる物体を把持させ、３つのセンサのｚ方向の変位と力を計測した。

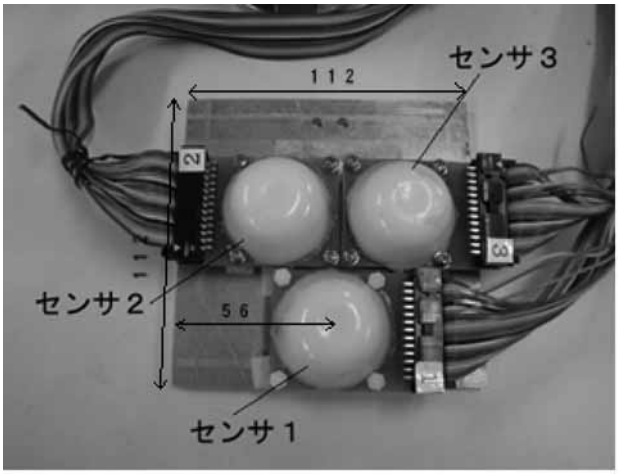


図１　フィンガのセンサ配置

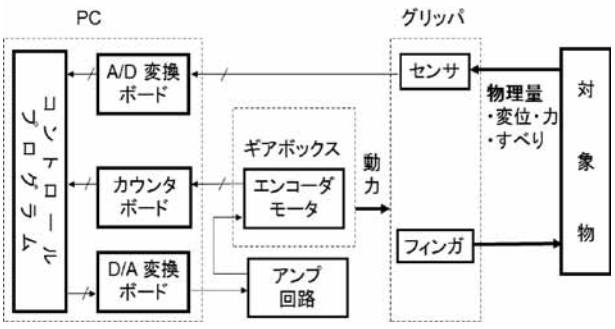


図２　インテリジェントグリッパのシステム構成

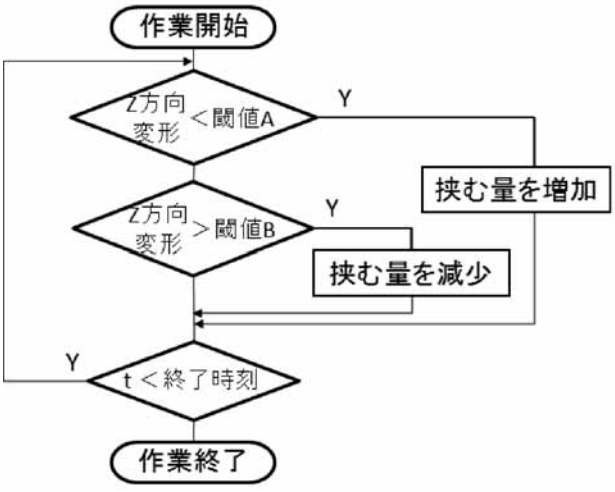


図３　柔軟な把持のアルゴリズム

図４に紙製箱の把持時の力計測結果、図５に金属製プレート把持時の力計測結果を示す。図４のグラフが示すように、紙製の箱を把持した場合、三つのセンサは実験開始から、0.5 秒までに変位と力の平均の値は安定している。このとき三つのセンサが受けるｚ方向の力の平均は 1.5 N 程度である。これに対し、図５のグラフが示すように金属製のプレートを把持した場合も同様に、１秒程度で変位と力の平均の値が安定しており、三つのセンサが受けるｚ方向の力の平均は 4.5 N 程度である。

これらの実験結果を比較すると、センサの受ける平均の力は金属製のプレートを把持する場合の方が 3.0 N ほど大きくなっている。これはグリッパの把持に対して、紙製の箱はわずかに変形して、閾値Ａと閾値Ｂの間で収まる値ではあるが、センサの変位とセンサが受ける力をわずかに減少させるのに対し、金属製のプレートはグリッパの把持に対して変形せずセンサに大きな反力を与えるためと考えられる。これらの計測情報を利用して把持する物体の柔らかさといった性状を認識することが可能である。

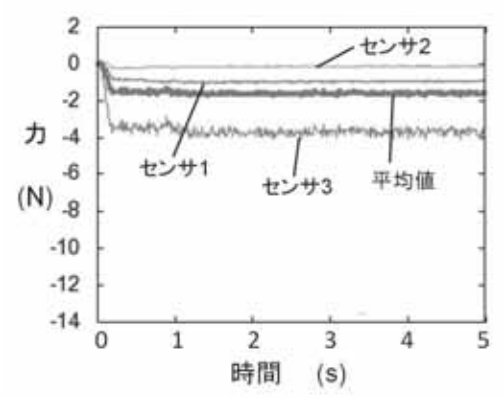


図４　紙製箱の把持時の力計測結果

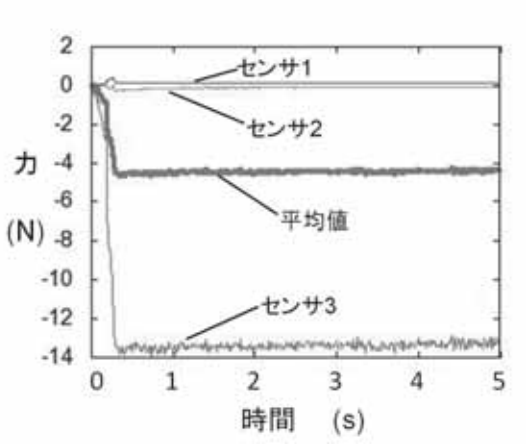


図５　金属製プレート把持時の力計測結果

４　結　　論

本研究では、工業技術センターの保有する技術シーズである磁気式触覚センサを用いた、インテリジェントグリッパを提案し制作した。対象物を三点支持するようセンサを配置し、柔軟な把持のアルゴリズムを実装した。実験の結果、紙製の箱と金属製のプレートを把持することに成功し、また、把持した物体の性状を認識することが可能であることを示した。今後は、三つのセンサを利用することで重心を検出する。また、このグリッパとロボットアームを用い、物体の重心にしたがって安定性を向上させる持ち直し行動を実現させる。

参　考　文　献

1)　伍賀，中本，武縄，貴田，“磁気式触覚センサの小型化と性能評価”日本機械学会論文集(C), Vol.76, No.772,pp.3640-3647, (2010).

（文責　伍賀正典）
（校閲　三浦久典）

〔中小企業等の研究開発力向上および実用化推進のための支援事業(近畿経済産業局)〕

26　2次元近赤外線センサを用いた高精度かつ低コストな人体の位置同定システムの実証

松本哲也，中本裕之，中里一茂，三浦久典

1　目　　的

近年、高齢者の人口比率が急速に拡大しつつある。日常生活での高齢者の転倒事故、発作等による長時間の静止、徘徊等をいち早く検知するため、高齢者が家屋内、居室内のどこにいるか、倒れていないかなどの情報をセンサにより検知する需要が高まりつつある。このような見守りシステムは様々な機関で開発されつつあるが、性能面やコスト面で課題があるのが現状である。

我々は、自動ドア用センサとして利用が始まっているマトリックス型センサ(自動ドア近傍で、自動販売機や受付電話などがある特定エリアを非検知エリアにできるもの)を利用し、居室内での人物の位置、動線検出が可能な天井埋込型センサならびに動線認識アルゴリズムを開発し、屋内空間を用いた実証試験によりシステムの評価を行った。

2　2次元近赤外線センサによる位置同定

位置同定システムで用いる天井埋込型2次元近赤外線センサを図 1 に示す。本センサは、旭光電機株式会社が開発してきた自動ドア用天井取付型センサの光学的改良に加え、動線認識アルゴリズム処理により人物の位置同定を行うよう、インタフェースモジュールを付加したものである。

本センサは、6×12 個に分割された面からの近赤外線を検出できるもので、分割された各エリアからの近赤外線の強度とその時間変化から、人物の動線を精度よく検出可能である。

本研究開発では、

1)　天井埋込型センサの開発と実証
2)　動線認識アルゴリズムの開発と実証
3)　屋内空間を用いた実証実験

を行った。この中で、我々は、1)の内、天井埋込型センサの電磁環境に対する性能評価と、3)屋内空間を用いた実証実験を旭光電機株式会社と共同で行った。

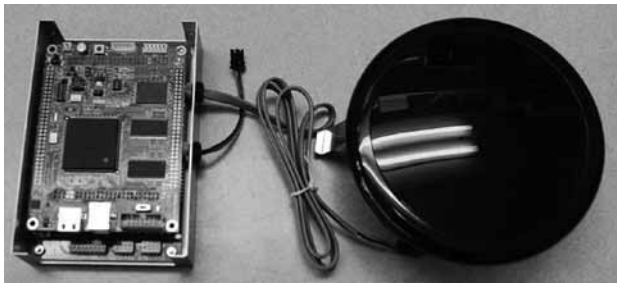


図 1　開発した天井埋込型センサ(右側)とインタフェースモジュール

3　実験結果と考察

3．1　天井埋込型センサの電磁環境に対する性能評価

改良試作したセンサの EMC 性能の実証試験を行った。試験は、工業技術センターの電波暗室ならびにシールドルームを使用し、

a) 静電気放電イミュニティ試験
b) 放射無線周波電磁界イミュニティ試験
c) 電気的ファストトランジェント／バースト
　　イミュニティ試験
d) サージイミュニティ試験
e) 伝導妨害に対するイミュニティ
f) 電圧ディップ・短時間停電に対する
　　イミュニティ試験
g) 放射雑音測定
h) 雑音端子電圧測定

の各試験を行った。その結果、a)-f)については、JIS C61000-4 の各規格における試験レベル 3 に適合することがわかった。また、g),h)については、国際規格 CISPR Pub.22 classB を満足することを確認した。

3．2　屋内空間を用いた実証実験

実証実験は、独立行政法人産業技術総合研究所知能システム研究部門統合知能研究グループで保有の障害者自

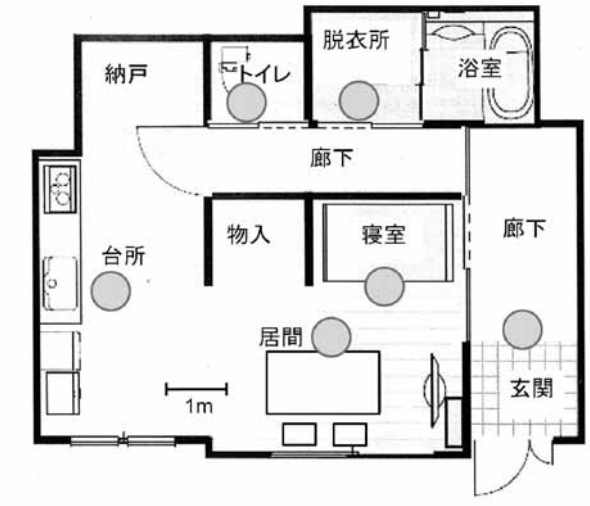


図 2　実証実験で使用した住環境モデルの概観
屋内 6 か所(丸印の位置)に赤外線センサを取り付けている。

立生活支援住環境モデルを利用して行った。住環境モデルの概観を図 2 に示す。本モデルの寝室、台所、居間、トイレ、浴室脱衣所、玄関の天井に、今回改良試作した赤外線センサを取付け、同一人物が以下の試験位置で日常動作を 10 回ずつ試行し、それぞれの動作開始時から終了時まで同一人物(ID)であることを途切れず認識、位置同定できるかどうかを試験した。

・寝室‥‥‥‥‥ベッドまでの歩行、ベッド縁での着席並びにベッド上での就寝、起床
・台所‥‥‥‥‥台所付近への歩行並びに台所での寄りかかり
・居間‥‥‥‥‥歩行、椅子への着席ならびに転倒
・トイレ‥‥‥‥トイレへの移動、着席、転倒
・浴室脱衣所‥歩行、衣服の脱衣、転倒
・玄関‥‥‥‥‥ドアの開閉と靴の履替え、段差での転倒

なお対象となる空間全体をカバーするため、複数台のセンサのエリアを連結処理する構成とした。

実験結果を表 1 に示す。トイレ内部では人物の認識、位置同定ができなかった。原因として、狭隘空間の中で、赤外線が壁面で乱反射していることが考えられる。またいずれの場合も、転倒時には近赤外線検知面積が大きくなることで、ID の分割(横たわった人物を 2 人として認識)が起きることがあり、認識、位置同定の成功率が低下している。この問題の解決が今後の課題である。



(a)　ベッドまでの歩行移動の様子



(b)　動線認識出力画面
6×12 個のセンサマトリクスの中で人体を検知したものが大きく表示され、同定位置(A)、移動方向(横棒)等が表示されている。

図 3　実証実験の様子と検知結果

4　むすび

自宅或いは介護施設で生活する高齢者の居室等での見守りを行うため、2 次元近赤外線センサを用いた人体の位置同定システムの開発を行い、その電磁環境下での性能評価を行った結果、各規格に適合していることがわかった。また屋内模擬空間での実証実験を行った結果、転倒時と狭隘空間であるトイレを除いて良好な同定結果が得られた。

謝　辞

本研究は、旭光電機株式会社と共同で実施しました。また実証実験に際し、独立行政法人産業技術総合研究所知能システム研究部門に多大なご協力をいただきました。関係各位に感謝いたします。

（文責　松本哲也）
（校閲　三浦久典）

表 1　日常動作による実証実験結果

場所	行動	認識、位置同定 成功回数／試行回数
寝室	移動	10/10
	就寝，起床	10/10
台所	歩行	10/10
	寄りかかり	10/10
居間	歩行	10/10
	着席	7/10
	転倒	4/10
トイレ	移動	0/10
	着席	0/10
	転倒	0/10
浴室	歩行	10/10
	脱衣	10/10
	転倒	8/10
玄関	歩行	10/10
	転倒	4/10

〔JST 研究成果最適展開支援事業（A-STEP)本格研究ハイリスク挑戦型〕

27　多機能集積型ホログラフィック光学素子を用いた 3 次元視線検出めがねの開発

瀧澤由佳子，北川洋一，松本哲也，三浦久典

1　目　　的

視線検出は、人が「何処を見ているのか」を解析する技術であり、障がいをもつ人のためのヒューマンインタフェースや自動車の運転者の居眠り監視などへの応用についても研究されている。これらの視線検出技術を応用した研究において、カメラで撮像した目の画像より目の動きを解析する光学的な計測法を用いる場合が多い。このうち歩いたり、作業をしたりする人の目の動きを計測する場合、その人の視界の情報は既知でないために、目を撮像するための光学系とは別の視界を撮像するための光学系が必要となり、装置構成が大きくなることに課題がある。また、人の目にカメラを向けると、人の視界がカメラによって妨げられる可能性がある。

一方、ホログラフィック光学素子（Holographic Optical Element 以下、HOE）は光の回折・干渉を利用した光学素子であり、素子に入射した波面を所望の波面に変換できる。我々は軽量・小型であり、シースルーなめがね型の視線検出システム（以下、視線検出めがね）の実現のために、HOE に反射型結像機能、透過型結像機能、背景光ノイズ低減機能を集積した、集積型 HOE を用いた撮像光学系を提案してきた[1-3]。

本事業では、視線検出めがねのための集積型 HOE を作製し、人の黒目の中心位置を検出するための画像処理を開発して視線検出システムを開発した。

2　多機能集積型 HOE を用いた視線検出めがね

集積型 HOE を用いた視線検出めがねの光学系と集積型 HOE の構造を図 1 に示す。集積型 HOE は反射・結像機能をもつ反射型結像 HOE、透過・結像機能をもつ透過型結像 HOE、および背景光ノイズ低減機能をもつ HOE を積層した構造となっており、目と視線の対象物の像を図に示すように 1 つのカメラの撮像面に結像させる。すなわち、1 枚の画像に目と対象物の両方の像を得ることができる。

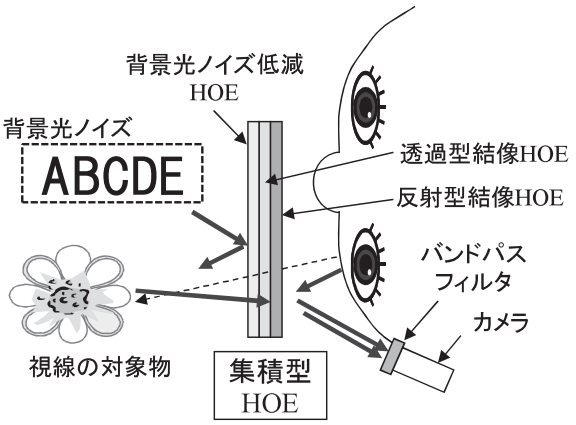


図 1　多機能集積型 HOE を用いた視線検出めがね

視線検出めがねが用いられるのは室内光等の白色光の環境下である。HOE を結像に用いた場合、波長によって結像位置が変わるため、結像機能をもつ HOE に白色光を入射させてもそのままでは像を得ることができない。このため、視線検出めがねの撮像光学系では作製に用いた光源の波長にあわせた狭帯域のバンドパスフィルタをカメラに取り付けて目からの像と視線の対象物の像を得られるようにしている。

背景光ノイズ低減機能は視線検出精度を向上させるために集積型 HOE に集積している。透過波長域にあるカメラの光軸方向からカメラに入射する光（以下、背景光ノイズ）のうち、バンドパスフィルタの透過波長域の光が所望の光である目からの光と重畳する。これにより目の像と背景の像が重なってしまい視線検出精度が低下する。背景光ノイズ低減 HOE は背景光ノイズのうち、バンドパスフィルタの透過波長域の光を反射する機能を有しており、これにより背景光ノイズを低減させている。

本研究では、以上の 3 種類の機能をもつ集積型 HOE を作製し、これを搭載した撮像光学系により得られた画像を用いて黒目の位置を検出する画像処理を開発し、視線検出めがねを構築した。

3　集積型 HOE の作製と評価

3.1　作製

集積型 HOE の作製光学系を図 2 に示す。図 2 中の記号は M: ミラー、MM:可動ミラー、L:レンズ、OL:対物レンズ、PH:ピンホール、SH: サンプルホルダー、BS：ビームスプリッターである。HOE を作製するレーザー光源の波長は 532nm であり、これをビームスプリッターにより 2 つに分け、可動ミラーにより透過型結像 HOE、反射型結像 HOE および背景光ノイズ低減 HOE を作製するための物体光と参照光の経路を切り替えた。これらの物体光と参照光の干渉縞をサンプルホルダーに固定したフォトポリマー（(株)ダイソー製、サイズ 40mm×40mm、厚さ 20 μm）に記録して各 HOE を作製した。透過型結像 HOE の作製の際には図 2 中の物体光 1 と参照光 1 を用いた。これらを用いて作製され

る HOE は、参照光 1 と同様の光が HOE に入射するとその光を物体光が伝搬する方向である z 軸方向へ伝搬させることができる。すなわち、視線が捉えている対象物からの光が参照光 1 と同様であるとき、その光を z 軸上にあるカメラで捉えることができる。反射型結像 HOE の作製の際には物体光 2 と参照光 2 を用いた。参照光 2 は目からの光を想定している。物体光 2 も z 軸を伝搬する光である。従って、参照光 2 と同様の光が反射型 HOE に入射して物体光 2 の伝搬する方向にカメラがあれば、反射型 HOE によりカメラの撮像面に参照光 2 を捉えることができる。実際の視線検出めがね用の HOE は、目と HOE との距離を 90 mm として作製した。背景光ノイズ低減 HOE の作製の際には図 2 中の物体光 3 と参照光 3 を用いた。

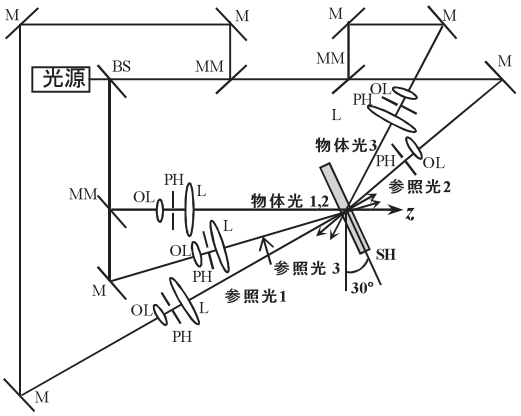
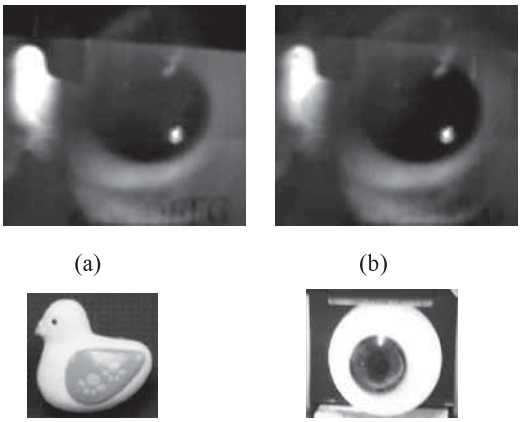


図 2　作製光学系

3.2　評価

作製した集積型 HOE によって撮像した画像の例を図 3 に示す。図 3 の場合、反射型結像 HOE により義眼(図 3(d))を結像させ、透過型結像 HOE により鳥の模型(図 3(c))を結像させた。つまり、鳥の模型を見ている人の目を撮像することを模した。また、図 3(a)は背景光ノイズ低減 HOE がない場合であり、(b)は背景光ノイズ低減 HOE も集積した場合の撮像結果である。(a)の場合、背景にあるアルファベットの文字列「ABCDEFG」が白目の下部に重畳してノイズとなっているが、(b)の場合はこのノイズを低減できていることがわかる。

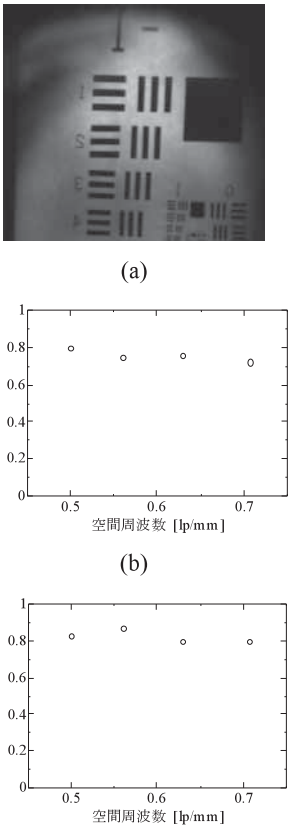
次に、目の像を撮像するための反射型結像 HOE の結像性能の評価を行った。結像素子の結像性能を表す指標である MTF（Modulation Transfer Function）を実験により求めた。MTF の測定方法のために、まず、ラインパターンの空間周波数が既知である USAF テストチャートを対象として白色光環境下で反射型 HOE を用いて撮像した。そして、画像中のラインパターンを横切る 1 ライン上の画像の階調値を切り出し、これをフーリエ変換して画像のコントラストを求め、MTF を算出した。測定した結果を図4に示す。図4より、水平方向および垂直方向の MTF は 0.7 lp/mm において 0.7 となっている。人の黒目の直径はおよそ 10mm であるため、反射型結像 HOE の結像性能は人の目を撮像するのに十分であることがわかる。



(a)　(b)

(c)　(d)

図 3　集積型 HOE による撮像
(a) 背景光ノイズ低減 HOE なしの場合
(b) 背景光ノイズ低減 HOE がある場合
(c)視線の対象物
(d)義眼



(a)

(b)

(c)

図 4　反射型結像 HOE の MTF の測定結果
(a) USAFテストチャートを撮像したときの画像、
(b) 水平方向のMTF、(c) 垂直方向のMTF

4　視線検出

作製した反射型結像 HOE を用いた撮像光学系を構築し、これを用いた視線検出めがねを図 5(a)に示す。撮像光学系には CCD（ソニー(株)、1/3 inch EX-VIEW CCD、有効画素数 510×492）を搭載したカメラ((株)ケイヨーテクノ、KPC-EX500BA）を用いた。また、中心波長 540nm、半値全幅が 10nm のバンドパスフィルタをカメラレンズの前に取り付けて用いた。また、通常の室内光の環境下でこの撮像光学系により人の目を撮像した画像を図 5(b)(c)(d)に示す。(b)は正面前方を見ているときであり、(c)は左を見ているとき、(d)は右を見ているときである。これらの画像より人の目が撮像できていることがわかる。

本研究では、目の画像から黒目の中心位置を検出するための画像処理についても構築した。黒目の中心位置を検出するための画像処理は次のとおりである。まず、黒目の領域を抽出するため、しきい値によって画像の階調値を 2 値に分別する 2 値化処理を行う。黒目の存在する画素は他と比べて階調値が小さく、ほぼ抽出できるが、若干の照明むらや光沢等のある部分は抽出が困難である。そこで、局所領域のオープニング・クロージング処理を行うモルフォロジーフィルター演算を行い、黒目の領域を抽出する。そして、抽出した領域の重心を求め、黒目の中心位置として検出する。なお、これらの一連の処理を画像処理ユニット（((株)ルネサス北日本セミコンダクタ製､SVP-330)に構築した。図 5(b)(c)および(d)中の×印は構築した画像処理ユニットによって検出された黒目の中心位置を示し、数字は画像中の位置座標を示している。また、一回の目の中心位置の検出に要する処理時間は 0.17～0.33 秒であった。これらの結果から、開発した画像処理により視線の方向に伴って変化する黒目の中心位置を検出できることを確認した。今後、既知の位置にある視線の対象物を見ているときの目の画像についても同様の処理を行い、検出の分解能を評価する予定である。

5　結　　論

本研究では、目の像と視線の対象の像を同時に結像し、視線検出精度に影響を及ぼす背景光ノイズ低減する機能をもつ集積型 HOE を開発した。そして、HOE を用いた視線検出めがねのための撮像光学系を構築した。さらに、黒目の中心位置を検出する画像処理を開発して視線検出めがねを作製した。本めがねを用いて撮像した人の目の画像より、黒目の中心位置が検出できることを確認した。今後、視線検出の分解能の評価や環境光の変動への対策の検討を行い、福祉分野のインタフェースの開発を目指す。



(a)



(b)



(c)



(d)

図 5　視線検出めがねと黒目の中心位置の検出例
(a)視線検出めがね、(b)正面前方を見ているとき、(c)左を見ているとき、(d)右を見ているとき
反射型 HOE によって結像された像の位置は画像中で左右反転する。

謝　　辞

本研究は(独)科学技術振興機構　研究成果最適展開支援事業により実施しました。

共同研究機関の(株)共和電子製作所、神戸大学大学院システム情報学研究科的場研究室の関係各位に深く感謝いたします。

参 考 文 献

[1] M. Zhou, Y. Kitagawa, O. Matoba, Y. Takizawa, T. Matsumoto, H. Ueda, A. Mizuno, and N. Kosaka, Jpn. J. Appl. Phys., 48, 09LE04-1-4, (2009).

[2] M. Zhou, O. Matoba, Y. Kitagawa, Y. Takizawa, T. Matsumoto, H. Ueda, A. Mizuno, and N. Kosaka, Appl. Opt., 49, 3780-3785 (2010).

[3] Y. Takizawa, Y. Kitagawa, T. Matsumoto, A. Mizuno1, T. Sato, and O. Matoba, Opt. Review, 18, 187-190,(2011).

（文責　瀧澤由佳子）
（校閲　松本　哲也）

〔産学インキュベート事業〕

28　粉体輸送用の超小型高効率アクチュエーターの開発

才木常正

1　目　　的

Lab-on-a-Chip では，複数の小型デバイスを集積化するために，各デバイスの製作プロセスが簡単であることが望まれている。このことから，近年、構造が非常に簡単な弾性表面波（SAW : Surface Acoustic Wave）アクチュエーターが注目されている。そこで、以前、著者らは SAW 駆動ポンプを提案、製作し、その櫛歯電極(IDT: Interdigital Transducer)を最適化することにより連続流体を駆動することに成功した [1]。そして、この SAW 駆動ポンプで得られた知見を基に、化学合成用に SAW のみを駆動源とする高効率の混合チップも製作した [2]。一方、SAW による固体の駆動が報告 [3]されていることから、著者は SAW による粉体の輸送も可能であると考えた。このような粉体輸送が実現すると、SAW のみでビーズを移動させ液体に注入して混ぜ合わせるワンチップ上での固相合成プロセス等を確立することができると考えられ、SAW アクチュエーターの適応範囲を大幅に拡大することができる。しかし、このプロセスを行う場合には、任意量の粉体を正確に移動させることが必要となる。そこで本研究では、SAW 駆動による粉体の移動速度と SAW アクチュエーターへの供給電力の関係について調べたので報告する。

2　実験方法

SAW による粉体輸送の実験概略を図 1 に示す。まず、信号発生器（テクトロニクス社製 AFG3252）でバースト電圧（基本周波数 19.6MHz, 波数 1000, 繰り返し周波数 1kHz ）を発生させ、増幅器（R&K 社製 ALM00110-2840FM）で増幅する。この増幅された電圧を圧電基板（ニオブ酸リチウム単結晶基板：128 度回転 Y 板 X 伝播）上に製作した IDT（ピッチ 200μm、開口 5mm、対数 20）に印加することにより SAW を発生させる。こうして発生した SAW は圧電基板の表面を伝播し、25mm 前方に置いた 10mm^3 の粉体に到達する。ここでは、粉体として 8.9 の比重を持つ銅と 1.6 の比重を持つカーボンを用いた（図 2 参照）。こうして、粉体に SAW が到達すると、粉体が SAW の入射方向、つまり IDT の方向へ移動する。このときの様子をハイビジョンカメラ（ソニー製 HDR-HC3）で撮影し、粉体の先端の移動速度 S を到達距離とその時間から求めた。ちなみに、粉体移動時の IDT への供給電力 P はパワーメーター（ローデ・シュワルツ社製 NRP-291）で測定した。

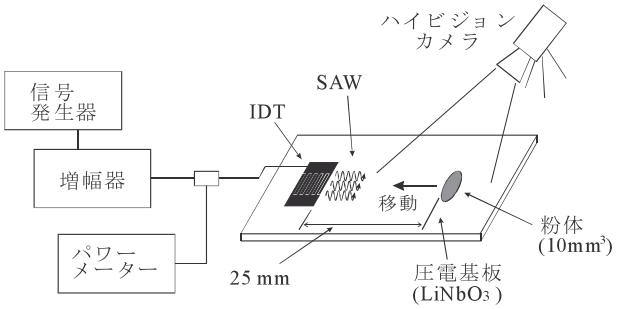
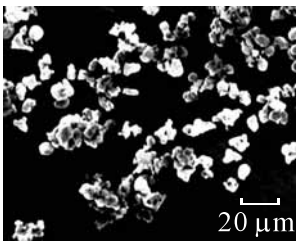
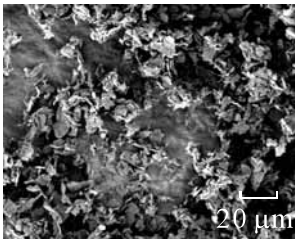


図 1　　SAW による粉体駆動を観測するための実験配置



(a) 銅



(b) カーボン

図 2　　実験で用いた 2 種類の粉体の SEM 写真

3　結果と考察

SAW による粉体駆動の連続写真の例を図 3 に示す。この連続写真から、SAW が伝播してくる方向（上流側方向）へ粉体が移動していることが確認できる。また、これらの写真から、移動している粉体は IDT の開口幅程度の部分のみであり、SAW が大きく発散することなく、基板上を伝播していることも確認できる。

次に、粉体の移動速度と IDT への供給電力の関係を図 4 に示す。銅粉の場合、IDT への供給電力を増加させ 200mW 以上になると粉体は移動し始め、その後 IDT への供給電力と粉体の移動速度は比例して増加し、1800mW 程度になると飽和する傾向がある。ちなみに、

この IDT の最高移動速度は供給電力 1880mW 時の 133mm/sec であった。このことから、IDT への供給電力と供給時間を調整することで、粉体の移動速度を自由に制御できることがわかり、銅粉においては粉体量の制御も可能性があることがわかった。

一方、カーボンの場合であるが、供給電力を増加させても、移動することはなかった。この理由として、カーボンの比重が銅のそれに比べかなり小さいため、SAW によりカーボンが垂直方向へ跳ね上げられていると考えられる。このような粉体の跳ね上げを軽減する、つまりカーボンと圧電基板表面との接触時間を長くとる方法として、SAW の周波数を小さくして供給電力を小さくすることが有効であると推測している。

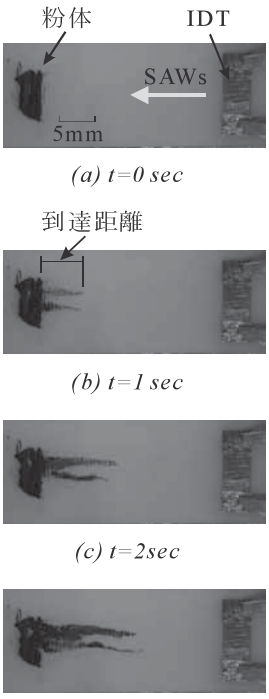


図 3　SAW による粉体駆動の連続写真の例
（銅粉, 供給電力 420mW）

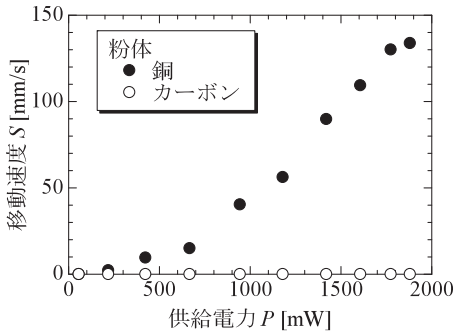


図 4　粉体の移動速度と IDT への供給電力の関係

4　結　　論

SAW アクチュエーターのμTAS における適応範囲を大幅に拡大させるため、SAW 駆動による粉体の移動特性について検討した。具体的には、比重の異なる 2 種類の粉体（銅、カーボン）の移動速度と SAW アクチュエーターへの供給電力の関係について調べた。その結果、銅粉の場合、SAW アクチュエーターの供給電力を増加させるとともに、粉体の移動速度が増加することがわかった。一方、カーボンにおいては供給電力を増加させても移動しないことがわかった。これらのことから、比重の大きな粉体は移動させやすいことがわかった。

今後、比重の小さな粉体においても移動可能な SAW アクチュエーターとするため、IDT の形状によって決定される SAW の周波数をパラメーターに粉体の比重と移動速度との関係等について検討する予定である。

参 考 文 献

1) Y. Utsumi, T. Saiki and K. Okada, 12th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences (μTAS2008), 715 (2008).
2) T. Saiki, K. Okada and Y. Utsumi, 13th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences (μTAS2009), 58 (2009).
3) M. Kurosawa, M. Takahashi and T. Higuchi, IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectronics, and Frequency Control, 43, 901 (1996).

（文責　才木常正）
（校閲　吉岡秀樹）

〔重点領域研究〕

29　自動外観検査システムの開発

中本裕之，松本哲也，三浦久典，安東隆志

1　目　　的

日本が世界に誇る優れた技術の 1 つにものづくり技術がある。熟練の技術者と高度に調整された機械が生産した製品は、加工精度が高く世界から注文が相次ぐ一方で、製品の信頼性やブランド性を維持するため、適切に品質を管理し出荷しなければならないという課題を抱えている [1]。この品質管理には目視検査が多用されてきたが、厳しい製造コスト削減や世界的な不況下における長期間の受注減から、製造自体に関与していない目視検査員数が減らされる傾向がある。高度な加工と同様に目視検査も熟練を要するため、一度人数が減ると減る以前の状態に戻すには時間が必要であり、その場合には受注が回復しても検査の遅れから出荷が滞ることが懸念される。このような背景の中、現在ものづくり産業において自動外観検査に対する期待が高まっている。しかしながら、自動外観検査では多くの要素から構成されるため、ノウハウが無い場合は導入の敷居が高い。具体的には、画像処理を行うビジョンセンサや距離を計測するレーザー変位センサを主体として、良否判定を行うあるいはまとめるコンピュータや、対象となる製品を計測する位置まで移動させるアクチュエータなど多くの要素を接続し機能させる必要がある。また、コンピュータはもとよりビジョンセンサやレーザー変位センサなどは、最近では安価に購入できるようになってきているものの、導入の検討自体が目的の場合にそれらを一式揃えることは、やはり困難と考えられる。

そこで本研究では、企業から持ち込まれた検査対象の製品に対して即座に自動外観検査の適用の可能性を検証するための自動外観検査システムの開発を目的とする。主にビジョンセンサおよびレーザー変位センサ、コンピュータ、その他の検査に必要な機器をフレキシブルに組み立てることの可能なシステムとすることで、計測、信号処理から判定までの一連の検査の試行を短時間で可能とする。

2　自動外観検査システム

本研究で開発する自動外観検査システムは、レーザー変位センサとビジョンセンサ、照明（これらを以下、センサ部とする）、それらを移動、回転させるアクチュエータ（以下、駆動部とする）、コンピュータ（以下、処理部とする）を組み合わせる構成である。それぞれの主な仕様を次に述べる。

2.1　センサ部

ビジョンセンサは以下の 3 つ機能を併せもつ。

・CCD カメラにより画像を撮影する機能
・画像に対してフィルタ等の画像処理を施す機能
・画像から特徴量を抽出する機能

本研究では検証後に企業による導入を容易とするため、安価かつ小型でありながら欠陥検査、計測の項目が充実したビジョンセンサ（COGNEX 製、IN-SIGHT EZ-140）を選定した。産業用ロボットやシーケンサなどの外部機器との連携も容易に取ることができ、イーサネットによりコンピュータとの接続も可能であることから、本研究における柔軟な試行を可能とする。

次にレーザー変位センサに関しては、測定中心距離がセンサ面から 100 mm であり、測定範囲が±10 mm、分解能が 1.5 μm のレーザー変位センサ（OMRON 製、ZX2-LD50）を 2 個選定した。2 個同時に使用することで、異なる 2 つの部位に対してセンサ面からの距離を同時に測定することや、対象物の両側を測定することでその部位の幅の計測が可能となる。出力は電圧のため、A/D 変換機能のある装置類と接続する必要がある。

2.2　駆動部

駆動部としては、従来より保有していた自動ステージコントローラ（シグマ光機製、SHOT-204MS）を応用する。4 軸の同時制御が可能であることから、3 軸の並進と 1 軸の回転や、2 軸の並進と 2 軸の回転などの組み合わせで対象となる製品やセンサ類を姿勢を変えられる。並進ステージの主な仕様は、移動量が 100 mm、位置決め精度が 0.010 mm、最大移動量が 30 mm/sec である。回転ステージの主な仕様は、繰り返し位置決め精度が 0.020 deg、最大移動量が 30 deg/sec である。

2.3　処理部

処理部のコンピュータに必要な要件としては、汎用的なプログラムを作成できる開発環境を備えること、レーザー変位センサの出力電圧を計測できるよう A/D 変換機能をもつことが挙げられる。そこで、Windows を OS とする PC に A/D 変換ボードを付加、Visual Studio 2005 を開発環境とし、これを処理部とした。

3　実験と結果

3.1　チップソーの検査

開発した自動外観検査システムの有効性を検証するため、県内の中堅企業が製造するチップソーの検査をアプ

リケーションとした。チップソーは建材などを切るための工具である丸鋸の刃であり、チップと呼ばれる硬度の高い部材が刃先に付加されている。チップの刃の角度や取り付け位置によって主に切断の性能が変わるため、品質保持のためには全数検査をすることが望ましい。しかし現状では、ダイヤルゲージを用いた接触式の検査や、投影測定機を用いた目視による検査がされており、時間と労力が必要となる工程である。したがって全数検査は当然ながら、出荷前の製品からの抜き取り検査でも 1 枚のチップソー上のすべてのチップの計測は困難である。

次にチップに関する検査項目を図 1 に示す。項目数は 6 である。そのうち、すくい角、先端逃げ角、横すくい角、先端傾き角の 4 項目は想定される角度が大きく画像として容易に撮影することが可能である。一方、側面向心角と側面逃げ角の 2 項目は 1 から 2 deg 程度であり、小さな角度であるため、画像から評価するのは難しい。そこで、本研究では前者 4 項目をビジョンセンサで直接計測し、側面向心角と側面逃げ角をレーザー変位センサで計測した距離から算出することとした。

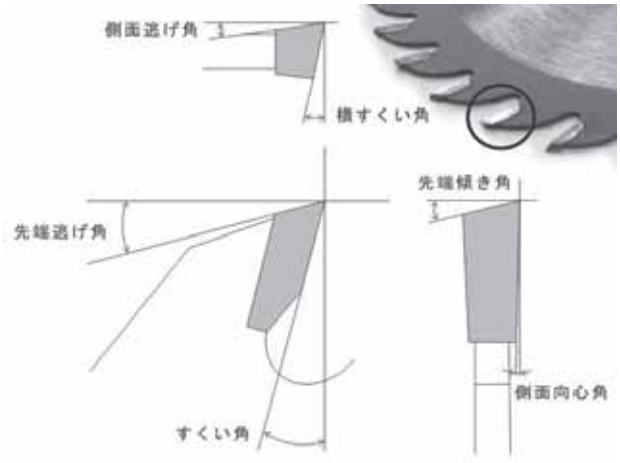


図 1　チップの検査項目

3.2　実験

チップソーの検査用に組み立てた自動外観検査システムを図 2 に示す。図 2 の手前に 2 つのレーザー変位センサがあり、これらは側面逃げ角を計測するために配置した。図 2 の左上のビジョンセンサは、先端傾き角を計測する。図 2 の右上にチップソーがあり、自動回転ステージに固定されている。ブレッドボードとねじで各部品を固定するため、組み立てや組み換えが容易かつ短時間で可能である。

自動外観検査システムを用いてチップソーの各部の計測を行った。1 周で 32 個のチップがあるため、自動回転ステージで 11.25 deg の回転を 32 回繰り返すことで 1 周分の計測を行った。1 回の回転と計測で 5 sec とし、1 周を 160 sec で計測した。表 1 は、1 周分の平均値と標準偏差を示す。ビジョンセンサの結果については、基

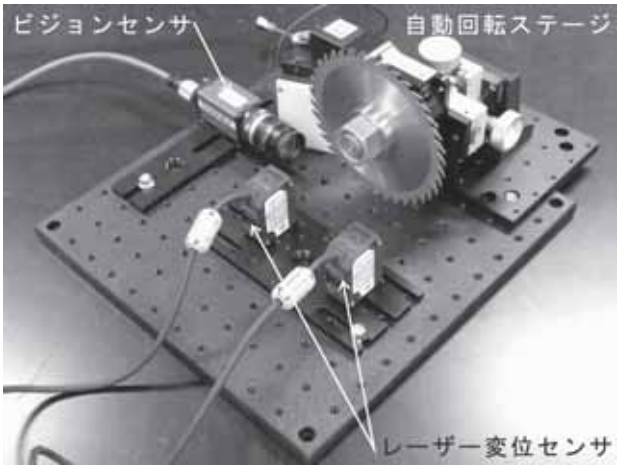


図 2　システム例

表 1　実験結果（単位は deg）

ビジョンセンサ	基準値	平均、標準偏差
すくい角	16	16.1, 0.5
先端逃げ角	16	16.2, 1.1
横すくい角	20	20.5, 0.7
先端傾き角	16	18.5, 0.7
レーザー変位センサ	基準値	平均、標準偏差
側面向心角	1.5	2.9, 0.5
側面逃げ角	1.15	2.1, 0.7

準値と結果の平均値の差が小さく標準偏差も小さいことから、安定した計測ができたことが分かる。一方、レーザー変位センサの結果について、基準値と平均値の差が大きく、それらと比較して標準偏差は小さい。この原因は、各角度を算出するために 2 点の計測が必要であるが、それら計測を図 2 に示すように異なった位置で行っており、チップソーの計測面に対する僅かな傾斜が計測する変位に影響を与えたためと考えられる。実際に自動並進ステージでレーザー変位センサを移動させて 2 点の計測をした場合は基準値とほぼ一致する結果が得られた。

4　まとめ

本研究では組み換えが容易であり、複数の試行を速やかに行うことが可能な外観検査システムを開発し、チップソーを用いてシステムの有効性を評価した。開発したシステムを今後の技術支援に有効に活用していきたい。

参 考 文 献

1) 平成 18 年度先端的外観検査技術に関する調査研究報告書, 社団法人日本機械工業連合会・社団法人日本オプトメカトロニクス協会, (2007)

（文責　中本裕之）
（校閲　三浦久典）

〔経常研究〕

30　視覚センサを利用した三次元計測システムの開発

金谷典武

1　目　　的

工業技術センターでは、交通事故現場における距離情報の計測や見取図作成について検討を行っている。その結果、全方位視覚センサを水平方向に平行移動させる手法[1)、2)]により、交差点等の周囲状況を一度に計測する技術の開発を行った。これまでの研究では、全方位視覚センサを利用して計測を行ってきたが、異なるタイプの視覚センサ（全方位カメラ）等を利用して屋外環境を測定する機会を得ることができた。本報告ではその内容について記述する。

2　屋外環境の測定装置

屋外環境を測定するために利用した装置を図１に示す。この装置は、自動車の屋根の上に、レンジファインダや全方位カメラ、ＧＰＳやジャイロセンサが設置されている。これを利用すると、自動車を走行させながら、周囲環境を測定することができる。各センサから得られる情報は以下のとおりである。まず、レンジファインダは自動車の後方の路面と垂直方向の側面の距離情報を取得する。装置が路上に止まっていれば直線上の距離情報しか測定できないが、装置が移動することにより周囲の距離情報を測定することができる。次に、本装置には、映像を取得するための全方位カメラ（Point Grey Research 社製 Ladybug 3）が設置されており、全方位の動画像データを取得することができる。最後に、本装置に設置してあるＧＰＳとジャイロセンサは、装置本体のＧＰＳ座標と傾きや向きを記録することができる。

3　屋外環境の測定と問題点

この装置を利用して屋外環境を測定した結果を図２に示す。この図はレンジファインダから得られた各測定点を三次元データとしてプロットし、斜め上方から俯瞰表示した結果である。図２より、道路やセンターラインなどを確認することができる。また、図２より、道路に面する家（壁や屋根）を見つけることができる。

レンジファインダの測定結果からは色情報を検出することはできないが、全方位カメラとＧＰＳ、ジャイロセンサの測定結果を統合することにより、色情報を検出することが可能である。

この測定方法の問題点として、測定時に移動物体が存在した場合に、三次元データの欠落が発生する。図２を見ると、道路上にデータの存在しない領域（図２丸印）を発見することができる。これは、測定時に対向車が存在し、対向車後方のデータが測定できなかったためである。屋外環境を測定する場合、三次元データとして必要な情報は、静止している屋外環境の場合が多く、走行中の自動車などは不要な対象物となる。そこで、不要な移動物体の三次元データを取り除く必要が生じる。

最後に、全方位カメラから得られた画像の例を図３に示す。図３は図２と同様の場所で撮影した画像である。

4　結　　論

全方位カメラを利用した屋外環境の測定結果と、屋外環境の測定時に発生する問題点について記述した。この問題を解決するために、図２、図３のデータから移動物体を取り除くことが今後の課題である。

参 考 文 献

1)　金谷典武，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第17号，pp. 50-51(2008)．
2)　金谷典武，兵庫県立工業技術センター研究報告書第19号，pp. 61(2010)．

（文責　金谷典武）
（校閲　松本哲也）



図１　屋外環境の測定装置

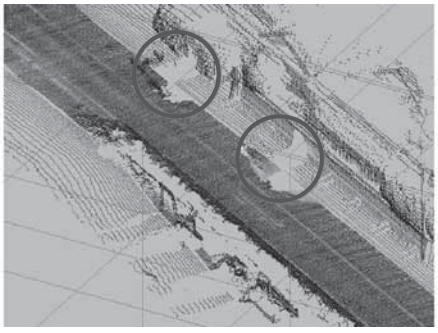


図２　屋外環境の測定例

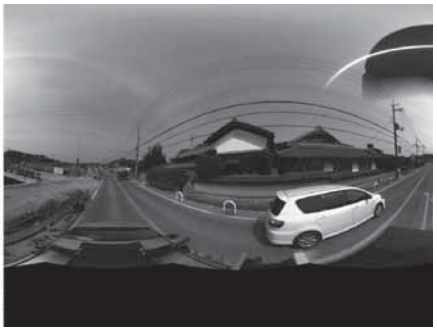


図３　パノラマ画像（画像の一部）

〔経常研究〕

31　高周波帯での電磁波シールド特性評価に関する研究

中里一茂，三浦久典

1　目　　的

近年、携帯電話（800MHz、２GHz）や無線LAN等（５GHz等）高周波を扱う機器が増え、それらの機器からの電磁波によって影響を受けないようにするためのシールド特性を評価することが重要になっている。現状でアドバンテスト法やKEC法等があるが、両者とも１GHzまでの対応になっており、それ以上の周波数帯における簡易的な測定が望まれている。
そこで、ギガヘルツ帯におけるシールド特性評価を実施する測定装置の開発の検討を行った。

2　シールド特性測定

シールド特性評価の測定基本構成を図１に示す。

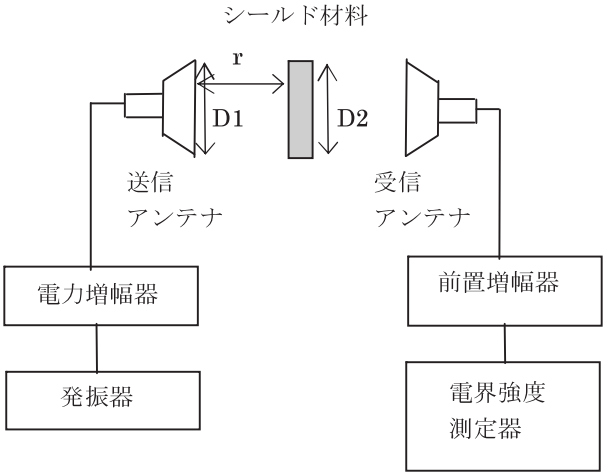


図１　シールド測定の基本構成図

シールド材料の両側の空間に電磁波の送受信部を配置し、発振器から出力された電磁波が送信アンテナから放射され、電磁波を受信アンテナで受信して、その強度を測定する。そのとき、シールド材料を配置した時とない時との電磁波強度の比がシールド材料の減衰量を示しており、その値ＳＥ（Shielding Effectiveness)は以下の式（１）に定義される。

$$SE = 20\log_{10}(Eo/Es) \qquad (1)$$

（Eo:材料を設置していないときの電界強度値、
Es:材料を設置したときの電界強度値）

3　シールド特性評価装置

今回、透過性シールド特性評価を行う装置の作製にあたり、周波数１GHzから５GHzで対応できる測定装置を検討した。

シールド特性評価の際、送信アンテナと材料間の距離により結果が異なる。そこで本装置は２点間の距離が遠方界の条件で仕様を考える。その距離をｒとすると式（２）となる[1)]。

$$r \geq \frac{2(Dl + D2)^2}{\lambda} \qquad (2)$$

（D1：送信アンテナの開口寸法、
D2：シールド材の大きさ、λ：電磁波の波長）

ここで、ホーンアンテナの寸法D1=124(mm)、材料の大きさD2=80(mm)としたときの周波数と距離の関係を表１に示す。

表１　電磁波の周波数と距離の関係

周波数(GHz)	1	3	5
距離ｒ(m)	0.28	0.83	1.39

中間値の周波数３GHzで考えるとｒは0.83mとなる。そのため、アンテナの大きさ等を考慮すると装置の大きさが２ｍの長さとなり、通常の実験室で収まる大きさで評価が行える指針が得られた。

4　結　　論

今回、ギガヘルツ帯のシールド評価装置の作製に対する指針を得ることができた。今後、このデータを基に評価装置を作製し、ギガヘルツ帯のシールド特性評価装置の開発を行う。

参 考 文 献

1)松本欣二：電波工学入門，朝倉書店，(1969),p.138-139.

謝　　辞

本研究にあたり、兵庫県立大学の畠山賢一教授、山本真一郎助教から様々な助言をいただきましたことに感謝いたします。

（文責　中里一茂）（校閲　三浦久典）

〔経常研究〕

32　ユーザインタフェースの簡易な評価方法に関する研究

平田一郎

1　目　　的

これまでの研究において、操作性を考慮したユーザインタフェースを設計するためには下記 2 点が必要であることがわかった[1]。

(1)　機器のフィードバックをシミュレーション可能なプロトタイプの作成技術

(2)　ユーザインタフェースの簡易な評価方法

機器のフィードバックをシミュレーション可能なプロトタイプについては、現在研究を進めている[2]。

そこで、本研究では、ユーザインタフェースの簡易な評価に関して検討した。

2　内　容

製品開発において、ユーザビリティの評価を行うためには、下記 3 点を考慮する必要がある。

(1) 評価に時間がかからないこと

(2) 設備費用等のコストがかからないこと

(3) 少人数で評価できること

以上の結果を踏まえ、少ない項目で評価できるユーザインタフェース（ＵＩ）のチェックリストを提案する。

ＵＩデザインチェックリストは、操作画面に関する可視化の 3 原則や画面インタフェースデザインの 6 原則[3]，ＳＵＭ（Simple Usability evaluation Method[4]）に関する項目等に基づいて評価項目を決定した。16 項目の評価項目を用いてＧＵＩを 5 段階で評価する。

表 1 に 16 の評価項目を示す。この 16 項目は 3 つに大別でき、次の順番で評価を行う。最初にデザインに関する要素（3 項目）をチェックし、次に画面内のＵＩの要素およびこれらの関係（7 項目）をチェックする。最後に、システム全体（6 項目）についてチェックする。5 段階の評価点は、「該当する」が 5 点、「該当しない」が 1 点とする。16 項目の合計点に 1.25 を掛けることで、満点が 100 点となる。この手法により、ＵＩを簡易に評価し、点数化することが可能となった。

3　結　　論

本稿では、ユーザインタフェースの評価ツールについて、これまでの先行研究内容をもとにしたチェックリストを作成した。このチェックリストを用いることにより、実験協力者を使わず短時間での評価が期待できる。

表 1　UIチェックリスト

(1)デザインに係る要素	該当する　しない
①見やすくなっているか	○○○○○
②重要な情報は強調されているか	○○○○○
③レイアウト，情報は簡潔になっているか	○○○○○
(2)UIの要素およびこれらの関係	該当する　しない
④手がかり等で，容易に「情報の入手」や「操作の誘導(ナビゲーション)」がなされているか	○○○○○
⑤わかりやすい用語を使っているか	○○○○○
⑥情報は冗長となっているか	○○○○○
⑦情報間の関係付け(マッピング)は適切か	○○○○○
⑧視覚あるいは聴覚などのフィードバックがあるか	○○○○○
⑨操作時間は適切か	○○○○○
⑩操作した時間の経過がわかるようになっているか(表示されているか)	○○○○○
(3)システム全体	該当する　しない
⑪一貫性は考慮されているか	○○○○○
⑫階層構造が分かるようになっているか	○○○○○
⑬ユーザのメンタルモデルを考えて，インタフェースは作られているか	○○○○○
⑭ システム全体が把握できるようになっているか	○○○○○
⑮ エラーしても，問題とならないデザインとなっているか	○○○○○
⑯ 柔軟性があるか，あるいはカスタマイズ可能か	○○○○○

参 考 文 献

1) 平田一郎，後藤泰徳，礒野禎三，有年雅敏，次世代インタラクションデザイン研究会，p.53，兵庫県立工業技術センター研究報告第 17 号，2008

2) 平田一郎，後藤泰徳，礒野禎三，インタラクションデザインデザインのためのプロトタイプ作製に関する調査研究，p.52，兵庫県立工業技術センター研究報告第 17 号，2008

3) 山岡俊樹 編著，ハード・ソフトデザインの人間工学講義，pp.154，武蔵野美術大学出版局，2002

4) Toshiki Yamaoka, Satsuki Tukida, A Proposal of simple usability evaluation method and its application, pp.63-66, The 9th Pan-Pacific Conference on Ergonomics (PPCOE 2010), 2010

（文責　平田一郎）

（校閲　岸本　正）

〔経常研究〕

33　手工具などのUD製品開発のための上肢操作力の解析

稲葉輝彦，永本正義

1　目　　的

(独)製品評価技術基盤機構（以下NITEと記す）は、企業のＵＤによるものづくりを支援するために日本人約1000 人の筋力などを計測しデータベース化している。本研究は、当データベースの押す力と引く力について解析し、高齢者にとって使いやすい鋸開発の基礎データとした。

2　実験方法

NITEの人間特性データベース[1]から、65～74歳の高齢者が、種々の条件でパイプを押したときと引いたときの力に関するデータを入手した。解析は、母平均の95%信頼区間推定および母平均の差の検定などにより行った。

3　結果と考察

3.1　押す力と引く力

加齢による筋力の低下および押す力と引く力との差異を詳細に検討するため、高齢者を65-69歳と70-74歳の２つの集団に分類し解析した。

表に、２つの集団に分類した男女が肘頭高にある垂直パイプを最大発揮力で押し引きしたときの力の大きさを示す。力の幅は、母平均の信頼区間である。これより、男女とも引く力は押す力の約1.3倍大きく、また男女を比較すると、男性の力は女性よりも約1.3倍大きいことが判明した。加齢による力の差は、等分散の検定および平均値の差の検定を行った結果すべて有意差は認められなかった。このことは、当解析において65-74歳のデータは１つの集団として扱えることを示している。

肘頭高にある水平パイプを押し引きする力の解析結果は、垂直パイプの場合と同様であった。力の大きさの比較に関しても統計的な有意差は認められず、これよりパイプを押し引きする最大発揮力は、パイプの方向（垂直、水平）には依存しないことが明らかになった。

なお、肘頭高は、床面から直角に曲げた肘の骨の下端までの鉛直距離であり、被験者の平均は男性で98.3cm、女性で90.3cmであった。

表　垂直パイプを押し引きする最大の力

年 齢	性別・(被験者数n)	引く力(N)	押す力(N)
65～69	男性・(66)	96.0±12.3	70.3±10.4
	女性・(46)	68.6± 8.9	56.2± 8.5
70～74	男性・(58)	92.4±11.0	75.1± 9.8
	女性・(35)	78.7±11.5	61.4±11.2

3.2　パイプの高さと引く力

図に、65-74歳の男女が種々の高さにある垂直パイプを最大発揮力で引いたときの力を、母平均の信頼区間で示す。これから明らかなように、パイプの高さが高くなるに従って引く力は低下する。これより、高齢者の高い位置に対する鋸操作は低い位置に比べて負担が大きいと推定される。

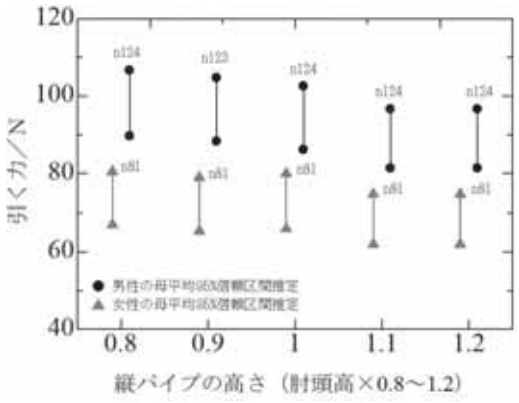


図　パイプの高さと引く力との関係

4　結　　論

高齢者にとって使いやすい鋸開発の基礎的知見を得るため、パイプを押し引きする力を解析し、以下の結論を得た。

(1) 肘頭高にある垂直パイプを引く最大発揮力は、押す場合の約1.3倍大きく、また男女の比較では男性の力は女性の力の約1.3倍大きかった。水平パイプを押し引きする場合も同様であり、押し引きする最大発揮力はパイプの方向（垂直、水平）には依存しないことが明らかになった。

(2) 縦パイプを引く最大発揮力は、男女ともにパイプの高さが高くなるに従って低下した。

参 考 文 献

1) http://www.tech.nite.go.jp/human/Application/search/Search.Php

（文責　稲葉輝彦）
（校閲　園田　司）

〔重点領域研究〕

34　清酒発酵経過に伴うアミノ酸類の消長と旨味に関する研究

井上守正，泉　　恵，吉岡秀樹

1　目　　的

昨今の廉価な大衆酒の競合、様々な醸造技術の進歩により、日本酒を取り巻く環境は多様化している。日本酒は生産費のうち原料としての米が占める割合が高いため、いかに効率よく高品質な酒を生産するかという方法の開発が不可欠となっている。当センターでは、平成20年度経常研究「清酒の酷、旨味と化学成分に関する研究」として、特定名称酒の官能検査評点とアミノ酸成分との関連を調査してきた。また、酒造関連研究としては平成18年度「清酒もろみ管理技術の高度化」、平成19年度「再現性の高い小仕込試験方法に関する調査研究」により発酵経過と香気成分との関連を、平成21年度「吟醸用麹酵素力価の測定方法の最適化並びに製成酒の酒質に与える影響に関する研究」により製麹条件の最適条件を検討してきた。今年度は原料米の品種とアミノ酸の関係に着目し高品質な酒を生産していくための検討を行うことにした。

2　実験方法

2．1　試料米及び試料酒

平成 20 年度及び平成 22 年度産兵庫県酒造技術研究会会員蔵の酒造適合米品種である山田錦・山田穂・五百萬石・神力の精米歩合別サンプルを収集した。また、これらのサンプルから作成した醸造製品を試料酒とした。

2．2　成分分析

試料米中、試料酒の分析は食品成分分析法、全国酒米統一分析法、国税庁所定分析法に従った。

また、遊離アミノ酸の分析としては、試料 5ｇを 50ml 容メスフラスコに精秤し、10W/V%スルホサリチル酸溶液を 25ml 加えた。20 分間振とう機で振とう後、3mol/l 水酸化ナトリウム溶液でｐH2.2 付近に調整し、クエン酸緩衝液（ｐＨ2.2）で定容した。これを遠心分離（2,000rpm/min, 5min）し、得られた上澄み液の適当量を用いてウォーターズ社製遊離アミノ酸測定キットを使用し同社高速液体クロマトグラフィーを用いて分析した。

全アミノ酸の分析としては、試料 0.1ｇに 80 倍量の 6N 塩酸を加え脱気し、110℃、22 時間加水分解した。加水分解後、塩酸を減圧下で除去し、ホウ酸緩衝液で定容、その適当量を用いて遊離アミノ酸と同様に分析した。ただし、この条件下では加水分解中にシステイン、メチオニン、トリプトファンは分解されてしまうため、測定していない。

香気成分 5 種類（酢酸エチル、イソブチルアルコール、イソアミルアルコール、酢酸イソアミル、カプロン酸エチル）の分析は島津ガスクロマトグラフィーGC14B-FID 検出器を使用し、DB-WAX60 ｍ × 0.25mm （Ｊ＆Ｗ scientific）をカラムとしたヘッドスペース法により行い、成分の定量は内部標準法によった。

3　結果と考察

3．1　試料米の分析

各酒造適合米中で検出した 20 種類の遊離アミノ酸の

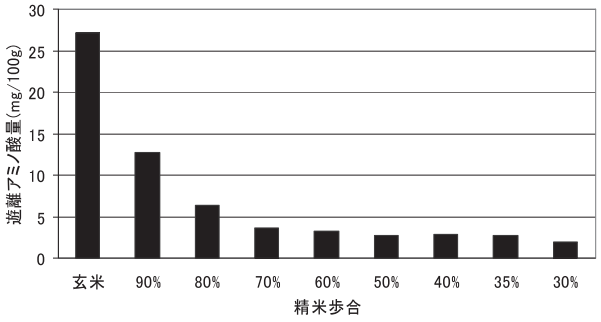


図１　精米歩合による試料米山田錦の
遊離アミノ酸量の変化

総量は精米歩合に伴い、減少した（図１）。山田錦ほかすべての酒米において含有率の高いアミノ酸はグルタミン酸であり、総遊離アミノ酸含有率の 3 割を占めていた。また、精米に従い含有量は減少するものの、検出されたアミノ酸中の含有比率としては増加する傾向を示した。次いで、アスパラギン酸、アスパラギン、アラニン、アルギニンが高く、この 6 種類で総遊離アミノ酸含有率の約 85%を占めている。90%精米歩合、つまり 10%の米を削った状態で検出された遊離アミノ酸の量は玄米のそれの 2 分の 1、70%精米歩合では玄米の 5 分の 1 にまで急激に減少し、その後はなだらかな減少が続いた。このことからも、米の表面を削ることでその製品清酒の雑味を減少させていることがわかる。

それに対し、全アミノ酸は精米歩合にしたがってなだらかで直線的な減少傾向を示し、精米歩合 70%で玄米の 4 分の 3、精米歩合 30%で 3 分の 1 の量に減少した（図２）。また、山田錦の全アミノ酸の含有率は遊離アミノ酸とは異なり、チロシン、バリン、アルギニン、グ

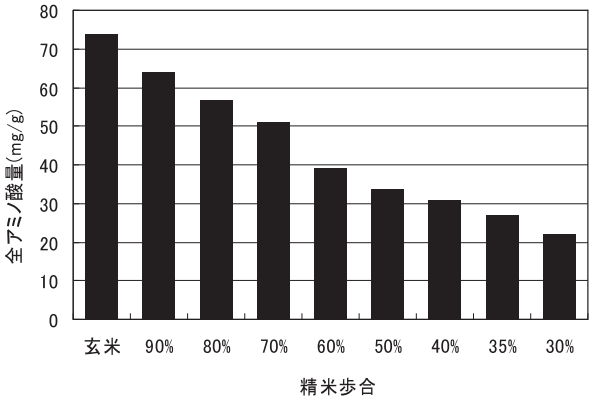


図２　精米歩合による試料米山田錦の
全アミノ酸量の変化

リシン、プロリンなど、比較的酵母が利用しにくい種類のアミノ酸が多く検出された。このことからも発酵経過中、これらのアミノ酸があまりとけださないようなもろみ管理が重要であることがわかる。

３．２　試料酒の分析

精米歩合 65％の試料米を原料とする純米吟醸酒 5 点精米歩合 40％山田錦を原料とする大吟醸酒 1 点を分析

表１　一般分析の結果

	日本酒度 (－)	ｱﾙｺｰﾙ度数 (%)	酸度 (ml)	ｱﾐﾉ酸度 (ml)
山田錦大吟醸	2	17.4	1.5	0.9
山田錦	1	16.5	1.5	1.1
山田穂	0	16.5	1.6	1.3
雄町	0	16.8	1.7	1.9
神力	-1	16.5	1.7	1.6
五百萬石	3	16.5	1.6	1.6

した。一般分析値の結果を表１に示す。アミノ酸度以外の一般分析値はほとんど差がないことがわかる。

そこで遊離アミノ酸分析を行った。山田錦の純米吟醸酒と、大吟醸酒とは含有アミノ酸に 1.4 倍ほどの差が認められた（図３）。純米吟醸酒を仕込む精米歩合 65％と大吟醸酒を仕込む精米歩合 40％の遊離アミノ酸の量はほぼ変わらず同程度なのに対し、全アミノ酸量としては 1.38 倍ほどの差が認められたことから、試料酒の含有アミノ酸には原料米が分解したたんぱく質による影響が寄与する可能性が示唆された。洗練された味と香りを持つ山田錦を原料米とした試料酒は他の酒造好適米を使用した場合に比してほぼすべてのアミノ酸が低値を示したが、その中でリジンは逆の傾向を示し、山田錦の試料酒の含有量が他の酒造好適米による試料酒より高値を示した。しっかりとした味わいが感じられる最も含有アミノ

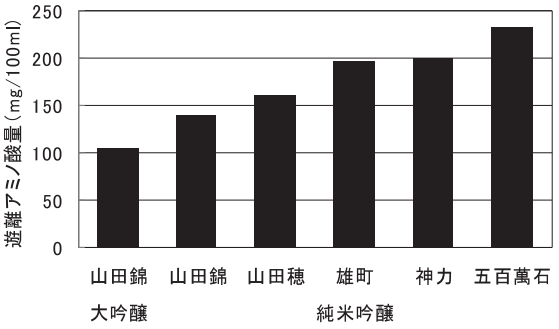


図３　試料酒の遊離アミノ酸量

酸量が高値を示した五百萬石では全体的にすべてのアミノ酸が高値を示した。また、おとなしいなかにも適度な酸味があり、味の滑らかさと伸びやかさのある雄町ではスレオニン、口当たりの滑らかで喉ごしの良い神力ではヒスチジンが特徴的に検出された。酸味と旨みのバランスがよい山田穂はリジンを除けば山田錦のアミノ酸組成を全体的に増加させたような組成を示し、系統の近さを裏付ける結果となった。

試料酒の香気成分の分析では、今回の山田錦を用いた純米吟醸酒のカプロン酸エチルが他の純米吟醸酒と比して桁違いの、また山田錦を使用した大吟醸酒と比較しても５倍ほどの高値を示した(表２)。

表２　香気成分の分析結果

	酢酸ｴﾁﾙ (ppm)	ｲｿﾌﾞﾁﾙｱﾙｺｰﾙ (ppm)	ｲｿｱﾐﾙｱﾙｺｰﾙ (ppm)	酢酸ｲｿｱﾐﾙ (ppm)	ｶﾌﾟﾛﾝ酸ｴﾁﾙ (ppm)
山田錦大吟醸	63.7	34.2	2.49	113.0	1.25
山田錦	39.5	6.89	1.48	102.4	5.09
山田穂	90.8	46.4	5.35	137.5	0.47
雄町	71.4	31.9	2.90	102.2	0.48
神力	85.8	39.0	2.03	129.6	0.34
五百萬石	69.9	57.4	1.53	157.5	0.27

カプロン酸エチルは、吟醸香の代表的な成分として知られており、良い米を上手く使用すれば、香りの良い清酒が得られることを示している。

４　結　　論

品種・精米歩合の違いによるアミノ酸の含有比率について詳細な解析ができ、最終製品である清酒の味質との関連を類推できる可能性が示唆された。

（文責　泉　　恵）

（校閲　吉岡秀樹）

〔経常研究〕

35　麹の酵素力価と原料米質に関する研究

井上守正，大橋智子，泉　　恵

1　目　　的

平成 22 年度の気温経過は、山田錦の活着期が低温経過で登熟期が例年になく高温経過となった。その結果米質は割れやすい、溶けにくいという酒造原料米としては使いにくいものであった。山田錦の溶解性の変動については多くの研究がなされているが、製麹について検討した例は少ない。

平成 21、22 酒造年度における全国新酒鑑評会出品用麹の酵素力価と、両年度における同鑑評会入賞傾向との相関を比較し、原料米質と麹の酵素力価の関係について考察した。

2　麹および酵素力価分析方法

平成 21、22 酒造年度に兵庫県酒造技術研究会会員蔵で製造した吟醸麹を用いて分析を行った。酵素力価分析は、キッコーマン社製酵素力価分析キット（糖化力用）を用い、粉砕抽出法にて行った。

3　結果と考察

平成 21 酒造年度における糖化力と鑑評会結果を図１に、同じく平成 22 酒造年度の結果を図２に示す。

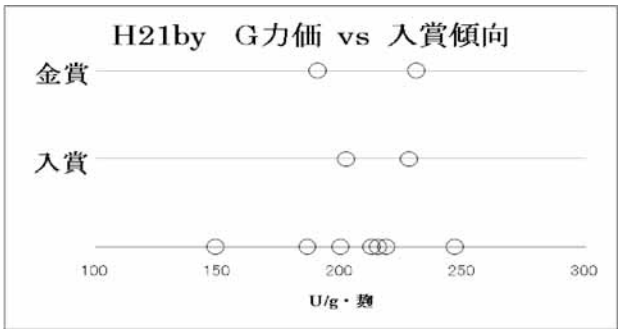


図１　糖化力と鑑評会結果（平成 21 酒造年度）

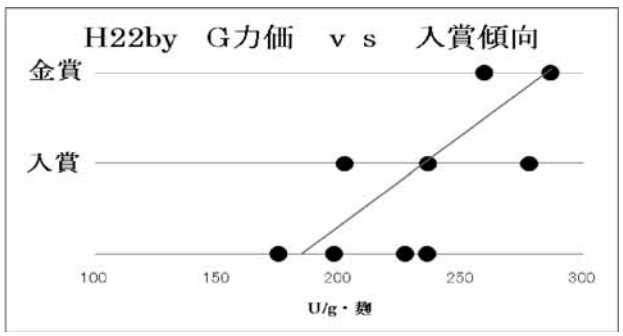


図２　糖化力と鑑評会結果（平成 22 酒造年度）

酒造好適米の山田錦が溶けやすい米質であった平成 21 酒造年度では、麹のグルコアミラーゼ活性と入賞傾向に相関が見られなかったのに対し、一転して溶けにくい米質となった平成 22 酒造年度では、活性が高い方が入賞率が向上する傾向が見られた。

全国新酒鑑評会を主催する独立行政法人酒類総合研究所では、近年新しい吟醸酒のあり方を模索しており、「日本酒の将来を予見させる」様な酒質のものを積極的に取り上げようとしてきた。その結果入賞する酒も、従来とは異なる酒質のものが増えてきたといわれている。

このことを踏まえると平成 21 年度のよく溶ける山田錦を用いる場合は、高いグルコアミラーゼ活性によって誘導される吟醸香（カプロン酸エチル）の高生産を目指すのではなく、異なった酒質を指向した結果、グルコアミラーゼ力価と入賞傾向の相関が無くなったと考えることができる。しかし山田錦が溶けにくくなった平成 22 酒造年度では、溶けることが前提の各種の工夫ができなくなり、従来の高吟醸香を指向する造りが復活したものと考えられる。

原料米の品質で苦労する中、兵庫県酒造技術研究会では平成 21 酒造年度では 4 点だった入賞以上が平成 22 酒造年度では 9 点入賞（本研究では内 5 点の麹を使用した）と大幅躍進を遂げた。積年の研究の継続が入賞率の向上という成果を結んだことに敬意を表すると共に、山田錦の米質に関わりなく好成績を収めることができるよう更なる研究の推進を期待したい。

4　結　　論

兵庫県酒造技術研究会会員が、平成 21,22 酒造年度全国新酒鑑評会出品酒製造用に使用した吟醸麹を用いて、グルコアミラーゼ酵素力価を分析し、同鑑評会入賞傾向との相関を比較した。

その結果①平成 21 酒造年度では、麹のグルコアミラーゼ活性と入賞傾向に相関が見られなかった、②平成 22 酒造年度では正の相関の傾向が見られた。

両年度の原料米の米質の違いを考慮すると、米の溶けやすさ溶けにくさに合わせて指向する酒質を変えて製造していることが伺われた。

（文責　井上守正）
（校閲　吉岡秀樹）

〔JST 地域ニーズ即応型〕

36　高精度織物読取装置の開発による糸配列検査システムの研究開発

古谷　稔，藤田浩行，森本雅和※1，志方　泰※2，初田真幸※2

1　目　　的

先染め織物は、量産する前に長さ１ｍ程度を試織し、それを熟練工が目視確認する織出検査により、幅 1.2~1.8m，たて糸 6,000~8,000 本の色糸が指図書どおりに配列されているかを確認する。色糸は非常に細いため、その確認には多大な時間と労力を必要としている。織出検査では、約 10%の割合で不具合が見つかるが、このうち 2～3%は目視検査をすり抜けて本生産に入って不良品となり、繊維産地の大きな損失となっている。

本研究では、この織出検査を自動化し、不良品の発生の低減と、織出検査の時間短縮を目的とする研究開発を実施した。

2　織物読取装置の開発

２.１　超解像度画像撮影機能

２.１.１　カメラキャリブレーションによるゆがみ補正

本研究開発では、非常に細い糸を識別する必要があり、カメラから入力される画像は高い精度が求められる。そこで、レンズのひずみの影響を軽減するためにカメラキャリブレーションを行い、画像のゆがみ補正を行うとともに、解像度の高い画像の中心部分を取り出すことにより、ゆがみの無い高精度画像を取得することができた。

２.１.２　自己相関画像による傾きと糸周期の抽出

撮影装置に生地をセットする際、織物は柔らかく正確に配置することが困難であり、斜めに傾いた配置になることが多い。この傾きを検出するために自己相関画像を作成し、近傍の極大値の傾きから経緯の糸の傾きを検出し、アフィン変換による画像回転補正を行った。その結果、撮影装置へ生地を正確にセットする必要がなくなり、所要時間を従来の１／５以下に短縮することができた。

また、自己相関画像から糸周期を同時に求めることができ、その情報は次の糸配列自動識別において糸領域抽出に用いられる。

２.２　糸配列自動識別機能

２.２.１　クラスタリングによる色糸の識別

撮影した生地の画像から糸の色を識別するため、抽出した経糸領域の平均色を元にクラスタリングにより経糸の色を識別する手法をとった。指図書の経糸の色数と大まかな色情報をもとにクラスタの初期値やクラスタリング手法を選択し、効率的な経糸色の識別を可能にした。

２.２.２　２種類の色糸を用いた生地での実験

２色の糸が同じ割合で使用されているストライプ柄 10 種類と同色のチェック柄 10 種類の生地で糸配列の識別実験を行った。クラスタリング手法として EM アルゴリズムを、色情報として RGB 色空間を選択した結果、糸配列を識別率 100%で識別できる事を確認した。

２.２.３　３種類の色糸を用いた生地での実験

次に、３色以上の糸が任意の割合で使用されている複雑な色柄の生地 10 種類で糸配列の識別実験を行った。その結果、糸配列を識別率 100%で識別できた生地は２種類だけで、識別率 90%に満たない識別結果となるものもあった。これは、ＲＧＢ色空間で非常に近い２色の色糸が使用されていることが原因であると考えられる。

このように、特定の手法のみでは十分な精度で糸配列を識別ができないため、生地ごとにクラスタリング手法と色空間の最適な組み合わせを求める実験を行った。

２.２.４ クラスタリング条件の変更による識別の最適化

次のクラスタリング条件の組み合わせで糸配列の判別実験を行ない、生地ごとの最適なクラスタリング手法と色空間について検討した。

・クラスタリング方法：EM アルゴリズム、K-Means
・パラメータ（色空間）：RGB、HLS、XYZ

各生地に対して最も有効な組み合わせを選択した場合、５種類の生地で識別率 100%を達成することができ、残る５種類の生地でも 90%以上の高い識別率が得られた。この結果から、色糸情報を利用して、生地別に有効なクラスタリング手法を選択することにより、高い識別率が達成できることが明らかになった。

また、誤識別を起こす生地について調査した結果、以下の特徴があることが判明した。

① 生地に使用されている特定の色糸の頻度が少ない。
② 他の糸と類似した色が使用されている。

このような特徴を持つ生地は、完全な自動識別が難しいため、糸１本ごとに識別結果の信頼度の評価を行ない、信頼性の低い部分については、目視による検査を求めるシステムを構築することで解決できると考えられる。

２.３　比較用設計画像生成機能

織出検査は、織物が指図書どおりに仕上がっているかを確認することである。生地撮影画像と仕上りシミュレーション画像、糸配列識別画像を比較することで、どの部分に不具合が発生しているのかを容易に確認できる。

（※１　兵庫県立大学）
（※２　株式会社ブレイン）

これを実現するために、織物設計書から比較用シミュレーション画像を生成する機能を構築した。構築した機能を次に示す。

①シミュレーション画像生成機能：織物設計データとして、織上密度，経糸と緯糸の糸配列，糸の色，組織図，糸の太さを読込み、これらの情報から糸の太さや部分密度変化を考慮したシミュレーション画像を生成する機能。

②比較画像表示制御機能：織物のどの部分に不具合が発生しているかを確認するため、生地撮影画像(糸配列識別結果画像)とシミュレーション画像を比較表示させて糸配列を目視できる機能。

③不良箇所表示機能：類似色の糸の入れ違いが起こっている場合などでは、表示された画像から目視で不良箇所を瞬時に探すのは困難なため、解析結果と設計データで糸の異なる箇所には解析画像上でマーク表示を行う機能。

２.４　装置の全体構成

２.４.１　生地読取装置の開発・試作

平成 20－22 年度の研究成果を統合して、織り出し検査システム用の生地読取装置の試作を行った。

１号試作機(図１左)は、実験や検証の目的で製作した。この試作機によって研究に必要な撮影データの採取や照明、カメラの撮影環境について検証を行い、良好な成果が得ることができた。しかし、装置が大きく重いため可搬性が悪く商品化への障害となるため、１号試作機で得られた成果を踏まえ、２号機を製作した（図１右)。

２号機では２本使用していたレールを１本にし、素材をステンレス鋼からアルミニウム合金に変更し、大幅な軽量化につながった。しかし、レールの１本化により、カメラの移動時の振動が大きく画像にブレが発生したため、撮影時に一旦停止し撮影する手法を採用した。カメラの移動速度の高速化により、１号試作機の連続撮影と同等の所要時間（1.0min/m）で織物画像を撮影することができた。この結果から、現在の目視検査に要している時間 30 分と比較して、画像処理時間を加えても実用上支障のない性能を確保することができた。

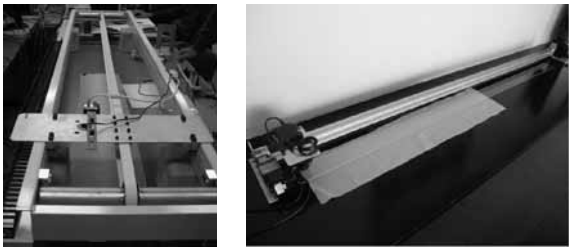


図１　生地読み取り装置（左：１号機・右：２号機）

また、カメラに LED リング照明を取り付け、様々な照明環境に影響されないよう照度を安定化させた。カメラの撮影制御と移動制御は USB 接続したパソコンから行ない、移動距離や撮影間隔等もパソコンからコントロールできるようにした。

３　結果と考察

３.１　織出検査システムの機能評価

撮影した生地画像に対して自己相関画像生成と撮影画像の傾き補正を行うことにより識別率の向上を図った。カメラに対して生地の織り目を正確に水平・垂直となるように置くことは難しいが、自己相関画像から生地の傾きを求め、画像の傾きを補正するアフィン変換を行う事により、生地が７度傾斜していても問題なく識別が可能なことを確認した。また、糸ブロックの平均色をクラスタリングすることにより、経糸の識別を行なう機能を実装した。クラスタリングの方法、色空間の選択の組み合わせ実験を行い識別率への影響考察を行った結果、実用レベルに達していることを確認した。

解析したデータは生地撮影画像・糸配列識別画像・比較用シミュレーション画像を上下に並べて表示し、画像間の位置対応を随時計算、表示する機能および糸配列識別結果と設計データを分析し、設計と識別結果の異なる箇所を表示する機能(図２)を実装した。

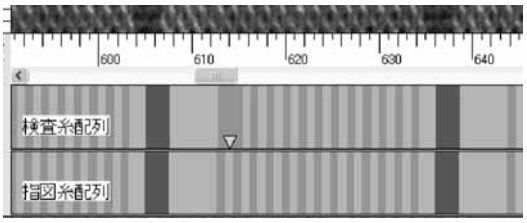


図２　指図と検査結果の糸配列の比較

３.２　読取装置の機能評価

１号試作機の製作後、研究参画機関及び検査部門で評価した結果、読み取りや検査システムの性能については一定の評価を得たが、装置の可搬性に問題があるという評価であった。コンパクトで軽量な２号機の製作により１号機で判明した種々問題点の改善を行い、実用化に向けた取り組みを行った。また、生地を正確に検査するためには、シワやゴミを除去する必要があるが、生地の上にアクリル板を置くことによりシワが除去されて糸配列の読取性能を向上させることができた。

４　結　　論

本事業では、実験機の設計・製作、制御プログラムの設計開発、画像処理プログラムの設計開発、糸中心線検出、比較用設計画像の生成、不良箇所検出機能に関する研究開発に取り組んだ。その結果、織物の糸配列を高精度でかつ短時間で検査するシステムを開発することができた。

（文責　古谷　稔）
（校閲　有年雅敏）

〔産学インキュベート事業〕

37　カーボン複合糸から作製したバネ材料の高性能化に関する調査研究

藤田浩行

1　目　　的

炭素繊維強化複合材料は、軽量かつ優れた機械的特性と柔軟性を生かし、板バネなどのバネ材料として使用されることも多い。例えば、搬送用振動フィーダーの板バネとして用いられる材料は、高い共振周波数を利用して振動させ、省エネルギーで大きな搬送能力が得られる。一方、バネ材料は高温多湿環境下で使用されることも多く、長期間の使用で剛性が大幅に低下し搬送能力を失う。

本研究では、カーボン繊維と熱可塑性樹脂からなるバネ材料の開発を試みた。熱可塑性樹脂は、耐水性には優れるが、高い樹脂粘度のため、カーボン織物への含浸性が低く、高強度・高弾性率化が望めない。そこで、以前に開発した複合技術 [1] を用いて作製したカーボン繊維と熱可塑性樹脂糸の複合糸から複合織物を製織し、それを複数積層してバネ材料を成形する。複合糸を用いることで、樹脂の含浸性向上に伴う複合材料の高強度・高弾性率化が期待できる。また、高温多湿環境下でも耐久性の優れたバネ材料の開発を目指し、耐久性向上に関する調査研究を実施する。素材の選択や複合条件および織物規格などを検討することでバネ材料の高性能化を図る。

2　調査内容

本研究で開発するバネ材料は高温多湿環境下の長期使用を想定しており、耐久性に関する技術調査を実施した。主な調査内容を以下に示す。

既存のバネ材料で使用されているエポキシ樹脂をマトリックスとした炭素繊維強化複合材料（以降、CFRP）は、吸水に伴う強度低下が起きる。強度低下の要因は、①エポキシ樹脂の吸水劣化、②繊維と樹脂の界面強度低下、③繊維の劣化などが考えられている。一方、熱可塑性樹脂をマトリックスとした複合材料（以降、CFRTP）は、吸水の影響についてほとんど検討されていない。また、開発するバネ材料は、あらかじめカーボン繊維と熱可塑性樹脂糸からなる複合糸を作製する。熱可塑性樹脂糸は、溶融後固化するが熱可塑性樹脂の冷却速度が結晶性に影響を与え、樹脂および複合材料の特性を変化させることが知られている。

調査結果を踏まえ、CFRP および CFRTP の多湿環境下の吸水に伴う重量変化を調べた。なお、CFRTP で使用される熱可塑性樹脂は、繊維化されていることが条件となるが、強度や汎用性なども考慮してポリエステルを選択した。そこで、ポリエステル糸の溶融後固化させるための冷却速度の影響についても調べた。

樹脂含有率が同一の CFRP および CFRTP を 23℃、95%RH の雰囲気で 500 時間放置した。CFRP は約 1.4%重量が増えたが、CFRTP は半分の増加であり、ポリエステルの CFRTP は吸水しにくいことがわかった。

ポリエステル糸は、３種類のグレード（ユニプラス滋賀(株)製）について、糸の溶融後の冷却速度と樹脂の特性などについて検討した。一般グレードについては酸化チタンを混入したダルと含まないブライトの２種類を検討した。CFRTP の成形を考慮した冷却速度（図１）で固化させたが、両者とも条件に関わらず結晶化が進み、固化した樹脂は白化して樹脂自身非常に脆くなった。一方共重合グレードの場合、徐冷の場合は白化したが、急冷すると透明性を保ち弾力性を保持することがわかった。そこで、結晶性を評価するため、共重合グレードのポリエステル糸を 270℃で溶融、固化後の樹脂の DSC 測定を行った。その結果、図２で見られるように急冷の場合、低い結晶性のため加熱時に結晶化が進み、144.1℃において結晶化に伴う発熱ピークが見られた。しかし、徐冷の場合、既に高い結晶性を持つため発熱ピークは見られず、結晶性は顕著に異なることが明らかになった。

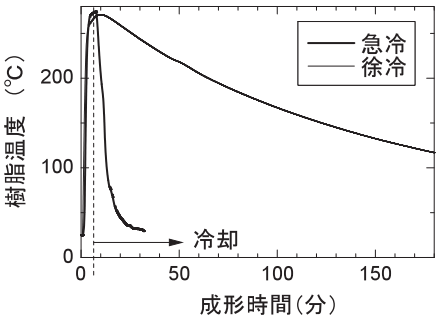


図１　CFRTP の成形時の加熱と冷却

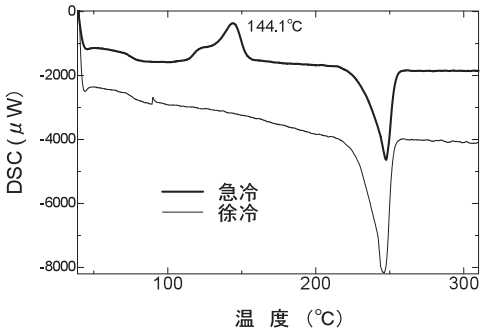


図２　共重合ポリエステルの DSC 測定

3　実　　験

複合糸は、調査内容を基に表１の規格で作製した。また、複合糸から表２に示す６種類の複合織物を製織し、表３の積層構成で８枚重ね、ホットプレス機を用いて４種類のバネ材料を成形した。冷却方法は急冷である。なお、複合糸の作製および成形条件は、既報 [1] のとおりである。厚みは約 2.0mm とした。

成形材料は、図３で示される高速曲げ疲労試験機を用いて耐久性評価を行った。なお試験試料は､長さ 82mm ×幅 56mm に切り出し、試験機に固定した。試験装置の構成および試験方法を以下に示す。下側コイルに交流電流を流し電磁誘導により上側コイルを変位させ、倒立させた試験片上端部に試験片の固有周波数と一致する周波数で、繰り返し変位を与える。なお、変位の波形は正弦波で振幅は 2mm とした。そして、６時間毎に変位振幅が 2mm となるように周波数を調整し、繰り返し回数が 10^8 サイクルに達するまで試験を行った。なお、23℃、95%RH の雰囲気で実施した。

表１　複合糸の規格

	素材	太さ	本数	ﾋﾟｯﾁ
強化繊維	炭素繊維	3K(φ7μm)	1	
縫合糸	PET (共重合)	300D (ﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄ)	3	5 回 /ｲﾝﾁ
引揃糸	PET (共重合)	300D (ﾓﾉﾌｨﾗﾒﾝﾄ)	6	

表２　複合織物の規格

タイプ		A	B	C1	C2	C3	D
組織		平	平	平	平	平	2/1 ｵｯｸｽ
密度 本/ｲﾝﾁ	たて	16	19	11	21	24	11
	よこ	5	7	11	11	11	21

表３　バネ材料の積層構成

規格 Ⅰ	C3-C2-C1-C1-C1-C1-C2-C3
規格 Ⅱ	D-D-C1-C1-C1-C1-D-D
規格 Ⅲ	A-A-A-A-A-A-A-A
規格 Ⅳ	B-B-B-B-B-B-B-B

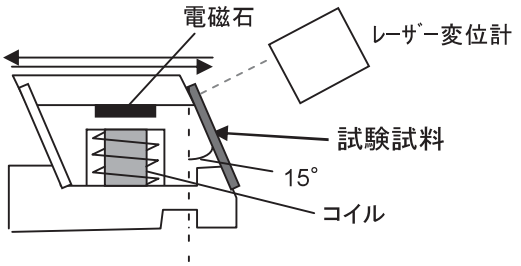


図３　高速曲げ疲労試験機の模式図

4　結果と考察

図４にバネ材料の繰り返し回数と振動周波数の関係を示す。なお、CFRP 製板バネ（既存品）についても同様の耐久性試験を実施した。その結果、規格Ⅲは、初期の周波数が約 62Hz と他の規格と比べて小さく、その後の周波数低下も大きい。既存品や規格ⅠおよびⅣは、初期の周波数は 70Hz 程度と同等である。しかし、その後、既存品は、6000 万回当たりから急激に周波数が低下しており、その低下率は増加している。規格ⅠおよびⅣも周波数低下は進むが、一気に低下する傾向は見られない。

一方、製造現場で使用される振動フィーダーは、設定した初期の周波数で板バネを連続稼働させ、剛性低下に伴う調整は現場では行わない。したがって板バネに要求される特性は、高い周波数のみならず、使用における剛性低下を抑えることが必要である。つまり、初期の周波数からの低下割合を低く抑えることが重要となる。そこで、初期の周波数を基準（=1.0）とし、各積層構成のバネ材料について繰り返し数 10^8 回試験直後の周波数の割合を表４に示す。その結果、規格Ⅰ、Ⅱ、Ⅳは、既存品（=0.86）より大きな数値を示しており、既存品よりも耐久性が高いことを示している。特に規格Ⅱは、0.92 と周波数の低下率が最も小さく、高い耐久性が得られた。

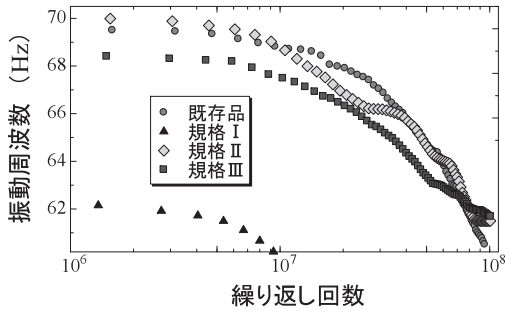


図４　バネ材料の繰り返し回数と振動周波数の関係

表４　バネ材料の規格と試験直後の周波数の割合

規格 Ⅰ	規格 Ⅱ	規格 Ⅲ	規格 Ⅳ	既存品
0.90	0.92	0.76	0.89	0.86

5　結　　論

搬送用振動フィーダーなどで使用されるカーボン製の板バネの耐久性向上を目指し、従来の熱硬化製樹脂に替わり、熱可塑性樹脂をマトリックス樹脂とするバネ材料の調査研究を行った。その結果、従来のバネ材料よりも高い耐久性のバネ材料を開発することができた。

参　考　文　献

1) 藤田,東山,中野,古谷,　兵庫県立工業技術センター研究報告書,　19, 79 (2010)

謝　　辞

本研究は、同志社大学理工学部、藤邦織物(株)、宮田布帛(有)との共同研究により実施しました。関係者の方々に深く感謝いたします。

（文責　藤田浩行）
（校閲　有年雅敏）

〔産学インキュベート事業〕

38　エンジニアリング・プラスチック系ナノファイバー製造技術の調査研究

中野恵之，東山幸央，瀬川芳孝，有年雅敏

1　目　　的

エンジニアリング・プラスチック系高分子材料は、耐薬品性や耐摩耗性が強いなどの機能性を有し、工業材料に広く利用されている。本研究では、溶媒に溶け難いエンジニアリング・プラスチックを用いたナノファイバー製造技術に関する調査研究を行った。一般的に、エンジニアリングプラスチックのような高分子材料は、繊維製造工程において内部結晶構造に配向性を有することが知られている。

一方、現在のナノファイバー製造技術は、自己成長法とエレクトロスピニング法が注目されている。自己成長法は、分子を繋げて成長させる方法で、微小な繊維が製造可能であるが高コストである。エレクトロスピニング法は、電気的反発を利用したナノファイバー製造法であり、高分子をナノファイバー化する場合は、溶液に溶かすのが一般的で、溶媒の価格が製造コストに大きく影響する。そのため、水溶性高分子は安価に製造できるが、有機溶媒を用いる場合は高コストとなる。そこで、本研究では、エンジニアリング・プラスチックから配向性の高いナノファイバーを製造する調査研究を実施した。

2　調査内容

2.1　配向性高分子材料について

文献調査などから、エンジニアリング・プラスチックで配向性の高いナノファイバー炭素材料の開発に適していると思われるのはポリイミド樹脂であることがわかった。そこで、ポリイミド樹脂に関する研究会を２回開催した。その結果、ポリイミド樹脂は炭化処理するとグラファイト構造になるなど配向性が高いが、一方で溶剤が無く耐熱性も高いため繊維化が難しいことも明らかとなった。このような特徴を生かして、ポリイミド樹脂は様々な工業資材として活用されている（表１参照）。

表１　ポリイミド樹脂の特徴

弾性率	3−7 GPA
破壊強度	200−600 Mpa
伸度	40−90 %
線膨張係数	10−40 ppm/℃
融点	なし
熱分解温度	＞500℃
電気特性	高い電気絶縁性

表２にポリイミド樹脂の主な用途を示す。ポリイミド樹脂のナノファイバーの製造技術を開発することによって、新規な工業資材の創出を目指した。

ポリイミド樹脂は、繰り返し単位にイミド結合を含む高分子の総称で、通常は芳香族化合物が直接イミド結合で連結された芳香族ポリイミドを示す。芳香族ポリイミド樹脂は、芳香族と芳香族がイミド結合を介して共役構造を持つため、直線的で強固な分子構造を持ち、かつイミド結合が強い分子間力を持つため、すべての高分子中で最も高い熱的、機械的および化学的性質を有する。その特性を生かして電子回路の絶縁層に利用されている。しかし、このポリイミド樹脂の特徴は、繊維等へ成型する場合に大きな課題となる。そこで本研究では、ポリイミド樹脂を製造する際の中間物質であるポリアミド酸について繊維化し、その後にポリアミド樹脂化を行うことにより課題の解決を試みた。

3　実　　験

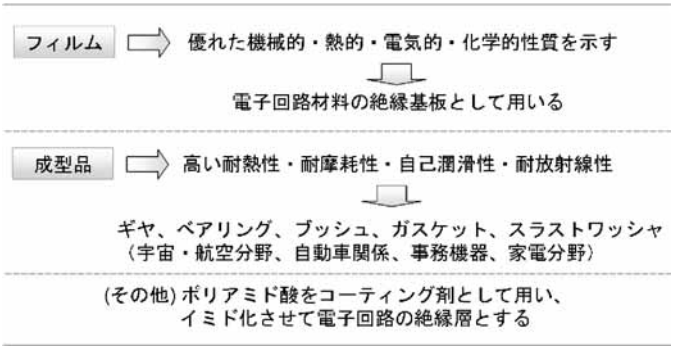
3.1　ポリイミド樹脂

代表的な市販のポリイミド樹脂と熱可塑性ポリイミド樹脂について繊維化試験を行なった。熱可塑性ポリイミド樹脂は、構造が直線的なポリイミドを故意に曲げた構造にすることにより熱に溶解させることが可能になったポリイミド樹脂である。

3.2　ポリアミド酸の合成

市販のポリイミドでは、熱や溶剤では溶けないので、ポリイミド樹脂を加熱処理する前工程の物質であるポリアミド酸を合成して繊維化を試みた。図１にポリイミド樹脂の製造方法を示す。4,4-ジアミノフェニルエーテル

表２　ポリイミド樹脂の主な用途



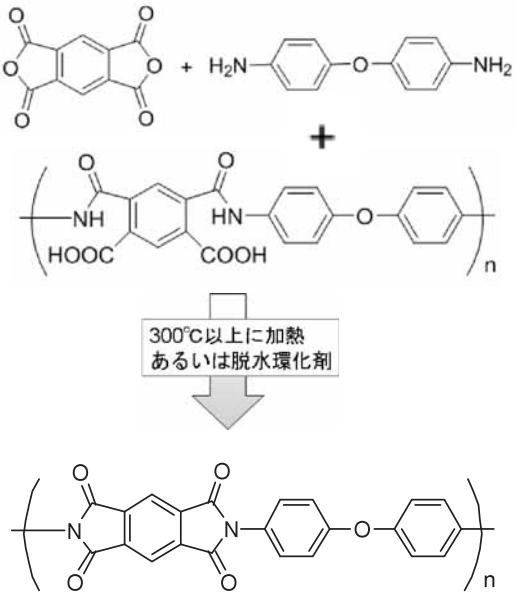


図１ ポリイミド樹脂の製造方法
（ポリイミド樹脂（下段）ポリアミド酸（中段））

を乾燥窒素気流下、室温において乾燥ジメチルホルムアミドに溶解し、その後無水ピロメリット酸を加えてポリアミド酸を合成した。このポリアミド酸を 300℃以上に加熱するか、脱水環化するとポリイミド樹脂になる。

３.３　ポリイミド樹脂およびポリアミド酸の繊維化

図２にポリイミド樹脂の繊維化方法を示す。ポリイミド樹脂を加熱し、溶解させてエレクトロスピニングした。印加電圧は 25ｋV、加熱温度はポリアミド樹脂は 400℃前後、ポリアミノ酸は 66℃で行った。

４　結果と考察

４.１　ポリイミド樹脂の繊維化試験

ポリイミド樹脂は、熱や溶剤に溶かすことができず、繊維化することができなかった。熱可塑性ポリイミド樹脂は、直径が数μｍから 10μｍ程度の繊維を得ることができた。しかし、製造途中で高分子材料の粘度が上がり連続して製造することが困難であることがわった。この原因は、熱分析結果から加熱により樹脂がゲル化するためと考えられた。

４.２　ポリアミド酸の繊維化試験

ポリイミド樹脂を加熱処理する前工程の物質であるポリアミド酸を合成して繊維化する実験を行なった結果、直径 200nm のポリアミド酸の繊維化に成功した。図３に試作したポリアミド酸繊維の電子顕微鏡写真を示す。直径 200nm 程度のポリアミド酸繊維が得られたが、まだ繊維直径は不均一で、一部に太い繊維も混在していた。今後の課題として、直径の揃ったナノファイバー製造条件を見出す実験が必要であることがわかった。

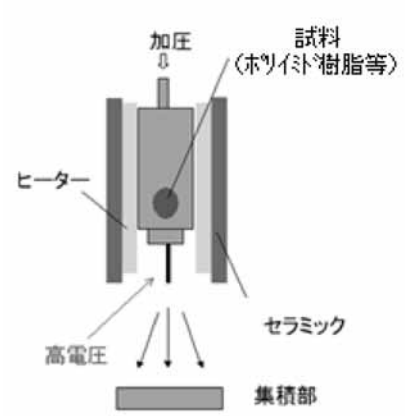


図２ エレクトロスピニング装置の概略

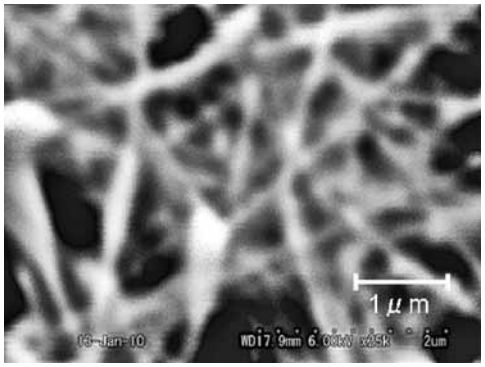


図３ 試作したポリアミド酸繊維の電子顕微鏡写真

５　結　　論

工業材料に広く利用されている溶媒に溶け難いエンジニアリング・プラスチック系ナノファイバー製造技術に関する調査研究を行い、以下のことが明らかになった。

１）　文献調査などから、エンジニアリング・プラスチックで配向性の高いナノファイバー炭素材料の開発に適しているのはポリイミド樹脂であることがわかった。

２）　ポリイミド樹脂は、熱や溶剤に溶解せず、本実験範囲では繊維化することができなかった。

３）　市販の熱可塑性ポリイミド樹脂では、直径２μｍ程度の繊維化は可能だったが、熱により樹脂がゲル化して連続で繊維化を進めることはできなかった。

４）　直径 200nm のポリアミド酸の繊維化に成功した。しかし、繊維直径は不均一で、太い繊維も混在していた。今後の課題として、直径の揃ったナノファイバー製造条件を見出す実験が必要であることがわかった。

（文責　中野恵之）
（校閲　有年雅敏）

〔技術改善研究〕

39　エレクトロスピニング法を用いた糸表面加工技術および加工装置の開発

東山幸央，中野恵之，原田知左子，瀬川芳孝，古谷　稔，藤田浩行，近藤みはる，有年雅敏

1　目　　的

今後の繊維製品の高付加価値化への進むべき方向として、極細繊維（ナノファイバー）化が有望視されている。繊維直径を非常に細くすることにより、独特の風合い（触感等）や極薄・極軽量化、通気抵抗の減少などの新たな機能性を付与することができる。

エレクトロスピニング法は、ナノファイバーを比較的簡便に作製できる手法であるが、今まで本法により作製されたナノファイバーの用途は、フィルター等の産業資材分野が主で、衣料などの繊物分野に適用されることはほとんど無い。この要因として、ナノファイバーが連続した糸ではなく不織布状で得られることと、ナノファイバー単体では強度が低く製織できないことが考えられる。

本研究では、従来の糸の表面にナノファイバーを吹付加工・固定化させることにより、強度を上げて製織を可能にするとともに、繊物分野への適用を目指すための糸表面加工技術および加工装置の開発を行った。

2　実験方法

図１に開発したエレクトロスピニング糸表面加工装置の写真を示す。本装置を用いて糸表面にナノファイバーを吹付・固定する方法は、以下の手順で行う。

① ポリエチレンテレフタレート（再生ハップ材）の10wt%HFIP（ヘキサフルオロイソプロパノール）溶液を溶液供給部のシリンジに充填し、マルチノズル部に送液する。

② ノズル部に 12kV の電圧を印加し、原糸供給部より送られる綿糸と同速度で回転するロール状の捕集部に向けてエレクトロスピニングを行い、綿糸表面にナノファイバー層を積層させる。

③ この糸を捕集部より切り出した後、撚糸機で撚りをかけて巻き取る。

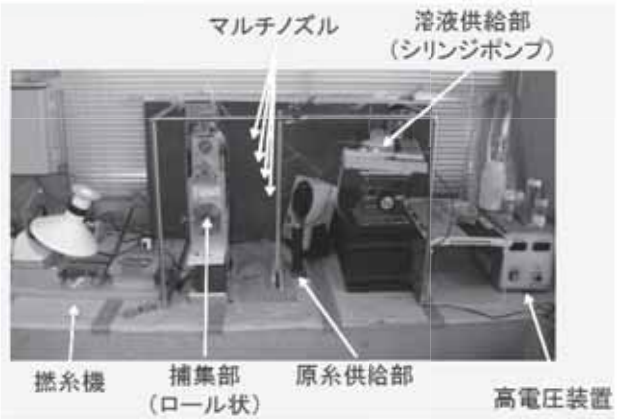


図１　エレクトロスピニング糸表面加工装置

3　結果と考察

エレクトロスピニング表面加工の状況を図２に示す。

ロール状の捕集部はステンレスベルト製で、ロール下部より綿糸が供給される。ノズル先端よりエレクトロスピニング噴射が起こり、ナノファイバー層が綿糸の表面に積層された後、ロール上部の回転刃により切り出され、撚糸機に送られる。ノズル本数を増やすことによって、単位時間あたりのナノファイバーの吐出量が上がり、糸表面への加工速度を速めることが可能である。例えばノズルを６本用いた場合、1m/min の加工が達成できる。

撚糸工程の状況を図３に示す。撚糸前の綿糸には、平テープ状のナノファイバーが積層しているが、トップ

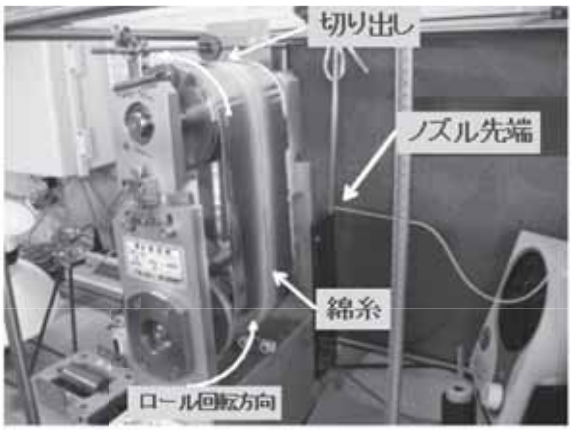


図２　エレクトロスピニング表面加工の様子

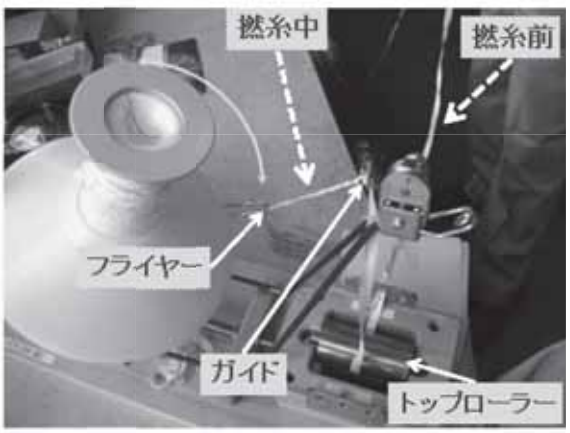


図３　撚糸の試験の様子

ローラー・ガイドを通過後、回転するフライヤーにより撚りがかかって捩れている様子を確認することができる。

図１の装置を用いて作製したエレクトロスピニング表面加工糸の写真を図４に示す。黒色の綿糸の表面が白いナノファイバー層で被覆され、白い糸の様に見える。加工前後の糸の電子顕微鏡写真を図５に示す。綿糸表面が上手く被覆されていることが確認できる。

エレクトロスピニング表面加工糸の表面を更に拡大した電子顕微鏡写真を図６に示す。繊維直径 200nm 以下のナノファイバーが確認できる。

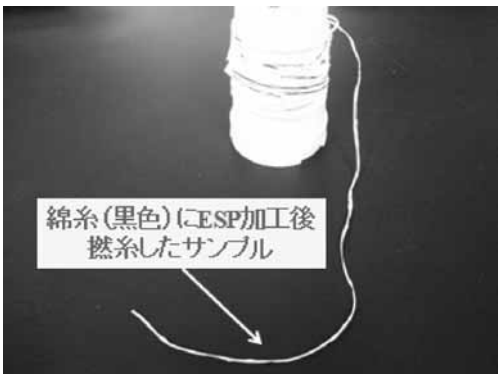


図４　エレクトロスピニング表面加工糸

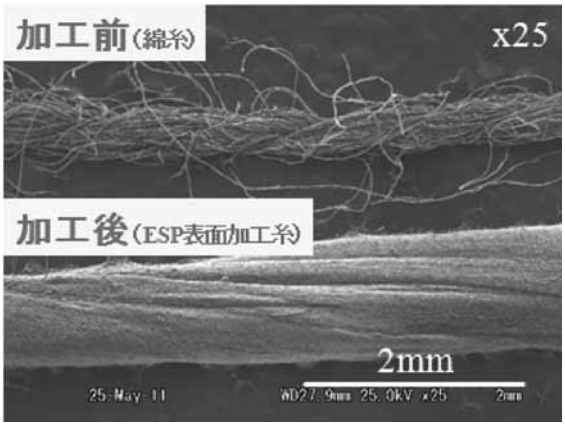


図５　加工前後の糸の電子顕微鏡写真

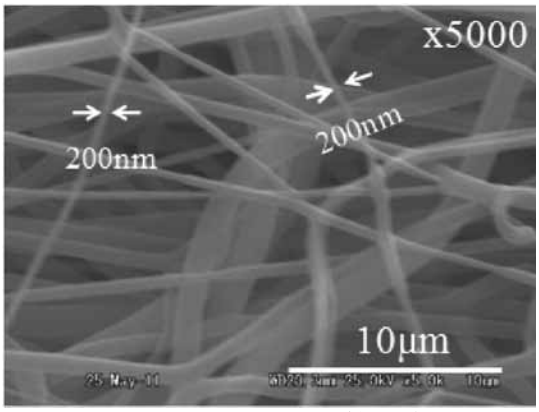


図６　エレクトロスピニング加工糸表面の
ナノファイバーの電子顕微鏡写真

今回は糸のラインを一本で行ったが、6 本のノズルを糸の進行方向に対して縦一列に並べた場合でも、エレクトロスピニング噴射によりナノファイバーが積層する幅は 6～8cm 程度ある。今回の検討では 6mm 幅で切り出しているため、10 ライン程度の並列加工は可能であると考えられる。勿論、並列に 2 列（ノズル 12 本）・3 列（ノズル 18 本）とノズルを増設することも可能であり、その分加工速度・生産効率は向上する。

4　結　　論

本研究は、エレクトロスピニング法によるナノファイバーを織物に適用するために、綿糸を芯材としてナノファイバーを綿糸の表面に積層し、撚りをかけることによって固定化することを目的とした、エレクトロスピニング糸表面加工装置を開発した。その結果、綿糸をポリエステルナノファイバーで被覆したエレクトロスピニング表面加工糸の作製に成功した。ノズルを 6 本用いることにより、加工速度 1m/min が可能になった。

今後は、水溶性ビニロンの糸を芯材にしてエレクトロスピニング表面加工糸を作製し、この糸を製織することにより、水溶性ビニロンとナノファイバーの混紡布を作製する。その後水溶性ビニロンを溶解処理することにより、100%ナノファイバー織物が作製できることになる。

（文責　東山幸央）
（校閲　有年雅敏）

〔経常研究〕

40　多様な素材に対応した先染複合織物の開発研究

古谷　稔，瀬川芳孝，近藤みはる

1　目　　的

常に斬新な素材を求めるファッション業界の要求に応えるため、播州織業界ではデザイン、素材、機能性を駆使した最新の製品を開発している。播州織業界は、春夏用製品に偏重した生産体制になっており、シーズンオフになると生産量が変動するため、春夏時の生産体制を維持するための打開策が必要となっている。

本研究は、シーズンオフの生産量を維持する対策として、よこ糸に多様な糸を使う秋冬用製品に適した先染交織複合織物の試作開発を目的として取り組んだ。

2　先染交織複合織物の試作

たて糸（綿 80/2，4,900 本/52 ｲﾝﾁ）に対して、よこ糸に各種素材を用いた織物を試作した。以下に交織織物織物の製織条件、仕上がり密度および目付を示す。

① ウール交織複合織物（図１参照）

素材：ウール 1/48 番、72 本／ｲﾝﾁ
加工：ワッシャ（ウール縮絨調整）
仕上げ巾：100 ㎝（※標準仕上げ巾は 114.5cm）
密度：134 本/ｲﾝﾁ、目付：172g/㎡、生地厚：0.84 ㎜



図１　ウール交織織物の断面

② ウール・ポリウレタン交織複合織物（図２参照）

素材：ウール 1/48 番、CSY40ｄ/綿 40/1、72 本／ｲﾝﾁ
加工：ノンテンション加工（ウール縮絨調整）
仕上げ巾：80 ㎝（※標準仕上げ巾は 114.5cm）
密度：160 本/ｲﾝﾁ、目付：212g/㎡、生地厚：1.08 ㎜



図２　ウール・ポリウレタン複合交織織物の断面

3　先染交織複合織物の評価

3.1　交織複合織物の評価

試作織物の目付は、172g/㎡と 212g/㎡、厚さは 0.84 ㎜と 1.08 ㎜で通常のシャツ用織物（目付：100g/㎡前後、厚さ：0.32 ㎜程度、図３）に比べて重く厚いが、持った感じの感覚では「軽さ」を感じさせる織物となった。断面観察（図１、２）の結果、よこ糸のウール糸がたて糸の綿糸を覆い隠す構造を形成している。



図３　代表的なシャツ用織物の断面

3.2　試作した交織複合織物による製品化

図４左はウール交織織物を使用したリバーシブル（片面は既存のウール生地使用）のコートで、図４右がウール・ポリウレタン交織複合織物を使用したジャケットである。



図４　試作した製品例（左：コート、右：ジャケット）

いずれの製品とも、手に持った時の感覚が軽く、ふんわりした触感があるという高い評価を得た。軽量感覚に結びつく要因としては、袋織（二重織）によるウールとの複合化やポリウレタンとの交織により、空気層を十分に確保し、織物に厚みが生じ「軽い」と感じさせていると考えられる。「軽い」と感じる感覚が、購入行動と一致するとことから高い評価が得られた。また、秋冬用途に求められる保温性を持ち、特にポリウレタンを使用した織物は、その伸縮性から着用時の密着性が高く、高い保温性が期待できる。

4　結　　論

秋冬用に適した軽量感のある交織複合織物の商品化の可能性を示した。今後、秋冬用の受注増に寄与し、安定した産地生産体制の維持が期待される。製品試作にご協力いただいた(株)ミスティミストに感謝の意を表します。

（文責　古谷　稔）
（校閲　有年雅敏）

〔経常研究〕

41　整経工程におけるたて糸の巻取張力の評価に関する研究

藤田浩行，古谷　稔

1　目　　的

織物の準備工程である整経工程は、クリールに立てられた多数の糸を一斉に引き出し、整経ドラムに巻き取る。巻取時一定の張力が糸に負荷されるが、張力の大小や変動は糸の伸長量を変化させる。引き出す糸の間で張力差や張力変動が大きい場合、たて方向へスジ状の欠点が発生するなど織物クレームの要因となる場合もあり、張力管理は非常に重要である。一方、張力は素材や太さなど糸の規格や染色などの加工条件および巻取速度などにより大きく変化することが予想される。

本研究は、安定した品質の織物製造技術の確立のため糸管から糸を巻き取る時の張力評価を実施し、綿糸の太さや染色加工および巻取速度が張力に与える影響を明らかにした。

2　実験方法

糸管の糸は、カム式ワインダー((株)神津製作所製)を用いて巻取速度を 100～400m/min の範囲で変化させて巻き取った。張力はテンションメータ（エイコー測器(株)製）からの出力電圧を A/D 変換して PC に入力した。サンプリング間隔は 10Hz である。計測時の様子を図１に示す。なお、計測した綿糸の種類は、表１のとおりである。

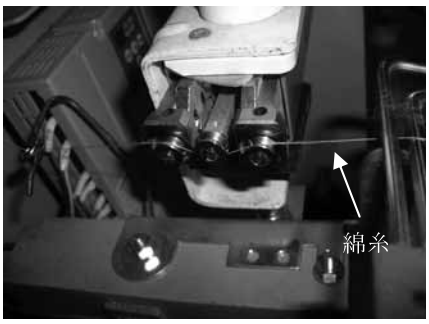


図１　巻取時の張力計測

表１　張力計測した綿糸の種類

	種　類	太さ
①	精錬漂白糸	80/2^{s}
②	染料染色糸	80/2^{s}
③	原糸	30^{s}
④	原糸	5^{s}
⑤	シルケット加工糸	80/2^{s}

3　結果と考察

表２に太さのみが異なる綿糸（③、④）の平均張力および張力変動である標準偏差の結果を示す。また、図２に糸速 200m/min で巻き取った時の張力変化の一例を示す。5^{s} の綿糸は、30^{s} よりも３～４倍程度と大幅に張力が増加し、その変動も大きくなった。糸が太くなれば、走行時の接触面積が大きくなることにより摩擦力が増加し、張力が増加したと考えられる。なお、両者とも糸速の増加に伴い、比例的に張力は増加した。

表２　糸の太さおよび糸速と張力(cN)

糸速	④原糸 5^{s}		③原糸 30^{s}	
(m/min)	平均張力	標準偏差	平均張力	標準偏差
100	13.41	5.16	3.72	1.58
200	23.25	11.94	7.89	4.50
300	42.82	23.06	9.95	5.78
400	51.00	29.20	12.68	8.35

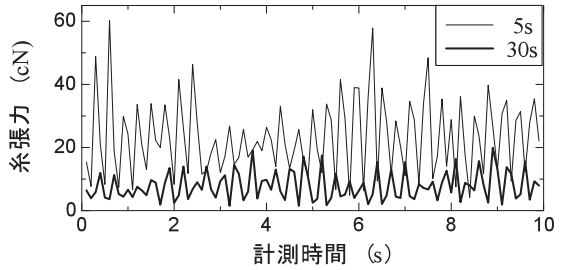


図２　太さの異なる綿糸の張力変化（糸速 200m/min）

表３に太さが同じで加工が異なる綿糸（①、②、⑤）の計測結果を示す。精錬漂白糸と染料染色糸に大差はないが高速で巻いた場合、精錬漂白の方が張力は大きくなった。また、シルケット加工糸は①、②と比較して、張力および標準偏差とも大幅に小さい。これらは、加工に伴う油剤の付着や形態変化が糸表面の平滑性に影響を与え、変化したと考えられる。

表３　綿糸の加工条件および糸速と張力(cN)

糸速	①精錬漂白		②染料染色		⑤シルケット加工	
(m/min)	平均張力	標準偏差	平均張力	標準偏差	平均張力	標準偏差
100	2.47	0.73	2.77	0.88	1.94	0.45
200	3.75	1.63	4.27	1.72	2.46	0.57
300	5.45	1.92	4.85	1.92	3.17	0.97
400	7.76	4.34	6.70	2.94	3.94	1.00

（文責　藤田浩行）
（校閲　古谷　稔）

〔経常研究〕

42　商品化を目指した顔料染色技術の開発

瀬川芳孝，藤田浩行，東山幸央

1　目　　的

顔料染色による衣料の商品化には、個性的な色柄を用いた高感性な織物開発が求められる。顔料染色では、均染性はもとより中白染色糸とか剥げ感糸、また染色部と非染色部がランダムになったかすり糸等、従来にない特殊な糸の染色を可能にする差別化した染色技術が要求される。そこで、チーズ染色機と一本染色機を用いた顔料染色による染着性と摩擦堅牢性の評価試験を行い商品化を検討した。

2　実験方法

2.1　染色試験

20 番手綿糸、40 番手綿糸および 40 番手ポリエステル糸をそれぞれ約 300g ソフト巻きして、高温高圧チーズ染色機（日本染色機械(株)製）を用いて 60℃で 30 分染色した。

顔料は、EMACOL CT BLUE を、バインダーには、EMACOL CT BINDER ASC（共に山陽色素(株)製）と RU-3952（スタールジャパン製）を使用し、染料とバインダーを一浴で染色する場合と染色後にバインダー処理する方法で試験した。

一方、染着性を比較するため、一本の糸を顔料染色浴に通して速度 80m/min で走らせながら染色する一本染色法についても試験した。

2.2　摩擦堅牢性と染着性の評価試験

摩擦堅牢度は、JIS L 0849 7.1 b) による摩擦試験機Ⅱ型を用いて 100 回往復摩擦し、変退色と汚染を評価した。また、染着性は目視で評価した。

3　結果と考察

3.1　染着性の評価

チーズ染色では、低浴比染色と言っても浴比１：８程度であり、被染色糸の８倍量の水に顔料を分散させて染めることになる。したがって、顔料濃度が薄くなり濃色染めには不向きであった。綿糸の番手別には大差はないが、ポリエステル糸は高濃度染色が困難であった。均染性は、チーズの内外に僅かな濃度差が見られるものの使用できる範囲であった。

また、糸の周りのみを染色し、中心を白いまま残す中白染色や染色部と非染色部がランダムになったかすり糸は、一本染色機において染色することができた。しかし、生産効率が悪くコスト高になることが懸念される。今後の課題として、薬助剤を用いて糸の中心まで染まらなくしたり、絣状に染まる様々な工夫が必要である。

3.2　摩擦堅牢性の評価

摩擦堅牢度は、染色糸を添付白布で摩擦して色の剥げ具合や色移り程度を判定するもので、１級から５級の間を９段階で評価し、数値が大きいほど堅牢性が高い。

表１に顔料染色糸（AaCc：20 番手綿糸、BbDd：40 番手綿糸）の摩擦堅牢度をバインダーの種類別に示した。ＡＢＣＤは、染料とバインダーを一浴で染色したもの、ａｂｃｄは、染色後バインダー処理したものである。

表１　顔料染色糸の摩擦堅牢度評価

バインダー	EMACOL CT BINDER ASC				RU-3952			
	A	a	B	b	C	c	D	d
変退色(級)	3-4	4	3-4	4	4	4	3-4	4
汚　染(級)	1-2	3	1-2	3-4	2-3	2-3	2	3

変退色は、3-4 級以上あるが部分的に若干の色落ちが認められた。現在の感性として剥げ感のある衣料が好まれるので適度な堅牢度と思われる。また、汚染は、1-2 級から３級と低く、堅牢性を向上させる加工条件の確立が必要である。全体的に一浴染色よりも染色後バインダー処理した方が堅牢性は高かった。

4　結　　論

チーズ染色により均染性は得られるものの、高濃度染色には不向きであった。また、染色時間が長いため中白染色糸等の差別化素材を作るには糸の前処理、染色形態、バインダー等の新たな技術が必要である。

摩擦堅牢度は、染色後のバインダー処理により向上した。また、一本染色機による顔料染色糸はコスト高になるものの、表情のある染色糸が得られることがわかり商品化に活用できる。

（文責　瀬川芳孝）

（校閲　古谷　稔）

〔重点領域研究〕

43　シカ革の特性評価

佐伯　靖，西森昭人，松本　誠，桑田　実，原田　修，森　　勝，中川和治

1　目　　的

近年、兵庫県ではホンシュウシカによる農林被害への対策として、年間数万頭のホンシュウシカの捕獲駆除を行っている。ホンシュウシカ皮を有効利用するため、平成 20 年度にホルムアルデヒド鞣し白革素材の開発、平成 21 年度にはクロム鞣し革の開発を行った。

本研究では、ホンシュウシカ革の製品化において、その革特性を評価し、牛革や洋鹿革(ニュージランドや北米産の鹿)との差別化製品や高付加製品の開発のために、強度、水分特性および革組織を比較し、特性評価を行った。

2　実験方法

2．1　シカ革および成牛革の調整および成分分析

ホンシュウシカは、アルデヒド鞣し(白革)、植物タンニン再鞣し、クロム鞣し革の３種類を調整した。エゾシカ、洋鹿は市販品を用いた。なお洋鹿革は鞣し剤にジルコニウムを含有している。成牛については白革の市販品を用い、植物タンニン再鞣し、クロム鞣し革を調整した。これらの革について、JIS K 6550 により成分分析を行った。

2．2　シカ革および成牛革の物性および水分特性

シカ革および成牛革の引張強さおよび引裂強さは、JIS K 6550 により評価試験を行った。ガーレー剛軟度は、GURLEY TYPE STIFFNESS TESTER((株)安田精機製)を用いて評価試験を行った。革の吸水度は JIS K 6550 の重量法、革の吸湿度と放湿度は JIS K 6544 に準じて評価試験を行った。

2．3　シカ革および成牛革の圧縮特性と接触冷温感

堅さの評価として圧縮特性は KES-FB3、接触冷温感 q-max は KES-F7 (THERMO LABO Ⅱ TYPE) (カトーテック㈱製)を用いて測定した。

2．4　シカ革および成牛革の表面および断面観察

革の表面および断面観察は、Quanta200FEG(FEI 社製)の走査電子顕微鏡を用い、低加速電圧(5kV)倍率 50 倍で観察した。

3　結果と考察

3．1　シカ革および成牛革の化学成分

シカ革および成牛革の化学成分を表１に示す。植物タンニンによる再鞣しを行ったホンシュウシカ革の鞣し度の値は大きい。これはホンシュシカが植物タンニン鞣し剤と結合し易いためであると考えられる。脂肪分は３～10％であり、表２より革のクロム含有量は２～４％であった。

表１　シカ革および成牛革の化学成分

革の種類	灰分(%)	脂肪分(%)	鞣し度
アルデヒド鞣し(白革)			
ホンシュウシカ	0.8	6.9	5
エゾシカ	3.7	9.3	22
洋鹿	12.3	7.9	17
成牛	4.4	3.1	6
植物タンニン再鞣し			
ホンシュウシカ	0.7	10.5	77
エゾシカ	0.3	7.8	56
洋鹿	8.0	7.7	58
成牛	0.6	3.7	32

表２　クロム鞣し革の化学成分

革の種類	脂肪分(%)	鞣し度	クロム含有量(%)
ホンシュウシカ	5.7	28	4.1
洋鹿	8.1	11	2.1
成牛	3.2	12	2.5

3．2　シカ革および成牛革の物理特性

シカ革および成牛革の物理特性を表３に示す。ホンシュウシカのアルデヒド鞣し革の引張強さ、引裂強さは高く、剛軟度の値が小さいことから成牛革に比べ柔軟であることが分かった。

表３　シカ革および成牛革の物理特性

革の種類	引張強さ(Mpa)	引裂強さ(N/mm)	剛軟度＊(mN/mm)
アルデヒド鞣し			
ホンシュウシカ革	40	93	6.6
エゾシカ革	13	40	2.0
洋鹿革	30	36	8.0
成牛革	17	86	8.9
植物タンニン再鞣し			
ホンシュウシカ革	17	27	8.2
エゾシカ革	18	30	4.6
洋鹿革	25	28	8.1
成牛革	23	44	9.6
クロム鞣し			
ホンシュウシカ革	27	34	3.4
洋鹿革	41	44	4.1
成牛革	16	43	8.0

＊ガーレ剛軟度は値が低いほど柔らかい

シカ革および成牛革の水分特性を表４に示す。エゾシカ、ホンシュウシカは吸水度、吸放湿性が成牛に比べて高い。また図１の吸水度曲線から、ホンシュウシカは、短時間に吸水度が飽和しており、吸水速度が速いことがわかる。

表４　シカ革および成牛革の水分特性

革の種類	吸水度 (%)	吸湿度 (mg/cm^2)	放湿度 (mg/cm^2)
アルデヒド鞣し			
ホンシュウシカ革	201	9	9
エゾシカ革	296	12	12
洋鹿革	154	4	4
成牛革	102	6	6
植物タンニン再鞣し			
ホンシュウシカ革	79	9	9
エゾシカ革	171	12	12
洋鹿革	143	5	5
成牛革	69	7	6
クロム鞣し			
ホンシュウシカ革	228	6	7
洋鹿革	203	10	11
成牛革	131	7	6

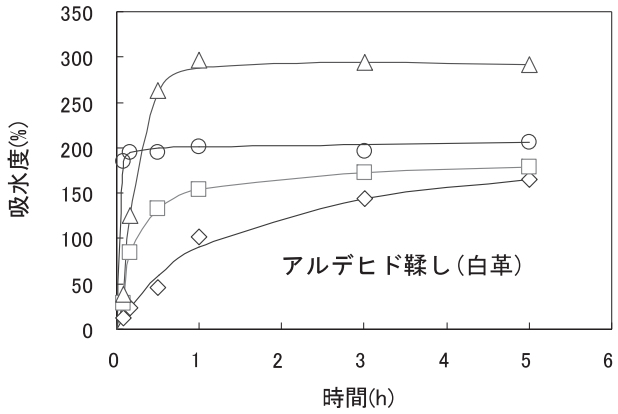


図１　シカ革および成牛革の吸水度

○:ホンシュウシカ　△:エゾシカ
◇:成牛　□:洋鹿

３.３　シカ革および成牛革の圧縮特性と接触冷温感

シカ革および成牛革の圧縮特性と接触冷温感を表５に示す。圧縮の直線性 LC による表面の堅さは、革による有意差はあまりみられないが、圧縮仕事量 WC ではエゾシカが柔らかいことが分かった。接触冷温感 q-max は、アルデヒド鞣しホンシュウシカ革が、0.3 と他の革に比べて高いことから、やや冷たく感じる結果となった。

表５　シカ革および成牛革の圧縮特性と接触冷温感

革の種類	LC	WC ($gf/cm/cm^2$)	RC (%)	q-max (w/cm^2)
アルデヒド鞣し				
ホンシュウシカ革	0.4	0.2	63	0.3
エゾシカ革	0.5	0.4	56	0.2
洋鹿革	0.5	0.2	58	0.2
成牛革	0.3	0.2	64	0.2
植物タンニン再鞣し				
ホンシュウシカ革	0.3	0.2	63	0.2
エゾシカ革	0.6	0.4	62	0.1
洋鹿革	0.5	0.2	54	0.2
成牛革	0.4	0.1	71	0.2
クロム鞣し				
ホンシュウシカ革	0.4	0.3	59	0.2
洋鹿革	0.6	0.2	48	0.2
成牛革	0.4	0.1	62	0.2

３.４　シカ革および成牛革の表面および断面観察

シカ革および成牛革の組織を図２に示す。ホンシュウシカ革の表面は毛痕が大きく、牛革と比べると肌目が粗いが、断面の繊維は細く緻密で、柔軟性と触感に優れている要因になっていると考えられる。

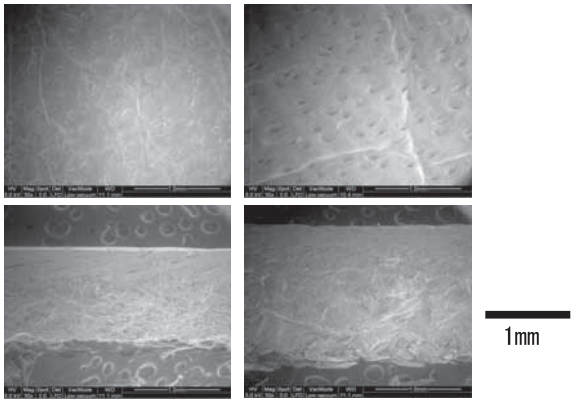


図２　ホンシュウシカ革および成牛革の電子顕微鏡写真
（上段：表面、下段：断面）

４　結　　論

ホンシュウシカのアルデヒド鞣し革は、物理特性、水分特性、圧縮特性、接触冷温感によって特性評価した結果、他の革に比べて良好な特性を持っていた。ホンシュウシカ表面の荒さや傷等を黒漆仕上げで改善することにより、高級製品の開発が可能であると考えられる。

謝　　辞

走査電子顕微鏡観察において兵庫県警察本部科学捜査研究所に、ご協力頂きましたことを深く感謝いたします。

（文責　佐伯　靖）
（校閲　中川和治）

〔技術改善研究〕

44　皮革の高堅ろう性染色技術の開発

松本　誠，西森昭人，佐伯　靖，桑田　実，原田　修，森　　勝，中川和治

1　目　　的

皮革製造業者が直面している問題として、染色堅ろう性、特に染色摩擦堅ろう度（以下、色落ちと記す）の問題があげられる。皮革に関するクレームでは色落ちに関するクレームの割合が大きい。従来、皮革は 50～60℃で染色されるが、色落ちを防ぐためには繊維で行われているように 100℃付近の高温で染色するのが望ましい。しかし、皮革の場合、100℃まで温度を上昇させると革が収縮して品質が低下するため、温度を上昇させることができないので、色落ちの問題が生じる。仕上げ工程において厚塗りをすれば、銀面からの色落ちを防げるが、それでは天然皮革の特色である手触りを損ない、商品価値が低下する。また、断面、肉面側からの色落ちも重要な問題であるが、仕上げでは防げない。そこで、色落ちを嫌う消費者のニーズに対応して、染料の固着性を上げた高堅ろう性革の製造の開発が必須であると考えられる。

我々は、高濃度の硫酸塩存在下でコラーゲンの熱変成温度が大幅に向上することを見出した[1)]。つまり硫酸塩存在下では革を高温で処理することが可能となり、これを染料の固着処理に利用できると考えた。

そこで本研究では、染色を行った革の染料固着性を向上させるため、高温下における最適な処理条件を検討する。また、染色摩擦堅ろう度の向上を目的として、染色後に行う洗浄条件の検討を行った。

2　実験方法

2.1　静置による染色

粉末の酸性染料(黒色)を用いて３％に調製した溶液に、厚さ 1.2㎜ のタンニン鞣しクラストレザー（タンニン革)、厚さ 1.5㎜ のクロム鞣しクラストレザー（クロム革)、を浸漬し、60℃で 30 分間静置することにより染色を行った。

染色後、水洗を行い、60℃で 30 分間、ギ酸２％溶液に浸漬した後、水洗した。

2.2　染料の固着処理

静置染色を行った革を硫酸アンモニウム飽和水溶液中に所定温度で所定時間、浸漬した。浸漬後、水洗を行った。

2.3　染色革の洗浄処理

静置染色を行った革を下記条件にて洗浄した。

①　ノニオン型界面活性剤ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル１％溶液で 60 分、洗浄した後、２％ギ酸溶液に浸漬し、60℃で 30 分間静置し、水洗した。
②　蒸留水で室温にて４時間、洗浄した。
③　炭酸ナトリウム２％溶液に浸漬し、20℃で 10 分間静置後、２％ギ酸溶液に浸漬し、60℃で 30 分間静置し、水洗した。

2.4　革の染色摩擦堅ろう度測定

JIS K 6547 により、染色摩擦堅ろう度の試験を行った。摩擦試験機Ⅰ型を用いた。

3　結果と考察

3.1　固着処理を行った際の染色摩擦堅ろう度

タンニン革とクロム革において、染料の固着処理を行った際に染色摩擦堅ろう度に与える影響をそれぞれ、図１、図２に示す。

タンニン革では固着処理を行わなくても、乾燥条件では汚染も変退色も 4－5 級と良好な結果が得られたが、湿潤条件では汚染で 1－2 級と等級が低く、改善する必要がある。固着処理を行ったが、80℃、95℃で 30 分あるいは 60 分処理しても、改善はみられなかった。クロム革でも同様で、固着処理を行っても改善は見られなかった。

染色温度を上げれば、クロム革と酸性染料の結合性が

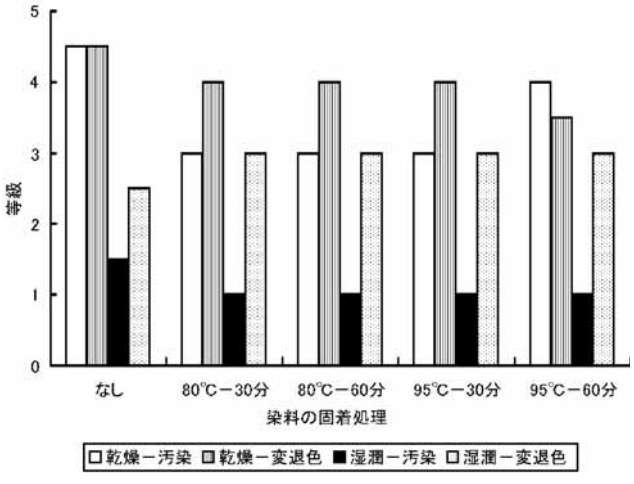


図１　染色摩擦堅ろう度に及ぼす固着処理の影響
（タンニン革）

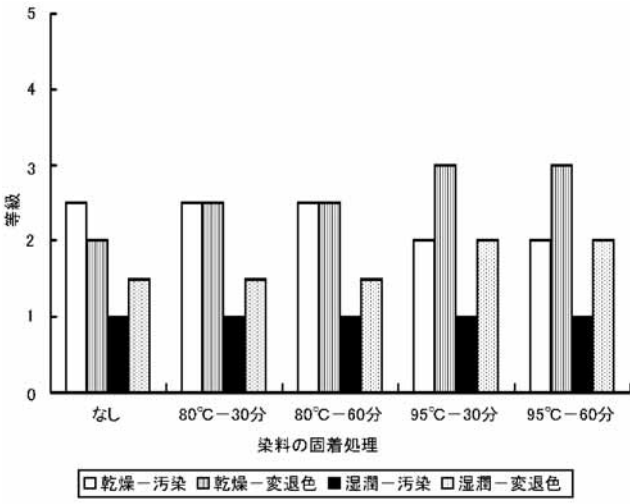


図２　染色摩擦堅ろう度に及ぼす固着処理の影響
（クロム革）

上がり、洗濯や汗に対する湿潤染色堅ろう度（JIS L 0848）が向上することは報告されている[2]。それにも関わらず、今回、染色摩擦堅ろう度が向上しなかったのは、試験方法の違いに原因があるのではないかと推測される。JIS K 6547 のⅠ型試験機で染色摩擦堅ろう度を測定する際には 900g の荷重で試験するため、微量の未固着の染料もこすり取り、結果として低い等級を示すと推察される。

３．２　洗浄処理の染色摩擦堅ろう度に及ぼす影響

タンニン革とクロム革において、染色革の洗浄処理を行った際に染色摩擦堅ろう度に及ぼす影響をそれぞれ図３、図４に示す。

タンニン革では界面活性剤による洗浄、蒸留水の洗浄によって改善がみられなかった。炭酸ナトリウムーギ酸処理によって、乾燥－汚染、乾燥－変退色、湿潤－変退色が４級、湿潤－汚染が３級にまで改善した。

クロム革では界面活性剤による洗浄、蒸留水の洗浄によって、乾燥－汚染、乾燥－変退色、湿潤－変退色が４級以上にまで大きく改善した。しかし、湿潤－汚染は２級と 1－2 級とほとんど改善されなかった。炭酸ナトリウムーギ酸処理を行い、乾燥－汚染、乾燥－変退色が４級、湿潤－汚染が３級、湿潤－変退色が 3－4 級にまで改善した。

JIS K 6547 のⅠ型試験機で染色摩擦堅ろう度を測定する際には 900g の荷重をかけており、革表面に完全に固着しきれていない染料が綿布に付着して汚染されると考えられる。固着しきれていない酸性染料の洗浄には界面活性剤や蒸留水では不十分であり、炭酸ナトリウムで洗浄することによって、染色摩擦堅ろう度が改善できたのではないかと考えられる。

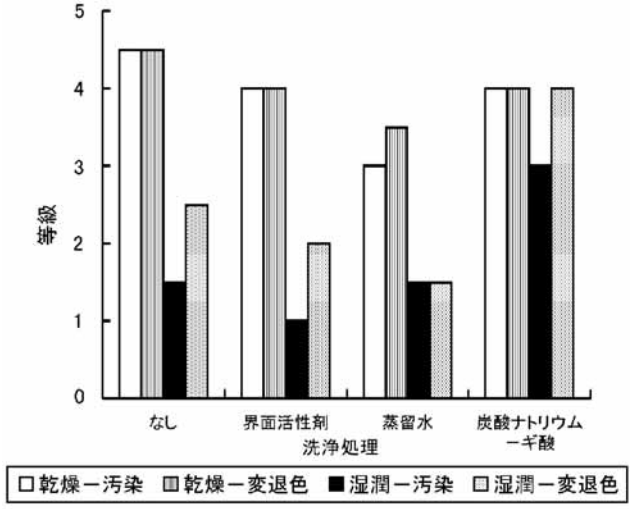


図３　染色摩擦堅ろう度に及ぼす洗浄処理の影響
（タンニン革）

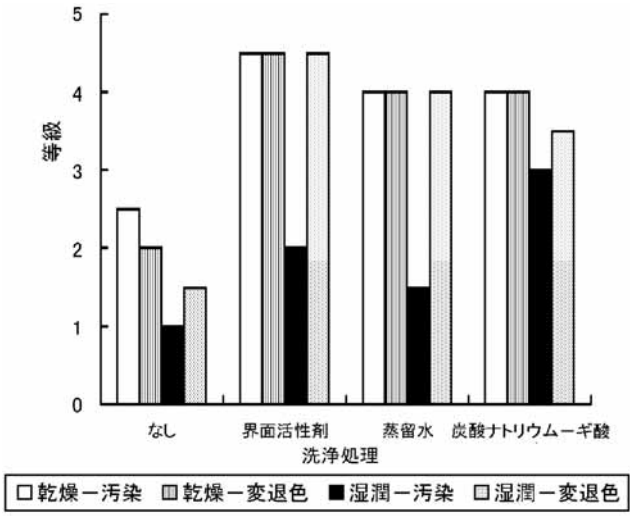


図４　染色摩擦堅ろう度に及ぼす洗浄処理の影響
（クロム革）

４　結　　論

タンニン革、クロム革はどちらも、染色堅ろう性に有効であると思われた高温処理では効果が得られなかったが、炭酸ナトリウムとギ酸による洗浄処理を行うことによって、JIS K 6551 くつ用革の中底革（男子用、婦人，子供用）、裏革（男子用、婦人，子供用）の規格をクリアできた。４級到達を目指して、今後も固着剤、撥水剤を用いた高堅ろう性染色技術を検討していく。

参 考 文 献

1）松本　誠，原田　修，中川和治，兵庫県立工業技術センター研究報告書, 19, 88(2010)
2）日本皮革技術協会：総合皮革科学，明誠企画（株），(1998)，p.159.

（文責　松本　誠）（校閲　中川和治）

〔経常研究〕

45　播州織物を利用した革小物の開発

佐伯　靖，西森昭人，桑田　実

1　目　　的

地域ブランド「播州織」との組合わせにより、革製品の付加価値を上げ、革の需要増大と地場商品の情報発信を目的として、革と播州織物とを組合わせた製品開発を行った。播州織物は、薄地で柔軟性に富んでいる。そこで生地にウレタン樹脂やアクリル樹脂の含浸を行うことで、裏地として利用可能な最適な堅さや糸のほつれの改善を検討することで革小物製品を試作した。

2　実験方法

2.1　バット浸せきによる生地の樹脂含浸試験

樹脂原液 10%配合水溶液に生地を浸漬し、浴きり後、自然乾燥を行った。柔軟度は柔軟度試験機(BLC ソフトネステスター British Leather Confederation 社製)を用い、25mm φ の条件で測定した。使用した樹脂原液(固形分)はウレタン１(20％)、ウレタン２(40％)、アクリル１(20％)、アクリル２(20％)であった。

2.2　2dip2nip(浸せき・ロール絞り２回繰返)による生地の樹脂含浸試験

樹脂原液の 15%および 20%溶液に生地を 2dip2nip 含浸後 、ピンテンター100℃で 3min 乾燥後、ベーキングを 150℃で 3min 行い、柔軟度を測定した。また比較のため、裏地として使用されているナイロン生地(紺、茶色)の柔軟性を測定した。

3　結果と考察

3.1　バット浸せきによる生地の樹脂付着率と柔軟性

バット浸せきによる生地の樹脂含浸では、表１に示すようにウレタン樹脂含浸により、付着率５～７％で未処理に比べて、やや堅くなる傾向がみられた。生地の糸のほつれ、張り感はいずれも改善されたが、浸せき処理後、絞りを行っていないため、生地の滑り感や表面の柔らかさが低下しているように思われた。

表１　バット浸せきによる生地の樹脂付着率と柔軟度

樹脂	配合率(%)	付着率(%)	柔軟度 BLC*
未処理	0	0	7.9
ウレタン１	10	5.1	7.4
ウレタン２	10	7.6	7.4
アクリル１	10	4.7	7.9
アクリル２	10	4.3	7.9

＊：柔軟度 BLC は値が低いほど堅い傾向を示す。

3.2　2dip2nip による生地の樹脂付着率と柔軟度

生地の樹脂含浸で一般に行われる 2dip2nip とピンテンターによる乾燥、ベーキングを行った結果、表２のようにいずれの樹脂含浸も生地の堅さが改善された。配合率 15～20%では、絞りを行っているため樹脂の付着率はバット浸せきに比べ低下したが、ベーキングによる固着により堅さが改善されたと考えられる。裏地として利用されているナイロン(紺色)に近い堅さが得られた。2dip2nip により樹脂含浸を行った播州織物を革小物の裏地として利用した結果、裁断時の糸のほつれや変形が改善され、適度な張りと表面の触感の良いブックカバーを試作することができた。

表２　2dip2nip による生地の樹脂付着率と柔軟度

樹脂	配合率(%)	付着率(%)	柔軟度 BLC
未処理	0	0	8.6
ウレタン２	15	5.2	6.8
ウレタン２	20	6.9	6.5
アクリル１	15	2.6	7.3
アクリル１	20	3.4	7.2
ナイロン 茶	―	―	5.4
ナイロン 紺	―	―	6.3

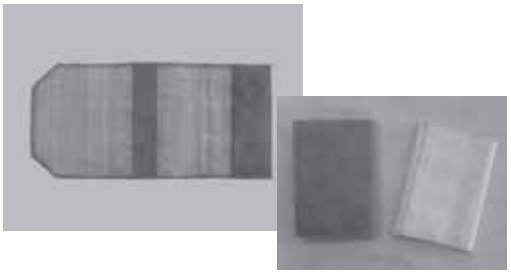


図１ 播州織物を利用した革小物

4　結　　論

播州織物は 2dip2nip によりウレタン樹脂を５～７％含浸させることによって、適度な堅さを保持させ、糸のほつれ、張り感を改善した裏地として、ブックカバー等の革小物に利用可能であった。

（文責　佐伯　靖）
（校閲　森　　勝）

〔経常研究〕

46　革のはっ水加工に関する研究

森　　勝，西森昭人

1　目　　的

革製品の欠点の一つとして革が水に濡れやすく、濡れた後、そのまま乾燥すると風合いの硬化や変形などが生じることがある。そのため、フッ素系、シリコーン系等の処理剤を用いた革のはっ水加工が行われている。これらの処理剤は高温でキュアリングしなければならないが、革は耐熱性が低いために高温にできない。したがって、はっ水剤が固着せず、耐久性に劣る場合が多い。

本研究では低温でのはっ水剤の固着を目的として、革表面のプラズマ処理を行った後、フッ素系シラン化合物を塗布し、キュアリングする方法を検討した。

2　実験方法

試料として素上げ革(クロム鞣し)および仕上げ革（クロム鞣し、硝化綿ラッカー仕上げ）の2種類の革を使用した。シランは信越シリコーン製トリフルオロプロピルトリメトキシシラン(TFS)を用いた

プラズマ処理は、サムコ(株)製のBP−1型プラズマ処理装置を用いて行った。試料を平行平板型の電極の上に置いて、13.56MHzの高周波電界を印可した。プラズマガスは酸素を用い、流量20ml/min、150Wで５分間照射した。その後、試料にTFSを塗布し、所定温度で1時間反応させた。はっ水性の評価は水の接触角で行った。

3　結果と考察

図１に素上げ革にプラズマ処理を行った後、TFS を塗布し、所定温度でキュアリングした試料の水の接触角を示す。キュアリング温度 100 および 150℃では、プラズマ処理の有無にかかわらずほとんど同じ接触角であり、未処理の素上げ革よりも接触角が増大した。しかし、キュアリング温度 50℃では、プラズマ処理を行った素上げ革は未処理の素上げ革とほとんど同じ接触角であった。

図２に仕上げ革にプラズマ処理を行った後、TFS を塗布し、所定温度でキュアリングした試料の水の接触角を示す。プラズマ処理を行った仕上げ革では、キュアリング温度による差はほとんど無く、未処理の仕上げ革よりも接触角が大きくなった。プラズマ処理を行わないといずれも未処理の仕上げ革と同じまたは少し低い接触角であった。素上げ革と仕上げ革のこのような違いはそれぞれの革の表面官能基の違いによると考えられる。

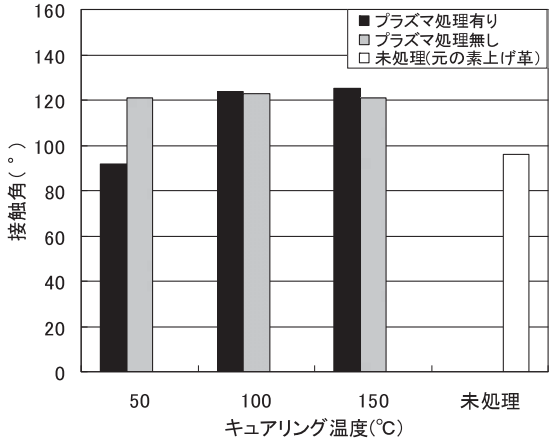


図１　素上げ革の水の接触角へのシラン化合物のキュアリング温度の影響

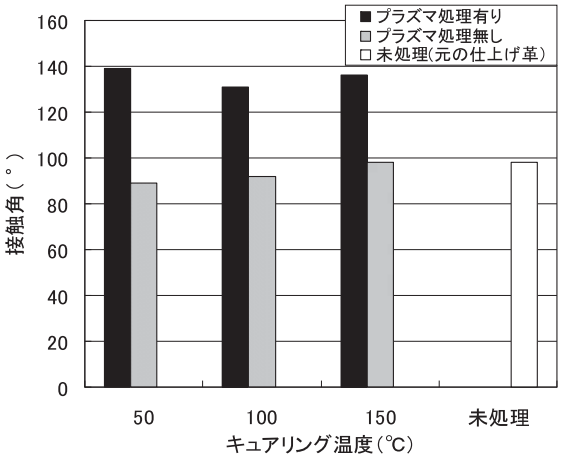


図２　仕上げ革の水の接触角へのシラン化合物のキュアリング温度の影響（仕上げ：硝化綿ラッカー）

4　結　　論

素上げ革はプラズマ処理の有無に関わらず、シラン化合物の塗布により同程度に接触角が増加した。他方、仕上げ革ではプラズマ処理した後、TFS を塗布することにより、接触角が増加することがわかった。仕上げ革では、50℃という比較的低温でも接触角を上げることができた。今後は、耐久性等の評価等を行う予定である。

（文責　森　　勝）
（校閲　中川和治）

〔経常研究〕

47　印刷容易な表面特性を有する下地革および処理技術の開発

西森昭人，佐伯　靖

1　目　　的

革製品に特長や個性を出すため、絵や模様を入れることが行われている。多品種小ロット商品が求められている現在において、カラフルなデザインで一枚からの生産に対応するには、従来の塗装による方法ではコスト的に高価となり実用的ではない。そのため、インクジェットプリンターによる印刷[1)]が行われているが、現状では専用のプリンター、インク、下地処理剤などを使用するために製造コストが高くなる。そこで、高価な革用プリンターを使用するのではなく、安価なパソコン用インクジェットプリンターを使用して、簡便に印刷することを試みた。

2　実験方法

2.1　革

リン酸鞣しされた革を、厚さ 1.0－0.9mm に漉いて使用した。

2.2　プリンター

1.2mm までの厚紙印刷可能なキヤノン製プリンター PIXUS Pro9000 Mark Ⅱを用いた。このプリンター用インクは染料系である。

2.3　印刷

革単独でプリンターに通すと、革送りがスムーズに出来ずにロールなどに巻き付き印刷エラーとなるので、両面テープを貼り厚紙に固定して印刷した。

2.4　表面処理

印刷した上から、表1に示した各種材料を薄く塗った後、塗膜作成のため低温でアイロンを当てた。

表1　印刷面の表面処理

No.	表面塗装材料	塗装方法
1	水性アクリル	スプレー
2	ニトロセルロースラッカー	スプレー
3	水性ウレタン（WT-2511）	バーコーター
4	水性ウレタン（WT-21-433）	バーコーター
5	紫外線硬化樹脂（TB 3075）	バーコーター
6	紫外線硬化樹脂（TB 3013B）	バーコーター
7	紫外線硬化樹脂（TB 3014C）	バーコーター

2.5　染色摩擦堅ろう度

ISO および JIS の染色摩擦堅ろう度試験に基づいて乾燥および湿潤状態で試験し、塗膜と印刷を評価した。

2.6　耐光性

インク自体の耐光性を評価するために、革に印刷後表面処理を施さずに耐光性試験を行った。キセノンアーク灯光 60W/m^2 で 24 時間照射し、照射前後での変退色を目視で評価した。

3　結果と考察

3.1　印刷

印刷結果の例を図1の写真に示した。いずれの色もきれいに印刷できた。

3.2　染色摩擦堅ろう度

乾燥試験では、全てが4級以上と良好な結果を示した。一方、湿潤試験では、No.3 と No.4 が4級以上で良好であったが、その他では 3 級以下であった。

3.3　耐光性

光照射前後での印刷面における顕著な変退色は見られず、使用したプリンターのインクは強い耐光性を持っていることが判明した。

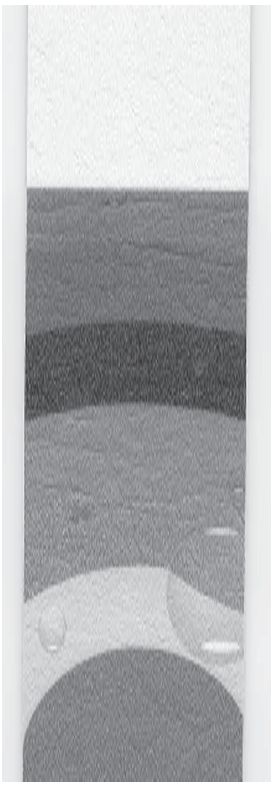


図1　革の印刷例

4　結　　論

高価な革専用プリンターではなく安価なパソコン用インクジェットプリンターを使用して、簡便に革に印刷することを試みた。今回表面処理に使用した塗装材料はいずれも乾燥状態では良好な染色摩擦堅ろう度を示し、ウレタン系のものでは湿潤状態でも良い結果であった。今後は、表面処理方法の改良と印刷塗膜の加工特性を検討する必要がある。

参 考 文 献

1）　由良好史，解野誠司，和歌山県工業技術センター研究報告（平成 13 年度），4 (2001)

（文責　西森昭人）
（校閲　森　　勝）

〔笹川科学研究助成（(財)日本科学協会)〕

48　システムダイナミクスモデルを用いた環境の動態予測に関する研究

伍賀正典

1　目　　的

現在、持続可能な社会を目指し、地域に密着しエネルギーを高効率に利用する自立した地域社会モデルが必要とされ、また、二酸化炭素（CO_2）排出量の削減目標として 2020 年に 1990 年比マイナス 25%が設定されている。本研究では、システムダイナミクスモデルを用いて、淡路地域を対象とし CO_2 排出量と経済の推移モデルを構築する。この地域では兵庫県および淡路島関係三市が連携し、「あわじ環境未来島構想」を策定し、温室効果ガスの大幅な削減を目標に地域資源である太陽光、風力発電、バイオマス等再生可能エネルギーを最大限利用するエネルギー自給島づくりを進めている。これらを踏まえ、再生可能エネルギーと家庭における電気自動車などの導入による省エネルギー対策によって将来の CO_2 排出量と社会の変化を予測し、持続可能な社会に適する社会モデルを模索する。

2　淡路地域の現状について

地域の CO_2 排出量の予測をするために、兵庫県の統計データを基に淡路の排出量を求め、それらより近似の式を求める。1990 年から 2005 年の期間において、淡路地域の世帯数はわずかに増加傾向であり、また、一世帯当たりの CO_2 排出量も増加傾向が認められる。淡路地域の家庭からの CO_2 推定排出量 E 及び世帯数 H は 2000 年以降の西暦の下 2 桁の値を x とすると以下に示す式から求められる。

$$E=1.14\times10^{-5.0x}+3.30\times10^{-3.0} \quad (\text{kt/世帯}) \quad (1)$$

$$H=199.7x+50949 \quad (\text{世帯}) \quad (2)$$

しかしながら、兵庫県の将来推計人口（21 世紀兵庫ビジョン）では、世帯数が単調に増加することへの期待は乏しいとされている。したがって、３つの人口推移のシナリオを想定する。シナリオ１は上記の (2)式に従うものとする。1990 年から 2005 年の期間で得られた人口推移から、2030 年までの人口を予測し、この値を兵庫県の平均世帯人員数の予測値で割り求めた世帯数をシナリオ 2 とする。同様に、兵庫県の将来推計人口から得た淡路地域の人口と平均世帯人員数の予測値から世帯数をもとめたものをシナリオ 3 とする。これらのシナリオから淡路地域の人口・世帯数の推移を予測した結果を図 1 に示す。そして、2030 年までの淡路地域の CO_2 排出量推定値の推移を図２に示す。

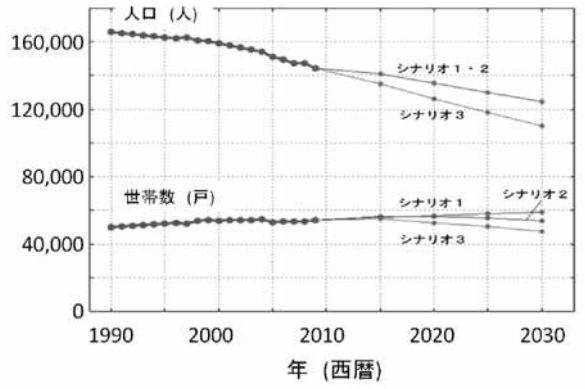


図１　淡路地域人口・世帯数の推移

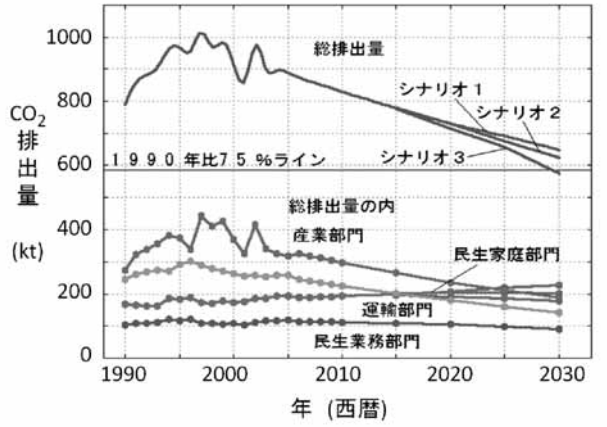


図２　淡路地域総排出量推定

人口がもっとも減少するシナリオ 3 においても、CO_2 排出量が 1990 年比 25%マイナスを達成するのは 2030 年が迫った時期であり、目標削減量を達成するためには、CO_2 排出量削減対策を導入する必要がある。

3　CO_2 排出削減対策の淡路島社会モデル

淡路地域は人口減少と経済縮小が指摘されているが、データからもそのような厳しい現状が読み取れる。しかし、CO_2 排出量の削減目標を達成するためには、人口減少地域でありながら CO_2 排出削減対策を導入する必要がある。現在、提唱されている「あわじ環境未来島構想」では、淡路地域は全島が瀬戸内式気候に属し温暖な気候と長い日照時間という特徴をもち、また、瀬戸内海の東端に位置することで西からの大きな風量があることが指摘されている。また、バイオエタノールを生成するバイオマスエネルギー化プロジェクトなどの具体的な取り組

みも行われている。これらに基づいて、淡路地域でのエネルギーの自給自足が提唱され、人口減少と経済縮小に対しては、持続可能な地域の成長モデルを確立し、2020年で人口20万人、2050年で人口30万人の地域になることを目標としている。これらを踏まえ、淡路地域に導入可能な再生可能エネルギーと、それらの導入による雇用創出効果を考慮しシミュレーションを構築する。

導入される CO_2 排出削減技術によって一年間に削減される CO_2 排出量を以下に示す。

・住宅用太陽光発電システム：家庭からの CO_2 の55%が電力によるものなので、この排出量が削減される。
・断熱住宅化：一家庭あたり 2.12×10^{-4} kt 削減
・高効率給湯機：一家庭あたり 3.12×10^{-4}kt 削減
・次世代自動車：一台あたり 1.00×10^{-3}kt 削減
・風力発電 1,500 kW 規模の発電システムあたり1.74 kt 削減
・バイオ燃料：使用量と同量の石油系排出量を削減

また、太陽光、風力発電、バイオマス熱の導入による雇用創出効果[2]と、高効率給湯器の導入による雇用創出効果[3]を導入する。これらの条件で構築したシステムダイナミクスモデルを図3に、シミュレーション結果を図4、図5に示す。

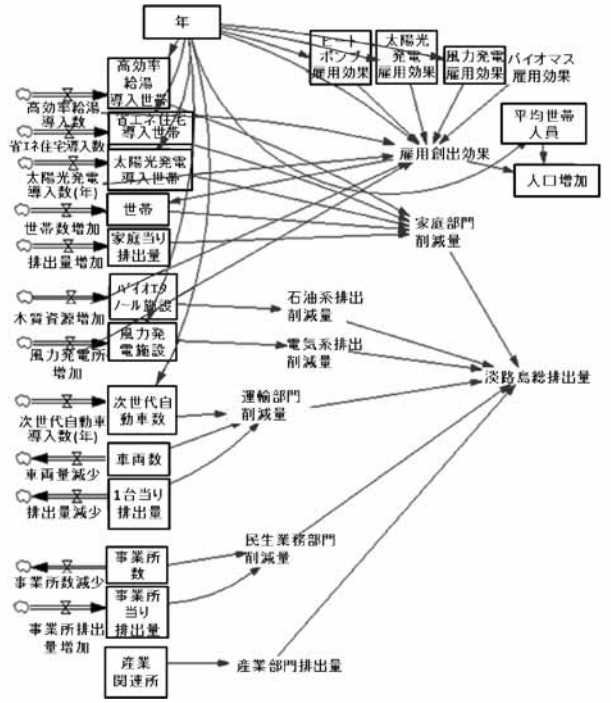


図3　淡路地域社会モデル

4　結果と考察

このモデルでは、雇用創出効果によって人口減少に歯止めがかかり、世帯数は増加している。CO_2 排出削減効果は、シナリオ1に削減対策を導入した場合、2020年に目標をわずかに達成することができない。しかし、削減対策導入によって2020年に100kt以上の CO_2 削減が可能である。また、「淡路環境未来島構想」では2020年に地域人口が20万人となる成長を目標としているが、このモデルでは15万人程度にとどまり、さらなる対策の導入が必要である。

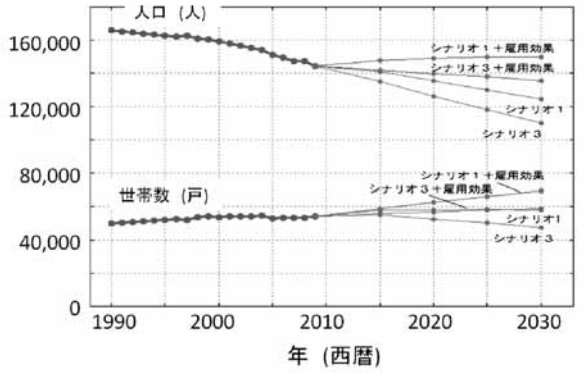


図4　CO_2 排出削減対策の雇用創出効果

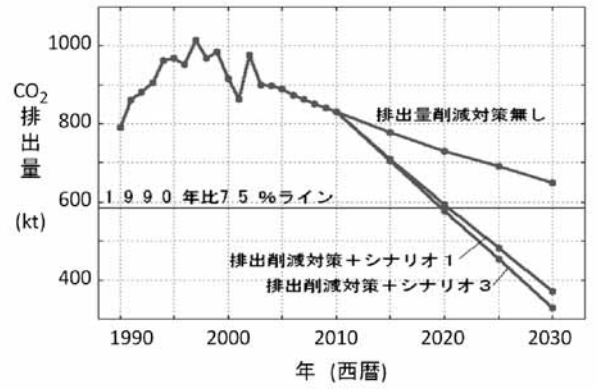


図5　CO_2 排出削減対策の効果

5　結　　論

本研究では、システムダイナミクスシミュレーションを用い、淡路地域で CO_2 排出削減技術を導入し削減目標を達成しつつその雇用創出効果によって地域縮小に歯止めをかけることが可能であることを示した。今後、モデルを精緻化し、省略要素を盛り込んだシミュレーションの構築を行い、政策提案に活用することを目指す。

参 考 文 献

1）低炭素社会構築に向けた再生可能エネルギー普及方策について（提言）参考資料7，環境省，2009
2）ヒートポンプ普及拡大による経済成長寄与見通しについて，(財)ヒートポンプ・蓄熱センター，2010

（文責　伍賀正典）
（校閲　松本哲也）

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20号

（平成２３年版）

平成２３年１１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

２３産Ⓣ１－００５Ａ４