ISSN　0918-0192
CODEN:HKSHEQ

兵庫県立工業技術センター研究報告書

第２１号

平成２４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２１号

目　次

無機材料系

1	水銀フリー酸化物系深紫外発光膜の開発 （技術改善研究）	石原嗣生、福住正文、泉　宏和	1
2	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	3
3	スパッタリング法による酸化物薄膜の作製に関する研究　（経常研究）	福住正文、石原嗣生	4
4	アパタイト型イオン伝導体薄膜を用いた中温作動型燃料電池の開発　（経常研究）	吉岡秀樹	5
5	新しい屋根材「黒燻（kuro-ibushi）」のブランド化に関する研究　（重点領域研究）	柏井茂雄、石原嗣生、山岸憲二、山下　満、福住正文	6
6	バルク金属ガラスの塑性変形能向上のための組成・変形条件の最適化　(重点領域研究)	兼吉高宏、青木俊憲、山口　篤、園田　司、柏井茂雄	8

金属材料系

7	ヒューマンスキルアシスト型注湯制御技術の開発 （戦略的基盤技術高度化支援事業（近畿経済産業局））	柏井茂雄、福住正文	10
8	窒化ホウ素膜のアルミニウムダイカスト用金型への応用研究　（兵庫県 COE(従来枠、本格的研究開発移行枠）	山下　満	12
9	ロータス型ポーラス球状黒鉛鋳鉄の特性評価に関する研究　（経常研究）	青木俊憲、稲葉輝彦	14
10	ニッケルアレルギー対策用スズー鉄合金めっき皮膜の作製　（科学技術振興機構　研究成果最適展開支援事業(A-STEP)FS 探索タイプ）	園田　司	15
11	ニッケルアレルギー対策用スズー鉄合金めっきプロセスに関する研究　（経常研究）	園田　司	17
12	高機能リードフレームの開発に関する研究 （経常研究）	山岸憲史	18

有機材料系

13	セルロースナノファイバーを補強剤とした機能性ゴム材料の開発　（科学技術振興機構　研究成果最適展開支援事業（A-STEP)FS 探索タイプ）	長谷朝博	19
14	表面ナノ構造制御によるゴム・高分子材料の撥水撥油性能の改善　（技術改善研究）	本田幸司、長谷朝博、礒野禎三、鷲家洋彦	21
15	ゴム表面への微細構造の形成と表面観察構造　（経常研究）	鷲家洋彦	23
16	フッ素樹脂素材の接着性改善　（経常研究）	柴原正文、本田幸司、長谷朝博	24
17	エレクトロスプレーデポジション法による有機–無機ハイブリッド薄膜の作製とその光機能性評価に関する研究　（経常研究）	石原マリ、中野恵之	25
18	チオフェン系材料を用いた半導体デバイス作製に関する検討　（経常研究）	平瀬龍二、石原マリ	26
19	樹脂成型用簡易金型の作製に関する調査研究（経常研究）	佐伯光哉	27

生産技術系

20	自走式草刈機用刃物のための磨耗特性評価（技術改善研究）	山口　篤、後藤浩二、園田　司、稲葉輝彦、青木俊憲、西羅正芳、永本正義	28
21	ギガサイクル疲労特性評価のための高速回転曲げ疲労試験機の開発　（重点領域研究）	廉本寧	30
22	耐熱構造材料のミニチュア試験片による高温繰返し応力-ひずみ関係に関する研究　（経常研究）	野崎峰男	32
23	レーザ加熱を利用した金属板の曲げ加工に関する研究（経常研究）	岸本　正	33
24	金属製品の光沢仕上げに関する研究　（経常研究）	山本章裕	34

電子技術系

25	集積化化学システムのための多機能型弾性表面波アクチュエーターの提案（科学研究費・基盤C（日本学術振興会)）	才木常正	35
26	外部磁気ノイズの影響を除去可能な高精度磁気式触覚センサの開発　（科学技術振興機構　研究成果最適展開支援事業（A-STEP)FS シーズ顕在化）	中本裕之	38

27 複合センサを利用した屋外環境の計測技術に関する研究 （重点領域研究） 金谷典武、北川洋一、三浦久典 41

28 広帯域光源を用いた光干渉による膜厚測定技術の開発 (経常研究) 松本哲也、瀧澤由佳子 43

29 LED の高調波電流対策技術に関する研究 （経常研究） 中里一茂、三浦久典 44

プロダクトデザイン系

30 組み込み型機器のためのGUIデザインパターンの体系化 （科学研究費・基盤Ｃ（日本学術振興会）） 平田一郎 45

31 操作性に優れた地場産業製品設計のための人の上肢最大発揮力の解析 （経常研究） 稲葉輝彦 47

バイオ技術系

32 天然成分を主剤とする排水凝集剤を用いた少糖、単糖成分の凝集性能に関する研究 （技術改善研究） 大橋智子、原田知左子、井上守正 吉岡秀樹、平瀬龍二、杉本　太 48

33 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 50

34 食品の機能性評価に関する研究 （経常研究） 泉　恵、井上守正 51

繊維技術系

35 圧縮空気による糸繋ぎ技術を用いた新たな全自動部分整経機の研究開発 （地域イノベーション創出研究開発事業（地域資源活用型）（近畿経済産業局)） 古谷　稔、藤田浩行、佐伯　靖、中野恵之、東山幸央、有年雅敏 52

36 高生産性・短納期対応・廃棄物削減を目指した整経システムの開発 （戦略的基盤技術高度化支援事業（近畿経済産業局)） 古谷　稔、有年雅敏、藤田浩行、佐伯　靖、中野恵之、東山幸央、瀬川芳孝 55

37 刺繍織(スワイベル織)による無縫製織物ドレス実用化の研究開発 （戦略的基盤技術高度化支援事業（近畿経済産業局)） 古谷　稔、有年雅敏、藤田浩行、佐伯　靖、中野恵之、東山幸央 59

38 縫合技術を用いたカーボン複合糸から作製する高耐久性バネ材料の開発 （科学技術振興機構　研究成果最適展開支援事業（A-STEP)FS ステージ探索タイプ） 藤田浩行 63

39 複合縫合糸から作製する織物強化複合材料の曲面成形技術の開発 （経常研究） 藤田浩行、古谷　稔 65

40　縫合技術を用いた高機能複合糸の開発に関する研究（技術改善研究）　藤田浩行、古谷　稔、東山幸央、中野恵之、瀬川芳孝、近藤みはる有年雅敏　66

41　ナノファイバー糸の高能率製造技術の開発（重点領域研究）　東山幸央、中野恵之、佐伯　靖、近藤みはる、瀬川芳孝、藤田浩行古谷　稔、有年雅敏　68

42　エジプト綿を用いた播州織の試作に向けての調査及び研究　（重点領域研究）　中野恵之、東山幸央、佐伯　靖、近藤みはる、瀬川芳孝、藤田浩行古谷　稔　70

43　パックテストを利用した繊維製品の遊離ホルムアルデヒドの簡易測定法の検討　（経常研究）　佐伯　靖、藤田浩行　72

皮革技術系

44　ナノエマルション加脂を利用した皮革製造技術の開発（技術改善研究）　原田　修、鷲家洋彦、松本　誠、西森昭人、桑田　実、森　勝、中川和治　73

45　撥水処理による染色摩擦堅ろう度の向上に関する研究（重点領域研究）　松本　誠、鷲家洋彦、西森昭人、桑田　実、原田　修、森　勝、中川和治　75

46　撥水加工した革の特性評価　（経常研究）　森　勝、西森昭人　77

47　製品加工に適した革印刷技術　（経常研究）　西森昭人、桑田　実　78

48　天然染料を用いた皮革の染色技術の開発（経常研究）　松本　誠、原田　修、中川和治　79

環境分野

49　天然物を主剤とする凝集剤を用いた放射能汚染土壌の浄化に関する研究　（重点領域研究）　井上守正、吉田和利、吉岡秀樹　80

50　ゼオライト等吸着剤による播州織染色排水の無色化に関する研究　（重点領域研究）　佐伯　靖、瀬川芳孝、藤田浩行、有年雅敏　82

〔技術改善研究〕

1　水銀フリー酸化物系深紫外発光膜の開発

石原嗣生，福住正文，泉　宏和

1　目　　的

欧州のWEEE＆RoHS指令（水銀1,000ppm以下）など環境有害物質の規制は益々厳しくなり、水銀ランプを利用した深紫外光源にも使用環境および製造環境における安全性には厳しい目が向けられている。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。そのため、水銀フリーで環境に対応した革新的な代替深紫外光源の開発は喫緊の課題となっている。

当センターは、平成21年度から経済産業省「地域イノベーション創出研究開発事業」に参画し、新規深紫外蛍光体材料の開発を実施してきている。その中で、Gdを添加したアルミン酸イットリウム系酸化物は、深紫外蛍光体として、優れていることを見いだした。

本研究では、各種デバイスへの展開を目指して、スパッタリング法を用いたアルミン酸イットリウム系酸化物（$Y_3Al_5O_{12}$（YAG）および $YAlO_3$（YAP））の薄膜化を検討し、高強度な深紫外発光膜の創製を試みた。

2　実験方法

2.1　薄膜の作製

Gd 添加アルミン酸イットリウム系酸化物膜は、高周波マグネトロンスパッタリング法を用いて、c 面サファイア基板上に成膜した。ターゲットには、Y に対して Gd を 1mol%添加した 3N YAG および 3N Y_2O_3 の焼結体（φ2 インチ）を用い、アルゴンガス中で成膜を行った。YAG の成膜には、YAG ターゲットを、YAP の成膜には、YAG と Y_2O_3 ターゲットの同時スパッタを行い、高周波出力を変化させて膜中の Y_2O_3 と Al_2O_3 の組成比を変化させた。高周波出力は 25～200W、基板温度は、室温～800℃、成膜時間は、1～2 時間とした。得られた膜の膜厚は、約 200～500nm である。

2.2　結晶構造評価

膜の結晶構造は、薄膜 X 線回折測定装置を用い、平行ビームで膜のアウトオブプレーン測定およびインプレーン測定を行い、面間および面内構造を評価した。

2.3　発光特性評価

膜のフォトルミネッセンス（PL）測定は、Xe エキシマランプ（波長 172nm）で励起し、ファイバマルチチャンネル分光器を用いて発光スペクトルを測定した。カソードルミネッセンス（CL）測定は、現在までに試作しているフィールドエミッション型の光源デバイスを用いて行った。CL スペクトルおよび CL 強度は、同様にファイバマルチチャンネル分光器を用いて測定した。

3　結果と考察

3.1　膜の結晶構造

基板温度 800℃においても、得られた試料は、非晶質であった。装置での最高基板加熱温度であるため、ポストアニール処理（900～1400℃）により、結晶を生成させることを検討した。図 1 に YAG の例を示すが、900℃以上でのポストアニール処理により、結晶相が生成した。ただし、1000℃以下では、YAG の結晶相以外にも、YAP 相が混在しており、YAG 単相にするためには、1100℃以上での熱処理が必要であった。生成した YAG 結晶はランダム配向であり、また、熱処理温度が、高くなるに従い生成した YAG の回折線のピーク位置が高角度側にシフトした。

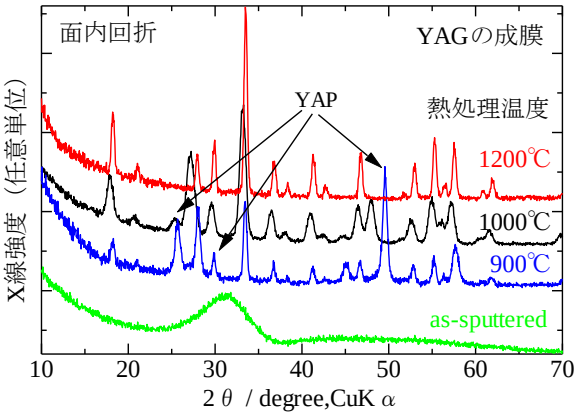


図 1　アニール処理による X 線回折図形の変化

次に、YAP 単相からなる膜の作製を検討した結果を図 2 に示す。成膜後に、1000℃でポストアニール処理を行った試料の X 線回折図形である。図中に示すように、Y_2O_3 と Al_2O_3 の組成比の違いにより、それぞれ異なる回折図形を示しているが、YAP 組成の 1:1（図中(c)）では、YAP は生成しなかった。等量よりも Y_2O_3 の割合が多くなると YAP が生成するが（図中(a)、(b)）、同定できない他の相が多く存在し、YAP 単相の膜を得ることはできなかった。

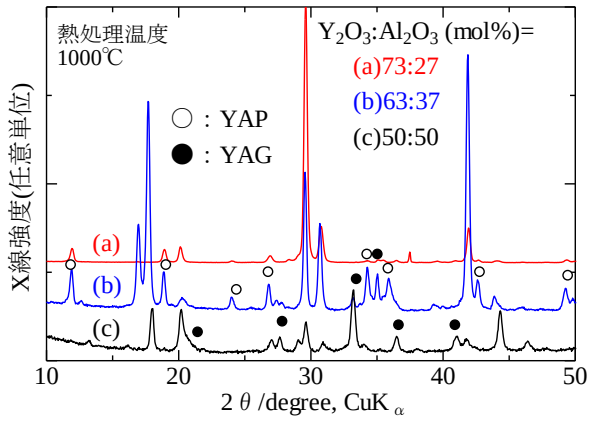


図 2　YAP 成膜の組成比による生成結晶相の違い

3.2　膜の発光特性

YAG が生成した熱処理温度 1100℃の試料の PL 測定結果を図 3 に示す。172nm 励起により波長 315nm 付近に高強度のナローバンド発光が見られる。これは Gd^{3+}の最低励起準位 $^6P_{7/2}$ から基底準位 $^8S_{7/2}$ への遷移による深紫外発光である。一方、650nm 付近のブロード発光は、励起光源であるエキシマランプによるものである。この Gd による深紫外発光の強度は、図 3 の中に示すように熱処理温度 1200℃で最大となり、さらに高温の 1400℃では逆に強度が減少している。X 線回折測定の結果、熱処理温度が高くなるに従い結晶格子が小さくなることが明らかになっており、高強度の深紫外発光には、最適な結晶格子の大きさが存在すると考えられる。

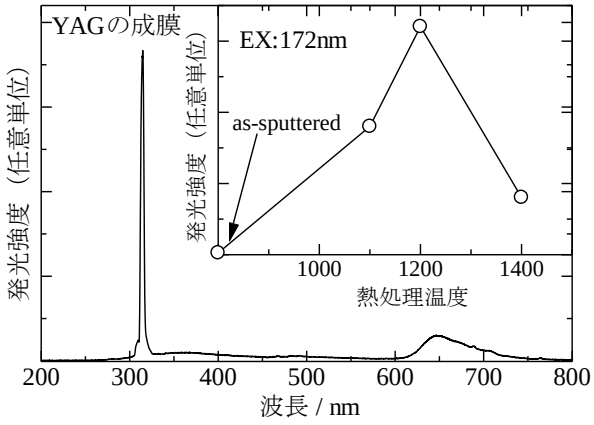


図 3　YAG 成膜の PL スペクトルと強度

図 4 に、Y_2O_3 と Al_2O_3 の組成比が異なる膜を 1000℃でポストアニール処理を行った試料の 172nm 励起での波長 315nm の PL 強度を示す。Y_2O_3 と Al_2O_3 が等量の試料（Y_2O_3 50mol%）よりも、Y_2O_3 含有量が多くなると PL 強度が増加し、Y_2O_3 が 63mol%で最大となり、それ以上の Y_2O_3 含有量になると逆に PL 強度が減少した。X 線回折図形で、YAP が生成した試料（Y_2O_3 63mol%）が、最大の PL 強度を示したが、YAG 成膜試料と比較すると PL 強度は非常に弱いものであった。

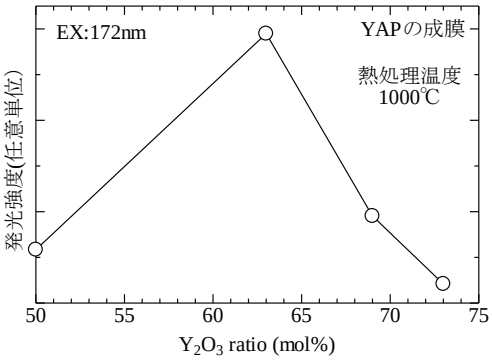


図 4　YAP 成膜の組成比による PL 強度の変化

図 5 に YAG 生成膜でフィールドエミッション型のデバイスを作製して行った CL 測定結果を示す。PL スペクトルと同様に、CL スペクトルも 315nm の高強度のナローバンド発光のみを示した。紫外線強度は、そのピーク強度から求めたものである。図中の kV はアノード電圧を示している。アノード電圧が高いほど紫外線強度が強くなり、また、電力密度が大きくなるに従い、単調に増加しており、飽和には至っていないことがわかる。

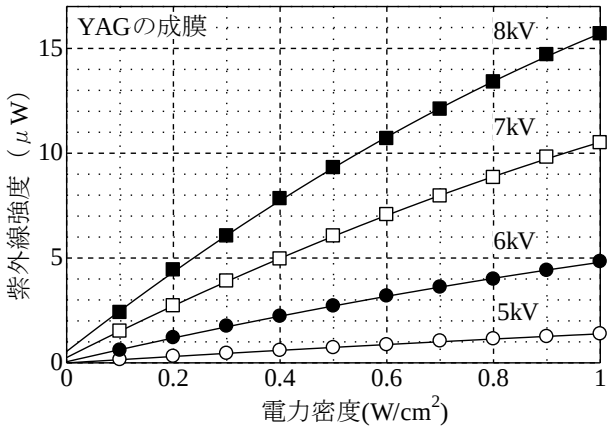


図 5　YAG 成膜の CL 強度の測定結果

4　結　　論

高周波マグネトロンスパッタリング法により、サファイア基板上に作製した膜を、1100℃以上で熱処理することにより高強度に深紫外発光する YAG 膜が得られた。得られた YAG 膜は、CL 測定結果から、深紫外光源として使用可能であると考えられる。

謝　　辞

本研究での CL 測定は、(株)ユメックス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。

（問合せ先　石原嗣生）

〔経常研究〕

2　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、また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 $BiFeO_3$-$Bi(Mg,Ti)O_3$ 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、その場レーザー光照射によって通常よりも低い基板温度で結晶性の良好な薄膜が得られることを見出した。一方、この固溶体のエンドメンバーである $Bi(Mg,Ti)O_3$ は、バルク体を常圧合成することができず、薄膜も単結晶基板上へのエピタキシャル成長によってしか得られていない。本研究では、その場レーザー光照射を伴う PLD 法により、多結晶 $Bi(Mg,Ti)O_3$ 薄膜の作製を試みた。

2　実験方法

原料酸化物粉末を秤量・混合し、ペレット状に成型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、$Pt/SrTiO_3(100)$ および $Pt/SiO_2/Si(100)$ 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、基板温度は室温および 450℃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を行った。

3　結果と考察

室温での成膜後に熱処理した試料のＸ線回折パターンを図１に示す。$Pt/SrTiO_3(100)$ 基板上では、500℃の熱処理でペロブスカイト型構造に結晶化したのに対し、$Pt/SiO_2/Si(100)$ 基板上では結晶化せず、650℃の熱処理により $Bi_4Ti_3O_{12}$ 型構造に結晶化した。これは、$SrTiO_3(100)$ 上に作製した Pt 膜の結晶配向性が、$SiO_2/Si(100)$ 上に比べ高かったためと考えられる。

そこで、$Pt/SiO_2/Si(100)$ 上において、低温で結晶化させるために、その場レーザー光照射の効果を検討した。450℃に保持した $Pt/SiO_2/Si(100)$ 上に成膜した試料のＸ線回折パターンを図２に示す。通常の PLD 法による成膜では、パイロクロアおよび $Bi_4Ti_3O_{12}$ 型構造に結晶化した薄膜が得られた。一方、その場レーザー光照射を伴う PLD 法によって成膜を行うと、パイロクロア型構造に帰属されるピークは消失し、ペロブスカイト型構造に帰属されるピークが現れた。これは、「その場レーザー光照射」のエネルギー付与が、熱処理や基板加熱とは異なる形態で行われていることを示唆している。

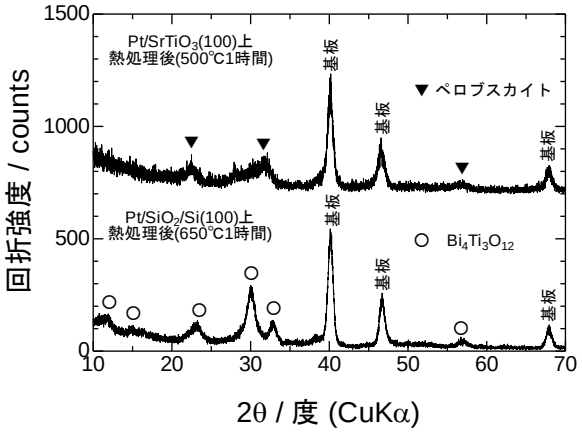


図１　得られた薄膜の熱処理後のＸ線回折パターン

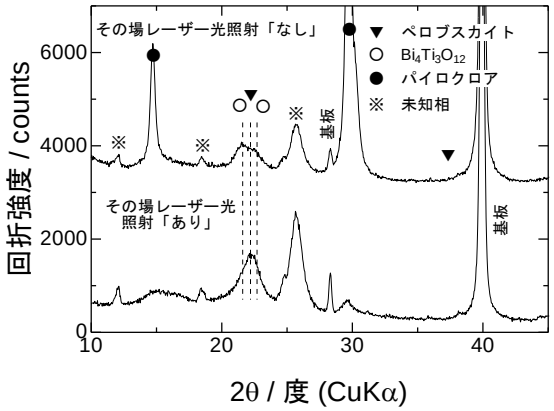


図２　450℃に保持した Pt/Si02/Si(100)基板上に成膜した試料のＸ線回折パターン

（問合せ先　泉　宏和）

〔経常研究〕

3　スパッタリング法による酸化物薄膜の作製に関する研究

福住正文，石原嗣生

1　目　　的

金属酸化物薄膜は様々な電気、磁気、光学特性を有し、エレクトロニクスや情報産業を支える機能デバイスに多く用いられている。高機能性薄膜作製にはクラックが無くかつ結晶性の良い高品質薄膜の作製技術が重要となる。

微結晶、微粉末の ZnO は、バリスタや蛍光体材料として各種電子機器に広く用いられているが、薄膜化することでさらに用途は広がる。結晶性の良い ZnO 薄膜を作製するため、基板としてサファイアが一般的に用いられているが、デバイスへの応用を考えた場合、電気伝導性があり、安価かつ結晶品質が高く加工性の良い Si 基板上への成膜が望ましい。しかしながら、Si 基板上に ZnO を直接成膜した場合、これらの熱膨張係数の差が大きいためにクラックが発生する。Si と ZnO との熱膨張係数差を緩和するため、バッファ層を導入することでクラックの発生を防ぐことができると考えられる。

本研究では、ZnO や Si と比較して熱膨張係数の大きな MgO をバッファ層として挿入して ZnO に圧縮応力を与えることでクラックのない高品質な ZnO 薄膜の作製を試みた。

2　実験方法

RF マグネトロンスパッタリング装置を用いて粉末ターゲット法により Si(100)基板上に薄膜を作製した。ZnO 粉末（5N）、MgO 粉末（4N）を固めてターゲットとした。ZnO 薄膜はスパッタ出力 100W で基板温度 600℃で、MgO 薄膜はスパッタ出力 30W で基板温度 600℃でそれぞれ成膜した。得られた膜の結晶構造評価は薄膜 X 線回折装置を用いて調べた。また、MgO バッファ層を成膜後、800℃で 1h 熱処理した後 ZnO を成膜したものについても検討した。

3　結果と考察

Si(100)基板上にバッファ層無しで ZnO を成膜したところ、c 軸に優先配向した膜が得られた。MgO バッファ層を 3nm～40nm と膜厚を変えて ZnO を成膜（膜厚 200nm）したところ、バッファ層の厚さによらず ZnO 薄膜はランダム配向の傾向が認められた。

一方、熱処理後のバッファ層に ZnO を成膜した場合、バッファ層が 3nm では ZnO 薄膜は c 軸に優先配向することがわかった（図 1）。また、バッファ層膜厚が増えると回折ピークはわずかに高角度側にシフトし結晶格子が収縮した。これは、バッファ層が厚くなると Si 基板からの距離が大きくなり ZnO 薄膜に対する Si 基板からの引張応力が小さくなったことによると考えられる。

次に結晶性について 110 面の半値幅を調べた結果を図 2 に示す。半値幅はバッファ層が厚くなると小さくなり結晶性が良くなっていくことがわかった。

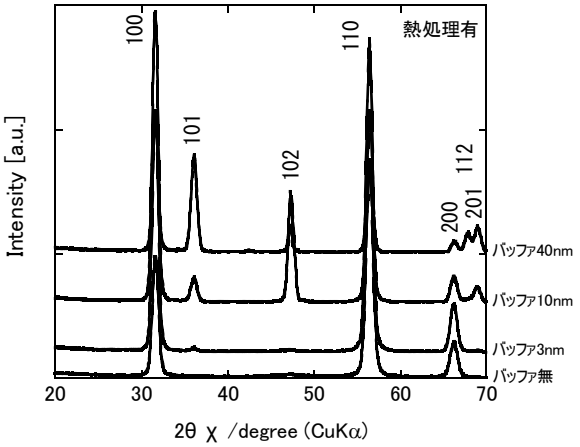


図１　バッファ層熱処理(800℃x1h)後の ZnO 薄膜の X 線回折パターン（In-Plane 測定）

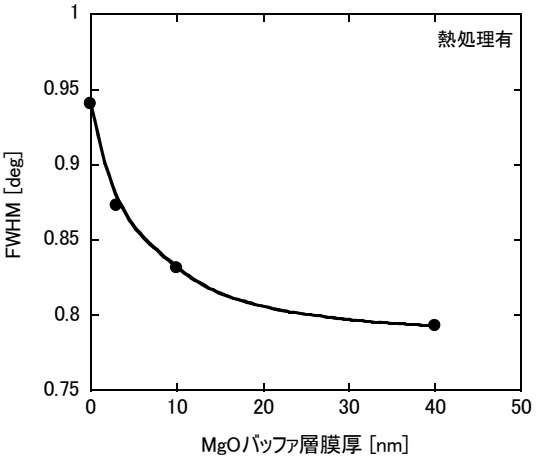


図２　バッファ層膜厚に対する Zn0 薄膜の半値幅の変化（110 面）

4　結　　論

MgO 膜をバッファ層とした ZnO 成膜ではいずれもクラックが発生しておらず、結晶性も良くなることがわかった。

（問合せ先　福住正文）

〔経常研究〕

4　アパタイト型イオン伝導体薄膜を用いた中温作動型燃料電池の開発

吉岡秀樹

1　目　　的

固体酸化物形燃料電池（SOFC）はクリーンで高効率、貴金属触媒が不要という優れた特徴をもち、次世代電源として開発が進められている。SOFC では、耐久性の向上とコスト低減をめざして 600°C 付近での中温作動が検討されている。アパタイト型構造のランタンシリケートは、中温度で高いイオン伝導度を示すため、中温作動型 SOFC 用電解質材料の有力な候補と考えられる。著者は、ランタンシリケート溶射膜を用いた負極支持型 SOFC を作製し、作動温度 800°C で 146、600°C で 41 mW cm^{-2} の発電出力をもつことを示した。

さらに汎用的な製造法として、微粒子ペーストを用いた作製も検討している。微粒子化により焼結温度を下げることができれば、現行の製造工程で生産が可能になる。本報告では、微粒子ペーストによる SOFC の作製と発電特性について報告する。

2　実験方法

(1) Mg ドープランタンシリケート（MDLS）粉末と溶剤、分散剤、樹脂を所定の比率で配合しビーズミルで粉砕、混合して MDLS ペーストを作製した。

(2) NiO および MDLS 粉末を重量比 6:4 で混合し、プレス成型後、1400°C で焼成して負極支持体を作製した。負極支持体上に MDLS ペーストを滴下し、スピンコータで薄く展開した。これを 150°C で乾燥後、400°C で仮焼成した。スピンコート－乾燥－仮焼成を 4 回繰り返した後、1400°C で本焼成し、ペースト膜試料とした。

(3) 焼成後のペースト膜試料表面に正極材料（LSCF: $(La_{0.6}Sr_{0.4})(Co_{0.8}Fe_{0.2})O_3$）をスクリーン印刷し、1000°C で焼き付けて単セルを作製した。セルを 800°C まで加熱した後、正極側には O_2、負極支持体側には H_2–Ar を流し、開回路起電力（OCV）が安定した後、800, 700, 600℃の順に発電特性を測定した。

3　結果と考察

単セル断面の SEM 像を図 1 に示す。多孔体である負極支持体（下側）と正極（上側）に挟まれた MDLS 電解質の膜厚は約 20 μm であり、1400°C での焼成で緻密に焼結している。固相法によるランタンシリケートの焼結温度は約 1700℃であるので微粒子ペーストを用いることにより焼結温度が 300 °C 低下したことがわかる。

作製した単セルの OCV は図 2 に示すように約 1.0 V と理論値(1.15 V)にかなり近い値であることから、電解質膜は緻密であり、ガスリークは少ないことがわかる。一方、最大出力密度は 61、15、2 mW cm^{-2} (それぞれ 800、700、600°C)であった。ペースト膜を用いた SOFC は出力が低く、特に 600°C で出力の低下が著しい。電解質と電極の電気的な接合が不十分であり、界面抵抗が増大しているためと考えられる。

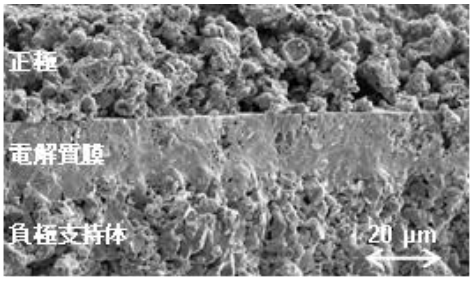


図 1　作製した単セル断面の SEM 像

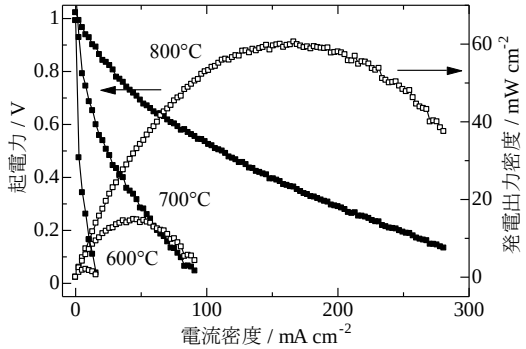


図 2　作製した単セルの発電特性（起電力と出力密度の電流密度依存性）

4　結　　論

微粒子ペーストの利用により、焼成温度 1400°C で緻密なランタンシリケート電解質膜が得られた。電解質膜を用いた SOFC 単セルは、理論値に近い OCV を示したが、600°C では発電出力が低下した。

謝　　辞

本研究にあたり、兵庫県立大学の嶺重温准教授、冨士色素株式会社に多大なご協力をいただきました。深く感謝をいたします。

（問合せ先　吉岡秀樹）

〔重点領域研究〕

5　新しい屋根材「黒燻（kuro-ibushi）」のブランド化に関する研究

柏井茂雄，石原嗣生，山岸憲史，山下　満，福住正文

1　目　　的

生活様式の洋風化などにより和瓦の生産が減少しており、いぶし瓦の産地である淡路でも生産量が伸び悩んでいる。これらの打開策として、新しい屋根材の開発と淡路瓦のブランド化が不可欠であり、産地では JAPAN ブランド事業などに取り組み、ブランド化を進めている。近年、淡路において従来のいぶし工程よりも高温で焼成と酸化処理を行うことで、今までにない黒くて美しい表面質感の屋根材が得られており、新しい屋根材として注目され、ブランド化が期待されている。

本研究では、この瓦を淡路「黒燻」としてブランド化を図ることを目的として、黒燻し化の理由を構造解析などから明らかにし、さらに原料成分、焼成条件と瓦の物性、光学特性の関係を調べることにより、「黒燻」の品質基準の検討を行った。

2　実験方法

粘土および焼成温度の影響を調べるために、産地、配合割合の異なる４種類（サンプル No.A～D）の瓦用粘土を用いて、1030℃、1050℃、1060℃、1080℃の各温度で焼成し、黒燻し瓦を作成した。通常の淡路いぶし瓦の焼成温度は 1000℃以下であるが、黒燻し瓦ではこれより高温で焼成し、さらにいぶし工程（還元処理）に加えて酸化処理が行われる。なお本研究では、小型の実験用窯と実際の操業窯（1060℃の場合）を用いて黒燻し瓦の焼成を行った。

粘土、焼成品の成分については蛍光Ｘ線分析装置により分析した。また、薄膜用Ｘ線回折装置、走査型電子顕微鏡により、焼成による構造、形態の変化を調べた。

また、黒燻し瓦の風合いはマンセル値の明度、彩度の比較により行い、吸水率、曲げ強度を測定した。

3　結果と考察

3.1　組成と表面構造

表１に代表的な粘土の組成と焼成後の組成について示した。粘土は産地と配合比の異なる４種類のものを用いたが、成分に大きな差が認められなかった。淡路の粘土は鉄系緑泥石が主の粘土鉱物で、酸化鉄の含有量が７～８％である。三河の粘土の鉄分が４％程度であるのに比較して高いのが特徴である。また、焼成前後の成分を比較すると、表面部は酸化マグネシウムが多いが、全体的には原材料と大きな差はないことがわかった。

表１　原料粘土と黒燻し瓦の組成分析結果

成分	原料粘土	黒燻し瓦（焼成後）	
		表面部	内部
Na_2O	1.1	1.9	2.1
MgO	3.8	4.2	2.7
Al_2O_3	21.4	22.9	17.4
SiO_2	59.0	55.4	63.0
K_2O	3.5	3.0	2.9
CaO	1.9	1.8	1.8
TiO_2	1.1	1.1	1.0
Fe_2O_3	7.7	7.4	7.2

（単位：mass%）

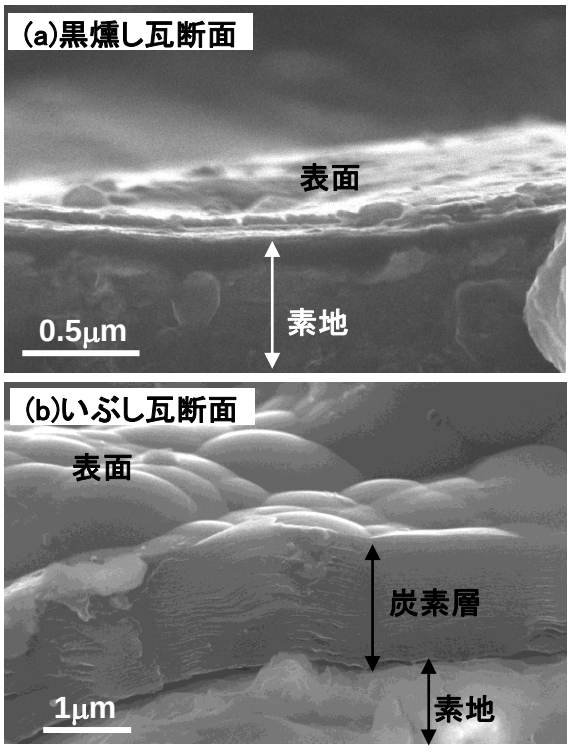


図１　黒燻し瓦、いぶし瓦断面の SEM 写真

図１に黒燻し瓦と通常のいぶし瓦の走査型電子顕微鏡（SEM）による断面観察結果を示した。いぶし瓦の表層にはいぶしの風合いを作り出している 2～3μm の炭素層（膜）が見られるが、黒燻し瓦には炭素層がごくわ

ずかしか認められない。このことから、黒燻し瓦の黒さは炭素によらないと考えられる。また炭素層のあるいぶし瓦は表面に丸みを帯びたテクスチャーが見られるのに対して、黒いぶし瓦の表面は平面的であることがわかる。

図２に、X 線回折により黒燻し瓦、いぶし瓦の表面の構造を調べた結果を示す。黒燻し瓦ではいぶし瓦に比較

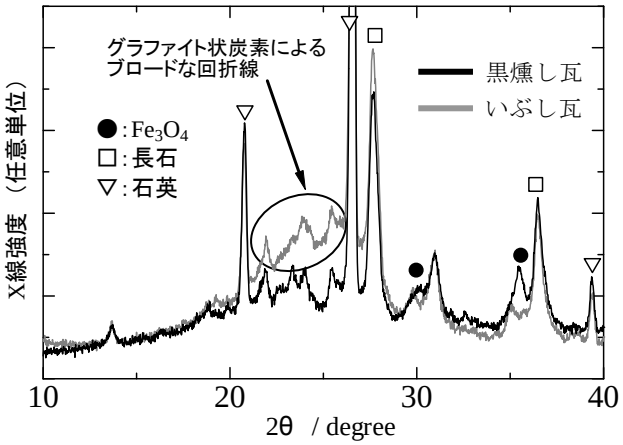


図２　黒燻し瓦、いぶし瓦表面の X 線回折結果

して Fe_3O_4 酸化鉄のピークがはっきり認められる。一方いぶし瓦で２５°付近に見られるグラファイト状炭素によるブロードなピークは、黒燻し瓦では認められない。Fe_3O_4 は黒色で Fe_2O_3 を還元することにより得られる。これらのことから、いぶし工程で還元されてできた素地の Fe_3O_4 が、酸化処理で炭素膜が除去された結果表面に現れ、瓦が黒く見える一因となっていると考えられる。

３.２　黒燻し瓦の特性

各温度と焼成窯の相違による外観（風合い）の相違を図３に示す。上部にマンセル値の明度を合わせて示した。焼成温度による明度の相違が見られるが、1060℃の操業窯で焼成した瓦が最も明度が低い（黒い）。これは、操業窯では実験窯よりも酸化、還元が適切に行われたためと考えられ、焼成温度と同時に焼成雰囲気が重要であると考えられる。

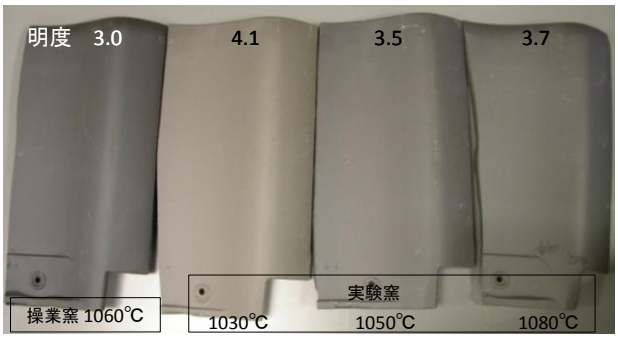


図３　黒燻し瓦焼成条件による風合いの相違

表２に操業窯で焼成した４種類の粘土による黒燻し瓦と各種瓦のマンセル値測定結果を示す。

表２　各種粘土瓦のマンセル値測定結果

マンセル値	黒燻し瓦				淡路いぶし瓦	三州黒瓦①	三州黒瓦②
	A	B	C	D			
明度（V）	3.0	3.1	3.4	3.1	5.5	3.6	4.1
彩度（C）	0	0	0	0	0.2	0.3	0.5

（A,B,C,D は原料粘度の種類）

黒燻し瓦は明度が 3.0～3.4 で低く、また彩度も０であり、すなわち淡路いぶし瓦や三州の黒瓦に比較してより黒い。粘土によりばらつきがあるが「黒燻」には十分な黒さであり、また他の製品との差別化も可能であると考えられる。

黒燻し瓦の吸水率、曲げ強度は以下の通りであった。

吸水率　　４．３６％

曲げ強度　２，４３７Ｎ

通常の淡路産いぶし瓦に比較して高温で焼成しているために吸水率は５％以下の低い値となっており、品質的にも良好な瓦である。

４　結　　論

1060℃程度の高温での焼成と適切な還元、酸化処理を行うことにより、黒の風合いに優れた「黒燻」の瓦が得られた。原料粘土による影響はほとんど無いが、焼成温度に加えて酸化、還元の雰囲気制御が重要である。高温で焼成する黒燻し瓦は吸水率が５％以下と低く、品質的にも良好であった。

以上のことから、ブランドの規格として例えば次のような基準が考えられるが、さらに N 数を増やした調査や、焼成歪みを考慮した検討が必要である。

マンセル値　明度（V）　３．４以下

彩度（C）　０

吸水率　　５％以下

謝 辞

研究推進にあたり、焼成試験等で協力頂きました淡路瓦技術研究会、淡路瓦工業組合の関係者に深く感謝致します。

（問合せ先　柏井茂雄）

〔重点領域研究〕

6　バルク金属ガラスの塑性変形能向上のための組成・変形条件の最適化

兼吉高宏，青木俊憲，山口　篤，園田　司，柏井茂雄

1　目　　的

構成原子や分子の配列が不規則（アモルファス状態）である「バルク金属ガラス」は、高強度、低ヤング率、高耐食性などこれまでの材料にない優れた特性を有している。しかし、塑性変形時に加工硬化を起こさず脆性的に破壊しやすい問題があり、実用化においては、その問題を改善することが強く望まれている。

本研究では、既に見出されている Zr-Cu-Ni-Al 系金属ガラスにおける熱処理による塑性変形能の向上に注目し、塑性変形能に及ぼす熱処理条件および変形条件の影響を検討することにより、本金属ガラスの塑性変形能（加工性）向上の最適化を目指すことを目的とする。

2　実験方法

2.1　Zr-Cu-Ni-Al 系金属ガラスの作製

通常、アモルファス構造の材料を得るには、高温の液体状態から規則的な構造になる前に急速に冷却（超急冷）し、液体状態を凍結することにより作製する。

Zr-Cu-Ni-Al系合金は、比較的低い冷却速度でもアモルファス構造が得られるため、大型のバルク状金属ガラス試料を作製することができる。

本研究では､アーク溶解炉により高純度Ar雰囲気中で溶解し、水冷銅鋳型に流しこむ傾角鋳造法[1)]を用いて $Zr_{65}Cu_{20}Ni_5Al_{10}$組成の金属ガラスを作製した（図１、２）。

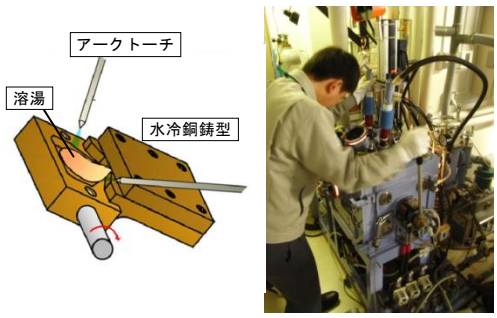


図１　傾角鋳造法[1)]



図２　傾角鋳造法により作製した試料

2.2　熱処理および圧縮試験

作製した金属ガラスは、鋳型から取出し熱処理しない（As-cast）試料および熱処理を行った試料について、圧縮試験を行った。

熱処理は、石英炉芯管の管状炉を用い、超高純度Ar(6N)中にて 322℃（ガラス転移温度から 50℃低い温度)、10,000sec で行った。

圧縮試験は、φ2×4mm の試験片で万能材料試験機(INSTRON 5982)を用い、ひずみ速度 1×10^{-4}～1×10^{-2}/s、室温中で行った。

また、作製した試料は、X線回折および熱分析（DSC）により評価した。

3　結果と考察

3.1　作製した試料の評価

図３、４に、それぞれ傾角鋳造で作製した As-cast 材の熱分析結果およびX線回折図形を示す。

熱分析では、370℃付近に弱い吸熱反応、500℃および650℃付近に大きな発熱反応が認められた。370℃の吸熱反応は、金属ガラスが軟化するガラス転移、500℃の発熱反応は結晶化が起こっていると考えら、それぞれの温度は、これまで報告されている Zr-Cu-Ni-Al 系金属ガラスのデータとほぼ一致している[2)]。

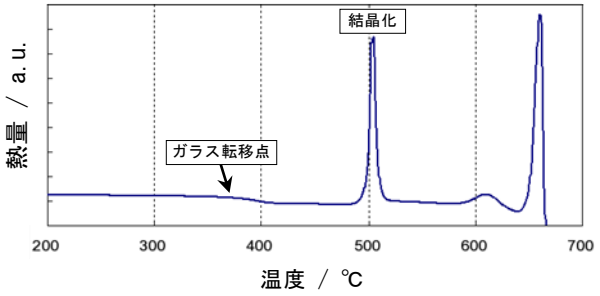


図３　As-cast 材の熱分析結果

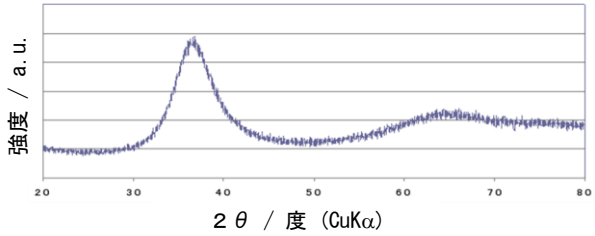


図４　As-cast 材のX線回折図形

X線回折図形は、金属ガラス特有のブロードなパターンを示しており、金属ガラスが得られているのがわかる。

なお、322℃で 10,000sec 熱処理した試料においても、ほぼ同様の X 線回折図形を示しており、結晶化が起こっていないことを確かめている。

これらの As-cast 材および熱処理材の塑性変形能を調べるため、圧縮試験を行った。

3.2　圧縮試験

図５に As-cast 材および熱処理材の圧縮試験結果を示す。試験条件は、室温で初期ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$ は 1×10^{-4}/s である。As-cast 材、熱処理材ともに 15%以上の圧縮ひずみとなっても破壊しなかった（最終的には、手動で圧縮を停止した）。結果として、熱処理の有無に関係なく良好な塑性変形能を有する金属ガラスが得られていることがわかった。これまでの研究では、As-cast 材でこれほどの塑性変形をする報告はなく、非常に興味ある結果となった。

次に、金属ガラスの塑性変形能はひずみ速度に影響される報告があることから [3]、ひずみ速度を変化させて圧縮試験を行った。図６はひずみ速度を 1×10^{-3}/s、1×10^{-2}/s 高速側に変化させた場合の圧縮試験結果である。いずれのひずみ速度の場合も、15%以上の圧縮ひずみとなっても破壊しなかった。

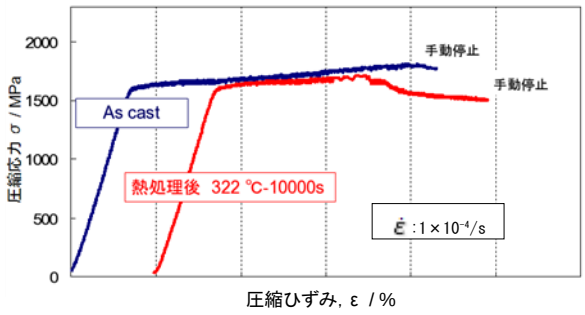


図５　圧縮試験結果

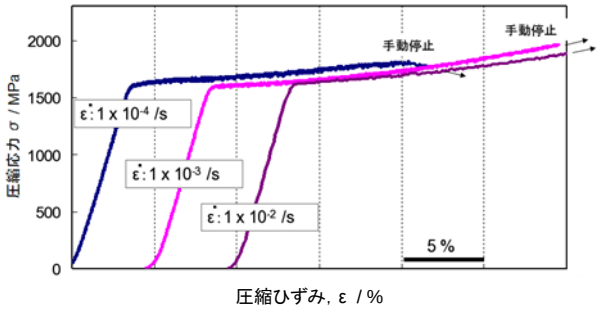


図６　各ひずみ速度での圧縮試験結果（As-cast 材）

図７に As-cast 材の圧縮試験後の電子顕微鏡（SEM）像を示す。15%以上の大きな変形でも脆性的な破壊を起こすことなく、ある特定のせん断面で大きな変形が起こっている。また、試料表面の拡大像（写真右）を見ると、せん断帯と呼ばれる細かい多数のスジが認められる。このせん断帯は、Zr-Cu-Ni-Al 系金属ガラスにおいて、熱処理あるいは元素添加により塑性変形能が改善された場合に報告されているものと同様であり、熱処理を行わない As-cast 材でも良好な塑性変形能を有していることが SEM 観察においても明らかとなった。

As-cast 材で良好な塑性変形能が得られた原因については、傾角鋳造時の冷却速度等の影響による原子の再配列や微細な結晶・準結晶の生成等が考えられるが、まだ明確ではない。今後さらに検討を続ける必要がある。

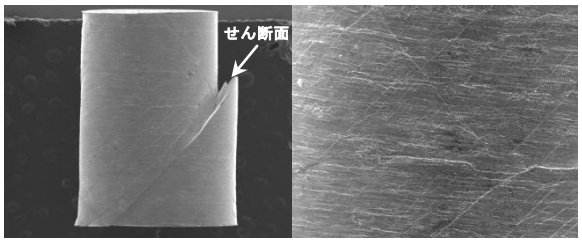


図７　As-cast 材の圧縮試験片の SEM 像

4　結　　論

$Zr_{65}Cu_{20}Ni_5Al_{10}$ 金属ガラスの圧縮塑性変形能におよぼす熱処理の影響・ひずみ速度の影響を調べた。

- 熱処理の有無に関わらず、15%以上塑性変形した。
- ひずみ速度（$1x10^{-4}$～$1x10^{-2}$/s）に関わらず、15%以上塑性変形した。

また、今度の方針として以下のような検討を進めていきたい。

- より高いひずみ速度(5x10⁻²/s 以上)での圧縮試験
- 他組成の Zr-Cu-Ni-Al 金属ガラスの圧縮試験（組成依存性の確認）
- S-S 曲線の波形（セレーション）解析による塑性変形メカニズムの考察

参 考 文 献

1）横山嘉彦，井上明久，材料，58-3 193-198（2009）
2）山崎徹，荻野洋行，森毅，横山嘉彦，井上明久，粉体粉末冶金協会講演概要集，107（2011）p42
3）城田明典，徳永仁夫，藤田和孝，横山嘉彦，山崎 徹，井上明久，材料，59，118-123（2010）

（問合せ先　兼吉高宏）

〔戦略的基盤技術高度化支援事業（近畿経済産業局)〕

7　ヒューマンスキルアシスト型注湯制御技術の開発

柏井茂雄，福住正文

1　目　　的

環境機器産業分野では、鉛フリー銅合金の鋳造、薄肉複雑形状品の鋳造のニーズがあり、対応するためには注湯作業の管理や安定性を向上させる必要がある。注湯作業は多く作業者による手作業で行われ、作業の不安定性や記録の点で課題があり、熟練者への依存度が高い。そこで本事業では、熟練者の注湯作業を計測・記録して、それを基に自動化して熟練者の作業を再現できる（ヒューマンスキルアシスト）注湯制御技術、および小ロット生産に対応し取鍋制御装置による自動注湯装置の開発を行った。当センターでは取鍋制御の基礎データの作成を目的として、湯流れシミュレーションによる注湯位置の予測技術について検討した。

2　実験方法

湯流れシミュレーションソフトウェアは JSCAST（(株）クオリカ）を用いた。自動注湯機のルツボ形状を正確にコンピュータ上で再現し、ルツボを傾動させたときの湯流れ状態をシミュレーションすることで、注湯位置の予測および注湯速度の変化を評価した。

2．1　注湯落下位置の予測

溶湯の表面張力の考慮の有無が湯流れ状態に大きく影響すると考えられたため、溶湯の表面張力考慮の有無による解析結果を比較検討した。なお、溶湯の表面張力については実際の合金のデータの測定が困難であることから JSCAST で標準的に用いられている 1360mN/m を用い、また鋳型と溶湯の接触角は 135 度として計算を行った。

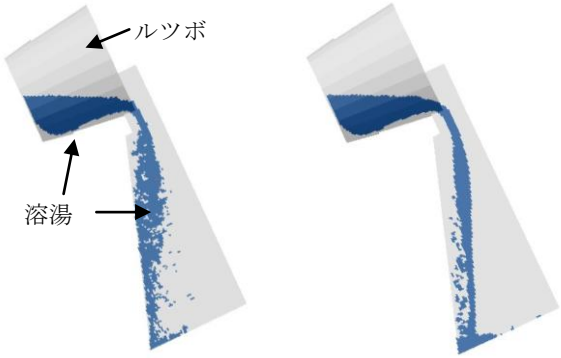
2．2　シミュレーションによる注湯速度変化の評価

本プロジェクトで開発した装置を用いて、熟練者、初心者の注湯状態を記録し、そのデータを元に湯流れシミュレーションを行うことで熟練者と初心者の注湯速度の時間的変化を比較した。なお、等速でルツボを傾けた場合の注湯速度についても比較を行った。

3　結果と考察

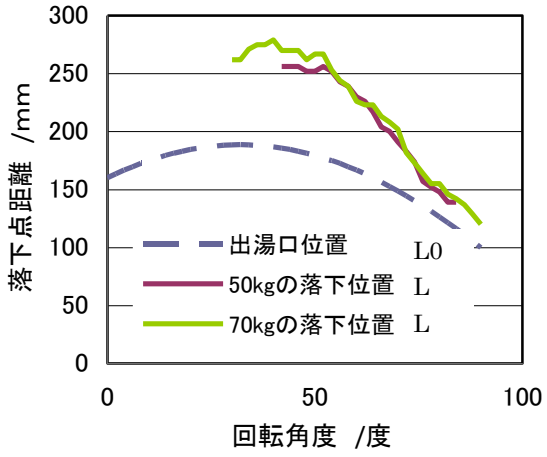
3．1　注湯落下位置の予測

図１に溶湯の表面張力考慮の有無による湯流れ状態の相違を示す。表面張力を考慮しない場合では溶湯がバラバラに飛散して落下し、落下地点の評価が困難である。表面張力を考慮した場合は、溶湯は表面張力により集まって落下し、より実際の湯流れ状態に近い結果となった。表面張力を考慮することで考慮しない場合に比較してより的確に溶湯落下位置を評価できる。



(a)表面張力考慮なし　　(b)表面張力考慮あり

図１　溶湯表面張力による湯流れ状態の変化



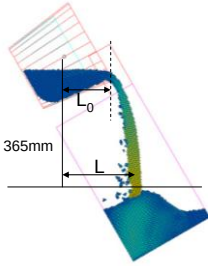


図２　回転角度と落下位置の関係

次に、溶湯量が 70kg と 50kg の場合について、ルツボ傾斜角度と溶湯落下位置の関係をシミュレーションにより求めた結果を図２に示す。溶湯重量の相違により注湯開始角度、落下位置が変わるが、落下開始直後は落下位置の変化は少ない。

溶湯量で最初の落下地点に差があるが、その差は 15㎜ 程度である。これは湯口のサイズ 80㎜ に比較すると小さな値であり、誤差範囲であると考えられる。一方、傾斜角度が 50 度以上では初期溶湯量によらず落下位置はほぼ同じであり、また傾斜角度の増加に伴いその落下位置は後退する。湯口に溶湯を的確に注ぐためには落下位置を考慮して自動注湯装置を制御する必要がある。

３.２　シミュレーションによる注湯速度変化の評価

作業者による鋳込み速度の評価結果を図３に示す。(a)は初心者の作業を参考にして計算した場合で、ルツボから溶湯が流れ出した際にためらいがあり、注湯が途切れている（注湯速度がほぼゼロの部分がある）。(b)は等速でルツボを傾けた場合で、時間とともに注湯速度が速くなることがわかる。(c)は熟練者のルツボの傾動状態を計測記録したデータを元にシミュレーションしたもので、注湯開始から短時間で目的と思われる速度に到達し、その後ほぼ一定速度で注湯が行われていることがわかる。さらに最後に一気に湯を注ぎ込む特有の注湯パターンが確認できた。これは一般に注湯後半に湯を押し込むと言われる動作に相当するものと思われる。注湯速度の変化に対するデータが不足しているため、シミュレーションでは多くの場合一定注湯速度で計算を行っている。しかし、図３のように作業者により大きく注湯パターンが異なる事から、今後湯流れシミュレーションによる欠陥の予測と対策には注湯速度パターンの考慮が不可欠である。

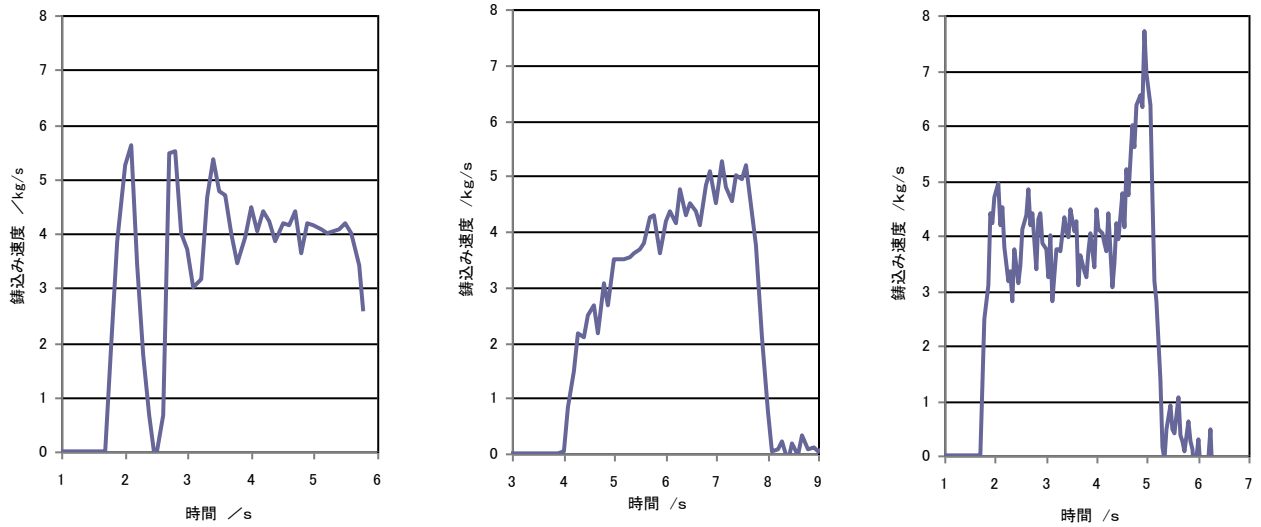
４　結　　論

湯流れシミュレーションで溶湯の表面張力を考慮することにより、自動注湯装置制御に必要な溶湯落下地点のパラメータを得ることが可能となった。また、作業者により注湯速度の時間変化が大きく異なることがシミュレーションにより明らかにでき、今後の鋳物品質の改善に役立つこと思われた。

謝 辞

本研究は平成２２年度戦略的基盤技術高度化支援事業の一環として行ったものであり、(株)明石合銅、丸三工業(株)、独立行政法人産業技術総合研究所、(公財)中部科学技術センターをはじめ関係各位の方々に深く感謝致します。

（問合せ先　柏井茂雄）



(a)初心者による鋳込み　　(b)一定角速度で傾動　　(c)熟練者による鋳込み

図３　作業者による鋳込み速度パターンの相違

〔兵庫県 COE（本格的研究開発移行枠）〕

8　窒化ホウ素膜のアルミニウムダイカスト用金型への応用研究

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[1)2)]られている。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[3)4)]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、アルミニウムダイカスト用金型の表面にコーティングした窒化ホウ素膜の耐久性を検証する目的で、異なる成膜条件でコーティングした窒化ホウ素膜にアルミニウムダイカスト工程と同程度の熱サイクル負荷を与えて、窒化ホウ素膜の耐久性の評価試験を行った。

2　実験方法

鋼材はダイカスト金型として一般的に使われている SKD61 を直径 10mm 長さ 100mm に加工し、HRC 50 程度に熱処理を行ったものを用いた。熱処理した鋼材はダイヤモンドラッピング処理により酸化生成物を除去・清浄化して試験体母材とした。この試験体母材にコーティング被膜として従来から利用されている TiN 膜をコーティングしたもの、および、神港精機製の磁界励起型イオンプレーティング装置を用いて窒化ホウ素膜を成膜したものを試験体とした。

熱サイクル負荷試験は高周波誘導加熱装置(YGH-3C)を用いて行い、試料の冷却は冷却ヒートシンクによる強制水冷とした。なお、温度の制御は試験体の中心部に挿入した熱電対の出力を参照して行った。本加熱装置は自動カウンタ機能を有しており、設定した温度域を所定の回数繰り返し加熱／冷却を行うことが可能である。アルミニウムダイカストの製造プロセスでの実測値に基づき、設定温度の下限を 300 ℃、上限を 670 ℃として実験を行った。図 1 は、試験体の中心部に挿入した温調用の熱電対出力と試験体表面に張り付けた熱電対が示す温度変化を記録したものである。プログラムにより 670 ℃で加熱コイルによる加熱を停止した後も試料内部では温度の上昇が続き、700 ℃をやや越えた温度となり、試験体の表面では 800 ℃を越える温度となっている事を確認した。

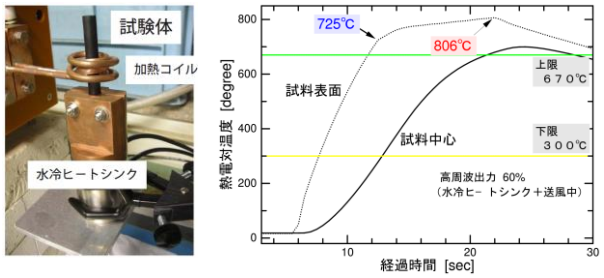


図１　高周波誘導加熱装置の加熱コイル部と冷却ヒートシンク、および、試験体の表面と中心部（熱電対位置）における温度の変化

3　結果と考察

TiN 膜をコートした試験体に対して、30 回の熱サイクル負荷試験を実施した結果を図２に示す。

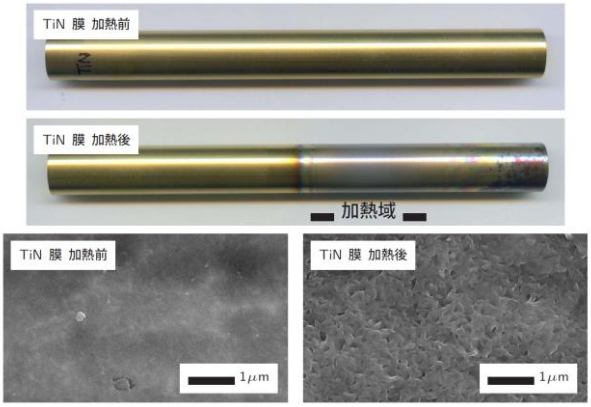


図２　TiN 膜をコートした試験体に 30 回の熱サイクル負荷試験を行った前後の写真と表面 SEM 像。加熱により膜の表面は酸化生成物に覆われている。

加熱前の膜表面は緻密な組織に少数のドロップレットが点在した表面状態であったが、熱サイクル試験後は酸化生成物で覆われており、劣化した状態であることが確認された。

次に、成膜条件をチューニングする前の窒化ホウ素膜をコーティングした試験体の熱サイクル負荷試験の結果の一例を図 3 示す。成膜条件をチューニングする前の窒化ホウ素コーティング膜では、TiN 膜で見られた表面酸化による劣化は顕著ではなく、むしろ、基材との熱膨張率／収縮率の違いに起因して発生したと思われる層

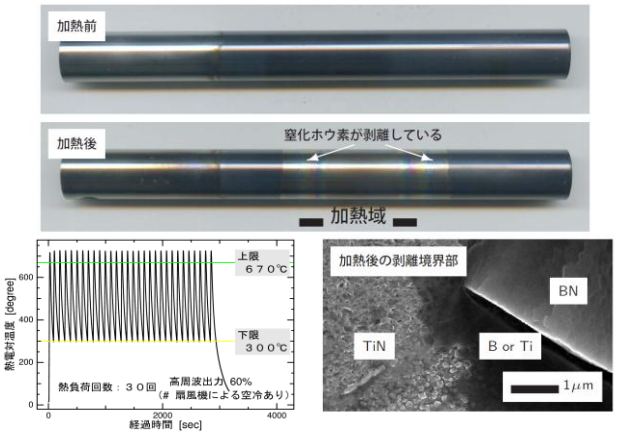


図３　窒化ホウ素をコートした試験体（成膜条件は未チューニング）の熱サイクル負荷試験（30 回）前後の写真と温度履歴、および、剥離した部位の SEM 像。熱負荷により窒化ホウ素膜は Ti/BN 界面で剥離した。

間剥離が確認された。

剥離が発生している領域を走査型電子顕微鏡を用いて観察・分析したところ、剥離を生じたいずれの試験体においても、図４に示した Ti/B 界面もしくは B/BN 界面で層間剥離が発生している事が確認できたため、Ti 膜の強度不足、あるいは、TiN/Ti 界面の密着性が不足しているものと推察された。

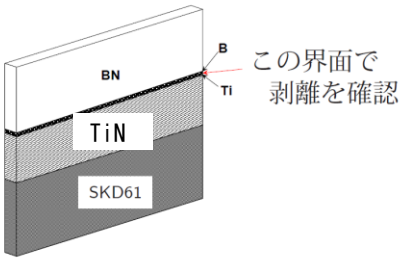


図４　窒化ホウ素コーティング膜の断面模式図

この分析結果に基づき、特に Ti/B/BN 界面の密着性の改善に注力して成膜条件のチューニングを実施[5)]した。図 5 は成膜条件をチューニングした窒化ホウ素膜の熱サイクル負荷試験の結果である。成膜条件のチューニングを行った結果、100 回の熱サイクル負荷試験でも層間剥離が発生しない窒化ホウ素膜を得ることができた。また、窒化ホウ素膜の表面は、若干ピンホールの増加が観察されたものの、概ね清浄な状態を保っており、酸化雰囲気である大気中で高温にさらされる条件下でも、化学的に安定な窒化ホウ素膜のコーティングが有効であることを確認した。

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する目的で、その熱サイクル負荷に対する耐久性を評価した。従来膜では 30 サイクルで既に表面の酸化による劣化が確認されたが、窒化ホウ素膜をコーティングした試験体では、100 サイクルでも剥離等の劣化が見られない事を確認した。次年度では、これらの知見に基づいて成膜条件のさらなる検討を行い、最終目標である 1000 サイクルのクリアを目指したい。

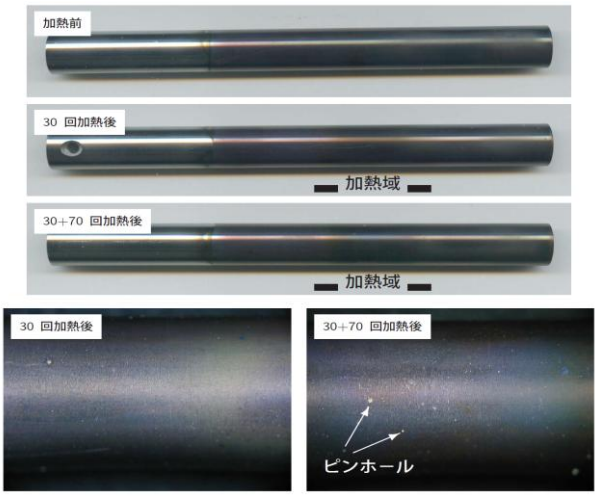


図５　窒化ホウ素膜をコートした試験体（成膜条件をチューニング）の熱サイクル負荷試験（30 回、100 回）前後のマクロ写真。若干、ピンホールが増えているが窒化ホウ素膜の表面は清浄な状態を保っている。

本研究は「兵庫県 COE プログラム推進事業（本格的研究開発移行枠）」の支援を受けて実施したものである。

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

3) 『磁界励起型イオンプレーティング装置により成膜した窒化ホウ素硬質被膜の構造解析』，山下満、野間正男，日本分析化学会 X 線分析研究懇談会，第 47 回 X 線分析討論会

4) 『窒化ホウ素膜を施したダイカスト金型を用いての離型剤少量化の研究』，島秀貴、野間正男、山下満，第 17 回　型技術ワークショップ 2011 in 岐阜

5) 『c-BN 膜の耐熱特性』，野間正男、所敏夫、山下満、島秀貴、笹瀬雅人，精密工学会 2012 年 春季大会

（問合せ先　山下　満）

〔経常研究〕

9　ロータス型ポーラス球状黒鉛鋳鉄の特性評価に関する研究

青木俊憲，稲葉輝彦

1　目　　的

鋳鉄は加工性や切削性の良い材料であり、耐摩耗性や制振性にも優れている。その中でも、球状黒鉛鋳鉄は、強度および靭性に優れた材料として知られている。しかし、他の鋳鉄と比較して制振性に乏しいため、その用途が限定されているのが現状である。

制振性を改善する方法としてポーラス化が考えられるが、従来のポーラス金属は、気孔周辺に応力集中が生じ非常に脆弱である。これに対し、ロータス型ポーラス金属は気孔が一方向に配列し、気孔の成長方向には応力集中が生じないために優れた強度特性を持つと考えられる。

そこで、鋳鉄において強度を維持しつつ多孔質化することと鋳鉄中の黒鉛の形状の制御を同時に行い、軽量かつ高強度および高制振性を有するロータス型ポーラス球状黒鉛鋳鉄の作製を試みた。

2　実験方法

鋳型鋳造法を用いてロータス型ポーラス球状黒鉛鋳鉄の作製を行った。図１に、鋳型鋳造法によるロータス金属作製装置の概略図を示す。高圧容器の中に溶解部と冷却部が設けてある。底の穴にセラミックスの栓をしたアルミナ坩堝に球状黒鉛鋳鉄溶製用ベースメタルを約150g 入れた。0.5 MPa の水素雰囲気下で、高周波加熱によりベースメタルを約 1400℃まで加熱して溶融金属中に水素を溶解させた後、セラミックスの栓を開け、底面を冷却した鋳型へ鋳込んで、下方から上方へ一方向凝固させた。また、鋳鉄中の黒鉛を球状化させるために、溶融金属へ黒鉛球状化剤を添加した。

得られた試料をワイヤーカット放電加工機を用いて切り出し、断面を光学顕微鏡で観察した。

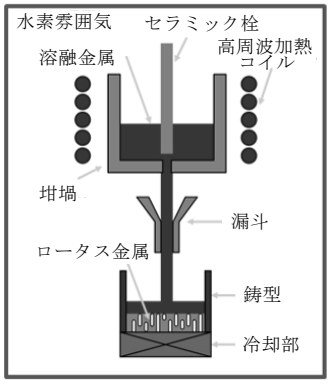


図１　鋳型鋳造法によるロータス金属作製装置の概略図

3　結果と考察

図２に、作製した試料の凝固方向に対して平行(左図)および垂直(右図)断面のマクロ組織を示す。冷却部に近いところでは、気孔が凝固方向に平行に伸びており、比較的均一な気孔径を有するロータス型ポーラス鋳鉄が作製できた。しかしながら，熱伝導率が低いため、冷却面から離れたところでは、凝固速度が遅く気孔の粗大化や癒着が観察された。図３に、作製した試料の光学顕微鏡組織を示す。球状黒鉛(図中の矢印①)も見られたが、片状黒鉛(図中の矢印②)も観察され、十分に黒鉛の球状化ができていなかった。この理由として、鋳型に前もって入れた黒鉛球状化剤が十分に溶融金属へ溶解していないことが考えられる。

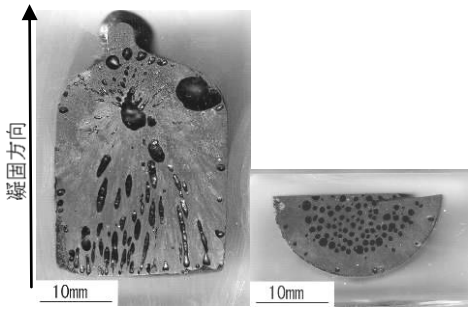


図２　鋳鉄の断面マクロ組織

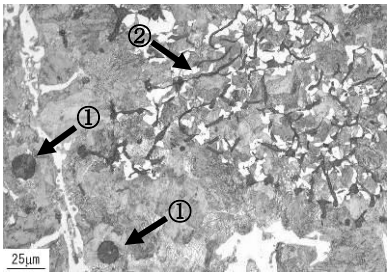


図３　鋳鉄の光学顕微鏡組織

4　結　　論

鋳鉄を高圧水素雰囲気下で溶解し、一方向凝固させることにより、ロータス型ポーラス鋳鉄の作製ができた。また、黒鉛球状化剤を溶融した鋳鉄に添加することにより、球状化した黒鉛が観察された。十分に球状化剤を溶解することによりロータス型ポーラス球状黒鉛鋳鉄の作製が可能であると考えられる。

（問合せ先　青木俊憲）

〔JST研究成果最適展開支援事業（A-STEP)FS探索タイプ〕

10　ニッケルアレルギー対策用スズ－鉄合金めっき皮膜の作製

園田　司

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安定性に優れているが環境問題の懸念がある。一方、シアン化合物を使用しない浴では、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り、浴寿命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外観、耐食性、機械的特性を有するスズ－鉄合金めっき皮膜の開発を目的として実験を行った。

スズ－鉄合金めっき浴については、これまで塩化物－硫酸塩浴およびピロリン酸浴の報告はあるが、ピロリン酸浴からの光沢めっきに関する報告はない。一方、当センターでは、これまで、グルコン酸浴からの光沢めっきについて検討し、光沢めっき浴組成を見出している[1)]。

本研究では、３価の鉄イオンを含むピロリン酸浴から光沢スズ－鉄合金めっき皮膜を作製することを目的として、めっき外観に及ぼす添加剤の影響、皮膜組成、表面形態、結晶構造、耐食性、エリクセン高さを調べた。

2　実験方法

2．1　ハルセル試験

硫酸第１スズ、硫酸第２鉄、ピロリン酸カリウム、添加剤を含む浴を作製し、アノードに炭素または白金めっきチタン板、カソードに銅板を用い、250mL、50℃、1A でハルセル試験を行った。

2．2　X線回折測定

X線回折装置を使用し、CuKα、40kV-200mAの条件で、めっき皮膜の結晶配向性を調べた。

2．3　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。

2．4　耐食性評価

めっき皮膜の耐食性は、銅板上に約 1μm のスズ－鉄合金めっきした後、0.05mol/dm^3 硫酸水溶液中、電位走査速度 1mV/s で自然電位から+500mV までアノード分極曲線を測定し、めっき皮膜の耐食性を評価した。

2．5　エリクセン試験

めっき皮膜の延性は、銅板上に約1μmのスズ－鉄合金めっきした後、エリクセン試験機を用いて、試料に亀裂が発生した時の高さを測定した。

3　結果と考察

3．1　めっき外観に及ぼす添加剤の影響

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添加剤の影響を示す。金属イオンおよびピロリン酸カリウムを含む浴(無添加)では、無光沢外観であり、めっき浴に濁りが生じた。また、光沢剤(ポリエチレングリコール、アニスアルデヒド)を添加した浴では、光沢めっき領域が現れるが、無添加と同様に、めっき浴に濁りが生じた。そこで、第２錯化剤としてニトリロ３酢酸を添加したところ、浴の濁りは抑制されたが、めっきが析出しない領域が拡大した。さらに、添加剤としてヒスチジンを添加したところ、無析出領域が狭まり、光沢めっき領域が拡大することがわかった。

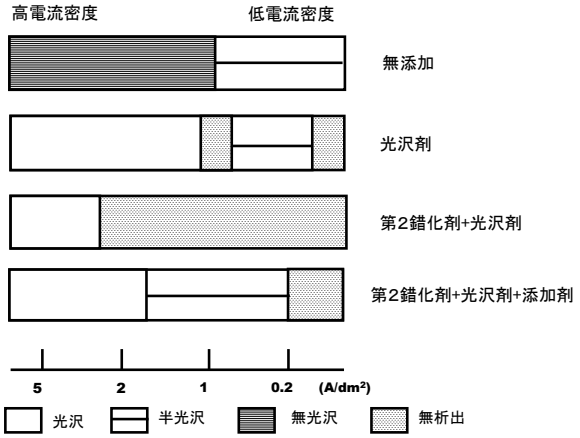


図１　めっき外観に及ぼす添加剤の影響

3．2　表面形態およびX線回折パターン

図２に、ピロリン酸浴からのスズ－鉄合金めっき皮膜の表面形態および鉄含有量を示す。1A/dm^{2}では鉄含有量18.9%の平滑なめっき皮膜が得られた。また、電流密

度の増大に伴い、鉄含有量は低下する傾向を示した。

一方、パルス平均電流密度1A/dm²において、デューティー比［Ton/(Ton+Toff) ］を変化させて電析させたところ、デューティー比の低下に伴い、めっき皮膜中の鉄含有量は低下する傾向を示した。

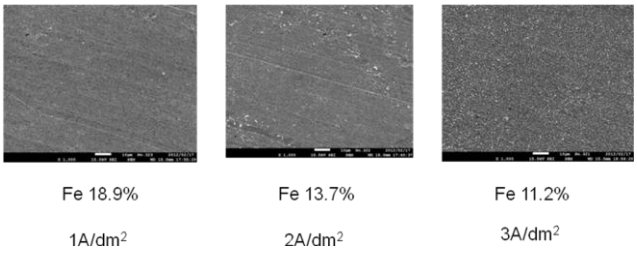


図２　スズ－鉄合金めっき皮膜中の鉄含有量および表面形態に及ぼす電流密度の影響

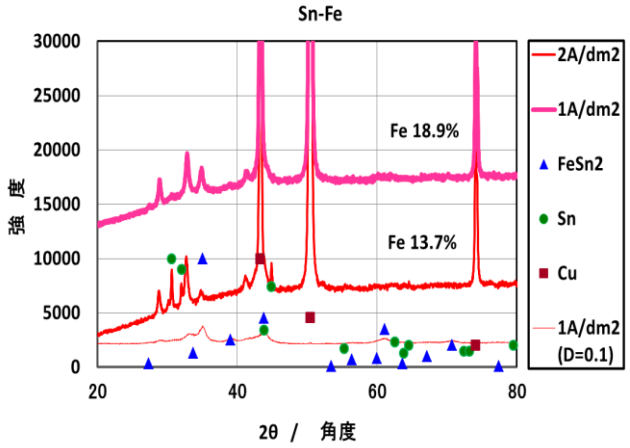


図３　スズ－鉄合金めっき皮膜のＸ線回折パターン

図３に、スズ－鉄合金めっき皮膜のＸ線回折測定結果を示す。これより、鉄含有量 18.9%のめっき皮膜では、金属間化合物として、$FeSn_2$ に対応する回折線が現れた。また、鉄含有量 13.7%　のめっき皮膜では、$FeSn_2$ およびスズに対応する回折線が現れた。

比較としてグルコン酸浴からパルスめっき法により作製した鉄含有量 22.2%のめっき皮膜の結果も示す。グルコン酸浴では回折線がブロードであるため、ピロリン酸浴からの皮膜よりも大きな内部応力が示唆される。

３．５　耐食性評価

図４に、スズ－鉄合金めっき皮膜のアノード分極曲線の測定結果を示す。比較として、下地の銅板および光沢ニッケルめっき皮膜の結果も示す。ピロリン酸浴からのスズ－鉄合金めっき皮膜は、-0.2V 付近から電流値が低下し、0.1V より貴な電位では銅のアノード分極曲線と同様の挙動を示した。分極測定後の外観は、光沢ニッケルめっき皮膜では、めっき皮膜が消失していたが、スズ－鉄合金めっき皮膜では、めっき皮膜が黒色の外観を示した。

すなわち、スズ－鉄合金めっき皮膜は、光沢ニッケルめっき皮膜よりも耐食性に優れていることが明らかになった。また、ピロリン酸浴からのめっき皮膜は、グルコン酸浴からの皮膜と同様の分極挙動を示した。

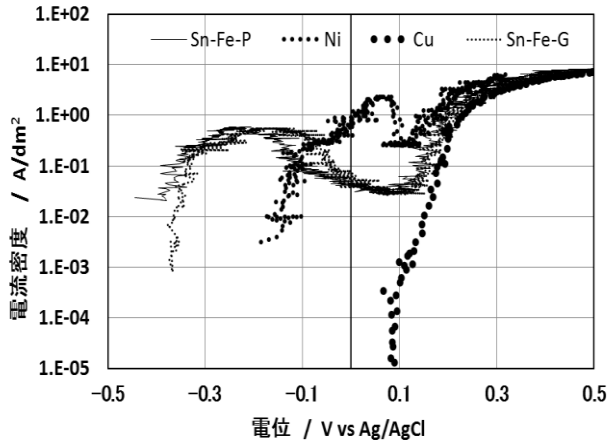


図４　スズ－鉄合金めっき皮膜のアノード分極曲線

３．５　エリクセン試験

図５にエリクセン試験の結果を示す。銅板(1)のエリクセン高さは 7.20 ㎜であるが、ピロリン酸浴からスズ－鉄合金めっきした試料(2)では 6.23 ㎜となり、エリクセン高さは低下したが、めっき皮膜の剥離はなかった。

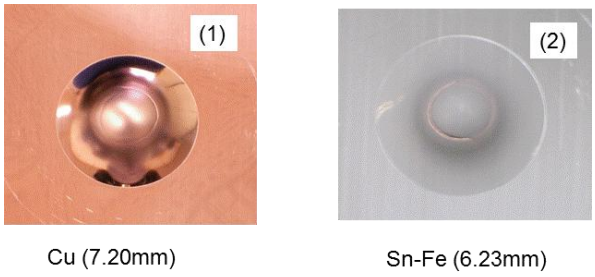


図５　スズ－鉄合金めっき皮膜のエリクセン試験

４　結　　論

ピロリン酸浴から作製したスズ－鉄合金めっき皮膜の特性について検討した結果、表面形態が平滑で、耐食性に優れ、かつ密着性も良好であることから、ニッケルアレルギー対策用めっき皮膜としての適用可能性が示唆される。

参 考 文 献

1）園田　司；（一社）表面技術協会第123回講演大会要旨集, p. 219 (2011).

（問合せ先　園田　司）

〔経常研究〕

11　ニッケルアレルギー対策用スズ－鉄合金めっきプロセスに関する研究

園田　司

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浴として銅－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含まない浴では、めっき浴中のスズイオンと銅イオンの反応による沈殿生成により、浴寿命低下の問題がある。

一方、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ことから、作業環境、排水規制などの環境問題が少ない。これまで、スズ－鉄合金めっき浴として、２価の鉄イオンを含有するめっき浴について検討してきたが、大気酸化により浴寿命が低下する可能性がある[1)]。

本研究では、３価の鉄イオンを含むグルコン酸浴から光沢スズ－鉄合金めっき皮膜を作製し、めっき皮膜の耐食性およびエリクセン高さを調べた。

2　実験方法

２．１ めっき皮膜の作製

硫酸第１スズ、硫酸第２鉄、グルコン酸カリウム、添加剤を含むめっき浴を作製し、アノードにスズ板、カソードに銅板を用い、浴温 45℃、pH5 で電析させた。

２．２ 耐食性評価

銅板上に約 10μm のスズ－鉄合金めっきした後、0.05mol/dm^{3}硫酸水溶液中、電位走査速度 1mV/s で自然電位から+500mV までアノード分極曲線を測定した。

２．３ エリクセン試験

めっき皮膜の延性は、銅板上に約5μmのスズ－鉄合金めっきした後、エリクセン試験機を用いて、試料に亀裂が発生した時の高さから評価した。

3　結果と考察

３．１　耐食性評価

図１に、アノード分極曲線の測定結果を示す。光沢スズ－30%鉄合金めっき皮膜のアノード分極電流は、光沢ニッケルめっき皮膜および銅板よりも低下し、優れた耐食性を示した。これは、スズ－鉄金属間化合物の形成に起因していると考えられる。

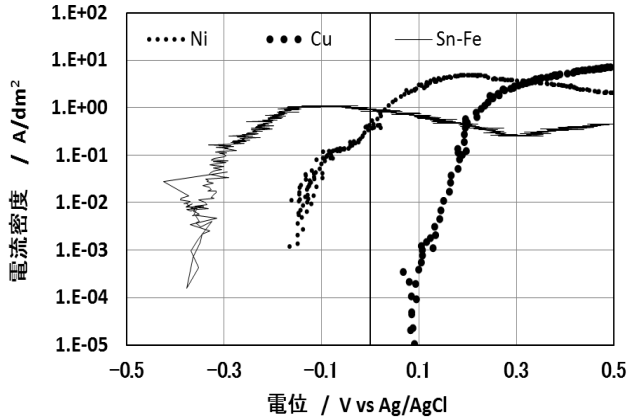


図１　光沢スズ－鉄合金めっきのアノード分極曲線

３．２ エリクセン試験

図２に、エリクセン試験の結果を示す。光沢スズ－30％鉄合金めっき試料のエリクセン高さは6.67㎜であり、光沢ニッケルめっき試料(5.66㎜)よりも大きいため、めっき皮膜の延性に優れている。



図２　光沢スズ－鉄合金めっきのエリクセン試験

4　結　　論

グルコン酸浴から作製した光沢スズ－鉄合金めっき皮膜の特性について検討した結果、優れた耐食性および延性を示すことから、ニッケルアレルギー対策用めっき皮膜としての適用可能性が大きい。

参 考 文 献

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

（問合せ先　園田　司）

〔経常研究〕

12　高機能リードフレームの開発に関する研究

山岸憲史

1　目　　的

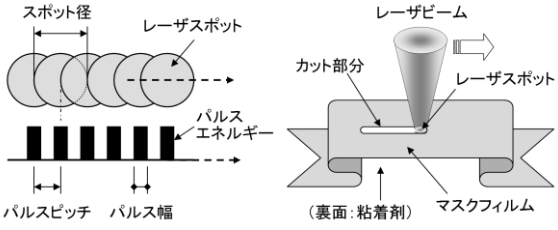
ディスクリート半導体用の基板製造では、フープ材を用いた連続処理により生産性を高めた多条ストライプめっきが行われている。素子の小型化、高密度化に伴い、ストライプめっき幅は小さく密になり、多条化が進んでいる。また、省資源化、低コスト化の観点から、めっきエリアを必要最小限にすることが望まれ、パターンの小エリア化と非めっき部に対する高精度なマスキング技術が要求されている。そこで、本研究は、生産性の高い連続ストライプめっき工程において、幅 100μm オーダーの微細めっきパターンを形成することを目的とし、レーザを用いたマスクフィルムの微細カット加工を試みた。

2　実験方法

マスクフィルムは、片面に粘着剤が付いた厚さ 30 μm、幅 50mm のロールテープで、一定長さを引き出し浮かせて固定し、粘着剤面の反対側よりレーザを照射して加工(カット)した。レーザ加工には、波長 9.3μm 帯の CO_2 パルスレーザ装置を用い、レーザスポット径（設定値）：100μm、パルスピッチ：50μm、パルス幅：3～10μs、パルスエネルギー：0.2～2.0mJ の条件で、幅 100μm×長さ 1mm の溝状の切り抜き加工を目標に実験を行った。レーザ加工のイメージを図１に示す。

めっき工程は、カットしたマスクフィルムをリードフレーム基板に圧着して貼り付け、洗浄、活性化処理後、銀(Ag)めっきを施した。引き続きマスクフィルムを剥がし、水洗、乾燥まで連続して処理した。

レーザ加工したマスクフィルムおよびめっきパターンの形状観察・寸法測定には、走査型電子顕微鏡：SEM (日本電子(株)製 JSM-7001F)、共焦点レーザ顕微鏡：CLSM (オリンパス(株)製 OLS3100)を用いた。



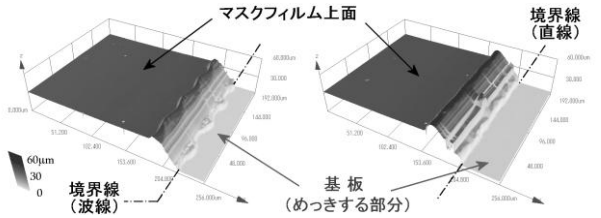
(a) レーザパルスとスポット　　(b) フィルムカット

図１　レーザ加工のイメージ図

3　結果と考察

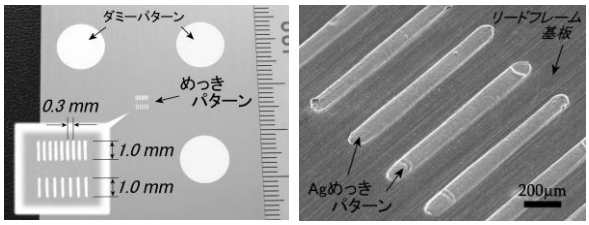
各種レーザ照射条件でカットしたフィルムをリードフレーム基板に貼り付け、めっき形状を決めるマスクフィルムカット面付近の形状観察を行った。その一例として、CLSM 観察した結果を図２に示す。比較的レーザエネルギーの小さい条件①では、パルスレーザの周期的影響が大きく、マスクの境界線が波線状になった(図２(a))。パルス幅、パルスエネルギー等の照射条件を適正化することにより境界線を直線状にすることができた(図２(b))。

条件②で、設定幅 100μm×長さ 1mm のスリットパターン(0.3mm 間隔×９本，0.4mm 間隔×７本)をレーザカットにより作成し、これを用いてめっきを行った。図３に析出しためっきパターンの(a)外観および(b)SEM 像を示す。非めっき部へのめっき漏れもなく、シール性は良好であった。めっきパターンの幅は約 90μm と設定値より狭かったが、スポット径等を調整することで修正・制御できると考えられる。



(a)レーザカット条件①　　(b)レーザカット条件②

図２　マスクフィルムのカット部形状



(a)外観　　(b)SEM 像

図３　レーザカット溝に析出しためっきパターン

4　結　　論

レーザを用いたリードフレーム用マスクフィルムのカット加工が可能となり、幅 100μm 以下のめっきパターンを作成することができた。めっきパターンの微細化、歩留まりを減らした高効率、高速生産が期待できる。

（問合せ先　山岸憲史）

〔JST 研究成果最適展開支援事業（A-STEP）FS 探索タイプ〕

13　セルロースナノファイバーを補強剤とした機能性ゴム材料の開発

長谷朝博

1　目　　的

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るが、未だに利用法が確立されていない未利用セルロー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、特異的な形状のセルロース、すなわち扁平状セルロース粒子及びセルロースナノファイバー(CNF)の作製及びその応用開発を行ってきた[1)]。なかでも、CNF は低環境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、高分子複合材料の補強剤として活用されてきている。我々は、これまでにバイオマス素材である天然ゴム（NR）の機械的特性の向上を目的として、CNF を補強剤としたグリーンコンポジットの開発に取り組み、少量の CNF を添加することによって NR の機械的特性が大きく向上することを報告した[2)]。本研究では、CNF で補強した NR（NR/ CNF ナノコンポジット）を防振ゴムやタイヤ等の自動車用ゴム部材へ実用化することを目標として、更なる機械的特性の向上や機能化に取り組んだ。

2　実験方法

2.1　材料

CNF の原料、CNF マスターバッチの原料、NR、ゴム用配合剤などは前報[2)]と同じものを用いた。CNF と NR との界面接着性改善のため、アミノシラン水溶液（シランカップリング剤）を使用した。

2.2　CNF 及び CNF マスターバッチの作製

CNF は、ディスクミルを用いて前報[2)]と同様の方法で作製した。次に、NR ラテックス、CNF を乾燥重量で 100 g(配合比は重量比で NR：CNF = 80：20)になるように各材料を 1000 ml 容器に投入し、ホモジナイザー（ハイフレックスホモジナイザーHF-94P 型、㈱エスエムテー製）を用いて 8000 rpm で 5 分間撹拌混合し、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，アンモニア水で pH 調整を行った。さらに、前報[2)]と同様の方法で乾燥処理を施し、乾燥物を得た。

2.3　CNF の粉砕処理

CNF のアスペクト比の低減を図ることを目的として、遊星型ボールミルを用いて前報[2)]と同様の方法で機械的粉砕を行い、走査型電子顕微鏡（SEM）により形状を観察した。

2.4　NR/ CNF ナノコンポジットの作製及び物性評価

ナノコンポジットは、二本ロールを用いて前報[2)]と同様の方法で作製した。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。

得られたナノコンポジットの引張試験は、前報[2)]と同様の方法で行った。また、制振特性評価については，B&K 社製制振性評価システムを用いて JIS G 0602 に準じて測定を行い、片端固定定常加振法により室温における損失係数（η）を測定した。η は 2 次から 5 次までの共振周波数におけるズーム分析結果から半値幅法により求めた。

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、粉砕処理後の CNF については、粉砕を行うことによって CNF の切断が進み、繊維が切断されている箇所が多数観察された（図 2）。このことから、CNF のアスペクト比が小さくなっていることが明らかになったが、アスペクト比の定量化には至らなかった。図 2 の SEM 像から判断して、現状ではアスペクト比が小さくなったものと大きいままのものが混在しているものと推察される。

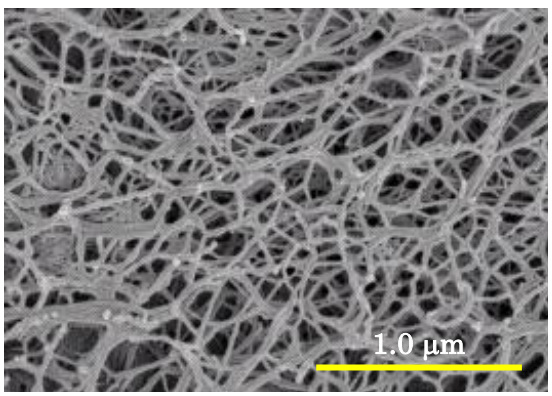


図 1　解繊処理により作製した CNF

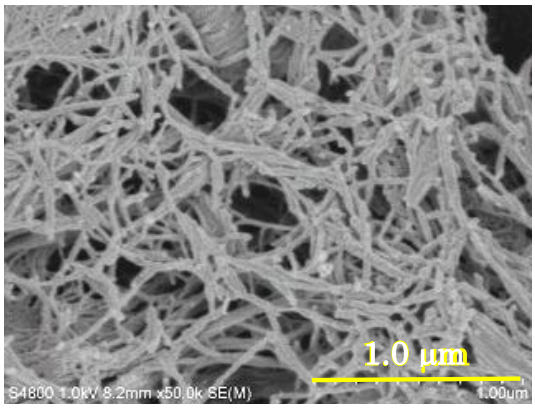


図２　解繊後に機械的粉砕を施した CNF

３.２　NR/ CNF ナノコンポジットの引張物性

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３に示す。NR 単体では、伸びが 400 %までの範囲では応力が小さいが、400 %を超えるとゴム自体の伸長結晶化により応力が急激に増大するため、NR の補強においては引張強さの向上よりも低伸長時のモジュラスの向上が求められる。NR のモジュラスを向上させるためには CNF との界面接着性の改善が不可欠だと考え、マスターバッチ作製時に 2 wt%のシランカップリング剤を添加して CNF の表面処理を試みた結果、NR と CNF との界面接着性が向上し、CNF の添加量 10 phr で CB を 30 phr 添加したゴムと同等の引張物性をもつゴム材料が得られた。

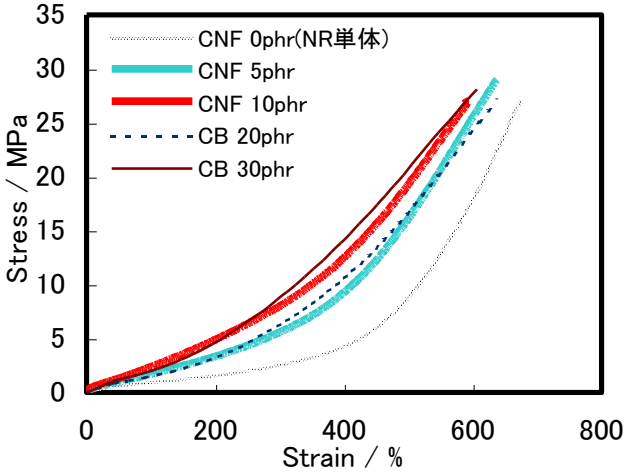


図３　NR/CNF、NR/CB コンポジットの応力－ひずみ曲線

本研究で得られたゴム材料の引張物性から判断すると、CB を 30 phr 添加したゴム材料を CNF10 phr 添加物で置き換えることが可能であることから、CNF を補強剤として活用することによってゴム材料を約 18%軽量化できることが明らかになった。

３.３　NR/ CNF ナノコンポジットの制振特性

NR に CNF を添加したコンポジットでは、母材であるゴムと補強剤であるファイバーとの界面が多く存在し、界面での摩擦によるエネルギー損失により制振特性が良好となるものと考えられたことから、制振特性について評価した。NR/CNF コンポジットの 2 次から 5 次までの共振周波数での室温におけるηを表１に示す。低次周波数側ではηの値にばらつきがあるものの、CNF の添加量による試料間の顕著な相違は認められなかった。ゴムの短繊維（繊維径：数十μm、繊維長：数 mm）補強の場合にみられるように制振特性が向上しなかったのは、CNF 同士の絡まり合い等の影響により CNF の配向が不十分であったためと考えられる。NR/CNF ナノコンポジットの場合、引張物性にそれほど大きな異方性があらわれなかったことからも配向が十分ではないことが裏付けられた。

表１　NR/ CNF ﾅﾉｺﾝﾎﾟｼﾞｯﾄの各共振周波数におけるη

	2 次	3 次	4 次	5 次
CNF0phr	0.00543	0.00479	0.00409	0.00483
CNF1phr	0.00719	0.00292	0.00371	0.00476
CNF5phr	0.00300	0.00544	0.00353	0.00482
CNF10phr	0.00235	0.00544	0.00381	0.00466

4　結　　論

NR に CNF を 10 phr 添加することによって CB を 30 phr 添加したゴムと同等の引張物性をもつゴム材料が得られた。このことから、CNF を補強剤として用いることによりゴム材料を約 18%軽量化できることがわかった。ゴムの短繊維補強の場合にはマイカ等と同様の制振特性の向上がみられるが、NR/CNF ナノコンポジットの場合には認められなかった。

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）A. Nagatani, S. H. Lee, T. Endo, T. Tanaka, International Journal of Modern Physics, Conference Series, Vol. 6, 227 (2012)

２）長谷朝博，鷲家洋彦，本田幸司，礒野禎三，柏井茂雄，兵庫県立工業技術センター研究報告書，20, 25 (2011)

（問合せ先　長谷朝博）

〔技術改善研究〕

14　表面ナノ構造制御によるゴム・高分子材料の撥水撥油性能の改善

本田幸司，鷲家洋彦，長谷朝博，礒野禎三，柏井茂雄

1　目　　的

ゴム材料の表面改質は実用上重要であるが有効な手法が確立されていない。本研究では、ゴム材料にフッ素系高分子を添加し、表面濃縮させることで、ゴム表面の撥水撥油性を向上させる。また、ゴム材料表面へ微細構造の形成を行い、撥水撥油性の更なる向上を試みる。

本報告では、フルオロアルキルアクリレート[1,2]を含む共重合体を合成し、天然ゴム（NR）およびスチレン−ブタジエンゴム（SBR）へ添加を行い、ゴム表面のぬれ性および表面組成の評価をした。また、アルミの陽極酸化膜を用いたゴム表面への微細構造の形成を試みた。

2　実験方法

2.1　含フッ素共重合体の合成

ラジカル重合で合成した共重合体の化学構造と略称を図 1 に示す。今回は、フッ素部の長さと炭化水素モノマーの種類を変えての検討を行った。反応はモノマーをモル比で 1:1、開始剤に AIBN、溶媒にトルエンを用いて、窒素置換後、353 K で 24 時間行った。

2.2　ゴムの混練および成形

ゴムは表 1 の配合割合で二本ロールにより混練した。混練後、所定の圧力と温度でプレス成形を行った。

2.3　ぬれ性の評価

ぬれ性の評価は静的接触角および動的接触角測定により行った。液滴は、水、ヨウ化メチレン（CH_2I_2）、および *n*-ヘキサデカン（HD）を用いた（液滴容量 1 μL）。また、水と CH_2I_2 の接触角から Owens の式より表面自由エネルギー（γ_s）を算出した。動的接触角は、転落法により評価した（水、液滴容量 50 μL）。転落法は、液滴を乗せた試料を傾斜させ、液滴が転落する寸前の接触角を評価する手法で、前進方向の接触角を前進接触角（θ_a）、後退方向を後退接触角（θ_r）、転落時の試料の角度を転落角とする（α）。

2.4　表面特性の評価

表面の化学状態は X 線光電子分光分析（XPS）により行った。X 線源に Mg-*K*α、出力 200 W、光電子放出角 45º の条件で行った。表面形態の観察は走査型電子顕微鏡（SEM）により行った。

2.5　微細構造形成

ゴム表面への微細構造の形成は、アルミの陽極酸化膜（Whatman 製，孔経 0.2 μm）を用いて試みた。構造の確認は、走査型プローブ顕微鏡（SPM）観察により行った。

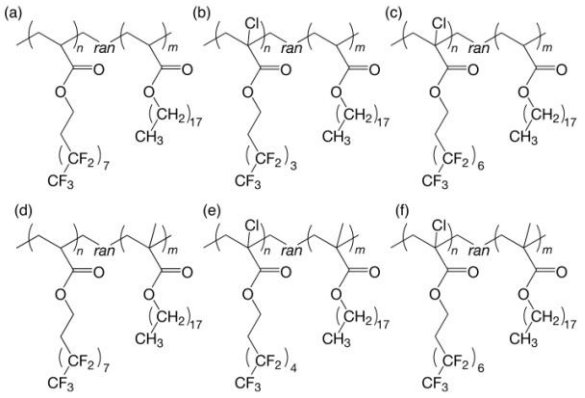


図 1　含フッ素共重合体の化学構造、(a) P(F8A-*co*-StA)、(b) P(F4ClA-*co*-StA)、(c) P(F6ClA-*co*-StA)、(d) P(F8A-*co*-StMA)、(e) P(F4ClA-*co*-StMA)、(f) P(F6ClA-*co*-StMA)

表 1　ゴムへの配合割合

	配合量/g	
	NR	SBR
ゴム	100.00	100.00
酸化亜鉛	5.00	3.00
硫黄	2.25	1.75
ステアリン酸	2.00	1.00
加硫促進剤	0.70	1.00
含フッ素共重合体	1.00	1.00

3　結果と考察

3.1　静的接触角および動的接触角測定

表 2 に静的接触角および表面自由エネルギーを示す。NR、SBR 共に共重合体の添加により、接触角が向上し、表面自由エネルギーの低下が確認された。このことから、ゴム表面に共重合体が存在していると考えられる。現時点では共重合体の種類による差は不明瞭だが、P(F8A-*co*-StMA)を添加した場合に効果が大きい傾向にあった。

次に、動的接触角測定の結果を表 3 に示す。SBR では、共重合体の添加により、動的な撥水性は低下する（液滴が転落しづらくなる）傾向にあった。含フッ素共重合体が表面に存在しているにも関わらず、動的撥水性が低下した原因としては、表面の形状の影響、化学状態の不均一性などが考えられる。一方、NR においては、短鎖のフッ素化合物（F4ClA、F6ClA）を含む共重合体において動的な撥水性が向上する傾向が観られた。

3.2　表面の化学状態の評価

図 2 に XPS の C_{1s} スペクトルを示す。NR、SBR 共に、共重合体を添加したものにおいて、291〜293 eV にピー

クが確認された。これらは、-CF_2-基および-CF_3 基に由来するピークであり、ゴム表面に含フッ素共重合体が存在していることが明らかになった。ゴムに添加した量に対し、フッ素の割合が多い（元素比 15～30%程度）ことから、共重合体が表面に偏析していると考えられる。

表 2　静的接触角および表面自由エネルギー

SBR	静的接触角/°			表面自由エネルギー/mJm^{-2}		
	水	CH_2I_2	HD	γ^d_s	γ^p_s	γ_s
blank	114.9	69.3	43.5	14.1	0.09	14.2
P(F8A-co-StA)	125.6	93.1	66.4	11.8	0.01	11.8
P(F4ClA-co-StA)	122.9	93.8	65.1	11.2	0.02	11.2
P(F6ClA-co-StA)	129.6	100.8	76.2	8.7	0.01	8.7
P(F8A-co-StMA)	134.6	100.5	81.1	9.2	0.21	9.4
P(F4ClA-co-StMA)	129.4	97.9	64.2	9.9	0.04	9.9
P(F6ClA-co-StMA)	131.8	101.3	77.8	8.5	0.04	8.6
NR	**静的接触角/°**			**表面自由エネルギー/mJm^{-2}**		
	水	CH_2I_2	HD	γ^d_s	γ^p_s	γ_s
blank	111.9	80.6	52.7	17.3	0.2	17.6
P(F8A-*co*-StA)	118.4	86.0	64.5	14.7	0.0	14.8
P(F4ClA-*co*-StA)	114.2	92.5	69.6	11.0	0.7	11.7
P(F6ClA-*co*-StA)	116.9	92.8	69.6	11.1	0.4	11.5
P(F8A-*co*-StMA)	123.1	103.6	91.8	7.1	0.3	7.5
P(F4ClA-*co*-StMA)	117.4	93.6	69.1	10.8	0.4	11.2
P(F6ClA-*co*-StMA)	114.8	86.1	60.5	14.3	0.2	14.5

表 3　動的接触角

	SBR				NR			
	動的接触角/°				動的接触角/°			
	θ_a	θ_r	θ_a-θ_r	α	θ_a	θ_r	θ_a-θ_r	α
blank	123.9	73.7	50.2	34.1	125.2	63.8	61.4	40.9
P(F8A-*co*-StA)	126.3	76.4	49.9	33.1	126.2	65.2	61.0	42.5
P(F4ClA-*co*-StA)	129.3	69.8	59.5	41.1	123.7	76.1	47.6	30.9
P(F6ClA-*co*-StA)	133.6	80.2	53.4	32.9	123.8	75.8	48.0	32.7
P(F8A-*co*-StMA)	137.0	67.6	69.4	40.4	126.6	68.6	58.0	41.7
P(F4ClA-*co*-StMA)	129.9	57.9	72.0	49.7	122.9	83.5	39.4	27.3
P(F6ClA-*co*-StMA)	136.6	60.4	76.2	48.0	122.2	86.2	36.0	23.5

3.3　表面形態の観察

図 3 に blank および P(F8A-*co*-StMA)を添加した試料の SEM 像を示す。SBR では、共重合体の有無に関わらず、数 μm の構造体が確認された（(a)、(b)）。また、P(F8A-*co*-StMA)を添加したものでは、比較的秩序性のある構造が確認された（(b)）。この構造の由来は明らかではないが、動的接触角の低下はこの構造体が影響している可能性がある。一方、NR では、添加の有無で表面形状に差はなく構造体も確認されなかった（(c)、(d)）。

3.4　微細構造形成

陽極酸化膜と共に加硫成形し、膜表面の形状を NR 表面に転写する検討を行った。陽極酸化膜および転写後の NR 表面の SPM 像を図 4 に示す。NR 表面において、200 nm 程度の繊維状の構造が確認された。これは、陽極酸化膜の孔内にゴムが侵入した結果、形成されたと考えられる。今回の検討条件では繊維状になったが、条件を精査することで微細構造を制御できると考えられる。

4 結　論

ゴム材料への含フッ素共重合体の添加により、ゴム表面の撥水撥油性が改善されることが示唆された。共重合体の種類による差異などを明らかにし、微細構造の形成と組み合わせることで、更なる改善が期待される。

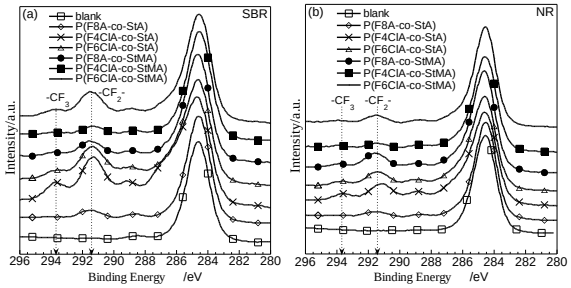


図 2　XPS の C_{1s} スペクトル、(a) SBR、(b) NR

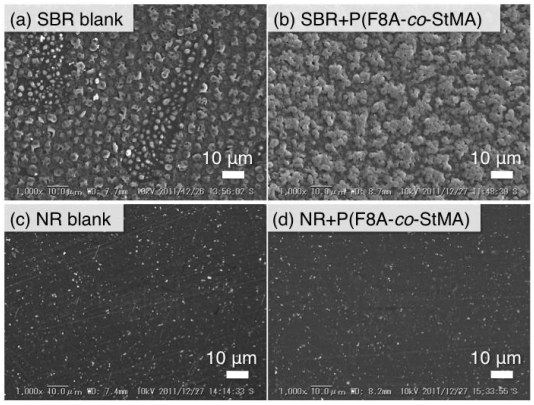


図 3　ゴム表面の SEM 像

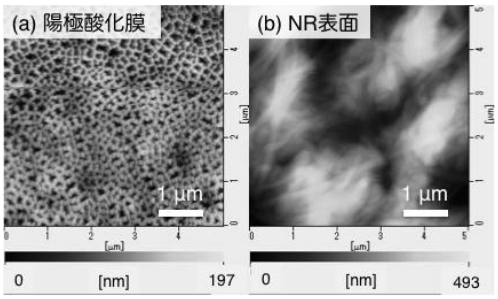


図 4 (a) 陽極酸化膜と(b) NR 表面の SPM 像（形状像）

謝　辞

フッ素系試薬の一部を提供していただいたダイキン工業株式会社に厚く御礼を申し上げます。本研究の成果の一部は、平成 23 年度物質・デバイス領域共同研究拠点における九州大学・高原教授との共同研究の成果を含んでおり、研究への支援に厚く御礼を申し上げます。

参 考 文 献

1) K.Honda, M.Morita, H.Otsuka, and A.Takahara, Macromolecules, 38, 5699 (2005)
2) K.Honda, M.Morita, O.Sakata, S.Sasaki, and A.Takahara, Macromolecules, 43, 454 (2010)

（問合せ先　本田幸司）

〔経常研究〕

15　ゴム表面への微細構造の形成と表面観察

鷲家洋彦

1　目　　的

ゴムのプレス成形には金型が必須である。ゴム表面に微細な構造を形成しようとすると専用の金型が必要になり、構造が微細になれば金型も高価になる。そこで、表面に凹凸を有する PET 製のメッシュシートとゴムを一体成形することによって、専用の金型を使用せずゴム表面に凹凸を転写した。濡れにくさを示す水との接触角は 100° から 140° に向上し、簡便な方法でゴム表面に高撥水構造を形成することができた[1)]。

本研究では、この手法をゴムから樹脂・皮革等へ応用することを目的に、樹脂シート転写後のゴム表面を 3D 観察した。

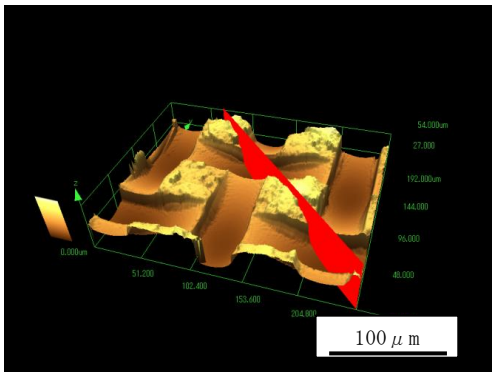


図 1　ゴム表面の 3D イメージ

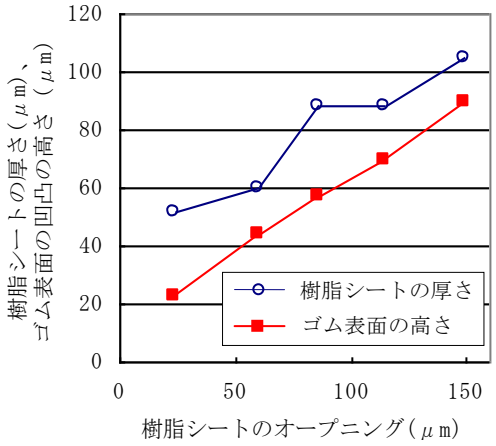


図 2　ゴム表面の凹凸と樹脂シートの厚さの関係

2　実験方法

2．1　試料作製

シート状に予備成形したフッ素ゴムコンパウンド（硬度 A70）と、凹凸を有する PET 製のメッシュシート（以下、樹脂シート）を重ね合わせ、2mm 厚の平板作製用金型に充填した。次に、加硫温度 160℃、加硫時間 15 分、圧力 10MPa で一次加硫を行った。さらに、230℃×24 時間オーブン中で二次加硫を行い、加硫ゴムから樹脂シートを剥がし試料を得た。

2．2　ゴム表面の構造観察

樹脂シートを転写したゴム表面の構造は走査型共焦点レーザー顕微鏡（オリンパス(株)製 OLS3100）による 3D イメージで観察した。

3　結果と考察

3．1　ゴム表面の構造観察

樹脂シートの凹凸を転写したゴム表面の 3D イメージを図 1 に示す。用いた樹脂シートの仕様は 255mesh^{-1}、オープニング（糸と糸の間の距離）60μm、線径 40μm、厚さ 60μm である。凹の部分は糸がゴムを加圧し、凸の部分は樹脂シートのオープニングエリアにゴムが入りこむことにより形成された。ゴムは加熱すると軟化し金型内で流動するため、凹凸の転写が可能である。この手法は熱可塑性樹脂や、皮革にも利用できると考えられる。

3．2　ゴム表面の凹凸と樹脂シートの厚さの関係

オープニングの異なる 5 種類の樹脂シートを転写したゴム表面の凹凸の高さと用いた樹脂シートの厚さの関係を図 2 に示す。樹脂シートの凹凸をそのままゴムに転写できれば、これらの値は近似する。しかし、ゴム表面の凹凸の方が小さい。これは最終工程で加硫ゴムから樹脂シートを剥がす際、ゴムが引き裂かれたからである。図 1 の凸部分が平滑でないのはこのためである。

4　結　　論

ゴム表面を 3D 観察した結果、樹脂シートの凹凸をゴムに転写できることを確認した。本手法は熱可塑性の材料を対象とするため、今後、樹脂・繊維・皮革等への応用が期待できる。

参 考 文 献

1)　特開 2012-11762

（問合せ先　鷲家洋彦）

〔経常研究〕

16　フッ素樹脂素材の接着性改善

柴原正文，本田幸司，長谷朝博

1　目　　的

通常、医薬品容器は薬液を挿入した状態で出荷されており、栓と薬液とが直接接触する。そのため、薬液がゴム栓の内部物質(架橋剤や充填剤など)と化学反応を起こし、変質する恐れがある。そこで、ゴム栓表面に耐薬品性に優れるフッ素樹脂フィルムを被覆材としてラミネートする。ただし、フッ素樹脂は他の素材との接着性が悪いため、フッ素樹脂の表面改質が必要不可欠である。最も広範に使用される表面改質法のナトリウムーナフタリン錯体溶液処理法によれば、樹脂表面をほぼ完全に改質してゴムとの接着が可能となるが、茶褐色を呈してしまう。厳密な品質管理が求められる医療用製品の被覆材に適用するには、異物検査で障害となる。

そこで、外観上着色が無くゴムとの接着可能なフッ素樹脂の表面改質ならびに接着方法について検討した。

2　実験方法

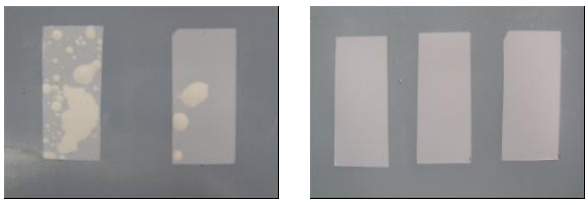
実験試料には、厚み 2mm の未加硫ハロゲン化ブチルゴムシートと、厚み 0.20mm のフッ素樹脂のポリテトラフルオロエチレン(PTFE、日本バルカー工業(株) バルフロン)を用いた。ブチルゴム中のハロゲン系官能基は、有機シラン化合物の末端官能基であるアミノ基との間で化学反応を生じると報告されている[1)]。そこで、図１に示すように前報 [2)]と同様に PTFE フィルムの表面にアミノ基を有した有機シラン化合物 (3－aminopropyltrimethoxysilane：APS)の自己組織化膜を成膜して表面改質を行った。そして、PTFE フィルムとゴムシートを加硫接着(加硫温度：180℃、加硫処理時間：10 分間、加硫処理圧力：10MPa)を行った。

3　結果と考察

PTFE フィルムに希ガスを用いた大圧プラズマ処理を行った後、PTFE フィルムを蒸留水に浸漬することで、過酸化物官能基等と水分子との加水分解反応が生じ、PTFE フィルム表面に親水性官能基が形成された。なお、プラズマ処理時に生じた PTFE フィルム表面の低分子残渣は加硫成形時の接着効果を低下させる要因ともなるため、浸漬処理で除去した。

次に PTFE フィルムにアミノ基を有した APS の気相蒸着法による成膜処理(130℃、30～120 分間)を行って、APS の自己組織化膜を形成させた結果、PTFE フィルム表面は自己組織化膜の末端官能基であるアミノ基で修飾することができた。そして、上記 PTFE フィルムとブチルゴムを加硫接着したところ、図２(a)に示すように PTFE フィルムとゴムシートとの界面において気泡が多く発生した。これは未反応の APS 凝集物が気化したものと推察された。そこで、加熱成形前に減圧乾燥処理を追加することで、図２(b)に示すように接着界面の気泡発生を解消することができた。また、PTFE フィルムとゴムシートとの剥離強度は、大気圧プラズマ処理のみを施して加硫接着した場合と比べて、4 倍（9N／cm）と大きく改善することができた。

これにより外見上の着色が認められず、かつ有機系接着剤を塗布使用することなく、フッ素樹脂とゴムとが加硫接着した医療用ゴム製品を提供することが可能となった[3)]。



(a)減圧乾燥処理_無し　　(b)減圧乾燥処理_有り

図２　PTFEフィルム・ブチルゴムの加硫成形した結果

参 考 文 献

1) 松尾唯男：日本ゴム協会誌, 2, 58, 88-93 (1985).
2) 柴原正文：表面技術協会第 123 回講演大会要旨集, 287-288(2011).
3) 特願 2011-189785

（問合せ先　柴原正文）

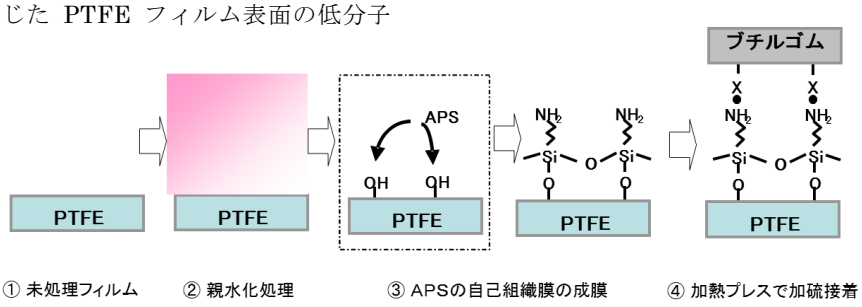


図１　実験プロセスの概略図

〔経常研究〕

17　エレクトロスプレーデポジション法による有機 - 無機ハイブリッド薄膜の作製とその光機能性評価に関する研究

石原マリ，中野恵之

1　目　　的

昨今の情報社会の進展により、光メモリや光スイッチなどの光機能性素子の高機能化・高性能化が望まれている。当センターでは、新しいタイプの光機能性材料として有機 - 無機ハイブリッド薄膜を創製しその高性能化を検討している [1)]。

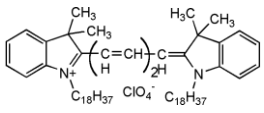
薄膜作製方法は薄膜の特性などに影響を及ぼす可能性があることから、これまで、スピンコート法およびキャスト法により作製したハイブリッド薄膜について検討してきた [1)]。エレクトロスプレーデポジション（ESD）法は、新機能の発現などが期待されるナノメートルサイズの粒子の作製方法として近年注目されている。

本研究では、有機 - 無機ハイブリッド薄膜の高機能化・高性能化を目的として、ESD 法により有機色素と無機層状化合物とのハイブリッド薄膜を作製し、まず、その光応答性を調べた。

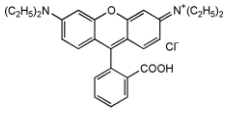
2　実験方法

2.1　試料

無機材料として、層状化合物 $[(Mg_{2.67}Li_{0.33})(Si_4O_{10})(OH)_2]Na_{0.33}$ (SWN)、有機色素として、NK3175 および NKX1324 を用いた。



NK3175



NKX1324

2.2　ESD 法によるハイブリッド薄膜の作製とその光応答性評価

イオン交換水に分散させた SWN（0.05 g/5 ～10 ml）と有機色素（NK3175 1.8×10^{-6} mol/10 ml ; NKX1324 3.5×10^{-6} mol/10 ml）のエタノール溶液を混合し、60℃で 27～28 時間、300rpm で撹拌後、基板上に ESD 法により、印加電圧 25kV、押出圧力 0.01MPa （NK3175）または 0.001MPa（NKX1324）で製膜して試料とした。ハイブリッド薄膜の光応答性は、紫外光（λ_{max}=254 nm）照射前後の電子吸収スペクトル変化により評価した。

3　結果と考察

ESD 法により作製した SWN-NK3175 ハイブリッド薄膜の電子吸収スペクトルにおいて、紫外光照射により、NK3175 に基づく吸収バンド（λ max = 651 nm）の吸光度は減少した（図 1）。ESD 法で作製した薄膜は、スピンコート法およびキャスト法による薄膜 [1)]と比較して、スペクトル変化は小さいものの光応答性が認められた。また、スピンコート法およびキャスト法の場合と異なり、室温暗所で 18 時間保持しても、スペクトル変化はほとんど認められず、熱安定性の向上が認められた。

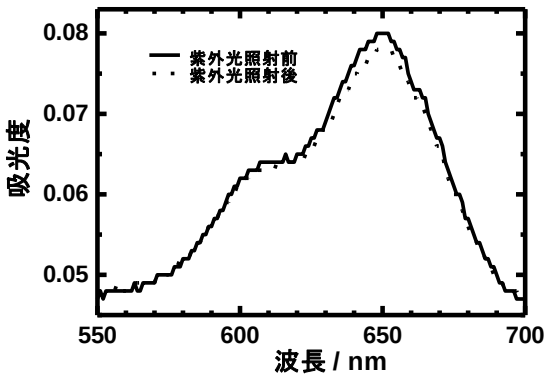


図 1　　ESD 法により作製した SWN-NK3175 ハイブリッド薄膜の電子吸収スペクトル

一方、SWN-NKX1324 ハイブリッド薄膜に紫外光を照射しても電子吸収スペクトル変化は観測されず、光応答性を示さないことがわかった。これは、スピンコート法およびキャスト法により作製した場合 [2)]と同様であった。

4　結　　論

ESD 法により作製した SWN - NK3175 ハイブリッド薄膜において、光応答性ならびに熱安定性の向上が認められた。引き続き、ESD 法により異なる作製条件で SWN - NK3175 ハイブリッド薄膜を作製して、その光応答性、化学構造および表面形状について検討し、作製条件と光応答性や化学構造との相関を調べる予定である。

参 考 文 献

1)　兵庫県立工業技術センター研究報告書、第 20 号、p. 19-p. 21(2011).

（問合せ先　石原マリ）

〔経常研究〕

18　チオフェン系材料を用いた半導体デバイス作製に関する検討

平瀬龍二，石原マリ

1　目　　的

工業技術センターでは、プリンテッドエレクトロニクス用有機半導体材料の創製を目指し、溶解度向上を目的として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。この中でアルキル基の導入により液晶性が発現することを見い出した[1)]。液晶性有機半導体材料を用いるデバイスを液晶領域温度で作製すると、分子配向がそろい高い性能を示す傾向がある[2)]。本研究では、鎖長の異なるアルキル基を導入した材料を用いて電界効果トランジスタ（FET）を作製し、性能を評価することにより、導入したアルキル基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AC4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[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㈱製）を、ピラニア溶液中で洗浄した後、ヘキサメチルジシラザン（HMDS）蒸気により処理して用いた。

2．2　材料評価方法

材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。基板上へ真空蒸着（約10^{-5} Torr）により材料薄膜を作製し、ボトムコンタクト型デバイスとした。蒸着は、各種基板温度にて行った。このデバイスについてFET評価（Keithley 4200 SCS）を行った。

3　結果と考察

材料のDSC測定結果（２回目の昇温）を図１に示す。AC4にアルキル基を導入することにより、複数の相転移（吸熱ピーク）が観察された。AC4では結晶から等方相への転移のみであったのに対し、AC4-10OcおよびAC4-10Ceでは液晶相と推測される相が観察された。また、アルキル基鎖長の増大により転移温度は低下し、AC4-10Ceでは125℃で相転移が起こった。表１には、材料の溶解性および各温度で材料を基板上に蒸着して作製したデバイスのFET評価結果を示す。AC4へのオクチル基の導入は溶解性を約２倍に向上したが、長鎖アルキル基であるセチル基の導入は溶解性を著しく低減させた。これは、材料の分子量増大によるものと考えている。

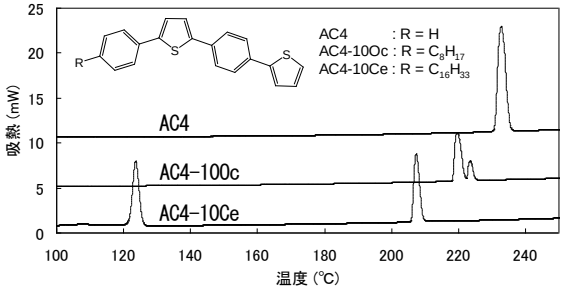


図１　AC4誘導体の構造およびDSC測定結果

表１　材料の溶解性及び蒸着時基板温度、FET評価結果

材料	溶解度 (g/L, THF 25℃)	基板温度 (℃)	キャリア移動度 (cm^2/Vs)	閾値電圧 (V)
AC4	4.4	室温	0.000008	-24.3
AC4-10Oc	8.9	室温	0.0014	-22.5
		130.0	0.0017	-13.4
AC4-10Ce	0.18	室温	0.00021	-19.9
		130.0	0.0014	-22.5

AC4へのアルキル基の導入によりキャリア移動度の大きな向上が認められた。このことは、アルキル基の導入により分子間の重なりが大きくなることに起因すると考えられる。AC4-10Ceでは、液晶領域温度である130℃で蒸着を行うことにより、移動度が約１桁向上した。これは液晶配向によるものと推測できる[2)]。

4　結　　論

チオフェン系有機半導体材料へのアルキル基導入がFETにおける性能向上に寄与することを明らかにした。この知見を基に、より高い性能を示す材料を開発する。

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，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, 20, 29, (2011).
２）　M. Lu, S. Nagamatsu, Y. Yoshida, M. Chikamatsu, R. Azumi, K. Yase, Chem. Lett., 39, 60, (2010).
３）　特許公開2009-155318.

（問合せ先　平瀬龍二）

〔経常研究〕

19　樹脂成形用簡易金型の作製に関する調査研究

佐伯光哉

1　目　　的

プラスチック射出成形品の製造では、金型の製造に多額の費用が必要なため、大量生産にしか対応できない。しかしながら、開発段階や少量生産に対応できる安価な簡易金型について様々な検討が行われてきた。本年度は当センターに設置されている紙積層方式の RP（ラピッドプロトタイピング）により簡易金型（入れ子型）を作製して、射出成形による試作成形の可能性を調査した。

2　実験方法

2.1　RP による入れ子型の作製

RP は、紙積層方式の LOM-1015plus(豊田工機㈱製)を用いた。この装置は厚さ 0.13mm の紙シートを積層しながらレーザーで断面形状をカットして立体形状物を作製する。

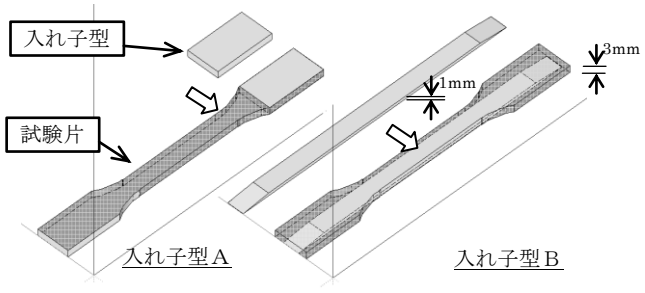


図１　２種類の入れ子型と装着状態

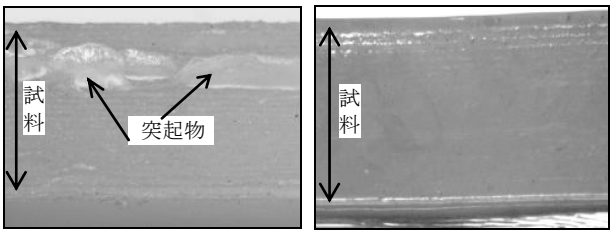
JIS K 7113 1 号形試験片の成形用の金型に、RP で作製した入れ子型を装着して成形物の形状を変化させる実験を行った。入れ子型は、図１に示すＡ、Ｂ２種類の入れ子型を使用した。Ａは試験片の端の形状を変化させるために、Ｂは試験片の厚さを変化させるために使用した。また、RP 入れ子型の高強度、離型性付与のためにシアノアクリレート系接着剤による補強を行った。

2.2　樹脂および成形

樹脂はポリスチレン(東洋スチロール㈱製 G200)を使用した。成形は射出成形機 Si-100V（東洋機械金属工業㈱製）を使用し、樹脂の流れ特性を考慮してシリンダ温度 210~230℃に、射出圧は 50Mpa で行った。

3　結果と考察

入れ子型Ａを使用した成形では、補強しない場合、積層した紙シートの間隙に樹脂が浸透することにより



(a) 補強なし　　(b) 補強あり

図２　入れ子型Ａに接する試料表面の外観

図２(a)に示すようなひれ状の突起が成形物の表面に発生した。そこで、入れ子型の表面の補強を行った結果、成形物の表面は図２(b)のようになめらかになった。

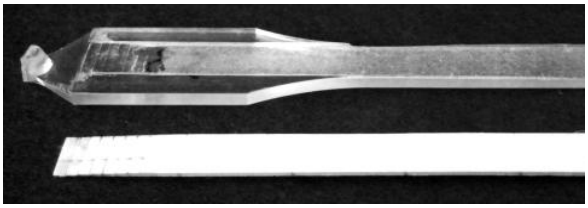


図３　成形物（手前は使用した入れ子型Ｂ）

入れ子型Ｂによる成形物を図３に示した。外観には特に問題なく射出成形が可能であった。

表1　入れ子型Bによる成形物の厚みとその変動係数

	厚み:$\bar{t}$(mm)	変動偏差:$\sigma / \bar{t}$
成形物（入れ子型Ｂあり）	2.11	0.006
成形物（入れ子型Ｂなし）	2.92	0.002

表 1 は入れ子型Ｂにより作製した成形物の厚みとそのばらつきを表わす変動係数を示している。入れ子型を使用した時の成形物の厚みの変動係数は 0.006 であり、通常の金型を用いた場合の 0.002（入れ子型なし）よりも精度は下がっていることが分かった。

これについては、RP 型の紙積層時の厚み精度、紙シート間の接着方法などが影響しているものと考えられる。実用化を目指すためには RP の方法および型の補強方法についてさらなる検討が必要と考えられた。

（問合せ先　佐伯光哉）

〔技術改善研究〕

20　自走式草刈機用刃物のための磨耗特性評価

山口　篤，後藤浩二，園田　司，稲葉輝彦，青木俊憲，西羅正芳，永本正義

1　目　　的

自走式草刈機は、草刈作業の高効率化、省人化、作業者の高齢化に伴って急速に普及しつつある。取り付けられる刃物は、従来の刈払機等の刃物と比べて使用環境が過酷であることから、磨耗が激しいという課題を抱えている。さらに、乗用式などの大型装置では、大型かつ複数枚の刃物を使用しているため、その交換作業は煩雑で、刃の交換に多大な労力を必要とする。これらのことから、自走式草刈機用刃物（以降、自走用刃物）の長寿命化が求められ、耐磨耗性向上に関する研究が急がれている。

自走式草刈機による草刈は、刈込鋏や刈払機のような目視による選択的な刈込みではなく、大面積を長時間にわたって施工する。そのため、地面との接触や土砂の巻き込みの影響を受けやすく、刃物が受ける負荷も大きい。すなわち、自走用刃物の磨耗を支配する主因子は、土砂磨耗によるものである。土砂磨耗を評価する方法として、従来から加圧磨耗試験（ASTM G65）があり、破砕機、建設機械用部品の評価に用いられている。しかし、自走用刃物のような薄肉形状端面からの磨耗の評価には不向きであるとともに、自走用刃物の使用形態と同じ間欠的な磨耗を再現することができない。このため、実使用とよく似た条件で、しかも短時間で再現できる試験方法が必要である。

本稿では、自走用刃物のための磨耗特性評価方法の確立および高耐磨耗性刃物の提案を行ったので報告する。

2　実験方法

2.1　磨耗試験

土砂による磨耗は、磨耗機構の一つのアグレッシブ磨耗によるものであり、塊状はく離磨耗、引っかき切削、ラッピング磨耗によって進行する[1)]。そのうち、自走用刃物の磨耗因子のほとんどはマクロサイズの土砂粒による引っかき切削によるものと推察できる。自走式刃物の実製品を想定した試験を行うには、マクロサイズの研磨粒子を用い、間欠的な負荷を与える必要がある。本実験では、図１に示すような磨耗試験機を用いた。(b)(c)に示すように研磨槽に研磨粒子を充填し、試験片の回転軌跡が研磨槽を通過する方式[2)]を用いた。また、研磨槽を密閉して粉塵の発生を最小減に留め、作業性に配慮した。研磨粒子には、平均粒径が約0.8 mm、硬さが約950 HVのスチールグリッド（JIS G 5903）を用いた。

図２に試験片の形状を示す。80×30×2 mmの試験片を回転駆動部の固定ジグにM6ボルトで固定した。固定ジグから突出した試験片部分（約40mm）に当るように研磨槽に研磨粒子を充填した。回転数は1000 rpm（刃先の周速：16.7 m/s）とし、1 h、3 h、5 h、10 hの試験を行った試料の質量減量および外観を評価した。

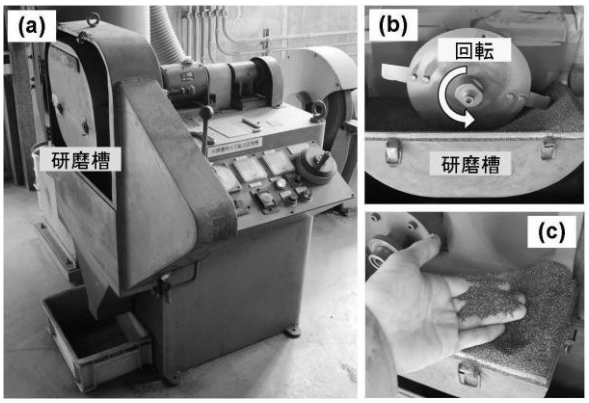


図１　磨耗試験機の外観
(a)装置全体、(b)試験部、(c)研磨粒子

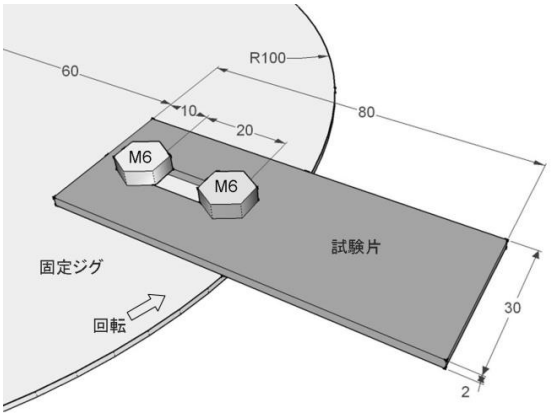


図２　試験片の形状（単位：mm）

2.2　供試材

試験片の材料として、ばね鋼（SUP10）、高速度鋼（SKH59）、超硬合金（RT54）を用いた。それらの化学組成および硬さを表１に示す。また、比較として現行製品（SUP10 鋼相当）をそのまま試験機に固定し、同様の試験を課した。

表１　試験片の化学組成・硬さ

	C	Si	Mn	P	S	Cr
SUP10	0.52	0.24	0.79	0.010	0.005	0.13
SKH59	1.08	0.35	0.26	0.017	<0.001	3.96
RT54	－	－	－	－	－	－

W	Co	V	Fe	WC	HV0.5
－	－	0.20	Bal.	－	491
1.44	7.37	1.17	Bal.	Mo:9.53	981
－	20-23	－	－	Bal.	865

3　結果と考察

3.1　磨耗量の評価

図３(a)は現行製品の 10 h 試験後の外観で、図４(a)は現行製品の試験時間ごとの質量減である。実際に半年程度使用した現行製品の磨耗減量は平均 3.1 g / 刃であったことと比べると、同製品を本試験機で 10 h 磨耗させた場合(a)の減量（3.0 g）とほぼ同じ結果が得られた。また、図 3(b)の試験片-SUP10 も同様の磨耗挙動を示したことから、本実験の条件下で磨耗試験を行うことにより、実使用に相関したデータを得られることが分かった。

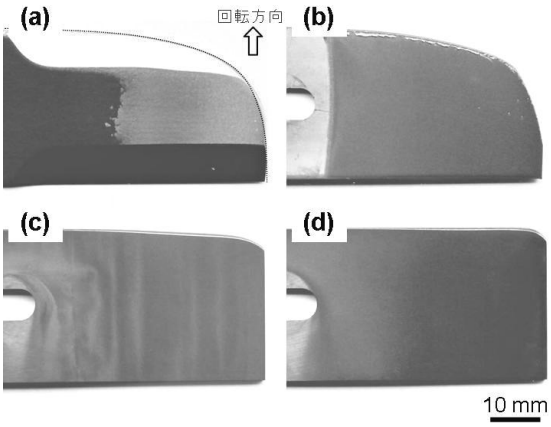


図３　10 時間試験後試料の外観　(a)製品、(b)試験片-SUP10、(c) 試験片-SKH59、(d) 試験片-RT54

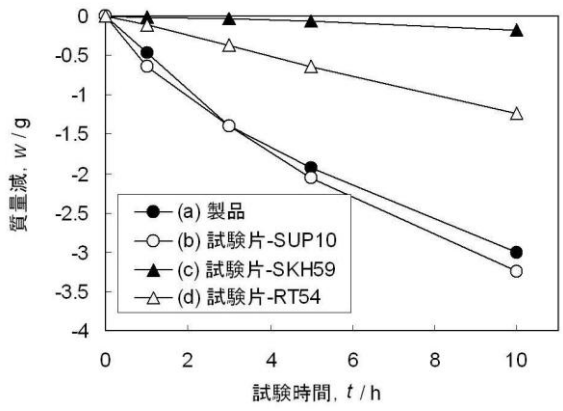


図４　試験時間と磨耗減量の関係

図 3(c)(d)、図４(c)(d)はそれぞれ、機械刃物や刈払機用刃物として実績のある SKH59 および RT54 の試験後の外観と質量減である。いずれも SUP10 よりも磨耗量が大幅に少なく、特に SKH59 の磨耗減量は約 1/20 にも抑えられていた。この磨耗比は、一般的なアグレッシブ磨耗特性に関する研究結果 [1]よりも小さい結果となった。これは、磨耗中に表面発熱が生じており、耐熱性に優れた SKH59 の性質が顕著に影響したためと考える。砂地や長時間の草刈では刃の表面発熱が想定されるため、自走式刃物には耐熱性への配慮も必要と考えられる。

3.2　部分強化刃物の提案

前項では、高硬度・耐熱材料の適用により、磨耗減量を小さく抑えられることを示した。しかし、刃物全体をそれらの高級材料で構成することは、耐衝撃性やコストの面で現実的ではない。自走式刃物は特に刃先の仕事量が大きく、刃の寿命も刃先の消耗量によって判断される。これらから、図５に示すように、刃先に高硬度・耐熱鋼を肉盛溶接した試料(a)と超硬（RT54）を接合した試料(b)を作製し、同様の磨耗試験を行った。10 h 試験後の外観から分かるように、いずれも高い耐磨耗特性を示した。

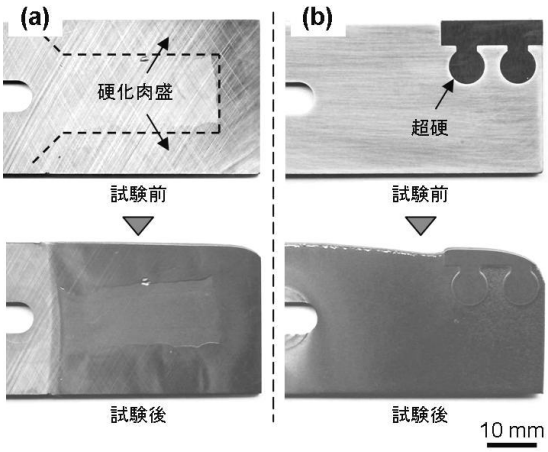


図５　部分強化試験片の 10h 試験前後の外観
(a)硬化肉盛、(b)RT54

4　結　　論

自走式草刈機用刃物の磨耗特性評価として、研磨粒子を充填した研磨槽に刃物を回転させながら通過させる方法を採用した。現行製品では 10 h の実験で大幅な磨耗が生じたのに対し、刃先に肉盛溶接や超硬接合を施した試料では磨耗を抑えることができた。

参 考 文 献

1) 砂本大造：粉体工学研究会誌，**12**-1(1975)20-28.
2) 西岡敏明ら：実開平 5-43057(1993).

（問合せ先　山口　篤）

〔重点領域研究〕

21　ギガサイクル疲労特性評価のための高速回転曲げ疲労試験機の開発

廉本寧，平山明宏，安東隆志，福地雄介

1　目　　的

従来、各種産業機器に使用される鉄鋼材料は明確な疲労限を有し、疲労限以下の応力振幅であれば無限回の繰返し荷重を受けても疲労破壊しないものとされてきた。しかし、近年、高強度鋼、表面改質鋼等では荷重繰返し数が 10^7 回以上（超高サイクル領域）でも疲労破壊することが明らかとなり、超高サイクル領域での疲労破壊に関する研究が盛んに行われるようになってきている。

従来の一般的な回転曲げ疲労試験では、金属材料試験片に 50～60Hz 程度の負荷速度で疲労試験を行うことが多いが、疲労破壊がおきるまでに長時間がかかるという問題がある。このため、試験片に 20kHz 程度の超音波振動により高速繰り返し負荷することにより、試験時間を短縮する超音波加速方式疲労試験機が開発されているが、試験片発熱、負荷容量、高コスト等の問題を伴う。

本研究では、ギガサイクル疲労特性の高加速評価のために、最大 300 Hz（10^9 回のギガサイクル疲労試験の場合、約 39 日）の負荷速度まで達成可能な高速型回転曲げ疲労試験機を開発した。試験機の開発にあっては設備コストを抑えるために高速スピンドルを利用した。また、検証実験によって試験機の性能を評価した。

2　試験機の開発

2.1　開発コンセプト

超高サイクルにおけるギガサイクル疲労試験を低コスト、効率的に実施するための回転曲げ試験機の開発が本研究の主題である。開発にあたり、最初に設定した基本的なコンセプトは、以下に示すとおりである。

（1）従来の５倍の負荷速度による試験時間の短縮
（2）高負荷速度域においても、高い負荷精度の保証
（3）負荷速度が自由に設定可能
（4）シンプルな構造による低コスト化
（5）容易な操作性とメンテナンス性
（6）標準試験機としての普及

2.2　基本構成

本研究で試作した試験機のシステム構成を図１に示す。前節に述べた開発コンセプトを基に、試験機の部品点数を最小限に抑えるとともに、高剛性高回転精度を達成するために、高周波モーターを用いるメンテナンスレスの自冷式高速スピンドル（日本精密工作製）を採用した。回転速度は電源の周波数調整装置により 1000～20,000rpm 自由に設定可能であり、従来の 5 倍の高負荷速度を実現した。片持ち式回転曲げ疲労試験方式を採用した。回転軸の端に試験片を装着して、試験片先端にベアリングを介して重り負荷を与える。試験片両端とも高速型高精度コレットチャックを採用することで、試験片の取り付け及び取り外し作業時間の短縮と高速回転時の偏心の抑制を両立させた。試験片最小断面部に加わる曲げ応力は端に吊るした重りより計算される。回転速度の計測・制御、繰り返し数の計測、安全回路機能を有するモニタリング・制御システムを構築した。回転速度と回転数を光電式回転センサーで常時検出し、破断時に重りがマイクロスイッチを遮断して試験片の破断寿命を測定する。試験機は試験片の破断後もしくは過負荷時、自動停止機能を持つ。試作した試験機の外観を図２に示す。

以上の基本構成によって、高効率、高精度、低コストを実現した。

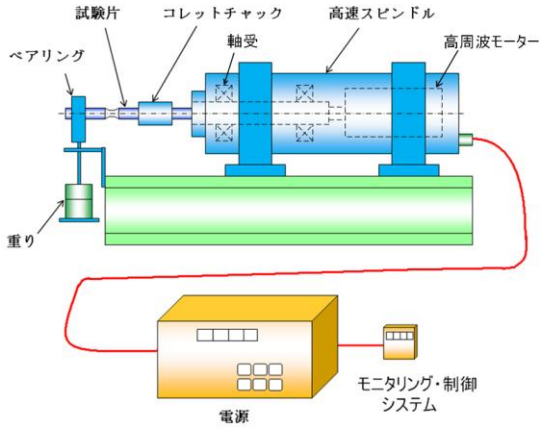


図１　試験機システムの構成

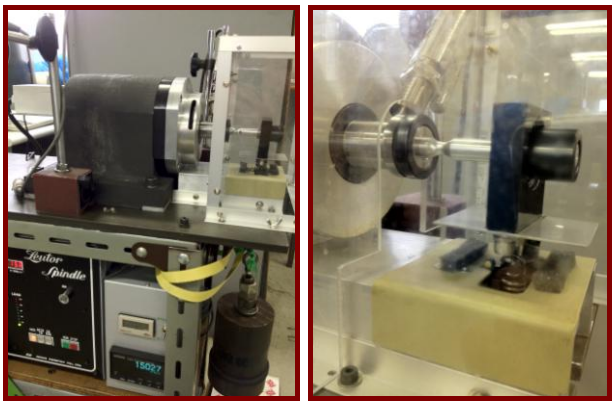


図２　試験機の外観

3　検証実験

3.1　実験方法

従来の試験機との間の疲労特性の再現性、疲労データの相関性について、高速型疲労試験機と従来の４連式回転曲げ疲労試験機（50Hz）の比較検証実験により検討した。実験に使用した試験片は、砂時計型環状切欠き試験片であり，試験片の寸法および形状を図３に示す。試験片の最小断面直径は６mm で、応力集中係数はα=1.09 である。材料の化学成分を表１に示す。市販のアルミニウム A6061-T6 の棒材を切削および研削加工により作製した。試験環境は室温・大気中で実施した。

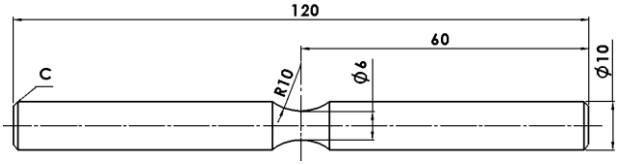


図３　試験片形状および寸法（㎜）

表１　供試材の化学成分（wt.%）

Si	Fe	Cu	Mn
0.96	0.26	0.30	0.15
Cr	Zn	Mg	Al
0.20	0.13	0.85	Bal.

3.2　結果と考察

図４は、A6061 材の疲労試験結果を示したもので、S-N 曲線は日本材料学会の S-N 曲線回帰プログラムを用いて回帰した。図中に、通常の試験機によるデータを△印と表記し、S-N 曲線を破線で示す。四角印は、本研究で試作した高速試験機によるデータであり、S-N 曲線を実線で示す。なお、矢印を標記するデータは試験継続中のデータ（また破壊していない）である。図より、両者の S-N 曲線は同じ形状を有することが確認できた。ただし、同じ負荷で比べると、高速試験機は従来機より少し寿命が長い結果が得られたが、試験機固有のバラツキの範囲であると考えられる。なお、図４では高速試験機による２１0MPa の負荷での 300Hz 負荷速度(□印)と 50Hz 負荷速度(■印)のデータがほぼ同じなので、負荷速度の影響はないと考えている。さらに、図５には 140MPa での重りの負荷方向の加速度測定結果を示す。試作した試験機の負荷変動が少ないことがわかる。図６の SEM 写真に示すように 300Hz の高回転速度でも、破面の破損がなく、ストライエーションを観察できた。

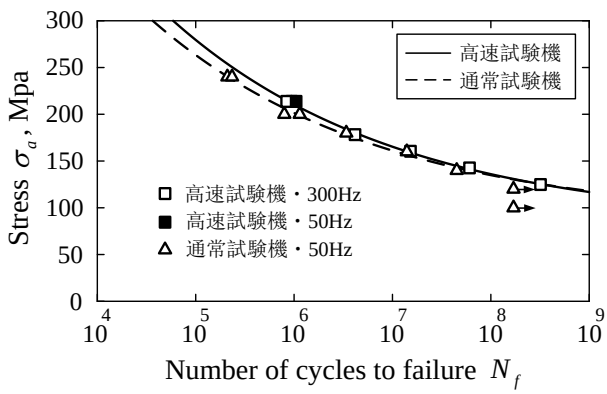


図４　S-N 曲線

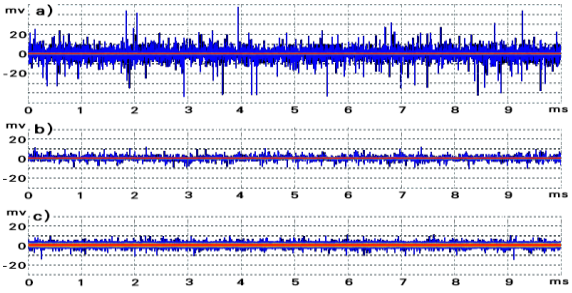


図５　重りの加速度計測結果
a）従来の試験機-50Hz；
b）高速型試験機-50Hz；c）高速型試験機-300Hz.

検証実験の結果から、本試験機は、高速回転曲げ疲労試験機として基本的な機能を有することが確認できた。

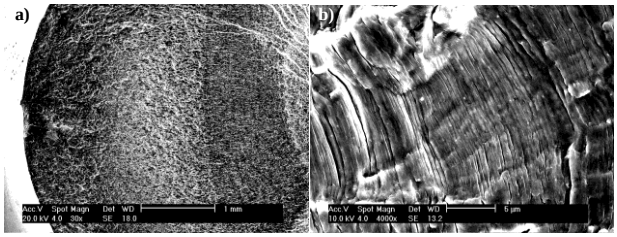


図６　破面の SEM 写真（300Hz, 140MPa, N_f=6.1×10^7）
a）低倍率；b）高倍率(ストライエーション).

4　結　　論

開発した試験機は回転曲げ方式であり、試験時間短縮、仕事効率向上、コスト低減を実現した。操作安全確保のため、試験片飛び防護措置、安全回路を構築した。試験片両端とも高精度コレットチャックを採用し、高精度試験により、試験データの信頼性の向上を実現した。検証実験により、既存試験データとの相関性を検討し、本試験機が回転曲げ荷重下の疲労試験機として基本的な機能を有していることを確認した。今後、多種材料を用いて、検証実験を続ける予定である。本試験機の製品化により、県内スピンドルメーカーの新規市場を開拓することが期待できる。

謝　　辞

本試験機の試作にあたり、熱心なご協力と貴重なご助言を賜りました日本精密機械工作株式会社に深い謝意を表します。

（問合せ先　廉　本寧）

〔経常研究〕

22　耐熱構造材料のミニチュア試験片による高温繰返し応力-ひずみ関係に関する研究

野崎峰男

1　目　　的

経年劣化した発電プラント等の構造物の損傷量を高精度に評価するためには、構造部材から採取した試験片を用いた高温低サイクル疲労試験の実施が必要となる。とくに、構造部材からの試験片の採取による対象機器の性能低下をできるだけ小さくするためには、バルク試験片よりも寸法の小さいミニチュア試験片の採取が望まれる。しかし、高温低サイクル疲労寿命に及ぼす試験片寸法の影響は、現在まで必ずしも明らかにされていない。

本研究では、フェライト系耐熱鋼改良 9Cr-1Mo 鋼(1323K×1h、空冷→1053K×1h、空冷)のミニチュアおよびバルク試験片を用いて 823K での低サイクル疲労試験を実施し、高温低サイクル疲労中の応力とひずみに及ぼす試験片寸法の影響を考察した。

2　実験方法

図１にミニチュアおよびバルク試験片の形状を示す。試験装置は、ミニチュア試験片には小型高温低サイクル疲労試験機(荷重容量:±1kN、(株)神戸工業試験場製)を用い、バルク試験片には電気油圧サーボ疲労試験機(荷重容量:±30kN、MTS 製)を用いた。

低サイクル疲労試験は、ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}=0.1\%/\mathrm{s}$、全ひずみ範囲 $\Delta\varepsilon_t=0.5$、0.6、0.8 および 1.0%の両振対称三角波を用いて 873K で実施した。また、破損繰返し数(N_f)は、引張側応力振幅が寿命中期のそれから 25%低下したときの繰返し数として定義した。

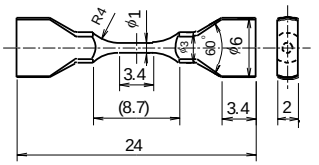
3　結果と考察

図２に $\Delta\varepsilon_t=0.5\%$における寿命中期($N=1/2N_f$)のミニチュアおよびバルク試験片のヒステリシスループを示す。図よりミニチュアおよびバルク両試験片で、応力の最大・最小値については、若干の差異は認められるが、応力範囲およびひずみ範囲はほぼ等しくなり、両試験片のヒステリシスループの形状はおよそ一致した。

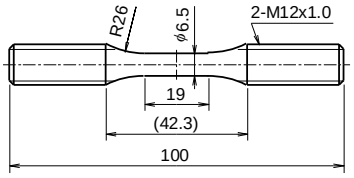
図３にミニチュアおよびバルク試験片の応力(σ)と塑性ひずみ(ε_p)との関係を示す。繰返し応力-塑性ひずみ関係は、ミニチュア試験片とバルク試験片で良好に一致し、図中の式で表すことができた。

改良 9Cr-1Mo 鋼のミニチュアおよびバルク試験片を用いた高温低サイクル疲労試験を実施した結果、改良 9Cr-1Mo 鋼の高温低サイクル疲労下における応力とひずみに及ぼす試験片寸法の影響は少ないことを確認した。

(問合せ先　野崎峰男)



(a) ミニチュア試験片



(b) バルク試験片

図１　ミニチュアおよびバルク試験片の形状（mm）

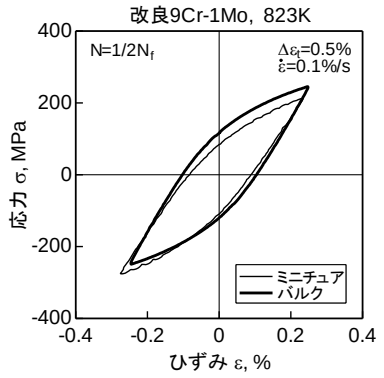


図２　ヒステリシスループの比較

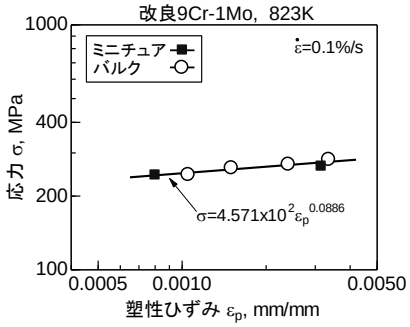


図３　繰返し応力-塑性ひずみ関係の比較

〔経常研究〕

23　レーザ加熱を利用した金属板の曲げ加工に関する研究

岸本　正

1　目　　的

レーザ加熱を利用した金属板の曲げ加工は、レーザビームを金属板に照射し、熱応力による塑性変形を利用して行う新しい曲げ加工である。この加工技術は、金型を必要としないため、多品種少量生産に有効であり、短納期、低コストで製作することができる。これまでの研究では、レーザ加熱方法によるステンレス鋼板およびステンレス鋼管の曲げ加工において、加熱方法と加工特性の関係を明らかにした。工場において、レーザ加熱を利用した金属板の曲げ加工を行うと、金属板の位置と加工方向による曲げ加工の特性が変化するといわれている。そこで、定尺のステンレス鋼板の各位置にレーザ曲げ加工を行い、曲げ加工の特性について明らかにする。

2　実験方法

供試材は、幅 1000mm、長さ 2000mm、厚さ 2.9mm のオーステナイト系ステンレス鋼板(SUS304)である。この供試材には、製造過程で残留応力の除去と均質化のため固溶化熱処理が施されている。図 1 に試験片の採取とレーザ加熱方向を示す。試験片の大きさは、幅 100mm、長さ 140mm である。供試材の表面には、レーザビームの吸収率改善のため、カーボンブラックを均一に塗布した。レーザ加熱方法は、ビーム径 20mm、出力 1500W のマルチモードの炭酸ガスレーザビームを使用し、焦点距離 7.5inch(190.5mm)のレンズを用いた焦点はずし方式により、ビーム径を 11.2mm に変換したものを用いた。レーザ加熱速度を 2000mm/min とし、試験片の端面から幅方向に 100mm レーザ加熱を行い、試験片の長さ方向に 3mm 間隔で移動させて、同じ幅方向にレーザ加熱を行い、このことを繰り返して、長さ方向に 90mm 幅でレーザ加熱を行った。

3　結果と考察

試験片の位置とレーザ加熱方向に対して直角方向の曲げ半径との関係を図２に示す。図より、曲げ半径は、裏縦(平均 88.3mm)、表縦(89.8)、表横(90.6)、裏横(90.6)の順に大きくなり、曲げ半径のばらつきの範囲は、表横(3.2%)、表縦(3.5)、裏横(4.0)、裏縦(7.7) の順に大きくなることがわかる。試験片の位置とレーザ加熱方向の曲げ半径との関係を図３に示す。表縦(平均 4018mm)、表横(4265)、裏縦(4440)、裏横(4507)の順に曲げ半径が大きくなり、曲げ半径のばらつきの範囲は、表横(6.2%)、裏横(7.7)、表縦(10.8)、裏縦(18.9) の順に大きくなることがわかる。試験片の位置と厚さ変化率との関係において、厚さ変化率は、裏縦(平均 18.5%) 、表縦(16.2)、裏横(1.2)、表横(0.5)の順に小さくなる。これらの結果から、縦方向の方が横方向に比べて変形率が大きく(曲げ半径が小さく)、位置による結果のばらつきが大きくなることがわかる。これは、定尺のステンレス鋼板の各位置における内部の残留応力の影響と考えられる。

4　結　　論

本研究では、定尺のステンレス鋼板の各部位にレーザ曲げ加工を行い、各位置におけるレーザ曲げ加工の特性について明らかにすることができた。実用化のためには、特性を考慮する必要がある。

（問合せ先　岸本　正）

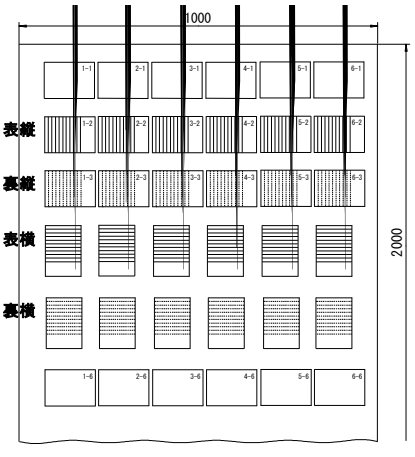


図１　試験片とレーザ加熱方向

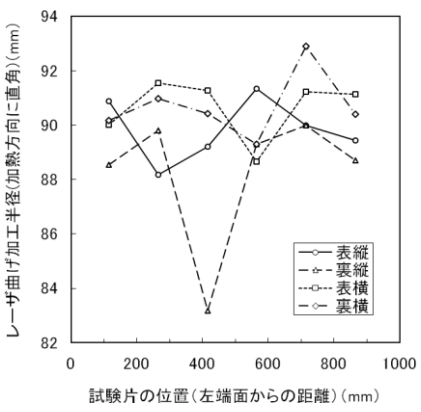


図２　レーザ曲げ加工半径
（レーザ加熱方向に直角方向）

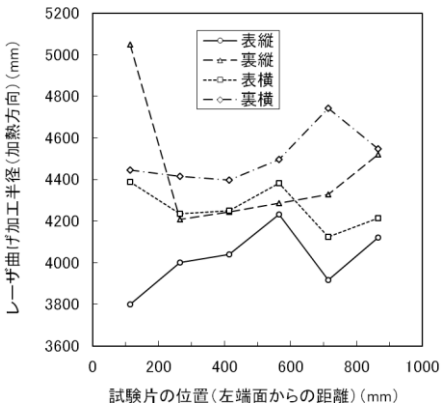


図３　レーザ曲げ加工半径
（レーザ加熱方向）

〔経常研究〕

24　金属製品の光沢仕上げに関する研究

山本章裕

1　目　　的

金属製品や部品において、光沢仕上げは汚れを付きにくくしたり取れやすくするという機能的な観点だけでなく、外見的にも美しく見せるという装飾的な観点からも、付加価値を向上させる方法の一つである。そのため、多くの製品に光沢仕上げが行われているが、手作業によるバフ研磨で行われる場合が多い。

そこで、バフ研磨の合理化や省力化のためによく実施されるバレル研磨による金属製品や部品の光沢仕上げについて検討した。

2　実験方法

遠心バレル研磨機は、タレット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(研磨石のようなもの)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。本実験では、表１に示す遠心バレル研磨機を使用し、タレット回転数 200 min^{-1}、メディア装入率 50vol％で直径 36mm、厚さ 20mm の工作物を表２に示す乾式用メディアで研磨した。工作物の材種は、表３に示す４種類である。

3　結果と考察

バレル研磨においては、工作物の材種と使用するメディアなどの研磨条件によって到達できる仕上げ面粗さに限界がある。

図１は、その限界の仕上げ面粗さを最小仕上げ面粗さとして、各メディアに対して求めたものである。同図より、各メディアにおけるいずれの材種の最小仕上げ面粗さも 0.1μmRa 以下になることがわかる。

図２は、アルミニウム合金（A5056）の研磨前と DFC-5 で 180min 研磨後の外観を示したものであり、研磨前の光沢のない面を光沢面にすることができた。

4　結　　論

遠心バレル研磨法において、各種金属材料の光沢仕上げを実現するため、光沢仕上げの目標として 0.1μmRa 以下の表面粗さを達成するための研磨条件について検討した。その結果、乾式用仕上げメディアを使用して光沢面が達成できることが明らかになった。

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　メディア種類

型番	形状	用途	重量 mg	密度 g/cm^3
DFC－5	円柱	仕上	173	2.08
DFC－3	円柱	仕上	35	1.76
WL＃16	粒状	光沢	1.3	0.58

表3　工作物材種

材種	SUS304	S45C	C3604	A5056
硬さ(HV)	215	184	119	87

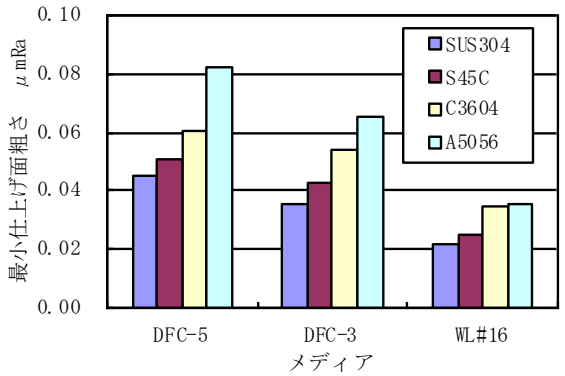
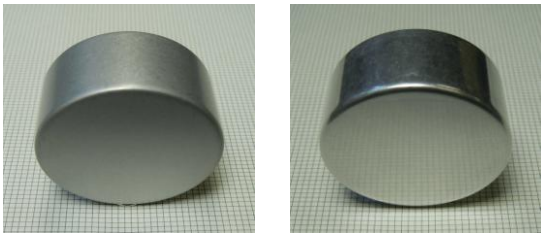


図1　メディアによる最小仕上げ面粗さ



(a)研磨前　　(b)研磨後

図2　工作物の外観(A5056)

(問合せ先　山本章裕)

〔科学研究費助成事業 基盤研究(C)〕

25　集積化化学システムのための多機能型弾性表面波アクチュエーターの提案

才木常正

1　目　　的

弾性体の表面に沿って伝わる波(弾性表面波：SAW)を利用したデバイスとして、携帯電話等に使う帯域通過フィルター等が実用化されている。しかし、SAW を利用したアクチュエーターやセンサについては研究開発段階である。一方、試薬が少なく処理時間が短い等の利点より集積化化学システムが注目され、それ用のアクチュエーターとして構造が簡単で半導体プロセスを用いた集積化が可能であることから、流体駆動用の SAW アクチュエーターの研究が行われている。主に、日本では静岡大学の塩川らのグループ [1]、海外ではドイツの Univesity of Augsburg の Wixforth らが液滴の輸送およびその噴霧化に関する研究 [2,3]を行っている。更に、Wixforth らにおいては、SAW を用いた流体駆動デバイスの多機能化を考え、混合器の研究開発も行っていた。

そこで、著者らは送液の操作性及び制御性を向上させるため、液滴ではなく連続流体を対象とした新規 SAW ポンプを提案し、SAW による連続流体の駆動に成功した [4]。ちなみに、連続流体の輸送速度は 5μL/s 程度であった。更に、連続流体用の高速混合器を想定し、SAW ポンプを改良して微小液体ローターを製作し、5μL の液を約 2,000rpm の高速で回転させることにも成功した [5]。

上記の背景から、本事業では下記 3 つを目的として研究を行った。

(1) 連続流体駆動用の SAW アクチュエーターの最適化については報告されていない。そこで、SAW を発生させる櫛歯電極(IDT)の形状と流体駆動との関係を実験により調べる。

(2) 高効率 SAW アクチュエーターの設計支援のため、粘性流体モデルにより SAW による連続流体駆動の物理メカニズムを数値解析により明らかにする。

(3) 上記の実験と解析の結果を基に、高効率の 2 液混合化学反応チップを設計し、製作する。そして、実験によりチップの性能を測定し、本設計手法の有用性を確認する。

2　研究方法

2．1　IDT 形状と流体駆動

連続流体駆動用の SAW アクチュエーターを最適化するために、IDT のピッチが異なる SAW アクチュエーターと流路を $LiNbO_3$ (128° 回転 Y 板 X 伝搬)基板の上に 4 つ作成した(図 1 参照)。ここで、これら IDT のピッチ p は 100, 200, 300, 400μm である。一方、これら IDT の対数 n と開口 a については全て同じであり、20 と 1mm である。また、流路幅は 1mm であり、その深さは 250μm である。ちなみに、IDT と流路の材料はそれぞれ Al と SU-8(エポキシ系のネガ型フォトレジスト)である。実験では、IDT に高周波数電圧を印加して SAW を発生せ、流路中の連続流体(純水)を駆動させる。このときの流体駆動の様子を連続流体中のトレーサー(Al 粉)用いてハイビジョンカメラによって観測した。そして、このトレーサーの推移から流速を計算し、投入電力との関係を IDT ピッチ毎に調べた。

更に、この流速は連続流体の粘度に影響すると考えられるため、粘度と最適な IDT 形状の関係について調べた。ここでは、純水とグリセリンの割合を変えることにより、0.91、3.17、22.5 mPa・S の粘度が異なる 3 つ溶液を用意した。そして、これらの粘度毎に IDT ピッチ p と輸送効率 E(流速を投入電力で割った値)の関係を求めた。

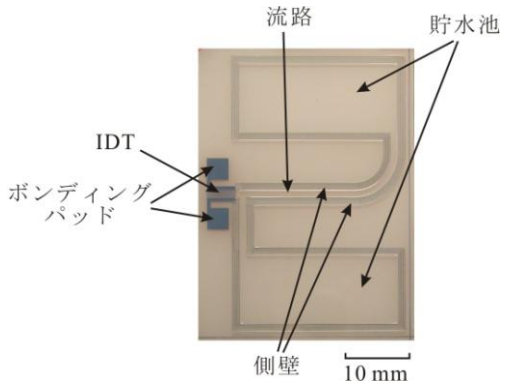


図 1　圧電基板上に作製した SAW アクチュエーターと流路の例 (IDT ピッチ：200μm)

2．2　粘性流体モデルによる数値解析

IDT から発生する SAW と流体が相互作用すると、流体が振動、流動、飛散する現象が起こることが実験により確認されている。ここでは、飛散現象が存在することから、計算する空間領域を限定しなければならない有限要素法ではなく、粒子法(Moving particle semi-implicit method)を用いることにした。そして、これら 3 つの SAW による流体駆動現象の物理メカニズムを解明するため、Lennard-Jones potential (LJP)を用いた粘性流体モデルによる数値計算を行う。

具体的には、IDT より発生する SAW の影響による項を、

LJP に追加することで、SAW を含めた粘性流体ダイナミクスの解析を行う。SAW の振幅を B(縦波成分)、C(横波成分)、波長をλ_1(縦波成分)、λ_2(横波成分)、α、βは位相ずれ、t は時間、ωは角振動数、A は LJP の係数、r_{ij}は２体の粒子間距離とすると粒子に作用するポテンシャルϕ_{ij}は、下の式で書くことができる。

$$\phi_{ij}= A(2/r_{ij12}-1/r_{ij6})+B\sin(\omega t+z/\lambda_1+\alpha)+C\cos(\omega t+x/\lambda_2+\beta)$$

実際の計算では、粒子数を 160 とし、1 ステップを 0.0005 秒として速度ベルレ法による 20,000 ステップを上の式の第 2 及び 3 項の SAW パラメータを変化させながら逐次行った。

２．３　高効率の２液混合化学反応チップの開発

上記の実験データと連成解析結果を基に、駆動源を SAW のみとする連続流体用の２液混合化学反応チップを作製した(図２参照)。このチップは SAW で駆動する２つのポンプと１つの混合器、および Y 型流路で構成される。２つの SAW ポンプは合流前の流路にそれぞれ配置し、SAW 混合器は合流後の流路に配置している。ちなみに、これら SAW アクチュエーターの IDT は $LiNbO_3$ 基板の上に Al のパターンニングで作成し、流路壁はネガ型厚膜レジスト SU-8 により製作した。IDT の形状はポンプ、混合器ともにピッチ 200μm、対数 20、開口幅 500μm である。また、流路幅は合流前では 500μm であり、合流後は 1mm である。そして、SAW 混合器の混合部は、我々の先行研究の微小液体ローターの開発から得られた知識により[4]、流路幅より少し大きな直径 1.5mm の円形とした。

そして、この混合化学反応チップを用いて、ルミノール反応による化学実験を行った。具体的には、２つの流路に、10%の NaOH 15μL にルミノール試薬 0.075mg を混ぜた溶液と、7.5%の H2O2 15μL にフェリシアン化カリウム 0.45mg を混ぜた溶液を流し、混合器で化学反応させ、その時の様子を高感度カメラで撮影した。

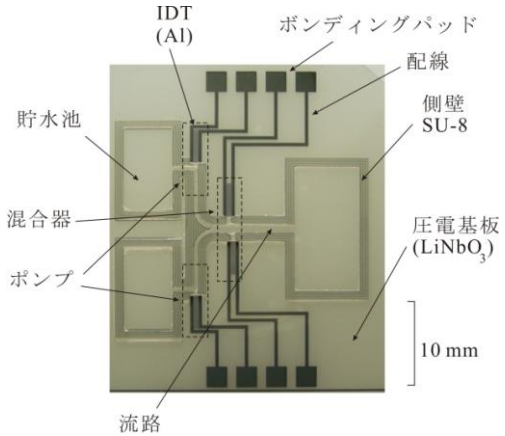


図２　作製した駆動源を SAW のみとする連続流体用の２液混合化学反応チップ

３　研究成果

３．１　IDT 形状と流体駆動

連続流体駆動での IDT への投入電力 P と送液速度 S との関係を図３に示す。この図を見ると、SAW アクチュエーターによる送液では供給電力と速度が比例していることがわかり、投入電力により送液速度が制御できることが明らかになった。更に、純水においては、200μm ピッチの IDT が最も効率的に送液ができることも明らかになった。

次に、粘度毎の送液効率 E と IDT ピッチ p との関係を図４に示す。この図を見ると、粘度が 0.91mPa・S の溶液ではピッチが 200μm の IDT において、粘度が 22.5mPa・S の溶液ではピッチが 300μm の IDT において、送液効率が一番高くなっていることがわかる。この結果は、粘度が高くなると、それに伴い最適な IDT ピッチが大きい方にシフトすることを示している。このことから、連続流体の粘度によっても、最適な IDT ピッチが異なることが明らかになった。

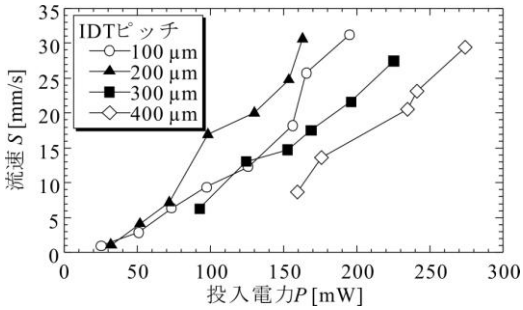


図３　IDT への投入電力と送液速度の関係

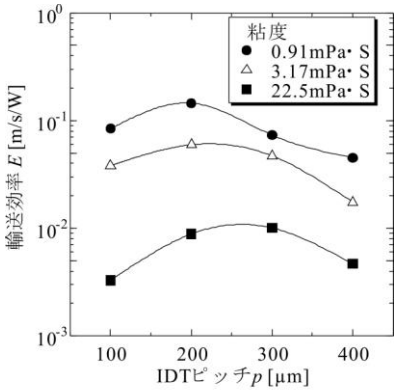
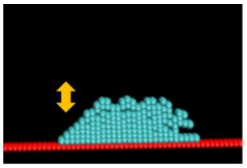


図４　各粘度における送液効率と IDT ピッチとの関係

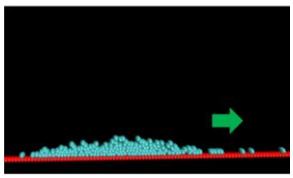
３．２　粘性流体モデルによる数値解析

LJP を用いた粘性流体モデルによる数値計算を行った結果、実験と同じく、３つの SAW による流体駆動現象のモードが得られた(図５参照)。ここでは、計算機の処理性能を考慮し、連続流体ではなく液滴を対象に、更には３次元ではなく２次元の数値計算を行っている。その結果、流体の粘性が並進方向のポテンシャルを上回るときは、流体は流動せず振動のみのモードになることがわかった。また、並進方向のポテンシャルが上回った場合

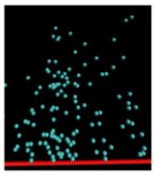
は流動現象がみられることもわかった。更に、SAW によるエネルギーが粒子間相互作用ポテンシャルを超える場合は、飛散現象が見られることもわかった。以上のことより、３つの駆動モードは流体の粘性、SAW の持つエネルギー、流体と壁面の相互作用に起因した現象であることが証明され、本粘性流体モデルにより物理メカニズムが解明された。



(a)振動



(b)流動



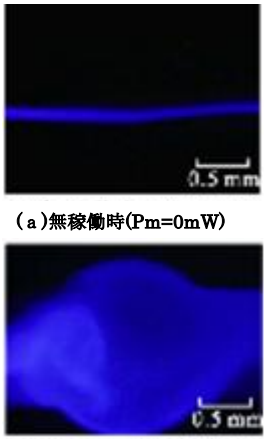
(d)飛翔

図５　数値計算で確認された SAW による３つの流体駆動モード

３．３　高効率の２液混合化学反応チップの開発

高感度カメラで撮影した SAW 混合器の混合部のルミノール発光の写真を図６に示す。図(a)は SAW 混合器の無稼動時の写真であり、図(b)は SAW 混合器の稼動時（SAW 混合器の投入電力 Pm=250mW）の写真である。図(a)を見ると、混合器の無稼動時には、流路中央部に線状の発光しか観測できなかった。このことは、2 つの溶液の界面のみでしか反応が起こっておらず、これらの溶液が混ざっていないことを示している。一方、図(b)を見ると、混合器の稼動時には、流路全体にわたり発光が観測できる。これは流路全体にわたり反応が起こっていることを示しており、混合部を通過するまでには２種類の溶液が混ざり合って反応していると推測できる。

SAW ポンプによる合流前の流路での送液速度は約 5mm/sec であることから、SAW 混合器の混合部でも同様の速度で溶液が通過していると想定すると、数百 msec 以下で化学反応が起こっていると推測できる。これらのことから、SAW を用いることで連続流体の局部的で迅速な化学反応が行われ、本混合チップのリアクターとしての有用性が明らかになった。



(a)無稼働時(Pm=0mW)

(b)稼働時(Pm=250mW)

図６　高感度カメラで撮影した SAW 混合器の混合部のルミノール発光の写真

４　結　　論

近年、試薬が少なく処理時間が短い等の利点より集積化化学システム(μTAS)が注目され、構造が簡単な弾性表面波(SAW)アクチュエーターの研究がされている。そこで、我々は連続流体用の SAW アクチュエーターを最適化するため、櫛歯電極(IDT)形状と流体駆動の関係を実験により調べた。その結果、液体の粘度によって最適な IDT ピッチが異なることが明らかになった。次に、高効率 SAW アクチュエーターの設計支援のため、粒子法を用いた数値解析により SAW による連続流体駆動の物理メカニズムを調べた。この結果、SAW による流体駆動は流体の粘性および波打った基板面と流体の相互作用に影響され、SAW の持つエネルギーによって生じていることが証明された。最後に、これら実験と解析結果を基にして、高効率の２液混合化学反応チップを設計し製作した。そして、このチップを用いることにより、局部的で迅速な化学反応が行われていることが確認できた。

参 考 文 献

1) A.Sano, Y.Matsui, and S.Shiokawa: Jpn. J. Appl. Phys., Vol.37, No.5B, pp.2979-2981 (1998).
2) A.Wixforth: Superlattices Microstruct., Vol.33, pp389-396 (2003).
3) K. Sritharan, C. J. Strobl, M. F. Schneider, and A. Wixforth: Applied Physics Letters 88, 054102 (2006).
4) 才木，岡田，内海：電気学会論文誌 C, vol.130, no.10, pp.1717-1722 (2010).
5) T. Saiki, K. Okada and Y. Utsumi: Micro System Technology, Vol. 16, pp.1589-1594 (2010).

（問合せ先　才木常正）

〔JST 研究成果最適展開支援事業（A-STEP)FS シーズ顕在化〕

26　外部磁気ノイズの影響を除去可能な高精度磁気式触覚センサの開発

中本裕之，松本卓也，松本哲也，三浦久典

1　目　　的

日本の産業用ロボットの出荷・稼働台数は世界一である一方、ヒューマノイド型のロボットも企業等により多数開発されている。これらロボット技術を高度化することが日本の技術的優位性を維持するために不可欠となるが、産業用ロボットは旧来の教示再生型の動作を主に行っており、器用な動作でものづくりをすることはない。ヒューマノイドロボットも歩行・走行ができるが、道具の把持・操りなど具体的な作業までには至っていない。熟練の作業者のように作業状態の正確な認識や、器用な把持・操り動作を実現するためには、人間の触覚に相当するセンサが必要であり、安価で耐久性の高い触覚センサが求められている。

これまで感圧ゴム、ピエゾ素子、光学素子などを利用した触覚センサが研究されてきたが、デファクトスタンダードとなる製品は現れていない。この要因としては、計測できる対象が限定されていること（例えば、圧力のみ、すべりのみ)、多くがシート状で柔軟性が乏しく十分な接触面積が得られないこと、必ず接触・機械変形を伴うことから断線や破損の不具合が生じ易いことが挙げられる。製品化されていても最低でも数十万円という高価格がマイナス要因であり、ニーズがあるにも関わらず実用化の遅れから市場が成熟しないという負のスパイラルにある。

これらの背景から、触覚センサに必要な要素として次の３点が挙げられる。

・力とすべりのように異なる情報の同時計測
・人間の皮膚と同様に柔軟に対象物と接触できること
・安価で耐久性が高いこと

この３点を満たすことの可能な触覚センサのシーズ候補として、永久磁石と磁気抵抗素子、インダクタを用いた磁気式触覚センサを開発してきた。この触覚センサの構造を図１に示す。柔軟層と基板層からなる単純な構造であり、両者の間に配線は無い。人間の皮膚と同様に対象との柔軟な接触を可能とし、断線がなく磨耗しても交換の容易な構造としている。柔軟層の変形に伴う磁石の変位を磁気抵抗素子とインダクタで計測し、そのときの変位や力を算出し、すべりを検出する。これまでの評価の結果、３軸変位の誤差は 0.2ｍｍ以下であり、３軸力の誤差は 0.1N以下であることを確認した。振動刺激に対する評価も行っており、すべりの発生時に微小な振動の伴うスティックスリップ現象を 90％の精度で検出が可能である。単純な構造で耐久性が高く、安価な材料で構成できるという優位性をもちつつ、変位と力の計測とすべりの検出が同時に可能であるという独創性も有した触覚センサとして、そのポテンシャルの検証を進めてきた。しかしながら、製品化に向けた課題も存在する。その一つに、外部磁気の影響により、その計測精度が低下することが挙げられる。そこで、本事業では外部磁気の影響を除去する方法を確立し、実用化に即した外部環境に頑強な触覚センサの開発を目指す。

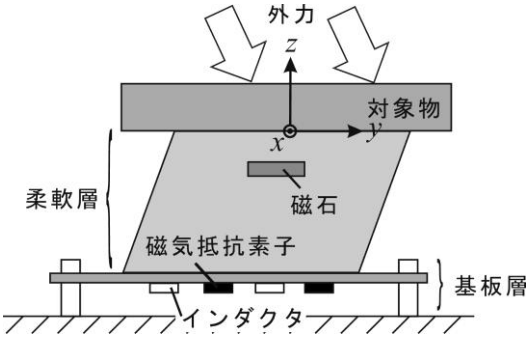


図１　磁気式触覚センサの構造

2　方法と結果

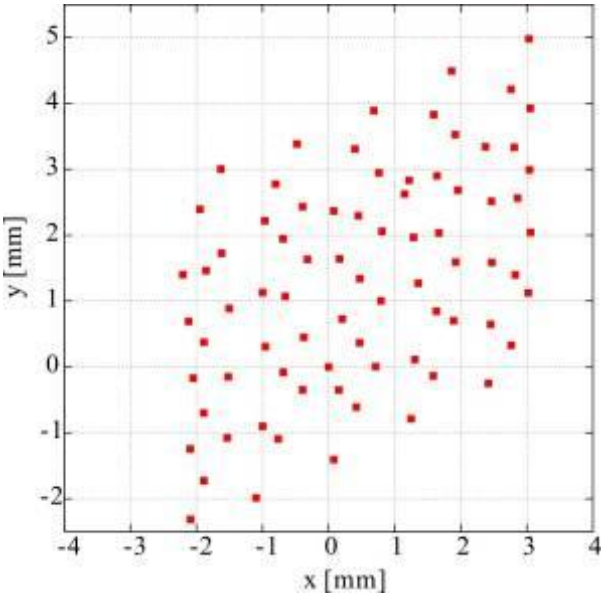
地磁気や電磁気ノイズなどの外部磁気の影響の除去を目的として、その目的を次の３つの課題に分けて解決を図った。

・課題Ａ　触覚センサを設置し計測中にその位置と姿勢を変化させない条件下における、地磁気の影響の除去
・課題Ｂ　モータなどが発生する周期的あるいは高周波の磁気ノイズの影響の除去
・課題Ｃ　触覚センサの位置と姿勢が計測中に変化する条件下における、地磁気の影響の除去

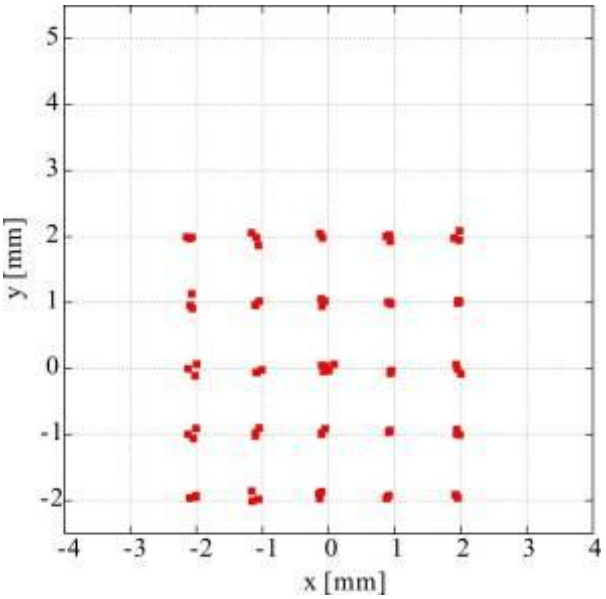
2.1　課題Ａ：地磁気の影響の除去

ここでは、触覚センサを設置し計測中にその位置と姿勢を変化させない条件下において地磁気の影響を除去する。これは、校正時と使用時で位置と姿勢が一致しない場合に発生する問題である。この解決策として、校正時の負荷の無い状態での出力（以下、ゼロ出力とする）を取得し、計測開始時の地磁気の影響を受けた出力とゼロ出力との差分を取り、その差分を各計測値から差し引くことで解決した。このことは、触覚センサで磁界の強度を計測している磁気抵抗素子の出力特性が１次の直線で近似できることに依存している。仮に異なるメーカーの

磁気抵抗素子を採用することとなり、その出力特性が曲線となっても、その近似曲線を利用することで同様の方法が可能である。また、このゼロ出力は、触覚センサの製造工程内の校正時に取得していた値を利用でき、現在の変位や力の算出手順に大幅な変更を必要としない点で実用化に有効である。次に実験結果について述べる。触覚センサを校正後、校正時の姿勢から水平面上を180°だけ回転させ、地磁気の影響の除去前と除去後のセンサの出力の比較を行った。結果を図２に示す。図２(a)が除去前、(b)が除去後の結果を示し、両グラフともに水平面（xy 軸）上に変位を与えた結果を示している。ただし、この結果の z 軸は－３≦z≦０の範囲の変位幅をもつ。水平面上では－２≦x,y≦２の範囲を１ｍｍ刻みで格子状の変位を与えたが、図２(a)は格子状の結果が得られていない一方で、(b)は与えた変位の範囲内で格子状の結果が得られていることが分かる。この方法は垂直方向にも有効であり、触覚センサが受けた３軸の変位を地磁気の変動があった場合においても、無い場合と同様に計測できることを示している。誤差は xy 軸は５％以下、z 軸は１％以下程度であり、これは触覚センサで想定した定格値より小さい値である。また、触覚センサを x 軸や y 軸に対して回転させた場合においても、同様に影響を除去できることも確認した。以上のことから、提案する方法が有効に機能していることが明らかとなった。



(a)　地磁気の影響を除去する前



(b)　地磁気の影響を除去した後

図２　センサの受けた変位の出力の比較

２.２　課題Ｂ：高周波の磁気ノイズの影響の除去

ここでは、周期的あるいは高周波の磁気ノイズの影響を除去する。この課題に対し、計測後ソフトウェアでローパスフィルタなどを適用する方法の場合、計算負荷が増大し触覚センサを組み込み用途に応用することが難しくなる。そこで、ハードウェア的にローパスフィルタを付加することで周期的あるいは高周波の磁気ノイズの影響を除去することとした。触覚センサの出力は、差動電圧であり増幅回路を介して変位や力の値へと変換している。付加するローパスフィルタは、磁気抵抗素子の差動出力を受けるアンプ IC の前に配置した抵抗とコンデンサに対して実装する。実験では 100Hz のモータを用い、その回転数に合わせたフィルタになるように、抵抗値とコンデンサの容量値を決定した。実験装置の写真を図３に示す。DC モータを触覚センサから 70ｍｍに設置した。図４に変位を与えない場合の時間と出力の関係を示す。ただし、波形の視認性を高めるため各波形にオフセットを与えて出力の基準値は変更した。モータによる磁気ノイズの無い場合、ほぼ一定の値が得られているが、磁気ノイズがありフィルタが無い場合は大きく 0.05mV 程度の変動があることが分かる。一方、磁気ノイズがあってもフィルタを付加した場合、モータがない場合と同様の出力の変動となり、安定した計測が可能なことが読み取れる。次に、フォースセンサをもつ３軸ステージで触覚センサからの反力を計測しつつ 77 種の変位を与える実験を行った。定格に対する誤差の割合を表１に示す。モータからの磁気ノイズの影響から変位（dx, dy, dz）と力（fx, fy, fz）の各軸ともに５％以上の誤差となっており、特に変位の x 軸は約 21.0％と悪い値となった。これらの誤差はフィルタを経ることで低減できており、変位の x 軸に関しては 21.0％から 6.5％と低減できている。ノイズが無い場合の結果を元に誤差の増分を考えると、それぞれ約 16％と約２％となっており、ノイズによって生じる誤差を 1/8 まで小さくできている。変位の他の軸や力の各軸に関しても誤差の増分が２％以下となっており、フィルタの機能が有効に働いていることが

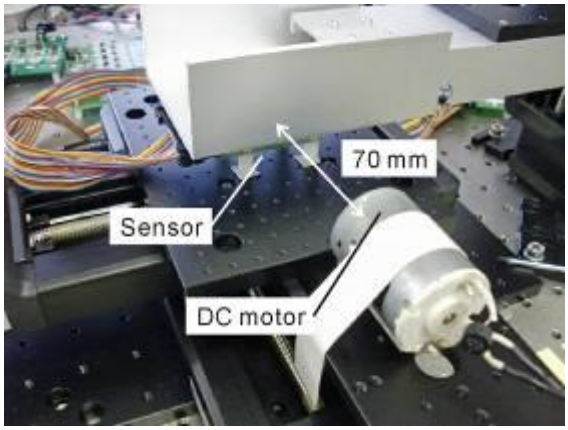


図３　周期的磁気ノイズを与える実験

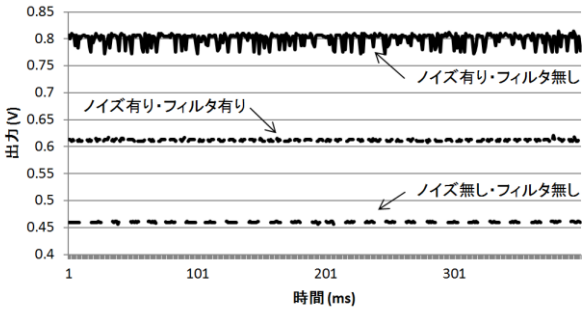


図４　周期的磁気ノイズの影響

表１　定格に対する誤差の割合（%）

変位	x 軸	y 軸	z 軸
ノイズ無し，フィルタ無し	4.3	3.9	2.9
ノイズ有り，フィルタ無し	21.0	12.2	11.0
ノイズ有り，フィルタ有り	6.5	7.8	4.3

分かった。このハードウェアフィルタを加える方法は、触覚センサの設置のノイズ条件に対して可変抵抗器の値を変更する必要が生じるが、それ以降のハードウェアとソフトウェアには何ら変更を必要としないため、触覚センサを利用するユーザーの立場にすると利用の容易な方法と考えられる点に特長がある。

２．３　課題Ｃ：触覚センサの位置と姿勢が計測中に変化する条件下における、地磁気の影響の除去

ここは、計測中に触覚センサの姿勢を変化させた場合に受ける地磁気の影響を除去する方法を検討した。触覚センサを産業用ロボットの手先に適用したいというニーズに対して、手先の位置と姿勢を非周期的に変化させた場合に、センサは非周期的な磁気ノイズを受ける。この場合、センサが変形して生じる出力変化（取得すべき出力）と地磁気の方向の変化によって生じる出力の変化（除去すべき出力）が同時に発生するため、触覚センサの計測値のみを利用して地磁気分のみを分離除去することは困難である。そこで解決方法として、リファレンスセンサを用いることとした。リファレンスセンサは触覚センサと同じものとし、触覚センサに変位を与える一方でリファレンスセンサには変位を与えず、触覚センサと同じ姿勢変化のみを加えることとした。実験では触覚センサを水平面上に設置し校正値を算出した後、最も誤差の大きくなる 180° だけ回転させて得た出力に対して回転前の校正値を用いて 77 点の変位の算出を行った。リファレンスセンサを用いない場合、この実験条件では x 軸と y 軸の変位が大きく影響を受け、誤差が約 50%まで大きくなることが分かった。その結果に対して、リファレンスセンサを用いて触覚センサの出力電圧に補正をかけることで、誤差を 1/5 以下に小さくする結果が得られた。

以上、本事業では、課題Ａから課題Ｃを定義し個別に解決した。当然ながら、これらの解決方法はその課題にのみ適用できるというわけではなく、組み合わせて適用することが可能である。例えば、モータなどの周期的な磁気ノイズのある環境で触覚センサの姿勢が変化するという条件下においては、課題Ｂと課題Ｃの解決方法を組み合わせた計測システムを構成することで対応が可能である。もちろん触覚センサを設置して計測中は姿勢を変化させないという条件下においては、課題Ａの解決方法のみを適用すればよく、コストアップにつながる課題Ｂや課題Ｃの解決方法を適用する必要が無い点で、製品化を前提として考えた場合に有効に機能すると考えられる。

３　結　　論

磁気式触覚センサは、低コストのフォースセンサや変位センサとして製品化を狙って研究開発を進めてきたが、外部磁気ノイズによって出力変化を生じ、使用環境によっては性能が低下するセンサであった。本事業を通じてそのような欠点を解消することで、用途や使用環境の幅を拡大できたと考えている。なお、本事業はビー・エル・オートテック(株)と神戸市立工業高等専門学校武縄准教授との共同で進めてきた。それぞれにおいて本報告書で述べた課題と別の課題を並行して解決し、産学官の共同研究による成果を集約した。その結果、実用化の目処を付けることができた。その実用化に対しては、様々な業界に対してヒアリングを実施し、多様なニーズを収集している。今後は、それらに対応するためのカスタマイズ方法について検討を進める予定である。

参 考 文 献

1) 伍賀正典，中本裕之，武縄悟，貴田恭旭，日本機械学会論文集(C 編)，Vol.76，No.772，pp.3640-3647，(2010).
2) 中本裕之，伍賀正典，武縄悟，貴田恭旭，日本機械学会論文集(C 編)，Vol.76，No.766，pp.1476-1482，(2010).

（問合せ先　中本裕之）

〔重点領域研究〕

27　複合センサを利用した屋外環境の計測技術に関する研究

金谷典武，北川洋一，三浦久典

1　目　　的

屋外環境の三次元モデルは、景観シミュレーションやナビゲーションなどの様々な分野で利用されている。これらの分野において利用される三次元モデルは、多くの場合、モデリングソフトなどを利用して人手により作成されることが多く、広域屋外環境のモデルを作成するには膨大な労力が必要になる。そのため、屋外環境の三次元モデルを自動生成する研究が盛んに行われている。特に、車両走行環境の三次元モデル生成においては、二次元デジタル地図と地上撮影画像を利用して屋外環境の三次元モデルを作成するシステムや、レーザレンジファインダと視覚センサを組み合わせて走行環境の三次元形状を自動で測定するシステムなどが開発されており、既に実用化[1)]が進んでいる。しかし、これらの現実環境の測定に基づく三次元モデルの生成では、測定時に移動物体が存在した場合、測定データ中に移動物体上を測定した点が混在し、三次元モデル生成の際に妨げになる。本研究では、三次元モデル生成の際に妨げになる移動物体を測定点から除去するために、測定データの中から移動物体を検出する手法について検討を行った。本報告では、その結果について報告する。

2　三次元形状計測システムの概要

本研究では、TOPCON 社製の車載型三次元計測システム IP-S2 を利用して三次元形状およびテクスチャ情報の取得を行った。IP-S2 のセンサ部分を図１に示す。IP-S2 には、図１に示すように車両上部に取り付けられた３台の１次元のレーザレンジファインダ（SICK 社製 LMS291）と１台の全方位カメラ（Point Grey Research 社製 Ladybug3）が設置されており、三次元形状とテクスチャ情報の取得が可能である。また、RTK-GPS、ジャイロセンサ、ホイールエンコーダーも設置されており、これらのセンサから得られる情報で計測システムの位置と姿勢を得ることができる。これらの情報から、測定された三次元形状及びテクスチャ情報の位置合わせも可能である。IP-S2 を利用した屋外環境の測定結果の一例を図２に、図２の点 A 付近で撮影した全方位画像（一部）を図３に示す。図２の測定結果は、レンジファインダによって取得された点群を表示したものである。図中の点 A、点 B では測定時に対向車線を車両が通過したため、移動物体上の点が測定結果に表れている。これらの点は三次元モデルを生成する際に妨げになるため、事前に除去しておくことが望ましい。本研究では、これを実施するための手法の開発を行っている。

3　移動物体の検出手法

IP-S2 のレンジファインダによって測定された各三次元点を全方位画像上へ投影する。その時の各フレーム間での画素の輝度変化に着目し、取得された各三次元点から移動物体上の点を抽出する。

本研究では、静止物体上の点は、各全方位画像上において不変であるという仮定の下、連続フレーム間での画素の輝度変化に着目し、取得された各三次元点から移動物体上の点を検出する。

まず、レンジファインダによって取得された三次元点 P を全方位画像上へ投影し、各フレームにおける投影点 p の画素値 A(p)を取得（図４参照）する。次に、三次元点 p が測定された直後のフレーム n を基準フレームとし、以下の式を利用してフレーム間における画素値の変化量 En を算出し、これを評価値とする。

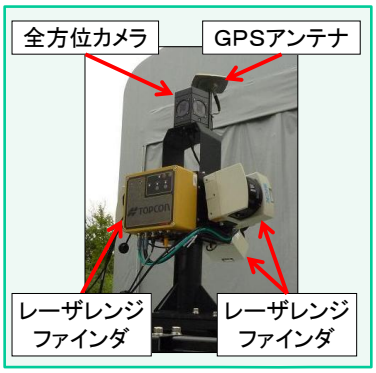


図１　IP-S2 のセンサ部分

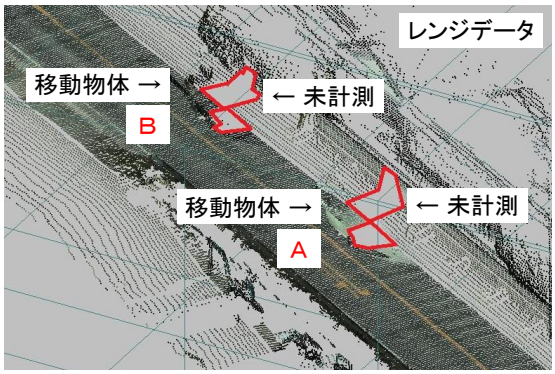


図２　屋外環境の測定例



図３　全方位画像（一部）

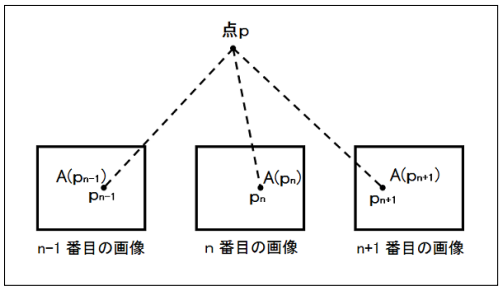


図４　移動物体の検出手法

$$En = |A(p_{n+1}) - A(p_n)| + |A(p_n) - A(p_{n-1})| \quad (1)$$

最後に、算出された評価値 En がしきい値以上となる点を移動物体上の点として抽出する。ここで、しきい値は、基準フレームが同一の三次元点の集合に対する評価値 En を利用して判別分析法により算出する。

4　実験結果

本手法の有効性を検証するために、実際に IP-S2 を利用して屋外環境の測定を行い、取得した三次元点群データから移動物体上の点の検出実験を行った。

4.1　フレーム間での輝度変化

レンジファインダから得られた三次元点群の判定を行うために、移動物体と静止物体上の点を数点選び出し、その各点が投影される全方位画像上の画素値の変化を測定した。実験に利用した画像と三次元点の例を図３に示す。図中の点 A1 は移動物体上の点を表し、点 B1 は静止物体上の点を表している。各フレームに投影される点の画素値を測定し、RGB 各色の平均値と HSV 変換後の値を測定した。図５に点 A1、B1 の各フレームにおける平均値、及び、色相(H)、彩度(S)、明度(V)の値の変化を示す。ここで、点 A1、B1 に対する基準フレームは第 823、第 822 フレームであった。図５より、移動物体上の点 A1 は、基準フレームにおいて平均値、明度の値が、隣接フレームにおけるそれぞれの値に対して大きく変化していることが確認できる。一方で、静止物体上の点 B1 は、基準フレームにおける平均値、HSV の値とも隣接フレーム間においてほとんど変化しないことが確認できる。

実験結果より、明度(V)については移動物体が観測されたフレームにおいて、大きく変化することが確認できた。この実験結果に基づき、以降の移動物体の検出実験では、HSV 変換を行った明度(V)を採用した。

4.2　移動物体の検出

評価値 En を利用して測定された三次元点から移動物体上の点の検出を行った。

移動物体上の点の検出結果を図６に示す。この図において、移動物体上の点として判定された点は赤色で、静止物体上の点として判定された点は青色で示している。これらの結果から、移動物体上の点を概ね正しく判定できていることがわかる。図６の実験結果を更に細かくみると、建物と空の境界部分、対向車両と背景の境界部分に、未検出や誤検出があることがわかる。この原因はジャイロセンサの測定誤差（時間経過によって蓄積された測定誤差）によるものと考えられる。

以上の実験結果より、本手法を利用することにより、移動物体上の点の検出が可能であることを確認することができた。また、誤検出の原因を確認することができた。

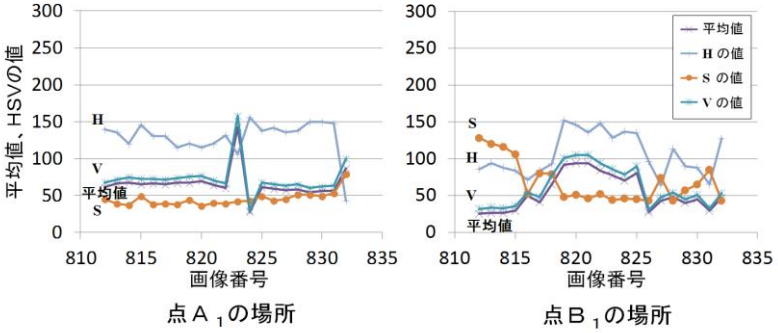


図５　フレーム間での輝度値の変化

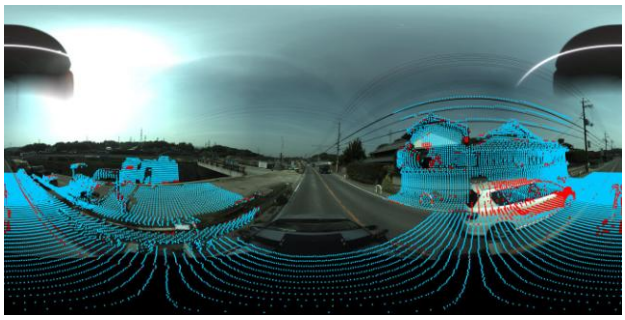


図６　移動物体の検出結果

5　結　　論

屋外環境の三次元モデルを生成するために、レンジファインダにより測定された三次元点群から移動物体上の測定点を検出する手法の検討を行った。三次元点が測定されたフレームと隣接するフレームにおける輝度値の変化を検出することにより移動物体上の点を検出できることを確認した。今後の課題として、検出精度の向上や除去された移動物体上の点周辺の形状情報の補間などが挙げられる。

参考文献

1)　例えば、首藤真,”ジオ技術研究所の三次元デジタル地図と産業分野における実用例,”　情報処理学会研究報告, CVIM-176, No.11, pp.1-2, 2011.

（問合せ先　金谷典武）

〔経常研究〕

28　広帯域光源を用いた光干渉による膜厚測定技術の開発

松本哲也

1　目　　的

金属製品には、酸化防止の目的等で 1μm 程度の厚さの被膜がコーティングされているものがある。この被膜が何らかの原因で表面の一部にコートされない不良品が発生することがあるが、目視による観察では良否の判別が難しい。簡易な機構で、非接触、非侵襲で被膜の有無や膜厚を評価することが求められている。

このような課題に適用可能な技術として、スペクトルの帯域が広い光源である LED を用いた干渉計を構築し、高精度な距離計測の可能性を検討する。今年度は第 1 歩として、簡易な光学系を用いて干渉計を構成し、干渉縞を観測し、適用の可能性を探った。

2　原　　理

用いた光学系を図 1 に示す。この干渉計は、基本的なマイケルソン干渉計である。LED から照射された光を、レンズによって平行光に近いビームに整形し、干渉計に入射させる。ミラー1 によって反射された参照光と測定物で反射された物体光が重畳される。ミラー1 をピエゾアクチュエータ等によって精密駆動させると、距離 d_1 と d_2 が 10μm 程度の光路差で一致した場合にのみ干渉縞が得られる(干渉縞が生じる最大光路差は、LED のスペクトルの半値幅により異なる)。被膜付きの金属面の場合には、被膜の前面と後面(金属面)からの反射光と参照光が被膜の厚み分だけずれた位置で干渉する。

LED 光源には、epitex 社の砲弾型 LED L590-01V(色：アーバン)を用いた。この LED は、中心波長 λ=590nm、半値幅 Δλ=15nm である。また干渉縞が観測される最大光路差(可干渉距離)l=｜d_1-d_2｜は $l=\lambda^2/\Delta\lambda$=23μm である [1)]。

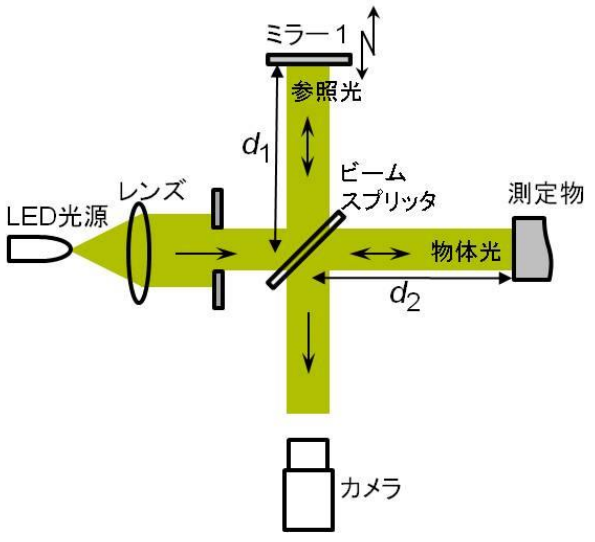


図 1　光学系の構成

3　実験結果と考察

一般に被膜付き金属製品は、被膜前面と金属面からの正反射光の強度がいずれも鏡面に比べて大きく低下するため、図 1 の測定物の位置に置くだけでは干渉信号の観測は難しいと思われた。そこで今年度の実験では、測定物の位置にミラー2 を配置し、ミラー1 を手動精密ステージ(最小目盛 10μm) を用いて距離 d_1 と d_2 が一致するよう位置決めした。その位置で、参照光と物体光の波面の微小な角度ずれによって生じる干渉光を観測した。

干渉光中に現れた干渉縞を図 2 に示す。ビーム径は約 20mm であった。

今後金属製品の膜厚測定を行うためには、参照光と物体光の光強度を同程度にするため、参照光中に ND フィルタを挿入して光強度を下げる必要がある。

4　むすび

広帯域光源である LED を用いたマイケルソン干渉計を試作し、干渉縞を観測した。平成 24 年度以降には引き続いて、ミラー1 を自動ステージ上に搭載し、ミラー2 の位置に膜厚測定物を配置し、膜の有無の検出ならびに膜厚の測定実験を進めて行く予定である。

参　考　文　献

1)　応用光学，オーム社，p152(1998).

（問合せ先　松本哲也）

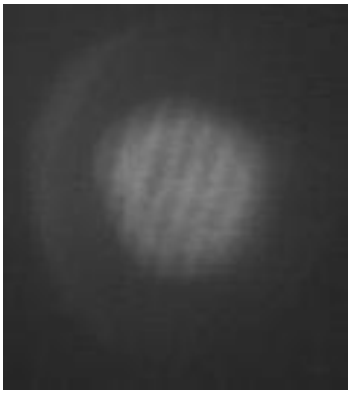


図 2　LED 光の干渉縞の観測例

〔経常研究〕

29　LED の高調波電流対策技術に関する研究
－電球型ＬＥＤ照明の高調波電流評価－

中里一茂，三浦久典

1　目　　的

近年、白熱球、蛍光灯に代わり消費電力が少なく高寿命である LED 照明が普及しつつある。LED は直流で点灯するため、交流電源を用いる場合、交流から直流に整流することが必要となる。その際、LED 照明の整流回路や動作回路から高調波電流が発生し、それがノイズとなり他機器を誤動作させる等の影響を及ぼす可能性がある。そこで、高調波電流を評価し、他機器への影響を及ぼす可能性について検討を行った。

2　実験方法

電球型 LED 照明の高調波電流について国際規格 IEC61000-3-2(2009) [1] に基づき評価を行った。本測定では CVCF 電源 ES12000W（エヌエフ回路設計ブロック社製）およびパワーアナライザーPM6000(Voltech 社製)を使用した。また、以下の４条件で高調波電流を評価した。

①LED への供給電圧・周波数　AC100V,60Hz
②適用限度値　クラス C（照明器具）
③測定モード　変動モード
④測定次数　2 次から 40 次

3　結果と考察

本評価では、電球型 LED 照明単体での評価を行った。また、実際の使用では複数の電球型 LED 照明を同時に使うこともあるため、複数同時点灯による評価も行った。

3.1　単体での評価

表１に評価結果を示す。

表１　測定に使用した電球型 LED の仕様と評価結果

		No.1	No.2	No.3
仕様	メーカー	A 社	B 社	C 社
	全光束(ルーメン)	約 800	約 800	約 500
	消費電力(W)	約 10	約 10	約 7
	色	電球色	昼白色	昼白色
評価結果	3 次高調波電流値(mA) (　)内は規格の限度値	89.0 (79.8)	82.1 (75.1)	63.8 (57.1)
	電流波形の評価	満足	満足	満足

クラス C では有効入力電力が 25W 超と 25W 以下で規格が異なる。25W 以下の場合は電流値による評価か電流波形による評価のいずれかを満たせばよい[1)]。いずれのサンプルも電流波形により国際規格を満たしているが、電流値については規格で定められている限度値を超えていることがわかった。

3.2　複数同時点灯での評価

次に、同型の約 800 ルーメン電球型 LED 照明を 3 個から 10 個点灯した際の高調波電流を測定した。この場合、有効電力が 25W を超えるため、25W 超で定められた高調波電流値での評価を行った。３次および５次高調波の結果を図１に示す。同時点灯数を増やすことで３次および５次の高調波電流が単調的に増加することがわかった。また限度値に対しても大幅に超えており、点灯数が増えるにつれ、限度値との差が増大する結果となった。他の次数の高調波電流値も同様の結果であった。

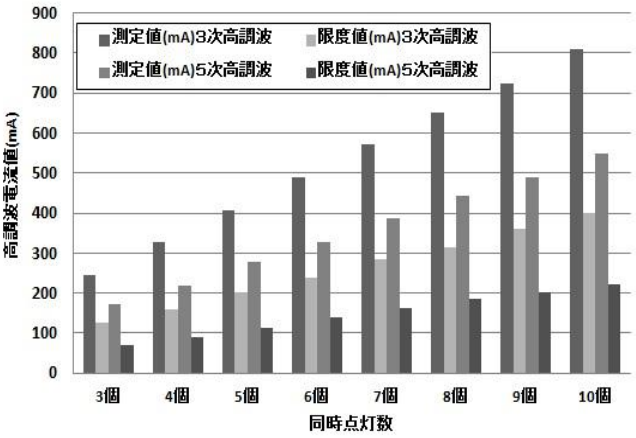


図１　複数点灯時の高調波電流の測定結果

4　結　　論

電球型 LED 照明の高調波電流について測定を行ったところ、単体による評価では電流波形により規格を満たしていた。しかし、複数同時点灯による高調波電流の測定の結果、規格を大幅に超える結果となった。そのため、他の機器を誤動作させるなどの影響を及ぼす可能性があり、高調波電流値を抑える対策が必要であることがわかった。

参 考 文 献

１）邦訳 IEC61000-3-2(2009)、日本規格協会

（問合せ先　中里一茂）

〔科学研究費助成事業・基盤C（日本学術振興会)〕

30　組み込み型機器のためのGUIデザインパターンの体系化

平田一郎

1　目　　的

本研究の目的は、操作性を考慮した操作画面（グラフィカル・ユーザー・インタフェース：以降、ＧＵＩ）を論理的かつ効率的に設計するための方法を提案することである。その方法として、「GUI デザインパターン」を活用する。GUI デザインパターンとは「GUI で用いられている汎用的な操作方法や表現方法」と定義する。

設計手法の対象は、組み込みシステム型の機器（以降、組み込み型機器）の GUI とする。先行研究では、インターネットやパソコンのアプリケーション等の GUI 設計に関する研究が行われている。これらの研究で対象としている入力デバイスは「キーボード」と「マウス」である。組み込み型機器ではタッチパネルや数個の物理ボタンを用いて操作を行うため、これらの先行研究結果をそのまま活用することが難しい。

本研究は平成 23 年度から 25 年度までの 3 年計画で研究を進めている。初年度である今年度は、既存の製品や文献から GUI デザインパターンについて分析を試みた。

2　内　　容

ＧＵＩデザインパターンついて下記 2 点を実施した。

1) ＧＵＩデザインパターンの収集

2) 収集したＧＵＩデザインパターンの体系化

3　結　　果

1) ＧＵＩデザインパターンの収集

産業機器や医療機器、キオスク端末、家電製品等の 128 サンプルからタッチパネル式操作画面に多く用いられている「アイコン化」「近接効果」等の 84 種類のパターンを収集し（図１）、「デザイン(45 項目)」と「機能(39 項目)」の 2 種類のパターンに分類した [1]。

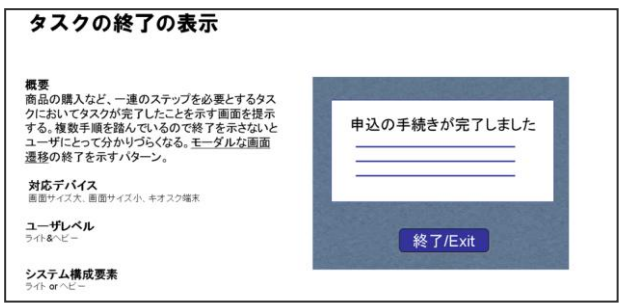


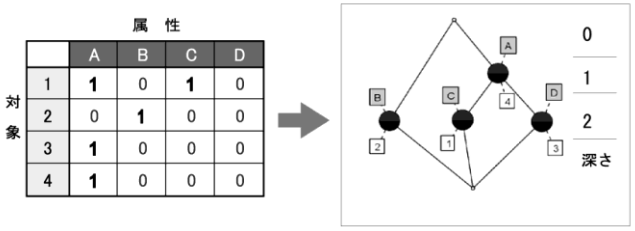
図１　GUI デザインパターン

2) 収集したＧＵＩデザインパターンの体系化

収集したＧＵＩデザインパターンの包含関係を把握する方法として形式概念分析 [2]を用いた。形式概念分析は「対象」と「属性」からなるコンテキスト表（図 2(a) ）からコンセプトラティス図（図 2(b)）を作成し、各属性の包含関係が可視化できる。コンセプトラティス図の上位に位置する「属性」ほど一般的な項目である。また「対象」は下位に位置するほど多くの属性を含んでいる。図 2(a)のコンテキスト表から「A」は最も多くの対象が含まれている属性であることがわかる。コンテキスト表に基づくコンセプトラティス図（図 2(b)）では、対象を多く含んだ属性が上位に位置している。つまり、上下の配置で包含関係を示している。図 2(b)右に示す「深さ」を用いて説明すると、深さ 1 にある「A」は下方に繋がっている「C」と「D」を含んでおり、「4」「3」「1」の対象を含んでいることを示している。また、対象「3」「1」は上位概念、対象「4」は下位概念の関係にあることがわかる。

形式概念分析を用いてユーザインタフェースに関する設計 9 項目 [3]（先行研究）を属性、39 種類の GUI デザインパターン（機能）を対象として分析した結果を図 3 に示す。ユーザインタフェース設計項目は、ユーザインタフェースを設計する際に考慮すべき考え方である。白のラベルが「対象」となる GUI パターンで、グレーのラベルが「属性」(ユーザインタフェース設計項目）である。図に示されているそれぞれの円の大きさは含まれる属性と対象の数に比例している。

コンセプトラティス図から各ユーザインタフェース設計項目間には包含関係がなく、項目間が独立していることがわかった。また、属性と同じ位置にある対象（GUI デザインパターン）は他の属性には含まれていないことが示されている。以上ことから、GUI デザイ



(a) クロス表(コンテキスト表)　　(b)ハッセ図(コンセプトラ

図２　形式概念分析の概要

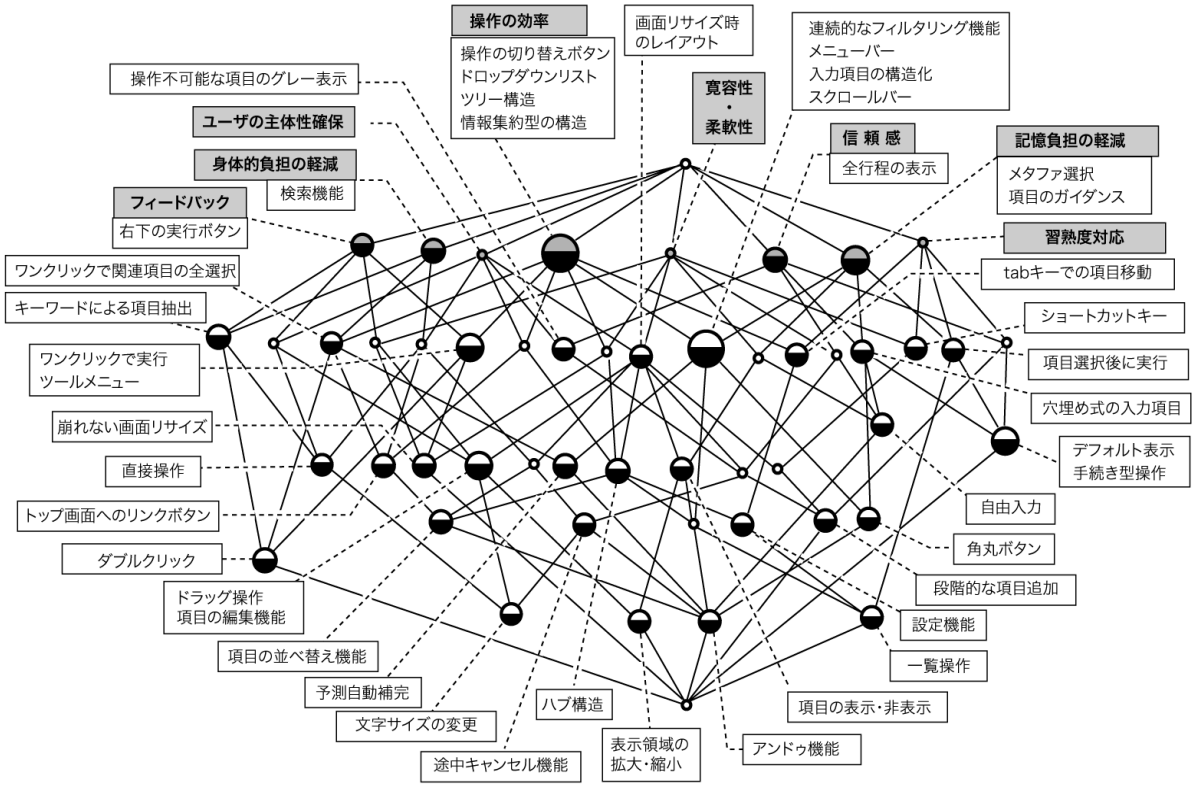


図 3　GUI デザインパターンとユーザインタフェース設計項目の分析結果

ンパターン「操作の切り替えボタン」「ドロップダウンリスト」「ツリー構造」「情報集約型の構造」はユーザインタフェース設計項目「操作の効率」にのみ適応されるGUI デザインパターンであることがわかった。

属性（ユーザインタフェース設計項目）とは反対に、対象（GUI デザインパターン）は下位に位置するほど多くの属性を含んでいる。例えば GUI デザインパターン「予測自動補完」は、ユーザインタフェース設計項目「身体的負担の軽減」「操作の効率」「記憶負担の軽減」等を含んでいることがわかった。また、コンセプトラティス図により、多くの GUI デザインパターンは複数のユーザインタフェース設計項目を含んでいることを確認することができた。

4　まとめ

本年度は操作性を考慮したＧＵＩの設計手法を確立するため、ＧＵＩデザインパターンの体系化を行った [4]。形式概念分析により、各 GUI デザインパターンの包含関係は確認できた。しかし、コンセプトラティス図での表示では、各パターンの関係が複雑で実際の設計に活用することが難しい。コンセプトラティスとは別の方法で表現する必要がある。

今後の課題は、体系化したこれらの GUI デザインパターンを効率的に GUI 設計に活用することである。来年度は、設計の際に最適な GUI デザインパターンを選択するための方法を検討し、検討結果に基づいた画面設計支援アプリケーションを開発する予定である。

謝　辞

この研究は、平成 23 年度科学研究費補助金（基盤研究（C)、課題番号：23611055、研究課題名：組み込み型機器のための GUI デザインパターンの体系化および活用）の一部として行った。

参 考 文 献

1) 平田一郎，密谷謙士朗，山岡俊樹，感性工学会関西支部大会予稿集，(2011),
2) 鈴木　治，室伏俊明，知能と情報（日本知能情報ファジィ学会誌）19，No. 2，(2007)，103
3) 山岡俊樹：ヒューマンデザインテクノロジー入門―新しい論理的なデザイン、製品開発方法，森北出版，(2003),p.101.
4) 平田一郎、密谷謙士朗、山岡俊樹， デザイン学研究，58(2), (2011)，27

（問合せ先　平田一郎）

〔経常研究〕

31　操作性に優れた地場産業製品設計のための人の上肢最大発揮力の解析

稲葉輝彦

1　目　　的

誰にとっても使いやすいユニバーサルデザイン（UD）は、製品の重要な付加価値であり、UD 製品の開発では人の構造や機能、特性などに関する具体的なデータが必要となる。そこで本研究は、地場産業である手工具類の開発を支援するため､肘関節に着目し肘関節伸展方向(伸ばす方向）の最大発揮力と関節の曲げ角度、年齢、性別との関係について詳細に検討した。

2　実験方法

2.1　データの入手

独立行政法人製品評価技術基盤機構の人間特性データベースサイト[1)]から、日本人 20 歳～84 歳の男女約 1000 人の肘関節の最大発揮力に関する計測値を入手した。計測値は、肘関節曲げ角度が 30°、60°および 120°の時の値である。なお、最大発揮力の計測手法はデータベースサイトに記載されているとおりである。

2.2　データの解析方法

先ず、各ファイルのデータから年齢の階級幅を 5 歳としてヒストグラムを作成し、人間特性データベース作成に参加した人の年齢構成や性別に関する分布状態を視覚的に確認した。次いで、度数（サンプル数）が 40 人程度となる年齢幅で再度階級分けをした後に各サンプルの母集団の最大発揮力の平均値を t 分布により信頼度 95%で区間推定した。

3　結果と考察

3.1　ヒストグラム

図 1 に、一例として肘関節の曲げ角度 30°で最大発揮力を計測した男性のヒストグラムを示す｡階級幅は 5 歳、計測に参加した人数は 380 人である

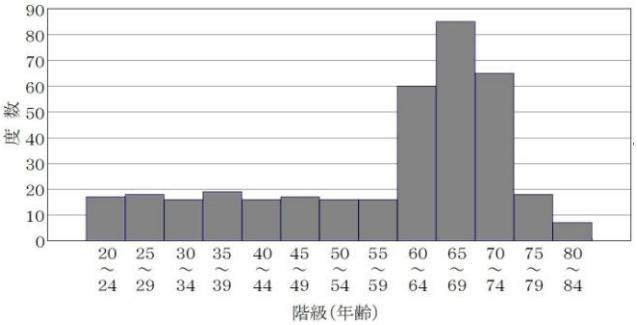


図 1　ヒストグラムの一例（男性 380 人）

すべての計測におけるヒストグラムの形状は、図 1 と類似であり、60 歳から 74 歳までのサンプル数は壮年者のサンプル数よりも顕著に多かった。

3.2　母集団の最大発揮力の 95%信頼区間推定

図 2 に、肘関節伸展方向の最大発揮力と関節の曲げ角度、年齢、性別との関係を示す。図から明らかなように、最大発揮力は､各年齢ともに男性は女性の約 2 倍大きく、また関節の曲げ角度が大きくなるに従って最大発揮力は増大する。最大発揮力の高齢化による低下傾向は男性において著しく、75～84 歳（後期高齢者）の男性の発揮力は壮年者の約 6 割である。なお、高齢化による最大発揮力の低下は、男女ともに 65～74 歳代（前期高齢者）を過ぎると大きく低下する傾向が認められる。

これらのことから、園芸用具などの手工具では、高齢化が進む中で発揮力が低くても使用可能な製品が必要とされることがわかる。そのためには握力や手関節などの発揮力に加え、肘関節の発揮力を人間工学的に活用した製品設計が重要になると考えられる。

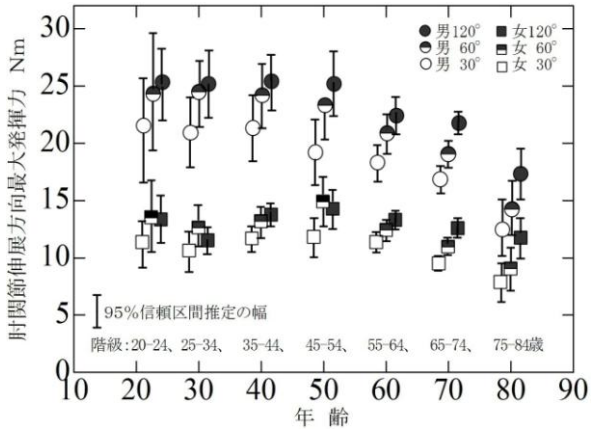


図 2　肘関節伸展方向最大発揮力の区間推定

4　結　　論

肘関節の最大発揮力について検討した結果、肘の曲げ角度が大きくなるほど力は増大するとともに、高齢の男性は壮年の約 6 割の力になり､顕著な低下が認められた。

参 考 文 献

1) http://www.tech.nite.go.jp/human/

（問合わせ先　稲葉輝彦）

〔技術改善研究〕

32　天然成分を主剤とする凝集剤ならびに吸着材を用いた少糖、単糖成分の除去性能に関する研究

大橋智子，原田知左子，井上守正，吉岡秀樹，平瀬龍二，杉本　太

1　目　　的

環境防止の観点から、各種排水の規制は厳しくなっている。とりわけ食品系排水はでんぷん、糖分が多く、そのまま放流すると河川の汚染、海洋の赤潮の原因となるため、厳しい規制が適用されてきている。例えば、香川県では平成 21 年度の条例により、一日の排水量が 30t 以上の事業場に義務付けられていた排水処理が 10t 以上の小規模のうどん製造業者にも適用されている。

食品系排水処理には従来から活性汚泥法など生物的処理が用いられているが、処理に時間がかかる、処理量が制限されるなどの欠点があり、特に中小規模の事業者の多い飲食店や食品工場では導入が難しい。少糖、単糖成分が高濃度に含まれる排水は嫌気処理が必要となり、特に長時間、高コスト、大規模な処理が必要となる。

近年、兵庫県下の企業によりこれまで凝集分離は不可能とされてきたデンプンを凝集分離する技術が開発された。本研究では、少糖、単糖を高濃度に含む排水の負荷を少しでも低減するために、同様にこれまで凝集分離は不可能とされてきた少糖、単糖類に対する除去性能を持った凝集剤ならびに吸着材の開発を目的とする。

2　実験方法

2.1　試料

凝集剤は八紀産業(株)製のデンプン排水の凝集分離処理剤 FROG を使用した。無機系凝集剤、高分子凝集剤および天然ゼオライトは八紀産業(株)から提供されたものを使用した。焼成カキ殻は(有)尼子工業から提供されたものを使用した。活性炭は(株)和光純薬社製の試薬を用いた。竹は試材として、奈良県で採取したモウソウチクを用いた。

2.2　凝集分離実験

凝集実験はジャーテスターを用いて実施した。FROG を 1 mg/ml 加えて 2 分間急速撹拌した後、無機系凝集剤を 1 ml/l 加えて撹拌し、pH を 7 前後になるように調製した後に高分子凝集剤を 5 mg/l 加えた。

2.3　吸着除去実験

吸着材 2 g を蓋付き試験管に入れ、これに糖溶液を 20ml 加えた。25℃において 24 時間振り混ぜた後、8000rpm で 5 分間遠心分離した。分離後、上澄み液の全糖量をフェノール硫酸法により、糖の成分ごとの濃度をイオンクロマトグラフィーにより測定した。

3　結果と考察

3.1　凝集処理

多糖であるでんぷんの凝集処理方法が単糖の凝集分離にも適用可能かどうかを確認するために、5 mg/ml のグルコース溶液を単糖含有モデル排水として凝集実験を行った。その結果、グルコースの除去率は 1.7%とほとんど除去できなかった。処理前の溶液に小麦でんぷんやセルロースなどを 2 mg/ml 加えた後に凝集実験を行うと、7.2%（小麦デンプン添加時）まで除去率は増加した。

FROG はでんぷんなど不溶性成分を凝集分離する特性を持つことからでんぷんに物理的に吸着したグルコースがでんぷんと同時に凝集分離されたと考えられる。しかし、添加するＳＳ成分や添加量を変えても、除去率 10%を超える結果は得られなかった。水に対する溶解性の高い単糖をでんぷんと同じ方法で凝集分離する事は難しい事が分かった。

3.2　吸着材の探索

単糖除去率を向上させるため、単糖の吸着能を持つ物質を探索した。環境への影響から吸着材は天然素材から探索した。まず、低分子の COD 成分の吸着に利用される活性炭、ゼオライトの吸着能を調べた。活性炭については粒径が 2 mm 程度の粒状活性炭と数 10 μm 程度の粉末活性炭を用いた。また、吸着効果が期待できるバイオマスとして、竹[1)] および焼成カキ殻[2)] を候補とした。

10 mg/ml のグルコース溶液を単糖含有モデル排水として吸着実験を行った時の吸着材 1 g あたりの吸着量を測定した結果を図 1 に示す。

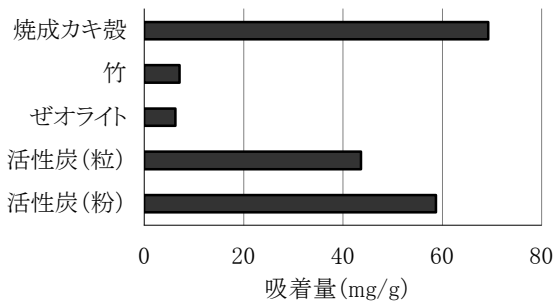


図１　吸着材 1g あたりのグルコース吸着量

ゼオライトおよび竹の 1 g あたりのグルコース吸着量がそれぞれ 6.3 mg、7.1 mg であるのに対し、粒状活性炭は 43.7 mg と約 6 倍、粉末活性炭および焼成カキ殻はそれぞれ 58.8 mg、69.3 mg と約 10 倍の高い吸着量を示した。グルコース除去率を算出すると、約 60～70％と高い除去率を示した。処理後の溶液の pH は焼成カキ殻を添加すると pH が 12.4 まで上昇した。カキ殻の主成分は酸化カルシウムであり、一部が溶解して水酸化カルシウムを生じ、これが電離する結果、カルシウムイオン濃度と pH が上昇するものと考えられる。その他の吸着材を添加しても pH は約 6.5 のまま変化はなかった。

この結果から、竹、ゼオライトおよび粒状活性炭は単糖の吸着材としての機能が低いと判断し、以降の吸着実験は粉末活性炭および焼成カキ殻を用いて行った。

3.3　吸着等温線

実験は、2.3 の吸着実験に従い行った。吸着前後のグルコースの濃度差から各吸着材へのグルコースの吸着量を求めた。吸着が平衡に達した時のグルコース濃度（平衡濃度 mg/ml）を横軸に、縦軸にその時の吸着材 1 g あたりの吸着量（mg/g）をプロットした吸着等温線を図２、図３に示す。

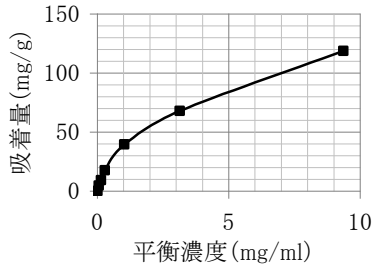


図２　粉末活性炭の吸着等温線

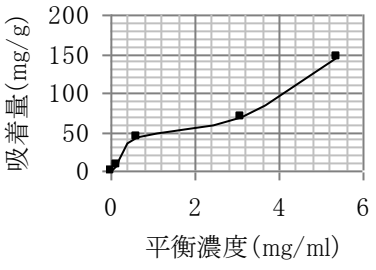


図３　焼成カキ殻の吸着等温線

吸着等温線は Langmuir の理論で評価されることが多い。活性炭について Langmuir の式に従ってプロットしたところ、相関係数が 0.9956 の直線性を示した。Langmuir 式は吸着材表面の吸着サイトに吸着物質が１対１の単分子層吸着をするときに用いられる理論式であることから、活性炭によるグルコースの吸着は単分子層吸着であると予想される。

一方、焼成カキ殻の吸着等温線（図３）は多分子層吸着に特徴的な線形を示した。等温線が凸に曲がったところで第１層目の吸着が完成し、第２層目以上が形成され指数関数的に吸着量が増えている。多分子層吸着を示すことから物理吸着による吸着である可能性が高い。

カキ殻には海水中から栄養分を取り込むための細孔が無数に存在しており、カキ殻を焼成することで、細孔中の有機物が完全燃焼されてクリーンになる。クリーンになった細孔にグルコースが吸着され多分子層を形成していると捉えることができる。

それぞれの飽和吸着量を求めると表１の結果になった。焼成カキ殻は粉末活性炭より約 10 倍量の飽和吸着量を持つ事が分かった。大幅に飽和吸着量が異なる理由は焼成カキ殻が多分子層吸着であるためであると考えられる。

表１　吸着材 1 g あたりの飽和吸着量

吸着材	飽和吸着量（mg/g）
粉末活性炭	93.8
焼成カキ殻	949.6

3.4　その他の少糖、単糖の吸着実験

グルコース以外の糖を対象とした吸着実験を行った。結果を表２に示す。

粉末活性炭は二糖類のスクロースおよびマルトースに対して高い吸着能を示した。分子の大きさによる吸着性の違いが現れたものと考えられる。一方、焼成カキ殻はスクロースに対してのみ吸着量が減少した。4 種類の糖のうちスクロースだけが還元性を示さないことが関わっていると予測される。今後の研究にて検証したい。

表２　吸着材 1 g あたりの糖吸着量 (mg/g)

	粉末活性炭	焼成カキ殻
フルクトース	58.8	69.4
マルトース	98.1	69.9
スクロース	93.1	9.1

4　結　　論

少糖、単糖を高濃度に含む排水の負荷軽減を目的として、少糖、単糖高濃度排水の凝集法、少糖、単糖の吸着材を探索した。溶解性の高い単糖の凝集分離には至らなかったものの、単糖の吸着材として粉末活性炭および焼成カキ殻の有効性を確認した。活性炭と焼成カキ殻は吸着機構が異なるため、対象となる排水によって優位性が異なることから、排水によって適した吸着材を選択することで排水の負荷を軽減することができる。

参 考 文 献

1）特開 2005-144386
2）廃棄物資源循環学会論文誌 Vol. 22, No. 4(276-283),2011

（問合せ先　大橋智子）

〔経常研究〕

33　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

近年、夏季の気候が年によって大きく変動し、それに伴い酒造用原料米の米質も大きく変化している。そのため当該年度の米質に見合った管理指針の目安となる情報が強く求められている。本研究では概ね標準的な米質となった平成 23 年産山田錦を用いて吟醸麹を製造した場合の工程毎の酵素力価を分析し、標準的な指針を得ることを目的とした。

2　実験方法

分析には、平成 23 酒造年度に県下酒造会社 3 社の吟醸麹（8 種類、34 点）を使用した。試料採取は製麹の各段階（工程順に①中仕事、②仕舞仕事、③最高積替、④最高温度、⑤出麹、⑥使用時）で行った。酵素力価分析は、キッコーマン社製酵素力価分析キット（αアミラーゼ（以後αA)、グルコアミラーゼ（以後 GA)、αグルコシダーゼ（以後αG)、酸性カルボキシペプチダーゼ（以後 ACP）用）を用い、粉砕抽出法にて行った。

3　結果と考察

製麹工程の進行に伴う各酵素力価の推移例を図１に示す。横軸は製麹の工程の各段階を、縦軸は GA とαA の力価を示す。力価の推移を見やすくするために近似線（実線：A 社、点線：C 社）を表記した。

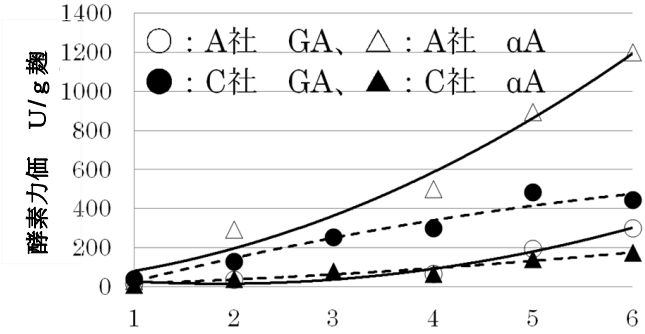


図１　製麹工程と各酵素力価の例

GA とαA の工程の進行に伴う増加割合は会社によって異なっており、各社製造麹の指針が異なることが観察される。従来の吟醸麹では、αA は低めに GA は高くなるようにという指針で製麹されてきたが、各麹の最終力価は、概ねその指針を満足するものとなっていた。製麹前半は、麹菌の発芽と増殖を進めるために適温、高湿に保ち、後半は米粒内部への菌糸の伸長（破精込）を誘導するために、高温、低湿にするという製麹管理が定着した結果と推測される。

麹の酵素力価をタンパク量で除した値（以後比活性）の経時変化例を図２に示す。横軸は工程、縦軸は比活性

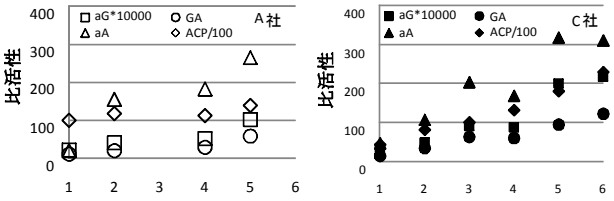


図２　製麹工程と比活性の例

を示す。製麹の工程の進行に伴って乾燥が進み、麹単位重量当たりの酵素量が増加するため比活性は増加する。各比活性の平均増加量（1 次近似線の傾き）を図３に示す。A 社と B 社の各活性比の傾きは、概ね同程度であったが、C 社のαG 並びに ACP が他よりも高い傾向が見ら

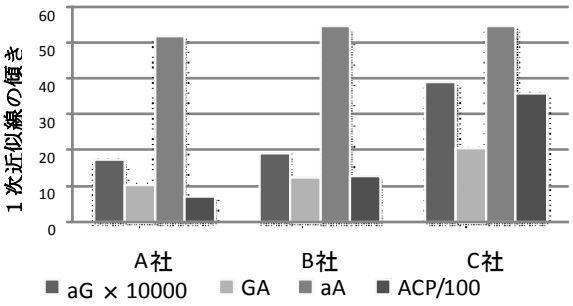


図３　各比活性近似線の傾き

れた。これは乾燥に伴う力価の増加が大きいことを表し、これらの活性が高産生されるよう誘導していることを示す。同社は近年全国新酒鑑評会で連続して金賞を受賞していることから、標準的な山田錦を用いる場合、これらの酵素産生が製麹の指針となる可能性が示された。

4　結　　論

平成 23 酒造年度に県下酒造会社で製造した吟醸麹を用い、各製麹工程における酵素力価を分析、比較した。その結果、各酵素力価の推移は蔵や麹によって異なっており、鑑評会の結果を踏まえると、αG と ACP を高産生することが製麹の指針として利用できる可能性が示された。

（問合せ先　井上守正）

〔経常研究〕

34　食品の機能性評価に関する研究

泉　　恵，井上守正，吉岡秀樹

1　目　　的

食品の抗酸化物質の評価法は、数多く研究されているが、未だ公定化法がない。1992年に米国農水省(USDA)と国立老化研究所により、統一法としてORAC（Oxygen Radical Absorbance Capacity：活性酸素吸収能力評価）法が提案され、ORAC値を表記した機能性サプリメント、飲料等が上市されつつある。しかしながら、分析精度やカロテノイド系物質の評価の点においてORAC法にも課題が残り、日本国内でさらに改良が行われ、AOU（Anti Oxidant Unit：抗酸化物質値）として表記をめざしているのが現状である。

当センターでは本県県花である「のじぎく」を用いた機能性成分を含有する新規地域特産品を提案したいと考え、含有ポリフェノール成分の分析や*in vitro*、*in vivo*の安全性確認試験等を行ってきた。本研究では、のじぎくのAOU評価を行い、他の菊科植物と比較を行った。さらに、のじぎく熱水抽出物を投与したマウス血清を用いた*in vivo*でのAOU評価の可能性を調査した。

2　実験方法

2.1　供試材料

平成 23 年 11 月収穫の「のじぎく」（白花・黄花）の花頭乾燥品を使用、対照試料として古くから食されてきた菊科植物数種（市販乾燥品）を選択、粉砕した。

2.2　のじぎくおよび対照試料の AOU 評価

のじぎく及び対照試料の機能性を AOU 研究会の粉末試料用分析手順書に従い、AOU-P（ポリフェノール系抗酸化物質値）で評価した。分析は、コロナマルチグレーティングマイクロプレートリーダ（SH-9000Lab）で行い、Trolox 等量に換算した。

2.3　のじぎく抽出物投与マウス血清の AOU 評価

5 週齢の ICR 系雌雄マウスを 5 日間の検疫期間と 7 日間の馴化期間を設け、体重及び一般状態の観察により異常のないことを確認し、試験に使用した。飼料および飲料水は、自由摂取させた。各群雄雌各 6 匹とし被験物質のじぎく熱水抽出物（1.2g/ml）及び対照注射用水を、至近時の体重値を基に 5mL/kg 強制経口投与した。投与後 3 時間後に半数の各群 3 匹の、投与後 24 時間後に残り各群 3 匹の、腹部の大動脈、および心臓より採血を行った。採取した血液を 3,500rpm，15min，4℃で遠心分離し、血清を得た。投与 3 時間及び 24 時間後の血清の抗酸化活性を同様に液体試料用分析手順書に従い AOU-P で評価した。また、生体内でのポリフェノールの代謝の状態を調査するため、同血清に 4 倍量のエタノールを加えて 3,500rpm，15min，4℃で遠心分離した上清を神戸大学金沢研究室より導入のポリフェノール一斉分析法で Waters 社製 HPLC Alliance2695 PDA 検出器 2996 を用いて分析した。

3　結果と考察

3.1　のじぎくの AOU 評価

表 1 にのじぎくおよび対照試料の AOU-P を示す。のじぎくは対照試料に比して遜色ない AOU-P を示した。

表 1　のじぎくおよび対照試料の AOU-P

試料	AOU-P (μmol Trolox eq./g)
のじぎく（白花）	999
のじぎく（黄花）	859
黄山金菊	818
杭白菊	763
黄山貢菊	449
ジャーマンカモミール	436
阿房宮(総苞を除く可食部)	127
もってのほか(総苞を除く可食部)	60

3.2　のじぎく抽出物投与マウス血清の AOU 評価

対照群に比してのじぎく熱水抽出物投与群の AOU-P は投与 3 時間後→24 時間後共に有意な高値を示した(雄：153%→118%，雌：143%→122%　対照群数値を 100%として換算)。また、血清中のポリフェノールはのじぎく抽出物のものとは明らかに異なり、Chlorogenic acid 様物質が数多く検出された。このことから、のじぎくポリフェノールは体内での抗酸化活性の維持に関与するが、速やかに代謝・吸収されたと考えられ、坑酸化物質として理想的な挙動を示している。

4　結　　論

AOU-P による本県県花「のじぎく」の抗酸化活性能評価を行った。のじぎくは、他の菊科植物と遜色ない AOU-P を示し、機能性が期待できる。また、AOU-法が抗酸化物質の体内動態評価にも利用可能であることが示唆された。　　（問合せ先　泉　　恵）

〔地域イノベーション創出研究開発事業（地域資源活用型）〕

35　圧縮空気による糸繋ぎ技術を用いた新たな全自動部分整経機の研究開発

古谷　稔，藤田浩行，佐伯　靖 ，中野恵之，東山幸央，有年雅敏
（小紫和彦※1，片山象三※1，谷田忠司※2）

1　目　　的

昨今、国内の織物産業では、多品種・小ロット化が主流となっており、生産工程の高能率化が不可欠となっている。しかし、生産工程の中で、特に整経工程（製織前に数千本の糸を設計書とおりに並べる工程）は、小ロット・大ロットによらず、同等の手作業による労力と作業時間を要するため、高能率化を進める上で大きな障害となっている。また、熟練作業者の高齢化と同時に後継者不足が深刻化している。

これらの対応策として、全自動部分整経機が開発されているが、高価格あること、また手作業と同等程度の作業時間がかかるため、ほとんど普及していないのが現状である。さらに、整経工程の準備段階で、アレンジワインダー（経糸と経糸を自動で繋ぐ装置）等の開発[1)]によって、改善された部分もあるが、なお生産性やスペース等での問題がある。

本研究では、上記の課題を解決すべく、多品種・小ロット化に対応するとともに、高生産性・低コスト・省スペース化する全自動部分整経機システムを開発した。

2　新規全自動部分整経システムの開発[2)]

既存の全自動部分整経機は、日欧のメーカーを中心に 20 数年前から開発が進められてきたが、畦取り装置等の主要な装置類は、全て整経ドラム上に装着され、その重量物が一緒に回転するため、大型のモーターやブレーキ等が必要である。畦取り装置は 10 本程度の金属テープで構成され、複雑な機構と制御システムが必要である。既存の全自動部分整経機の諸問題を解決するためにコンパクトな全自動部分整経システム（以降、システムと略記）の開発に取り組んだ。

今回開発するシステムは、以下の使用法並びに操作手順にもとづいて開発した。

・畦取り装置を整経ドラムと開口装置の間に設置する。
・開口装置で畦取りを行う機構とする。
・開口しながら張力をかける機能により糸捌きの良いシステムにする。
・分断した糸を連続した糸に戻す機構を採用する。
・着脱可能なドラムとする。

システムの構成を図 1、システムの配置を図２に示す。

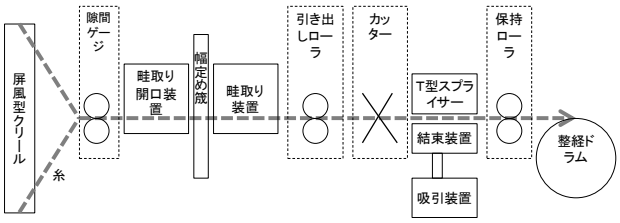


図１　システムの構成

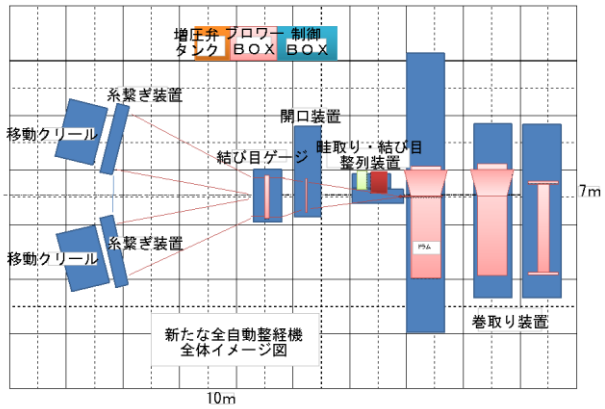


図２　システムの配置

2.1　システムの開発

新規技術の１番目は、技術シーズとして圧縮空気を利用して糸を繋ぐ技術を活用、畦取り装置を整経ドラムから分離する新機構で小型・軽量化し、複雑な機構や制御システムが不要な全自動部分整経機システムを開発した。

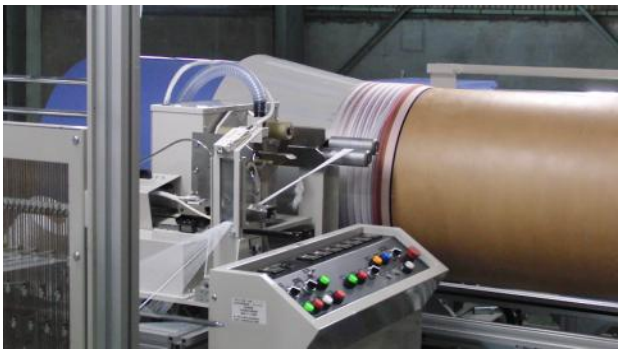


図３　開発した全自動整経機の制御部とドラム

（※１　株式会社片山商店）
（※２　播州織工業協同組合）

また、全自動整経機のドラムについては、装置の軽量化による動力（モーター）への負荷の低減や着脱可能などの操作性を改善することを考慮し直径 600 ㎜の紙製を採用した。

紙製ドラムを採用するに当たっては、芯ブレ等に対する配慮やドラム表面の摩擦抵抗等についての実験を行った。予備実験の例として、ドラム表面の状態を変化させたものについて引張試験機を用いて、図４に示すように摩擦抵抗を予備測定した。ゴム系の表面改質剤（ラバガードスプレー（シントーファミリー㈱製））を直径 100 ㎜の紙製の円筒に塗布する予備実験を行った結果、必要な摩擦抵抗が得られたことを確認した。

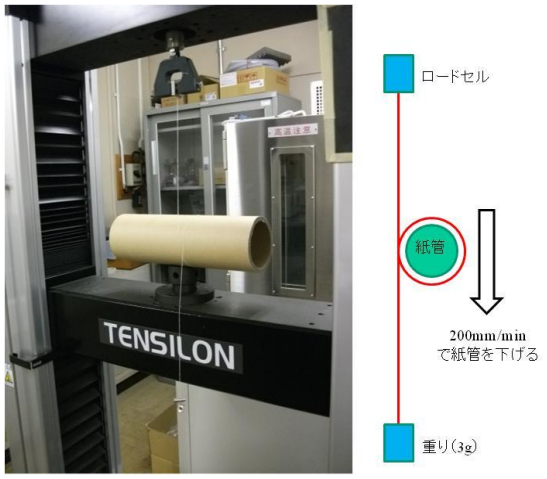


図４　摩擦抵抗の測定状況とその模式図

芯ブレについては、組み立て段階で精密な組み立てを行い、整経作業に支障のない精度が得られることを確認した。

２.２　整経クリール用糸繋ぎ装置の開発

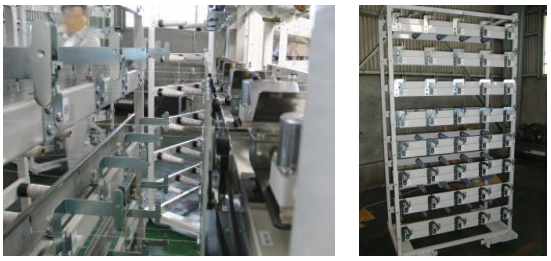
新規技術の２番目は、糸の立て替え作業の効率化である。この作業工程は長期間改善がなされておらず、種々の問題が指摘されている。問題点としては、ロット交換の時に行う糸の交換（640 本～1,000 本）や糸通し作業を手作業で行っている。この作業に約 5 時間かかり、その間部分整経機は停止したままの状態になる。

そこで、本研究ではアレンジワインダーを用いた解決方法について取り組んだ。

今回開発するシステムでは、

・圧縮空気を利用した糸繋ぎ装置を装着した糸繋ぎステーションを設ける。
・クリールは移動可能な台車方式とする。
・糸繋ぎステーションと接合しているクリール台車を短時間で交換可能とする。

上記の仕様を満たすために、前回の作業が終了した 80 本の糸を保持する繋ぎステーション(図５；左)と新たな 80 本の糸をセットした台車式クリール(図５；右)を連結すると、繋ぎステーションに残った糸と台車式クリールの 80 本の糸を圧縮空気で一斉に繋ぐ整経クリール用糸繋ぎ装置を新たに製作した。



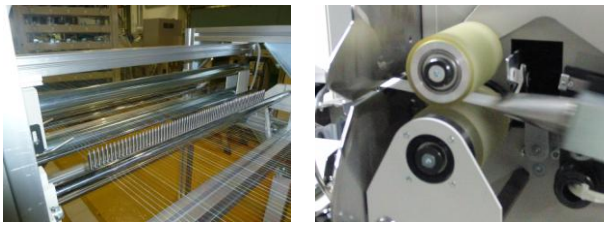
繋ぎステーション　　台車式クリール

図５　整経クリール用糸繋ぎ装置

３　システムの総合実験[3)]

新たな全自動部分整経機と整経クリール用糸繋ぎ装置、および全自動整経システムに必要な装置（糸揃え装置：ばらついた糸をそろえる機能(図６)、糸仕分け装置：畔取り用の仕分け機能(図７)、糸端結束装置：分離した糸端を結束する機能(図８)）を連結し、本システムを構築した。

このシステムを用いて連動実証実験を、後工程の糊付け、製織準備、製織、仕上げ加工の各工程で行った。



糸揃え検出部　　糸引っ張り部

図６　糸揃え装置



図７　糸仕分け装置



図８　糸端結束装置

４　結果と考察

４.１　新規全自動部分整経システムの開発

紙製整経ドラムを採用したことにより、軽量化と小型化を達成することができた。従来の部分整経機では、11m×20m のスペースが必要であったが、本システムでは 9.6m×6m の省スペースを実現し、コンパクトな全自動部分整経機となった。

これまでは、従来 1 バンドの畦取り処理に約 3 分程度かかっていたものが、本システムでは 1 バンド 1 分以下に短縮できた。紙製ドラムの糸滑り対策や耐久性に

ついては、各糸種類の整経テストを行なった結果、糸滑りでの問題は発生しなかった。また、耐久性については、現在までのテストでは問題点は発生していない。

整経クリール用糸繋ぎ装置の開発では、手作業による従来のシステムに比べ、装着個数の削減と移動式のクリール方式により大幅に合理化でき、整経機の停台時間を短縮することができた。糸と糸の間にオペレータが通る通路スペースが不要となり、大幅な省スペース化を図ることができた。

システム内における整経クリール用糸繋ぎ装置と整経ドラムの連動性については、各種類の糸（(綿；80 番双糸、40 単糸、80 単糸、100 単糸)、テンセル 40 単糸、ナイロン 40 単糸）を使用した整経テストを行った結果、整経工程上の問題は発生していない。

4.2　実証実験

システムの総合実験整経から、後工程であるサイジング（糊付け）・製織まで）に至る実証実験を行い、各工程において検証した。

1バンドの糸本数が 80 本で、図9に示すとおり畦取り用の仕分け用の糸が多数必要である。初期の実験に、畔取り用仕分け糸が人為ミスにより正確に処理されず、製織時にたて糸に混乱が生じたが、その後の実験において、作業手順を変更し種々の問題を解消することができた。



図9　多数の畦取り用の仕分け用の糸の例

この以外には、全体の生産に著しい影響を及ぼすような現象は見られなかった。運転作業場の手順等で、一部生産現場からの指摘があり、システム運用の手順を改善してマニュアルに反映した。

また、図 10 に示すとおり、柄の変わり目での糸のばらつきを約 300 ㎜以下に低減することができた。繋ぎステーションの設置角度および上程さから糸の集約位置までの距離の差が約 100 ㎜で、整経長の 100ｍに対して 0.3%の誤差である。一般的に、糸の伸縮性のばらつきの許容範囲とされるの±3%に比べても、高精度でかつ高性能なシステムを開発することができた。

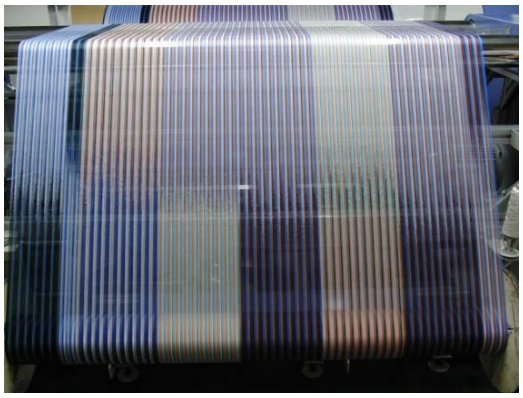


図 10　整経による柄の変わり目の状態

5　結　　論

整経工程の高効率化を目指した新規全自動部分整経システムの開発を行い、高生産性・低コスト・省スペース化したシステムを構築した。特に、本研究では、紙製の円筒を用いた整経ドラムにより整経機の小型・軽量化を実現し、アレンジワインダーを有効に活用した繋ぎステーションと台車式クリールから構成される整経クリール用糸繋ぎ装置を開発した。各項目の研究課題を解決した後に、糸揃え装置、糸仕分け装置および糸端結束装置と連動した総合的な実験を行い、目的に合致した性能が得られた。

既存の全自動整経機に比べ、大幅な小型・軽量化を実現するとともに、シンプルな機構の糸仕分け装置により容易な操作が可能となった。また、本システムは、熟練作業者の高齢化と同時に後継者不足にも対応できる機械として実用化が期待されている。

謝　　辞

装置開発にあたり美馬博志氏（村田機械㈱）には、多大なご協力をいただいたことに謝意を述べる。

参 考 文 献

1) 平成 20 年度戦略的基盤技術高度化支援事業研究開発成果報告書
2) 平成 22 年度地域イノベーション創出研究開発事業成果報告書
3) 平成 23 年度地域イノベーション創出研究開発事業成果報告書

（問合せ先　古谷　稔）

〔戦略的基盤技術高度化支援事業（近畿経済産業局)〕

36　高生産性・短納期対応・廃棄物削減を目指した整経システムの開発

古谷　稔，有年雅敏，藤田浩行，佐伯　靖 ，中野恵之，東山幸央，瀬川芳孝
（片山象三※1，小紫和彦※1，藤井義久※2，井上栄一※2）

1　目　　的

最近、繊維関連業界はアジア諸国からの激しい追い上げに加えて、諸費者ニーズが急速に多様化したため、多品種・少量・短納期・低コストでの生産が求められている。このような難題を解決するためには、製造工程の抜本的な見直しが迫られている。

本事業では、製造工程の中で、特に熟練度が必要で煩雑な手作業に依存し、自動化が遅れている整経工程に着目して、整経工程での種々の装置を連携させながら効率的に生産する自動化システムの開発に取り組んだ。

2　連携システムの構築

整経工程の自動化を進めるために、次の４項目の技術課題について研究開発を行った。

(1)整経機の自動化技術の開発（糸の整列装置の開発、糸端結束装置の開発、データ作成ソフトウェアの開発）
(2)IC チップ技術による巻き糸管理技術の開発
(3)各種の糸を確実に繋ぐ技術開発
(4)糸長を管理する定長システムの構築（クリール糸貯留装置の開発、各繊維のデータベース作成、ジグザグ筬の試作）について研究開発を行った。

図１は、上記の各技術課題をまとめて示した摸式図である。

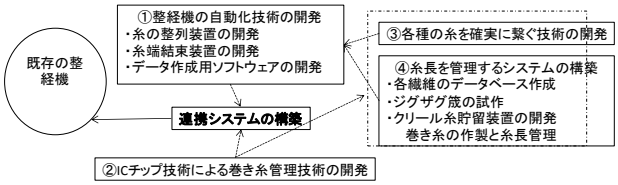


図１　整経工程内を自動化するイメージ

2.1　整経機の自動化技術の開発[1)]

アレンジワインダーを活用した整経システムの自動化に不可欠な技術として、糸の先頭部を揃える技術と、分断した糸を連続した糸に戻すことが必要である。

本研究では、フィラメント加工糸を用いた色差感知センサーによる感知並びに整列装置の開発と糸端結束装置の開発を行った。

（※１　株式会社片山商店）
（※２　株式会社丸萬）

2.1.1　糸の整列装置の開発

整経工程で作成する巻き糸は、整経時に張力が負荷され糸長に若干のバラツキが生じるため、糸端を定期的に揃えなければならない。

具体的には、ｎ本目の糸の繋ぎ目が感知装置に到着するとその部分を保持しながら 80 本の糸を整列させたのち、センサーによって整列を確認するという機構である。

先頭部の糸を揃える機構の構想図を図２に示す。

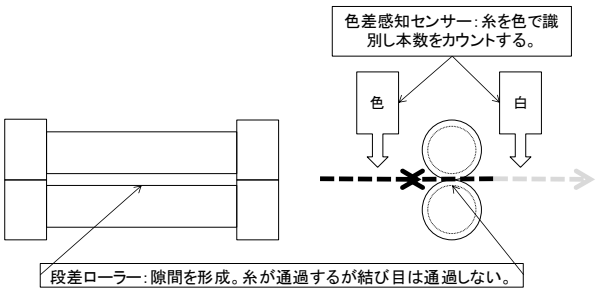


図２　糸を揃える機構の概念

本機構を開発するため、必要とする機能は以下とおりである。

・繋ぎ目を感知する段差ローラーに対応するフィラメントの太さは 75ｄ～250d 程度。
・糸揃えを検知する機構を設置する。
・糸の走行の安定や糸捌きを良くする対策を施す。
・ばらついた糸を検知し整列を確認するまでの時間を１回１分以内に完了する。

上記の要求仕様を満たす装置（図３）を開発した。


糸を揃える段差ローラー


色差感知センサー

図３　糸の整列装置の主要部

2.1.2　糸端結束装置の開発[1)]

次に、分断した糸同士を繋がった状態にする必要がある。これを実現するために、クリール側の糸端と整経ドラム側の糸端を結束させる装置の開発が必要となる。

糸端の結束を筬の常に整経機側にすることで、分断した糸同士を繋いで連続した状態に保つことが可能である。必要とする機能は次のとおりである。

・整経中(不使用時)、結束装置が退避。
・糸結束装置を定位置に移動する。
・クリール側の糸をカットし、その糸を維持する。
・作動時に糸が弛まないこと。
・部分整経機の制御信号にノイズ発生対策をとる。
・冬な糸を吸引・廃棄する。
・80 本の糸端同士を 1 回 1 分以内、万一、糸抜けした場合でも 3 分以内に復旧させること。

糸端を結束する機構の摸式図を図 4 に示す。上記の仕様を満たす装置（図 5）を開発した。

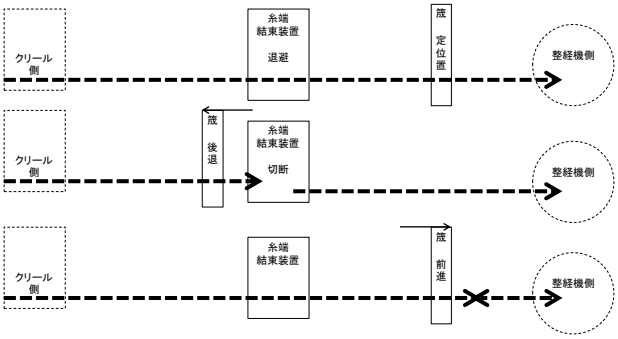
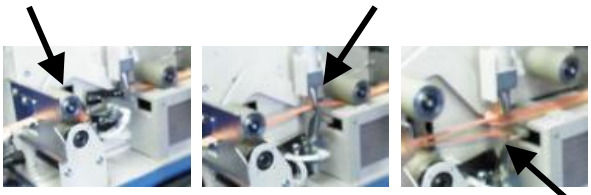


図 4　糸端を結束する機構の摸式図



糸端の切断・保持　　糸端結束　　結束完了

図 5　糸端結束装置による糸端結束の流れ

2.1.3　データ作成用ソフトウェアの開発

本研究では、使用するアレンジワインダー用のデータ作成ソフトの開発を行った。開発した内容は、テストバンド機能、バンド間マーカー、準備方式の設定方法、帳票、AW 配台、糸と配色および生産情報データ入力である。

このソフトウェアの運用実験を行うために、生産情報データを作成するため、複数年にわたる生産実態の調査を行った。実施した調査の内容は次のとおりである。

・巻き 1 本あたりに使用されている柄配色数
・縦糸本数のランキング（1 インチ間密度）
・巻 1 本当りに使用されている色数
・巻き撚り方向・単双糸使用割合

調査結果に基づき、データの作成、先染め織物の生産工程すべてを含む実証実験を行った。得られたデータは、全自動整経機と総合的な連動運転に必要なマニュアルに反映させることにした。

2.2　IC チップ技術による巻き糸管理技術の開発[1)]

一般的には、巻き糸は色で判別できるが、本研究では開発するシステムに使用する巻き糸は、形状・色などの外観から見分けることが難しく、これを間違わずに指定位置に装着する必要がある。そこで IC タグを用いて個別に管理する技術について検討した。図 6 に IC タグ装着・認識装置の摸式図を示す。

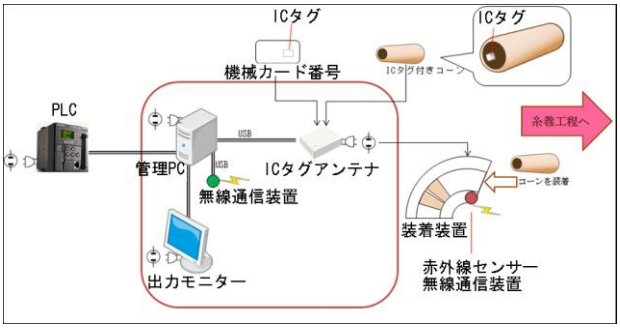
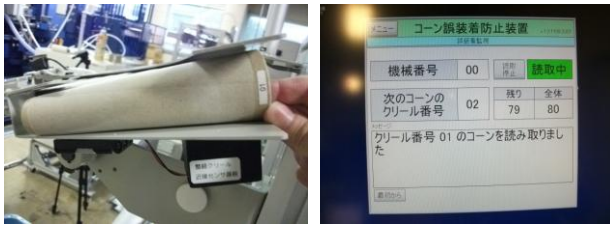


図 6　IC タグ装着・認識装置の摸式図

IC タグ装着・認識装置は、赤外線センサーIC タグを利用して、アレンジワインダーへのコーンの投入間違いを防止するシステムである。本装置は巻き糸を作成する時に糸巻きコーンに内蔵した IC チップに番号を書き込み、IC タグを装着したクリールに装着する時に、装着された巻き糸を確認するシステムとなっている。



コーン認識の様子　　コーン認識完了

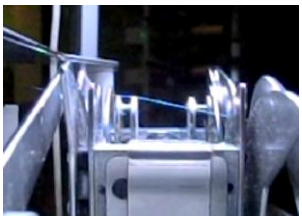
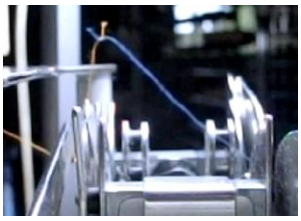
図 7　開発した IC タグ装着・認識装置

2.3　各種の糸を確実に繋ぐ技術の開発[2)]

汎用繊維とフィラメント加工糸とを繋ぐ技術に関して、失敗することなく確実に繋ぐ技術の確立について検討し、実施した内容な以下のとおりである。

・アレンジワインダーの調整可能箇所及び糸繋ぎの構造の観察および検証。
・アレンジワインダーの測長部分が回転を開始するタイミングの適正化の検証。

実験中の状況を図 8 に示す。本研究で行った実験は作動設定時間を変更しその糸の挙動を検証した。0.80 秒の設定では、繋ぎ目が大きく吹きあがり、0.67 秒の設定では糸が吹きあがらず安定している。

作動設定：0.67 秒　　作動設定：0.80 秒

図８　エアーブローが糸のノッター離脱に及ぼす影響

実験の結果（表 1）に示すとおり、糸繋ぎを失敗する確立は 0.1%以下の目標を達成した。

表１　ノッター調整後の糸繋ぎの連続実験の結果

	糸①	糸②	結果		
			ミス回数	総繋ぎ回数	ミス率
実験①	80番双糸(綿)	80番双糸(綿)	0	36,024	0.00%
実験②	60番双糸(綿)	60番双糸(綿)	0	36,024	0.00%
実験③	フィラメント加工糸	60番双糸	5	21,014	0.00%
実験④	フィラメント加工糸	30番単糸(綿)	17	21,014	0.10%
実験⑤	綿40番	ナイロン40番	20	15,010	0.10%
実験⑥	フィラメント加工糸	40番単糸（ナイロン）	8	30,020	0.00%
実験⑦	フィラメント加工糸	40番単糸（レーヨン）	12	30,020	0.00%

２.４　糸長を管理するシステムの構築[2)]

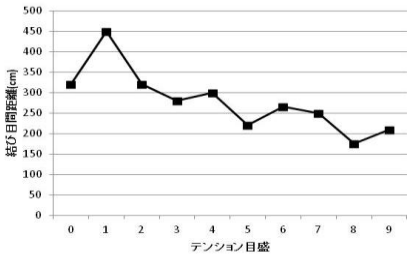
アレンジワインダーで巻き糸を作成する場合、張力による糸の伸びが整経工程における糸長の精度に及ぼす影響を最小限にするための研究を行った。

２.４.１　クリール糸貯留装置の開発

クリール糸貯留装置の開発条件は次のとおりである。

・アレンジワインダーの給糸クリールの１番から 16 番までの糸に対応し、アレンジワインダークリールの間に設置する。
・糸切れ感知機能を有する。

上記の条件をもとに、クリール糸貯留装置（図９；左）を開発した。求める性能の確認実験を行った結果として、張力調整機能による糸の伸**長**度（図９；右側参照）を例に示す。

全体　　張力調整機能（糸の伸長度）

図９　開発したクリール糸貯留装置とその調整機能

２.４.２　各繊維のデータベース作成

繊維各種測定（摩擦係数・強伸度等）を行い、染色が糸の張力に及ぼす影響、糸の太さが張力に及ぼす影響、シルケット加工が糸の張力に及ぼす影響を調べ、各繊維のデータベースを作成した。整経の実証実験などをもとにして、整経における糸長誤差を解消するための補正係数を得ることができた。作成したデータベースをもとに予測した整経長と実際の整経長の関係を図 10 に示す。

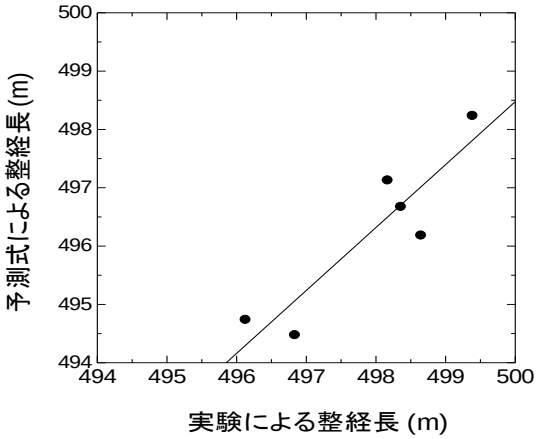


図 10　データベースの例（整経時の糸の伸びの予測）

２.４.３　ジグザグ筬の試作

各繊維における糸長などの差異から、糸を引き出す時の摩擦張力の変動で糸の長さに誤差が発生したためジグザグ筬の設計・試作を行った。ジグザグ筬は、パンタグラフ構造で糸全体の巾を設定することができる。ジグザグ部分が稼動領域を越さないようにリミットスイッチの追加と巻き返し部分のコントロールボックスに稼動スイッチを設置した。

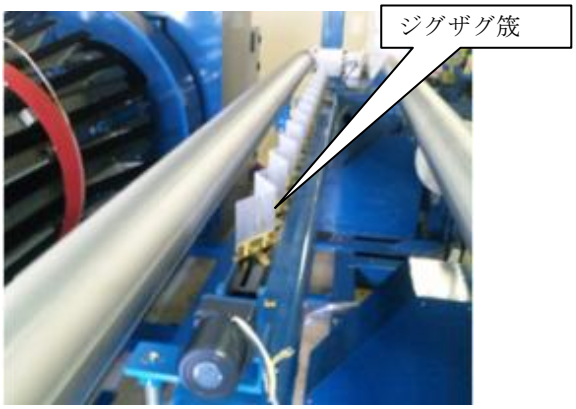


図 11　開発したジグザグ筬

３　結果と考察

３.１　整経機の自動化技術の開発

色差感知センサーによる感知並びに整列装置の開発では、整列する時間は 1 回 1 分→約 50 秒で整列、精度 5cm 以内→誤差 3cm など目標値を上回る性能を達成することができた。フィラメント加工糸を用いた実験では、色差センサーは正常に作動し、カウンターによる糸の計数も正常に作動し、また全数整列の確認の電気信号を受け、ゲージローラ開の動作も正常であることが明らかに

なった。

また、糸端結束装置の開発では、糸端を切断する時に糸端結束装置に設置したニップローラーで糸束を挟み込んで保持するが、糸端の脱落は発生しなかった。また、糸が抜けた場合でも 3 分以内に復旧させる目標を達成している。その結果、幅 550mm×奥行 770mm×高さ 320mm で伝郵装置よりも小型化することができた。

糸繋ぎ装置の空気圧は通常のコンプレッサーでは 6kg/㎠程度であるが、糸繋ぎでのミスが発生したため増圧装置を設置した。これにより空気圧力を 9kg/㎠程度にまで上げることによって糸繋ぎのミスが皆無になった。

データ作成用ソフトウェアに開発では、これまで熟練技術者が 16～24 時間要していた整経データ作成時間を、既存のデザインソフトデータから自動作成することによってわずか 10 分に短縮することができた。今回の作動試験では、全自動部分整経機と整列装置との間で、特にトラブルとなる連動ミスは発生しなかった。装置開発後、全自動整経機と総合的な連動実験を行い連携システムを稼働させるために必要なマニュアルを作成した。

3.2　IC チップ技術による巻き糸管理技術

IC タグ装着・認識装置と、整経クリール IC タグセンサーを併せて用いることで、人為ミスを 100%防止できることが明らかとなった。図 12 にクリール装填時のミス部分を赤く（ここでは 11 番）表示することで装着ミスがあったことを警告した例を示す。

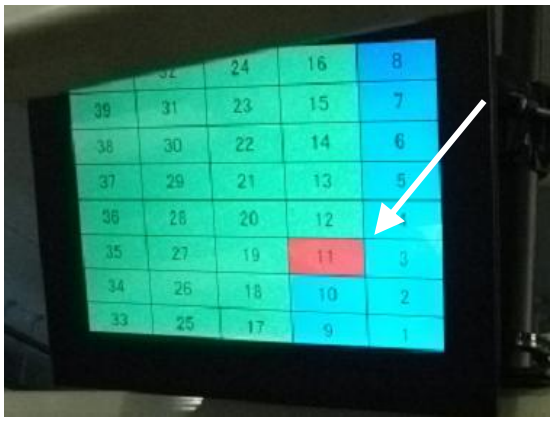


図 12　クリール装填時のミスの認識確認の例

3.3　各種の同士を繋ぐ技術開発

クリール糸貯留装置の開発の開発により、一般繊維とフィラメント糸を繋ぐ場合のミスの発生率が 20%程度と高かったものが、通常の糸同士のミス率程度である 0.1%以下に低減することができた。また、アレンジワインダーの給糸数を従来の 9 個から 18 個に増やしたことによる難易度にも充分対応できた。実験結果から、作動時間の調整は、アキュムレータの作動開始から 0.67 秒が最小値であると特定できた。0.66 秒以下では、アキュムレータの始動が早くノッティングミスが頻発した。この結果、アキュムレータの作動開始から 0.70 秒前後の値を使用ことで、確実に糸を繋ぐ運転が実現することができた。

3.4　糸長を管理する定長システムの構築

各繊維のデータベース作成および検証では、整経の実証実験などを基に、整経における糸長誤差を解消するための補正係数を得ることができた。これは、糸長が 500ｍの整経で約 10ｍ程度（約２%）糸長の誤差が発生している現状に対して、各繊維の特性をデータベース化し、均一張力で巻き取る装置を開発した結果、糸長の誤差を上記の 0.5% (1/4 程度)に低減することができた。

また、糸を引きだす時の摩擦張力の変動で糸の長さに誤差が生じるためジグザグ筬の設計・試作を行った。この結果、各繊維の種類の差異から発生する長さの誤差を解消し、張力の一定した巻き返し状態を実現することができた。

4　結　　論

整経工程の自動化レベルの向上を目指した研究開発を行い、実施計画書に掲げた目標を達成することができた。各項目の研究課題を解決した後に、総合的な実験を行い実用化に向けた取り組みに有効な知見が得られた。特に、整経機の自動化技術の開発における、糸の整列装置と糸端結束装置は、全自動整経技術の中核となる装置であるため実用化が期待される。また、各繊維のデータベースは、これまでに研究が皆無であったため繊維産業への貢献が期待される。さらに、IC タグによる管理技術は、汎用性の高い技術して今後の広がりに期待している。

謝　　辞

システム開発にあたり、装置開発について美馬博志氏（村田機械㈱）、IC タグ関連技術について内橋義人氏（㈱ワイズ・ラブ）には、多大なご協力をいただいたことに謝意を述べる。

参 考 文 献

1) 平成 21 年度戦略的基盤技術高度化支援事業研究開発成果報告書
2) 平成 22-23 年度戦略的基盤技術高度化支援事業研究開発成果等報告書

（問合せ先　古谷　稔）

〔戦略的基盤技術高度化支援事業（サポイン）〕

37　刺繍織(スワイベル織)による無縫製織物ドレス実用化の研究開発

古谷　稔，有年雅敏，藤田浩行，佐伯　靖，中野恵之，東山幸央
（片山象三※1，小紫和彦※1，真鍋　巧※2，谷田忠司※3，井上真理※4）

１　目　　的

衣料・生活資材分野では、従来の爆発的な流行が減少し消費者ニーズの個性化、嗜好の多様化が進んでいる。また、流行の変化が早いため、衣料品メーカーでは、売れ残りのリクスを回避するため少量・低コスト・短納期生産が求められている。しかし、織物分野は、ニット分野と異なり、糸染・たて糸の準備・製織・仕上げ加工など、数多くの生産工程があるため、多品種・短納期化への対応が困難である。

このような背景の中で、多品種少量生産に対応でき、かつ消費者ニーズにも対応が可能な衣料を生産できる装置の開発に取り組んだ。その中で、伝統的な刺繍織（スワイベル織）の原理を利用して、無縫製織物ドレスの製造技術を開発したが、装置稼働時の筬等の損傷や、織段（織物の密度斑による意図しない横縞）の発生等の様々の課題が残った。本事業では、これらの課題を解決するとともに、実用化に向けた技術の確立を目的として研究開発した。

２　スワイベル装置の新機構の開発

スワイベル装置の誤動作により、筬・スワイベルヘッドの損傷（図１）や経糸の切れが発生し、特殊筬やスワイベルヘッド等の補修（図１）や、数百本程度の糸の修復に時間がかかり、装置が停止し高コストに繋がっていた。[1）2）]


筬との接触による傷


筬とヘッドの衝突事故

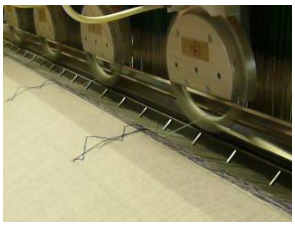
図１　スワイベル装置の事故発生時の状況

そこで、種々の課題を解決するため、 新しい機構を備えたスワイベル装置開発 [3)] に以下の手順で取組んだ。

２.１　スワイベル装置の開発・製作

以前に試作したスワイベル装置１号機（図２；左）は、遥動により所定の位置に侵入しスワイベル作動（ボビンの回転）を行い、２号機（図２；右）は、筬と干渉しない位置にスワイベル装置を固定し、スワイベル作動時にボビンが回転する機構である。いずれも、織機の運動（筬の前後運動）とスワイベル装置の運動を、個別の信号で制御するため、信号転送時の電気ノイズによるタイミングのずれや糸の絡みによる不規則な負荷からスワイベル装置が誤動作し、その結果、筬やスワイベル装置の破損等が発生したため、新しい機構の開発に取り組んだ。


図２　１号機（遥動機構）


図３　２号機（固定機構）

２.１.１　織機とスワベル装置が連動する機構の開発

上記の課題を解決するため、織機の運動機構とスワベル装置が連動する機構（図４）を開発した。本機構は、織機の筬打ち装置上に取り付けたガイドに圧縮空気を用いて、スワイベル装置を押し下げてガイドに密着することで連動するシステムである。



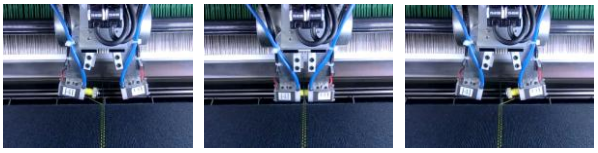
筬と装置が接触して追随する様子を示す。

図４　織機の運動機構とスワベル装置を連動する機構

２.１.２　ボビンの移動機構の開発

新規開発する機構では、筬とスワイベル装置が連動するため、筬への負荷を軽減する目的で、軽量化が必要である。従来のボビンの回転方式から、本事業ではボビンを持ち替える機構を採用した。持ち替える方法は、片側にボビンを保持する時（図５の左と右）は永久磁石を用い、受け渡しを行う時（図５の中央）は、磁力を打ち消す電磁石を作動させる方式を採用した。

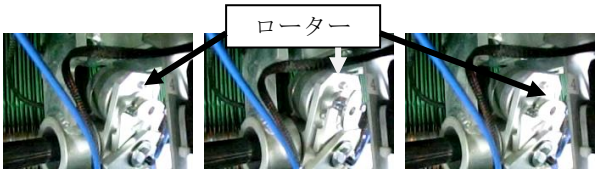
（※１　株式会社片山商店）
（※２　桑村繊維株式会社）
（※３　播州織工業協同組合）
（※４　独立行政法人神戸大学大学院）



左に保持(左)　受渡し　右に保持(右)

図５　ボビンを受け渡しするスワベル装置の作動状況

スワイベル装置の開閉にはロータリーアクチュエータ（図６）を使用し、一連の作動は制御プログラムでタイミング調整を行い高速作動での開閉をすることができた。



水平で開く　垂直で閉じる　水平で開く

図６　装置の開閉を高速に行なうローター

２.１.３　糸張力の安定対策

スワイベル装置のボビンに巻いた糸の張力を一定に維持するために、圧縮空気でボビンを回転させることにより張力を安定させる方式を採用した。ボビンが左右に移動するためボビンの両サイドに羽（図７）を設けた。この方式により、スワイベル装置の遥動時や、ボビンの移動時に発生する糸の弛みを解消できるようになった。

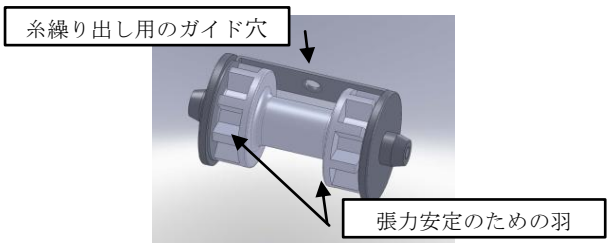


図７　スワイベル装置用に試作したボビンの外観

さらに、ボビンから繰り出した糸がボビン自身に絡まることを防止するため、糸が繰り出す時の位置（図７）を固定する穴を設け、ボビンの受渡時に起こる僅かな回転の積み重ねが原因で発生するボビンの脱落を防止（図８）等の対策を取ることによって、糸張力が維持できるようになった。

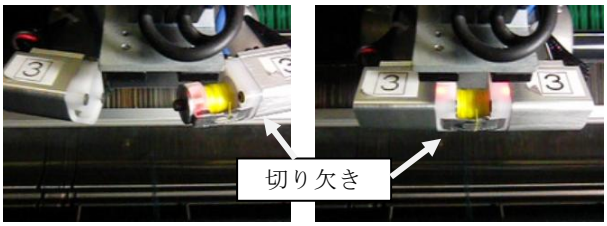


図８　ボビンフォルダーに付けた回転防止用の切り欠き

２.２　スワイベル装置の試作機によるシステム構築

装置開発に必要な機構の設計を終えた後、事前確認用の試作機を作成し再現性などを確認するための実験を行った。その後、開発した装置を使った織物の試作実験を行った。

２.２.１　実験用試作機による事前確認の実施

新規スワイベル装置の試作機を製造する前に、開発装置及び織機と同様の動きをするスワイベルヘッド動作システム（実験用試作機）を作製した。

スワイベル装置と織機の運動と同じ状態を再現し、かつアームの開閉やボビンの受け渡しおよびスワイベル装置の遥動運動についてコンピュータ解析した。実験結果をもとに、装置の試作や、現有の設備（織機、ジャカード開口装置等）との運動の連動等に反映した。

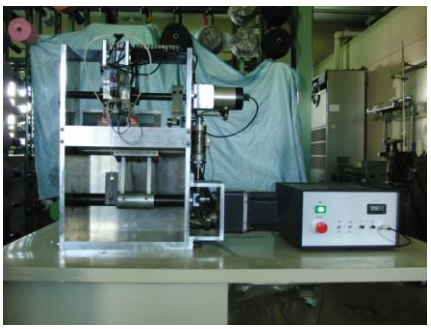


図９　事前確認を行うために試作した装置

２.２.２　織機の機構改造

織機の運転機構をクランク機構からカム機構に改造することによる影響を検証した。

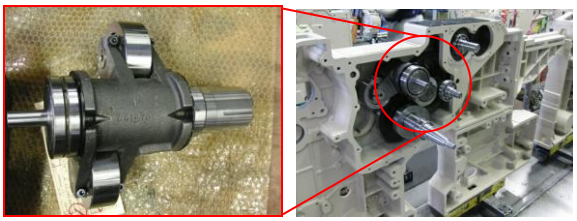


図 10　クランク機構からカム機構への改造箇所

クランク機構からカム機構への改造は、織段の低減を目的に行った改造で、織段発生の低減を確認した。また、カム機構の特性から筬打ちの後方待機時間が長くなり新たなスワイベル装置の作動時間可能時間を約 30%程度向上させることができた。

２.２.３　テンプルの変更

織機のテンプルをバーテンプル（図 11 右側）から上置き型のテンプル（図 11 左側）に変更することによる影響について検証した。

二重織が基本のスワイベルドレスでは、よこ糸密度を上げると内側に大きく縮み、エアージェット織機の特殊

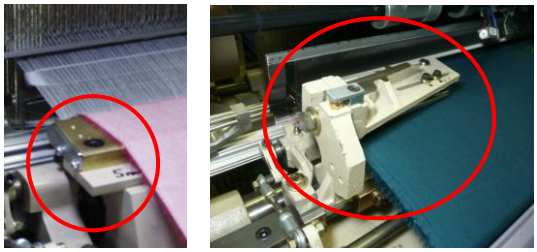


図 11　バーテンプル(左)から上置テンプル(右)に変更

筬が織物を切断して縮みを解消する顎打ち現象（図 12）が発生する。この問題を解決するために、上置きテンプルから上置きテンプルへの改造を行った。この結果、上置きテンプルの斜め取り付けたピンが強制的に製織中の織物を広げる効果により、縮みの少ない織物(図 13)が得られた。

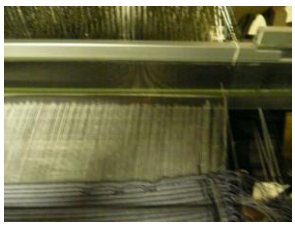


図 12　変更前(ﾊﾞｰﾃﾝﾌﾟﾙ)

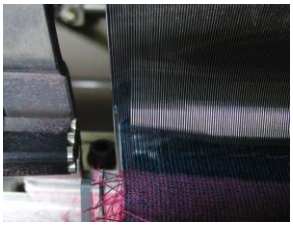


図 13　変更後(上置ﾃﾝﾌﾟﾙ)

2.2.4　ジャカードの改造

ジャカード開口装置の開口タイミングを変更するカムを、従来のＰ０タイプ(sin60°で 50%開口)からＰ１タイプ(sin60°で 60%開口)に交換した。その結果、ジャカードの開口タイミングを早めたことと、前述のクランク駆動からカム駆動に変更したことに併せてスワイベル装置の作動可能な角度を 150°から 180°に拡大し、作動可能時間を 42ms から 60ms に改善した。

2.2.5　スワイベル装置の改良

スワイベルヘッド動作システムおよび新規スワイベル装置を織機に実装した後に発生した諸現象に対応させるための変更を行った。

2.2.5.1　ボビン受け渡しのミスに対する改良

ロータリーソレノイドの作動および待機時間のタイミンミングを調整および、ロータリーソレノイド電圧を引き上げ（12V→24V）でボビンの吸着力を向上させることができた。

2.2.5.2　スワイベルアームの振動に対する改良

スワイベルアームの開閉時に発生する衝突振動の軽減のため、アームが閉じる時に距離を調整している部分にアルファゲル（薄型衝撃吸収材）を取り付けることにより、衝撃吸収特性を改善することができた。

2.2.5.3　スワイベル装置の遥動の改良

スワイベル装置を織機に実装した連動装置のガイドとの接触時のタイミングを高速度カメラ撮影(1000 ｺﾏ/ｓ)で確認しながら、圧縮空気によりスワイベル装置の遥動を開始するタイミングの最適化を図ることができた。

2.2.6　スワイベル装置の作動時の糸の安定化対策

スワイベル装置を織機に実装し実験中に見られるボビンから繰り出す糸の不安定な糸の挙動を高速度撮影(480 ｺﾏ/ｓ)で観察し、スワイベル装置の遥動完了時の糸を安定させるために、弱い空気をボビンの羽に常時吹きつけるためのエアーブローを追加した。

3　縫製品としての品質向上を目指した開発

スワイベル織の製織時に発生する織段に対する対策と、織物製造時に縫製を行うことによる通常の縫製品との品質レベルを同一にする必要がある。[3)]

3.1　織段の解消対策

スワイベル織の場合、開口されたたて糸をスワイベルボビンが潜ることにより織組織が形成される。したがって、通常の織物に比べて、経糸の開口量を大きくすることが必要、経糸のバランスや張力が崩れ易い、スワイベル動作時に織機スピードが 60rpm まで減速するという特異性がある。これらの要因が複合して織段（図 14）を引き起こすため、以下の改善を行った。

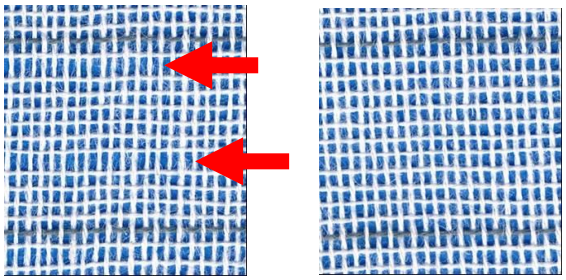


図 14　織段の発生と発生個所（左；右は正常な織物）

3.1.1　織機の筬打ち方式の変更（改造）による対策

織機の筬打ちは、通常クランク運動で行っており、この場合は、一定のタイミングで筬後退と筬打ちを行う。

この筬打ち方式をカム方式で駆動させることにより、筬の最大前進位置（筬打ち状態）および筬の最後退位置での待機時間(静止角 10 度)がクランク方式に比較して長くなり、よこ糸打ち込みが均質化し織段現象が低減した。

3.1.2　織り条件を均一化するソフトウェアの開発

前項と逆の発想で、織段をデザイン化するソフトウェアを開発した。スワイベル織部分で、ごく一部の糸(5,000 本に対し８本程度)が上がり織段を発生する要因の一つと考えられる。そこで、スワイベル織をしない部分でもスワイベル織と同一の織条件を設定し、織段を強制的に発生させることで、織段をデザインとして見せることができる。この手法をスワイベル織ジャカードデータ作成ソフトに組み込むことより解決することができた。

３.２　縫製品としての品質向上を目指した開発

衣服の着用感の基準である衣服内気候（皮膚と最内層の布との間の気温、湿度、気流のこと）、衣服圧（着用時に衣服によって身体にかかる圧力）、風合い（布の触感）の計測に基づいて、従来品と同程度のものができるように織・加工条件を種々変更して試作を行い安定した高品質の無縫製織物ドレスの実用化を目指した。

４　新規スワイベル装置の開発と無縫製ドレスの試作

４.１　新たなスワイベル装置の開発

スワイベル装置の新しい機構として、スワイベル装置を筬と連動させた。筬と連動するために軽量化が必要で装置をアルミ製とした。また、ボビンの移動方式を持ち替える機構にすることにより、重量が以前の 1/10 程度まで軽量化を実現した。この結果、一回に切れるタテ糸の本数が数百本から 4 本に大幅に低減させることができた。[3)]

４.２　新たなスワイベル装置による試作

開発した装置を用いて実験を行い、スワイベル装置の調整や織機等の改造・改善により、円滑なスワイベル織の試作ができるよう様々な対応を図った。

一連の検証は、“２　スワイベル装置の新機構の開発”、“３　縫製品としての品質向上を目指した開発”に記したとおりである。　これらの対策を行うことにより、スワイベル装置の安定運転を実現した。

新規スワイベル装置による試作を行い、スワイベルの作動によるドレス端面に使用するスワイベル織については、新たなスワイベル装置の開発により当初の目的を達成するスワイベル織によりドレスを試作する技術が確立できた。

４.３　無縫製ドレスの試作

縫製品としての品質向上を目指した開発においては、着用感の基準である衣服内気候・衣服圧・風合いの計測に基づいて、得られた評価結果を研究開発へフィードバックし、織・加工条件を種々変更して試作を行い安定した高品質の無縫製織物ドレスを試作した。

目標値である着用感基準を±３％以内の品質に向上させることができた。また織条件・加工条件を変えながら、衣服内気候・衣服圧・風合いを測定し、織・加工条件を確定させることができた。

これらの研究開発を通じて、当初の目的であるスワイベル織を用いた無縫製ドレスの製造技術（図 15）の開発することができた。

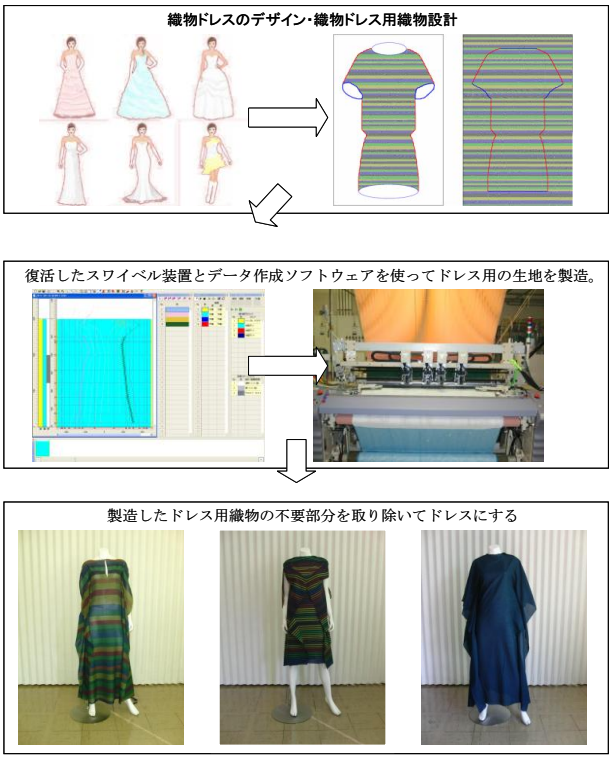


図 15　スワイベル織を用いた無縫製ドレスの製造技術

４　結　　論

当該の研究開発は、平成 20 年度～21 年度地域資源活用型研究開発事業「播州固有の変織技法による世界初の無縫製織物ドレスの研究開発」で行った研究に対する実用化研究である。本研究では、上記研究開発で残された課題を解決し新規スワイベル装置を開発した。この装置を用いた実証実験を行った。その結果、新規スワイベル装置による無縫製ドレスの試作に成功した。

謝　　辞

装置開発にあたり村尾良男氏（㈲サイエンティフィックテクノロジーズ）には、多大なご協力をいただいたことに謝意を述べる。

参 考 文 献

1)平成 20 年度地域資源活用型研究開発事業成果報告書
2)平成 21 年度地域資源活用型研究開発事業成果報告書
3)平成 22 年度戦略的基盤技術高度化支援事業成果報告書

（問合せ先　古谷　稔）

〔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〕

38　縫合技術を用いたカーボン複合糸から作製する高耐久性バネ材料の開発

藤田浩行

1　目　　的

振動コンベアは、搬送面下部に固定された板バネを共振周波数で振動させて材料を搬送させる装置である。搬送面を移動させることなく材料搬送できるため、小さな電力で稼働でき、小型化できる。また、共振周波数での振動は、必要なエネルギーも小さくできる。しかし、振動コンベアは、長期間に渡る安定した材料搬送への要求や食品搬送にも多用されるため多湿環境下での使用も多い。したがって、板バネの特性およびその雰囲気下での耐久性の把握は、振動コンベアの搬送能力と長期の安定使用の向上において、非常に重要である。

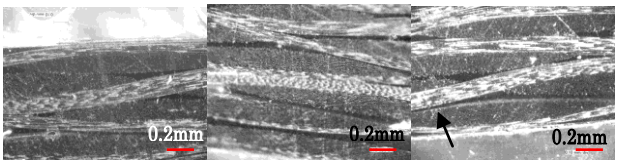
一方、板バネの素材は、金属製から繊維強化複合材料製が主流となり、その強化繊維もガラス繊維から炭素繊維製の板バネが主に使用されるようになった。軽量で高い共振周波数は得られるものの多湿環境下では、マトリックス樹脂である熱硬化性のエポキシ樹脂が吸水の影響を受けて弾性率が低下し、３～６ヶ月で搬送能力を失うのが現状がある。マトリックス樹脂に耐水性ある熱可塑性樹脂を使用することで耐久性向上は期待できるが、樹脂の含浸性や低い生産性など課題も多い。

本研究は、まず現在使用されているエポキシ樹脂を用いた炭素繊維強化の板バネについて耐久性試験後の内部観察を行い、剛性低下の要因について検討する。また、熱可塑性樹脂を使用した板バネについて、既存の板バネと比較することで、多湿環境下での耐久性向上効果を明らかにする。さらに、以前に開発した複合技術 [1] を用いて作製した炭素繊維と熱可塑性樹脂糸の複合糸から複合織物を製織、それを複数積層して成形した板バネの剛性向上を試みるため、既存の炭素繊維織物を組合せた材料成形も実施したので、その結果も併せて報告する。

2　実験と考察

2.1　板バネの内部観察

エポキシ樹脂を用いた板バネについて、振動耐久性試験を実施した直後の材料内部の観察を行った。なお、試験方法および試料サイズは、既報 [1]のとおりである。試験片は、平織炭素繊維ｸﾛｽﾌﾟﾘﾌﾟﾚｸﾞ(TR3110M/331GMP, 三菱レイヨン（株）製）を８枚積層し 130℃で３ 時間ヒートプレスの後、切り出して作製した。１億回振動させた後の試験片中央部を長手方向に切り出し、各内部を示したのが図１である。各層とも内部に亀裂が多数見られる。板バネは、表面層に近いほど曲げ変形に伴う繰り返しの引張と圧縮荷重が大きくなる。一方、中立線付近は曲げによる変形はない。つまり、大きな荷重が負荷される表面層に亀裂が入れば、剛性は大きく低下し、板バネとしての能力を失う。なお、亀裂の起点は繊維と樹脂の界面（矢印）となっていることがほとんどで、耐久性向上には、亀裂発生とその進展防止が重要である。



(a) 振動部外層　　(b)中央部中間層　　(c)固定部外層

図１　振動耐久性試験後の試料断面(エポキシ樹脂使用)

2.2　板バネの剛性低下の雰囲気の影響

熱可塑性樹脂であるポリエステル(PET)をマトリックス樹脂とした炭素繊維強化の板バネを作製し、エポキシ樹脂の板バネとの耐久性を比較した。なお、室温で 50%RH および 95%RH の環境下で評価した。PET からなる板バネは、２.１のエポキシ樹脂からなる規格と同一の炭素繊維織物８枚と PET フィルム(厚み 0.5mm)を交互に９枚重ねて成形した。275℃、5MPa、５分間で、その後急冷した。振動耐久性試験における総振動数と共振周波数の変化の関係を図２に示す。その結果、エポキシ樹脂の板バネは、95%RH では約 6000 万回以降、急激に共振周波数が減少し、大幅な剛性低下が見られる。これは、図１のような材料内部の大きな亀裂発生と進展のためである。一方、PET の場合、湿度の影響は小さい。しかし、振動による剛性低下は進行している。周波数低下を抑制する板バネの材料設計が必要である。

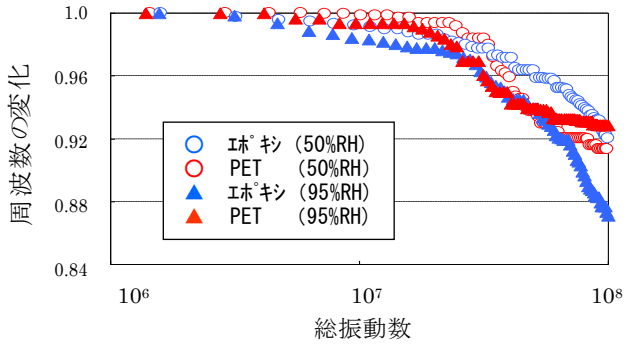


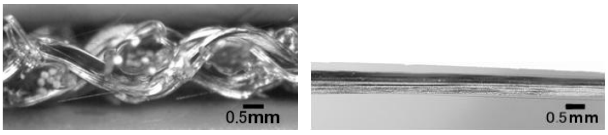
図２ 板バネのマトリックス樹脂の種類と共振周波数の変化

２.３　複合糸から作製した板バネの特性評価

２.３.１　曲げ特性

縫合技術から作製する複合糸は、樹脂糸が周囲にあるため糸は太くなり、織物内の炭素繊維は大きくうねるようになる（図３(a)）。一方、市販の炭素繊維織物は、糸を拡げた開繊糸を用いて製織するため、炭素繊維のうねりは小さく、織物は薄い（図３(b)）。このような構造的な差異がバネ材料の機械的強度へ及ぼす影響を明らかにすることは、材料設計において極めて重要である。

そこで、表１に示すとおり炭素繊維織物を８枚積層した３種類の材料を成形し、三点曲げ試験を実施した。成形条件は、２.２と同様である。ここで、表１にて複合糸からの複合織物をⒶ、市販炭素繊維織物をⒷ、PET フィルムを”F”とする。複合織物Ⓐは、3K の炭素繊維と PET のモノフィラメント糸（300D）で構成された複合糸 [1]から製織した平織組織の織物で、織密度は、たて 13 本/ｲﾝﾁ、よこ 11 本/ｲﾝﾁである。曲げ試験の結果を表２に示すように、試料Ａの曲げ強度は最大となったが、曲げ弾性率は最小となった。一方、試料Ｂの強度は最小であるが、弾性率は最も大きくなった。なお、複合織物と市販織物を組み合わせた試料Ｃは、試料ＡとＢとの間の値を示した。以上のことから、①繊維のうねりの違いは層間強度を変化させ、曲げ強度に影響を与える。②曲げ弾性率は、表面層の繊維のうねりの違いが大きく影響することがわかった。



(a) 複合糸から作製した織物　　(b) 市販の織物

図３　炭素繊維からなる織物断面

表１　成形した CF/PET 複合材料

試料名	積層構成
A	ⒶⒶⒶⒶⒶⒶⒶⒶ
B	FⒷFⒷFⒷFⒷFⒷFⒷFⒷF
C	FⒷFⒷⒶⒶⒶⒶFⒷFⒷ

表２　曲げ強度と曲げ弾性率

試料名	曲げ強度(MPa)	曲げ弾性率(GPa)
A	571.1	40.3
B	407.7	48.4
C	480.5	47.9

２.３.２　層間せん断強度

２.３.１の結果から、試料 C が強度および弾性率ともバランスの取れた数値を示した。そこで、試料 B と C の層間せん断強度を評価した。また、冷却速度の層間せん断強度への影響についても検討した。試験実施のため、織物の積層枚数は 16 枚とした。なお、層間せん断強度試験は、短冊形状試料の両面から厚さの中央面までそれぞれ細い溝を平行に入れて、長さ方向に引張または圧縮の負荷を行うことにより、両溝の底を結ぶ面上で層間せん断破壊を生じさせる試験法である。試験片の形状と寸法を図４に示す。本試験では圧縮荷重により実施した。その結果を表３に示す。また、図５に冷却方法を変えた試料 B の層間の破断面を示す。 徐冷した方が、はく離に伴う凹凸もなく、層間せん断強度も高い。しかし、急冷でも複合糸を使用した試料 C は、層間せん断強度はさらに高くなっており、炭素繊維のうねりの構造的効果が得られたと思われる。

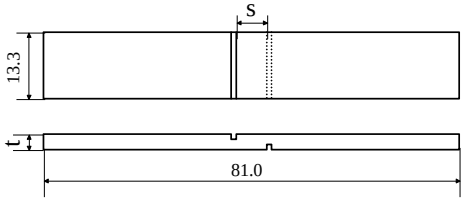


図４　層間せん断試験の試料形状

表３　層間せん断強度(MPa)

試料B（急冷）	試料B（徐冷）	試料C（急冷）
26.6	37.1	48.8

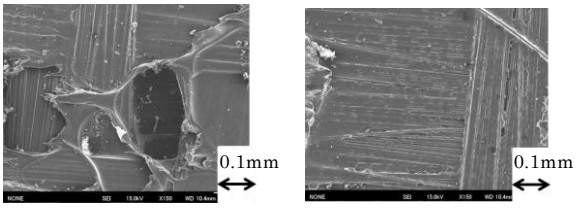


図５ 層間せん断試験後の破断面（左；急冷､右：徐冷）

３　結　　論

板バネは亀裂発生と進展が耐久性を低下させる。複合糸から作製した板バネは、層間せん断強度が高いため、多湿状態でも剛性低下を抑えることができる。今後は、市販織物と組み合わせた板バネについて材料設計および特性評価することで、さらに耐久性向上を試みる。

参 考 文 献

1) 藤田, ”複合糸から開発した熱可塑性炭素繊維強化複合材料”, ケミカル･エンジニアリング, Vol.57,No.5, pp23-29 (2012), 化学工業社

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。

（問合せ先　藤田浩行）

〔経常研究〕

39　縫合複合糸から作製する織物強化複合材料の曲面成形技術の開発

藤田浩行，古谷　稔

1　目　　的

小型かつ複雑形状のプラスチック成形品は射出成形機を用いて製造している。成形品の機械的強度向上のため、炭素繊維などを含有した繊維ペレットを用いることもあるが、強化繊維が不連続かつ短い(数 mm)ため、補強効果が小さく、用途が限定されているのが現状である。

一方、連続繊維で構成される織物強化の複合材料は、高強度・高弾性率材料の成形が期待できる。しかし、曲面形状へ成形した場合、繊維の連続性から糸の伸びが期待できず、賦形が困難である。

本研究では、以前に開発した炭素繊維と熱可塑性樹脂糸からなる複合糸の作製 において、構成する各糸の張力変化により、炭素繊維がクリンプした構造の複合糸の作製を試みた。炭素繊維がクリンプすることで、複合糸の見掛け長さよりも炭素繊維は長く存在するため、曲面成形への賦形が容易になると考えられる。また、開発した複合糸から織物を試作し、曲面形状の材料成形を試みたので、その結果も示す。

2　実験結果と考察

2.1　複合糸の作製

複合糸は、強化繊維糸、縫合糸および引き揃え糸の三種類で構成される。各糸はメローミシンに給糸され作製されるが、給糸時の張力の大小やバランスにより複合糸の形態変化が予想される。そこで、表１の規格の複合糸を、強化繊維糸と縫合糸の張力が表２となるよう調整して複合糸の作製を試みた。なお、引き揃え糸は挿入しなかった。作製した複合糸の外観を図１に示す。その結果、強化繊維糸の張力に対して縫合糸の張力が小さければ、強化繊維糸は真っ直ぐに配置されるが、縫合糸の張力が相対的に大きくなれば、強化繊維糸は蛇行した形態へ変化することがわかる。これは、縫合糸の張力が、強化繊維にせん断力として作用したためであり、両者のバランスにより形態は変化したと考えられる。

2.2　織物強化複合材料の曲面成形

条件②で作製した複合糸から織物を試作し、半球状の金型を用いて立体形状の成形を試みた。織密度は、たて・よことも に 11 本/インチである。織物は３枚積層し、曲率半径 25mm の金型を用いて、加熱圧縮成形を試みた。なお、280℃で５分間加熱した。また、比較実験として炭素繊維織物３枚とポリエステル樹脂シート４枚を交互に挟み、同様に成形した。図２に成形品の外観を示す。複合糸から作製した織物の場合は、炭素繊維糸の切断箇所も見られず、きれいに半球状の成形品が得られた。

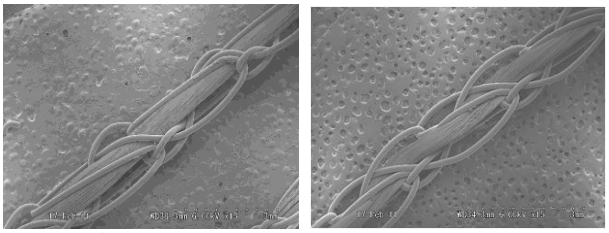
一方、市販の炭素繊維織物を用いた場合は、矢印の箇所で完全に炭素繊維糸が切れて樹脂のみが存在する成形品となった。これらは、炭素繊維のクリンプと樹脂の存在箇所（強化繊維の周囲および別個に存在）の違いによるものと考えられる。

表１　作製した複合糸の規格

	素材	太さ	本数
強化繊維糸	炭素繊維	3K	1
縫合糸	ポリエステル	300D	3

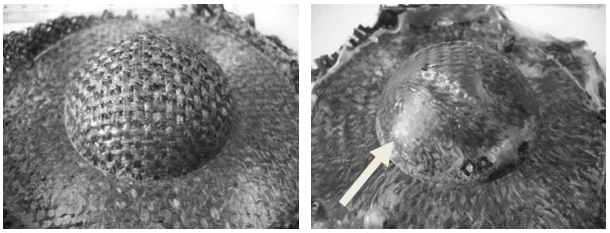
表２　各糸の平均張力（cN）

条件	強化繊維糸	縫合糸
①	200	50
②	20	50



(a) 条件①　　(b) 条件②

図１　複合糸の形態変化



(a) 複合糸からの織物使用　　(b) 市販織物の使用

図２　半球状の成形品

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。

（問合せ先　藤田浩行）

〔技術改善研究〕

40　縫合技術を用いた高機能複合糸の開発に関する研究

藤田浩行，古谷　稔，東山幸央，佐伯　靖，中野恵之，瀬川芳孝，近藤みはる，有年雅敏

1　目　　的

繊維製品の差別化および高付加価値化に複合素材による製品開発があり、異なる糸の交織や複合糸による開発が実施されている。複合糸は、糸自身に各素材の特性を生かした機能を付与できる特長があることから、交織とは異なり多くの繊維製品へ応用できる。

本研究では、縫合技術を用いた新たな方法により複合糸を開発する。これは既存のミシンの縫合（巻縫いともいう）機構を応用した複合方法である。従来の混紡糸や撚糸による複合糸とは異なる幾何形状を持った糸を作製できるため、新たな機能性やデザイン性を付与した糸の開発が期待でき、高付加価値織物の開発に役立てられる。

本報告では、様々な繊維素材や異なる色相の糸からなる複合糸の作製を試み、視覚的特徴や従来の複合糸では得られなかった特性について比較評価したので報告する。

2　実　　験

2.1　複合糸の規格と作製

複合糸は、メローミシンの巻縫い機構を用いて作製した。複合糸の形態モデルを図１に示す。ミシンに給糸された３本の糸（縫合糸という）は、各々ループで連結され、中央糸の周囲を覆うように長さ方向に連続した形態をしている。なお、縫合糸のみでも作製も可能である。図２に、縫合技術による複合糸と従来の複合化技術である撚糸工程で作製された複合糸（綿撚糸）を示す。糸の幾何形状が明らかに異なっている。そこで、形状の違いが糸の特性などに及ぼす影響を検討するため、様々な素材および色からなる糸（表１）を用い、複合糸（表２）を作製した。

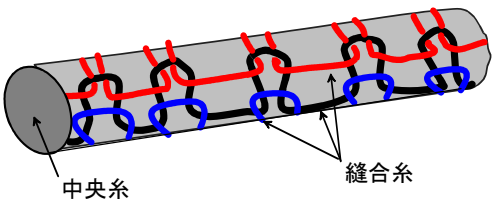


図１　縫合技術から作製される複合糸の構造



図２　複合糸の外観（上：縫合技術、下：綿撚糸）

表１　複合糸に用いた糸の規格

糸番号	素材	太さ		色
		構成	dtex	
＃１	レーヨン	120d/2	266.6	薄青色
＃２	レーヨン	120d/2	266.6	紺色
＃３	レーヨン	120d/2	266.6	金色
＃４	PET	40/2^{s}	295.3	水色
＃５	綿	5/2^{s}	2362.2	カスリ調
＃６	PET	850d/2	1888.7	蛍光色
＃７	PET	60/3^{s}	295.3	橙色
＃８	PP	300d	333.3	透明
＃９	SUS	φ 0.12	881.7	銀色

※　PET:ﾎﾟﾘｴｽﾃﾙ、PP:ﾎﾟﾘﾌﾟﾛﾋﾟﾚﾝ、SUS:ｽﾃﾝﾚｽ

表２　縫合技術から作製した複合糸の構成

試料	縫合糸			中央糸	太さ (dtex)
A	＃１	＃２	＃３	なし	1592
B	＃１	＃２	＃３	＃８	1970
C	＃１	＃２	＃３	＃９	2348
D	＃１	＃２	＃３	＃５	4035
E	＃１	＃２	＃３	＃６	3580
F	＃１	＃２	＃３	＃４	1941
G	＃７	＃７	＃４	＃３	2136

2.2　複合糸の特性評価と形態変化

縫合技術から作製した複合糸の物性を明らかにするため、複合糸の引張特性および圧縮特性について評価した。引張特性は、試料長200mm、引張速度100mm/minで実施した。また、圧縮特性は、圧縮試験機（カトーテック(株)製）を用いて、変形速度0.4mm/minで最大荷重20N になるまで圧縮した。試料長さは16mmである。なお、図２の綿撚糸についても同様の試験を行った。

また、複合糸の形態変化を試みるため、180℃で30s熱処理を実施した。

3　実験結果と考察

3.1　複合糸の特性評価

試料 A と構成する＃１のレーヨン糸および綿撚糸の引張特性を、dtex 当たりに換算して図３に示す。なお、

綿撚糸と試料 A の太さは、ほぼ同一番手である。その結果、縫合技術からなる複合糸は、他の糸と比較して、荷重-伸度曲線の傾きは小さく、伸びやすい糸であることがわかる。これは、ループの形態の構成によるものと考えられる。

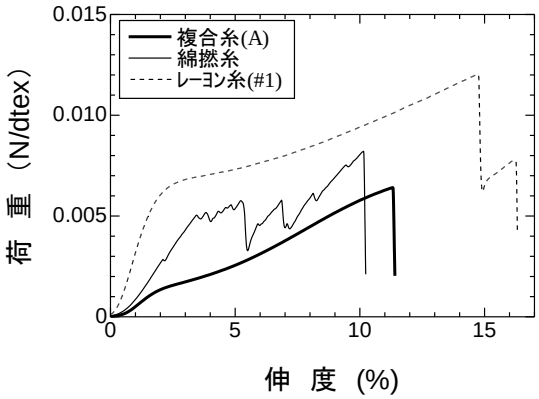


図３　複合糸の引張特性

試料 A と綿撚糸の圧縮試験の結果、図４に示すように、ほぼ同じ厚みではあるが、試料 A の方が変形量が大きく圧縮変形しやすい糸であることがわかる。これも引張特性の場合と同様に構造的な差異によるものである。

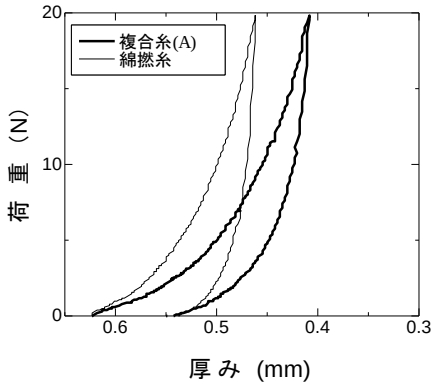


図４　複合糸の圧縮特性

3.2　複合糸の形態評価

＃５のカスリ調の糸を中心糸として作製した複合糸（試料 D）を図５に示す。＃５の糸は、色相変化とともに太さ変化のあるスラブ糸である。周囲にある縫合糸により、一層色合いに変化が見られる糸となった。

また、図６に、ステンレス糸（#９）を中心糸として作製した複合糸（試料 C）を示す。芯に金属製の糸を配置することで、帯電防止や電磁波シールドなどへ応用できる糸である。



図５　カスリ調スラブ糸を用いた複合糸（試料 D）



図６　ステンレス糸を中心糸とした複合糸（試料 C）

PP のモノフィラメント糸（＃８）を中心糸とした複合糸（試料 B）の熱処理後の形態を図７に示す。PP の熱収縮により大きく形態変化した糸が得られ、伸縮性に優れた糸となった。

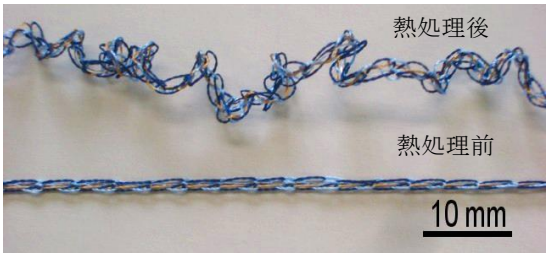


図７　熱処理した複合糸（試料 B）

表１および表２のとおり、複合糸の作製は様々の素材や糸の組み合わせが可能である。例えば、試料 F、G のように、親水性および疎水性の糸を複合糸の外側（縫合糸）および内側（中心糸）に配置することで、吸水性と表面のドライ感を持つ素材開発など、両者の機能性を有効利用した繊維製品の開発が期待できる。

3.3　複合糸の製織

作製した複合糸を、織物のたて糸として製織を試みた。図８に左から、試料 E、A、D をたて糸として１本ずつ挿入して織り上げた織物を示す。その結果、問題なく製織することができた。

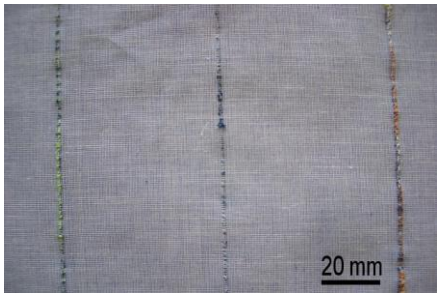


図８　複合糸を用いた織物

4　結　　論

縫合技術を用いて様々な規格の複合糸を作製することができた。この複合糸は従来の複合糸とは異なり、柔軟で様々な機能性やデザイン性を付与できる糸である。今後、これまでにない新しい繊維製品の開発に役立てていく計画である。

（問合せ先　藤田浩行）

〔重点領域研究〕

41　ナノファイバー糸の高能率製造技術の開発

東山幸央，中野恵之，佐伯　靖，近藤みはる，瀬川芳孝，藤田浩行，古谷　稔，有年雅敏

1　目　　的

著者らは、エレクトロスピニング（以下 ESP）法を用いた糸表面加工技術および加工装置の開発に関する研究を行っている。これまで、綿糸表面にポリエステル・ナノファイバーを吹付加工してから撚糸することによって、綿糸がナノファイバーで被覆された ESP 表面加工糸の作製に成功した。

本研究では、ESP 法で課題となるナノファイバーの製造効率を改良するため、高能率で製造する方法について検討した。

2　実験方法

2.1　実験装置の作成

表面にナノファイバーを吹付加工した水溶性ビニロンフィルムを、任意の幅で細長く裁断するための装置を製作した。装置設計の為の情報収集から、フィルムに掛かる張力や裁断刃の形状等に留意して設計・作成したフィルム裁断・巻取装置を図１に示す。



図１　フィルム裁断・巻取装置

張力制御機構付きの巻出部から巻き出された水溶性ビニロンのフィルムは、捕集部にてナノファイバーを吹付加工された後、裁断部で任意の幅に裁断されて巻取部にて巻き取られる。

2.2　巻取実験

巻取試験は、水溶性ビニロンフィルムとしてクラレビニロンフィルム（株式会社クラレ製）、ハイセロンフィルム（日本合成化学工業株式会社製）および記録用チャートロール紙を用いた。巻取幅は、ESP におけるノズル１本の噴射幅とほぼ同等の 30mm とし、巻き取り速度は最大 300mm/min とした。

ナノファイバー表面加工のためのエレクトロスピニング条件は、ポリエチレンテレフタレートのヘキサフルオロイソプロパノール溶液（12.5wt%）を用い、印加電圧 10kV、距離 100mm、ノズル径 18G、ノズル本数は１本、溶液吐出量 0.24ml/min にて行った。

2.3　裁断実験

裁断試験は、２.２巻取試験の試験中に、図２に示す裁断刃にフィルムを通すことにより行った。これは、フェザー剃刀 S（片刃）を樹脂板と重ね合わせており、樹脂板の厚みおよび剃刀の枚数を変えることで、任意の幅および本数にフィルムを裁断することが出来る。

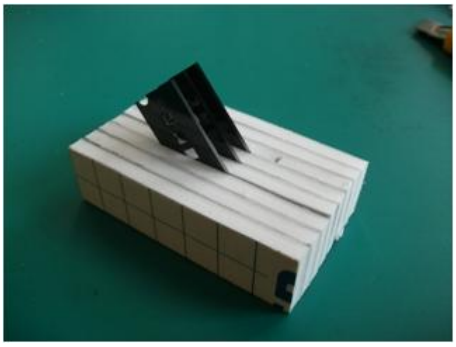


図２　作成した裁断刃

2.4　撚糸実験

撚糸試験は、家庭用撚糸機「ねじりっこ」（株式会社ビエント製）を用いた。撚り数は 80 回/m、Z 撚とした。

3　結果と考察

3.1　巻取実験

巻取試験の結果を図３に示す。記録用チャートロール紙による試運転の結果、10m 巻取運転後の蛇行誤差は 1mm 程度で、良好な巻取状態であった。

クラレビニロンフィルムに巻取速度 200mm/min にて ESP を行いながら巻取試験を行うと、フィルムの 30mm 幅に対し、20-25mm 幅でナノファイバーが連続的に表面加工された。巻取時の蛇行は発生しなかったが、縦方向に皺が寄ったまま巻取られた。



図３　巻き取り実験の様子

原因として、水溶性ビニロンフィルムは紙と比較して柔らかく、張力に対する伸びが大きいため、巻取時の張力で横方向に収縮することで皺が発生したと考えられる。

３.２　裁断実験

クラレビニロンフィルムの裁断試験の結果を図４に示す。裁断刃は３枚、間隔は 5mm 幅とした。３筋の切れ目が確認できる。巻取長 10m の裁断試験で切断不良等は見られなかったが、巻取時と同様に横方向の皺に由来すると思われる切れ目の蛇行が複数箇所で確認された。



図４　フィルムのみの裁断実験

ESP を行いながらの裁断試験を図５に示す。試験開始直後は図５の様に問題なく裁断できるが、特にナノファイバーの付着具合がフィルムの幅方向に不均一となった場合に、大きく裁断幅が変化したり、途中で切れてしまう等の不具合が発生した。原因として、各裁断刃における裁断抵抗が不均一となることで、フィルムの皺や弛みが増幅してしまうことが考えられる。

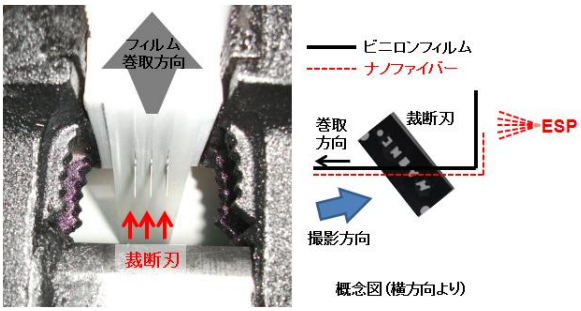


図５　ESP 加工しながらの裁断実験

３.３　撚糸実験

巻取長 10m の連続裁断に成功した 5mm 幅のクラレビニロンフィルムの撚糸試験の様子を図６に示す。問題なく撚糸が可能であった。

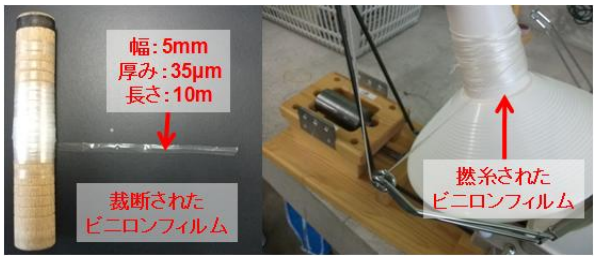


図６　撚糸実験の様子

以上の試験結果から、ESP 加工しながらのビニロンフィルム裁断で、最大の問題点となっているのが、巻取張力により発生する皺である。実験中の観察からこの皺は、ビニロンフィルムがロール等の対象物に密着していない箇所で発生している。フィルムの裁断も、図５に示すようにフィルムがロールから浮いている箇所で行っているため、ガイド等にフィルムを密着させた状態で裁断する方法が改良の一案として有力である。

３.４　織物試作

図６の撚糸試験で得られた「撚糸されたビニロンフィルム」を緯糸に用い、卓上用手織り機にて作成したサンプルの写真を図７に示す。経糸は、30 番双糸を三子撚りした綿糸を用いた。今後、ESP 加工しながらの裁断実験に成功し、緯糸のビニロンフィルムを溶解除去すれば、緯糸がナノファイバーのみからなる織物の作製が可能となる。



図７　撚糸されたビニロンフィルムを
緯糸に用いた織物（経糸：綿）

４　結　　論

ESP 法によるナノファイバー糸の高能率製造技術の開発において、水溶性ビニロンフィルムの安定裁断・巻取・撚糸までの検討に成功した。

（問合せ先　東山幸央）

〔重点領域研究〕

42　エジプト綿を用いた播州織の試作に向けての調査及び研究

中野恵之, 東山幸央, 佐伯　靖, 近藤みはる, 瀬川芳孝, 藤田浩行, 古谷 稔

1　目　　的

平成 22 年６月に兵庫県立工業技術センターは、京都工芸繊維大学繊維科学センターと連携協定を締結した。連携の一環として「ギザ 87 プロジェクト」を実施した。

「ギザ 87 プロジェクト」は、同大学繊維科学センターが各研究機関、企業等と連携して実際の「ものづくり」に参加することで、繊維産業におけるサプライチェーンの実態を再確認し、繊維科学センターの果たす役割を明確にするための取り組みであり、繊維産業の現状を掌握し、産官学連携の技術開発を模索することを目的としたものである。兵庫県工業技術センターは繊維工業技術支援センターを中心に、この「ギザ 87 プロジェクト」に参画し、播州織物産地における生地の試作を支援した。この活動を契機に、播州織物業界と研究開発機関のより密接な連携を図りながら、技術開発の場を拡げていきたいと考える。

2　試 作 実 験

２．１　ギザ 87 プロジェクトの全容

平成 20 年１月に京都工芸繊維大学繊維科学センターとエジプトのヘルワン大学（カイロ）が研究連携を締結した。また、平成 22 年６月には、国内最大の先染綿織物産地がある兵庫県の県立工業技術センターと連携協定が結ばれ、平成 22 年 10 月には京都市産業技術研究所とも研究等連携に関する覚書が締結された。そこで、エジプトの最高級綿である「ギザ 87」を利用した試作事業をたちあげ、サプライチェーンマネジメントに参加した。ヘルワン大学から送られた「ギザ 87」150kg を大正紡績（株）（大阪府）の協力を得て、80 綿番手、120 綿番手の２種類の紡績糸を作成した。試作した紡績糸を同大学澤田美恵子教授のデザイン監修の下、兵庫県では(財)北播磨地場産業開発機構（西脇市）が主体となり、(株)齋藤商店（西脇市)、オザワ繊維(株)（西脇市）が織物試作を担当した。京都市では、(株)深田商店がニットと織物試作を担当し、撚糸や改質の加工技術を用いて紡績糸を再度加工した。ニットは、(株)森下メリヤス工場（和歌山県）織物は高橋織物(株)（滋賀県）にて試作を行った。試作した生地は(株)ミスティミスト（大阪市）と(株)タカラ（岡山県）にて縫製し製品試作とした。

２．２　糸の試作

ギザ 87 は、原綿の基本的な性質を測定した結果、図１に示すように、最高クラスと言われているギザ 45 と比べても繊維長や繊度の特性が良いことがわかった。やや黄度では劣るが、精練・染色技術において高級感を損なわずに製品化することは可能と考えた。繊維長が長く繊度が小さいことは、細くて柔らかい紡績糸が製造可能であり、高品位な織物や編物の生地製造が可能となる。

表１　各エジプト綿の性質

	繊維長 (mm)	繊度 (Mic)	伸度(%)	反射率 (Rd)	黄度 (+d)
ギザ87	35.85	3.37	5.0	73.0	9.0
ギザ45	35.70	3.40	5.0	74.2	8.8
ギザ88	35.52	3.79	4.7	67.2	12.2
ギザ70	34.09	3.89	5.0	73.0	9.7
ギザ90	28.74	4.21	6.5	66.8	12.0

高品位なギザ 87 を原綿として、80 番単糸、120 番単糸の糸を紡績し、また 80 番単糸と双糸、120 番単糸と双糸の各強撚糸を試作した。さらに糸の風合いを改善するために、ニット用の強撚糸にはソフト感と洗濯寸法安定性を付与する糸の改質加工を施した。

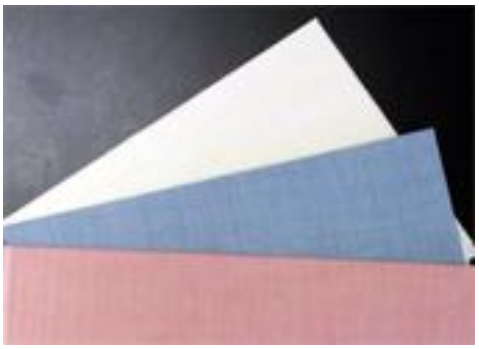


図１　綿ポプリン（(株)齋藤商店製）



図２　ジャガード織物（オザワ繊維(株)製）

２．３　生地の試作

生地試作については、80 番単糸の綿ポプリン（密度:110×90（本/2.54cm））を試作した。また、120 番双糸を用いてジャガード織（密度:140×100（本/2.54cm））も試織した。（図１、図２参照）強撚糸を使用した織物では、80 番単糸の楊柳および、タテ糸 80 番単糸、ヨコ糸 120 番単糸と双糸の２種類のローンを試織した。ソフト強撚糸のニットでは、80 番単糸のフライス、80 番双糸の天竺、120 番双糸のフライスを試編した。（図３参照）



図３　ソフト強撚糸ニット（(株)森下メリヤス工場製）

２．４　ワイシャツ、ブラウス等の試作

図４に試作した縫製品の写真を示す。ジャガード織物を用いたブラウスとシャツであるが、しなやかな手触りとやわらかい生地により着心地の良い仕上がりを得た。

また、付加価値を高めるための試みとして、京都の伝統工芸技術を製品に取り入れた。図５に試作例の写真を示す。ひとつは金彩で、職人が筆にて生地に絵を書き込んだもので、もう一つは、京絞りという技法である。写真の京絞りは、中央付近に金彩を施しており、高級感を付与している。

３　結果と考察

高品位なエジプト綿を使用して、原綿から紡績糸を製造し、生地の試作、縫製品の試作、さらに京都の伝統工芸技術付与を行い、原料から製品まで管理した商品創りのモデルを実践することができた。これまで、紡績糸は各原綿のブレンド技術や撚り数等の製造条件によって善し悪しが判断されていたが、今回のように紡績糸の原料に価値を持たせた商品開発にも可能性を見いだせた。今回の試作品は、コストは高価となるが、中国製品との差別化において国内製品は高級品への移行が必要不可欠と考えられており、それらの試作品はそのニーズに応えるものである。

現段階では、ギザ 87 のような原料に価値がある原綿を、継続的に入手できるか等の商業的な課題はあるが、京都市の伝統工芸技術を取り入れた商品開発は諸外国で



図４　播州織で試作したブラウス（左）とシャツ（右）



図５　袖に施した金彩（左）と京絞り（右）

は実現不可能である。これら日本の高度な技術を融合させて商品開発を進めることは、海外企業に容易に模倣されることは無く、高級な国内製品開発の一助になると考える。また、繊維産地間において共同で製品開発を進める重要性を実証することができた。

４　まとめ

ギザ 87 プロジェクトにおいて国内繊維産業の産官学共同での“ものづくり”を実施することができた。今後、この経験を生かして産官学連携の技術開発や商品づくりを継続して推進し、兵庫県立工業技術センターや京都工芸繊維大学の研究成果等の普及および国内企業の競争力強化に繋げていきたいと考える。

謝　　辞

本プロジェクトを推進された京都工芸繊維大学および、ご協力いただきました財団、企業の皆様に厚くお礼を申し上げます。

（問合せ先　中野恵之）

〔経常研究〕

43　パックテストを利用した繊維製品の遊離ホルムアルデヒドの簡易測定法の検討

佐伯　靖，藤田浩行

1　目　　的

繊維製品の遊離ホルムアルデヒド量の測定に関してはJIS規格によるアセチルアセトン法が使用されているが、試験時間が長く、費用が高いという問題点がある。本研究では、このような問題を解決するため、パックテストMBTH(2－methyl－2－benzothiazolinehydrazon)法を利用した簡易測定による遊離ホルムアルデヒドの測定方法をについて基礎的な検討を行った。

2　実験方法

2．1　パックテストMBTH法による吸光度測定

ホルムアルデヒドパックテスト(WAK-FOR：㈱共立理化学研究所製)のK-1試薬（MBTH）を０、１、２、５、10、20μgホルムアルデヒドを含む溶液5mlに添加撹拌し、３分後に黄色試薬(酸化型MBTH)を加えて撹拌、１分間静置後、分光高度計(U-2000 Spectorophotometer：HITACHI製)で300-800nm間の吸光度を測定し、MBTH法での最大吸光度波長を求めた。

2．2　MBTH法によるホルムアルデヒドの測定試験

JIS L1041 8.1.2ホルムアルデヒド標準試料(3.75μg/ml) ０、0.5、１、２、３mlを蒸留水で各々10mlに希釈し、分光高度計により625nmの波長でMBTH法による検量線を求めた。次に、ホルムアルデヒド処理綿布(試料１、２)をJIS L1041 8.1.4 B法による抽出処理を行い、抽出液５mlの遊離ホルムアルデヒド量をMBTH法とアセチルアセトン法で求めた。

3　結果と考察

3．1　パックテストMBTH法による吸光度

ホルムアルデヒド溶液は、MBTH法により黄色(０μg)から

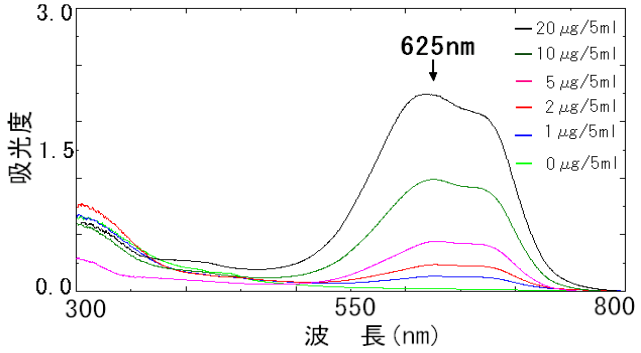


図１　各ホルムアルデヒド溶液に対するMBTH法による吸光度スペクトル

度のピークは620～630nmに有ったためMBTH法による吸光度波長を625nmとした。

3．2　MBTH法によるホルムアルデヒド量

図２に示すとおりMBTH法によるホルムアルデヒド標準試料の検量線は直線性が高く、相関係数が0.997と正の相関を示した。この検量線により、ホルムアルデヒド処理綿布の遊離ホルムアルデヒド量を求めアセチルアセトン法と比較した結果を表１に示した。試料１、２ともに

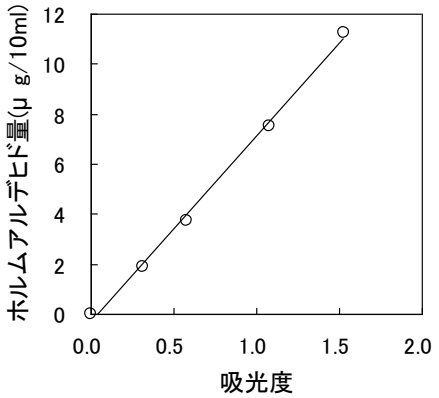


図２　パックテストMBTH法による検量線

MBTH法は、アセチルアセトン法の遊離ホルムアルデヒド量と近い値を示した。アセチルアセトン法が処理に40℃で30分加温、30分静置するのに対して、MBTH法では約４分で処理(室温)できることから簡易測定として有望であると思われる。

表１　MBTH法とアセチルアセトン法による遊離ホルムアルデヒド量

遊離ホルムアルデヒド量	MBTH法 (μg/g)	アセチルアセトン法 (μg/g)
試料１	52.2	50.6
試料２	200.9	188.6

4　結　　論

ホルムアルデヒドパックテストMBTH法を利用した遊離ホルムアルデヒドの測定は従来のアセチルアセトン法に比べ処理時間の短縮が可能であり、吸光度測定による検量線の相関も良いことから予備試験としての簡易測定法として利用可能であると考えられる。

(問合せ先　佐伯　靖)

〔技術改善研究〕

44　ナノエマルション加脂を利用した皮革製造技術の開発

原田　修．鷲家洋彦，松本　誠，西森昭人，桑田　実，森　　勝，中川和治

1　目　　的

皮革製造工程には革に柔軟性を付与する加脂工程がある。一般的にはドラムの中に革とともに油脂類と界面活性剤により作られた加脂剤（エマルション）を加えて、ドラムを回転させることによるアクションでエマルションを革の中へ浸透させる。この時のエマルションのサイズはマイクロオーダーであり、大きなエマルションは革繊維への浸透は不十分で革繊維表面に補足されてしまい、皮革の柔軟性への寄与は限定的である。もしエマルションのサイズがナノオーダーになれば革繊維の奥深くまで均一に加脂剤が分散されるため少量の加脂剤で十分な柔軟性が付与できる。その結果、一般的に消費者に好まれる軽くて柔軟な皮革を非常に簡便な方法で製造することができる。本研究では、高圧ホモジナイザーを利用してナノエマルションを調製し、これらを用いて皮革に加脂を行うことによりその効果の検証を行う。

2　実験方法

2．1　材料

実験に供した革は、クロム鞣しされて加脂は行われていない北米産ステアのウエットブルー（以降革と表記する）を用いた。加脂剤は泰光油脂化学工業(株)の＃232を用いた。この加脂剤には、リン酸化油、亜硫酸化油およびわずかに非イオン性界面活性剤が含まれている。

2．2　ナノエマルション化

ナノエマルション化には高圧ホモジナイザー（NIRO SOAVI 社）を使用した。高圧ホモジナイザーは、プランジャーポンプにより流体を加圧（高圧）し、流路に設けた特殊なホモバルブからバルブシートの非常に繊細な間隙より噴出させる事により、粒子間の衝突、圧力差による剪断力、インパクトリングへの衝突の破壊力等の総合エネルギーによってナノサイズまでエマルション化を行うことができる。

2．3　加脂試験

20×20cm に打ち抜いた革をさらに２等分して 10×20cm とし、片方をナノエマルション加脂、およびもう片方を通常加脂（コントロール：お湯に溶いて分散させる）を行って比較した。この方法では部位の差による誤差を最小限に抑えられる。

加脂試験では、pH7.5 に調整した革に 5%溶液の加脂剤（ナノエマルション、およびコントロール（通常法)）400mL を加え、40℃で２時間実験用ドラムで攪拌を行った。その後、蟻酸で pH3.3 まで低下させて加脂剤を固着させた。十分水洗した後常温で乾燥させ、試験前に恒温恒湿室（20℃、湿度 70%）で調整した。

2．4　測定

エマルションサイズの測定には(株)堀場製作所製乾式粒度分布測定装置 LA-910 を使用した。

革への加脂剤の固着量はソックスレー抽出により測定した。場合によっては、革をバンドナイフにて６層にスライスしてそれぞれソックスレー抽出を行った。さらに、加脂された革の柔軟度の測定も行った。

3　結果と考察

3．1　加脂剤のナノエマルション化

高圧ホモジナイザーを用いて５%に調整した加脂剤を 1000bar の圧力で流速 160mL の連続処理によりナノエマルション化した。処理液はナノエマルション化されることにより透明化し、少量の非イオン界面活性剤を添加することにより顕著に透明になった。加脂実験には非イオン界面活性剤を添加しない系について行った。

ナノエマルション化した加脂剤の粒度分布を図２示す。上図から未処理溶液では１μm 以上の粒度分布となっているが、下図から高圧ホモジナイザーによる処理により、0.1μm（100nm）以下となり加脂剤がナノエマルション化されることが分かった。



図１　ナノエマルション化した溶液の写真

3．2　加脂剤の結合量と物性

ナノエマルション加脂した革の層別分析（ソックスレー抽出）を行った。その結果を図３に示す。２つの試料について行ったが、いずれも結合した全加脂剤量（全

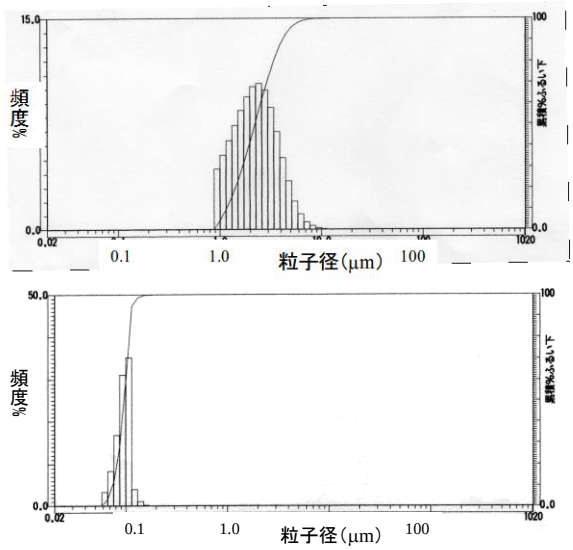


図２　加脂剤の粒度分布
上図：コントロール
下図：高圧ホモジナイザー処理

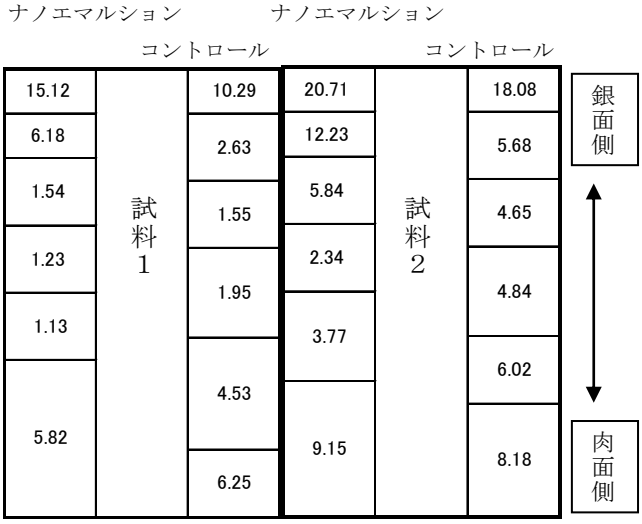


図３　層別分析による革に結合した加脂剤の量
図中数字：加脂剤%（脂肪分%）
全加脂剤量：試料１ナノエマルション・・4.6%
コントロール・・・・4.2%
試料２ナノエマルション・・8.1%
コントロール・・・・7.6%

脂肪分）はナノエマルションで大きかった。層別分析で特に分かったことは、ナノエマルション加脂では革繊維密度の高い銀面層に多く結合し、その分中心部への浸透が少ないことが分かった。銀面層は革の物性に大きく寄与する部分で、ここに加脂剤が多く結合することにより

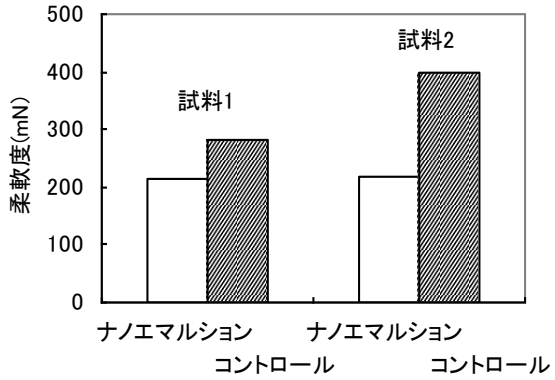


図４　ナノエマルション加脂した革の柔軟度

通常よりも大きく革の柔軟性に影響を与えると考えられる。

図４に示したように、ナノエマルション加脂した革はコントロールに比べ柔軟度の値が小さく、革が非常に柔らかくなることが分かった。特に、試料２では柔軟度の値が２倍もの差があり、ナノエマルション加脂が革の柔軟性に非常に大きく寄与することが分かった。

ナノエマルション加脂で銀面層に多くの量の加脂剤が結合する理由はいくつか考えられるが、著者らは以下のように考えた。まず、銀面層はコラーゲン繊維が緻密でより小さな空隙がたくさんあり、これにナノエマルション化された加脂剤がそのサイズが小さいためにその中に進入する。一方、コントロールの大きいエマルションでは進入できずに素通りしてより中心部へ加脂剤が到達する。このことにより図３の３～５層目がナノエマルションよりもコントロールの方が大きくなっている理由と考えられる。これらのことは液体クロマトグラフの一つの分析法であるゲルクロマトグラフにおいて小さい分子量の粒子ほど溶出時間が大きくなる現象と非常に良く似ている。

４　結　　論

高圧ホモジナイザーにより加脂剤をナノエマルション化することができ、そのサイズは約 100nm であった。ナノエマルション加脂を行うと、革の銀面層に多くの加脂剤が結合し、革の柔軟性がコントロールに比べて高くなった。銀面層は革の物性に大きく寄与する部分で、ここに加脂剤がより多く結合することにより革の柔軟性が向上すると考えられた。例えば、加脂剤の添加量を少なくしてナノエマルション加脂を行えば、従来よりも軽くて柔らかい革の製造が可能になる。また、銀面が硬くなる鹿革にナノエマルション加脂を行えば、その欠点を補った革の製造も可能になる。

（問合せ先　原田　修）

〔重点領域研究〕

45　撥水処理による染色摩擦堅ろう度の向上に関する研究

松本　誠，鷲家洋彦，西森昭人，桑田　実，原田　修，森　　勝，中川和治

1　目　　的

近年、安価な革製品が大量に輸入され、兵庫県の皮革産業では生産がおちこんでいる。安価な輸入革に対抗するためにも、差別化できるだけの高品質な皮革を製造する必要がある。皮革に関するクレームでは、昔から湿潤の染色摩擦堅ろう度が低くて色落ちする問題があり、完全に解決されていない。そこで、本研究では染色した革に撥水処理をほどこすことによって、湿潤の染色摩擦堅ろう度を改善して高品質な皮革の製造を試みる。

兵庫県ではゴムの加硫成形工程において、メッシュシートを転写してゴム表面に高撥水構造を形成する特許を保有している [1]。この技法を応用して、素上げ革（クロム鞣し）表面にステンレス網をのせてプレス成形することによって、高撥水構造を形成した。また、我々は革表面に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ことによって、低温での撥水剤固着を検討していた [2]が、今年度は湿潤の染色摩擦堅ろう度が低い水性カゼイン仕上げ革に応用した。

本研究では、各種撥水処理をほどこした皮革の撥水性と湿潤の染色摩擦堅ろう度の評価を行った。

2　実験方法

2.1　プレス成形による撥水構造の形成

素上げ革（クロム鞣し）の表面に 3 種類のステンレス金網（①100 メッシュ 線径：0.1mm　②300 メッシュ 線径：0.04mm　③500 メッシュ 線径：0.025mm）のいずれかをのせて、70℃、30 分、圧力 20MPa でプレス成形を行った。

2.2　有機シラン化合物による撥水加工

試料として水性カゼイン仕上げ革を使用した。シランは信越化学工業（株）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。プラズマ処理は既報 [2]と同じ装置を用いた。プラズマガスは酸素を用い、流量 20ml/min、チャンバー内圧力 20Pa、電力 100W で 5 分間照射した。その後、試料に TFS を塗布し、100℃で 2 時間加熱または TFS の入ったビンと革を同じ容器に密封し、50℃で 3 時間加熱し、気相で反応させた。

2.3　撥水性評価

接触角計 CA-X150（協和界面科学（株））を用いて、水の接触角を測定し、撥水性の評価を行った。

2.4　革の染色摩擦堅ろう度測定

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

3　結果と考察

3.1　プレス成形で形成した撥水構造の影響

プレス成形を行った革の表面の写真を図１、プレス成形が水の接触角に与える影響を図２、プレス成形が染色摩擦堅ろう度（湿潤）に与える影響を図３に示す。図１に示すように、素上げ革は天然由来の凹凸構造を保持しており、ステンレス金網をのせずにプレス成形すると、凹凸構造が失われ表面は平坦となる。金網をのせてプレス成形した場合、それぞれのメッシュに応じた撥水構造の形成が確認できた。水の接触角は未成形で 127° と比較的高い値を示した。金網をのせずにプレス成形して、

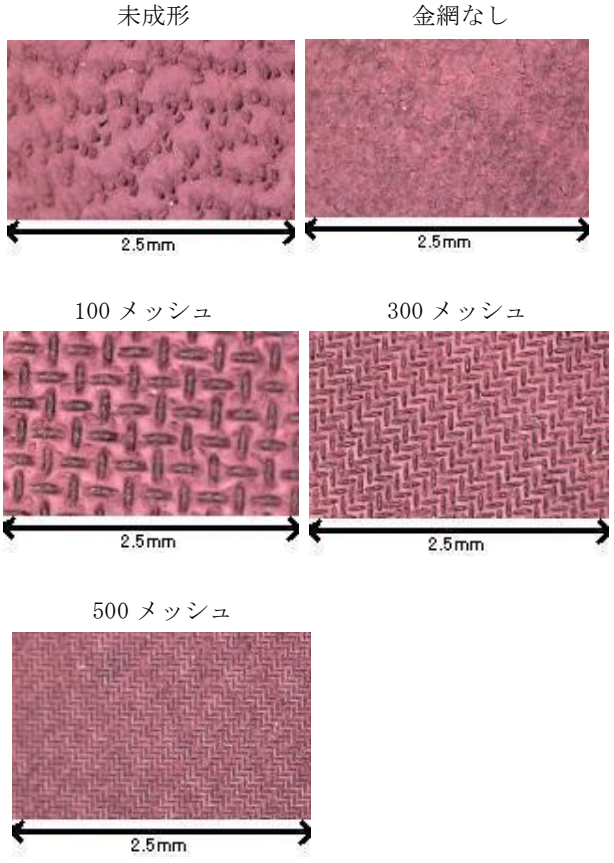


図１　プレス成形を行った革表面写真

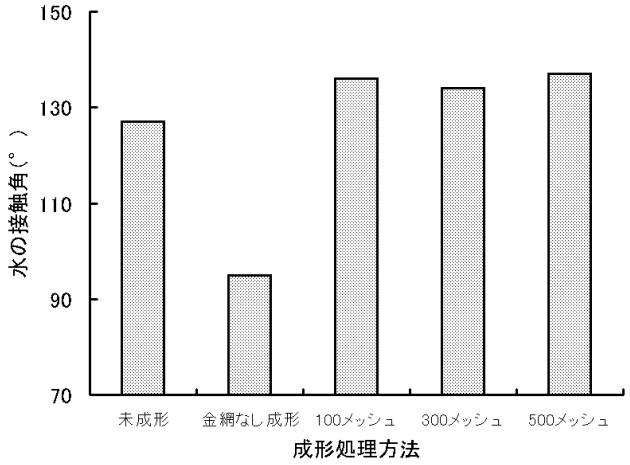


図２　プレス成形が水の接触角に与える影響

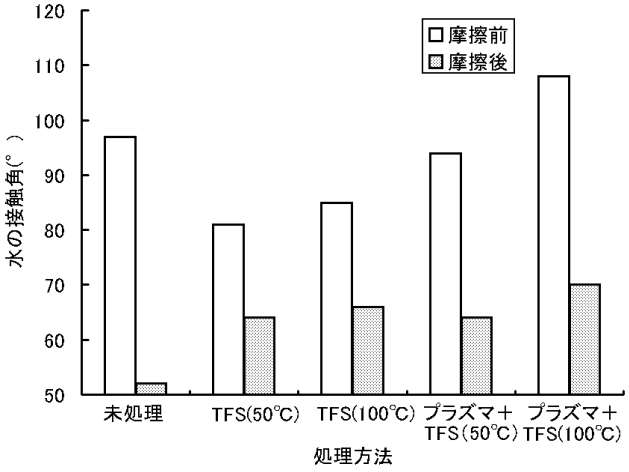


図４　TFS 処理が水の接触角に与える影響

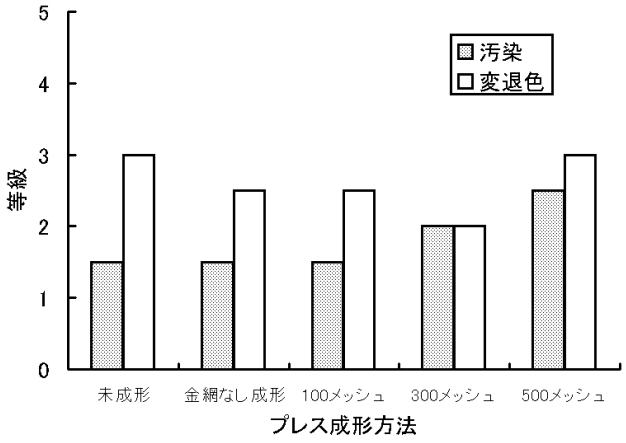


図３　プレス成形が染色摩擦堅ろう度（湿潤）に与える影響

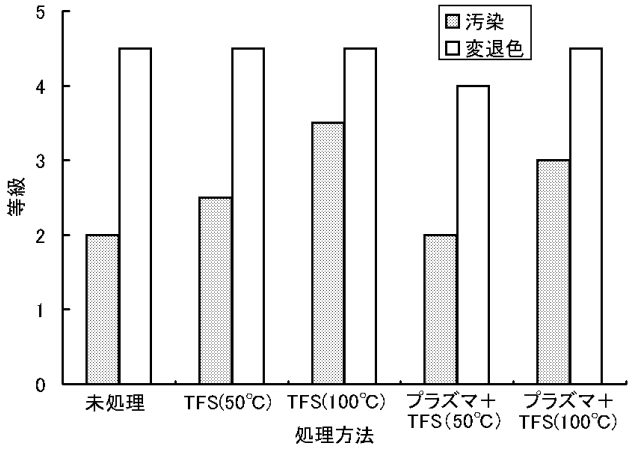


図５　TFS 処理が染色摩擦堅ろう度(湿潤)に与える影響

表面を平坦にすると、水の接触角は 95° と低下する。この事から、天然の凹凸構造が撥水性の向上に寄与していると考えられる。ステンレス金網をのせてプレス成形を行うと、どのメッシュでも水の接触角は 130° 以上に上昇し、500 メッシュでは最大の 137° に達した。プレス成形による撥水構造の形成によって、水の接触角は約 10° 上昇し、撥水性の付与を確認できた。

染色摩擦堅ろう度（湿潤）を測定した結果、未成形では汚染が１－２級であったが、300 メッシュでプレス成形することにより２級、500 メッシュでプレス成形することにより、２－３級にまで改善できた。変退色については、改善効果がみられなかった。

３．２　有機シラン化合物による撥水加工の影響

TFS 処理が水の接触角に与える影響を図４、TFS 処理が染色摩擦堅ろう度（湿潤）に与える影響を図５に示す。水の接触角は未処理で湿潤試験前は 97° だが、試験後は 57° と大幅に低下している。TFS 処理を行うと、50℃処理でも 100℃処理でも試験後の接触角は約 10° 改善している。それに伴い、染色摩擦堅ろう度も２級から２－３級、３－４級と改善している。プラズマ処理後、TFS 処理を行うと、50℃による処理では改善効果がみられないが、100℃による処理では汚染３級、試験後の接触角が 70° と改善に成功した。

４　結　　論

素上げ革、カゼイン仕上げ革共に染色摩擦堅ろう度（湿潤）における汚染をプレス成形もしくはプラズマ処理による撥水加工によって、１等級改善することができた。今後も４級到達を目指して、プレス成形、プラズマ処理時の条件を検討していく。

参 考 文 献

1）特開 2012-11762
2）森　勝，西森昭人，兵庫県立工業技術センター研究報告書，20，78 (2011)

（問合せ先　松本　誠）

〔経常研究〕

46　撥水加工した革の特性評価

森　　勝，西森昭人

1　目　　的

これまでの研究で、硝化綿ラッカー仕上げした革はプラズマ処理した後、トリフルオロプロピルトリメトキシシラン（TFS）を塗布することにより、撥水性を付与できることがわかった。しかし、製品に応用する場合、耐久性が必要である。また、各種仕上げの内、カゼイン仕上げは耐水性があまり良くないといわれている。

そこで、本研究では硝化綿ラッカーおよびカゼイン仕上げ革に各種条件で撥水加工を行い、耐久性の評価として染色摩擦堅ろう度との関係を調べた。

2　実験方法

試料として硝化綿ラッカー仕上げおよびカゼイン仕上げの2種類の革を使用した。シランは信越化学工業(株)製TFSを用いた。プラズマ処理は、既報[1)]と同じ装置を用いた。プラズマガスは酸素を用い、流量20ml/min、チャンバー内圧力20Pa、所定の電力で５分間照射した。その後、試料にTFSを塗布し、100℃で2時間加熱した。撥水性の評価は水の接触角で行った。染色摩擦堅ろう度試験はJIS K 6547で行った。

3　結果と考察

硝化綿ラッカー仕上げ革に所定の電力で酸素プラズマ処理を行った後、TFS を塗布し、100℃で加熱した試料の染色摩擦堅ろう度（湿潤）および水の接触角を表１に示す。プラズマ電力 150W の時、接触角は 139° であったが、染色摩擦堅ろう度は未処理の時より低くなり、摩擦後の接触角も 98° まで低下した。これは、プラズマ処理によって塗膜表面が弱くなったことを示している。それに比較して 100W では、染色堅ろう度は少し低下したが、摩擦後の接触角はあまり低下しなかった。50W では接触角の増加が少なく、30W では接触角は未処理とほとんど同じであった。

そこで、カゼイン仕上げ革に対して 100W でプラズマ処理後、TFS 処理を行った。結果を表２および表３に示す。未処理のままでは、湿潤試験の変退色、汚染および乾燥試験の変退色は４－５級で高いが、湿潤試験の汚染が 2 級と低い。また、接触角も湿潤試験前は 97° から試験後は 52° に低下しており、耐水性が悪いことがわかる。TFS 処理を行うと湿潤試験の汚染が３－４級に改善され、試験後の接触角も 66° に増加した。プラズマ処理後、TFS 処理を行うと、湿潤試験の汚染は３級で、試験後の接触角は 70° であり、未処理に比べて増加した。しかし、摩擦前の 108° からは低下している。他方、乾燥試験の染色摩擦堅ろう度は未処理と同じであるが、接触角は増加し、摩擦後も変化が無く、耐久性が向上した。

表１　硝化綿ラッカー仕上げ革のプラズマ処理電力と染色摩擦堅ろう度（湿潤）および水の接触角への影響

プラズマ電力(W)	染色摩擦堅ろう度(湿潤)		接触角(°)	
	変退色	汚染	摩擦前	摩擦後
未処理	4-5	4-5	96	80
150	4	3-4	139	98
100	4	4	122	106
50	4-5	4	103	98
30	4-5	4-5	101	97

表２　カゼイン仕上げ革の表面処理と染色摩擦堅ろう度（湿潤）および水の接触角への影響

	染色摩擦堅ろう度(湿潤)		接触角(°)	
	変退色	汚染	摩擦前	摩擦後
未処理	4-5	2	97	52
TFS	4-5	3-4	85	66
プラズマ＋TFS	4-5	3	108	70

表３　カゼイン仕上げ革の表面処理と染色摩擦堅ろう度（乾燥）および水の接触角への影響

	染色摩擦堅ろう度(乾燥)		接触角(°)	
	変退色	汚染	摩擦前	摩擦後
未処理	4-5	4-5	97	70
TFS	4-5	4	85	81
プラズマ＋TFS	4-5	4-5	108	107

4　結　　論

硝化綿ラッカー仕上げ革はプラズマ処理後、TFS 処理を行うと接触角は増加した。しかし、電力が高すぎるとプラズマ処理により仕上げ表面の塗膜が劣化したため、染色摩擦堅ろう度および接触角が低下した。他方、カゼイン仕上げ革ではプラズマ処理後、TFS 処理を行うと撥水性を付与でき、乾燥の摩擦には耐久性があるが、湿潤の摩擦には耐久性が低いことがわかった。

参考文献

1)　森　勝，西森昭人，兵庫県立工業技術センター研究報告書,20,78(2011)

（問合せ先　森　　勝）

〔経常研究〕

47　製品加工に適した革印刷技術

西森昭人，桑田　実

1　目　　的

製造業においては多品種小ロット製造が求められるようになり久しく、更に進んで最近では一点ものの時代へと変化している。革製品製造でも多品種小ロット製造に対応するため様々な手法がとられている。そのひとつとして、絵や模様を描くことがあるが、手書きなどの従来の方法ではコストと時間がかかり高価なものとなる。インクジェットプリンターによる印刷も行われているが、専用のプリンターを使用するので、製造コストは高くなる。昨年は、高価な専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の印刷を試みた[1)]。今回は、印刷後の仕上げ塗装方法を改善し革製品に適した印刷を目指した。

2　実験方法

2.1　革

リン酸またはタンニンで鞣された革を、約 1mm の厚さに漉いて使用した。

2.2　プリンター

最大厚さ 1.2mm までの用紙が印刷可能であるキヤノン製プリンターPIXUS Pro9000 Mark Ⅱを用いた。このプリンターのインクは染料系である。

2.3　印刷

革を単独でプリンターに通すと、送りがスムーズに行われずにゴムロールに巻き付く、あるいはノズルヘッドに接触するなどして印刷エラーとなるので、革表面のしわをよく伸ばしてから厚紙に両面テープで固定して印刷した。

2.4　表面塗装

印刷したインクの乾燥を待ち、各種塗料を薄く塗装した後に、平滑で強固な塗膜作成のため低温でアイロンを当てた。

2.5　染色摩擦堅ろう度

JIS K 6547 の染色摩擦堅ろう度試験に基づいて、湿潤状態で試験して評価した。

3　結果と考察

3.1　染色摩擦堅ろう度

昨年の試験で乾燥状態では良好であったので、今回は湿潤試験での評価を行った。それぞれの評価結果を、図１と２に示す。水性のウレタンでは、塗装時にインクが水分によって滲んでしまうので、染色摩擦堅ろう度は良

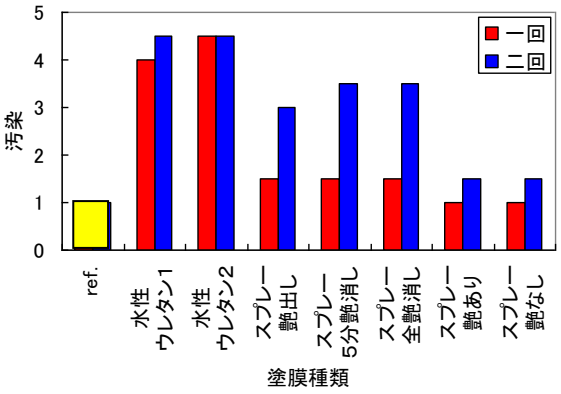


図１　リン酸鞣し革の染色摩擦堅ろう度試験結果

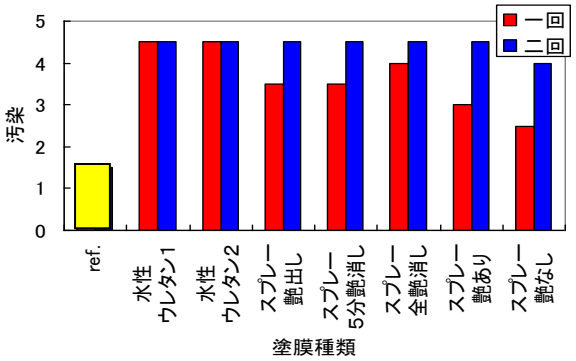


図２　タンニン鞣し革の染色摩擦堅ろう度試験結果

いが、描画が汚れて実用的では無かった。溶剤系のスプレーでは、薄く２回繰り返し塗装することによって革表面の質感を損なうことなく染色摩擦堅ろう度を、１回塗りに比べて最大で２級向上し、特に艶消しのスプレーが良い仕上がりであった。革製品を試作した際にも、作業中に印刷が汚れることなく扱うことができた。

4　結　　論

パソコン用インクジェットプリンターを使用して、仕上げ塗装を工夫するにより革製品製造に適した印刷加工をすることができた。

参 考 文 献

1）西森昭人，佐伯　靖，兵庫県立工業技術センター研究報告書（平成 23 年度），20, 79 (2011)

（問合せ先　西森昭人）

〔経常研究〕

48　天然染料を用いた皮革の染色技術の開発

松本　誠，原田　修，中川和治

1　目　　的

海外の安価な皮革が大量に輸入されるようになり、皮革の生産高は落ち続けているのが現状である。そこで、特徴のある高付加価値な皮革を製造する必要がある。

天然染料で染色（草木染め）できれば、自然に優しいイメージがあり、高付加価値で海外革との差別化がはかれる。しかし、現状では天然染料による皮革の染色は工業的な生産方法が確立されていない。

そこで、我々は天然染料を用いた皮革の工業的な染色技術の開発を目指す。

本研究では、天然染料の一つであるくちなし染料を用いて染色し、染色性および染色摩擦堅ろう度に及ぼす染料濃度の影響について検討を行った。

2　実験方法

2.1　くちなし染料による染色

小型ドラムを用いて、下記の処方でクロム鞣しを行ったクラストレザーを染色した。

①　前処理：
400%　水　60℃　　60 分回転（6 回転／分）
24%　硫酸カリウムアルミニウム・12 水和物
8%　塩化カリウム
②　水洗
③　染色：
400%　水　60℃　　180 分回転（6 回転／分）
所定濃度　くちなしブルー液(藍熊染料株式会社)
④　水洗

備考：添加量は革重量に対する割合

2.2　染色性評価

分光測色計 CM-600d（KONICA MINOLTA）を用いて、SCE 方式、光源：D_{65}、視野：10° で L*, a*, b*と未染色革との色差⊿E*ab（CIE1976（L*a*b*））を測定した。

2.3　染色摩擦堅ろう度測定

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

3　結果と考察

3.1　染色革の染色性評価

染料濃度が染色性に与える影響を表１に示す。染料濃度が上がるにつれて、L*、a*, b*の全てが下がり、青く濃く染色されていくのがわかる。しかし、全ての染色革で色むらが見られ、均染性に難があった。

表１　染色性に及ぼす染料濃度の影響

染料濃度	L*	a*	b*	⊿E*ab
20%	54.8	-5.3	5.0	23.1
40%	46.8	-8.6	-1.9	33.9
60%	43.2	-8.6	-2.9	36.9
80%	44.8	-9.8	-5.2	37.8
100%	41.4	-9.9	-6.1	40.6

3.2　染色革の染色摩擦堅ろう度

染料濃度が染色摩擦堅ろう度に与える影響を図１に示す。染料濃度 20%では全て 3 級以上と比較的良好な値であったが、これは十分染色されていないためと考えられる。染料濃度 60%以上では湿潤－汚染が 1-2 級であり等級が低かった。

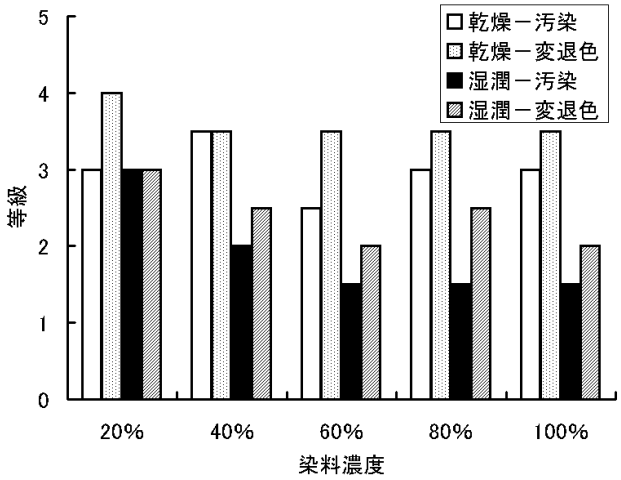


図１　染色摩擦堅ろう度に及ぼす染料濃度の影響

4　結　　論

くちなし染料を用いて、クロム革を青色に染色することは可能であったが、染色性、均染性、染色摩擦堅ろう度を改善する必要がある。今後、媒染剤、pH、染料の固着剤などの染色条件を検討していく。

（問合せ先　松本　誠）

〔重点領域研究〕

49　天然物を主剤とする凝集剤を用いた放射能汚染土壌の浄化に関する研究

井上守正，吉田和利，吉岡秀樹

1　目　　的

福島原発事故は広く全国に深刻な影響を及ぼしている。その中でも環境に放出された放射性物質による農地、路地野菜等の汚染事象は、早急に解決を図る必要のある重大な課題である。当センターでは平成 22 年度に、八紀産業(株)と共同研究を行い、同社が開発した天然物を主剤とする凝集剤を用いた排水処理技術について検討を重ねてきた。その中で、当該凝集剤の、水中のヨウ素、セシウム等を凝集、除去する性能が確認できた。

本研究では、この基礎技術を踏まえ福島県における汚染土壌で実証試験を実施することにより放射能汚染土壌の浄化への適用を検討した。

2　試験方法

試験は平成 23 年 5 月 18 日~20 日に実施した。協力企業（デリカフーズ(株)、北庄ウエーバー(株)）から紹介を受けた飯館村農家（福島県相馬郡飯館村）の圃場を試料土壌採取場所とした。

当該農地をラドラム社製 NaI シンチレーションサーベイメータ(以下 SC)およびアロカ社製ガイガーミューラーカウンター(以下 GM)を用いて線量測定を行い、線量の高い区域を選定した。選定した区域において 50cm ×50cm、深さ 5cm の土壌を採取し試験に供した。採取した試料土壌を協力企業（八幡鉱業(株)）の保養施設（福島県白河市棚橋）に移送した。同施設の井戸水原水の線量を SC を用いてバックグランドを測定し、洗浄用水として使用した。イオン交換による溶出を図るため、KCl120g を溶解した洗浄用水 20L に試料土壌 10kg を投入し、塊が無くなるまで(5 分程度）柄杓で激しく撹拌したのち上澄 2L を別容器に取り、凝集試料水とした。また洗浄前の試料土壌ならびに上澄を除去した後の洗浄土壌については 100ml 容器に回収し、核種毎の線量分析（外部委託）に供した。凝集試料水を八紀産業(株)製凝集剤 FROG（商品名）の所定法により凝集沈殿上澄液（処理液）を得、SC を用いて処理後の線量を測定した。また洗浄濁水、上澄ならびに処理液については 100ml 容器に回収し、核種毎の線量分析に供した。

凝集剤 FROG を用いた凝集イメージを図１に、試料土壌採取場所選定風景、洗浄作業風景、凝集作業風景をそれぞれ図２、図３、図４に示す。



図１　凝集剤FROGを用いた凝集イメージ



図２　土壌採取場所選定風景



図３　洗浄作業風景

3　結果と考察

凝集試料水をFROGを用いて凝集処理を施す前後の線量測定結果を図５に示す。凝集試料水中には放射性ヨウ素（I）は検出されなかった。セシウム（Cs）についてはCs134、Cs137がそれぞれ70%以上除去されていた。以上の

ことから、汚染された水中の放射性セシウムがFROGによって凝集できることが確認できた。



図４　凝集作業風景

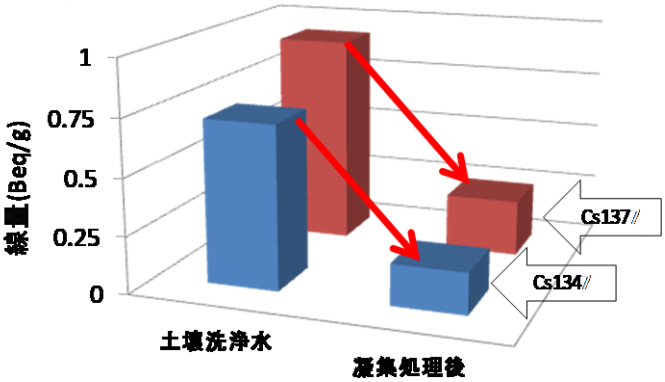


図５　土壌洗浄廃水　凝集処理前後の線量比較

これは非放射性物質を用いたモデル実験で確認した、FROGが溶解したセシウムを凝集除去するという結果と合致する。

次に汚染土壌の洗浄前後の線量測定結果を図６に示す。

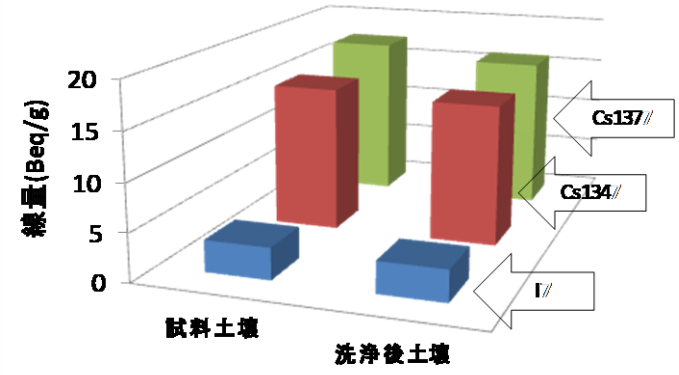


図６　土壌の洗浄前後の線量比較

土壌にはヨウ素が 0.3Beq/g 程度検出された。洗浄前後で土壌の放射線量に有意な変化は見られなかった。以上のことから塩類を溶解した水を用いて撹拌するという洗浄方法では、土壌中の放射性物質は溶出しないことが確認された。以上の結果から、土壌から水中に溶出させた放射性成分の凝集、除去が可能であることが確認できた。

今後の課題として次の点があげられる。凝集剤FROGを用いた汚染土壌の除染は、①土壌の洗浄技術（土壌中から水中への放射性成分の溶出）、②回収した放射性成分を含むスラッジの処理技術、③洗浄した土壌の農地としての再生技術が上げられる。

今回の実験では①については条件が不適であることが分かり、条件の最適化について継続検討する必要があることが分かった。②、③については今回検討していないが国、関係団体等に働きかける必要がある。

4　まとめ

八紀産業(株)との共同研究で開発した水中のヨウ素、セシウム等を凝集、除去する技術を踏まえ、福島県における放射能汚染土壌の浄化実証試験を実施した。その結果、①洗浄濁水中のセシウムの 70%が除去出来たが、②しかし土壌の線量は殆ど減少しなかった。

今回の実証試験の知見を踏まえ、各企業と共同で実証試験を実施してきた。

第 2 回実証試験
共同研究先：八紀産業(株)日程：平成 23 年 9 月 15 日~17 日
場所：郡山市開成山公園他
概要：洗浄、分級、凝集による除染試験を実施。汚染土壌 33kg(57ｋBq/kg 相当）→洗浄土壌 22kg(4.3kBq/kg 相当)。線量の 93%をスラッジとして回収できた。

第 3 回実証試験（福島県除染実証試験採択事業）
共同研究先：川崎重工業(株)
日程：平成 24 年 1 月 9 日~13 日
場所：伊達市月舘運動場
概要：本システムを車載化するための基礎データを収集。

第 4 回実証試験
共同研究先：東洋建設(株)
日程：平成 24 年 3 月 1 日~2 日
場所：郡山市荒池公園
概要：池、湖沼の水、底質の除染に本システムを応用するための基礎データを収集。平成 24 年度環境省研究助成金に採択された。

以上の取組の結果、最新データでは土壌線量の90%以上が除去でき、最終放射性廃棄物は元土の1/10程度を実現している。現在この成果を踏まえ、八紀産業(株)は経済産業省の農商工連携等による被災地等復興支援事業に採択され、神戸大学、当センター、地元企業等と連携して事業を継続している。

（問合せ先　井上守正）

〔重点領域研究〕

50　ゼオライト等吸着剤による播州織染色排水の無色化に関する研究

佐伯　靖，瀬川芳孝，藤田浩行，有年雅敏

1　目　　的

播州織の染色排水の浄化に関しては、環境に優しく、安価な排水処理技術の開発が関連企業から要望されている。染色排水を浄化する場合、まず脱色するために活性炭を多く必要とするが、活性炭を多用するとコスト高になる。このため、活性炭とほぼ同様の脱色性能を有し、かつ安価な脱色剤を検討しなければならない。

本研究は、高価な活性炭に替わる脱色剤として、ゼオライトやシリカアルミナ系活性白土に着目して、脱色性能を評価するとともに、染色排水への適用の可能性について基礎検討を加えた。

2　実験方法

本研究では、活性炭に替わる脱色剤としてゼオライト並びにシリカアルミナ系活性白土を用いて脱色性能を調べた。

2．1　ゼオライトによる染色排水の吸着試験

天然ゼオライトおよび人工ゼオライト(シーキュラスCaタイプ：中部電力（株）製)をポリ塩化アルミニウム(PAC)＋ポリアクリルアミド(PAA)と併用して青色系および赤色系の染料排水を処理し、処理水の着色を目視および分光光度計(U-2000 Spectorophotometer：HITACHI製)で300-800nm間で吸光度を測定した。

2．2　$SiAl_2O_3$系活性白土による染色排水の吸着試験

酸性白土[ニッカナイトS-200]、活性白土強、フロナイト723[シリカアルミナ系排水処理剤]、[シリカアルミナ系合成ゲル](いずれも東新化成(株)製)をPAC＋PAAと併用して青色系および赤色系の染料排水を処理し、処理水の着色を目視および分光光度計で吸光度を測定した。

2．3　各種吸着剤による播州織染色排水への吸着試験

各吸着剤の活性炭(S-W50：二村化学（株）製)、人工ゼオライト、活性白土強、フロナイト723とPAC＋PAAと併用して播州織染色排水の処理実験を行った。排水処理水の着色を目視および分光光度計で吸光度の測定を行い、排水処理水の化学的酸素要求量(COD)の測定を行った。

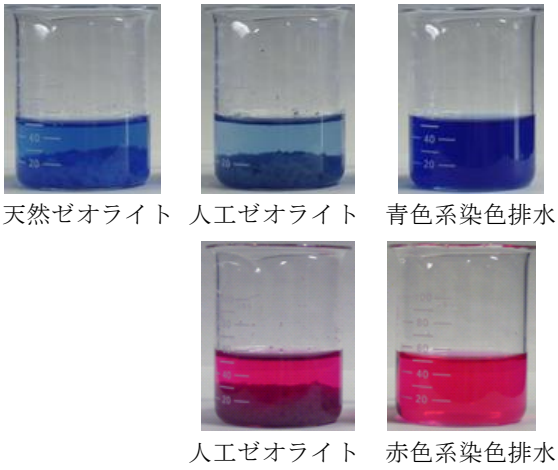
3　結果と考察

3．1　ゼオライトによる染色排水の吸着性能

染料は三原色(シアン、マゼンタ、イエロー)の組み合わせにより調色されているため、三原色中で目立つと思われる青色系と赤色系の染色排水について試験を行った。ゼオライトとPAC＋PAAと併用して処理した染色排水の吸着性は表１および図１の処理水の吸光度に示すように青色系染色排水の場合は、人工ゼオライトでは吸着性は良好であるが、赤色系染色排水の場合は吸着性が低いことが明らかになった。これは反応染色の色素母体の差異に起因していると考えられる。すなわち青色系のアントラキノン系より赤色系H酸アゾ系の色素母体分子が長いため、凝集体に取込まれにくかったためではないかと考えられる。

表１　染色排水のゼオライト処理水の吸光度

吸光波長	538nm	596nm
天然ゼオライト300mg＋PAC＋PAA	－	0.225
人工ゼオライト300mg＋PAC＋PAA	－	0.082
青色系染色排水(50ml)	－	0.828
人工ゼオライト300mg＋PAC＋PAA	0.608	－
赤色系染色排水(50ml)	0.713	－



天然ゼオライト　人工ゼオライト　青色系染色排水

人工ゼオライト　赤色系染色排水

図１　ゼオライトによる青色および赤色の染色排水の吸着実験結果

3．2　各種活性白土による反応染色排水の吸着性能

各種活性白土とPAC＋PAAと併用して処理した染色排水の吸着実験の結果、表２および図２に示すように活性白土強、フロナイト723[シリカアルミナ系]が青色系染色排水に高い吸着性を示した。一方、赤色系染色排水の場合は、ゼオライト吸着剤と同様に吸着性が低下した。活性炭と異なり、活性白土等は反応染料排水の単独処理での吸着は低かったため、PAC等の凝集効果を補強しフロックの形成を促進して、その結果染料排水を凝集体に取込み易くしているものと考えられる。

表２　染色排水の活性白土処理水の吸光度

吸光波長	540nm	597nm
酸性白土　300mg+PAC+PAA	―	0.184
活性白土強　50mg+PAC+PAA	―	0.045
フロナイト723　50mg+PAC+PAA	―	0.041
ニッカゲルS　300mg+PAC+PAA	―	0.171
青色系染色排水(50ml)	―	0.559
活性白土強　100mg+PAC+PAA	0.704	―
フロナイト723 100mg+PAC+PAA	0.618	―
活性炭S-W50　50mg+PAC+PAA	0.000	―
赤色系染色排水(50ml)	0.767	―

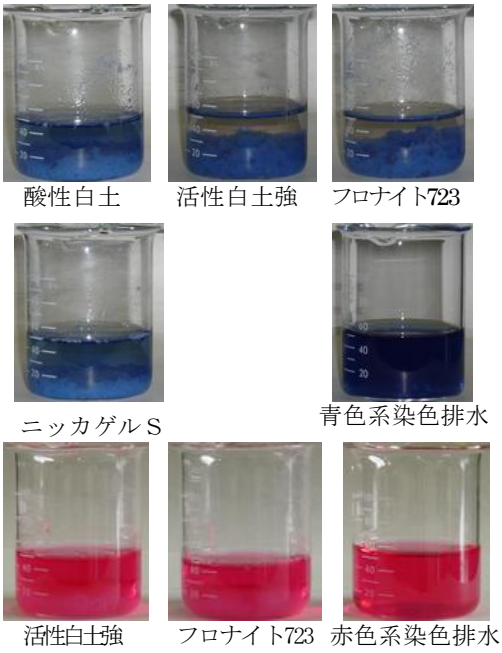


図２　活性白土による青色および赤色の染色排水の吸着実験結果

３．３　各種吸着剤による播州織染色排水の吸着性能

表３および図３に示すとおり播州織染色排水の吸着性は活性炭とPAC＋PAAとの併用処理が最も高い。排水１m^3当たり活性炭の使用量は１kgの計算となった。処理費用の中でこの活性炭が最もコスト高になると考えられる。排水処理コストを抑えるために、染色排水の処理剤として、人工ゼオライトや活性白土等とPAC＋PAAとの併用処理を検討した結果、処理水の着色度は減少するが、赤みがかった着色が残り、良好な脱色は得られなかった。

そこで、着色を減少させるため、使用量を半減した活性炭と人工ゼオライトや活性白土等とPAC＋PAAと併用して処理を検討した結果、処理水のかなりの着色の低減が可能になることが明らかになった。また、この処理水のCODは染色排水処理場での従来処理(36.2mg/ℓ)と比べるとほぼ２倍であるため、今後CODを削減するために、最近排水処理剤として利用が検討されている天然粘性物質等の処理技術の利用が必要になると考えられる。

表３　播州織染色排水の各処理水の吸光度

吸光波長	540nm	590nm
染色排水	0.313	0.313
活性炭 S-W50 (500mg)	0.000	0.004
活性炭(200mg)＋人工ゼオライト(300mg)	0.029	0.031
活性炭(200mg)＋活性白土強(300mg)	0.022	0.024
活性炭(200mg)＋フロナイト723(300mg)	0.006	0.010
人工ゼオライト(300mg)	0.071	0.062
活性白土強(300mg)	0.069	0.061
フロナイト723(300mg)	0.070	0.063

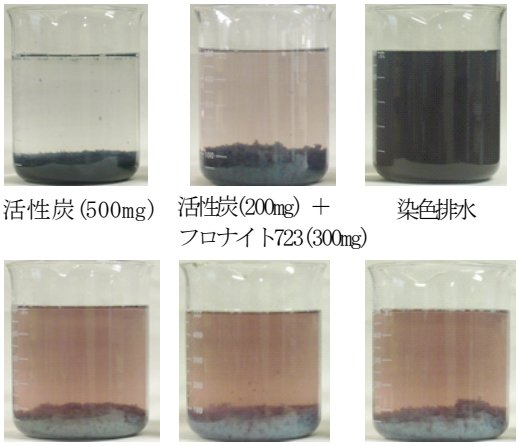


図３　播州織染色排水の吸着剤による処理実験結果

表４　播州織染色排水の各処理水の COD

染色排水(500ml)に対する処理剤の量(mg)					COD (mg/ℓ)
活性炭 S-W50	人工ゼオライト	活性白土強	フロナイト723	PAC (ml)	
500	―	―	―	2	49.0
200	300	―	―	2	68.3
200	―	300	―	2	64.7
200	―	―	300	2	61.1
―	300	―	―	2	122.6
―	―	300	―	2	113.6
―	―	―	300	2	120.6
―	―	―	―	2	107.5
播州織染色排水					245.2

４　結　　論

人工ゼオライトや活性白土等に活性炭を併用した色素吸着剤と凝集剤で播州織染色排水を処理した結果、染色処理水の着色を低減できることが明らかになった。本実験範囲内では、CODが従来処理水に比べ、まだ高いため、天然粘性物質によるCOD削減効果について今後検討を進めることが必要である。

（問合せ先 佐伯　靖）

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21号

（平成２４年版）

平成２４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

２４産Ⓣ１－００６Ａ４